

論 文

内面フィン付き管の押出し・引抜き時の形状予測*
非軸対称押出し・引抜きにおける数値シミュレーション（第3報）

木 内 学** 飯 島 茂 男***
星 野 倫 彦****

Prediction of Geometry of Extruded
and Drawn Inner-Fin-Tubes

A Numerical Simulation of Geometry of Products in
Non-Axisymmetric Extrusion and Drawing Processes (Rep. 3)

Manabu Kiuchi, Shigeo Iijima and Michihiko Hoshino

住友軽金属工業株式会社技術研究所

内面フィン付き管の押出し・引抜き時の形状予測*

非軸対称押出し・引抜きにおける数値シミュレーション（第3報）

木 内 学** 飯 島 茂 男***
星 野 倫 彦****

Prediction of Geometry of Extruded and Drawn Inner-Fin-Tubes

A Numerical Simulation of Geometry of Products in
Non-Axisymmetric Extrusion and Drawing Processes (Rep. 3)

Manabu Kiuchi, Shigeo Iijima and Michihiko Hoshino

An analytical method based on the upper bound theory is developed for extrusion and drawing of inner-fin-tubes which have straight radial fins on inside surfaces. The generalized equations of the velocity field of the workpiece between die and plug (or mandrel) are formulated and the mathematical procedure of analysis is proposed. By this method, the power requirement, the extrusion pressure, the expectable geometry of extruded inner-fin-tubes and the optimum geometry of die and plug to build up fins as highly as possible are successfully calculated. Through the analysis, effects of the working condition and the geometry of die and plug on the geometry of extruded inner-fin-tube are clarified.

Additionally, the experiments on drawing are achieved and compared with calculations. As a result, the adequateness of this method becomes clear and knowledges which are helpful for the design of die and plug can be systematically obtained.

1. はじめに

金属加工業の各分野において、非軸対称断面を有する線材・棒材・形材・管材（以下、これらを総称して異形材と呼ぶ）は、極めて広範囲な用途に供されている。それらの一部は、圧延加工により製造されているが、その多くは押出し、または引抜き加工により製造されている。

近年、工業的な需要の増大並びに、用途の多様化と、その生産性の高さ・簡便さとから、異形材の押出し・引抜き加工に関する関心が次第に高まりつつある。しかし、これら異形材の押出し・引抜き加工において、ダイス孔形内へ被加工材が充満し、所定の寸法・形状が得られる

という保証は必ずしもなく、工具設計の際の大きな問題の一つとなっている。

このような充満に関する問題に関しては、幾つかの実験例が報告¹⁾²⁾されてはいるが、解析的なアプローチは、ほとんど行われていない。そこで、筆者らは、筆者らが既に開発し³⁾⁴⁾、種々の問題に運用してきた、いわゆる上界法を応用した汎用的な解析手法を、ダイス孔形への被加工材の充満問題に適用した。

前報⁵⁾⁶⁾では、丸棒から矩形棒、フィン付き棒、あるいは円管から外面フィン付き管などを押出し・引抜く場合の解析モデルを開発し、種々の解析例並びに実験との比較により、モデルの妥当性を示した。

本報では、近年、熱交換器用として需要の増大している、内面フィン付き管の押出し・引抜きを想定した解析モデルを開発し、工具形状やリダクション等の各条件因子が被加工材の充満限界に及ぼす影響について検討し、

* 塑性と加工30 (1989-1), 77. に掲載

** 東京大学生産技術研究所、工学博士

*** 伸銅所TK-3 推進室

**** 東京大学大学院

更に、引抜き実験との比較により、解析手法の妥当性と信頼性も併せて確認したので、その結果を報告する。

2. 管材の一般的三次元動的可容速度場

解析に用いた管材の押出し・引抜き加工における一般的三次元動的可容速度は、円柱座標系 (r, ϕ, y) を用いて表すと式(1),(2),(3)となる。

なお、速度場の導出に関する詳細な条件及び定式化の手順等については、既報⁴⁾に示したので、ここでは省略する。

$$V_y(r, \phi, y) = V_y(y)$$

$$= \frac{V_0 \int_0^{\phi_{f(y)}} \{RSO^2(\phi, 0) - RSI^2(\phi, 0)\} d\phi}{\int_0^{\phi_{f(y)}} \{RSO^2(\phi, y) - RSI^2(\phi, y)\} d\phi} \quad (1)$$

$$V_\phi(r, \phi, y) = r \cdot \omega(\phi, y)$$

$$= \frac{r}{RSO^2(\phi, y) - RSI^2(\phi, y)} \int_0^\phi \frac{\partial}{\partial y} \times \{(RSI(\phi, y) - RSO(\phi, y)) \cdot V_y(y)\} d\phi \quad (2)$$

$$\begin{aligned} V_r(r, \phi, y) &= -\frac{r}{2} \left\{ \frac{\partial V_y(y)}{\partial y} + \frac{\partial \omega(\phi, y)}{\partial \phi} \right\} \\ &+ \frac{1}{r} \left[\frac{RSO^2(\phi, y)}{2} \times \left\{ \frac{\partial V_y(y)}{\partial y} + \frac{\partial \omega(\phi, y)}{\partial \phi} \right\} \right. \\ &\quad \left. + RSO(\phi, y) \cdot \omega(\phi, y) \cdot \frac{\partial RSO(\phi, y)}{\partial \phi} \right. \\ &\quad \left. + RSO(\phi, y) \cdot V_y(y) \cdot \frac{\partial RSO(\phi, y)}{\partial y} \right] \quad (3) \end{aligned}$$

ここで、 V_0 はダイス入口からの被加工材流入速度（一定）、 $\phi_{f(0)}$ 及び $\phi_{f(y)}$ は、 ϕ 方向の解析範囲であり、 $RSO(\phi, y)$ 、 $RSI(\phi, y)$ は、それぞれ外面（ダイス面）形状、内面（プラグ、あるいはマンドレル面）形状を表す関数である。

なお、上述の速度場の特徴は、各方向速度が内・外面形状 $RSI(\phi, y)$ 、 $RSO(\phi, y)$ の関数となっており、これにより、汎用性が高まっている点にある。

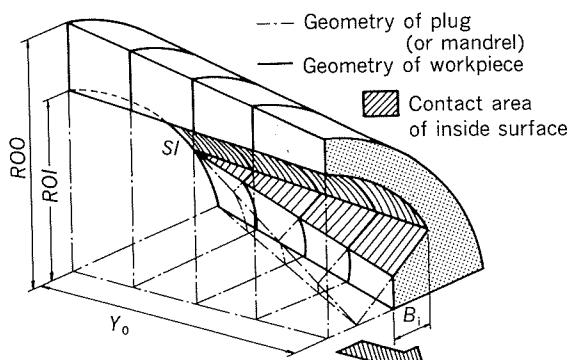


Fig. 1 Schematic illustration of a workpiece in the extrusion (or drawing) of an inner-fin-tube which has two straight fins.

3. 充満限界の考え方

Fig. 1 に示すように円管から二つのストレートな内面フィンを有する管を押し出し・引抜く場合を想定する。なお、以降も含め図はすべて対称性を考慮した場合の解析範囲のみで示してある。一点鎖線で示す実際のプラグ面に対し、フィン高さ B_i を変化させ、その際の工具内部での被加工材の変形形状を仮定し、その時の仕事率を計算する。ただし、プラグ面の摩擦仕事率は、プラグ面と被加工材が接触するであろう図中斜線部のみを考える。 B_i の増加に伴い、一般的には内部仕事率は減少し、摩擦仕事率及びせん断仕事率は増加していく、全仕事率としては、ある B_i において最小値をとる。この時の B_i が、被加工材の充満限界であると考えられる。

4. 内面フィン付き管解析モデル

円管から外面が真円、内面にストレートなフィン形状を有するフィン付き管を押し出し・引抜く場合の解析モデルを Fig. 2 に示す。速度場を決定する被加工材の変形（表面）形状（または、工具面形状）を表す関数 $RSO(\phi, y)$ 、 $RSI(\phi, y)$ は、基本的には前報⁵⁾⁽⁶⁾ のフィン付き棒解析モデルと同様である。

すなわち、内面形状を表す関数 $RSI(\phi, y)$ としては、平面モード領域の $RSI1 \sim RSI5$ と直線モード領域の $RSI3 \sim RSI7$ 及び特異直線モード領域の $RSI2 \sim RSI4 \sim RSI6$ を表示する七つの関数を用いている。また、外表面形状を表す関数 $RSO(\phi, y)$ としては、直線モード領域の RSO のみを用いている。なお、各種モード領域に関する詳細な説明は前報に示したので、ここでは省略する。この解析モデルでは、内面の摩擦面は、図中に斜線部で示す $RSI1 \sim RSI5 \sim RSI6 \sim RSI7$ の 4 面であるとしており、また、被加工材の各内表面領域の境界を含む内部

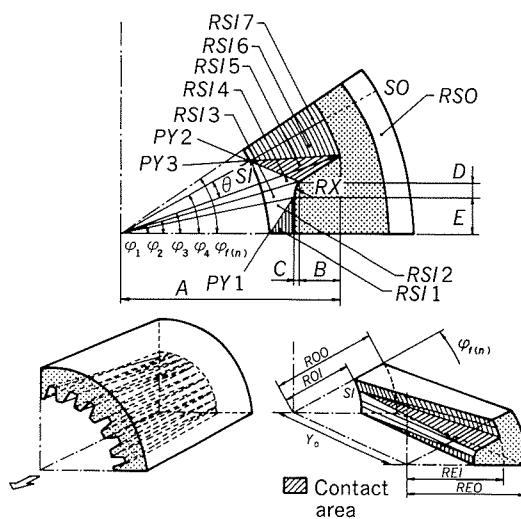


Fig. 2 The analytical model of extrusion of inner-fin-tubes which have radial straight multi fins.

せん断面 ($\Gamma_{s1} \sim \Gamma_{s6}$ の 6 面) が存在する。このモデルの特徴は、入口断面上の SI 点が、 θ を変化させることにより、移動可能であるように設定されており、プラグ面形状を変化させるパラメータの一つとなっている点と、解析範囲 $\phi_{f(n)}$ を変化させることにより、フィン数もパラメータの一つとなっており、Fig. 2 左下に示すような複雑な形状も容易に解析できる点である。

5. 解析結果

5.1 解析の種類と条件

Fig. 2 に示す内面フィン付き管解析モデルでは、フィン部の形状（被加工材のフィン部への流動形状）をさまざまに想定できる。すなわち、Fig. 3 (b) (c) に示すようなフィン先端部のバルジ変形を考慮した流動形状についても容易に取り扱うことが可能である。しかし、今回の解析では、簡単なため Fig. 3 (a) に示すようなバルジ変形を考慮しないフィン先端部がストレートに変化する流動形状のみを取り扱うこととする。Table 1 に解析の種類と条件の一覧を示す。なお、ここで、 n はフィン数、 s は素管断面積、 Y_0/REI は相対ダイス長さ（または、相対プラグ長さ）、 $\theta / (\phi_f - \phi_3)$ は内面（プラグ面）形状を決定する SI 点の位置を表すパラメータ、 W はフィン根元部の幅、 H は被加工材が完全充満した場合のフィン高さ、 m は外面（被加工材とダイス面）の摩擦定数、 m' は内面（被加工材とプラグ面。ただし、図中斜線部のみ）の摩擦定数である。

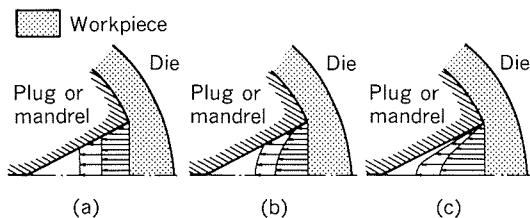


Fig. 3 Schematic illustration of cross-sections of workpieces at die exits.

- (a) the square cross-section
(employed for the present calculation)
- (b) the round or the elliptic cross-section
- (c) the parabolic cross-section

また、Table 1 の条件の他に、Fig. 4 に示すように素管の選び方によっては、(A) $ROI < REI$ となる拡管タイプと、(B) $ROI > REI$ となる縮管タイプの二通りが考えられる。以降の解析では、この拡管・縮管タイプの相違も含め、計 12 種類について検討した。なお、以下の、解析結果で示す各図における○、△、□等は、それぞれの条件において、フィン高さ B_i を変化させ、仕事率が最小となる場合のフィン高さの充満限界値を表している。

5.2 ダイス長さ（プラグ長さ）と θ の影響

Table 1 条件 1 の場合で SI 点の位置を表すパラメータ

Table 1 Values of parameters employed for calculations.

| n | s | Y_0/REI | $\frac{\theta}{\phi_f - \phi_3}$ | W | H | m | m' |
|-----|-----|-----------|----------------------------------|------|-------|------|------|
| 1 | 4 | 300 | 16.7 | 0 | 3.0 | 3.0 | 0.10 |
| | | | 3.3 | 1 | | | |
| | | | 0.8 | 1.0 | | | |
| 2 | 4 | 300 | 16.7 | 0.33 | 3.0 | 3.0 | 0.10 |
| | | | 3 | 0.67 | | | |
| | | | 0.8 | 0.93 | | | |
| 3 | 4 | 400 | | 0 | 3.0 | 3.0 | 0.10 |
| | | | 3.3 | 1 | | | |
| | | | 200 | 1.0 | | | |
| 4 | 4 | 300 | 3.3 | 0.67 | 3.0 | 3.0 | 0.10 |
| | | | | | | | 0.01 |
| | | | | | | | 0.10 |
| | | | | | | | 0.30 |
| 5 | 4 | 300 | 3.3 | 0 | (W=H) | 0.10 | 0.10 |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| 6 | 4 | 300 | 3.3 | 0 | 3.0 | 2.0 | 0.10 |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |

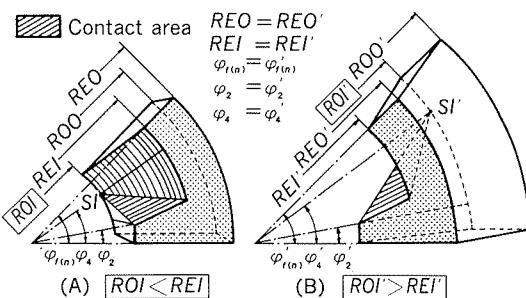


Fig. 4 Analytical models for expanding process (Type A) and shrinking process (Type B).

$\theta / (\phi_f - \phi_3)$ と、得られた充満限界値 $(B/REI)_c$ との関係を整理すると、(A) 拡管タイプの場合は Fig. 5 の (A)、(B) 縮管タイプの場合は Fig. 5 の (B) となる。なお、図中○、△、□は、それぞれ相対ダイス長さ $Y_0/REI = 0.8, 3.3, 16.7$ の場合である。(A) (B) 共に、ある $\theta / (\phi_f - \phi_3)$ において $(B/REI)_c$ は最大値をもち、すなわち、最適なプラグ面形状が存在することを示している。また、(A) と (B) を比較してみると、(A) の方が全体的に $(B/REI)_c$ は大きな値であり、充満しやすい条件であることがわかる。これは、素管断面積 s を一定としたため、(A) の場合は素管肉厚が厚くなり、急激な速度変化（回転あるいは半径方向における）が生じなくても、ある程度被加工材はフィン部へ充満するのに対し、素管肉厚の薄い (B) の場合は、フィン部へ被加工材を流动させるために、急激な速度変化が生じる。すなわち、仕

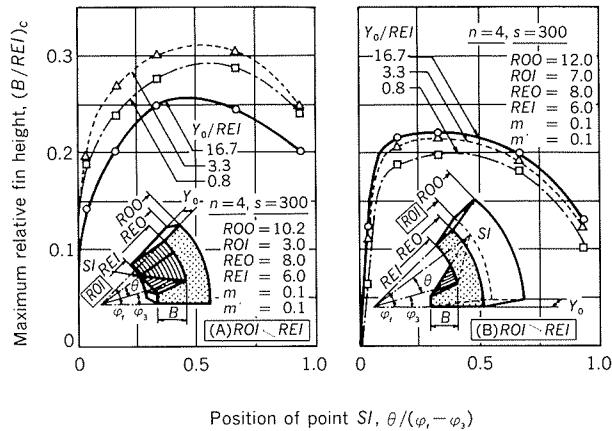


Fig. 5 Effects of the plug (or die) length on the maximum fin height 1.
(A) Expanding process
(B) Shrinking process

事率の面から見ると、フィン高さ B の増加に伴う内部せん断仕事率の増加率は、上述の速度変化に対応して、(A)より(B)の方が大きいので、(B)の場合、フィン形成が阻害されるものと考えられる。また、各ダイス長さにおいて、充満限界値 $(B/REI)_c$ が最大となる最適プラグ形状を表す θ は、(A), (B)ともに、ダイス長さの増加とともに小さな値となっていく傾向にある。すなわち、ダイス長さが短い場合は、平面モード領域のRSI 5面が大きな傾斜を持ち、被加工材の急激な速度変化をもたらすプラグ形状が好ましいと推定されるのに対し、ダイス長さが長い場合は、緩やかな速度変化をもたらすプラグ形状が好ましいと推定できる。ただし、各条件において θ が極端に小さな場合、すなわち、軸方向に対し傾斜がほとんどないRSI 5面を有するプラグ面形状の場合は、充満限界値は極端に小さく、RSI 5面がある程度の傾斜を持たないと被加工材の充満は進行しないことがわかる。

次に、Table 1 条件 2 の場合で、相対ダイス長さ Y_0/REI と $(B/REI)_c$ との関係を整理すると、(A) の場合はFig. 6 (A), (B) の場合はFig. 6 (B) となる。なお、図中○, △, □は、それぞれプラグ面形状を表すパラメータ $\theta/(\phi_i - \phi_3) = 0.33, 0.67, 0.93$ の場合である。(A) の場合は、ある Y_0/REI において、 $(B/REI)_c$ は最大となり、最適ダイス長さが存在することを示している。一方、(B) の場合は、 Y_0/REI の増加に伴い、 $(B/REI)_c$ は単調増加し、ある Y_0/REI 以上では、ほぼ一定となる傾向を示している。

5.3 リダクションと θ の影響

Table 1 条件 3 の場合で、 $\theta/(\phi_i - \phi_3)$ と $(B/REI)_c$ との関係を整理すると、(A) の場合はFig. 7 (A), (B) の場合はFig. 7 (B) となる。なお、図中○, △, □は、それぞれ素管断面積 $s = 400, 300, 200$ の場合であり、また、出側形状は一定としているので、断面リダクション

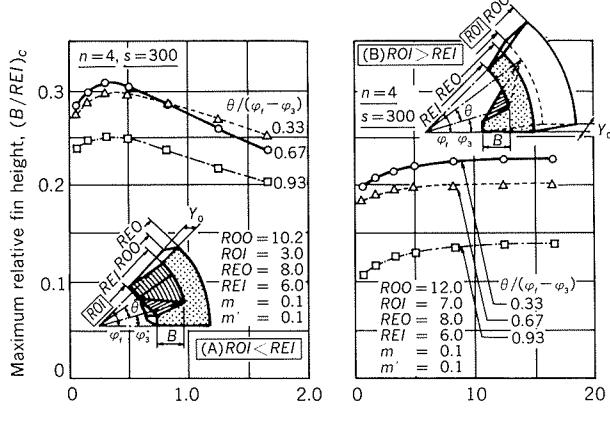


Fig. 6 Effects of the plug (or die) length on the maximum fin height 2.
(A) Expanding process
(B) Shrinking process

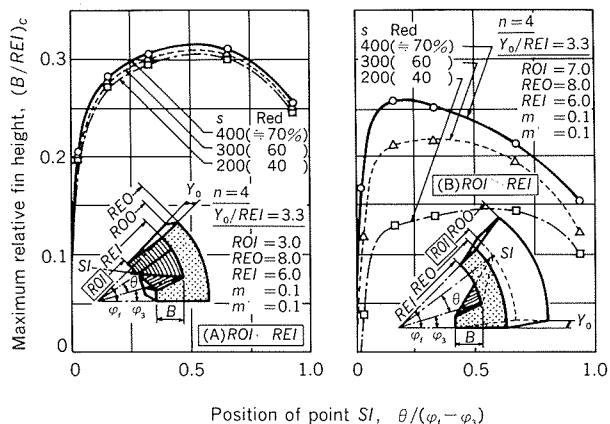


Fig. 7 Effects of the geometry of plug and the reduction on the maximum fin height.
(A) Expanding process
(B) Shrinking process

に直すと $Red. = 70, 60, 40\%$ に相当する。(A), (B) とともに、 s は大きな方(リダクションが高い方)が、 $(B/REI)_c$ は大きな値をとり、充満しやすい傾向にある。特に、(B) の場合は、リダクションの影響が顕著であり、更に、 $(B/REI)_c$ が最大となる最適プラグ形状を表す θ は、リダクションの増加とともに小さな値となっていくことがわかる。すなわち、リダクションの低い場合は、平面モード領域RSI 5面が大きな傾斜を持ち、被加工材の急激な速度変化をもたらすプラグ面形状が好ましいと推定できる。

5.4 内面と外面の摩擦定数の影響

Table 1 条件 4 の場合で、内面の摩擦定数 m' と $(B/REI)_c$ との関係を整理すると、(A) の場合はFig. 8 (A), (B) の場合はFig. 8 (B) となる。なお、図中○, △, □, ●は、それぞれ外面の摩擦定数 $m = 0.5, 0.3, 0.1, 0.01$ の場合である。(A), (B) ともに、 m' は小さな方が、また、 m は大きな方が $(B/REI)_c$ は大きな値となって

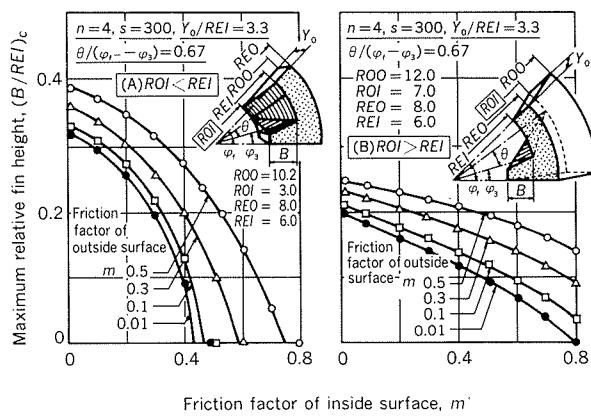


Fig. 8 Effects of the friction factors at the inside and outside surfaces on the maximum fin height.
(A) Expanding process (B) Shrinking process

おり、充満しやすい条件であることがわかる。すなわち、 m' が小さい程、また、 m' が大きい程、軸方向よりも半径方向内側に向かって流れやすくなることを示しており、妥当性のある傾向といえる。更に、(A) と (B) を比較すると、 m' の小さな範囲では (A) の方が、 m' の大きな範囲では (B) の方が、充満しやすい条件であることがわかる。

5.5 フィン形状と θ の影響

製品のフィン形状の相違によっても、充満限界は異なるものと考えられる。そこで、フィン形状の種類として、Fig. 9 に示すように、フィン角度（完全充満した時のフィン頂点角度）は一定で、フィン根元部幅 W を変化させた場合（Table 1 条件 5）と、Fig.10 に示すように、 W は一定で、フィン角度を変化させた場合（Table 1 条件 6）の 2 種類について、プラグ面形状 (θ) との関係を調べた。なお、フィン角度の変化は、図中に H を用いて表しており、 H が大きい程フィン角度は小さくなることを意味する。

（1）フィン根元部幅の影響

Fig.11 (A) に拡管タイプの場合の、また、Fig.11 (B) に縮管タイプの場合の、 $\theta/(\varphi_f - \varphi_s)$ と $(B/REI)_c$ の関係を示す。なお、図中○、△、□はそれぞれ $W=H=3.0$ 、2.0、1.0 の場合である。(A) (B) ともに、 W が大きい程、 $(B/REI)_c$ の値は大きく、充満しやすい傾向にあることがわかる。これは、 W が小さいときほど、 B を増加させた際のリダクションの減少率が小さく、内部仕事率の減少率に影響し、被加工材の充満を妨げるためと考えられる。更に、フィン部への被加工材の充満率をみるとために、Fig.11 (A), (B) の縦軸を $(B/H)_c$ に替えて、Fig.12 (A), (B) に示した。(A), (B) ともに、 $W=3.0$ 、2.0 の場合は、ほぼ同程度の充満率になっている。このことより、製品の全断面積に対し、極端にフィン部断面積の小さな形状、あるいは、フィン底部の間隔が極端に広い形状は、充満し難い傾向にあることが推定される。

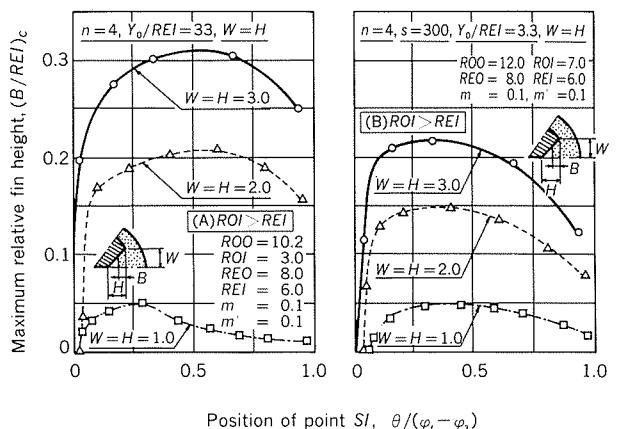


Fig. 11 Effects of the geometry of plug and the width at root of fin on the maximum fin height.
(A) Expanding process (B) Shrinking process

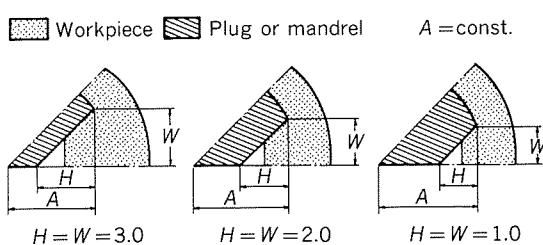


Fig. 9 A model to express the geometry of fin 1.
(Width at root of the fin)

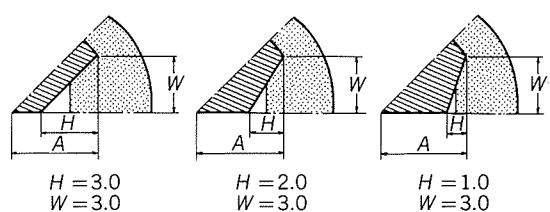


Fig. 10 A model to express the geometry of fin 2.
(Top angle of the fin)

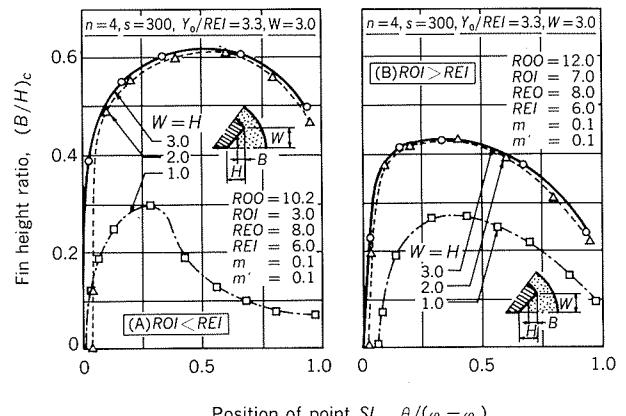


Fig. 12 Effects of the geometry of plug and the width at root of fin on the fin height ratio.
(A) Expanding process (B) Shrinking process

(2) フィン角度の影響

Fig.13 (A) に拡管タイプの場合、また、Fig.13 (B) に縮管タイプの場合の、 $\theta / (\phi_f - \phi_s)$ と $(B/REI)_c$ の関係を示す。(A), (B) ともに H が大きい程、 $(B/REI)_c$ の値は大きく、充満しやすい傾向にあることがわかる。これも、(1)で述べた内部仕事率の減少率の影響に大きく起因していると考えられる。Fig.14 (A), (B) は、それぞれ Fig.13 (A), (B) の縦軸を $(B/H)_c$ とした場合の図である。今回の解析条件の範囲では、(A), (B) とともに、 H は大きい方が、すなわちフィン角度は小さな方が充満率は高い傾向を示している。

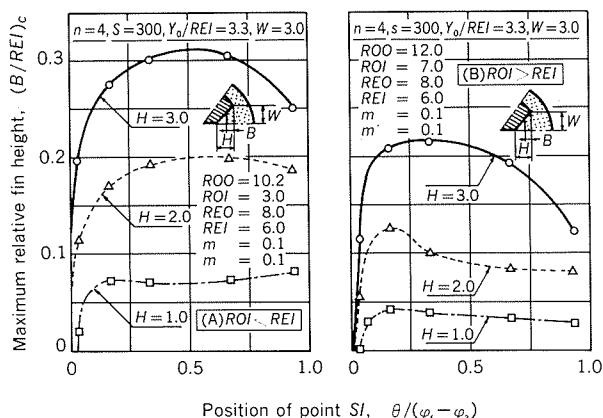


Fig. 13 Effects of the geometry of plug and the top angle of fin on the maximum fin height.
(A) Expanding process
(B) Shrinking process

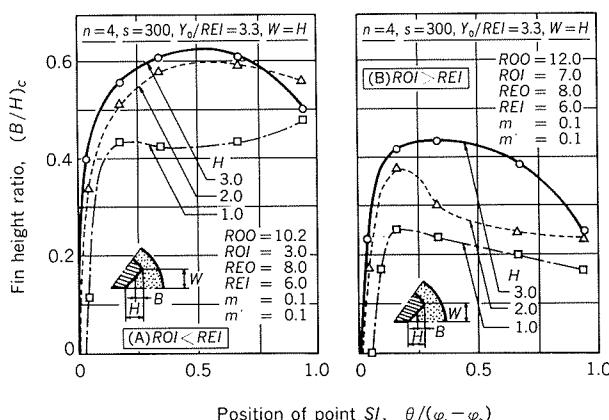


Fig. 14 Effects of the geometry of plug and the top angle of fin on the fin height ratio.
(A) Expanding process
(B) Shrinking process

6. 実験との比較

前章では、フィン部への被加工材の充満限界に及ぼす各条件因子の影響について、系統的に調べたが、この章では、簡単な引抜き実験を行い、解析結果と比較するこ

とにより、解析手法と開発したモデルの妥当性と信頼性を調査した。

6.1 実験条件

実験には、円筒形のストレート溝付きプラグを用い、外表面及び内面の潤滑油には、高粘度の鉱物油を用いた。条件因子としては、ダイス全角（ダイス・プラグ長さに対応）と原管肉厚（リダクションに対応）を取り上げた。それらの各条件とその他一定とした条件の一覧をTable 2 に示す。

Table 2 Tested condition of drawing.

| Symbol | Raw tube size (mm) | Die angle (deg.) | Product size (mm) |
|--------|------------------------|------------------|--------------------------------------|
| A | 21° × 2.0 ^t | 25 | |
| | | 16 | |
| | | 12 | |
| | | 8 | |
| B | 21° × 2.5 ^t | 25 | 17.5 ^a × 1.0 ^h |
| | | 16 | × 1.6 ^t |
| | | 12 | (n=15) |
| | | 8 | |
| C | 21° × 3.0 ^t | 25 | |
| | | 16 | |
| | | 12 | ※1 |
| | | 8 | ※1 |

※1 Break down because of overloading.

6.2 解析に際しての近似

(1) 塑性域の近似： 実験では、円筒形のプラグを用いたので、実際の塑性域は、Fig.15左に示すように軸方向において、空引き部（被加工材とプラグが非接触）と芯引き部（被加工材とプラグが接触）の二つの領域に分割される。

塑性域を二つに分割しての解析も可能ではあるが、今回は簡単のため、Fig.15右に示すように、プラグ面が軸方向に若干の傾斜を持つものとし、一つの塑性域として近似した。

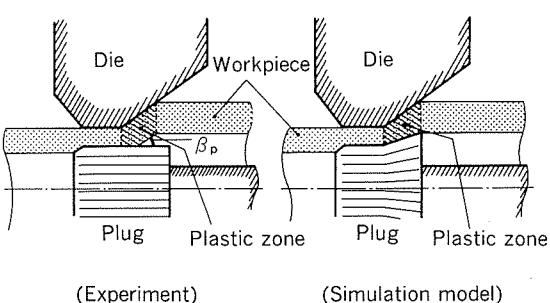


Fig. 15 The modified plastic zone in the calculation.

(2) フィン形状の近似： 実験に用いたプラグのフィン形状は、曲面で結ばれた複雑な形状であるが、このままでは、取り扱えないので、Fig.16に示すように、 $(\alpha_1 + \alpha_2)/2 = \alpha$ となるようなフィン頂点角度を持つフィン形状で近似した。

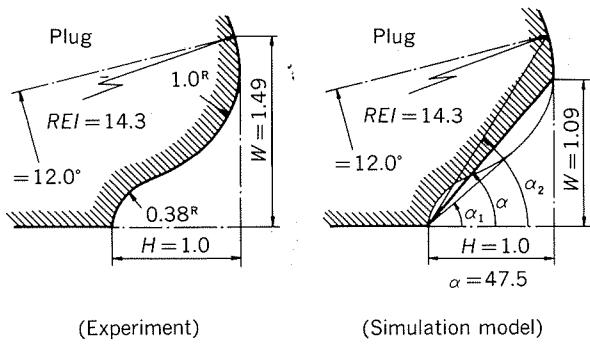


Fig. 16 The modified geometry of fin in the calculation.

(3) その他： プラグ面及びダイス面の摩擦定数は、ともに0.2で一定とした。本解析では、ダイス面の摩擦抵抗を $\tau = m \cdot \sigma_0 / \sqrt{3}$ としているので、 $m = 0.2$ の場合 $\tau = 0.115 \cdot \sigma_0$ となることを意味している。一方、今回の実験条件において、素管の断面積 A_0 と、ダイス面を引抜き方向に垂直な面に投影した投影面積 B_0 、及び押出し加圧力 p を用いて、単純な引抜き方向の釣合いを考えると、平均的なダイス面圧 q は次のようになる。

$$q = p \times A_0 / B_0 \approx (1.15 \sim 1.60) \cdot p \quad (4)$$

ダイス面上での摩擦抵抗 τ を一般的に用いられる摩擦係数 μ を用いて表すと、 $\tau = \mu \cdot q$ である。ここで、上述の $\tau = 0.115 \cdot \sigma$ と式(4)及び計算により得られている p / σ_0 の値($= 0.8 \sim 0.9$)を用いて、 μ を逆算すると $\mu = 0.08 \sim 0.12$ を得る。冷間加工において、一般的にいわれている $\mu = 0.05 \sim 0.10$ よりは若干大きいもののほぼ妥当な値といえる。なお、実験に用いた被加工材は、純銅軟質材であり、加工硬化があるが、解析では加工硬化分も含めて変形抵抗一定として近似した。また、フィン部キャビティへ流入した被加工材の先端形状は、円弧で近似したモデルを用いて行った。

6.3 実験結果と解析結果の比較

Fig.17~19に、それぞれ条件A, B, Cの場合のフィン先端部の形状を示す。なお、図中の太い実線と太い破線は、各実験でのプラグ形状と製品形状であり、細い実線と細い破線は、各解析でのプラグ形状と製品形状を示している。更に、実験で得られた内面フィン付き管の断面外観写真を並べて示してある。

また、実験結果と解析結果の定量的な評価は、充満率 $(B/H)_c$ で行っており、ダイス全角、リダクションの影

響に関して整理するとFig.20となる。ここで、○は解析値、●は実験値である。

リダクションに関しては、リダクションの高い方が $(B/H)_c$ は高く、充満しやすい傾向にある。ダイス全角に関しては、Red.25 %を除いて、実験値と解析値の傾向には良い対応が見られる。定量的な面から見れば、全体的に解析結果の方が、充満率を過大評価しているが、Red.25%を除けば、良好といえる。

全体としての誤差は、解析において、①幾つかの近似を用いてモデル化を行ったこと、②加工硬化を考慮していないこと、③摩擦定数の影響について詳細に調べていないこと、などによるものと考えられる。また、Red.25 %において、定量的にも、また、ダイス全角の影響する傾向に関しても、良好な結果が得られなかったのは、実験では、大きなバルジ変形が生じなかったのに対し、解析では、大きなバルジ変形の生じるモデルを用いたためと考えられる。

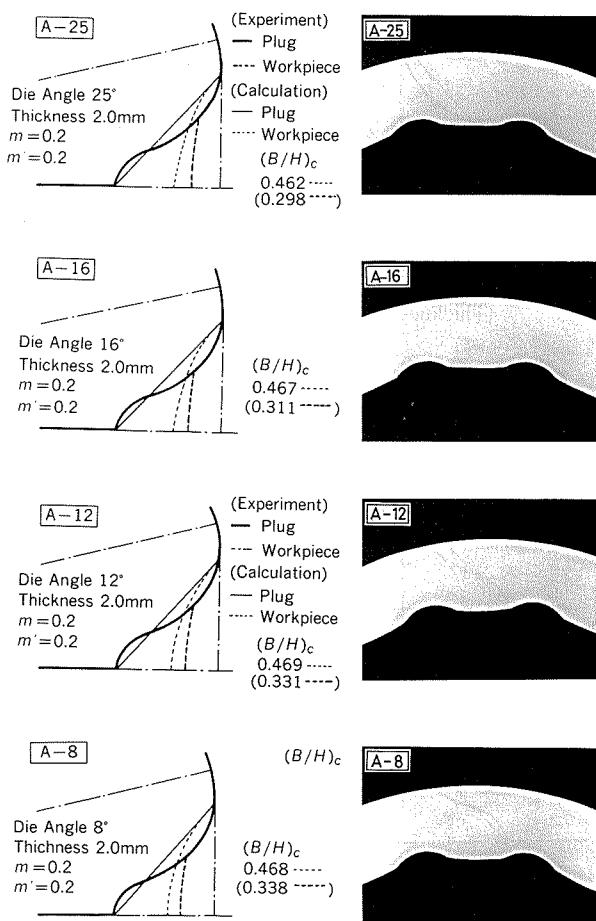


Fig. 17 Comparison of the calculated result with the experimental measurement with respect to the cross-section of drawn product.
(Thickness of raw tube = 2.0 mm)

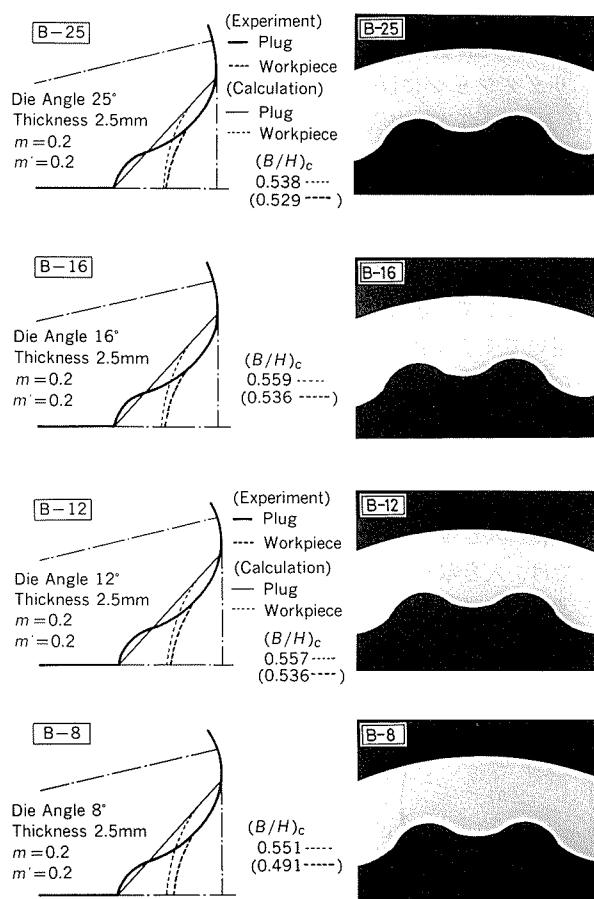


Fig. 18 Comparison of the calculated result with the experimental measurement with respect to the cross-section of drawn product.
(Thickness of raw tube = 2.5 mm)

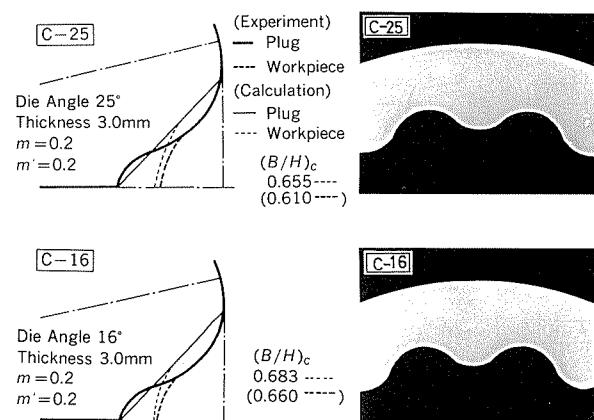


Fig. 19 Comparison of the calculated result with the experimental measurement with respect to the cross-section of drawn product.
(Thickness of raw tube = 3.0 mm)

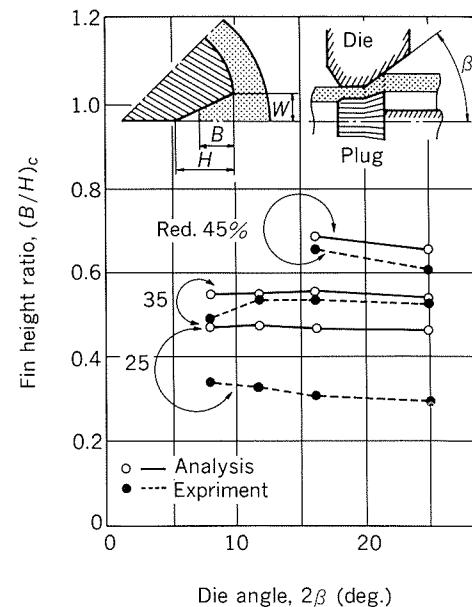


Fig. 20 Effects of the die angle and the reduction on the fin height ratio.

7. まとめ

本報では、非軸対称断面を有する管材の押出し・引抜き加工に関する一般的三次元動的可容速度場を用いて、工具孔形への被加工材の充満限界を推定する解析手法を示し、更に、内面フィン付き管解析モデルを開発した。このモデルを用いて、被加工材の工具孔形への充満限界に及ぼす各条件因子（工具形状、素管寸法、製品寸法、摩擦定数等）の影響について、詳細な検討を行った。更に、引抜き実験を行い、解析結果と比較検討を行った。結果は妥当性のあるものであり、被加工材の充満限界が予測可能であることを明らかにした。特に、現在、実加工において、引抜き加工のみでの製造が困難とされている内面フィン付き管に関して、引抜き加工による製造の可能性への足掛りと多くの有用な知見を得た。

文 献

- 1) 例えば；高橋常利、山下義人、沖中忠之、田村克郎、中村祥啓：昭56春塑加講論、(1981), 431.
- 2) 例えば；田中 浩、佐藤 優、吉田一也、小泉誠司、片桐英昭：昭57春塑加講論、(1982), 312.
- 3) M. Kiuchi, H. Kishi, and M. Ishikawa : Proc. 22nd Int. Mach. Tool Des. Conf., (1981), 523.
- 4) 木内 学・石川政和：塑性と加工, 25 (1984), 604.
- 5) 木内 学・飯島茂男・星野倫彦：塑性と加工, 29 (1988), 151. 及び本誌, 29 (1988), 266.
- 6) 木内 学・飯島茂男・星野倫彦：塑性と加工, 29 (1988), 356. 及び本誌, 30 (1989), 18.

論文

有機カルボン酸を含む湿潤環境における
銅管の蟻の巣状腐食*

能登谷 武 紀** 浜 元 隆 夫***
河 野 浩 三***

Formicary Corrosion in Copper Tubes in
Wet Atmospheric Conditions

Takenori Notoya, Takao Hamamoto and Kozo Kawano

住友軽金属工業株式会社技術研究所

有機カルボン酸を含む湿潤環境における 銅管の蟻の巣状腐食*

能登谷 武 紀** 浜 元 隆 夫***
河 野 浩 三***

Formicary Corrosion in Copper Tubes in Wet Atmospheric Conditions

Takenori Notoya, Takao Hamamoto and Kozo Kawano

Uniform oxidation is the most common type of corrosion of copper tubes in refrigerating and air-conditioning units. Recently an unusual type of corrosion, "Formicary corrosion", has been reported in such copper tubes at the final leakage test before shipment of those units or in the extremely short running after installation. The corrosion is characterized by complicated microscopic caverns of porous copper oxide connected by tunnels. The microcaverns have voids and microcracks and the surface of the copper tubes is tarnished greyish-brown or blue-violet without bulky corrosion products and shows no obvious defects indicating the leaks. Twenty one cases of such premature failures of copper tubes discovered during the four years from 1984 to 1987 are shown in Table 1. In a few cases carboxylic acids may have been the corrosive media, because formic and acetic acids were detected in the atmosphere where the copper tubes were placed. Experiments produced similar corrosion after copper tubes were exposed to a humid oxygen atmosphere with small amounts of carboxylic acids for a few months. The carboxylic acids were formic acid, acetic acid, propionic acid, and n-butyric acid. The mechanisms of propagation of the corrosion and preventive measures are presented.

1. 緒 言

銅管の腐食は、一般に、潰食、孔食及び腐食疲労などに分類されるが、最近、これらとは全く異なる形態の腐食が空調冷凍機器配管などに見出されている。

この腐食孔は、肉眼では発見し難いほど微小であるが、管断面腐食部を観察すると、方向が一定でない微細なトンネルが連なり、その内部には、銅酸化物が詰まっているのが特徴である。この腐食形態が、土中にトンネルを堀って造られた蟻の巣と似ていることから、蟻の巣状腐食 (Formicary corrosion) と名付けられている¹⁾。この腐食の近傍の管表面は、灰褐色または青紫色に変色した程度で、通常、銅配管に発生する孔食のような緑青色のかさぶた状腐食生成物は認められない。また、この蟻

の巣状腐食と類似した腐食は、銅以外の合金にも見出されており、“枝分れ孔食”²⁾や“方向性腐食”³⁾と呼ばれている。

この蟻の巣状腐食は、短期間で進行し、貫通に至るため、空調機器の組立加工後、出荷前の銅管漏洩検査時や出荷後の使用初期に発見されることが多い。この種の腐食事故は、10数年前から散発的に経験されていたが、5、6年前から件数は少ないけれども国内ばかりではなく、国外においても報告されている。蟻の巣状腐食は、まず、Edwardsら²⁾によって紹介された。この事例は、外径19 mmの空調銅管に発生したもので、空調機の出荷前の漏洩試験で異常は発見されず、客先で12か月保管後の検査において多数のピンホール状欠陥からの漏洩が認められたものである。

山内ら¹⁾は、従来経験された25件に及ぶ蟻の巣状腐食事例をまとめ、腐食の要因を推定すると共に、再現試験により腐食促進物質を確認した。蟻の巣状腐食による漏

* 腐食防食'88（昭和63年5月18日、於・横浜市）で一部発表

** 北海道大学工学部、工学博士

*** 技術研究所金属材料研究部

洩事故は、いずれも冷凍空調機器に組込まれたりん脱酸銅管に生じており、この腐食は、機器組立て加工中の特殊な条件、特に、有機溶剤と水とが共存する環境で発生したものと考えられた。腐食促進物質としては、銅管の脱脂洗浄剤として用いられる塩素系有機溶剤の分解生成物、すなわち、塩酸とホスゲン (COCl_2) であると述べている。

本報では、その後(1984年以降)の事例をまとめ、それに基づいて有機カルボン酸を含む湿潤雰囲気における再現試験結果から腐食機構を推定するとともに、防止対策を述べる。

2. 蟻の巣状腐食事例

1983年以前の事例については、既に紹介されている¹⁾。Table 1に、1984年1月以降に調査した事例を示す。

これらの事例によると、山内ら¹⁾の見出したようなトリクロルエタン等の有機溶剤が推定される他に、No.10の酢酸及びNo.13の蟻酸等の有機酸が原因と考えられるものが含まれている。No.10の事例は、飲食店(寿司店)のショーケース冷却用銅管に発生したもので、使用環境から酢酸に疑いが持たれた。No.13の事例は、FRP製給湯タンク内底部に組込まれた銅管に発生したものである。製品の出荷前漏洩検査では合格し、1年間保管後の再検査で漏洩が発見された。このとき、タンク内に残存していたドレン水から蟻酸が検出されている。以上の有機酸

が腐食媒と推定された2件の事例の内、No.10の詳細を以下に説明する。

この熱交換器には、外径9.52mm、肉厚0.8mmのりん脱酸銅管(JIS H3300, C1220)が組込まれていたが、使用1年11か月で漏洩事故を起こした。漏洩源は、管外面から内面に向って進行した蟻の巣状腐食であった。この腐食は数か所の、いずれもU字状に曲げられた部分(ヘアピン曲げ部及びリタンベンド部)に発生していた。

(1) 外面状況

腐食部の外面状況をFig. 1に示す。銅管のU曲げ部外側の外面は、全体が褐色の酸化皮膜で覆われていたが、所々、この皮膜がまだらに剥離しており、この部分に微小侵食孔が認められた。侵食部に堆積物やスケール形成は認められなかったが、その他の部分には青緑色のスケールが薄くまだらに付着していた。ただし、このスケールの下面側には、腐食は生じていなかった。

(2) 断面状況

侵食部の断面は、Fig. 2に示すように肉厚内部で複雑に入組んでおり、外面から内面に向って生じた間口の広い蟻の巣状腐食であった。腐食部並びにその他の部分の金属組織に、異常は認められなかった。

腐食部のEPMA測定により、腐食孔内部からは、C, O, Cuが検出され、わずかにS, F, Clも検出された。状態分析による確認ができなかったが、Cは、もし、有機酸に起因したものであれば、S, F, Clと同様に腐食媒となり得る元素である。Cl, Fについては、管内に封入さ

Table 1 Cases of premature failure by unusual type of corrosion.

| No. | Date | Application | Service life (year) | Dimensions(mm) ⁽¹⁾ OD T | Attack from I or O ⁽²⁾ | Corrosives |
|-----|---------|-----------------|---------------------|---------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| 1 | 1984.1 | Heating pipe | 3 | 12.7 0.6 | I | Unknown |
| 2 | 1984.1 | Cooler | 2 | 10 0.4 | O | Unknown |
| 3 | 1984.10 | Coolant pipe | 0 | 9.5 0.8 | O | Unknown |
| 4 | 1985.3 | Heat exchanger | — | 15.9 1.2 | I | Organic solvent |
| 5 | 1985.9 | Refrigerator | 6 | — — | O | Unknown |
| 6 | 1986.2 | Heating pipe | 3 | 8 — | O | Rubber |
| 7 | 1986.5 | Heating pipe | 3.8 | 8 0.5 | I | Unknown |
| 8 | 1986.5 | Hot water pipe | 0.5 | 15.9 0.7 | O | Freon |
| 9 | 1986.6 | Hot water pipe | 0.3 | 15.9 0.7 | O | Freon |
| 10 | 1986.7 | Cooling unit | 1.9 | 9.5 0.8 | O | Acetic acid |
| 11 | 1986.7 | Cold water pipe | 3.4 | 22.2 0.8 | O | Unknown |
| 12 | 1986.7 | Heating pipe | 0.6 | 8 — | O | Unknown |
| 13 | 1986.7 | Heat exchanger | 0 | 9.5 — | O | Formic acid |
| 14 | 1986.10 | Heating pipe | 0 | 9.5 0.7 | O | Unknown |
| 15 | 1986.11 | Air conditioner | 2 | 9.5 0.4 | O | Unknown |
| 16 | 1987.7 | Air conditioner | Manufacturing | 9.5 — | I | Trichloroetane |
| 17 | 1987.8 | Heating pipe | 0 | 8 — | O | Antifreeze |
| 18 | 1987.9 | Refrigerator | 5 | 6 — | O | Unknown |
| 19 | 1987.11 | Air conditioner | Manufacturing | 9.5 0.3 | I | Trichloroethane |
| 20 | 1987.11 | Air conditioner | 0 | 9.5 0.4 | I | Trichloroethane |
| 21 | 1987.12 | Heat exchanger | 0.1 | 20 1.1 | I | Unknown |

⁽¹⁾OD : outer diameter, T : thickness ⁽²⁾I : inside, O : outside

れていたフロンR22によるものと考えられた。フロンR22は銅管に対しては腐食性がなく、また、腐食が外面から進行していることから、F並びにClがこの腐食に関与していたとは考え難い。また、Sも腐食媒として疑われたが、その侵入経路を明らかにすることはできなかつた。本事例以外にも寿司店における蟻の巣状腐食の漏洩事故が数例見られることから、熱交換器製造時に生じた腐食とは考え難く、使用環境に含まれる微量の有機酸、特に酢酸が原因と推定された。



Fig. 1 Surface appearance of a "hair-pin" section of the copper tube. (magnification 5×)

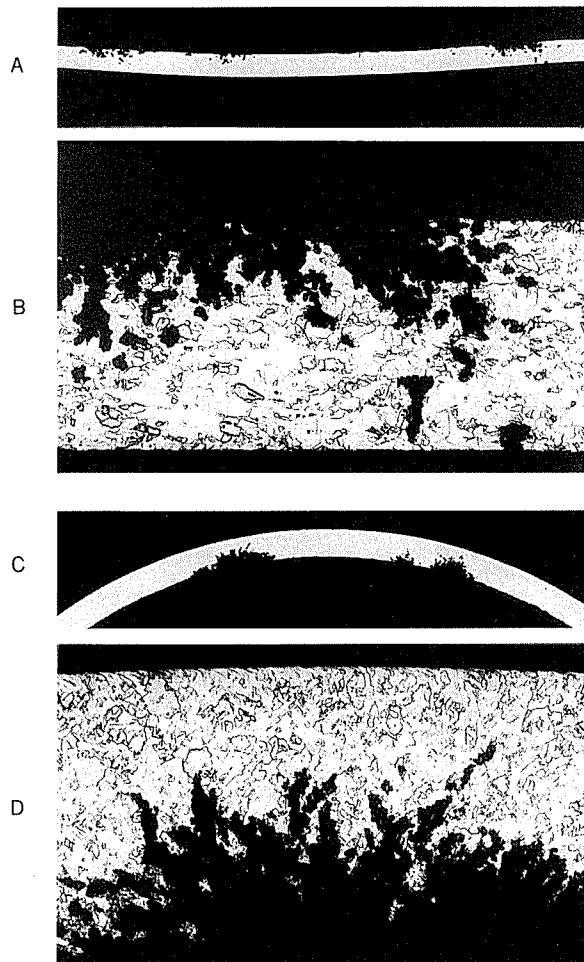


Fig. 2 Cross section of "hair-pin" sections.

A, C : as polished $\times 10$
B, D : as etched $\times 100$

3. 蟻の巣状腐食再現試験

3.1 実験方法

供試材には、外径9.52mm、肉厚0.4mm、長さ100mm、のJIS H3300 C1220りん脱酸銅管の軟質材を用いた。これをFig. 3に示すように内径12.5mm、長さ100mm、のガラス製試験管内に入れ、 $10^{-4} \sim 10\text{ vol\%}$ の蟻酸、または直鎖アルキルカルボン酸を含む100ml水溶液、並びに比較用に同量の純水のみを入れた密閉容器（内容積1l）内で、供試材と気化した酸溶液とのみ接するように曝露させた。この容器内には実験開始時にのみ酸素ガスを微量吹き込み、15~20°Cの室温で約4か月間放置した。

Air-tight bottle
1000 ml

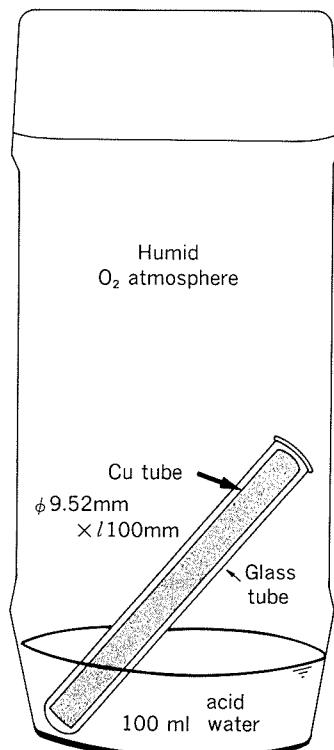


Fig. 3 A glass vessel for reproducing formicary corrosion in copper tubes.

3.2 実験結果及び考案

3.2.1 供試材の変色状況

供試銅管の変色状況は、いずれの種類のカルボン酸についても1vol%濃度の場合、管の最上部（試験管入口部）の湿潤酸素霧囲気に触れた箇所から数日以内に金属光沢を失い始め底の方へ向って、時間の経過と共に次第に暗紫色に変わった。この変色速度は、蟻酸が最も速く、カルボン酸中のアルキル基の炭素数が多い程遅かった。この順序は、有機カルボン酸の酸強度を表わす解離定数 K_a の順序と一致する。すなわち、25°Cにおける蟻酸、

酢酸、プロピオン酸、n-酪酸の pK_a ($= -\log K_a$) の値は、各々、3.77, 4.76, 4.87及び4.82であり⁴⁾、蟻酸の解離定数のみが一桁大きい。一方、これらの酸アニオンと銅との安定度定数 K の対数は、各、1.98, 2.24, 2.22及び2.14であり、錯体の安定度は、ほぼ同一と見なせる。

また、この銅管表面の変色速度は、溶液中の酸濃度と共に増大する傾向があった。供試管の上部の試験管入口近傍の変色は、 10^{-1}vol\% 蟻酸溶液の場合、約2か月で、全面が灰紫色に变成了のに対し、 10^{-2}vol\% では、全表面の約1割程度、 10^{-3}vol\% では最上部の極く微小部分のみ変色したに過ぎなかった。ただし、この微小部分にも蟻の巣状腐食が認められた。 10^{-4}vol\% 蟻酸溶液の場合には、蟻の巣状腐食は観察されなかった。腐食の進行速度は、 10^{-1}vol\% 蟻酸の場合、2か月間で肉厚0.4mmの銅管に貫通孔を生じる程速かった。

1vol\% の蟻酸、酢酸、プロピオン及びn-酪酸水溶液においては、試験管入口近傍の供試材最上部に、酸の種類によって色調の異なる青色～青緑色の腐食生成物が、約1か月で生成し、さらにこの腐食部近傍に、各々の酸に特有な形態の局部腐食が認められた。一方、n-吉草酸($\text{C}_4\text{H}_9\text{COOH}$)及びオクタン酸($\text{C}_7\text{H}_{15}\text{COOH}$)の場合には、表面に緑色の密着性の優れた薄膜が生成した。その皮膜下には、局部腐食は認められなかった。蟻の巣状腐食は、酸濃度が 1vol\% より小さい場合にのみ観察され、

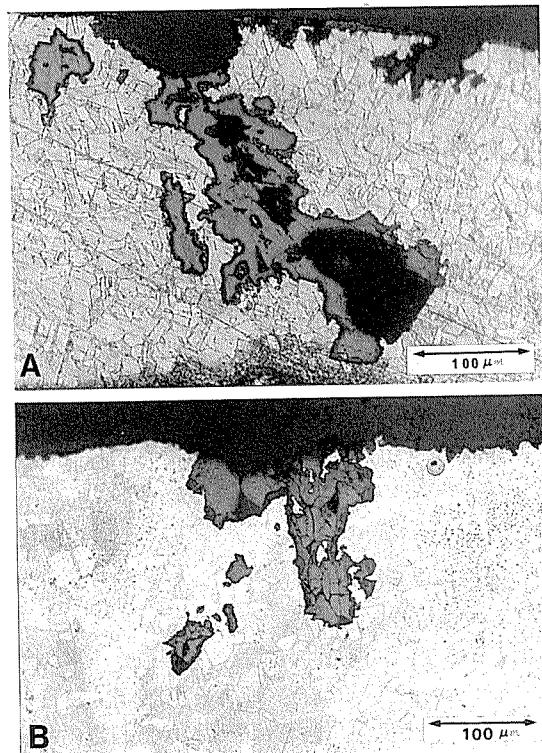


Fig. 4 Cross section of copper tube exposed to humid O_2 over 1 vol% formic acid solution at room temperature for 125 days. (A) showing presence of voids and Cu_2O and (B) microcracks in porous Cu_2O .

酸濃度が高くなると全面溶解の徵候を示した。

カルボン酸水溶液における銅の全面溶解速度は、短期間では、酸強度に依存するが⁵⁾、長期間では、表面への酸素の供給速度が律速となる。10日間の浸漬試験の結果、1vol%蟻酸、プロピオン酸及びn-酪酸溶液における銅の平均溶出速度は、各々、0.221, 0.198, 0.206, 及び0.216 mg/cm²·hであった。蟻酸1vol%溶液中の湿潤酸素雰囲気に125日間曝露した銅管の断面をFig. 4のA及びBに示す。腐食孔は、表面近傍に生成した微小ピットから成長するが、その方向は、必ずしも重力方向とは限らず、Aでは右斜下方向である。内部には、多孔性のCu₂Oが詰まっており、その中心部に空洞が認められる。BではCu₂Oにき裂が入っており、き裂先端部がアノード溶解の起点と見なされる。き裂の方向は、熱による膨張及び収縮の回数、腐食孔内形状、腐食生成物量及び腐食性電解質の量などによって決定されるものと考えられる。腐食孔内部のCu₂Oのき裂方向の無秩序さは、蟻の巣状腐食の断面形状の複雑さに反映されている。

蟻酸の場合の腐食孔断面が、アメーバ状の広がりを示すのに対し、酢酸ではFig. 5に示すように、半球形状の

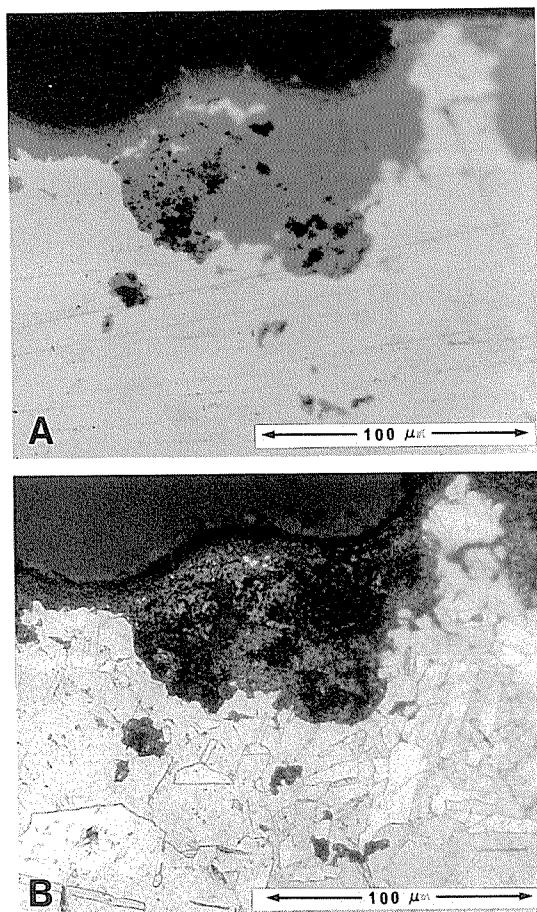


Fig. 5 Cross section of copper tube exposed to humid O_2 over 1 vol% acetic acid solution at room temperature for 125 days. A : as polished, B : as etched.

孔食から進展した型のものが多い。写真Aに認められるように、腐食生成物には、蟻酸の場合と同様、微小な空洞が認められる。

プロピオン酸及びn-酪酸による腐食形態をFig. 6とFig. 7にそれぞれ示す。両者の場合は、微細な腐食孔の集合が認められた。これらの腐食孔は、結晶粒界に沿っているものと、そうでないものとが存在する。いずれも、腐食孔には、多孔性のCu₂Oが詰まっていた。

なお、これらのカルボン酸の他に、ホルムアルデヒドを含む湿った雰囲気においても、蟻の巣状腐食が再現された。

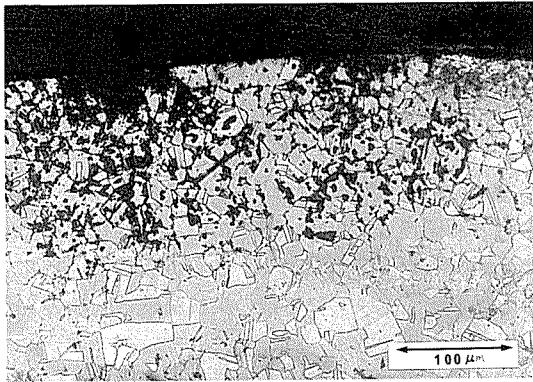


Fig. 6 Cross section of copper tube exposed to humid O₂ over 1 vol% propionic acid solution at room temperature for 125 days.

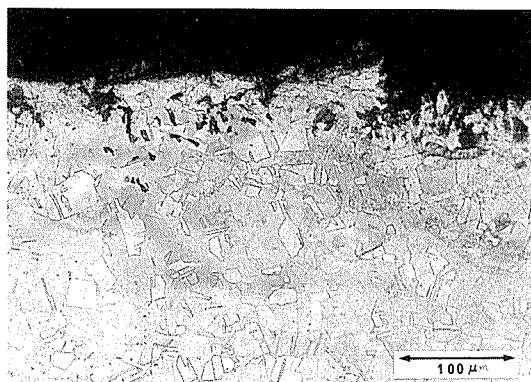


Fig. 7 Cross section of copper tube exposed to humid O₂ over 1 vol% n-butyric acid solution at room temperature for 125 days.

4. 蟻の巣状腐食発生機構

蟻の巣状腐食は、孔食に類似した局部腐食の1種であり、腐食促進物質により、アノード溶解を起こすミクロアノードと、還元反応を起こすマクロカソードの組合せにより説明される。この腐食が、いずれも湿った雰囲気中で生じていることから、アノード反応は、銅から微

量の水への銅イオンとしての溶出であり、カソード反応は酸素還元反応であると推定される。腐食媒としては、現在のところ、有機塩素化合物の分解生成物¹⁾、有機カルボン酸の他、潤滑剤からのふっ化物イオン、銅管のろう付に使用するほうふっ化物系フラックス⁵⁾及びフロンガスなどが予想されている。これらは、製造工程で既に表面に付着していたものと、使用後、環境から取込まれたものに分けられる。カルボン酸は後者である。

微量のカルボン酸を含む溶液中では、銅の溶解と銅酸化物の生成が同時に進行する。例えば、25°Cの酸素飽和10⁻³モル蟻酸溶液中で、銅表面は、灰色に変化しつつ溶解する。蟻の巣状腐食は、このような条件下で進行するものと思われる。また、ブロンズ病⁶⁾と類似の過程により進行するのであろう。

通常、銅管の表面は、薄い保護性の酸化第一銅皮膜で覆われているが、

- (1) 酸化皮膜の不連続点などの弱点部が、有機カルボン酸により侵食される。
 $Cu \rightarrow Cu^{(I)} + e$
- (2) カルボン酸イオンと銅イオンが錯化合物を形成する。
 $Cu^{(I)} + X^- \rightarrow Cu^{(I)} X$
(X : HCOO⁻, CH₃COO⁻, C₂H₅COO⁻, C₃H₇COO⁻など)
- (3) 銅錯化合物は、酸素により酸化され、Cu₂O及びカルボン酸第二銅錯体を生成する。
 $4Cu^{(I)} X + \frac{1}{2}O_2 \rightarrow Cu_2O + 2 Cu^{(II)} X_2$
Cu₂Oの生成に伴う体積膨張によるくさび効果によって腐食孔内壁の弱点部に微細割れを生じる。
- (4) 生成したカルボン酸第二銅錯体は、再度、割れによる新生面を侵食することにより、カルボン酸第一銅錯体を生成する。
 $Cu^{(II)} X_2 + Cu \rightarrow 2 Cu^{(I)} X$

これらの反応が繰り返される。Cu₂Oは、酸素還元によって生じたOH⁻が腐食孔内pHを高めることにより、カルボン酸錯体を分解し、Cu(OH)₂を経て生成する経路も考えられる。腐食孔内弱点部は、鉄やりんなどの微量不純物濃度の比較的高い粒界の可能性も考えられるが、侵食起点は、必ずしも粒界とは限らないようである。湿潤環境であっても、その物理的構造から、腐食孔内への水の供給は制限される。したがって、侵食経路の幅は制限され、微細なものとなる。松岡ら⁵⁾により、この腐食が、毛細管力の影響を受けることが指摘されている。しかし、腐食生成物や多孔性Cu₂O粒子が水分を吸収し、それを食孔内部へ導く過程では毛細管力の影響が考えられるが、毛細管力がこの型の腐食の推進力とはなり得ない。凝縮水程度の水が腐食媒のキャリアとなることから、腐食の起点は、必ずしも重力方向とは限らず、銅管内外表面のあらゆる場所が起点となる可能性がある。一方、酸素は、温度の高低の繰返しによるポンプ作用によって、

容易に腐食孔内へ侵入できる。この酸素は、腐食孔内部に生成した第一銅錯体を酸化するとともに、内部に生成したCu₂O表面で還元されることにより、腐食は更に促進される。したがって、カソード還元反応面は、外表面だけでなく、腐食孔内部にも存在すると考えられる。腐食孔内壁に生成したCu₂Oの微細割れは、雰囲気の乾湿の繰返し及び銅管の残留応力によって加速されるであろう。

5. 防止対策

蟻の巣状腐食防止対策としては、安定な有機溶剤の使用、適切なインヒビターを含有した有機溶剤の選択及び脱脂後の十分な水洗と直ちに乾燥することが重要である。蟻の巣状腐食を経験した空調機器製造会社の工程 (Fig.

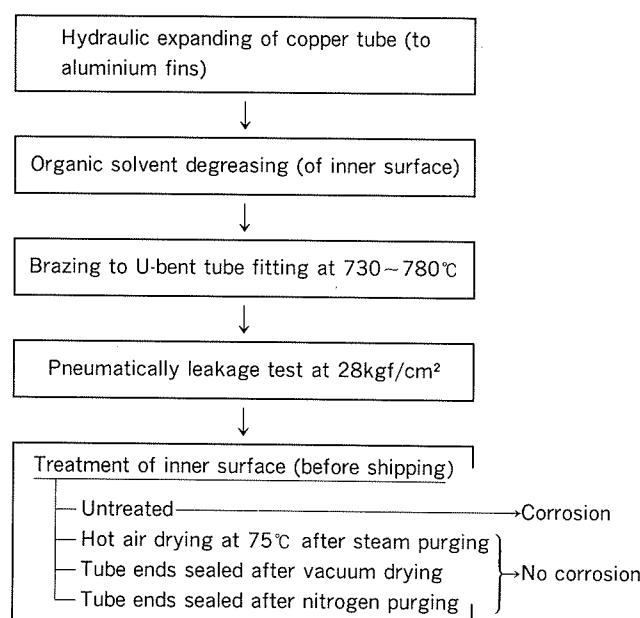


Fig. 8 Improvement of manufacturing process of air conditioner.

8 参照) を検討した。その結果、アルミフィン材へ銅管を膨管密着させる時に使用する潤滑油を塩素系有機溶剤で除去するが、この工程後の銅管の内面処理方法により、腐食を防止できることが判明した。すなわち、真空乾燥または窒素ガス封入のいずれかにより、有機溶剤の残渣を完全に除去するか、あるいは、管内面に酸素が供給されない状態にしておくことにより、腐食を防止できる。有機酸による腐食は、水分との共存下で発生しているため、銅管を水分から遮断する対策を探ることが望ましい。

6. 結論

(1) 1984年から1987年の4年間に発見された銅管の蟻の巣状腐食事例21件を紹介すると共に、その防止対策を示した。事例の中には、腐食媒が有機カルボン酸であると推定されたもの2件が含まれている。

(2) 微量の蟻酸、酢酸、プロピオン酸またはn-酪酸を含む湿った環境において、銅管に蟻の巣状腐食を再現することができた。腐食形態は、カルボン酸の種類により異なるけれども、いずれも蟻の巣状腐食と同類の局部腐食と考えられる。

(3) 蟻の巣状腐食機構は、銅の錯体形成反応に引続く銅酸化物生成反応と酸素還元反応との組合せによる局部電池作用で説明することができる。

文獻

- 1) 山内重徳、永田公二、佐藤史郎、下野三樹雄：本誌、25(1984), 1.
- 2) J. O. Edwards, R. I. Hamilton and J. B. Gilmour : Mat. Perform., 16-9 (1977), 18.
- 3) R. A. Corbett, W. S. Morrison and D. F. Bickford : ibid., 26-2 (1987), 40.
- 4) R. Ringbom : (田中信行、杉晴子訳), 錯形成反応, 産業図書 (1963).
- 5) 松岡宏昌、松永義弘、光本誠一、関肇：防食技術, 36 (1987), 696.
- 6) 能登谷武紀 : ibid., 35 (1986), 742.

論文

アルミニウム深絞りカップのしごき
加工性に及ぼす材料表面条痕の影響*

疋田達也** 竹島義雄**

Effect of the Surface Streaks on Ironing
Formability of Aluminium Deep Drawn Cup

Tatsuya Hikida and Yoshio Takeshima

住友軽金属工業株式会社技術研究所

アルミニウム深絞りカップのしごき 加工性に及ぼす材料表面条痕の影響*

疋田 達也** 竹島 義雄**

Effect of the Surface Streaks on Ironing Formability of Aluminium Deep Drawn Cup

Tatsuya Hikida and Yoshio Takeshima

The effect of surface streaks in different directions on ironing formability of aluminium drawn cup was investigated.

All test cups were drawn and ironed to erase the rolling streaks on the materials. Then some of the cups were given the surface streaks with surface roughness (R_a) of about $0.1 \mu\text{m}$ in two different directions (one is circumferential and the other is axial) by diamond paste polishing. The three kinds of cups, as-drawn, and with circumferential and axial streaks, were adopted for the ironing tests.

The circumferential streaks decreased the frictional coefficients and the axial stress, resulting in effective obviation of the tear-off and seizure of the cup wall. On the other hand, the axial streaks increased the frictional coefficients and stimulated the tear-off and the seizure.

1. 緒 言

アルミニウム缶のボディや複写機ドラムは、板材を深絞り加工した後しごき加工を行う、いわゆる、DI加工によって成形される。深絞り加工では、ポンチとダイスのクリアランスを板厚の1.3~1.5倍とするのが一般的である^{1) 2)}。この条件でアルミニウム板材を深絞り加工すると、カップの側壁には圧延条痕が残り、これにしごき加工を施すと、圧延条痕がしごき方向と直交する領域は平行な領域より焼付きにくいくことが多い。

そこで本報では、側壁全面に同時しごきがかかる条件で深絞り加工して、圧延条痕をいったん消去し、そのまま、及び、改めて円周方向または軸方向に研磨筋を付けた深絞りカップについてしごき試験を行い、しごき加工性に及ぼす材料表面条痕の影響を検討した。

2. 供試材及びしごき試験用カップ

供試材は、工業用純アルミニウム1100並びにアルミニウム合金3004、いずれも各O及びH18材で、板厚0.39mmのものを用いた。これらの化学成分をTable 1に、機械的性質及び表面粗さをTable 2に示す。

表面粗さ R_a は、1100-O及びH18が $0.30 \mu\text{m}$ 、3004-O及びH18が $0.28 \mu\text{m}$ でほぼ同等である。

Table 3に深絞り条件を示す。深絞り加工は、加工後のカップ側壁の圧延条痕が、全供試材について消去し得る最小の同時しごき率にて行った。深絞り加工のままのカップ及び、その外側面のみに円周方向または軸方向の研磨筋を付けたものをしごき試験用カップとした。円周方向研磨筋は、旋盤により一定速度で回転するカップに、

Table 1 Chemical compositions of test materials.

| Material | Chemical composition (wt%) | | | | | | |
|----------|----------------------------|------|------|-------|-------|-------|------|
| | Si | Fe | Cu | Mn | Mg | Ti | Al |
| 1100 | 0.15 | 0.59 | 0.07 | <0.01 | <0.01 | <0.01 | bal. |
| 3004 | 0.25 | 0.43 | 0.17 | 1.10 | 1.20 | 0.04 | bal. |

* 軽金属学会第75回秋期大会（昭和63年11月17日、於・東京都）にて発表

** 技術研究所応用研究部

Table 2 Mechanical properties and surface roughness of test materials.

| Material | Tensile properties | | | n-value | F-value (kgf/mm ²) | Surface roughness Ra(μm) |
|----------|---|---|------------------------|---------|-----------------------------------|--------------------------------|
| | Yield strength (kgf/mm ²) | Tensile strength (kgf/mm ²) | Elong- ation (%) | | | |
| 1100-O | 3.5 | 10.8 | 32 | 0.25 | 17.7 | 0.30 |
| 1100-H18 | 19.3 | 21.4 | 4 | 0.08 | 23.2 | 0.30 |
| 3004-O | 8.3 | 18.7 | 20 | 0.16 | 29.0 | 0.28 |
| 3004-H18 | 30.1 | 31.0 | 3 | 0.08 | 35.2 | 0.28 |

Table 3 Deep drawing conditions.

| | |
|--------------------------------|---|
| Punch | Material : SKD-11(H _R C60) Diameter : 33.05mm |
| Die | Material : SKD-11(H _R C60) Diameter : 33.68mm |
| Blank diameter | 60mm |
| Simultaneous ironing reduction | 19.2% |
| Drawing speed | 5mm/s |
| Lubricant | Paraffinic base oil (5119cSt,20°C) |
| Blankholder force | 200kgf |

Table 4 Ironing test cups.

| Test cup | Polishing direction | Surface roughness Ra (μm) |
|----------|---------------------|------------------------------|
| A | Non-polishing | 0.04 |
| B | Circumferential | 0.07 |
| C | Circumferential | 0.12 |
| B' | Axial | 0.07 |
| C' | Axial | 0.12 |

ダイヤモンドペーストを含ませた研磨布を押しあてるこ
とによって、軸方向研磨筋はこの研磨布をカップに押
しあて、軸方向に往復させることによって、それぞれ付け
た。研磨筋の粗さは、円周方向、軸方向とも二通りに変
えた。これらしごき試験用カップの側壁の表面粗さを
Table 4 に、外観をFig. 1 に示す。表面粗さは、深絞りの
ままのカップについては軸方向に、研磨筋を付けたカップ
については、研磨筋と直角方向に測定した。しごき試
験用カップは、深絞りのままをA、円周方向研磨筋を付
けたものをB、C、軸方向研磨筋を付けたものをB'、C'
とし、これらのうち表面粗さが小さい方をB、B'、大きい
方をC、C'、として区別した。

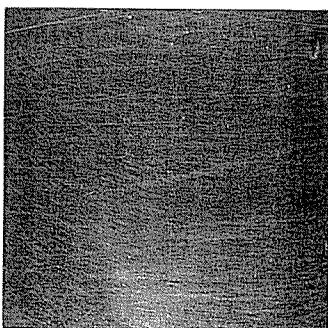
3. 試験方法

しごき試験には、頭部で二分割したポンチを用いて、
ポンチ力と摩擦分力を測定し、これらから工具と材料の
間の摩擦係数及びダイス出口部のカップ壁部応力を算出
した³⁾。

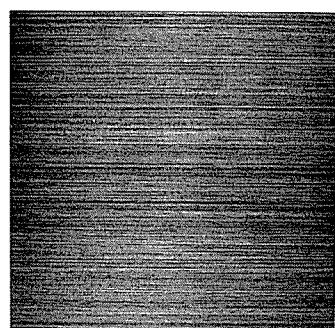
Table 5 にしごき試験条件を示す。この条件は、一般的
な条件で深絞り加工したカップが、しごき割れ及び焼
付を発生せずに加工し得るように選定し、試験個数は、
各条件につき 3 カップずつとした。

Table 5 Ironing test conditions.

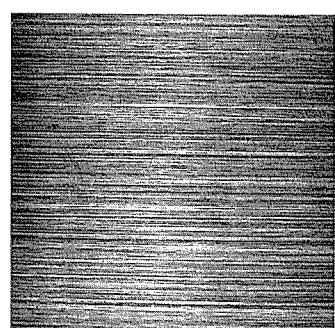
| | |
|-------------------|---|
| Punch | Material : SKD-11(H _R C60, Ra=0.08μm) Diameter : 33.0mm |
| Die | Material : SKD-11(H _R C60, Ra=0.06μm) Semi-angle : 4° Bearing length : 0.2mm |
| Ironing reduction | 37% |
| Ironing speed | 5mm/s |
| Lubricant | Paraffinic base oil (321cSt,20°C) |



(a) Test cup A : 0.04 μm Ra



(b) Test cup B, B' : 0.07 μm Ra



(c) Test cup C, C' : 0.12 μm Ra

Fig. 1 Appearances of test cup walls before ironing test.

4. 試験結果及び考察

しごき加工によって、一部にはしごき割れ、または焼付を発生したものがあり、その程度は、発生しなかったものを含めて大きく三つに分けられた。しごき割れに関しては、①割れない場合、②加工終期に先端の一部が破断した場合、③加工初期にカップ全周にわたって破断を生じた場合に分類し、その結果をTable 6に示す。焼付に関しては、Fig. 2に示すように①しごき面に焼付がない場合、②部分的に線上のむしれがある場合、③全面にむしれがある場合に分類し、その結果をTable 7に示す。

B及びCのカップについては、しごき割れ及び焼付が発生しなかったが、表面粗さが大きいCでは、しごき面

Table 6 Tear-off in ironed cup wall.

| Material | Test cup | | | | |
|----------|----------|-----|-----|-----|----|
| | A | B | C | B' | C' |
| 1100-O | ○○○ | ○○○ | ○○○ | ××× | ×× |
| 1100-H18 | △×× | ○○○ | ○○○ | ××× | ×× |
| 3004-O | ○○○ | ○○○ | ○○○ | ○○× | ×× |
| 3004-H18 | △△△ | ○○○ | ○○○ | ××× | ×× |

○: Non-tear-off
△: Partial tear-off
×: Entire tear-off

Table 7 Seizure in ironed cup wall.

| Material | Test cup | | | | |
|----------|----------|-----|-----|-----|----|
| | A | B | C | B' | C' |
| 1100-O | ××× | ○○○ | ○○○ | ××× | ×× |
| 1100-H18 | △×× | ○○○ | ○○○ | ××× | ×× |
| 3004-O | △△△ | ○○○ | ○○○ | ××× | ×× |
| 3004-H18 | △△× | ○○○ | ○○○ | ××× | ×× |

○: Non-seizure
△: Partial seizure
×: Entire seizure

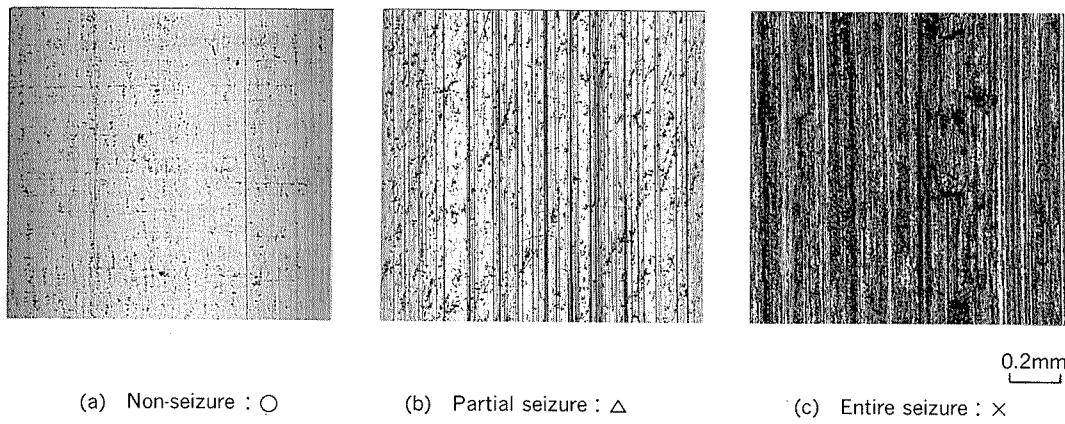


Fig. 2 Classification of ironed surfaces.

に研磨筋が残存した。一方、B'及びC'については、全てに全面焼付が発生し、3004-O以外は全数に全周割れが生じた。1100-O及び3004-Oは、Aにおいてしごき割れはなかったが、焼付が発生した。1100-H18及び3004-H18は、Aにおいてしごき割れ、焼付の両者が発生した。しごき割れは、軟質材より硬質材の方が発生しやすかった。耐焼付性に関して、同じ調質で比べると3004の方が優れているのは、Mn含有量が多いためと考えられる⁴⁾。円周方向研磨筋は、軟質材について言えば耐焼付性向上に、硬質材について言えば、耐しごき割れ性及び耐焼付性向上に、それぞれ効果がみられた。軸方向研磨筋は、1100の軟質材については耐しごき割れ性を低下させ、その他の供試材については、耐しごき割れ性、耐焼付性をいずれも低下させた。

Fig. 3にダイス面摩擦係数 μ_d と壁部応力 σ_w の関係を示す。

μ_d は、研磨筋の有無または方向によって差があり、B、C(円周方向研磨筋) < A(研磨筋なし) < B'、C'(軸方向研磨筋)であった。 σ_w は、A、B及びCについては、 μ_d が大なるほど大きい傾向にあったが、B'及びC'については、Aとほぼ同等であった。研磨筋の粗さに関しては、3004-Oを除けば表面粗さが大きい方が μ_d は小さかった。3004-Oは、B'の方がC'よりも若干小さい場合があった。また、3004-Oは、しごき試験用カップの条件による μ_d あるいは σ_w の差が供試材の中で最も小さく、研磨筋の影響を受けにくい材料であった。一方、1100-OはAとB及びCとの差が最大であり、円周方向研磨筋の影響を最も受けやすい材料であった。

Fig. 4に μ_d とポンチ面摩擦係数 μ_p の関係を示す。

Fig. 3に示した限り μ_d と σ_w の間に明確な相関はみられなかったが、 μ_d と μ_p の関係から摩擦係数と σ_w の間に次の関係が認められた。 σ_w がほぼ同等であったA、B'及びC'は直線 $\mu_p = \mu_d$ の近傍であったのに対して、 σ_w が小さかったB及びCは $\mu_d < \mu_p$ の領域であった。すなわち、 σ_w は μ_d と μ_p の関係から決まり、 μ_p が μ_d に対して大きいほど σ_w は小さく、Table 6に示した結果を考慮すると、

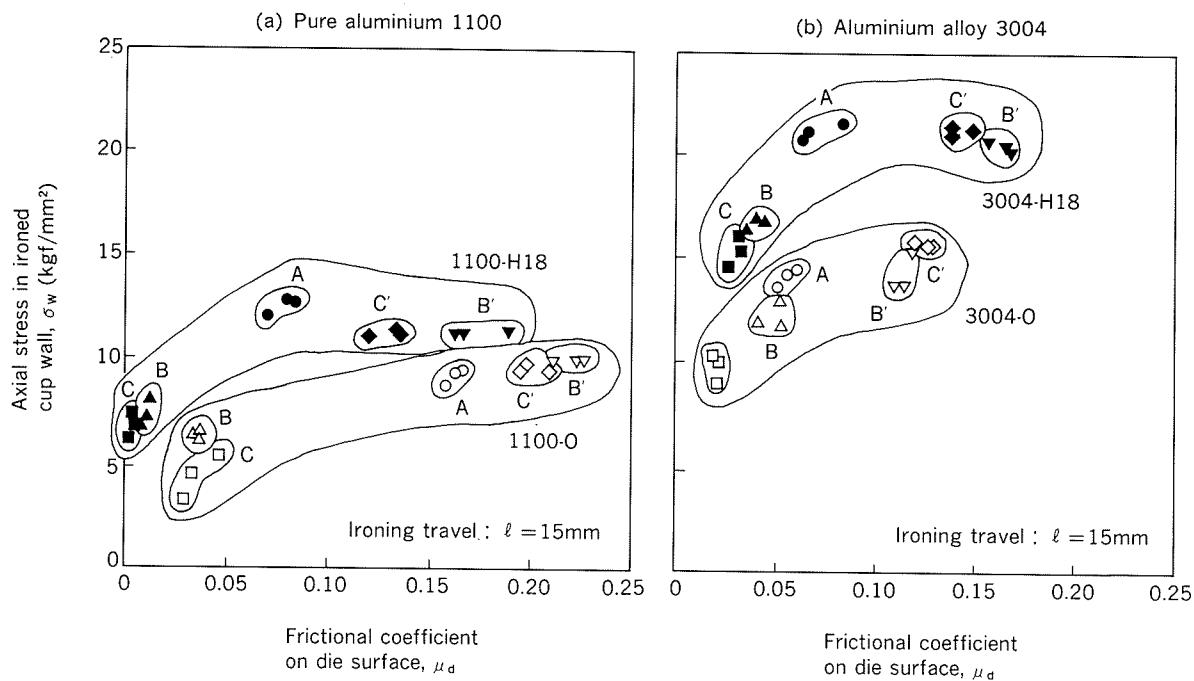


Fig. 3 Frictional coefficient on die surface vs. axial stress in ironed cup wall at ironing travel of 15mm.

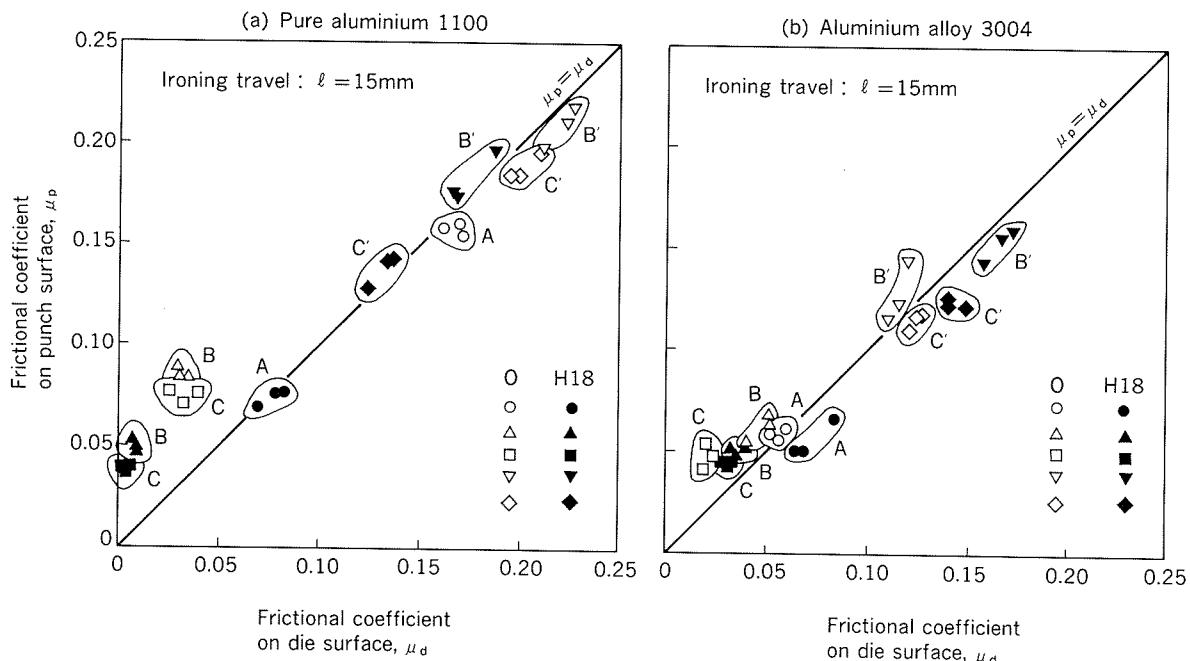


Fig. 4 Frictional coefficient on die surface vs. that on punch surface at ironing travel of 15mm.

しごき割れは σ_w が小さい方が発生しにくく、 σ_w が同等であれば摩擦係数が小さい方が発生しにくかった。焼付に関しては、供試材の間に差が認められた Aにおいて μ_d は、 $3004-O < 1100-H18 \leq 3004-H18 < 1100-O$ であり、 μ_d が大きいほど焼付きやすい傾向がみられた。

円周方向研磨筋を付けることによって、特に μ_d が低下するのは、しごき方向に対して研磨筋が直交していることから、ダイスと材料との接触部に潤滑油を保持しや

すいためと考えられる。一方軸方向研磨筋は、しごき方向と平行であることから、潤滑油はこの研磨筋に沿って接触部から流出しやすいため、潤滑不足となり摩擦係数を上昇させると考えられる。研磨筋の方向に関係なく、表面粗さが大きい方が、接触部の潤滑油量は多くなると考えられ、摩擦係数は小さかった。

Table 8 にしごき加工中に工具と材料との間に働く面圧を示す。これらは、摩擦係数を算出する過程で求めら

Table 8 Pressure between tools and material during ironing test.

| Material | Pressure (kgf/mm ²) | | | | |
|----------|---------------------------------|------|------|------|------|
| | A | B | C | B' | C' |
| 1100-O | 13.9 | 16.8 | 16.1 | 13.4 | 13.5 |
| 1100-H18 | 19.7 | 22.7 | 22.4 | 20.0 | 20.1 |
| 3004-O | 24.1 | 25.2 | 26.2 | 24.4 | 23.4 |
| 3004-H18 | 28.7 | 30.1 | 31.4 | 28.8 | 28.4 |

れた計算値であり、Table 1 に示したF値の75~95%に当たる。

面圧は、A、B'及びC'に比べてB及びCの方が大きかった。これは、カップ側壁のしごき部に働く軸方向張力、つまり、 σ_w が小さいことと対応している。

円周方向研磨筋の場合、面圧は、保持している潤滑油の膜を強固にし、良好な潤滑性をもたらすが、軸方向研磨筋の場合、面圧は、潤滑油の流出を促すように働き、潤滑不足を促進させると考えられる。

5. 結 言

アルミニウム板材を一般的な条件で深絞り加工したカップ側壁に残存する、しごき方向に対して直交及び平行な圧延条痕がしごき加工性に与える影響を検討するために、側壁全体に同時にしごきがかかる深絞り加工によって圧延

条痕をいったん消去したカップと、これに改めて円周方向及び軸方向の研磨筋を外側面のみに付けたカップについて、しごき試験を行った結果、以下の結論を得た。

(1) 円周方向研磨筋は摩擦係数を低下させ、しごき割れ及び焼付を発生しにくくし、しごき加工性を向上させた。硬質材については耐しごき割れ性及び耐焼付性向上に、軟質材については耐焼付性向上に効果があった。また、材質については、3004より1100の方が影響を受けやすく、効果が顕著に現れた。

(2) 軸方向研磨筋は摩擦係数を上昇させ、しごき割れ及び焼付を発生しやすくし、しごき加工性を低下させた。軟質材より硬質材に対して、影響が大きかった。

(3) これらのこととは、円周方向研磨筋はしごき方向に対して直交しているため、工具と材料の間に潤滑油を保持し潤滑性良好となるが、軸方向研磨筋はしごき方向と平行なため、しごき加工における面圧の影響もあり、工具と材料の接触部から潤滑油が流出しやすく、潤滑性を低下させるものと考えられる。

文 献

- 1) 鈴木弘：塑性加工，裳華房（1980），263.
- 2) 葉山益次郎：塑性学と塑性加工，オーム社（1981），214.
- 3) 斎藤正美，済木弘行，河合望：日本機械学会論文集（C編），51（1985），2434.
- 4) 安田達也，竹島義雄：本誌，30（1989），78.

論 文

アルミニウム合金とポリウレタン塗料の接着性*

宇佐見 勉** 今井 正也**
長谷川 義文**

Adhesion Properties of Polyurethane Coatings
on Aluminium Alloy Substructures

Tsutomu Usami, Masaya Imai and Yosifumi Hasegawa

住友軽金属工業株式会社技術研究所

アルミニウム合金とポリウレタン塗料の接着性*

宇佐見 勉** 今井 正也**
長谷川 義文**

Adhesion Properties of Polyurethane Coatings on Aluminium Alloy Substructures

Tsutomu Usami, Masaya Imai and Yosifumi Hasegawa

The effects of surface pretreatments of aluminium alloy and polyisocyanate as hardener on adhesion of polyurethane coatings have been investigated.

Both sulfuric and phosphoric acid anodized aluminium alloy surfaces provide good adhesion of polyurethane coating which is compatibly consisting of acrylpolyol and polyisocyanate. As for those of alkaline degreasing and chemical conversion coating, the adhesion strength is short of one fifth of the anodized surfaces.

As to sulfuric acid anodized surface, the pore size of the oxide film and structural bulkiness of the polyisocyanate seem to be critical for good adhesion with the coating.

The oxide film produced by phosphoric acid anodizing yields excellent adhesion with polyurethane coating which contains bulky polyisocyanate as hardener, and the coating maintains good adhesions after the dipping treatment in hot water.

1. はじめに

りん酸陽極酸化皮膜は、他の陽極酸化皮膜に比べ耐水性和に優れ、湿潤環境下においてもエポキシ系の塗料や接着剤と良好な接着耐久性を示すことから、航空機部材の接着下地処理として一般化しつつある。

著者らは、前報¹⁾で高速処理によるりん酸陽極酸化条件とエポキシフェノール系塗料の接着性について明らかにした。すなわち、陽極酸化時間が長くなるに従って良好な初期ピール強度を示し、陽極酸化皮膜は塗料といわゆる“複合層”を形成する。一方、陽極酸化皮膜の形態は、接着耐久性には影響しないことを明らかにした。また、エポキシ樹脂は、りん酸陽極酸化皮膜上における加熱後の残留率が脱脂や化成皮膜に比べ大きく、エポキシ樹脂中のオキシラン環と陽極酸化皮膜表面の水酸基との反応がFT-IRスペクトルの測定から示唆された²⁾。

本報では、水酸基との反応性に富むイソシアネート基

を含むポリウレタン系の塗料を用い、各種下地処理との接着性について調査した。

2. 実験方法

2.1 素材

素材は、アルミニウム合金 A5052P-H38、板厚 0.25 mm を用いた。

2.2 下地処理

素材の下地処理は、次の四種類の方法で行った。

(1)アルカリ脱脂 (AD) 脱脂剤にはリドリン #322N-8 (日本ペイント(株)製) 3wt% 水溶液を用い、温度 70 °C で 30s 間浸漬後、上水で洗浄した。

(2)化成処理 (CP) (1)の処理後、りん酸クロメート型化成処理剤アロジン #401 (日本ペイント(株)製) の 3vol % とアロジン #45 (同) の 0.3vol % 混合液に 45 °C で 30s 間浸漬後、上水で洗浄した。生成した皮膜中の全Cr量は、蛍光X線分析法による測定の結果、30mg/m² であった。

(3)硫酸陽極酸化 (SAA) (1)の処理後、85 °C の 20W /V% 硫酸水溶液中、直流電解法により電流密度 10A/m² で 5 s 間陽極酸化した後、上水で洗浄した。

* 軽金属学会第75回秋期大会（昭和63年11月、於・東京）にて一部発表

** 技術研究所化学研究部

(4)りん酸陽極酸化 (PAA) (1)の処理後, 70°Cの27W/V%りん酸水溶液中, 直流電解法により電流密度20A/dm²で6または10s間陽極酸化した後, 上水で洗浄した。なお, 乾燥はすべて室温で行った。

2.3 ポリウレタン塗料の塗装

2.2項の各下地処理を施した後, アクリルポリオール樹脂アクリデックA801(大日本インキ化学工業株式会社)とTable 1に示す3種類のタイプのポリイソシアネート硬化剤をそれぞれOH/NCO = 1の割合になるよう混合して3種類のポリウレタン塗料を調製した(以下, 塗料a, 塗料b, 塗料cと記す)。塗装は塗膜厚さが18~20 μmになるようにバーコータを使用して行い, 温度20°C, 相対湿度65%で7日間硬化した。

Table 1 Polyisocyanate as hardener.

| Type | Structure of polyisocyanate | Compatibility with polyols |
|------|---|----------------------------|
| a | Isocyanurate type $\begin{array}{c} \text{OCN}-\text{R}-\text{N} \quad \text{O} \\ \quad \\ \text{C} \quad \text{C} \\ \backslash \quad / \\ \text{O} \quad \text{N} \quad \text{O} \\ \quad \\ \text{R}-\text{NCO} \\ \text{R}=-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2 \end{array}$ | Good |
| b | Adduct type $\begin{array}{c} \text{CH}_2\text{OCONH}-\text{R}-\text{NCO} \\ \\ \text{CH}_3\text{CH}_2-\text{C}-\text{CH}_2\text{OCONH}-\text{R}-\text{NCO} \\ \\ \text{CH}_2\text{OCONH}-\text{R}-\text{NCO} \\ \\ \text{CH}_3 \\ \text{R}= \\ \text{---} \end{array}$ | Good |
| c | Isocyanurate type $\begin{array}{c} \text{OCN}-\text{R}_2-\text{N} \quad \text{O} \quad \text{O} \\ \quad \quad \quad \\ \text{C} \quad \text{C} \quad \text{C} \quad \text{C} \\ \backslash \quad / \quad \backslash \quad / \\ \text{O} \quad \text{N} \quad \text{O} \quad \text{N} \quad \text{O} \\ \quad \quad \quad \\ \text{R}_2-\text{NCO} \quad \text{O} \quad \text{O} \quad \text{R}_2-\text{NCO} \\ \quad \\ \text{R}_1=\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2, \text{R}_2= \\ \text{---} \end{array}$ | Bad |

2.4 塗膜密着性試験

2.3項の要領で作成した塗装板は, 直ちに次の試験に供した。

- (1) 莳盤目試験 JIS K 5400に準じて行った。
- (2) はく離試験 塗装板を5mm幅に切断し, 塗膜

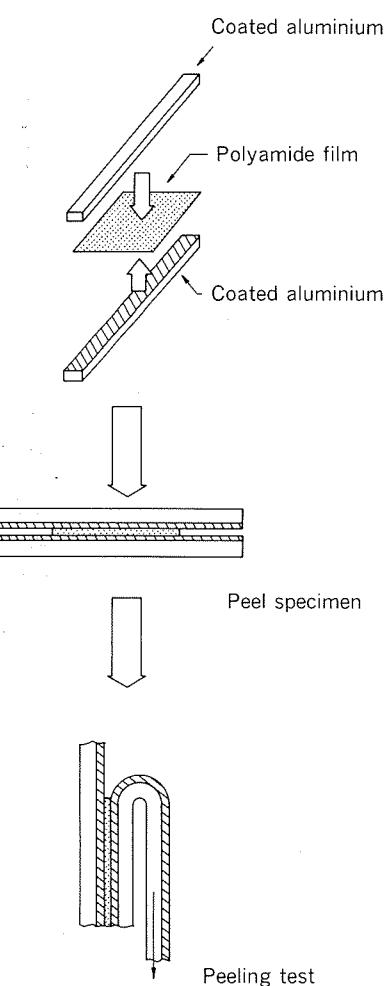


Fig. 1 Preparation of peel specimen and testing method.

側をFig. 1に示したように対面させ, ポリアミド系ホットメルトフィルム(ダイセル化学工業株式会社, ダイアミドフィルム4102, 厚さ40 μm)をはさんで, 温度180°C, 3 kgf/cm²の圧力下で1min保持した後急冷したものを試験片とした。

はく離試験は, 引張速度200mm/minで180度はく離し, その時の引裂き荷重を測定した。

2.5 FT-IRスペクトルの測定

(1) ポリイソシアネート硬化剤の塗布

ポリイソシアネート硬化剤としては, 硬化剤aを濃度3 wt%キシレン溶液として用いた。各下地処理をした素材は, 同溶液中に30s間浸漬して塗布し, 引上げた後, 風乾し, 直ちに測定に供した。以後, 試料はシリカゲルを入れたデシケータ中に保管し, 随時, 取出して測定に供した。

(2) FT-IRスペクトルの測定

ポリイソシアネート硬化剤aの特性吸収帯を確認するため, 硬化剤をKRS-5結晶板に挟んで吸収スペクトルを測定した。また, 2.3項で塗料aを塗装して作成した塗

装板及び上記(1)で作成した塗布板については反射スペクトルを測定した。

これらの測定には、角度可変型反射測定装置を付設した日本電子製JIR-40Xフーリエ変換赤外分光光度計を用いた。

測定条件は、分解能 4cm^{-1} 、積算回数200回、入射角度 72° とした。

2.6 電子顕微鏡観察

脱脂材及び化成処理材の表面形態の観察は日立製作所製走査型電子顕微鏡S-800を用いて行い、加速電圧は 25kV とした。

陽極酸化皮膜のはく離は、塩化第二水銀法により行った。また、皮膜の縦断面超薄切片の作成には超ミクロトーム(LBK 3088 Ultratome V)を用いた。切削はガラスナイフ、ダイヤモンドナイフの順に用いて行った。

はく離した皮膜及び皮膜の超薄切片の観察は、日本電子機器製JEM-50A透過型電子顕微鏡を用いて行い、加速電圧は 200kV とした。

3. 結 果

3.1 下地処理と接着強さ

基盤目試験結果は、いずれの下地処理と塗料の組合せにおいても $100/100$ であり、明確な差は認められなかった。

Fig. 2 に、3種類のポリウレタン塗料について、各種下地処理の初期 180° はく離強さの結果を示す。図中、はく離強さが $4.5\text{kgf}/5\text{mm}$ 幅を越える試験片は、接着剤と塗膜の界面近傍ではく離した。また、 $1\text{kgf}/5\text{mm}$ 幅未満の試験片は、塗料と素地の界面近傍ではく離した。 $4.0\text{kgf}/5\text{mm}$ 幅を越える試験片については、 90°C イオン

交換水に 72h 浸漬後、上水中で常温まで冷却し、乾燥しないで 180° はく離強さを測定した結果をFig. 2 中に斜線で示した。

3.2 ポリウレタン塗装板のFT-IRスペクトル

硬化剤aとアクリルポリオール樹脂からなるウレタン塗料aを塗装、硬化した後の反射スペクトルを吸光度に変換しFig. 3 に示した。 3400cm^{-1} 付近にN-Hの伸縮振動による2本の吸収、 $2850\sim2950\text{cm}^{-1}$ の脂肪族C-H伸縮振動、 $1650\sim1750\text{cm}^{-1}$ のC=O(エステル、アミド)伸縮振動、 1600cm^{-1} のN-H変角振動、などによる幾つかの特性吸収帯が観察される。特に、 2280cm^{-1} 付近においてN=C=Oによる吸収が観察されたことから、相対湿度65%で硬化させたにもかかわらず、未反応のイソシアネート基が残っていることがわかる。

3.3 ポリイソシアネート硬化剤のFT-IRスペクトル

Fig. 4 は、KRS-5結晶板に挟んで測定した硬化剤a原液とその3wt%キシレン溶液をりん酸陽極酸化処理材に塗布し、デシケータ中に3日間保管した後測定したスペクトルを示す。どちらのスペクトルにも硬化剤aの特性吸収帯が 2280cm^{-1} (N=C=O)、 1690cm^{-1} (C=O)、 1460cm^{-1} (C-H)に観察されたが、後者の 2280cm^{-1} における吸収強度は他の吸収に比べ相対的に低く、水などの水酸基を含む化合物と反応したものと考えられる。Fig. 5 には、各種下地処理剤に塗布した硬化剤aの 2280cm^{-1} (N=C=O)と 1460cm^{-1} (C-H)の吸収強度比の経時変化を示す。いずれの下地処理材においても、塗布してから1日後にはほぼ一定の吸収強度比を示したことから、塗布直後の吸収強度比の低下は、空気中の水分ではなく、金属表面の水酸基や吸着水との反応³⁾によるものと考えられる。なお、吸収強度比の低下はAD、CP<SAA<PAAの順に大きい。

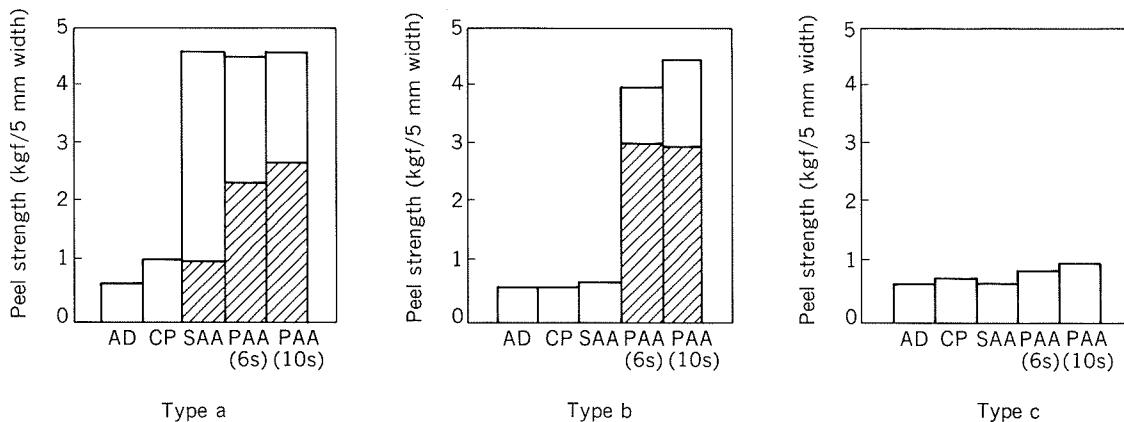


Fig. 2 Effects of surface pretreatments and hardeners for polyurethane coating on peel strength.



 Initial
 After dipping in water
 at 90°C for 72hrs.

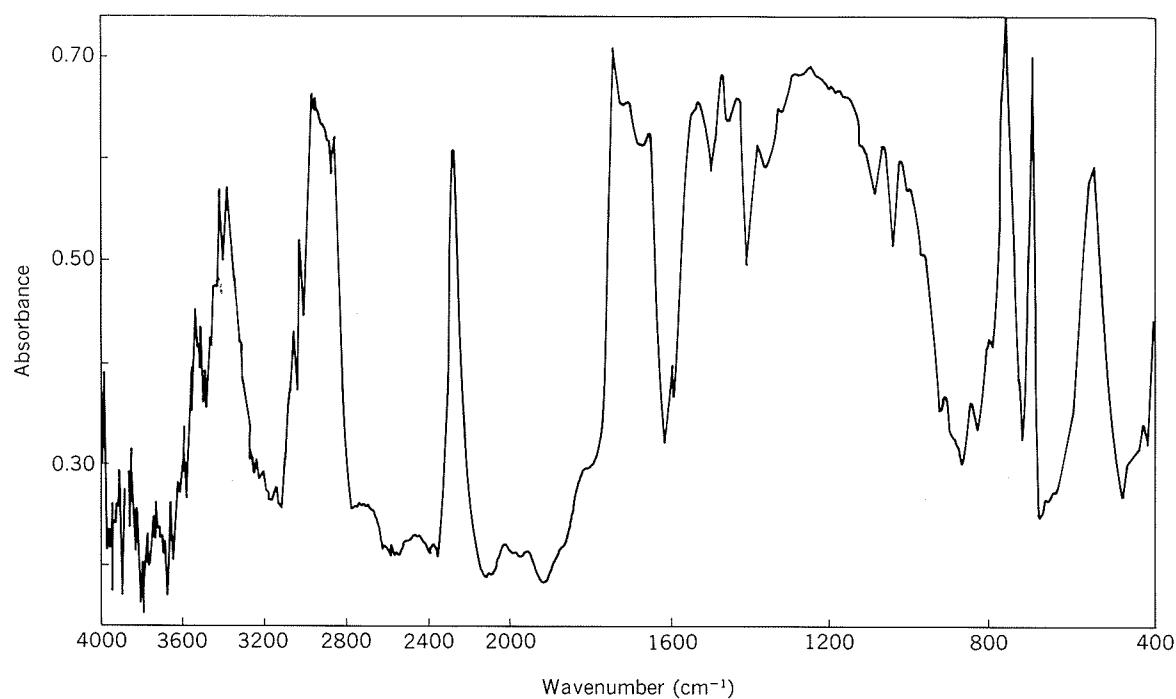


Fig. 3 Infra-red spectrum of polyurethane coating with polyisocyanate type a.

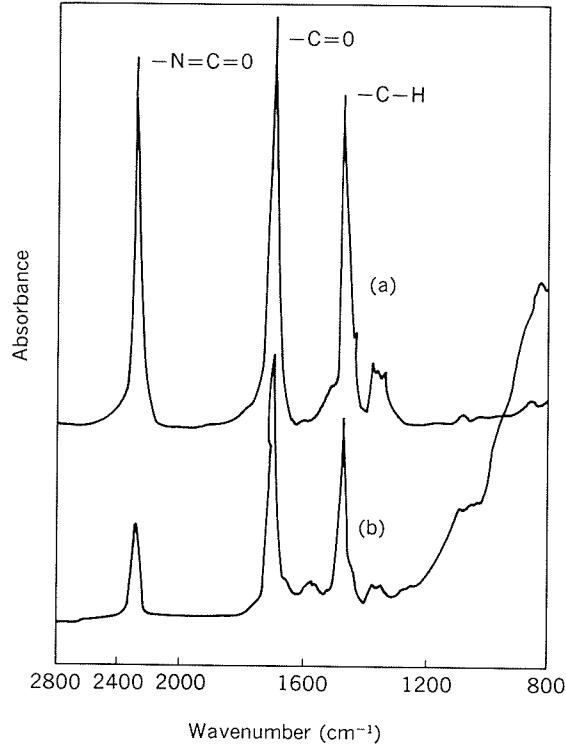


Fig. 4 Infra-red spectra of polyisocyanate type a.
 (a) Polyisocyanate held between two KRS-5 plates.
 (b) Polyisocyanate on PAA pretreated aluminum after keeping in desiccator for 3 days.

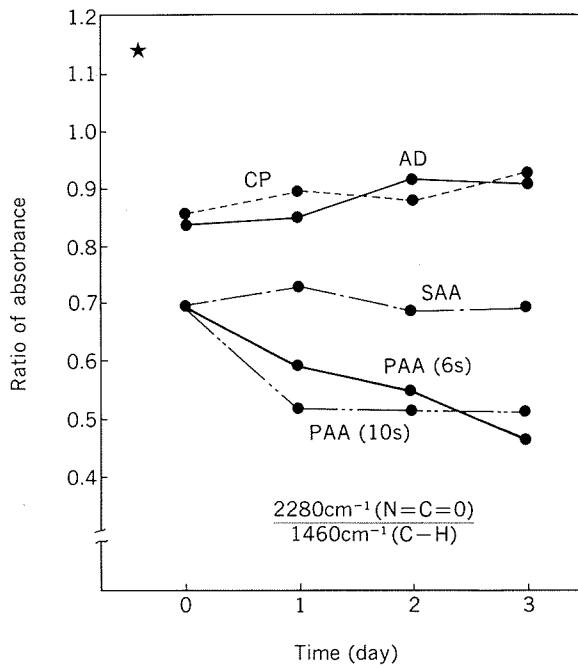


Fig. 5 Variation of absorbance ratio against keeping time in desiccator.
 (★: Absorbance ratio of polyisocyanate held between two KRS-5 plates)

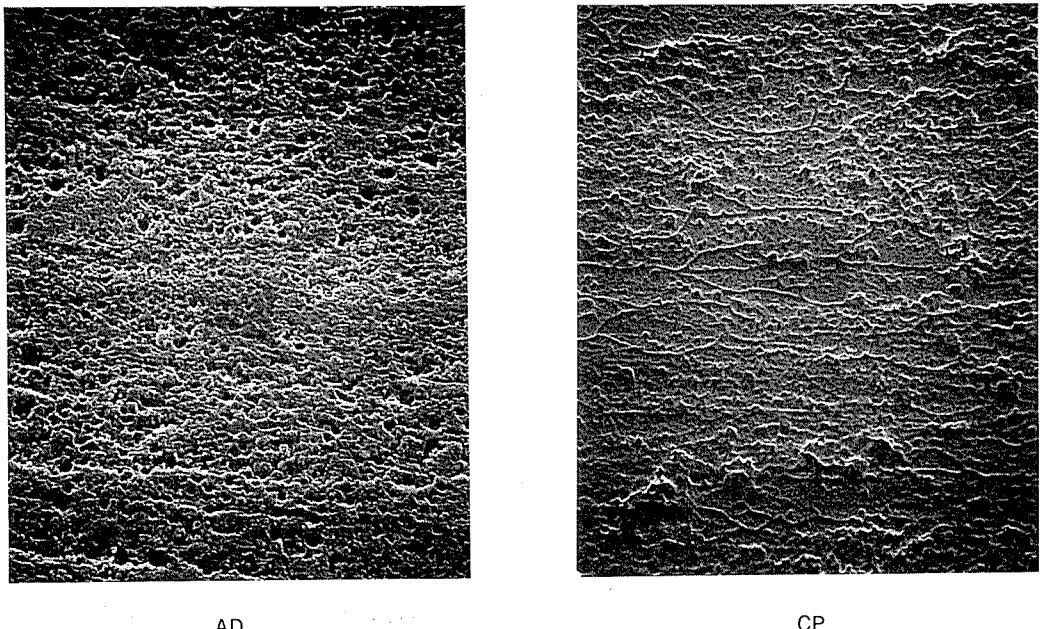


Fig. 6 Surface morphology of alkaline degreased and chemical converted surfaces. ($\times 20,000 \times 0.7$)

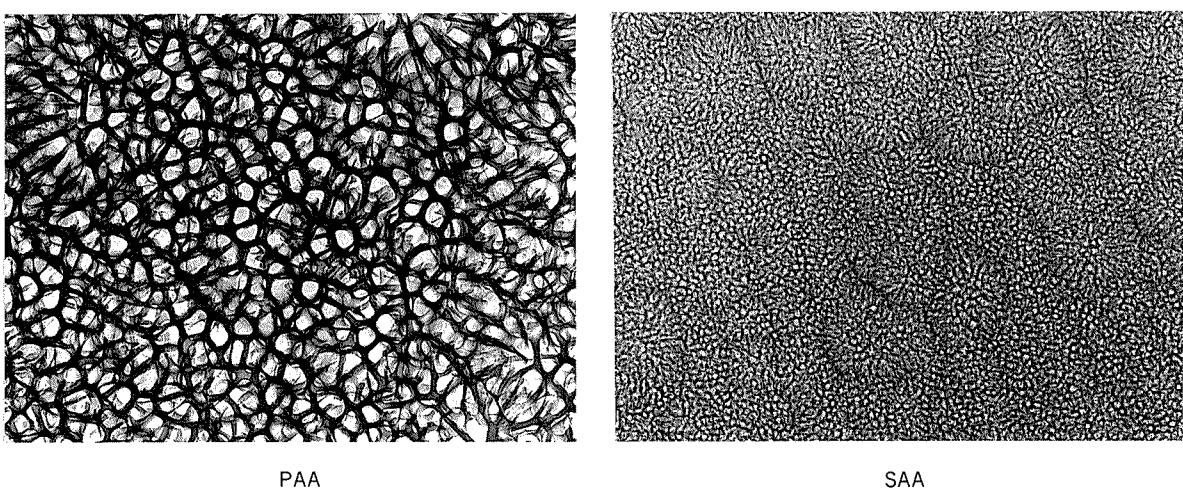


Fig. 7 Surface microstructure of anodized surfaces. ($\times 75,000 \times 0.7$)

3.4 電子顕微鏡観察

脱脂材及び化成処理材表面の電子顕微鏡写真をFig. 6に示す。脱脂材表面には $0.2\text{ }\mu\text{m}$ 以下のピットが多数認められる。一方、化成処理材表面は脱脂材表面に比べ滑らかであるが、ピットはそのまま残っている。

はく離した陽極酸化皮膜の電子顕微鏡写真をFig. 7に示す。りん酸陽極酸化皮膜はポア径が $40\sim 100\text{nm}$ と大きく、不均一な形状を呈していることが観察された。これと比較して、硫酸陽極酸化皮膜のポア径はおよそ 10nm であった。Fig. 8は塗装した陽極酸化皮膜の断面状態を示したものである。りん酸陽極酸化皮膜はポア径が大きく、かつ、素地に対して垂直に形成されていて、塗料のポアへの浸入が観察されるのに対し、硫酸陽極酸化皮膜のポア径が小さいため確認できない。

4. 考察

Fig. 2に示すように、塗膜の初期接着力は、下地処理方法及びポリイソシアネート硬化剤の種類により著しい差が認められた。アクリルポリオール樹脂との相溶性が悪い硬化剤cを用いた場合、いずれの下地処理を行っても十分な接着力を得ることはできなかった。相溶性の良い硬化剤a, bを用いた場合、陽極酸化処理材は脱脂材や化成処理材と比較して接着力が大きかった。次に、りん酸陽極酸化処理と硫酸陽極酸化処理を比較すると、硬化剤aを用いた場合、どちらの試験片も塗膜と接着剤の界面近傍ではなく離し、ピール強さに差はほとんど認められなかった。このため、塗料と陽極酸化皮膜の接着力を比較することはできなかった。一方、硬化剤bを用いた

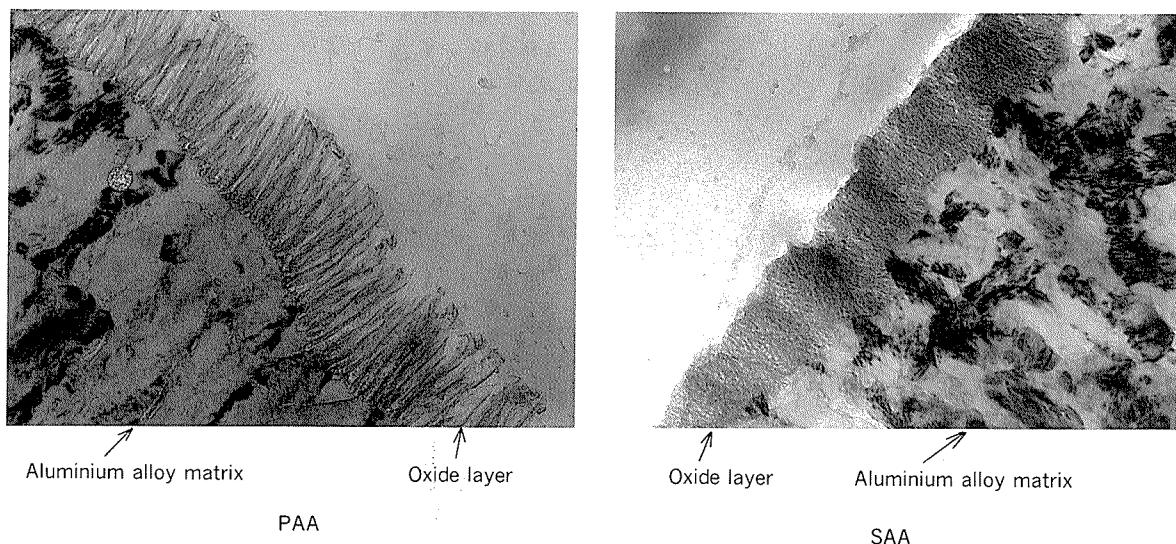


Fig. 8 Cross section microstructure of anodic coatings. ($\times 75,000 \times 0.7$)

場合、はく離場所、ピール強さに違いが認められ、りん酸陽極酸化処理は硫酸陽極酸化処理に比べ接着性に優れていることが分かった。なお、りん酸陽極酸化皮膜は、陽極酸化時間が10sの方が接着力が大きく、エポキシフェノール塗料の場合と同様の傾向を示した。

塗料と金属の接着機構については、表面にできた凹凸による投錨効果、ファンデルワールス力、水素結合の他、共有結合も含めた結合による効果、電気二重層による効果などが考えられている。しかし、表面積の増大は投錨効果の増大をもたらし、ファンデルワールス力や結合による効果をもたらすと考えてよい。

それゆえ、表面積の大きさとその構造は接着を考えるうえで重要な要素である。下地処理の表面積の大きさについては、亜鉛イオン吸着法による測定からPAA (10s) > PAA (6s) > SAA > AD, CPの順に減少することが知られている⁴⁾。Fig. 5に示したように、下地処理表面の水酸基や吸着水はPAA (10s, 6s) > SAA > AD, CPの順に減少し、その順序は表面積の大きさの順序と一致する。これらの結果とFig. 8に示したりん酸陽極酸化皮膜のポアへの塗料の侵入が観察されたことから、りん酸陽極酸化処理法は他の処理法に比べ、投錨効果、ファンデルワールス力及び結合による効果が優れた酸化皮膜を生成することが考察される。

一方、硬化剤の種類と陽極酸化処理材の取合せにより接着力に差が生じたことは、酸化皮膜のポア径と硬化剤分子のかさ高さの双方が関与していることに原因したものと考えられる。すなわち、Table 1に示したように硬化剤bは硬化剤aに比べかさ高い構造をしており、それだけポアへの侵入を困難にしていると考えられる。

また、りん酸陽極酸化処理は、他の処理法に比べエポキシフェノール塗料との熱水浸漬後の接着性に優れていることが知られているが、ポリウレタン塗料についても

優れた二次接着性を示すことが分かった。熱水浸漬後のりん酸陽極酸化処理材は、いずれも塗膜と接着剤の界面近傍ではく離していることから、ピール強さの低下は塗膜と接着剤間の劣化が主要因となる。それゆえ、皮膜と塗膜の界面への水の浸透が、この熱水浸漬試験の条件内ではほとんど生じなかったことが考察されるが、これについてはさらに調査しなければならない。

5. 結 論

アルカリ脱脂、化成処理、硫酸陽極酸化処理及びりん酸陽極酸化処理の4種類の下地処理を施したアルミニウム合金板と、ポリイソシアネート硬化剤を変えた3種類のポリウレタン塗料について接着性を調査した。

(1) 硬化剤とアクリロリオールの相溶性の悪いポリウレタン塗料は、いずれの下地処理材とも接着力が低かった。

(2) 脱脂及び化成処理したアルミニウム合金板の接着力は、いずれのポリウレタン塗料についても低かった。

(3) 硫酸陽極酸化処理したアルミニウム合金板の初期接着力は、ポリウレタン塗料中のポリイソシアネート硬化剤の種類により差を生じた。これは皮膜のポア径とポリイソシアネート分子のかさ高さに影響されたものと考えられた。

(4) りん酸陽極酸化処理したアルミニウム合金板のポリウレタン塗膜は、初期及び熱水浸漬後の接着力に優れていた。

参 考 文 献

- 1) 宇佐見勉, 長谷川義文: 本誌, 29 (1988), 106.
- 2) 今井正也, 西尾正浩, 宇佐見勉, 長谷川義文: 本誌, 30 (1989), 36.
- 3) J.A.Graham : J.Elastoplastics, 4 (1972), 137.
- 4) 今井正也, 西尾正浩: 軽金属学会75回秋期大会講演概要, (1988), 41.

Reprinted from SUMITOMO LIGHT METAL TECHNICAL REPORTS (Title No.R-351)

技術資料

TiAl の 破 壊 機 構

川 畑 武*

Fracture Mechanism of TiAl

Takeshi Kawabata

住友軽金属工業株式会社技術研究所

TiAl の 破 壊 機 構

川 畑 武*

Fracture Mechanism of TiAl

Takeshi Kawabata

This review describes the recent our studies on the fracture mechanism of TiAl intermetallic compounds. The observation of fracture surfaces in bent specimens of Ti-56at%Al single crystals with the [010] and [001] orientations shows that TiAl fractures in {010}, {001}, {110}, {101} (or {011}) and {111} planes. A fracture mechanism was proposed for TiAl with an L₁₀ structure, which is related with the Lomer-Cottrell type dislocation reactions, and could reasonably explain the fracture surfaces observed.

1. は じ め に

これまで、金属間化合物は、合金中の第二相として、晶出物あるいは析出物の形で、有効に利用されてきた。アルミニウム合金においても、析出硬化型合金は、意識的に種々の金属間化合物を析出物として含有させ、強度、耐摩耗性及び耐熱性を向上させている。これは、金属間化合物の強度及び硬さが高く、しかも、高温まで安定に特性を維持するという性質を利用したものである。金属間化合物は、このように優れた特性を有するために、もし、金属間化合物を単体で使用することができるならば、これらの特性を100%有効に利用でき、これまでの金属及び合金よりも優れた材料になる。しかしながら、金属間化合物単体は非常に脆性的であるため、あるいは、それ自身は延性的であっても粒界が脆性的であるために、そのバルク材は、極めて脆的に挙動し、構造用材料として使用されることとはこれまでなかった。それでも、研究は約30年前から地道に進められ^{1,2)}、構造用材料にかぎっても、幾つかの系の金属間化合物について、多くのことが明らかにされた^{3)~7)}。特に、Ni₃Alに関しては、この化合物がニッケル基超合金の構成相として、重要な役割を果たしていることと、耐熱材料として優れた特性、例えば、高温強度及び耐酸化特性が良好という特性を有しているために、数多くの研究が行われてきた。しかしながら、Ni₃Alの室温における延性が改善され^{8,9)}、その特性の限界が見えてきた昨今、研究の中心は、軽量で単位比重当たりのクリープ強度が、現用の超合金及びNi₃Alよりも優れているTiAlに移行してきた感がある。TiAlはNi₃Alに相当する高温強度及び耐酸化特性を有するとともに、比重がNi₃Alの約1/2と小さいために、高温回転

構造部品用材料として優れている¹⁰⁾。しかし、700°C以下で、引張り破断ひずみが約0.2%と極めて脆いために、実用に至っていない。もし、脆性の原因が解明され、しかも、脆性を改善することができるならば、TiAlに種々の用途が開けると予想できる。これまで、金属間化合物の脆性の原因については、すべり系の数と、その粒界構造からの議論¹¹⁾があるのみで、へき開破壊機構を検討した研究はなかった。金属間化合物は、構能性材料としても非常に多くの可能性を秘めている。一部は明らかにされているが、そのほとんどは不明のままである。機能性材料においても、製造時の加工性及び保守の観点から、延性的である方が望ましい。したがって、金属間化合物一般の破壊機構の解明と、脆性改善に関する研究は極めて重要といえる。我々は、TiAl単結晶¹²⁾及び多結晶体¹³⁾の曲げならびに引張試験を行い、それらの破面及び変形状態を詳細に観察し、TiAlの破壊機構を解明した^{12),13)}。

この破壊機構は、他の合金系の金属間化合物の破壊にも、少し変形して適用できる。本資料は、主として我々のTiAl多結晶および単結晶の破壊面の観察結果をもとに提案した破壊機構について述べる。

2. TiAl の 異 方 性

TiAlは、L₁₀型規則構造を持っている¹⁴⁾。それは、図1に示すように、TiとAl原子のみからなる面心構造の(002)面がc軸方向に交互に積層した構造であり、一般に面心正方晶(fcc)となる。TiAlの場合、軸比(c/a)は、1.02と極めて1に近い値を持っている¹⁴⁾。TiAlは、この構造の故に種々の性質に強い異方性を持つと推察される。一つは、各結晶面の破壊にくさに異方性が出現するであろう。TiAlは、Ti-Alの異種原子間の結合力

* 技術研究所金属材料研究部、工学博士

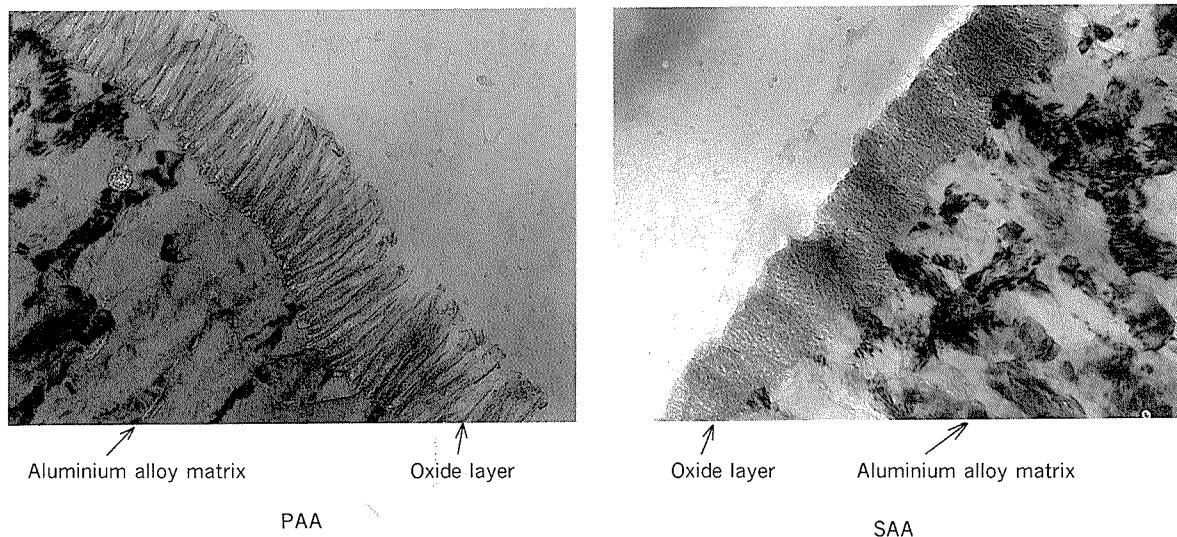


Fig. 8 Cross section microstructure of anodic coatings. ($\times 75,000 \times 0.7$)

場合、はく離場所、ピール強さに違いが認められ、りん酸陽極酸化処理は硫酸陽極酸化処理に比べ接着性に優れていることが分かった。なお、りん酸陽極酸化皮膜は、陽極酸化時間が10sの方が接着力が大きく、エポキシフェノール塗料の場合と同様の傾向を示した。

塗料と金属の接着機構については、表面にできた凹凸による投錨効果、ファンデルワールス力、水素結合の他、共有結合も含めた結合による効果、電気二重層による効果などが考えられている。しかし、表面積の増大は投錨効果の増大をもたらし、ファンデルワールス力や結合による効果をもたらすと考えてよい。

それゆえ、表面積の大きさとその構造は接着を考えるうえで重要な要素である。下地処理の表面積の大きさについては、亜鉛イオン吸着法による測定からPAA (10s) >PAA (6s) >SAA>AD, CPの順に減少することが知られている⁴⁾。Fig. 5 に示したように、下地処理表面の水酸基や吸着水はPAA (10s, 6s) >SAA>AD, CPの順に減少し、その順序は表面積の大きさの順序と一致する。これらの結果とFig. 8 に示したりん酸陽極酸化皮膜のポアへの塗料の侵入が観察されたことから、りん酸陽極酸化処理法は他の処理法に比べ、投錨効果、ファンデルワールス力及び結合による効果が優れた酸化皮膜を生成することが考察される。

一方、硬化剤の種類と陽極酸化処理材の取合せにより接着力に差が生じたことは、酸化皮膜のポア径と硬化剤分子のかさ高さの双方が関与していることに原因したものと考えられる。すなわち、Table 1 に示したように硬化剤bは硬化剤aに比べかさ高い構造をしており、それだけポアへの侵入を因難にしていると考えられる。

また、りん酸陽極酸化処理は、他の処理法に比べエポキシフェノール塗料との熱水浸漬後の接着性に優れていることが知られているが、ポリウレタン塗料についても

優れた二次接着性を示すことが分かった。熱水浸漬後のりん酸陽極酸化処理材は、いずれも塗膜と接着剤の界面近傍ではく離していることから、ピール強さの低下は塗膜と接着剤間の劣化が主要因となる。それゆえ、皮膜と塗膜の界面への水の浸透が、この熱水浸漬試験の条件下ではほとんど生じなかったことが考察されるが、これについてはさらに調査しなければならない。

5. 結 論

アルカリ脱脂、化成処理、硫酸陽極酸化処理及びりん酸陽極酸化処理の4種類の下地処理を施したアルミニウム合金板と、ポリイソシアネート硬化剤を変えた3種類のポリウレタン塗料について接着性を調査した。

(1) 硬化剤とアクリロリオールの相溶性の悪いポリウレタン塗料は、いずれの下地処理材とも接着力が低かった。

(2) 脱脂及び化成処理したアルミニウム合金板の接着力は、いずれのポリウレタン塗料についても低かった。

(3) 硫酸陽極酸化処理したアルミニウム合金板の初期接着力は、ポリウレタン塗料中のポリイソシアネート硬化剤の種類により差を生じた。これは皮膜のポア径とポリイソシアネート分子のかさ高さに影響されたものと考えられた。

(4) りん酸陽極酸化処理したアルミニウム合金板のポリウレタン塗膜は、初期及び熱水浸漬後の接着力に優れていた。

参 考 文 献

- 1) 宇佐見勉、長谷川義文：本誌、29 (1988), 106.
- 2) 今井正也、西尾正浩、宇佐見勉、長谷川義文：本誌、30 (1989), 36.
- 3) J.A.Graham : J.Elastoplastics, 4 (1972), 137.
- 4) 今井正也、西尾正浩：軽金属学会75回秋期大会講演概要、(1988), 41.

が、Ti-TiあるいはAl-Alの同種原子間の結合力よりも強いために形成される。いま、結合に寄与する原子対の数と種類を考えると、4個の原子対のうち、異種原子対の数は、(002)面では、4個であるのに対し、(020)面では、2個しか存在しない。したがって、(002)面と(020)面の破壊しにくさについても、原子結合環境の相違が反映され、それらの面の破壊のしにくさは異なると考えられる。また、TiAl中には、その結晶構造に起因して、幾つかの種類の転位が存在する。第1は、 $1/2\langle 110 \rangle$ 型の普通転位で、単独で運動可能である。第2は、 $\langle 101 \rangle$ あるいは $\langle 011 \rangle$ 型転位である。これは、2本対となった $1/2\langle 101 \rangle$ あるいは $1/2\langle 011 \rangle$ 転位の間に逆位相境界を持って運動する、いわゆる、超格子転位（超転位super-dislocation）である。第3は、 $1/2\langle 112 \rangle$ 型超転位である、この転位は、図1に示すように、単位格子の一つのコーナーの原子と、対面する面心の位置にある原子とを結ぶ大きなバーガースベクトルを持っている。この転位は、さらに、 $1/6\langle 112 \rangle$ 及び $1/3\langle 112 \rangle$ 転位に分解する可能性がある。 $1/6\langle 112 \rangle$ 転位は、 $1/3\langle 112 \rangle$ 転位との間に積層欠陥をもっている。また、 $1/6\langle 112 \rangle$ 転位が各 $\{111\}$ 面を運動すると、双晶を形成し、この変形双晶は、TiAlにしばしば観察される¹⁵⁾。以上その他にも、 $1/6\langle 121 \rangle$ 型転位が観察されており、今後、さらに異なるバーガースベクトルを持つ転位が観察される可能性がある。その他、弾性定数、ポアソン比、熱伝導率及び熱膨張率のような物性値にも、 a 軸方向と c 軸方向の原子結合環境が異なるために、異方性が現れると考えられる。

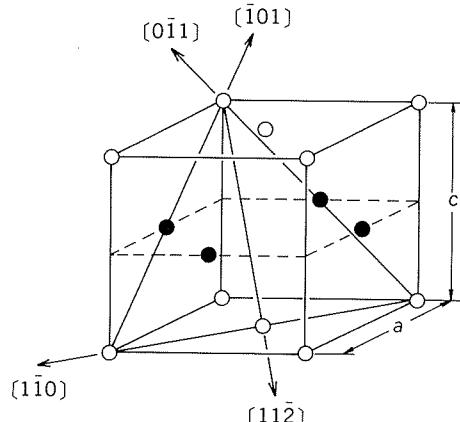


図1 L10型結晶構造

3. 破面解析

3.1 多結晶体の破面

図2は、Ti₅₂Al₄₈二元合金多結晶体の破面を観察した走査電子顕微鏡写真である¹³⁾。写真中の矢印と文字*i*は、粒界破壊領域を示す。粒内破壊も二種類観察される。矢印と文字*c*で示された領域は、明瞭な粒内へき開破面である。

る。同じく矢印と文字*t*で示された線状の模様からなる凹凸の激しい破壊面も観察される（これは、後ほど述べる単結晶の破面で確定され、また、単結晶の破面で頻度高く観察される $\{111\}$ すべり面破壊と考えられる）。このように、TiAl多結晶体の破面は、実に複雑な様子をしているとともに、多結晶体の特性から、各結晶粒の方位の特定が困難である。したがって、多結晶体の破面観察によって破壊面を確定することは、特別な方法、例えば、電子線チャンネリングパターン（ECP）法を使用する等の手法が使用できる場合を除いて、極めて困難である。

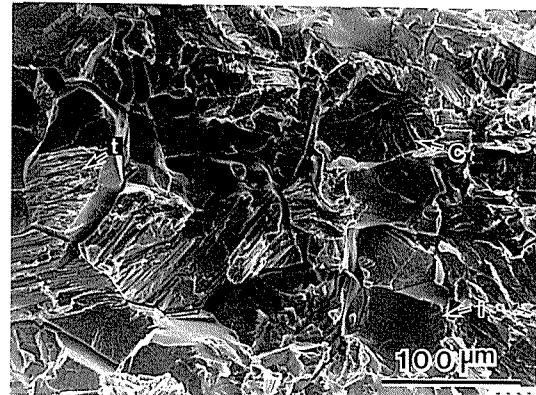


図2 TiAl多結晶体の破壊面(写真中の*i*は粒界破壊、*c*はへき開破壊および*t*は粒内破壊領域をそれぞれ示す)

3.2 単結晶の破面

2章で述べたように、TiAlは、異方性の大きい材料であるから、単結晶を用いて、各種の基礎的な機械的性質及び物性値を研究することは重要である。しかし、単結晶の作成が困難である¹⁶⁾ために、これまで、非常に限られた研究¹²⁾¹⁷⁾しか行われていない。今後、さらに基礎研究を応用研究とともにしていく必要があると考えられる。著者らは、帯溶融法を用いて粗大結晶粒を作成することに成功し、幾つかの単結晶を用いた研究を行ってきた。そのうちの一つは、次に述べる単結晶の破壊に関する研究である。図3に示すような、(010)面と(001)面がそれぞれ破壊面となるような2種類の試験片を作成し、室温(293K)、873及び1073Kの3温度で、図4に示すような治具を用いて三点曲げ試験を行い、破壊強度及びSEMを用いた破面観察による破壊の研究を行った¹⁷⁾。試験片のサイズは、幅4mm、長さ7mm及び厚さ1mmである。曲げ荷重-変位曲線には、両方位の相違が明確に現われた。すなわち、[001]を曲げ軸とする試験片の加工硬化率は、[001]のそれよりも大きかった。しかし、試料調整その他の不明確な理由により、曲げ降伏応力及び破壊応力は、大きくばらついた（その後、著者らは、四点曲げ試験及び引張試験も行っており、現在では、試料調整法及び試験法の技術水準が向上し、TiAlのように脆性的な材料においても、極めて安定したデータが得られるようになっている）。

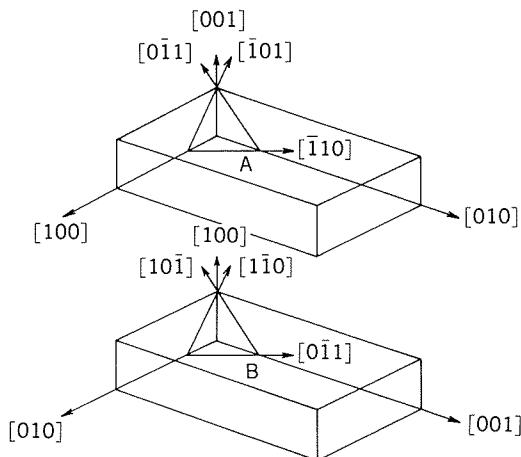


図3 [010](A)及び[001](B)試験片の方位関係

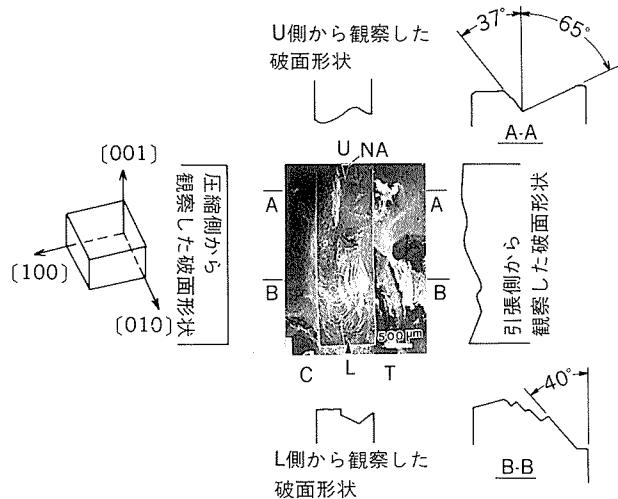


図5 破面の巨視的観察例

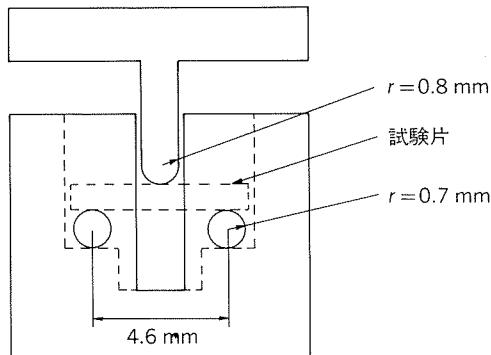


図4 三点曲げ試験治具

図5は、[001]方位を持つ単結晶試料を、1073Kで曲げ試験し形成された(001)破面のマクロ的観察例を示している。試料を走査電子顕微鏡の中で傾斜させ、破面が一直線上に見えるようになる時の角度を測定することにより、破面の角度を決定した。そのようにして求めた破面のマクロ的角度を断面A-A及びB-Bについて示す。また、図には、U、L、圧縮側(C)及び引張側(T)から観察したマクロ的破面形状を示した。圧縮側から観察した破面形状は、直線に近い形状を持っているのに対し、引張り側から観察した破面形状は曲線に富んだ複雑な様子を示しているのが特徴的である。A-A及びB-B断面における破面の傾角の測定結果から分かるように、{001}および{110}あるいは{101}面に近い面で破壊が生じているのが観察された。[010]方位を持つ試料のマクロ的観察では、[001]方位の試料におけると同様に、{010}および{110}あるいは{101}面破壊が観察された。図6は、圧縮側(図6(a))及び引張側(図6(b))の破面を、図5よりも高倍率で観察した例である。右側に、これらの破面をスケッチした図を示す。スケッチ図に書込んであるように、ミクロ的な破面は、上述のマクロ的観察例で述べた{010}、{001}及び{110}(または{101})面に加えて、{111}面が観察された。なお、これらの観察

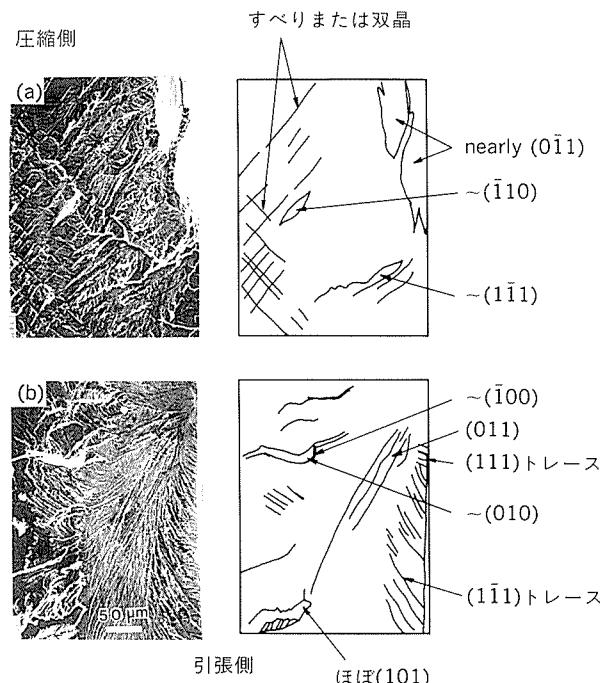


図6 破面の微視的観察例(圧縮側及び引張側はそれぞれ圧縮応力及び引張応力側面近くの破面を示す)

は、いずれも、5°傾斜角度の異なる2枚の写真を撮影し、ステレオ鏡を用いて観察することにより、角度の測定精度を高めている。図7は、同じく[001]試験片の843Kにおける破面の観察例を示す。図7(d)が低倍率写真で、図7(d)中の特徴的な場所を高倍率で観察したのが、図7(a), (b)及び(c)である。観察場所を写真と直線で結んで示した。図7(a)は、破面の左上部に観察されるべき開破壊部であり、破壊はここで発生して、右方向及び下方に伝播したものと推察される。また、べき開破壊部は、試料表面から約100μm内側に入ったところに観察され

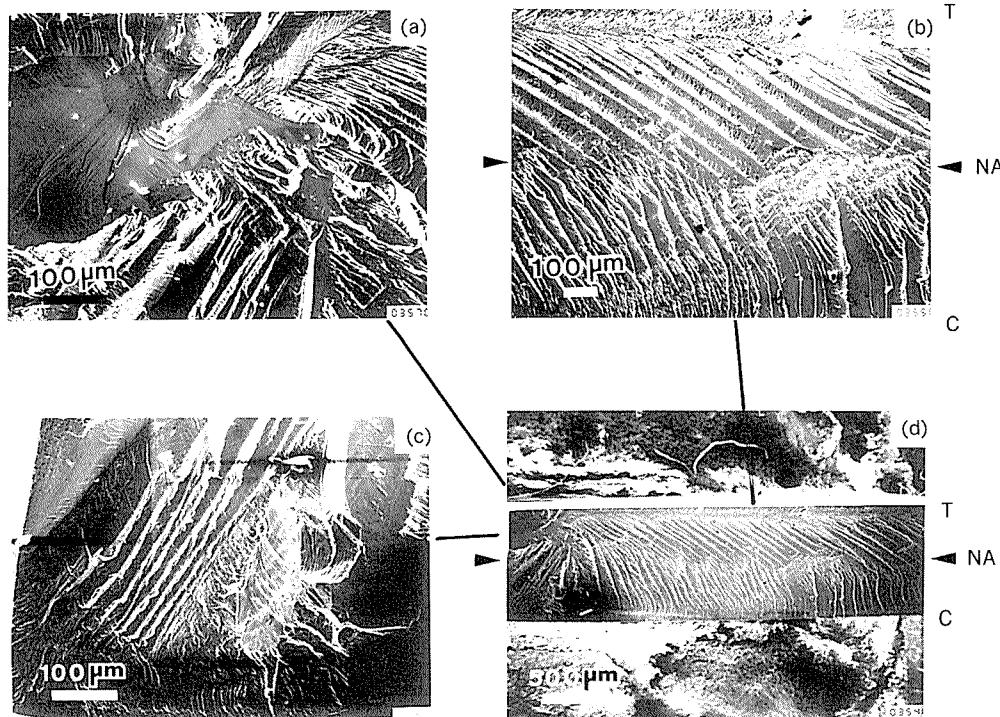


図7 (001)試験片の843Kにおける破面観察例
(NA'は中立軸を示す。TおよびCは引張及び圧縮側を)
(それぞれ示す。)

る。へき開部分と試料表面との間は、シャーリップ状になっており、数多くのすべり線が観察される。へき開破壊部から右方向の引張り側では、 45° に傾斜したほぼ平行の線状痕が数多く観察される。これは、{111}面が組合わさって形成された角部であることが、ステレオ観察の結果明らかにされた。{111}破面は、843及び1073Kにおける破面の大部分を占め、また、293Kにおける破面上にも数多く観察される。多結晶体の破面内にも数多くの平行な直線状の模様からなる粒内破壊領域が、しばしば観察されることについては、3.1項で述べた。この領域は、単結晶の破面で観察されたと同様に、{111}破面が、複雑に組合わさって形成されたものであると推察される。以上の観察結果を表1に示した。各試験片の各温度における、破壊開始点、引張応力側、中央部及び圧縮側での破壊様式と破壊面が示されている。なお、曲げ試験で評価した破壊ひずみも表1の下段に示した。破面の観察結果を要約すると次のようである。
① [010] 及び [001] 単結晶の破面は、{010}, {001}, {101} (または {011}) 及び {111} 面の微小面からなっている。
② 純粹にへき開破面であると考えられる平坦な領域と、並行な線状模様の観察される凹凸の激しい領域の2種類が観察される。並行な線状模様を形成する多数の細長い微小面は、{111}面であると推察される。
③ 単結晶のへき開破壊は、293Kにおける極めて脆性的な条件においても、試料表面の約 $20\text{ }\mu\text{m}$ 内側から開始しており (843Kでは $100\text{ }\mu\text{m}$)、その $20\text{ }\mu\text{m}$ 幅の領域には、明確な塑性変形

の痕跡が認められた。このことは、へき開破壊が転位反応の結果、生じることを暗示している。
④ 多結晶体の破面は、②に述べた特徴を持つ領域に加えて、粒界破面が観察される。

4. これまで提案されている 転位反応によるへき開破壊

Lomer¹⁸⁾ と Cottrell¹⁹⁾ は、fcc格子中の二つのすべり面の交線上で、不動転位を形成する転位反応を提案した。Hirthは、等方性材料中²⁰⁾ と、異方性材料中²¹⁾ での転位反応を詳細に議論した。Cottrell²²⁾ は、bcc格子中で転位反応により、(002)面にへき開が生じる機構を提案した (図8(a))。六方晶のZnは、底面の(0001)でへき開破壊を生じる。Gilman²³⁾ と Stroh²⁴⁾ は、Znのへき開破壊が、キンクバンドと関係しているという機構を提案した (図8(b))。この機構は、TiAlの{111}すべり面破壊にも働いている可能性がある。しかし、後ほど、示されるように、二つのすべり面の交線上で生じる転位の反応によっても、{111}面破壊は生じることが期待され、現時点では、どちらの機構が正しいか特定できない。今後の研究で明らかにされる必要がある。転位の集積によってへき開破壊が生じる機構は、これまで多くの研究者によって提案されている。図8(c)は、Strohによって提案された、転位の集積が粒界で阻止され、隣接粒にへき開を生じる機構を示す²⁵⁾。

表1 破壊開始点、引張応力側、中央部及び圧縮応力側における破壊様式、破壊面及び破壊ひずみをまとめた表

| | A[010] | | | B[001] | | |
|------------|---|--|-----------------------------------|--|--|---|
| | 293K | 843K | 1073K | 293K | 843K | 1073K |
| 破壊開始点の様式と面 | C WL ~(010) | C ~(010) | C ~(010) | C WL ~(001) | C ~(001) | C ~(001) |
| 引張側破壊様式と面 | C ~(010) ~(011) ~(011) ~(001)s ~(100)s (111)t | C ~(010) ~(011) ~(100)s (111)t | C ~(010) ~(011) ~(011) | C ~(001) ~(110) ~(010)s (111)t | C ~(001) ~(110) ~(010)s (111)t | C ~(001) ~(011) ~(101) (111)t |
| 中央部の破壊様式と面 | C ~(010) ~(011) ~(011) | C ~(010) ~(100)s ~(110) | C ~(010) ~(011) | C ~(001) | C ~(001) | C ~(001) ~(011) ~(011) |
| 圧縮側破壊様式と面 | C ~(010) ~(001)s ~(100)s (111)t | C ~(010) ~(001)s ~(100)s ~(001)s | C ~(010) ~(100)s ~(001)s | C ~(001) | C ~(001) | C ~(001) ~(010)s ~(100)s (111)t |
| 破壊ひずみ | ~0 | ~0.07 | ~0.2 | ~0 | ~0.05 | ~0.1 |

C:へき開、WL:Wallner線、()s:()面の段、(111)t:(111)面トレース

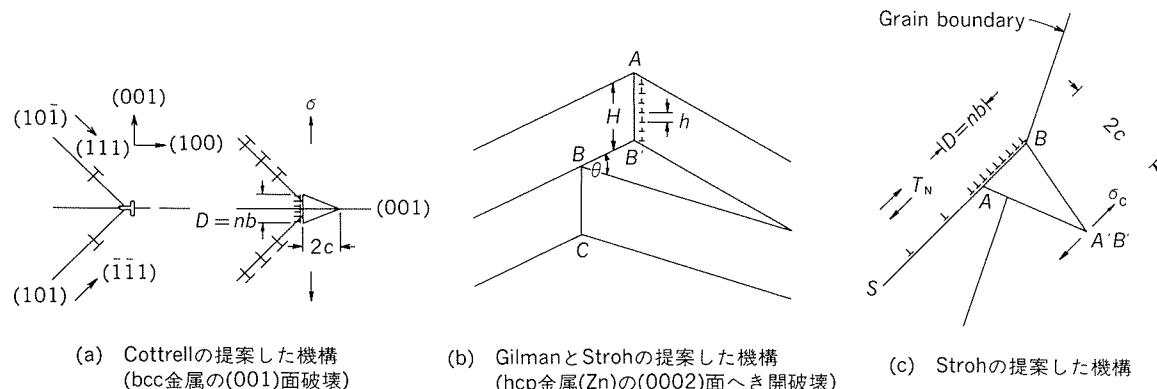


図8 転位反応とミクロクラック形成機構

5. TiAl中の転位

TiAl中の存在が理論的に予測され、実際に存在が透過電子顕微鏡により確認されている転位は、

- (1) $\langle 110 \rangle$ のバーガースベクトルをもつ普通転位¹⁵⁾²⁶⁾
- (2) $\langle 101 \rangle$ 及び $\langle 011 \rangle$ のバーガースベクトルを持つ超転位¹⁵⁾²⁶⁾
- (3) $1/6\langle 112 \rangle$ のバーガースベクトルを持つ半転位¹⁵⁾²⁶⁾

(4) $1/2\langle 112 \rangle$ (または $1/3\langle 112 \rangle$) のバーガースベクトルを持つ超転位²⁷⁾、である。

これらの転位は次のように分解する可能性がある。

$$\textcircled{1} \quad 1/2\langle 110 \rangle \rightarrow 1/6\langle 211 \rangle + \text{CSF} + 1/6\langle 121 \rangle$$

$$\textcircled{2} \quad \langle 101 \rangle \rightarrow 1/2\langle 101 \rangle + \text{APB} + 1/2\langle 101 \rangle$$

$$\text{または}, \langle 101 \rangle \rightarrow 1/6\langle 112 \rangle + \text{SF} + 1/6\langle 514 \rangle^{15)}$$

$$\textcircled{3} \quad \text{または}, \langle 101 \rangle \rightarrow 1/2\langle 110 \rangle + 1/2\langle 112 \rangle^{27)}$$

$$\textcircled{4} \quad 1/2\langle 112 \rangle \rightarrow 1/6\langle 112 \rangle + \text{SF} + 1/3\langle 112 \rangle^{27)}$$

ここで、CSFは複合欠陥、APBは逆位相境界及びSFは積

層欠陥を表している。CSFのエネルギーは、大ざっぱに近似すると、APBエネルギーとSFエネルギーの和と見做すことができる。①の分解反応は、TiAl中ではまだ観察されていない。

6. 転位反応による へき開破壊開始条件とその過程

破面解析の結果は、へき開破壊が転位反応によって生じることを暗に示していた。ここで、転位反応の過程を考察することにしよう。異なるすべり面上の2つの運動転位が反応する時、反応によって生じる合体転位は二つのすべり面の交線上に位置する。もし、反応によって形成された転位が不動型、すなわち、ステアロッド転位であるならば、その不動転位は、さらに後続の転位の応力集中のもとで、後続の転位と反応合体して、ミクロクラックを生じる可能性がある。

Strohは、刃状転位が引張り側に長さ c_0 の小さなクラックが存在すると仮定した時、2本の等しいバーガースベクトルを持つ転位を合体させるのに必要とする最大力は、弾性相互作用力のみを考慮して計算した場合の最大力よりも小さいことを示した²⁸⁾。Strohの、この考えを上記の問題に適用する。すなわち、異なるバーガースベクトル b_i ($i=1$ 及び 2) を持つ2本の転位を合体させる問題に適用すると、合体に要する最大力は、

$$F_{\max} = k \cdot \frac{Gb_1 b_2}{16\pi (1-\nu) c_0} \quad (1)$$

と書ける。ここで、 k は2本の転位間に作用する長範囲弾性的相互作用の性質と大きさを示す係数である。2本の転位が等しい大きさの純粋な刃状転位であるとき、 $k=1$ である。2本の転位が異なるバーガースベクトルを持つとき、 k の絶対値は1よりも小さい。そして、この時、 k は等しいバーガースベクトルを持つ転位間に作用する相互作用力に対する、異なるバーガースベクトルを持つ転位間に作用する相互作用力の比として与えられる。 G は剛性率、 b_i ($i=1$ 及び 2) は超半転位 (Superpartial) または超転位のバーガースベクトルの大きさ、 ν はポアソン比及び c_0 はバーガースベクトル b_i のうち、より大きな刃状転位成分 ($b_{i,e}$) の $1/2$ の大きさにほぼ等しい値である。もし、 $F < 0$ 、すなわち、反応が引力的であるならば、2本の異なるすべり面上の転位は、応力集中の助けなしに反応して合体する。 $F > 0$ の時、すなわち、もし反応が反発的であるとき、反応に要する最大力は集積転位の応力集中によって与えられる。超半転位 (または超転位) の合体は、次の不等式が満足される時に生じる。

$$N\tau > F_{\max} / b_1 \quad (2)$$

ここで、 N は超半転位または超転位の全集積数、及び τ は、そのすべり面上の外せん断応力である。ここで、 N の最小値を計算してみる。TiAlでは $G = 71.4 \text{ GPa}$ 、 $b = 2.86 \times 10^{-10} \text{ m}$ 、 $\nu = 0.236$ 及び $\gamma_{\text{APB}} = 0.47 \text{ J/m}^2$ ¹⁵⁾ で

ある。室温付近では、 $\tau = 80 \text{ MPa}$ である¹²⁾。いま、後述の反応(2a)の場合を考えると、 $k = \nu/4$ 及び $c_0 = 0.5 b_{1,e} = 3^{1/2} b_1/4$ である。式(2)から、 N の最小値は、4となる。これは、超半転位の集積数である、すなわち、これらの転位の集積長さは、 $100 \mu\text{m}$ よりもずっと短いと考えられる。この計算結果は、試験片表面より、約 $20 \sim 100 \mu\text{m}$ 内側へ入った場所から、へき開破壊が開始する観察結果と一致している。ここで、我々は、異なるすべり面上の2本の平行な転位間の反応を考えている。しかし、Whelanによって指摘された²⁹⁾ように、異なるすべり系に属する2本の転位の反応部分は、普通そんなに長くない。したがって、クラックを形成するためには、多くの反応部分が密に形成される必要があろう。

次に、APBによって囲まれた超転位同志の反応について、考察を進めよう。反応の条件は、上述の場合と同様にして、

$$N\tau > (F_{\max} - \gamma_{\text{APB}}) / b_{p,i} \quad (3)$$

で表せる。ここで、 γ_{APB} はAPBエネルギー、 $b_{p,i}$ ($i=1$ 及び 2) は超半転位のバーガースベクトルである。式(3)の N の最小値は、式(2)のそれよりも小さい。したがって、APBによって連結された、超半転位の合体は普通転位の合体よりも容易に起きる。式(1)及び(3)と、 $b_1 = b_2 = 2.86 \times 10^{-10} \text{ m}$ 及び $K=1$ を用いて、超半転位の合体条件を満足する N の最小値は約3である。集積転位群の先頭領域では、2本の $1/2\langle 101 \rangle$ 型超半転位は、すでに、1本の $\langle 101 \rangle$ 超転位に合体していることが予想される。そして、超転位間の合体反応は、超半転位間のそれと基本的に同じである。式(1)及び(2)の b_i ($i=1$ 及び 2) に超転位のバーガースベクトルの大きさを代入し、 k の代わりに k_s を用いて、超転位の集積転位数の最小値を求めることができる。ここで、 k_s は、 b_1 と b_2 が超転位である場合 (あるいは、 b_1 と b_2 のどちらかが超転位である場合) の長範囲弾性相互作用係数である。

反応で形成されたステアロッド転位と、集積した二番目の転位間の相互作用及び n 対の転位の合体によって形成された、大きなステアロッド転位と、二つのすべり面上の $n+1$ 番目の転位との間に働く最大の相互作用力について、式(1)と同様な式を導出して考察すると、 n の増加とともに最大力は低下する、すなわち、転位反応によって形成されるクラックの成長が急速に起きることが分かる。

次に、破壊の過程を考察する。図9は、TiAl単結晶の[001]曲げ試験片における(001)面の破壊の機構を、模式的に示している。曲げモーメントに起因する引張応力が試験片の表面近くで働く。その時、反応(2a) (後述の表2参照) が生じる可能性がある。(111)と(111)の、 n 個のすべり面が合う場所を、1, 2, ..., n とする。(111)面上の $1/2\langle 101 \rangle$ のバーガースベクトルを持つ先頭の超半転位と、(111)面上の $1/2\langle 101 \rangle$ バーガースベクトルを持つ超半転位とが反応し、1本のステアロッ

ド転位に変化する。このステアロッド転位は(111)面と(111)面の交線である[110]方向に向いて(110)面上に存在し、バーガースベクトルは[001]である。そのステアロッド転位と、後続の集積転位とがさらに合体し、応力水準に応じて、くさび状のミクロクラックを形成する。それらのミクロクラックは互いに連結し、一つのクラックに成長する。そして、そのクラックは、 n 対の合体したステアロッド転位の引張り側に成長する。ここで、我々は、合体反応により形成された転位のバーガースベクトルの刃状成分に直角な面で破壊が生じるという仮説を提案する。上述の(2a)の反応の場合には、予想される破壊面は(001)面となる。Cottrellは、bcc金属及び合金中で転位反応によるへき開破壊を提案した²²⁾。TiAl中の転位反応から予想される破壊面に関する提案と、その反応の起き易さを示すパラメータの提案は、Cottrell機構の一つの発展である。

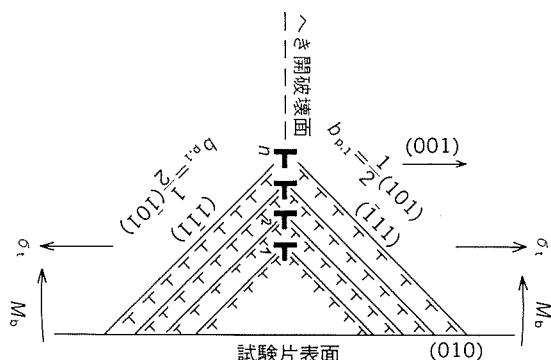


図9 TiAl単結晶の[001]曲げ試験片におけるへき開破壊を説明する模式図。

反応は各転位の組合せから、6種類に分類できる。

- (1) バーガースベクトル $1/2\langle 110 \rangle$ を持つ普通転位間の相互作用(表2中の反応(1a)と(1b))
- (2) バーガースベクトル $\langle 101 \rangle$ を持つ超転位間の相互作用(反応(2a)～(4b))
- (3) $\langle 101 \rangle$ 型超転位と $1/2\langle 110 \rangle$ 普通転位間の相互作用(反応(5a)と(5b))
- (4) バーガースベクトル $m\langle 112 \rangle$ ($m=1/2, 1/3$ または $1/6$)を持つ超転位(または半転位)と $1/2\langle 110 \rangle$ 型普通転位間の相互作用(反応(6a)～(6c))
- (5) $\langle 101 \rangle$ 型超転位と $m\langle 112 \rangle$ ($m=1/2, 1/3$ または $1/6$)型超転位(または半転位)間の相互作用(反応(7a)～(10c))
- (6) $m\langle 112 \rangle$ ($m=1/2, 1/3$ または $1/6$)型超転位(または半転位)同志及び $m\langle 112 \rangle$ 型超転位と半転位間の相互作用(反応(11a)～(14c))

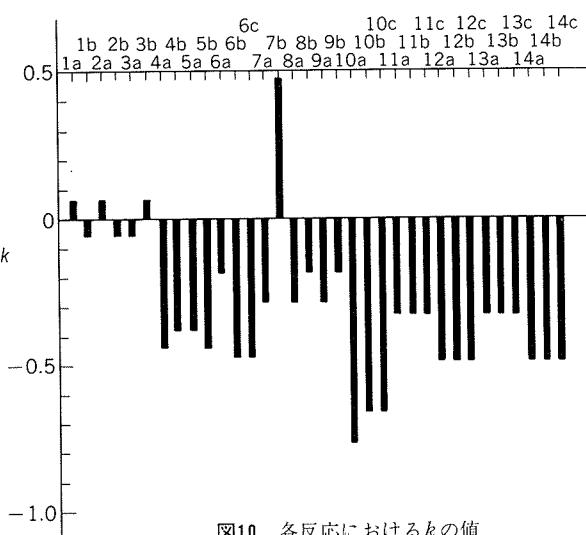


図10 各反応における k の値

7. 可能な転位反応

合体によって生じる転位のバーガースベクトル、すべて面及び転位線の線ベクトルが、転位反応前後の転位構造と欠陥構造とともに表2に示されている。合体転位が不動でない場合、表中には破壊面の代りにglissileと書かれている。

第一番目の反応のし易さを示すパラメータ k 並びに、二番目以降の反応のし易さを示すパラメータ k_1 及び k_2 を棒グラフにして図10と11にそれぞれ示す。 k は、ほとんどの反応の場合、負の値、すなわち、引力的である。 k_1 及び k_2 は正に、すなわち、反発的に変化し、大きさは約 $1/2$ である。これは、同種の刃状転位が合体するときの約 $1/2$ 程度の外応力で、合体が生じることを意味している。また、 k_1 と k_2 の値が異なる場合がある。この場合は、両面から異なる数の転位が合体するであろうことを意味し、表2で予測した破壊面と異なる面で破壊する可能性が強い。

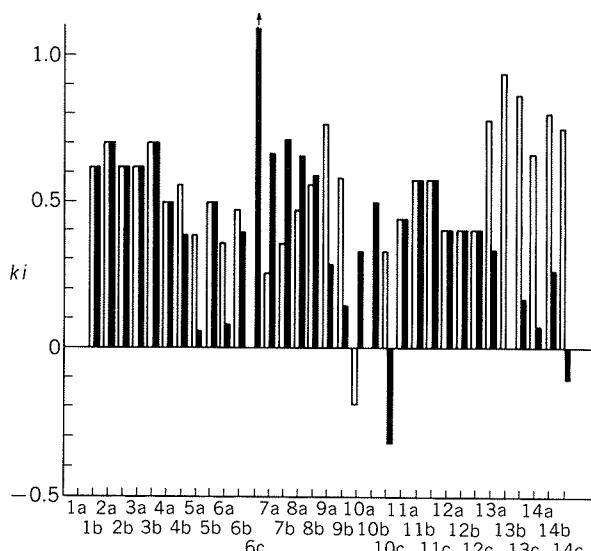


図11 各反応における k_1 及び k_2 の値

反応 (10b) は、反応 (10a) の合体反応で形成された転位と、残された転位との間で続いて起こる反応である。同じ型の転位反応であっても、乗っているすべり面が異なれば、異なる破壊面が期待される。例えば、(1a) と (1b), (2a) と (2b), (3a) と (3b), (7a) と (7b), (8a) と (8b) 及び (9a) と (9b) などである。(6a)～(6c), (10a)～(14c) では、大きさの異なるバーガースベクトルを持つ同じ種類の反応が、いろいろなすべり面と破壊面を予想させている。特に、(6c) と (13b) の反応は、驚くべきことに、{111} すべり面の破壊を予測する。反応 (6b), (7a), (8a), (8b), (9a), (9b), (13a), (13c), (14a), (14b) 及び (14c) は、それぞれ、(255), (332),

(772), (10 $\bar{1}$, 1), (552), (411), (552), (332), (1, 10, 1), (141) 及び (161) のような高指数面の破壊を予想する。これらの反応は、強度上昇あるいは、加工硬化率の増大に寄与する。反応 (4b), (5a), (10b) 及び (10c) で形成される転位は、示されている面上で可動である。しかし、これらの反応で形成された転位は、異なるすべり面上にまたがる APB を持っている。したがって、それらは独立に運動することはできない。他の反応は不動型（ステアロッド）転位を作る。反応 (7a) と (7b) 及び (10b) と (10c) は、1/2[211] 及び 1/6[121] と 1/6[211] のバーガースベクトルを持つ転位を形成する。これらは、複合積層欠陥 (CSF) を形成する。反応 (10a) は、2

表 2 転位反応と予想される破壊面

| 反応番号 | 反応前の転位構造と面欠陥 | 反応後の転位構造と面欠陥 | ステアロッド転位の方向 | 予想される破壊面 |
|------|--|---|-------------|-----------------|
| (1a) | 1/2[110](1 $\bar{1}$ 1) +1/2[1 $\bar{1}$ 0](111) | [010](101) | [101] | (010) |
| (1b) | 1/2[110](1 $\bar{1}$ 1) +1/2[1 $\bar{1}$ 0](111) | [010](100) | [011] | (0 $\bar{1}$ 1) |
| (2a) | (1/2[101]+APB +1/2[101](111) +(1/2[101]+APB +1/2[101](111)) | 1/2[101](1 $\bar{1}$ 1)+APB +[001](1 $\bar{1}$ 0)+APB +1/2[101](1 $\bar{1}$ 1) | [110] | (001) |
| (2b) | (1/2[101]+APB +1/2[101](11 $\bar{1}$) +(1/2[101]+APB +1/2[101](1 $\bar{1}$ 1)) | 1/2[101](11 $\bar{1}$)+APB +[001](100)+APB +1/2[101](1 $\bar{1}$ 1) | [011] | (01 $\bar{1}$) |
| (3a) | (1/2[101]+APB +1/2[101](1 $\bar{1}$ 1) +(1/2[10 $\bar{1}$]+APB +1/2[101](1 $\bar{1}$ 1)) | 1/2[101](1 $\bar{1}$ 1)+APB +[100](001)+APB +1/2[10 $\bar{1}$](1 $\bar{1}$ 1) | [110] | (1 $\bar{1}$ 0) |
| (3b) | (1/2[101]+APB +1/2[101](11 $\bar{1}$) +(1/2[10 $\bar{1}$]+APB +1/2[101](111)) | 1/2[101](11 $\bar{1}$)+APB +[100](011)+APB +1/2[10 $\bar{1}$](1 $\bar{1}$ 1) | [011] | (100) |
| (4a) | (1/2[101]+APB +1/2[101](11 $\bar{1}$) +(1/2[01 $\bar{1}$]+APB +1/2[01 $\bar{1}$](111)) | 1/2[101](11 $\bar{1}$)+APB +1/2[110](001)+APB +1/2[01 $\bar{1}$](111) | [110] | (110) |
| (4b) | (1/2[101]+APB +1/2[101](1 $\bar{1}$ 1) +(1/2[01 $\bar{1}$]+APB +1/2[01 $\bar{1}$](111)) | 1/2[101](1 $\bar{1}$ 1)+APB +1/2[110](1 $\bar{1}$ 1)+APB +1/2[01 $\bar{1}$](111) | [011] | glissile |
| (5a) | (1/2[101]+APB +1/2[101](11 $\bar{1}$) +1/2[1 $\bar{1}$ 0](111)) | 1/2[101](11 $\bar{1}$)+APB +1/2[01 $\bar{1}$](111) | [101] | glissile |
| (5b) | (1/2[101]+APB +1/2[101](11 $\bar{1}$) +1/2[1 $\bar{1}$ 0](111)) | 1/2[101](11 $\bar{1}$)+APB +1/2[01 $\bar{1}$](100) | [011] | (0 $\bar{1}$ 1) |
| (6a) | 1/2[1 $\bar{1}$ 2](1 $\bar{1}$ 1) +1/2[1 $\bar{1}$ 0](11 $\bar{1}$) | [001](100) | [011] | (0 $\bar{1}$ 1) |
| (6b) | 1/3[1 $\bar{1}$ 2](1 $\bar{1}$ 1) +1/2[1 $\bar{1}$ 0](11 $\bar{1}$) | 1/6[1 $\bar{1}$ 4](51 $\bar{1}$) | [011] | (255) |
| (6c) | 1/6[1 $\bar{1}$ 2](1 $\bar{1}$ 1) +1/2[1 $\bar{1}$ 0](11 $\bar{1}$) | 1/3[1 $\bar{1}$ 1](21 $\bar{1}$) | [011] | (1 $\bar{1}$ 1) |
| (7a) | (1/2[10 $\bar{1}$]+APB +1/2[10 $\bar{1}$](111) +1/2[112](1 $\bar{1}$ 1)) | 1/2[10 $\bar{1}$](1 $\bar{1}$ 1)+APB +1/2[211](113) | [110] | (332) |
| (7b) | (1/2[10 $\bar{1}$]+APB +1/2[10 $\bar{1}$](111) +1/2[112](1 $\bar{1}$ 1)) | 1/2[10 $\bar{1}$](11 $\bar{1}$) +APB+1/2[211](01 $\bar{1}$) | [011] | (100) |

(つづく)

表2 つづき

| 反応番号 | 反応前の転位構造と面欠陥 | 反応後の転位構造と面欠陥 | ステアロッド転位の方向 | 予想される破壊面 |
|--------|---|---|-------------|-------------------|
| (8a) | $1/2[\bar{1}0\bar{1}] + \text{APB}$ + $1/2[\bar{1}\bar{0}1](\bar{1}1\bar{1})$ + $1/3[\bar{1}12](1\bar{1}1)$ | $1/2[\bar{1}0\bar{1}](\bar{1}11) + \text{APB}$ + $1/6[\bar{5}21](1\bar{1}7)$ | [110] | (7\bar{7}\bar{2}) |
| (8b) | $1/2[\bar{1}0\bar{1}] + \text{APB}$ + $1/2[\bar{1}\bar{0}1](11\bar{1})$ + $1/3[\bar{1}12](1\bar{1}1)$ | $1/2[\bar{1}0\bar{1}](11\bar{1}) + \text{APB}$ + $1/6[\bar{5}21](1\bar{5}5)$ | [011] | (10,\bar{1},1) |
| (9a) | $1/2[\bar{1}0\bar{1}] + \text{APB}$ + $1/2[\bar{1}\bar{0}1](\bar{1}1\bar{1})$ + $1/6[\bar{1}12](1\bar{1}1)$ | $1/2[\bar{1}0\bar{1}](\bar{1}11) + \text{APB}$ + $1/6[\bar{4}1\bar{1}](1\bar{1}5)$ | [110] | (5\bar{5}2) |
| (9b) | $1/2[\bar{1}0\bar{1}] + \text{APB}$ + $1/2[\bar{1}\bar{0}1](11\bar{1})$ + $1/6[\bar{1}12](1\bar{1}1)$ | $1/2[\bar{1}0\bar{1}](11\bar{1}) + \text{APB}$ + $1/6[\bar{4}1\bar{1}](12\bar{2})$ | [011] | (4\bar{1}1) |
| (10a) | $1/2[\bar{1}0\bar{1}] + \text{APB}$ + $1/2[\bar{1}\bar{0}1](111)$ + $1/2[\bar{1}12](1\bar{1}1)$ | $1/2[\bar{1}0\bar{1}](111) + \text{APB}$ + $1/2[011](1\bar{1}1)$ | [011] | glissile |
| (10a') | $1/2[\bar{1}0\bar{1}](111)$ + APB + $1/2[011](1\bar{1}1)$ | $1/2[110](1\bar{1}1)$ | — | glissile |
| (10b) | $1/2[\bar{1}0\bar{1}] + \text{APB}$ + $1/2[\bar{1}\bar{0}1](111)$ + $1/3[\bar{1}12](1\bar{1}1)$ | $1/2[\bar{1}0\bar{1}](111) + \text{APB}$ + $1/6[121](1\bar{1}1)$ | [10\bar{1}] | glissile |
| (10c) | $1/2[\bar{1}0\bar{1}] + \text{APB}$ + $1/2[\bar{1}\bar{0}1](111)$ + $1/6[\bar{1}12](1\bar{1}1)$ | $1/2[\bar{1}0\bar{1}](111) + \text{APB}$ + $1/6[21\bar{1}](1\bar{1}1)$ | [10\bar{1}] | glissile |
| (11a) | $1/2[\bar{1}12](11\bar{1})$ + $1/2[\bar{1}1\bar{2}](111)$ | [110](001) | [1\bar{1}0] | (110) |
| (11b) | $1/3[\bar{1}12](11\bar{1})$ + $1/3[\bar{1}1\bar{2}](111)$ | $2/3[110](001)$ | [1\bar{1}0] | (110) |
| (11c) | $1/6[\bar{1}12](11\bar{1})$ + $1/6[\bar{1}1\bar{2}](111)$ | $1/3[110](001)$ | [1\bar{1}0] | (110) |
| (12a) | $1/2[\bar{1}12](1\bar{1}1)$ + $1/2[\bar{1}1\bar{2}](111)$ | [010](101) | [10\bar{1}] | (010) |
| (12b) | $1/3[\bar{1}12](1\bar{1}1)$ + $1/3[\bar{1}1\bar{2}](111)$ | $2/3[010](101)$ | [10\bar{1}] | (010) |
| (12c) | $1/6[\bar{1}12](1\bar{1}1)$ + $1/6[\bar{1}1\bar{2}](111)$ | $1/3[010](101)$ | [10\bar{1}] | (010) |
| (13a) | $1/2[\bar{1}12](11\bar{1})$ + $1/3[\bar{1}1\bar{2}](111)$ | $1/6(552)(11\bar{5})$ | [1\bar{1}0] | (552) |
| (13b) | $1/2[\bar{1}12](11\bar{1})$ + $1/6[\bar{1}1\bar{2}](111)$ | $2/3[111](11\bar{2})$ | [1\bar{1}0] | (111) |
| (13c) | $1/3[\bar{1}12](11\bar{1})$ + $1/6[\bar{1}1\bar{2}](111)$ | $1/6(332)(11\bar{3})$ | [1\bar{1}0] | (332) |
| (14a) | $1/2[\bar{1}12](1\bar{1}1)$ + $1/3[\bar{1}1\bar{2}](111)$ | $1/6[\bar{1}52](5\bar{1}5)$ | [10\bar{1}] | (1,10,1) |
| (14b) | $1/2[\bar{1}12](1\bar{1}1)$ + $1/6[\bar{1}1\bar{2}](111)$ | $1/3[\bar{1}22](2\bar{1}2)$ | [10\bar{1}] | (141) |
| (14c) | $1/3[\bar{1}12](1\bar{1}1)$ + $1/6[\bar{1}1\bar{2}](111)$ | $1/6[\bar{1}32](3\bar{1}3)$ | [10\bar{1}] | (161) |

段階に反応して、最終的には $1/2[110]$ 普通転位を作る。反応前後のバーガースベクトルの平方の和を比較して、我々は、この反応がエネルギー的に起き得るかどうかを判断できる。反応 (4a)～(14c) はエネルギーを低下させる。それに対して、反応 (1a)～(3b) は、上述の単純な判定によっては、等方体中でエネルギーの変化はない。我々は 1073K で変形した TiAl 中に、(1a) または (1b) の反応が生じているのを観察した³⁰⁾。これは多分、TiAl における弾性異方性あるいは転位の芯構造によるものであろう。反応 (2a)～(3b) も同じくまだ不明の理由によって起き

る可能性がある。反応の (1a) と (1b) は、文献20) に示された f.c.c. 格子に対する反応 (10) 及び (11) に、そして、反応 (5a) と (5b) は、同じく文献20) 中の反応 (4), (8) 及び (9) に相当している。Greenberg³¹⁾ によって提案された反応は $(1/2[011] + 1/2[\bar{1}01])(111) \rightarrow (1/6[\bar{1}12] + 1/6[\bar{1}21])(111) + (1/6[211] + 1/6[\bar{1}12])(111) \rightarrow 1/6[\bar{1}12](111) + 1/6[\bar{1}32] + 1/6[\bar{1}12](111)$ である。この反応は、我々の研究の反応 (4a) 及び (4b) とは異なる。TiAl 中に変形双晶が、873 と 1173 K の温度の範囲でしばしば観察された。そして、その双晶は、 $1/6<112>$ 型半

転位の運動によって形成されると考えられる。しかしながら、Ti-56at%Al単結晶中では、積層欠陥で結合された半転位の双極子のみが、293Kで観察された。変形組織の観察は、1/6<112>型半転位が、800K以下で容易に運動できないことを示唆している。TiAlの延性は、半転位の運動し易さと関連づけて考えられている²⁶⁾。多くの変形双晶がMn添加によって延性が改善されたTiAlの、室温変形組織中に観察されることが報告された³²⁾³³⁾。上述のように、多くの反応が半転位間あるいは半転位と他の型の転位との間に生じ得る。これらの反応は半転位の不動化と関係しているかもしれない。

この転位反応による破壊機構は、Ni₃Al及びその他のL1₂型構造を持つ、化合物の破壊に適用できる可能性がある。すなわち、反応(2a)～(4b)及び(6a)～(14c)の転位反応は、APB及びSISFを持つ超半転位によるものである。実際に、{111}すべり面破壊に加えて、高指面及びキンクバンドの境界での破壊が、Ni₃(Al,Ti)単結晶の引張試験片中に、大きな塑性変形の後に生じることが観察されている³⁴⁾。Ni₃(Al,Ti)中のこれらの破壊面は、反応(2a)～(4b)及び(6a)～(14c)の転位反応によって説明できる。

3.2項で述べたように、TiAlでは、破壊が{010}, {001}, {110}, {101}（または{011}）及び{111}面で生じ¹⁷⁾、加工硬化率は高かった¹²⁾。上述の転位反応は、これらの破壊面を予想できることを示した。反応によって作られる不動転位は、可動転位の運動に対して強い障害物として働き、加工硬化率の増加に寄与するであろう。

8. あとがき

7章で述べたように、我々は、上述の破壊機構はL1₀型構造を持つTiAlのみに限らず、L1₂及びその他の構造を持つ金属間化合物の破壊一般に適用できると考えている。特に、第二相や粒界が存在しない単結晶が塑性変形後へき開破壊する場合には、上述の機構を検討する必要がある。最近、我々のTiAlの破壊研究に統いて、Ni₃Alの多結晶³⁵⁾及びNi₃(Al,Ti)単結晶³⁴⁾並びに、D0₂₂型構造を有するAl₃Tiに、Fe及びVを添加し、L1₂型構造に変態させた金属間化合物の破壊が研究されている³⁶⁾。Ni₃(Al,Ti)では、{111}すべり面破壊が支配的であり³⁴⁾、Al₃Ti-Fe-V合金は、{110}及び{111}面破壊が支配的で、{010}面破壊は生じない³⁶⁾ことが報告されている。この破壊面の異方性は、面の結合力と可能な転位反応の種類で決まるものと考えられる。今後、これらの金属間化合物における転位反応を研究する必要があろう。

参考文献

- 1) J. H. Westbrook : *Mechanical Properties of Intermetallic compounds*, John Wiley and Sons, (1960).
- 2) W. B. Pearson : *Handbook of Lattice Spacing and Structures of Metals*, Pergamon Press, (1958).
- 3) J. H. Westbrook : *Intermetallic compounds*, John Wiley and Sons, (1967).
- 4) D. P. Pope and S. S. Ezz : *Inter. Metals Rev.*, 29 (1984), 136.
- 5) N. S. Stoloff : *Inter. Metals Rev.*, 29 (1984), 123.
- 6) 山口正治、馬越佑吉：金属間化合物、日刊工業新聞社、(1984).
- 7) 和泉 修：金属間化合物、産業図書 (1988).
- 8) 青木 清、和泉 修：日本金属学会誌, 43 (1979), 1190.
- 9) T. Takasugi, O. Izumi and N. Masahashi : *Acta Metall.*, 33 (1985), 1259.
- 10) H. A. Lipsitt : *High Temperature Ordered Intermetallic Alloys*, Edts. C. C. Koch, C. T. Liu and N. S. Stoloff, MRS Symposia Proc. 39 (1985), 351.
- 11) T. Takasugi and O. Izumi : *Acta Metall.*, 31 (1983), 1187.
- 12) T. Kawabata, T. Kanai and O. Izumi : *Acta Metall.*, 33 (1985), 1355.
- 13) T. Kawabata, M. Tadano and O. Izumi : *Scripta Metall.*, 22 (1988), 1725.
- 14) E. S. Bumps, H. D. Kessler and M. Hansen : *Trans. AIME*, 194 (1952), 609.
- 15) H. A. Lipsitt, D. Shechtman and R. E. Schafrik : *Metall. Trans.*, 6A (1975), 1991.
- 16) N. Fat-Halla, S. Bahi, T. Kawabata, and O. Izumi : *Mat. Sci. Eng.*, 61 (1983), 227.
- 17) T. Kawabata, Y. Takezono and O. Izumi : *Acta Metall.*, 36 (1988), 963.
- 18) W. M. Lomer : *Phil. Mag.*, 42 (1951), 1327.
- 19) A. H. Cottrell : *Phil. Mag.*, 43 (1952), 645.
- 20) J. P. Hirth : *J. Appl. Phys.*, 32 (1961), 700.
- 21) T. Jossang, J. P. Hirth and C. S. Hartley : *J. Appl. Phys.*, 36 (1965), 2400.
- 22) A. H. Cottrell : *Trans. AIME*, 212 (1958), 192.
- 23) J. J. Gilman : *Trans. AIME*, 200 (1954), 621.
- 24) A. N. Stroh : *Phil. Mag.*, 3 (1958), 597.
- 25) A. N. Stroh : *Proc. Roy. Soc. Lond.*, A223 (1954), 404.
- 26) D. Shechtman, M. J. Blackburn and H. A. Lipsitt : *Metall. Trans.*, 5 (1974), 1373.
- 27) G. Hug, A. Loiseau and A. Lasalmonie : *Phil. Mag.*, A54 (1986), 47.
- 28) A. N. Stroh : *Proc. Roy. Soc. A232* (1955), 548.
- 29) M. J. Whelan : *Proc. Roy. Soc. A249* (1959), 114.
- 30) 川畠 武、金井恒行、和泉 修：日本金属学会講演概要集、(1984年10月), 468.
- 31) B. A. Greenberg : *Physica status solidi*, (b) 55 (1973), 59.
- 32) 橋本健紀、土肥春夫、中野 理、辻本得蔵：日本金属学会講演概要集、(1984年10月), 465.
- 33) T. Hanamura, R. Uemori and M. Tanino : *J. Mater. Res.*, 3 (1988), 656.
- 34) M. S. Kim, S. Hanada, S. Watanabe and O. Izumi : *Trans. JIM*, 29 (1988), 790.
- 35) S. Hanada, M. S. Kim, S. Watanabe and O. Izumi : *Scripta Metall.*, 21 (1987), 277.
- 36) E. P. George, W. P. Porter, H. M. Henson, W. C. Oliver and B. F. Oliver : *J. Mater. Res.*, 3 (1989), 78.

技術資料

高力軽合金材料と韌性*

宇野照生** 新家光雄***

Toughness in High Strength Light Metals

Teruo Uno and Mitsuo Niinomi

住友軽金属工業株式会社技術研究所

高力軽合金材料と韌性*

宇野照生** 新家光雄***

Toughness in High Strength Light Metals

Teruo Uno and Mitsuo Niinomi

High strength aluminium and titanium alloys have been widely used for aircraft and transportation applications due to their high specific strength.

Recently, the development of new advanced material and new fabrication process have been carried out to improve strength, toughness, resistance to stress corrosion cracking, heat resistance, etc. of those alloys.

In this paper, the toughness on high strength aluminium alloys and titanium alloys are reviewed and discussed.

1. はじめに

アルミニウム、チタンなどの軽合金材料は比強度が高いため、航空機、輸送用機器などの構造材料として広範囲に使用されている。これらの軽合金材料についても、近年、強度、韌性、耐応力腐食割れ性、耐熱性などを改良するため、新合金や新製造法の開発が進められている。本稿では、高力アルミニウム合金、低密度・高弾性Al-Li合金や急冷凝固粉末合金などの高力アルミニウム系新素材、高力チタン合金などの高力軽合金材料について、韌性の支配因子、韌性の改良法、最近の材料開発の動向などを紹介する。

2. 高力アルミニウム合金

2.1 韌性の支配因子

アルミニウム合金で韌性が特に問題となるのは、主に航空機材料に使用されている2XXX (Al-Cu-Mg) 系及び7XXX (Al-Zn-Mg-Cu) 系高力合金である。2024合金や7075合金に代表される従来合金には厚肉材の韌性が低い問題があり、航空機技術の進歩に対応して高韌性化が進められた^{1)~3)}。高力アルミニウム合金の韌性や破壊特性は、合金中に存在する種々の第2相粒子の性質や使用条件により大きく影響される。

高力アルミニウム合金中には、一般に1~10 μm 程度

の粗大な晶出物粒子が存在する。これらの粒子の大半は、Fe、Siなどの不純物元素が鋳造時の凝固過程で、 Al_2CuFe 、 α (AlFeSi)、 $(\text{Fe}, \text{Mn})\text{Al}_6$ などの不溶性化合物として晶出したものである。これらの粗大粒子は脆かったり、基地との界面が剥離しやすいため、低応力でボイドが発生して韌性が低下する。図1⁴⁾には、7XXX系合金の韌性と地金純度の関係を示す。韌性向上には、合金中の不純物量を規制し、第2相粒子量を減少させる必要がある。

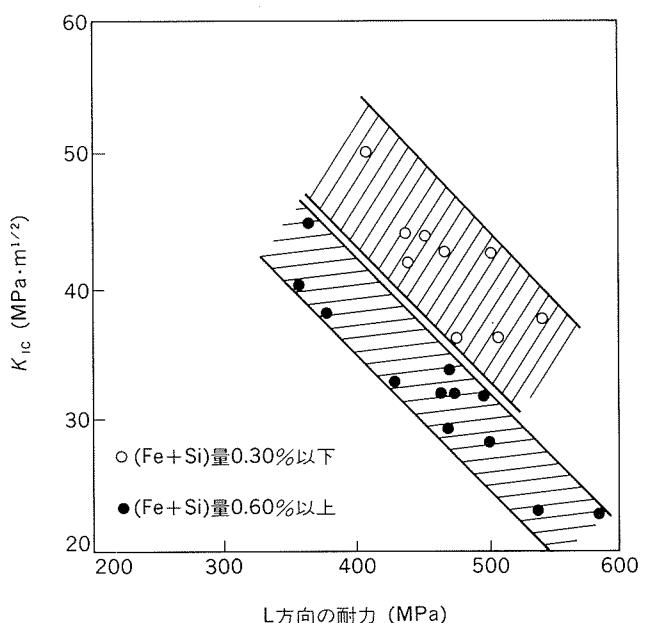


図1 7XXX系高力アルミニウム合金の韌性と地金純度の関係⁴⁾

* 日本国学会会報, 27 (1988), 631. に主要部を掲載

** 技術研究所プロセス研究部, 工学博士

*** 豊橋技術科学大学生産システム工学系, 工学博士

さらに、Cu、Mgなどの主添加元素量の調整、均質化処理による共晶化合物の溶入などにより第2相粒子量を抑制することも重要である。以上の観点より、7075合金の韌性改良合金として7175、7475などの合金が、また2024合金に対して2124、2224、2324などの合金がそれぞれ開発され、航空機構造材に使用されている。

高力アルミニウム合金には、結晶粒の微細化や応力腐食割れの防止のため、Cr、Mn、Zrなどが添加されるが、これらの元素は鋳塊の均質化処理時に $0.02\sim0.5\mu\text{m}$ 程度の不溶性化合物 ($\text{Al}_{12}\text{Mg}_2\text{Cr}$, $\text{Al}_{20}\text{Cu}_2\text{Mn}_3$, Al_3Zr など) として析出する。これらの化合物は、結晶粒を微細化すると共に粗大なすべり帯の形成を抑制し、粒界への応力集中を緩和して韌性向上に寄与する。化合物粒子の析出状態は均質化処理温度や時間により制御でき、それに伴って結晶粒組織も変化する。結晶粒と韌性の関係については、等軸粗大結晶粒の韌性が最も低く、未再結晶組織の場合に最も韌性が高い¹¹⁾。未再結晶組織では、亜粒界の存在によりPFZや粒界析出が抑制されるため、韌性が向上すると考えられる。

韌性は、析出状態によっても大きく変化する。一般に、時効初期には韌性が高く粒内破壊するが、時効の進行に伴って強度が高くなると、破断面に占める粒界破面の割合が増加し、韌性は低下する。これは、粒界に粗大な析出物やPFZが形成されるためと考えられる。

高力アルミニウム合金は、一般に低温脆性を起こさないとされているが、溶接構造用7N01合金は極低温で粒界破壊を起こし、韌性が著しく低下する⁵⁾。また、2024-T351材のような室温時効硬化材を350K程度で長期間使用する場合には、時効が進行して韌性が著しく低下したことに起因する破壊事例がある⁶⁾。このように、合金と使用条件の組合せによっては、使用中の韌性低下についての配慮が必要とされる。

2.2 製造法の進歩

高力アルミニウム合金の強韌化法として加工熱処理法 (TMT)^{7)~9)} が注目されている。TMTは、中間加工熱処理 (ITMT)⁷⁾⁸⁾ と最終加工熱処理 (FTMT)⁹⁾ に分類され

表1 ITMTと従来法により製造された7075合金
厚板の諸性能比較 (LT方向)¹⁰⁾

| 処理法 | 引張強さ (MPa) | 耐力 (MPa) | 伸び (%) | 断面減少率 (%) | 破壊韌性値 K_{IC} (MPa·m ^{1/2}) |
|---------------|------------|----------|--------|-----------|--|
| (a) T6処理材 | | | | | |
| (1) 従来法 | 568 | 502 | 9.5 | 14~16 | 22.6 |
| (2) FA-ITMT | 572 | 509 | 19.0 | 35.1 | 27.9 |
| (3) ISML-ITMT | 573 | 508 | 18.2 | 29.6 | 33.8 |
| (b) FTMT処理材 | | | | | |
| (1) FA-ITMT | 603 | 561 | 12.2 | 34.6 | 22.9 |
| (2) ISML-ITMT | 614 | 573 | 11.2 | 25.2 | 22.6 |

る。ITMTは鋳塊に特殊な加工熱処理を施し、微細結晶粒組織として厚板の韌性向上を図る方法である。表1¹⁰⁾に示されるように、ITMTによる7075合金は従来材より伸び、断面減少率、韌性などが優れている。FTMTは焼入れ後の適度な加工と時効による強韌化を目的としており、顕著な伸びの低下を伴うことなく2XXX系及び7XXX系合金の強化が可能となる⁹⁾¹⁰⁾。

また、FTMTによれば、粒界破壊を起こしやすい高純度時効硬化型合金 (Al-Cu系、Al-Mg-Si系、Al-Zn-Mg系合金など) の粒界破壊の防止と延性の向上にも効果がある¹¹⁾。

ITMTと同様な微細粒化処理として、筆者らの1人は図2¹²⁾に示すような特殊熱処理法を開発し、航空機テーパ・ストリンガ(縦通材)用7075合金板コイル材の結晶粒微細化に成功している。この方法では、冷間圧延後のコイルを第1段目の急速加熱焼鈍により微細な再結晶粒組織とし、第2段目の低温再加熱焼鈍により微細な第2相を析出させ、従来材によるテーパ・ストリンガ製造時に問題とされていた軽度のテーパ圧延(10~20%)後の溶体化処理による結晶粒粗大化を防止している。この材料は、結晶粒が微細($40\mu\text{m}$)であるため、旅客機ストリンガの韌性、疲労強度、成形加工性などが従来材(結晶粒 $\sim200\mu\text{m}$)より優れている。

以上のような2XXX系及び7XXX系高韌性合金の製造には、鋳造前の溶湯処理も重要である。近年、インライン脱ガス法とフィルター処理を組合せた種々の溶湯処理法¹³⁾が開発され、微小欠陥の原因となる溶湯中の微小酸化物や水素ガスを効率よく除去することが可能となり、韌性や疲労強度の向上に寄与している。

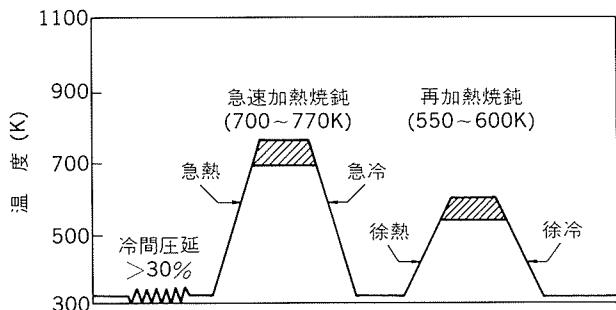


図2 微細結晶粒7075合金焼なまし板を得る加工熱処理プロセス¹²⁾

3. 高力アルミニウム合金系新素材

3.1 低密度・高弾性Al-Li系合金

Al-Li系合金は、低密度・高弾性の航空機材料として注目されており、この合金のみを対象とした国際会議が既に5回開かれ、詳しい解説がある¹⁴⁾。Al-Li系合金の開発初期には、2020合金に代表されるように伸びや韌性が低い問題があったが、近年、諸特性の改良が検討され、1990年代からの実用化に向けて合金開発や評価試験が進

められている。表2には、現在開発中の8090, 8091, 2090, 2091などのAl-Li系合金の諸特性を示す。これらの合金には2~3%のLiが添加されており、6~9%の密度減と12~18%の弾性率増を目指している。Al-Li系合金の強度は、2024合金や7075合金とほぼ同じであるが、伸びや韌性はかなり低い。

表2 AL-Li系実用合金の目標性能と諸特性(L方向)

| 合金と 質別 | 目標 性能 | 密度 (Mg /m ³) | 弾性率 (GPa) | 引張 強さ (MPa) | 耐力 (MPa) | 伸び (%) | 破壊韌性値 K_{IC} (MPa·m ^{1/2}) |
|-----------|----------|--------------------------------|--------------|-------------------|-------------|-----------|--|
| 8090-T651 | 2024-T3 | 2.54 | 79 | 490 | 440 | 5.5 | $K_Q=15$ |
| 8091-T651 | 7075-T6 | 2.55 | 80 | 550 | 510 | 5 | $K_Q=8$ |
| 2090-T8 | 7075-T6 | 2.59 | 79 | 569 | 530 | 7.9 | 15 |
| 2091-T851 | 2024-T3 | 2.58 | 78 | 455 | 340 | 11 | $K_Q=39$ |
| 2020-T6 | | 2.73 | 77.2 | 578 | 531 | 3 | — |
| 2024-T3 | | 2.77 | 73 | 490 | 350 | 18 | 25 |
| 7075-T6 | | 2.80 | 72 | 570 | 510 | 12 | 20 |

Al-Li系合金の低韌性の理由は、以下のように説明される。

Al-Li系合金では、基地に整合なLl₂構造の規則格子δ'相(Al₃Li)の析出により時効硬化する。δ'相は塑性変形時に転位によりせん断されやすく¹⁵⁾、一度せん断されるとその部分の断面積は小さくなり、後続の転位はδ'相をさらにせん断しやすくなるため、すべりが特定の面に集中し、粒界への応力集中が大きくなり、粒界破壊が起こりやすくなる。また、時効の進行と共に粒界析出が生じ、PFZが形成されるが、塑性変形時にPFZ内で優先変形し、粒界破壊が起こりやすくなる。

Al-Li合金の韌性は、Na, K, Caなどの微量不純物や水素ガスによっても大きく影響される。Naなどは原料Li地金からAl-Li系合金に混入し、粒界脆化を起こす¹⁶⁾が、韌性低下の防止には微量不純物を10ppm程度以下に制御することが望ましい¹⁷⁾。また、Al-Li系合金は溶解鋳造時に水素ガスを吸収しやすく、水素ガス量が高くなると韌性が著しく低下することが知られている¹⁸⁾。Al-Li系合金中の水素については、分析方法も未確立であり、水素の存在状態も十分に解明されていない。

Al-Li系合金の韌性を改良するため、①転位によりせん断され難い析出相(θ': Al₂Cu, S': Al₂CuMg)やAl₃Zrなどの金属間化合物の微細分散、②亜時効処理や時効前の冷間加工によるPFZの幅の減少と粒界析出の抑制、③TMTやせん移元素添加による結晶粒の微細化、④Na量や水素ガス量の規制、⑤合金の高純化などが試みられているが、表2に示したようにAl-Li系合金の伸び

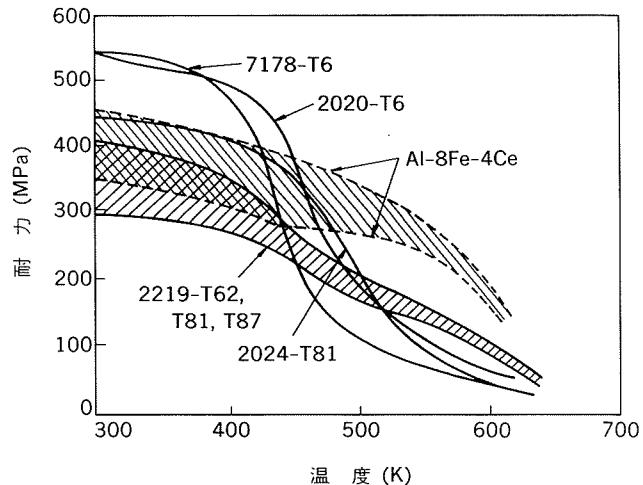
や韌性はまだ十分でなく、航空機構造材への実用化には高韌性化が必要とされる。

3.2 急冷凝固粉末合金

急冷凝固粉末冶金(P/M)法では、添加元素の固溶度の拡大や金属間化合物の微細化が可能となるため、従来の溶解鋳造(I/M)法では得られない高性能新材料の製造が可能となる³⁾¹⁹⁾。その代表的なものがAl-Zn-Mg-Cu系高強度合金やAl-高Fe系耐熱性合金である。

Al-Zn-Mg-Cu系合金にCo, NiあるいはZrを添加したP/M合金(7090, 7091, CW67など)²⁰⁾では、Coなどの添加元素が微細な金属間化合物として基地に微細に分散するため、結晶粒が著しく微細化される。そのため、これらの合金は、7XXX系I/M合金より耐応力腐食割れ性に優れた合金として注目され、押出材や鍛造材として航空機部品への実用化が検討されている。7090合金や7091合金の韌性は、7XXX系I/M合金とほぼ同じである。疲労き裂伝播速度はI/M合金より高いが、これは粉末表面に存在した酸化物が結晶粒界に並ぶためとされており²¹⁾、加工熱処理による改良が進められている²²⁾。

P/M法によるAl-高Fe系合金では、Al₃Fe, Al₆Feなどの高温で安定な金属間化合物が微細分散し、耐熱性が著しく向上する。Al-8Fe-4Ce合金²³⁾やAl-8Fe-2Mo合金²⁴⁾がその代表的な合金である。図3²³⁾にはAl-8Fe-4Ce合金の高温強度を示したが、既存のI/M合金より470K以上の温度域での強度が著しく高い。また、P/M法によりSi粒子径を微細化して、切削性や加工性を改良したAl-高Si系(20~30%Si)耐摩耗性合金や、Al-高Si系合金にFe, Mn, Niなどを添加した耐熱・耐摩耗性合金も開発されている³⁾。耐熱合金や耐熱・耐摩耗性合金は、高温強度や耐摩耗性に優れているが、合金中の第2相粒子量が多いことにも起因して伸びや韌性が著しく低い²⁵⁾。この原因是、まだほとんど解明されておらず、高温構造材への実用化には韌性の改良が必要とされる。

図3 Al-8Fe-4Ce合金とI/M合金の高温強度比較²³⁾

3.3 超塑性高力アルミニウム合金

超塑性一体成形によれば、複雑な形状の部品が容易に成形でき、しかも、軽量化や価格低下も可能となる。そのため、超塑性高力合金の開発と航空機部品への実用化が進められている。

Wertら²⁶⁾は、7075合金や7475合金に特殊な加工熱処理を施すことにより、微細結晶粒超塑性材の得られることを報告している。その微細粒化法では、厚板を溶体化処理後水焼入れし、673Kで過時効して1μm前後の第2相粒子を析出させた後に水冷する。その後、493Kで90%圧延して均一な加工ひずみを付与し、急熱再結晶により10μm程度の微細結晶粒を得ている。

Al-Li系合金でも、適度な加工熱処理により超塑性特性を示すことが知られている。図4²⁷⁾には、7475合金とAl-Li系の8090合金の超塑性特性を示す。Zrを含む8090合金は、高温変形前には非再結晶組織であるが、変形中に再結晶して微細粒が形成されているため、優れた超塑性特性を示す。8090合金は7475合金より1桁速いひずみ速度で超塑性特性を示すため、超塑性成形に要する時間が短縮でき、超塑性材料として有望と考えられる。

超塑性合金は、高温変形量が大きくなると基地内に形成されるキャビティ量が増加し、成形パネルの機械的性質や韌性が低下するため、キャビティの抑制が必要とされる。7475合金では、結晶粒の微細化²⁸⁾や超塑性成形前の高温加熱処理²⁹⁾が有効である。以上に述べた高力アルミニウム合金や高力アルミニウム合金系新素材の詳しい特性については他の解説³⁰⁾³¹⁾を参照されたい。

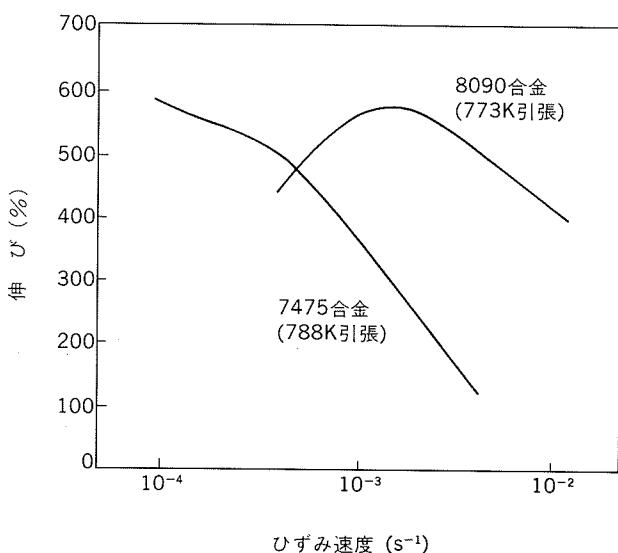


図4 7475合金と8090合金の超塑性特性比較²⁷⁾

4. 高力チタン合金

4.1 チタン合金の韌性

韌性は強度とのかね合いから議論されるのが一般的で

ある。そこで、一般的な α 、 $(\alpha + \beta)$ 及び β 型チタン合金の強度と韌性の関係を整理して図5に示す。 β 型合金は、密度が大きくなること、焼入れや時効過程での ω 相の析出による脆化傾向が強くなることなどのため、当初は $(\alpha + \beta)$ 型合金に関する研究が多くなされたが、最近では、より高強度・高韌性が期待できる β 型合金の研究が主となっている。

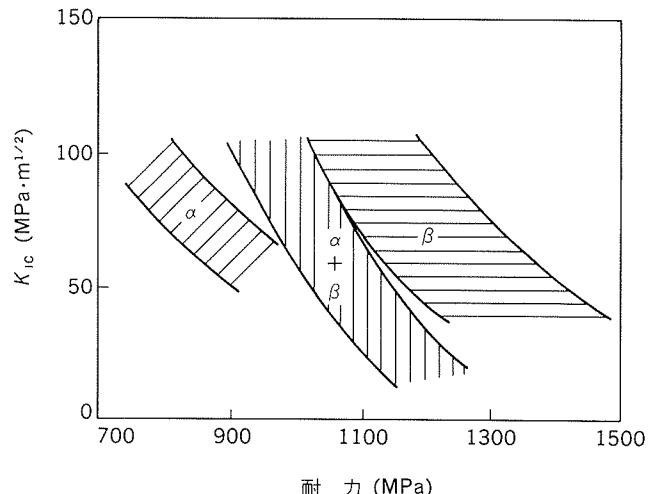


図5 チタン合金の韌性と強度の関係

韌性の支配因子には、不純物元素(C, O, N, H, Feなど)を含めた化学組成、組織異方性(集合組織)及びミクロ組織などが材料の内的因子として、また外的因子として温度及び負荷速度などが挙げられる。特に、 $(\alpha + \beta)$ 型合金では、熱処理によりミクロ組織が広範囲に変化し、それに伴う強度及び韌性の変化も大きいため、ミクロ組織と韌性の関係について多くの研究や解説³¹⁾がある。ここでは要点のみを簡単に述べる。

一般に、 $(\alpha + \beta)$ 型合金では、等軸 α 組織は強度及び延性に優れ、針状 α 組織は韌性に優れる。韌性に対しては、結晶粒径、初析 α 、針状 α 及び時効析出 α の量、それらの間隔及び幅、粒界 α 及びコロニーの寸法、あるいは基地組織などが大きく影響する。特に、針状 α 組織では、旧 β 粒が粗大なほど韌性は著しく向上するが、これはサブコロニーが減少するためとの新しい知見が報告されている³²⁾。 β 型合金についても、最近詳しい解説³³⁾がなされているので参考されたい。組織異方性は一般に好ましくない。異方性を低下させるには、クロス圧延などが有効である³⁴⁾。

韌性の温度変化を検討したToblerの報告³⁵⁾によると、Ti-6Al-4V (Ti-6・4) 合金ELI (Extra Low Impurity) 材では、延性-脆性せん移温度が存在する。一方、Nagaiら³⁶⁾が酸素及びFe量を広範囲に変化させたTi-6・4合金で韌性と温度の関係を調べた結果では、延性-脆性せん移挙動は認められていない。チタン合金では、延性-脆性せん移温度は認められないのが一般的と思わ

れるが、なお検討の余地もある。

一般に、チタン合金の韌性は負荷速度が増加すると向上するとされており³⁷⁾、したがって、限界設計を行う場合には動的破壊韌性値(J_d)よりも静的破壊韌性値(J_{IC})を重視すべきとの見解³⁷⁾もある。しかし、Ti-6・4合金では、ある温度領域で $J_{IC} < J_d$ となる場合が、Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo(Ti-6・2・4・6)合金ではある負荷速度域で負荷速度の増加に伴い韌性が低下する場合があり³⁸⁾、一概にチタン合金の韌性が負荷速度の増加に伴い大きくなるとは限らない。

ところで、室温近傍でのチタン合金の J_d が J_{IC} を上回る原因の一つとして、衝撃荷重下では、き裂先端の塑性変形場で大きな断熱温度上昇が生じることが言わわれている³⁹⁾。動的負荷条件下でのき裂先端における断熱温度上昇は理論的に計算されており、ディンプル破断時には2073K以上となり、局部的に溶融するとまで言わわれている³⁹⁾。この場合には、ディンプルエッジ部の鋭さが失われ、破断面組織の変形も大きく、断熱せん断帯が形成される。

4.2 チタン合金の強靭化

チタン合金の強靭化には、熱処理及び加工熱処理法などが挙げられる。

通常の熱処理では、焼鈍や溶体化・時効処理がなされる。 $(\alpha + \beta)$ 型合金の強靭化に有効とされる熱処理法に、2重溶体化処理⁴⁰⁾がある。この熱処理では、強度及び延性に優れる等軸 α 組織と韌性に優れる1次針状 α 組織とをバランスよく分布させて強靭化を図る。延性の低下を少なくして、強度を向上させる特殊熱処理に、鋼で行われるような段階焼入れ処理もある⁴¹⁾。一方、強度の低下をある程度許容して、著しく韌性を高める簡便な熱処理法に、 β トランザス以上での溶体化処理時間を持続的に長くして旧 β 粒を粗大化し、その後、除冷を行う方法がある²⁾。Ti-6・2・4・6合金に本熱処理法を適用すると、従来法に比べて進展開始及び進展抵抗韌性が共に著しく向上するが、特に後者の増加が顕著であり、損傷許容設計を考える上で有効と思われる。

$(\alpha + \beta)$ 及び β 型合金では、準安定 β 相が存在する場合、変形を受けるとマルテンサイトや双晶を生じる加工誘起変態が起きる。この現象を利用して、き裂先端での応力緩和を生じさせ、韌性を改良することが可能である。この手法はTRIP鋼などの鉄鋼材料には適用されているが、チタン合金への適用は最近の話題である⁴²⁾。前処理としては、準安定 β 相を最も多量に室温に持ち来る熱処理が必要である。比較的 β 安定化度の低い $(\alpha + \beta)$ 型合金であるTi-6・4及びTi-6・2・4・6合金では、各々 $\beta \rightarrow \alpha'$ (六方晶マルテンサイト)及び $\beta \rightarrow \alpha''$ (斜方晶マルテンサイト)の加工誘起変態が、さらに β 安定化度の高い β 型合金であるTi-15V-3Cr-3Sn-3Al(Ti-15・3)合金などでは $\beta \rightarrow$ 双晶の広義の加工誘起変態を利用できる。図6⁴³⁾にはTi-6・4合金の加工誘起変態

材の強度と韌性の関係を示す。特に、低温で加工誘起変態による強靭化が達成されることを確認している。 β 型合金でも低温での韌化が達成されており、これらの加工誘起変態現象は、特に低温でのチタン合金の韌化あるいは強靭化に有効である。

強度及び韌性を同時に改良するための熱処理には限界があり、さらに強靭化を図る手法として加工熱処理法(TMT)が注目されている。チタン合金のTMTについては詳しい解説⁴⁴⁾があるため、ここでは、最近の β 型チタン合金のTMTに関する話題のみを紹介する。 β 型合金では冷間加工が容易なため、冷間加工及び熱処理の組合せが可能である。図7は、Ti-15・3合金に適用されたTMT例の模式図である⁴⁵⁾。第1段目の冷延・溶体化により均一微細な再結晶 β 粒を得、続く第2段目の冷延・溶体化により転位が均一に分布した回復組織とし、最終時効により均一微細な α 相の析出を達成する方法である。この処理により強度が1862MPa以上、伸びが10%に達するとされている⁴⁶⁾。韌性値は明らかではないが、高延性が得られることから高韌性が期待できる。筆者らの1人⁴⁷⁾も、Ti-15・3合金にTMTを適用し、強度と韌性のバランスに優れた結果を得ている。TMTはチタン合金の強靭化法として、今後ますます発展すると期待される。

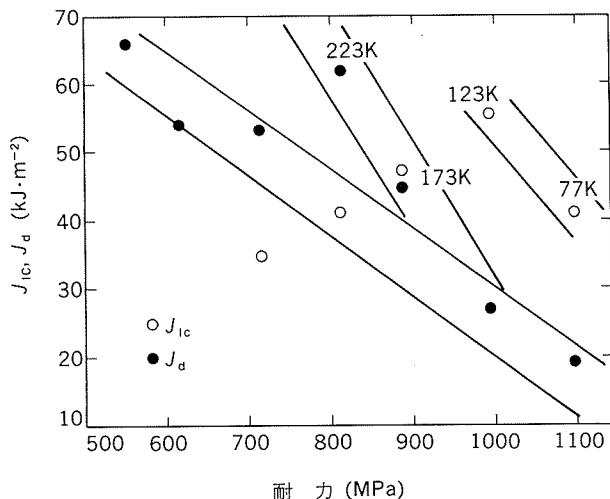


図6 加工誘起変態材(溶体化材)の静的破壊性値 J_{IC} 及び動的破壊韌性値 J_d と耐力の関係⁴³⁾

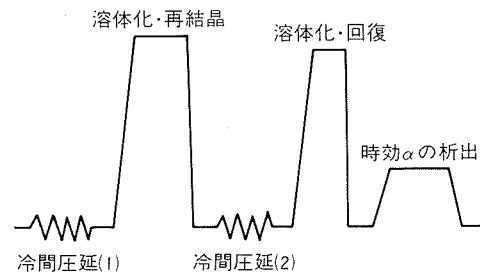


図7 加工熱処理法の模式図⁴⁵⁾

5. おわりに

アルミニウム、チタンなどの高力軽合金材料の韌性に関する諸問題について取りまとめた。これらの合金でも、韌性の改良や新素材の開発が進められているが、航空宇宙などの先端分野における要求に対応するには、さらに高強度・高韌性化に向けての研究が必要とされる。

文 献

- 1) D. S. Thompson : Met. Trans., 6A (1975), 671.
- 2) 宇野照生, 馬場義雄 : 軽金属, 29 (1979), 36.
- 3) 馬場義雄, 宇野照生 : 高力アルミニウム合金, 新素材新金属と最新製造・加工技術, 田中良平監修, 総合技術出版, (1988), 133.
- 4) M. O. Speidel : Proc. of 6th Intern. Confer. on Light Metals, Leoben, (1975), 67.
- 5) 福井利安, 竹島義雄, 中村授, 馬場義雄 : 本誌, 16 (1975), 459.
- 6) 平 真次, 斎藤喜久, 鈴木正彦, 高橋秀明 : 機械の研究, 29 (1977), 507., 30 (1978), 948.
- 7) E. Di Russo, M. Conserva, M. Buratti and F. Gatto : Met. Sci. Eng., 14 (1974), 23.
- 8) J. Waldman, H. Sulinski and H. Markus : Met. Trans., 5 (1974), 573.
- 9) E. Di Russo, M. Conserva, F. Gatto and H. Markus : Met. Trans., 4 (1973), 1133.
- 10) J. Waldman, H. Sulinski and H. Markus : Sympo. of Al. Alloys in the Aircraft Industry, Turin, (1976), 105.
- 11) 宇野照生, 馬場義雄 : 日本金属学会誌, 42 (1978), 388., 44 (1980), 642., 45 (1981), 405.
- 12) T. Uno, H. Yoshida and Y. Baba : Aluminium Alloys Their Physical and Mechanical Properties, Vol. I, EMAS, (1986), 371.
- 13) 犬丸 晋, 吉田政博, 城谷正人 : 本誌, 19 (1978), 112.
- 14) 古川 稔, 美浦康宏, 根本 実 : 日本金属学会会報, 23 (1984), 172.
- 15) M. Tamura, T. Mori and T. Nakamura : Trans. JIM, 14 (1973), 335.
- 16) A. K. Vasudevan, A. C. Miller and M. M. Kersker : Aluminium-Lithium Alloys II, Ed. by E. A. Starke, Jr. et al., AIME, (1983), 181.
- 17) B. Dubost : Proc. of 4th Intern. Aluminium Lithium Confer., Paris, (1987), 913.
- 18) D. P. Hill, D. N. Williams and C. E. Mobley : Aluminium-Lithium Alloy II, Ed. by E. A. Starke, Jr. et al., AJME, (1983), 201.
- 19) 武田義信 : 軽金属, 37 (1987), 639.
- 20) G. W. Kuhlman : Aluminium, 61 (1985), 573.
- 21) G. J. Hildeman, L. C. Labarre, A. Hafeez and L. M. Angers : High Strength Powder Metallurgy Aluminium Alloys II, Ed. by G. J. Hildeman et al., AIME, (1986), 25.
- 22) M. Zedalis and M. E. Fine : Scripta Met., 16 (1982), 1414.
- 23) P. R. Bridenbaugh, W. S. Cebulak, F. R. Billman and G. J. Hildeman : Light Metal Age, Oct. (1985), 18.
- 24) R. G. Bourdeau, C. Adam and E. van Reuth : Proc. of 4th Intern. Confer. on Rapidly Quenched Metals, Ed. by T. Masumoto et al., JIM, (1982), 155.
- 25) J. W. Simon : "Rapidly Solidified Aluminium Alloys", ASTM STP 890, (1986), 7.
- 26) J. W. Wert, N. E. Paton, C. H. Hamilton and M. W. Mahoney : Met. Trans., 12A (1981), 1267.
- 27) 日本航空宇宙工業会 : 革新航空機技術に関する成果報告書, No. 6001, (1986), 98.
- 28) 同上, 127.
- 29) 同上, 128.
- 30) 本誌, 29 (1988), No.1 (E S D発明50周年記念号)
- 31) 小林俊郎, 新家光雄, 材料, 36 (1987), 831.
- 32) 新家光雄, 稲垣育宏, 小林俊郎 : 鉄と鋼, 74 (1988), 534.
- 33) 丹羽直毅 : 金属, 58 (1988), 4.
- 34) 前 義治, 竹内 庸 : 日本金属学会誌, 39 (1975), 997.
- 35) R. L. Tobler : ASTM STP 651, (1978), 267.
- 36) K. Nagai, K. Hiraga, T. Ogata and K. Ishikawa : Trans. JIM, 2 (1985), 405.
- 37) R. W. Judy, Jr. and R. P. Mikesell : Proc. of 5th Intern. Confer. on Titanium, Munich, (1984), 2055.
- 38) 稲垣育宏, 新家光雄, 小林俊郎 : 鉄と鋼, 73 (1987), 1532.
- 39) J. D. Bayant, D. D. Makel and H. G. F. Wilsdorf : Mat. Sci. Eng., 77 (1986), 85.
- 40) 特許公報, 昭52-23966.
- 41) C. D. Ingelbreich : J. of Mat. Sci., 20 (1985), 3034.
- 42) T. Kobayashi, M. Niinomi and I. Inagaki : Proc. of 6th World Confer. on Titanium, (1988), Cannes, to be published.
- 43) 小林俊郎, 新家光雄, 稲垣育宏 : 鉄と鋼に投稿中.
- 44) 大内千秋 : 日本金属学会会報, 25 (1986), 672.
- 45) 末永博義, 深井英明, 高坂洋司, 大内千秋 : 鉄と鋼, 73 (1987), S1511.
- 46) 末永博義, 深井英明, 高坂洋司, 大内千秋 : 鉄と鋼, 73 (1987), S1510.
- 47) 新家光雄, 小林俊郎, 稲垣育宏, 本田弘之 : 材料とプロセス, 1 (1988), 340.

Reprinted from SUMITOMO LIGHT METAL TECHNICAL REPORTS (Title No. R-353)

技術資料

アルミニウムの薄板圧延技術*

木村 紘** 杉江明士***
星野郁弥***

Recent Development of Aluminium
Rolling Technology

Hiroshi Kimura, Akio Sugie and Ikuya Hoshino

住友軽金属工業株式会社技術研究所

アルミニウムの薄板圧延技術*

木村 紘** 杉江明士***
星野郁弥***

Recent Development of Aluminium Rolling Technology

Hiroshi Kimura, Akio Sugie and Ikuya Hoshino

This review describes some recent development of thickness control techniques for aluminium rolling. As for cold rolling, the automatic gauge control system based on the multivariable control theory and the roll eccentricity control system using both of thickness and rolling load are introduced. For hot rolling, strip crown control techniques are discussed from the standpoint of the difference between aluminium and steel rolling, and an example of the strip crown control system is shown briefly.

1. 緒 言

わが国におけるアルミニウム製品の需要は、昭和63年において合計334万トンであり、内訳は、圧延品93万トン(29%)、押出品112万トン(34%)、鋳物・ダイカスト品92万トン(28%)、その他37万トン(9%)である。圧延品の内訳は、食料品関係(アルミニウム缶等)金属製品、電気・機械関係、輸送用機器、土木・建築等の用途に供されるものが、内需圧延品全体の90%近くを占めている¹⁾。

製造工程は、図1に示すようである。半連続鋳造された鋳塊は、表面の逆偏析層等を除去するため面削され、加熱されて熱間圧延される。アルミニウム板の場合、熱間圧延上りの状態で使用されるものはごくわずかであり、大部分は引続き、冷間圧延される。必要に応じて中間焼鈍が加えられ、矯正等の仕上工程を経て製品となる。

使用されている圧延機の型式は、熱間圧延では通常の4段圧延機が、冷間圧延では4段あるいは6段圧延機が一般的である。最近、熱間、冷間圧延機とも板クラウン、形状制御能力の強化が積極的に行われている。圧延ロールの材質は、熱間圧延では特殊鍛鋼または特殊鋳鉄、冷

間圧延では特殊鍛鋼である。

アルミニウム圧延においては、圧延中にアルミニウムの薄膜層がロール表面上に形成される。これをロールコーティングと呼んでいるが、これが潤滑に極めて大きな影響を与える。ロールコーティングは圧延中に接触弧上で部分的にロールとアルミニウム板が金属溶着を起こして薄片状のアルミニウムが剥離され、それがロールに移着したものと説明されている²⁾。ロールコーティングを制

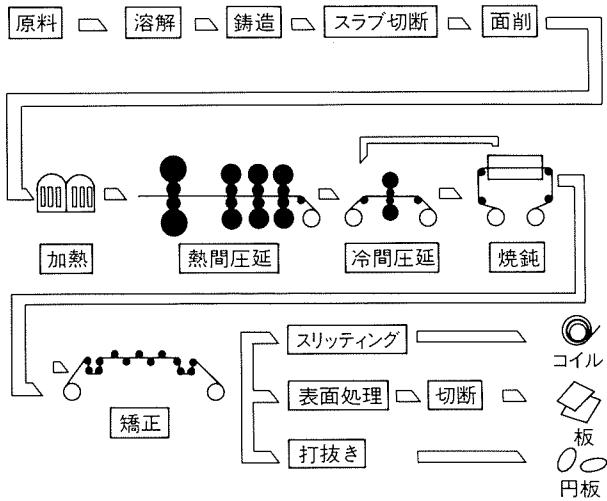


図1 アルミニウム薄板の製造工程

* 塑性加工学会第121回塑性加工シンポジウム(平成元年6月19日、於・東京)で発表

** 技術研究所プロセス研究部、工学博士

*** 技術研究所プロセス研究部

御するため、熱間圧延では、ブラシロールが用いられている。ブラシロールについては、線材質、線径、巻方法の選択が重要であり、ロールへの押付圧力、回転数により、ロールコーティングが薄く均一となるように調節している。圧延油は、冷間圧延では一般的に低粘度鉛油を基油とし、油性向上剤を数%添加したものが用いられている。熱間圧延では冷却性が必要であるのでエマルションが用いられているが、その原油（ニートオイル）は基油、油性向上剤、乳化剤で構成されている。

圧延技術への要求事項は、一言でいえば良好な製品品質の確保とコスト低減である。製品の品質は、主に寸法及び形状、表面性状、機械的性質に代表される。寸法及び形状は、具体的には板厚、板幅、板長及び平坦度であるが、圧延技術と特に密接に関係するのは板厚及び平坦度であろう。表面性状も多くの要因に影響されるが圧延技術的にみれば、潤滑不足に起因する表面欠陥に注意する必要がある。機械的性質は熱処理や圧延圧下率によっても調整できるが、圧延技術として重要なのは熱間圧延の温度制御による金属組織の調整であろう。

一方、コストは生産能率、歩留り、各種原単位によって決まるが、当然、製品品質を確保しながらコスト低減をはかることが要求される。

以上のように、アルミニウム圧延技術への要求事項は多岐にわたるが、これら全てについて述べるには紙面の余裕もなく、かつ、著者らの能力を越える。そこで、本報では、最近、とくにアルミニウム缶材に対して厳しい板厚精度が要求されつつある現状を考慮して、板厚精度を決定する制御技術について述べる。製品の板厚精度は長手方向及び幅方向に分けられる。長手方向精度はほとんど冷間圧延における板厚制御によって決まる。また、幅方向精度、すなわち、板クラウンはほとんど熱間圧延の板クラウン制御によって決まる。そこで、本報では、冷間圧延における板厚制御及び熱間圧延における板クラウン制御について述べる。

2. 冷間圧延における板厚制御

2.1 最近の動向

板厚制御（AGC: Automatic gauge control）に関しては、これまで種々の方式が採用されてきたが、板厚と張力の間には強い相互干渉があり、その相互干渉を如何に克服するかが、即応性に優れたAGCを得るポイントとなる。本報では、相互干渉を克服する方法として、現代制御理論の一成果であるオブザーバを用いた方法を適用することにより、加減速時の板厚精度を改善した一例について紹介する^{3) 4)}。

また、コイル全長にわたる板厚精度の改善には、ロール偏心制御も重要な技術の一つであるが、ロール偏心量の検出精度等の問題からアルミニウム圧延において本格的な実用化は、まだなされていないようである。これは、

アルミニウム圧延においては、一般的にバックアップ軸受にローラ軸受を使用しているため、油膜軸受を使用している鉄鋼圧延に比べてロール偏心量が小さいことによるものと考えられる。ロール偏心量の検出は、圧延荷重信号から推定する方法が主流であったが、本報では圧延荷重信号に加えて板厚偏差信号も利用し、ロール偏心量の検出精度を改良した方式も述べる⁵⁾。

2.2 相互干渉を克服する新AGC

圧延機の制御目的は、目標とされる板厚を得ることにある。図2において黒く塗り潰したスタンドの出側板厚を制御することを考える。その際、スタンド入側の張力変化は出側板厚に大きく影響するので、同時に制御する必要がある。従来のアルミニウム圧延における代表的なAGCの考え方は図2に示したように、板厚偏差に対してもロールギャップの調整で補正し、張力偏差に対しては上流のロール速度（または、ペイオフリール速度）を調整するという考え方であった（圧下AGC）。

一方、図3に示したように、板厚はロールギャップとロール速度の両方の影響を受ける。したがって、板厚偏差が生じたとしても、それがロールギャップ偏差（適正值からのずれ）によるものとは限らない。また、張力偏差についても、それはロール速度偏差（適正值からのずれ）によるものとは断定できない。

新AGC（多変数AGCと呼ぶ）は図4に示すように、板厚偏差や張力偏差、荷重変化等の情報から、圧延モデル（圧延現象と圧延機の特性を表す）を用いて、板厚偏差及び張力偏差を生じせしめているロールギャップ偏差

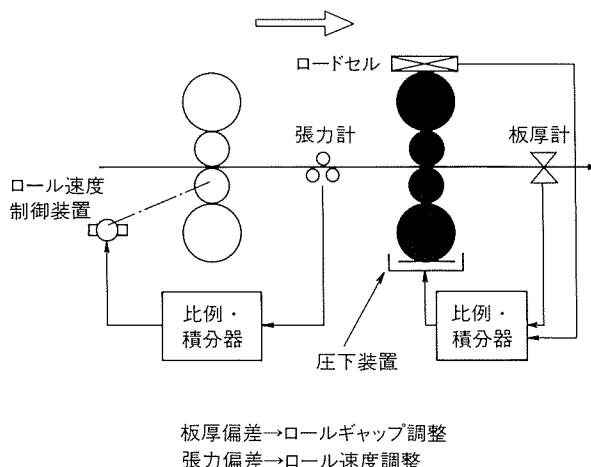


図2 従来AGCの考え方(圧下AGC)
板厚偏差→ロールギャップ調整
張力偏差→ロール速度調整

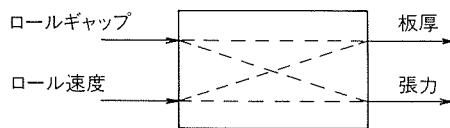


図3 板厚と張力の相互干渉

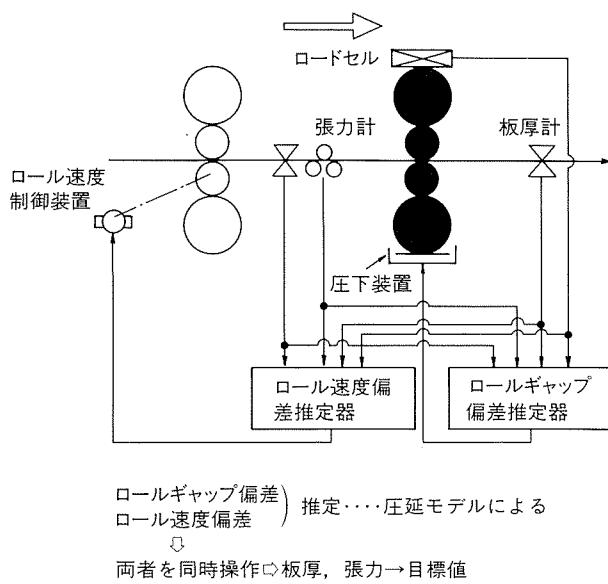


図4 新AGCの考え方(多変数AGC)

量及びロール速度偏差量を推定し、その結果に基づいてロールギャップとロール速度を同時に補正する。ロールギャップ偏差量及びロール速度偏差量の推定には、現代制御理論の成果であるオブザーバーを用いている。なお、鉄鋼圧延のタンデムミル下流で使用されている方に張力AGCと呼ばれる方式がある。この方式は図5に示したように、板厚偏差を張力変更により補正しようとするものであり、板厚と張力の相互干渉性を利用した方式であるが、アルミニウム圧延では張力変化による板切れ、板流れ等が問題になるので、ほとんど実用されていない。

新AGCの位置づけをまとめると表1のようになる。

当社では、上記の多変数AGCを図6に示した冷間タンデム圧延機に適用した。図7に、実機圧延結果を示す。

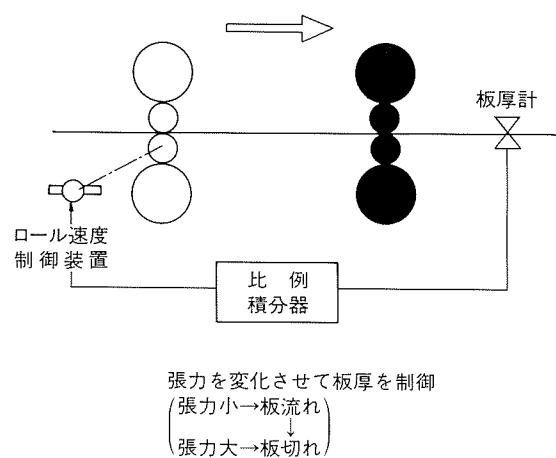
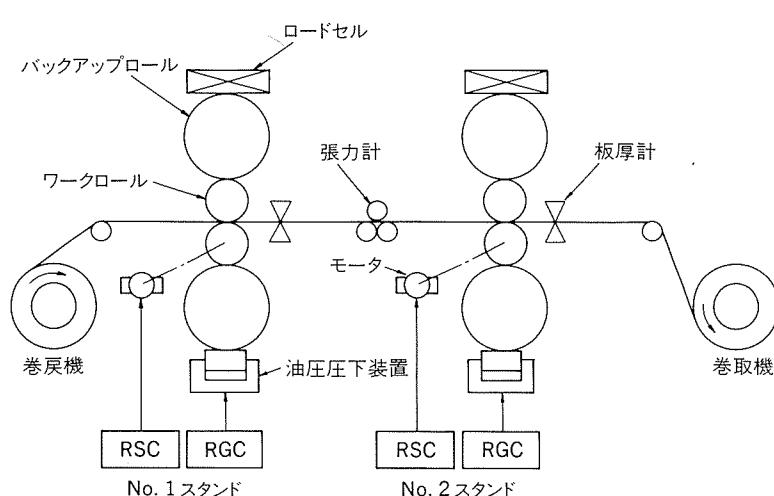


図5 従来AGCの考え方(張力AGC)

表1 新AGCの位置づけ

| | 従来 AGC | | 新 AGC |
|-----------------------|---|--|---|
| | 圧下 AGC | 張力 AGC | 多変数 AGC |
| 方 法 | <ul style="list-style-type: none"> ・圧下を変化させて板厚を制御 ・張力一定制御の並行使用 | <ul style="list-style-type: none"> ・張力を変化させて板厚を制御 | <ul style="list-style-type: none"> ・圧下と速度の同時操作により、板厚と張力を一定に制御する |
| 特 徴 | <ul style="list-style-type: none"> ・張力一定のため板切れの危険小 ・板厚と張力の相互干渉性により即応性不良 | <ul style="list-style-type: none"> ・板厚と張力の相互干渉性が問題にならず即応性良 ・張力変化による板切れの危険大 | <ul style="list-style-type: none"> ・板厚と張力の相互干渉性を考慮し、即応性良 ・張力一定制御を含み、板切れの危険小 |
| 実用上の問題点 (アルミニウム圧延) | <ul style="list-style-type: none"> ・加減速時の制御精度が悪くオフゲージ長が長い | <ul style="list-style-type: none"> ・張力変動による板切れのため、使用不可 | |



RGC: 圧下制御系
RSC: 速度制御系

図6 冷間タンデム圧延機の概要

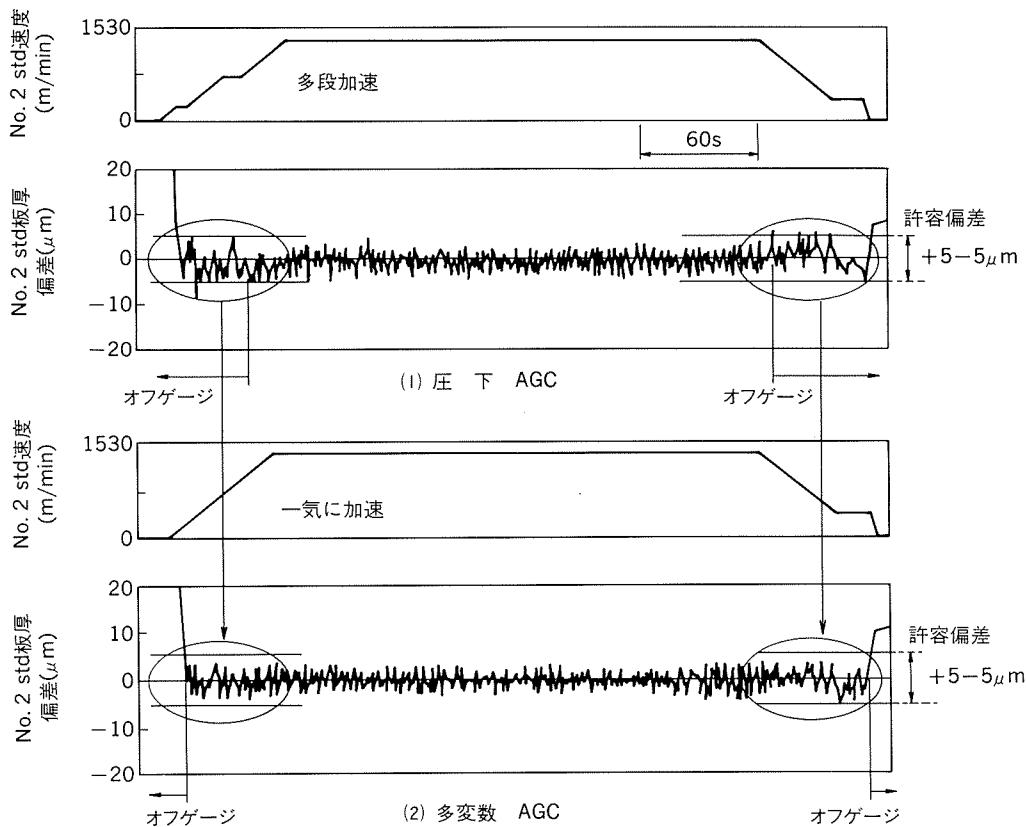


図7 実機適用結果一例

これより、加減速時の板厚変動が従来に比べて大幅に小さくなっていることが分かる。また、加速の方法についても、従来は板厚変動を抑制するため多段加速を行っていたものが、一気に加速しても板厚変動は問題にならなくなつた。加減速時の板厚変動が改善されたことにより、オフゲージ長が従来に比べて約59%減少した⁴⁾。

2.3 ゲージメータ方式ロール偏心制御

ロール偏心制御を、ロール偏心量推定方法の違いにより分類すると表2のようになる。荷重フィードバック方式及び板厚フィードバック方式は、ロール偏心量の推定に圧延材料の塑性係数を必要とする。しかし、塑性係数は圧延材質のみでなく、板厚・張力などの圧延条件にも依存し、その値を正確に設定することはかなり困難である。それに対して、ゲージメータ方式では板厚変化量と

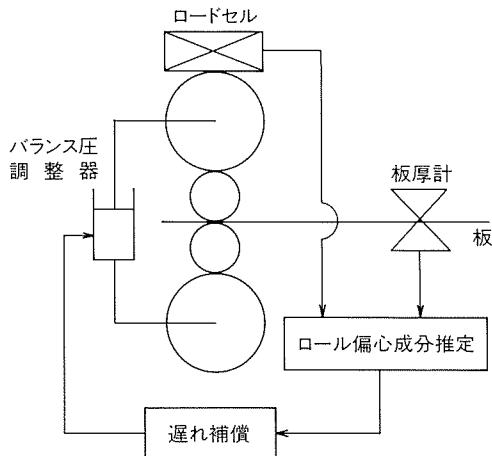


図8 ゲージメータ方式ロール偏心制御

表2 ロール偏心量推定方式の違いによるロール偏心制御分類

| | 原 理 | 偏 心 量 推 定 式 | 特 徴 |
|---------------|--------------|--|-----------------------------|
| ① 荷重フィードバック方式 | 荷重信号から偏心量推定 | $\Delta S_E = -\frac{M+Q}{MQ} \Delta P_E$ | ・塑性係数に依存 ・荷重検出精度が問題 |
| ② 板厚フィードバック方式 | 板厚信号から偏心量推定 | $\Delta S_E = \frac{M+Q}{M} \Delta h_E$ | ・塑性係数に依存 ・荷重検出精度問題ない |
| ③ ゲージメータ方式 | 板厚と荷重から偏心量推定 | $\Delta S_E = \Delta h_E - \frac{\Delta P_E}{M}$ | ・塑性係数に依存しない ・荷重検出精度の点で有利 |

ΔS_E : ロール偏心量, ΔP_E : 荷重変化量, Δh_E : 板厚変化量, M: ミル定数, Q: 塑性係数

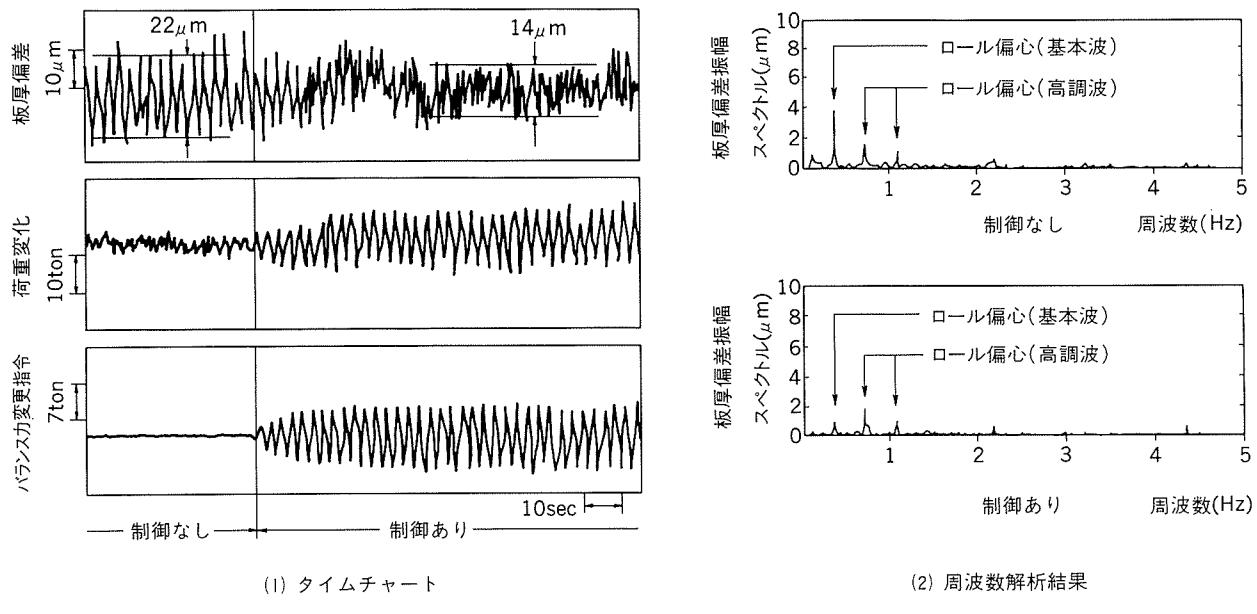


図9 実機圧延結果

荷重変化量の両方からロール偏心量を求めるもので、塑性係数に依存しないことと、荷重フィードバック方式に比べて、荷重検出精度の点で有利である。

図8(前頁)に補償器の概要を示した。これは、油圧圧下装置を備えていない圧延機に対する適用例であり、油圧圧下装置に代えてバックアップロールバランス力調整器を活用している。制御結果の一例を図9に示した。板厚変動のロール偏心基本波成分が減少している⁵⁾。

3. 熱間圧延における板クラウン制御

3.1 最近の動向

主に缶エンド材、缶ボディ材について、全長全幅にわたる板厚の高精度保証のために、熱間圧延後の板クラウン%を1.0%以下、さらには0.5%以下にすることが要求されつつある。また、純アルミニウム系の材料については、エッジアップ・プロファイルの防止や、後工程の冷間圧延・箔圧延での圧延性を良好に保つために、熱間圧延後に例えば、0.8~1.2%という狭い範囲の板クラウン%が要求される場合がある。このような板クラウンへの要求の厳しさから、最近、国内外の熱間圧延機の改造や新制御装置の導入、制御システムのレベルアップが鋭意実施されつつある。

3.2 板クラウン制御におけるアルミニウム熱間圧延の特徴

板クラウン制御という見地からみたアルミニウム熱間圧延の特徴を、鋼板の場合と比較して以下に列挙する。

(1) 圧延荷重の範囲が広い。同一スタンダードに於いても、純アルミニウムとアルミニウム合金では変形抵抗が2~

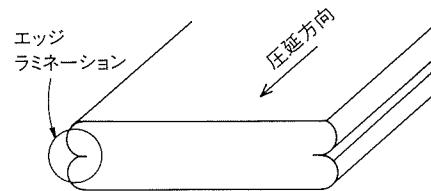


図10 エッジラミネーション

3倍異なる場合がある。

(2) 張力値が高い。巻取張力は、鋼板では通常1.0kgf/mm²以下であるのに対し、アルミニウムでは1.5~3.5kgf/mm²程度である。

(3) 摩擦係数μが小さい。鋼板のμ=0.25~0.40程度に対し、アルミニウムの最終スタンドでは0.05程度である。

(4) エッジラミネーション(図10参照)が生じる。

(5) ロールの摩耗はほとんどない。

(6) 板の形状不良が現われ易い。

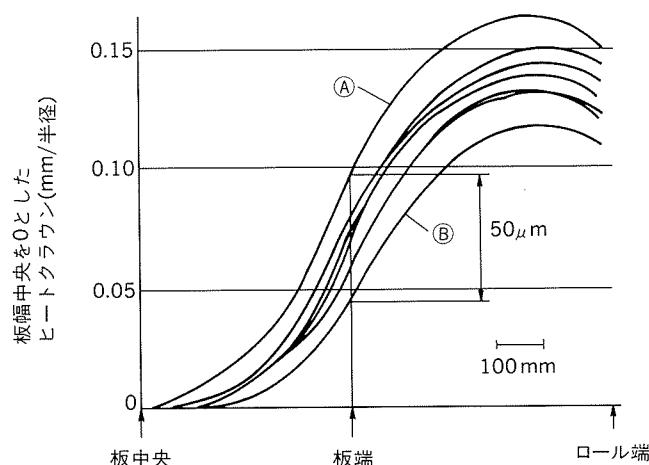
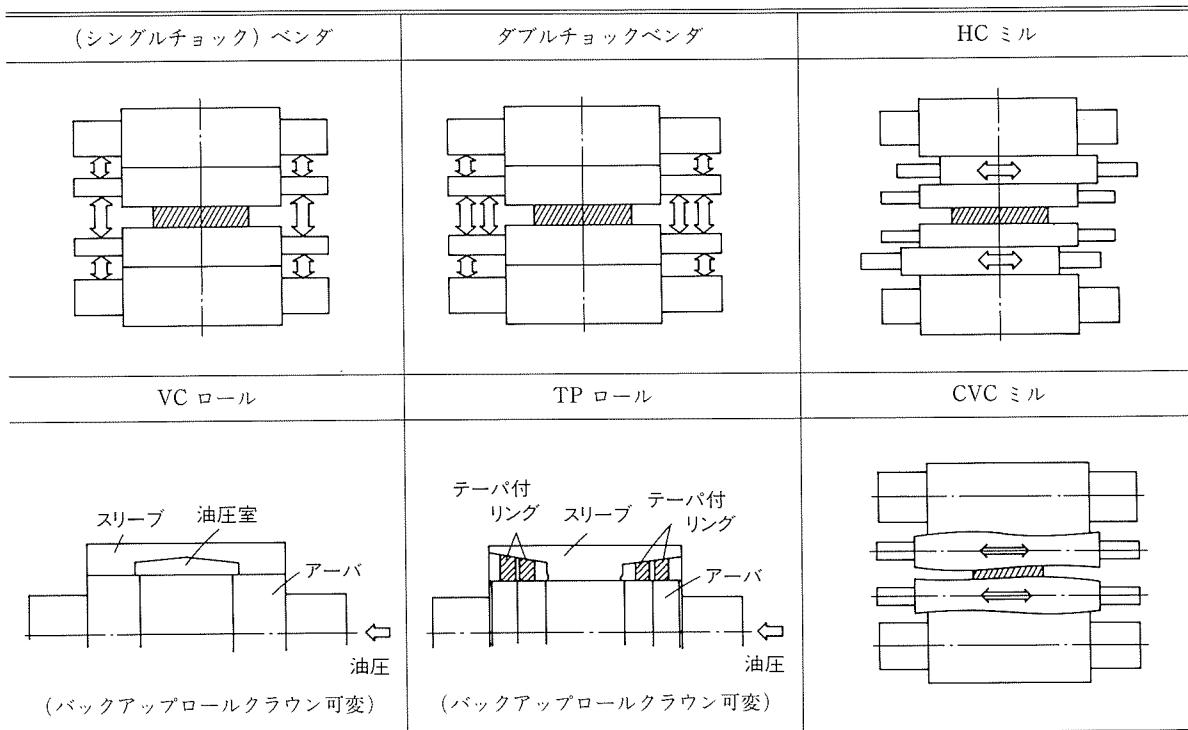
(7) 板クラウンの転写率が鋼板に比べて小さい(後述)。

3.3 各種板クラウン制御装置

表3に、国内外のアルミニウム熱間圧延において実用化されている主な板クラウン制御装置をまとめた⁶⁾。

表3の他に、クーラント(エマルジョン)スプレイのゾーンコントロールによる、ロールのヒートクラウンの制御が使用される。熱間仕上圧延機では、75~100mmピッチ程度にノズルが配置されている場合が多い。図11に、クーラントパターンを種々変更したときのヒートクラウン実測例を示す。クーラントパターン変更により、板幅内で約50μmのヒートクラウン変化が得られている。

表3 アルミニウム圧延における主な板クラウン制御装置の概要



① クーラントスプレイ板幅内全幅冷却型
 ② クーラントスプレイ板幅内中央部強冷型
 ワークロール寸法 733mm×2286mm
 圧延材板幅 1000mm
 圧延材温度 約350°C

図11 クーラントゾーン変更効果例(熱間仕上ミル)

これは、代表的な制御装置であるロールベンダ ($0 \sim 76$ tonf/チョック) の制御能力の約1.4倍に相当する。

3.4 板クラウン制御効果の鋼板熱間圧延との比較⁷⁾

アルミニウムと鋼板の熱間圧延におけるVCロール、ロールベンダの効果を、実機タンデムミルの最終スタンダードで比較した。比較に用いた圧延機の主仕様を表4に示す。比較は転写率で行う。ここで、転写率 ζ とは式(1)で定義される⁸⁾。

表4 热間仕上ミル主仕様

| | 当社・名古屋 | 住友金属・和歌山 |
|-------------------|------------------|------------------|
| 型 式 | 4H 3タンデム | 4H 7タンデム |
| WR径/BUR径 (mm) | 733/1380 | 760/1384 |
| バレル長 (mm) | 2286 | 2032 |
| 最大速度 (mpm) | 288 | 720 |
| ロール材質 BUR | 鍛鋼($H_S = 46$) | 鍛鋼($H_S = 68$) |
| (ショア硬さ H_S) WR | 鋳鉄($H_S = 80$) | 鋳鉄($H_S = 80$) |
| ベンダ力(tonf/チョック) | -76 ~ +76 | 0 ~ +90 |
| VCふくらみ (mm/半径) | 0.31 | 0.26 |

$$\zeta = \Delta C_r / \Delta C_{rm} \quad (1)$$

ΔC_r : VCロール圧力、あるいはロールベンダ力を変化させた場合の、実圧延における板クラウン変化量

ΔC_{rm} : 同じ場合の“均一荷重板クラウン”変化量(計算値)

ここで、均一荷重板クラウンとは、圧延材からワーカーロールにかかる荷重分布が均一であるとの仮定の下で、ロール系の弾性変形を計算して求めた板クラウンである。すなわち、転写率 ζ とは、VCロール圧力やロールベンダ力を変化させた場合の、圧延材の幅方向変形特性を考慮せずに計算された、いわゆる、メカニカルな板クラウン変化が、実際の圧延時に板に転写される割合を表わすパラメータである。図12に、VCロール、ロールベンダに

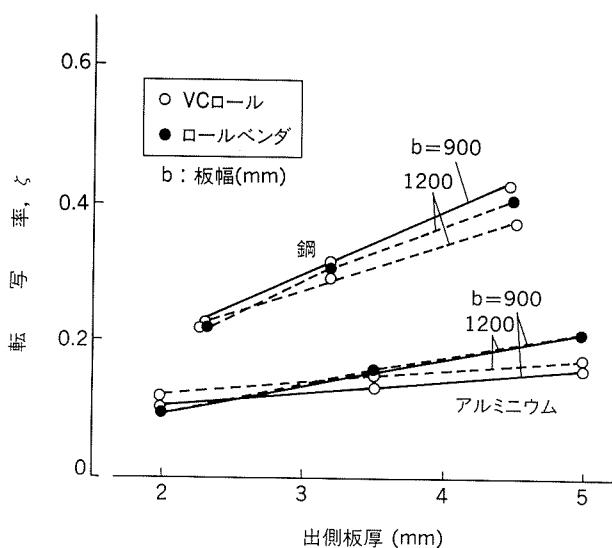


図12 鋼とアルミニウムのとの比較(熱間圧延)

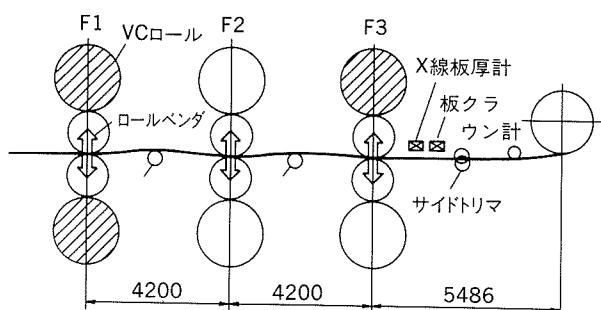


図13 当社名古屋製造所熱間仕上ミル概略

に対する転写率の比較を示す。これより、板クラウン制御装置の種類によらず、アルミニウムの熱間圧延での板クラウンの転写率は、鋼板の熱間圧延の場合に比べてかなり小さいことが分かる。いいかえると、同一の板クラウン制御装置を用いても、アルミニウムの場合は鋼板よりも小さい効果しか期待できない。その主原因は、圧延中の材料の板幅方向流れが、アルミニウムでは鋼板に比べて生じにくい（形状変化係数 κ が大きい）ためと考えられる。また、アルミニウム熱間圧延の特徴である①張力が大きいこと、②摩擦係数が小さいこと、③エッジラミネーションが存在することが、板クラウン変化量を減少させる可能性があることも、実験により確認されている⁷⁾。

3.5 板クラウン制御システム

アルミニウム熱間圧延ラインへの板クラウン計（板プロフィル計）導入の歴史は古く、現在では国内の半数以上の熱間仕上圧延機出側に、固定型と走査型の2台のX線板厚計からなる板クラウン計が設置されている。しかし、鋼板の場合に比べて板の形状不良が生じやすいこと、

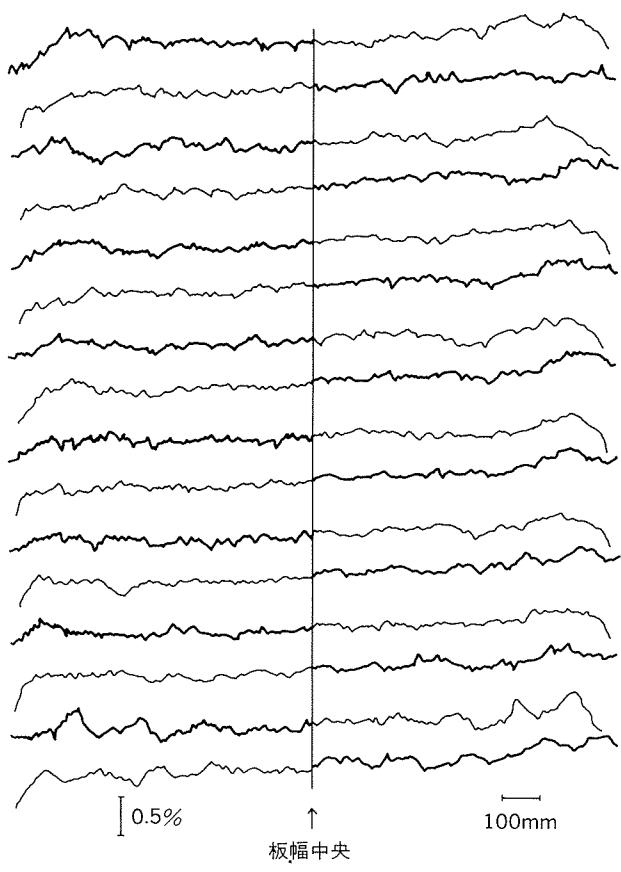


図14 1コイル内の板プロフィル実績例

ロールのヒートクラウンの予測と入側板クラウンの予測が困難なことのために、完全に実用化されている板クラウン制御システムは、まだ数少ない。

図13に示した熱間仕上圧延機に対して、前コイルの板クラウン実績をベースにしたVCロール圧力とロールベンドのプリセット制御及び圧延中の板クラウン計からロールベンドへのフィードバック制御を適用した場合の、1コイル内の板プロフィル変化例を図14に示す。全長にわたって、ほぼ0.5%以下の板クラウンが達成されている。

4. 結 言

アルミニウム板製品の代表的品質である板厚精度を決定する最近の制御技術、すなわち、冷間圧延における板厚制御並びに熱間圧延における板クラウン制御について述べた。

前者は板厚と張力の相互干渉を克服する方法及びロール偏心制御の方法であり、いずれもソフト面での技術で

ある。今後は、ハード面として高応答性を有する交流モータの開発・普及が進み、その性能を板厚制御に如何に活用するかがポイントとなるのであろう。また、板厚計等のセンサー精度向上も期待される技術である。

後者の板クラウン制御としては、今後、板クラウン計に加えて形状計を設置し、さらに、仕上圧延機入側の板クラウンやロールのヒートクラウンを検出、あるいは高精度に予測することが重要であり、それらを備えたシステムへの展開が期待されている。

参考文献

- 1) 軽金属, 39 (1989), 479.
- 2) 例えば、鈴木正道, 渡辺捷充, 若林勝平: 塑性と加工, 14 (1973), 455.
- 3) 星野郁弥, 木村英紀: 計測と制御, 27 (1988), 325.
- 4) I. Hoshino, Y. Maekawa, T. Fujimoto, H. Kimura and H. Kimura : Automatica, 24 (1988), 741.
- 5) 星野郁弥, 阿部徳一, 中川静, 木村紘: 昭和63年度塑性加工春季講演会, (1988), 261.
- 6) 杉江明士: 本誌, 29 (1988), 284.
- 7) 杉江明士, 木村紘, 小倉正紀, 益居健, 滝川敏二: 本誌, 28 (1987), 84.
- 8) 小川茂, 松本紘美, 浜渦修一, 菊間敏夫: 塑性と加工, 25 (1984), 1034.