

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5948124号
(P5948124)

(45) 発行日 平成28年7月6日(2016.7.6)

(24) 登録日 平成28年6月10日(2016.6.10)

(51) Int.Cl.

F 1

C 22 C	23/00	(2006.01)	C 22 C	23/00
C 22 C	1/02	(2006.01)	C 22 C	1/02
C 22 C	1/04	(2006.01)	C 22 C	1/04
B 22 F	3/14	(2006.01)	B 22 F	3/14
B 22 F	3/20	(2006.01)	B 22 F	3/20

請求項の数 10 (全 18 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号

特願2012-94985 (P2012-94985)

(22) 出願日

平成24年4月18日 (2012.4.18)

(65) 公開番号

特開2013-221201 (P2013-221201A)

(43) 公開日

平成25年10月28日 (2013.10.28)

審査請求日

平成27年2月2日 (2015.2.2)

(73) 特許権者 000004640

日本発條株式会社

神奈川県横浜市金沢区福浦3丁目10番地

(74) 代理人 100096884

弁理士 未成 幹生

(72) 発明者 荒岡 裕司

神奈川県横浜市金沢区福浦3丁目10番地
日本発條株式会社内

(72) 発明者 白石 透

神奈川県横浜市金沢区福浦3丁目10番地
日本発條株式会社内

(72) 発明者 小野 芳樹

神奈川県横浜市金沢区福浦3丁目10番地
日本発條株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】マグネシウム合金部材及びその製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

曲げ応力および／またはねじり応力が主として作用する部材に使用されるマグネシウム合金製の線材からなる部材であって、前記マグネシウム合金は、原子%で、Ni : 2 ~ 5 %、Y : 2 ~ 5 %、残部：Mg および不可避不純物からなり、前記線材が表面近傍で最高硬さ 170 HV 以上の部分を有するとともに、前記線材内部で 550 MPa 以上の 0.2 %耐力と 5 %以上の伸びを有し、さらに、その前記線材表面近傍における最大圧縮残留応力が 50 MPa 以上であることを特徴とするマグネシウム合金部材。

【請求項 2】

曲げ応力および／またはねじり応力が主として作用する部材に使用されるマグネシウム合金製の線材からなる部材であって、前記マグネシウム合金は、原子%で、Ni : 2 ~ 5 %、Y : 2 ~ 5 %、残部：Mg および不可避不純物からなり、前記線材が表面近傍で最高硬さ 170 HV 以上の部分を有するとともに、前記線材内部で 550 MPa 以上の 0.2 %耐力と 5 %以上の伸びを有し、さらに、前記線材の表面から 0.1 mm 深さでの圧縮残留応力が 50 MPa 以上であるとともに、前記線材の表面から深さ方向への残留応力分布における圧縮残留応力の値がゼロとなる表面からの深さをクロッシングポイントとしたとき、クロッシングポイントが 0.2 mm 以上であることを特徴とするマグネシウム合金部材。

【請求項 3】

曲げ応力および／またはねじり応力が主として作用する部材に使用されるマグネシウム

10

20

合金製の線材からなる部材であって、前記マグネシウム合金は、原子%で、Ni:2~5%、Y:2~5%、残部:Mgおよび不可避不純物からなり、前記線材が表面近傍で最高硬さ170HV以上の部分を有するとともに、前記線材内部で550MPa以上の0.2%耐力と5%以上の伸びを有し、さらに、前記線材の表面から深さ方向への残留応力分布における圧縮残留応力の値がゼロとなる表面からの深さをクロッシングポイントとしたとき、表面からクロッシングポイントまでの領域における圧縮残留応力の積分値I_Rが7MPa·mm以上であることを特徴とするマグネシウム合金部材。

【請求項4】

前記線材の表面から0.1mm深さでの圧縮残留応力が50MPa以上であるとともに、クロッシングポイントが0.2mm以上であることを特徴とする請求項3に記載のマグネシウム合金部材。10

【請求項5】

前記線材表面近傍の最高硬さを有する部分のEBSD法にて測定した平均結晶粒径が1μm以下であることを特徴とする請求項1~4のいずれかに記載のマグネシウム合金部材。10

【請求項6】

表面最大粗さ(Rz)が20μm以下であることを特徴とする請求項1~5のいずれかに記載のマグネシウム合金部材。

【請求項7】

前記線材の直径が3~13mmであることを特徴とする請求項1~6のいずれかに記載のマグネシウム合金部材。20

【請求項8】

前記部材はばねであることを特徴とする請求項7に記載のマグネシウム合金部材。

【請求項9】

急冷凝固法によりマグネシウム合金からなる箔帯、箔片、または細線のいずれかの形態をなす出発材料を作製する工程と、

前記出発材料を350~500に加熱する焼結により接合し加圧してビレットを成形する焼結工程と、20

前記ビレットに塑性加工を施して塑性加工材を得る塑性加工工程と、

前記塑性加工材を成形する成形工程と、30
成形後の前記塑性加工材に圧縮残留応力を付与する工程とにより請求項1~8のいずれかに記載の部材を得ることを特徴とするマグネシウム合金部材の製造方法。

【請求項10】

溶湯抽出法によりマグネシウム合金からなる細線を作製する工程と、

前記細線を350~500に加熱する焼結により接合し加圧してビレットを成形する焼結工程と、40

前記ビレットをプレスのコンテナにそのまま装入し、該ビレットに押出加工を施して押出材を得る押出工程と、

前記押出材を成形する成形工程と、

成形後の前記押出材にショットピーニング処理を用いて圧縮残留応力を付与する工程とにより請求項1~8のいずれかに記載の部材を得ることを特徴とするマグネシウム合金部材の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、曲げ応力および/またはねじり応力が主として作用する製品に用いて好適なマグネシウム合金部材及びその製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

従来、航空宇宙、車両(自動車、オートバイ、鉄道など)、医療機器、福祉機器、ロボ50

ット等の様々な分野において、機能拡充や性能向上、操作性向上等を目的に部品の軽量化要求は強い。特に、自動車をはじめとする車両分野においては、近年、環境問題を背景とした二酸化炭素排出量の低減、すなわち、燃費向上を目的としたこの軽量化に対する要求は年々厳しさを増している。

【0003】

そして、車両分野を中心に部品の軽量化に対する研究は盛んであり、これまでには、組成改良や表面改質、またはそれらの組み合わせによる鋼の高強度化を中心に研究が進められてきた。たとえば、強度部品の代表であるばねについては、既にハイテン材が主流として用いられており、窒化処理やショットピーニング処理等の表面改質技術を組み合わせることで更に疲労強度を向上させ、その結果、ばねとしての軽量化が図られている。しかしながら、鋼では従来の組成依存による高強度化が限界に近付きつつあり、今後の大幅な軽量化が期待できないのが実情である。10

【0004】

そこで、さらなる軽量化に対し、チタン合金、アルミニウム合金、マグネシウム合金を代表とする比重の小さい軽合金への期待は大きい。中でも実用金属中で最も軽いマグネシウム合金の比重は、鋼の約1/4、チタン合金の約1/2.5、アルミニウム合金の約1/1.5とその軽量化効果は大きく、資源が豊富であることとも合わせ、市場への早期普及が望まれている。

【0005】

ただし、従来の一般的なマグネシウム合金は、製品用途が限られている。この最大の原因は、従来の一般的なマグネシウム合金の強度が低いことに起因し、部品としての強度を確保するためにはこれまでの鋼部品よりも部品サイズの大型化が避けられないためである。すなわち、従来のマグネシウム合金は、軽量化とコンパクト化の両立が困難なため、強度部品としては未だ市場に受け入れられていらないのが実情である。20

【0006】

このような状況の下、マグネシウム合金の強度部品への適用に向けた高強度マグネシウム合金の研究が盛んに行われている。たとえば、特許文献1には、Mg-Al-Zn-Mn-Ca-RE(希土類元素)合金の溶湯からホイールキャスティングで固体生成物を製造し、その固体生成物を引き抜き加工で圧密化することで、0.2%耐力が565MPaのマグネシウム合金部材を得る技術が開示されている。30

【0007】

また、特許文献2には、Mg-X-Ln(XはCu、Ni、Sn、Znの1種または2種以上、LnはY、La、Ce、Nd、Smの1種または2種以上)合金を溶湯から急速凝固して非晶質の箔帯とすることで、硬さ200HV以上のマグネシウム合金箔帯を得る技術が開示されている。

【0008】

さらに、特許文献3には、Mg-Al-Mn合金の鋳造材または押出材を引抜加工することで、引張強度250MPa以上かつ伸び6%以上のマグネシウム合金ワイヤを得る技術が開示されている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0009】

【特許文献1】特開平3-90530号公報

【特許文献2】特開平3-10041号公報

【特許文献3】特開2003-293069号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0010】

これらの特許文献に示される技術は、マグネシウム合金の高強度化に対して有効である。しかしながら、特許文献1に開示されたマグネシウム合金は、強度部品として市場の要50

求を満足するにはその機械的性質が十分ではない。たとえば、曲げ応力および／またはねじり応力が主として作用するばねへの適用を想定した場合、現行の鋼製ばねと同じサイズを維持した上で軽量化が図れるマグネシウム合金製の線材の強度としては、本発明者等の試算によれば線材内部で 550 MPa 以上の 0.2% 耐力を有し、かつ線材表面近傍で 650 MPa 以上の 0.2% 耐力が必要となる。また、コイルばねなどに成形するためには、線材内部で少なくとも 5% 以上の伸びが必要となる。ところが、特許文献 1 に開示されている最も強度が高い 0.2% 耐力が 565 MPa の合金部材は、その延性が乏しく 1.6% の伸びしか有していない。一方で、特許文献 1 に開示されている最も延性に優れた合金部材の伸びは 4.7% であり、本発明において所望される値に近い伸びを有しているが、その強度は 0.2% 耐力で 535 MPa と乏しく、要求を満足できていない。

10

【0011】

特許文献 2 に開示されたマグネシウム合金では、170 HV 以上の硬さが得られている。この硬さは、本発明者等の試算によれば、上記した線材表面で 650 MPa 以上の 0.2% 耐力に相当する硬さである。しかしながら、特許文献 2 では、延性を示す特性については一切開示されていない。特許文献 2 に開示されたマグネシウム合金は、希土類元素を多量に含むと共に 50% 以上の非晶質相からなるためその延性は非常に乏しく、充分な伸びを得られないことが容易に想定される。さらに、非晶質相は熱的に不安定であり、環境温度等の外因により容易に結晶化するという欠点がある。非晶質相と結晶相の混相合金はその相の割合により特性が大きく異なるため、生産において特性の均質な製品を安定して生産することが困難であると共に、市場における品質保証の難しさからも工業製品への適用は不適当である。

20

【0012】

特許文献 3 に開示されたマグネシウム合金では、伸びが 6% 以上と十分な延性を有している。しかしながら、引張強さが最大でも 479 MPa であり、上記した線材内部で 550 MPa 以上の 0.2% 耐力を満足し得るものではない。

【0013】

また、曲げ応力および／またはねじり応力が主として作用する部品の疲労強度向上のためには、ショットピーニング等によって表面に圧縮残留応力を付与することが有効である。しかしながら、従来のマグネシウム合金ではその降伏応力（即ち、0.2% 耐力）の低さから、疲労強度の向上に対し十分な圧縮残留応力を得ることは困難である。例えば、従来のマグネシウム合金にショットピーニングによって圧縮残留応力を付与しても、50 MPa 程度以下の圧縮残留応力しか付与できない。

30

【0014】

このように、従来のマグネシウム合金は、曲げ応力および／またはねじり応力が主として作用する強度部品（例えば、ばね）を想定した場合に必要となる 0.2% 耐力と伸びを共に満足するものではなく、疲労強度も不十分であった。したがって、本発明は、0.2% 耐力と伸びというトレードオフの関係にある特性を共に満足することにより、強度および成形性（以下、特に断らない限り曲げ加工やコイリング加工等に必要な延性を意味する）に優れ、しかも更に高い表面強度および大きな表面圧縮残留応力を備えており、曲げ応力および／またはねじり応力が主として作用する製品に用いて好適なマグネシウム合金部材及びその製造方法を提供することを目的としている。

40

【課題を解決するための手段】

【0015】

本発明は、曲げ応力および／またはねじり応力が主として作用する部材に使用されるマグネシウム合金製の線材からなる部材であって、前記マグネシウム合金は、原子% で、Ni : 2 ~ 5%、Y : 2 ~ 5%、残部 : Mg および不可避不純物からなり、前記線材が表面近傍で最高硬さ 170 HV 以上の部分を有するとともに、前記線材内部で 550 MPa 以上の 0.2% 耐力と 5% 以上の伸びを有し、さらに、その前記線材表面近傍における最大圧縮残留応力が 50 MPa 以上であることを特徴とする

【0016】

50

また、本発明は、曲げ応力および／またはねじり応力が主として作用する部材に使用されるマグネシウム合金製の線材からなる部材であって、前記マグネシウム合金は、原子%で、Ni : 2 ~ 5 %、Y : 2 ~ 5 %、残部：Mg および不可避不純物からなり、前記線材が表面近傍で最高硬さ 170 HV 以上の部分を有するとともに、前記線材内部で 550 MPa 以上の 0.2 % 耐力と 5 % 以上の伸びを有し、さらに、前記線材の表面から 0.1 mm 深さでの圧縮残留応力が 50 MPa 以上であるとともに、前記線材の表面から深さ方向への残留応力分布における圧縮残留応力の値がゼロとなる表面からの深さをクロッシングポイントとしたとき、クロッシングポイントが 0.2 mm 以上であることを特徴とする。

【0017】

部材の線材表面近傍とは、部材の線材最表面から約 $d / 10$ (d は線材の直径) 深さまでの範囲を示し、その線材表面近傍に最高硬さで 170 HV 以上の部分を有することから、前述のように部材の線材表面近傍では 650 MPa 以上の 0.2 % 耐力を満足している。本発明では、その線材表面近傍から中央部へ向かうに従って降伏応力（即ち 0.2 % 耐力）は緩やかながら漸次減少するが、線材内部でも 550 MPa 以上の 0.2 % 耐力を有しており、かつ 5 % 以上の伸びを有している。

【0018】

このように、本発明では、線材内部の高強度高延性域と線材表面近傍の更なる高強度域を有しているため、0.2 % 耐力と伸びというトレードオフの関係にある特性を、曲げ応力および／またはねじり応力が主として作用する部品に対し適切な機械的性質の分布を持たせることで満足することができる。さらに、線材表面近傍において最大圧縮残留応力が 50 MPa 以上と十分に高いため、部材の線材最表面を起点とするき裂の発生を抑制でき、耐疲労特性が向上したものとなっている。この場合、例えばショットピーニングによって圧縮残留応力を付与することが可能であり、線材表面近傍の降伏応力が高いため、このような大きな圧縮残留応力を得ることができる。線材表面近傍における最大圧縮残留応力が 50 MPa 未満であると、十分な疲労強度を得ることは難しい。なお、線材表面近傍における最大圧縮残留応力は 100 MPa 以上であるとさらに好ましい。

【0019】

また、本発明によれば、部材の線材表面からクロッシングポイントまでの領域における圧縮残留応力の積分値 I_{R} が 7 MPa · mm 以上であるため、部材の線材表面だけではなく線材内部にも大きな圧縮残留応力が付与されており、部材の線材表面だけでなく、より線材内部を起点とするき裂の発生も効果的に抑制できる。圧縮残留応力の積分値 I_{R} が 7 MPa · mm 未満であると、その効果を十分に得ることは難しい。なお、 I_{R} は 10 MPa · mm 以上であると好ましく、20 MPa · mm 以上であるとさらに好ましい。

【0020】

本発明においては、部材の線材表面から 0.1 mm 深さでの圧縮残留応力が 50 MPa 以上であるとともにクロッシングポイントが 0.2 mm 以上であることが好ましい。この条件を満たす部材は、部材の線材表面から深くまで大きな圧縮残留応力が付与されているため、部材の線材表面だけでなく、より線材内部を起点とするき裂の発生をより効果的に抑制することができる。部材の線材表面から 0.1 mm 深さでの圧縮残留応力が 50 MPa 未満であり、かつクロッシングポイントが 0.2 mm 未満であると、部材の線材内部に十分な圧縮残留応力が付与されておらず、高い疲労強度を得ることは難しい。なお、0.1 mm 深さでの圧縮残留応力は 100 MPa 以上であるとさらに好ましい。

【0021】

また、本発明のマグネシウム合金部材は、原子%で、Ni : 2 ~ 5 %、Y : 2 ~ 5 %、残部：Mg および不可避不純物からなる。以下に、材料組成およびその数値の限定理由を説明する。

【0022】

Ni : 2 ~ 5 原子%

マグネシウム合金における強度と延性の向上に対し、従来は第 1 の添加元素として Zn

10

20

30

40

50

が主に添加されていた。しかしながら、Znの添加では高強度と高延性の両立には不十分である。そこで、第1の添加元素としては、Niを添加する。Niは、Znと比較して高強度且つ高延性に対し作用する効果が大きい。

【0023】

Y：2～5原子%

高強度及び高延性に大きく寄与するNiの添加をもってしても本発明が目標とする高強度を得るのは容易ではない。そこで、第2の添加元素としてYを添加する。Yの添加により高強度なMg-Ni-Y系の化合物相が形成される。また、YはMgに対する溶解度が高く、-Mg相における固溶強化にも有効である。しかも、出発材料を急冷凝固法で製造することとの組み合わせにより、後述するように、さらに高強度化を達成することができる。

10

【0024】

Niが2原子%未満でYが2原子%未満の場合には、表面近傍における最高硬さが充分な硬さに至らず、曲げ応力および/またはねじり応力が主として作用する強度部品に対しては強度が十分ではない。一方、Niが5原子%を超える、且つ、Yが5原子%を超える場合には、加工性が著しく悪くなり押出加工時に破断する。これは、NiとYの添加により形成される高硬さの化合物相の量が多くなると共にその大きさが粗大化し、その結果、変形抵抗が増大すると共に韌性が低下して破断に至る。

【0026】

次に、本発明のマグネシウム合金部材の製造方法は、急冷凝固法によりマグネシウム合金からなる箔帯、箔片、または細線のいずれかの形態をなす出発材料を作製する工程と、出発材料を焼結により接合してビレットを成形する焼結工程と、ビレットに塑性加工を施し塑性加工材を得る塑性加工工程と、塑性加工材を成形する工程と、成形後の塑性加工材に圧縮残留応力を付与する工程とにより上記部材を得ることを特徴とする。

20

【0027】

本発明では、急冷凝固法によりマグネシウム合金からなる箔帯、箔片、または細線のいずれかの形態をなす前述の材料組成の出発材料を用いることが望ましい。これにより、特許文献1における一手段として記載されている比表面積の大きい粉末を用いる場合やより活性な材料組成からなる合金を用いた場合に必要とされる、出発材料の成形後における瞬時のコンテナ内への充填やキャニングのような工程が不要である。

30

【0028】

また、本発明のマグネシウム合金部材を製造する一手段としては、溶湯抽出法によりマグネシウム合金からなる細線を作製する工程と、細線を焼結により接合してビレットを成形する焼結工程と、ビレットをプレスのコンテナにそのまま装入し、該ビレットに押出加工を施して押出材を得る押出工程と、押出材を成形する工程と、成形後の押出材にショットピーニング処理を用いて圧縮残留応力を付与する工程とにより上記部材を得る製造方法を採用することができる。

【0029】

本発明では、キャニングしていないビレットを直接押出加工することにより、部材の線材内部の高強度高延性域を得ると共に、部材の線材表面近傍では更なる高強度域を得ることができる。また、部材の線材内部の高強度高延性域と表面近傍の更なる高強度域は漸次的に繋がり機械的性質として明瞭な境界を有しておらず、この事は、繰り返しの応力を受ける疲労に対して特に好ましい。両領域が明瞭な境界を有していた場合には、硬度（或いは弾性歪）差によりその界面が破壊起点となる可能性が高まるが、両領域が明瞭な境界を持たずに漸次的に繋がることで、その界面が破壊起点となる危険性を回避することが可能となる。そして本発明では、ビレットをプレスのコンテナにそのまま装入するから、キャニングを行う場合と比較して工程が短縮され、安価に製造することも可能である。

40

【0030】

なお、本発明のマグネシウム合金部材は、例えば自動車をはじめとする車両用部品に好適であり、その要求仕様を満たすために部材に用いられる線材の直径は3～13mmであ

50

ることが望ましい。たとえば、本発明は、直径が3～13mmの線材を用いたばねである。

【発明の効果】

【0031】

本発明のマグネシウム合金部材の線材は、高い表面強度と成形性を有する。よって、曲げ応力および／またはねじり応力が主に作用する成形部品に用いることで、従来の鋼製部品と比較した場合、部品サイズの大型化が強いられずに、大幅な軽量化が可能である。具体的には、例えば、自動車部品としては、重量的に占める割合が大きいシートフレームや高強度が必要とされるばね（懸架ばね、弁ばね、クラッチトーションばね、トーションバー、スタビライザー）等において適用可能な強度と成形性を有している。

10

【図面の簡単な説明】

【0032】

【図1】実施形態で使用する金属細線製造装置を示す断面図である。

【図2】実施形態で使用する押出装置を示す側断面図である。

【図3】本発明の実施例における残留応力測定分布の一例を示すグラフである。

【図4】本発明の実施例における部材の線材表面からの距離と残留応力値との関係を示すグラフである。

【発明を実施するための形態】

【0033】

1. 出発材料の作製工程

20

原子%で、Ni：2～5%、Y：2～5%、残部：Mgおよび不可避不純物からなるマグネシウム合金の出発材料を作製する。その方法としては、単ロール法、溶融紡糸法、溶湯抽出法などの急冷凝固法を用い、箔帯、箔片、または細線のうちいずれかの形態をなすものを作製する。凝固速度の遅い一般的な鋳造法と比較して、急冷凝固法で作製した箔帯、箔片、または細線における各添加元素の-Mg相への固溶量が多い。そのため、各元素の添加量が同じであっても、固溶強化による高強度化が図られる。また、急冷凝固法では結晶粒が微細となる。結晶粒の微細化は、強度向上に寄与すると共に延性も向上させ、固溶強化と相まって機械的性質全般の向上に有効である。

【0034】

なお、一般的に急冷凝固からなる出発材料として使用されるアトマイズ法をはじめとする急冷凝固粉末は、本発明における出発材料としては不適である。Mgは活性であるため、大気に曝されると表面に極めて薄い酸化膜が容易に形成される。比表面積の大きい粉末では、その酸化膜の総面積が本発明における箔帯、箔片、または細線と比較して非常に大きい。ここで、得られた粉末を一度大気に暴露し、次に焼結する工程を考えた場合、表面に形成された酸化層は、粉末同士における接触面での接合を阻害する。また、接合されたとしても、酸化物または酸化物が分解した酸素が多量に内部に取り込まれる。このように、比表面積の大きい粉末では、接合不良や酸化物または酸素の混入による脆化を招きやすく、箔帯、箔片、または細線を用いた場合と比較して特性が低下する。そして、この問題を回避するためには、粉末成形後瞬時のキャニング工程を要し、その結果、後述するよう塑性加工（例えば押出加工）後の線材において表面近傍の高強度化を図ることは困難となる。

30

【0035】

また、粉末状態では粉塵爆発の危険を伴うため、実用上、活性なマグネシウム合金粉末を大気中では取り扱えない。つまり、粉末を用いる際には、真空または不活性雰囲気で作製した粉末を大気に曝すことなく、連続した一連の真空または不活性雰囲気を有する装置内において銅製等の金属鞘に充填し、不活性雰囲気の場合は更に金属鞘の中を脱ガスし、その後封止するといった連続した真空プロセスまたは不活性雰囲気プロセスにおけるキャニング工程が必須となる。真空または不活性雰囲気下においてキャニングまで行う設備では、作製できる製品サイズへの制約が大きい。すなわち、本発明が適用される製品、例えば、自動車用ばね（懸架ばね、弁ばね、クラッチトーションばね、トーションバー、スタ

40

50

ビライザー) やシートフレームといった大きさの部品に対しては、粉末を用いた真空プロセスまたは不活性雰囲気プロセスからなる一連の連続したプロセスを工業的な量産プロセスとして成立させることは困難といえる。

【0036】

図1は、出発材料を作製するための一手段である金属細線製造装置100(以下、「装置100」と略称する)の概略構成を表し、(A)は装置100全体の概略構成の側断面図、(B)は装置100で用いる回転する円板141の周縁141aの断面図である。図1(B)は、図1(A)の紙面垂直方向における側断面図である。

【0037】

装置100は、溶湯抽出法を用いた金属細線の製造装置である。溶湯抽出法を用いた装置100では、ロッド状の原材料Mの上端部を溶融し、その溶融材料Maを回転する円板141の周縁141aと接触させることによって、溶湯材料Maの一部を円板円周の略接線方向に引き出すと共に急冷することでマグネシウム合金細線Fを形成する。ここで原材料MとしてはMg-Ni-Y系のマグネシウム合金を用い、例えば線径が200μm以下のマグネシウム合金細線Fを製造する。マグネシウム合金細線Fの線径は特に限定されるものではなく、生産性やその後の工程における取り扱い性等の観点から適宜選択することが可能である。なお、各添加元素の-Mg相への固溶量や組織微細化に対し、線径を200μm以下の範囲とすることで十分な効果が得られる。

【0038】

装置100は、図1に示すように、密閉可能なチャンバ101を備え、チャンバ101内には、原材料供給部110、原材料保持部120、加熱部130、金属細線形成部140、温度計測部150、高周波発生部160、および金属細線回収部170が設けられている。

【0039】

チャンバ101内には酸素や窒素等が溶融材料Maと反応することを防止するために、雰囲気ガスとして、たとえばアルゴンガスなどの不活性ガスが用いられている。原材料供給部110は、例えばチャンバ101の底部に設けられ、原材料Mを所定速度で矢印B方向に向けて移動させて原材料保持部120へ供給する。原材料保持部120は、溶融材料Maの径方向への移動を防止する機能および原材料Mを細線形成部140の適正な位置へ案内するガイド機能を有する。

【0040】

原材料保持部120は筒状部材であり、原材料供給部110と金属細線形成部140との間における円板141の下側に設けられている。加熱部130は、原材料Mの上端部を溶融することにより溶融材料Maを形成するための磁束を発生させる高周波誘導コイルである。原材料保持部120の材質としては、溶融材料Maとの反応が無い材質が望ましい。原材料保持部120の実用的な材質としては、例えば黒鉛が好適である。

【0041】

金属細線形成部140は、回転軸142回りに回転する円板141を用いて溶融材料Maからマグネシウム合金細線Fを形成する。円板141は、例えば熱伝導率の高い銅あるいは銅合金からなる。円板141の外周部には、図1(B)に示すように、V字状をなす周縁141aが形成されている。

【0042】

温度計測部150は、溶融材料Maの温度を計測する。高周波発生部160は、加熱部130に高周波電流を供給する。高周波発生部160の出力は、温度計測部150で計測された溶融材料Maの温度に基づいて調整され、溶融材料Maの温度が一定に保たれる。金属細線回収部170は、金属細線形成部140により形成された金属細線Fを収容する。

【0043】

上記構成の装置においては、まず、原材料供給部110は原材料Mを矢印B方向に連続的に移動させて原材料保持部120に供給する。加熱部130は、原材料Mの上端部を誘

10

20

30

40

50

導加熱により溶融して溶融材料M aを形成する。次いで、溶融材料M aは、矢印A方向に回転している円板141の周縁141aに向けて連続的に送出され、溶融材料M aは円板141の周縁141aに接触して、一部が円板141の円周の略接線方向へ引き出されると共に急冷されマグネシウム合金細線Fを形成する。これにより形成されたマグネシウム合金細線Fは、円板141の円周の略接線方向に伸び、その先に位置する金属細線回収部170により収容される。

【0044】

2. 焼結

作製した出発材は、焼結により塑性加工用のビレットに成形される。焼結の方法は、雰囲気焼結、真空焼結、或いは放電プラズマ焼結等を用い、無加圧、或いは加圧焼結で作製することができる。また、焼結後のビレットの特性や品質は、その後、塑性加工を施された製品としての特性や品質に影響する。よって、より清浄度が高く、組織が均一で気孔の少ない緻密なビレットを成形するためには、加圧機構を有しかつ真空または不活性ガス雰囲気で焼結が可能な真空ホットプレス(HP)による焼結が好ましい。真空または不活性ガス雰囲気で加熱しながら加圧することにより、気孔の殆ど存在しないビレットを得ることができる。

【0045】

焼結は、例えばHPの場合は、真空容器の内部に加熱室を配置し、加熱室の内部にモールドを配置したもので、真空容器の上側に設けたシリンドラから突出したプレスラムが加熱室内で上下方向に移動可能とされ、プレスラムに取り付けた上パンチがモールドに挿入されるようになっている。このように構成されたHPのモールドに、出発材であるマグネシウム合金細線Fを充填し、真空容器内を真空または不活性ガス雰囲気にして所定の焼結温度まで昇温させる。そして、モールドに挿入された上パンチによりマグネシウム合金細線Fを加圧し焼結する。

【0046】

この焼結工程においては、加熱温度：350～500、加熱時間：10分以上、加圧力：25MPa以上で行うことが望ましく、このような条件によりマグネシウム合金細線同士の接点における焼結が十分に進んだビレットを得ることができる。さらには、加熱時間30分以上、加圧力40MPa以上で行うことがより望ましく、このような条件によりマグネシウム合金細線同士の接点における焼結が十分に進むと共に気孔率が10%未満の緻密なビレットを得ることができる。なお、加熱温度が350未満の場合は、細線同士の接点における焼結が十分に進まず、また、多くの気孔が存在する。その後の塑性加工工程を経た製品に至っても、焼結不十分な細線同士の接点および細線同士の未焼結界面が残存し、その結果、強度が低下するため、加熱温度は350以上が好ましい。また、加熱温度が500を超える場合は、細線同士の接点における焼結は十分に進み、気孔も殆ど存在しない。しかしながら、500を超える加熱温度では組織が粗大化し、その後の塑性加工工程を経た製品に至っても微細組織を得られない。その結果、充分な強度のマグネシウム合金線材を得ることは困難となるため、加熱温度は500以下が好ましい。

【0047】

ここで、出発材料が粉末の場合には、キャニング工程における封止前に焼結が必要となる。しかしながら、真空または不活性雰囲気を設ける一連の装置が大掛かりになるとともに、閉鎖された装置の中で型あるいは金属鞘への粉末の均一な充填は容易ではなく、その結果、緻密な焼結体の作製は困難となる。つまり、粉末を用いた場合は、大気暴露前にキャニングが必要であるとともに、その金属鞘内の焼結体は粉末同士の焼結が不十分であり、また、気孔が多く存在するとともに密度が不均一な焼結体となる。さらに、金属鞘を除去した場合には、表面と連通した気孔が内部まで多く存在することから内部まで大気に曝されることが避けられない。したがって、ビレットの状態としても金属鞘を除去することはできず、次の塑性加工工程においては、キャニングしたまでの加工が強いられる。

【0048】

10

20

30

40

50

3. 塑性加工

ビレットから線材への加工は、温間加工として引抜加工、圧延加工、押出加工、鍛造をはじめとする塑性加工によって行う。適切な温度と加工度（断面減少率）における塑性加工は、動的再結晶による組織微細化や加工硬化が生じ、マグネシウム合金の高強度化に有効である。中でも、曲げ応力および／またはねじり応力が主として作用する線材に対しては、引抜加工または押出加工がより好ましい。これら塑性加工方法によれば、線材として必要不可欠な均一の断面形状が得られると共に、線材表面に内部と比較してより大きな歪みを導入することができる。その結果、線材表面近傍の組織がより微細化し、線材内部の特性とは別に表面におけるさらなる高強度化が図られる。

【0049】

10

本来、強度と伸びはトレードオフの関係にある。これまで粉末を用いる手段等により組織の微細化を図り、高強度化を達成したマグネシウム合金は種々研究されているが、いずれも高強度な組織を有する一方で延性に課題があり、その延性の乏しさから部品形状への成形が困難であるという不都合があった。そして、粉末を用いた場合には、金属鞘を外装した状態で加工していることから、加工における歪みは最表層となる金属鞘に優先的に導入される。したがって、本発明で得られるような線材表面近傍高強度化の効果を得ることはできない。

【0050】

20

また、ビレットを鋳物で作製した場合は、本発明と同等の組成を有するマグネシウム合金であっても高強度化は図れない。これは、鋳物ではもともとの α -Mg相結晶粒が粗大であるとともに、析出している化合物相も粗大であるため、変形抵抗が大きいことと歪みの蓄積が大きいことが相まって、微細組織となる前にせん断破壊に至るためである。また、 α -Mg相への添加元素の固溶量も少ないため、 β -Mg相の固溶強化による高強度化の効果も乏しい。これに対して、組織が微細な箔帯、箔片、または細線から作製したビレットの場合は、適正な加熱温度で焼結することにより、その焼結後の組織もまた微細であるため変形抵抗が小さい。したがって、変形能に優れていることから塑性加工においてより低温で大きな歪みを導入することが可能となり、再結晶の駆動力となる内部エネルギーを多く蓄積できるため、より微細な組織を得ることができる。また、 β -Mg相への添加元素の固溶量も多いため固溶強化の効果も大きく、微細組織と相まって高強度化が図られる。

30

【0051】

図2は、塑性加工として押出加工を採用したときに用いる押出装置200を示す図である。図2において符号205は外型、符号210は外型205に収容されたコンテナである。コンテナ210は筒状をなし、その一端面側には下型220が同軸上に配置されている。コンテナ210と下型220との間にはダイス230が配置されている。また、コンテナ210にはパンチ240が摺動自在に挿入されている。さらに、コンテナ210の外周には、ヒータ260が配置されている。

【0052】

40

上記構成の押出装置200では、コンテナ210内に予め加熱されたビレットBが装入されると、パンチ240が下降し、ビレットBを圧縮する。圧縮されたビレットBは、ダイス230によって縮径されながら下型220内の空間に押し出されて線材が形成される。

【0053】

上記のような押出装置による押出は、ビレットBの加熱温度：315～335℃、押出比：5～13、パンチ240の前進速度：2.5mm/s以下で行うことが望ましい。このような条件により、動的再結晶の誘発による組織微細化と歪み導入による加工硬化が適切となり、線材内部が高強度かつ高延性であり、線材表面近傍が更に高強度な塑性加工材が形成される。すなわち、部材の線材表面近傍の最高硬さが170HV以上で、線材内部が550MPa以上の0.2%耐力かつ5%以上の伸びを有しており、曲げ応力および／またはねじり応力が主として作用する強度部品に好適な塑性加工材を得ることができる。

50

【0054】

なお、ビレットBの加熱温度が315未満では、変形抵抗が大きいために押出加工で困難をきたし、押出加工中の破断や線材表面における肌荒れやクラックの発生を招く。また、加工できたとしても、その線材は高強度化が進む一方で延性が損なわれており、成形性として必要な5%以上の伸びが得られない。一方、加熱温度が335を超えると、動的再結晶による組織の微細化効果と歪み導入による加工硬化効果を十分得ることが難しい。その結果、部材の線材表面近傍において充分な硬さを得ることは難しい。

【0055】

ここで、押出加工における条件は、上記した範囲や後述する実施例での値に限定されるものではなく、部材の線材内部での高強度高延性と線材表面近傍での更なる高強度化の確保を主眼として適切な範囲で設定されるべきものである。即ち、塑性加工における歪みの導入や動的再結晶の誘発は、材料組成、加工率、加工温度等の複雑な関係に影響され、理論、経験、実験により条件を適切に設定することで導かれるものである。10

【0056】

なお、塑性加工材の線材表面近傍の硬さが最も高い部分のEBSD法にて測定した-Mg相の平均結晶粒径は、1μm以下であることが望ましい。ホールペッチ則をはじめ結晶粒の微細化が高強度化に大きく寄与することは良く知られており、また、繰返し応力が掛かる疲労部品における表面での初期き裂発生抑制に対しても結晶粒の微細化は有効である。後述する実施例における表面近傍の最高硬さが170HV以上の本発明例については、その表面近傍における-Mg相の平均結晶粒径が1μm以下と非常に微細であり、耐静的強度はもとより耐疲労強度に対しても好適である。20

4. 成形工程

【0057】

塑性加工材に対して所望の製品形状に成形を行っても良い。たとえば、一般のコイリングマシンを用いてばね形状に成形を行っても良い。

【0058】

5. 圧縮残留応力付与工程

次に、成形後の塑性加工材に対してショットピーニング処理を施し、圧縮残留応力を付与する。ショットピーニング処理は、平均ショットサイズを0.01~0.5mm、投射圧力を0.1~0.5MPaとして行うことが望ましい。また、ショット材質は特に限定されないが、被加工材と比較して硬い材料であることが望ましい。このようなショットピーニング条件とすることで、効率的に大きく深い圧縮残留応力を塑性加工材に付与することができる。30

【0059】

なお、平均ショットサイズが0.01mm未満であったり、投射圧力が0.1MPa未満であると、大きく深い圧縮残留応力を得ることは難しい。また、投射圧力が0.5MPaを超える場合や平均ショットサイズが0.5mmを超える場合は、塑性加工材の線材表面粗さが大きくなり、表面を起点とする破壊が生じ易くなる。なお、この観点から、ショットピーニング後の線材の表面最大粗さ(R_z)は20μm以下であることが望ましい。表面最大粗さが20μmを超える場合は、表面を起点とした疲労破壊が発生し易くなる。なお、ショットサイズ、投射圧力、投射時間等のショットピーニング条件は上記に限定されず、所望の圧縮残留応力分布によって調整すれば良い。40

【0060】

以上の工程によって本発明のマグネシウム合金部材が製造される。部材の線材表面近傍における硬さが高いため圧縮残留応力を効果的に付与することができ、線材表面近傍における最大圧縮残留応力が50MPa以上である。また、部材の線材表面からクロッシングポイントまでの領域における圧縮残留応力の積分値 I_{R_z} が7MPa·mm以上となっている。さらに、部材の線材表面から0.1mm深さでの圧縮残留応力が50MPa以上であるとともに、クロッシングポイントが0.2mm以上である。このように大きく深い圧縮残留応力が付与されているため、耐疲労性に優れたものとなっている。50

【実施例】**【0061】**

以下、具体的な実施例により本発明をさらに詳細に説明する。まず、所定の鋳物サイズに合わせて所望のマグネシウム合金成分となるように鋳物作製用の各元素原料を秤量し、各元素原料を用いて真空溶解により鋳物を作製した。鋳物の成分を表1に示す。真空溶解では、黒鉛製の坩堝と銅合金製の金型を用いた。次に、作製した鋳物を原材料とし、図1に示す装置100を用いて溶湯抽出法により細線を成形した。溶湯抽出法による細線成形では、黒鉛製の原材料保持部と銅合金製の円板を用い、Arガス置換による不活性雰囲気において平均線径60μmの細線を成形した。

【0062】

10

成形した細線をキャニングせずにそのまま黒鉛製の焼結型に充填し、HPにより焼結して直径：15mm、長さ：50mmのビレットと、直径：33mm、長さ：50mmのビレットを作製した。なお、HPによる焼結は、Arガス置換による不活性雰囲気（雰囲気圧力0.08MPa）のもと、焼結温度300～525℃、プレス圧力50MPaで行った。

【0063】

図2に示す押出装置200を用い、作製したビレットを線材に加工した。具体的には、黒鉛系の潤滑剤（日本アチソン製、OILDAG-E）を用い、押出比3～15、押出速度（パンチ240の前進速度）0.01～5mm/秒、表1に併記する押出温度300～425℃の範囲とし、直径15mmのビレットに対しては内径16mmのコンテナ210と孔径5mmのダイス230を用い（押出比10）、直径33mmのビレットに対しては内径35mmのコンテナ210と各押出比に合わせた孔径20mm（押出比3）、孔径15.5mm（押出比5）、孔径11mm（押出比10）、孔径9.7mm（押出比13）、孔径9mm（押出比15）のダイス230をそれぞれ用いて線材を作製した（No.1～30）。また、比較のために鋳物のビレットについても押出加工して線材を作製した（No.31～33）。さらに、直径5mmの市販のマグネシウム合金AZ31も用意した（No.34）。

20

【0064】

30

なお、表1において「ビレット形態」とは押出前のビレットまでの製法を表し、「細線焼結体」とは細線を焼結することで作製したビレット、「鋳物」とは原材料である鋳物のままのビレットを示す。また、表1に押出結果も併記する。表1において「×」は押出加工中に破断し押出後に線材が得られなかったもの、「○」は、線材は得られたがその表面に肌荒れやクラックが目視により確認されたもの、「△」は肌荒れやクラックのない良好な線材が得られたものであることを示す。

【0065】

【表1】

No.	材料組成(at%)			ビレット形態	焼結温度(°C)	コンテナ内径(mm)	押出比	押出温度(°C)	押出速度(mm/s)	押出結果
	Mg	Ni	Y							
1	93.5	3.0	3.5	細線焼結体	400	φ35	10	300	0.05	×
2	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	305	↑	×
3	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	310	↑	△
4	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	315	↑	○
5	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	320	↑	○
6	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	325	↑	○
7	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	330	↑	○
8	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	335	↑	○
9	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	340	↑	○
10	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	350	↑	○
11	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	375	↑	○
12	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	400	↑	○
13	98.0	1.0	1.0	↑	↑	↑	↑	325	↑	○
14	96.0	2.0	2.0	↑	↑	↑	↑	↑	↑	○
15	90.0	5.0	5.0	↑	↑	↑	↑	↑	↑	○
16	93.5	3.0	3.5	↑	300	↑	↑	↑	↑	○
17	↑	↑	↑	↑	350	↑	↑	↑	↑	○
18	↑	↑	↑	↑	450	↑	↑	↑	↑	○
19	↑	↑	↑	↑	500	↑	↑	↑	↑	○
20	↑	↑	↑	↑	525	↑	↑	↑	↑	○
21	↑	↑	↑	↑	400	φ16	↑	325	↑	○
22	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	350	↑	○
23	↑	↑	↑	↑	↑	φ35	3	325	↑	○
24	↑	↑	↑	↑	↑	↑	5	↑	↑	○
25	↑	↑	↑	↑	↑	↑	13	↑	↑	○
26	↑	↑	↑	↑	↑	↑	15	↑	↑	×
27	↑	↑	↑	↑	↑	↑	10	↑	0.01	○
28	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	0.5	○
29	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	2.5	○
30	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	5	△
31	93.5	3.0	3.5	鋳物	-	↑	↑	375	0.05	×
32	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	400	↑	△
33	↑	↑	↑	↑	↑	↑	↑	425	↑	○
34	AZ31	展伸材	-	-	-	-	-	-	-	-

【0066】

上記のようにして用意した各線材において、押出結果が「」と「」のものについて、以下通り諸性質を調査した。その結果を表2に示す。

【0067】

各線材について、引張試験を行った。引張試験では、直径5mmの線材からは、平行部径1.6mmの試験片を機械加工により作製し、直径が9mm以上の線材からは、平行部径3mmの試験片を機械加工により作製した。そして、各試験片に対して万能材料試験機（インストロン製、型番5586）を用い、室温において試験速度0.5mm/分で引張試験を行った。引張試験結果から、0.2%耐力および伸びを求めた。

【0068】

線材の硬さについては、押出した線材の横断面が露出するように樹脂埋込を行い、機械研磨で鏡面仕上げして試験片を用意し、ビッカース硬さ試験機（フューチュアテック製、FM-600）を用いて測定を行った。このとき、試験荷重25gfにおいて押出材横断面における径方向の分布を測定して、中心部硬さおよび表層部最高硬さを求めた。

【0069】

さらに、上記の各線材に対して直圧式サンドブラスト装置（新東工業製、MY-30AP）を用いて、平均ショットサイズ0.05mmのガラスビーズ（不二製作所製、FGB-300）を投射圧力0.3MPaでカバレージが100%以上になるように投射して圧縮残留応力を付与した。ショットピーニング後、二次元検出機搭載X線回折装置（ブルカ・エイエックスエス（株）製、D8 DISCOVER with GADDS/TXS）を用い、Cr管球（コリメータ径1mm）で測定時間600秒として残留応力の測定を行った。なお、回折線としてMg(112)回折線($2 = 113.843^\circ$)を用いて残留応力を算出した。

10

20

30

40

50

【0070】

このとき、線材に対して硝酸塩酸混合溶液を用いて線材表面の全面化学研磨後上記測定を行い、これを繰返すことで深さ方向の残留応力分布を求め、その結果から表面から0.1mmの深さにおける圧縮残留応力分布およびクロッシングポイントCPを求めた。また、圧縮残留応力積分値 $I_{\sigma R}$ は、深さと残留応力の関係図における、表面からクロッシングポイントまでの圧縮残留応力を積分することにより算出した。なお、一例としてNo.7の試料の残留応力分布を図3に示す。

【0071】

また、線材表面近傍における α -Mg相の平均結晶粒径を測定した。 α -Mg相の平均結晶粒径の測定は、硬さ試験に使用した試験片をそのまま用い、FE-SEM(電界放射型走査電子顕微鏡、日本電子製：JSM-7000F)を利用してEBSD法(電子線後方散乱回折装置、TSL社製)にて押出した線材の横断面における表面近傍で最高硬さが得られた位置において、本発明例については分析倍率10,000倍で、比較例(No.33、34)については分析倍率2,000倍で測定した。

【0072】

【表2】

No.	0.2%耐力(MPa)	伸び(%)	硬さ(HV)		圧縮残留応力(-MPa)		CP(mm)	$L_{\sigma R}$ (MPa·mm)	表面粗さRz(μm)	α -Mg相平均結晶粒径(μm)	備考
			中心	表層部最高	最表面	表面から0.1mm					
3	670	4.0	169	168	200.3	168.3	0.23	27.8	18.75	-	比較例
4	663	5.0	159	180	214.5	178.5	0.24	30.3	10.71	0.21	本発明例
5	643	5.2	158	182	216.9	181.5	0.35	40.8	10.35	0.26	本発明例
6	620	5.3	160	181	215.3	183.2	0.23	30.2	10.98	0.23	本発明例
7	613	5.9	154	178	210.5	179.3	0.28	33.8	10.18	0.59	本発明例
8	580	6.2	152	170	206.3	172.5	0.29	33.6	9.83	0.35	本発明例
9	563	6.4	146	168	200.5	169.5	0.22	27.1	11.38	-	比較例
10	532	6.7	141	156	189.1	158.6	0.28	30.1	10.58	-	比較例
11	510	10.3	138	155	188.5	154.3	0.29	30.1	10.34	-	比較例
12	493	13.3	137	140	169.4	138.3	0.27	25.6	10.13	-	比較例
13	540	7.2	144	159	188.3	158.9	0.22	25.4	11.69	-	比較例
14	582	6.0	154	173	208.5	175.3	0.21	27.2	10.35	0.27	本発明例
15	660	5.1	165	183	226.9	186.4	0.29	36.3	9.66	0.20	本発明例
16	422	3.8	164	165	198.8	165.3	0.24	28.1	12.35	-	比較例
17	579	5.2	163	173	203.5	176.8	0.23	29.2	10.13	0.36	本発明例
18	623	5.5	161	183	219.1	183.6	0.22	29.4	10.19	0.62	本発明例
19	601	6.1	159	174	206.3	176.7	0.21	27.4	10.34	0.76	本発明例
20	483	8.2	143	152	181.1	155.8	0.22	24.9	9.54	-	比較例
21	645	5.0	158	175	206.5	176.9	0.25	31.0	10.44	0.33	本発明例
22	633	5.1	144	159	190.8	157.8	0.26	28.4	10.32	-	比較例
23	483	7.7	136	142	172.6	145.5	0.24	24.7	10.57	-	比較例
24	551	7.0	153	172	205.6	173.8	0.29	33.9	11.56	0.69	本発明例
25	655	5.0	159	177	211.0	177.5	0.21	27.5	10.39	0.33	本発明例
27	615	5.4	161	182	218.6	186.7	0.25	32.7	10.78	0.30	本発明例
28	622	5.2	158	176	205.8	178.9	0.23	29.5	10.95	0.19	本発明例
29	625	5.2	159	179	214.6	174.8	0.28	33.2	13.57	0.53	本発明例
30	600	5.1	158	155	189.5	155.3	0.26	28.0	18.84	-	比較例
32	408	10.6	109	129	135.4	125.6	0.29	24.5	21.13	-	比較例
33	399	10.0	102	130	136.7	128.5	0.28	24.4	12.69	6.76	比較例
34	206	24.0	57	62	31.2	25.5	0.19	3.8	14.17	8.75	比較例

【0073】

表2において線材の表面近傍における最高硬さが170HV以上であり、内部の0.2%耐力が550MPa以上かつ伸びが5.0%以上、表面から0.1mmにおける圧縮残留応力が50MPa以上、 $I_{\sigma R}$ が7MPa·mm以上のものが本発明例(No.4~8、14、15、17~19、21、24~29)である。鋳物や展伸材のビレットから作製した比較例(No.32~34)と比べると、本発明例の強度は格段に高く、線材内部は、0.2%耐力が551MPa以上であり、かつ、伸びが5%以上の高強度高延性域を有している。また、これら本発明例では、線材の表面近傍において、最高硬さが170

10

20

30

40

50

H V 以上であり、650 MPa 以上の0.2%耐力を満足する更なる高強度域を有している。そして、内部の高強度高延性域と表面近傍の更なる高強度域は漸次的に繋がり明瞭な境界を有しておらず、線材全体として強度及び韌性に優れていますと共に十分な成形性を有している。

【0074】

さらに、本発明例では、最表面の圧縮残留応力が大きく、表面から0.1 mm深さにおける圧縮残留応力も170 MPa 以上であり、表面近傍の圧縮残留応力が大きい。さらに、C P が0.2 mm以上であり、I_R が27 MPa · mm以上と、線材表面から内部にかけて、大きな圧縮残留応力が得られている。したがって、曲げ応力または/*およびねじり応力*が作用する場合においても、高い疲労強度を得ることができます。10

【0075】

No. 1、2 の試料では、表1に示すように押出温度(ビレットの加熱温度)が低いために変形抵抗が大きく、押出加工中に破断して線材を得ることができなかった。また、No. 3 の試料では、線材は得られたがその表層に肌荒れやクラックの発生が認められると共に、その線材の内部は高強度化が進む一方で延性が損なわれており、成形性として必要な5%以上の伸びが得られていない。

【0076】

一方、No. 9 ~ 12、22 では、押出温度が335 を超えているため動的再結晶による組織の微細化と歪み導入による加工硬化が十分ではない。その結果、表面近傍の最高硬さが170 HV未満であり、曲げ応力および/*またはねじり応力*が主として作用する強度部品への適用には表面近傍の降伏応力が不十分である。また、No. 13 の試料では、Ni および Y の含有量が1.0 原子%と少ないため、- Mg 相における固溶強化と高強度な Mg - Ni - Y 系化合物相の析出量が乏しく、その結果、表面近傍の最高硬さ 170 HV が得られなかった。20

【0077】

No. 16 の試料では、焼結温度が350 未満のため緻密なビレットの製作が困難であった。ビレットには次の工程である塑性加工工程を経ても除去が困難な押出後の線材としては欠陥となる細線同士の未接合界面が多く存在し、また、マグネシウム合金細線同士の接点における接合度合いも不十分であったため、硬さの向上は見られるものの、0.2 %耐力や伸びについては十分な特性が得られなかった。また、No. 20 の試料では、焼結温度が500 を超えているため、焼結時において高強度化に有効な相が分解されると共に結晶粒が粗大化し、表面近傍の硬さが170 HV 未満となった。30

【0078】

No. 23 の試料では、押出比が5 を下回るため、歪み導入による加工硬化が十分でなく表面近傍の最高硬さが170 HV 未満であった。No. 26 の試料では、押出比が13 を超えているため高強度化の一方でその韌性が低下し押出加工時に破断した。また、No. 30 の試料では、押出速度が2.5 mm / 秒を超えていたため、潤滑の不十分等を招いたことで線材表面にむしれのような肌荒れが発生した。そのような肌荒れにより加工歪みは解放され、内部では600 MPa の0.2%耐力かつ5.1%の伸びが確保されているものの、表面近傍の硬さは170 HV 未満となった。40

【0079】

No. 31、32 の試料では、鋳物であるため - Mg 相が粗大であるとともに、析出している化合物相も粗大であった。そのため、変形抵抗が大きくしかも歪みの蓄積が大きく、No. 31 の試料では押出加工中に破断し、No. 32 の試料では押出加工によって線材の表層に肌荒れやクラックが発生した。なお、No. 33 の試料では押出温度が高いために押出加工中の破断には至らなかったが、十分な特性は得られていない。また、No. 34 の試料では、市販の展伸材であるため、高延性ではあるが高強度が得られておらず、その他の特性も十分な値が得られていない。

【0080】

なお、表2に示すとおり、本発明例では - Mg 相の平均結晶粒径が0.19 ~ 0.7 50

$6 \mu\text{m}$ であり、比較例であるNo. 33、34の試料の 6.76 、 $8.75 \mu\text{m}$ と比較して極めて微細である。この微細な結晶粒が表面近傍の硬さの向上に貢献していることは明らかである。

【0081】

次に、本発明例であるNo. 7および比較例であるNo. 34の条件において、投射圧力を $0.1 \sim 0.5 \text{ MPa}$ の範囲として、他の条件は上記と同様にしてショットピーニングを行って試料を作製した。そして、上記と同様の方法で、残留応力分布測定を行った。その結果を表3および図4に示す。

【0082】

【表3】

10

No.	材料組成(at%)			SP 投射圧 (MPa)	圧縮残留応力(-MPa)			CP (mm)	$L_{\sigma R}$ (MPa·mm)	表面粗さ R_z (μm)
	Mg	Ni	Y		最表面	最大値	表面から0.1mm			
7-1	93.5	3.0	3.5	未実施	-10.2	7.2	4.8	-	-	5.21
7-2	↑	↑	↑	0.1	171.5	171.5	125.0	0.26	22.6	8.18
7-3	↑	↑	↑	0.3	210.5	210.5	179.3	0.28	33.8	10.18
7-4	↑	↑	↑	0.5	206.5	206.5	189.8	0.28	35.9	15.12
34-1	AZ31		未実施	-5.7	4.8	5.8	-	-	-	2.33
34-2	↑		0.1	43.5	43.5	15.5	0.18	2.2	7.78	
34-3	↑		0.3	31.2	37.4	25.5	0.19	3.8	14.17	
34-4	↑		0.5	33.8	39.2	37.2	0.24	6.3	11.18	

20

【0083】

ショットピーニング処理を施すことによって圧縮残留応力を線材表面に付与することができる。その結果、ショットピーニング前と比較して、曲げ応力または/ \vee およびねじり応力が作用する場合に必要な疲労強度を向上させることができる。表3および図4から分かるように、比較例であるNo. 34の試料と比べて、本発明例であるNo. 7の試料は深く大きな圧縮残留応力が得られている。そして、投射圧力が $0.1 \sim 0.5 \text{ MPa}$ の範囲において、表面から 0.1 mm の深さにおいて 50 MPa 以上であり、CPが 0.2 mm 以上、 $L_{\sigma R}$ が $7 \text{ MPa} \cdot \text{mm}$ 以上であり、表面粗さ R_z を $20 \mu\text{m}$ 以下に抑えながら高疲労強度を得ることができる。

【0084】

30

なお、上記では、塑性加工材にショットピーニングを施して線材を得たが、塑性加工材を所望の製品形状に成形した後、ショットピーニング処理によって圧縮残留応力を付与することが可能であり、この場合も、上記と同様な効果が得られる。

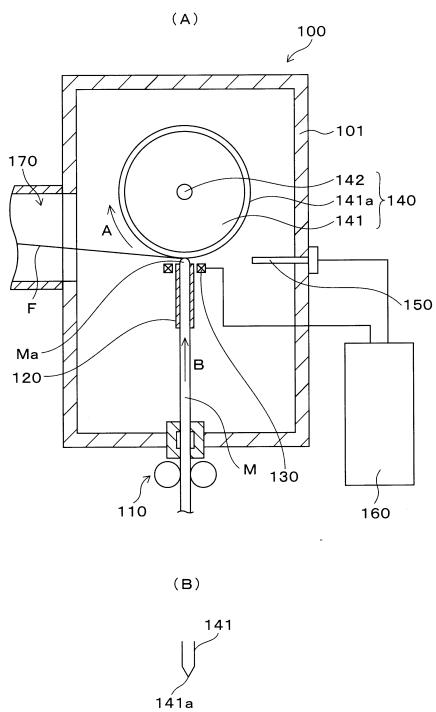
【産業上の利用可能性】

【0085】

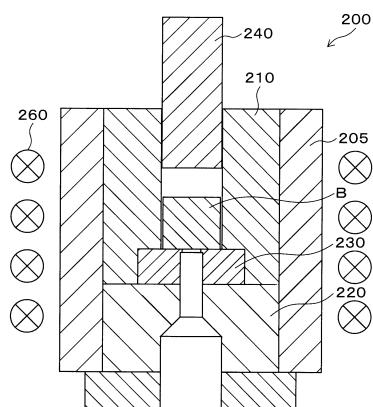
本発明のマグネシウム合金線材は、曲げ応力および/ \vee またはねじり応力が主として作用する高強度部品に好適である。本発明のマグネシウム合金の線材からなる部材を用いることにより、従来の鋼部品と比較した場合に部品サイズの大型化をほぼ伴うことなく大幅な軽量化が可能である。例えば、自動車部品としては、重量的に占める割合が大きいシートフレームや高強度が必要とされるばね（懸架ばね、弁ばね、クラッチトーションばね、トーションバー、スタビライザー）等において軽量化の効果は大きい。

40

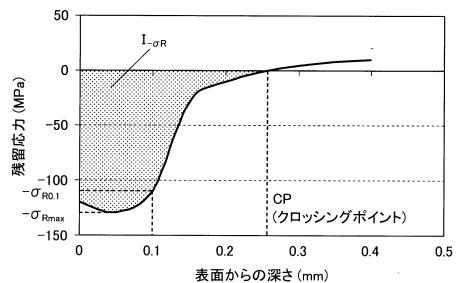
【図1】



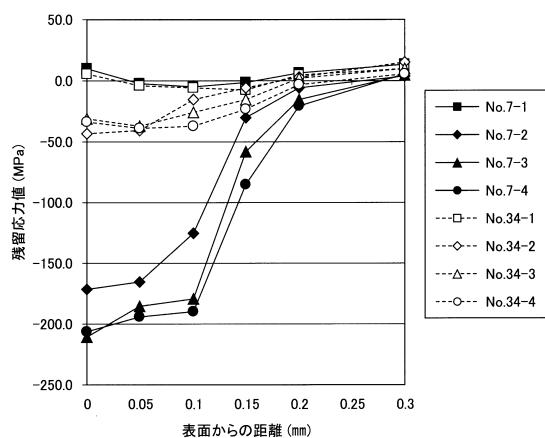
【図2】



【図3】



【図4】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I
C 22 F	1/06 (2006.01)	C 22 F 1/06
B 22 D	11/00 (2006.01)	B 22 D 11/00 D
B 22 D	11/01 (2006.01)	B 22 D 11/01 B
B 21 C	23/00 (2006.01)	B 21 C 23/00 A

審査官 川村 裕二

(56)参考文献 國際公開第2007 / 111342 (WO , A1)

特開平05 - 070880 (JP , A)

特開平06 - 316740 (JP , A)

特開2012 - 087327 (JP , A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , DB名)

C 22 C 23 / 00 - 23 / 06

C 22 F 1 / 00 - 1 / 18

B 21 C 23 / 00

B 22 D 11 / 00

B 22 D 11 / 01

C 22 C 1 / 02

C 22 C 1 / 04