

# 延伸抑制圧延法と材料開発への応用

宇都宮 裕・斎藤 好弘／大阪大学工学部

## はじめに

著者らは、サテライトミル<sup>1)</sup>と称する新形式の小型連続圧延機を開発している。この圧延機は材料の長手方向の伸びすなわち延伸が著しく抑制され、横断面内のメタルフローが促進されることを特長とする。したがって特異な性能や機能を有する材料の製造が可能である。例えば板厚段差の大きな異形断面条の成形、連続的な拡幅圧延やそれによる面内異方性の制御、粉末材料の圧密化、難加工性材料の成形などへの応用が考えられる。

本稿ではサテライトミル圧延の原理と異形断面条の成形及び平条の拡幅圧延への適用結果について紹介する。

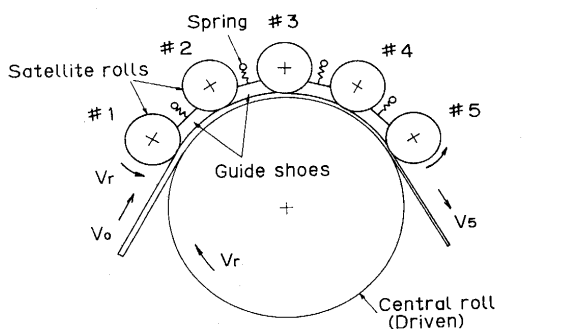
## サテライトミル

サテライトミルの概略図をFig. 1に示す。この圧延機は1本の大径ワークロール（中心ロール）とその外周上に配置された5本の小径ワークロール（衛星ロール）から構成される。材料は中心ロールと衛星ロールの間で5段の連続圧延を受ける。通常、各段で材料は延伸を生じるので、下流のロールほど高速で回転させることによって安定な圧延が行われる。しかしながらサテライトミルでは、全てのロールを同じ周速で駆動する。このような圧延を実現するため、材料はガイドシューとサイドガイドによって案内され

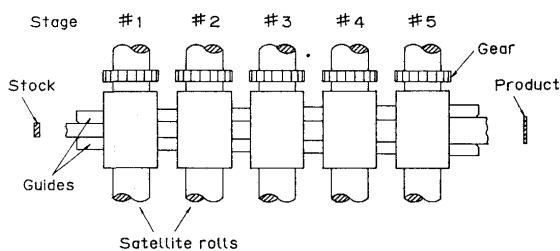
る。その結果、材料には長手方向の圧縮力が発生し、延伸が抑制される。

## 異形断面条の圧延

異形断面条とは板幅方向に板厚段差を有する幅の狭い板で、電子機器用の素材などに需要が増加している。異形断面条を平条から成形することは、圧下率が板幅方向に分布しているため、薄肉部に過剰伸びによる座屈波が発生し易く困難である。そこでサテライトミルの適用を検討した<sup>2)</sup>。目標形状は板厚比（厚肉部板厚/薄肉部板厚）が3のT形とした。用いた衛星ロール孔型をFig. 2に示す。厚さ2.30mm、幅36mmのアルミニウム平条は、1段目で2本の溝が加工され、下流段に行くにしたがって溝幅が広げられ、最終段で板の両端に残った厚肉部が圧化されてT形の横断面形状となる。素材及びサテライトミル圧延の各段通過後の横断面を通常圧延（同じロールによる多パス孔型圧延）と比較してFig. 3に示す。サテライトミル圧延では孔型隅部への充満性が良く、製品は孔型に完全に充満している。一方、通常圧延では孔型隅部および厚肉部に欠肉を生じている。延伸率は、サテライトミル圧延では29%、通常圧延では38%であった。サテライトミル圧延では延伸が抑制されるため、孔型への充満性が優れ、効率的に異形材を成形で



(a) Front view



(b) Plan view

Fig. 1. Basic layout of rolls in the satellite mill.

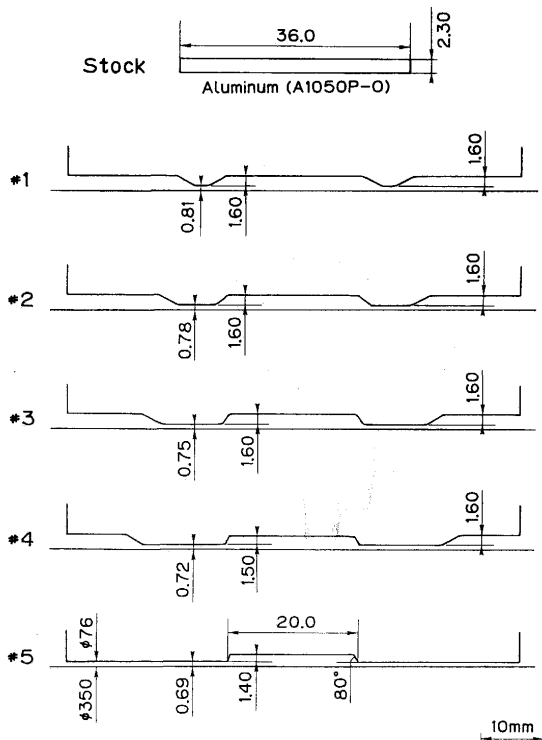


Fig. 2. Roll passes used.

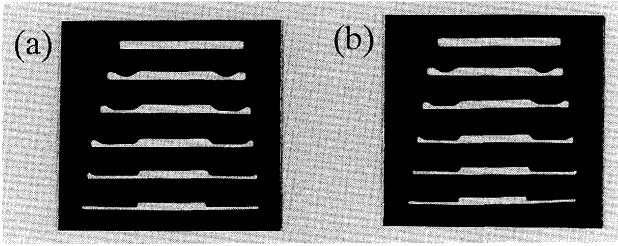


Fig. 3. Successive changes in cross sections.  
(a) satellite-mill rolling  
(b) conventional rolling

きることが明らかとなった。

### 平条の拡幅圧延

圧延加工によって連続的に材料の板幅を広げる拡幅圧延法は、幅集約化や多品種生産の点で注目されている。そこでFig. 4に示すロール孔型を用いて、平条の幅中央から薄肉部の幅を徐々に広げ拡幅する方法を提案した<sup>3)</sup>。この方法で、厚さ1.90mm、板幅20.0mmのアルミニウム条を50%圧延した場合の幅広がり率は53%であり、大きな拡幅効果があることが明らかとなった。

拡幅圧延された板は、通常の板とは異なる集合組織を有すると考えられる。そこでアルミニウム(A1050)とAl-Mg系合金(A5052)の2種類を用いて集合組織に及ぼす幅広がりひずみの影響を調べた<sup>4)</sup>。3種類の圧延方法(A, B, C)を適用して圧下率65%まで圧延し、幅広がり率の異なる圧延板を得た。圧延Aでは、サテライトミル圧延1パスと通常平圧延1パスによって62%拡幅した。圧延Bでは通常孔型圧延5パスと通常平圧延1パスによって29%拡幅した。圧延Cでは通常平圧延6パスを行った。幅広がり率は

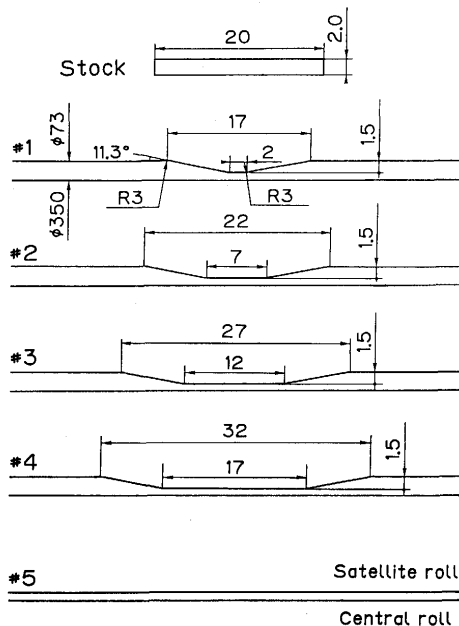


Fig. 4. Roll passes used.

	Rolling A	Rolling B	Rolling C
A1050			
Strain ratio	0.82	0.28	0.02
A5052			
Strain ratio	0.90	0.39	0.03

Fig. 5. Earing of cups deep drawn from annealed strips.

2%であった。それぞれの圧延板と593Kで14.4ks焼鈍した焼鈍板について集合組織を調べた。

通常平圧延材(圧延C)の集合組織は、{124} <112>で表されるS方位を主成分とする典型的な純金属型の圧延集合組織を示した。幅広がり率の増加とともに、集合組織は<110>/NDの繊維集合組織すなわち圧縮集合組織に近づくことが明らかとなった。通常圧延材(圧延C)の再結晶集合組織は、{100} <001>で表される立方体方位と圧延集合組織の残留した方位であるR方位を主成分とする再結晶集合組織を示した。幅広がり率の増加とともに再結晶集合組織は、立方体方位が減少し、圧延集合組織の残留成分が主成分となることが明らかとなった。そこで面内異方性の程度を見るため、焼鈍板の円筒深絞り試験を行い、耳の発生状況を調べた。カップの外観をFig. 5に示す。なお素板の圧延方向は紙面に垂直である。またひずみ比(幅広がりひずみ/延伸ひずみ)を図中に示した。アルミニウム(A1050)は圧延方向と板幅方向の耳、すなわち0-90°耳が発生しており、その耳の高さは幅広がり率の増加とともに減少している。これは幅広がり率の増加とともに焼鈍板の立方体方位が減少することに対応している。Al-Mg系合金(A5052)においても、耳の発生は顕著ではないが、幅広がり率とともに減少する傾向が見られる。

以上のことから延伸の抑制すなわち幅広がり促進によって面内異方性の低減が可能であることが明らかとなった。

### おわりに

サテライトミルでは全ロールが同周速で駆動されることに起因して、材料の延伸が抑制され、横断面内のメタルフローが促進される。その結果、異形材の効率的な成形や平条の連続的な拡幅圧延、面内異方性の低減が可能であることを示した。また銀シース酸化物超伝導体においては臨界電流密度 $J_c$ が向上することも明らかにしている<sup>5)</sup>。圧延の延伸の抑制による材料の開発や高機能化は、研究の途につ

いたばかりであり、その応用分野は今後も拡大するものと考えられる。

## 文 献

- 1) 斎藤好弘, 渡辺俊成, 宇都宮裕: 塑性と加工, 33 (1992), p.567
- 2) 斎藤好弘, 宇都宮裕, 林 孝雄, 森田耕成: 平成4年度塑性加工

- 春季講演会論文集, (1992), p.343
- 3) 斎藤好弘, 宇都宮裕, 森田耕成, 林 孝雄: 平成3年度塑性加工春季講演会論文集, (1991), p.607
- 4) 斎藤好弘, 宇都宮裕, 森田耕成, 左海哲夫: 第44回塑性加工連合講演会論文集, (1993), p.131
- 5) 宇都宮裕, 左海哲夫, 斎藤好弘, 檜垣 研, 日方 威, 佐藤謙一: 日本金属学会誌, 58 (1994), p.691

(平成6年8月23日受付)

# 液相還元法による金属超微粒子の酸化物微粒子表面への 選択的析出とその触媒材料への応用\*

村松 淳司 東北大学素材工学研究所

## 緒言

単分散微粒子(サイズ, 形状, 構造, 組成が均一な微粒子系)はそれだけで機能性素材となりうるが, 触媒, センサーなど表面の性状に左右される機能素子として使用するためには表面の制御が不可欠である。表面の制御は単分散微粒子の表面にバルクとは異なる化学種を固定化することにより実現可能であり, 実際工業触媒では化学的に安定で安価な酸化物粗粒子上に触媒活性な金属を担持する方法がとられている。しかしながら, 単分散微粒子の表面の制御研究は進んでいない。

金属超微粒子はその表面活性が極めて高いために, 融着や凝結などが起こり, 本来の超微粒子の状態で存在することはほとんどない。例えば, 触媒材料に金属超微粒子を応用しようとしても, 触媒反応中粒子が凝結したりしてより大きな粒子に成長すると表面積は減少し, また触媒活性な部分であるキンクが消失することにより全体の活性は減少して, 触媒活性を失ってしまうことが多い。このことが金属超微粒子を触媒材料に工業的に応用できない理由である。しかしながら, 粒径, 形状, 構造, 組成が均一ないわゆる単分散微粒子に担持させることにより失活の問題は回避できる。

従って, 本研究では単分散粒子表面の修飾法として表面にバルクとは異なる超微粒子を析出させる方法を用いて, 単分散粒子表面の精密制御法の開発を目的とした。より具体的には単分散ヘマタイト微粒子を調製し, 2-Propanol中に粒子を分散させ, 共存させたNiイオンを水素化ホウ素ナトリウムにより液相還元させてヘマタイト表面に選択的にNi金属超微粒子を析出させる方法を用いた。

## 結果と考察

水溶液中で異なる形状(スピンドル, 疑似立方体型, 球

形, 六角盤状)を持つヘマタイト粒子をそれぞれ調製し, 洗浄乾燥後2-Propanol中に分散させ(還元後のヘマタイト濃度 $=1.25 \times 10^{-2}$  mol/l), NiアセチルアセトネートをNi/Feモル比が1/20になるように溶かし込んだ。これに別に用意した $\text{NaBH}_4$ の2-Propanol溶液を加えて(このときのNi/ $\text{NaBH}_4 = 1/2$ モル比)Niを還元させ, ヘマタイト表面にはほぼ100%の収率で析出させることができた。Ni/Fe比を1/2までNiを多くするとNiはヘマタイト表面には担持されきれず, 溶液中にフリーで存在するようになった。また, 担持されたNi金属超微粒子はX線回折などの結果から非晶質であることがわかった。また,  $\text{NaBH}_4$ で還元を行うと無電解めっきで見られるようにBが多量にNi粒子中に取り込まれることが報告されているが, 本研究で得られた粒子には仕込んだBの12%が存在することがわかった。

ヘマタイトの形状がNi超微粒子の粒径に与える効果も見出された。本研究で用いた単分散ヘマタイト粒子の中で, 単結晶であり平滑な表面を持つ六角盤状ヘマタイトでは主平面(ヘマタイト六方晶のc面)上に析出したNi金属超微粒子の平均粒径は約30nmであったのに対し, 単結晶でありながらやや粗い表面を持つスピンドル型粒子(長軸方向がc軸)に析出したNi金属超微粒子の粒径は5~10nm程度であった。他の粒子, 疑似立方体型(長い対角線がc軸,  $\{102\}$ 面で囲まれている)粒子はスピンドル型粒子と同様に粗い表面を有しているが, 析出したNi金属超微粒子の粒径はスピンドル型粒子とほぼ同じ範囲にあった。これは粗い表面では隣りあった金属超微粒子同士が接触・焼結しない一方, 平滑な表面に析出した超微粒子は隣の超微粒子と焼結し, 粒径が大きくなったものと考察している。実際, Ni金属超微粒子修飾六角盤状ヘマタイト粒子を触媒反応に用いた後ではさらなる粒径の増加が観察されたのに対し, 粗い表面を有するヘマタイト粒子上に析出したNi金属超微粒子は焼結することなく, 粒径は触媒反応前後で変化しなかった。

(平成6年6月30日受付)

\*平成3年度石原・浅田研究助成金交付に対する報告書