

論文

定電位電解における高純度アルミニウム箔の  
エッティング特性\*

日比野 淳\*\* 沖 猛 雄\*\*\*

住友軽金属工業株式会社技術研究所

# 定電位電解における高純度アルミニウム箔の エッチング特性\*

日比野 淳\*\* 沖 猛 雄\*\*\*

## Etching Behavior of Aluminium in Hydrochloric Acid under Potentiostatic Condition

Atsushi Hibino and Takeo Oki

The pit morphologies under potentiostatic condition were investigated for aluminium with (100) crystal orientation in  $1 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$  hydrochloric acid solution at 363K.

The potential is considered to be an important factor determining pit shapes. The increase of anodic potential lead to the increase of pit number and tunnel length and the decrease of pit diameter within  $20 \text{ C} \cdot \text{cm}^{-2}$  in this experiment. The transition of pit sites indicated that at early stage of etching many pit sites are generated and they grows deep direction and has the limit of length. As a second step at higher anodic charge, no pit sites is generated and walls of ordinary pits are only dissolved. This anodic charge corresponds to the current density when current density decrease and keep almost constant values.

The phenomenon which the tunnel growth abruptly stop at their limit length seems to be associated with the increase of  $\text{Al}^{3+}$  in the tunnel. It is considered that when the pitting potential at the tunnel tips become noble by existing of  $\text{Al}^{3+}$  the growth of tunnel stop.

### 1. 緒 言

中高压電解コンデンサに使用されるアルミニウム箔に施されるエッチングは、塩化物を含む電解液中でアルミニウムを電気化学的にアノード溶解し、表面積を拡大することを目的としている。こうして形成されたピットは(100)面に垂直に深さ方向に成長する傾向を持つため、トンネルピットと呼ばれ、表面積の拡大に寄与している<sup>1)~6)</sup>。表面積を効率よく拡大し、高い静電容量を得るためにには、ピットの高密度化並びにコンデンサとしての使用電圧に適したピット径に制御することが必要であり、そのためには各種エッチング条件下でのアルミニウム箔の電気化学的特性を明らかにすることが重要となる。

そこで本研究では、エッチング時に見られるアルミニウムの溶解反応を強制的な孔食反応の一種と捕らえ、こ

れまでの報告<sup>1)~6)</sup>に多く見られた定電流下でのエッチングに代わり、定電位下でエッチングを行うことにより<sup>7)</sup>、エッチング時の電位とその時形成されるピットの発生及び成長挙動との関係について検討した。

### 2. 実験方法

#### 2.1 供試材

供試材には、住軽アルミ箔(株)製の純度99.99%，厚さ107  $\mu\text{m}$ の軟質高純度アルミニウム箔を用いた。さらに、片面の  $5 \text{ cm} \times 2 \text{ cm}$  ( $10 \text{ cm}^2$ ) のみが有効表面となるように他の部分をマスキングした。主要成分を Table 1 に示す。

Table 1 Chemical composition (mass ppm)

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ga	Al(%)
11	9	43	<1	<1	<1	<1	<1	99.99

\* 第39回腐食防食討論会(1992年10月, 於・名古屋)にて一部発表

\*\* 技術研究所金属材料第一研究部, 名古屋大学大学院

\*\*\* 名古屋大学工学部, 工学博士

## 2.2 エッチング

電解液には $1.0 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ の塩酸を使用し、試験に先立ち高純度 N<sub>2</sub>ガスにより脱気処理を行った。またエッチング時の液温は363±1Kに保持した。

エッチングは、ポテンショスタットにクーロンメーターを組み合わせ、Fig. 1に示す電解槽を使用して定電位下で実施した。試料は前処理を施すことなく試料ホルダーにセットし、浸漬約15s後から定電位エッチングを開始した。エッチング時の電位は飽和カロメル電極(SCE)を基準として測定し、試料面とキャビラリー先端の距離は2mmとした。

また、ピット発生状態はエッチド箔の表面及び酸化物レプリカの断面SEM観察により調査した。

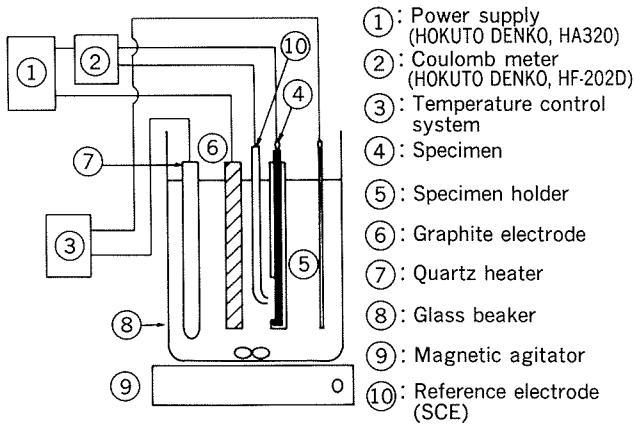


Fig. 1 Apparatus schema for electrochemical etching.

## 3. 実験結果

### 3.1 アノード分極挙動

液温363K、 $1 \text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ の塩酸中に自然浸漬した試料の表面からは極く僅かな水素ガスの発生が観察され、自然浸漬電位は−1000～−1100mVで安定して推移した。

アノード分極曲線は自然電位から $1 \text{ mV} \cdot \text{s}^{-1}$ の電位掃引速度で電位を貴な方向に分極させて測定した。Fig. 2にアノード分極曲線を示す。アルミニウム箔の孔食電位( $E_{pit}$ )は約−890mVを示した。この結果をもとに、エッチング時の設定電位は孔食電位を含む−920mVから−740mVの範囲で9条件を選定した。

### 3.2 エッチング時の電流変化

Fig. 3に、定電位エッチング時の電流密度変化を示す。エッチング開始直後に電流値のピークが存在し、その後時間の経過と共に電流は低下し安定する。安定領域での電流は、孔食電位を30mV上回る−860mVでは0.026A·cm<sup>-2</sup>、また図には示さないが−740mVではその約12倍の0.33A·cm<sup>-2</sup>であった。−920mVでの電流は非常に小さく、1時間エッチングを行っても10C·cm<sup>-2</sup>まで到達しなかった。また、時間に対する電流値の変化もほとんど認められなかった。

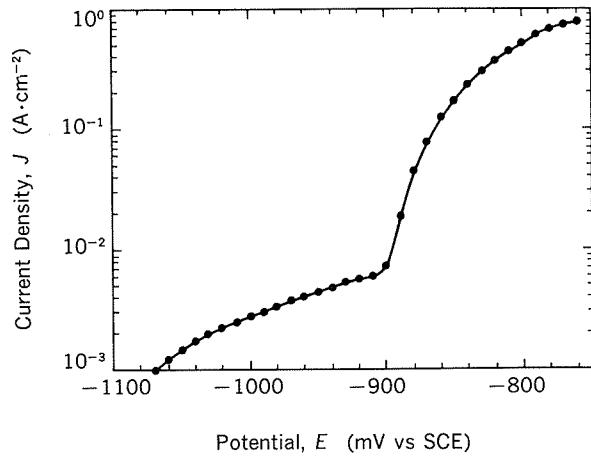


Fig. 2 Anodic polarization curve of Al in  $1\text{ mol} \cdot \text{dm}^{-3}$  HCl at 363K.

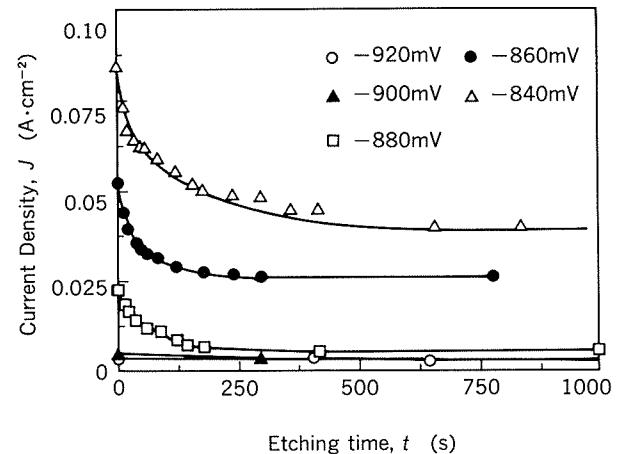
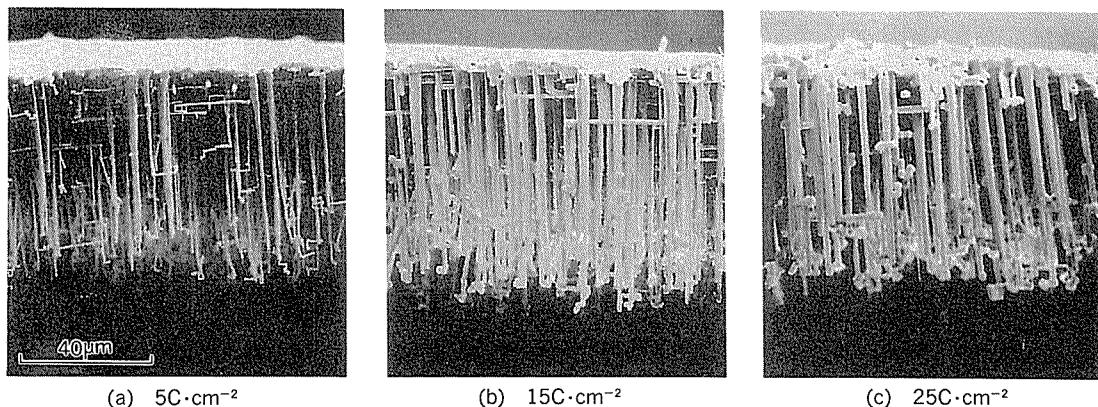


Fig. 3 Transition of current density at constant potential etching.

### 3.3 エッチング時の電位とピット形態

Fig. 4に電気量 $20\text{ C} \cdot \text{cm}^{-2}$ 通電後得られたエッチド箔の表面及び断面のエッチング形態の例を示す。ピット発生形態はエッチング時の電位に大きく依存し、設定電位が低い場合には、比較的大きなピットがまばらに形成されるが、貴な方向へ分極するほどピットは細かく、またピット発生数は多くなっていく。これらSEM像より、イメージアナライザを使用してエッチング電位とピット発生数並びにピット径との関係を定量的に評価した(Fig. 5)。ピット発生数は電位が−880mVよりも貴になると急激に増加するが、電位の上昇とともに増加の程度は鈍くなる。また、ピット径は電位の上昇とともに小さくなり、電位が−800mVよりも貴になると約1.2μmの一定の大きさとなる。

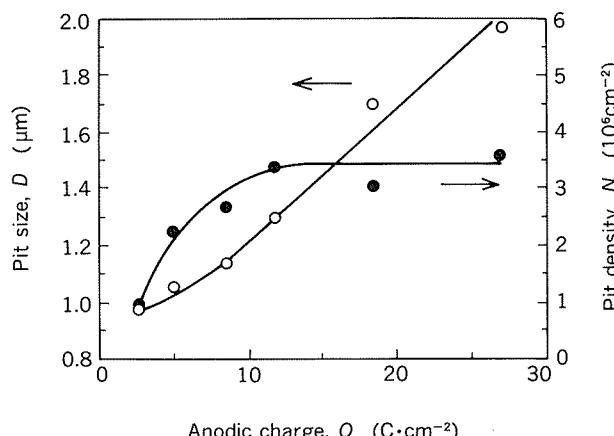
次に、エッチング電位とトンネル長さとの関係をFig. 6に示す。エッチング時の電位が低い場合、特に孔食電位よりも30mV卑な−920mVではトンネル状のピット

Fig. 7 Transition of etch pit sites at  $-860\text{mV}$  in  $1\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}\text{HCl}$  at  $363\text{K}$ .

### 3.4 ピット形態の変化

Fig. 7 には、電位  $-860\text{mV}$  の場合を例にとり  $5\text{C}\cdot\text{cm}^{-2}$  ( $123\text{s}$ )、 $15\text{C}\cdot\text{cm}^{-2}$  ( $475\text{s}$ ) 及び  $25\text{C}\cdot\text{cm}^{-2}$  ( $860\text{s}$ ) エッティングを施した場合のピット形態の経時変化を示す。トンネルピットの長さは、 $5\text{C}\cdot\text{cm}^{-2}$  すでに約  $70\text{ }\mu\text{m}$  に到達し、その後通電量が増加しても変化はほとんどみられない。一方、ピット径は通電量と共に次第に大きくなり、 $5\text{C}\cdot\text{cm}^{-2}$  でのピット径が約  $1.0\text{ }\mu\text{m}$  であるのに対し、 $25\text{C}\cdot\text{cm}^{-2}$  では約  $2.0\text{ }\mu\text{m}$  と 2 倍に拡大される。

このようなピット径とピット数の経時変化を調べるために、電位  $-860\text{mV}$  でエッティングした時のピット発生数及びピットサイズの経時変化をイメージアナライザにより測定した結果を Fig. 8 に示す。ピット発生数は、最初時間とともにその数を増し、通電量  $8\text{C}\cdot\text{cm}^{-2}$  で約  $3.0 \times 10^6\text{ 個}\cdot\text{cm}^{-2}$  に到達する。その後は通電量が増加しても発生数に顕著な違いはなく、発生したピット数は約  $3.5 \times 10^6\text{ 個}\cdot\text{cm}^{-2}$  で飽和する。ピット径は、エッティング初期にはあまり変化は認められないが、 $8\text{C}\cdot\text{cm}^{-2}$  を境にそれ以降では次第に大きさを増していく。すなわち、電位  $-860\text{mV}$  では電気量  $8\text{C}\cdot\text{cm}^{-2}$  まではピットの発生及び厚さ方向への成長が主に行われるが、それ以降では新たなピットは発生せず、既存のピットの側壁のみが

Fig. 8 The change of pit density and size at  $-860\text{mV}$ .

溶解されるようになる。先の Fig. 4 に示した電気量  $20\text{C}\cdot\text{cm}^{-2}$  でのエッティング電位によるピット形態の違いはこうした溶解形態の変化によるものであり、エッティング時の電位が低い場合には、トンネル長さも短く、エッティング開始後早くから既存のピット壁の溶解が主として行われたためピットサイズが大きくなつたと考えられる。

また Fig. 3 に示したエッティングの際に流れた電流が次第に低下し安定するときの電気量（時間）は、 $-860\text{mV}$  の場合には、約  $8\text{C}\cdot\text{cm}^{-2}$  ( $240\text{s}$ ) でありピットの溶解形態の変化と対応する。このように、電流が安定するまでの領域ではトンネルピットの発生及び厚さ方向への成長が、また、安定した後の領域ではトンネル側壁の溶解による径の拡大が行われるものと考えられる。

## 4. 考察

### 4.1 トンネル側壁での溶解

トンネル状ピットの形成からトンネル側壁の溶解によるピット径の拡大に変化する現象を調査するため、電位  $-860\text{mV}$  で一定時間エッティングを行った後に、電位を  $1\text{mV}\cdot\text{s}^{-1}$  の掃引速度で卑な方向に分極させた時の応答電流の変化を測定した。結果を Fig. 9 に示す。図中、一点鎖線はエッティング時の電流の変化を示す。エッティング開始直後に電位を低下させた (a) の場合、電位  $-875\text{mV}$  まで電流は急激に低下した後 ( $7.6\text{mA}\cdot\text{cm}^{-2}$ )、その後は緩やかに低下していく。エッティング時間が長くなると共に ((b) ~ (d))、こうした電流の屈曲点が表れる電流密度値は次第に大きくなっていき、電気量  $14\text{C}\cdot\text{cm}^{-2}$  ( $480\text{s}$ ) だけエッティングした場合 (e) には、屈曲点の存在は観察されなくなる。

Fig. 10 には、Fig. 9 を電位と応答電流との関係に整理し直した結果を示す。電流の屈曲点以上の電位領域では、方位性をもつたアルミニウムの孔食反応によりトンネル状のピットの形成が行われるが、それ以下の電位領域ではアルミニウムの活性溶解 ( $\text{Al} \rightarrow \text{Al}^{3+} + 3\text{e}^-$ ) が生じていると考えられる。すなわち、一定電位でエッティング

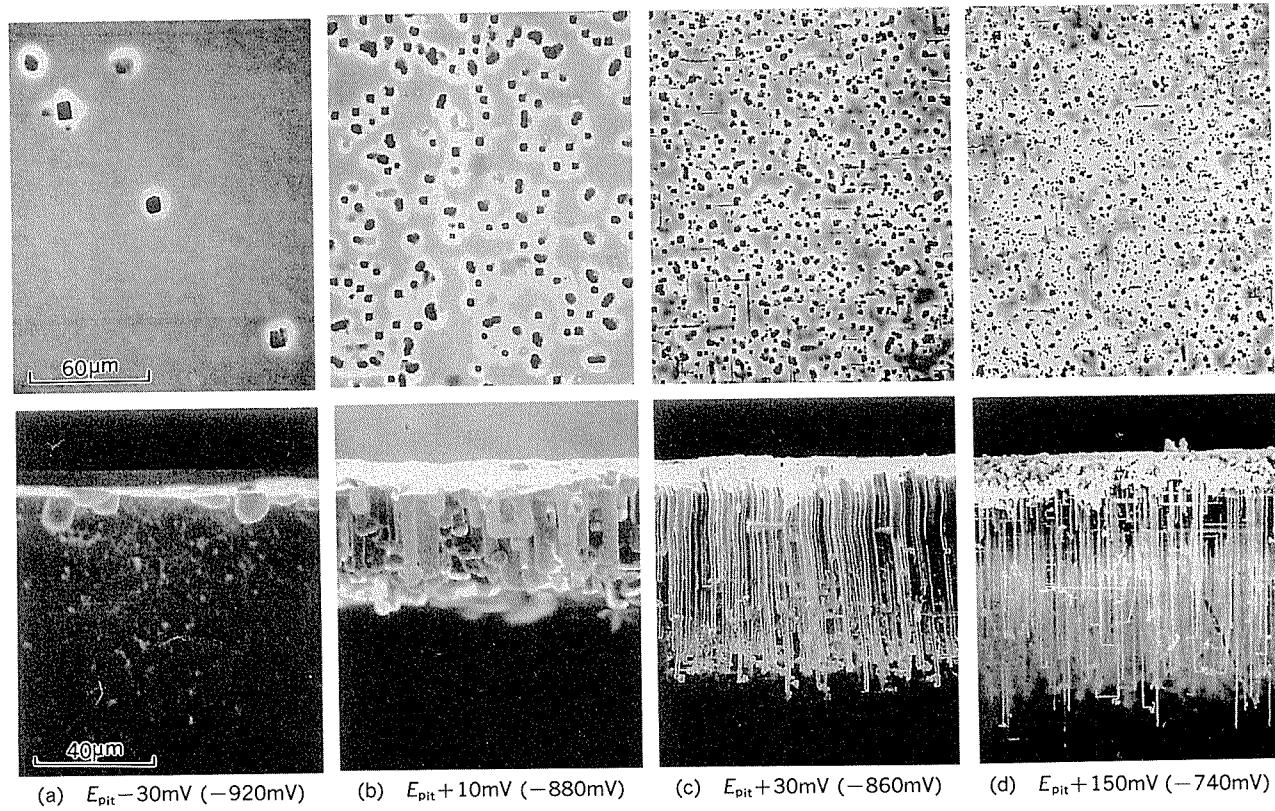
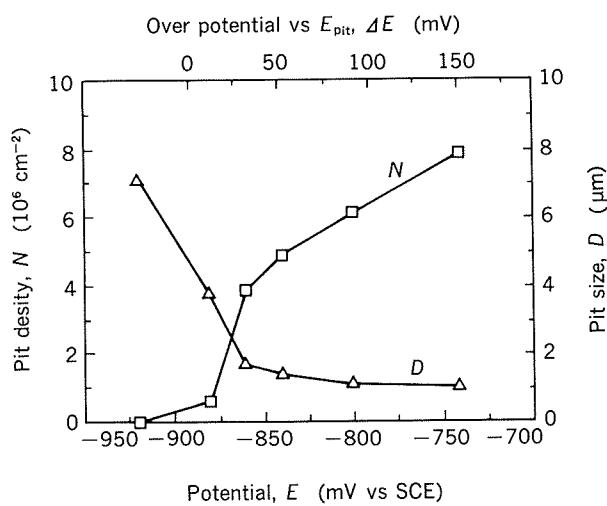
Fig. 4 SEM photographs of surface and cross section at  $20\text{C}\cdot\text{cm}^{-2}$  in  $1\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}$  HCl at 363K.

Fig. 5 Relationship between pit density and potential.

は形成されない。電位が $-890\text{mV}$ （孔食電位）から $-860\text{mV}$ の間でトンネルは急激に長くなるが、ピット発生数と同様、それ以上の電位でのトンネル長さの増加は小さくなる。

また、断面エッティング形態から試料の表層近傍で水平方向に成長するピット層の存在が観察される。これら不規則なピット層は、エッティング時の電位が貴になるほど厚くなり、電位 $-740\text{mV}$ では約 $15\mu\text{m}$ の厚さを有する。これは、厚さ方向に成長したトンネル長さの約 $20\%$ に相

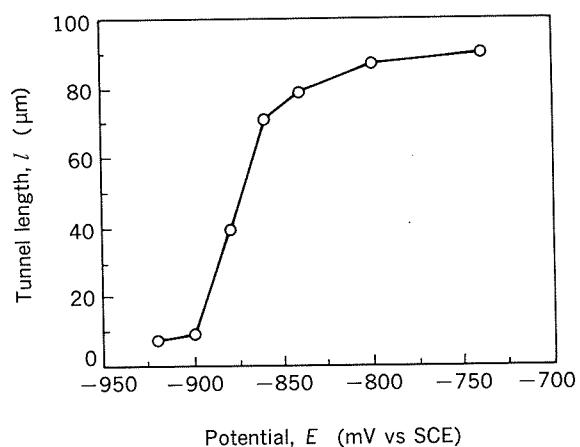


Fig. 6 Relationship between tunnel length and potential.

当する。高電位でこうした不規則なピットが形成されやすくなるのは、孔食電位から貴な方向への分極の程度が大きくなるほど、アルミニウム電極表面でピット発生の起点となる活性なサイトが増加するため、不規則な方向に成長するピットの割合が増加したためと考えられる。

表面積を効率よく拡大し高い静電容量を得るために、ピットを高密度化することが必要であり、そのためにもエッティング時の電位を貴にすることが有効と考えられるが、電位が貴になるほど表層部に不規則な方向に成長するピット層が存在するようになるため、エッティング時の最適な電位の選定が必要となる。

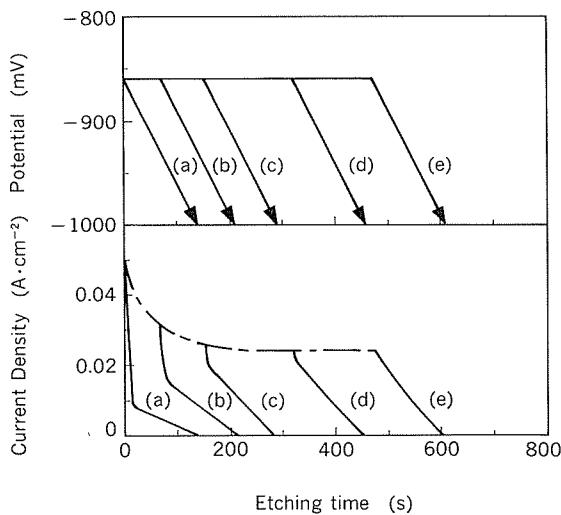


Fig. 9 Transition of current density after constant potential etching at  $-860\text{mV}$ .  
(a)  $0 \text{C}\cdot\text{cm}^{-2}$  (b)  $2.5 \text{C}\cdot\text{cm}^{-2}$  (c)  $5.0 \text{C}\cdot\text{cm}^{-2}$   
(d)  $10.0 \text{C}\cdot\text{cm}^{-2}$  (e)  $14.0 \text{C}\cdot\text{cm}^{-2}$

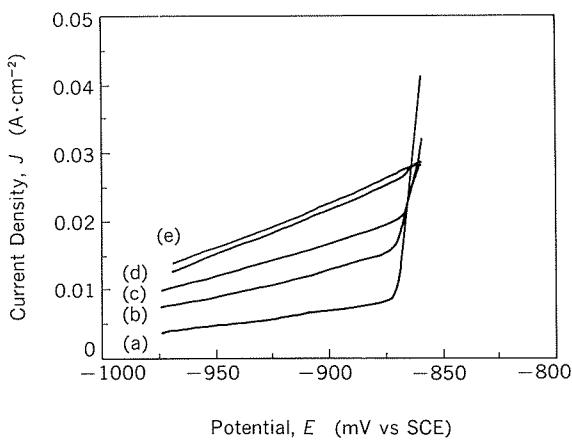


Fig. 10 Relationship between current density and potential after  $-860\text{mV}$  etching.  
(a)  $0 \text{C}\cdot\text{cm}^{-2}$  (b)  $2.5 \text{C}\cdot\text{cm}^{-2}$  (c)  $5.0 \text{C}\cdot\text{cm}^{-2}$   
(d)  $10.0 \text{C}\cdot\text{cm}^{-2}$  (e)  $14.0 \text{C}\cdot\text{cm}^{-2}$

した場合には、エッチングが進行するほど活性溶解の領域が増加していき、電位  $-860\text{mV}$  では電気量が約  $10\text{C}\cdot\text{cm}^{-2}$  以上になるともはやトンネル状のピットは形成されず、生じている反応はすべてアルミニウムの活性溶解であると考えられる。これらの結果は、Fig. 5 及び Fig. 6 に示したエッチング形態の変化ともよく対応するものである。

このように、一定の電位でエッチングしたときに、トンネルの形成よりもトンネル壁の溶解に相当する活性溶解が増加していくのは、次のように考えられる。

ピット発生の起点となりうるアルミニウム表面での活性点は、エッチング時のアルミニウム表面電位が高くなるほど増加すると考えられる。本試験条件で使用した材料では、電位  $-860\text{mV}$  での限界発生数は約  $3.5\times 10^{-6}\text{個}\cdot\text{cm}^{-2}$  と考えられ (Fig. 8),  $3.5\times 10^{-6}\text{個}\cdot\text{cm}^{-2}$  のピット

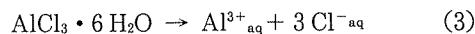
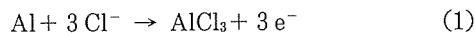
が形成された後のエッチング時間の増加は、トンネル側壁の溶解に費やされることになる。

そこで、電流値が安定した領域でのエッチングによる溶解減量とピット壁の溶解について検討した。電位  $-860\text{mV}$  でのエッチングにおいて、電流安定領域での電流密度は  $0.0263\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$  であり、ピット数 ( $N$ ) は約  $3.5\times 10^6\text{個}\cdot\text{cm}^{-2}$ 、トンネル長さ ( $L$ ) は  $70\text{\mu m}$  である。通電量  $10\sim 20\text{C}\cdot\text{cm}^{-2}$  の期間において、ピットは直径 ( $r_1$ )  $1.21\text{\mu m}$  から ( $r_2$ )  $1.75\text{\mu m}$  にまで拡大される。ピット断面形状が正方形であると仮定した時、この期間でのピット壁の溶解減量 ( $(r_2^2 - r_1^2) \cdot \rho \cdot L \cdot N$ ) は計算値で  $10.54 \times 10^{-4}\text{g}\cdot\text{cm}^{-2}$  と算出される。実際のエッチングによる溶解減量 (測定値) は  $11.11 \times 10^{-4}\text{g}\cdot\text{cm}^{-2}$  であり、ほぼ計算値に一致する。このことから、安定領域での電流は、新たなピットの発生及びトンネルの深さ方向への成長のためではなく、既存のピットの側壁の溶解に費やされたものと考えられる。さらに、電気量  $10\text{C}\cdot\text{cm}^{-2}$  時点のピット壁の溶解電流 (速度) を算出した。この時の側壁の全表面積は  $11.86\text{cm}^2$  であり、すべての表面が一様に溶解されると仮定すると、側壁  $1\text{cm}^2$ あたりに流れる電流は  $2.22\text{mA}$  となる。この値は、Fig. 2 に示したアノード分極曲線より活性溶解の領域での電流値に相当することから、トンネル側壁に存在する不働態らしき皮膜の生成と溶解を伴いながらピット径が拡大していくと考えられる。

#### 4.2 トンネル先端での溶解

厚さ方向に成長を続けるトンネル状ピットが成長を停止する現象について検討を行った。

塩化アルミニウム水溶液中におけるアルミニウムの孔食に関し、Beck は表面に 2 相の塩化物層が考えられるとして報告している<sup>8)</sup>。すなわち、アルミニウム界面では式 (1) で示される反応が生じ、また、塩化物内層と外層界面では式 (2) の反応が生じ、さらに外層と溶液界面では式 (3) の反応が生じると考えている。



今回試験を実施した塩酸溶液中においても、トンネル状ピットの成長が進行しているトンネル内ではこうした塩化物イオンを介しての溶解反応が進行していると考えられる。こうしたトンネル状ピットが成長を停止する現象に関し、これまでに Alwitt らはトンネルの飽和長さは塩化アルミニウム濃度の増加と共に短くなること、飽和塩化アルミニウム中ではトンネルは形成されないことから、トンネル先端で塩化アルミニウムが飽和濃度に到達し、それ以上のアルミニウムの溶解が抑制されると考察している<sup>9)</sup>。電位制御下においても活性なトンネル先端で塩化アルミニウムが飽和することで、この吸着した塩化物層又は薄い salt film を介してのアルミニウムイオンの移動が阻害されることにより、トンネルが停止する

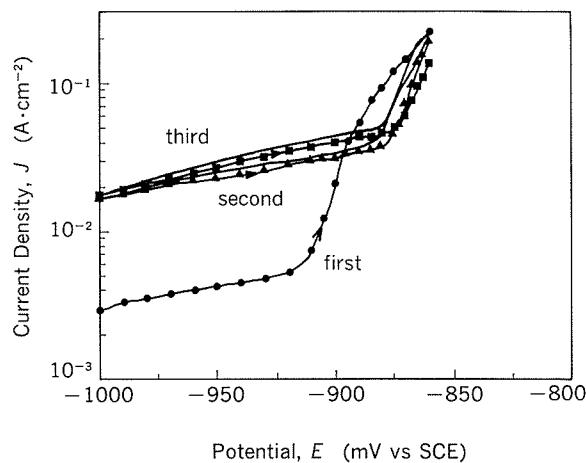


Fig. 11 Cyclic voltammetry of Al in  $1\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}$  HCl at 363K.

ことが予想される。 $-840\text{mV}$ 以上では電位が変化しても飽和トンネル長さがほとんど変わらないこともその一つのあかしであろう。

Fig. 11 には、掃引速度  $1\text{mV}\cdot\text{s}^{-1}$ で $-1000\text{mV}\sim-860\text{mV}$ の範囲でのサイクリックボルタノメトリー（繰り返し数；3回）を測定した結果を示す。孔食電位は繰り返し数の増加により貴な方向に移行し、2回目では $-857\text{mV}$ を、また3回目では $-852\text{mV}$ となる。本試験により得られた $1.0\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}$ の塩酸中での孔食電位は $-890\text{mV}$ であり、こうした $30\sim40\text{mV}$ の貴な方向への分極の原因は、孔食反応が起きている領域近傍での電解液組成の変化、すなわち、溶出したアルミニウムイオンの増加が関係していると推測される。

そこで、 $1.0\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}$ の塩酸中に一定量のアルミニウムを溶解した溶液中でアノード分極測定を実施した。結果をFig. 12に示すが、 $1\text{g}\cdot\text{dm}^{-3}$ のアルミニウムが溶解した溶液中での孔食発生電位は、塩酸単独の溶液中に比べて $13\text{mV}$ 貴な $-878\text{mV}$ を、また $3\text{g}\cdot\text{dm}^{-3}$ 添加した場合には $46\text{mV}$ 貴な電位を示し、アルミニウムイオンの増加により、孔食が発生する電位が上昇することが分かる。この結果より、一定電位でエッチングを行った場合には、発生したピットがトンネル状に成長する過程ではトンネル内でのアルミニウムイオン濃度の増加による溶液組成の変化が成長が停止するか否かに影響し、活性なトンネル先端で塩化アルミニウムが飽和した時にトンネルの成長が停止すると考えられる。

## 5. 結 言

定電位電解による高純度アルミニウム箔のエッチング特性について研究し、以下の諸点が明らかとなった。

- (1) エッチング時の電位が孔食電位から貴になるほど
  - (i) ピット発生数は多くなり、またピットサイズは見かけ上小さくなる。

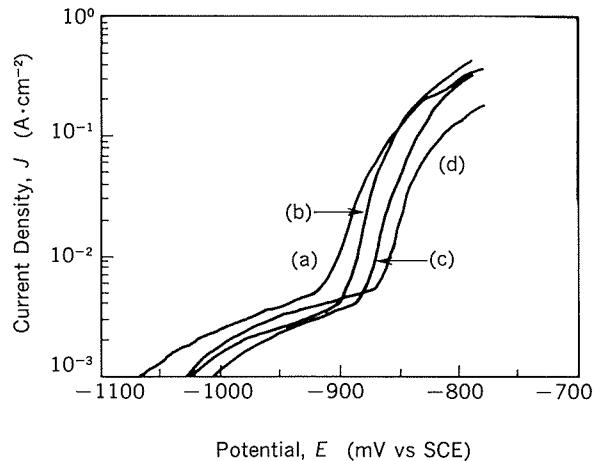


Fig. 12 Anodic polarization curve Al in  $1\text{mol}\cdot\text{dm}^{-3}$  HCl with  $\text{Al}^{3+}$  at 363K.  
(a)  $0\text{ g}\cdot\text{dm}^{-3}$  Al (b)  $1\text{ g}\cdot\text{dm}^{-3}$  Al  
(c)  $2\text{ g}\cdot\text{dm}^{-3}$  Al (d)  $3\text{ g}\cdot\text{dm}^{-3}$  Al

(ii) トンネルピットの長さは長くなるが、 $-840\text{mV}$ 以上ではほぼ一定となる。

(iii) 表層で不規則な方向に成長するピットの発生頻度は高くなる。

(2) 設定電位に固有の電気量（時間）までは、ピットの発生及び厚さ方向への成長が主に行われるが、それ以後では新たなピットは発生せず、既存のピットの側壁のみが溶解されるようになる。

この時間は応答電流が低下し、一定値を示す時の値に対応する。

(3) 厚さ方向に成長を続けているトンネルが成長を停止する現象は、トンネル内でのアルミニウムイオン濃度の増加による溶液組成の変化が影響を及ぼし、活性なトンネル先端で塩化アルミニウムが飽和し、みかけ上の孔食電位が上がるためと考えられる。

## 参考文献

- 1) C. G. Dunn, R. B. Bolon, A. S. Alwan and A. W. Stirling : J. Electrochem. Soc., 118 (1971), 381.
- 2) N. F. Jackson : Electrocomponent Sci. and Tech., 2 (1975), 33.
- 3) R. S. Alwitt, H. Uchi, T. Beck and R. Alkire : J. Electrochem. Soc., 131 (1984), 13.
- 4) K. Hebert and R. Alkire : J. Electrochem. Soc., 135 (1988), 2447.
- 5) H. Kaesche : Werkst. Korros., 39 (1988), 153.
- 6) 牧野英司, 矢島宇生, 菅沼栄一 : 精密工学会誌, 55 (1989), 1633.
- 7) H. Fickelscher : Werkst. Korros., 33 (1982), 146.
- 8) T. R. Beck : Electrochimica Acta, 30 (1985), 725.
- 9) R. S. Alwitt, T. Beck and R. Alkire : Advances in Localized Corrosion, ed. by H. S. Isaacs, NACE, Houston, TX (1990), 145.

論文

高純度アルミニウム箔のエッチング性に及ぼす  
微量インジウムの影響\*

福岡潔\*\* 倉橋正晴\*\*

住友軽金属工業株式会社技術研究所

# 高純度アルミニウム箔のエッチング性に及ぼす 微量インジウムの影響\*

福岡 潔\*\* 倉橋正晴\*\*

## Effect of Indium on the Etching Phenomena for High Purity Aluminium Foil

Kiyoshi Fukuoka and Masaharu Kurahashi

This report is the results of inquiry about the effects of a very small quantity of indium in high purity aluminium foil on the etching peculiarity and pitting potential, and also about the indium concentrate behavior changed with annealing temperature.

Capacitance of the high purity aluminium foil contained 5ppm indium is 4% higher than that contained no indium, after 450s AC etching in hydrochloric acid. For the 5ppm indium contained foil, plenty of initial pits are distributed uniformly on the surface of the foil at the initial stage of AC etching, and pits propagate equally inside layer of the foil after 450s AC etching.

Pitting potential in aluminium chloride solution of the 5ppm indium contained foil is 20mV lower than the no indium contained foil after annealed at 673K. Pitting potential changes with annealing temperature, and the most less noble one gives at the 573K annealed foil.

Indium concentrate in the surface layer as 700 times as inside layer after annealed at 673K. Concentrated ratio changes with annealing temperature, and the maximum concentrated ratio gives at the 573K annealed foil, too. It is inferred from the observation of the pits distribution that indium concentrate on the grain boundary in the case of the 673K annealed foil.

### 1. 緒 言

アルミニウム電解コンデンサの電極には、電気化学的にエッチングをしたアルミニウム箔を用いる。エッチングの目的は、表面積を拡大し、単位体積当たりの静電容量を大きくすることにある。エッチング後の表面積は、微細なピットが箔全体に均一に分布し、エッチング層に欠落の無い場合に大きくなることから、エッチピットの開始点の密度と、ピットの伝播を制御することは大きな静電容量を得る上で重要である。

ピットの発生と伝播を制御するには、エッチング方法は元より、材料としての箔の特性も重要な意味を持つ。しかし、材料、特に微量成分のエッチングに及ぼす影響

に関する研究は少なく、中でも交流エッチングと材料の関係について報告された例は二三例にすぎない。

筆者ら<sup>1)</sup>は、交流エッチング後の静電容量に及ぼすアルミニウム箔の主要成分の影響について実験し、析出鉄が自己溶解性を著しく大きくすること、銅は交流エッチング後の静電容量を大きくする効果が顕著であることを報告した。松井<sup>2)</sup>は、1080アルミニウム箔中の10~93 ppmのチタニウムの影響について実験し、エッチング初期の影響は小さいが、エッチングの進行と共に静電容量に影響が現れ、チタニウム添加量の多い程容量の増加が少ないこと、及び、これはチタニウムはエッチング粗面を全面溶解にし、微細なピットの形成が抑えられるせいであると、報告している。また、山本ら<sup>3)</sup>は、マグネシウムの効果について実験し、焼鈍時に表面の酸化皮膜中にマグネシウムが濃化し、これが適度な欠陥を作ることから均一にエッチングできることを報告している。これら以外の元素については報告例が見当たらず、交流エッキン

\* 軽金属学会第82回春季大会（1992年5月、於・福岡市）及び'93年電気化学秋季大会（1993年10月、於・福岡市）にて一部ずつ発表

\*\* 技術研究所金属材料第一研究部

グに及ぼす微量成分の影響については、不明な点が多い。

一方、アルミニウムにインジウムを添加した場合に、海水中に於ける孔食電位が卑に移行することは、RengとNewport<sup>4)</sup>が報告している他、インジウムの添加によりアルミニウムの腐食性は変化する<sup>5)6)</sup>、また、インジウムはマグネシウムと同様に、焼鈍時に表面に濃縮する<sup>7)</sup>ことも知られている。このような特徴を持ったインジウムの添加箔は、エッチング時に特徴のある挙動を示すと予測できる。本報は、高純度アルミニウム箔に微量添加したインジウムの表面濃縮挙動と、エッチング性への影響を中心に試験した結果である。

## 2. 実験方法

### 2.1 供試材

三層電解法による99.99%アルミニウムに銅とインジウムを添加し、半連続鋳造で $175 \times 175 \times 500\text{mm}^3$ の鋳塊を作成した。この鋳塊を、873K×36ksの均質化処理後、熱間で5mmに、次いで、冷間で0.1mmの箔に圧延した。アセトンで表面の付着油を除去した後、アルゴン雰囲気中で673K×10.8ksの焼鈍を行い、試験に供した。Table 1に5ppmのインジウムを添加した箔（以後5

ppm In 添加箔と呼ぶ）と、比較用いたインジウム無添加の箔（以後比較箔と呼ぶ）の化学成分を示す。また、一部の実験には、インジウムの添加量と焼鈍温度を変えた箔を使用した。

### 2.2 評価方法

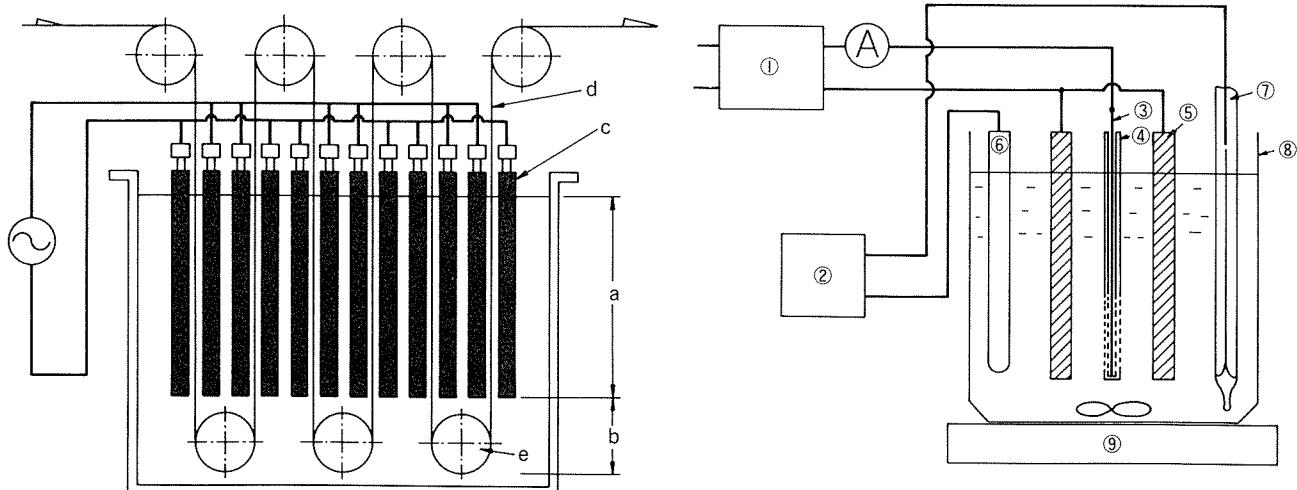
生産ラインに於ける交流エッチングには、間接通電方式が採用されていることが多い。Fig. 1は、この場合の電解槽の模式図<sup>8)</sup>で、電極とアルミニウム箔の相対位置関係を示す。Fig. 1のaの範囲では、アルミニウム箔は通電状態にあり、電解エッチング反応が起きている。一方、bの範囲では、非通電状態にあって、アルミニウム箔は電解液と化学反応を生じているものと考えられる。本報では、通電状態に於ける反応を交流エッチングで、非通電状態に於ける反応を塩酸中に浸漬した時の化学溶解量で評価することとした。

(1) 塩酸浸漬試験： 非通電状態を想定して、アルミニウム箔を塩酸に浸漬した時の質量減少量を測定した。質量減少量は、353Kの20vol%塩酸中に、アセトンで脱脂した $50 \times 50\text{mm}^2$ の試料を600s浸漬し、その前後の質量差から算出した。

(2) 交流エッチング試験： 交流エッチングにはFig. 2に示す装置を用いた。すなわち、交流電源にNF回路

Table 1 Chemical composition of experimental alloys. (ppm)

alloy	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ga	Ti	In	%Al
99.99%Al	16	14	39	<1	6	1	6	3	1	<1	99.991
Al-5In	13	16	38	<1	2	1	1	3	<1	5	99.992



- a) Electrochemical etching zone b) Chemical etching zone
- c) Electrode d) Aluminium foil
- e) Roller

Fig. 1 A.C. etching cell (Indirect contact current supply)<sup>8)</sup>

- ① A.C. power supply : NF
- ② Temperature control system
- ③ Specimen
- ④ Specimen holder
- ⑤ Graphite electrode
- ⑥ Quartz heater
- ⑦ Thermocontroller
- ⑧ 3 liter capacity glass bath
- ⑨ Magnetic agitator

Fig. 2 Apparatus schema for A.C. etching.

設計ブロック製のファンクションシンセサイザ1731と電力増幅器 TA-250 を用い、出力端子の一端を中央の試料に、他端を試料から10mm 離して両側に配した黒鉛電極に接続する直接通電方式を採用了。なお、試料はアクリル樹脂製のホルダに挿入し、エッチング面積を $20 \times 50 \text{ mm}^2$  に規制した。

前項と同様に脱脂した箔を用い、305K の純水815ml に36% 塩酸125ml、75% リン酸 6 ml 及び60% 硝酸 5 ml を加えた溶液中で、25Hz の正弦波交流によって電流密度 $200 \text{ mA/cm}^2$  で450s 間のエッチングを行った。エッチング後の試料を、333K の150g/l のアジピン酸アンモニウム水溶液中で20V に化成し、303K の同液中で横河ヒューレットパッカード社製の4262型LCR メータを用い、120 Hz の直列等価回路で静電容量を測定した。

エッチング後の試料を用いて、化成皮膜又は樹脂でピットのレプリカを作成し、走査電子顕微鏡でピットの進行状態と形状を調査した。

### 3. 実験結果

#### 3.1 組織

Fig.3 に、供試材のミクロ組織を示す。673K で焼鈍後の箔の再結晶粒径は、5 ppm In 添加箔が $100 \sim 200 \mu\text{m}$  であったのに対し、比較箔は $500 \mu\text{m}$  以上が多く、差が見られた。これは、インジウムは空孔との結合エネルギーが大きく<sup>9)</sup> 空孔を束縛する力が強いことから、結晶粒の粗大化が遅れる<sup>10)</sup> ことを示している。この現象は、箔の

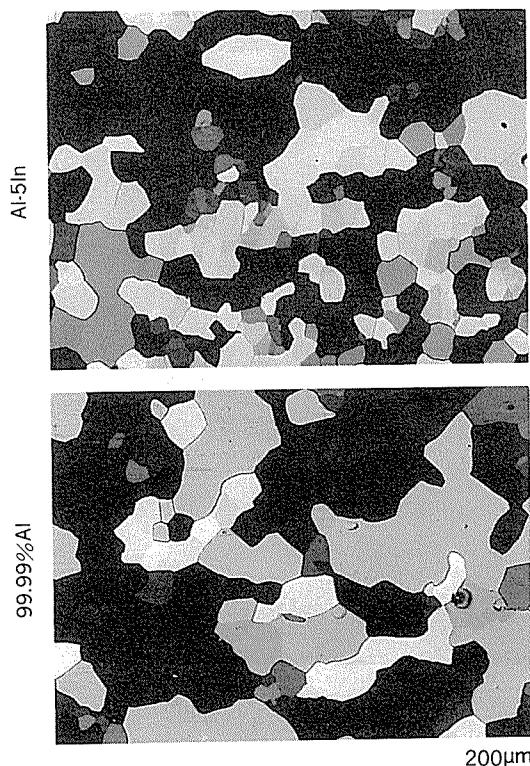


Fig. 3 Micro structures of surface in 673K annealed foiles.

機械的な性質にも影響を及ぼすと考え、引張試験を実施したが、結果はいずれの箔も $69 \text{ N/mm}^2$  で、強度的な差は認められなかった。

#### 3.2 塩酸浸漬試験

Fig. 4 に、5 ppmまでのインジウム添加量による塩酸に対する溶解性の変化を、Fig. 5 に、5 ppm In 添加箔の焼鈍温度による塩酸に対する溶解性の変化をそれぞれ示す。

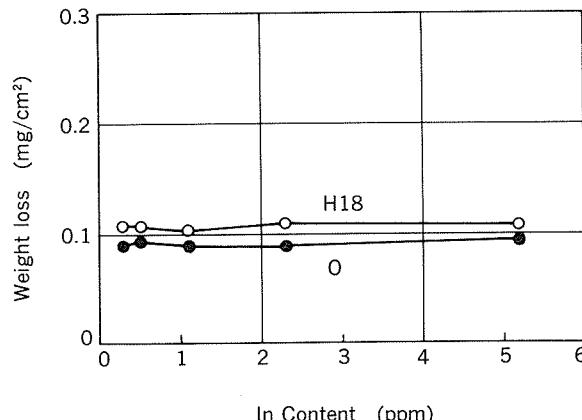


Fig. 4 Effects of indium contents in 99.99% aluminium before or after annealing at 673K on weight loss after 600s immersion in 20vol% hydrochloric acid at 353K.

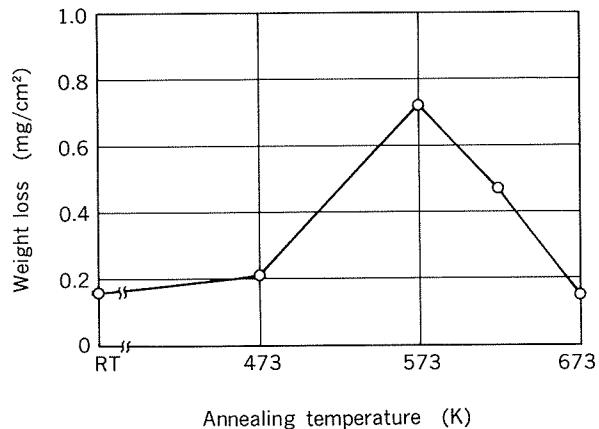


Fig. 5 Effects of annealing temperatures for 5ppmIn-Al alloy on weight loss after 600s immersion in 20vol% hydrochloric acid at 353K.

す。本実験範囲のインジウムの添加量、又は673K の焼鈍の有無では、塩酸溶解性に影響は認められなかった。しかし、5 ppm In 添加箔の塩酸溶解性は焼鈍温度で変化し、573K で極大値を示した後、673K で硬質箔の水準に戻った。電解コンデンサに使用する高純度アルミニウムの成分範囲内に於いて、塩酸溶解性は析出した鉄の有無で変化する<sup>11)</sup>が、本実験に使用した範囲では、鉄は析出していないと推定できる。また、析出したインジウムも同様の効果を有する<sup>4)</sup>ことから、焼鈍温度によりインジウムの析出状態が変化した結果と考えられる。

Table 2 Results of 450s AC-etching.

Alloy	Weight loss (mg/cm <sup>2</sup> )	20Vf capacitance (μF/cm <sup>2</sup> )
99.99% Al	6.36	35.5
Al-5In	6.32	36.9

### 3.3 交流エッティング試験

Table 2 に、450s の交流エッティング後20V に化成した箔の静電容量を示す。静電容量は、5 ppm のインジウムの添加で約 4 %増加した。Fig. 6 のエッティング後の箔の表面と断面の写真に見られるように、インジウムを添加した箔のエッチピットは均一に分散し、表面部分のピット部の欠落も少なかった。エッティング初期におけるエッチピットの分布状態を、0.1s 間エッティング後の箔で比較した結果を Fig. 7 に示す。エッチピットの密度と大きさに差があり、密度は比較箔の6700mm<sup>-2</sup>に対し、5 ppm In 添加箔では13900mm<sup>-2</sup>と約 2 倍の量であった。

静電容量測定後の試料を塩酸に浸漬し、アルミニウムを溶解除去して、化成皮膜によるエッチピットのレプリカを作成した。Fig. 8 は、走査電子顕微鏡で撮影したレプリカの写真で、エッチピットの進行状態を箔の内側から観察した様子を表す。比較箔のエッチピットが団塊状であったのに対し、5 ppm In 添加箔では団塊が少なく全面に分散していた。従って、5 ppm In 添加箔の方がエッ

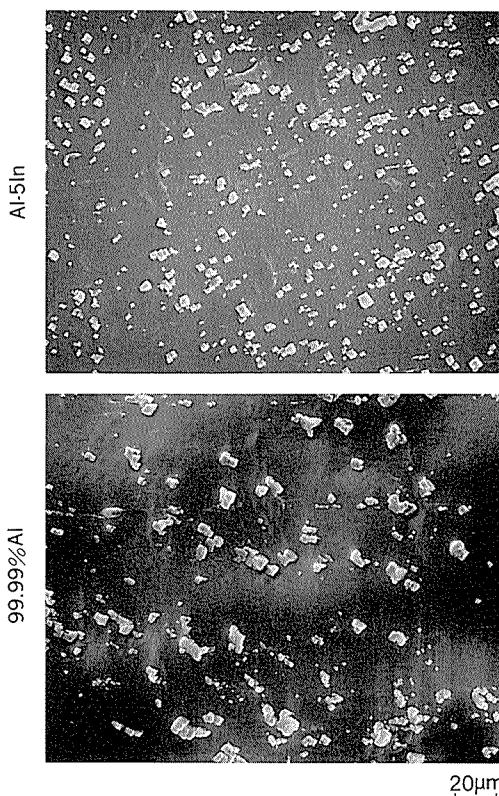


Fig. 7 Scanning electron micrographs of resin replicas of etched pits formed in 0.1s AC etched foil.

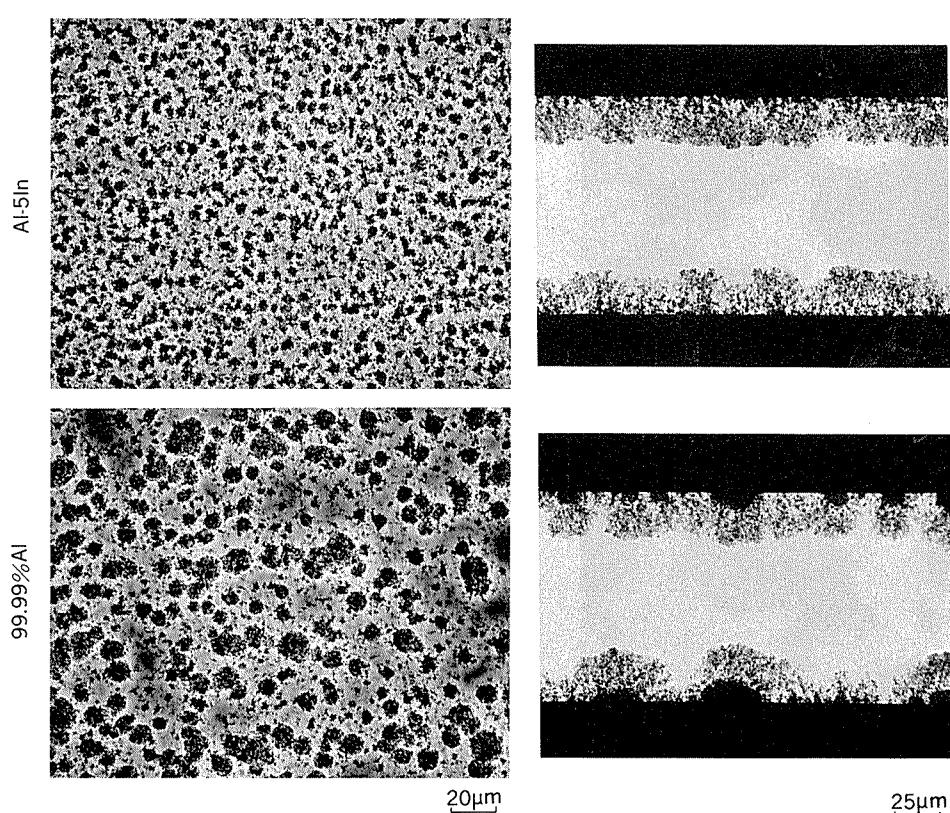


Fig. 6 Appearance and cross section of 450s AC etched foil in the electrolyte contained 12.5%HCl-0.6%H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>-0.5%HNO<sub>3</sub> at 305K.

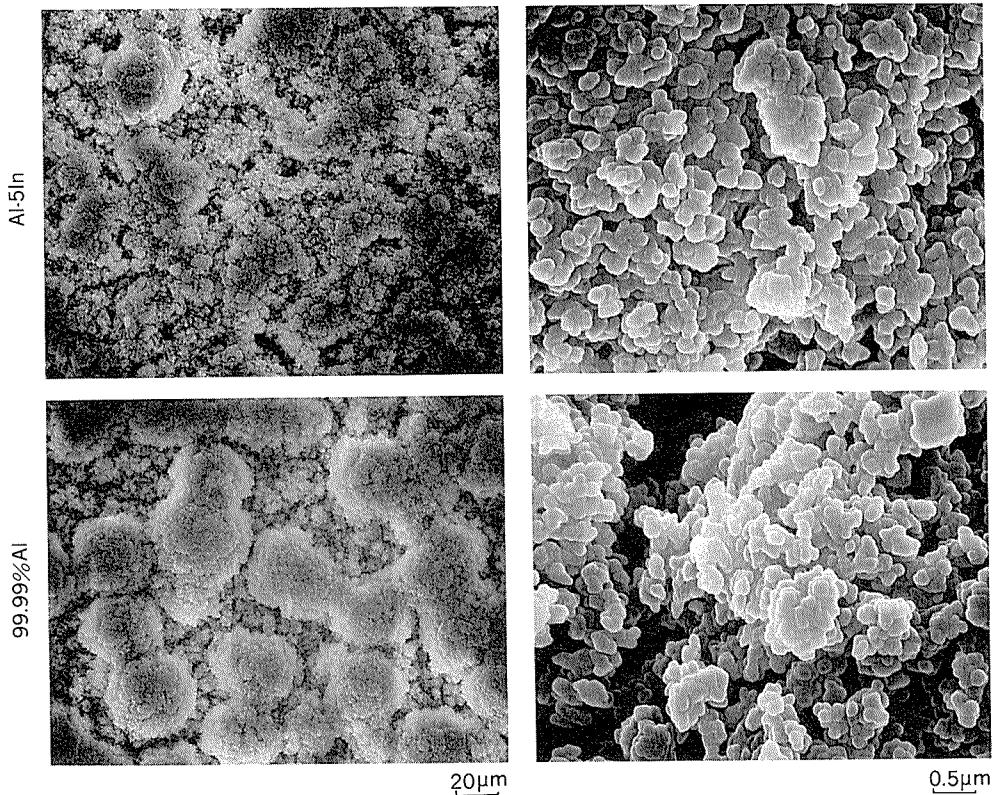


Fig. 8 Scanning electron micrographs of oxide replicas of etched pits formed in 450s AC etched foil.

チピットが均一に進行していたことを示している。個々のピットは、5 ppm In 添加箔、比較箔共に約2 μmであり同じ大きさであった。これは、個々のピットがエッチングに使用した交流電流の1サイクルの間に形成される<sup>11)</sup>ことから、ピットサイズは電流条件によって決まり、箔の影響が小さいことによる。

エッチング後の箔の表層数μmを研磨で除去して、箔の内面に於けるピットの分布状態を調査した。結果をFig. 9に示す。比較箔はエッチャビットの存在しない部分があったのに対し、5 ppm In 添加箔では全面にピットが存在した。この写真も、インジウム添加箔の方がエッチャビットが箔全面に分散し、且つ均一に進行していたことを示している。

### 3.4 表面分析

箔表面に於けるインジウムの濃縮状態を、酸素イオンを一次イオン源とした二次イオン質量分析（以後SIMSと記す）で調査した。Fig. 10は、種々の温度で焼鈍した箔の、SIMSの結果である。なお、Fig. 10では、アルミニウムの検出量が一定になるように補正を加えた。

最表面におけるインジウムの検出量は、焼鈍温度と共に増加し、573Kで極大値を示して、673Kでは減少した。インジウムの濃縮深さは、焼鈍温度と共に深くなる傾向が見られ、別試料によるスパッター速度の測定結果は1.8 μm/20minであったことから、573K焼鈍箔のインジウムの濃縮深さは約0.6 μm、673K焼鈍箔では約0.7 μmと

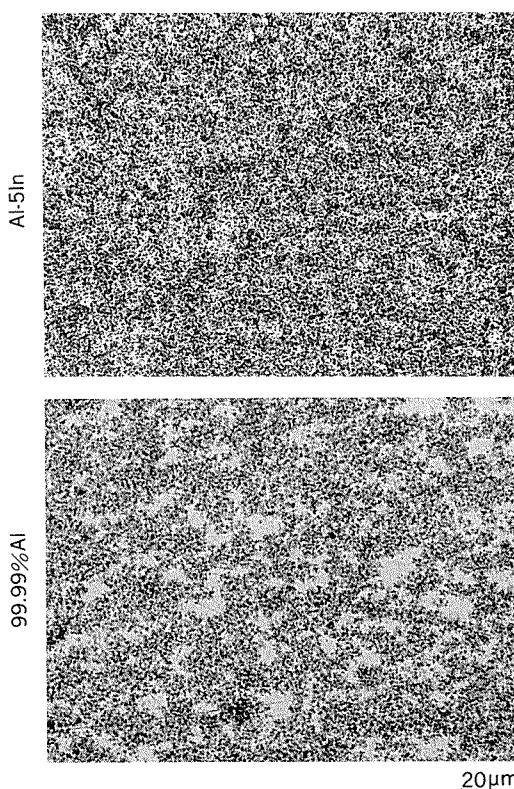


Fig. 9 Appearance of 450s AC etched foil after removing several μm of the surface.

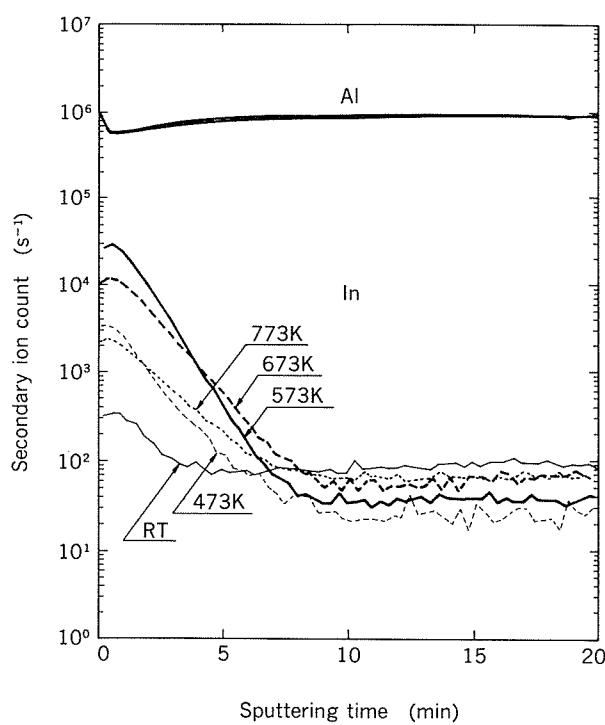


Fig. 10 SIMS intensities of indium as a function of sputtering time for a non-annealed and annealed foils in the range of 473K to 773K.

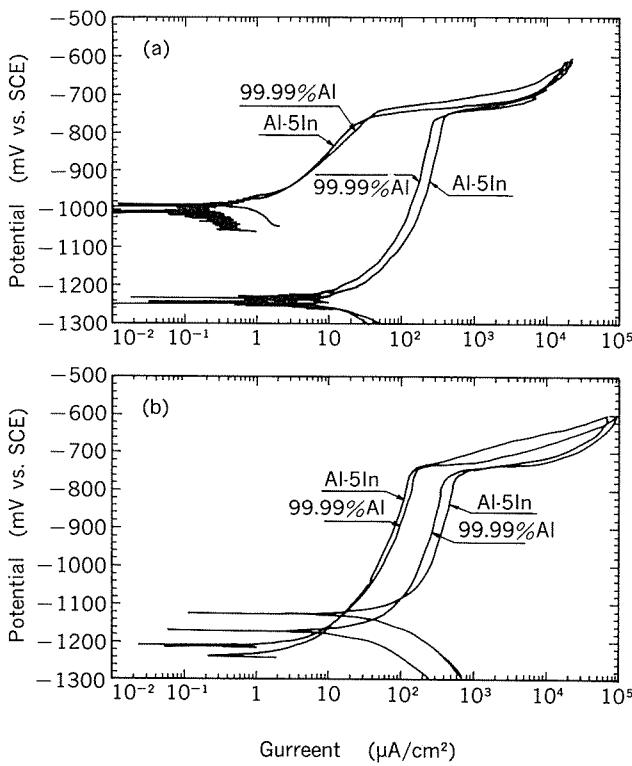


Fig. 11 Anodic polarization characteristics in deaerated 2.67%  $AlCl_3$  solution at 303K.  
(a) : as annealed foils, (b) : after 30s immersion in 5% NaOH solution at 333K.

見積もられた。箔内部のインジウムの検出量は焼純温度で変化し、硬質が最も高く、一度低くなった後焼純温度と共に増加した。

#### 4. 考 察

高純度アルミニウムに極微量のインジウムを添加することにより、交流エッチング時のピット発生点が増加し、箔表面全面に分散した。また、箔内部に於いてもピットは均一に分布していた。インジウム添加によるエッチング性の影響範囲を、箔のアノード分極挙動で調査した。焼純のままとアルカリで表層を除去した箔を試料とし、303Kの2.67%塩化アルミニウム水溶液中に於いて、電位掃引速度20mV/minで飽和甘汞電極を参照電極にしてアノード分極挙動を調査した。結果をFig.11に示す。焼純のままの状態では、孔食電位に約20mVの差があり、5 ppm In 添加箔の方が卑であったが、60°Cの5%苛性ソーダ水溶液中に30s浸漬して表層を約0.5 μm除去した箔では、ほとんど差は無くなかった。この結果は、インジウム添加によるエッチング性の変化は箔表面に限定され、内部に及ばないことを示唆している。従って、インジウムの添加により、箔内部のピット分布が均一になったのは、ピット発生点が増加した効果によると言える。

箔表面に於けるインジウムの濃縮状態を、SIMSで調査した。結果をFig.12に示す。別試料で測定した本測定条件下のスパッタ速度は1  $\mu m/12min$ と見積もら

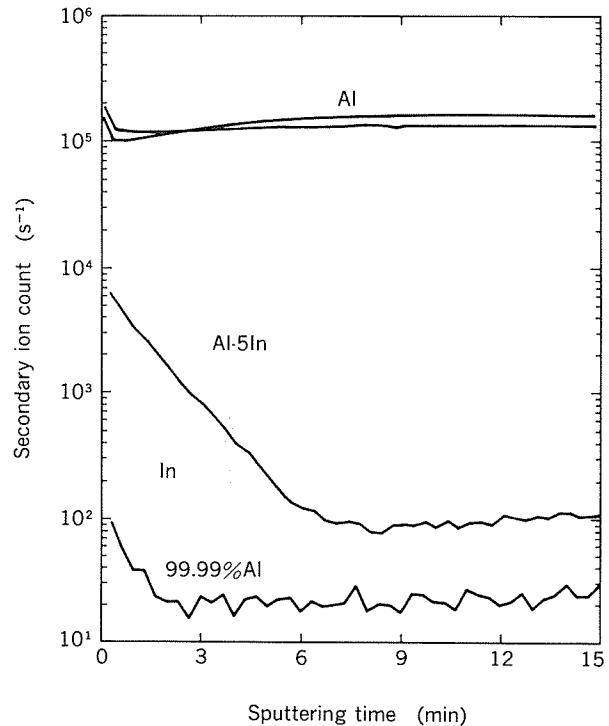


Fig. 12 SIMS intensities of indium as a function of sputtering time for 673K annealed foils with/without 5ppm In.

れしたことより、5 ppm In 添加箔では表層の0.5 μmに、比較箔では0.2 μmにインジウムは濃縮しているとの結果を得た。検出量は、5 ppm In 添加箔の最表層で7000カウント／秒、内部で100カウント／秒、また、比較箔ではいずれも低く、それぞれ100カウント／秒と25カウント

／秒であった。Fig. 11で焼鈍のままで20mVあった孔食電位の差が、表層約0.5 μmを除去することによりほとんど無くなったのは、差が6900カウント／秒あったインジウムの濃縮層を取り去ったことにより、75カウント／秒の差に低下したことによると言ふことができる。

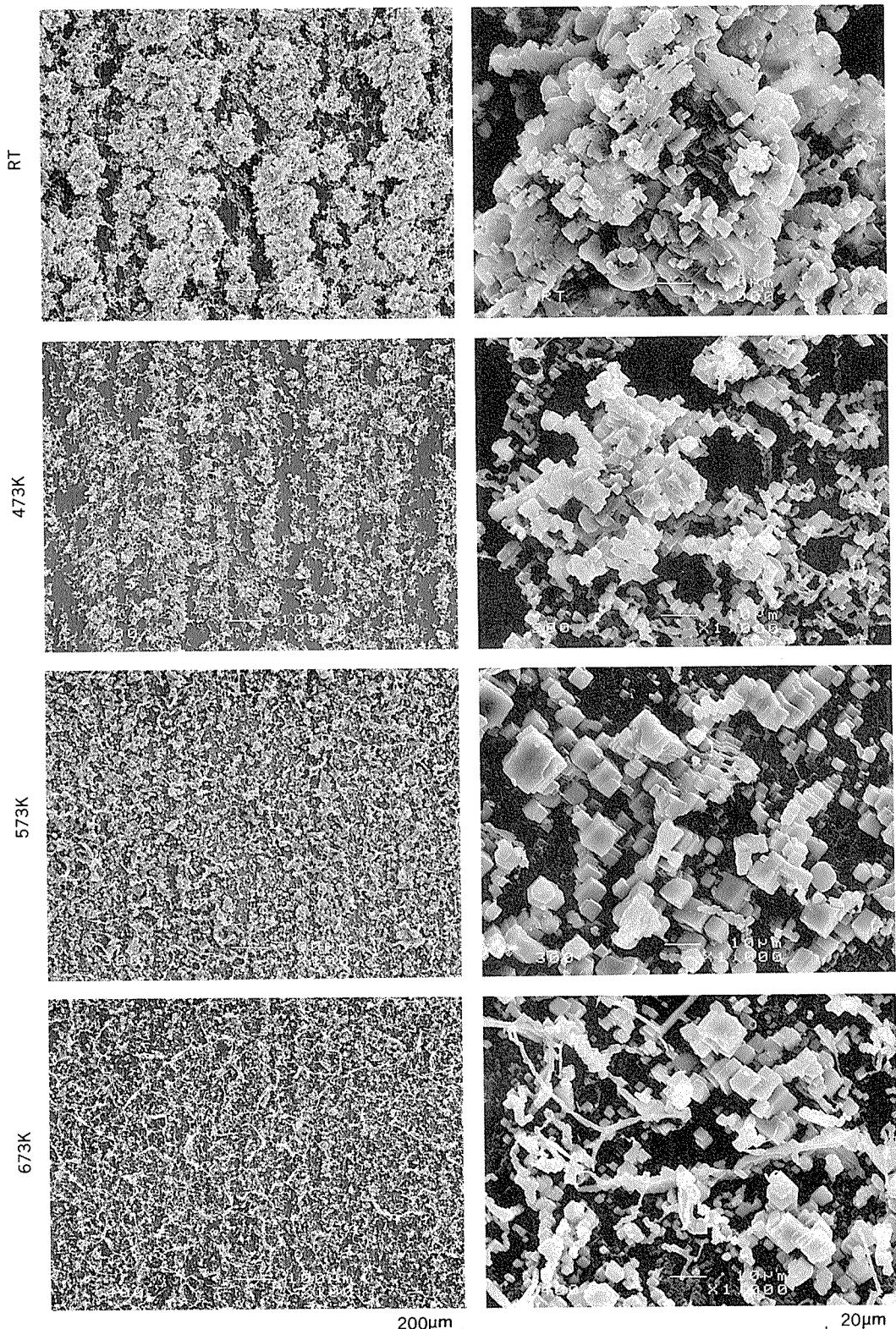


Fig. 14 Scanning electron micrographs of resin replicas of etched pits formed during the pitting potential measurements.

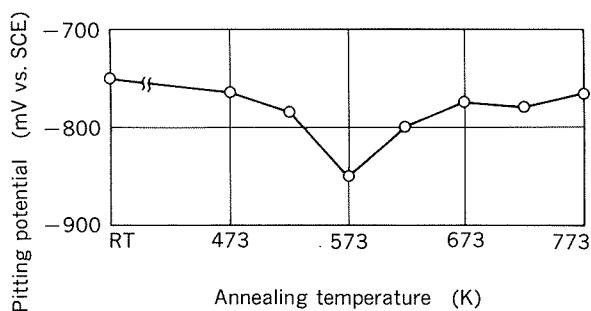


Fig. 13 Effects of annealing temperature on pitting potentials in the range of 423K to 773K.

前掲 Fig. 5 のように、5 ppm In 添加箔の塩酸溶解性は焼純温度により変化し、573K 焼純箔で極大値を示し、673K 焼純箔では硬質箔の値にまで戻った。Fig. 13 に、これらの箔の孔食電位を示す。塩酸溶解性に対応し、573K 焼純箔が最も卑な値を示し、673K 焼純箔では硬質箔とほぼ同じ値であった。Fig. 14(前頁)には、孔食電位測定後の試料のピットの状態を、樹脂レプリカで観察した結果を示した。ピットの発生場所は、573K 焼純箔が最も多く、673K 焼純箔では減少傾向にあった。また、特に673K 焼純箔にピットで形成された壁のような部分が散見される。この壁で囲まれた部分の長さは、100~200 μm あり、Fig. 3 の再結晶粒径と同じ大きさであったことから、壁の部分は結晶粒界の可能性が高い。

このような焼純温度による塩酸溶解性、孔食電位とピット発生場所の変化は、Fig. 10 で示したインジウムの表面濃縮状態の変化によると考えられる。Fig. 15 には、Fig. 5 の塩酸溶解性及び Fig. 13 の孔食電位と、Fig. 10 の箔最表面におけるインジウムの検出量の関係を示す。箔表面のインジウムの量が増加するに従い、塩酸溶解性は大きくなり、孔食電位は卑に移行する傾向が認められた。

## 5. まとめ

高純度アルミニウムに極微量のインジウムを添加した箔を作成し、塩酸に対する溶解性試験と交流エッティング試験を実施し、以下の結果を得た。

(1) 99.99%の高純度アルミニウムに5 ppm のインジウムを添加することにより、交流エッティング後の静電容量は4 %増加した。

(2) これは、インジウムが焼純時に表面に濃縮して箔の孔食電位が卑に移行し、エッチピットの開始点が分散増加した結果、箔表面及び内面で均一なピットが形成されたことによる。

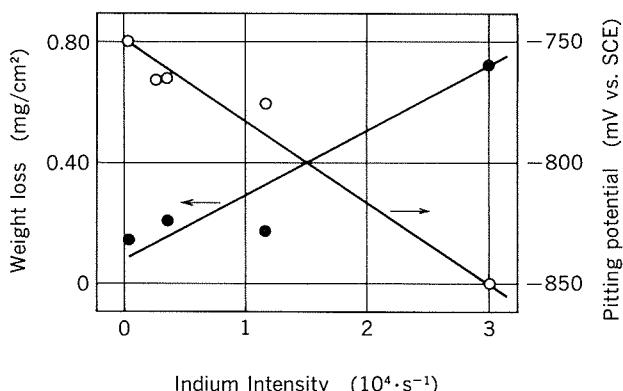


Fig. 15 Relations SIMS intensities of indium for the foil surface to the weight loss after 600s immersion in 20vol% hydrochloric acid at 353K and to the pitting potentials.

(3) 5 ppm のインジウム添加箔の塩酸溶解性は、焼純温度により変化し、573K 焼純箔で最も大きく 673K 焼純箔では硬質箔と同じ値であった。孔食電位も同様の傾向があり、573K 焼純箔が最も卑な電位を示した。

(4) インジウムの表面濃縮は、573K 焼純箔で最も顕著であり、673K 焼純箔では低下した。この現象は、塩酸溶解性及び孔食電位の変化に対応していた。また、焼純温度が673K の場合インジウムは結晶粒界に集まり、その他の部分ではむしろ減少すると推定された。

## 参考文献

- 1) 福岡 潔, 倉橋正晴: 本誌, 28 (1987), 7.
- 2) 松井邦昭: 軽金属学会第72回春期大会概要集, (1987), 181.
- 3) 山本兼滋, 荒木啓一: 軽金属学会第82回春期大会概要集, (1992), 269.
- 4) J. T. Reding and J. J. Newport: Material Protection, 5 (1996), 15.
- 5) 久松敬弘, 小玉俊明: 軽金属, 19 (1969), 352.
- 6) A. G. Kulkarni and I. Gurrappa: British Corrosion J., 28 (1993), 67.
- 7) 後藤博己, 当摩 建: 軽金属学会第82回春期大会概要集, (1992), 213.
- 8) T. Kudo and M. Watase: The 159th Meeting of Electrochem. Soc., (1981), Mineapolis.
- 9) 太田陸奥雄, 橋本文雄: 日本金属学会誌, 29 (1965), 93.
- 10) 藤川辰一郎, 平野賢一, 馬場義雄: 日本金属学会会報, 7 (1968), 494.
- 11) C. K. Dyer and R. S. Alwitt: J. Electrochem. Soc., 128 (1981), 300.

論文

オージェ電子分光分析によるAl-4.5mass%Mg合金の  
高温酸化抑制に関する研究

米光誠\*

住友軽金属工業株式会社技術研究所

# オージェ電子分光分析によるAl-4.5mass%Mg合金の高温酸化抑制に関する研究

米 光 誠\*

## Auger Electron Spectroscopic Studies on the Retardation of High-temperature Oxidation of Al-4.5mass%Mg Alloy

Makoto Yonemitsu

When magnesium-containing aluminium alloys are heated at high temperature, magnesium atoms diffuse to the surface and a thick oxide film is formed. The presence of this oxide film is known to have an adverse effect on surface treatments, bonding, etc. In this report, Al-4.5mass% Mg alloy was maintained beforehand for about 10s in a high-temperature atmosphere over the melting point of the alloy and oxidized at 400°C up to 4h. Surface characterization was carried out by Auger electron spectroscopy and X-ray photoelectron spectroscopy. The oxide film thickness of specimens preheated for 10s at 900°C and 1050°C was about 1/4 of that of specimens without preheating when the specimens were oxidized for 60min at 400°C after non-preheating or preheating. The growth of the surface oxide film during oxidation at 400°C seems to be retarded because the MgO which was formed on the surface by preheating blocks the diffusion of the atmospheric oxygen into the oxide layer.

### 1. 緒 言

アルミニウム及びアルミニウム合金の表面は、薄い酸化皮膜で覆われており、この酸化皮膜がアルミニウムの耐食性に寄与していることは良く知られている。しかしながら、これらの酸化皮膜は、各種表面処理及び接着の際には悪影響を及ぼす場合がある。特にマグネシウムを含有する合金においては、酸化皮膜が厚くなると各種表面処理及び接着に悪影響<sup>1)~4)</sup>を及ぼすばかりか表面が茶色から黒色に変化し美観を損なう。

Al-Mg合金の高温酸化を抑制するための方法は、報告されておらず、Al-Mg合金溶湯の酸化をCO<sub>2</sub>を使用して抑制した報告が数件なされているだけである<sup>5)~9)</sup>。本報では、Al-Mg合金を加熱した際に形成される酸化皮膜の成長を抑制するために、あらかじめ材料を素材の融点以上の高温雰囲気に短時間保持してその表面を改質する方法を検討したので、その結果について述べる。

### 2. 実験方法

#### 2.1 供試材

前報<sup>10)</sup>でも使用した通常存在する不純物を含有する工業製品に近い Al-4.5 mass% Mg 合金を連続鋳造法で造塊し、175×175mmのスラブを作成した。その後、400°Cで5 h 及び500°Cで8 h の加熱を行った後、30mm 厚さから4.4mm 厚さまで熱間圧延した。さらに 1 mm 厚さまで冷間圧延した後、550°Cで20s 熱処理した。Table 1 に供試材の化学成分を示す。各試料は、10×10mm に切断して使用した。試料表面に存在する酸化皮膜を除去し均一な表面を得るために、前報<sup>10)</sup>と同様に70°Cの硫酸-リン酸浴で1 min エッチングした。十分に純水で水洗した

Table 1 Chemical composition of specimen.

Chemical composition (mass %)								
Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Al
0.07	0.10	<0.01	<0.01	4.5	<0.01	<0.01	0.02	bal.

\* 技術研究所化学研究部

後メタノールに浸漬、乾燥後約3日間室温のデシケータ中で保管した。また、比較用に、工業製品として製造された1mm厚さの5182合金を、製造のままアセトン中で15min間の超音波洗浄を3回行い表面の油分を除去して供試した。

酸化皮膜の成長を抑制する目的で、あらかじめ高温雰囲気で短時間の熱処理を行い材料の表面を改質した。以下、表面改質を目的としたこの加熱を予備加熱と呼ぶ。予備加熱は、600、900及び1050°Cに予め昇温した電気炉中に試料を挿入し10s間保持して行った。

酸化処理は、試料を400°Cに昇温した電気炉に挿入して行った。保持時間は、熱電対を埋め込んだ分析用試料と同一形状のアルミニウム板の温度が380°Cに到達した時点からの時間(0~240min)とした。試料は、電気炉から室温の環境に速やかに取り出して放冷した。酸化処理を行った試料は、分析開始までの期間、室温のデシケータ中で保管した。

## 2.2 分析

酸化皮膜の組成及び皮膜厚さを調査するために、イオン銃を装着したオージェ/エスカ分析装置を使用した。使用した装置は、Perkin Elmer PHI社製Model 560である。オージェ電子分光分析は、前報<sup>10)</sup>と同様な条件で、試料最表面の定性分析とアルゴンイオンスパッタを併用した深さ方向の半定量分析を行った。

化学結合状態の情報を得る場合には、上記の装置をX線光電子分光分析モードで使用した。励起源には、マグネシウムターゲットを使用したX線を15kV、300Wの条件で用いた。 $C_{1s}$ 、 $O_{1s}$ 及び $Al_{2p}$ 光電子領域のスペクトルを高分解能測定した。

## 3. 実験結果

Fig. 1 (a)~(c)に試料最表面のオージェ電子分光分析法によるMg-KLL及びAl-KLL領域のdN(E)/dE型スペクトルを示した。各スペクトルは、O-KLLのpeak to peak強度を使用して規格化した。

Fig. 1 (a)に示した400°Cでの酸化処理を施していない試料では、予備加熱を行っていない試料及び600°Cで10sの予備加熱を施した試料でAl-KLLのスペクトル強度に変化がなく、Mg-KLLのスペクトルは観察されなかった。これに対して、900°C及び1050°Cで10sの予備加熱を行った試料は、表層にMgが濃縮したことによって若干のMg-KLLのスペクトルが観察された。

Fig. 1 (b)に400°Cでの酸化処理を10min間行った後のスペクトルを示した。予備加熱なしの試料及び600°Cで10sの予備加熱を行った試料の表面では、Al-KLLのスペクトル強度が弱まりMg-KLLのスペクトルが強く観察された。900°C及び1050°Cで10s予備加熱を行った試料でも、Mg-KLLのスペクトルが検出されているものの、依然Al-KLLの強いスペクトルが観察された。

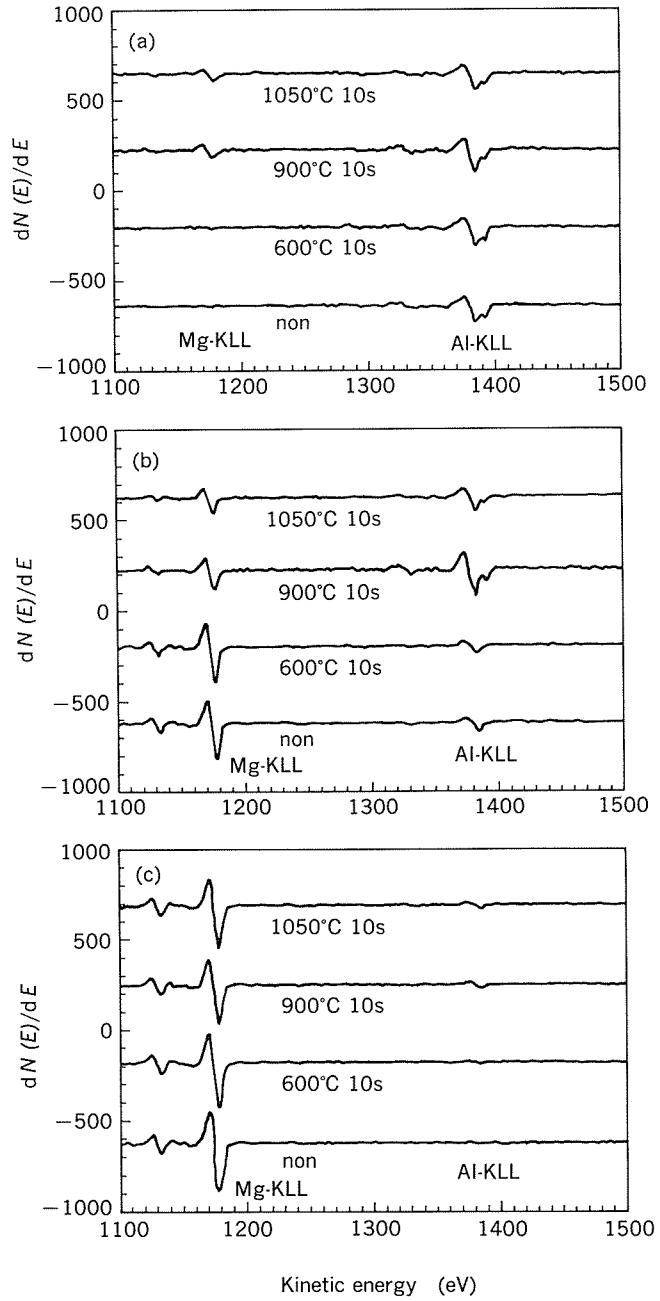


Fig. 1 Comparison of the AES survey spectra obtained for the specimens non oxidized or oxidized for various oxidation time non preheating or preheating for 10s at various temperatures.

(a) non oxidized, (b) oxidized for 10min at 400°C,  
(c) oxidized for 60min at 400°C.

Fig. 1 (c)に400°Cでの酸化処理を60min間行った後のオージェスペクトルを示した。すべての試料でMg-KLLのスペクトル強度が強くなった。しかしながら、900°C及び1050°Cで予備加熱を行った試料の表面からは微弱なAl-KLLのスペクトルが検出された。

Fig. 2 (a)~(d)に予備加熱なしの試料及び各温度で予備加熱を10s施した後、400°Cで60min間酸化処理した試料の深さ方向半定量分析結果を示した。

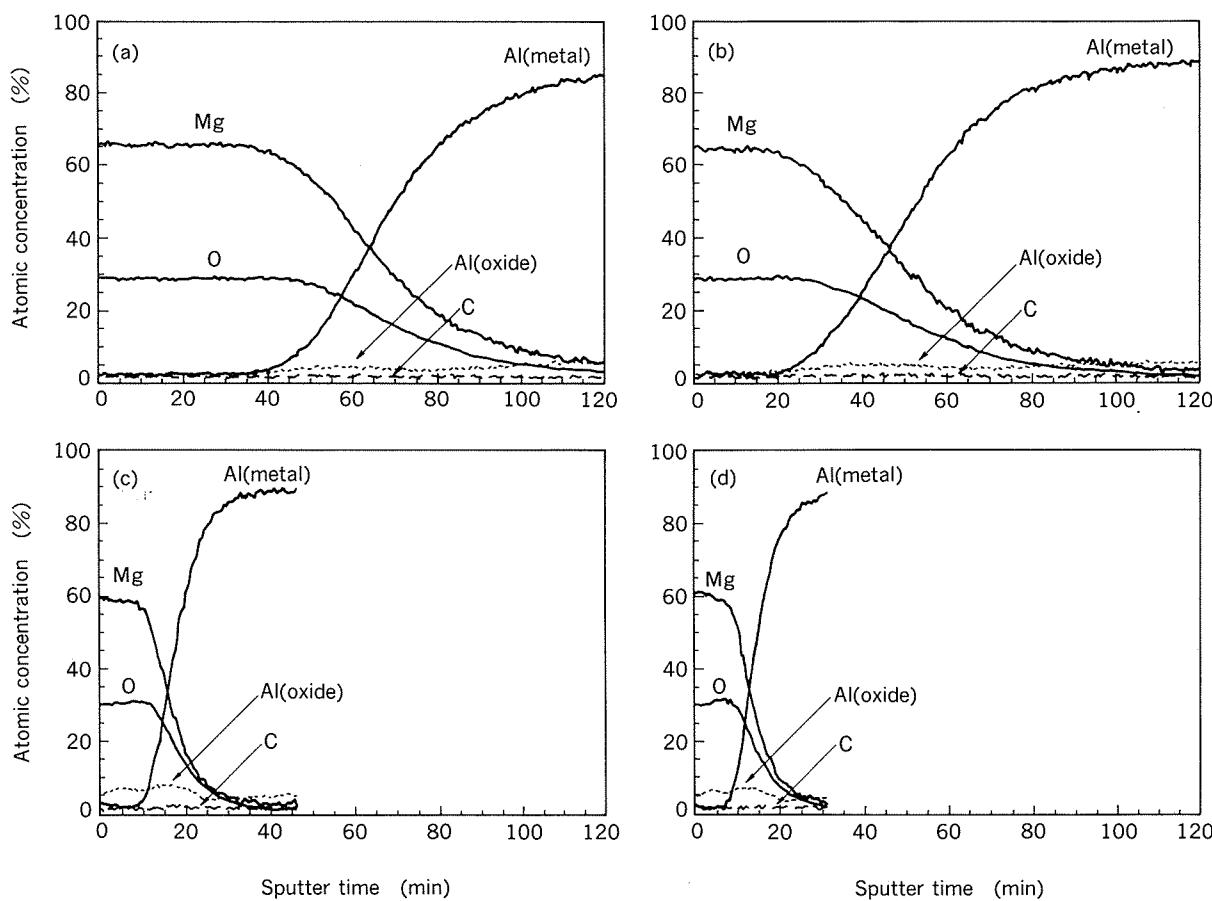


Fig. 2 Comparison of the AES depth profiles obtained for the specimens oxidized for 60min at 400°C after preheating at various temperatures.  
Preheat condition : (a) non preheat, (b) 600°C, 10s, (c) 900°C, 10s, (d) 1050°C, 10s.

Fig. 2 (a) に示した予備加熱を行っていない試料は、表層にマグネシウムが濃縮した酸化皮膜層が形成され、アルミニウムの酸化物はほとんど観察されない。Fig. 2 (b) に示す600°Cで10s間予備加熱を施した試料でも、無処理の試料と類似して表層の酸化皮膜の厚さが厚くなつた。これに対して、Fig. 2 (c), (d) に示した900°C及び1050°Cで予備加熱を行った試料では、表層に形成されるマグネシウムを主成分とする酸化皮膜層の厚さが予備加熱なしや600°Cで予備加熱を行った試料に比べ薄くなっている様子が観察された。また、これらの試料では、MgOを主成分とする酸化皮膜層中にアルミニウムの酸化物も存在していることが確認された。

Fig. 3 に今回調査を行ったすべての試料の酸化時間と酸化皮膜厚さの関係を示した。酸化皮膜厚さは、表層の酸化濃度が半減するスパッタ時間を求め、バリアー型陽極酸化皮膜のスパッタ速度を用いて膜厚に換算した。予備加熱を施していない試料及び600°Cで10s予備加熱を施した試料は、酸化時間が長くなるにしたがい酸化皮膜厚さが厚くなり、60min以上の酸化時間では皮膜の成長速度が低下する傾向が観察された。これに対して、900

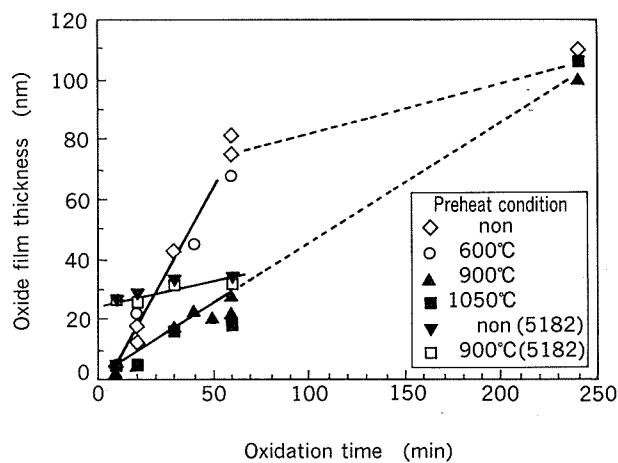


Fig. 3 Oxide film thickness of the specimens oxidized at 400°C as a function of oxidation time.

°C及び1050°Cで予備加熱した試料は、予備加熱を施していない試料に比べ400°Cでの酸化時間が長くなっても酸化皮膜の膜厚が厚くならず、60minの酸化処理でも無処理の約1/4程度の膜厚でしかない。しかし、酸化時間

が4hになると、予備加熱の有無にかかわらず酸化皮膜の厚さはほぼ同一になった。

工業製品として製造された5182合金では、酸洗浄による酸化皮膜除去を行っていないために、酸化処理なしの状態での酸化皮膜厚さは約26nm程度を示した。この合金では、前述のいいたん酸化皮膜を除去した試料とは異なり、予備加熱の有無にかかわらず、60minまでの範囲では酸化処理時間が長くなっても酸化皮膜の成長は極くわずかなものであった。

#### 4. 考察

オージェ深さ方向分析で使用したアルゴンイオンによるエッチングは、物質によってそのエッティング速度が異なることが知られている<sup>11)</sup>。また、物質によっては特定の元素のみ選択的にスパッタされる選択スパッタリング等が起こる可能性もある。しかしながら、薄膜の深さ方向分析において他に有効な方法がないことに加え、組成が試料と同一な膜厚標準を作成することが困難であるために<sup>11)</sup>、本報告では陽極酸化皮膜のスパッタ速度を膜厚の指標として使用した。

深さ方向分析では、金属アルミニウム酸化アルミニウムを分離するために、Fig. 1で示したアルミニウム及びマグネシウムのKLL線とは異なりLVV線を使用した。これは、KLL線に比べLVV線の感度が高いことに加え深さ方向の分解能が良好なためである<sup>12)</sup>。

本実験では、予備加熱及び酸化処理ともに大気下で行っており、CO<sub>2</sub>による酸化抑制<sup>5) 6) 8)</sup>の効果は無視できる。そこで、予備加熱によって酸化皮膜の成長が抑制される原因に関して次のような仮説を考えた。

(1) 極く最表面が非晶質なアルミナから一部結晶質のアルミナに変化するために、大気中からの酸素の拡散が抑制され酸化皮膜の成長が妨害される。

(2) 予備加熱により酸化皮膜と素材の界面近傍のマグネシウムが表層の酸化皮膜中に拡散するために、この界面近傍でマグネシウム濃度が低下する。そこで、酸化処理中には、この界面近傍のマグネシウムの欠乏層を補うべく素材からマグネシウムが拡散する。このために、表層の酸化皮膜が成長するために必要なマグネシウムの供給が不足することによって酸化皮膜の成長が遅くなる。

(3) 予備加熱によって素材から非晶質なアルミナを主成分とする酸化皮膜中にマグネシウムが拡散する。これにより形成されたMgOを含有する酸化皮膜が大気中からの酸素の拡散を抑制し酸化皮膜の成長が遅くなる。

以上の仮説について次の調査を行った。

予備加熱により試料の最表面の非晶質なアルミナ酸化皮膜の一部が結晶化する可能性に関して、X線光電子分光法を使用して調査した。試料には、予備加熱なし及び900°C 10sの予備加熱を施した試料を用い、最表面のAl<sub>2p</sub>光電子領域の高分解能スペクトルを測定した。測定

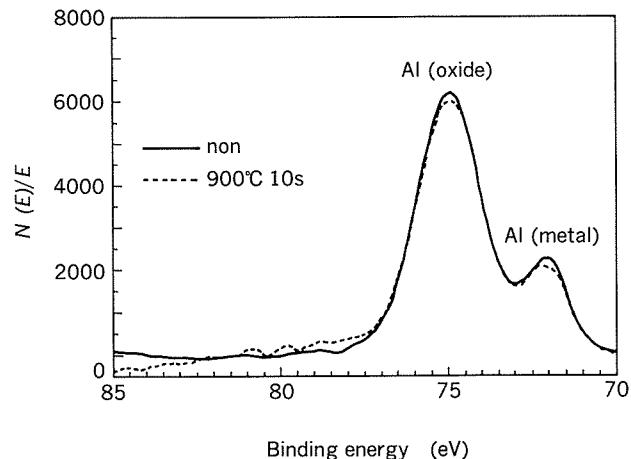


Fig. 4 Comparison of Al<sub>2p</sub> photoelectron spectra obtained for the specimens non preheated and preheated for 10s at 900°C.

結果をFig. 4に示した。両試料の表面から得られたC<sub>1s</sub>光電子領域のスペクトルは、共に285.6eVに観察され、実験室レベルの汚染で観察される程度の強度であった。試料から得られたAl<sub>2p</sub>光電子領域のスペクトルは、表層の酸化物の影響で表面からの光電子放出による電子の損失と分析装置真空中からの熱電子の捕獲又は伝熱による電子の増加のバランスにより若干帯電している。実験室環境で試料表面に付着した炭化水素は、284.61eVに観察されることから<sup>13)</sup>、観察されたスペクトルのエネルギー補正をこの値を使用して行った。両スペクトルは、酸化処理を行っていないために酸化皮膜の厚さが薄く、素材からの金属アルミニウムのスペクトルが観察されている。金属アルミニウムは、72.9eVに観察されるが、前述の酸化物に対するエネルギー補正を行ったために、より低エネルギー側にシフトして表示されている。アルミニウム酸化物を示す74.9eVのスペクトルは、強度及びエネルギー半値幅ともに同一であり、予備加熱の影響で試料表面の状態が変化したことに関する情報は得られなかった。したがって、第一の仮説は成立しないと考えられた。

次に、予備加熱によって表層へマグネシウムが拡散し酸化皮膜と素材の界面近傍でマグネシウム濃度が低下する可能性について考察する。Fig. 5に予備加熱なし及び900°C、1050°Cで10s間予備加熱を行った直後の深さ方向の半定量分析結果を示す。予備加熱を施していない試料では、表層へのマグネシウムの濃縮はほとんど観察されず、900°C及び1050°Cで予備加熱した試料では、表層へのマグネシウムの拡散が進行していることが明白である。しかしながら、酸化皮膜と素材の界面近傍でのマグネシウムの濃度低下を示す結果は得られていない。この結果から、第二の仮説も棄却される。また、これらのデータは、表層の非晶質な酸化物層へマグネシウムが拡散しても酸化皮膜層の厚さが変化していないことを示している。Fig. 2, 3に示したように酸化時間が長い場合には、表層

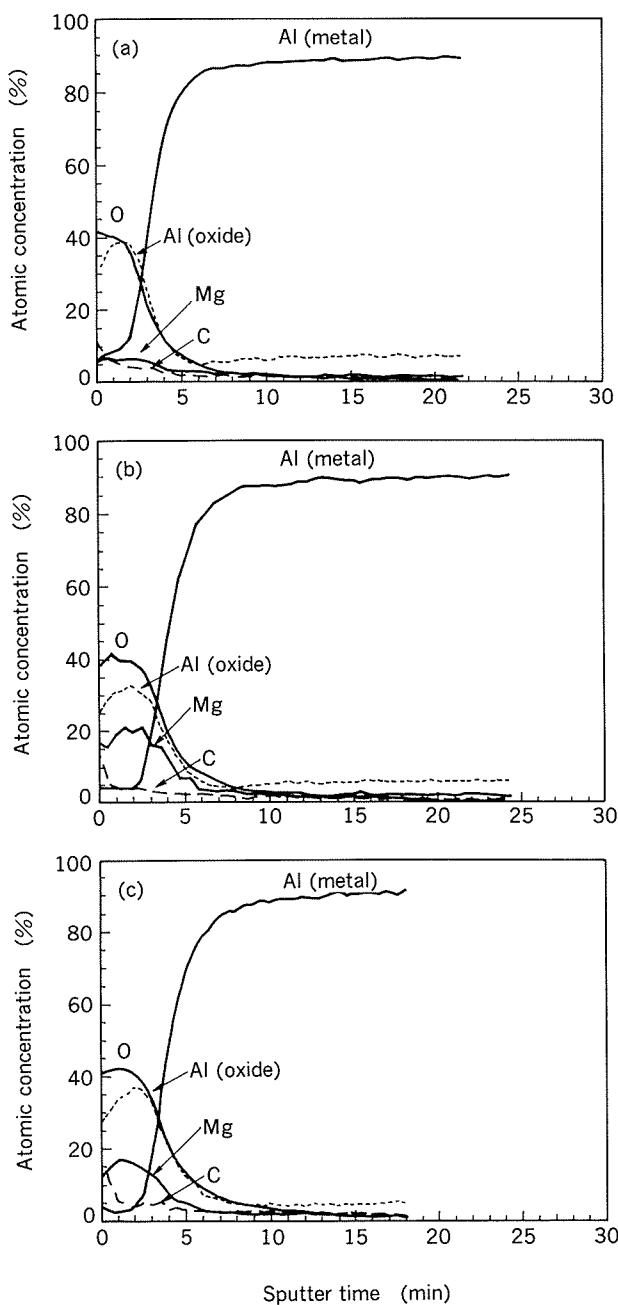


Fig. 5 Comparison of the AES depth profiles obtained for the specimens only preheated at various temperatures.  
Preheat condition :  
(a) non preheat, (b) 900°C, 10s, (c) 1050°C, 10s.

に  $MgO$  を主成分とする酸化皮膜が形成され、時間とともにその厚さが厚くなることは明白である。以上の結果は、酸化の初期の課程で素材から非晶質な酸化物層へマグネシウムが拡散し、酸化皮膜の厚さは変化せずに酸化皮膜の組成が非晶質なアルミナから  $MgO$  を主成分とする皮膜へ変化する課程が存在することを示唆している。

第三に掲げた  $MgO$  を主成分とする酸化皮膜が大気中からの酸素の拡散を抑制するために酸化皮膜の成長が遅くなる仮説に関しては、工業製品として製造された5182合金の実験結果を用いて考察する。Fig. 3に示したよう

に、酸化処理を行っていない状態では、あらかじめ酸溶液による表層の酸化皮膜除去を行っていないために約26 nm の厚さの酸化皮膜が存在している。しかし、予備加熱の有無にかかわらず、60minまでの酸化処理後の皮膜厚さはほとんど変化していないことが分かる。前述のように Al-Mg 合金の酸化課程には、非晶質なアルミナ層へマグネシウムが拡散し  $MgO$  を主成分とする酸化皮膜に変化する第一段階の反応と、 $MgO$  を主成分とする酸化皮膜に亀裂が入りカリフラワー状に観察される  $MgO$  の析出物が形成され、酸化皮膜の成長が起こる第二段階の反応が存在する。酸洗浄等の酸化皮膜除去を行った試料では、上記の第一段階及び第二段階の反応が連続して速やかに進行するために酸化皮膜の成長速度が早いことが予想される。これに対して、最初から  $MgO$  を主成分とする酸化皮膜が存在するか、いったん酸化皮膜を除去した表面を素材の融点以上の温度で予備加熱しマグネシウムを濃化させると、第二段階の  $MgO$  を主成分とする酸化皮膜の成長速度を低下させることができることを本実験結果は示している。しかしながら、予備加熱によって形成された酸化皮膜と、予備加熱なしで酸化処理を行った場合の第一段階の酸化反応終了後に形成される酸化皮膜では、その組成が類似しているはずである。組成が同一となる状態で、それぞれの過程で形成された酸化皮膜の形態（密度、化学結合状態等）が異なっているために酸化皮膜の成長速度が異なると予想される。詳細なメカニズムに関しては、今後の研究を待たねばならない。

## 5. 結 言

マグネシウムを含有する5000系アルミニウム合金は、各種用途に使用されるが、加熱過程で表層にマグネシウムが濃縮し著しく酸化皮膜が厚くなる。そこで、この酸化皮膜の成長を抑制するために、あらかじめ900°Cや1050°C等の融点を越える温度で10s程度の短時間加熱処理（予備加熱）を行うことにより表面を改質する方法について検討した結果、以下の知見を得た。

- (1) 予備加熱により、酸化皮膜をあらかじめ除去した素材表面に残存する薄い酸化皮膜中へマグネシウムが拡散する。
- (2) 予備加熱を施すことにより、酸化皮膜中にマグネシウムが拡散するが、酸化皮膜の厚さに変化は認められない。
- (3) 予備加熱を施した場合には、その後400°Cで60min間の酸化処理を行っても、無処理の場合の約1/4程度の酸化皮膜厚さにしか到達しない。
- (4) 予備加熱を施しても、その後400°Cで4 hの酸化処理を行うと、酸化皮膜の厚さは無処理と同等な厚さになる。
- (5) 試料最表面から得られる  $Al_{2p}$  光電子領域のスペ

クトルに予備加熱の有無による違いは認められないことから、予備加熱の効果は酸洗浄した試料表面に残存した非晶質なアルミナの形態変化ではないと考えられる。

(6) 酸洗浄を施していない工業製品を酸化処理した場合には、予備加熱を施さなくとも酸化皮膜の成長が抑制される。

以上の結果から、予備加熱の効果は、表層に形成されるMgOを主成分とする酸化皮膜が大気中からの酸素の拡散を妨害するためであると考えられる。

#### 参考文献

- 1) G. Bleisch : Aluminium, **51** (1975), 160.
- 2) G. M. Scamans and A. Rehal : J. Mater. Sci., **14** (1979), 2459.
- 3) M. Zayan, M. Pohl, W. G. Burchard, W. Dahl, W. Gruhl and G. Ibe : 7th Intern. Light Metals Congr. (1981), 142.
- 4) 長谷川義文, 清谷明弘, 伊藤秀男, 宇佐見 勉, 小山高弘 : 本誌, **32** (1991), 74.
- 5) T. E. Leontis and F. N. Rhines : Trans. Amer. Inst. Min. Met. Eng., **166** (1946), 265.
- 6) R. A. Hine and R. D. Guminski : J. Inst. Metals, **89** (1960-61), 417.
- 7) J. V. Evans and T. L. Whateley : Trans. Faraday Soc., **63** (1967), 2769.
- 8) 萩野谷生郎, 福迫達一 : 軽金属, **31** (1979), 733.
- 9) 萩野谷生郎, 福迫達一 : 軽金属, **31** (1979), 769.
- 10) 米光 誠 : 本誌, **34** (1993), 81.
- 11) 志水隆一, 吉原一絃 : 實用オージェ電子分光法, 共立出版 (1989), 235.
- 12) B. R. Strohmeier : Aluminium, **67** (1991), 1209.
- 13) J. F. Moulder, W. F. Stickle, P. E. Sobol and K. D. Bomben : *Handbook of X-ray Photoelectron Spectroscopy*, Perkin-Elmer Corporation, Physical Electronics Division (1992), 22.

論文

Effect of Composition on Tensile and Oxidation  
Properties in TiAl-Mn Intermetallics  
Produced by Reactive Sintering\*

Mok-Soon Kim\*\*, Masaki Kumagai\*\*\*,  
Kazuhisa Shibue\*\*\* and Tsutomu Furuyama\*\*\*

住友軽金属工業株式会社技術研究所

# Effect of Composition on Tensile and Oxidation Properties in TiAl-Mn Intermetallics Produced by Reactive Sintering \*

Mok-Soon Kim\*\*, Masaki Kumagai\*\*\*,  
Kazuhisa Shibue\*\*\* and Tsutomu Furuyama\*\*\*

A series of titanium aluminides containing 40 to 47.3 mol% Al ( $Mn/Al=0.04$ ) is achieved by a reactive sintering under HIP. A fully lamellar structure and a duplex structure consisted of the lamellar grains and equiaxed  $\gamma$  grains are developed depending on composition. As Al content increased, the ductility increases with accompanying decrease in yield strength at both room temperature and 1073K. Difference in lamellar morphology in addition to the relative ratio between lamellar grain and  $\gamma$  grain are considered as important controlling factors to explain observed mechanical behavior. Superior oxidation resistance at 1223K is found for all samples with a slight composition dependence.

## 1. Introduction

The combination of superior high temperature properties of TiAl-based intermetallic compounds, such as light weight, high melting temperature and high-temperature strength retention<sup>1)</sup> makes these materials strong candidates for automobile<sup>2)</sup> and aerospace engineering applications<sup>3)</sup>. In structural applications intended for these materials, the most important factors are both cost-effective processing method and proper alloy development for satisfying required properties.

Since mechanical properties of titanium aluminides are known to depend strongly on microstructure<sup>1)</sup>, extensive efforts have been made to microstructural controlling of these alloys, based upon Ti-Al phase diagram, Fig. 1<sup>4)</sup>, in which some phase transformations are presented. In conventional casting route, the

microstructure is inevitably governed by a liquid state equilibria which usually results in coarse microstructure, so that expensive thermomechanical processing is a necessary step to obtaining desired microstructures which do not contain a solidification structure<sup>5)</sup>. In contrast, the reactive sintering process is of considerable freedom in controlling microstructure<sup>6)-10)</sup>, because the essence of this process is based upon solid state diffusion with-

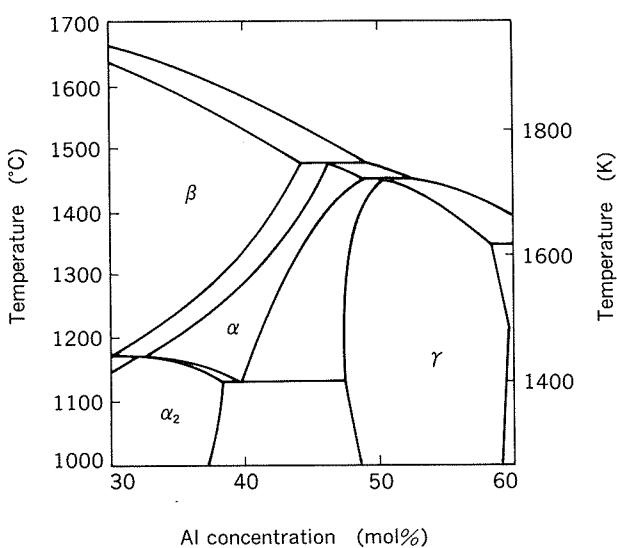


Fig. 1 Ti-Al phase diagram.

\* A part of this paper was originally presented in proceedings of an International Symposium on Light Materials for Transportation Systems, Ed. by N.J.Kim, Center for Advanced Aerospace Materials, POSTECH, Kyongju, Korea, 1993, pp.295-303.

\*\* No.2 Metallurgical Technology Dept., Technical Research Laboratories ; Dr. of Eng.

\*\*\* No.2 Metallurgical Technology Dept., Technical Research Laboratories

out melting.

In this process, elemental titanium and aluminium powders, which are less expensive and more ductile than their prealloyed counterparts, are mixed, and consolidated into the near net shape using conventional plastic-working procedures, installed in aluminium working industries. Then, titanium aluminides are formed by a self-sustaining, exothermic reaction between elemental titanium and aluminium powders<sup>11)</sup>. Previous studies on reactive sintering of Ti-47.3mol%Al-1.7mol%Mn alloys<sup>6)-8)</sup> revealed that a variety of fine microstructures can be achieved by controlling sintering condition alone, namely, without thermomechanical treatment.

Another advantage of the reactive sintering is the easiness of adjusting minor elements. Recently, we have reported that reactive-sintered alloys having the same composition mentioned above, exhibit excellent oxidation resistance<sup>12)</sup>, owing to the existence of halogen elements, such as chlorine<sup>13)</sup>. In the reactive sintering process, chlorine can easily be introduced from elemental titanium powders in the form of NaCl (Hunter method) or MgCl<sub>2</sub> particles (Croll method).

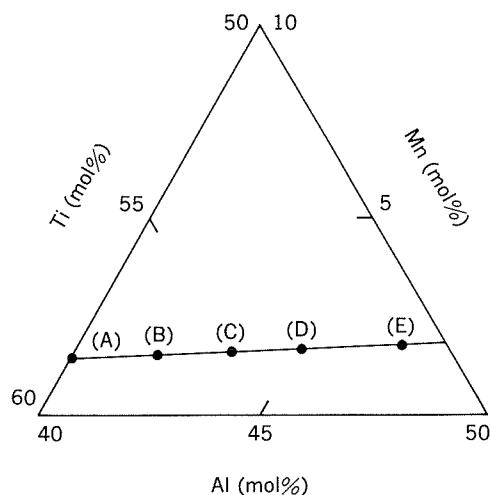
In the present study, a series of titanium aluminides having different composition was achieved by the reactive sintering under hot isostatic pressure (HIP). Thus, this paper describes the effect of composition on microstructure, mechanical properties and oxidation resistance of these reactive-sintered titanium aluminides.

## 2. Experimental

Magnesium reduced (Croll method) and subsequently hydride-dehydride titanium powders (supplied from Toho Titanium Co., Ltd.) and Al-3.6mol%Mn alloy powders prepared by helium atomization technique were screened under 149 μm. The titanium and Al-Mn alloy powders were mixed in air using a cross-rotary type blender to obtain the nominal compositions of Fig. 2. Aluminium content ranges from 40 to 47.3mol% with the ratio of Mn/Al=0.04 (alloy content will be denoted by mol% hereafter, otherwise indicated). Manganese is

added to improve the ductility of TiAl<sup>14)</sup>. These powder mixtures were encapsulated in an aluminium container in order to vacuum-degass at a temperature of 723K for 10.8ks. The degassed mixtures were consolidated by extrusion followed by die-forging. The extrusion was performed at 673K with an extrusion ratio of 8. The extruded bar was machined in order to remove the aluminium container and make the forging stocks of 30mm diameter and 10mm length. The stocks were die-forged at room temperature to obtain an engine valve-shaped samples as shown in Fig. 3. The total area reduction of the valve stem in Fig. 3 is 98%.

The valve-shaped samples were reactively sintered using HIP, in an attempt to produce fully dense titanium aluminides. A temperature of 1573K for 7.2ks and a pressure of 152 MPa were used as a HIP condition. Measured contents of the oxygen, chlorine and hydro-



(A)	(B)	(C)	(D)	(E)
58.6Ti	56.5Ti	55Ti	55Ti	51Ti
40Al	42Al	43.4Al	45Al	47.3Al
1.4Mn	1.5Mn	1.6Mn	1.6Mn	1.7Mn

Fig. 2 Phase diagram indication of alloy compositions studied.

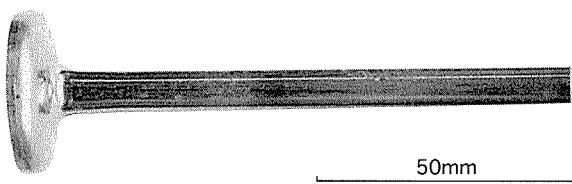


Fig. 3 Photograph showing an engine valve-shaped mixtures after die forging at room temperature.

gen in the sintered materials were about 900, 200 and 60 mass ppm, respectively.

Round bar tensile specimens having gage section of 5mm diameter and 20mm length, and oxidation test specimens with the dimensions of 5mm diameter and 4mm length were machined from the HIP'ed materials. Tensile tests were performed on an Instron-type testing machine in air at room temperature and 1073K with a strain rate of  $8.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Mass gain measurements during oxidation were carried out with a recording thermobalance in static air at 1223K for 24h.

Microstructure was characterized by using an optical microscope, a scanning electron microscope (SEM), a transmission electron microscope (TEM), an electron probe micro analyzer (EPMA) and an image analyzer. The TEM specimens were prepared by electropolishing in the electrolytic solution of  $\text{H}_2\text{SO}_4 : \text{CH}_3\text{OH} = 3 : 17$ .

### 3. Results

#### 3.1 Microstructure

Optical microstructures resulting from reac-

tive sintering are shown in Fig. 4. The sample containing 40%Al (Fig. 4 (a)) has a fully lamellar  $\alpha_2/\gamma$  structure, while a duplex structure containing both the lamellar grains and equiaxed  $\gamma$  grains is observed for the samples with higher Al content than 40% (Figs. 4 (b)–(e)). The volume fraction of the lamellar grain (or equiaxed  $\gamma$  grain) decreases (or increases) with increasing Al content, in agreement with the lever rule prediction from Ti-Al phase diagram (Fig. 1). The mean grain sizes, measured by a linear intercept method, of both lamellar and  $\gamma$  grains do not change markedly with Al content. Detailed microstructural characteristics are presented in Table 1. Closer observation reveals the existence of a needle-like shaped phase at or along the lamellar grain boundaries in the samples with 40 and 42%Al, for example, as indicated by an arrow in Fig. 4 (a). According to microchemical analysis by EPMA, the third phase possesses approximate composition of Ti-28%Al-10% Mn. Since  $\beta$  is formed as a high temperature phase in the course of present sintering condition (Fig. 1), and Mn is well-known  $\beta$  stabilizer, the third phase is expected to be retained

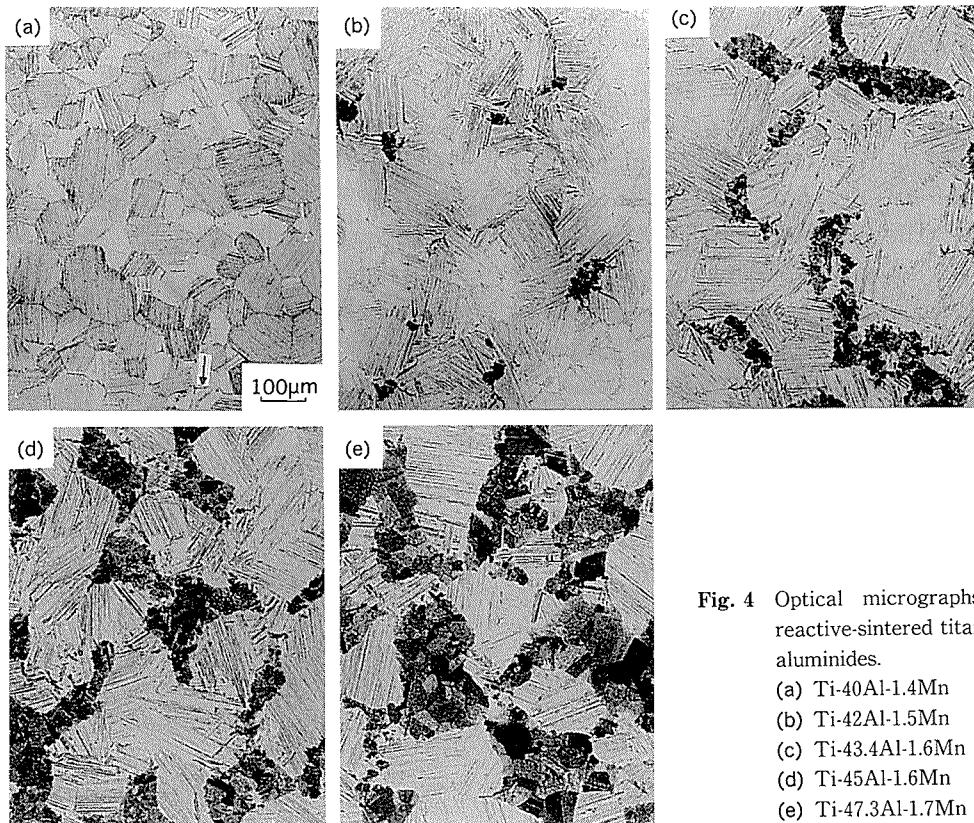


Fig. 4 Optical micrographs of reactive-sintered titanium aluminides.  
 (a) Ti-40Al-1.4Mn  
 (b) Ti-42Al-1.5Mn  
 (c) Ti-43.4Al-1.6Mn  
 (d) Ti-45Al-1.6Mn  
 (e) Ti-47.3Al-1.7Mn

Table 1 Microstructural characteristics of reactive-sintered titanium aluminides.

Nominal bulk composition(mol%)	Resulting microstructure	Volume fraction	Grain size ( $\mu\text{m}$ )	Analyzed composition by EPMA	
				Al(mol%)	Mn(mol%)
Ti-40Al-1.4Mn	Lamellar grains	0.985	73	38.2	1.35
	The third phase	0.015	※	28	10
Ti-42Al-1.5Mn	Lamellar grains	0.97	64	40.3	1.53
	Equiaxed $\gamma$ grains	0.025	19	46.7	1.28
	The thied phase	0.005	※	28	10
Ti-43.4Al-1.6Mn	Lamellar grains	0.88	75	40.7	1.63
	Equiaxed $\gamma$ grains	0.12	20	47.1	1.32
Ti-45Al-1.6Mn	Lamellar grains	0.74	95	41.6	1.76
	Equiaxed $\gamma$ grains	0.26	21	47.3	1.49
Ti-47.3Al-1.7Mn	Lamellar grains	0.40	107	42.0	1.88
	Equiaxed $\gamma$ grains	0.60	40	47.9	1.60

(※ ; a needle shape with the length of 10~100  $\mu\text{m}$ )

$\beta$  phase. Chemical composition of each microstructure was also determined by EPMA and the results are included in Table 1. Interestingly, Al content of lamellar grain is more sensitive to bulk composition than that of  $\gamma$  grain. If it is assumed that (1) the composition of each grain at sintering temperature (1573K) almost holds to room temperature, (2) phase boundaries in Fig. 1 are hardly affected by Mn and impurities, and (3) the initial phase of lamellar structure is either  $\alpha$  or  $\alpha_2$ <sup>4)15)-19)</sup>, the increased Al content of lamellar grain in Al-richer specimens can be characterized by the enhanced diffusion in  $\alpha$  phase with increasing bulk Al content ( $\alpha$ -transus at 1573K is on 43%Al, Fig. 1). The sluggish diffusion in  $\alpha$ -phase for Al-leaner specimens having a duplex structure and/or strong composition dependency in  $\alpha$ -phase field compared with  $\gamma$ -phase one may be related to the existence of phase boundaries of  $\beta/\alpha + \beta$  and  $\alpha + \beta/\alpha$  near to  $\alpha$ -transus (Fig. 1).

Mn content is directly connected with Al content. Namely, the ratio of Mn content to Al content is almost constant at each microstructure, irrespective of bulk composition. Comparing Mn content of the lamellar grain to that of  $\gamma$  grain in a given bulk composition indicates roughly 1.2 to 1 distribution factor for Mn.

To clarify the structural response to above mentioned chemistry of lamellar grain, the in-

ternal structure of lamellar grain was observed by TEM, and representative TEM micrographs are illustrated in Fig. 5. The most significant feature is the increased spacing between lamellae with increasing Al content of lamellar grain (and, hence, bulk Al content). In accordance with average spacing between lamellae, the lamellar structure can be divided into three groups;

- (1) ultra fine structure exhibited by the lamellar grains with 38.2%Al content (for corresponding bulk composition, see Table 1),
- (2) fine structure with 38.2% < Al content < 41.6%, and
- (3) coarse structure with Al content  $\geq 41.6\%$ .

Further TEM observation indicates that the coarser lamellae correspond to thicker  $\gamma$  plates.

### 3.2 Tensile properties

Room temperature tensile test results are shown in Fig. 6. As Al content increased, elongation (strain to fracture) tends to increase, with an accompanying decrease in yield strength (0.2% proof strength), so that ultimate tensile strength (UTS) has a maximum value of 725MPa at 42%Al. The higher elongation than 1.3% is obtained at and above 45% Al.

Fig. 7 presents the results of tensile tests performed at 1073K. The most striking find-

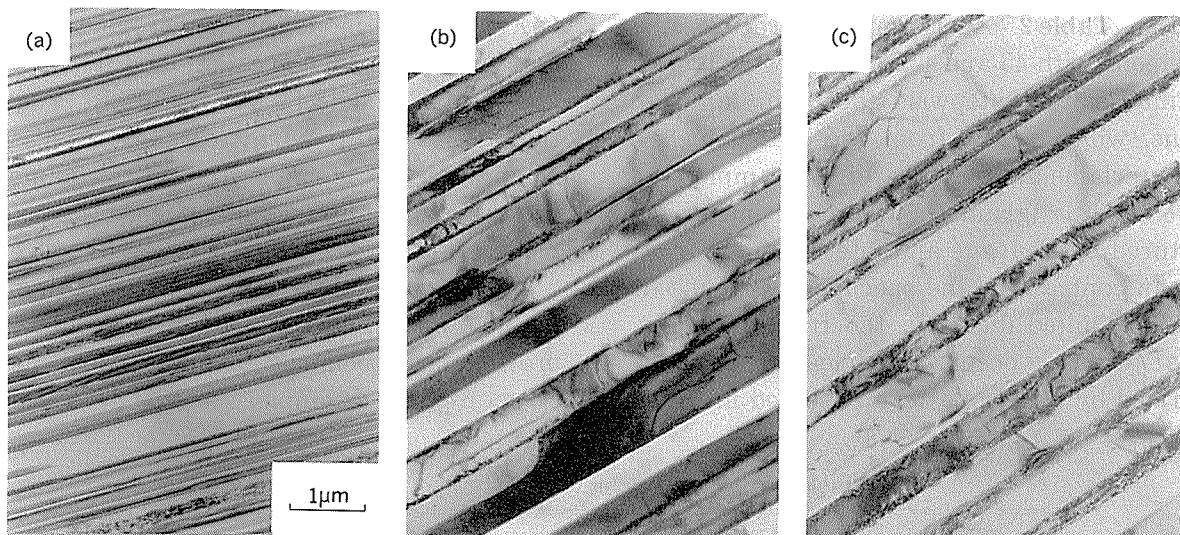


Fig. 5 TEM micrographs showing lamellar structures.  
(a) Ti-40Al-1.4Mn, (b) Ti-43.4Al-1.6Mn, (c) Ti-45Al-1.6Mn

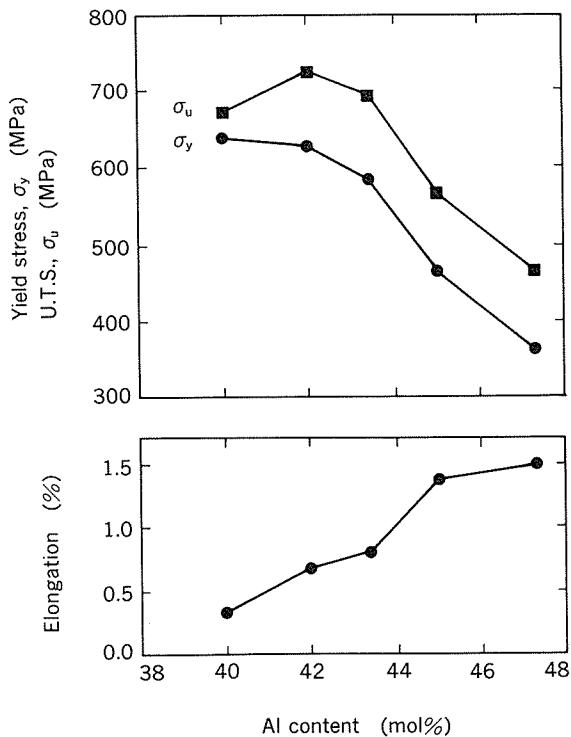


Fig. 6 Effect of composition on the room temperature tensile properties.

ing is the considerably higher elongation obtained at and above 45%Al, whose value is at least 10 times larger than that of room temperature (Fig. 6). For the samples with 40% < Al content < 45%, the higher UTS is still maintained with some increment in elongation compared with room temperature. In contrast,

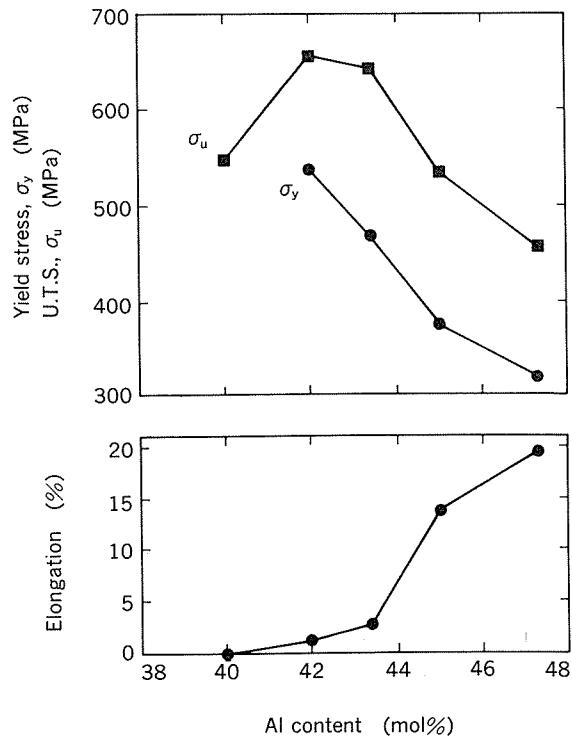


Fig. 7 Effect of composition on the tensile properties at 1073K.

the yield strength of the sample with 40%Al cannot be plotted, owing to the limited strain below 0.2%.

Fracture surface observation by SEM indicates the accompanied change in fracture mode with ductility.

The observed fracture modes are summa-

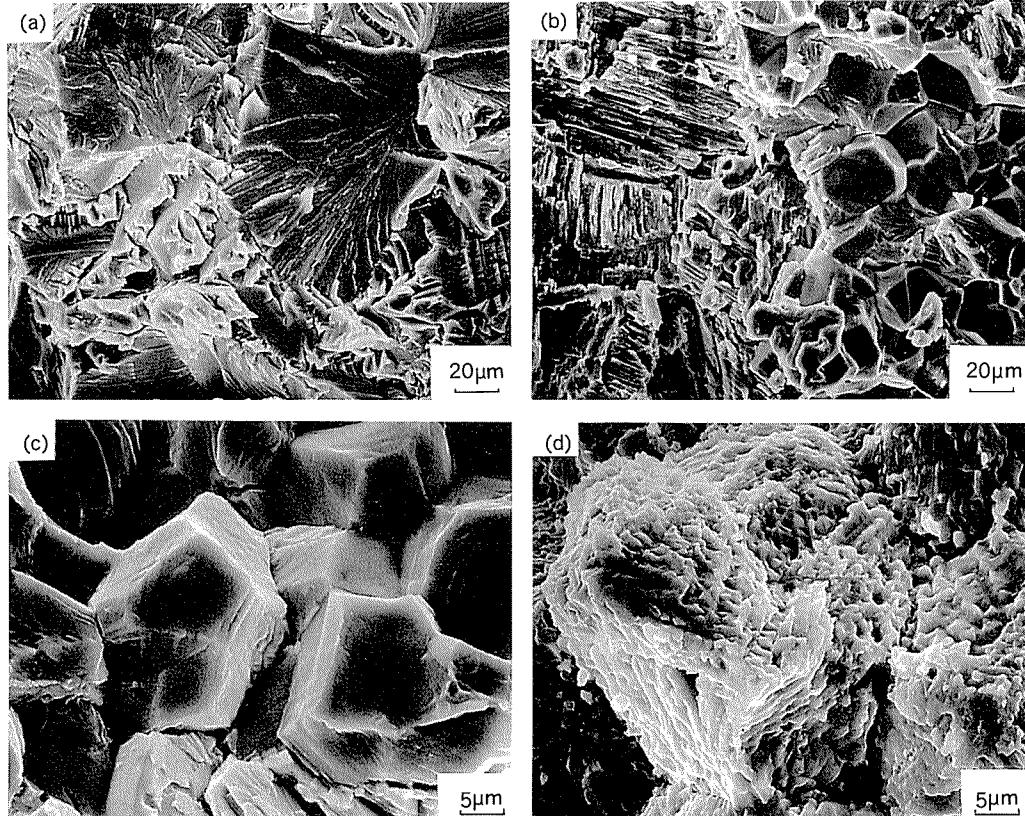
rized in **Table 2**. At room temperature, the specimens with 45 and 47.3%Al showing higher ductility exhibit stepwise facets in lamellar grains, which result from the translamellar and interlamellar fracture (for example, see Fig. 8 (b)).  $\gamma$  grains of these specimens are fractured by cleavage and intergranular fracture. In contrast, in the specimen with 40%Al showing limited ductility, the fracture of lamellar grains is occurred by cleavage as characterized by a river pattern observed in Fig. 8

(a). Combined modes of stepwise and cleavage fracture of lamellae are exhibited in the samples with 42 and 43.4% Al. At 1073K,  $\gamma$  grain region on fracture surface of the samples with 45 and 47.3%Al is made up of grain boundary facets having a dimple-like pattern (for example, see Fig. 8 (d)), which is believed to a result of enhanced ductility. Relatively smooth grain boundary facets are visible on  $\gamma$  grain region in Al-leaner specimens having a duplex microstructure (for example, see Fig. 8 (c)). The

**Table 2** A summary of the observed fracture modes.

Composition (mol%)	Room temperature		1073K	
	Lamellar	Gamma	Lamellar	Gamma
Ti-40Al-1.4Mn	Cleavage	—	Cleavage	—
Ti-42Al-1.5Mn	SF + Cleavage	—	SF	IG
Ti-43.4Al-1.6Mn	—	IG + Cleavage	—	—
Ti-45Al-1.6Mn	SF	—	SF with dimples	IG with dimples
Ti-47.3Al-1.7Mn	—	—	—	—

SF : Stepwise facets, IG : Intergranular fracture



**Fig. 8** SEM fractographs.

(a) Ti-40Al-1.4Mn, R.T. (b) Ti-45Al-1.6Mn, R.T.  
(c) Ti-43.4Al-1.6Mn, 1073K (d) Ti-47.3Al-1.7Mn, 1073K

fracture surface of lamellar region shows the stepwise appearance with (45 and 47.3% Al) or without (42 and 43.4% Al) the dimple-like pattern. The specimen with 40% Al shows a similar fracture mode to room temperature. Finally, curved lamellae are observed in the longitudinal section of the fractured specimens with 45 and 47.3% Al, which is another indication of enhanced ductility.

### 3.3 Oxidation behavior

Mass gain measurements at 1223K for 24h reveal that oxidation resistance tends to decrease with decreasing Al content, as shown in Fig. 9. However, the values of mass gain exhibited in Fig. 9 ( $9.3 \sim 26 \text{ g} \cdot \text{m}^{-2}$  depending on Al content) are satisfactory small in comparison with the previous result of an ingot metallurgical Ti-47.3%Al-1.7%Mn alloy without chlorine ( $240 \text{ g} \cdot \text{m}^{-2}$ )<sup>13)</sup>. As shown in Fig. 10, if the present result of Ti-47.3%Al-1.7%Mn alloy with 200 mass ppm chlorine is added to the previous data<sup>13)</sup>, it is evident that the range between 130 and 500 mass ppm of chlorine content in solid curve (previous curve) should be corrected to such a way of dotted curve. Namely, a steep reduction of mass gain with chlorine content occurs not up to 500 mass ppm but up to between 130 and 200 mass ppm.

## 4. Discussion

The role of composition in microstructure,

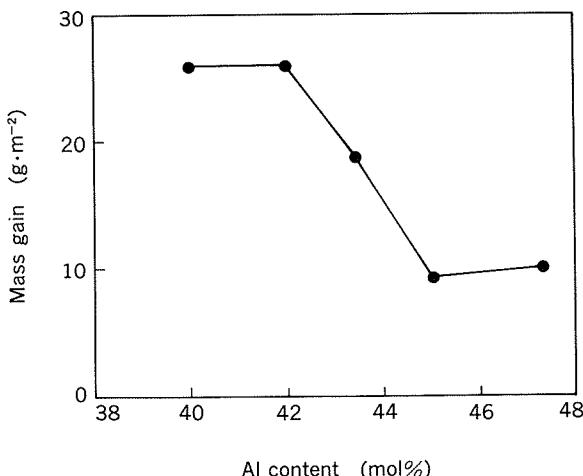


Fig. 9 Effect of composition on mass gain at 1223K for 24h.

deformation and oxidation has been clearly established in the reactive-sintered titanium aluminides. One of the most distinguishable metallurgical factors is the difference in the relative fraction between lamellar grain and  $\gamma$  grain, so that the elongation, yield strength and Vickers hardness are plotted against the volume fraction of lamellar grain in Fig. 11. As clearly observed in this figure, these mechanical variables are not so correlated well with the volume fraction of lamellar grains. This fact indicates that the trends in mechanical properties cannot be explained by the volume fraction consideration alone.

Alternatively, the role of lamellar structure itself should be taken into consideration, owing to the remarkable variation in its morphology with composition. In an attempt to verify the influence of lamellar morphology on deformation, Micro-Vickers hardness tests were carried out, and the results are displayed in Fig. 12, along with the results on  $\gamma$  grains (Micro-Vickers hardness) and bulk samples (Vickers hardness). As can be seen in this figure, the hardness of lamellar grains drops noticeably with increasing Al content. This result is clear indicative of the fact that the lamellar morphology plays a role in deformability. The

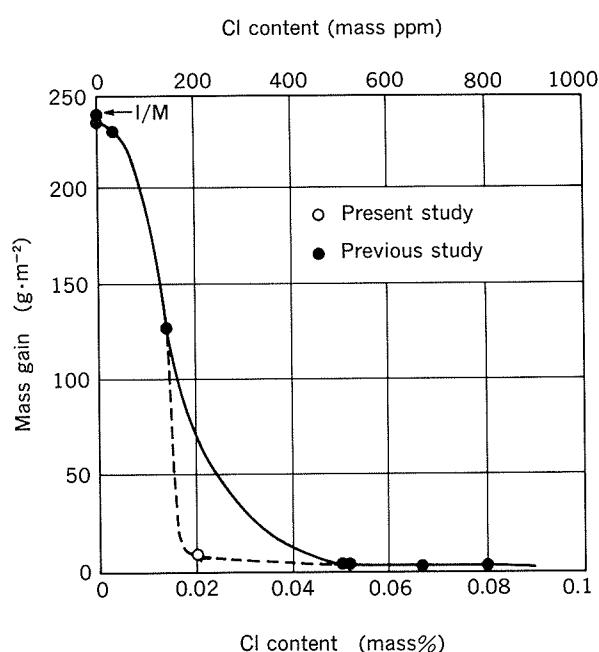


Fig. 10 Effect of chlorine content on mass gain of Ti-47.3mol%Al-1.7mol%Mn alloys at 1223K for 24h.

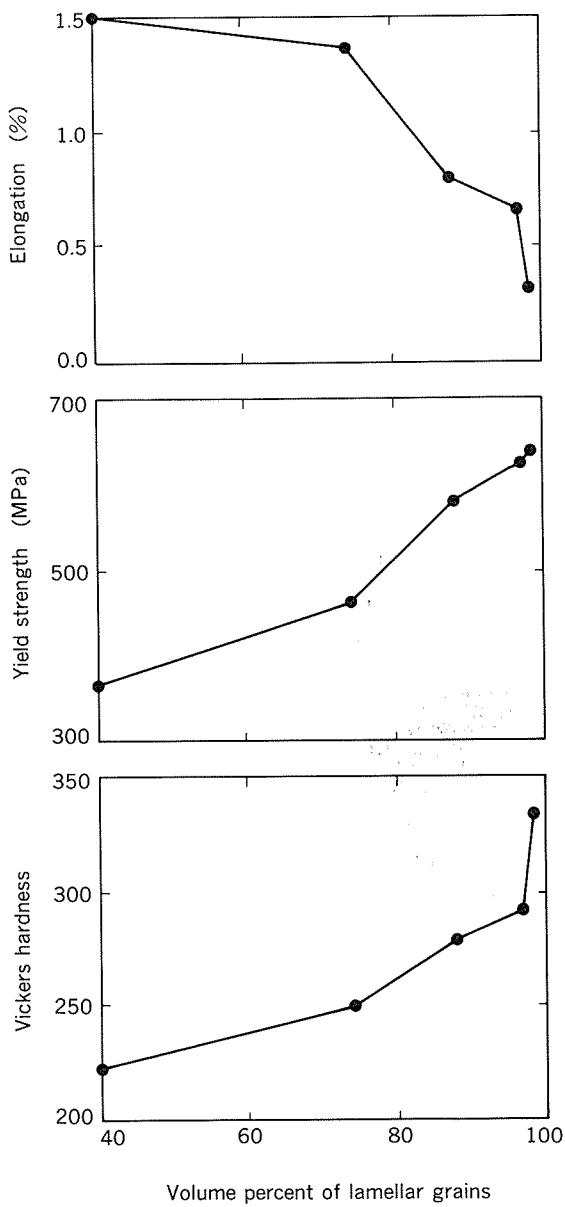


Fig. 11 Effect of lamellar volume percent on room temperature elongation, yield strength and hardneess.

hardness of lamellar structure is plotted as a function of reciprocal square root of lamellar spacing in Fig. 13. Note a linear slope in this figure, meaning that hardness is directly governed by the thickness of lamellae, in other words, by chemical composition of lamellae. The decreased hardness at coarser lamellae leads to the conclusion that enhanced ductility exhibited by Al-richer specimens is undoubtedly due to the thicker  $\gamma$  plates<sup>20)</sup> (increased volume fraction of  $\gamma$  phases) in the lamellar structure as well as decreased fraction of lamellar grains.

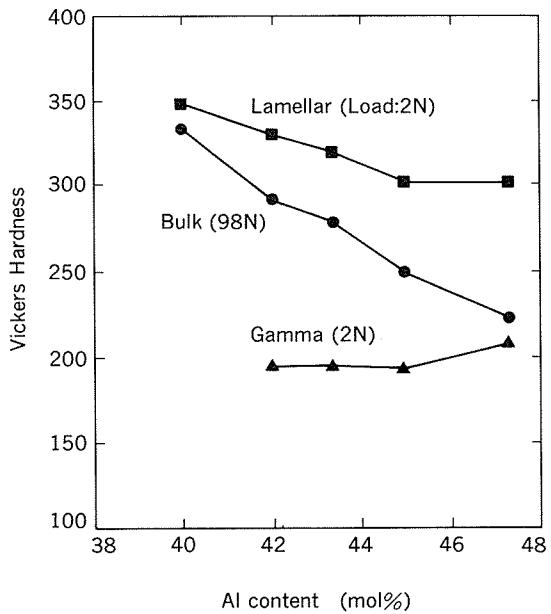
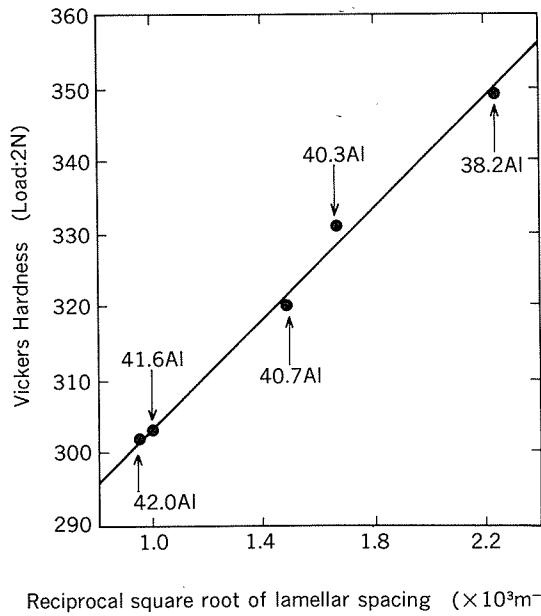


Fig. 12 Change in hardness with aluminium content for each microstructure.



Reciprocal square root of lamellar spacing ( $\times 10^3 m^{-1/2}$ )

Fig. 13 Variation of hardness as a function of the reciprocal square root of lamellar spacing.

Similarly, the increased strength accompanied with the loss of ductility in Al-leaner specimens can be explained by the increased amount of brittle  $\alpha_2$  phases<sup>21)</sup>. Although, the  $\beta$  phase has a high value of hardness (MVH ; 570), its influence on deformation and fracture can be ignored because of extremely small volume fraction and relatively small size.

The role of temperature on tensile behavior will be discussed separately, because at ele-

vated temperatures mechanical properties are affected with environment and chlorine content as well as Al concentration<sup>22)</sup>.

Excellent oxidation resistance has been obtained for all samples with a slight composition dependence. According to the previous results on Ti-47.3%Al-1.7%Mn alloys<sup>12)13)</sup>, the improved oxidation resistance for reactively sintered materials results from the existence of chlorine, by which protective alumina film is formed on the surface at an early stage of oxidation. The beneficial effect of chlorine on oxidation resistance is again verified from this study at a wide range of Al content. Moreover, it becomes clear that a transition chlorine content from which a dramatic improvement in oxidation resistance occurs, lies between 130 and 200 mass ppm in the composition of Ti-47.3mol%Al-1.7mol%Mn. The combination of the low transition content of chlorine and the limited composition dependence for oxidation resistance, gives a considerable freedom in alloy design intended for developing a titanium aluminide having superior mechanical and oxidation properties.

## 5. Further studies

According to recent study on fracture toughness of the reactive-sintered Ti-(43.4~47.3)%Al-(1.6~1.7)%Mn alloys<sup>23)</sup>,  $K_Q$  increases with decreasing Al content, namely, with increasing the volume fraction of lamellar structure. The Ti-43.4%Al-1.6%Mn specimen exhibits  $K_Q = 25 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  at room temperature, which is close to the value obtained by an isothermally forged titanium aluminide<sup>1)</sup>. Increased lamellar volume fraction is also found to effective on improving creep resistance<sup>22)</sup>.

All these results including the present study indicate that a fully lamellar structure with optimized grain size (smaller than cast material) and Al content (higher than 40%) should be the most ideal microstructure satisfying various mechanical requirements, such as, tensile, fracture toughness and creep property. Very recently<sup>24)</sup>, a fully lamellar structure with the average grain size from 28 to 270  $\mu\text{m}$  was achieved in the composition of Ti-43.4%Al-1.6%Mn alloys, by controlling extrusion

ratio before sintering and the content of TiB<sub>2</sub> additives, with HIP at single-phase  $\alpha$  region. A series of mechanical tests are currently underway and the promising results will be published near future.

## 6. Summary

Microstructural observation, tensile tests in air both at room temperature and at 1073K, and mass gain measurements in air at 1223K for 24h have been made using a series of reactive-sintered titanium aluminides containing 40 to 47.3mol%Al with the ratio of Mn/Al=0.04. The results are summarized as follows;

(1) A duplex structure containing both the lamellar grains and equiaxed  $\gamma$  grains is developed for all samples except the sample with 40mol%Al in which a fully lamellar structure is observed. For duplex structure, the volume fraction of the lamellar grain increases with decreasing Al content.

(2) Both at room and elevated temperatures, the ductility increases as Al content increased, with accompanying decrease in yield strength.

(3) Lamellar morphology in addition to the relative ratio between lamellar grain and  $\gamma$  grain are important metallurgical factors to explain observed mechanical behavior.

(4) Excellent oxidation resistance is found for all samples with a slight composition dependence.

## References

- 1) Y.-W.Kim and D.M.Dimiduk : JOM, 43 (1991), 40.
- 2) W.E.Dowling, Jr., J.E.Allison, L.R.Swank and A.M.Sherman : "TiAl-Based Alloys for Exhaust Valve Applications", SAE Paper 930620, Warrendale, PA, (1993).
- 3) B.London and T.J.Kelly : *Microstructure/properties Relationships in Titanium Aluminides and Alloys*, Y-W.Kim and R.R.Boyer, eds., TMS, Warrendale, PA, (1991), 285.
- 4) J.C.Mishurda, J.C.Lin, Y.A.Chang and J.H.Perepezko : Mat. Res. Soc. Symp. Proc., Vol. 133, (1989), 57.
- 5) M.Nobuki, E.Furubayashi and T.Tsujimoto : *Proc. of First Japan International SAMPE Symposium*, N.Igata, I.Kimura T.Kishi, E.Nakata, A.Okura and T.Uryu, eds., (1989), 163.
- 6) M.S.Kim, K.Shibue and M.Kumagai : *Proc. of International Symposium on Intermetallic Compounds (JIMIS-6)*, O.Izumi, ed., JIM, Sendai, (1991), 959.

- 7) M.S.Kim : Sumitomo Light Metal Tech. Reports, **32** (1991), 170.
- 8) M.S.Kim : *Proc. of '92 Autumn Science and Technology Workshop*, S. J. Kim, ed., KOFST, Seoul, (1992), 47.
- 9) M.S.Kim, K.Shibue, M.Kumagai and T.Furuyama : J.Japan Soc. Powder and Powder Metall., in press.
- 10) M.S.Kim, K.Shibue, T.Furuyama and M.Kumagai : J.Japan Soc. Powder and Powder Metall., in press.
- 11) K.Shibue, M.S.Kim and M.Kumagai : the same as 6), 833.
- 12) K. Shibue, M.Kumagai and M.S.Kim : J.Japan Inst. Metals, **56** (1992), 1457.
- 13) M.Kumagai, K.Shibue and M.S.Kim : J.Japan Inst. Metals, **57** (1993), 721.
- 14) T.Tsujimoto and K.Hashimoto : the same as 4), 391.
- 15) J.J.Valencia, C.McCullough, C.G.Levi and R.Mehrabian : Scripta Metall., **21** (1987), 1341.
- 16) J.A.Graves, L.A.Bendersky, F.S.Biancaniello, J.H. Perepezko and W.J.Boettinger : Mater. Sci. Eng., **98** (1988), 265.
- 17) S.A.Jones, R.D.Shull, A.J.McAlister and M.J.Kaufman : Scripta Metall., **22** (1988), 1235.
- 18) Y-W.Kim : the same as 6), 753.
- 19) M.Kikuchi and Y.Yamabe : the same as 6), 815.
- 20) M.Yamaguchi, S.R.Nishitani and Y.Shirai : *High Temperature Aluminides and Intermetallics*, S.H. Whang, C.T.Liu, D.P.Pope and J.O.Stiegler, eds., TMS, Warrendale, PA, (1990), 63.
- 21) Y.Umakoshi, T.Nakano and T.Yamane : the same as 6), 501.
- 22) M.S.Kim : to be published.
- 23) H.Mizukoshi, M.S.Kim and K.Shibue : Proc. '93 Fall Meeting, Japan. Inst. Metals, Nagoya, (1993), 204.
- 24) M.S.Kim : submitted to J.Japan Inst. Metals.

論 文

Observer-based Multivariable Flatness  
Control of the Cold Rolling Mill\*

Ikuya Hoshino\*\*, Masateru Kawai\*\*\*, Misao Kokubo\*\*,  
Tatsuro Matsuura\*\*\*\*, Hiroshi Kimura\*\*\*\*\* and Hidenori Kimura\*\*\*\*\*

# Observer-based Multivariable Flatness Control of the Cold Rolling Mill\*

Ikuya Hoshino \*\*, Masateru Kawai\*\*\*, Misao Kokubo \*\*,  
Tatsuro Matsuura \*\*\*\*\*, Hiroshi Kimura \*\*\*\*\* and Hidenori Kimura \*\*\*\*\*

The synthesis methodology developed by Kimura<sup>1)</sup> based on the design theory of output regulators essentially due to Wonham<sup>2)</sup> has been applied successfully to the flatness control system for a 6-high cold rolling mill. Our system has the following remarkable features.

- (1) The structure of the controller is simple. This makes it easy to tune the control system.
- (2) The controller copes well with the detection time delay, and thus high performance is obtained even at a low rolling speed.
- (3) The flatness error caused by the rolling force variation in mill acceleration and deceleration time would be kept to a minimum by the function to adjust roll bending force using the signal of rolling force.

## 1. Introduction

Flatness control is an important part of rolling technology. Poor flatness is undesirable not only for product quality but also for productivity, because it leads to strip tearing in the extreme case. Various actuators have been developed for the flatness control of rolling mills and many control algorithms using these actuators have been proposed.

For example, approaches via a search method for the 6-high rolling mills<sup>3)</sup> and Lagrange multiplier method for the 4-high rolling mills<sup>4)</sup> gave statically optimal results. But these approaches could not effectively deal with the actuator dynamics and the detection time delay, therefore, high response characteristics could not be expected. The rolling speed of the single stand, non-continuous rolling mill

is frequently changed over a wide range compared to the continuous mill, and the rolling force variation caused by the rolling speed change leads to flatness error. It is, therefore, important to have high response characteristics to compensate these disturbances and also to have high control performance at low rolling speed in which the detection time delay is significant, especially for the single stand, non-continuous rolling mill.

The approach via optimal regulator theory<sup>5)</sup> deals appropriately with the actuator dynamics, but it requires to solve Riccati equations in process of the controller synthesis and results in a complex feedback structure which leads to serious difficulty in actual implementation. Also, there is no systematic method to deal with the detection time delay.

In this paper, an application of the synthesis methodology developed by Kimura<sup>1)</sup> based on the design theory of output regulations essentially due to Wonham<sup>2)</sup> to the flatness control system for a 6-high rolling mill, is presented. The remarkable effect of this synthesis methodology was already substantiated by its application to the thickness control of an aluminium cold rolling mill<sup>6)</sup>, but a new method to cope with the detection time delay

\* This paper was presented at the 12th World Congress on Automatic Control, Sydney, Australia, July 18-23, 1993.

\*\* Process Technology Dept., Technical Research Laboratories.

\*\*\* Engineering Dept., Nagoya Works.

\*\*\*\* Plate and Sheet Rolling Dept., Nagoya Works.

\*\*\*\*\* Process Technology Dept., Technical Research Laboratories ; Dr. of Eng.

\*\*\*\*\* Professor, Osaka University ; Dr. of Eng.

is also provided in this paper. The salient features of the design method are as follows.

- (1) The obtained controller has a physically reasonable structure.
- (2) The disturbances are properly estimated and dealt with.
- (3) The synthesis can be calculated by hand, keeping the design procedure tractable.

## 2. Mathematical models

The object plant is the 6-high rolling mill with an intermediate roll (IMR) which has an excellent ability to control the complicated flatness error<sup>7)</sup>. The flatness sensor is in the exit side of the mill and the distance between the mill stand and the sensor produces a detection time delay. Fig. 1 shows an example of the flatness sensor output, that is, the strip elongation strain distribution calculated from the measured strip tension distribution. The aim of flatness control systems is to get a uniform distribution of the strip elongation strain. Flatness error means nonuniformity of this distribution. Here, 1-unit means a unit of strain and 1 I-unit is equal to  $10^{-5}$ .

Fig. 2 shows the main flatness control actuators of the mill. IMR-shift is not manipulated during rolling, so it is not regarded as an actuator in this paper. According to Yasuda and his-coworkers<sup>8)</sup> the work roll (WR)-bender has an effect mainly on the strip elongation strain at the edge part of width and the IMR-bender mainly on the strip elongation strain

at the center part. Therefore, the combined usage of the WR-bender and IMR-bender makes it possible to control the complicated flatness error.

To express flatness numerically, we use strain components ( $\Lambda_i$ ) defined as

$$f(x) = \Lambda_1 P_1(x) + \Lambda_2 P_2(x) + \cdots + \Lambda_i P_i(x) + \cdots \quad (1)$$

$f(x)$ : the strip elongation strain distribution in the width direction,

$x$ : the normalized position in the width direction,

$P_i(x)$ : Lagendre orthogonal function series,

$$P_i(x) = \frac{1}{2^i i!} \frac{d^i}{dx^i} (x^2 - 1)^i$$

The method using orthogonal functions was presented by Fukuhara and his co-workers<sup>9)</sup>.

When we consider only two actuators, the WR-bender and IMR-bender, the mathematical models of the plant are given as follows.

$$\begin{aligned} \Lambda_2 &= K_{22}(\Delta F_{\text{WR}} + d_{\text{WR}}) + K_{24}(\Delta F_{\text{IMR}} + d_{\text{IMR}}) \\ &\quad + K_{p1} \Delta P \end{aligned} \quad (2)$$

$$\begin{aligned} \Lambda_4 &= K_{42}(\Delta F_{\text{WR}} + d_{\text{WR}}) + K_{44}(\Delta F_{\text{IMR}} + d_{\text{IMR}}) \\ &\quad + K_{p2} \Delta P \end{aligned} \quad (3)$$

where,

$\Lambda_2$ : the 2nd order strain component variation,

$\Lambda_4$ : the 4th order strain component variation,

$\Delta F_{\text{WR}}$ : the WR-bending force variation,

$\Delta F_{\text{IMR}}$ : the IMR-bending force variation,

$d_{\text{WR}}, d_{\text{IMR}}$ : disturbances,

$\Delta P$ : the rolling load variation,

$K_{ij}$ : the parameters which depend on rolling conditions.

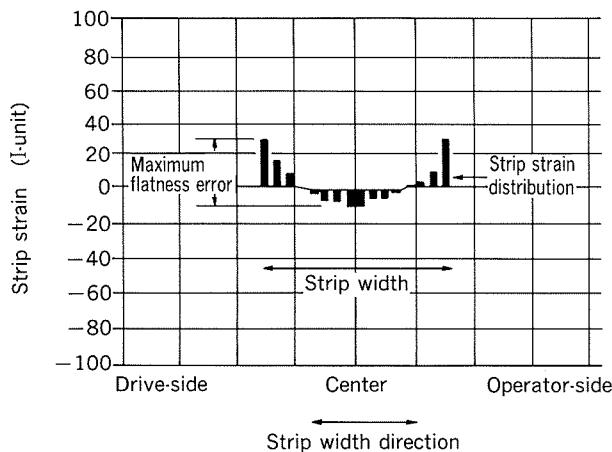


Fig. 1 Flatness sensor output.

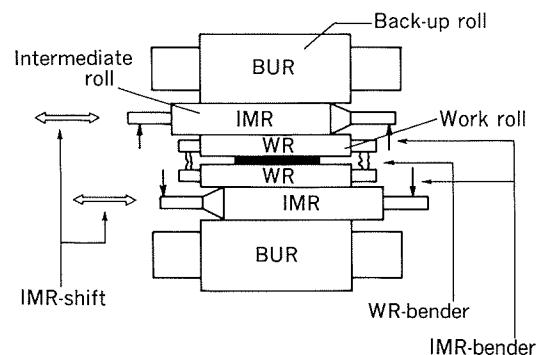


Fig. 2 Flatness control actuators of a 6-high mill.

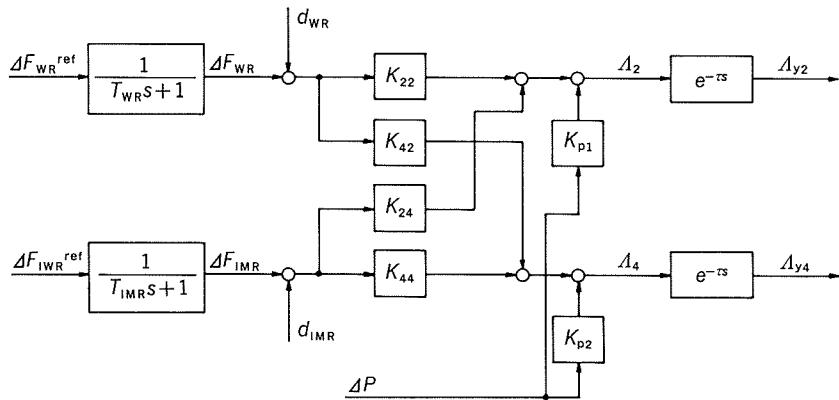


Fig. 3 Block diagram of the plant.

The models of actuators are given as follows.

$$T_{WR} \frac{d}{dt} \Delta F_{WR} = -\Delta F_{WR} + \Delta F_{WR}^{ref} \quad (4)$$

$$T_{IMR} \frac{d}{dt} \Delta F_{IMR} = -\Delta F_{IMR} + \Delta F_{IMR}^{ref} \quad (5)$$

where,

$\Delta F_{WR}^{ref}$  : the WR-bending force reference,

$\Delta F_{IMR}^{ref}$  : the IMR-bending force reference,

$T_{WR}$  : the time constant of the WR-bender,

$T_{IMR}$  : the time constant of the IMR-bender,

$t$  : time.

The models of sensor dynamics are given as follows.

$$A_y2(t) = A_2(t - \tau) \quad (6)$$

$$A_y4(t) = A_4(t - \tau) \quad (7)$$

where,

$A_y2$  : the detected value of  $A_2$ ,

$A_y4$  : the detected value of  $A_4$ ,

$\tau$  : the detection time delay.

Fig. 3 shows the block diagram of the plant. Only the second and fourth order strain components are considered because WR-bending and IMR-bending force variations mainly influence these components.

The strip strain distributions of  $A_2$  and  $A_4$  are shown in Table 1. The other order strain components can be controlled by using other actuators such as the roll gap skewing between the operator side and drive side, the roll bending force skewing between the operator side and drive side and the roll coolant. However, the explanation of how to use these actuators is omitted in this paper.

Fig. 4 shows the experimental results of the flatness component variations due to changes

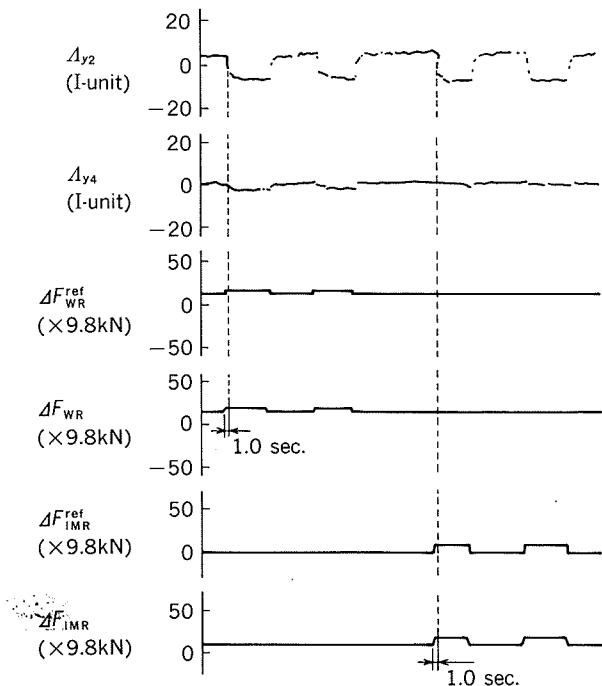
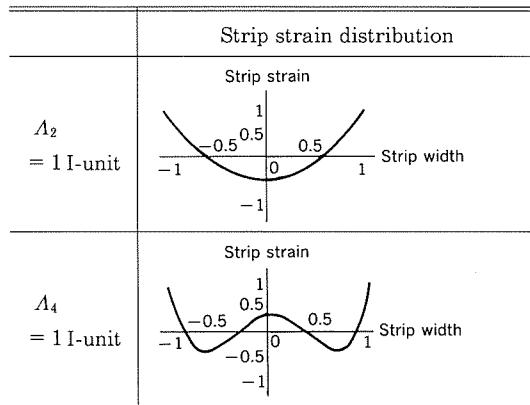
Table 1 Strip strain distributions of  $A_2$  and  $A_4$ .

Fig. 4 Flatness variations by the bending force changes.  
(Rolling speed:150m/min)

in the bending force. While the actual bending force responses can be represented as a first order system with time constant of about 0.1 second,  $A_2$  and  $A_4$  variations have the pure time delay of about 1 second to the bending force changes. This time delay is caused mainly by the distance between the mill stand and the sensor, as previously mentioned. The experimental value of the time delay corresponds very well with the calculated value (Fig. 5) at a speed of 150m/min.

The parameters,  $K_{ij}$ , can be calculated using a physical model, but this model is too complicated to use in actual implementation of the flatness controller. Then, we have made an experimental model. This model is consist of

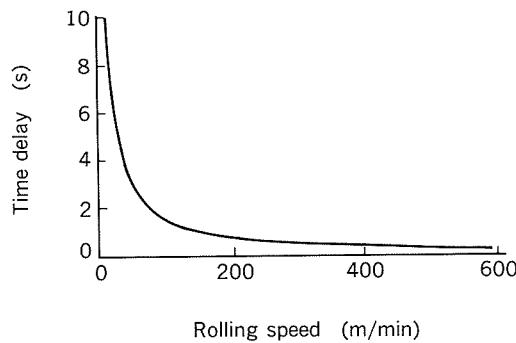


Fig. 5 Detection time delay (calculated value).

simple polynomial functions of which variations are strip thickness, width and position of IMR-shift. Fig. 6 shows the accuracy of this model. If this model is perfectly correct, plotted points are on a diagonal line. But, the accuracy of this model is not good enough, so we should improve this model in future and also it is important to design a robust controller which can admit of this model error.

### 3. Synthesis of control system

#### 3.1 Control objectives

The control objectives are given as

$$A_2 = 0, \quad A_4 = 0 \quad (8)$$

#### 3.2 Synthesis procedure

The synthesis procedure is composed of the following three major steps.

- ① Improve the response characteristics by state feedback. (*Internal Compensation*)
- ② Compute the feedforward control input to counterbalance the disturbance. (*Feedforward Control*)
- ③ Implement the feedforward control by feedback control based on the estimation of the disturbance by an observer. (*Feedback Realization*)

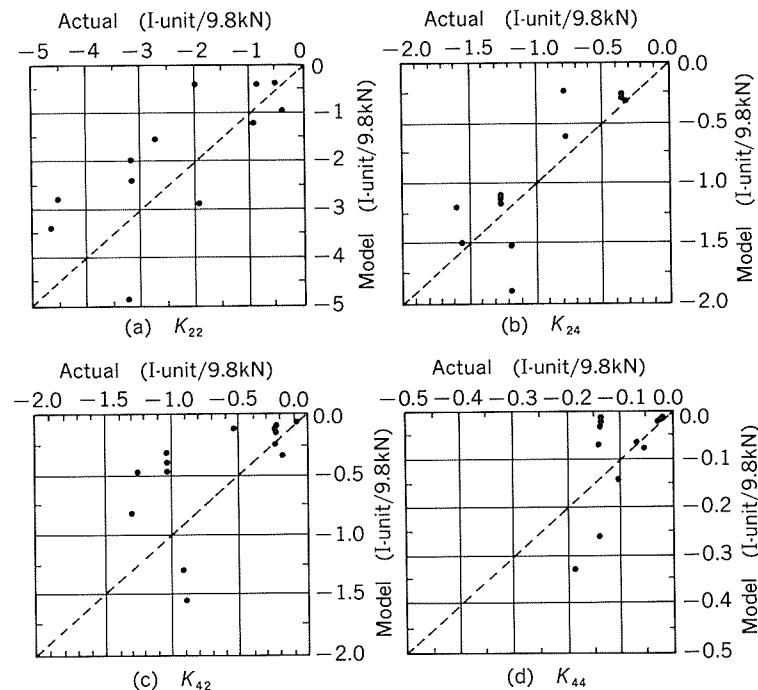


Fig. 6 Accuracy of  $K_{ij}$  model.

### 3.3 Internal compensation and feedforward control

The references for the actuators which adjust the response characteristics of the plant are given as

$$\Delta F_{\text{WR}}^{\text{ref}} = \left(1 - \frac{T_{\text{WR}}}{T_{\text{WR}'}}\right) \Delta F_{\text{WR}} + \frac{T_{\text{WR}}}{T_{\text{WR}'}} \Delta \tilde{F}_{\text{WR}}^{\text{ref}} \quad (9)$$

$$\Delta F_{\text{IMR}}^{\text{ref}} = \left(1 - \frac{T_{\text{IMR}}}{T_{\text{IMR}'}}\right) \Delta F_{\text{IMR}} + \frac{T_{\text{IMR}}}{T_{\text{IMR}'}} \Delta \tilde{F}_{\text{IMR}}^{\text{ref}} \quad (10)$$

where,  $T_{\text{WR}'}^{'}$  and  $T_{\text{IMR}'}^{'}$  are the adjusted time constants,  $\Delta \tilde{F}_{\text{WR}}^{\text{ref}}$  and  $\Delta \tilde{F}_{\text{IMR}}^{\text{ref}}$  are additional inputs.

Substituting (8) in (2)-(7) and considering the steady state, we see that the additional inputs to counterbalance the disturbances and accomplish the design objectives are given by

$$\Delta \tilde{F}_{\text{WR}}^{\text{ref}} = -d_{\text{WR}} - K_{\text{P1}'} \Delta P \quad (11)$$

$$\Delta \tilde{F}_{\text{IMR}}^{\text{ref}} = -d_{\text{IMR}} - K_{\text{P2}'} \Delta P \quad (12)$$

where,

$$\begin{aligned} \begin{bmatrix} K_{\text{P1}'} \\ K_{\text{P2}'} \end{bmatrix} &= \begin{bmatrix} K_{22}' & K_{24}' \\ K_{42}' & K_{44}' \end{bmatrix} \begin{bmatrix} K_{\text{P1}} \\ K_{\text{P2}} \end{bmatrix} \\ \begin{bmatrix} K_{22}' & K_{24}' \\ K_{42}' & K_{44}' \end{bmatrix} &= \begin{bmatrix} K_{22} & K_{24} \\ K_{42} & K_{44} \end{bmatrix}^{-1} \end{aligned} \quad (13)$$

We obtain, from (9)-(12)

$$\begin{aligned} \Delta F_{\text{WR}}^{\text{ref}} &= \left(1 - \frac{T_{\text{WR}}}{T_{\text{WR}'}}\right) \Delta F_{\text{WR}} \\ &\quad - \frac{T_{\text{WR}}}{T_{\text{WR}'}} (d_{\text{WR}} + K_{\text{P1}'} \Delta P) \end{aligned} \quad (14)$$

$$\begin{aligned} \Delta F_{\text{IMR}}^{\text{ref}} &= \left(1 - \frac{T_{\text{IMR}}}{T_{\text{IMR}'}}\right) \Delta F_{\text{IMR}} \\ &\quad - \frac{T_{\text{IMR}}}{T_{\text{IMR}'}} (d_{\text{IMR}} + K_{\text{P2}'} \Delta P) \end{aligned} \quad (15)$$

### 3.4 Feedback realization by observer

To estimate the unmeasurable disturbances, we need mathematical models of the disturbances. In this paper, we assume that the disturbances are of the step type satisfying

$$\frac{d}{dt} d_{\text{WR}} = 0 \quad (16)$$

$$\frac{d}{dt} d_{\text{IMR}} = 0 \quad (17)$$

The model of  $\Delta P$  is not required because it is a measurable disturbance.

At first, from equations (4) and (16), we obtain the observer estimating  $d_{\text{WR}}$  and  $\Delta F_{\text{WR}}$  as follows.

$$\frac{d}{dt} \begin{bmatrix} \Delta \hat{F}_{\text{WR}} \\ \hat{d}_{\text{WR}} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} -1/T_{\text{WR}} & 0 \\ 0 & 0 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \Delta \hat{F}_{\text{WR}} \\ \hat{d}_{\text{WR}} \end{bmatrix}$$

$$+ \begin{bmatrix} 1/T_{\text{WR}} \\ 0 \end{bmatrix} \Delta F_{\text{WR}}^{\text{ref}} + \begin{bmatrix} 0 \\ K_{\text{WR}} \end{bmatrix} \varepsilon_{\text{WR}} \quad (18)$$

$\Delta \hat{F}_{\text{WR}}$  and  $\hat{d}_{\text{WR}}$  are the estimates of  $\Delta F_{\text{WR}}$  and  $d_{\text{WR}}$  respectively.  $\varepsilon_{\text{WR}}$  is the estimation error given as

$$\begin{aligned} \varepsilon_{\text{WR}} &= (K_{22}' \Lambda_{y2} + K_{24}' \Lambda_{y4}) \\ &\quad - e^{-\tau s} (K_{\text{P1}'} \Delta P + \Delta \hat{F}_{\text{WR}} + \hat{d}_{\text{WR}}) \end{aligned} \quad (19)$$

$e^{-\tau s}$ : time( $\tau$ ) delay operator

We can show that if the estimates are accurate,  $\varepsilon_{\text{WR}}$  is equal to 0 as follows.

From equations (2), (3), (6) and (7),

$$\begin{aligned} \begin{bmatrix} \Lambda_{y2} \\ \Lambda_{y4} \end{bmatrix} &= e^{-\tau s} \begin{bmatrix} K_{22} & K_{24} \\ K_{42} & K_{44} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \Delta F_{\text{WR}} + d_{\text{WR}} \\ \Delta F_{\text{IMR}} + d_{\text{IMR}} \end{bmatrix} \\ &\quad + \begin{bmatrix} K_{\text{P1}} \\ K_{\text{P2}} \end{bmatrix} \Delta P \end{aligned} \quad (20)$$

then

$$\begin{aligned} \begin{bmatrix} K_{22}' & K_{24}' \\ K_{42}' & K_{44}' \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \Lambda_{y2} \\ \Lambda_{y4} \end{bmatrix} &- e^{-\tau s} \begin{bmatrix} K_{\text{P1}'} \\ K_{\text{P2}'} \end{bmatrix} \Delta P \\ &- e^{-\tau s} \begin{bmatrix} \Delta F_{\text{WR}} + d_{\text{WR}} \\ \Delta F_{\text{IMR}} - d_{\text{IMR}} \end{bmatrix} = 0 \end{aligned} \quad (21)$$

Here, the most remarkable point in the design process is that the time delay given in equations (6) and (7) is dealt with in the observer as it is shown in equation (19). The replacement of  $\Delta F_{\text{WR}}$  and  $d_{\text{WR}}$  by there estimates in equation (14) results in

$$\begin{aligned} \Delta F_{\text{WR}}^{\text{ref}} &= \left(1 - \frac{T_{\text{WR}}}{T_{\text{WR}'}}\right) \Delta \hat{F}_{\text{WR}} \\ &\quad - \frac{T_{\text{WR}}}{T_{\text{WR}'}} (\hat{d}_{\text{WR}} + K_{\text{P1}'} \Delta P) \end{aligned} \quad (22)$$

$K_{\text{WR}}$  denotes the so-called observer gain and it adjusts the estimation speed of  $\hat{d}_{\text{WR}}$ . Since the initial value is known for  $\Delta \hat{F}_{\text{WR}}$ , the corresponding observer gain can be set to 0.

From equations (18), (19) and (22),

$$\begin{aligned} \frac{d}{dt} \begin{bmatrix} \Delta \hat{F}_{\text{WR}} \\ \hat{d}_{\text{WR}} \end{bmatrix} &= \begin{bmatrix} -1/T_{\text{WR}'} & -1/T_{\text{WR}'} \\ -K_{\text{WR}} e^{-\tau s} & -K_{\text{WR}} e^{-\tau s} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \Delta \hat{F}_{\text{WR}} \\ \hat{d}_{\text{WR}} \end{bmatrix} \\ &\quad + \begin{bmatrix} 0 \\ K_{\text{WR}} \end{bmatrix} (K_{22}' \Lambda_{y2} + K_{24}' \Lambda_{y4}) \\ &\quad + \begin{bmatrix} -K_{\text{P1}'} / T_{\text{WR}'} \\ -K_{\text{P1}'} K_{\text{WR}} e^{-\tau s} \end{bmatrix} \Delta P \end{aligned} \quad (23)$$

From the assumption  $d\hat{d}_{\text{WR}}/dt = 0$ , we obtain  $\hat{d}_{\text{WR}} = e^{-\tau s} \hat{d}_{\text{WR}}$ . Then

$$\begin{aligned} \frac{d}{dt} \begin{bmatrix} \Delta \hat{F}_{\text{WR}} \\ \hat{d}_{\text{WR}} \end{bmatrix} &= \begin{bmatrix} -1/T_{\text{WR}'} & -1/T_{\text{WR}'} \\ -K_{\text{WR}} e^{-\tau s} & -K_{\text{WR}} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \Delta \hat{F}_{\text{WR}} \\ \hat{d}_{\text{WR}} \end{bmatrix} \\ &\quad + \begin{bmatrix} 0 \\ K_{\text{WR}} \end{bmatrix} (K_{22}' \Lambda_{y2} + K_{24}' \Lambda_{y4}) \\ &\quad + \begin{bmatrix} -K_{\text{P1}'} / T_{\text{WR}'} \\ -K_{\text{P1}'} K_{\text{WR}} e^{-\tau s} \end{bmatrix} \Delta P \end{aligned} \quad (24)$$

Here, we must notice that this assumption

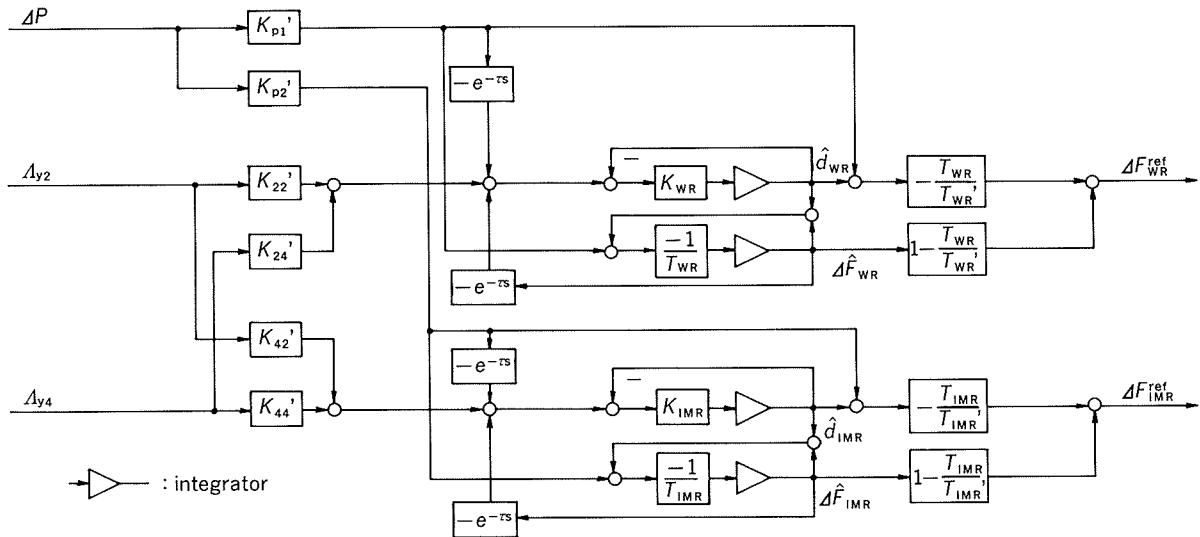


Fig. 7 Block diagram of the obtained controller.

leads to the feature that the time delay is removed from the characteristic equation of the feedback system as will be described later.

Secondly, from equations (5) and (17), the observer estimating  $d_{IMR}$  and  $\Delta F_{IMR}$  is given as

$$\begin{aligned} \frac{d}{dt} \begin{bmatrix} \hat{d}_{IMR} \\ \hat{d}_{IMR} \end{bmatrix} &= \begin{bmatrix} -1/T_{IMR} & 0 \\ 0 & 0 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \hat{d}_{IMR} \\ \hat{d}_{IMR} \end{bmatrix} \\ &+ \begin{bmatrix} -1/T_{IMR} \\ 0 \end{bmatrix} \Delta F_{IMR}^{ref} + \begin{bmatrix} 0 \\ K_{IMR} \end{bmatrix} \varepsilon_{IMR} \end{aligned} \quad (25)$$

where,

$$\begin{aligned} \varepsilon_{IMR} &= (K_{42}' A_{y2} + K_{44}' A_{y4}) \\ &- e^{-\tau s} (K_{p2}' \Delta P + \hat{d}_{IMR} + \hat{d}_{IMR}) \end{aligned} \quad (26)$$

$$\begin{aligned} \Delta F_{IMR}^{ref} &= \left(1 - \frac{T_{IMR}}{T_{IMR}'}\right) \hat{d}_{IMR} \\ &- \frac{T_{IMR}}{T_{IMR}} (\hat{d}_{IMR} + K_{p2}' \Delta P) \end{aligned} \quad (27)$$

$\hat{d}_{IMR}$  and  $\hat{d}_{IMR}$  are the estimates of  $\Delta F_{IMR}$  and  $d_{IMR}$ .  $\varepsilon_{IMR}$  is the estimation error and if the estimation is correct,  $\varepsilon_{IMR}$  is equal to 0 as shown in equation (21).  $K_{IMR}$  denotes the observer gain and it adjusts the estimation speed of  $\hat{d}_{IMR}$ . Since the initial value is known for  $\hat{d}_{IMR}$ , the corresponding observer gain can be set to 0. Due to the assumption  $d\hat{d}_{IMR}/dt = 0$  which means  $\hat{d}_{IMR} = e^{-\tau s} \hat{d}_{IMR}$ , we can write (25)-(27) as

$$\begin{aligned} \frac{d}{dt} \begin{bmatrix} \hat{d}_{IMR} \\ \hat{d}_{IMR} \end{bmatrix} &= \begin{bmatrix} -1/T_{IMR}' & -1/T_{IMR}' \\ -K_{IMR} e^{-\tau s} & -K_{IMR} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \hat{d}_{IMR} \\ \hat{d}_{IMR} \end{bmatrix} \\ &+ \begin{bmatrix} 0 \\ K_{IMR} \end{bmatrix} (K_{42}' A_{y2} + K_{44}' A_{y4}) \\ &+ \begin{bmatrix} -K_{p2}'/T_{IMR}' \\ -K_{p2}' K_{IMR} e^{-\tau s} \end{bmatrix} \Delta P \end{aligned} \quad (28)$$

### 3.5 Synthesis result

Equations (22), (24), (27) and (28) give the final form of the controller. Fig. 7 shows the block diagram of the controller.

### 4. Disturbance transfer characteristic and stability

In order to get balance between the actuator responses and the disturbance estimation speeds respectively, we put the conditions as follows.

$$K_{WR} = K_{IMR} = K \quad T_{WR}' = T_{IMR}' = T' \quad (29)$$

Then the transfer function from the disturbances ( $d_{WR}$ ,  $d_{IMR}$ ,  $\Delta P$ ) to the outputs ( $A_{y2}$ ,  $A_{y4}$ ) is given as

$$\begin{aligned} \begin{bmatrix} A_{y2} \\ A_{y4} \end{bmatrix} &= e^{-\tau s} \left\{ 1 - \frac{K e^{-\tau s}}{(T' s + 1)(s + K)} \right\} \\ &\times \begin{bmatrix} K_{22} & K_{24} \\ K_{42} & K_{44} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} d_{WR} \\ d_{IMR} \end{bmatrix} \\ &+ e^{-\tau s} \left\{ 1 - \frac{1}{T' s + 1} \right\} \begin{bmatrix} K_{p1} \\ K_{p2} \end{bmatrix} \Delta P \end{aligned} \quad (30)$$

Equation (30) shows that the transfer characteristic of the (output)/(disturbance) can be controlled by  $T'$  and  $K$ . The output variations caused by the disturbance changes ( $\Delta P$ ) are regulated more quickly as  $T'$  becomes smaller, and the output variations caused by the disturbance changes ( $d_{WR}$ ,  $d_{IMR}$ ) are also regulated more quickly as  $K$  becomes larger.

The characteristic equation (C.E.) of the feedback system is given by

$$\text{C.E.} = (s + 1/T_{WR})(s + 1/T_{WR}')(s + K_{WR}) \times (s + 1/T_{IMR})(s + 1/T_{IMR}')(s + K_{IMR}) \quad (31)$$

The C.E. does not involve the time delay, so the tuning parameters ( $T_{WR}'$ ,  $K_{WR}$ ,  $T_{IMR}'$ ,  $K_{IMR}$ ) can be set independently of the time delay. Consequently, high response characteristics and sufficient stability of the control system can be expected even at a low rolling speed.

## 5. Comparison with Smith's method

Smith's method<sup>10)</sup> is the well-known synthesis strategy for the system which has a time delay in the input or output signals. The synthesis procedure of this method is as follows. At first, the controller is designed for the provisional plant model without a time delay. Subsequently, dealing with the time delay is executed using the plant model with a time delay. A feature of this method is that the time delay is not in the characteristic equation of the feedback system and as a result, a high speed response and stability can be obtained. But, for the plant which has both outputs with and without a time delay, such as the plant described in this paper, Smith's method can not be generally applied.

Fig. 8 shows the applied result of Smith's method for the plant model which has omitted  $\Delta P$ , the output without time delay, from the original plant model given in equations (2)-(7). The controller for the provisional plant model without time delay, which has no need to deal with a time delay, is designed using the observer-based method mentioned in the previous

sections. A comparison of Fig. 7 and Fig. 8 shows that the controller shown in Fig. 7 has a smaller number of integrators and simpler structure than the controller shown in Fig. 8 which is designed using Smith's method.

The qualitative explanation for the result, "the time delay is removed from the characteristic equation of the feedback system by the controller shown in Fig. 7 in spite of the smaller number of integrators as compared to the controller shown in Fig. 8", is as follows. The idea of Smith's method uses a plant model to deal with the time delay, but the controller which is designed for the provisional plant model without the time delay also has the plant model internally. So, the controller shown in Fig. 8 contains doubled plant models which is obviously redundant. It is better to use the internal model generated by the observer also to deal with time delay as was done in this paper.

## 6. Result

### 6.1 Simulation results

Fig. 9 shows the simulation results. The simulations are carried out on the initial output error,  $A_2 = 15$  I-unit,  $A_4 = 5$  I-unit. The time delay ( $\tau$ ) is nearly equal to 1 second at a 150 m/min rolling speed.

In the case when the model parameters,  $K_{ij}$ , have no error, the flatness components ( $A_2$ ,  $A_4$ ) are regulated quickly after a time delay of 1 second without vibration (Fig. 9(a)). In the case when the model parameters,  $K_{ij}$ ,

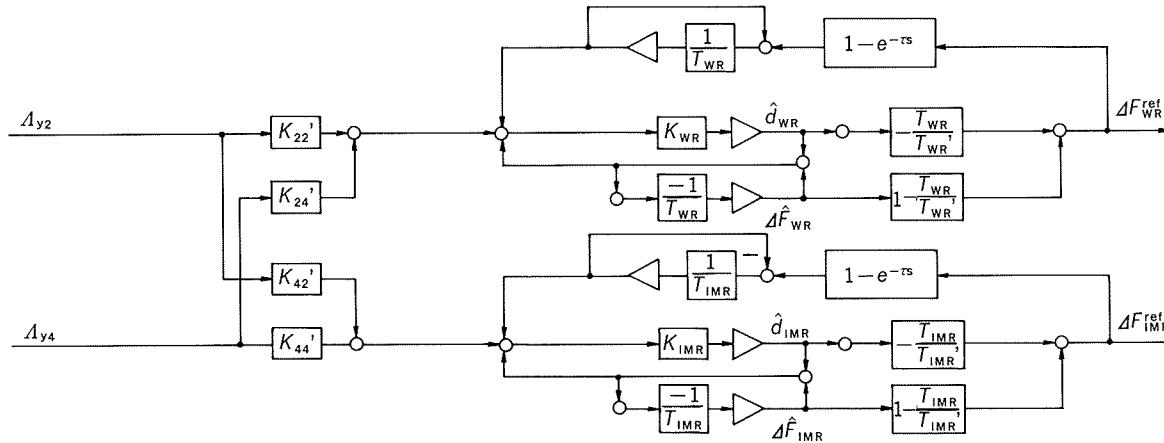


Fig. 8 The controller derived using Smith's method.

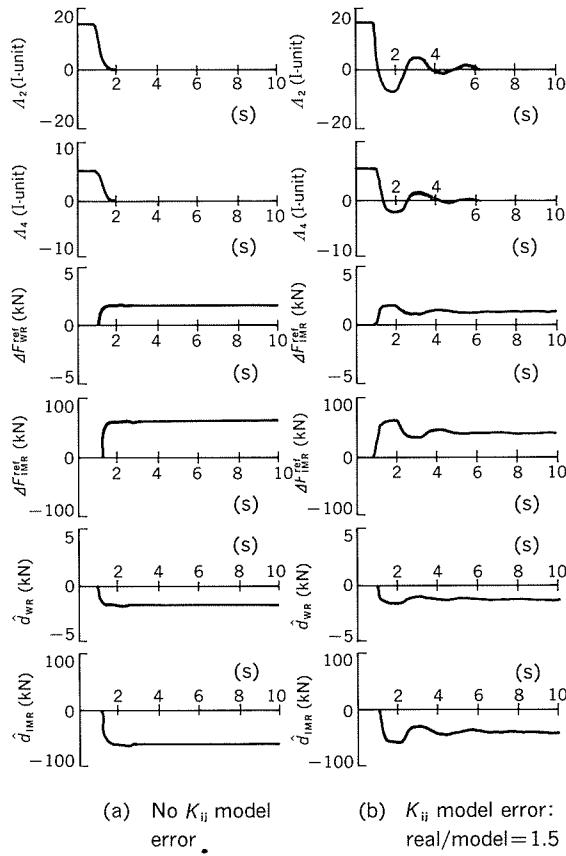


Fig. 9 Simulation result.

have an error, a 50% mismatch between the model parameters and the actual parameters, the response of the flatness components ( $\Lambda_2$ ,  $\Lambda_4$ ) is fluctuating but the system is stable enough (Fig. 9(b)).

## 6.2 Practical results

Fig. 10 shows an example of the practical test results. From these results, we can conclude that the flatness components ( $\Lambda_2$ ,  $\Lambda_4$ ) are regulated quickly by the simultaneous manipulation of the WR-bender and IMR-bender. The maximum flatness error defined in Fig. 1 is restrained with in about 10 I-units.

The conventional flatness control system for 4-high mill consists of the traditional PI control of the parabolic flatness error through the WR-bending manipulation and the control of the local flatness error through the roll coolant manipulation. The algorithm of the roll coolant control of the new system is same as that of the conventional one. The maximum flatness error is beyond 15 I-units by the conventional system. So, we can say that more

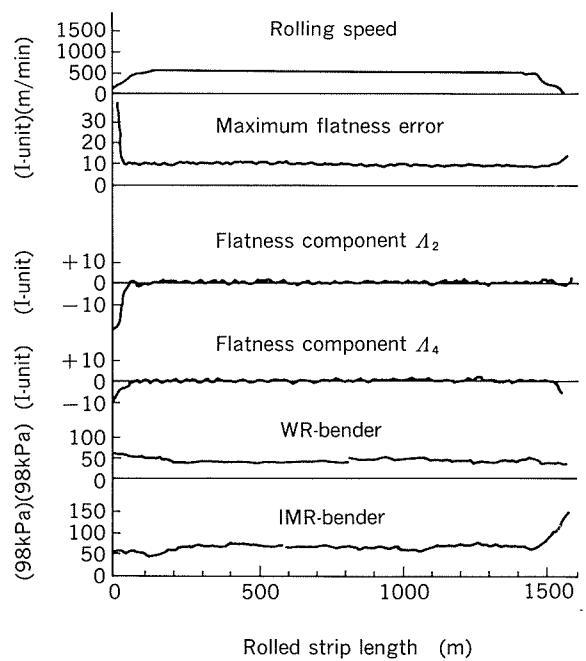


Fig. 10 Practical results.

than 30% improvement in flatness has been achieved by the new system. The remainder of the maximum flatness error is from the local strip elongation strains which can not be represented by  $\Lambda_2$  and  $\Lambda_4$ , and to improve this error we must examine in more detail the roll coolant control.

## 7. Conclusions

In this paper, we have developed a new flatness control system based on the disturbance estimation observer. Its effectiveness has been demonstrated by the results obtained in numerical simulation and application to a real plant. The features of the obtained system are as follows.

- (1) The structure of the controller is simple. This makes it easy to tune the control system.
- (2) The controller copes well with the detection time delay, and thus a high performance is obtained even at a low rolling speed.
- (3) The flatness error caused by the rolling force variation in mill acceleration and deceleration time would be kept to a minimum by the function to adjust roll bending force using the signal of rolling force.

### References

- 1) H. Kimura: "Observer-based regulator synthesis", Osaka University Technical Report 85-04, (1985), Japan.
- 2) W. M. Wonham: *Linear Multivariable Control A Geometric Approach*, Springer, New York, (1974).
- 3) I. Imai, S. Hirai, T. Furuya, M. Morimoto, K. Nakajima and N. Inoue : *Proc. International Conf. on Steel Rolling*, 2, Tokyo, (1980), 807.
- 4) I. R. McDonald, K. M. Finn and P. D. Spooner : *Proc. 5th International Rolling Conference*, London, (1990), 217.
- 5) H. Yamamoto, K. Baba and T. Kikuma : Advanced Technology of Plasticity, 2 (1990), 797.
- 6) H. Hoshino, Y. Maekawa, T. Fujimoto, H. Kimura and H. Kimura : Automatica, 24 (1988), 741.
- 7) H. Nishi, Y. Yoshimura, K. Yoshimoto and K. Yasuda : Journal of the JSTP, 24-268 (1983), 449.
- 8) K. Yasuda, K. Narita, S. Shida and M. Nihei : Journal of the JSTP, 27-303 (1986), 533.
- 9) A. Fukuhara, T. Kaji, G. Fukuyama and S. Terado : Iron and Steel Engineer, 10 (1991), 34.
- 10) O. J. M. Smith : ISA Journal, 6-2 (1959), 28.

論 文

Production of Aluminium Optical Drums  
by Inside-ironing Process\*

Masami Saito\*\*, Kuniaki Dohda\*\*\*,  
Yoshio Takeshima\*\*\*\* and Nozomu Kawai\*\*\*\*\*

住友軽金属工業株式会社技術研究所

# Production of Aluminium Optical Drums by Inside-ironing Process\*

Masami Saito \*\*, Kuniaki Dohda \*\*\*,  
Yoshio Takeshima \*\*\*\* and Nozomu Kawai \*\*\*\*\*

A new forming process is proposed to produce aluminium optical drums directly from hot-extruded pipe-workpieces. The pipe outer surface is flattened and finished as a replica of the inner surface of a steel container by an ironing operation. The principle and procedures of the process, the surface property of the products and the production efficiency are described. A trial production of full-scale drum of about 300mm long is made. The drum surface is satisfactory enough for the practical use. The roundness of the drum is evaluated to be good except near the both ends. The total production time for finishing a drum can be further decreased, compared with other manufacturing methods.

## 1. Introduction

Photo-sensitive (optical) drum is one of the important elements of electronic information apparatuses such as copying machines and LASER printers. To raise the productivity in making such drums with very smooth surface, several attempts have been made to replace machining process by drawing and/or ironing<sup>1)</sup>. The entire replacement, however, has not been achieved yet because of the difficulty in preventing the drum surface from galling or the deterioration caused by over-lubrication. To attain the dimensional accuracies of the drum is also difficult in forming processes. With these points as the background, the authors proposed a new forming operation for surface flattening, by which a metal surface is finished as a replica of a smooth tool surface<sup>2)3)</sup>. The operation applied to tubular components is referred to as "inside-ironing" here because the metal deformation is essen-

tially the same as in conventional ironing. The technology has been improved in apparatus and procedures, and the process is now coming up to a practical use. In this paper, the brief history of the research and the results of the experiment to produce an aluminium optical drum directly from a hot-extruded pipe-workpiece are described.

## 2. Issues in specification and productivity of optical drums

The specifications of the optical drums, e. g. dimensional and surface accuracies, were already presented in detail by Murakawa<sup>1)</sup>. Among the specifications, the drums need a roundness less than 0.05mm and a cylindricity smaller than 0.05mm in the length of 350mm. These dimensional accuracies can be easily obtained by diamond turning, as well as a very smooth drum surface with a roughness of about 0.1 μm R<sub>max</sub>. To keep such accuracies, it is necessary to maintain the machine and to prevent the drum from vibration and heat generation during the machining. These undesirable phenomena mainly depend on the feed rate of the turning tool and it usually takes one minute or more to finish a drum. Therefore, to reduce the machining time is the most

\* This paper was originally presented at 4th International Conference on the Technology of Plasticity, 5-7 Sept. 1993 (Beijing, P. R. China).

\*\* Suzuka College of Technology ; Dr. of Eng.

\*\*\* Gifu University ; Dr. of Eng.

\*\*\*\* Applied Technology Dept., Technical Research Laboratories.

\*\*\*\*\* Shizuoka Institute of Science and Technology ; Dr. of Eng.

important in this method.

The optical drums used for the copying machines of popular type do not need such a high surface accuracy. These are lower grade drums, the surface roughness of which is permitted to be  $0.5 \mu\text{m } R_{\max}$  at most. The dimensional accuracies mentioned above, of course, should be specified. In this grade of products, the evenness in surface property over the whole surface area is more important than brightness, because uniform coating on the drum surface with photo-sensitive substance is requested in the next stage of manufacturing. The drums even of this grade are often finished by diamond turning after the forming process such as extrusion and drawing. It is desirable to eliminate the machining process to decrease the total production time, if the specifications all are satisfied. To realize this is the present aim of our research.

### 3. Brief history of the fundamental study

#### 3.1 Principle of surface flattening

The basic concept of the surface flattening was established by the strip-ironing test presented in a previous paper<sup>2)</sup>. The tools and their arrangement are schematically shown in Fig. 1. In ordinary ironing process, the strip surface A is the object to be finished, which is flattened by long sliding of the ironing tool ①. In the process concerned here, however, the surface B in contact with the stationary plate ② is the object, which is finished while the tool ① is ironing the opposite side A. Each point on the strip surface B slides only through a small distance against the plate ② : e.g. point a on the surface B moves to point b through a distance c under high pressure dur-

ing the metal deformation. The metal at the point d never slides against the plate ② and the relative sliding speed  $V_s$  is the largest at the entrance of the contact zone and the smallest ( $=0$ ) at the exit. The total sliding distance  $\delta$  and the current sliding speed  $V_s$  of the surface metal at an arbitrary position  $z$  is given as:

$$\delta = (t - t_1) / 2 t_1 \tan \alpha \quad (1)$$

$$V_s = (t - t_1) / t \cdot V \quad (2)$$

where  $t$  is the thickness at position  $z$ ,  $t_1$  the final wall thickness,  $\alpha$  the ironing angle and  $V$  the moving speed of the tool ①, respectively. Under these conditions of  $\delta$  and  $V_s$ , the surface B is finished through the following process. The asperities initially existing on the surface B at point a are gradually flattened with progressing the ironing process according to the increase of the normal pressure  $q$ . The macroscopically surface flattening is almost completed in this way within the interval between the entrance and the middle point of the contact length  $l$ . As the surface metal flows and approaches to the exit of the contact zone, the tool surface is gradually replicated onto the surface B and the replication ends at the exit where the sliding speed is zero and the normal pressure  $q$  is the maximum. The surface is thus finished by the approximate replication of the smooth tool surface onto the surface B, while the metal surface is smoothened by burnishing in ordinary ironing and drawing processes. The details of the flattening mechanism in this operation is described in another paper<sup>4)</sup>.

#### 3.2 Two-dimensional operation

As described previously<sup>3)</sup>, the replication of the tool surface onto the metal is performed more completely when the ironing reduction is higher and the oil viscosity is smaller at the surface B. In the strip-ironing test, a very smooth surface with a roughness of  $0.02 \mu\text{m } R_a$  was obtained for a rolled aluminium strip with an initial roughness of  $0.21 \mu\text{m } R_a$  ( $1.6 \mu\text{m } R_{\max}$ ) under the good experimental conditions. Such a two-dimensional operation, however, has some disadvantageous points in surface accuracy and production stability. When a strip is ironed, the entire surface is not per-

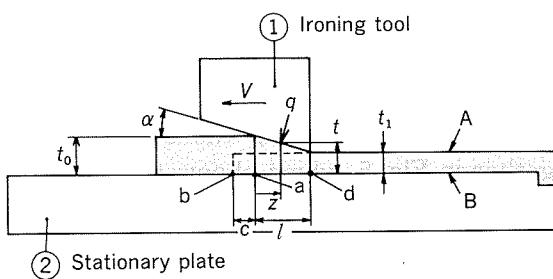


Fig. 1 Principle of surface flattening.

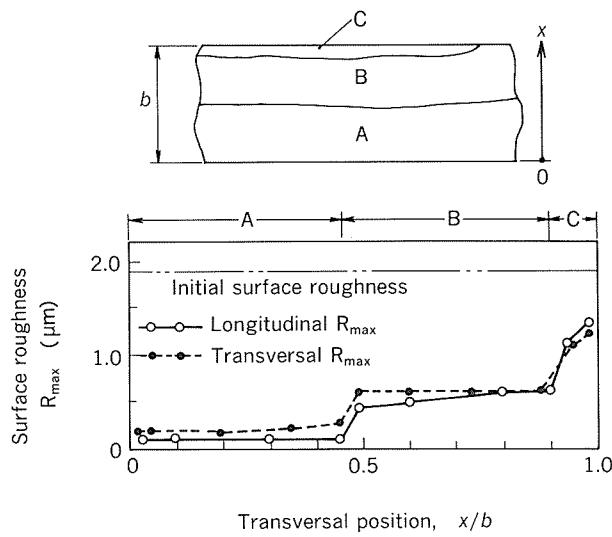


Fig. 2 Example of uneven surface property of the strip finished by two-dimensional operation.

fectly smooth, as exemplified in Fig. 2. Within the regions B and C, one can observe under a microscope that the rolling marks are remaining imperfectly flattened. The surface roughness is larger than that of the very smooth region A as indicated by the figure. Such a partially roughened surface is often produced and only a few specimens are perfectly finished when the ironing is repeated. This is caused by the instability of the metal deformation (i.e. unstable and uneven bending of the strip) just before the entrance of the contact zone. These disadvantages are expected to disappear in the pipe-ironing process because the metal deformation is axisymmetric in that process.

### 3.3 Axisymmetrical process

As already introduced previously<sup>3)</sup>, the idea of the surface flattening was expanded into the axisymmetric process, the testing apparatus of which is schematically shown in Fig. 3. In the figure, a pipe ② with a flange is set in a steel container ③ having a smooth inner surface and then the pipe wall is ironed along its inside by a punch head ①. The outside of the wall is finished by the same mechanism mentioned above, i.e. the inner surface of the container is replicated onto the outer surface of the aluminium pipe. This forming operation is referred to as "inside-ironing process" for the purpose of this paper. In this apparatus,

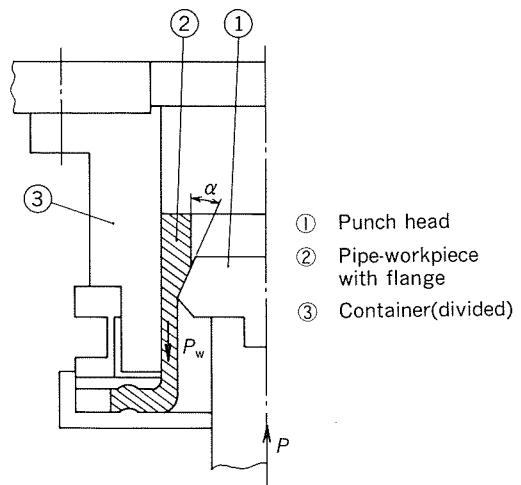


Fig. 3 Early stage testing apparatus for inside-ironing.

the container is divided into two pieces to remove the pipe from the container without damaging the pipe surface after the ironing. In addition, the friction coefficient  $\mu_e$  at the interface between the metal and container can be estimated by measuring the ironing load  $P$  and the axial force  $P_w$  exerted on the ironed pipe wall<sup>5)</sup>.

In this section, a discussion is made about the result of the experiment using a steel container finished by polishing, the inner surface of which has a roughness of about  $0.1 \mu\text{m} R_{\max}$ . The result of the experiment using a ground container is described in a previous paper<sup>3)</sup>. To make the pipe-workpiece with such a configuration as shown in Fig. 3, a pure aluminium circular blank was deep-drawn as to be a cup with a flange using high viscosity lubricant (and then the cup base was cut off). Hence, there remain many oilpits with a depth of about  $0.6 \mu\text{m}$  over the whole pipe surface area. Suffered by the inside-ironing, as seen in Fig. 4 (b)-(e), these oilpits decrease in both number and dimension with increasing the thickness reduction ratio and decreasing the viscosity of the lubricant used at the container's inner surface. The effects of the two parameters on vanishing the oilpits are put together in Fig. 5, which shows the variations of the ratio of oilpit area to unit area of the finished pipe surface. With the largest reduction ratio and the smallest oil viscosity, the oilpits almost vanish and the pipe surface reversely comes close to the container's inner

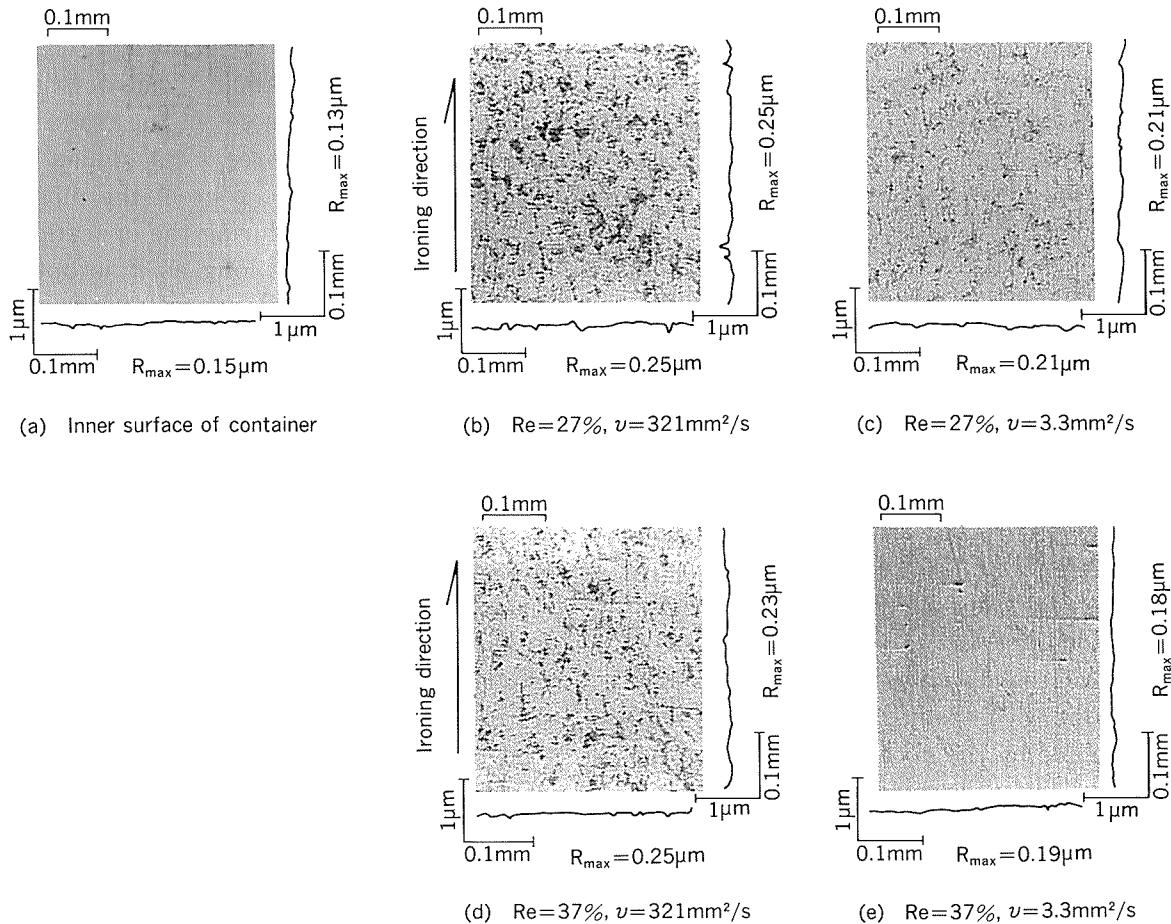


Fig. 4 Surface appearances of the aluminium pipes finished from deep-drawn workpieces.

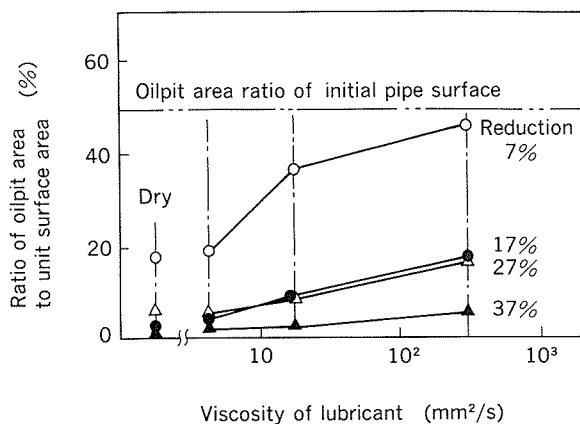


Fig. 5 Effect of thickness reduction ratio and oil viscosity on the ratio of oilpit area to unit area.

surface (see Fig. 4(e) compared with (a)). An almost perfect replication of the tool surface can thus be performed when the oil completely flows out of the contact surface. This means that the surface finishing ultimately depends on the roughness and topography of

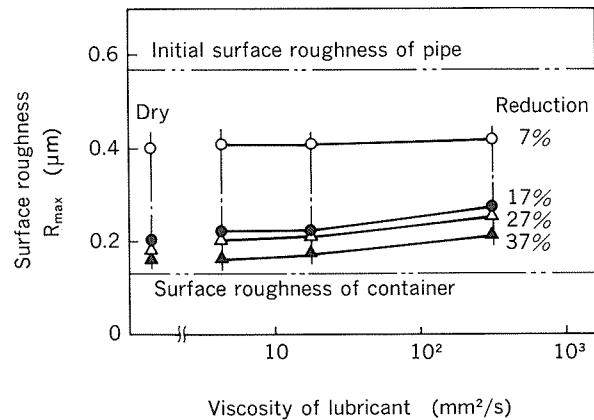


Fig. 6 Effect of thickness reduction ratio and oil viscosity on surface roughness of finished pipe.

the tool surface under the optimum working conditions. In this experiment, as seen in Fig. 6, a smooth pipe surface with a roughness of  $0.15 \mu\text{m}$   $R_{\max}$  was obtained under the conditions of a thickness reduction ratio of 37 % and a oil viscosity of  $3.3\text{mm}^2/\text{s}$  using a well

polished container. In addition, the surface roughness and appearance are uniform over the whole pipe surface area, unlike in the two-dimensional operation. Finishing the pipe surface is thus stable in this axisymmetrical ironing operation.

#### 4. Approach to a practical application

The aim in this stage of investigation is to provide the method to reduce the total production time. The workpieces of optical drums, usually long aluminium pipes, are produced by hot-extrusion and it takes several manufacturing steps to get the final products (before coating photo-sensitive substance), as described in another paper<sup>1)</sup>. It must be the best if the final products could be obtained in a single process directly from hot-extruded pipes without any intermediate process. A trial has been made by the authors to develop such a method utilizing the inside-ironing process.

The testing apparatus was improved as schematically shown in Fig. 7. The workpieces were cut out from a long extruded pure aluminium pipe, being a short pipe-workpiece with a length of 40mm. The outer diameter and wall thickness were 41mm and 1mm, respectively. The pipe has many fine scratches on its

outer surface as shown magnified in Fig. 8 (a), which were formed by the extrusion. The depth of the scratches was about 1.2 μm or less. Such a pipe-workpiece ① is set in the container ② and a compressive force  $P_c$  is loaded at the top end of the pipe to prevent the pipe from upward free moving during the operation (see left half of Fig. 7). As long as  $P_c$  is optimum, the lower end of the pipe (and the whole wall metal after ironed) does not move during the process when the friction at the container's inner surface is large enough<sup>5)</sup>. Under such working conditions, the inside-ironing is completed within the whole distance from the lower end of the pipe to the top end (see right half of Fig. 7). Aluminium pipes were thus deformed and finished in a single forming process. Fig. 9 exemplifies the appearance of the product accompanied by a workpiece and one of the halves of the divided container. It is seen that the pipe is well finished within the whole pipe length from the bottom to the top.

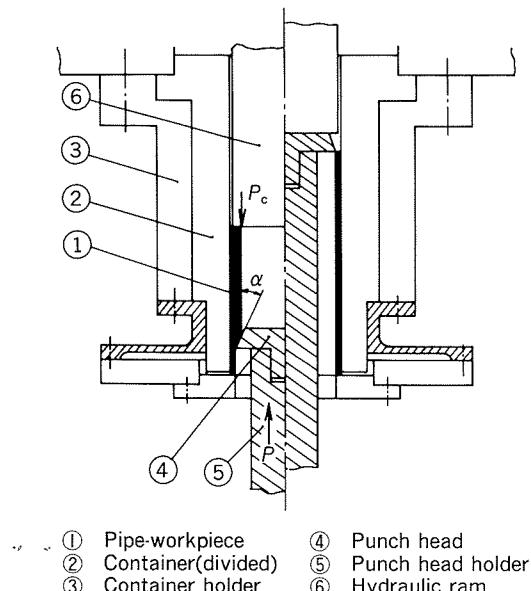


Fig. 7 Apparatus for the inside-ironing of extruded aluminium pipe-workpieces.

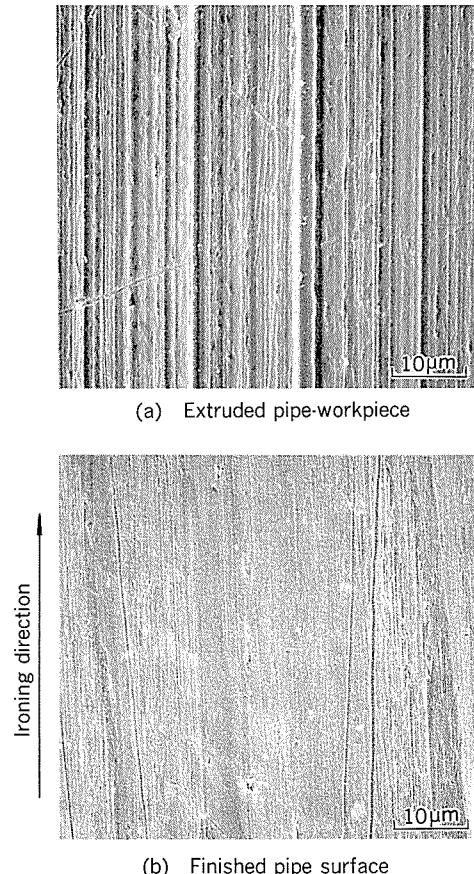
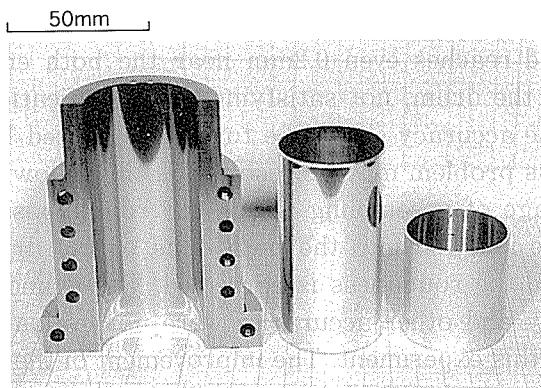


Fig. 8 SEM images of the surfaces of extruded aluminium pipe and finished pipe.



Left : One of the halves of divided container  
Middle : Finished pipe  
Right : Workpiece

Fig. 9 Finishing tool (container), workpiece and product.

The appearance of the pipe surface is shown magnified in Fig. 8 (b). The scratches on the initial pipe surface shown in Fig. 8 (a) are vanished almost completely by this flattening process. The surface roughness reaches  $0.15 \mu\text{m}$   $R_{\max}$  under the conditions of a thickness reduction ratio of 40% and a low viscosity oil of  $3.3\text{mm}^2/\text{s}$  using a well polished container. The optimum conditions are almost the same as in the previous experiment for the workpieces having many oilpits on its surface. It appears that the inside-ironing operation is effective on any surface structure to finish the surface.

In this testing apparatus, however, there exists a disadvantageous point that the container is divided into two pieces and the marks of the two joint lines remain on the finished pipe surface. Also such a tool structure makes it complicated to take the pipe out of the container after the operation and increases the total production time.

## 5. Trial production of full-scale optical drums

To overcome the disadvantage mentioned above, the container was improved in structure and newly designed for the production of full-scale optical drums so that the products can be easily and quickly taken out of the container after the ironing. Fig. 10 shows the schematics of the new device which is composed of a container ① and a hydraulic vessel ②. The inner surface of the container is fin-

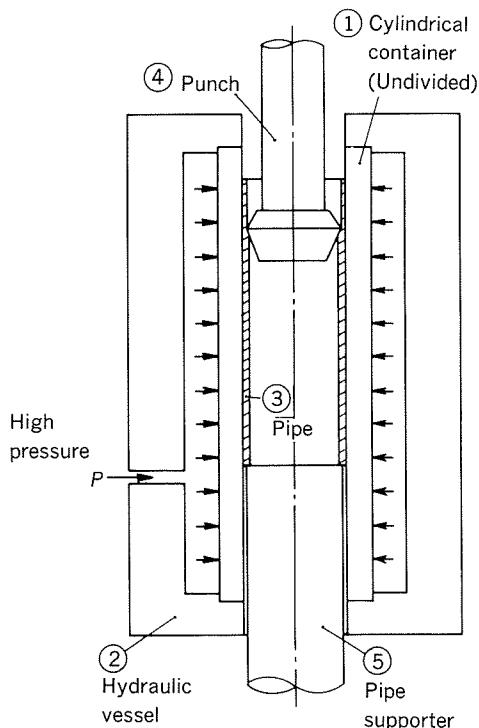


Fig. 10 Contractile container used in full-scale test.

ished by polishing and will be replicated onto the aluminium pipe surface. The container contracts in diameter by a high pressure during the ironing and recovers when the drum is taken out. The contraction is about 0.08mm in the diameter of 60mm under a pressure of 80MPa and a gap of almost the same value is made between the container's inner surface and the finished drum after recovering the container. With this extent of gap, the product can be easily removed from the container without damaging the pipe surface. Using the device, an aluminium optical drum of about 300mm long was produced from a hot-extruded pipe-workpiece as exemplified in Fig. 11. The surface roughness and appearance are satisfactory enough over the whole surface area, microscopically being similar to those exemplified in Fig. 8 (b).

The operation time was about ten seconds in this experiment but can be reduced to a few seconds if a press machine with a higher speed ram is used. This makes it possible to decrease the total production time to ten or several seconds from setting the workpiece to taking the finished product out of the container if the process is automatically controlled.

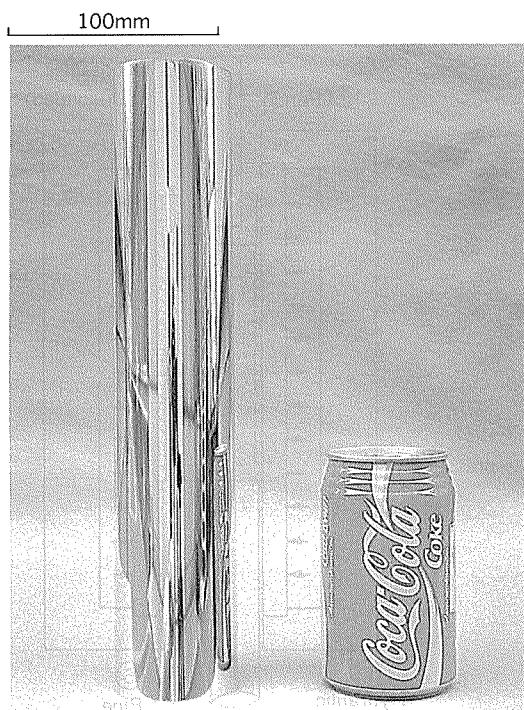


Fig. 11 A full-scale optical drum finished by inside-ironing process.

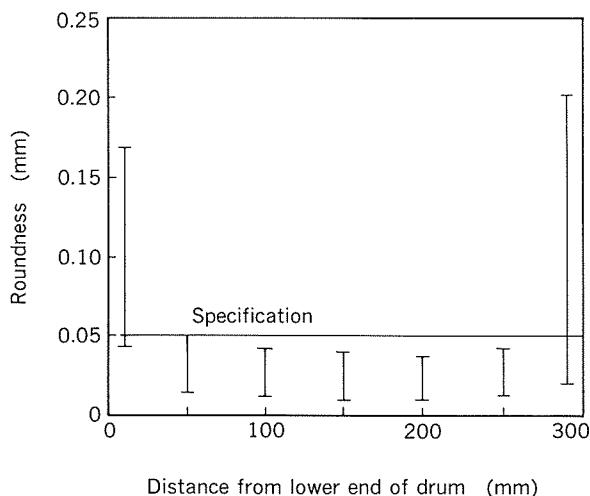


Fig. 12 Roundness of the finished optical drums.

The final interest in this research is the dimensional accuracy of the products. Fig. 12 reveals that the roundness of the product is less than 0.05mm within the greater part of the drum approximately from  $L=40\text{mm}$  to  $L=260\text{mm}$ , where  $L$  is the distance from the lower

end of the drum. However, it becomes larger and reaches even 0.2mm near the both ends of the drum, not satisfying the specification. The accuracy should be further improved but this problem may be resolved in the following stage of assembling where the round bosses are inserted into the both ends of the drum and the roundness is corrected. The cylindricity and other accuracies were not evaluated in this experiment. The improvement of the dimensional accuracies are still the matters of primary concern in this technology.

## 6. Conclusion

The surface flattening process, in which a metal surface is finished as a replica of a smooth tool surface, has been studied by the authors for several years. The principle of the operation is applied to axisymmetric process referred to as inside-ironing in this paper. Some procedures were made on the apparatus structure to produce applicable aluminium optical drums directly from hot-extruded pipe-workpieces. A full-scale test was finally carried out and the drums with a diameter of 60 mm and a length of about 300mm were made. The drum surface obtained is satisfactory enough for the practical use, having a roughness less than  $0.2 \mu\text{m} R_{\max}$  over the whole surface area. The operation time necessary for finishing a drum can be reduced to a few seconds using a press machine with a higher speed ram. The roundness of the product was evaluated to be good, being less than 0.05mm except near the both ends of the products.

## References

- 1) M. Murakawa : Proc. 3rd ICTP, (1990), 1243.
- 2) N. Kawai, K. Dohda, M. Saito, N. Hayashi and Wang Z. : ibid., (1990), 1199.
- 3) N. Kawai, K. Dohda, Wang Z. and K. Akiyama : J. Materials Processing Technology, 22 (1990), 123.
- 4) M. Saito, K. Dohda and N. Kawai : Trans. Japan Society of Mechanical Engineers (C), 58 (1992), 2299.
- 5) M. Saito, K. Dohda and N. Kawai : ibid., 58 (1992), 1509.

論文

Development of Corrosion Resistant Brazing  
Sheet for Drawn Cup Type Evaporators

Part 2. Application to Evaporator\*

Yasuaki Isobe\*\*, Keizo Takeuchi\*\*\*, Minoru Tanaka\*\*\*,  
Masami Mori\*\*\*\*, Shigenori Yamauchi\*\*\*\*\* and Keizo Namba\*\*\*\*\*

# Development of Corrosion Resistant Brazing Sheet for Drawn Cup Type Evaporators

## Part 2. Application to Evaporator\*

Yasuaki Isobe\*\*, Keizo Takeuchi\*\*\*, Minoru Tanaka\*\*\*,  
Masami Mori\*\*\*\*, Shigenori Yamauchi\*\*\*\*\* and Keizo Namba\*\*\*\*\*

A highly corrosion resistant drawn cup type evaporator was developed. During the development of this evaporator, the corrosion characteristics of evaporators in the field were examined in detail. Profound understanding of the corrosion mechanism led to the development of a new, unique, corrosion test method which simulates the actual evaporator field service environment.

The main factors involved in increasing the corrosion resistance of the brazing sheet are (1) reduction of iron and silicon content in the core alloy and, (2) addition of titanium to the core alloy. In the present alloy, titanium content varies lamellarly through the thickness of the core alloy. Regions of high titanium content have a more cathodic potential, thus causing corrosion to proceed along the low titanium content lamellae. Consequently, the reduced iron and silicon contents, and the titanium addition, have the net effect of reducing the pitting corrosion rate.

Drawn cup type evaporators fabricated from the new alloy exhibited corrosion lives twice that of evaporators fabricated from a conventional alloy when tested under severe environmental conditions.

### 1. Introduction

Evaporators, heat exchangers for automobile air conditioners, are now almost exclusively of the drawn cup type (Figs. 1 and 2) made from aluminium alloys because of their heat transfer performance characteristics.

Recently, reduction of component weight for gas mileage improvement in automobile applications has become a subject of great importance for regulation of CO<sub>2</sub> emissions. Although reducing the thickness of the material contributes greatly to weight reduction of

evaporators, it may be detrimental for assembly performance to reduce material thickness without design consideration due to the potential for bursting or corrosion perforation. Thus, a necessary consequence of material thickness reduction must be a corresponding increase in both corrosion resistance and material strength. Furthermore, recent concerns

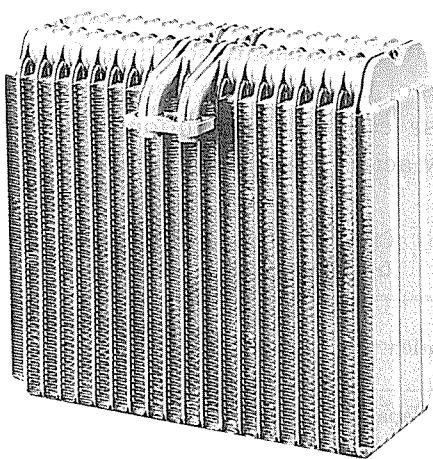


Fig. 1 Drawn cup type evaporator.

\* This paper was presented at the 1993 SAE International Congress & Exposition, Detroit, Michigan, U.S.A., March 1-5, 1993.

\*\* Material Eng. R & D Dept., Nippondenso Co., Ltd. ; Dr. of Eng.

\*\*\* Material Eng. R & D Dept., Nippondenso Co., Ltd.

\*\*\*\* Air Conditioning Eng. Dept., Nippondenso Co., Ltd.

\*\*\*\*\* Production Technology Dept., Nagoya Works Brazed Honeycomb Panel Tech. Dept., Sumikei Engineering Company Ltd. ; Dr. of Eng.

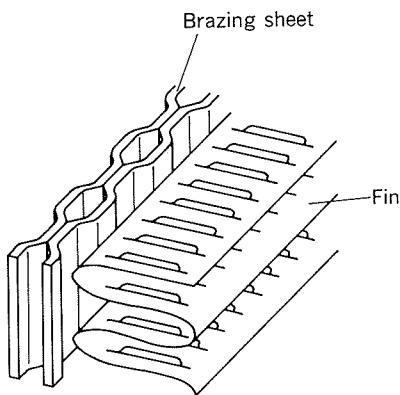


Fig. 2 Transverse structure of drawn cup type evaporator.

over the leakage of refrigerant (CFC12) has made the guarantee of long term structural integrity of automotive evaporators an issue of great significance.

This paper describes the development and application of a highly corrosion resistant aluminium core alloy for the brazing sheet used in the fabrication of the drawn cup type evaporator. The corrosion mechanism and corrosion environment of automotive evaporators were studied in great detail to establish a new corrosion test for the evaporator alloy development.

## 2. External evaporator corrosion environment

A first step in the alloy development process involved a detailed investigation of the external corrosion environment of automotive evaporators. The chemical composition of evaporator condensate solutions from various regions of the world are given in **Table 1**. Each of these condensate solutions is neutral or slightly acidic in pH, and has a very low con-

**Table 1** Chemical composition of condensate solution from evaporators in various countries.

Location	pH	Conductivity (S/m)	Concentration(ppm)		
			Cl <sup>-</sup>	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>
Nagoya(Japan)	4.2	7.0	0.6	19	1.8
Florida(USA)	6.6	—	1.0	4.8	—
Bangkok(Thailand)	6.7	14.2	0.9	22	4.1
Muscat(Oman)	6.7	—	2.8	3.5	—

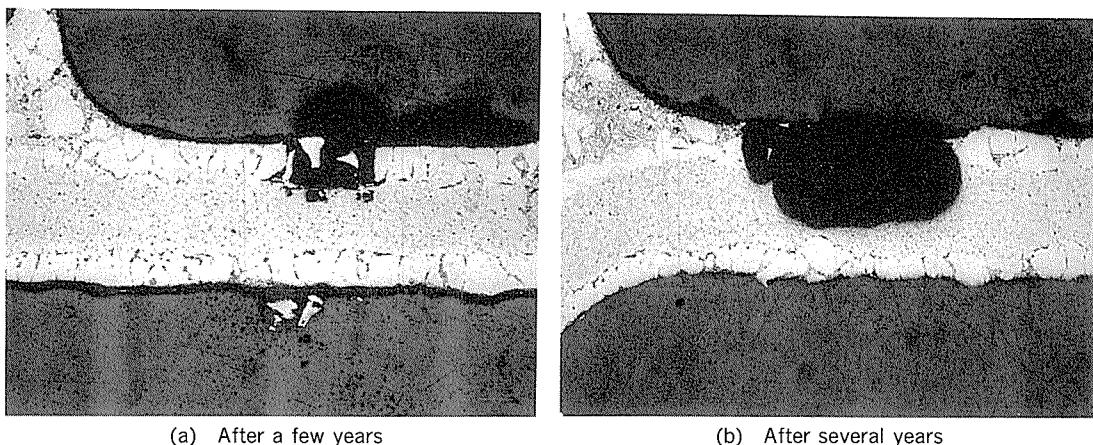
ductivity similar to tap water. In all cases, the concentration of sulfate ions is equal to, or greater than, the concentration of chloride ions. It is believed that the sulfate and nitrate ions are generated by the dissolution of automotive exhaust gases in the condensate.

It has been postulated that the external corrosion environment of the evaporator is milder than that of either the condenser or the radiator, since de-icing salts ( $\text{CaCl}_2$ ) are not splashed directly on automotive evaporators. However, when the air conditioner is running, the evaporator surface is wetted by condensate which does not dry immediately when the air conditioner is turned off. Generally, metal corrosion is accelerated in environments where moisture is present. Therefore, the external corrosion environment of the automotive evaporator may be considered as severe, or more severe, than that of the condenser or radiator. This may be especially true in regions of high ambient temperature, (e.g. Central America, Southeast Asia, and the Middle East), where automotive air conditioners are used year round. In these situations, the evaporator external surfaces may be exposed to a nearly constant source of moisture. High temperatures (300K–310K) may also be encountered by these evaporators after the air conditioner has been turned off.

**Fig. 3** shows examples of evaporator sheet (4104/3003/4104) corroded in the field service. After a few years, a small corrosion pit is observed, as illustrated in **Fig. 3 (a)**. However, after several additional years, the pit depth has increased to the level indicated in **Fig. 3 (b)**. Although the current evaporator fin provides cathodic protection to the sheet through a Sn addition<sup>1</sup>, pitting corrosion of the sheet is still observed, as indicated in **Fig. 3**. The occurrence of pitting corrosion may be attributable to the low conductivity of the condensate solution, as shown in **Table 1**, because the sacrificial anodic effect cannot reach a considerably far-away point in such a low conductivity solution.

## 3. Evaporator corrosion mechanism

A cross section of a brazing sheet from a

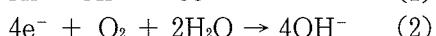


**Fig. 3** Typical microstructure of evaporator sheets illustrating the extent of pitting corrosion after varying time of field service.

vacuum brazed drawn cup evaporator is illustrated in **Fig. 4**. In **Fig. 4**, regions A, B, C, and D correspond to eutectic Al of the filler metal (4104), proeutectic Al of the filler metal, Al matrix of the core alloy (3003), and the eutectic Si, respectively. The results of EPMA analysis of regions A, B, and C are compiled in **Table 2**. The solid solution of region A is rich in both Mg and Si, region B is enriched in Si,

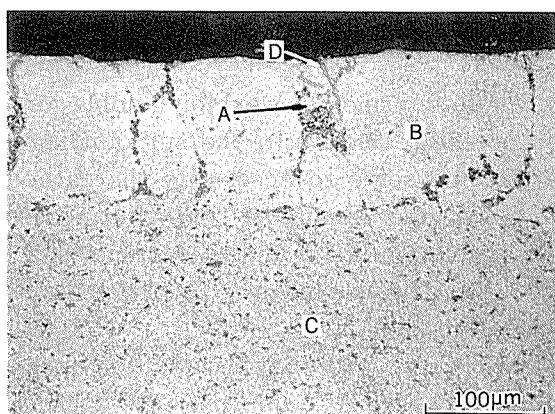
while region C is enriched in Mn. The corrosion potentials of aluminium alloys containing Si or Mg are well known<sup>2)</sup>. Therefore, it is possible to estimate the corrosion potentials of regions A, B, and C based on chemical composition. This estimate finds the corrosion potentials of regions A, B, and C to be -0.84 V (vs. SCE), -0.83 V, and -0.85 V, respectively. The eutectic Si phase of the filler metal, however, exhibits a comparatively high corrosion potential of -0.26 V<sup>2)</sup>.

The corrosion process of aluminium may be generally represented by the following electrochemical equations. The cathodic reduction of dissolved oxygen is the counter electrode process for a local corrosion cell of aluminium in a chloride solution<sup>3)</sup>.



The cathodic reaction (Eq. (2)) takes place on eutectic Si, due to its noble corrosion potential, with the eutectic Al acting as the anode. Corrosion is restricted to the eutectic Al at first as it is approximately 10 mV less noble than the proeutectic Al (region B, **Fig. 4**). Cathodic protection from the anodic fin cannot be expected unless the fin is close proximity. This effect is due to the low conductivity of the condensate solution, as previously mentioned.

The corrosion, which started at the eutectic Al, proceeds along the eutectic Si toward the filler metal/core alloy interface. Large intermetallic compounds (Fe-Mn-Al or Fe-Si-



**Fig. 4** Cross-section of sheet. A : eutectic Al of filler metal, B : proeutectic Al of filler metal, C : Al matrix of core alloy, D : eutectic Si.

**Table 2** Solute element concentration in matrix regions A, B and C illustrated in **Fig. 4**.

Region	Concentration(%) (by EPMA)			
	Mg	Fe	Si	Mn
A	0.4	0.3	0.3	0.1
B	0.1	0	0.4	0
C	0	0.1	0	0.5

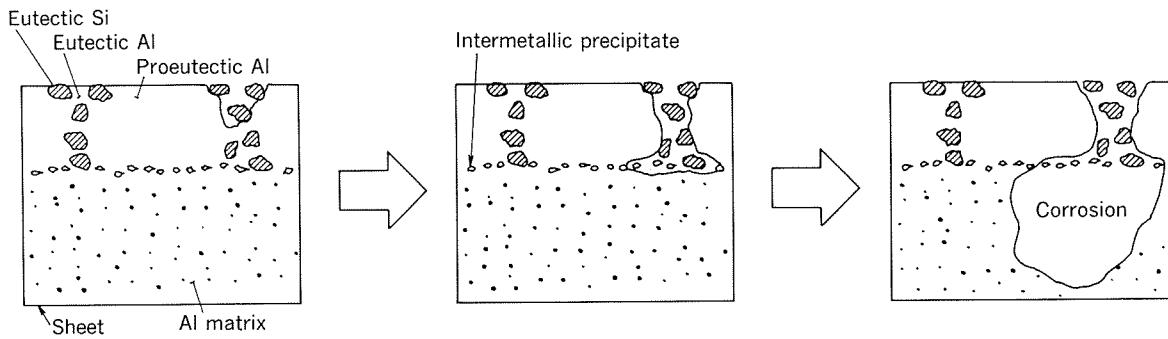


Fig. 5 Schematic diagram of corrosion process of evaporator sheet.

Al) at the interface further serve to assist the corrosion process in the Al matrix adjacent to the intermetallics. The solution in the corrosion pit becomes acidic, and the chloride ion concentration becomes greater<sup>4)-6)</sup>. Corrosion now proceeds through the Al matrix of the core alloy, which is most anodic adjacent to the pit. A schematic diagram of the corrosion process is given in Fig. 5.

Since the pitting corrosion of evaporator sheets occurs in a low conductivity condensate solution, macroscopic differences in corrosion potential between the sheet and fin are of little consequence in controlling the corrosion rate. However, microscopic potential differences among the various alloy phases have been shown to play a significant role in the occurrence of pitting corrosion. A potential difference of 10–20 mV has been found to be sufficient to cause corrosion in the less noble phase.

#### 4. Corrosion resistant core alloy

The nature of the corrosion mechanism for automotive evaporators suggests that it is more effective to increase the corrosion resistance of the core alloy of the sheet than to increase the effectiveness of cathodic protection from the fin. Thus, an investigation of the enhancement of corrosion resistance by reducing Fe and Si contents, and the addition of Ti to the Al–Mn alloy was initiated.

The effect of reducing Fe + Si content on the corrosion rate of Al–Mn alloy is illustrated in Fig. 6. Fe and Si exist in Al primarily as intermetallic compounds such as Al–Mn–Fe, Al–Mn–Si, or Al–Mn–Fe–Si in the al-

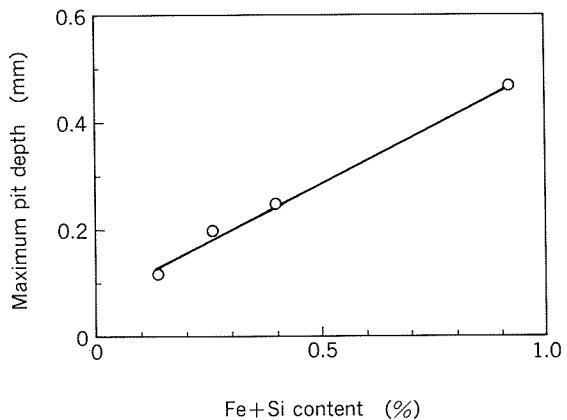


Fig. 6 Maximum pit depth of Al–Mn alloy as a function of Fe+Si content in AASS test for 336 hours.

loy. These intermetallics exhibit a noble corrosion potential relative to the surrounding Al matrix, and serve to accelerate the cathodic reaction in the aluminium corrosion process. Thus, reduction of Fe and Si contents can be seen as an effective means to increase the corrosion resistance of Al.

It has been known that the addition of small amounts of Ti and Cu improves the corrosion resistance of a 3003 alloy<sup>7)</sup>. However, the reason for this improvement was not clear. The distribution of titanium in a Al–Mn alloy sheet was determined by EPMA after heating at 873 K for 3 minutes to simulate a brazing operation (see Fig. 7). It was found that the Ti content varies lamellarly through the thickness of the rolled sheet<sup>8)</sup>. The pitting potential, almost equal to the corrosion potential, of aluminium moves to more positive values with increasing Ti content, as shown in Fig. 8<sup>8)</sup>. Examination of Figs. 7 and 8 together indicates that the pitting potential varies lamellarly

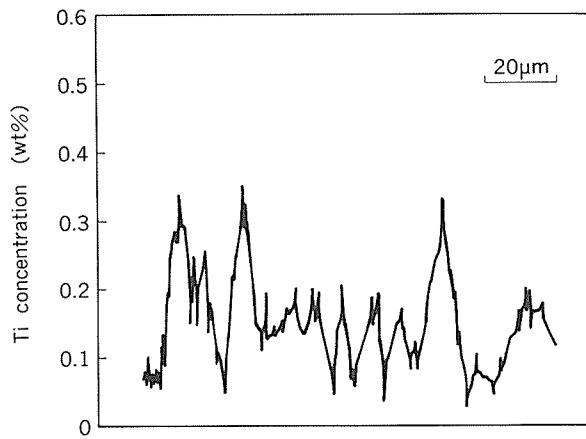


Fig. 7 Ti concentration profile of Al-Mn alloy containing 0.15% Ti by EPMA. Transverse section.

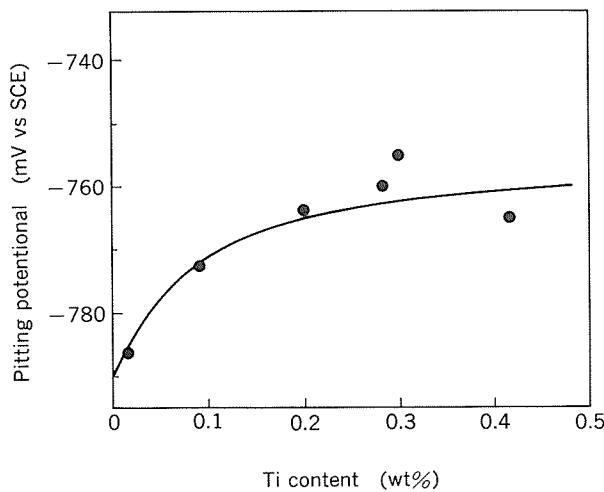


Fig. 8 Pitting potential of Al as a function of Ti content in 3% NaCl solution at pH=3.

through the thickness of the new alloy. High Ti content region has a more cathodic potential, and causes corrosion to proceed preferentially along the low Ti content lamellae due to the galvanic action between the two lamellae. Thus, small addition of Ti to the Al–Mn sheet may change the corrosion morphology from pitting to lamellar type corrosion, and decrease the corrosion rate.

The corrosion performance of a newly developed alloy incorporating these improvements (reduced Fe and Si contents, and the addition of Ti) was evaluated by CASS test. The maximum corrosion pit depth of new alloy after 336 hours CASS exposure is illustrated in Fig. 9. The new alloy exhibits corrosion re-

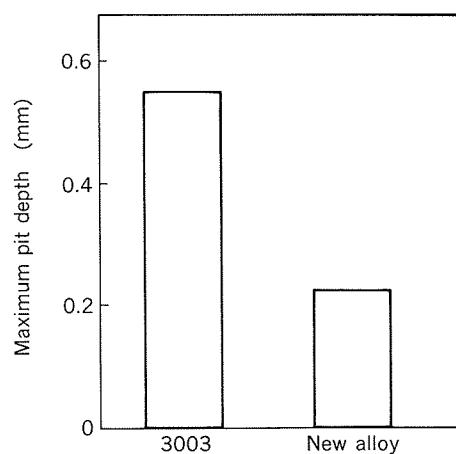


Fig. 9 Maximum pit depth after 336 hours of CASS test.

sistance of approximately twice that of alloy 3003.

### 5. Corrosion evaluation of newly developed evaporators

After it was determined that the new alloy was promising from a corrosion resistance standpoint in a fundamental corrosion test, an assembly trial was performed. Evaporators fabricated from the newly developed brazing sheet (4104/new alloy/4104) were evaluated corrosion resistance comparing with conventional brazing sheet (4104/3003/4104).

The results of CASS and AASS (Acetic Acid Salt Spray) test are illustrated in Figs. 10 and 11. In both tests, deep pits appear on the tank portion (with no fin). The newly developed

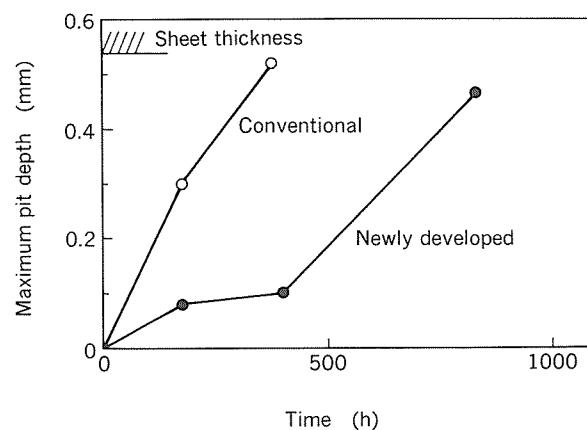
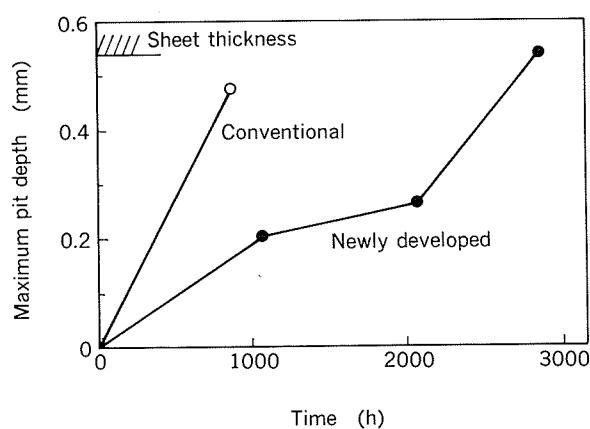


Fig. 10 Maximum pit depth as a function of exposure time for evaporators in CASS test.



**Fig. 11** Maximum pit depth as a function of exposure time for evaporators in AASS test.

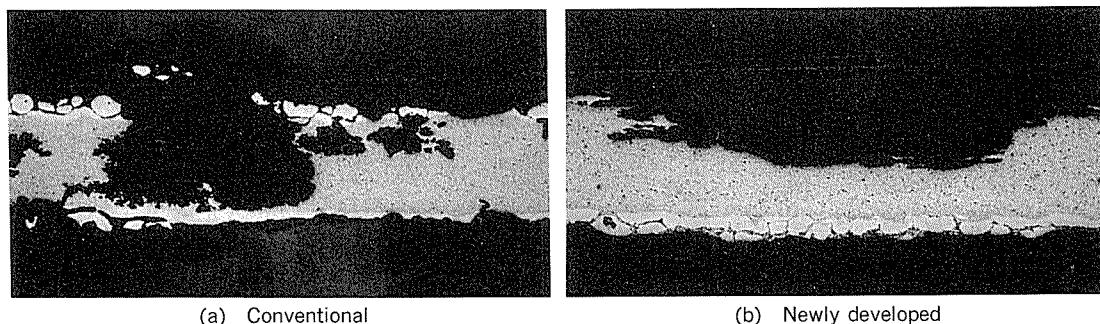
material improves perforation time by a factor of greater than two when compared with a 3003 core alloy.

The corrosion morphology of the pits generated on sheets after 500 hours of CASS testing is illustrated in Fig. 12. In the conventional material, corrosion proceeds through the thickness of the material (Fig. 12 (a)). Howev-

er, in the new alloy, corrosion proceeds laterally across the material thickness (Fig. 12 (b)).

CASS and AASS tests are effective for the rapid evaluation of corrosion. However, these tests may not be appropriate for simulating the actual corrosion environment of automotive evaporators due to the high conductivity of the test solution. Thus, a new corrosion test method for evaporators was developed to simulate the condensate condition noted previously. The new test method is summarized in Table 3. The corrosive solution of the new test method consists of simulated condensate, containing  $\text{Cl}^-$  and  $\text{SO}_4^{2-}$ , which duplicates the low conductivity (approx. 10 S/m) of actual condensate solutions. The test is conducted in cycles consisting of three stages : spray, wet, and dry. Thus, it is believed that the new test method accurately reproduces actual evaporator service environments.

The test results for actual evaporators in the new corrosion test are illustrated in Fig. 13. At elapsed times of less than 200 hours, corrosion of the filler metal leads to



**Fig. 12** Pitting corrosion damage in evaporator sheets following 500 hours of CASS exposure.

**Table 3** Comparison of new corrosion test method to conventional corrosion test methods.

Test	Corrosive solution	pH	Conductivity (S/m)	Cycle	Temp. (K)
New test method	$\text{Cl}^-$ $\text{SO}_4^{2-}$ etc.	5.3 (no control)	approx. 10	Spray (3h) ↓ Wet (2h) ↓ Dry (1h)	313
CASS	5%NaCl, 100ppm $\text{Cu}^{2+}$	3 (by acetic acid)	approx. 8000	Continuous spray	323
AASS	5%NaCl	3 (by acetic acid)	approx. 8000	Continuous spray	323

similar corrosion behavior in both the new alloy and the conventional 3003 material. However, after corrosion has penetrated to the core alloy, the maximum pit depth as a function of time begins to differ between the two materials, with the new alloy corroding more slowly. Final test results show that the new alloy requires approximately 3000 hours for perforation, compared to approximately 1500 hours required for the conventional alloy. This test result confirms the doubling of corrosion life by the new alloy.

The cross-sectional corrosion morphology of the pits in the evaporator sheets after 1000 hours in the new corrosion test are illustrated in Fig. 14. A large corrosion pit is observed in the evaporator made with the conventional material (Fig. 14 (a)). The evaporator

made with the new alloy, however, exhibits a pancake shaped pit (Fig. 14 (b)).

EPMA analysis of the lamellar corrosion site in the new alloy indicates that corrosion actually proceeds along the low Ti content layer. This is illustrated in Fig. 15.

Evaporators fabricated from the new alloy improve perforation time by a factor of two when compared with the conventional alloy (3003). Based on this result, evaporators fabricated from the new alloy have successfully been in field service since 1990.

## 6. Conclusion

Examination of corrosion characteristics has lead to a profound understanding of the corrosion mechanism of automotive evapo-

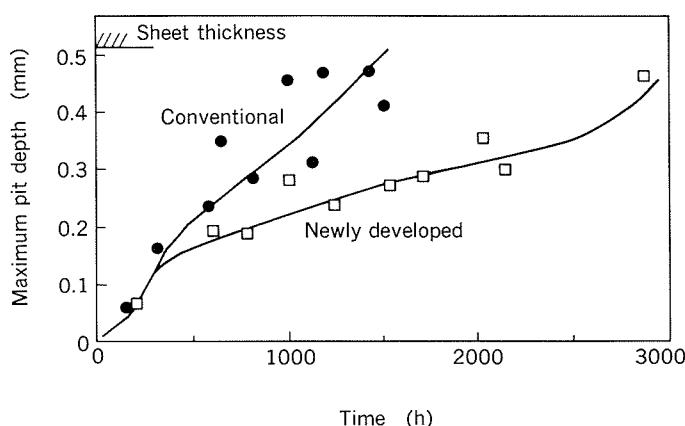


Fig. 13 Time variation of the maximum pit depth of evaporators in the new corrosion test.

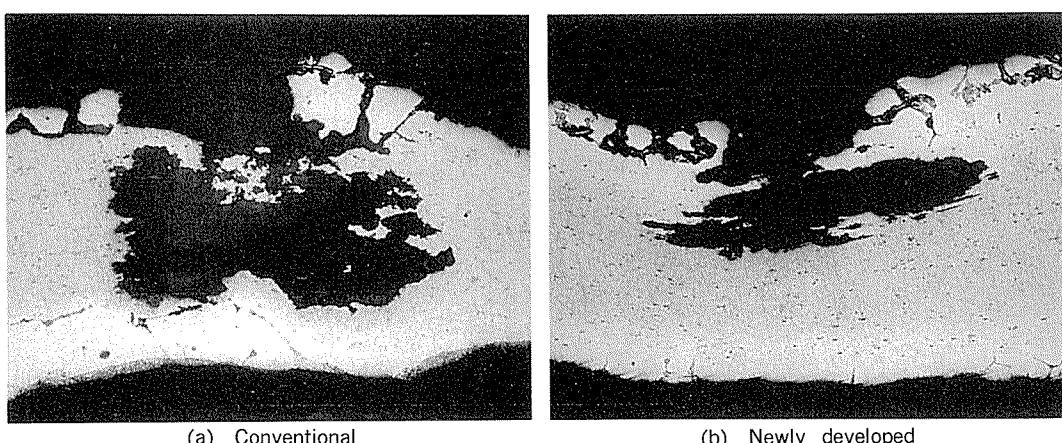


Fig. 14 Transverse section through corrosion pits in evaporator sheets following 1000 hours exposure in the corrosion test.

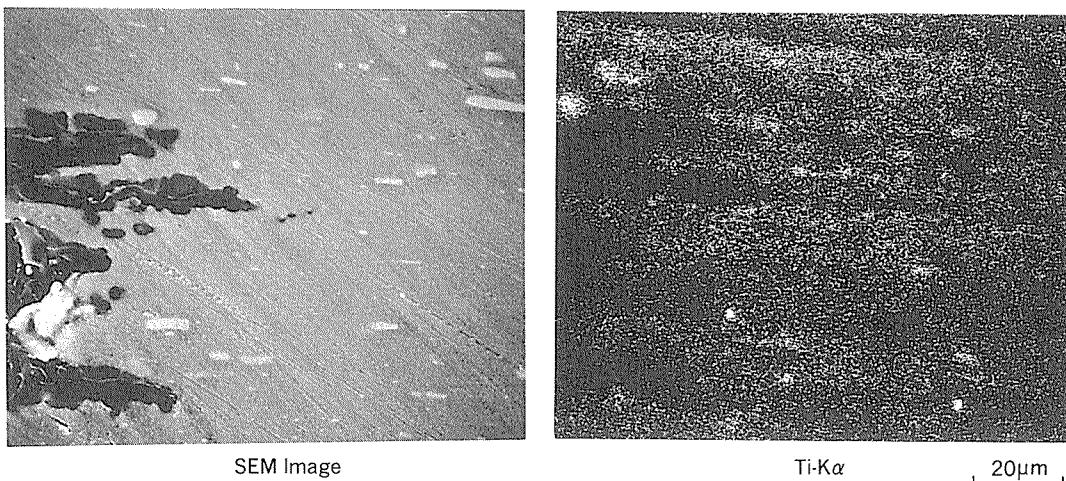


Fig. 15 Ti distribution (EPMA) in a transverse section of the newly developed alloy following 1000 hours exposure in the new corrosion test.

rators. This has conducted to the development of a new, unique, corrosion test method which simulates the actual evaporator field service environment.

A new brazing sheet with enhanced corrosion resistance of evaporators has been developed. The main factors involved in increasing corrosion resistance are (1) reduction of Fe and Si contents in the core alloy and (2) addition of Ti to the core alloy. Drawn cup type evaporators fabricated from the new alloy exhibit corrosion life twice that of evaporators fabricated from conventional 3003 alloy when evaluated by the newly developed corrosion test.

#### References

- 1) K. Iijima et al. : SAE Technical Paper, No. 860081 (1986).
- 2) K. R. V. Horn : *Aluminum*, Vol. 1, ASM, (1971), 212.
- 3) G. Ito : J. Japan Inst. of Light Metals, 31 (1981), 683.
- 4) S. B. Wexler and J. R. Galvele : J. Electrochem. Soc., 121 (1974), 1271.
- 5) J. R. Galvele : J. Electrochem. Soc., 123 (1976), 464.
- 6) K. Tohma and Y. Takeuchi : J. Japan Inst. of Light Metals, 31 (1981), 422.
- 7) K. D. Wade and D. H. Scott : *Aluminum Alloy—Physical and Mechanical Properties*, Vol. II, E. M. A. S. Ltd., (1986), 1141.
- 8) Y. Shoji and S. Yamauchi : Sumitomo Light Metal Technical Reports, 31 (1990), 99.

技術資料

名古屋製造所の近代化  
その1. 新鋳造設備の紹介

高井美樹\* 足立俊輔\*\*  
上原敏彦\* 正木克明\*\*\*  
氏家隆之\*\*\*\*

## 名古屋製造所の近代化 その1. 新鋳造設備の紹介

高井美樹\* 足立俊輔\*\*  
上原敏彦\* 正木克明\*\*\*  
氏家隆之\*\*\*\*

## Modernization of Nagoya Works Part 1. Introduction of Our New Ingot Casting Facility

Miki Takai, Shunsuke Adachi, Toshihiko Uehara,  
Katsuaki Masaki and Takayuki Ujije

Our new ingot casthouse has started up its operation from December, 1992. The new casthouse was designed to produce the highest quality slab for can stocks at the highest efficiency, employing 1990's technology.

The casthouse is provided with two round top charge melters, one holding furnace, in-line melt treatment unit, one casting station and ingot saw. The new casting station produces seven slabs of a 2100 mm×500mm in maximum cross section, yielding typical cast of 90 tons. The average slab weight is about 15 tons. However, slab weight up to 28 tons can be cast, if necessary.

The production capacity is about 10000 tons per month.

### 1. はじめに

近年のアルミ板製品の需要増、中でも飲料缶のアルミニ化は地球環境保護及びリサイクルの観点から急速に進んでおり、缶用アルミニウム素材の需要は増加の一途をたどっている。また、缶メーカーにおいてはさらに生産性を向上するため、広幅多列抜きのギャングプレスの導入が進められており、それに伴って缶材の広幅化及び大型化の要求が高まってきた。

これに対し、当社既存のスラブ鋳造設備では、要求される大型スラブの製造に対応できず、また、繁忙な生産状況の下では既存設備の改造も困難であった。

そこで、高品質及び低成本の大型スラブを供給する新しい鋳造設備を建設するに至った。

\* 名古屋製造所板生産技術部鋳造技術室

\*\* 名古屋製造所品質保証部

\*\*\* 名古屋製造所設備部

\*\*\*\* 技術部

### 2. 新しい鋳造設備の狙い

業界で最も近代化された月産能力1万トンの鋳造工場建設という目的に沿って計画を進め、1992年12月より操業を開始した。

計画段階では、次のことを念頭に置いた。新設備のレイアウトを図1に示す。

(1) 鋳造設備は、将来の拡張性を十分考慮した立地とすること。

(2) 長さ10m、最大28トンのスラブが支障なく搬送できる様に、鋳造機、スラブ鋸及び面削機を配置すること。

(3) 半自動ダウンエンダー、搬送台車及びクレーンを用いて、スラブのリフトレス運搬を行うこと。

高品質の缶用大型スラブを高能率で生産するという命題に対しては、以下をその骨子とした。

(1) 国内最大級の95トン溶解炉2基と100トン保持炉

(2) 高性能溶湯処理装置の採用による溶湯品質の向上

(3) 幅可変鋳型採用による最適幅スラブの鋳造と高速

铸造

#### (4) 近い将来の全自动铸造の実現

### 3 新設備の概要

### 3.1 溶解炉

溶解工程では、大型スラブの量産に見合った溶解能力と操業効率を得るために、既存のサイドチャージ炉ではなく、図2に示す最新鋭の大型円形トップチャージ炉を採用した。

溶解炉を2基とした狙いは、溶解能力に十分な余裕を持たせ、生産能力アップに備えると共に、溶解炉炉修時でも大型スラブの供給を可能とするためである。

溶解原料は、圧延、仕上げ工程で発生した社内屑及び外部からの購入屑が主体で、新地金も含めて全ての原料が製造所のホストコンピュータに登録される。1バッチ95トンの装入材は、それらの中で最低コストに配合される。

材料装入バケットは図3に示すクラムシェル型で、25トン容量のものが4基ある。種々の原料は、溶解ロスが

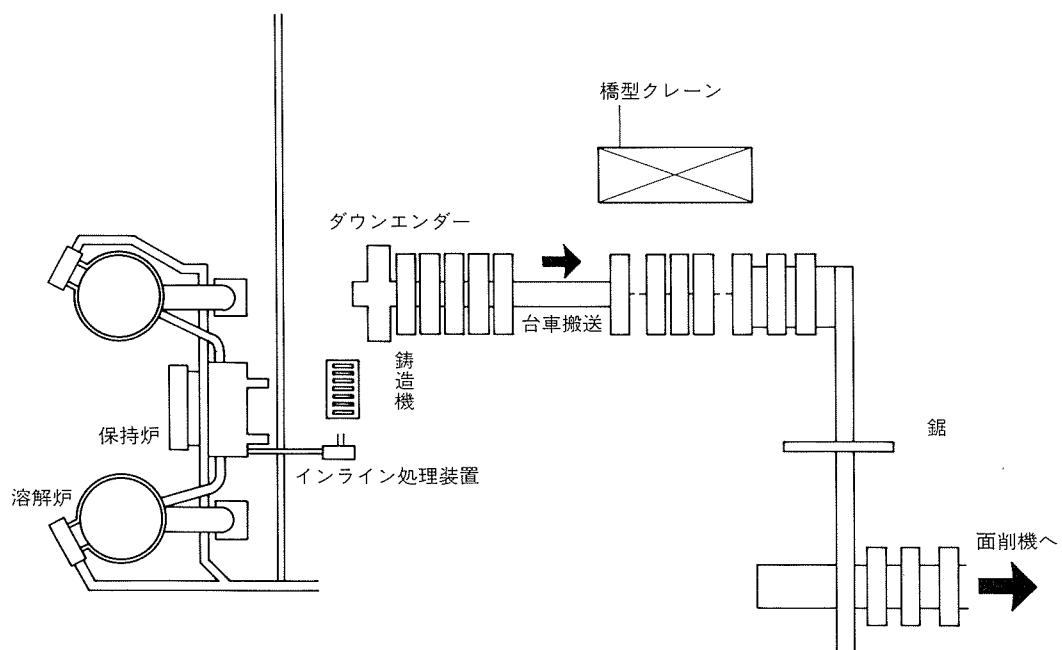


図1 溶解鋳造設備のレイアウト

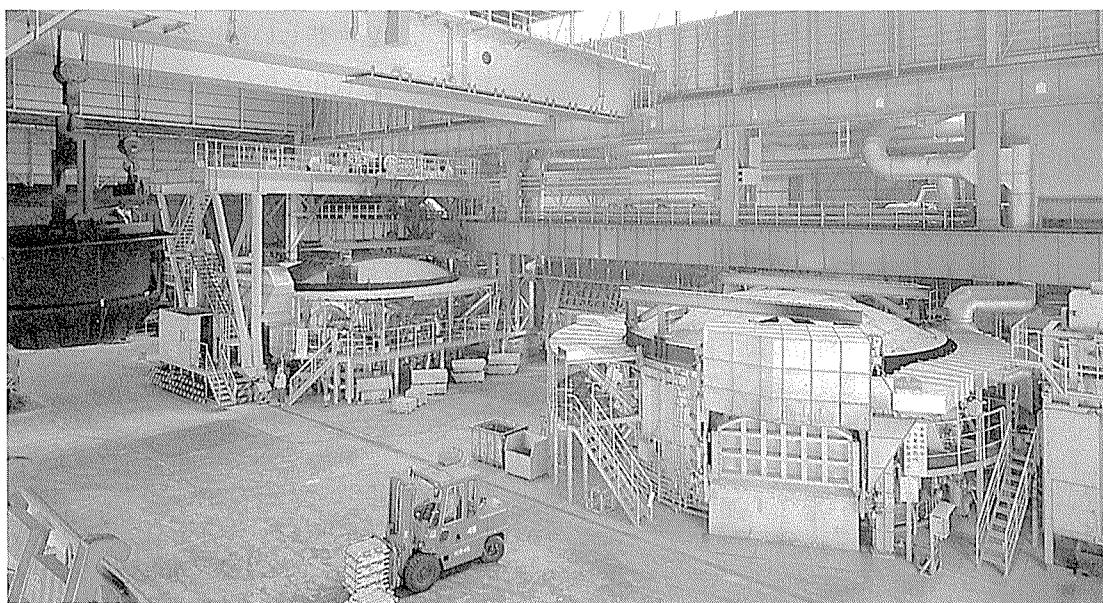


図2 2基の95トン溶解炉

最小となるよう装入材の大きさ及びかさ比重により、パケット内への装入順序を定めた。溶解炉への材料装入は、炉蓋開閉クレーンの遠隔操作とパケット吊り手の工夫により、クレーンマン1名のみで行なえ、材料装入時間は約20分とサイドチャージ式に比べ、25%以下となった。

円型トップチャージ炉の特徴は、角型サイドチャージ炉と比較し、材料装入時間が短いことの他に、放熱面積が小さく且つバーナーの対流及び輻射効果が最大限に発揮でき、全体として熱効率が良いことが挙げられる。排ガス規制のため、レキュベレーターは採用していないが、標準的な溶解速度は25トン/hである。

また、ドロス中のアルミ回収設備や溶湯温度計の自動挿入装置等、コスト面や作業環境改善を考えた付帯設備も具備している。

反面、円型炉はその炉体構造より、側壁に大きな開口部を設けることが難しく、炉壁や炉床の付着滓の除去（炉掃除性）に問題がある。この点は、電磁搅拌装置<sup>1)</sup>を設置して付着滓の蓄積を少なくした。さらに図4に示



図3 溶解炉への材料装入

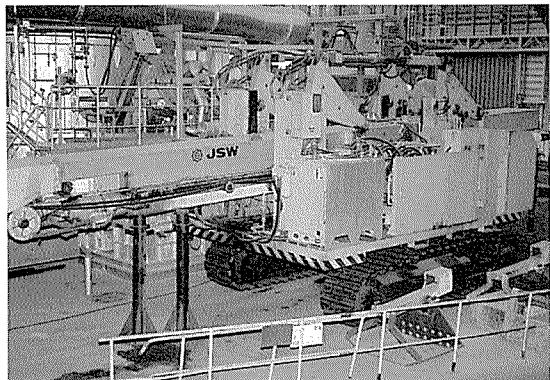


図4 炉作業専用車

す様な10mのアームを持つ炉作業専用車<sup>2)</sup>を用意し、容易な除滓作業を可能とした。

保持炉への移湯は、Φ130mmのタップホール2孔を介して約20分で行われ、移湯速度は従来に比べ約2倍となった。タップホールには、自動開閉装置を設置した。

### 3.2 保持炉

保持炉は傾動炉とし、鋳造時に鋳造樋の湯面レベルを一定とするため、自動傾動制御を取り入れた。インライン処理装置の下流に湯面センサーを設置し、出湯量で与えられる傾動速度に対し、湯面レベルの値でフィードバック制御を行った。この結果、鋳造樋の湯面レベルは、±10mmの変動幅に抑えられ、品質の安定化に寄与すると共に、オペレーターの監視業務が減小した。

保持炉の浴深は1100mmと比較的深くし、除滓作業の短縮を可能とした。温度分布及び合金成分の均一化を図るために、電磁搅拌装置を設置している。また、有害な水素ガスやアルカリ金属を除去するため、フラキシング設備を備えている。

### 3.3 溶湯処理

缶材の製造にとって非金属介在物の除去は、最も重要な課題の一つである。このため、溶湯処理装置は最新鋭の脱ガス装置と十分な容量を持つ濾過装置を配した。さらに、鋳造装置廻りをいっそう清浄に維持するため、溶解保持ゾーンと鋳造装置を隔壁により分離した。

インライン処理装置は、主に水素ガス等の脱ガスを中心とする3本ローターを有するSNIF-R180と非金属介在物の補集を目的としたチューブフィルター槽の2基により構成される。本鋳造設備は大型スラブ専用のため、既存鋳造設備より溶湯流量が大幅に増加する。そのため脱ガス槽内での十分な滞留時間及びフィルター容量を確保するため、従来のRT方式<sup>3)4)</sup>から脱ガス槽とフィルター槽を分離した構成とした。フィルターカートリッジは28本組の2セットで、濾過能力には十分な余裕を持たせた。図5に脱ガス装置を示す。

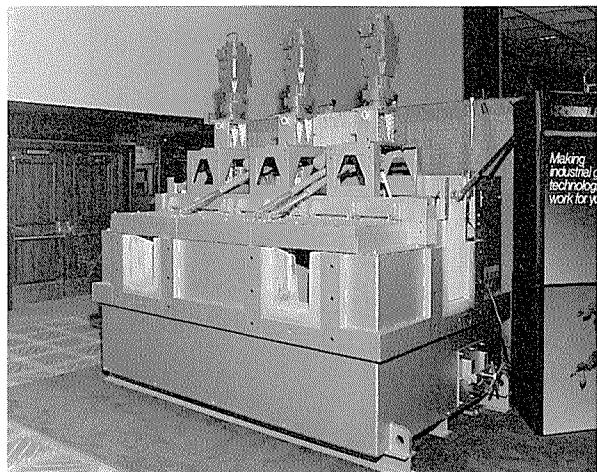


図5 SNIF-R180脱ガス装置

保持中の溶湯加熱は溶湯の水素ガス吸収防止のため電熱方式とし、更に不活性ガスのカバーリングで溶湯の酸化防止を図り、酸化物の生成を抑制した。

溶湯中の水素ガスについては当社開発の水素ガス測定装置<sup>5)6)</sup>を用い、オンライン測定を行っている。

また、鋳造樋のライニング材等の溶湯接触材についても、アルミニウム溶湯に対する反応性、強度等を考慮し、介在物の混入に対し極めて信頼性の高い品種を採用している。

### 3.4 鋳造設備

鋳造設備は、最大2100mm 幅×500mm 厚の鋳塊を同時に7枚鋳造でき、最大長は10mである。鋳塊の平均質量は15トンであるが、最大28トン鋳塊まで鋳造できる。

鋳造機はセルフガイド式の油圧シリンダーを採用した。この方式は、従来のガイドレール式に比べ、メンテナンス性に優れ、外部のガイドが無いためスラブの曲がり発生が少ないと特徴を有している。

鋳型については、当社で長年開発を続けてきた最新の幅可変鋳型とし、最適幅スラブの鋳造を可能とした。



図6 新設備により鋳造された9mスラブ

鋳型曲率及び幅可変機構に独自の工夫を施した幅可変鋳型は、種々の特許<sup>7)8)9)</sup>を有しており、860～2100mmの範囲でスラブ幅10mm ピッチで設定可能な方式とした。

当社独自の方式により、鋳型の幅可変操作は、簡便に行うことができる。また、このタイプの鋳型の問題点である熱ひずみについては、十分な剛性と独自のくさび機構で対処した。

さらに、この鋳型及び底板の特徴を生かした異サイズ同時鋳造も実施し、生産に柔軟性をもたらせた。

鋳造装置は、プロセスコンピュータの採用により、安定な生産を実現すると共に、品質保証に必要なデータ、例えば鋳造温度、鋳造速度等を取り込み、十分な日常管理のできるシステムとなっている。鋳造中、ビデオディスプレイにより、オペレーターは主な鋳造装置の状態を知ることができ、差し迫ったトラブルは音声警報でオペレーターに知らされる。また、将来の自動鋳造にも対応できるシステム構成となっている。図6に新設備により鋳造された9m長のスラブを示す。

また、当社で開発中の電磁場鋳造<sup>10)11)12)</sup>も将来適用可能とした。

### 3.5 スラブ切断機

鋳塊の鋳造初期や終期の非定常部は、その鋳塊組織が不均一なこと及び介在物除去の観点から、品質や用途に応じ一定量を除去することが望ましい。

スラブ切断機は大きく分けて丸鋸と帯鋸の2種がある。一般的に前者は切断速度は大きいが高価であり、後者は安価であるが切断速度が小さいという特徴がある。

近年、帯鋸の性能向上は著しく、1986年当社に設置の

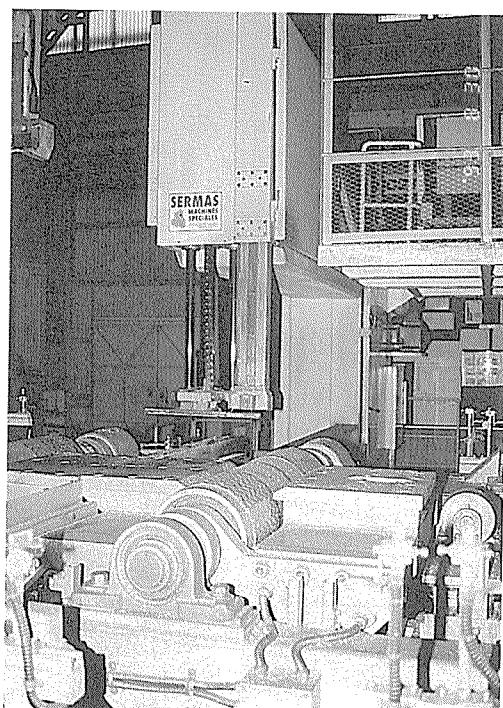


図7 スラブ切断用帯鋸

丸鋸とほぼ同等の切断速度を持つ帯鋸も出現し、さらに鋸刃が薄くて切断歩留が良く且つ消費電力が少ないという長所もあり、新ラインにはその様な諸特性を具備した新鋸の帯鋸（図7）を設置した。

コンベア上に搬入されたスラブは、鋳塊情報（ロットNo.、材質、鋳塊長さ、切断代）を伴いコンピューターに記録される。コンベア上のスラブ搬送、測長、切断、刻印、スラブ秤量、切断塊のライン外への移動・秤量の全工程は、この鋳塊情報に基づき自動化されている。この結果、人手作業はスラブの搬入出、屑処理コンベア上の切断塊取り出しのみとなり本体の無人運転を実現した。切断時の異常警報としては、鋸刃の破断、切断中の停止、曲がり検出等を備えている。

#### 4. おわりに

当社の新鋳造設備について紹介したが、本設備の建設は、可能な限りの新技术の導入と新技术開発を行なながら進めてきたものである。今後は、鋳造の自動化技術に

さらに努力を重ね、より高品質の製品を提供する様、努力する所存である。

#### 参考文献

- 1) 林 典史、犬丸 晋、上原敏彦、伊藤清文：本誌、26(1985), 91.
- 2) 特許 第1178466号
- 3) 登録新案 第1659874号
- 4) 登録新案 第1590454号
- 5) 今井正也、加藤 榮、飯島泰正：本誌、25(1984), 134.
- 6) S. Kato and M. Imai：本誌、27(1986), 91.
- 7) 登録新案 第1498990号
- 8) 特許 第1250930号
- 9) 登録新案 第1905645号
- 10) 長江光司、林 典史：軽金属学会第79回秋期大会講演概要集、(1990), 31.
- 11) 林 典史、長江光司、永山 克：軽金属学会第83回講演概要集、(1992), 163.
- 12) 林 典史、長江光司、宇都秀之、永山 克：本誌、34(1993), 8.

技術資料

## アルミニウム缶の軽量化の動向

伊藤清文・土田信\*

住友軽金属工業株式会社技術研究所

## アルミニウム缶の軽量化の動向

伊 藤 清 文\* 土 田 信\*

## Trend of Aluminium Beverage Can

Kiyofumi Ito and Shin Tsuchida

In Japan, about 10 billion aluminium beverage cans were produced in 1992. Lightweighting of Japanese cans has been carried out. The lightest cans in Japan have the same weight of the lightest cans made in the U.S.A.

The diameter of the can end have been changing from 206 to 204 or 202 size in the U.S.A. Some brewaries have already adopted 204 end, and soft drink companies request 202 end. It is considered that Japanese beverage can ends will also be changed to the smaller size in near future. "FULL FORM TYPE END" has been also applied to these lightweight cans.

The most important forming process in the new lightweighting is considered to be necking into 204 or 202 diameter from 211. The reason is that the necking reduction become larger. The other lightweighting technics, such as the bottom reforming and/or the fluted can wall, might be adopted.

### 1. はじめに

オールアルミニウム缶の国内生産が1971年に開始されてから20年強が経過した。この間、生産量も増加し、1992年においてはビールの缶化率の上昇等により生産量は100億缶を突破したと報じられており、飲料缶全体の約1/3を占めている。この間にかなりの技術的な進歩があり、本誌においても逐次調査結果を報告してきている<sup>1)~3)</sup>。前回の報告は1988年であるが、以降、環境問題からタブが従来の缶本体から引きちぎるタイプのプルタブからタブが離れないステイオンタブ(SOT)への変更が進行する等の変遷が見られる(図1参照)。本報においては、最近の缶の調査結果と1992年9月にシカゴにおいてSME主催で開催されたINTERNATIONAL CAN MANUFACTURING TECHNOLOGY CLINICでの情報等をもとに、最近のアルミニウム缶の軽量化技術の動向等について紹介する。

### 2. 市販ビール缶の動向

#### 2.1 調査缶並びに調査内容

調査対象缶は1991年秋に入手した国内・外のビール缶

(外径66mm のいわゆる211サイズの350ml または12オンス缶のみ) 24種類である。調査した項目は寸法、質量、厚み、断面硬さ、缶体強度等である。

#### 2.2 調査結果及び動向

表1に調査した缶の銘柄、寸法測定結果及び質量測定結果を示す。備考欄に示すように、従来は米国の缶にしかみられなかったSOTエンドが国内でも採用され始めていた。現在ではこのサイズの国内のビール缶の全てにSOTが採用されている。その理由はよく知られているように、環境問題に起因している。タブの質量はプルタブよりもSOTの方が重くなっている、軽量化という面からは逆行している。このことは、SOTでは強度に加えて、てこの原理でスコア(切り込み)を破るために剛性も要求されることによる。

寸法上では外国缶の一部(No.15, 16及び19の3種類)にエンド(巻締め)径が他の大部分の缶のそれよりも小さなものがみられたが、このことについては別項で述べる。

缶ボディの質量に着目すると、国内缶の最軽量ボディは約11.6gであり、国外缶のそれとほぼ同等になるまでに軽量化されてきている。

\* 技術研究所金属材料第一研究部缶材料開発室

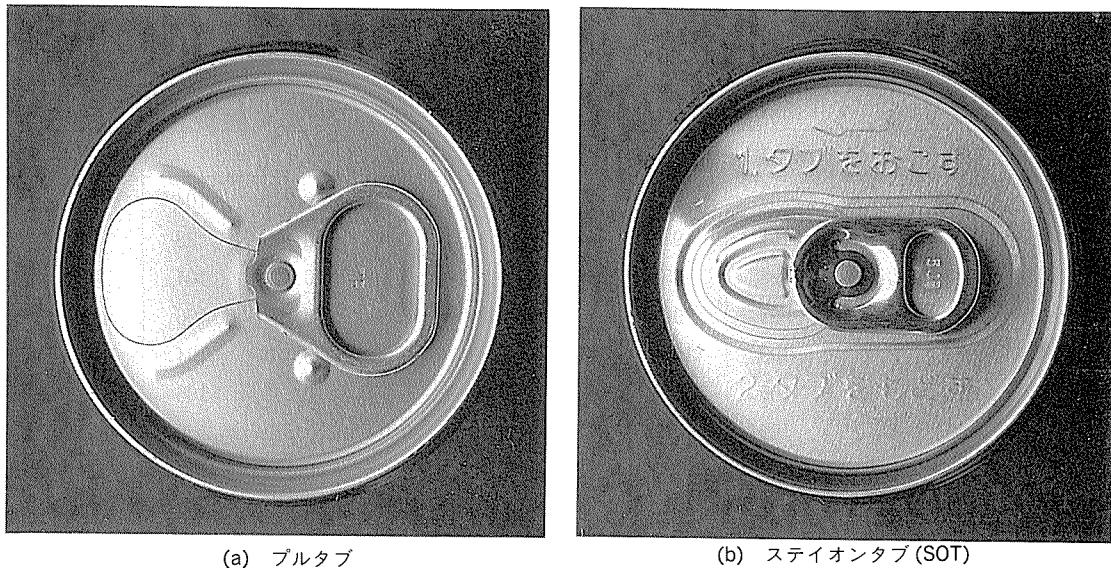


図1 タブの外観例 (×1)

表1 市販ビール缶の銘柄、寸法(巻締径)及び質量測定結果

No.	銘 柄	巻締径 (mm)	質 量 (g)			備 考	
			全 体 (入手状態)	ボ デ イ			
				塗膜付	脱膜後		
1	キリング一番搾り	59.4	15.74	12.06	11.69	0.22	プルタブ
2	サッポロ吟仕込	59.5	16.54	12.37	11.83	0.49	SOT
3	アサヒ Z	59.6	17.37	13.53	13.20	0.51	"
4	アサヒ スーパードライ	59.4	17.54	13.72	13.38	0.34	プルタブ
5	サントリー モルツ	59.5	17.03	13.04	12.70	0.47	SOT
6	サッポロ 生 黒ラベル	59.5	15.62	11.92	11.62	0.23	プルタブ
7	キリング一番搾り	59.6	16.46	12.74	12.34	0.24	
8	キリング ラガー	59.6	16.12	12.19	11.70	0.23	"
9	キリング ラガー	59.5	16.46	12.73	12.32	0.24	"
10	Black Label	59.3	15.96	11.98	11.71	0.45	SOT
11	Budweiser	59.3	16.20	12.46	12.03	0.44	"
12	Colt 45	59.3	16.43	12.26	11.99	0.44	"
13	Miller High Life	59.4	16.33	12.21	11.98	0.53	"
14	Miller Golden Drft Light	59.2	16.01	11.96	11.69	0.53	"
15	Piels	57.1	15.53	11.96	11.71	0.43	"
16	Schaefer Light	57.1	15.65	12.05	11.77	0.43	"
17	Schmidt's	59.3	15.89	11.95	11.68	0.45	"
18	Reingold	59.4	15.80	11.88	11.59	0.44	"
19	STROH'S	57.1	15.88	12.30	12.01	0.43	"
20	ROLLING ROCK LIGHT	59.2	16.26	12.17	11.88	0.53	"
21	TAIWAN BEER	59.6	17.10	13.21	12.99	0.22	プルタブ
22	TAIWAN BEER	59.7	17.80	13.81	13.41	0.23	"
23	San Miguel BEER	59.3	16.74	12.94	12.66	0.24	"
24	OB Lager BEER	59.4	16.65	12.64	12.64	0.43	SOT

表2 ボディ及びエンドの厚み、硬さ及び耐圧強度測定結果

No.	ボディ					エンド					耐圧強度 kPa	
	厚み (mm)			硬さ Hv (0.1)		耐圧強度 kPa	厚み (mm)			硬さ Hv (0.1)		
	ネック下部	側壁中央	ドーム	側壁中央	ドーム		パネル部	スコア レシデュアル	タブ	パネル部	タブ	
1	0.160	0.103	0.296	102	100	703	0.284	0.180	0.250	104	109	590
2	0.166	0.107	0.283	101	98	626	0.303	0.105	0.400	98	94	562
3	0.185	0.125	0.314	96	95	660	0.283	0.110	0.410	104	89	550
4	0.192	0.127	0.337	99	96	747	0.285	0.175	0.355	106	114	593
5	0.183	0.117	0.292	109	101	618	0.294	0.095	0.310	104	112	535
6	0.167	0.104	0.281	106	101	640	0.284	0.160	0.280	106	120	561
7	0.169	0.110	0.312	102	101	816	0.284	0.165	0.340	108	110	585
8	0.168	0.106	0.279	102	102	620	0.304	0.180	0.280	108	120	651
9	0.170	0.107	0.313	101	100	813	0.285	0.160	0.340	109	112	570
10	0.174	0.105	0.289	100	97	644	0.290	0.115	0.355	111	106	677
11	0.172	0.110	0.299	96	93	660	0.290	0.095	0.355	107	109	672
12	0.172	0.104	0.311	96	94	650	0.290	0.105	0.355	114	100	640
13	0.162	0.107	0.303	98	97	652	0.299	0.095	0.430	111	84	637
14	0.161	0.103	0.290	96	93	660	0.294	0.115	0.430	112	92	666
15	0.167	0.107	0.296	98	97	685	0.275	0.095	0.290	112	102	647
16	0.170	0.111	0.295	97	96	650	0.274	0.100	0.290	110	102	665
17	0.170	0.104	0.297	95	96	652	0.288	0.115	0.360	119	106	659
18	0.169	0.103	0.293	91	94	638	0.288	0.110	0.355	115	106	659
19	0.184	0.107	0.302	96	97	698	0.274	0.105	0.290	108	106	622
20	0.167	0.103	0.291	94	94	646	0.296	0.110	0.440	116	90	635
21	0.182	0.113	0.331	98	96	659	0.299	0.190	0.310	111	104	651
22	0.187	0.119	0.343	94	92	724	0.309	0.170	0.285	110	108	649
23	0.185	0.117	0.314	96	93	662	0.284	0.155	0.295	105	105	736
24	0.184	0.114	0.310	98	97	666	0.298	0.110	0.295	117	113	621

表2は厚み、硬さ及び耐圧強度の測定の結果である。国内缶の側壁厚みの最小値は103 μmで国外缶のそれと同等であり、缶底ドーム部厚みの最小値は0.279mmで国外缶のそれらよりも薄いものも出現してきている。

耐圧強度については、国内缶では缶底の耐圧強度がエンドのそれを上回る傾向を示すものが多いのにに対し、国外缶では両者の差が小さい傾向となっている。国内においてはビール用の缶ではラガービールであっても殺菌後に充填されるためにすべて539kPa (5.5kgf/cm<sup>2</sup>)あるいは490kPa (5.0kgf/cm<sup>2</sup>)の耐圧強度を保証すればよいので、エンドではその耐圧強度に合わせた素材を用いることが多い。それに対して、ボディは618kPa (6.3kgf/cm<sup>2</sup>=90psi)の耐圧強度を要求される炭酸飲料缶等と共に通化していることが多いために、両者の耐圧強度に差が生じているものと推定される。一方、国外ではどのような飲料であっても一様に618kPa (6.3kgf/cm<sup>2</sup>=90psi)以上という要求耐圧強度であるために両者の耐圧強度の差が少なくなっているものと考えられる。

ボディの材質は国内缶、国外缶共に3004合金あるいは3104合金であり、エンドはすべて5182合金であった。タブについては、国内缶が5082合金か5182合金であるのに対し、国外缶ではそれらに加えて5042合金も使用されていた。

### 3. エンドの動向

#### 3.1 エンド形状の変化

エンドの形状については、図2(a)に示すようにパネルウォールを垂直に近くたて、なおかつパネルハイドを高くしたいわゆるフルフォームタイプのエンドが最近国内外で採用されるようになつた。このフルフォームタイプのエンドは、パネルハイドが高いために耐圧強度が高くなる<sup>4)</sup>。従つて、エンド材のゲージダウンが可能となるため、今後はこのタイプのエンドが増加するものと考えられる。

フルフォームタイプのエンドのパネル部の成形は、パ

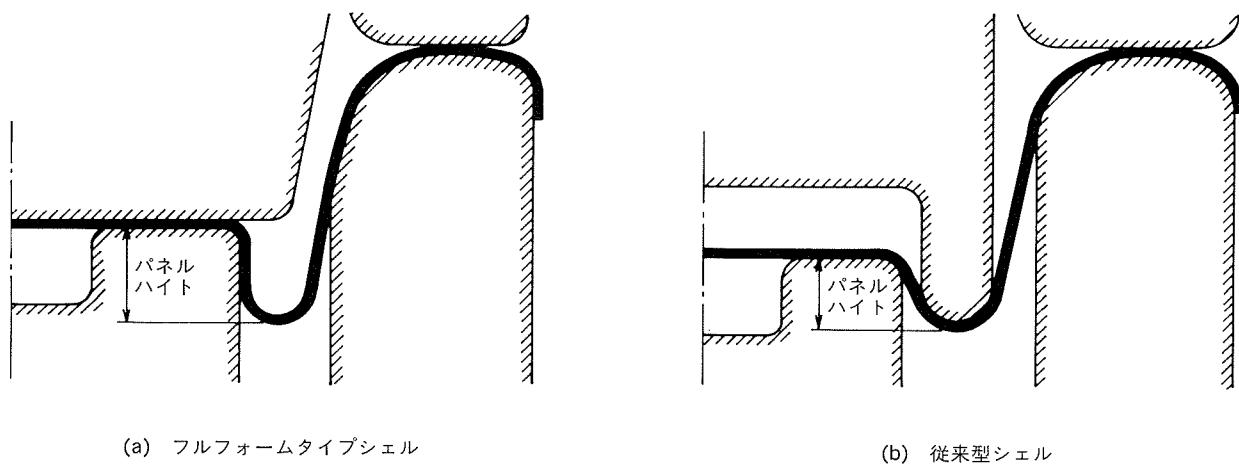


図2 シェル(エンド)の断面形状及び成形方法例

ネルウォール部が薄くなるのを避けながらパネルハイトを高くするために、従来タイプの張出し成形では困難である。そのために絞り成形や座屈成形の要素を取り入れる等の工夫がなされている。

### 3.2 エンドの小径化

一方、米国では大手ビール会社数社はエンド径を206(巻締めた後の外径が2 6/16インチであることを示す)から204への縮径を進めている<sup>5)</sup>。さらに炭酸飲料メーカーからは202のリクエストがあるといわれている。表1でエンド径が小さかった缶は204エンドが採用されているものである。

また、ヨーロッパでもエンドを202へ縮径しようとする動きがあるようである。さらに最近では、米国で200への縮径を検討している所もあると聞く。このようなエンドの小径化は打ち抜き径の減少による材料節約以外にも受圧面積の減少に伴うゲージダウンが可能となり、さらなるエンド材の節約につながる。表3は米国の金型メーカーであるFORMATEC社のフルフォームタイプのシェル(エンドの途中工程品で打ち抜き絞りされたもの)の諸元の一例である。206サイズのシェルに比較して204サイズでは、元板厚が0.25mmから0.23mmへのゲージダウンが可能である。さらに、202においては204に対して同一厚みで約3%の軽量化が可能であるが、ゲージダウンに関してはエンドの耐圧強度が板厚の2.27乗に比例する<sup>4)</sup>ことからあまり薄くはできない。

表3 Formatec社のシェルの諸元例

サイズ (径)	厚み (mm)	カットエッジ (mm)	質量 (g)	備考
206	0.249	78.23	3.18	
204	0.229	74.73	2.67	ビール(AB社等)
202	0.224	73.66	2.53	

## 4. ボディの動向

### 4.1 ネック部の形状

エンドの小径化を実施するためにはボディの口部を縮めるネッキング加工が必要であり、現行の206エンドに對しては3段(トリプル)ネック、4段(クウォード)ネック及びダイスムーズネック(6段加工)がダイネック加工で実用化されている。他にスピニング加工法を利用したスピニング(スムーズ)ネックも国外ではかなり利用されている。ここで紹介する204あるいは202へのネッキング加工は缶ボディの軽量化に関しては効果のないものであるが、エンドを含めた缶全体の質量を減ずる効果がある。

204への縮径については現在の国内缶のネッキング加工の主流である多段ネックも考えられるが、202への縮径に關しては容量確保等の関連で、段差のない、いわゆるスムーズネックが望ましい。そのために現在4種類の加工方法が提案されている。第一番目はプレスダイスによるスムーズネック加工であり<sup>6)</sup>、211(元径)から204への縮径は8段加工、202へは9あるいは10段加工するものである。第二番目はスピニング加工<sup>7)</sup>であり、207.5のスムーズネックにダイ加工(4回加工)した後に、スピニング加工で204へ加工し、さらにもう一回のスピニング加工で202に縮径する(同時にフランジ加工も実施)方法である。第3番目の方法は偏芯中子を使用する一種のスピニングであるが、この方法はSPIN FLOW NECKINGと呼ばれており<sup>8)</sup>、一回の加工で大きな縮径率を得ることができる。この加工方法はBALL社の特許であったものをREYNOLDS社が実用化したものである。第4番目の方法はダイネッキングした缶にさらにスピニング加工を追加する加工方法である。これらの方法はいずれも従来の206ネックの加工設備に、新規に204あるいは202ネック用の加工設備を追加することを前提にしている。これらのネッキング加工方法は図3に示す通りである。

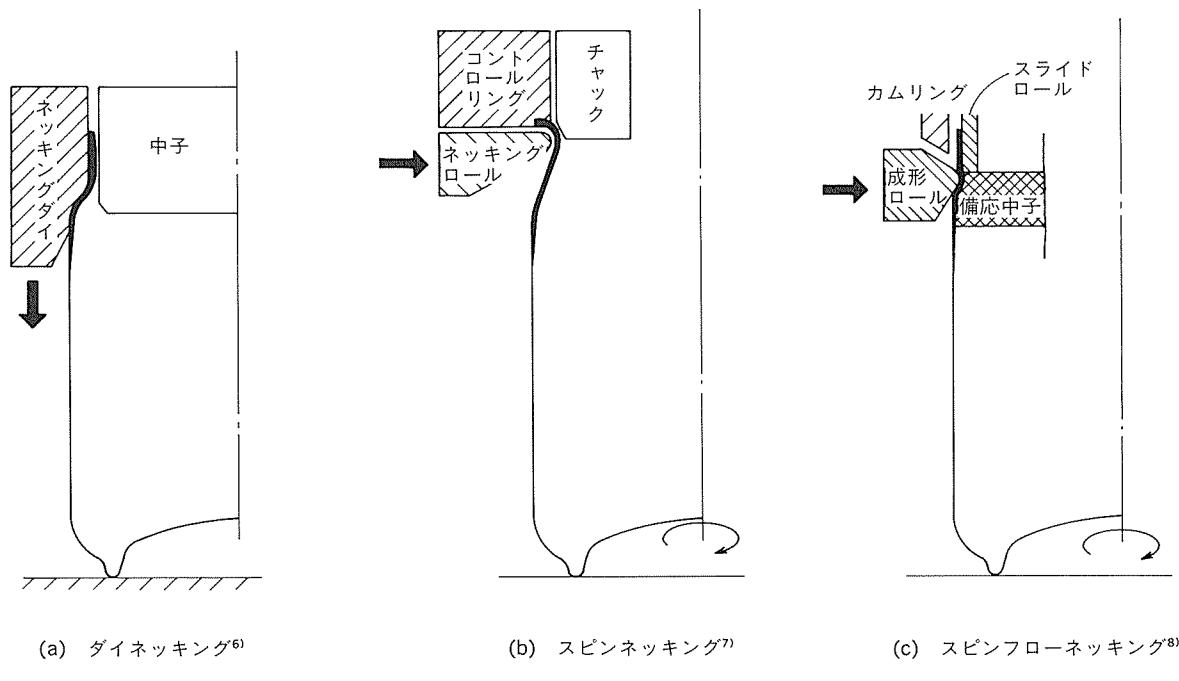


図3 ネッキング加工方法

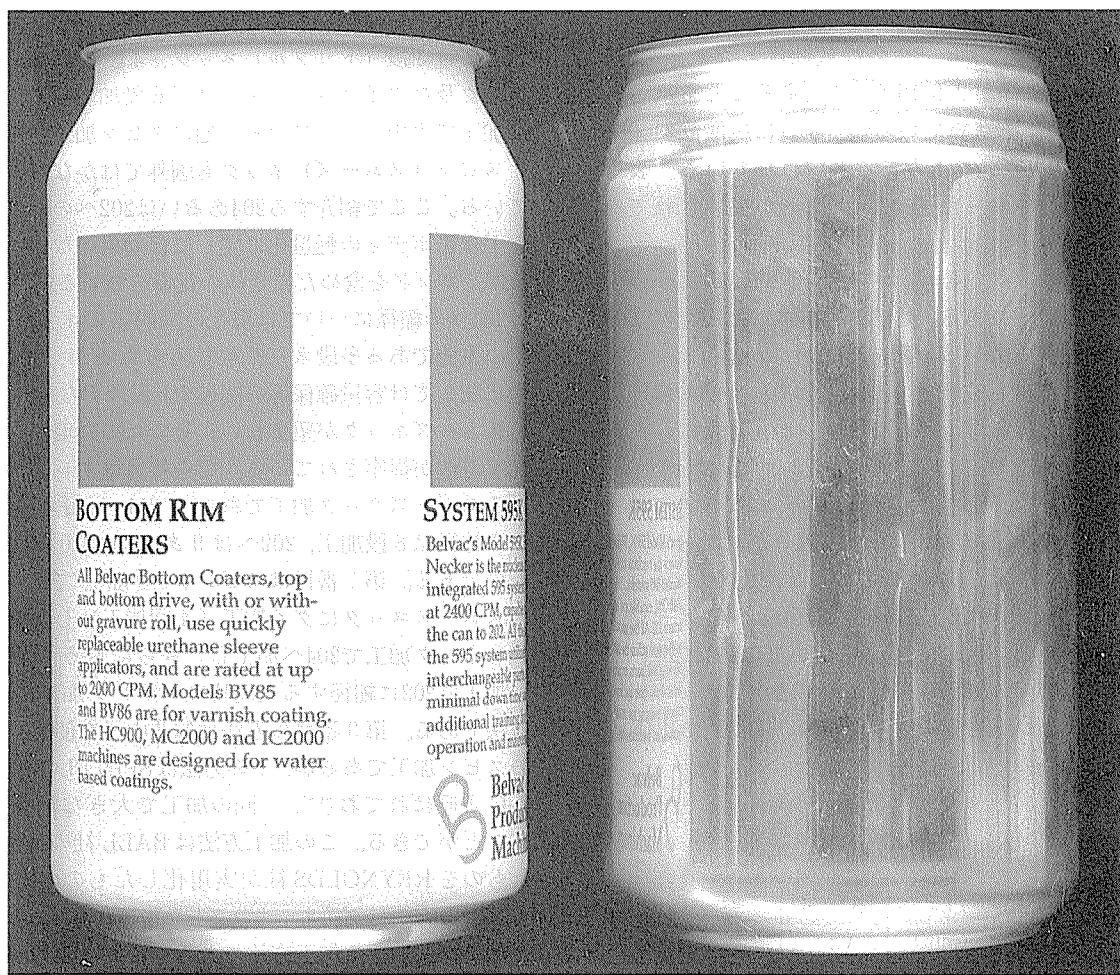


図4 202ネックイン缶及び206ネックイン缶の外観(×1)

る。また、図4はBELVAC社の202ネックイン缶のサンプルと206ネックイン缶を比較したものであり、202ネックイン缶の口部が小さいことがよく分かる。

#### 4.2 ボディの軽量化

缶底の耐圧強度は材料強度、厚み及び缶底形状によって決まり<sup>9)</sup>、缶底形状については種々の工夫がなされている。しかしながら、ボディ成形機によるドーミング(缶底形状付与)成形では成形できるボトム形状に限界があるため、現状の缶底の耐圧強度を保持した上でボディ材のゲージダウンには、相当な材料強度の上昇が必要となる。そこで別工程で缶底の形状を成形するボトムリフォーム法が提案されている。このボトムリフォームには、缶底ベース部を縮径する方法と内側の立ち上がり角を急にするという2種類の方法が提案されている<sup>10)11)</sup>。

また、缶壁を薄くすることによる軸力強度の低下を補い、搬送時等に予想される当り傷やデンント(凹み)を小さくするためにフルーティッド缶と呼ばれる側壁に縦溝を付加した缶の開発<sup>12)</sup>も行われている。その外観例を図5に示す。

## 5. 結　　び

アルミニウム缶については今後さらなる軽量化が実施されると予想され、その具体的な手段としては、ここで紹介したエンドの小径化、缶底のリフォーム、側壁への縦溝付け等が挙げられる。また、成形速度も速くなり、材料にとっては益々過酷な加工を受けることになろう。特に缶ボディのフランジ部小径化に伴い、ネッキング加工方法及びその加工性が重要になるものと推定される。我々材料メーカに所属する者としては、ネッキング加工性に優れた材料を開発することが重要であると考えている。

### 参考文献

- 1) 馬場義雄、木村 紘、斎藤莞爾、河合三弘：本誌、16(1975), 124.

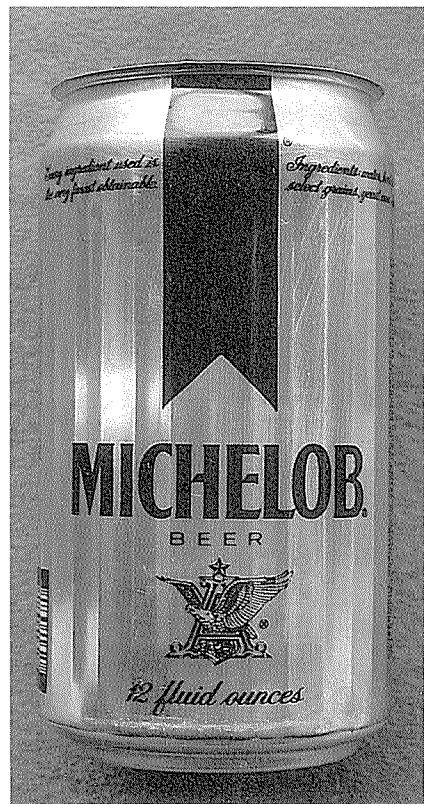


図5 フルーティッド缶の外観例

- 2) 斎藤莞爾、福田康廣、平田勝彦：本誌、25(1984), 184.
- 3) 竹島義雄、伊藤清文、木村博政、久田貞夫：本誌、29(1988), 210.
- 4) 伊藤清文、土田 信：本誌、33(1992), 18.
- 5) The Canmaker, (Apr., 1992), 25.
- 6) 例えば、公表特許公報(A) 平3-502551
- 7) 例えば、The Canmaker, (Feb., 1993), 48.
- 8) Roger H. Donaldson, Harry W. Lee, Jr., C. Thomas Payne and Edward C. Miller : SME Can Manufacturing Technology Clinic, 1992
- 9) 伊藤清文、竹島義雄：本誌、29(1988), 120.
- 10) CMB社カタログ
- 11) BELVAC社カタログ
- 12) Modern Metals, (Feb., 1993), 34F.

技術資料

自動車とアルミニウム  
—法的諸規制との係わり—

西村嘉彦\*

住友軽金属工業株式会社技術研究所

# 自動車とアルミニウム —法的諸規制との係わり—

西 村 嘉 彦\*

## Car and Aluminium —Relation with Some Legal Regulations—

Yoshihiko Nishimura

Legal regulations related to cars have been enforced in recent years in terms of environmental protection of the earth, resources and energy saving, and improving the safety of cars.

This paper outlines the recent situation and future trends of the regulations.

The paper also discusses some other related subjects and roles played by aluminium, such as future weight reduction, recycling, and the safety problems of cars.

### 1. はじめに

最近、地球環境保護の問題や省資源、省エネルギーさらには安全に対する社会的な認識の高まりから、自動車に対するコンセプトも大きく変革が迫られている。すなわち、従来の“走る”，“曲がる”，“止まる”と言った自動車の基本的なコンセプト、さらには“快適さ”，“美しさ”的追求から、まさに、“人と地球上に優しい車”的フレーズに見られる様に、従来とは異なった新たな問題に直面することになった。

この様な社会的要請を背景に、排出ガス規制や燃費基準、安全規制といった行政面からの自動車に対する法的規制も強化されつつあり、車体質量の軽量化は従来に増して重要な課題になっている。

一方、自動車とアルミニウムの係わりについては、本誌<sup>1)</sup>にも詳しく紹介されている様に、その優れた特性からすでに1900年代の初めから今日に至るまで多くの部品のアルミ化が実現しているが、現状の自動車を取り巻く環境からアルミに対する期待は今後ますます高まるものと考えられる。

本報では、自動車に係わる法的諸規制の現状と今後の動向について整理し、今後のアルミニウムの役割と課題について考察する。

### 2. 環境問題

現在、地球環境上大きな問題になっているのは、CO<sub>2</sub>等の温室効果ガスによる地球温暖化、特定フロンガス等によるオゾン層の破壊によってもたらされる有害紫外線の増加、NO<sub>x</sub>やSO<sub>x</sub>を含む酸性雨による森林、湖沼の枯渇、HCやCO、パティキュレートによる大気汚染等である。

これらはいずれも自動車の排出ガスが大きく影響していることが指摘され、以下に紹介するような規制値が設定されており、その規制値も更に強化される動向にある。

また、排出ガス以外にも騒音、振動や産業廃棄物による環境破壊も大きな問題になっており、材料選択に新たな配慮が求められている。

#### 2.1 排出ガス規制

##### 2.1.1 排出ガス規制の現状

日本における自動車の排出ガス量は、“公害対策基本法”，“大気汚染防止法”，“道路運送車両法”等により規制されている。表1<sup>2)</sup>～表4<sup>4)</sup>に日本における排出ガス規制の現状を示す。

海外においても同様な規制が施行されており、表5<sup>5)</sup>に海外主要国の規制現状を示す。

\* 技術研究所自動車材料開発室

表1 日本における排出ガス規制：ガソリン及びLPGの乗用車、トラック・バス（車両総重量2.5t以下）<sup>2)</sup>  
規制値は許容限度、（ ）内は規制平均値

年	元号 西暦	昭和41-43 '66～'68							昭和44 '69							昭和45 '70							昭和46 '71							昭和48-49（注9） '73～'74						
		44	45	46	47	48-49（注9） '73～'74		50（注10） '75	51・52（注12） '76～'77	53（注14） '78	54-55（注15） '79～'80	56～58（注16） '81～'87	59（注17） '88	60（注18） '89	61（注19） '90	3																				
試験方法（単位）		4モード（%） 10t-4F(g/km)																																		
ガソリン車		CO HC NOx																																		
LPG車		CO HC NOx																																		
アイドル		CO (%) HC (ppm)																																		
エバボ(g/test)		エバボ(g/test)																																		
プローバイガス		プローバイガス																																		

(注1) 適用 新型車：41年9月から、継続生産車：42年9月から  
 (注2) 適用 新型車：44年9月から、継続生産車：45年1月から  
 (注3) 適用 45年8月から  
 (注4) 適用 新型車：45年9月から、継続生産車：64年1月から  
 (注5) 適用 新型車：46年1月から  
 (注6) 適用 新型車：46年4月から、継続生産車：46年10月から  
 (注7) 適用 47年10月から  
 (注8) 適用 新型車：47年7月から、継続生産車：48年4月から  
 (注9) 適用 新型車：48年4月から、継続生産車：48年12月から  
 (注10) 適用 新型車：50年4月から、継続生産車：50年12月から、  
       輸入車：51年4月から  
 (注11) 特殊エンジン  
 (注12) 適用 新型車：51年4月から、継続生産車：52年3月から、  
       輸入車：53年3月から  
 (注13) 等価慣性重量1000kgを超える乗用車

(注14) 適用（乗用車）新型車：53年4月から、継続生産車：54年3月から、  
       輸入車：56年4月から  
 (注15) 適用（トラック・バス）新型車：54年1月から、継続生産車：54年12月から、  
       輸入車：56年4月から  
 (注16) 車両総重量1700kg以下のトラック・バス  
 (注17) 車両総重量1700kgを超えるトラック・バス  
 (注18) ①車両総重量1700kg以下のトラック・バス  
       適用 新型車：56年1月から、継続生産車：56年12月から、輸入車：58年4月から  
       ②車両総重量1700kgを超えるトラック・バス  
       適用 新型車：56年12月から、継続生産車：57年11月から、輸入車：59年4月から  
 (注19) 車両総重量1700kg以下のトラック・バス  
       適用 新型車：63年12月から、継続生産車：平成元年11月から、輸入車：平成3年4月から  
 (注20) 車両総重量1700kgを超えるトラック・バス  
       適用 新型車：平成元年10月から、継続生産車：平成2年9月から、輸入車：平成3年4月から

表2 日本における排出ガス規制：ガソリン及びLPGのトラック・バス（車両総重量2.5t超）<sup>3)</sup>

規制値は許容限度、（ ）内は規制平均値

年	元号 西暦	昭和48（注1） '73							昭和49 '74							昭和50・51 '75～'76							昭和52・53（注6） '77～'78							昭和54～56（注7） '79～'81							昭和57～63（注8） '82～'88							平成元（注9） '89							4（注10） '92													
		6モード																																																														
試験方法		CO (%) HC (ppm) NOx (ppm)																																																														
ガソリン車		CO (%) HC (ppm) NOx (ppm)																																																														
LPG車		CO (%) HC (ppm) NOx (ppm)																																																														
アイドル		CO (%) HC (ppm)																																																														
エバボ(g/test)		エバボ(g/test)																																																														
プローバイガス		プローバイガス																																																														

(注1) 適用 新型車：48年4月から、継続生産車：48年12月から  
 (注2～4) は乗用車及びトラック・バスと同じ  
 (注5) 特殊エンジン  
 (注6) 適用 新型車：52年8月から、継続生産車：53年4月から  
 (注7) 適用 新型車：54年1月から、継続生産車：54年12月から、輸入車：56年4月から  
 (注8) 適用 新型車：57年1月から、継続生産車：57年12月から、輸入車：59年4月から  
 (注9) 適用 新型車：平成元年10月から、継続生産車：平成2年9月から、輸入車：平成3年4月から  
 (注10) 適用 新型車：平成4年10月から

表3 日本における排出ガス規制：ディーゼルの乗用車及びトラック・バス（車両総重量1.7t以下）<sup>3)</sup>  
規制値は許容限度、（）内は規制平均値

年	元号	昭和61(注3)	62(注4)	63(注5)	平成2(注6)	3(注7)	4(注8)	5(注9)	6
	西暦	'86	'87	'88	'90	'91	'92	'93	'94
試験方法		10モード					10・15モード		
CO	(g/km)	2.70 (2.10)	←	←	←	2.70	←	←	←
HC	(g/km)	0.62 (0.40)	←	←	←	0.62	←	←	←
NOx (g/km)	乗用車 IP(注2) 1250kg以下	0.98 (0.70)	←	←	0.72 (0.50)	←	←	←	←
	IP 1250kg越	1.26 (0.90)	←	←	←	←	0.84 (0.60)	←	←
	トラック・バス	—	—	1.26 (0.90)	←	←	←	0.84 (0.60)	←
PM (g/km)	乗用車						0.34 (0.2)		
	トラック・バス						0.34 (0.2)		
排気煙(注1)	試験方法	3モード・無負荷急加速							
	不透明度	50	←	←	←	←	←	トラック40% バス40%	乗用車40%

(注1) 排気煙の試験方法、不透明度は、従来より施行の表4に同じ。

(注2) IPは等価慣性重量を示す。

(注3) 適用 乗用車（手動変速機）

新型車：61年10月から、継続生産車：62年9月から、輸入車：63年4月から

(注4) 適用 乗用車（手動変速機以外）

新型車：62年10月から、継続生産車：63年9月から、輸入車：平成元年4月から

(注5) 適用 トラック・バス

新型車：63年12月から、継続生産車：平成元年11月から、輸入車：平成3年4月から

(注6) 適用 新型車：平成2年12月から、継続生産車：平成3年11月から、輸入車：平成5年4月から

(注7) IP 1250kg以下の乗用車：平成3年11月より適用

(注8) IP 1250kg超の乗用車：平成4年10月より適用

(注9) トラック・バス：平成5年10月より適用

表4 日本における排出ガス規制：ディーゼルトラック（表3を除く）<sup>4)</sup>

規制値は許容限度、（）内は規制平均値

年	元号	昭和49~51(注2)	52~53(注3)	54~56(注4)	57(注5)	58~62(注6)	63(注7)	平成1(注8)	5(注9)	6(注10)
	西暦	'74~'76	'77~'78	'79~'81	'82	'83~'87	'88	'89	'93	'94
試験方法		6モード					10・15モード			13モード
CO	(ppm)	980 (790)	←	←	←	←	←	2.70 g/km	9.2 g/kWh	
HC	(ppm)	670 (510)	←	←	←	←	←	0.62 g/km	3.8 g/kWh	
NOx (ppm)	副室式 1.7t～2.5t	590 (450)	500 (380)	450 (340)	390 (290)	350 (260)	350 (260)	1.82 (1.30) g/km		
	2.5t超					←	←	6.8 (5.0) g/kWh		
	直噴式 1.7t～2.5t	1000 (770)	850 (650)	700 (540)	610 (470)	500 (380)	500 (400)	1.82 (1.30) g/km		
P M	2.5t～3.5t				520 (400)	520 (400)	520 (400)		7.8 g/kWh	
	3.5t超				←	←	←		(6.0)	
排気煙	試験方法	3モード・無負荷急加速								
	不透明度	50(注1)	←	←	←	←	←	40%	←	

(注1) 適用 新型車：47年7月から、中古車：50年1月から

(注2) 適用 新型車：49年9月から、継続生産車：50年4月から

(注3) 適用 新型車：52年8月から、継続生産車：53年4月から

(注4) 適用 新型車：54年4月から、継続生産車：55年3月から、輸入車：56年4月から

(注5) 適用 (乗用車) 新型車：57年1月から、継続生産車：57年12月から

(乗用車以外) 新型車：57年10月から、継続生産車：58年9月から、輸入車：59年4月から

(注6) 適用 新型車：58年8月から、継続生産車：59年7月から、輸入車：60年4月から

(注7) 適用 新型車：63年12月から、継続生産車：平成元年11月から、輸入車：平成3年4月から

(注8) 適用 新型車：平成元年10月から、継続生産車：平成2年9月から、輸入車：平成3年4月から

(注9) 平成5年10月から

(注10) 平成6年10月から

表5 海外主要国の排出ガス規制(乗用車排出ガス規制)<sup>5)</sup>

国	州	成 分	単 位	規 制 値 ( ) 内は概要			試験方法				
				'87	'88	'90・'91					
米 邦	5万マイル認証	HC	g/km	0.25	← ← ←	LA-4CH	CO	g/test	25 <sup>(注8)</sup> 45 <sup>(注9)</sup>	← 2.72 <sup>(注11)</sup> (g/km)	← ECEモード
		CO	g/km	2.1	← ← ←	LA-4CH	ガソリン車	HC+NOx	6.5 <sup>(注8)</sup> 15 <sup>(注9)</sup>	← 0.97 <sup>(注11)</sup> (g/km)	← ECEモード
		NOx	g/km	0.62	← ← ←	LA-4CH	NOx	g/test	3.5 <sup>(注8)</sup> 6.0 <sup>(注9)</sup>	—	— ECEモード
	エバボ <sup>6)</sup> ディーゼル <sup>7)</sup> バティキュレート <sup>8)</sup> プローバイガス	g/test	2.0	← ← ←	SHED	エバボ <sup>6)</sup> ディーゼル <sup>7)</sup> バティキュレート <sup>8)</sup> プローバイガス	g/test	—	—	2.0 <sup>(注11)</sup>	← — ECEモード
		ディーゼル <sup>7)</sup> バティキュレート <sup>8)</sup> プローバイガス	g/km	0.12	← ← ←	LA-4CH	ディーゼル <sup>7)</sup> バティキュレート <sup>8)</sup> プローバイガス	—	—	—	— ECEモード
		HC (ノンメタン)	g/km	0.24	← ← ←	LA-4CH	CO	g/test	30 <sup>(注8)</sup>	← 2.72 <sup>(注11)</sup> (g/km)	← ECEモード
		CO	g/km	4.3	← ← ←	LA-4CH	ディーゼル車	HC+NOx	8.0 <sup>(注8)</sup>	← 0.97 <sup>(注11)</sup> (g/km)	← ECEモード
カナダ <sup>(注1)</sup> オルニア州	5万マイル認証	NOx	g/km	0.25(0.4) <sup>(注3)</sup>	← ← ←	LA-4CH	NOx	g/test	—	—	— ECEモード
		ハイウェイ NOx	g/km	0.3	← ← ←	LA-4CH	エバボ <sup>6)</sup> ディーゼル <sup>7)</sup> バティキュレート <sup>8)</sup> プローバイガス	—	—	—	—
		エバボ <sup>6)</sup> ディーゼル <sup>7)</sup> バティキュレート <sup>8)</sup> プローバイガス	g/test	2.0	← ← ←	SHED	ディーゼル <sup>7)</sup> バティキュレート <sup>8)</sup> プローバイガス	g/test	1.1	— 0.14 <sup>(注11)</sup> (g/km)	← ECEモード
	エバボ <sup>6)</sup> ディーゼル <sup>7)</sup> バティキュレート <sup>8)</sup> プローバイガス	g/km	0.12	← 0.05	← LA-4CH	ディーゼル <sup>7)</sup> バティキュレート <sup>8)</sup> プローバイガス	—	—	—	—	—
		HC	g/km	0.93 <sup>(注4)</sup>	← ← ←	LA-4CH	HC	g/km	0.25	← ←	← LA4CH
		CO	g/km	9.3 <sup>(注4)</sup>	← ← ←	LA-4CH	CO	g/km	2.1	← ←	← LA4CH
		NOx	g/km	1.93 <sup>(注4)</sup>	← ← ←	LA-4CH	NOx	g/km	0.62	← ←	← LA4CH
豪 邦	ビクトリア州 <sup>(注2)</sup>	エバボ <sup>6)</sup>	g/test	2.0 <sup>(1.9)</sup>	← ← ←	SHED	エバボ <sup>6)</sup> ディーゼル <sup>7)</sup> バティキュレート <sup>8)</sup> プローバイガス	g/test	2.0	← ←	← SHED
		HC	g/km	0.93	← ← ←	LA-4CH	ディーゼル <sup>7)</sup> バティキュレート <sup>8)</sup> プローバイガス	—	0.124	← ←	← LA4CH
		CO	g/km	9.3	← ← ←	LA-4CH	HC	g/km	0.25	← ←	← LA4CH
	エバボ <sup>6)</sup> ディーゼル <sup>7)</sup> バティキュレート <sup>8)</sup> プローバイガス	NOx	g/km	1.93 <sup>(1.75)</sup>	← ← ←	LA-4CH	CO	g/km	2.1	← ←	← LA4CH
		エバボ <sup>6)</sup>	g/test	2.0 <sup>(1.9)</sup>	← ← ←	SHED	NOx	g/km	0.62	← ←	← SHED
		ディーゼル <sup>7)</sup> バティキュレート <sup>8)</sup> プローバイガス	g/km	0.93	← ← ←	LA-4CH	エバボ <sup>6)</sup> ディーゼル <sup>7)</sup> バティキュレート <sup>8)</sup> プローバイガス	g/test	2.0	← ←	← SHED
		CO	g/km	9.3	← ← ←	LA-4CH	ディーゼル <sup>7)</sup> バティキュレート <sup>8)</sup> プローバイガス	—	0.124	← ←	← SHED

(注1) 適用日はモデルイヤー。適用対象は乗員12人以下の乗用車。

(注2) 適用日は陸上用車(カレンダーイヤー)。適用対象は乗員9人以下の乗用車。

(注3) ( ) 内は、オプション規制値。

(注4) ( ) 内は、認証テスト時(測定点はメーカー任意の距離)の規定値を示す(連邦のみ)。

(注5) 適用日は、カレンダーヤー。適用対象は、乗員6人以下の乗用車。

(注6) 適用日は、カレンダーヤー。適用対象は、乗員6人以下。ペイロード760kg以下<sup>9)</sup>の乗用車。(注7) 適用日はモデルイヤー。適用対象はペイロード760kg以下<sup>9)</sup>の車両。

(注8) 強化対象は排気量2l超の車のみ。

(注9) 1400cc未満の乗用車に適用。

(注10) 試験方法はECEモード+BUDC(高速サイクル)。

### 2.1.2 排出ガス規制強化動向

#### (1) 日本の排出ガス規制強化動向

昭和60年環境庁より中央公害対策審議会に対し、「今後の自動車排出ガス低減対策のありかたについて」が諮詢され、平成元年に下記骨子の内容が答申された。

- A NO<sub>x</sub> (窒素酸化物) の大幅低減
- B 粒子状物質の規制値追加
- C 試験方法の見直し
- D 関連の諸対策 (軽油中の硫黄分の低減、低公害車への代替促進)

表6<sup>6)</sup>に中央公害対策審議会より答申された目標値を示す。NO<sub>x</sub>、粒子状物質の規制強化についてや、短期、長期の2段階の低減目標が提言されている。

短期目標は平成4~6年にかけて実施される。長期目標は、NO<sub>x</sub>の3~6割低減と粒子状物質の6割以上の削減を要求しているため、規制時期は特定されていないが遅くとも平成11年迄に達成すべきとされている。

#### (2) 米国の排出ガス規制強化動向

1990年に、米国大気清浄法 (The Amendments to the Clean Air Act in the United States) が改定され、自動車に関する規定も大幅に改定、強化されている。

CO, HC, NO<sub>x</sub>, PM (ディーゼル車の粒子状物質) の

低減を狙いとし、1994年型車から適用を受ける。さらに、1994年規制値の5割低減と言う厳しい内容の2003年規制案も提案されている。表7<sup>6)</sup>に乗用車 (1.7t未満トラックを含む) の排出ガス規制値を示す。

また、独自の厳しい規制を施行しているカリフォルニア州の大気汚染防止条例も1990年に改定され、低公害車、低公害燃料に関する規定が充実、強化された。

表8<sup>7)</sup>に低公害車の区分を、表9<sup>7)</sup>に低公害車認証基準を、表10<sup>8)</sup>に企業平均値スケジュールをそれぞれ示す。これは、同州内で年間3万5千台以上の販売実績があるメーカーに対し、低公害車の販売比率を義務付けるものであり、1998年から無排気車 (電気自動車等) の2%販売が義務付けられたことは特に注目されている。

表7 乗用車(1.7t未満トラック含む)排出ガス規制<sup>6)</sup> 単位g/km

	米国現行	1994年規制	2003年案	日本現行
CO	2.1	2.1	1.05	2.1
NMHC	0.25	0.16	0.078	0.25
NOx <sup>(注1)</sup>	0.6	0.25/0.62	0.125	0.25/0.9
PM <sup>(注2)</sup>	0.12	0.05	0.05	無し

(注1) /の左側はガソリン車規制値、右側はディーゼル車規制値

(注2) PM: ディーゼル車の粒子状物質

表6 自動車排出ガス許容限度設定目標値<sup>6)</sup>

車種区分			排出ガスの種類		現行規制		短期目標		長期目標			
					平均値	施行年	平均値	施行年	削減率	目標値(許容限度)		
ディーゼル・バス	トランク	軽量車(GVW 1.7t以下)	窒素酸化物(NOx)		0.9g/km (10モード)	昭和63年	0.6g/km (10~15モード)	平成5年	△33%	0.4g/km △56%		
			粒子状物質(PM)		—	—	0.2g/km (10モード)	新型車 平成5年10月1日	—	0.08g/km △60%		
		中量車(GVW1.7t越え2.5t以下)	NOx	直噴式	380ppm (6モード)	昭和63年	1.3g/km (10~15モード)	継続生産車 平成6年9月1日	△35%	0.7g/km △65%		
				副室式	260ppm (6モード)	昭和63年	—	輸入車 平成7年4月1日	0%	— △46%		
			PM		—	—	0.25g/km (10~15モード)	—	0.09g/km	△64%		
	ル	重量車(GVW2.5t越え)	NOx	直噴式	400ppm (6モード)	平成元年	6.0g/kWh (ディーゼル3モード)	平成6年	△17%	4.5g/kWh △38%		
				副室式	260ppm (6モード)	平成元年	5.0g/kWh (ディーゼル3モード)	新型車 平成6年10月1日	△2%	— △12%		
			PM		—	—	0.7g/kWh (ディーゼル3モード)	継続生産車 平成7年9月1日	—	0.25g/kWh △64%		
			NOx	EIW≤1.25t	0.7g/km (10~15モード)	昭和61年(手動変速機付車) 昭和62年(自動変速機付車)	(0.5g/km) (10~15モード)	輸入車 平成8年4月1日	(△29%)	0.4g/km △43%		
				EIW>1.25t	0.9g/km (10~15モード)	昭和61年(手動変速機付車) 昭和62年(自動変速機付車)	(0.6g/km) (10~15モード)	平成4年	(△33%)	— △56%		
	乗用車			PM		—	0.2g/km (10~15モード)	平成6年	—	0.08g/km △60%		
	全車種			黒煙(3モード)		50%	昭和47年	40%	PMと同時	△20% 25% △50%		
ガソリン・LPG	トランク	中量車(GVW1.7t越え2.5t以下)	NOx	0.7g/km (10~15モード)	平成元年	—	—	—	0.4g/km	△43%		
				650ppm (10~15モード)	平成元年	—	5.5g/kWh (ガソリン3モード)	平成4年	△19%	4.5g/kWh △34%		

注: 1. 長期目標値は平成元年の中央公害対策審議会答申で示された自動車排出ガス許容限度目標値で、できるだけ早期に、遅くとも10年内に達成されるべきとされている。

2. ディーゼル乗用車の短期目標値は既に昭和63年12月に告示済みのものである。

3. GVW…車両総重量 EIW…等価慣性重量 (人間二人が乗ったと仮定した場合の車の総重量で、車両重量に110キログラムを加えたもの。)

4. 窒素参加物の削減率は短期目標値、長期目標値とともに現行規制値に対するものであり、粒子状物質の長期目標値の削減率は短期目標値に対するものである。

5. 黒煙の現行規制値、短期及び長期目標値はいずれも平均値ではなく、最大値である。

6. 0.25g/kWhは0.18g/PSh, 0.7g/kWhは0.51g/PSh, 4.5g/kWhは3.31g/PSh, 5.0g/kWhは3.68g/PSh, 5.5g/kWhは4.05g/PSh, 6.0g/kWhは4.41g/PShに換算される。

資料: 環境庁・運輸省

表8 低公害車の区分<sup>7)</sup>

a	TLEV (Transitional Low Emission Vehicle) 暫定的低排気車
b	LEV (Low Emission Vehicle) 低排気車
c	ULEV (Ultra Low Emission Vehicle) 超低排気車
d	ZEV (Zero Emission Vehicle) 無排気車

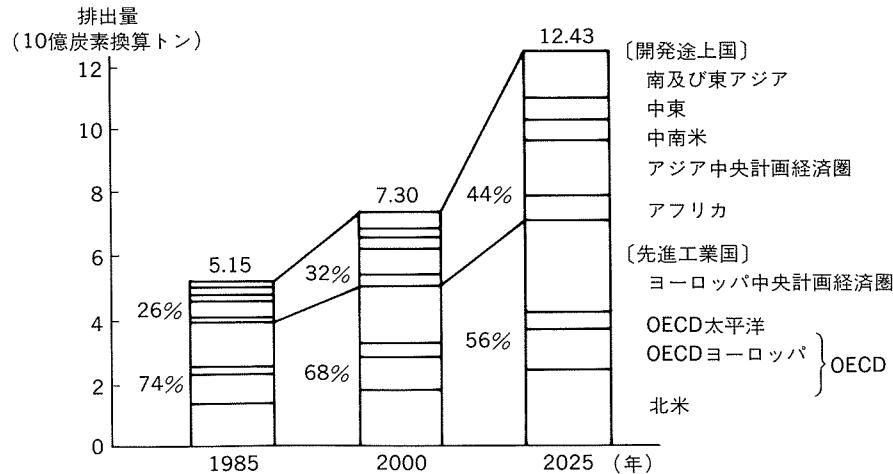
表9 低公害車認証基準<sup>7)</sup>

	NMOG <sup>(注1)</sup>	CO	NOx
現行車(~'93年モデル)	0.25	3.4	0.4
TLEV	0.125	3.4	0.4
LEV	0.075	3.4	0.2
ULEV	0.040	1.7	0.2
ZEV	無し	無し	無し

(注1) NMOG (Non Metan Organic Gas) : HC の中で、スマッグの原因となる非メタン系有機ガス

表10 NMOG の企業平均値規制スケジュール(1994~2003年)<sup>8)</sup>

NMOG (年)	現行 規制	'93年 規制	TLEV	LEV	ULEV	ZEV	企業別 平均値 (NMOG)
	0.39	0.25	0.125	0.075	0.040	0.00	
1994	10%	80%	10%				0.250
1995		85	15				0.231
1996		80	20				0.225
1997		73		25%	2%		0.202
1998		48		48	2	2%	0.157
1999		23		73	2	2	0.113
2000				96	2	2	0.073
2001				90	5	5	0.070
2002				85	10	5	0.068
2003				75	15	10	0.062



資料：環境白書(平成3年版)

(注) 1. IPCC報告書より。2. エネルギー起源の排出量のみ。

図1 地域別の二酸化炭素排出量の将来予測<sup>8)</sup>

表11 溫室効果ガス目標設定に関する各国の動向<sup>9)</sup>

(平成3年12月6日現在)

国名	対象ガス	目標		基準年次	特記事項
		安定化	削減		
全EC (仏、独、伊、ベネルクス 3国、英、デンマーク、 アイルランド、ギリシャ、 スペイン、ポルトガル)	CO <sub>2</sub>	2000年	—	1990年	・EC環境エネルギー合同理事会(1990年10月)にて決定。 ・英国は目標期限を2005年とした国家計画を維持。 ・独、デンマーク、蘭、仏等は各國の努力を更に強化すると している。
英國	CO <sub>2</sub>	2005年	—	1990年	・環境白書(1990年9月)で表明。
ドイツ	CO <sub>2</sub>	—	2005年迄に 25%削減	1987年	・閣議決定(1990年11月)
フランス	CO <sub>2</sub>	2000年迄に一人当り排出量 を2トン/年以下へ	—	—	・閣議了解(1990年9月)
オランダ	CO <sub>2</sub>	1995年	2000年迄に 3~5%削減	1989年と90年の平均	・新国家環境政策計画(1990年6月)で位置づけ。
イタリア	CO <sub>2</sub>	2000年	2005年迄に 20%削減	1990年	・ECE環境大臣ベルゲン会合(1990年5月)にて表明。
デンマーク	CO <sub>2</sub>	—	2005年迄に 20%削減	1988年	
全EFTA (スウェーデン、ノル ウェー、スイス、オース トリア、フィンラン ド、アイスランド)	CO <sub>2</sub>	2000年	—	1990年	・第2回世界気候会議で表明(1990年11月)
オーストリア	CO <sub>2</sub>	—	2005年迄に 20%削減	1988年	・トロント会議(1988年)で示された目標。 ・省庁間会議及び研究者と専門家による委員会設置、対応を 協議中。
スウェーデン	CO <sub>2</sub>	2000年	—	1990年	・EFTAの統一目標に変更。国会決議(1991年6月)
ノルウェー	CO <sub>2</sub>	2000年	—	1989年	・ECE環境大臣ベルゲン会合(1990年5月)にて表明。
カナダ	CO <sub>2</sub> と他の温 室効果ガス	2000年	—	1990年	・グリーンプラン(環境問題に関する行動計画1990年12月)で 位置づけ。
オーストラリア	全温室効果ガ ス(除くモン トリオール議 定書で規制さ れるガス)	—	2005年迄に 20%削減	1988年	・閣議決定(1990年10月)
ニュージーランド	CO <sub>2</sub>	—	2000年迄に 20%削減	1990年	・1990年10月末の総選挙で国民党が政権を獲得し、CO <sub>2</sub> 削減 目標を5年間早めた。 ・行動計画を環境省中心に作成中。
米国	全温室効果ガ ス	2000年	—	1987年 レベル以下	・第1回枠組み条約交渉会議で表明。(気候変動対応戦略、 1991年2月)

資料: 環境白書(平成4年版)

表12 オゾン層破壊物質の削減スケジュール<sup>10)</sup>

(モントリオール議定書第2回締約国会合(1990.6)において採択された規制スケジュール)

		削減量の 基準年	1995	1997	2000	2005
特定フロン	CFC-11	1986	50%	85%	100% (全廃)	
	CFC-12					
	CFC-113					
	CFC-114					
	CFC-115					
特定ハロン	ハロン-1211	1986	50%		100% (全廃)	
	ハロン-1301					
	ハロン-2401					
その他のCFC <sup>(注1)</sup>		1989		85%	100%(全廃)	
四塩化炭素		1989	85%		100%(全廃)	
1,1,1-トリクロロエタン (メチルクロロホルム)		1989	30%		70%	100% (全廃)

(注1) CFC-13, CFC-111, CFC-112, CFC-211, CFC-212, CFC-213, CFC-214, CFC-215, CFC-216,  
CFC-217

表13 自動車騒音規制(加速走行騒音)の推移<sup>11)</sup>

(単位: dB(A))

自動車の種別			46年規制	51・52年規制	54年規制	57~62年規制	許容限度設定目標値	目標値達成時期
大型車	車両総重量が3.5トンを超える、原動機の最高出力が150キロワットを超えるものをいう	全輪駆動車等	92	89	86	83	82	10年以内
		トラック					81	
		バス						6年以内
中型車	車両総重量が3.5トンを超える、原動機の最高出力が150キロワットを以下のものをいう	全輪駆動車	89	87	86	83	81	10年以内
		トラック・バス					80	
小型車	車両総重量が3.5トン以下のものをいう		85	83	81	78	76	10年以内
乗用車	専ら乗用の用に供する乗車定員10人以下のものをいう	乗車定員6人超	84	82	81	78	76	10年以内
		乗車定員6人以下						6年以内
二輪自動車	二輪の小型自動車(総排気量250ccを超えるもの)及び二輪の軽自動車(総排気量250ccを超えて250cc以下のもの)をいう	小型	86	83	78	75	73	10年以内
		軽	84					6年以内
原動機付自転車	第一種原動機付自転車(総排気量50cc以下のもの)及び第二種原動機付自転車(総排気量50ccを超え125cc以下のもの)をいう	第二種	82	79	75	72	71	10年以内
		第一種	80					6年以内

注: 1. 62年規制以前については、「150キロワット」を「200馬力」と読み替える。

資料: 環境庁

2. 全輪駆動車等とは、全輪駆動車、トラクタ、クレーン車である。

表14 騒音規制値(加速走行騒音規制=新車)<sup>12)</sup>

(1992年4月現在)

(単位: dB(A))

			日本	(注1) E C E	(注2) E E C	スイス	オーストラリア (注5)	米連邦	米国各州	カナダ連邦	
トラック	大型	車両総重量 3.5t超 最高出力 200ps超	88	トラック 84 バス 83	トラック 84 バス 83	トラック 84 バス 82	トラック 12t超 81 トラック 12t以下 81 バス 80 (最高出力 150kW超)	トラック 10,000ポ ンド超 80	80 GVWR≤ 10,000 lbs	80 GVWR <6,000 lbs	
		車両総重量 3.5t超 最高出力 200ps以下		トラック 81~83 バス 80	トラック 81~83 バス 80	トラック 82 バス 80	トラック 81 バス 80 (最高出力 150kW以下)				
バス	中型	車両総重量 3.5t超 最高出力 200ps以下	88	78	79(注3)	79(注3)	77(注4)	78 (直噴ディーゼル 以外のトラック)	80 GVWR <6,000 lbs	80 GVWR <6,000 lbs	
		車両総重量 3.5t以下									
乗用車	乗車定員 10人以下 (欧州豪州 は9人以下)	78	77	77	75(注4)	77(直噴ディーゼル車以外) 78(直噴ディーゼル車) (オフロード車, フォワードコントロール車 緩和規定あり)		80			

(注1) Economic Commission for Europe(欧州経済委員会): 各基準は、各加盟国により自発的に国内法に取り入れられて発効する。

(注2) European Economic Community(欧州経済共同体): 各基準は、EC(欧州共同体)の閣僚理事会から加盟国に通知後18ヵ月以内に国内法に取り入れて発効するよう強制される。1994年10月1日よりさらに厳しい規制が提案されている。

(注3) PTW &lt; 2 t の場合、-1 dB(A)。

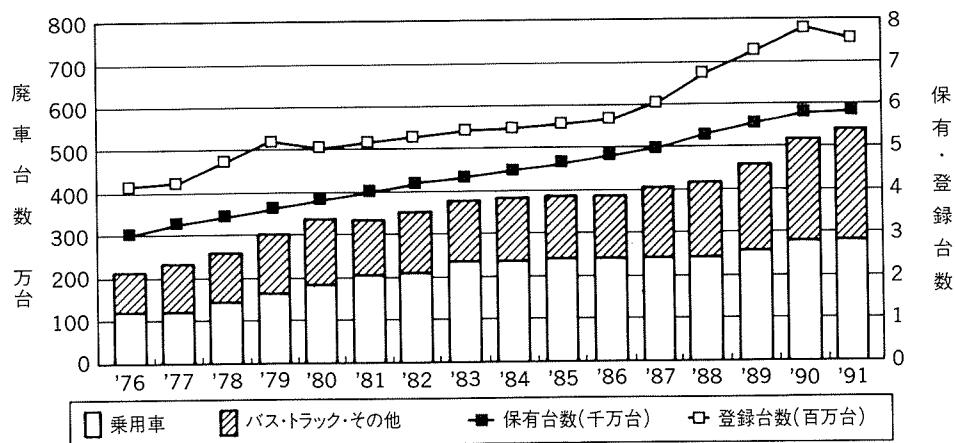
(注4) 手動5速車は+2 dB(A)。

(注5) 1992年以降 EEC/ECE並みに規制強化。

### 2.3 産業廃棄物（廃車リサイクル）

図2<sup>13)</sup>に示すように、日本での廃車は1990年に500万台を突破し、ダスト（車の25%程度）の廃棄が、特に、

その大半を占めるプラスチックのリサイクルが大きな問題になっている。表15<sup>14)</sup>、16<sup>15)</sup>に1991年10月に施工された「再資源の利用の促進に関する法律」の一部を示す。



資料：自工会「自動車統計月報」

図2 我が国の自動車保有・登録と廃車台数内訳の推移<sup>13)</sup>

表15 資源再生に関する法規正動向の概要

国・地域	機 関	法 規 (案) 内 容	時 期
日 本	通産省等 7 省庁	「再生資源の利用の促進に関する法律」 (政令により、対象となる業務、品目が定められている。 自動車は「第一種指定製品」として位置づけられる。 (リサイクルが容易となる構造・材質の工夫をすべき製品)	'91.10月施行
	厚 生 省	「廃棄物の処理及び清掃に関する法律」の改正、ポイントは次の通り ・廃棄物の抑制に加え、資源再生の視点を導入 ・不法投棄抑制のため排出事業者の責任を明確化 ・適正処理困難物の指定と事業者などの協力要請の明確化 ・特別管理廃棄物（感染性、有害性等）について規定 ・廃棄物処理センターの制度化	'91.10月国会承認
ドイツ	BMUNR (環境保護局)	・廃車回収システムの具体的な計画の提出 ・ドイツ内に廃車回収システム構築の確立 ・再生プラスチックの採用等	未定

資料：日産自動車調べ

### 3. エネルギー問題

表16 再生資源の利用の促進に関する法律 ('91.10月施行)<sup>15)</sup>

{ 第一種指定製品 }	
リサイクルが容易となる構造・材質の工夫をすべき製品	
対象業種・製品・副産物	判断の基準・表示の標準の内容
自動車	・処理の容易化・再資源化に配慮した構造設計・組立方法等の
ユニット型エアコンディショナ	事前対策
テレビ受像機	
電気冷蔵庫	
電気洗濯機	

自動車の燃費向上は、最も重要な技術課題の一つであり、従来から本アイテムをターゲットにした多くの技術開発が実施してきた。車体の軽量化は有効な手段の一つであり、アルミニウム適用の最大理由になっている。今後は、エネルギー問題以外に、前述した環境問題、排出ガス規制問題により、燃費の向上は更に重要な課題として考えられている。

#### 3.1 燃費基準

##### 3.1.1 燃費基準の現状

石油危機を契機に昭和54年に設定、施行された燃費の

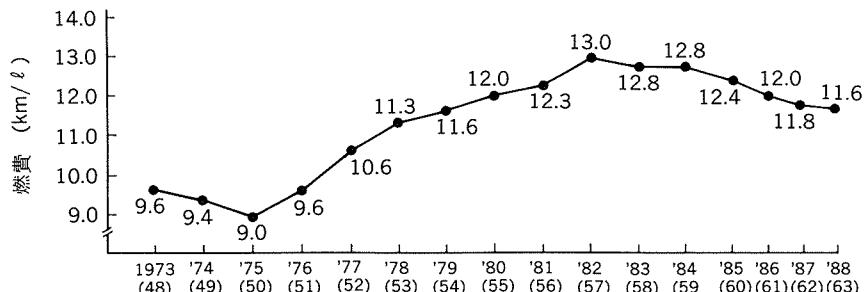
目標値を表17<sup>16)</sup>に示す。また、図3<sup>16)</sup>に環境白書平成2年版による、日本車の燃費推移を示す。図から分かるように、目標値は達成しているものの昭和57年をピークに燃費は悪化している。これは、大型化や高性能化の追求、さらには、安全性の向上のため、新機構や新部品の採用による質量増加が影響しているものと考えられる。

米国では、1975年に制定されたエネルギー法(Energy Policy and Conservation Act)によるCAFE(企業平均燃費規制)と1978年に制定されたGGT(ガソリン消費車税)によって規制されている。表18<sup>17)</sup>にCAFE規制内容を示す。1985年に規定された27.5mpgが主に米国車の燃費未達を理由に以降3ヶ年間26.5mpgに緩和されているのが特徴である。GGTによれば燃費が22.5mpgに満たない乗用車について、1台あたり1000~7700ドルの税金が課せられる。(注: mpg: マイル/ガロン)

表17 燃費目標値(乗用車)<sup>16)</sup>

区分	車両重量	基準エネルギー消費効率(km/ℓ)
1	577.5kg未満	19.8
2	577.5kg以上 827.5kg未満	16.0
3	827.5kg以上 1265.5kg未満	12.5
4	1265.5kg以上 2015.5kg未満	8.5

- 注. 1. 昭和54年6月22日公布、同年10月1日施行の「エネルギーの使用的の合理化に関する法律」(省エネ法)に基づいて定められた「自動車の性能の向上に関する製造事業者などの判断基準等」により設定された目標値。  
 2. 乗用自動車の製造又は輸入の事業を行う者は、国内向けに出荷する乗用車のエネルギー消費効率を上表の区分ごとに出荷台数で加重し調和平均した値が、同表の基準値を下回らないよう求められる。  
 3. 区分2、区分3に属する乗用車を出荷する場合は、2と3を併せて一区分とし基準エネルギー消費効率は13.0とする。  
 4. 達成目標年度は昭和60年度、但し輸入車は63年度。測定法は10モード。



出所: 平成2年版「環境白書」

図3 日本車の燃費推移(国内向け生産の乗用車平均10モード燃費)<sup>16)</sup>表18 アメリカに於ける燃費規制<sup>17)</sup>

(1) 企業平均燃費規制(CAFE)

-Energy Policy and Conservation Act (1975.12.22)-

① 乗用車(車両総重量6000ポンド以下)

モデル年	1984年	1985	1986	1987	1988	1989	1990	1991	1992
平均燃費基準(mpg)	27.0	27.5	26.0	26.0	26.0	26.5	27.5	27.5	27.5
" (km/ℓ)	11.4	11.6	11.0	11.0	11.0	11.2	11.6	11.6	11.6

② 小型トラック(車両総重量8500ポンド以下)

モデル年	1984年	1985	1986	1987	1988	1989	1990	1991	1992
2輪駆動(mpg)	20.3	19.7	20.5	21.0	21.0	21.5	20.5	20.7	
4輪駆動(mpg)	18.5	18.9	19.5	19.5	19.5	19.0	19.0	19.1	
複合(mpg) <sup>(注5)</sup>	20.0	19.5	20.0	20.5	20.5	20.5	20.0	20.2	20.2

注. 1. 企業平均燃費とは各メーカーのモデルごとに測定された燃費の販売台数加重平均値で国産車と輸入車に区分して算出。

2. 基準値を下回る場合にはペナルティーとして0.1マイル下回るごとに5ドル(1978年に5ドルを10ドルに強化する権限がエネルギー庁長官に与えられた)に年間の生産台数を乗じた金額が課せられる。

3. 燃費基準適用の緩和条項がある。

年産1万台以下の企業は規制免除。このほか、新規に米国内で生産開始する場合、その他。

4. 規制値超過分の持ち越しと持ち戻りを前後3年間認める。

(注5) 複合: '82年モデル以降は2輪・4輪駆動車を1本化して基準を達成してもよい。

'92モデル年以降は複合基準のみとなる。

表19 10・15モード燃費目標値<sup>18)</sup>

(単位: km/ℓ)

車両重量区分		達成目標年度 (平成12年度)の 燃費目標値		(参考)		
				平成2年 度 10モード 燃費実績値 (10・15モード燃費実績換算値)	10モード燃費における 燃費目標値の向上率	
1	702.5 kg未満	19.2	19.0	16.8 (18.0)	6.5%	7.3%
2	702.5 kg以上 827.5 kg未満	18.2		15.7 (17.1)	7.0%	
3	827.5 kg以上 1015.5 kg未満	16.3	13.0	13.9 (15.2)	7.2%	8.3%
4	1015.5 kg以上 1515.5 kg未満	12.1		10.1 (11.1)	7.9%	
5	1515.5 kg以上 2015.5 kg未満	9.1	9.1	7.4 (8.3)	9.5%	11.0%
6	2015.5 kg以上	5.8		4.4 (5.2)	13.6%	
(参考) 全体		13.5		11.34 (12.4)	8.5%	

注. 1. ……の上下区分にまたがる車種を生産しているメーカーには、両区分の右側に示された燃費目標値が適用される。

2. 10モード燃費を10・15モード燃費に換算すると、10モード燃費より約7~12%高い数値となる。

### 3.1.2 燃費基準強化動向

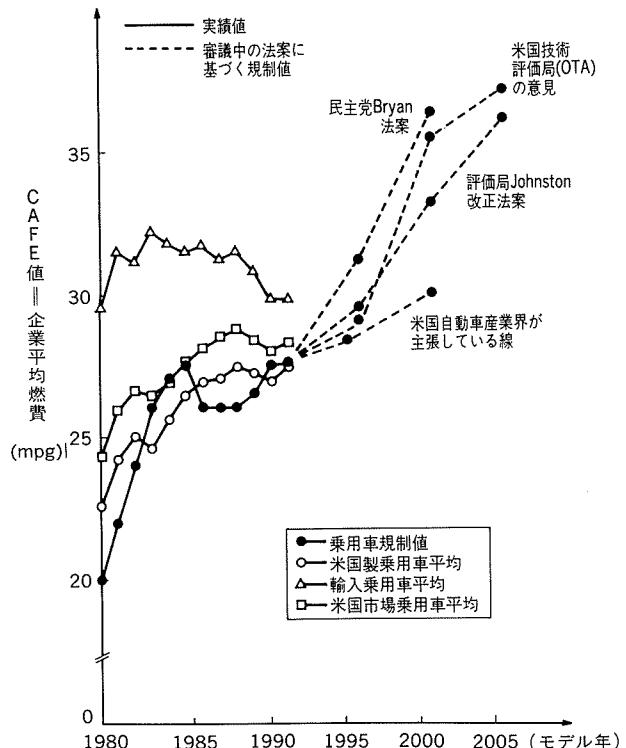
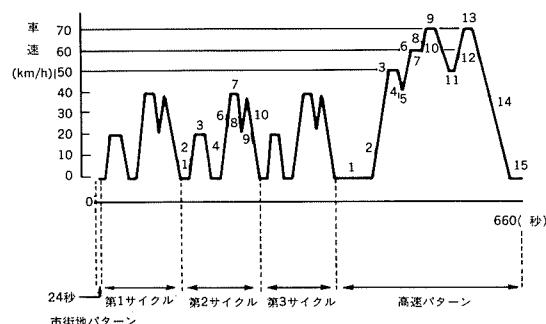
#### (1) 日本の燃費規制強化動向

運輸、通産両省の「自動車エネルギー消費効率改善検討会」から、平成4年6月燃費改善目標値等が答申された。表19<sup>18)</sup>にその内容を示す。全車平均で、2000年時点で対1900年比8.5%の燃費向上が要望されている。また、燃費測定モードも従来の10モードから10・15モードへ変更されている。図4<sup>19)</sup>に10・15測定モードを示す。

#### (2) 米国の燃費規制強化動向

1970年代の石油危機を契機に制定されたCAFE規制は1980年代後半より、地球環境保護、排出ガスの抑制策として、規制強化が盛んに議論されている。

図5<sup>18)</sup>にCAFE値の推移と審議中のCAFE規制値を示す。中でも、ブライアン法案は一時期かなり有望視さ

図5 CAFE値推移('80~'90年)と審議中のCAFE規制値<sup>18)</sup>

図中番号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
速度	アイドリング	加速 0→20km/h	一定速 20km/h	減速 20→0km/h	アイドリング	加速 0→40km/h	一定速 40km/h	減速 40→20km/h	一定速 20km/h	加速 20→40km/h
時間(秒)	*20	7	15	7	16	14	15	10	2	12

注: \*10・15モードの第1サイクルのみ44秒

図中番号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
速度	アイドリング	加速 0→50km/h	一定速 50km/h	減速 50→40km/h	一定速 40km/h	加速 40→60km/h	一定速 60km/h	加速 60→70km/h	一定速 70km/h	減速 70→50km/h	一定速 50km/h	加速 50→70km/h	一定速 70km/h	減速 70→30km/h	減速 30→0km/h
時間(秒)	65	18	12	4	4	16	10	11	10	4	22	5	20	10	10

図4 10・15モード概略図<sup>19)</sup>

れたが、経済性との兼ね合いで1991年以来見送られている。(注。ブライアン法案:各自動車メーカーの1988年実績値に対して、1995年型車で20%、2001年型車で40%の向上を義務付ける。→メーカー毎の過去実績に応じて一律%で強化を図る方式をPI(%インプルーブメント)方式と称する。ポテンシャルの高い日本メーカーに不利になる。)

### 3.2 代替エネルギー

省資源、環境保護の観点から、アルコールや天然ガス(CNG)、水素、電気等の代替エネルギーの研究も積極的に展開されている。それぞれに一長一短があり、課題も多く残されている。図6<sup>20)</sup>に各種エネルギー源と自動車との関連を、表20<sup>21)</sup>に各種代替エネルギーの特性比較を示す。

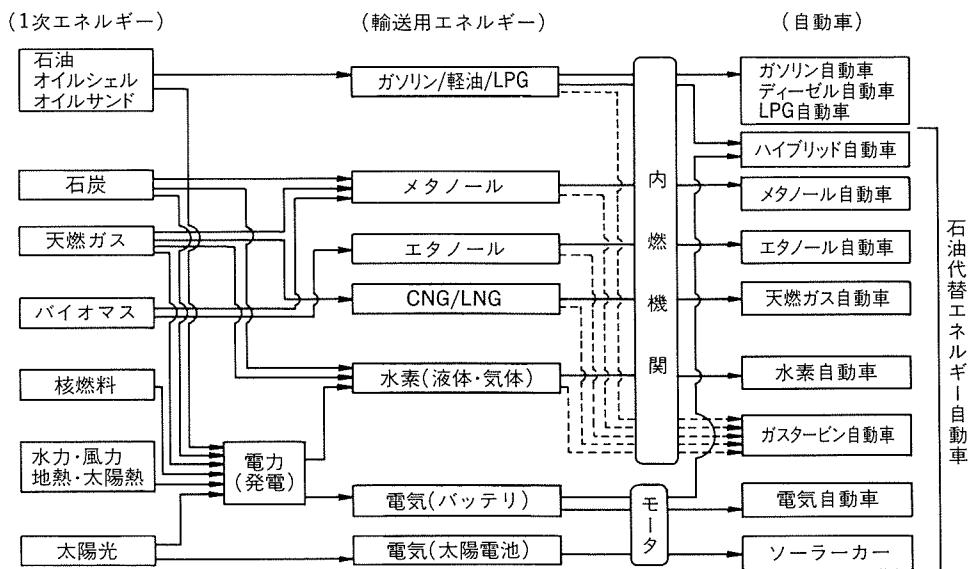


図 6 各種エネルギー源と自動車<sup>20)</sup>

表20 各種代替燃料の比較<sup>21)</sup>

		環境適合性 <sup>(注1)</sup>			航続 <sup>(注3)</sup> 距離	特徴と課題	現状	実用性 <sup>(注5)</sup>
		CO <sub>2</sub> <sup>(注2)</sup>	NOx	黒煙				
ガソリン自動車	○	○	○	1	総合的なバランス良好			○
ディーゼル自動車	◎	×(DI) △(IDI) <sup>(注4)</sup>	×	1.2	CO <sub>2</sub> 排出(燃費)良好 NOx, 黒煙排出の抑制が必要			○
電気自動車	●	●	●	0.1~0.15	高性能電池の開発が必要	英国の牛乳配達車 横浜市のゴミ回収車	×~△	
メタノ燃料車 ノートル	オットータイプ	○ <sup>(注5)</sup>	○	○	0.5	石油代替エネルギーとして利用 低温始動性の向上が必要	日本では100台程度の フリートテスト中	△
	ディーゼルタイプ	○~◎ <sup>(注5)</sup>	△	○	0.6	NOx, 黒煙排出の抑制が可能 ホルムアルデヒト排出低減が必要 エンジン耐久性が必要	米国では大規模フリートテスト中	△
天然ガス(CNG)自動車	◎	○	○	0.15~0.25	ガソリン車並の排出ガス浄化が可能 燃料供給体制の整備が必要	天然ガス産出地域で数十万台実用されている		△
ハイブリッド車 リッド	ディーゼル電気	◎	△	△	1.3	NOx, 黒煙排出の抑制が可能 高性能電池の開発が必要	実験またはコンセプト段階	○
	ディーゼル蓄油圧	◎	△	△	1.3	NOx, 黒煙排出の抑制が可能 高圧容器保安基準への適合が必要		○
水素自動車	△~◎ <sup>(注6)</sup>	○	●	1/4~1/6	燃料貯蔵技術の確立が必要	研究段階		×
ソーラーカー	●	●	●	—	高性能太陽電池の開発が必要	スイスで数百台使用中		×

(注1) ガソリン自動車を基準(○)とした場合の相対比較(×△○◎●)

〔資料：日産自動車調べ〕

(注1) ホンダの自動車と並んで(○) とした場合。

(注2) 燃料製造段階から消費段階まで含めた場合

(注3) ガソリン自動車を1とした場合、同

(注4) DI: 直接燃料噴射, IDI: 副室方式

(注 6) ▲：天然ガスから水素を製造　●：原子力／太陽発電

(注6) △: 天然ガスか

#### 4. 安全問題

昭和63年以降、交通事故による死者数は連続5年間1万人を越えており、自動車に対する安全対策は最も重要な課題になっている。自動車自体の安全性向上、交通ルール、マナー教育の徹底、道路状況の改善や信号等社会インフラの拡充等多岐に亘る対応策が講じられており、また、安全に関わる法的規制も強化されつつある。

##### 4.1 日本の安全基準（道路運送車両の保安基準）

昭和26年に設定され、安全確保、公害防止のため、自動車の構造装置について規制している。表21<sup>22)</sup>にその一部抜粋を示す。

##### 4.2 米国の安全基準

1967年、米国連邦自動車安全基準（FMVSS）が制定され、順次、改定、追加が実施されている。

（注：FMVSS : Federal Motor Vehicle Safety Standard）

##### 4.2.1 FMVSS の構成

###### (1) 一般事故防止 (Std. No. 100番台)

安全確保のため自動車の構造装置に関する規定

(2) 乗員保護対策 (Std. No. 200番台)

(3) 事故後の被害拡大防止 (Std. No. 300番台)

(4) その他の規制

##### 4.2.2 乗員保護対策 (Std. No. 200)

乗員保護を目的に自動車の衝突安全強度を規定している。表22<sup>23)</sup>にその一部抜粋を示す。No. 203とNo. 208にエアバッグ、シートフレームが、No. 214にサイド・ドア強度が、No. 215にバンパー強度が規定されている。なお、バンパー強度については、このFMVSS以外に米国だけでも他に4種類あり、またカナダ、欧州の規定もある。その要約を表23に示す。

(1) 各国法規：合格しないと販売出来ない

米 Part 581, カナダ CMVSS 215, 欧州 ECE 42

(2) 抜き取り試験：消費者への印象

IIHS, Consumer Reports

(3) 届出公称性能値：企業イメージ、保険料への影響

Strong 5 mph, Weak 5 mph

（注：mph : マイル／時）

表21 保安基準の概要（1991年 現在）<sup>22)</sup>

項目		基準の概要
1	長さ 幅 高さ	12×2.5×3.8m 以下 左右突き出し 250mm 未満、上方突き出し 300mm 未満
2	車両 総重量	車両総重量 20t 以下
	軸重 輪荷重	軸重 10t 以下 輪荷重 5t 以下
8	操縦 装置	ハンドル中心より500mm の範囲内に設置 乗用車 衝撃吸収ハンドルの装置
9	ブレーキ	独立 2系統以上の装置 踏力 90kg 以下 アンチロックブレーキシステム装着義務 (総重量12トン以上の一般路線以外のバス、13トン越のトラクター)
10	燃料 装置	乗用車及小型・軽自動車（車両総重量2.8トン以下）は衝突、及び被衝突時に著しい燃料漏れがないこと
11	電気 装置	電気装置は被覆されていること 無線設備に障害を与えないこと
12	車体及び車体	外部は鋭い突起の無いこと
13	巻込防止装置	普通貨物自動車巻込防止装置及び突入防止装置を備えること
14	乗車 装置	乗用車 衝撃吸収式インスルメントパネルの装着
17	座席 ベルト	乗用車 運転者席及び外側助手席は第2種（3点式）を装備
21	乗降口	衝撃により容易に開放しないこと
24	騒音防止装置	定常走行騒音 85ホン以下 定常走行騒音 加速走行騒音 近接排気騒音 トラック、バス 74~80ホン 78~83ホン 103~107ホン 乗用車 70 78 103 二輪自動車 74 75 99 内燃機関を原動機とする自動車は消音器を備えること
25	有毒ガス等の防止	ガソリン又はLPガスの10, 11モード規制 排出ガス発散防止装置の要件 ガソリン、LPガスのアイドルCO, HC規制 ブローバイ・ガス規制 燃料蒸発ガス規制

表22 乗員保護対策 (Std. No. 200台)<sup>23)</sup>

No.	項目	基準の内容
201	室内衝撃に対する乗員保護	1968年適用 インストパネル、シートバック、サンバイザー、アームレストに関する規定
203	ステアリング装置からの乗員保護	1968年適用 15mile/h の衝撃にて胸部に受けた荷重2500 lbs 以下 (3点式ベルト装着) 1975年 エアバック装着車適用除外
208	乗員衝突保護	1972年適用 2点式、3点式(乗用車外側前席) シートベルト装置 1982年適用 受動拘束システム + 2点式ベルト 正面及び±30°, 30 mph 対壁衝突テストで障害基準を満足すること
214	サイド・ドア強度	1989年適用 後席3点ベルト義務づけ 1973年適用 サイド・ドアの静的圧壊抵抗力規定 1994年適用 停止車両側面に動可変形バリアを33.5mphで衝突させた際、障害基準を満足すること
215	バンパー	1972年適用 バンパー強度規定 フロント 5 mile/h, リア 2.5 mile/h の固定バリア衝突テストで損傷なきこと 1973年適用 フロント、リア、コーナー-30°でのベンジュラムテストの後に、フロント、リアのバリア衝突テストを行った時、保護基準を満足していること 1978年より MVSS No.215 → PART 581 バンパースタンダードに吸収 1978年適用 215要件にボディー外板の損傷なきこと追加 1979年適用 上記に加うるにバンパー表面のへこみ3/8インチ以下 バンパーの変形3/4インチ以下のこと 1982年適用 縦方向 5 MPH → 2.5 MPH コーナー 3 MPH → 1.5 MPH
216	ルーフ圧壊抗力	1973年適用 ルーフレール及びヘッダー部に車重量の1.5倍又は5000 lbs を加重、つぶれが5インチ以下のこと
219	ウインドシールドゾーントリューション	1976年適用 30mile/h バリヤ衝突時車両外装部はウインドシールドより車室内に介入してはいけない

表23 バンパーレインホースメント強度試験各規格

(表中の↓はバンパー交換せずにテストする事を示す)

国(地域)名		アメリカ					カナダ	ガルフ	欧州
① 法規	○	○	○	○	○	○	○	○	○
② 抜き取り試験									
③ 届出性能公称値									
名称	FMVSS Part 581	IIHS	Consumer Report	Strong 5 mph (旧 Part 581)	Weak 5 mph	Cmvss 215	GS 41	ECE 42	
性能評価方法									
フロント	正面振子	○ 2.5 mph (2回)		○ 5 mph	○ 5 mph (2回)	同左	同左	○ 4 km/h (2回)	同左
	コーナー振子	○ 1.5 mph (2回)		○ 3 mph	○ 3 mph (2回)	同左	同左	○ 2.5 km/h (2回)	同左
	フラット(正面)バリヤ	○ 2.5 mph	○ 5 mph		○ 5 mph	同左	同左		
	斜突バリヤ(30°)		○ 5 mph						
リヤ	正面振子	○ 2.5 mph (2回)		○ 5 mph	○ 5 mph (2回)	同左	同左	○ 4 km/h (2回)	同左
	コーナー振子	○ 1.5 mph (2回)		○ 3 mph	○ 3 mph (2回)	同左	同左	○ 2.5 km/h (2回)	同左
	フラット(正面)バリヤ	○ 2.5 mph	○ 5 mph		○ 5 mph	同左	同左		
	ポールバリヤ		○ 5 mph						
性能要件	ボディー損傷	不可	修理費で評価	同左	不可	不可	可	可	可
	機能損傷	不可	同上	同左	不可	不可	不可	不可	不可
	バンパー損傷	可	同上	同左	セット量≤19mm デント量≤9.5mm	可	可	可	可
	振子発生荷重	2000 lb 以下			2000 lb 以下	2000 lb 以下			

#### 4.2.3 事故後の被害拡大防止 (Std. No. 300)

事故発生時の被害、特に、火災を防止するため、表24<sup>23)</sup>に示すように、燃料タンク等の燃料系、シート等の室内材料の難燃性を規定している。

#### 4.3 安全基準強化の動向

日本においては、運輸技術審議会から1992年に「自動車の安全確保のための今後の技術的方策について」が答申された。事故回避対策（予防安全）、被害軽減対策（衝突安全）、被害拡大防止対策（波及安全）、それぞれ短期（1～2年）、中期（3～4年）、長期（5年以上）目標が盛り込まれている。

表25<sup>24)</sup>に12項目設定された短期規制項目を示す。この中で、衝突安全性能について、米国のFMVSS 208並みの厳しい基準が設定されたことは注目される。また、1992年に設定された「大型トラックへの後部突入防止装置の改善」が中期目標として中型トラックへも義務付け

られている。

米国では、サイド・ドア強度（FMVSS No. 214）、側面衝突安全基準が強化され、1994年型車（1993年9月以降生産）で25%，1995年型車で40%，1997年型車で100%の適用が義務付けられる。これは、30mphで側面衝突（90°）した際、ドアラッチ及びテールゲートが開放しないことを義務付けている。また、エアバッグ装置義務付け（FMVSS 208 改）の強化案が表26<sup>25)</sup>に示すような内容で提案されている。

表26 エアバッグの装着率規制<sup>25)</sup>

対象	1996年9月	1997年9月	1998年9月
乗用車	95%	100%	100%
商用車	—	80%	100%

表24 事故後の被害拡大防止 (Std. No. 300台)<sup>23)</sup>

301	燃料タンク 関連部品	1968年適用 30mile/h のバリアテスト時の燃料漏れは 1 oz/分以下 1976年適用 上記規定に、0～±30° バリアテスト、後面、及び側面ムーピングバリアテスト要件追加
302	材料難燃性	1972年適用 規定の材料は 4 インチ/分以下の燃焼速度であること

表25 短期規制項目一覧表<sup>24)</sup>

項目	適用車種	適用時期
(1) 前面衝突時の車両本体による衝撃吸収性能の強化	乗用車（乗車定員10人以下に限る、以下同じ） <sup>(注1)</sup>	1994年4月（新型車のみ） (継続生産車：1996年1月) (輸入車：1999年4月)
(2) 高速時におけるブレーキ性能の強化		
(3) ブレーキ操作力の軽減		
(4) 後席3点式シートベルトの装備義務づけ	乗用車	1994年4月
(5) シートベルト非着用時警報装置の装備義務づけ	小型トラック	(輸入車：1995年4月)
(6) デフロスタ性能要件の強化	軽トラック	1994年4月
(7) アンチロックブレーキシステム（ABS）の装備義務づけ対象車種の拡大	中型トラクタ 大型トレーラ <sup>(注2)</sup>	1995年9月
(8) 補助ブレーキ（リターダ等）の作動時における制動灯の点灯義務づけ	大型車	1994年4月 (使用過程車：1995年4月)
(9) 内装材の難燃化の義務づけ	全車種（二輪車、大特、小特を除く）	1994年4月 (輸入車：1995年4月)
(10) 二重アクセルリターンスプリングの装備義務づけ		1994年4月
(11) 被追突時の燃料もれ防止要件の強化	乗用車 小型トラック	1994年4月（新型車のみ） (継続生産車：1996年1月)

なお、本改正に併せ、始動装置の識別装置については、その必要性が低下したため義務づけを廃止

（注1）ワンボックス車、オフロードユース車を除く

（注2）車両総重量が7tを超える、13t以下のトラクタ及び車両総重量10tを超える危険物輸送用以外のトレーラをいう

表27 防錆基準の現状と自動車メーカーの保証内容<sup>26)</sup>

		錆びコード (法的ガイドライン)	自動車メーカーの錆び保証期間 <sup>(注3)</sup>		
			日本車	米国車	欧州車
北米 カナダ	外観 孔あき	1.5年 <sup>(注1)</sup> 5年	1~3年 3~5年	1年 6~7年	1~3年 5~6年
	外観 孔あき	3年 <sup>(注2)</sup> 6年 <sup>(注2)</sup>	1~3年 6年	1年 6年	1~3年 6~8年

(注1) カナダ錆びコード(1980~)

(注2) 北欧錆びコード(1982~)

(注3) 1987年12月現在

## 5. 防錆基準

自動車の防錆、耐久性向上も大きな課題である。特に、冬期融雪塩を散布する北米、北欧では、法的ガイドラインである「錆びコード」が設定され、外観錆、孔あきに対する耐久期間が規定されている。自動車メーカーの1987年時点での錆び保証期間も合わせて表27<sup>26)</sup>に示す。

### 防錆基準強化動向

① 北米、北欧、カナダ等寒冷地での融雪塩散布量の増加  
 ② 自動車の平均寿命の増加  
 ③ 中古市場での差別化  
 等の理由により、防錆基準の強化が下記内容で検討されている。

10年 - 5年 - 2年 - 1年

10年：耐孔あき保証

5年：耐外面錆び保証

2年：エンジンルーム内錆び保証

1年：耐床裏部品錆び保証

## 6. その他（トラック関係）

### (1) トラック過積載の防止

「貨物自動車運送事業法」17条に過積載禁止が規定されている。また、トラックへの積載質量計の取りつけが義務付けられた。

### (2) 車両総質量の見直し

現行の20トン → 25トンへの見直しが「道路審議会」より答申され、暫定期間を経て1997年より実施されたことが決定した。

### (3) トラックへのABS（アンチロックブレーキシステム）装着義務

平成3年より、大型トラック及び危険物運搬用大型トレーラに、平成4年には、高速道路運行大型バスにABSの装着が義務付けられている。

## 7. アルミニウムとの係わり

前述したように、地球環境問題や省エネルギー、安全等に関わる諸規制の強化動向と共にアルミニウムの役割はますます増大しており、それは、表28に示すように、普通、小型乗用車における原材料推移からも明らかである。

### 7.1 軽量化

図7に示すように、排出ガスの抑制、燃費の向上に対し、車体の軽量化は最も有効な手段の一つである。一般に車体質量が10%軽くなれば、燃費は8~10%向上する。

車体質量1000~1500kgの範囲では、質量1kgに対し燃費は約0.01km/1変動する。

一方、図3に示したように、車体質量は排出ガス対策や燃費向上対策、安全対策等により近年着実に増加しており、その軽量化は一層重要になっている。

アルミニウムによる車体質量の軽量化効果は、適用部位、部品により異なるが、鉄鋼製に比べて30~60%の軽

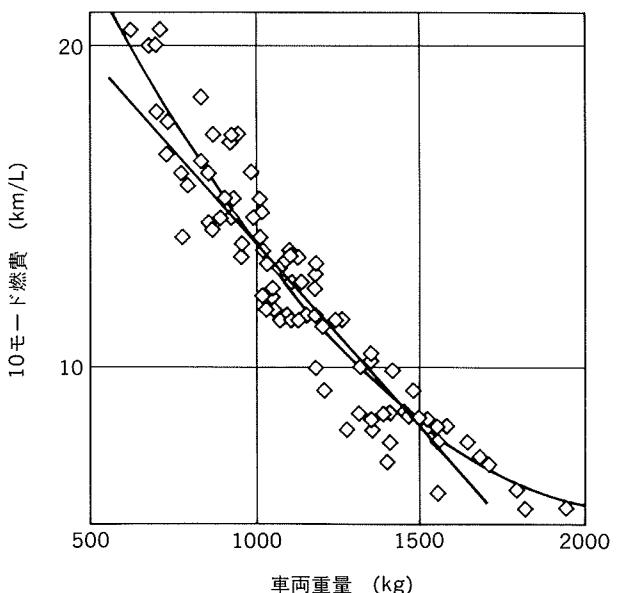


図7 車両重量と燃費の関係(日本)

表28 普通・小型乗用車における原材料構成比推移(単位:重量%)

		1973年	1977年	1980年	1983年	1986年	1989年	1992年
銑鉄	銑 鉄	3.2	3.2	2.8	2.2	1.7	1.7	2.1
普通 通 鋼 鋼 材	棒 鋼	1.2	1.0	0.9	0.9	0.8	0.8	0.8
	熱 延 薄 板	6.9	7.1	6.9	7.6	7.1	6.3	8.5
	〃 中 板	7.5	7.2	5.9	5.7	4.7	4.8	3.6
	〃 厚 板	0.2	0.5	0.8	0.6	0.4	0.4	0.3
	冷 延 薄 板	38.9	37.9	33.8	29.4	26.0	22.5	15.0
	高 張 力 鋼 板	—	0.5	1.4	4.1	7.3	6.4	3.9
	亜鉛めっき鋼板	1.6	3.8	5.7	5.5	5.4	10.0	14.8
特殊 鋼 鋼 材	その他表面処理鋼板	0.6	1.5	2.3	2.8	2.9	5.4	5.4
	鋼 管	2.3	2.2	2.3	2.3	2.7	2.4	2.0
	その他の普通鋼鋼材	1.8	0.8	1.2	1.1	0.4	0.4	0.6
	計	60.4	61.6	60.5	59.5	57.7	56.9	54.9
非 鉄 金 屬	炭素鋼鋼材	7.9	6.8	6.1	6.0	6.1	6.0	5.8
	合金鋼鋼材	5.6	4.6	3.8	3.6	3.4	3.5	3.7
	被削性改善鋼鋼材	—	0.7	1.0	1.0	1.4	1.9	2.1
	ステンレス鋼・耐熱鋼	0.4	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	1.4
	ばね鋼鋼材	2.2	2.0	1.5	1.5	1.5	1.4	1.3
	軸受鋼鋼材	—	0.9	0.9	0.9	0.9	0.7	0.6
	その他の特殊鋼鋼材	1.4	0.2	0.5	0.4	0.7	0.6	0.4
非 金 屬	計	17.5	16.1	14.7	14.3	15.0	15.1	15.3
	電気銅	1.0	0.9	0.8	0.9	1.0	1.3	1.0
	鉛地金	0.6	0.6	0.8	0.6	0.6	0.6	0.5
	亜鉛地金	0.5	0.5	0.3	0.4	0.4	0.4	0.3
	アルミ地金	2.8	2.6	3.3	3.5	3.9	4.9	6.0
	その他の非鉄金属	0.1	0.1	0.4	0.2	0.2	0.2	0.2
金 属	計	5.0	4.7	5.6	5.6	6.1	7.4	8.0
	フェノール樹脂	0.1	0.1	0.1	0.2	0.1	0.1	0.1
	ポリウレタン樹脂	0.5	0.5	0.8	0.9	1.2	1.0	1.1
	塩化ビニール樹脂	0.9	1.1	1.4	1.7	1.7	1.6	1.1
	ポリエチレン樹脂	0.2	0.2	0.3	0.4	0.5	0.4	0.3
	ポリプロピレン樹脂	0.5	0.5	0.9	1.2	2.0	2.4	2.5
	A B S 樹脂	0.4	0.7	0.5	0.5	0.7	0.8	0.7
	その他の合成樹脂	0.3	0.4	0.7	0.6	0.4	0.3	0.4
	(汎用樹脂計)	2.9	3.5	4.7	5.5	6.6	6.6	6.2
	(高機能樹脂計)	—	—	—	0.2	0.7	0.9	1.1
非 金 屬	[合成樹脂計]	2.9	3.5	4.7	5.7	7.3	7.5	7.3
	塗 料	2.1	1.6	1.8	1.7	1.7	1.4	1.5
	ゴム	4.8	4.3	3.7	3.5	3.0	2.7	3.1
	ガラス	2.8	2.7	3.1	3.2	3.3	3.0	2.8
	繊維	—	0.7	1.2	1.3	1.4	1.2	1.2
	木材	—	—	0.2	0.3	0.5	0.4	0.4
	その他の	1.3	1.6	1.7	2.7	2.3	2.7	3.4
	計	13.9	14.4	16.4	18.4	19.5	18.9	19.7
	合 計	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0
	原単位総重量の推移	100.0	106.5	105.9	102.7	106.8	115.1	136.8

(注) 本資料は、調査時における普通・小型乗用車の平均的な原材料構成比の推移を示したもので、調査時の調査対象車種・範囲・車種構成が異なるため、原単位総重量はその都度変化しており、原単位総重量の増減を比較することは適当でない。

したがって、構成比の推移をもとに原材料別・経年別の増減量を比較してみることも適当でない。原材料構成比の変化の傾向を見てほしい。

量化が可能である。事例を以下に示す。

- ① エンジンブロック：鋳鉄（40kg）→  
アルミ+鋳鉄ライナー（28kg）  
オールアルミブロック（20kg）
- ② エンジンフード：鋼板（15～17kg）→  
アルミ（約8.5kg）
- ③ バルブリーテナ：鉄（16.5g）→ アルミ（6.5g）

## 7.2 リサイクル（省資源、省エネルギー、産業廃棄物）

2.1.6項に産業廃棄物の観点からリサイクルについて述べたが、省資源、省エネルギーの立場からもリサイクルは重要な課題になっている。現在、樹脂のリサイクルが問題になっているが、これに反し、アルミニウムはリサイクル容易な材料であり、リサイクル材そのものに価値があること、及び再生に要するエネルギーが新地金製造時の約3%強で、粗鋼製造エネルギーより少なく、省エネルギー上からも有利な材料である。

リサイクルの立場からアルミニウムの今後の課題として次のような事項がある。

- ① リサイクルの効率化を図るために、可能な限り合金系の統合化を進める。
- ② 付加価値を高めるため、展伸材 → 展伸材リサイクルを促進する合金の開発
- ③ 他材料との取はずし容易な接合方法の検討

## 7.3 安全

アルミニウムはその特性（強度、伸び、エネルギー吸収等）及び優れた加工性（鋳造、鍛造、押出し等）により、安全に係わる部品そのものへの適用が進展している。薄肉、中空形材製バンパー補強材、ABSハウジング、エアバッグ部品等すでに多くのアルミ化が実現しているが、今後、エネルギー吸収体として、フロントサイドフレームやドアビーム等への押出形材、あるいは床材へのハニカムパネルの適用が期待されている。

## 8. おわりに

地球環境保護、省資源、省エネルギー、安全性の向上等自動車を取り巻く環境は、今後ますます厳しくなるものと考えられ、それらに係わる法的諸規制も強化される傾向にある。

新技術、新材料、新工法の研究、開発が積極的に展開されているが、車体の軽量化は全ての課題に共通した基本的で必須な対応策である。

したがって、アルミニウムに対する期待は従来に増して高まるものと考えられる。

本報は、自動車に関する法的諸規制の現状と今後の動向について整理し、今後のアルミニウムの役割と課題について考察したものである。

なお、本資料をまとめると同時に、末尾に紹介したように、多くの文献、資料を参照・引用させていただいた。ここに厚くお礼申し上げる。

また、内容的には、筆者にとって未知な分野が多く、適用した資料が妥当なものなのか、時宜を得たものなのか判断つきかねるもののが多々ある。ご叱責をいただきたい。

## 参考文献

- 1) 細見彌重：本誌，32-1 (1991), 1.
- 2) 日産自動車株式会社：自動車産業ハンドブック，1992／1993, 421.
- 3) 同 上 422.
- 4) 同 上 423.
- 5) 同 上 426.
- 6) 日本自動車工業会：日本の自動車工業，1993, 38.
- 7) 軽金属協会：自動車に関する法規、諸規制とアルミとの係わり，(1992), 7.
- 8) 日産自動車株式会社：自動車産業ハンドブック，1992／1993, 416.
- 9) 同 上 417.
- 10) 同 上 419.
- 11) 日本自動車工業会：日本の自動車工業，1993, 39.
- 12) 日産自動車株式会社：自動車産業ハンドブック，1992／1993, 428.
- 13) 同 上 429.
- 14) 同 上 430.
- 15) 軽金属協会：自動車に関する法規、諸規制とアルミとの係わり，(1992), 13.
- 16) 同 上 14.
- 17) 同 上 15.
- 18) 同 上 16.
- 19) 日本自動車工業会：日本の自動車工業，1993, 46.
- 20) 端山均：自動車技術，46-7 (1992), 20.
- 21) 日産自動車株式会社：自動車産業ハンドブック，1992／1993, 443.
- 22) 軽金属協会：自動車に関する法規、諸規制とアルミとの係わり，(1992), 17.
- 23) 同 上 18.
- 24) 棚木明夫：自動車技術，47-7 (1993), 10.
- 25) 同 上 12.
- 26) 軽金属協会：自動車に関する法規、諸規制とアルミとの係わり，(1992), 20.
- 27) 同 上 21.