

科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成25年 5月 27日現在

機関番号：32689

研究種目：基盤研究（C）

研究期間：2010～2012

課題番号：22560731

研究課題名（和文） 比重2を目指した耐食・航空機材料用Al-Mgクラッド合金の開発

研究課題名（英文） Development of Mg/Al clad sheet for air craft material and anti-corrosion

研究代表者

浅川 基男（ASAKAWA MOTO）

早稲田大学・理工学術院・教授

研究者番号：40288030

研究成果の概要（和文）：Mg合金は、金属の中で最も軽量で高い比強度を有するが、常温成形性と耐食性が乏しい。本研究では、薄いAlフォイルでMg合金を包んだクラッド板の製造を検討し、Mg/Alクラッド板を300℃で圧延接合を試み、以下の知見を得た。Mg板とAlフォイルは、圧下率が30%で接着することが可能である。次に、パスごとに300℃で焼鈍を施すと、常温成形性は著しく改良された。さらにMg板とAlフォイルの間にTiフォイルを挿入するとV曲げ試験での剥離防止効果を見いだした。

研究成果の概要（英文）：Magnesium alloys have the highest light-weight among practical metals, and high specific-strength to weight ratios. However, because wrought magnesium alloys have poor formability and corrosion resistance at room temperature, the manufacture of Mg/Al clad sheets with thin aluminum sheets has been investigated: high corrosion resistance and good formability can be achieved for a Mg/Al combination with an optimum manufacturing process. In this study, we fabricated Mg/Al clad sheets by rollbonding at a rolling temperature of 300℃. Consequently, the following results were obtained. Firstly, the magnesium and aluminum sheets could be bonded by rollbonding at 30% reduction. Secondly, by annealing at 300℃ for 1h for each pass of rolling, the formability of magnesium was improved markedly. Finally, the insertion of titanium foil between the magnesium and aluminum sheets prevented the peeling of the surface aluminum sheet in the V bending test.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2010年度	2,200,000	660,000	2,860,000
2011年度	500,000	150,000	650,000
2012年度	700,000	210,000	910,000
年度			
年度			
総計	3,400,000	1,020,000	4,420,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学・金属物性

キーワード：マグネシウム、クラッド、アルミニウム、成形性、耐食性

1. 研究開始当初の背景

マグネシウム（Mg）合金は実用金属中最軽量であり比強度が高いため、電子機器の筐

体や輸送機器部品への適用が拡大している。しかし、常温でのすべり系に乏しく、Mg合金圧延材は底面（0002）が圧延板面に対して

平行に配列する結晶集合組織を形成することから、常温での成形が困難である。また、化学的活性度が高いために腐食しやすい欠点も有する。このため、近年省エネルギー化や低燃費化が求められる航空機産業や自動車産業などの構造部材への適用例は少ないのが現状である。

2. 研究の目的

本研究はマグネシウム合金の耐食性と室温成形性を改善するため、Mg合金板とアルミニウム (Al) 板を用いた Mg/Al クラッド板の作製プロセスを究明する。本年は最終年度にあたり、主としてその加工性や材料の確性試験に注力する。

3. 研究の方法

これまでの結果から、熱間プレスから量産可能な温間圧延接合による Mg/Al クラッド板を作製することにした。概要図を Fig. 1 に示す。さらに、界面組織観察と室温成形性試験から Mg/Al クラッド板の性質を検討した。供試材は Mg/Al クラッド板の連続作製プロセスを見据え、市販の AZ61Mg 合金ストリップキャスト板、A1100 純 Al 板を用いた。また、熱間プレスの予備実験において Ti 薄板を挿入した Mg/Al クラッド板は高い機械的性質を示したことから、Ti 薄板のない Mg/Al クラッド板と Ti 薄板を挿入した Mg/Al クラッド板の2種類を作製することにした。各主成分、試験片寸法、使用した圧延機の緒元を Table 1, Table 2, Table 3, Table 4 に、その圧延機の入側、出側の外観を Fig. 2 に示す。なおロール温度も材料温度にあわせて昇温できる構造を有している。

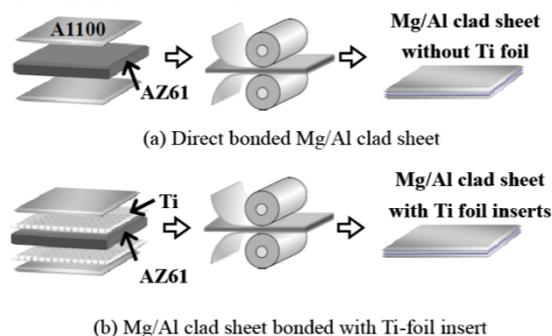


Fig. 1 Manufacturing process of Mg/Al clad sheet by roll-bonding

Table 1 Chemical composition of AZ61 and A1100 (mass %)

AZ61	Mg	Al	Zn	Mn	Fe
	92.5	6.26	1.03	0.234	0.001
A1100	Al	Cu	Fe	Si	Ti
	Bal.	0.15	0.61	0.09	0.02

Table 2 Chemical composition of pure Ti (10^{-3} mass %)

C	Fe	Ni	O	H
4.51	28.0	2.0	30.0	0.4

Table 3 Size of specimens

Specimens	AZ61	A1100	Ti
Thickness / mm	3.9	0.8	47×10^{-3}
Length \times Width / mm	200 \times 150		

Table 4 Specification of experimental rolling apparatus

Roller size / mm	$\phi 260 \times 300$
Roll speed / $m \cdot \min^{-1}$	0~200
Heating of rollers / $^{\circ}C$	~300
Torque / $kN \cdot m$	3.28
Maximum load / kN	784

圧延1パス目で Mg と Al を接合するため、最適な接合条件を究明した。1パス目接合試験条件を Table 5 に示す。また、得られた最適接合条件を用いて、2パス目以降を圧延した。2パス目以降の圧延パススケジュールを Table 6 に示す。なお、Table 6 にしたがって圧延する試料と、圧延パスごとに $300^{\circ}C$, 1時間の焼鈍を施す試料の2種類を作製した。これにより Mg 組織を等軸粒化し、成形性を向上させることにした4)。以後、前者を「圧延材 (Rolled specimen)」, 後者を「熱処理材 (Annealed specimen)」と称することにする。また、Mg/Al クラッド板作製後、エリクセン試験と 90° V 曲げ成形性試験により成形性を評価した。V 曲げ成形性試験条件を Table 7 に示す。

4. 研究成果

(1) 圧延接合による Mg/Al クラッド板

1パス目接合試験結果を Table 8 に示す。この結果から、Mg/Al クラッド板の最適接合条件は、圧延温度 $300^{\circ}C$, 圧下率 30% または圧延温度 $275^{\circ}C$, 圧下率 35% のいずれかであると考えられ、この両者に対して界面組織を観察した。Mg/Al クラッド板の2条件の観察箇所および界面組織写真を Fig. 3 に示す。

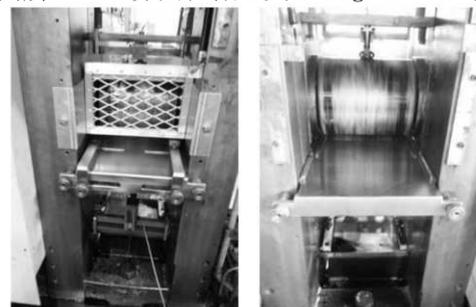


Fig. 2 External view of rolling mill

Table 5 Conditions of roll bonding test

Roll speed / $m \cdot \min^{-1}$	2.0
Roll temperature / $^{\circ}C$	200, 225, 250, 275, 300
Reduction / %	30, 35, 40

Table 6 Pass schedule of Mg/Al clad sheet

Pass number	2	3	4	5	6	7
Reduction / %	20	20	20	20	20	20
Roll temperature / $^{\circ}C$	300					

Table 7 Conditions of 90° V bending test

Stroke speed / mm·min ⁻¹	2.0
Punch radius / mm	2.0, 1.0, 0.5

Ti 薄板の有無にかかわらず、界面観察の結果から、圧延温度 300°C、圧下率 30%の圧延条件で内部の Mg の結晶粒が微細化している。これは加工温度上昇による Mg のすべり系の臨界せん断応力の低下と動的再結晶の促進によるものと考えられる。結晶粒微細化により高い成形性が見込めるため、Ti 薄板の有無によらず圧延温度は 300°C、圧下率は 30%とした。

Table 8 Results of bonding test

Specimens	Reduction / %	Roll temperature / °C				
		200	225	250	275	300
Mg/Al clad sheet without Ti foil	40	×	○	○	◎	◎
	35	○	○	○	◎	◎
	30	○	×	○	○	◎
Mg/Al clad sheet with Ti foil inserts	40	○	×	○	○	◎
	35	○	○	○	◎	◎
	30	×	×	×	×	◎

× : Mg and Al did not bond ○ : Able to bond and Mg fractured
◎ : Able to bond and did not fracture

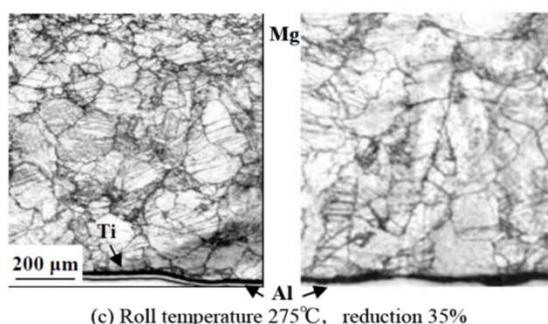
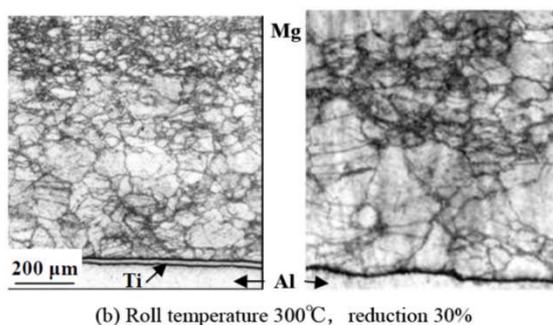
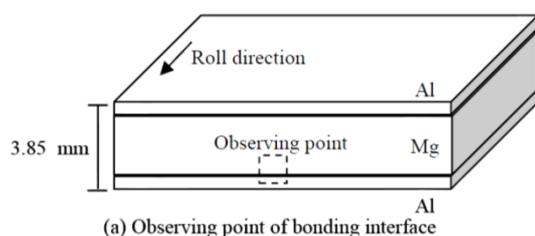


Fig. 3 Microstructure of bonding surface

この最適接合条件を用い、Table 6 のパススケジュールにしたがって Mg/Al クラッド板

を圧延した。このとき、Table 6 に示した同条件でパスとパスの間に 300°C、1 時間の焼鈍工程を入れた熱処理材を試料として採取した。Mg/Al クラッド板の外観を Fig. 4 に示す。板厚は全て 1.0 mm 程度である。また、作製した試験片はパス間の焼鈍の有無や Ti の有無による外観への差は見られなかった。光学顕微鏡による Mg/Al クラッド板の界面組織観察結果を Fig. 5 に示す。

圧延材では内部の Mg の結晶粒径の不均一が確認できるが、熱処理材では比較的均一な結晶粒の組織を示した。また、Ti 薄板のない Mg/Al クラッド板の熱処理材では、金属間化合物層が形成し、これが分断されている状況が観察される。これはパスごとの焼鈍により金属間化合物層が形成、成長し、圧延によって破壊、分断されたと考えられる。一方、Ti 薄板を挿入した Mg/Al クラッド板では内部の Ti が一部分断されているか、その間で Mg と Al が金属接合している状況が観察された。

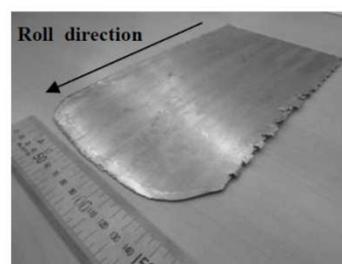


Fig. 4 Mg/Al clad sheet made by roll-bonding

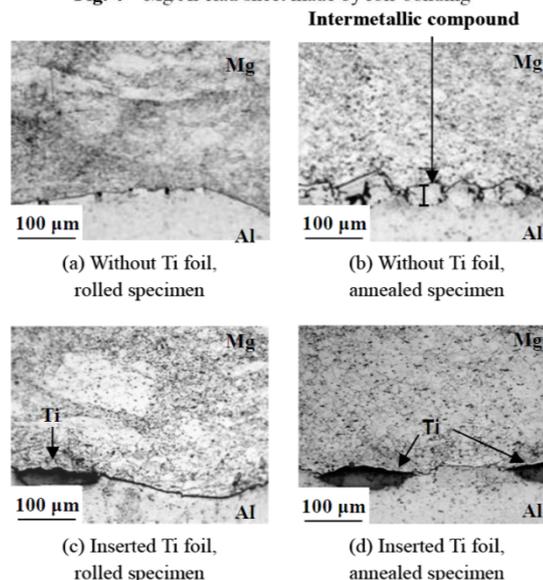


Fig. 5 Microstructure of bonding surface of Mg/Al clad sheets

(2) エリクセン試験

圧延材、熱処理材のほか、圧延材に 300°C、4 時間の焼鈍、熱処理材に 300°C、1 時間の焼鈍を施した Mg/Al クラッドを作製し、Fig. 6 に示すようなエリクセン試験で成形性を評価した。また、焼鈍した Ti 薄板のない Mg/Al クラッド板の界面組織観察結果と Mg の内部

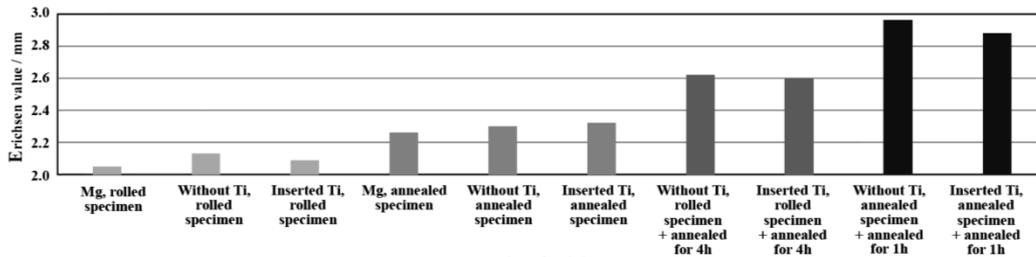


Fig. 6 Results of Erichsen test

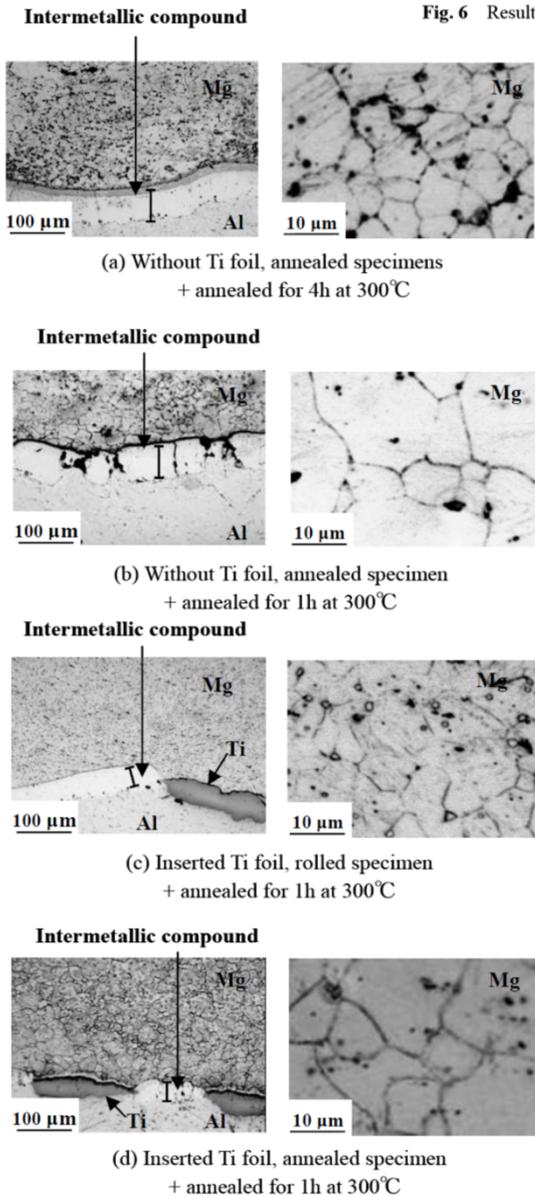


Fig. 7 Microstructure of bonding surface of annealed Mg/Al clad sheets

結晶組織を Fig. 7 に示す。Fig. 5 (a), (c) と比較して、圧延材では金属間化合物層が形成されている。また、Fig. 5 (b) と比較して、熱処理材では金属間化合物層の増加が見られる。一方、Fig. 7 (d) では金属間化合物層が形成されているものの、Mg-Ti 間、Ti-Al 間による接合が確認できる。エリクセン試験の各 Mg/Al クラッド板作製条件において、Ti 薄板の有無による差は大きく生じていない。これより、Mg/Al クラッド板の成形性は加工

プロセスと内部の Mg の状態に依存するものを推察される。

熱処理材は圧延材よりもエリクセン値が高い。これは Fig. 5 で示したように、熱処理材では内部の Mg が比較的均一な結晶粒組織を有するためと考えられる。また、圧延材を 300°C で 4 時間焼鈍した Mg/Al クラッド板よりも、熱処理材を 300°C で 1 時間焼鈍した Mg/Al クラッド板の方がエリクセン値は高い。Fig. 7 (a), (c) に示すように、4 時間の焼鈍によって圧延材は均一な結晶組織となったが、Mg の結晶粒内には双晶が多く存在する。一方、Fig. 7 (b), (d) から、熱処理材に 300°C で 1 時間焼鈍した Mg の内部組織は結晶粒が成長し、双晶は観察されない。熱処理材はパスごとの焼鈍により各パスの圧延による加工ひずみが解消され、圧延後の焼鈍によりさらに回復が進んだと推察される。

(3) 90° V 曲げ成形性試験

Mg/Al クラッド板との比較のため、AZ61Mg 合金で Mg/Al クラッド板と同様の圧延材と熱処理材を作製した。Table 9, Fig. 8 に 90° V 曲げ成形性試験結果と凡例を示す。なお、×は破断、—は試験を行っていない。Mg/Al クラッド板は AZ61 よりも成形性が高い。これは Mg/Al クラッド板の最表層が Al のため、高い延性を得たためと考えられる。また、熱処理材に焼鈍を施した Mg/Al クラッド板は、エリクセン試験と同様に最も良好な成形性を示した。Ti 薄板のない Mg/Al クラッド板ではクラックと同時に表層の Al の剥離が生じている。Fig. 5 (b), Fig. 7 に示した剥離の生じた Mg/Al クラッド板の界面組織観察結果より、これらの Mg/Al クラッド板は金属間化合物層が多く形成されており、これによって剥離が生じたと考えられる。一方、Ti 薄板を挿入した Mg/Al クラッド板では表層の Al の剥離は生じていない。これは、Ti 薄板が破断してもなお、Mg-Ti 間、Ti-Al 間で接合しているためと推察される。

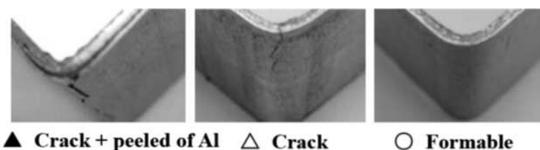


Fig. 8 V bending test specimens

Table 9 Results of V bending tests

Specimens	Punch radius / Thickness		
	R / t		
	2.0	1.0	0.5
AZ61 Mg alloy, rolled specimen	△	×	—
AZ61 Mg alloy, annealed specimen	△	×	—
Mg/Al clad sheet without Ti foil, rolled specimen	△	△	△
Mg/Al clad sheet with Ti foil inserts, rolled specimen	△	△	△
Mg/Al clad sheet without Ti foil, annealed specimen	△	▲	▲
Mg/Al clad sheet with Ti foil inserts, annealed specimen	△	△	△
Mg/Al clad sheet without Ti foil, rolled specimen + annealed for 4h	▲	△	△
Mg/Al clad sheet with Ti foil inserts, rolled specimen + annealed for 4h	△	△	△
Mg/Al clad sheet without Ti foil, annealed specimen + annealed for 1h	○	△	▲
Mg/Al clad sheet with Ti foil inserts, Annealed specimen + Annealed for 1h	○	△	△

▲Crack + Peeled of Al △Crack ○Formable

(4) まとめ

圧延接合による Mg/Al クラッド板の最適作製プロセスを検討し、界面組織観察、エリクセン試験、90° V 曲げ成形性試験より、以下の知見を得た。

- ①圧延温度 300°C, 圧下率 30%の圧延で Mg/Al クラッド板を作製（接合）できる。
- ②圧延ごとに 300°C, 1 時間の焼鈍をすると、双晶のない均一な Mg の結晶組織を得ることができる。さらに、エリクセン試験、90° V 曲げ成形性試験において室温成形性が向上する。
- ③90° V 曲げ成形性試験において、Ti 薄板のない Mg/Al クラッド板は表層の Al の剥離が生じたが、Ti 薄板を挿入した Mg/Al クラッド板では剥離は生じなかった。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 2 件)

①齋藤雅寛, 浅川基男, 小林勝, 松崎邦男, 加藤正仁, 船戸寧: 圧延接合による Mg/Al クラッド板の製造プロセスと室温成形性の究明, 塑性と加工, 2013 年度に掲載確定, 査読有。

②Masahiro Saito, Motoo Asakawa, Masaru Kobayashi, Kunio Matsuzaki, Masahito Kato, Steel Research International Special Edition 2010, Volume 81, Number 9, 234, 査読有。

[学会発表] (計 5 件)

①齋藤雅寛, 浅川基男, 小林勝, 加藤正仁, 松崎邦男, 船戸寧: 圧延接合による AZ61Mg 合金 Al クラッド板の最適作製プロセスの検討—Mg/Al クラッド板の作製及び性質の究明 第 3 報—, 第 62 回塑性加工連合講演会, (2011-10), 307-308, 2011 年 10 月 28 日,

ホテル日航豊橋。

②M. Saito, M. Asakawa, M., Kobayashi, M., Katoh, M., Masahito, K.: Manufacture of Mg/Al Clad Sheet with Pure Titanium Foil Inserts by Roll-bonding, ICTP 2011. 10th ICTP 2011, 719-723, 2011 年 9 月 25-30 日, Aachen, Germany.

③齋藤雅寛, 浅川基男, 小林勝, 加藤正仁, 松崎邦男: 圧延接合による AZ61Mg 合金 Al クラッド板の開発—Mg/Al クラッド板の作製及び性質の究明 第 2 報— (Development of Mg/Al Clad Sheet by), 第 61 回塑性加工連合講演会, (2010-10), 199-200, 2010 年 10 月 17 日, 山形大学。

④Saito, M. Asakawa, M., Sunaga, Y., Kobayashi, M., Kato, M. & Matsuzaki, K.: Manufacturing of Mg/Al Clad Sheet with Pure Titanium Foil as Inserts by Hot Pressing and Rolling, Metal Forming (Toyohashi), (2010), 234-237, 2010 年 9 月 22 日, ホテル日航豊橋。

⑤齋藤雅寛, 浅川基男, 小林勝, 松崎邦男, 加藤正仁: 純 Ti 薄板をインサート材として用いた AZ61Mg 合金 Al クラッド板の作製及び性質の究明, 第 4 1 回塑性加工春季講演会, (2010-5), 91-92, 2010 年 5 月 28 日, 電気通信大学。

6. 研究組織

(1) 研究代表者

浅川 基男 (ASAKAWA MOTOO)
早稲田大学・理工学術院・教授
研究者番号: 40288030