論文

熱間圧延を利用して金属基複合材料をクラッド させた超塑性アルミニウムクラッド板の作製

— 金属基複合材料を積層した超塑性クラッド板の開発 第1報 —

児島 澄人* 石川 孝司**

Production of Superplastic Aluminum Sheet Clad with Metal Matrix Composite by Hot Rolling

— Development of Superplastic Aluminum Sheet Clad with Ceramic-Particle-Reinforced Metal Matrix Composites I —

Sumito KOJIMA and Takashi ISHIKAWA

(Received on January 24, 2005)

Ceramic-particle-reinforced aluminum composites exhibit excellent mechanical, physical and thermal properties which makes them very attractive for various applications such as in automobile engineering components and aerospace structures. A superplastic aluminum sheet clad with ceramic-particle-reinforced aluminum composites was developed to increase the advantages of such composites. A clad sheet was fabricated by the hot rolling of an aluminum alloy sheet and a TiN-particle-reinforced aluminum composite sheet, which were fabricated by powder metallurgy and thermomechanical processing. The thickness ratio of the composite in the clad sheet was 50%. Clad sheets indicated an m value of about 0.36 and a total elongation of 257% at a strain rate of $8.3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ and a temperature of 793K. Aluminum alloys indicated a total elongation of 567% under the same conditions, whereas TiN/Aluminum composites indicated a total elongation of 65%. Under the pressure of a gas flow for 3 min on its surface, the clad sheet also formed a bulge like a hemisphere, regardless of whether the aluminum sheet surface or MMC sheet surface was pressurized.

Key words: superplasticity, clad material, clad rolling, composite, powder metallurgy, bulge formation

1. 緒言

アルミニウムの耐摩耗性や耐熱性を改善する方法として、種々の表面改質が検討されているが、金属の中にセラミックスのウイスカや粒子を分散させた金属基複合材料（以後、MMC と略す）をアルミニウムの表面に Fig. 1 のように複合化する方法が考えられている。木内らは、セラミックス粒子とアルミ合金粉末を混ぜた混合粉体をアルミ合金の基板の上に乗せ、アルミニウムの固液共存領域の温度で圧延することで、MMC クラッド板を作製している¹⁾。菅沼らは MMC が表層部に配する鋳造法を開発し、自動車用耐熱軽量シリンダーを実用化させた²⁾。いずれも耐摩耗性が向上したことを報告している。

しかし、MMC クラッド板はまだコストパフォーマンスに見合う利用がされておらず、その課題として、クラッド化した後の、成形性に難問を抱えている。

山本らは、粉末冶金法を利用して、超塑性アルミ合金粉末とセラミックス粒子の混合比に格差をつけ、部分的

Fig. 1 Schematic MMC clad sheet

な MMC 層と超塑性アルミ合金層により構成されたハイブリッドクラッド材をホットプレスで作製している。このクラッド材では、外側に MMC を配する鍛造品が超塑性成形できることを報告している³⁾。この場合、MMC の超塑性特性が成形のキーポイントになっていた。

MMC の超塑性特性を上げる方法として、粉末冶金法とその後の加工熱処理により、母材の金属結晶粒を $1 \mu\text{m}$ 以下に微細化することが挙げられる。この場合の最終工程である高温圧延では、セラミックス粒子 ($1 \sim 2 \mu\text{m}$) の体積含有率が 30% 以下の MMC で割れることなく、

* 名古屋市工業研究所 〒456-0058 名古屋市熱田区六番 3-4-41

** 名古屋大学大学院工学研究科 〒464-8603 名古屋市千種区不老町

1 mm の薄板が加工できることが示されている⁴⁾。このように造られた MMC は超塑性特性が高く、ブロー成形によるバルジ加工にも応用されている^{5,6)}。

本報では、前報で用いた同じ方法⁴⁾を利用して作製した MMC とアルミ合金の板材同士を熱間圧延で圧着する方法で MMC クラッド板の作製を行った。この方法による MMC クラッド板の超塑性の発現を調べるとともに、それぞれの基材の超塑性特性との違いを考察した。

2. 実験方法

2.1 超塑性合金および超塑性 MMC の作製

クラッド板の基礎になる 2 種類の試材は A2017 アルミ合金と、その合金に TiN を分散させた TiN/A2017 (TiN の体積分率: 15%) 粒子強化複合材料である。TiN/A2017 の製造プロセスは Fig. 2 に示すように、セラミックス粒子と金属との濡れ性などの影響から、融点以下で混合が可能な粉末冶金法を用いた。これまでに Fig. 2 のような製造プロセスで結晶粒径が $1\mu\text{m}$ 以下の MMC ができていることが分かっている⁷⁾ことから、同じ方法を採用した。すなわち、TiN の粒子 (平均粒子径 $1\mu\text{m}$) と A2017 粉末 ($44\mu\text{m}$ 以下) とを有機溶媒中で 24h 混合し、乾燥後、真空ホットプレスにて、773K、200MPa で 1h の焼結を行った。その後、緻密化と母材のアルミ合金の結晶粒微細化のため、773K、押出し比 16 の熱間押出しと 818K で熱間圧延 (1pass 毎に圧下率 10% で加熱繰返し圧延) を行って、最終的に 1mm の厚さのプレートを作製した。

一方、A2017 は、Fig. 2 の混合・乾燥以外は温度、工程とも TiN/A2017 と同じプロセスを用い、同じく最終的に 1mm の厚さのプレートを作製した。

Fig. 2 Fabrication of A2017 and TiN/A2017 sheet

2.2 アルミ合金と MMC のクラッド板の作製

前節の方法で製造した両試材のプレートについて、厚さ 1mm、60mm 角の板を切出し、接合されるそれぞれのプレートの表面を #400 の研磨紙で仕上げて、洗浄後、Fig. 3 のように SUS304 の保温板の間に重ね合わせて圧延を行った。重ね合わせの圧延条件については、前節の加工熱処理法での圧延条件と同じく、すなわち 818K で 1 回の圧下率 10% で加熱繰返し圧延を行った。それぞれ 1mm

厚の 2 枚の基材を重ね合わせた後、総圧下率が 50% になるまで、すなわち、クラッド板が、元の試材とほぼ同じ 1mm の板厚になるまで、圧延した。

Fig. 3 Joining of A2017 and TiN/A2017 by hot rolling

3. 実験結果

3.1 A2017 および TiN/A2017 の高温変形特性

Fig. 4 および Fig. 5 に A2017 および TiN/A2017 の高温変形特性を示す。特性の評価については、標点間距離 5mm、幅 4mm、厚さ 1mm の試験片をそれぞれのプレート圧延方向と引張り方向が同じになるように切り出し、793K、813K および 833K の各温度で種々のクロスヘッド速度で引張試験を行った。

Fig. 4 Tensile characteristics of A2017 alloy

Fig. 5 Tensile characteristics of TiN/A2017 composite

A2017 では、793K で $8.3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ のひずみ速度の条件で 567% の伸びが得られた。後述するように m 値は 0.36 を示し、微細結晶粒超塑性の傾向を示した。793K、813K、833K の試験温度範囲では、793K で伸びが高かった。この温度は、A2017 の固相線 (780K 近傍) に近い温度であ

り、粉末焼結から作られた他の超塑性合金でも類似の傾向が示されている⁸⁾。A2017（ジュラルミン）は、析出強化型アルミ材料であり、この素材でも、粉末冶金法を用いることで、大きな伸びが得られることが分かった。

一方、TiN/A2017 では、A2017 に比べて、伸びが低く、後述するように m 値も 0.23 と低かった。MMC が超塑性を示すには、微細な複合組織が必要であることに合わせて、MMC の組合せがその後の高温変形特性に影響を与えられと考えるが、TiN と A2017 合金の組合せでは、超塑性が示されたとは言えなかった。しかし、793K で $3.3 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ の高ひずみ速度の条件で、他の低ひずみ速度の伸びよりも高い 95% の伸びが得られた。MMC の超塑性特性は高ひずみ速度域で高い伸びを示す報告が多く⁹⁾、TiN/A2017 の高温変形特性でも、類似の傾向が示された。

Fig. 6 Appearance of clad sheet after hot rolling

Fig. 7 Longitudinal section of clad sheet after hot rolling

3. 2 クラッド板の圧着状態

Fig. 6 に圧着後のクラッド板の外観を示す。818K で総圧下率 50% の繰返し熱間圧延をした結果、境界割れなどがない良好な圧着ができた。クラッド板の長さは 130mm であり、ほぼ圧着前の 2 倍に伸ばされており、両基材の伸びのずれはその伸びに比べて、微少であった。クラッド板は、TiN/A2017 を外側にして、そりが見られた。これは、熱間圧着後の冷却過程での熱収縮の違いであると考えられる。加えて、熱収縮の差による界面の剥離は認

められなかった。

Fig. 7 に圧着後のクラッド板の縦断面を示す。クラッド板は同じ比率で 2 層が合わさっており、圧着前の基材の板厚比どおりであった。界面について詳細に調べると、数 μm の微小なキャビティが残存していたが、割れや大きな空隙は見られず、接合面は凹凸のないきれいな直線を示していた。

3. 3 クラッド板の高温変形特性

熱間圧着させたクラッド板材から、単層材料と同じ厚さ、形状の引張試験片を切り出し、単層材料で超塑性特性の高かった 793K の温度で引張試験を行った。その結果を単層の基材の結果とあわせて Fig. 8 にまとめた。

各試験片の伸びは、A2017 が最大で、以下、クラッド板、TiN/A2017 の順に伸びが高かった。 $8.3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ のひずみ速度の条件での試験後の各試験片を Fig. 9 に示す。

$8.3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ のひずみ速度の条件で、それぞれの基材の伸びは、A2017 単独で 567%，TiN/A2017 単独で、64% であり、クラッド板はその中間の 257% を示した。Fig. 9 のクラッド板の試験片の破断部を SEM や光学顕微鏡で観察した結果、クラッド界面での割れや剥離は見られず、クラッド板の表裏に関係なく、均一に伸びていた。クラッド板の板厚割合は 1:1 であり、クラッド板の伸びはその板厚割合に則して、両方を平均したような結果が得られた。

一般的に伸びに違いのある基材を用いたクラッド板の延性は、その組合せにより異なった結果が現れている。

Fig. 8 Tensile characteristics of clad sheets, A2017 alloy and TiN/A2017 composite

Fig. 9 The specimens after tensile test at 793K and strain rate of $8.3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ in A2017, TiN/A2017 and clad sheet

例えば、金属と樹脂のクラッド板では、延性の低い素材の方に、そのクラッド板の延性が強く影響を受ける場合がある¹⁰⁾。また金属同士のクラッド板では、軟質と硬質のアルミニウムのクラッド材¹¹⁾のように、伸びが両基材の間になる例が報告されている。一方、600%の伸びを示す Zn-Al 超塑性合金と 50%程度の伸びしか示さない純アルミニウムとを合わせたクラッド板は、Zn-Al 合金が超塑性を示す 473K で、 10^{-1} s^{-1} の高ひずみ速度域で、両基材の中間の値である 200%の伸びが得られることが報告されている¹²⁾。本実験はこの報告のように超塑性がクラッド板の伸びの向上に関係していた。数 10%しか伸びなかった TiN/A2017 が、超塑性特性の高い A2017 とクラッドすることにより、200%以上の伸びが得られたことは興味を持たれる結果であった。

Fig.8 に示すように、各試験片と流動応力の関係は、ひずみ速度で異なり、 $1.0 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ より低いひずみ速度では A2017 が低く、より高いひずみ速度では TiN/A2017 の方が低かった。クラッド板は A2017 の流動応力に近い傾向を示した。ひずみ速度感受性指数の m 値は A2017 とクラッド板で 0.36 を示し、TiN/A2017 で 0.23 であった。 m 値と伸びには相関があり、 m 値の低い TiN/A2017 は、伸びも低かった。一般的に超塑性変形の考え方として、変形部のネッキングの進行を抑制する指標として、 m 値が 0.3 以上であることが示されている。クラッド板がネッキングを起こさずに変形をおこした理由には、TiN/A2017 単独材料では $m < 0.3$ を示していたのに対して、クラッドすることで $m > 0.3$ になったことが挙げられる。

通常の塑性変形の場合、クラッド板の荷重の分担は引張り強度の高い材料側で高くなると考えられるが、超塑性変形の場合、クラッド板の基材のそれぞれが持つ固有の m 値の影響から、必ずしも引張り強度の高い材料側で荷重の分担が高くなるとは限らない。Fig.8 において、 $8.3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ のひずみ速度の条件での個々の流動応力は A2017 より TiN/A2017 が高く、クラッド板は TiN/A2017 に近い塑性流動になることが予想される。しかし実験結果からはクラッド板の流動応力は A2017 のそれに近く、このことからクラッド板は m 値の影響の強く受けたと考えられる。

4. クラッド板の実用性に関する考察

4.1 クラッド板の耐摩耗性

クラッド板の実用性については、耐食性などの表面化学的なメリットも考えられるが、特に耐摩耗性への有効利用が期待されている。アルミ合金に MMC 粉末を半溶融合合した MMC クラッド板では、基材のアルミ合金に比べて、耐摩耗性が極端に高くなることが示されている¹⁾。本研究で開発した超塑性 MMC クラッド板について、その表面特性を評価するため、硬さおよび耐摩耗性を調べた。Table 1 にクラッドの両面のビッカース硬度を示す。TiN/A2017 は TiN 粒子を含有しているため、必然的に TiN/A2017 面側が硬くなっていた。本クラッド板では TiN 粒子の体積含有率は 15%であり、クラッド面の硬度の変化は、強化粒子の含有率をコントロールすることで、達成できると考えられる。

Table 1 Hardness in clad sheet

A2017 side	TiN/A2017 side
HV 105	HV 120-145

(Applied load = 0.098N)

Table 2 Condition of wear test

Wear test : Ohgoshi type
 Traveling length : 200m (const.)
 Final load : 32.3N
 Rotation circle : $\phi 30\text{mm} \times 3\text{mm}$
 Rotation speed : 0.34, 0.63, 1.36 $\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$

摩耗特性を調べるため、大越式摩耗試験機を用いて、クラッド板の両面について、摩耗試験を行った。摩耗試験条件を Table 2 に示す。

Fig. 10 Comparison of wear resistance between A2017 and TiN/A2017 sides in clad sheet

摩耗試験の結果を、Fig. 10 に示す。試験した摩擦速度の範囲内では、TiN/A2017 面が A2017 面よりも高い耐摩耗性があった。また摩擦速度が高いほど、クラッドの効果が現れていた。アルミ合金は摩耗による焼付が大きな問題になっており、焼付は摩擦速度に強い影響を持っている。その点でクラッド板は焼付の防止の点でも、有効な利用ができると考えられる。

4.2 クラッド板のブロー成形

クラッド板の成形性を調べるため、ブロー成形を行っ

た。ブロー成形は超塑性特性を有効に利用した加工法であるが、クラッド板の場合は、ブローによる加工面の外と内の応力差がその成形性に影響を与えることが危惧される。成形方法としては、試験温度 793K で、アルゴンガスにて $\phi 60\text{mm}$ の円板の中心部 $\phi 30\text{mm}$ の範囲に、 0.024MPa/min の加圧速度で限界までブロー加圧をした。試料は張出し面がクラッド板の表と裏、すなわち、TiN/A2017 が外と内になる 2 条件でブロー成形を行った。

Fig.11 に張出し面が TiN/A2017 の条件の成形結果を示す。張出し高さは 16.2mm、その成形時間は約 3min で、半球形のパルジ成形ができた。

Gas pressure rate= $0.004\text{MPa}\cdot\text{s}^{-1}$, Pressure area= $\phi 30\text{mm}$, Temp.= 793K, Forming time=2.9min, Cup height=16.2mm

Fig.11 Bulge shape of clad sheet after blow forming

Fig.12 に張出し面が A2017 の条件と TiN/A2017 の条件のブロー成形結果を示す。張出し高さはほぼ同じであり、成形時間もほぼ同じであった。このことから、クラッドの上下の違いにかかわらず、半球状のブロー成形ができた。また、表面性状については、張出し面に TiN/A2017 がある条件の方が光沢が見られた。

(a) Face:TiN/A2017,Back:A2017 (cup height=16.9mm)
(b) Face: A2017,Back TiN/A2017 (cup height=16.2mm)
Gas pressure rate= $0.004\text{MPa}\cdot\text{s}^{-1}$, Temp.= 793K

Fig.12 Blow forming of clad sheet

近藤らはアルミニウム合金の硬質材と軟質材のクラッド板において、深絞り変形による成形性の評価をしている¹¹⁾。この場合、ポンチ形状によって違いがあり、平頭ポンチの深絞りでは表裏の差が生じるが、球頭ポンチの深絞りにおいては、表裏の差が小さかったことを報告している。この球頭ポンチの形状は $\phi 30$ の半球形をしていて、本研究のブロー成形体と全く同じであった。このことは成形品の曲率半径に大きな影響があると考えられ、変形の主体が曲げよりも引張にあったことが考えられ、曲げによる検討も今後の課題である。

5. 結 言

粉末冶金とその後の高温押出と高温圧延から作製した

A2017 合金および TiN/A2017 複合材料の 2 種類のプレート材について、それぞれを重ねて高温圧延し、クラッド板を作製した。そのクラッド板について、引張試験とブロー成形によって高温変形特性を調べ、加えて表面特性を調べた結果、以下のことがわかった。

- (1) A2017 および TiN/A2017 を同じ 1mm ずつの初期厚さで重ねて、818K で熱間圧延をした結果、1:1 の板厚比率で 2 層の断面を持つ MMC クラッド板が作製された。
- (2) クラッド板は 793K でひずみ速度が $8.3 \times 10^{-3}\text{s}^{-1}$ の変形条件で 257% の全伸びと 0.3 を超える m 値が得られ、超塑性が発現された。
- (3) クラッド板の超塑性領域での全伸びは、基材の A2017 と TiN/A2017 との中間の値を示した。
- (4) クラッド板の超塑性領域での流動応力も、基材の A2017 と TiN/A2017 との中間の値を示した。しかし、2 つの基材とクラッド板の 3 種の流動応力の差は、ひずみ速度の変化による応力増分に比べて、小さかった。
- (5) クラッド板の表面特性は、両面で異なり、一方に硬く、耐摩耗特性があり、MMC の利点を生かしたクラッド板であることがわかった。
- (6) クラッド板を超塑性領域でブロー成形した結果、TiN/A2017 が張出し部の外側にあっても、内側にあっても、ほぼ同じ張出し高さのパルジ成形ができた。また、TiN/A2017 が張出し面にある方が、成形後の表面性状において、光沢のある成形体が作製できた。

6. 謝 辞

本研究を進めるに当たり、多くの助言をいただいた独立行政法人産業技術総合研究所の今井恒道博士に感謝いたします。また、試料を提供いただいた東洋アルミ㈱に謝意を表します。

参 考 文 献

- 1) 木内学・杉山澄雄：塑性と加工,42-482(2001),173-178.
- 2) 菅沼徹哉：鋳造工学,73-12(2001),829-833.
- 3) 山本弘樹・西村尚・段勇：塑性と加工,40-456(1999),45-49.
- 4) 今井恒道・児島澄人・鈴木一孝・糸正市：塑性と加工,37-426 (1996),699-704.
- 5) 児島澄人・今井恒道・石川孝司：第53回塑加連講論(2002),435-436.
- 6) 二宮崇・平博仁・金武直幸・長隆郎：軽金属,48-8 (1998),380-384.
- 7) Imai,T., Kojima,S.,Esperance,G.L.,Hong,B.D. &Jiang,D.:Scr.Metall.Mater.,35-10(1996),1199-1204.
- 8) Matsuki,K.,Sugahara,H.,Aida,T.,Takatsuji,N.,Kusui,J.& Yokoe,K.:Mater.Trans.JIM,40-8(1999),737-743.
- 9) Mabuchi,M.& Higashi,K.: Mater.Trans.JIM,40-8 (1999),787-793.
- 10) 臼田松男・橋本浩二：塑性と加工,38-432(1997),40-44.
- 11) 近藤一義・平岩正至：塑性と加工,32-360(1991),13-19.
- 12) 大澤泰明・西村尚：塑性と加工,27-302(1986),375-383.