

建材用純チタン板のポケットウエーブ防止および表面光沢度コントロール技術の開発

屋敷貴司・宮本淳之(工博)・岡本明夫

鉄鋼カンパニー チタン技術部

Pocket Wave and Gloss Control Technologies for Construction Service Titanium Sheets

Takashi Yashiki · Dr. Yoshiyuki Miyamoto · Akio Okamoto

The relation between pocket wave appearance and several titanium sheets properties were investigated. Pocket wave magnitude was found to vary directly with grain size. In addition, the effect of annealing time on the gloss of pickled titanium was studied. Gloss was low when the annealing time was short, which also reduced grain growth, increasing the number of roughness peaks on the pickled titanium surface. By applying these findings to the manufacturing process, high quality titanium sheets with excellent appearance characteristics were produced.

まえがき = 近年、ウオーターフロント開発の進展や酸性雨の発生にともない、ビルなどの建築物をとりまく環境が厳しくなりつつある。このことから耐食性に優れ、耐用年数の長い純チタン建材の使用量が着実に伸びている¹⁾²⁾。

純チタン建材の使用量が増えるにつれ、表面意匠性に対する要求が厳格化し、ロール成形時に発生するポケットウエーブの改善およびユーザーの好みに合った表面光沢度(以後、光沢度と称す)のコントロールが求められている。

一般に純チタン板の最終焼鈍・表面仕上げ法としては真空焼鈍(Vacuum annealing 以後 VA と称す)と連続焼鈍酸洗(Continuous annealing and pickling 以後 AP と称す)がある。VA 処理は大型コイルをバッチ処理するため、コイル全体を均一組織にするには長時間を要し、一般に微細組織をえることが難しい。これに対し、AP ラインでは大気焼鈍炉、ソルトバスおよび酸洗槽が直列しており、冷延コイルの焼鈍と脱スケールを連続しておこなうことができる^{3)~5)}。そのため焼鈍温度とライン速度をコントロールすることで、均一な組織のコントロールが可能である。

ポケットウエーブの防止については、鉄板の場合には種々の材質改善がおこなわれている⁷⁾⁸⁾。しかしステンレス鋼や純チタンについての研究は少なく、高級建築外装材の割には外観上難点の多いものが作られてきた。そこで、本研究の第一の検討として、種々の条件で AP 処理または VA 処理をおこない、材料特性を変化させた純チタン板のロール成形試験を実施し、ポケットウエーブ発生に及ぼす材料特性の影響を調べた。

光沢度のコントロールについては圧延ままのざらついた表面肌となる VA 材に対し、AP 材は光沢度を比較的低いレベルにでき、光の反射を抑制できる⁶⁾。

AP 処理は焼鈍および酸洗条件を調整することで光沢度のコントロールができる可能性がある。しかし、酸洗条件と光沢度の関係についてはわずかに高橋らの報告⁹⁾があるものの、大気焼鈍条件により組織は変わり、光沢

度に影響を及ぼすことが予測される。そこで本研究の第二の検討として、AP 材の光沢度コントロールの指針をえるべく、焼鈍時間が酸洗後の光沢度に及ぼす影響を調べた。

1. 実験方法

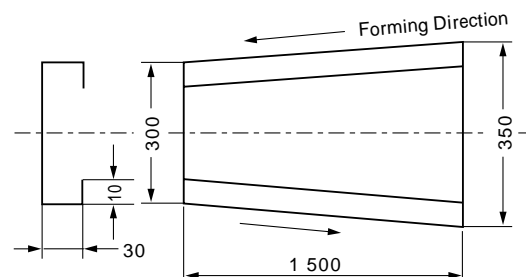
1.1 ポケットウエーブ発生に及ぼす材料特性の影響

工業的に生産された 14 種類の純チタン板をもちい、以下の実験をおこなった。

屋根部材の成形は薄板の単純曲げであるため、引張、あるいは圧縮変形初期の材料特性が重要となる。そこで、JIS 13 号 - B 引張試験片をもちい、応力 - 歪み曲線を取り、弾性限(σ_e)、0.2% 耐力($\sigma_{0.2}$)および引張強さ(TS)を求めた。

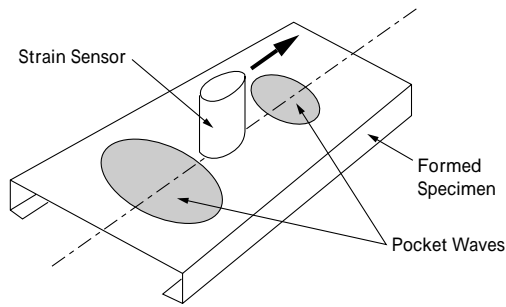
また、供試材によってはわずかではあるが降伏現象が認められたので、その有無も調べた。引張試験片の切り出し方向はロール成形方向に直角方向とし、0.005/min の引張速度で試験をおこなった。

市販のカラー鉄板用瓦棒屋根部材成形機を使用し、第 1 図に示す形状の溝板を成形した。全供試材に対し設定条件は一定とし、試験数は 2 とした。成形品中心線上長手方向のプロファイルを図 2 のように、非接触変位計(リード電機製アナログセンサ AS-440-10)と大型セーバ(プレナー)をもちい測定した。えられたチャートから、比良らの方法⁷⁾にしたがって第 3 図の方法でポケットウエーブ高さ(H_p)を測定した。

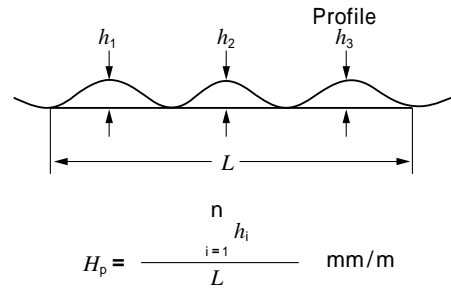


第 1 図 成形品の形状

Fig. 1 Dimensions of tapered roll-forming wide profile



第2図 成形品のポケットウェーブ高さ測定方法模式図
Fig. 2 Illustration of method for measuring the magnitude of pocket wave



第3図 ポケットウェーブ高さ H_p の定義
Fig. 3 Schematic drawing of longitudinal web profiles and definition of magnitude of pocket wave

第1表 供試材の仕様および機械的性質

Table 1 Specification and mechanical properties of specimens

| Specimen | Thickness mm | Quality | Manufacturing Process | Composition ppm | | | | Grain Size μm | Tensile Flow Property(T-direction) | | | | H_p mm/m |
|----------|--------------|---------|-----------------------|-----------------|-----|----|----|--------------------------|------------------------------------|----------------|-----|------|------------|
| | | | | Fe | O | N | H | | σ_e | $\sigma_{0.2}$ | TS | YD | |
| A | 0.31 | JIS-C1 | VA + SP | 320 | 390 | 30 | 26 | 54 | 129 | 274 | 347 | Not | 3.13 |
| B | 0.43 | " | " | 300 | 540 | 52 | 28 | 39 | 132 | 248 | 338 | " | 7.96 |
| C | 0.51 | ASTM-G1 | " | 310 | 520 | 36 | 32 | 57 | 154 | 296 | 357 | " | 5.96 |
| D | 0.63 | JIS-C1 | " | 310 | 500 | 30 | 34 | 67 | 117 | 255 | 338 | " | 6.05 |
| E | 0.80 | " | " | 330 | 490 | 33 | 26 | 56 | 131 | 271 | 350 | " | 4.33 |
| F | 0.50 | JIS-C2 | VA | 620 | 870 | 34 | 53 | 25 | 179 | 318 | 410 | " | 0.89 |
| G | 0.61 | JIS-C1 | VA + SP | 290 | 380 | 18 | 44 | 53 | 142 | 261 | 331 | " | 6.11 |
| H | 0.35 | ASTM-G1 | AP | 570 | 620 | 47 | 30 | 6 | 321 | 388 | 413 | Obs. | 0.10 |
| I | 0.51 | " | " | 230 | 680 | 41 | 27 | 34 | 137 | 240 | 332 | Not | 0.78 |
| J | 0.60 | JIS-C1 | " | 410 | 490 | 33 | 42 | 32 | 154 | 262 | 352 | " | 2.17 |
| K | 0.38 | " | " | 410 | 690 | 25 | 40 | 25 | 162 | 264 | 340 | " | 0.49 |
| L | 0.44 | " | " | 300 | 440 | 39 | 23 | 9 | 248 | 276 | 344 | Obs. | 0.11 |
| M | 0.42 | " | " | 320 | 510 | 38 | 45 | 23 | 158 | 252 | 333 | Not | 0.53 |
| N | 0.42 | " | " | 400 | 520 | 36 | 55 | 10 | 194 | 295 | 352 | Obs. | 0.3 |

JIS-C1 : JIS H 4600 Class 1
 JIS-C2 : JIS H 4600 Class 2
 ASTM-G1 : ASTM B265 Grade 1
 VA : Vacuum annealing
 SP : Skin pass
 AP : Annealing + pickling
 σ_e : Proportional limit stress (N/mm²)
 $\sigma_{0.2}$: 0.2% proof strength (N/mm²)
 TS : tensile strength (N/mm²)
 YD : Yield drop, Obs : Observed
 Not : Not observed
 H_p : Magnitude of pocket wave (mm/m)

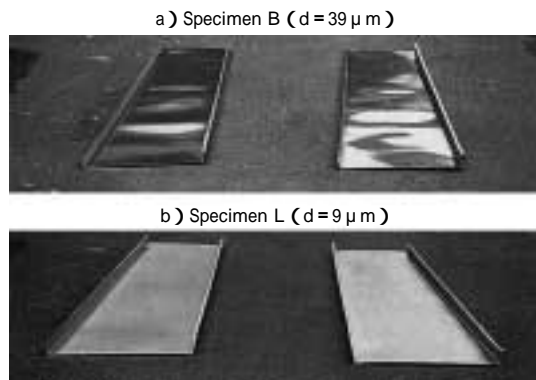


写真1 供試材 B および L のロール成形試験後の外観
Photo 1 Appearance of roll-formed wide profiles for specimens B and L

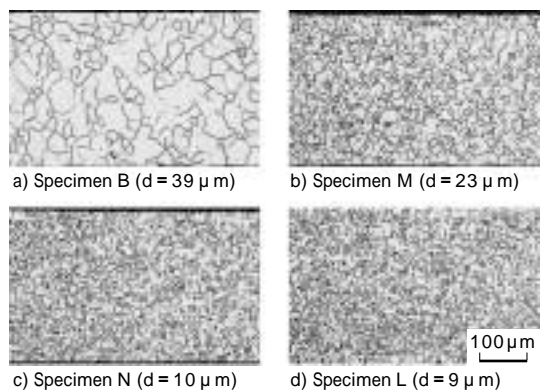


写真2 主な供試材 0.4mm 全厚さ方向のミクロ組織および結晶粒径
Photo 2 Microstructures for typical tested materials, selected on the basis of entire thickness of about 0.4mm

1.2 光沢度に及ぼす焼鈍時間の影響

焼鈍時間が光沢度に及ぼす影響を調べるため、以下のラポテストをおこなった。0.6 × 20 × 30mm の JIS 1 種クラスの純チタンの冷延未焼鈍材をもちい、大気焼鈍、ソルト浸漬および酸洗を順に実施した。焼鈍は大気中 700 で、110s、170s、340s および 680s の条件で実施した。ソルト浸漬には水酸化ナトリウムと硝酸ナトリウムを主成分とする市販のソルトをもちい、500 × 20s の条件で浸漬した後、水冷、水洗し、表面に付着しているソルトの除去をおこなった。酸洗には 40 の硝酸 10mass% + 弗酸 2mass% の混酸をもちい、酸洗時間は 15s、30s、60s、120s、240s および 480s とした。酸洗前の表面積と酸洗前後の重量変化から酸洗量を算出した。

酸洗後の光沢度測定を JIS Z 8741 の方法でおこなった。なお、光束の入射角、反射角はいずれも 60° とした。また酸洗後の試料表面の中心線平均粗さ Ra と単位長さ

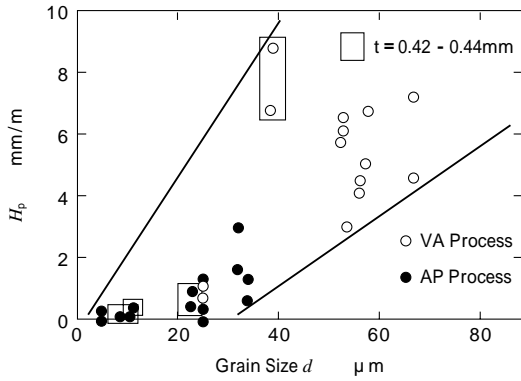
当たりの粗さピーク数 P_c (以後、粗さピーク数または P_c と称す) を触針式の表面粗さ計をもちいて求めた。また表面 SEM 観察により酸洗後の表面性状観察も実施した。

2. 実験結果および考察

2.1 ポケットウェーブ発生に及ぼす材料特性の影響

第1表に 14 種類の供試材に対し応力 - 歪み曲線から求めた σ_e 、 $\sigma_{0.2}$ および TS を示す。さらに降伏現象の有無および H_p も合わせて示す。供試材 A ~ G は VA 仕上げ、H ~ N は AP 仕上げ材である。VA 材にくらべ AP 材の H_p は小さく、ポケットウェーブが発生し難い。AP 材と VA 材のロール成形体の外観例を写真 1 に示す。VA 材にはポケットウェーブが明らかに認められるのに対し、AP 材には認められない。

第1表より VA 材の結晶粒径は AP 材にくらべ大きい



第4図 供試材の結晶粒径とポケットウエーブ高さ H_p の関係
Fig. 4 Relationship between the magnitude of pocket wave (H_p) and grain size (d)

ことがわかる。写真2にVA材とAP材のミクロ組織の一例を示す。VA材は大型コイルのバッチ処理をおこなうため、概してコイル全体を均一微細粒にするのが困難である。いっぽう、AP材は短時間焼鈍であるため微細粒がえられやすい。

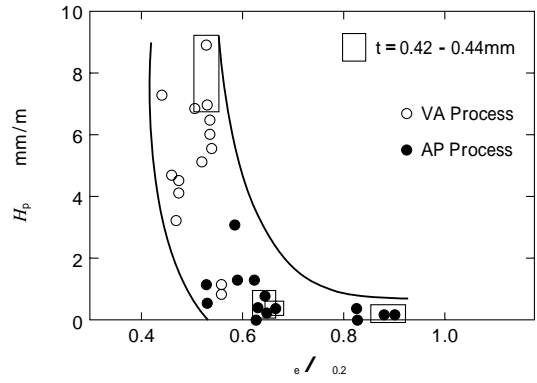
第4図に結晶粒径と H_p の関係を示す。結晶粒径が小さいほど H_p は小さくなる傾向が認められる。VA材でも結晶粒の微細なもの(供試材F: $25\mu\text{m}$)では小さな H_p となっている。

第5図に $\epsilon / \epsilon_{0.2}$ と H_p の関係を示す。 $\epsilon / \epsilon_{0.2}$ が大きい、すなわち変形初期の加工硬化が少ない材料ほど H_p が小さい。

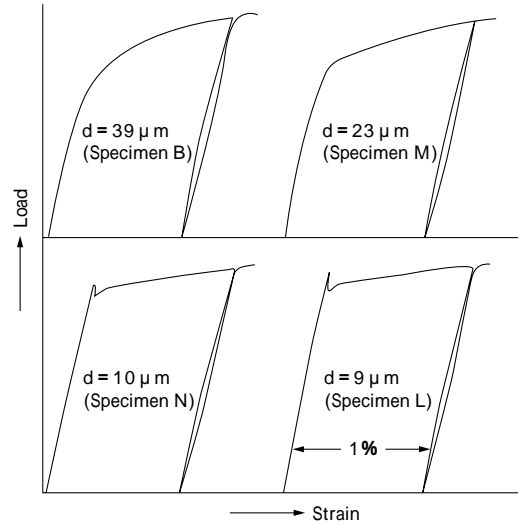
結晶粒の微細化によりポケットウエーブが改善される理由については、第6図に示す応力 - 歪み曲線の形状で説明できる。すなわち、応力 - 歪み曲線の变形初期の形状は結晶粒径に依存し、供試材LおよびNの結晶粒径が $10\mu\text{m}$ 以下のもでは降伏現象が現れている。このような降伏現象を示す材料はロール成形時に変形が曲げ部に集中し、平坦部にまで変形が及ばないためにポケットウエーブが発生し難くなるものと考えられる。また、結晶粒径が $23\mu\text{m}$ の供試材Mの場合は降伏は見られないが、結晶粒径が、 $39\mu\text{m}$ の供試材Bにくらべて降伏点近傍での曲線の折れ曲がりシャープである。したがって、この場合も変形初期の加工硬化が比較的小さいために変形が曲げ部に集中して、ポケットウエーブの発生が抑えられるものと考えられる。

以上のことから、ポケットウエーブの抑制には素材の結晶粒径のコントロールが製造条件管理因子としてもっとも重要と考えられる。軟鋼板では H_p $1.5\sim 2\text{mm/m}$ でポケットウエーブが見えなくなると報告されており⁷⁾、実際、今回の実験でも H_p 1.5mm/m 以下でポケットウエーブはほとんど気にならない程度となっている。したがって、 H_p は 1.5mm/m 以下に抑制する必要がある。第4図に示したように結晶粒径約 $25\mu\text{m}$ 以下で H_p が 1.5mm/m 以下の値となっており、結晶粒を微細化すればそれが可能となる。

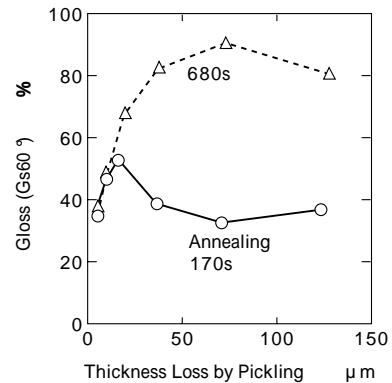
なお、従来の高級金属屋根素材である SUS304 や銅板は降伏現象が現れないため、結果として非常に歪みの多い屋根が施工されている。いっぽう、チタンの場合、結



第5図 応力比 ($\epsilon / \epsilon_{0.2}$) とポケットウエーブ高さ (H_p) の関係
Fig. 5 Relationship between the magnitude of pocket wave (H_p) and strength ratio ($\epsilon / \epsilon_{0.2}$)



第6図 応力 - 歪み曲線に及ぼす結晶粒径の影響
Fig. 6 Effect of grain size on actual stress-strain curves



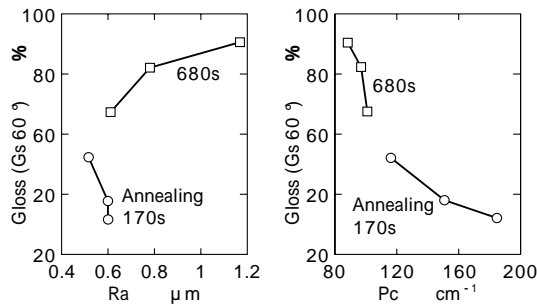
第7図 焼鈍時間および酸洗量が光沢度に及ぼす影響
Fig. 7 Effect of annealing time on gloss

晶粒の微細化調整により、軟鋼板に匹敵するような平坦度が達成できることがわかった。

2.2 光沢度に及ぼす焼鈍時間の影響

第7図に焼鈍を170sおよび680s実施した場合の酸洗量(酸洗による板厚減少量)と光沢度の関係を示す。焼鈍時間の長いほうが光沢度が高くなっている。

第8図は焼鈍を170sおよび680s実施した試料の内、酸洗時間が60、120および240sのものについて、中心線平均粗さ R_a と光沢度、および粗さピーク数 P_c と光沢度の関係をそれぞれ調べた結果である。 R_a と光沢度の関係



第 8 図 中心線平均粗さ (R_a) とピークカウント (P_c) の関係
 Fig. 8 Relationship among arithmetic mean deviation of the roughness profile (R_a), peak count (P_c) and gloss

に注目すると、焼鈍時間 170s の場合は R_a の増加により光沢度は低くなるが、680s の場合は R_a の増加とともに光沢度が高くなり、 R_a の変化と光沢度変化に対応がとれていない。いっぽう、 P_c と光沢度の関係については焼鈍時間が 170s と 680s のいずれの場合も P_c の増加とともに光沢度が低くなっている。したがって、光沢度変化には P_c の変化が支配的であり、 P_c すなわち単位長さ当たりの表面の凹凸の数の少ないほうが光沢度が高くなると推察される。そこで表面の凹凸の発生状況を調べ、焼鈍時間による光沢度の差の原因を検討した。

写真 3 は焼鈍を 170s および 680s 実施した試料の内、酸洗量が約 20 μm のものと約 70 μm のものの表面 SEM 像である。酸洗量が比較的少ない 20 μm の場合は、いずれの焼鈍時間の場合も結晶粒界が若干認められ、結晶粒同士の段差が存在するとともに、粒内に多数の凹凸が存在している。いっぽう、酸洗量が 70 μm の場合は、いずれの焼鈍時間の場合も、酸洗量 20 μm の場合に認められた粒内の凹凸は消失し、隣り合う結晶粒同士で凹凸を形成している。この隣り合う粒同士で形成される凹凸の数は焼鈍時間が長く、結晶粒径の大きい 680s 焼鈍材のほうが少ない。

以上のことから、焼鈍時間が長い場合、結晶粒径が大きくなるため、酸洗による表面の凹凸が少なくなり、このため光沢度が高くなると考えられる。第 9 図に結晶粒径を種々調整した試料の結晶粒径と 70 μm 酸洗後の光沢度および P_c の関係を示す。結晶粒径が大きいほど P_c が少なくなり、この結果光沢度が高くなる。したがって、実生産において光沢度をコントロールする手段の一つとして、焼鈍条件により結晶粒径を制御することが有用であることがわかった。

本知見を AP ラインの実操業に適用し、光沢度のコントロールを試みた。光沢度目標は低(30~40%)、中(50~60%)、高(70~80%)の 3 種とした。写真 4 はその結果で、各試料は 3 種の操業条件で製造した 3 コイルを切板に加工したものである。光沢度はそれぞれ 35%、50%、80% に調整できている。

むすび= ポケットウェーブの発生および光沢度が結晶粒径と密接に関係していることを明らかにした。AP 処理

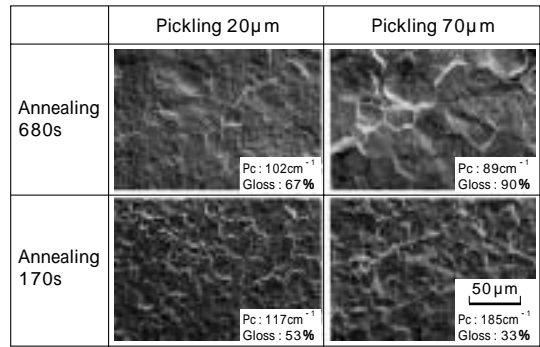
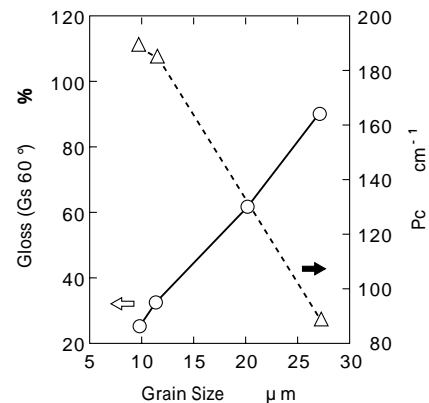


写真 3 酸洗チタン板の表面 SEM 像

Photo 3 SEM images of pickled titanium plates



第 9 図 結晶粒径と光沢度およびピークカウント (P_c) の関係
 Fig. 9 Relationship among grain size, gloss and peak count (P_c)

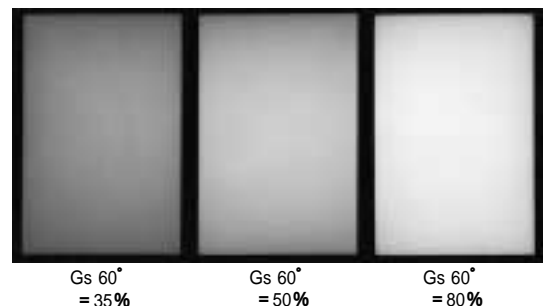


写真 4 AP ラインで焼鈍・酸洗された純チタン板の外観
 Photo 4 Appearance of pure titanium plates annealed and pickled by APL

を採用し結晶粒径を 25 μm 以下の範囲で任意に制御することでポケットウェーブが目立たず、かつユーザーの好みにあった光沢度を有する外観に優れた建材用純チタン板をえることに成功している。

参考文献

- 1) 建材情報, No.185 (1996) p.17.
- 2) 屋敷貴司ほか: 金属, Vol.67, No.2 (1997) p.151.
- 3) 伴 誠二ほか: R&D 神戸製鋼技報, Vol.36, No.3 (1986) p.21.
- 4) 伴 誠二ほか: 材料とプロセス, Vol.1, No.5 (1988) p.1344.
- 5) 伊藤重晴ほか: 材料とプロセス, Vol.6, No.2 (1993) p.620.
- 6) 屋敷貴司ほか: 材料とプロセス, Vol.9, No.6 (1996) p.1507.
- 7) 比良隆明ほか: 塑性と加工, Vol. 20, No.225 (1979) p.933.
- 8) 林 豊ほか: 塑性と加工, Vol. 23, No.259 (1982) p.779.
- 9) 高橋一浩ほか: 材料とプロセス, Vol.9, No.6 (1996) p.1506.