

サーボプレスを用いた押出加工による 高強度・高耐食性 Mg-Zn 合金板材の作製

富山高等専門学校 機械システム工学科
教授 井上 誠
(2020 年度 一般研究開発助成 AF-2020022-B3)

キーワード：押出加工，サーボプレス，高純度 Mg-Zn 合金，耐食性

1. 研究の目的と背景

近年、マグネシウム合金は軽量、リサイクル性等の優れた特性により、携帯用電子機器をはじめ、自動車用途への展開も始まり、構造用材料の需要は増加傾向であり、高純度マグネシウムは医療材料等への適用の検討が行われている^{1~3)}。

押出加工法は、通常、溶解・鋳造法で作製された円柱状ビレットを原料に行われるが、マグネシウムの押出加工においては、切削切粉の溶解鋳造していない原料をビレットによる押出加工の検討が盛んに行なわれており、本研究室でも真空蒸留法で得られた多孔質な高純度マグネシウム凝縮物のまま押出加工を行い、清浄な押出材を作製し、特性の検討を行ってきた^{4, 5)}。

また、サーボプレスによる押出加工の研究例はほとんどなく、本研究室では、天田財団平成 29 年度一般研究開発助成「サーボプレスを用いた押出加工・圧延加工による超高純度マグネシウム板材の作製」において検討し、押出温度 375℃、押出比 R9~13 のサーボプレスによる押出加工を行い、圧延温度 75℃~400℃の圧延加工により超高純度マグネシウム板材を作製できることを確認した⁶⁾。しかしながら、引張強さは最大でも 175MPa 程で、生体内に使用するには薄肉化が必要で、強度の向上が必要である。

そこで本研究では、サーボプレスを用いた押出加工による高強度・高耐食性 Mg-Zn 合金板材の作製について検討した。

2. 実験方法

図 1 に真空蒸留装置の概略を示す。真空蒸留は原料 AZ91 マグネシウム合金 (Mg-9.06%Al-0.68%Zn) 300 g を用い、SUS430 ステンレス鋼製のるつぼ内に挿入し、コンデンサ (回収部) および蓋をるつぼ上にのせ、密閉後、油回転真空ポンプで 1 Pa 未満まで真空排気し、原料温度 620℃、回収温度 350℃に昇温し、8h 温度保持した。

コンデンサはφ45mm、深さ 40mm の穴が 4 個ある構造で、本実験条件では、1 回の真空蒸留試験でφ45mm、高さ 25mm 程のマグネシウム凝縮物が 4 個回収できた。式(1)から蒸発率 (%) および式(2)から回収率 (%) を求めた。

$$\text{蒸発率}(\%) = 100(W_0 - W) / W_0 \dots (1)$$

$$\text{回収率}(\%) = 100(C - C_0) / W_0 \dots (2)$$

ここで W_0 は蒸留前のマグネシウム重量(g)、 W は蒸留後の原料重量(g)、 C_0 は試験前のコンデンサ重量(g)、 C は試験後のコンデンサ重量(g)である。

また、Zn 量を増やすために、純度 99.99%以上、粒径φ3mm~6mm の Zn 粒を用い、Zn 量の増加を検討した。

押出加工にはコンデンサで得られたマグネシウム凝縮物 3 個 1 セットを押出ビレットとした。図 2 に押出加工機の外観を示す。最大荷重 800kN のサーボ駆動プレスの縦型の押出加工機を使用した。

図 3 に押出加工機の押出部の概略を示す。真空蒸留で得られたφ45mm の押出ビレットをコンテナ内に入れ、ビレット上にダミーブロックを置き、375℃まで加熱後、1h 保持し、パンチを通じて上部から荷重をかけ、ビレット下部のダイスを通じて押出材を作製した。モーションは振り子モーションを用いた。ダイスは幅 30mm で、厚さ 6mm (押出比 R9)、厚さ 7mm (押出比 R8) および厚さ 8mm (押出比 R7) の 3 種類を用いた。

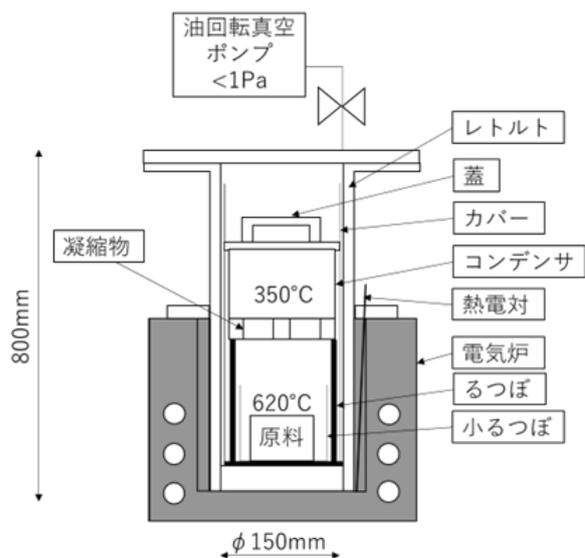


図 1 真空蒸留装置の概略



図2 押出加工機の外観

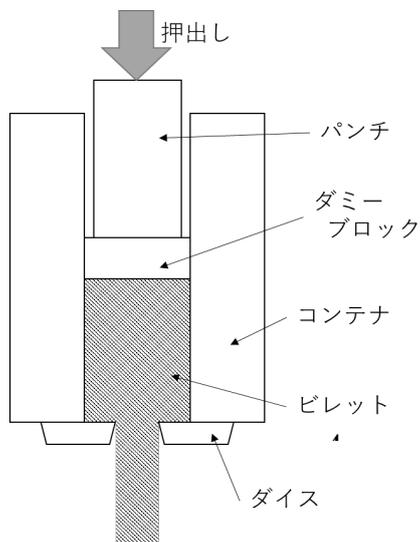


図3 押出加工機の押出部の概略

得られた押出材の組成分析は、試料 1g を採取し、ICP 発光分光分析で混入の恐れのある元素を分析した。

硬さ測定は 15mm×15mm に機械加工した試験片をエメリー紙#800 まで研磨し、ピッカース硬さ試験機を用い、荷重 9.8N、試験保持時間 15s とし、10 箇所測定し、最大、最少を除く 8 点の平均値を硬さとした。

耐食性試験は、押出材を 30 mm×30 mm に切断し、試験片の全面をエメリー紙#800 で湿式研磨した。試験条件は JISH 0541 に基づいた 5 %NaCl 水溶液、溶液温度 35 °C、浸せき時間 168 時間で評価した。また、pH10 を保つために 0.2 g/L の水酸化マグネシウムを溶液に加えた。試験終了後、試験片に付着した腐食生成物を機械的に除去し、超音波洗浄後、試験片の重量を測定し、試験前後の重量差を求め、式 (3) から押出材の腐食速度 A [mm/year] を算出した。

$$A = \frac{8.76 \times 10^4 \times \Delta W}{StD} \text{ [mm/year]} \dots (3)$$

ここで、 ΔW は試験片の重量減少量 [g]、 S は試験片の表面積 [cm²]、 t は浸せき時間 [h]、 D は試験片密度 [g/cm³] である。

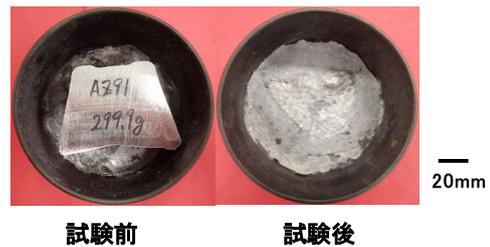
3. 実験結果および考察

3.1 真空蒸留特性

図 4 に真空蒸留試験前後の原料の外観を示す。試験後の原料は試験前の形状を残さず溶解しており、溶解しながら Mg および Zn は蒸発していたと思われる。

図 5 に真空蒸留試験後のコンデンサの外観を示す。凝縮部中央部の拡大も示す。凝縮物は $\Phi 45$ mm、深さ 40mm の 4 個の穴の中に凝縮しており、ほぼ均一な粒径 2mm 程の粒が凝縮していた。

図 6 に真空蒸留試験の蒸発率および回収率を示す。3 回の結果を示し、目標蒸発率(原料中の Mg および Zn が全量



試験前 試験後

図4 真空蒸留試験前後の原料の外観



凝縮物中央部の拡大

図5 真空蒸留試験後のコンデンサの外観

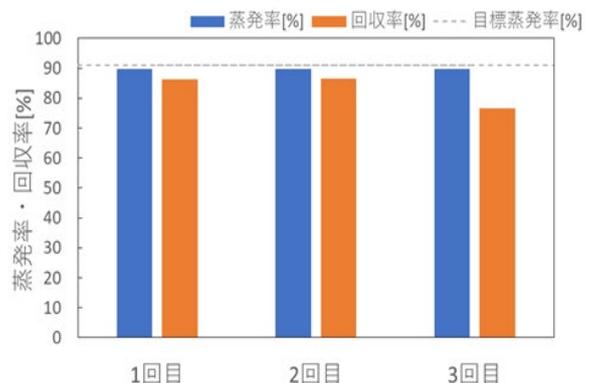


図6 真空蒸留試験の蒸発率および回収率

表1 原料および押出材の化学組成 (mass%)

	原料	R7材	R8材	R9材
Al	9.06	<0.0008	<0.0008	<0.0008
Zn	0.68	0.28	0.48	0.32
Mn	0.22	<0.0001	<0.0001	<0.0001
Si	0.031	<0.0001	<0.0001	<0.0001
Cu	0.0064	<0.0003	<0.0003	<0.0003
Fe	0.0019	<0.0003	<0.0003	<0.0003
Ni	<0.001	<0.0003	<0.0003	<0.0003
Mg	残	残	残	残

蒸発と仮定)91%を破線で示す。蒸発率は90%程とほぼ原料中のMgおよびZnは蒸発したと思われる。コンデンサでの回収率は75%~85%程になった。

3.2 化学組成

表1に原料および押出材の化学組成を示す。得られた押出材の化学組成はいずれもZn以外の元素は検出されず、検出限界以下となった。Zn量は0.3%程となった。

3.3 ビッカース硬さ

図7に押出材のビッカース硬さを示す。比較として、純マグネシウムでの結果を示す⁶⁾。押出材のビッカース硬さは、押出比の大小に関わらず、平均値が37HV程でとなり、純マグネシウム押出材に比べ、8HV程大きくなった。これはZnが0.3%程含有したことにより、固溶硬化したのではないかとと思われる。

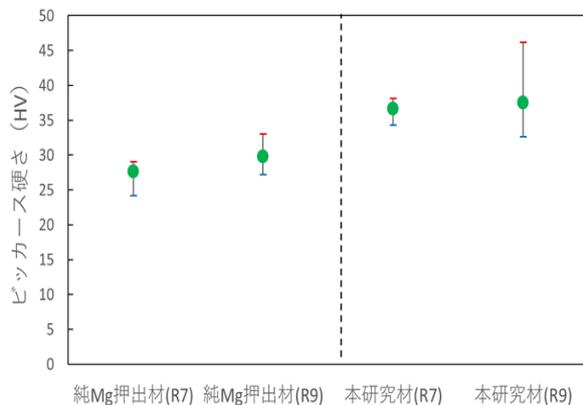


図7 押出材のビッカース硬さ

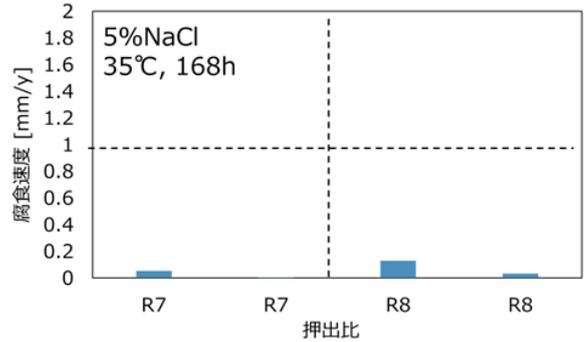


図8 押出材の腐食速度

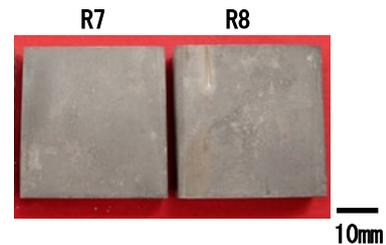


図9 耐食性試験後の押出材の外観

3.4 耐食性

図8に押出材の腐食速度を示す。押出比R7および押出比R8の結果を示す。目標とする腐食速度1.0mm/yを破線で示す。R7材およびR8材は目標値を大きく下回っており0.1mm/y程と良好な結果となった。

図9に耐食性試験後の押出材の外観を示す。押出材の外観も特に目立った腐食は観察できなかった。

3.5 Zn量増加の検討

AZ91 マグネシウム合金を原料に真空蒸留法によりマグネシウム凝縮物を作製し、得られたマグネシウム凝縮物を押出加工により押出材を作製したところ、硬さが向上し、耐食性も良好であったので、Zn量の増加の検討を行った。ZnはAZ91 マグネシウム合金地金にZn粒をるつぼ中に入れて、真空蒸留を行い、Zn量増加の検討を行った。図10に試験後のコンデンサの外観を示す。AZ91のみに比べ、凝縮物の粒がかなり不均一に大きくなった。

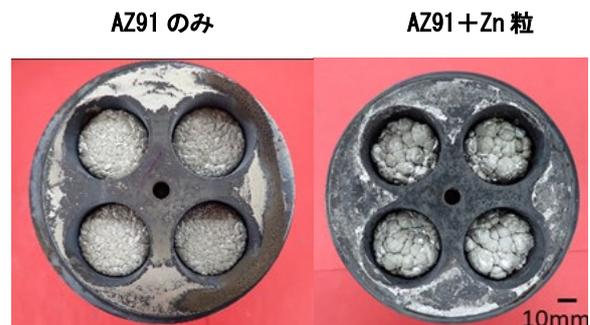


図10 試験後のコンデンサの外観

Al 箔ナシ

Al 箔アリ

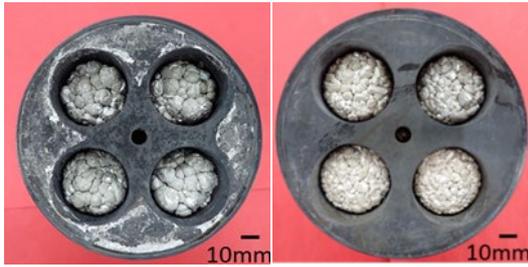


図 1 1 試験後のコンデンサの外観

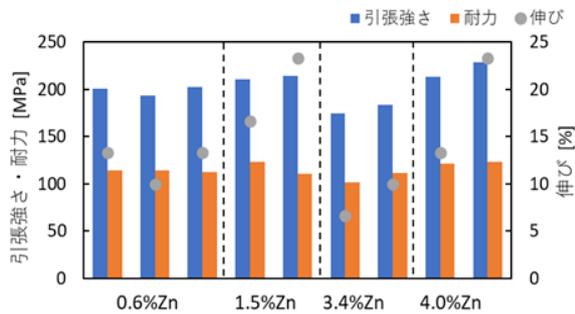


図 1 2 押出材の引張特性

得られた凝縮物の粒が不均一に大きくなったので、Zn 粒を Al 箔で包んで、真空蒸留を行ったところ、比較的均一な粒の凝縮物を作製できた。

図 1 2 に押出材の引張特性を示す。押出比 40 での結果を示す。3.4%Zn は Al 箔ナシの結果で、特性が悪化しているが、Zn 量は 4% まで含有し、Zn 量の増加とともに引張強さは大きくなり、1.5%Zn で 200MPa 以上となった。

4. 結論

本研究では、サーボプレスを用いた押出加工による高強

度・高耐食性 Mg-Zn 合金板材の作製について検討した。得られた結果をまとめると以下の通りである。

- (1) 原料 AZ91 マグネシウム合金で、真空蒸留を行い、得られたマグネシウム凝縮物をビレットとし、サーボプレスを用いた押出温度 375°C、押出比 R7~R9 の押出加工により高純度 Mg-Zn 合金板材を作製できる。
- (2) 押出材の硬さは Zn が含有し、純マグネシウム押出材より 8HV 程大きくなる。
- (3) 押出材の耐食性は、0.1mm/y 程と良好になる。
- (4) マグネシウムの真空蒸留において、Zn 粒を Al 箔で包むことにより、適切なマグネシウム凝縮物が作製でき、押出比 40、Zn 量 1.5% 以上で引張強さ 200MPa 以上となる。

謝 辞

本研究は、公益財団法人天田財団 一般研究開発助成により実施した研究に基づいていることを付記するとともに、同財団に深く謝意を表します。また、本研究の実験に従事した真田凌弥氏ならびに本研究の押出加工にご協力いただいた本校技術室 橋本安弘氏に感謝致します。

参考文献

- 1) 日本塑性加工学会：マグネシウム加工技術，(2004)，コロナ社。
- 2) 日本マグネシウム協会：現場で生かす金属材料シリーズ マグネシウム，(2009)，工業調査会。
- 3) 鎌土重晴，小原 久：マグネシウムの先端的基盤技術とその応用展開 普及版，(2018)，シーエムシー出版。
- 4) 井上 誠，島 政司，会田哲夫，松澤和夫：軽金属，**59**(2009)，637-641。
- 5) 井上 誠，松澤和夫，会田哲夫，高廣政彦：軽金属，**66**(2016)，119-123。
- 6) 井上 誠：天田財団 助成研究成果報告書，**33**(2020)，140-143。