

冷間圧延油の経時変化評価試験機の開発

福本 茂樹*・松本 圭司*・後藤 邦夫*

Development of a Simulator for Degradation Behavior of Emulsion-type Coolant for Cold Rolling

Shigeki FUKUMOTO, Keishi MATSUMOTO and Kunio GOTO

Synopsis : In cold rolling, degradation of emulsion-type coolant is a crucial matter in terms of the stability of cold rolling operation or its running cost. Thus, the authors have newly developed a simulator that can investigate degradation of emulsion-type coolant. The simulator is equipped with a circulation system of the coolant, a heating system for inducing heating-degradation and a two-roller friction machine for inducing degradation due to active wear particles.

The results showed that mean diameter fluctuation of the coolant during a degradation simulation test showed good correlation with that in an actual mill, thus indicating that the simulator can simulate the degradation of coolant in an actual mill. The results also revealed that the emulsifier type of coolant strongly affects degradation behavior.

Key words : emulsion; cold rolling; testing machine; degradation.

1. 緒言

薄板の冷間圧延には冷却能力に優れ高速圧延に適しているO/W型エマルジョン圧延油が一般的に用いられている。この圧延油は生産現場に応じた潤滑性や清浄性等様々な要求性能¹⁾の他に、操業安定性を長期間にわたって維持する経時的に安定した乳化性が要求される。潤滑性や清浄性等の諸性能を評価するための試験機が種々検討されている²⁻⁴⁾。圧延油の経時変化に関しては、これまで四球試験機に圧延油循環系を備えた簡易的な方法⁵⁾や圧延油を循環させながらすべり圧延をさせて、実際の圧延環境に近い状況とした試験方法⁶⁾等が提案されている。

しかしながら、これらの方法を用いた試験においては、活性摩耗粉量が実機に比べて少なく、また試験時の加工発熱量も少ないことから依然として実機を評価できていないと考えられる。

そこで本研究では活性摩耗粉がエマルジョン圧延油の経時変化の主要因と推定し、その発生量を実機と同レベルとするために二円筒ロールのすべり摩擦により摩耗粉を発生させ、圧延油を循環させる試験機を開発した⁷⁻⁹⁾。

本論文ではその評価試験機の概要を述べ、それを用いた実機圧延油の劣化の再現試験から本試験機の妥当性を検証すると共に、経時劣化に及ぼす乳化剤の影響を検討した。

2. エマルジョン圧延油の経時劣化性評価試験機

2.1 エマルジョン圧延油の経時劣化因子

エマルジョン圧延油の経時劣化を乳化の崩れと考えるとその要因は、(1) 圧延ロール間隙で圧延材料界面が塑性変形する過程で発生する摩耗粉の油滴表面への吸着、(2) 塑性変形時の加工発熱による圧延油組成の分解、(3) 作動油等の異種油の混入により乳化が不安定になること、等が考えられる。従って、劣化の評価試験機としてはこれらが考慮されたものであることが要求される。

そこで本試験機では具体的に以下の点を合わせ込むように考慮した。

- (A) 発生摩耗粉の形態・量。
- (B) ロールおよび圧延材の材質。
- (C) 圧延油温度履歴。
- (D) 「クーラントタンク→ポンプ→ノズル→クーラントタンク」の圧延油循環方式の採用。

2.2 評価試験機の試作

試作した評価試験機は基本的に活性摩耗粉を発生させる二円筒ロールとクーラントタンク、および圧延油をメイクアップする攪拌機と循環系統から構成される。評価試験機の概略をFig. 1に示す。

その特徴はロールおよび圧延材質の組合せの二円筒ロールをすべり摩擦させることにより活性な摩耗粉を発生させることと、その温度やエマルジョン圧延油温度を上げるこ

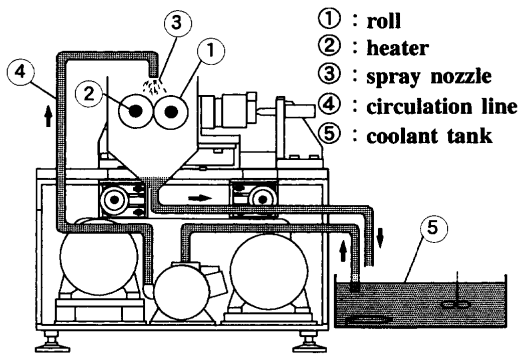


Fig. 1. Schematic diagram of the simulator.

とができることである。

ロール①の回転数はそれぞれ独立して最高200rpmまで設定でき、異周速とすることですべり摩擦を与え、活性摩耗粉を効率よく発生させることができる。ロール寸法は直径100mm、厚み20mmであり容易に脱着可能な構造とした。また、ロール端面には2mmのテーパ加工を施し、発生摩耗粉量を目視判定できるようにした。ロール温度は実機圧延時のロールバイト温度を再現させるため、軸部に挿入したヒーター②により最高200°Cまで昇温可能である。荷重はロール間に最高13.7kNまで負荷することができる。クーラントタンク⑤の有効容量は40lであり圧延油を95°Cまで昇温可能である。また、このタンクには浮上スカムを再乳化させるための小型攪拌機が装着されている。圧延油はタンクから配管系統④を経て、フラットノズル③を介してロール接触部に噴射される。その圧延油の循環量は最高10l/minである。押付荷重はロードセルから検出した出力を動歪み計を通し、ロール温度は軸部に挿入した熱電対からの出力をスリッピングを通してそれぞれレコーダーに記録した。

2.3 エマルション圧延油のメイクアップ条件の検討

一般的にエマルションは自然乳化でないことから、乳化のためには乳化・分散剤の添加や循環系内での機械的な攪拌が必要である。特に循環ポンプが最も強い攪拌力を持っており、ここで一定の粒子径に剪断されたエマルションは、圧延機を経由して再びクーラントタンクに戻るサイクルを繰り返される。

そこで循環ポンプによる剪断の影響を考慮するため、実機のエマルション循環比率（循環量/圧延油張込量=約1:15）を一致させた。具体的には40lの圧延油張込量に対して循環量を2.5l/minとした。

さらに攪拌条件については以下のように考えた。

一般に実験室と実機での乳化性を一致させるために、攪拌機の回転数とプロペラ翼の先端速度、およびエマルションの合一速度の積を一定にする方法¹⁰⁾が採用されている。すなわち、エマルションの合一速度が圧延油濃度に比例すると仮定するとその比から攪拌条件が決定される。実機攪

Table 1. Compositions of the coolant.

	A oil (wt%)	B oil (wt%)
Refinement tallow	80	—
Synthesis ester	10	90
Emulsifier	4	4
Others	6	6

Table 2. The schedule of a degradation simulation test.

Day	Friction	Spraying	Others
1 - 3	On	On	
4 - 6	Off	Off	
7, 9	Off	On	
8	Off	Off	Heating the tank up
10	Off	On	Adding mist oil
11-13	Off	Off	
14	Off	On	Skimming

拌機は回転数350rpm、翼径600mm、圧延油濃度1.5wt%である。従って、本試験機の攪拌機は翼径41mmであることから回転数1500rpm、圧延油濃度5wt%となる。

3. 試験機の妥当性検証

3.1 試験方法

使用した二円筒ロールは材質が圧延材相当のSS41とロール材相当のSKD11を用いた。SKD11の表面粗さは短時間に摩耗粉を発生させるため、ショットブラスト加工を施し約4 μ mRaとした。また、SS41は0.4 μ mRaとした。活性摩耗粉は約30%の滑りを与えて発生させた。その摩耗粉量は実機圧延時に発生する摩耗粉相当量を想定し約2000ppmとした。

供試油の成分配合をTable 1に示す。供試油は実機で使用実績のある牛脂系Aと低融点の合成エステル系Bベースで、どちらの圧延油にもノニオン系乳化剤が添加されている。それぞれ濃度5wt%で50°Cに保温したエマルション圧延油を、二円筒ロールの接触部に2.5l/min噴射した。ロール温度は200°Cに設定し、摩耗粉発生時の押付荷重は2.9kNとした。試験期間は2週間とし、Table 2に示す試験手順とした。まず、活性摩耗粉を3日目までに発生させ、8日目に圧延油温度を90°Cに昇温させた。10日目にミスト油(460cSt:40°C)を1wt%添加させた。

試験期間中の4~6日目、および11~13日目までのそれぞれ3日間静置させることにより、エマルション粒子間の合一を促進させ油分浮上の様子を観察した。

3.2 結果

エマルション圧延油の経時変化は2.1節で述べたように油滴表面に摩耗粉粒子が吸着あるいは反応し、乳化剤が界面活性を失うことによる乳化の不安定現象と推定される。

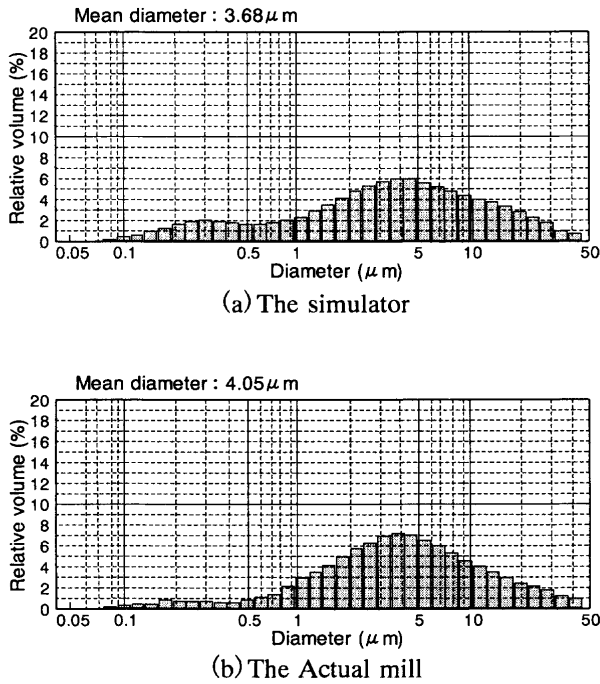


Fig. 2. Diameter distribution of wear particles.

従って、発生させる摩耗粉粒子の大きさや粒子形態が、圧延油の経時変化に大きく影響すると考えられる。

そこで、本試験機と実機圧延時に発生した摩耗粉を比較した。摩耗粉粒子径の測定はレーザー回折式粒度分布測定装置を用いて行った。この装置はレーザーを照射し、粒子による回折光をレンズにより集合させて得られる回折リングの直径と強度分布から粒度分布を測定するものである。エマルジョン圧延油中から抽出した摩耗粉は凝集しているため、まず超音波バスで機械的に分離させてから少量の中性洗剤を添加した水に分散して粒子径を測定した。

供試油Bを用いた際の本試験機と実機圧延時に発生した摩耗粉の粒子径分布をFig. 2に示す。

摩耗粉の平均粒子径（粒子量50%における粒子径）は、本試験機が3.68 μmで実機が4.05 μmでありほぼ同等である。また、摩耗粉粒子径分布も平均粒子を中心によりブロードな分布でありよく一致している。

本試験機でのエマルジョン粒子径の経時変化をFig. 3に示す。圧延油温度を上昇させた8日目において、合成エステル系供試油Bのエマルジョン粒子径が約5 μmから最大10 μmと粗大化している。一方、牛脂系供試油Aは圧延油温度を上昇させた8日目においてもエマルジョン粒子径が4 μm前後と変化が少なく、供試油Bに比べて熱の影響を受けていない。

実機においてこの圧延油温度の変動は、圧延速度が900 m/min前後で製造される一般材（素厚3.2→0.6 mm：5スタントンデムミル）と1600 m/min前後で製造される極薄物材（素厚3.2→0.3 mm：同ミル）の混在圧延時にこの圧延油温度の変動が見られる。その変動におけるエマルジョン

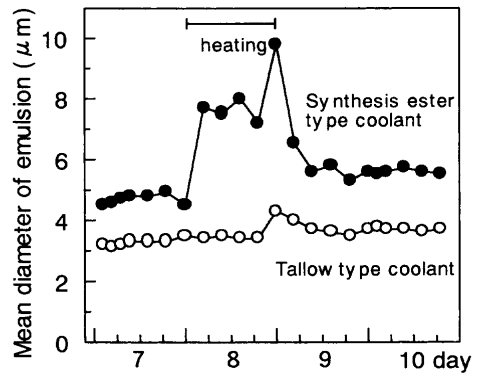


Fig. 3. The change of mean diameter of emulsion in the testing machine.

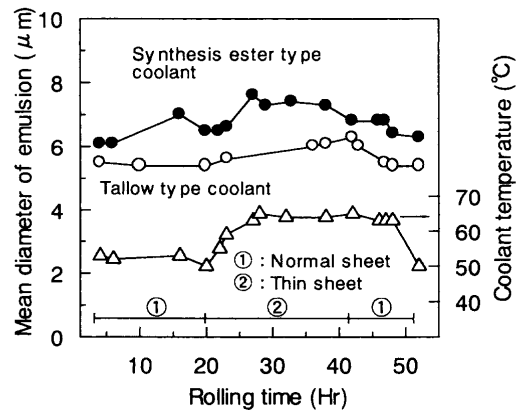


Fig. 4. The change of mean diameter of emulsion in an actual mill.

粒子径の経時変化をFig. 4に示す。圧延油温度は一般材圧延時には50°C前後で維持しているが、極薄物材圧延時には加工発熱が増大するため60~65°Cまで上昇している。その際に、合成エステル系供試油Bのエマルジョン粒子径が、圧延温度の上昇と共に顕著に反応して6 μmから8 μmと粗大化している。この供試油Bに対して牛脂系供試油Aのエマルジョン粒子径は、極薄物材圧延が開始してから20時間後に粗大化する傾向が認められるが、供試油Bに比べるとその変化が小さい。以上のように、実機圧延では圧延油温度の変動幅が本試験機に比べて小差であるが、圧延油温度の上昇に伴ってエマルジョン粒子径が粗大化する挙動が、Fig. 3に示す本試験機の結果と同じ傾向を示している。

また、Fig. 5およびFig. 6にその熱影響を大きく受けた合成エステル系供試油Bの本試験機と実機のエマルジョン粒子径分布をそれぞれ示す。

粒子径分布がブロードな分布である本試験機に比べ実機は、シャープな分布であり若干その分布形態が異なる。

しかし、本試験機と実機共に熱負荷により破壊されたエマルジョン粒子が再乳化され難くなり、エマルジョン粒子全体が大粒子径側にシフトしている。エマルジョン粒子破壊による粒子径の経時変化は、多くの因子が関与するが特

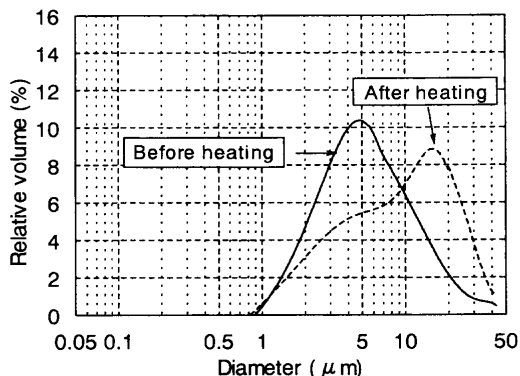


Fig. 5. Diameter distribution coolants of before and after heating on the simulation test.

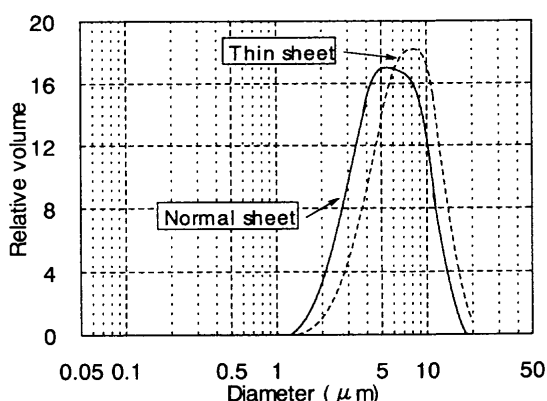


Fig. 6. The change of diameter distribution of the coolant in the actual mill after rolling thin sheet.

に圧延油温度の影響が大きい¹¹⁾。本試験ではこの影響を強調して調査するため、実機レベルを超える90°Cとしたのでその経時変化が顕著に現れたが、その傾向は実機極薄物材圧延時とよく一致している。つまり、本試験機は実機のエマルジョン温度の上昇に伴うエマルジョン粒子径の経時変化をよく再現できていると考えられる。

以上の結果から、活性摩耗粉を発生させるロール粗度等の諸条件が異なるものの、実機で発生する摩耗粉に合わせ込むことによって実機に近い摩耗粉が得られたこと、またエマルジョン粒子径の挙動が実機とよく一致していることから、本試験機を用いた実機圧延油劣化現象の再現試験が可能であると判断した。

4. 経時変化に及ぼす乳化剤の影響

4.1 試験方法

本試験機を用いてイオン型乳化剤添加圧延油のそれぞれ乳化特性に応じた経時変化の再現とその経時変化に及ぼす乳化剤の影響について検討した。

供試油には低粘度合成エステル圧延油をベースに、アニオン系、カチオン系、ノニオン系のそれぞれタイプの異なる代表的な乳化剤を添加した圧延油を準備した。

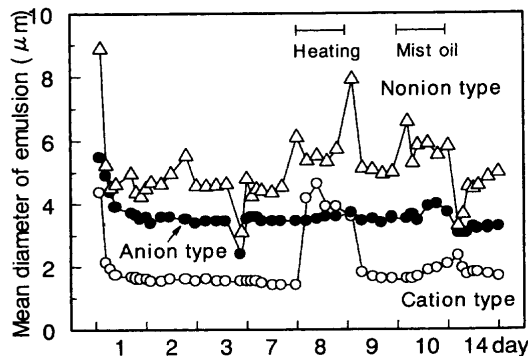


Fig. 7. Change of mean diameter of the coolants.

摩耗粉の発生は3.1節と同条件で行い、試験はTable 2に示す条件で行った。

4.2 結果および考察

各種乳化剤が添加された圧延油のエマルジョン粒子径の経時変化をFig. 7に示す。

ノニオン系乳化剤の場合、エマルジョン粒子径の経時変化が3~6 μmと大きく変動し、特に圧延油温度が上昇した8日目に8 μmと粒子径が大きく粗大化している。この熱の影響は前章で用いたノニオン系乳化剤が添加された合成エステル系供試油Bにおいても同様の挙動が見られ、乳化剤の種類が異なっても同じ傾向があることが伺える。また、3日間静置した翌日の7日目および14日目に3 μmと大半の油分が上浮したことによるエマルジョン粒子径の小粒径化や、ミスト油添加による粗大化も認められエマルジョン粒子が不安定である。

カチオン系乳化剤の場合、2 μm前後であり静置によるエマルジョン粒子径の変化も少なく、安定な粒子径を維持している。しかし、圧延油温度の上昇に伴い2 μmから4 μmと大きく粗大化する。一方、アニオン系乳化剤は1.5 μm前後の安定した粒子径を維持しており、静置および圧延温度の外的要因の変化にも経時変化を示さない。これらのエマルジョン粒子径の経時変化は、周知の通り圧延油に添加されている乳化剤が大きく影響する。一般にアニオン系、カチオン系のイオン型乳化剤は、電気的な保護膜が形成されているため、電気的な反発力から考察すると非イオン型乳化剤に比べ、摩耗粉の吸着や油滴間の合一を抑制できると考えられる。Fig. 7にその挙動が示されていることから、本試験機で各種乳化剤添加圧延油による経時劣化の再現が可能であることを確認した。

これらの乳化剤タイプによる挙動の違いを以下に考察した。

エマルジョン中に巻込まれた摩耗粉比率の推移をFig. 8に示す。

ここで、摩耗粉の巻込み比率 ΔW とは、エマルジョン中に巻込まれた摩耗粉量 W_1 と発生摩耗粉 W_2 から次式のように定義した。

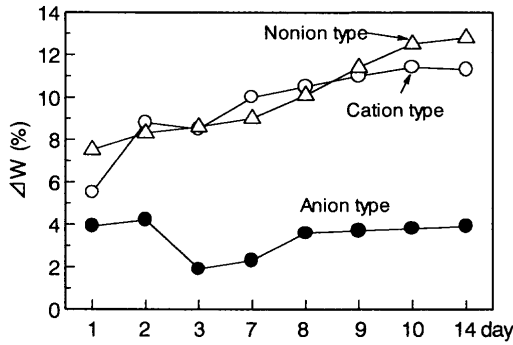


Fig. 8. Change of wear particle volume in the coolants.

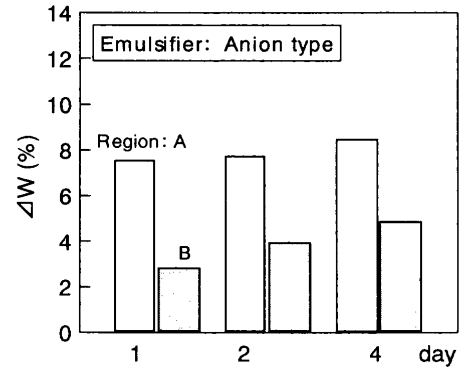


Fig. 10. Amounts of wear particles in the coolants.

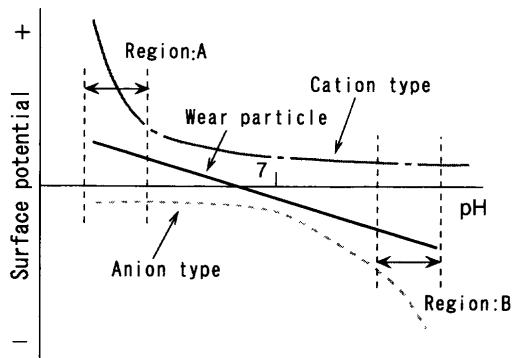


Fig. 9. Influence of pH and emulsifier type on surface potential of the coolant emulsion and wear particles.

$$\Delta W(\%) = (W_1/W_2) \times 100$$

エマルジョン中に巻込まれた摩耗粉量の測定は、エマルジョン燃焼後の残留灰分量とした。ノニオン系、カチオン系乳化剤添加圧延油のエマルジョン中への摩耗粉の巻込み比率は、試験日数の経過に伴い増加傾向を示すのに対し、アニオン系乳化剤添加圧延油はその変化が少ない。これらの異なる挙動は、エマルジョン粒子と摩耗粉の相互作用、すなわち、それぞれ粒子表面の電気的な作用が影響していると考えられる。この機構について、さらに詳しく考察するにはFig. 9に示すように、系のpHと各粒子の表面電位を考える必要がある。

一般的にカチオン系乳化剤は酸性側で正に帯電し、アニオン系乳化剤はアルカリ性側で負に帯電している¹²⁾。また、それぞれ酸性、アルカリ性が強くなるほどその帯電量が多くなる。

一方、摩耗粉は一般的にpHにより電位の符号が反転し、低いpHでは正イオンの電荷を帯び、pHが高くなると負イオンに帯電している。本試験機で発生した摩耗粉の電位が反転する等電位点はおおよそ6.3¹³⁾である。これらのことから電氣的に考察すると、カチオン系乳化剤は摩耗粉粒子との電氣的反発力が大きくなる同符号の酸性側で、アニオン系乳化剤はアルカリ性側で使用することにより、粒子間の合一が抑制され、エマルジョン粒子の粗大化が防げる。

すなわち、エマルジョン圧延油の劣化が抑制されエマルジョン粒子の経時変化が少なくなると考えられる。

本試験に供したカチオン系乳化剤添加圧延油は中性側(pH: 6.8)であったため、エマルジョン粒子間の電氣的反発力のみが働き、ノニオン系乳化剤添加圧延油は非イオンタイプであることから分散粒子同士の相互作用が弱く、従って混入した摩耗粉が油滴表面に吸着し、界面状態が変化したことから乳化が不安定になったと考えられる。一方、エマルジョン粒子径の経時変化が安定で、かつ摩耗粉の巻込み比率の低いアニオン系乳化剤添加圧延油は、大きな電氣的反発力が得られるアルカリ性側(pH: 8.3)であったことから、エマルジョン粒子の合一および摩耗粉の巻込みが抑制され、温度変化や摩耗粉の混入等の外乱影響を受けないで安定な乳化が維持できたものと推定される。

5. エマルジョン粒子粗大化抑制の可能性

5.1 試験方法

実機圧延油の劣化抑制の可能性を検討するため、供試油には成分配分が油脂51%、合成エステル45%を基本配合としたベース油に、カチオン系とアニオン系のイオン型乳化剤を添加した実機を想定した圧延油を準備した。試験スケジュールは4日間の短期間で行った。前半の2日間で摩耗粉を発生させ、スプレ循環は1, 2日目および最終日に行い3日目は静置日とした。摩耗粉の発生は3.1節と同条件で行った。

5.2 結果

アニオン系乳化剤が添加された圧延油の電氣的反発力が異なるアルカリ性側と酸性側、すなわち電気反発力が強弱領域でのエマルジョン中への摩耗粉巻込み比率をFig.10に示す。

常に強い電氣的反発力が得られるB領域はΔWが低く、これに対して反発力が弱いA領域はΔWが高い。そのΔWは3日間とも変化が少ない。このように領域Aでエマルジョン粒子径の粗大化、つまり劣化の可能性があると考えられる。

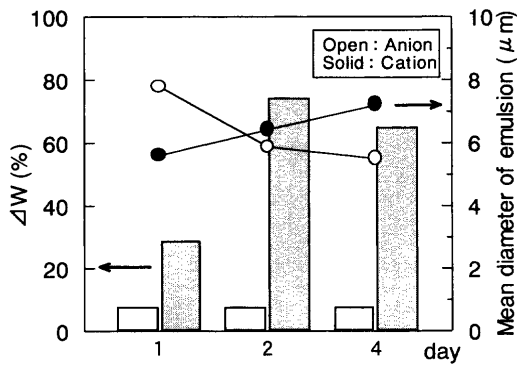


Fig. 11. Changes of wear particles and wear diameter of the coolants.

しかし、Fig.11に示すように ΔW が低く、エマルジョン粒子径も小粒径化傾向にあるアニオン系乳化剤添加圧延油に対して、カチオン系乳化剤添加圧延油は ΔW が高く、エマルジョン粒子径が粗大化傾向にある。従って、同じ電気的反発領域であっても乳化剤のタイプにより、 ΔW やエマルジョン粒子径の挙動が異なることも分かった。

これらエマルジョンの経時劣化に及ぼす乳化剤の影響については、数種の乳化剤添加圧延油についての結果にすぎず、実際の乳化機構はもっと複雑であり、実機現象とは必ずしも一致しない点もあると考えられる。従って、エマルジョン圧延油の経時変化に及ぼす乳化機構を含めた劣化抑制については、これからも検討すべき点が多い。

6. 結言

活性摩耗粉の発生やエマルジョン圧延油温度の上昇と循

環系統等を考慮した冷間圧延油の経時変化評価試験機の開発、およびエマルジョン圧延油の経時変化に及ぼす乳化剤の影響について検討し、以下の結果を得た。

(1) 本試験機で発生する活性摩耗粉は実機摩耗粉と形態がほぼ類似しており、しかもエマルジョン圧延油の劣化挙動も一致していることから、冷間圧延油の経時変化の評価試験機としての妥当性を確認した。

(2) エマルジョン粒子径の経時変化が、圧延油に添加される乳化剤タイプにより異なる。

(3) エマルジョン粒子と摩耗粉粒子が同一符号の電気的反発領域では、摩耗粉の巻き込み量が少なくなる。

(4) すなわち、この電気的反発領域ではエマルジョン圧延油の粒子径の粗大化を抑制できる可能性がある。

文 献

- 1) S.Semoto and T.Okamoto: *J. Jpn. Soc. Technol. Plast.*, **33** (1992), 790.
- 2) K.Tamura: *J. Jpn. Soc. Technol. Plast.*, **15** (1974), 212.
- 3) K.Tamura: *J. Jpn. Soc. Technol. Plast.*, **18** (1977), 397.
- 4) M.Nagano: *J. Jpn. Soc. Technol. Plast.*, **9** (1968), 246.
- 5) K.Kenmochi, K.Ito, K.Kataoka and K.Nakagawa: *Proc. of 32nd Japanese Joint Conf. for the Technol. Plast.*, (1981), 491.
- 6) A.Azushima: *Tetsu-to-Hagané*, **74** (1988), 696.
- 7) S.Fukumoto, K.Matsumoto, H.Yamamoto and K.Goto: *CAMP-ISIJ*, **9** (1996), 1009.
- 8) S.Fukumoto, K.Goto and H.Yamamoto: *CAMP-ISIJ*, **10** (1997), 1080.
- 9) S.Fukumoto and K.Goto: *CAMP-ISIJ*, **13** (2000), 335.
- 10) S.Noro: *Hyomen (Surface)*, **18** (1980), 595.
- 11) K.Hirai: *J. Jpn. Soc. Technol. Plast.*, **17** (1976), 433.
- 12) 藤本武彦: 新・界面活性剤入門, 三洋化成, 京都, (1985), 26.
- 13) 古澤邦夫, 北原文雄: 分散・乳化系の化学, 工学図書, 東京, (1989), 78.