

# 軽合金の表面硬化処理に関する研究 ～拡散法による表面硬化～

金属分析室 福島 清, 大貫 幸男, 大垣 佳寛, 石川 隆朗, 森 宏

## Study on Surface-Hardening Treatment for Low-Alloys ～ Surface-Hardening by Diffusion Method ～

Kiyoshi FUKUSHIMA, Yukio ONUKI, Yoshihiro OGAKI, Takaaki ISHIKAWA and Hiroshi MORI

アルミニウム合金やマグネシウム合金材料の表面を硬くがキズつきにくくするために、めっき皮膜形成後に加熱処理し、素材とめっき金属との拡散層を形成させることにより表面硬化を図った。アルミニウム合金に関してはビッカース硬さHV600前後の金属間化合物と思われる合金層が形成された。

### 1. はじめに

鉄(Fe)と比べて、アルミニウム(Al)やマグネシウム(Mg)、チタン(Ti)などの非鉄合金材料は比重が小さく、比強度が大きかったり耐食性に優れていたりする。これらの材料は絶対的な強度や硬さでは鉄鋼材料には及ばないが、近年、製品部材の軽量化の観点から、多方面で使用されるようになってきた。しかも、これらの製品部材にも硬さや耐磨耗性を要求されることもある。

本研究では、Al合金やMg合金素材に表面硬化処理を行い、キズつきにくい軽合金材料を作製する。今年度はこれらの合金素材にめっき膜(蒸着膜)を形成し、その後の加熱処理により、めっき金属と素材との拡散層を形成させ、このことにより表面部の硬化を図った。

### 2. 実験方法

#### 2.1 使用材料

試験片素材として、Al合金展伸材A2017とA5052とMg合金インゴット材MC2Bを用いた。試験片寸法については、Al合金は12×20×48mm、Mg合金は6×20×48mmの寸法に切断した。試験片素材表面は、ペーパー研磨後、アルミナバフ研磨仕上げした。

Al合金の化学成分を表1、Mg合金のそれを表2に示す。

今回は蒸着法により皮膜形成したが、蒸発材料としては、(1)銅棒 C1020(Cu 99.96%)、(2)ニッケル棒 NW2200(Ni 99.0%)、(3)チタン板 TP340C(Ti 99.5%) を用いた。

#### 2.2 皮膜形成法

皮膜形成法は湿式めっき法と蒸着法(ドライプロセス)があるが、当研究所ではイオンプレーティング装置を保有しているで今回は後者の方法により行った。蒸着法では湿式法ではめっきできない金属を処理できるという特長がある。使用した装置は、神港精機製イオンプレーティング装置AIF850-SB型である。

蒸着の工程は次のとおりである。

真空排気→ヒータ加熱→アルゴンボンバード→蒸着→冷却→サンプル取出し  
皮膜膜厚は5 μm以上を目安とした。

#### 2.3 加熱方法

めっき皮膜形成後は、加熱操作を行う。加熱方法としては、(1)真空加熱、(2)常圧アルゴンガス雰囲気加熱などが考えられる。今回は、やはりイオンプレーティング装置を使用して低真空加熱を行った。

表1 Al合金の化学成分

材質	元素 (%)						
	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn
A2017	0.73	0.53	3.8	0.48	0.65	0.03	0.05
A5052	0.12	0.25	0.03	0.05	2.4	0.17	0.02

表2 Mg合金の化学成分

材質	元素 (%)						
	Al	Zn	Mn	Si	Cu	Ni	Fe
MC2B	8.3	0.50	0.35	0.01	0.002	0.0007	0.0017

装置内には基板加熱用カーボンヒータが上向きに設置されている。試験片保持治具を作製し、ヒータの上面から約35mmの位置に、上面に平行になるよう試験片をセットした。穿孔した同一素材の参照試験片をその隣にセットし、熱電対を挿入し温度を計測した。

加熱は微量のアルゴンガスを流して7 Pa (0.05 Torr) 圧で行った。加熱温度は420~520℃、加熱保持時間は3時間又は10時間とした。

### 2.3 評価試験機器

評価試験に使用した機器は、次のとおりである。

- (1) 膜厚測定等：金属顕微鏡，(株)ニコンインステック オプチフォトX150-UWTT-NR
- (2) ビッカース硬さ測定：微小硬度計，松沢精機(株) MHT-1：測定荷重は25gfで断面部を測定
- (3) 局所成分分析：電子線マイクロアナライザー (EPMA) (株)島津製作所 EPMA-1600
- (4) 結晶解析：X線回折装置  
マックスサイエンス(株) MXP-3A

## 3. 結果及び考察

### 3.1 皮膜膜厚と断面硬さの測定

皮膜形成後の試験片断面を光学顕微鏡で観察し、皮膜膜厚を測定した (n = 5)。膜厚測定結果を表3に示す。

次に、3時間及び10時間加熱後の各試験片の断面を観察した。表面皮膜層の内側に加熱拡散効果による中間層が認められ、断面部をビッカース硬さ測定した。測定荷重はすべて25gfである。

硬さ測定後の圧痕写真の例を、写真1と写真2に示す。

写真1は、A5052-Cu-500℃-3h試験片である。素材部2カ所と比べて、中間層3カ所は圧痕が小さく硬化が認められる。なお、この試験片は中間層が表面あるいは表面近くまで拡大していると認

められる。写真2は、A5052-Ti-520℃-10h試験片である。中間層は薄く、その部分の圧痕は素材よりは小さいが、写真1の場合より大きく、素材と表面層Ti皮膜の影響を受けているといえる。

このようにして、中間層の厚さと断面硬さ測定した(n = 5)結果を表4に示す。

- 1) Al合金-Cu皮膜の場合、500℃-3hの加熱で、中間層がほぼ表面近くまで拡大している。中間層はHV600以上の硬さとなった。
- 2) Al合金-Ni皮膜の場合、520℃-3h加熱の試験片は、中間層と素材との界面のほぼ全域で剥離を生じていた。一部残っていた中間層はHV800以上であった。中間層が硬いことと、素材部との熱膨張率の違いにより剥離したと思われる。次に、450℃の加熱では表面にNi皮膜は残り、



A5052-Cu-500℃-3h HV(0.025)

写真1 ビッカース硬さ試験後の圧痕写真



A5052-Ti-520℃-10h HV(0.025)

写真2 ビッカース硬さ試験後の圧痕写真

表3 皮膜膜厚測定結果

素材-皮膜	膜厚(μm)
A2017-Cu	11
A5052-Cu	11
A2017-Ni	7
A5052-Ni	7
A2017-Ti	11
A5052-Ti	12
MC2B-Cu	26

中間層硬さはHV600前後と若干低くなったものの剥離を生じなかった。なお、加熱時間を3倍に設定しても中間層の厚さは3倍にはならない。これは、他の試験片でも同様である。

- 3) Al合金-Ti皮膜の場合、520°C-10h加熱でも中間層はさほど厚くなく、素材と表面Ti層の影響を受けて硬さは低くなっている。
- 4) Mg合金MC2B-Cu皮膜の場合も、420°C-10h加熱では中間層は非常に薄く、素材と表面Cu層の影響を受けて硬さは非常に低い。

### 3.2 EPMA面分析とX線回折

EPMAにより、加熱した試験片断面を面分析した。面分析写真を、写真3から写真6に示す。

- 1) 写真3 (A5052-Cu-500°C-3h)の場合、右下のAlマッピングから、素材成分であるAl元素が表面まで拡散しているのが認められる。また、Alマッピングや左上のCuマッピングから、中間層即ち合金層は少なくとも4層存在しているように見える。さらに、このAl合金素材はMgを2.4%含有していることから、Mgマッピングすると、左下のようにMgリッチな中間層が存在することが判明した。このような多層の拡散組織は金属間化合物に多く見られる組織といえる。
- 2) 写真4 (A2017-Ni-450°C-10h)の場合、左下のNiマッピングから、表面にはNi皮膜が残っている。合金層としては2層存在している。右下の

Alマッピングと、A2017素材成分である左上のCuマッピングから、表面から2層目はAl及びNiが含まれており、3層目はAl及びNiの他に素材より多量のCuが含まれている。

- 3) 写真5 (A5052-Ti-520°C-10h)の場合、左下のTiマッピングから、表面にはTi皮膜が残っている。マッピング結果から、合金層としては2層存在しているように思われ、Al素材よりMgリッチな合金層が形成されている。
- 4) 写真6 (MC2B-Cu-420°C-10h)の場合、表面にはCu皮膜が残っており、中間層はAlとMgの合金層である。

これらの結果から、素材とめっき金属の組合せや加熱温度などにより、合金層厚さが影響を受ける。加熱温度を高温にすれば合金層は得やすいが、形成される合金層が脆い場合もあるので注意を要する。また、合金層形成後に曲げなどの塑性加工を行うことは避けたほうが良く、合金層の性質を良く理解することが重要である。

図1に、加熱後のAl合金-各種めっき試験片のX線回折図形を示す。X線回折結果については回折ピークの同定が難しく、解析しきれていない。形成された合金層が金属間化合物か固溶体かを判定するには更なる解析が必要である。

### 4. まとめと今後の課題

Al合金やMg合金表面に金属めっき皮膜を形成し、その後の加熱拡散処理により合金層を形成させた。Al合金ではCu及びNiめっきの場合、ビッカース断面硬さでHV600前後の値が得られた。Mg合金-Cuめっきでは合金層が薄く、硬さの上昇はわずかであった。これらの合金層は金属間化合物と思われるものもあり、合金層の性質を良く理解してこの処理を行う必要がある。

今後の課題としては次の事項が挙げられる。

- 1) 本研究では、皮膜形成及び加熱用装置として当研究所で保有するイオンプレーティング装置を用いた。素材金属とめっき金属との組み合わせにもよるが、製造コストも考慮した方法で処理すべきである。
- 2) 本研究では、すべての試験片で合金層が表面まで形成されたということではなく、それで表面硬さを測定しなかった。表面まで合金層を形成させるには、めっき厚さや加熱温度等について検討する必要がある。

表4 中間層の厚さと断面硬さ測定結果

(\* 中間層剥離あり)

素材-皮膜	加熱温度(°C) -保持時間(h)	中間層の厚さ(μm)	中間層の硬さHV(0.025)
A2017-Cu	500-3	29	612
A5052-Cu	500-3	30	615
A2017-Ni	520-3	*20	*894
	450-3	4	251
	450-10	8	535
A5052-Ni	520-3	*21	*802
	450-3	10	570
	450-10	15	652
A2017-Ti	520-3	9	316
	520-10	10	358
A5052-Ti	520-3	9	270
	520-10	11	272
MC2B-Cu	420-3	2	92
	420-10	4	132

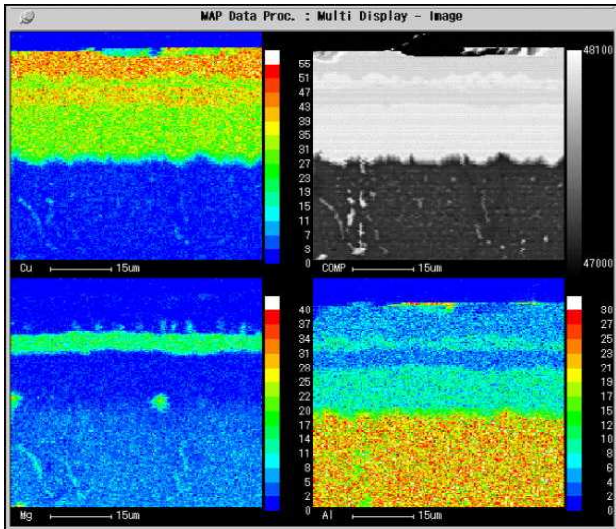


写真3 EPMA面分析 (A5052-Cu-500°C-3h)

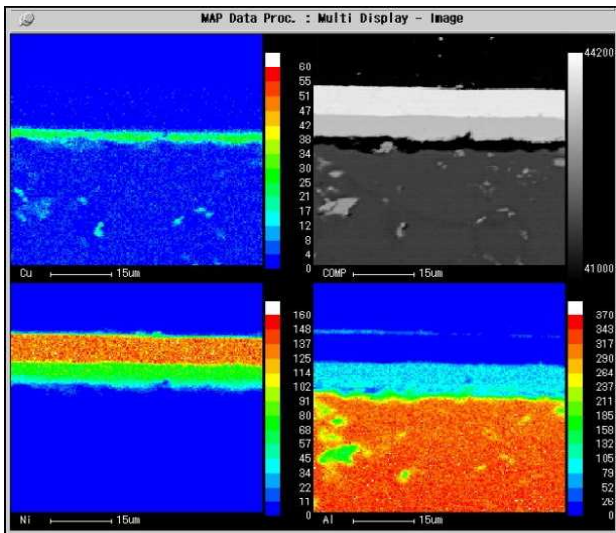


写真4 EPMA面分析 (A2017-Ni-450°C-10h)

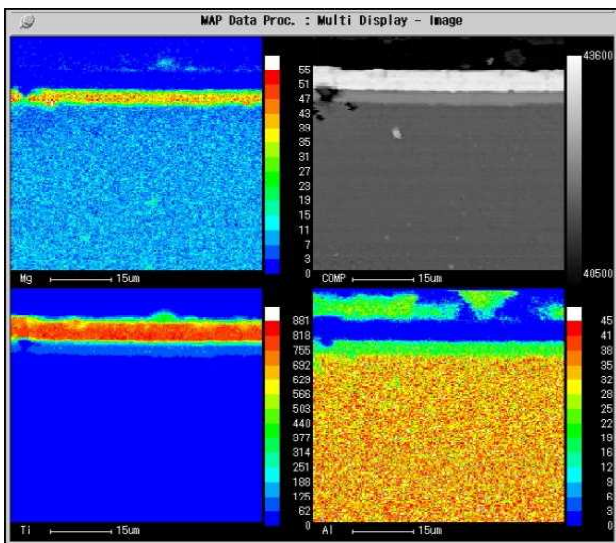


写真5 EPMA面分析 (A5052-Ti-520°C-10h)

- 3) 加熱により表面性状(色調や表面粗さ)が変化し、研磨などの後処理を必要とすることもある。
- 4) 今回は硬さ測定のための評価であったが、磨耗試験や耐食試験なども行って総合的に評価したいと考えている。

参考文献

- 1) アルミニウム合金の表面厚膜硬化技術, 金属系材料研究開発センター編 日刊工業新聞社

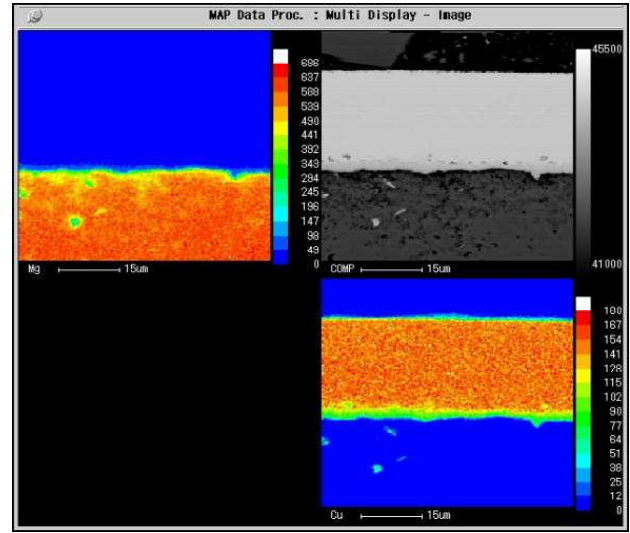


写真6 EPMA面分析 (MC2B-Cu-420°C-10h)

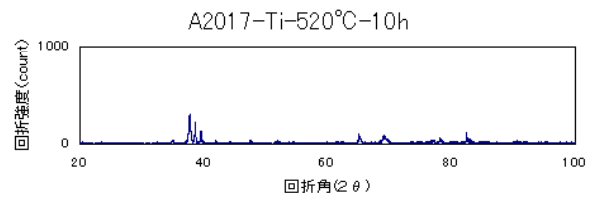
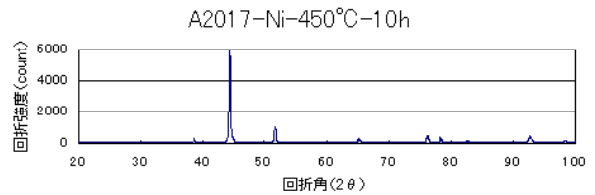
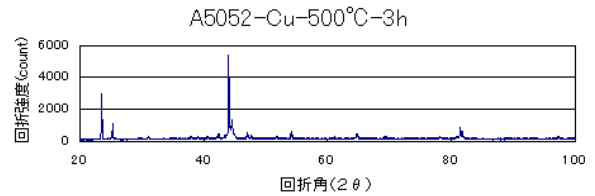


図1 X線回折図形