

# 高機能マグネシウム合金の実用化に関する研究（第2報）

石黒輝雄・三井由香里・佐野正明・八代浩二・坂本智明・鈴木大介\*<sup>1</sup>

## Study on Practical Technology for High-performance Magnesium Alloy (2nd Report)

Teruo ISHIGURO, Yukari MITSUI, Masaaki SANNO, Koji YATSUSHIRO, Chiaki SAKAMOTO and Daisuke SUZUKI\*<sup>1</sup>

### 要 約

近年軽量化用部材として注目されているマグネシウム合金について、プレス加工のサイクルタイム短縮による生産性向上を目的とし、誘導加熱による急速短時間昇温を用いたプレス成型（曲げ加工）ならびに簡便な処理による耐食性向上を目的とした表面酸化処理の検討を行った。これにより表面酸化処理において機械加工を用いたひずみ導入による発色への影響に有意な差異は認められないが、加工を行う際にはメディアの選択や加工条件を十分に検討が必要であることが分かった。また、連続曲げ加工については、曲げ装置の試作により曲げ部外側に大きな亀裂を生じさせずに連続的な曲げ加工を達成することができた。

### 1. 緒 言

近年、自動車や電子機器筐体などの軽量化部材として、マグネシウム合金の利用が期待されているが、冷間での塑性加工性が悪く、また非常に腐食しやすいため、工業的な利用拡大には解決すべき課題が多い<sup>1)~4)</sup>。平成24~26年度に著者らが行った研究<sup>2)~4)</sup>で、オートクレーブによる表面酸化処理を行ったところ、AZ61合金展伸材の耐食性を向上させることがわかった。また、水熱処理前に機械加工を施すことで、より耐食性が向上する効果が認められた。また、誘導加熱装置を用いた急速短時間加熱による曲げ加工試験機により加工を行ったところ、曲げ加工の際に必要な加熱温度は400℃以上が望ましいことがわかった。前報では、実用化に向けて、表面酸化処理では、従来よりも大きな試験片を用意して圧力容器を用いた水熱処理を施し、外観および耐食性の評価、検討を行った。急速加熱曲げ加工については、コイル形状送り速度について加熱条件等の検討を行ったところ安定した加熱条件を設定することが可能となった。

本報では実製品を視野に入れ、表面酸化処理では最適な処理条件の検討を行った。また、誘導加熱装置を用いた急速短時間加工では連続曲げ加工について検討を行った。

### 2. 実験方法

#### 2-1 表面酸化処理

表面酸化処理の試験片は、自動車部品などの実製品を想定して、従来の試験片<sup>2)~4)</sup>よりも大面積化することとし、100 mm×70 mm×1 mmのマグネシウム合金AZ61展伸材を用いた。供試材の表面には製造工程上ヘアライン加工が施されている。化学成分を表1に示す。試験片は表面酸化処理を行う前に、表面に機械加工によりひずみを付与した。機械加工については、以前に効果の見られたサンドブラスト加工（ガラスビーズ#100）を施した。表面酸化処理は、アセトンで超音波洗浄した試験片を、超純水と共に圧力容器内に配置したうえで密閉し、容器ごと恒温槽内に入れて水熱処理を実施した。使用した圧力容器と恒温恒湿槽を図1に、図2に圧力容器内部の様子を示す。表面酸化処理条件は、前報<sup>1)</sup>の検討結果から140℃以上で行うことが望ましいとの知見を得ていることから、温度140℃、相対湿度100%RH、圧力0.3614 MPa、処理時間を1時間（圧力容器の温度が140℃に到達してから1時間）とした。表面酸化処理後の試験片の評価については、測色計（コニカミノルタセンシング（株）製分光測色計CM-2600d）により色差を測定し、大面積化に伴う色むらの有無についての検討を行った。

皮膜の耐食性については、従来は塩水噴霧試験前後の目視観察で評価していたが、本報ではより定量的に評価するために電気化学測定システムによる評価を行

\*<sup>1</sup>富士工業技術センター

表 1 供試材 AZ61 の化学成分 (%)

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



図 1 圧力容器と恒温恒湿槽



図 2 圧力容器内の様子

った．電気化学測定システムは北斗電工（株）製 HZ7000 を使用した．電気化学セルには（株）イーシーフロンティア製 VM-3 プレート電極評価セルを用いた．

### 2-2 連続曲げ加工に関する検討

本試験における供試材は，表面酸化処理試験片と同様 AZ61 展伸材とした．この供試材から 125 mm×25 mm×1 mm の短冊状試験片を切り出して，連続曲げ加工の検討を行った．図 3 に試作した連続曲げ加工試験装置の外観を示す．装置についてはこれまでの研究<sup>1)-3)</sup>で用いた誘導加熱装置を基本に，接続した連続加熱曲げ用に検討した L 字状の誘導加熱コイルにて構成されている．また，加熱装置に取り付けたアルミフレームにロボシリンダーを設置し，試験片固定用プレート兼曲げ加工用器具を一定速度で移動可能とした．別途フレームに設置したテーパ状曲げローラー（図 4）とあわせて，加熱と曲げ加工が連続的に行える構造とした．理論曲げ角度は 72 度とした．曲げ加工時に発生する移動方向と直交方向への応力に対して，ロボシリンダーに負荷がかからないようにリニアガイドを設置した．これまでの研究<sup>1)-3)</sup>結果から加熱コイル終端位置にて温度域の約 400℃で加熱維持する必要がある．そこで，試験片を加熱させながら移動するときの電源出力と移動速度が試験片の温度分布に与える影響を定量的に捉えるために，サーモグラフおよび外観観察にて条件設定を行った．サーモグラフは NEC 三栄（株）製 TH9100MLN を用いた．サーモグラフによる評価時のみ，

温度計測を行うために試験片表面に黒体スプレーを塗布した．試験片は移動ステージ天板から 10 mm 突き出して設置し，固定は面で押さえるためのアルミ板を介してトグルクランプにて行った．アルミ板には熱の伝導を抑えるためガラステープを貼付した．サーモグラフは，本実験を行う前に接触式熱電対と指示値が一致するように調整した放射温度計との表示値の校正を行った．試験条件は，移動速度を 70 mm/sec とした．加熱コイルと試験片の間隙は 1 mm とし，加熱開始位置は移動方向から見た場合のコイル端部から 75 mm として実験を行った．

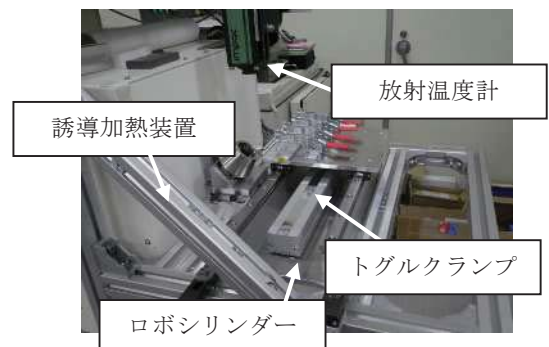


図 3 試作した連続曲げ加工試験装置



図 4 加熱コイル

## 3. 結果および考察

### 3-1 表面酸化処理実験

図 5 に表面酸化処理前後の試験片の外観写真を示す．表面酸化処理後の試験片の目視観察では，ヘアラインおよびサンドブラストの機械加工による大きな差異は感じられず，均一に皮膜が形成されている様子が認められた．

次に，各機械加工につき試験片を 3 枚ずつ，試験片 1 枚につき 5 箇所（左上，右上，中心，左下，右下）の測色を行い，その中の中心 1 箇所を基準として色差で表現した．ヘアライン加工を 1-n，ブラスト加工を 2-n (n=3) として図 6 に測色結果を示す．いずれの試験片についても，同じ色として知覚される程度である色差 3 以内に収まっており，色むらの発現はみられなか

った。この結果から、表面酸化処理皮膜の形成において、機械加工を用いたひずみ導入による発色への影響に、有意な差異は認められないと思われる。

次に試験片の断面について EPMA（電子線マイクロアナライザ 日本電子（株）製 JXA-8900RL）を用いて分析を行った結果を図 7 に示す。試験片表面に酸素が検出されており、20  $\mu\text{m}$  程度の酸化皮膜が形成されていることが明確に示された。一方、図 8 に示すように、処理後の試験片表面に黒色の微小な斑点のようなものが見られた。これは図 7 の EPMA 分析結果における各成分分布状況図内の右端部分が、黒色斑点部位となる。分析結果から、主にカルシウムが検出されていることがわかる。しかしながら、処理前の試験片にカルシウムは含有されていないことから、ブラスト加工の際にガラスビーズに含まれるカルシウムが試験片に残留し、アセトン洗浄でも除去できず表面酸化処理後に黒色斑点として出現するものと考えられる。このことから、表面酸化処理において、不純物が外観や耐食性に悪影響を及ぼすことが示唆されるので、機械加工を行う際にはメディアの選択や加工条件を十分に検討が必要であることがわかった。

図 9 に各試験片について電気化学測定を行った結果を示す。それぞれ自然電位からアノード方向（酸化反応）に  $5 \text{ mV}\cdot\text{s}^{-1}$  の掃引速度で分極したときの電流密度を計測した結果である。試験液には 5 wt%塩化ナトリウム水溶液を用い、参照電極には銀/塩化銀電極、対極には白金電極を使用した。この測定結果から未処理試験片と比較して表面酸化処理した試験片では腐食電流が流れにくくなり、耐食性の向上が確認できた。しかしながら表面酸化処理前のヘアライン加工やサンドブラスト加工による耐食性への影響の有意な差異は見られなかった。

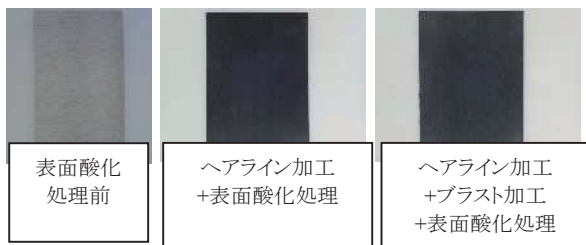


図 5 表面酸化処理後の試験片

### 3-2 連続曲げ加工結果

前報<sup>1)</sup>の結果から、現状のコイルを用いて、試験片を移動させながら加熱を行う場合の最適条件は、電源出力 200-220 V、移動速度 70 mm/sec 以上が望ましいという知見を得た。しかし本報では、曲げ加工の効率化を図るべく移動速度を速くするとともに電源出力条件を

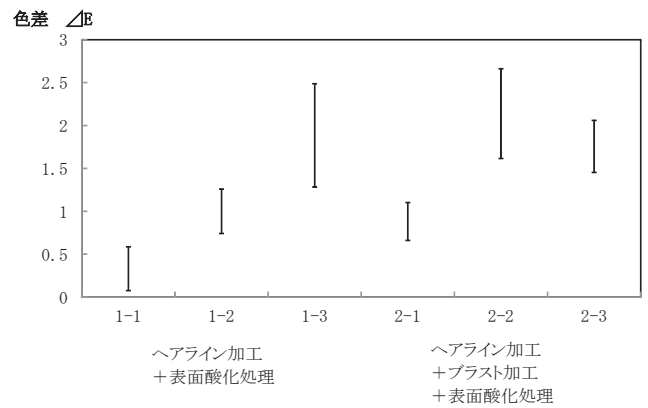


図 6 測色結果

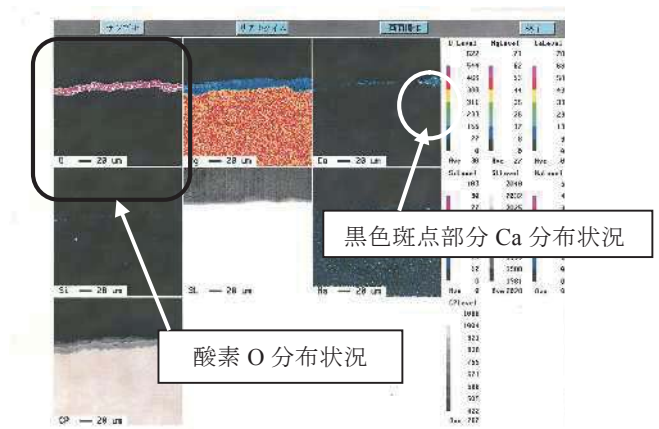


図 7 EPMA 分析結果

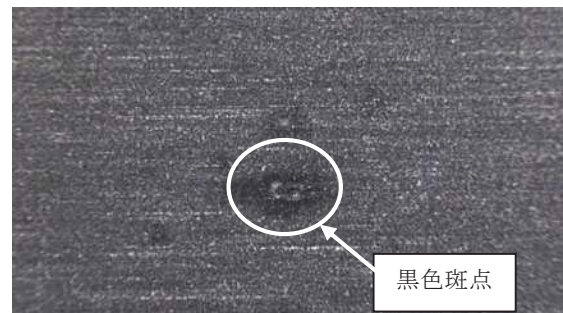


図 8 黒色斑点

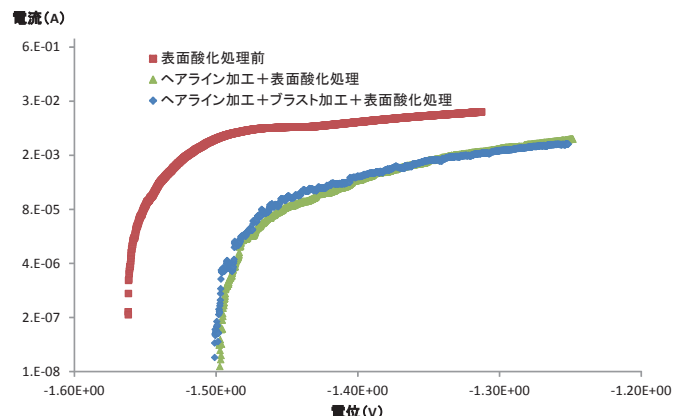


図 9 耐食性試験結果



あげた場合について検討した。試作した連続曲げ加工試験装置の仕様上、移動方向から見た場合のコイル端部から 100 mm であった加熱開始位置が 75 mm となり、試験片の固定方法がトグルクランプによる抑えに変更になったため、試験片を移動させながら加熱したときの加熱状況についての確認を行った。その結果 200V-60 mm/sec で図 10 に示すようなサーモグラフで観察した温度分布結果が得られた。この結果と前報で得た温度分布を比較したところほとんど近似していた。このことから、同様の加熱状態が得られていると判断した。次に、連続曲げ加工結果を図 11 に、加工加熱条件と外観観察結果および曲げ角度について表 2 に示す。結果としては、熔融した条件以外については、曲げ部外側に大きな亀裂も認められず、連続的に曲げ加工が行えていることが確認できた。しかし、部分的な加熱と加工を行うことで、残留応力の解放に伴う試験片の 125 mm の端部-中央-端部において 2 mm 程度の反りが生じた。また、電源出力・移動速度 200V-50 mm/sec, 240V-60 mm/sec, 240V-80 mm/sec の試験片については、試験片側面加工後半部分に筋状の紋様が認められたが、加熱部分の前半では認められなかった。これは加熱条件に対して移動速度が遅いため、後半部分が余剰に加熱されたために部分的に熔融したと思われる。一方、200V-120 mm/sec, 240V-160 mm/sec, 274V-160 mm/sec, 274V-200 mm/sec については、曲げ加工はできたが、角度が 50 度未満であった。このことから、連続曲げ加工試験装置にて試験片を移動させながら加熱を行う場合の最適条件は、電源出力・移動速度 240 V-100 mm/sec, 274 V-120 mm/sec 近傍が望ましいと考えられる。

#### 4. 結 言

AZ61 展伸材について耐食性向上についておよび連続曲げ加工検討を行ったところ、以下の結論を得た。

- (1) 機械加工により生じたひずみによる発色への影響は、有意な差異は認められないと思われる。
- (2) サンドブラスト処理を行う際にはメディアの選択や加工条件を十分に検討が必要である。
- (3) 表面酸化処理による耐食性向上は確認されたが、機械加工による耐食性への差異は見られなかった。
- (4) 試作した連続曲げ加工試験装置により曲げ加工を行ったところ、曲げ部外側に大きな亀裂を生じさせず、連続的に加工を達成することができた。
- (5) 本装置にて移動加熱する場合、電源出力・移動速度 240 V-100 mm/sec, 274 V-120 mm/sec 近傍が最適条件として望ましい。

これらの結果より、自動車や電子機器筐体などの軽量化部材として、マグネシウム合金の利用についての適用が可能と期待される。

表 2 加熱条件と外観観察結果および曲げ角度

移動速度 (mm/sec)	電源出力 (V)		
	200	240	274
50	△筋有 68 度	×熔融	
60	○68 度	△筋有 68 度	×熔融
80		△筋有 64 度	
100		○59 度	
120	△44 度	○51 度	○64 度
160		△43 度	△48 度
200			△45 度

※50 度未満は曲げ不足と判断した (△)

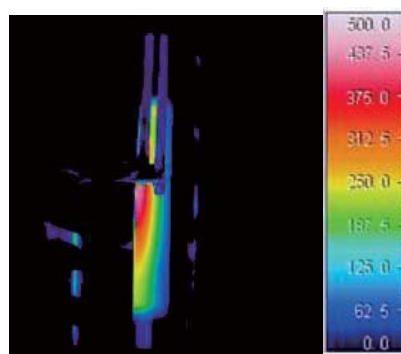


図 10 サーモグラフによる温度分布結果



図 11 連続曲げ試験結果

#### 参考文献

- 1) 鈴木他：高機能マグネシウム合金の実用化に関する研究（第 1 報），山梨県工業技術センター研究報告, Vol.30, pp.82-86(2016)
- 2) 鈴木他：軽量化用機能材料の高機能化技術の研究開発（第 3 報），山梨県工業技術センター研究報告, Vol.29, pp. 1-6(2015)
- 3) 鈴木他：軽量化用機能材料の高機能化技術の研究開発（第 2 報），山梨県工業技術センター研究報告, Vol.28, pp. 24-28(2014)
- 4) 鈴木他：軽量化用機能材料の高機能化技術の研究開発（第 1 報）山梨県工業技術センター研究報告, Vol.27, pp. 28-32(2013)