

# 軽量化用機能材料の高機能化技術の研究開発（第2報）

鈴木大介・石黒輝雄・佐野正明・八代浩二・坂本智明・三井由香里<sup>(1)</sup>  
権田源太郎・権田善夫・野坂洋一<sup>(2)</sup>・新藤淳<sup>(3)</sup>・吉原正一郎<sup>(4)</sup>

## Research and Development of Advanced Technology for Weight saving Material (2nd REPORT)

Daisuke SUZUKI, Teruo ISHIGURO, Masaaki SANO, Koji YATSUSHIRO, Chiaki SAKAMOTO, Yukari MITSUI,  
Gentarō GONDA, Yoshio GONDA, Yoichi NOSAKA, Atsushi SHINDO, Shouichiro YOSHIHARA

### 要 約

AZ61 合金の展伸材に対し、誘導加熱後のプレス加工によるヘミング曲げを想定した金型による曲げ加工を行ったところ、加熱後の試験片温度の低下を抑制することで曲げ外側の割れを発生させずに曲げ加工を行うことが可能となった。また、AZ61 合金展伸材の応力定数測定を試み、測定条件による精度への影響について調査した。表面研磨加工により導入された 60 μm 程度の双晶層の擬弾性挙動により測定値が安定しなかったが、この層を電解研磨することで安定した測定が可能となることが判明した。さらに、耐食性の向上を目的とした表面酸化処理を行い塩水浸せき試験や断面観察から評価したところ、130℃以上での処理が望ましいことが明らかとなった。

### 1. 緒 言

近年、鉄鋼などの比重の高い金属に代わりアルミニウム合金などによる軽量化が進んでいるが、より一層の軽量化を図るため、マグネシウム合金が注目されつつある。マグネシウム合金の密度は鉄鋼材料の 1/4、アルミニウム合金の 2/3 と軽量であり、さらに比強度・比剛性が高いため<sup>1)</sup> 筐体等では薄肉化が可能である上、振動吸収性やリサイクル性の面も優れている。

マグネシウム合金部品の成型は現在そのほとんどがダイカスト法により成型されている。ダイカスト法は成型性が良好であるものの、鑄造欠陥による強度低下や外観、表面処理への影響がある。またマグネシウム溶湯の酸化防止のため六フッ化硫黄ガス等を用いているが、温室効果ガスのため環境負荷が大きく、かつ発火などに対する安全管理も必要である。一方、塑性加工、例えばプレス成型では板材から成型されるため欠陥による強度低下がなく、表面処理も比較的行きやすいものの、マグネシウム合金は常温ですべり系が少ないため延性も低く、冷間塑性加工性が悪いため、温間での加工が必要となる。温間でのプレス成型は金型内に熱源を配置し板材を間接加

熱することが一般的であるが、この方法では加熱効率が悪いので加工サイクルタイムが長く、さらにヒーター配置の制限などに起因する加熱ムラなどが生じる。そのため、プレス成型などの塑性加工はダイカストに比べあまり行われていないのが現状である。

そこで本研究は、プレス成型に誘導加熱を用い、マグネシウム合金板を直接・急速に加熱することでサイクルタイムの短縮による生産性向上ならびに成型性の向上を図りつつ、プレス加工後の表面に対し、耐食性の向上や外観機能の付与を行うことを目的とした。

本年度はプレス加工によるヘミング曲げを想定した曲げ金型を作成し、AZ61 合金展伸材について誘導加熱を用いた短時間昇温による曲げ加工を行った結果および AZ61 合金展伸材の応力定数測定を試み、測定条件などによる測定精度への影響について調査した結果を報告する。また、耐食性向上を目的とした表面酸化処理において、処理温度の違いによる耐食性や酸化膜形成状態を塩水浸せき試験および断面観察から評価した結果について報告する。

### 2. 実験方法

本実験における供試材は表面に機械研磨が施された 500×500mm、厚み1mmのAZ61展伸材である。供試材の化学成分を表1に示す。この供試材から曲げ加工試験片

(1) 山梨県工業技術センター

(2) 権田金属工業(株)

(3) 藤精機(株)

(4) 山梨大学

表1 供試材の化学成分 (%)

Al	Zn	Mn	Si	Cu	Mg
6.01	1.10	0.22	0.04	0.01	REM.

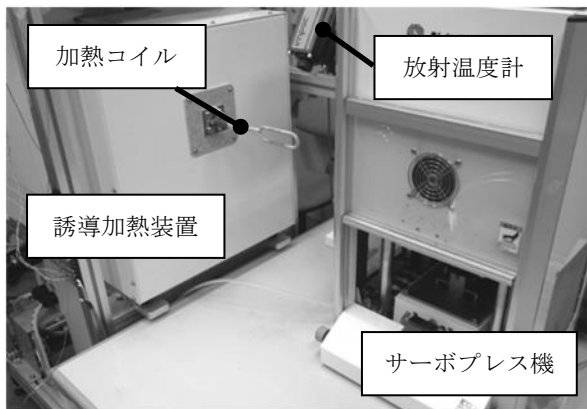


図1 誘導加熱装置および曲げ加工機の概観

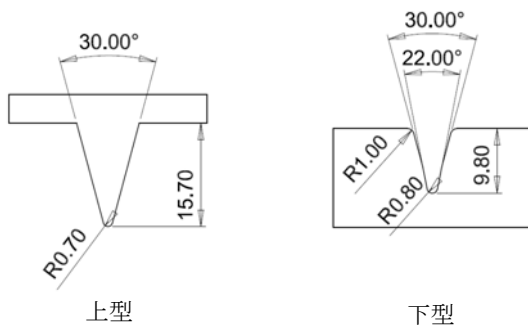


図2 曲げ金型形状 (単位: mm)

および応力定数測定用試験片として15mm×50mmを圧延方向 (RD) と長辺方向が一致するように、また表面酸化処理用試験片として50mm×30mmを機械加工により作成した。

図1に曲げ加工に用いた装置の全景を示す。装置は誘導加熱装置 (400kHz, 20kW)、およびサーボプレス機で構成されている。高周波加熱装置は放射温度計により加熱中の試験片温度を随時計測し、計測結果を基に設定した条件にて試験片温度が制御できる構造となっている。

曲げ加工は誘導加熱を用いて約450℃まで加熱を行った直後の試験片を、サーボプレス内に設置したヘミング曲げ加工の1段目 (プリヘミング) 型を模した金型に設置して行った。図2に金型の形状を示す。曲げ加工は試験片を誘導加熱により10秒以内で450℃まで加熱した後、2秒以内に金型へ搬送することで行った。曲げ加工における成型条件は、上型押し込み速度15mm/sec、押し込み量5mm、曲げ角度約120°である。X線応力測定には、(株)リガクAutoMATEを使用した。

表2 X線応力測定条件

管球, フィルター	Cr-V	Co-Fe
管電圧, kV	40	40
管電流, mA	40	40
コリメータ直径, mm	2	2
回折面	10 $\bar{1}$ 4	10 $\bar{1}$ 5
回折角, deg.	152.3	132.9
測定時間, sec.	30	30

表3 表面酸化処理条件

試験片	温度 (°C)	相対湿度 (%RH)	圧力 (MPa)
未処理	—	—	—
ST105	105	100	0.1208
ST120	120		0.1985
ST130	130		0.2701
ST140	140		0.3614
ST150	150		0.4760
ST160	160	79	0.4883

測定条件を表2に示す。X線源にはCr-K $\alpha$ 線およびCo-K $\alpha$ 線を使用し、回折面はマグネシウム合金のPDFカード (No.4-0770) から、高角度で高強度が得られることを判断基準として、Cr-K $\alpha$ 線では152 deg.付近の10 $\bar{1}$ 4回折、Co-K $\alpha$ 線では133 deg.付近の10 $\bar{1}$ 5回折を用いた。応力定数の測定は、4点曲げ治具に試験片を設置して数段階の曲げ応力を引張側で負荷し、その都度の $2\theta$ - $\sin^2\psi$ 線図から行った。曲げ応力は、X線照射と同一側にひずみゲージを貼付して負荷ひずみを計測し、機械的縦弾性係数45GPa<sup>2</sup>)を乗じて応力を算出した。また、より安定的で精度の高い応力定数を得るために、揺動などの影響について併せて検討した。

表面酸化処理はアセトンで超音波洗浄した試験片に対し、高度加速寿命試験装置 (HASTチャンバー, エスペック (株)製) を使用して行った。表3に表面酸化処理条件を示す。酸化膜の形成状態および膜厚は金属顕微鏡を用い、エポキシ樹脂に埋込した表面酸化処理後の試験片をバフ研磨まで施した断面について評価を行った。酸化膜の耐食性は塩水浸せき試験にて評価を行った。塩水浸せき試験は未処理材および酸化処理後の試験片を10mm×30mmに切断し、切断面をマスキングテープで保護した後5%塩化ナトリウム水溶液10mlの試験溶液に浸せきし、0, 1, 2, 120時間経過後の試験片について目視による評価を行った。

### 3. 実験結果

#### 3-1 曲げ加工結果

図3に曲げ加工を行ったそれぞれの試験片の外観を示す。誘導加熱直後に金型に設置した試験片 A では曲げ外側で割れが発生したが、260℃まで加熱した金型に設置した場合の試験片 B およびセラミック棒による支持を行った試験片 C では、明確な割れは認められなかった。試験片 A で曲げ外側に割れが発生したのは、誘導加熱により450℃まで加熱された試験片温度が、搬送中の放熱や金型との接触で冷却され、非底面すべり系の活動が低下したためである。このことは、サーモグラフによる観察で、金型設置直後の試験片に50℃以上の急激な温度低下が生じたことから確認している。試験片 B および C で割れが発生しなかったのは、金型の加熱およびセラミック棒での支持により誘導加熱後の試験片温度低下が抑制されたためであると考えられる。これらの結果から、加熱後の加工物温度を低下させない搬送方法や支持方法などを検討することで、金型の加熱が不要かつ短時間での曲げ加工を十分に達成することが期待できる。

#### 3-2 X線の応力定数測定

図4に、受入状態のままの試験片をCr-K $\alpha$ 線で測定したときの $\sigma$ - $M$ 線図を示す。測定は負荷応力を増加させながら行い、最大応力まで到達した後に無負荷まで除荷する行程を3回繰り返して行った。理論的には、負荷応力 $\sigma$ の増加とともに $\sin^2\psi$ 線図の傾き $M$ は一次の相関があるため直線近似できるはずであるが、Cr-K $\alpha$ 線の測定において負荷応力や測定回数に応じた傾きの変化に相関は全く認められず、大きなばらつきを生じたことから、測定の信頼性は非常に低いと考えられる。図5は、受入状態のままの試験片をCo-K $\alpha$ 線で測定したときの $\sigma$ - $M$ 線図を示したものである。図4と比較すると、負荷応力の増加に対する勾配の変化にやや一次の相関性が認められるもののばらつきは存在しているため、Cr-K $\alpha$ 線と同様に信頼性は低いと考えられる。

図6は、図5における測定条件に2°の揺動を加えて測定した結果を示したものである。2回の測定を行ったところ、 $\sigma$ - $M$ 線図の直線性は良好なものが得られ、揺動の効果が認められるものの、1回目と2回目の測定結果の間で一致が見られず、この測定についても正確な応力定数は得られないと考えられる。

図7は、試験片表面における機械研磨の加工影響層を電解研磨で除去し、図6と同一の測定条件で測定を行った結果を示したものである。電解研磨による除去量は約60 $\mu$ mである。負荷応力に対する勾配の変化に良好な直線性が見られ、3回の測定における再現性も良好であっ

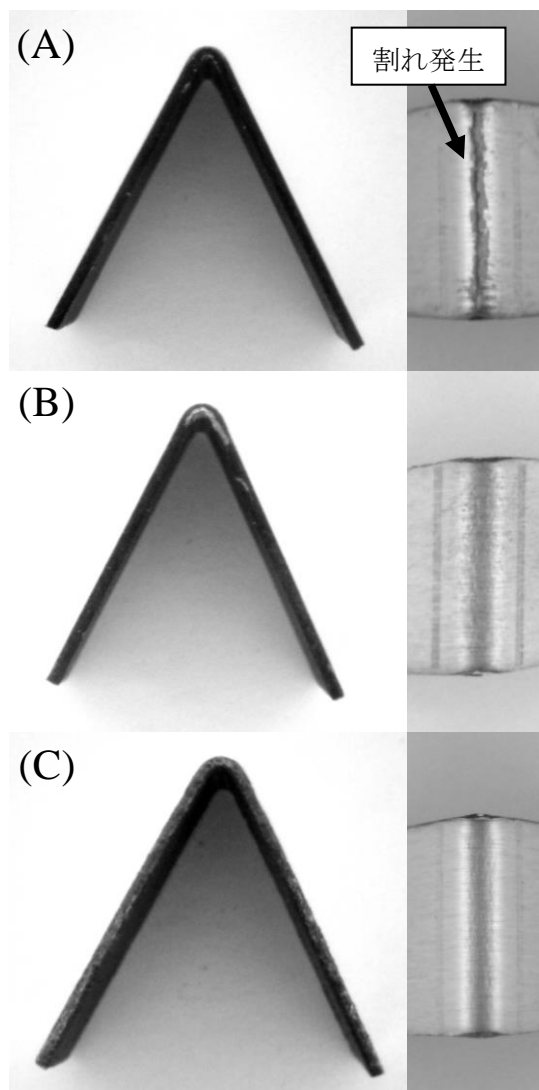


図3 曲げ加工結果および曲げ外側における外観

たことから、信頼できる応力定数が得られたものと考えられる。この測定結果から算出された応力定数は、 $-147 \pm 7.52 \text{MPa/deg.}$ であった。図4および図5から、AZ61展伸材の応力測定にはCr-K $\alpha$ よりCo-K $\alpha$ を用いた方が安定する傾向があることが判る。試料へのX線侵入深さを計算すると、Crの場合およそ53 $\mu$ m、Coの場合およそ102 $\mu$ mと、CrはCoの約1/2の侵入深さとなる。Crにおける侵入深さは電解研磨により安定した測定が行えた場合の研磨量約60 $\mu$ mとほぼ同程度である。電解研磨により除去された領域は、試験片に施された表面研磨加工により集合組織のような応力測定を困難にする状態になっていると考えられる。X線侵入深さが大きいCo-K $\alpha$ 、および電解研磨による表面近傍の除去で測定が安定する傾向が見られたことから、この層の存在が測定値を不安定にさせた要因と考えられる。

図8は、受入材および電解研磨した試験片における、X線応力測定に用いた回折ピークの負荷ひずみごとの半価幅を示したものである。受入材の半価幅が約0.7~

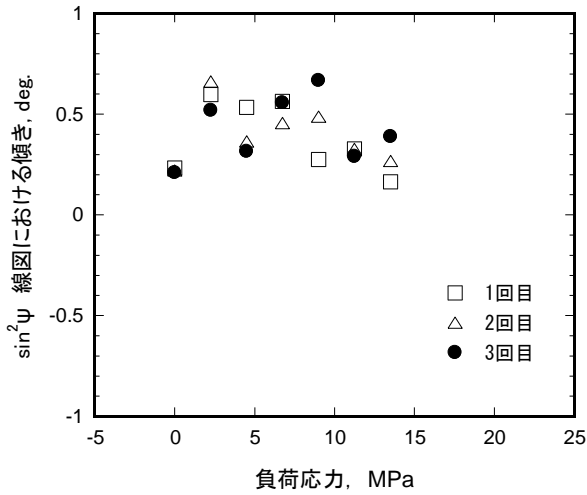


図4 Cr-Kα線を用いた場合のσ-M線図

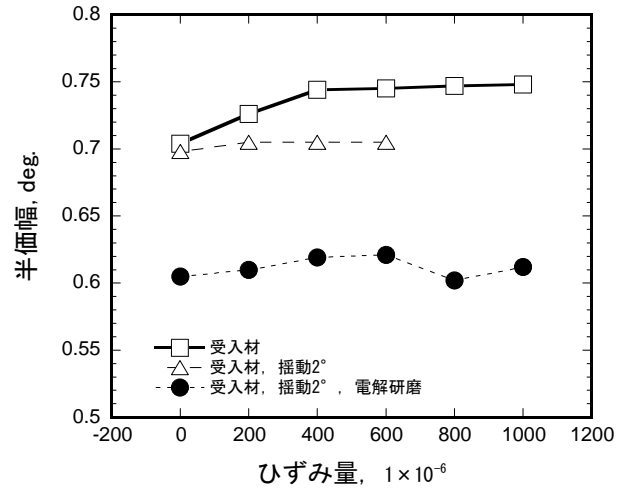


図7 Co-Kα線,揺動2°および電解研磨を施した場合のσ-M線図

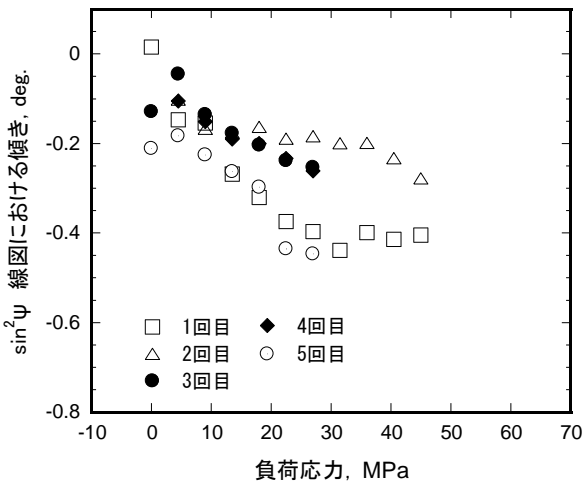


図5 Co-Kα線を用いた場合のσ-M線図

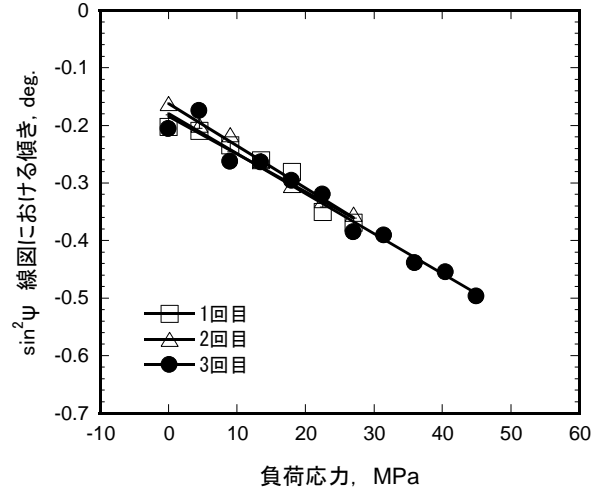


図8 受入材および電解研磨した試験片の負荷ひずみごとの半価幅

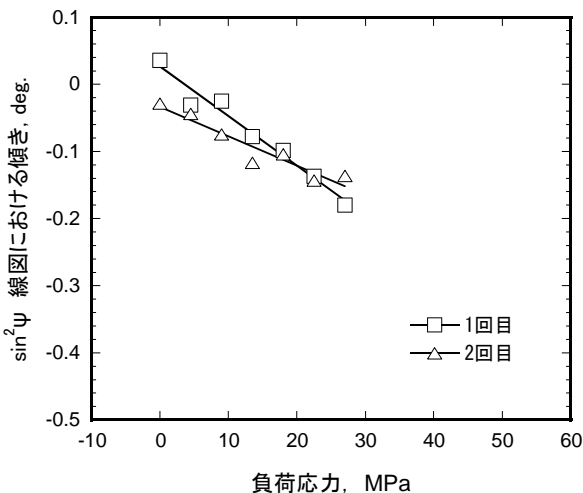


図6 Co-Kα線,揺動2°を施した場合のσ-M線図

0.75deg. の範囲であるのに対し、電解研磨後は約 0.6deg. に低下したことから、電解研磨で除去された層には機械研磨で導入された不均一ひずみが多く存在していたといえる。この不均一ひずみの形態は、双晶変形が主体的で

あると考えられ、マグネシウム合金において双晶の割合が増加すると擬弾性挙動を示す<sup>3)5)</sup>ことが報告されていることから、図4や図5で見られた4点曲げによる負荷応力とX線応力測定結果が一次の相関性を持たず、かつ再現性も認められなかったのは、双晶起因の擬弾性挙動により生じたものと考えられる。

### 3-3 表面酸化処理

表面酸化処理試験後の断面観察結果を図9に示す。処理温度 130℃以下の試験片における断面観察では酸化膜は観察できなかったが、色味は変化していることからごく薄い酸化膜が形成されているものと考えられる。一方、140℃以上の試験片では明確な酸化膜が形成されており、ST140 試験片では 2.2 μm、ST150 試験片では 18.3 μm、ST160 試験片では 19 μm と処理温度の上昇とともに膜厚が増加していくことが確認された。

表4に塩水浸せきによる耐食性評価の結果を示す。

表4における“○”，“×”表記は、各浸せき時間に

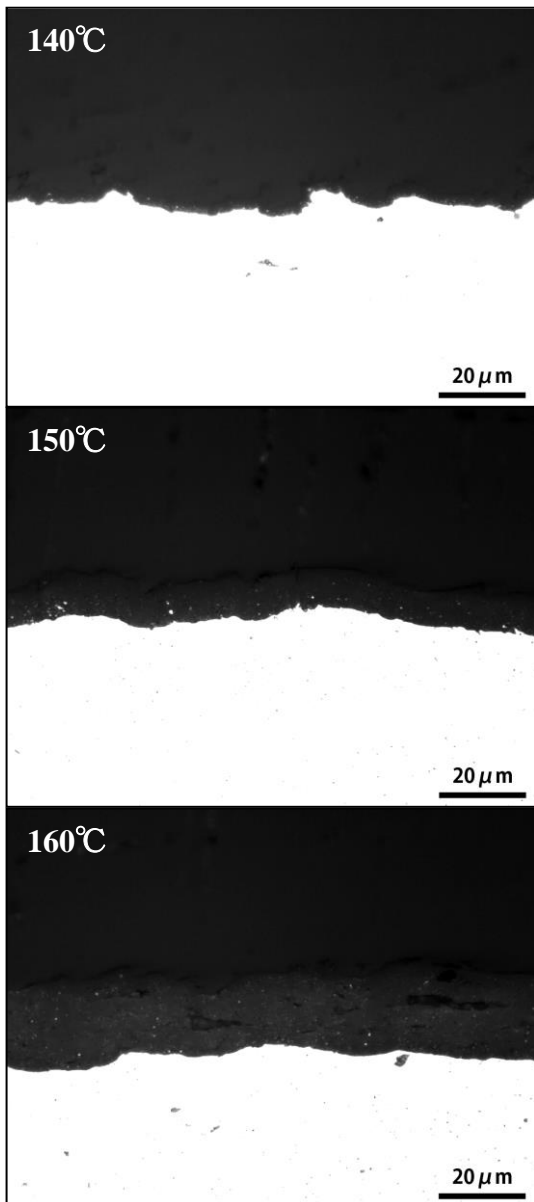


図9 表面酸化処理を施した試験片の断面観察結果

表4 表面酸化処理条件

試験片	塩水浸せき時間 (h)			
	0	1	2	120
未処理	×	×	×	×
ST105	○	×	×	×
ST120	○	○	○	×
ST130	○	○	○	○
ST140	○	○	○	○
ST150	○	○	○	○
ST160	○	○	○	○

おける観察で試験片表面からの気泡の発生や色味の変化、表面の変色などを判断基準に、“○”はいずれも生じていないもの、“×”はいずれかが生じたものとして、本実験では腐食されたものとして判断した。表面酸化処理

をした試験片はいずれの試験片においても未処理材と比較した場合耐食性を有することが確認されたが、ST105、ST120 試験片は耐食性が低い傾向が観察され、特にST105 試験片においては、浸せき後 1h で腐食が生じた。ST120 試験片では ST105 試験片と比較し 120h まで耐食性が向上したものの、それ以降で腐食が生じた。処理温度 130℃以上の試験片ではいずれの試験片も 120h 経過後腐食は見られなかったことから、耐食性の向上を目的とした表面酸化処理を行う場合、130℃以上の処理が望ましいと考えられる。

#### 4. 結 言

AZ61 合金展伸材について、誘導加熱を用いた曲げ加工および応力定数測定ならびに測定条件などが測定精度へ与える影響、さらに耐食性向上を目的とした表面酸化処理における耐食性や酸化膜形成状態について評価した結果、以下の結論を得た。

- (1) 曲げ加工において、誘導加熱後の試験片を加熱した金型およびセラミック棒による支持を行ったところ、曲げ外側で割れが発生しない加工が可能となった。
- (2) X線応力測定を行ったところ、AZ61 展伸材の応力定数は  $-147 \pm 7.52 \text{MPa/deg.}$  であることが判明した。また、X線の応力測定において、機械研磨により表面に導入された双晶が測定を不安定にする要因であることが明らかになった。
- (3) 表面酸化処理を行ったところ、処理温度 130℃以上で耐食性が向上することが判明した。

#### 参考文献

- 1) 尾崎智道,鎌土重治,黒木康德,田中徹,伊牟田守：IHI 技報, Vol.51, No.1 (2011)
- 2) 日本塑性加工学会：マグネシウム加工技術, p.16(2004), コロナ社
- 3) Y. Li and M. Enoki, : Material Transactions, Vol.48, No.9, p.2343-2348(2007).
- 4) 森田繁樹,田中慎吾,中原雅史,大野信義,川上雄士,円城寺隆志：軽金属, Vol.59, No.10, p548-554 (2009)
- 5) 塩澤和章,上梨智弘,北島純,村井勉,高橋泰：日本機械学会論文集 (A 編), Vol.78, No.773, p58-70 (2011)