

# 岐阜県工業技術研究所研究報告

第5号 平成28年度

岐阜県工業技術研究所

# 目次

## 機 械 ・ 金 属 関 連

レーザーによる顔料を使用しない金属製品への着色技術および、ぎふブランド製品の開発（第2報） .. 1	
西村 太志、丹羽 孝晴、小河 廣茂、堀部 嘉学*1、大竹 喜幸*1	*1 株式会社 シズテック
刃物ブランドの維持・向上に資する計測・評価装置の開発研究（第3報） ..... 5	
田中 泰斗、西嶋 隆	
プレス金型の変形量測定技術の開発研究（第2報） ..... 9	
横山 貴広	
水栓設備によるエネルギーハーベスティング技術に関する研究（第3報） ..... 14	
西嶋 隆、田中 泰斗	
アルミダイカスト部品の高品質・低コスト化を実現する製造技術の開発（第1報） ..... 16	
水谷 予志生、新川 真人*2、細野 幸太、小寺 将也	*2 岐阜大学工学部
工具鋼への複合表面処理効果についての研究（第1報） ..... 20	
細野 幸太、大川 香織、小寺 将也	
鋳物に生じる内部欠陥の低減化に関する研究（第1報） ..... 23	
大平 武俊、三原 利之、小寺 将也	
摩擦攪拌接合の異種材接合への応用（第3報） ..... 25	
水谷 予志生、小寺 将也	
水栓部品における脱亜鉛腐食の発生しやすい使用環境の解明 ..... 29	
三原 利之、大平 武俊	
鉄鋼製品に錆を生じさせない防食技術の開発（第1報） ..... 33	
大川 香織、細野 幸太	
アルミニウム合金のプレス成形性向上に関する研究（第2報） ..... 37	
加賀 忠士、柘植 英明、萱岡 誠	

## 複 合 材 料 関 連

CFRTP を活用した超軽量下肢装具の開発（第5報） ..... 40	
千原 健司、仙石 倫章、道家 康雄、萱岡 誠	
次世代自動車・航空機部品の製造に必要な異種材料接合技術の開発（第1報） ..... 44	
道家 康雄、仙石 倫章、萱岡 誠	
次世代自動車・航空機部品の製造に必要な異種材料接合技術の開発（第2報） ..... 48	
加賀 忠士、柘植 英明、萱岡 誠	

機 械 ・ 金 属 関 連

# レーザーによる顔料を使用しない金属製品への着色技術および、 ぎふブランド製品の開発（第2報）

西村 太志、丹羽 孝晴、小河 廣茂、堀部 嘉学\*、大竹 喜幸\*

## Development of color marking techniques on the metal surface by laser marking, and unique products in Gifu (II)

Futoshi Nishimura, Takaharu Niwa, Hiroshige Ogawa, Yoshitaka Horibe\* and Yoshiyuki Otake\*

ステンレスやチタンの表面に酸化膜を形成し、光の干渉で発色する技術はこれまでも発表されているが、あまり普及していない。酸化膜の厚さはとても薄く、ロットごとの材料成分のわずかな違いや加工物形状による発熱特性の違いにより形成される膜厚が変わり、発色の様子が大きく変わるためと思われる。本研究では、これまで以上に鮮やかな発色を目標に、発色と酸化膜厚、表面粗さと発色の関係を明らかにする。また市販のステンレス製品へのカラーマーキングに本開発手法を応用する。

### 1. はじめに

レーザーによる刻印は金属表面をごく薄く削り取るため、印刷に比べて摩耗等に対する耐久性に優れる。このため工具等の型番表示によく使用されている。最近ではレーザーパワー等を適切に調整することで、ステンレスやチタンに色鮮やかに印字している<sup>1)</sup>。この原理について阪部<sup>2)</sup>は次のことを示している。ナノ秒レーザーでは金属表面に形成された酸化膜と金属表面での光が干渉して発色することを示した。また、フェムト秒レーザーでは、金属表面にナノメートルオーダーの微粒子や微細構造が形成され、発色することを示した。また、カラーマーキングを高品質化する研究として、品田は YVO<sub>4</sub> レーザー（ナノ秒レーザー）を用い、複数回重ね描き<sup>3)</sup>、パスのピッチを狭く<sup>4)</sup>して酸化膜の厚さを制御し、鮮やかな多色印字を行った。また、筆者の第1報<sup>5)</sup>では広い面積への均一なカラーマーキング方法を報告した。

本研究ではファイバーレーザー（ナノ秒レーザー）により多色印字を行う。レーザーの発振条件と発色の関係を明らかにする。また、ステンレス製品表面へは、ヘアライン加工されることが多いが、カラーマーキングにおよぼす表面状態の影響を調べる。カラーマーキングは単色加工に比べて加工時間が長くなるため、加工時間の短縮を検討する。

### 2. 実験装置

図1に実験装置を示す。レーザーマーカはオムロン製 MX-Z2000G であり、加工部は安全ボックスで覆われている。安全ボックス内にはラボジャッキが置かれ、レ



図1 レーザーマーカ本体

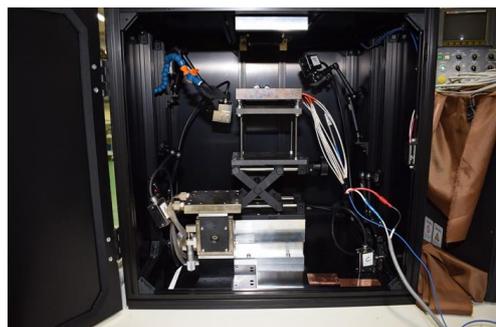


図2 安全ボックス内部

ズと加工物の距離を微調整できる。図2のようにジャッキ上にはチラーに接続された熱交換器またはヒータを設置し、加工物を任意温度に保つことができる。また、図3に示すようにアシストガスを噴射できるようにノズルも備えている。噴射するガス量は流量計にて任意に調整できる。さらに、卓上酸素モニター（ジコー製 OXY-1-M）で加工物周囲の酸素濃度を測定できる。

本レーザーマーカの発振器の特徴を図4に示す。図4のように本発振器はパルス発振をしている。一つのパ

\* 株式会社 シズテック



図3 ノズル部

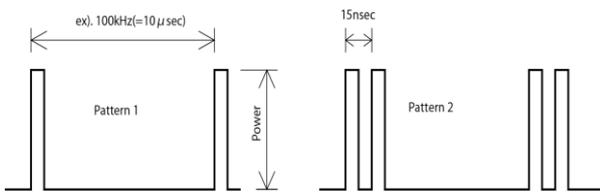


図4 レーザー発振の模式図

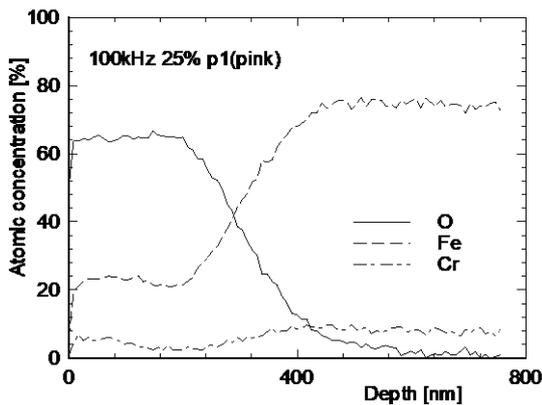


図5 オージェ分光分析結果

ルスの発振時間は7.5nsecであり、パルスの大きさ (Power) と次のパルスまでの時間 (周期) を制御できる。一つのパルスの発振時間は固定であるが、7.5nsec 後にもう一つパルスを発振することができ、擬似的にパルス幅を変えることができる<sup>9)</sup>。20個までのパルスを連続発振でき、この個数をパターンと呼ぶ。

### 3. 結果および考察

#### 3.1 酸化膜の厚さ

図5にパワー25%、周期100kHz、パターン1で発振させ、ピンク色に印字した酸化膜をオージェ電子分光分析機で測定した結果を示す。横軸は表面からの深さ、縦軸は元素分布を表す。ここでは、酸素、鉄、クロムの割合を示している。酸素は表面から200nmまで約65%存在し、400nmではほぼゼロとなる。鉄は表面から200nm

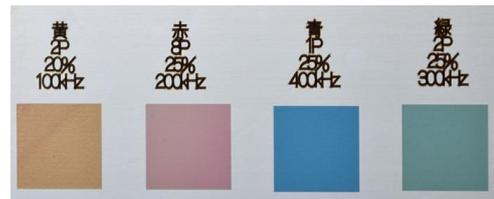


図6 酸化膜の例

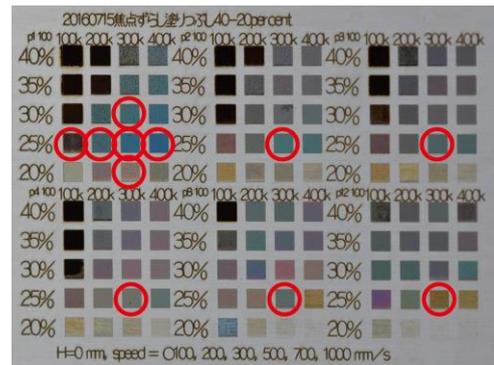


図7 カラーサンプル



図8 レーザー照射による線

まで約20%存在し、400nmで約80%となる。本研究では簡単にするため、酸素と鉄の分布曲線が交わる点を酸化膜の厚さと定義する。この図での膜厚は286nmである。

図6に黄色、青色、緑色、赤色の酸化膜を示す。オージェ電子分光分析から得られた酸化膜厚さを表1に示す。黄く青く赤く緑の順に膜が厚くなっている。長野ら<sup>9)</sup>の報告では黄く赤く青く緑の順であり、当報告とは異なっている。発色原理について長野らは補色により発色すると述べているが、色によっては異なる原理で発色している可能性がある。

図7にパルスの高さ、連続発振するパルスの個数 (パターン)、周期を変えて出力したカラーサンプルを示す。図中の赤丸で囲った酸化膜の厚さをオージェ電子分光分析装置で測定する。また、図8のように同じ条件でレーザー光を一直線に照射したときにできる酸化膜の線幅を測定する。図9にパワーを25%に、パターンを1に固定し、周波数を変えた酸化膜厚さと線幅を示す。周波数

表1 色ごと(図6)の膜厚測定結果

	幅 [ $\mu\text{m}$ ]	深さ [nm]
黄	15.71	173.6
赤	17.41	364.5
青	29.71	234.3
緑	13.62	286.4

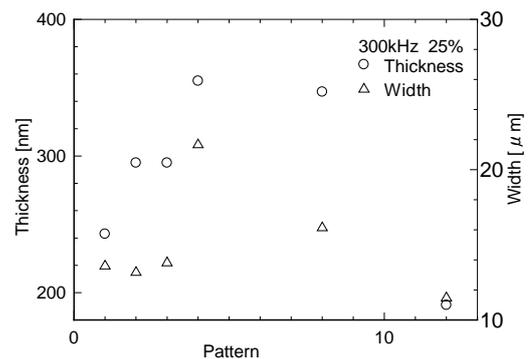


図11 膜厚と振幅(パワーと周波数固定)

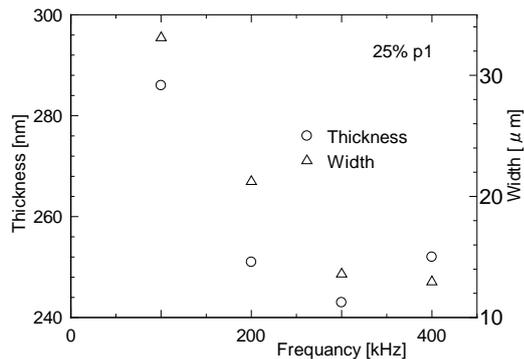


図9 膜厚と線幅(パワー固定)

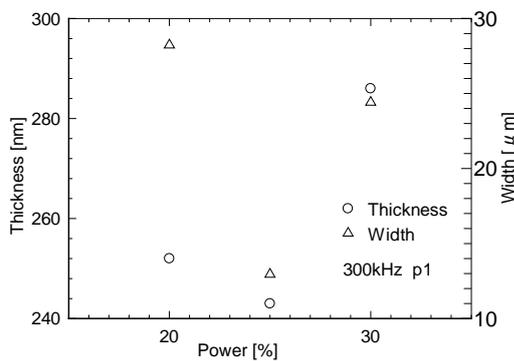


図10 膜厚と線幅(周波数固定)



図12 ヘアライン仕上げへのカラーマーキング



図13 予熱後のマーキング

が低い100kHzで酸化膜が厚く、300kHzとなると薄くなる。線幅も同様に狭くなる。図10に周波数を300kHzに固定し、パワーを変えたときの酸化膜厚さと線幅を示す。パワーが大きいくほど酸化膜は厚くなり、線幅は太くなる。図11に周波数を300kHz、パワーを25%に固定し、パルス幅(パターン)を変えたときの酸化膜厚さと線幅を示す。パターン1よりも4(疑似的なパルス幅が広がる)のときに膜厚が厚くなり、線幅も太くなる。パターンが8, 12になると膜厚は薄くなり、線幅も狭くなる。これはレーザー媒質のポンピングが不足し、理想状態よりも出力が小さくなるためと思われる。

### 3.2 カラー印字に及ぼす表面粗さの影響

これまで表面を磨いた金属板にカラーマーキングを行ってきた。実際の製品ではヘアライン仕上げされている

ことが多い。このような表面では酸化膜が形成されてもヘアラインの溝で光が乱反射し、磨いた表面での発色と異なる可能性がある。そこでステンレス板にベルトサンダーでヘアライン仕上げを施し、その影響を調べる。図12に鏡面へのマーキングと表面粗さの異なるヘアライン仕上げの面へのマーキングを示す。80番で仕上げた表面はベルトサンダーによる傷の影響がみられ、色むらも発生している。240番以上で仕上げたものには色むらは発生していない。粗さパラメータRaが0.3 $\mu\text{m}$ より小さければカラーマーキングに影響はないと考えられる。

### 3.3 加工時間の短縮について

図12のような大きさ20mm $\times$ 30mm程度の図案のマーキングにおよそ11分要する。工場内のラインでは一工程あたり1~2分程度であり、11分要する工程はラインバランスを崩すという指摘がある。このため、量産ライ



図14 アシストガスを付与したマーキング



図15 ステンレス製品へのマーキング

ンへ本工程が採用されるにはレーザーマーカ-の台数を増やすか、加工時間を短縮する必要がある。色の発色は酸化膜の厚さに依存するので、加工時間短縮には酸化膜をこれまでより促進する必要がある。以下に述べる二つの方法を実施し、加工時間短縮に応用できるかを検討する。第一に加工物を予熱し、酸化を促進させる。ヒータ

(図2)を50°Cおよび200°Cに加熱し、カラーサンプルを印字した結果を図13に示す。高温に加熱しても、発色に大きな違いは見られず、この方法は加工時間短縮には応用できないと思われる。第二に、レーザー照射面近傍の酸素濃度を高める。酸素と窒素を任意の割合で混合した後、ノズルから加工物に噴射する。混合ガスは1L/minから1.5L/minとしている。図中には酸素と窒素の混合割合を示している。ただし、安全ボックス内は気密ではないので、ノズルから噴射後、アシストガスに大気が混ざる。そこで酸素モニターによる実測値も示している。酸素濃度を変えてカラーマーキングを行った結果を図14に示す。ただし、左上はアシストガスなしでの加工である。酸素濃度が標準(21%)より低いと、青みがかっている。標準以上では赤みがかっていることがわかる。酸素濃度は発色に影響があるので、加工時間短縮に応用できると思われる。

### 3.4 製品へのカラーマーキング

ステンレス製品へのカラーマーキングを図15に示す。それぞれの表面粗さは図中に示すとおりである。Ra=1.67μm(左上:ソムリエナイフ)であってもカラーマーキングできている。

### 4. まとめ

- 1) 酸化膜の厚さは黄<青<赤<緑の順に膜が厚くなる。また、厚さはレーザーのパワー、周波数、幅に相関がある。
- 2) 酸化膜の厚さと線幅には相関がある。
- 3) ヘアライン仕上げの表面にもカラー印字できる。
- 4) 加工物の温度を50°Cから200°Cに上げて発色は変わらない。
- 5) 酸素を加工面に吹き付けると発色が変化する。

### 【参考文献】

- 1) 田中ら,岐阜県工業技術研究所研究報告 No.3, pp12-15,2014
- 2) 阪部, 天田財団助成研究成果報告書 No.27, pp172-214,2014
- 3) 品田ら,日本機械学会論文集 C 編 Vol.72 No.713, pp235-240,2006
- 4) 品田ら,日本機械学会論文集 C 編 Vol.72 No.722, pp3406-3411,2006
- 5) 西村ら,岐阜県工業技術研究所報告 No.4 pp1-2,2016
- 6) 長野ら,レーザ加工学会誌 Vol.23 No.1, pp76-79,2016

# 刃物ブランドの維持・向上に資する計測・評価装置の開発研究（第3報）

田中 泰斗、西嶋 隆

## Development of evaluation apparatus for the cutlery, which aim to promote the cutlery brand (III)

Taito Tanaka and Takashi Nishijima

本研究では、県内産刃物製品の品質維持または品質向上を支援するため、国内で広く利用されている本多式切れ味試験をベースとした新たな試験機を開発することを目指している。本年度は、昨年度までに考案した各種切れ味試験動作を統合した新たな切れ味試験機を開発するとともに、上位コンピュータ上で動作する計測・制御ソフトウェアを開発し、一連の試験動作を自動化した切れ味試験システムを試作した。また、切れ味試験の標準化を図るための準備として、刃物の切れ味の劣化理論の検討、被削材の切断ストロークまたは切断速度が切れ味に及ぼす影響について基礎的検討を行った。その結果、試作試験機における刃物の切れ味は、被削材への累計切り込み量に応じ劣化すると予想された。また、切断ストロークと初期切れ味は比例関係にあると予想された。

### 1. はじめに

岐阜県は国内最大の刃物産地であり、関の刃物はその性能と高い意匠性から、国内外で高い評価を受けている。従来、当県刃物製品の輸出先は、欧米が中心であったが、近年はアジア圏での評価も高まっており、さらなる海外市場の開拓が期待される。また、刃物製品のブランド構築という点では、岐阜県関刃物産業連合会が地域団体商標「関の刃物」を取得し、刃物産地としてのブランド力向上に取り組んでいるほか、個別の企業においても様々な取り組みが進められている。

刃物の生産に目を移すと、岐阜県内の刃物産業事業者数は、小規模事業所を中心に近年大幅に減少しており、従来どおりの工程分業による刃物生産を維持することは困難になりつつある。このため、県内刃物産業の持続的発展のためには、人材育成や工程の自動化、生産工程の内製化や効率化など、将来を見据えた取り組みが重要となっている。

刃物に求められる性能は、用途や使い勝手により様々であるが、切れ味とその持続性は最も重要な性能である。国内においては、刃物の切れ味試験として本多式切れ味試験機（以下、本多式試験機）が長年使用されているが、県内企業からは測定自動化や省力化、耐久試験への対応、測定結果の再現性の改善などを求める声がある。

このような背景を踏まえ、本研究では、刃物の切れ味を定量的に評価可能な試験機を開発することで、県内刃物産業を支援することを目指している。昨年度までの研究では、試作試験機の基本構造を考案・設計するとともに試験機を試作し、切れ味試験の自動化に向けた、基本動作の確認を行った<sup>1,2)</sup>。

本年度は、これまでに得た知見をもとに各種動作を統合した切れ味試験システムを試作した。また、試作試験機による切れ味試験の標準化を図るための準備として、

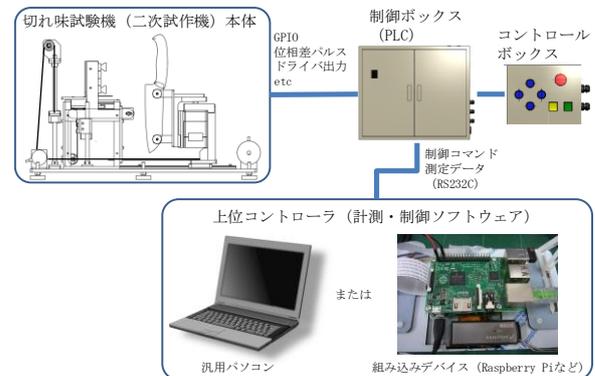


図1 切れ味試験システム

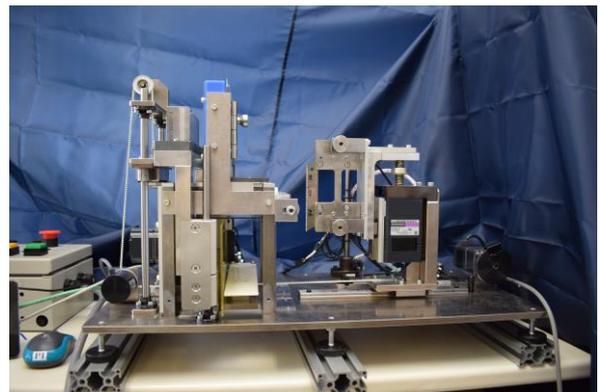


図2 切れ味試験機（二次試作機）の外観

切れ味の劣化理論の検討、被削材の切断ストロークおよび切断速度が切れ味に及ぼす影響について検討を行った。

### 2. 切れ味試験システム

システムの構成を図1に示す。また、切れ味試験機（二次試作機）の外観を図2に示す。本システムは、

試験動作を全自動化した二次試作機と、試験条件の設定および切れ味測定データの取得、表示、保存を担う計測・制御ソフトウェアから構成される。

### 2. 1 切れ味試験機 (二次試作機)

切れ味試験機 (二次試作機) の基本構成は既報の一次試作機と同様であるため、詳細については前報に委ねるが、二次試作機では、試験用被削材の供給、固定動作をラックピニオンアクチュエータにより自動化し、使用済み被削材を排出するための機構を追加することで、被削材ストックからの被削材の供給、固定、排出という一連の動作を自動化した。また、切断機構に使用した直動アクチュエータや切断部移動機構で使用したパルスモータなど一次試作機で実装済みのアクチュエータに位置決め用のセンサを追加し、原点出しを伴う正確な位置決めを可能とした。

二次試作機の各種アクチュエータおよびセンサ類は、PLC と接続されており、PLC は上位コンピュータからのコマンドにより、アクチュエータの駆動やセンサ情報の取得などの動作を実行し、上位コンピュータに必要なステータスを返している。

### 2. 2 計測・制御ソフトウェア

計測・制御ソフトウェアは、切れ味試験機の制御用 PLC とコマンドを送信することで、切れ味試験の一連の試験動作を制御する。ソフトウェアの開発にはオープンソースの汎用プログラミング言語 Python2.7 を使用した。Python は、Microsoft Windows、Linux など多くの主要 OS 上で動作するスクリプト言語であり、プログラムの変更も比較的容易である。また、プラットフォームが変わってもソフトウェアの移植が容易であり、本研究では Windows10 及び Raspberry Pi2 (Raspbian) 上での動作を確認した。

#### 2. 2. 1 切れ味試験の条件設定

計測・制御ソフトウェアの動作画面を図3に示す。計測・制御ソフトウェアでは、次のパラメータを設定することとした。

- ・ 切断動作の自動停止判定切り込み量
- ・ 被削材ストック数
- ・ 試験終了条件

切断動作の自動停止判定切り込み量は、被削材交換タイミングを判定するためのパラメータである。開発試験機では円弧上に湾曲・固定した被削材に試験刃物を一定荷重で押しつけた状態で、切断動作を繰り返すことで切れ味を測定するが、刃物の切れ味は徐々に低下するため、繰り返し可能な最大切断回数は被削材ごとに変化する。そこで、開発ソフトウェアでは、切断動作による切り込み量を1サイクルごとに監視し、被削材に対する切り込み量が、あらかじめ指定された値に到達するまで切断動作を繰り返すことで、効率的な被削材の利用を可能とした。

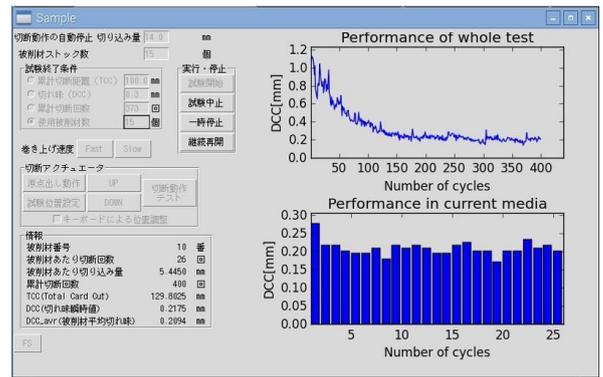


図3 計測・制御ソフトウェア

被削材ストック数は、被削材の残量を管理するためのパラメータであり、指定の被削材を使い切った場合は、試験を一時停止するとともに被削材の補充を要求する。

試験終了は、次の5種類の条件から選択可能とした。計測・制御ソフトウェアは選択した条件を満たすまで被削材の交換と切断動作を繰り返す。

- ・ 累計被削材切断距離
- ・ 切れ味
- ・ 累計切断回数
- ・ 使用被削材数

この他、変更の頻度が低いと予想される試験パラメータについては、設定ファイルで変更することとした。設定ファイルで変更可能な主要パラメータは、RS232C 通信設定、切断アクチュエータの駆動速度及びストローク、被削材交換時における被削材と試験刃物の接触速度などである。

#### 2. 2. 2 切れ味試験の結果出力

開発ソフトウェアでは、試験の進捗状況を随時確認可能とするため、1サイクルの切断動作の度に切れ味の瞬時値や平均値とともに切れ味曲線をグラフ表示することとした。

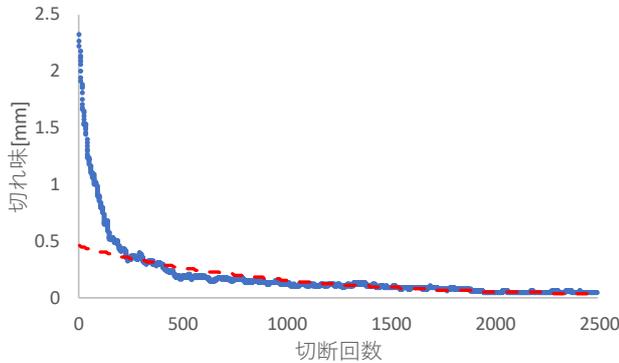
ユーザ独自の方法で切れ味の評価を行うことを容易にするため、最終的な試験結果は、Microsoft Excel 形式で出力することとした。出力ファイルには、被削材切断回数毎の切れ味及び累計切り込み量のほか、使用した被削材数、被削材ごとの平均切れ味が保存される。また、試験結果を可視化するため、切断回数と切れ味の関係と被削材への累計切り込み量と切れ味の関係をエクセルファイル内で自動的にグラフ化する。

### 3. 切れ味の劣化理論

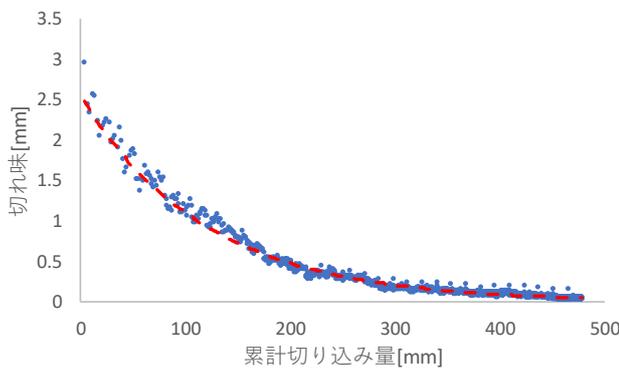
刃物の切れ味評価方法としては、ISO8442-5 と本多式試験が広く知られているが、初期切れ味と被削材への累計切り込み量を評価指標としている点は、何れの試験も同じである。本多式試験においては、離散的な切れ味データから、理論に基づく近似曲線を求め、累計切り込み量を推定する試みがあるが、装置の制約から多数の切れ

表1 切れ味劣化理論の検討実験の条件

試験刃物	カッター刃
切断ストローク	10mm
平均切断速度	20mm/sec



(a)



(b)

図4 切れ味曲線の近似

味データを測定することが困難であるとともに、ばらつきも多いことから、切れ味の劣化理論の十分な実証が行われていない。開発試験機においては1サイクルごとの切断動作に伴う全ての切れ味を測定することが可能であり、初期切れ味と累計切り込み量の両方を実測することが可能である。また、ある程度のばらつきを含むデータの中から、正しい刃物の性能を評価するためには理論の裏付けがあることが望ましい。そこで、本研究で試作した切れ味試験システムによる切れ味試験データを用い、切れ味の劣化理論の検討を行った。

### 3.1 切れ味劣化理論の検討実験

切れ味劣化理論の検討には、表1の条件で測定した切れ味データを用いた。試験終了時の切断回数は約2500回、累計切り込み量は約480mmであり、切れ味は約0.04mmまで劣化しており、十分切れ味が劣化するまで試験を行ったデータと考えられる。

### 3.2 切れ味の劣化と近似モデル

本多式試験機の考案者である本多らは、刃物の切れ味

は切断回数によって減少し、式(1)に示す指数関数で表されるとしている。

$$N = N_0 e^{-kn} \quad (1)$$

ここで、 $N$ は切れ味、 $N_0$ は初期切れ味、 $k$ は切れ味の減少係数、 $n$ は切断回数である。

図4(a)に開発試験機で測定した切れ味曲線と指数関数による近似曲線を示す。図からわかるように、切れ味曲線と近似曲線は一致しておらず、特に切断回数が少なく切れ味が大きい状態における急激な切れ味の減少を近似できていないことがわかる。

図4(b)は、同じデータにおける被削材への累計切り込み量と切れ味の関係である。図中の破線で示した指数関数と測定値はよく一致しており、開発試験機における切れ味は被削材への累計切り込み量 $l_n$ によって減少し、式(2)に従うと予想された。

$$N = N_0 e^{-kl_n} \quad (2)$$

なお、切れ味試験データは累計切り込み量の増加に伴い密になるため、近似曲線を求めるためには、被削材ごとの平均切れ味とその累計切り込み量を使用するなど、データの粗密の影響に配慮する必要がある。

## 4. 切れ味試験条件と切れ味の推定

切れ味試験においては、試験条件として被削材切断時の動作速度と切断ストロークが規定されている。切断速度やストロークを短縮した試験結果から、指定された条件の切れ味を推定することができれば、試験サイクルの短縮による試験の効率化が可能である。そこで、切断速度と切断ストロークが切れ味に及ぼす影響を把握するため試作システムによる基礎的な実験を行った。

### 4.1 切断ストロークと切れ味

図5に、切断ストロークを変更した切れ味曲線を示す。試験には市販のカッター刃を使用した。切断動作は汎用コントローラの位置決め動作により行うこととし、その平均切断速度は20mm/sec一定とした。刃物ごとに初期の切れ味や耐久性は異なるため、試験には単一の刃物を使用し、切断ストロークが重ならないように刃物を3つの領域に分けて切れ味試験を行った。

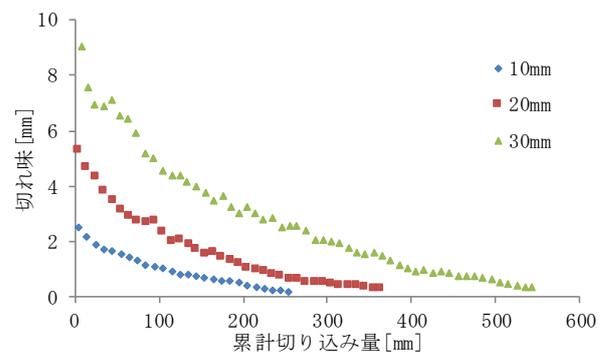


図5 切断速度と切れ味の関係

表2 切断ストロークと切れ味パラメータ

ストローク	初期切れ味 $N_0$	減少係数 $k$
10mm	2.62	0.009
20mm	5.37	0.008
30mm	9.08	0.005

表2に図5の切れ味曲線それぞれを指数関数で近似し求めた、式(2)に基づく切れ味パラメータを示す。

表からわかるように初期切れ味については、概ね切断ストロークに比例して増加する結果となっており、異なる切断ストロークの初期切れ味を推定できる可能性がある。切断ストロークと減少係数の関係は定かではないが、切断ストロークの両端では被削材と刃物が接触しながら移動する距離が短くなるため、ストロークの中央部と両端部で切れ味の劣化速度が異なると考えられ、このことを考慮した検討が必要と考えられる。

#### 4.2 切断速度と切れ味

切断速度の影響評価実験にあたっては、数回程度の被削材切断動作では大きな切れ味の変化が起こらない程度まで切れ味を調整した刃物を用いるとともに、切断動作の度に切断速度を順次変更しながら切れ味を測定することとした。また、被削材交換直後の切れ味は大きな値となる傾向があるため、被削材交換後2度目以降の切断動作から切断速度を順次変更した。湾曲固定した被削材の内周部と外周部で切れ味が異なる可能性が考えられる。そのため、評価を行う被削材と刃物の位置関係を可能な限り統一することを目的に各切断速度での切れ味評価は、被削材ごとに1度のみ行うこととし、複数の被削材で切れ味の変化を測定した。これらの処理により、切断速度以外の要因が切れ味に及ぼす影響のみを極力排除した。試験刃物の切れ味は劣化していくため、切断速度25mm/secにおける切れ味に対する各切断速度での切れ味の割合を被削材ごとに求め、その平均値で切断速度と切れ味の関係を評価することとした。

図6に被削材の切断速度と切れ味の関係を示す。切断速度10mm/sec以上では、切断速度の増加に伴い切れ味は線形的に増加する傾向が認められ、刃物の材質が変わっても同様の結果が得られた。5.0mm/sec未満の切断速度における切れ味はこの傾向と一致しなかった。

一般に本多式試験機による切れ味は、被削材に刃物を押し込むことによる切断効果(以下、押切)と、被削材への切り込み方向と直角方向にスライドする切断効果

(以下、引き切り)が複合して現れるとされている<sup>3)</sup>。低速の切断速度において切れ味が大きくなった理由は定かではないが、被削材と刃物の接触時間が長くなることで、徐々に刃物が被削材に強く食い込むなど時間的な遅延を伴う押切の影響が大きくなったことが考えられる。

切断速度と切れ味の関係については、刃先角度や刃先の粗さなど様々な要因の影響が考えられるため、今後も

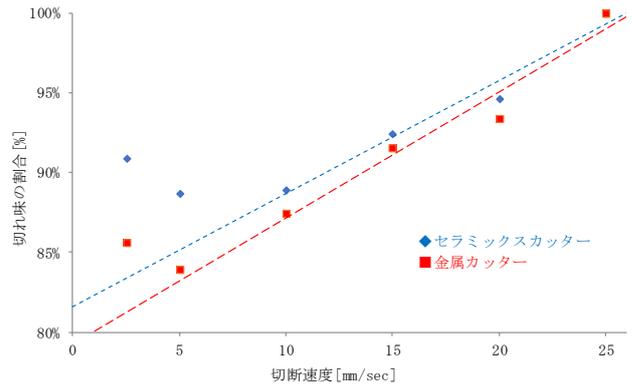


図6 被削材切断速度と切れ味の関係

様々な刃先形状の刃物で評価を行い、関係の有無を見出す必要がある。

#### 5. まとめ

本報では、昨年度までに考案した切れ味試験機の動作を統合した切れ味試験機(二次試作機)と切れ味データを収集する計測・制御ソフトウェア、さらにはこれらを統合し一連の試験動作を自動化した切れ味試験システムについて概要を報告した。また、切れ味試験の標準化を図るための準備として、刃物の切れ味の劣化理論の検討、被削材の切断ストロークまたは切断速度が切れ味に及ぼす影響について基礎的検討を行った。

本研究で開発した切れ味試験機により、1サイクルごとの切れ味を正確に測定することが可能になった。本報で報告した切れ味の劣化理論や切れ味試験条件の影響は、従来式試験機では評価することが非常に困難であったものであり、刃物の切れ味を評価・解析するうえで開発試験機は有効であると考えられる。

今後は、開発試験機を用い様々な刃物の切れ味試験データを蓄積・評価し、試験の再現性の向上、試験方法の標準化に向けた取り組みを推進するとともに、刃物の切れ味の理論化を進める予定である。

#### 【謝 辞】

本研究の遂行にあたり、各種治具の設計製作並びに試験機制作・自動化にご協力いただきました株式会社丸富精工様に深く感謝いたします。

#### 【参考文献】

- 1) 田中ら, 岐阜県工業技術研究所研究報告 第3号, pp1-pp4, 2015
- 2) 田中ら, 岐阜県工業技術研究所研究報告 第4号, pp3-pp8, 2016
- 3) 加藤ら, 刃物あれこれ, アグネ技術センター, pp86-87, 2013

# プレス金型の変形量測定技術の開発研究（第2報）

横山 貴広

## Development of deformation measuring technique for die (II)

Takahiro Yokoyama

県内の機械・金属製造業が保有する金型技術の数値化や品質管理工数の短縮化を目的に、金型の「見える化」に関連する研究を継続している。昨年度は、接触型のひずみゲージと非接触型の渦電流式変位センサーを金型に装着して金属のプレス加工を行い、両者の変位量の特性を比較した。その結果、渦電流式変位センサーが金型の変形量測定に利用できる可能性を見出すことができた<sup>1)</sup>。本年度は深絞り試験機に複数の渦電流式変位センサーを取付けて、基本プレス条件における金型の変位量を測定するとともに、この条件の一部を変化させて変位量の推移を確認した。その結果、プレス条件の特徴を反映した変位量の検出が可能であることがわかった。

### 1. はじめに

自動車や航空機を中心とする機械・金属産業は県内製造業の中核を担っている。自動車や航空機に用いられる機械部品は、多品種少量生産の機械部品の供給が必要である反面、プレス機で生産する大量の同一機械部品の供給も重要となっている。近年、大量生産に適した順送型・トランスファー型プレス機が普及しているため、製品の品質を決定する金型の故障を短時間放置するだけで、大量の不良品が発生する問題が生じている。そのため、プレス機に装着されている金型の故障の早期発見が求められている。また、金型技術の高度化に伴い、技能伝承の関係から熟練技能者が保有するプレス加工技術のノウハウの可視化・数値化も必要となっている。これらの背景より、昨年度から機械部品の品質を決定する金型情報の可視化に取り組んできた。

本年度は金型情報の可視化の可能性を探るべく、複数の非接触型の渦電流式変位センサー（以下、変位センサーと記載）を深絞り試験機に取付けて、金型の変位量の測定を実施した。本報告では深絞り加工において、主にプレス条件と金型の変位量の関係について報告をする。

### 2. 実験

#### 2.1 測定装置の概要

図1に深絞り試験機の外観を示す。測定には株式会社東京試験機製作所（現在は東京衡機試験機）製の35ton・f自動型万能深絞り試験機を使用した。この試験機は上向き絞り型の構造をしており、被成形材をしわ押さえの中心上にセットし、本体に蓋を被せて蓋側と本体側のそれぞれ4ヶ所の押さえを絡ませて内部の金型を固定する。固定後にパンチを上昇させて、図2のように円盤状からカップ状へと被成形材を加工することができる。

なお、試験機のデータとして、パンチ荷重、しわ押さえ荷重、パンチストロークの3つのアナログデータを取得することができる。また、金型の変位量の測定には株

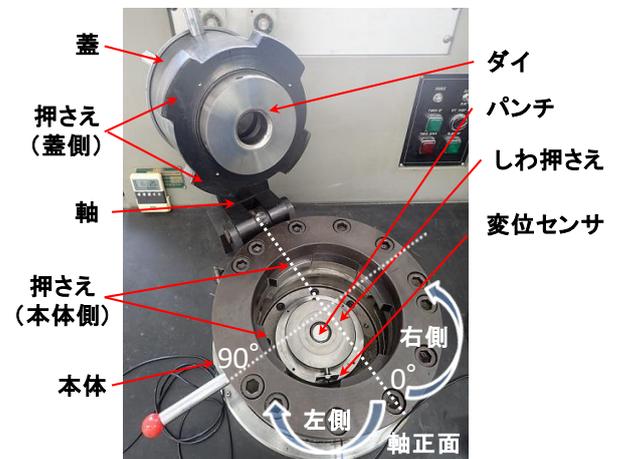


図1 深絞り試験機の外観

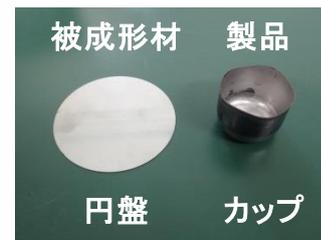


図2 深絞り加工の被成形材と製品

式会社キーエンス製のEX110Vを使用した。本報告書における測定データには、試験機と複数の変位センサーから取得できるデータをデータローガーで同期信号処理したものを使用した。

#### 2.2 測定方法について

最初に、φ80mmの円盤状の被成形材を安定的にカップ状の製品に加工することができる基本的なプレス条件を定めることにした。本試験機で予備試験をした結果、表1のプレス条件で安定した加工が可能であったため、この条件を基本プレス条件とした。

次に、深絞り加工の実施時に金型の変位量が安定的に

表1 基本プレス条件

金型の材質（ダイ、パンチ、しわ押さえ）：SKD11
ダイの直径：φ42.5mm
パンチの直径：φ40mm R8mm
しわ押さえ圧力：1.0 ton
プレス速度：1.3～1.5mm/sec
被成形材の材質、直径、板厚：SPCC，φ80mm，1.0mm
絞り比：2.0

検出できる変位センサーの最適な取付け位置が問題となる。これを検討するため、試験機の本体、蓋、ダイの3ヶ所に変位センサーを取付けて、基本プレス条件で試験を実施した際の各変位量を測定した。その結果、蓋とダイに変位センサーを取付けた場合に、変位量の検出が可能であることがわかった。

本試験機における深絞り加工は、①被成形材を媒介にして、しわ押さえからダイに対して荷重をかけ、②パンチを上昇させて被成形材を加工する、以上の2段階のプロセスで構成している（図3）。よって、まず蓋とダイに変位センサーを取付けて、しわ押さえの荷重が両者の変位量にどれくらいの影響を与えるのかを調べた。

さらに、基本プレス条件で深絞り加工を実施して、加工時の各変位量の特徴を把握するとともに、このプレス条件の一部を変更して変位量を測定することで、条件ごとに生じる金型の挙動を調べた。

### 3. 実験結果及び考察

#### 3.1 変位センサーの取付け位置の検討

本試験装置を用いて深絞り加工を実施した際、変位量の測定に最適なセンサーの取付け場所を検討するため、蓋・ダイ・本体の3ヶ所にセンサーを取付けて変位量の測定を実施した。なお、3ヶ所のセンサーの取付け位置は軸正面左側45°付近とした（位置は図1を参照）。この測定結果を図4に示す。図4より、パンチ荷重の変化に追従して、蓋とダイの変位量は検出できたが、本体の変位量は検出することができなかった。これは、プレス加工時におけるしわ押さえやパンチ荷重による力の影響がダイやそれを固定する蓋には及ぶが、4ヶ所の押さえを介した試験機本体には及ばないことを意味している。よって、本試験機における変位量の検出は蓋とダイにセンサーを取付けることが有効であると判断した。

#### 3.2 深絞り加工前のしわ押さえ荷重と変位量の関係について

本試験機における深絞り加工は、前記のように2段階のプロセスで構成している（図3）。最初に、前段階であるパンチの上昇前のしわ押さえ荷重が蓋やダイの変位量にどれくらいの影響を与えているのかを調べた。

しわ押さえ荷重 0.5ton を加えた場合の蓋とダイの変位量を基準とし、1.0ton～8.0ton まで 1.0ton ずつ増加さ

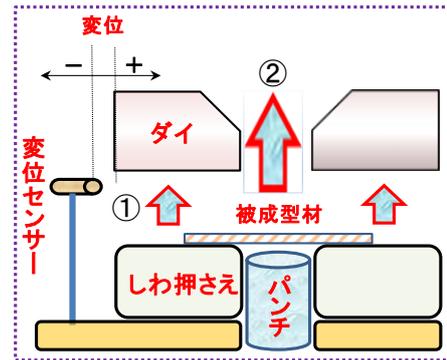


図3 深絞り試験機の内部構造

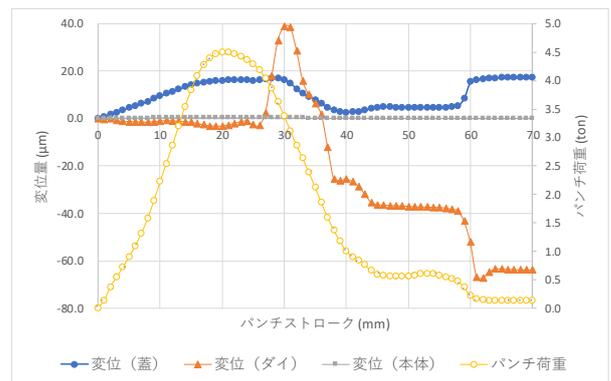


図4 変位量とパンチ荷重の推移

せた場合の変位量の推移を図5と図6に示す。なお、本報告書では、変位1～3は蓋、変位4～6はダイの変位量を示す。センサーの取付け位置は、変位1は軸正面、変位2は左側90°、変位3は右側90°、変位4は軸正面、変位5は左側45°変位6は右側135°付近とし、変位量のプラス方向はセンサーとの距離が増加する方向、マイナス方向は減少する方向と定義する。

図5と図6より、しわ押さえ荷重を増加させると、蓋の変位量は徐々にプラス方向にダイの変位量はマイナス方向に遡増している。これはしわ押さえの荷重によって、蓋は全体的に中央の空洞に向かって圧縮され、ダイは押しつぶされて側面が徐々に膨らんでいることを意味している。また、変位1～3と変位4～6は不均一な増減を示している。しわ押さえ荷重を受ける蓋は構造上斜め上部から被せられており、ダイは4ヶ所の押さえでしわ押さえの荷重を受けている。よって、この現象は主に試験機の構造上の影響が原因であると推定できる。よって、本試験機での変位量の測定は、センサーの取付け位置によって、その特性が変化しているものと思われる。

#### 3.3 基本プレス条件における変位量について

深絞り加工における変位量の推移を考察するために、基本プレス条件で変位量の測定を実施した。図7、図8は基本プレス条件で測定した、変位量・パンチ荷重とパンチストロークの関係図である。なお、図7以降のグラフは、同じ条件で3回測定した平均値を採用し、またパンチを上昇させる前の変位量を基準としている。

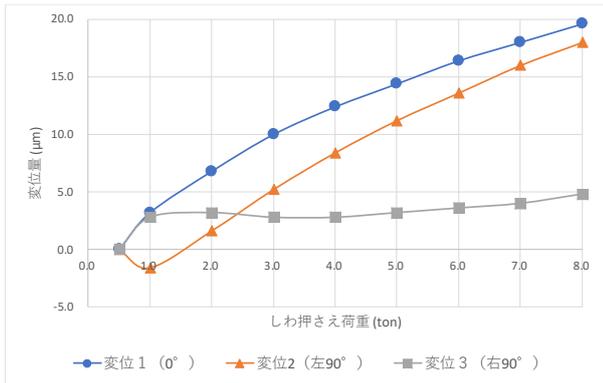


図5 蓋の変位量としわ押さえ荷重の関係

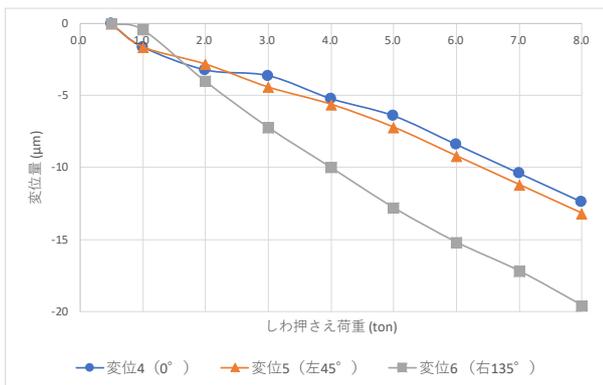


図6 ダイの変位量としわ押さえ荷重の関係

図7、図8の変位量を概観すると、変位量の推移は3つの領域(A～C領域)に分割することができる。

まずA領域(図9上図)では、被成形材がダイとしわ押さえの間に挟まれているため、パンチストロークの増加とともにパンチ荷重が増加し、それに伴って変位量が一定方向に推移し続ける。なお、蓋とダイの変位量を比較すると、蓋は中央に大きな空洞があり外周の厚みも薄いので、パンチ荷重に対する変位量が多い傾向が見られた。また、ダイはしわ押さえ荷重を直接受けるが、被成形材であるSPCCはダイの材質であるSKD11より強度と硬さがかなり低く、パンチ荷重の増加がダイの変形に影響を与えている度合いが小さいため、ダイの変位量が相対的に微小にとどまったと推定できる。

B領域(図9中図)では、被成形材とダイやしわ押さえの間の摩擦力がなくなり、被成形材がダイの中央部を通過するため、パンチ荷重は増加から減少に転じた。それに伴って一定方向に推移した変位量に変化が見られた。さらにパンチストロークが40mm前後に達すると、被成形材がダイ上方のテーパに差し掛かるため、両者間の摩擦力が急激に低下し、ダイの変位量が急変した。

C領域(図9下図)では、被成形材がダイ上方のテーパを完全に抜けるため、テーパを抜ける前に存在したパンチ荷重がさらに低下した。この影響によって、蓋の変位量は急激な勾配で変化が現れた。被成形材がない場合に、しわ押さえ荷重を上昇させても、蓋の変位量

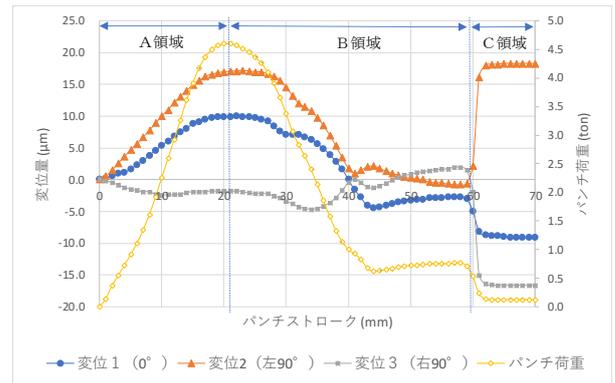


図7 基本プレス条件における蓋の変位量の推移

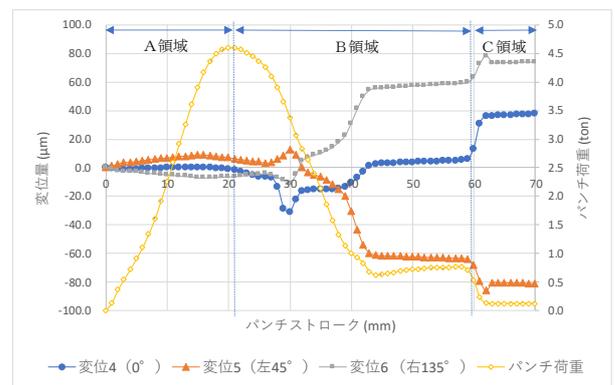


図8 基本プレス条件におけるダイの変位量の推移

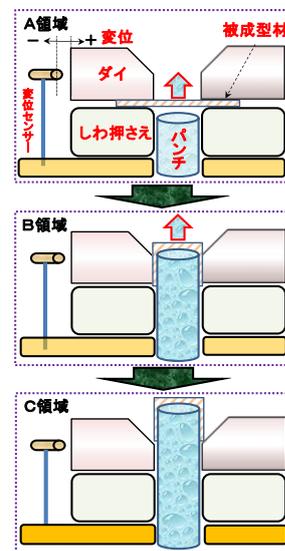


図9 深絞り加工における金型の状態図

の変化が全くないことが予備実験で確認されている。よって、図7のC領域での最終値は被成形材の有無によるパンチ動作前の変位量の差を示していると思われる。

次に、変位量の推移から把握することができた主な特徴を以下に示す。

本試験において、蓋の変位量である変位2と変位3とダイの変位量である変位4と変位5は、お互いに対面に配置されている。この対面に配置されたセンサー同士の変位量を比較すると、図7、図8よりパンチストローク

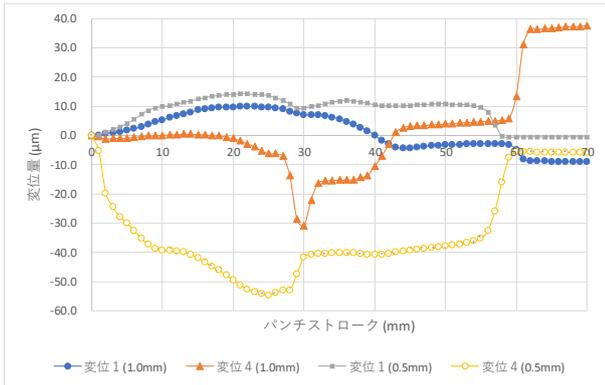


図10 板厚0.5mmにおける変位量の推移

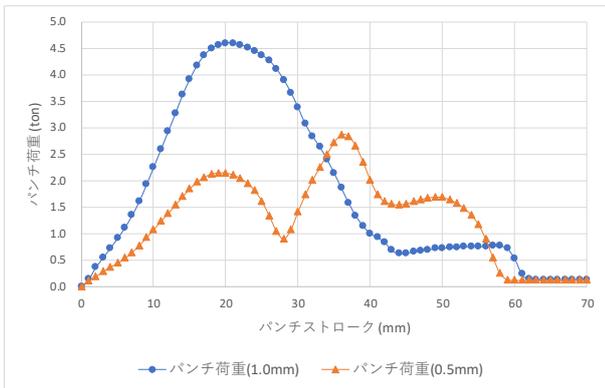


図11 板厚0.5mmにおけるパンチ荷重の推移

が増加するにつれ、一方の変位量が増加すると他方の変位量が減少することがわかった。この現象を総合的に考慮すると、深絞り加工の際には蓋やダイに横方向の荷重がかかっていると推定できる。この原因の詳細は不明だが、他に横方向に加わる荷重が見当たらない。よって、これはダイとパンチの中心が数 $\mu$ m程度ずれているか、若しくは被成形材がしわ押さえの中心から若干ずれたまま加工し、その際に生じた荷重の影響の可能性が考えられる。また、蓋の変位2と変位3はお互いの変位量の推移が非対称であるのに対し、ダイの変位5と変位6は対称である。これは蓋を被せて固定した状態でのしわ押さえ荷重は4ヶ所の押さえで受けているので、押さえの上部に存在する蓋はプレス加工時に不均一な力がかかっている。また、下部に存在するダイは直接しわ押さえの荷重を受けるため、蓋よりは均一な力がかかっていると推定できる。

以上のように、基本プレス条件での変位量の推移を観察すると、金型の挙動がある程度推定できる。今後、測定回数を増やし統計解析を実施することで、上記の仮説が正しいかどうかを詳細に検証する必要がある。

### 3.4 プレス条件と変位量の関係について

実際の機械部品の製造工程では様々なプレス条件で製品を製造している。そのため、基本プレス条件を前提にして、板厚・被成形材の材質・しわ押さえ荷重を変化させて変位量の推移を測定した。なお、図10～図15ま

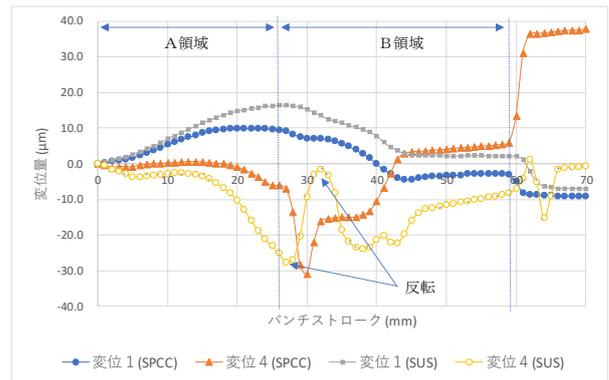


図12 ステンレス(SUS)における変位量の推移

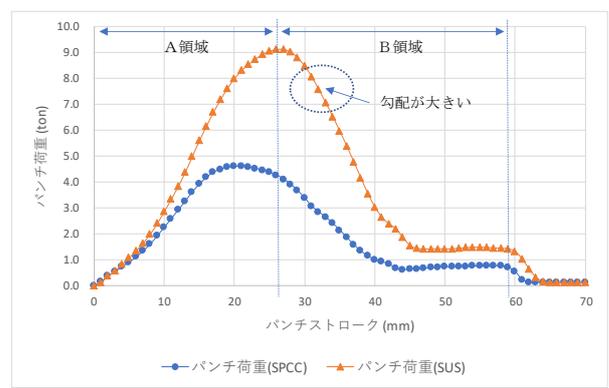


図13 ステンレス(SUS)におけるパンチ荷重の推移

でのグラフは軸正面付近の変位量（蓋は変位量1、ダイは変位量4）を代表値として掲載した。

#### 3.4.1 板厚

基本プレス条件から被成形材の板厚のみを0.5mmとした場合の測定結果を図10と図11に示す。

まず、図11より板厚を薄くすると基本プレス条件より全体的にパンチ荷重が低下し、荷重が不安定な推移をしている。また図10から板厚が0.5mmの場合に、変位4の変位量は極端にマイナス方向に振れている。

本測定では $\phi 42.5\text{mm}$ の金型を使用しているため、ダイとパンチのクリアランスが片方1.25mmである。よって、板厚0.5mmではクリアランスの半分以下で絞り加工を実施している。薄い板厚を適正に加工するには、しわ押さえ荷重を適切な範囲に変更し、薄板に適したダイ片(R)を有する金型を取付け、金型の表面粗さを改善するなどの対策が必要になる。よって、上記の条件では板厚が変化することで、プレス条件が適正な範囲から外れたことがわかる。現に加工後の製品を観察すると、カップの端部に多数のしわが発生していた。

今回の条件では目視から製品不良を観察できたが、目視で製品不良が判別できない条件で変位量の異常がわかれば、その推移からプレス条件の適正化や金型の故障診断への応用への発展が可能であると考えられる。

#### 3.4.2 被成形材の材質

被成形材の材質をステンレス(SUS)にした、基本プ

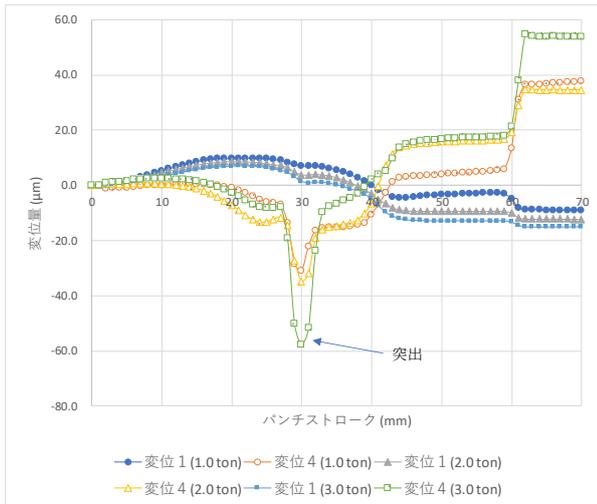


図14 しわ押さえ荷重の増加と変位量の推移

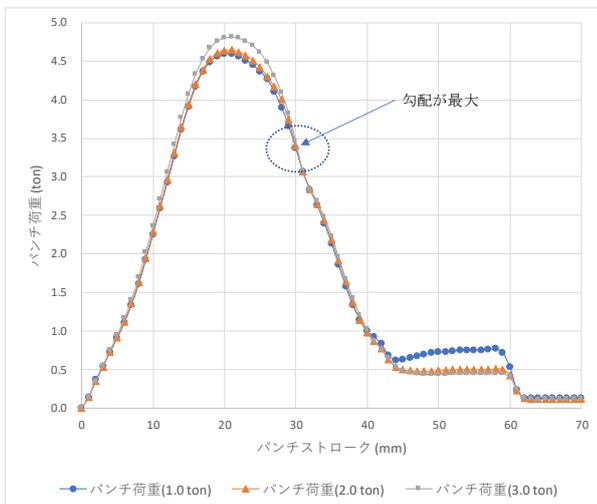


図15 しわ押さえ荷重の増加とパンチ荷重の推移

レス条件での測定結果を図12と図13に示す。図13よりSUSはSPCCより強度が高く硬いため、全体的にパンチ荷重が高い。また図12のA領域では変位1・変位4ともにパンチ荷重の増加にともなってSPCCより変位量が大きく変化している。ところが、B領域での変位4(SUS)はパンチ荷重が減少に転じると変位の方向が反転し、さらにパンチ荷重の減少の勾配が大きくなると再び変位の方向が反転する傾向が見られた。この現象は何度測定を繰り返しても確認することができた。これらの現象は被成形材であるSUSとダイ・しわ押さえの間の摩擦がなくなる瞬間とSUSがダイ上方のテーパーに差し掛かる際に発生している。この原因の詳細は不明だが、SUSはSPCCより硬い材質であるため、パンチ荷重の急激な変動がダイの変位量に何らかの大きな影響を与えている可能性がある。今後、様々な被成形材で測定を実施し、この現象に関する詳細な考察を加える必要がある。

### 3. 4. 3 しわ押さえ荷重

基本プレス条件よりしわ押さえ荷重を増加させた場合

の測定結果を図14と図15に示す。図15のパンチ荷重の推移を概観すると、しわ押さえ荷重はパンチ荷重を若干増加させてはいるが、それほど大きな影響を与えていない。これはしわ押さえ荷重の増加は被成形材の特質に影響を与えることはなく、加工前の蓋やダイに大きな荷重をかけ、被成形材とダイ・しわ押さえ間の摩擦力の増加のみに影響を与えているからである。また、図14の蓋の変位1に着目すると、しわ押さえ荷重を増加させるほど、全般的に基本プレス条件よりマイナス方向に変位が触れやすく、ダイの変位量4はパンチ荷重の減少の勾配がピークに達した付近で変位量の変化がマイナス方面へ突出している特徴が確認された。

上記の現象を考慮すると、蓋はしわ押さえ加重が増加するにつれ全体的に中央の空洞に向かって大きな圧縮力がかかっており(この状態が変位量の基準)、さらに加工時に被成形材がダイの中央部を押し広げる効果が合わさるため、全体的にマイナス方向への変位が現れたと推定できる。

また、ダイは高い荷重で押しつぶされて側面が膨らんだ状態で、被成形材との摩擦が急激に減少し、同時にしわ押さえがダイを直接押さえつける効果が大きく作用したため、マイナス方向への突出した変位が現れたのではないかと考えられる。

以上の現象に関しても不明確な点が多いため、今後測定回数を増やして詳細な考察を行う必要がある。

## 4. まとめ

本年度は、複数の非接触型の渦電流式変位センサーを取付けて深絞り加工を実施し、金型から取得した変位量の基本特性を測定した。その結果、変位量・パンチ荷重とパンチストロークの関係から、金型の基本的な挙動を推測することができた。しかし、現時点では試験の際に選定したプレス条件と測定回数が少ないため、金型の挙動に関して不明確な事象も存在している。今後はプレスデータを多数収集し、統計処理を実施することで、変位量と金型の挙動の関係を考察していくことが必要である。さらに、金型の挙動を正確につかむことで、密閉構造をしている金型の内部の故障を早期に発見することが可能であると思われる。

### 【謝 辞】

本研究の一部は、一般財団法人越山科学技術振興財団の研究助成金により実施しました。ここに深く感謝いたします。

### 【参考文献】

- 1) 今井, 岐阜県工業技術研究所研究報告 第4号, pp9-10, 2016

# 水栓設備によるエネルギーハーベスティング技術に関する研究（第3報）

西嶋 隆、田中 泰斗

## Energy-harvesting technology for water supply products (III)

Takashi Nishijima and Taito Tanaka

当県における平成 26 年の給排水用バルブ・コックの出荷額は全国 1 位の 37.4%を占めており、水栓バルブ製造業は当県を代表する地場産業の一つとなっている。本研究では当該製造業の発展に資することを目的とし、エネルギーハーベスティング（以下 EH）技術を用いた水栓設備を提案する。また、EH 技術の有望な応用として無線センサネットワークへの適用例を示す。具体的に本年度は、混合栓内にペルチェ素子を設け、温水の熱と空冷フィンによる放熱により発電した電力で動作する「熱水吐出警告機能を有する混合栓」を提案する。また、温度や漏水のモニタリングを行う無線センサネットワークへの応用を示す。

### 1. はじめに

当県における平成 26 年の給排水用バルブ・コックの出荷額は全国 1 位の 37.4%を占めており、県内の水栓バルブ業界は当県を代表する産業の一つとなっている。

本研究では、当該製造業の発展を目的とし、EH 技術の水栓製品へ適用した製品の提案を行う。

昨年度は、混合栓に流れる温水と常温水の温度差からペルチェ素子（以下 TEG）により熱電発電を行い、得た電力から水温表示や LED 点滅で熱水吐出警告を行う「熱水吐出警告機能付き混合栓」の回路を試作した。

本年度は、実際の混合栓に回路を組み込む際に、TEG の冷却を空冷方式に変更し、装置が稼働可能な使用環境について実験的に調べた。また EH 技術の応用として、遠隔の温度や漏水をモニタリングする無線センサネットワークについて提案する。

### 2. 熱水吐出警告機能付き混合栓

#### 2.1 概要

図 1 に本機能の動作模式図を示す。吐出する水温を温度センサで感知し、LED 点滅による熱水吐出の注意喚起を行うとともに液晶モジュールによる水温表示を行う。

昨年度は、TEG の冷却方法として循環する常温水を用いた<sup>2)</sup>。しかし実際の混合栓では、お湯のみを出し続けた場合に冷却側の水流が止まることで、TEG の温度勾配がさがり、起電力が十分に得られなくなる。そのため本年度は、冷却方法を空冷フィンに変更するとともに、駆動回路を改修した。

加熱側の温水ヒータ部品及び冷却側の空冷フィンにはそれぞれ、HS-C100（カワソーテクセル（株）製）、及び LPD100-40B（（株）アルファ製）を用いた。図 2 に使用した混合栓の全体写真と TEG に温水側のヒータと放熱フィンを取り付けた様子の写真を示す。

#### 2.2 回路構成

図 3 に回路の構成図と各構成部品の型式を示す。TEG

は市販の TEC1-12706 を 2 個直列にして用いた。

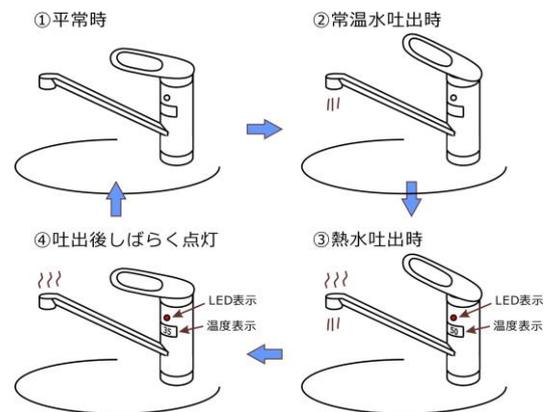


図 1 熱水吐出警告機能の動作模式図

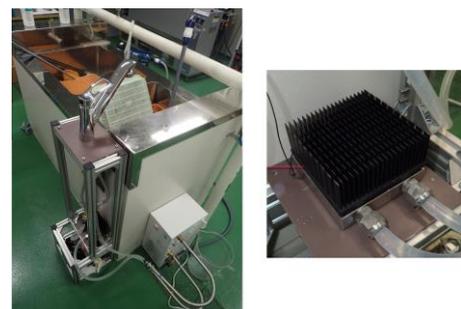


図 2 混合栓の全体写真とヒータと放熱フィン

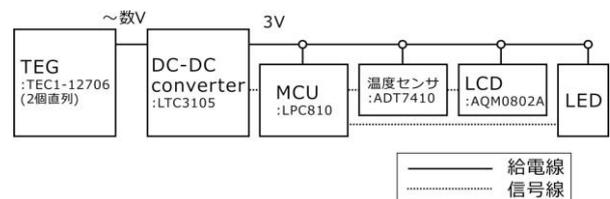


図 3 回路の構成図

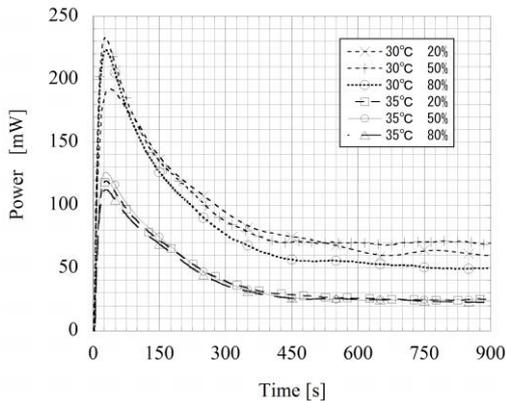


図4 温水循環の経過時間と TEG の起電力の関係

DC-DC コンバータを含んだ回路の動作時の消費電力をパワーアナライザ WT-500 (YOKOGAWA 製) で測定し、約 9mW の結果を得た。

### 2. 3 環境の温湿度と起電力の関係

環境の温湿度と起電力の関係を調べた。実験は恒温恒湿室 (TBE-8H20W6PACK エスペック製) で行った。気温は温度差発電の条件が厳しい夏期を想定し 30°C 及び 35°C とした。湿度は 20%、50%、80% とした。

TEG の加熱側は一般的な混合栓の湯温 (60°C) の温水を循環させ、冷却側は空冷とした。図 4 に温水循環開始からの経過時間と TEG の起電力の関係を示す。

同図から温水の循環を開始すると TEG の起電力が過渡的に上昇下降し、時間経過とともに定常状態となる。

結果から、起電力は湿度の影響は少なく、周辺温度に大きく依存する。周辺気温 35°C の場合においても、定常時に 20mW 以上の電力が得られ、熱水吐出警告装置の動作に十分な電力が得られることを確認した。

## 3. 無線センサネットワークへの応用

EH 技術の応用としては分散配置した各種センサの電源としての利用が有望である。ここでは市販の無線センサ端末を利用し、遠隔の温度や漏水を検出するシステムへの応用例を示す。

### 3. 1 無線端末

分散配置する無線端末は無線マイコンモジュール TWELITE DIP (モノワイヤレス製) を用いた。当該製品の標準アプリを用いることで、PC 等 (親機) から無線端末 (子機) のデジタル入出力、アナログ入力、PWM 出力、I2C 通信が利用できる。

本例ではアナログ入力と I2C 通信を用いて無線センサ端末の温度と漏水を検出する。温度検出には前節と同様の温度センサ IC (ADT7410) を用い、漏水センサは IC 変換基板電極を用いた簡易なセンサを製作し用いた。本無線センサ端末の消費電力は、DC-DC コンバータ自身の消費電力も含め、無線通信時に約 80mW であった。

### 3. 2 漏水センサ

漏水センサとしては、市販の IC 変換基板による簡易

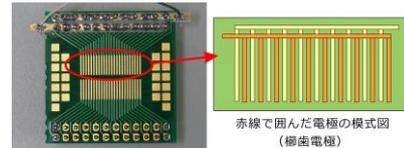


図5 櫛歯電極の写真と模式図



図6 センサ無線端末とデータをモニタする組み込み Linux

センサを利用した。基板電極を 2 極の櫛歯電極となるように配線し、櫛歯電極表面の水分変化によるインピーダンスの変化から水を検出する。櫛歯電極の写真と模式図を図 5 に示す。本センサは乾燥時には MΩ オーダのハイインピーダンスとなり、水分により数十 kΩ まで低下する。

電源電圧を本センサで分圧し、アナログ信号として無線端末に入力する。本センサの実用は耐久性の面で困難であるが、センサ選定の際には本センサのように消費電力の少ないものを選定する必要がある。

### 3. 3 無線センサの状態表示アプリケーション

複数の無線端末 (子機) の検出とセンサデータの表示を行う、親機用のアプリケーションを試作した。作成には Python を用い、Windows や Linux で動作する。図 6 に試作したセンサ無線端末 (子機) 及びセンサデータを収集表示する組み込み Linux (親機) を示す。このようなシステムと EH 技術を用いることで、各種設備の温度や漏水検出等を容易に実現することが可能と考えられる。

## 4. まとめ

EH 技術を用いた水栓バルブ製品として、熱水吐出警告機能を有する混合栓を提案し、温水と空冷フィンの温度差を利用した TEG 電力源を用い機能することを確認した。また、EH 技術の有望な用途として無線センサネットワークへの応用例を示し、水栓設備の温度や漏水検出に用いることができることを示した。

本研究では EH 技術の水栓設備への適用を扱ったが、今後の発電デバイスや電子デバイスの性能向上に伴い、センサネットワークの端末電源への応用に期待できる。

### 【参考文献】

- 1) 平成 26 年工業統計表「品目編」データ, 経済産業省
- 2) 西嶋ら, 岐阜県工業技術研究所研究報告, No.4, pp11-14, 2016

# アルミダイキャスト部品の高品質・低コスト化を実現する製造技術の開発（第1報）

水谷 予志生、新川 真人\*、細野 幸太、小寺 将也

## Development of manufacturing technique for aluminum die-casting due to high quality and cost reduction ( I )

Yoshiki Mizutani, Makoto Niikawa\*, Kota Hosono and Masaya Kodera

非熱処理型の高延性アルミニウムダイキャスト合金の開発のため、ADC6合金をベースにSi量を変化させた場合の铸造性およびマイクロ組織への影響を調査した。ADC6合金140gに対し、Siを3g添加、10g添加、無添加の3種類の合金について、十分に長い平板状のキャビティを有する金型を用いて铸造性の評価を行った。また、徐冷過程の冷却曲線を測定することで、各合金の熱分析も行った。その結果、Siを添加することで初晶晶出温度、共晶反応温度等の凝固の挙動は大きく変わったが、流動性試験の結果にはあまり違いが現れなかった。異なる試験方法の検討と、合金成分のさらなる変化が今後の課題である。

### 1. はじめに

自動車の燃費規制が年々厳しくなる中、車体の軽量化は自動車メーカーにとって必須の課題である。一般に、100kg軽量化すると約1km/Lの燃費向上に繋がると言われており、部材の高強度化による薄肉化、軽量素材への変更等や、それに関連する研究開発も盛んに行われている。鉄鋼材料では、高強度化（ハイテン化）による薄肉化が非常に進んだが、限界に近いところまできていると言われている。軽量素材への変更という点では、アルミ化あるいは樹脂化が主であり、一部高級車ではオールアルミのものも市販されている。しかし、これらの軽量化対策はコストアップに繋がる場合が多く、実用化には製造コストの低減も重要な課題である。

一方、生産性の高い製造方法で知られるダイキャストは、軽量金属であるアルミニウム合金を低コストで大量に生産できることから、自動車の軽量化対策に有効であると考えられる。これまでは強度の求められるエンジンブロックやシリンダー等に適用されていたが、近年は靱性も必要な大型の車体部品や足回り部品にも適用されるようになってきた<sup>1-6)</sup>。それに伴い、従来のアルミニウムダイキャスト用合金はADC12一辺倒であったが、より高延性な素材が求められるようになり、アルミニウム合金への種々の元素の影響が調査され、様々な高延性ダイキャスト合金が開発されている<sup>7-15)</sup>。一般にアルミニウム合金には、熱処理で機械的特性が向上する熱処理型と、そうでない非熱処理型とがあり、前者は熱処理工程そのもの、または熱処理により歪んだ形状の矯正工程がコストアップになるため、後者の非熱処理型の合金がより求められている。しかし、現状の非熱処理型合金には、铸造性が悪い、凝固割れが起こりやすい、肉厚感受性が高い、耐

食性が悪い等の問題があり、さらなる改良が求められている。そこで、本研究では、非熱処理型のアルミダイキャスト用合金ADC6をベースに、成分の配合を変えることで铸造性等に及ぼす影響を調査した。

### 2. 実験方法

一般に、アルミニウム合金の铸造性にはSiが大きな影響を及ぼすことが知られている。本実験では、ADC6合金をベースにSi量を変化させた場合の铸造性について調査することとした。使用したADC6インゴットの成分を表1に示す。分析は発光分光分析装置（株）島津製作所製、PDA-7000）を用いて行ったが、Mgの含有量がJIS規格と比べてやや高い結果となった。このインゴットに純度99.999%（5N）の塊状Siを砕いて、所定量添加することとした。

合金組成が異なれば、液相線温度も変化する。一般に注湯温度は、液相線温度からの過熱度を一定にすることから、この温度の把握が必要である。また、内部組織の晶出過程を理解するにも初晶晶出温度、共晶温度等の把握は重要である。そこで、アルミナ容器中での徐冷過程の冷却曲線を測定し、熱分析を行った。

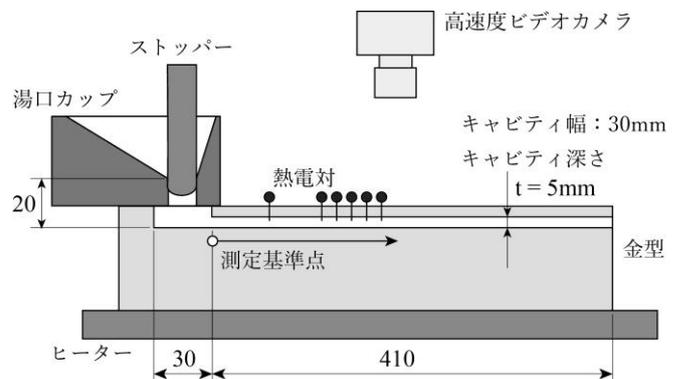


図1 流動性試験模式図

\* 岐阜大学工学部 機械工学科

表1 ADC6 インゴットおよび Si 添加試料の成分

	Cu	Si	Mg	Zn	Fe	Mn	Ni	Ti	Pb	Sn	Al
ADC6 インゴット	0.04	0.79	5.1	0.07	0.61	0.5	0.09	0.015	0.007	0.007	Bal.
+3g Si	0.04	2.21	5.03	0.07	0.62	0.49	0.01	0.016	0.01	0.016	Bal.
+10g Si	0.04	7.55	4.47	0.07	0.52	0.44	0.01	0.017	0.009	0.017	Bal.

(wt.%)

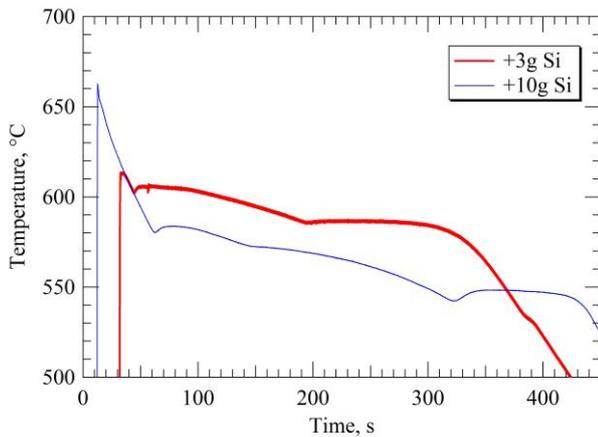


図2 Siを添加したADC6の熱分析曲線

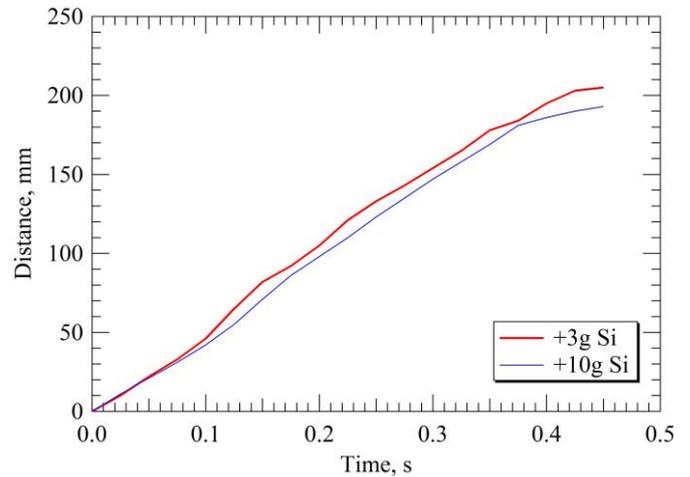


図4 Siを添加したADC6の流動長の比較

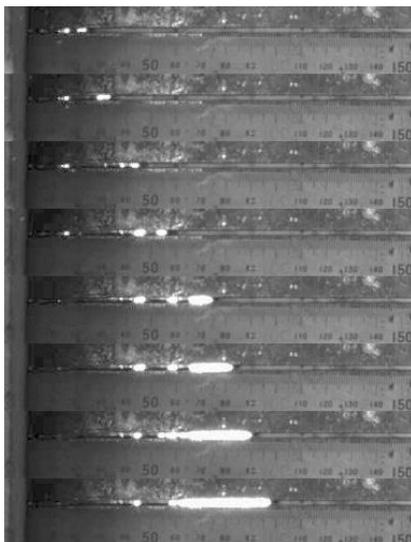


図3 +10g Si合金の流動の様子

铸造性は、図1に示すような 30×410×5mm の平板状のキャビティを有する金型 (S50C 製) を用いて、流動長・流動速度等を調べることで評価することとした。アルミナルツボ中で ADC6 合金を約 140g 溶解し、無添加の試料はそのまま、Si を添加するものは 140g の ADC6 に対し 3g および 10g の Si を添加した。得られた合金の成分を表1に示す。以後、それぞれの試料は +3gSi および +10gSi と表記する。それぞれの合金を約 700°C で溶解し、アルミナ耐火煉瓦で作製したストッパー付き湯口カップに注湯した。その後、所定の温度に到達してからストッパーを外すことで、上記の流動性試験用金型 (塗型付) に溶湯を流入させた。この時、金型は

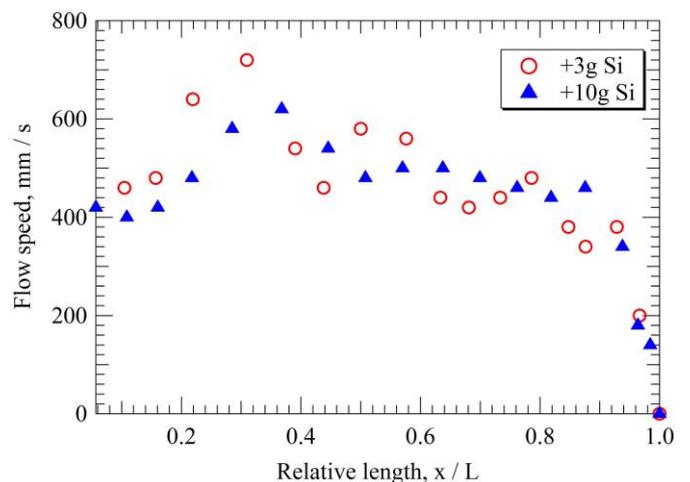


図5 Siを添加したADC6の流速変化

予めホットプレート上にて約 80°C に加熱させた。また、この金型上部にはスリットが設けてあり、上方から高速度ビデオカメラにて流動の様子の撮影と所定の位置に挿入した熱電対にて温度測定を行った。凝固後のアルミ鋳物の成分分析と所定の断面のミクロ組織観察も行った。

### 3. 結果及び考察

図2に+3gSi と+10gSi で行った熱分析結果を示す。+3gSi は約 600°C で、+10gSi は約 580°C で初晶晶出による復熱が観察された。その後、+3gSi では緩やかに温度が低下した後、約 590°C で共晶反応と思われるプラトー領域が 120s 間ほど観察された後、530°C 付近にも小さな発熱が観察された。一方、+10gSi では、約 580°C での初

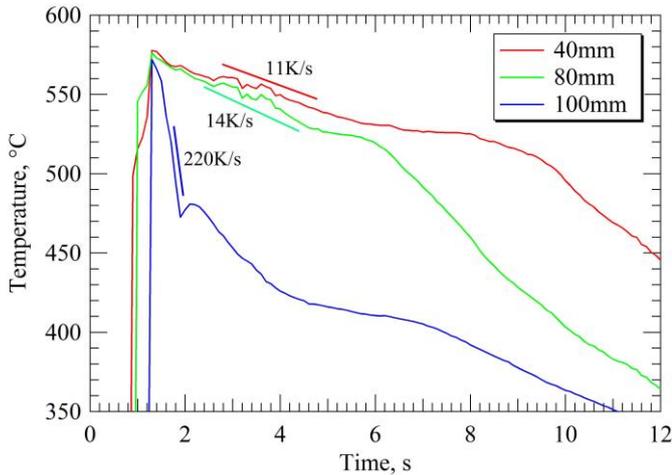


図6 +10g Si 合金の流動性試験での冷却曲線

晶晶出後、約 570°Cでも発熱が起こった。また、共晶反応と思われるプラトー領域の温度が、約 550°Cと大きく低下していた。これは、Si の添加量が増えたことで、晶出する共晶系が変化したか、2 元共晶から 3 元共晶に変化した可能性が考えられる。

図 2 の結果から、初晶晶出のための過冷度は同程度と仮定し、図 1 の铸造性試験での注湯温度を+3gSi では 640°C、+10gSi では 615°Cと設定した。図 3 に+10gSi の铸造実験による湯流れ過程を、高速度カメラで撮影した画像を示す。フレームレートは 200fps であり、各画像間は 3/200s のものを示している。このように時間の経過に伴い、白く光った溶湯が進行していく過程が分かる。これらの画像から各時点での湯先位置を読み取り、図 4 のような時間と湯先位置の関係を得た。これを見ると、

溶湯が測定開始点を通り過ぎてからほぼ線形的に増加し、流動停止直前 ( $t=0.375s$  付近) で勾配が緩やかになっている。合金組成による違いとしては、+3gSi の方が若干進んでいるものの、あまり大きな差はなく、いずれも 0.5s 程度で約 200mm 進行した。また、各フレーム間で進んだ距離から流速を計算し、最終的に流動が停止したときの全体長さを 1 とした時の相対位置での流速を図 5 に示した。バラツキはあるものの、いずれの合金でも同じような変化をしており、相対位置 0.8~0.9 付近で急激に流速が低下した。これは、溶湯の温度低下に伴い固相率が増加し、流動限界固相率に近づいたことで急激に停止したものと考えられる。

図 6 に+10gSi の流動性実験で、測定基準点から 40, 80, 100mm の位置に挿入した熱電対による温度変化を示す。40 および 80mm の位置では冷却が緩やかであるが、最終長さの中心付近となる 100mm の位置では、溶湯到達後急激に温度が低下している。80mm の位置から 20mm 進んだだけで冷却速度が 1 桁大きくなっていた。さらに先端側では、冷却速度がより大きくなっていることが容易に予想される。また、図 2 の熱分析の冷却曲線と比較すると、各点に溶湯が到達した時点で 580°Cを下回っているため、壁面ではかなり初晶が晶出していたのではないかと考えられる。その後、40 および 80mm の位置では 540°C付近に共晶反応によるプラトー領域がしっかり観察されたが、100mm の位置ではほとんど観察されず、約 470°Cで大きな復熱が観察された。冷却速度が速いため、過冷度が大きくなったのではないかと考えられる。

図 7 に 3 種類の試料のマイクロ組織を示す。それぞれ、溶湯が幅 30mm のキャビティ全てを埋められなくなる

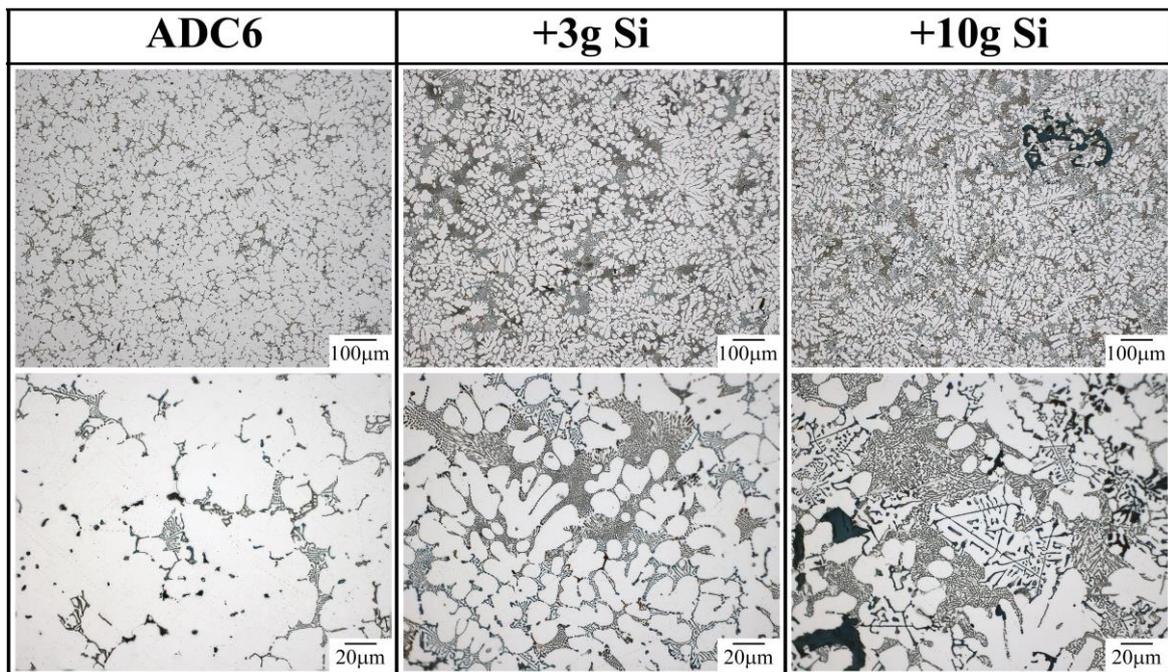


図7 ADC6 および Si を添加した ADC6 合金のマイクロ組織

直前の位置、つまり完全充填できた最終位置付近の断面で観察したものである。基準点からの距離は 160～170mm の位置であり、図 6 より 200K/s 以上の冷却速度が出ていたと考えられる。ADC6 のマイクロ組織には、白い $\alpha$ -デンドライトが大部分を占めており、その間には漢字状共晶組織が確認された。Si をかなり多めに入れた +10gSi では、 $\alpha$ -デンドライトの割合が減り、その間の共晶組織は少なくとも 2 種類の共晶セルが確認できた。また、非常に粗大な介在物（濃い灰色）や、針状の鉄系化合物とみられるもの（淡い灰色）も多数点在していた。このような大きな介在物や針状鉄化合物があり、共晶組織も粗大な板状であることから、機械的特性はあまりよくないのではないかと考えられる。一方、+3gSi ではこのような粗大な化合物がなく、針状鉄化合物も少ないように見られた。また、この試料でも共晶セルは 2 種類存在していたが、一方の共晶組織が非常に微細なロッド状に変化していた。金属組織の観点からは、この+3gSi の組織の方が良いと考えられる。表 1 の合金組成をみると、この+3gSi は独 Rheinfelden 社の Magsimal-59™ に近かったため、このような結果になったと思われる。

#### 4. まとめ

ADC6 相当の合金に Si を添加した場合の铸造性およびマイクロ組織への影響、および熱分析による凝固現象を調査した。その結果、以下のような知見が得られた。

- 1) ADC6 合金 140g に対し、Si を 3g 添加した場合と、10g 添加した場合とで、初晶晶出温度、共晶反応温度等、凝固の挙動が大きく変化した。
- 2) しかし、液相線温度からの過熱度を一定にして流動性試験を行ったところ、Si 量の違いによる流

動性への影響はあまりみられなかった。異なる手法で流動性を調査することも検討する必要があると考えられる。

- 3) 今回調査した+3gSi の合金組成は独 Rheinfelden 社の Magsimal-59™ に近く、このため良好なマイクロ組織が得られていた。成分をより変化させて、さらなる調査をする必要がある。

#### 【謝 辞】

本研究の遂行にあたり、流動性試験の铸造実験に協力していただいた岐阜大学工学部機械工学科の Muhamad Faiz Bin Rezali 君、笹井大地君に深く感謝いたします。

#### 【参考文献】

- 1) 青山, 铸造工学, 76, pp985-990, 2004
- 2) 神戸, 素形材, Vol.50 No.9, pp2-7, 2009
- 3) 浅井ら, 铸造工学, 82, pp819-826, 2010
- 4) 神戸, 素形材, Vol.53 No.3, pp34-38, 2012
- 5) 千葉, 素形材, Vol.56 No.7, pp31-35, 2015
- 6) 神戸, 素形材, Vol.57 No.3, pp2-7, 2016
- 7) 渡邊ら, 铸造工学, 79, pp297-302, 2007
- 8) 渡邊, 素形材, Vol.50 No.9, pp23-29, 2009
- 9) 大城, 素形材, Vol.51 No.9, pp2-5, 2010
- 10) 大城, 素形材, Vol.54 No.8, pp21-25, 2013
- 11) 宮尻, 素形材, Vol.56 No.3, pp23-29, 2015
- 12) 才川ら, 铸造工学, 87, pp39-43, 2015
- 13) 才川ら, 铸造工学, 87, pp561-568, 2015
- 14) 北岡, 素形材, Vol.57 No.3, pp16-24, 2016
- 15) 大城, 素形材, Vol.57 No.3, pp25-31, 2016

# 工具鋼への複合表面処理効果についての研究（第1報）

細野 幸太、大川 香織、小寺 将也

## Compound surface treatment effect of alloy tool steel (I)

Kota Hosono, Kaori Okawa and Masaya Kodera

転造ダイスとして用いられている高硬度工具鋼の耐疲労特性並びに耐久性を向上させるための表面処理効果としてショットピーニング処理及び窒素をキャリアーとする2種類の表面処理を試みた。ショットピーニング処理による高硬度工具鋼表面の残留応力、イオン窒化処理及び窒素拡散処理による表面からの窒素拡散状態及び組織・硬さについて検討した。

### 1. はじめに

近年の自動車産業分野において各種部材等の軽量化が進められ、ネジやボルト類においてもダウンサイズ化と低コスト化が求められている。ダウンサイズ化に伴い、品質精度の観点から熱処理済みの高硬度ネジ素材及び高硬度転造ネジダイス（ダイスと記す）が不可欠となっている。しかし、高硬度ネジによりダイスの耐久性が低下し、ダイスの取り換え、生産ライン停止等が問題となっている。そこで現在の対応策としては、ダイス表面にイオン窒化等の表面処理<sup>1)</sup>を施して、表面硬度を高くしている。しかし、イオン窒化は、処理面がスパッタリング作用によりマイクロクラックなどの亀裂の起点が発生しやすく、表面層に脆い化合物層が生成される等の問題があり、さらなる耐久性の向上が求められている。本研究では、疲労強度向上が期待できる高硬度工具鋼へのショットピーニング処理<sup>2,3)</sup>並びにさらなる耐久性向上が期待できる2種類の表面処理効果(イオン窒化処理(INと記す)並びに窒素拡散処理<sup>4,5)</sup>(DNと記す))について検討した。

### 2. 実験

#### 2.1 ショットピーニング処理

鏡面研磨した20mm(縦)×20mm(横)×4mm(厚み)の工具鋼について平均粒径 $\phi$ 0.3mm並びに $\phi$ 0.6mmのスチール材によるエア式ショットピーニングを行った。ショットピーニング後の最大高さ粗さ(Rz)をレーザー顕微鏡(VK9700/9710:キーエンス(株)製)で測定し、残留応力は、X線回折装置(SmartLab:(株)リガク製)を用いて測定した。X線源はCrであり、管電圧40kV、管電流30mAとした。

#### 2.2 表面処理(イオン窒化及び窒素拡散処理)

鏡面研磨した上記の形状の工具鋼について、2種類の表面処理(IN並びにDN)を施した。INは化合物層の形成を抑制する方法で行った。DNは被表面処理物を装置内に導入したのち真空排気を行い( $10^{-3}$ Pa程度)、放電領域に不活性ガス(アルゴン)を導入し、アルゴンプラズマを生成する。その後アルゴンプラズマから電子ビームを引き出し、窒素ガスを励起させることで高濃度の窒素原子を生成させ、被表面処理物の表面から窒素原子を拡散させる方法を利用した。樹脂包埋した断面についてマイクロ組織の観察、硬さ分布、窒素分布状態、ならびにX線回折装置による表面層の構造分析を行った。マイクロ組織の観察は、鏡面研磨後、5%ナイトールで腐食し光学顕微鏡で行った。硬さ分布については、深さ10 $\mu$ mから200 $\mu$ mまでをマイクロビッカース硬度計(HM-124: Akashi製)を用いて荷重0.49Nで測定した。窒素分布は、電子線マイクロアナライザ(EPMA: JXA-8530F: 日本電子(株)製)を用い、90 $\mu$ mまでの窒素分布状態をライン分析した。表面層の構造分析は、X線源をCu、管電圧40kV、管電流30mAとし、残留応力を測定したX線回折装置を用いた。

ラズマを生成する。その後アルゴンプラズマから電子ビームを引き出し、窒素ガスを励起させることで高濃度の窒素原子を生成させ、被表面処理物の表面から窒素原子を拡散させる方法を利用した。樹脂包埋した断面についてマイクロ組織の観察、硬さ分布、窒素分布状態、ならびにX線回折装置による表面層の構造分析を行った。マイクロ組織の観察は、鏡面研磨後、5%ナイトールで腐食し光学顕微鏡で行った。硬さ分布については、深さ10 $\mu$ mから200 $\mu$ mまでをマイクロビッカース硬度計(HM-124: Akashi製)を用いて荷重0.49Nで測定した。窒素分布は、電子線マイクロアナライザ(EPMA: JXA-8530F: 日本電子(株)製)を用い、90 $\mu$ mまでの窒素分布状態をライン分析した。表面層の構造分析は、X線源をCu、管電圧40kV、管電流30mAとし、残留応力を測定したX線回折装置を用いた。

### 3. 結果及び考察

#### 3.1 ショットピーニング処理

図1にそれぞれ(a)未処理材、(b)粒径 $\phi$ 0.3mmショットピーニング後、(c) $\phi$ 0.6mmショットピーニング後の試験片を示す。同試験片(b)、(c)について最大高さ粗さを測定すると、(b)6.6 $\mu$ m、(c)8.3 $\mu$ mとなりショット粒径を大きくすると最大高さ粗さは大きくなることがわかった。また、同試験片(a)、(b)並びに(c)について残留応力を測定した結果を図2に示す。未処理材は-299MPaの残留圧縮応力が生じており、ショットピーニング処理後には(b)-916MPa、(c)-961MPaの残留圧縮応力となり、ショットピーニングにより高硬度工具鋼の表層部の圧縮

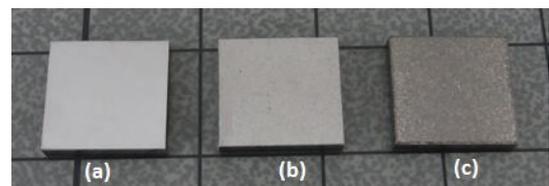


図1 ショットピーニング前後の外観図  
(a)未処理、(b)  $\phi$ 0.3mm、(c)  $\phi$ 0.6mm

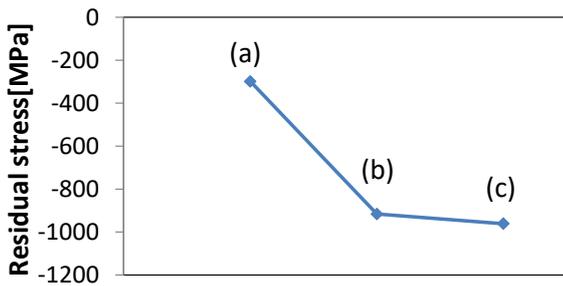


図2 ショットピーニング前後の残留応力  
(a)未処理、(b) φ0.3mm、(c) φ0.6mm

応力が增大することが分かった。

### 3. 2 表面処理 (イオン窒化及び窒素拡散処理)

図3に(a)IN及び(b)DN後の組織観察結果を示す。表面から50μm程度まで素地のマルテンサイト組織とは異なる組織が2種類の表面処理において確認できた。これらの異なる組織は、白層<sup>6)</sup>と呼ばれる化合物層の組織とは異なることから窒素拡散層であると考えられる。また、(a)INには、数ミクロン幅の白いカモメマークと呼ばれる組織を多数確認し、(b)DNにおいては(a)INのようにはっきりとしたカモメマークを確認できなかった。このカモメマークは、アルミニウムダイカスト金型として用いられるダイス鋼への窒化処理で確認され、耐ヒー

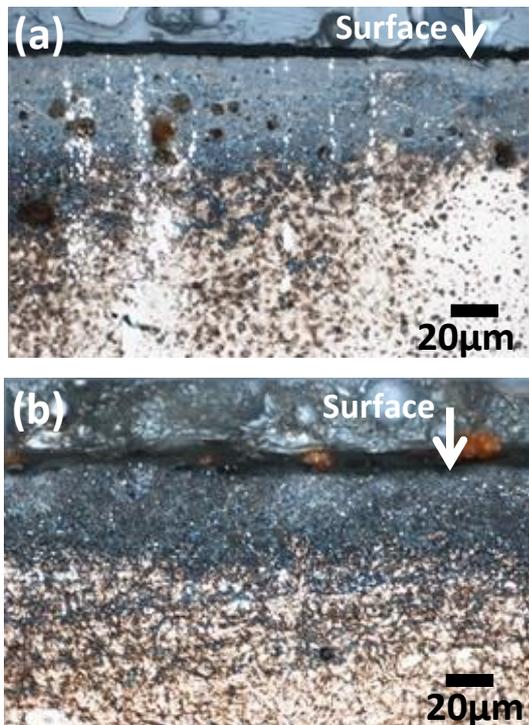


図3 光学顕微鏡による組織観察  
(a)IN、(b)DN

トチェック性を低下させるとの報告があり<sup>8)</sup>、ダイスとして使用するときの影響が懸念される。

図4に表面からの硬さ分布の結果を示す。表面の硬さは、(a)IN、(b)DNどちらも1120程度と高く、内部で減少し、ほぼ一定の硬さとなる。ただし、(a)INでは、表面から100μm程度で一定の硬さとなり、(b)DNでは、140μm程度で一定の硬さとなっていることから内部の硬化範囲が(b)DNのほうが拡大していることが分かった。

図5に(a)IN及び(b)DN後の窒素に対する線分析結果を示す。どちらも表面から50μm程度まで窒素が存在していることが確認できた。しかし、(a)INでは、表面から数μm程度のところで窒素のカウントが大きく減少し、(b)DNでは徐々に低下することが分かった。そこでX線回折装置による表面層の構造解析を行った(図6)。本測定により表面から数μm程度の結晶構造がわかる。(a)INでは窒素化合物(Fe<sub>3</sub>N)の存在を示す回折ピークがあり、(b)DNでは窒素化合物に対応する回折ピークは存在しなかった。したがって、(a)INの窒素の線分析における表面側での窒素カウントの上昇は化合物層の影響であると推定される。

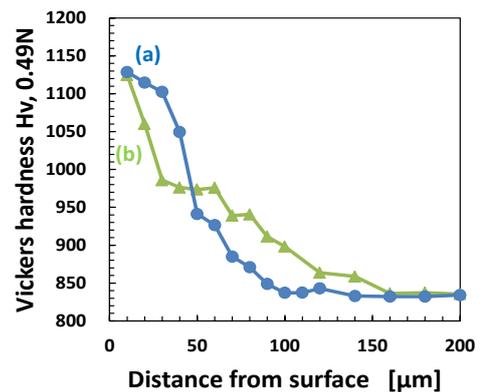


図4 硬さ分布 ((a)IN、(b)DN)

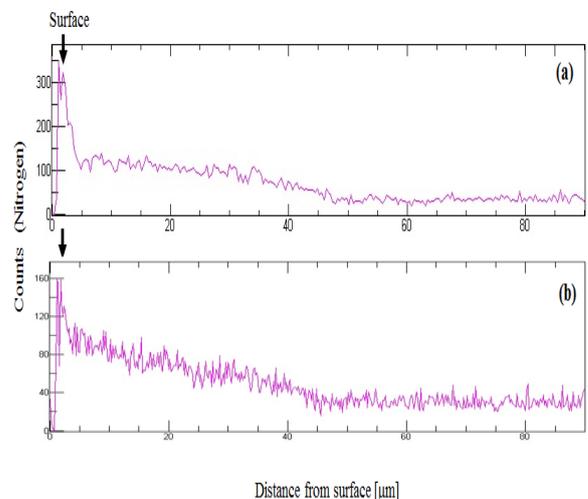


図5 EPMAによる線分析 ((a)IN、(b)DN)

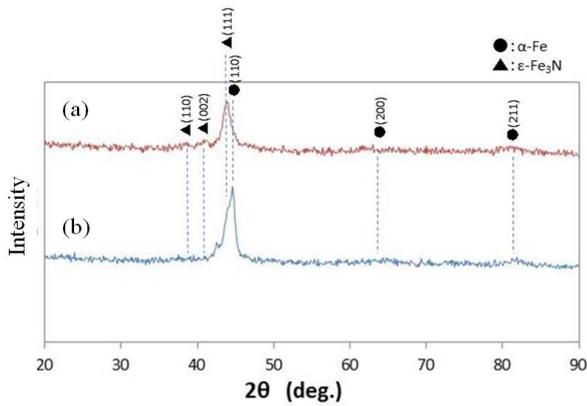


図6 X線回折装置による構造分析  
(a)IN、(b)DN

また、実際に使用しているダイスへのIN並びにDNを行い、ネジ転造数を評価したところDNのほうがINよりも約1.5倍ネジ転造数が向上することが分かった。DNにカモメマーク並びに $Fe_3N$ が存在せず、内部硬化範囲がINよりも広いことが耐久性を向上させたと考えている。

#### 4. まとめ

- 1) 高硬度工具鋼へのショットピーニング処理により、表面の残留圧縮応力が3倍以上向上した。
- 2) 高硬度工具鋼へのINでは、表面層に化合物( $Fe_3N$ )を含んだ $50\mu m$ 程度の窒素拡散層を形成し、表面硬度が上昇した。

3) 高硬度工具鋼へのDNでは、表面層に化合物( $Fe_3N$ )を含まない $50\mu m$ 程度の窒素拡散層を形成し、表面硬度が上昇し、内部硬化範囲がINより広いことが分かった。

4) 耐久性(ネジ転造数)を評価したところDNのほうがINより約1.5倍向上することが分かった。

本研究により、各種表面処理が高硬度工具鋼の耐疲労特性に影響する残留圧縮応力向上や耐久性を向上できる技術であることが分かった。今後、さらなる耐疲労特性や耐久性の向上を期待できる複合表面処理(ショットピーニング処置+イオン窒化処理、ショットピーニング処置+窒素拡散処理等)の効果について検討していく。

#### 【謝 辞】

本研究を遂行するにあたり、株式会社岡本にご協力頂きました。深く感謝の意を表します。

#### 【参考文献】

- 1) 横井ら, Sanyo Technical Report, 15(1), pp53-61, 2008
- 2) 原田ら, 砥粒加工学会誌, 51(3), pp161-166, 2008
- 3) 澤田, 熱処理, 54(1), pp22-27, 2014
- 4) 細野ら, 岐阜県工業技術研究所研究報告第4号, pp15-18, 2016
- 5) 細野ら, 岐阜県工業技術研究所研究報告2号, pp15-18, 2014
- 6) 八代, 素形材, 52(6), pp14-19, 2011
- 7) 北川, 特殊鋼, 63(6), 30-33, 2014
- 8) 高桑ら, 電気製鋼第81巻1号, pp79-80, 2010

# 鋳物に生じる内部欠陥の低減化に関する研究（第1報）

大平 武俊、三原 利之、小寺 将也

## Study on Reduction of Internal Defects in Castings (I)

Taketoshi Ohira, Mihara Toshiyuki and Kodera Masaya

鋳造時に砂型や中子から発生するガスに起因する内部欠陥の低減が望まれている。これまでは、実験室レベルで粘結剤から発生する微量のガスを分析してきた<sup>1-3)</sup>。本研究では、鋳物砂が実際の溶湯に接触したときに発生するガスを採取し、その特性の把握を目的としている。本年度は高濃度のガスの分析法について検討した結果、無機ガス・低級炭化水素・フェノール類・BTX類の特性に合った分析法を確認した。

### 1. はじめに

鋳物はその製造過程で“鋳巣（いす）”とよばれる内部欠陥（鋳物内部の気孔）が発生し、鋳物業界で長年の課題となっている。この製造過程において、熔融した金属を流し込むための砂型や中空部を製作するための中子は、砂を樹脂（粘結剤）で固めているため、高温の熔融金属で樹脂が熱分解し、大量のガスを発生することが鋳物の内部に鋳巣を発生させる原因の一つとなっている。

これまで、実験室レベルで微量の発生ガスを分析してきた<sup>1-3)</sup>。本研究では、鋳物工場で鋳物砂が実際の溶湯に接触したときに発生するガスを採取・分析し、その特性を把握することで、鋳物の内部欠陥の低減に寄与することを目的としている。本年度は、現場レベルの高濃度発生ガスの分析法について検討を行った。

### 2. 試験方法

#### 2.1 無機ガス・低級炭化水素の保存性

無機ガス・低級炭化水素は現場で採取しても、その場での測定できず、実験室に持ち帰る必要がある。よって、測定するまでに時間がかかるため、その保存性について検討した。まず、捕集袋（GLサイエンス(株)製スマートバッグPA）に水素・二酸化炭素・メタンガスをそれぞれ500ppmとなるようにヘリウムで希釈調整し、その24時間後、48時間後の濃度を測定した<sup>1)</sup>。

#### 2.2 固相捕集分析法の検討

これまでの実験ではサンプル（コーテッドサンド）の重量を70mgで行い、フェノール類・BTX類の低濃度での捕集については確認している<sup>1)</sup>。しかし、現場実験ではこの約500倍の量での実験を想定しており、高濃度の場合には捕集剤の破過の問題があるため、その分析方法について検討を行った。

##### 2.2.1 高濃度フェノール類分析法の検討

実験装置の概略を図1に示す。容器にフェノール類（フェノール、*o*-クレゾール 各100mg）を入れ、出口には固相吸着剤（waters(株)製 Sep-Pak Plus PS-2 Cartridge）2個とその先端に吸引ポンプを接続し、220

℃のオイルバスに捕集瓶を入れ、気化させたフェノール類を1000 ml/minで2分間吸引捕集して分析した<sup>1)</sup>。

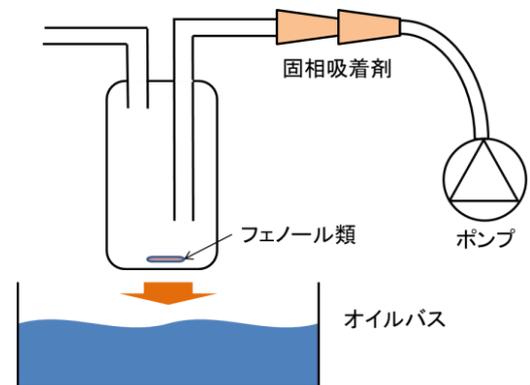


図1 実験装置の概略

##### 2.2.2 高濃度BTX類分析法の検討

前述と同様に、容器にBTX類（ベンゼン、トルエン、*m*-キシレン各100mg）を入れ、出口に固相吸着剤（柴田化学(株)製カーボンポリアクティブ）3つを接続し、気化させたBTX類を捕集した。

また、希釈法として、窒素ガスを充填した捕集袋にBTX類が各10 $\mu$ g/mLとなるように調整し、出口に固相吸着剤2つとその先に吸引ポンプを接続して、気化させたBTX類を1000 ml/minで1分間吸引捕集し分析した<sup>1)</sup>。

### 3. 結果及び考察

#### 3.1 無機ガス・低級炭化水素の保存性

水素・二酸化炭素・メタンガスの保存性を図2に示す。いずれのガスも、24時間後は保存率がほぼ100%で、48時間後でも保存率が90%を超えた。これにより、現場で採取後実験室に持ち帰り、翌日測定が可能であることが確認できた。

#### 3.2 高濃度フェノール類分析法

これまでの実験で、フェノール類は酸化雰囲気及び不活性雰囲気1000℃以上では発生せず、不活性雰囲気800℃でサンプル70mgに対してフェノールが約100 $\mu$ g発生

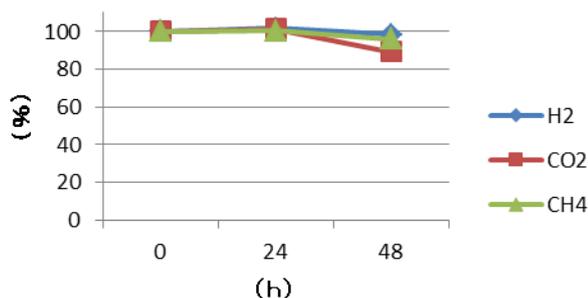


図2 各ガスの保存性

した<sup>2,3)</sup>。現場実験では、溶湯への接触開始時は酸化雰囲気中で熱分解し、周りの酸素が消費されると不活性雰囲気になる。また、フェノールが発生する不活性雰囲気の中で1400℃近くの接触表面が800℃以下になるサンプルはその一部分であると考えられる。サンプル全てが不活性雰囲気800℃の時と同量のフェノールが最大で発生すると仮定した場合、約50mgを捕集できる固相吸着剤が必要となる。フェノール類の高濃度捕集分析法の結果を図3に示す。フェノール、*o*-クレゾールともに1段目は50mg程度以上に捕集されており、2段目はほとんど捕集されていない。これは、1段目が破過せず捕集できたことを意味している。これにより、現場実験においてフェノール類は本固相吸着剤で捕集が可能であることが確認された。

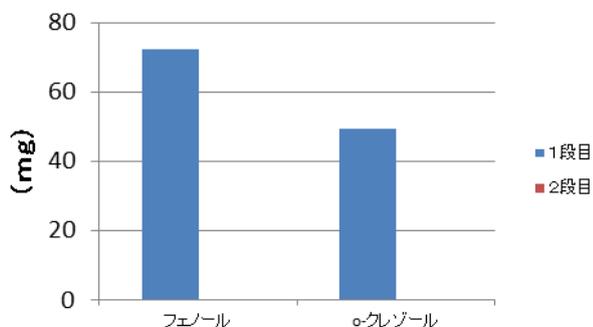


図3 高濃度捕集分析法 (フェノール類)

### 3.3 高濃度 BTX 類分析法

これまでの実験で、BTX類は酸化雰囲気中で発生しなかったが<sup>3)</sup>、1000℃の不活性雰囲気においてはコーテッドサンド70mgに対して、ベンゼンが最大で約100μg発生した<sup>2)</sup>。前述と同様に現場での実験時には約50mgを捕集できる固相吸着剤が必要となる。BTX類の高濃度捕集分析法の結果を図4に示す。BTX類は、1段目で10~18mg、2段目・3段目はそれ以上に捕集されていた。これは1段目も2段目も破過したことを意味し、こ

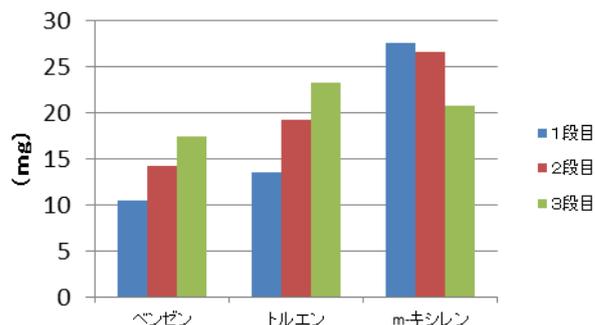


図4 高濃度捕集分析法 (BTX類)

の方法では捕集できないことが判明した。

そこで、希釈法について検討した結果を図5に示す。BTX類のいずれも、1段目で10mg程度が捕集され、(回収率は95%以上)、2段目はほとんど捕集されなかった。これにより、現場での実験においては、捕集袋で捕集したガスの一部を希釈して、濃度を低くすることにより破過を防ぎ、分析することが可能となった。

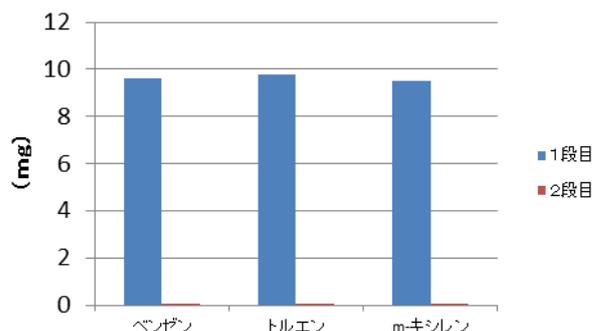


図5 希釈分析法 (BTX類)

## 4. まとめ

粘結剤から発生する高濃度ガスの分析法について検討を行い、次の結果を得た。

無機ガス・低級炭化水素の捕集袋での保存性が確認できた。フェノール類は高濃度ガスの固相吸着による捕集が可能であることを確認できた。BTX類は、高濃度ガスをそのままでは固相吸着することができないが、希釈法を用いて固相吸着し、分析することが可能となった。

### 【参考文献】

- 1) 大平ら, 岐阜県工業技術研究所研究報告 No.2, pp19-22,2014
- 2) 大平ら, 岐阜県工業技術研究所研究報告 No.3, pp20-23,2015
- 3) 大平ら, 岐阜県工業技術研究所研究報告 No.4, pp19-21,2016

# 摩擦攪拌接合の異種材接合への応用 (第3報)

水谷 予志生、小寺 将也

## Application of friction stir welding to dissimilar material joining (III)

Yoshiki Mizutani and Masaya Kodera

摩擦攪拌接合 (FSW) による異種材接合として、それぞれ板厚 3mm のアルミニウム展伸材 (A6061-T6) と黄銅板 (C2801P) または純銅材 (タフピッチ銅: C1100P) との突き合わせ接合を行った。既報<sup>1,2)</sup>で取り組んだアルミニウム展伸材と鋼材またはステンレス材との FSW 異種材接合同様の条件で接合実験を行ったところ、十分な接合強度は得られなかった。また、銅合金との FSW を行った場合、ハイス鋼製 FSW ツールに銅合金が凝着してしまう問題が起こった。銅と鉄との反応性が良すぎるのが原因と考えられ、銅との反応性の悪い材質で FSW ツールを作製するのが良いのではないかと考えられる。

### 1. はじめに

自動車等輸送機器の軽量化等のため、場所によって最適な素材を使い分けるマルチマテリアル化が進んでいる。これにより、素材接合の新たな組み合わせの要望が増えており、種々の手法が開発・実用化されている。その中でも特に使用量が増加しているアルミニウム合金との異種材接合が注目されており、構造材として多く使われている鉄鋼材料との異種材接合の要望が高い。しかし、異種材料を一般的な溶融溶接法で接合しようとした場合、脆い金属間化合物が生成しやすいという問題がある。これに対し、固相接合法である摩擦攪拌接合 (Friction Stir Welding: 以降 FSW)<sup>3,4)</sup>では、金属間化合物層の厚みを非常に薄く制御することが可能であり、アルミニウム合金とマグネシウム合金や鉄、銅、チタンといった異種材料との接合<sup>5-16)</sup>や、鉄あるいは銅同士のような高融点材料の接合<sup>17-20)</sup>といった研究開発も進んでいる。そこで、当所でもアルミニウム合金と、鉄鋼材料またはステンレス材との FSW による異種材接合に着目し、厚さ 3mm の板同士の付き合わせ接合に取り組んできた<sup>1,2)</sup>。その結果、ツールショルダー部の侵入はさせない方がいいこと、鉄よりステンレスの方が良好な接合が得られる加工条件範囲が狭い傾向であることが分かった。

一方、自動車の HV・EV 化が進むことで銅の使用量も増えている。このため、銅合金との接合の要望も高まる可能性がある。しかし、アルミと鉄との異種材接合に関する研究例は多いが、銅合金との研究例は少ない。そこで、本研究ではアルミニウム合金と黄銅あるいは純銅との FSW 異種材接合に取り組むこととした。

### 2. 実験方法

本実験では、それぞれ 50mm×250mm×3mm のアルミニウム展伸材 (A6061-T6)、黄銅板材 (C2801P) または純銅板材 (タフピッチ銅: C1100P) を接合用試料とした。

FSW 方法は既報<sup>1,2)</sup>と同様に、ツール進行方向の右側 (RS 側) にアルミニウムを、左側 (AS 側) には黄銅または純銅を配して行った。FSW ツールにはハイス鋼を用いており、φ12mm のショルダー先端に M5 の逆ネジ状プローブ (長さ 2.6mm) が付いた形状となっている。ツール侵入深さはプローブ長さと同じ 2.6mm とした。

ツール挿入位置は既報<sup>1,2)</sup>と同様で、突き合わせ面よりアルミ側とし、プローブ側面が約 0.2mm だけ黄銅板あるいは純銅板の側面に食い込むように調整している。ツールの回転数と移動速度を変化させ、接合強度への影響を調査した。接合後の試料からワイヤーカットを用いて引張試験片を作製し、万能試験機 (Instron Corporation 製、5985 型) にて引張強度を測定した。また、接合断面のマクロ・ミクロ組織観察も行った。さらに、接合に用いたハイス鋼ツールの断面観察と SEM-EDS (エネルギー分散 X 線分光法) による元素分析も行った。

### 3. 結果及び考察

既報<sup>1,2)</sup>と同様に 8 本の引張試験片を切り出し、万能試験機にて引張試験を行い、FSW の開始点を原点とした引張試験片の採取位置による引張強度をプロットした。図 1 に、アルミと黄銅の組み合わせで FSW した場合の引張強度について示す。これらの接合実験を一番最初に行った回転数 800rpm、移動速度 100mm/min で FSW した試料の最初だけ、4kN と高い値が得られているが、その他の条件では約 2kN 以下と非常に低い値しか得られていない。アルミ同士を FSW した場合には 8kN 程度の強度が得られていることから、良くて 1/2 程度、悪いと 1/8~1/4 程度しか得られなかった。また、回転数を 1200rpm にあげた場合には、100~500mm/min のいずれの移動速度でも、FSW 後簡単に割れてしまうような接合しかできなかった。

一方、純銅との FSW ではアルミ側に大きな溝欠陥が

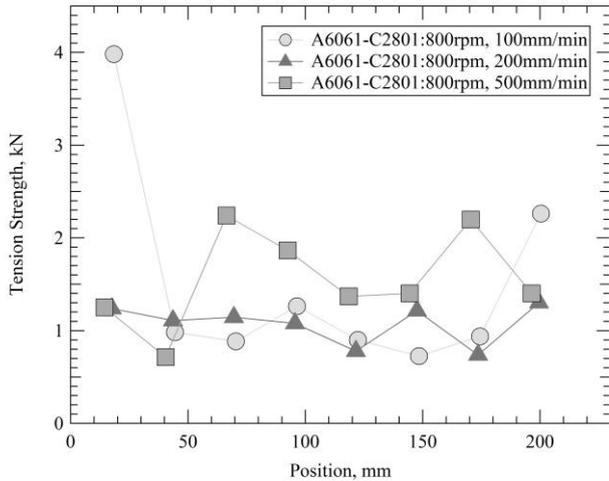


図1 黄銅-アルミのFSW後の引張試験片採取位置と引張強度の関係

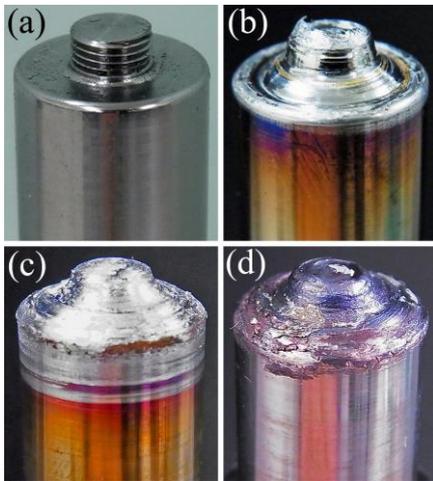


図2 ハイス鋼FSWツールの外観  
(a)未使用, (b)黄銅とのFSWに使用後,  
(c)黄銅および純銅とのFSWに使用後,  
(d)ツール(c)を10%水酸化ナトリウム水溶液に浸漬後

生じてしまった。また、FSW後のハイス鋼製プローブ（黄銅で使用後さらに純銅でも使用したもの）には図2(c)のようにアルミの凝着が確認され、図2(a)の使用前の状態からプローブが大きく太っているのが分かる。この使用後のツールのネジ形状を確認するため、凝着しているアルミを除去しようと10%水酸化ナトリウム水溶液に浸漬したが、図2(d)のようにほとんど形状は変わらず、プローブ形状を確認できなかった。この表面が褐色を呈していることから、内部の大部分は銅が凝着しており、最表面にアルミが存在していたものと考えられる。同様に、黄銅とのFSWに何度か使用したハイス鋼ツールでも、図2(b)のように黄銅あるいはアルミによるものと考えられる凝着が起こっていた。このような状態では定常的に適正な接合が行えないため、凝着しにくいツールが望ましいと考えられる。

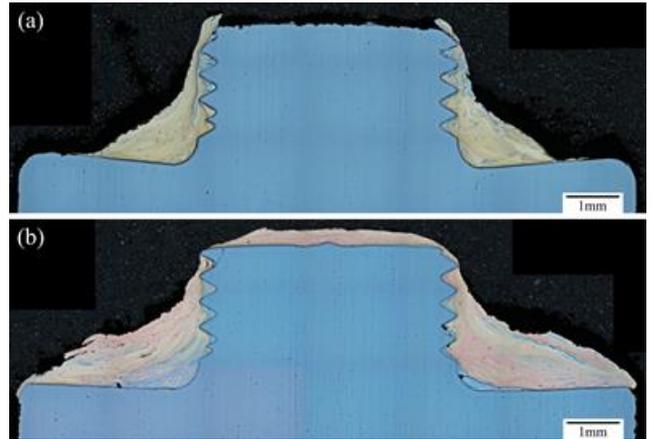


図3 使用後ツールの断面図  
(a)図2(b)のツール, (b)図2(d)のツール

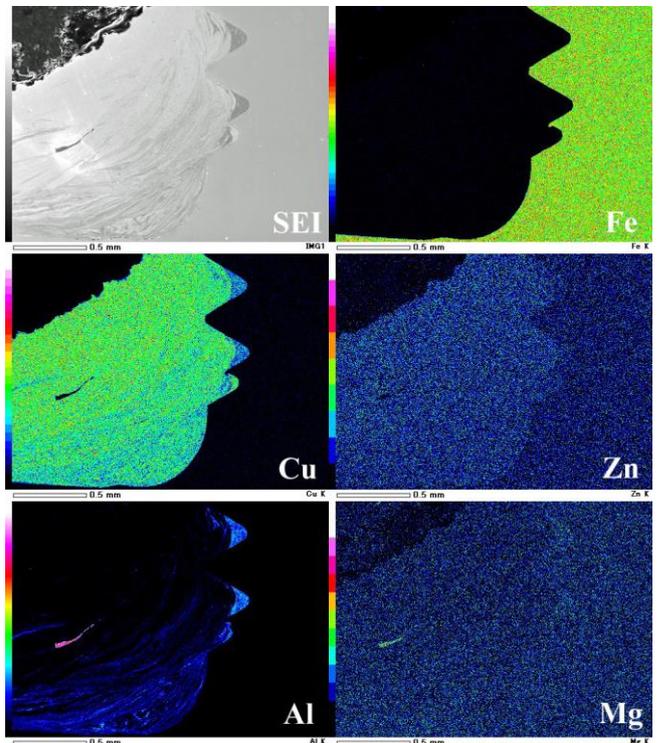


図4 図3(b)のツール断面の元素マッピング

図3に、図2(b)と(d)のFSWツールの断面図マクロ写真を示す。図3(a)のツールは黄銅に対してのみ、図3(b)は黄銅と純銅の両方で使用したものである。いずれも、黄銅あるいは純銅とアルミと思われる、それぞれ黄色・赤茶色・灰色の物質が層状に付着・堆積していた。また、いずれもネジ形状はきれいに残っているのが確認され、摩耗や欠損はほとんど起こっていないと考えられる。一部、最先端側のネジ山で、形状の歪みや、谷部からのクラックの発生が確認できた。

これらのツール断面について、鉄・アルミ・銅等による化合物が形成されていないか確認するため、EDSによる元素マッピングの結果を図4に示す。この図は、黄銅と純銅の両方で使用した図3(b)のものである。ネジ

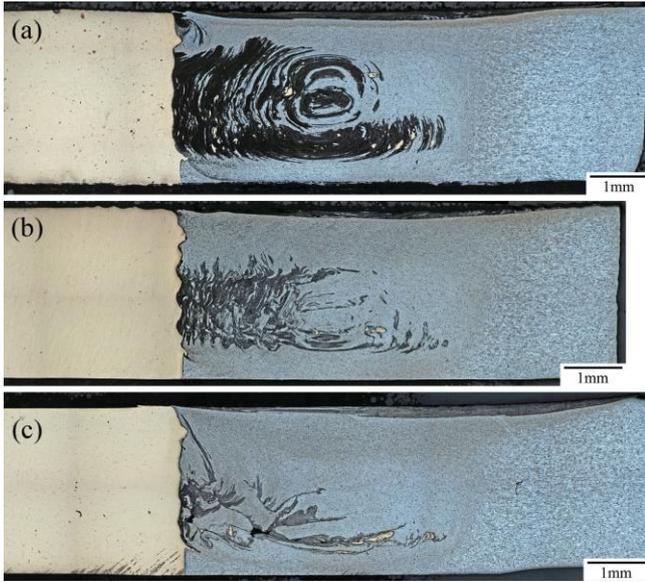


図5 黄銅-アルミのFSW後の断面マクロ組織  
移動速度：(a)100mm/min, (b)200mm/min, (c)500mm/min  
回転数：800rpm

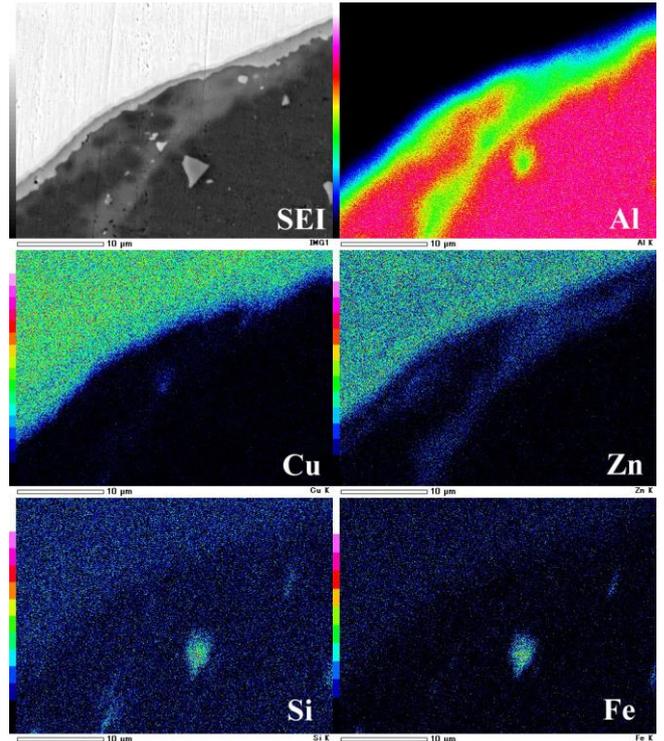


図7 図5(a)の黄銅-アルミ境界部の元素マッピング

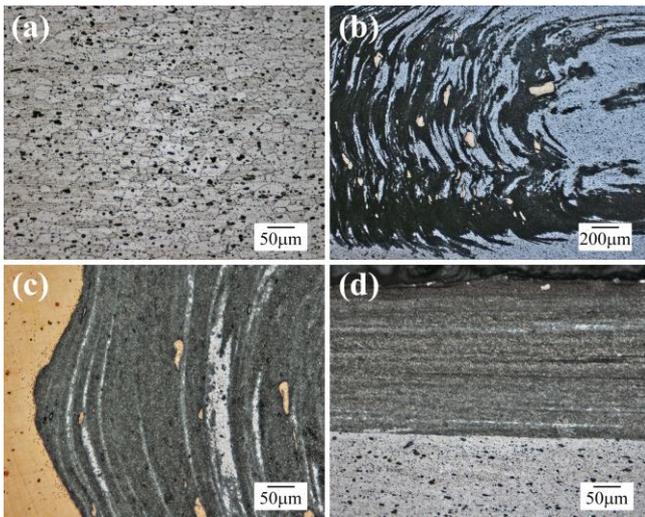


図6 図5(a)の断面のマイクロ組織  
(a)アルミ素材部, (b)攪拌部中心付近,  
(c)黄銅-アルミ境界部, (d)アルミ攪拌部表面近傍

谷部やツールショルダー上に、アルミが多く堆積している箇所が見られた。また、ツールの回転に伴い、アルミと銅が層状に堆積しているのが確認できた。一方、ツール材質の鉄が銅・アルミ側に混入したり、ツール側に銅・アルミ等が拡散している痕跡は見られなかった。

図1で使用したアルミと黄銅をFSWした場合の断面マクロ組織を図5に示す。いずれも、全接合長の中心付近の断面であり、ツールの移動方向は紙面手前から奥となっている。アルミ(A6061)部を5%HF水溶液でエッチングし、光学顕微鏡の明視野像で撮像した。100~500mm/minのいずれの移動速度の場合でも、左側(AS側)の黄銅がプローブネジ部により凸凹に変形し、削ら

れた黄銅片がアルミ中に分散しているのが確認された。また、アルミ中にエッチングで黒く変色したことで、FSW特有の攪拌の痕跡(オニオンリング)が明瞭に見られている。これを見ると、移動速度が100から500mm/minに増加するにつれ、攪拌の渦が少なくなっているのが分かる。また、最表面直下にも黒く変色した領域が広がっていた。さらに、移動速度500mm/minの試料(図5(c))では、アルミ部に欠陥(空洞)が存在していた。

図6に図5(a)の移動速度100mm/minでFSWした試料断面のマイクロ組織を示す。図6(a)はアルミ(A6061-T6)素材部のマイクロ組織を示す。図6(b)は攪拌部中心付近であり、攪拌による塑性流動の痕跡と黄銅片が分散しているのが確認できる。また、アルミ素地のマイクロ組織は図6(a)と異なり、非常に微細になっていた。図6(c)はアルミと黄銅の境界部の、図6(d)は表面近傍のマイクロ組織を示す。いずれも、黒く変色した領域と白い領域が層状に並んでいる。黒く変色した部分は、黄銅との合金化が進んだ領域か、攪拌による強加工で結晶粒が微細化した領域ではないかと考えられる。

異種材接合には金属間化合物層の厚みが重要であるため、アルミと黄銅の境界部をSEMにて観察し、EDSにて元素マッピングを行った結果を図7に示す。測定した試料は図5(a)のものであり、マクロ組織写真の境界部で黄銅が凸になった箇所が測定点である。図中左上に黄銅成分が、右下にアルミの成分が検出され、その境界に1μm程度の厚みの金属間化合物層が確認できた。また、アルミ中に、素材に含まれるAl-Fe-Si系化合物の他に、

Zn が筋状に分布しているのも観察された。純銅 (C1100) とアルミ (A5052) の重ね FSW に対する研究例<sup>10)</sup>であるが、銅とアルミの金属間化合物層の厚みが 1 $\mu$ m を越えるた場合に破断荷重が急激に低下したことが報告されており、金属間化合物層はできるだけ薄くするのが望ましいとされている。本研究で十分な強度が得られなかったのは、金属間化合物層が厚すぎたためと考えられる。また、本研究で用いたハイス鋼製ツールでは、図2のようにアルミと銅の凝着が起こってしまうのが実用上の大きな問題と思われる。銅と鉄との反応性が良すぎるのが一因と考えられ、銅との反応性の悪い材質で FSW ツールを作製するのが良いのではないかと考えられる。

#### 4. まとめ

FSW による異種材接合として、板厚 3mm のアルミニウム展伸材 (A6061-T6) と黄銅 (C2801P) または純銅 (タフピッチ銅 : C1100P) との突き合わせ接合を行った。その結果、以下のような知見が得られた。

- 1) 黄銅は回転数 800rpm で接合はできたものの、強度は非常に低く、アルミ同士の 1/8~1/4 程度しか得られなかった。回転数を 1200rpm にあげた場合、および純銅の場合には接合ができなかった。
- 2) 黄銅とアルミの界面に、1 $\mu$ m 程度の厚みの金属間化合物層が存在していた。十分な強度が得られなかったのは、この厚みが厚すぎるのが原因と考えられる。接合条件を精査し、金属間化合物層が 1 $\mu$ m 以下になるような条件を見いだすのが重要と考えられる。
- 3) FSW に用いたハイス鋼製ツールに銅・アルミが凝着してしまっており、良好な接合が行えない原因ではないかと考えられる。銅と鉄の反応性が良すぎるのが一因と考えられ、銅との反応性の悪い材質で

FSW ツールを作製するのが良いのではないかと考えられる。

#### 【参考文献】

- 1) 水谷ら, 岐阜県工業技術研究所研究報告, 3, pp24-27, 2015
- 2) 水谷ら, 岐阜県工業技術研究所研究報告, 4, pp22-26, 2016
- 3) 佐藤ら, まてりあ, 42, pp214-220, 2003
- 4) 藤井, 金属, 83, pp5-10, 2013
- 5) 福本ら, 溶接学会論文集, 22, pp309-314, 2004
- 6) 安井ら, 溶接学会論文集, 23, pp469-475, 2005
- 7) 時末ら, FSW の基礎と応用, 日刊工業新聞社, pp40-44, 2005
- 8) 宮川ら, 溶接学会論文集, 26, pp42-47, 2008
- 9) 安井, 溶接技術, 62, pp51-54, 2014
- 10) 青沼ら, 塑性と加工, 53, pp869-873, 2012
- 11) P.Liu, et. al, Mater., Lett., 62, pp4106-4108, 2008
- 12) A.Esmaeili, et. al, Mater. Sci. Eng. A, 528, pp7093-7102, 2011
- 13) Q-Z.Zhang, et. al, Trans. Nonferrous Met. China, 25, pp1779-1786, 2015
- 14) M.F.X.Muthu, et. al, J. Mater. Proc. Tech., 217, pp105-113, 2015
- 15) P.K.Sahu, et. al, J. Mater. Proc. Tech., 235, pp55-67, 2016
- 16) M.P.Mubiayi, et. al, Trans. Nonferrous Met. China, 26, pp1852-1862, 2016
- 17) 中田, 溶接学会誌, 74, pp148-151, 2005
- 18) R.Ueji, et. al, Mater. Sci. Eng. A, 423, pp324-330, 2006
- 19) 松下ら, 溶接学会論文集, 27, pp360-370, 2009
- 20) Y.D.Chung, et. al, Scripta Mater., 63, pp223-226, 2010

# 水栓部品における脱亜鉛腐食の発生しやすい使用環境の解明

三原 利之、大平 武俊

## Study on dezincification-prone corrosion environment for faucet parts

Toshiyuki Mihara and Taketoshi Ohira

黄銅製の水栓部品に、1% 塩化銅(II)水溶液を24時間循環させて脱亜鉛腐食試験(流水条件)を行い、静止した腐食溶液(静水条件)中との脱亜鉛腐食試験の結果と比較した。水栓部品の脱亜鉛腐食深さは、電子顕微鏡を用いて流水条件と静水条件で断面を観察して測定したところ、最大でそれぞれ750 $\mu\text{m}$ と11 $\mu\text{m}$ であり、流水条件では、静水条件より最大でおよそ68倍の深さまで脱亜鉛腐食が進行した。このことから、脱亜鉛腐食試験は、流水条件で実施することで従来の静水条件より脱亜鉛腐食が進行しやすいことが分かった。また、流水条件での水栓製品の内面には析出物が見られ、より多く析出した部位ではより脱亜鉛腐食をしていたことから、この析出物は脱亜鉛腐食反応に大きく影響していると考えられる。

### 1. はじめに

銅と亜鉛の合金である黄銅は、水道水に対して高い耐食性を持ち、安価でもあるため、水栓部品の主要な材料の一つとなっている。また、黄銅は他の銅合金と異なり鉛を含まないために、近年、環境に配慮した材料としても注目が集められており、今後、より多くの黄銅材料が、水栓部品へ使用されることが期待されている<sup>1)</sup>。

黄銅は、一般の水道水に対しては耐食性を持つ金属材料であるが、弱酸性の水溶液中ではゆっくりと腐食が進行し、銅よりもイオン化傾向の大きい亜鉛が水溶液中に溶出する脱亜鉛腐食が起きる。脱亜鉛腐食では、はじめに腐食溶液と接触した黄銅表面に亜鉛の腐食生成物が生成される。この腐食生成物が、腐食溶液中に溶解することで、黄銅表面が再び腐食性溶液にさらされるため、黄銅中の亜鉛が継続して溶液中に流出する。脱亜鉛腐食が進行した黄銅では、黄銅中の亜鉛が失われ、微小な空洞を持つ多孔質な銅のみが残される<sup>2)</sup>。このため、脱亜鉛腐食が進行した黄銅製の水栓部品は脆くなり、衝撃等により破損し易くなる。また、水栓部品の内部から進行した脱亜鉛腐食が、水栓部品の表面まで達した場合には漏水が起きる。このような水栓部品における脱亜鉛腐食は、日本の水道水に多い中性の水道水中では起こりにくい<sup>3)</sup>が、日本の水道水のうちのおよそ20%の水道水は弱酸性であり<sup>3)</sup>、こうした使用環境で長期間にわたり使用される水栓部品では、脱亜鉛腐食による漏水が起こる場合がある。

日本工業規格では、水栓部品に使用される黄銅材料の脱亜鉛腐食を評価するため、脱亜鉛腐食試験法(JIS H 5120)を規定している<sup>4)</sup>。この試験は、材料としての黄銅の脱亜鉛腐食性を評価することを目的としており、試験には黄銅を材料から切り出し加工したものを試料として評価に用いる。しかし、一般家庭等で実際に使用される製品における脱亜鉛腐食の状態は、製品の部位、形

状、水流の流速等によっても異なり、金属材料そのものの要因だけではなく、より多くの要因が複雑に絡んでいるため、材料自体の脱亜鉛腐食性を評価する既存の試験方法で、実際の製品の脱亜鉛腐食性の評価をすることは難しい。

これまでに当研究所では、黄銅製の水栓製品に腐食性の飽和溶液を密封して脱亜鉛腐食試験を実施し、黄銅製の水栓部品において脱亜鉛腐食の再現と評価について報告している<sup>5)</sup>。この報告で用いた腐食性の飽和溶液は、水栓部品が一般家庭等において使用される際、より腐食しやすい温水で使用される状況を想定して、腐食性の飽和溶液を恒温槽を用いて65 $^{\circ}\text{C}$ で3ヶ月保温し、脱亜鉛腐食試験を行った。その後、断面の観察から脱亜鉛腐食の深さを測定し、脱亜鉛腐食の状況を把握することができた。その一方で、この報告の脱亜鉛腐食試験から提起された課題としては、この試験条件は実際には水流のある状態で使用される水栓部品の使用状況とは違い、水栓部品に腐食溶液を密封した水流のない状態(静水)で試験しており、一般家庭等で使用された水栓部品での脱亜鉛腐食を十分に反映できていない懸念があった。また、この脱亜鉛腐食試験に用いた腐食性の飽和溶液は、実際の水道水よりも非常に高濃度だったため、実際の使用条件により近い濃度での試験が必要とされた。加えて、一般家庭等で使用された水栓製品で起きた脱亜鉛腐食による漏水は、通常、数年使用した後に起こるため、この3ヶ月間という試験期間は十分に短い。けれども、水栓部品の脱亜鉛腐食の評価を品質管理等に応用することを想定した場合には、より短期間で評価できる試験方法が必要とされる。

そこで、今回の研究では、実際に使用される水栓部品で発生する脱亜鉛腐食により近い条件で、より短期間で脱亜鉛腐食試験を行うことを目的としている。その最初のステップとして、水栓部品に低濃度の腐食溶液を循環

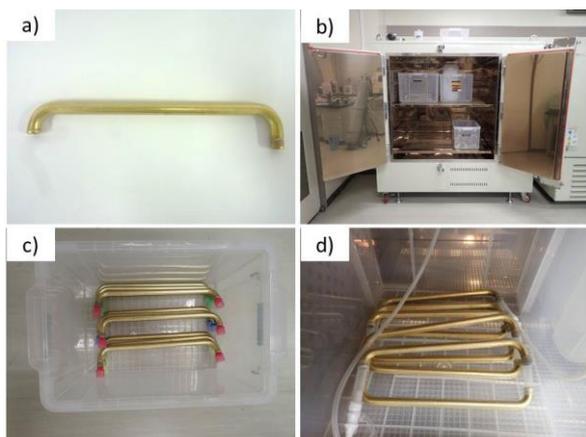


図1 a)黄銅製の水栓部品, b)脱亜鉛腐食試験(流水条件), c)脱亜鉛試験(静水条件)水栓部品の試験外観, d)脱亜鉛試験(流水条件)

させながら脱亜鉛腐食試験を行い、腐食溶液を密封した静水での試験結果と比較した。

## 2. 実験

### 2.1 供試材

本研究に用いた黄銅製の水栓部品を図1aに示す。この水栓部品は、水栓の吐水部分に用いられている。給水口から吐水口の長さ、管の外径および内径は、それぞれ300 mm、16 mm、13 mmで、家庭等で使用される一般的な仕様の水栓部品を試験に用いた。通常、黄銅の水栓部品は、外側の表面にメッキがされているが、本試験にはメッキ前の黄銅製の水栓部品を用いて試験を行った。水栓部品の化学組成は、銅と亜鉛の質量割合が、それぞれ65%、35%であり、これは、水道部品に用いられる黄銅の一般的な組成である。

### 2.2 流水および静水条件下での脱亜鉛腐食試験

流水条件の試験および水栓部品の試験外観を図1bと図1dに示す。試験条件は、腐食溶液に75℃に保温された1%塩化銅(II)水溶液を試験液に用い、水流ポンプを用いて流量0.15 L/minで24時間、腐食溶液を循環させた。腐食試験の温度および腐食溶液は、JIS H 5120「銅及び銅合金铸件」付属書A「脱亜鉛腐食試験方法」に準じて決定した<sup>4)</sup>。1%塩化銅(II)水溶液は、塩素イオン濃度に換算した場合2%の腐食溶液となり、これは海水(3%程度)よりも低い濃度である。また、前回の研究で用いられた56%の塩化銅(II)の飽和溶液と比較しても大幅に低く、より実際の使用環境に近い塩素イオン濃度であると考えられる。また、今回の脱亜鉛腐食試験の流水条件は、乱流により黄銅表面に生成した腐食皮膜が物理的に剥離し、層流の場合より大幅に腐食が進行する現象(エロージョン・コロージョン<sup>6)</sup>)が起こらないように、流速(0.15 L/min)とした。この流速で水を流した場合のレイノルズ数は980となり、これは層流の限界値であるレイノルズ数3000よりも十分に低

いため、水流は乱流とはならず層流となる。実際に、流水条件下での腐食試験を行った水栓製品の内面を確認したところ、非常に脆い腐食生成物が水栓部品の内面を覆っている様子が見られ、これらが水流により剥離した様子は見られなかった。水流ポンプは、10 Lの腐食溶液を入れた溶液タンク(容量20 L)からシリコンチューブを通して吸入し、水栓部品に導入した。水栓部品から流れ出した腐食溶液は、再び腐食溶液の溶液タンクに戻された。ここで、溶液タンクは恒温槽内で、大気開放していたため、静水条件下での溶液が密封された状態とは異なり、腐食溶液には大気圧により酸素が供給されていたと考えられる。試験の期間中、水流ポンプを除く水栓部品、溶液タンクは、75℃に保持された恒温槽内に静置し、腐食溶液の溶液温度は75℃に保持した。腐食溶液は、塩化銅(II)を蒸留水に溶解させて調製し、流水条件と静水条件の試験には同時に調製した腐食溶液を用いた。静水条件下の実験の外観を図1cに示す。試験条件は、腐食性溶液として流水条件と同様に1%塩化銅(II)水溶液を用い、水栓部品に腐食溶液を満たしたのちに、シリコンゴム栓で密封し、75℃の恒温槽内に静置した。水栓部品は、試験後、内部を蒸留水で洗浄し、十分に乾燥させた後、ダイヤモンドソーを用いて半円状の試料に切断したのち、導電性の樹脂に埋め込み、その後研磨し、電子顕微鏡を用いた断面の観察および元素分析を行うための試料とした。

### 2.3 脱亜鉛腐食深さの測定と観察

腐食試験を行った水栓部品の断面の観察は、高分解能走査電子顕微鏡複合装置(日本電子(株)製JIB-4600F)を用い、水栓部品の断面の二次電子(SEM)像の観察と元素分析を行った。SEM像での観察結果と、元素分析による結果から、脱亜鉛深さを測定した。

## 3. 結果及び考察

流水条件および静水条件下での水栓部品の内面の写真を図2aに、流水条件での断面のSEM像をそれぞれ図2c、図2dに示す。流水条件で試験した水栓部品の内面の観察から、水栓部品の内面には、その表面全面に緑色の析出物が均一に析出している部分と特に厚く析出している部分があり、均一に析出している部分では、その内側の黄銅は均一に脱亜鉛腐食(均一腐食部)していた。また、厚く析出している部分では脱亜鉛腐食は水栓部品の内面から表面にまで達しており、局所的により深く脱亜鉛腐食(局部腐食部)していた。流水条件での均一腐食部、局部腐食部、および静水条件下での断面の元素分析結果を、それぞれ図3、図4、および図5に示す。流水条件での均一腐食部、局部腐食部、および静水条件下での脱亜鉛腐食深さは、それぞれ11 μm、68 μmと750 μmだった。断面についての元素分析の結果から、最表面に見られた緑色析出物は、主に銅と塩素で構成されており、腐食試験の間に、腐食溶液中の塩化銅が析出したもので

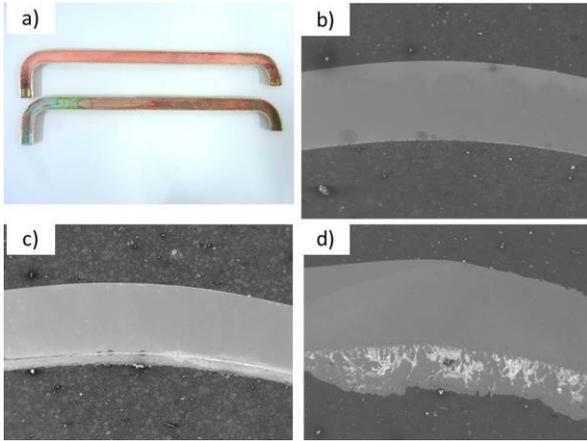


図2 a) 試験後の水栓部品の内面、静水条件（上）、流水条件（下）、b)水栓部品断面のSEM像（静水条件）、c)（流水条件、均一腐食部）、d)（局部腐食部）（倍率50倍）

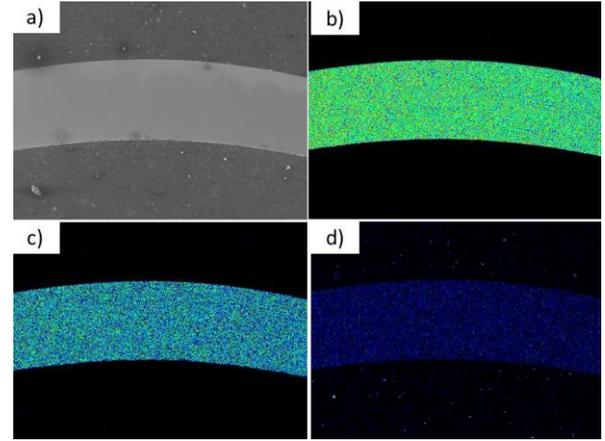


図5 水栓部品の断面（静水条件）の a) SEM 像と組成 b) 銅, c) 亜鉛, d) 塩素（倍率50倍）

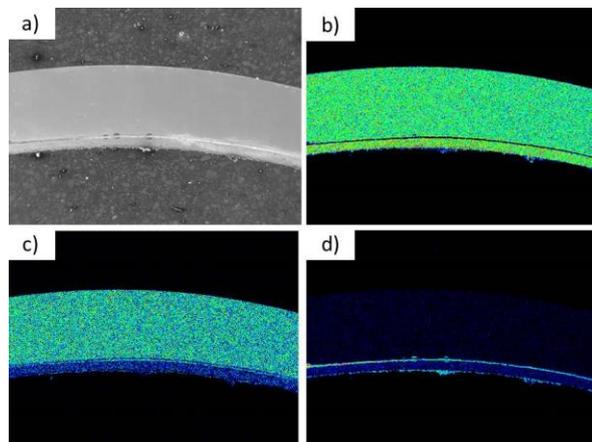


図3 水栓部品の断面（流水条件、均一腐食部）の a) SEM 像と組成 b) 銅, c) 亜鉛, d) 塩素（倍率50倍）

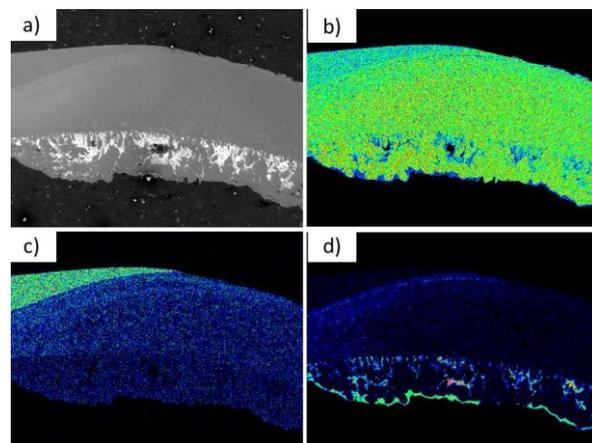


図4 水栓部品の断面（流水条件、局部腐食部）の a) SEM 像と組成 b) 銅, c) 亜鉛, d) 塩素（倍率50倍）

あると考えられる。また、緑色析出物の内側には、どちらの試料も銅が析出しており、これは脱亜鉛腐食の過程で、溶液中の銅成分が水栓部品の内面に析出したものであると考えられる。脱亜鉛腐食は亜鉛が電子を放出し、イオン化することで水溶液中に溶出し腐食が進行する。腐食溶液中の銅は腐食反応に必要な電子を受容する役割を果たしているため、腐食反応が進行するにつれ溶液中の銅イオンが還元されて、より多くの銅が析出したと考えられる。そのため、このより銅の析出量が多かった部分では、より活発に脱亜鉛腐食反応が進行したと考えられる。流水条件での水栓部品の局部腐食部について、脱亜鉛腐食が進行した黄銅部分を拡大したSEM像と元素分析の結果を、それぞれ図6と図7に示す。観察の結果から、脱亜鉛腐食した部分には、5 μm程度の多数の空洞が見られた。その空洞の内部には、析出物が見られ、この析出物は元素分析の結果から亜鉛と酸素、および塩素が主な成分であることが分かった。ここで検出された塩素は、腐食溶液中の塩素イオンが、脱亜鉛腐食により生じた黄銅中の空洞を伝って内部に侵入したものであると考えられる。

流水条件での全面腐食部および局部腐食部においてはその内面に析出物と脱亜鉛腐食が見られたが、その一方で、静水条件で試験した水栓部品では、流水条件での試験で見られた緑色の析出物は見られず、銅のみが析出していた。析出した銅の内側の領域では、水栓部品が均一に脱亜鉛腐食した領域が見られ、その深さは流水条件での脱亜鉛深さと比較して大幅に少なかった。これは、流水条件とは異なり静水条件では水栓部品内の腐食溶液が密封されており溶液が交換されず、黄銅表面に脱亜鉛腐食に必要な酸素または銅が新たに供給されないため、脱亜鉛腐食の進行は、流水条件よりも遅かったと考えられる。

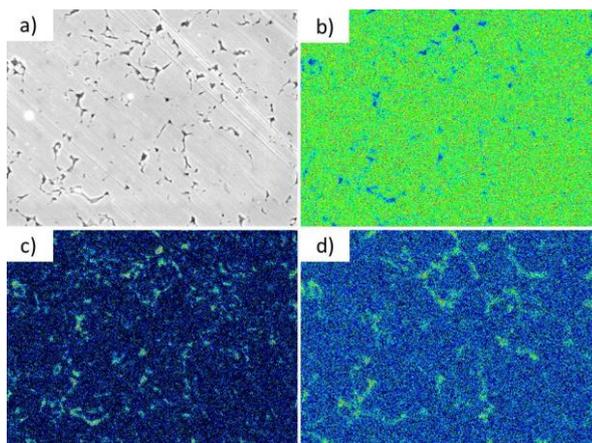


図6 水栓部品の断面（流水条件、局部腐食部）の a) SEM 像と元素分析結果 b) 銅, c) 亜鉛, d) 塩素、(倍率 3,000 倍)

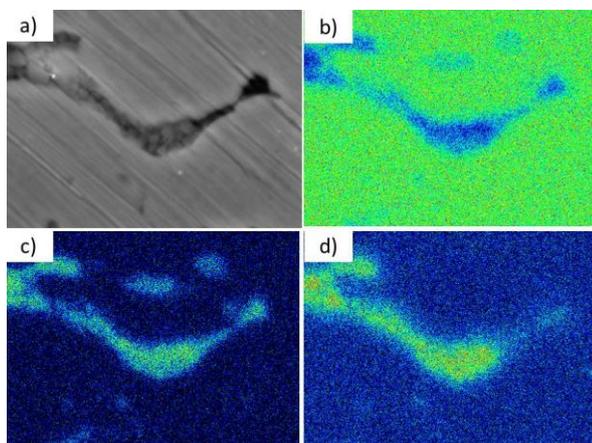


図7 水栓部品の断面（流水条件、局部腐食部）の a) SEM 像と元素分析結果 b) 銅, c) 亜鉛, d) 塩素、(倍率 20,000 倍)

#### 4. まとめ

今回の研究では、実際に使用される水栓部品で発生する脱亜鉛腐食により近い条件で脱亜鉛腐食試験を行うための最初のステップとして、水栓部品に低濃度の 1% 塩化銅(II)水溶液を腐食溶液として循環させ脱亜鉛腐食試験を行い、静水条件での試験結果と比較した。

24時間後、電子顕微鏡により断面を観察し、脱亜鉛腐食深さを比較したところ、流水条件では、静水条件より、6~68倍の脱亜鉛腐食が見られた。流水条件で大幅に脱亜鉛腐食が進行した原因としては、腐食溶液が常時入れ替わり、黄銅表面に銅または酸素を含む腐食溶液が供給されたためと考えられる。また、流水条件下では、

水栓製品の内面の表面に塩素および銅が析出しており、この腐食生成物が多いほど、脱亜鉛腐食がより深く進行していたため、この析出物は、脱亜鉛腐食反応の速さに影響していると考えられる。

今回の研究では、これまでに当研究所で行った腐食試験の試験期間<sup>9)</sup>(3ヶ月間)より、大幅に試験時間を短縮(24時間)することができたため、より実用的な水栓製品の脱亜鉛腐食性の評価に活用できる可能性を見つけ出すことができた。その一方で、今回の流水条件での試験では、試験した水栓部品内に全面腐食および局部腐食した部分が混在するなど、析出物の析出状況によって脱亜鉛腐食量に大きな違いが確認されている。そのため、今後より詳細に試験方法を検討し、より安定した腐食試験が実施できるようになることが期待される。また、今回の試験期間は、24時間と短期間のため、今後より長い期間での評価により、この脱亜鉛腐食試験を実施した場合の課題を評価していく必要がある。

水栓部品の脱亜鉛腐食は、製品の部位、形状、水流の流速等によっても異なり、金属材料そのもの要因だけではなく、使用の状況、使用される水質等にも大きく影響されると考えられる。通常、水栓部品は10年以上の長期間において使用されるため、その期間の間にゆっくりと進行する脱亜鉛腐食による水栓部品の漏水等を低減させていくためには、今後水栓部品やその材料についてより適切な脱亜鉛腐食性の評価が必要となる。さらに、発生頻度の高い地域の把握やその地域の水質等を分析・解析し、脱亜鉛腐食の発生する特定の環境を把握していく必要があると考えられる。

#### 【謝 辞】

今回の研究にあたり、試験体をご提供いただいた関連企業様に深く感謝いたします。

#### 【参考文献】

- 1) 山田ら, 鑄造工学, No.87, pp830-835, 2015
- 2) 板垣ら, 材料と環境, No.59, pp43-49, 2006
- 3) 水道水質データベース, <http://www.jwwa.or.jp/mizu/>, 日本水道協会
- 4) 日本興業規格 JIS H 3250: 銅及び銅合金の棒
- 5) 足立ら, 岐阜県工業技術研究所研究報告, No.3, pp27-30, 2015
- 6) Yabuki, Materials and Corrosion, 60, No.7, 2009
- 7) 長野博夫ら, よくわかる最新さびの基本としくみ, 秀和システム

## 鉄鋼製品に錆を生じさせない防食技術の開発 (第1報)

大川 香織、細野 幸太

## Development of corrosion prevention technology on steel products (I)

Kaori Okawa and Kota Hosono

鉄鋼材料を劣化させる主な原因に腐食(錆)がある。製品に錆が発生すると、品質や性能・寿命を大きく損なう。鉄鋼材料は、水と酸素の存在下では錆が発生しやすく、いったん錆が生じると鉄の内部へ深く進行していくため、効果的な防食法が求められている。本研究では、鉄鋼材の表面に存在するナノ (nm) オーダーの皮膜を利用して、鉄鋼材表面に有機化合物を化学的に結合させることで緻密な有機皮膜で覆い、錆発生の原因となる水および酸素を遮断することで、鉄鋼材に対する簡便な防食法の確立を目指す。

## 1. はじめに

鉄鋼材料は、安価で加工特性に優れており、また様々な熱処理ができることから、世界で最も使われている材料の一つである。しかしながら、鉄は湿度と温度の影響を受けて、錆が非常に発生しやすい材料である。錆を防ぐには、金属表面をいかに水および酸素から遮断するかにかかっている。鉄鋼材を用いた製品は保管時に錆が発生しないよう防錆油を塗布し、防錆剤中の界面活性剤が鉄鋼材の表面に吸着して錆を防いでいる。しかしながら、鉄鋼材と界面活性剤は物理的に接触しているだけで、鉄鋼材表面と油の間には、時間の経過とともに水や酸素が浸入しやすくなる。その結果、防錆効果は持続的ではなく、長期保管時には定期的な塗り直しが必要で、かつ、使用前に脱脂工程が必須であり、手間がかかり、コスト増の一因となる。鉄鋼材表面に錆を発生させない簡単な防食法の開発は、製造業界にとって大きなメリットがある。

金属表面へ有機分子を直接合成することは困難だが、ある特定の有機化合物が化学吸着し、緻密な有機皮膜を形成することが知られている<sup>1,2)</sup>。これらの有機皮膜は自発的かつ規則的に集積されることから自己組織化単分子膜 (Self-Assembled Monolayer、以下 SAM と略) と呼ばれ、基材表面と強固な化学結合により固定化される。この反応を利用して、A. Raman らはオーステナイト系ステンレスである SUS316L 表面への SAM 膜の形成を報告している<sup>3)</sup>。これまでに当所において、カミソリ刃やメスに用いられているマルテンサイト系ステンレスである SUS420J2 表面へ化学結合による撥水・撥油性を有する SAM 膜の形成を試み、撥水・撥油性を付与することができた<sup>4)</sup>。

本研究では、鉄鋼材の表面に存在するナノ (nm) オーダーの皮膜に有機化合物を化学的に結合させて、鉄鋼材の表面を緻密な有機皮膜で覆い、錆発生の原因となる水および酸素を遮断することで、定期的な塗り直しが不要で簡便な防食法の可能性について検討した。

## 2. 実験

## 2.1 基板および試薬

プラスチック金型用高炭素鋼鋼板として使用されている S55C (厚み: 3mm) を基板として用いた。板材

を 10mm×10mm または 20mm×20mm に切り出し、片側の表面を #500、#800、#1200、#2400 の SiC 研磨紙で順番に湿式研磨した。研磨後、試料表面の有機汚染層を除去するために、メタノールで 30 分洗浄後、さらにアセトンで 30 分間超音波洗浄して送風乾燥器で乾燥し、試験に供した。ホスホン誘導体は、1H,1H,2H,2H-Perfluoro-n-decylphosphonic acid (C<sub>10</sub>H<sub>6</sub>F<sub>17</sub>O<sub>3</sub>P) (以下 PFDPA と略) (東京化成工業) と Undecylphosphonic Acid (C<sub>11</sub>H<sub>25</sub>O<sub>3</sub>P) (以下と UDPA と略) (東京化成工業) を用いた (図 1)。

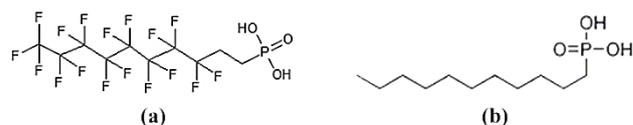


図 1 (a)PFDPA、(b) UDPA の構造式

## 2.2 基材へのホスホン酸皮膜の形成

1.0mM ホスホン酸 THF 溶液を調整し、基板を所定の時間、大気雰囲気下で浸漬した。反応はすべて室温 (25°C) で行った。反応後、100°C で 1 時間加熱処理をした後、THF で洗浄して未反応のホスホン酸を除去し、風乾して実験に供した。

## 2.3 基材への皮膜および耐食性評価

ホスホン酸処理基板および未処理基板を 25°C で純水中に浸漬し、経時変化を外観観察した。表面の腐食生成物は、顕微ラマン分光装置 (レニショー社製 inVia) で測定することにより評価した。使用した波長は 532nm、対物レンズは 20 倍で観察した。

## 2.4 X 線光電子分光分析 (X-ray Photoelectron Spectroscopy(XPS)) による表面分析

アルバック・ファイ株式会社製 PHI 5000 Versa Probe II を使用し、処理基板および未処理基板の表面に存在する元素の同定および化学状態分析を行った。励起 X 線源は AlK $\alpha$  (hv=1486.6eV) を使用した。

## 3. 結果及び考察

## 3.1 基板表面の評価

図 2 に各基板の XPS ワイドスペクトルを示す。図 2 (a)より、未処理基板の表面からは、724 eV および 712 eV に鉄の 2p 電子(Fe2p)、530 eV に酸素の 1s 電

子(O1s)、285 eV に炭素の 1s 電子(C1s)の結合エネルギーを示すピークがそれぞれ確認された。一方、PFDPA 処理基板のワイドスペクトル (図 2 (b)) からは、基板由来の鉄や酸素以外に、689eV 付近に PFDPA に由来するフッ素の 1s 電子(F1s) と 190 eV と 133 eV 付近にリンの 2s 電子(P2s)と 2p 電子(P2p)の結合エネルギーを示すピークが明確に認められた。また、UDPA 処理基板のワイドスペクトル (図 2 (c)) には C-C 結合に由来する 285eV に強いピークと 190 eV と 133 eV 付近にリンの 2s 電子(P2s)と 2p 電子(P2p)の結合エネルギーを示すピークが確認された。これらの結果から、ホスホン酸誘導体は基板表面に存在していると考えられる。

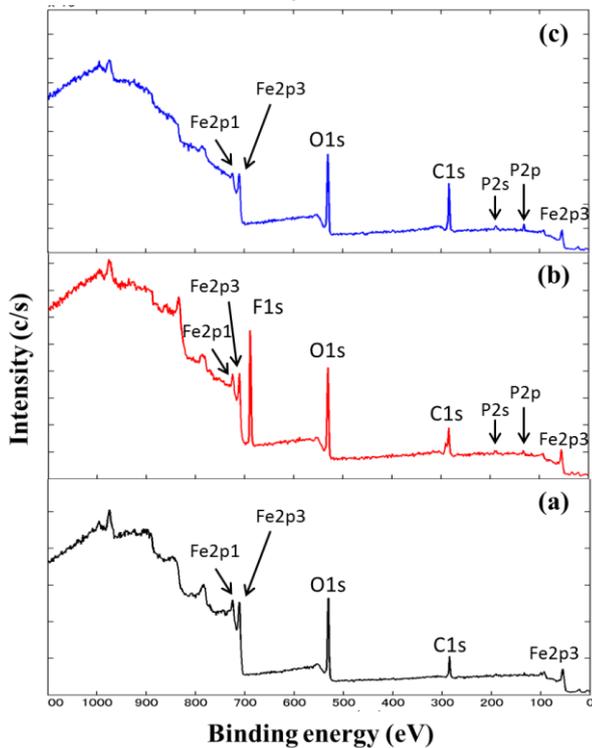


図2 基材表面のXPSワイドスキンスペクトル (a)未処理、(b)PFDPA 処理、(c)UDPA 処理

### 3. 2 皮膜および耐食性評価

ホスホン酸処理基板および未処理基板を 25°C で純水中に 1 時間、6 時間および 2 4 時間浸漬した後の外観写真をそれぞれ図 3 ~ 図 5 に示す。図 3 より、水中で 1 時間浸漬した未処理基板(a)には、赤褐色の腐食生成物が認められ、ホスホン酸処理基板(b)および(c)上には黄緑から赤褐色の腐食生成物が認められた。腐食はいずれの基板でも点状に分散しており、局所的な腐食であることがわかる。いずれの基板上でも表面に酸素の濃淡が生じることで電位差が発生して局所的な腐食が起こっていることが示唆される。さらに、6 時間浸漬した各基板には赤褐色の腐食生成物が認められた (図 4)。2 4 時間浸漬した基板は、未処理が局所的に赤褐色の腐食生成物が生じているが、ホスホン酸処理基板(b)および(c)の表面は全面的に腐食が進み、一部には黒色物が生じていた (図 5)。



図3 1時間水中に浸漬した基板の外観写真 (a)未処理、(b)PFDPA 処理、(c)UDPA 処理

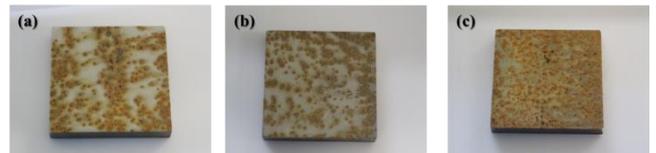


図4 6時間水中に浸漬した基板の外観写真 (a)未処理、(b)PFDPA 処理、(c)UDPA 処理



図5 24時間水中に浸漬した基板の外観写真 (a)未処理、(b)PFDPA 処理、(c)UDPA 処理

鉄を水に浸漬すると、まず、鉄が  $Fe^{2+}$  イオンとして溶出する。その際に生じた電子が水中の酸素を還元し、水酸化物イオンを生成させる。水中の鉄イオンと水酸化物イオンが反応することで鉄の水酸化物が形成される (図 6)。このようにして生じた鉄の化合物がさびとなる。

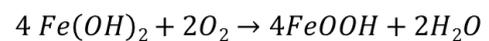
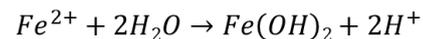
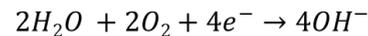
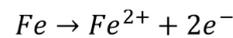


図6 水中での鉄の腐食反応

そこで、腐食生成物である鉄の水酸化物を定性するため、2 4 時間水中浸漬後の基板表面のラマンスペクトル測定を行った一例を図 7 に示す。それぞれの基板上には水中下での典型的な鉄さびであるオキシ水酸化鉄のゲーサイト ( $\alpha$ -FeOOH (図 7 (a))) およびレピドクロサイト ( $\gamma$ -FeOOH (図 7 (b)))、さらに、マグネタイト ( $Fe_3O_4$ ) (図 7 (c)) が存在していることがわかった。次に、腐食生成物を定量的に評価するために基板の一部である  $1000\mu m \times 1000\mu m$  のエリアをラマンマッピング測定し、オキシ水酸化鉄 ( $FeOOH$ ) の特徴的な  $1300\text{ cm}^{-1}$  のピークに基づいたラマンイメージとマグネタイトの特徴的な  $662\text{ cm}^{-1}$  のピークに基づいたラマンイメージを図 8 および図 9 に示す。図 8 (a)より、未処理基板の表面には  $FeOOH$  が多く存在しているのに対し、処理板(b)および(c)の表面には  $FeOOH$  は少ない。一方、マグネタイトに対するラマ

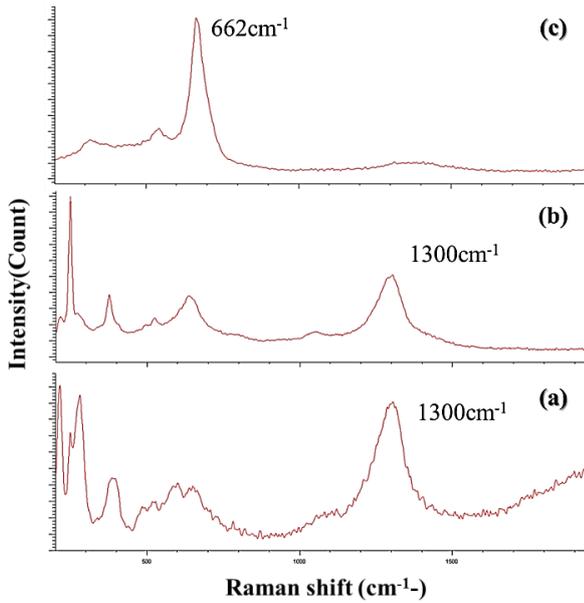


図7 腐食生成物のラマンスペクトル  
(a)  $\alpha$ -FeOOH、(b)  $\gamma$ -FeOOH、(c) マグネタイト

ンイメージである図9より未処理基板に比べ、ホスホン酸処理基板2種(b)および(c)は、表面がまんべんなくマグネタイトで覆われていることがわかった。

炭素鋼は炭素量が0.8%より少ないと、フェライト( $\alpha$ -Fe)とパーライトが混ざった組織となっており、パーライトは炭素量が増大するとフェライトが減少し、パーライトが増加することが知られている。S55Cの炭素量は0.55%であり、表面にはパーライトが多くなった状態である。パーライトはフェライトとセメンタイト( $\text{Fe}_3\text{C}$ )の層状集合体である。フェライト表面にはホスホン酸誘導体が結合できる水酸基が存在しており、フェライト部分はホスホン誘導体で被覆されているが、セメンタイトは酸化されにくく水酸基が存在しないため、ホスホン酸誘導体が結合できない。その結果、S55Cの表面はホスホン酸誘導体が不均一に被覆されており、セメンタイト部分が露出している状態の可能性が高い。

これらの試料を水中に浸漬した場合、未処理基板は水中の酸素が供給されてフェライト部分が腐食されてFeOOHが生成する。FeOOHは一般に赤錆と言われる $\text{Fe}_2\text{O}_3$ へと進行していく可能性が高い。セメンタイト部分は組織内に炭素が存在することで、腐食速度が抑制される。一方、ホスホン酸処理を行った基板の水中での挙動は、フェライト部分はFeOOHが形成されるものの、ホスホン酸皮膜があるため酸素の供給が抑制されて、生じたFeOOHは $\text{Fe}_3\text{O}_4$ となっていることが示唆された。セメンタイト部分は表面に露出しているが、組織内に炭素が存在することで、腐食速度が抑制される。ホスホン酸処理した基板において、局部的に腐食している部分が見られるが、ホスホン酸はフェライト部分のみ被覆されているので、結晶粒界は被覆されておらず、この部分は局部的に腐食が進んでいるものと考えられる。

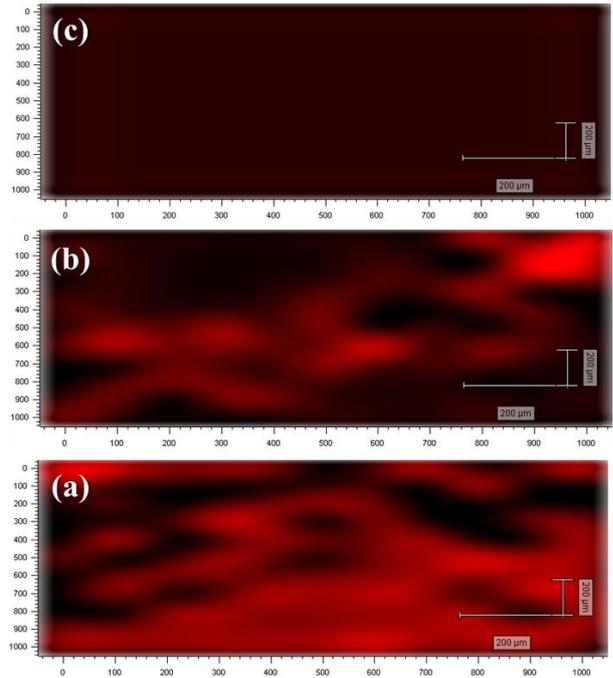


図8 オキシ水酸化鉄(FeOOH)に対するラマンイメージ  
(a)  $\alpha$ -FeOOH、(b)  $\gamma$ -FeOOH、(c) マグネタイト

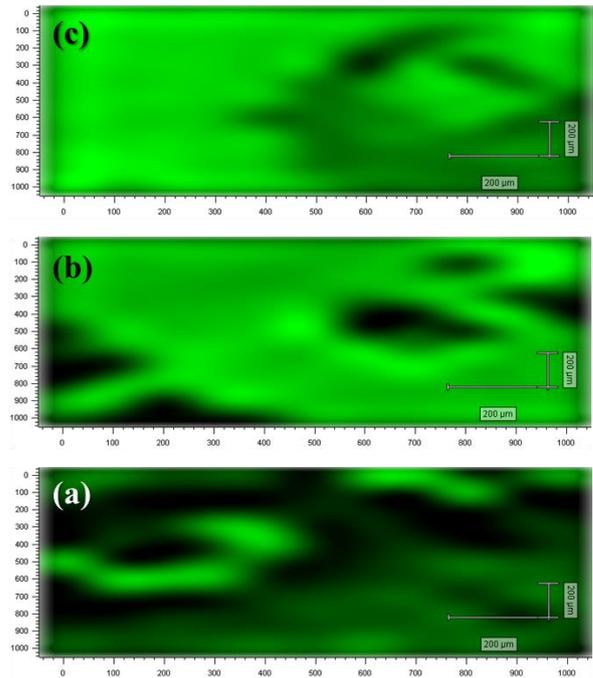


図9 マグネタイト( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ )に対するラマンイメージ  
(a)  $\alpha$ -FeOOH、(b)  $\gamma$ -FeOOH、(c) マグネタイト

これらの結果から、S55C表面にはホスホン酸誘導体で処理することで均一な皮膜は形成されてはいないものの、酸化反応を抑制しているものと考えられる。今後は、均一な皮膜を形成させる手法を検討する。

#### 4. まとめ

機械構造用炭素鋼鋼材である S55C にホスホン酸処理を施し、S55C 表面を緻密な有機皮膜で覆い、錆発生の原因となる水および酸素を遮断することで、鉄鋼材に対する簡便な防食法の検討を行った。その結果、S55C 表面にはホスホン酸の均一な皮膜は形成されてはいないものの、表面の酸化反応は抑制されることがわかった。今後は、均一なホスホン酸皮膜を形成させる手法ならびに炭素鋼中の炭素量がホスホン酸誘導体との反応性に及ぼす影響について検討する。

#### 【謝 辞】

基板を御提供頂いた株式会社岐阜多田精機に深謝します。

#### 【参考文献】

- 1) 杉村博之 他, 表面技術, 62(2), pp98-103, 2011
- 2) 高井治 他, 表面技術, 55(12), pp758-763, 2004
- 3) A. Raman, et.al, Langmuir, 22(15), pp6469-6472, 2006
- 4) 大川ら, 工業技術研究所研究報告 No.3, pp9-11, 2015

# アルミニウム合金のプレス成形性向上に関する研究（第2報）

加賀 忠士、柘植 英明、萱岡 誠

## Study on press forming of aluminum alloy (II)

Tadashi Kaga, Hideaki Tsuge and Makoto Kayaoka

本研究では、アルミニウム合金の冷間成形および温間成形について、電動サーボプレス機を使用し、その特長である、成形速度を変化させた成形実験を実施した。その結果、成形速度に最適性があり、冷間成形と温間成形の間には成形の可否および真円度に差異がなかった。また、温間成形はパンチ荷重およびしわ押え荷重が小さくなるため、プレス機の負荷を低減させることがわかった。

### 1. はじめに

近年、車体の軽量化ニーズを受け、自動車パネル用材料として、鋼板の代わりにアルミニウム合金の使用量が増大する傾向にある。しかし、アルミニウム合金の延性は従来使用されてきた軟鋼板の延性に比べ低いことが知られており、アルミニウム合金の自動車材料としての適用範囲は限定されている。

このアルミニウム合金の適用範囲拡大へ向けた成形性の改善方法の一つとして、温間成形が挙げられる。この方法は、事前に材料を加熱せず、代わりに加熱した金型を用いる深絞り成形で、冷間成形よりも高い深絞り性を得ることが可能である。また、この温間成形は、汎用の冷間プレス機を使用して実施できることから設備投資は比較的少なく済む可能性があり、自動車部品への実用化の高い成形方法と考えられる<sup>1)</sup>。

一方、プレス機械に着目すると、プレスの途中までは高速で駆動し、下死点（加圧の最下点）に近いところで速度を落として加工するなど、プレス速度や下死点位置などを任意にかつ高精度に制御できるサーボプレスの登場が生産性の向上に貢献している。

本研究は、アルミニウム合金のプレス成形性向上を目指している。昨年度は、電動サーボプレス機による常温下でのプレス成形速度に対する成形性への影響を調査し、成形速度に最適性が存在することを示した<sup>2)</sup>。本年度は、この電動サーボプレスに温間成形を付与し、プレス成形速度に対する成形性への影響を調査した。

### 2. 実験

#### 2.1 実験装置および実験方法

本実験に使用した供試材は市販の板厚 1.0mm、Al-Mg系アルミニウム合金 A5052-O を用い、加熱雰囲気における引張試験および温間成形試験を行った。

引張試験は万能試験機（インストロン製 5985 型）を用い、恒温槽内温度を 25℃～200℃に保ち、試験速度 2mm/min のときの最大引張応力と破断伸びを測定した。引張用試験片は、JIS Z 2241 による 13号 B 試験片（平

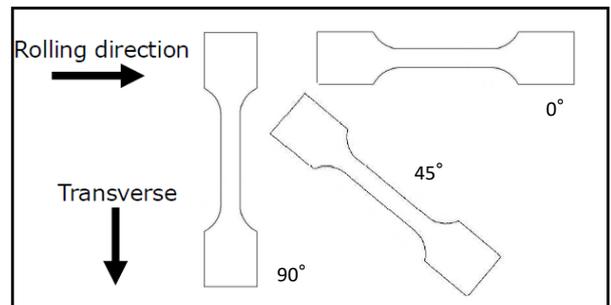


図1 引張試験片

行部 12.5mm×長さ 60mm、標点距離 50mm) とし、図1に示すように圧延方向を 0°方向とし、0°、45°、90°方向にウォータジェット加工機にて試験片を作製した。

成形試験は電動サーボプレス機（放電精密加工研究所製 ZENFormer MPS675DS）を用いた。この装置はインナーおよびアウターの2つのスライド軸を持ち、それぞれの軸に対し、プレス工程における最大荷重を記録することができる。今回の実験に使用した金型の構造は、アウターがパンチ機構、インナーがしわ押え機構と繋がっており、成形時におけるそれぞれの最大荷重を計測した。また、金型のダイおよびしわ押え部にカートリッジヒーターが埋め込まれる構造になっている。金型形状は、パンチ径  $\phi$  25mm、パンチ肩半径 R5mm、ダイス径  $\phi$  27.5mm、ダイス肩半径 R5mm を用いた。プレス成形条件は、金型温度を常温（冷間成形）と 150℃（温間成形）、V字1点変速制御、プレス速度 10～200mm/s、しわ押え板間隔 1.0mm として、被成形材を金型内に挿入してから一定時間経過後、深絞り成形を行った。被成形材は、 $\phi$  50mm～ $\phi$  57.5mm（絞り比：2.0～2.3）をウォータジェット加工機にて準備し、成形実験では汎用プレス潤滑剤を用いた。深絞り成形後の形状精度の評価として、真円度測定機（株）東京精密 ロンコム 52B-510）を用いて、カップ外周底面から高さ 10、13、16、19mm の位置を測定した。

### 3. 結果及び考察

#### 3.1 引張試験結果

A5052-O の各温度加熱時における最大引張応力の結果を図2に示す。この結果から、温度が上昇するにつれて、最大引張応力が低下し、150℃の最大引張応力は25℃の最大引張応力に対して約7割まで低下することがわかった。

次に、A5052-O の各温度加熱時における破断伸びの結果を図3に示す。なお、150℃、45°方向試験片については、標点距離50mm間内において破断が実現できなかったためデータを記載していない。この図から、温度が上昇するにつれて破断伸びが増加し、150℃の破断伸びは25℃の破断伸びの約2.1倍に増加する結果となった。

#### 3.2 深絞り試験結果

##### 3.2.1 限界絞り比

A5052-O の金型温度が常温、および150℃の際のプレス速度と絞り比を変化させた場合の実験結果一覧を表1に示す。成形が可能であったものを○印、成形途中で割れが発生したものを×印と表記した。この結果から、成形の可否に関しては冷間成形と温間成形の違いはなく、どちらも限界絞り比は2.2であった。引張試験結果から温間成形による高い深絞り性を期待したが、その結果を得ることはできなかった。この原因調査に関しては今後

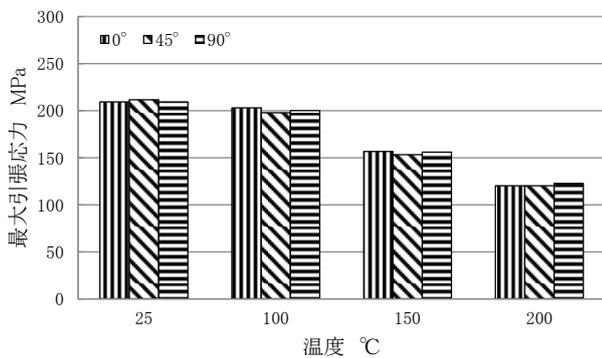


図2 各温度における最大引張応力の関係

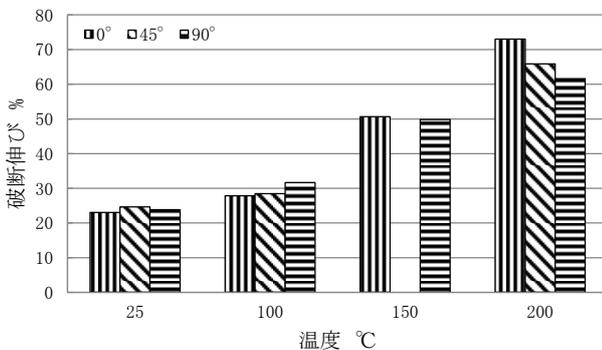


図3 各温度における破断伸びの関係

の検討課題である。

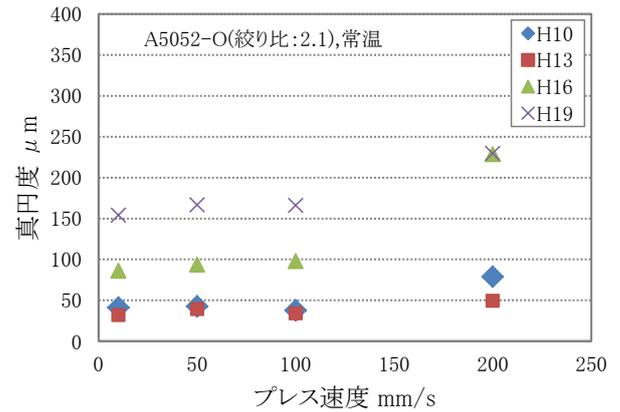
##### 3.2.2 真円度測定

金型温度が常温および150℃における絞り比2.1の各プレス速度に対する成形品の真円度測定結果を図4に示す。前報<sup>2)</sup>と同様に、カップ外周底面から高い位置ほど、真円度は悪いが、プレス速度200mm/sでは発生したしわの影響で真円度が極端に悪くなっている。冷間成形と温間成形の真円度の違いを見ると、明らかな差異は見られなかった。

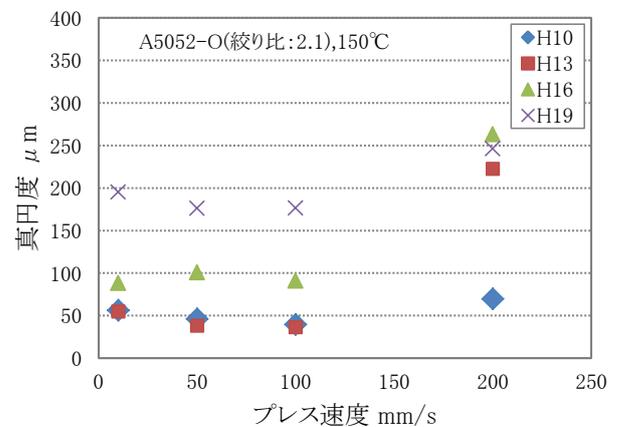
表1 実験結果

A5052-O	プレス速度								
	10mm/s		50mm/s		100mm/s		200mm/s		
絞り比	2.0	○	○	○	○	○	○	○	○
	2.1	○	○	○	○	○	○	○	○
	2.2	○	○	○	○	○	○	○	○
	2.3	×	×	×	×	×	×	×	×

■ 常温    □ 150℃    ○: 成形可能    ×: 割れ



(a) 金型温度常温

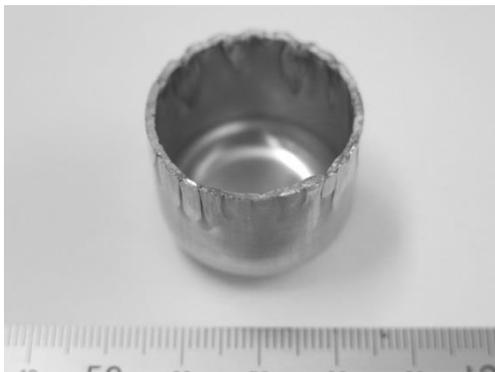


(b) 金型温度150℃

図4 深絞り真円度測定結果 (絞り比:2.1)



(a) プレス速度 50mm/s



(b) プレス速度 200mm/s

図5 成形品の外観 (金型温度 150°C、絞り比:2.1)

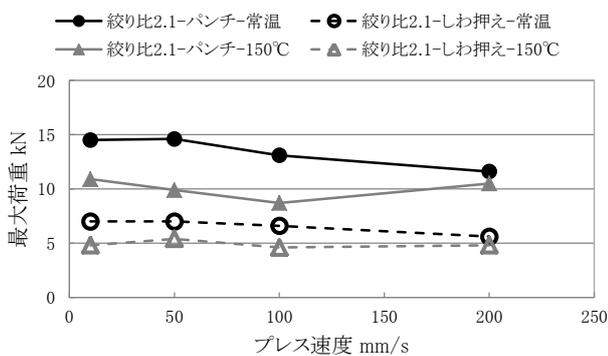


図6 各プレス速度におけるパンチ最大荷重およびしわ押え最大荷重の測定結果

これらの傾向は絞り比 2.0 および 2.2 でも同様の結果となった。なお、プレス速度 200mm/s においては冷間成形および温間成形ともに真円度が悪くなった。一例として 150°C、絞り比 2.1 の条件で、プレス速度が 50mm/s と 200mm/s のときの成形後の様子を図5に示す。図より、200mm/s のときカップ側壁にしわが発生した。この原因は、変形速度が高いことによる材料の引張強さや伸びなどの物性が変化したためであると考えられる。

### 3. 2. 3 パンチ荷重およびしわ押え荷重

絞り比 2.1 の条件で、各プレス速度におけるパンチおよびしわ押えの最大荷重の測定結果を図6に示す。この結果から、温間成形の方がパンチ荷重およびしわ押え荷重を低くできることがわかった。これらの傾向は絞り比 2.0 および 2.2 でも同様であった。前節 3.1 の各温度による引張試験結果で示したように、加熱することで材料が軟化したことが主な要因と考える。

## 4. まとめ

電動サーボプレスに温間成形を付与し、冷間成形を含めたプレス速度に対する成形性への影響を調査し、以下の結果を得た。

- 1) 冷間成形と温間成形ともに成形速度に最適性がある。
- 2) プレス速度 10~200mm/s、絞り比 2.0~2.3 の条件下では、冷間成形と温間成形の間に成形の可否および真円度に差異はない。
- 3) 温間成形はパンチ荷重およびしわ押え荷重が小さくなるため、プレス機の負荷を低減させることができる。

今後、しわ押さえ力が成形に及ぼす影響等についても更に検討していく予定である。

### 【参考文献】

- 1) 高田,新日鉄技報第 393, pp104-109,2012
- 2) 小川ら,岐阜県工業技術研究所研究報告 No.4, pp35-36,2016

# 複 合 材 料 関 連

# CFRTP を活用した超軽量下肢装具の開発 (第5報)

— 再成形方法の確立 —

千原 健司、仙石 倫章、道家 康雄、萱岡 誠

## Development of the ultralight lower extremity orthosis using Carbon Fiber Reinforced Thermoplastics(V) Establishment of the re-molding method

Kenji Chihara ,Tomoaki Sengoku, Yasuo Doke and Makoto Kayaoka

軽量、高強度、高剛性の特長をもつ CFRTP (熱可塑性炭素繊維複合材料) は、再加熱により材料が軟化し再成形できることから、人体に合わせた調整を必要とし軽量化が望まれる装具に有効と考えられる。これまで本材料を活用した下肢装具は、CAE により設計したものを、ダイヤフラム成形機等により試作し、物性及び臨床試験により評価してきた。本年度は、本材料の特長の一つである再成形を実現する方法を探索し、再成形後の強度等を評価することにより、再成形方法を確立した。

### 1. はじめに

炭素繊維は軽くて強く、鉄の約 4 分の 1 の比重で、10 倍の比強度があると言われている。中でも近年、自動車等へ適用され始めた CFRTP は、再加熱により材料が軟化し再成形できることから、人体に合わせた調整を必要とし軽量化が望まれる装具に有効と考えられる。

これまで地域の産学官による開発体制と設備を整備<sup>1)</sup>したため、CAE による形状設計、CFRTP の成形及び加工、試作の物性評価及び臨床評価を可能とした。そして、昨年度は既製品と同形状の下肢装具を試作し、これを物性試験及び臨床試験により評価し、CFRTP 製下肢装具の基本的な特性を把握した<sup>2)</sup>。

本年度は、本材料の特長の一つである再成形をする方法を確立するために、再加熱及び再成形手順を探索し、再成形後の材料強度及び内部観察により評価した。

### 2. 実験

#### 2. 1 再加熱試験

既に成形された材料の再加熱は、医療現場での調整を可能とするため、義肢装具製作所によく使用されているハンドヒーター (石崎電機製作所製、PJ-208A1) を使用した。なお、加熱量が足りない場合を想定して 2 台準備した (図 1)。

材料は、前報<sup>2)</sup>の試作で用いた材料と同じであり、炭素繊維が 3K 綾織クロス材、マトリックス樹脂が PA6 の CFRTP (Bond-Laminates 製 TEPEX dynalite202、厚さ 2mm) を使用した。成形に必要な材料温度は 240°C (カタログ値) である。

材料の加熱状況をサーモグラフィ (アピステ製、FSV-1100-H16) により確認し、成形に必要な材料温度に達する方法を探索した。

#### 2. 2 再成形試験

手作業で再成形するために、V ブロック (鋳鉄) 及びロッド (ステンレス)、シリコンゴムシートを準備した (図 1)。ロッドの径は変形させたい材料面の曲率に応

じて変更可能であるが、今回はφ50mm を用いた。

再成形は、2. 1 で十分に加熱されたことを確認した材料を手早く V ブロック上のロッドに載せ、シリコンゴムシートを上を被せて、体重をかけて 10 秒程度、押圧することにより行った。また、再成形の具合は外観により評価した。

#### 2. 3 評価試験

2. 2 において成形した際、外観上は再成形できても、十分な強度がなければ下肢装具として使用することはできないため、同材料のクーボン試験片を用いて、平板に成形後、円弧状に再成形し、圧縮試験により評価した。

なお、具体的な手順は次のとおりとした。

- ① 試験片は、長さ 100mm×幅 20mm×厚み 2mm とし、各条件につき 10 ピース準備した (図 2 (a))。
- ② 2. 2 の器具を使用し試験片をφ50mm の円弧状に再成形した (図 2 (b))。条件は次の 4 水準とした。
  - (A) 試験片を直接、円弧状にダイヤフラム成形 (再成形しない比較対象)
  - (B) 平板にダイヤフラム成形した試験片を、更に円弧状に再成形 (ダイヤフラム成形機を使用)
  - (C) 平板にダイヤフラム成形した試験片を、更に円弧状に再成形 (ハンドヒーター+手で押圧)
  - (D) 平板にダイヤフラム成形した試験片を、更に円弧状に再成形 (ハンドヒーター+押圧無し)



図 1 再加熱、再成形に用いた器具

なお、ダイヤフラム成形方法は、前報<sup>1)</sup>と同様とし、IR オープンで材料を加熱し、独 Ring Maschinenbau GmbH 製の成形機 MEMBRA6 で行った。

- ③ 成形した試験片の円弧状の中央部分を 30mm 幅で切り出した (図 2 (c))。
- ④ 切り出した試験片を疲労試験機 (Instron 製 8802 型) により破壊するまで圧縮し (図 2 (d))、この際に測定した最大荷重を曲げ特性試験 (JIS K7017) の換算式を用いて最大応力に変換し、破壊強度とした。

この他、各条件により成形した試験片をマイクロフォーカス X 線 CT (東芝 IT コントロールシステム製、TOSCANER-32300 $\mu$ FD) により内部観察した。

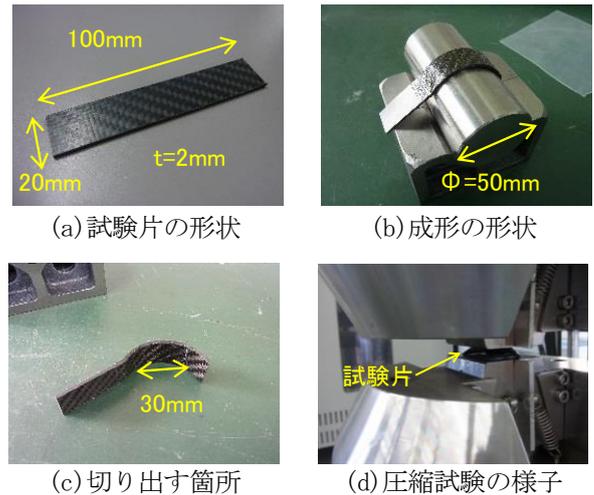


図 2 評価試験の説明図

### 3. 結果及び考察

#### 3. 1 再加熱試験

ハンドヒーター 1 台を用いて材料を加熱する様子をサーモグラフィで連続画像測定した。材料が最大温度付近になったときの画像を図 3 (a)、(b) に示す。ヒーターの熱が直接あたっていない上面の温度は 160 $^{\circ}$ C 程であり、ヒーターの熱が直接あたっている下面の温度も 200 $^{\circ}$ C 程であった。上面と下面で温度差があり、なおかつ成形に必要な材料温度 240 $^{\circ}$ C に達しなかった。ハンドヒーター 1 台では長時間加熱しても、これ以上の高温とならなかったため、本試験材料を再成形するための加熱としては不十分であることが分かった。

次に、ハンドヒーター 2 台を用いて、材料を挟むように加熱した結果、成形に必要な温度 240 $^{\circ}$ C に達しており、再成形するための加熱として十分であることが分かった。材料が最大温度付近になったときの画像を図 4 に示す。なお、加熱時のノウハウとしては、ハンドヒーターを 2 台用いることのほか、熱風口先端と材料との距離を 6~7mm 程度に近づけることが必要である。また、実際の現場ではサーモグラフィがないため、目視で加熱状況を判断する必要がある。その点について、今回の試験におけるサーモグラフィ画像と目視による比較から、目視では表面の樹脂が溶けて材料全体の張りが緩んだ時が、サーモグラフィでは十分に加熱された状態であることが分かっており、再成形可能な状態と判断できる。

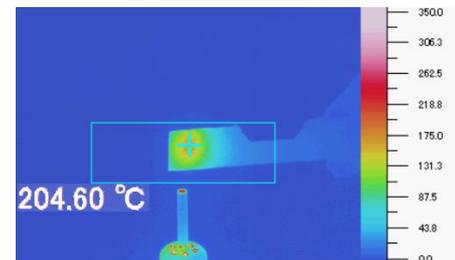
#### 3. 2 再成形試験

既に下肢装具の形状に成形加工した試作において、下腿部に接する部分の端面を調整するために再成形の様子を図 5 に示す。再成形前は内側 (下腿部に接する方向) に向いていた端面を、外側の向きに修正できることを確認した。このような端面の調整は、現状のプラスチック製下肢装具でよく行われており、同様の調整方法が適用できることが分かった。

端面での再成形と対照的に、材料の中間部分をきれいに再成形することは困難であることも分かった。これは図 6 に示すように、再成形する予定のない端部の非加熱箇所が変形できないために、加熱して曲げる箇所の内径



(a) 上面の温度



(b) 下面の温度 (下面をカメラに向けた直後の画像)

図 3 ハンドヒーター 1 台による加熱



図 4 ハンドヒーター 2 台による加熱

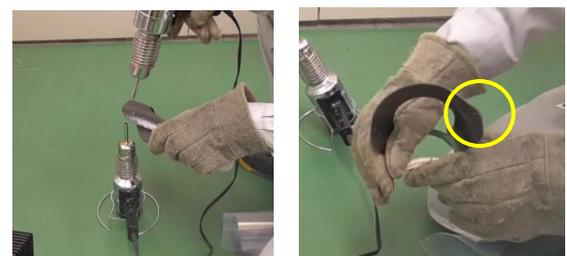


図 5 下肢装具における再成形の例

側の炭素繊維の織物が、行き場がなく重なってしまうことが原因と考えられる。

### 3.3 評価試験

各再成形条件における円弧状試験片の圧縮破壊試験の結果から計算した破壊時の最大応力（破壊強度）の結果を図7に示す。試験片は各10ピース独立に成形・加工して試験に供しており、図7には各条件の平均値と標準偏差の範囲を記載した。また、有意差の判定はEZR<sup>3)</sup>を用いてTukeyの多重比較を行った。以下に、考察する。

比較対象となる再成形していない試験片Aの破壊強度749.3MPaは、前報<sup>2)</sup>で実施している同材料の曲げ特性試験（JIS K7017）の曲げ強度809.9MPaと比較して若干小さくなるものの、本試験から得られる破壊強度は、概ね曲げ強度に近い値となることが分かった。

一度ダイヤフラム成形したものを、再度、ダイヤフラム成形した試験片Bの破壊強度は、Aと差のない結果となった。このことにより、ダイヤフラム成形機を用いて再成形すれば、再成形しないものと遜色のない強度を持つ再成形が可能であることが分かった。

一度ダイヤフラム成形したものを、ハンドヒーターで加熱し、手で強く押し当てて再成形した試験片Cは、A及びBと比較して約8%低い破壊強度となった。3.2の図5に示したように、装具の端部での再成形であれば、大きく荷重がかからない箇所であるため、実用には十分な強度を有することが分かった。なお、本手法は現場で再調整する際に最も実現性のある手法と考えられる。

一度ダイヤフラム成形したものを、ハンドヒーターで加熱し、強く押圧せず型に賦形した試験片Dは、Cと比較して更に約12%低い破壊強度となった。このことから手作業で再成形する際には、できる限り強く押圧することが望ましいことが分かった。

次に、各条件の試験片をマイクロフォーカスX線CTで内部観察した結果の一例を図8に示す。試験片A、Bには大きな空洞（ポイド）が見られないがC、Dとポイドが増加していることが分かる。これは再成形時の印加圧力がダイヤフラム成形機では0.5MPaであることに対し、手作業ではこれと比較して強く印加することができないために、高温で軟化している材料内の空洞を潰すことができないままに材料が硬化したことが原因と考えられる。

次にマイクロフォーカスX線CTの欠陥検出機能を利用した。図9に試験片Dでの検出例と、各成形条件におけるポイド率（検出したポイドの総体積/検出範囲の体積）を示す。更に、図7の結果と図9内表の結果を用いて、ポイド率を横軸に、破壊強度を縦軸にプロットした分布図を図10に示す。ポイド率を説明変数、破壊強度を目的変数とした回帰直線の決定係数は0.9605となり、ポイド率は破壊強度に大きく影響していることが分かった。



図6 再成形が困難な例

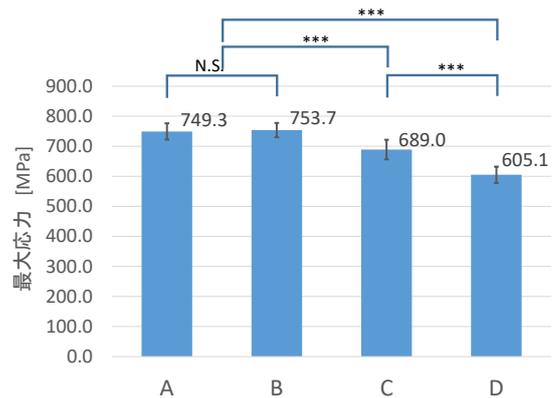


図7 再成形方法の違いによる強度比較

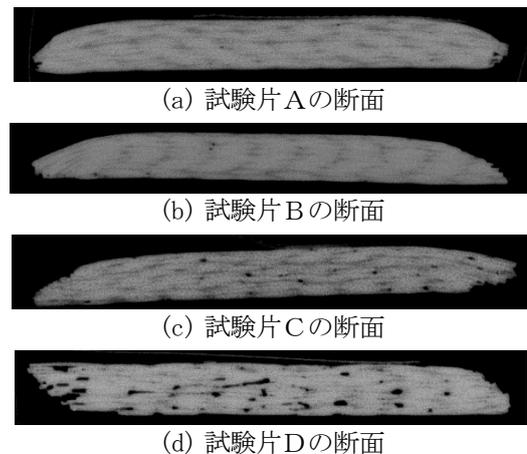


図8 X線CTによる内部観察

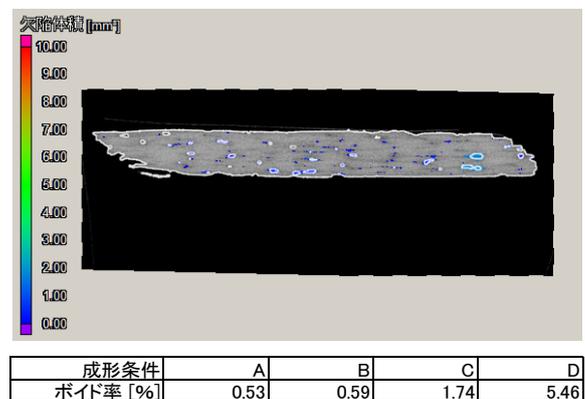


図9 欠陥検出例と各条件のポイド率

#### 4. まとめ

本年度は、CFRTP の特長の一つである再成形をするための方法を確立するために、再加熱及び再成形手順を探索し、再成形後の材料強度及び内部観察により評価した結果、以下の結論を得た。

- 1) 汎用的なハンドヒーター2台を用いることにより、CFRTP 材料を再成形可能な温度まで加熱できる。
- 2) 1) により加熱した材料を、下肢装具部材の端部であれば再成形できる。
- 3) ダイヤフラム成形機を再度用いて、再成形することができ、この場合には強度低下は生じない。
- 4) 手作業で再成形することができ、この場合は強く押圧することにより、元の材料の9割強の強度を保てる。
- 5) 強度の低下は、材料内のボイド率が大きく影響している。

なお、既に実用化されている CFRTP 製膝装具<sup>4)</sup>があり取扱業者用に再調整の手順が1枚紙にまとめられて開示されている。この装具に使用されている材料の炭素繊維は短繊維でありマトリクス樹脂も異なるため、本報告による再成形方法とは手順が大きく異なる。

今後は、我々が扱っている材料についても取扱事業者が分かりやすいように、再成形の手順をまとめて開示していく予定である。

#### 【謝 辞】

本研究開発は、平成26年度より株式会社今仙技術研究所ならびに岐阜大学医学部附属病院と共同で行ってお

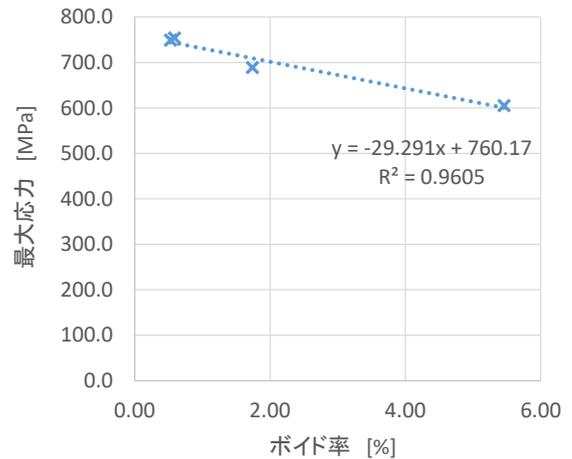


図10 ボイド率に対する破壊強度

り、株式会社名光ブレースの協力を受けながら実施しています。共同研究者ならびに関係者の皆様に感謝します。

#### 【参考文献】

- 1) 千原,道家,仙石,萱岡,田中,岐阜県工業技術研究所研究報告 No.3, pp33-38, 2015
- 2) 千原,仙石,道家,萱岡,岐阜県工業技術研究所研究報告 No.4, pp41-44, 2016
- 3) 統計解析ソフトウェア,自治医科大学附属さいたま医療センター,Ver1.33,2016
- 4) CB ブレース「カーボニー」,株式会社佐喜眞義肢

# 次世代自動車・航空機部品の製造に必要な異種材料接合技術の開発（第1報）

－ FRP-FRP 接合技術の開発 －  
道家 康雄、仙石 倫章、萱岡 誠

## Development of joining dissimilar materials for production of next generation vehicle parts and aircraft parts. (I) Development of joining technology of FRP and FRP Yasuo Doke, Tomoaki Sengoku and Makoto Kayaoka

自動車・航空機等の輸送機器の軽量化部材として、金属材料の代わりにFRP（繊維強化プラスチック）の利用が進められている。これまで「ぎふ成長産業強化プロジェクト」においてCFRTP（熱可塑性炭素繊維強化プラスチック）の成形技術を確立したが、製品化に向けた次のステップとして、同一素材や異種材料との接合技術が重要な開発課題となっている。そこで、本研究ではFRPを効率良く強固に接合する技術を開発することを目的とし、超音波溶着による接合技術、及び他の接合技術との複合技術を確立する。

本年度は超音波溶着技術の基礎として、同種のCFRTP（マトリックス樹脂：PA66）を溶着する条件を検討し、引張せん断試験により接合強度を評価した。超音波溶着の設定条件が設定圧力：0.1MPa、振動時間：3、4、5（秒）において、良好な溶着が可能であった。

### 1. はじめに

近年、CFRPやGFRP等のFRPは軽量化部材として、金属部品からの代替利用が検討されている。特に、CFRPは軽量でかつ高強度であるという優れた特性を有し、次世代自動車・航空機産業を中心に、利用拡大に向けた製品開発が進められている。これまで本研究所では、CFRTPの製品化に向けた支援を目的とし、「ぎふ成長産業強化プロジェクト」においてCFRTPの成形加工技術を確立してきた。CFRTPの製品化のためには、更に次の段階として、成形部品を他の部品（部材）と接合する技術が必要となっている。現在、FRP部品を他の部品（例えば金属部品）と接合するには、穴をあけてボルトで固定する「機械的締結」が中心となっている。しかしながら、穴あけ加工時にFRP部品や中の炭素繊維を破損する危険性があるとともに、工程数が多いという課題がある。そこで、FRP製品の実用化に向けて、FRPに適した接合技術の確立が不可欠となっている<sup>2,3)</sup>。

本研究では、FRPを効率良く強固に接合する技術を開発することを目的とし、超音波溶着による接合技術、及び他の接合技術との複合技術を確立する。

本年度は、超音波溶着技術の基礎研究として、同種のCFRTP板材を溶着する条件を検討し、引張せん断試験により接合強度を評価したので、その結果について報告する。

## 2. 実験

### 2.1 試験片

試験材料は、炭素繊維クロス材とPA66の複合材料であるCFRTP（Bond-Laminates製TEPEX dynalite201、以下「CF/PA66」と表記）の板材を使用した。試験片は、ダイヤモンドソーにより板材（厚さ2mm）から25mm

×25mmと100mm×25mmに切り出し、それぞれ、温度履歴測定用試験片と接合強度評価用試験片とした。なお、試験片の切り出し角度は繊維の織目方向に対し0°とした。

### 2.2 超音波溶着機

本報告における実験では、超音波溶着機として精電舎電子工業（株）製DΣG2210（図1）を用いた。また、本装置のメーカーと相談の上、実験に適したホーン及び試験片固定治具を設計・作製した。



図1 超音波溶着機（全体像）

### 2.3 温度履歴測定

超音波溶着における基礎的な条件を検討するために、超音波溶着時における材料温度の変化を測定した。作製したホーンと治具を用いた温度履歴測定の実験風景を図2に示す。

25mm角CF/PA66を2枚重ね、その間に熱電対を挟んで試験片とした（図3）。熱電対をデータロガーに接続することにより温度履歴を測定した。なお、溶着条件は設定圧力を0.1、0.3、0.5（MPa）、振動時間を1、2、

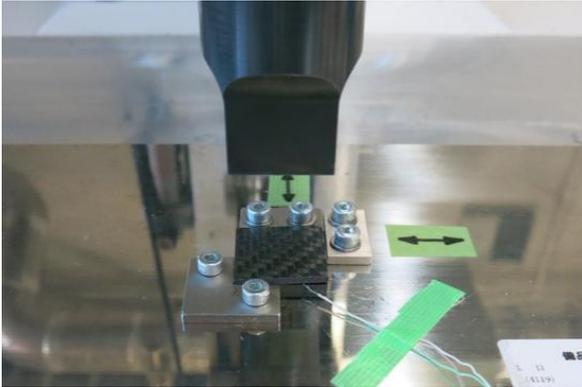


図2 温度履歴測定実験風景（溶着部）

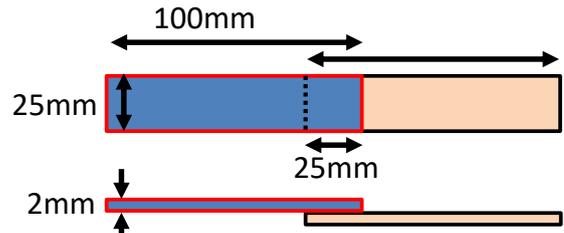


図5 接合強度測定用試験片

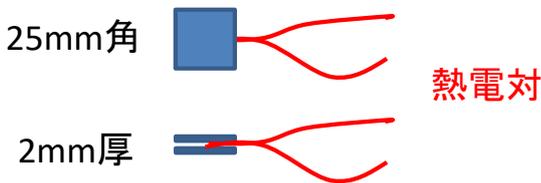


図3 温度履歴測定用試験片

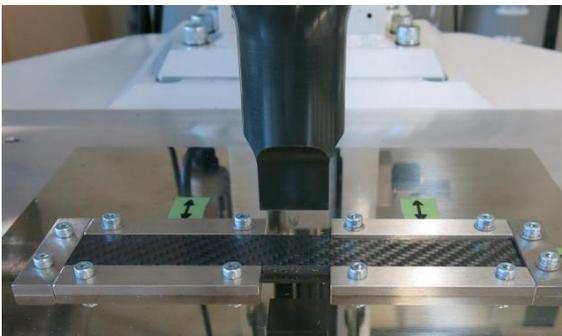


図4 超音波溶着実験風景（溶着部）

3、4、5（秒）とした。

## 2.4 超音波溶着接合

超音波溶着接合強度測定用の試験片を作製するために、作製したホーンと治具を用いて超音波溶着実験を行った（図4）。超音波溶着条件は、温度履歴測定と同様に、設定圧力を 0.1、0.3、0.5（MPa）、振動時間を 1、2、3、4、5（秒）とした。

## 2.5 引張せん断強度測定

超音波溶着で作製した試験片（図5）を万能材料試験機（株）島津製作所製 AG-IS 100kN）により引張せん断試験を行い、接合部が破壊する最大荷重を比較することで接合強度を評価した。なお、試験片のチャック部分の厚みが一定となるように、補助板として 2mm 厚のアルミ板を張り付けて実験を行った。また、引張試験後に

破壊した接合面を観察することにより、マトリックス樹脂の熔融状況を評価した。

## 2.6 分子量測定

超音波溶着によるマトリックス樹脂の分子量変化を検討するため、ゲルパーミエーションクロマトグラフ（GPC）測定を行った。未処理の CF/PA66 表面樹脂と超音波溶着（設定圧力 0.1MPa、振動時間 5 秒）後の溶着面樹脂を削り取り、測定試料とした。測定装置は、昭光サイエンティフィック（株）製 GPC-104 型を用いた。測定カラムは昭和電工（株）製 Shodex GPC LF-404 を使用し、溶離液にはヘキサフルオロイソプロパノール（添加剤 5mmol/L トリフルオロ酢酸ナトリウム）を用いた。標準物質として、ポリメチルメタクリレートを使用した。

## 3. 結果及び考察

### 3.1 温度履歴測定

超音波溶着の各条件における温度履歴測定結果を図6に示す。設定圧力が 0.1、0.3、0.5（MPa）の各結果から、振動時間が長いほど温度が上昇する傾向があることがわかった。また、振動時間中は、温度が上昇、または、高温を維持したが、振動が止まると温度が降下した。特に、振動時間が短い場合（1 秒）では、急激な降温が観察された。この急激な降温は、温度上昇している部分が少なく、材料全体の熱容量が小さいことに起因していると考えられる。一方、設定圧力の違いに注目して結果を比較してみると、振動時間が 1 秒では設定圧力が 0.1MPa で温度が 300°C を超えたが、0.3MPa、0.5MPa では、250°C 程度に留まっていた。逆に、振動時間が長くなる（3 秒以上）と、高い設定圧力（0.5MPa）で 400°C 以上となったが、0.1MPa では 350°C 程度に留まっていた。設定圧力が 0.1MPa では、振動時間ごとに到達する最高温度の差が少なく、振動時間が長くなっても過熱することが無かったことから、熱劣化の可能性が少ない溶着条件であったと考えられる。一方、設定圧力が高い（0.3MPa、0.5MPa）場合は、最初は加圧により材料が自由に振動できないが、温度が上昇して樹脂が軟化すると振動が伝わり易くなり、急激な温度上昇につながったと考えられ

表1 超音波溶着接合強度試験結果

設定圧力 (MPa)	超音波溶着の振動時間 (秒)				
	1	2	3	4	5
0.1	1.08	4.47	14.56	16.05	17.01
0.3	0.09	0.19	8.14	13.25	9.64
0.5	0.16	0.41	4.54	10.55	—

単位:kN

— : 装置エラー (過電流) により試験片を得られず。

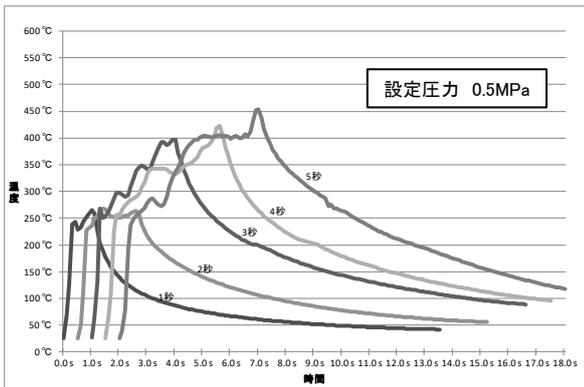
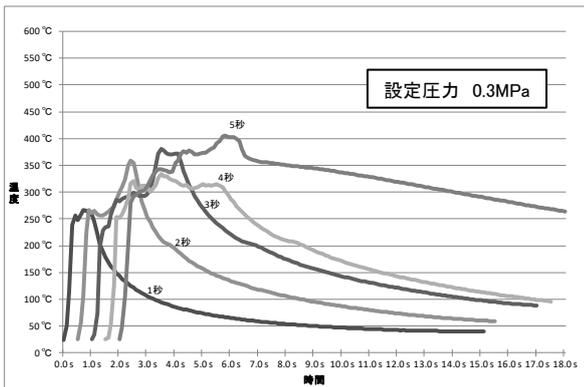
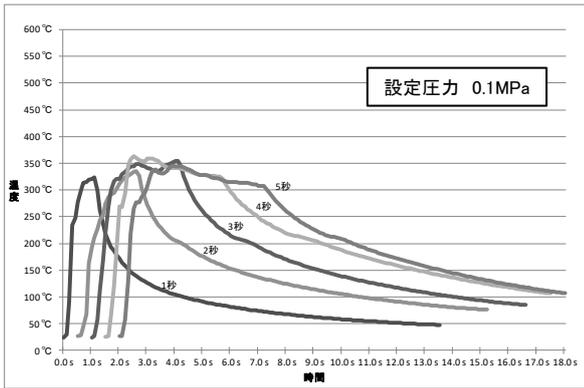


図6 各設定圧力・振動時間における温度履歴測定結果 (振動時間: グラフ上に表記)

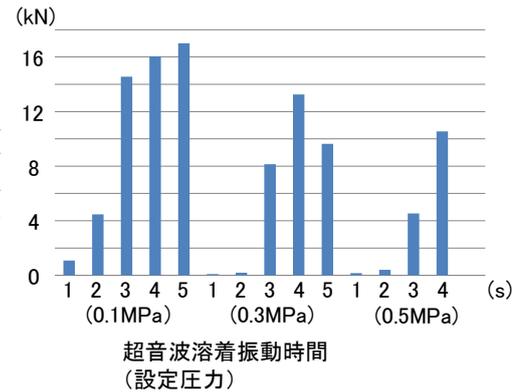


図7 超音波溶着接合強度試験結果

る。よって、高い設定圧力において、急激に温度が上昇し、マトリックス樹脂の融点よりかなり高温に過熱した場合には、樹脂が熱劣化する可能性がある。超音波溶着では、マトリックス樹脂の融点以上で、かつ、熱劣化しない温度で均一に温度上昇することが望ましい。この点を考慮すると、設定圧力は小さい方が適していると考えられる。一方、接合時間は短時間である方が優位であることを考えると、設定圧力を高くし、材料温度を高温・短時間で加熱する方が有利となる。このように、超音波溶着の条件設定では適切な材料加熱が可能となるように、設定圧力と振動時間の両方を連動して調整する必要がある。

### 3. 2 超音波溶着の接合強度評価



図8 強度試験後の接合面画像  
a: わずかに溶着 (設定圧力 0.1MPa、振動時間 1 秒)、b: 部分的溶着 (設定圧力 0.3MPa、振動時間 3 秒)、c: 全面溶着 (設定圧力 0.1MPa、振動時間 5 秒)

超音波溶着した試験片の接合強度結果を表1、図7に示す。通常、引張強度を比較する場合には応力を用いるが、ここでは、引張試験により接合が破壊した時の最大荷重によって接合強度を評価した。測定した条件の中では、超音波溶着の設定圧力が0.1MPa、ホーンの振動時間が3秒以上において高強度な結果が得られた。設定圧力が0.3MPaでは、振動時間が3秒以上で接合強度が強くなっているが、0.1MPaにおける強度には至らなかった。また、設定圧力が0.5MPaでは、接合強度が全体的に低い値となった。なお、設定圧力が0.5MPa、振動時間5秒では、装置エラー（過電流）が発生し、試験片を得られなかった。温度履歴測定から、設定圧力を0.5MPaで3秒以上振動すると、試験片はマトリックス樹脂の融点より、かなり高温まで昇温することがわかっている。また、高圧力で加圧した方が、強く溶着することが予想される。これらから、設定圧力が0.5MPa、振動時間3秒以上における超音波溶着で、高強度に接合する可能性があると考えられた。しかしながら、実際には設定圧力0.1MPaで振動時間が3秒以上の条件の方が、接合強度が強かったことを考慮すると、超音波溶着条件では設定値は高い方が良いとは限らず、適度な設定圧力や振動時間があることがわかった。

一方、強度試験後に破壊した接合面の代表的な画像を図8に示す。試験片a（設定圧力0.1MPa、振動時間1秒）では、わずかな部分だけ溶融していた。従って、ほとんど溶着しておらず、接合強度が低かったと考えられる。試験片c（設定圧力0.1MPa、振動時間5秒）は、全面が溶融していた。これにより、接合面全体で溶着していたことがわかり、接合強度が高かったと考えられる。試験片b（設定圧力0.3MPa、振動時間3秒）については、部分的に溶融している様子が観察された。これは、試験片aと試験片cの中間の状態であり、接合強度も、試験片aと試験片cの中間に位置する値となったと考えられる。超音波溶着では、接合面における樹脂の溶融状態が、接合強度に影響する。超音波溶着により高強度な接合を実現するためには、接合面をいかに均一に加熱溶融し、接合面全体での溶着を可能とする条件を確立することが必要である。本報告における条件下では、設定圧力0.1MPaで、振動時間3秒以上において、良好で高強度な接合が可能であった。

### 3.3 マトリックス樹脂の分子量

超音波溶着前（未処理）と超音波溶着後（設定圧力0.1MPa、振動時間5秒）におけるマトリックス樹脂の分子量測定の結果を表2に示す。3.1の温度履歴測定の結果より、超音波溶着時には樹脂温度が融点よりもかなり高温まで上昇していることがわかっている。このことから、マトリックス樹脂が劣化、或いは重合することにより、分子量が変化している可能性があった。しかし、超音波溶着の前後において、数平均分子量、重量平均分

表2 マトリックス樹脂の分子量

試料名 (設定圧力、振動時間)	数平均分子量 Mn( $\times 10^4$ )	重量平均分子量 Mw( $\times 10^4$ )	多分散度 Mw/Mn
未処理	1.4	5.7	3.9
超音波溶着後 (0.1MPa、5秒)	1.4	5.6	4.0

子量及び多分散度には、ほとんど違いは無く、超音波溶着時の熱による樹脂への影響は少ないことがわかった。温度履歴測定時における到達温度だけを考慮すると、樹脂の熱劣化の可能性が考えられたのであるが、溶着時間が数秒と短時間であるため、劣化に至らなかったと考えられる。このように樹脂への影響が少ないという面も、超音波溶着の優位点であると言える。

## 4. まとめ

同種のCFRTPのCF/PA66（厚さ2mm板材）を使用した超音波溶着技術を検討し、次の結果を得た。

- 1) 温度履歴測定の結果、ホーンを振動させている間は温度が上昇し、振動を止めると速やかに温度が下がることがわかった。また、マトリックス樹脂を溶融できる温度に達するための条件設定では、設定圧力と振動時間の調和が必要であることがわかった。
- 2) 実験した条件の中で最適な結果が得られたのは、設定圧力が0.1MPaで、ホーンの振動時間が3秒以上であり、その接合面は、マトリックス樹脂が接合面全体で溶融していた。
- 3) 超音波溶着により、マトリックス樹脂の分子量はほとんど変化が無く、樹脂劣化の影響は少ないことがわかった。

以上の結果より、超音波溶着における基礎的なデータの収集方法を確立することができた。今後は更に、マトリックス樹脂が違うCFRTP材料についてもデータを収集し、超音波溶着技術を利用する上での基本条件の設定方法を確立していく。

## 【謝 辞】

本研究遂行にあたり、共同研究機関として、ご指導・ご助言をいただきました岐阜大学 工学部 仲井教授に深く感謝いたします。

## 【参考文献】

- 1) 道家ら,岐阜県工業技術研究所研究報告 No.4, pp45-48,2016
- 2) 原賀康介・佐藤千明,自動車軽量化のための接着接合入門,日刊工業新聞社,2015
- 3) 中田一博,異種材料接合, pp95-120,日経BP社,2014

# 次世代自動車・航空機部品の製造に必要な異種材料接合技術の開発（第2報）

－ 異種金属接合技術の開発 －  
加賀 忠士、柘植 英明、萱岡 誠

## Development of joining dissimilar materials for production of next generation vehicle parts and aircraft parts (II)

### -Development of joining technology of dissimilar metal materials-

Tadashi Kaga, Hideaki Tsuge and Makoto Kayaoka

本研究では、同種金属材料および異種金属材料における超音波接合について、各接合条件に対する接合強度への影響を調査した。接合材料は、アルミニウム合金 A5052、チタン合金 Ti-6Al-4V、冷間圧延軟鋼板 SPCC を用い、同種材料接合、A5052 と SPCC、A5052 と Ti-6Al-4V の異種材料接合の実験を行った。接合評価は、引張試験による最大荷重測定と接合面の断面観察を行った。その結果、振動保持時間と接合強度の関係、振幅と接合強度の関係を把握した。

### 1. はじめに

近年、次世代自動車、航空機等の輸送機器の燃費向上に向けた軽量化の取組みとして、各部の素材を適材適所に使うマルチマテリアル化の検討が盛んに行われている。このとき、マルチマテリアル化に伴う異種材料接合技術が重要となるが、一般に、金属材料の接合に用いられる溶接は、接合部を熔融させて凝固させるプロセスになり、異種材料接合の場合、材料の組合せによって生じる脆弱な金属間化合物の形成が問題となっている。

そこで、熔融を伴わない固相接合法が検討されており、この検討の一つとして超音波接合法が挙げられる。この接合法は、金属を熔融させることなく、固体のまま接合させる方法であり、そのメカニズムは、接合面を密着させ、圧力を与え、接合界面を摩擦し、塑性変形と摩擦の作用により、金属表面の吸着分子や酸化層を破壊し、その内部の金属原子同士を直接接触させることにより、金属を拡散接合する方法である。現在は、自動車内部の電気配線の端子や LSI 内部配線の端子の接合（ワイヤーボンディング）など、各種電気端子の接合に多く用いられている<sup>1)</sup>。

また、超音波接合法の新たな用途展開の検討もされており、自動車の軽量化を目的として鉄鋼とアルミニウム合金の超音波接合において、超音波接合機のホーン先端に設けられている接合チップの形状の違いが接合部の形成におよぼす影響について、接合チップと被接合材の相對運動の観点から調査した研究が行われている<sup>2)</sup>。

本研究では、今後成長が見込まれる次世代自動車、航空機部品における接合技術開発の確立を目的とし、本年度は、同種金属材料および異種金属材料における超音波接合について、振動保持時間と接合強度の関係、振幅と接合強度の関係を調査した。

## 2. 実験

### 2.1 実験装置および実験方法

接合実験には、超音波金属接合機（日本アビオニクス

SW-3500-20/SH-H3K7）を用い、次世代自動車、航空機部品を想定した接合材料としてアルミニウム合金 A5052、チタン合金 Ti-6Al-4V、冷間圧延軟鋼板 SPCC の板厚 1mm を準備した。実験の様子を図 1 に示す。接合試料 I および接合試料 II をアンビル上で重ね合わせ、超音波接合機のホーン先端に設けられている接合チップを介して静加圧を局部的に印加した状態で、接合チップを接合面に平行な方向に振動させ、接合面間に摩擦を与えて接合を行った。実験では、95×15mm の短冊状に切断した試料を図 2 に示すように、15mm 重ね合わせて接合した。なお、接合チップは 10×10mm の加圧面を持ち、接合試料 I とのすべりを抑制するためピラミッド形状（ピラミッドのピッチ間 1.5mm、深さ 0.75mm）を設けた。アンビルも同様に接合試料 II とのすべりを抑制するため、ピラミッド形状（ピラミッドのピッチ間 1.5mm、深さ 0.75mm）を設けた。今回の実験では、静加圧力は 1500N、ホーンの振幅（両振幅 64μm）に対し、50%、70%、90%の振幅制御と、0.3sec、0.5sec、0.7sec の振動保持時間とを組み合わせた表 1 に示す条件で接合実験を実施した。

なお、接合の評価として、接合強度試験および接合面の断面観察を行った。接合強度試験については、各接合条件に対し 3 本ずつ接合試料を準備し、万能材料試験機



図 1 実験の様子

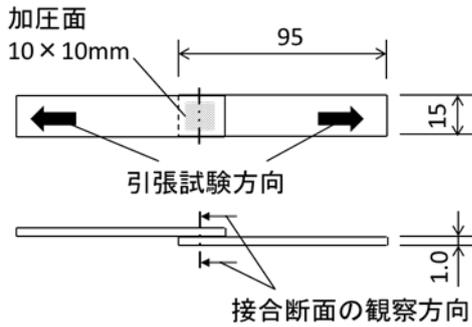


図2 接合体の様子

表1 実験条件

材料組合せ					
接合試料 I (ホーン側)	A5052	Ti-6Al-4V	SPCC	A5052	A5052
接合試料 II (アンビル側)	A5052	Ti-6Al-4V	SPCC	Ti-6Al-4V	SPCC
接合条件					
静加圧力 N	1500				
振幅制御 %	50	70	70	70	90
振動保持時間 sec	0.5	0.3	0.5	0.7	0.5

(島津製作所 AG-100kNIS) を用い、試験速度 2mm/min で図2に示す方向の引張試験による、最大荷重（以下、接合強度と表記）を評価した。このとき、接合試料のチャックつかみ部には、接合部と同じ板厚になるよう添え板を使用した。

### 3. 結果及び考察

#### 3.1 同種材料接合

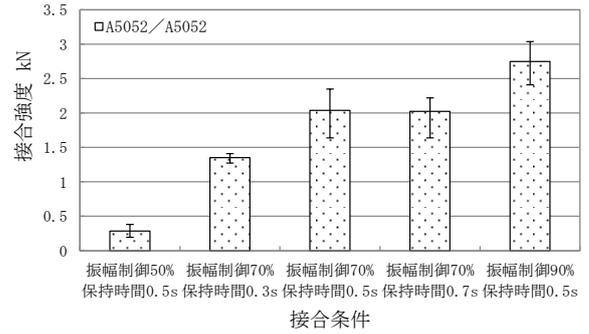
同種材料の各接合条件に対し、3本ずつ接合試料を準備し、引張試験による最大荷重を測定した。また、接合面の観察として断面観察を行った。以下に各同種材料接合の結果について記述する。

##### 3.1.1 アルミニウム合金 A5052 同種材料の接合

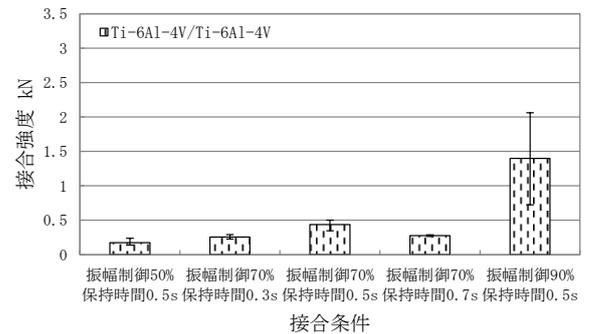
A5052 同種材料接合の引張試験結果を図3(a)に示す。振幅制御 70%における振動保持時間と接合強度の関係を見てみると、振動保持時間が 0.3sec と 0.5sec を比較したとき、振動保持時間が長い 0.5sec の方が接合強度は大きい。0.5sec と 0.7sec を比較すると接合強度は同程度であった。このことから、振動保持時間を長くしても接合強度が増加しないことがわかった。また、振動保持時間 0.5sec における振幅制御と接合強度の関係から、振幅が増加するにつれて接合強度が増加していることがわかった。なお、今回の引張試験すべてにおいて、母材が破断する現象ではなく、接合面の剥がれる現象が発生した（以下、接合面での剥がれと表記）。

次に、振幅制御 70%、振動保持時間 0.5sec における接合断面の様子を図4に示す。この図から、接合されている部分と接合されていない部分が存在していることがわかった。

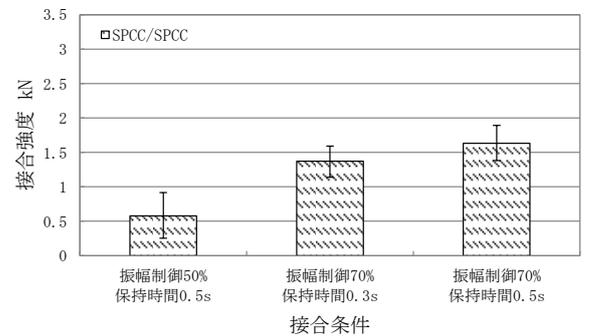
これらの結果から、接合強度向上を狙い、静加圧力の



(a) A5052 同種材料接合



(b) Ti-6Al-4V 同種材料接合



(c) SPCC 同種材料接合

図3 同種材料接合の引張試験結果

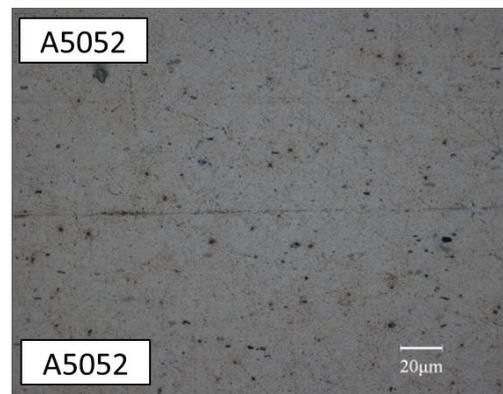


図4 A5052 同種材料接合部の断面写真 (振幅制御 70%、振動保持時間 0.5sec)

増加など接合条件の追加検討を行っていく必要があると考えている。

### 3. 1. 2 チタン合金 Ti-6Al-4V 同種材料の接合

Ti-6Al-4V 同種材料接合の引張試験結果を図3(b)に示す。振幅制御 70%における振動保持時間と接合強度の関係は、振動保持時間が 0.3sec、0.5sec、0.7sec のの中では 0.5sec の接合強度が一番大きかった。このことからアルミニウム合金の結果と同様に、振動保持時間を長くしても接合強度が増加しないことがわかった。また、保持時間 0.5sec における振幅制御と接合強度の関係から、振幅が増加するにつれて接合強度が増加していることがわかった。なお、引張試験すべてにおいて、接合面での剥がれがあった。

これらの結果から、接合強度向上を狙い、静加圧力の増加など接合条件の追加検討を行っていく必要があると考えている。

### 3. 1. 3 冷間圧延軟鋼板 SPCC 同種材料の接合

SPCC 同種材料接合の引張試験結果を図3(c)に示す。振幅制御 70%における振動保持時間と接合強度の関係は、振動保持時間が 0.3sec と 0.5sec を比較したとき、振動保持時間が長い 0.5sec の方が接合強度は大きかった。なお、0.7sec の条件については、接合界面から伝わる摩擦熱によるホーン及びアンピルの損傷を危惧し、今回は実験を行っていないが引き続き、振動保持時間と接合強度との詳細な関係を検討していく予定である。また、保持時間 0.5sec における振幅制御と接合強度の関係は、振幅制御が 50%と 70%を比較したとき、振幅の大きい 70%の方の接合強度が大きかったが、振幅制御 90% の条件については、接合界面から伝わる摩擦熱によるホーン及びアンピルの損傷を危惧し、今回は実験を行っていないが引き続き、振幅制御と接合強度との詳細な関係を検討していく予定である。なお、引張試験すべてにおいて、接合面での剥がれがあった。

これらの結果から、接合強度向上を狙い、静加圧力の増加など接合条件の追加検討を行っていく必要があると考えている。

## 3. 2 異種材料接合

同種材料接合同様に異種材料の各接合条件に対し、3本ずつ接合試料を準備し、引張試験による最大荷重を測定した。また、接合面の観察として断面観察を行った。以下に各異種材料接合の結果について記述する。

### 3. 2. 1 アルミニウム合金 A5052 と冷間圧延軟鋼板 SPCC の接合

A5052 と SPCC の接合においても、冷間圧延軟鋼板 SPCC の同種材接合同様に、接合界面から伝わる摩擦熱によるホーン及びアンピルの損傷を危惧したことから、振幅制御 70%、振動保持時間 0.7sec、および振幅制御 90%、振動保持時間 0.5sec の接合条件については、実験を行っていない。しかし、引き続き、振動保持時間と接合強度との関係、振幅制御と接合強度の関係を検討し

ていく予定である。

今回行った実験の中で、唯一接合が実現できた条件は、振幅制御 70%、振動保持時間 0.5sec であり、このときの引張試験の結果を図5に示す。なお、引張試験すべてにおいて、接合面での剥がれがあった。これらの結果から、静加圧力の増加など接合条件の追加検討を行っていく必要があると考えている。

次に、振幅制御 70%、保持時間 0.5 sec の接合条件における接合断面の様子を図6に示す。この図から、連続

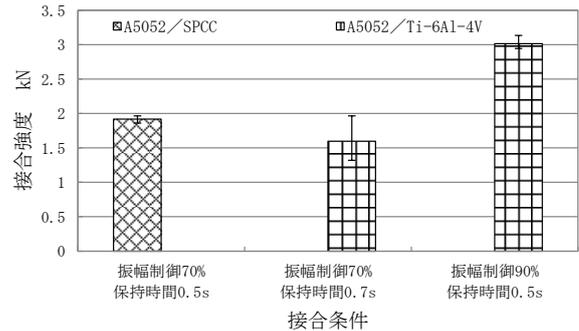


図5 異種材料接合の引張試験結果

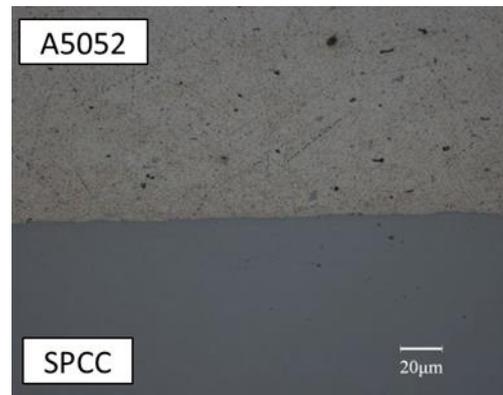


図6 A5052 と SPCC 接合部の断面写真 (振幅制御 70%、振動保持時間 0.5sec)

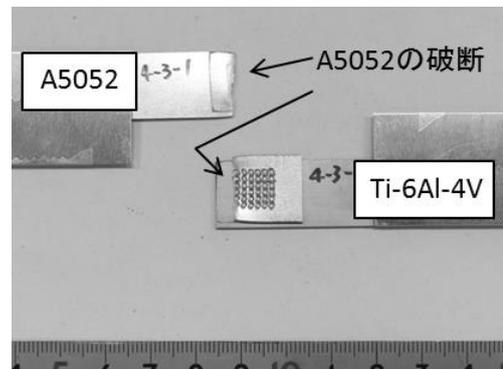


図7 引張試験後の接合部の様子 (振幅制御 90%、振動保持時間 0.5sec)

的に接合ができている様子を確認することができた。ここで図4と図6の接合条件の接合強度を比較すると、図6の接合条件の接合強度が大きいことがわかる。この結果は、接合の有無が混在している図4の状態と連続的に接合している図5の状態の差異が、接合強度に表れたと考えられる。

### 3. 2. 2 アルミニウム合金 A5052 とチタン合金 Ti-6Al-4V の接合

A5052 と Ti-6Al-4V の接合においては、接合が実現できた条件は、振幅制御 70%、振動保持時間 0.7sec および、振幅制御 90%、振動保持時間 0.5sec の2条件であり、このときの引張試験の結果を図5に示す。次に振幅制御 90%、保持時間 0.5sec の接合条件における引張試験後の接合部の様子を図7に示す。この図からアルミニウム合金が接合チップのピラミッド部の食い込みにより、板厚が薄くなり、その部分を起点に破断していることがわかった。なお、この状況は振幅制御 90%、振動保持時間 0.5sec のみに見られ、振幅制御 70%、振動保持時間 0.7sec の条件では接合面の剥がれにとどまった。

次に、図8は、振幅制御 90%、振動保持時間 0.5sec における接合断面の様子を示している。この図から A5052 と SPCC の接合部の断面写真(図6)と同様に連続的に接合できている様子を確認することができた。

これらの結果から、2条件しか接合できておらず、静加圧力の増加など接合条件の追加検討を行っていく必要があると考えている。

### 4. まとめ

同種金属材料および異種金属材料における超音波接合について、振動保持時間と接合強度の関係、振幅と接合

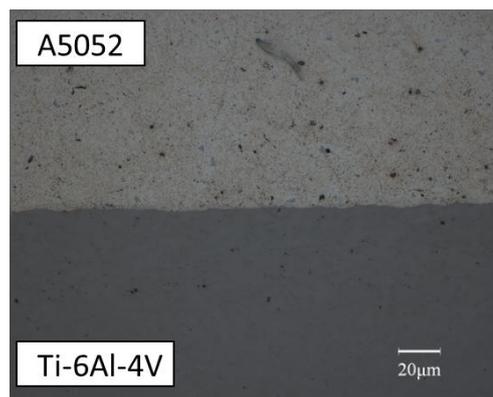


図8 A5052 と Ti-6Al-4V 接合部の断面写真  
(振幅制御 90%、振動保持時間 0.5sec)

強度の関係を調査した。そして、以下の結果を得た。

- 1) A5052 同種材料接合、Ti-6Al-4V 同種材料接合において、振動保持時間のパラメータは、接合強度が最大となる最適な条件が存在する。
- 2) A5052 同種材料接合、Ti-6Al-4V 同種材料接合において、振幅が増加するにつれて接合強度が増加する。
- 3) A5052 と SPCC および A5052 と Ti-6Al-4V の異種材料接合では、同種材料接合に比べ接合条件が限定される。

今後、接合条件等を更に検討し、素材強度を上回る接合強度の実現を目指す。

### 【参考文献】

- 1) 神,精密工学会誌 Vol.82, No.5, pp403-406,2016
- 2) 佐々木ら,軽金属溶接, Vol.53, No.11, pp16-22,2015

平成29年5月発行

岐阜県工業技術研究所研究報告 第5号 平成28年度

編集発行 岐阜県工業技術研究所  
所在地 : 〒501-3265 関市小瀬1288  
電話 : (0575)22-0147 FAX : (0575)24-6976  
E-mail : info@metal.rd.pref.gifu.jp  
ホームページ: <http://www.metal.rd.pref.gifu.lg.jp>