(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第3563870号
(P3563870)
(45)発行日　平成16年9月8日(2004.9.8)　(24)登録日　平成16年6月11日(2004.6.11)

(51)Int.Cl.[7]	F I
C04B 35/565	C04B 35/56 101A
B21B 27/02	B21B 27/02 D

請求項の数 8　(全 10 頁)

(21)出願番号	特願平8-106451
(22)出願日	平成8年4月4日(1996.4.4)
(65)公開番号	特開平9-278523
(43)公開日	平成9年10月28日(1997.10.28)
審査請求日	平成12年7月27日(2000.7.27)

(73)特許権者　000006655
新日本製鐵株式会社
東京都千代田区大手町２丁目６番３号
(74)代理人　100077517
弁理士　石田　敬
(74)代理人　100072109
弁理士　西舘　和之
(74)代理人　100088269
弁理士　戸田　利雄
(74)代理人　100082898
弁理士　西山　雅也
(72)発明者　野瀬　哲郎
川崎市中原区井田１６１８番地　新日本製鐵株式会社　技術開発本部内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】粒子分散炭化珪素質焼結体からなる線材圧延ガイドローラー

(57)【特許請求の範囲】

【請求項１】

少なくとも無加圧焼結してなる炭化珪素（ＳｉＣ）焼結体中に硼化チタン硼化ハフニウム固溶体粒子が分散した相対密度９９％以上の粒子分散炭化珪素質焼結体からなることを特徴とする線材圧延ガイドローラー。

【請求項２】

前記硼化チタン硼化ハフニウム固溶体粒子が$Ti_{1-x}Hf_xB_2$（ｘの範囲０．０２～０．２５）で表される請求項１記載の線材圧延ガイドローラー。

【請求項３】

前記固溶体粒子の平均径が１～１０μｍである請求項１記載の線材圧延ガイドローラー。

【請求項４】

前記固溶体粒子の体積分率が２０～７０％の範囲である請求項１記載の線材圧延ガイドローラー。

【請求項５】

前記粒子分散炭化珪素質焼結体のビッカース硬さ（ＨＶ１０）が３１００以上である請求項１記載の線材圧延ガイドローラー。

【請求項６】

前記粒子分散炭化珪素質焼結体の耐熱衝撃温度差（ΔＴ）が８５０℃以上である請求項１記載の線材圧延ガイドローラー。

【請求項７】

無加圧焼結を真空中で行う請求項１記載の線材圧延ガイドローラー。
【請求項８】
無加圧焼結後、さらにアルゴンガス雰囲気中にて熱間静水圧プレス焼結してなる請求項１記載の線材圧延ガイドローラー。
【発明の詳細な説明】
【０００１】
【発明の属する技術分野】
本発明は、鉄などの金属線材を熱間圧延で製造する際に使用する耐摩耗性、耐欠損性に優れるガイドローラーに関するものである。
【０００２】
【従来の技術】
熱間線材圧延ラインは、一般に１０００℃以上の高温に熱した太い角柱状ビレットを多数のロールスタンド間を連続的に通過させて減面し、所定の形状、寸法に仕上げるもので、各ロールスタンド間には、圧延中の線材を圧延ロールの所定の位置に誘導するための多数のガイド部材が用いられている。
【０００３】
このガイド部材は、通常、高温かつ高速の線材の確実な誘導を実現するため回転可能なローラーとすることが多い。圧延ラインの中で、特に最終スタンドである仕上圧延機の入側に用いられるガイドローラーは、線材の減面化に従い通材速度が６０ｍ／ｓｅｃ以上と高速になっているうえ、線材の誘導性を高めるため圧延ロールに近づける必要性から直径の小さいローラーを用いることが要求されるなど使用環境は極めて厳しいものとなっている。
【０００４】
従来、これら鉄などの金属線材の圧延機のガイドローラーとしては、高硬度炭素鋼製、もしくは炭化タングステン（ＷＣ）等の超硬合金製のものが用いられてきた。
【０００５】
超硬合金製のローラーは、熱間で被圧延材と反応しにくく、かつ高硬度炭素鋼製のものに比べて耐摩耗性に優れるため、最終スタンド入側に用いた場合でも摩耗によるローラー交換は少なくてすむが、一方で、ＷＣ粒の脱落、チッピング、巨視的な割れ等が、線材と接触するローラーカリバー部で生じる場合があり、被圧延材であるところの線材表面の肌荒れや摩耗傷の原因となっていた。
【０００６】
また、脱落したＷＣ含有の硬質粒が圧延中に線材表面に付着・圧入され、後工程での更なる線材伸線化、細線化の際に断線の原因となる場合があった。
【０００７】
ガイドローラーは通常摩耗領域を研削して再利用するが、残存き裂が再利用時のチッピングの原因となるため、チッピングと割れが生じている領域を完全に削除しておく必要がある。
【０００８】
チッピング・割れが生じると、その研削量としては、割れの深さも含めると一般に摩耗深さの３倍程度必要となり、追加工コストが高くなる一方で、ローラーとしての繰返し利用寿命が短くなるなど、経済性の面で不利となっていた。
【０００９】
さらに、ＷＣ等の超硬合金は一般に比重が大きくローラーの重量が重くなるため圧延時のローラーの回転が加速されるまでの間に激しい摩耗を受け、本来の高い耐摩耗性が十分に発揮されていない場合があった。
【００１０】
一方、超硬合金に比べて低比重でかつ高硬度であるため耐摩耗性の改善が期待される炭化珪素セラミックスをガイドローラーに適用する試みもなされてきており、特開平０１－１３０８０７号公報では、線材と接触する部分を炭化珪素セラミックスで形成し、耐摩耗性

と線材表面性状の改善を試みている。

【００１１】

【発明が解決しようとする課題】

ところが従来の炭化珪素セラミックス製ガイドローラーは、ローラーの軽量化の面においては十分機能を発揮しかつ比較的高い耐摩耗性を有するものの摩耗部周囲に巨視的なチッピングや割れの発生が認められ、超硬合金製ローラーとほぼ同等の耐摩耗性を維持したまま耐欠損性を飛躍的に改善するには至っていないため、圧延ラインの最終圧延機入側のように高温の圧延鋼材が極めて高速で通過するような厳しい使用環境下においては信頼性に欠ける問題点があった。

【００１２】

本発明は上記の如き課題を解決するために行われたものである。本発明の目的は、高い耐摩耗性と耐欠損性を両立する線材圧延ガイドローラーを提供することにある。

【００１３】

【課題を解決するための手段】

本発明の線材圧延ガイドローラーは、次のとおりのものである。

（１）少なくとも無加圧焼結してなる炭化珪素（ＳｉＣ）焼結体中に硼化チタン硼化ハフニウム固溶体粒子が分散した相対密度９９％以上の粒子分散炭化珪素質焼結体からなることを特徴とする線材圧延ガイドローラー。

（２）前記硼化チタン硼化ハフニウム固溶体粒子が$Ti_{1-x}Hf_xB_2$（ｘの範囲０．０２～０．２５）で表される（１）記載の線材圧延ガイドローラー。

（３）前記固溶体粒子の平均径が１～１０μｍである（１）記載の線材圧延ガイドローラー。

（４）前記固溶体粒子の体積分率が２０～７０％の範囲である（１）記載の線材圧延ガイドローラー。

（５）前記粒子分散炭化珪素質焼結体のビッカース硬さ（ＨＶ１０）が３１００以上である（１）記載の線材圧延ガイドローラー。

（６）前記粒子分散炭化珪素質焼結体の耐熱衝撃温度差（ΔＴ）が８５０℃以上である（１）記載の線材圧延ガイドローラー。

（７）無加圧焼結を真空中で行う（１）記載の線材圧延ガイドローラー。

（８）無加圧焼結後、さらにアルゴンガス雰囲気中にて熱間静水圧プレス焼結してなる（１）記載の線材圧延ガイドローラー。

【００１４】

本発明者らは種々の研究の結果、セラミックス製線材圧延ガイドローラーの摩耗は高速で通過する線材との摺動により生じ、また摩耗部周囲のチッピングや割れ等の欠損は主に線材先端部分がローラーへ突入する際の機械的衝撃、および１０００～１２００℃の高温の線材との接触による加熱と周囲からの水冷による熱衝撃により生成・進展するものであり、これら摩耗と欠損はローラーの材質が低硬度、低靭性、低耐熱衝撃性の場合に顕著であることを見出した。

【００１５】

従って、耐摩耗性と耐欠損性を同時に改善し本課題を達成するためには、ローラー材質の高硬度化、高靭性化、高耐熱衝撃性化が必要不可欠である。

【００１６】

これらの特性を同時に向上させる方法としては、充分緻密な焼結体において硬質の粒子を分散させることが効果的であり、特に硬質のＴｉ－Ｈｆ－Ｂ固溶体粒子を炭化珪素中に分散させることにより、従来のモノリシック炭化珪素製ガイドローラーに比べて、耐摩耗性を高めつつ、さらに耐チッピング、耐割れ等の耐欠損性を著しく向上させる効果を付与することが可能であることを見出した。

【００１７】

Ｔｉ－Ｈｆ－Ｂ固溶体は、ｈｃｐ構造をもつ硬質の高融点化合物であり、焼結後に炭化珪素焼結体中に分散粒子として残留し、焼結体全体の硬度を向上させる効果をもつ。

【００１８】
そして炭化珪素相、固溶体相の熱膨張係数差、ヤング率の相異等により、分散粒子近傍に残留応力を発生させ、破壊の際の破壊エネルギーを向上させる効果を持ち、靭性を著しく向上させつつ耐熱衝撃性を向上させる作用をもつ。
【００１９】
本発明のガイドローラーに用いられるＴｉ－Ｈｆ－Ｂ固溶体は、$Ti_{1-X}Hf_XB_2$で表すことができ、Ｘの範囲としては、０．０２～０．２５であることが好ましい。
【００２０】
TiB_2相にHfB_2相を所定量固溶させるとTiB_2相単身の場合に比べて硬さを著しく向上させることができるが、Ｘが０．０２より少ない場合、十分な高硬度化がはかれず、また０．２５を超えると炭化珪素との複合材料を焼結する際に９９％以上の相対密度が得られにくい。
【００２１】
本発明の焼結体では$Ti_{1-X}Hf_XB_2$固溶体相を２０～７０体積％含むが、７０体積％より多く添加すると高温での耐酸化性が低下しかつ十分な靭性が得られず耐欠損性が低下する。
【００２２】
また２０体積％より少ないと硬さ、靭性、耐熱衝撃性の向上に充分寄与が認められない。また、分散させる$Ti_{1-X}Hf_XB_2$固溶体相の粒子径としては、平均結晶粒径の範囲が、１～１０μｍであることが好ましい。
【００２３】
１μｍより小さいと靭性への寄与が得られ難く、また、１０μｍより大きいと硬さ、耐熱衝撃性の低下を招く。
【００２４】
さらに、本発明では焼結体の相対密度としては９９％以上であるが、９９％未満では、$Ti_{1-X}Hf_XB_2$固溶体相粒子の分散による焼結体中への残留応力の付与が不十分であるため好ましくない。
【００２５】
炭化珪素（ＳｉＣ）は共有結合性の強い物質であり単味では焼結が困難であるため、緻密化に際しては種々の添加物を加えてもかまわない。
【００２６】
焼結助剤としては炭化硼素、金属硼素、炭素、窒化アルミニウム、酸化アルミニウム、希土類酸化物等を用いることができる。
【００２７】
焼結方法としては、少なくとも無加圧焼結法を用い、更にガス圧焼結法、熱間静水圧プレス焼結法、ホットプレス法の一種もしくは複数の焼結法を組み合わせることも可能である。
【００２８】
無加圧焼結は真空中にて行うと緻密な焼結体が得られやすい。複雑形状品であるガイドローラーにおいて高密度を達成するためには、無加圧焼結後、さらにアルゴンガス雰囲気中にて熱間静水圧プレス焼結を行うことが好ましい。
【００２９】
焼結温度の範囲としては、１９５０～２２００℃であることが好ましく、保持時間は４時間以上であることが望ましい。１９５０℃未満では充分高い密度が得られず$Ti_{1-X}Hf_XB_2$固溶体相粒子近傍に高い残留応力を発生させることが困難で高い靭性が得られない。また、２２００℃より高い温度では、ＳｉＣが昇華・分解する。
【００３０】
焼結時の保持時間としては、原料として用いたTiB_2粉末とHfB_2粉末が反応し安定な$Ti_{1-X}Hf_XB_2$固溶体相を生成するのに上記焼結温度の範囲にて４時間以上の保持が必要である。

【００３１】
【作用】
本発明の粒子分散炭化珪素質焼結体からなる線材圧延ガイドローラーは、炭化珪素（ＳｉＣ）焼結体中に平均径１～１０μｍの$Ti_{1-X}Hf_XB_2$（Ｘの範囲０．０２～０．２５）で表せる硼化チタン硼化ハフニウム固溶体粒子が体積分率２０～７０％の範囲で分散した相対密度９９％以上の粒子分散炭化珪素質焼結体からなるが、これらの組み合わせにより、得られたガイドローラーは、高硬度、高靭性、高耐熱衝撃性を有し、耐摩耗性、耐欠損性が高く、長時間信頼性が高い。
【００３２】
次に本発明の実施例を比較例と共に説明する。
【００３３】
【実施例】
炭化珪素（ＳｉＣ）粉末（β型、平均粒径０．３μｍ）に、硼化チタン（TiB_2）粉末（平均粒径１μｍ）、硼化ハフニウム（HfB_2）粉末（平均粒径２μｍ）、炭化硼素（B_4C）粉末（平均粒径０．８μｍ）、及び炭素（Ｃ）粉末（平均粒径０．０５μｍ）を第１表に示す所定量（重量％）添加し、溶媒としてアセトンを用いて炭化珪素製ボールミルで２４時間混練した。
【００３４】
次いで得られた混合粉末を、成形後焼結した。成形条件としては冷間静水圧による加圧１５０ＭＰａとし、外径φ７０ｍｍ、穴径φ３０ｍｍ、厚さ３５ｍｍのドーナツ状成形体を得た。
【００３５】
焼結としては、真空中にて、第１表中に示す温度で４時間保持の無加圧焼結後、同じく第１表中に示す温度、高圧アルゴンガス雰囲気中にて２時間保持の熱間静水圧プレス焼結を行った。
【００３６】
得られた焼結体から、外径約φ５６ｍｍ、内径約φ２８ｍｍ、厚さ約２５ｍｍ、カリバー面角度１４２度、内側に外径φ３５ｍｍのボールベアリングを２個配置可能な所定の形状のガイドローラーを研削加工し、圧延試験に供した。
【００３７】
得られた焼結体から各種形状の試験片を切り出し、機械的特性を評価した。硬さは、押込荷重１０ｋｇにてビッカース硬さとして測定した。
【００３８】
靭性についてはＪＩＳ　Ｒ１６０７のＳＥＰＢ法により室温にて破壊靭性値K_{IC}を測定した。また、耐熱衝撃性としては、曲げ試験片を大気中にて所定の温度に加熱後、水中急冷し、抗折強さの劣化がはじまる急冷温度差ΔＴで評価した。焼結体密度は、アルキメデス法により相対密度として測定した。
【００３９】
Ｔｉ－Ｈｆ－Ｂ固溶体粒の粒径および体積分率は、焼結体の鏡面研磨面を撮影した光学顕微鏡像（拡大率５００倍）より３０個以上の粒子径および撮影面中の粒子面積分率として測定し、その平均値として表した。
【００４０】
また、$Ti_{1-X}Hf_XB_2$（ｈｃｐ構造）のＸ値はＸ線回折法を用いて、固溶体相の格子定数、TiB_2（ｈｃｐ構造）の格子定数（ａ＝３．０２６Å、ｃ＝３．２１３Å）、およびHfB_2（ｈｃｐ構造）の格子定数（ａ＝３．１４１Å、ｃ＝３．４７０Å）の値の比から算出した。
【００４１】
得られた各焼結体の諸特性を焼結助剤の添加量、焼結条件、焼結体密度、Ｔｉ－Ｈｆ－Ｂ固溶体の粒径、体積分率、Ｘ値と共に第１表に示す。
【００４２】

圧延試験としては、被圧延材として普通鋼を用い、初期ビレット形状約１２０ｍｍ角・長さ約１８ｍ・重さ約２トン、圧延後線材形状φ５．５ｍｍ・長さ約１１ｋｍ、圧延時線材温度約１０００℃、通材速度約６０ｍ／ｓｅｃの条件にて最終圧延ロール手前のガイドローラーとして各材種ごとに２個一組を配置し、合計１６０トン（ビレット８０本）を通材させた後、ローラーカリバー部に発生した摩耗痕の深さｈを表面粗さ計にて測定した。

【００４３】

また摩耗痕周囲の損傷有無、チッピング深さ、および割れ深さを蛍光探傷法および断面研磨面の光学顕微鏡観察により評価した。

【００４４】

再利用に当たってのローラーカリバー面の必要研削量は、摩耗痕周囲に割れ・チッピングの損傷が観察されない場合は摩耗痕深さｈの１．２倍、チッピングが生じている場合はチッピング深さの１．２倍、そして割れが発生している場合は割れの深さの１．２倍として第１表中に示した。

【００４５】

比較例として、Ｔｉ－Ｈｆ－Ｂ固溶体粒子を添加していない炭化珪素製ローラー、および超硬合金製ローラーの結果も併せて第１表に示す。

【００４６】

第１表に示すように、本発明の実施例によるものは、摩耗痕深さが何れも線材１６０トン通材後で８０μｍ以下と少なくかつ摩耗痕周囲には割れ・チッピングの欠損が何れの場合も認められず、耐摩耗性、耐欠損性共に優れるが、比較例に該当するローラーでは本発明の実施例と比べて、摩耗痕深さが大きいか、もしくは少なくとも割れ、チッピングの何れかが発生しており、耐摩耗性、耐欠損性の両立が図られていないことが確認された。

【００４７】

また、ガイドローラーを繰返し再利用するに当たってのカリバー面の必要研削量も、本発明によるものは１００μｍ未満と小さいのに対し、比較例に該当するローラーでは発生した割れ・チッピング領域の除去のために必要研削量が１８０μｍ以上と大きく、再研削時の加工費、繰返し利用を含めた製品の総寿命を考慮すると経済的に不利であることが確認された。

【００４８】

【表１】

第１表（１）

	No	SiC wt%	TiB_2 wt%	HfB_2 wt%	B_4C wt%	C wt%	焼結温度 ℃	HIP温度 ℃	HIP圧力 atm	相対密度 %
本発明	1	40.0	51.0	6.0	1.0	2.0	2100	2000	1950	99.8
	2	50.0	37.0	10.0	1.5	1.5	2150	1950	1950	99.6
	3	33.0	60.0	5.0	1.0	1.0	2130	2000	1950	99.8
	4	27.5	40.0	30.0	1.0	1.5	2170	1950	1000	99.0
	5	22.5	50.0	25.0	1.5	1.0	2130	2000	1000	99.0
	6	63.0	20.0	15.0	1.0	1.0	2070	1950	1000	99.0
比較例	7	68.0	15.0	15.0	1.0	1.0	2050	1900	1000	97.8
	8	7.0	70.0	20.0	1.5	1.5	2100	1950	1950	98.5
	9	37.0	50.0	10.0	2.0	1.0	2200	1950	1950	98.0
	10	36.0	60.0	2.0	1.0	1.0	2150	2000	1950	98.9
	11	67.0	10.0	20.0	1.5	1.5	2100	1950	1950	98.0
	12	97.5	0.0	0.0	0.5	2.0	2100	2000	1950	99.3
	13	*	-	-	-	-	-	-	-	-

注）wt% ： 重量%

* ： 市販超硬合金（WC-14Co-7Ni-1Cr：HIP焼結品）

【００４９】

【表２】

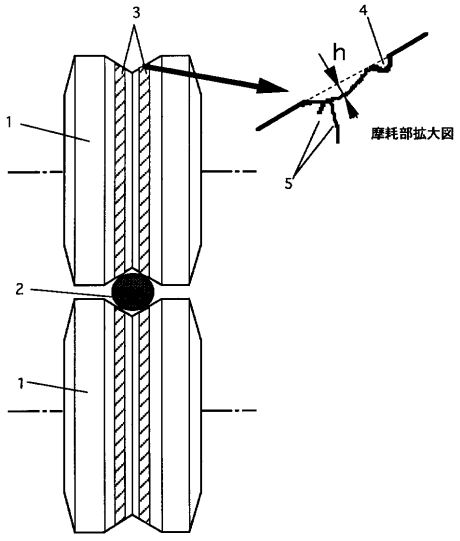
第１表（２）

	No	Ti-Hf-B 固溶体粒子 粒径 μm	体積率 %	X値	硬さ HV10	靭性K_{IC} $MPam^{1/2}$	耐熱衝撃性 ΔT ℃	摩耗痕深さ μm	割れ 有無	チッピング 有無	必要研削量 μm
本発明	1	5	48	0.04	3800	7.3	900	74	無	無	89
	2	7	35	0.09	3500	7.0	880	79	無	無	95
	3	6	56	0.03	3700	7.4	910	76	無	無	91
	4	8	55	0.21	3900	7.0	900	75	無	無	90
	5	5	63	0.15	3600	7.1	930	74	無	無	89
	6	2	22	0.21	3100	7.0	850	78	無	無	94
比較例	7	1.5	18	0.26	2900	6.1	550	138	無	有	180
	8	6	85	0.09	2800	5.8	600	144	有	有	430
	9	12	49	0.07	2600	6.9	650	156	無	有	210
	10	7	53	0.01	2700	6.9	650	148	有	無	440
	11	3	15	0.41	2700	4.5	500	133	有	有	400
	12	-	0	-	2500	2.5	400	88	有	有	260
	13	-	-	-	700	12.5	400	71	有	有	210

【００５０】
【発明の効果】
本発明によれば、本発明により得られた粒子分散炭化珪素質焼結体からなる線材圧延ガイドローラーは、高硬度、高靭性、高耐熱衝撃性を有し、上記の如く高い耐摩耗性を維持しつつ、耐欠損性をより優れたものとすることが可能となった。
【００５１】
このことにより長時間信頼性の非常に優れた線材圧延ガイドローラーの作製が可能となり、その工業的有用性は非常に大きい。
【図面の簡単な説明】
【図１】本発明の実施例による線材圧延ガイドローラーの側面図である。
【符号の説明】
１　線材圧延ガイドローラー
２　被圧延線材
３　ローラーカリバー部摩耗痕
４　チッピング

5　割れ

【図１】



フロントページの続き

(72)発明者　中島　健治
釜石市鈴子町２３－１５　新日本製鐵株式会社　釜石製鐵所内
(72)発明者　栗栖　泰
富津市新富２０－１　新日本製鐵株式会社　技術開発本部内

審査官　村守　宏文

(56)参考文献　特開平０１－０８７５６３（ＪＰ，Ａ）
特開平０１－０４５７５５（ＪＰ，Ａ）
特開平０３－２６８８０９（ＪＰ，Ａ）
特開平０７－２２３００１（ＪＰ，Ａ）
特開平０１－１３０８０７（ＪＰ，Ａ）
特開昭５９－１０２８６２（ＪＰ，Ａ）
特開昭５９－１９７３０７（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.^{7}，ＤＢ名)
C04B 35/56-35/58
B21B 27/00-27/05