

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2010-7147

(P2010-7147A)

(43) 公開日 平成22年1月14日(2010.1.14)

(51) Int.Cl.		F I		テーマコード (参考)
C 2 3 C	8/16	(2006.01)	C 2 3 C	8/16
C 2 2 F	1/06	(2006.01)	C 2 2 F	1/06
C 2 2 F	1/00	(2006.01)	C 2 2 F	1/00 6 1 3
			C 2 2 F	1/00 6 9 1 B
			C 2 2 F	1/00 6 9 1 Z
審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 16 頁)				

(21) 出願番号 特願2008-169399 (P2008-169399)
 (22) 出願日 平成20年6月27日 (2008. 6. 27)

(71) 出願人 301021533
 独立行政法人産業技術総合研究所
 東京都千代田区霞が関1-3-1
 (74) 代理人 110000338
 特許業務法人原謙三国際特許事務所
 (72) 発明者 恒松 修二
 佐賀県鳥栖市宿町字野々下807番地1
 独立行政法人産業技術総合研究所 九州セ
 ンター内
 (72) 発明者 恒松 絹江
 佐賀県鳥栖市宿町字野々下807番地1
 独立行政法人産業技術総合研究所 九州セ
 ンター内

最終頁に続く

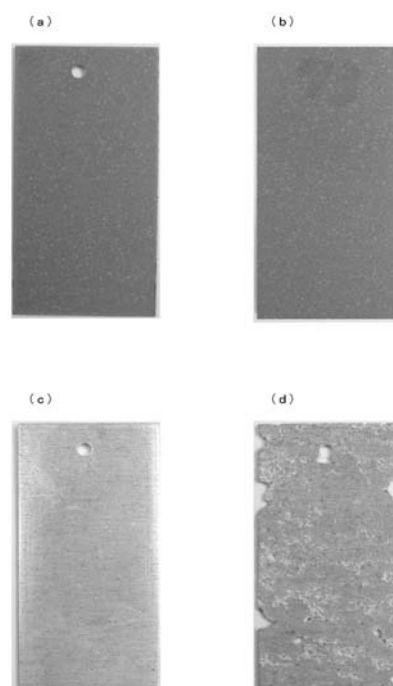
(54) 【発明の名称】 マグネシウム合金材、およびマグネシウム合金の表面処理方法

(57) 【要約】

【課題】耐食性、耐衝撃性等に優れたマグネシウム合金材、および耐食性、耐衝撃性等に優れたマグネシウム合金材を製造するためのマグネシウム合金の表面処理方法を提供する。

【解決手段】マグネシウム合金材は、マグネシウム合金の表面にプラスト処理、塗装処理、化成処理、酸洗処理、防錆処理、除錆処理、酸化膜除去処理および脱脂処理から選ばれる少なくとも一種の前処理をすることなく、マグネシウム合金を水により蒸気養生して形成される水酸化マグネシウムを含有する。

【選択図】 図 2



【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

マグネシウム合金の表面にブラスト処理、塗装処理、化成処理、酸洗処理、防錆処理、除錆処理、酸化膜除去処理および脱脂処理から選ばれる少なくとも一種の前処理をすることなく、マグネシウム合金を水により蒸気養生して形成される水酸化マグネシウムを含有することを特徴とするマグネシウム合金材。

【請求項 2】

上記マグネシウム合金材全体に対する上記水酸化マグネシウムの含有率が、0.5重量%以上、20重量%以下の範囲内であることを特徴とする請求項 1 に記載のマグネシウム合金材。

10

【請求項 3】

上記水酸化マグネシウムを含有する被膜の膜厚が、10 μ m以上、200 μ m以下の範囲内であることを特徴とする請求項 1 または 2 に記載のマグネシウム合金材。

【請求項 4】

マグネシウム合金を、水により、温度が120 以上、180 以下の範囲内で蒸気養生することを特徴とするマグネシウム合金の表面処理方法。

【請求項 5】

マグネシウム合金の表面にブラスト処理、塗装処理、化成処理、酸洗処理、防錆処理、除錆処理、酸化膜除去処理および脱脂処理から選ばれる少なくとも一種の前処理をすることなく、マグネシウム合金を、水により、温度が120 以上、180 以下の範囲内で蒸気養生することを特徴とする請求項 4 に記載のマグネシウム合金の表面処理方法。

20

【請求項 6】

0.5時間以上、48時間以下の範囲内で蒸気養生することを特徴とする請求項 4 または 5 に記載のマグネシウム合金の表面処理方法。

【請求項 7】

請求項 4 ~ 6 のいずれか 1 項に記載の表面処理方法により処理されていることを特徴とするマグネシウム合金材。

【発明の詳細な説明】**【技術分野】****【0001】**

30

本発明は、マグネシウム合金材、およびマグネシウム合金の表面処理方法に関するものである。さらに詳しくは、マグネシウム合金の表面を水により蒸気養生することで、水酸化マグネシウムの強固な被膜が形成されたマグネシウム合金材、およびマグネシウム合金の表面を水により蒸気養生することで、水酸化マグネシウムの強固な被膜を形成するマグネシウム合金の表面処理方法に関するものである。

【背景技術】**【0002】**

一般に、卑金属に属するマグネシウムは、非常に活性な金属である。そのため、マグネシウムを主成分として含むマグネシウム合金材には、表面が酸化等されて腐食し易いという欠点がある。そこで、マグネシウム合金材の耐食性を向上させる必要がある。

40

【0003】

マグネシウム合金材の耐食性を向上させる方法としては、例えば、マグネシウム合金材の表面に直接塗料（例えばアクリル系等の有機樹脂塗料）を塗布する方法がある。しかし、直接マグネシウム合金材に塗料を塗布しても、マグネシウム合金材の表面は酸化される。これにより、マグネシウム合金材と塗料層との密着性が悪くなり、塗料層の剥離が起き易くなる。

【0004】

したがって、マグネシウム合金材の表面に塗料を塗布する前段階として、マグネシウム合金に対して予め表面処理を施すことで、マグネシウム合金材と塗料層との密着性を向上させている。

50

【 0 0 0 5 】

ここで、マグネシウム合金の表面処理方法として、例えば、特許文献 1 には、「耐食性の高い被膜を安価に形成することができるマグネシウム基材の表面処理方法を提供するために、マグネシウムまたはマグネシウム合金からなるマグネシウム基材を、加湿雰囲気中で加熱処理して、表面に酸化マグネシウムの被膜を形成するマグネシウム基材の表面処理方法」が示されている。

【 0 0 0 6 】

特許文献 2 には、「環境問題を引き起こさず、経済的にマグネシウムまたはその合金製品を表面処理できる方法を提供するために、マグネシウムまたはマグネシウム合金製品を、リン酸水素二アンモニウムを含む処理液により処理するマグネシウムまたはマグネシウム合金製品の表面処理方法」が示されている。そして、「この処理液によるマグネシウムまたはその合金製品の表面処理は、処理液をその表面に接触させること、例えば製品を処理液に浸漬すること、処理液を製品に噴霧すること等により行う」という技術が示されている。

10

【 0 0 0 7 】

特許文献 3 には、「有害なクロム酸塩を使用せず、高い耐食性を有するマグネシウム材またはマグネシウム合金の表面処理方法を提供するために、マグネシウム材またはマグネシウム合金の表面に、中性溶液またはアルカリ性溶液を処理液として、化学的方法または電気化学的方法のいずれかの方法により酸化被膜を形成させた後、高圧蒸気雰囲気中で処理するマグネシウム材またはマグネシウム合金の表面処理方法」が示されている。そして、「この蒸気処理は、酸化被膜を形成された被処理物表面の耐食性を向上させるために行う」ことが示されている。

20

【 0 0 0 8 】

特許文献 4 には、「低コストで人体への影響の懸念のない鋳造物の表面処理方法、および防食層との密着性がよく、しかもそれ自体だけでも耐食性を有する表面処理被膜を備えた鋳造物品を提供するために、マグネシウム、マグネシウム合金等を鋳造してなる鋳造物をリン酸塩等の水溶液中で加熱・加圧処理することにより上記鋳造物の表面処理をする鋳造物の表面処理方法」が示されている。そして、「リン酸塩として、メタリン酸、ピロリン酸、リン酸、三リン酸、四リン酸のアルカリ金属塩、アンモニウム塩、およびアミン塩等の化合物」が示されている。

30

【 0 0 0 9 】

特許文献 5 には、「薬剤を使用せず、かつ生産効率の高いマグネシウム材またはマグネシウム合金の表面処理方法を提供するために、マグネシウム材またはマグネシウム合金の表面を湿式ブラスト処理するブラスト処理工程と、このブラスト処理工程後に上記マグネシウム材またはマグネシウム合金を相対湿度 80 % 以上で加熱処理する水蒸気処理工程とを有するマグネシウム材またはマグネシウム合金の表面処理方法」が示されている。そして、「湿式ブラスト処理とは、研削材（ブラスト材）と水との混合物を被処理物の表面に吹き付ける処理である」ことが示されている。

【特許文献 1】特開 2 0 0 6 - 2 8 5 3 9 号公報（平成 1 8 年 2 月 2 日公開）

【特許文献 2】特開平 1 1 - 2 9 8 7 4 号公報（平成 1 1 年 2 月 2 日公開）

【特許文献 3】特開 2 0 0 0 - 6 4 0 5 7 号公報（平成 1 2 年 2 月 2 9 日公開）

【特許文献 4】特開 2 0 0 2 - 3 2 2 5 6 7 号公報（平成 1 4 年 1 1 月 8 日公開）

【特許文献 5】特開 2 0 0 5 - 5 4 2 3 8 号公報（平成 1 7 年 3 月 3 日公開）

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【 0 0 1 0 】

しかしながら、特許文献 2 , 4 に示されるマグネシウム合金の表面処理方法では、リン酸塩の溶液を用いているので、表面処理後に、溶液中に不純物が混ざる。これにより、表面処理後の溶液を繰り返し使うことが難しく、コストの上昇および工程数の増加という問題点を有している。

40

50

【 0 0 1 1 】

また、特許文献 1 , 3 , 5 に示されるマグネシウム合金の表面処理方法では、蒸気を用いて表面処理を行っているが、マグネシウム合金を蒸気に接触させているだけであり、他に脱脂処理や塗装、ブラスト処理等の複数処理工程を必要としているため、表面処理の効率が良くないという問題点を有している。

【 0 0 1 2 】

さらに、一般的に行われている陽極酸化法によるマグネシウム合金の表面処理方法では、陽極酸化は溶液中で電気を通して行うので、マグネシウム合金表面の被膜の膜厚が厚くなると大きな電圧が必要であり、表面処理装置が大型化してしまうという問題点を有している。また、陽極酸化法では、マグネシウム合金の表面に被膜を付けているだけであるので、マグネシウム合金材が撓んだ場合に、マグネシウム合金材表面の被膜がひび割れするという現象が生じる。その結果、陽極酸化法により被膜を付けたマグネシウム合金材は、実用化し難いという問題点を有している。

10

【 0 0 1 3 】

本発明は、上記従来の問題点に鑑みなされたものであって、その目的は、耐食性、耐衝撃性等に優れたマグネシウム合金材、および耐食性、耐衝撃性等に優れたマグネシウム合金材を製造するためのマグネシウム合金の表面処理方法を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【 0 0 1 4 】

本発明者は、上記課題に鑑み鋭意検討した結果、前処理を行うことなく、直接水により蒸気養生するという極めて単純な方法で、マグネシウム合金の表面に水酸化マグネシウムの被膜を形成させ、マグネシウム合金材の耐食性、耐衝撃性等を向上させることができることを独自に見出し、本発明を完成させるに至った。

20

【 0 0 1 5 】

即ち、本発明のマグネシウム合金材は、上記課題を解決するために、マグネシウム合金の表面にブラスト処理、塗装処理、化成処理、酸洗処理、防錆処理、除錆処理、酸化膜除去処理および脱脂処理から選ばれる少なくとも一種の前処理をすることなく、マグネシウム合金を水により蒸気養生して形成される水酸化マグネシウムを含有することを特徴としている。

【 0 0 1 6 】

上記の発明によれば、本発明のマグネシウム合金材は、マグネシウム合金の表面にブラスト処理、塗装処理、化成処理、酸洗処理、防錆処理、除錆処理、酸化膜除去処理および脱脂処理から選ばれる少なくとも一種の前処理をすることなく、水により蒸気養生しているので、マグネシウム合金の表面に、酸化マグネシウムおよび酸化アルミニウムの被膜は形成されず、水酸化マグネシウムの被膜が形成される。そして、水酸化マグネシウムの溶解度は非常に小さいので、水酸化マグネシウムの被膜は非常に強固である。さらに、本発明のマグネシウム合金材は、蒸気養生されているので、水（水蒸気）が気相中における非常に小さい分子状態で反応することができる。これにより、マグネシウム合金と水（水蒸気）との反応効率が向上し、マグネシウム合金材の表面が強固に被膜される。その結果、本発明のマグネシウム合金材は、耐食性、耐衝撃性等に優れたものとなる。

30

40

【 0 0 1 7 】

また、本発明のマグネシウム合金材は、上記マグネシウム合金材全体に対する上記水酸化マグネシウムの含有率が、0 . 5 重量 % 以上、2 0 重量 % 以下の範囲内であることが好ましい。

【 0 0 1 8 】

これにより、本発明のマグネシウム合金材は、非常に強固な水酸化マグネシウムの被膜の働きで、より一層耐食性、耐衝撃性等に優れたものとなる。

【 0 0 1 9 】

また、本発明のマグネシウム合金材は、上記水酸化マグネシウムを含有する被膜の膜厚が、1 0 μ m 以上、2 0 0 μ m 以下の範囲内であることが好ましい。

50

【 0 0 2 0 】

これにより、本発明のマグネシウム合金材は、緻密な材料となる。その結果、本発明のマグネシウム合金材は、効率よく利用することができる。上記マグネシウム合金材表面の上記水酸化マグネシウムを含有する被膜の膜厚が $10\mu\text{m}$ 未満であると、被膜の欠陥部分が浸食されて腐食が拡大したり、僅かな傷が付いてもそこから浸食が始まったりするという問題がある。一方、上記マグネシウム合金材表面の上記水酸化マグネシウムを含有する被膜の膜厚が $200\mu\text{m}$ よりも厚いと、熱衝撃や応力によって被膜がひび割れたり、剥離したりしてしまうという問題がある。

【 0 0 2 1 】

また、本発明のマグネシウム合金材は、複雑形状であり、大型部材を有し、かつ大量処理を行うことが好ましい。

10

【 0 0 2 2 】

また、本発明のマグネシウム合金材は、温度が 120 以上、 180 以下の範囲内で蒸気養生して形成されるものである。

【 0 0 2 3 】

これにより、蒸気養生が適当な温度で行われ、本発明のマグネシウム合金材は、耐食性、耐衝撃性等に優れたものとなる。

【 0 0 2 4 】

本発明のマグネシウム合金の表面処理方法は、上記課題を解決するために、マグネシウム合金を、水により、温度が 120 以上、 180 以下の範囲内で蒸気養生することを特徴としている。また、本発明のマグネシウム合金の表面処理方法は、マグネシウム合金の表面をブラスト処理、塗装処理、リン酸アンモニウム処理等の化成処理、酸洗処理、防錆処理、除錆処理、酸化膜除去処理および脱脂処理から選ばれる少なくとも一種の前処理をすることなく、マグネシウム合金を、水により、温度が 120 以上、 180 以下の範囲内で蒸気養生することが好ましい。なお、本発明のマグネシウム合金の表面処理方法は、上記水の温度が 120 以上、 180 以下の範囲内であることが好ましく、上記水による除脂、除錆および除酸化膜を前提としている。

20

【 0 0 2 5 】

上記の発明によれば、本発明のマグネシウム合金の表面処理方法は、温度が 120 以上、 180 以下の範囲内で蒸気養生するので、養生するのに適当な温度を確保することができる。また、本発明のマグネシウム合金の表面処理方法は、マグネシウム合金を水により蒸気養生するので、マグネシウム合金の表面に水酸化マグネシウムを含有する被膜を形成することができる。そして、水酸化マグネシウムの溶解度は非常に小さいので、水酸化マグネシウムを含有する被膜は非常に強固である。さらに、本発明のマグネシウム合金の表面処理方法は、蒸気養生するので、水（水蒸気）を気相中における非常に小さい分子状態で反応させることができる。これにより、マグネシウム合金と水（水蒸気）との反応効率が向上し、マグネシウム合金材の表面を強固に被膜する。その結果、本発明のマグネシウム合金の表面処理方法は、耐食性、耐衝撃性等に優れたマグネシウム合金材を製造することができる。

30

【 0 0 2 6 】

さらに、本発明のマグネシウム合金の表面処理方法は、表面処理前に、表面に存在する酸化膜、汚れ、錆等を除去することなく、そのまま水蒸気養生して被膜を形成する方法である。また、本発明のマグネシウム合金の表面処理方法は、表面処理前に、表面に存在する油等の油脂分を除去するための脱脂処理を行うことなく、そのまま水蒸気養生して被膜を形成する方法である。一般的には、マグネシウム合金材の表面に強固な被膜を形成するためには、表面処理前に、リン酸アンモニウム処理等の化成処理、ブラスト処理、塗装処理等の物理処理などの様々な処理が行われているが、本発明のマグネシウム合金の表面処理方法は、このような処理を一切行うことなく、直接水蒸気養生して被膜を形成する方法である。その結果、本発明のマグネシウム合金の表面処理方法は、様々な薬品等を使用せず、水で水蒸気養生するため、表面処理後に排水処理を行う必要がなく、環境に配慮した

40

50

方法となる。また、本発明のマグネシウム合金の表面処理方法は、ブラスト処理を行っていないので、微粉を飛散させることが少ない。また、本発明のマグネシウム合金の表面処理方法は、表面処理前に、様々な前処理を行っていないので、低コストでの大量生産が可能である。

【 0 0 2 7 】

特に、一般的に行われている陽極酸化法によるマグネシウム合金の表面処理方法では、陽極酸化は溶液中にマグネシウム合金を浸漬させて電気を通して行うので、マグネシウム合金表面の被膜の膜厚が厚くなると大きな電圧が必要であり、表面処理装置が大型化してしまう。これに対して、本発明のマグネシウム合金の表面処理方法では、蒸気養生は蒸気養生層に蒸気を通すだけで温度がいくらかでも上昇するので、マグネシウム合金表面の被膜の膜厚が厚くなったとしても、表面処理装置を大型化する必要がない。その結果、本発明のマグネシウム合金の表面処理方法は、一定のスペースでの大量処理・大量生産に適している。

10

【 0 0 2 8 】

また、陽極酸化法では、マグネシウム合金表面に被膜を付けているだけであるので、マグネシウム合金材が撓んだ場合に、マグネシウム合金材表面の被膜がひび割れするという現象が生じる。その結果、陽極酸化法により被膜を付けたマグネシウム合金材は、実用化し難いという問題点を有している。これに対して、本発明のマグネシウム合金の表面処理方法では、マグネシウム合金表面の被膜が、マグネシウム合金表面の結晶粒子に接触している。その結果、本発明のマグネシウム合金の表面処理方法では、マグネシウム合金材が撓んだ場合でも、マグネシウム合金材表面の被膜がひび割れするという現象が生じ難い。

20

【 0 0 2 9 】

さらに、陽極酸化法では、マグネシウム合金表面に被膜を付けているだけであるので、マグネシウム合金材がパイプ状の場合にはパイプの外側は表面処理できるがパイプの内面は表面処理できないという問題点を有している。また、マグネシウム合金材が凹凸形状の場合には窪んだ部分、隙間、細い断面等は表面処理できないという問題点を有している。これに対して、本発明のマグネシウム合金の表面処理方法は、水により蒸気養生を行うので、蒸気中の水分子がマグネシウム合金表面に接触し易く、複雑形状（パイプ状、凹凸形状等）、大型部材などのマグネシウム合金表面に対しても、効率よく、かつ均一に表面処理を行うことができる。

30

【 0 0 3 0 】

ここで、例えば、特許文献 2 には、マグネシウム合金をリン酸水素二アンモニウム液に浸漬する方法、またはマグネシウム合金にリン酸水素二アンモニウム液を噴霧する方法により、マグネシウム合金の表面にリン酸塩の層をなし、その後の粉体塗装での密着性を良くする技術が記載されている。しかし、特許文献 2 に記載されている技術は、溶液中で、マグネシウム合金とリン酸水素二アンモニウムとを反応させるので、反応が途中で止まり、厚い結晶膜を形成することができない。また、特許文献 2 に記載されている技術は、溶液中で、マグネシウム合金とリン酸水素二アンモニウムとを反応させるので、表面処理後に、溶液中に不純物が混ざる。これにより、表面処理後のリン酸水素二アンモニウム溶液を繰り返し使うことが難しく、コストの上昇および工程数の増加という問題点を有する。

40

【 0 0 3 1 】

これに対して、本発明のマグネシウム合金の表面処理方法は、水蒸気中で、マグネシウム合金を反応させるので、小さな水分子がマグネシウム合金の中まで浸透し、結晶膜の膜厚をコントロールすることができる。また、本発明のマグネシウム合金の表面処理方法は、水蒸気中で、マグネシウム合金を反応させるので、表面処理後の水を繰り返し使うことができる。これにより、コストが低下し、工程数の少ない単純な操作となり効率的である。

【 0 0 3 2 】

また、例えば、特許文献 5 の実施例 1 のように、85 の温度条件で水蒸気処理を行っても、パイプの内面に塗料を塗布するのは難しく、パイプの内面に水酸化マグネシウムの

50

大きな結晶が僅かに生成されることにより、マグネシウム合金材の劣化を招き、塩水溶液中での耐食性は未処理のマグネシウム合金よりも劣ってしまう。つまり、大気圧下 1 0 0

以下の温度条件で水蒸気処理した場合には、マグネシウム合金の表面に大きな水酸化マグネシウムの結晶が形成される。そして、マグネシウム合金を塩水溶液に浸透すると、水酸化マグネシウムの結晶は大きいため、耐食性の効果を奏しない。よって、1 2 0 以上の高温で水蒸気養生することで初めて、マグネシウム合金の表面に緻密で強固な水酸化マグネシウムの被膜が形成される。

【 0 0 3 3 】

また、本発明のマグネシウム合金の表面処理方法は、0 . 5 時間以上、4 8 時間以下の範囲内で蒸気養生することが好ましい。

10

【 0 0 3 4 】

これにより、本発明のマグネシウム合金の表面処理方法は、マグネシウム合金を上記水により効率的に蒸気養生することができる。

【 0 0 3 5 】

また、本発明のマグネシウム合金材は、上記マグネシウム合金の表面処理方法により処理されていることが好ましい。

【 0 0 3 6 】

これにより、従来の表面処理方法では得ることができなかった耐食性、耐衝撃性等に優れたマグネシウム合金材を製造することが可能となる。

20

【発明の効果】

【 0 0 3 7 】

本発明のマグネシウム合金材、およびマグネシウム合金の表面処理方法は、以上のように、マグネシウム合金の表面にプラスト処理、塗装処理、化成処理、酸洗処理、防錆処理、除錆処理、酸化膜除去処理および脱脂処理から選ばれる少なくとも一種の前処理をすることなく、マグネシウム合金を水により蒸気養生して形成される水酸化マグネシウムを含有する。

【 0 0 3 8 】

それゆえ、耐食性、耐衝撃性等に優れたマグネシウム合金材、および耐食性、耐衝撃性等に優れたマグネシウム合金材を製造するためのマグネシウム合金の表面処理方法を提供するという効果を奏する。

30

【発明を実施するための最良の形態】

【 0 0 3 9 】

以下、本発明について詳しく説明するが、本発明の範囲はこれらの説明に拘束されることはなく、以下の例示以外についても、本発明の趣旨を損なわない範囲で適宜変更して実施し得るものである。具体的には、本発明は下記の実施形態に限定されるものではなく、請求項に示した範囲で種々の変更が可能である。すなわち、請求項に示した範囲で適宜変更した技術的手段を組み合わせて得られる実施形態についても本発明の技術的範囲に含まれる。

【 0 0 4 0 】

(I) 本発明で処理される材料、本発明に用いられる物質等

40

< マグネシウム合金 >

マグネシウム合金とは、本発明で表面処理されるもの、即ち蒸気養生前のものをいう。マグネシウム合金は、マグネシウムを主成分とする合金であれば特に限定されない。つまり、添加元素として、アルミニウム、亜鉛、カルシウム等が含まれていても本発明に含まれる。また、マグネシウムのみを成分とする合金であっても本発明に含まれる。

【 0 0 4 1 】

< マグネシウム合金材 >

マグネシウム合金材とは、本発明で表面処理されたもの、即ち蒸気養生後のものをいう。マグネシウム合金材は、上記マグネシウム合金を水により蒸気養生して形成される水酸化マグネシウムを含有しているものである。

50

【 0 0 4 2 】

本発明のマグネシウム合金材は、該マグネシウム合金材表面の水酸化マグネシウムを含有する被膜の膜厚が、好ましくは $10\mu\text{m}$ 以上、 $200\mu\text{m}$ 以下の範囲内であり、より好ましくは $20\mu\text{m}$ 以上、 $100\mu\text{m}$ 以下の範囲内である。

【 0 0 4 3 】

< 反応生成物 >

本発明のマグネシウム合金の表面に生成される反応生成物は、マグネシウムと水とが反応して生成し易い水酸化マグネシウムである。

【 0 0 4 4 】

上記水酸化マグネシウムの含有率は、安定的な耐食性被膜を維持させるとの理由から、好ましくは 0.5 重量%以上 20 重量%以下、より好ましくは 1 重量%以上 10 重量%以下、特に好ましくは 2 重量%以上 7 重量%以下の範囲内である。

10

【 0 0 4 5 】

なお、上記特許文献5に示された被処理物における水酸化マグネシウムの含有率は、限りなく0に近いと考えられる。

【 0 0 4 6 】

< 水 >

本発明の蒸気養生には、水を用いる。また、本発明の蒸気養生は、マグネシウム合金の特性を阻害しない限り、水以外の他の物質を添加してもよい。他の物質を添加する方法としては、特に限定されるものではない。

20

【 0 0 4 7 】

ここで、上記水としては、純水、蒸留水等の純粋な水の他に、水道水、工業用水等の不純な水も含む。なお、水道水、工業用水等の不純な水により蒸気養生したマグネシウム合金材の方が、耐食性に優れているという傾向が見られる。

【 0 0 4 8 】

< 蒸気養生 >

本発明における蒸気養生とは、加温の水蒸気中で行う促進養生をいう。ここで、養生とは、適度な温度と湿度を確保し、マグネシウム合金表面に被膜を形成するように保護することをいう。本発明のマグネシウム合金の表面処理方法は、マグネシウム合金を水により蒸気養生することで、マグネシウム合金材の表面を腐食、衝撃等から保護する方法である。

30

【 0 0 4 9 】

(I I) 本発明の表面処理方法

< 表面処理方法 >

本発明のマグネシウム合金の表面処理方法は、マグネシウム合金を水により、雰囲気温度が 120 以上、 180 以下の範囲内で蒸気養生する。また、本発明のマグネシウム合金の表面処理方法は、マグネシウム合金の表面にブラスト処理、塗装処理、化成処理、酸洗処理、防錆処理および脱脂処理から選ばれる少なくとも一種の前処理をすることなく、マグネシウム合金を、水により、温度が 120 以上、 180 以下の範囲内で蒸気養生する方法である。雰囲気温度とは、蒸気養生を行う容器内の温度をいう。雰囲気温度は、マグネシウム合金表面への被膜形成が効率的であるとの理由から、 120 以上、 180 以下であり、 120 以上、 140 以下であることが特に好ましい。

40

【 0 0 5 0 】

ここで、ブラスト処理とは、研削材（ブラスト材）と水との混合物を被処理物の表面に吹き付ける処理をいう。なお、ブラストには、エアブラスト、スラリーブラスト、ウォータージェットブラスト等が含まれる。ブラスト処理は、被処理物表面に付着した機械油、切削油等の有機物を除去するとともに、機械油等の有機物が浸透した被処理物最表層を除去する処理である。また、ブラスト処理により、被処理物表面には、微細な凹凸が形成されることになる。

【 0 0 5 1 】

50

本発明のマグネシウム合金の表面処理方法は、特に限定されないが、0.5時間以上、48時間以下の範囲内で蒸気養生することが好ましい。上記範囲内であれば、蒸気養生の保持時間が長いほど、処理されたマグネシウム合金材の膜厚が厚くなり、硬度が大きくなり（耐衝撃性が向上し）、かつ耐食性が向上する。蒸気養生の保持時間は、安定した被膜を効果的に形成するとの理由から、0.5時間以上、48時間以下であることが好ましく、4時間以上、12時間以下であることが特に好ましい。

【0052】

＜本発明を実施する装置構成＞

本発明の蒸気養生を行うための装置構成について、図1(a)・(b)に基づいて説明すれば以下の通りである。

10

【0053】

図1(a)は、本発明における表面処理方法に用いられる蒸気養生装置10を示す斜視図である。また、図1(b)は、本発明における表面処理方法に用いられる蒸気養生装置10の内部を示す断面図である。

【0054】

図1(b)に示すように、蒸気養生装置10の内部には、主として、ステンレス製の網3に取り付けられたマグネシウム合金1および水2が備えられている。

【0055】

本発明の蒸気養生は、水2を適度に加温することにより水蒸気とし、その水蒸気を用いて、マグネシウム合金1の表面に被膜を形成することにより行う。

20

【0056】

(III) 本発明の表面処理方法により処理されたマグネシウム合金材

本発明の表面処理方法により処理されたマグネシウム合金材は、耐食性、耐衝撃性等に優れており、塗装等の追加処理をせずに、航空機のホイール、エンジンのギアボックスハウジング等；自動車のホイール、オイルパン、自動変速機ミッションケース、ステアリングホイール芯金等；自転車のリム、フレーム等；鉄道車両用部材に利用することが可能である。

【実施例】

【0057】

以下、実施例および比較例により、本発明をさらに詳細に説明する。

30

【0058】

〔蒸気養生〕

乾燥機（ヤマト科学株式会社製、商品名：「DS44」）内に、図1に示す蒸気養生装置（試作品）を入れ、その蒸気養生装置内にはステンレス製の網を置いた。さらに、そのステンレス製の網にマグネシウム合金（ケーエステクノス株式会社製、押し出し材を縦40mm、横20mm、厚さ1.5mmの大きさにカットしたもの）を吊した。そして、蒸気養生装置の下部に水を入れて、蒸気養生を行った。その際の条件は、後述する。そして、処理済試料（マグネシウム合金材）を作製した。

【0059】

〔マグネシウム合金材の物性等〕

40

上記処理済試料を用いて、膜厚、硬度および耐食性の評価を行った。膜厚は、膜厚測定機（株式会社キーエンス製、商品名：「デジタルマイクロスコプ」）を用いて測定した。

【0060】

硬度は、硬度測定器（株式会社東洋精機製作所製、商品名：「DUR-O-Test」）を用いて、荷重をかけた後の試料の状態を目視により評価した。具体的には、へこみが全くない状態を「○」とし、へこみがほとんどない状態を「△」とし、へこみがある状態を「×」とした。

【0061】

耐食性は、35℃の恒温水槽（ヤマト科学株式会社製、商品名：「BT-23」）に5

50

重量%の塩水溶液（シグマアルドリッチジャパン株式会社製）を入れ、その中に上記試料を72時間浸透し、その後の腐食の状態を目視により評価した。具体的には、腐食が全くない状態を「☐」とし、腐食がほとんどない状態を「○」とし、腐食がある状態を「×」とした。

【0062】

〔実施例1〕

図1（b）に示すように、蒸気養生装置において、マグネシウム合金をステンレス製の網に吊し、下部に水を入れて、140℃で12時間蒸気養生処理した。処理後の膜厚、硬度、耐食性を表1に示す。塩水溶液に浸透する前の試料の外観を図2（a）に示し、塩水溶液に浸透した後の試料の外観を図2（b）に示す。図2（a）、（b）によれば、塩水溶液に浸透する前後の試料の外観には全く変化はない。それは、水酸化マグネシウムの非常に小さい粒子によりマグネシウム合金材の表面が強固に被膜され、その結果、マグネシウム合金材が耐食性、耐衝撃性等に優れたものとなっているからである。

10

【0063】

また、塩水溶液に浸透する前の試料のSEM観察結果を図3（a）に示し、塩水溶液に浸透した後の試料のSEM観察結果を図3（b）に示す。図3（a）、（b）によれば、塩水溶液に浸透する前後の試料のSEM観察結果には全く変化はない。そして、マグネシウム合金材の表面には緻密な被膜が形成されているのが明らかである。

【0064】

また、塩水溶液に浸透する前の試料のX線回折図を図4（a）に示し、塩水溶液に浸透した後の試料のX線回折図を図4（b）に示す。図4（a）、（b）によれば、塩水溶液に浸透する前後の試料のX線回折図には全く変化はない。それは、水酸化マグネシウムの非常に小さい粒子によりマグネシウム合金材の表面が強固に被膜されているからである。

20

【0065】

〔実施例2〕

図1（b）に示すように、蒸気養生装置において、マグネシウム合金をステンレス製の網に吊し、下部に水を入れて、140℃で8時間蒸気養生処理した。処理後の膜厚、硬度、耐食性を表1に示す。

【0066】

〔実施例3〕

図1（b）に示すように、蒸気養生装置において、マグネシウム合金をステンレス製の網に吊し、下部に水を入れて、160℃で8時間蒸気養生処理した。処理後の膜厚、硬度、耐食性を表1に示す。

30

【0067】

〔実施例4〕

図1（b）に示すように、蒸気養生装置において、マグネシウム合金をステンレス製の網に吊し、下部に水を入れて、160℃で4時間蒸気養生処理した。処理後の膜厚、硬度、耐食性を表1に示す。

【0068】

〔実施例5〕

図1（b）に示すように、蒸気養生装置において、マグネシウム合金をステンレス製の網に吊し、下部に水を入れて、120℃で30時間蒸気養生処理した。処理後の膜厚、硬度、耐食性を表1に示す。

40

【0069】

〔比較例1〕

図1（b）に示すように、蒸気養生装置において、マグネシウム合金をステンレス製の網に吊し、下部に水を入れて、85℃で1時間蒸気養生処理した。処理後の膜厚、硬度、耐食性を表1に示す。

【0070】

塩水溶液に浸透する前の試料の外観を図2（c）に示し、塩水溶液に浸透した後の試料

50

の外観を図 2 (d) に示す。図 2 (c) は蒸気養生前のマグネシウム合金と比較してほとんど変化は見られず、表面はなめらかで、金属光沢によって白く見えている。図 2 (d) の表面は浸食によって凹凸と穴とが生じ、水酸化マグネシウムの生成によって白くなっている。側面は大きく浸食されているのが分かる。

【 0 0 7 1 】

また、塩水溶液に浸透する前の試料の S E M 観察結果を図 3 (c) に示し、塩水溶液に浸透した後の試料の S E M 観察結果を図 3 (d) に示す。図 3 (c) に示されるマグネシウム合金材の表面は、水酸化マグネシウムの大きな結晶が見られ、これを塩水溶液に浸透することにより、図 3 (d) に示されるマグネシウム合金材の表面は浸食され、表面が大きく崩れている。

10

【 0 0 7 2 】

また、塩水溶液に浸透する前の試料の X 線回折図を図 4 (c) に示し、塩水溶液に浸透した後の試料の X 線回折図を図 4 (d) に示す。図 4 (c) に示される X 線回折図では全てマグネシウム金属の回折ピークであったが、X 線回折を高感度にすると、 2θ が 18.5° 付近のピークと 2θ が 38° 付近の最強ピークが痕跡程度認められた。一方、図 4 (d) に示される X 線回折図における回折ピークはマグネシウム金属および水酸化マグネシウムである。実施例 1 ~ 5 のように蒸気養生を行った場合には、水酸化マグネシウムの非常に小さい粒子により、マグネシウム合金材の表面には緻密で強固な被膜が形成される。比較例 1 のように 85° で 1 時間蒸気養生処理したマグネシウム合金材の表面は、S E M 観察の結果、水酸化マグネシウムの大きな結晶が見られ、この水酸化マグネシウムの大きな結晶が僅かに生成することにより、塩水溶液に浸透するとマグネシウム合金材の劣化を招いている。

20

【 0 0 7 3 】

【 表 1 】

	蒸気養生条件	膜厚 (μm)	硬度	耐食性
実施例 1	140°C 、12 時間	45	◎	◎
実施例 2	140°C 、8 時間	18	◎	◎
実施例 3	160°C 、8 時間	176	◎	◎
実施例 4	160°C 、4 時間	102	◎	◎
実施例 5	120°C 、30 時間	10	◎	◎
比較例 1	85°C 、1 時間	—	○	×

30

40

【 産業上の利用可能性 】

【 0 0 7 4 】

本発明のマグネシウム合金の表面処理方法は、耐食性、耐衝撃性等に優れたマグネシウム合金材を製造するものである。そのため、塗装等の追加処理をせずに、広範囲な金属機械産業において利用することができる。具体的には、航空機のホイール、エンジンのギアボックスハウジング等；自動車のホイール、オイルパン、自動変速機ミッションケース、ステアリングホイール芯金等；自転車のリム、フレーム等；鉄道車両用部材の用途に適用

50

することが可能である。

【図面の簡単な説明】

【 0 0 7 5 】

【図 1】(a) は、本発明における表面処理方法に用いられる蒸気養生装置を示す斜視図であり、(b) は、本発明における表面処理方法に用いられる蒸気養生装置の内部を示す断面図である。

【図 2】(a) は、本発明における表面処理方法により処理されたマグネシウム合金材を塩水浸透実験する前の外観を示す図であり、(b) は、本発明における表面処理方法により処理されたマグネシウム合金材を塩水浸透実験した後の外観を示す図であり、(c) は、本発明における表面処理方法により処理していない(本発明に用いた)マグネシウム合金材を塩水浸透実験する前の外観を示す図であり、(d) は、本発明における表面処理方法により処理していない(本発明に用いた)マグネシウム合金材を塩水浸透実験した後の外観を示す図である。

【図 3】(a) は、本発明における表面処理方法により処理されたマグネシウム合金材を塩水浸透実験する前の S E M 観察結果を示す図であり、(b) は、本発明における表面処理方法により処理されたマグネシウム合金材を塩水浸透実験した後の S E M 観察結果を示す図であり、(c) は、本発明における表面処理方法により処理していない(本発明に用いた)マグネシウム合金材を塩水浸透実験する前の S E M 観察結果を示す図であり、(d) は、本発明における表面処理方法により処理していない(本発明に用いた)マグネシウム合金材を塩水浸透実験した後の S E M 観察結果を示す図である。

【図 4】(a) は、本発明における表面処理方法により処理されたマグネシウム合金材を塩水浸透実験する前の X 線回折図であり、(b) は、本発明における表面処理方法により処理されたマグネシウム合金材を塩水浸透実験した後の X 線回折図であり、(c) は、本発明における表面処理方法により処理していない(本発明に用いた)マグネシウム合金材を塩水浸透実験する前の X 線回折図であり、(d) は、本発明における表面処理方法により処理していない(本発明に用いた)マグネシウム合金材を塩水浸透実験した後の X 線回折図である。

【符号の説明】

【 0 0 7 6 】

- 1 マグネシウム合金
- 2 水
- 3 ステンレス製の網
- 1 0 蒸気養生装置

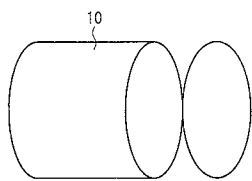
10

20

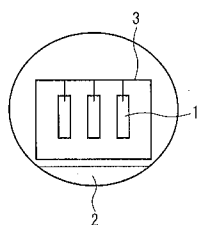
30

【 図 1 】

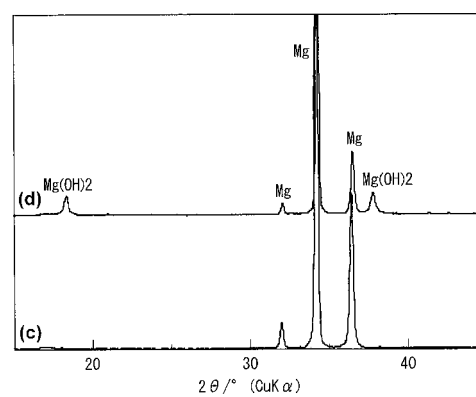
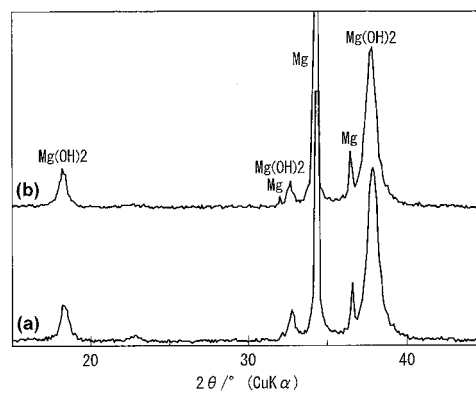
(a)



(b)



【 図 4 】



【 図 2 】

(a)



(b)



(c)

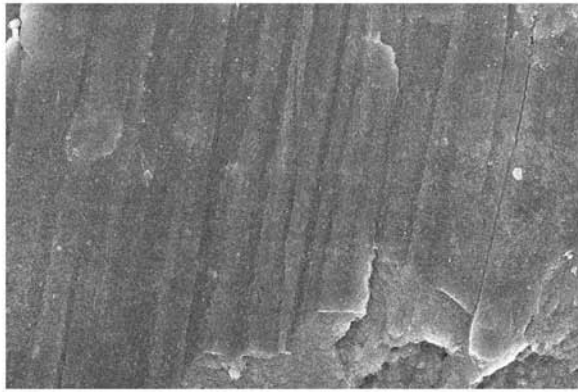


(d)



【 図 3 】

(a)



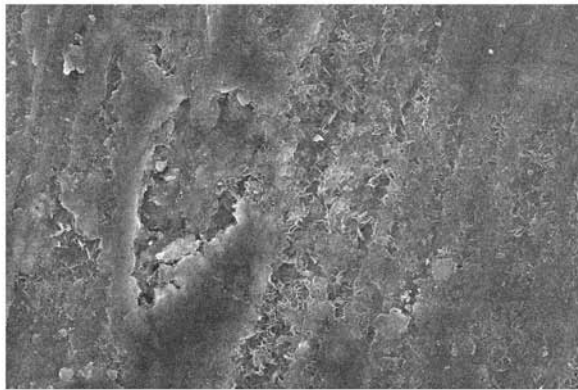
—10μm (x1000)

(b)



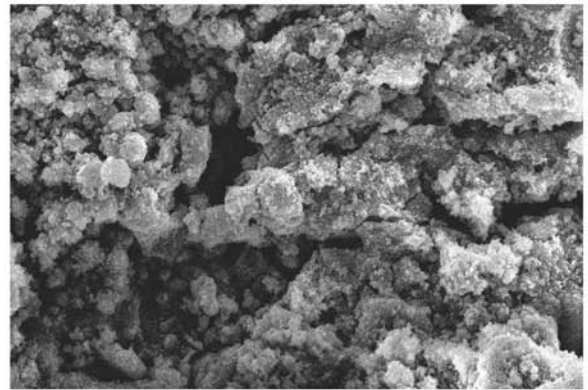
—10μm (x1000)

(c)



—10μm (x1000)

(d)



—10μm (x1000)

フロントページの続き

(72)発明者 井上 耕三

佐賀県鳥栖市宿町字野々下 8 0 7 番地 1 独立行政法人産業技術総合研究所 九州センター内