

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4705096号  
(P4705096)

(45) 発行日 平成23年6月22日(2011.6.22)

(24) 登録日 平成23年3月18日(2011.3.18)

(51) Int.Cl.	F I
<b>B 2 1 B 25/04 (2006.01)</b>	B 2 1 B 25/04 B
<b>B 2 1 B 17/02 (2006.01)</b>	B 2 1 B 25/04 A
<b>C 1 O M 173/02 (2006.01)</b>	B 2 1 B 17/02 Z
<b>C 1 O M 169/04 (2006.01)</b>	C 1 O M 173/02
<b>C 1 O M 105/78 (2006.01)</b>	C 1 O M 169/04

請求項の数 5 (全 14 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2007-511196 (P2007-511196)	(73) 特許権者	000002118 住友金属工業株式会社 大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号
(86) (22) 出願日	平成18年3月31日(2006.3.31)	(73) 特許権者	391045668 パレス化学株式会社 神奈川県横浜市金沢区福浦1丁目11番地16
(86) 国際出願番号	PCT/JP2006/306928	(74) 代理人	100129838 弁理士 山本 典輝
(87) 国際公開番号	W02006/106961	(74) 代理人	100101203 弁理士 山下 昭彦
(87) 国際公開日	平成18年10月12日(2006.10.12)	(74) 代理人	100104499 弁理士 岸本 達人
審査請求日	平成19年6月14日(2007.6.14)		
(31) 優先権主張番号	特願2005-100978 (P2005-100978)		
(32) 優先日	平成17年3月31日(2005.3.31)		
(33) 優先権主張国	日本国(JP)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 継目無管の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

先の延伸圧延終了直後のマンドレルバー表面に第一液を塗布して、水のスプレーを受けても少なくとも50質量%が失われずにマンドレルバー表面に残存する耐水性皮膜を形成する第一塗布工程と、

前記第一塗布工程を経たマンドレルバーを水冷する水冷工程と、

前記水冷工程を経たマンドレルバー表面に、硼酸アミン、硼酸カリウム、モリブデン酸カリウム又はナトリウム、炭酸カリウム又はナトリウムの一種以上を含む第二液を塗布し、該第二液を前記耐水性皮膜に浸透させて、高温密着性を有する潤滑剤皮膜を付与する第二塗布工程と、延伸圧延工程と、を含み、

前記高温密着性を有する潤滑剤皮膜とは、該潤滑剤皮膜を付与されたマンドレルバーが1100~1200のホローシェル内に挿入されても、当該潤滑剤皮膜がホローシェルとの接触によって、マンドレルバー表面から脱落することがなく、マンドレルバーとホローシェル内周面間の焼き付きが生じない、潤滑剤皮膜であり、

前記延伸圧延工程は、前記第二塗布工程の後、10秒以内に前記マンドレルバーを使用してホローシェルの延伸圧延を開始することを特徴とする継目無管の製造方法。

【請求項2】

前記第一液は、固体潤滑剤20~40質量%、酢酸ビニル重合体、アクリル酸エステル重合体、メタクリル酸エステル重合体、あるいはこれらの2種以上の共重合体、エチレン酢酸ビニル共重合体から選ばれる水分散性樹脂10~30質量%を含む水溶液又は水分散液

であり、前記第二液は硼酸アミン、硼酸カリウム、モリブデン酸カリウム又はナトリウム、炭酸カリウム又はナトリウム的一种以上を5～30質量%、固体潤滑剤0～30質量%を含む水溶液、又は水分散液であることを特徴とする請求の範囲第1項に記載の継目無管の製造方法。

【請求項3】

前記固体潤滑剤が、黒鉛、雲母、又はこれらの混合物であることを特徴とする請求の範囲第2項に記載の継目無管の製造方法。

【請求項4】

前記第一塗布工程はマンドレルバー温度100～400において、前記第二塗布工程はマンドレルバー温度60～150において行うことを特徴とする請求の範囲第1項～第3項のいずれか1項に記載の継目無管の製造方法。

10

【請求項5】

前記ホローシェルの材質が、5質量%以上のCrを含有する合金鋼、又はステンレス鋼であることを特徴とする請求の範囲第1項～第4項のいずれか1項に記載の継目無鋼管の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、マンネスマン-マンドレルミル方式による継目無管の製造方法に関し、特に材質がステンレス鋼、又は13Cr鋼等、高合金鋼であるホローシェルを延伸圧延する際に、内面規制工具であるマンドレルバーとホローシェルとの焼き付を防止して、管内面の疵の発生を効果的に抑制する継目無管の製造方法に関する。

20

【背景技術】

【0002】

継目無管は、エネルギー、自動車、化学、産業機械、建設、など多くの産業分野で使用されている。特に、継目無管は、油井管や原油・ガスの移送用に多く使用されており、世界のエネルギー資源開発関連分野において重要な役割を果たしている。

【0003】

マンネスマン-マンドレルミル方式による継目無管の製造は、例えば図3に示す工程を経て行われる。まず継目無管の素材であるピレット1を、回転炉床式加熱炉2に装入して加熱する。回転炉床式加熱炉2にて加熱されたピレット1は、炉内から抽出された後、ピアサー(穿孔圧延機)3で穿孔圧延されてホローシェル4となる。次いで、ホローシェル4には、その内部に後端側からマンドレルバー5aが挿入され、マンドレルミル5によって延伸圧延され、素管4aとなる。さらにその後、素管4aから、マンドレルバー5aが引き抜かれる。

30

【0004】

上記マンネスマン-マンドレルミル方式による継目無管の製造において、ホローシェル4をマンドレルミルで延伸圧延するに際し、マンドレルバー5aは、通常、1100～1200のホローシェル4内に挿入され、焼き付き易い状態に曝されるので、その外表面には潤滑剤が塗布される。この塗布された潤滑剤がマンドレルバー5aとホローシェル4との間の焼き付きによる融着を防止する保護皮膜として作用している。マンドレルバー5aの表面に塗布される潤滑剤には、熱間での潤滑性能が優れた熱間圧延用潤滑剤が用いられる。安価で優れた潤滑性能を有することから、例えば黒鉛を主成分とする水溶性の黒鉛系潤滑剤が多用されている。この潤滑剤は、通常、貯蔵タンクから製造ラインへ供給され、マンドレルバー5aをホローシェル4に挿入する直前の位置に配置されたリング状ノズルから、その内部を通過するマンドレルバー5aの表面へ向けてシャワー状に噴射される。このようにして、マンドレルバー5aの表面には経験的に決定される所定の総量の潤滑剤が塗布される。

40

【0005】

マンドレルミルにより延伸圧延された素管の外径形状と肉厚は、各スタンドのロール回

50

転数とロール孔型形状の影響を受けるとともに、マンドレルバー 5 a とホローシェル 4 との間の摩擦係数の変化によっても影響を受ける。すなわち、マンドレルバー 5 a に塗布する潤滑剤として、ホローシェル 4 との間の摩擦係数を低減する潤滑剤を使用することにより、延伸圧延中にホローシェル 4 が円周方向及び長手方向に均一に変形して、安定した外径形状と肉厚分布を有する素管が得られる。

【0006】

マンドレルバー 5 a は、延伸圧延後、パーストリッパを用いて素管 4 a から引き抜かれる。しかし、この時、マンドレルバー 5 a 外表面に塗布した潤滑剤の潤滑性が悪い場合には、素管 4 a とマンドレルバー 5 a とが焼き付き、内面疵が発生する。または、マンドレルバー 5 a が引き抜けなくなる。

10

【0007】

一般に、熱間加工においては、工具表面と被加工材料表面に酸化スケールが生成され、この酸化スケールからなる酸化鉄皮膜、特に緻密で比較的硬度の低い  $FeO$  や  $Fe_3O_4$  からなる皮膜は、加工時の潤滑性に良好な影響を与える。しかし、JIS規格に規定される SUS304系、同316系、同347系、同410系及び同430系等のステンレス鋼又はSTBA25、同26等の合金鋼は、炭素鋼等の普通鋼とは異なり酸化スケールが生成し難い。さらにこれらの鋼は、高強度、高靱性等の機械的性質を有するので、使用する工具もこれに見合ったJIS-SKD61等のCo-Mo系やCr-Mo-V系の耐熱性の低合金の工具を使用する必要がある。このような材質の工具自体も酸化スケールが生成し難い。従って加工中の圧延荷重及び摩擦係数が高くなり、マンドレルバー 5 a とホローシェル 4 とが焼き付き易くなる。これが原因で表面疵が多発する。ステンレス鋼又は合金鋼の管製品は、高度な表面性状が要求されるため、このような表面疵が発生した場合、それが軽度であっても、そのままでは製品として出荷することが不可能で、表面研磨等の後精整処理が必要になる。また、管表面に深い疵が発生した場合は、その管は不良品となる。従って、マンネスマン-マンドレルミル方式による継目無管の製造において、マンドレルバー 5 a の表面に塗布される潤滑剤の性能は、製品品質のみならず、生産性にも重大な影響を与える。

20

【0008】

通常マンドレルバーは、1100~1200 のホローシェル内に挿入のうえ、延伸圧延加工に供されるため、延伸圧延終了直後は100~400 の高温になる。従って、マンドレルバーは、次のホローシェルの延伸圧延に供されるまでの間に、冷却され、かつ潤滑剤が再び塗布される。

30

【0009】

かかるマンドレルバーに塗布される潤滑剤について、特許文献1には、黒鉛粉末と反応硬化性を有する水溶性樹脂とを含む第一液と、硼酸等を含む第二液とからなる二液を化学反応させ、ホローシェルとマンドレルバーとの間に固化した潤滑皮膜を介在させて、焼き付を防止する技術が開示されている。

【0010】

また、特許文献2には、上記特許文献1の第一液の水溶性樹脂を重合体に置き換え、さらにマイカを含む一液型の潤滑剤が開示されている。

40

【0011】

さらに、特許文献3には、同一潤滑剤を複数回塗布して、所定厚みの潤滑剤皮膜を確保し、焼き付を防止する技術が開示されている。

【特許文献1】特開昭63-230797号公報

【特許文献2】特開平8-165489号公報

【特許文献3】特開2004-34072号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0012】

素管から引き抜かれたマンドレルバーは、バー冷却ゾーンに回送されて適当な温度まで

50

冷却された後に次のホローシェルの延伸圧延に供される、いわゆる循環使用が行われる。冷却ゾーンにおいて、現場的に採用し得る冷却方法には空冷と水冷とがあり、空冷のために多数のマンドレルバーを待機させるスペースを十分に確保できない場合には、冷却時間の短い水冷が採用される。この場合には、マンドレルバーは、水冷後短時間内に次のホローシェルの延伸圧延に供される。

【0013】

マンドレルバーが水冷される場合に、潤滑剤をバー表面に塗布する機会として、一般的に、前ホローシェルの延伸圧延終了直後（水冷前）、及び水冷後表面の水が完全に蒸発し、かつ次のホローシェルを延伸圧延する直前の二つが考えられる。延伸圧延終了直後に塗布する場合には、潤滑剤を塗布すべきマンドレルバーが100～400の高温であり、次工程に水冷が行われるため、潤滑剤には、耐焼き付き性に加えて耐熱性、耐水性が要求される。また、水冷後次のホローシェル延伸圧延直前に潤滑剤が塗布される場合、生産効率を上げるためには、潤滑剤の塗布後短時間内に十分な耐焼き付き性を有する潤滑皮膜が形成されることが必要である。すなわち、潤滑剤には、速乾性が求められる。

10

【0014】

特許文献1に開示されている潤滑剤は耐水性や、耐高温性を配慮していないので、水冷後圧延前に塗布するよりないが、短時間内では潤滑皮膜のすべての厚みにわたって十分な乾燥皮膜を形成させることができず、良好な耐焼き付き性能を得ることができない。一方、十分な乾燥により耐焼き付き性のある潤滑皮膜を得るには長時間を要するため、その時間が圧延作業時間を長くして、作業効率を低くしてしまうという問題があった。

20

【0015】

また、特許文献2に開示されている潤滑剤は、基本的に常温での使用を想定しており、また耐水性に関して考慮されていないので、水冷後に使用せざるを得ないが、速乾性が考慮されていないため、特許文献1に開示された潤滑剤と同様の問題を有する。

【0016】

さらに、特許文献3に開示された技術は、水冷前に塗布されるべき潤滑剤に要求される、耐熱性、耐水性、及び水冷後の速乾性についての言及がないため、マンドレルバーが水冷される場合に具体的にどのように使用すべきか示唆がない。

【0017】

そこで、本発明は、マンドレルバーが水冷される工程を含む場合において、十分な生産性を確保しつつ、マンドレルバー表面に優れた耐焼き付き性能を有する潤滑皮膜を形成して、加工される材料がステンレス鋼や、高合金鋼であっても、管表面に疵を発生させにくい、継目無管の製造方法を提供することを課題とする。

30

【課題を解決するための手段】

【0018】

上記課題を解決するにあたり、本発明者は鋭意研究を行い、以下の知見を得た。

(1) 延伸圧延直後、水冷前の高温のマンドレルバーに潤滑剤を塗布することにより、十分な厚さの皮膜を得て、且つ短時間内に十分に乾燥させることが可能である。

(2) 水冷前に塗布する潤滑剤（以下において「第一液」という。）には最高400程度の高温に対する耐熱性と、次の水冷工程において、洗い流されない耐水性が必要である。

40

(3) ただし、上記耐熱性を有する第一液であっても、形成される皮膜は高温のため多孔質（ポーラス）なものになりがちであり、マンドレルバー表面への密着性に劣る。従って、このままでは耐焼き付き性が不足する。特にステンレス鋼や、高合金鋼の場合に顕著である。また、延伸圧延加工までの間に、周囲の部材と接触して、皮膜が部分的に剥離する場合もある。

(4) これを補うために、水冷後に、比較的低粘度である潤滑剤（以下において「第二液」という。）を第一液の上から塗布すれば、上記多孔質皮膜に浸透して、潤滑皮膜を緻密な被膜にすることができる。また第二液によって、耐焼き付き性を付与する成分を添加して、耐焼き付き性を補強できる。以上により、潤滑皮膜とマンドレルバーとの密着性を向

50

上させ、耐焼き付き性を高めることができる。また部分剥離した部位にも潤滑皮膜を補うことができる。

(5) 第二液の塗布後には水冷工程がないので、第二液には耐水性が要求されない。

(6) ただし、塗布直後に延伸圧延が伴われるので、第二液には速乾性が要求される。速乾性なき第二液を使用すると、延伸圧延時まで未乾燥膜が形成され、密着性が劣る。十分に乾燥するまで待てば、生産性に悪影響を与えるからである。

【0019】

本発明は上記知見に基づき完成されたものであって、その要旨は以下の通りである。

【0020】

請求の範囲第1項に記載の発明は、先の延伸圧延終了直後のマンドレルバー表面に第一液を塗布して耐水性皮膜を形成する第一塗布工程と、第一塗布工程を経たマンドレルバーを水冷する水冷工程と、水冷工程を経たマンドレルバー表面に高温流動性に優れた無機潤滑剤を含む第二液を塗布し、該第二液を耐水性皮膜に浸透させて、高温密着性を付与する第二塗布工程と、延伸圧延工程とを含み、その延伸圧延工程は、第二塗布工程の後10秒以内にマンドレルバーを使用してホローシェルの延伸圧延を開始することを特徴とする継目無管の製造方法である。

10

【0021】

ここに「延伸圧延終了直後の高温のマンドレルバー」とは、1100～1200のホローシェル内に挿入され、延伸圧延が終了した直後の素管から引き抜かれた高温のマンドレルバーをいい、通常その温度は100～400である。また「耐水性」とは、通常、水のスプレーを受けても、その大半(50質量%)が失われずにマンドレルバー表面に残留するという意味である。具体的な評価方法の内容については後述する。さらに「高温密着性」とは、潤滑剤皮膜を付与されたマンドレルバーが1100～1200のホローシェル内に挿入されても、当該潤滑剤皮膜がホローシェルとの接触によって、容易にマンドレルバー表面から脱落することはないことを意味する。この評価は具体的にはマンドレルバーとホローシェル内周面間の焼き付きが生じるかどうかにより判断される。

20

【0022】

請求の範囲第2項に記載の発明は、請求の範囲第1項に記載の継目無管の製造方法において、第一液は、固体潤滑剤20～40質量%、水分散性樹脂10～30質量%を含み、水溶液又は水分散液を用い、第二液は硼酸アミン、硼酸カリウム、モリブデン酸カリウム又はナトリウム、炭酸カリウム又はナトリウムの一種以上を5～30質量%、固体潤滑剤0～30質量%を含む水溶液、又は水分散液であることを特徴とする。

30

【0023】

請求の範囲第3項に記載の発明は、請求の範囲第2項に記載の継目無管の製造方法において、固体潤滑剤が、黒鉛、雲母、又はこれらの混合物であることを特徴とする。

【0024】

請求の範囲第4項に記載の発明は、請求の範囲第1項～第3項のいずれか1項に記載の継目無管の製造方法において、第一塗布工程はマンドレルバー温度100～400において、第二塗布工程はマンドレルバー温度60～150において行うことを特徴とする。

40

【0025】

請求の範囲第5項に記載の発明は、請求の範囲第1項～第4項のいずれか1項に記載の継目無管の製造方法において、ホローシェルの材質が5質量%以上のCrを含有する合金鋼、又はステンレス鋼であることを特徴とする。

【発明の効果】

【0026】

本発明によれば、マンドレルバーが水冷される工程を含む場合において、十分な生産性を保持しつつ、マンドレルバー表面に優れた耐焼き付き性能を有する潤滑皮膜を形成して、加工される材料がステンレス鋼や、高合金鋼であっても、管表面に疵を発生させにくい、継目無管の製造方法を提供することができる。

50

## 【 0 0 2 7 】

本発明のこのような作用及び利得は、次に説明する発明を実施するための最良の形態から明らかにされる。

## 【 図面の簡単な説明 】

## 【 0 0 2 8 】

【 図 1 】 マンドレルバーのサイクルを示す図である。

【 図 2 】 耐焼き付き性評価試験機を示す図である。

【 図 3 】 継目無管の製造工程を概略的に示す図である。

## 【 符号の説明 】

## 【 0 0 2 9 】

- 1 丸鋼片
- 2 回転炉床式加熱炉
- 3 穿孔圧延機
- 4 ホローシェル
- 4 a 素管
- 5 マンドレルミル
- 5 a マンドレルバー
- 6 定径圧延機
- 7 冷却床
- 4 0 圧延試験機
- 4 1 平板状工具
- 4 2 ロール
- 4 3 試験材

10

## 【 発明を実施するための最良の形態 】

## 【 0 0 3 0 】

図 1 ( A ) は、本発明の一実施形態にかかる継目無管の製造方法における、マンドレルバーの運用サイクルを示す図である。なお、参考までに図 1 ( B ) に、従来のマンドレルバーの運用サイクルを示す図を比較のために示した。

## 【 0 0 3 1 】

図 1 ( A ) において、マンドレルミルによる延伸圧延に供されたマンドレルバーは素管から引き抜かれ、100～400 という高温のままの状態、第一液が塗布される（リターン潤滑）。そして水冷却シャワーが施され、60～150 まで温度低下したマンドレルバー表面に第二液が塗布される（インサーター潤滑）。第二液が塗布されたマンドレルバーはその後、再びマンドレルミルにおける延伸圧延に供される。第二液塗布後次の延伸圧延が開始されるまでの時間は、10 秒以内である。

30

## 【 0 0 3 2 】

一方、図 1 ( B ) に示される従来の運用サイクルでは、第一液塗布で示される工程において塗布される液剤は、もっぱら次の冷却シャワーにおいて、マンドレルバーを均一に冷却する目的をもって使用されていたものであり、冷却シャワーによりその大半が流失されていた。そして第二液塗布において潤滑機能を担う潤滑剤が塗布されていた。しかし、冷却後のマンドレルバーに塗布後、乾燥に時間を要するため、そのためマンドレルバーを所定時間滞留させるためのエリア、「潤滑ブース」を必要としていた。

40

## 【 0 0 3 3 】

本発明の一実施形態にかかる継目無管の製造方法における、マンドレルバーの運用サイクルでは、図 1 ( B ) に示すような潤滑ブースを必要とせず、また、インサーター潤滑後直ちに次の延伸圧延を開始できるので生産効率を高くすることができる。

## 【 0 0 3 4 】

次に本実施形態にかかる継目無管の製造方法に使用される、第一液、及び第二液について説明する。

（第一液）

50

第一液において、その基剤として使用する物質は黒鉛、雲母、あるいは、これらの混合物等からなる固体潤滑剤である。固体潤滑剤の、潤滑剤全体に対するその含有量の上限は40質量%、好ましくは35質量%である。固体潤滑剤の含有量が多すぎるとスプレー塗布することが困難になる。また、潤滑剤の貯蔵タンクから製造ラインへ供給することも困難になり、ノズルからマンドレルバーの表面へ向けてシャワー状に噴射できなくなる。固体潤滑剤の、潤滑剤全体に対する含有量の下限は、20質量%、好ましくは25質量%である。固体潤滑剤の含有量が少なすぎると焼き付き防止性能が低くなり、特にステンレス鋼や高合金鋼の材質のホローシェルを延伸圧延する場合に傷が多く発生するおそれがある。

#### 【0035】

黒鉛は、天然品又は合成品のいずれであっても良い。また、黒鉛は、純度が81%以上で、かつ平均粒径が40 $\mu$ m以下のものを用いることが好ましい。これは、純度が81%未満では夾雑物として存在しているアルミナ( $Al_2O_3$ )やシリカ( $SiO_2$ )等の無機物を主体とする不純物によってその潤滑性が阻害されることがあるからである。また、平均粒径が40 $\mu$ m以上では第一液中で適正に分散せず、使用時におけるマンドレルバー、及びホローシェル表面に円滑に供給及び安定して分散させた状態で貯蔵できないためである。

#### 【0036】

雲母は、天然雲母、合成雲母のいずれも使用可能である。天然雲母としては、絹雲母、白雲母、金雲母等が挙げられる。また、合成雲母としては、カリウム四珪素雲母、ナトリウム四珪素雲母、あるいはフッ素金雲母などを挙げることができる。雲母は、1000近傍の高温状態下における潤滑性を向上させるために含有させる。雲母は、上記の黒鉛と同様に、マンドレルバーとホローシェルとの間の潤滑効果を高め、また、黒鉛が摩擦係数を軽減させるのに対し、雲母は、マンドレルバーとホローシェルとを分離して融着するのを防止し、内面疵が発生するのを防止する作用を有している。なお、雲母は、平均粒径が40 $\mu$ m以下、純度が81%以上のものを用いるのが好ましい。これは、平均粒径が40 $\mu$ mを超えると適正に分散できなくなり、潤滑面へ円滑に供給されにくくなるためである。また、純度が81%未満では夾雑物として存在しているアルミナ( $Al_2O_3$ )やシリカ( $SiO_2$ )等の無機物を主体とする不純物によってその潤滑性が阻害されるようになるためである。

#### 【0037】

第一液に配合される水分散性樹脂は、基剤である固体潤滑剤を水中で安定的に分散させ、使用時に容易に供給でき、マンドレルバー、及びホローシェル表面に対して均一に展着させ、かつ補助的潤滑性を付与するために含有させる。

#### 【0038】

第一液に配合される水分散性樹脂としては、酢酸ビニル重合体、アクリル酸エステル重合体、メタクリル酸エステル重合体、あるいはこれらの2種以上の共重合体、エチレン酢酸ビニル共重合体等が挙げられる。水分散性樹脂は、平均粒径が40 $\mu$ m以下のものを用いることが好ましい。これは、平均粒径が40 $\mu$ mを超えて大きくなると、適正に分散せず、使用時において潤滑面へ円滑に供給できなくなるためである。水分散性樹脂の、潤滑剤全体に対する含有量の上限は、30質量%、好ましくは25質量%である。水分散性樹脂の含有量が多すぎると、潤滑剤の粘度が高くなりすぎて、スプレー塗布が困難になる。一方、水分散性樹脂の下限は10質量%、好ましくは15質量%である。含有量が少なすぎると、密着性、耐水性が劣り剥離してしまうからである。

#### 【0039】

なお、マンドレルバーへの高温付着性を高めるとともに、黒鉛、及び雲母等固体潤滑剤を適正に分散及び沈降させるため、耐水性を損なわない、例えば3質量%以下の範囲で、水溶性高分子を配合してもよい。水溶性の高分子としては、メチルセルロースやカルボキシルメチルセルロース、あるいはポリサッカライドやアルギネート等の多糖類が挙げられる。

10

20

30

40

50

## 【0040】

水は、潤滑剤をマンドレルバー表面に均一に塗布するために含有させる。その含有量が30質量%未満では、潤滑剤の粘度が高くなりすぎて取り扱いが困難となる。一方、含有量が70質量%を越えると、突沸現象が激しく発生し均一な皮膜が得られなくなるばかりか、付着性が悪化し、所定の付着量を得ることが出来なくなるからである。従って水の含有量は30～70質量%、好ましくは40～60質量%である。

## 【0041】

上記潤滑剤中には、一般に市販されるジメチルシロキサン等のシリコーン系の消泡剤、1,2-ベンゾイソチアゾリン-3-オン等のチアゾリン系、ヘキサヒドロ-1,3,5-トリス(2-ヒドロキシエチル)-S-トリアジン等のトリアジン系、2-ピリジンチオール-1-オキシドナトリウム等のピリジン系等の防腐剤を、必要に応じて、それぞれ0.01～2.0質量%の範囲で添加することができる。消泡剤を添加する場合には液の泡立ちを防止し、防腐剤を添加する場合には液の腐敗を防止することができる。

10

## 【0042】

マンドレルバー表面に塗布される第一液の付着量は、固体潤滑剤として50～150g/m<sup>2</sup>、好ましくは80～120g/m<sup>2</sup>であることが望ましい。第一液の付着量が多すぎると、焼き付き防止に必要な以上の厚さの皮膜が形成され、経済上不利である。第一液の付着量が少なすぎると、必要な焼き付き防止性能が得られない。

## 【0043】

(第二液)

水冷後のマンドレルバー表面に塗布する第二液は硼酸アミン、硼酸カリウム、モリブデン酸カリウム又はナトリウム、炭酸カリウム又はナトリウム的一种以上を5～30質量%、固体潤滑剤0～30質量%を含む水溶液、または水分散液である。

20

## 【0044】

使用可能な硼酸アミンとしては、モノエタノールアミン、モノイソプロパノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミンなど、水に可溶性な塩を形成するものであれば使用できる。

## 【0045】

第二液には必要に応じて、固体潤滑剤を配合することができる。使用可能な固体潤滑剤としては、第一液の場合と同様に、黒鉛、雲母、あるいは、これらの混合物等からなるものを使用することができる。またこれらに加えて、あるいは単独で、層状珪酸塩を使用することも可能である。

30

## 【0046】

第二液に配合する固体潤滑剤の配合量上限は、第二液全量に対して40質量%、好ましくは30質量%である。第二液に配合する固体潤滑剤が多すぎると、第一液の多孔質皮膜中に浸透することが困難になり、潤滑皮膜の密着性を十分に向上させることができない。一方、第二液に固体潤滑剤を配合しない場合、形成される潤滑皮膜の耐焼き付き性が不足する場合がある。

## 【実施例】

## 【0047】

これら第一液及び第二液をテストピース表面に塗布し、以下の評価を行った。

40

## (1) 耐水性

表1にその組成を示す8種の第一液(黒鉛30質量%、水分散性樹脂5～40質量%)を300に加熱した金属製の試片に約100g/m<sup>2</sup>の付着量になるようにスプレー塗布し、5秒後に、冷却シャワーを連続的に掛け、水が沸騰しなくなるまで(約100)掛け続けた。冷却シャワーの条件は下記の通りであった。

ノズル：シャワーノズル

水 圧：約0.2MPa

流 量：10L/分

水 温：20～25

50

なお、黒鉛は鱗状黒鉛（純度 81% 以上）のものを使用し、水分散性樹脂は酢酸ビニル系樹脂と酢酸ビニルアクリル系樹脂を 1 : 1 とした。

この時の皮膜の剥離状況を以下の基準により評価した。

（耐水性評価基準）

：ほとんど剥離しなかった（剥離部分が全体の 15% 未満であった。）。

：15% 以上 80% 未満の割合で剥離した。

×：ほとんど剥離した（剥離部分が全体の 80% 以上であった。）。

表 1 に結果を示す。なお、表 1 に上記試験中に観察されたスプレー塗布性についても、その結果を記載した。スプレー塗布性の評価は以下の基準に基づき行った。

（スプレー塗布性評価基準）

：塗布面全面に均一なスプレーが可能であった。

：塗布面全面に対し、やや不均一な塗布になった。

×：塗布面全面に対し、不均一な塗布になった。

【0048】

【表 1】

黒鉛	水分散性樹脂	スプレー塗布性	(質量%)
			耐水性
30.0	40.0	×	—
	35.0	×	—
	30.0	△	○
	25.0	○	○
	20.0	○	○
	15.0	○	○
	10.0	○	△
	5.0	○	×

【0049】

（2）乾燥および性耐焼き付き性評価試験

図 2 に概略を示す圧延試験機 40 により、乾燥性および耐焼き付き性を評価した。この圧延試験 40 は、マンドレルミルにおける単スタンドの延伸圧延状況を模擬するものである。圧延方向（図 2 における左右方向）へ移動自在に配置され、表面に潤滑剤を塗布された平板状工具 41 と、ロール 42 との間で加熱した試験材 43 を圧延し、圧延後の平板状工具 41 の損傷状況を調査した。

【0050】

試験材 43 には、幅 20 mm、厚さ 10 mm、長さ 250 mm の 18Cr - 8Ni ステンレス鋼板（SUS304）を用い、平板状工具 41 に表 2 にその組成を示す第一液 5 種（実施例 3 種、比較例 2 種）を塗布量約 35 g/m<sup>2</sup> となるようにスプレーし、80℃ まで水冷した。その後、表 3 に実施例 8 種（A ~ H）、表 4 に比較例 3 種（I ~ K）の組成が示されている第二液をその上から塗布量約 20 g/m<sup>2</sup> となるようにスプレーした。そして、実際のマンドレルミルの運用サイクルのピッチに一致させるため、潤滑剤を塗布してから 10 秒間経過後に、指触により乾燥性を確認後ロール 42 による圧下を行った。

【0051】

圧延条件は、

加熱温度：1000

ロール周速：392.5 mm/秒

工具移動速度：15 mm/秒

圧下率：30%

とした。

【0052】

10

20

30

40

50

【表 2】

第一液 (質量%)

	実施例			比較例	
	1	2	3	4	5
黒鉛	30.0	—	15.0	45.0	15.0
雲母	—	30.0	15.0	—	—
水分散性樹脂	25.0	25.0	25.0	25.0	25.0
分散剤	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
水	43.0	43.0	43.0	28.0	58.0

【0053】

【表 3】

第二液 (実施例) (質量%)

	実施例							
	A	B	C	D	E	F	G	H
黒鉛	20.0	—	15.0	20.0	—	20.0	20.0	20.0
雲母	—	20.0	15.0	—	—	—	—	—
硼酸アミン	—	—	—	—	30.0	—	—	—
硼酸カリウム	—	—	—	5.0	—	—	—	—
モリブデン酸ナトリウム	15.0	15.0	15.0	—	—	—	—	—
モリブデン酸カリウム	—	—	—	—	—	15.0	—	—
炭酸ナトリウム	—	—	—	—	—	—	15.0	—
炭酸カリウム	—	—	—	—	—	—	—	15.0
分散剤	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
水	63.0	63.0	53.0	73.0	68.0	63.0	63.0	63.0

【0054】

【表 4】

第二液 (比較例) (質量%)

	比較例		
	I	J	K
黒鉛	35.0	20.0	20.0
雲母	—	—	—
硼酸アミン	—	3.0	35.0
硼酸カリウム	—	—	—
モリブデン酸ナトリウム	15.0	—	—
モリブデン酸カリウム	—	—	—
炭酸ナトリウム	—	—	—
炭酸カリウム	—	—	—
分散剤	2.0	2.0	2.0
水	48.0	75.0	43.0

【0055】

なお、黒鉛は鱗状黒鉛（純度81%以上）のものを使用し、水分散性樹脂は酢酸ビニル系樹脂と酢酸ビニルアクリル系樹脂を1：1とした。

【0056】

潤滑剤の乾燥性、及び圧延後の平板状工具41の焼き付き状況を以下の基準により記録

10

20

30

40

50

した。

(乾燥性の評価基準)

- 乾燥している。 :
- やや乾燥していない。 :
- 乾燥していない。 : x

(焼き付き性の評価基準)

- 焼き付き無し :
- 焼き付き小 :
- 焼き付き大 : x

【0057】

乾燥性および耐焼き付き性評価試験の結果を表5、及び表6に示す。

【0058】

【表5】

**乾燥性**

第二液 第一液	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K
1	○	○	○	△	△	○	○	○	○	△	×
2	○	○	○	△	△	○	○	○	○	△	×
3	○	○	○	△	△	○	○	○	○	△	×
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
5	○	○	○	△	△	○	○	○	○	△	×

【0059】

第一液4はスプレー塗布できないため試験不可であった。第二液D、Jは水が多いため乾燥性が良くなかった。また、第二液E、Kは硼酸アミンが多いため乾燥性が良くなかった。

【0060】

【表6】

**耐焼き付き性**

第二液 第一液	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K
1	○	○	○	△	△	○	○	○	×	×	×
2	○	○	○	△	△	○	○	○	×	×	×
3	○	○	○	△	△	○	○	○	×	×	×
4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
5	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×

【0061】

第一液4はスプレー塗布できないため試験不可であった。第一液5は固体潤滑剤量が少ないため耐焼き付き性が劣った。第二液D、Eは乾燥性が低下しているため耐焼き付き性が劣った。第二液Iは固体潤滑剤が多いため浸透性が悪く、耐焼き付き性に劣った。第二液Kは無機潤滑剤が多いため浸透性が悪く、耐焼き付き性に劣った。第二液Jは無機潤滑剤が少ないため耐焼き付き性が悪かった。

【0062】

以上、現時点において、もっとも、実践的であり、かつ、好ましいと思われる実施形態に関連して本発明を説明したが、本発明は、本願明細書中に開示された実施形態に限定されるものではなく、請求の範囲及び明細書全体から読み取れる発明の要旨あるいは思想に反しない範囲で適宜変更可能であり、そのような変更を伴う継目無管の製造方法もまた本

10

20

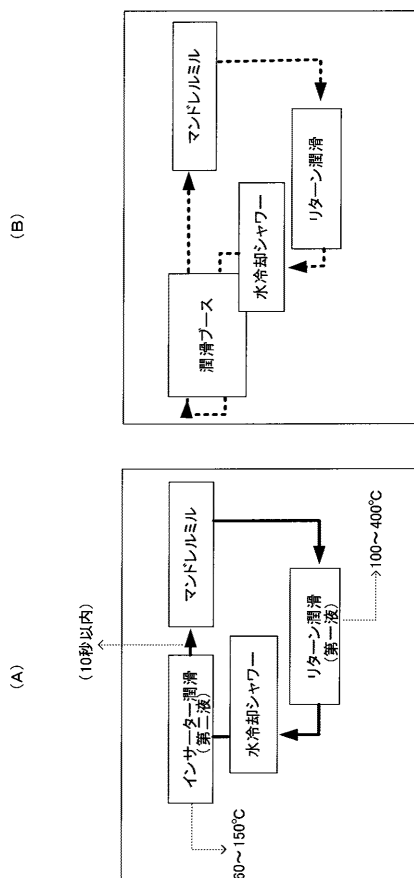
30

40

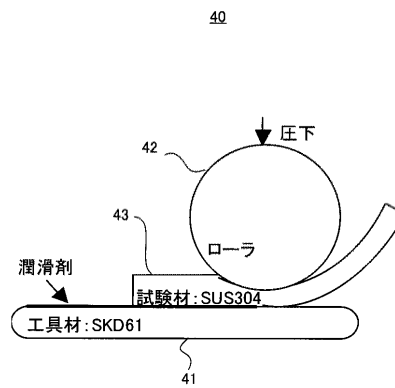
50

発明の技術的範囲に含まれるものとして理解されなければならない。

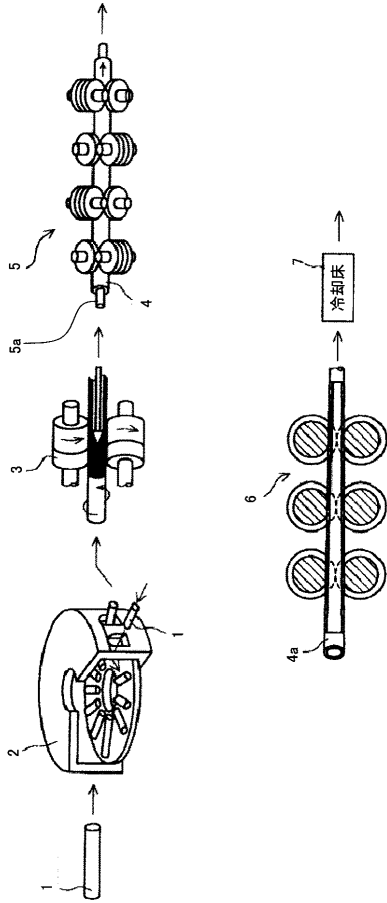
【図1】



【図2】



【図3】



## フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I	
C 1 0 M 103/00	(2006.01)	C 1 0 M 105/78	
C 1 0 M 103/06	(2006.01)	C 1 0 M 103/00	A
C 1 0 M 103/02	(2006.01)	C 1 0 M 103/06	Z
C 1 0 M 145/08	(2006.01)	C 1 0 M 103/06	A
C 1 0 M 145/14	(2006.01)	C 1 0 M 103/02	
C 1 0 N 10/02	(2006.01)	C 1 0 M 103/06	F
C 1 0 N 10/04	(2006.01)	C 1 0 M 145/08	
C 1 0 N 10/06	(2006.01)	C 1 0 M 145/14	
C 1 0 N 10/12	(2006.01)	C 1 0 N 10:02	
C 1 0 N 30/00	(2006.01)	C 1 0 N 10:04	
C 1 0 N 40/24	(2006.01)	C 1 0 N 10:06	
C 1 0 N 50/02	(2006.01)	C 1 0 N 10:12	
C 1 0 N 70/00	(2006.01)	C 1 0 N 30:00	Z
		C 1 0 N 40:24	Z
		C 1 0 N 50:02	
		C 1 0 N 70:00	

- (72)発明者 齋藤 建一  
大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号 住友金属工業株式会社内
- (72)発明者 飯田 純生  
大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号 住友金属工業株式会社内
- (72)発明者 森 静男  
神奈川県横浜市金沢区福浦1丁目11番地16 パレス化学株式会社内
- (72)発明者 元木 彰  
神奈川県横浜市金沢区福浦1丁目11番地16 パレス化学株式会社内

審査官 小谷内 章

- (56)参考文献 特開昭61-252293(JP,A)  
特開昭63-230797(JP,A)  
特開平08-165489(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B21B 17/02

B21B 25/04