

Reprinted from SUMITOMO LIGHT METAL TECHNICAL REPORTS (Title No. P-546)

住友軽金属技報 第37巻 第1号, 第2号 (1996) 1-6

論 文

Al-Mg 系合金の延性におよぼす n 値の影響

内田秀俊 吉田英雄

Sumitomo Light Metal Technical Reports, Vol. 37, No. 1, No. 2 (1996), pp. 1-6

Effect of n value on Formability
of Al-Mg Alloys

Hidetoshi Uchida and Hideo Yoshida

住友軽金属工業株式会社研究開発センター

論 文

Al-Mg 系合金の延性におよぼす n 値の影響*

内田秀俊** 吉田英雄***

Sumitomo Light Metal Technical Reports, Vol. 37, No. 1, No. 2 (1996), pp. 1-6

Effect of n value on Formability
of Al-Mg Alloys

Hidetoshi Uchida and Hideo Yoshida

The strain-hardening coefficient, n value of Al-Mg alloys is not constant with strain, since it increases to a maximum and decreases. The changes of n value and microstructures during tensile deformation suggest as follows. When n value increases with strain, dislocation density increases. When n value is stable with strain, microstructures change little. When n value decreases with strain, the formation and growth of dislocation cell structures occur and cause to dynamic recovery. The stability of n value is more important than the maximum n value to obtain good formability. The alloys having stable n value with wider strain region are considered to be the materials with better formability.

1. 緒 言

Al-Mg 系合金は、アルミニウム合金の中で成形加工性に優れ、非熱処理型合金の中では最も高い強度を示すため缶材を始めとして多くの用途がある。また軽量化を目的としたプレス成形材料として盛んに利用され、日本で自動車ボディパネル用合金として最も多く使用されている合金である。

この合金は、マグネシウム添加量が多いほど強度は増加し、伸びは2~3%マグネシウムで最小値を示し、その後は増加するということがよく知られている¹⁾²⁾。しかしプレス成形性は、必ずしも引張試験の伸びと一致するとは限らず、伸びの値だけで評価することは難しい。

そこで Al-Mg 系合金において、引張試験における荷重-変位曲線を解析することにより、歪量に対する n 値(加工硬化指数)の変化を調べるとともに、ミクロ組織観察により n 値の変化が示す延性、引張性質におよぼす影響を考察した。

2. 実 験 方 法

供試材は3Nのアルミニウム地金を用いて1.5% (mass%) 刻みに9%までマグネシウムを添加した合金を半連続鋳造により作製(成分の実績値はTable 1参照)し、均質化処理、熱間圧延により4.4mm厚とした。さらに冷間圧延により1mm厚の板とし、最終焼純は、ソルトバスにて行った。また比較材として同一地金を用いた純アルミニウムを使用した。

各供試材より引張試験片(JIS 5号)を採取し、引張試験を行った。全伸びの測定は、突き合わせ法により、一様伸びは、応力歪曲線の最大応力の歪量として求めた。さらに局部伸びはこの全伸びから一様伸びの値を引いて求めた。n 値は加工硬化指数として知られており、(1)式に示す Hollomon の式より求めた³⁾。

$$\sigma = F \varepsilon^n \quad (1)$$

ここで σ は真応力、 ε は真応力、F は定数である。

n 値の計算は、引張試験機(島津製作所製 AD-50kND)より連続的にデータを採取し、各歪量に対する値を2点法により求めた。試験条件および計算概要を以下に示す。

クロスヘッド速度は、耐力まで5mm/min、その後20mm/minで試験した。

荷重データは、スムージング(純アルミニウムは行わなかった)によってセレーションの影響を除去した後、

* 軽金属学会第84回春季大会(1993年5月、於立山), PLASTICITY '95(1995年7月、於大阪)で一部発表。
主要部を軽金属(1995.4)に投稿

** 研究開発センター第一部

*** 研究開発センター第一部 工学博士

Table 1 Chemical composition of specimens (mass%)

Specimen	Si	Fe	Mg	Ti	Al
Pure Al	0.03	0.05	<0.01	0.03	bal.
Al-1.5Mg	0.02	0.04	1.47	0.03	bal.
Al-3.0Mg	0.03	0.04	2.91	0.03	bal.
Al-4.5Mg	0.03	0.04	4.45	0.03	bal.
Al-6.0Mg	0.04	0.05	5.99	0.03	bal.
Al-7.5Mg	0.04	0.05	7.46	0.03	bal.
Al-9.0Mg	0.05	0.06	9.23	0.02	bal.

*The contents of Cr, Mn, Cu and Zn are less than or equal to 0.01%.

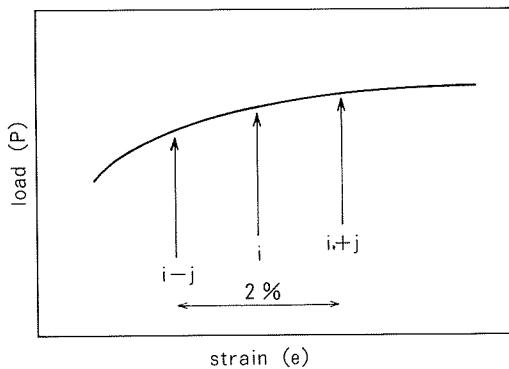


Fig. 1 Schematic diagram for calculating n value

i番目の変位 e_i のときの n_i 値を $i+j$ および $i-j$ 番目の荷重 (P_{i+j} および P_{i-j}) から(2)式により求めた。変位の間隔として i は約0.2%刻みに測定し j の間隔は約1%として行った。各パラメータの取り方の模式図を Fig. 1 に示す。

$$n_i = \frac{\ln \{P_{i+j} \cdot (1+e_{i+j})\} - \ln \{P_{i-j} \cdot (1+e_{i-j})\}}{\ln \{\ln (1+e_{i+j})\} - \ln \{\ln (1+e_{i-j})\}} \quad (2)$$

TEM 観察用試験片は引張試験機により所定の歪量まで引張変形を施し、平行部より採取した。

3. 実験結果

3.1 結晶粒径

比較材である純アルミニウムの結晶粒径が他の供試材に比べやや大きかったが、いずれの供試材も35~45 μm の結晶粒径であった。

3.2 機械的性質

Fig. 2 に各材料の応力-歪曲線を、Fig. 3 にマグネシウム添加量と耐力、引張強さ、全伸びの変化を示す。マグネシウム添加量が多いほど耐力および引張強さの増加がみられた。全伸びは、純アルミニウムが最も高くマグネシウム添加により急激に減少し Al-3Mg 合金で最小値を取った後増加した。Al-9Mg 合金では、約40%の

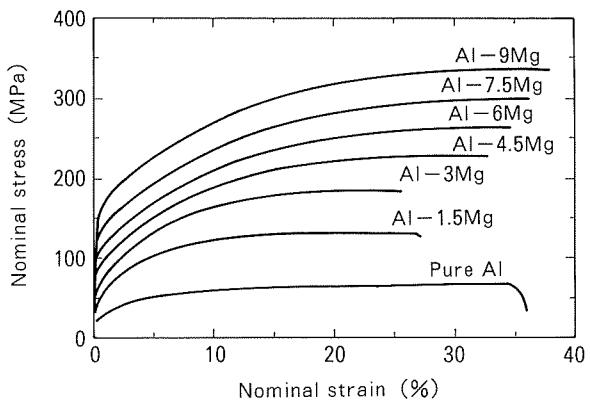


Fig. 2 Stress-strain curves (L direction)

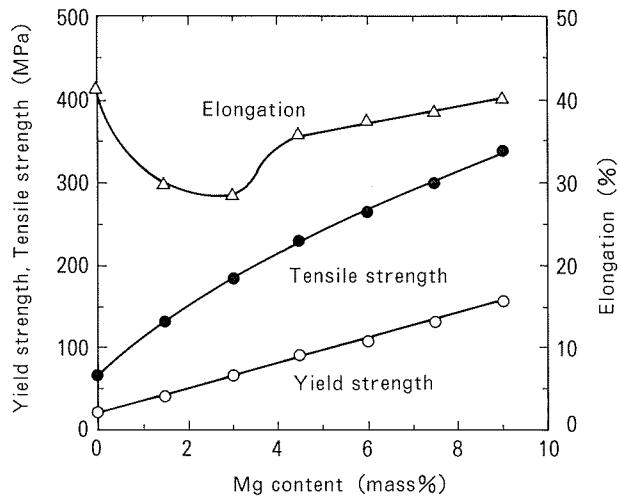


Fig. 3 Effect of Mg content on mechanical properties (L-direction)

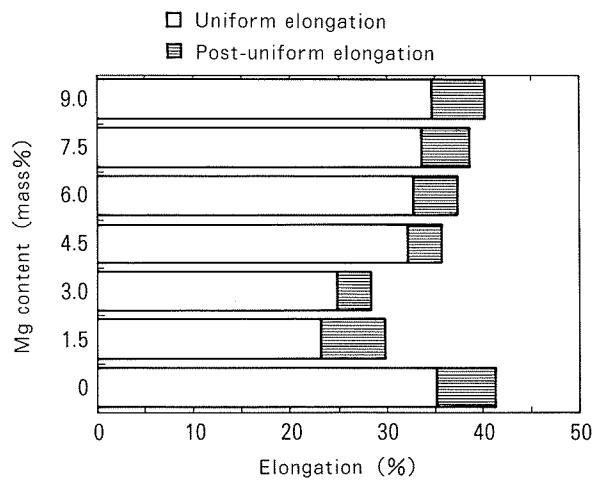
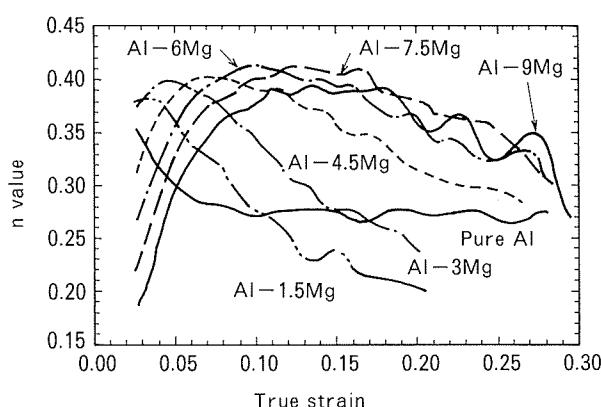


Fig. 4 Effect of Mg content on elongation

全伸びを示した。

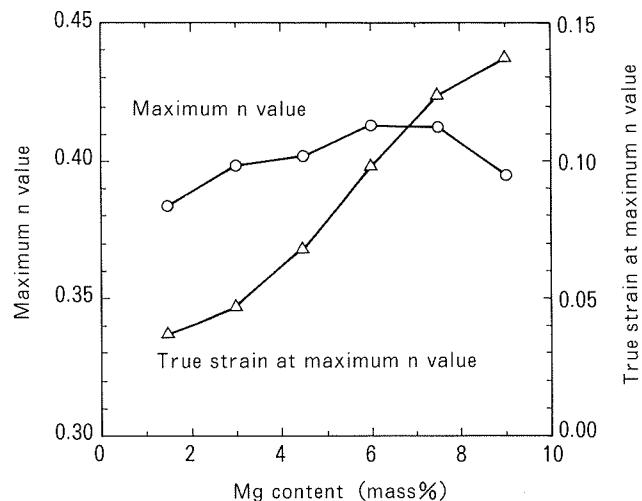
さらに伸びの変化を詳細に検討するため一様伸びと局部伸びに分けた場合の伸びの変化を Fig. 4 に示す。

Fig. 5 Effect of Mg content on n value

一様伸びは、純アルミニウムが最も大きく、Al-1.5Mg 合金が最も小さく、マグネシウム添加量が多いほど高い値を示した。局部伸びも純アルミニウムが最も大きく、マグネシウムの添加により減少し、Al-4.5Mg 合金まで減少し、それ以上のマグネシウム量で再び増加した。

3.3 n 値

Fig. 5 に各試料の歪量に対する n 値を連続的に示す。純アルミニウムの n 値は真歪約0.1まで徐々に減少しその後、0.26~0.28でほぼ一定の値を示した。マグネシウム添加合金の n 値は歪量により一度増加した後、最大値を示し、その後、減少する傾向がすべての材料に見られた。

Fig. 6 Effect of Mg content on maximum n value and corresponding strain

歪初期における n 値の増加の割合は、マグネシウム量にかかわらずほぼ同程度であったのに対し、最大値を示した後の歪量における n 値の減少の割合は、4.5%以上のマグネシウム量では、それより少ないマグネシウム量の合金に比べ、小さかった。

Al-Mg 合金の最大の n 値を示す時の真歪とそのときの n 値に関して Fig. 6 に示す。最大の n 値は、6 %までは、マグネシウム添加量によりわずかに増大しているが、それ以上のマグネシウム添加では、最大の n 値は大きくならなかった。それに対して n 値が最大値を示すまでの歪量はマグネシウム添加量とともに増加した。

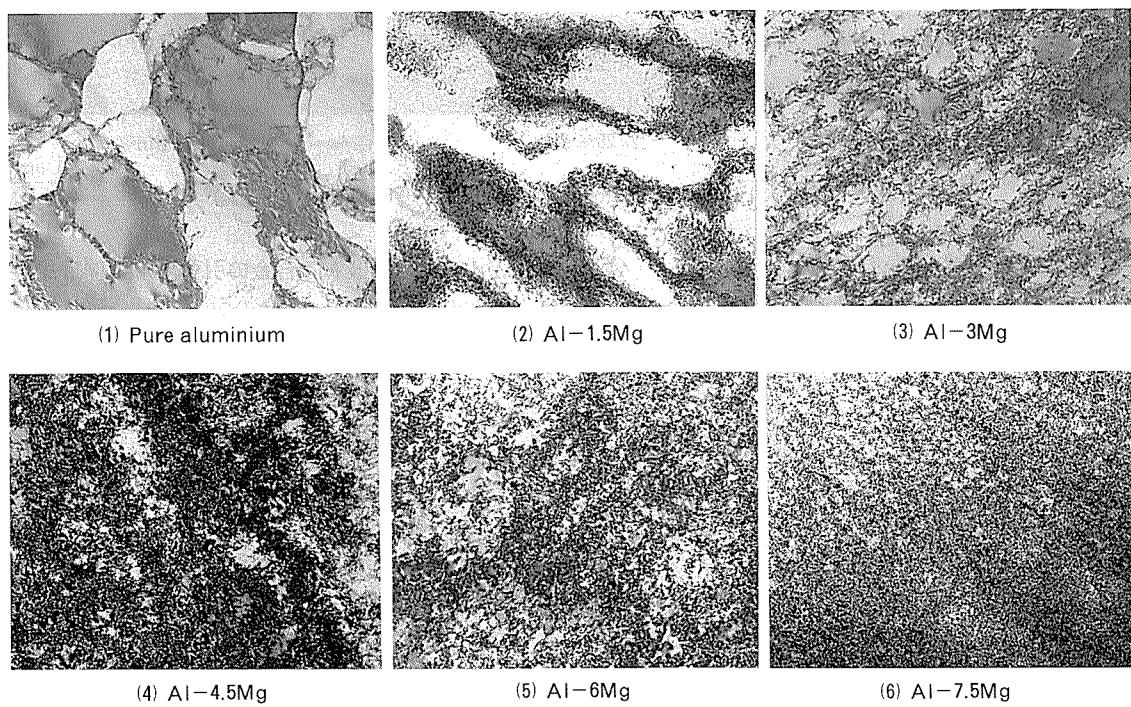


Fig. 7 TEM structures of 15% strained specimens

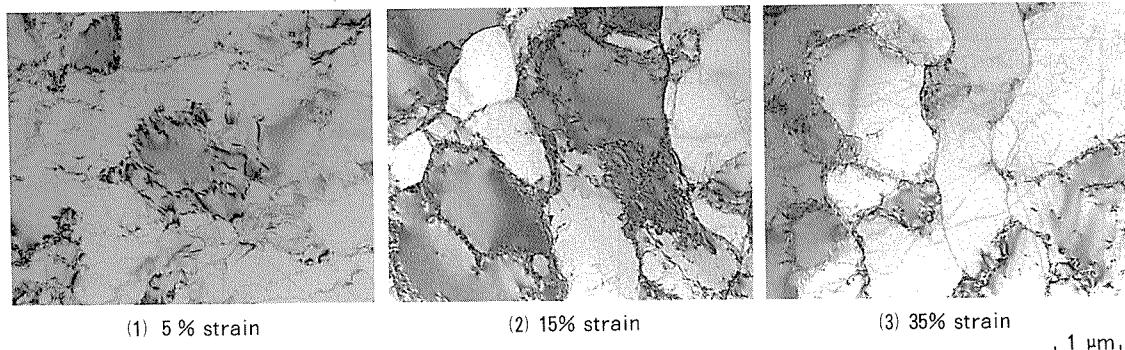


Fig. 8 TEM structures of strained pure aluminium

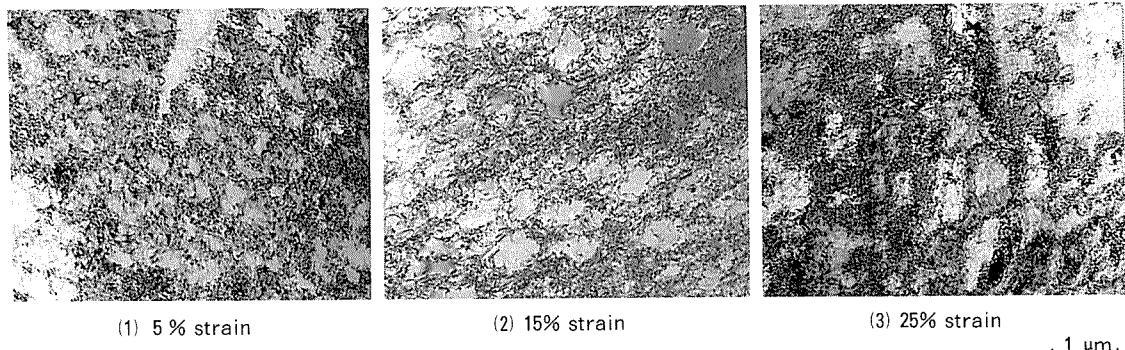


Fig. 9 TEM structures of strained Al-3Mg alloy

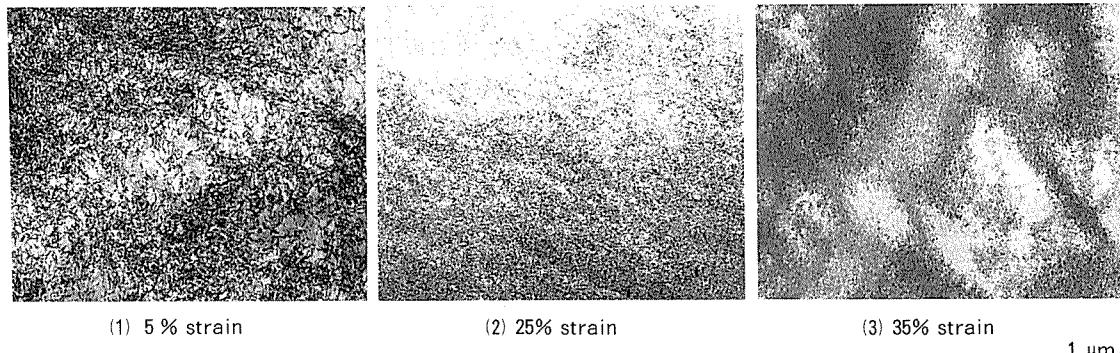


Fig. 10 TEM structures of strained Al-9Mg alloy

3.4 TEM観察

3.4.1 マグネシウム添加量とミクロ組織変化

各供試材の15%（真歪0.14）引張変形後のTEM組織をFig. 7に示す。マグネシウム添加量が多いほど細かい転位セル組織が形成されていた。4.5%以上のマグネシウム添加量では、セル組織が非常に微細に形成されており、均一な組織として観察された。

3.4.2 純アルミニウムの引張変形に伴う組織変化

Fig. 8に純アルミニウムの引張変形に伴う転位組織の変化を示す。5%（真歪0.05）引張変形ではセル組織が一部に形成されているが、その境界は明瞭でなく、15%（真歪0.14）引張変形までに形成されたセル組織は、数μmの大きさで観察された⁴⁾⁵⁾。35%（真歪0.30）引張変形までその大きさにあまり変化が見られなかった。

3.4.3 Al-低Mg合金の引張変形に伴う組織変化

Fig. 9にAl-3Mg合金の引張変形に伴う転位組織の変化を示す。5%（真歪0.05）引張変形では、部分的にセル組織が形成されている。15%（真歪0.14）引張変形では、セル組織が明瞭に観察されており、かなりの領域でセル組織が発達していると考えられる。

25%（真歪0.22）引張変形では、ネッキング直前の歪に相当し、転位の局在化を示すマイクロバンドの形成が多数観察できた⁶⁾⁷⁾。

3.4.4 Al-高Mg合金の引張変形に伴う組織変化

Fig. 10にAl-9Mg合金の引張変形に伴う転位組織の変化を示す。5~25%引張変形では、転位組織には明瞭な違いは見られなかった。ネッキング直前の35%引張変形ではマイクロバンドを形成していた。

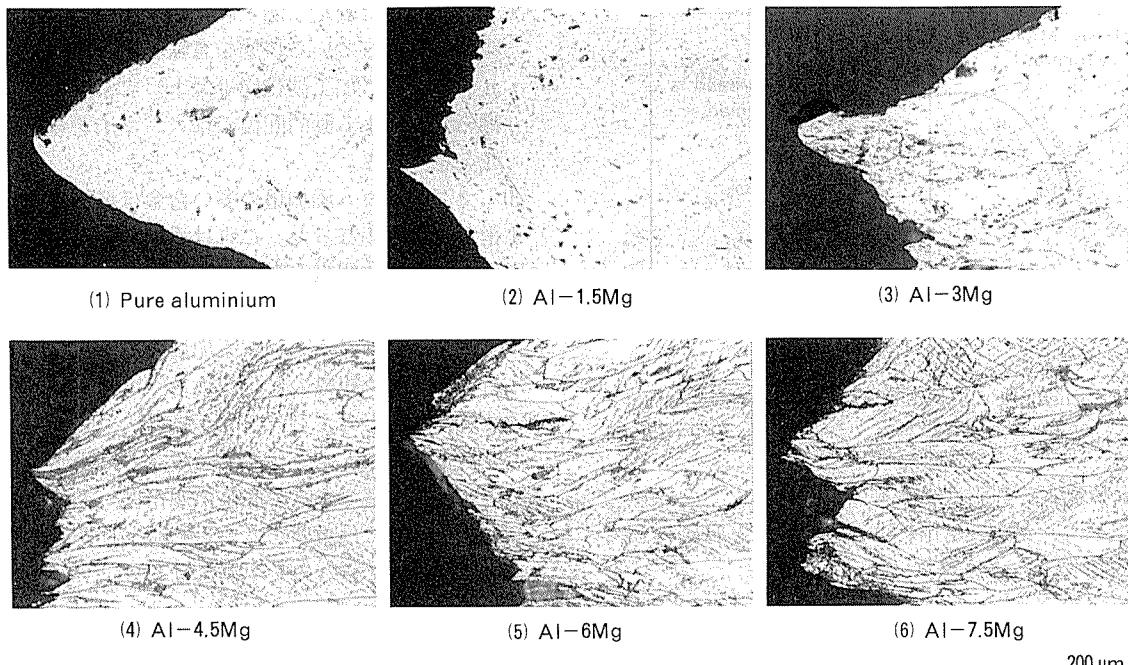


Fig. 11 Cross sections of fractured specimens

3.5 破断近傍のミクロ組織

引張試験後の破断部のミクロ組織を Fig. 11 に示す。純アルミニウムではネッキングの進行とともに板厚が減少し、最終的にはほぼ一点で破断している（チゼルポイント破壊）のに対して Al-Mg 合金はせん断破壊の形態を示している。特に 4.5%以上のマグネシウム量ではせん断帯の形成が顕著に観察される。破断は 4.5%以上のマグネシウム量では、ほぼ同様の形態を示しており、1.5%および 3%マグネシウム量では純アルミニウムと中間の様相を示していた。

4. 考 察

n 値とミクロ組織の変化についての対応は以下のように考えられる。

純アルミニウムは、15%から35%の引張変形の間において顕著な転位セル組織の変化は見られず、 n 値の結果からも安定な加工硬化を示していた。これは、均一な変形によって安定な加工硬化が保たれたと考えられる。さらにネッキング後の変形も安定しチゼルポイント破壊の形態を示していると考えられる。加工硬化が進行するためには、転位密度の増加やセル組織の微細化等の変化が必要と考えられる。Ji ら⁸⁾は圧延において Al-Mg 合金の歪量と転位密度を調査しているが、歪量による大きな変化が見られなかったことを報告している。今回の観察では、転位密度の測定は十分に行えておらず今後の課題としたい。

5%引張変形において、Al-3Mg 合金では n 値が最大値をとり減少はじめているのに対して、Al-9Mg 合金は n 値が増大している歪量に相当する。Al-3Mg

合金では既に加工硬化能の低下が起こっていることを示している。つまりセル組織が部分的に形成はじめると段階で既に加工硬化能が低下し始めている。15%引張変形において、Al-3Mg 合金では n 値が一定の割合で減少しているのに対して、Al-9Mg 合金の n 値は最大値を示している歪量に相当する。Al-3Mg 合金の15%引張変形ではセル組織が明瞭に観察され、セル組織の発達が進んで動的な回復が進行しており25%引張変形ではマイクロバンドが形成されているのに対して Al-9Mg 合金では25%引張変形においてさえ微細な転位組織を保っていた。マグネシウム添加量の多い合金はその転位組織変化は小さいものと考えられる。Al-3Mg 合金の15%引張変形や Al-9Mg 合金の35%引張変形で観察されたマイクロバンドは、その後の変形でせん断帶に成長すると考えられ、破断部近傍のミクロ組織でせん断帶が明瞭に観察されている。

以上の結果をまとめるとより n 値の変化は、TEM 組織の変化と良く対応していると考えられる。Fig. 12 に n 値の変化と組織との対応について模式的に示す。つまり、 n 値が安定な領域ではその転位組織に大きな変化がなく安定な転位セル組織を形成し、 n 値が変化（増加もしくは減少）するときは、その転位組織も変化する。 n 値の増加は、セル組織を形成するまでの転位密度の増加を示しており、加工硬化能は増大する。 n 値が減少するときは、セル組織が形成し、発達するために動的回復の起点が多く起りやすくなり、加工硬化能が減少する。最終的には、転位の局在化によってマイクロバンドが形成され、剪断帶を形成しネッキングから破断に到る。最高荷重点近くの TEM 組織では、いずれもマイクロバンドの形成は観察されている。ネッキング以降の加工硬化

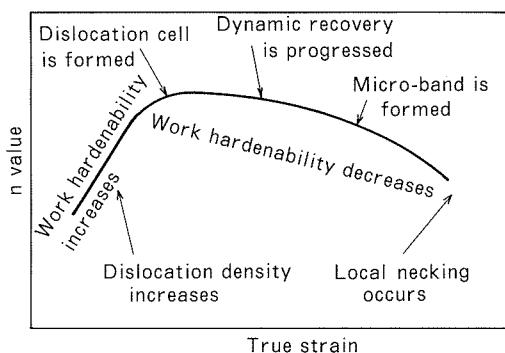


Fig. 12 Schematic diagram of microstructures variation on n value and strain

能は、n値による評価はできないが、それまでのn値の減少傾向より、n値の変化が小さい材料ほど局部伸びも大きくなると考えられる。

即ち、高マグネシウム合金の伸びの高さや高成形性は、高歪域のn値が低マグネシウム合金に比べ安定であることからセル組織の発達から転位の局在化によるマイクロバンドを形成しにくく、ネッキング後の局部伸びも大きいため、と推察できる。

5. 結 言

Al-Mg合金のn値の変化とミクロ組織の観察によって、以下の結果が得られた。

- (1) Al-Mg合金のn値は、歪量によって変化し歪初期には、徐々に増加し最大値を示した後、歪量とともに減少する。それに対し純アルミニウムのn値は歪量に対する依存性は少なく安定したn値を示す。
- (2) 引張変形中のミクロ組織の変化は、歪量に対する連続的なn値変化と以下の様に対応していると考えられる。
 - n値が増加（加工硬化能の向上）する場合は、転位密度の増加、転位組織の微細化（セル組織の形成まで）を意味する。

- n値が一定（安定な加工硬化）の場合は、安定なセル組織の形成している状態を意味する。

- n値が減少（加工硬化能の低下）する場合は、セル組織の発達による動的回復の増大、マイクロバンドの形成を意味する。

(3) マグネシウム添加量の多い合金ほど最大のn値を示す歪量が大きくなった。これは添加量が多い合金ほど変形において転位組織が微細かつ均一に分布するため、転位密度も高い値を取り得るからと考えられる。また純アルミニウムやマグネシウム添加量の多い合金は引張変形に対するミクロ組織の変化が小さく均一変形となるため延性が優れると考えられる。

(4) 引張試験のn値変化を調べることで変形中のミクロ組織変化を推察できる。n値の変化は、その絶対値より安定性が延性には重要と考えられ、より安定なn値を示す材料が延性に優れると予測される。

参考文献

- 1) E.H. Dix, Jr. W.A. Anderson and M.B. Shumaker : *Development of Wrought Aluminum-Magnesium alloys*, (1958), Alcoa Laboratories.
- 2) H.C. Stump : Progress reports, (1966), Alcoa Laboratories.
- 3) 例え D.V. Wilson : International Materials Reviews, 34 (1990), 329.
- 4) Deepak Sil and S.K. Varma : Met. Trans., 24A (1993), 1153.
- 5) B. Bay, N. Hansen and D. Kuhlman-Wilsdorf : Mat. Sci. and Eng., A185 (1992), 139.
- 6) A. Korbel and P. Martin : Acta Metall. 34 (1986), 1905.
- 7) A. Korbel : J. Mat. Proc. Tech., 34 (1992), 41.
- 8) N. Ji, J.L. Lebrun and P. Sainfort : Mat. Sci. Forum Vol.133-136 (1993), 537.
- 9) 内田秀俊, 平野清一, 吉田英雄 : 軽金属学会第84回大会講演概要 (1993.5), 51.

住友軽金属技報 第37巻 第1号、第2号 (1996) 7-13

論 文

Al-Zn-Mg 系合金の冷間加工性におよぼす
第2相析出状態の影響

松田 真一 吉田 英雄

Sumitomo Light Metal Technical Reports, Vol. 37, No. 1, No. 2 (1996), pp. 7-13

The Effect of Precipitation of Second Phase
Particles on Cold Workability in
Al-Zn-Mg System Alloy

Shinichi Matsuda and Hideo Yoshida

住友軽金属工業株式会社研究開発センター

論 文

Al-Zn-Mg 系合金の冷間加工性におよぼす 第2相析出状態の影響*

松田眞一** 吉田英雄***

Sumitomo Light Metal Technical Reports, Vol. 37, No. 1, No. 2 (1996), pp. 7-13

The Effect of Precipitation of Second Phase Particles on Cold Workability in Al-Zn-Mg System Alloy*

Shinichi Matsuda** and Hideo Yoshida***

Japanese Industrial Specification recommends Al-Zn-Mg alloys are annealed at 688K followed by furnace cooling. However sometimes the cold working (drawing or rolling) of annealed material in the above condition becomes more difficult because of natural age hardening. In this study, the effect of annealing temperature (493-683K) on both mechanical property and cold workability in annealed Al-Zn-Mg extruded bars was investigated from the view point of precipitation of second-phase particles. The maximum elongation was derived in the case of annealing this alloy at 500-550K, and both tensile strength and 0.2% proof stress became lower than those of the material annealed at 682K. Changing of the hardness of the material annealed at 573K or less was not observed. The material annealed at 548K can be rolled up to 95% reduction without edge cracking. However, edge cracking was occurred at 80-85% reduction in the material annealed at 683K. A lot of particles with a diameter of about 0.1 μ m, which are estimated ad MgZn₂-phase precipitates having no coherency with matrix, were observed in annealing at low temperature. While, these particles were reduced at annealing at 683K and solute atoms increased. The reason why cold workability of materials annealed at low temperature was improved is that homogeneous deformation occurs and shearing fracture is inhibited because of dynamic recovery around particles.

1. 緒 言

溶接構造用の Al-Zn-Mg 系合金の代表として 7N01 合金がある。これを用いて冷間加工を行う場合、弱加工であれば T4 材を用いるが、スピニングなどの局部的な強加工を行う場合には、通常の場合 O 材を用いる。本合金の場合、JIS 規格では 688K に加熱後炉冷すること¹⁾が標準的焼なまし条件として推奨されている。しかし、7N01 合金の O 材は熱処理後の機械的性質に経時変化が

現われる場合がある。即ち、熱処理直後の機械的性質は JIS 規格を満足するが、室温で保持することによって引張強さおよび 0.2% 耐力が上昇し、伸びが低下する傾向が認められ、場合によっては JIS に定められている機械的性質を満足しなくなる。これは、本合金の焼入感受性が鈍感であることと関係しているものと考えられる。よって熱処理直後では加工可能であった材料が、ストックとしてある期間保管されると加工が出来なくなるケースも生じる。

以上のような背景をふまえ、本研究では押出上がりの Al-Zn-Mg 系合金において、安定した軟質材を得るために熱処理条件の検討とその金属学的考察を行った。

* 軽金属学会第80回春季大会（平成3年5月、於・名古屋）にて一部発表

** 名古屋製造所押出技術部

*** 研究開発センター 第一部 工学博士

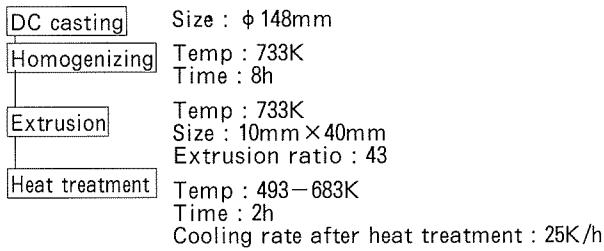


Fig. 1 Fabrication process of a 7N01 extruded bar.

Table 1 Chemical composition of the specimen (mass%)

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	V	Zr	Al
0.06	0.13	0.09	0.44	1.00	0.02	4.45	0.01	0.01	0.19	Bal.

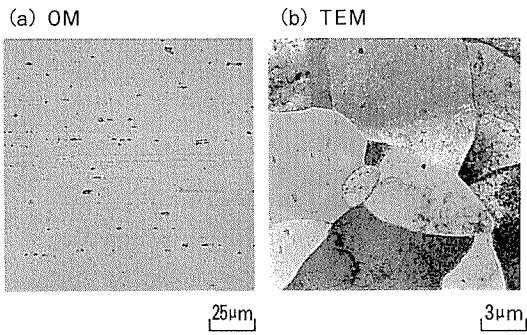


Fig. 2 OM and TEM structures of the specimen in an as-extruded condition.

2. 実験方法

2.1 供試材

供試材は、工業規模で製造されたJIS 7N01相当合金の板状押出材を用いた。その製造工程および化学成分値をFig. 1およびTable 1にそれぞれ示した。

熱処理はJIS規格で推奨される焼なまし温度(688K)よりも低い温度領域(493~683K)で1h保持後、冷却速度約25K/hで徐冷を行った。

供試材の押出方向平行断面の光学顕微鏡組織およびTEM組織をFig. 2に示した。供試材はサブグレインからなる未再結晶組織であり、そのサブグレインの大きさは約10μm程度であった。

2.2 実験方法

上記の製造方法によって得られた供試材について、引張特性・ビッカース硬さ・ミクロ組織観察・TEM組織観察および導電率を調査した。熱処理後の冷間加工性については、供試材に冷間圧延を行って耳割れの発生の有無を調査した。熱処理後の板状押出材より長さ150mmのサンプルを切り出して側面を片側約2mmずつ面削し、圧延開始時の状態をサンプル間で同一となるようにして押出方向に対して平行に圧延を行った。圧延は実験室規模の2段圧延機(ロール径250mm、ロール幅300mm)を使用し、圧下率50~95%の範囲で評価した。

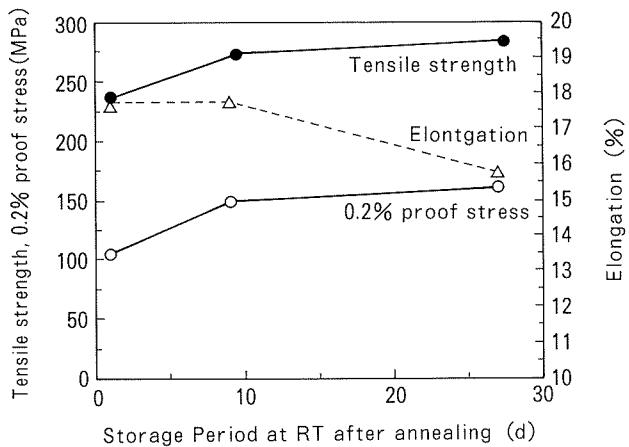


Fig. 3 Effect of room temperature aging on tensile properties of an annealed 7N01 shaped bar.

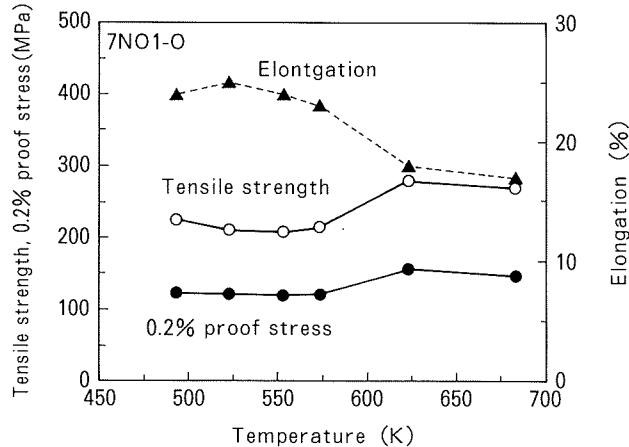


Fig. 4 The effect of annealing temperature on the tensile properties.

3. 結 果

3.1 引張試験結果

供試材をJISで推奨されている焼なまし条件を施した材料、即ち683Kで1h加熱した後炉冷を行った材料における引張性質の経時変化を調査した結果をFig. 3に示した。JISが定めるO材の引張強さの上限は約250MPa、耐力の上限は約150MPaで、共に約10d以上室温で放置すると規格を外れる値を示した。

Fig. 4に、引張性質に及ぼす熱処理温度の影響を示した。引張試験は熱処理後7d後に行っている。Fig. 4中の一番右側のプロット(683K)がJIS中における推奨条件に準拠して熱処理したものである。500~550Kの領域で伸びは極大を示し、また引張強さおよび耐力は極小を示した。上記の温度領域で熱処理を行った材料に比較して、600K以上で熱処理を行った材料は伸びは小さく、引張強さおよび耐力は高かった。

Fig. 5に、548Kおよび683Kでそれぞれ焼なましを行った試料の、引張試験時の荷重変位曲線を示した。

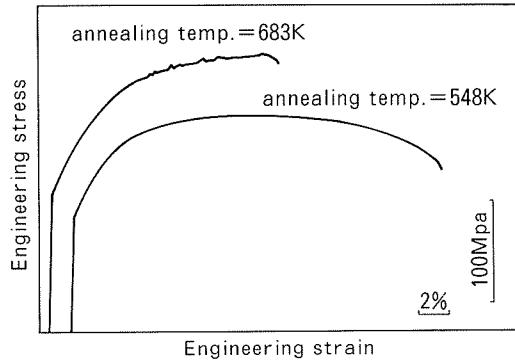


Fig. 5 Stress-strain curves in tensile tests of the specimens annealed at 548K and 683K respectively.

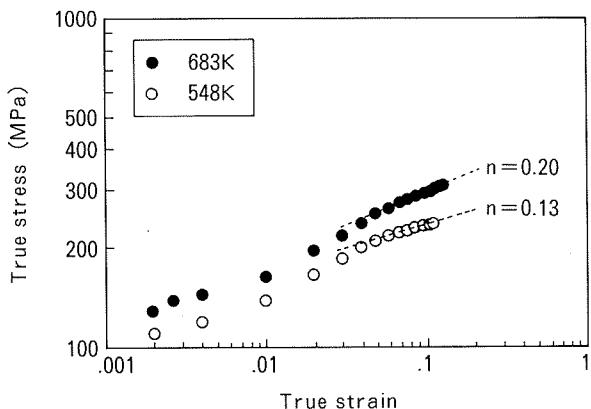


Fig. 6 True stress-true strain curves of the specimens annealed at 548K and 683K respectively.

548Kで熱処理を行った材料では、最高荷重点までの均一伸びが683K処理材に比べてやや小さいが、それ以降の不均一伸びが大きくなっていることがわかった。また、683Kで熱処理を行った材料は、荷重変位曲線中にセレーションが認められた。セレーションの発生は熱処理後、徐冷を行っているにもかかわらず、母相中に固溶した状態の原子が含まれていることを示しているものと見られた。

Fig. 6に、Fig. 5より求めた引張試験時の真応力-真ひずみ曲線を示した。比較的低温で熱処理を行った材料の加工硬化係数(n 値)が、高温で熱処理を行ったものに比較して低くなっていた。Fig. 6中のプロットより最高荷重点直前付近 ($\epsilon = 0.8$) の応力ひずみ曲線を、 $\sigma = F \cdot \epsilon^n$ で近似した結果、683K熱処理材が $n=0.20$, $F=464$ (MPa), 548K熱処理材が $n=0.13$, $F=319$ (MPa) であった。

3.2 硬さ試験

熱処理による硬さの変化を調査した結果をFig. 7に示した。573Kで熱処理を行った材料は、それより高温で処理を行った材料よりも硬さが小さかった。室温放置による硬さの変化を調べた結果、熱処理後25dでも殆ど認められなかった。室温放置により硬さがほとんど影響を受けない傾向は、573K以下で熱処理を行った材料す

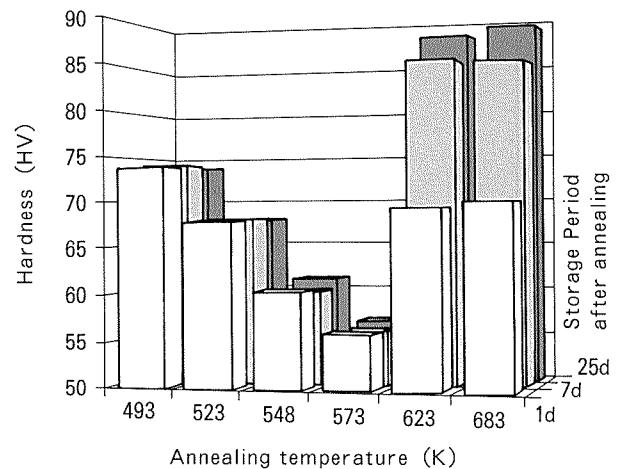


Fig. 7 Effect of annealing temperature on increase of hardness during room temperature aging 1, 7 and 25d after annealing.

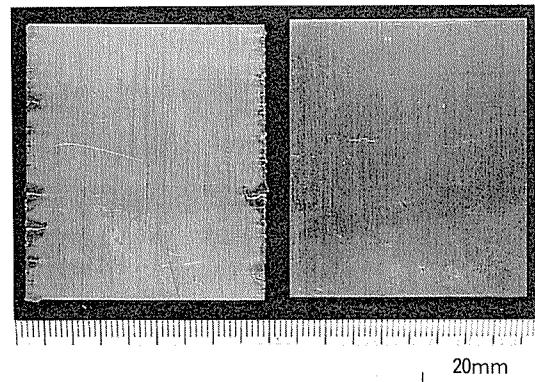


Fig. 8 The appearance of the specimens annealed at 548K and 683K respectively followed by cold rolling (the reduction of CR : 95%)

べてに認められた。

JIS推奨条件に近い683Kを含む600K以上の温度で熱処理を行った材料の硬さは、熱処理直後の状態では、523Kで熱処理を行った材料と大差はなかった。しかし、室温に放置することによって硬さに変化が認められ、その初期の硬さに比較して7日放置後で約20%, 25日放置後で約30%上昇した。

3.3 冷間圧延による加工性評価

上記各温度で熱処理を行った材料を用いて圧延を行った。Fig. 8に95%冷間圧延を行った試料の外観を示した。548Kで熱処理を行った材料の外観は、耳割れが発生せず健全なものであったが、JIS推奨条件に近い683Kにて熱処理を行った材料は耳割れの発生が認められた。

Fig. 9に548K熱処理材、および683K熱処理材の圧延率と硬さの関係を示した。各試料の初期の硬さはそれぞれ約HV=60およびHV=70であった。低温の熱処理材の硬さが高温の熱処理材と比べて小さいといった特徴は、圧延率が低い領域から最高の95% (Fig. 8中の試

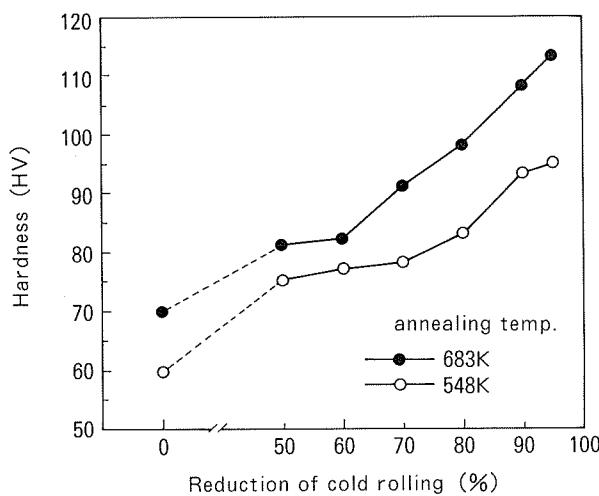


Fig. 9 The relationship between hardness and reduction of cold rolling on specimens annealed at 548K and 683K.

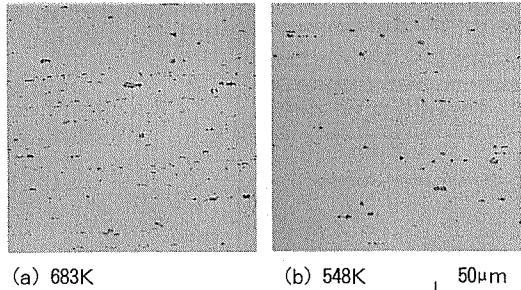


Fig. 10 Microstructures of the specimens annealed at 683K and 548K respectively.

料に相当) まですべての領域で認められた。これは、Fig. 6 の傾向に一致する。683K 处理材の耳割れは圧延率で 80~85% の時に発生した。

4. 考 察

以下、JIS 推奨条件 (683K) で焼きなました材料と引張強さが最も低くなった 548K 处理材との対比を行う。

Fig. 10 に両者のミクロ組織観察結果を示した。光学顕微鏡の倍率では、析出物に関しては Fig. 3 の顕微鏡組織と同じである。

Fig. 11 に同じく 548K および 683K で熱処理した材料の TEM 組織観察結果を示した。熱処理温度の差によるサブグレインサイズの変化はほぼ認められず、熱処理による再結晶粒も観察されなかった。548K 热處理材は 0.1µm オーダーの第 2 相粒子が高密度に分布していたのに対して、643K 处理材はこのような第 2 相粒子の析出があまり認められなかった。Fig. 12 に 548K 热處理材に認められた第 2 相粒子を EDX によって分析した結果を示した。母相の分析結果と比較して Zn および Mg の濃度が高いため、 η - MgZn₂ であるものと考えられる。

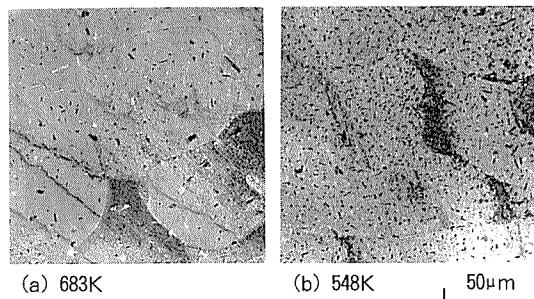


Fig. 11 TEM structures of the specimens annealed at 683K and 548K respectively.

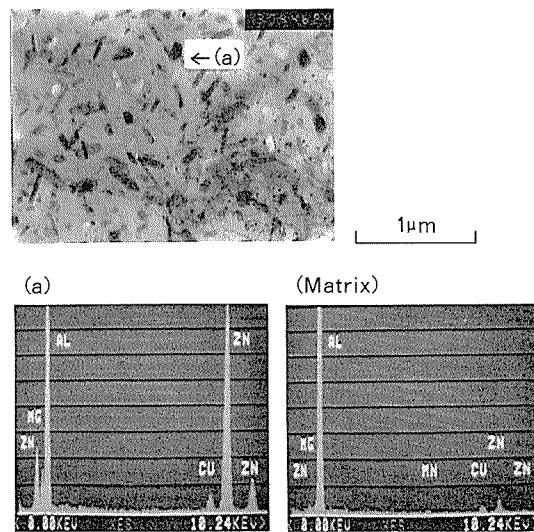


Fig. 12 EDX analyses of the precipitates in the specimen annealed at 548K.

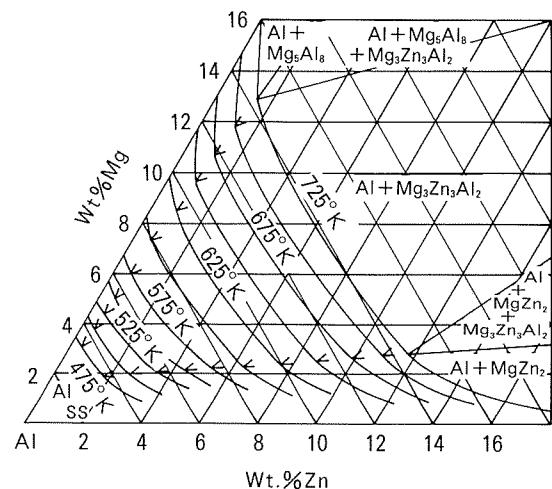


Fig. 13 Aluminum corner of the Al-Mg-Zn diagram. Solid solubility of magnesium and zinc in aluminum at various temperatures²⁾

Fig. 13 に Al-Zn-Mg 系 3 元平衡状態図²⁾ を示した。本合金系は高い温度領域で固溶限がかなり拡大していることがわかる。よって、JIS における標準的な条件で焼なましを行った場合、高温保持中に溶質元素の固溶が進

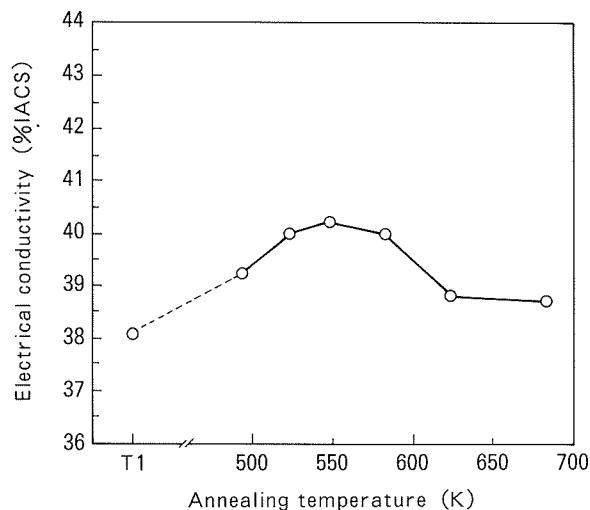


Fig. 14 Effect of annealing temperatures on the electrical conductivity.

み、かつ徐冷中でも溶質成分を析出させることが困難であることが予想される。一方、Table 1 の化学成分と照らし合わせると、本合金は 475K においても状態図上では固溶範囲内にあるものと見られる。しかし、熱処理後

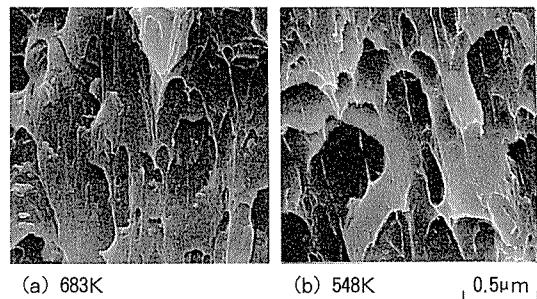


Fig. 15 Fracture surfaces after tensile test in the materials annealed at 683K and 548K respectively.

の導電率を測定した結果、550K 前後で極大を示していることから (Fig. 14)、本実験で用いた 573K 以下の熱処理は実際には溶質原子の析出をむしろ促進していたものと見られた。

引張試験後の破面を SEM 観察した結果を Fig. 15 に示した。548K で熱処理を行った材料の引張破面はディンプル状の凹凸が比較的形成されているが、683K で熱処理を行ったものは、平面的な破面を形成していた。

Fig. 16 に、548K および 683K で熱処理した後冷間加

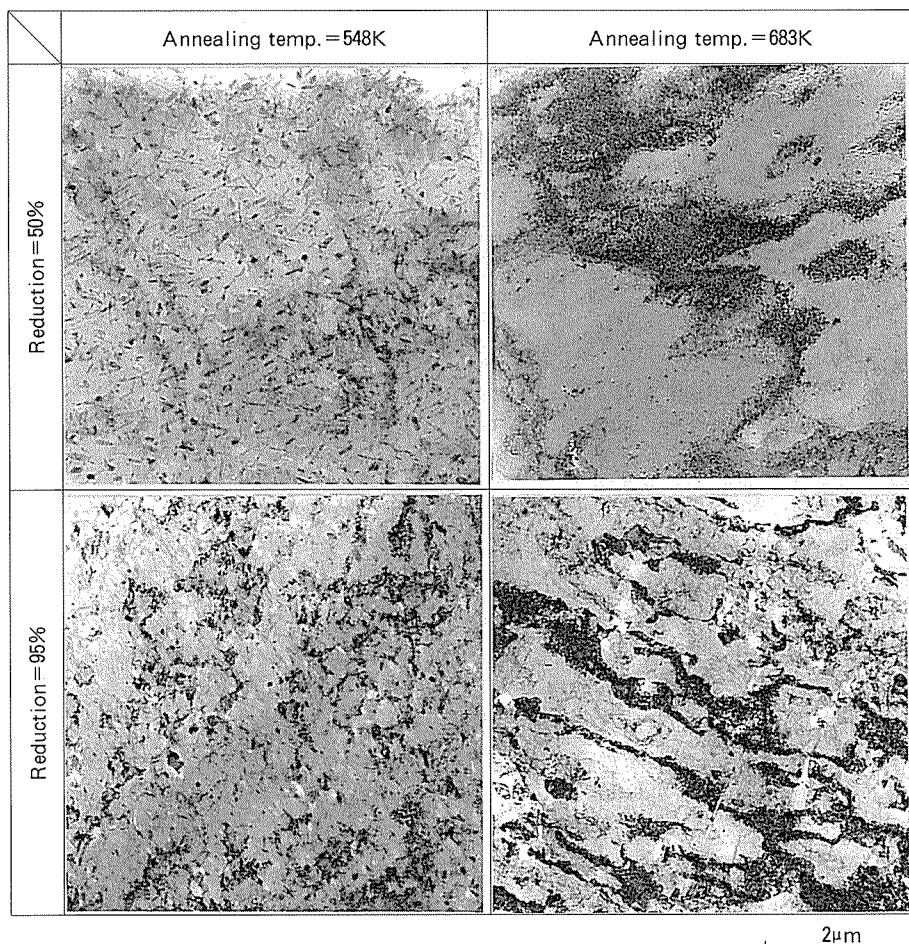


Fig. 16 TEM structures of the specimens annealed at 548K and 683K respectively followed by cold rolling (the reduction of CR : 50% and 95%)

工を行った試料のTEM組織観察結果を示した。683K処理材を冷間圧延した試料は、帯状の黒い部分と白っぽく比較的明瞭に見える領域とがはっきりと別れた組織であった。これはマイクロバンドの形成などを含む不均一変形を起こしているものと見られた。これに対して低温で熱処理した材料は683K処理材のように明瞭なコントラストを形成する領域は観察されなかった。

以上の結果から、溶接構造用Al-Zn-Mg系合金の押出材において、冷間加工性および焼なまし後の経時変化に及ぼす焼なまし温度の影響は、以下の様に考えられる。

550K前後の熱処理は、Fig. 12に示したように $0.1\mu\text{m}$ オーダーの非整合な η 相を母相中に高密度に析出させる。これらの粒子は母相との界面で転位を消滅させやすくする。また、これに伴い母相中の溶質濃度は低下し、交差すべりが容易に発生する。これらが相互に作用して、析出物粒子まわりにおいてセル組織（動的回復^{3,4)}組織）の形成が容易になり、均一な加工組織が得られたものと考えられる⁵⁾。これはFig. 15のSEM観察の結果、比較的ディンプルが多い破面を呈していた事の原因と考えられる。また、 n 値および F 値が小さくなつたのも動的回復により加工硬化が妨げられたためと考えられる。プレス加工などの張出し性では、一般的に n 値の高い材料が成形性が良いものとされている。これに対して、冷間圧延中の耳割れは、その破壊形態より考えると、材料が圧縮によりせん断変形を受けることによって生じるものと考えられる。よって、耳割れを防止するには加工中の動的回復を促進させて、せん断変形を抑制することが良いと考えられる。よって、本実験のように、冷間圧延における加工性の指標として n 値を考える場合には、その小さい材料、即ち動的回復の生じやすい材料が有利であるものと考えられる。

また、比較的低温で焼なまして母相中の溶質原子濃度が低下したこと、室温時効硬化が結果的に抑制されるものと考えられた。

一方、Fig. 14で示したように、JIS推奨条件に相当する高温で熱処理を行った場合、熱処理中あるいは冷却中に、固溶原子を析出・凝集粗大化させることが困難となりやすい。その結果、母相の溶質濃度が高いまま冷却されるため、せん断などの不均一変形が生じやすいものと考えられた⁶⁾。これは、Fig. 11のSEM観察で683Kで熱処理を行った材料の引張破面が、主にせん断変形によって形成されたと考えられる平面的な破面で形成されていることからも推測される。また、母相中の溶質原子濃度が比較的高いことから、室温時効により機械的性質が変化するものと考えられた。

以上の考察をもとに、Fig. 17にAl-Zn-Mg系押出材の冷間加工性と第2相析出状態の関係を示す。焼なまし温度が高い場合、第2相粒子の析出は少なく母相中の溶質原子濃度は高い。焼なまし温度を低くすると母相中の溶質原子は第2相（ η 相）として析出する。他方、軟

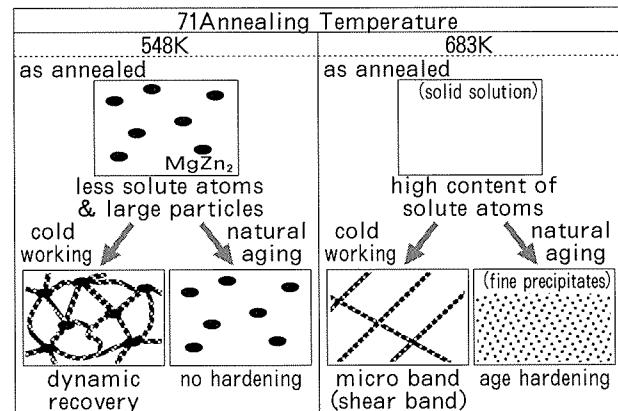


Fig. 17 Schematic models of the materials annealed at 548K and 683K

質材として必要な条件は、高い変形能を保持することとその変形能が時効により変化（劣化）しないことである。高温で焼なました押出材は、母相の溶質原子濃度が高いために、せん断を主とする変形が生じて割れが発生しやすく、室温時効により微細粒子が析出して硬化し変形能はさらに劣化する。低温で焼なましたものは、母相の溶質原子濃度の低下と第2相粒子の析出の相互作用による動的回復により高い延性を示す。また、溶質原子濃度が低いため室温時効による変形能の変化は少ない。

5. 結 言

Al-Zn-Mg系合金（7N01合金）押出材を用いて、軟化特性におよぼす熱処理条件の影響を検討した結果以下のようない結果を得た。

(1) 493～573Kで熱処理を行うことにより、伸びが向上し、引張強さおよび0.2%耐力が低下した。また、この温度領域で熱処理を行った材料は、室温における機械的性質の変化、即ち引張強さ、耐力および硬さの上昇がほとんど認められなかった。

(2) 低温（500～550K）で熱処理を行った材料は、標準的な条件（683Kに加熱後炉冷）で焼なましを行った材料に比較して、不均一伸びが大きく、 n 値および F 値が小さかった。また冷間圧延によって加工性を評価した結果、低温熱処理材は高温熱処理材よりも良好な圧延性を示した。

(3) TEM観察の結果、低温熱処理を行った材料は、 $0.1\mu\text{m}$ オーダーの微細析出粒子が高密度に存在していた。これによって母相中の溶質濃度が下がるため、室温時効による機械的性質の変化が認められなくなり、また、析出物まわりでの動的回復が作用して、せん断帯の形成など変形の局部集中が緩和されるため上記(1)および(2)の特性が得られたものと考えられた。一方、高温で軟化を行った材料は、添加元素の析出が不十分で母相中の固溶元素量が多いため、流動応力が高くなり且つせん断変形が生

じやすくなるものと考えられた。

参考文献

- 1) JIS H 0001-1988 解説
- 2) L.F.Mondolfo : "ALUMINIUM ALLOYS-Structure & Properties"; Butter Worths (1976), 557.
- 3) R.W.Cahn : *Physical Metallurgy*, ed. R.W.Cahn &
- P.Haasen, North-Holland Physics Publishing (1983), 1595.
- 4) 角野浩二：金属物性基礎講座8「結晶の塑性」(日本金属学会編)；丸善 (1977).
- 5) 吉田英雄：軽金属, 41 (1991), 331.
- 6) S.Hirano & H.Yoshida : *SCIENCE AND ENGINEERING OF LIGHT METALS*, ed. K.Hirano et.al, Japan Inst. of Light Met. (1991), 649.

Reprinted from SUMITOMO LIGHT METAL TECHNICAL REPORTS (Title No. P-548)

住友軽金属技報 第37卷 第1号, 第2号 (1996) 14-19

論 文

A5182 合金硬質板の粒界腐食性におよぼす 銅および亜鉛の影響

田 中 宏 樹 土 田 信
平 野 清 一

Sumitomo Light Metal Technical Reports, Vol. 37, No. 1, No. 2 (1996), pp. 14-19

Effect of Cu and Zn on the Intergranular Corrosion in Strain Hardened A5182 Aluminium Alloys

Hiroki Tanaka, Shin Tsuchida and Seiichi Hirano

住友軽金属工業株式会社研究開発センター

論 文

A5182 合金硬質板の粒界腐食性におよぼす 銅および亜鉛の影響*

田 中 宏 樹** 土 田 信***
平 野 清 一***

Sumitomo Light Metal Technical Reports, Vol. 37, No. 1, No. 2 (1996), pp. 14-19

Effect of Cu and Zn on the Intergranular Corrosion in Strain Hardened A5182 Aluminium Alloys

Hiroki Tanaka, Shin Tsuchida and Seiichi Hirano

Effects of Cu and Zn on intergranular corrosion sensitivity (IGCS) have been investigated in the strain hardened and stabilized 5182 aluminium alloy sheets.

IGCS decreased with an increase in Cu content. However, in Zn bearing alloys, IGCS was the highest at 0.5%Zn with the intermediate annealing at 773K in a salt bath, while IGCS decreased with an increase in Zn content when the intermediate annealing was carried out at 623K in an air furnace.

These results were related to the precipitations in the grain and the grain boundary. The IGCS was enhanced β phase (Al_3Mg_2) and Mg-Zn precipitates in the grain boundary, while T phase (Al_6Mg_4Cu) and Mg-Zn precipitates in the grain suppressed the IGCS.

The IGCS had a linear relation to the potential difference, ($E_p - E_p'$), which was calculated from the anodic polarization curves.

1. 緒 言

A5182 をはじめとする Al-Mg-Mn 合金は、構造用から包装用に至るまで幅広い用途に使用されている。構造用としては軟質材や半硬質材が古くから用いられており、その機械的性質や耐食性などの研究は数多くなされている¹⁾。一方、本合金は飲料缶蓋に硬質板として利用されている。しかし、その歴史が比較的新しく、また塗装板として使われるために、その合金自体の耐食性に関しては不明な点が多い。我々は前報²⁾において、熱処理や微量の銅添加が Al-Mg-Mn 合金硬質板の粒界腐食性におよぼす影響を報告した。そこでは、耐食性には添加元素や加工熱処理で変化する β 相の析出分布が重要

であり、また、アノード分極曲線における孔食開始点近傍での曲線の形状が硬質板の粒界腐食性に対応することを明らかにした。

本報では、さらに銅を多く添加した場合と、亜鉛を単独あるいは銅と亜鉛を同時に添加した場合の Al-Mg-Mn 合金硬質板の粒界腐食感受性について、前報と同様の手法により研究した。

2. 実験方法

2.1 供試材

Table 1 に本実験に用いた合金の化学成分を示す。

供試材は、実験室において連続鋳造した後、Fig. 1 に示す工程で製造した。すなわち、773K-5h の均質化処理に続いて、熱間圧延および冷間圧延により厚さ 1.5 mm とし、この板厚でソルトバス中で 773K-10s または空気炉中で 623K-2h の中間熱処理を施した後、厚さ

* 軽金属学会第 85 回秋期大会 (1993.11) で一部発表

** 住友商事(株)原子燃料部(元・技術研究所金属材料第一研究部)

*** 研究開発センター 第五部

Table 1 Chemical compositions of the alloys investigated.
(mass%)

Alloy	Mg	Mn	Cu	Zn	Si	Fe	Cr	Ti	Al
1	4.8	0.44	<0.01	<0.01	0.09	0.22	0.01	0.01	bal.
2	4.9	0.45	0.14	<0.01	0.09	0.24	0.01	0.01	bal.
3	4.9	0.45	0.30	<0.01	0.09	0.25	0.01	0.01	bal.
4	4.9	0.45	0.49	<0.01	0.10	0.26	0.01	0.01	bal.
5	4.6	0.42	<0.01	0.12	0.08	0.24	0.01	0.02	bal.
6	4.7	0.42	<0.01	0.51	0.08	0.24	0.01	0.02	bal.
7	4.7	0.42	<0.01	1.0	0.09	0.25	0.01	0.02	bal.
8	4.8	0.42	<0.01	2.1	0.10	0.25	0.01	0.02	bal.
9	4.8	0.44	0.15	0.10	0.09	0.23	0.01	0.02	bal.
10	4.6	0.45	0.15	0.51	0.08	0.24	0.01	0.02	bal.
11	4.8	0.45	0.15	1.0	0.08	0.24	0.01	0.02	bal.
12	4.9	0.48	0.15	2.0	0.09	0.25	0.01	0.02	bal.
13	5.0	0.47	0.30	0.10	0.07	0.25	0.01	0.02	bal.
14	4.7	0.41	0.30	0.51	0.06	0.24	0.01	0.02	bal.
15	4.6	0.41	0.30	1.0	0.08	0.25	0.01	0.02	bal.
16	4.8	0.44	0.30	2.0	0.09	0.25	0.01	0.02	bal.

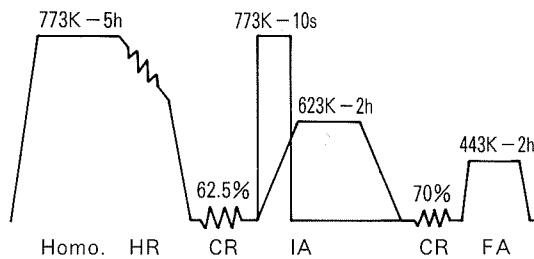


Fig. 1 Production sequence of the specimens.

0.45mmまで冷間圧延した。これにH39処理相当の443K-2hの熱処理を施し、前報²⁾と同様に以下の評価を行った。なお、これ以降、ソルトバスで773K-10sの中間熱処理した材料をS工程(Process S)材、空気炉で623K-2hの中間熱処理した材料をB工程(Process B)材と表記する。

2.2 モデル液による腐食試験

塩化ナトリウム0.1%，クエン酸0.3%を脱イオン水に溶かしてpH2.5にしたモデル液における溶解性を評価した。モデル液を368Kに加熱して、30X30mmに切断したアルミニウム合金試験片とともに、1000mlのガラスセル中に入れて密閉し、313Kに15d放置して、試験期間中の試験片の溶解による質量減を測定した。試験片はあらかじめアセトンでよく脱脂し、所定期間の浸せき後に10%リン酸+クロム酸水溶液に353K-4min浸せきすることで腐食生成物を除去し、乾燥してから質量を測定した。

2.3 アノード分極測定

試験片は表面状態を一定にするために、あらかじめ10%水酸化ナトリウム水溶液(333K-30s)でエッテン

Table 2 Mechanical properties of the alloys.

Alloy	Process S			Process B		
	T.S. (N/mm ²)	Y.S. (N/mm ²)	E (%)	T.S. (N/mm ²)	Y.S. (N/mm ²)	E (%)
1	392	319	9	378	301	9
2	413	340	8	393	316	8
3	430	367	8	384	311	9
4	451	385	9	400	322	8
5	383	313	10	388	311	9
6	406	333	9	396	319	8
7	428	361	6	394	322	9
8	447	367	8	370	316	9
9	408	332	8	388	301	9
10	411	329	7	382	308	9
11	432	350	8	372	305	8
12	443	364	7	362	309	8
13	434	359	8	398	308	8
14	426	343	6	386	308	9
15	422	345	7	368	306	9
16	436	375	3	352	299	7

グし、さらに298Kの30%硝酸中で60s中和処理した。

濃度0.1mol/dm³の塩化ナトリウム水溶液を、酢酸でpH3.0に調整して電解液とした。対極には白金、照合電極には飽和カロメル電極を用いて、電位掃引速度10mV/minでアノード分極曲線を測定した。

電解液の脱気処理はアルゴンガスを流量200ml/minで約1h吹き込むことにより行った。自然電極電位が安定するまでの約30min間、試験片を浸して放置し、電位走査を開始した。アルゴンガスの吹き込みは、測定中も継続した。

2.4 組織観察

腐食試験後のミクロ組織観察は、光学顕微鏡で圧延平行断面について、バフ研磨上がりの試料でエッチングをせずに実行した。また、加速電圧200kVの透過型電子顕微鏡で析出物を観察し同定した。薄膜試片は、硝酸1%，メチルアルコール2%の比率の混合液(253K)を用いてジェット研磨法で作製した。

2.5 熱分析曲線測定

443Kの最終熱処理前の試料を用いて、昇温速度5K/minにおいて、熱分析(DSC:Differential Scanning Calorimetry)曲線を求めた。

3. 実験結果

3.1 機械的性質

Table 2に供試材の機械的性質を示す。本報の化学成分の範囲内において、S工程材では、銅量、亜鉛量の増加に伴い引張強さおよび耐力が増加したが、B工程材で

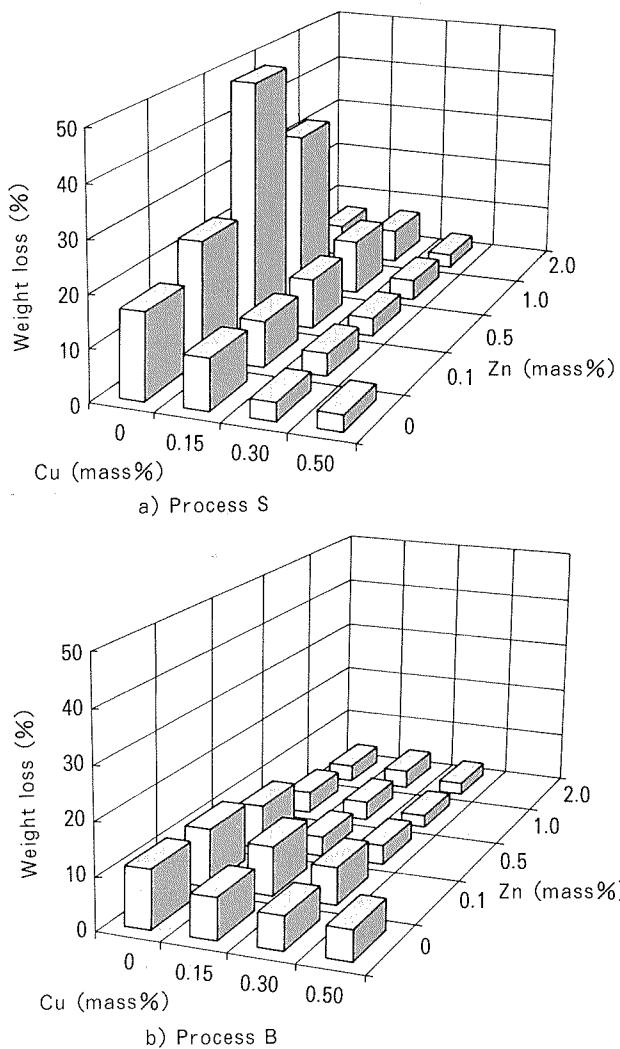


Fig. 2 Weight loss in the immersion test for the alloys with various Cu and Zn contents.

は強度増加が明らかではなかった。また、0.15%Cuあるいは0.30%Cuを含む合金に亜鉛を添加していくと、S工程材では引張強さおよび耐力が増加の傾向であったが、B工程材では両者ともむしろ減少の傾向であった。

3.2 腐食挙動

まず、各合金のモデル液による腐食試験での腐食減量をFig. 2に示す。

S工程材では、0.5%までの銅単独添加合金では、銅量の増加に伴い腐食量が減少した。これに対して、亜鉛単独添加合金では0.5~1.0%Znで腐食量が増加したが、2%Zn添加合金では減少した。亜鉛添加合金でも銅の添加により、腐食量は著しく減少した。

一方、B工程材では、銅単独添加合金、亜鉛単独添加合金とも、銅量、亜鉛量それぞれの増加に伴い、腐食量が減少した。また、試験したいずれの合金においても、S工程材よりも腐食減量が少なかった。

これらのうち主な試験片の腐食部断面形態をFig. 3およびFig. 4に示す。

S工程材の場合、銅、亜鉛のいずれも無添加の合金で

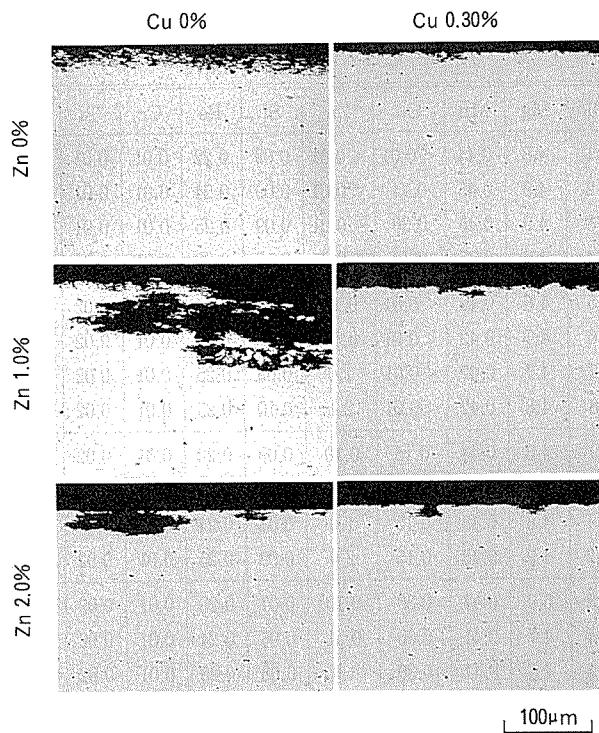


Fig. 3 Microstructures in the LT-ST section of the specimens produced by process S after corrosion test.

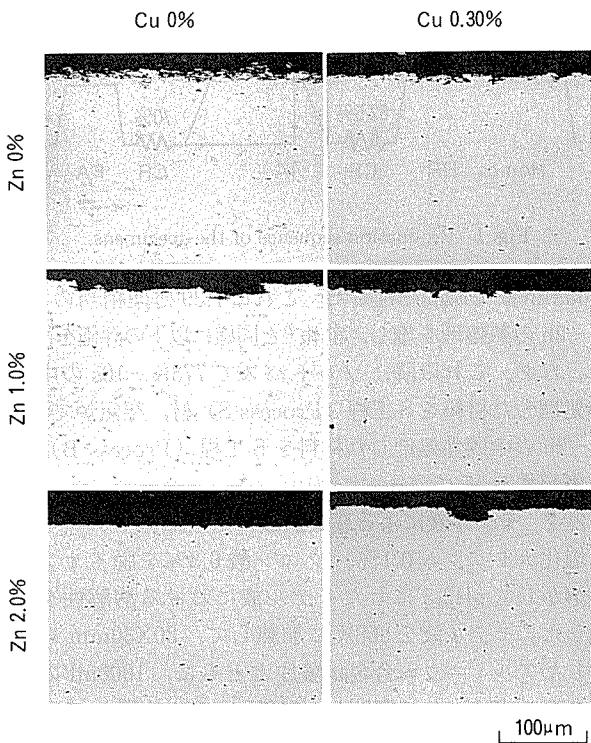


Fig. 4 Microstructures in the LT-ST section of the specimens produced by process B after corrosion test.

は粒界腐食が発生した。しかし、銅単独添加合金では、銅量の増加とともに粒界腐食型から全面腐食型に変化した。また、亜鉛単独添加では0.5~1.0%Zn合金で大きな腐食ピットと粒界腐食が認められたが、2%Zn添加

合金では全面腐食型になりほとんど腐食ピットは認められなかった。粒界腐食が激しかった 0.5~1.0%Zn 合金でも、銅を微量添加すると全面腐食型になった。

一方、B 工程材の場合は、銅、亜鉛のいずれも無添加の合金では S 工程材と同様に粒界腐食が発生したが、銅、亜鉛を単独あるいは複合添加することにより全面腐食型に変わった。

以上のように、銅添加は亜鉛量にかかわらず腐食減量を小さくし、つまり粒界腐食を抑制し、また亜鉛添加による粒界腐食感受性は中間熱処理条件によって大きく変わることがわかった。

4. 考 察

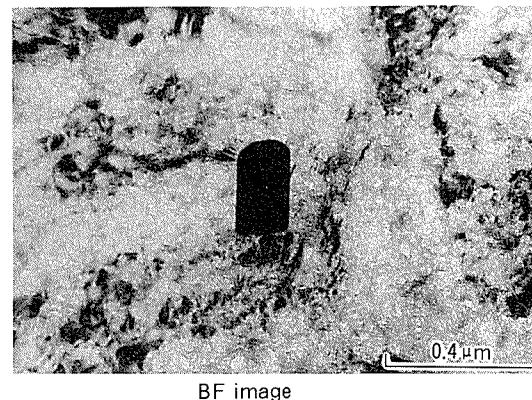
4.1 組織変化と粒界腐食感受性

銅、亜鉛のいずれも無添加の合金では、前報²⁾で述べたように粒界上に優先析出した β 相が、塩素イオンの存在する水溶液中で優先的にアノード溶解することが粒界腐食の原因と考えられる。

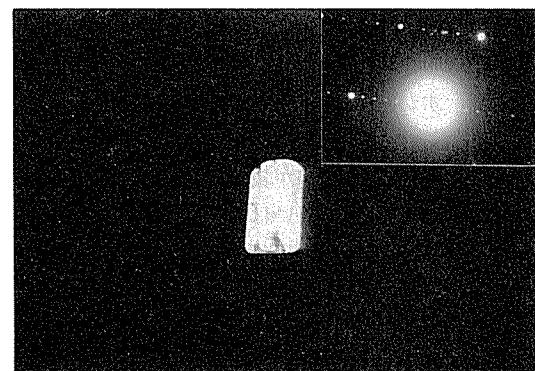
これに対し銅添加合金では、銅量が多くなると Al-Cu-Mg 系化合物の粒内析出が多くなり、 β 相 (Al_3Mg_2) 形成は抑制される。その結果、 β 相の粒界への偏析が少なくなり、粒界腐食感受性が小さくなつたと考えられる。Fig. 5 に Al-Cu-Mg 系化合物の例として、0.14%Cu 添加合金の S 工程材の粒内に観察された T 相 (Al_6Mg_4Cu) 析出物の透過電子顕微鏡像および電子線回折結果を示す。

一方、亜鉛単独添加の S 工程材では、0.5~1.0%Zn 添加合金では粒内での Mg-Zn 系化合物の析出が不十分で、粒界に析出した Mg-Zn 系化合物によって粒界腐食感受性が助長され、その結果、腐食減量が著しく増加したと考えられる。これに対して 2.0%Zn 添加合金では、粒内で Mg-Zn 系化合物の析出が多くなり、全面腐食になったと思われる。このような析出の差は、最終熱処理前の試料の熱分析 (DSC) 結果からも推定できる。Fig. 6 に各試料の DSC 曲線を示す。S 工程材では、0.5%Zn 合金では目立たないが、2.0%Zn 合金では 453K 付近に析出による発熱ピークが認められた。この発熱ピークは η' 相と考えられる³⁾。腐食試験に用いた試片は 443K で最終熱処理を施しているので、2.0%Zn 合金では最終熱処理時に η' 相が粒内に析出し、その結果粒界腐食感受性が低下したと考えられる。

同じ亜鉛添加量の合金でも、B 工程材では、中間熱処理時に粒内に Mg-Zn 系化合物が析出し、粒界腐食感受性が低下し全面腐食型になったと考えられる。中間熱処理時の化合物の析出状況の例として、2%Zn 添加合金の透過電子顕微鏡観察結果を Fig. 7 に示す。結晶粒内には、0.5~1.0 μm の大きさの Al-Mn 系析出物の他に、0.2~0.5 μm の大きさの Mg-Zn 系化合物が多く観察された。後者は 623K 付近で析出しやすい η 相 (Mg_2Zn)



BF image



DF image and SAD pattern

Fig. 5 TEM microstructures of the T phase in the grain of alloy 2 produced by process S.

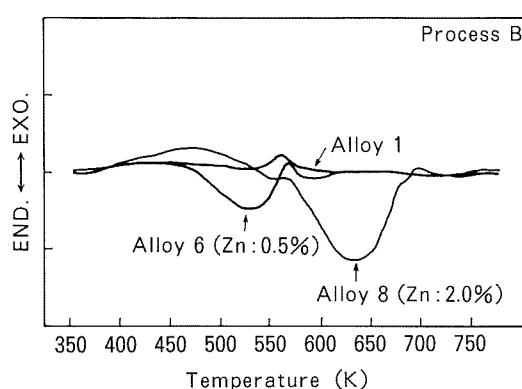
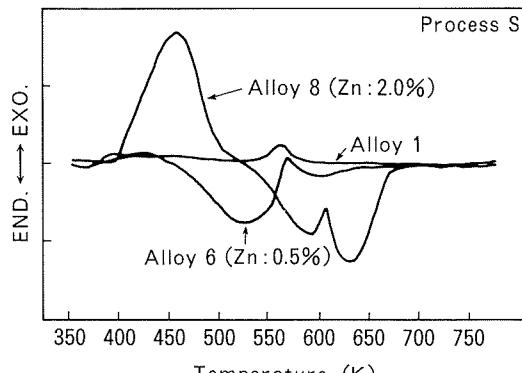


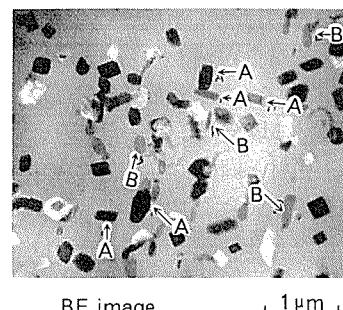
Fig. 6 DSC curves of Al-Mg-Mn-Zn alloy sheet before final heat treatment at 443K.

Zn_2)であると考えられる。以上のように、B工程材では中間熱処理時にMg-Zn系化合物が析出し固溶Zn量が減るので、最終熱処理前のDSC曲線においても、S工程材に見られたような析出のピークは見られない。

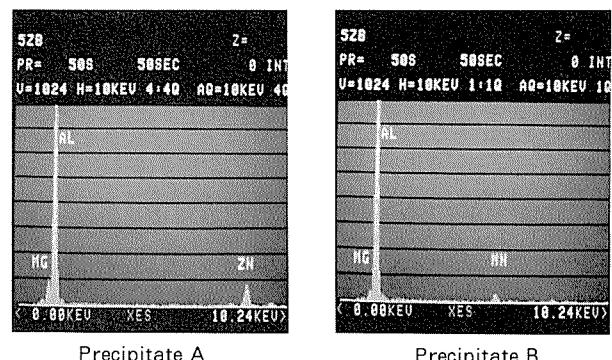
亜鉛添加合金に銅を添加すると、粒界腐食感受性が低下したが、これについても、銅添加により、Al-Cu-Mg系化合物やAl-Zn-Mg-Cu系化合物が析出し、 β 相の粒界析出が抑制されたためと考えられる。

4.2 アノード分極挙動

Fig. 8に各合金のアノード分極挙動を示す。A5182合金に銅を添加すると自然電極電位が貴になり、一方、亜鉛を添加すると孔食電位が卑になり、自然電極電位との差が小さくなかった。この傾向は、S工程材とB工程材で大差なかった。Table 3にアルミ合金、各種化合物の電極電位⁴⁾を示すが、これから各添加元素による自然電極電位の変化は以下のように考えることができる。すなわち、銅添加で自然電極電位が貴に変化する理由は、固溶している銅量の増加、あるいは β 相よりも自然電極電位が貴と推定される粒内でのT相形成によると考えられる。また、亜鉛添加で孔食電位が卑に変化するのは、固溶している亜鉛の溶解が溶液との反応による不動態皮膜の生成に優先するからであると考えられる。一方、亜鉛と銅を同時に添加した合金では、S工程とB工程とで自然電極電位および孔食電位の高低が逆転する場合があった。これは、前項で考察したように、熱処理による析出



BF image

 $1 \mu\text{m}$ 

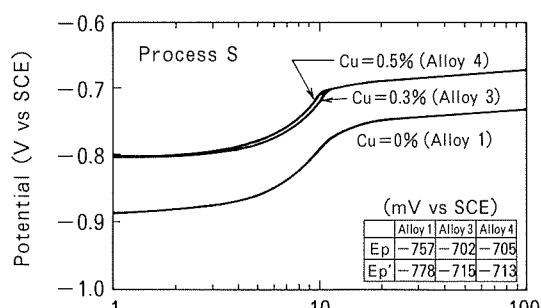
Precipitate A

Precipitate B

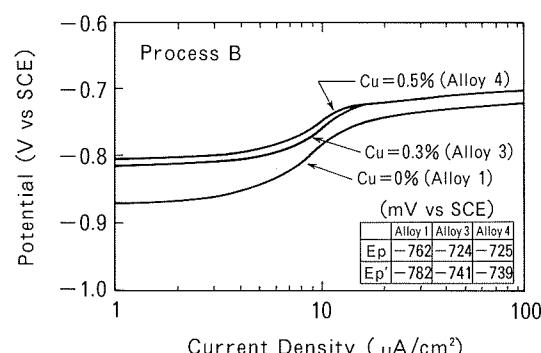
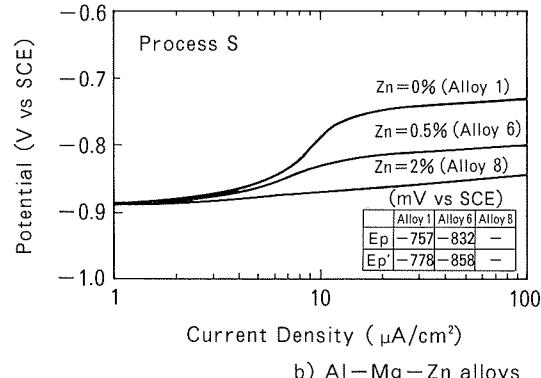
Fig. 7 TEM microstructures of the precipitates after intermediate annealing for 2 hours at 623K in alloy 8.

状態の違いに対応すると考えられる。

ところで、Fig. 2に示す腐食減量の大小は、孔食電位あるいは自然電極電位からのみでは、単純に評価するこ



a) Al-Mg-Cu alloys

Current Density ($\mu\text{A}/\text{cm}^2$)

b) Al-Mg-Zn alloys

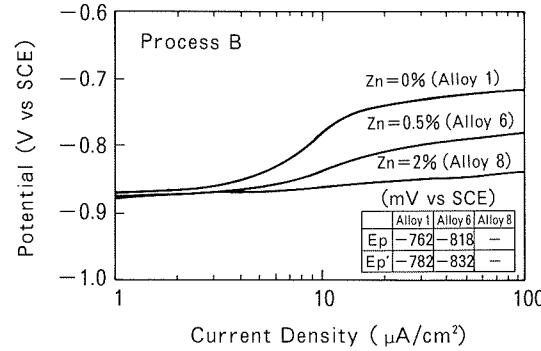


Fig. 8 Anodic polarization curves for the test alloys in $0.1\text{mol}/\text{dm}^3$ NaCl solution.

Table 3 Electrode potentials of aluminium solid solutions and constituents⁴⁾.

Solid solution or constituent	Potential V (a)	Solid solution or constituent	Potential V (a)
Mg ₂ Al ₃	-1.24	MnAl ₆	-0.85
MgZn ₂	-1.05	99.95 Al	-0.85
CuMgAl ₂	-1.00	Al+2 Cu(b)	-0.75
Al+1 Zn (b)	-0.96	CuAl ₂	-0.73
Al+5 Mg(b)	-0.88		

(a) 0.1N calomel scale, measured in an aqueous solution of 53g per liter NaCl+3 g per liter H₂O₂ at 298K.

(b) Solid solution.

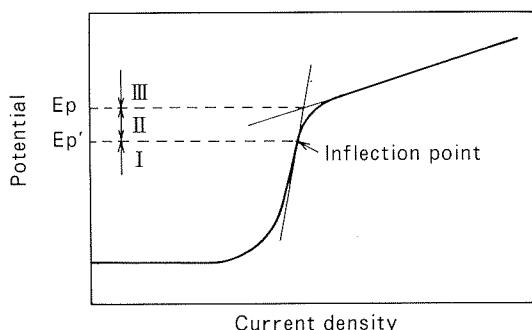


Fig. 9 Tentative definitions of the pitting potential E_p and E_p' . Three regions I, II and III are divided by E_p and E_p' .²⁾

とができない。ここで、前報²⁾と同様に孔食開始点付近の電位で定義される $E_p - E_p'$ (Fig. 9) を用いて各材料を評価してみると (Table 4), Fig. 10 に示すように、ほとんどの試料において、腐食減量と $E_p - E_p'$ 値に良い相関が認められた。ここで、0.30%Cu および 2.0%Zn 添加の S 工程材は、 $E_p - E_p'$ が約 20mV で他の合金の傾向とは違っていたが、その理由は明確にできなかった。

一方、亜鉛添加量が多くなると、全面溶解するので、アノード分極曲線において孔食電位を求めることができず、 $E_p - E_p'$ を用いて粒界腐食感受性を評価することができなかった。

5. 総 括

A5182 合金硬質板の腐食挙動におよぼす銅および亜鉛の単独あるいは複合添加の影響に関し、以下の結果が得られた。

- (1) 銅を 0.5%まで単独添加した合金では、銅の添加とともに、S 工程材、B 工程材のいずれでも、粒界腐食感受性が低下した。これは、銅の添加で Al-Cu-Mg 系化合物、例えば T 相 (Al_5Mg_4Cu) の粒内析出が多くなり、溶解しやすい β 相 (Al_3Mg_2) の粒界への偏析が少なくなったためと考えられる。
- (2) 亜鉛単独添加合金では、S 工程材の 0.5~1.0%の亜

Table 4 E_p and E_p' for the alloys tested. (mV vs SCE)

Alloy	Process S			Process B		
	E_p	E_p'	$E_p - E_p'$	E_p	E_p'	$E_p - E_p'$
1	-757	-778	21	-762	-782	20
3	-702	-715	13	-724	-741	17
4	-705	-713	8	-725	-739	14
6	-832	-858	26	-818	-832	14
14	-715	-724	9	-746	-757	11
16	-748	-767	19	—	—	—

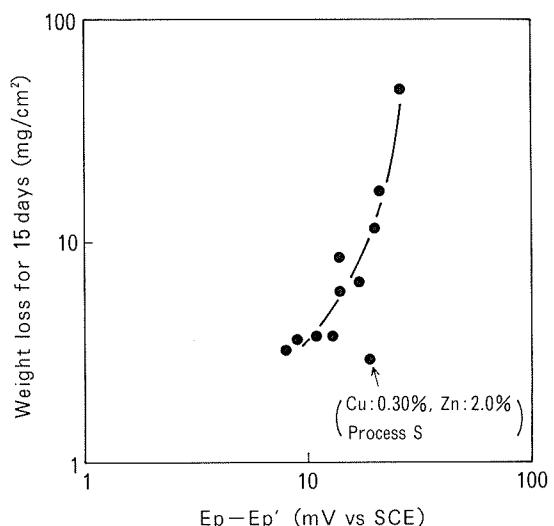


Fig. 10 Relation between the weight loss and the potential difference of the alloys investigated.

鉛添加合金で粒界腐食感受性が最も大きかった。これは粒内での Mg-Zn 系化合物の析出が不十分で、粒界に析出した Mg-Zn 系化合物によって粒界腐食感受性が助長されたためと考えられる。B 工程材では、亜鉛添加量の増加とともに、粒界腐食感受性が低下した。これは、中間熱処理時に粒内に Mg-Zn 系化合物が多く析出し、全面腐食型になったためと考えられる。

(3) 亜鉛添加合金にさらに銅を添加すると、粒界腐食感受性が低下した。これは、銅添加により、Al-Cu-Mg 系化合物や Al-Zn-Mg-Cu 系化合物が析出することで、 β 相の粒界析出が抑制されたためと考えられる。

(4) アノード分極曲線における孔食発生電位近傍で曲線の傾きを示す孔食電位 (E_p) と変曲点電位 (E_p') との電位差 ($E_p - E_p'$) が大きくなると、粒界腐食感受性が大きくなる傾向にあった。

参考文献

- 1) 例えば、E. H. Dix, Jr., W. A. Anderson and M. B. Shumaker : Corrosion, 15-2 (1959), 19.
- 2) 土田 信、田中宏樹 : 本誌, 34 (1993), 128.
- 3) R. DeLasi and P. N. Adler : Met. Trans. A, 8A (1977), 1177.
- 4) W. W. Binger, E. H. Hollingsworth, and D. O. Sprowl : Aluminum, Vol. 1, ASM, (1967), 209.

住友軽金属技報 第37巻 第1号, 第2号 (1996) 20-25

論 文

AA3004 アルミニウム合金の伸びフランジ性におよぼす
加工熱処理の影響

土 田 信 横 井 洋

Sumitomo Light Metal Technical Reports, Vol. 37, No. 1, No. 2 (1996), pp. 20-25

Effect of Thermo-mechanical Treatments
on the Stretch-flange Formability
of AA3004 Aluminium Alloy

Shin Tsuchida and Hiroshi Yokoi

住友軽金属工業株式会社研究開発センター

論 文

AA3004 アルミニウム合金の伸びフランジ性におよぼす 加工熱処理の影響*

土 田 信** 横 井 洋**

Sumitomo Light Metal Technical Reports, Vol. 37, No. 1, No. 2 (1996), pp. 20-25

Effect of Thermo-mechanical Treatments on the Stretch-flange Formability of AA3004 Aluminium Alloy

Shin Tsuchida and Hiroshi Yokoi

The strain hardened sheets of Al-1%Mn-1%Mg alloy which were heat treated for the solutionizing during the rolling processes showed the increases of tensile strength and elongation after the partial annealing below 200°C. In these partially annealed sheets, however, the decrease of formability was obviously observed after the additional cold working. The decline of the formability confirmed by the hole expansion test was discussed in the relation with the elongation obtained by uniaxial tensile tests.

It is postulated that the very fine precipitates on the dislocation structures which were borne by the low temperature annealing are the cause of the development of deformed micro structures which intend to decrease the non-uniform elongation (local strain).

1. 緒 言

DI缶ボディ材に用いられているAA3004合金(Al-1% Mn-1% Mg)では、冷間圧延した後に焼き鈍して再結晶させても強い再結晶集合組織(cube texture)が形成されにくい。この再結晶集合組織成分は、深絞り成形において0°/90°耳を発生させる結晶組織である。硬質板で用いられるDI缶ボディ材は、途中焼き鈍しで再結晶を完了させたあとに十分な冷間加工を行うことによって高い強度を得ている。その際に圧延集合組織が発達して45°耳が大きくなる^{1,2)}。すなわち、硬質板の耳率は、途中焼き鈍しによってできる再結晶集合組織成分と、冷間圧延によってできる圧延集合組織のバランスで決まる。もしも、再結晶集合組織成分が少ない場合には、深絞り成形される硬質板の45°耳の成長を抑えるために、冷間圧延の加工度が制限される。この制限された冷間圧延量による材料強度の上昇が十分でないとき、この非熱処理

型アルミニウム合金でも、溶質成分の溶入とひずみ時効硬化により強度を高める方法がある^{3~5)}。

しかしながら、温間圧延によって動的ひずみ時効させたAA3004合金では、強度は上昇するが延性が低下する⁵⁾。また、時効硬化した熱処理型のアルミニウム合金では、マトリクスと整合性の良い微細な析出物はひずみを緩和させる効果を持たないがために、転位が粒子を剪断して移動し、鋭いすべり帯を生成し延性が低下することが知られている⁶⁾。溶入のための熱処理を含む圧延プロセスで作られたAA3004合金硬質板の加工性については、これまでにはほとんど報告例がない。本報では、圧延で硬化させた薄板の穴抜け性におよぼす低温熱処理での析出の影響について検討した。

2. 実験方法

供試材はTable 1に示すAA3004合金であり、Fig. 1に示すプロセスで製造した。材料Aは熱間圧延されたその厚みで、また材料Bは1mmまで冷間圧延した厚みで溶入のための熱処理(溶入熱処理)を施した。この

* 軽金属学会第88回春期大会(1995年5月13日、於・室蘭市)及びTMS Annual Meeting(1996年2月、於・アナハイム)にて発表。

** 研究開発センター 第五部

Table 1 Chemical composition (mass%)

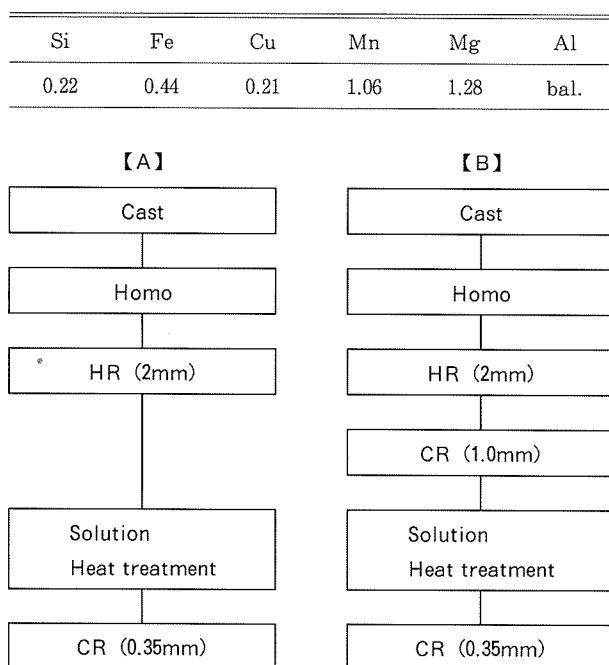
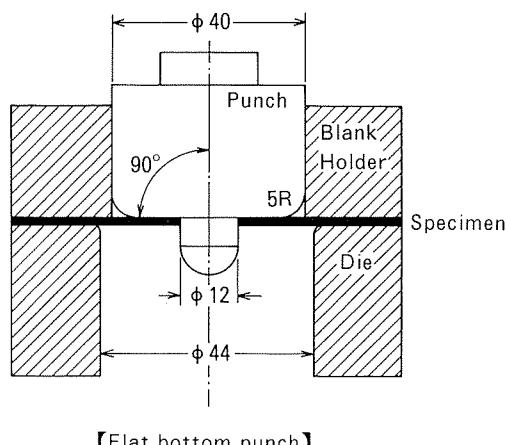
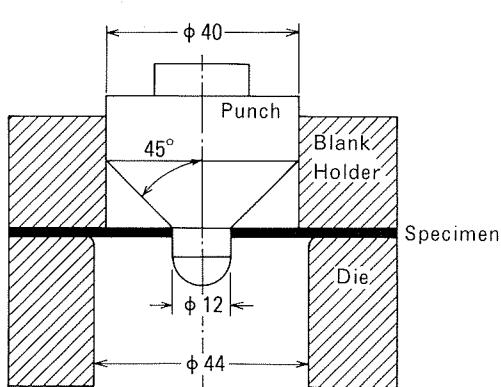


Fig. 1 Procedures for the test materials.



【Flat bottom punch】



【Conical punch】

Fig. 2 Tooling for the hole expansion test.

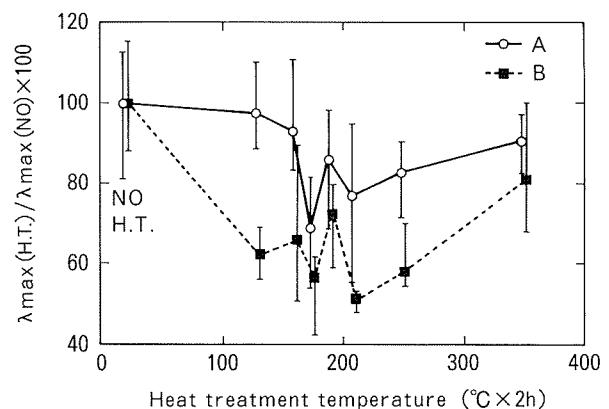


Fig. 3 Hole expansions by the flat bottom punch.

溶入熱処理は480°Cで数秒間保持した後、強制的に空冷した。厚み0.35mmまでの冷間圧延は、商業用の圧延設備で行った。その後の部分焼き鈍しを目的とした熱処理は実験設備で行った。なお、そのときの熱処理温度は130～350°Cで2時間保持した。

熱処理した試験材は、さらに厚み0.2mmまで冷間圧延し、180°C×10minベーキングを行い、その後単軸の引張試験と穴拡げ試験に供した。穴拡げ試験には、Fig. 2に示す2種類のパンチを用いた。なお、円錐パンチの頂角は90°である。試験片には、外径80mmの円盤の中心に12mmの穴を切削加工したものを用いた。試験片は、ダイとブランクホルダーでクランプされているので、パンチの前進によって絞り込まれることはなかった。パンチと材料間の潤滑剤に粘度6000cStの潤滑ワックスを用いた。中心穴の縁に亀裂が発生する限界穴拡げ率 λ_{max} は、(1)式によって定義した。

$$\lambda_{max} (\%) = 100 * (D_c - D_i) / D_i \quad (1)$$

ここで、 D_i は初期穴径($=12.0\text{mm}$)、 D_c は亀裂が発生したときの穴径である。

3. 実験結果および考察

平底パンチによる穴拡げ試験結果をFig. 3に示す。横軸には厚み0.35mm後の熱処理温度を示し、縦軸に熱処理なしの場合を基準(100)としたときの限界穴拡げ率の相対値を示す。この平底パンチの場合、穴拡げ性は熱処理なしの場合が最もよく、160～210°Cの熱処理を施すと低下した。この低下の度合いは、材料Aよりも材料Bで顕著であった。

円錐パンチによる穴拡げ試験結果をFig. 4に示す。平底パンチの場合に比べて、熱処理温度による穴拡げ性の低下は小さいが、160～190°Cの熱処理で穴拡げ性が低下すること、材料Aに比べて材料Bの穴拡げ性の低下が大きめであることに関しては、平底パンチの結果と良く似た傾向を示した。

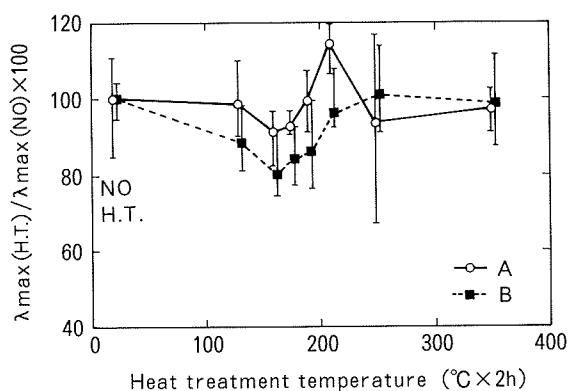


Fig. 4 Hole expansions by the conical punch.

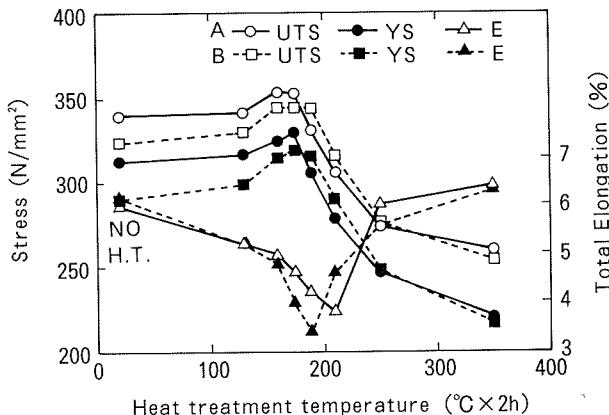


Fig. 5 Mechanical properties of the test specimens annealed in 0.35mm and cold rolled to 0.2mm.

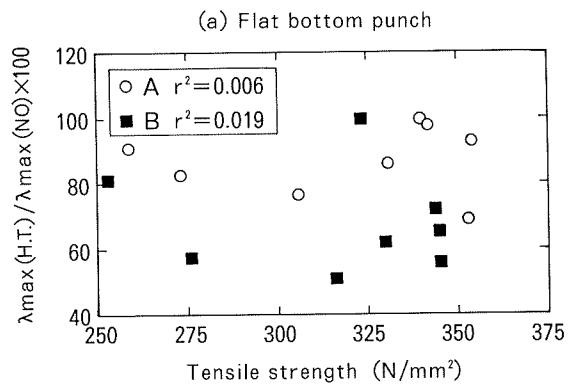


Fig. 6 Correlations of the hole expansion to the tensile strength.

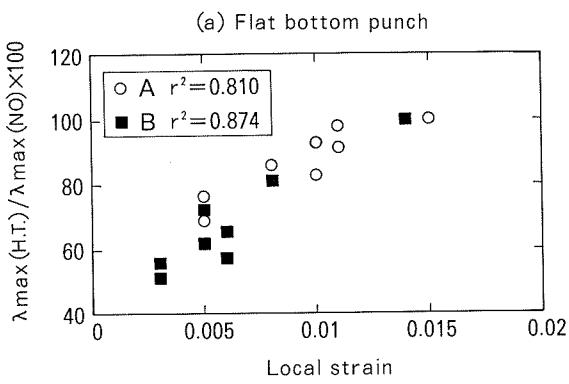
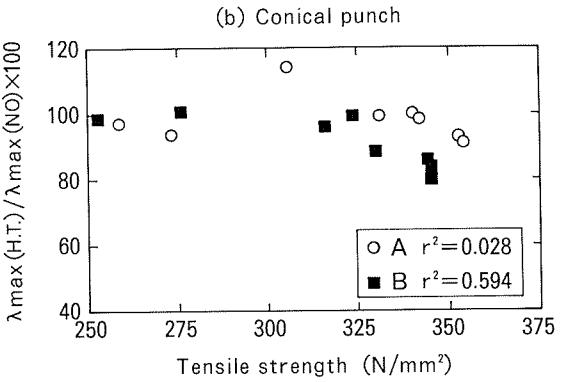


Fig. 7 Correlations of the hole expansion to the local strain.

穴抜け試験した材料の単軸引張試験結果を Fig. 5 に示す。材料 A, B 共に熱処理温度が 160~190°C 域で引張強さと耐力は上昇し、全伸びは低下した。材料 A は溶入熱処理後の冷間加工度が大きいので、材料 B よりも高い強度を示した。

熱処理温度 160~210°C で穴抜け性が低下したのは、単軸引張の全伸びの低下、あるいは強度の上昇に対応しているように見える。そこで引張強さ、および全伸びと穴抜け性の間に相関があるのかどうかについて検討した。

引張強さと穴抜け性の関係を Fig. 6 に示す。この二つの相関図から、明らかに引張強さは穴抜け性に対応しないことがわかる。また、その傾向はパンチ形状に依存しない。

つぎに、全伸び、一様伸び、および局部伸びと穴抜け性の相関を検討した。ここで一様伸びは荷重～伸び線図の最大荷重点直前のひずみ硬化指数 n 値で代用した。また、局部伸びは全伸びと一様伸びとの差として求めた。限界穴抜け率と全伸び、および一様伸びとは相関が認め

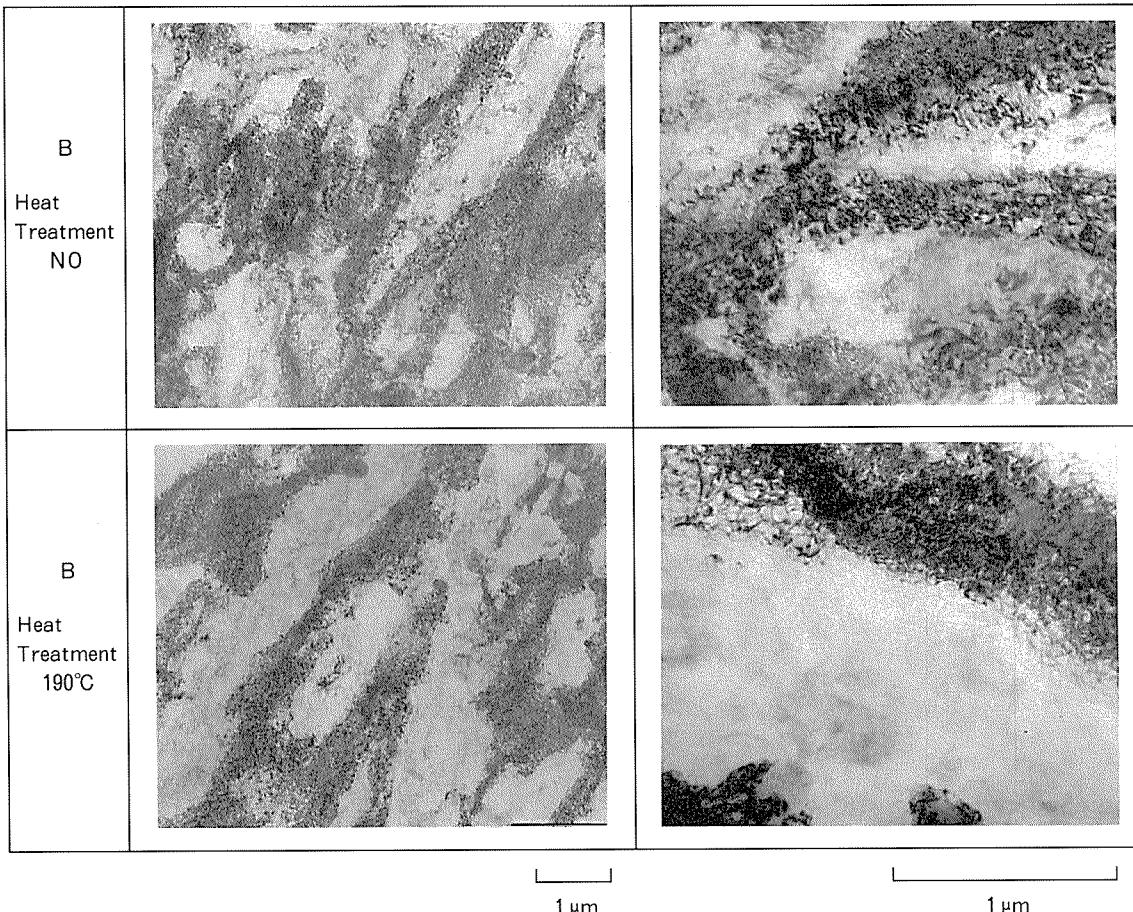


Fig. 8 TEM structures of the test materials before and after the partial annealing.

られなかった。Fig. 7 に限界穴拡げ率と局部伸びの関係を示す。一般に伸びフランジ性は局部伸びに対応していると言われている。ここでも平底パンチによる穴拡げ性は、局部伸びが大きいほど向上する傾向にあった。なお、このときの相関係数 r^2 は材料 A で 0.810、材料 B では 0.874 であった。一方、円錐パンチの場合では相関が弱い。この円錐パンチによる変形では、板厚方向に発生する応力勾配が穴縁の亀裂発生に影響するために相関が弱くなるものと考えた。

硬質板を 200°C 以下で部分焼き鈍しを行ったときに起こるミクロ組織の発達には、加工組織の回復と溶質成分の析出がある。Fig. 8 に厚み 0.35mm における熱処理前後の材料 B の TEM 組織を示す。190°C で熱処理することにより、セル壁近傍の転位が再配列するのが観察された。また、190°C 热処理材ではセル内の明るさに弱いむらが生じていることが観察され、溶質成分の一部が加工組織上に析出することによって生じた格子のひずみ場によるものであろうと考えられた。この推察については高倍率での観察などを試みたが、直接的な確証は得られなかった。

本研究における穴拡げ試験は、熱処理の後さらに厚み 0.2mm まで冷間圧延を施した試験片で行ったものであ

る。Fig. 9 に穴拡げ試験に供した材料 B の TEM 組織を示す。熱処理なしの材料では、冷間圧延をさらに行うとセル壁が鋭くなるように見られた。これに対して、190°C で熱処理した材料では、セル壁を横断するように変形帶が生じているのが観察された。ごく微細な析出物がセル内の転位をくぎづけして、マトリクスの加工硬化が早く進むことにより、限られたすべり帯に変形が集中するからであろうと考えた。

硬質板を 200°C 以下で加熱したとき、材料の電気抵抗は減少し、示差熱分析においても加工組織の回復と共に析出を推定させる発熱反応が認められた。この温度域での析出については、Al-Cu-Mg 系析出物である GPB ゾーン又は S' 相であるとした報告^{7,8)}や、Al-Cu-Mg-Si 系の Q 相の準安定相であるとした報告⁹⁾がある。これに関して、Table 2 に示す 3 種類の合金を圧延して示差熱分析および X 線回折を試みた。示差熱分析の結果を Fig. 10 に示す。3004 に相当する合金の低温焼き鈍しにおける析出には、Cu と Si の両者が関与していることが認められるが、150~200°C では合金 c に認められる析出ピークが合金 a のそれと対応しているようで、この温度域での析出相は Al-Cu-Mg 系化合物である可能性が大きい。

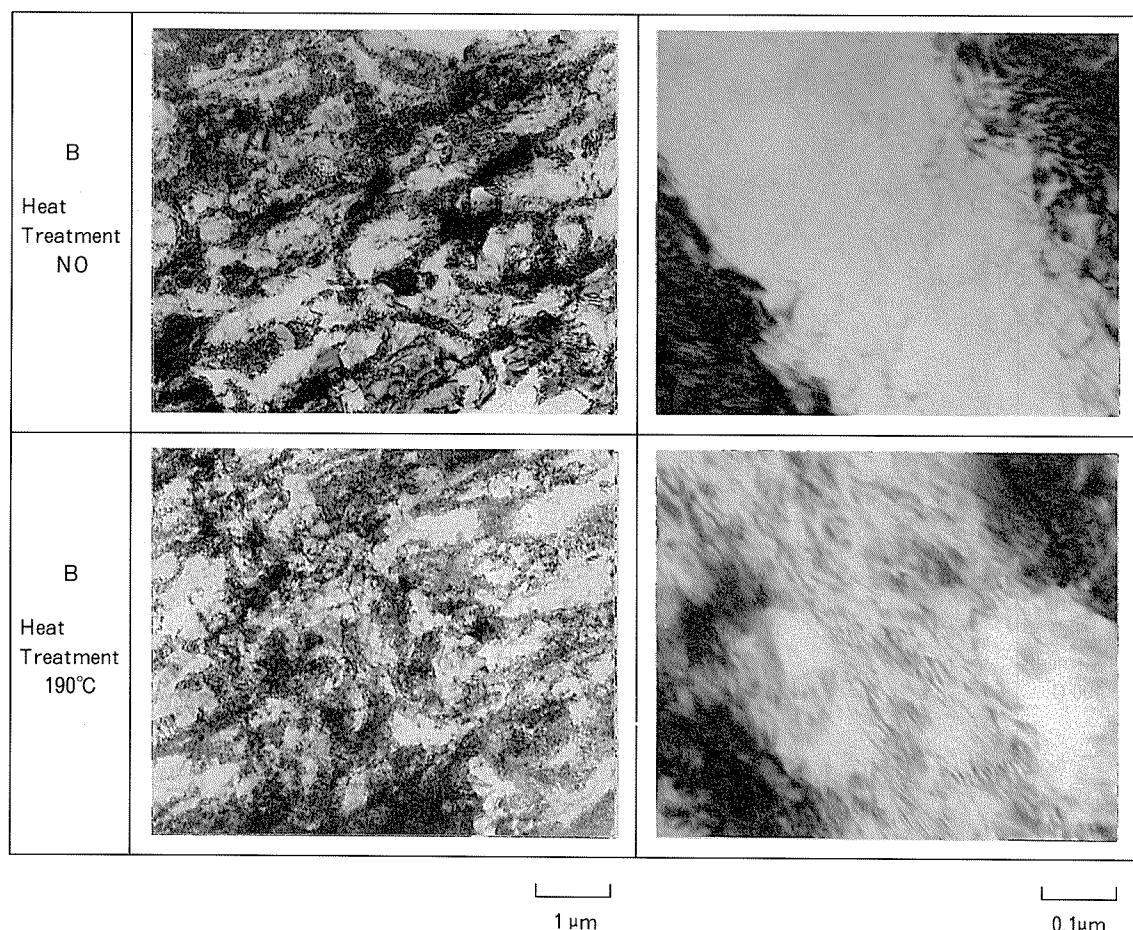


Fig. 9 TEM structures of the test specimens with and without the partial annealing.

Table 2 Chemical compositions of the alloys to research the precipitation. (mass%)

(mark)	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Al
a	0.25	0.49	0.26	1.10	1.08	bal.
b	0.48	0.47	0.00	1.11	0.97	bal.
c	0.05	0.47	0.52	1.10	1.02	bal.

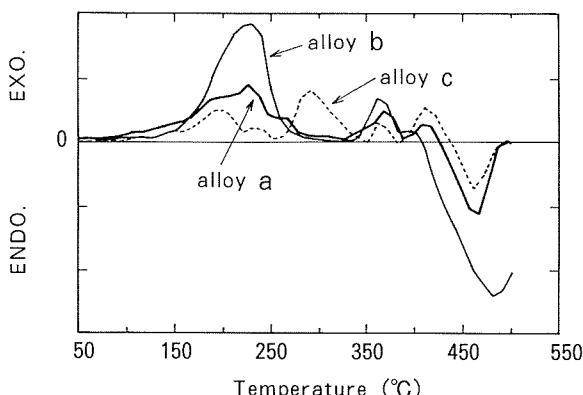


Fig. 10 Comparison of the DSC profiles for three kinds of alloys.

4. まとめ

圧延プロセスの途中で溶入熱処理を施したAA3004合金の硬質板を部分焼き鈍したとき、低温での熱処理が機械的性質および加工性におよぼす影響を、圧延板の単軸引張試験と穴抜げ試験によって調査した結果、以下のことが明らかになった。

(1) 溶入熱処理後に冷間圧延した材料を160~210°Cで熱処理した後さらに加工すると、穴抜け性は低下した。

(2) この穴抜け性の低下の度合いは、溶入熱処理後の冷間圧延量が少ないほうが大きかった。

(3) 160~190°Cで熱処理すると、厚み0.20mm時の引張強さと耐力は上昇し、全伸びは減少した。しかし、これらの機械的性質の変化と、穴抜け試験における加工性の低下は完全には対応しなかった。

(4) 平底パンチによる穴抜け試験における加工性の低下は、引張試験の局部伸びの変化に対応した。

(5) 穴抜け性の低下は、低温での熱処理により溶質成分の一部が加工組織上に微細に析出して、局部くびれが発生しやすくなるからであると推察された。ごく微細な析出物が、加工硬化しやすい下部組織を形成して、限られたすべり帯に変形を集中させる結果、局部くびれが

発達しやすくなり、局部伸びが減少するからと考えた。

(6) ごく微細な析出物の種類を確定することはできなかった。示差熱分析の結果から、合金に含まれるSiとCuは共にこの低温熱処理での析出に関与し得ることが認められた。特に150~200°Cでは、Al-Cu-Mg系化合物の析出する可能性が大きいと考えられた。

謝辞：本研究の実験を進めるにあたり、当時技術研究所に所属されていた伊藤清文氏、長谷川照恭氏、および同所所属の水谷博之氏、菊田良成氏らに多大の協力をいただいた。記して感謝の意を表します。

参考文献

- 1) W.B.Hutchinson, A.Oscarsson and A.Karlsson : Materials Science and Technology, 5 (1989), 1118.
- 2) B.Anderson and S.E.Ness : "Aluminum Alloys – Their Physical and Mechanical Properties", Proc. of ICAA-1st. (Virginia), EMAS, UK, (1989), 499.
- 3) 高橋洋児, 堀 安宏, 渕沢護郎, 大場 宏 : 日本特許, 第1372166号, (1987).
- 4) 馬場義雄, 土田 信 : 日本特許, 第1445161号, (1988).
- 5) H.D.Merchant, J.G.Morris and M.Barsoum : Aluminium, 67 (1991), 275.
- 6) A.H.Rosenstein : Journal of Metals, 34 (1982), 14.
- 7) 稲葉 隆, 碓井栄喜, 信濃 昇 : 軽金属, 39 (1989), 3.
- 8) 照田伸二, 深田和博, 溝内政文 : 軽金属, 41 (1991), 102.
- 9) 小山克己, 神林 幹, 藤倉潮三 : 古河電工時報, No. 87 (1990), 27.

住友軽金属技報 第37巻 第1号, 第2号 (1996) 26-30

論 文

コンポキャスティング法により作製した
SiC 粒子分散アルミ合金基複合材
の組織と機械的性質

箕 田 正 金 瞳 淳

Sumitomo Light Metal Technical Reports, Vol. 37, No. 1, No. 2 (1996), pp. 26-30

Microstructures and Mechanical Properties of
SiC Particle/Aluminium Composites Produced
by Compocasting Process

Tadashi Minoda and Mok-Soon Kim

住友軽金属工業株式会社研究開発センター

論 文

コンポキャスティング法により作製した SiC 粒子分散アルミ合金基複合材 の組織と機械的性質*

箕 田 正** 金 瞳 淳***

Sumitomo Light Metal Technical Reports, Vol. 37, No. 1, No. 2 (1996), pp. 26-30

Microstructures and Mechanical Properties of SiC Particle/Aluminium Composites Produced by Compocasting Process*

Tadashi Minoda** and Mok-Soon Kim***

The practicability of Compocasting process has been investigated. Al-Cu and Al-Si alloy composites with 10mass% of SiC particles were prepared by Compocasting process to investigate the physical and mechanical properties. As a result, the MMCs showed the excellent wear resistance and low coefficient of thermal expansion compared with Al-Si matrix alloy. However, the strength of the MMCs were equal or lower than that of matrix alloys because SiC particles reacted with molten aluminium at its interface. Therefore, it is suggested to make an improvement on the casting conditions.

1. 緒 言

近年、軽量化を目的としたアルミ合金の適用が種々の分野で行われており、機能部材においてもアルミ合金が注目されている。一般に、摺動部品には耐摩耗性が要求されることから、ケイ素を主添加元素とする耐摩耗性4000系アルミ合金を適用する場合が多い。しかし、高強度が要求される場合には、2000系や7000系高強度合金に硬質アルマイドを施し、表面処理でカバーする場合もある。しかし、その場合には、使用温度が室温付近に制限されたり、コストが高くなるなどの問題がある。母材の特性を活かしつつ耐摩耗性を付与する手段として、アルミ合金をマトリクスとした複合材料があり、特に硬質セラミックス粒子を用いた複合材は、経済性に優れ、容易に高剛性化や低熱膨張化が得られるために、現在研

究開発が盛んに行われている。分散粒子として、一般的にSiCやAl₂O₃などの硬質セラミックス粒子が用いられ、一部の用途では実用化されている¹⁾。

粒子分散型複合材料の製造プロセスは、主として粉末法と溶湯法に大別される。粉末法の場合、セラミックス粒子とマトリクス粉末の混合条件により、良好な分散状態を得やすいが、製造工程が複雑であり、コストが高くなる傾向がある。これに対し、溶湯法は粒子の分散性に劣り、界面での溶湯との反応が起こりやすいが、工程が簡素なためにコストが安いメリットがある。

コンポキャスティング法^{2~6)}は溶湯法の一一種であり、1970年代初めにマサチューセッツ工科大学のFlemingsおよびMehrabian^{7,8)}らによって考案された複合材料の製造方法である。これは、マトリクス合金の溶湯を固液共存状態にし、機械的に強攪拌しながらセラミックス粒子を添加し、分散させる方法であり、セラミックスと金属溶湯の濡れ性が悪い場合でも複合化が可能であるとされている。その特徴は、マトリクス合金の溶湯に固相を晶出させることにより、見掛けの粘性を高くし、分散粒子の沈降・浮上と共に、固相との衝突による分散

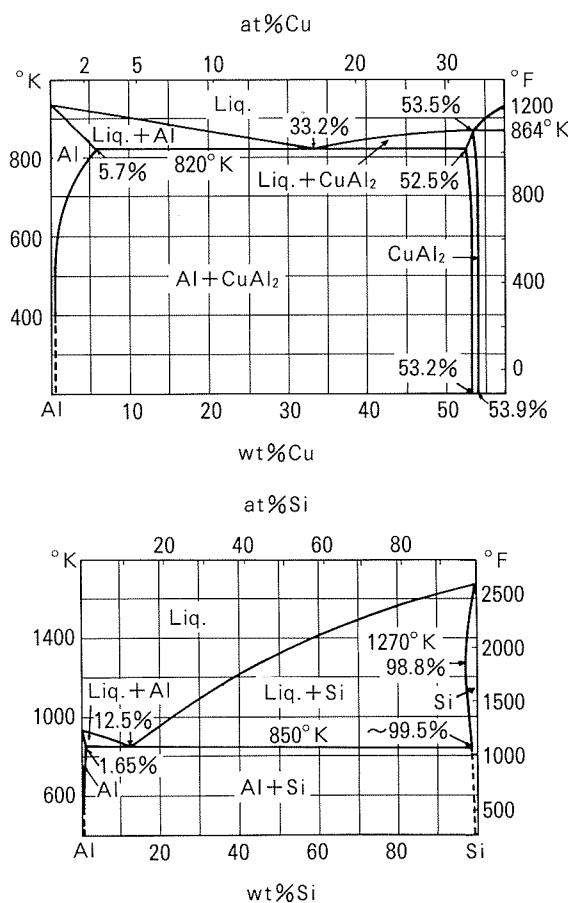
* 軽金属若手フォーラム（1991年10月、於・名古屋）にて一部発表

** 研究開発センター第一部

*** 仁荷大学校工科大学金属工学科、工学博士（韓国）
(旧 技術研究所 金属材料第二研究部)

Table 1 Chemical composition (mass%)

Alloy	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Ti	Ni
Al-Cu	0.3	0.5	4.5	—	1.8	0.1	2.0
Al-Si	6.0	0.5	4.0	0.5	1.5	0.1	1.0

Fig. 1 Equilibrium diagram of the aluminium end of the aluminium-copper alloy and the aluminium-silicon alloy⁹⁾.

粒子の凝集体の分断およびガスの離脱などを起こし、濡れ性が改善され、複合化が可能になるものと考えられる。また、この方法では、固液共存状態で複合化するため、溶湯金属中に添加する場合と異なり、かなり低温で複合化が行われる。そのため、セラミックスと金属との過剰な反応が抑えられる。

本報では、溶湯法の一種であり、製法が比較的単純と考えられるコンポキャスティング法により、SiC粒子分散型アルミ合金基複合材料を作製し、その物理的および機械的性質について調査することにより、実用材料としての可能性を検討した。

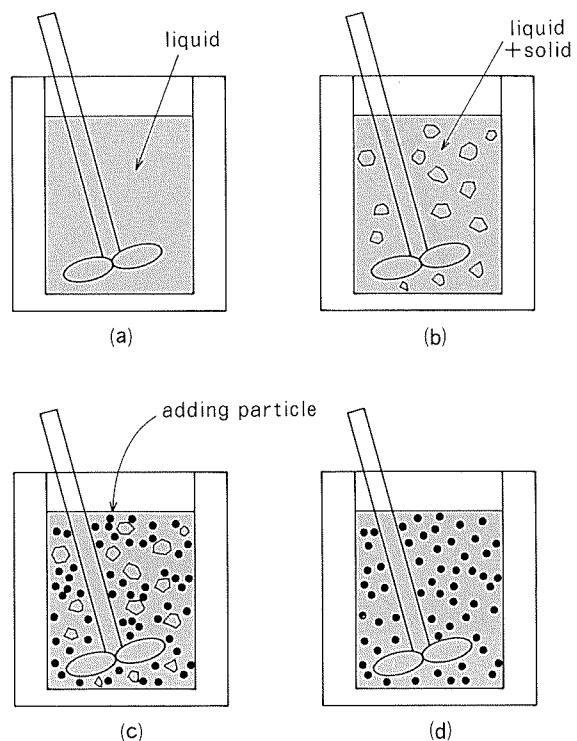


Fig. 2 Schematic diagram of Compocasting process.

2. 実験方法

実験に供したマトリクス合金の化学成分を Table 1 に示す。コンポキャスティング法は固液共存相を利用するプロセスであるため、共晶型の合金が最も適していると考えられる。コンポキャスティング法では固相線温度と液相線温度の差が大きいほど、固相／液相の比率の制御が行いやすい。そのため、Fig. 1⁹⁾に示す状態図から、鋳物合金をベースに、耐熱性を主目的とした Al-Cu 系合金および低熱膨張係数を主目的とした Al-Si 系合金を作製した。おのおのについて、コンポキャスティング法により平均粒子径 12 μm の SiC 粒子を 10 mass% 複合させた。コンポキャスティング法の模式図を Fig. 2 に示す。(a)はじめに炉中でマトリクス合金を溶解した後、高トルクの攪拌機 (Fig. 3) を用い、約 300 rpm にて溶湯を攪拌した。(b)攪拌をしながら、溶湯の温度を液相線温度以下まで下げていき、固液共存したスラリーを作製した。(c)固相率が約 50% になるよう、Al-Cu 系合金では 610°C、Al-Si 系合金では 600°C に溶湯温度を調整しながら、予熱した SiC 粒子を炉上部からゆっくり添加し、約 10 分間混合分散させた。その際、溶湯の酸化を防止するために、アルゴンガス雰囲気中で攪拌を行った。(d)添加終了後、攪拌を続けながら溶湯を速やかに 650°C 以上まで加熱し、φ68 mm に半連続鋳造した。そして、470°C–6 h の均質化処理後、450°C にて φ18 mm に間接押出した（押出比：14.3）。溶体化処理温度は、Al-Cu 系合金は 520°C、Al-Si 系合金は 510°C と

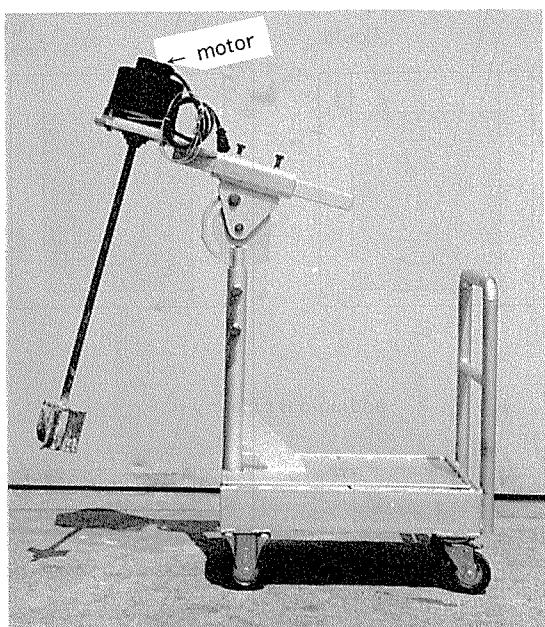


Fig. 3 Appearance of the agitator.

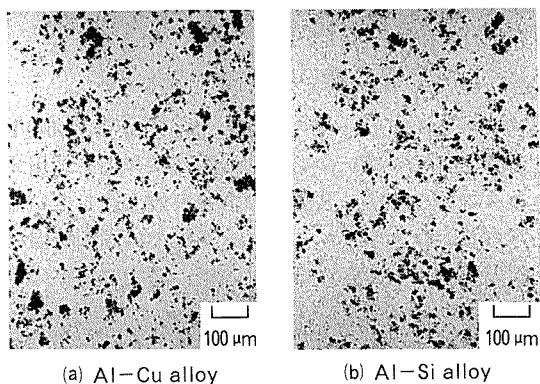


Fig. 4 Dispersion of SiC particles.

した。それぞれについて、人工時効特性を調査し、Al-Cu系合金は200°C-5h、Al-Si系合金は170°C-6hをT6条件とした。T6材について、その物理的および機械的性質を調査した。

3. 実験結果および考察

3.1 光学顕微鏡組織

Fig. 4に供試材断面の光学顕微鏡組織を示す。粒子の分散性には合金系による有意差がほとんどみられない。どちらの合金でも、SiC粒子は断面内で比較的均一に分散しているが、一部に粒子同士の凝集がみられ、最大50 μm程度の大きさの凝集体が観察される。

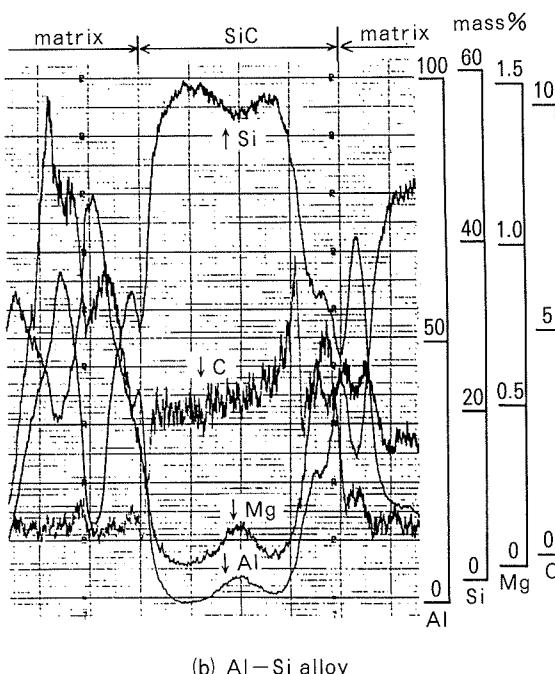
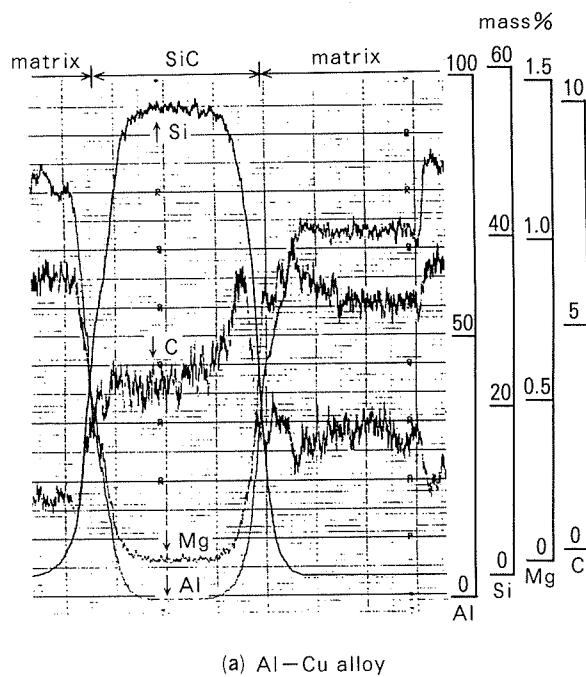


Fig. 5 EPMA results of MMCs around SiC particle.

3.2 SiC粒子とマトリクス界面の状況

Fig. 5にSiC粒子の近傍のEPMA線分析結果を示す。(a)はAl-Cu系合金、(b)はAl-Si系合金の分析結果であり、いずれもマトリクス部の炭素原子量は高めに分析されている(0mass%ではない)ことから、SiCが鋳造時に分解されていることが考えられる。実際に、SiC粒子はアルミ合金溶湯中で $4\text{Al} + 3\text{SiC} \Rightarrow \text{Al}_4\text{C}_3 + 3\text{Si}$ の反応を起こすことが知られており¹⁰⁾、界面強度の低下を防止するために、鋳造法では粒子の反応の抑制が大きな課題である。

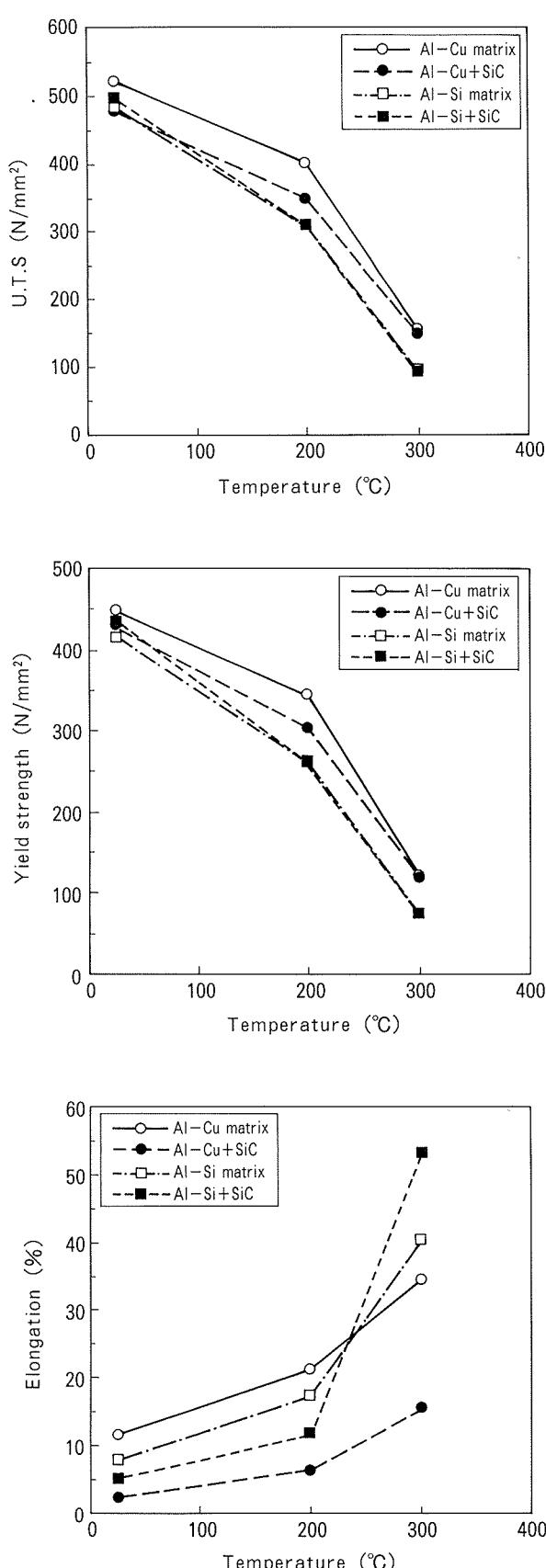


Fig. 6 Effect of temperature on the tensile properties of matrix alloys and their MMCs.

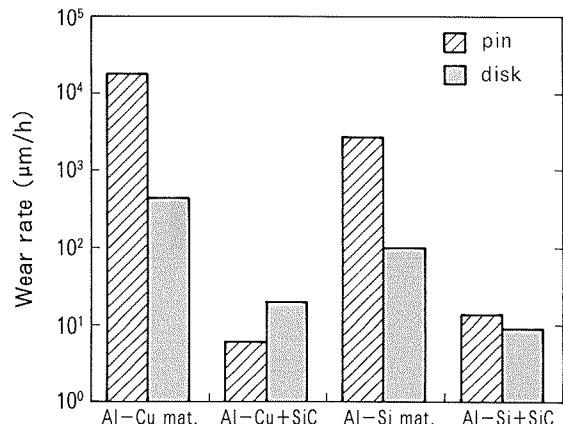


Fig. 7 Wear characteristics of aluminium pins and cast iron disks.

3.3 引張特性

引張試験片を成形し、室温、200°C、300°Cの各温度で1時間熱処理したのち、各温度で引張試験を行った。Fig. 6に結果を示す。Al-Cu系とAl-Si系のマトリクス合金を比較した場合、引張強さはAl-Cu系の方が高く、300°CにおいてはAl-Si系の1.5倍である。また、Al-Cu系の複合材はマトリクス合金に比べ、引張強さおよび耐力は最大で50MPa程度低下し、伸びは著しく低下している。これに対し、Al-Si系では、引張強さおよび耐力は、マトリクス合金と複合材でほとんど差が見られないが、伸びは200°Cまではマトリクス合金の方が大きく、300°Cでは複合材の方が大きくなっている。一般に、SiC_Pを添加することにより、強度が高くなることが知られている¹¹⁾。しかし、今回作製した複合材料は、Al-Cu系では複合材の方が強度が低く、Al-Si系では複合材はマトリクス合金と強度が同等であった。そのため、4.3項で述べたSiCの溶湯との反応による界面強度の低下が原因として考えられるが、Al-Cu系に比べ、Al-Si系では溶湯中の成分Si量が多く存在するため、SiC粒子の分解反応が進みにくくなり、界面強度の低下量が小さく抑えられたと考えられる¹²⁾。マトリクス合金のSi量により、SiC粒子の分解反応は抑制が可能とみられるが、Siが微量であるAl-Cu系合金などでは、特に粒子添加後の溶湯保持時間を短くしたり、鋳込温度を低く抑える等の鋳造条件の適正化が必要とみられる。

3.4 摩耗特性

Fig. 7に供試材の摩耗試験結果を示す。摩耗試験は、3点支持pin-diskタイプ(Fig. 8)で行い、pinには供試材、diskにはFC200(鉄鉱)を用いた。試験温度は100°C、面圧は5.0MPa、摩擦速度は0.5m/sとし、潤滑剤としてスピンドル油を用いた。マトリクス合金の比較では、Al-Cu系よりもAl-Si系の方がpin、diskいずれの摩耗量も少なかった。また、複合材においては、いずれの合金もマトリクス合金に比べて耐摩耗性が向上しているが、Al-Cu系複合材においてもAl-Si系マトリ

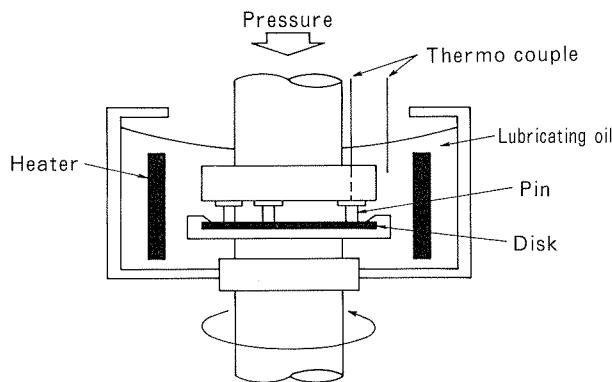


Fig. 8 Schematic diagram of wear test.

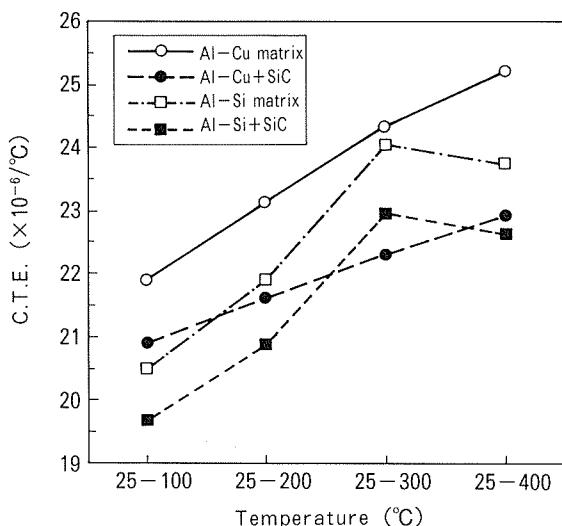


Fig. 9 Effect of temperature on coefficient of thermal expansion.

クス合金より耐摩耗性は優れている。なお、複合材はマトリクス合金に比べ、相手材の摩耗量も少なくなっている。硬質セラミックス粒子が、相手材との焼付きを抑制しているためと考えられるが、メカニズムの解析にはさらに検討が必要である。

3.5 線膨張係数

Fig. 9 に供試材の線膨張係数を示す。Al-Cu 系マトリクス合金は供試材の中で最も線膨張係数が大きいが、SiC 粒子を複合化することにより、Al-Si 系マトリクス合金と同等以上の低熱膨張係数化が可能である。また、Al-Si 系マトリクス合金と複合材はグラフの傾きがほぼ平行であるが、Al-Cu 系複合材はマトリクス合金に比べ、グラフの傾きが小さく、300°Cでは Al-Si 系複合材よりも線膨張係数は小さい。なお、Al-Si 系合金では、300°Cまでは温度に伴って線膨張係数が増加しているが、400°Cでは300°Cよりも線膨張係数が小さくなっている。純アルミニベレット中の Si は、350~450°Cで最も析出することが知られており¹³⁾、供試材の場合にも析出した単体 Si (あるいは Si 系化合物) の増加により、線膨張係数の低下が起こった可能性が考えられる。

4. 結 言

コンポキャスティング法により、鋳物合金をベースとした Al-Cu 系合金および Al-Si 系合金に 10mass% の SiC 粒子を添加した複合材料を作製し、物理的および機械的性質を調査したところ以下の結果を得た。

(1) コンポキャスティング法により SiC 粒子の分散が比較的良好な複合材料を作製できた。ただし、粒子同士の凝集により、最大 50 μm 程度の大きさの凝集体が観察された。

(2) 常温~300°Cで引張試験を行ったところ、Al-Cu 系複合材の引張強さ、耐力はマトリクス合金よりも最大 50MPa 程度低下していたが、Al-Si 系合金では同等であった。EPMA 線分析の結果、SiC 粒子が溶湯と反応し、界面強度が低下したためと考えられたが、Al-Si 系合金は成分 Si 量が多いために、SiC 粒子の反応は少ないみられた。

(3) Al-Cu 系および Al-Si 系複合材は、いずれもマトリクス合金に比べて耐摩耗性が著しく改善され、同時に相手材 (FC200) のダメージも減少していた。

(4) Al-Cu 系複合材は、Al-Si 系マトリクス合金と同等以上の低熱膨張係数を有していた。また、Al-Cu 系複合材はマトリクス合金に比べ、温度に伴う線膨張係数の増加量が小さく、300°Cでは Al-Si 系複合材よりも線膨張係数は小さかった。

(5) 今回作製した複合材料は、粒子同士の凝集や、界面でのマトリクスとの反応により、強度が向上しておらず、複合化を行う際の鋳造条件等の最適化が必要と考えられた。ただし、2618 合金等に代表される高温強度材をベースとした複合材料は、4000 系と同等以上の耐摩耗性や低熱膨張係数の付与が可能であることから、今後その実用化が大いに期待される。

参 考 文 献

- 1) 大久保喜正、渋江和久：本誌、35 (1994), 68.
- 2) 香川 豊：金属、59-2 (1989), 34.
- 3) 佐藤 彰：鋳物、53 (1981), 698.
- 4) 佐藤 彰：鋳物、62 (1990), 12.
- 5) 三輪謙治：鋳物、62 (1990), 423.
- 6) 渡部 晶：アルトピア、19 (1989), 8, 49.
- 7) R.Mehrabian, R.G.Riek and M.C.Flemings : Met. Trans., 5 (1974), 1899.
- 8) A.Sato and R.Mehrabian : Met.Trans., 7B (1976), 443.
- 9) L.F.Mondolfo : *Aluminum Alloys ; Structure and Properties*, Butter Worths, (1976).
- 10) D.J.Lloyd and I.Jin : Met. Trans., 19A (1988), 3107.
- 11) たとえば D.M.Schuster, M.D.Skibo and W.R.Hoover : Light Metal Age, 47-1,2 (1989), 15.
- 12) D.J.Lloyd : Compos. Sci. Technol., 35 (1989), 159.
- 13) 松尾ら：軽金属、38 (1988), 400.

住友軽金属技報 第37巻 第1号, 第2号 (1996) 31-36

論 文

粉末法による 6N01/SiC_p 複合材の焼入れ感受性

大久保 喜 正 谷 真一
渋 江 和 久

Sumitomo Light Metal Technical Reports, Vol. 37, No. 1, No. 2 (1996), pp. 31-36

Quench Sensitivity of 6N01+SiC_p Composites Processed by Powder Metallurgy

Yoshimasa Ohkubo, Shinichi Tani and Kazuhisa Shibue

住友軽金属工業株式会社研究開発センター

論 文

粉末法による 6N01/SiC_p 複合材の焼入れ感受性*

大久保 喜 正** 谷 真 一***
渋 江 和 久**

Sumitomo Light Metal Technical Reports, Vol. 37, No. 1, No. 2 (1996), pp. 31-36

Quench Sensitivity of 6N01+SiC_p Composites Processed by Powder Metallurgy

Yoshimasa Ohkubo, Shinichi Tani and Kazuhisa Shibue

The quench sensitivity of 6N01 alloys containing 4vol%SiC_p with particle size of 2 and 10 μm processed by powder metallurgy was investigated. The hardness of the composites decreased significantly with decreasing cooling rate compared with that of ingot metallurgy 6N01 alloy, i.e. the composites exhibited higher quench sensitivity than that of IM 6N01 alloy. However there was no difference in the quench sensitivity between the composites and monolithic powder metallurgy 6N01 alloy. So the change of quench sensitivity was caused by powder metallurgy process rather than addition of SiC particles. On the composites and PM 6N01 cooled in still air, coarse Si particles and coarse intermetallic compounds consisted of Si and Mg were observed on the powder particle boundaries. It was suggested that these coarse particles were preferentially formed on the boundaries at slower cooling rate and the amount of solute available for precipitation strengthening during subsequent ageing was reduced. Consequently the quench sensitivity of the composites became high.

1. 緒 言

アルミニウム基複合材料は高剛性、高強度、高耐摩耗性等の優れた特性を有し、これまでに多くの複合材料が開発されてきた。この中で粒子分散アルミニウム基複合材料は等方的な特性を有することや比較的経済的であることから自動車、スポーツ用品をはじめ多くの分野で実用化研究が進められている。粒子分散アルミニウム基複合材料の製造方法は粉末法と溶湯法に大別されるが、前者は後者に比べてマトリクスと強化粒子の界面反応を抑制することが可能である。また、粉末法によれば既存の粉末冶金技術が利用できることも有利である。

複合材料のマトリクスには押出性に優れた 6xxx 系アルミニウム合金がしばしば選択される¹⁾。多くの 6xxx 系合金は焼入れ性が良く、プレス焼入れが可能である。複合材料の場合でも同様にプレス焼入れが利用できれば効率的な生産が可能である。

ところで、最近、複合材料の時効析出現象について強化相の影響を扱った研究が盛んに行われ、6xxx 系合金においても強化相が存在すると時効速度が増加し、熱分析や硬さによるピーク位置が短時間側へ移動することが報告されている²⁾⁻⁶⁾。この中で Papazian⁶⁾は熱分析から遅い速度で焼入れした 6061+20%SiC ウィスカ複合材において β'' および β' が 6061 合金より形成されにくいくことを示すとともに粉末法により製造した 6061 合金でも同様な傾向があることも示している。これより、複合材の焼入れ感受性は強化相の添加の影響あるいは粉末法で製造することによる影響を受けることが示唆される。

そこで本研究では、自転車リム用に開発した粉末法による SiC 粒子分散 6N01 複合材の生産にプレス焼入れを検討するため、焼入れ感受性を調査した。更に、焼入れ感受性に影響を支配する要因が SiC 粒子の添加あるいは、粉末法での製造のいずれかによるものかを明確にした。

2. 実 験 方 法

本実験には、Table 1 に示す化学成分の 6N01 合金を

* 軽金属学会第85回秋期大会にて一部発表。

** 研究開発センター 第一部

*** 研究開発センター 第二部

Table 1 Chemical composition (mass%)

	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Al
PM*	0.56	0.10	0.10	0.04	0.75	0.04	0.01	0.01	bal.
IM	0.50	0.12	0.10	0.04	0.64	0.04	0.01	0.03	bal.

*) The matrix alloy of CM is the same to PM.

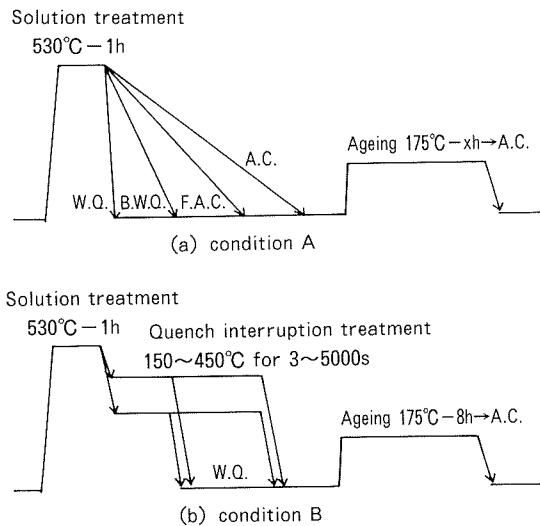
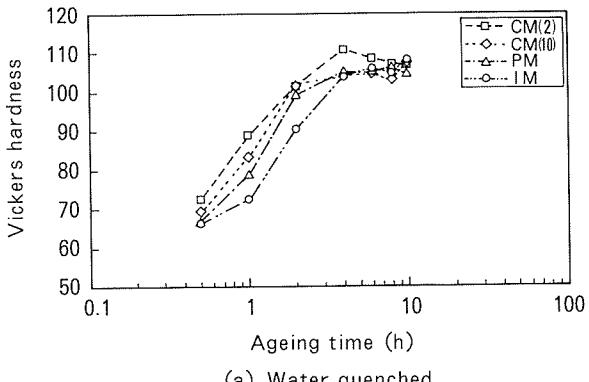


Fig. 1 Schematic diagrams of heat treatment used in the experiments.

マトリクスとし平均 $2\mu\text{m}$ および $10\mu\text{m}$ の SiC 粒子を添加した複合材（以下、CM (2) 材および CM (10) 材）を用いた。これらの複合材は以下の工程により製造した。まず、アルゴンガスアトマイズ法により 6N01 合金粉末を製造し $105\mu\text{m}$ 以下に分級して、これに SiC 粒子を体積率が 4 % となるように配合し、混合した。6N01 合金粉末は球形で平均粒径（質量基準 50% 径）は $70\mu\text{m}$ であった。SiC 粒子は不定形をした粉碎粉である。次に、混合粉末を $\phi 90 \times 250\text{mm}$ の缶に充填し、缶内を真空引きしながら加熱し 520°C で 1 h 保持した後、封缶した。これを 500°C にて押出し $\phi 30\text{mm}$ の丸棒（押出比 9.8）を作製した。また、比較のために同じ 6N01 合金粉末を缶充填し複合材と同一条件で脱ガス処理および押出をした合金（以下 PM 材）と、更に、金型鋳造により作製した $\phi 90\text{mm}$ のビレットを 550°C で 5 h 均質化処理後、同一条件にて押出した合金（以下 IM 材）を作製した。IM 材の化学成分を Table 1 に併せて示す。PM 材（CM 材のマトリクスも同じ）および IM 材はほぼ同成分である。

各押出材から厚さ 20mm の小片を切り出し、Fig. 1 (a) に示すように 530°C で 1 h の溶体化処理の後、種々の焼入れ方法、すなわち、空冷 (A.C.)、強制空冷 (F.A.C.)、沸騰水冷 (B.W.Q.)、水冷 (W.Q.) により焼入れし、 175°C で時効した。それぞれの 520°C から 300°C までの平均冷却速度は、順に $0.5^\circ\text{C}/\text{s}$ 、 $3^\circ\text{C}/\text{s}$ 、 $60^\circ\text{C}/\text{s}$ 、



(a) Water quenched

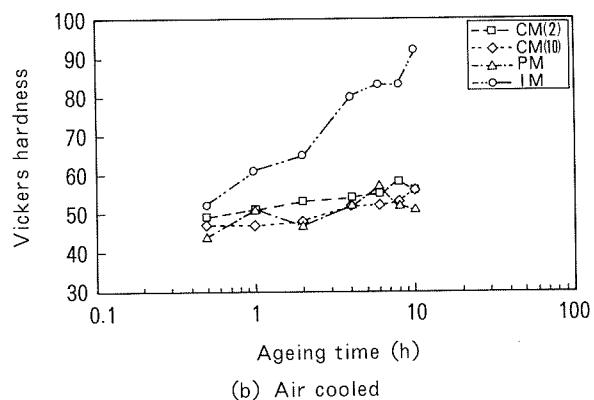


Fig. 2 Age hardening behaviour of test alloys quenched from 530°C and aged at 175°C .

$500^\circ\text{C}/\text{s}$ であった。時効後、ビッカース硬さを測定して焼入れ感受性を調査するとともに光学顕微鏡および透過電子顕微鏡 (TEM) 観察を行った。また、CM (2) 材、PM 材および IM 材の各押出材から厚さ 8 mm の小片を切り出し、Fig. 1 (b) に示すように 530°C で 1 h の溶体化処理に続いて $150^\circ\text{C} \sim 450^\circ\text{C}$ の所定の温度に保った浴中 (250°C 以上がソルトバス、 200°C 以下がオイルバス) に投入し $5 \sim 5000\text{s}$ 保持後水冷する焼入れ中断処理をして、その後 175°C で 8 h 時効した。そして、時効後のビッカース硬さ（荷重 98N ）を測定し、析出の C 曲線 (Time-Temperature-Hardness 曲線) を作成した。

3. 実験結果

3.1 焼入れ条件と硬さの関係

4 種類の供試材を 530°C で 1 h の溶体化処理後、水冷および放冷し、 175°C で時効した場合の時効特性を Fig. 2 に示す。Fig. 2 (a) の水冷材では、4 種類の供試材は類似した時効硬化挙動を示している。到達する最高硬さは $105 \sim 110$ 程度で材料間の差は小さい。ただし、時効の初期において、2 種の CM 材と PM 材の時効速度が大きい傾向が認められる。Fig. 2 (b) の空冷材では水冷材と大きく異なり、2 種の CM 材と PM 材は時効時間が経過しても硬さの上昇がわずかしか認められない。一方、IM 材では水冷材より硬さは低いものの時効時間とともに

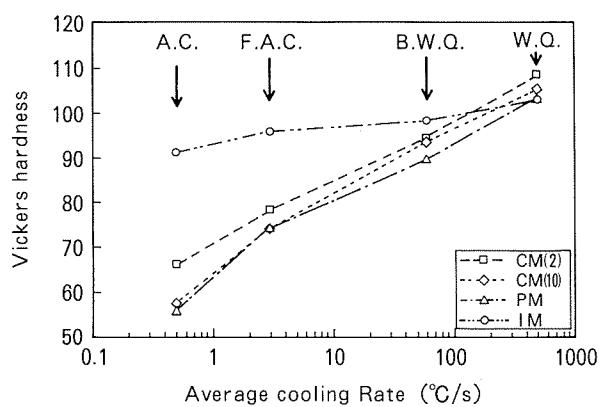


Fig. 3 Effect of the cooling rate on the hardness of test alloys aged at 175°C for 8h.

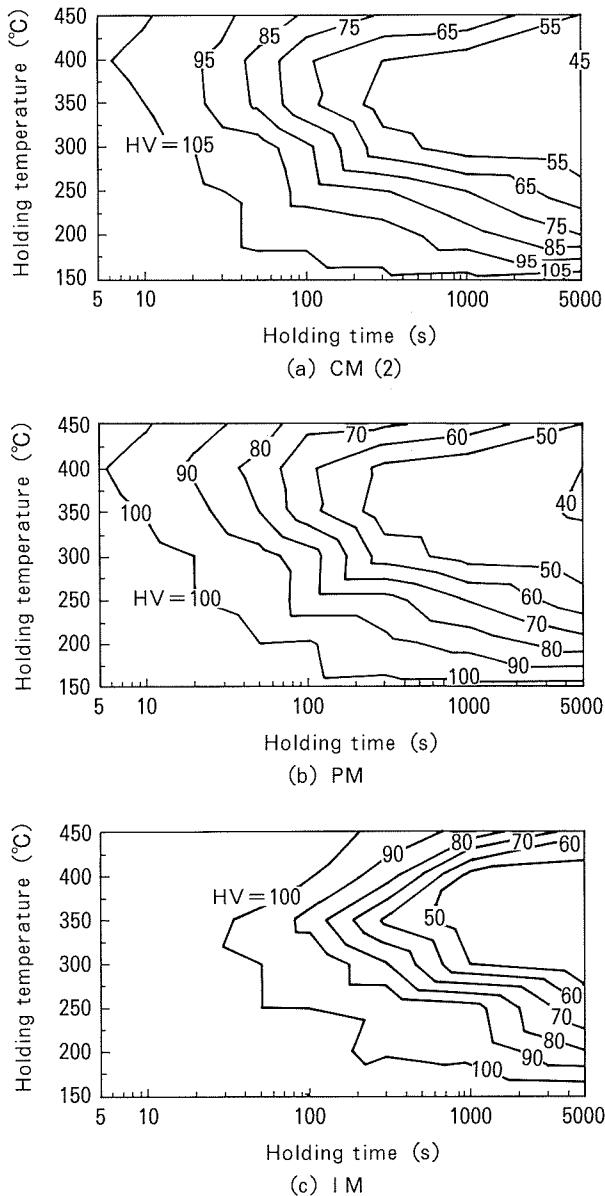


Fig. 4 Hardness after quench interruption treatment and ageing at 175°C for 8h.

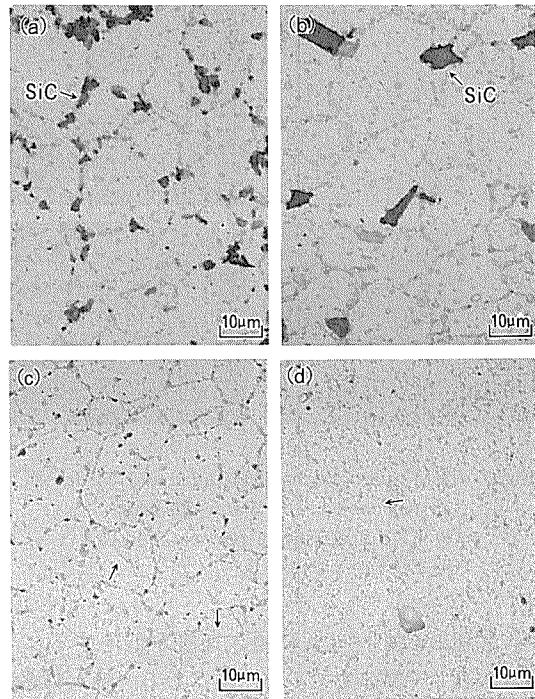


Fig. 5 Microstructure of test alloys after air cooling.
(a) CM (2), (b) CM (10), (c) PM and (d) IM.

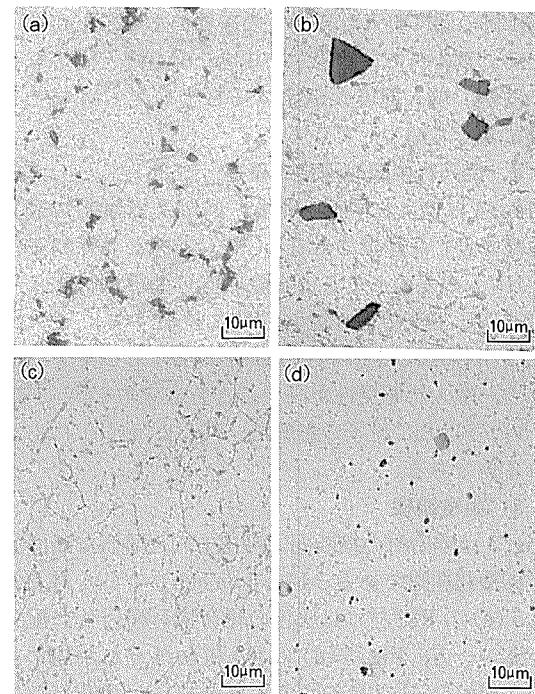


Fig. 6 Microstructure of test alloys after water quenching.
(a) CM (2), (b) CM (10), (c) PM and (d) IM.

に硬さは顕著に増加している。これらのことより CM 材と PM 材の焼入れ感受性は IM 材と異なることが予想される。

焼入れ感受性の差異を明確にするため、各種の焼入れ後 175°Cで 8 h 時効した試料の硬さを測定し、Fig. 3 に

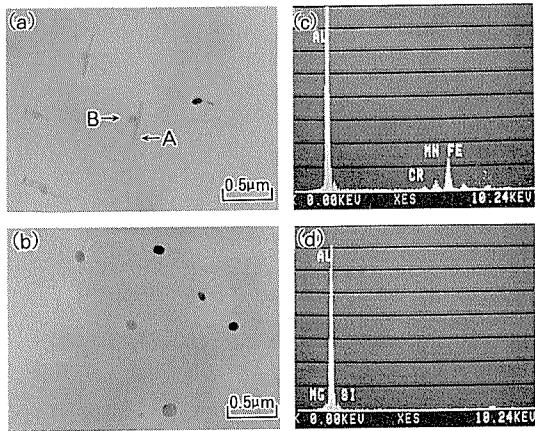


Fig. 7 TEM micrographs of IM aged at 175°C for 8h.
(a) Air cooled, (b) Water quenched,
(c) EDX spectrum of particle A in (a),
(d) EDX of particle B.

示す。2種のCM材は共に焼入速度が低下するにつれて硬さが著しく減少している。すなわち、焼入れ感受性が高い。2種のCM材を比較するとCM(2)材が硬さは若干高いが、焼入速度による硬さの変化は同様である。これに対し、IM材では焼入速度による硬さの変化は比較的小さく、空冷材でも高い硬さを示している。CM材とIM材の間に焼入れ感受性の差異のあることが明らかである。PM材では水冷した場合、IM材と同等な硬さであるが、焼入速度が低下するにつれてCM材とほぼ同様に著しく減少している。

3.2 焼入れ中断処理後の硬さ

Fig. 4は焼入れ中断処理後、時効した試料の硬さをC曲線で表した結果である。CM(2)材とPM材の間に、HV5の差のあることを除いてC曲線はほとんど同一であり、IM材より短時間側に位置する。これは、CM(2)材およびPM材はIM材より析出しやすい、すなわち、焼入れ感受性が高いことを意味する。ここで、HV5の差はSiC粒子の影響で、Fig. 2(a)(b)にも認められる差である。

3.3 組織観察

Fig. 5は空冷材の横断面(押出方向と垂直な断面)の光学顕微鏡組織である。Fig. 5(a)(b)のCM材およびFig. 5(c)のPM材には灰色の化合物が網目状に配列している。一方、Fig. 5(d)のIM材にはそれが認められない。Fig. 5(c)には矢印で示す再結晶した結晶粒界も認められることから、網目は結晶粒でないことがわかる。2種のCM材においてSiC粒子も網目上に存在していること、網目の大きさは10~20 μm程度で押出により伸長された原料粉末の大きさと同等とみられることから、これは、原料粉末の粉末粒界であると考えられる。結晶粒界上にはPM材およびIM材ともに著しい優先析出は認められない。次に、これらの水冷材をFig. 6に示す。Fig. 6(a)(b)のCM材およびFig. 6(c)のPM材でも

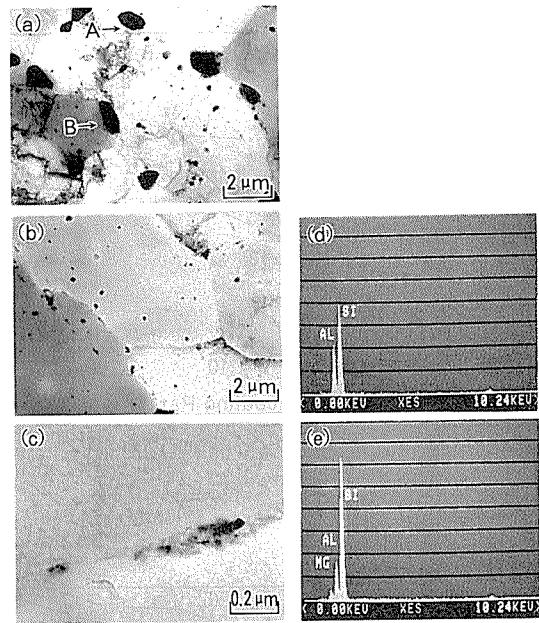


Fig. 8 TEM micrographs of PM aged at 175°C for 8h.
(a) Air cooled, (b) Water quenched,
(c) Oxide on the boundary in (b),
(d) EDX spectrum of particle A on the
boundary in (a), (e) EDX spectrum of particle B.

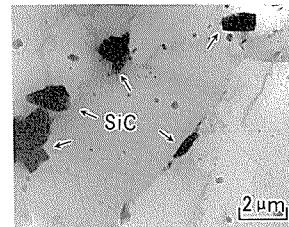


Fig. 9 TEM micrographs of CM (2)
water quenched aged at 175°C for 8h.

網目に沿った化合物が認められるが、空冷材(Fig. 5)より化合物の量は明らかに減少している。

更に、焼入れ後、時効した材料をTEM観察した。Fig. 7はIM材の結果である。冷却速度が低下した場合(Fig. 7(a)), Cr, Fe, Mnを含む不溶性粒子上に棒状のMg₂Si粒子が析出する様子が観察される。従来より説明されているとおり、この不均一析出により、硬さが低下すると考えられる。一方、Fig. 8のPM材において、空冷材(Fig. 8(a))には粗大な化合物が粒界に優先析出しているが、水冷材(Fig. 8(b))にはそれが認められない。粒界には酸化皮膜が認められることから(Fig. 8(c)), これら粒界は粉末粒界であることが明白である。焼入速度が遅くなると粉末粒界に多量の析出物が形成されることはFig. 5の光学顕微鏡観察の結果と一致する。粉末粒界の化合物を分析した結果、これらはSi粒子(Fig. 8(d))やMgとSiを含む粒子(Fig. 8(e))である。なお、水冷材にはFig. 8(c)に示すように β'' と考

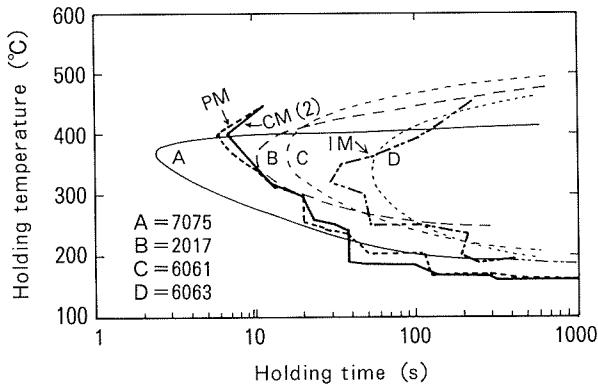


Fig. 10 Comparison of C curve between test alloys and conventional alloys⁹⁾.
Test alloys : 95% of maximum hardness.
(CM (2) : HV 105, PM : HV 100, IM : HV 100 in Fig. 4)
Conventional alloys : 95% of maximum tensile strength.

えられる析出物も認められるが、空冷材には認められず、IM 材の場合と異なっていた。粒内の微細な粒状化合物からは Cr, Fe, Mn が検出された。Fig. 9 に CM (2) の空冷後の TEM 像を示す。CM 材においては粉末粒界に SiC 粒子が存在することを除いて Fig. 8 (a) の PM 材と全く同様である。

4. 考察

熱処理後の硬さ測定から CM 材と PM 材の焼入れ感受性は IM 材より高いことが確認された。この理由として、組織観察から CM 材および PM 材における粉末粒界は優先析出サイトであり、溶体化処理後の焼入れ速度が低下した場合、冷却中にここに Si や Mg 等の溶質元素が優先析出して、焼入れ感受性が高くなることが考えられた。

SiC 粒子などを複合化したとき、マトリクスと粒子間の熱膨張係数の差から焼入れ時に多数の転位が導入されることや空孔濃度が減少することから焼入れ感受性や時効硬化挙動が変化するという報告があるが³⁾⁻⁵⁾⁷⁾⁸⁾、今回の観察においてそれらを認めることができなかった。本実験では、焼入れ感受性に対して SiC 粒子の存在よりも粉末法で製造することのほうが大きな影響をおよぼしていた。

C 曲線から供試材の焼入れ感受性を代表的アルミニウム合金と比較して Fig. 10 に示す。ここで、CM (2) 材、PM 材、IM 材の C 曲線は Fig. 4 から抜出したそれぞれ HV100, 100, 105 の曲線で、焼入れ中断処理のない硬さの 95%に相当する。他のアルミニウム合金⁹⁾は引張強さの 95%に相当する C 曲線である。IM 材のノーズは 6061 と 6063 の間に位置しているのに対し、CM (2) 材および PM 材では 7075 と 2017 の間にあることがわかる。CM 材および PM 材の焼入れ感受性は 2017 合金より高



Fig. 11 Wheel rim for mountain bike made from 6N01+1vol% SiC_P.

く、十分な強度を得るには水冷に近い冷却速度が必要と考えられる。

5. 実用化の例

Fig. 11 は 6N01 合金に 1 vol% SiC 粒子 (5 μm) を添加した複合材をマウンテンバイク用リムに適用した例である¹⁰⁾。本製品は、ホロー形状を持つ長尺押出形材を曲げ加工をして製造されるが、押出時には従来の 6N01 合金より焼入速度が高くなるように配慮したシャワー（水冷）を使用してプレス焼入れを実施している。6N01 合金の持つ高い押出性と良好な強度を保ちながら、SiC 粒子の添加によって耐摩耗性とブレーキ制動性を高めたリムが得られている。

6. 結言

粉末法により製造した 6N01/SiC_P複合材の焼入れ感受性を IM 6N01 合金および PM 6N01 合金とともに調査して以下の結果を得た。

(1) IM 材と比較して、複合材は焼入速度の低下に伴い硬さは著しく低下し、更に、析出の C 曲線は短時間側に移動していた、すなわち、焼入れ感受性が高まっていた。

(2) 複合材の焼入れ感受性は PM 材と同等であった。従って、焼入れ感受性の変化は SiC の添加によることよりも PM 法により製造しているためと考えられた。

(3) 複合材および PM 材を空冷した場合、粉末粒界に著しい優先析出が認められた。析出物は Si 粒子および Mg および Si から成る粒子であった。

(4) 複合材にプレス焼入れを利用する場合、十分な強度を得るために IM 材より速い焼入速度を必要とする。

参考文献

- 1) D.J.Lloyd : Inter. Mater. Rev., 39-1 (1994), 1.
- 2) 斎藤尚文, 中西 勝, 西田義則 : 軽金属, 44, (1994), 86.
- 3) I.Dutta, S.M.Allen, J.L.Hafley : Metall. Trans. A, 22A, (1991), 2553.
- 4) Dake Yu, T.Chandra : Mate. Trans., JIM, 34, (1993), 1184.
- 5) Y.Song, T.N.Baker : Mater. Sci. Technol., 10 (1994), 406.
- 6) J.M.Papazian : Metall. Trans. A, 19A, (1991), 2553.
- 7) M.P.Thomas, J.E.King : Scripta Metall. Mater., 31 (1994), 209.
- 8) 池野 進, 川島一浩, 松田健二, 穴田 博, 多々静夫 : 軽金属, 41, (1991), 752.
- 9) T.Sheppard : Mater. Sci. Technol., 4 (1988), 635.
- 10) 大久保喜正, 渋江和久 : 本誌, 35 (1994), 184.

住友軽金属技報 第37巻 第1号, 第2号 (1996) 37-43

論 文

反応焼結 TiAl (Mn) の組織と引張特性におよぼす
原料チタン粉末の影響

渋江和久 金睦淳
古山努 熊谷正樹

Sumitomo Light Metal Technical Reports, Vol. 37, No. 1, No. 2 (1996), pp. 37-43

Effect of the Type of Elemental Ti Powders
on the Microstructure and
Mechanical Property of Reactive-Sintered
TiAl (Mn) Intermetallics

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

住友軽金属工業株式会社研究開発センター

論 文

反応焼結 TiAl (Mn) の組織と引張特性におよぼす 原料チタン粉末の影響*

渋江和久** 金睦淳***
古山努** 熊谷正樹****

Sumitomo Light Metal Technical Reports, Vol. 37, No. 1, No. 2 (1996), pp. 37-43

Effect of the Type of Elemental Ti Powders on the Microstructure and Mechanical Property of Reactive-Sintered TiAl (Mn) Intermetallics

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

Microstructural study has been made on Ti-40mol%Al-1.4mol%Mn and Ti-47.3mol%Al-1.7mol%Mn intermetallics produced by a reactive-sintering using both Na-reduced Ti powders (Na-Ti powders), and Mg-reduced and subsequently hydride-dehydride Ti powders (HDH-Ti powders).

The microstructure of compacted mixtures has also been investigated. Both the compacted and sintered microstructures have fine and uniform distributions for the two compositions, when HDH-Ti powders are used as starting Ti powders. On the other hand, if Na-Ti powders are used as starting Ti powders, the compacted structure contains a segregated area of Ti or Al alloys which results in a coarse group of α_2 grains in sintered condition. Such inhomogeneous and non-uniform structures are considered to reduce the ductility of sintered materials.

The elongation of sintered materials using HDH-Ti powders is larger than that of the materials using Na-Ti powders, due to the microstructural homogeneity as shown above.

1. 緒 言

γ -TiAlは低密度で高温強度に優れており、軽量耐熱材料として注目されている。このため、合金開発とともに製造技術の開発が活発に実施されている¹⁾。粉末押出を用いた反応焼結法は形状付与に優れており²⁾、難加工である本合金の工業的製造法として期待されている³⁾。著者らは、 γ -TiAlの反応焼結法による実用化研究を進めてきており、これまで、焼結特性⁴⁾、組織と機械的性質⁵⁾、酸化特性⁶⁾等を明らかにしてきた。このなかで、

本材の酸化特性が原料チタン粉末の影響を受けることを見いだしており⁷⁾、これは原料チタン粉末中に含まれる微量塩素の効果であることを明らかにした。さらに、原料粉末の性状が本材の反応焼結特性や機械的性質に影響をおよぼすことが考えられる。

代表的な原料チタン粉末には、ナトリウム還元法で製造されたスポンジチタン粉末（以下、Na-Ti粉末と略記）と、マグネシウム還元のスポンジチタン粉末を水素化後粉碎し、さらに脱水素する方法で製造されたチタン粉末（以下、HDH-Ti粉末と略記）がある。これらの粉末は製造法が異なるため、不純物元素量あるいは形狀に違いがみられる。そこで、本研究では、この二種類のチタン粉末を用いて、 γ -TiAl (Mn) 反応焼結材の組織および常温引張特性におよぼす原料チタン粉末の影

* 粉体および粉末冶金, 41 (1994) に主要部を掲載

** 研究開発センター 第一部

*** 仁荷大学校工科大学(前金属材料第二研究部) 工学博士

**** 研究開発センター 第四部

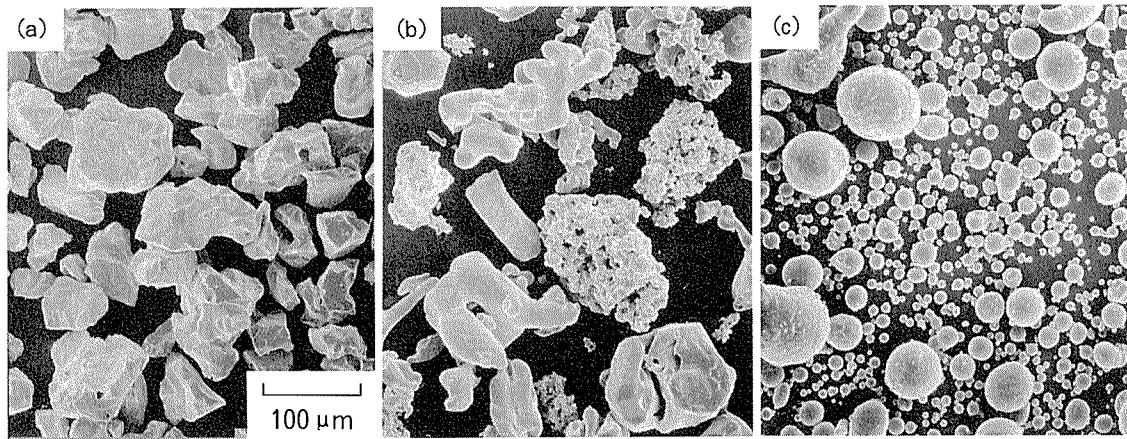


Fig. 1 Appearance of as-received powders.

(a) HDH-Ti (b) Na-Ti (c) He gas atomized Al-3.6%Mn

影響を明らかにすることを目的とした。

2. 実験方法

原料チタン粉末には、Na-Ti粉末とHDH-Ti粉末とを用いた。これらのチタン粉末の不純物成分および粒度分布をTable 1に示す。HDH-Ti粉末には、マグネシウムおよび塩素が微量不純物として含まれていた。これは、スponジチタンの製造において、四塩化チタン($TiCl_4$)をマグネシウムで還元するさい生成した二塩化マグネシウム($MgCl_2$)が不純物として取り込まれたものである。一方、Na-Ti粉末では、ナトリウムと塩素が含まれているが、これらは、 $TiCl_4$ がナトリウムで還元されたことによる。両者を比較すると、酸素はほぼ同程度であったが、塩素については、Na-Ti粉末の方が多かった。また、Al-Mn合金粉末はヘリウムガスママイズ法により得た粉末を使用した。Fig. 1に本実験に用いた原料粉末の外観写真を示す。HDH-Ti粉末は形状が多面体状であり、一方、Na-Ti粉末は不定形であり丸みを帯びていた。また、Al-Mn粉末はほぼ球状であった。

上記の両チタン粉末とAl-3.6mol% Mn合金粉末(以下、%と略記)とを用いて、Al量を40および47.3%となるように配合し、クロスロータリー型の混合機を用いて混合した。得られた混合粉末を外径92mm、内径88mm、高さ250mmのアルミニウム合金(A6063)製容器に充填後、排気管が取り付けられた缶蓋を溶接し、排気管と真空排気ポンプとを接続した。続いて、723Kx10.8ks、 10^{-3} Pa以下の条件で容器内を真空排気した。この真空排気処理は、容器内の大気とともに原料粉末表面に吸着している水分等を除去することと、その後の工程における酸化を防止することを目的としている。その後、排気管を圧着・溶接し、容器内の真空を保持したまま、熱間押出に供した。押出温度は673K、押出比は6

Table 1 Comparison between HDH-Ti and Na-Ti powders.

Designation		HDH-Ti	Na-Ti
Process		Magnesium reduction → Hydride-dehydride	Sodium reduction
Maker		Toho Titanium Co.Ltd.	Nippon Sodium Co.Ltd.
Impurities (mass%)	O	0.11	0.12
	Cl	0.03	0.09
	Na	—	0.07
	Mg	0.01	—
	Fe	0.01	<0.01
	C	<0.02	0.007
	H	0.01	0.005
	N	<0.02	0.001
Particle Size (μm)		<150	<150
Particle Size Distribution (mass%)	+150μm	0.1	0.1
	75~150μm	60.0	54.6
	45~75μm	33.5	28.2
	-45μm	6.4	17.1
Shapes of Powder		Angular	Irregular

である。これらの押出材から外皮(容器として用いたアルミニウム合金)を切削除去し、直径30mm×長さ10mmの鍛造素材を得た。この鍛造素材を室温での押出鍛造により、直径10mmに成形した。このさい、ビレットからの断面減少率は98%であった。鍛造材を十分に洗浄した後、反応焼結を行った。反応焼結は熱間等方圧下で実施し、保持温度を1573K、時間を7.2ks、圧力を150MPaとした。なお、Fig. 2にTi-Al系平衡状態図の一部を示すが、この状態図が本実験で用いたMn量、微量元素量および圧力によって大きく影響を受けないと

すれば、焼結温度 1573K における平衡相は、40% Al の試料では、 α 単相、47.3% Al の試料では $\alpha + \gamma$ の二相である。

得られた反応焼結材について、常温引張試験および光学顕微鏡による組織観察を実施した。引張試験は平行部

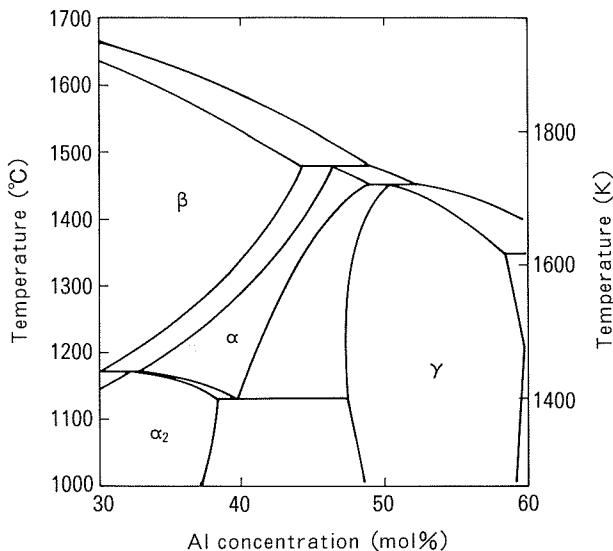


Fig. 2 Ti-Al phase diagram.

の直径 5mm、標点間距離 15mm の丸棒試験片を用いて、歪み速度 $8.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ で行った。伸びは、差動トランス式の伸び計にて測定し、得られた応力-歪み曲線から求めた。さらに、SEM による破面観察およびEPMA による構成相の分析を行った。また、画像解析により構成組織の面積率を測定した。Table 2 に得られた反応焼結材の化学成分値を示す。なお、HDH-Ti 粉末およびNa-Ti 粉末を用いた反応焼結で得た Ti-47.3%Al-1.7% Mn をそれぞれ H-47Al, N-47Al, また、Ti-40.0% Al-1.4%Mn を H-40Al, N-40Al と略称する。

Table 2 Chemical composition (mol%).

Designation	Al	Mn	Cl*	O*	Ti
H-47Al	47.2	1.7	0.02	0.10	bal.
N-47Al	47.4	1.7	0.06	0.09	bal.
H-40Al	40.2	1.4	0.02	0.11	bal.
N-40Al	40.1	1.4	0.06	0.10	bal.

* : mass%

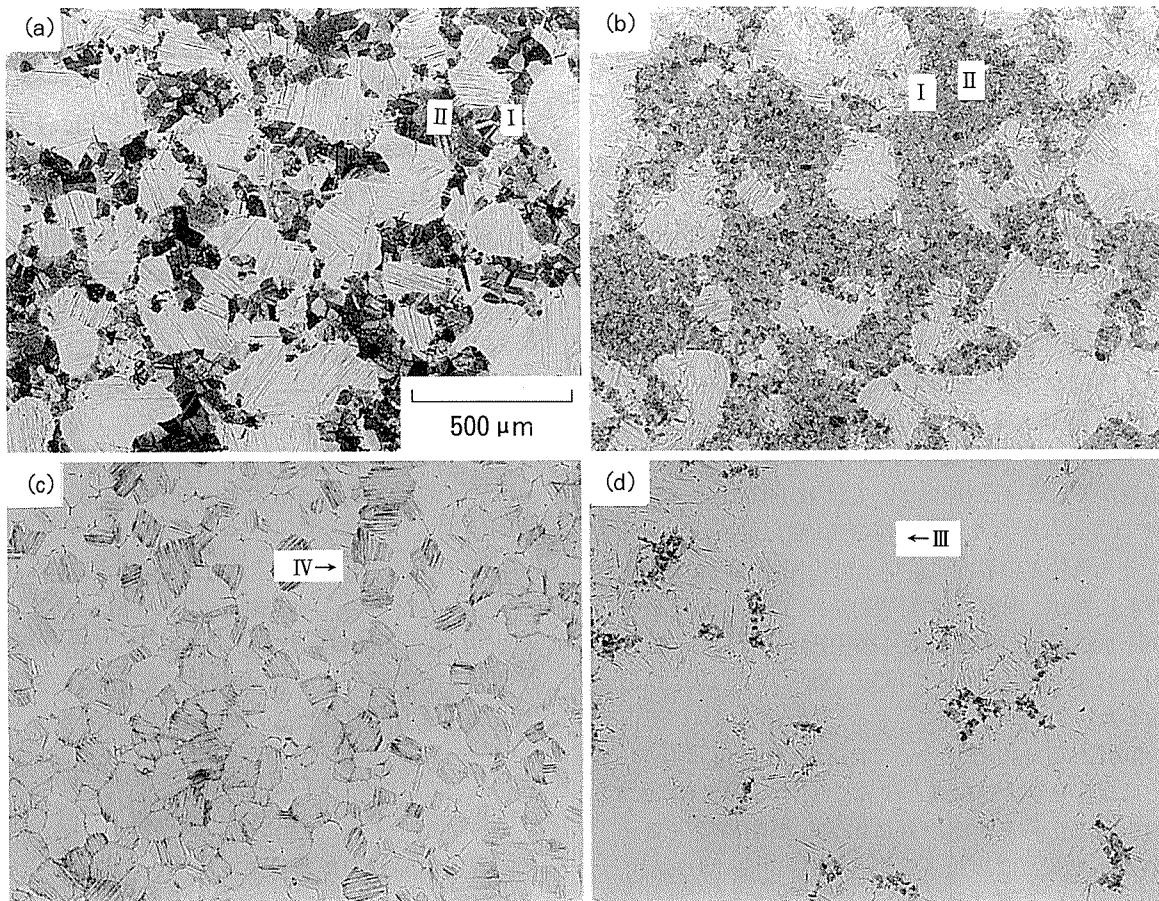


Fig. 3 Optical micrographs of reactive-sintered TiAl (Mn) alloys.

- (a) Ti-47.3%Al-1.7%Mn, HDH-Ti (H-47Al)
- (b) Ti-47.3%Al-1.7%Mn, Na-Ti (N-47Al)
- (c) Ti-40%Al-1.4%Mn, HDH-Ti (H-40Al)
- (d) Ti-40%Al-1.4%Mn, Na-Ti (N-40Al)

Table 3 Summary of microstructural characteristics of reactive-sintered titanium aluminides.

Designation	Resulting microstructure	Volume fraction	Grain size (μm)
H-47Al	Lamellar grains	0.4	107
	Equiaxed γ grains	0.6	40
N-47Al	Lamellar grains	0.3	57
	Equiaxed γ grains	0.7	22
H-40Al	Lamellar grains	0.98	73
	Needle shape phase	0.02	—
N-40Al	Lamellar grains	0.60	55
	Equiaxed γ grains	0.03	16
	Coarse α_2 grains	0.35	—
	Needle shape phase	0.02	—

Table 4 Comparison of tensile properties at RT.

Designation	Yield Strength (MPa)	Tensile Strength (MPa)	Elongation (%)
H-47Al	370	475	1.5
N-47Al	440	480	0.5
H-40Al	640	670	0.3
N-40Al	—	520	0.1

3. 実験結果

3.1 ミクロ組織

供試材のミクロ組織を Fig. 3 に示す。H-47Al (Fig. 3 (a)) および N-47Al (Fig. 3 (b)) では、いずれの場合も、 γ 相と α_2 相で構成されるラメラ粒と等軸 γ 粒とからなるデュプレックス組織が生成していたが、組織の分布に違いが観察された。H-47 の場合、ラメラ粒と γ 粒との分布が均一であるのに対し、N-47Al では、等軸 γ 粒が凝集して粗大な領域を形成していた。また、これら構成相の EPMA による Al 濃度の分析結果から、ラメラ粒については H-47Al と N-47Al とでは差はなかったが、 γ 粒で Al 量に違いが認められた。ラメラ粒との界面に近い γ 粒の領域 (Fig. 3 (a), (b) の I) では、両者でほぼ同様な Al 濃度 (47%) を示すが、 γ 粒領域の中心付近 (図中の II) では、Al 濃度は H-47Al 粉末材 (a) で 49%，Na-Ti 材 (b) で 51% を示した。

H-40Al と N-40Al については、前者 (Fig. 3 (c)) では、ほぼ完全ラメラ組織となっていたが、後者 (Fig. 3 (d)) では、ラメラ組織以外に粗大な単相の粒 (III; EPMA 分析結果、この粗大な組織は Ti-(36-38)%Al-(1.2-1.7)%Mn の組成であり、 α_2 とみられる)、等軸 γ 粒および針状組織 (IV) が観察された。

Table 3 に画像解析により求めたラメラ粒、等軸 γ 粒および粗大 α_2 粒の体積率と、切断法で求めた結晶粒径

を示す。47%Al では、H-47Al および N-47Al の γ 粒の体積率は、それぞれ 0.6 および 0.7 と高く、等軸 γ 粒が主体のデュプレックス組織となっていた。結晶粒径については、Fig. 3 で観察されたように、いずれの合金もラメラ粒が γ 粒よりも粗大であり、また、N-47Al が T-47Al よりも微細であった。一方、40%Al の場合、 γ 粒の体積率は、H-40Al では 0、N-40Al では 0.03 であった。後者の場合、ラメラ粒は 0.6 で粗大 α_2 粒が 0.35 であった。また、いずれの場合も針状組織が 0.02 含まれていた。結晶粒径については、47%Al の場合と同様に、Na-Ti 粉末を用いた N-40Al が H-40Al よりも微細であった。

3.2 引張特性

反応焼結 Ti-47.3%Al-1.7%Mn および Ti-40.0%Al-1.4%Mn 材の常温引張特性を Table 4 に示す。Ti-47.3%Al-1.7%Mn では、H-47Al および N-47Al 材の耐力は後者がやや大きかったが、伸びについては前者が 1.5%，後者が 0.5% であった。一方、Ti-40.0%Al-1.4%Mn 材では、いずれの原料チタン粉末を使用した反応焼結材においても、引張強さは高いものの、伸びは H-40Al および N-40Al でそれぞれ 0.3%，0.1% と低かった。また、両組成で引張特性を比較すると、Ti-47.3%Al-1.7%Mn 材は Ti-40.0%Al-1.4%Mn 材に比べると、強度が低く、伸びが高かった。

3.3 破面観察

常温引張試験後の代表的な破面写真を Fig. 4 に示す。47%Al の反応焼結材の常温引張試験後の破面では Fig. 4 (a), (b), H-47Al の場合、ラメラ粒の層状組織を横断した粒内破壊 (translamellar 破壊；矢印 t) や、層状組織の界面における破壊 (interlamellar 破壊；矢印 i) が観察され、さらに、 γ 粒の粒界破壊 (矢印 g) およびへき界破壊 (矢印 c) がみられた。N-47Al では、 γ 粒の粒界破壊とへき界破壊が増加していた。また、いずれの破面においても、数 μm のミクロボア (矢印 I) が観察されたが、その量は Na-Ti 粉末材の方が多かった。また、サブミクロンの粒子が観察されることがあった (矢印 II)。

一方、Al 量が 40% の場合、H-40Al ではラメラ粒の interlamellar 破壊と translamellar 破壊に加えて、へき開的な破壊が観察された。N-40Al では、ラメラ粒のこれらの破壊に加えて、粗大な α_2 粒のへき開破壊 (矢印 k) が顕著に観察された。

4. 考察

4.1 組織形成と原料粉末

本実験において、使用する原料チタン粉末の種類により、反応焼結材のミクロ組織が異なることが明らかとなった。

まず、47%Al では、HDH-Ti 粉末を使用した合金が

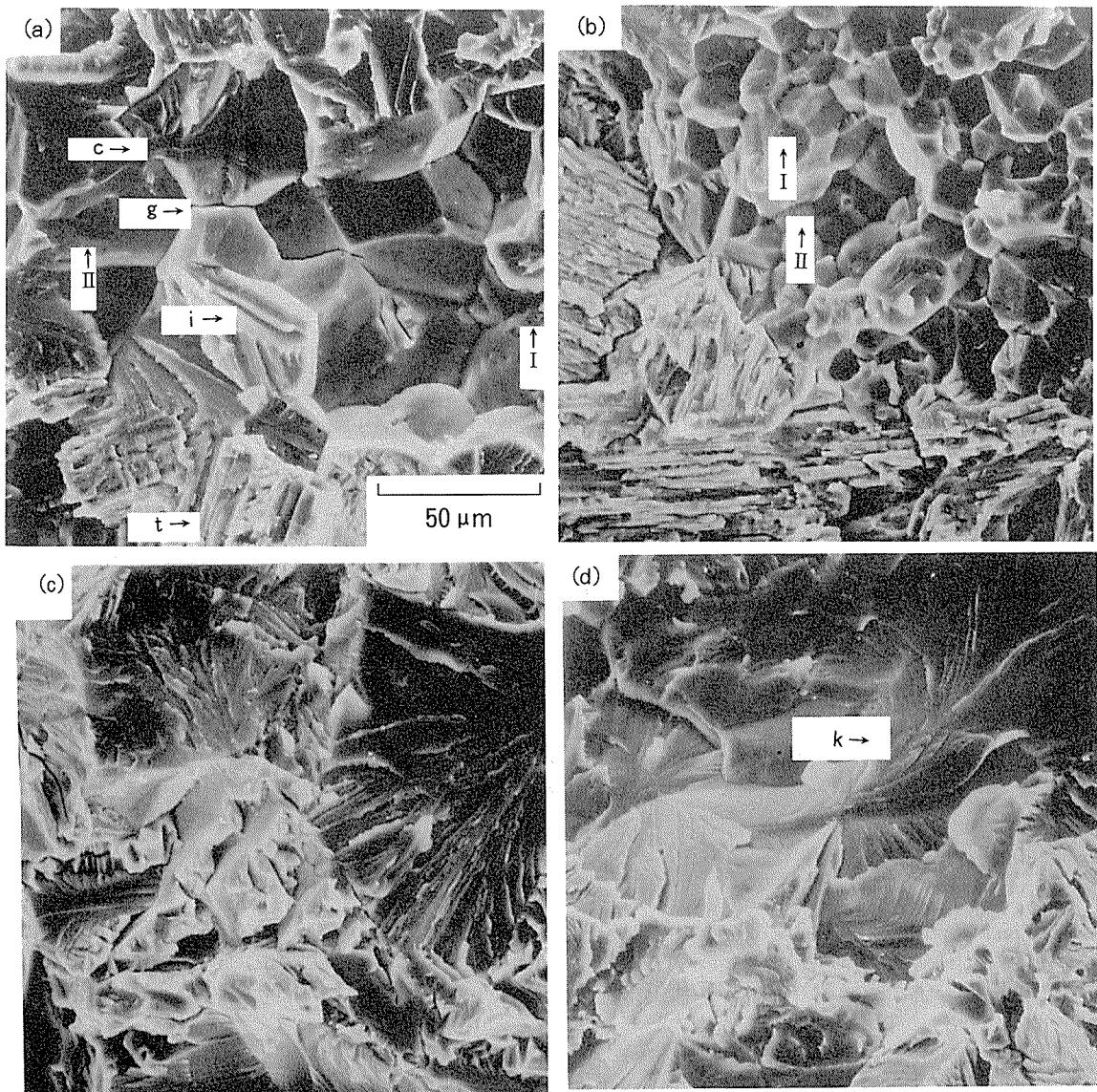


Fig. 4 SEM fractographs ;
 (a) Ti-47%Al-1.7%Mn, HDH (H-47Al)
 (b) Ti-47%Al-1.7%Mn, Na (N-47Al)
 (c) Ti-40%Al-1.4%Mn, HDH (H-40Al)
 (d) Ti-40%Al-1.4%Mn, Na (N-40Al)

Na-Ti 粉末合金よりも、ラメラ粒と γ 粒との分布が均一であった。さらに、 γ 粒内の Al 濃度分布に違いが認められた。つまり、ラメラ粒との界面付近では両者ではほぼ同様な Al 濃度 (47%) を示すが、粒の中心付近においては、Al 濃度は H-47Al 材で 49%，Na-Ti 材で 51% を示した。Fig. 2 の状態図によれば、本実験の焼結温度である 1573K における γ の solvus は 47.7% であることから、N-47Al 材では、H-47Al 材よりも γ 粒の焼結中の拡散が十分に進んでおらず、より Al-rich な γ 粒となっていると考えられる。

本反応焼結は、Ti 粉末と Al-Mn 合金粉末との混合材の、800K 付近で生じる $Ti + Al \rightarrow TiAl$ の合成反応と、その後の均質化過程からなっている。つまり、固相間の拡散を基本としているため、焼結 (HIP) 条件が同一の

場合、焼結前の原料粉末の混合組織が焼結後の組織生成に直接的な影響を与えると考えられる。

そこで、反応焼結前の加工混合組織（鍛造組織）の観察を行った。Fig. 5 に 47%Al および 40%Al の一例を示す。Fig. 5 (a) の H-47Al 材では、Ti (図中の黒色部) と Al-Mn 粉末 (灰白色部) が均一によく入り交じった組織となっている。さらに、黒色部内にひげ状に延びた灰白色部 (矢印 m) が観察される。このひげ状の組織により、Ti 部は微細に分断されている。一方、(b) の N-47Al 材では、Ti 粉末あるいは Al-Mn 粉末が入り交じった組織となっているものの、ひげ状に延びた灰白色部はほとんど観察されず、Ti 部は凝集傾向を示している。凝集した領域は 100 μm 以上にも達しており、このような部分では Ti の領域と Al-Mn の領域との界

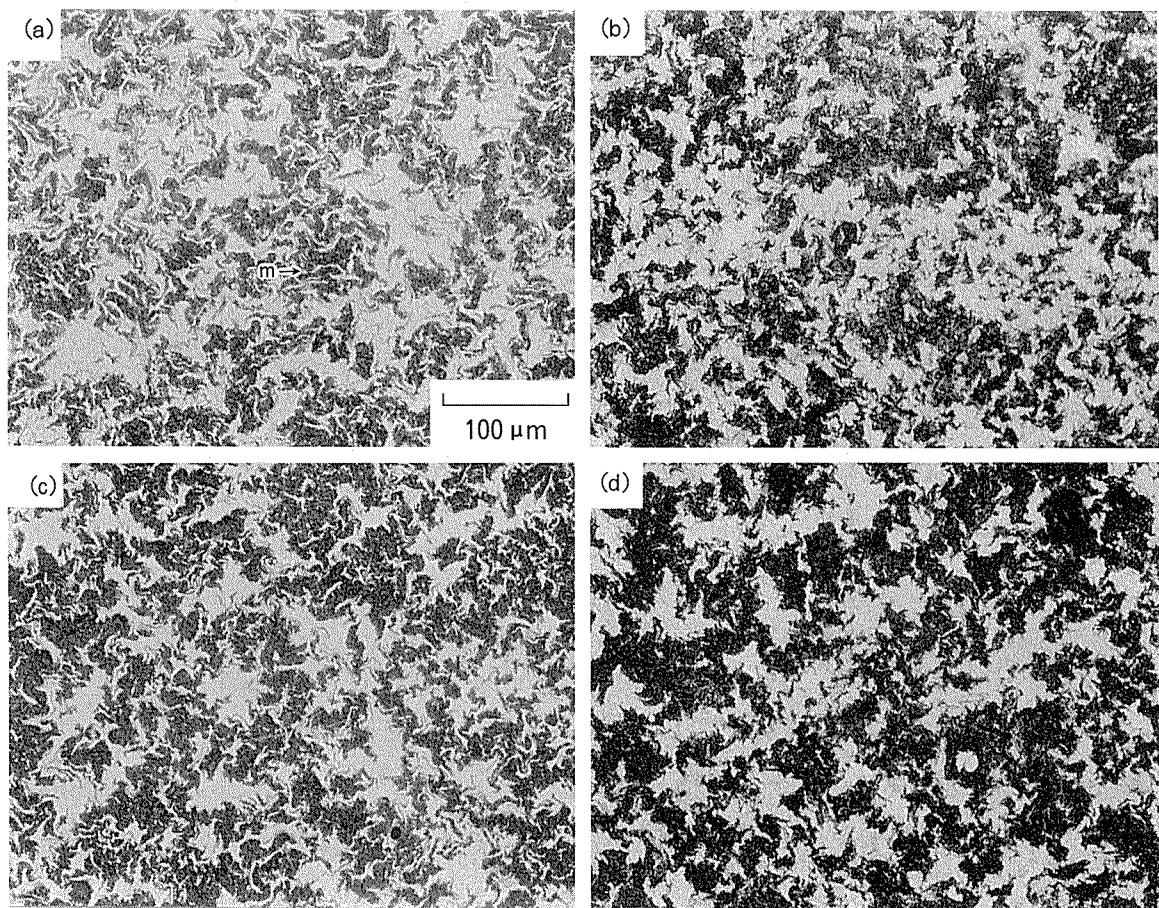


Fig. 5 Optical micrographs of as-forged mixtures.

(a) Ti-47.3%Al-1.7%Mn, HDH-Ti (H-47Al) (b) Ti-47.3%Al-1.7%Mn, Na-Ti (N-47Al)
 (c) Ti-40%Al-1.4%Mn, HDH-Ti (H-40Al) (d) Ti-40%Al-1.4%Mn, Na-Ti (N-40Al)

面までの距離が長いために、本焼結条件では拡散が十分に進まず、例えば Al-rich な γ 粒となってしまうものと考えられる。この混合組織の差は Fig. 1 にみられる原料チタン粉末の形態、分布が異なることに起因するとみられる（実際、Fig. 1 に示したように、HDH-Ti 粉末は Na-Ti 粉末のものに比べて、形状が多面体状であり、粒度分布の幅がやや狭い）。

一方、40%Al の場合、H-40Al ではほぼラメラ組織となり、N-40Alにおいては、ラメラ粒のほかに粗大な a_2 組織（組成；Ti-(36-38)%Al-(1.2-1.7)%Mn）が観察された。この組成は平衡状態図における 1573K 付近の β /(α + β) の tie-line とほぼ一致することから、冷却時に $\beta \rightarrow \alpha \rightarrow a_2$ あるいは $\alpha \rightarrow a_2$ の相変態を経て生成したものと考えられる。N-40Al の a_2 粒の生成は、47%Al の場合と同様に、原料粉末による混合組織の違いによると、つまり、Ti の領域の凝集によると考えられる。また、40%Al では、Fig. 3 (c), (d) 中の矢印で示すような針状組織が体積率で 0.02 存在していた。この針状組織は EPMA 分析によると、Ti-28%Al-10%Mn の組成であり、Mn によって安定化された β 相あるいは bcc の規則相であると考えられた。

4.2 ミクロポア

次に、Ti 粉末中の塩素（塩化物）が反応焼結材におよぼす影響を考察する。まず、塩素量の増加によるミクロポアの増加である。Fig. 4 の引張試験後の破面 SEM 写真で観察されたように、いずれの破面においても、数 μm のミクロポアが観察され、その量は Na-Ti 粉末材の方が多かった。また、サブミクロンの粒子が観察されることがあった。EPMA による分析の結果、これらの粒子は MgCl_2 あるいは NaCl であるものと推測された。これらのミクロポアは反応焼結中にこれらの塩化物が気化し、反応焼結時の外圧と平衡する大きさのポアを形成し、温度の降下とともに塩化物が再び凝固し、析出したものと推測される。このため、塩素量の少ない HDH-Ti 粉末材の方がミクロポアの量が少なかったものと考えられる。なお、これらのミクロポアが数ミクロンと比較的微細であるのは、反応焼結前に強加工を受けており、原料粉末中の微量塩化物が微細に分断・分散したためとみられる。Ti-6Al-4V 合金の場合、チタン粉末の使用による焼結材では、十数ミクロンのポアが生成することが報告されているが⁸⁾、本法では粉末押出あるいは鍛造等の塑性加工により、前述のように塩化物が分断・分

散されているので粗大なポアは形成されないと考えられる。さらに、塩素量の増加による結晶粒の微細化が考えられる。本実験では、同組成の場合、Na-Ti粉末材の結晶粒が HDH-Ti 粉末材よりも微細であった。塩素量の増加による組織微細化は塩化物あるいはミクロポアが粒成長を抑制すると考えられる。これは Ti-6Al-4Vにおいても Na-Ti 粉末を使用した焼結材（塩素量：900 mass ppm）が HDH-Ti 材（塩素量：500 mass ppm 以下）よりも粒成長が生じにくいとの報告等と一致する⁹⁾。

4.3 引張特性

本実験において、使用する原料チタン粉末の種類により、機械的性質も異なることが明かとなった。

47%Al の場合、HDH-Ti 粉末材と Na-Ti 粉末材とでは、伸びに差がみられ、前者の値が大きかった。既報によれば¹⁰⁾、 γ 粒の硬さは γ 中の Al の影響を受け、Al 量の増加とともに硬度が上昇することが明かとなっている。また、Al-rich な γ は結晶格子の対称性の減少により常温の変形能が低下することが報告されている¹¹⁾。これらのことから、 γ 粒の体積率が高い 47%Al においては、 γ 粒が変形に対して支配的と考えられ、その γ 粒中の Al 濃度が HDH-Ti 粉末材と Na-Ti 粉末材とでは特にラメラとの境界付近の γ 粒で異なり、後者において Al 濃度が高くなり、その結果硬くなり延性が低下したものと考えられる。

また、40%Al では、伸びが 0.3% 以下と小さかった。この場合、47%Al に比べて、へき開破壊が多く観察された。これより、反応焼結で創製された組織についても、他の製造法¹²⁾と同様に、ラメラ組織はデュプレックス組織に比べて延性が乏しい傾向を示した。

5. ま と め

原料チタン粉末としてナトリウム還元法で製造されたスポンジチタン粉末（Na-Ti 粉末）とマグネシウム還元-水素化脱水素法により製造されたチタン粉末（HDH-Ti 粉末）を用いて作製した Ti-40mol%Al-1.4 mol%Al と Ti-47.3mol%Al-1.7mol%Mn 反応焼結材

について、組織観察と常温引張試験を行い以下の結果を得た。

- (1) HDH-Ti 粉末を用いた反応焼結材は生成組織の分布が微細・均一であった。これは、反応焼結前の加工混合組織が微細・均一となるためと考えられた。
- (2) Na-Ti 粉末を用いると、反応焼結前の加工混合組織中にチタンあるいは Al-Mn 合金同士が粗大に凝集した領域が存在し、このような領域が反応焼結後に粗大な α_2 組織あるいは γ 粒同士が凝集した粗大で不均一な組織となるものと考えられた。特にこの傾向は Na-Ti 粉末を用いた場合にあらわれ易い。
- (3) 反応焼結材中の不均一な組織は、焼結不十分な領域を含むため常温引張延性の低下をもたらす。
- (4) HDH-Ti 粉末を用いた焼結材は Na-Ti 粉末の場合に比べて、伸びが大きかった。これは、上述のミクロ組織の違いによると考えられた。

参考文献

- 1) Y. W. Kim and D. M. Dimiduk : JOM, 43 (1991), 40.
- 2) 渋江和久 : 軽金属, 44 (1994), 614.
- 3) 渋江和久, 金 瞳淳, 熊谷正樹, 古山 努 : 本誌, 35 (1994), 210.
- 4) 渋江和久 : 本誌, 32 (1991), 95.
- 5) 渋江和久, 古山 努, 金 瞳淳, 熊谷正樹 : 粉体および粉末冶金, 41 (1994), 146.
- 6) 渋江和久, 熊谷正樹, 金 瞳淳 : 日本金属学会誌, 56 (1992), 1457.
- 7) 熊谷正樹, 渋江和久, 金 瞳淳 : 日本金属学会誌, 57 (1993), 721.
- 8) F. H. Froes and D. Eylon : Int'l Materials Reviews, 35 (1990), 162.
- 9) 斎藤 卓, 古田忠彦 : 日本鉄鋼協会講演論文集, 4 (1991), 1738.
- 10) 金 瞳淳, 渋江和久, 熊谷正樹, 古山 努 : 粉体および粉末冶金, 41 (1994), 581.
- 11) T. Kawabata, T. Tamura and O. Izumi : *High Temperature Ordered Intermetallic Alloys III*, Edited by C. T. Liu, A. I. Taub, N. S. Stoloff and C. C. Koch, MRS Symp. Proc., 133 (1989), 329.

Reprinted from SUMITOMO LIGHT METAL TECHNICAL REPORTS (Title No.P-553)

Sumitomo Light Metal Technical Reports, Vol. 37, No. 1, No. 2 (1996), pp. 44-49

=====

TECHNICAL PAPER

=====

Three Dimensional Solidification Analysis of the Initial State of D.C.Casting Process

Yoshio Watanabe and Norifumi Hayashi

住友軽金属工業株式会社研究開発センター

Three Dimensional Solidification Analysis of the Initial State of D.C.Casting Process*

Yoshio Watanabe** and Norifumi Hayashi***

A three dimensional computer simulation program has been developed to solve the thermal problem associated with the initial non-steady state of D.C. casting process. The boundary conditions needed for the simulation were investigated by using experimental data from D.C. cast of pure aluminium slabs. The heat transfer coefficient (H) between slab surface and cooling water was strongly affected by boiling phenomena and depended on temperature of the slab surface. However, the temperature dependency of H at the point where the cooling water impinged on the slab surface differed from that below the point. It became clear that H should be defined as different functions of temperature in two regions. The sump profiles which were calculated with H in this study agreed fairly well with measured profiles in the initial non-steady and the steady state. The correspondence between calculations and measurements under the different casting conditions was also confirmed.

1. Introduction

Temperature distribution in a D.C. aluminium ingot under casting is closely related to qualities such as macro and microstructure, crack, deformation and porosity, et al.. Therefore, several extensive thermal analyses^{1~3)} have been performed to predict and optimize the temperature distribution. However, most of these studies are concerned with billets on which computation can be performed in two-dimensions. There are few studies⁴⁾ on rectangular slabs which require fully three-dimensional analysis.

The steady state thermal problem of the D.C. aluminium casting has been solved by using various models. At least in the case of small diameter billets, correct prediction of the temperature of the billets has been realized. However, the thermal model in the initial non-steady state of D.C. casting is rarely found⁵⁾, although many cast defects and problems tend to occur before reaching the steady state. Furthermore, boundary conditions

under the non-steady state have not been well known yet.

In this work, a fully three-dimensional thermal model has been developed to calculate the temperature of a slab during the initial non-steady and the steady state of the D.C. casting process. The thermal boundary conditions were investigated by using experimental data from D.C. cast of pure aluminium slabs. Calculated sump profiles were compared with measured ones to evaluate the reproducible accuracy of the model.

2. The model

2.1 Modelling of the process

In order to simulate the non-steady state of the D.C. casting process, a numerical model has been developed by using a explicit finite difference method. Fig. 1 shows the enmeshed models of a D.C. casting slab. Due to symmetry, a quarter of the slab was considered as the simulation domain. The coordinate system was fixed to the mold. The slab and the bottom block were shifted downward at the casting speed in the moving area. The mesh width of the casting direction was divided equally and the upper layer of the slab was assumed to be the molten metal supplier. During the initial

* This paper was published at TMS AIME Light Metals 1996.

** No.2 Department., Research & Development Center.

*** Casting Technology Dept., Nagoya Works.

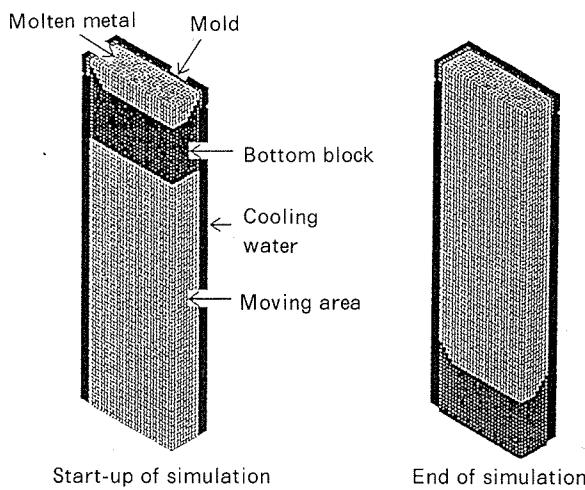


Fig. 1 Enmeshed simulation model.

pouring period, the bottom block was fixed.

2.2 Thermal boundary conditions

The inlet temperature of the molten metal was constant. Heat loss from the upper layer was neglected. On the lateral and the bottom surface of the slab, the cooling was represented by heat transfer coefficients depending on the region and the temperature. Also the cooling of the mold and the bottom block with water was considered.

2.3 Thermal properties

The thermal conductivities and the specific heats of the slab, the mold and the bottom block were defined as functions of the temperature.

3. Experimental method

Pure aluminium was cast into slabs under the following conditions;

slab width:	540mm
slab thickness:	175mm
casting speed:	1.33mm/s
initial pouring period:	30s
inlet temperature:	680°C
water temperature:	20°C
water flow rate:	$2.0 \times 10^{-3} \text{ m}^3/\text{s}$
bottom block material:	AA5052 alloy

Fig. 2 shows the schematic diagram of the D.C. casting process used in the experiment. The bottom block was fixed in the mold during the initial pouring period. The thermocouples were embedded into the slab as shown in Fig. 3 to determine the surface temperature and the

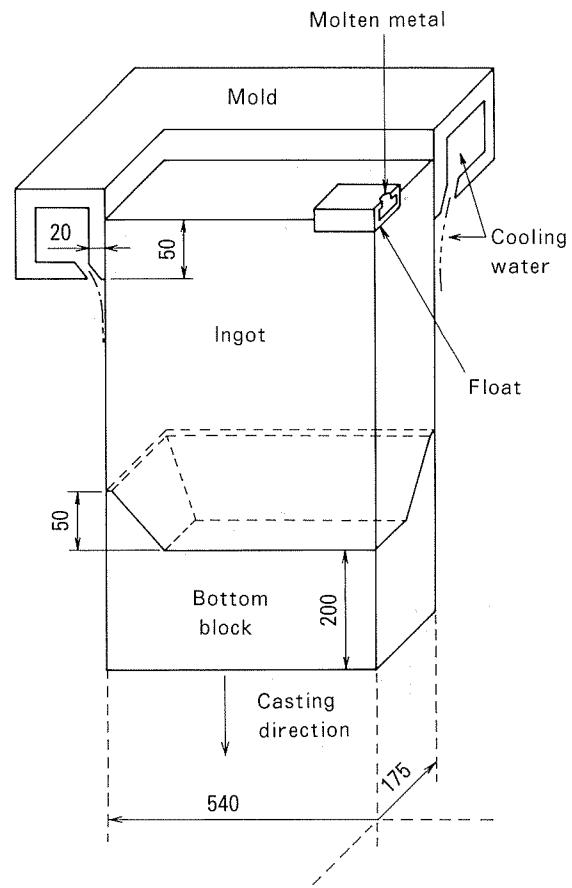


Fig. 2 Schematic diagram of the D.C. casting process used in the experiment.

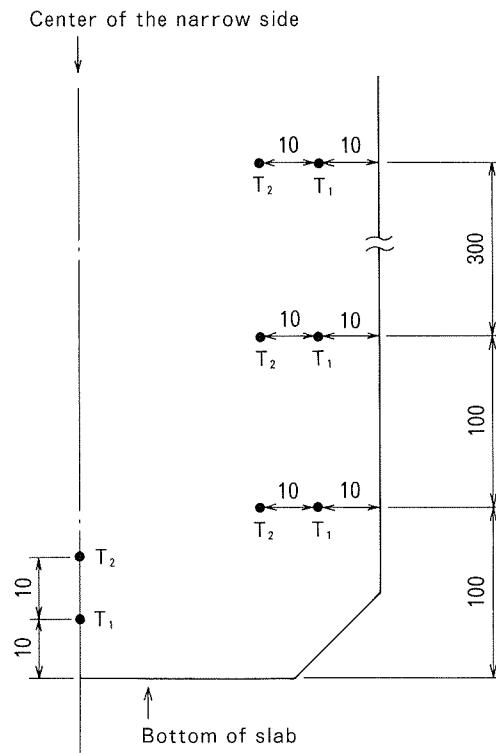


Fig. 3 Distribution of thermocouples embedded in the slab.

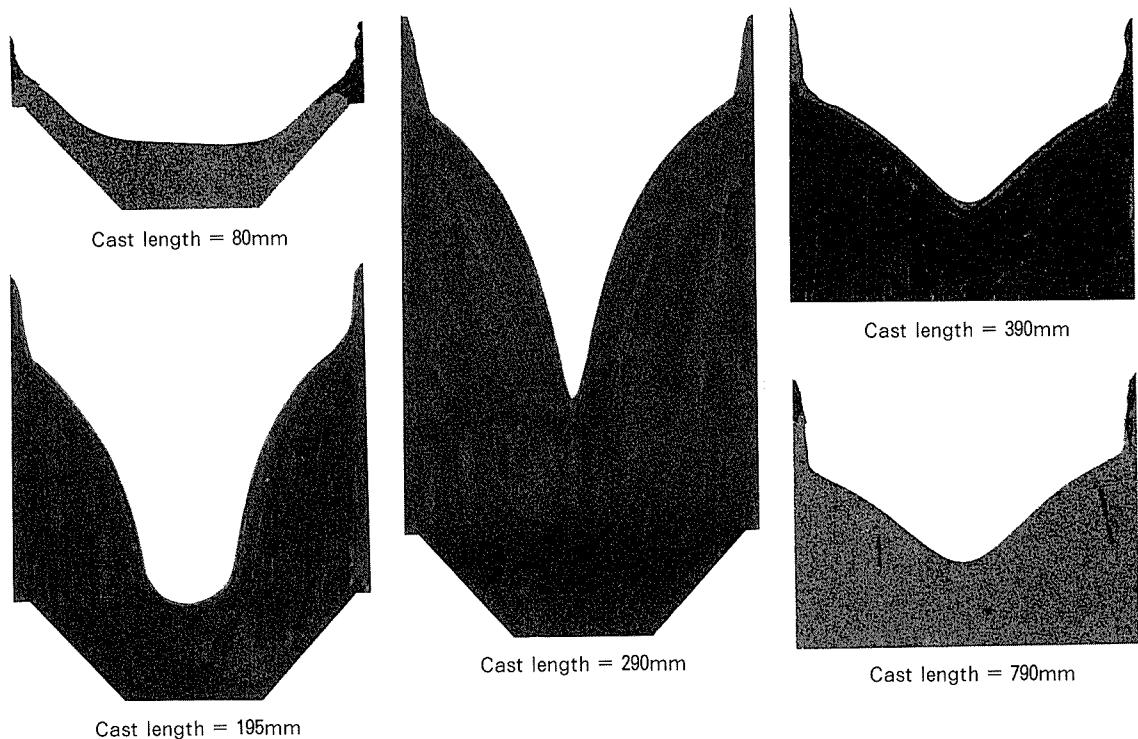


Fig. 4 Change of sump profile in the center plane to the width side.

heat transfer to the cooling water and the bottom block. Furthermore, an Al-50%Zn tracer heated to 680°C was poured into the molten metal pool at the cast length of 80mm, 195mm, 290mm, 390mm and 790mm in order to measure the sump profiles. After casting, slice samples were extracted at the half of the width and the Al/Al-50%Zn interface revealed by etching was regarded as the sump profile.

4. Results and discussion

4.1 Sump profiles during the non-steady state

Fig. 4 shows the measured sump profiles. In the start-up phase (cast length = 80mm), the solid-liquid interface was formed along the mold and the bottom block. After the slab emerged from the mold, solidification from the lateral surface was promoted by direct water cooling and the sump depth of the center increased until the cast length reached about 290mm. This means that the heat transfer to the bottom block is significantly low compared with that to the water. Subsequently, the sump depth reduced rapidly at the cast length 390mm and the sump profile became stable.

Therefore, it was estimated that the temperature distribution around the solid-liquid interface reached the steady state at a cast length of about 390mm under the present casting conditions.

The temperature was measured with the thermocouples located at 100mm and 200mm above the bottom (see Fig. 3) to investigate the non-steady state.

4.2 Heat transfer during the non-steady state

The surface temperature (T_s) and heat flux (q) were calculated with the measured temperature as follows;

$$T_s(\text{°C}) = \frac{2T_2 - T_1}{\lambda} \quad (1)$$

$$q(\text{W/m}^2) = \lambda \frac{T_2 - T_1}{0.01} \quad (2)$$

where λ is the thermal conductivity of the slab. In the calculation, one-dimensional heat conduction was assumed.

The surface temperature and heat flux of the bottom are shown in Fig. 5. Because the surface temperature gently decreased, a very low heat flux was observed. This caused the increase in the sump depth during the non-steady state observed in Fig. 3.

Fig. 6 shows the surface temperature and

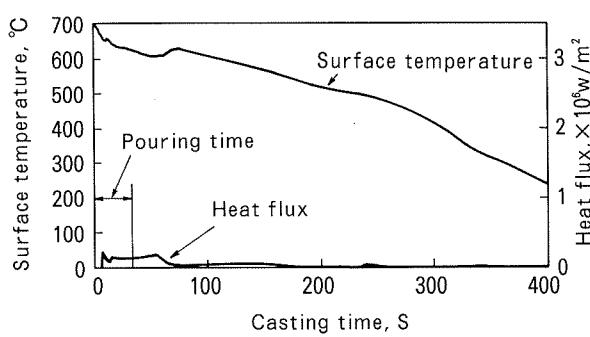


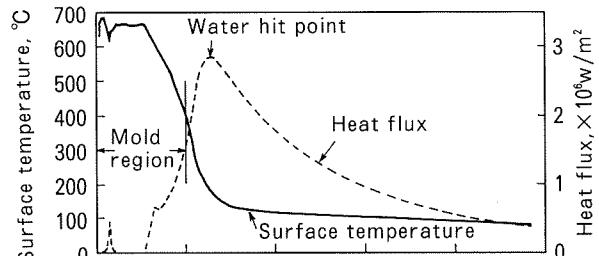
Fig. 5 Measured surface temperature and heat flux in the center of the slab bottom.

the heat flux on the lateral surface at 100mm, 200mm and 500mm above the bottom. In the mold region, a relatively high heat flux due to the direct contact with the mold and a very low heat flux due to the air gap formation were observed in all cases. There was no marked difference between the steady state (Fig. 6-a, 500mm above the bottom) and the non-steady state (Fig. 6-b and -c).

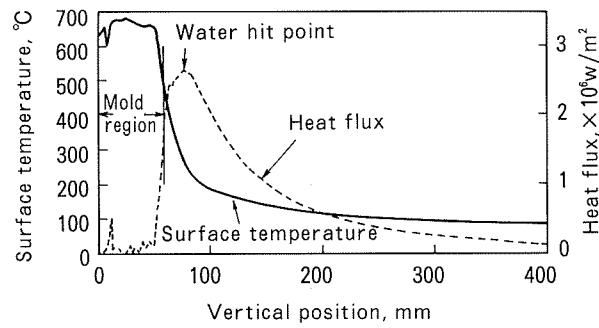
In the secondary cooling region, the maximum heat flux was obtained at the point where the water impinged on the slab surface (water hit point) in both of the steady and the non-steady state. However, the closer a measurement point was to the bottom, the lower the maximum heat flux became. The surface temperature which was 150°C in the steady state increased to 500°C with decreasing maximum heat flux during the non-steady state.

At the non-steady state of 100mm above the bottom, the second peak of the heat flux appeared at 150°C which was the same temperature as that observed at the water hit point in the steady state. However, the heat flux of the second peak was approximately one-fourth of another state at the same temperature. This means that heat transfer to the cooling water depends on not only the temperature but also the vertical position on the slab surface. Therefore, the vertical position was divided into two regions; the water hit point and the region below the water hit point. The maximum heat flux was obtained at 150°C in both regions.

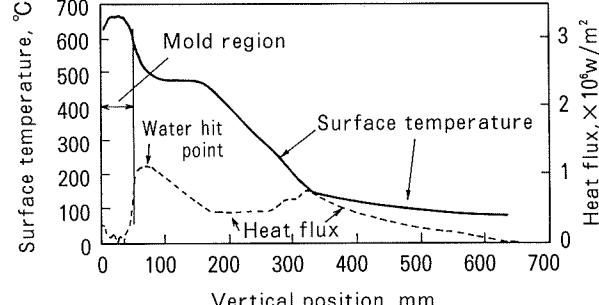
As is generally known, the heat transfer curve concerned with the cooling of a solid by water is divided into four stages; natural



(a) Measured at 500mm above the bottom of slab.



(b) Measured at 200mm above the bottom of slab.



(c) Measured at 100mm above the bottom of slab.

Fig. 6 Measured surface temperature and heat flux in the center plane normal to the wide side.

convection, nucleate, transition and film boiling. When the surface temperature of the solid is much higher than the boiling temperature, the boiling film covers the surface and prevents heat transfer from solid to water. As the surface temperature drops, the heat transfer is governed by nucleate boiling and reaches a maximum at a critical temperature.

It was indicated that the critical temperature was 150°C in this experiment.

4.3 Boundary conditions for the simulation

4.3.1 Boundary conditions on the surface of the mold and the bottom block

The heat transfer coefficient was defined as a function of temperature based on the measurement in view of the effect of the contact condition with the slab (or molten metal).

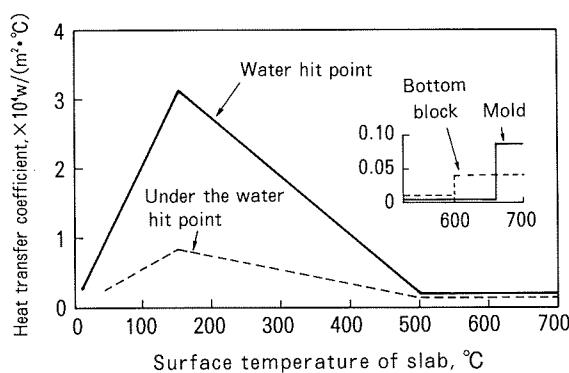


Fig. 7 Heat transfer coefficient used in the simulation.

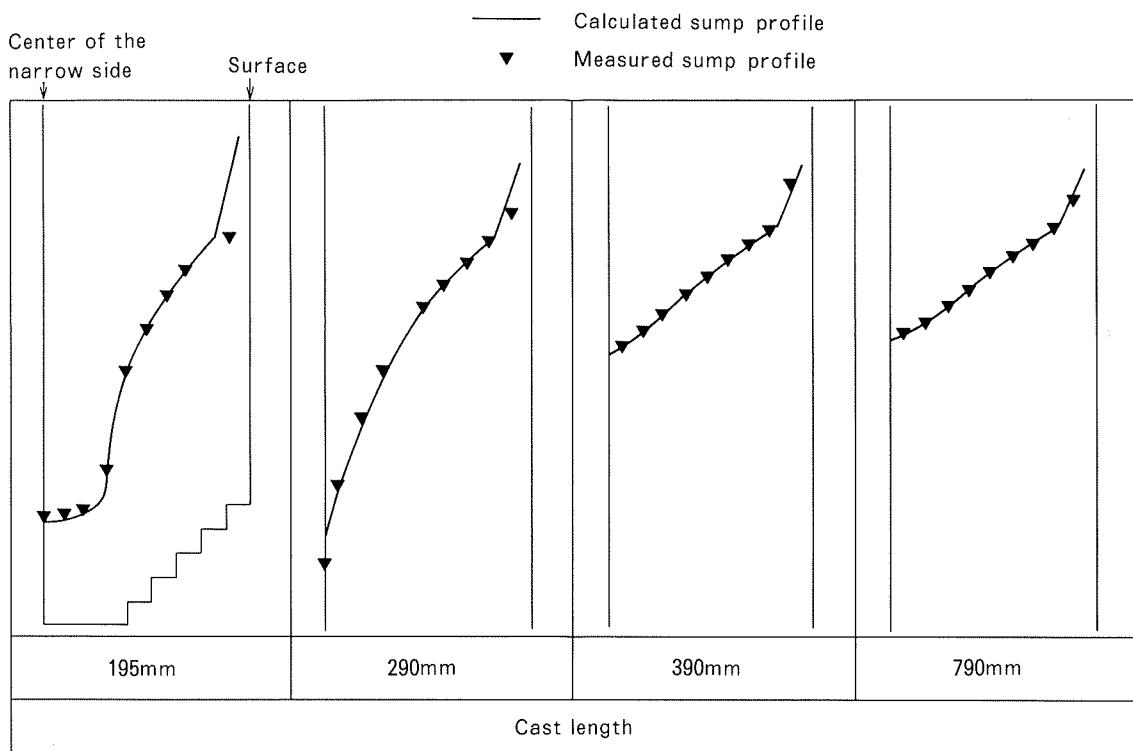


Fig. 8 Comparison between calculated and measured sump profiles of the 175×540mm slabs cast at 1.33mm/s.

4.3.2 Boundary conditions in the water cooling region

As described above, the heat transfer between the slab and the cooling water during the non-steady state was significantly complicated due to the boiling phenomena. Therefore, the investigation of the heat transfer coefficient was carried out according to the following instructions derived from the experimental results.

(1) The heat transfer is defined as different functions of temperature at the water hit point and below the point respectively.

(2) The heat transfer increases with the decrease in the surface temperature when it is greater than 150°C, and conversely decreases when less than 150°C.

(3) The heat transfer at the water hit point is greater than that below the point.

Consequently, when employing boundary conditions presented in Fig. 7, the sump profiles during the non-steady and the steady state were reproduced by the model as shown in Fig. 8.

4.4 Verification

To examine the reliability of the model, the

comparison of the calculations and measurements under the following casting conditions was carried out.

- case 1 casting speed: 1.00mm/s
- case 2 casting speed: 1.67mm/s
- case 3 casting speed: 0.72mm/s
- slab width: 1050mm
- slab thickness: 500mm

(Other casting parameters : the same as the experiment for the study)

Fig. 9 shows the results of case 1 and case 2. The effect of casting speed on the sump profile was accurately reproduced by the model. In

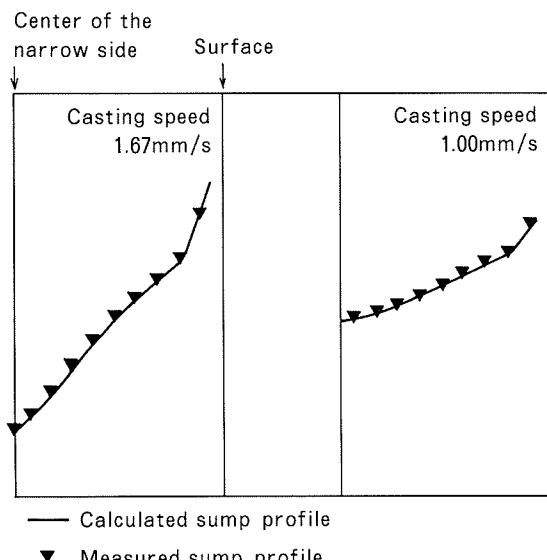


Fig. 9 Comparison between calculated and measured sump profiles of the 175×540mm slabs cast by different speed.

addition, the calculated sump profiles of various sections in the large slab (case 3) were also found to be in good agreement with measured ones as shown in Fig. 10.

It was confirmed that D.C. casting of pure aluminium can be simulated by the present model.

5. Conclusions

A three-dimensional thermal model was developed by using the finite difference method in order to simulate the D.C. casting process during the non-steady and the steady state. In addition, boundary conditions during the non-steady state were clarified by casting tests of pure aluminium slab. The present model and the boundary conditions were applied to some casting cases. Consequently, it was confirmed that the change of the sump profiles during the initial non-steady state can be quantitatively reproduced by the present model.

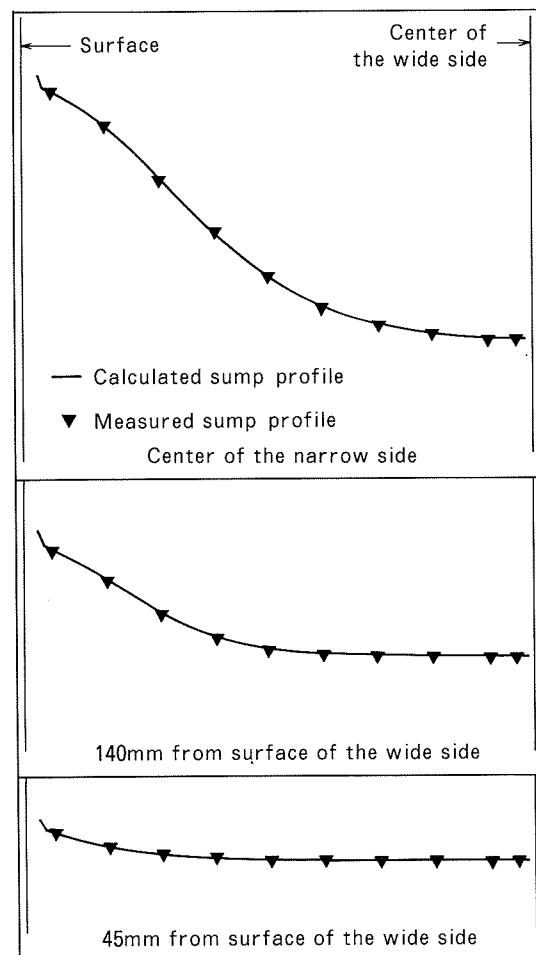


Fig. 10 Comparison between calculated and measured sump profiles of the 500×1040mm slabs cast at 0.72mm/s.

Reference

- 1) D. Adenis, K.M. Coats, and D.V. Ragone : Journal of the Institute of Metals, 91 (1962), 395.
- 2) D.C. Weckman and P. Niessen : Metallurgical Transactions, 13B (1982), 593.
- 3) T.S. El-Raghy et al. : *Light Metals TMS*, (1995), 925.
- 4) B.R. Henriksen and E.K. Jensen : *Light Metals TMS*, (1992), 969.
- 5) M. Tsunagawa, S. Nagano and, K. Takahata : Journal of Japan Institute of Light Metals, 41 (1991), 563.

Reprinted from SUMITOMO LIGHT METAL TECHNICAL REPORTS (Title No.P-554)

Sumitomo Light Metal Technical Reports, Vol. 37, No. 1, No. 2 (1996), pp. 50-56

TECHNICAL PAPER

Effect of Casting Conditions on the Butt Shape of DC Aluminium Slab

Masanori Tsunekawa Norifumi Hayashi
and Teruo Uno

住友軽金属工業株式会社研究開発センター

Effect of Casting Conditions on the Butt Shape of DC Aluminium Slab*

Masanori Tsunekawa**, Norifumi Hayashi***
and Teruo Uno****

The effect of casting conditions on the butt shape of DC aluminium slab was investigated by the measurement of the butt curl, the bow (=concave) and the bow position after casting. As a result, the butt curl started from a secondary cooling point and increased with the side shell growth. For example, butt curl increased with casting speed and casting temperature. Also, it became clear that the bow occurred by inclining of the narrow side shell to the inside. Therefore the bow and the butt curl were understood as one action. The relations between the bow and the casting conditions had a same tendency as that between the butt curl and the casting conditions. In addition, the bow position was seriously affected by the effective mold length (=metal level) because the bow position depended on the length between the secondary cooling point and the top of the narrow side shell.

1. Introduction

The start-up phase of DC aluminium slab was coupled with special problems. The butt curl was led by high stress at the water cooling point, which reduced the rigid standing of the ingot on the starting block, and caused a run out of the metal through the bottom shell and cracking on the ingot butt¹⁾⁻⁴⁾. The bow was due to the deformation of the ingot's narrow side surface. This bow caused hot tears, surface segregation and run out of the metal. Also, the reduction of ingot width was undesirable for ingot butt cutting and scalping recovery.

So far it has been reported that the butt curl can be reduced by using Pulse Water Cooling^{5), 6)} and CO₂ Process^{7), 8)} techniques. However, there are few reports about the relation of the butt, the bow and the bow position. In this paper, relations between the ingot butt shape

and the casting conditions, such as mold setting conditions before casting and initial casting conditions, were clarified.

Table 1 Experimental conditions for casting.

Alloy	A3004
Ingot size (mm)	550 × 170
Metal temp. (°C)	700 ~ 760 (730)
Casting speed (mm/min)	60 ~ 100 (80)
Water flux (ℓ/min)	80 ~ 160 (120)
Metal level (mm)	40 ~ 90 (70)

() Standard condition

2. Experimental procedure

Casting trials were carried out with 3004 alloy and 550×170mm slabs. The experimental conditions are shown in Table 1 and Fig. 1. The factors investigated comprised eight variables which included casting temperature, casting speed, water flux, metal level, bottom block overlapping height in the mold, bottom block depth, side-glasscloth height on the mold wide faces, and setting glasscloth on the bottom block. The glasscloth was formed with 0.56

* This paper was presented at the 86th fall meeting of Japan Inst. of Light Metals held in Hiroshima on March 11-13, 1993

** Casting Plant Production Dept., Copper Works

*** Casting Technology Dep., Nagoya Works

**** No.1 Department., Research & Development Center; Dr. of Eng.

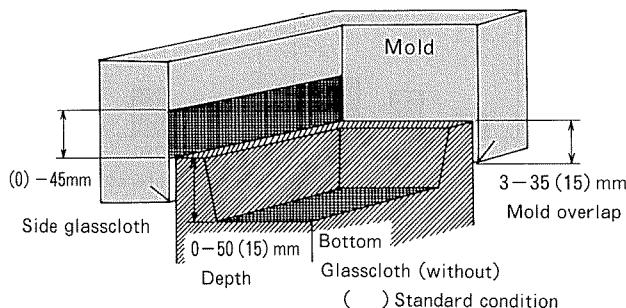


Fig. 1 Mold setting conditions before casting.

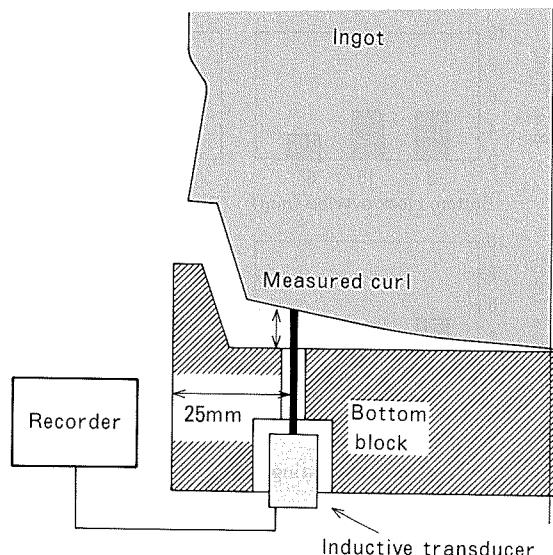


Fig. 2 Method of butt curl measurement by an inductive transducer.

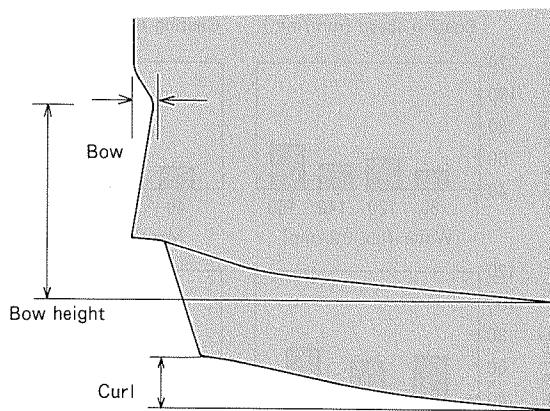


Fig. 3 Manual measurement of butt shape after casting.

mm^2 pore size. The bottom – glasscloth area was 80% of the bottom base. In this work, casting speed and water flux were constant from the start of the casting to the end. Also, the shell growth was investigated by feeding a zinc tracer into the metal sump.

Fig. 2 shows the measuring method of the

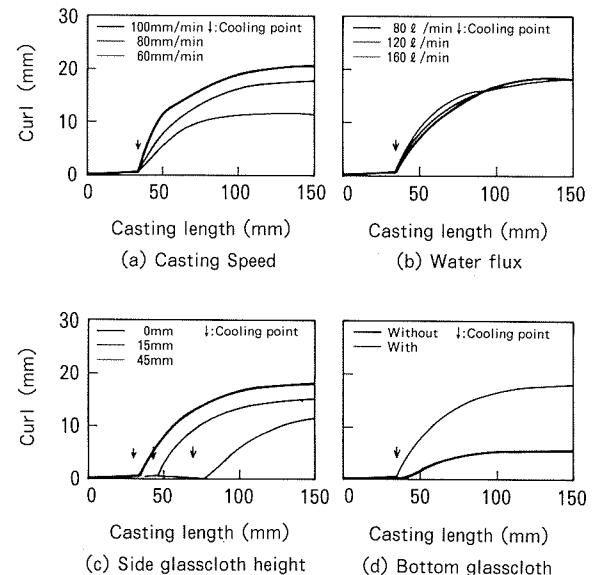


Fig. 4 Curling behaviour under various casting conditions.

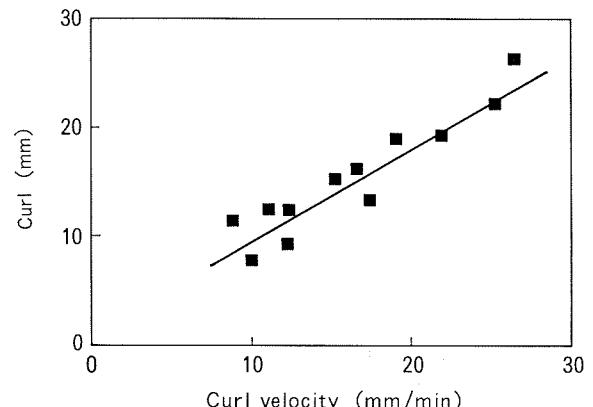


Fig. 5 Relation between curling velocity and curl under various casting conditions.

butt curl using an inductive transducer during casting. After casting, the butt curl, the bow and the bow position shown in Fig. 3 were also measured with a ruler under each casting condition.

3. Results

Fig. 4 shows that the curling started when the butt left the mold and entered the direct cooling zone (cooling point). For example, the cooling point was located at 30mm casting length during casting speed testing, and the point was located at 30mm, 45mm and 75mm during side-glasscloth testing. Up to 100mm casting length from the cooling point, the butt curl increased slowly and was saturated after that.

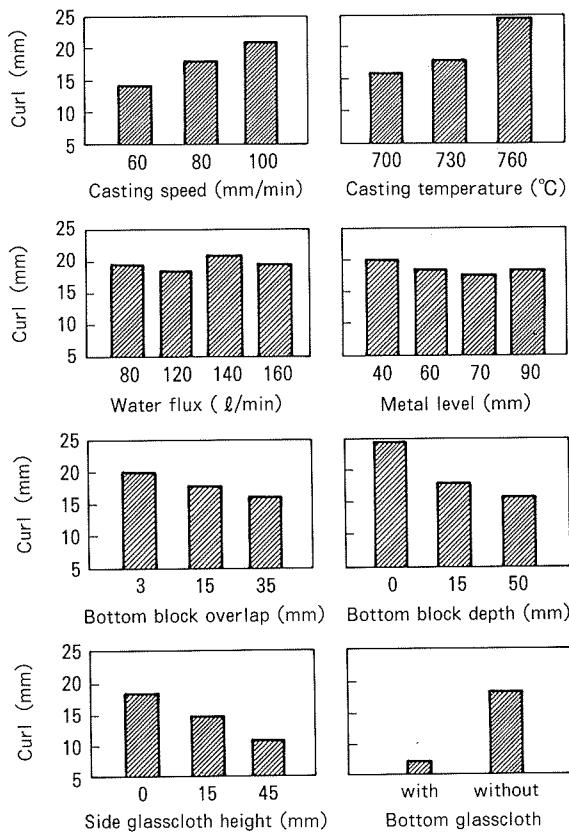


Fig. 6 Effect of each casting condition on measured curl.

Fig. 5 shows the relationship between the curling velocity and the butt curl. The butt curl increased with curling velocity.

Fig. 6 and Fig. 7 show effects of each casting condition on the butt curl and the bow. The butt curl increased with casting speed and casting temperature, and decreased with bottom block overlap, bottom block depth, and side-glasscloth height. Also, the butt curl decreased when the bottom-glasscloth was set. But the butt curl did not depend on the water flux and the metal level. The relations between the bow and the casting conditions had a same tendency as that between the butt curl and the casting conditions.

Fig. 8 shows effects of each casting condition on the bow position. The bow position was significantly affected by metal level and side-glasscloth height.

4. Discussion

Fig. 9 shows the butt curl and the bow formation model near the cooling point. Before the cooling point, a thin shell was formed by

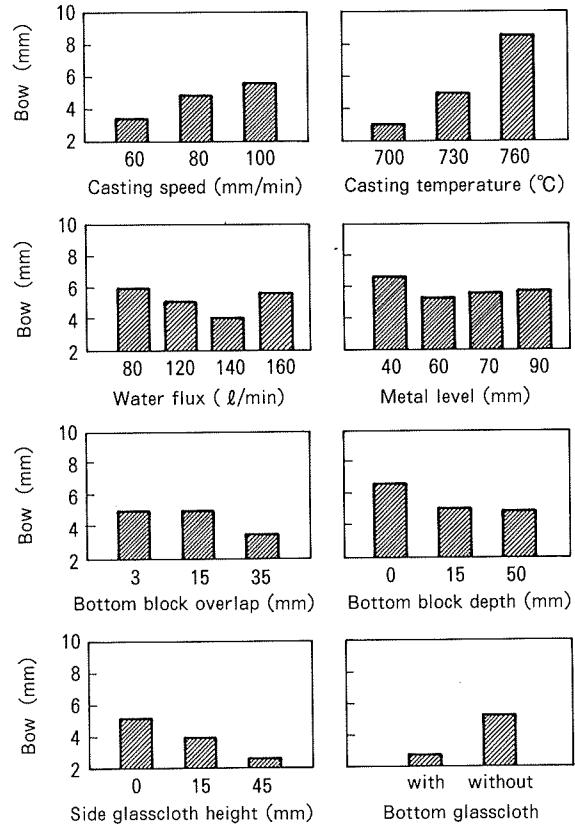


Fig. 7 Effect of each casting condition on measured bow.

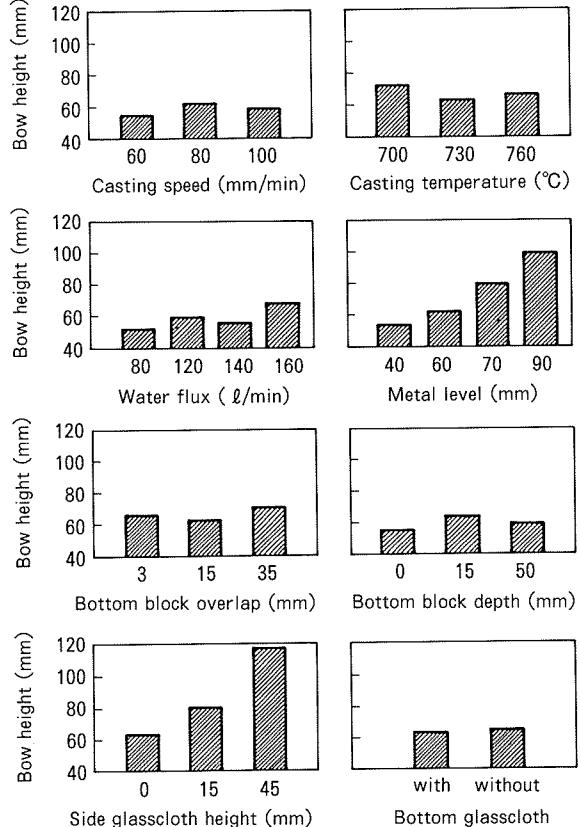


Fig. 8 Effect of each casting condition on measured bow height.

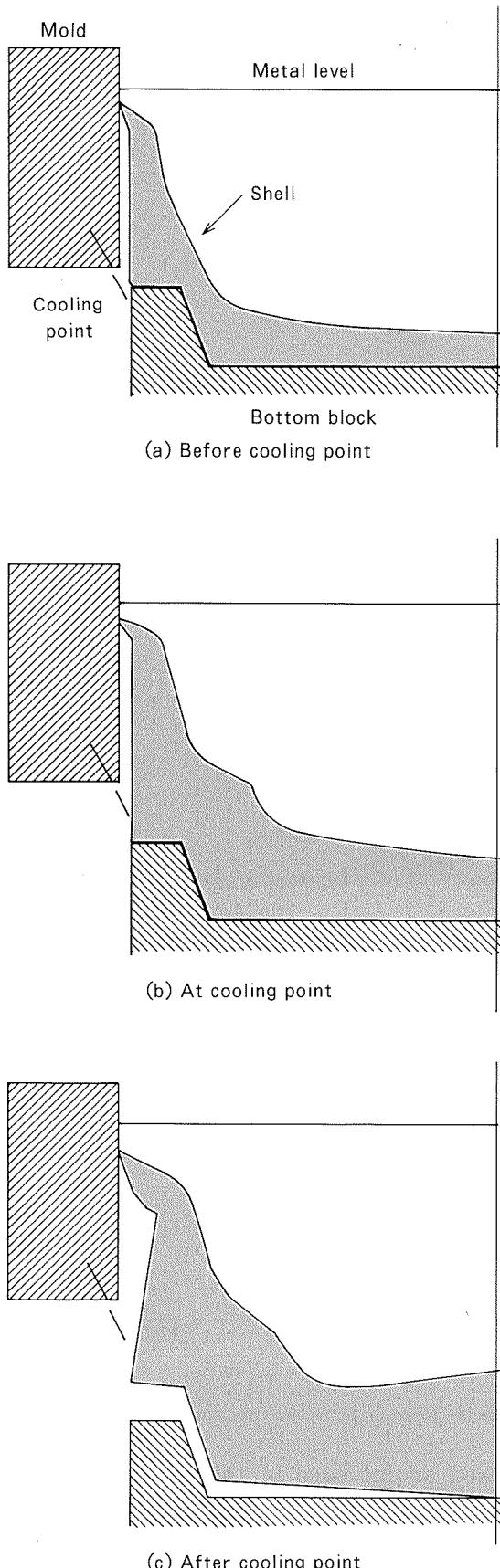


Fig. 9 Curl and bow formation model near cooling point.

cooling from the mold wall and the bottom block. At the cooling point, the shell grew rapidly due to direct water cooling. It was considered that the butt curl formed by the thermal stress which was induced by rapid decrease in the ingot temperature at the cooling point. After the cooling point, curling stopped because the decrease in the ingot temperature became very slow and the shell on bottom block became thicker and firmer.

Experimental results showed that the butt curl increased with casting speed and casting temperature. Under such casting conditions, the shell on the bottom block was too thin to suppress rapid transformation (curling) by thermal stress from the cooling. An increase in the bottom block overlap and the bottom block depth caused the shell to grow and made it firm, so it was considered that the butt curl decreased. In the case of the glasscloth on the bottom block, a very thin shell was formed and could not transform because the shell was mushy and not firm. In this case, the butt curl also decreased.

For proving the hypothesis, which was supported by the results the shell formation process was investigated. Under four casting conditions such as standard, high casting temperature (760°C), low casting speed (60mm/min) and setting glasscloth on the bottom block, the shell shapes on the center of the wide face were investigated with a zinc tracer at 15mm, 30mm (cooling point), and 45mm casting length. Fig. 10 shows the shell shape. It was clear that the shell was very thin when the glasscloth was on the bottom block. In order to investigate the growth of the shell, the increasing of the shell areas S , which is from 15mm to 45mm casting length (Equation (1)), was evaluated. A calculation model for S is illustrated in Fig. 11. The subscripts 1, 2, and 3 denote 15mm, 30mm, and 45mm casting length, respectively.

$$S = \frac{(B_3 - B_1) + (C_3 - C_1)}{2} \times \frac{(D_3 - D_1) + (E_3 - E_1)}{2} \quad (1)$$

Fig. 12 shows the relation between the increasing of the shell area, S , and the butt curl. The butt curl increased with S , and it was confirmed that the marked growth of the shell

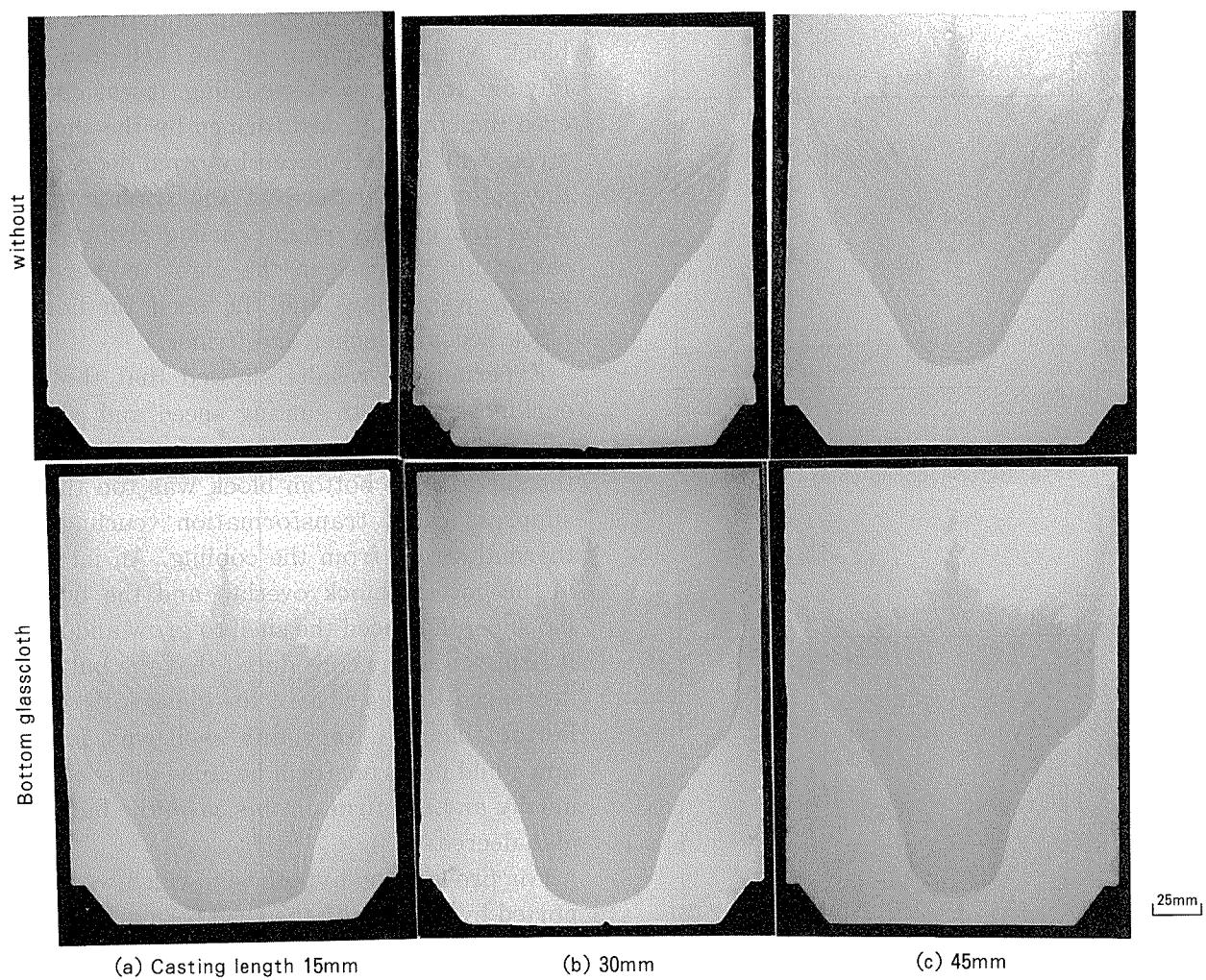


Fig. 10 Shell shape on center cross section of wide face.

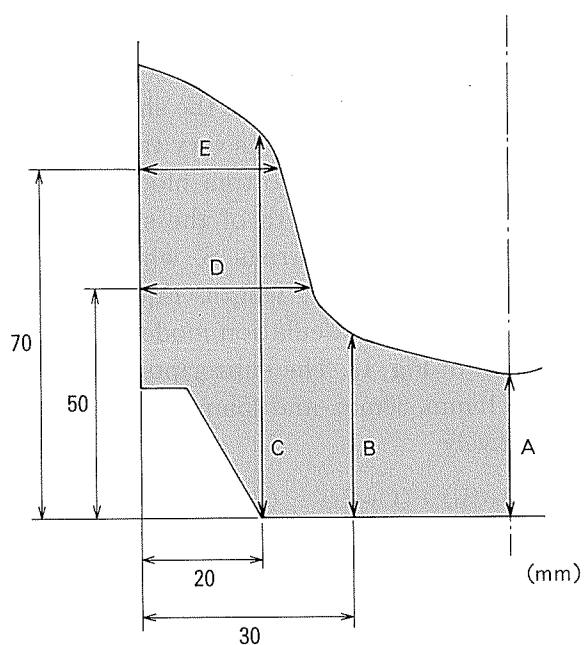


Fig. 11 Calculation model for increasing shell areas.

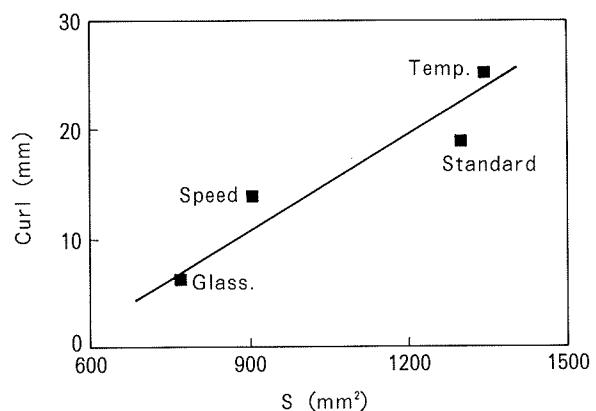


Fig. 12 Relation between increasing shell area S and curl.

caused an increase in the butt curl. Fig. 13 shows the relation between S/A_2 and the butt curl. Here, S/A_2 signifies the thermal stress ratio of the shell growth to resistance (=bottom shell thickness). The butt curl clearly increased with S/A_2 . Also, it was clarified that the butt curl decreased by another mechanism

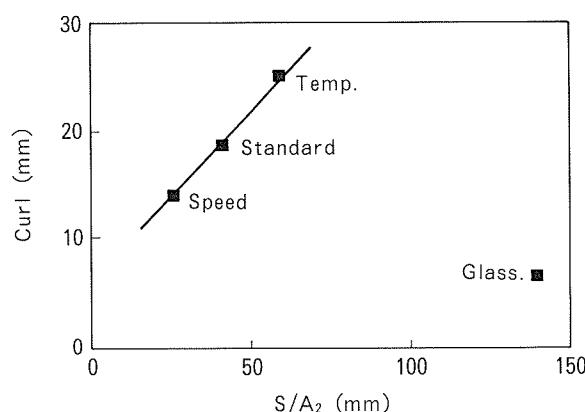
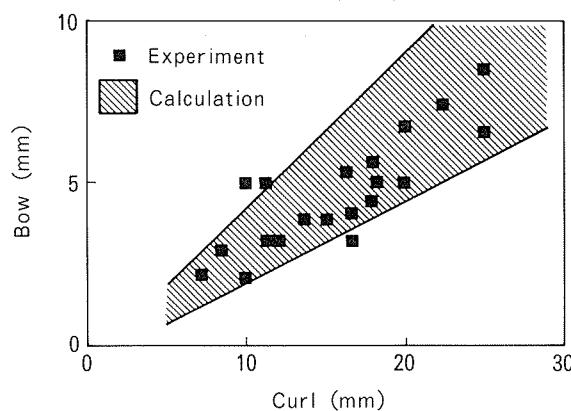
Fig. 13 Relation between S/A_2 and curl.

Fig. 14 Relation between curl and bow under various casting conditions.

already given in the case of setting the glasscloth on the bottom block.

As for the formation of the bow, it was presumed that the bow occurred due to the narrow side shell inclining to the inside, because the relations between the bow and the casting conditions had a same tendency as that between the butt curl and the casting conditions. Therefore, the bow could be related to the butt curl. Fig. 14 shows the relation between the butt curl and the bow under various casting conditions. It was clear that the bow increased with the butt curl. Fig. 15 shows a geometry model of the relation between the butt curl and the bow. From this model the bow was related to the butt curl by Equation (2). Here, B and C was the transformation of the bow and the butt curl, respectively. L was the distance from the cooling point to the metal level. W was half of the ingot width. The calculated relation was in good agreement with the experimental relation, and it was

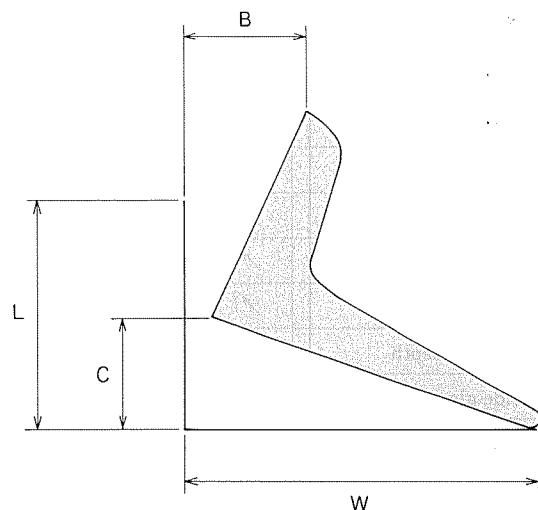


Fig. 15 Calculation model for the relation between curl and bow.

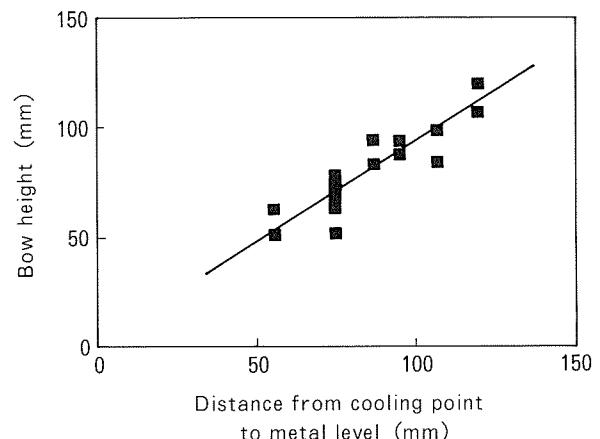


Fig. 16 Relation between distance from colling point to metal level and bow height under various casting conditions.

obvious that the butt curl and the bow were understood as one action.

$$B = W + C \cdot L / W - \sqrt{W^2 - C^2} \quad (2)$$

Fig. 16 shows the relation between the distance from the cooling point to the metal level and the bow height. They had a positive correlation. It was postulated that the bow was the shell top formed at the start of the butt curl. This point agreed with the experimental results that the bow height was strongly affected by the metal level and the side glass-cloth height.

5. Conclusions

The effect of the mold setting conditions

Table 2 Effect of each casting condition on ingot butt shape.

Casting conditions		Curl	Bow	Height
Casting speed	↗	↗	↗	→
Casting temp.	↗	↗	↗	→
Water flux	↗	→	→	→
Metal level	↗	→	→	↗
Bottom overlap	↗	↘	↘	→
Bottom depth	↗	↘	↘	→
Side glasscloth	↗	↘	↘	↗
Bottom glasscloth	With	↘	↘	→

before casting and the initial casting conditions on the butt shape was clarified in Table 2. It will be necessary to optimize the ingot

butt shape by combining these conditions in order to solve ingot defects and losses.

Reference

- 1) W.Droste and W.Schneider : *Light Metals 1991*, TMS-AIME, (1991), 945.
- 2) B.Hannart, F.Cialti and R.Schalkwijk : *Light Metals 1994*, TMS-AIME, (1994), 879.
- 3) K.Buxmann : *Science and Engineering of Light Metals*, JILM, Tokyo, (1991), 1015.
- 4) W.Droste and S.Engler : *Aluminium*, **64** (1988), 166.
- 5) F.Sergerie and N.Bryson : *Light Metals 1974*, TMS-AIME, (1974), 587.
- 6) N.Bryson : *Light Metal Age*, **52-5**, 6 (1994), 45.
- 7) Japanese Patent : 55-42093
- 8) H.Yu, D.Leon and A.Giron : *Light Metals 1994*, TMS-AIME, (1994), 779.

Reprinted from SUMITOMO LIGHT METAL TECHNICAL REPORTS (Title No. P-555)

Sumitomo Light Metal Technical Reports, Vol. 37, No. 1, No. 2 (1996), pp. 57-62

TECHNICAL PAPER

Study on Detecting Nonmetallic Inclusions in Aluminium Can Stocks Using Lamb Wave Ultrasonic Testing

Nobuyuki Mutoh and Sachio Yoshida

住友軽金属工業株式会社研究開発センター

Study on Detecting Nonmetallic Inclusions in Aluminium Can Stocks Using Lamb Wave Ultrasonic Testing*

Nobuyuki Mutoh** and Sachio Yoshida**

Nonmetallic inclusions irregularly distributed in aluminium can stocks lead to flange cracks and/or pinholes during can making. Progress in aluminium recycling may increase the amount of nonmetallic inclusions contained in the raw materials and may lower the molten metal cleanliness in the casting process. The quality of products is determined by the degree of nonmetallic inclusions presence in the solidified aluminium alloy ingots. For these reasons, a development program of the techniques which used the Lamb wave ultrasonic flaw detection method utilizing a wheel search unit was initiated in order to detect nonmetallic inclusions in the thin strip processing line. This method is well suited to on-line inspection of running aluminium alloy strips over the whole length and width. Fundamental properties like flaw reflection characteristics, noise characteristics and ultrasonic attenuation characteristics in the method were obtained from basic experiments. From these results, the optimum inspection conditions for the detection of internal nonmetallic inclusions which were about $\phi 100$ to $200\mu\text{m}$ diameter, being an intermediate target, were obtained. A test detection apparatus was made in order to obtain these inspection conditions, and the results of evaluating its detection capability showed that detection of nonmetallic inclusions of $\phi 150\mu\text{m}$ size could be made, thus attaining the performance for satisfying the intermediate target.

1. Introduction

The presence of nonmetallic inclusions in thin sheet material used for the production of aluminium cans is harmful in the making of the cans, causing flange cracks and/or pinholes. Also there is a concern that the progress in the recycling of aluminium may increase the amount of nonmetallic inclusions contained in the raw materials and may lower the molten metal cleanliness which may lead to a degradation in product quality with regard to internal flaws. For these reasons, the measuring technology of nonmetallic inclusions and technology to remove them become essential. The quality of the products is determined by the degree of nonmetallic inclusions entering

into the solidified aluminium alloy ingot during the casting process.

Therefore, a development program of the measuring techniques was initiated in order to detect nonmetallic inclusions in the thin strip processing line. Utilizing a Lamb wave ultrasonic flaw detection method with a wheel search unit, which is suited for on-line inspection of running strips over the whole length and width, a basic investigation was made to improve the detection limit of the method. In this investigation, intermediate target was adopted, and the inclusion size of the target was $\phi 100$ to $200\mu\text{m}$ in diameter. The conventional plate wave flaw detection equipment¹⁾ is said to have a detection limit of $\phi 250$ to $300\mu\text{m}$ inclusions.

Reducing the size of a flaw to be detected result in lowering the level of the reflected signal from the flaw and SNR (signal to noise ratio). Furthermore, in order to detect more minute flaws with high resolution, the ultrasonic fre-

* This paper was presented at the 8th Asia-Pacific Conference on Nondestructive Testing, Taipei, Taiwan, December 11-14, 1995.

** No.2 Department., Research & Development Center.

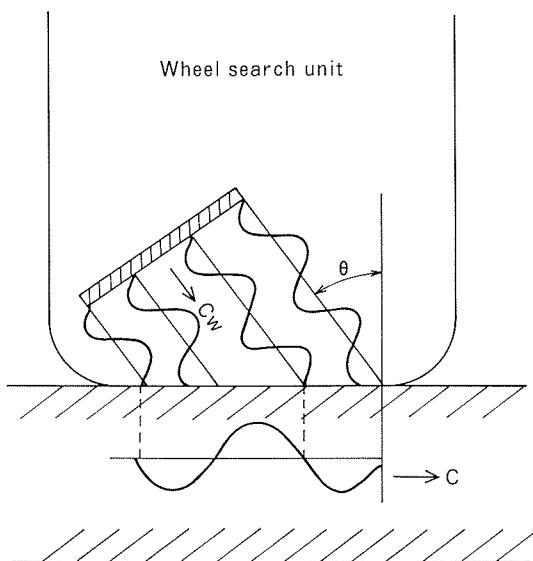


Fig. 1 Method of exciting Lamb wave.

quency should be increased. Therefore, fundamental properties like reducing the level of the reflected signal with higher frequency, noise characteristics and ultrasonic attenuation characteristics were investigated.

The present report describes the results in which flaw detection characteristics and noise characteristics of the Lamb wave ultrasonic method with a wheel search unit were obtained for aluminium thin sheets. A detection apparatus was made based on these characteristics, and the capability of flaw detection was improved.

2. Experimental procedure

In Fig. 1 is shown the method of Lamb wave excitation with the wheel search unit. When longitudinal ultrasonic wave, which is emitted from the probe immersed in the wheel tire filling with liquid, enters the sheet surface at an incident angle of θ , through the tire rubber film, the Lamb wave is formed under the condition satisfying equation (1),

$$C = C_w / \sin \theta \quad (1)$$

where C is the Lamb wave phase velocity, and C_w is the wave velocity in the tire.

The phase velocity is determined, according to Morse's equation²⁾, by the Lamb wave mode, frequency f and sheet thickness d . Fig. 2 shows the Lamb wave mode that gives incident

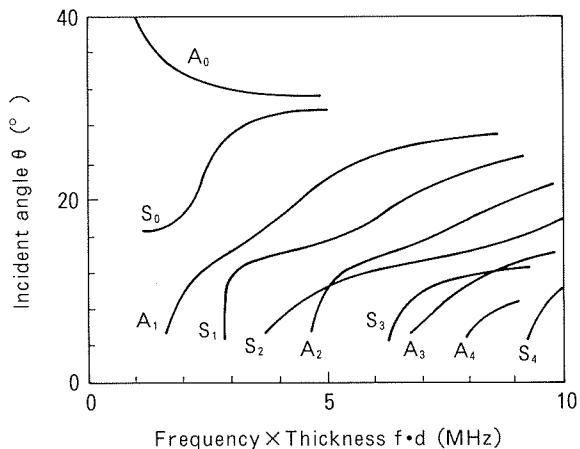


Fig. 2 Relation between incident angle θ and fd to excite and receive Lamb wave in aluminium sheet.

angle θ in the aluminium sheet.

The experiments were conducted with aim of obtaining 1) reflecting characteristics of flaws, 2) noise characteristics, and 3) ultrasonic attenuation characteristics of the tire rubber (being the main factor of ultrasonic attenuation). Lamb wave reflection signals and noises from artificial different size flaws made on an aluminium sheet surface were measured with respect to their frequency dependence. The specifications of the sheet and the artificial flaws are shown in Table 1. Table 2 shows the experimental conditions. The experiments were conducted using two kinds of methods: the one, a burst wave with an arbitrary frequency was given to the probe to adjust an incident angle of it so that the flaw reflecting echo is maximized and then to measure the echo height (condition 1). The other, a pulse wave which excites the ultrasonic with a wide band frequency was sent to the probe to measure the frequency and magnitude of the flaw reflection signal at an arbitrary incident angle (condition 2).

With respect to the noise characteristics, by varying the direction of the Lamb wave ultrasonic beam, the variation in SNR of the reflection signal from a through hole of $\phi 0.1\text{mm}$ was measured to study the anisotropy of the Lamb wave noise. It is considered that the anisotropy of the Lamb wave noise is caused by material anisotropies of texture and/or surface roughness of aluminium sheets. For the $\phi 0.2\text{mm}$ through hole, the variation in noise

Table 1 Specifications of sheet samples.

Parameter	Specifications			
Thickness	0.35mm			
Material	A3004 Aluminium alloy			
Dimensions of artificial flaw	No.	Diameter (mm)	Depth (mm)	Cross section (mm ²)
	1	0.10	0.35*	0.035
	2	0.15	0.35*	0.053
	3	0.20	0.35*	0.070
	4	0.10	0.10	0.010
	5	0.10	0.15	0.015
	6	0.10	0.18	0.018
	7	0.10	0.28	0.028

*Through hole

Table 2 Experimental conditions.

Parameter	Specifications or Conditions	
Transducer	10MHz immersion probe (wide band type)	
Tire rubber	0.9mm thick urethane rubber	
Distance between tire and flaw	150mm	
Exciting	Condition 1	Condition 2
	Sine burst wave 10 wave number	Pulse wave
Applied flaws	No. 1	No. 1,2,3,4
Ultrasonic test instrument	SM600A (TOKIMEC)	

with the variation in the surface roughness made by paper polishing was measured.

The main factors to reduce the sound pressure of the ultrasonic are the thickness and the material of the tire rubber and the frequency. In the experiments to study the ultrasonic attenuation characteristics in the tire rubber, the amount of attenuation in sound pressure during the passing of the ultrasonic wave through the rubber film versus film thickness and the material was measured with three kinds of immersion probes, 2.25MHz, 5MHz and 10MHz. Finally, taking the results of the above experiments into consideration, a test apparatus was made in addition to improvement in the Lamb wave excitation method to increase SNR, and the apparatus was used, at optimum conditions, to measure the echo height of the artificial flaws and natural flaws and to evaluate the flaw detection capability of the apparatus.

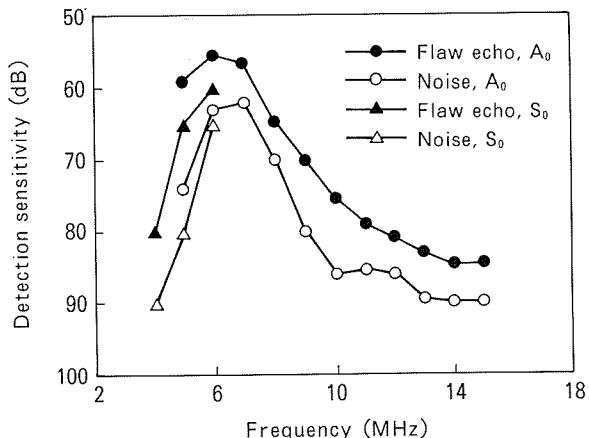


Fig. 3 Frequency characteristics of Lamb wave flaw echo and noise.

3. Experimental results

The results obtained by using the condition 1 method for the variation in flaw echo of the ϕ 0.1mm through hole and in the noise with variation in frequency are shown in Fig. 3. The flaw detection sensitivity in the vertical axis is represented by dB as the degree of amplification to magnify the voltage of the flaw signal to the reference voltage. It was found that the A₀ mode had a higher level of flaw echo than the S₀ mode, which was more suitable for inspection. Further, with the S₀ mode, the Lamb wave became difficult to be excited above 6MHz, making the mode unsuitable. The flaw echo signal and the noise had their peaks at nearly same frequency, and therefore, the differentiation of frequency characteristics between the flaw signal and the noise was not found. By using the condition 2 method the level of the flaw echo, noise, and frequency at the incident angle θ at which the flaw echo became maximum were measured. The frequency at this point was called peak frequency. Fig. 4 shows the variation in the peak frequency versus the cross section of the artificial flaw, as seen from the direction of the section of the sheet. In Fig. 5 is shown the variation in flaw detection sensitivity and SNR versus flaw cross section at the peak frequency. With smaller flaws, the peak frequency and flaw detection sensitivity became larger, and the SNR became smaller. In order to detect flaws with a size of ϕ 100 to 200μm

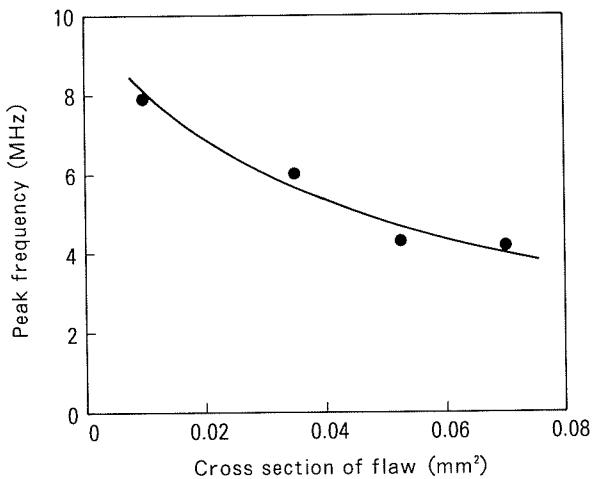


Fig. 4 Variation in the peak frequency with the cross section area of artificial flaw.

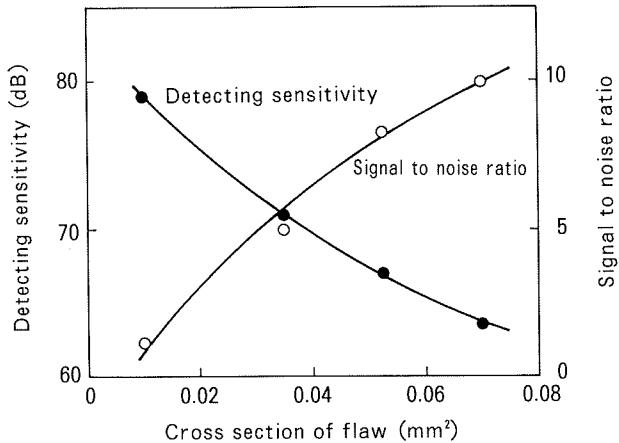


Fig. 5 Variation in detection sensitivity and SNR with flaw cross section area at the peak frequency.

(cross section 0.008 to 0.031mm²) being the intermediate target, the exciting frequency of 6 to 8MHz is well suited. Even under optimum conditions, however, since the level of the flaw echo decreases with smaller flaws, the best efforts should be made to lessen the attenuation of the ultrasonic and to increase the exciting power of the probe.

It was presumed that the surface roughness and texture of a sheet affected the Lamb wave noise. An effort was carried out to confirm the effect of roughness and texture by making plates with various degrees of roughness and texture. Plots of the Lamb wave noise levels versus surface roughness Ra are shown in Fig. 6. With an increase in the surface roughness, the noise was found to increase. The or-

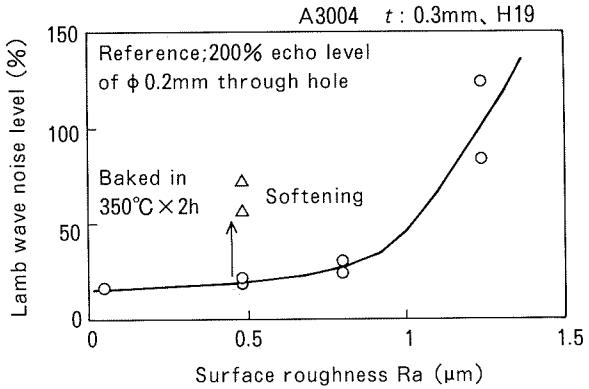


Fig. 6 Influence of surface roughness and texture on Lamb wave noise.

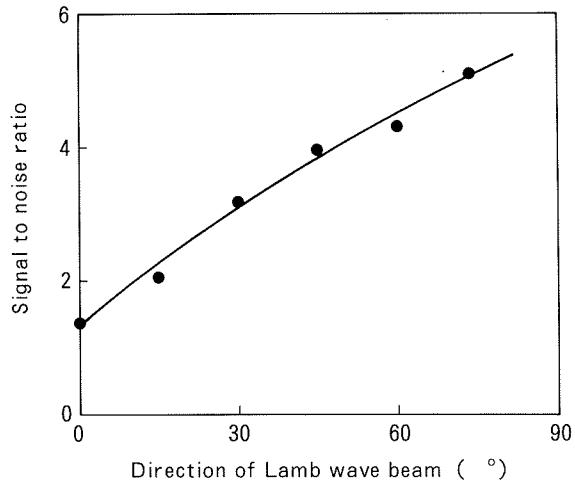


Fig. 7 Influence of the direction of Lamb wave beam on SNR.

dinary roughness of aluminium sheets for can making was about 0.5μm in Ra. The reduction of the degree of anisotropy and the increase of grain size due to softening resulted in an increase of noise.

Fig. 7 shows the results of measuring the influence of the scanning direction of the Lamb wave beam upon the SNR (the ratio of flaw echo level to noise level). This indicates that SNRs increase with inclined angle, because rolled aluminium sheets have anisotropy in the surface roughness and texture. By inclining the direction of the probe by 45°, the SNR increased by about three times. From these results, it is seen that the direction of the probe should be suitably inclined more than 30° in order to conduct an inspection with sufficient SNR.

In Fig. 8 is shown the attenuation characteristics of the ultrasonic versus thickness of sev-

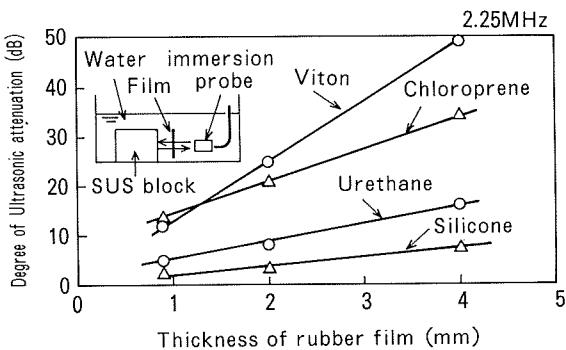


Fig. 8 Influence of tire rubber material on ultrasonic attenuation.

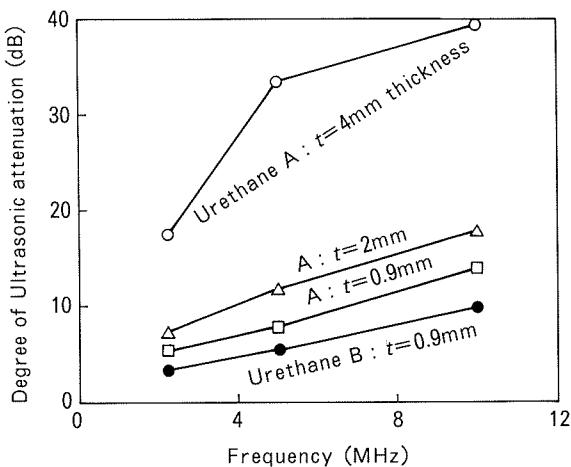


Fig. 9 Influence of frequency and thickness on the degree of ultrasonic attenuation.

eral kinds of rubber films at a frequency of 2.25MHz. Among the rubbers tested, silicone rubber and urethane rubber were found to have the low ultrasonic attenuation. Accordingly, limiting the material to these kinds, the influence of the thickness and the frequency upon the attenuation was investigated and the results are shown in Fig. 9. The larger the rubber thickness and the frequency, the larger is the attenuation. In urethane rubber, there are two kinds of material. Urethane rubber B (thickness of about 1mm), having higher mechanical strength and lower attenuation, was considered to be appropriate.

A Lamb wave inspection test apparatus was then made in order to obtain the best conditions of flaw detection, and the artificial flaws were inspected to evaluate its detection capability. The direction of the probe was 45°.

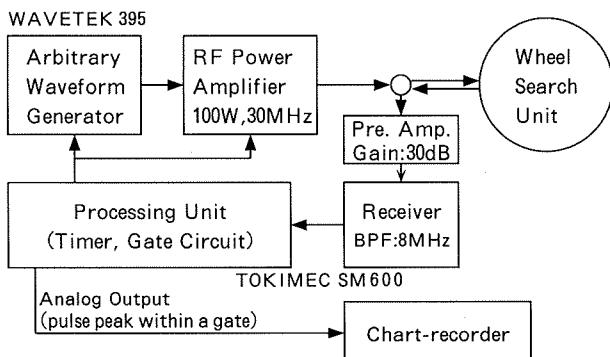


Fig. 10 Block diagram of experiment system for Lamb wave ultrasonic testing.

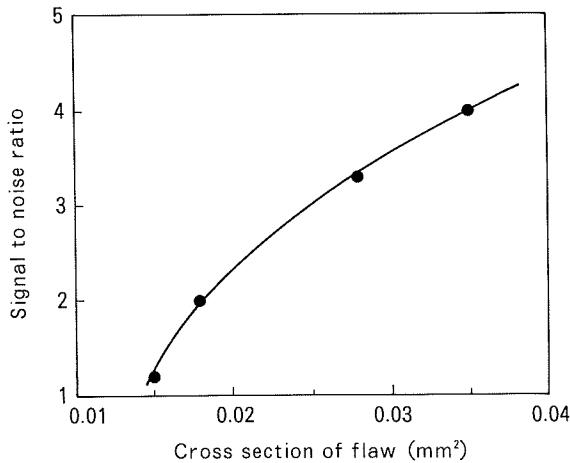


Fig. 11 Flaw detection capability of improved Lamb wave inspection apparatus in unmoving testing.

Fig. 10 shows the block diagram of the system for the test apparatus. In order to efficiently generate a Lamb wave of a desired frequency, as the exciting signal, was used a toneburst and/or a toneburst modified by a Hanning window function formed by an arbitrary waveform generator.

Fig. 11 shows the results of the inspection of artificial flaws. Taking the SNR of 2 as an ordinary slice level, $\phi 0.1\text{mm} \times \text{depth } 0.18\text{mm}$ flaw (the cross section of 0.018mm^2) was considered to be the detection limit. This cross section corresponds to the cross section of a spherical nonmetallic inclusion of $\phi 150\mu\text{m}$ in the direction of the plate thickness.

Fig. 12 shows the example of a nonmetallic inclusion detected by an on-line test at 100m/min line speed. This inclusion with a cross section of about 0.018mm^2 was composed of

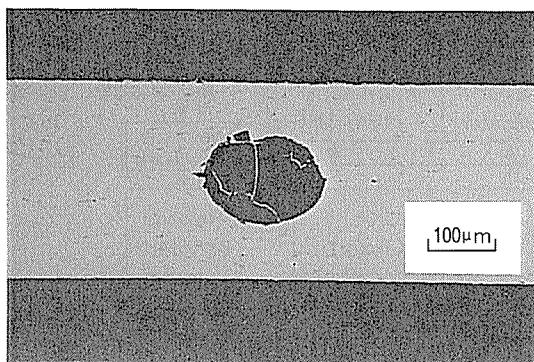


Fig. 12 Example of cross sectional shape of detected nonmetallic inclusion.
(Flaw material: MgO)

MgO. The nonmetallic inclusions in an aluminium sheet are usually harder than aluminium, and they are then difficult to be enlarged into a very thin film shape, therefore it is considered that they could be easily detected even with the inclined probe.

4. Conclusions

In the Lamb wave flaw detection of an aluminium thin sheet with the utilization of a wheel search unit, properties like flaw reflection characteristics, noise characteristics and ultrasonic attenuation characteristics were obtained from basic experiments. From these

results, the optimum inspection conditions for detection of internal nonmetallic inclusions with size of about $\phi 100\mu\text{m}$, being an intermediate target, were obtained. A test detection apparatus was made to evaluate these inspection conditions, and the results of evaluating its detection capability showed that detection of a nonmetallic inclusion of size $\phi 150\mu\text{m}$ could be made, attaining performance satisfying the intermediate target. The goal is to find an inspection method for the $\phi 50\mu\text{m}$ nonmetallic inclusions and to shorten the detection time. These results suggest that the exciting frequency will increase slightly and the probe will have a high efficiency and a narrow beam width.

Acknowledgment

The authors wish to thank NEDO (New Energy and Industrial Technology Development Organization) for their financial aid. This R&D was carried out as a part of the "R&D of high level recycle technology for aluminium material" supported by NEDO.

References

- 1) F. Ichikawa, K. Kurita, H. Maruyama and S. Takahashi : Kawasaki Steel Giho, 18 (1986), 94.
- 2) R. W. Morse : J. Acoustical Soc. Amer., 20 (1948), 833.

住友軽金属技報 第37巻 第1号, 第2号 (1996) 63-69

論 文

冷間圧延におけるロール表面温度変化と入熱量

米山 猛 堀 隆司
木村 紘 星野 郁弥
小久保 操

Sumitomo Light Metal Technical Reports, Vol. 37, No. 1, No. 2 (1996), pp. 63-69

Roll Surface Temperature and Heat Flow
in Cold Rolling

Takeshi Yoneyama, Takashi Hori, Hiroshi Kimura,
Ikuya Hoshino and Misao Kokubo

住友軽金属工業株式会社研究開発センター

論 文

冷間圧延におけるロール表面温度変化と入熱量*

米山 猛** 堀 隆司***
木村 紘**** 星野 郁弥****
小久保 操*****

Sumitomo Light Metal Technical Reports, Vol. 37, No. 1, No. 2 (1996), pp. 63-69

Roll Surface Temperature and Heat Flow in Cold Rolling

Takeshi Yoneyama, Takashi Hori, Hiroshi Kimura,
Ikuya Hoshino and Misao Kokubo

Temperature and heat flux on the roll surface have been measured in aluminium cold rolling. The influence of several factors on the temperature increase and heat flow at the arc of contact between roll and strip has been investigated. Heat flow from the strip to the roll surface in the arc of contact gradually decreases with the gradual increase of the roll surface temperature in the rolling process of a coil. Heat flow and its rate in the total heat generation increases as the high flow stress of the strip increases the rolling force. Coating on the roll surface reduces the heat flow to the roll. The numerical result of the increase of roll surface temperature and heat flow using the rolling force and rolling power approximately agrees with the measured date.

1. 緒 言

圧延中のロール表面温度や熱流束の変化を実際に測定することは、加工時のロールへの伝熱現象の解明や最適な潤滑・冷却条件の解明のために重要である。前報¹⁾では通常の圧延速度(100m/min)で接触弧でのロール表面の急激な温度変化や熱流束、クーラント(圧延油)による温度変化の測定などが可能で、1コイルの圧延過程の長期的な測定も可能なシステムの開発について報告した。

圧延における温度変化の問題は従来大きな伝熱が起こる熱間圧延を対象とした研究^{2)~4)}が多いが、冷間圧延においても加工発熱や摩擦発熱による材料の温度上昇やロールの温度上昇があり、圧延材とロールとの焼き付き、ロー

ルの熱変形、効率的な冷却条件など解明すべき課題は多い⁵⁾。これらの問題を分析する基礎として、圧延材との接触域でのロール表面温度の上昇とロールへの入熱量はどの程度か、それはどんな要因の影響を受けるのかを明らかにする必要がある。平野ら⁶⁾は薄板冷間圧延における板とロール間の熱収支に関する解析を行い、各種因子がロール入熱量におよぼす影響について考察している。

本研究では開発したシステムによって実際にアルミニウムの冷間圧延におけるロール表面温度・熱流束の測定を行い、圧延材とロールとの接触弧におけるロール表面温度の上昇とロールへの入熱量を分析し、ロール入熱量におよぼす各種要因の影響について検討する。さらに数値計算によってロールの温度上昇と入熱量を予測する方法について検討する。

2. 圧 延 実 験

実験を行った圧延の基本的な条件は以下の通りである。圧延に供した材料はAl-Mg合金材A5182で、板幅400mm、板厚1mmのコイル(長さ約600m)である。ワーカロールの直径は325mm、バックアップロールの直径

* 塑性と加工(日本塑性加工学会誌), 36(1995-5), 475
に発表

** 金沢大学工学部 工学博士

*** 金沢大学工学部

**** 研究開発センター 第二部 工学博士

***** 研究開発センター 第二部

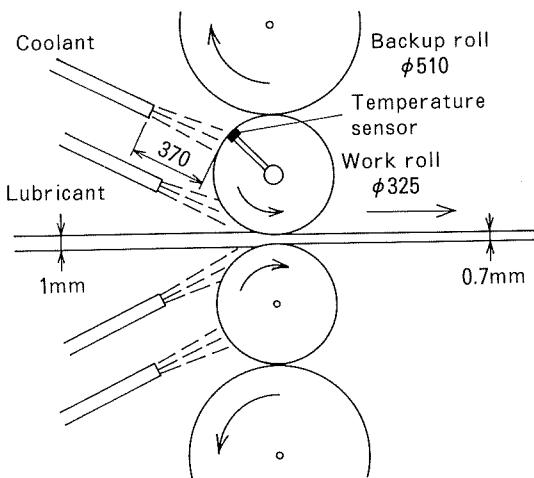


Fig. 1 Rolling and cooling equipment.

は510mmで、平行部の幅はともに700mmである。圧下率を30%，圧延速度を100m/minとした。

クーラントとして、Fig.1のようにロールの入口側に冷却ノズルと潤滑ノズルが取り付けてあり同じ鉱油が噴き出される。上下の各ワークロールに対し冷却ノズル、潤滑ノズル5本ずつ用い、流量は各ノズルから5l/min、総計で100l/minとした。クーラントの温度は20°Cとした。ロール表面は水酸化カリウム洗浄液で洗浄して表面のコーティング（摩耗粉の付着）のない状態で圧延を行った。

ワークロールには前報¹⁾で報告したように、ロール表面から0.1mmと0.2mmの深さのところに熱電対が取り付けてある。圧延開始後、徐々に定速の100m/minまで速度を上昇させる。温度とロール回転角の測定は圧延開始から80回転おきに8回行った。一回の測定では0.3msおきにサンプリングを行い、1.26s間(4200個)のデータを収録した。最も応答性のよかつた温度センサ(ロールの中心から幅方向に75mm離れた点)の出力から表面温度と熱流束を計算した。以後のデータはすべてこのセンサから得られたものを示す。計算方法や測定結果の妥当性の検討については前報¹⁾を参照されたい。

圧延材はあらかじめ360°Cで3時間焼鈍した材料を基本としたが、変形抵抗による違いをみるために、冷延をしたままの材料による圧延も行った。前方張力は26MPa程度、後方張力は28MPa程度で、通常のコイル材の生産条件と同じである。圧延前後の板材の0.2%耐力と圧延荷重、先進率はTable 1の通りである。先進率はロール表面上の2点の微小ピットの間隔と圧延後板表面に転写された痕跡の間隔から求めた。焼鈍材の場合には圧延中に加工硬化し、圧延前後の耐力値が大きく異なっている。また圧延荷重が大きいほど先進率が大きくなっている。

Table 1 Proof stress, rolling force and forward slip

No	Strip	0.2%Proof stress σ_p /MPa		Rolling force P/kN	Forward slip /%
		before rolling	after rolling		
1	As annealed	140	320	1330	1.6
2	As rolled	307	349	1500	3.4
3	As rolled	387	410	1730	4.0

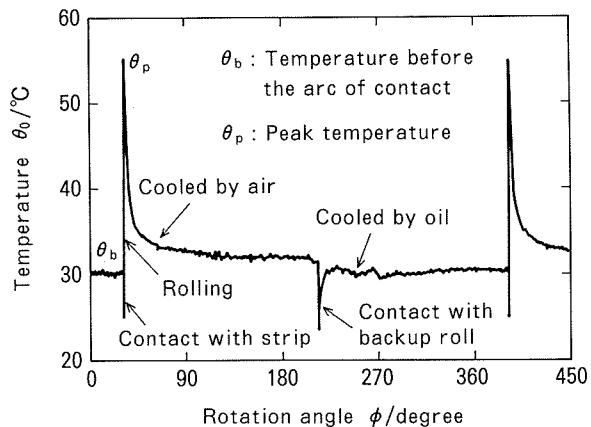


Fig. 2 Cyclic change of roll surface temperature.

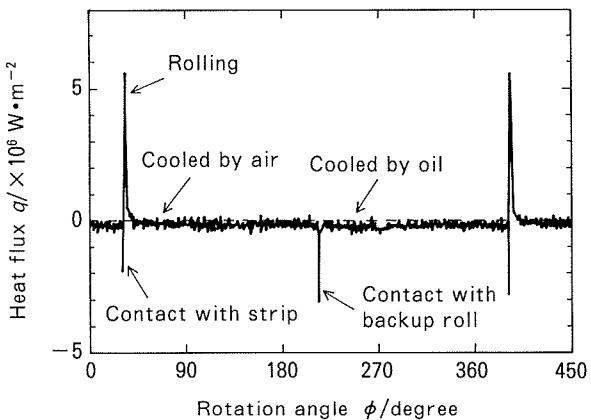


Fig. 3 Cyclic change of heat flux to roll.

3. 温度変化と入熱量

3.1 一周期の温度・熱流束変化

圧延1回転の温度変化の全体的特徴をつかむため、コイルの圧延において圧延開始から640回転めの1周期の表面温度の算出例をFig.2に示す。ロール表面温度は圧延回転数の増加とともに上昇し、すでに圧延材の温度よりも高くなっているため、圧延材と接触した際に

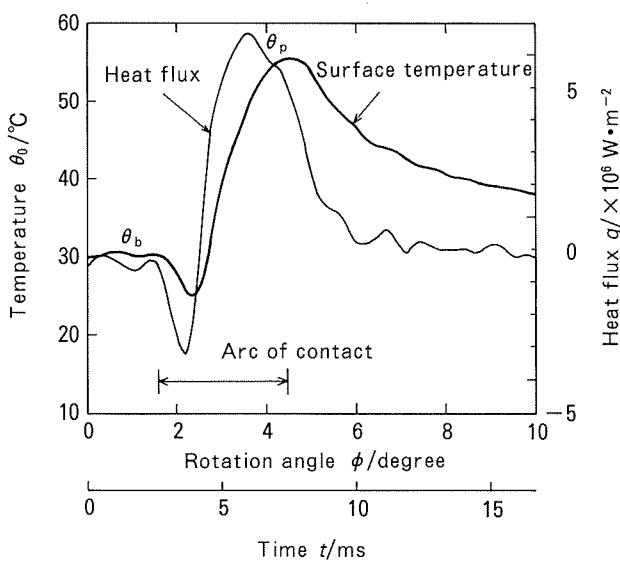


Fig. 4 Roll surface temperature and heat flux in the arc of contact.

まず温度降下し、その後加工発熱により温度上昇する。この接触時間は約 5 ms である。接触弧を出た後は空冷域であるが、ロール内部への伝熱によって温度は急速に下がっている。バックアップロールと接触するまでにかなり温度は下がっている。半周後バックアップロールと接触して瞬間に温度が下がる。その後温度が戻ろうとするが、クーラントによって冷却され、温度回復が抑えられる。接触弧入口直前のロール表面温度をロールベース温度 θ_b 、接触弧における最大温度をピーク温度 θ_p と名付ける。

同じ圧延 1 回転における熱流束変化を Fig. 3 に示す。圧延材との接触弧でロール側へ熱が流れること、その後バックアップロールとの接触で短時間であるが大きな熱流束のピークが発生すること、クーラントとの接触による熱流束の大きさはこれに比べると小さいことがわかる。

3.2 接触弧における温度変化・熱流束と入熱量

圧延材との接触弧におけるロール表面温度と熱流束の変化を詳しく示したのが Fig. 4 である。圧延材と接触して表面温度が下降を始めてからピーク温度に達するまでの回転角は約 2.8° となっている。この時の圧延荷重 P は 1330kN で、ロール偏平化を考慮したロール半径を R' 、接触長を L' とし、Hitchcock の式⁷⁾

$$R' = R \left[1 + \frac{16(1-\nu^2)P}{\pi Eb \Delta h} \right] \quad (1)$$

および

$$L' = \sqrt{R' \Delta h} \quad (2)$$

にロール半径 $R=162.5\text{mm}$ 、ポアソン比 $\nu=0.3$ 、弾性係数 $E=210\text{GPa}$ 、板幅 $b=400\text{mm}$ 、板厚減少量 $\Delta h=0.3\text{mm}$ を代入して、 L' を求めると、7.8mm となる。これ

は回転角 2.75° に相当する。したがって接触弧の出口端でロール表面温度はピークに達していると考えられる。接触弧の中で温度上昇の勾配が徐々に緩やかになるのは変形仕事量が入口から出口に向かってロールが円弧状になっているために圧下率が徐々に減少すること、および板表面とロール表面との摩擦による発熱量も入口から中立点に向かってそれらの速度差がだんだん小さくなるために徐々に減少するからであろう。この傾向は以前に高速の圧延で行った基礎実験の結果と同じである⁸⁾。

一方熱流束も接触弧の入口で一旦負となった後上昇する。熱流束のピークは、表面温度のピークよりも早く現れ、接触弧の中央よりである。また接触弧を過ぎても熱流束は零とならず、徐々に減少していく。これはセンサで検出している熱流束がロール表面から内部へ伝わる熱流束であるからで、ロール表面から内部に向かって温度勾配がある限り熱の伝導が行われるからである。

単位幅の圧延材が圧延中にロールへ伝える熱量は接触弧領域の熱流束を積分することによって得られる。熱流束は接触弧をすぎても零とならないので、熱流束がまだ正である範囲にわたって積分したものがロールへ入熱した量だと考え、接触弧の 2 倍の長さをとって積分し、さらに板幅をかけたものをロール 1 本あたりへの入熱量 \bar{q} とする。

$$\bar{q} = b \int_0^{2L} q dx \quad (3)$$

圧延材の初期温度 θ_1 とピーク温度 θ_p との差 $\theta_p - \theta_1$ を仮に圧延材の温度上昇量 $\Delta\theta$ とし、圧延材への蓄熱量 Q を、

$$Q = c \rho \Delta\theta h_2 V_2 b \quad (4)$$

とする。ただし、 c ：圧延材の比熱、 ρ ：圧延材の比重、 h_2 ：圧延材の出口板厚、 V_2 ：圧延材の出口速度である。前報で総熱量 $Q + 2\bar{q}$ を求めると、圧延動力の測定値にはほぼ等しいことを確認した。したがって本実験の条件では、ピーク温度はほぼ圧延材の出口温度（正確には圧延材表面の出口温度）を表していると考えられる。

3.3 コイル圧延中の入熱量の変化

1 コイルの圧延におけるロールベース温度とピーク温度の変化を Fig. 5 に示す。ロールベース温度は初期に急上昇し、その後も緩やかに上昇を続けている。ピーク温度もわずかに上昇している。このことから圧延材の出口温度も徐々に上昇していると考えられる。1 コイルの圧延におけるロール入熱量と圧延材への蓄熱量の変化を示したのが Fig. 6 である。圧延が進むにつれ、ロールへの伝熱量が減り、圧延材への蓄熱量が大きくなっていくことがわかる。同じ条件で 2 度行った実験から、圧延前のコイル温度 θ_1 とロールベース温度 θ_b との差 $\theta_b - \theta_1$ とロールへの入熱量 \bar{q} との関係として示したのが Fig. 7 である。このように、接触弧入口でのロール材と圧延材との温度差がロール入熱量に影響を与える。

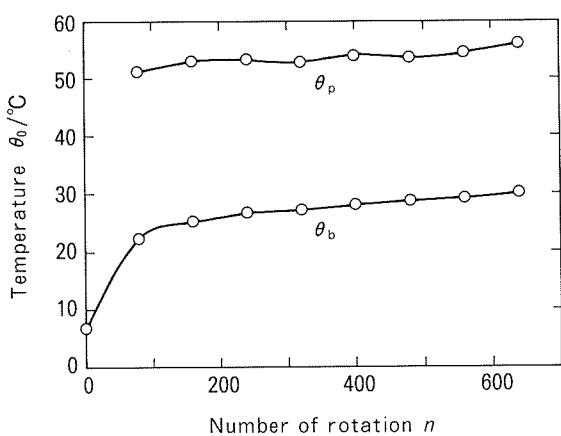


Fig. 5 Gradual increase of the base temperature θ_b and peak temperature θ_p .

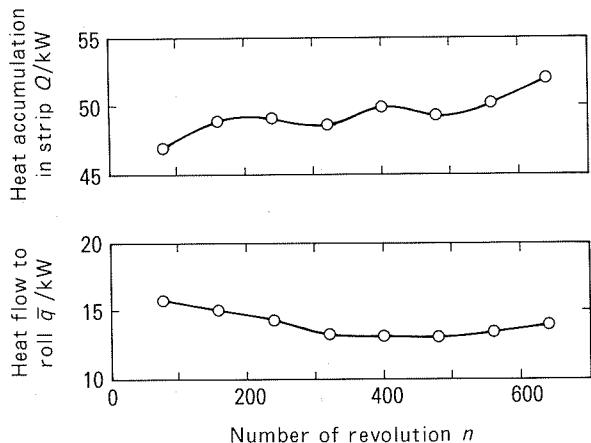


Fig. 6 Gradual change of the heat flow to roll and heat accumulation in strip.

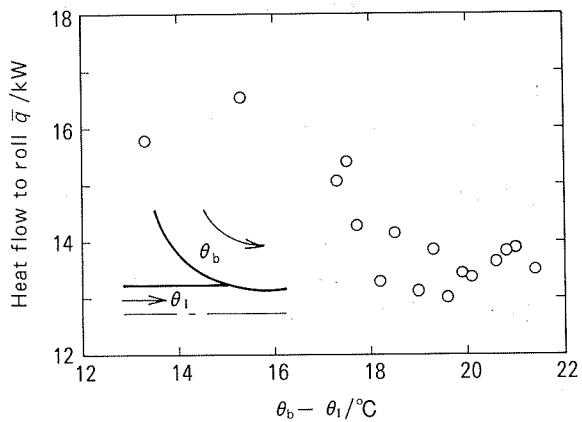


Fig. 7 Influence of the initial temperature difference on the heat flow to roll.

4. ロール入熱量に及ぼす各種因子の影響

4.1 圧延荷重との関係

Table 2 Influence of the rolling force on heat flow.

No.	Rolling force P/kN	Heat flow to roll $2\bar{q}/kW$	Heat accumula-tion in strip Q/kW	Total heat generation $Q + 2\bar{q}/kW$
1	1330	28 (35%)	51 (65%)	79 (100%)
2	1500	40 (37%)	69 (63%)	109 (100%)
3	1730	51 (40%)	78 (60%)	129 (100%)

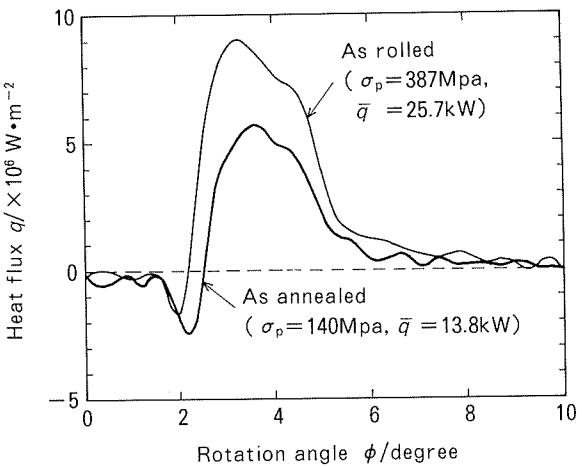


Fig. 8 Influence of the deformation resistance on the heat flux to roll.

圧延材の変形抵抗や圧延材とロールとの摩擦応力が大きいほど同じ圧下率を実現する圧延荷重は大きくなり、発熱も大きくなる。焼鈍材と冷延材の圧延の結果から、ロール1本あたりへの入熱量 \bar{q} 、圧延材への蓄熱量 Q 、総熱量中の入熱量の割合と圧延荷重との関係をTable 2に示す。圧延材の入口温度とロールベース温度がほぼ同じ状態のデータを抽出して比較した。圧延荷重が大きいほどロールへの入熱量が大きくなり、総発熱量の中でロールへ入熱する割合も大きくなっている。この理由は、圧延荷重の大きいものほど摩擦発熱が大きいため、ロールと接触している圧延材の表面温度が高くなり、ロールへの熱流束が大きくなるためであろう。焼鈍材と冷延材の熱流束波形を比較したのがFig. 8である。焼鈍材のほうがピークが出口よりにあるのは、初期には変形抵抗が小さいため発熱が小さく、出口側にいくほど加工硬化によって変形抵抗が大きくなり、発熱が大きくなるからであろう。

4.2 接触温度の影響

冬に比べ夏では気温が高いために、圧延材の入口温度もロールの初期温度も高く、接触弧内での温度が平均的に高い。そこで、前述の温度差 $\theta_b - \theta_1$ が同じでも接触

温度が異なる場合、ロールへの入熱量が異なるかどうかを比較してみる。同じ圧延荷重と同じ温度差のもので、ロールベース温度の異なるものを抽出して熱流束波形と入熱量を比較したのがFig.9である。ロールベース温度が高い場合の方が熱流束が大きく、入熱量が大きい。その結果としてロール表面のピーク温度(Q_p)もロールベース温度が高い場合の方が大きい。この理由は、接触温度によって介在する圧延油の状態や摩耗粉の発生量が異なるためではないかと思われる。

4.3 ロールコーティングの影響

アルミニウムの圧延を行うとアルミニウムの摩耗粉がロール表面に付着していく。これをコーティングと呼ぶが、コーティングが熱伝達にどのような影響を与えるのかを調べるために、あらかじめ圧下率の高い圧延を行ってコーティングを付着させた状態で圧延を開始する実験を行った。1コイルの圧延にともなう入熱量の変化をコーティングのありなしで比較したのがFig.10である。またロールベース温度の上昇の違いを比較したのがFig.11である。コーティングが付着すると、ロール入熱量が下がることがわかる。回転数にともなって両者の熱流束の差が小さくなっているのは、今回の実験条件ではコーティングなしで始めた圧延においては徐々にロール表面にコーティングが付着していくのに対し、あらかじめ厚いコーティング状態で始めた圧延では逆に圧延にともなって徐々にコーティングの厚みが薄くなっていたためである。コーティングが付着した場合の $Q + 2\bar{q}$ は74kWで、コーティングなしの場合の $Q + 2\bar{q} = 79\text{kW}$ よりも小さくなっている。コーティングによって圧延材表面とロール表面との間に温度差が生じて、ロール表面のピーク温度が圧延材の出口温度より低くなるためと思われる。

5. 変形仕事・摩擦仕事の推定

本実験で得られた結果を数値計算による温度解析と比較するため、圧延材の変形仕事(塑性変形による発熱)と摩擦仕事(摩擦による発熱)とを推定してみる。数値計算の際にはこれらの値を発熱条件として与えることになる。

圧延材の変形仕事量 W_p を

$$W_p = 2k_m \ln \frac{h_1}{h_2} \cdot V_2 b h_2 \quad (5)$$

で求めてみる。ただし $2k_m$: 圧延材の平均せん断変形抵抗、 h_1 : 圧延材の入口板厚とする。ここで、 $2k_m$ を圧延荷重 P を接触面積で割った平均圧力から求める。

$$2k_m = \frac{P}{bL} \quad (6)$$

これは圧延材の実際の変形抵抗を過大に見積ることになるが、(5)式では材料内のせん断変形仕事を考慮しないため過小に見積っていると思われる。大まかな推定として、(5)、(6)式によって変形仕事を見積ってみる。焼鈍

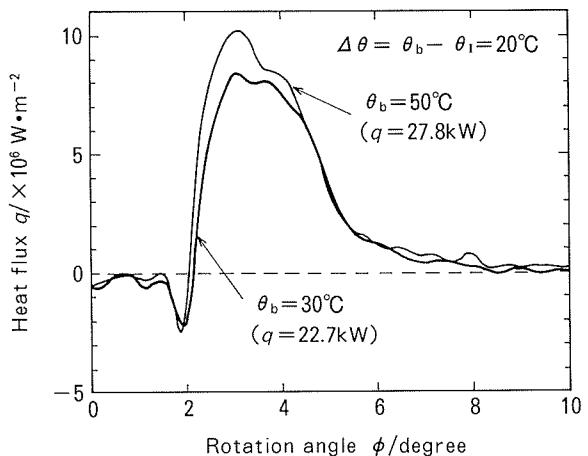


Fig. 9 Influence of the contacting temperature on the heat flux to roll.

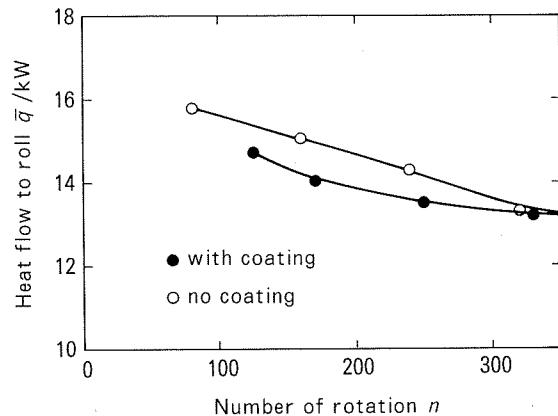


Fig. 10 Influence of the roll coating condition on the heat flux to roll.

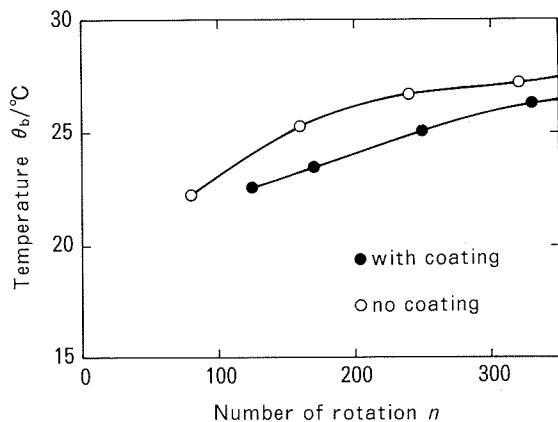


Fig. 11 Influence of the coating condition on the roll surface temperature increase.

材の場合の $P=1330\text{kN}$, $L'=7.8\text{mm}$, $b=400\text{mm}$ を代入して、 $2k_m=426\text{MPa}$ となる。先進率が0.02であったことから、 $V_2=102\text{m/min}$ とし、 $h_1=1\text{mm}$, $h_2=0.7\text{mm}$ を(5)式に代入すると、 $W_p=72\text{kW}$ となる。

一方圧延動力から、摩擦応力を推定し、摩擦による発熱を推定してみる。圧延動力は電動機の出力からロス動力を引いておよそ 85kW である。これよりロール 1 本当たりのトルク $T = 4.1\text{kN} \cdot \text{m}$ となる。先進率 η から中立点の出口からの角度 θ_n と出口からの距離 x_n を求める。

$$\eta = \frac{\theta_n^2}{2} \left(\frac{2R}{h_2} - 1 \right) \quad (7)$$

(7)式に $\eta = 0.02$, $R = 162.5\text{mm}$, $h_2 = 0.7\text{mm}$ を代入して、 $\theta_n = 0.0093\text{rad}$ となる。これより、 $x_n = R\theta_n = 1.5\text{mm}$ となる。接触弧上のロールにはたらく摩擦応力 τ を入口から中立点までは逆方向に τ 一定、中立点から出口までは圧延方向に τ 一定と仮定すると、接線力 F は次式で表される。

$$F = \frac{T}{R} = b \{ \tau(L' - x_n) - \tau x_n \} \quad (8)$$

これより、 $\tau = 13\text{MPa}$ が得られる。圧延材とロールとの相対すべり速度を、入口から中立点までを平均で $\Delta V_1 = (V - V_i)/2$, 中立点から出口までを平均で $\Delta V_2 = (V_2 - V)/2$ とすると、摩擦による発熱 W_f は、

$$W_f = 2 \{ \tau \Delta V_1 (L' - x_n) b + \tau \Delta V_2 x_n b \}$$

となる。これより、 $W_f = 16\text{kW}$ となる。

総仕事量 $W = W_p + W_f = 72 + 16 = 88\text{kW}$ となり、圧延動力とほぼ一致する。

この考えに基づいて、圧延荷重の異なる場合について、変形仕事量と摩擦仕事量の値を推定したものを、Table 3 に示す。ただし冷延材の圧延の摩擦仕事については圧延動力の測定を行わなかったので、測定データから求めた $Q + 2\bar{q}$ を圧延動力としてこれから求めた。変形仕事量と摩擦仕事量との和は Table 2 の全発熱量とよく対応しており、圧延荷重の増加とともに摩擦仕事量の割合が大きくなっている。

6. 数値計算による推定

市販の伝熱計算プログラム Quick Therm (㈱計算力学研究センター) を用いて、前節で求めた変形仕事と摩擦仕事を与えて、ロール表面温度上昇とロール入熱量を計算し、実験で得られたものと比較してみる。

変形仕事を平均化して内部発熱率一定として与える。摩擦仕事をについても平均化して界面での発熱率一定として与える。圧延材とロール表面との接触熱抵抗はないとした。ロール表面の初期温度 $\theta_b = 30^\circ\text{C}$, 板材初期温度 $\theta_i = 10^\circ\text{C}$ とし、計算の結果求めたロール表面の温度上昇量 $\theta_p - \theta_b$ とロール入熱量を、実験結果と比較したのが Table 4 である。圧延荷重の低い焼鈍材については、接触熱抵抗なしとすると計算による温度上昇が実験値よりもかなり大きいが、接触熱伝達率として $h = 1 \times 10^6 \text{W/m}^2\text{K}$ を与えると実験結果に近くなっている。圧延荷重の増加とともにロールへの入熱量の増加の割合が実験値よりも計算値の方が低い。このような方法で、大ま

Table 3 Plastic deformation work and friction work.

No.	Rolling force P/kN	Plastic deformation work W_p/kW	Friction work W_f/kW
1	1330	72 (82%)	16 (18%)
2	1500	82 (77%)	24 (23%)
3	1730	94 (77%)	28 (23%)

Table 4 Estimation of the temperature increase and heat flow to roll.

No.	Rolling force P/kN	Temperature increase $\theta_p - \theta_b / ^\circ\text{C}$		Heat flow to roll \bar{q}/kW	
		Exp.	Cal.	Exp.	Cal.
1	1330	25.8	35.5	13.8	14.6
			$h = 10^6 \text{W/m}^2\text{K}$		$h = 10^6 \text{W/m}^2\text{K}$
			32.0		12.8
2	1500	38.5	41.2	20.2	17.0
3	1730	45.3	48.3	25.7	20.0

かには圧延荷重と動力から温度上昇や入熱量が推測できるが、より正確には接触熱抵抗の与え方や発熱率の与え方、摩擦仕事量の見積についてさらに検討が必要である。

7. 結 言

開発したロール表面温度・熱流束測定システムを用いて、アルミニウム板材の圧延における温度・熱流束の測定を行い、接触弧におけるロール表面温度上昇とロールへの入熱量について考察した。ロールへの入熱量は 1 コイルの圧延において、ロール表面温度の上昇とともに減少していくこと、圧延材の変形抵抗が大きくて圧延荷重が大きくなるとロール入熱量が増えるとともに全発熱量中の入熱量の割合も大きくなること、ロールコーティングはロールへの入熱量を下げるところなどがわかった。また、圧延荷重と動力から変形仕事と摩擦仕事を推定して数値計算したところ、測定結果と大まかに一致したが、より正確には接触熱抵抗や発熱率の与え方、摩擦仕事量の見積について検討する必要がある。

本研究における圧延実験はすべて住友軽金属工業(㈱)技術研究所多目的試験・試作圧延機を用いて行い、上村幸夫氏、松岡富士雄氏、富田友之氏、水野功嗣氏の協力を得た。数値計算にあたっては(㈱)計算力学センターの清島祥一氏にお世話をになった。

参考文献

- 1) 米山 猛, 木村 紘, 杉江明士, 宮地和博, 堀 隆司 : 塑性と加工, 36-410 (1995), 236.
- 2) Stevens, P.G., Ivens, K.P. & Harper, P.J. Iron Steel Inst., 209 (1967), 1.
- 3) 新山英輔他 : 鉄と鋼, 53-1 (1967), 37.
- 4) 関本靖裕, 田中守通, 沢田良三, 吉賀政義 : 東洋鋼板, 9-12 (1960), 1.
- 5) 岩脇 章, 塩崎宏行, 関 剛, 東藤久盛 : 石川島播磨技報, 17-2 (1977), 95.
- 6) 平野 坦, 小久保一郎, 水田篤男, 谷清 博 : 塑性と加工, 25-282 (1984), 631.
- 7) 鈴木 弘 : 塑性加工, 裳華房, (1980), 124.
- 8) 畑村洋太郎, 米山 猛 : 機論 C, 55-509 (1989), 178.

住友軽金属技報 第37巻 第1号, 第2号 (1996) 70-76

論 文

ロール表面温度・熱流束測定による冷却性能評価

米山 猛 堀 隆司
木村 紘 星野 郁弥
小久保 操

Sumitomo Light Metal Technical Reports, Vol. 37, No. 1, No. 2 (1996), pp. 70-76

Evaluation of the Cooling Effect Based on the Measurement of Roll Surface Temperature and Heat Flux

Takeshi Yoneyama, Takashi Hori, Hiroshi Kimura,
Ikuya Hoshino and Misao Kokubo

住友軽金属工業株式会社研究開発センター

論 文

ロール表面温度・熱流束測定による冷却性能評価*

米山 猛** 堀 隆司***
木村 紘**** 星野 郁弥****
小久保 操*****

Sumitomo Light Metal Technical Reports, Vol. 37, No. 1, No. 2 (1996), pp. 70-76

Evaluation of the Cooling Effect Based on the Measurement of Roll Surface Temperature and Heat Flux*

Takeshi Yoneyama, Takashi Hori, Hiroshi Kimura,
Ikuya Hoshino and Misao Kokubo

Roll surface temperature and heat flux at the contact with coolant have been directly measured by the temperature sensors embedded on the roll surface. Heat flux is large at the region where coolant dashes against the roll surface but relatively low at the other region where coolant flows on the surface. Heat flux from the roll to coolant is accelerated by the temperature difference between the coolant and the roll surface and by the flow rate of the coolant. Differences by the spray types of flat and oval nozzles and efficiency of the twist angle of the spray have been investigated from the temperature data. Heat transfer coefficient in each spray has been estimated from the comparison between the measure data and the numerical analysis. Local heat transfer effect will be evaluated by these direct measurements of temperature and heat flux on the roll surface in actual rolling.

1. 緒 言

アルミニウムの圧延においてロールへの入熱量とクーラントによる冷却熱量を把握することは、ロール温度条件の管理や最適な冷却条件の設定のために必要なことである。特に限られた設備の中で、適切な温度コントロールをしながら生産性を上げるために、効率的な冷却方法を見い出す必要があり、クーラント冷却性能の評価を行う必要がある。これまでにクーラントスプレーによる冷却性能の評価についてはロールシミュレータによる実験^{1,2)}や温度解析などが行われているが³⁾、実際の圧延に

おけるロール表面の温度・熱流束の詳細な測定を通じて性能評価を行った例は少ない^{4,5)}。

筆者らは圧延ロール表面の温度・熱流束を直接測定することで、このような評価を行うことをめざしている。前報までに、ロール表面の温度・熱流束を測定するシステムを開発し⁶⁾、アルミニウム冷間圧延におけるロール表面の温度・熱流束変化を測定し、入熱量に与えるいくつかの因子について検討してきた⁷⁾。本報では、冷却条件を変えてアルミニウム冷間圧延の温度・熱流束測定を行った結果から、冷却時のロール表面温度変化や熱流束はどんな要因の影響を受けるのか、冷却性能の評価はどうのように可能かについて検討する。クーラントと接触した際の熱伝達率については、市販の伝熱計算プログラムによる計算と測定結果を比較して推定し、評価を試みる。

* 塑性と加工（日本塑性加工学会誌），36(1995-5)，481
に発表

** 金沢大学工学部 工学博士

*** 金沢大学工学部

**** 研究開発センター 第二部 工学博士

***** 研究開発センター 第二部

2. 圧延および冷却条件

圧延に供した材料は Al-Mg 合金 A5182 で、板幅 400

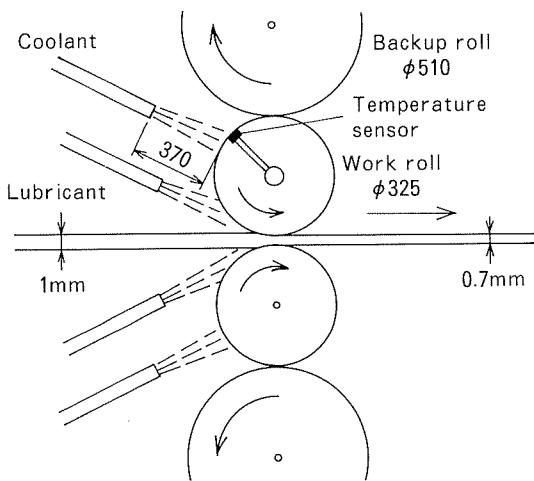


Fig. 1 Rolling and cooling equipment.

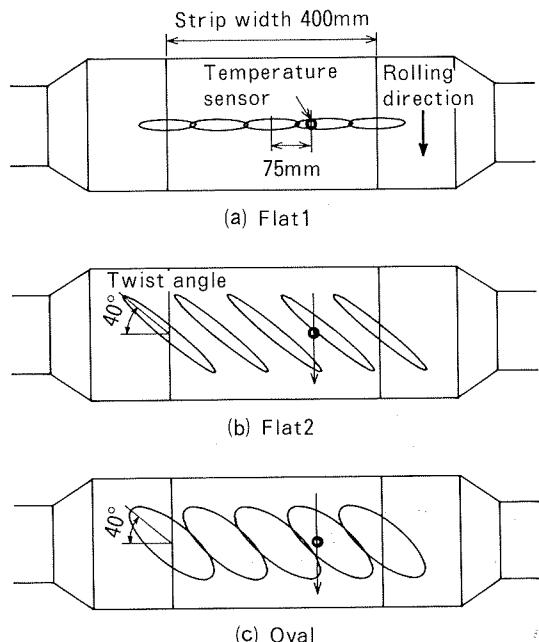


Fig. 2 Spray pattern on the roll surface.

mm、板厚1 mmのコイル（長さ約600m）である。前工程で1 mmまで圧延した後、360°Cで3時間保持して焼鈍材としたものと、焼鈍を行わない冷延材とを使用した。圧下率は30%とし、圧延速度を100m/minとした。

ロール冷却および潤滑のためFig.1のようにロールの入口側に冷却ノズルと潤滑ノズルが取り付けてある。冷却ノズルからは、鉛油がワークロールにはほぼ垂直に噴出される。潤滑ノズルからはワークロールと圧延材との接触弧の入口に向けて同じ鉛油が噴出される。上下の各ワークロールに対し冷却ノズル、潤滑ノズルを1ヘッド当たり100mmおきに5本ずつ用いた。クーラントによる冷却の効果を調べるために、クーラント流量、ノズル形状などを変えて実験を行った。クーラントのノズルには

Table 1 Cooling nozzle condition

Nozzle type	Discharge pressure p/MPa	Flow rate $U/\text{l} \cdot \text{min}^{-1}$	Twist angle $\alpha/^\circ$	Coolant temperature $\theta_c/^\circ\text{C}$
Flat 1	0.1	100	0	20
	0.9	300		
Flat 2	0.5	100	40	20
	1	150		
Oval	0.5	100	40	20
	1	150		

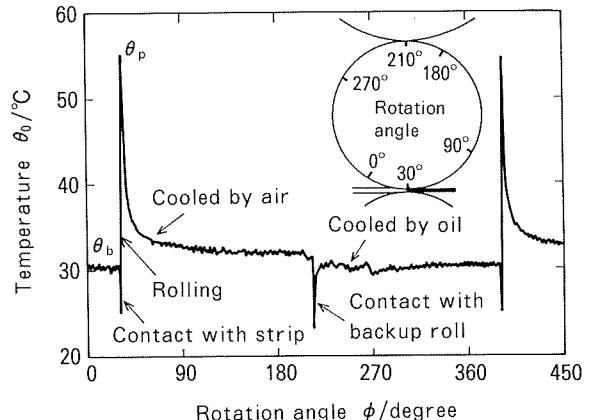


Fig. 3 Cyclic change of the roll surface temperature.

フラットで噴出圧の低いもの（フラット1と呼ぶ）と高いもの（フラット2）、楕円で噴出圧の高いもの（オーバル）の3種類を用いた。噴射の向きとロール表面上にスプレイが直接投射される領域はFig.2のようだ、フラットノズル1は水平方向に投射し、フラットノズル2とオーバルノズルは、スプレイどうしの干渉をさけて効果的に当たるように傾き角を40°とした。図のパターンはロール表面に感圧紙を貼りつけてスプレイを当て、着色したパターンから求めたものである。クーラント温度 θ_c は20°Cとした。冷却条件をまとめてTable 1に示す。

通常の圧延はロール表面を水酸化カリウム洗浄液で洗浄してコーティング（アルミニウムの摩耗粉）の付着していない条件で圧延を開始したが、コーティングの影響を見るため、あらかじめ圧下率の大きい圧延を繰り返し行った後のコーティングの多い状態での圧延も行った。

ワークロールにはロール表面から0.1mmと0.2mmの深さのところに熱電対が取り付けた。測定は圧延開始から80回転おきに8回（640回転まで）行った。1回の測定では0.3msおきにサンプリングを行い、1.26s間（4200個）のデータを収録した。最も応答性がよく、前報⁶⁾で妥当性を確認したロール幅中央から75mm離れた

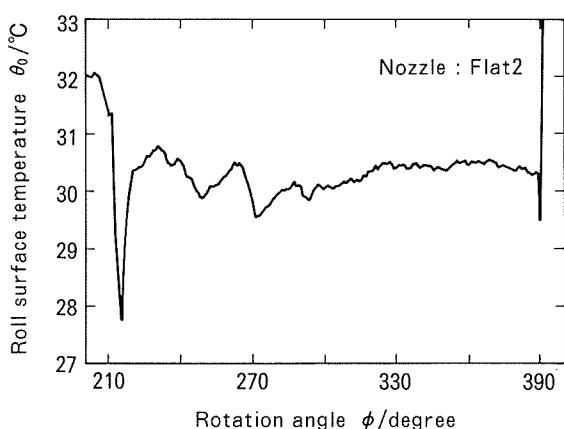


Fig. 4 Temperature change between contact with backup roll and contact with strip.

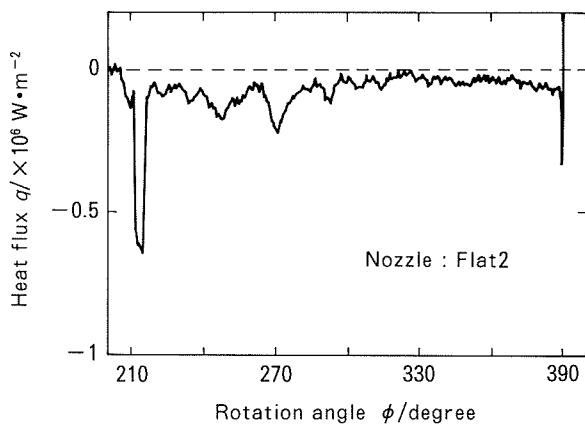


Fig. 5 Heat flux between contact with backup roll and contact with strip.

た点のセンサ (Fig. 2 の白丸) の出力からデータを整理した。以後のデータはすべてこの点の測定値を用いる。

3. クーラントによる温度変化・熱流束

まずクーラントと接触したときにどのような温度変化・熱流束波形を示すかを示す。クーラントノズルがフラット 2 タイプの場合の一周期のロール表面温度の変化の例(圧延開始から 640 回転めの変化)を Fig. 3 に示す。ロール回転角の 0° の位置は、圧延材との接触弧入口から約 30° 入口側にもどった位置にある。圧延材と接触してロール表面温度が上昇した後、半周の間は空冷で、主としてロール内部への熱伝導によってロール表面温度が下がる。バックアップロールと接触することにより、急冷され、すぐに回復するが、クーラントによって温度回復が抑えられたまま次の接触へと至っている。潤滑スプレイは、圧延材とロールの境にむけて投射しており、ロールに当たる角度が小さいため、急激な温度低下は見られない。圧延材と接触する直前のロール表面温度をロールベース

温度 θ_b と呼ぶ。クーラントとの接触による温度変化と熱流束、長期的なロールベース温度の変化に着目して分析する。

バックアップロールとの接触から圧延材との接触までの温度変化を詳しく見たのが Fig. 4 である。回転角が 240° (バックアップロールとの接触から 30°) と 270° (同 60°) のところで大きく温度が降下している。これは温度センサの通過する位置ではスプレイに 2 度当たるからである。これ以外のところでは徐々に温度が戻っており、大きな温度降下を生じさせるのはクーラントが強く当たっているところだけであることがわかる。したがって冷却領域は、スプレイが直接当たる熱伝達の大きい“スプレイ領域”とスプレイが当たった後ロール表面上をクーラントが流れる熱伝達の小さい“ぬれ水領域”に分かれる。同じ領域の熱流束を Fig. 5 に示す。熱流束の計算値は収束性が温度に比べて悪いので、0.6ms (0.35°) ごとの計算値を 10 点平均して示してある。スプレイが直接当たる回転角度のところで、熱流束が大きい。

4. クーラント冷却性能

4.1 クーラント温度の影響

ロールからクーラントへの熱流束は基本的にロール表面温度とクーラント温度との差に依存すると考えられる。本実験ではクーラント温度を 20°C に設定したが、ロールベース温度は 1 コイルの圧延中に徐々に上昇するので、圧延の初期と後期のデータを比べて、ベース温度 θ_b とクーラント温度 θ_c との差に対する温度変化・熱流束の関係を比べてみる。ノズルがフラット 1 (100l/min) の場合において $\theta_b - \theta_c$ が 27°C と 34°C のときの温度変化と熱流束を比べたのが Fig. 6 である。温度変化については比較のため、バックアップロールと接触する前の温度を 0 に合わせて比べてある。温度差が大きいほど温度降下が大きく、熱流束も大きい。熱流束のピークの値を比べてみると、34°C の場合は 27°C の場合の約 1.3 倍で、熱流束は基本的に温度差に比例すると思われる。クーラントと接触する主な領域である回転角 220° から 300° までの単位幅当たりの熱流束の積分をとって冷却熱量を比較してみると、温度差 34°C の場合が 37kW/m、27°C の場合が 19kW/m となる。一回ごとの温度変化や熱流束の波形はかなりばらつきがあり、クーラントの当たり方はたえず変動している。

ノズルがフラット 2 (100l/min) の場合において、 $\theta_b - \theta_c$ が 4°C と 11°C のときの温度変化と熱流束変化の違いを比べたのが Fig. 7 である。温度差が 11°C の場合にはスプレイ領域で大きく温度が降下しているのに対し、温度差 4°C でははっきりした変化が見られない。回転角が 220° から 300° までの熱流束の積分値は、温度差 4°C で 11kW/m、温度差 11°C で 18kW/m となる。

市販の 1 次元伝熱計算プログラム Quick Therm (株)

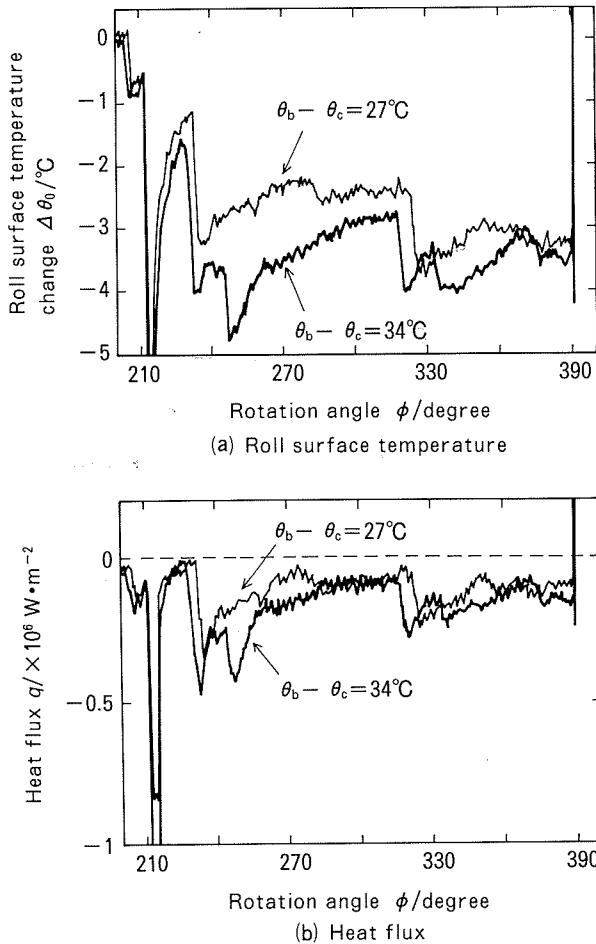


Fig. 6 Influence of the temperature difference between coolant and roll surface on the temperature change and heat flux for the case of flat 1 type nozzle.

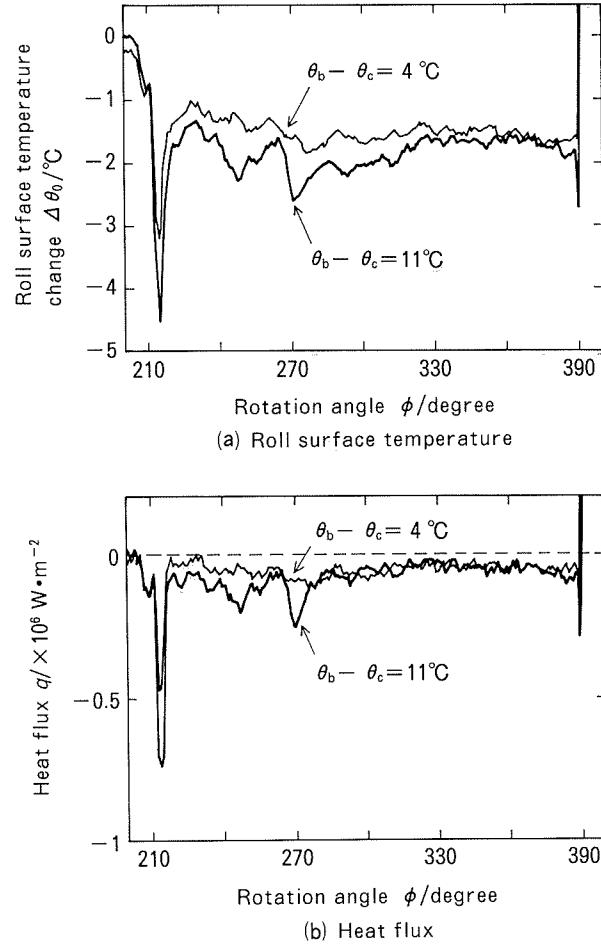


Fig. 7 Influence of the temperature difference between coolant and roll surface on the temperature change and heat flux for the case of flat 2 type nozzle.

計算力学センター）を用いてフラット2（100l/min）の場合の温度変化や熱流束がほぼ一致するようにスプレイ領域でのクーラントとロール表面との熱伝達率 h_t を求めるとき、およそ $10\text{ kW/m}^2\text{K}$ となる。

ノズルがオーバルの場合にもクーラント温度とロールベース温度との差が大きいほど温度変化が大きい。

4.2 クーラント流量の影響

クーラント流量が多いほど冷却が促進されると考えられる。実際にはノズルの数は固定なので、圧力を変えてノズルからの流速を増して流量を増やしている。したがってロールに接触した際の圧力も高くなり、冷却が促進されると予想される。ノズルがフラット1のタイプで、流量が100l/minのときと300l/minのときの温度変化と熱流束を比較したのがFig. 8である。ロールベース温度とクーラント温度との差がほぼ同じ 17°C のものを抽出して比較した。300l/minの場合の方が温度変化が大きく、熱流束も大きい。熱流束のピークの値を比較してみると、300l/minの場合は100l/minの場合の約1.6倍である。石川ら²⁾は熱伝達率は流量密度の0.4乗に比例

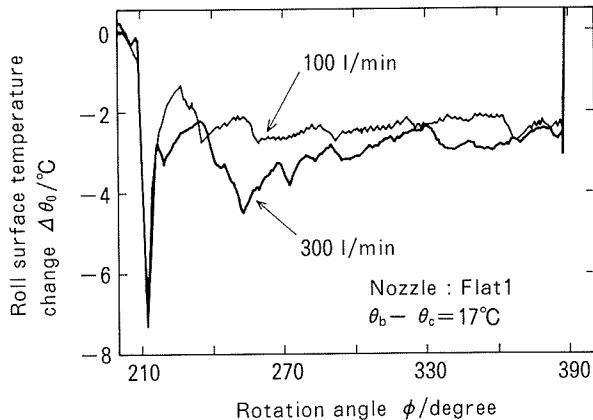
すると分析しており、それに近い値である。回転角 220° から 300° までの熱流束の積分は、100l/minで 22 kW/m 、300l/minで 44 kW/m となり、冷却熱量は約2倍となっている。

回転数にともなうロールベース温度の上昇量を比較したのが、Fig. 9である。両者の圧延荷重はほぼ同じで、ロールへの入熱量はほぼ等しい。冷却熱量の大きい流量300l/minの方がベース温度の上昇量が小さく、長期的な温度上昇も小さくなっている。

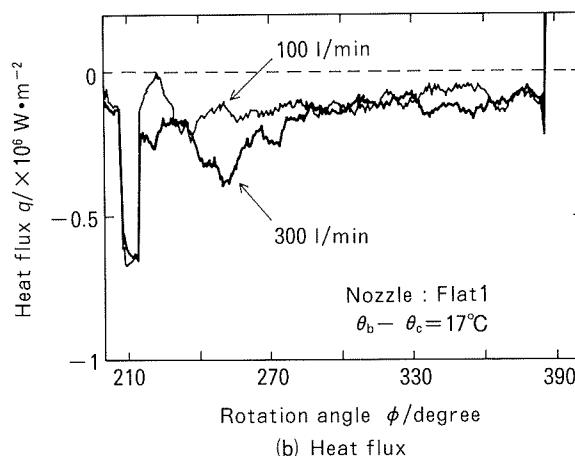
ノズルがフラット2、オーバルの場合にも流量が多いほど冷却効果が大きいことを確認した。

4.3 ノズルの種類の影響

同じ流量と、同じ温度差の条件のもとで、ノズルの種類による冷却効果の違いについて検討する。実験の途中で温度センサのロール表面から0.2mmの深さの熱電対が破断したので、表面から0.1mmの温度 f の変化で比較してみる。この点の温度変化の大きさは表面温度の変化ほど顕著ではないが、その傾向は表面温度変化と同一である。フラット1タイプとフラット2タイプとの比較



(a) Roll surface temperature



(b) Heat flux

Fig. 8 Influence of the coolant flow rate on the temperature change and heat flux.

をしたのが Fig. 10 である。流量はともに 100 l/min で、ベース温度とクーラント温度との差は 10°C である。フラット 1 ではバックアップロールとの接触から約 60° の回転角のところで大きく温度が下り、その後ほぼ一定の温度となっている。フラット 2 では 2箇所でゆるやかに温度下している。これはフラット 1 ではスプレイの向きを水平としているのに対し、フラット 2 ではねじれ角を 40° とておらず、スプレイに 2 度接するからである。圧延材と接触する前のロールベース温度にはあまり差がないが、ロール表面温度を低く保っている領域がフラット 2 の方が長く、冷却熱量は大きくなっていると推定される。伝熱プログラムを用いた数値計算からフラット 1 の場合の熱伝達率を推定すると、14 kW/m²K となり、熱伝達率そのものはフラット 2 よりも高い。フラット 1 はフラット 2 よりも流出圧が低いが流量が同じであること、スプレイの広がり幅はフラット 1 の方がせまく密になっていること、センサの当たる位置ではフラット 2 のようにねじれ角をつけた場合にはスプレイの当たる密度が下がっていると思われることなどからフラット 1 の方が高い熱伝達率となったのであろう。圧力が低いためにスプレイの広がり幅がせまく、ロール面とスプレー

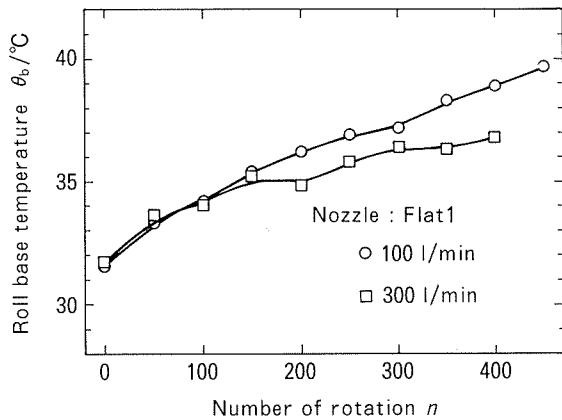


Fig. 9 Influence of the coolant flow rate on the gradual increases of roll surface temperature.

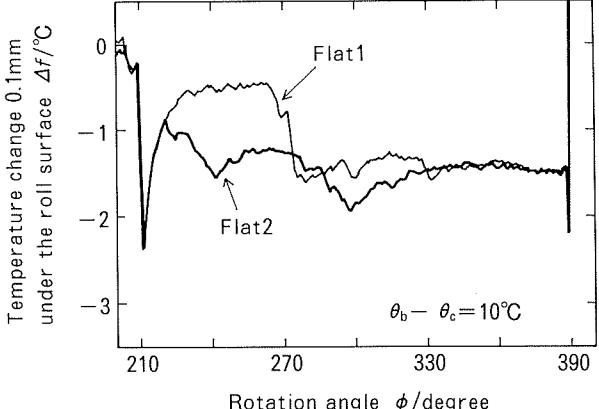


Fig. 10 Comparison of the roll surface temperature changes for the case of flat 1 nozzle and flat 2 nozzle.

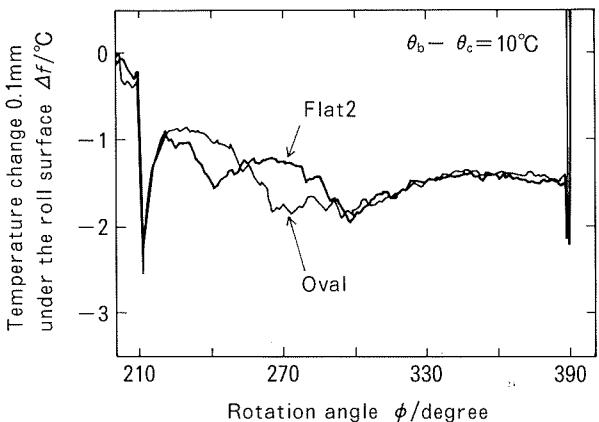


Fig. 11 Comparison of the roll surface temperature changes for the case of flat 2 nozzle and oval nozzle.

イとが接触する回数が 1 回しかないため、全体としての冷却の効果はねじれ角をつけたフラット 2 の場合の方が大きいと考えられる。

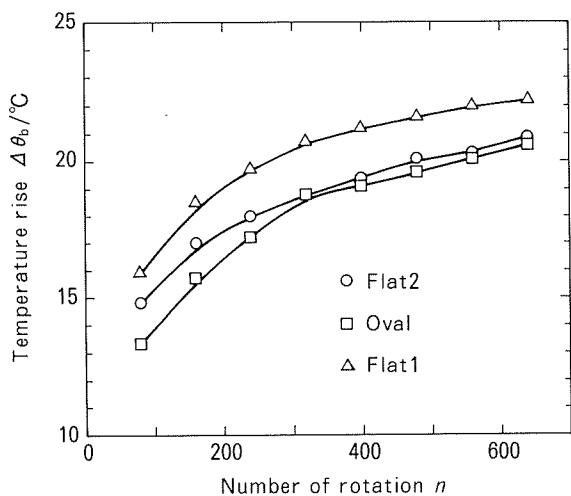


Fig. 12 Influence of the type of coolant spray nozzle on the gradual increases of the roll surface temperature.

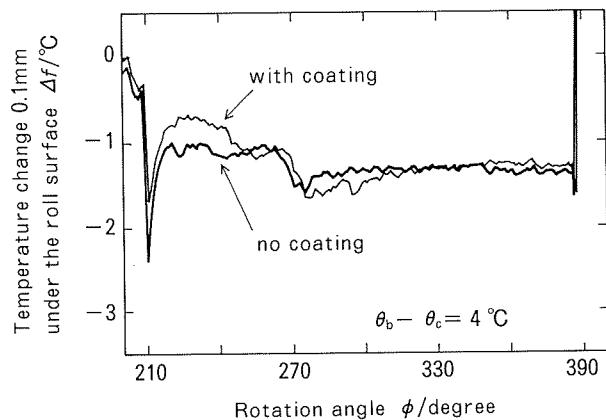


Fig. 13 Difference of the temperature change by roll coating condition.

フラット2とオーバルとの比較をしたのが、Fig. 11である。オーバルノズルでは回転角約45°の範囲にわたって緩やかに温度降下を生じさせている。伝熱プログラムによる数値計算から推定した熱伝達率は、6kW/m²Kとなる。熱伝達率そのものはフラットノズルよりも小さいが、スプレイの当たる領域が広いため、接触領域が長くなり冷却効果がはかられていると思われる。

3つのタイプのノズルで、ロールベース温度の回転数にともなう温度上昇量を比較したのがFig. 12である。3つの実験において圧延材との接触域におけるロールへの入熱量はほぼ同じである。フラット1に比べフラット2とオーバルではベース温度の上昇量が小さく、冷却性能は圧力の高いノズルでねじれ角をつけた場合の方がまさっている。フラット2とオーバルではあまり差がない。

4.4 コーティングの影響

コーティング層の厚みが冷却へおよぼす影響を見るため、コーティングが厚い場合と薄い場合のクーラント冷

却時の温度変化を比べてみると。フラット2タイプ、流量100l/min、ベース温度とクーラント温度との差4°Cで、表面から0.1mmの温度変化を比較したのが、Fig. 13である。コーティングなしの方がバックアップロールとの接触直後の温度は低いが、クーラント冷却領域の温度変化には大きな違いは見られない。前報で圧延材との接触におけるロールへの入熱量はコーティングによって低下することを指摘したが、クーラントとの接触では熱流束のレベルが低いため大きな違いが出なかったと思われる。

4.5 クーラント冷却性能を評価するために

以上のようにクーラント冷却における冷却能にはクーラントとロールとの温度差、ロールへの噴射流量、噴射角度、ロールのコーティング状態などが関与している。ノズルの種類や噴射の向きなどの冷却条件を変えて冷却性能を評価するためには、その要因以外の他の諸条件を一定にするか、考慮して評価する必要がある。長期的なロールベース温度の上昇量から冷却性能を評価する場合には、前報⁵⁾で分析したようなロール入熱量の条件を同一にするか、考慮した上で比較する必要がある。

本研究で行った方法で、ロール表面温度と熱流束を直接に測定することにより、局所的な冷却熱量を把握することができる。また数値計算と比較して局所的な熱伝達係数を推定できる。本実験では十分な性能を持つ温度センサがロール表面上一点のみで、しかも途中で表面からの深さが0.2mmの熱電対が破断したために測定データが限られたが、ノズルが異なる場合の熱流束の違いやロール幅方向の温度分布・熱流束分布などについてさらに測定が行えれば、ノズルの種類やねじれ角についての全体的な評価が行えると考えられる。

5. 結 言

圧延ロール表面の温度変化と熱流束を直接測定することで、クーラント冷却性能に与えるいくつかの因子の影響やノズルによる違いなどを評価することを試みた。開発した温度測定システムを用いて、クーラントと接触したときの局所的な温度変化や熱流束を測定することができ、ロール表面温度とクーラント温度との差が大きく、クーラント流量が多いほど冷却熱量が大きいことを確認した。ノズルの種類やねじれ角の違いによる温度変化の違いなどを比較・検討した。

本研究における圧延実験はすべて住友軽金属工業(株)技術研究所多目的試験・試作圧延機を用いて行い、上村幸夫氏、松岡富士雄氏、富田友之氏、水野功嗣氏の協力を得た。数値計算にあたっては(株)計算力学センターの清島祥一氏にお世話になった。

参 考 文 献

- 岩脇 章、塙崎宏行、閔 剛、東藤久盛：石川島播磨技報、17-2 (1977), 95.

- 2) 石川宣仁, 上井俊和, 皆川吉正, 長倉 弘: 機講論, 937-1 (1993), 133.
- 3) 日本鉄鋼協会, 板圧延の理論と実際, (1984), 150.
- 4) Stevenx, P.G.他: J.Iron Steel Inst., 209 (1971), 1.
- 5) 村上進次郎他: 鉄と鋼, 67-12 (1981), 431.
- 6) 米山 猛, 木村 紘, 杉江明士, 宮地和博, 堀 隆司: 塑性と加工, 36-410 (1995), 236.
- 7) 米山 猛, 堀 隆司, 木村 紘, 星野郁弥, 小久保 操: 塑性と加工, 36-412 (1995), 475.

住友軽金属技報 第37巻 第1号, 第2号 (1996) 77-85

技術資料

オールアルミニウム缶の軽量化動向

菊田 良成 水谷 博之
横井 洋 花木 和宏

Sumitomo Light Metal Technical Reports, Vol. 37, No. 1, No. 2 (1996), pp. 77-85

The Trend of Light Weighting in Aluminium Beverage Cans

Yoshinari Kikuta, Hiroyuki Mizutani,
Hiroshi Yokoi and Kazuhiro Hanaki

住友軽金属工業株式会社研究開発センター

オールアルミニウム缶の軽量化動向

菊田 良成* 水谷 博之*
横井 洋* 花木 和宏*

Sumitomo Light Metal Technical Reports, Vol. 37, No. 1, No. 2 (1996), pp. 77-85

The Trend of Light Weighting in Aluminium Beverage Cans

Yoshinari Kikuta, Hiroyuki Mizutani,
Hiroshi Yokoi and Kazuhiro Hanaki

Domestic consumption of beverage aluminium D&I cans has dramatically increased in these years resulting in the amount of 36 billion cans in 1994. In connection with this market demand, it had been cost-cut by the gauge reduction, the downsizing end diameter and the decrement of sub-standard during the can manufacturing. For the purpose of developing the further program about gauge reduction and lightweighting, 16 kinds of aluminium D&I cans obtained from domestic and foreign markets were subjected to comprehensive examinations.

The weights of domestic cans were distributed from 15.86 to 17.39g, while those of the U.S. did from 14.97 to 16.09g. The most lightweight can body was the fluted one from the U.S. market. The smooth neck of small diameter was applied to the all of U.S. cans. The fullformed end that was designed to improve the reversal pressure strength has resulted in thinner gauge.

The FEM simulation could be examined upon the dome reversal pressure using these results, and the effects of the thickness and base profile were confirmed.

1. はじめに

国内における飲料缶の総生産量は1975年頃から着実に増加し、1994年には約365億缶にまで達している。そのうち約36%がオールアルミニウム缶、残りの約64%が2ピースと3ピースのスチール缶である¹⁾。アルミニウム缶はビール、炭酸飲料等の陽圧缶に、またスチール缶はコーヒー、スポーツ飲料、ウーロン茶および無炭酸飲料等の陰圧缶に用いられてきた。現在では液体窒素充填法により無炭酸飲料にもアルミニウム缶が利用されている。アルミニウム合金には、成形性が良い、耐食性が良い、赤錆を発生しない、熱伝導性が良い、スクランプの価値が高い、食品の味に影響しない、などの利点があり、その需要は今後も大きく増加すると予想されている。

この様な中で材料の薄肉化および缶の軽量化は、コストダウンのみでなく、省資源・省エネルギーの観点から

* 研究開発センター 第五部

も重要な課題である。飲料缶の製造に携わるメーカーでは、より薄くて軽く、強く美しい缶を、より安く作るために技術的努力がなされており、本誌においてもその技術動向を逐次報告してきた^{2~7)}。特に最近では蓋径を小さくすることによって材料を節約するための技術開発が進んでいる。本報では、国内外で市販されていた最近のオールアルミニウム飲料缶における薄肉化および軽量化の状況について紹介する。

2. 国内外のアルミニウム DI 缶の調査

2.1 調査対象缶および調査項目

調査対象缶は、1993年に入手した国内市販缶(350ml)10銘柄、および1994年に入手した国外市販缶(12oz)6銘柄である。国内缶は代表的な製缶メーカー6社のビール8銘柄と炭酸飲料2銘柄、国外缶は米国のビール3銘柄、炭酸飲料2銘柄、さらにトマトジュース1銘柄からなり、それぞれについて以下を調査した。

表1 市販缶の質量

生産国	銘柄	推定 製缶 メーカー	用 途	質量(g)				備 考	
				全 体	ボディ		タブ	エンド ⁽¹⁾	
					塗膜付	脱膜後			
日本	1	A	ビール	16.20	12.38	12.00	0.38	3.44	
	2	"	"	16.61	12.36	11.70	0.42	3.83	
	3	B	"	16.05	12.13	11.78	0.52	3.40	
	4	"	炭酸飲料	17.39	13.31	12.49	0.23	3.85	プルタブ
	5	C	ビール	16.42	12.53	12.12	0.37	3.52	
	6	"	炭酸飲料	17.04	13.12	12.29	0.56	3.36	イベント缶タブ質量: 0.61
	7	D	ビール	17.01	13.09	12.72	0.46	3.46	
	8	E	"	15.86	12.18	11.85	0.40	3.28	
	9	"	"	16.15	12.25	11.88	0.38	3.52	
	10	F	"	15.86	12.19	11.79	0.40	3.27	
米 国	11	G	炭酸飲料	14.97	12.15	11.84	0.35	2.47	ベースリフォーム缶
	12	"	ビール	15.45	12.34	12.07	0.34	2.77	ベースリフォーム缶
	13	"	トマトジュース	16.09	12.24	11.93	0.48	3.37	
	14	H	炭酸飲料	15.42	11.65	11.40	0.35	3.42	フルーティッド缶(30面)
	15	I	ビール	15.51	11.82	11.57	0.35	3.34	
	16	J	"	15.35	11.68	11.11	0.35	3.32	ベースリフォーム缶

注: (1)エンド質量(塗膜付き)=全体質量-塗膜付きボディ質量-タブ質量

表2 ボディの形状、寸法、厚さ(塗膜なし)および硬さ

銘柄	形 状		寸法(mm)		厚さ(mm)		硬さHv (0.1)
	ドーム ⁽¹⁾	ネック(加工方法)	接地径	ドームデプス	ドーム	薄肉部	
1	S(B)形	クウォード(ダイ)	50.6	9.8	0.288	0.105	0.174
2	"	"	"	"	0.285	"	0.168
3	S(A)形	"	50.4	10.6	0.274	0.106	0.179
4	"	"	"	"	0.322	0.104	"
5	S(B)形	"	49.1	9.7	0.289	0.107	0.185
6	"	"	"	"	0.297	0.109	0.183
7	"	"	50.9	10.1	0.302	0.112	0.189
8	"	"	"	9.8	0.272	0.107	0.174
9	"	"	"	"	0.271	"	0.176
10	"	"	50.8	"	0.288	"	0.169
11	S(B)F形	スムーズ(ダイ+スピン)	47.2	10.2	0.280	0.110	0.172
12	"	スムーズ(ダイ)	49.5	8.8	0.296	0.103	0.196
13	"	クウォード(ダイ)	"	10.3	0.281	0.108	0.183
14	S(A)形	スムーズ(スピン)	50.6	10.4	"	0.104	0.162
15	"	スムーズ(ダイ)	49.2	10.5	0.279	0.102	0.181
16	S(B)形	スムーズ(スピン)	51.1	9.4	0.277	0.101	0.168

注: (1)図1参照 (2)ネック成形後のフランジ相当部

- (1) 缶全体、ボディおよびタブの質量
- (2) 缶底、ネック、エンドの形状およびその寸法
- (3) ボディの厚さ分布
- (4) 缶底、エンドおよびタブの硬さ
- (5) ボディ、エンド、タブの化学成分と製造工程
- (6) 缶底とエンドの耐圧強度

2.2 調査結果

缶体の質量を表1に示した。全体質量では国内缶が15.86~17.39gであるのに対し、米国缶は14.97~16.09gと約1g軽かった。用途別にみると、国内ビール缶は炭酸飲料缶より約1g軽く、米国缶ではビール缶と炭酸飲料缶がトマトジュース缶より約0.6g軽かった。またボ

表3 エンドおよびタブの形状、寸法、厚さ（塗膜なし）および硬さ

銘柄	形 状		エンド径 (mm)	厚さ (mm)		硬さ Hv (0.1)			
	エンド ⁽¹⁾	タブ		エンド		タブ	エンド		
				パネル	スコア		パネル	カウンタシンク	
1	C	SOT	59.3	0.279	0.100	0.335	108	112	
2	"	"	59.2	0.277	0.100	0.290	106	115	
3	"	"	59.5	0.290	0.125	0.430	96	110	
4	"	プルタブ	59.6	0.318	0.180	0.280	105	113	
5	"	SOT	"	0.289	0.105	0.335	112	118	
6	"	"	"	0.257	0.120	0.465	113	120	
7	"	"	"	0.279	0.095	0.325	108	113	
8	F	"	59.2	0.252	0.110	0.355	107	112	
9	C	"	59.5	0.276	0.110	0.330	105	111	
10	F	"	59.2	0.254	0.105	0.350	112	115	
11	F	SOT	53.9	0.224	0.110	0.300	116	119	
12	"	"	56.6	0.235	0.088	0.296	114	120	
13	C	"	59.3	0.274	0.078	0.394	119	120	
14	"	"	"	0.276	0.095	0.298	116	126	
15	"	"	"	0.273	0.095	0.300	115	116	
16	"	"	"	0.275	0.090	0.300	118	128	

注 : (1)C : コンベンショナルタイプ, F : フルフォームタイプ

ディ、タブおよびエンドを個別に比較しても米国缶の方が軽かった。国内缶におけるタブ形状は環境問題に起因して数年前にプルタブからSOT(ステイオンタブ)に変更されたが、軽量化という面からは逆行している。本調査においては銘柄4のみがプルタブであり、その質量はSOTの約半分であった。銘柄15には側壁に縦溝を付加したいわゆるフルーティッド缶^⑧が採用されており、缶壁を薄くすることによる軸力強度の低下を補っている。その脱膜後のボディ質量は11.11gと調査した缶の中では最も軽かった。

ボディの形状、寸法、厚さおよび硬さを表2に、エンドおよびタブのそれらを表3に示した。ドーム形状は図1に示す3種類に分類され、ほとんどが球面ドームであるが、米国缶の一部にフラットドームが採用されていた。国内缶のネック形状はすべてダイ方式のクウォードネックで、米国缶は銘柄13を除いてすべてスムーズネックであった。その加工方法はダイ、スピinnおよびダイ+スピnnの3方式^⑨に分類された。一般的にダイ方式の方が加工面が滑らかであるが、縮径するほどプリーツ(縮径部の縦じわ)が発生しやすい。一方、スピnn方式は比較的簡単な加工であるが、塗膜を傷つけやすいと言われている。そのため、エンド径(巻締め径)が小さくネックの縮径量が大きな銘柄11はプリーツが発生しやすくなる直前の径までダイ方式でネック成形した後、最終径までの残りの成形をスピnn方式で成形したと推察された。

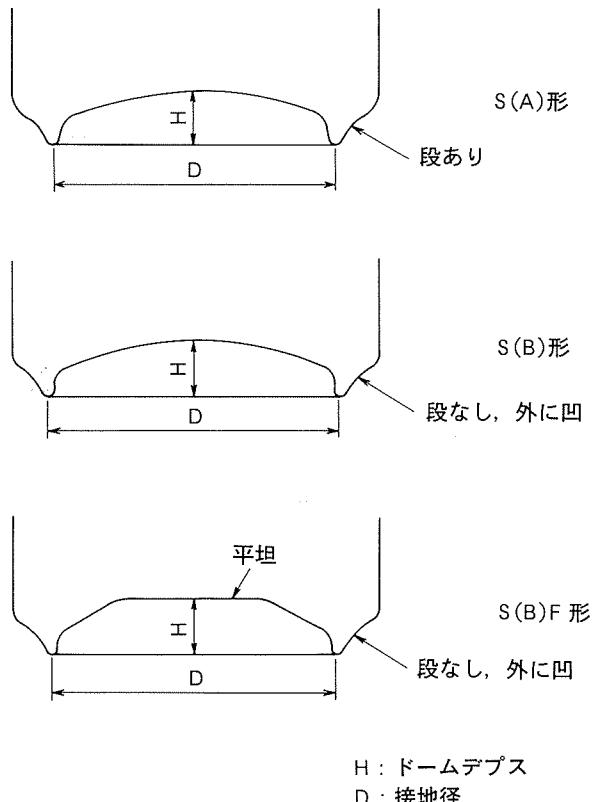


図1 ドーム形状

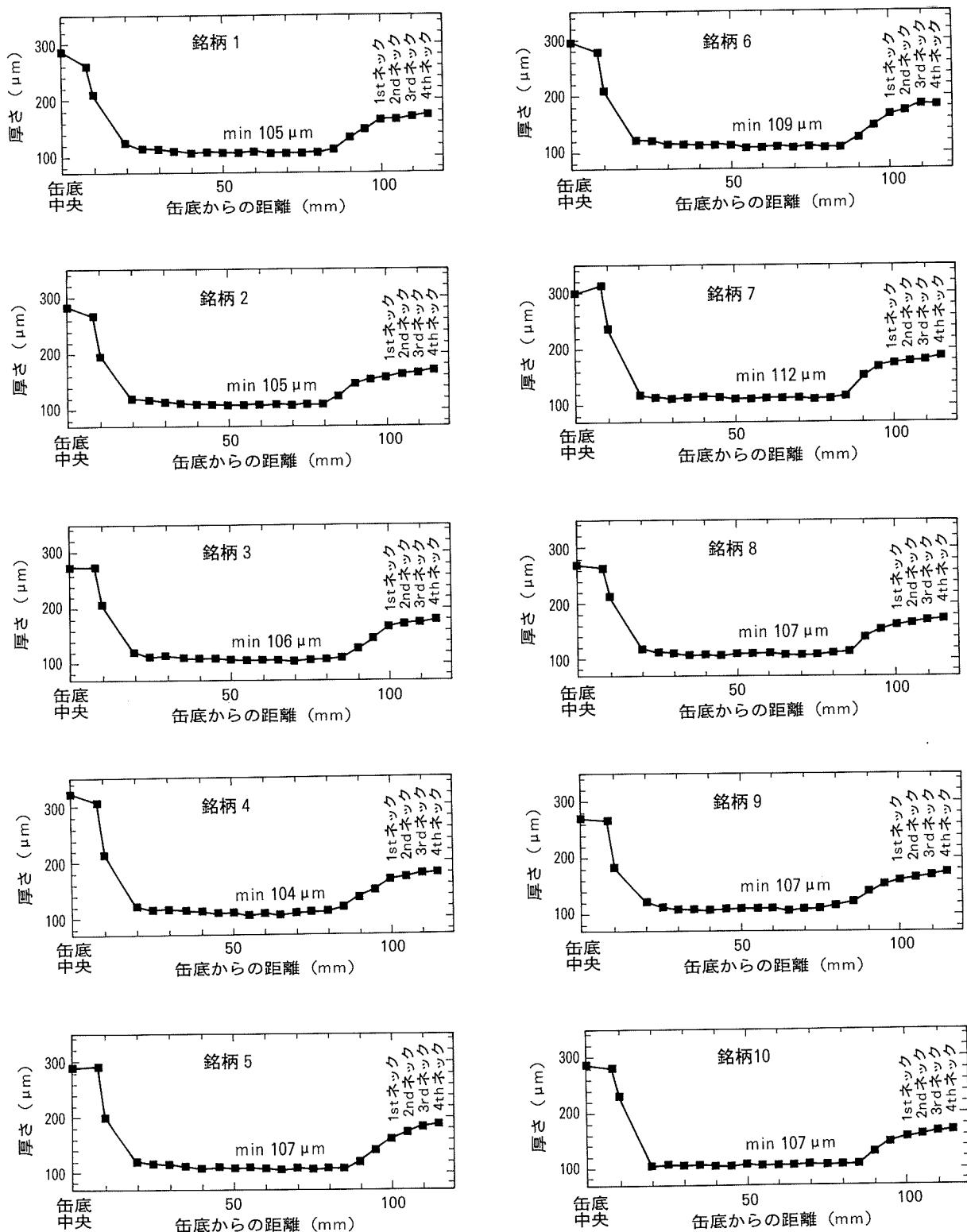


図2-1 国内缶ボディ側壁部の厚さ分布

飲料缶には、店頭配列のためにスタッカブル性（積み重ね性）も重要であり、エンドの小径化に伴って缶底の接地径も小さくしなければならない。銘柄11、12および16には、耐圧強度の向上と接地径の縮小を目的としたベースリフォーム^⑨が施してあった。

ボディ側壁部の厚さ分布を図2に示した。ドーム部と

フランジ部の厚さは国内缶と米国缶でほぼ同程度であったが、薄肉部は米国缶の方が薄かった。ボディ側壁部の厚さ分布をみると、薄肉部は缶底から約20mmの部分から始まり、国内缶では約85mmまで、米国缶は90～95mmまで続く。国内缶では薄肉部をさらに5～10mm長くすることが可能で、まだ軽量化の余地がある。

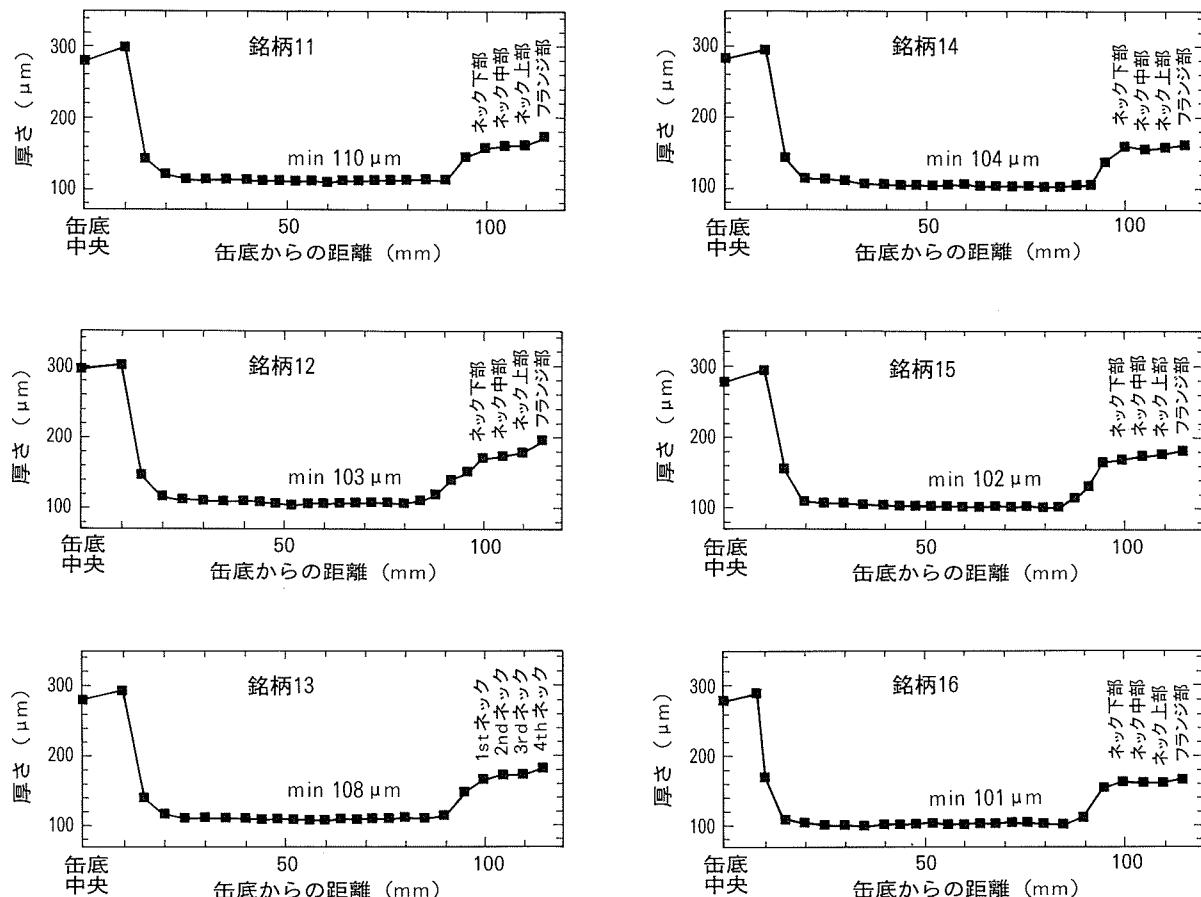


図2-2 米国缶ボディ側壁部の厚さ分布

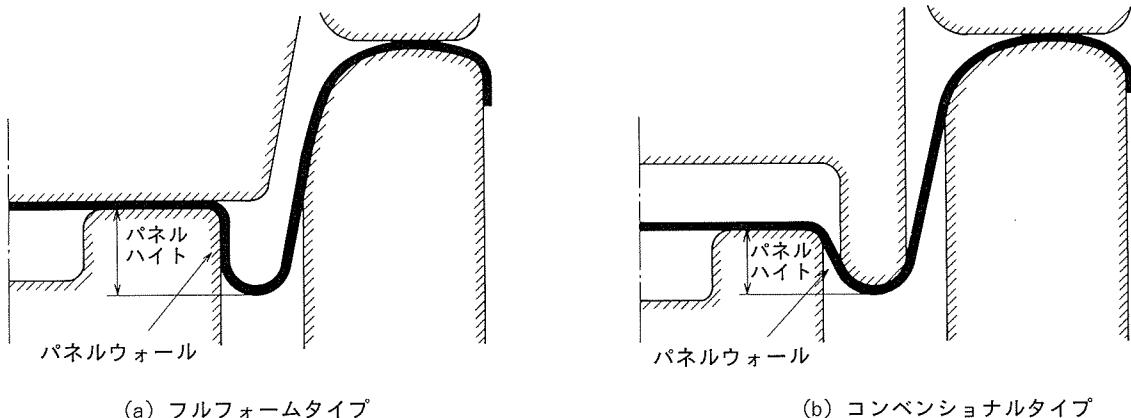


図3 エンド(シェル)の断面形状

図3(a)のようにパネルウォールを垂直にして、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は、従来のタイプより耐圧強度（内圧上昇による反転強度）が高くなる。調査した缶の中にもフルフォームタイプのエンドがあり、さらにエンド径の減少によって耐圧強度が向上する分、薄肉化が図られていた。エンドの硬さはパネル部、カウンタシンク部とともに国内缶の方が軟らかかった。米国缶のスコアレンジデュアル（スコア

部の残厚）は薄く、それらのタブは国内缶のそれより軟らかかった。

化学成分の分析値および推定される合金と製造工程を表4に示した。本調査において国内缶のボディ材は冷間圧延の途中で焼鈍を施して製造されたBタイプが多く、米国缶のそれは全て熱間圧延の直後に焼鈍を施してから冷間圧延して製造されるAタイプと見られた。ボディ材は3004合金が主体であるが、Mgがやや多く含まれ

表4 化学成分と推定製造工程

銘柄		合金名	推定製造工程 ⁽¹⁾	化学成分 ⁽²⁾ (mass%)							
				Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti
1	ボディ	3004	B	0.27	0.41	0.21	0.96	1.32	0.02	0.04	0.03
	エンド	5182	B	0.12	0.24	0.04	0.35	4.48	0.04	0.01	0.02
	タブ	5182	A	—	—	0.05	0.34	4.57	—	—	—
2	ボディ	3004	A	0.17	0.37	0.20	1.05	1.23	0.01	0.02	0.03
	エンド	5182	A	0.06	0.18	0.03	0.36	5.22	0.00	0.02	0.01
	タブ	5042	A	—	—	0.02	0.22	3.54	—	—	—
3	ボディ	3004A	B	0.29	0.44	0.25	0.97	1.36	0.01	0.14	0.03
	エンド	5182	B	0.08	0.21	0.05	0.44	4.60	0.04	0.02	0.01
	タブ	5082	B	—	—	0.07	0.10	4.39	—	—	—
4	ボディ	3004	B	0.28	0.44	0.22	0.96	1.25	0.01	0.09	0.03
	エンド	5182	B	0.09	0.21	0.05	0.43	4.40	0.04	0.02	0.01
	タブ	5182	B	—	—	0.12	0.34	4.57	—	—	—
5	ボディ	3004A	B	0.30	0.44	0.21	1.00	1.40	0.01	0.08	0.02
	エンド	5182	B	0.09	0.19	0.12	0.45	4.72	0.02	0.02	0.01
	タブ	5082	B	—	—	0.02	0.12	4.51	—	—	—
6	ボディ	3004	B	0.28	0.43	0.22	0.99	1.32	0.01	0.09	0.02
	エンド	5182	B	0.09	0.21	0.12	0.42	4.72	0.03	0.03	0.01
	タブ	5082	B	—	—	0.02	0.11	4.76	—	—	—
7	ボディ	3004	B	0.30	0.46	0.23	1.00	1.34	0.01	0.06	0.03
	エンド	5182	B	0.09	0.20	0.05	0.42	4.24	0.03	0.02	0.01
	タブ	5082	A	—	—	0.02	0.10	4.51	—	—	—
8	ボディ	3004	B	0.28	0.41	0.23	1.03	1.24	0.02	0.10	0.03
	エンド	5182	B	0.12	0.22	0.09	0.35	4.44	0.04	0.01	0.01
	タブ	5182	A	—	—	0.05	0.34	4.45	—	—	—
9	ボディ	3004	B	0.28	0.42	0.21	0.97	1.29	0.02	0.06	0.02
	エンド	5182	B	0.10	0.26	0.06	0.38	4.24	0.03	0.01	0.01
	タブ	5182	A	—	—	0.04	0.35	4.54	—	—	—
10	ボディ	3004	A	0.19	0.45	0.17	0.99	1.24	0.01	0.04	0.02
	エンド	5182	B	0.11	0.26	0.09	0.45	4.52	0.02	0.02	0.02
	タブ	5182	A	—	—	0.04	0.35	4.57	—	—	—
11	ボディ	3004	A	0.17	0.42	0.15	1.04	1.08	0.01	0.03	0.02
	エンド	5182	A	0.07	0.20	0.02	0.32	4.44	0.03	0.01	0.01
	タブ	5042	A	—	0.23	0.07	0.28	3.70	—	—	—
12	ボディ	3004	A	0.19	0.40	0.16	1.01	1.16	0.01	0.03	0.02
	エンド	5182	B	0.08	0.29	0.08	0.35	4.68	0.05	0.02	0.02
	タブ	5082	—	—	0.18	<0.01	<0.01	4.30	—	—	—
13	ボディ	3004	A	0.17	0.47	0.16	1.08	1.09	0.01	0.03	0.02
	エンド	5182	B	0.09	0.29	0.07	0.32	4.52	0.05	0.01	0.01
	タブ	5082	A	—	0.23	0.01	<0.01	4.30	—	—	—
14	ボディ	3004	A	0.17	0.37	0.12	1.02	1.19	0.01	0.02	0.02
	エンド	5182	A	0.08	0.17	0.02	0.35	4.48	0.00	0.01	0.01
	タブ	5042	A	—	0.23	0.06	0.31	3.56	—	—	—
15	ボディ	3004	A	0.21	0.38	0.16	0.85	1.21	0.01	0.04	0.01
	エンド	5182	A	0.08	0.25	0.03	0.32	4.48	0.00	0.01	0.01
	タブ	5082	A	—	0.17	0.03	0.07	4.34	—	—	—
16	ボディ	3004A	A	0.17	0.42	0.16	0.86	1.36	0.01	0.02	0.01
	エンド	5182	A	0.09	0.20	0.02	0.32	4.52	0.00	0.01	0.01
	タブ	5042	A	—	0.24	0.03	0.26	3.36	—	—	—

注 : (1)A : 熱間圧延の直後に焼鈍を施してから冷間圧延するタイプ

B : 冷間圧延の途中で焼鈍を施すタイプ

(2)Cu, Mn, Mg は湿式分析による。他成分は発光分光分析による。

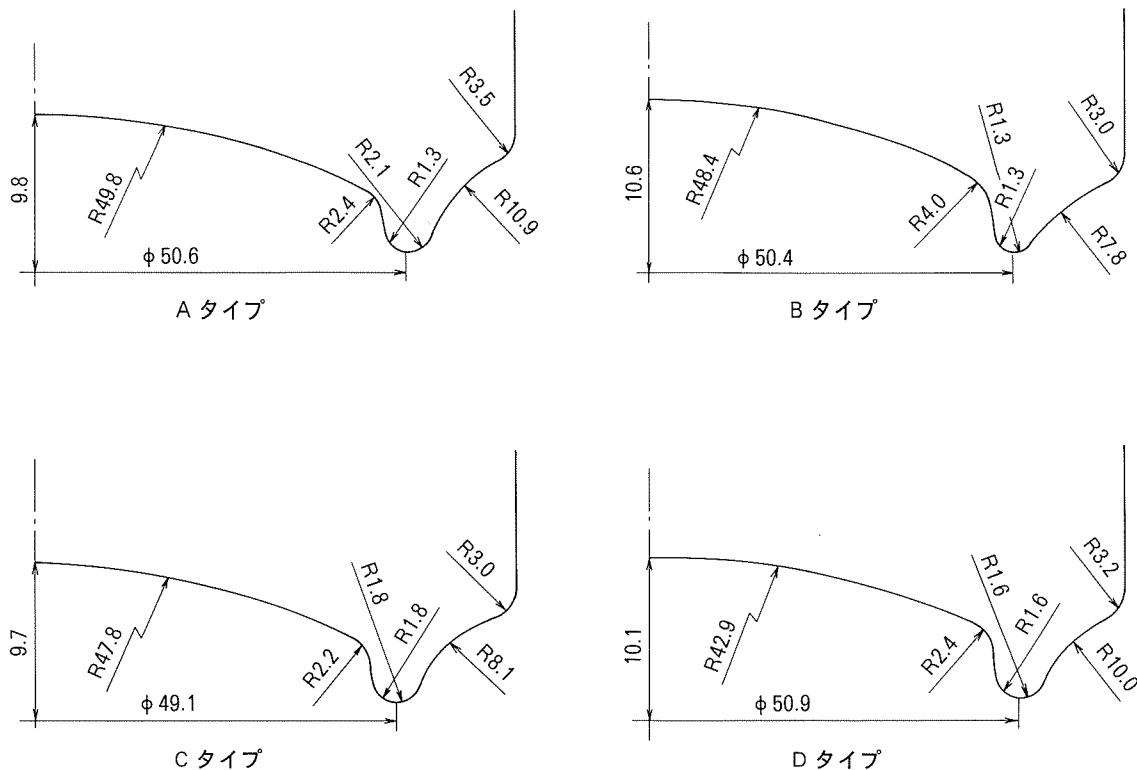


図4 缶底形状

る3004A合金も見られた。エンド材は全て5182合金であった。またタブ材は5182合金、5082合金、あるいは5042合金のいずれかであった。

缶底およびエンドの耐圧強度を表5に示した。国内缶において炭酸飲料用の缶底耐圧強度は、ビール用のそれより高かった。ただし、ビール用に缶底耐圧強度の大きい炭酸飲料用缶を使用している例もあった。国内ビール缶と米国ビール缶の耐圧強度はほぼ同等であった。缶底よりエンドの耐圧強度の方が高かった缶は、銘柄3と銘柄8のみであった。直射日光等によって炭酸飲料用缶が高温に保持されると内圧が上昇し、エンドが反転して、生じた亀裂から内容物が吹き出す危険がある。このような事故を防止するために、オールアルミニウム缶では缶底よりエンドの耐圧強度を高く設計することがある。

3. 缶底耐圧のFEM解析

ここで調査した缶の缶底形状および元板の推定平均変形抵抗（引張強さと耐力の平均）とともに、耐圧強度測定時の缶底変形挙動をFEMを用いて解析した。解析した缶底形状を図4に示した。205°C×10分空焼後の元板の平均変形抵抗を σ_{fm} 、ドーム厚さを t とすると、缶底耐圧強度 P_{cr} は、次の関係式で表される¹⁰⁾。

$$P_{cr} = K \cdot \sigma_{fm} \cdot t^{\alpha}$$

ここで K 、 α は缶底の形状係数である。

実測値とFEMによる解析結果は図5に示すとおり良

表5 耐圧強度

銘柄	耐圧強度 (kPa)	
	缶底	エンド
1	673	563
2	668	659
3	613	656
4	769	704
5	760	630
6	762	640
7	767	573
8	605	614
9	630	582
10	669	632
11	698	647
12	676	656
13	646	—
14	630	—
15	—	—
16	711	642

く一致した。耐圧強度に及ぼす厚さの影響が最も小さい缶底形状はBタイプであった。また厚さと材料強度を一定にしたとき、Cタイプの缶底形状が最も高い耐圧強度を示すことが分かった。

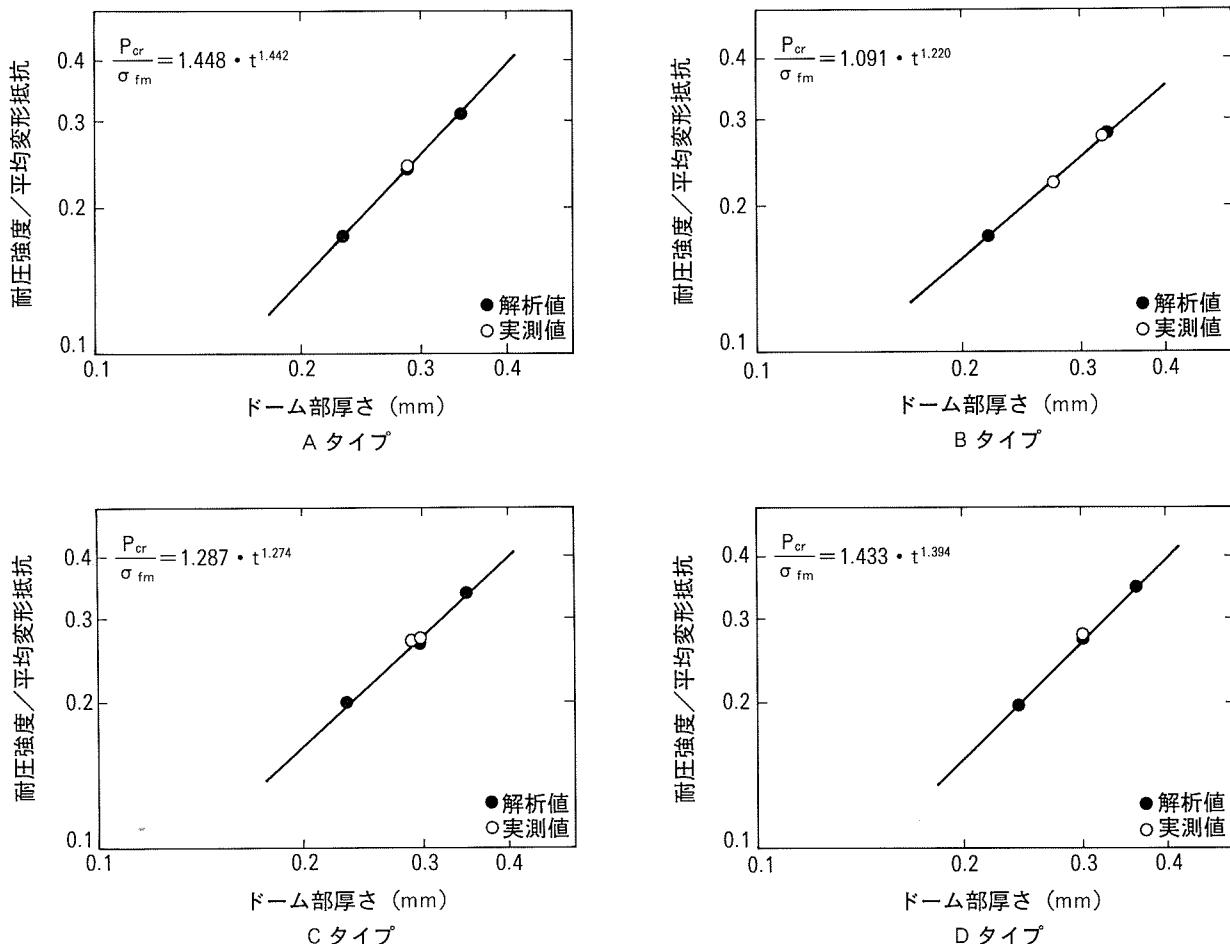


図5 缶底耐圧解析結果

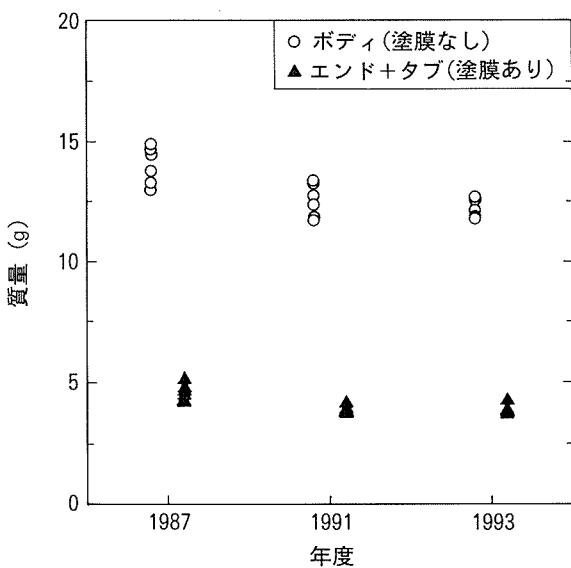


図6 ボディとエンドの質量の変遷

4. アルミニウムDI缶の軽量化の動向

過去10年間の本誌に示されたデータからアルミニウムDI缶の軽量化および薄肉化の変遷をまとめてみると、図6～8のようになる。ビール用350ml缶の質量は図

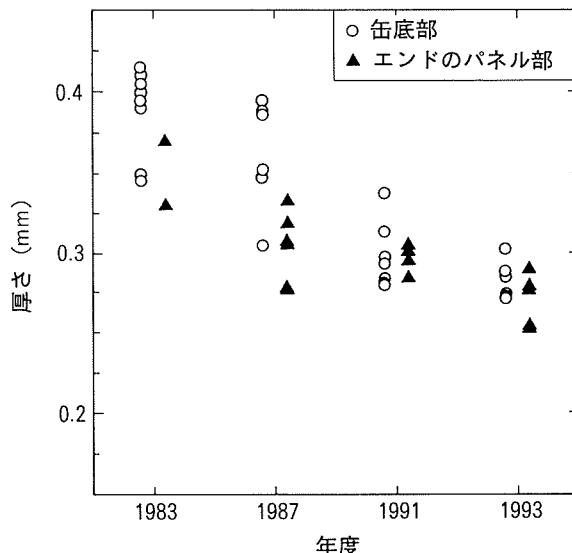


図7 ボディとエンドの厚さの変遷

6に見られるように、1987年から1991年の4年間で、ボディが約1.5g、エンドが約0.5g軽量化されているが、その後の2年間はいずれもほとんど変化がない。厚さは銘柄による差が大きいが、ボディ、エンドともに年々薄肉化されて、10年間で約15%くらい薄くなっている。

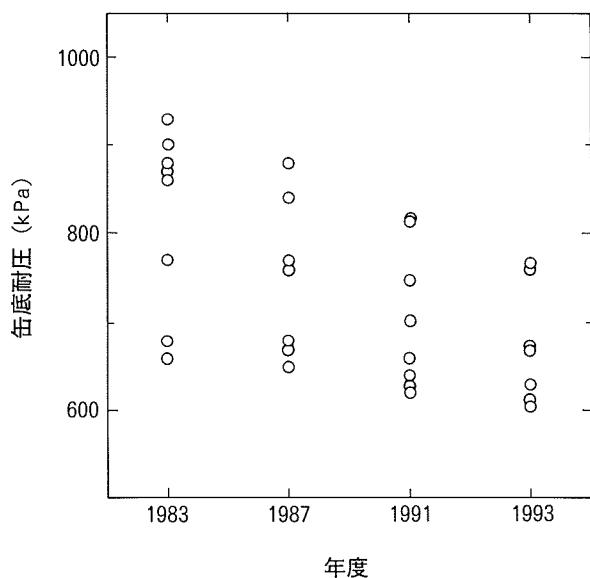


図8 缶底耐圧の変遷

缶底の耐圧強度は銘柄による差異が大きいが、年々その差が小さくなるとともに、全体的に低下傾向にある。これは製缶技術の進歩によって品質が安定したことに加え、耐圧強度の規格値が切り下げられたためと考えられる。

5. 結 び

オールアルミニウム缶には、まだ若干の軽量化および薄肉化の余地があり、今後も材料および加工技術の改良によるコストダウンが課題になると予想される。しかし材料、加工および潤滑等の個々の技術はかなり限界に近づいていると考えられ、それらの開発・研究がばらばらに行なわれても、大きな成果は期待できない。これからはそれらの技術間において接点を見つけ、総合技術として検討することがこれまで以上に重要になると思われる。

参 考 文 献

- 1) ビバリッジ ジャパン, No.162 (1995), 51.
- 2) 馬場義雄, 木村 紘, 斎藤莞爾, 河合三弘 : 本誌, 16 (1975), 124.
- 3) 綱谷俊男, 福井利安 : 本誌, 20 (1979), 141.
- 4) 斎藤莞爾, 福田康廣, 平田勝彦 : 本誌, 25 (1984), 184.
- 5) 竹島義雄, 伊藤清文, 木村博政, 久田貞夫 : 本誌, 29 (1988), 210.
- 6) 土田 信, 田中宏樹 : 本誌, 31 (1990), 268.
- 7) 伊藤清文, 土田 信 : 本誌, 34 (1993), 258.
- 8) Modern Metals, 49-1 (1993), 120.
- 9) CMB 社カタログ
- 10) 伊藤清文, 竹島義雄 : 本誌, 29 (1988), 123.

Reprinted from SUMITOMO LIGHT METAL TECHNICAL REPORTS (Title No.R-441)

住友軽金属技報 第37巻 第1号, 第2号 (1996) 86-89

技術資料

D & I 缶におけるフランジクラックの形態とその原因

水 谷 博 之 土 田 信

Sumitomo Light Metal Technical Reports, Vol. 37, No. 1, No. 2 (1996), pp. 86-89

Morphologies and Causes of Flange Cracks in Aluminium D & I Can

Hiroyuki Mizutani and Shin Tsuchida

住友軽金属工業株式会社研究開発センター

技術資料

D & I 缶におけるフランジクラックの形態とその原因*

水 谷 博 之** 土 田 信**

Sumitomo Light Metal Technical Reports, Vol. 37, No. 1, No. 2 (1996), pp. 86-89

Morphologies and Causes of Flange Cracks in Aluminium D & I Can

Hiroyuki Mizutani and Shin Tsuchida

In recent years, two-piece aluminium cans (D & I cans) are lightened by downsizing of the end (can top) and down-gauging. The lightening is difficult, because many kinds of forming troubles will happen during manufacturing of light can bodies from thin and super hard aluminium sheets. Many kinds of troubles are such as tear offs in the body maker, wrinkles at the bottom, pin holes in the thin wall, pleats in the necking and cracks at the flange part (flange cracks). The necking and flanging become more difficult as the diameter of the end becomes smaller and the wall thickness becomes thinner.

In this paper, the mechanisms of flange cracks were investigated. Flange cracks detected in commercially produced cans have been observed by the microscopes on their morphologies of fracture surface. Some kinds of flange cracks have been reproduced by the laboratory experiments to confirm the postulated fracture mechanisms.

1. はじめに

飲料用アルミニウム缶は絶え間なく軽量化が進められ、最近の350mlビール缶の重量は、1980年代後半のそれに比べ、缶胴が約1.5g、缶蓋が約0.5g軽くなっている。これらの軽量化は、缶蓋の小径薄肉化と缶胴の薄肉化によって達成されており、1980年代の後半に比べ、缶胴材や缶蓋材の板厚は約15%薄肉化されている^{*1}。ごく最近では、350ml缶の缶蓋が従来の206径サイズから202径サイズまで小さくなり、それと同時に薄肉化もされている。缶胴口部（ネック部）の口径は蓋の小径化とともに次第に縮径量が大きくなる。缶形状の変化を伴うこれらの薄肉軽量化には成形加工上の多くの問題を解決する必要があり、新しい成形技術が開発してきた。缶胴について言えば、缶底のしわ発生を抑制するためのプリフォームド・カップ成形技術^{*2}、ボディメーカーでのしごき加工時に発生する胴切れを抑制するためのセラミクス・パンチ^{*3}などがある。

薄肉缶の成形加工時に起きる不良には、材料-潤滑-

成形機械の要因が複雑にからみあっており原因を突き止めるのは難しい。しかし、側壁部の穴あき（ピンホール）、フランジ成形あるいは充填巻き締め時に発生するフランジクラックなど、内容物の漏洩という容器本来の不良をもたらす問題は根絶しなければならない。ここでは、商業生産ラインで発生したフランジクラックのいくつかを取り上げて、その破面の形態観察と、実験機による再現試験とを組み合わせて、その発生原因を推定し、フランジクラックの発生を抑えるための技術的ポイントを明らかにした。

2. 調査方法

2.1 破面観察

フランジクラックの破面とその近傍のしごき加工面（外面）およびパンチ接触面（内面）の形態を走査型電子顕微鏡にて観察し、形態別に分類した。缶の内外面観察にあたっては、付着していた塗膜を濃硫酸にて脱膜した。フランジクラックの断面とき裂の形態は光学顕微鏡で観察した。

2.2 再現試験

商業生産に使われるものと同型のD & I缶成形機を用

* Can Technology '95-Singapore (1995年7月13日 於シンガポール) にて講演

** 研究開発センター 第五部

表 1 再現試験条件

板	合 金	AA 3004
	厚 さ	0.30mm
	板面人工欠陥	深さ0.1mm、長さ10mm
カップ成形	絞 り 比	1.61
	しづ押さえ荷重(正常)	1100N
	(しづ発生)	770N
ボディ成形	形 状	211
	側壁部厚さ	0.100mm
	フランジ部厚さ	0.165mm
ネック・ フランジ成形	形 状 成形機	206 4段ネック ダイニッカーフランジャー

いて、フランジクラックの再現試験を行い、発生メカニズムを確認した。再現試験時の工具条件などを表1に示した。カップしづによるフランジクラックは、カップ成形時のブランクのしづ押さえ荷重を低くして成形したカップをボディ成形ならびにネック・フランジ成形することで再現した。また、板面疵は深さ0.1mm、長さ10mmの疵をけがいた板をカップ成形とボディ成形ならびにネック・フランジ成形することにより再現した。板を製缶してフランジクラックに至るまでの欠陥の形態変化を、走査型電子顕微鏡および光学顕微鏡にて観察した。

3. 結 果

3.1 素材中の異物によるフランジクラック

素材中の異物により誘発されたフランジクラックの代表例を図1に示した。このタイプでは、破面が延性域と非延性域で構成され、非延性域には異物あるいはその痕跡が観察された。この異物の成分は、ケイ素、酸素、アルミニウムであり、溶解炉や熱処理炉の耐火物から混入したものと考えられた。

3.2 板面疵によるフランジクラック

板面疵により誘発されたフランジクラックの代表例を図2に示した。このタイプでは、破面が延性域と非延性域で構成され、その近傍の内外面には線状の欠陥や折り重ねられた領域が観察された。これらの線状欠陥は素材のハンドリング中に板面が擦られて形成されたものと考えられた。板面疵によるフランジクラックの再現試験結果を図3に示した。板面疵はカップ成形後に折り込まれて線状欠陥となり、DI成形ならびにネック成形後、さらに鋭く発達し、フランジ成形時のノッチ効果によりフランジクラックを誘発した。その破面は商業生産ラインにおける発生缶と同様に、非延性域と延性域で構成されていた。非延性域は板面疵が折り込まれた線状欠陥の断面であった。

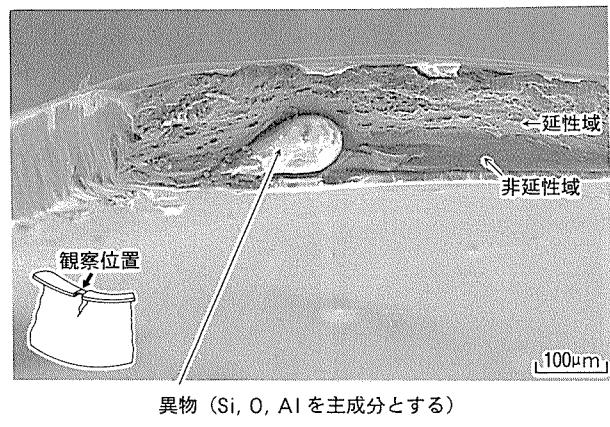


図1 素材中の異物により誘発されたフランジクラック

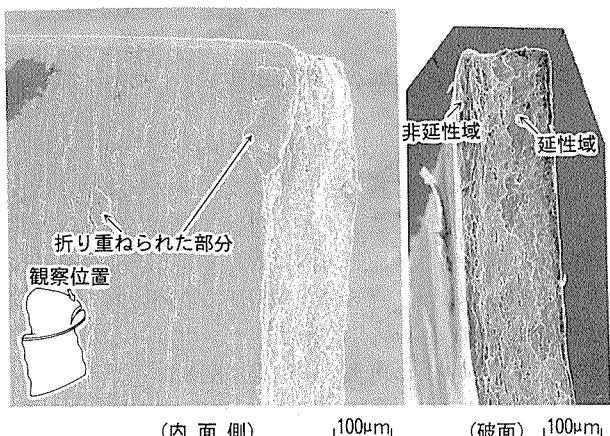


図2 板面疵により誘発されたフランジクラック

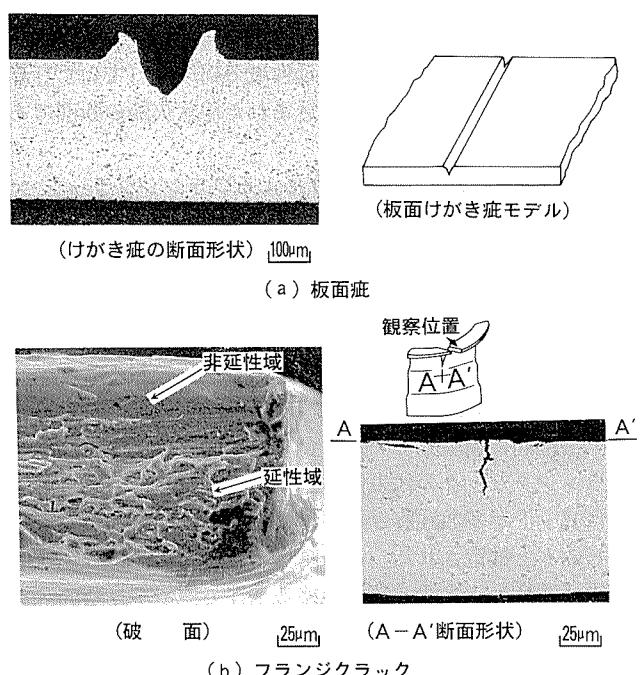


図3 板面疵によるフランジクラックの再現

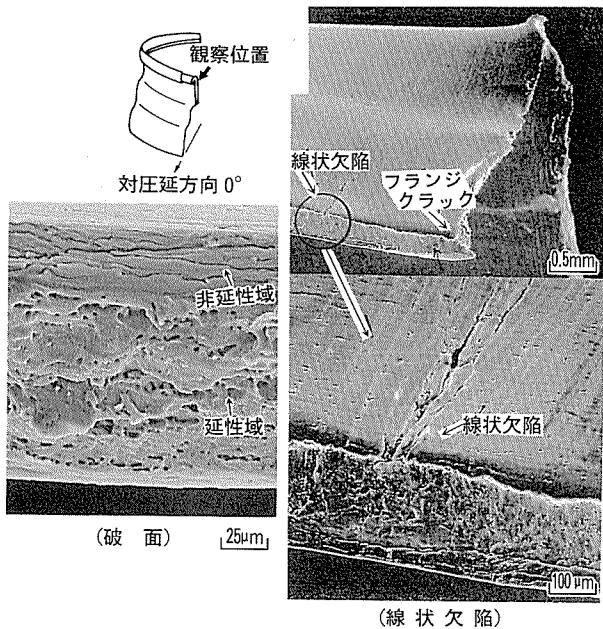


図4 カップしわにより誘発されたフランジクラック

3.3 カップしわによるフランジクラック

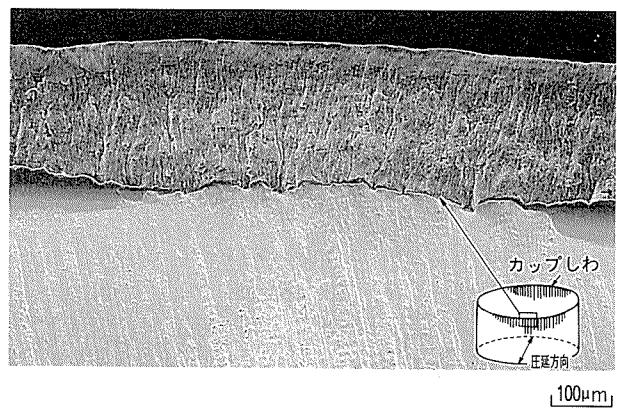
カップしわにより誘発されたフランジクラックの代表例を図4に示した。このタイプでは、破面が延性域と非延性域で構成され、圧延方向に対して 0° 方向近傍に観察されやすかった。さらに、き裂部の周囲の外表面に線状の欠陥が観察される場合もあった。カップしわによるフランジクラックの再現試験結果を図5に示した。カップしわの部分では、き裂は観察されなかったが、リドロー成形後にしわが折り込まれて線状欠陥に変化することがわかった。この線状欠陥はカップしわと同じ周期で規則正しく形成され、ネック成形後に鋭い欠陥となり、そのノッチ効果によりフランジクラックを誘発した。再現したフランジクラックの破面は商業生産ラインにおける発生缶と同様に、非延性域と延性域で構成されていた。非延性域はカップしわが折り込まれた線状欠陥の断面であることがわかった。

3.4 トリミングステップによるフランジクラック

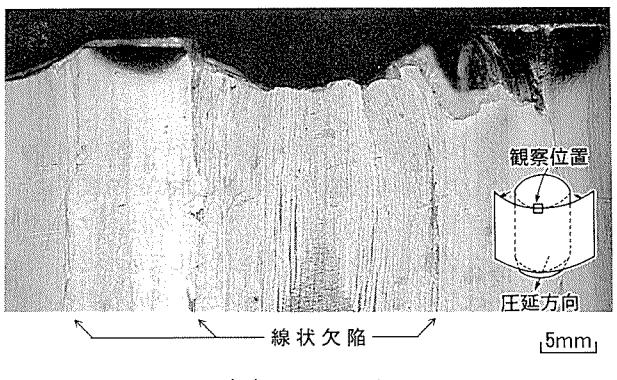
トリミングステップにより誘発されたフランジクラックの代表例を図6に示した。このタイプでは、フランジクラックを境にしてトリミング面が不連続な形態（トリミングステップ）であった。トリミングステップは、トリマーのブレード調整が不良であるために起きる。

3.5 腐食ピットによるフランジクラック

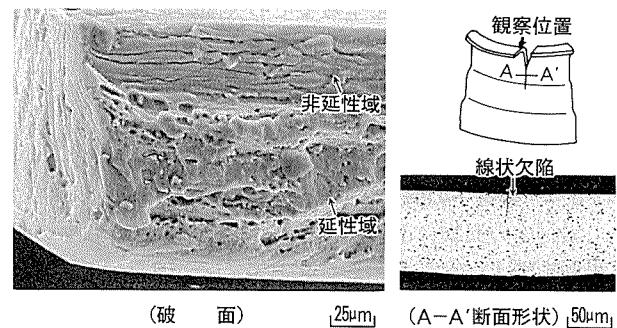
缶壁面に発生していた腐食ピットにより誘発されたフランジクラックの代表例を図7に示した。フランジ近傍にピットが多数観察され、その断面形態から腐食によるピットと推定された。この腐食はボディメーカーで成形後、洗浄から水洗・乾燥へ移る工程で、缶が長時間ステンレスコンベア上に停滞した際に、洗浄液の助けをかりて、ガルバニック電流が発生したために起こったと考えられた。



(a) カップしわ



(b) リドローしわ



(c) フランジクラック

図5 カップしわによるフランジクラックの再現



図6 トリミングステップにより誘発されたフランジクラック

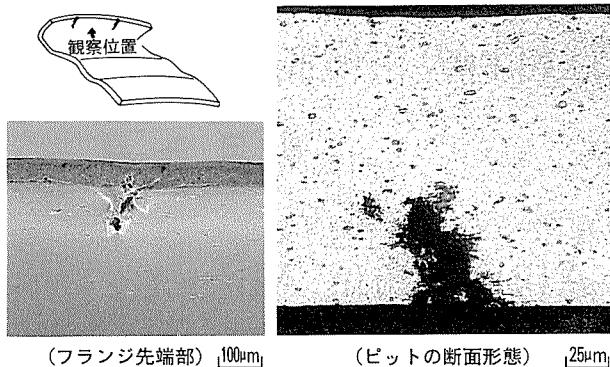


図7 腐食ピットにより誘発されたフランジクラック

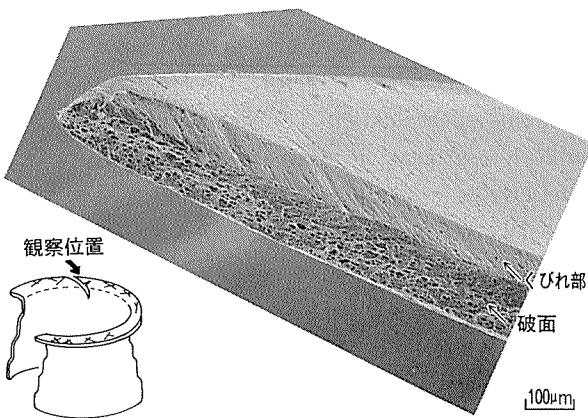


図8 素材の機械的性質不適によるフランジクラック

3.6 素材の機械的性質不適によるフランジクラック
 素材の機械的性質の不適性によるフランジクラックの代表例を図8に示した。このタイプでは、フランジ部に多数のせん断帯が観察され、その方向に破断が生じていた。破断部近傍にもくびれが発生し破面は全体が延性破面であった。この形態は、この合金板の引張試験においても観察される形態と類似しており、フランジ部が塑性変形限界に達していることを示している。このタイプのフランジクラックは塗装・焼付の熱処理で軟化しにくい材料で比較的多く発生することがわかった。

表2 フランジクラックの発生要因例と抑制方法

	発 生 要 因	抑 制 方 法
素材不良	異物への応力集中	異物の混入防止
	板面疵から形成された欠陥への応力集中	ハンドリング時の疵防止 製缶工程における疵防止
	フランジ部の延性不足	素材強度の改良 (例) 焼付・塗装後の強度低減
成形条件	絞りしわから形成された欠陥への応力集中	絞りしわの発生防止 (例) しわ押さえ圧増加 成形油量削減 成形油粘度向上
	トリミングステップへの応力集中	トリミング・ブレードの調整 (例) 尺寸精度向上 防食対策 摩耗対策
	腐食ピットへの応力集中	洗浄工程の改善 (例) 停留時間の削減 漏電防止 コンベヤーのプラスティック化

4. ま と め

商業生産ラインで発生したアルミニウムD & I缶のフランジクラックを形態観察し、実験機による再現試験との組み合わせによって、その発生原因を分類し、フランジクラックの発生を抑えるための技術的ポイントを明らかにした。発生原因とその抑制方法をまとめて表2に示した。

フランジクラックを防止するには、まず、素材の欠陥や成形条件不良を解消しなければならない。また、フランジ成形に適した機械的特性を有する素材を選択することも重要である。なお、最適な素材を選択するにあたっては、缶体強度やフランジ成形性以外の成形加工性も含めて総合的に検討することが望ましい。

参考文献

- 1) 菊田良成、水谷博之、横井 洋、花木和宏：本誌、本号
- 2) 公開特許公報 (A) : 平7-88580
- 3) 例えば、The Canmaker, 8, Feb. (1995), 42.

Reprinted from SUMITOMO LIGHT METAL TECHNICAL REPORTS (Title No. R-442)

住友軽金属技報 第37巻 第1号, 第2号 (1996) 90-98

技術資料

アルミニウム合金超塑性材料の組織制御

吉田英雄

Sumitomo Light Metal Technical Reports, Vol. 37, No. 1, No. 2 (1996), pp. 90-98

Structural Control of Aluminium Alloys for Superplasticity

Hideo Yoshida

住友軽金属工業株式会社研究開発センター

技術資料

アルミニウム合金超塑性材料の組織制御*

吉田英雄**

Sumitomo Light Metal Technical Reports, Vol. 37, No. 1, No. 2 (1996), pp. 90-98

Structural Control of Aluminium Alloys for Superplasticity

Hideo Yoshida

Superplastic aluminium alloys have been applied to airplanes and architecture, and are now tried on automobile. In this application, the forming speed is an important factor. Therefore, it is required to develop aluminium alloys with high strain rate superplasticity. Superplastic 7475 (Al-Zn-Mg-Cu) sheets produced by thermomechanical treatment have fine recrystallized grains of some $10\text{ }\mu\text{m}$ in size and typically show superplasticity at a strain rate of $10^{-4}-10^{-3}\text{s}^{-1}$ at 773K. To make this alloy high strain rate superplasticity, three kinds of method were tried. The first one was carried out by adequate solution heat treatment after static recrystallization to obtain grain boundaries with few particles. The second was done by prestraining cold-rolled sheets at warm temperature followed by superplastic deformation at high temperature to achieve dynamic recrystallization. As a result, 7475 sheets produced by both methods were able to deform at a higher strain rate of $10^{-3}-10^{-2}\text{s}^{-1}$. The reason why high strain rate was achieved was as follows. In the former, large second-phase particles which were precipitated before rolling to recrystallize statically around these particles, were fully solutionized, and then cavitation was inhibited during superplastic deformation. It is important to notice that higher strain rate superplasticity was achieved although the grain sizes before and after solution heat treatment were almost the same. In the latter, subgrains formed during prestraining at warm temperature and these subgrains grew into fine recrystallized grains dynamically during superplastic deformation. The last method was to use Rapidly Solidified Powder Metallurgy because additional elements like zirconium which stabilize subgrains can be supersaturated. This P/M alloy shows superplasticity at a strain rate of $10^{-2}-10^{-1}\text{s}^{-1}$ at the same temperature because it has fine substructures causing dynamic recrystallization. An Al-Li Alloy, 8090 having non-recrystallized grains is dynamically recrystallized by superplastic deformation to yield fine grains and shows superplasticity at a strain rate of $10^{-3}-10^{-2}\text{s}^{-1}$ at the same temperature. It is concluded clean grain boundaries are important for improving superplasticity and dynamic recrystallization is effective because it yields fine grains and clean grain boundaries with few particles or impurities.

1. はじめに

アルミニウム合金はその結晶粒を微細にすることで高温にて超塑性が得られ、この超塑性成形を利用した部品が航空機にも適用されている¹⁾。最近はこの成形を自動車部品にも適用しようとの動きはあるが、成形速度が遅

* 本技術資料は The Second International Conference on Grain Growth in Polycrystalline Materials (ICGG-2), 17-20, May, (1995), Kitakyushu で報告した内容に加筆したものである。

** 研究開発センター 第一部 工学博士

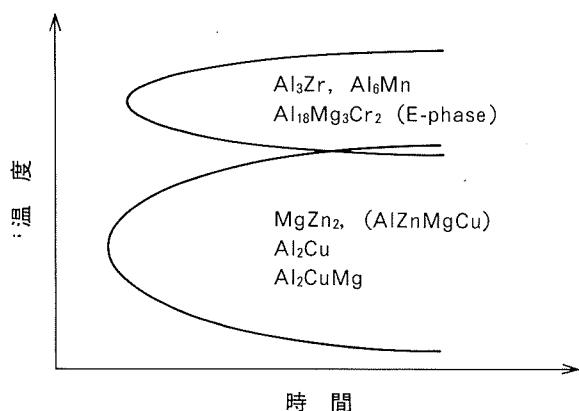


図1 アルミニウム合金の析出のC曲線

いために成形に30分から1時間程度要して生産性が悪く、日本国内では実際に適用された製品は非常に少ないのが現状である。現在、アルミニウム系超塑性材料の開発においてはこの成形速度を向上させるのが課題となっている。この成形速度を向上させる方法として結晶粒を微細化することが有効であることはよく知られている。

ここではまず航空機用アルミニウム合金7475における結晶粒微細化の方法とその機構を述べた後、その超塑性特性とその成形速度を向上させる方法、さらに8090 Al-Li合金の超塑性とその特性向上について著者らの実験結果をもとにまとめる。

2. 7475合金(Al-Zn-Mg-Cu-Cr)

2.1 結晶粒微細化とその機構

アルミニウム合金には、大別して2種類の析出があり、この析出を利用して結晶粒を微細化することができる。強度に寄与するCu, Mg, Znなどの溶質原子は室温から400°Cの比較的低温で析出し、その平衡相の析出のノーズは350°C付近にある。一方、結晶粒成長を抑制するCr, Zr, Mnなどは350~550°Cで析出し、そのノーズは500°C近傍にある。これらの析出物のC曲線を図1に示す²⁾³⁾。

7475合金(Al-5.7%Zn-2.4%Mg-1.6%Cu-0.20%Cr-0.05%Fe-0.05%Si, wt.%)の結晶粒微細化では、まずCu, Mg, Znの溶質原子を1μm程度に粗大析出させた後、温間または冷間で強加工し、最後に高温まで急速加熱して10μm程度の再結晶粒を形成している^{4)~8)}。このプロセスとその各工程の組織を図2, 図3に示す^{6)~8)}。

このプロセスで微細再結晶粒が得られる理由を組織観察等の結果とあわせて考察する。

まず粗大な第二相粒子がある場合とない場合について検討する。粗大な第二相粒子がない場合は、一般に固溶した溶質原子が多いか、微細な析出相で占められている

場合である。このような状態を冷間圧延すると図4(b)に示すように剪断変形により剪断帯が生じやすい。これは特定のすべり系でしか変形できないからである。これを電子顕微鏡で観察すると、図4(d)に示すように圧延直角方向に沿って転位が高密度に集積したマイクロバンドが形成されているのがわかる。固溶した溶質原子が多くなるほど転位と反応して、剪断帯及びマイクロバンドが多く形成される。これに対して粗大な第二相粒子が存在すると、図4(c)に示すようにマイクロバンドは第二相粒子の近傍で湾曲し、バンド同士が複雑に交差する。その結果不動転位が多く形成されるものと考えられる。ミクロ組織では図4(a)に示すように特定方向に沿った剪断帯は少なくなる。

以上のような加工組織を加熱すると、固溶した溶質原子の多い場合は、図5に示すように剪断帯の近傍から回復・再結晶が生じる。一方、粗大な第二相粒子が存在する場合には、第二相粒子の近傍に複雑に絡み合ったバンドが形成され、そこに溶質原子が析出し、転位セル、亜結晶粒の成長を抑制する。このことから粗大な第二相粒子は加工中にできる特定方向のバンドを減らし、変形を均一化する役割があるといえる。その結果、再結晶の生じるサイトが均一に分散することになる⁷⁾。

次に第二相粒子が存在した場合の固溶した溶質原子量の影響について検討する。第二相粒子によって変形が均一化されても、固溶した溶質原子が多いと図6(a)に示すように、転位が集積したマイクロバンドが観察される。一方、固溶した溶質原子が少ないと、図6(b)に示すように圧延中に回復し、セル組織ないしは亜結晶粒が形成される。これらの組織を加熱すると、固溶した溶質原子の多い方が加熱中に転位上に析出し、亜結晶粒の成長を抑制する。固溶した溶質原子は結晶粒の成長を抑制する効果があるといえる⁷⁾。



図2 7475合金の結晶粒微細化プロセス

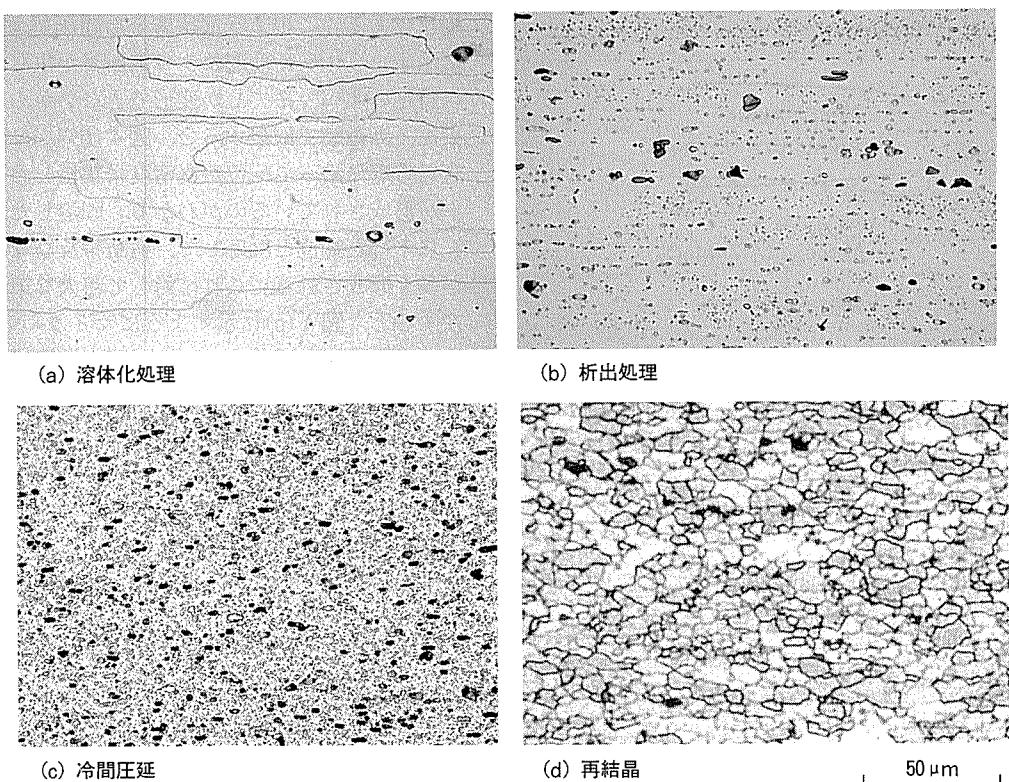


図3 結晶粒微細化プロセスの各段階の断面ミクロ組織 (L-ST)
 (溶体化処理: 480°C - 2h 水冷, 析出処理: 400°C - 8h 炉冷, 冷間圧延: 90%,
 再結晶: 480°C - 5min 水冷)

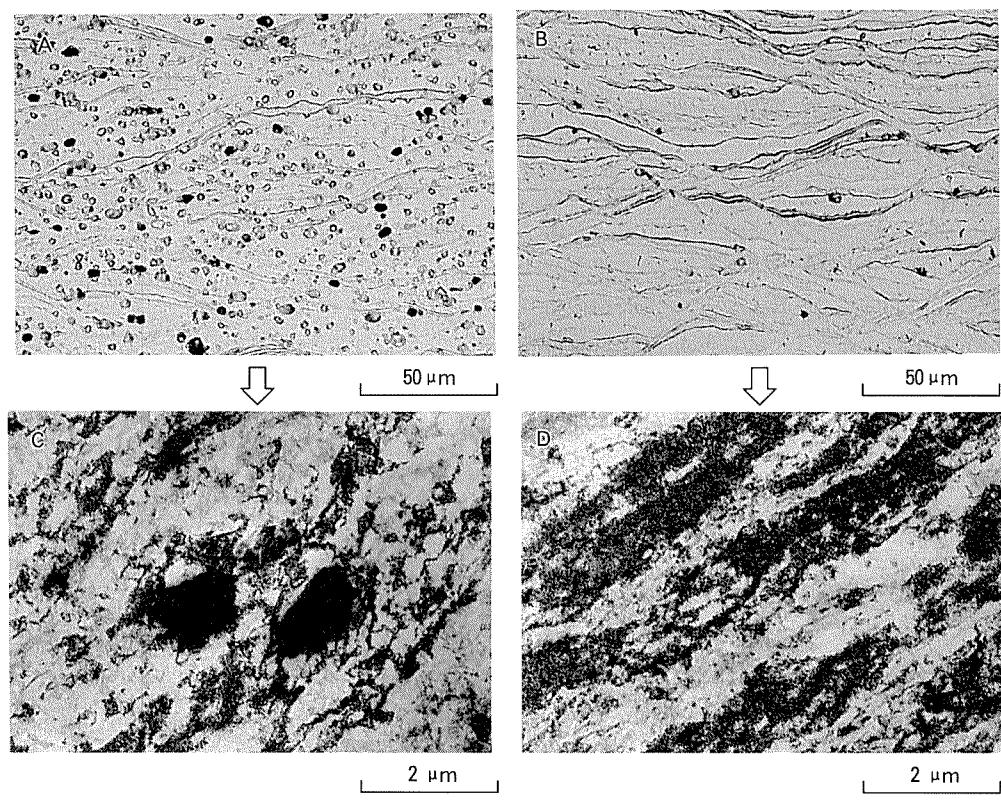


図4 冷間圧延組織におよぼす粗大第二相粒子の影響
 (A)(B) : OM, (C)(D) : TEM

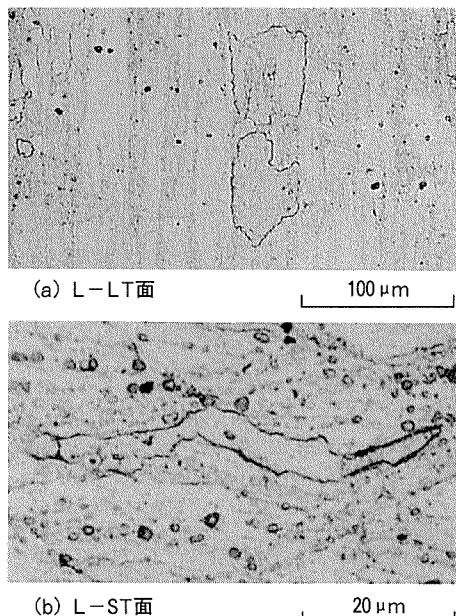


図5 剪断帯近傍での再結晶

以上の検討より 7475 合金の結晶粒微細化の機構は次のように考えられる。強加工の温間または冷間加工により粗大な第二相粒子の近傍にひずみが蓄積される。この加工ひずみ上に固溶していた溶質原子が析出し、転位の回復を遅らせる。こうして加工により転位セルあるいは亜結晶粒などの下部組織が形成される。この下部組織は高温にまで加熱すると、固着していた溶質原子は転位組織の回復とともに再固溶して粒成長が促進される。しかしながら急速加熱することで、Cr が析出する温度にまで昇温されると、Cr が粒界に析出して結晶粒の成長を抑制する。この結果微細な再結晶粒が得られる。この下部組織の形成において、粗大な第二相粒子がない場合や少ない場合には不均一な変形が生じ剪断帯が形成され、

均一微細な再結晶粒が得られにくい。また、固溶した溶質原子が少ないと結晶粒の成長が抑制できずに、再結晶粒が大きくなりやすい。以上のことまとめると再結晶粒を微細にするには、温間あるいは冷間加工前に变形を均一化するための粗大な第二相粒子と固溶した溶質原子が必要である。上記の 3 種類の場合について再結晶過程を図 7 に模式的に示す⁷⁾。

2.2 超塑性特性とその向上

7475 合金は結晶粒が微細であればある程、高温で超塑性を示し、500°C, 10^{-4}s^{-1} のオーダーで 500% 以上の伸びを示す。工業的にはこのひずみ速度では成形に 1 時間程度要するために、これより大きなひずみ速度 10^{-3}s^{-1} 以上で高い伸びが得られることが必要となっている。このため 7475 合金で著者らが行った 3 種類の超塑性特性の向上法について次に述べる。

2.2.1 高温予備加熱処理⁹⁾

7475 合金の結晶粒微細化では途中工程で第二相粒子を粗大に析出させるために、この第二相粒子が再結晶後も粒界に残存しやすい。これらの第二相粒子は高温変形中のキャビティ生成の原因となり伸びを低下させる。このため粒界に残存した第二相粒子を固溶させる必要がある。図 8 は超塑性変形させる前に第二相粒子を固溶させるために、各温度で予備加熱してから 500°C で引張変形した時のキャビティ量の変化を示す。480°C で 32 時間予備加熱した時が最もキャビティが少なくなる。この温度よりさらに高温になるとキャビティが増加する傾向を示す。これは結晶粒が大きくなるだけでなく、結晶粒微細化のために添加した Cr が Cr 系化合物 (E 相)¹⁰⁾として粒界に多く析出して、キャビティ生成の原因となることが考えられる。図 9 は再結晶させた後、480°C で 32 時間予備加熱した場合の超塑性伸びを示す。この予備加熱処理により 10^{-3}s^{-1} のオーダーで 500% 以上の伸びを示し、高ひずみ速度で伸びが飛躍的に向上することがわかる。

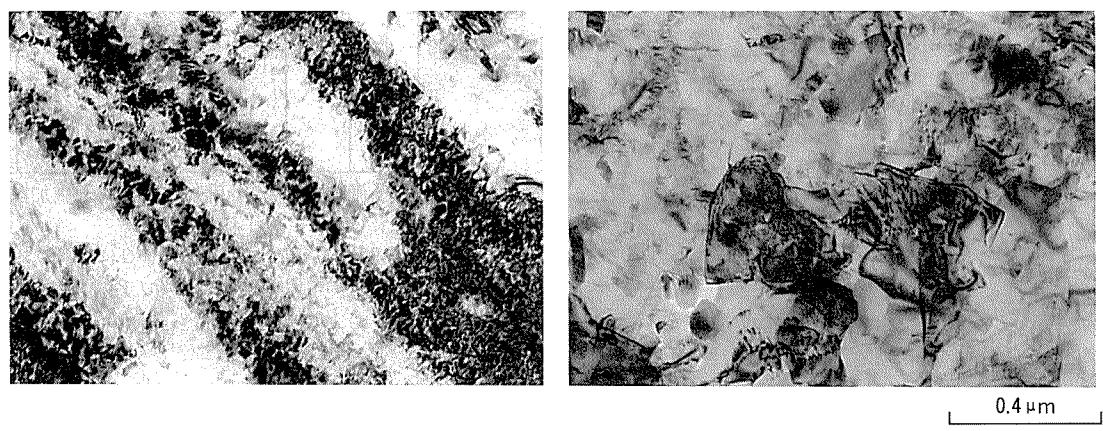


図6 冷間圧延組織におよぼす固溶した溶質原子量の影響

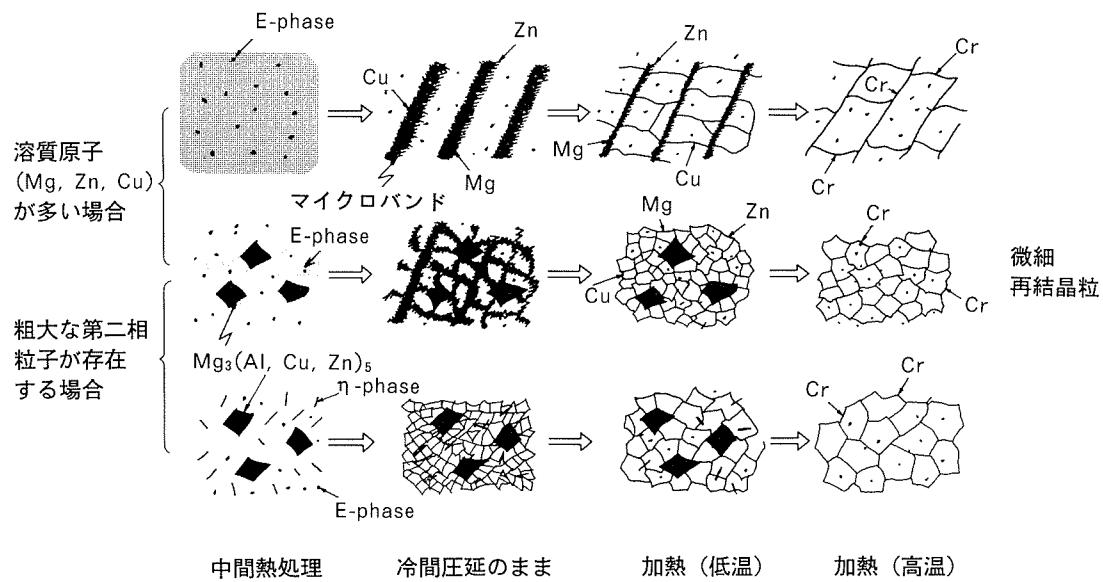


図7 結晶粒微細化の機構の模式図
(上段:粗大な第二相粒子がない場合、溶質原子の大半が固溶している場合,
中段:粗大な第二相粒子があり、かつ固溶した溶質原子が多い場合,
下段:粗大な第二相粒子があるが、固溶した溶質原子が少ない場合)

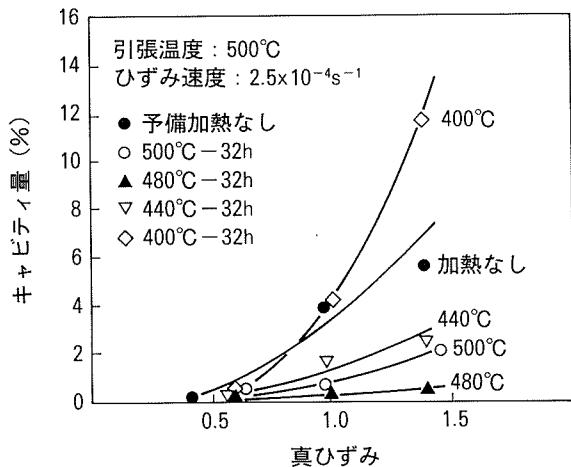


図8 キャビティ生成におよぼす予備加熱の影響

2.2.2 予ひずみ加工処理（二段変形）¹¹⁾

この処理は、焼入れ後に冷間圧延した板材を温間で数10%の予ひずみ付加後に、高温で超塑性変形させる二段変形法である。冷間圧延で導入された転位組織が再結晶温度以下の温間加工で微細な亜結晶粒となり、この亜結晶粒は高温まで再結晶せず安定で、超塑性変形で動的に再結晶する。こうして得られた再結晶粒は10μm以下となり、 $10^{-3}s^{-1}$ のオーダーで高い伸びを示す。この変形法では冷間圧延前の粗大な第二相粒子の存在はあまり重要ではなく、むしろ亜結晶粒を安定化させるための固

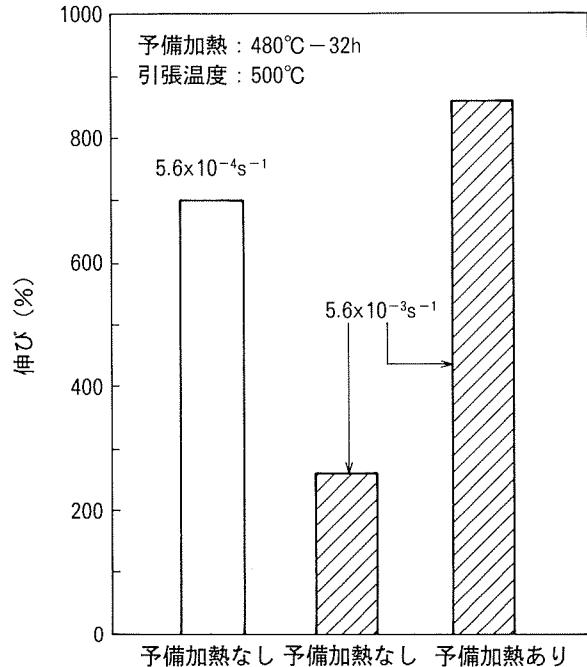


図9 500°Cでの引張試験の伸びにおよぼす
予備加熱($480^{\circ}\text{C}-32\text{h}$)の影響

溶した溶質原子の存在がきわめて重要となる。予ひずみ付加した場合の引張試験後の断面ミクロ組織を図10に示す。この二段変形法ではむしろ粗大な第二相粒子を利用しないため、その結晶粒界は静的に再結晶させた結晶粒界とは異なり、不純物が比較的少ない微細粒である

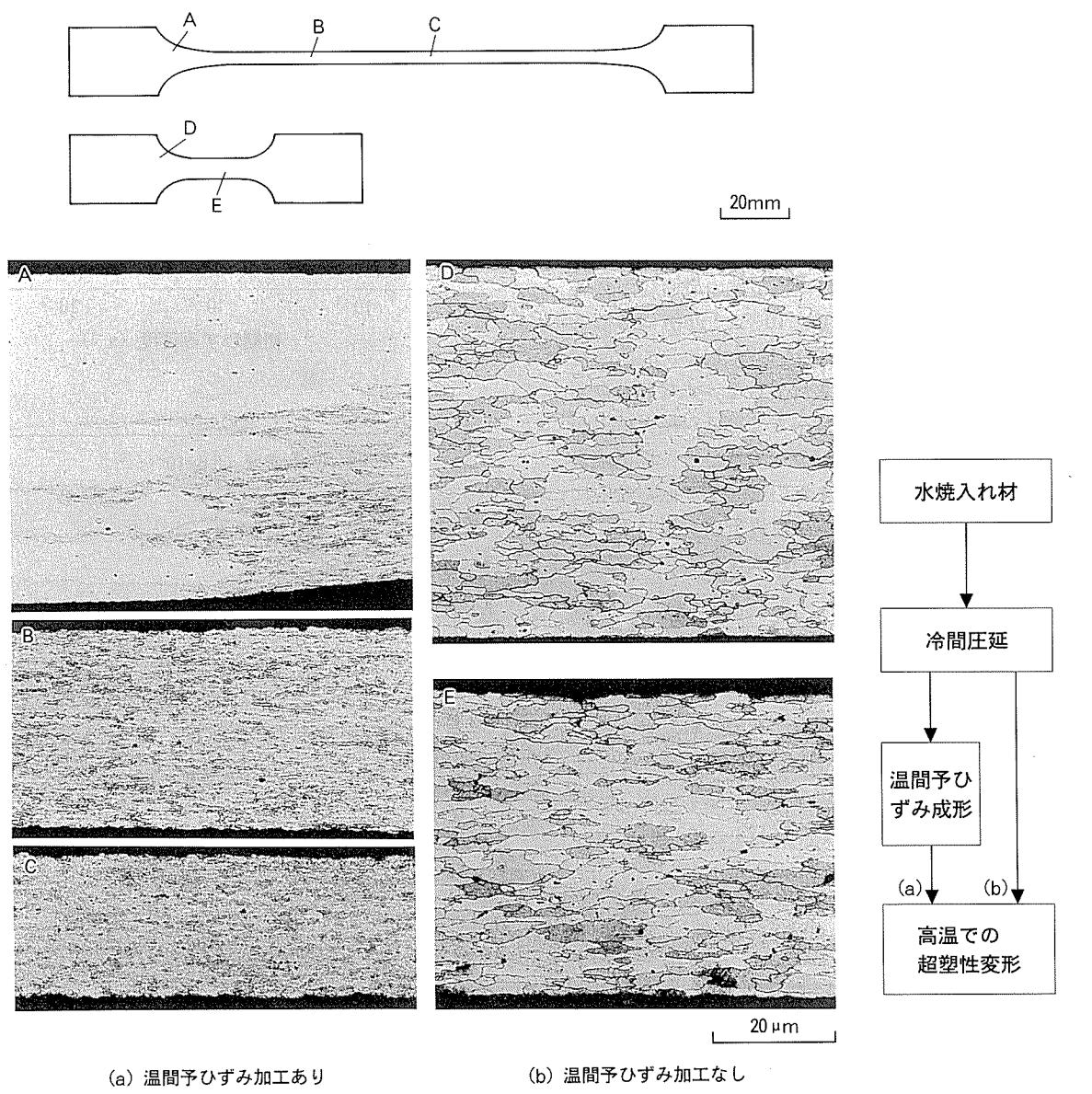
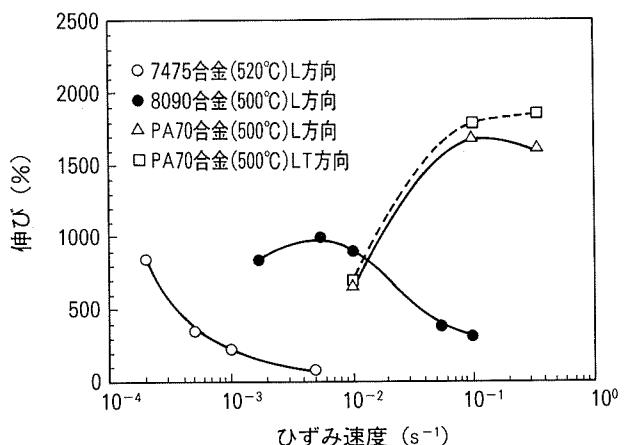


図10 超塑性変形における温間予ひずみ付加の影響

ことと不純物が少ない粒界であるために粒界近傍での変形が容易でより大きなひずみ速度で高い伸びが得られるものと考えられる。

2.2.3 急冷凝固粉末冶金合金（P/M 合金）¹²⁾

P/M 合金では急冷凝固させた粉末を利用するためには Cr, Zr, Mn などの結晶粒成長を抑制する遷移元素を大量に固溶させることができる。7475 合金に Zr を 0.7% 添加した粉末を固め、熱間加工および冷間加工した板材（PA701）を超塑性変形させると動的再結晶によりその結晶粒径は 2 ~ 3 μm となる。この材料は図11 に示すように溶製法（I/M 法）の 7475, 8090 より高速度の 10^{-1} s^{-1} で 1800% の伸びを示す。ただし P/M 合金は I/M 合金に比べその製造コストが高いのが問題となる。

図11 急冷凝固粉末合金（PA701）の超塑性特性
(比較材 : 7475, 8090)

3. 8090 合金 (Al-Li-Cu-Mg-Zr 合金)

8090 合金は Zr が添加された合金で、7475 合金と同じ超塑性のための加工熱処理を行っても最終の急速加熱においても非再結晶組織のまままで再結晶が生じない。この材料を 500°C , $1.3 \times 10^{-3}\text{s}^{-1}$ で超塑性変形させると、動的再結晶により $10\mu\text{m}$ 以下の微細粒となり、500%以上の伸びを示す。図12 にこの超塑性変形時の断面ミクロ組織および板面の集合組織の変化を示す。連続再結晶を示すことがわかる¹³⁾。この材料の超塑性の最適な引張条件は図13 に示すように、 500°C , 10^{-3}s^{-1} 近傍にあることがわかる。この最適条件は図14 に示すように結晶粒成長と粒界析出によって規定されている。すなわちひずみ速度が大きくなると結晶粒は小さくなるが粒界析出が生じやすくなり、ひずみ速度が小さくなると粒界析出は少ないので結晶粒が成長する。また引張温度が低くなるにつれて、結晶粒は小さくなるが、粒界析出が生じやすくなる。粒界析出が少なくかつ結晶粒成長が生じにくい条件で最もよく伸びるといえる。

しかししながら、7475 と同じ加工熱処理で製造した超塑性材は、圧延直角方向の伸びが圧延方向に比べて小さくなる。これは図15(a)に示すように元の結晶粒界で鋸造時の不純物が残存して、この近傍で昇温や高温保持中に不均一に静的再結晶を生じやすくなる¹³⁾。この再結晶粒界に鋸造時の不純物が残存したままとなるため、粒界近傍において変形が生じにくく伸びが小さくなるものと考えられる。

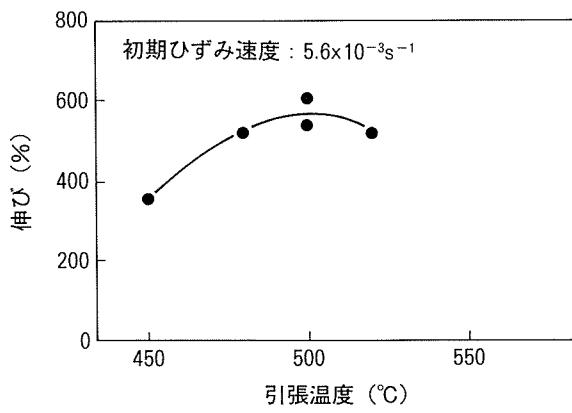
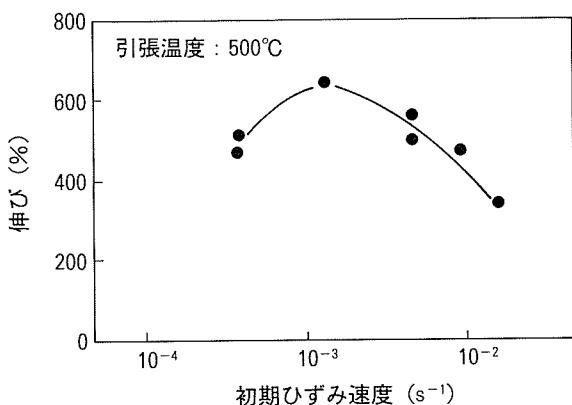


図13 8090 合金の超塑性伸びにおよぼすひずみ速度および温度の影響

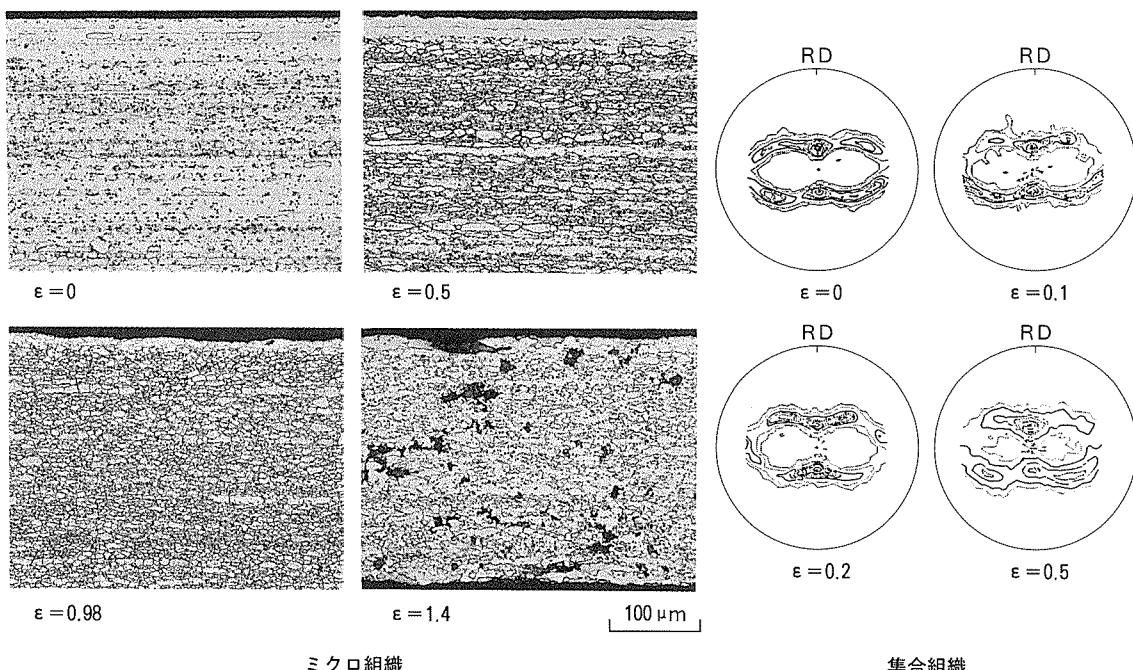


図12 8090 合金の超塑性変形時のミクロ組織 (L-ST) および集合組織 (L-LT) 変化

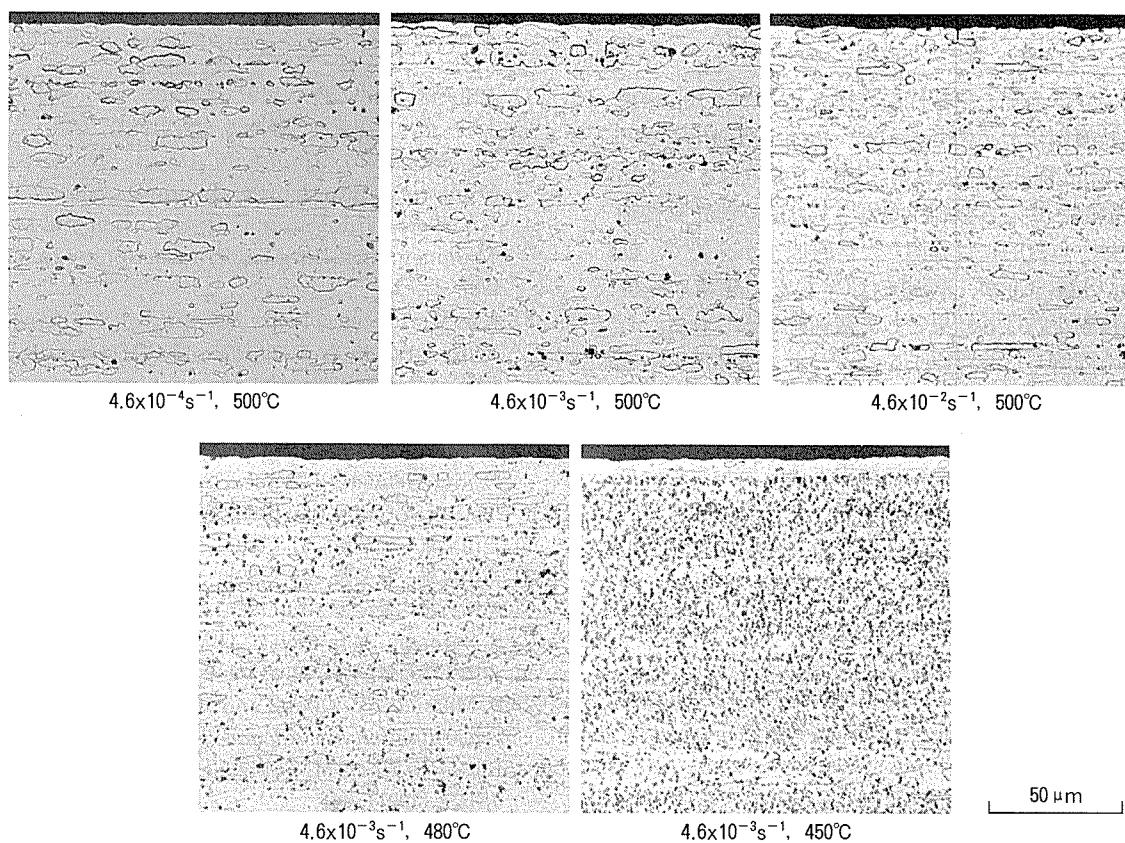


図14 ひずみ量 0.3 の引張変形させた時のミクロ組織におよぼすひずみ速度および温度の影響

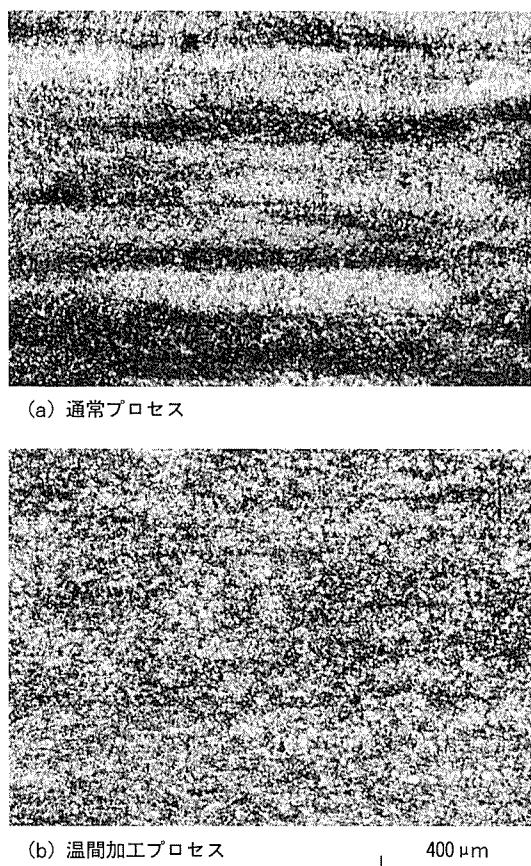


図15 8090 合金超塑性材のミクロ組織におよぼす加工熱処理法の影響

このような伸びの異方性を改善するために Li, Cu, Mg の析出温度域で温間圧延を繰り返すと図15(b)のように等方的な組織となる。この時の超塑性伸びを図16に示す。圧延方向および直角方向の伸びがほぼ同じであることがわかる。比較のために 7475 合金と同じ工程(従来工程)で製造した超塑性材の伸びのデータも併せて示す^{14)~16)}。

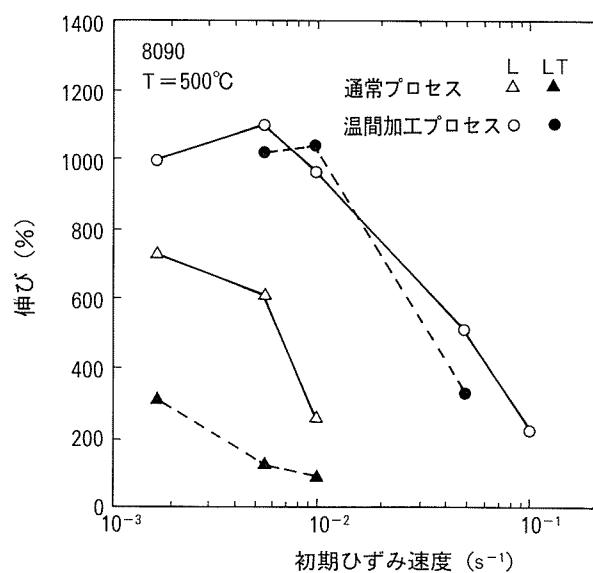


図16 8090 合金の超塑性特性におよぼす加工熱処理法の影響

4. まとめ

アルミニウム合金の超塑性を発揮させるには $10\mu\text{m}$ 程度の結晶粒微細化が必要であった。結晶粒微細化する方法として $1\mu\text{m}$ 程度の粗大な第二相粒子を分散させて加工し、再結晶させると微細粒が得られた。結晶粒を微細化するには、本質的には固溶した溶質原子が必要で、低温ではZn, Mg, Cuが、高温ではCrなどの元素が転位や粒界の移動を妨げる結果として微細粒が得られる。しかしながら固溶した溶質原子を含んだまま冷間加工すると、変形が均一に与えられずに剪断帶やマイクロバンドを伴った不均一変形が生じる。不均一変形が生じると剪断帶で再結晶したり、元の結晶粒界で再結晶しやすいために、等軸の結晶粒が生成しにくい。このため固溶した溶質原子の一部をあらかじめ粗大な第二相粒子として析出・分散させて加工すると、マクロ的に変形が均一化して再結晶も均一に生じやすくなる。もちろん第二相粒子がなくても適切な温間加工を行うと均一な亜結晶粒を生成させることが可能である。このため第二相粒子は均一化させるための一種の触媒としての役割を担っているといえる。

アルミニウム系超塑性材の成形速度を向上させるためには、高温の超塑性変形中に微細粒を形成させる動的再結晶を利用することが必要であることが明らかとなった。アルミニウム合金の動的再結晶の機構についてはまだまだ不明な点が多いが、特に実用アルミニウム材I/M合金においてこの動的再結晶の発現条件を明らかにし、高速度で成形できる超塑性材料を開発していくことが求められている。

参考文献

- 1) 吉田英雄, 田中宏樹, 土田信: 本誌, 29 (1988), 58.
- 2) 土田信, 吉田英雄: 軽金属, 39 (1989), 587.
- 3) L.F. Mondolfo, *Aluminum Alloys, Structure and Properties*, Butterworths, London, (1976).
- 4) J.A. Wert, N.E. Paton, C.H. Hamilton and M.W. Mahoney, Metallurgical Transactions, 12A (1981), 1267.
- 5) J.A. Wert, *Superplastic Forming of Structural Alloys*, Ed., by N.E. Paton and C.H. Hamilton, TMS-AIME, (1982), 69.
- 6) H. Yoshida, T. Uno and Y. Baba, *Grain Boundary Structure and Related Phenomena* (Proc. of JIMIS-4), Supplement to Transactions of the Japan Institute of Metals, (1986), 875.
- 7) 吉田英雄: 軽金属, 41 (1991), 331.
- 8) 吉田英雄: 軽金属, 41 (1991), 338.
- 9) 吉田英雄: 軽金属, 41 (1991), 446.
- 10) S. Samson, Acta Cryst., 11 (1958), 581.
- 11) 吉田英雄: 軽金属, 41 (1991), 453.
- 12) S. Matsuda, Y. Okubo and H. Yoshida, *Superplasticity in Advanced Materials* (ICSAM-91), Ed. by S. Hori, M. Tokizane and N. Furushiro, JSRS, (1991), 441.
- 13) H. Yoshida, S. Hirano, Y. Baba, T. Tsuzuku and A. Takahashi, *4th Int. Al-Li Conf.*, Ed. by G. Champier et al., J. de Physique, C3 (1987), 269.
- 14) H. Yoshida, H. Tanaka, S. Tsuchida, T. Tsuzuku and A. Takahashi, *Aluminum-Lithium Alloys (Al-Li 5)*, Ed. by T.H. Sanders Jnr. and E.A. Starke Jnr., (1989), 179.
- 15) 吉田英雄, 田中宏樹, 土田信: 軽金属, 39 (1989), 817.
- 16) H. Yoshida, M. Kumagai, T. Tsuzuku and A. Takahashi, *New Materials and Processes for the Future* (Proc. 1st Japan International SAMPE Symposium), Ed. by N. Igata, (1989), 237.

Reprinted from SUMITOMO LIGHT METAL TECHNICAL REPORTS (Title No.R-443)

住友軽金属技報 第37巻 第1号, 第2号 (1996) 99-104

技術資料

アルミニウム合金ハニカムサンドイッチパネル

宇佐見 勉 望月 浩一

Sumitomo Light Metal Technical Reports, Vol. 37, No. 1, No. 2 (1996), pp. 99-104

Honeycomb Sandwich Panels of Aluminium Alloys

Tsutomu Usami and Kouichi Mochizuki

住友軽金属工業株式会社研究開発センター

技術資料

アルミニウム合金ハニカムサンドイッチパネル

宇佐見 勉* 望月 浩一*

Sumitomo Light Metal Technical Reports, Vol. 37, No. 1, No. 2 (1996), pp. 99-104

Honeycomb Sandwich Panels of Aluminium Alloys

Tsutomu Usami and Kouichi Mochizuki

Honeycomb sandwich panels composed of aluminium alloys have been used mainly in the aircraft industry since World War II, and have been popularized in the U.S. in the building construction field as well since 1970s. On the other hand, their application to curtain wall panels was delayed in Japan because of their high cost and the credibility gap in the adhesion technology concerned. Their easy execution of works, excellent flatness and the development of new adhesives based on the elastic adhesion theory stimulated application of aluminium alloy honeycomb sandwich panels to the outside walls of high-rise buildings in Japan. This review describes the aluminium alloys, surface treatments, adhesives and production procedures of honeycomb core and sandwich panel.

1. 緒 言

アルミニウム合金をハニカムコアとするサンドイッチ構造体は、第二次世界大戦後、軍用機や民間旅客機などの航空機産業では不可欠の材料となり、その後、車両、船舶などの輸送機器にも応用されるようになった。最近では、特に建築分野にもその用途を広げてきたが、基本技術は航空機分野から導入したものであった。米国では、1970年代よりアルミニウム合金ハニカムサンドイッチパネルがカーテンウォールに使用されてきたが、日本では、高価であること、接着技術への信頼性が不足していることなどから、米国に比べ普及が遅れた。しかし最近は、施工を含めたコストが有利であること、平坦度の良好な巨大パネルが作製できるようになったこと、優秀な接着剤が開発されたことなどが相まって、日本でも高層ビルの外壁にアルミニウム合金ハニカムサンドイッチパネルを使用したカーテンウォールが採用され始めた。図1、2は、それぞれ、255mの超高層ビルであるりんくうゲートタワーの外壁に取り付けられた超大型ハニカムサンドイッチパネルと世界一の大きさを誇る直径30mのプラネタリウム球形屋根に採用された屈折面を持つ三角形のハニカムサンドイッチパネルである。

本報では、アルミニウム合金ハニカムパネルの材料、表面処理、接着剤、製造法について概説する。

2. パネル用材料

2.1 ハニカムコア

ハニカムコアの材料は、アルミニウム合金やステンレス鋼などの金属と、紙、FRPなどの非金属に大別される。材料ごとの特徴を表1に示す¹⁾。

ある程度の耐熱性を備え、かつ比較的安価なアルミニウム合金が建材用途に多く使用されるので、以下ではアルミニウム合金コアについて述べる。合金の種類には、3003, 5052, 5056, 2024などがあるが、建材などには3003を、航空機には5052, 5056, 2024がそれぞれ使用される。過酷な環境下で使用される場合には、耐食コーティング処理を行う場合もある。

ハニカムコアの製造方式は、展張方式とコルゲート方式に大別されるが、ここでは量産に適した展張方式の製造工程を図3に示す²⁾。

所定の厚みに圧延したコイルに接着剤を等間隔で線条に連続塗布、乾燥の後、所定の寸法に切断し、線条に塗布した接着剤の位置を半ピッチずらして積層しブロックとする。ブロックはホットプレスなどにより加熱圧着し、接着剤の硬化を行う。次に、所定の大きさに切断、展張、トリミングの後、面板との接着に供される。

セルサイズ(6角形の対辺間の距離)は、通常、1/8~5/4インチから選択される。

* 研究開発センター 第三部

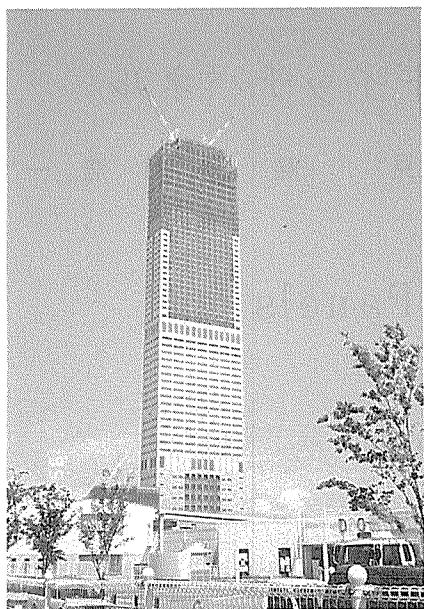


図1 りんくうゲートタワービルの外観とその外壁に採用された3000 mm×6300 mmの超大型ハニカムサンドイッチパネル（丸孔は空気排気孔）

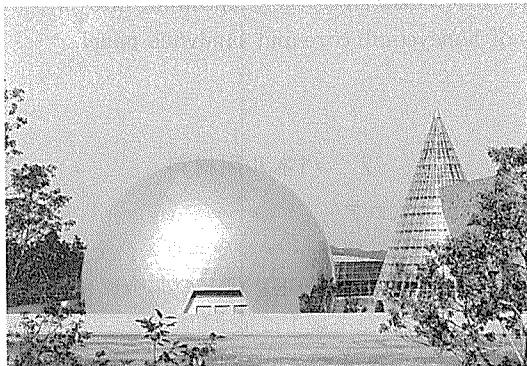


図2 愛媛県総合科学博物館の中にある世界一の大きさを誇るプラネタリウムのアルミニウムハニカム製の球形屋根

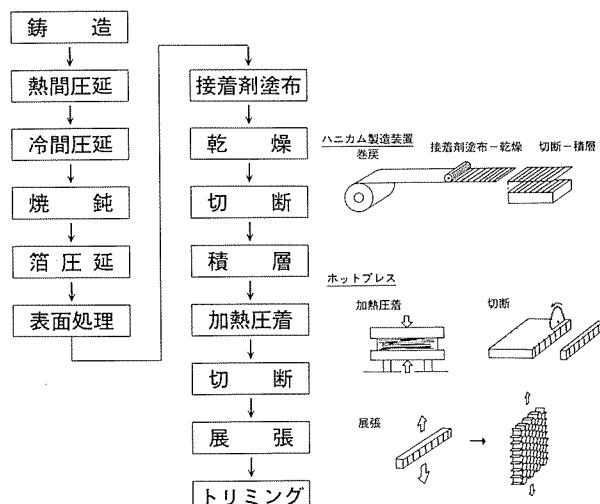


図3 アルミニウム合金ハニカムコアの製造工程²⁾

表1 各種ハニカムコアの特徴比較¹⁾

材質 項目	クラフト紙	3003	5052 5056	2024	FRP	耐熱 FRP	アラミッド紙	ステンレス
最高使用温度°C	70	177	177	216	177	260	177	≈1000
耐炎性	N (G) ⁽¹⁾	E	E	E	E	E	E	E
耐衝撃性	E	G	G	G	F	F	E	G
比強度	F	G	E	E	E	E	E	G
耐湿性	F	G ⁽²⁾	G ⁽²⁾	F ⁽²⁾	E	E	E	E
耐疲労性	G	G	G	G	G	G	E	G
コスト	安価	比較的安価	標準	比較的高価	比較的高価	高価	比較的高価	高価

E: 優良, G: 良好, F: 比較的良好, N: 不適合

注(1) 難燃処理したクラフト紙は良好な耐炎性を示す。

(2) 耐食コーティング (SCR) したものは、耐湿性、耐食性ともに優良。

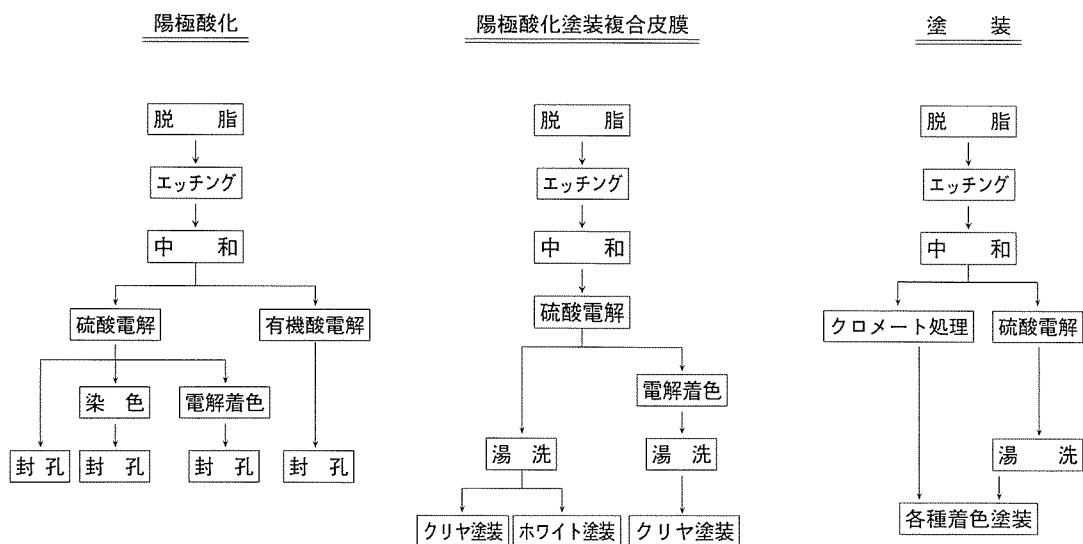


図4 アルミニウム合金の表面処理工程

2.2 面材および枠材

ハニカムサンドイッチパネルの面材には、比強度が大きい、耐食性が良い、熱伝導度が大きい、表面処理により意匠性に富むなどの理由から、アルミニウム合金板が多く利用されている。航空機用途のように特に軽量が要求されるような場合は、2024-T3, 7075-T6などの高力合金が使用されるが、一般には、機械的性質やコストの点から、1000系、3000系、5000系の合金から選択されることが多い。

枠材には、高強度が要求される場合を除いて、生産性の高い6063の押し出し形材が多く使用されている。

また、面材や枠材には、意匠性、耐食性、および接着性確保の観点から、各種表面処理が施されるのが一般的である。

3. アルミニウム合金の表面処理

航空機分野では、構造部材の接着下地処理としてFPLエッティング、リン酸陽極酸化、およびクロム酸陽極酸化が採用されている³⁾。接着下地処理工程は、それぞれの航空機製造会社の社内規格で定められており、接着下地処理の終わった部材は、接着面が水和したり、汚れが付着する前に、速やかに、接着、あるいはプライマー塗布が施される。

航空機分野で実施されている接着下地処理を建材用の面材や枠材にそのまま適用することは、コスト、意匠性、および設備の面から無理がある。つまり、建材用ハニカムサンドイッチパネルは、面材や枠材の表面仕様が、意匠性の観点から決められることが多く、その結果、接着部の下地処理方法も自ずと制約される。

アルミニウム建材の表面処理は、図4に示すとおり、

3種類に大別できる。すなわち、陽極酸化による方法、陽極酸化塗装複合皮膜による方法、および塗装による方法である。

陽極酸化による方法は、さらに、銀白色のままで使用するか、着色処理を行うかにより大別される。着色処理は、通常は硫酸中で陽極酸化した後、染料を溶かした水溶液中に浸漬して染色したり、あるいは金属塩水溶液中で電解するのが一般的である。硫酸陽極酸化皮膜よりも、耐摩耗性や耐食性に優れた皮膜を得たい場合には、有機酸を主成分とする水溶液が使用される。有機酸電解は、使用する合金の種類により、グレー、ブロンズ、アンバー、黒などの発色皮膜が得られる。

陽極酸化後の封孔処理により、耐食性や耐候性は飛躍的に向上するが、不必要に行うと、接着耐久性には悪影響をおよぼすため、陽極酸化処理面を接着下地とする場合には、適切な条件を設定することが肝要である。

陽極酸化塗装複合皮膜による方法は、硫酸中で陽極酸化を行った後、電着塗装、静電塗装、浸漬塗装の各塗装方法が採用されるが、国内では電着塗装が全体の90%以上を占めている。陽極酸化皮膜を着色したい場合には、電解着色を行った後、クリヤ塗装を行う。アルミニウム建材用の電着塗料は、アクリル樹脂とメラミン樹脂からなるアニオニ型であり、艶ありクリヤ、艶消しクリヤ、白色に大別される。静電塗装で使用される塗料には、メラミン硬化型アクリル樹脂系塗料のほか、ポリウレタン樹脂系塗料がある。着色を塗料で行う場合には、硫酸陽極酸化、湯洗に続いて、白色顔料を含む塗料で電着塗装を行うのが一般的である。

陽極酸化塗装複合皮膜を接着下地として利用する場合、エポキシ接着剤とは良好な初期接着性を示し、接着剤あるいは塗膜内で凝集破壊するが、湿潤環境で、かつ応力

表2 陽極酸化塗装複合皮膜の種類と性能

種類		A	B	C	P ⁽⁴⁾	
陽極酸化皮膜厚さ ⁽¹⁾ (μm)		9.0以上	9.0以上	6.0以上	6.0以上	
塗膜厚さ ⁽¹⁾ (μm)		12.0以上	7.0以上	7.0以上	15.0以上	
塗膜		透明系			着色系	
陽極酸化皮膜の性能 ⁽²⁾	キャス	時間(h)	8	8	4	
耐食性	レイティングナンバ(R.N.)		9以上			
複合皮膜の性能	付着性		100/100			
	鉛筆引っかき抵抗性		H以上			
	キャス	時間(h)	48	24	16	48
	耐食性	レイティングナンバ(R.N.)	9.5以上			
	耐アルカリ性	時間(h)	24	16	8	24
	耐候性	レイティングナンバ(R.N.)	9.5以上			
	促進耐候性	光沢保持率(%)	85以上	85以上	75以上	75以上
	耐摩耗性 ⁽³⁾	砂落し研磨(s)	620以上	570以上	370以上	450以上
		噴射摩耗(s)	35以上	30以上	20以上	30以上

注 (1) 陽極酸化皮膜及び塗膜の厚さは、最低膜厚とする。

(2) 陽極酸化皮膜のキャス耐食性は、塗装前の皮膜の性能。

(3) 耐摩耗性は当事者間の協議による。

(4) P種については、上記性能項目の他耐沸騰水性を必須性能項目とする。

が加わると陽極酸化皮膜と塗膜の間で破壊する傾向があるが、塗膜と接着剤の密着性は全く問題ない。一般的に、陽極酸化後の湯洗の温度が低いほど塗膜との密着性が高い。しかしながら、湯洗温度が低すぎると、いわゆる“ウォータースポット”が発生しやすくなるため、湯洗温度の設定には注意を払う必要がある。

陽極酸化塗装複合皮膜の性能については、JIS H8602-1992に規定されており、表2に示すように塗膜の色相、皮膜および塗膜厚さにより、A, B, C, Pの4種が設定されている。

白色以外の着色塗料を使用する場合は、塗装による方法に分類した。

塗装による方法は、塗装の前処理として、化学皮膜処理、あるいは硫酸陽極酸化を行うが、化学皮膜処理を行う場合が圧倒的に多い。その理由として、陽極酸化処理の場合は、陽極酸化後の湯洗から塗装までの期間や保管状態が、塗料と陽極酸化皮膜の間の密着性に大きく影響し、管理が難しいためである。使用する外装用塗料は、耐候性、意匠性、施工性などの観点から決められる。歴史的には、1960年代に熱硬化アクリル樹脂系が、1970年頃よりにポリウレタン樹脂系がそれぞれ使用され始めた。その後、長期間にわたる美観保持が要求される高層ビルを中心に、フッ素樹脂をベースにした塗料が本格的に採

用されだした。現在塗料用として認知されているフッ素樹脂は、Pennwaltが1965年に開発した二フッ化ビニリデン樹脂（商品名、カイナー500）と、旭硝子が1982年に開発したフルオロエチレン・ビニルエーテル共重合体（商品名、ルミフロン）である⁴⁾。各塗料メーカーは、これらの樹脂を購入し、顔料、その他の樹脂、溶剤などを加え塗料化している。二フッ化ビニリデン樹脂は溶剤にはほとんど溶解せず、微粒子化して分散したオルガノゾルとして供給される。焼付けは、230°C以上の高温で行うため、現場塗装が不可能で、焼付け塗装炉を持つ工場でしか塗装できない。一方、フルオロエチレン・ビニルエーテル共重合体をベースとする塗料は、硬化剤の選択により、塗料を1液化したり2液化したりできるとともに、硬化温度も室温から180°Cの広い範囲で調整できるため、現場塗装も可能である。

最近は、フルオロエチレン・ビニルエーテル共重合体のほかにも、数社から溶剤に可溶な新しいフッ素樹脂が上市され、選択の幅が広がってきた⁵⁾。

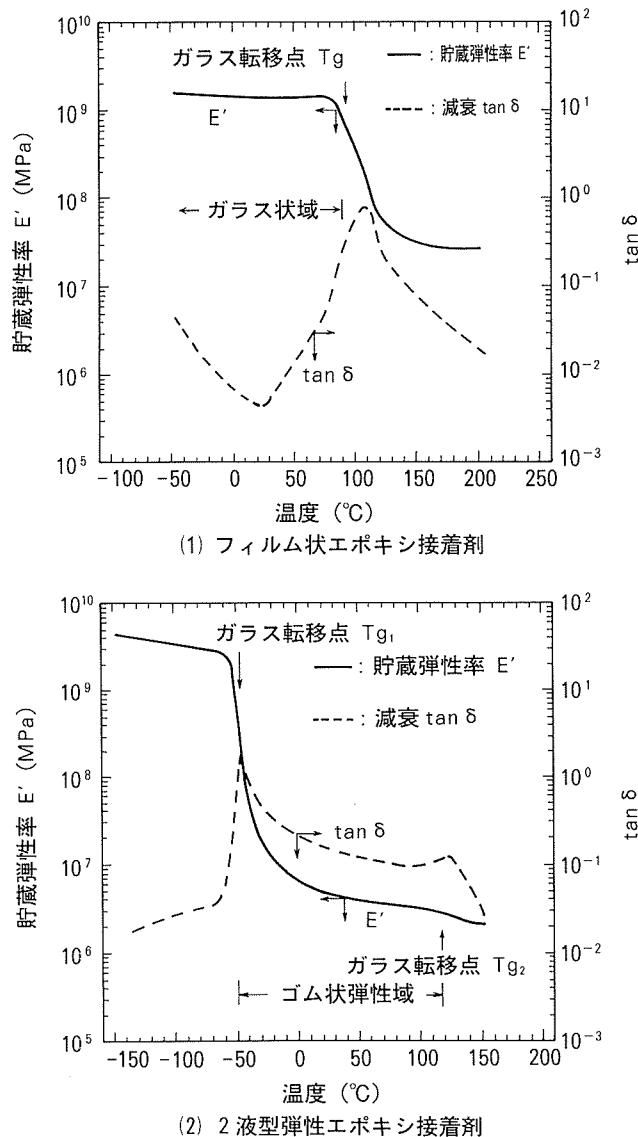
フッ素樹脂以外の新しい耐候性塗料として、鐘淵化学工業が開発したアクリルシリコーン樹脂（商品名、カネカゼムラック）を基本樹脂とする塗料や、無機物であるポリシロキサン化合物と有機物であるアクリル樹脂からなるセラミック系塗料も上市されている⁶⁾。

接着下地として化学皮膜処理面のままで使用することも多いが、プライマー処理を行ったほうが接着耐久性は向上する。プライマーの選択には、意匠面に使用する塗装系、および使用する接着剤を考慮して選択する必要がある。

バッチ処理で行う上記の3種類の方法のほかに、化学皮膜処理、塗装をコイルの状態で連続して行うプレコートアルミ（いわゆる、カラーアルミ）があり、JIS H4001-1990の「アルミニウム及びアルミニウム合金の塗装板及び条」に規定されている。カラーアルミ用塗料としては、熱硬化性アクリル樹脂系とポリエステル樹脂系が主体であるが、屋根や外装を中心に高耐候性を誇るフッ素樹脂系も使用されている。

4. ハニカムサンドイッチパネル用接着剤

ハニカムサンドイッチパネルに使用される接着剤は、その形態から、溶液型、ペースト状、固形、フィルム状に、接着剤の性質から、熱可塑性接着剤と熱硬化性接着剤に、それぞれ分類できる。以下では、金属の接着に最も広く使用されるエポキシ接着剤について述べる。一般に、エポキシ接着剤は、引張りせん断強さは大きいが、はく離強さが小さく、衝撃に対してはもろい性質がある。近年、熱可塑性樹脂やエラストマーを加えることにより、引張りせん断強さを多少犠牲にして、はく離強さや耐衝撃性を改善した複合型（ポリマーアロイ）接着剤が開発された。

図5 接着剤硬化物の動力学的性質⁸⁾

接着の耐久性に関する従来の考え方は、接着剤硬化時に接着剤層に生ずる内部応力による接着力の低下は不可避免のものとして、高い初期接着力を確保し、実用範囲以上の接着力を長く保持するというものであった。一方、最近の新しい傾向として、接着力の経時変化を小さくして耐久性を確保する弾性接着の概念⁷⁾に基づく接着剤も開発された。

従来のフィルム状エポキシ接着剤と2液型弾性エポキシ接着剤の動的粘弹性（貯蔵弾性率、損失正接）の特徴を図5に示す⁸⁾。

フィルム状エポキシ接着剤が110°C付近にエポキシ樹脂のガラス転移点に基づく単一な減衰ピークを示すのに対し、2液型弾性エポキシ接着剤では110°C付近の減衰ピークのほかに、-55°Cにも減衰ピークが観察される。2液型弾性エポキシ接着剤は、硬化が進行するにつれて、液状エラストマー（シリル基末端ポリプロピレンオキド）からなるマトリックス（海）中にエポキシ樹脂がド

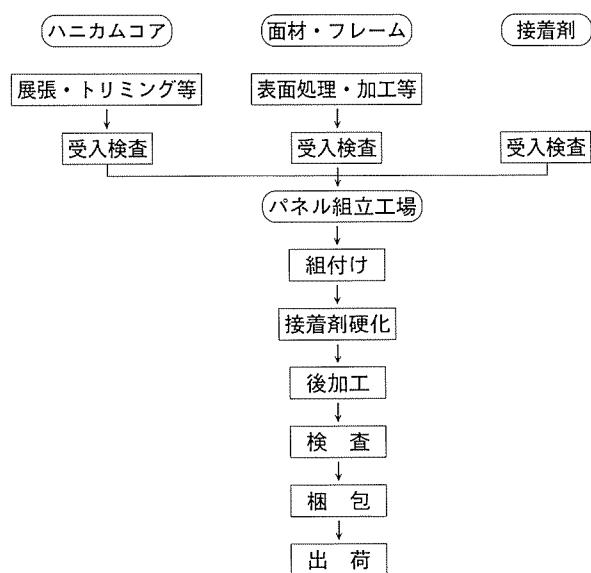


図6 ハニカムサンドイッチパネルの製造工程

メイン（島）となって分散したミクロ相分離構造を形成する⁸⁾。液状エラストマー相のガラス転移点（-55°C）での減衰ピークは、エポキシ樹脂相のそれに比べて大きく、かつ貯蔵弾性率も前者の転移で大きく低下し、-55°Cから110°Cの広い範囲でゴム状弾性を示すため、外部からの機械的応力や温度変化などにより接着剤層に生ずる内部応力を変形により吸収するため、接着力の経時変化が小さい。一方、フィルム状エポキシ接着剤は、通常の使用範囲では、ガラス状領域であり、硬くて脆いため、初期の引張りせん断接着強さは大きいが、剥がれなどのトラブルを起こしやすい。

5. ハニカムサンドイッチパネルの製造

ハニカムサンドイッチパネルの製造工程の概略を図6に示す。

パネル組立工場にて、受入検査の終了したハニカムコア、面板、フレームの組付け作業が行われる。実際には、表面材の裏側に接着剤を塗布し、その上からハニカムコアやフレームを置き、その上に接着剤の塗布された裏面板を載せる。

接着剤の塗布方法については、その形態により異なるため、ここでは、現在この分野で多く使用されているフィルム状接着剤と2液型接着剤について説明する。

構造用のフィルム状接着剤には、潜在性硬化剤が分散されており、硬化反応を抑えるため、およそ-20°Cで冷蔵保管されるのが一般的である。従って、その都度冷蔵庫から取り出し、ロールから必要な分だけ切り出し解凍して使用する。冷蔵庫からフィルムを取り出す際には、フィルムの表面に凝縮水が付着しないよう配慮する必要がある。なお、フィルム状接着剤には、はく離強さを増

すためと、作業性の改善を目的として、接着剤厚さを一定にするためにガラス布やポリエステル布などの坦体が挿入されている。これらの布と接着剤の樹脂の隙間から毛細管現象により水がパネル内部に侵入し、コアや面板の腐食の原因になることがあるため、用途によっては、坦体のないものを使用しなければならない。

通常、フィルムの厚さは、200～300 μmで、加熱温度は120℃～180℃で行う。フィルム状接着剤の加熱硬化は、ホットプレスやオートクレーブを使用して行うのが一般的である。

2液型接着剤は、2液を自動計量した後、混合し、スプレー、ロールコーティング、カーテンフロー法などにより面板側に300～500 g/m²塗布する。接着剤の硬化は室温でも進行するが、40～70℃で加熱されることが多いようである。2液型接着剤の硬化は、加熱温度が低いため、ホットプレスのほかに、パネルを圧着後、加熱養生室で行うこともある。

2液型接着剤を使用する際には、2液の混合比のほかに、混合後の時間経過にも注意を払う必要がある。その理由は、接着剤がゲル化し使用限界である粘度に達するまで（可使時間内）に塗布作業を終えなければならないからである。

2液型接着剤や粉末接着剤の中には、ハニカムコアの端部に塗布することにより、接着剤使用量の削減をはかれるものもある。

接着剤硬化の後、孔あけ、切欠き、各種部品の取付けなどの後加工が必要に応じて行われ、平坦度、外観傷、接着状況などの検査を行った後、梱包、出荷される。通常、同一ロットの接着剤を使用して品質管理用の試験用

小パネルも同一工程で作製し、接着強さの測定を行う。

6. おわりに

接着によるアルミニウム合金製ハニカムサンドイッチパネルの製造方法、およびそれに関連する要素技術として、表面処理と接着について概説した。接着耐久性は、主に、表面処理と接着剤の組み合わせ、および使用環境に影響されるため、意匠性の面からの制約が多いなかで最適の接着下地処理を選択することが肝要である。

ここでは、ハニカムコアやパネルの強度⁹⁾および耐久性¹⁰⁾、ろう付けアルミニウムハニカムサンドイッチパネル^{11, 12)}などについては紙面の都合で割愛したが資料を参考にしていただきたい。

参考文献

- 1) 野口 元：日本金属学会会報，24 (1985)，471.
- 2) 住友軽金属工業㈱技術資料.
- 3) 例えば、宇佐見 勉：本誌，32 (1991)，274.
- 4) 日経ニューマテリアル，6月26日号 (1989)，32.
- 5) 例えば、東亜合成㈱技術資料「ザフロン・ZAFLON」.
- 6) 加藤 康：塗装技術，25-8 (1986)，111.
- 7) 永田宏二：接着の技術，14-3 (1994)，30.
- 8) 中谷 隆：私信.
- 9) 例えば、竹島義雄、平田勝彦：本誌，27 (1986)，50.
- 10) 例えば、千葉春海：アルミニウム，2-3 (1995)，1.
- 11) 中西 広、難波圭三、佐野啓路、伊藤泰永：本誌，29 (1988)，52.
- 12) 山口進吾、奥戸行一郎、入江 宏：本誌，34 (1993)，41.