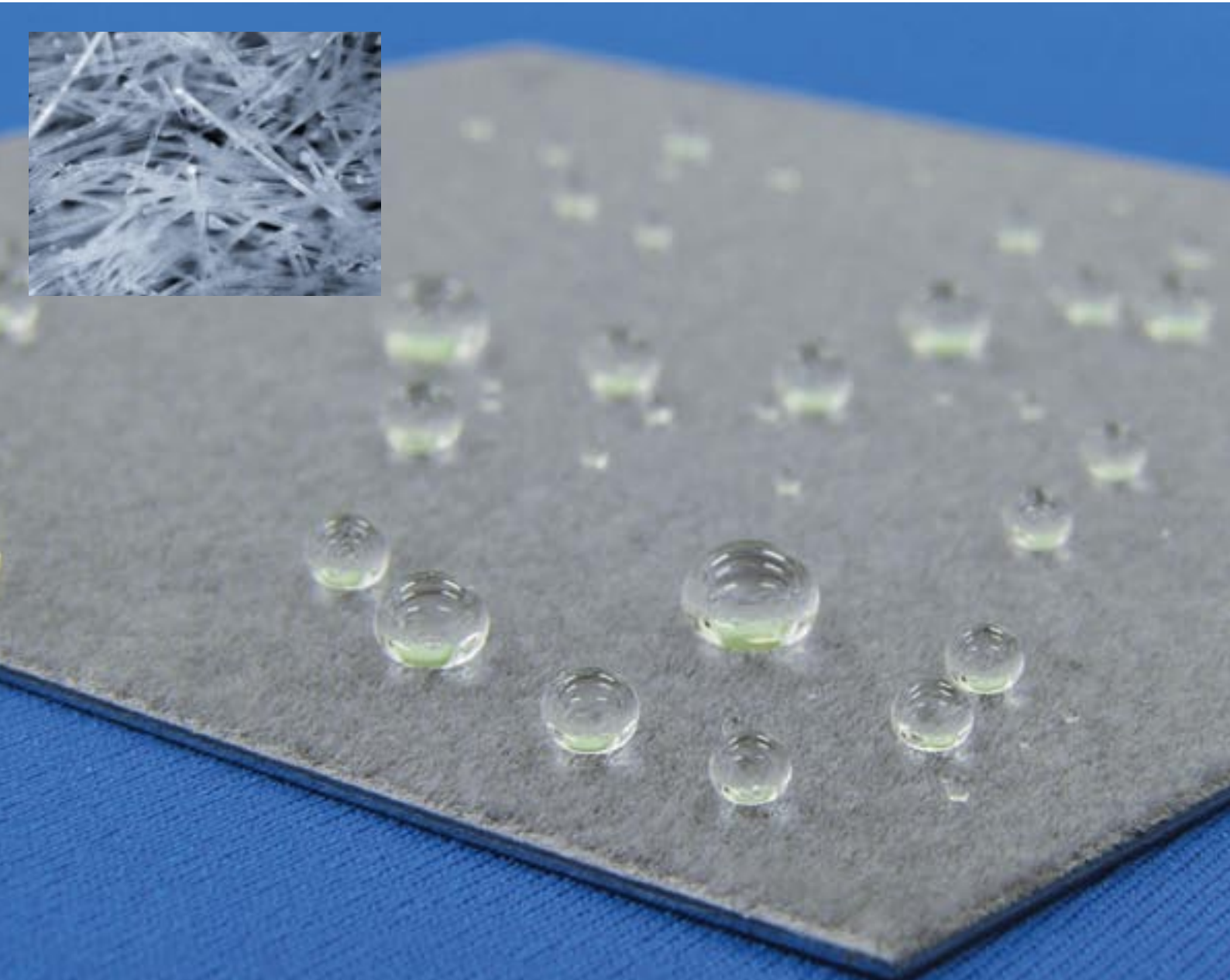
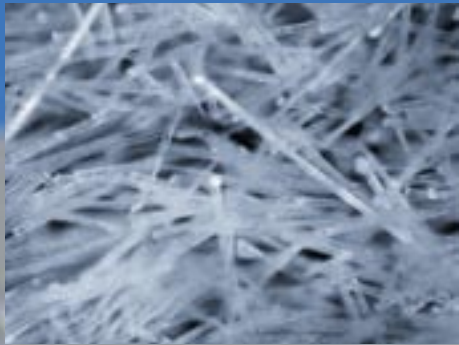
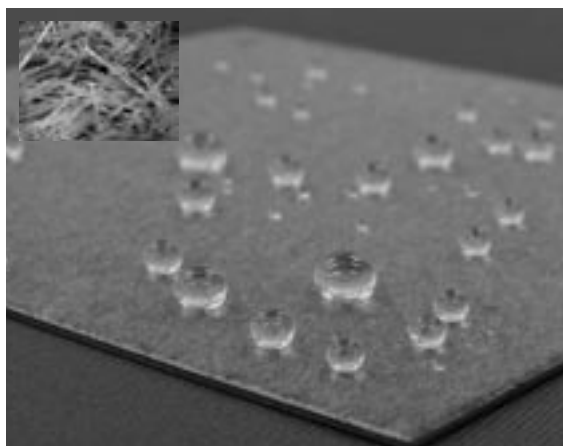


# 東洋鋼板



VOL. 36



#### 表紙の説明

撥水処理を施したファイバーコートと植毛部の拡大写真

ファイバーコートはナイロン短繊維が静電植毛された植毛鋼板で、その意匠性、吸水性などから排気ダクトや屋根材として用いられています。この他にもファイバーコートに様々な処理を施すことにより、多様な機能を付与することができます。

表紙の写真は撥水処理を施したファイバーコート表面に水を滴下し、水をはじいた状態を捉えたものです。この撥水表面は主にファイバーコートの形態と低表面自由エネルギーに起因し、防汚性などの特長を有しています。

このようにファイバーコートの特性をコントロールすることによって、多方面への応用展開が期待されます。本巻中では吸光性の付与による信号灯フードへの適用についての事例が紹介されています。

Fiber Coat (FC) is a metal sheet piled by electrostatic transplanted nylon fibers. FC is used for duct or roof materials because of its unique design and water absorption ability. We can add another function to FC by various treatments.

The front cover shows water droplets on the FC with a hydrophobic treatment. Both enhanced roughness and low surface energy are used for attaining this hydrophobic surface. This water repellent surface has special characteristics as anti-contamination, self-cleaning, etc..

Like this example shown in the photograph, we can adopt other applications widely by controlling FC. In this publication, we introduce an application for traffic signal hoods by controlling light absorption of FC.

---

## 目 次

---

1. 調質圧延工程における板材表面粗度の創製 .....	橋田 貴雄 … 1 奥村 英典
2. 圧延トルク測定による冷間圧延の潤滑機構解析 .....	入江 毅 … 9 奥村 英典 富岡 章生 長谷川 浩 古賀 守
3. ポリエステル樹脂ラミネート鋼板のD I 製缶技術の確立 .....	田屋 慎一 … 15 —PETヘアに及ぼす材料特性の影響— 甲斐 政浩 田辺 純一 土井 博史 堤 悦郎 佐伯 則人 戸丸 秀和
4. 表面活性化接合法を用いたAl / Alクラッド材の密着性調査 .....	劉 華南 … 23 南部 光司 岡山 浩直
5. 信号灯用ファイバーコートの開発 .....	吉川 雅紀 … 29 東郷 洋明 古城 治則
6. はんだ用プレコートアルミニウム板.....	河野 俊輔 … 35 「サップレート (Solderable Aluminum Plate)」 吉岡 興 友森 龍夫
7. 高耐候性アクリルラミネート鋼板の特性.....	高橋 聡 … 47 谷上 雅則 古賀 隆博 和田 徳昭

# TOYO KOHAN

Technical Reports of Toyo Kohan Company Ltd.  
Vol.36

---

## Contents

---

1. Construction of Strip Surface Roughness ..... *Takao HASHIDA* ... 1  
in Temper Rolling Process *Hidenori OKUMURA*
2. Analysis of Lubrication System in Cold Rolling Process ..... *Tsuyoshi IRIE* ... 9  
by Measuring Rolling Torque *Hidenori OKUMURA*  
*Akio TOMIOKA*  
*Hiroshi HASEGAWA*  
*Mamoru KOGA*
3. Application of Polyester Film Laminated Steel Sheet to DWI Can ..... *Shinichi TAYA* ... 15  
*Masahiro KAI*  
*Junichi TANABE*  
*Hiroshi DOI*  
*Etsuro TSUTSUMI*  
*Norihito SAIKI*  
*Hidekazu TOMARU*
4. Investigation of Adhesion in Al / Al Clad Materials ..... *Huanan LIU* ... 23  
by Surface Activated Bonding Method *Kouji NANBU*  
*Hironao OKAYAMA*
5. Development of Fiber Coat (FC) for Traffic Signal Hood ..... *Masanori YOSHIKAWA* ... 29  
*Hiroaki TOGO*  
*Harunori KOIYOU*
6. Pre-coated Aluminum Plate for Solder "SAPlate" ..... *Shunsuke KAWANO* ... 35  
*Kou YOSHIOKA*  
*Tatsuo TOMOMORI*
7. The Characteristics of Acrylic Film Laminated Material..... *Satoshi TAKAHASHI* ... 47  
*Masanori TANIGAMI*  
*Takahiro KOGA*  
*Noriaki WADA*



# 調質圧延工程における板材表面粗度の創製

橋田貴雄\*・奥村英典\*<sup>2</sup>

Construction of Strip Surface Roughness in Temper Rolling Process

Takao HASHIDA and Hidenori OKUMURA

**Synopsis** : One of the purposes of the temper rolling process is to give a bright or dull roughness to a strip surface, from the point of surface gloss and forming which customers demand. Generally, the strip roughness has been shaped by means of adjusting rolling conditions, the roughness of work rolls and rolling forces at temper rolling process. The operating conditions concerning the temper mill has been learned by experience on the whole. In these circumstances, the solution of the mechanism for making strip roughness has not been fully solved yet, though many researchers have analyzed temper rolling mechanisms during normal states through experimental mills recently. Especially the transcription of the roughness from the work roll surface to the strip surface still has many unknowns. This report shows the basic mechanism to make the strip roughness with the two-stand temper rolling mill in Kudamatsu plant.

**Keywords** : temper rolling, strip roughness, two-stand mill, transcription ratio, dull finish, bright finish, shot blast texture, rolling force

## 1. 緒言

調質圧延工程の主目的の一つは製品への板粗度付与であり、顧客の板表面品質要求によりブライト仕上げからダル仕上げまで多様な表面粗度を付与している。冷間圧延工程であれば板粗度はワークロール粗度に近い値になるが、調質圧延では2.0%以下の伸び率範囲で作業することが通常であり、ワークロール粗度を完全に板へ転写させることは難しい。したがって実操業における板粗度の作りこみは、経験的にロール粗度の選定及び圧延荷重を調整することにより行われる。

最近ではミクロな視点から定常圧延中の調質圧延現象を解析する試み<sup>1~8)</sup>がなされているが、未だメカニズム解明には十分とはいえない。特にロール表面粗度の板材への転写機構については、実験用圧延機による板粗度創製に関する報告は数件報告されているものの、生産用圧延機による板粗度創製に関する報告は無いに等しい。

そこで、当社下松工場の2スタンド調質圧延機を用いて、

ダル表面仕上げとブライト表面仕上げについてワークロール表面粗度の板材への転写に関する基礎実験を行った。本報では粗度の転写挙動、およびこれらが色差、光沢度に代表される板表面特性に及ぼす影響について報告する。

## 2. 調質圧延工程の作業分類

調質圧延機では、板の表面仕上げがダルとブライトに大別され、2スタンド調質圧延機では#1スタンド及び#2スタンドのワークロール（以下、WR）表面仕上げの組み合わせにより作業モードが4つに大別される（Table 1）。また調質圧延液の使用有無によりドライ作業とウエット作業がある。本報では、D/D、B/D、D/Bの3つの作業を対象とした。

Table 1 Temper rolling modes

Strip surface	Work roll surface		Rolling mode
	Stand #1	Stand #2	
Dull	Dull	Dull	D/D
	Bright	Dull	B/D
Bright	Dull	Bright	D/B
	Bright	Bright	B/B

\* 下松工場 製板部 係長

\*<sup>2</sup> 下松工場 生産技術部 グループリーダー

### 3. 板表面品質の評価方法

#### 3. 1 評価方法

板粗度は、中心線平均粗さRa、表面写真、二次元及び三次元表面パターンにより評価した。また、色差(L値)及び光沢度(20°)を測定し板粗度変化による影響を確認した。

#### 3. 2 板粗度の転写率の定義

転写率を下式で定義する。

$$\text{転写率} = \frac{\text{(圧延後\#2スタンド出側板粗度, } \mu\text{mRa)}}{\text{(}\#2\text{スタンドWR表面粗度, } \mu\text{mRa)}}$$

### 4. 実機試験条件

#### 4. 1 調質圧延機仕様

試験に使用した生産用調質圧延機(4Hi-2スタンド)の仕様をTable 2に示す。

Table 2 Main specifications of temper mill

Mill type	4Hi-2Stand	
Line speed	Max.1,700mpm	
Strip size	Thickness	0.10-0.80mm
	Width	457-1,067mm
	Weight	Max.18,000kg
Roll size	Stand #1	WR φ 460-534×1,219L BUR φ 1,219-1,351×1,168L
	Stand #2	WR φ 460-585×1,219L BUR φ 1,219-1,351×1,168L
Screw down device	Electric screw	
Rolling force	Max.12,000kN	

#### 4. 2 供試材

供試材の特性をTable 3、表面性状(板粗度チャート、顕微鏡写真)をFig. 1に示す。供試材はM1、M2、M3の3コイルである。母材表面粗度はダル仕上げ材とブライト仕上げ材の2種類を用いた。

Table 3 Main specifications of coils

Material	M1	M2	M3
Annealing	Non-annealed	Non-annealed	Annealed
Size	0.15t×700w coil	0.25t×625w coil	0.25t×1041w coil
Yield point	521N/mm <sup>2</sup>	556N/mm <sup>2</sup>	414N/mm <sup>2</sup>
HR-30T	72	73	57
Surface (Roughness)	Dull finish (0.54/0.50μm)	Bright finish (0.16/0.14μm)	Bright finish (0.34/0.29μm)

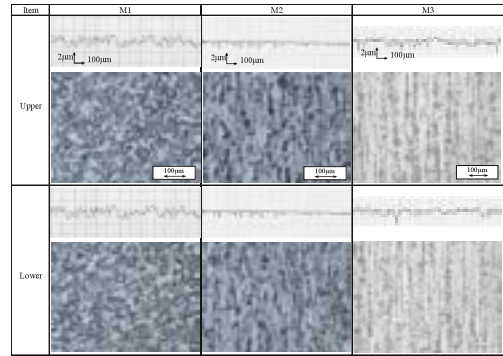


Fig. 1 Photos and roughness charts of materials

#### 4. 3 その他の作業条件

WR表面はダル表面とブライト表面の2種類とし、ダル表面の加工はショットブラスト加工(SBT)とした。WR粗度はTable 4に示す。またドライ作業及びウエット作業の比較も実施したが、ウエット作業では上下のロールバイト面に濃度5%に希釈した調質圧延液(動粘度0.92cSt, 25°C)を常温で供給した。伸び率は1.5%程度とし、圧延荷重を変化させたことによる伸び率変化は#1-2スタンド間張力により伸び率1.5%程度になるように調整した。圧延速度は30mpmである。

### 5. 試験結果

#### 5. 1 ダル仕上げ作業の板粗度創製

試験条件をTable 4に示す。圧延荷重、#1スタンドWR粗度、#2スタンド調質液有無が板粗度に及ぼす影響について、以下に示す試験条件の比較により調査した。

- (1)圧延荷重の影響 : 試験条件 No.A 1
- (2)#1スタンドWR粗度の影響 : 試験条件 No.A 1, A 2
- (3)#2スタンド調質液塗布の影響: 試験条件 No.B 1, B 2

Table 4 Conditions for temper rolling for dull finish products

Mode (Material)	WR condition		Lubrication		Test no.
	Stand #1	Stand #2	Stand #1	Stand #2	
D/D (M1)	φ 525mm Dull(SB) 1.09μm	φ 534mm Dull(SB) 1.08μm	Dry	Dry	A1
B/D (M1)	φ 522mm Bright 0.07μm	φ 534mm Dull(SB) 1.08μm	Dry	Dry	A2
D/D (M2)	φ 519mm Dull(SB) 0.74μm	φ 518mm Dull(SB) 0.95μm	Dry	Dry	B1
			Dry	Wet	B2

SB : Shot blast texture

##### 5. 1. 1 圧延荷重の影響

2スタンド圧延機による板粗度の付与状態をFig. 2に示す。試験条件をTable 4中のA1 (D/D)に示す。圧延荷重は#1及び#2スタンド共に8,000kN (11.4kN/mm)である。#1及び#2スタンドのWR粗度がほぼ同値であり、

#1 スタンドにて板粗度が付与され#2 スタンド出側でもほぼ同等の板粗度が保持される。ただ、#2 スタンド出側では#1 スタンド出側と比較し、粗度のばらつきが均一化される傾向がみられる (Fig. 3)。

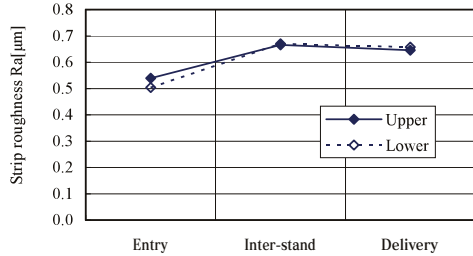


Fig. 2 Change of strip roughness in two-stand temper mill (D / D mode)

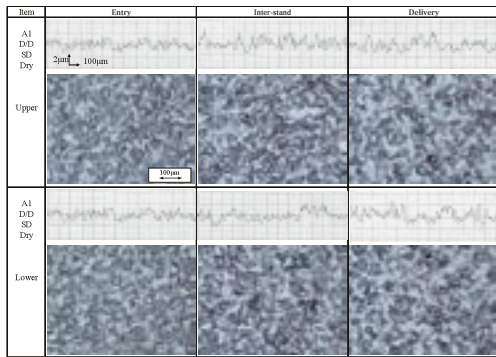


Fig. 3 Photos and roughness charts of materials

次に、両スタンドの圧延荷重の影響度を明確にするため、下記の3条件の圧延荷重変化を設定し板粗度の変化をみた。

- ・条件(a)：#1 スタンド荷重のみ変化(#2 = 8,000kN固定)
- ・条件(b)：#2 スタンド荷重のみ変化(#1 = 8,000kN固定)
- ・条件(c)：#1, 2 スタンドを同時で変化(#1, #2 同荷重)

Fig. 4 に圧延荷重と#2 スタンド出側板粗度の関係を示す。圧延荷重条件は上記(a), (b), (c)の3条件とした。これらの圧延荷重条件に関する(a)~(c)は、以降の節においても同様の表記とする。#2 スタンド出側の板粗度は#2 スタンド圧延荷重との相関が支配的であり#1 スタンド圧延荷重の影響は小さい。一旦#1 スタンドで付与された粗度が、#2 スタンドの圧延条件にて大きく変化する (Fig. 4 条件(b))。また、#2 スタンドWR粗度が素材の初期板粗度より大きい場合であっても、低荷重条件では初期板粗度より小さい板粗度が創製可能である。同様にFig. 5 に示す転写率も#2 スタンド圧延荷重との相関が支配的であることを示している。

Fig. 6, Fig. 7 にL値及び光沢度と板粗度の関係を示す。高圧延荷重作業になるほど板粗度が高くなり、高L値かつ低光沢度の板表面になる傾向がみられる。

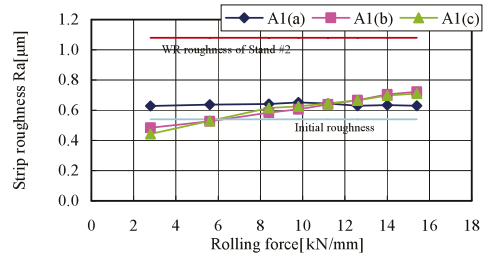


Fig. 4 Relation between rolling force and strip roughness behind stand #2

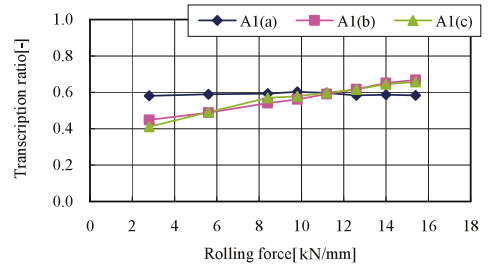


Fig. 5 Relation between rolling force and transcription ratio

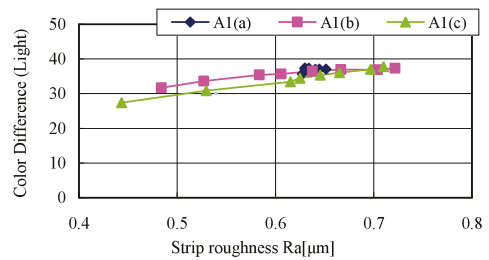


Fig. 6 Relation between strip roughness (Ra) and color difference (light)

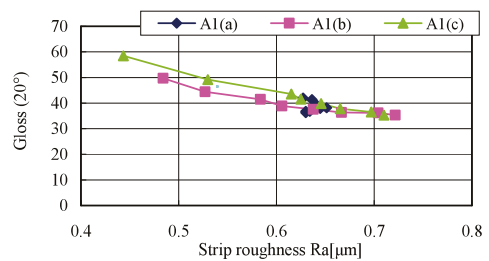


Fig. 7 Relation between strip roughness (Ra) and gloss (20°)

### 5. 1. 2 #1 スタンドWR粗度の影響

#1 スタンドWRがブライトロールとダルロールの場合について比較を行った。Table 4 中のA1 (D / D), A2 (B / D) に試験条件を示す。圧延荷重は5. 1. 1 と同一条件の8,000kN (11.4kN / mm) とした。板粗度の付与状態をFig. 8 に示すが、#1 スタンドにブライトロールを使用すると#1 スタンドで低粗度化された後に#2 スタンドにてダル粗度化される。#1, #2 スタンドにダルWRを使用した場合と比較すると仕上げ板粗度は若干低めとなる。顕微鏡写真をFig. 9 に示す。

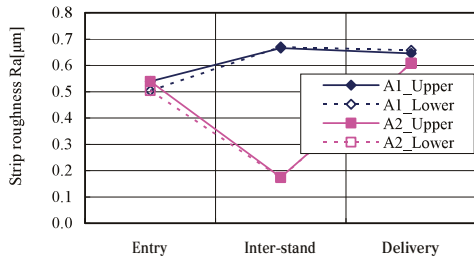


Fig. 8 Comparison of strip roughness between D/D and B/D mode in two-stand temper mill

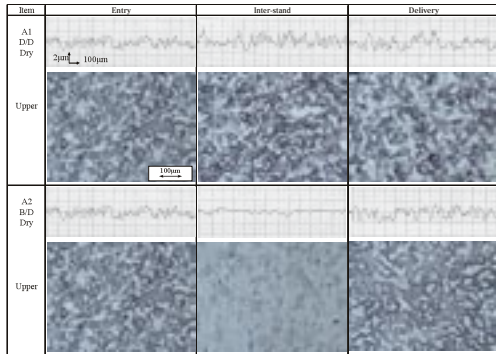


Fig. 9 Photos and roughness charts of strips

次に#2スタンドの圧延荷重を変化させた場合の板表面特性への影響をFig. 10~Fig. 13に示す。圧延荷重条件は(b)条件(#1=8,000kN, 11.4kN/mm固定)である。条件A2(B/D)の#2スタンド出側板粗度は#1スタンドにてブライト表面化されるために、条件A1(D/D)よりも低粗度となる(Fig. 10)。また#2スタンドの荷重の増大に伴い両者の差は小さくなる。L値および光沢度をFig. 12, Fig. 13に示すが、同一板粗度(Ra)であっても条件A2(B/D)の方が光沢度が高くなる傾向がみられる。

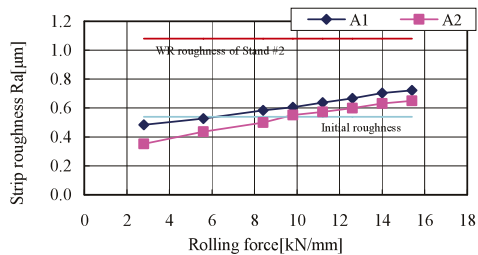


Fig. 10 Relation between rolling force and strip roughness after stand #2

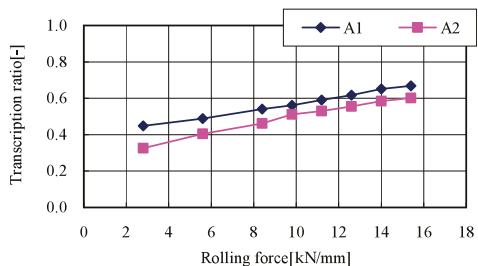


Fig. 11 Relation between rolling force and transcription ratio

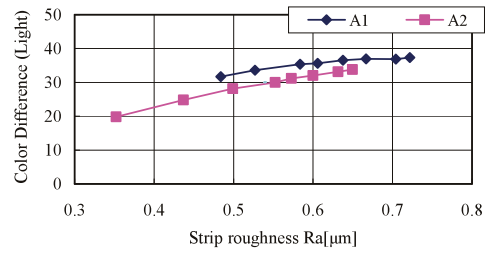


Fig. 12 Relation between strip roughness (Ra) and color difference (light)

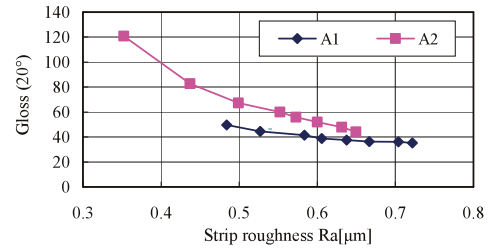


Fig. 13 Relation between strip roughness (Ra) and gloss (20°)

5. 1. 3 #2スタンド調質液の影響

#1, #2スタンドにダルWRを使用した場合(D/Dモード)について、#2スタンドでの調質液の影響を示す。Table 4中のB1(ドライ作業), B2(#2ウエット作業)に試験条件を示す。供試材はブライト仕上げ材(M2)を用いた。Fig. 14に#1及び#2スタンド圧延荷重が8,000kN(12.8kN/mm)における各スタンド通過後の板粗度推移を示す。#1スタンドが同一条件のため#1スタンド出側の板粗度はほぼ同値の板粗度が転写されているが、#2スタンドウエット作業(B2)では、転写率が下がり、#2スタンドWR粗度が高いにもかかわらず#1出側より板粗度が小さくなる。Fig. 15に板表面の顕微鏡写真を示すがウエット作業ではダル粗度の転写が劣り、#1スタンド出側粗度の影響が残っている。

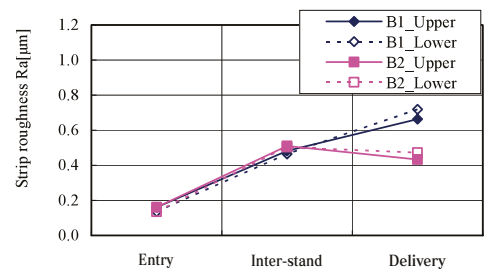


Fig. 14 Comparison of strip roughness between dry and wet operation for stand #2 in two-stand temper mill (D/D mode)

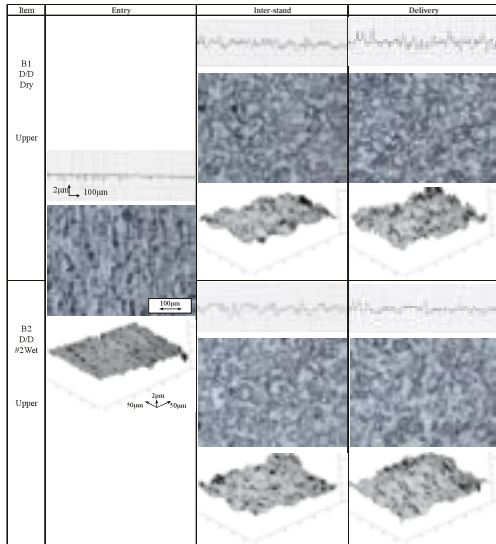


Fig. 15 Photos and roughness charts of strips

また圧延荷重を変化させた場合の挙動をFig. 16, Fig. 17に示す。ウエット作業条件下の#2スタンドの圧延荷重を増減させても板粗度転写に与える影響が小さいことがわかる。ウエット作業においても板表面の光沢度は板粗度(Ra)との相関が強いようである (Fig. 19)。L値については光沢度ほどの顕著な傾向はみられない (Fig. 18)。

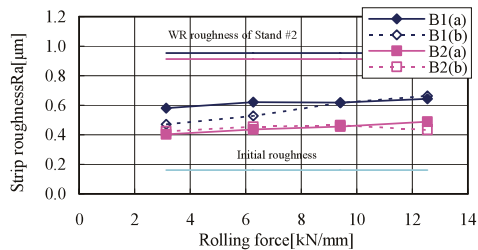


Fig. 16 Relation between rolling force and strip roughness after stand #2

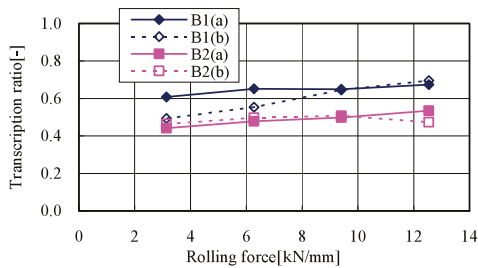


Fig. 17 Relation between rolling force and transcription ratio

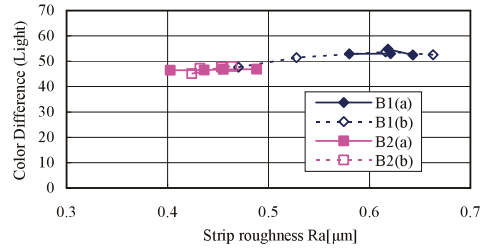


Fig. 18 Relation between strip roughness (Ra) and color difference (light)

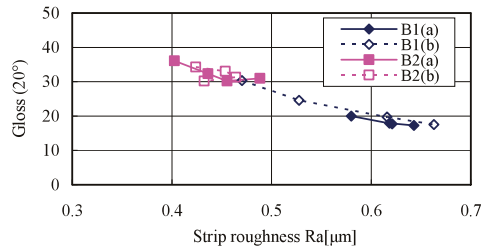


Fig. 19 Relation between strip roughness (Ra) and gloss (20°)

## 5. 2 ブライト仕上げ作業の板粗度創製

次に#2スタンドにブライト仕上げWRを使用した場合についてその結果を示す。圧延荷重、#1スタンドWR粗度、調質液塗布が板粗度に及ぼす影響を以下に示す試験条件の比較により調査した。試験条件をTable 5に示す。

- (1)圧延荷重の影響 : 試験条件No.C 2
- (2)#1スタンドWR粗度の影響 : 試験条件No.C 1, C 2
- (3)調質液塗布の影響 : 試験条件No.D 1, D 2

Table 5 Conditions of temper rolling for bright finish products

Mode (Material)	WR condition		Lubrication		Test no
	Stand #1	Stand #2	Stand #1	Stand #2	
D/B (M1)	φ 522mm Dull(SB) 1.18µm	φ 582mm Bright 0.17µm	Dry	Dry	C1
	φ 522mm Dull(SB) 2.20µm	φ 582mm Bright 0.17µm	Dry	Dry	C2
D/B (M3)	φ 522mm Dull(SB) 1.18µm	φ 582mm Bright 0.17µm	Dry	Dry	D1
			Dry	Wet	D2

### 5. 2. 1 圧延荷重の影響

2スタンド圧延機による板粗度の付与状態をFig. 20に示す。Table 5中のC 2 (D/B)に試験条件を示す。圧延荷重は#1及び#2スタンド共に8,000kN (11.4kN/mm)である。#1スタンドWRがダル仕上げのために一旦#1スタンドにて高い板粗度が付与されるが、#2スタンド通過後は#2スタンドのブライトWRにより低粗度化される。また#2スタンド出側の板表面には砥石仕上げの研磨目が転写される (Fig. 21)。一般に実生産の場では、この作業モードは素材の表面欠点を#1スタンドのダルWRで均一化するため有効とされる。



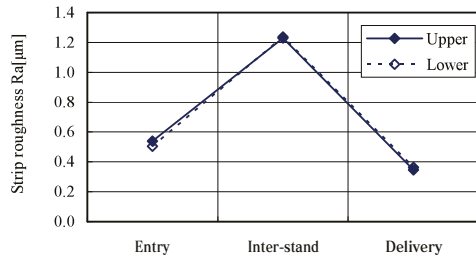


Fig. 20 Change of strip roughness in two-stand temper mill (D/B mode)

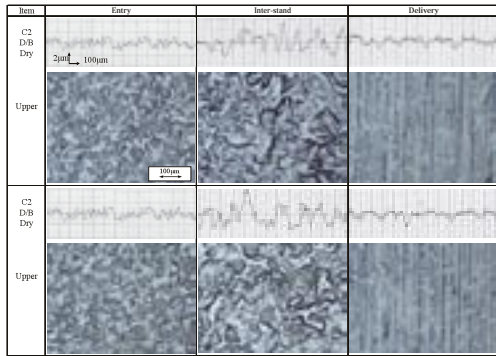


Fig. 21 Photos and roughness charts of strips

また、ブライト仕上げにおける圧延荷重に対する基本特性を把握するため、#2スタンド出側の板粗度Ra、転写率、L値及び光沢度と圧延荷重の関係をFig. 22~25に示す。板粗度は#1スタンドの圧延荷重に比例して増加し、#2スタンド圧延荷重に反比例するが、#2スタンドの影響が大きく両スタンドともに圧延荷重を高くすると#2スタンドWR粗度に近づく (Fig. 22)。

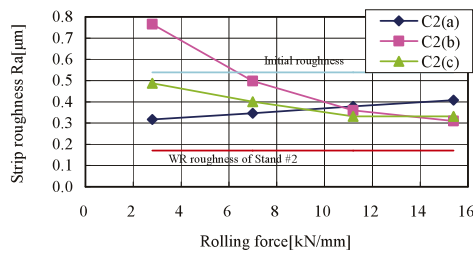


Fig. 22 Relation between rolling force and strip roughness after stand #2

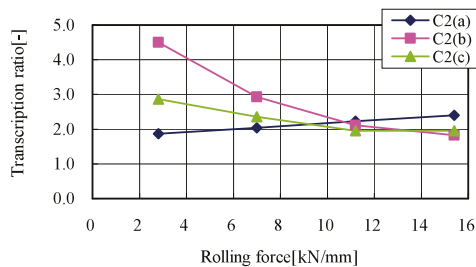


Fig. 23 Relation between rolling force and transcription ratio

#2スタンドの圧延荷重を高くすると板粗度は低くなると共にブライトWRの研磨目が転写され、L値が小さくなり (Fig. 24)、かつ光沢度が高くなる (Fig. 25)。

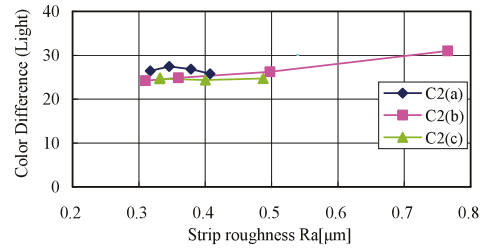


Fig. 24 Relation between strip roughness (Ra) and color difference (light)

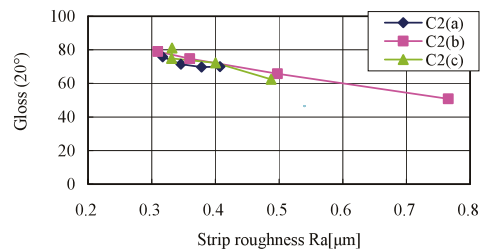


Fig. 25 Relation between strip roughness (Ra) and gloss (20°)

### 5. 2. 2 #1スタンドWR粗度の影響

#1スタンドWR (SB) の粗度の大小が#2スタンド出側板粗度に及ぼす影響をみるため、2水準の粗度を有するWRを使用した場合を比較した。Table 5中のC1 (1.18μm Ra), C2 (2.20μmRa) に試験条件を示す。圧延荷重は#1及び#2スタンド共に8,000kN (11.4kN/mm) である。各スタンド通過後の板粗度推移をFig. 26に示す。#1スタンドWR粗度の影響により#1スタンド出側板粗度は大きく違うものの、その差は#2スタンド出側では縮小する。逆に#2スタンドにてブライト仕上げにする場合も、#1スタンドのダルWR粗度の影響が残るともいえる。板表面の顕微鏡写真をFig. 27に示すが#1スタンドで付与されたダル粗度が残存していることが確認できる。

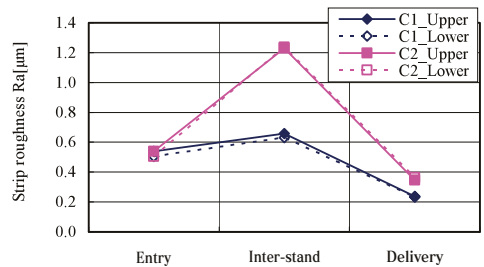


Fig. 26 Influence of roughness of work roll for stand #1 on strip roughness in two-stand temper mill (D/B mode)

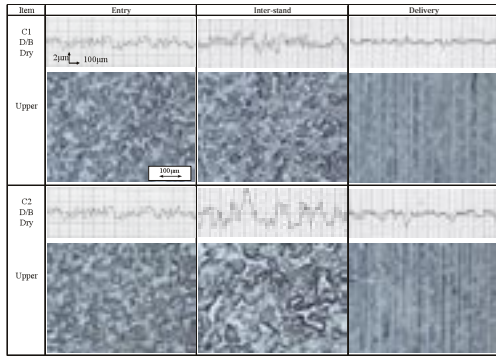


Fig. 27 Photos and roughness charts of strips

また、圧延荷重が#2スタンド出側の板粗度Ra、転写率、L値及び光沢度に及ぼす影響をFig. 28~31に示す。Fig. 31中、同一板粗度であっても光沢度に差が生じる現象が現れているが、#1スタンドで付与されたダル粗度の残存度が違うためであり、条件C2のほうが条件C1に比較して#2スタンドブライtrolロールでの粗度低減効果が大きく寄与しているためと考えられる。

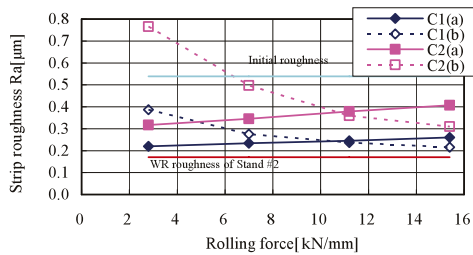


Fig. 28 Relation between rolling force and strip roughness behind stand #2

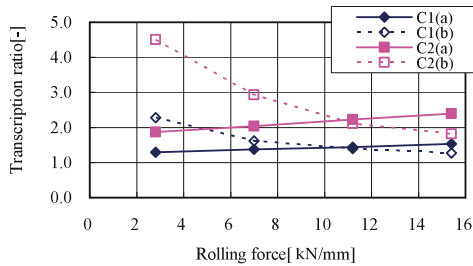


Fig. 29 Relation between rolling force and transcription ratio

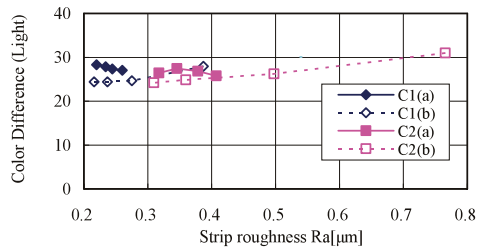


Fig. 30 Relation between strip roughness (Ra) and color difference (light)

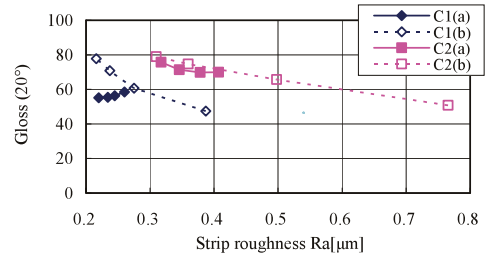


Fig. 31 Relation between strip roughness (Ra) and gloss (20°)

### 5. 2. 3 調質液塗布の影響

前節まではドライ作業時について述べたが、ここではウエット作業時の板粗度の付与状態についてドライ作業との比較を行った。Table 5のD1 (ドライ作業)、D2 (#2スタンドのみウエット作業)に試験条件を示す。供試材はブライ仕上げ材 (M3)を用いた。圧延前後の板粗度Ra、L値及び光沢度の関係をFig. 32~34に示す。条件D2下では#2スタンド (ウエット) のブライWRによるダル粗度消去効果が低下し、条件D1に比較して#1スタンドのダル粗度の影響が残る。

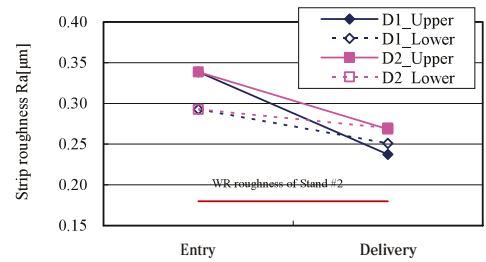


Fig. 32 Comparison of strip roughness between dry operation and wet operation for stand #2

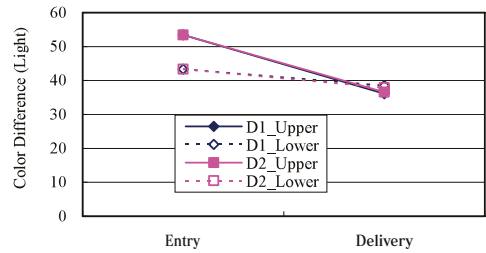


Fig. 33 Comparison of color difference (light) between dry operation and wet operation for stand #2

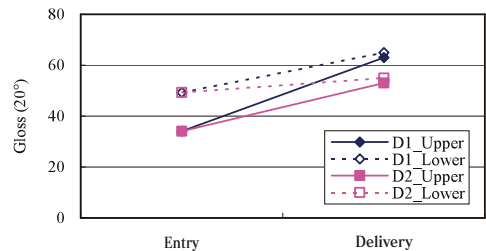


Fig. 34 Comparison of gloss (20°) between dry operation and wet operation for stand #2



## 6. 結 言

生産用4Hi-2スタンド調質圧延機を使用し、ダル仕上げ及びブライツ仕上げ作業における板粗度創製の基礎特性を調査し以下の知見を得た。

- (1)板粗度はWR粗度および圧延荷重の影響を受けるが、ダル仕上げ及びブライツ仕上げ共に#2スタンドの影響が支配的である。この傾向はダル仕上げ作業が顕著であり、ブライツ仕上げ作業になると#1スタンドダル圧延の影響も残存する現象が生じる。
- (2)ウエット作業ではWR粗度の板粗度への影響度が小さくなり、ウエットスタンドの入側の板粗度の影響を受け易くなる。
- (3)板粗度 (Ra値) と板表面のL値および光沢度の間には相関がみられ、高粗度材であるほどL値が高くなり光沢度が小さくなる傾向があるようである。但し、同一の板粗度 (Ra値) であっても、ダル粗度残存などとして現れるブライツ圧延とダル圧延の影響度の大小によってL値および光沢度が異なってくる。

### 引 用 文 献

- 1) 小森：CAMP-ISIJ, 18 (2005), 1221
- 2) 吉田ら：CAMP-ISIJ, 18 (2005), 1219
- 3) 鎗田ら：CAMP-ISIJ, 17 (2004), 1001
- 4) 松本：CAMP-ISIJ, 18 (2005), 1218
- 5) 鎗田ら：CAMP-ISIJ, 20 (2007), 353
- 6) 長瀬ら：CAMP-ISIJ, 20 (2007), 354
- 7) 阿高ら：CAMP-ISIJ, 20 (2007), 356
- 8) 湯川ら：CAMP-ISIJ, 20 (2007), 358

# 圧延トルク測定による冷間圧延の潤滑機構解析

入江 毅\*・奥村英典\*<sup>2</sup>・富岡章生\*<sup>3</sup>・長谷川浩\*<sup>4</sup>・古賀 守\*<sup>5</sup>

Analysis of Lubrication System in Cold Rolling Process by Measuring Rolling Torque

Tsuyoshi IRIE, Hidenori OKUMURA, Akio TOMIOKA, Hiroshi HASEGAWA and Mamoru KOGA

**Synopsis :** It must be very important to estimate and evaluate the lubrication performance in the cold rolling process in order to improve the productivity and surface quality of the cold rolled strip. The cold rolled strip getting harder and thinner, it is essential to improve rolling lubrication in terms of the lubricant itself and the application system, such as spraying nozzles, pumps, mixing facility, dominating emulsion size and E.S.I..

Various methods to evaluate lubrication performance had been carried out by many engineers and researchers, calculated friction coefficient and forward slip are reported as the most useful methods at present.

In the meanwhile, lubrication performance should be discussed not only on the upper and lower sides but also on the whole width of the strip to realize high productivity and quality in the cold rolling process. However, it is actually very difficult and this seems to be impossible on the production sites. Therefore, it must be important to adequately evaluate lubrication performance between the work roll and the strip surface on the upper and the lower sides, respectively.

The authors studied and proposed a new system that can individually evaluate lubrication performance on the upper and lower sides to directly measure the rolling torque with strain gauges stuck on the spindle shafts in No.2 tandem cold mill.

This paper shows the experimental results and the knowledge of relation between lubricating condition and rolling torque on the both surface sides of the strip. As a result, it is concluded that the direct measuring of rolling torque is very effective to evaluate lubrication performance in the work roll gap.

**Keywords :** cold rolling, lubrication performance, rolling torque, strain gauge

## 1. 緒 言

近年の冷間タンデム圧延機への要求は、板材の薄肉・硬質化に代表される需要構成の変化への対応、耐モトリング性に代表される板表面品質向上、および生産性の向上の3点に大別される。硬質材あるいは100 $\mu$ m以下のスチールフォイルの圧延は2次冷延に頼らざるを得ず、圧延工程の生産性を阻害している大きな要因でもある。そのため冷間タン

デムミルにて、さらなる高圧下、高速圧延の技術開発の必要性が提唱されている<sup>1)</sup>。

これらの要求に対応するためには、WR小径化を指向したミル型式選定<sup>2)</sup>と、圧延潤滑性の向上<sup>3~5)</sup>が主な課題となる。特に板表面品位が重要視される現在においては、板表裏面全幅における潤滑効果の均一性が重要な要素となる。しかし、実際の操業現場では板の表裏の潤滑状態が異なる現象があり、最終製品品質、工程歩留向上のためには板上下面における均一な潤滑性の確保とその維持が命題と

\* 下松工場 生産技術部

\*<sup>2</sup> 下松工場 生産技術部 グループリーダー

\*<sup>3</sup> 下松工場 製板部 係長

\*<sup>4</sup> 下松工場 製板部 部長

\*<sup>5</sup> 技術研究所 所長

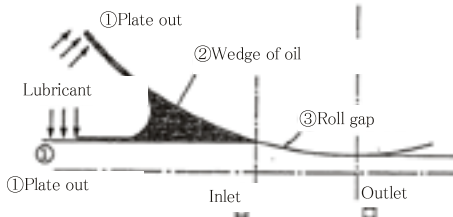


Fig. 1 Schematic view concerning rolling lubrication

なっている。

圧延潤滑のメカニズムは、Fig. 1<sup>1)</sup>に示すように3つの領域に分けてアプローチがなされ、圧延後の板表面の油膜厚さから潤滑挙動を解明する研究<sup>6)</sup>などが報告されている。しかし、圧延潤滑の中心課題であるロールバイト内のWRと板との上下接触面での潤滑状態を解明する研究は少ない。

本報では、圧延油供給条件の変化がロールバイト内の潤滑状態に及ぼす影響について考察を試みた。特に、ロールバイト内でWRと接する板の上下面の潤滑状態を別個に解明するために、上下スピンドルに作用する圧延トルクを測定する方法を採った。この方法による研究は、異周速圧延時の異速比と圧延トルクなどの関係を実験的に求めた報告<sup>7)</sup>があるが、ここでは当社のNo.2冷間タンデムミル (No. 2 TM) の第5スタンド (シングルドライブ方式、ダイレクトアプリケーション方式) を対象スタンドとして、圧延油供給条件がロールバイト内潤滑に及ぼす影響、チャタリングなどの圧延諸現象と圧延トルクとの関係などを調査した結果を報告する。

## 2. 圧延トルク測定システム

Fig. 2に圧延機駆動系、Fig. 3に圧延トルク測定システムの概要を示す。Fig. 4がスピンドルに取り付けたシステム外観写真である。上下スピンドルに貼り付けた歪ゲージからスピンドル振り歪を検出し、その出力をテレメータ送受信機を使い、記録装置に出力させた。圧延トルクは歪ゲージ出力から次の換算式により算出した。本報では、歪ゲージにて検出したスピンドル軸の圧延トルクを「スピンドル歪トルク」とよぶ。

$$T = (G \cdot \pi \cdot D^3 / 8) \cdot \varepsilon' \cdot 10^{-6} \dots\dots(1)$$

ここで、

T : スピンドル軸の圧延トルク (N・mm)

G : スピンドルの横弾性係数 ( $7.92 \cdot 10^4 \text{ N/mm}^2$ )

D : スピンドル直径 ( $\phi 280\text{mm}$ )

4枚ゲージを使用したため、 $\varepsilon' = \varepsilon / 4$ として

$T = 0.683 \cdot 10^6 \cdot \varepsilon / 4 = 0.171 \cdot 10^6 \cdot \varepsilon$ となる。

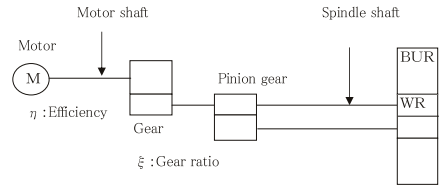


Fig. 2 Schematic model of mill drive system

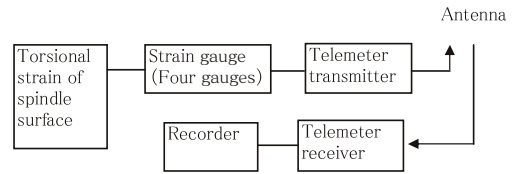


Fig. 3 Rolling torque measurement system

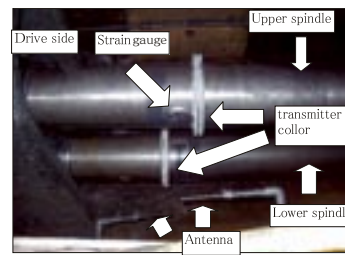


Fig. 4 Over-view of rolling torque measurement system

## 3. 圧延油供給設備

圧延油供給はパーム油を用いたダイレクト方式で、板表面に直接噴射するストリップパームと下ワークロールバイト部に直接噴射するロールパームから構成されている。上下ストリップパーム、ロールパームの配管に流量調整バルブと流量計を、上下ストリップパームノズル部に圧力計を設置し、流量を任意に調整できるようになっている。Fig. 5に圧延油供給設備を示す。

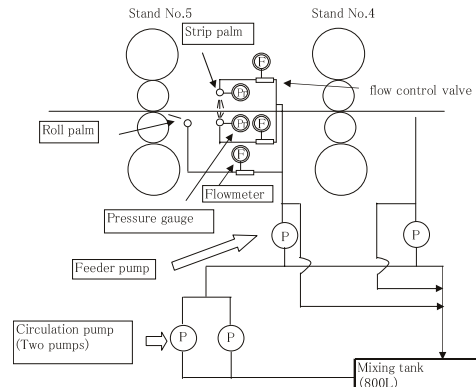


Fig. 5 Lubrication system of stand No. 5

## 4. 通常圧延における圧延トルク挙動分析

### 4. 1 板圧延時の圧延トルク特性

#### 4. 1. 1 圧延トルク測定条件

現状のNo.2 TM第5スタンドにおける潤滑状態を把握することを目的とし、Table 1 に示す圧延条件での圧延トルク特性を調査した。

Table 1 Condition to measure rolling torque

Index	Condition
Material size	2.0mm <sup>t</sup> -750mm <sup>w</sup> →0.256mm <sup>t</sup>
Lubricant application	Proportional to rolling speed (Direct application)
Oil concentration	1.4%(RBD palm oil)

#### 4. 1. 2 圧延トルク測定結果

Fig. 6～10に板圧延時の圧延トルク特性測定結果を示す。これにより下記の基本特性が明らかになった。

- (1) 低速部では、下スピンドル歪トルクが上スピンドル歪トルクよりも大きい (200mpmで1.37倍, Fig. 7)。このことは潤滑性が上面より下面が悪いことを示している。
- (2) 増速に伴い、上スピンドル歪トルクは上昇し、下スピンドル歪トルクは低下する (Fig. 7)。このことは増速に伴い上面の潤滑性が劣化し、下面の潤滑性が向上していることを示している。
- (3) 上下のスピンドル歪トルクの合計値は圧延速度1000mpm程度までは一旦減少するが、更に増速すると若干増加する (Fig. 7)。
- (4) スピンドル歪の変動幅が圧延速度1400mpm前後で極大となる (Fig. 8)。トルク変動の周波数分析は圧延速度によらず13Hz前後である (Fig. 10)。この現象はWRの回転周波数とスピンドルのねじり振動数が一致する圧延速度で共振が発生することによるものと推測される。
- (5) 圧延荷重の圧延速度に対する挙動は、上下のスピンドル歪トルクの合計値と同様な挙動を示す (Fig. 9)。

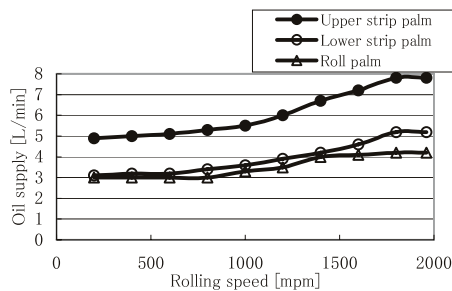


Fig. 6 Flow rate of lubrication application

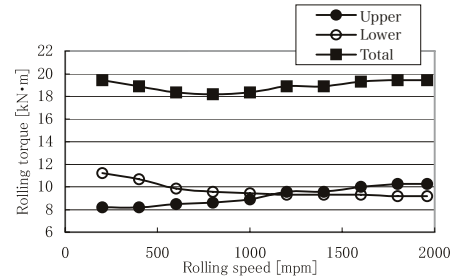


Fig. 7 Characteristic of rolling torque

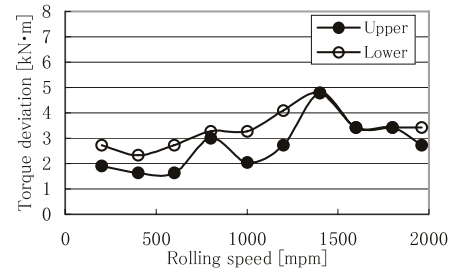


Fig. 8 Characteristic of torque deviation

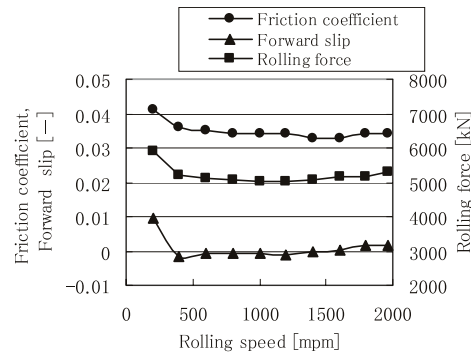


Fig. 9 Characteristic of rolling condition

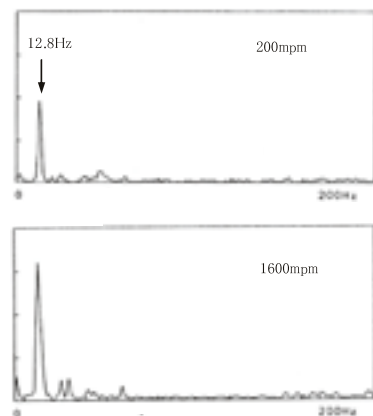


Fig. 10 FFT analysis of spindle torque

#### 4. 1. 3 駆動系の固有振動解析

板圧延時における圧延トルク測定結果において、スピンドル歪トルク変動の周波数は圧延速度によらず約13Hzであったことから、この周波数がスピンドルの固有周波数であると考えられる。以下にその解析結果を示す。

圧延機駆動系のねじり固有振動数解析は御園生<sup>8)</sup>によって厳密な計算が行われた経緯があるが、ここでは計算を簡素化するために、Fig. 11に示すような片側固定端で1自由度系の等価モデル化を行い固有振動数計算を実施した。すなわち、駆動系のGD<sup>2</sup>は、操作側のGD<sup>2</sup>の20倍と大きいため、本モデルで近似できる。ばねのねじり固有振動数は式(2)で表すことができる。

$$f_{sp} = \sqrt{(K_{sp}/I)} / (2 \cdot \pi) \dots\dots(2)$$

式(2)において、Iは操作側回転系の慣性モーメント、K<sub>sp</sub>はスピンドルのねじりによるばね定数で、それぞれ式(3)、(4)によって計算される。

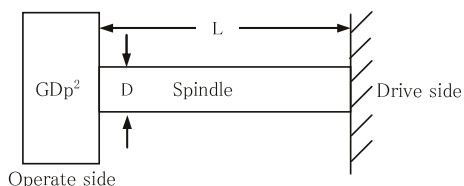


Fig. 11 Equivalent torsional spring of spindle

$$I = GDp^2 / (4 \cdot g) \dots(3)$$

$$K_{sp} = \pi \cdot D^4 \cdot G / (32 \cdot L) \dots(4)$$

ここで、GD<sup>2</sup>：操作側回転系のGD<sup>2</sup>

g：重力加速度

D：スピンドル直径

G：横弾性係数

L：スピンドル長さ

以上の式からf<sub>sp</sub>を計算すると17.9Hzとなり、実測された振動数13Hzとほぼ同一波数であり、駆動系のねじり固有振動数と一致することが確認された。

## 5. 各種圧延条件変更時の圧延特性

スピンドル歪トルクより、圧延油のノズルからの供給量、濃度、ノズル位置、ノズル角度、およびワークロール表面の摩耗による経時変化が、ロールバイト内の圧延潤滑状態に及ぼす影響に関して推察した結果について述べる。

### 5. 1 圧延油供給量の影響

Table 2に示す材料、及び圧延油濃度条件にて、圧延油供給量の影響について調査した。

Table 2 Test conditions(1)

Index	Condition
Material size	2.0mm <sup>1</sup> -750mm <sup>2</sup> →0.32mm <sup>1</sup>
Oil concentration	14%(RBD palm oil)

#### 5. 1. 1 圧延速度一定条件下の潤滑挙動

上ストリップパームの供給量を2.0L/minから5.5L/minまで変化させた (Fig. 12)。圧延速度は1,500mpmに固定した。

- (1) 上面の圧延油供給量を増量させると、上スピンドル歪トルクは6.3% (摩擦係数は4.9%) 減少する。Fig. 13に圧延油供給量と板表面状態との関係を示す。圧延油供給量増量に対し、オイルピット数の増加が見られる。ただし、圧延油供給量の増加とともに潤滑効果が向上するが、その効果には限界がある。ロールバイト内に引き込まれる油量に限界があるためと推測される。
- (2) 圧延油供給量が一定である下面のスピンドル歪トルクは変化せず、下面の潤滑状態は変化していない。

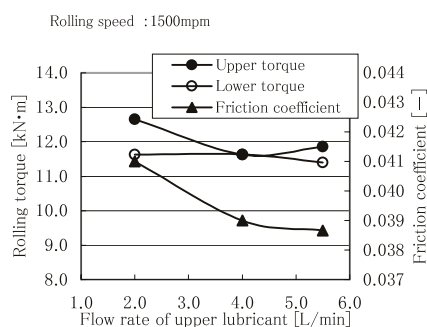


Fig. 12 Influence of upper side lubrication on rolling torque

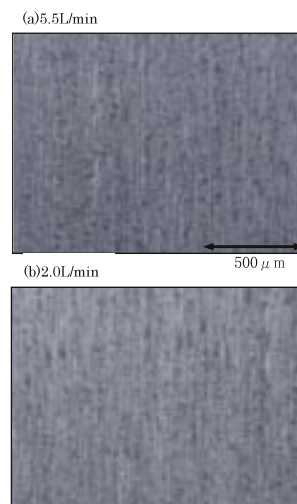


Fig. 13 Microscopic observation of top strip surface

#### 5. 1. 2 圧延速度が潤滑状態に及ぼす影響

圧延油供給量を圧延速度に無関係に一定量とした場合 (圧延油供給パターン1) と圧延速度に比例して増量させた場合 (圧延油供給パターン2) の2条件について比較した。圧延油供給量と圧延速度の関係をFig. 14に、スピンドル歪トルクとの関係をFig. 15に、摩擦係数との関係をFig. 16に示す。

- (1) 上面が下面に比べて潤滑性は良く、特に低速部において顕著である。低速時、ロールバイト内に引き込まれる油量が上面が多いためと推測される。
- (2) 増速するにつれ、上面は潤滑性が悪くなるが、下面は向上する。
- (3) 圧延油供給パターン 1, 2 において、圧延荷重から逆算した摩擦係数 (Fig. 16) に差が見られないが、スピンドル歪トルクを測定することにより、上、下面ともに、圧延油流量変化による潤滑状態を表現し得ることがわかる。

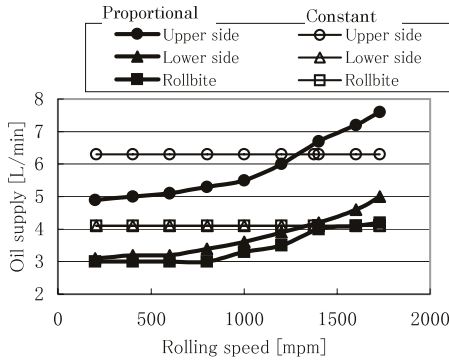


Fig. 14 Characteristic of lubrication control

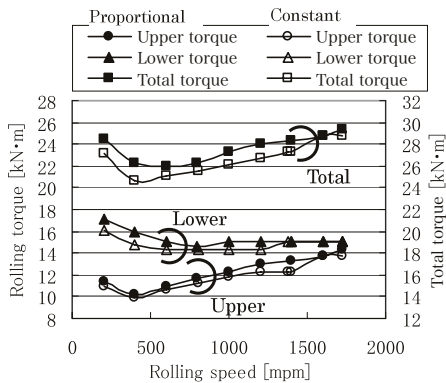


Fig. 15 Influence of lubrication on rolling torque

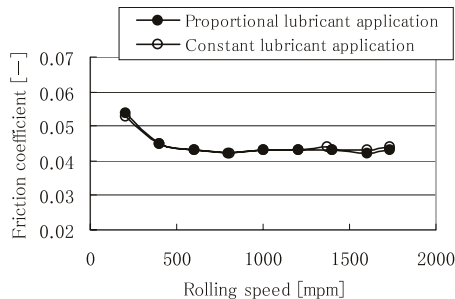


Fig. 16 Influence of lubrication on friction coefficient

## 5. 2 圧延油濃度の影響

Table 2 に示す材料、および圧延油供給パターン 2 にて、圧延油濃度の異なる 2 条件 (6%, 15%) について潤滑状態を比較した。スピンドル歪トルクとの関係を Fig. 17 に、摩擦係数との関係を Fig. 18 に示す。

- (1) 全体として圧延油濃度上昇により、潤滑性が向上しており、摩擦係数による評価と同様、圧延油濃度による潤滑性向上を表現し得ることがわかる。
- (2) 上下面を個別に評価すると、圧延油濃度上昇の影響は、下面の潤滑性向上に顕著に現れており、上面はほぼ見られない。下面は濃度上昇により、プレートアウト性が向上していると推測される。

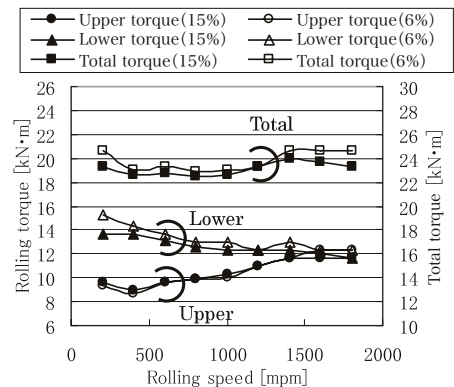


Fig. 17 Influence of oil concentration on rolling torque

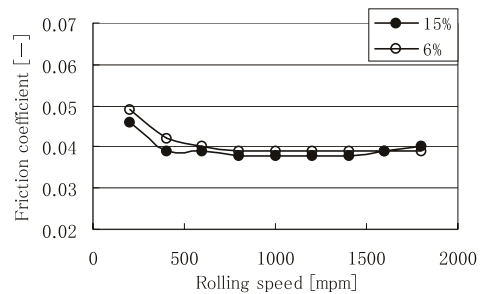


Fig. 18 Influence of oil concentration on friction coefficient

## 5. 3 圧延油噴射位置, および噴射角度の影響

Table 2 に示す材料、圧延油濃度、および圧延油供給パターン 2 にて、上面の圧延油噴射位置、および噴射角度を変更したときの潤滑状態を調査した。また、圧延油の噴射位置、および噴射条件を Table 3 に示す。

試験の実施順序は A → B → C → D の順である。

Table 3 Test conditions(2)

Index	Distance from stand #5	Spraying angle
A	1.9m	45° to rolling direction
B	0.9m	45° to rolling direction
C	2.9m	45° to rolling direction
D	1.9m	90° to rolling direction



5. 3. 1 圧延油噴射位置が潤滑性に及ぼす影響

圧延油噴射位置により、潤滑性は低速域では変化が見られないが、高速域においては変化が見られ、最適な圧延油噴射位置が存在していることを示唆している (Fig. 19).

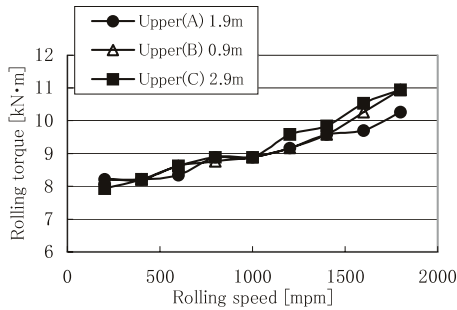


Fig. 19 Influence of nozzle position on rolling torque

5. 3. 2 圧延油噴射角度が潤滑性に及ぼす影響

Fig. 20に圧延油噴射角度と圧延トルクの関係を示す。

圧延油噴射角度45°の方がスピンドル歪トルクが低く、圧延油噴射角度により潤滑状態が変化する。

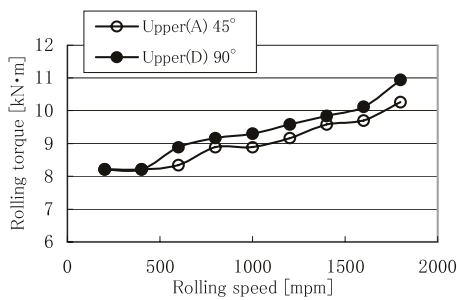


Fig. 20 Influence of spraying angle on rolling torque

5. 4 ワークロール表面の摩耗による経時変化の影響

Table 2に示す材料、圧延油濃度、および圧延油供給パターン2にて、第5スタンドWR組み込み後の圧延距離の経時変化 (19~153km) による潤滑状態を調査した。

- (1) 圧延距離が長くなれば、ワークロール摩耗の進行により、摩擦係数は低減する (Fig. 21).
- (2) 同様に、上下面において摩耗による圧延負荷低減が確認できる (Fig. 22).

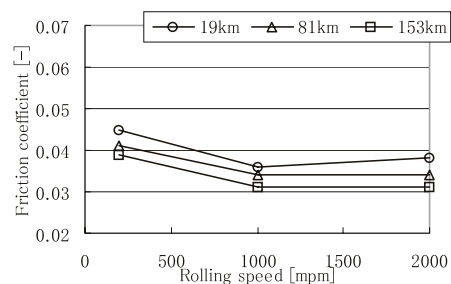


Fig. 21 Influence of rolling length on friction coefficient

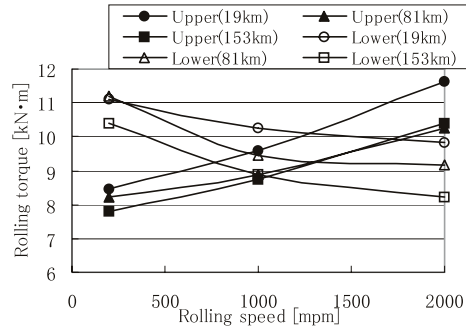


Fig. 22 Influence of rolling length on rolling torque

6. 結 言

圧延トルクを上下のスピンドル歪から実測することにより、潤滑状態を解析した。本方法によれば、圧延荷重から逆算した摩擦係数の値以上に、ロールバイト内の潤滑状態を把握しえる。

また、この上下面の潤滑状態を別個に見ると、当社No.2 TMでは、上面においては増速に伴い潤滑性が劣化し、下面においては低速部で潤滑性が低いという結果が得られた。この現象は上下面それぞれのロールバイト内に引き込まれる圧延油量の変化に起因して発生しており、全速度域での安定した圧延潤滑状態を阻害する要因の一つであると考えられる。

引 用 文 献

- 1) 鈴木 弘: 圧延百話—圧延の疑問と基本常識, 養賢堂 (2000)
- 2) 西村邦雄, 古賀 守, 福山 敏, 井原信之, 奥村英典, 野村政功: 東洋鋼鋳, 31 (1998), 15
- 3) 岡本隆彦, 山口一男, 松本忠之, 山内一忠: 材料とプロセス, 13 (2000), 310
- 4) 金子智弘, 齊藤輝弘, 川島浩治, 竹澤幸平, 長南富雄, 岡本 謙: 材料とプロセス, 13 (2000), 322
- 5) 田中健一: 材料とプロセス, 13 (2000), 318
- 6) 小豆島 明, 長井 大, 稲垣 訓, 菅井哲也: 鉄と鋼, 86 (2000), 47
- 7) 塩崎宏行, 新谷定彦, 三上昌夫, 小出誠二: 塑性と加工, 23 (1982), 1080
- 8) 御園生一長, 中島 厚: 塑性と加工, 23 (1982), 658



# ポリエステル樹脂ラミネート鋼板のDWI製缶技術の確立 —PETヘアに及ぼす材料特性の影響—

田屋慎一\*・甲斐政浩\*<sup>2</sup>・田辺純一\*<sup>3</sup>・土井博史\*<sup>4</sup>・堤悦郎\*<sup>5</sup>・佐伯則人\*<sup>6</sup>・戸丸秀和\*<sup>7</sup>

Application of Polyester Film Laminated Steel Sheet to DWI Can

Shinichi TAYA, Masahiro KAI, Junichi TANABE, Hiroshi DOI, Etsuro TSUTSUMI, Norihito SAIKI and Hidekazu TOMARU

**Synopsis** : Beverage cans are mainly produced through the drawing and wall ironing (DWI) process. After DWI forming, the cans are generally washed and applied with paint-coatings.

In recent years, ecological concerns have been increasing all over the world. Therefore, one subject for steel and can makers is to avoid using the substances in achieving reasonable cost-performance. In this respect, we have tried to apply polyester film laminated steel sheets to the conventional DWI process.

In this study, we focused on the influence of material properties, the strength of substrate and film adhesion strength and film thickness, on PET-Hair (Filamentous trash of laminated polyester) of DWI can using polyester film laminated steel sheets.

**Keywords** : beverage can, ironing, laminated steel, environment, ecology

## 1. 緒言

地球規模での環境変化が問題として取り上げられるようになって既に久しく、問題は以前にも増して表面化し、今日では省エネルギーや省資源化という従来の環境問題に関する用語に加えて地球温暖化防止という言葉も常識として定着している。また、日本のように工業的に発展している国では地球温暖化防止に効果的なハイブリッドカーのような製品開発および製造工程での二酸化炭素排出量の低減など環境保護のための諸施策もまた企業の社会的責任の一つとして既に常識となっている。

飲料・食品容器の分野についても1990年代半ばから環境ホルモンの低減など環境保護に関わる技術開発が重視されるようになり、とくに金属容器の分野では薄ゲージ化、缶側壁の薄肉化による材料利用量の低減、塗料の水酸化、容

器用材料へのポリエステル樹脂プレコート材料の適用などが進められている。東洋製罐グループでも同様に缶用材料と製缶技術の密接な関係を有する技術に関してTULC、aTULCを筆頭に容器用材料へのポリエステル樹脂プレコート材料の適用を行い、塗装後の焼付工程で発生するCO<sub>2</sub>による環境負荷の低減、塗料によっては塗料中に含まれるとされるBisphenol-A Diglycidyl Ether (ビスフェノールAジグリシジルエーテル、BADGE) 等人体への影響が報告されている物質の低減など材料の製造プロセス(表面処理、製缶)全体での高効率化を図ってきた<sup>1~7)</sup>。

海外でもこれらの環境問題が顕在化しており、EUではREACH法により有害物質または現時点で有害物質として認定されている物質を含む製品の流通に関する規制が施行、また1996年以降京都議定書による温室効果ガスの削減について数値目標を掲げて積極的な取組みが行われている。

本研究は、飲料缶の製造方法として最も一般的な加工方

\* 技術研究所 グループリーダー

\*<sup>2</sup> 技術研究所 研究部長

\*<sup>3</sup> 技術研究所

\*<sup>4</sup> 技術センター グループリーダー

\*<sup>5</sup> 技術研究所 副主事

\*<sup>6</sup> 東洋製罐(株) 開発本部 メタル容器開発部長

\*<sup>7</sup> 東洋製罐(株) 開発本部 メタル容器開発部

法である絞り・しごき (Draw and Ironing, DI) 加工へのポリエステル樹脂ラミネート鋼板 (以下, ラミネート鋼板) の飲料缶へ適用する上で最大の課題である絞り, 再絞り加工およびしごき加工で缶上端部に発生する糸状フィルムくず (以下, PETヘア) について, その発生メカニズムの検証およびPETヘアに及ぼす材料特性 (基材強度, 基材とPETの密着強度, 被覆するポリエステル樹脂の厚み) の影響を検討した。

## 2. 実験および数値解析方法

### 2.1 供試材

#### 2.1.1 基材

ラミネート金属板の基材として以下の4種類の材料を用いた。基材の化学組成および材料仕様 (板厚, 調質度, 強度特性) をTable 1に示す。

(1)ティンフリースチール (TFS ; Tin Free Steel, 電解クロム酸処理鋼板)

冷延鋼板をアルカリ脱脂, 硫酸酸洗後, 電解クロム酸処理 (金属クロムめっき後, クロム水和酸化物を電解処理) を施してTFSを作製した。基材のめっき皮膜構成をTable 2, Fig. 1 (a)に示す。

(2)ぶりき

冷延鋼板をアルカリ脱脂, 硫酸酸洗後, フェロスタン浴により所定量の錫めっきを施し, 電解クロム酸処理を行った後, リフロー処理により錫めっき皮膜の溶融加熱処理を行って供試ぶりき基材を作製した。基材のめっき皮膜構成をTable 2, Fig. 1 (b)に示す。

(3)Ni-Sn合金めっき鋼板

アルカリ脱脂, 硫酸酸洗した冷延鋼板に電解によるNi-Sn合金めっきし, 続いてTFSと同様のクロム水和酸化物を施して供試Ni-Sn合金めっき鋼板を作製した。基材のめっき皮膜構成はTable 2, Fig. 1 (c)に示すようにNi-Sn合金めっき皮膜中の約90%がNiである。

(4)アルミニウム合金板

Table 1に示すアルミニウム合金板 (古河スカイアルミ製) をアルカリ脱脂して, 供試ラミネート金属板用の基材として用いた。

(5)鋼板/アルミニウム箔およびアルミニウム板/鉄箔のクラッド材

表面活性化接合法により鋼板とアルミ箔およびアルミ板と鉄箔を常温接合したクラッド材料 (以下, クラッド材と

Table 1 The specification of testing materials

Material	Chemical composition/wt%							Specification of the substrate		
	C	Mn	P	S	Nb	-	Temper	Yield Strength /MPa	Tensile Strength /MPa	Thickness /mm
Steel	0.001	0.170	0.013	0.009	0.025	-	T-1CA	247	351	0.225
							DR3	309	352	
							DR5	388	401	
Aluminum (A3004)	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Temper	Yield Strength /MPa	Tensile Strength /MPa	Thickness /mm
	0.30	0.40	0.21	1.00	1.00	0.22	H19	279	309	0.280

Table 2 The specification of surface treatment

Sample No.	Substrate					
	Material	Temper	Surface treatment (both side)			
			Primary coating		Secondary coating	
T1	TFS (Electrochromium coating)	T-1CA	Metal chromium Cr <sup>0</sup>	120mg/m <sup>2</sup>	Chromium oxide (Cr <sup>ox</sup> )	15 mg/m <sup>2</sup>
T2		DR3				
T3		DR5				
T4		T-1CA				
S1	Tin Plate	T-1CA	Sn	0.12g/m <sup>2</sup>	Chromium oxide / Metal chromium (Cr <sup>ox</sup> / Cr <sup>0</sup> )	8 / 7 mg/m <sup>2</sup>
S2				4.00g/m <sup>2</sup>		
NS1	Ni-Sn plating sheet	T-1CA	(Ni+Sn)	0.56g/m <sup>2</sup>	No passivation	
NS2				1.68g/m <sup>2</sup>		
NS3				5.00g/m <sup>2</sup>		
A	Aluminum	H19	chromium - phosphate chemical treatment			
CL-S (Steel base CLAD material)	Steel sheet	T-1CA	Metal chromium Cr <sup>0</sup>	120mg/m <sup>2</sup>	Chromium oxide Cr <sup>ox</sup>	15 mg/m <sup>2</sup>
	Aluminum foil	O	phenol - zirconium chemical treatment			
CL-A (Aluminum base CLAD material)	Aluminum sheet	H19	chromium - phosphate chemical treatment			
	Iron foil	-	Metal chromium Cr <sup>0</sup>	120mg/m <sup>2</sup>	Chromium oxide Cr <sup>ox</sup>	15 mg/m <sup>2</sup>

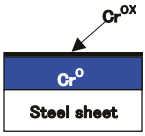
Coating composition		
	Sample T1~3	Sample T4
Chromium Oxide Cr <sup>OX</sup> / mg/m <sup>2</sup>	15	15
Metal Chromium Cr <sup>O</sup> / mg/m <sup>2</sup>	120	420

Fig. 1 (a) The coating composition of TFS (Tin Free Steel, ECCS)

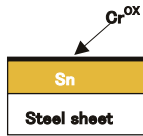
Coating composition		
	Sample S1	Sample S2
Chromium oxide / Metal chromium (Cr <sup>OX</sup> /Cr <sup>O</sup> )/ mg/m <sup>2</sup>	8 / 7	8 / 7
Sn / g/m <sup>2</sup>	0.12	4.00

Fig. 1 (b) The coating composition of Tin Plate


Coating composition			
	Sample NS1	Sample NS2	Sample NS3
Ni-Sn Alloy (Ni + Sn) / g/m <sup>2</sup>	0.56	1.68	5.00

Fig. 1 (c) The coating composition of Ni-Sn alloy coating steel

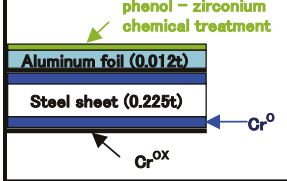
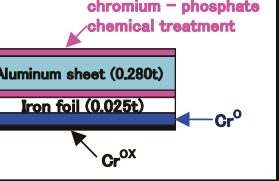
Cross section composition				
	Sample CL-S (Steel Base)		Sample CL-A (Aluminum Base)	
Chromium Oxide Cr <sup>OX</sup> / mg/m <sup>2</sup>	15		15	
Metal Chromium Cr <sup>O</sup> / mg/m <sup>2</sup>	120		120	

Fig. 1 (d) The cross section composition of sheet-foil clad materials

記す)をラミネート金属板用の基材として用いた。以下、クラッド材は接合する基材の厚い方をベース金属と見なし、鋼板とアルミ箔のクラッド材を鋼板ベースクラッド材、アルミ板と鋼箔のクラッド材はアルミベースクラッド材と記す。鋼板ベースクラッド材に用いたベースの鋼板はTable 2に示したSample T1のTFSであり、アルミ箔は純アルミ系のO材である。また、アルミベースクラッド材に用いたベースとなるアルミ板はTable 2に示したSample Aのアルミニウム合金板であり、鉄箔 (Iron Foil, IF) は電鍍箔を用いた。作製した2種類のクラッド材はともに接合した段階では箔側表面は表面処理を施していないので、基材と箔をクラッドした後に箔側に表面処理を施した。鋼板ベースクラッド材のアルミ箔側にはフェノールジルコニウムの表面処理、アルミベースクラッド材の鉄箔側表面にはTFS相当のクロムめっきを施した。基材の構成をTable 2、Fig. 1 (d)に示す。

### 2. 1. 2 ラミネート金属板

製缶試験に供したラミネート鋼板は、ポリエチレンテレフタレート/イソフタレート共重合樹脂 (PET/I) の無延伸フィルムを熱融着して作製した。これらのポリエステル樹脂フィルムは缶外面側には厚さ16 $\mu$ mの白色フィルム、缶内面側には厚さ28 $\mu$ mの透明フィルムを用いており、基材と熱融着により積層してラミネート鋼板を作製した後、パ

ラフィン系ワックスを静電塗油し、製缶試験に供した。

## 2. 2 製缶試験

製缶試験は、ラミネート鋼板から円形のブランクを打ち抜き、浅絞りカップを作製するカップング工程と作製した浅絞りカップを再絞り後しごき加工するボディメーカの2工程からなるプレス加工により製缶を行った。以下にカップングおよびボディメーカでの製缶工程を示す。

### 2. 2. 1 カップング

カップングは、機械プレスTPL45Si (公称能力441kN, AMADA社製) にて加工速度60spmで行った。Table 3にカップング工程の加工条件を示す。

Table 3 The condition of the drawing process (Cupping)

Punch diameter /mm	91.0
Drawing ratio	1.54
Blank holder force /kN	25
Drawing speed /spm	60
Drawing temperature / $^{\circ}$ C	RT

### 2. 2. 2 ボディメーカ

再絞りしごき加工は、ボディメーカ (型式B3-26, ㈱東洋食品社製) を用いて液体潤滑剤 (クーラント) を使用しないドライ条件下にて100spmの加工速度で行った。ボディ

メーカーでの再絞りしごき加工はTable 4の条件にて行い、しごき加工缶上端部の厚み減少率(リダクション率/%)<sup>\*</sup>を10~30%の間で変更した。

<sup>\*</sup>ここでの缶上端部のリダクション率は、しごき加工していない再絞り缶の上端部厚みからの厚み減少率であり、一般に用いられる加工前の板厚に対するリダクション率とは異なる。

Punch diameter /mm	66	
Tool temperature/°C	Punch	55
	Redraw	30
	Ironing die	40
Speed /spm	100 (single shot)	

## 2. 3 評価方法

### 2. 3. 1 成形缶のPETヘア

成形缶の評価はPETヘアの状態は目視、光学顕微鏡または電界放射型走査電子顕微鏡 (FE-SEM ; Field Emission Scanning Electron Microscope) による外観観察および断面観察により評価した。

### 2. 3. 2 フィルムと基材の密着強度

基材に対するフィルムの密着性は、180°ピール試験により基材に対するフィルムの剥離強度を測定することで評価した<sup>8)</sup>。180°ピール試験にはFig. 2に示すような試験片を用いて、引張試験機 (オリエンテック製テンシロン万能試験機 RTC-1210A) により、試験速度0.17mm/sにて室温(25°C)でフィルムのみを剥離させたときの荷重をフィルムと基材の密着強度とした。

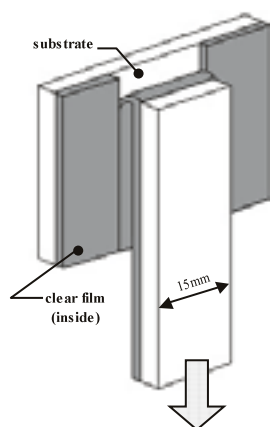


Fig. 2 Model of 180° peeling test

## 2. 4 引張試験

### 2. 4. 1 供試材

#### (1)フィルム

ラミネート前のフィルムから切出した幅5mm×長さ40mmの短冊状の試験片について、引張試験機 (オリエンテック製テンシロン万能試験機 RTC-1210A) を用いて、試験速度3.3mm/s、温度75°Cで行った。

#### (2)基材およびラミネート材料

基材およびラミネート材料の引張試験は、JIS Z 2241金属材料引張試験方法によるJIS 5号試験片を作製し、引張試験機 (オリエンテック製テンシロン万能試験機 RTC-500) を用いて、試験速度0.17mm/sにて室温(25°C)で行った。

### 2. 4. 2 缶側壁

#### (1)フィルム

フィルムの引張試験は、ラミネート前のフィルムから切出した幅5mm×長さ40mmの短冊状の試験片について、引張試験機 (オリエンテック製テンシロン万能試験機 RTC-1210A) を用いて、標点間距離20mm、試験速度3.3mm/s、温度75°Cで行った。

#### (2)基材

基材の引張試験は、缶壁から幅15mm×長さ45mmの短冊状に切出し、フィルムをはく離した試験片について、引張試験機 (オリエンテック製テンシロン万能試験機 RTC-500) を用いて、試験速度0.17mm/sにて室温(25°C)で行った。

## 3. 結果および考察

### 3. 1 PETヘアに及ぼす材料強度の影響

Fig. 3にFE-SEMにより観察した缶上端部の内面側フィルムの状態を示す。基材が鋼板、アルミ板に関わらず、何れの場合もラミネートしたフィルムが缶上端部より外側へ押出されている。基材がTFSであるSample T1~3では、缶上端部のリダクション率の増加に伴ってラミネートしたフィルムへのダメージが大きくなっており、缶上端部リダクション率が15%以上では調質度によらず全ての条件でフィルムが破断してPETヘアが発生している。また、基材のより軟らかいT-1のラミネート鋼板 (Sample T1) では、他のDRテンパーの2種類と比較してしごき成形でのラミネートフィルムの損傷が少なく、PETヘアが軽減されている。これに対して、アルミ板のラミネート材Sample Aでは同じ厚みのPETフィルムをラミネートしているにも関わらずPETヘアは発生していない。このように缶上端部では、パンチの進行方向に対して後方側に材料を拘束するものがないため構成材料の材料強度により基材、PETフィルムの変形量が異なり、基材に比べて材料強度の低いPETフィルムが選択的に変形するものと推測される。そこで、各成形



工程での基材およびフィルムの強度特性を調査した。Table 5 に各成形工程での基材および缶側壁内面側のフィルムの強度を示す。Fig. 3 のPETへアの状態は、Table 5 の再絞り缶 (Redraw can wall) の側壁強度との相関が高く、基材強度の上昇に伴いPETへアが発生しやすいことが分かる。また、前述の缶上端部での各構成材料の変形挙動と併せて考察すると、基材が鋼の場合はラミネートしたフィルムと基材の強度差が大きく缶上端部近傍では基材に対して強度の低いフィルムが選択的に変形し、その結果缶上端部直下でフィルム自体が破断してPETへアになると考えられる。

PETへアに及ぼす材料強度の影響についての確認のため鋼板ベースクラッド材 (鋼板とアルミ箔のクラッド材, Sample CL-S), アルミ板ベースクラッド材 (アルミ板と鉄箔のクラッド材, Sample CL-A) のラミネート材を

ボディメーカーにてリダクション率20%しごき成形した後の缶上端部FE-SEM写真をFig. 4 に示す。鋼板ベースクラッド材では、缶の内面外面ともにフィルムが破断しており、PETへアが発生した。これに対して、アルミ板ベースのクラッド材では、缶の内面外面ともにリダクション率20%のしごき成形後もPETへアは発生していない。Fig. 5 に前記試験後の缶側壁断面の写真を示す。鋼板ベースクラッド材では前述の通り缶内面側のフィルムが破断してPETへアとして脱落していることに加えて、鉄箔に比べて強度の低いアルミ箔もフィルムと同様に後方に押出されているのが分かる。アルミ板ベースのクラッド材では、鉄箔側 (内面側) の基材とフィルムの密着力が弱いため、フィルムが後方に押出されているがフィルムが破断するまでには至っておらず、材料強度の高い鉄箔はアルミ基材よりも変形量が小さいことが分かる。

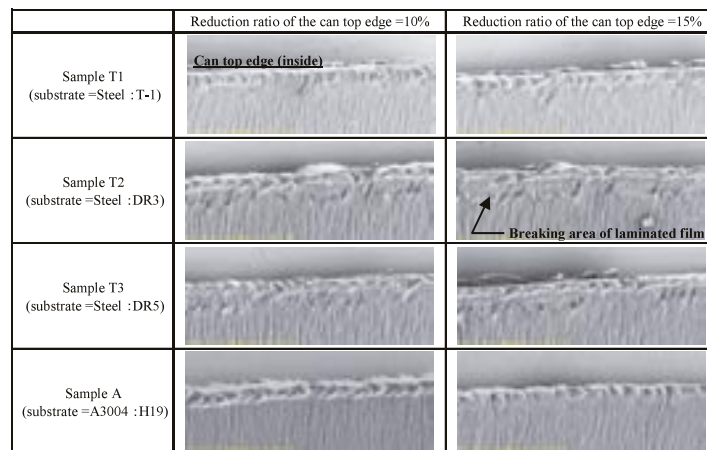


Fig. 3 SEM micrograph of the surface of can top edge (inside)

Table 5 Mechanical properties of the materials after each process

Sample No.	Material	Tempar	Laminated sheet		Cup wall		Redraw can wall		DWI can wall <sup>※</sup>	
			Yield Strength /MPa	Tensile Strength /MPa	Yield Strength /MPa	Tensile Strength /MPa	Yield Strength /MPa	Tensile Strength /MPa	Yield Strength /MPa	Tensile Strength /MPa
T1	TFS	T-1CA	247	351	394	427	460	475	619	648
T2		DR3	315	349	427	453	504	518	666	687
T3		DR5	400	413	437	475	499	513	652	672
A	A3004	H19	220	255	217	284	282	293	292	313
T1	Inside film	-	-	36	-	48	-	63	-	156
A	Inside film	-	-	38	-	47	-	54	-	158

※Reduction ratio of can wall from original thickness (base gauge) =58%

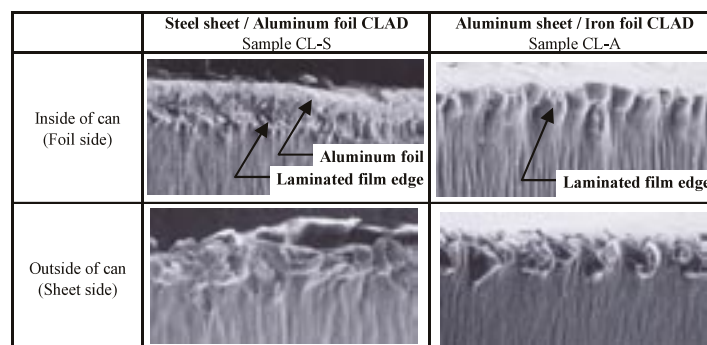


Fig. 4 SEM micrograph of the surface of can top edge, 20% reduction ratio

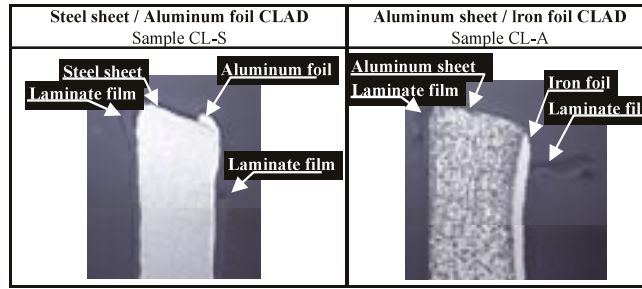


Fig. 5 Sectional view of the surface of can top edge, 20% reduction ratio

3. 2 PETヘアに及ぼす基材とフィルムの密着強度の影響

Table 6 に基材の表面処理を変更したラミネート供試材について製缶試験したときの各成形工程での基材とフィルムの密着強度の関係を示す。Table 6 のフィルム剥離強度の値で網掛けになっている数値は、フィルムが剥離できずに破断したものであり、基材とフィルムの密着力がフィルムの破断強度以上であることを示している。TFS, ぶりきのラミネート材に関しては、加工前が基材とフィルムの密着力が最も高く、成形が進むに伴って密着強度が低下する傾向にある。とくに、ぶりきラミネート材では成形に伴う基材とフィルムの密着力の低下が大きいことが分かる。TFS, ぶりきに比べてニッケルと錫の合金めっきしたラミネート材では、成形に伴う基材とフィルムの密着力の低下がほとんど見られず、ボディメーカでのしごき成形後の缶

側壁についても十分な密着力が保たれており、密着強度はフィルムの破断強度以上である。また、Fig. 6 にはボディメーカにて缶上端部のリダクション率が20%となるように成形したときの缶上端部の外観写真を示す。TFS, ぶりきではしごき成形によりPETヘアが発生しており、PETヘアの程度は基材とフィルムの密着力の低下とともに悪化している。これに対して、ニッケル錫合金めっきしたラミネート材の場合、成形後の密着力低下がみられないサンプル (Sample NS 2, NS 3) については缶上端部のリダクション率20%のしごき成形を行ってもPETヘアが発生しない。以上のような缶側壁のフィルム密着強度向上によるPETヘア低減の効果は、缶側壁の密着力がフィルム強度より高いためフィルム自体が選択的にパンチの進行方向に対して後方側に押出されにくいことによるものと考えられる。

Table 6 Influence the adhesion specification of surface treatment

Sample No.	Material	Temper	Substrate				Peel strength /N/15mm			
			Surface treatment (both side)				Laminated sheet	Cup wall	Redraw can wall	DWI can wall
			Primary plating		Secondary plating					
T1	TFS	T-1CA	Metal	120mg/m <sup>2</sup>	Chromium	15 mg/m <sup>2</sup>	19.6	21.6	18.9	14.8
T4			chromium Cr <sup>o</sup>	420mg/m <sup>2</sup>	oxide Cr <sup>ox</sup>		21.1	16.7	17.4	15.0
S1	Tin Plate	T-1CA	Sn	0.12g/m <sup>2</sup>	Chromium oxide /	8 / 7 mg/m <sup>2</sup>	18.4	7.7	15.2	12.1
S2				4.00g/m <sup>2</sup>	Metal chromium (Cr <sup>ox</sup> /Cr <sup>o</sup> )		17.4	5.9	14.2	9.1
NS1	Ni-Sn coating sheet	T-1CA	Ni+Sn	0.56g/m <sup>2</sup>	No passivation	17.2	16.9	16.9	15.3	
NS2				1.68g/m <sup>2</sup>		18.4	25.8	22.9	20.9	
NS3				5.00g/m <sup>2</sup>		15.7	22.1	22.6	22.1	
A	Aluminum	H19	chromium - phosphate chemical treatment				14.8	12.6	9.6	3.0

※hatching:Film breaking (Film strength<Adhesion)

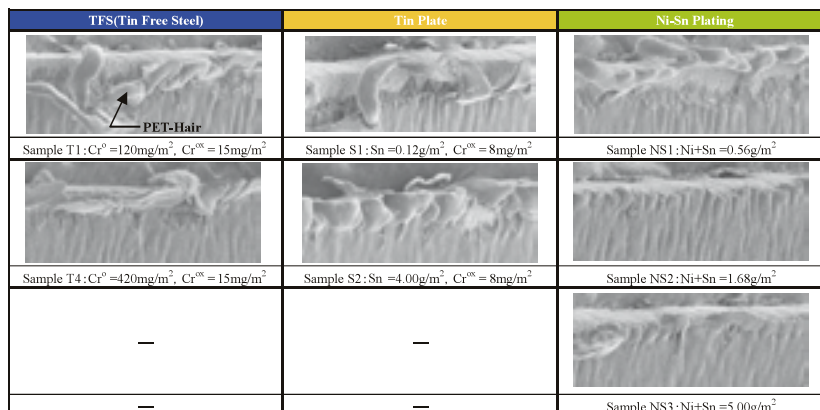


Fig. 6 Influence of surface treatment (film adhesion) on PET-Hair (can inside)

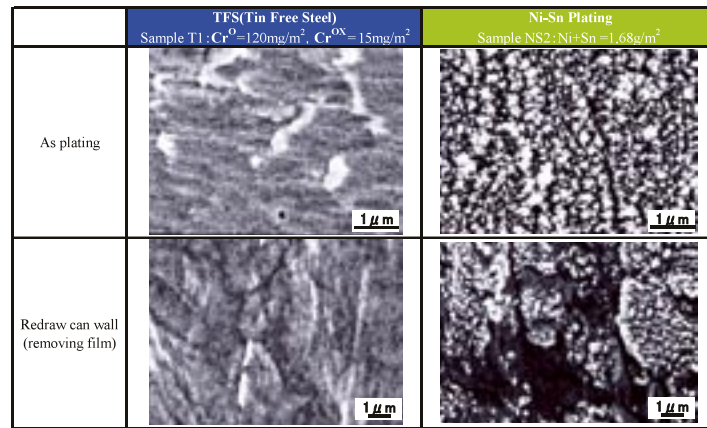


Fig. 7 SEM micrograph of the can wall surface of substrate removed laminated film (inside)

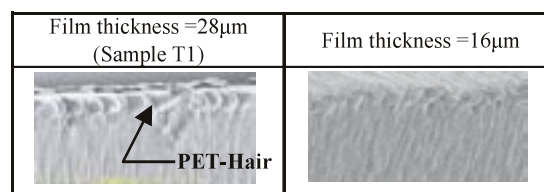


Fig. 8 Effect of using thinner film on reducing of PET-Hair

このようなニッケル錫合金めっきラミネート材の基材とフィルムの密着力を向上させるメカニズムを検証するためにめっき後の基材表面およびしごき成形後の缶側壁の基材表面をTFSのめっき表面および缶側壁の基材表面と比較してFE-SEMにて観察した。Fig. 7に示すようにニッケル錫合金めっき後の基材表面には、 $0.3\mu\text{m}$ 以下の微細な突起が均一微細に分布している。また、缶側壁の基材表面ではめっき皮膜自体が極めて微細に割れている様子が観察された。このようにニッケル錫合金めっきした基材の表面形態のアンカー効果により、しごき成形後も十分なフィルム密着力が得られたものと推測される。これに対して、TFSではめっき皮膜が約 $50\text{nm}$ と非常に薄膜であるため、めっき後の基材表面形態の変化は極僅かであり、成形後の缶側壁もまた同様である。

### 3. 3 PETヘアに及ぼすフィルム厚みの影響

Fig. 8に厚みの異なる2種類のフィルムラミネート材のしごき成形試験結果を示す。図のようにラミネートするフィルム厚みを薄くすることにより、しごき成形の過程で材料強度が低く選択的に変形するフィルムの体積を小さくできるため、PETヘアを低減できることが分かった。つまりフィルムと基材の密着強度が等しい場合、しごき成形によるせん断力が作用するフィルム表面と基材へのフィルムの密着力を発現する基材とフィルムの接合面の距離が近い方がしごき成形のせん断力に対するフィルムの変形抵抗が向上するためと考えられる。

## 4. 結 言

ポリエステル樹脂ラミネート鋼板をDI缶へ適用にする上で課題となる缶上端部の糸状のフィルムくず(PETヘア)に及ぼす基材強度、基材とフィルムの密着力、フィルムの厚みなどの材料特性の影響について検証した。

得られた結果をまとめると以下の通りである。

- (1)缶上端部ではパンチ進行方向に対して後方側に材料を拘束するものがないため、金属である基材に比べて強度の低いポリエステルが選択的に変形する。このような現象は基材が鋼板の場合とくに顕著であり、ラミネート鋼板のD I成形におけるPETヘア発生要因となる。
- (2)表面処理により基材と缶側壁のフィルムの密着強度を向上させることにより、缶上端部フィルムの選択的変形を軽減し、フィルムがパンチ進行方向に対して後方に押出されにくくなるためPETヘアを低減できる。
- (3)ラミネートするフィルム厚みを薄くすることにより、しごき成形の過程で材料強度が低く選択的に変形するフィルムの体積を小さくできるため、PETヘアを低減できる。

## 引 用 文 献

- 1) わが国における缶用表面処理鋼板の技術史, 日本鉄鋼協会, (1998), 129
- 2) 志水慶一, 表面科学, 56 (2001), 93
- 3) 田中厚夫, 英 哲広, 古城治則, 乾 恒夫, 鉄と鋼, 72 (1986), 301



- 4) 小林 亮, 小林具実, 今津勝宏, 平成 5 年塑性加工春季講演会講演論文集, (1993), 581
- 5) 志水慶一, 田辺純一, 国繁文男, 池田保之: 東洋鋼鋸, 32 (2000), 9
- 6) 森田俊一, 岩下寛之, 田中厚夫, 寺内文子: 鉄と鋼, 86 (2000), 171
- 7) 田屋慎一, 岩元暢宏, 池田保之, 有松裕治, 志水慶一: 東洋鋼鋸, 33 (2002), 23
- 8) 中林美保, 石田正説, 松原政信, 小林 聡, 林田貴裕, 毎田知正: 東洋鋼鋸, 35 (2004), 1

# 表面活性化接合法を用いた Al / Alクラッド材の密着性調査

劉 華南\*・南部光司\*・岡山浩直\*<sup>2</sup>

Investigation of Adhesion in Al / Al Clad Materials by Surface Activated Bonding Method

Huanan LIU, Kouji NANBU and Hironao OKAYAMA

**Synopsis :** We have developed a new cladding process by the surface activated bonding (SAB) method. In this process, the surface of materials to be bonded are cleaned and activated by argon (Ar) ion sputter etching, and then immediately rolled together with low distortion at room temperature in a vacuum condition.

In this study, we prepared aluminum (Al) foil of 27 $\mu$ m thickness and an Al sheet of 1 mm thickness as raw materials and fabricated a series of clad samples with different Ar ion etching time and rolling load conditions in a constant vacuum degree.

It was found that the bonding strength of the Al / Al clad samples increased with increasing the Ar ion etching time and rolling load. In the observation of the interface between Al foil and Al sheet by means of focused ion beam (FIB) and transmission electron microscope (TEM), an amorphous-like oxide layer with 20nm to 40nm thickness was formed in the case of the clad samples clad under the conditions that the Al oxide layer on the raw materials remained. It is considered that adherence between Al and Al oxide or between Al oxide and Al oxide occurs when only the adsorption layers on the surfaces to be bonded are removed by Ar ion etching.

**Keywords :** clad, roll, vacuum, aluminum, bonding strength, interface

## 1. 緒言

クラッド材は、材質が異なる金属を接合し、それにより新しい機能を付加させた材料であり、古くから電子機器や耐食用途など多くの分野で多用されている<sup>1)</sup>。

従来のクラッド製造方法、例えば熱間圧延法、冷間圧延法、拡散接合法、溶接肉盛り法及び爆着法等では、金属それぞれの特性を十分に活かしたクラッド材の製造が困難なことが多い。この問題を克服するために、当社では低歪み常温接合によるクラッド材を開発した<sup>2~5)</sup>。これは真空中で材料の表面を活性化処理した後に、低歪みで圧接する工法であり、特長として(1)クラッド前後での素材の機械的特性を維持することが出来る、(2)接合界面が平坦、(3)界面に合金相が形成しない等が挙げられ、現在様々な金属を組合せたクラッド材が製造されている。

本工法では、材料の組合せによってクラッド装置内の真空度、圧接前の表面活性化処理、クラッド圧接条件等の製造条件を最適化している。そのため、各素材の諸特性や材料間の密着状態を把握しておくことは、クラッド密着性を十分確保し、安定した製造を行っていく上で重要なことである。

本研究では、アルミニウム箔(Al箔)とアルミニウム板(Al板)を用い、クラッド材の製造プロセスである表面活性化処理及びクラッド圧接荷重が密着性に及ぼす影響、及びこのクラッド材の密着メカニズムについての調査を行った。

## 2. 実験

### 2.1 供試材

クラッド素材には厚み27 $\mu$ mのAl箔 (JIS A1050) 及び厚み1mmのAl板 (JIS A3003) を用いた。

\* 技術研究所 副主事

\*<sup>2</sup> 技術研究所 グループリーダー

## 2.2 クラッドサンプルの作製方法

クラッド材の作製はFig. 1に示すような単板式クラッド装置を用いた。この装置は高周波イオンエッチング室と圧接室から構成されている。用意したA4サイズのAl箔及びAl板をアセトンにて洗浄後、それぞれカセットに装着し、上電極及び下電極に取り付けた。その後真空引きを行い、 $1 \times 10^{-3}$ Paに到達した所で装置内に0.3PaのArガスを導入し、Al箔、Al板の両サンプルともRF (Radio Frequency) 出力を700Wに設定してプラズマエッチングを行った（以下、RFプラズマエッチングをエッチングとする）。尚、本装置を用いて、Arガス圧が0.3Pa、エッチング出力が700Wの条件でのAlのエッチングレートは約1 nm / min. である。エッチング終了後、Arガス導入を停止、上電極側カセットを下降し、上下カセットを重ね合わせて圧接室へ移動し、カセット内に装着してあるAl箔/Al板サンプルをクラッド圧接した。圧接後は装置内を大気開放、クラッドサンプルを取り出し、種々の形状に加工後各測定に供した。本研究においては、エッチング時間及びクラッド圧接時の圧接荷重を変化させ、クラッドの密着性への影響を調査した。

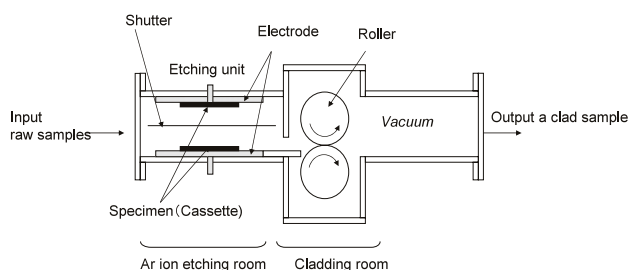


Fig. 1 Schematic of cladding equipment

## 2.3 評価方法

### 2.3.1 オージェ電子顕微鏡及びX線光電子分光分析による深さ方向の元素分析

使用したAl箔及びAl板サンプルの酸化皮膜厚みや化学結合状態を分析するため、オージェ電子顕微鏡 (AES: Auger Electron Spectroscopy, 日本電子(株)製JUMP-7000) 及びX線光電子分光分析装置 (XPS: X-ray Photoelectron Spectroscopy, 日本電子(株)製JPS-9200) を用い、深さ方向の元素分析及び化学結合状態を分析した。

### 2.3.2 ピール強度測定

Al / Alクラッド材の密着力評価として、180°ピール試験 (JIS C 6471) を行った。

### 2.3.3 電子顕微鏡観察

集束イオンビーム加工観察装置 (FIB: Focused Ion Beam, 日本電子(株)製JEM9320FIB) 及び透過型電子顕微鏡 (TEM:

Transmission Electron Microscope, 日本電子(株)製JEM-2010F) により、Al / Alクラッドの界面観察を行った。TEMにおいては、付随のエネルギー分散型X線分析装置 (EDX: Energy Disperse X-ray) により、元素分析を行った。

### 2.3.4 接合面の変形調査

クラッド後における接合界面の形状 (圧接後のAl箔とAl板の表面形状) を確認するため、クラッド圧接機を通したAl箔及びAl板の接合側の表面粗度をレーザー式超深度形状測定顕微鏡 (倣キーエンス製VK-8510) にて測定した。また表面観察には走査型電子顕微鏡 (SEM: Scanning Electron Microscope, 日本電子(株)製JSM-840A) を用いた。尚、本実験では、圧接後のAl箔とAl板の表面粗度の変化を調査することが目的であり、圧接後にAl箔とAl板を分離できなければならない。従って、クラッド前のエッチング処理を行わずに、Al箔とAl板を重ねた状態で圧接ロールを通してサンプルを作製した。また接合面観察用には、予めAl板表面に12nm及び30nm厚の金 (Au) 蒸着を施したものを、上記表面粗度調査のサンプルと同様の方法でサンプルを作製し、通板後の蒸着膜の変形状態を観察した。

## 3. 実験結果及び考察

### 3.1 Al素材の表面調査

Fig. 2はAl箔及びAl板表面のオージェ電子分光分析による深さ方向の元素分析 (Depth profile (デプスプロファイル)) 結果を示している。両材料とも表面からカーボン (C)、酸素 (O) 及びAlが存在する。Cについては、2 nm深さまでに強度は低下し、以後一定の値となる。これは表層に付着しているコンタミネーション (contamination) であると考えられる。Oはその影響で強度が一旦上昇するが、Cの消滅後は深さ方向に進むにつれ低下する。一方Alは深さ方向に進むにつれ、その強度は上昇する。また両材料においてO、Alともに、約40nm深さでその量は一定となり、本実験に使用したAl材のAl酸化皮膜厚みは約40nmであるものと推定される。Fig. 3には代表としてXPSによるAl板表面の結合ピーク測定結果を示す。表層から深さ方向にかけて、結合エネルギー75.8eVの位置に化学結合でAlO (OH) と推定されるピークとAl金属結合ピーク (72.7 eV) が確認される<sup>6)</sup>。AlO (OH) ピークは、エッチング時間とともに低下する。一方Al金属結合ピークは増加していく。一般にAl表面は、金属素地に1 nm厚のAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub> バリヤー層ができ、その上に大気中の水分などを吸収して成長した自然酸化皮膜が形成されることが知られており<sup>7)</sup>、本実験使用材においても水和物を有する皮膜が形成されていることがわかる。また、この皮膜を深さ方向に見ていくと、AlO (OH) 結合ピークが減少し、Al金属結合ピークが増

加していく。これは、自然酸化皮膜は金属過剰型のn型半導体で、過剰金属イオン濃度は金属素地側で多くなる濃度勾配を持っていると考えられており<sup>8)</sup>、本分析結果においても、使用したAl材料表面の酸化皮膜は、そのような形態になっているものと考えられる。

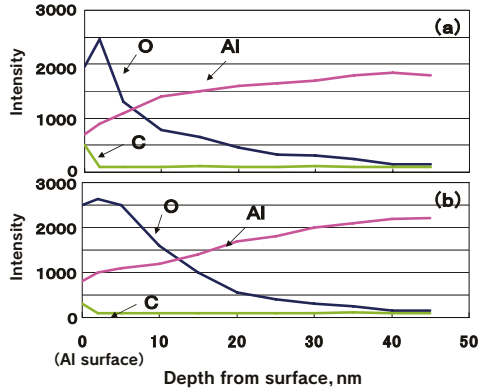


Fig. 2 Depth profiles of Al raw materials obtained by AES : (a)27 $\mu$ m thickness Al foil and (b)1mm thickness Al sheet

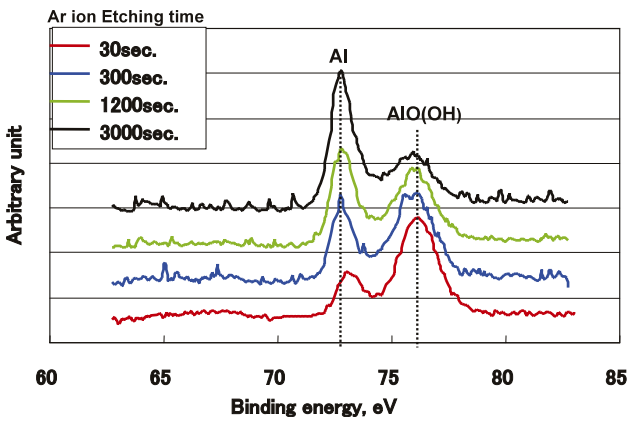


Fig. 3 Transitions of Al binding energy peaks obtained by XPS analysis on 1mm thickness Al plate surface

### 3. 2 エッチング処理時間が密着性に及ぼす影響

Fig. 4に、エッチング出力が700W、圧接荷重が0.58kN/mmで作製したAl / Alクラッドサンプルのエッチング時間とピール強度との関係を示す。Fig. 4中の横軸のエッチング時間表示下には、併せてそのときの残留酸化皮膜厚みも表示している。エッチング時間が5min.の場合、ピール強度は6.0N/cmであったが、処理時間を長くするとともにピール強度は上昇し、表面酸化皮膜を完全除去した45min.では11.3N/cmと約2倍に上昇した。

またFig. 5に、これらサンプルの接合面付近をAESによって酸素のデプスプロファイルを取った結果を示す。エッチング時間が5, 15min.で作製したクラッド材の接合界面では、酸素のピークが確認できるが、エッチング時間が長い45min.で作製したサンプルでは、酸素ピークは消滅した。また残留酸素の界面の分布領域は200~400

nmであるが、これはAl板の表面粗度Raが380nmとほぼ同程度であり、表面粗さに起因した幅が現れているものと考えられる。このように、表面酸化皮膜を完全に除去して露出した金属面同士の接合では高いピール強度を示す。一方エッチング時間が5~15min.とAl表面に酸化皮膜が十分残っている状態での接合でもピール強度は低いものの密着することがわかった。

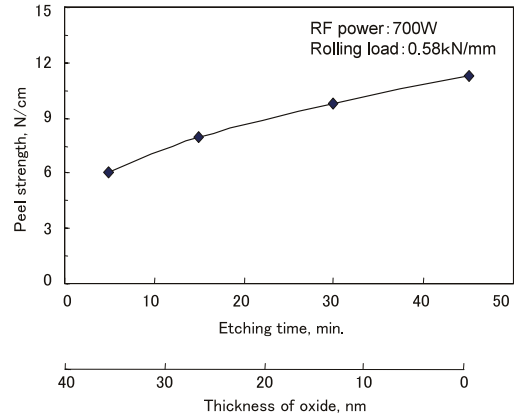


Fig. 4 Relationship between peel strength of Al / Al clad materials and Ar ion etching time. The thickness of the residual Al oxide layer after etching is shown on the horizontal axis

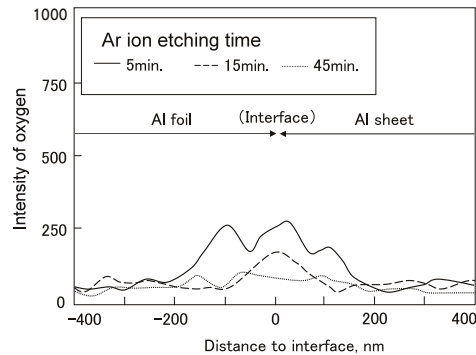


Fig. 5 Depth profiles of oxygen concentration at the interface of Al / Al clad materials treated by different etching time, measured by AES

### 3. 3 圧接荷重が密着性に及ぼす影響

Fig. 6にエッチング出力が700W、エッチング時間5min. (Al酸化皮膜残留厚み約30nm)でのAl / Alクラッドサンプルの圧接荷重とピール強度との関係を示す。圧接荷重が0.34kN/mmの場合、ピール強度は0.91 N/cmであったが、圧接荷重が高くなるとともにピール強度は上昇し、0.77kN/mmでは9.41N/cmとなった。このようにAl表面に酸化皮膜が残っている状態での密着力は、圧接荷重の上昇とともに向上していく。Fig. 7にFig. 6で作製したサンプルの圧接による伸びと圧接荷重との関係を示す。荷重が0.42kN/mmの場合、伸びは1%以下であり、0.77kN/mmの場合においても伸びは3.6%であった。

このようにサンプルの伸びは、圧接荷重の増加に伴い増

加し、これに伴いピール強度も上昇することになる。この傾向は、加工度の増加とともに接合面において金属活性面、いわゆる新生面の発現が増加するためと予想される。しかし本実験での圧接荷重は最大でも0.77kN/mmであり、伸びも3.6%と小さい。よってこの単純な伸びで発現する新生面は僅かと考えられる。

そこで、圧接時の接合面の変形状態について調査を行った。

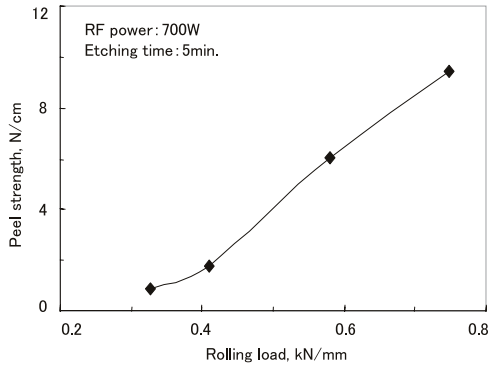


Fig. 6 Relationship between peel strength of Al / Al clad materials and rolling load during cladding process

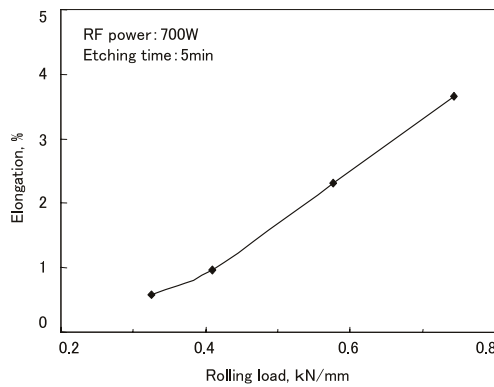


Fig. 7 Relationship between elongations of Al / Al clad materials occurred by rolling and the rolling loads during the clad process

### 3. 4 Al / Alクラッド材圧接時の接合面変形調査

Fig. 8にAl箔 / Al板圧接後の接合面の表面粗度と圧接荷重との関係を示す。Al箔のクラッド圧接前の表面粗度はRaで0.8 $\mu$ mと比較的大きく、また硬度はビッカース硬度でHv20と非常に低い。一方Al板はRaで0.38 $\mu$ mとAl箔に比べ表面粗度は小さく、また硬度はHv67と高い。圧接荷重の増加とともに、Al箔の表面粗度は低下するが、Al板は0.38 $\mu$ mのままであり、圧接荷重が0.34kN/mmでAl箔の表面粗度はAl板と同値となった。これはAl箔表面がAl板表面に追従、変形して密着するためと考えられる。Fig. 9にAl箔とAu蒸着を行ったAl板を重ね合わせて、0.34kN/mm(伸び0.5%)及び0.77kN/mmの圧接荷重(伸び3.6%)にて通板したときの接合面のSEM像を示す。Au蒸着膜厚が30nmで、圧接荷重を0.34kN/mmで通板させた場合(Fig. 9(a))、Au蒸着膜面にほとんど変化は見られないが、同じ蒸着膜厚で圧接荷重を0.77kN/mmで通板させた場(Fig. 9(b))、面積では僅かな範囲であるが、圧延方向に沿って、蒸着膜の剥離が観察された。またAu蒸着膜厚を12nmと薄くし0.77kN/mmで通板した場合(Fig. 9(c))、剥離した

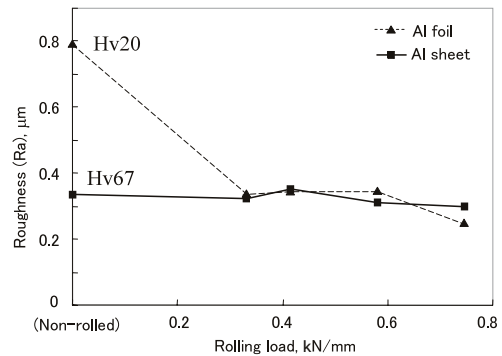


Fig. 8 Transitions of surface roughness of 27 $\mu$ m thickness Al foil and 1mm thickness Al sheet by the change of rolling load

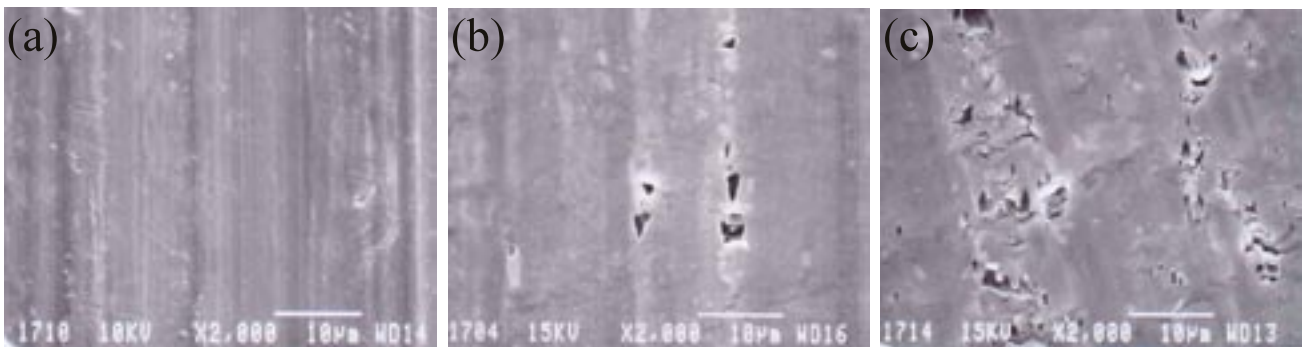


Fig. 9 SEM images of the inner side surface of Au deposited Al sheet after rolling with Al foil. The samples were produced without Ar ion etching before rolling because of peeling the Al foil from the Al sheet easily  
 (a)30nm thickness of Au deposition and rolled at the load of 0.34kN/mm.  
 (b)30nm thickness of Au deposition and rolled at the load of 0.77kN/mm.  
 (c)12nm thickness of Au deposition and rolled at the load of 0.77kN/mm.



面積は30nm厚のときと比べ増加した。これはクラッド圧接時、接合面同士の擦れにより起こったものと考えられる。低圧接荷重ではその力は弱く、接合面に変化はないが、圧接荷重が増加すると剥離が発生し始める。また膜厚が薄くなるとその剥離領域は増加しており、このような現象は、Al酸化皮膜の場合においても起こっていると考えられる。つまりクラッド圧接条件であるエッチング時間や圧接荷重が増加していくと、一部の領域に酸化皮膜の脱離、剥離が起こり、それにより金属新生面が出現していることが予想される。しかしながら本実験のような最大伸びで3.6%程度の低荷重条件において、新生面の発生が広い領域で起こっているとは考え難い。本実験のAl / Al接合界面では、金属面同士 (Al / Al)、金属/酸化皮膜 (Al / O-Al) 及び酸化皮膜同士 (Al-O / O-Al) の3種類の接合が考えられるため、それらの接合強度についての比較調査を行った。

### 3. 5 酸化皮膜がピール強度へ及ぼす影響

Fig. 10は酸化皮膜の残留がピール強度へ及ぼす影響を示している。左側の値はAl箔、Al板両表面の吸着層及び酸化皮膜をエッチングで完全に除去してクラッド圧接した、つまり金属面同士による接合 (Al / Al) のピール強度を示す。中央の値は、Al板表面は完全に酸化皮膜まで除去し、一方Al箔表面は吸着層のみ除去する程度のエッチングを行い、酸化皮膜を残した状態で圧接 (Al / (O-Al)) したピール強度を、また右の値はAl箔、Al板両表面の酸化皮膜を残し圧接 ((Al-O) / (O-Al)) したときのピール強度を示す。Al / Alのピール強度は11.3N / cmと高い値を示す。(Al-O) / (O-Al) 及びAl / (O-Al) のピール強度も、それぞれ2.3及び8 N / cmと金属活性面同士の接合に比べると低い値ではあるが、エッチング、即ち表面活性化処理を施すと、密着力があること、特にAl / (O-Al) 接合は比較的高いピール強度を持つことがわかった。

これらの結果から、酸化皮膜が残留した状態でクラッド圧接した場合の密着状態は、金属面同士、金属と酸化皮膜及び酸化皮膜同士の結合が混合した状態になっていることが予想される。特に本実験のような低圧接荷重条件では、

金属/酸化皮膜や酸化皮膜同士の結合が支配的になるものと考えられる。

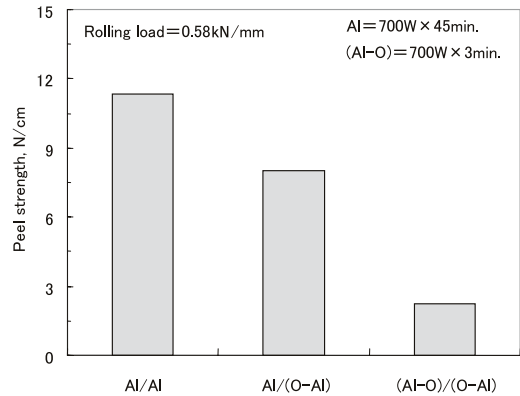


Fig. 10 Comparison of peel strength of Al / Al, Al / Al oxide and Al oxide / Al oxide clad materials

### 3. 6 接合面観察

Fig. 11は、Al箔、Al板のエッチングを(a), (b)それぞれ700Wで5min. 及び45min. 行った後、0.34kN / mmの荷重で圧接したサンプルのFIB観察結果を示す。何れの接合界面も低荷重による圧接のため平坦である。45min.エッチング処理材 (Fig. 11(b)) では接合界面はAl箔とAl板が直接接合しており、金属面同士の接合が成立していると考えられる。一方5min. エッチング処理材の接合界面 (Fig. 11(a)) には数十nm厚の白色層が確認される。Fig. 12にエッチング条件700W x 5 min., 圧接荷重0.77kN / mmで作製したサンプルのクラッド界面のTEM観察結果を示す。界面には20nm~40nm厚の界面層の存在が確認される。この界面層中には、一部酸化皮膜が脱離したと見られる島状の固まりも観察される。Table 1にEDX分析の結果を示す。界面層はAl箔やAl板の位置に比べ酸素濃度が約12at%と高い値を示している。しかし、この酸素濃度の値は、Al酸化皮膜 (AlO(OH)) の組成を考慮すると化学量論的には50 at%以上の高い値を示すはずであるが、そこまでは至っていない。これは酸化被膜中に過剰Alイオンが存在してい

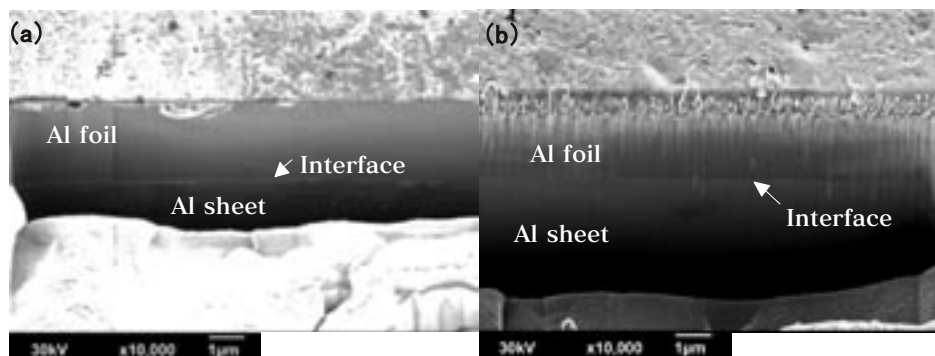
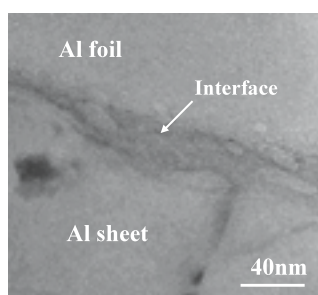


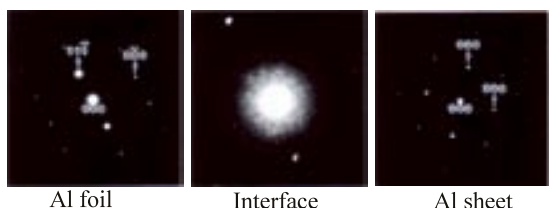
Fig. 11 Cross sections of Al / Al clad materials observed by FIB : (a) etched for 5min. before cladding and (b) for 45min

ることもあるが、観察サンプル作製時、薄膜化のため長時間行ったArミリングによる損傷なども考慮される。また電子線回折像では、Al箔及びAl板領域では明確な回折スポットが現れるのに対し、界面層では非晶質特有のハロー回折パターンを示している。

高橋らは、 $10^{-5}$ Paオーダーの高真空中でAl / Al接合を行い、プラズマエッチング中、Al表面には残留H<sub>2</sub>Oの巻き込みによる変質層（非晶質層）が形成され、強度は低下するものの密着することを報告している<sup>9)</sup>。本実験においては、真空度がさらに低真空の $10^{-3}$ Paオーダーであること、また酸化層が元々の素材が持つ自然酸化皮膜であるなど実験における相違点はあるが、界面層の形成、また密着の成立など類似した現象と考えられる。



Bright-field image of the interface of the Al/Al clad material



Electron beam diffraction patterns

Fig. 12 Bright-field image of the interface of the Al foil / Al sheet clad material and electron diffraction patterns by TEM

Table 1 Results of EDX analysis around the interface of Al foil / Al sheet clad material

Unit: at%

Point \ element	Al	O	others
Al foil	96.1	3.2	0.7
Interface layer	86.7	11.9	1.4
Al sheet	96.4	3.3	0.3

#### 4. 結 言

一般に市販されているAl箔及びAl板を用い、表面活性化接合法によるAl / Alクラッド材をエッチング処理時間やクラッド圧接荷重の条件を変え作製した。そのピール強度の変化を180°ピール試験で、また接合界面の状態をAES, FIB及びTEMなどで観察、解析した結果、以下のよ

うな知見が得られた。

- (1) $10^{-3}$ Paオーダーの高真空状態で、且つ材料表面の酸化皮膜を十分に除去できていない状態で圧接してもAl箔/Al板は接合し、そのピール強度はエッチング時間及び圧接荷重の増加とともに上昇する。
- (2)Al箔/Al板クラッド圧接の場合、高表面粗度で低硬度のAl箔が低表面粗度で高硬度のAl板表面に沿って低荷重で変形、密着する。酸化皮膜が残留している場合、圧接荷重やエッチング時間の増加とともに、接合面の一部に酸化皮膜の脱離や剥離が起こり、それによる金属新生面の出現が予想される。
- (3)表面活性化接合法によるAl箔/Al板クラッドでは、従来から考えられている金属面同士の表面活性化接合が成立した場合、強い密着力を持つ。しかしAl金属面と残留酸化皮膜間や残留酸化皮膜同士でも、強度は金属面同士の表面活性化接合に比べ低いものの、酸化皮膜をベースとして形成される界面層を介し密着する。特に酸化皮膜が厚く残留した状態の接合では、Al金属/酸化皮膜、または酸化皮膜同士の結合への依存が高くなる。

#### 引 用 文 献

- 1) 西條謹二：塑性と加工, 42 (2001), 191
- 2) 大澤真司・吉田一雄・岡本浩明・磯部剛彦・西條謹二：東洋鋼鋅, 32 (2000), 41
- 3) 大澤真司・吉田一雄・西條謹二：エレクトロニクス, 3 (2002), 223
- 4) 須賀唯知：日本金属学会会報, 35 (1996), 496
- 5) 西條謹二・吉田一雄・磯部剛彦：溶接学会誌, 66 (1997), 571
- 6) Handbook of X-ray Photoelectron Spectroscopy JEOL p189
- 7) 世利修美・境昌宏：空気調和・衛生工学, 第79巻 第9号 (2005), 69
- 8) アルミニウム表面技術便覧 軽金属出版, p996
- 9) 高橋 裕・高木秀樹・須賀唯知・B.Gibbesch・G.Elssner・坂東義雄：日本金属学会誌, 55 (1991), 1002



# 信号灯用ファイバーコートの開発

吉川雅紀\*・東郷洋明\*<sup>2</sup>・古城治則\*<sup>3</sup>

Development of Fiber Coat (FC) for Traffic Signal Hood

Masanori YOSHIKAWA, Hiroaki TOGO and Harunori KOJYOU

**Synopsis** : Fiber Coat (FC), on which surface nylon66 fibers are piled by electrostatic transplanting method, is one of the products in TOYO KOHAN. For the substrate of FC, several kind of metals in coil shape such as hot-dipped galvanized steel, stainless steel aluminum alloys and so on, are available.

FC products show many superior characteristics such as good appearance and soft touch like velvet, water absorption and nonflammable ability. FC is used for various products, for example duct or roof materials and panel heaters.

Recently we developed low light reflectance type FC for traffic signal hoods and commercialized this product.

**Keywords** : Fiber Coat, nylon66, low light reflectance, traffic signal hood

## 1. はじめに

ファイバーコート（以下FCと略）は、溶融亜鉛めっき鋼板やアルミニウム、ステンレスなどのコイル状各種薄型金属板に水系アクリルエマルジョン接着剤を塗布し、パイルと呼ばれる髪の毛ほどの太さのナイロン66短繊維を静電植毛した製品である（Fig. 1）。

FCは、表面に植毛してあるため、ベルベット調の外観と手触り、毛細管現象による吸水性（保水量：400g/m<sup>2</sup>）、国土交通省の不燃材料認定取得などの特性により、ヒーターの火傷防止用途や駅のプラットホーム屋根材（結露水

落下防止）として市場で使用されている<sup>1,2)</sup>。

今回、上記の特性に加え、光の吸収性能を付与し、信号灯のフード材として使用できるFCを開発したので報告する。

## 2. 開発の経緯

道路に設置されている信号灯は、全国で車両用112万機、歩行者用87万機（平成18年3月末）設置されており、近年、電球の長寿命化（電球1年→LED6年）と消費電力削減（消費電力：電球70w→LED15w/灯）を目的として、光源のLED化が推進されている。LEDは輝度が高いため、従来使用されていた塗装品の信号灯フードでは信号灯のLED光を反射する現象が認められた。この結果、本来見えてはならない角度から信号が見える現象が発生した。この現象は、複数の道路が合流、分岐する地点に設置される信号灯では信号灯の見間違えによる事故の原因となるため、塗装品信号灯フードより光の吸収特性に優れ、なおかつ信号灯フードとして耐久性に優れる材料が求められた。

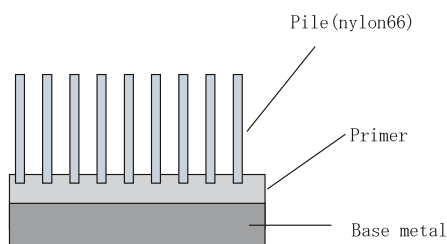


Fig.1 Cross Section of FC

\* 技術研究所 主事

\*<sup>2</sup> 技術研究所

\*<sup>3</sup> 技術研究所 グループリーダー

### 3. 開発

光の吸収を、パイルに光が照射されると一部は吸収され、反射した光も他のパイルに吸収されるという機構で捉え (Fig. 2), 反射率に及ぼすパイル, 接着剤の影響を検討した。原板は, 耐食性と軽量化を考慮し, A5052を使用した。

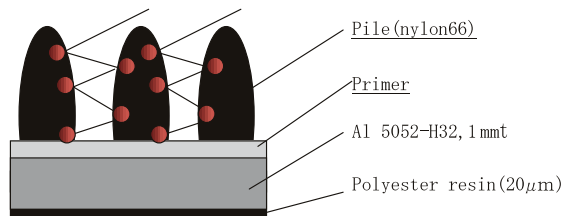


Fig.2 Light absorption surmise of FC

#### 3. 1 パイルの選定

##### 3. 1. 1 パイル形状の影響

パイル形状 (パイル長さ (mm), パイル径 (1 dtex=0.1 g/1000m)) を変化させ, 光の反射率への影響を調査した。使用パイルは, 表面を染料で黒色に染色したものをを用いた。測定は日立ハイテック製分光反射率計 U-4100で350-800nmの波長範囲で行った。

パイルの形状を変化させると植毛密度が変化し, 今回のパイル形状変更で, 植毛密度は2.5万本/cm<sup>2</sup>から20万本/cm<sup>2</sup>まで変化した (Fig. 3)。

この際の反射率をFig. 4に示す。パイル形状を変更し, 植毛密度を10倍程度変化させても, 反射率に大きな差異は認められなかった。

また, 各波長に対する反射率測定から, 650nm以下の波長では低い反射率を示すものの, 650nm以上の赤色の波長領域に関しては反射率が増加する傾向が認められた。

パイル形状 (植毛密度) が, 直接, 反射率に影響しないことが判明したが, このままでは信号灯の赤色を反射しやすいことになるため, パイル素材の改良を行うことにした。

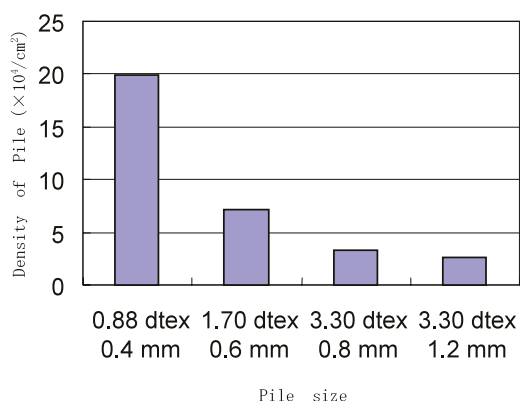


Fig.3 Pile size and density of pile

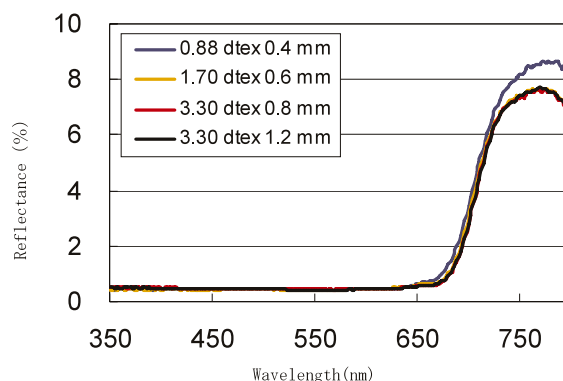


Fig.4 Reflectance of several piles

##### 3. 1. 2 パイル種類の変更

表面を染料で染色した現行パイルでは, 可視光の赤色領域での反射率が高いため, 可視光全領域での光の吸収を目的にして, パイルの中にカーボンブラックを混練したパイル (以下CBパイル) を開発し, 検討を行った。

パイル形状の反射率に及ぼす影響がほとんど認められなかったため, CBパイルの形状は, 汎用パイルの3.30dtex (20 µm φ) ×0.8mmで固定して実験を行った。

CBパイルを用いた反射率測定の結果をFig. 5に示す。

CBパイルを用いることにより, 染色パイルでは十分でなかった赤色領域の光を吸収し, 可視光全域で低い反射率を得ることが出来た。

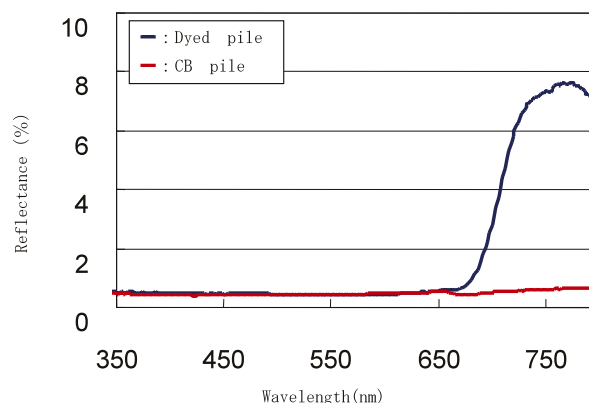


Fig.5 Reflectance of dyed-pile and CB-pile

#### 3. 2 接着剤の影響

##### 3. 2. 1 接着剤色の影響

パイルの植毛される水系アクリルエマルジョン接着剤は, グレー色を汎用品として使用している。

パイル部分で光が吸収されなかった場合, あるいは直接光が接着表面に到達した場合を想定し, 接着剤にカーボンブラックを30wt%添加し, 黒色化したサンプルを作製した。パイル植毛前後の反射率を測定し, 接着剤色の反射率に及ぼす影響を調査した。パイル植毛前の反射率をFig. 6に

示す。カーボンブラックを添加した接着剤の反射率は、現行のグレー接着剤より低いことを示した。

また、グレー、ブラックの接着剤にCBパイルを植毛したサンプルの反射率をFig. 7に示す。植毛後の反射率には接着剤色による違いは認められず、FC表面に照射された光は、パイル層により、ほとんど吸収されていると推測された。

以上の結果より、この用途に使用するFCの仕様は、以下の様に決定した。

パイル：カーボンブラック混練パイル 3.30dtex(20 $\mu$ m $\phi$ )  
×0.8mm

接着剤：グレー汎用品

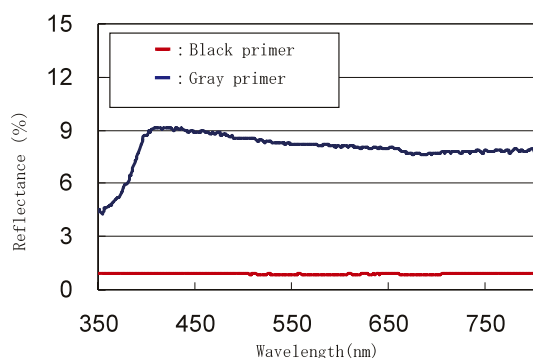


Fig.6 Reflectance of colored primer

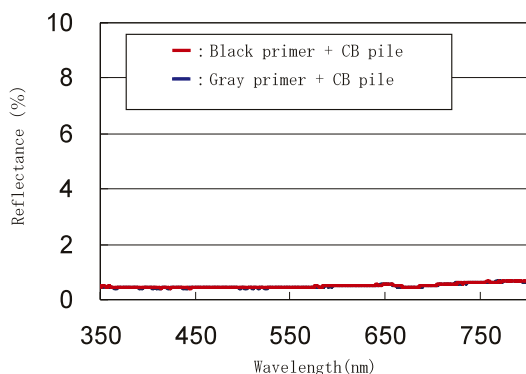


Fig.7 Reflectance of FC with colored primer

## 4. 特性

### 4. 1 光の吸収特性

信号灯用に決定したパイル仕様のFCと現在信号灯に使用されている塗装品の反射率を測定し、比較を行った (Fig. 8).

信号灯用FCは350から800nmの波長範囲での平均で0.5%の反射率を示したが、現行塗装品の反射率は4%であった。現行品は黒色のアクリル塗装品であったが、FCの植毛形状、光吸収面積の増加によりこの反射率の差が生じたと考えられる。

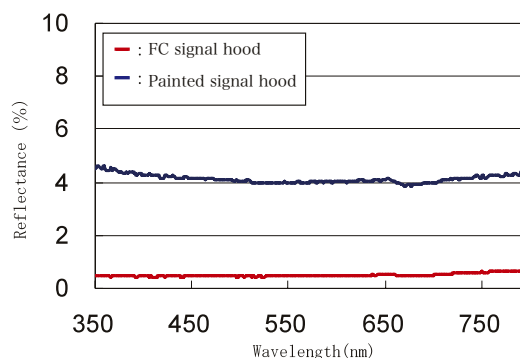


Fig.8 Reflectance comparison of FC and painted signal hood

### 4. 2 耐候性試験

信号灯用FCサンプルの耐候性を調査するため、サンシャインウェザーメーター（スガ試験機S80規格：JIS B 7753, 1サイクル：102分間照射+（18分間照射&水噴霧）、黒体温度：63 $^{\circ}$ C, 湿度：50%）で3000hr経時（日照量：15年間分 千葉県松戸市日照換算）した後の反射率を測定した (Fig. 9).

サンシャインウェザーメーター3000hr経時後も、反射率に変化は認められず、パイルの脱落、接着剤層の剥離は認められなかった。

Fig. 10にサンシャインウェザーメーター3000hr経時前後でのパイル表面のSEM写真を示す。

パイル表面は、耐候性試験3000hr経時後も変化していないことが判明した。また、接着剤表面にも劣化は認められなかった。

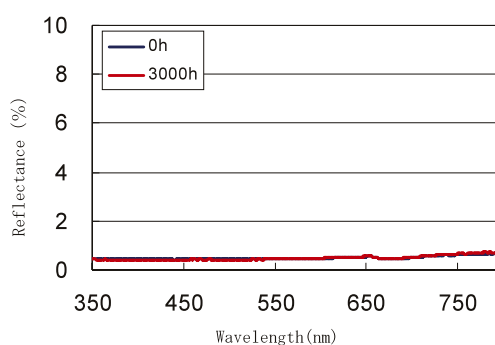


Fig.9 Reflectance of FC after 3000hr sunshine weather meter test

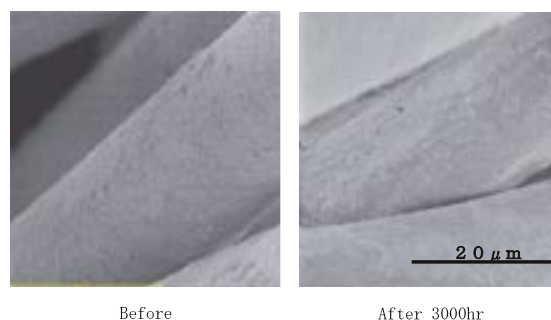


Fig.10 Surface of piles after 3000hr sunshine weather meter

### 4. 3 耐食性試験

塩水噴霧試験を信号灯用FCで1000hr実施したが、耐食性に優れるAl5052を使用しているため、端面部分にも全く錆は発生せず、接着剤変質も認められなかった。

屋外で信号灯として使用される際、切断面は剥き出しになるが、海岸付近の屋外使用においても十分な耐食性を有する。

### 4. 4 耐汚染性およびメンテナンス性調査

信号灯は、多くの車両が往来する屋外で使用されるため、排気ガスなどで汚染される。そのため、年に一度程度、清掃が行われるが、汚染された際の反射率変化と汚染の除去方法について検討を行った。

#### 4. 4. 1 排ガスによるモデル試験

ディーゼル自動車の排気管直後にサンプルを吊るし、6時間アイドリングさせ、排気ガスの汚れを付着させた。

その後、汚染場所を電解水（商品名：クリーンシュ）で清拭し、反射率変化を測定した。結果をFig. 11に示す。

排気ガスで汚染されたサンプルでも反射率は低下せず、特性は維持されることが判明した。

アイボリー色のパイルを用いて、ディーゼル車の排気ガスで汚染したサンプルと付着した汚染物を洗浄したサンプルをFig. 12に示す。

電解水で清拭することにより、排気ガスで付着した黒色の汚れが除去される。設置された信号灯は1年に一回程度この電解水を用いた清掃が施される。

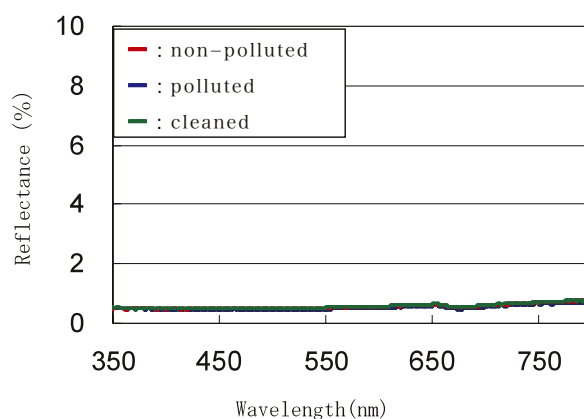


Fig.11 Influence of auto emission pollution on reflectance of FC

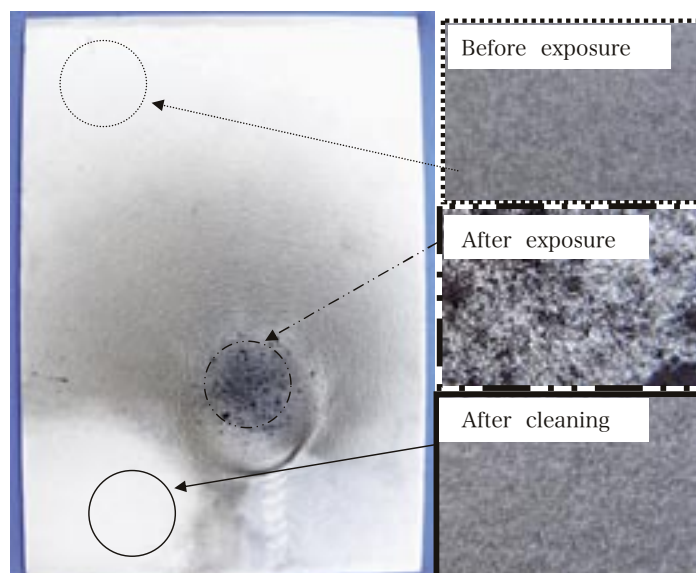


Fig.12 Auto emission pollution test result

## 5. 信号灯加工FCと現行塗装品の比較

FCを実際の信号灯用フードに加工し、現行塗装品と反射率比較を行った。

反射率をFig. 13に、信号の点灯状態をFig. 14に示す。

反射率は、信号灯用FC：0.66%，現行塗装品：4%前後となり、信号灯用FCは現行品の85%減であった。

Fig. 14に示すようにFC品の方が、現行塗装品より光の反射が少ない。

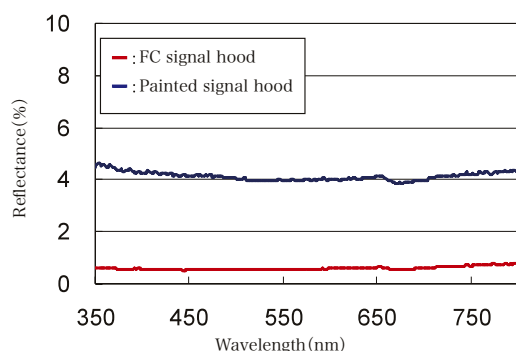


Fig.13 Comparison of reflectance between FC and conventional paint

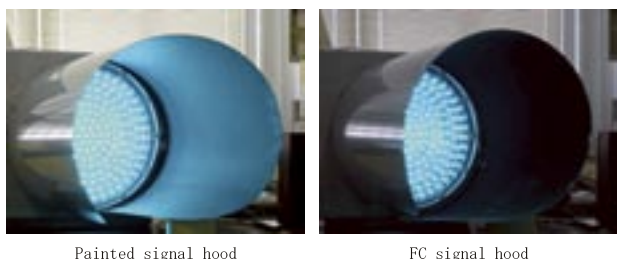


Fig.14 Appearance of actual signal hood under lighting condition

また、光源よりの距離を変えて照度計（コニカミノルタ製 CL-200）で照度を測定した（Fig. 15）。その結果をFig. 16に示す。

LED光源より20mmまでは、照度に差はほとんど見られませんが、それ以上の距離では10ルクス以上の照度差が生じており、光源からの光の反射を現行塗装品よりも防止していることが示された。

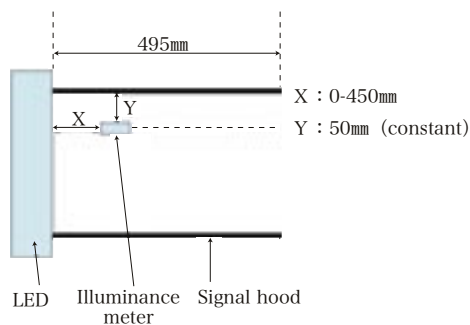


Fig.15 Illuminance measuring point

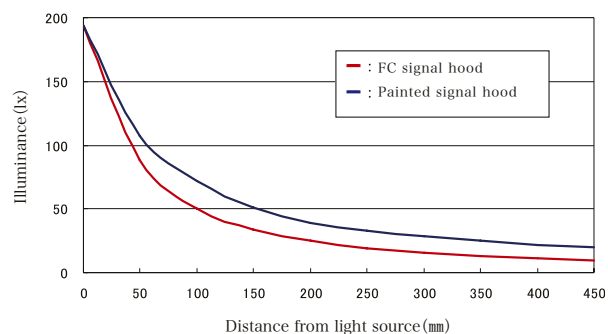


Fig.16 Relationship between illuminance and distance from light source

## 6. まとめ

信号の反射を防止する信号灯フード材料として、カーボンブラックを混練したパイルを植毛することにより、可視光全域で低反射率を示し、現行塗装品に比較し、反射率を85%低下させることが出来た。また、耐食性、耐候性も優れていた。

平成19年4月より警視庁に採用され、東京都の信号灯材料として、現在置き換えが進められている。

### 引用文献

- 1) 田畑和豊：塗装技術， 2（2007）， 41
- 2) 藤村利夫：塗装技術， 2（2007）， 47





# はんだ用プレコートアルミニウム板「サップレート (Solderable Aluminum Plate)」

河野俊輔\*・吉岡 興\*・友森龍夫\*<sup>2</sup>

Pre-coated Aluminum Plate for Solder “SAPlate”

Shunsuke KAWANO, Kou YOSHIOKA, Tatsuo TOMOMORI

**Synopsis :** Aluminum alloy excels in lightness and heat radiation, and it can be multi-used as the heat radiation material such as for heat sinks. However, heat radiation material using the aluminum alloy had a fault that joints by soldering can not be used. Then, we developed a pre-coated aluminum plate “SAPlate” that had a solderability and began manufacturing in 2006.

Various soldering methods using lead-free solder can be applied on this product keeping the superior property of aluminum such as lightness and heat radiation. Moreover, it has excellent formability and anti-whisker property. On this paper we introduce a typical characteristic of SAPlate.

**Keywords :** pre-coated aluminum, heat-sink, lead-free, soldering, whisker

## 1. はじめに

パソコンに代表される電子機器製品の高速・高機能化の流れは近年著しく早く進み、消費電力の増加に伴う発熱量の増加の問題はますます無視できないものとなっている<sup>1)</sup>。またこれらと同時に、製品の小型軽量化の動きもより一層強くなっており、限られた面積で効率的に放熱することが要求されるため、ヒートシンクに代表される冷却部材の重要性が高まる一方である。このような中で、銅に次ぐ熱伝導性を有しかつ、比重の小さなアルミニウム（銅の約1/3）

とその合金は、電子機器製品向けの冷却部材にとって欠かせない放熱材料となっている。しかしながら古くから知られているように、アルミニウム及びその合金は、電子機器部品の接続、固定に多用されるはんだ付けが非常に難しいという欠点があった (Fig. 1)<sup>2)</sup>。このため、ヒートシンク等の形状に加工されたアルミニウム合金を半導体やプリント基板等へ固定する際には、ネジ止めあるいは錫めっきされた鋼線（ぶりき線）を足として介してはんだ付けする等の方法を利用する必要があった (Fig. 2 参照)。また、従来のアルミニウム製ヒートシンクは、Fig. 2 に示したような押出加工品が主流であり、薄肉化に限界があるため、

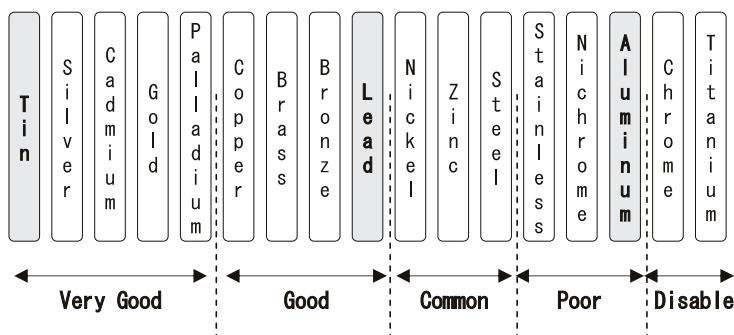


Fig. 1 Solderability of various metals<sup>2)</sup>

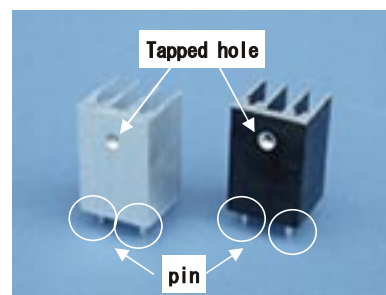


Fig. 2 Photograph of conventional heat sink

\* 技術研究所 副主事

\*<sup>2</sup> 技術研究所 グループリーダー

ヒートシンク自体の重量軽減は困難であった。

自然空冷下での放熱性には、基材の熱伝導性に加え、表面積、さらに表面性状に依存する放射率が寄与するようになる<sup>1)</sup>。このため、押出材よりも薄いアルミニウム板にてプレス加工により表面に凹凸を付けて表面積を増加させて押出材と同等以上の表面積を確保できれば、薄肉化によるヒートシンクの軽量化が可能となる。そして更に、表面にはんだ付け性を付与出来れば、基板上へ固定する用途では他の電子部品と同時にはんだ付けによる固定が可能となるといった利点が生じる。

当社では、家電製品のフレームやTVチューナー回路のシールドケースを初めとした加工後のめっきが不要となるはんだ用プレコート鋼板として、はんだ用STを開発・製造してきた実績がある<sup>3)</sup>。そこでその知見を活かし、ヒートシンクを中心とした冷却部材向けをターゲットとした表面処理によりはんだ付け性を付与したプレコートアルミニウム板「サップレート (Solderable Aluminum Plate)」を開発し、2006年より工業生産を開始した。本報では、このサップレートの主要特性について報告する。

## 2. サップレートの仕様と主要特性

サップレートの仕様と主要特性ならびに層構成をTable 1に示す。開発中のものを含めると、本製品を適用する用途に応じて表面処理により付与する層構成を変えた3種の仕様が存在する(各層の役割については後述)。基材として利用可能なアルミニウム合金はA1100, A3104である。現在の主力製品は、基材をA1100合金とし、鉛フリーはんだでのはんだ付け性が最も優れるタイプ2K(ニッケル/錫/有機樹脂皮膜)仕様のものであるため、以下A1100合金を基材に用いたタイプ2Kのはんだ付け特性を中心とした代表的な特性を報告する。

### 2. 1 はんだ特性の評価

#### 2. 1. 1 はんだ付け種類と評価について

材料のはんだ付け性は、使用するはんだ付けの方法とはんだ合金の種類、更にその条件(温度、時間、フラックス等)によっても大きく変わる。従来の当社におけるはんだ付け特性の評価では、使用するはんだ合金にのみ着目した評価が中心であったが、実際にははんだ合金によって利用できるはんだ付け方法が異なるため、はんだ付け方法を区別してから特性を評価する必要がある。

まず、はんだ付けによる電子機器部品のプリント基板への実装は、(a)フローはんだ付け、(b)リフローはんだ付け、(c)手はんだ、の3つの方法に大きく分かれる<sup>2, 4, 5)</sup>。(a)のフローはんだ付けは、プリント基板のスルーホールに差し込んで固定するリード部品のはんだ付けに主に用いられ、棒はんだを加熱溶解させた熔融はんだ浴に基板ごと浸漬して行う方法である(Fig. 3a)。(b)のリフローはんだ付けは、プリント基板上のパッドに固定するチップ部品のはんだ付けに用いられ、予め塗布したペースト状のクリームはんだ上に部品を固定した後、基板全体を加熱してはんだ付けする方法である(Fig. 3b)。この2つの方法は、多数の部品を同時にプリント基板上に固定(はんだ付け)可能であり、電子機器の大量生産に不可欠な方法となっている。(c)の手はんだは、古くから行われているはんだごとと糸はんだを利用したはんだ付けであり、(a)、(b)の方法が適用しがたい部品のはんだ付けや補修に用いられている。

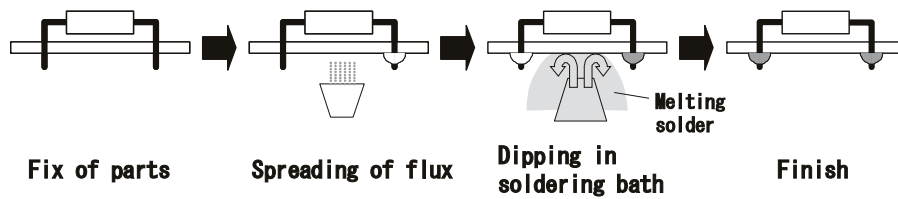
次に、代表的な鉛フリーはんだ合金と利用可能なはんだ付け方法<sup>2, 4-7)</sup>をTable 2に示す。鉛フリーはんだ合金は4種の合金系に大きく分かれるが、従来のSn-Pb合金はんだに最も近いはんだ接合信頼性を示し、かつ様々なはんだ付け方法に対応可能な鉛フリーはんだ材料はSn-Ag合金系とされており、現在Sn-3.0Ag-0.5Cu合金のはんだが鉛フリーはんだの標準となっている<sup>2, 4-7)</sup>。

そこで、サップレートのはんだ付け特性評価は、Sn-3.0

Table 1 Specification and characteristic of "SAPlate"

Type	1N	2K	2R (now developing)
Characteristic	Conductivity	Solderability	High heat radiation Solderability
Structure	Nickel Aluminum sheet	Organic Resin Tin Nickel Aluminum sheet	High heat radiation Resin Tin Nickel Aluminum sheet

(a) **Flow soldering process**



(b) **Reflow soldering process**

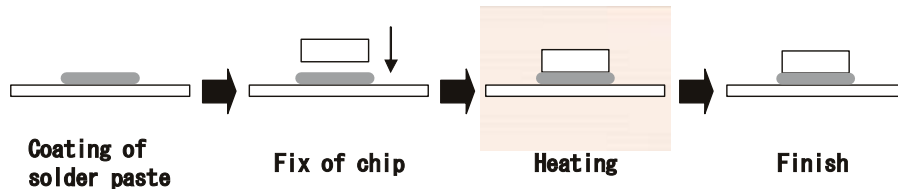


Fig. 3 Flow soldering process and reflow soldering process

Table 2 Lead-free solder alloys and available soldering process<sup>2,4-7)</sup>

Solder Alloy	Typical Composition	M. P. (°C)	Soldering Process			Merit	Demerit
			Flow	Reflow	Hand		
Sn-Cu	Sn-0.7Cu	227	○	×	○	Low cost	Low wettability
Sn-Ag	Sn-3.0Ag-0.5Cu	217	○	○	○	High relativity	High cost
Sn-Zn	Sn-9Zn	199	×	○	×	Low cost	Insufficient reliability
Sn-Bi	Sn-58Bi	139	×	○	×	Low soldering temperature	Low relativity

Ag-0.5Cuはんだへのフロー及びリフローはんだ付け性を他の材料と比較することを中心に行った。比較材には、基材金属のはんだぬれがアルミニウム合金より優れている銅(99.96%)及びその合金である真鍮(Cu65%, Zn35%), リン青銅(Cu94%, Sn6%, P0.02%), 更にぶりき(錫めっき鋼板, Sn5.6g/m<sup>2</sup>, リフロー処理材)を用いた。以下, その結果について示す。

2. 1. 2 フローはんだ付け性

サップレート(タイプ2K)のフローはんだ付け性評価は, ウエットングバランス法(メニスコグラフ法)によるはんだぬれ性試験(Fig. 4 参照<sup>8, 9)</sup>)にて得られたゼロクロスタイムの値を比較材の値と比較することで行った。試験条件をTable 3に示す。各試験は, はんだ浴温と試料形状を除きJIS C60068-2-54に準拠して行った。はんだ浴温度は鉛フリーはんだの評価に用いられる245°C, 試料形状は, ヒートシンクとして加工されたサップレートがプリント基板のスルーホール内にはんだ付けにより固定される状況を想定し, 幅の短い短冊状(幅2mm×長さ20mm)に切り出したものとした。また, 基材には厚さ0.2mmのA1100合金を用いた。

Sn-3.0Ag-0.5Cuはんだにおけるサップレートのフロー

はんだ付け性の評価結果をFig. 5に示す。ゼロクロスタイムは, Fig. 4に示したようにはんだ浴に試料を浸漬した

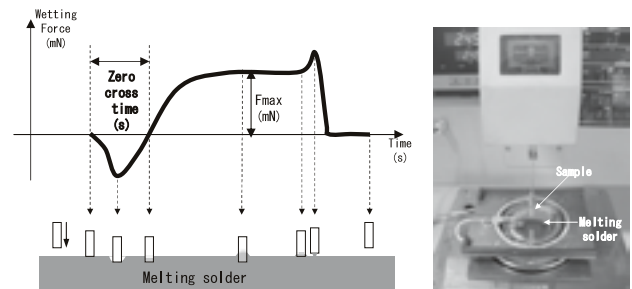


Fig. 4 Measuring method at zero cross time with wetting curve<sup>7,8)</sup> and appearance of testing

Table 3 Test condition of flow soldering wettability

Solder	<ul style="list-style-type: none"> <li>Sn-3.0Ag-0.5Cu (M705*)</li> <li>Sn-0.3Ag-0.7Cu (M35*)</li> </ul>	*SENJU METAL INDUSTRY Co., Ltd
Temperature of soldering bath	245°C	
Testing device	Solder checker SAT-5000 (RHESCA Co., Ltd)	
Speed of dipping	20mm/s	
Depth of dipping	2.0mm	
Time of dipping	10s	
Size of sample	0.2×2.0(W)×20(L) mm	
Flux (Solid content, Chlorine content)	<ul style="list-style-type: none"> <li>EG-19S-8 (15%, 0.08)**</li> <li>ULF-300R (6%, 0.04)**</li> <li>NA-200 (50%, 0.00)**</li> </ul>	**TAMURA KAKEN Co., Ltd

際の試料へのはんだのぬれ上がり時間を示したものであり、短いほどはんだ付け性（ぬれ及びぬれ上がり）が優れるとされる。サップレートは、活性度（ロジン及びハロゲン含有量）の異なる3種のフラックスのいずれを用いた場合においても、銅及びその合金よりもぬれ性に優れ、同じく表面に錫めつきされたぶりきと同等の良好なはんだ付け性を有することがわかる。また、Fig. 5でゼロクロスタイムに最も大きな差が生じたフラックスNA-200使用時ののはんだぬれ性試験後のサンプル外観写真をFig. 6に示した。

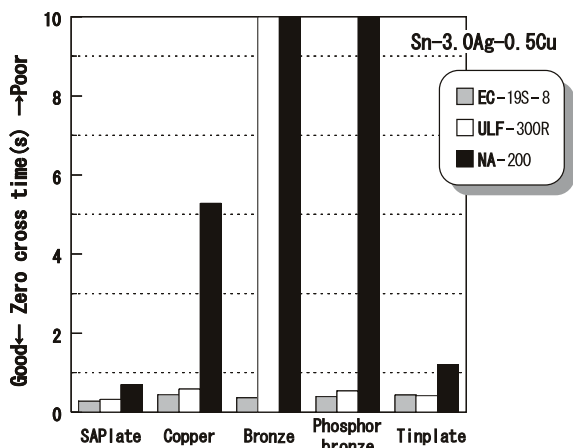


Fig. 5 Flow solderability of SAPlate in lead-free solder Sn-3.0Ag-0.5Cu

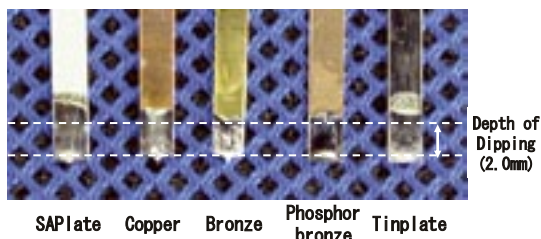


Fig. 6 Appearance of samples after wetting balance test (Flux : NA-200)

ゼロクロスタイムの値が大きかった銅、真鍮、リン青銅では、はんだへのぬれは生じているもののぬれ上がりがほとんど得られていないのに対し、サップレート表面ではぶりきと同様に浸せき深さを上回る良好なぬれ上がりが生じていることが確認された。なお基材のアルミニウム合金（A1100合金/表面処理無し）では、当然のことながら今回の試験条件下において、はんだぬれ上がりだけでなくぬれそのものを得ることが出来ない。このことは、サップレートのはんだ付け性における表面処理層（錫めつき）の効果の大きさを明確に示していると思われる。

続いて、第2世代鉛フリーはんだ<sup>10)</sup>として期待されている低銀含有量のSn-0.3Ag-0.7Cuはんだにおけるサップレートのフローはんだ付け性評価結果をFig. 7に示す。はんだ中のAg含有量低下は、はんだ融点の上昇とはんだぬれ性の低下を招くため、はんだ付け温度を更に約10℃

(Sn-3.0Ag-0.5Cuの場合245℃) 上昇させる必要があるとの報告<sup>10)</sup>もあり、これを裏付けるようにFig. 7ではいずれのサンプルのゼロクロスタイムの値もFig. 5の値よりも増加し、はんだ付け性が低下していた。しかしながら、サップレートのはんだ付け性の低下は、比較材と比べて非常に僅かであり、3.0Agと同条件でも使用フラックスによらず十分なはんだぬれが得られることが確認された。

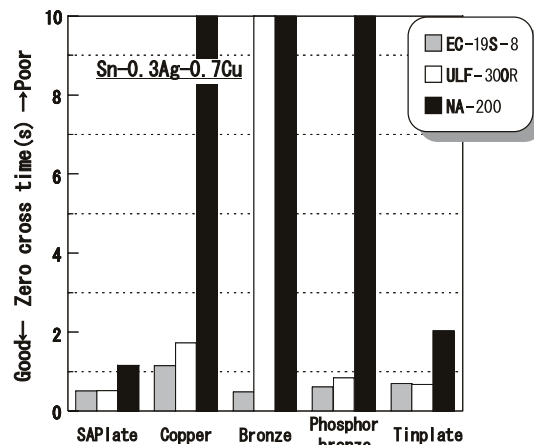


Fig. 7 Flow solderability of SAPlate in lead-free solder Sn-0.3Ag-0.7Cu

### 2. 1. 3 リフローはんだ付け性

サップレートのリフローはんだ付け性評価は、JIS C 0099鉛フリー溶剤ペーストを用いた表面実装部品 (SMD) のはんだ付け性試験方法を用いて得られた最大ぬれ力 (Fmax) の値を比較材の値と比較することで行った<sup>11-13)</sup>。試験の模式図をFig. 8に示す。試験ジグ板（銅板）上に溶剤ペースト（クリームはんだ）を塗布し、そこにサンプルを浸漬させた状態で加熱炉内に挿入して溶剤ペーストを溶融させ、その際に生じる垂直方向の力を検出することでぬれ力曲線を作成し、最大ぬれ力Fmaxを測定している。試験条件をTable 4に示す。評価試料形状はフローはんだ付け性評価のものと同様とした。また、溶剤ペーストを溶融させるための昇温プロファイルは、

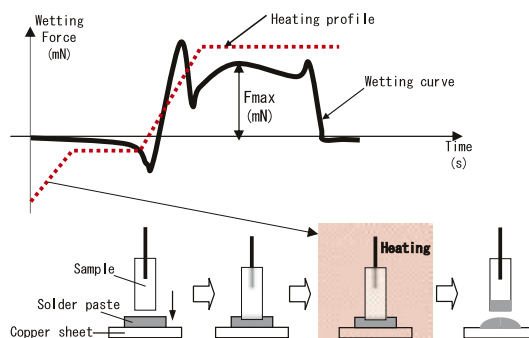


Fig. 8 Measuring method of wetting force "Fmax" with wetting curve<sup>10, 11)</sup> and schematic diagram of testing



使用した溶剤ペースト2種の推奨プロファイル<sup>14,15)</sup>に基づいたプロファイル (Fig. 9) を使用した。

Sn-3.0Ag-0.5Cuはんだペーストにおけるリフローはんだ付け性の評価結果をFig. 10に示す。サップレートの最大ぬれ力は銅よりは若干劣るものの、ぶりきと同等の値を示し、かつ真鍮、リン青銅といった銅合金よりも優れており、リフローはんだ付け性も十分に有していることが確認された。

Table 4 Test condition of reflow soldering wettability

Solder paste	• Sn-3.0Ag-0.5Cu (M705-GRN360-K2-V*) Flux content:11.2%, Halogen content:0.0%
	• Sn-58Bi (L20-BLT5-T8F*) Flux content:10.0%, Halogen content:0.0% *SENJU METAL INDUSTRY Co., Ltd
Supply of solder paste	φ5×0.3 mm
Testing device	Solder checker SAT-5100 (RHESCA Co., Ltd)
Depth of dipping	0.1mm
Speed of dipping	1.0mm/s
Size of sample	0.2×2.0(W)×20(L) mm

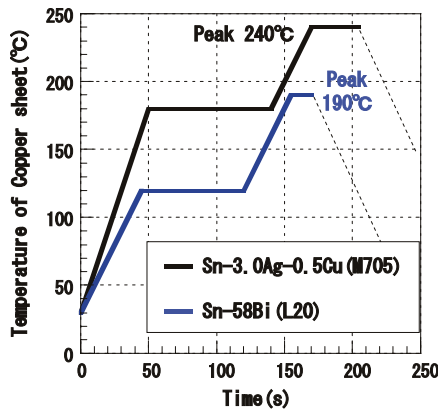


Fig. 9 Temperature profile used to evaluate reflow soldering

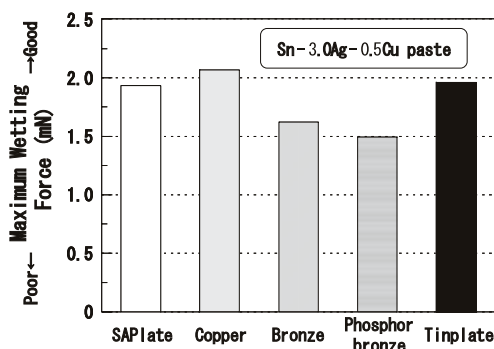


Fig. 10 Reflow solderability of SAPlate in lead-free solder paste Sn-3.0Ag-0.5Cu

一方、特殊用途となるが耐熱性の低い部品向けのはんだ付けに使用されるSn-Biはんだに対するはんだ付け性をFig. 10と同様に調査した結果をFig. 11に示す。Sn-Bi系はんだは、はんだ自体の濡れ性が劣るとされているが、それ

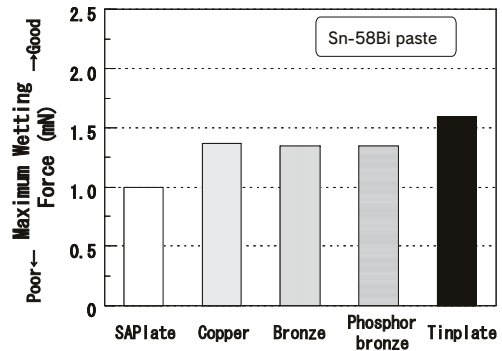


Fig. 11 Reflow solderability of SAPlate in lead-free solder paste Sn-58Bi

を裏付けるように比較材を含め試験したサンプル全てのぬれ力がFig. 10のSn-Ag-Cuはんだに比べ低下していた。また比較材と比べ、サップレートの最大ぬれ力が低い結果となった。しかしながら、Fig. 12にこのリフローはんだ付け性試験後の外観写真を示したように、はんだぬれそのものは十分に得られており、ぶりきと同様にサンプル表面で浸漬深さ(0.1mm)以上にはんだのぬれ広がりが生じており、低温はんだにも十分対応可能であることが確認された。

以上、標準的な鉛フリーはんだであるSn-3.0Ag-0.5Cuはんだを用いた際の結果を中心に、サップレートのフローはんだ付けならびにリフローはんだ付け性が優れていることを述べた。上述したようにサップレートは他にも、第2世代鉛フリーはんだとして期待されているSn-0.3Ag-0.7Cuのフローはんだ付け性や低温はんだであるSn-58Biのリフローはんだ付け性も有していることから、さまざまなはんだ付けを利用できる可能性を有していると考えている。

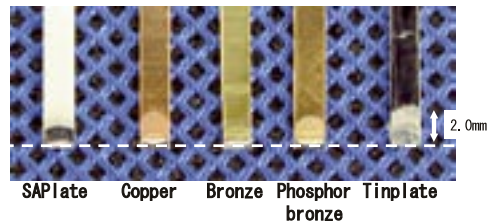


Fig. 12 Appearance of samples after reflow soldering test (Sn-58Bi solder paste)

## 2. 2 はんだ接合強度

サップレートのはんだ接合強度は、Fig. 3に示したリフロー法によるプリント基板上の銅パッドへのはんだ付けによる垂直接合を想定して、Fig. 13に示したようにフローはんだ付け性の評価に用いる銅板上にサップレートをリフローはんだ付けにより固定(接合)した後、引張試験を行うことで評価した。接合サンプルの作製条件ならびに評価条件をTable 5に示す。なお比較材には、2.1はんだ特性の評価の節で使用したのと同じものを用いた。

Fig. 14にサップレートをSn-3.0Ag-0.5Cu鉛フリーはんだ

だにより銅板と接合した際の接合強度を示す。真鍮、リン青銅、ぶりがいはんだ接合界面にて接合が破断したのに対し、サップレート及び銅板は材料内での破断 (Fig. 15参照) を示し、はんだ接合部でのサンプル-銅板間の接合強度よりも、基材の引張強度の方が弱いという結果を示した。このため、サップレートを利用したはんだ接合では、基材であるA1100合金の利用可能な用途においては、実用上十分なはんだ接合強度を得ることが可能であると思われる。

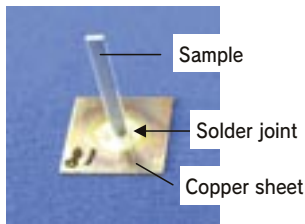


Fig. 13 Appearance of a sample for pull-strength test of solder joint

Table 5 Condition of solder joint and pull-strength test

Solder paste	Sn-3.0Ag-0.5Cu (M705-GRN360-K2-V*) Flux content:11.2%, Halogen content:0.0% *SENUJU METAL INDUSTRY Co., Ltd
Supply of solder paste	φ5×0.25 mm
Temperature profile	Reffer to Fig. 9 (M705)
Soldering device	Solder checker SAT-5100 (RHESCA Co., Ltd)
Depth of dipping	0.25mm
Speed of dipping	1.0mm/s
Size of sample	0.2×2.0(W)×20(L) mm
Speed of pull	20mm/min

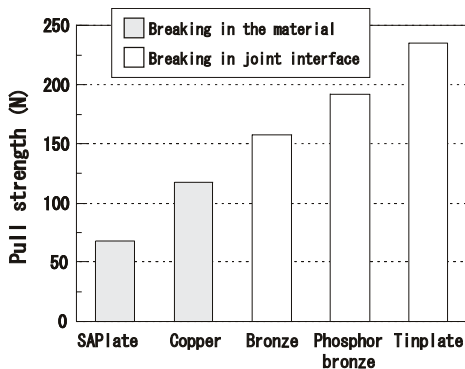


Fig. 14 Solder joint strength measurement result of SAPlate

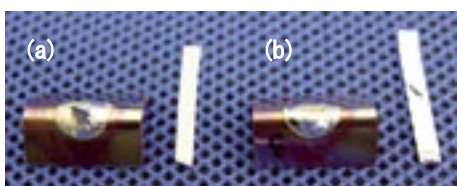


Fig. 15 Photograph of samples after solder joint strength test  
(a) Breaking in the material  
(b) Breaking in joint interface

## 2. 3 その他の特性

### 2. 3. 1 放熱特性

サップレートは、ヒートシンクを中心とした放熱部材を主用途と想定している。そこで、実際に放熱部材として利用した際の放熱特性を、Fig. 16に示したように発熱体(ヒーター)をサップレートに直接取付けた場合の、ヒーター表面の温度上昇を測定することにより評価した。測定に用いた試料の大きさは0.2×46×70mm、無風の室内下(室温20℃)にて測定を行った。また測定に当たっては、銅板(99.96%)、さらに高放熱仕様として開発中の黒色サップレート(タイプ2R)を比較材として用いた(基材はA1100合金)。その結果をFig. 17に示す。サップレート(タイプ2K)は、自然放冷下で同一形状の銅板と同等の放熱特性を有しており、使用条件にもよるが放熱部材に使用することで銅板と同等の放熱性をより軽量で達成可能となることを示している。また、開発中の黒色サップレート(タイプ2R)を使用すれば、サップレートの軽量性とはんだ付け性を有したまま、更に高い放熱性を得ることも可能である。

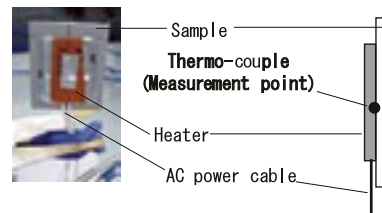


Fig. 16 Appearance of evaluation of heat radiation

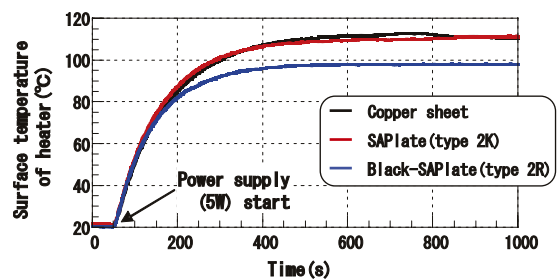


Fig. 17 Evaluation result of heat radiation

### 2. 3. 2 加工性

サップレートのプレス加工によるヒートシンク形状への加工例をFig. 18に示した。表面処理層の加工密着性は良



Fig. 18 Example of heat sink made of SAPlate by stamping

好であることから、加工性は主に基材であるアルミニウム合金の特性に依存し、板厚にもよるが種々の形状に加工可能である。

### 2. 3. 3 耐ウイスカ性

ウイスカ問題は、Sn、Znなどの低融点金属およびその合金のめっきを使用した場合に起こりうる共通の問題である<sup>16-18)</sup>。このため、家電製品を中心とした電子機器向けに、はんだ用STに代表されるはんだ用プレコート材を市場に提供している弊社においても製品の長期信頼性の観点から非常に重要な問題となっている。

ウイスカの生成機構については、長い間不明とされていたものの、はんだの鉛フリー化に伴うSn単独めっきの使用増加に対応して近年その生成機構に関する研究が急速に進み、主にめっき皮膜の内部応力変化に起因する内部応力型とコネクタ等の強い外部応力が加わる箇所にて生成しやすい外部応力型の2種類に大きく分けられるとされている<sup>8, 18)</sup>。そして、電子情報技術産業協会 (JEITA) の主導にて、それぞれの型に適した検証方法の規格化<sup>19)</sup> が順次進められている状況にある。

サップレートの想定される主用途 (放熱部材等) において懸念すべきウイスカ生成は、上述の点を考慮すると、主にめっき皮膜の内部応力変化に起因する内部応力型ウイスカとなると思われる。内部応力型ウイスカの生成には、材料への加温や加湿による温度変化 (熱膨張) や酸化に伴う結晶格子の歪み増加の他に、切断加工に伴い発生する加工歪みも影響を与えるとされている<sup>17-19)</sup>。サップレートは連続処理によりコイル状で製造出荷され、客先にて切断加工されることが通常である。試験に際してはこの点を考慮し、Fig. 19に示したような幅狭に切り出した平板サンプルとそれを90°曲げ加工したサンプルの2種の形態のものを用意した。実際のウイスカ試験は、JEITA規格ET-7410 (電気・電子機器用部品のウイスカ試験方法)<sup>19)</sup> を参考に、55°C-85%RH×2000時間の高温高湿試験に曝したこれらのサンプル外観をFE-SEMにより観察することにより行った。なお、高温高湿による加速経時試験とは別に、実環境下 (平均温湿度約20°C-50%RH) にて約1年6ヶ月 (13000hr) の室温保管を行ったサンプルについても同様に調査を行った。

試験結果をTable 6に記す。高温高湿試験に供したサンプルならびに室温保管により実経時したサンプルのいずれのサップレートサンプルにおいてもウイスカ生成は全く認められなかった。JEITA規格ET-7410<sup>19)</sup> では、55°C-85%RH×2000hrの高温高湿試験におけるサンプルへの負荷は、平均温湿度18°C-85%の環境でおおよそ5年経時した際の負荷に相当するとしている。本試験結果により、サップレートにてウイスカが全く生成しないことを保証することは出来ないが、サップレートの主用途である家電製品が平均的な温湿度条件の環境下において使用される限りにおい

ては、サップレートにおいてウイスカ生成が生じ難いことを示していると考えている。

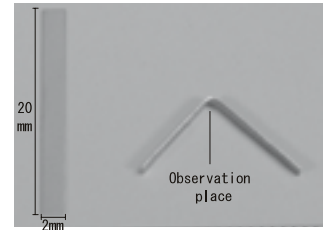


Fig. 19 Appearance of a sample used to examine whisker

Table 6 Result of whisker examination

Condition	55°C-85%RH×2000hr		20°C-50%RH×13000hr (Room keeping)
	Sheet	90° bend	Sheet
Result	No whisker generation		

## 3. サップレートの皮膜構成と各皮膜の機能

サップレート (タイプ2K) の皮膜構成とその機能をTable 7に示す。アルミニウム合金基材上に、ニッケル/錫/有機樹脂皮膜の3層からなる表面処理層が設けられており、前処理、電気めっき (無光沢ニッケル、無光沢錫)、有機樹脂塗布の工程により、アルミニウム合金コイル上に連続的に付与されている点がサップレート (タイプ2K) の特徴である。上述の優れたはんだ特性は主に、錫めっき皮膜の付与にて得られているが、以下ではTable 7にて示したニッケルめっき皮膜および有機樹脂皮膜の機能と役割について述べる。

Table 7 Structure of SAPlate (type 2K) and function of each film

Structure	Thickness (μm)	Function
Organic Resin	≤1.0 μm	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Abrasion-resistant</li> <li>- Antioxidation of Sn plating</li> </ul>
Tin	≒0.5 μm	- Solderability
Nickel	≒0.5 μm	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Adhesion of Sn plating</li> <li>- Solder joint</li> <li>- Anti-whisker</li> </ul>
Aluminum sheet		

### 3. 1 ニッケルめっき皮膜について

サップレートにおけるニッケルめっき皮膜は、はんだ性付与に必要な錫めっき皮膜の密着性向上のための下地処理としての役割の他に、はんだ特性の確保、ウイスカ発生抑制などの機能を有していると考えており、以下これらについて記す。



3. 1. 1 はんだ特性

前処理後にニッケルめっきを介さずに錫めっきを行い作製したサンプルの、フローはんだ付け性評価後の外観をFig. 20に示す。ニッケル下地めっきなしのサンプルでは、フローはんだ付けならびにリフローはんだ付けのいずれのはんだ付け性評価においても、試験後の表面にはんだが残留せず、さらに付与した錫めっき皮膜自体も失われてしまうため、はんだ付け性を全く有しない。これは、表面の錫めっき皮膜がはんだ付け時にはんだ合金中に溶け込んでしまったためではないかと考えている。一方、通常のサプレート（タイプ2K/ニッケル下地めっき有り）のSn-3.0Ag-0.5Cuはんだでのフローはんだ付け前後における断面観察写真(FIB)をFig. 21に示す。はんだ付け後の断面では、はんだと反応して一体化した錫めっき層とニッケルめっき層の界面に、新たな層が生成し、本来のニッケルめっき皮膜の厚みがほぼ半減していることが確認された。この界面に生じた層は、EDS分析結果よりニッケルと錫を主体とした合金層と現在推定しており、この層がはんだ付け時に生成することにより、ニッケルめっきのはんだ合金への過剰溶解を防ぎ、サプレート表面にはんだが残留してはんだ付け可能になると考えている。

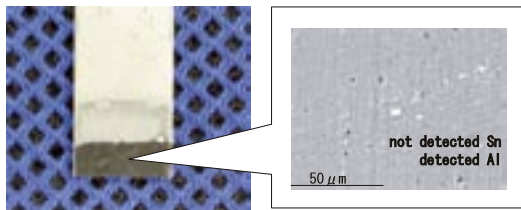


Fig. 20 Surface appearance of Sn plated Al sheet after flow soldering

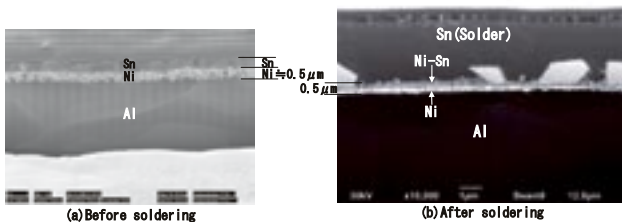


Fig. 21 Cross sectional observation image of SAPlate

3. 1. 2 ウィスカ抑制効果

ニッケルめっき皮膜は、上述したように錫めっき皮膜の密着向上を目的に設けたものであるが、銅および銅合金を基材とした錫めっきにおいては、ウィスカ生成防止に有効であることが知られている<sup>17-19)</sup>。そこで、3. 1. 1と同様に、標準材（タイプ2K）から有機樹脂皮膜のみを除いた比較材（Sample A）、有機樹脂皮膜・ニッケルめっき皮膜のいずれも除いた比較材（Sample B）を作製し、Table 6と同じ形状に切断加工後、高温高湿試験に供した。その

結果をTable 8に示す。標準材（タイプ2K）から有機樹脂皮膜を除いたSample Aでは、ウィスカは全く観察されなかったが、有機樹脂皮膜に加えニッケルめっき皮膜を除いたSample Bでは、Fig. 22にて示したように、Sample Aに比べ粗い表面外観を示し、これらに混じってウィスカがサンプルの端面、平板部、谷部を問わず多数生成していることが確認された。

Table 8 Result of whisker examination

Condition	55°C-85%RH×2000hr	
	Sample A	Sample B
Structure of sample	Tin	Tin
	Nickel	Aluminum sheet
	Aluminum sheet	
Result	No whisker generation	Whisker generated

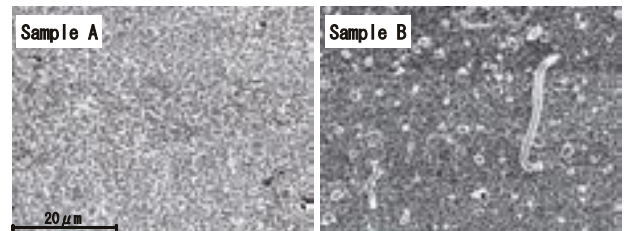


Fig. 22 Surface of sample A and Sample B after whisker examination

上記結果を考慮すると、標準材におけるウィスカ生成には、有機樹脂皮膜の有無そのものよりも、錫めっき皮膜の下層に設けたニッケルめっき皮膜の有無の方が強く影響を与えていると思われる。めっき皮膜の構造は素地の種類と構造に依存することが一般に知られているため、Sample AおよびBの錫めっき皮膜構造を調査した。Fig. 23に高温高湿試験前のSample AおよびBの表面観察結果を示す。

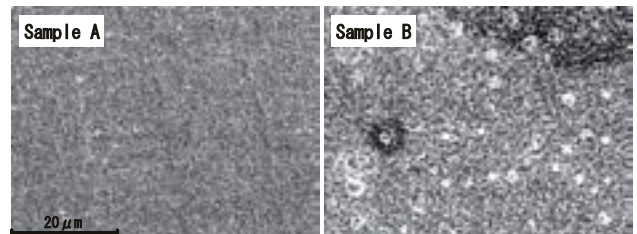


Fig. 23 Surface of sample A and Sample B before whisker examination

目視による外観観察では差が判別し難かったが、拡大により表面性状に差が観察され、Fig. 22の高温高湿試験後の表面と同様に、ニッケルめっき皮膜を有しないSample Bの方が粗い表面となっていることを確認した。これらの錫めっき皮膜の結晶配向性をX線回折法により求めて比較した結果をFig. 24に示す。錫めっき皮膜の結晶配向性指数は、

錫粉末の標準回折パターン (JCPDSカードPDF #04-0673) とX線回折法により実際に得られたSample A, Sample Bの回折パターンを用いて, WillsonとRogersの方法<sup>20)</sup>により算出した. Fig. 24より, ニッケルめっき皮膜を有するSample Aに比べ, Sample Bでは (321), (220) といった特定の結晶面への強い配向が生じていた. 図中にこれら2つの結晶面における回折強度の半価幅を用いて, Scherrerの式<sup>21)</sup>より算出した結晶子の値を記したが, 配向面が分散していたSample Aに比べ, 優先配向が生じているSample Bでは, 結晶子の大きさが増加していた ((321) では約40Å, (220) では約130Å増加). 結晶粒径としての正確な値の算出にはより詳細な調査が別途必要となるが, 配向面の分散を考慮するとニッケルめっき皮膜が下層に存在することにより錫めっき皮膜の配向と粗大化を制御する効果が得られていると考えて良いと思われる.

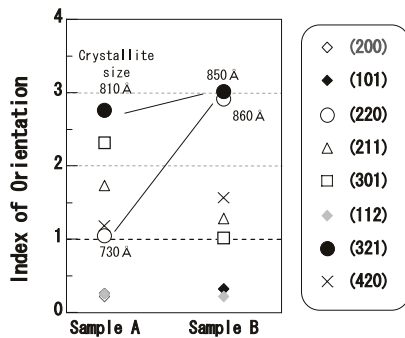


Fig. 24 Measurement result of crystal orientation and crystallite size of Sn-plating film

錫めっき皮膜のウイスカ生成に関しては, 従来言われてきた錫めっき皮膜の厚みだけではなく, 結晶粒径を考慮する必要がある, 結晶粒が微細な場合に生成しがたいとの報告<sup>22)</sup>がある. これらの点を考慮すると, 同じ錫めっき皮膜の厚み (0.5μm前後) でありながらもニッケルめっきのないSample Bでのみウイスカが生成した理由は, ニッケルめっき皮膜による錫めっき皮膜の構造制御効果が得られなかったためではないかと考えられる.

ウイスカが生成したSample BのFIBによる断面観察結果をFig. 25に示す. Sample Bでは, ウイスカ生成部およびその周辺にて, 錫めっき皮膜と基材のアルミニウム合金界面に微細な多数のボイドが存在している様子が観察され, ミクロ的な密着不良状態が生じている様子が観察された. FIBによる観察画像 (SIM像) は, 組織 (結晶方位) の違いが明確なコントラストとして得られる特徴があるが, 今回の観察ではウイスカ生成部及びその周辺, さらにボイド生成箇所において明確な差および関連性は認められなかった. このため, 基材/錫めっき皮膜界面に生じている多数のボイドが, ウイスカ生成にどの程度影響を与えたのかについては現時点では不明であるが, 基材との密着面におけ

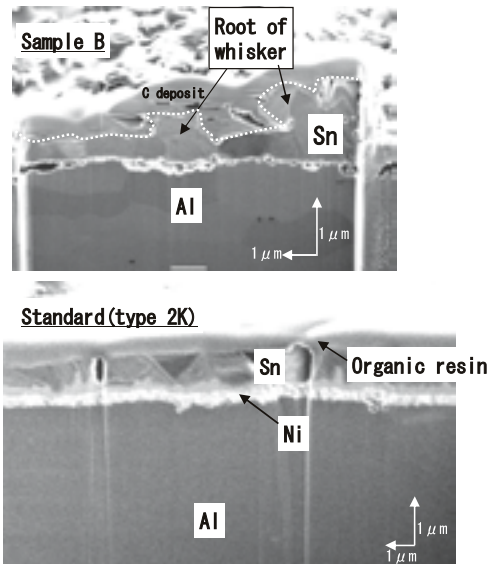


Fig. 25 Cross-section observation image by FIB

る不整合な箇所が増加すれば, 当然めっき皮膜の内部応力にも影響が生じることから, ウイスカ生成の一因になっているのではないかと考えている.

一方, Fig. 25下部に, 同様に観察した標準材 (タイプ2K) の断面を示す. 錫めっき皮膜の下層にニッケルめっき皮膜を有している標準材では, 基材であるアルミニウム合金側から順に, ニッケルめっき皮膜, 錫めっき皮膜, 有機樹脂皮膜が整然と積層しており, 基材/ニッケルめっき皮膜界面およびニッケルめっき/錫めっき皮膜界面において, 上述のSample Bにて観察されたようなボイド等の欠陥がほぼ見られなかった. 本結果より, ニッケルめっき皮膜による錫めっき皮膜の密着性向上の役割確認と界面の平滑化効果は確認されたが, 銅系金属を基材とした際に良く見られる基材側への拡散については確認されなかった (錫めっき皮膜内への拡散は若干確認された).

以上, これまでの結果をまとめると, サップレート (タイプ2K) のウイスカ抑制には, 錫めっき皮膜の下層に設けたニッケルめっき皮膜の存在が特に大きな役割を果たしており, その機能としては主に, 錫めっき皮膜の構造成長制御, および基板であるアルミニウム合金との接合界面の平滑化 (整合性向上) による錫めっき皮膜の応力緩和などにあるのではないかと現時点では考えている.

### 3. 2 有機樹脂皮膜について

有機樹脂皮膜はTable 7にて示したように, 錫めっき皮膜の疵付き防止ならびに酸化 (黄変) 防止機能を期待して付与されている. 以下, その効果について示す.

#### 3. 2. 1 耐疵付き性

有機樹脂皮膜を付与していないSample C (ニッケル/錫めっき皮膜のみ) と標準材である有機樹脂皮膜を有する



サプレート（タイプ2K）のコピー紙によるラビングテストの結果をFig. 26に示す。写真より、有機樹脂皮膜の付与にて表面の耐疵付き性が著しく向上していることが分かる。

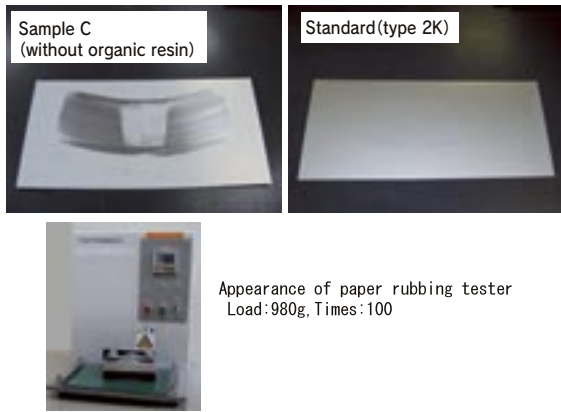


Fig. 26 Result of paper rubbing test and appearance of evaluation device

### 3. 2. 2 酸化防止機能

錫めっき皮膜は、経時により表面が容易に酸化して表面が黄変するため変色防止処理が必要となる。上述の Sample C（ニッケル/錫めっき皮膜のみ）および標準材（タイプ2K/有機樹脂皮膜あり）において、室温保管（約20°C/無梱包）時の保管日数と表面の色差b\*値の関係をFig. 27に示した。有機樹脂皮膜を有しないSample Cでは、保管日数の増加と共にb\*値が増加、つまり表面の黄色味が増しているのに対し、有機樹脂皮膜を有する標準材（タイプ2K）では、保管日数の増加に伴うb\*値の増減は小さく黄変が抑制されていることが分かる。また、Fig. 28にこれらのサンプルのフローはんだ付け性を調査した結果を示した。黄変が強く生じ始める90日保管後、ならびに180日保管後のSample Cでは、ゼロクロスタイムが10sとなり、保管開始時に得られていたはんだのぬれ上がり（はんだ浴への浸漬深さ以上に表面にはんだがぬれ広がる現象/ Fig. 6 参照）が得られなくなるのに対し、黄変の抑えられ

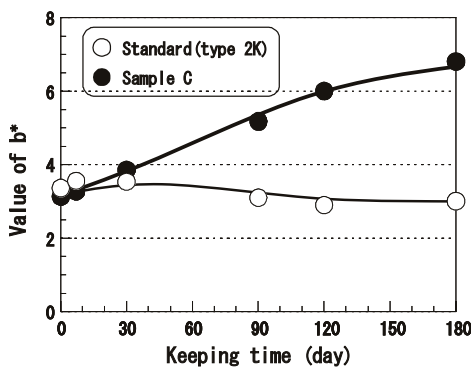


Fig. 27 Relation of color difference b\* value of sample and keeping days

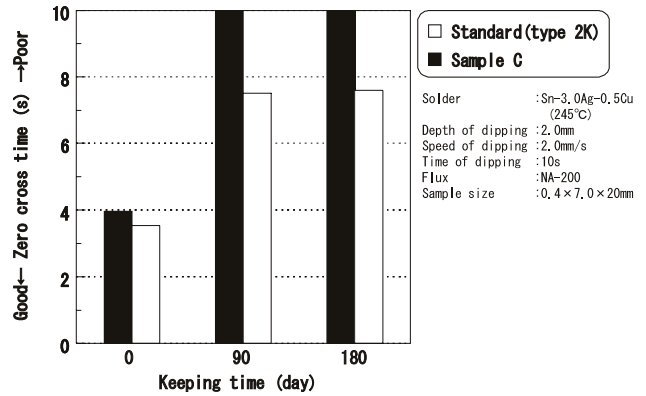


Fig. 28 Relation of keeping days and flow soldering

ていた標準材（タイプ2K）では、ゼロクロスタイム自体は増加する傾向にあるものの、180日保管後もはんだのぬれ上がりを得ることが可能である。

## 4 まとめ

以上、サプレートの代表的な特性について記した。軽量でかつ鉛フリーはんだ付け性と放熱性を有するサプレートは、冒頭で記した高機能化、小型軽量化が進む電子機器分野において、今後更に重要性が高まる材料であると考えており、本用途への展開を更に推し進め拡販に努力したい。

### 引用文献

- 1) 伊藤謹司, 国峰尚樹: トラブルをさけるための電子機器の熱対策設計—第2版—日刊工業新聞社, (2006)
- 2) 大澤直: はんだ付けの基礎と応用, 工業調査会, (2000)
- 3) 林田貴裕, 鶴田知之, 駒井正雄, 佐野真一: 東洋鋼板, 34, (2004), 13
- 4) 末次憲一郎: 詳説 鉛フリーはんだ付け技術—創造, 開発, 量産への原典—, 工業調査会, (2004)
- 5) 竹本正, 藤内伸一: ソルダリング イン エレクトロニクス, 日刊工業新聞社, (1986)
- 6) 大澤直: 続 はんだ付け技術なぜなぜ100問, 工業調査会, (2004)
- 7) 菅沼克昭: 鉛フリーはんだ技術・材料ハンドブック, 工業調査会, (2007)
- 8) 株式会社レスカ: ソルダチェッカー SAT-5100 取扱説明書Ver.2.54, (2006)
- 9) 日本工業規格: JIS C 60068-2-54, (1996)
- 10) 実装技術標準化委員会: JEITA鉛フリー活動成果報告会, (2007)
- 11) 株式会社レスカ: ソルダチェッカー SAT-5100 プロファイル加熱装置 取扱説明書Ver.2.4 (2006)
- 12) Technical Standardization Committee on Surface Mounting

- Technology : JEITA ET-7404 (1997)
- 13) 日本工業規格 : JIS C 0099 (1996)
  - 14) 千住金属工業株式会社 : 高信頼性・高プリヒート対応 Pbフリーソルダーペースト M705-GRN360-KVタイプ, (2004).
  - 15) 千住金属工業株式会社 : Technical report-20060105 SnBi共晶系低温はんだ (L20/L23) Eco-solder past BLT5, (2006)
  - 16) 伊藤貞則, 林導 : 実務表面技術, **34** (1987), 112
  - 17) 大河原薫, 室井良一 : 表面科学, **26** (2005), 165
  - 18) 山本正和 : 錫ウイスカ成長プロセスの解明と対策, R&Dプログラミング, (2006)
  - 19) Technical Standardization Committee on Surface Mounting Technology : JEITA ET-7410 (2005)
  - 20) K. S. Willson and J. A. Rogers : Tech. Proceeding Amer. Electroplaters Soc., **51**, **92** (1964), 92
  - 21) 加藤誠軌 : X線回折分析, 内田老鶴圃, (1994).
  - 22) Kiyotaka Tsuji : J. Surface Finish. Soc. Jpn., **58** (2007), 406



# 高耐候性アクリルラミネート鋼板の特性

高橋 聡\*・谷上雅則\*<sup>2</sup>・古賀隆博\*<sup>3</sup>・和田徳昭\*<sup>4</sup>

The Characteristics of Acrylic Film Laminated Material

Satoshi TAKAHASHI, Masanori TANIGAMI, Takahiro KOGA, Noriaki WADA

**Synopsis** : Polymer coated galvanized steel is used for building or housing materials. Exterior materials for buildings especially must have high weather resistance and high corrosion resistance. Pre-coated materials or PVC laminated materials have been used as the exterior materials. However, recently some new demands such as environmental issues or fine appearance with embossing, have been increasing for exterior materials in Japan.

TOYO KOHAN has developed acrylic film laminated material with high performance. The fundamental characteristics of the new material, for example formability, corrosion resistance, and weather resistance were good. In order to evaluate the long time weather resistance, we carried out the EMMAQUA test. The colors of the test sample were white, black and green, standard colors of exterior materials.

The results of the EMMAQUA test for the past three years are as follows:

The glossiness of all colors became about 1. The color changes  $\Delta E$  of black sample after three years was about 2.5. The residual ratio of thickness was about 90%. The residual ratio of molecular weight was about 85%. Both of them were high residual ratios.

Judging from the results, the new material has high weather resistance for a long time. We estimate that this new material will maintain good weather resistance over 20 years without any maintenance. Of course, the new material has good formability and can meet the demand for various color and embossing. Thus, our acrylic film laminated material has good performance not only in durability, but also in appearance and has been increasing its share in the Japanese market.

**Keywords** : acrylic film laminated material, high weather resistance, EMMAQUA test

## 1. 緒言

外装用材料には高耐候性、高耐食性が求められており、有機樹脂で被覆された溶融亜鉛メッキ鋼板（以下GI材）が使用されている。従来、加工性、耐久性に優れた塩化ビニル樹脂（以下塩ビ樹脂）フィルムを基材にラミネートした塩化ビニル樹脂被覆鋼板（以下塩ビ鋼板）や、樹脂を基材上に塗装後、焼き付けして作製する塗装鋼板が使用されてきたが、近年は新たなニーズが生まれている。

・環境に配慮した非塩ビ製品の使用

- ・塗装鋼板よりも凹凸感のあるエンボス
- ・メンテナンスを行わないで長期間、外観と特性が変化しない高い耐候性

これらのニーズに対して新たな有機樹脂被覆鋼板の製品化を目的として開発を開始し、まず有機樹脂の選択を行った。ニーズの一つである塗装鋼板よりも凹凸感のあるエンボスを表現するためにはある程度の厚みを持った有機樹脂層が必要であり、またエンボス加工を行う前に樹脂を軟化させる必要があるため、熱可塑性樹脂を対象として検討を行った。また熱可塑性樹脂の中でも結合エネルギーの低いエステル結合を持つ樹脂を除外し、エステル結合を持たな

\* 下松工場 生産技術部 グループリーダー

\*<sup>2</sup> 下松工場 品質保証部

\*<sup>3</sup> 下松工場 生産技術部

\*<sup>4</sup> 下松工場 生産技術部 部長

い樹脂の中でも自然界に存在する紫外線の領域（300～400 nm）における吸収が少なく、紫外線によるダメージを受け難いため耐候性が優れていると考えられるアクリル樹脂を選択して開発を行った<sup>1)</sup>。

## 2. 実験

### 2.1 供試フィルムについて

今回開発したアクリルフィルムはアクリル樹脂をベースとしたものであり、加工性を付与するためアクリルゴムを添加し、更に希望の色調を付与するため顔料を添加してカレンダー法で製膜したものである。色は外装用として一般的に使用される白、黒、緑、青の4色を選択し、いずれも厚みは120 $\mu$ mとした。

また、アクリルフィルムには着色するために無機顔料を添加しており、厚み100 $\mu$ mのフィルムにおいて400nmの光線透過率0%、500nmの光線透過率2%以下となるように添加量を調整した。このため太陽光を浴びてもフィルム下層部分には光線が届かず、良好な耐候性を示すと考えている。厚み100 $\mu$ mの白色フィルムの光線透過率の例をFig. 1に示す。

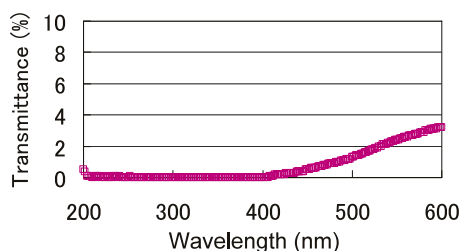


Fig. 1 Light transmittance of acrylic film

外装用材料としての特性を調査する目的で、今回開発したアクリル鋼板と外装用鋼板として10年以上メンテナンスフリーで使用されてきた塩ビ鋼板とを比較した。塩ビフィルムは塩ビ樹脂をベースとしたものであり、加工性を付与するため可塑剤を添加し、更に色調を付与するため白色顔料を添加してカレンダー法で製膜し200 $\mu$ mの厚みに仕上げたものである。この白色塩ビフィルムについてもアクリルフィルムと同様に、厚み100 $\mu$ mのフィルムにおいて400nmの光線透過率0%、500nmの光線透過率2%以下となるように顔料の添加量を設定した。

### 2.2 ラミネート鋼板の作製方法

上記のフィルムをFig. 2に示す装置にて鋼板上にラミネートし、サンプルを作製した。外装用鋼板には特に耐候性、耐食性が求められるため、基材金属には板厚0.8mm、目付け量はJIS表示Z18のGI材を使用した。まずGI材の脱脂を行い、次に塗布型のクロメート処理を施した。その後

GI材のフィルムラミネート面には接着剤を、その裏面には塗料をそれぞれコーターにより2～4 $\mu$ m塗布した。ここで塩ビフィルム用の接着剤には熱硬化型ポリエステル系接着剤を、アクリルフィルム用の接着剤には熱硬化型アクリル系接着剤を使用した。

続いてヒーティングゾーンでラミネート可能な温度までGI材を加熱し、一对のラミネートロールで挟んで表面側の接着剤上にフィルムを貼り付けた。更にラミネート鋼板を再加熱して各樹脂フィルムの軟化温度以上の条件でエンボスロールを押し付け、ロールの表面形状を転写させエンボス加工した。このエンボス加工後は樹脂表面のエンボス形状が熱変形するのを防止するため直ちに冷却した。

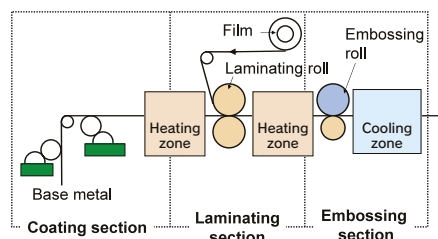


Fig. 2 Schematic view of production line

### 2.3 評価方法

#### 2.3.1 一般特性評価

2.1及び2.2にて解説したサンプルについてJIS K 6744に準拠した方法で一般的な外装用材料の特性を評価した。

##### 1) 密着性

JIS B 7729に記載のエリクセン試験機にて井桁カット後の6mm及び8mmのエリクセン張出しを行い、密着性を評価した。

##### 2) 折り曲げ加工性及び低温加工性

0℃及び25℃の温度条件で密着曲げ（0T曲げ）を行い、ひび、割れ、剥離の有無を目視で確認した。

##### 3) 耐食性

耐食性を評価するため塩水噴霧試験（以下SST）をJIS Z 2371に記載の方法で行った。試験時間は1000時間とした。

##### 4) 耐沸水性

沸水への60分浸漬を行い、耐沸水性を評価した。

##### 5) 耐薬品性

10% HCl, 10% NaOH, 灯油, エタノールについて評価を行った。

また長期耐候性を評価するため、下記の試験を行った。

#### 2.3.2 サイクルテスト

外装用鋼板は屋外長期間使用が前提であるため、塩乾湿繰り返しに対する特性を確認しておく必要がある。今回はサイクルテストとしてスガ試験機株式会社製の塩乾湿複合



サイクル試験機HPS212を用いて①塩水噴霧2時間、②50°C乾燥条件2時間、③60°C湿潤条件2時間、を1サイクルとした試験を行った。供試サンプルは端面シール無しで、試験時間は1200時間とした。

### 2. 3. 3 耐候性評価方法

外装用鋼板は屋外長期間使用が前提であるため、太陽光(特に紫外線)に対する特性を評価方法を変えて確認した。

#### 1) 促進暴露試験1 サンシャインウェザーメーター試験

スガ試験機株式会社製のデューサイクル・サンシャインスーパーロングライフウェザーメーター(WEL-SUN-DC)を用いて、ISO4892に準拠したカーボンアーク法でサンシャインウェザーメーター(以下SWOM)試験を行った。一般的な試験時間は2000時間であるが、今回は更に5200時間まで延長した試験を行った。この耐候性評価試験に供したサンプルの光沢、色調を後述する方法で測定して評価した。

#### 2) 促進暴露試験2 EMMAQUA試験

屋外での20年以上の長期耐候性を評価するため、太陽光に近い促進試験として知られているEMMAQUA試験を選択した<sup>2, 3)</sup>。社外評価機関に依頼してアリゾナにてASTM-G90, Cycle 3(夜間12分毎に3分間水スプレー)に準拠したEMMAQUA経時試験を行った。なお、経時時間は3年間とし照射された紫外線総量は英弘精機株式会社製の紫外線放射計(MS210A)を用いて測定した。この耐候性評価試験に供したサンプルの光沢、色調、被膜厚み、分子量等を後述する方法で測定して評価した。

#### 3) 屋外暴露試験

山口県下松市においてJIS K 7219に準拠した直接屋外暴露法で屋外暴露15年経時試験を行い、外観を目視で確認した。

## 2. 4 特性値測定方法

以下に耐候性試験サンプルの評価方法について示す。

### 2. 4. 1 光沢測定方法

SWOM試験及びEMMAQUA試験の評価サンプルについて60°グロスの光沢変化を日本電色工業株式会社製の光沢計VG2000を用いてISO2813に準拠して測定した。

### 2. 4. 2 色調測定方法

SWOM試験及びEMMAQUA試験の評価サンプルについて、色調(L\*,a\*,b\*)を日本電色工業株式会社製色差計SQ2000を用いて測定し、色調の変化を表す色差(ΔE)については、試験前の色調をL\*(0), a\*(0), b\*(0)、試験後の色調をL\*(1), a\*(1), b\*(1)とした場合 $\Delta L^* = L^*(0) - L^*(1)$ 、 $\Delta a^* = a^*(0) - a^*(1)$ 、 $\Delta b^* = b^*(0) - b^*(1)$ とし、 $\Delta E = \sqrt{(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2}$ の式で算出した。

### 2. 4. 3 厚み測定方法

EMMAQUA試験の評価サンプルについてフィルム厚みを下記の方法で調査した。フィルムラミネート前の鋼板厚み及びEMMAQUA試験経時後のサンプル(フィルム+鋼板)の厚みをマイクロメーターで測定し、その差からフィルム厚みを算出した。

### 2. 4. 4 分子量測定方法

EMMAQUA試験の評価サンプルについてアクリルの分子量を下記の方法で測定した。まずラミネート鋼板からフィルムを削り取り、テトラヒドロフランに浸漬して溶解させた。その後、顔料と樹脂とを分離し、樹脂が含まれる溶液のGel Permeation Chromatography(GPC)測定を行い、標準ポリスチレン換算の分子量を算出した。

## 3. 結果及び考察

外装用材料としての特性を調査する目的で、今回開発した青色のアクリル鋼板と塩ビ鋼板とを比較した。

まず、外装用材料として必要な基本特性について評価したが、アクリル鋼板は塩ビ鋼板と同等の特性を持つ事が確認できた(Table 1 参照)。なお、エタノールに対する耐薬品性でアクリル鋼板は若干の光沢変化を生じた。実際の使用で問題となるレベルではないが、アルコールでの清拭、手入れ等については注意する必要がある。

サイクルテストの結果、クロスカット部、端部とも塩ビ鋼板は赤錆が発生したがアクリル鋼板は白錆であった。また端部のブリストアはアクリル鋼板の方が軽微であり、アクリル鋼板は塩ビ鋼板と比較して良好な耐食性を示した(Table 2 参照)。

SWOM試験5200時間経時後の光沢変化は塩ビ鋼板と比較してアクリル鋼板の方が小さく、試験前後のΔEも塩ビ鋼板と比較してアクリル鋼板が若干小さかった(Table 3 参照)。

屋外暴露15年経時試験を行った結果では塩ビ鋼板、アクリル鋼板とも錆びはなく、良好な耐候性を示した(Fig. 3 参照)。

以上の結果から、今回開発したアクリル鋼板の試作サンプルは、外装用として10年以上使用されてきた塩ビ鋼板と同等以上の良好な耐候性を有していると考えられる。そこで、アクリル鋼板の更なる長期耐候性を評価し、最終的にアクリルが劣化する状態を確認する目的で、3年のEMMAQUA試験を行った。

この試験での供試サンプルへの総照射エネルギーは3,846,155Lyであり、単純に換算すると関東地区日射量の40年以上に相当する<sup>3)</sup>。

外観目視評価では各色ともチョーキング等の不具合はほとんど見られなかった(Fig. 4 参照)。

**Table 1** The fundamental characteristics

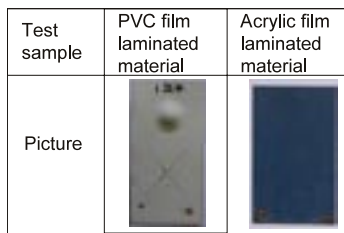
	PVC	Acrylic
Adhesion test	Good	Good
Formability test	Good	Good
Corrosion resistance test	Good	Good
Boiling water dipping test	Good	Good
Chemical resistance test	10%HCl	Good
	10%NaOH	Good
	Kerosene	Good
	Ethanol	Good
		Gloss Changing

**Table 2** Results of cycle test after 1200h

		PVC	Acrylic
Cross cut	Rust	Red rust	White rust
	Blister	2mm	2mm
Edge	Rust	Red rust	White rust
	Blister	0.5-2mm	0.5mm

**Table 3** Glossiness and  $\Delta E$  at SWOM test

Test time	0	1800	3000	4000	5200	
	h	h	h	h	h	
Acrylic	Glossiness	6.6	4.3	3.3	3.1	3.3
	$\Delta E$	-	1.3	2.5	2.6	2.6
PVC	Glossiness	6.9	3.9	2.5	1.6	0.8
	$\Delta E$	-	2.0	1.9	2.5	2.7



**Fig. 3** The result of outdoor exposure test(15years)

光沢値は各色とも経時2年で約半分になり、3年で約1になった (Fig. 5 参照)。

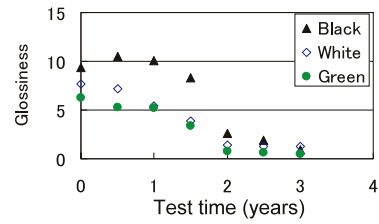
$\Delta E$ は白で約4、黒と緑とは約2.5であり、いずれも良好な値であった (Fig. 6 参照)。

また、フィルム厚みについて初期は120 $\mu\text{m}$ であったが3年後には108 $\mu\text{m}$  (保持率90%) に変化した (Table 4 参照)。この保持率は塩ビ樹脂と比較すると非常に高く、長期耐候性維持に有利と考えられる。

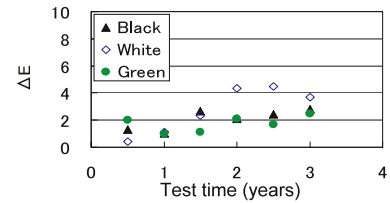
また、分子量は元の分子量 (Mw) 約100,000に対して3年経時で黒は約88,000 (保持率約85%)、白は約78,000 (保

Test time (years)	0	1	2	3
Energy (Langley)	-	1.34E+06	2.59E+06	3.85E+06
Black				
White				
Green				

**Fig. 4** Surface appearance of samples at EMMAQUA test



**Fig. 5** Glossiness changing of samples at EMMAQUA test



**Fig. 6**  $\Delta E$  of samples at EMMAQUA test

持率約78%) に変化した (Table 5 参照)。いずれも高い分子量保持率を示しており、長期耐候性維持に有利と考えられる。

以上のように我々が開発したアクリル鋼板の製品は、太陽光に近い促進試験として知られているEMMAQUA試験の3年経時で優れた特性を有する事が確認できた。また、劣化の挙動は、ある時点で急速に進む傾向は見られず、徐々に進行する傾向がある事が判った。

今回のEMMAQUA試験でサンプルに照射したエネルギーは関東地方の40年分以上であるが、促進試験と実際の屋外暴露とは温度や湿度が異なるため単純に40年の耐候性があるとは言いきれない。ただし、今回の結果から、開発したアクリル鋼板はメンテナンス無しで少なくとも20年以上の耐候性を持つと考えている。

**Table 4** Thickness and residual ratio of samples at EMMAQUA test

	EMMAQUA test time (years)						
	0	0.5	1	1.5	2	2.5	3
Thickness ( $\mu\text{m}$ )	120	118	114	117	111	108	108
Residual ratio (%)	100	98	95	98	93	90	90

**Table 5** Molecular weight (Mw) and residual ratio of samples at EMMAQUA test

Color	Molecular weight	EMMAQUA test time (years)			
		0	1	2	3
Black	Mw	1.0E+05	9.2E+04	9.2E+04	8.8E+04
	Residual ratio (%)	100	89	89	85
White	Mw	1.0E+05	9.0E+04	8.0E+04	7.8E+04
	Residual ratio (%)	100	90	80	78

#### 4. 結 言

外装用材料に対する環境適性、高耐候性、意匠性などの市場要求に対して東洋鋼板ではアクリル鋼板を開発した。開発品は塩ビ樹脂、可塑剤等を含有しておらず、アクリル樹脂と顔料だけでフィルムを作製しているため環境適性を有している。また、開発品は高い耐候性を持っており、適切な顔料をフィルムに添加する事で望む色調を表現可能であり、かつ深いエンボス表現が可能である。今回開発したアクリル鋼板は上記の特徴を有するため、外装用材料として日本国内で採用されつつあり、徐々にシェアを増やしている。実際の使用例は以下の通りである。

- ・オフィス外装材 (Fig. 7参照)。
- ・住宅屋根部材 (Fig. 8参照)。

海岸近くのオフィス外装材として20年以上メンテナンスフリーで使用されており、剥離や錆び等の問題は発生していない。また一般住宅の屋根周辺部材として使用され始めて約10年経つが問題は発生していない。

今後はアクリル鋼板の特徴を生かせる、長期耐候性や長期耐久性が必要な分野に積極的に提案する予定である。

#### 引 用 文 献

- 1) Seiichi Honma : Plastics, 55 (2004), 5
- 2) William J. Putman, Matthew McGreer and Matthew Conrad : Soc. Plast. Eng. ANTEC, (1995), 3322
- 3) Eiki Takeshima, Toshinori Kawano, Hisao Takamura and Shigemichi Katoh : J. Jpn. Soc. Colour Mater., 56 (1983), 457

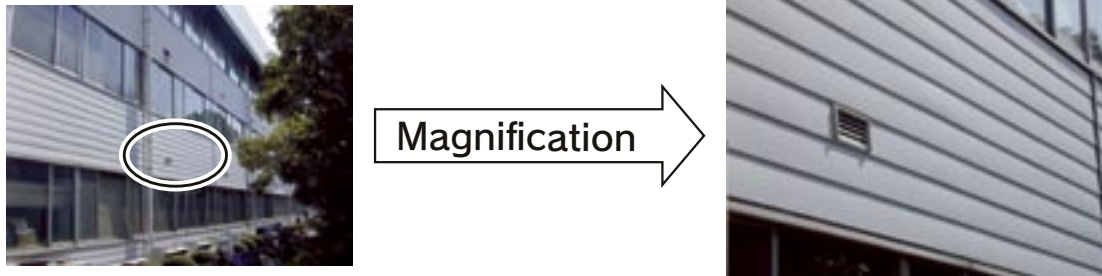


Fig. 7 Actual use for a wall of a business office without any maintenance (21years)



Fig. 8 Actual use for roofs of houses and the parts around the roofs

# 東洋鋼鋳

平成20年6月印刷  
平成20年7月発行

〔非売品〕〔禁無断転載〕

発行責任者 山口県下松市東豊井1296の1

古賀 守

印刷人 山口県下松市東柳1丁目2の8

佃 印刷所

発行人 山口県下松市東豊井1296の1

東洋鋼鋳株式会社技術研究所