

東京電機大学

博士論文

溶湯直接圧延法による軽量 Mg/Al クラッド材の製造

Fabrication of lightweight Mg/Al clad material by melt direct
rolling method

馮 庚琰

2023 年 3 月

目 次

第1章 序章.....	1
1.1 研究背景.....	1
1.2 従来の Mg/Al クラッド材の製造法.....	2
1.2.1 拡散接合.....	2
1.2.2 爆発圧着.....	3
1.2.3 圧延接合.....	5
1.2.4 固-液複合 casting.....	7
1.3 研究の目的.....	9
1.4 本論文の構成.....	9
第2章 二層 Mg 合金/純アルミニウムクラッド材の製造.....	11
2.1 緒言.....	11
2.2 単ロール法による溶湯凝固厚さの予測式.....	11
2.3 実験材料および実験方法.....	13
2.3.1 クラッドの実験材料.....	13
2.3.2 実験方法.....	14
2.4 実験結果および考察.....	17
2.4.1 板の表面状態.....	17
2.4.2 板厚測定.....	19
2.4.3 クラッドの界面組織の観察.....	20
2.4.4 硬さ計測および引張せん断試験.....	22
2.5 まとめ.....	26
第3章 二層 Mg 合金/Al 合金クラッド材の製造.....	27
3.1 緒言.....	27
3.2 実験材料および実験方法.....	27
3.2.1 実験材料.....	27
3.2.2 実験方法.....	28
3.3 実験結果および考察.....	33
3.3.1 単ロール法による実験凝固定数の算出.....	33
3.3.2 クラッド材の表面に及ぼすロール周速度と注湯手順の影響.....	35
3.3.3 接合界面の組織観察.....	40
3.3.4 機械的性質.....	43
3.4 まとめ.....	45

第4章 スクレイパーを用いた Mg/Al クラッド材の製造	46
4.1 緒言	46
4.2 実験材料および実験方法	47
4.3 実験結果および考察	50
4.3.1 単ロール法による板材表面温度	50
4.3.2 クラッド材の表面状態	51
4.3.3 組織観察	52
4.3.4 硬さ試験	55
4.4 まとめ	58
第5章 結論および今後の展望	59
参考文献	62
謝辞	70
研究業績	71

第1章 序章

1.1 研究背景

電気自動車の普及や燃料費規制の強化に伴い、自動車の軽量化は自動車産業の技術開発の重要な要素技術となっている。自動車の軽量化の実現によって、二酸化炭素の排出の低減、燃費の向上、省エネルギーに貢献できる。近年、各国の自動車メーカーでは、自動車の安全性能を確保しながら、軽量化技術を適用することが検討されている^[1-6]。現在、自動車の軽量化には、従来の鉄鋼製部品に代わって、アルミニウム合金、マグネシウム合金、CFRP（炭素繊維強化プラスチック）などの軽量材料を用いることが有効な手段と考えられている^[7-10]。その反面、環境問題の視点から、プラスチックのリサイクル性の問題もあり、自動車の軽量化には依然課題が残る。すなわち、自動車の軽量化に使用される構造材料は高いリサイクル性を有する軽量な金属材料が主体であることが現実的であると考えられる。

軽量な実用金属中では、アルミニウム（Al）は、軽く比較的強度も高い。また、耐食性やリサイクル性も優れているため、自動車の軽量化を目的として実用化されている^[11]。ところで、マグネシウム（Mg）の密度は、Alの約2/3、鉄の約1/4の密度（1738kg/m³）であり、実用金属中では最軽量である。さらに、比強度や耐力も高く、振動や衝撃を吸収しやすく、さらに電磁波遮蔽性能に優れている。また、プラスチックと比べて、高いリサイクル性を有している。しかし、Mgは活性化金属であり酸化しやすく、燃えやすい上に耐食性が低いため、Mg合金の実用化はそれほど広がっていない^[12]。

材料を適材適所に利用するという観点からは、軽量化を進める際には「マルチマテリアル化」も重要なポイントである。「マルチマテリアル」とは、異なる機能を有する材料を適材適所で使用し、部材の高機能化、多機能化、ハイブリッド機能化による高付加

価値化を図りながら軽量化を実現することである。このように考えると材料のクラッド化はマルチマテリアル化の一つであり、本研究の重要なキーワードでもある。これまでも、クラッド化によって新しい複合材料を創製し、一つの金属と他の金属を組み合わせ、単体の金属では得られない機能を作り出した例がある^[13-15]。従って、耐食性の低い Mg 合金の表面に、耐食性のある Al 合金を積層できれば、新しい Mg/Al クラッド材を創製でき、軽量化材料として有効に利用できる可能性があると考えたことが研究のきっかけの一つである^[16]。

1.2 従来の Mg/Al クラッド材の製造法

Mg/Al クラッド材は Mg 合金の軽さと Al 合金の耐食性を併せ持つ点に優位性がある。軽量で耐食性に優れた Mg/Al クラッド材は新しい材料として、輸送機器分野、電子機器分野などへの応用が期待される。一般的な Mg/Al クラッド材の製造方法としては、拡散接合、爆発圧着、圧延接合（冷間圧延や熱間圧延）、固-液複合鋳造およびそれらの接合方法の組み合わせ（爆発圧着と圧延接合^[17,18]、拡散接合と圧延接合^[19]）があげられる。代表的な Mg/Al クラッド材の製造方法について次に述べる。

1.2.1 拡散接合

拡散接合（Diffusion bonding）は同種または異種金属同志を、部材を熔融することなく加熱、加圧を利用して、原子の拡散によって接合させる技術である。接合界面の性能は主に接合温度、接合時間、圧力、表面処理などのパラメータによって影響を受ける^[20]。

拡散接合による Mg/Al クラッドの研究はいくつか報告例がある^[21,22]。Zhang らは拡散接合で得られた Mg/Al クラッド材の接合界面が MgAl, Mg₃Al₂, Mg₂Al₃ の三層の金属間化合物層によって構成されていると報告した^[21,22]。Zhang は Ni 中間層を用いて Mg/Al クラッド材を拡散接合によって製造し、SEM, EPMA, XRD を用いて界面の分析を行い、

接合界面の力学的特性を調査した。その結果、Ni 中間層によって Al-Mg 金属間化合物の形成が抑制され、拡散層は Al-Ni 層、Ni 中間層、Mg-Ni 層によって構成されていることを明らかにしている。さらに引張試験による結果から破壊は金属間化合物層の Mg-Ni 層で起こることを示した^[23]。一般的に、Mg/Al クラッド材の拡散接合は、接合前の表面処理工程が複雑であり、Mg/Al クラッド材に関する研究例はこれまであまりない。

1.2.2 爆発圧着

爆発圧着 (Explosive welding) は爆薬の爆発の際に発生するエネルギーによって、一方の材料を瞬間に加速させ高温、高圧の条件下でもう一方の材料に衝突させ、異なる金属同志を瞬間的に一体化する接合方法である^[24]。爆発圧着プロセスの概略図を Figure 1.1 に示す。爆発圧着によって得られる積層材の界面接合強度は高く、母材が熱の影響を受けにくいため、良好な成形性を示すことが報告されている^[24-26]。

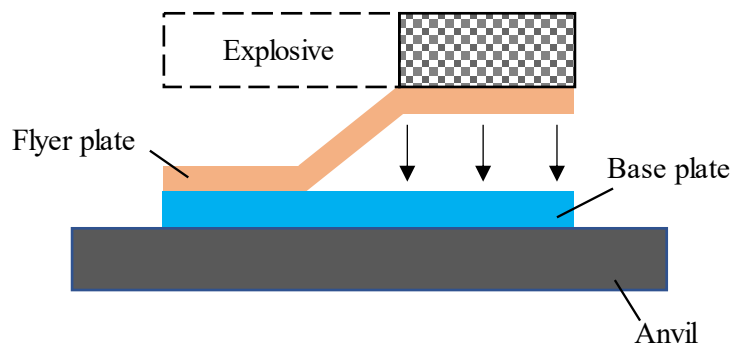


Figure 1.1 Schematic illustration of explosion bonding^[25]

Ghaderi らは爆発圧着による AZ31 と純アルミニウム (A1100) の接合について報告している^[27]。この中で、AZ31/A1100 クラッド材の接合界面には金属間化合物が存在しないことを明らかにしている。さらに接合界面の形状は波状で、界面の形状は接合部のせん断強度に影響を与えないことを示している。Yan らは AZ31B と A7075 の積層板を爆発圧着により作製した結果について報告している。組織観察の結果からは、接合界面は

波状で、界面の拡散層の厚さは約 $3.5\mu\text{m}$ であること、金属間化合物が形成されていないことが明らかにされた。また、AZ31B/A7075 積層板の引張せん断強度は約 70MPa であり、最大曲げ応力は 670MPa であることが報告されていた^[28]。Zhang らは AZ31B/A6061 クラッド材の接合界面の形成と強度について実験と理論の両面から検討し^[29]、接合界面は周期的な波状の形態で、引張せん断強度は 201.2MPa であることを示した。さらに、Zeng らは不活性の保護ガスが AZ31B/A1060 クラッド材の製造に与える影響について報告している^[30]。Zeng らはヘリウム (He) および大気雰囲気の実験条件下で製作した AZ31B/A1060 クラッド材の接合界面のマイクロ組織や元素分布および機械的性質を比較している。He 雰囲気下で作製した AZ31B/A1060 クラッド材の界面には酸化物は存在せず、AZ31B/A1060 クラッド材の引張せん断強度およびクラッド自体の引張強度が改善されていることを確認した。Wang らは従来の爆発圧着方法を改善し、その結果について報告している。Wang らは爆薬と Al 合金 (表材) の間に緩衝層として薄い Al 合金板を入れ、Mg 合金板を鋼板で拘束し、板の過度の変形を避ける接着プロセスの有効性を検討し、シミュレーションにより最適な爆発圧着のパラメータを予測し、実験結果と一致することを示した^[31]。さらに、Atifeh らは爆発圧着によって作製した二層 AZ31B/A1050 クラッド材の成形性と機械的性質に及ぼす焼鈍の影響を実験的に調査し^[32]、 250°C すなわち 350°C で焼鈍されたクラッド材の界面に生じる拡散層の厚さが $7\mu\text{m}$ から $27\mu\text{m}$ であることを報告した。また、界面には脆い金属間化合物が形成され、クラッド材自体の強度の低下を指摘した。爆発による成形は材料自体の損傷も発生しやすく、爆発による騒音、粉塵による汚染、安全性などの問題もあり、量産に応用することは現状では難しいことも報告されている^[33,34]。

1.2.3 圧延接合

圧延接合 (Roll bonding) は圧延機により、異なる金属を重ねて圧延し、固相接合によって接合する方法である^[35]。圧延接合の概略を Figure 1.2 に示す。圧延接合は生産サイクルが短く、コストが低く、省エネルギーである利点があるため、異なる金属のクラッド材の製造にはよく応用されている^[36]。例えば、Steel/Ti^[37]、Steel/Ti/Al^[38]、Al/Cu^[39,40]、Al/Ti/Al^[41]、Cu/Ni^[42]、Al/Cu/Ni^[43]、Ti/Cu^[44]、Ni/Ti/Nb^[45]などのクラッド材では、圧延による接合が実用されており、実際には対応しやすい成形プロセスであると考えられる。

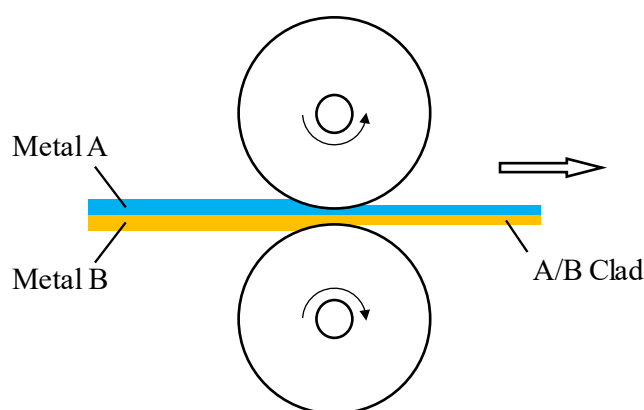


Figure 1.2 Schematic illustration of roll bonding

圧延接合では、圧延前に材料表面の酸化物の除去が必要であり、接合界面に与える酸化物の影響を避けるため、真空およびガスで囲まれた状態での圧延接合が多い。また、圧延は接合時の温度によって冷間圧延または熱間圧延に分類される。冷間圧延では材料を再結晶温度以下の温度で圧延し^[46]。熱間圧延では再結晶温度以上の温度で圧延する。Mg 合金は六方晶構造であり、常温でのすべり面は底面すべりの一つであるため、圧延の際の1回の圧下率はあまり大きくとれない。そのため、圧延接合による Mg 合金クラッド材の製造においては、一般的には熱間圧延が採用されている^[47-49]。

Chen らは焼鈍温度 440°C、圧下率 45%以上の実験条件下で、熱間圧延接合による三層 A1100/AZ31/A1100 クラッド材を作製した^[49]。Chen らは組織観察の結果から、界面に

は明瞭な拡散領域が存在し、Al 側から拡散している金属間化合物は Al_3Mg_2 であり、AZ31 側から拡散している金属間化合物は $\text{Mg}_3\text{Al}_2(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$ であることを明らかにしている。また、拡散層の厚さは焼鈍時間の増加とともに増加し、最適な焼鈍条件は焼鈍温度 300°C で 1 時間以内であると報告している。Kim らは熱間圧延接合による二層 Mg/Al クラッド材の機械的特性と界面の接合強度について調査した。Kim らは接合界面には 2 種類の薄い拡散層 ($\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相と Al_3Mg_2 相) が形成されていることを報告している。拡散層の厚さは焼鈍時間とともに増加し、得られたクラッド材の接合強度は 300°C で 10 分間の焼鈍後に 11.4MPa の最大値が得られている^[50]。さらに、Wang らは熱間圧延接合による三層 A6061/AZ31/A6061 クラッド材を作成し、接合界面の組織と機械的性質に及ぼす焼鈍の影響について検討している^[51]。Wang らは焼鈍温度が 250°C 以上の場合、接合界面に Al_3Mg_2 相と $\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17}$ 相が存在し、金属間化合物の厚さは焼鈍時間の平方根に比例して増加することを示している。クラッド材の引張強度は焼鈍温度の上昇に伴い低下し、伸びは 200°C に最大値になって後に、急激に低下している。Li らは波形表面を有する上ロールと平らな表面を有する下ロールを用いた圧延実験において、圧延温度 400°C 、圧下率 35% の条件下で AZ31B/A5052 クラッド材を製造することに成功している。接合界面は波形の形状であり、接合界面の接合強度は 31.22MPa であることを示した。接合界面の圧延変形部には 2 つの交差せん断帯が形成されることによって、金属の塑性流動が促進され、界面密着性が向上することを明らかにした^[52,53]。また、Cao らは A1060/AZ31/A1060 の三層クラッド材の組織と機械的性質に及ぼす圧延プロセスの影響について調査した。第一圧延 (圧下率 60%, 予熱 400°C , 10min), 予熱焼鈍 (350°C , 30min), 第二圧延 (圧下率 15%, 30%, 45%), 回復焼鈍 (100°C , 2h, 4h) 四つのプロセスのうち、第二圧延プロセスによって得られたクラッド材の界面には酸化物である MgO の存在が低下したため、接合強度が 1.3MPa から 12.7MPa へと大幅に増加したことが示されている^[54]。

1.2.4 固-液複合鋳造

固-液複合鋳造は双ロール鋳造法と圧延法を組み合わせる金属積層板を作製する複合成形プロセスである。この中で、双ロール鋳造法は、溶湯から直接板材を連続的に製作する経済的で省エネルギーな製造法である。双ロール鋳造は従来の DC 圧延工程による板製造プロセスと比較して、低コストで省エネルギーであり、ステンレス鋼^[55]、Al 合金^[56]、Mg 合金^[57,58]の板材製造に応用されている。その他、固-液複合鋳造により、Al/Cu^[59]、Al/Steel^[60]、Ti/Al^[61]などのクラッド材の作製が実用化されている。Mg/Al クラッド材の固-液複合鋳造の一例を Figure 1.3 に示す。溶湯 (Mg 合金) を表材 (Al 合金板材) の間に注湯し、上下ロールで Mg 合金と Al 合金を圧着し、Al/Mg/Al クラッド材を製造する。この方法は、変形しにくい金属のクラッド材の作製に適しており、エネルギー消費量が少なく、プロセスが単純で生産性が高いことから、今後ますます利用されることが期待されている。

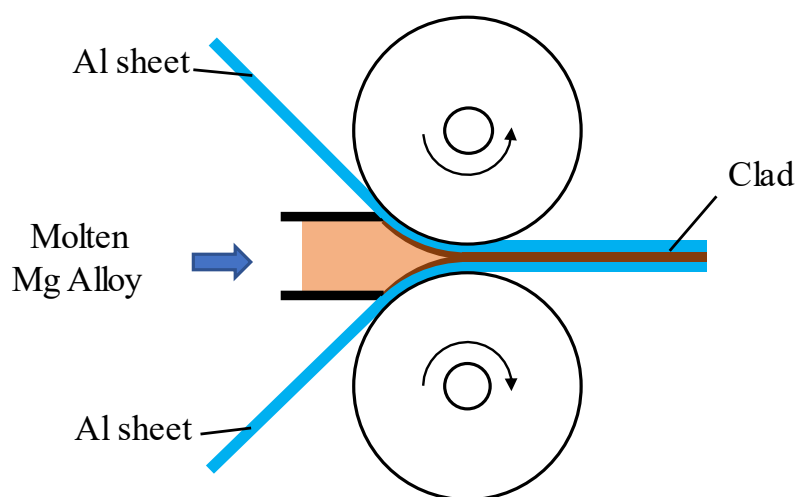


Figure 1.3 Solid-liquid casting process using twin-roll^[62]

Bae らは固-液複合鋳造原理を用いて、三層の Al/Mg/Al クラッド材の作製に成功し、このクラッドの接合界面が良好であることを報告した^[62]。接合界面の拡散層は、

Mg₁₇Al₁₂が存在していて、焼鈍後、Mg/Alの接合界面に沿ってAl₃Mg₂が追加生成されていた。その後、焼鈍したAl/Mg/Alクラッド材を圧延すると、拡散層の厚さは減少し、クラッド材の成形性が向上したことを示した。また、Parkらは双ロール鋳造および後処理（均質化、温間圧延、焼鈍）により三層Al/Mg/Alクラッド板を作製した。接合界面にはMg₁₇Al₁₂相とAl₃Mg₂相の金属間化合物層が形成されるが、後処理で適切な厚さにすることで界面の結合力を改善し、引張特性を向上させることができると報告している。Parkらの方法では、鋳造ままAl/Mg/Alクラッド材のAl表面が平滑ではない点が課題とされている^[63]。

一般的な固-液複合鋳造の場合、Al合金の表面の酸化物の除去作業が困難であるため、Mg/Alクラッドの生産コストが高くなる点が課題である。原田らは横型タンデム双ロールを三組並べたキャスターを用いてAl/Mg/Alクラッド材の製造プロセスについて調査した^[64,65]。原田の方法ではMg合金もAl合金も両方とも溶湯からスタートしているため、クラッド材の接合界面におけるAl合金の表面の酸化物の影響を避けて、経済的にMg/Alクラッド材の製造を実現できる。三層Al/Mg/Alクラッド製造実験では、母材のAZ121は第1段目の双ロールで鋳造され、表材のA1050が第2段目の双ロールの両面で鋳造され、最終的に第3段目の双ロールで三層のMg合金とAl合金を密着させる。この製造法で得られたAl/Mg/Alクラッド材のクラッド比は1:4:1であり、接合界面の混合層の厚さは70-90μmであった。鋳造後のAZ121の表面には酸化物があり、Al/Mg/Alの接合界面の接合強度は弱く双ロール鋳造のパラメータが多いため、クラッド材の製造条件の適正化が難しい^[64,65]。また、羽賀らは縦型双ロールキャスターや異径ロールキャスターを用いて、一段の双ロールでAl合金同種金属のクラッド材の製造に成功し、良好な接合界面を得られたことを報告している^[66,67]。本研究では、一段の双ロールキャスターを利用し、一工程で経済的にMg/Alクラッド材の製造方法について検討している。

1.3 研究の目的

革新的な軽量化を進めるためには、Mg合金を実用的に利用するための研究が必要であることがこれまで多くの論文で指摘されている。すなわち、Mg合金の軽さを生かしながら、耐食性の低さを改善するためにAl合金をMg合金表面に被覆したクラッド材を低コストで製造できれば、Mg合金の軽量性を生かすことができる。本研究では双ロールキャスターを用いて、1工程の溶湯直接圧延によってMg/Alクラッド材を作製することを目的としている。本法で提案するいくつかの成形プロセスにおいて、欠陥の発生状況、適切な成形条件、接合界面の状態など把握し、実用化を目的として研究を行った。

1.4 本論文の構成

本論文は第1章から第5章まで構成されている。各章の内容について、以下に説明する。

第1章ではクラッド材の研究背景やMg/Alクラッド材の製造方法および研究の現状について調査し概説している。そして、この状況を踏まえて、本研究の研究目的および本論文の構成について記している。

第2章では横型双ロールキャスターを利用し、一工程で二層のAM100/A1050クラッド材を製造する実験を行った。本章では、主としてクラッド材に与える見かけの圧下率の影響を調査し、得られたAM100/A1050クラッド材の接合界面の組織および機械的性質を明らかにしている。

第3章では横型双ロールキャスターを用いて、Al合金およびMg合金も強度が高い組み合わせの代表例として、二層のAZ91D/A5052クラッド材の製造実験を行ない実験パラメータがクラッドの製造に与える影響について調査した。さらに、製造された二層

クラッド材の接合界面の組織および接合強度について調査し、各製造パラメータが成形に及ぼす影響についてまとめている。

第 4 章ではスクレイパーを設置した横型双ロールキャスターを用いて、二層の AZ91D/A5052 のクラッド材の製造実験を行なった。本章では得られたクラッド材の組織観察および機械的性質を行い、スクレイパーを設置した場合の AZ91D/A5052 クラッド材の成形プロセスがクラッドに与える影響について調査し、スクレイパーの有効性とその役割について記している。

第 5 章では、第 1 章から第 4 章を総括し、これまでの研究結果をまとめて、今後の展望および課題について概説している。

第2章 二層 Mg 合金/純アルミニウムクラッド材の製造

2.1 緒言

本章では横型双ロールキャストを使用し，上下ロールを用いて，Mg 合金，Al 合金それぞれ凝固させ，ロール間の圧着により一工程で二層 Mg/Al クラッド材の製造することを目的としている．著者はこれまで二層 Mg/Al クラッド材の casting 可能な条件を示しているが^[68]，本章では特に見かけの圧下率が Mg/Al クラッド材の製造プロセスに与える影響について調査を行いその結果について記している．

2.2 単ロール法による溶湯凝固厚さの予測式

本研究で使用したクラッド製造法の概略図を Figure 2.1 に示す．Figure 2.1 に示すように，金属の接合を可能にするためには各溶湯が上下ロールで凝固できることが前提条件である．そこで，それぞれの溶湯の単ロール製造実験を行った．

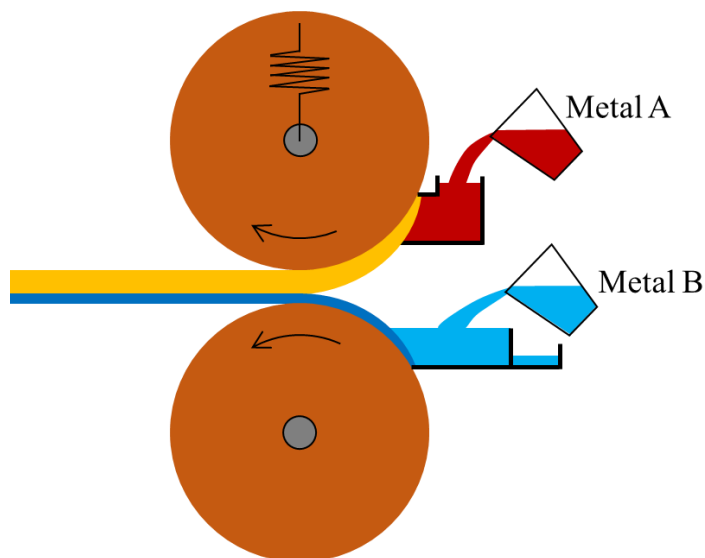


Figure 2.1 Schematic of the clad method in this study

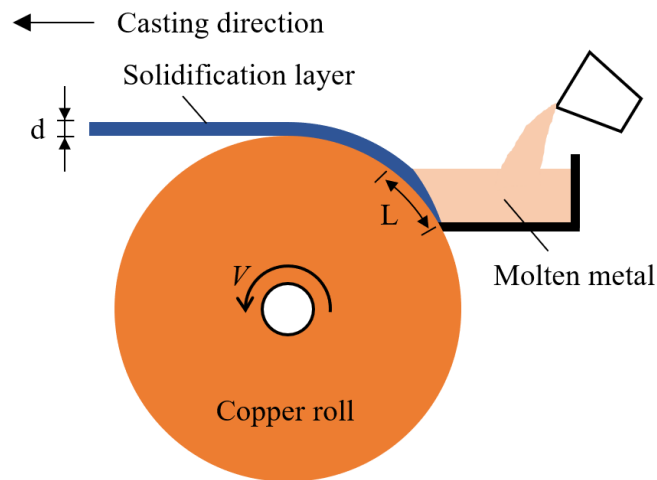


Figure 2.2 Schematic illustration of melt drug method

メルトドラッグ法による溶湯単ロール製造プロセスの概略図を Figure 2.2 に示す。溶湯の凝固厚さは式(2-1)に示す予測式によって与えられると仮定する^[69]。ここで、熱伝導率 λ などのパラメータを実験的な数値である凝固定数 K で代表させ、式(2-2)のように簡略化した溶湯の凝固厚さ式が使用されることが多い。また、溶湯と冷却ロールが接触してから凝固する間はロールとの滑りが発生しないと仮定すると、凝固時間 t は凝固距離 L およびロール周速度 v によって式(2-3)の示すように表される。式(2-3)は本研究で使用した一次元凝固理論に基づいた凝固厚さの式であり、上下ロール間のギャップを決定する際に使用した。

$$d = \sqrt{\frac{\lambda(T_f - T_r)t}{2\rho H_f}} \quad (2-1)$$

d : 合金層の理論厚さ, mm

λ : 熱伝導率, W/m · °C

T_f : 液相線温度, °C

T_r : ロール表面温度, °C

ρ : 密度, kg/m³

H_f : 潜熱, J/kg

$$d = K\sqrt{t} \quad (2-2)$$

K : 実験凝固定数, mm/min^{0.5}

$$d = K \sqrt{\frac{L}{v}} \quad (2-3)$$

L : 凝固距離, m

v : ロール周速度, m/min

2.3 実験材料および実験方法

2.3.1 クラッドの実験材料

これまで, Al 元素の添加量の増加によってマグネシウム合金の耐食性が向上することが報告されている^[70]. 本研究では使用した Mg 合金は市販されている高アルミニウム含有の鋳造用マグネシウム合金 AM100 である. アルミニウム合金の中では, 純アルミニウムの A1050 は高耐食性を有し, 半凝固範囲も狭いため, もともと双ロール鋳造には向いておらず連続鋳造は困難であると考えられてきた. そこで, A1050 のクラッド材を連続鋳造できれば, 他のアルミニウム合金のクラッド材の製造にも応用できる. 実験に使用したマグネシウム合金 AM100 およびアルミニウム合金 A1050 の化学組成を Table 2.1 に示す. また広い半凝固域を有する AM100 の冷却曲線図を Figure 2.3 に示す.

Table 2.1 Chemical composition of clad materials

Materials	Content [mass%]							
	Mg	Al	Zn	Cu	Fe	Mn	Ni	Si
AM100	Bal.	10	0-0.3	0-0.1	-	0-0.35	0-0.01	0-0.3
A1050	0.05	99.5	0-0.05	0-0.05	0-0.4	0-0.05	0-0.05	0-0.25

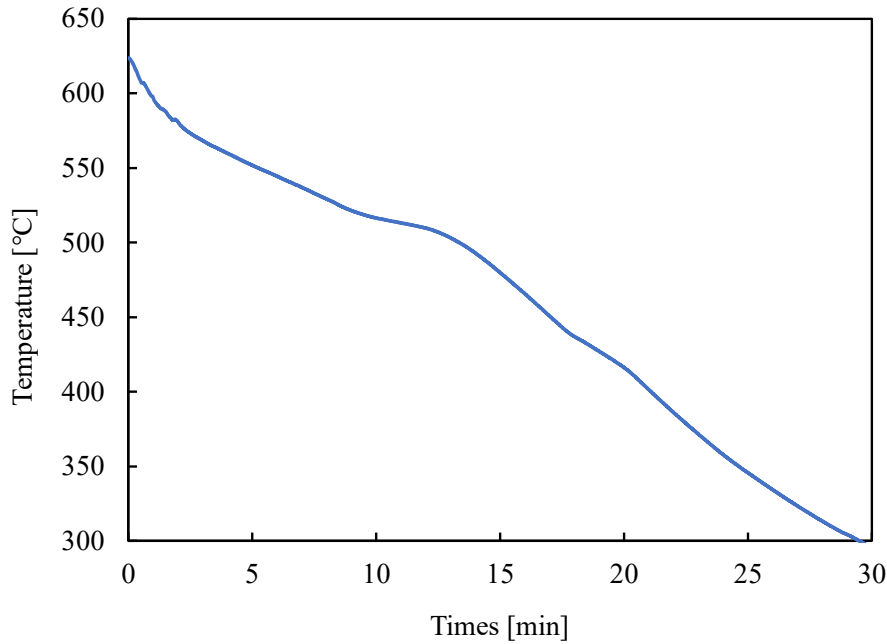


Figure 2.3 Cooling curve of AM100 at room temperature

2.3.2 実験方法

横型双ロールキャスターを用いて一工程で二層 Mg/Al クラッド材を製造するプロセスの概略図を Figure 2.4 に示す。本研究で使用した双ロールキャスターの仕様を Table 2.2 に示す。本実験では、Mg 合金 (AM100) と Al 合金 (A1050) の溶湯を上下ノズルに注湯し、上下ロールで凝固させると同時に、ロール間で圧着して、Mg/Al クラッド材を一工程で製造する。さらに、これまでの研究で使われているカバーガスは Mg 合金の防燃や合金の酸化の防止の二つの目的があるが、本研究では全て大気中で実験し、カバーガスは使用していない。

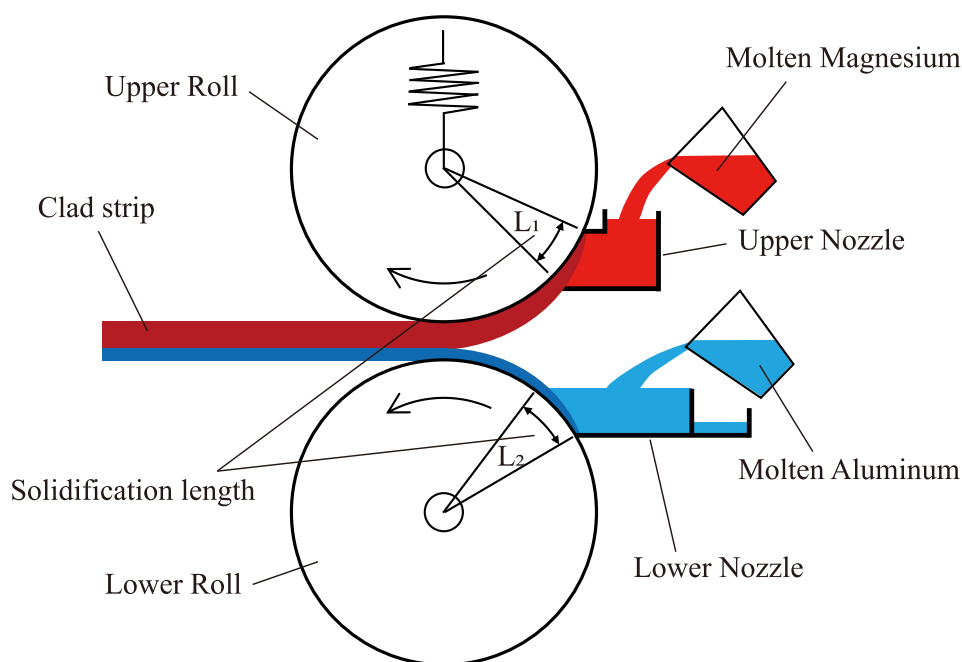


Figure 2.4 Schematic illustration of cladding using a horizontal twin roll caster

Table 2.2 Roll caster specifications

Material	Copper
Diameter [mm]	300
Width [mm]	150

本実験では、まず見かけの圧下率を 0%, 5%, 10%, 15%, 20% に変化させて、5 種類の条件下で実験を行っている。見かけの圧下率はロールギャップ（上ロールと下ロール間の最短距離）である。見かけの圧下率は式(2-4)に示すようにクラッド材の厚さの減少量とクラッド材の理論厚さの比として定義する。ここで見かけの圧下率とは、クラッド製造中でのロール軸の弾性変形を無視して、得られたクラッド材の厚さと、設定した上下ロールギャップ間の数値から便宜的に定義した圧下率のことである。Al 合金層および Mg 合金層の理論凝固厚さは式(2-3)により予測して実験を行っている^[7]。まず、単ロール凝固実験を行い、AM100 及び A1050 の凝固定数を実験的に算出した。この結果を Table 2.3 に示す。

Table 2.3 Experimental solidification constants for AM100 and A1050

AM100	49mm/min ^{0.5}
A1050	33mm/min ^{0.5}

式(2-3)から、理論厚さを算出した。例えば、凝固距離 50mm、ロール周速度 8m/min の場合、AM100 および A1050 の理論厚さは 3.87mm および 2.61mm、クラッドの総厚さはおよそ 6.48mm と予測できる。この時、ロールギャップを 6.48mm に設定すると、見かけの圧下率は 0%である。ロールギャップを 5.18mm に設定すると、見かけの圧下率は 20%であり、本実験では見かけの圧下率をこのように定義した。

$$r = \frac{d_1 + d_2 - h}{d_1 + d_2} \quad (2-4)$$

r : 見かけの圧下率, %

d_1 : Al 合金の理論厚さ, mm

d_2 : Mg 合金の理論厚さ, mm

h : ロールギャップ, mm

単ロール凝固実験の結果から、溶湯の注湯温度を液相線温度に近く設定した場合に、クラッド材の製造が可能であること、また融点が高い金属を下ロール側で铸造した方がクラッド材を接合しやすいことが判明した^[68]ため、本研究では、AM100 の注湯温度は液相線温度より 5°C高く、純金属である A1050 の注湯温度は液相線温度より 10°C高く設定した。材料の固液相線温度や铸造条件を Table 2.4 に示す。溶融とロールとの接触長さ L_1 , L_2 。凝固距離は両方とも 50mm と設定している。AM100 铸造用の上ノズルの幅は 50mm, A1050 铸造用の下ノズルの幅は 150mm である。ノズル内の溶湯の温度低

下を防ぐためにノズル内側の側壁に断熱材を耐熱接着剤で貼り付けて実験を行っている。

Table 2.4 Experimental conditions

	Upper roll			Lower roll	
Materials	AM100			A1050	
Solidus temperature [°C]	465			646	
Liquidus temperature [°C]	595			657	
Pouring temperature [°C]	600			667	
Solidification length [mm]	50			50	
Nozzle width [mm]	50			150	
Roll speed [m/min]				8	
Roll gap [mm]	6.48	6.16	5.83	5.51	5.18
Reduction ratio [%]	0	5	10	15	20

2.4 実験結果および考察

2.4.1 板の表面状態

異なるロールギャップ（見かけの圧下率 0%, 5%, 10%, 15%, 20%）の実験条件下で製造された AM100/A1050 クラッド材を Figure 2.5 に示す。見かけの圧下率 0%~10% の場合は割れが発生している。10%~20%までの圧下率の条件下で製造されたクラッド材の表面には黒色の酸化物が発生しているが、この酸化物は酢酸で酸洗いできる。Mg/Al クラッド材の接合状態を確認するため、クラッド材断面の側面から観察した写真を Figure 2.6 に示す。Figure 2.6(a)に示すように、上ロールで凝固した AM100 は、接合しないうまま下ロールで凝固している。これは AM100 が casting 時に上ロールで凝固を完了したものの、凝固した 2 種類の A1050 と A1050 の接合力が不足して接合ができなかったからである。見かけの圧下率 10% の場合で得られたクラッド材の断面を Figure 2.5(c) に示す。Figure 2.5(c) に示すように、先端部分を除いて、AM100 と A1050 はほぼ接合できて

いる. Figure 2.5(d) (見かけの圧下率 15%) および Figure 2.5(e) (見かけの圧下率 20%) では, AM100 と A1050 合金の接合は完了している. 横型双ロール法を用いた二層 Mg/Al クラッド材の鋳造実験中の写真を Figure 2.7 に示す. Figure 2.7 から, 見かけの圧下率は Mg 合金の凝固完了後の板材の排出の角度に影響を与える. すなわち, 見かけの圧下率の増加によって, 鋳造後の AM100 合金の板材の排出角度が減少し, より Al 合金と密着しやすい状態に近づくことが確認できる. 従って, 見かけの圧下率の増加はクラッド材の圧着力を増大させ, 一定の圧下率以上でクラッドの製造が可能になることが明らかになった.

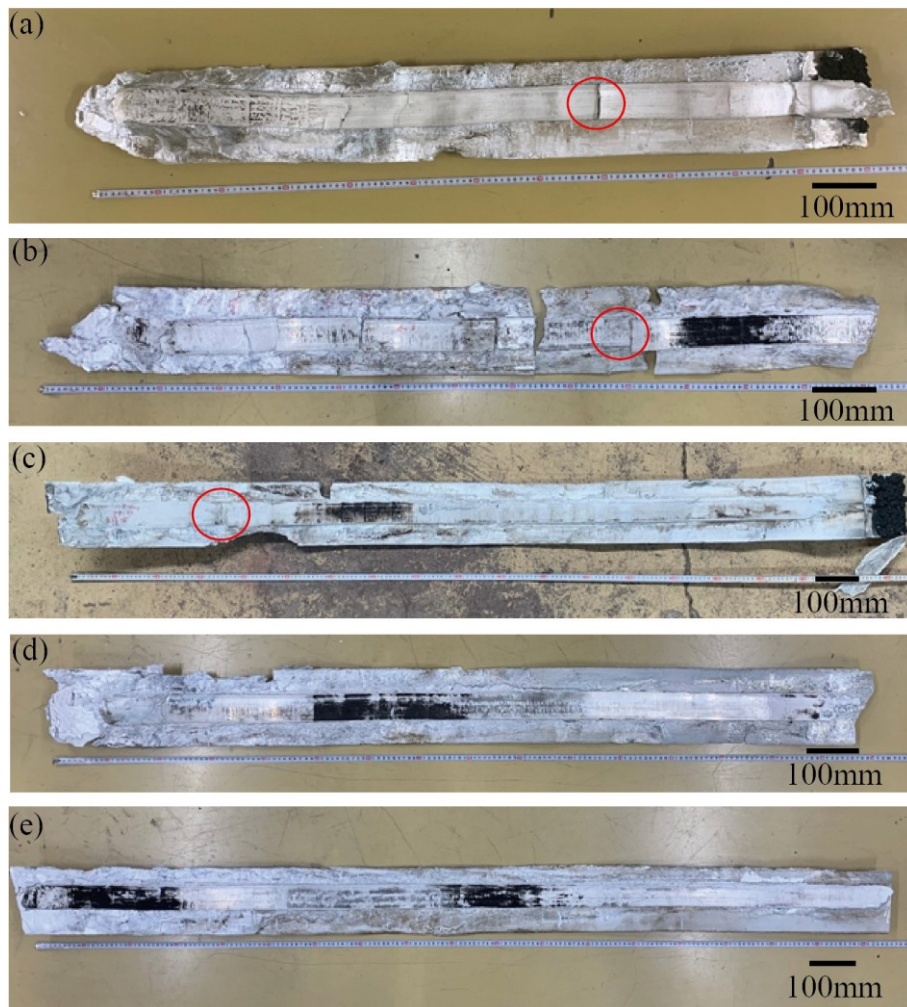


Figure 2.5 Results of the AM100/A1050 clad strips with different reduction ratio (a) 0%, (b) 5%, (c) 10%, (d) 15%, (e) 20%

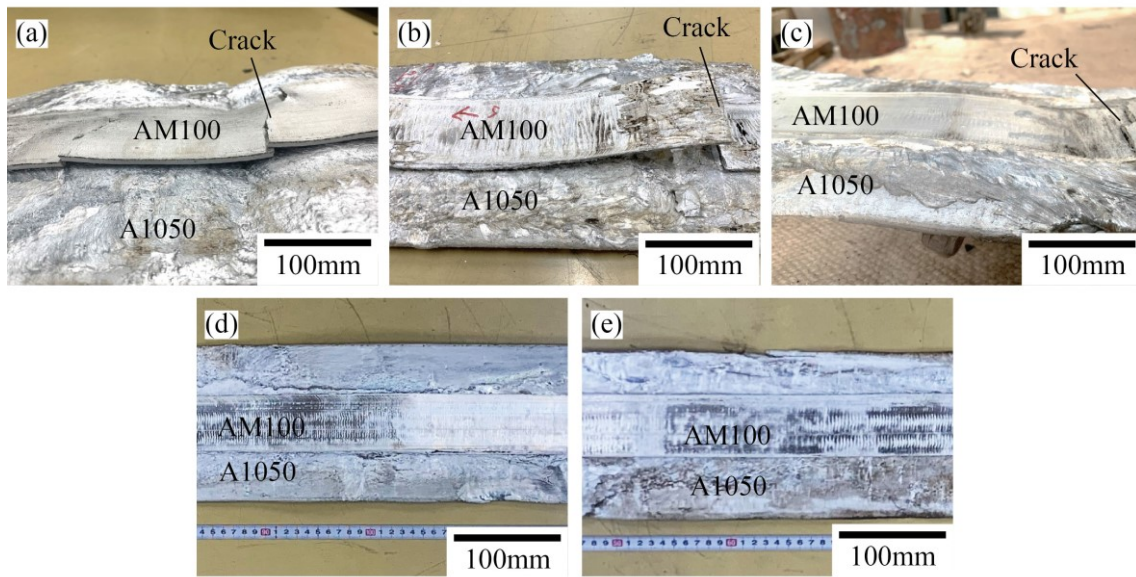


Figure 2.6 Bonding states of clad strips with different reduction ratio (a) 0%, (b) 5%, (c) 10%, (d) 15%, (e) 20%

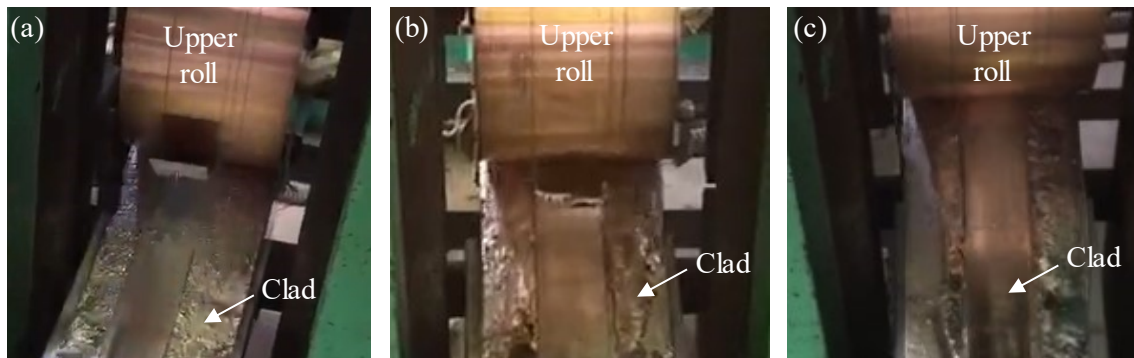


Figure 2.7 Photograph of casting process of Mg/Al clad strips with different reduction (a) 0%, (b) 10%, (c) 15%

2.4.2 板厚測定

異なる見かけの圧下率の条件において得られた Mg/Al クラッド材の厚さをマイクロメーターで計測した。圧下率 0%および 5%の条件下では得られた板材に表面割れが発生した個所が多く、板厚の計測から排除した。測定方法は測定したデータ中の最大値及び最小値を除いて、残った厚さの数値データの平均値を算出した。異なる見かけの圧下

率（10%, 15%, 20%）とクラッド材の厚さの関係を Figure 2.8 に示す。得られたクラッド材の厚さは 5mm 以上であり，見かけの圧下率 15% の場合，板厚は最大となり 6.5mm であった。また，見かけの圧下率 15% 以上の条件において，実際の板厚はロールギャップより 1mm 程度厚くなった。見かけの圧下率 20% 以上の場合にはクラッド材の表面割れも発生していない。また，クラッドの厚さも 15% の場合より減少している。Figure 2.8 の結果から，圧下率 20% 以上の場合には金属間化合物の多い，半凝固層を押し出すことで，その結果板厚が減少したものと考察した。

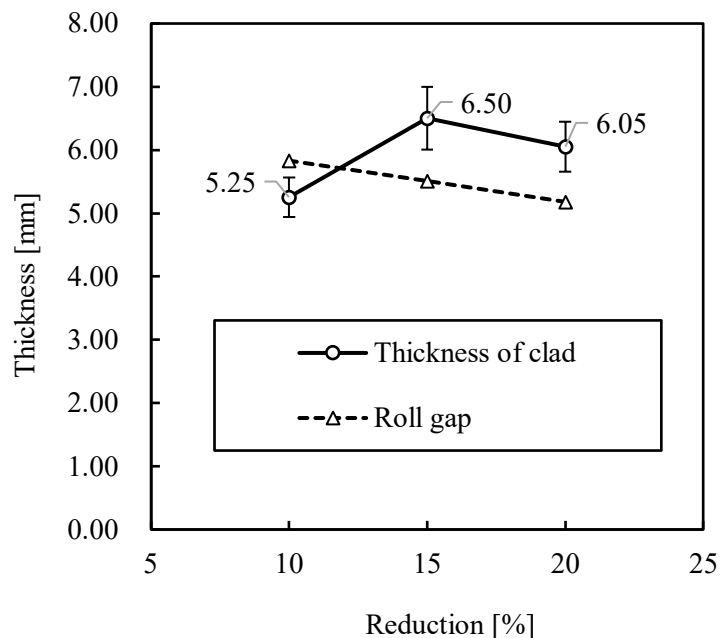


Figure 2.8 Relationship between thickness of clad strip and reduction

2.4.3 クラッドの界面組織の観察

見かけの圧下率（10%，15%，20%）で製造されたクラッド材の長手方向の中央部分を切り出して，結晶組織の観察を行った。試験片の切断は熱による変質や加工変質層の発生をできるだけ避けるためコンタマシンで行った。観察面を5種類のシリコンカーバイドペーパー(#400, #800, #1000, #1500, #2000)を用いて研磨した後，粒径 3 μ m およ

び $0.25\mu\text{m}$ のダイヤモンドスラリーによるバフ研磨により鏡面仕上げした。結晶組織の観察は光学顕微鏡(OLYMPUS, U-SPT)にて行った。接合界面の混合層を調査するために、Al 合金と Mg 合金組織観察用のエッチング液を両方使用した。すなわち Al 合金の観察面を Al 合金組織観察用のエッチング液 (1g 10%水酸化ナトリウム, 100ml 蒸留水) で 60s エッチングし、エタノールで洗浄, 送風乾燥したのちに, Mg 合金の組織観察用のエッチング液 (3g ピクリン酸, 50ml エタノール, 20ml 酢酸, 20ml 蒸留水) を使用した。クラッド材の観察箇所は接合界面付近とした。接合界面の金属組織を Figure 2.9 に示す。

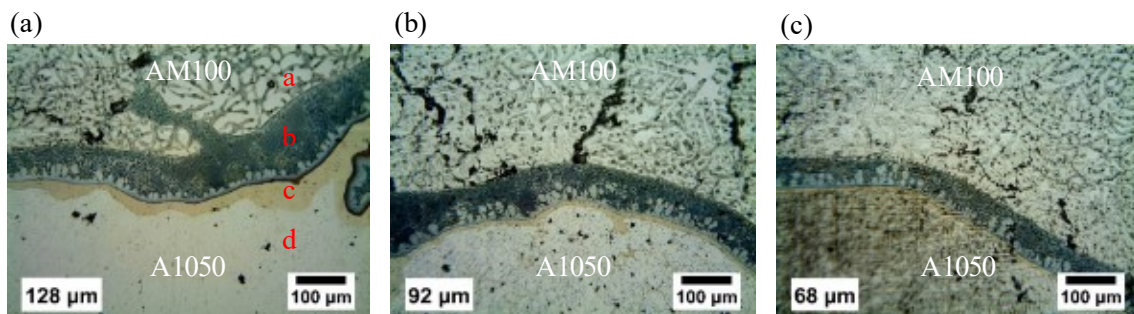


Figure 2.9 Microstructure of bonding interface with different reduction (a) 10%, (b) 15%, (c) 20%

異なる圧下率(10%, 15%, 20%)で製造されたクラッド材の接合界面には空洞, 巣などの大きな欠陥は見あたらない。また, AM100 と A1050 の接合界面には二層の混合層が確認されている。すなわち Figure 2.9(a)に示すように, 接合界面における黒色で示された箇所は AM100 に近い混合層であり, 黄色で表された部分は AM1050 に近い混合層である。Figure 2.9 に示すように, 圧下率を増加させると, 混合層の厚さがより均一になり減少していく。ImageJ 画像処理ソフトを利用し, 二層の混合層の平均厚さを計測したところ, 見かけの圧下率が 10%の場合, 混合層の厚さは $128\mu\text{m}$ であり, 見かけの圧下率が 20%の場合, 混合層の厚さは $68\mu\text{m}$ であった。Figure 2.8 および Figure 2.9(a)~Figure 2.9(c)の結果を総合的に考察すると, 圧下率が 15%から 20%となった際には金属間化合物層を多く

含む半凝固層の押し出しが起こり、結果として、混合層も薄くなったものと考えられる。

2.4.4 硬さ計測および引張せん断試験

接合界面に生じた混合層の硬さを明らかにするため、Figure 2.9(a)におけるクラッド材の各層の位置で、マイクロビッカース硬さ試験を行った。Figure 2.9(b)および Figure 2.9(c)に示すように、A1050に近い所（黄色い箇所）はかなり薄く計測は困難だったが、この箇所の厚さは7 μm であった。A1050に近い層の硬さを正確に測定するため、Figure 2.9(a)に示す箇所において、圧子をあてて計測を行った。Figure 2.9(a)におけるbの箇所はAM100に近い層（黒い箇所）、cの箇所はA1050に近い層（黄色い箇所）である。硬さ試験の結果を Figure 2.10 に示す。Figure 2.10 から、二層の混合層の硬さはそれぞれAM100側が196HV、A1050側が228HVであった。AM100はMg-Al系マグネシウム合金であるため、AM100とA1050が接合の際に生じた化合物は主に $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ と Al_3Mg_2 であり、それぞれの硬さは約200HV、250HVであると考えられる^[47,50,51,72-76]。

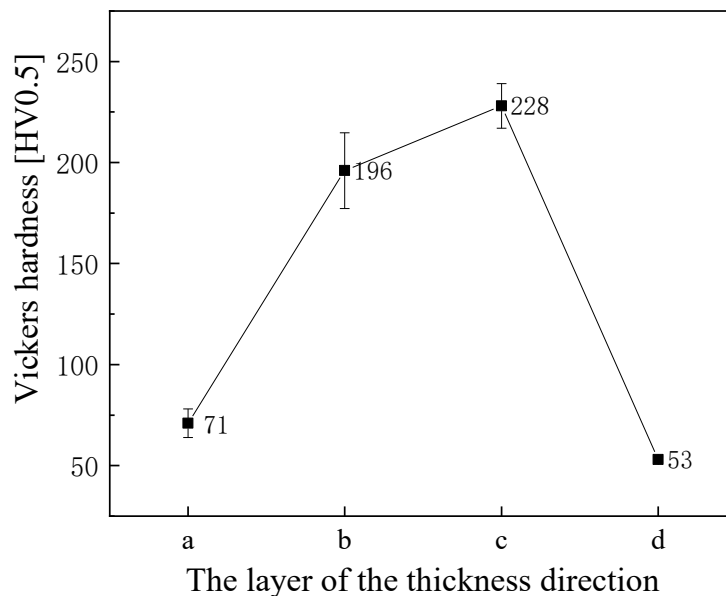


Figure 2.10 Vickers hardness of each layer of thickness direction at reduction rate of 10%

Mg/Al クラッド材の接合強度を調査するため、得られた Mg/Al クラッド材の引張せん断試験を行った。引張せん断試験片の寸法を Figure 2.11 に示す。引張せん断試験の引張速度は 0.3mm/min で試験を行っている。

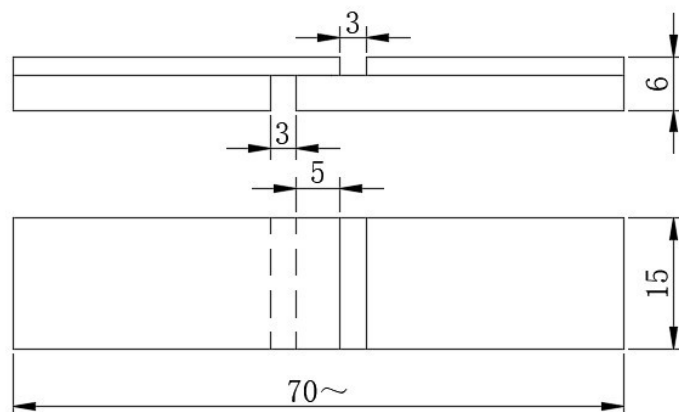


Figure 2.11 Schematic view of specimens for tensile shear test

引張せん断試験後の試験片を Figure 2.12(a)および Figure 2.12(b)に示す。铸造ままクラッド材の試験片は水平ではないものもあり、Figure 2.12(a)の試験片 No.1 と No.2 では試験片の固定時に剥離が生じて、引張せん断試験は行っていない。また、試験片を加工する際の振動によって、Figure 2.12(b)の試験片 No.5 及び No.6 の接合界面では A1050 層と AM100 層が剥離している。引張せん断試験の結果を Figure 2.13 に示す。試験片 No.3 と No.4 の試験結果では、界面剥離は発生していない。Figure 2.12(a)の試験片 No.3 とおよび No.4 では A1050 層において破断している。これは接合したクラッドのせん断応力が A1050 合金層よりも高いからと考えられる。A1050 層の引張強さは破断時の荷重及びアルミニウム合金層の断面積を用いて計算した。すなわち、試験片 No.3 の A1050 層の引張強さは 117MPa、試験片 No.4 の A1050 層の引張強さは 80MPa であった。試験片の接合界面において剥離が発生する限界の接合界面のせん断応力を計算した。試験片 No.3 及び No.4 の接合強度は Figure 2.13 を示すように 41MPa 以上と推測された。試験片 No.7

は試験片の取り付け作業において、端面の接合界面に割れが発生し、試験片 No.7 の引張せん断強度は低くなっている。一方、試験片 No.8 の引張せん断応力は 44.8MPa であった。Figure 2.13 の結果から、急凝固法により一工程で製造された Mg/Al クラッド材のせん断強さは 40MPa 以上であることを確認した。これまでもタンデム双ロールキャスターを用いたクラッド材の製造研究が行われてきたが、接合強度についてはあまり報告されていない^[64]。本実験結果を従来の熱間圧延法による Al/Mg/Al クラッド材の結果から^[77]、提案する本法を適用することで 40MPa 以上の引張せん断強度を有する Mg/Al クラッド材を製造できることが判明した。

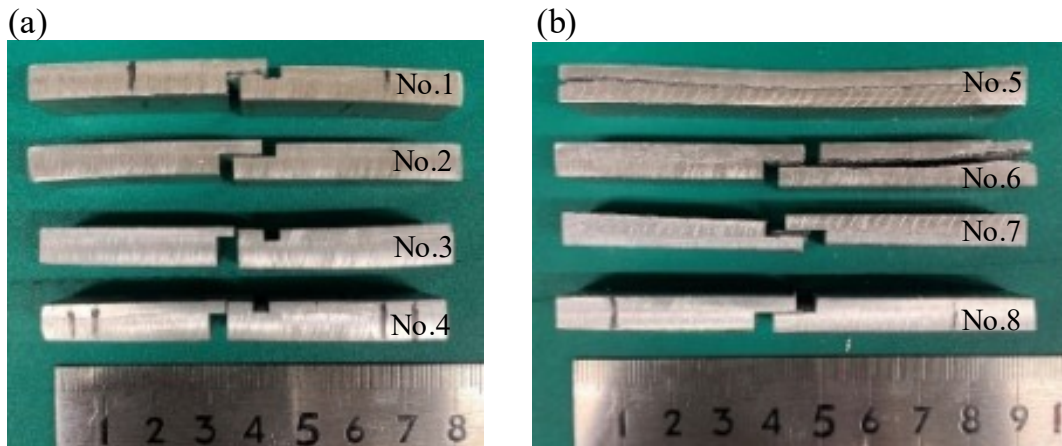


Figure 2.12 Specimen after tensile shear test with different reduction (a) 15%, (b) 20%

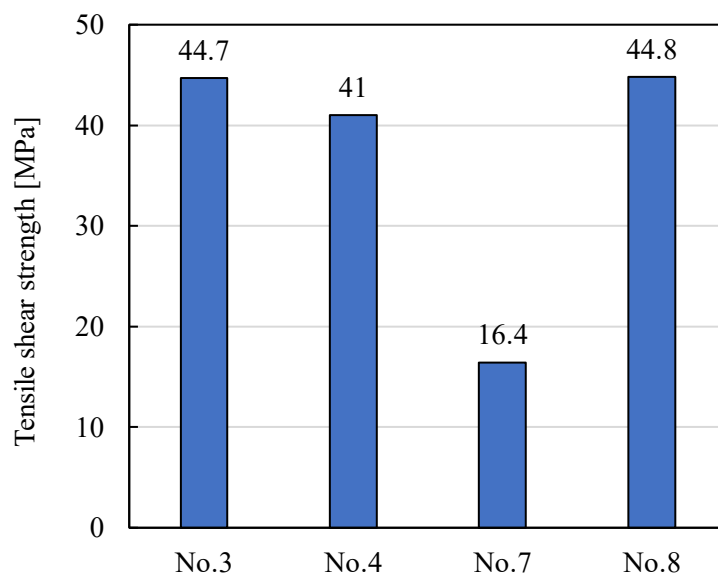


Figure 2.13 Results of tensile shear test for AM100/A1050 clad strips

2.5 まとめ

本章では、横型双ロールキャスターを用いた AM100/A1050 クラッド材の製造実験を行った。結果から、ロール周速が 8m/min, 見かけの圧下率 15%以上の場合には、良好な表面を有する厚さ 6mm 以上の AM100/A1050 クラッド材を連続鋳造できた。また、見かけの圧下率がクラッド材の連続鋳造に与える見かけの圧下率の影響を調査した。見かけの圧下率の増加によって、鋳造時の AM100 合金の鋳造後の板材の排出の角度が小さくなる。これは見かけの圧下率が増加してクラッド材にかかった圧着力が増加するからであると考えられる。また、接合界面の組織写真の観察結果から、接合界面には空洞欠陥がなく、コンタマシンの切断でも、剥離は発生していない。混合層の厚さは圧下率を増加させると均一になり、より薄くなった。見かけの圧下率が 20%の場合での総混合層は最も薄くその厚さは 68 μ m であった。さらに、硬さ試験の結果を先行研究と比較し、混合層の組成成分が $Mg_{17}Al_{12}$ 及び Al_3Mg_2 であることを明らかにした。引張せん断試験の結果から、横型双ロールキャスターを用いた一工程で製造された Mg/Al クラッド材のせん断強さは 40MPa 以上であることを確認した。本実験では得られた Mg/Al クラッド材の接合強度は、熱間圧延法による Al/Mg/Al クラッド材の引張せん断試験の結果と同程度であった。

以上のように、本実験の結果から、一工程で溶湯から直接 6mm 以上の Mg/Al クラッド材を低コストで製造できることを明らかにした。本章における結果から、横型双ロールキャスターを用いたより厚い異種金属のクラッド材の製造プロセスの可能性を示すことができた。本実験では Al 合金用のノズルがオープン式であるため、Mg 合金を注湯する際に、下側ノズルに漏れる可能性があるため、下側ノズルもクローズ式メルトドラッグ法を採用することによってより欠陥の少ない Mg/Al クラッド材が可能になると考えられる。

第3章 二層 Mg 合金/Al 合金クラッド材の製造

3.1 緒言

第2章では、横型双ロールキャスターを用いた AM100/A1050 クラッド材の製造実験を行った。第2章においては、下側ノズル（Al 合金 casting 用）がオープン式であるため、上の Mg 合金を注湯する際に、下側ノズルに漏れる可能性がある。また、凝固した Mg 合金や Al 合金が圧着する前に空気と接触し、酸化する可能性がある。従って、本章では、上側の Mg 合金溶湯が下側ノズル側に漏れないようにするため、下側ノズルをクローズタイプに変更した。さらに、金属合金の酸化を避けるため、上側ノズルの溶湯を直接下側ノズルで casting した合金の表面に注湯して上下ロール間で圧延して、Mg/Al クラッド材を製造することとした。

3.2 実験材料および実験方法

3.2.1 実験材料

本実験では使用した Mg 合金は代表的なダイカスト用 Mg 合金である AZ91D である。AZ91D は優れた耐食性や高い比強度を有する Mg 合金であり、現在、多くのマグネシウム合金製の自動車部品がほぼダイカストであるため、AZ91D のクラッド材の連続 casting が可能になれば、Mg 合金の実用化がより現実に近づくものと考えられる。本実験では使用した Al 合金は A5052 である。A5052 は高い耐食性を有する Al 合金であり、優れた成形性を有している。近年、自動車のドアやボンネットにおいて実際にかなり使用されている Al 合金である^[7,78]。AZ91D および A5052 のそれぞれの化学成分を Table 3.1 に示す。また、それぞれの冷却曲線を Figure 3.1 に示す。

Table 3.1 Chemical compositions of the AZ91D and A5052 alloys [mass%]

Materials	Mg	Al	Si	Fe	Cu	Mn	Zn	Cr
AZ91D	Rest	9	0.05	0.002	0.01	0.3	1	-
A5052	2.5	Rest	0.09	0.14	0.01	0.01	-	0.25

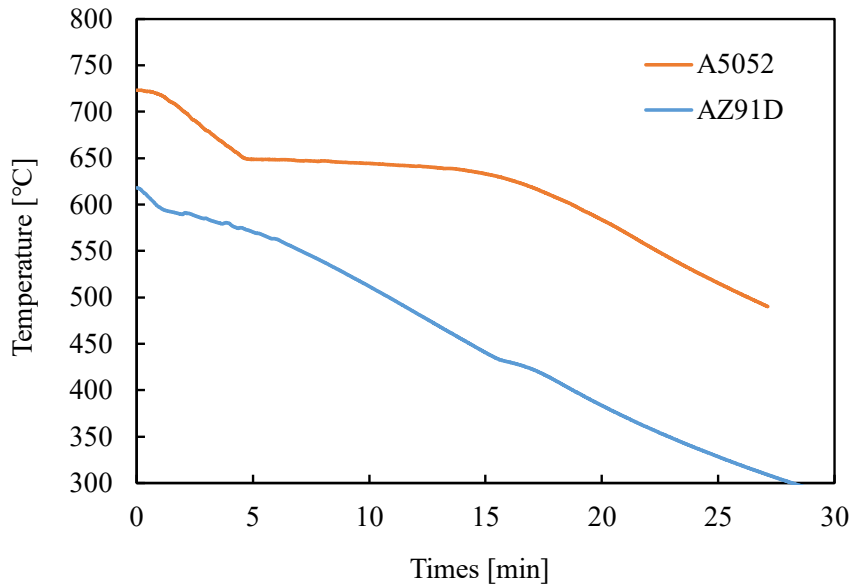


Figure 3.1 Cooling curves of A5052 and AZ91D at room temperature

3.2.2 実験方法

これまでメルトドラッグ法（単ロール法）による Al-Si 系 Al 合金^[79,80]や AZ31 合金の製造に関する報告例はあるが、展伸材 A5052 や高 Al 含有の AZ91D の単ロール casting に関する研究はあまり見られない^[79-83]。本実験ではまず、Mg/Al クラッド材の casting 実験前に単ロール法による A5052 および AZ91D の連続 casting 性を調査する。また、製造された板材の厚さをマイクロメーターで測定し、測定した厚さの計測結果から式(3-1)式を用いて、A5052 および AZ91D の凝固数を算出した。単ロール法による casting 実験の概略図を Figure 3.1 に示す^[84]。実験条件を Table 3.2 に示す。Figure 3.1 に示すように下側ノズル内の溶湯がロールに接触している長さを凝固距離、凝固した溶湯がロールに接触して

いる部分の長さを冷却距離と定義した。注湯温度は坩堝内の溶湯の温度であり，鑄造温度はノズル内での溶湯の温度を示している。ノズル内に注湯した溶湯の温度が低下しないように，鑄造温度は各材料の液相線温度になるように注湯温度をスーパーヒートは 5°C とした^[68]。双ロール法によるクラッド材の鑄造実験では Mg 合金と Al 合金の接合界面の温度を測定することが困難であったため，単ロール法による鑄造実験では溶融池（下側ノズル）から出た直後の金属表面の温度を測定した。すなわち Figure 3.2 に示すように A 点における温度を計測した。この温度は 2 種類の金属を接合する前に下側ロールで凝固した金属の接合面の温度とほぼ同じであった。また，上ロール側の金属接触面の温度は液相線温度と同じであった。本実験で使用した双ロールキャスターは水冷装置を備えていないため，鑄造時のロール表面温度を確認するため，ロール表面の B 点における温度を併せて測定している。

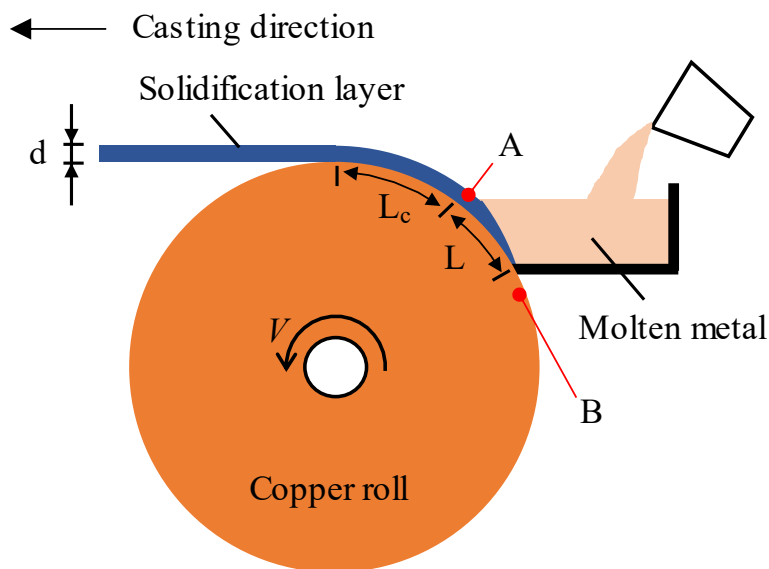


Figure 3.2 Schematic diagram of single-roll casting^[84]

Table 3.2 Experimental conditions of the single-roll casting for AZ91D and A5052 alloys

Materials	AZ91D	A5052
Solidus temperature [°C]	430	607
Liquidus temperature [°C]	595	649
Pouring temperature [°C]	600	654
Solidification length [mm]		50
Cooling length [mm]		50
Roll speed [m/min]		6-36

$$K = \frac{d}{\sqrt{L/v}} \quad (3-1)$$

K : 実験凝固定数, $\text{mm}/\text{min}^{0.5}$

d : 単ロール法で得られた板材の厚さ, mm

L : 凝固距離, m

v : ロール周速度, m/min

溶湯直接圧延法による Mg/Al クラッド材の製造プロセスの概略図を Figure 3.3 に示す。Figure 3.3 に示すように、下側ノズルの溶融金属は先に铸造したのちに、上側ノズルの溶湯を直接に下側ロールで铸造した金属の表面に注湯して、上下ロール間で接合する。その結果、Mg 合金と Al 合金を接合する過程で空気との接触を避けることができる。

Mg/Al クラッド材の铸造条件を Table 3.3 に示す。単ロール铸造実験の結果から、ロール周速度が $12\text{m}/\text{min}$ を超えると、板厚に及ぼすロール周速度の影響が小さくなることがわかった。そこで、本実験では、Mg/Al クラッド材の製造におよぼすロール周速度の影響を調べるために、ロール周速度が $6\sim 12\text{m}/\text{min}$ の範囲で铸造実験を行い、注湯手順

を変えた場合の影響についても検討した。また、実験凝固定数は、冷却距離及び凝固距離の両方とも単ロール法による鑄造実験と同じ値を用いることとし、いずれも 50mm とした。実験ではロールギャップは 5mm とした。なお、SF₆などの防燃用カバーガスはオゾン層を破壊し、環境汚染の原因となるため、本実験では SF₆などの防燃用カバーガスは使用していない。また、Mg 合金は、0.5mass%のフラックスを溶解及び精錬段階で添加し、精錬終了時に坩堝の溶湯の表面に酸化皮膜を形成させた。この酸化皮膜は、溶解した Mg 合金と空気中の酸素が直接接触するのを防ぎ、酸化を防ぐことができる。Mg 合金を注湯する前には、この酸化皮膜を表面から除去して注湯している。本実験では、下側ノズルで凝固させた金属の表面に上側ノズルから熔融金属を直接流し込み、下ロールで凝固した金属と空気が直接接触するのを避けているが、従来の溶湯直接圧延法では、真空環境下で熱間圧延を行っている。本法では、カバーガスを使用せずにストリップの生産コストを最大限に抑えることができる。

本研究では、下側ノズルの溶湯 B を上側ノズルの溶湯 A よりも先に凝固させる。製造するクラッド材のクラッド比は式(3-2)に示す。また、溶湯 B の板厚は凝固距離またはロール周速度で制御することとする。

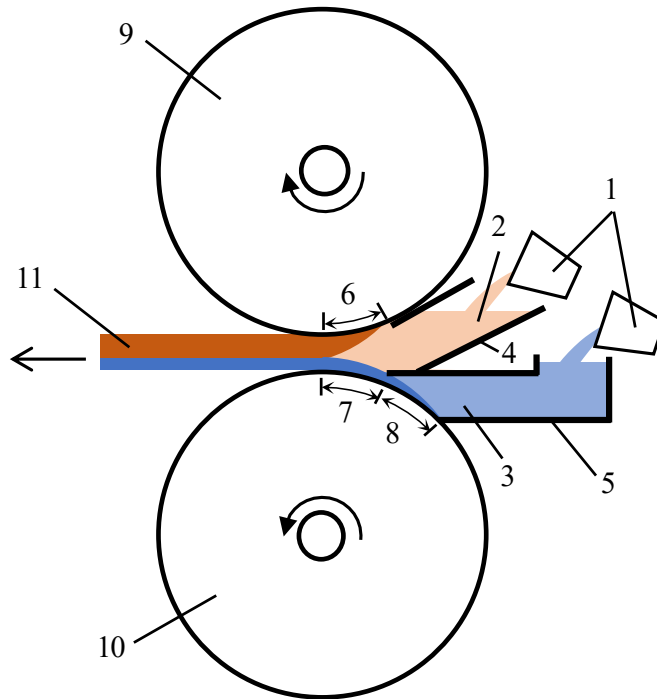


Figure 3.3 Schematic showing the cladding processes of Mg/Al using a horizontal twin-roll caster (1. crucible; 2. molten metal A; 3. molten metal B; 4. upper nozzle; 5. lower nozzle; 6. upper solidification length; 7. cooling length; 8. solidification length; 9. upper roll; 10. lower roll; 11. clad strip)

Table 3.3 Casting conditions for the Mg/Al clad strips using twin-roll caster

Materials	AZ91D	A5052
Pouring temperature [°C]	600	654
Pouring sequence [upper nozzle/lower nozzle]	A5052/AZ91D, AZ91D/A5052	
Upper solidification length [mm]	50, 100	
Solidification length [mm]	50	
Cooling length [mm]	50	
Roll gap [mm]	5	
Roll speed [m/min]	6-12	
Roll surface temperature [°C]	22	

$$\text{Clad ratio} = \frac{\text{Roll gap} - \text{Thickness of molten metal B}}{\text{Thickness of molten metal B}} \quad (3-2)$$

3.3 実験結果および考察

3.3.1 単ロール法による実験凝固定数の算出

単ロール法による実験の結果から、AZ91DとA5052を連続鋳造できることがわかり、凝固層の平均厚さをマイクロメーターで測定し実験凝固定数を算出した。ロール周速度と凝固層の厚さの関係を Figure 3.4(a)に示す。ロール速度が増加すると、凝固層の厚さは薄くなっている^[82,85]。ロール速度が12m/minまでの場合では、凝固層厚みに対するロール周速度の影響はより顕著であるが、ロール周速度が12m/minを超える実験条件では、熔融金属Bの凝固層の厚さ、およびクラッド比の制御が容易であることを確信した。凝固時間の平方根と凝固層の厚さの関係を Figure 3.4(b)に示す。から、AZ91DとA5052の実験凝固定数はそれぞれ $62\text{mm}/\text{min}^{0.5}$ と $34\text{mm}/\text{min}^{0.5}$ と算出した。

単ロール法による鋳造実験では、実験時間を定量化することが困難である。すなわち実験開始時の溶湯量が一定の高さに達しない場合やノズル内の溶湯量が徐々に減少していくことで、連続鋳造板の前後端の板厚が薄く、中央部が均一である板材が得られるからである。実際の凝固時間は、実験時間と比較すると、相当小さい。例えば、ロール速度が6m/minの場合、凝固した熔融金属と鋳造ロールが相対的に滑らないと仮定すると、凝固時間は凝固距離50mmで0.5sとなる。すなわち溶湯はロールと接触すると瞬間的に凝固している。このことが、双ロール鋳造の冷却速度が大きいことにつながっている。

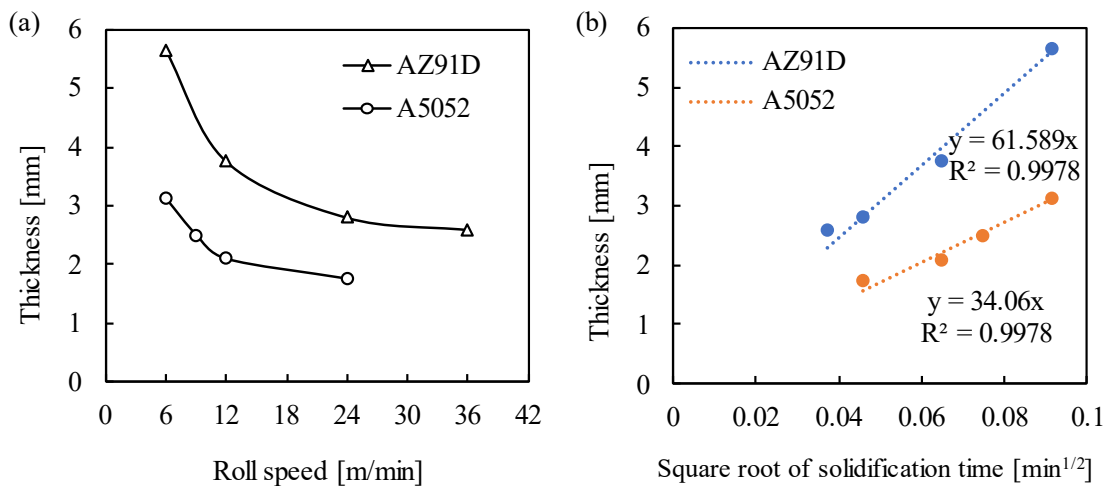


Figure 3.4 (a) Relationship between the roll speed and solidification layer thickness; (b) relationship between the square root of the solidification time and the thickness of the solidification layer

単ロール法による A5052 および AZ91D 鋳造実験におけるロール周速度の 12m/min の場合の A 点および B 点の温度変化を Figure 3.5 に示す。A 点の温度測定結果から、AZ91D の表面温度は約 491°C~520°C であり、A5052 の表面温度は約 600°C~626°C であることがわかった。それぞれの固液相線温度と比較し、金属表面は半凝固状態であったため、熱電対は金属表面温度の大部分を完全には計測することができなかったが計測された温度変化は参考値として使用した。また、鋳造実験中における B 点の温度は初期の 22°C から 30°C に上昇した。溶融金属の温度と比較すると、この温度差の影響は無視できるほど小さいが、ロール表面温度が定常状態である場合の温度変化は、本実験結果と解析を用いて予測可能である。

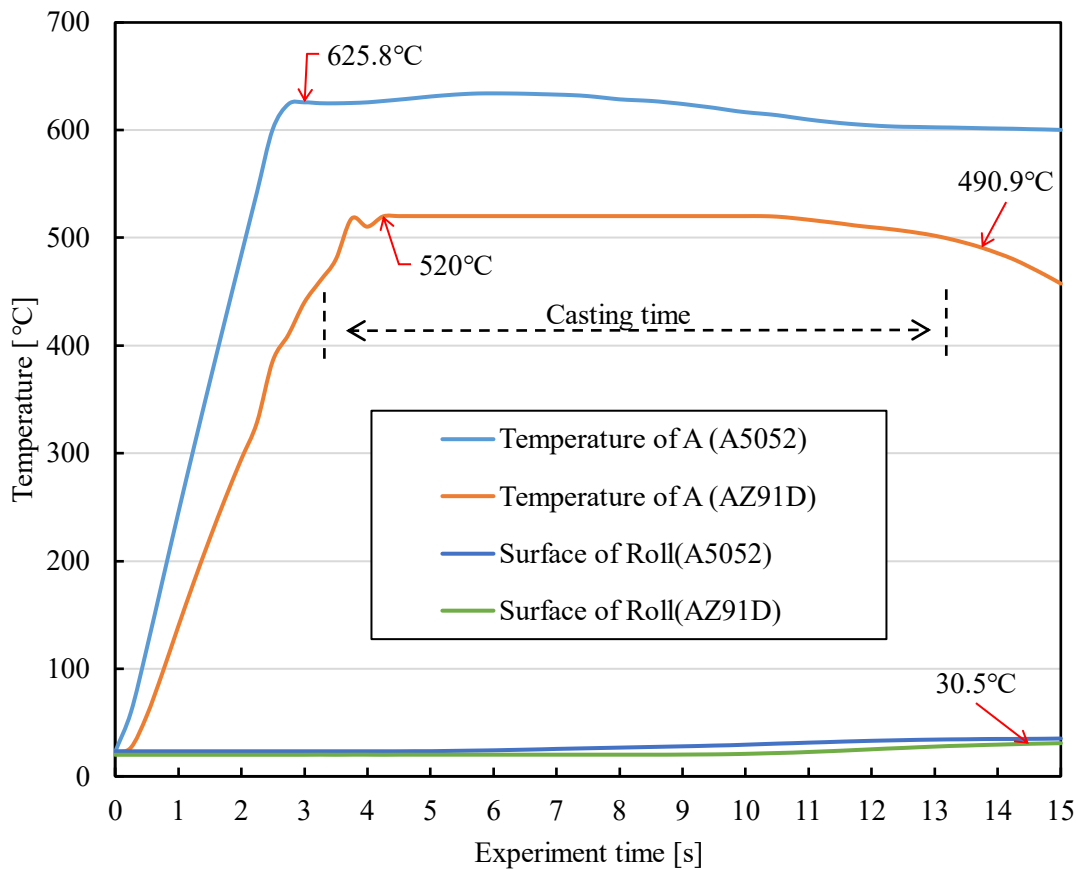


Figure 3.5 Temperature at points A and B versus time at roll speed of 12m/min

3.3.2 クラッド材の表面に及ぼすロール周速度と注湯手順の影響

異なるロール周速度および注湯手順の影響を確認するための実験の結果を Table 3.4 に示す。最初の注湯手順では、上側ノズルに融点の高い材料 A5052 を注湯し、下側ノズルに融点の低い材料 AZ91D を注湯した。その結果、ロール周速度と関係なく、下ロールで鑄造した AZ91D に再溶解が発生することが確認された。一例として、ロール周速度 9m/min の場合の実験結果を Figure 3.6 に示す。Figure 3.6 から、A5052/AZ91D クラッド材の上側ロール接触面は良好な表面状態を示したものの、下側ロールとの接触面には凹凸が見られた。A5052/AZ91D クラッド材の鑄造方向の先端部分は、A5052 の被覆なしでも AZ91D 板の成形が可能であることが確認できたが、A5052 が凝固した AZ91D の

上側表面に接合されようとする際に、下側の AZ91D が再溶解して混合し、灰色の金属混合物が生じている。本実験では AZ91D が A5052 接合する際には銅ロールとの Al 合金への 2 種類の熱伝達を考慮する必要性が生じることとなった。A5052 の固相線温度は AZ91D の液相線温度よりも高く、熱は A5052 側から AZ91D 側に伝達する。AZ91D が A5052 から吸収する熱エネルギーが、銅ロールが吸収する熱エネルギーよりも大きい場合には、AZ91D は凝固しない。その結果、Figure 3.6 に示すような再溶解現象が発生したものと考えられる。

Table 3.4 Experimental results under different roll speeds and pouring sequences

Pouring Sequence [Upper Nozzle/Lower Nozzle]	Roll speed [m/min]		
	6	9	12
A5052/AZ91D	×	×	×
AZ91D/A5052	×	Δ	×

×: bad, Δ: not good.

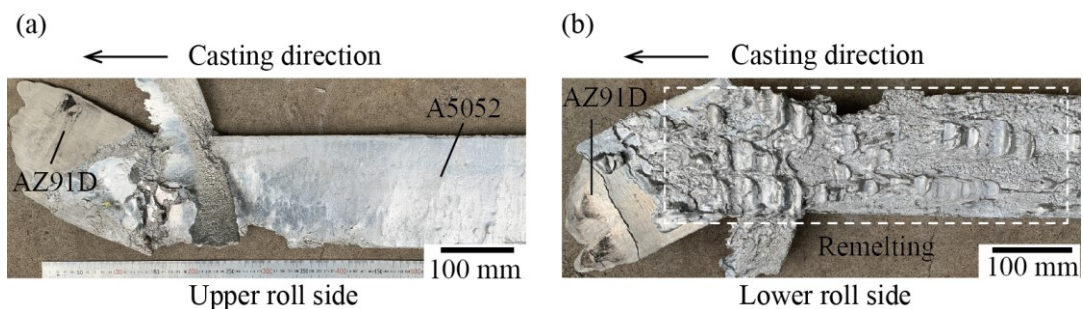


Figure 3.6 Surfaces of the A5052/AZ91D clad strips at a roll speed of 9 m/min

異なるロール周速度で鋳造した AZ91D/A5052 条材の表面状態を Figure 3.7 に示す。AZ91D/A5052 クラッド材の上ロール接触面 (AZ91D 側) には、ロール周速度 6m/min で多数のリップルマークと若干の黒色酸化物が見られた。この黒色酸化物は酸洗により容易に除去することができた。ロール周速度を 9m/min や 12m/min に上げるとリップルマークは消失し表面状態は良好で、平滑になった。しかし、AZ91D/A5052 クラッド材の下

側ロール接触面 (A5052 側) の状態にはロール周速度が大きく影響することがわかった。ロール周速度が 6m/min の場合は, AZ91D/A5052 クラッド材の A5052 側の大部分は AZ91D であり, A5052 は分散し, クラックも観察された。ロール周速度 9m/min の場合は, AZ91D/A5052 クラッド材の A5052 側は明るい Al 合金表面を示したものの, クラッド材の表面とエッジ部の両方に金属混合物が排出していた。また, ロール周速度 12m/min の場合では AZ91D/A5052 クラッド材の A5052 側が直接金属混合物で覆われた。さらに, Mg 合金と Al 合金がノズル内部で直接接触していたため, 接合界面には熔融 Mg 合金, Al-Mg 金属間化合物, または両方の混合物が確認できた。

ロール周速度 12m/min の場合ではクラッド材の下ロール側に大きい混合物が見られた。双ロール法による鋳造実験では, 板材の上側と下側の温度がそれぞれ上下のロール面温度に近く, 急冷凝固が可能であった^[86]。そのため, 表面状態は良好であったが, 双ロール鋳造材の中央部は上下のロールから遠いところでは, 未凝固であった。このとき, 板材の中央部の未凝固部分は, 余分な液状金属や金属化合物が双ロールの圧力で絞り出され, Mg/Al クラッド材の周囲に流れ込んだと考えられる。混合物の形成過程の概略図を Figure 3.8 に示す。接合界面の余分な液体金属または金属化合物は, 板材の下部の表面に流れ落ちてドラムコンベアの個々のローラーの間に蓄積した。これが凝固完了後に形成された金属の混合物であるものと考察した。

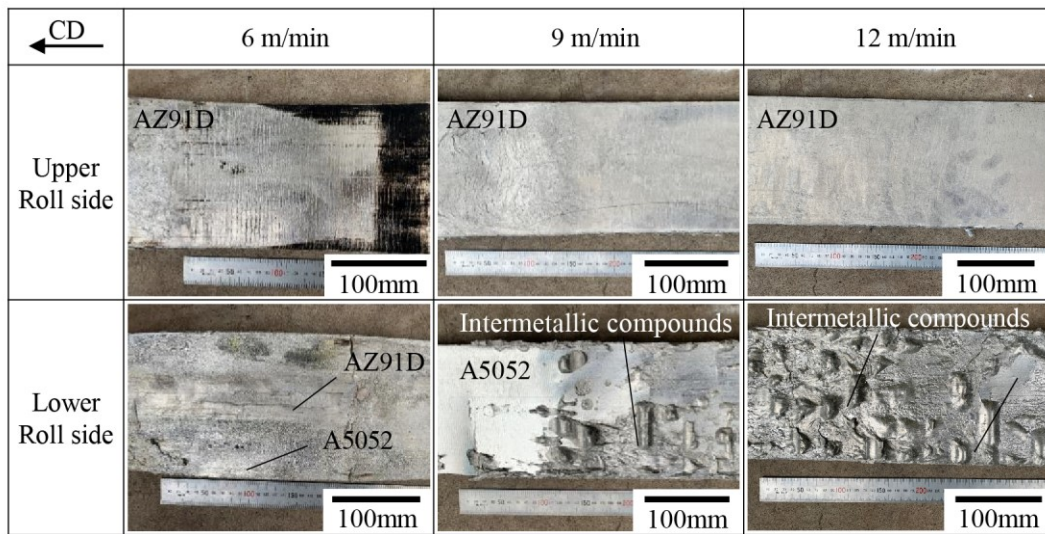


Figure 3.7 Surface of the AZ91D/A5052 strips cast using the second pouring sequence with different roll speeds

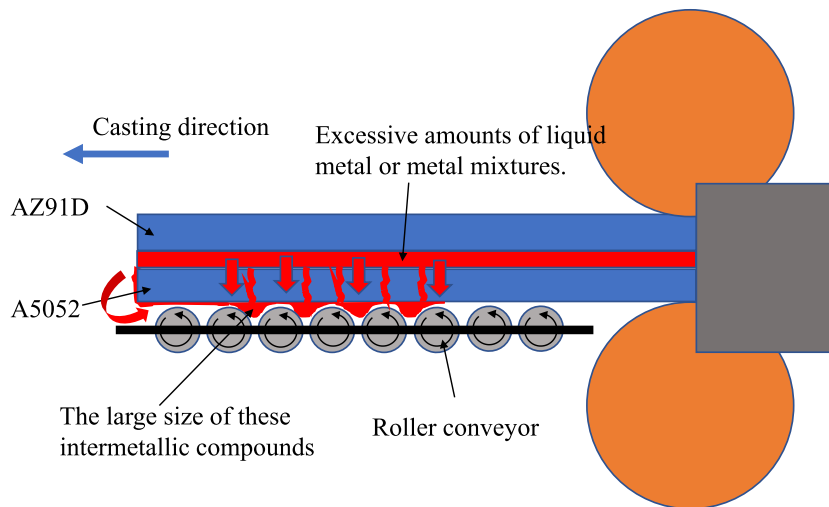


Figure 3.8 Schematic diagram of intermetallic compound output

異なるロール周速度の実験条件下で castingの様子を Figure 3.9 に示す. ロール周速度が低い場合には, Mg 合金と Al 合金の凝固層の厚みが大きく増加した. Al 合金の凝固層の厚みが増加したため, 下ノズルが閉塞し, Al 合金の凝固層をスムーズに引き出すことができなくなった. そのため, Al 合金のごく一部しか積層していない. 一方, Mg 合

金の凝固層の厚みが増したことで、下方向への圧下力が発生した。このため、下側ノズルにおける Al 合金の凝固が困難となり、Figure 3.7 (6m/min) に示す実験結果のようになった。また、ロール周速度が速い場合、凝固層厚さはく減少し、理論的には、ロールギャップが一定であれば、Mg 合金と Al 合金の接合界面部分は半凝固状態の Mg 合金と Al 合金の溶湯で満たされる。本研究では、接合の際の界面が高温であり、エネルギーが高く、原子拡散速度が速くなる。そのため、Mg と Al の相互拡散運動が非常に強く、金属間化合物の生成が促進されると予想した。一方、単ロール法による鑄造実験結果から、接合前の A5052 の表面温度は 600°C 以上であることが判明している。また、上部ノズル内の AZ91D は液体状態であり、接合界面の AZ91D 側の温度は AZ91D の液相線温度 (595°C) であり、接合界面の平均温度は 595°C より高くなっている。

このとき、余分な Mg 合金溶湯および金属間化合物は液体状態のまま、上下ロールの圧力によってクラッド材の両側へ押し出され、最終的に Al 層の端部に沿ってクラッド材の下ロール接触面へ重流れ込んだ。ロール周速度が速い場合は、接合界面でより多くの金属間化合物が生成された。このため、Mg/Al クラッド材の下側ロール接触面に流れる化合物も多くなり、Figure 3.7 (12m/min) に示す実験結果が得られたものと考える。

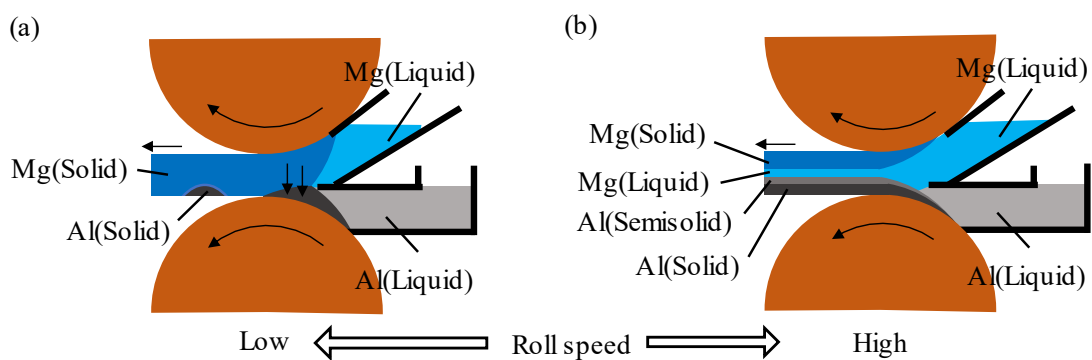


Figure 3.9 Casting process at different roll speeds

Figure 3.7 より、Mg/Al クラッド材の表面状態は、ロール周速度 9m/min、ロールギャ

ップ 5mm で最も良好な状態であった。金属混合物の発生は、溶湯 AZ91D と A5052 が接合界面において過剰に供給されたことが原因であると考察できる。(2-3)式で示されたように、ロール周速度を一定とし、凝固距離を長くすると、凝固層は厚みが増加する。理論的には凝固距離を延長することによって、界面に存在する熔融した AZ91D の量を減少させ、金属間化合物の生成も抑制することが可能であると考えられる。そこで、次に上側ロールの凝固距離を最初の 50mm から 100mm に延長して実験を行った。Figure 3.10 は上側ロールの凝固距離を 100mm としたときの AZ91D/A5052 クラッド材の表面状態を示している。Figure 3.10 より得られた AZ91D/A5052 クラッド材の表面状態は全体的に良好であった。Figure 3.10 の下側ロール側の写真からは、混合物は AZ91D/A5052 クラッド材のエッジ部のみに存在していた。混合物の発生を抑制するためには、上凝固距離を長くすることが有効であることが確認された。なお、A5052 の表面は平滑で、明るい Al 合金の金属光沢を有していた。ロール周速度 9m/min、凝固距離 100mm の実験条件下で製造した AZ91D/A5052 クラッド材の平均厚さは 4.9mm であった。

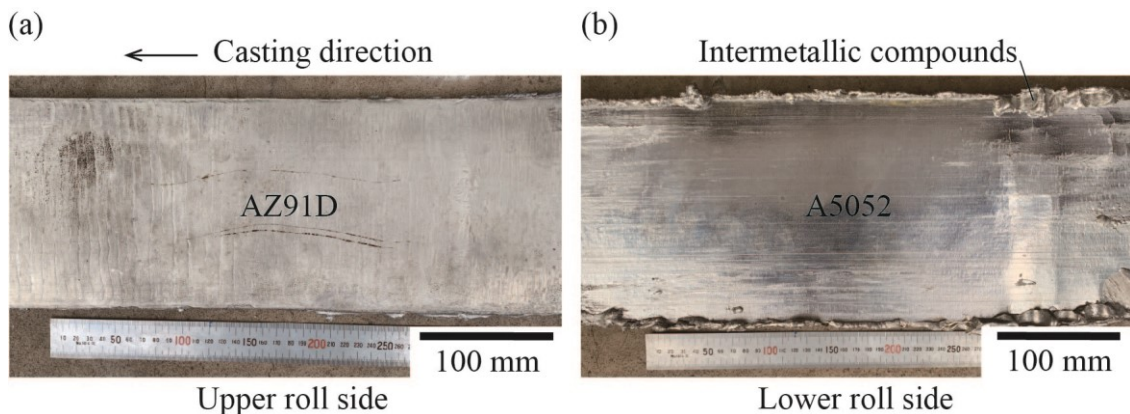


Figure 3.10 Surface of AZ91D/A5052 clad strips with an upper solidification length of 100 mm

3.3.3 接合界面の組織観察

横型双ロールキャスターを用いた鋳造した AZ91D/A5052 クラッド材の断面図を Figure 3.11 に示す。Figure 3.11(b)は Figure 3.11(a)の接合界面の A 領域の拡大図である。

Figure 3.11(a)に示すように、AZ91D と A5052 の接合界面には 2 つの拡散層があり、接合界面には空洞がないことが観察されている。接合界面の総拡散層の厚さは約 1mm で、熱間圧延で得られる Mg/Al クラッド材の拡散層の厚さよりもはるかに大きいことが確認された^[33,77,87]。A5052 の固相線温度は AZ91D の液相線温度よりも高いため、Mg 合金と Al 合金の溶湯が混合しても、界面の温度は 595°C以上に保たれたままであった。このため、接合面における Mg 元素と Al 元素の拡散が促進されたものと考えられる。

また、AZ91D 層の厚さは 2.1mm であり、A5052 層の厚さは 1.8mm であり、クラッド比は約 1:1 であった。Figure 3.4(a)から、ロール周速度の 9m/min の実験条件下での A5052 の理論凝固厚さは 2.4mm であるが、クラッド材の A5052 層の厚さは 25%減少している。これは、下ノズルの A5052 の表面が凝固終了後、AZ91D の溶湯と接合する前に半凝固状態になっていたためである。この半凝固状態の A5052 の表面の上側に凝固した AZ91D の板材を供給した際に、AZ91D の自重と上側ロールの圧下力により、下ロール側の A5052 の厚さが理論値より減少したものと考察した。Figure 3.12 と Table 3.5 の結果から、接合界面の二層の混合層は、Mg 側では α -Mg と $Mg_{17}Al_{12}$ の共晶組織、Al 側では $Mg_{17}Al_{12}$ と Al_3Mg_2 金属間化合物層であることが明らかになった。また、本実験で用いた 2 種類のエッチング液は、研磨では鏡面効果を発揮したが、垂直光源照射で反射する金属間化合物層である $Mg_{17}Al_{12}$ 層と Al_3Mg_2 層をエッチングできなかつたため撮影した $Mg_{17}Al_{12}$ 層と Al_3Mg_2 層は黒色で示されている。

AZ91D と A5052 は微量元素の含有量が少ないため、多くの微量元素はそれぞれ α -Mg 相と α -Al に固溶している。本研究では、主に Mg と Al の含有量変化および金属間化合物の組成に着目している。Figure 3.12 に AZ91D/A5052 クラッド材の接合界面の SEM 画像と接合界面の EDS 線分析結果を示す。SEM 画像と EDS 線分析の結果から、拡散層は 3 層に分かれていることが明らかになった。各層の化学組成を EDS 点分析で分析した結果

を Table 3.5 に示す. その結果, AZ91D 側に近い層は α -Mg と $Mg_{17}Al_{12}$ の共晶組織層であり, 真ん中は $Mg_{17}Al_{12}$ であり, A5052 側に近い層は Al_3Mg_2 であることがわかった. この金属間化合物の組成は従来の研究結果と一致している^[88].

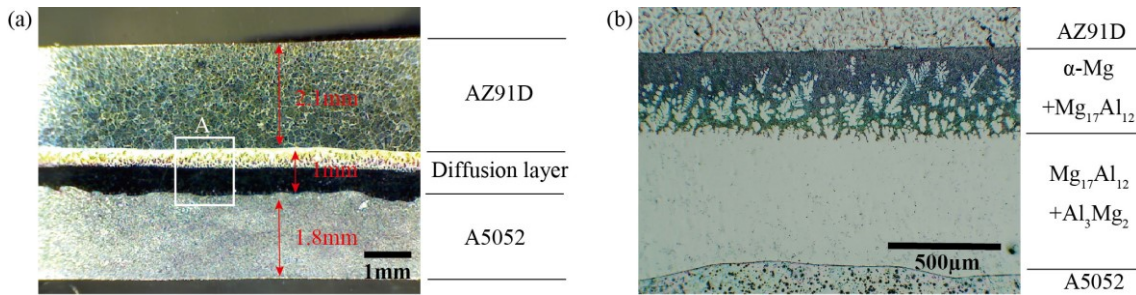


Figure 3.11 (a) Cross-section of the AZ91D/A5052 clad strips cast by the horizontal twin-roll caster; (b) microstructure of region A of the bonding interface in (a)

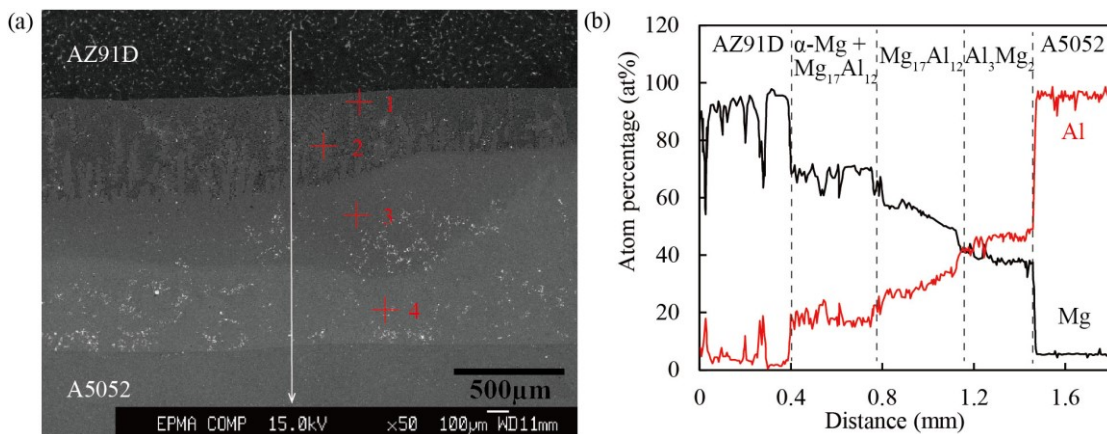


Figure 3.12 Microstructure and EDS analysis results on the bonding interface of the Mg/Al clad strips: (a) SEM image; (b) EDS line scan results corresponding to (a)

Table 3.5 Results of EDS point scan analysis at different positions of the interface corresponding to Figure 3.12(a)

Point	Mg	Al	Possible Phase
1	90.15	9.49	α -Mg
2	66.70	33.30	α -Mg+ $Mg_{17}Al_{12}$
3	56.86	43.14	$Mg_{17}Al_{12}$
4	43.32	56.68	Al_3Mg_2

3.3.4 機械的性質

AZ91D/A5052 クラッド材の機械的性質を調べるため, 万能試験機 (SHIMADZU AGS-10kNX) を用いてクラッド条材の引張試験および引張せん断試験を室温で行った.

Figure 3.13 に引張試験用試験片および引張せん断試験用試験片の寸法を示す. 試験速度は 0.5mm/min であり, 各試験のサンプル数はである. (3-3) 式を用いて平均接合強度を算出した.

$$\text{average bonding strength} = \frac{\text{peak load}}{\text{bonding width} \times \text{bonding length}} \quad (3-3)$$

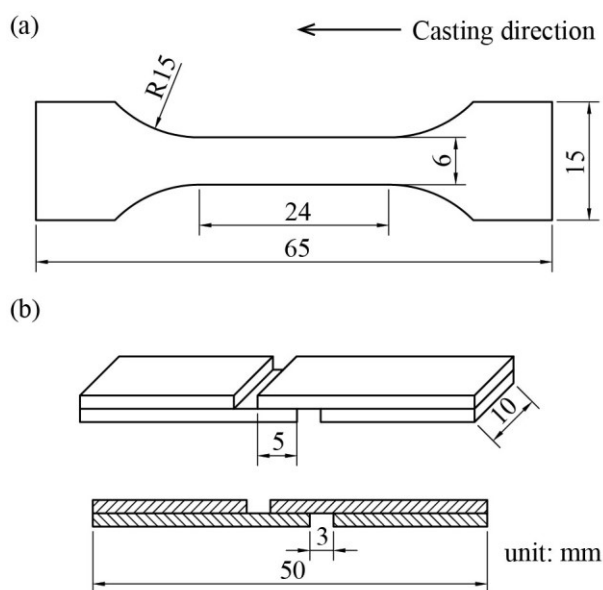


Figure 3.13 Dimensions of the specimens for the tensile and tensile shear tests

Figure 3.14 に AZ91D/A5052 クラッド材の室温での引張試験結果を示している. 引張試験では, AZ91D 層が A5052 層よりも先に破断し, 破断時のひずみは 0.069, 応力は約 150MPa であった. また, 式(3-3)を利用し, 引張せん断試験で得られた荷重から, 8MPa のせん断応力が得られた. この限界せん断応力は熱間圧延で得られる Mg/Al クラッド材の接合強度より低い^[77,87]. Figure 3.15 に引張せん断試験後の接合界面の断面を示す.

破断後の組織観察の結果から、熱間圧延と同様に Al-Mg 金属間化合物層において剥離が発生していることが明らかであった。第 2 章において、得られたクラッド材の接合強度によって、 Al_3Mg_2 金属間化合物層の厚さは $10\mu\text{m}$ 以下の場合では、接合強度が 40MPa 以上であったことをわかった。したがって、Mg/Al クラッド材の接合強度を向上させるためには、Al-Mg 金属間化合物層（特に Al_3Mg_2 金属間化合物層の厚さ）の生成を制御することが重要であると考えられる。

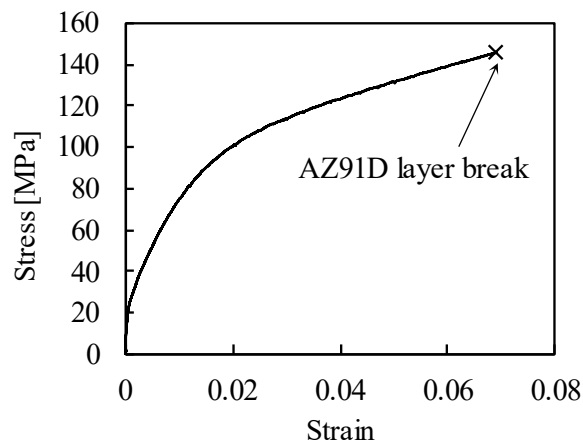


Figure 3.14 Tensile curves of AZ91D/A5052 clad strips cast by the horizontal twin roll caster

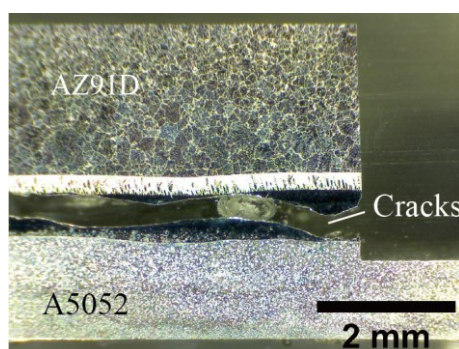


Figure 3.15 Cross-section of the bonding interface after tensile shear testing

3.4 まとめ

本研究では、まず、単ロール法による鋳造実験により AZ91D および A5052 の連続鋳造性を検証し、凝固厚さの予測式から AZ91D および A5052 の実験凝固定数を求めた。その結果、AZ91D および A5052 の凝固定数をそれぞれ $62\text{mm}/\text{min}^{0.5}$ および $34\text{mm}/\text{min}^{0.5}$ とした。次に、クラッド材の鋳造時の接合界面の温度変化を確認するために、単ロール鋳造時の金属の表面温度を測定した。

溶湯直接圧延法による AZ91D/A5052 クラッド材の製造実験を行い、ロール周速度、注湯手順、凝固距離の影響を調査し、最適な実験パラメータについて検討した。その結果、ロール周速度 $9\text{m}/\text{min}$ 、ロールギャップ 5mm の実験条件下で板厚 4.9mm の AZ91D/A5052 クラッド材の製造が得られることを確認した。ロール周速度については、上ロール側の AZ91D よりも下ロール側の A5052 の表面状態に影響を与えることがわかった。Mg 合金を上側で凝固させる AZ91D/A5052 (上ノズル/下ノズル) では、Al 合金を上側で凝固させる A5052/AZ91D に比べて鋳造板材を得やすく、AZ91D と A5052 の接合界面で生成する金属間化合物は上側のロールの凝固距離で制御できることを明らかにした。得られた AZ91D/A5052 クラッド材の光学顕微鏡による観察結果から、AZ91D/A5052 クラッド材のクラッド比が約 1:1 であることを確認した。さらに、EDS 線分析および点分析から、接合界面には $\alpha\text{-Mg}$ と $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ の共晶組織層、 $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 金属間化合物層および Al_3Mg_2 金属間化合物層の 3 つの層が生成していることが判明した。また得られた AZ91D/A5052 クラッド材の引張せん断試験の結果から、クラックが Al-Mg 金属間化合物層に発生したことを示した。本章における実験の結果からは、クラッド材の接合強度を向上させるために、Al-Mg 金属間化合物層の発生の防止が必要であることが溶湯直接圧延法による異種金属の接合では重要であることが改めて確認できた。

第4章 スクレイパーを用いた Mg/Al クラッド材の製造

4.1 緒言

第3章では、横型双ロールキャスターを用いて、ロール周速度 9m/min, ロールギャップ 5mm, 上凝固距離 100mm の実験条件下で厚さ 4.9mm の AZ91D/A5052 クラッド材の製造に成功した。しかしながら接合界面に生じた Al-Mg 金属間化合物層が非常に厚く、接合強度をそれほど高くなかった。従って、本章では、Mg/Al クラッド材の接合強度を向上させるためのひとつの方法としてスクレイパーを用いた Mg/Al クラッド材の製造を行った。

Mg/Al クラッド材の接合強度には Al-Mg 金属間化合物層の影響があるため、Al-Mg 金属間化合物の形成を制御することが必要である^[51,89-92]。双ロール casting 研究においては羽賀らによって、スクレイパーを用いて自由凝固面の凝固層を改善できる報告がある^[93-97]。そこで、本章では金属間化合物の生成を減少させ、良好な接合界面強度を得るためにスクレイパーを用いて Mg/Al クラッド材を製造する実験を行う。

本研究で採用したスクレイパー有り無しの製造プロセスの概略図を Figure 4.1 に示す。Figure 4.1(a) (スクレイパーなし) の場合、ロールと接触して凝固を開始した金属はロール表面から固相、半凝固、液相の3層になっていると考えられる。Figure 4.1(b) (スクレイパーあり) の場合では、金属の自由凝固表面付近の液相および半凝固相はスクレイパーで掻きとられる。このため、金属間化合物を減少できるのと同時にクラッド材の接合温度をスクレイパーがない場合よりも低くできる可能性がある。本実験では、スクレイパー有る場合、接合界面の状態が Mg/Al クラッド材の製造に与える影響について調査した。

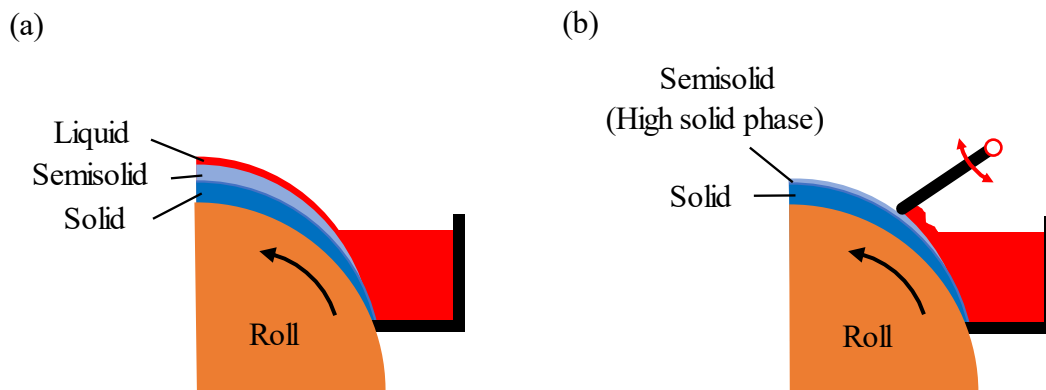


Figure 4.1 Single roll casting process with scraper and without scraper

4.2 実験材料および実験方法

本章で使用した実験材料は第3章と同じ、AZ91D および A5052 である。また、接合界面の固相率の高低が Mg/Al クラッド材の製造に与える影響に調査するため、本実験では、スクレイパーを使用し、下ノズルの溶湯の自由凝固面の固相率を制御することとした。

製造プロセスを Figure 4.2 に示す。Type A は第3章で使用した実験方法である。上ロール側の AZ91D 溶湯は A5052 の半凝固層を含めたまま接合し、そのまま双ロールで余分な液相および半凝固相の一部を押し出す。このとき、接合界面の AZ91D および A5052 の状態はそれぞれ液体と半凝固状態であり、この場合の接合方法は液-半凝固相接合であるが、異種金属接合の際には金属間化合物を生成しやすく、Type A を採用したクラッド材の製造における研究例は同種金属の報告例が多い^[66,98-100]。金属間化合物の問題を改善するため、Type B では、回転できるスクレイパーを下側ロールの自由表面部分に設置した。上ロール側のノズル位置の調整によって、異種金属との接合温度を減少させ金属間化合物の生成を抑制することを目的として実験を行っている。

本実験では、Figure 4.2(b)に示すように下側ノズルの位置に回転可能なスクレイパーを装置し、AZ91D と A5052 の半凝固-固相接合を実現する。実験の概略図を Figure 4.3 に示す。実験条件は第 3 章で行った実験とほぼ同様に設定した。実験の条件を Table 4.1 に示す。本実験では、上側ノズルの幅が 50mm とし、下側ノズルの幅が 150mm であるスクレイパーを自由に回転させることで、AZ91D と A5052 の半凝固-固相接合を実現することを狙っている。また、スクレイパーを設置した実験装置の概略図を Figure 4.4 に示す。スクレイパーは厚さ 1mm の鉄板に耐熱クロスが無機系耐熱接着剤で接着して作成している。実験に使用したスクレイパーを Figure 4.5 に示す。また実験開始前には、溶融とスクレイパーの固着を防ぐために、スクレイパー表面に離型剤 BN スプレーを塗布して実験を行っている。

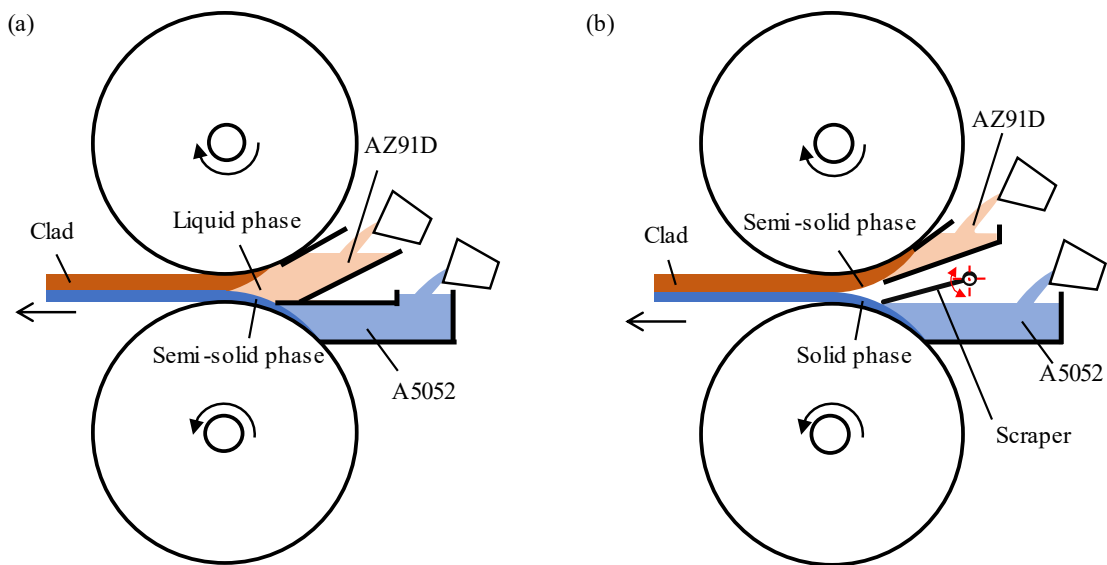


Figure 4.2 Schematic illustration of cladding by Twin-roll caster (a) Type A, (b) Type B

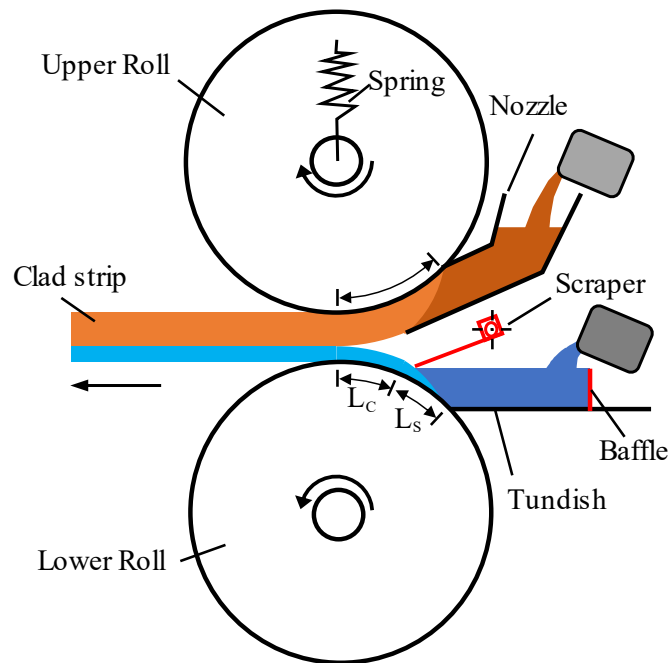


Figure 4.3 Schematic showing the cladding processes of Mg/Al clad strips using scraper

Table 4.1 Casting conditions

	Upper roll	Lower roll
Materials	AZ91D	A5052
Pouring temperature [°C]	600	654
Nozzle width [mm]	50	150
Upper solidification length [mm]		100
Solidification length [mm]		50
Roll gap [mm]		5
Roll speed [m/min]		9

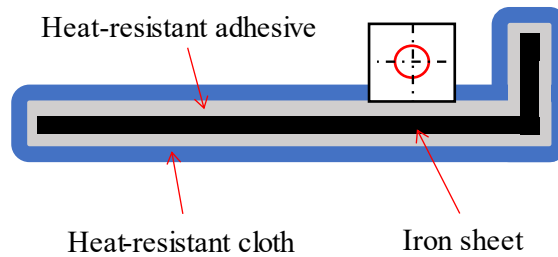


Figure 4.4 Schematic diagram of scraper structure



Figure 4.5 Scraper

4.3 実験結果および考察

4.3.1 単ロール法による板材表面温度

下ノズルの溶湯の自由凝固面の温度に与えるスクレイパーの影響を調査するため、Figure 3.2 の示す A 点（スクレイパーが溶湯の表面にかかった後）における A5052 の単ロール製造実験における温度変化を計測した。得られた温度変化の計測結果を Figure 4.7 に示す。Figure 4.7 から、スクレイパーを利用して A5052 の鋳造実験を行った場合、計測点の温度は凝固した A5052 の表面温度の最大値は 589°Cであった。この温度は A5052 の固相線温度より下であるため、表面状態はほぼ固相と考えた。従って、スクレイパー

を用いた場合、溶湯の表面温度は液相線以下に状態を改善できること確認した。

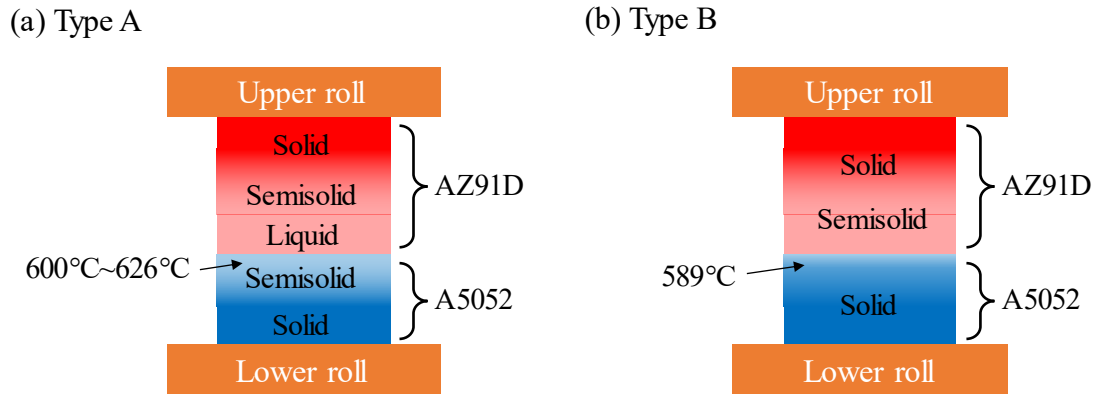


Figure 4.6 Temperature distribution at the bonding interface with and without scraper

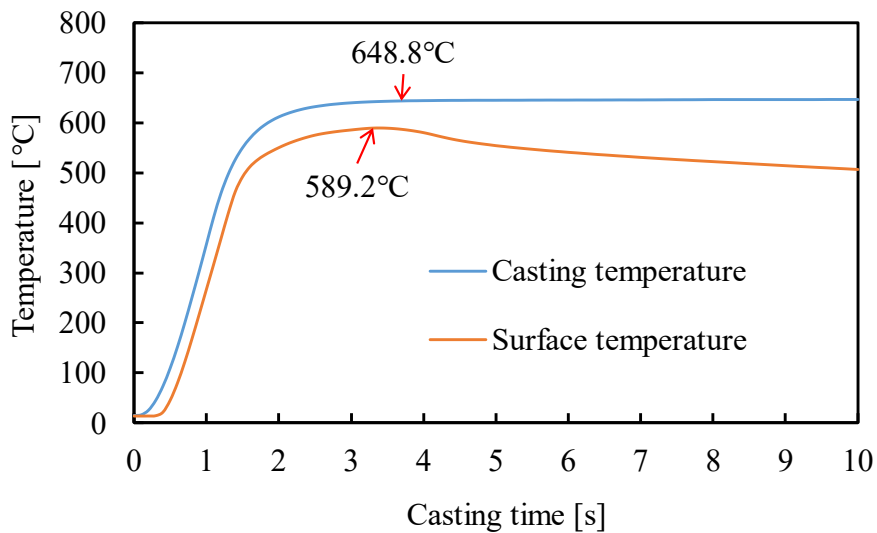


Figure 4.7 Temperature of surface after solidification using scraper

4.3.2 クラッド材の表面状態

スクレイパーを用いて製造された Mg/Al クラッド材を Figure 4.8 に示す。マイクロメーターで計測したクラッド材の厚さは約 5mm であった。Figure 4.8 から、上ノズルで铸造された固相 AZ91D は A5052 にしっかりと接合しているように見える。このとき Figure

4.8 に示すように AZ91D 層の表面には黒色酸化物が生成されている。また、最初に注湯した AZ91D の溶湯は凝固しにくく、上ノズルの下側に溜まっている。その後、凝固した AZ91D は A5052 と接合されて、スクレイパーにはかきとった半凝固相を残したまま AZ91D 層の両辺に押し出している。Type B の手法で製造されたクラッド材の外見は第 3 章で製造されたクラッド (Type A) とほぼ同じである。

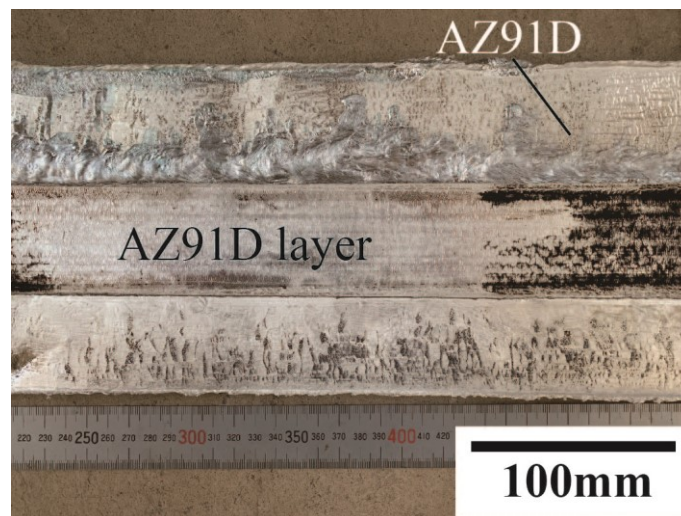


Figure 4.8 AZ91D/A5052 clad strips using scraper

4.3.3 組織観察

接合界面の組織観察を Figure 4.9 に示す。Figure 4.9(a)から、接合界面には二層の混合層が確認されている。EDS 点分析により、混合層の組成成分は、A5052 に近い混合層は $Mg_{17}Al_{12}$ および Al_3Mg_2 によって組成した Al-Mg 金属間化合物層である。AZ91D に近い混合層は α -Mg および $Mg_{17}Al_{12}$ によって組成した共晶組織層である。共晶組織層では、 α -Mg が点状に分散しているのが確認できる。Type B の方法で製造されたクラッド材の接合界面のマイクロ組織は Type A とほぼ同様であった。また、スクレイパー有り無しの影響を調査するため、両方法で製造された AZ91D/A5052 クラッド材の断面組織を観察した。断面組織を Figure 4.10 に示す。Figure 4.10 から、Type B の方法 (スクレイパー

使用) で製造されたクラッド材の混合層の厚さは Type A と比較して大幅に減少している。本実験ではロールギャップを共に 5mm としたため、Type B での AZ91D 層の厚さは Type A より厚くなった。さらに、画像解析ソフトを使用し、Al-Mg 金属間化合物層や共晶組織層や混合層全体の厚さを測定した結果を Figure 4.11 に示す。Figure 4.11 により、スクレイパーの有無にかかわらず、Al-Mg 金属間化合物層の厚さは共晶組織部分の厚さにより大きいことを確認した。この理由は Al-Mg 金属間化合物層の Al_3Mg_2 の活性化エネルギーが $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ の活性化エネルギーよりも大きかったためと考えられ、共晶組織層より厚い Al-Mg 金属間化合物層が形成されたと考察した。各層の厚さを比較すると、Type B は Type A より各層の厚さが半分以下に低減できた。Type B では AZ91D の接合界面は半凝固状態となり、A5052 の接合界面は固体となり、Type A とは異なり、接合時の接合温度は低下している。温度が低下する場合には元素の拡散速度も遅くなりこれによって、混合層の厚さは薄くなったものと考察した。本実験の結果から、スクレイパーを使用した Type B の結果から、スクレイパーの有効性が明らかになり、異種金属の接合時における余分な液相や半凝固部分のかきとりによって、金属間化合物の生成も制御できる有効な手段であることを確認した。

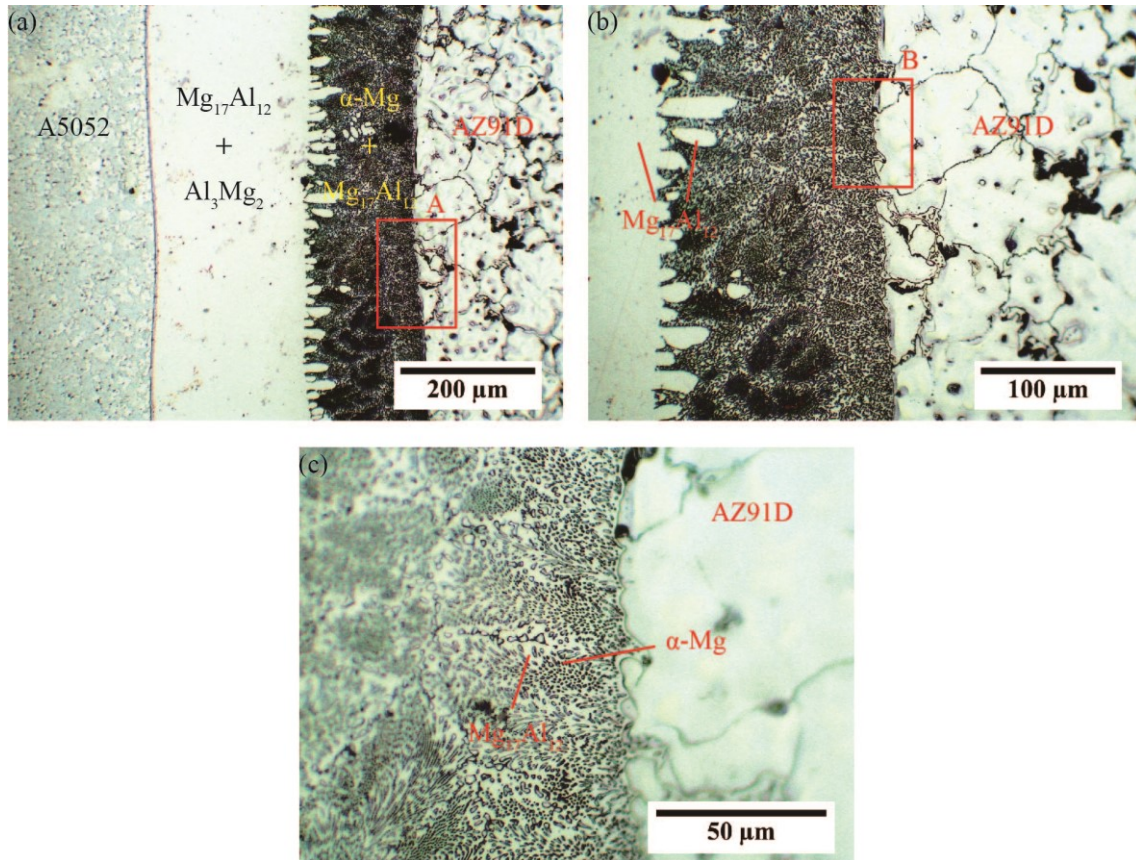


Figure 4.9 (a) Microstructure of the bonding interface of AZ91D/A5052 clad strips using a scraper; (b) microstructure of region A of the bonding interface in (a); (c) microstructure of region B of the bonding interface in (b)

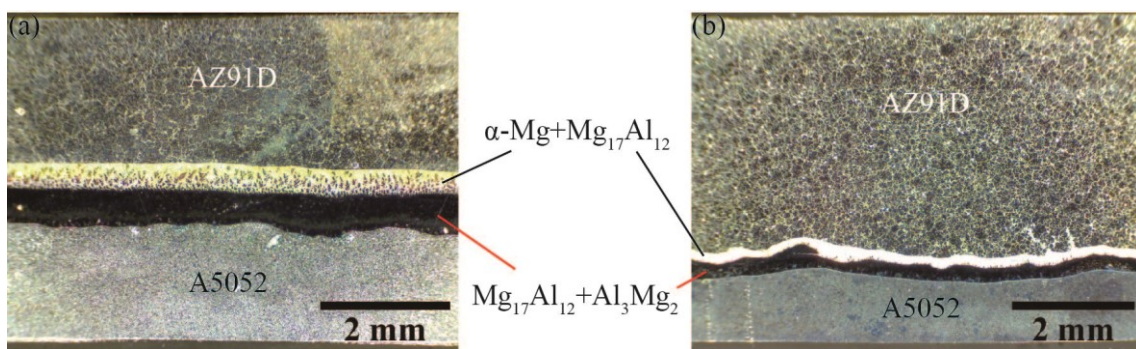


Figure 4.10 Cross-section of the bonding interface with different methods (a) type A; (b) type B

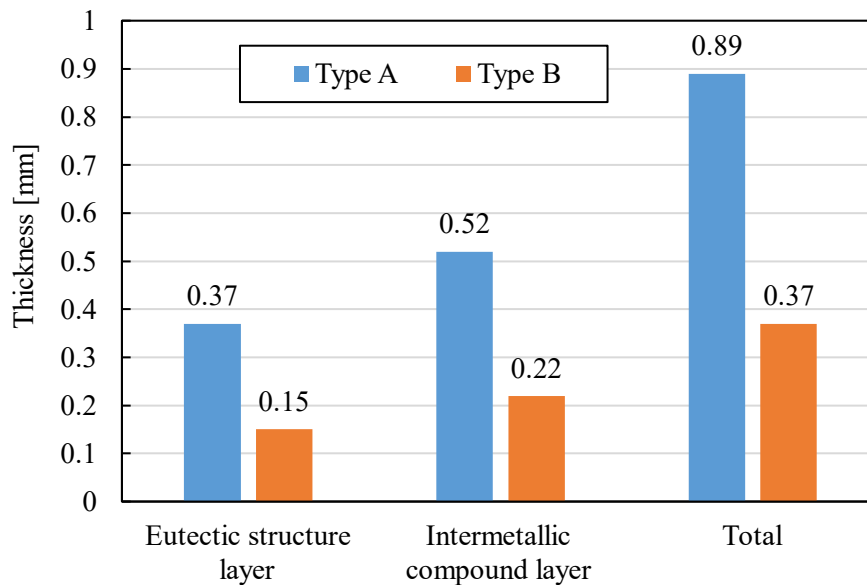


Figure 4.11 Thickness of layers

4.3.4 硬さ試験

接合界面に生じた混合層の硬さを明らかにするため、クラッド材の各層に対して、Figure 4.12(a)の示すように、AZ91D/A5052 クラッド材の厚さ方向の (A~F) の六ヶ所におけるビッカース硬さを計測した。Figure 4.12(a)における計測点 C 及び計測点 D は Al-Mg 金属間化合物層および共晶組織層である。計測点 B は Al-Mg 金属間化合物層に近い A5052 であり、計測点 E は共晶組織層に近い AZ91D である。ビッカース硬さの結果を Figure 4.13 に示す。Figure 4.13 より、Al-Mg 金属間化合物層の平均硬さは約 200HV であり、共晶組織層の平均硬さは約 225HV であることが明らかになった。Type A の場合、AZ91D 合金の共晶組織層側の硬さはやや高い。逆に、Type B の場合、AZ91D 合金の共晶組織層側の硬さは AZ91D 層の平均硬さとほぼ同じであった。Type A では A5052 と接合した AZ91D が液相であるため、A5052 の Al 元素が接合の際に液相 AZ91D 合金側に拡散しやすく、新しい金属間化合物が生じたと考えられる。一方、スクレイパーを利用した場合 (Type B) では、Al-Mg 金属間化合物層に近い A5052 の硬さは Type A とあま

り変わらない。また、製造された AZ91D/A5052 クラッド材は平滑ではないため、試験片の取り付けの際に割れやすいために、引張試験片のサイズを変更して引張せん断試験を行った。試験片の寸法および引張せん断試験中の様子を Figure 4.14 に示す。引張せん断試験の試験結果を Table 4.2 に示す。結果から、Type B の場合は製造された AZ91D/A5052 クラッド材の限界の引張せん断応力は 12.5MPa であった。接合強度は Type A でのクラッド材と比較すると、53.4%を向上している。第 2 章では、クラッド材の混合層厚さは 68 μm であり、接合強度は 40MPa であり、第 3 章では、クラッド材の混合層厚さは約 1mm であり、接合強度は 8MPa であった。このことより、溶湯直接圧延法による製造された Mg/Al クラッド材の接合強度は混合層の厚さと関係があり混合層厚さを薄くすることができれば、高い接合強度を有するクラッドの製造が可能になる。

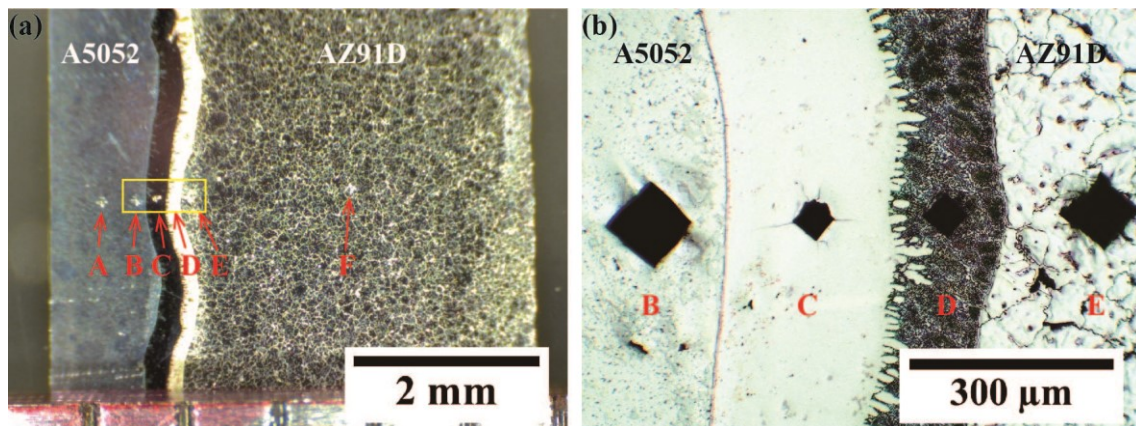


Figure 4.12 Schematic of measurement areas for Vickers hardness test

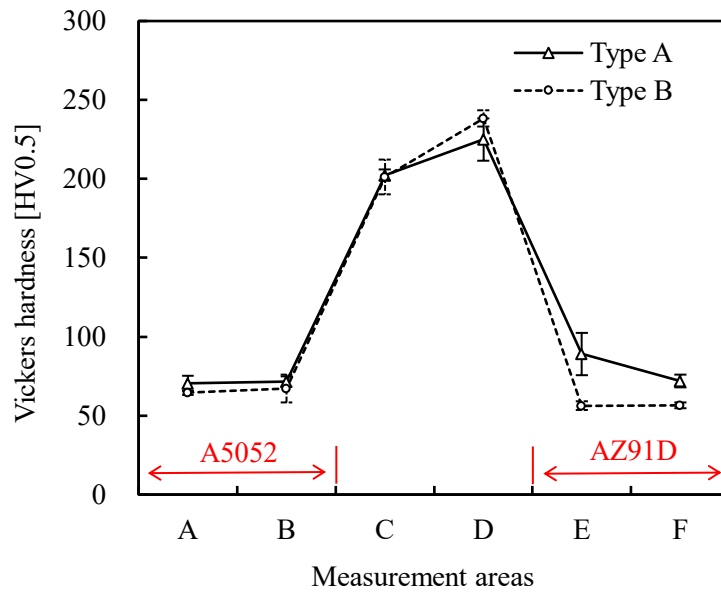


Figure 4.13 Vickers hardness of layers

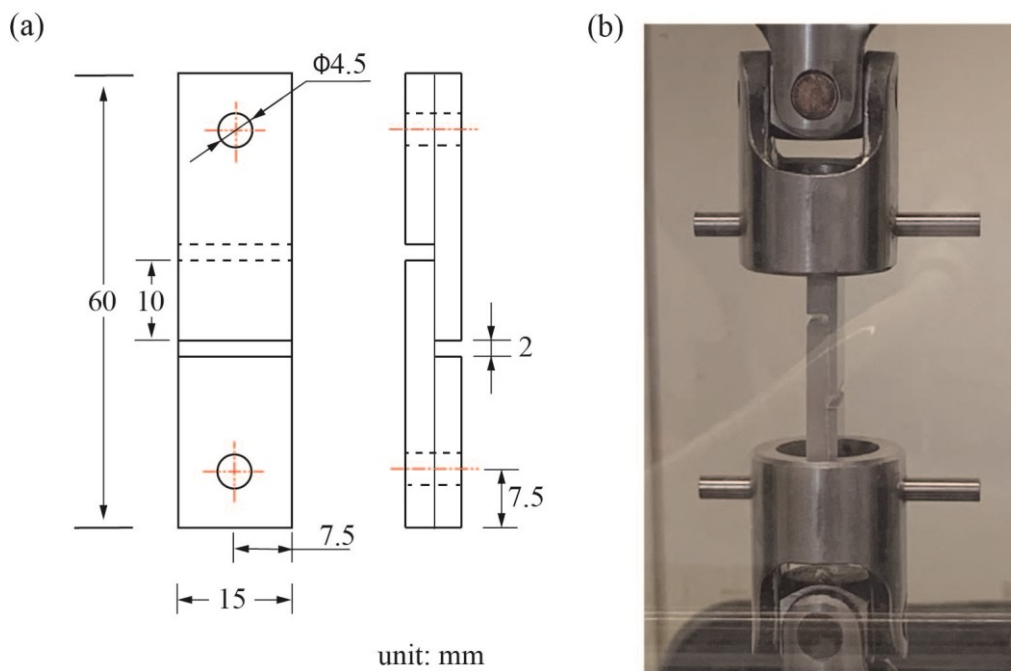


Figure 4.14 (a) Specimen dimensions for tensile shear test; (b) specimen under experiment

Table 4.2 Results of tensile shear test

Methods	Width [mm]	Length [mm]	Max. load [N]	[MPa]
Type A	15	10	1223	8.15
Type B	15	10	1875	12.5

4.4 まとめ

本章では、スクレイパーを用いて、Mg合金とAl合金の接合する双ロール鋳造実験を行った。実験では、スクレイパーのない液-半凝固接合 (Type A) と、スクレイパーを設置した半凝固-固相接合 (Type B) の二つの製造プロセスについて比較検討した。まず、A5052の単ロールの鋳造実験から、スクレイパーを用いた場合、凝固したA5052の表面温度はA5052の固相線温度になっていることを確認し、スクレイパーの有効性を確認した。スクレイパーを設置した半凝固-固相接合 (Type B) の実験による接合界面の組織観察から、Type AとType Bで製造されたクラッド材の界面の混合層の種類は同じであり、 α -Mgや $Mg_{17}Al_{12}$ で構成した共晶組織層、 $Mg_{17}Al_{12}$ や Al_3Mg_2 で構成したAl-Mg金属間化合物層であることを明らかにした。また、接合部分の硬さ試験の結果からType Bの場合では接合界面に生じた混合層厚さがType Aと比較して、半分以下に減少していることを確認した。スクレイパーを設置した半凝固-固相接合 (Type B) の実験で得られた試験片の引張せん断試験の結果から、Type Bで製造されたクラッド材の接合強度はType Aと比較して、53.4%を向上していることを確認した。以上のように、Mg/Alクラッド材の接合強度を向上させるためには、接合プロセスの変更によってスクレイパーを設置することが効果的であることを明らかにした。すなわち、スクレイパーの有効性が明らかになり、異種金属の接合時における余分な液相や半凝固部分のかきとりによって、金属間化合物の生成も制御できる有効な手段であることを確認した。

第5章 結論および今後の展望

本研究では一工程双ロール鋳造によって、半凝固-半凝固接合、液相-半凝固接合、半凝固-固相接合の三つの異なる接合方法による Mg/Al クラッド材の製造プロセスについて調査し、最適な実験パラメータを明らかにした。本論文の主な研究結果を総括すると以下の通りである。

第1章では、Mg/Al クラッド材の研究背景や研究目的やクラッド材の製造方法および研究現状について述べた。

第2章では、横型双ロールキャストを用いて、一工程双ロール鋳造で半凝固-半凝固接合による AM100/A1050 クラッド材の製造実験を行った。本実験の結果からは、ロール周速が 8m/min、見かけの圧下率 15%以上の場合は、良好な表面を有する厚さ 6mm 以上の AM100/A1050 クラッド材を連続鋳造可能であることを明らかにした。本実験で得られたクラッド材の接合界面の組織の観察から、接合界面には空洞欠陥がなく、コンタマシンによる切断でも剥離は発生しなかった。また、見かけの圧下率を増加させると、鋳造時の AM100 合金の排出の際の角度が小さくなり、AM100/A1050 クラッド材の接合が容易になった。また、見かけの圧下率を増加により、界面の混合層の厚さが均一になり、薄くなった。本実験では、見かけの圧下率が 20%の場合での混合層は最も薄くなり 68 μ m であった。さらに、硬さ試験の結果からし、混合層の組成成分が Mg₁₇Al₁₂ 及び Al₃Mg₂ であると推測した。本実験で得られた引張せん断試験の結果から、AM100/A1050 クラッド材のせん断強さは 40MPa 以上であることを明らかにした。本実験から得られた結果より、一工程で溶湯から直接 6mm 以上の Mg/Al クラッド材を低コストに製造できることを示した。さらに、横型双ロールキャストを用いた厚い異種金属のクラッド材の製造プロセスの可能性を示すことができた。本実験では Al 合金用のノズルがオープン式であるため、Mg 合金を注湯する際に、下ノズルに漏れる可能性がある。従って、

下ノズルもクローズ式メルトドラッグ法を採用すべきであることも併せて示唆した。

第3章では、まず、単ロール法による鑄造実験により AZ91D および A5052 の連続鑄造性を検証し、推測式を利用し AZ91D および A5052 の実験凝固定数を求めた。得られた AZ91D および A5052 の凝固定数の値はそれぞれ $62\text{mm}/\text{min}^{0.5}$ および $34\text{mm}/\text{min}^{0.5}$ であった。また、液相-半凝固接合による AZ91D/A5052 クラッド材の製造実験を行いその結果から、ロール周速度 $9\text{m}/\text{min}$ 、ロールギャップ 5mm の実験条件下で板厚 4.9mm の AZ91D/A5052 クラッド材の製造が可能であることを示した。また、本実験ではロール周速度は、上ロール側の AZ91D よりも下ロール側の A5052 の表面状態により影響を与えることがわかった。さらに、AZ91D/A5052 は、A5052/AZ91D に比べて鑄造板材を得やすく、AZ91D と A5052 の接合界面で生成する金属間化合物は上側ロールの凝固距離で制御できることを確認した。光学顕微鏡による組織観察の結果から、AZ91D/A5052 クラッド材のクラッド比は約 1:1 であることを示した。また、EDS 線分析および点分析の結果からは、接合界面には $\alpha\text{-Mg}$ と $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ の共晶組織層、 $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 金属間化合物層および Al_3Mg_2 金属間化合物層の 3 つの層が確認されている。さらに得られたクラッド材の引張せん断試験の結果から、クラックが Al-Mg 金属間化合物層に発生していることを確認した。このことから、クラッド材の接合強度を向上させるためには、Al-Mg 金属間化合物層の抑制が必要であることを明らかにした。

第4章では、スクレイパーを用いて、Mg 合金と Al 合金の接合する新しい製造プロセスを提案し、液相-半凝固接合 (Type A) や半凝固-固相接合 (Type B) の二つの製造プロセスについて検討した。まず、スクレイパーを設置した A5052 の単ロールの鑄造実験から、凝固した A5052 の表面温度は A5052 の固相線温度であり、接合界面の温度を低下させるのにスクレイパーが有効であることを確認した。次に、接合界面の組織観察の結果から、Type A および Type B で製造されたクラッド材の界面の混合層はその種類

はほぼ同じあること、また α -Mg や $Mg_{17}Al_{12}$ で構成した共晶組織層、 $Mg_{17}Al_{12}$ や Al_3Mg_2 で構成した Al-Mg 金属間化合物層で構成されていることを明らかにしている。また、Type B（スクレイパー装置）の場合では接合界面に生じた混合層厚さは Type A と比較すると、半分以上に薄くなり、その結果、引張せん断試験の結果からは、Type B で製造されたクラッド材の限界引張せん断応力の値は従来と比較して、53.4%を向上し、12.5MPaであることを示した。本章では、スクレイパーを用いて、Mg 合金と Al 合金の接合する新しい製造プロセスを提案し、スクレイパーの設置が Mg/Al 半凝固-固相接合に有効であることを明らかにしている。

第 5 章では本研究で得られた研究結果を要約し概説している。

以上のように、本研究では、横型双ロールキャスターを用いた Mg/Al クラッド材を 1 工程で製造できることを示し、有効なプロセスであることを示した。提案した接合プロセスを用いることで、Mg/Al クラッド材の製造コストを大幅に低減し、また多様な材料のクラッドの組合せを実現できる可能性があることを本研究を通して明らかにした。本法は、革新的な軽量化技術に貢献することができものであり、Mg 合金と Al 合金の間に Ni や Zn の中間層を挿入したりしない装置も簡単であることから、今後、Mg/Al クラッド材の製造プロセスに使用されることを期待している。最後に本研究を通じて軽量な Mg 合金の実用化に少しでも貢献できることを、心より希望するものである。

参考文献

- [1] Taub A, De Moor E, Luo A, et al. Materials for automotive lightweighting. Annual Review of Materials Research, 2019, 49(1).
- [2] 大聖泰弘. 次世代自動車に関する将来展望—電動化の進展を見据えて—. 精密工学会誌, 2018, 84(9): 755-760.
- [3] 貝塚正明, 立花武, 小坂卓, 等. 自動車の電動化における最新技術動向. 電気学会論文誌 D(産業応用部門誌), 2019, 139(6): 535-542.
- [4] Czerwinski F. Current Trends in Automotive Lightweighting Strategies and Materials. Materials, 2021, 14(21): 6631.
- [5] 今西大介. 環境規制と車体の軽量化. 色材協会誌, 2019, 92(1): 21-27.
- [6] 櫻井健夫. 自動車軽量化技術の10年間-合金開発. 軽金属, 2021, 71(7): 283-287.
- [7] 櫻井健夫. 自動車部品用アルミニウム合金の開発動向. 軽金属, 2018, 68(9): 487-493.
- [8] 小原久. 鋳造用マグネシウム合金の最新動向. 鋳造工学, 2022, 94(9): 572-577.
- [9] 影山裕史. CFRPによる軽量化. 成形加工, 2018, 31(1): 12-16.
- [10] 井沢省吾. 自動車をより軽くするプラスチック複合材料. 化学と教育, 2021, 69(9): 364-369.
- [11] 櫻井健夫. 自動車軽量化技術の10年-まとめと将来技術. 軽金属, 2021, 71(12): 569-573.
- [12] 才川清二. 自動車軽量化に向けたマグネシウム合金鋳物の開発動向. 軽金属, 2010, 60(11): 571-577.
- [13] 樽井大志. 自動車に適用されるマルチマテリアル技術. 軽金属, 2022, 72(3): 99-106.
- [14] 杉本幸弘. 自動車のマルチマテリアル化と異材接合技術. 溶接学会誌, 2018, 87(1): 66-70.
- [15] 藤川真一郎, 神戸洋史, 水谷篤. マルチマテリアル車体と加工技術—車両軽量化のための材料・加工技術—. 塑性と加工, 2015, 56(654): 515-519.
- [16] 斎藤雅寛. Mg/Al クラッド材の開発および成形性究明. 塑性と加工, 2012, 53(623): 1090-1091.

- [17] Bian M, Huang X, Saito N, et al. Improving mechanical properties of an explosive-welded magnesium/aluminum clad plate by subsequent hot-rolling. *Journal of Alloys and Compounds*, 2022, 898: 162957.
- [18] Rouzbeh A, Sedighi M, Hashemi R. Comparison between explosive welding and roll-bonding processes of AA1050/Mg AZ31B bilayer composite sheets considering microstructure and mechanical properties. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2020, 29(10): 6322-6332.
- [19] Varmazyar J, Khodaei M. Diffusion bonding of aluminum-magnesium using cold rolled copper interlayer. *Journal of Alloys and Compounds*, 2019, 773: 838-843.
- [20] 橋本達哉, 田沼欣司. 拡散接合. *溶接学会誌*, 1967, 36(12): 1266-1275.
- [21] Peng L, Yajiang L, Haoran G, et al. A study of phase constitution near the interface of Mg/Al vacuum diffusion bonding. *Materials Letters*, 2005, 59(16): 2001-2005.
- [22] Wang J, Li Y, Liu P, et al. Microstructure and XRD analysis in the interface zone of Mg/Al diffusion bonding. *Journal of Materials Processing Technology*, 2008, 205(1-3): 146-150.
- [23] Zhang J, Luo G, Wang Y, et al. An investigation on diffusion bonding of aluminum and magnesium using a Ni interlayer. *Materials Letters*, 2012, 83: 189-191.
- [24] 外本和幸. 爆発圧着による各種軽金属合金と異種金属材料の接合. *軽金属*, 2021, 71(8): 400-405.
- [25] Izuma T. Explosion Bonding. *The Review of High Pressure Science and Technology*, 1995, 4(2): 107-111.
- [26] Findik F. Recent developments in explosive welding. *Materials & Design*, 2011, 32(3): 1081-1093.
- [27] Ghaderi S H, Mori A, Hokamoto K. Explosion joining of magnesium alloy AZ31 and aluminum. *Materials Science Forum*. 2008, 566: 291-296.
- [28] Yan Y B, Zhang Z W, Shen W, et al. Microstructure and properties of magnesium AZ31B–aluminum 7075 explosively welded composite plate. *Materials Science and Engineering: A*, 2010, 527(9): 2241-2245.
- [29] Zhang T, Wang W, Zhang W, et al. Microstructure evolution and mechanical properties of an AA6061/AZ31B alloy plate fabricated by explosive welding. *Journal of Alloys and Compounds*, 2018, 735: 1759-1768.

- [30] Zeng X, Wang Y, Li X, et al. Effect of inert gas-shielding on the interface and mechanical properties of Mg/Al explosive welding composite plate. *Journal of Manufacturing Processes*, 2019, 45: 166-175.
- [31] Wang Q, Li X, Shi B, et al. Experimental and numerical studies on preparation of thin az31b/aa5052 composite plates using improved explosive welding technique. *Metals*, 2020, 10(8): 1023.
- [32] Atifeh S M, Rouzbeh A, Hashemi R, et al. Effect of annealing on formability and mechanical properties of AA1050/Mg-AZ31B bilayer sheets fabricated by explosive welding method. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2022, 118(3): 775-784.
- [33] Zhang J J. Preparation of Al/Mg/Al laminated composite fabricated by hot rolled and investigation of microstructure and mechanical properties. Taiyuan University of Technology, 2016, Ph.D. thesis. (in Chinese)
- [34] 浅井康之介, 成田麻未, 佐藤尚, 等. マグネシウム/アルミニウム合金爆発圧着材の界面組織, 耐食性および機械的性質に及ぼすマグネシウム合金組成の影響. *軽金属*, 2022, 72(5): 255-264.
- [35] 川並高雄, 吉原征四郎. 圧延クラッド材の製造技術. *鉄と鋼*, 1988, 74(4): 617-623.
- [36] 迎静雄, 西尾一政, 加藤光昭, 等. 真空圧延接合装置の試作とクラッド材の製造 真空圧延接合法によるクラッド材の製造とその特性 (第 1 報). *溶接学会論文集*, 1991, 9(1): 17-23.
- [37] Li B, He W, Chen Z, et al. Evolution of interface and collaborative deformation between Ti and steel during hot roll bonding. *Materials Characterization*, 2020, 164: 110354.
- [38] Wang Y, Tayyebi M, Assari A. Fracture toughness, wear, and microstructure properties of aluminum/titanium/steel multi-laminated composites produced by cross-accumulative roll-bonding process. *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, 2022, 22(1): 1-14.
- [39] Chang D, Wang P, Zhao Y. Effects of asymmetry and annealing on interfacial microstructure and mechanical properties of Cu/Al laminated composite fabricated by asymmetrical roll bonding. *Journal of Alloys and Compounds*, 2020, 815: 152453.
- [40] Xu R, Liang N, Zhuang L, et al. Microstructure and mechanical behaviors of Al/Cu laminated composites fabricated by accumulative roll bonding and intermediate annealing. *Materials Science and Engineering: A*, 2022, 832: 142510.

- [41] Mo T, Chen J, Chen Z, et al. Microstructure evolution during roll bonding and growth of interfacial intermetallic compounds in Al/Ti/Al laminated metal composites. *JOM*, 2019, 71(12): 4769-4777.
- [42] Sun Y, Chen Y, Tsuji N, et al. Microstructural evolution and mechanical properties of nanostructured Cu/Ni multilayer fabricated by accumulative roll bonding. *Journal of Alloys and Compounds*, 2020, 819: 152956.
- [43] Tayyebi M, Eghbali B. Microstructure and mechanical properties of SiC-particle-strengthening tri-metal Al/Cu/Ni composite produced by accumulative roll bonding process. *International Journal of Minerals, Metallurgy, and Materials*, 2018, 25(3): 357-364.
- [44] Jiang S, Peng R L, Jia N, et al. Microstructural and textural evolutions in multilayered Ti/Cu composites processed by accumulative roll bonding. *Journal of Materials Science & Technology*, 2019, 35(6): 1165-1174.
- [45] Ye N, Ren X, Liang J. Microstructure and mechanical properties of the Ni/Ti/Nb multilayer composite manufactured by accumulative pack-roll bonding. *Metals*, 2020, 10(3): 354.
- [46] Li L, Nagai K, Yin F. Progress in cold roll bonding of metals. *Science and Technology of Advanced Materials*, 2008, 9(2): 023001.
- [47] Nie H, Liang W, Zheng L, et al. The microstructure, texture and mechanical properties of the rolled Al/Mg/Al clad sheets. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2016, 25(11): 4695-4705.
- [48] Liu T, Song B, Huang G, et al. Preparation, structure and properties of Mg/Al laminated metal composites fabricated by roll-bonding, a review. *Journal of Magnesium and Alloys*, 2022.
- [49] Zejun C, Zhen Z, Guangjie H, et al. Research on the Al/Mg/Al three-layer clad sheet fabricated by hot roll bonding technology. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2011, 40(3): 136-140.
- [50] Kim J S, Park J, Lee K S, et al. Correlation between bonding strength and mechanical properties in Mg/Al two-ply clad sheet. *Metals and Materials International*, 2016, 22(5): 771-780.
- [51] Wang P, Chen Z, Hu C, et al. Effects of annealing on the interfacial structures and mechanical properties of hot roll bonded Al/Mg clad sheets. *Materials Science and Engineering: A*, 2020, 792: 139673.

- [52] Li S, Liu X, Jia Y, et al. Interface Characteristics and Bonding Performance of the Corrugated Mg/Al Clad Plate. *Materials*, 2021, 14(16): 4412.
- [53] Li S, Luo C, Bashir M U, et al. Interface structures and mechanical properties of corrugated+ flat rolled and traditional rolled Mg/Al clad plates. *Rare Metals*, 2021, 40(10): 2947-2955.
- [54] Cao X, Xu C, Li Y, et al. Effect of secondary rolling on the interfacial bonding strength and mechanical properties of Al/Mg/Al clad plates. *Philosophical Magazine Letters*, 2022: 1-9.
- [55] Maleki A, Taherizadeh A, Hosseini N. Twin roll casting of steels: An overview. *Isij International*, 2017, 57(1): 1-14.
- [56] Barekar N S, Dhindaw B K. Twin-roll casting of aluminum alloys—an overview. *Materials and manufacturing processes*, 2014, 29(6): 651-661.
- [57] Park S S, Park W J, Kim C H, et al. The twin-roll casting of magnesium alloys. *JOM*, 2009, 61(8): 14-18.
- [58] Javaid A, Czerwinski F. Progress in twin roll casting of magnesium alloys: A review. *Journal of Magnesium and Alloys*, 2021, 9(2): 362-391.
- [59] Mao Z, Xie J, Wang A, et al. Effects of annealing temperature on the interfacial microstructure and bonding strength of Cu/Al clad sheets produced by twin-roll casting and rolling. *Journal of Materials Processing Technology*, 2020, 285: 116804.
- [60] Stolbchenko M, Grydin O, Schaper M. Manufacturing and Characterization of Twin - Roll Cast Aluminum - Steel Clad Strips. *Advanced Engineering Materials*, 2019, 21(4): 1800454.
- [61] Xu J, Xu G, Li Y, et al. Effects of Electromagnetic Fields on Interfacial Bonding Strength of Ti/Al Clad Sheet Processed by Horizontal Twin-Roll Casting. *Metals and Materials International*, 2022: 1-12.
- [62] Bae J H, Rao A K P, Kim K H, et al. Cladding of Mg alloy with Al by twin-roll casting. *Scripta Materialia*, 2011, 64(9): 836-839.
- [63] Park J, Song H, Kim J S, et al. Three-ply Al/Mg/Al clad sheets fabricated by twin-Roll casting and post-treatments (homogenization, warm rolling, and annealing). *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2017, 48(1): 57-62.
- [64] 原田英人, 遠藤正樹, 西田進一, 等. 横型タンデム双ロールキャスターによる Al/Mg クラッド材の製造. *日本機械学会論文集 A 編*, 2013, 79(804): 1147-1151.

- [65] 原田英人. 横型双ロール法による高強度マグネシウム合金およびクラッド材の製造に関する研究. 群馬大学, 2015. 博士論文.
- [66] Haga T. Twin Roll Caster for Clad Strip. *Metals*, 2021, 11(5): 776.
- [67] Haga T. Strip casting using a roll caster equipped with a scraper. *MATEC Web of Conferences*, 2020, 326: 06003.
- [68] 馮庚琰. 横型双ロールキャスターを用いた軽量マグネシウム合金クラッド材の製造. 東京電機大学, 2020. 修士論文.
- [69] Watari H, Haga T, Davey K, et al. Effects of production parameters on characteristics of magnesium alloy sheets manufactured by twin-roll casting. *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, 2006, 16(1-2).
- [70] 喜多勇人, 木本雅也, 工藤赳夫. Mg-Al-Zn 系合金の大気腐食に及ぼす Al の影響. *材料と環境*, 2007, 56(9): 414-419.
- [71] Haga T, Nakamura R, Kumai S, et al. A vertical type twin roll caster for an aluminium alloy clad strip. *Archives of Materials Science and Engineering*, 2013, 1(62): 36-44.
- [72] Wang T, Wang Y, Bian L, et al. Microstructural evolution and mechanical behavior of Mg/Al laminated composite sheet by novel corrugated rolling and flat rolling. *Materials Science and Engineering: A*, 2019, 765: 138318.
- [73] Liu N, Chen L, Fu Y, et al. Interfacial characteristic of multi-pass caliber-rolled Mg/Al compound castings. *Journal of Materials Processing Technology*, 2019, 267: 196-204.
- [74] Nie H, Liang W, Chen H, et al. A coupled EBSD/TEM study on the interfacial structure of Al/Mg/Al laminates. *Journal of Alloys and Compounds*, 2019, 781: 696-701.
- [75] Yu Y, Yu X, Li B, et al. Study on the interface of Al/Mg bimetal by static casting. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 2020, 768(2): 022065.
- [76] Macwan A, Jiang X Q, Li C, et al. Effect of annealing on interface microstructures and tensile properties of rolled Al/Mg/Al tri-layer clad sheets. *Materials Science and Engineering: A*, 2013, 587: 344-351.
- [77] Zhang X P, Yang T H, Liu J Q, et al. Mechanical properties of an Al/Mg/Al trilaminated composite fabricated by hot rolling. *Journal of materials science*, 2010, 45(13): 3457-3464.
- [78] 穴見敏也. 自動車ボディおよび次世代自動車へのアルミニウムの適用. *表面技術*, 2016, 67(12): 639-643.

- [79] 羽賀俊雄, 本村貢, 鈴木進補. メルトドラッグ法における Al-Si 合金薄板自由凝固面の半凝固成形. 軽金属, 1994, 44(9): 498-503.
- [80] 羽賀俊雄, 本村貢, 鈴木進補. メルトドラッグ法による Al-12mass%Si 合金薄板の製造. 軽金属, 1994, 44(3): 136-141.
- [81] 西田進一, 本村貢. メルトドラッグ法による純マグネシウムと AZ31 マグネシウム合金のストリップキャストイング. 軽金属, 2005, 55(7): 315-320.
- [82] 西田進一, 本村貢. メルトドラッグ法による AZ31 マグネシウム合金薄板の特性に及ぼす基礎的なプロセス因子の影響. 軽金属, 2007, 57(10): 439-443.
- [83] 西田進一, 本村貢. メルトドラッグ法によって作製した AZ31 マグネシウム合金板の冷間コニカルカップ特性. 軽金属, 2010, 60(10): 477-481.
- [84] 羽賀俊雄, 石原勝之, 片山剛, 等. メルトドラッグ法による Al-12%Si 合金板の性状に及ぼす溶湯とロールの接触状態. 軽金属, 1998, 48(12): 613-617.
- [85] 羽賀俊雄. アルミニウム合金用高速ロールキャスター. 軽金属, 2020, 70(6): 234-243.
- [86] Watari H, Haga T, Koga N, et al. Feasibility study of twin roll casting process for magnesium alloys. *Journal of Materials Processing Technology*, 2007, 192: 300-305.
- [87] Zhang J, Liang W, Li H. Effect of thickness of interfacial intermetallic compound layers on the interfacial bond strength and the uniaxial tensile behaviour of 5052 Al/AZ31B Mg/5052 Al clad sheets. *RSC advances*, 2015, 5(127): 104954-104959.
- [88] Li G, Jiang W, Guan F, et al. Microstructure, mechanical properties and corrosion resistance of A356 aluminum/AZ91D magnesium bimetal prepared by a compound casting combined with a novel Ni-Cu composite interlayer. *Journal of Materials Processing Technology*, 2021, 288: 116874.
- [89] Liu N, Liu C, Liang C, et al. Influence of Ni interlayer on microstructure and mechanical properties of Mg/Al bimetallic castings. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2018, 49(8): 3556-3564.
- [90] Kumar S, Wu C. Eliminating intermetallic compounds via Ni interlayer during friction stir welding of dissimilar Mg/Al alloys. *Journal of Materials Research and Technology*, 2021, 15: 4353-4369.
- [91] Yin F, Liu C, Zhang Y, et al. Effect of Ni interlayer on characteristics of diffusion bonded Mg/Al joints. *Materials Science and Technology*, 2018, 34(9): 1104-1111.

- [92] Shu J, Yamaguchi T, Hara Y. Influence of a Ni foil interlayer on interface properties of Mg-clad Al materials by vacuum roll bonding. MATERIALS TRANSACTIONS, 2020, 61(5): 1020-1025.
- [93] 秋津和哉, 鎌倉圭祐, 羽賀俊雄, 等. スクレイパを用いた単ロール法によるアルミニウム合金板の作製. 軽金属, 2012, 62(4): 146-152.
- [94] 羽賀俊雄. ロールキャストイングにおける半凝固状態の利用—自由凝固面の成形とクラッド材の作製に関する検討—. ふらすとす, 2018, 1(10): 709-713.
- [95] Haga T, Okamura K, Nishida S, et al. Casting of an Mg Alloy Clad Strip Using a Twin Roll Caster Equipped with a Scraper. Materials Science Forum, 2017, 879: 671-676.
- [96] Haga T, Kozono R, Nishida S, et al. Casting of aluminum alloy clad strip by an unequal diameter twin-roll caster equipped with a scraper. Advances in Materials and Processing Technologies, 2017, 3(4): 511-521.
- [97] Haga T. Strip casting using a roll caster equipped with a scraper. MATEC Web of Conferences, 2020, 326: 06003.
- [98] Haga T, Suzuki S. A twin-roll caster to cast clad strip. Journal of materials processing technology, 2003, 138(1-3): 366-371.
- [99] Haga T, Nakamura R, Kumai S, et al. Clad strip casting by a twin roll caster. Archives of Materials Science and Engineering, 2009, 37(2): 117-124.
- [100] Haga T, Nakamura R, Kumai S, et al. Roll casting of clad strip. Materials Science Forum, 2012, 706: 1152-1157.

謝辞

本論文を作成するにあたり，終始適切な助言を賜り，丁寧に指導して下さった渡利久規 教授，ならびに，機械システム工学専攻の諸先生に感謝致します．また，年度末のお忙しい中にも関わらず，副査をお引き受け頂きました東京電機大学 清水透 教授，山崎敬則 教授，柳田明 教授，大阪工業大学 羽賀俊雄 教授に深く感謝申し上げます．実験装置作製や試験片作製に多大な御協力および御助言を頂いた東京電機大学先端科学技術研究科博士後期課程 戸塚徳高先輩に深く感謝申し上げます．本研究を行うにあたり，実験材料等を御提供いただいた昭和理化学機器株式会社に感謝申し上げます．

ロータリー財団米山記念奨学事業からは在籍中に多大なご支援をいただきました．おかげさまで研究に専念することができ，本論文を完成できました．ここに記してお礼申し上げます．御世話になりました坂戸さつきロータリークラブの皆様，ロータリー米山記念奨学会カウンセラーの藤縄雅啓氏には深く感謝申し上げます．

最後に本論文の完成まで，温かく見守ってくれた両親，叔父，叔母，妻譚静に心から感謝致します．

馮 庚琰
2023年3月

研究業績

査読論文

1. Feng G Y, Watari H, Suzuki M, Haga T, Shimizu T. Novel Direct Cladding of Magnesium and Aluminum Alloys Using a Horizontal Twin Roll Caster. Key Engineering Materials, 2021, 880: 17-22.
2. Feng G Y, Watari H, Haga T. Fabrication of Mg/Al Clad Strips by Direct Cladding from Molten Metals. Metals, 2022, 12(9): 1408.

国際会議

1. Feng G Y, Watari H, Suzuki M, Haga T, Shimizu T. A Novel Direct Cladding of Magnesium and Aluminum Alloys Using a Horizontal Twin Roll Caster. The 9th International Conference on Engineering and Innovative Materials 2020.
2. Feng G Y, Watari H, Suzuki M, et al. Direct Cladding Process of Magnesium and Aluminum alloys by using a horizontal twin roll caster. International Conference on Processing and Manufacturing of Advanced Materials (THERMEC 2021), 1332.

学会発表

1. 馮庚琰, 渡利久規, 鈴木真由美, 羽賀俊雄. 双ロールキャスターによる Al/Mg 合金クラッド材の連続製造. 軽金属学会第 138 回春期大会講演概要, p43, 2020 年 5 月.
2. 馮庚琰, 戸塚穂高, 鈴木真由美, 渡利久規. 横型双ロールキャスターを用いた Mg/Al 合金クラッド材の製造. 塑性加工学会第 71 回塑性加工連合講演会講演論文集, 234, 2020 年 11 月.
3. 馮庚琰, 渡利久規, 羽賀俊雄, 鈴木真由美. 溶湯直接圧延法による Mg/Al クラッド材の作製. 軽金属学会第 142 回春期大会講演概要, p49, 2022 年 5 月.

受賞歴

1. The 9th International Conference on Engineering and Innovative Materials (2020), Best Presentation Awards.