

# 「マグネシウム鍛造部材技術開発プロジェクト」

## プロジェクトの詳細説明 (公開)

### 研究開発項目③

#### 「マグネシウム合金のリサイクルに係る課題抽出」

(財)素形材センター

(独)産業技術総合研究所、京都大学

平成23年11月18日(金)

事業原簿 P.III-2.3-1

1

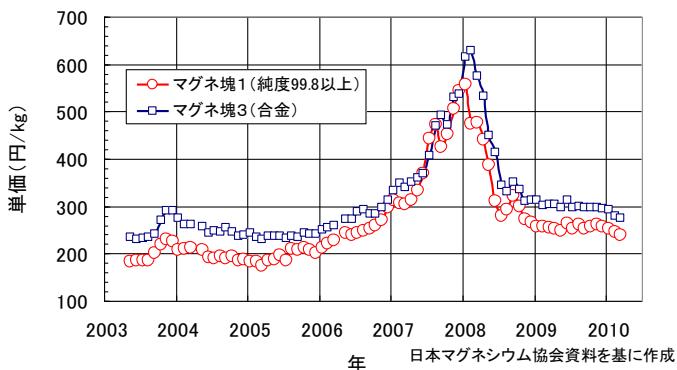
### 項目③ 背景

事業原簿 P.III-2.4.5

## マグネシウムリサイクルの必要性

### 素材コストの低減

#### マグネシウムの輸入(通関)価格推移



2007-2008年にかけて素材価格が高騰、需要減退の一因となった

#### マグネシウム地金輸入先の推移

	2004年	2005年	2006年	2007年	2008年
中国	39,459	33,395	36,625	37,713	35,564
イスラエル	6	2	86	30	59
ノルウェー	892	796	861	0	0
イギリス	66	57	58	58	56
ロシア	29	0	40	20	1,023
カナダ	1,611	1,226	1,535	546	94
アメリカ	35	16	12	0	11
その他	32	35	23	470	50
合計	42,130	35,527	39,240	38,837	36,857
中国比率 (%)	93.7	94.0	93.3	97.1	96.5

日本マグネシウム協会資料を基に作成

近年、輸入先は中国に寡占化  
中国の動向によっては素材価格が再び高騰する可能性あり

素材の安定供給、コスト低減のため、リサイクルによる国内の二次合金市場の拡大が望まれる

# マグネシウムリサイクルの課題

## 工場内スクラップ

### 鋳造屑

現状 ; 20,000t → 2020年予測 ; 37,000t \*

ほぼ全量が再溶解されリサイクル

再溶解に要するエネルギーコスト低減が課題

### 切削屑

現状 ; 1,000t → 2020年予測 ; 2,200t \*

殆どが産廃処理され未利用

切削油剤などの有機物による発煙などの作業環境の悪化や歩留まり低下が問題

### 研究開発課題

- 再溶解を必要とせず、直接鍛造素材化が可能な、省エネルギー型固体リサイクル技術

(市中スクラップへの適用性検討)

- 低コスト、低環境負荷型の有機不純物除去技術

3

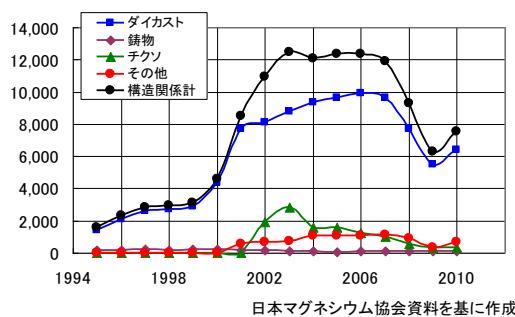
\* 本プロジェクト調査結果による推定値

# マグネシウムリサイクルの課題

## 市中スクラップ

LCA原単位、コストの観点から、リサイクルシステムの確立なしには、マグネシウム部材の本格普及は困難

### マグネシウム合金需要推移(構造材用途)



リーマン・ショックの影響により  
2009年に半減したが現在は回復傾向にある

内訳(2008年)  
自動車 ; 7,500t  
ノートPC ; 700t  
携帯電話 ; 300t  
その他 ; 1,100t

### 市中スクラップ発生量

現状 ; 1,000t → 2020年予測 ; 5,000t \*

AI合金添加剤として一部のみがリサイクル

二次合金の特性を悪化させるCu, Ni等が混入するとリサイクルできない。主成分のバラツキがあると合金規格を満たさない。

### 研究開発課題

将来の大量排出時にMgとして再生するには、以下の技術課題が存在

- AI合金との分離技術、Mg合金種の分離技術
- 微量に混入するCu, Ni等の不純物除去技術
- 塗装の安価な分離除去技術

4

\* 本プロジェクト調査結果による推定値

# 研究開発の内容

## ③(1) リサイクル前処理技術(分離、精製、安全性評価)

再溶解によるリサイクル技術の前処理技術としての不純物除去技術の開発、単体分離およびハンドリングの安全性評価方法の開発

不純物低減、リサイクル対象量の拡大

## ③(2) リサイクル材の特性評価

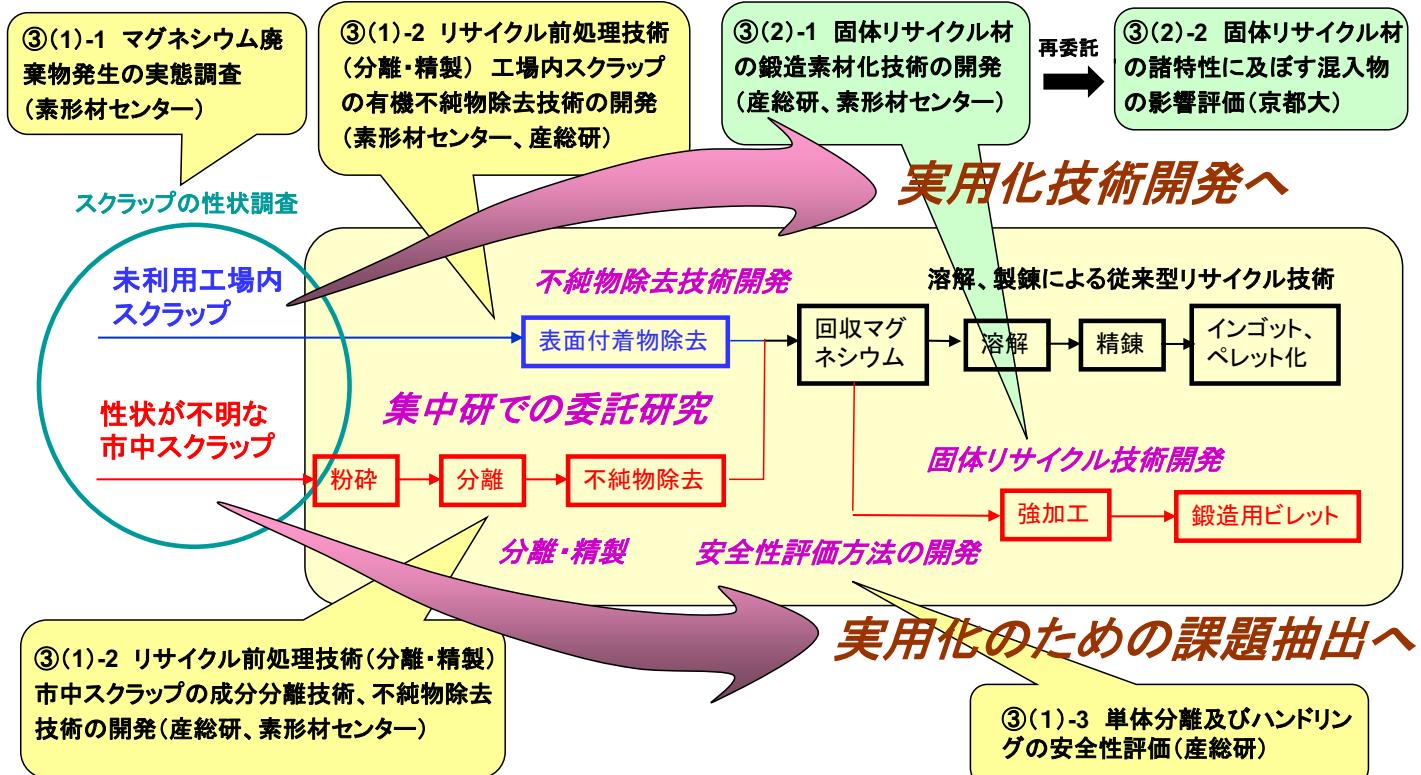
固体リサイクル材の組織と塑性変形特性の評価、リサイクル材の機械特性に及ぼす混入物の効果の解明、および固体リサイクル材の鍛造特性評価

消費エネルギー低減、リサイクル材の高付加価値化

リサイクル技術の高度化による素材コストの低減

5

## 研究開発項目③「マグネシウム合金のリサイクルに係る課題抽出」の検討項目



6

## 研究開発項目③「マグネシウム合金のリサイクルに係る課題抽出」の開発目標と達成度

検討項目	開発目標	到達度	達成状況
③(1) リサイクル前処理技術(分離、精製、安全性評価)	(中間目標) 切削粉等の工場内スクラップの含有炭素を0.1%以下にするリサイクルシステムを構築し、マグネシウムハンドリング時の安全性評価方法に必要な主要因を明らかにする。(最終目標) 大量排出時を想定した市中回収品スクラップの前処理技術(分別、分離、不純物除去など)の課題抽出し、市中スクラップリサイクル基盤技術を提案する。	◎ 中間及び 最終目標を 達成	切削粉の過熱水蒸気処理により、表面付着炭素量0.1%以下を達成。市中回収品スクラップの前処理技術として、過熱水蒸気による塗装付着物の除去技術、レーザー計測を応用したスクラップ分離技術、着火性火花の遠方監視システムなどのリサイクル基盤技術を開発・提案するとともに、スクラップハンドリング時の爆発災害防止対策ガイドラインを策定した。
③(2) リサイクル材の特性評価	(中間目標) 固体リサイクル材の鍛造用ビレットへの適用目的として、圧縮率0.64以上の変形性を発現させるために必要な組織および不純物組成の限界を明らかにする。(最終目標) 従来のカスクード型リサイクル(低品位素材へのリサイクル)に代えて、リサイクル材が新材料と同等の特性を維持する市中スクラップリサイクル技術の基盤開発を行い、総合的なマグネシウムリサイクルの信頼性評価、データ集積を行う。	◎ 中間及び 最終目標を 達成	再結晶温度域において、切削粉の圧縮率は中間目標の0.64を超越。後方押出しやねじり押し出し等の強加工プロセスを用いた固体リサイクル技術を開発し、結晶粒微細化と混入不純物均一微細分散化を同時達成することにより、新材料と同等の特性と鍛造性を示す高品位リサイクル材の創製に成功し、市中スクラップのリサイクルに適応できる基盤技術を確立した。また、疲労や腐食性など信頼性評価を実施し、高性能化の指針を示した。

目標の根拠・意義  
マグネシウム合金の循環型素材としての特性を生かした安価なリサイクル技術の確立は社会的要請であり、工場内スクラップのみならず、市中回収品スクラップも当然取り扱うべきである。しかし、その排出量や性状について十分な予測は難しいことから、現状において想定可能な課題を抽出し、リサイクル基盤技術として提案することとした。また、固体リサイクルが市中スクラップを対象に従来のリサイクルに代わるためにには、不純物が混入しても高成形性や高強度、優れた耐久性(疲労、腐食等)など総合的に優れた特性をリサイクル材に付与する必要があるが、そのような技術はこれまでに開発されていない。

### 項目③(1) 前処理技術

7

## 研究成果説明

### ③(1)リサイクル前処理技術 (分離、精製、安全性評価)

#### ③(1)-2 リサイクル前処理技術(分離・精製)

#### ③(1)-3 単体分離及びハンドリングの安全性評価

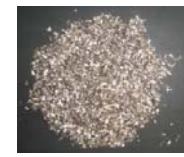
## ③(1)-2 リサイクル前処理技術(分離、精製)の検討内容

### 1. 過熱水蒸気を用いた有機不純物除去



過熱水蒸気によるスクラップ洗浄装置

- 切削粉(工場内スクラップ)に残留する油分除去技術として、残留炭素量0.1%以下(中間目標)を達成。さらに、蒸気循環方式を導入し低コスト化を検討
- 市中スクラップへの展開として、電子機器筐体(模擬試料)の塗装付着物の除去技術を検討



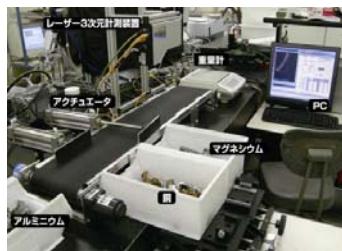
Mg切削粉



塗装済Mg片

(電子機器筐体模擬試料)

### 2. 市中スクラップの成分分離、無機不純物除去



レーザー3次元計測によるスクラップ識別・分離装置(新開発)

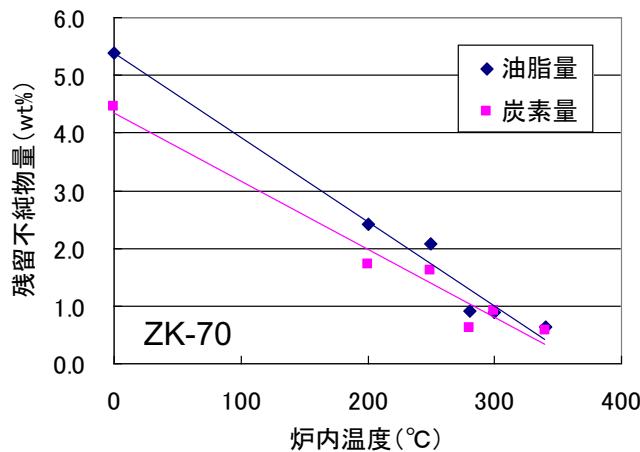
- 廃自動車の破碎・選別処理施設で発生する破碎片スクラップ(Mg、Al展伸材、Al鋳造材の混合物)の分離技術(目標分離精度90%以上)を検討
- Cu、Ni等の無機不純物の湿式除去技術を検討

Mg破碎片  
(廃車シュレッダーチップ)

9

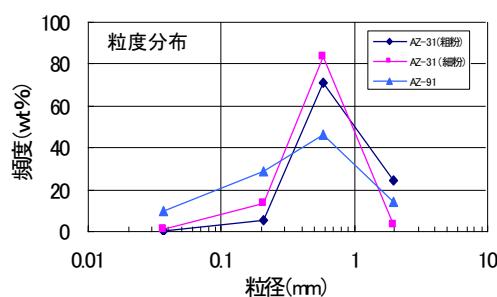
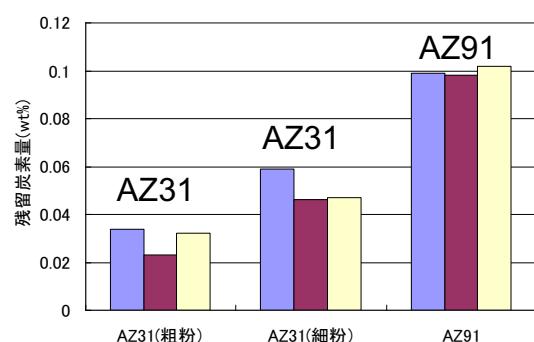
## 過熱水蒸気処理によるMg切削粉の脱脂効果

### 過熱水蒸気温度(炉内温度)と 残留不純物量の関係



油脂量 有機溶剤を用いた油分の抽出前後の重量差により算出  
炭素量 燃焼-赤外線吸収法による測定値

### 最適処理条件下での残留炭素量

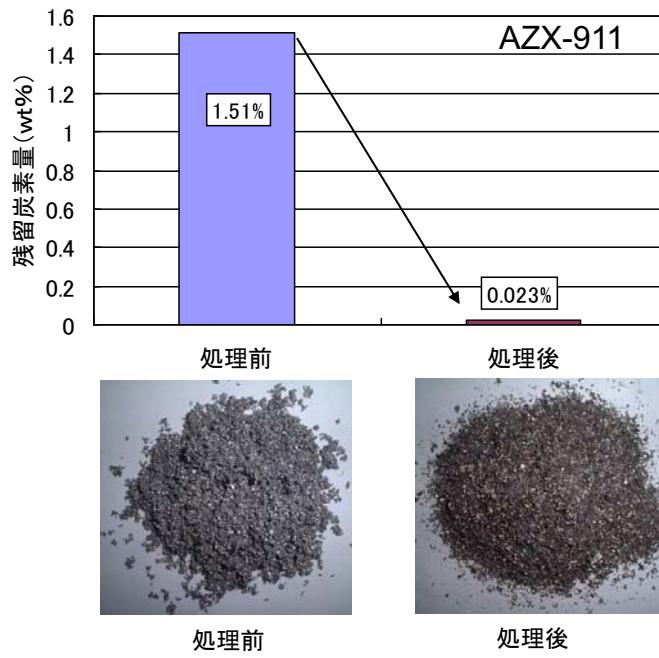


過熱水蒸気温度の上昇とともに残留油脂量(炭素量)が低下  
300~400°Cに最適な処理温度が存在

残留炭素量は切削粉の粒度の影響を受けるが、平均径0.4~0.5mmの粉末に対して、概ね0.1wt%以下にまで低下

# 過熱水蒸気処理による有機不純物除去

## Ca添加Mg合金切削粉への適用



今後使用の増加が考えられるCa添加Mg合金(AZX-911)切削粉の前処理にも採用可能

## 電子機器筐体の塗装付着物への適用

### 模擬試料

XRF検出元素	
処理前	Mg 83.86%
処理後	Al 13.82%
処理前	Zn 27.82%
処理後	Zn 1.73%
処理前	Mn 5.50%
処理後	Mn 0.55%
処理前	Al 3.38%
処理後	Si 2.80%
処理前	P 0.46%
処理後	S 0.039%

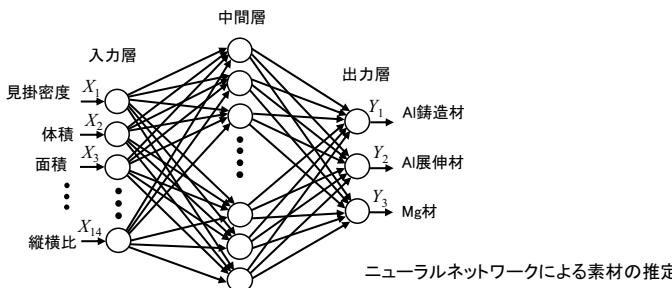
原材料:材質AZ91D、質量約6.5g、寸法17×45×4mm、チクソーモールド成型品、防錆処理(ANC化成処理)済、塗装仕様:下塗りなし、上塗りポリウレタン系樹脂塗料(T社)、膜厚25~35μ、塗色白、用途携帯電話等

過熱水蒸気処理により塗装付着物の除去が可能

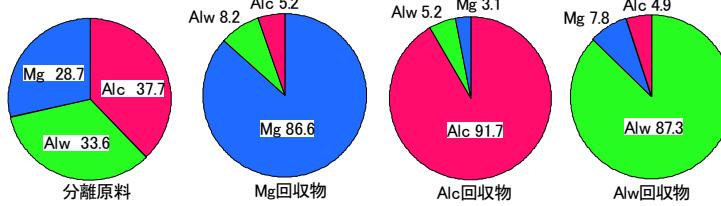
塗装を除去した模擬サンプルについて、固体リサイクルによる鍛造素材化を検討(項目③(2)-1で説明)

# レーザー3次元計測による軽金属スクラップ識別・分離技術

## Mg-Al展伸材-Al鋳造材の分離



- ◎簡易、安価、安全
- ◎破碎片表面の塗装や汚れの影響を受けない
- 高速処理が可能
- △過去に蓄積した測定データと特長が大きく異なる破碎片に対しては識別精度が低下するため、データベースの更新が必要



重量基準で示した原料と各金属回収物の組成 (単位wt%)

廃車の破碎選別施設で発生する3種のスクラップ(Mg、Al展伸材、Al鋳造材)について、概ね90%の選別精度(3成分の選別)で分離可能

## Mgスクラップの合金種別分離

国内3箇所の廃車破碎選別施設で回収したMgスクラップ50個の元素組成をXRFにより調査



	全破碎片平均	ハンドル芯平均	AM60
Al	8.07	6.11	5.5-6.5
Zn	0.423	0.023	<0.2
Mn	0.241	0.329	0.24-0.60
Si	<0.001	<0.001	<0.1
Cu	0.004	0.001	<0.01
Ni	<0.001	<0.001	<0.001
Fe	0.008	0.005	<0.005

ハンドル芯と思われる棒状破碎片だけを選別すれば、AM60規格を満たす可能性がある開発したスクラップ選別システムによって、これらを分離可能であることを確認

## ③(1)-2 リサイクル前処理技術(分離、精製) 成果のまとめ

### 過熱水蒸気を用いた有機不純物除去技術

1. Mg切削粉に残留する**切削油剤等の除去技術**を確立、各種Mg合金の切削粉スクラップに対して処理後の**付着炭素量0.1%以下(中間目標)**を達成
2. 蒸気循環方式についてその有用性を検証し、実用化開発に反映
3. 電子機器筐体スクラップの**塗装分離除去技術**としての有用性を確認

### 市中回収スクラップの成分分離、無機不純物除去技術

1. レーザー3次元計測を応用した**物理選別技術**を開発、廃車の破碎選別処理で発生する軽金属スクラップ(Mg、Al展伸材、Al鋳造材)の簡易な選別技術(選別精度約90%)として提案
2. リサイクルの際に障害となるCu、Niの無機不純物の**湿式除去技術**を提案

13

## ③(1)-3 単体分離及びハンドリングの安全性評価の 検討内容

### 1. Mg粉塵の爆発特性の解明

放電電極を用いた着火による試験方法により、爆発下限濃度、最小着火エネルギー、最低発火温度等の**粉塵爆発特性、爆発要因の解明**

Mg粉爆発防止対策に必要な基盤データを取得(中間目標を達成)

→ リサイクルプロセスを想定した爆発特性の解明へ



爆発筒

流動雰囲気下での粉塵爆発実験装置(新開発)

### 2. 電磁波測定による着火性火花の基礎的検知方法の検討

爆発性雰囲気形成が予測される空間において、危険性のある**火花の発生状況(電磁波)のモニタリング**技術の検討



電磁波検出プローブ

### 3. Mg粉塵爆発災害防止対策の総合的検討

爆発災害の軽減対策、爆発要因の除去等について検討、**爆発災害防止対策ガイドライン**を策定

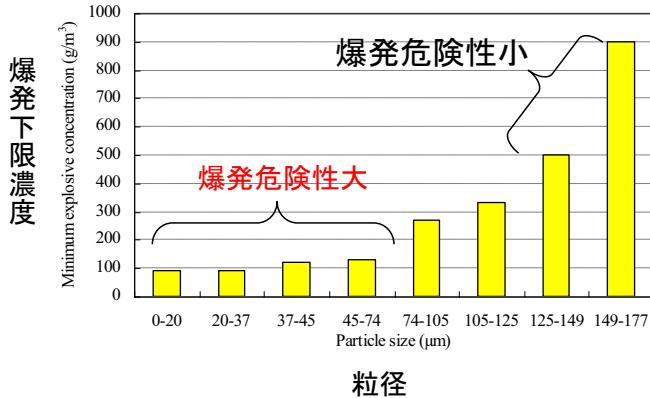
14

# Mgの粉塵爆発に関する基礎特性の解明

(JISZ8818試験方法による)

## Mg粉塵の粒径と爆発下限濃度の関係

試料:Mg粉末(純度99.5%)

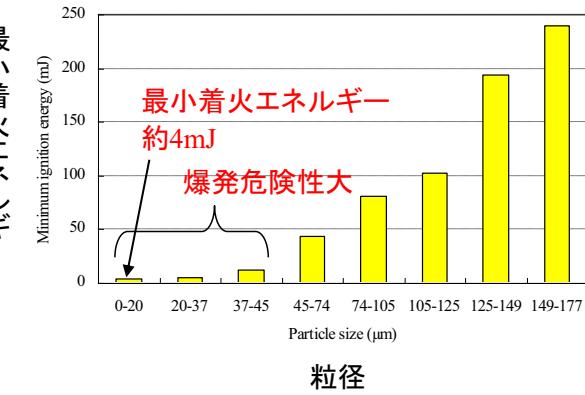


粒径74µm以下 爆発下限濃度 約90～110g/m<sup>3</sup>  
 粒径125µm以上 爆発下限濃度 500g/m<sup>3</sup>以上

## Mg粉塵の粒径と最小着火エネルギーの関係

試料:Mg粉末(純度99.5%)

粉塵雲濃度:爆発下限濃度の2倍



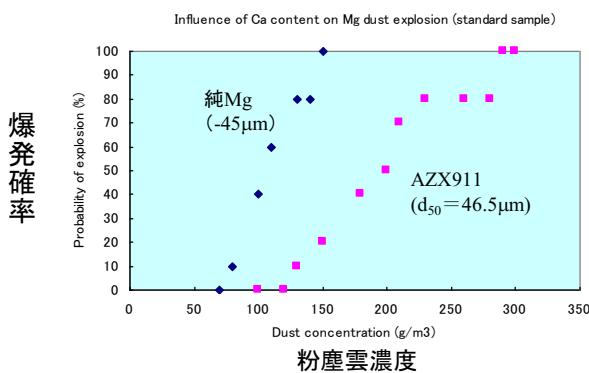
粒径45µm以下 最小着火エネルギー 約4～10mJ

摩擦火花、衝突火花、静電気放電火花等により着火・爆発に至る可能性大

## リサイクルプロセスを想定したMg粉塵爆発に関する諸特性の解明

### Ca添加マグネシウム合金(AZX911)粉塵の爆発抑制効果

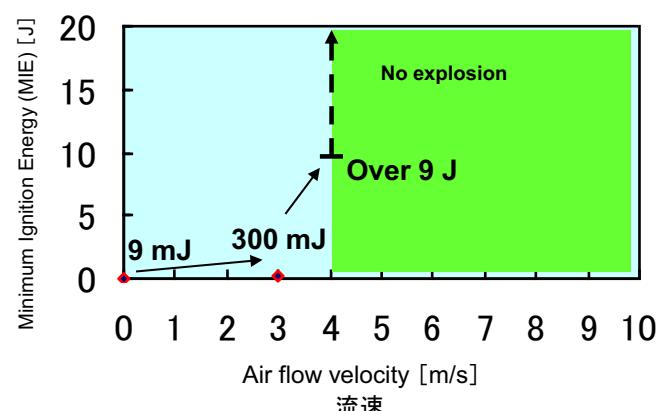
(JISZ8818試験方法による)



Caを1%程度含有したMg粉末(AZX911)の爆発下限濃度は多少上昇し、爆発展開は幾らか低下する。

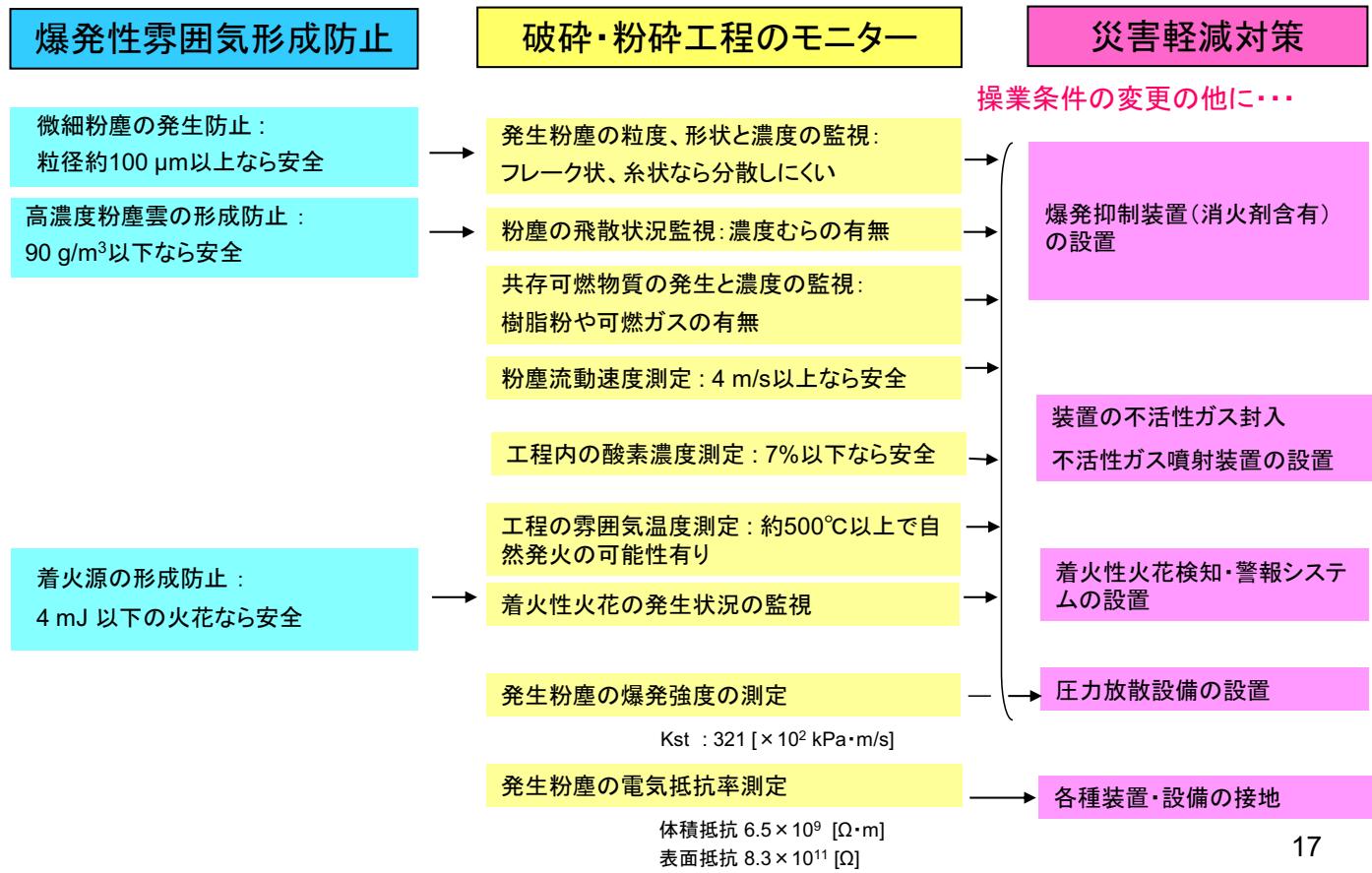
### 粉塵の流動状態が最小着火エネルギーに及ぼす影響

(独自開発の試験装置による)



流速の増大に伴い最小着火エネルギーが増加する  
 (着火し難くなる)  
 気流流速4m/s以上では全く着火しない(安全な領域が存在)

# 爆発災害防止対策ガイドラインの策定



17

## 項目③(1)-3成果のまとめ

事業原簿 P.III-2.3-40~41

## ③(1)-3 単体分離及びハンドリングの安全性評価 成果のまとめ

### Mg粉塵の爆発特性の解明

- 純Mg及び各種Mg合金の爆発下限濃度、最小着火エネルギー、発火温度等の基本特性を解明
- 可燃物質(樹脂粉)や不燃物質(炭酸カルシウム粉等)が共存する際の爆発特性、雰囲気酸素濃度が爆発特性に及ぼす影響を解明
- 独自開発した試験装置により、流動下での爆発特性を解明

### 着火性火花の基礎的検知技術の開発

リサイクルプロセスで用いられる破碎機等の内部で発生する着火性火花の遠方監視システムの基本概念を確立、安全技術として提案

### 爆発災害防止対策ガイドラインの策定

以上の検討結果に基づき、爆発災害防止対策ガイドラインを作成し、市中回収Mgスクラップの安全なハンドリング方法として提案

## ③(1)リサイクル前処理技術 成果の意義

### ③(1)-2 リサイクル前処理技術(分離・精製)

#### 過熱水蒸気を用いた有機不純物除去技術

性状が明らかであるもかかわらず、これまで未利用であったMg切削屑の再資源化を達成、Mg二次合金市場の拡大に貢献。有機溶剤や界面活性剤による洗浄等の競合技術と比較して低コスト。また、各種廃棄物の脱脂技術、炭化処理技術、塗装除去技術としての展開も期待できる。

#### 市中回収スクラップの成分分離、無機不純物除去技術

レーザー3次元計測を応用したMg、Al展伸材、Al鋳造材スクラップの選別や、Mgスクラップの合金種の選別は世界初の技術。エックス線分析法等の競合技術と比較して、簡易、安価、安全な選別法であり、市中回収スクラップのリサイクル基盤技術として今後の発展が期待できる。

### ③(1)-3 単体分離及びハンドリングの安全性評価

雰囲気流動下でのMg粉塵の爆発特性等、従来にないデータを取得。着火性火花の遠方監視システムや安全ガイドラインの提案を通じて、ハンドリング時の危険性を低減することにより、Mgユーザの拡大に貢献。

## ③(1)リサイクル前処理技術 実用化の見通し

### ③(1)-2 リサイクル前処理技術(分離・精製)

#### 過熱水蒸気を用いた有機不純物除去技術

工場内で発生する切削粉スクラップの脱脂技術として確立。本プロジェクトの助成事業(研究開発項目⑦)において実用化技術開発を実施、十分な量の切削粉が集まれば実用プロセスとして成立することが実証された。

#### 市中回収スクラップの成分分離、無機不純物除去技術

レーザー3次元計測によるスクラップの識別・分離技術について、企業との共同研究を継続して技術の確立を図る。当面は、廃車処理等で発生するアルミの展伸材と鋳造材のスクラップを選別する技術として実用化を目指しており、その可能性は十分にあると考えられる。

### ③(1)-3 単体分離及びハンドリングの安全性評価

最終的に策定した「爆発災害防止対策ガイドライン」について、セミナー、展示会、出版物等を通じて広報に努め、マグネシウムハンドリング時の危険性を回避可能であることを社会的に周知させる。こうした活動によりマグネシウム鍛造部材の普及を側面から支援する。

## 研究成果説明

### ③(2) リサイクル材の特性評価

③(2)-1 固体リサイクル材の鍛造素材化技術の開発

③(2)-2 固体リサイクル材の諸特性に及ぼす混入物の影響評価

21

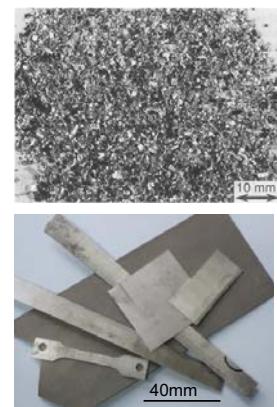
#### ③-(2)-1

#### 固体リサイクル材の鍛造素材化 技術の開発

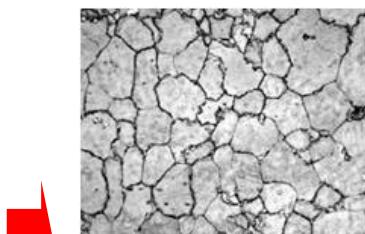
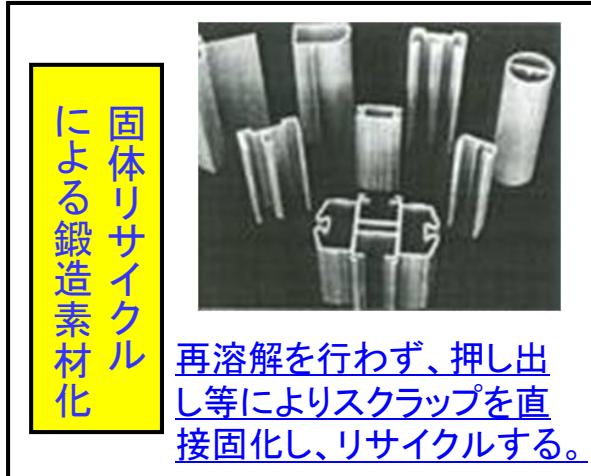
1. 固体リサイクルプロセスの概要
2. 固体リサイクル適応材
3. 固体リサイクル材の機械的性質
4. 固体リサイクル材の鍛造加工

22

# 固体リサイクルの概要



溶解が難しいマグネシウム切削粉  
および板材等の工場内スクラップ



結晶粒微細化を伴う組織制御によりリサイクル材の高性能化を図る。

- ・高強度
- ・高加工性

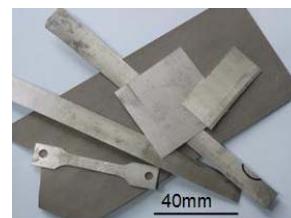
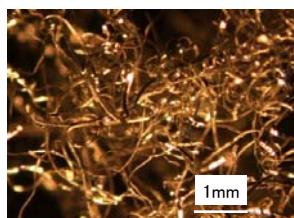


スクラップ材から高性能Mg鍛造用素材を製造する。

23

## リサイクル適用材

- AZ31ドライ切削粉
  - AZ31 切削粉スクラップ
    - SHS処理(切削油の脱脂)
  - AZ91材(ドライ切削)
  - AZX911 材(ドライ切削)
  - AZ31板材
  - AZ91塗装材 SHS処理(塗装の剥離)
- } 一般的な展伸材
- } 研究開発項目①、②の対象合金
- } 市中スクラップ材

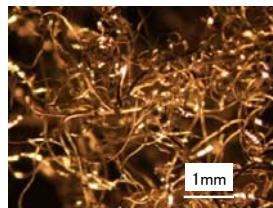


AZ31

過熱水蒸気処理済みAZ91 塗装材

24

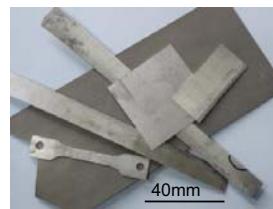
# 固体リサイクルによる鍛造素材化



AZ31ドライ切削粉



AZ31切削粉スクラップ

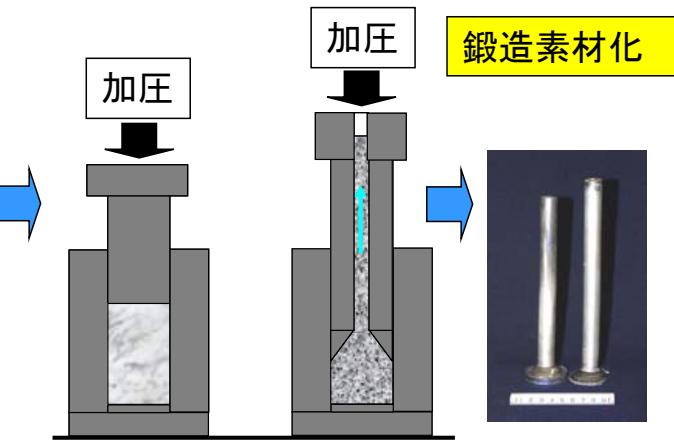
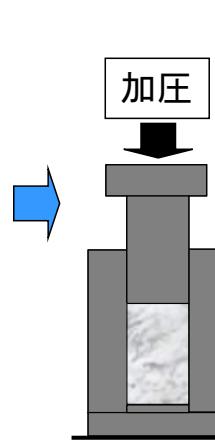


AZ31板材スクラップ

切削粉や板材  
に付着してい  
る有機不純物  
の分離、除去

過熱水蒸気  
(SHS)処理  
による前処理

前処理：  
各種のスクラッ  
プ材に適用



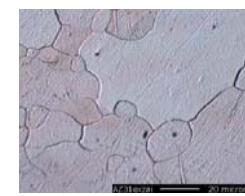
ホットプレス：  
加工温度:300°C 加工温度:350°C  
加工応力:350MPa 押出し比:15

素材化技術を確立

25

## リサイクル材の機械的性質

	試験温度 /°C	圧縮強さ $\sigma_B$ /MPa	耐力 $\sigma_{0.2}$ /MPa	破壊ひずみ $\epsilon$
AZ31押出し棒材 $\rho : 1.78\text{g/cm}^3$	RT	272	86	0.35
AZ31 ドライ 切削粉 $\rho : 1.78\text{g/cm}^3$	RT	304	180	0.47
	150	135	110	>>1
	250	58	40	>>1
AZ31 切削粉 スクラップ (SHS処理材)	RT	271	128	0.5



元材 (AZ31)

AZ31ドライ切削粉  
から製造した素材

- AZ31ドライ切削粉は押出し棒材に比べ、機械的特性が向上している。
- 再結晶温度域において、切削粉の圧縮率は中間目標の0.64を超えていている。

他の固体リサイクルMg合金においても、機械的特性が向上

26

# 固体リサイクル材の鍛造加工性

## AZ31 切削粉スクラップ 固体リサイクル材の鍛造加工

縁割れ 表面割れ



加工法: 後方押出し  
(カップ形状に成形)  
断面減少率: 70%

鍛造温度: 200°C 250°C 300°C

鍛造品の形状 パンチランド高さ: h=2mm  
パンチ先端半径: r=1 mm



AZ31押出し材

AZ31ドライ切削粉

AZ31切削粉スクラップ

鍛造温度:  
300°C

AZ31ドライ切削粉材、切削粉スクラップ材で鍛造加工を達成

27

## AZ91,AZX911合金 固体リサイクル材の鍛造加工



AZ91

鍛造温度: 320°C  
パンチランド高さ: h=2mm  
パンチ先端半径: r=1mm



AZX911

鍛造温度: 320°C  
パンチランド高さ: h=2mm  
パンチ先端半径: r=1mm

AZ91,AZX911合金においてもリサイクル材の鍛造素材化が可能

## AZ91塗装板のリサイクル材の鍛造加工



鍛造温200°C

250°C

300°C

パンチ形状 (ランド高さh:4mm、先端半径r:3mm)

市中スクラップでの鍛造素材化が可能

28

## ③-(2)-2

# 固体リサイクル材の諸特性に及ぼす混入物の影響評価

1. 混入酸化物影響評価
2. ねじり押し出しの適応
3. 各種特性調査（耐食性、疲労特性）

29

## 強度や延性、鍛造性と混入物の関係を解明

表 リサイクル材(再生材)および押し出し材(バージン押し出し材)、鍛造材の室温引張り結果

Alloy	Ultimate tensile strength (MPa)	0.2% Proof stress (MPa)	Elongation to failure (%)	Grain size ( $\mu\text{m}$ )
Recycled specimen	348	255	12.0	14.1
Reference specimen	344	259	11.6	13.5

### 成果: 優位性を実証

固体リサイクル法により、スクラップから高強度、高延性を示す高品位な素材を製造できることを明らかにした。

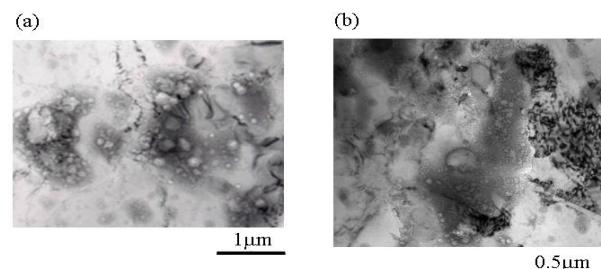
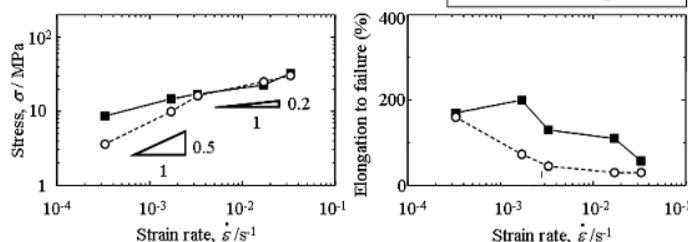


図 混入酸化物をとらえた透過型電子顕微鏡写真



### 成果: 混入物を特定

1~2μmの混入酸化物が押し出し方向に配列していることを解明した。

### 成果: 高温特性(鍛造性)の評価

固体リサイクル材は、温間域の延性が低いことが問題であったが、400°C以上の高温では延性(鍛造性)が改善されることを明らかにした。

30

## 固体リサイクルの実用化に向けて:研究開発項目⑦との連携

### 脱脂処理と固体リサイクルによる高品位リサイクル

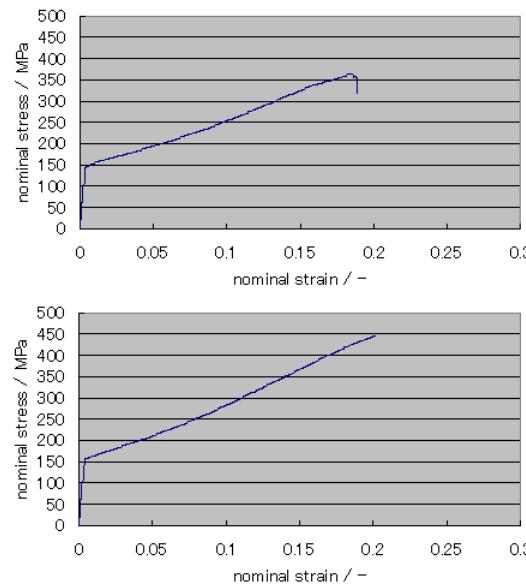


図 固体リサイクル材の室温引張り特性に及ぼす脱脂処理の影響、上図: 脱脂処理なし、下図: 脱脂処理あり

脱脂処理なし  
引張り強度: 362MPa  
0.2%耐力: 145MPa  
破断ひずみ: 19%

脱脂処理あり  
引張り強度: 446MPa  
0.2%耐力: 154MPa  
破断ひずみ: 20%

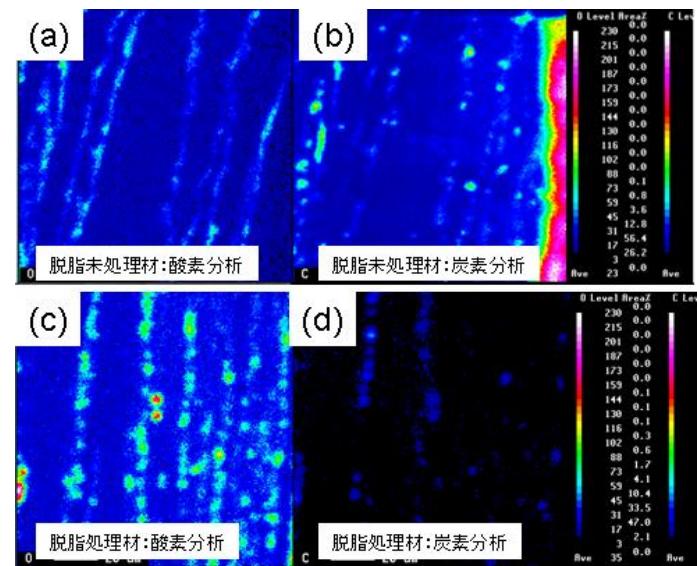


図 EPMAによる脱脂未処理固体リサイクル材と脱脂処理固体リサイクル材の酸素および炭素分析結果

### 成果: 切削油の無害に成功

脱脂処理固体リサイクルの混入物は均一微細分散しており、脱脂処理固体リサイクルは優れた機械的性質を示した。

31

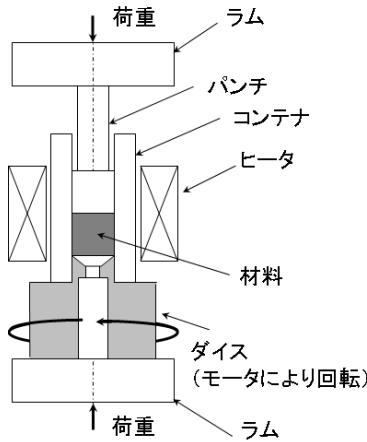


図 ねじり押し出しの模式図、押し出しとねじりを同時に負荷でき、強加工と集合組織制御が同時にできる。

**成果: ねじり押し出しによる組織制御**  
ねじり押し出しを固体リサイクルに適応し、混入酸化物の均一微細分散化と底面集合組織のランダム化の同時達成に成功した。

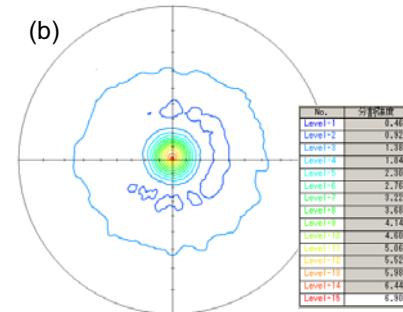
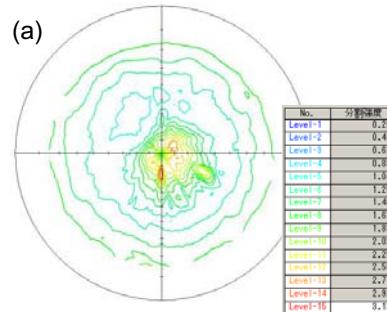
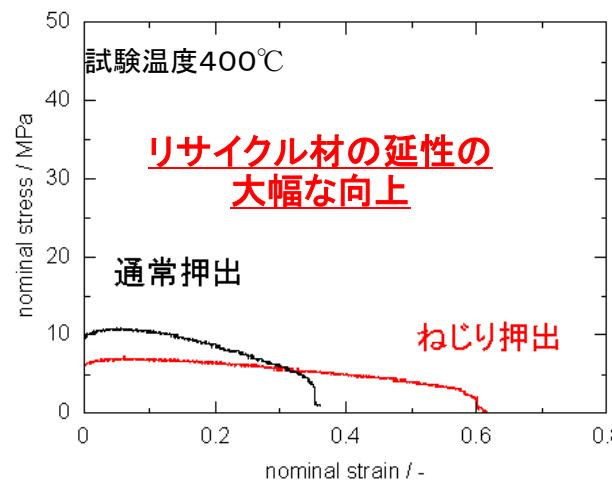


図 柱面集合組織測定結果、(a)ねじり押し出しリサイクル材、(b)通常押し出しリサイクル材



### 成果: 鍛造性向上を実証

ねじり押し出しにより、固体リサイクル材の鍛造性が向上することを実証した。

図 ねじり押し出しリサイクル材と通常押出し材の400°C引張試験結果

## 耐食性評価

AZ31合金塩水噴霧試験による腐食速度  
固体リサイクル材 = 4.1 mm/year  
インゴット材 = 7.3 mm/year

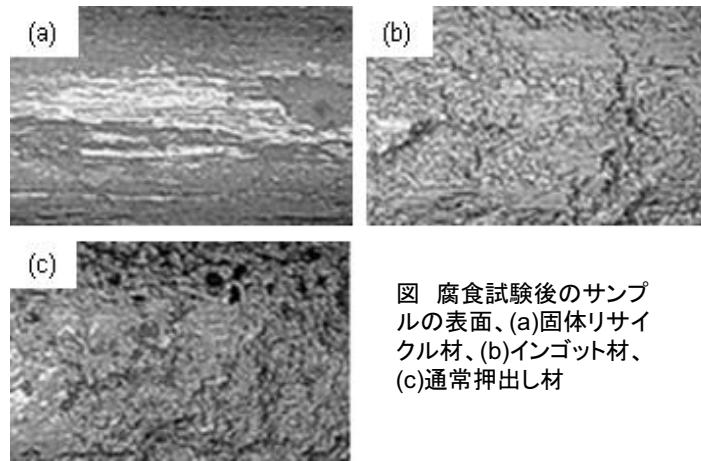


図 腐食試験後のサンプルの表面、(a)固体リサイクル材、(b)インゴット材、(c)通常押出し材

### 成果: 耐食性の向上を実証

固体リサイクル材は、(予想に反し)通常材より優れた耐食性を示すことを明らかにした。(浸漬腐食試験、塩水噴霧腐食試験いずれにおいても同様の結果が得られた)

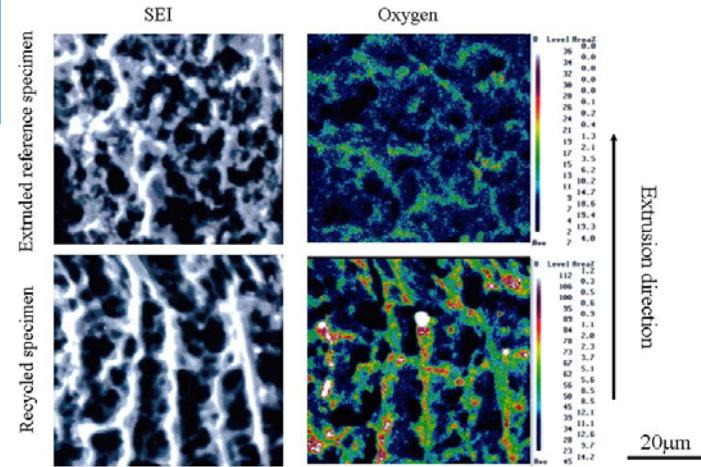


図 EPMAによる浸漬腐食試験後の固体リサイクル材および押し出しバージン材の試験片表面のSEIおよび酸素マッピング分析結果

### 成果: 耐食性向上のメカニズムを解明

EPMA等の微視組織分析から、混入酸化物がリサイクル材の耐食性向上をもたらすことを解明した。

## 疲労特性評価

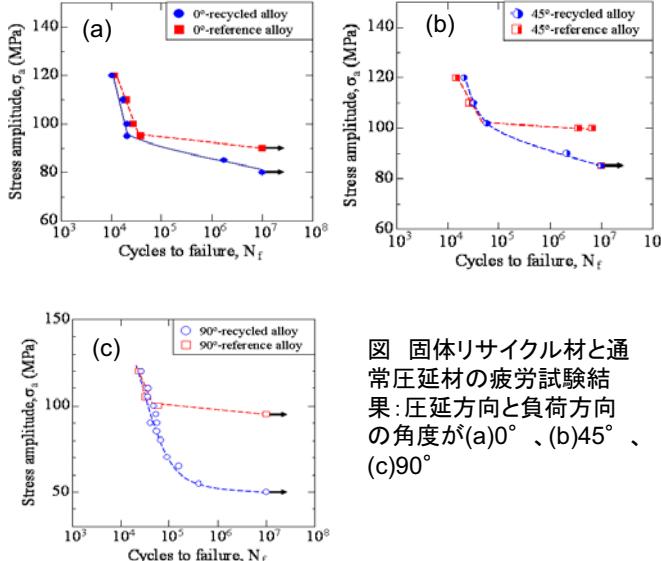


図 固体リサイクル材と通常圧延材の疲労試験結果：圧延方向と負荷方向の角度が(a)0°、(b)45°、(c)90°

### 成果: 疲労特性の異方性を究明

圧延方向と垂直に負荷した場合、固体リサイクル材の疲労特性が大幅に低下することを明らかにした。このような異方性は引張り試験では見られず、疲労特有の現象であった。

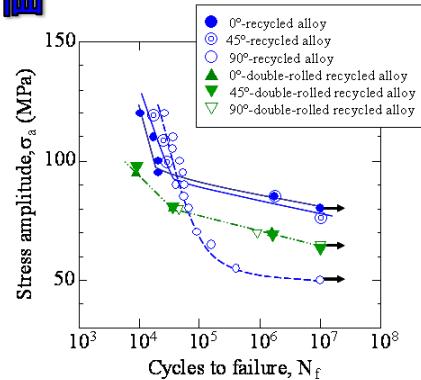


図 固体リサイクル材の疲労試験結果：1回圧延固体リサイクル材と2回圧延固体リサイクル材の疲労特性の比較

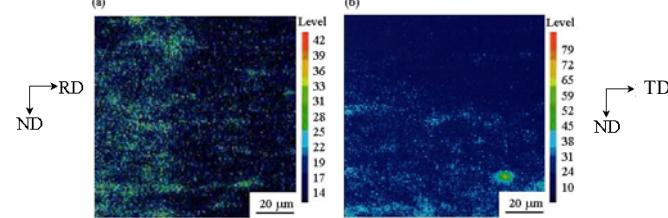


図 2回圧延固体リサイクル材のRD-ND面とTD-ND面酸素分析結果

### 成果: 強加工(2回圧延)による異方性改善を実証

強加工(2回圧延)を施すことにより、混入酸化物が均一分散し、疲労特性の異方性が改善されることを実証した。

## ③(2) リサイクル材の特性評価 成果のまとめ

### ③-(2)-1 固体リサイクル材の鍛造素材化技術の開発

1. AZ31押出し棒材から製造したドライ切削粉による鍛造素材そして過熱水蒸気処理を行ったAZ31切削粉スクラップ材による鍛造素材について鍛造加工まで行い、圧縮試験特性、鍛造品の形状や組織等の結果から最適な鍛造素材を得る固体リサイクルプロセスおよび条件を明らかにし、最良な鍛造加工条件を明らかにした。
2. 同様に、AZ91HOMO材およびAZX911HOMO材から製造したドライ切削粉による鍛造素材について鍛造加工まで行い、圧縮試験特性、鍛造品の形状や組織等の結果から最適な鍛造素材を得る固体リサイクルプロセスおよび条件を明らかにし、最良な鍛造加工条件を明らかにした。
3. 形態の異なるAZ31のドライ切削粉および板材を混合した鍛造素材について鍛造加工まで行い、圧縮試験特性、鍛造品の形状や組織等の結果から最適な鍛造素材を得る固体リサイクルプロセスおよび条件を明らかにし、最良な鍛造加工条件を明らかにした。
4. 過熱水蒸気により塗装皮膜を剥離したAZ91Dチクソモールディング材の鍛造素材について鍛造加工を行い、圧縮試験特性、鍛造品の形状や組織等の結果から最適な鍛造素材を得る固体リサイクルプロセスおよび条件を明らかにし、最良な鍛造加工条件を明らかにした。

35

### ③(2)-2 固体リサイクル材の諸特性に及ぼす混入物の影響評価

総合的に優れた特性を示す固体リサイクル材を得ることを目的に、固体リサイクル材の諸特性と混入物の関係を究明した結果、以下の成果が得られた。

1. 疲労特性等への混入物の悪影響を低減させるには、混入物を1~2μm以下に微細化するとともに、均一に分散させることが重要であった。
2. 混入物の均一微細分散化には、ねじり押し出しや2回圧延などの強加工プロセスが有効であった。
3. 一方、混入酸化物は耐食性を向上させる効果があり、固体リサイクル材は通常材より優れた耐食性を示した。

36

## ③-(2)リサイクル材の特性評価 成果の意義

### ③-(2)-1 固体リサイクル材の鍛造素材化技術の開発

スクラップから鍛造性に優れたリサイクル材をえるための基盤技術が開発された。このような画期的なリサイクル技術は、鉄鋼材料やアルミニウム合金でも開発されていない。LCAによりマグネシウム合金による二酸化炭素の削減にはリサイクルが不可欠であることが示されており、リサイクルと高性能化を同時に達成する本技術は、マグネシウム合金による二酸化炭素の削減に大きく貢献する技術であり、今後の進展が大いに期待できる。

### ③-(2)-2 固体リサイクル材の諸特性に及ぼす混入物の影響評価

固体リサイクル過程で混入する不純物の無害化あるいは有効利用の指針が得られた。鍛造性のみならず疲労や腐食など実用上重要となる特性に対しても指針が得られており、また、市中スクラップリサイクルにも有効である。

37

### ③-(2)リサイクル材の特性評価 実用化の見通し

- ・固体リサイクル材で機械的特性の向上、良好な鍛造性の確認 → 安価な鍛造素材として期待

○鍛造部材の低コスト化

- ・切削粉の安全なリサイクル

○廃棄物の削減にも有効



Mg合金部材の普及を促進



リサイクル材の増加



素材のさらなる低コスト化と安定供給

38

## 成果の発表

	H18	H19	H20	H21	H22	計
特許出願	0	0	2	0	0	<b>2件</b>
論文(査読付き)	4	6	1	0	8	<b>19件</b>
研究発表・講演	3	6	6	12	10	<b>37件</b>
受賞実績	0	0	0	0	1	<b>1件</b>
展示会への出展	0	0	3	3	3	<b>9件</b>

○ 受賞：環境資源工学会平成22年度技術賞(2010年6月3日)

## 補足資料

# 過熱水蒸気を用いた不純物除去技術の経済性

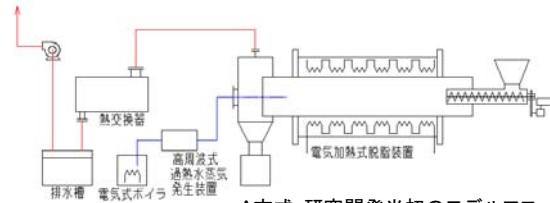
## 1. Mg切削粉300kg/h処理におけるユーティリティコスト試算

処理物仕様(AZ-31テストサンプル平均値)

嵩比重: 0.3t/m<sup>3</sup>、付着油分: 2.5%

### 方式A: 蒸気循環なし、電気式ボイラ使用

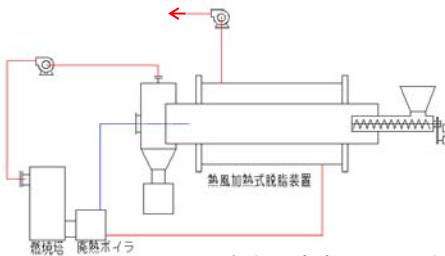
	使用量	単価	コスト
電気	116.2kw	¥12/kw	¥1,394.4
燃料	0	¥60/m <sup>3</sup>	¥0
水	500kg	¥0.2/kg	¥100
合計		¥1,494.4	



A方式: 研究開発当初のモデルフロー

### 方式B: 蒸気循環あり、廃熱ボイラ使用

	使用量	単価	コスト
電気	15.7kw	¥12/kw	¥188.4
燃料	18m <sup>3</sup>	¥60/m <sup>3</sup>	¥1,080
水	40kg	¥0.2/kg	¥8
合計		¥1,276.4	



B方式: 研究成果から得られたモデルフロー

## 2. 他方式とのランニングコスト比較

上記方式A	¥5.0/kg
上記方式B	¥4.3/kg
水洗方式	¥45~60/kg

方式Bは、方式Aで無駄に捨てていた油分を熱源として回収することによりコストの低減が可能  
水洗方式と比較して過熱水蒸気方式のランニングコストは約1/10

41

# 湿式法による無機不純物除去技術開発

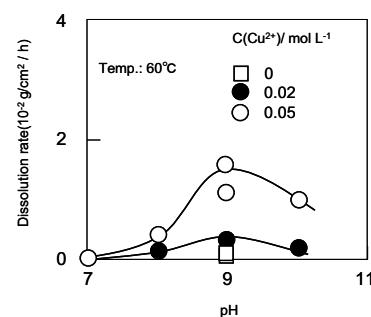
## Cuの選択除去

試料 Mg合金(10mm × 10mm × 2mm): 10g Cu片(5mm × 2mm × 0.1mm): 1g 1M (NH4)2SO4-5M NH3を含む0.5Lの溶液を使用、浸出時間4時間

Mg合金	Cu(II)濃度(M)	Mg浸出率(%)	Cu浸出率(%)
AZ31	0.1	<0.1	90
AZ31	0.5	<0.1	100
AZ91	0.1	<0.1	93
AZ91	0.5	<0.1	100

アンモニア水溶液中ではCu(II)イオンが酸化剤となり  
Cuが錯体を形成し選択的に溶解する

## Niの選択除去



チオシアント酸アンモニウム水溶液を、Niの除去剤として利用できる可能性を見出すとともに、pH9付近でNi溶解速度が最大となることを確認

## 湿式処理における各種金属の溶解速度

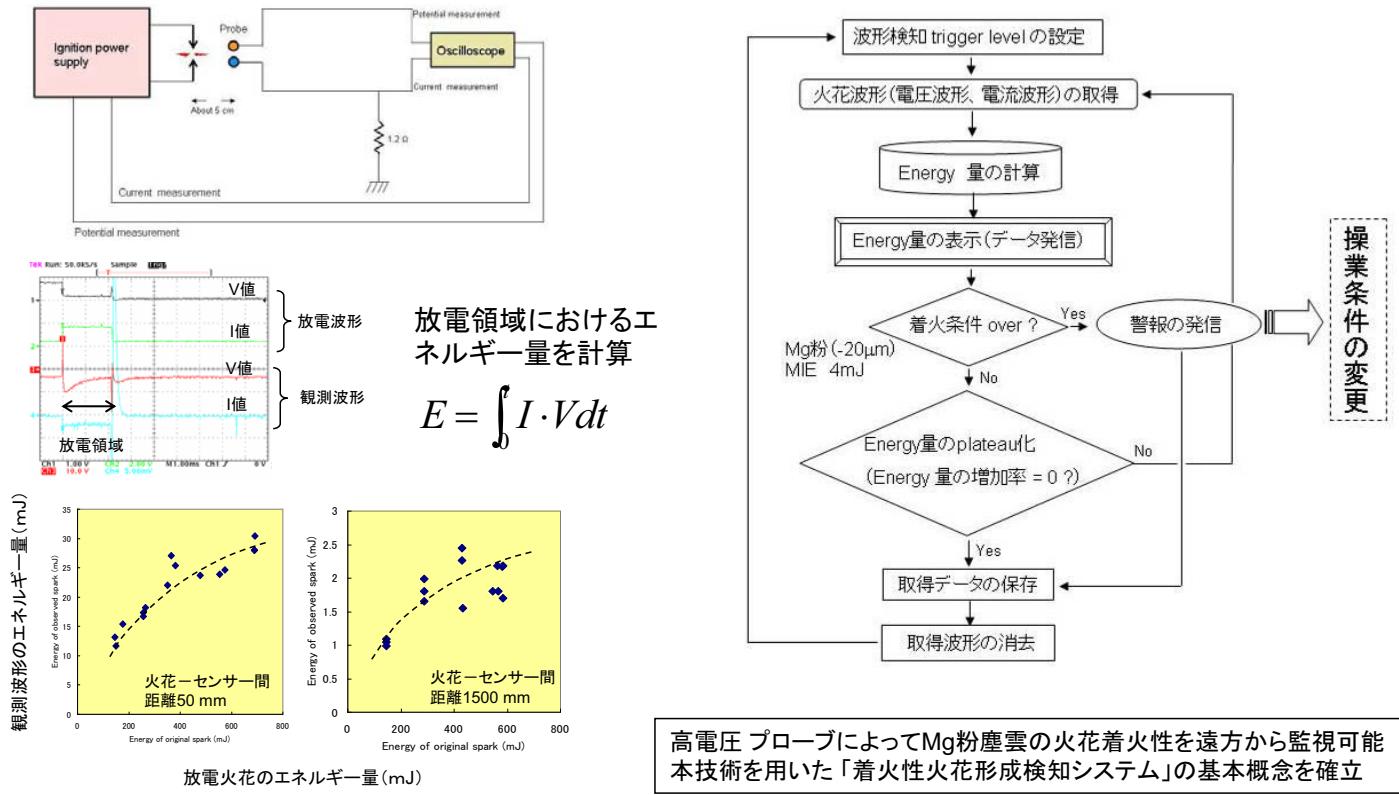
処理溶液	Cu	Ni	ステンレス(SUS304)	Mg合金
弱酸の領域(塩酸、硫酸等使用)	非常に遅い	変化なし	変化なし	pH、酸により溶解
アンモニア+空気	溶解	変化なし	変化なし	ほとんど変化なし
アンモニア + Cu(II)	比較的早い	変化なし	変化なし	ほとんど変化なし
チオシアント酸アンモニウム+空気	遅い	遅い	変化なし	ほとんど変化なし
チオシアント酸アンモニウム+Cu(II)+空気	溶解	溶解	変化なし	溶解等

Cu  
めっきなどの薄膜に対しては除去可能  
Ni  
めっき等の薄膜の場合でも時間がかかる  
ステンレス  
Niを含有しているが除去困難

42

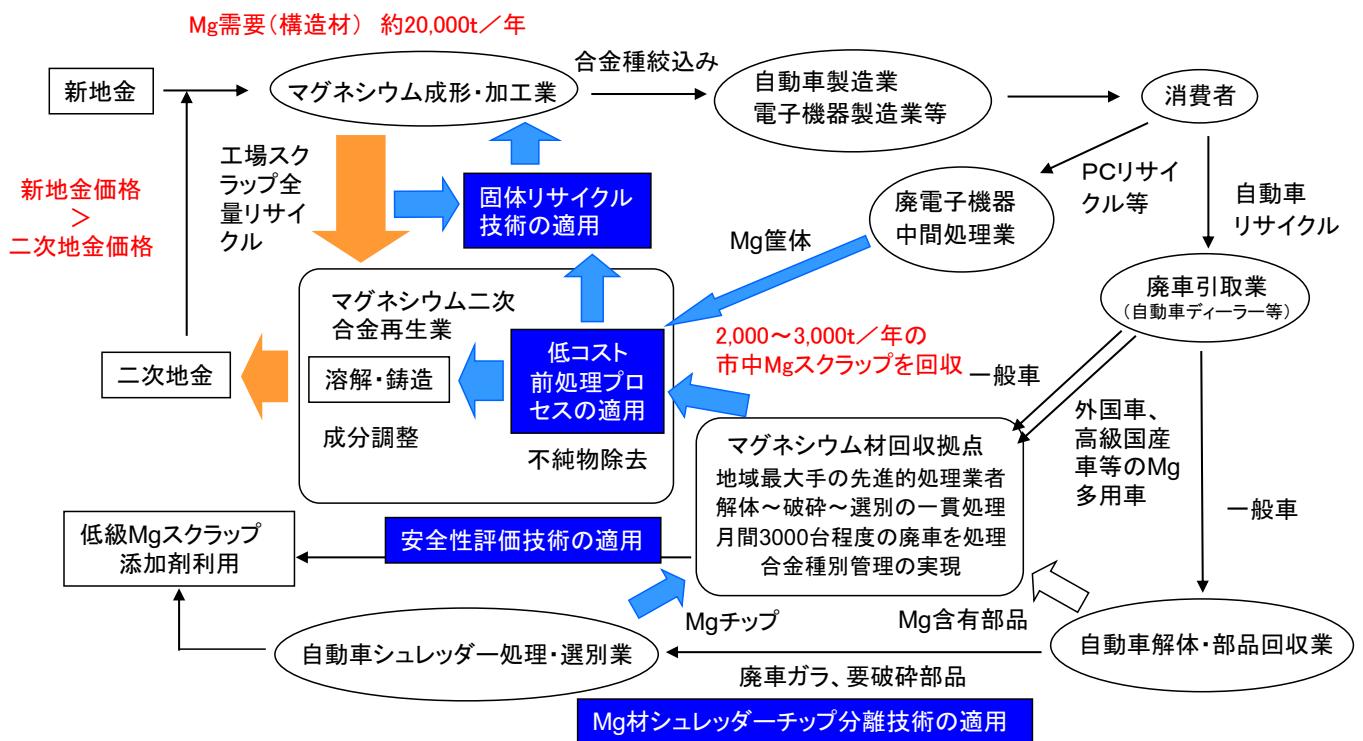
# 電磁波測定による着火性火花の基礎的検知方法の検討

## 高電圧プローブを用いた電磁波測定 「着火性火花形成検知システム」の概念図



## 項目③ 将来像

## 将来期待されるマグネシウム構造材のリサイクルルート (2020年頃を想定)



↑ 現状のMgスクラップの流れ

↑ 本研究開発によって可能となるMgスクラップの流れ 44