

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5024705号
(P5024705)

(45) 発行日 平成24年9月12日 (2012. 9. 12)

(24) 登録日 平成24年6月29日 (2012. 6. 29)

(51) Int. Cl.	F I	
C 2 2 C 23/06 (2006. 01)	C 2 2 C 23/06	
C 2 2 C 23/04 (2006. 01)	C 2 2 C 23/04	
C 2 2 F 1/06 (2006. 01)	C 2 2 F 1/06	
B 2 1 C 23/00 (2006. 01)	B 2 1 C 23/00	A
B 2 1 J 5/00 (2006. 01)	B 2 1 J 5/00	D
請求項の数 5 (全 17 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号	特願2007-297953 (P2007-297953)	(73) 特許権者	000001199
(22) 出願日	平成19年11月16日 (2007. 11. 16)		株式会社神戸製鋼所
(65) 公開番号	特開2008-150704 (P2008-150704A)		兵庫県神戸市中央区脇浜町二丁目 1 〇 番 2 6 号
(43) 公開日	平成20年7月3日 (2008. 7. 3)	(73) 特許権者	000003997
審査請求日	平成20年12月5日 (2008. 12. 5)		日産自動車株式会社
(31) 優先権主張番号	特願2006-314908 (P2006-314908)		神奈川県横浜市神奈川区宝町 2 番 地
(32) 優先日	平成18年11月21日 (2006. 11. 21)	(73) 特許権者	504159235
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)		国立大学法人 熊本大学
			熊本県熊本市中央区黒髪二丁目 3 9 番 1 号
		(74) 代理人	100064414
			弁理士 磯野 道造
		(74) 代理人	100111545
			弁理士 多田 悦夫
最終頁に続く			

(54) 【発明の名称】 マグネシウム合金材およびその製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

必須成分として $Zn: 0.5 \sim 3$ 原子%、 RE として Y, Dy, Ho, Er, Tm の少なくとも 1 種以上を $1 \sim 5$ 原子% の範囲で含有し、残部が Mg と不可避免的不純物からなる $Mg - Zn - RE$ 系合金から構成されるマグネシウム合金材であって、

前記 $Mg - Zn - RE$ 系合金の合金組織中に、長周期積層構造と $\alpha - Mg$ とで形成されるラメラ相を有し、

少なくとも一部の前記長周期積層構造が、湾曲部および屈曲部のうちの少なくとも一方を有し、かつ、分断部を有し、

前記 $Mg - Zn - RE$ 系合金の合金組織中の少なくとも一部に、平均粒径 $2 \mu m$ 以下に微細化された $\alpha - Mg$ が形成されたことを特徴とするマグネシウム合金材。

【請求項 2】

必須成分として $Zn: 0.5 \sim 3$ 原子%、 RE として Gd, Tb の少なくとも 1 種以上を $1 \sim 5$ 原子% の範囲で含有し、残部が Mg と不可避免的不純物からなる $Mg - Zn - RE$ 系合金から構成されるマグネシウム合金材であって、

前記 $Mg - Zn - RE$ 系合金の合金組織中に、長周期積層構造と $\alpha - Mg$ とで形成されるラメラ相を有し、

少なくとも一部の前記長周期積層構造が、湾曲部および屈曲部のうちの少なくとも一方を有し、かつ、分断部を有し、

前記 $Mg - Zn - RE$ 系合金の合金組織中の少なくとも一部に、平均粒径 $2 \mu m$ 以下に

10

20

微細化された α - Mg が形成されたことを特徴とするマグネシウム合金材。

【請求項 3】

必須成分として Zn : 0 . 5 ~ 3 原子%、RE として Y、Dy、Ho、Er、Tm の少なくとも 1 種以上を 1 ~ 5 原子% の範囲で含有し、残部が Mg と不可避的不純物からなる Mg - Zn - RE 系合金を、溶解、鑄造して鑄造材を得る溶解鑄造工程と、

前記鑄造材に熱間塑性加工を施して、少なくとも一部に相当歪みが 1 . 6 ~ 2 . 2 の部分を有する加工材を製造する塑性加工工程と、を含むことを特徴とするマグネシウム合金材の製造方法。

【請求項 4】

必須成分として Zn : 0 . 5 ~ 3 原子%、RE として Gd、Tb の少なくとも 1 種以上を 1 ~ 5 原子% の範囲で含有し、残部が Mg と不可避的不純物からなる Mg - Zn - RE 系合金を、溶解、鑄造して鑄造材を得る溶解鑄造工程と、

前記鑄造材を 480 ~ 550 で熱処理する熱処理工程と、

熱処理された前記鑄造材に熱間塑性加工を施して、少なくとも一部に相当歪みが 1 . 6 ~ 2 . 2 の部分を有する加工材を製造する塑性加工工程と、を含むことを特徴とするマグネシウム合金材の製造方法。

【請求項 5】

前記熱間塑性加工は、押出加工または鍛造加工であることを特徴とする請求項 3 または請求項 4 に記載のマグネシウム合金材の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、マグネシウム合金材およびその製造方法に係り、特に、機械的な強度の高いマグネシウム合金材およびその製造方法に関するものである。

【背景技術】

【0002】

一般に、マグネシウム合金材は、実用化されている合金の中で最も密度が低く軽量で強度も高いために、電気製品の筐体や、自動車のホイールや、足回り部品や、あるいは、エンジン回り部品等への適用が進められている。

特に、自動車に関連する用途の部品においては、高い機械的性質が要求されるため、Gd や Zn 等の元素を添加したマグネシウム合金材として、片ロール法、急速凝固法により特定の形態の材料を製造することが行われている（例えば、特許文献 1、特許文献 2 および非特許文献 1）。

【0003】

しかし、前記したマグネシウム合金材は、特定の製造方法においては、高い機械的性質が得られるものの、特殊な設備が必要であり生産性も低いという問題があり、更に適用できる部材に限られるという問題がある。

【0004】

そこで、従来、マグネシウム合金材を製造する場合、前記特許文献 1、特許文献 2 および非特許文献 1 の様な特殊な設備あるいはプロセスを用いずに、生産性の高い通常の溶解鑄造から塑性加工（押出）を実施しても実用上有用な機械的性質が得られるものが提案されている（例えば、特許文献 3 ~ 6 参照）。特許文献 3 ~ 6 に開示されているマグネシウム合金材は、組織中に長周期積層構造を有しており、高い機械的性質が得られることが知られている。

【特許文献 1】特開平 06 - 041701 号公報

【特許文献 2】特開 2002 - 256370 号公報

【特許文献 3】国際公開第 2005/052204 号パンフレット

【特許文献 4】国際公開第 2005/052203 号パンフレット

【特許文献 5】国際公開第 2006/036033 号パンフレット

【特許文献 6】特開 2006 - 97037 号公報

【非特許文献1】山崎倫昭、他3名，「高温熱処理法により長周期積層構造が形成する新規Mg-Zn-Gd合金」，軽金属学会第108回春期大会講演概要(2005)，社団法人軽金属学会，2005年，p.43-44

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

しかし、従来のマグネシウム合金材は、以下に示すような改良すべき余地があった。

すなわち、従来のマグネシウム合金材は、軽量化の目的で自動車用への応用を進めるためには、強度をさらに向上させることが要求されていた。

【0006】

本発明は前記の問題に鑑み創案されたものであり、特殊な製造設備およびプロセスを使用することなしに、機械的性質に優れたマグネシウム合金材およびその製造方法を提供することを課題とする。

【課題を解決するための手段】

【0007】

本発明は、前記課題を解決するために、つぎのようなマグネシウム合金材として構成した。すなわち、マグネシウム合金材は、必須成分としてZn：0.5～3原子%、RE：1～5原子%の範囲で含有し、残部がMgと不可避免の不純物からなるMg-Zn-RE系合金から構成されるマグネシウム合金材であって、前記Mg-Zn-RE系合金の合金組織中に長周期積層構造と α -Mgとで形成されるラメラ相を有し、少なくとも一部の長周期積層構造が、湾曲部および屈曲部のうちの少なくとも一方を有し、かつ、前記長周期積層構造が分断部を有する構成とした。また、マグネシウム合金材は、前記REがY、Dy、Ho、Er、Tmの少なくとも1種以上、または、前記REがGd、Tbの少なくとも1種以上からなる構成とした。さらに、マグネシウム合金材は、前記Mg-Zn-RE系合金の合金組織中の少なくとも一部に、平均粒径2 μ m以下に微細化された α -Mgが形成された構成とした。

【0008】

このように、マグネシウム合金材が、Mg-Zn-RE系合金から構成され、その合金組織中に長周期積層構造と α -Mgとで形成されるラメラ相を有し、少なくとも一部の長周期積層構造が、湾曲部および屈曲部のうちの少なくとも一方を有し、かつ、長周期積層構造が分断部を有することで、マグネシウム合金材の機械的性質(引張強度、0.2%耐力および伸び)を向上させることができる。なお、長周期積層構造の形成により、マグネシウム合金結晶の双晶変形が防止されるため、マグネシウム合金材の機械的性質が向上する。また、長周期積層構造はマグネシウム合金結晶のC軸底面に形成される。したがって、この長周期積層構造が湾曲または屈曲することにより、C軸底面が湾曲または屈曲することとなる。このようなC軸底面の湾曲または屈曲は、変形の際の転位の移動を非常に困難にするため、マグネシウム合金結晶の変形が防止され、マグネシウム合金材の機械的性質が向上する。また、Mg-Zn-RE系合金を構成するREを特定の元素とすることで、マグネシウム合金材の引張強度、0.2%耐力、伸びをより一層向上させることができる。さらに、Mg-Zn-RE系合金の合金組織中の少なくとも一部(例えば、長周期積層構造の分断部)に、微細化された α -Mgが形成されることで、マグネシウム合金材の機械的性質をさらに向上させることができる。

【0012】

また、マグネシウム合金材の製造方法は、必須成分としてZn：0.5～3原子%、REとしてY、Dy、Ho、Er、Tmの少なくとも1種以上を1～5原子%の範囲で含有し、残部がMgと不可避免の不純物からなるMg-Zn-RE系合金を、溶解、鑄造して鑄造材を得る溶解鑄造工程と、前記鑄造材に熱間塑性加工を施して、少なくとも一部に相当歪みが1.6～2.2の部分を含む加工材を製造する塑性加工工程と、を含むこととした。

【0013】

10

20

30

40

50

このようなマグネシウム合金材の製造方法により、鑄造時にMg-Zn-RE系合金の合金組織中に長周期積層構造と α -Mgとで形成されるラメラ相が生じ、そのラメラ相に高温下で所定量の歪みが与えられることで、ラメラ相が微細化し、少なくとも一部の長周期積層構造に湾曲部および屈曲部のうちの少なくとも一方が形成され、かつ、分断部が形成される。また、Mg-Zn-RE系合金の合金組織中の少なくとも一部（例えば、長周期積層構造の分断部）に、微細化した α -Mgが形成される。これにより優れた引張強度、耐力、伸びを有するマグネシウム合金材が得られる。

【0014】

また、マグネシウム合金材の製造方法は、必須成分としてZn：0.5～3原子%、REとしてGd、Tbの少なくとも1種以上を1～5原子%の範囲で含有し、残部がMgと不可避的不純物からなるMg-Zn-RE系合金を、溶解、鑄造して鑄造材を得る溶解鑄造工程と、前記鑄造材を480～550で熱処理する熱処理工程と、熱処理された前記鑄造材に熱間塑性加工を施して、少なくとも一部に相当歪みが1.6～2.2の部分を有する加工材を製造する塑性加工工程と、を含むこととした。

【0015】

このようなマグネシウム合金材の製造方法により、鑄造時にMg-Zn-RE系合金の合金組織中に長周期積層構造と α -Mgとで形成されるラメラ相が生じ、鑄造後の熱処理によりラメラ相の形成が制御される。そのラメラ相に高温下で所定量の歪みが与えられることで、ラメラ相が微細化し、少なくとも一部の長周期積層構造に湾曲部および屈曲部のうちの少なくとも一方が形成され、かつ、分断部が形成される。また、Mg-Zn-RE系合金の合金組織中の少なくとも一部（例えば、長周期積層構造の分断部）に、微細化した α -Mgが形成される。これにより優れた引張強度、耐力、伸びを有するマグネシウム合金材が得られる。

【0016】

さらに、マグネシウム合金材の製造方法は、前記熱間塑性加工が、押出加工または鍛造加工であることとした。

このようなマグネシウム合金材の製造方法により、長周期積層構造への湾曲部および屈曲部のうちの少なくとも一方の形成が促進され、かつ、分断部の形成が促進される。また、Mg-Zn-RE系合金の合金組織中の少なくとも一部（例えば、長周期積層構造の分断部）における α -Mgの微細化が促進される。これにより優れた引張強度、耐力、伸びを有するマグネシウム合金材が得られる。

【発明の効果】

【0017】

本発明に係るマグネシウム合金材は、Mg-Zn-RE系合金の合金組織中に長周期積層構造と α -Mgとで形成されるラメラ相を有し、少なくとも一部の長周期構造に湾曲部および屈曲部のうちの少なくとも一方を形成し、かつ、分断部を形成することで、従来の長周期積層構造を有する合金材と比較して、引張強度、耐力、伸び（機械的性質）を向上させることができる。また、Mg-Zn-RE系合金を構成するREを特定の元素とし、かつ、Mg-Zn-RE系合金の合金組織中の少なくとも一部（例えば、長周期積層構造の分断部）に微細化した α -Mgを形成することで、マグネシウム合金材の引張強度、耐力、伸びをさらに向上させることができる。

そのため、本発明に係るマグネシウム合金材は、例えば、自動車用部品、特に、ピストンなど機械的性質の条件が厳しい部分においても使用することが可能となる。

【0018】

また、本発明のマグネシウム合金材の製造方法は、従来のものと比較して機械的性質が向上したマグネシウム合金材を、一般的な製造設備あるいはプロセスにより、効率よく製造することが可能となる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0019】

以下、本発明を実施するための最良の形態について図面を参照して説明する。

10

20

30

40

50

図1は、本発明に係るマグネシウム合金材の合金組織を模式的に説明する説明図、図2は鋳造材の合金組織を示す光学顕微鏡写真、図3は加工材の加工組織（合金組織）を示す光学顕微鏡写真、図4～図6は加工材の合金組織を示す光学顕微鏡写真、図7は図6の分断部の一部を拡大して示すSEM写真、図8は加工材の相当歪み分布を示す縦断面図である。

【0020】

マグネシウム合金材は、高温雰囲気で使用される部品、例えば、自動車用部品、特に、内燃機関用ピストン、バルブ、リフター、タペット、スプロケット等を使用される。なお、マグネシウム合金材の形状は、例えば、板状、棒状等であって、使用される部品の形状によって適宜選択される。

10

【0021】

マグネシウム合金材は、必須成分としてZn：0.5～3原子%、RE：1～5原子%の範囲で含有し、残部がMgと不可避的不純物からなるMg-Zn-RE系合金から構成されている。以下に各成分について詳細に説明する。

【0022】

[合金成分]

(Zn)

Mg-Zn-RE系合金は、必須成分としてZnを0.5～3原子%の範囲において含有している。Znは、0.5原子%未満であると、Mg-RE系金属間化合物（例えば、 Mg_3Gd ）を得ることができず、マグネシウム合金材の引張強度、0.2%耐力が低下する。また、Znは、3原子%を超えると、ラメラ相の長周期積層構造の形態が、湾曲部または屈曲部が形成されない、かつ、分断部も形成されない直線状（連続形態）のままとなる。また、Mg-Zn-RE系合金の合金組織中の少なくとも一部の α -Mgが微細化しない（微細 α -Mgが形成されない）。そのため、マグネシウム合金材の添加量に見合った引張強度、0.2%耐力の向上が得られず、伸びが低下する（脆化する）。

20

【0023】

(RE: Rare-Earth)

Mg-Zn-RE系合金は、必須成分としてREを1～5原子%の範囲において含有している。REは、Znと共に特定の量を添加することにより、Mg-Zn-RE系合金の合金組織中に長周期積層構造を形成させ、その長周期積層構造と α -Mgとでラメラ相を生じさせることができる。ここで、REは、1原子%未満であると、Mg-RE系金属間化合物（例えば、 Mg_3Gd ）を得ることができず、マグネシウム合金材の引張強度、0.2%耐力が低下する。また、REは、5原子%を超えると、ラメラ相の長周期積層構造の形態が、湾曲部または屈曲部が形成されない、かつ、分断部も形成されない直線状（連続形態）のままとなる。また、Mg-Zn-RE系合金の合金組織中の少なくとも一部の α -Mgが微細化しない。そのため、マグネシウム合金材の添加量に見合った引張強度、0.2%耐力向上が得られず、伸びが低下する（脆化する）。そして、ここでいうREは、Y、Dy、Ho、Er、Tmの少なくとも1種からなるタイプ1のRE、または、Gd、Tbの少なくとも1種からなるタイプ2のREである。なお、タイプ1のREにおいて、Yは溶解、リサイクルにおいて問題が生じる場合があるため、REはDy、Ho、Erの少なくとも1種が好ましい。

30

40

【0024】

なお、Mg-Zn-RE系合金は、前記した成分以外にも、例えば、微細化に寄与するZrを2原子%以下の範囲で含んでも構わない。前記範囲内であれば、本発明に係るマグネシウム合金材の効果に影響を与えない。また、不可避的不純物として、Fe、Ni、Cu、Si等を各々0.2質量%以下、含んでも構わない。

【0025】

マグネシウム合金材は、図1に示すように、Mg-Zn-RE系合金の合金組織中に長周期積層構造（LPSO）2と α -Mgとで形成されるラメラ相Lを有し、少なくとも一部の長周期積層構造2が、湾曲部2aおよび屈曲部2bのうちの少なくとも一方を有し、

50

かつ、長周期積層構造 2 が分断部 2 c を有する。また、マグネシウム合金材は、Mg - Zn - RE 系合金の合金組織中の少なくとも一部（例えば、長周期積層構造 2 の分断部 2 c）には平均粒径 $2\ \mu\text{m}$ 以下の微細化された α - Mg が形成される。

【0026】

[α - Mg]

図 1 に示すように、溶解鑄造工程（鑄造材）において、 α - Mg は、Mg - Zn - RE 系合金のセル構造（平均粒径 $50\ \mu\text{m}$ 以上）内で、後記する長周期積層構造 2 とでラメラ相 L を形成する。そして、高温雰囲気下（熱間）で行われる塑性加工工程において、Mg - Zn - RE 系合金の合金組織中の少なくとも一部（長周期積層構造 2 の分断部 2 c）で、平均粒径 $2\ \mu\text{m}$ 以下に微細化する（微細 α - Mg が析出する）ことが好ましい。

10

【0027】

[長周期積層構造]

図 1、図 2 に示すように、長周期積層構造 2 は、溶解鑄造工程、または溶解、鑄造後の熱処理工程において、鑄造材（Mg - Zn - RE 系合金）の合金組織、すなわち、セル構造 1 内で、 α - Mg と共に、層状組織粒であるラメラ相 L を形成する。そして、長周期積層構造 2 は直線状に形成され、その形成方向は、同一セル構造 1 内では同一方向に形成され、セル構造 1 同士では互いに異なる方向に形成される。図 1 において、長周期積層構造 2 は細線で記載し、太線は長周期積層構造 2 が高密度に集合した状態を表す。

【0028】

長周期積層構造 2 とは、例えば、規則格子が複数個並び、逆位相のずれを介して、再び規則格子が複数個並び、元の格子の数倍から 10 数倍の単位の構造が作られ、その周期が長い構造のものをいう。そして、長周期積層構造は、規則相と不規則相との間のわずかな温度範囲に出現し、電子回折した図には規則相の反射が分裂して、数倍から 10 数倍の周期に対応する位置に回折斑点が現れる。

20

【0029】

この長周期積層構造が形成されたままの状態では、マグネシウム合金材の機械的性質が不十分で、高い引張強度および 0.2% 耐力を維持しながら、高い伸びを得ることができない。そのため、図 1 に示すように、形成された長周期積層構造（LP SO）2、2・・・の少なくとも 1 部の長周期積層構造（LP SO）2 に湾曲部 2 a および屈曲部 2 b のうちの少なくとも一方を形成させ、かつ、規則格子の並びが壊された分断部 2 c を形成させる。なお、このような長周期積層構造（LP SO）2 への湾曲部 2 a、屈曲部 2 b、分断部 2 c の形成は、鑄造材、または、熱処理された鑄造材を熱間塑性加工する塑性加工工程を行うことによって達成される。そして、前記したように、Mg - Zn - RE 系合金の合金組織中の少なくとも一部（例えば、長周期積層構造 2 の分断部 2 c）における平均粒径 $2\ \mu\text{m}$ 以下に微細化された微細 α - Mg の析出も、前記塑性加工工程を行うことによって達成される。また、熱間塑性加工によって鑄造時に形成されたセル構造 1 は消失する（図 1 の加工材において、セル構造 1 の消失を点線で記載した）。

30

【0030】

なお、湾曲部 2 a、屈曲部 2 b および分断部 2 c（分断部 2 c に形成された微細 α - Mg を含む）を有する長周期積層構造 2 は、加工材に形成された長周期積層構造 2、すなわち、鑄造時（鑄造後の熱処理を含む）に形成された全ての長周期積層構造 2 の 10% 以上であることが好ましい。そして、図 3 に示すように、湾曲部 2 a、屈曲部 2 b および分断部 2 c（分断部 2 c に形成された微細 α - Mg を含む）を有する長周期積層構造 2 は、加工材の光学顕微鏡（倍率 50 倍）下での観察において、加工度の高い高加工組織 3（太線枠内）として観察される。そして、高加工組織 3 以外の部分は、加工度の低い、鑄造組織に近い形態の低加工組織 4 として観察される。

40

【0031】

本発明において、湾曲部 2 a、屈曲部 2 b、分断部 2 c とは、加工材の合金組織を顕微鏡（倍率は 100 倍以上、好ましく 400 ~ 500 倍）で観察した際、以下の状態で観察される部分を言う。すなわち、図 4 に示すように、長周期積層構造 2 が直線状でなく湾曲

50

して観察される部分を湾曲部 2 a と言う。図 5 に示すように、長周期積層構造が直線状でなく屈曲して観察される部分を屈曲部 2 b と言う。図 6、図 7 に示すように、直線状、湾曲状または屈曲状の長周期積層構造 2 の途中が分断して観察される部分、例えば、分断されたラメラ相と隣接するラメラ相の間の部分を分断部 2 c と言う。なお、図 6、図 7 では観察されないが、Mg - Zn - RE 系合金の合金組織中の少なくとも一部（例えば、分断部 2 c）には平均粒径 2 μ m 以下に微細化された微細 α - Mg が析出する。

【0032】

次に、本発明に係るマグネシウム合金材の製造方法について説明する。

マグネシウム合金材の製造方法は、マグネシウム合金材を構成する Mg - Zn - RE 系合金のタイプによって異なる。すなわち、RE が Y、Dy、Ho、Er、Tm の少なくとも 1 種以上からなるタイプ 1 の Mg - Zn - RE 系合金を使用する場合（第 1 の製造方法）と、RE として Gd、Tb の少なくとも 1 種以上からなるタイプ 2 の Mg - Zn - RE 系合金を使用する場合（第 2 の製造方法）の 2 つの製造方法をとる。

【0033】

[第 1 の製造方法]

第 1 の製造方法は、溶解鑄造工程と、塑性加工工程とを含むものである。以下、各工程について説明する。

（溶解鑄造工程）

Zn を 0.5 ~ 3 原子%と、RE として Y、Dy、Ho、Er、Tm の少なくとも 1 種以上を 1 ~ 5 原子%の範囲で含有し、残部が Mg と不可避免的不純物からなる Mg - Zn - RE 系合金（タイプ 1）を溶解、鑄造して鑄造材とする。このタイプ 1 の Mg - Zn - RE 系合金からなる鑄造材においては、Mg - Zn - RE 系合金がセル構造形態をとり、このセル構造 1 内で、長周期積層構造 2 と α - Mg とでラメラ相 L を形成する（図 1、図 2 参照）。なお、溶解、鑄造方法は常法に従って行う。また、溶湯からの酸化物除去のために、溶解はフラックス精錬が好ましい。

【0034】

（塑性加工工程）

前記工程で製造された鑄造材に熱間塑性加工を施す。熱間塑性加工は、鑄造により生じたラメラ相 L を微細化すると共に、少なくとも一部の長周期積層構造 2 に、湾曲部 2 a および屈曲部 2 b のうちの少なくとも一方を形成させ、かつ、分断部 2 c を形成させるのに必要十分な歪みを与える必要がある。また、Mg - Zn - RE 系合金の合金組織中の少なくとも一部（例えば、長周期積層構造 2 の分断部 2 c）に、微細化された α - Mg を形成するのに必要十分な歪みを与えることが好ましい。なお、この熱間塑性加工によって、鑄造時に形成されたセル構造 1 は消失する（図 1 参照）。そのため、図 8 に示すように、熱間塑性加工により製造された加工材 10 が、少なくとも一部に相当歪み 1.5 以上の部分 10 A を有するようにする。そして、加工材を自動車用部品等に使用する際、高い機械的性質を要求される部分を、相当歪み 1.5 以上の部分 10 A で構成するようにする。したがって、相当歪み 1.5 未満の部分 10 B、10 C が形成されないように、加工材 10 の全ての部分で相当歪み 1.5 以上となるように熱間塑性加工を施すことが好ましい。また、微細 α - Mg は、分断部 2 c では、分断部 2 c の幅が 1 μ m 以上で発生する。

【0035】

相当歪みとは、Von Mises の降伏応力に対応する相当歪みで、下式（1）で計算される歪みをいう。なお、下式（1）において、相当歪みを（ ε ）、長さ方向の真歪みを（ ε_1 ）、幅方向の真歪みを（ ε_2 ）、厚さ方向の真歪みを（ ε_3 ）で示す。

【0036】

【数 1】

$$\varepsilon = \sqrt{\frac{2}{3} (\varepsilon_1^2 + \varepsilon_2^2 + \varepsilon_3^2)} \quad \dots (1)$$

【0037】

ここで与える歪み（相当歪み）が1.5未満であると、長周期積層構造に湾曲部、屈曲部、分断部が形成されにくくなる。また、Mg-Zn-RE系合金の合金組織中の α -Mg（例えば、分断部の α -Mg）も平均粒径2 μ m以下に微細化されにくくなる。そのため、マグネシウム合金材の引張強度および耐力が低くなることは勿論、伸びも低い値となってしまう。なお、相当歪みの上限値は特に制限はないが、付与する相当歪みが高すぎると、マグネシウム合金材の引張強度、0.2%耐力、伸びが減少してくるため、2.3未満とすることが好ましい。1.5～2.0がさらに好ましい。

10

【0038】

また、熱間塑性加工を行うときの加工温度については300～500の範囲で鑄造材の加工性に応じて適宜選択することができる。

【0039】

熱間塑性加工が押出加工であるときには、押出温度300～500で押出比5～9.9の範囲、より好ましくは、6～9の範囲で行うと良好な機械的性質のマグネシウム合金材を得ることができる。

20

【0040】

熱間塑性加工が鍛造加工であるときには、下式(2)の条件で行うと、鑄造材の割れを防止しつつ、結晶粒の微細化を図ることができるためより好ましい。

【0041】

【数 2】

$$T \geq 2X + 210 \quad \dots (2)$$

【0042】

なお、式(2)において、T()は、鍛造終了温度であり、X(%)は加工率である。

30

【0043】

鍛造加工で鑄造材に相当歪みを与える場合、所定の条件を満たすように鍛造加工を行うことにより、鍛造加工における加工終了温度と加工率とが適切になり、鍛造加工時に割れを生じることがない。つまり、鍛造終了温度(T)が2倍の加工率(X)に210を加えて算出される値の温度に達しない場合には、鍛造割れが発生しやすくなり不適切である。また、鍛造終了温度(T)が高すぎる場合には、塑性加工により発生した微細な亜結晶粒が、動的再結晶により成長して、マグネシウム合金材の機械的性質が低下しやすくなる。したがって、鍛造終了温度(T)の上限値は、2倍の加工率(X)に310を加えて算出される値の温度とすることが好ましい。

40

【0044】

[第2の製造方法]

第2の製造方法は、溶解鑄造工程と、熱処理工程と、塑性加工工程とを含むものである。以下、各工程について説明する。

(溶解鑄造工程)

Znを0.5～3原子%と、REとしてGd、Tbの少なくとも1種以上を1～5原子%の範囲で含有し、残部がMgと不可避免的不純物からなるMg-Zn-RE系合金(タイプ2)を使用すること以外は、第1の製造方法と同様である。

【0045】

(熱処理工程)

50

前記工程で製造された鑄造材に、480～550 で熱処理を施して、長周期積層構造の形成を制御する。熱処理温度条件が、480 未満または1時間未満であると、鑄造材に長周期積層構造が十分形成されない。また、550 を超えると、鑄造材が局部的に熔融する等の不具合が発生する。なお、熱処理方法は、公知の熱処理設備を用いて、常法で行う。さらに、熱処理時間は、鑄造材の大きさにより異なるが、例えば、外径29mm×長さ75mmの鑄造材で1時間以上、外径100mm×長さ180mmで24時間以上が好ましい。なお、熱処理後、平均粒径10～20μmのα-Mgが形成される場合もある。

【0046】

(塑性加工工程)

前記工程で熱処理された鑄造材に、第1の製造方法と同様にして、熱間塑性加工を施して、少なくとも一部に相当歪み1.5以上の部分を有する加工材を製造する。

【0047】

本発明に係るマグネシウム合金材の製造方法は、第1または第2の製造方法における塑性加工工程を行った後に、マグネシウム合金材(加工材)の寸法安定化のために、200～300 で10時間以上保持する安定化処理工程を加えてもよい。特に、タイプ2のMg-Zn-RE系合金を使用した場合には、前記した安定化処理工程を加えることにより、寸法安定性が向上し、内燃機関用ピストン、バルブ、リフター、タペット、スプロケット等、熱の影響を受けながら使用される製品への適用が可能になり、好都合である。

【0048】

また、塑性加工工程が鍛造加工であったときには、前記した寸法安定化のための安定化処理工程の後に、必要に応じて内燃機関用ピストン、バルブ、リフター、タペット、スプロケット等の所定の形状に加工材を切削加工する切削工程を行ってもよい。

【実施例】

【0049】

つぎに、本発明の実施例について説明する。

(実施例1～11)

表1に示す組成のMg-Zn-RE系合金を溶解炉に投入し、フラックス精錬により溶解を行った。つづいて、加熱溶解した溶湯を金型で鑄造して外径29mm×長さ60mmのインゴットを製造した。このインゴットを押出温度375 で相当歪みが1.6～2.2となるように押出比を変化させて押出加工を行い、実施例1～11のマグネシウム合金材を製造した。

【0050】

得られた実施例1～11のマグネシウム合金材の表面を、120～1000番のサンドペーパーで研磨後、アルミナ等でバフ研磨して鏡面化し、鏡面化された表面を酢酸グリコール水溶液等でエッチングして組織観察面とした。この組織観察面を、倍率400倍の光学顕微鏡で観察し、長周期積層構造(LPSO)の状態を観察した。また、この組織観察面を、TEM(倍率4000倍)で観察し、平均粒径2μm以下の微細α-Mgの有無を確認した。また、得られた実施例1～11のマグネシウム合金材からJIS規定の試験片を切り出し、常温で引張試験を行い、引張強さ(引張強度)、0.2%耐力、伸びを測定した。それらの結果を表1に示す。なお、引張強さおよび0.2%耐力は、270MPa以上のとき「高い」、270MPa未満のとき「低い」と判断した。また、伸び(延性)は、3%以上のとき「高い」、3%未満のとき「低い」と判断した。

【0051】

(比較例1～5)

比較例1、2はMg-Zn-RE系合金のZn、REの含有量を、比較例3～5は押出加工における相当歪みを、本発明の特許請求の範囲から外したこと以外は、実施例1～8と同様にして、比較例1～5のマグネシウム合金材を製造した。そして、実施例1～8と同様にして、比較例1～5のマグネシウム合金材の長周期積層構造(LPSO)の状態、平均粒径2μm以下の微細α-Mgの有無を確認すると共に、引張強さ(引張強度)、0.2%耐力、伸びを測定した。

2 % 耐力、伸びを測定した。それらの結果を表 1 に示す。

【 0 0 5 2 】

【表 1】

	Zn (at%)	RE (at%)	相当 歪み	LPSO の 状態	微細 α -Mg	引張強さ (MPa)	0.2 % 耐力 (MPa)	伸び (%)
実施例 1	1	Y: 2	1.6	分断+キン キング [°]	○	390	350	3.2
実施例 2	1	Y: 2	2.0	分断+キン キング [°]	○	376	314	7.1
実施例 3	1	Y: 2	2.2	分断+キン キング [°]	○	352	300	7.0
実施例 4	1	Y: 1	1.7	分断+キン キング [°]	○	370	333	3.5
実施例 5	2	Y: 3	1.7	分断+キン キング [°]	○	430	387	10
実施例 6	1	Dy: 2	1.7	分断+キン キング [°]	○	350	315	4.0
実施例 7	1	Ho: 2	1.7	分断+キン キング [°]	○	340	306	5.0
実施例 8	1	Er: 2	1.7	分断+キン キング [°]	○	345	310	4.5
実施例 9	1	Y: 2	1.6	分断+キン キング [°]	○	385	348	3.0
実施例 10	1	Tm: 1	1.7	分断+キン キング [°]	○	347	308	4.3
実施例 11	1	Tm: 2	1.7	分断+キン キング [°]	○	340	306	7.3
比較例 1	0.2	Y: 0.6	1.6	分断+キン キング [°]	○	260	201	6.5
比較例 2	4	Y: 7	1.5	直線状 (連続)	×	448	367	0.6
比較例 3	1	Y: 2	0.7	キンキング [°]	×	238	測定不能	0
比較例 4	1	Y: 2	1.0	キンキング [°]	×	242	測定不能	0
比較例 5	1	Y: 2	1.4	キンキング [°]	×	352	測定不能	0

(注) キンキング：湾曲部または屈曲部あり

(注) 微細 α -Mg (平均粒径 $2 \mu\text{m}$ 以下)：○・・・含む、×・・・含まない

【 0 0 5 3 】

表 1 に記載の通り、本発明の特許請求の範囲を満たす実施例 1 ~ 11 のマグネシウム合金材は、引張強さ（引張強度）、0.2 % 耐力、伸びに優れ、ピストン部品等の材料として要求される高い強度と延性を有している。なお、実施例 1 ~ 8、10、11 の微細 α -Mg は、分断されたラメラ相と隣接するラメラ相の間（長周期積層構造の分断部）に形成されていた。また、実施例 9 の微細 α -Mg は、Mg-Zn-RE 系合金の分断されたラメラ相と隣接するラメラ相の間以外の部分である、合金組織中に形成されていた。

【 0 0 5 4 】

一方、比較例 1 のマグネシウム合金材は、Zn、Y の含有量が下限値未満であるため、相当歪みを 1.6 付与しても、伸びはある程度であるものの、引張強さ（引張強度）、0.2 % 耐力が低かった。比較例 2 のマグネシウム合金材は、Zn、Y の含有量が上限値を超えるため、引張強さ（引張強度）と 0.2 % 耐力が高くなるものの、伸びが 0.6 % と著

10

20

30

40

50

しく低く、延性に欠けた。比較例 3 ~ 5 のマグネシウム合金材は、Zn、Y の含有量は本発明の特許請求の範囲にあるものの、相当歪みが 1 . 5 よりも低いため、伸びが殆どでなかった。また、比較例 3、4 は引張強さも低かった。

【 0 0 5 5 】

(実施例 1 2 ~ 1 8)

表 2 に示す組成の Mg - Zn - RE 系合金を溶解炉に投入し、フラックス精錬により溶解を行った。つづいて、加熱溶解した溶湯を金型で鑄造して外径 2 9 m m × 長さ 6 0 m m のインゴットを製造した。このインゴットを 5 1 0 で 2 時間熱処理を行った後、円柱直交方向より相当歪みが 1 . 6 ~ 2 . 2 となるように据え込み比を変動させて鍛造温度 3 5 0 で据え込み鍛造を行い、実施例 1 2 ~ 1 8 のマグネシウム合金材を製造した。

10

【 0 0 5 6 】

得られた実施例 1 2 ~ 1 8 のマグネシウム合金材の金属組織を光学顕微鏡および TEM により観察し、長周期積層構造 (L P S O) の状態、平均粒径 2 μ m 以下の微細 α - Mg の有無を確認した。また、得られた実施例 1 2 ~ 1 8 のマグネシウム合金材から J I S 規定の試験片を切り出し、常温で引張試験を行い、引張強さ (引張強度)、0 . 2 % 耐力、伸びを測定した。それらの結果を表 2 に示す。

【 0 0 5 7 】

(比較例 6 ~ 1 0)

比較例 6、7 は Mg - Zn - RE 系合金の Zn、RE の含有量を、比較例 8 ~ 1 0 は据え込み鍛造における相当歪みを、本発明の特許請求の範囲から外したこと以外は、実施例 9 ~ 1 5 と同様にして、比較例 6 ~ 1 0 のマグネシウム合金材を製造した。そして、実施例 9 ~ 1 5 と同様にして、比較例 6 ~ 1 0 のマグネシウム合金材の長周期積層構造 (L P S O) の状態、平均粒径 2 μ m 以下の微細 α - Mg の有無を確認すると共に、引張強さ (引張強度)、0 . 2 % 耐力、伸びを測定した。それらの結果を表 2 に示す。

20

【 0 0 5 8 】

(比較例 1 1)

インゴットの熱処理および据え込み鍛造を行わずに (相当歪み 0 を意味する)、インゴットをマグネシウム合金材として使用したこと以外は、比較例 1 0 と同様にして、比較例 1 1 のマグネシウム合金材を製造した。そして、比較例 1 0 と同様にして、比較例 1 1 のマグネシウム合金材の長周期積層構造 (L P S O) の状態、平均粒径 2 μ m 以下の微細 α - Mg の有無を確認すると共に、引張強さ (引張強度)、0 . 2 % 耐力、伸びを測定した。その結果を表 2 に示す。

30

【 0 0 5 9 】

【表 2】

	Zn (at%)	RE (at%)	相当 歪み	LPSO の 状態	微細 α -Mg	引張強さ (MPa)	0.2% 耐力 (MPa)	伸び (%)
実施例 1 2	1	Gd: 2	1.6	分断+キン キング	○	360	325	6.8
実施例 1 3	1	Gd: 2	2.0	分断+キン キング	○	380	342	6.0
実施例 1 4	1	Gd: 2	2.2	分断+キン キング	○	390	351	5.5
実施例 1 5	1	Gd: 1	1.7	分断+キン キング	○	310	279	10
実施例 1 6	2	Gd: 3	1.7	分断+キン キング	○	400	360	5.0
実施例 1 7	1	Tb: 2	1.7	分断+キン キング	○	350	315	7.0
実施例 1 8	1	Gd: 2	1.6	分断+キン キング	○	358	321	6.5
比較例 6	0.2	Gd: 0.6	1.6	分断+キン キング	○	260	201	6.5
比較例 7	4	Gd: 7	1.5	直線状 (連続)	×	450	405	0.6
比較例 8	1	Gd: 2	0.7	キンキング	×	250	測定不能	0
比較例 9	1	Gd: 2	1.0	キンキング	×	255	測定不能	0
比較例 1 0	1	Gd: 2	1.4	キンキング	×	345	測定不能	0
比較例 1 1	1	Gd: 2	0	直線状 (連続)	×	180	150	2

(注) キンキング：湾曲部または屈曲部あり

(注) 微細 α -Mg (平均粒径 $2\mu\text{m}$ 以下)：○・・・含む、×・・・含まない

(注) 比較例 1 1 の引張強さ、0.2%耐力および伸びは、インゴットで測定

【0060】

表 2 に記載の通り、本発明の特許請求の範囲を満たす実施例 1 2 ~ 1 8 のマグネシウム合金材は、引張強さ（引張強度）、0.2%耐力、伸びに優れ、ピストン部品等の材料として要求される高い強度と延性を有している。なお、実施例 1 2 ~ 1 7 の微細 α -Mg は、分断されたラメラ相と隣接するラメラ相の間（長周期積層構造の分断部）に形成されていた。また、実施例 1 8 の微細 α -Mg は、Mg-Zn-RE 系合金の分断されたラメラ相と隣接するラメラ相の間以外の部分である、合金組織中に形成されていた。

【0061】

一方、比較例 6 のマグネシウム合金材は、Zn、Gd の含有量が下限値未満であるため、相当歪みを 1.6 付与しても、伸びはある程度であるものの、引張強さ（引張強度）、0.2%耐力が低かった。比較例 7 のマグネシウム合金材は、Zn、Gd の含有量が上限値を超えるため、引張強さ（引張強度）と 0.2%耐力が高くなるものの、伸びが 0.6%と著しく低く、延性に欠けた。比較例 8 ~ 1 0 のマグネシウム合金材は、Zn、Gd の含有量は本発明の特許請求の範囲にあるものの、相当歪みが 1.5 よりも低いため、伸びが殆どでなかった。また、比較例 8、9 は引張強さも低かった。比較例 1 1 のマグネシウム合金材は、熱処理および据え込み鍛造を行わなかったため、引張強さ（引張強度）、0.2%耐力および伸びが低かった。

【図面の簡単な説明】

【 0 0 6 2 】

【図 1】本発明に係るマグネシウム合金材の合金組織を模式的に説明する説明図である。

【図 2】本発明に係るマグネシウム合金材における鋳造材の合金組織を示す光学顕微鏡写真である。

【図 3】本発明に係るマグネシウム合金材（加工材）の加工組織（合金組織）を示す光学顕微鏡写真である。

【図 4】本発明に係るマグネシウム合金材（加工材）の合金組織を示す光学顕微鏡写真である。

【図 5】本発明に係るマグネシウム合金材（加工材）の合金組織を示す光学顕微鏡写真である。

【図 6】本発明に係るマグネシウム合金材（加工材）の合金組織を示す光学顕微鏡写真である。

【図 7】図 6 の分断部の一部を拡大して示す S E M 写真である。

【図 8】本発明に係るマグネシウム合金材（加工材）の相当歪み分布を示す縦断面図である。

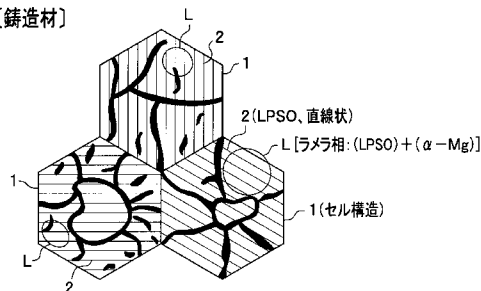
【符号の説明】

【 0 0 6 3 】

- 1 セル構造
- 2 長周期積層構造（LPSO）
- 2 a 湾曲部
- 2 b 屈曲部
- 2 c 分断部
- 3 高加工組織
- 4 低加工組織
- L ラメラ相

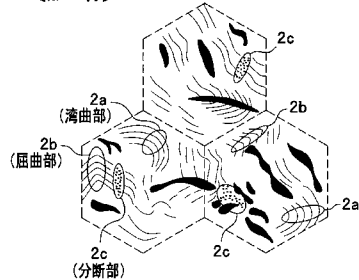
【図 1】

〔鋳造材〕



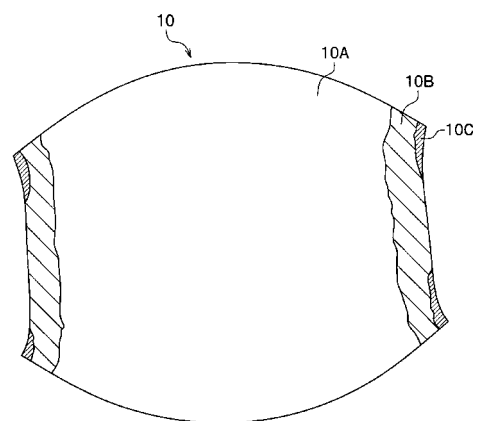
高温での塑性加工

〔加工材〕



LPSOのキンキング（湾曲、屈曲）
LPSOの分断
LPSOの分断した部分に微細α-Mgが析出

【図 8】

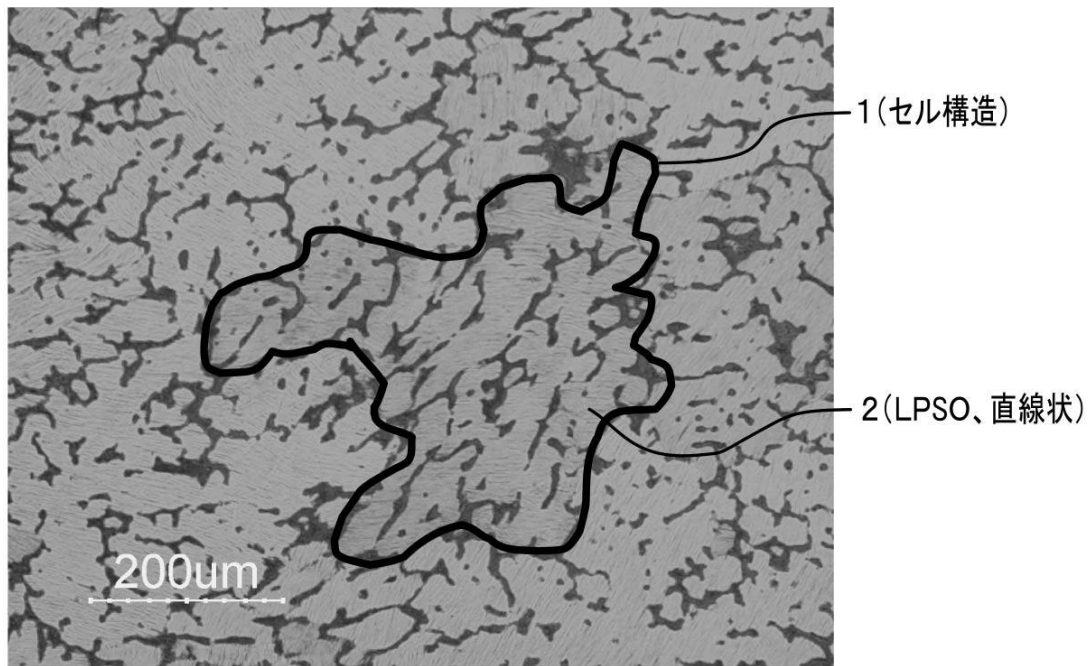


□ : 10A（相当歪み 1.5 以上）

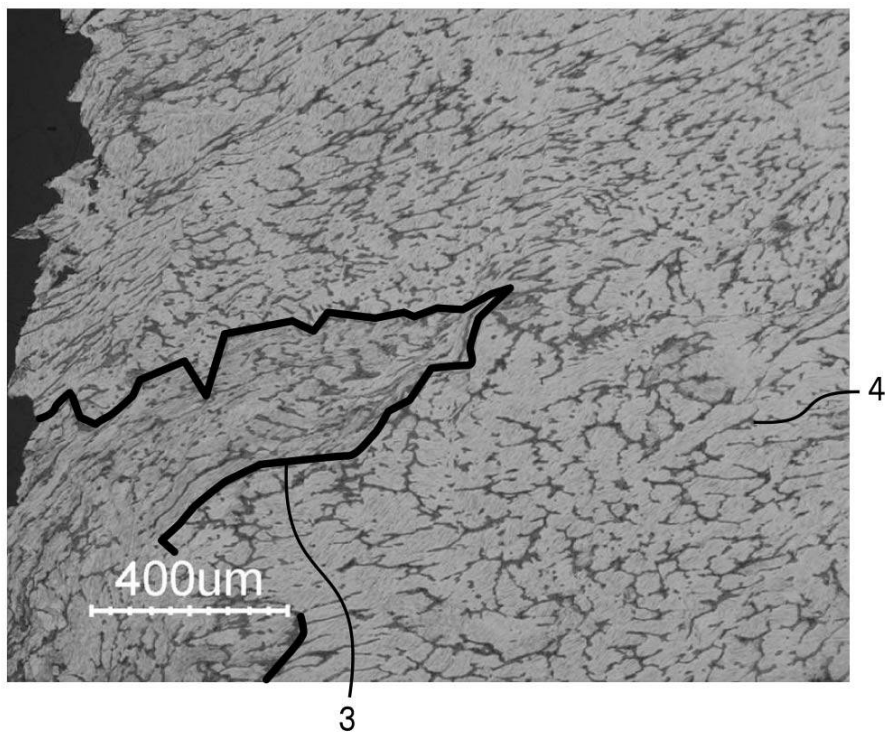
▨ : 10B（相当歪み 1.5 未満 0.25 以上）

▩ : 10C（相当歪み 0.25 未満）

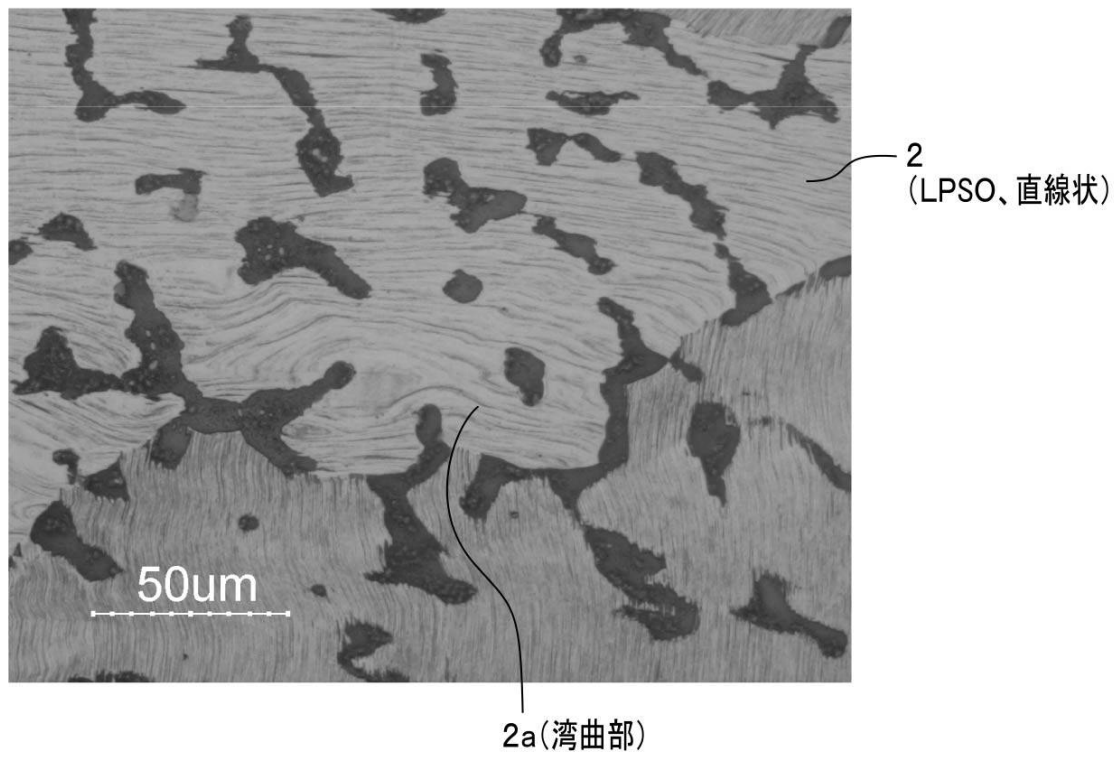
【図 2】



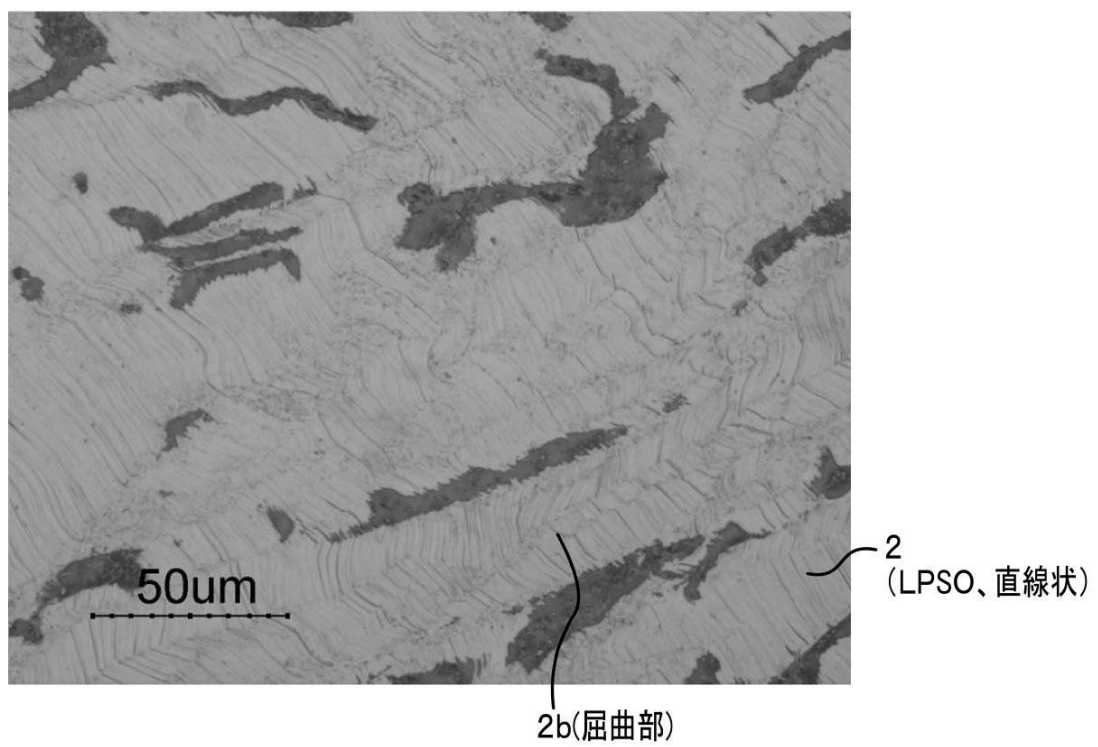
【図 3】



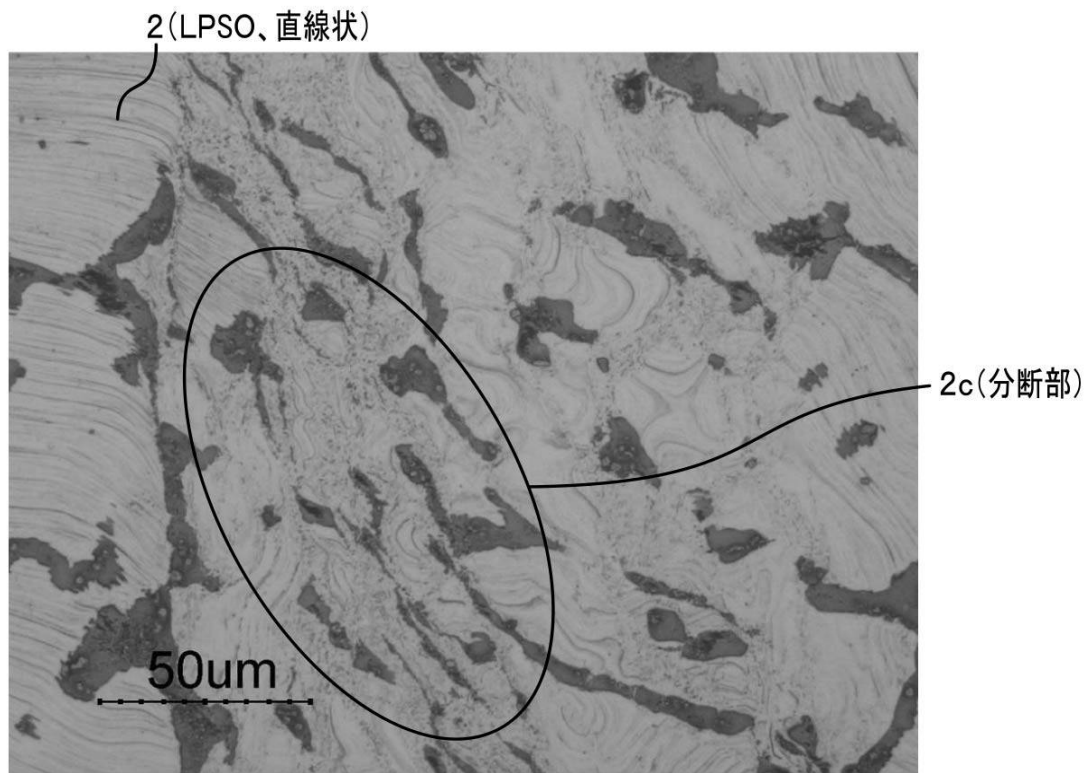
【図 4】



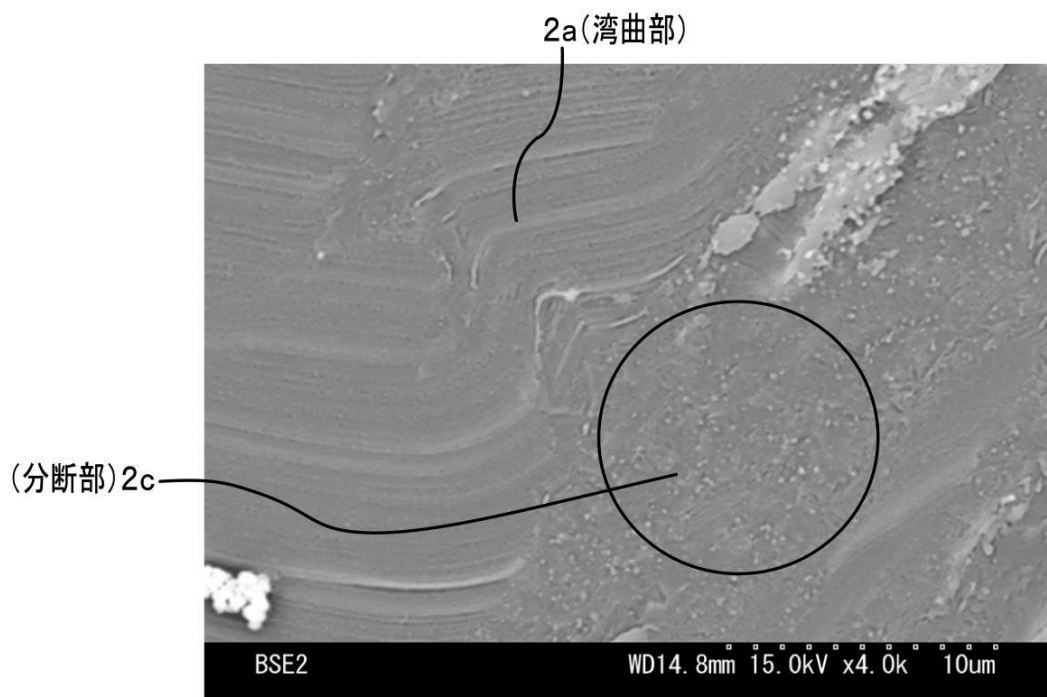
【図 5】



【図 6】



【図 7】



フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
 C 2 2 F 1/00 (2006.01) C 2 2 F 1/00 6 0 1
 C 2 2 F 1/00 6 0 4
 C 2 2 F 1/00 6 1 2
 C 2 2 F 1/00 6 2 3
 C 2 2 F 1/00 6 2 4
 C 2 2 F 1/00 6 3 0 A
 C 2 2 F 1/00 6 3 0 K
 C 2 2 F 1/00 6 5 1 B
 C 2 2 F 1/00 6 8 1
 C 2 2 F 1/00 6 8 2
 C 2 2 F 1/00 6 8 3
 C 2 2 F 1/00 6 9 1 B
 C 2 2 F 1/00 6 9 4 A
 C 2 2 F 1/00 6 9 4 B

(74)代理人 100123249
 弁理士 富田 哲雄
 (72)発明者 中田 守
 三重県いなべ市大安町梅戸 1 1 0 0 番地 株式会社神戸製鋼所 大安工場内
 (72)発明者 山田 雄一
 神奈川県横浜市神奈川区宝町 2 番地 日産自動車株式会社内
 (72)発明者 板倉 浩二
 神奈川県横浜市神奈川区宝町 2 番地 日産自動車株式会社内
 (72)発明者 岡田 義夫
 神奈川県横浜市神奈川区宝町 2 番地 日産自動車株式会社内
 (72)発明者 河村 能人
 熊本県熊本市新南部 2 丁目 7 番 1 - 3 0 2
 (72)発明者 山崎 倫昭
 熊本県熊本市飛田 4 - 6 - 9 2 サニーコート飛田 2 0 3

審査官 相澤 啓祐

(56)参考文献 国際公開第 2 0 0 6 / 0 3 6 0 3 3 (W O , A 1)
 国際公開第 2 0 0 5 / 0 5 2 2 0 3 (W O , A 1)
 玉川博一、外 5 名、「長周期積層構造型 Mg-Zn-Y 合金の組織に及ぼす塑性加工の影響」、日本金属学会講演概要、社団法人 日本金属学会、2 0 0 6 年 9 月 1 6 日、第 139 回、p.476

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)
 C 2 2 C 2 3 / 0 0 - 2 3 / 0 6