

# 軽量化用機能材料の高機能化技術の研究開発

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  
権田源太郎・権田 善夫・野坂 洋一\*1・新藤 淳\*2・吉原正一郎\*3

## Research and Development of Advanced Technology for Weight Saving Material

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

### 要 約

AZ61 合金の展伸材に対し、誘導加熱による急速昇温特性の把握、ならびに加熱した際の AZ61 合金の機械的特性の変化を調査するために、誘導加熱による短時間焼なまし処理と従来加熱方法を想定した電気炉による焼なまし処理の比較を行った。焼なまし処理温度および処理時間の上昇に伴い結晶粒が成長することが認められ、ビッカース硬さおよび曲げ応力の低下も見られた。また、耐食性向上を目的とした表面酸化処理を行ったところ、処理温度が高い条件において水酸化マグネシウムが生成されていることが確認された。

### 1. 緒 言

近年、鉄鋼などの比重の高い金属に替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<sup>1)</sup>ため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い上、発火などに対する安全管理も必要である。一方、プレス成型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が、常温ではすべり係が少ないため冷間塑性加工性が悪く温間での加工となる。温間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方法で行なわれるが、この方法では加熱効率が悪い<sup>2)</sup>ため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。これらのことから、プレス成型は

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、ダイカスト成型に比べ優れた特徴を持つプレス成型において、誘導加熱により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目指す。また、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する。

本年度は AZ31 合金よりも耐食性や強度に優れた AZ61 合金の展伸材に対し、誘導加熱による急速昇温特性の把握、ならびに加熱した際の AZ61 合金の機械的特性の変化を調査するために、誘導加熱による短時間焼なまし処理と、従来加熱方法を想定した電気炉による焼なまし処理の比較を行った。また、耐食性向上を目的とした表面酸化処理ならびに曲げ加工における塑性ひずみ解析を行った結果について報告する。

### 2. 実験方法

本実験に用いた誘導加熱装置の全景を図1に示す。装置は高周波発振器 (400kHz, 20kW)、発振器制御部/データログ部、加熱コイルから構成されている。また、放射温度計 (ハザマ測器株) を備えており、加熱中の試験片温度の計測結果を基に、制御部であらかじめ設定した条件で温度保持ができる構造となっている。

供試材は500×500mm、厚み1mmのAZ61展伸材である。表1に供試材の化学成分を示す。この供試材からマイクロ組織、ビッカース硬さ評価用試験片として15×15mm、

\*1 権田金属工業株式会社

\*2 藤精機株式会社

\*3 国立大学法人山梨大学

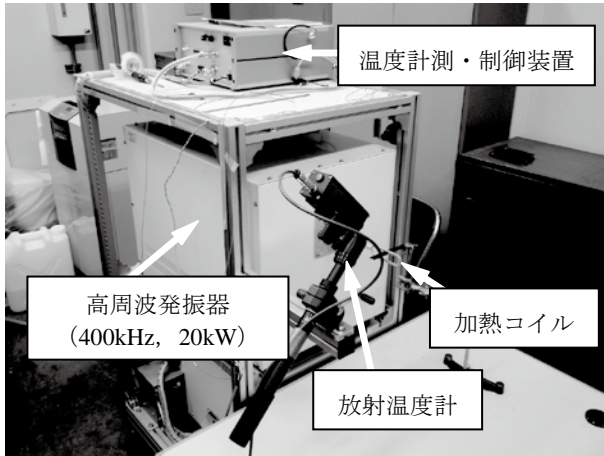


図1 誘導加熱装置全景

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.

表2 焼なまし処理条件

加熱方法	誘導加熱 (IH) 電気炉 (EF)
処理温度 (°C)	350, 400
処理時間 (秒)	0, 60 (IH)    0, 600 (EF)
昇温速度 (°C/秒)	≒75 (IH) , ≒3 (EF)

3点曲げ試験片として圧延方向 (RD) を長辺として 15×50mm, 表面酸化処理用試験片として10×10mmをシェアリングにより作成した. 表2に焼なまし処理条件を示す. 誘導加熱および電気炉による焼なまし処理の雰囲気はいずれも大気雰囲気で行った. 電気炉による焼なまし処理は一定温度に保持された電気炉内に試験片を投入し, 処理温度および処理時間に到達したところで炉外へ取り出す方法で行った. 誘導加熱と電気炉の処理時間に関する比較は, 加熱開始からの時間で評価を行った. なお, 試験片の呼称は【処理方法】【温度】/【処理時間】

(例: 誘導加熱による焼なまし処理温度400°C, 処理時間60秒=IH400/60) で以後表記する.

断面マイクロ組織観察は焼なまし処理を行った試験片をエポキシ樹脂に埋込後, バフ研磨まで行い6%ピクリン酸溶液を用いてエッチングした後, 金属顕微鏡により観察を行った. 結晶粒径は切断法を用いて, 金属顕微鏡により5視野を観察した結果の平均値で評価を行った. ビッカース硬さの測定荷重は0.25N (25gf) とし, 板厚方向に9点測定した平均値で評価を行った. 3点曲げ試験は材料試験機の曲げ先端 r=5mm, 受けr=2mmの曲げ治具を用いて, 試験片が破断する

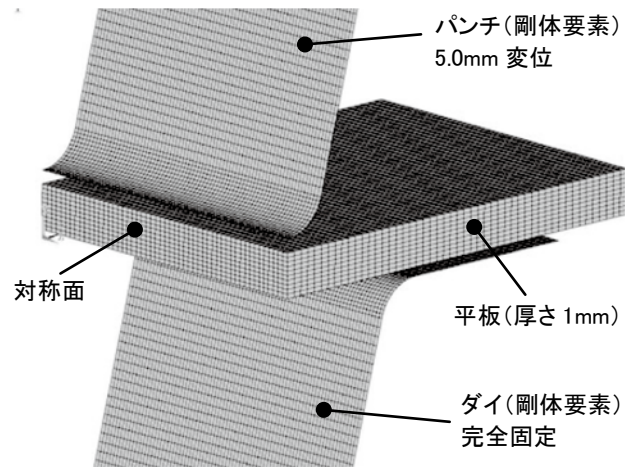


図2 要素分割方法 (1/2モデル)

表3 解析に用いた物性値

密度 (kg/m <sup>3</sup> )	1800
ヤング率 (Pa)	2.5×10 <sup>10</sup>
ポアソン比	0.35
降伏点	0.027
接線係数 (Pa)	1.11×10 <sup>7</sup>

までの荷重-変位曲線にて評価を行った. 曲げ試験における試験片点数はN=3である.

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 (エスペック㈱, HASTチャンバー) を使用して行った. 表面酸化処理は湿度, 圧力を一定とし, 処理温度Ta, Tb (Ta<Tb) の2条件について行った. 以後処理温度Taのものを条件a, Tbのものを条件bと表記する. 酸化処理後の試験片は, X線回折装置 (㈱リガク, UltimaIV) により表面構造の同定を行った.

曲げ加工を想定した解析は三次元平板曲げ解析をANSYS LS-DYNAにて行った. 図2に解析モデルを示す. 解析モデルは1/2形状を採用し, ダイを完全拘束, パンチを5mm変位させることで30°曲げとした. 要素分割はパンチとダイを剛体要素, 試験片を6面体要素にて行い, 平板とパンチ・ダイの間には摩擦係数0.1を設定した. 平板の板厚は実際の試験片と同じ1mmとし, 物性は2直線近似等方性硬化材料を設定した. 表3に解析に使用した物性値を示す.

### 3. 実験結果

図3に400°Cにおける誘導加熱による焼なまし処理の温度履歴を示す. 電気炉による焼なまし処理では昇温に約140秒を要したが, 誘導加熱では約5秒で昇温が完了した. また温度保持を行ったところ, ±3°C以内で安定した制御が行えることが確認された.

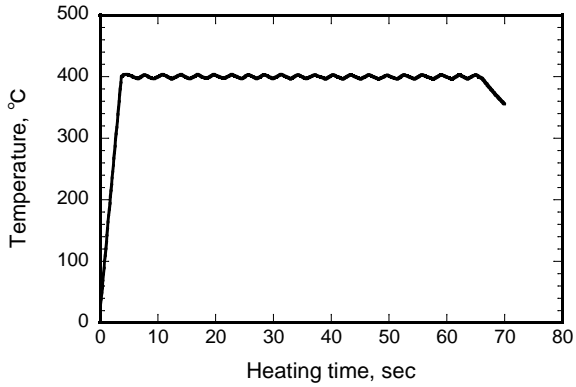


図3 400°Cにおける誘導加熱の焼なまし処理の温度履歴

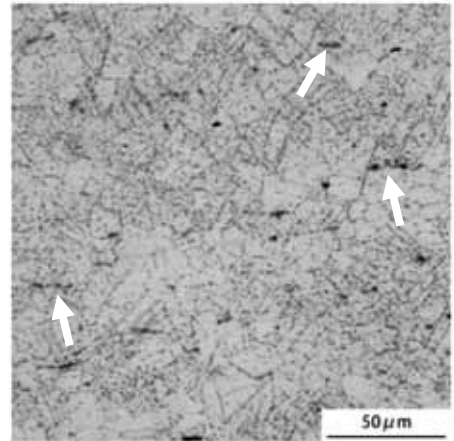


図4 未処理材の断面マイクロ組織

図4に未処理材の、図5に各処理条件における断面マイクロ組織を示す。未処理材の断面マイクロ組織は板製造時に発生したと思われる双晶および $5\mu\text{m}$ 以下の微細粒が多数点在しているのが観察された。また、図4中矢印で示すような $5\sim 20\mu\text{m}$ 程度の粒子も観察された。これらの粒子を電子線マイクロアナライザにより分析を行ったところ、前者からはZn、後者からはAlやSiが検出された。誘導加熱および電気炉により焼なましを行った試験片の断面マイクロ組織において、Znが検出された微細粒は焼なまし処理温度および時間の上昇に伴い消失したが、AlやSiが検出された粒子に変化は見られなかった。このことから、Znが検出された微細粒は未固溶のZnあるいはZn化合物、AlやSiが検出された粒子はAl化合物 (Al-Mn)、もしくは脱酸材のSiでないかと考えられる。また、いずれの焼な

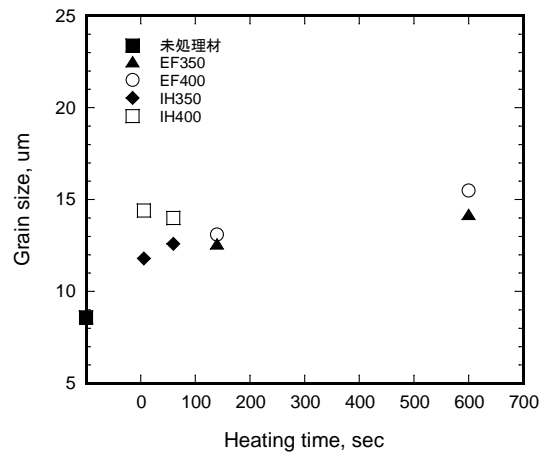


図6 各熱処理条件における結晶粒径

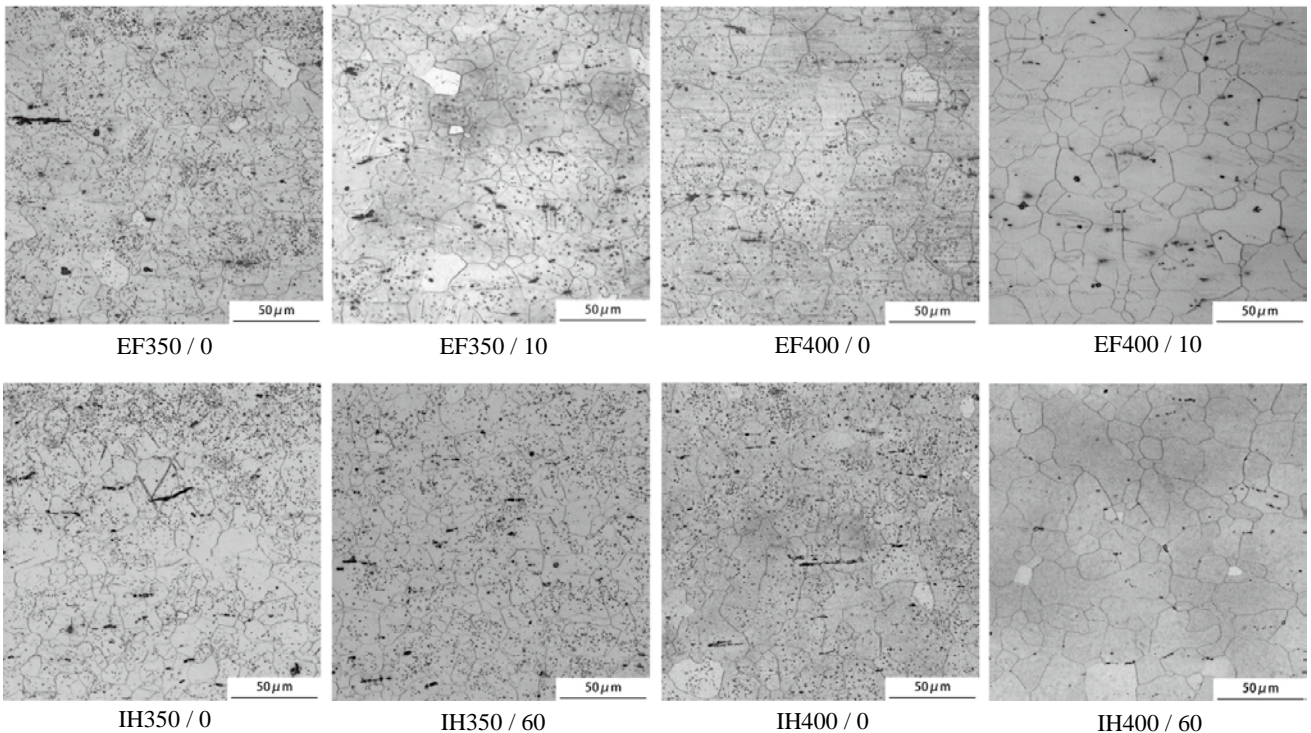


図5 各熱処理条件におけるマイクロ組織

まし処理条件においても双晶は減少し、結晶粒が再結晶により成長することが観察された。図6に各焼なまし処理条件における結晶粒径を示す。IH350における結晶粒径は処理時間0秒の $11.8\mu\text{m}$ よりも処理時間60秒の方が $12.6\mu\text{m}$ と若干の粒成長が認められた。EF350は処理時間0秒の試験片がIH350/60とほぼ同じ値を示し、EF350/600では粒成長が進み $14.2\mu\text{m}$ であった。処理温度 $400^\circ\text{C}$ による試験片は $350^\circ\text{C}$ による試験片よりも粒成長が進行していた。IH400の粒径はIH350/60とほぼ同等の約 $14\mu\text{m}$ であったが、処理時間による変化はほとんど認められなかった。EF400は処理時間0秒で $13.3\mu\text{m}$ と若干低い値を示したが、処理時間600秒では約 $16\mu\text{m}$ と最も粒成長していた。

図7に各処理条件におけるビッカース硬さを示す。IH350のビッカース硬さは、処理時間0秒では未処理材よりも若干低い $76.8\text{HV}$ 、処理時間60秒では約 $70\text{HV}$ まで低下した。EF350においては処理時間0、600秒ともに約 $67\text{HV}$ であった。処理温度 $400^\circ\text{C}$ におけるビッカース硬さはEF400/0がIH400/0、60よりも若干高く、硬さは $70\text{HV}$ 前後を示した。また、EF400/600ではEF350/600とほぼ同等の硬さを示した。

図8に3点曲げ試験後の試験片を、図9に曲げ変位 $1.5\text{mm}$ における各処理条件の曲げ応力を示す。なお、3点曲げ試験はIH350, IH400, EF400について実施した。未処理材は曲げ変位約 $2\text{mm}$ で引張側に亀裂が生じたが、焼なまし処理を行った試験片はいずれも $4\text{mm}$ を超えても割れを生じることなく曲げることができた。焼なまし後の試験片における曲げ応力は、処理温度および処理時間の上昇に伴い低下し、IH350/0で約 $19\text{MPa}$ 、IH350/60で約 $17\text{MPa}$ であった。IH400の曲げ応力はIH350よりも低下し、IH400/0で約 $17\text{MPa}$ 、IH400/60で約 $16\text{MPa}$ であった。一方、EF400における曲げ応力は、EF400/0で約 $17\text{MPa}$ とIH350/60やIH400/0と同程度となり、EF400/600はIH400/60と同程度の $16\text{MPa}$ であった。

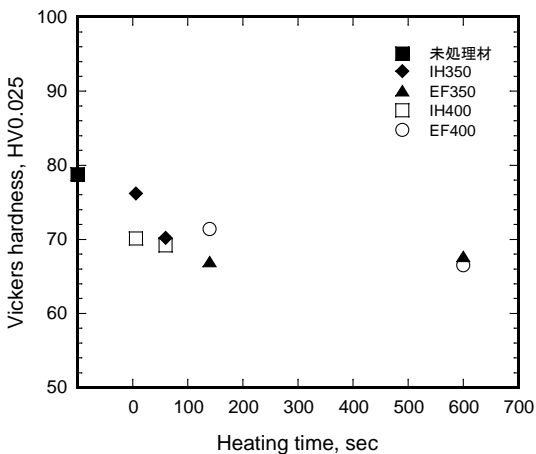


図7 各処理条件におけるビッカース硬さ

図10に表面酸化処理前後の試験片の外観を、図11にX線回折結果を示す。条件aで処理した試験片は未処理材に比べ色合いの変化が観察されたものの、X線回折結果



図8 3点曲げ試験後の試験片

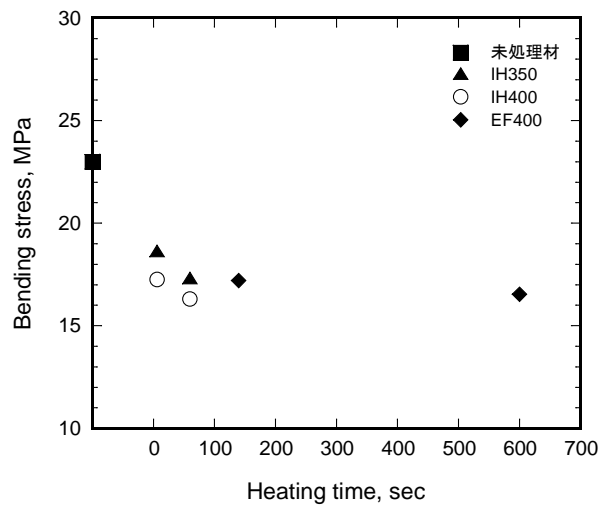


図9 各処理条件の曲げ変位 $1.5\text{mm}$ における曲げ応力

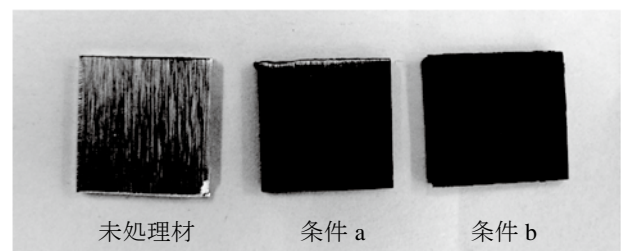


図10 表面酸化処理前後の試験片の外観

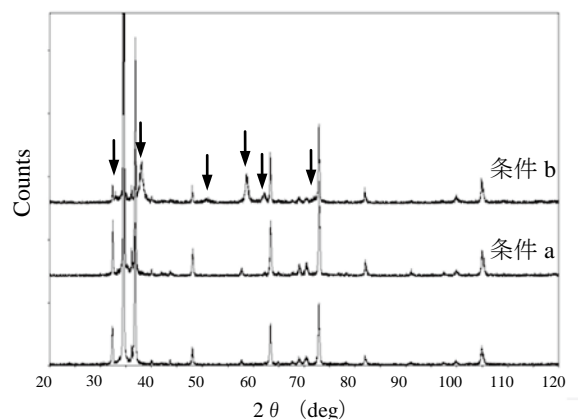


図11 表面酸化処理前後のX線回折パターン

に差異は認められなかった。条件bで処理した試験片は、条件aと同様に色合いの変化が認められ、X線回折からマグネシウムのピークに加え、水酸化マグネシウムのピークが検出された（図11中矢印部）。

図12に相当塑性ひずみ分布を示す。解析結果から曲げ圧縮側と引張側でひずみ量が異なる数値となり、最大ひずみ量は0.36であると予測された。また、図12（正面方向）からも読み取れるように、平板の淵において圧縮側が外側に膨らみ、引張側が内側に引き込まれる結果が得られた。この膨らみ量は0.16mmとなり、理論値0.15mmに近い結果となった。

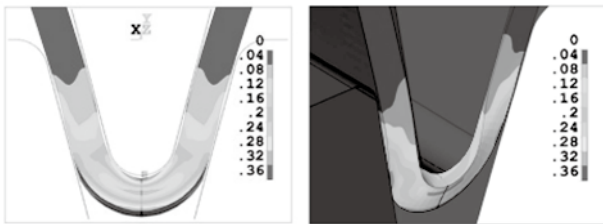


図 12 相当塑性ひずみ分布  
(左：断面方向，右：正面方向)

#### 4. 考 察

EF400/0ではIH400による焼なまし処理よりも、炉内に投入している時間が長いにも関わらず結晶粒の成長が低い上、ビッカース硬さや3点曲げ応力も高くなっていた。これはIHによる焼なまし処理では昇温速度が速く、400℃で保持されている時間がEFより実質長くなり、焼なましが進行しやすいことによるものと考えられる。

焼なまし処理を施した試験片でビッカース硬さおよび3点曲げ応力が低下したのは、供試材の製造に伴う加工硬化が焼なましにより緩和されたためであると考えられる。本実験中で焼なまし処理温度が高く、処理時間が長いEF400/600における結晶粒径と、誘導加熱による急速加熱を比較した場合、IH350による処理よりもIH400による処理条件の方が結晶粒の成長や硬さ、3点曲げ応力の低下に近い値を示していた。このことから、誘導加熱を用いて処理時間の短縮を目指す場合、高温側で処理することが望ましいと考えられる。

#### 5. 結 言

AZ61 合金の展伸材に対し、誘導加熱による急速昇温特性の把握、ならびに誘導加熱による短時間焼なまし処理と、従来加熱方法を想定した電気炉による焼なまし処理の比較を行ったところ、以下の結論を得た。また、耐食性向上を目的とした表面酸化処理ならびに曲げ加工に

おける塑性ひずみ解析を行った結果、以下の結論を得た。

- (1) 電気炉は昇温に約140秒を要したが、誘導加熱では約5秒で昇温が完了した。また±3℃以内で安定した温度制御が行えた。
- (2) 誘導加熱による短時間の焼なましにおいても、電気炉と同等の結晶粒の成長が認められた。また、ビッカース硬さおよび3点曲げ応力も同様に低下が見られた。
- (3) 表面酸化処理を実施したところ、高温で処理した試験片表面に水酸化マグネシウムが生成されていることが確認された。

#### 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)