[技術報告]

アルミニウム圧延加工製品の表面仕上がり度の定量的解析 (第2報) 原子間力顕微鏡による三次元的解析

佐藤 克行^{†1)*}, 柴田 潤一^{†1)}, 小高 義輝^{†2)}

^{†1)} 日本石油(株)中央技術研究所, 231-0815 横浜市中区千鳥町 8

^{†2)} サン・アルミニウム工業(株), 263-0004 千葉市稲毛区六方町 260

(平成 10 年 6 月 26 日受理)

原子間力顕微鏡による三次元の定量的解析法に着目し、圧延速度あるいは圧延油粘度がオイルピットの深さに及ぼす影響の定量的解析を試みた。オイルピットの深さは圧延速度および圧延油粘度の増加に伴い直線的に増加することを明らかにした。また、低速圧延あるいは低粘度油を使用した場合、マイクロプール現象によりオイルピットは減少、消失する。これに対し、高速圧延あるいは高粘度油を使用した圧延の場合、新たにオイルピットが生成する。

さらに、実機圧延品において、わずかな粘度差にもかかわらず、オイルピットの深さが顕著に異なっており、圧延油の流動性がオイルピットの生成に関与しているものと推察された。

1. はじめに

前報¹⁾において、主として走査電子顕微鏡による二次元の定量的解析法で、アルミニウムはくの光沢性を低下させる主要因子はオイルピットであること、またオイルピットの存在量は圧延速度および圧延油粘度に依存することを定量的に明らかにした。しかしながら、走査電子顕微鏡では表面欠陥因子の深さ方向の状態を明らかにできなかったため、垂直分解能が走査電子顕微鏡に比べ 1000 倍程度あるといわれている原子間力顕微鏡 (AFM: Atomic Force Microscope)^{2),3)}に着目した。本報では、原子間力顕微鏡による三次元の定量的解析法を用い、圧延速度あるいは圧延油粘度がオイルピットの深さに及ぼす影響の定量的解析法を試みた結果について報告する。

2. 実験

試料は試験圧延機および実機圧延機で圧延したアルミニウムはくを使用した。

試験圧延は厚さ 0.1 mm の原料シート (はく地材 JIS 1N30H18) を、圧延速度 50, 100, 150, 200 m/min (圧下率 45%, ワークロール 204 mmφ, ロール粗度 (Ra) 0.18 μm) で行った。圧延油は実機油粘度に近い動粘度 (40℃) が 2 mm²/s の試製油、さらにオイルピットが生成しやすい条件として、極端に粘度を上げた動粘度 (40℃) が 10, 20, 30 mm²/s の試製油を、また油性剤として工業用ラウリルアルコール (1.5%) およびラウリン酸 (0.5%) を添加した。

実機圧延は厚さ 15 μm の原料シートを 2 枚合わせ、圧延速度 100, 300, 500 m/min (圧下率 20~50%, ワークロール 186 mmφ, ロール粗度 (Ra) 0.02 μm) で圧延した⁴⁾。圧延油は動粘度 (40℃) が 1.21 mm²/s の低粘度油 (パラフィン系鉱油) お

よび動粘度 (40℃) が 1.76 mm²/s の高粘度油 (パラフィン系鉱油) を用いた。

アルミニウムはく的光沢面について、原子間力顕微鏡でオイルピットの平均深さを JIS 法⁵⁾ で定められている 10 点平均粗さにより測定した。この 10 点平均粗さは、100 μm 角領域の原子間力顕微鏡像を 25 μm 角のブロックに 16 等分し、各々のブロックごとに測定を行い、16 ブロックの平均値を算出し、オイルピットの平均深さとした。

○: oil pits. ×: minute depressions accompanied by squarish particles, RD: rolling direction.

Fig. 1 AFM Image of Aluminum Foil

* 連絡先

^{†1)} (現在) 日石三菱(株)中央技術研究所, 231-0815 横浜市中区千鳥町 8

Fig. 2 AFM Images of Aluminum Foil Rolled at Various Rolling Speed (rolling oil viscosity (40°C): 30 mm²/s)

Fig. 4 AFM Images of Aluminum Foil Rolled with Rolling Oils Various Viscosities (rolling speed: 50 m/min)

Fig. 3 Average Depth of Oil Pits

3. 結果と考察

3.1. アルミニウムはく光沢面の三次元構造

アルミニウムはく光沢面を原子間力顕微鏡で測定した結果、Fig. 1 に示すように、オイルピット、鉄系粒子に付随する微小くぼみおよび加工傷の生成状況を明確にとらえることができた。すなわち、加工傷は深さおよび幅とも 0.1 μm 程度で圧延方向に対し平行に多数生成していることが明瞭に観測され、オイルピット (○印) については圧延方向 (RD) に対し横長のくぼみとして数多く存在している。また、鉄系粒子に付随する微小くぼみ (×印) については、圧延方向に対し平行にやや縦長のくぼみとして点在していることを明確にとらえることができた。なお、オイルピットおよび微小くぼみの違いについては、前述のように両者の形態の違いから明瞭に区別可能である。

3.2. 圧延速度のオイルピットへの影響

圧延油粘度 30 mm²/s について、圧延速度を変えたときに得られたアルミニウムはくの原子間力顕微鏡による観測結果を

Fig. 5 AFM Images of Aluminum Foil Rolled with Practical Mill

Fig. 2 に示す。50 m/min の場合より 100 m/min で圧延した場合の方がオイルピットが増加していることがわかり、150 m/min より 200 m/min とその傾向は続き、200 m/min 品ではもともと存在していた加工傷がほとんど見えないほど全面がオイルピットによる凹凸で覆われている。また、圧延速度の増加とともにオイルピットの深さは Fig. 3 (a) に示すように直線的に増加していることがわかった。

3.3. 圧延油粘度のオイルピットへの影響

圧延油粘度を変化させた場合の原子間力顕微鏡によるオイルピットの生成状況観測結果を Fig. 4 に示す。圧延油粘度 2 mm²/s ではオイルピットはわずかであるが、10 mm²/s では顕著に増加しており 20 mm²/s、30 mm²/s と増加するとオイルピットがさらに増大し、30 mm²/s の場合ではほとんど全面にオイルピットが生成している様子を明確にとらえることができた。これらの原子間力顕微鏡像をもとにオイルピットの平均深さを調べた結果、Fig. 3 (b) に示すように、圧延油粘度の増加とともにオイルピットの深さは直線的に増加していることがわかった。

3.4. 実機圧延品のオイルピットの生成挙動

実機圧延品のオイルピットについての原子間力顕微鏡像を

Fig. 6 Inverted AFM Images of Aluminum Foil Rolled with Practical Mill

Fig. 5 に示す。Fig. 5 から $1.21 \text{ mm}^2/\text{s}$ の低粘度油によるアルミニウムはくはオイルピットの生成が少ないのに対し、 $1.76 \text{ mm}^2/\text{s}$ の高粘度油の場合は同一条件で圧延したにもかかわらずオイルピットの生成が多くなっていることがわかった。Fig. 5 では深さの違いが明瞭ではないので、凹凸を反転して比較した。その結果、Fig. 6 に示すように高粘度品は低粘度品に比べ明らかにオイルピットが深くなっていることを明瞭にとらえることができた。実機圧延品の場合の両者の差は、試験圧延機で得られた圧延油粘度との相関 (Fig. 3 (b)) から推定される差

より著しく大きい。この場合の低粘度品は圧延時の高压下における流動性がさらに優れていることの可能性が考えられる。

4. ま と め

- 1) オイルピット、鉄系粒子に付随する微小くぼみおよび加工傷の生成状況を原子間力顕微鏡により、三次元構造として明確にとらえることができた。
- 2) オイルピットの深さは圧延油粘度および圧延速度の増加に伴い、直線的に増加することを明らかにした。
- 3) 実機圧延品において、わずかな粘度差にもかかわらず、オイルピットの深さが顕著に異なっており、圧延油の流動性がオイルピットの生成に関与しているものと推察された。

References

- 1) Sato, K., Shibata, J., Odaka, Y., *Sekiyu Gakkaishi*, **42**, (2), 120 (1999).
- 2) Binning, G., Guate, C. F., Gerber, Ch., *Phys. Rev. Lett.*, **56**, 930 (1986).
- 3) Morita, S. J., *Jpn. Inst. Metals*, **29**, (5), 349 (1990).
- 4) Ogura, S. et. al., No. 44 Soseikakou Renngou Kouennkai, Sendai, 1993.
- 5) JIS B 0601.

Summary

Quantitative Analysis for Surface Features of Aluminum Rolling Products (Part 2) Three-dimensional Analysis by Atomic Force Microscope

Katsuyuki SATO^{†1), †3)*}, Jun-ichi SHIBATA^{†1), †3)}, and Yoshiteru ODAKA^{†2)}

^{†1)} Central Technical Research Laboratory, Nippon Oil Co., Ltd., 8 Chidori-cho, Naka-ku, Yokohama 231-0815

^{†2)} Sun Aluminum Industries Co., Ltd., 260 Roppo-cho, Inage-ku, Chiba 263-0004

^{†3)} (Present) Central Technical Research Laboratory, Nippon Mitsubishi Oil Corp., 8 Chidori-cho, Naka-ku, Yokohama 231-0815

The influence of rolling speed and rolling oil viscosity on the depth of oil pits was three-dimensionally and quantitatively analyzed using an atomic force microscope. The depth of the oil pits increased linearly relative to the rolling speed and the rolling oil viscosity. Rolled at a slow speed or with a low-viscosity oil, micropools make the oil pits decrease or even disappear almost completely. Meanwhile rolled at a

high rolling speed or with a high-viscosity oil, the pits became deeper or new oil pits generated. In the case of commercial products, the depth of the oil pits varied greatly with a very small increase or decrease in the oil viscosity. This suggests that the generation of oil pits might be involved with the fluidity of the rolling oil.

Keywords

Atomic force microscope, Paraffin, Aluminum foil, Oil pit, Rolling oil, Surface analysis