

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2015-151565

(P2015-151565A)

(43) 公開日 平成27年8月24日(2015.8.24)

(51) Int.Cl.

C23C 8/16 (2006.01)

F I

C23C 8/16

テーマコード (参考)

審査請求 未請求 請求項の数 13 O L (全 20 頁)

(21) 出願番号 特願2014-25174 (P2014-25174)
 (22) 出願日 平成26年2月13日 (2014.2.13)

(71) 出願人 596092470
 権田金属工業株式会社
 神奈川県相模原市中央区宮下1-1-16
 (71) 出願人 391017849
 山梨県
 山梨県甲府市丸の内1丁目6番1号
 (74) 代理人 100128749
 弁理士 海田 浩明
 (72) 発明者 権田 善夫
 神奈川県相模原市中央区宮下1丁目1番1
 6号 権田金属工業株式会社内
 (72) 発明者 野坂 洋一
 神奈川県相模原市中央区宮下1丁目1番1
 6号 権田金属工業株式会社内

最終頁に続く

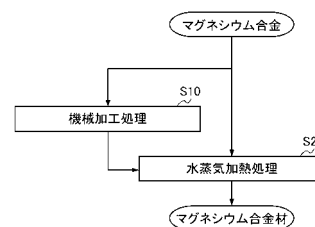
(54) 【発明の名称】 マグネシウム合金の表面処理方法、およびマグネシウム合金材

(57) 【要約】

【課題】マグネシウム合金の耐食性の向上を実現することができる表面処理方法および耐食性が向上したマグネシウム合金材を得る。

【解決手段】この表面処理方法は、マグネシウム合金に、水蒸気の雰囲気中でマグネシウム合金を加熱処理する水蒸気加熱処理を施す工程を含み、水蒸気加熱処理が、温度が105 以上160 以下、相対湿度が75%以上100%以下、圧力が0.1208MPa以上0.4883MPa以下の水蒸気の雰囲気中で行われる。また、このマグネシウム合金材は、水蒸気の雰囲気中でマグネシウム合金を加熱処理する水蒸気加熱処理を施すことで得られるものであって、水蒸気加熱処理が、温度が105 以上160 以下、相対湿度が75%以上100%以下、圧力が0.1208MPa以上0.4883MPa以下の水蒸気の雰囲気中で行われることで、耐食性が高められる。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

マグネシウム合金に、水蒸気の雰囲気中でマグネシウム合金を加熱処理する水蒸気加熱処理を施す工程を含み、

前記水蒸気加熱処理は、

温度が 105 以上 160 以下、相対湿度が 75 % 以上 100 % 以下、圧力が 0.1208 MPa 以上 0.4883 MPa 以下の水蒸気の雰囲気中で行われることを特徴とするマグネシウム合金の表面処理方法。

【請求項 2】

請求項 1 に記載のマグネシウム合金の表面処理方法において、

10

前記水蒸気加熱処理は、

温度が 140 以上 160 以下の水蒸気の雰囲気中で行われることを特徴とするマグネシウム合金の表面処理方法。

【請求項 3】

請求項 1 又は 2 に記載のマグネシウム合金の表面処理方法において、

前記水蒸気加熱処理は、

設定温度に達してからの保持時間が、1 時間以上 2 時間以下の時間で行われることを特徴とするマグネシウム合金の表面処理方法。

【請求項 4】

請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載のマグネシウム合金の表面処理方法において、

20

前記水蒸気加熱処理を施す工程の前に、前記マグネシウム合金に機械加工処理を施す工程を含むことを特徴とするマグネシウム合金の表面処理方法。

【請求項 5】

請求項 1 ~ 4 に記載のマグネシウム合金の表面処理方法において、

前記水蒸気加熱処理により前記マグネシウム合金に形成される表面処理層によってマグネシウム合金の耐食性を高めることを特徴とするマグネシウム合金の表面処理方法。

【請求項 6】

請求項 5 に記載のマグネシウム合金の表面処理方法において、

前記表面処理層によって前記マグネシウム合金への塗装や着色を容易にすることができることを特徴とするマグネシウム合金の表面処理方法。

30

【請求項 7】

請求項 5 又は 6 に記載のマグネシウム合金の表面処理方法において、

前記表面処理層は、2.2 μm 以上 19 μm 以下の膜厚であることを特徴とするマグネシウム合金の表面処理方法。

【請求項 8】

請求項 5 ~ 7 のいずれか 1 項に記載のマグネシウム合金の表面処理方法において、

前記表面処理層は、水酸化マグネシウム層を含むことを特徴とするマグネシウム合金の表面処理方法。

【請求項 9】

請求項 4 ~ 8 のいずれか 1 項に記載のマグネシウム合金の表面処理方法において、

40

前記機械加工処理は、前記マグネシウム合金の表面に均一な加工ひずみを与えることを特徴とするマグネシウム合金の表面処理方法。

【請求項 10】

請求項 4 ~ 9 のいずれか 1 項に記載のマグネシウム合金の表面処理方法において、

前記機械加工処理は、前記マグネシウム合金の表面に付着するマグネシウム合金以外の物質を除去するものであることを特徴とするマグネシウム合金の表面処理方法。

【請求項 11】

請求項 4 ~ 10 のいずれか 1 項に記載のマグネシウム合金の表面処理方法において、

前記機械加工処理は、

ヘアライン加工処理、鏡面加工処理、又はサンドブラスト加工処理であることを特徴と

50

するマグネシウム合金の表面処理方法。

【請求項 1 2】

請求項 4 ~ 1 1 のいずれか 1 項に記載のマグネシウム合金の表面処理方法において、前記マグネシウム合金は、0 質量% ~ 1 5 質量%のアルミニウムを含むことを特徴とするマグネシウム合金の表面処理方法。

【請求項 1 3】

水蒸気の雰囲気中でマグネシウム合金を加熱処理する水蒸気加熱処理を施すことで得られるマグネシウム合金材であって、

前記水蒸気加熱処理は、温度が 1 0 5 以上 1 6 0 以下、相対湿度が 7 5 % 以上 1 0 0 % 以下、圧力が 0 . 1 2 0 8 M P a 以上 0 . 4 8 8 3 M P a 以下の水蒸気の雰囲気中で行われ、

当該水蒸気加熱処理によって耐食性が高められたことを特徴とするマグネシウム合金材。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0 0 0 1】

本発明は、マグネシウム合金の表面処理方法、およびマグネシウム合金材に関する。

【背景技術】

【0 0 0 2】

マグネシウム合金は、軽量で強度が大きいいため、軽量化が望まれる自動車や携帯電子機器などの材料として利用拡大が期待されている。しかしながら、マグネシウムは、卑金属であるため、マグネシウムを主成分とするマグネシウム合金は、空気中に放置すると酸化されやすく、その表面が腐食し易いことが知られている。

【0 0 0 3】

そこで、マグネシウム合金を部材として用いる場合には、めっき、陽極酸化や塗装などの表面処理をマグネシウム合金に施すことが必要となる。例えば、下記特許文献 1 には、マグネシウム又はマグネシウム合金製品を、リン酸水素ニアンモニウムを含む処理液により表面処理する表面処理方法が開示されている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0 0 0 4】

【特許文献 1】特開平 1 1 - 2 9 8 7 4 号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0 0 0 5】

しかしながら、上掲した特許文献 1 に記載の表面処理方法では、種々の薬品や大がかりな設備が必要となり、コストや作業の上で負担が大きいという課題があった。

【0 0 0 6】

本発明は、上記の課題を鑑みて成されたものであり、その目的は、環境負荷が少なく、簡便かつ安価に、マグネシウム合金の耐食性の向上を実現することができる表面処理方法を見出すことにある。

【課題を解決するための手段】

【0 0 0 7】

本発明に係るマグネシウム合金の表面処理方法は、マグネシウム合金に、水蒸気の雰囲気中でマグネシウム合金を加熱処理する水蒸気加熱処理を施す工程を含み、前記水蒸気加熱処理は、温度が 1 0 5 以上 1 6 0 以下、相対湿度が 7 5 % 以上 1 0 0 % 以下、圧力が 0 . 1 2 0 8 M P a 以上 0 . 4 8 8 3 M P a 以下の水蒸気の雰囲気中で行われることを特徴とするものである。

【0 0 0 8】

本発明に係るマグネシウム合金の表面処理方法において、前記水蒸気加熱処理は、温度

10

20

30

40

50

が140 以上160 以下の水蒸気の雰囲気中で行われることとすることができる。

【0009】

また、本発明に係るマグネシウム合金の表面処理方法において、前記水蒸気加熱処理は、1時間以上2時間以下の時間で行われることとすることができる。

【0010】

さらに、本発明に係るマグネシウム合金の表面処理方法では、前記水蒸気加熱処理を施す工程の前に、前記マグネシウム合金に機械加工処理を施す工程を含むこととすることができる。

【0011】

またさらに、本発明に係るマグネシウム合金の表面処理方法では、前記水蒸気加熱処理により前記マグネシウム合金に形成される表面処理層によってマグネシウム合金の耐食性を高めることとすることができる。

10

【0012】

さらにまた、本発明に係るマグネシウム合金の表面処理方法では、前記表面処理層によって前記マグネシウム合金への塗装や着色を容易にすることができる。

【0013】

また、本発明に係るマグネシウム合金の表面処理方法において、前記表面処理層は、2.2 μm 以上19 μm 以下の膜厚であることとすることができる。

【0014】

さらに、本発明に係るマグネシウム合金の表面処理方法において、前記表面処理層は、水酸化マグネシウム層を含むこととすることができる。

20

【0015】

またさらに、本発明に係るマグネシウム合金の表面処理方法において、前記機械加工処理は、前記マグネシウム合金の表面に加工ひずみを与えることができることとすることができる。

【0016】

さらに、本発明に係るマグネシウム合金の表面処理方法において、前記機械加工処理は、前記マグネシウム合金の表面に付着するマグネシウム合金以外の物質を除去するものであることとすることができる。

【0017】

さらにまた、本発明に係るマグネシウム合金の表面処理方法において、前記機械加工処理は、ヘアライン加工処理、鏡面加工処理、又はサンドブラスト加工処理であることとすることができる。

30

【0018】

また、本発明に係るマグネシウム合金の表面処理方法において、前記マグネシウム合金は、0質量%~15質量%のアルミニウムを含むこととすることができる。

【0019】

本発明に係るマグネシウム合金材は、水蒸気の雰囲気中でマグネシウム合金を加熱処理する水蒸気加熱処理を施すことで得られるものであって、前記水蒸気加熱処理は、温度が105 以上160 以下、相対湿度が75%以上100%以下、圧力が0.1208 MPa以上0.4883 MPa以下の水蒸気の雰囲気中で行われ、当該水蒸気加熱処理によって耐食性が高められたことを特徴とするものである。

40

【発明の効果】

【0020】

本発明によれば、環境負荷が少なく、簡便かつ安価にマグネシウム合金の耐食性の向上を実現することができるマグネシウム合金の表面処理方法、およびマグネシウム合金材を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【0021】

【図1】本発明に係るマグネシウム合金の表面処理方法の例を示すフローチャートである

50

。

【図 2】第一の実施形態に係る表面処理を施したマグネシウム合金材の外観を示す写真図（その 1）である。

【図 3】第一の実施形態に係る表面処理を施したマグネシウム合金材の外観を示す写真図（その 2）である。

【図 4】第一の実施形態に係る表面処理を施したマグネシウム合金材の X 線回折結果を示す図である。

【図 5】第一の実施形態に係る表面処理を施したマグネシウム合金材の赤外吸収スペクトルを示す図である。

【図 6】第一の実施形態に係る表面処理を施したマグネシウム合金材のミクロ写真図である。

【図 7】第二の実施形態の比較例における耐食性試験後のマグネシウム合金の外観を示す写真図である。

【図 8】第二の実施形態に係る表面処理を施したマグネシウム合金材の耐食性試験前後の外観を示す写真図である。

【図 9】第三の実施形態に係る表面処理を施したマグネシウム合金の耐食性試験前後の外観を示す写真図である。

【発明を実施するための形態】

【0022】

以下、本発明を実施するための好適な実施形態について、図面を用いて説明する。なお、以下の実施形態は、各請求項に係る発明を限定するものではなく、また、実施形態の中で説明されている特徴の組み合わせの全てが発明の解決手段に必須であるとは限らない。

【0023】

発明者らは、上述した課題の解決のために鋭意研究を行った結果、環境負荷が少なく、簡便かつ安価にマグネシウム合金の耐食性の向上を実現することができる表面処理方法を見出すことに成功した。そこで、以下に記す実施形態では、発明者らが見出した製造方法および製造条件と、かかる製造方法および製造条件によって製造されたマグネシウム合金材の特徴を示す分析結果および試験結果について説明することとする。

【0024】

発明者らは、マグネシウム合金に対して、マグネシウム合金を一定の温度、湿度および圧力の水蒸気の雰囲気中で加熱処理する水蒸気加熱処理を施すことで、耐食性を向上させることを実験の目的とした。この実験において採用された実験試料は、マグネシウム合金（権田金属工業株式会社製、AZ61）である。

【0025】

図 1 に示すように、実験試料に対して、機械加工処理を施すこととすることができる（ステップ S10）。実験試料に機械加工を施すことによって、実験試料の表面に加工ひずみを与えることができるようになる。また、実験試料に機械加工を施すことによって、当該実験試料の表面に付着する、例えば、スケールや油脂等のマグネシウム合金以外の物質を除去することができるようになる。機械加工としては、例えば、ヘアライン加工処理、鏡面加工処理、サンドブラスト加工処理などを採用することができる。ここで、ヘアライン加工とは、単一方向に髪の毛ほどの細かい傷をつける加工のことをいう。鏡面加工とは、鏡のように平坦に仕上げる加工のことをいう。サンドブラスト加工とは、砂または細かい鉄粉などを圧縮空気とともに材表面に吹き付ける加工のことをいう。実験試料に対して機械加工処理を施すことにより、実験試料としてのマグネシウム合金の表面に加工ひずみを与えることができる。また、実験試料に対して機械加工処理を施すことにより、実験試料の表面に付着するスケールや油脂などといったマグネシウム合金以外の物質を除去することができる。

【0026】

そして、図 1 に示すように、機械加工処理が施された実験試料又は機械加工処理が施されていない実験試料に対して、温度が 105 以上 160 以下、相対湿度が 75 % 以上

10

20

30

40

50

100%以下、圧力が0.1208MPa以上0.4883MPa以下の水蒸気の雰囲気中で加熱処理する水蒸気加熱処理を施すことにより(ステップS20)、マグネシウム合金材を得ることとした。

【0027】

[第一の実施形態]

第一の実施形態に係るマグネシウム合金の表面処理方法では、圧延によって製造された上記の実験試料に、機械加工としてのヘアライン加工を施した後、この実験試料を50mm×30mm×1mmの寸法に切断し、アセトンで超音波洗浄を行い、試験片とした。

【0028】

上記の試験片に対して、高度加速寿命試験装置(エスペック株式会社製、HASTチャンバー)を使用し、温度が105～160、相対湿度が75%～100%、圧力が0.1208MPa～0.4883MPaの水蒸気の雰囲気中で、設定温度に達してからの保持時間が1～2時間の時間で加熱処理を行い、試験片の酸化処理を行い、マグネシウム合金材としての試験片を得た。表1は、各実施例の任意の加熱処理条件を示した表である。そして、図2および図3は、第一の実施形態に係る表面処理を施したマグネシウム合金材の外観を示す写真図であり、特に、図2は、実施例1～8に係る試験片の外観を示しており、図3は、実施例9～14に係る試験片の外観を示している。なお、図2および図3に示された図は、図面の見やすさのために二図に分けたものであり、第一の実施形態に係る表面処理を施したマグネシウム合金材の外観を示す一連の写真図である。

【0029】

【表1】

	水蒸気加熱処理条件			
	温度(°C)	相対湿度(%)	圧力(MPa)	時間(h)
実施例1	105	100	0.1208	1
実施例2	110	85	0.1218	1
実施例3	120	100	0.1985	1
実施例4	120	75	0.1489	1
実施例5	130	100	0.2701	1
実施例6	130	75	0.2026	1
実施例7	140	100	0.3614	2
実施例8	140	100	0.3614	1
実施例9	140	75	0.271	1
実施例10	150	100	0.476	1
実施例11	150	75	0.357	1
実施例12	160	79	0.4883	2
実施例13	160	79	0.4883	1
実施例14	160	75	0.4635	1

【0030】

表1に示した条件で水蒸気加熱処理を施した試験片および水蒸気加熱処理を行っていない比較例1に係る試験片に対して、耐食性試験を行った。

【0031】

耐食性試験は、それぞれの試験片を10mm×30mm×1mmの寸法に切断し、当該試験片の切り口をマスキングテープで保護し、マスキングテープで保護された試験片を5%塩化ナトリウム水溶液10mlの試験溶液に浸漬し、所定時間経過後、浸漬された試験片を試験溶液から取り出し、目視で観察することにより評価を行った。その結果を、表2に示す。表2において、「」は、耐食性試験の結果、耐食性を有し腐食がほとんど生じ

なかったことを示し、「×」は、耐食性試験の結果、耐食性を有さず腐食が生じたことを示している。

【0032】

【表2】

	浸漬時間(h)			
	0	1	2	120
実施例1	○	×	×	×
実施例2	○	×	×	×
実施例3	○	○	○	×
実施例4	○	×	×	×
実施例5	○	○	○	○
実施例6	○	○	○	×
実施例7	○	○	○	○
実施例8	○	○	○	○
実施例9	○	○	○	○
実施例10	○	○	○	○
実施例11	○	○	○	○
実施例12	○	○	○	○
実施例13	○	○	○	○
実施例14	○	○	○	○
比較例1	×	×	×	×

10

20

【0033】

水蒸気加熱処理を施していない比較例1に係る試験片は、試験溶液に浸漬後、すぐに腐食反応が見られた。一方、水蒸気加熱処理を施した実施例1～14の試験片は、試験溶液に浸漬後、すぐには腐食が生じなかったが、実施例1、2、および4に係る試験片は、試験溶液に浸漬後1時間で腐食が生じた。また、実施例3および6に係る試験片は、試験溶液に浸漬後120時間で腐食が生じた。そして、実施例6と同じ130の温度条件で、相対湿度を変化させて相対湿度100%で水蒸気加熱処理を行った実施例7は、試験溶液に浸漬して120時間後にも腐食は生じなかった。また、140、150、および160の温度条件で水蒸気加熱処理が施された試験片については、相対湿度や水蒸気加熱処理の処理時間にかかわらず、試験溶液に浸漬して120時間後も腐食は生じなかった。これらの結果から、試験片に水蒸気加熱処理を施すことにより、試験片の耐食性が向上することが確認できた。

30

【0034】

以上より、マグネシウム合金に水蒸気加熱処理を施すことによって、マグネシウム合金材の耐食性を向上させることができることが分かった。そして、水蒸気加熱処理の温度条件は、特に限定されないが、105～160の範囲では、高温側である140～160の方が、耐食性はより良好となることが示唆された。また、水蒸気加熱処理の温度条件が一定の場合には、相対湿度の高い方が、耐食性はより良好となることが示唆された。

40

【0035】

また、表1における実施例1、3、5、8、10、および13に係る試験片について、X線回折装置(株式会社リガク製、Ultima IV)を用いて、当該試験片の表面構造のX線回折の測定を行った。その結果を、図4に示す。ここで、図4は、第一の実施形態に係る表面処理を施したマグネシウム合金材のX線回折結果を示す図である。

【0036】

105、120および130の温度条件で水蒸気加熱処理を行った実施例1、3

50

、および5に係る試験片は、水蒸気加熱処理を行っていない未処理の比較例1に係る試験片に比べて、試験片の色合いの変化が観察されたものの、X線回折パターンに、明確な差異は見られなかった。一方、140、150および160の温度条件で水蒸気加熱処理を行った実施例8、10、および13に係る試験片は、水蒸気加熱処理を行っていない未処理の比較例1に係る試験片に比べて、試験片の色合いの変化とともに、図4において示すように、 $2\theta = 33.1^\circ$ 、 38.3° 、 51.2° 、 59.2° 、 62.6° 、および 72.7° の位置に回折ピークが観察された。そして、これらの回折パターンから、マグネシウムに加えて水酸化マグネシウムが同定された。これらの結果から、試験片に水蒸気加熱処理を施すことにより、試験片の表面に水酸化マグネシウムが生成されたことを確認できた。また、水蒸気加熱処理の処理温度が高くなるほど、水酸化マグネシウムのピークが顕著に現れた。したがって、第一の実施形態に係る表面処理方法によってマグネシウム合金に形成される表面処理層は、水酸化マグネシウム層を含むことが分かった。また、当該水酸化マグネシウムの生成膜厚は、第一の実施形態に係る水蒸気加熱処理の処理温度が高くなるほど、大きくなっていると考えられる。

10

20

30

40

50

【0037】

なお、上記の試験片について、マグネシウムとアルミニウムの複合水酸化物の回折ピークである $2\theta = 11.3^\circ$ および 22.8° の位置には、回折ピークは観察されなかった。したがって、第一の実施形態に係る表面処理方法において、マグネシウム合金に形成される表面処理層には、マグネシウムとアルミニウムの複合水酸化物の生成は、確認されなかった。

【0038】

表1における実施例1および実施例13に係る試験片について、赤外分光光度計（日本分光株式会社製、FTIR660）を用いて、当該試験片の表面構造の赤外吸収スペクトルの測定を行った。その結果を、図5に示す。ここで、図5は、第一の実施形態に係る表面処理を施したマグネシウム合金材の赤外吸収スペクトルを示す図である。

【0039】

赤外吸収スペクトルの測定の結果、実施例1および実施例13の両方の赤外吸収スペクトルのパターンは、水酸化マグネシウムの赤外吸収スペクトルのパターンと一致しており、 3700 cm^{-1} 付近に水酸基（-OH）の伸縮振動を示す赤外吸収スペクトルのピークが検出された。また、実施例3、5、8、および10に係る試験片についても、同様に、赤外吸収スペクトルの測定を行ったところ、上記と同様の赤外吸収スペクトルの測定結果が得られた。これらの結果から、試験片に水蒸気加熱処理を施すことにより、試験片の表面に水酸化マグネシウムが生成されたことを確認できた。

【0040】

上述したように、105、120、および130の温度条件で水蒸気加熱処理を行った実施例1、3、および5に係る試験片について、X線回折の測定結果からは、水酸化マグネシウムの回折ピークを検出することができず、試験片の表面に水酸化マグネシウムの生成を確認することができなかった。一方、これらの試験片の赤外吸収スペクトルの測定結果から、上述したように、当該試験片の表面に水酸化マグネシウムが生成されたことを確認できた。

【0041】

また、表1における実施例1、3、5、8、10、および13に係る試験片について、断面の組織構造の確認を行った。なお、この実験は、上記の試験片を樹脂に埋め込み、樹脂に埋め込まれた試験片を研磨によって鏡面仕上げすることで観察表面を形成し、その観察表面を顕微鏡でミクロ観察することで行われた。その結果を、図6に示す。ここで、図6は、第一の実施形態に係る表面処理を施したマグネシウム合金材のミクロ写真図である。

【0042】

160の温度条件で水蒸気加熱処理が行われた実施例13に係る試験片では、 $1.9\ \mu\text{m}$ の表面処理層が確認され、150の温度条件で水蒸気加熱処理が行われた実施例10

に係る試験片では、 $8.3\ \mu\text{m}$ の表面処理層が確認され、さらに、 140 の温度条件で水蒸気加熱処理が行われた実施例8の試験片では、 $2.2\ \mu\text{m}$ の表面処理層が確認された。一方、 105 、 120 、および 130 の温度条件で水蒸気加熱処理が行われた実施例1、2、および5に係る試験片については、表面処理層が非常に薄く、測定をすることができなかった。これらの結果から、水蒸気加熱処理の温度条件の上昇に伴い、試験片の表面に生成される水酸化マグネシウムの表面処理層の増大が示唆され、上述したX線回折の測定結果とも対応していた。

【0043】

したがって、機械加工処理としてのヘアライン加工を施されたマグネシウム合金に、水蒸気加熱処理を施すことにより、マグネシウム合金に表面処理層を形成することができ、このマグネシウム合金に形成された表面処理層によってマグネシウム合金の耐食性を向上させることができることが分かった。したがって、第一の実施形態に係る表面処理方法によれば、従来のように、リン酸水素ニアンモニウムを含む処理液などの種々の薬品を用いる必要がないので環境負荷が少なく、マグネシウム合金を水蒸気の雰囲気中で加熱処理することにより表面処理が施されたマグネシウム合金材を得るので、簡便かつ安価にマグネシウム合金材の耐食性を向上させることができるようになる。なお、このマグネシウム合金に形成された表面処理層によって、マグネシウム合金への塗装や着色を容易にすることができるようになる。

【0044】

[第二の実施形態]

次に、圧延によって製造された以下の表3に示す3種のマグネシウム合金（権田金属工業株式会社製、AZ61）を実験試料として用いて、耐食性試験を行った。

【0045】

【表3】

	焼鈍	機械加工処理	水蒸気加熱処理
実施例15	なし	なし	あり
実施例16	あり	なし	あり
実施例17	あり	ヘアライン加工	あり
比較例2	なし	なし	なし
比較例3	あり	なし	なし
比較例4	あり	ヘアライン加工	なし

【0046】

表3における実験試料を $50\ \text{mm} \times 10\ \text{mm} \times 1\ \text{mm}$ の寸法に切断し、アセトンで超音波洗浄を行い、試験片とした。実施例15～17に係る試験片に対して、オートクレープ（日東高圧株式会社製）を用いて、温度が 140 、相対湿度が 100% 、圧力が $0.3614\ \text{MPa}$ の水蒸気の雰囲気中で、設定温度に達してからの保持時間が1時間の時間で加熱処理をする水蒸気加熱処理を行った。そして、水蒸気加熱処理が施された実施例15～17に係る試験片、および水蒸気加熱処理が施されていない比較例2～4に係る試験片について、耐食性試験を行った。耐食性試験は、上述した場合と同様に、各試験片の切り口をマスキングテープで保護し、マスキングテープで保護された各試験片の約半分を 5% 塩化ナトリウム水溶液 $10\ \text{ml}$ の試験溶液に浸漬し、24時間経過後、浸漬された試験片を試験溶液から取り出して、目視で観察を行った。図7は、第二の実施形態の比較例における耐食性試験後のマグネシウム合金の外観を示す写真図であり、水蒸気加熱処理を施していない比較例2～4の耐食性試験後の外観を示す写真図である。図8は、第二の実施形態に係る表面処理を施したマグネシウム合金材の耐食性試験前後の外観を示す写真図であり、水蒸気加熱処理を施した実施例15～17に係る試験片の耐食性試験前後の外観を示

す写真図である。

【0047】

図7に示すように、機械加工処理および水蒸気加熱処理が施されていない比較例2および比較例3に係る試験片は、試験溶液に浸漬後、すぐに腐食反応が見られ、その後も継続的に腐食が進行した。機械加工処理が施され水蒸気加熱処理が施されていない比較例4に係る試験片は、試験溶液に浸漬したとき、腐食反応は極わずかで、試験溶液に浸漬して24時間経過後の観察において、図7に示すような腐食が確認された。これらの結果から、マグネシウム合金に水蒸気加熱処理が施されない場合、機械加工処理が施されていないマグネシウム合金よりも機械加工処理が施されたマグネシウム合金の方が、耐食性が向上することが分かった。

10

【0048】

一方、図8に示すように、水蒸気加熱処理が施された実施例15～17に係る試験片は、機械加工処理の有無にかかわらず、試験溶液に浸漬して数時間後には腐食反応は見られなかった。そして、実施例15～17に係る試験片は、試験溶液に浸漬して24時間経過後に、図8に示すような点状の腐食が確認された。図8からわかるように、腐食の程度は、実施例15と実施例16とが同程度で、実施例17は、2、3点の点状の腐食はあるものの最も耐食性が良好だった。これらの結果から、マグネシウム合金に水蒸気加熱処理が施される場合、機械加工処理が施されていないマグネシウム合金よりも機械加工処理が施されたマグネシウム合金の方が、耐食性が向上することが分かった。

【0049】

20

比較例2～4および実施例15～17の耐食性試験の結果から、マグネシウム合金に水蒸気加熱処理を施すことにより、マグネシウム合金材の耐食性を向上させることが分かった。また、機械加工処理が施されていないマグネシウム合金よりも機械加工処理が施されたマグネシウム合金の方が、耐食性が向上することが分かった。さらに、マグネシウム合金に機械加工処理が施されるとともに水蒸気加熱処理が施されたマグネシウム合金材が最も耐食性が良好であることが分かった。

【0050】

また、水蒸気加熱処理が施された実施例15～17に係る試験片について、断面の組織構造の確認を行った。なお、この実験は、上述した場合と同様に、試験片を樹脂に埋め込み、樹脂に埋め込まれた試験片を研磨によって鏡面仕上げすることで観察表面を形成し、その観察表面を顕微鏡を用いてミクロ観察することで行われた。

30

【0051】

実施例15および実施例16に係る試験片は5 μ m程度、実施例17に係る試験片は2 μ m程度の表面処理層が確認された。しかしながら、実施例15および実施例16に係る試験片に形成された表面処理層は、膜厚が不均一である様子が見られた。また、ヘアライン加工処理の有無以外の条件が同じである実施例16および実施例17のミクロ観察の結果から、試験片に機械加工処理を施すことにより、水蒸気加熱処理を施すことにより試験片に形成される表面処理層がより均一となることが分かった。なお、実施例15および実施例16のミクロ観察の結果から、焼鈍の有無により試験片に形成される表面処理層の変化はあまり見られないことが分かった。したがって、本発明に係る表面処理方法において、機械加工処理としてのヘアライン加工が施されたマグネシウム合金の方が、機械加工処理が施されていないマグネシウム合金よりも、マグネシウム合金に形成される表面処理層が均一となることが分かった。なお、マグネシウム合金に対して機械加工処理を施すことにより、マグネシウム合金の表面に均一な加工ひずみを与えることができるため、機械加工処理が施されたマグネシウム合金に水蒸気加熱処理を施すと、マグネシウム合金に形成される表面処理層が均一になると考えられる。

40

【0052】

耐食性試験およびミクロ試験の結果より、マグネシウム合金に形成される表面処理層が均一である方が、マグネシウム合金材の耐食性が向上することが分かった。そして、マグネシウム合金に形成される表面処理層を均一にするためには、マグネシウム合金に機械加

50

工処理を施すことが有意であることが分かった。

【0053】

[第三の実施形態]

次に、圧延によって製造されたマグネシウム合金（権田金属工業株式会社製、AZ61）を実験試料として用いて、上述した場合と同様に、それぞれの実験試料を50mm×10mm×1mmの寸法に切断し、アセトンで超音波洗浄を行い、試験片とした。実施例18～20に係る試験片に対して表4に示す機械加工処理を施した後、オートクレーブ（日東高圧株式会社製）を用いて、温度が140℃、相対湿度が100%、圧力が0.3614MPaの水蒸気の雰囲気中で、設定温度に達してからの保持時間が1時間の時間で加熱処理する水蒸気加熱処理を施した。そして、当該試験片について、機械加工処理および水蒸気加熱処理を施していない比較例5とともに、耐食性試験を行った。

10

【0054】

【表4】

	焼鈍	機械加工処理	水蒸気加熱処理
実施例18	あり	ヘアライン加工	あり
実施例19	なし	鏡面加工	あり
実施例20	なし	サンドブラスト加工	あり
比較例5	なし	なし	なし

20

【0055】

耐食性試験は、それぞれの試験片を18mm×10mm×1mmの寸法に切断し、当該試験片の切り口をマスキングテープで保護し、マスキングテープで保護された試験片を5%塩化ナトリウム水溶液10mlの試験溶液に浸漬し、48時間経過後、浸漬された試験片を試験溶液から取り出して、目視で観察を行った。その結果を、図9に示す。ここで、図9は、第三の実施形態に係る表面処理を施したマグネシウム合金の耐食性試験前後の外観を示す写真図である。

30

【0056】

耐食性試験の結果、図9からわかるように、機械加工処理および水蒸気加熱処理を施していない比較例5よりも、機械加工処理および水蒸気加熱処理を施した実施例18～20の方が、耐食性が良好になることが確認できた。上述したように、マグネシウム合金に対して機械加工処理を施すことにより、マグネシウム合金の表面に均一な加工ひずみを与えることができるため、機械加工処理が施されたマグネシウム合金に水蒸気加熱処理を施すと、マグネシウム合金に形成される表面処理層は均一となると考えられる。そして、マグネシウム合金に形成される表面処理層が均一であるため、機械加工処理が施された後に水蒸気加熱処理が施されたマグネシウム合金は、耐食性が向上すると考えられる。

40

【0057】

以上、本発明の好適な実施形態について説明したが、本発明の技術的範囲は上記各実施形態に記載の範囲には限定されない。

【0058】

例えば、上記の各実施形態に係る表面処理方法では、マグネシウム合金として板状のマグネシウム合金を用いたが、これに限定されることはなく、種々の形状を有するマグネシウム合金に対して本発明に係る表面処理方法を用いることができる。

【0059】

また例えば、上記の各実施形態に係る表面処理方法では、機械加工処理として、ヘアライン加工、鏡面加工、およびサンドブラスト加工を用いたが、これらに限定されず、マグネシウム合金の表面に均一な加工ひずみを与えることができるものであれば良く、また、

50

特に限定されないが、マグネシウム合金の表面に付着するマグネシウム合金以外の物質を除去するものであることが好ましい。

【0060】

さらに、本発明に係る表面処理方法における水蒸気を構成する水は、特に限定されず、純水、イオン交換水、蒸留水などの不純物の少ない水の他に、水道水、工業用水などの水も用いることができる。

【0061】

また、本発明に係る表面処理方法に含まれる水蒸気加熱処理の処理時間は、特に限定されるものではなく、所望のマグネシウム合金材の耐食性等に応じて、適宜選択することができる。

10

【0062】

さらに、本発明に係る表面処理方法で形成されるマグネシウム合金の表面処理層の膜厚は、 $2.2\ \mu\text{m}$ 以上 $19\ \mu\text{m}$ 以下に限定されず、所望の耐食性を有するマグネシウム合金材が得られれば良く、例えば、 $1\ \mu\text{m}$ 以上 $30\ \mu\text{m}$ 以下であっても良い。

【0063】

また、本発明に係る表面処理方法に用いられるマグネシウム合金は、0質量%～15質量%のアルミニウムを含有することが好ましいが、これに限定されることはなく、所望のマグネシウム合金材の耐食性等に応じて、適宜変更することができる。アルミニウムを過剰添加したマグネシウム合金よりも、上記の範囲でアルミニウムを含有するマグネシウム合金の方が、耐食性が良いためである。

20

【0064】

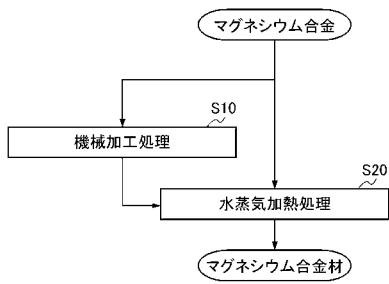
なお、上記各実施形態には、多様な変更又は改良を加えることが可能である。その様な変更又は改良を加えた形態も本発明の技術的範囲に含まれ得ることが、特許請求の範囲の記載から明らかである。

【符号の説明】

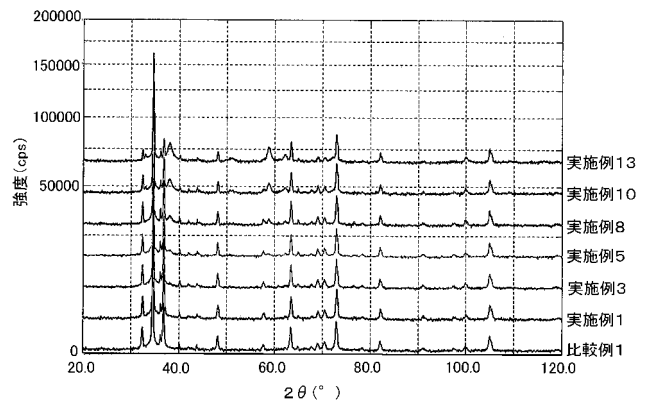
【0065】

S10 機械加工処理、S20 水蒸気加熱処理。

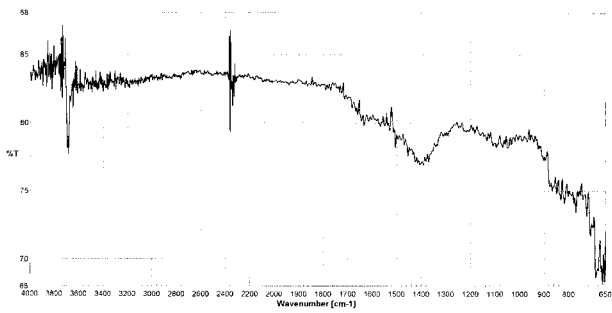
【 図 1 】



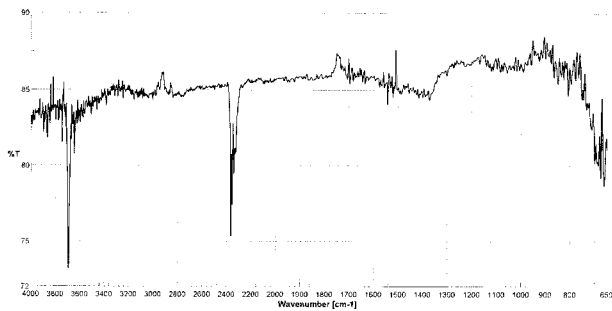
【 図 4 】



【 図 5 】

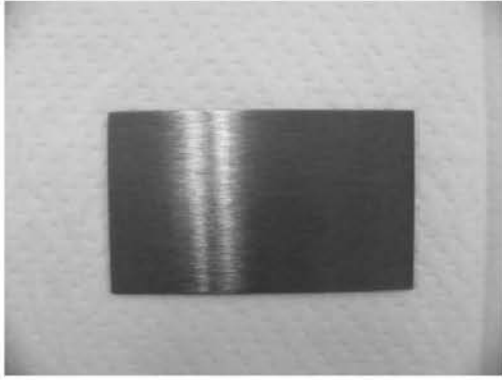


実施例1

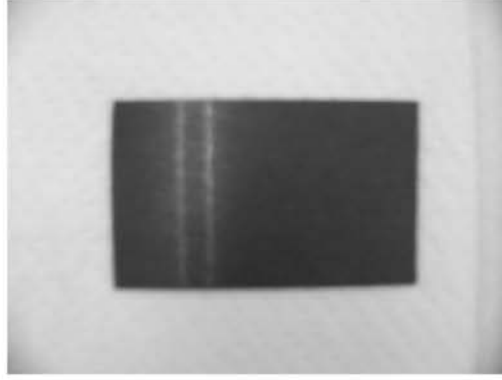


実施例13

【 図 2 】



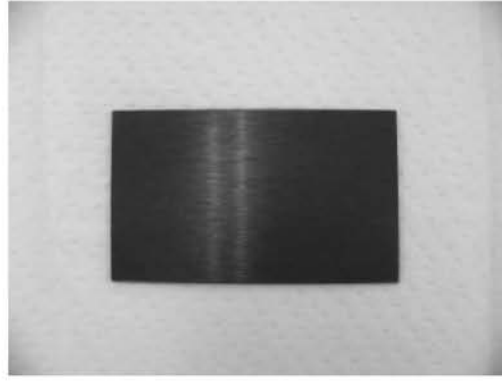
実施例1



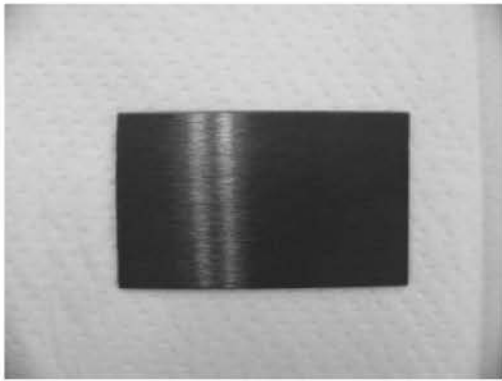
実施例5



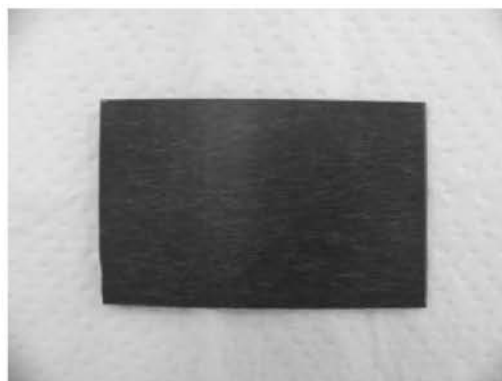
実施例2



実施例6



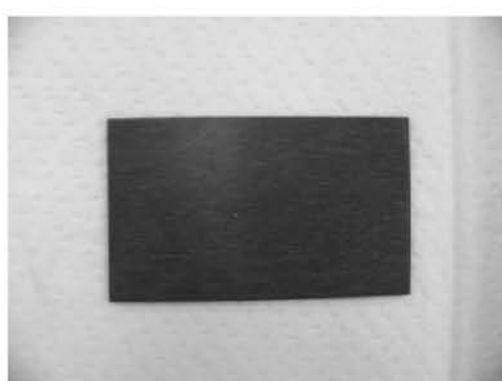
実施例3



実施例7

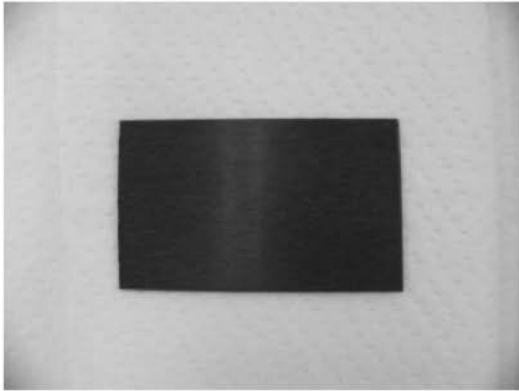


実施例4

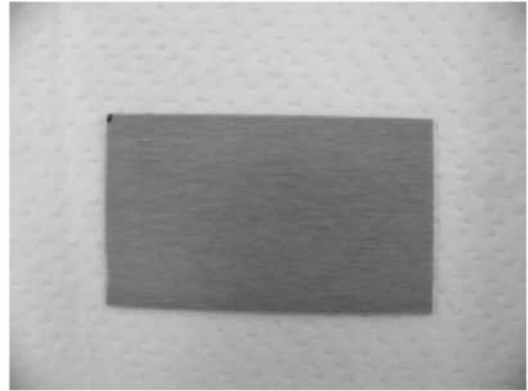


実施例8

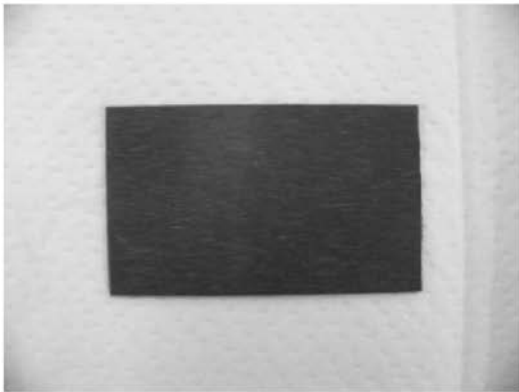
【 図 3 】



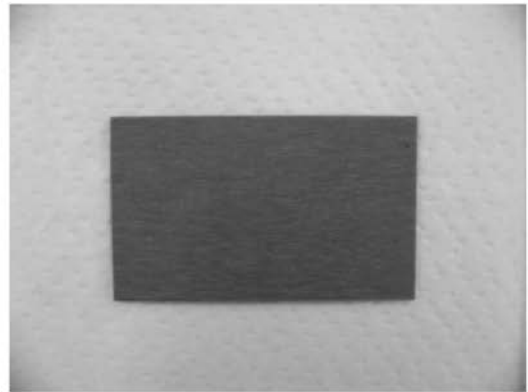
実施例9



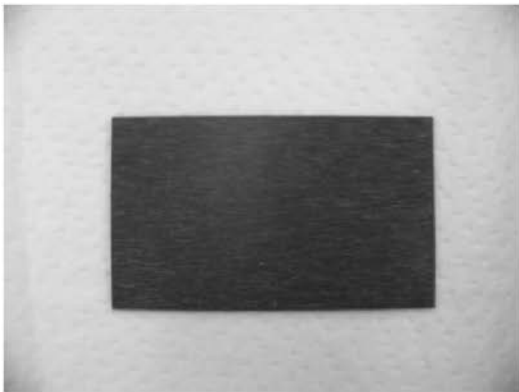
実施例12



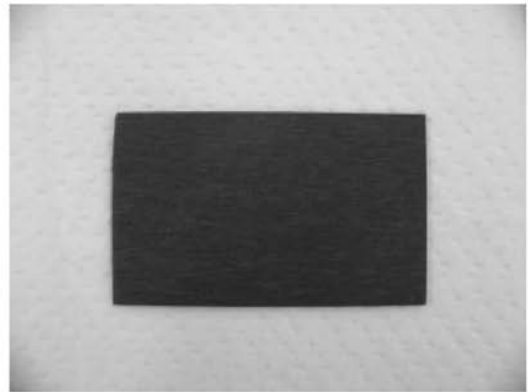
実施例10



実施例13

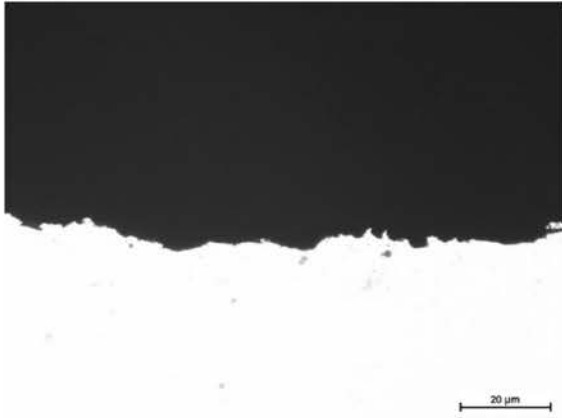


実施例11

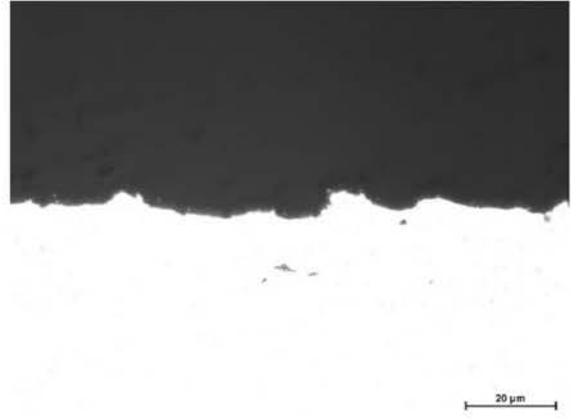


実施例14

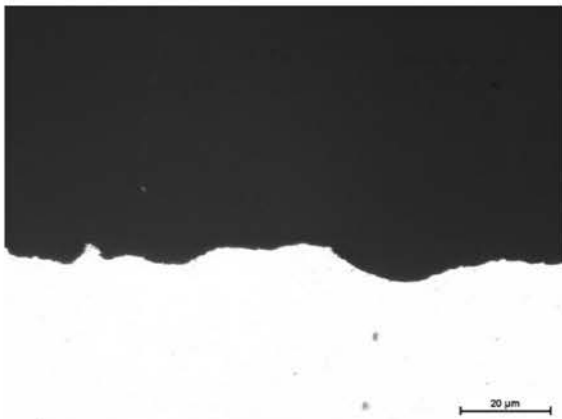
【 図 6 】



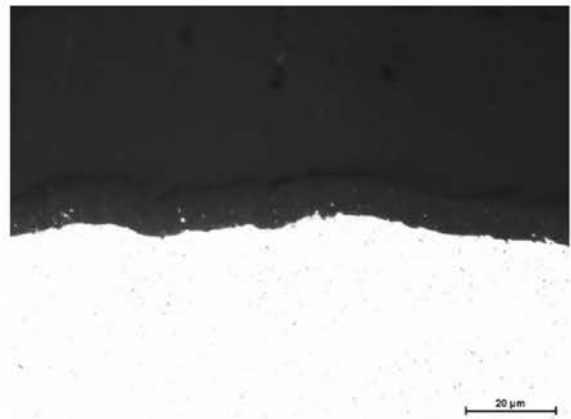
実施例1



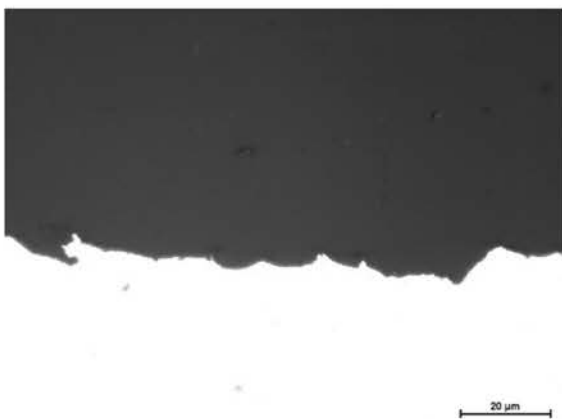
実施例8



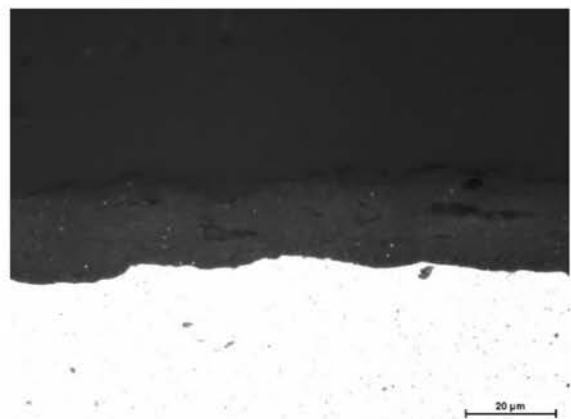
実施例3



実施例10

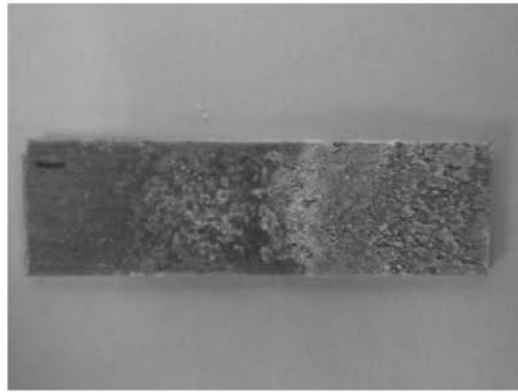


実施例5



実施例13

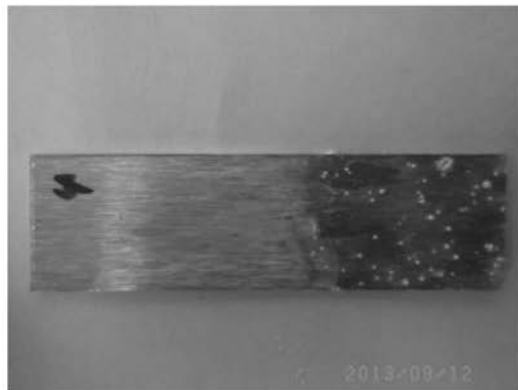
【 図 7 】



比較例2



比較例3



比較例4

【 図 8 】

耐食性試験前



耐食性試験後



実施例15

耐食性試験前

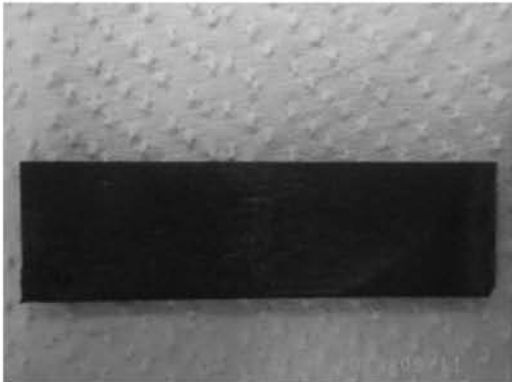


耐食性試験後

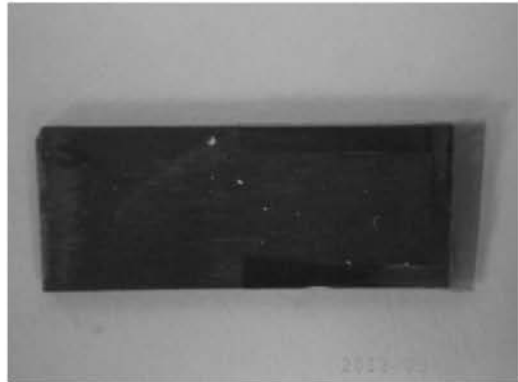


実施例16

耐食性試験前



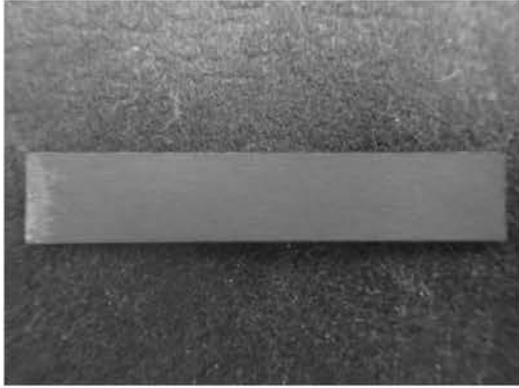
耐食性試験後



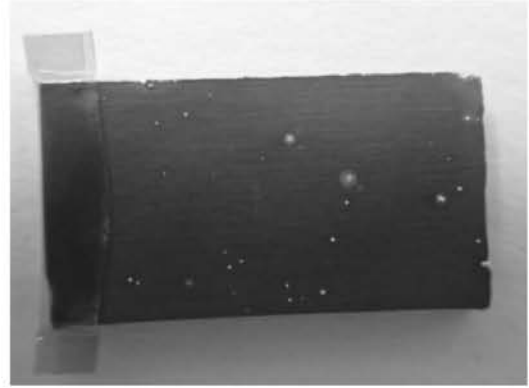
実施例17

【 図 9 】

耐食性試験前



耐食性試験後

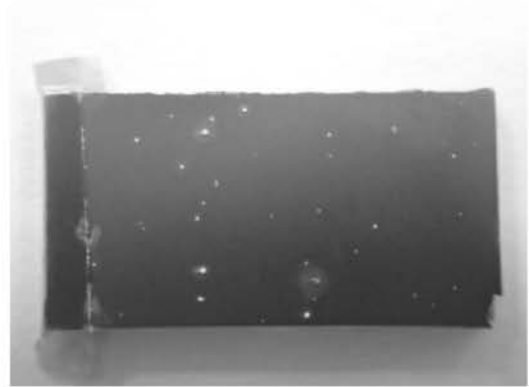


実施例18

耐食性試験前

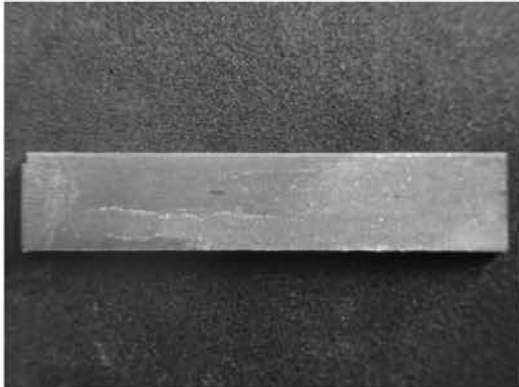


耐食性試験後

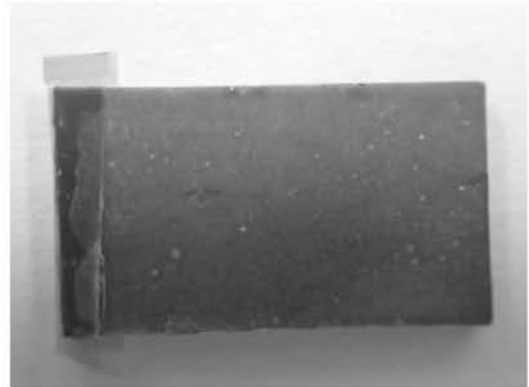


実施例19

耐食性試験前



耐食性試験後



実施例20

フロントページの続き

- (72)発明者 権田 源太郎
神奈川県相模原市中央区宮下1丁目1番16号 権田金属工業株式会社内
- (72)発明者 八代 浩二
山梨県甲府市大津町2094番地 山梨県工業技術センター内
- (72)発明者 佐野 正明
山梨県甲府市大津町2094番地 山梨県工業技術センター内
- (72)発明者 三井 由香里
山梨県甲府市大津町2094番地 山梨県工業技術センター内
- (72)発明者 坂本 智明
山梨県甲府市大津町2094番地 山梨県工業技術センター内