(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2013-129914
(P2013-129914A)
(43)公開日　平成25年7月4日(2013.7.4)

(51)Int.Cl.		F I		テーマコード（参考）
C22F 1/06	(2006.01)	C22F 1/06		
C22C 23/06	(2006.01)	C22C 23/06		
C22C 23/00	(2006.01)	C22C 23/00		
C22F 1/00	(2006.01)	C22F 1/00	606	
		C22F 1/00	601	

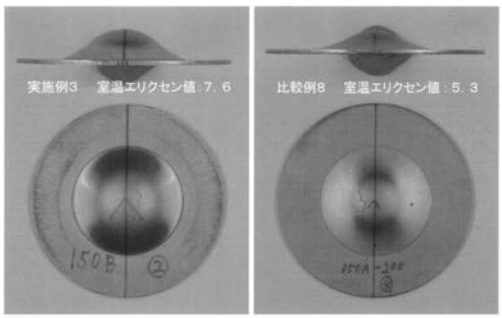
審査請求 未請求　請求項の数 20　ＯＬ　（全 28 頁）　最終頁に続く

(21)出願番号　特願2012-256035 (P2012-256035)
(22)出願日　平成24年11月22日 (2012.11.22)
(31)優先権主張番号　特願2011-255546 (P2011-255546)
(32)優先日　平成23年11月22日 (2011.11.22)
(33)優先権主張国　日本国 (JP)

(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
(71)出願人　504132272
国立大学法人京都大学
京都府京都市左京区吉田本町３６番地１
(71)出願人　000005083
日立金属株式会社
東京都港区芝浦一丁目２番１号
(74)代理人　100102004
弁理士　須藤　政彦
(72)発明者　鈴木　一孝
愛知県名古屋市守山区大字下志段味字穴ケ洞２２６６番地の９８　独立行政法人産業技術総合研究所中部センター内
最終頁に続く

(54)【発明の名称】マグネシウム合金板材の製造方法並びにマグネシウム合金板材及びそれを用いたプレス成形体

(57)【要約】
【課題】軽量で室温成形可能なマグネシウム合金板材、その製造方法及びプレス成形体を提供する。
【解決手段】室温におけるマグネシウムへの固溶限が１質量%未満の元素を０．０５～３質量%含有するマグネシウム合金板を素材に用いて、４７０～５４０℃まで加熱・焼鈍して結晶粒径を２０～１００μmとし、それを１００～２５０℃において１パス又は複数パスにより合計圧下率で１６～３０%温間圧延する一連の工程を適宜繰り返した後、必要に応じて１５０～４００℃で仕上げ焼鈍して結晶方位分布をランダム化させることにより、室温成形性に優れ、制振性能に優れるマグネシウム合金板材を製造し、提供する。
【効果】制振性能に優れ、航空・宇宙部材、精密機械部材、電子機器部材、輸送機器部材等の幅広い分野で利用可能なマグネシウム合金板材、その製造方法及び用途を提供できる。
【選択図】図８



【特許請求の範囲】
【請求項１】
室温におけるマグネシウムへの固溶限が１質量％未満の元素を０．０５～３質量％含有し、残部がＭｇ及び不可避不純物からなるマグネシウム合金板を素材に用いて、平均結晶粒径が２０～１００μｍとなる所定の条件で焼鈍（圧延前焼鈍）した上で温間圧延する一連の工程を１つの圧延サイクルとし、該圧延サイクルを１回或いは複数回繰り返すことにより、結晶方位分布をランダム化させ、室温成形性に優れたマグネシウム合金板材を得ることを特徴とするマグネシウム合金板材の製造方法。
【請求項２】
前記元素として、マンガンもしくはジルコニウムを０．２～３質量％含有するか、希土類元素の内１種類以上の元素を合計０．１～３質量％含有するか、又は、カルシウムを０．０５～３質量％含有し、残部がＭｇ及び不可避不純物からなるマグネシウム合金板を素材に用いる、請求項１に記載のマグネシウム合金板材の製造方法。
【請求項３】
前記希土類元素が、セリウム、イットリウム又はガドリニウムである、請求項２に記載のマグネシウム合金板材の製造方法。
【請求項４】
前記焼鈍（圧延前焼鈍）では、被圧延材を４７０～５４０℃まで１０分以内で昇温し、引き続き、１０～３０分（４７０℃以上４９０℃未満の場合）、２～２０分（４９０℃以上５１０℃未満の場合）、１～１０分（５１０℃以上５３０℃未満の場合）、２分以下（５３０℃以上５４０℃以下の場合）保持する、請求項１～３のいずれか１項に記載のマグネシウム合金板材の製造方法。
【請求項５】
前記温間圧延では、圧延中の被圧延材の実温度が１００～２５０℃となるように、その被圧延材を１００～４００℃に加熱し、ロールを室温～２００℃に加熱する、請求項１～４のいずれか１項に記載のマグネシウム合金板材の製造方法。
【請求項６】
前記圧延サイクル１回当たりの温間圧延の圧下率を、１パス或いは複数パスの合計で１６～３０％とする、請求項１～５のいずれか１項に記載のマグネシウム合金板材の製造方法。
【請求項７】
最終の前記圧延サイクルの後、１５０℃～４００℃に昇温して仕上げ焼鈍を施し、蓄積された転位を回復させるか、或いは平均結晶粒径が５０μｍ以下の再結晶組織とし、同時に結晶方位分布のランダム化を促進させることにより、室温成形性に優れたマグネシウム合金板を得る、請求項１～６のいずれか１項に記載のマグネシウム合金板材の製造方法。
【請求項８】
マンガンを０．２～３質量％含有し、残部がＭｇ及び不可避不純物からなるマグネシウム合金板を素材に用いて、平均結晶粒径が２０～１００μｍとなる所定の条件で焼鈍（圧延前焼鈍）した上で温間圧延する一連の工程を１つの圧延サイクルとし、該圧延サイクルを１回或いは複数回繰り返した後に仕上げ焼鈍をして、蓄積された転位を回復させた組織とするか、或いは平均結晶粒径が５０μｍ以下の再結晶組織とし、同時に結晶方位分布をランダム化させることにより、室温成形性に優れたマグネシウム合金板材を得ることを特徴とするマグネシウム合金板材の製造方法。
【請求項９】
前記焼鈍（圧延前焼鈍）では、被圧延材を４７０～５４０℃まで１０分以内で昇温し、引き続き、１０～３０分（４７０℃以上４９０℃未満の場合）、２～２０分（４９０℃以上５１０℃未満の場合）、１～１０分（５１０℃以上５３０℃未満の場合）、２分以下（５３０℃以上５４０℃以下の場合）保持する、請求項８に記載のマグネシウム合金板材の製造方法。
【請求項１０】

前記温間圧延では、圧延中の被圧延材の実温度が１００～２５０℃となるように、その被圧延材を１００～４００℃に加熱し、ロールを室温～２００℃に加熱する、請求項８又は９に記載のマグネシウム合金板材の製造方法。

【請求項１１】

前記圧延サイクル１回当たりの温間圧延の圧下率を、１パス或いは複数パスの合計で１６～３０％とする、請求項８～１０のいずれか１項に記載のマグネシウム合金板材の製造方法。

【請求項１２】

最終の前記圧延サイクルの後、１５０℃～４００℃に昇温して仕上げ焼鈍を施す、請求項８～１１のいずれか１項に記載のマグネシウム合金板材の製造方法。

【請求項１３】

室温エリクセン値が６以上の室温成形性に優れたマグネシウム合金板材を得る、請求項１～１２のいずれか１項に記載のマグネシウム合金板材の製造方法。

【請求項１４】

室温におけるマグネシウムへの固溶限が１質量％未満の元素を０．０５～３質量％含有し、残部がＭｇ及び不可避不純物からなるマグネシウム合金板材であって、室温エリクセン値が６以上であることを特徴とするマグネシウム合金板材。

【請求項１５】

前記元素として、マンガンを０．２～３質量％含有し、Ｘ線回折（シュルツの反射法）によって測定した板厚中心部における底面（（０００２）面）の集合組織の相対強度が７．１以下にランダム化された結晶方位分布を有し、前記集合組織が、未再結晶組織、或いは平均結晶粒径が５０μｍ以下の再結晶組織である、請求項１４に記載のマグネシウム合金板材。

【請求項１６】

前記元素として、ジルコニウムを０．２～３質量％含有し、Ｘ線回折（シュルツの反射法）によって測定した板厚中心部における底面（（０００２）面）の集合組織の相対強度が７．１以下にランダム化された結晶方位分布を有し、前記集合組織の平均結晶粒径が５０μｍ以下である、請求項１４に記載のマグネシウム合金板材。

【請求項１７】

前記元素として、希土類元素の内１種類以上の元素を合計０．１～３質量％含有し、Ｘ線回折（シュルツの反射法）によって測定した板厚中心部における底面（（０００２）面）の集合組織の相対強度が５．７以下にランダム化された結晶方位分布を有し、前記集合組織が、未再結晶組織、或いは平均結晶粒径が５０μｍ以下の再結晶組織である、請求項１４に記載のマグネシウム合金板材。

【請求項１８】

前記希土類元素が、セリウム、イットリウム又はガドリニウムである、請求項１７に記載のマグネシウム合金板材。

【請求項１９】

前記元素として、カルシウムを０．０５～３質量％含有し、Ｘ線回折（シュルツの反射法）によって測定した板厚中心部における底面（（０００２）面）の集合組織の相対強度が４．５以下にランダム化された結晶方位分布を有し、前記集合組織が、未再結晶組織、或いは平均結晶粒径が５０μｍ以下の再結晶組織である、請求項１４に記載のマグネシウム合金板材。

【請求項２０】

請求項１４～１９のいずれか１項に記載のマグネシウム合金板材を用いたプレス成形体。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【０００１】

本発明は、例えば、制振性能に優れ、航空・宇宙部材、精密機械部材、電子機器部材、

輸送機器部材等の幅広い分野で利用可能なマグネシウム合金板材の製造方法並びにマグネシウム合金板材及びそれを用いたプレス成形体に関するものであり、更に詳しくは、Ｍ１合金をはじめとする制振マグネシウム合金において、量産性を念頭に圧延条件及び熱処理条件を工夫することによって、圧延板の集合組織（結晶方位分布）を制御して可能な限りランダムな集合組織とすることで得られる、室温プレス成形が可能な制振性能に優れるマグネシウム合金板材及びその製造方法並びにそれを用いたプレス成形体に関するものである。

【背景技術】

【０００２】

従来、音響関係に限らず、各種機器に関して、機器の高速化や高信頼性を実現する上で振動を制御することが不可欠となる場合が少なくない。また、振動は、しばしば生活環境の悪化を招くため、疎かにできないものとなっている。一方、省エネルギー及びCO_2削減の観点から、主に、輸送機器に対する軽量化が強く要求されている現状がある。こうした振動への対策と軽量化を同時に解決し得る材料として、マグネシウム合金（Ｍｇ合金）に大きな期待が寄せられている。

【０００３】

マグネシウム（Ｍｇ）が優れた制振性能を有することはよく知られているところであるが、機械的特性や加工性を向上させるためにマグネシウムとＡｌやＺｎとの合金化を進めると、合金成分の添加量の増加に伴って制振性能が低下するという問題があった。例えば、ＡＺ３１合金の内部摩擦は純マグネシウムの３０％に満たない。これは、マグネシウム合金の制振メカニズムが転位型であり、固溶元素濃度の増加とともに、制振機構が著しく低下するためである。一般に、マグネシウム合金において、内部摩擦を純マグネシウムの５０％以上に維持するためには、マグネシウムの純度が概ね９９質量％以上であることが必要となる。

【０００４】

制振性能に優れる代表的なマグネシウム合金としては、マグネシウムに０．５～１．０質量％のＺｒを添加したＭｇ－Ｚｒ合金が知られている（例えば、非特許文献１）。また、マグネシウムに１～１．５質量％のマンガンを添加したＭ１合金は、純マグネシウムの６０％以上の内部摩擦特性を有するマグネシウム合金として知られている。Ｍｇ－Ｚｒ合金やＭ１合金が高い制振性能を保持する理由は、室温ではＺｒやＭｎがマグネシウムに僅かしか固溶しないためである。なお、ＺｒやＭｎ以外にも、室温におけるマグネシウムへの固溶限が１質量％未満の元素（イットリウム、セリウム、ガドリニウムなど）を添加したマグネシウム合金は制振合金となり得ることとなる。

【０００５】

一方、制振マグネシウム合金に限らず、マグネシウム合金が広く実用化されるためには、コスト面で室温プレス成形できるレベルまで成形性を改善することが不可欠とされている。プレス成形用展伸材は、鋳造材に比して強度特性に優れ信頼性が格段に高まることから、室温プレス成形によって低コスト化が実現した場合の潜在的需要はかなり大きいとみられている。そのため、マグネシウム合金の成形性を改善する試みが昨今活発である。

【０００６】

これまでに、室温プレス成形可能なマグネシウム合金として、Ｍｇ－Ｌｉ合金が開発されている。しかし、Ｍｇ－Ｌｉ合金には室温で１質量％以上のＬｉが固溶しており、制振性が期待できない上に、高価で強度や耐食性に劣るため実用的とはいえない（例えば、特許文献１）。一方、ＡＺ系合金（Ｍｇ－Ａｌ－Ｚｎ系合金）に対しては、加工工程を工夫することでプレス成形性の大幅な向上が実現されている（例えば、特許文献２、特許文献３）。しかしながら、このＡＺ系合金は、上述したように合金成分の添加量の増加に伴って制振特性が大きく低下するという問題があり、制振材料とはなり難い。

【先行技術文献】

【特許文献】

【０００７】

【特許文献１】特開２００３－２２６９２９号公報
【特許文献２】特開２０１０－７０８２１号公報
【特許文献３】特開２０１０－１３３００５号公報
【非特許文献】
【０００８】
【非特許文献１】制振材料－田中良平編、日本規格協会（１９９２）ｐ．２１８
【非特許文献２】アルミニウムハンドブック（第４版）、軽金属協会編、軽金属協会発行（１９８９）ｐ．９８
【非特許文献３】Ｙ．Ｃｈｉｎｏ，Ｈ．ｌｗａｓａｋｉ ａｎｄ Ｍ．Ｍａｂｕｃｈｉ：Ｍａｔｅｒ．Ｓｃｉ．Ｅｎｇ．Ａ，Ｖｏｌ．４６６（２００７）ｐ．９０
【発明の概要】
【発明が解決しようとする課題】
【０００９】
このように、これまで、室温プレス成形可能な制振性能に優れるマグネシウム合金を安価に供給することが期待されているが、前述したようにマグネシウム合金の制振性能は添加元素の増加に伴って低下する傾向があるため、制振性能を優先すれば合金化による成形性の向上は、通常、期待できない。
【００１０】
このような状況の中で、本発明者等は、最初に、予備実験として、マグネシウムに１．５質量％のマンガンを添加したＭ１合金に対し、易成形性ＡＺ系合金の製造方法として提唱されている先行技術（特許文献２及び３）に従って圧延板を作製し、その集合組織と室温エリクセン値を測定した。その結果、それらの方法では、従来の方法と比べて成形性がある程度改善される（室温エリクセン値が概ね３から５になる）ものの、アルミニウム合金に近い室温エリクセン値６以上の達成は期待できないことが明らかとなった。
【００１１】
これには、Ｍ１合金が、マグネシウムへの固溶元素濃度がＡＺ系合金に比べて低いために異常粒成長が容易に生じること、また、圧延によって結晶底面が圧延面から傾斜した領域が生じても安定性に乏しく、最終焼鈍によって結晶底面が圧延面に平行な結晶に吸収され易いことが原因していると推察された。上述した、室温におけるマグネシウムへの固溶限が１質量％未満の元素を０．０５～３質量％添加したマグネシウム合金においても、同様のことが生じることが確認されている。
【００１２】
本発明は、Ｍ１合金をはじめとする制振マグネシウム合金において、量産性を念頭に圧延条件及び熱処理条件を工夫することによって、圧延板の集合組織（結晶方位分布）を制御して可能な限りランダムな集合組織とすることで得られる、室温プレス成形が可能な制振性能に優れるマグネシウム合金板材及びその製造方法並びにそれを用いたプレス成形体を提供することを課題とするものである。
【課題を解決するための手段】
【００１３】
本発明者等は、上記課題を解決することを目標として、Ｍ１合金をはじめとする制振マグネシウム合金において、異常粒成長を抑えつつ圧延時に結晶底面が傾斜する領域を増やし、更に、その領域が焼鈍後にも保持されるように、圧下率、圧延前の焼鈍温度と時間、圧延温度、及び圧延後の焼鈍温度と時間について詳細な検討を行った結果、室温成形性が著しく高まる条件があることを見出し、更に研究を重ねて、本発明を完成するに至った。
【００１４】
上記課題を解決するための本発明は、以下の技術的手段から構成される。
（１）室温におけるマグネシウムへの固溶限が１質量％未満の元素を０．０５～３質量％含有し、残部がＭｇ及び不可避不純物からなるマグネシウム合金板を素材に用いて、平均結晶粒径が２０～１００μｍとなる所定の条件で焼鈍（圧延前焼鈍）した上で温間圧延する一連の工程を１つの圧延サイクルとし、該圧延サイクルを１回或いは複数回繰り返すこ

とにより、結晶方位分布をランダム化させ、室温成形性に優れたマグネシウム合金板材を得ることを特徴とするマグネシウム合金板材の製造方法。
（２）前記元素として、マンガンもしくはジルコニウムを０．２～３質量％含有するか、希土類元素の内１種類以上の元素を合計０．１～３質量％含有するか、又は、カルシウムを０．０５～３質量％含有し、残部がＭｇ及び不可避不純物からなるマグネシウム合金板を素材に用いる、前記（１）に記載のマグネシウム合金板材の製造方法。
（３）前記希土類元素が、セリウム、イットリウム又はガドリニウムである、前記（２）に記載のマグネシウム合金板材の製造方法。
（４）前記焼鈍（圧延前焼鈍）では、被圧延材を４７０～５４０℃まで１０分以内で昇温し、引き続き、１０～３０分（４７０℃以上４９０℃未満の場合）、２～２０分（４９０℃以上５１０℃未満の場合）、１～１０分（５１０℃以上５３０℃未満の場合）、２分以下（５３０℃以上５４０℃以下の場合）保持する、前記（１）～（３）のいずれか１項に記載のマグネシウム合金板材の製造方法。
（５）前記温間圧延では、圧延中の被圧延材の実温度が１００～２５０℃となるように、その被圧延材を１００～４００℃に加熱し、ロールを室温～２００℃に加熱する、前記（１）～（４）のいずれか１項に記載のマグネシウム合金板材の製造方法。
（６）前記圧延サイクル１回当たりの温間圧延の圧下率を、１パス或いは複数パスの合計で１６～３０％とする、前記（１）～（５）のいずれか１項に記載のマグネシウム合金板材の製造方法。
（７）最終の前記圧延サイクルの後、１５０℃～４００℃に昇温して仕上げ焼鈍を施し、蓄積された転位を回復させるか、或いは平均結晶粒径が５０μｍ以下の再結晶組織とし、同時に結晶方位分布のランダム化を促進させることにより、室温成形性に優れたマグネシウム合金板を得る、前記（１）～（６）のいずれか１項に記載のマグネシウム合金板材の製造方法。
（８）マンガンを０．２～３質量％含有し、残部がＭｇ及び不可避不純物からなるマグネシウム合金板を素材に用いて、平均結晶粒径が２０～１００μｍとなる所定の条件で焼鈍（圧延前焼鈍）した上で温間圧延する一連の工程を１つの圧延サイクルとし、該圧延サイクルを１回或いは複数回繰り返した後に仕上げ焼鈍をして、蓄積された転位を回復させた組織とするか、或いは平均結晶粒径が５０μｍ以下の再結晶組織とし、同時に結晶方位分布をランダム化させることにより、室温成形性に優れたマグネシウム合金板材を得ることを特徴とするマグネシウム合金板材の製造方法。
（９）前記焼鈍（圧延前焼鈍）では、被圧延材を４７０～５４０℃まで１０分以内で昇温し、引き続き、１０～３０分（４７０℃以上４９０℃未満の場合）、２～２０分（４９０℃以上５１０℃未満の場合）、１～１０分（５１０℃以上５３０℃未満の場合）、２分以下（５３０℃以上５４０℃以下の場合）保持する、前記（８）に記載のマグネシウム合金板材の製造方法。
（１０）前記温間圧延では、圧延中の被圧延材の実温度が１００～２５０℃となるように、その被圧延材を１００～４００℃に加熱し、ロールを室温～２００℃に加熱する、前記（８）又は（９）に記載のマグネシウム合金板材の製造方法。
（１１）前記圧延サイクル１回当たりの温間圧延の圧下率を、１パス或いは複数パスの合計で１６～３０％とする、前記（８）～（１０）のいずれか１項に記載のマグネシウム合金板材の製造方法。
（１２）最終の前記圧延サイクルの後、１５０℃～４００℃に昇温して仕上げ焼鈍を施す、前記（８）～（１１）のいずれか１項に記載のマグネシウム合金板材の製造方法。
（１３）室温エリクセン値が６以上の室温成形性に優れたマグネシウム合金板材を得る、前記（１）～（１２）のいずれか１項に記載のマグネシウム合金板材の製造方法。
（１４）室温におけるマグネシウムへの固溶限が１質量％未満の元素を０．０５～３質量％含有し、残部がＭｇ及び不可避不純物からなるマグネシウム合金板材であって、室温エリクセン値が６以上であることを特徴とするマグネシウム合金板材。
（１５）前記元素として、マンガンを０．２～３質量％含有し、Ｘ線回折（シュルツの反

射法）によって測定した板厚中心部における底面（（０００２）面）の集合組織の相対強度が７．１以下にランダム化された結晶方位分布を有し、前記集合組織が、未再結晶組織、或いは平均結晶粒径が５０μｍ以下の再結晶組織である、前記（１４）に記載のマグネシウム合金板材。
（１６）前記元素として、ジルコニウムを０．２～３質量％含有し、Ｘ線回折（シュルツの反射法）によって測定した板厚中心部における底面（（０００２）面）の集合組織の相対強度が７．１以下にランダム化された結晶方位分布を有し、前記集合組織の平均結晶粒径が５０μｍ以下である、前記（１４）に記載のマグネシウム合金板材。
（１７）前記元素として、希土類元素の内１種類以上の元素を合計０．１～３質量％含有し、Ｘ線回折（シュルツの反射法）によって測定した板厚中心部における底面（（０００２）面）の集合組織の相対強度が５．７以下にランダム化された結晶方位分布を有し、前記集合組織が、未再結晶組織、或いは平均結晶粒径が５０μｍ以下の再結晶組織である、前記（１４）に記載のマグネシウム合金板材。
（１８）前記希土類元素が、セリウム、イットリウム又はガドリニウムである、前記（１７）に記載のマグネシウム合金板材。
（１９）前記元素として、カルシウムを０．０５～３質量％含有し、Ｘ線回折（シュルツの反射法）によって測定した板厚中心部における底面（（０００２）面）の集合組織の相対強度が４．５以下にランダム化された結晶方位分布を有し、前記集合組織が、未再結晶組織、或いは平均結晶粒径が５０μｍ以下の再結晶組織である、前記（１４）に記載のマグネシウム合金板材。
（２０）前記（１４）～（１９）のいずれか１項に記載のマグネシウム合金板材を用いたプレス成形体。
【００１５】
次に、本発明について更に詳細に説明する。
本発明は、室温におけるマグネシウムへの固溶限が１質量％未満の元素を０．０５～３質量％含有し、残部がＭｇ及び不可避不純物からなるマグネシウム合金板を素材に用いて、マグネシウム合金の異常粒成長を抑えつつ、圧延時に結晶底面が傾斜する領域を増やし、更に、その領域が焼鈍後にも保持されるように、圧下率、圧延前の焼鈍温度と時間、圧延温度、及び圧延後の焼鈍温度と時間について詳細な検討を行った結果、室温成形性が著しく向上する条件があることを見出してなされたものである。
【００１６】
本発明のマグネシウム合金板材の製造方法は、上記マグネシウム合金板を素材に用いて、平均結晶粒径が２０～１００μｍとなる所定の条件で焼鈍（圧延前焼鈍）した上で温間圧延する一連の工程を１つの圧延サイクルとして、該圧延サイクルを１回或いは複数回繰り返すことにより、結晶方位分布をランダム化させ、室温成形性に優れたマグネシウム合金板材を得ることを特徴とするものである。或いは、本発明のマグネシウム合金板材の製造方法は、上述の一連の工程から成る圧延サイクルを１回或いは複数回繰り返した後に仕上げ焼鈍をして、蓄積された転位を回復させるか、或いは平均結晶粒径が５０μｍ以下の再結晶組織とし、同時に結晶方位分布をランダム化させることにより、室温成形性に優れたマグネシウム合金板材を得ることを特徴とするものである。
【００１７】
また、本発明は、室温におけるマグネシウムへの固溶限が１質量％未満の元素を０．０５～３質量％含有し、残部がＭｇ及び不可避不純物からなるマグネシウム合金板材であって、Ｘ線回折（シュルツの反射法）によって測定した板厚中心部における底面（（０００２）面）集合組織の相対強度が従来材に比して有意に低い（マンガンもしくはジルコニウム添加合金系の場合で７．１以下、セリウム、イットリウム或いはガドリニウム添加合金系の場合で５．７以下、カルシウム添加合金系の場合で４．５以下）ランダム化された組織を有し、その組織が、未再結晶組織、或いは平均結晶粒径が５０μｍ以下の再結晶組織であることを特徴とするものである。
【００１８】

また、本発明は、上記製造方法で製造された室温におけるマグネシウムへの固溶限が１質量％未満の元素を０．０５～３質量％含有し、残部がＭｇ及び不可避不純物からなるマグネシウム合金板材を用いたプレス成形体であることを特徴とするものである。該プレス成形体は、底面（（０００２）面）集合組織の相対強度を低下させたランダム化された組織を有する上記マグネシウム合金板材からなるため、比強度、比剛性及び制振性に優れている。

【００１９】

以下に、本発明で規定したマグネシウム合金板材の合金成分、製造方法、及びマグネシウム合金板材の有する特性値について具体的に説明する。本発明に適用されるマグネシウム合金は、同類と類推されるものを含めて一括して記述すれば、室温におけるマグネシウムへの固溶限が１質量％未満の元素を０．０５～３質量％含有し、残部がＭｇ及び不可避不純物からなる化学組成を有するものである。一方、実施例に基づき個別に記述すれば、本発明に適用されるマグネシウム合金は、マンガンもしくはジルコニウムを０．２～３質量％含有するか、希土類元素（セリウム、イットリウム、ガドリニウムの内１種類以上の元素）を合計０．１～３質量％含有するか、又は、カルシウムを０．０５～３質量％含有し、残部がＭｇ及び不可避不純物からなる化学組成を有するものである。

【００２０】

マンガン、ジルコニウム、希土類元素、及びカルシウムは、マグネシウムの高い制振性能を大きく損なうことなく、マグネシウム合金板材の強度特性を向上させる数少ない元素である。しかし、これら元素の含有量が上述した下限値に満たない場合は、強度特性に劣るだけでなく、純マグネシウム並に底面（（０００２）面）集合組織が強くなるため、成形性が著しく低くなる。一方、これら元素の含有量が上述した上限値を超える場合は、延性が著しく悪化する。以上のことから、上述した合金系において、制振性、強度特性、成形性を高度に共存させるためには、マンガン或いはジルコニウムのケースで０．２～３質量％、希土類元素のケースで０．１～３質量％、カルシウムのケースで０．０５～３質量％添加することが好ましい。

【００２１】

圧延前焼鈍は、平均結晶粒径が２０～１００μｍとなる所定の条件で実施し、その後の圧延によって、できるだけ多くの変形双晶を生じさせることを目的としている。これは、双晶によって元の結晶に対して方位が大きく異なる結晶が形成されるので、変形双晶を生じさせるだけ結晶方位分布のランダム化が期待できるためである。Ｍ１合金等において、圧延による変形双晶の生成条件を調査した結果によれば、平均結晶粒径が２０μｍ以上になると、上記ランダム化が顕著になることが判明している。また、焼鈍温度が高過ぎるケースにおいては、結晶粒の粗大化すなわち平均結晶粒径が１００μｍを超えたことが影響したとみられる成形性の低下が生じる。なお、平均結晶粒径が１００μｍを超えるケースでは、異常粒成長を伴うことが多く、所望の最終製品を得ることが難しくなる。

【００２２】

マンガンもしくはジルコニウムを０．２～３質量％含有するか、又は、希土類元素（セリウム、イットリウム、ガドリニウムの内１種類以上の元素）を合計０．１～３質量％含有するか、或いは、カルシウムを０．０５～３質量％含有するマグネシウム合金の場合、結晶粒径の成長制御を容易とするために４７０～５４０℃まで１０分以内の短時間で昇温することが好ましく、例えば、４７０℃以上４９０℃未満の場合は１０～３０分の保持時間で結晶粒径を２０～１００μｍに正常成長させることができる。

【００２３】

同様に、４９０℃以上５１０℃未満の場合は２～２０分の保持時間、５１０℃以上５３０℃未満の場合は１～１０分の保持時間、５３０℃以上５４０℃以下の場合は２分以下の保持時間が好ましいという結果を得ている。ただし、５４０℃を超えて昇温すると、意図して保持しなくても、異常粒成長が認められるので、適当ではない。なお、焼鈍温度を４７０℃未満とした場合には、必要とする保持時間が長くなるため生産性の点で好ましくない。

【００２４】
また、昇温時間が長すぎると、異常粒成長することがあるので、短時間（１０分以内）の昇温が好ましい。このような短時間で昇温するには、使用する加熱炉の温度を１０～２０℃高めに設定しておく方法が適用できる。
【００２５】
焼鈍後の圧延において、できるだけ多くの変形双晶を生じさせるためには、圧延中の被圧延材である試料（マグネシウム合金板）の実温度を２５０℃以下とすることが好ましい。圧延中の試料の実温度が２５０℃を超えるケースでは、圧延面に平行な底面配向を持つ動的再結晶が優先的に生じて変形双晶の生成が抑制され易く、強い底面（（０００２）面）集合組織を生成し易くなる。一方、圧延中の試料の実温度を１００℃未満とするケースでは、結晶方位の分布は良好であるものの耳割れや表面亀裂を生じ易くなる。なお、圧延中に試料の実温度を測定することは実用上困難と推量されるため、本発明における実温度は、圧延時における試料の加熱温度とロールの加熱温度の中間温度を意味するものとする。
【００２６】
圧延において、温間圧延の状態に保つには、例えば試料の圧延温度を１００～２５０℃に保つには、ロール表面と試料を１００～２５０℃の同じ温度に加熱する均熱圧延が最も管理し易い。一方、潤滑剤の耐熱温度やロールヒーターの有無等の関係から、ロール表面を試料と同じ温度まで加熱できない場合は、その分の補償として試料の加熱温度を高くすることで耳割れや表面亀裂を避けることが可能である。ただし、動的再結晶の発生を極力排除するために、試料の加熱温度は４００℃以下とすることが好ましい。
【００２７】
このように、温間圧延においては、まず試料の温度を設定し、該試料の温度との関係を考慮してロールを室温～２００℃に加熱し、圧延温度を好適に制御することが好ましい。温間圧延は、圧延前焼鈍の後、所定の温度まで素早く冷却した直後に実施するのが効率的であるが、それに限定されるものではない。例えば、一旦、室温まで冷却し、その後、所定の温度に加熱して実施しても差し支えない。ここで、本発明における温間圧延とは、「被圧延材であるマグネシウム合金において、圧延中に、再結晶や粒成長は無いか僅かであり、主にマイクロクラックが発生しないレベルの回復が生じるような条件下での圧延」を意味するものであり、具体的な温度数値によって限定されるものではない。
【００２８】
最終の圧延サイクルの後、ＡＺ系マグネシウム合金の場合には、通常、再結晶を伴う３００℃以上で仕上げ焼鈍が実施される。これは、変形組織のままでは、延性や成形性が大きく劣るためである。ところが、Ｍ１合金等にあっては、必ずしも再結晶組織である必要はなく、最終的な結晶方位分布が一定以上にランダム化されたものでは、圧延したままであっても室温エリクセン値６以上の高い成形性が発揮される。
【００２９】
しかしながら、圧延したままでは少なからず圧延中に蓄積される歪みの影響を受けるので、適切な仕上げ焼鈍を実施した方が室温エリクセン値が向上する場合が多い。よって、延性や成形性を極大化するためには、仕上げ焼鈍することが好ましい。但し、再結晶組織となるケースでは、結晶粒が粗大化し易く、これに伴って成形性が低下することに留意する必要がある。
【００３０】
仕上げ焼鈍を実施する際の条件は、再結晶しない１５０～２００℃の焼鈍温度とする場合には、１２０分以上保持して蓄積された転位を十分に回復させた組織とすることであるが、再結晶を伴う場合には、６０分以上（２００℃以上２５０℃未満の場合）、２０分以上（２５０℃以上３００℃未満の場合）、５分以上（３００℃以上３５０℃未満の場合）として、４００℃以下の焼鈍温度とすることが好ましい。更には、３５０℃以上の焼鈍温度とする場合には、５０μｍを超えて粒成長させないために、保持時間を長くし過ぎないことが重要であり１８０分以下の保持時間とすることが好ましい。なお、仕上げ焼鈍条件

が組織や成形性に及ぼす影響については、後記する実施例で具体的に説明する。

【００３１】

圧延において、１パス当たりの圧下率（パス圧下率）については、高くした方が試料内部の変形応力が大きくなるので双晶の形成を促すと考えられ、また、圧延のパス数を少なくできるので効率的である。しかしながら、パス圧下率が高い分、試料に大きな負荷がかかるため変形帯での亀裂の発生や耳割れの拡大を生じ易い。そこで、亀裂や耳割れが発生する条件について詳細に検討した結果、パス圧下率３０％以下が好ましいことが分かった。

【００３２】

一方、パス圧下率の下限に関しては、双晶の形成が十分となる１６％以上が好ましいとの結論が得られた。なお、パス圧下率の大きい１パスの代わりに圧下率を小さくした複数パスとした場合でも１回の圧延サイクル中の合計圧下率が１６～３０％であれば同等の効果が期待できる。パス圧下率が組織や成形性に及ぼす影響については、後記する実施例で具体的に説明する。

【００３３】

マグネシウム合金板材と比較されることの多いアルミニウム合金板材の室温エリクセン値は、５０８３のＯ材で８．３、また、６０６１のＴ４材で９．２と報告されている（非特許文献２参照）。マグネシウム合金板材については、ＡＺ系の一般的なデータとして２．０～５．０との報告がある（非特許文献３参照）。

【００３４】

本発明の製造方法によれば、マグネシウム合金板材において、Ｘ線回折（シュルツの反射法）によって測定した板厚中心部における底面（（０００２）面）集合組織の相対強度を、マンガンもしくはジルコニウム添加マグネシウム合金のケースで７．１以下に、希土類元素添加マグネシウム合金のケースで５．７以下に、カルシウム添加マグネシウム合金のケースで４．５以下にランダム化することが可能である。その効果として、本発明の製造方法によれば、室温エリクセン値を６以上とすることができ、一般的なＡＺ系合金板材を凌ぐ室温成形性が付与されたマグネシウム合金板材を得ることができる。更に、室温エリクセン値が７以上を示し、前記アルミニウム合金板材に肉薄する性能を有するマグネシウム合金板材を得ることも可能である。

【００３５】

ここで、「相対強度」とは、シュルツの反射法によって測定された回折強度を規格化したものである。本発明においてはすべて、被験試料自身の強度データを用いた内部規格を適用した。別の方法として、外部データ、例えば、マグネシウム合金粉末による測定データを基準とするものがあるが、両者の結果に有意な相違がないことは確認済みである。内部規格、外部規格の詳細な定義については、例えば、ＲＩＧＡＫＵ　Ｘ線マニュアル、Ｗｉｎｄｏｗｓ（登録商標）版　Ｃａｔ．Ｎ０．９２５８Ｊ１０２／Ｐ１０１、ＲＩＮＴ２０００／ＰＣソフトウェア　正極点分析（ｖｅｒ．２．０）取扱説明書Ｍａｎｕａ１　Ｎｏ．ＭＪ１３２０３Ｂ０５に説明がある。

【００３６】

圧延前焼鈍から温間圧延に至る工程を１つの圧延サイクルとし、その圧延サイクルを何回適用するかに関しては、１回だけでもある程度有効であることを確認している。圧延サイクルはその適用回数を多くすることが好ましく、より高い室温エリクセン値を得ることができる。ここで、圧延サイクルを３回続けて適用した場合の各圧延サイクル毎の板厚中心部における底面（（０００２）面）集合組織の変化を、Ｍ１合金のケースを例として図１に示した。

【００３７】

圧延直後の底面（（０００２）面）集合組織の相対強度は、圧延サイクル１回目で５．３を示し、続く２回目では相対強度に変化はなかったが、明確なダブルピークを示した。そして、圧延サイクル３回目には相対強度が６．２まで上昇したものの、ピーク位置の傾斜角が僅かながら大きくなったことで、その分、底面（（０００２）面）集合組織は弱ま

ったと解釈できる。一方、圧延前焼鈍の前後の変化をみてみると、圧延サイクル１回目の後が５．３から６．５に、２回目の後が５．３から５．５に上昇したが、３回目の後には６．２から５．８に低下しており、明らかに異なる挙動がみられた。よって、高い成形性を示すものは焼鈍時の昇温によって相対強度が低下する傾向があり、同様の傾向を示すことが、成形性改善における重要な指標となる。

【００３８】

図１の結果から、本発明では、圧延前焼鈍の後に温間圧延する工程（圧延サイクル）を１回適用することによっても一定の効果を得ることができるが、２回以上適用することが好ましい。また、本発明で提供されるマグネシウム合金板材には、圧延したまま（圧延まま と記載することがある）のケースと仕上げ焼鈍を加えたケースがあり、更には、仕上げ焼鈍の条件によって、加工組織を多く有する場合、再結晶組織を多く有する場合、両組織を均等に有する場合がある。加工組織が優位であると、再結晶組織が優位である場合に比べて強度が高く、成形後に適宜熱処理することで組織の均質化や異方性の低減等を図ることもできるので、好都合なこともある。

【００３９】

また、本発明の製造方法を用いて製造したマグネシウム合金板材の制振性能評価として、片持ち式横振動法による内部摩擦測定を行った結果、調査した範囲において、集合組織の違いによる内部摩擦の有意な差は確認されなかった。また、再結晶組織と加工組織の比較においても、内部摩擦の差は僅かであり、しかも仕上げ焼鈍により解消されることが確認された。

【００４０】

本発明者等は、Ｍｇ－１．５質量％Ｍｎ合金（Ｍ１合金）、Ｍｇ－０．５質量％Ｍｎ合金、Ｍｇ－１．０質量％Ｍｎ合金、Ｍｇ－０．６質量％Ｚｒ合金、Ｍｇ－０．１質量％Ｃａ合金、Ｍｇ－０．２質量％Ｙ合金、Ｍｇ－０．２質量％Ｃｅ合金、並びに、Ｍｇ－０．２質量％Ｇｄ合金に着目し、それらからなるマグネシウム合金板を素材に用いて、圧延条件と熱処理条件の様々な検討を行った。

【００４１】

その結果、具体的には、素材となるマグネシウム合金板を４７０～５４０℃まで加熱・焼鈍して平均結晶粒径を２０～１００μｍとし、それを実温度１００～２５０℃の範囲内において合計圧下率で１６～３０％の圧延をするという、圧延前焼鈍の後に温間圧延する工程（圧延サイクル）を、１回、好ましくは複数回繰り返す製造方法を確立するとともに、その後、必要に応じ１５０～４００℃で焼鈍して仕上げる製造方法についても確立した。

【００４２】

これにより、Ｘ線回折（シュルツの反射法）によって測定した底面（（０００２）面）集合組織の相対強度を従来材よりも低下させる（ＭｎもしくはＺｒ添加合金の場合で７．１以下、希土類元素添加合金の場合で５．７以下、Ｃａ添加合金の場合で４．５以下）ことができ、室温エリクセン値が６以上の制振性に優れたマグネシウム合金板材が得られることが分かった。

【００４３】

したがって、本発明によれば、Ｍ１合金のようなマグネシウムの純度が比較的高い合金において、圧延前焼鈍の後に温間圧延する工程（圧延サイクル）を適宜繰り返し、必要に応じ仕上げ焼鈍する一連の工程を適用し、それらの温度と時間を制御することで、結晶方位分布をランダム化し、その結果、アルミニウム合金に匹敵する室温成形性を実現することができることが分る。

【００４４】

上述したように、従来技術における問題点（課題）として、以下の事項がある。すなわち、軽量制振材料として、Ｍｇ－Ｚｒ合金とＭｇ－Ｍｎ合金（Ｍ１合金）が知られているが、これらの合金は成形性に乏しいことが問題となっている。マグネシウム合金板材の成形性の改善についてはＭｇ－Ｌｉ合金板材やＡＺ系合金板材を対象とした先行技術がある

が、それらの合金板材は制振性に劣るという問題があり、ＡＺ系合金板材に対する成形性改善技術では、Ｍ１合金板材の成形性は改善しない。

【００４５】

これに対して、本発明によれば、例えば、マンガン、ジルコニウム、セリウム等の希土類元素、並びにカルシウム等の、室温におけるマグネシウムへの固溶限が１質量％未満の元素を０．０５～３質量％含有し、残部がＭｇ及び不可避不純物からなるマグネシウム合金板を素材に用いて、平均結晶粒径が２０～１００μｍとなる所定の条件で焼鈍した上で温間圧延する工程を１サイクル或いは複数サイクル繰り返した後、必要に応じ仕上げ焼鈍して蓄積された転位を回復させた組織とするか、或いは平均結晶粒径が５０μｍ以下の再結晶組織とし、同時に結晶方位分布をランダム化させることにより、Ｘ線回折（シュルツの反射法）によって測定した板厚中心部における底面（（０００２）面）集合組織の相対強度が従来材に比して有意に低い（マンガンもしくはジルコニウム添加合金系の場合で７．１以下、希土類元素添加合金系の場合で５．７以下、カルシウム添加合金系の場合で４．５以下）ランダム化された組織を有する、成形性に優れたマグネシウム合金板材を製造することができる。そして、本発明の応用分野としては、制振性が必要とされる各種筐体や輸送機器部材への適用が例示される。

【発明の効果】

【００４６】

本発明により、次のような効果が奏される。

（１）室温におけるマグネシウムへの固溶限が１質量％未満の元素を０．０５～３質量％含有し、残部がＭｇ及び不可避不純物からなるマグネシウム合金板材の集合組織（結晶方位分布）をランダム化することができ、これにより内部摩擦が純マグネシウムの５０％以上で、室温エリクセン値が６以上の優れた室温成形性を有する制振性に優れるマグネシウム合金板材を提供することができる。

（２）このことにより、例えば、航空・宇宙用部材、精密機械部材、電子機器部材、輸送機器部材等の幅広い分野で利用されることが期待できる、低コストで制振性に優れたマグネシウム合金板材からなるプレス成形体を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【００４７】

【図１】本発明に基づく圧延前焼鈍の後に温間圧延する工程（圧延サイクル）を、３回繰り返した場合の、板厚中心部における底面（（０００２）面）集合組織の変化を例示した。対象は実施例３の製造過程中に当たる。

【図２】本発明に基づいて製造した実施例１４と、先行技術に基づいて製造した比較例１の、仕上げ焼鈍後の光学顕微鏡組織と板厚中心部における底面（（０００２）面）集合組織を示した。

【図３】実施例１、２及び比較例５のデータを用いて、圧延前の焼鈍温度と、最終的に得られた試料の室温エリクセン値及び底面（（０００２）面）集合組織の相対強度との関係を示した。実施例１、２及び比較例５は、パス圧下率３０％、圧延時の試料加熱温度２５０℃、ロール温度１００℃、圧延サイクルの繰り返し３回、仕上げ焼鈍２００℃・１２０分の共通条件のもと、圧延前の焼鈍温度のみ変えて作製されたものである（焼鈍時間２分）。

【図４】実施例３、６～８、１４、１５のデータを用いて、圧延時の試料加熱温度と、最終的に得られた試料の室温エリクセン値及び底面（（０００２）面）集合組織の相対強度との関係を示した。実施例３、６～８、１４、１５は、圧延前焼鈍５００℃・２分、パス圧下率２４％、ロール温度１００℃、圧延サイクルの繰り返し４回、仕上げ焼鈍２００℃・１２０分の共通条件のもと、圧延時の試料加熱温度のみ変えて作製されたものである。

【図５】実施例８～１３のデータを用いて、仕上げ焼鈍温度（焼鈍時間１２０分）と、最終的に得られた試料の室温エリクセン値及び底面（（０００２）面）集合組織の相対強度との関係を示した。実施例８～１３は、圧延前焼鈍５００℃・２分、パス圧下率２４％、圧延時の試料加熱温度２００℃、ロール温度１００℃、圧延サイクルの繰り返し４回の共

通条件のもと、仕上げ焼鈍温度のみ変えて作製されたものである。
【図６】実施例２、８、１６のデータを用いて、パス圧下率と、最終的に得られた試料の室温エリクセン値及び底面（（０００２）面）集合組織の相対強度との関係を示した。実施例２、８、１６は、圧延前焼鈍６００℃、２分、圧延時の試料加熱温度２５０℃、ロール温度１００℃、仕上げ焼鈍２００℃・１２０分の共通条件のもと、パス圧下率のみ変えて作製されたものであり、同様に、実施例３、１７、１８のデータも併せて掲載した。これらは、圧延時の試料加熱温度を１５０℃としたグループである。
【図７】実施例３、１９～２１のデータを用いて、本発明を適用した圧延サイクルの繰り返し回数と、最終的に得られた試料の室温エリクセン値及び底面（（０００２）面）集合組織の相対強度との関係を示した。実施例３、１９～２１は、圧延前焼鈍５００℃・２分、パス圧下率２４％、圧延時の試料加熱温度１５０℃、ロール温度１００℃、仕上げ焼鈍２００℃・１２０分の共通条件のもと、圧延サイクル数のみ変えて作製されたものである。トータルの圧延パス数を４パスとし、不足する部分は前もって熱間による予圧延を実施した。
【図８】実施例３と比較例８のエリクセン試験後の試料写真を例示した。
【図９】圧延材の光学顕微鏡による組織写真を示した。（Ｂ）の写真が実施例３に、（Ｃ）の写真が実施例２３に該当する。
【発明を実施するための形態】
【００４８】
次に、本発明を実施例に基づいて具体的に説明するが、本発明は、これらの実施例によって何ら限定されるものではない。なお、以降の説明において、「底面集合組織」は特に断りのない限り（０００２）面集合組織を意味する。
【００４９】
以下の説明において、Ｍ１合金に関連した本発明の代表的な実施例及び比較例（実施例１～２４、比較例１～１０）について、それらの製造条件（予圧延の条件、１回の圧延サイクルにおける圧延前焼鈍条件及び圧延条件、圧延サイクル数、仕上げ焼鈍条件）を表１に示した。また、最終圧延パス前の圧延前焼鈍後と仕上げ焼鈍後の平均結晶粒径、並びに仕上げ焼鈍後の試料で得られた「室温エリクセン値」と「底面集合組織の相対強度」を表２に記載した。
【００５０】
同様に、Ｍｎ濃度の異なるケースとして、Ｍｇ－０．５質量％Ｍｎ合金、Ｍｇ－１．０質量％Ｍｎ合金、純マグネシウムの各々について、製造条件と、仕上げ焼鈍後に得られた室温エリクセン値及び底面集合組織の相対強度を纏めて表３に示した（実施例２５、２６、比較例１１）。
【００５１】
更に、Ｍｇ－０．６質量％Ｚｒ合金、Ｍｇ－０．１質量％Ｃａ合金、Ｍｇ－０．２質量％Ｙ合金、Ｍｇ－０．２質量％Ｃｅ合金、及び、Ｍｇ－０．２質量％Ｇｄ合金における本発明の代表的な実施例と比較例（実施例２７～４６、比較例１２、１３）について、それらの製造条件、最終圧延パス前の圧延前焼鈍後と仕上げ焼鈍後の平均結晶粒径、並びに仕上げ焼鈍後の試料で得られた室温エリクセン値と底面集合組織の相対強度を表４に纏めて示した。
【実施例】
【００５２】
（１）供試材と試料
主たる供試材として、厚さ３．０ｍｍのＭ１合金押出板（化学組成：質量％で、Ｍｎ：１．４７、Ｓｉ：０．０１６９、Ｃｕ：０．００１１、Ｎｉ：０．０００２、Ｆｅ：０．００４８、残Ｍｇ）を用いた。ここで、Ｓｉ、Ｃｕ、Ｎｉ及びＦｅは不可避不純物である。そのＭ１合金押出板から、押出方向を長手方向として、１２５ｍｍ×６５ｍｍの試料を切り出し、圧延ビレットとした。後記する（５）～（１１）において、供試材（Ｍ１合金押出板）を利用して、圧延プロセス条件（先行技術との比較、圧延前焼鈍条件、圧延時の

試料加熱温度、仕上げ焼鈍条件、パス圧下率、圧延サイクル数）が、材料特性に及ぼす影響を調査した。

【００５３】

また、Ｍｎ添加量が材料特性に及ぼす影響を調査するために、Ｍｎ量が異なる試料を製造した。上記供試材と同組成のＭ１合金インゴット及び純マグネシウムインゴット（化学組成：質量％で、Ｍｎ：０．０１、Ｓｉ：０．００５、Ｃｕ：０．００２、Ｎｉ：０．０００２、Ｆｅ：０．００２３、残Ｍｇ）を、高周波誘導炉により加熱・溶解し、凝固させることにより、Ｍｎ濃度０．５質量％、１．０質量％のインゴットを製造した。上記インゴット（５０×３０×５０ｍｍ^3）を、熱間押出し（押出し温度４００℃、押出し速度５ｍｍ／ｍｉｎ、押出し比６）に供し、押出板材（断面積：５０×５ｍｍ^2）を製造した。この押出板材より、６０×５０×５ｍｍ^{3}の試験片を切出し、それらの試験片を圧延ビレットとした。

【００５４】

更に、供試材として、厚さ２．５ｍｍの純マグネシウム押出板（化学組成：質量％で、Ａｌ：０．００９５，Ｍｎ：０．００９２，Ｚｎ：０．００９３，Ｓｉ：０．０１８９，Ｃｕ：０．００３９，Ｎｉ：０．００２１，Ｆｅ：０．００４９，残Ｍｇ）を用い、その純マグネシウム押出板から、押出方向を長手方向として、１００ｍｍ×６５ｍｍ×２．５ｍｍの試料を切り出し、圧延ビレットとした。後記する（１２）において、Ｍｎ濃度が材料特性に及ぼす影響を調査した。

【００５５】

Ｍｇ－Ｍｎ系合金とは別の供試材として、以下に示す各インゴット（５０×３０×５０ｍｍ^3）を準備した。

１）Ｍｇ－０．６質量％Ｚｒ合金（化学組成：質量％で、Ｚｒ：０．６０５、Ａｌ：０．００３、Ｍｎ：０．０１７９、Ｓｉ：０．００７８、Ｃｕ：０．００２、Ｎｉ：０．００１９、Ｆｅ：０．００４８、Ｚｎ：０．００５８、Ｃａ：０．００１７、残Ｍｇ）のインゴット、

２）Ｍｇ－０．１質量％Ｃａ合金（化学組成：質量％で、Ｃａ：０．１０５、Ａｌ：０．００３、Ｍｎ：０．０１６８、Ｓｉ：０．００７７、Ｃｕ：０．００２、Ｎｉ：０．００２５、Ｆｅ：０．００４５、Ｚｎ：０．００６６、残Ｍｇ）のインゴット、

３）Ｍｇ－０．２質量％Ｙ合金（化学組成：質量％で、Ｙ：０．１９９、Ａｌ：０．００３、Ｍｎ：０．０１７７、Ｓｉ：０．００７３、Ｃｕ：０．００２、Ｎｉ：０．００２２、Ｆｅ：０．００４４、Ｚｎ：０．００６２、Ｃａ：０．００１７、残Ｍｇ）のインゴット、

４）Ｍｇ－０．２質量％Ｃｅ合金（化学組成：質量％で、Ｃｅ：０．１９５、Ａｌ：０．００３５、Ｍｎ：０．０３０９、Ｓｉ：０．０３７５、Ｃｕ：０．００４、Ｎｉ：０．００１５、Ｆｅ：０．００５５、Ｚｎ：０．００４８、Ｃａ：０．００２、残Ｍｇ）のインゴット、及び、

５）Ｍｇ－０．２質量％Ｇｄ合金（化学組成：質量％で、Ｇｄ：０．１９８、Ａｌ：０．００３、Ｍｎ：０．０１８１、Ｓｉ：０．００７６、Ｃｕ：０．００２、Ｎｉ：０．００２１、Ｆｅ：０．００４９、Ｚｎ：０．００５６、Ｃａ：０．００１６、残Ｍｇ）のインゴット。

【００５６】

各インゴット（５０×３０×５０ｍｍ^3）を、熱間押出し（押出し温度４００℃、押出し速度５ｍｍ／ｍｉｎ、押出し比６）に供し、押出板材（断面積：５０×５ｍｍ^2）を製造した。この押出板材より、６０×５０×５ｍｍ^{3}の試験片を切出し、それらの試験片を圧延ビレットとした。後記する（１４）～（１６）において、圧延プロセス条件（圧延前焼鈍条件、圧延温度、仕上げ焼鈍条件）が、材料特性に及ぼす影響を調査した。

【００５７】

（２）圧延及び焼鈍

切り出した圧延ビレットに対し、必要に応じて熱間での予圧延を施して厚みを調整した

後、表１、３、４に例示した条件の圧延前焼鈍と温間圧延を、最大６回繰り返して厚さ１．０ｍｍとし、最後に仕上げ焼鈍する一連の工程を行った。圧延方向は長手方向とした。焼鈍には、一般的なマッフル炉を使用し、ビレットに接触させた熱電対によって、温度測定を行った。マッフル炉の温度は、所定の試料焼鈍温度よりも１０℃程度高く設定するのが、効率的に昇温するのに有効であった。所定の焼鈍温度に達すると同時に、或いは１～６０分保持した後に強制的に空冷し、概ね所定の試料温度になったところで、所定温度に保たれた別のマッフル炉に投入した。

【００５８】

圧延には、ロール直径１６０ｍｍ、ロール幅２５０ｍｍ、周速１０ｍ／分の２段圧延機を利用し、試料温度が一定になるのを見計らって迅速に行った。圧延機のロールは内部ヒーターを備えており、ロール表面を室温～２００℃に加熱した状態で圧延を実施することができる。試料加熱温度とロール温度が異なる場合、圧延中の試料温度（圧延温度）を実測することは困難であるので、両者の中間温度を代用することとした。潤滑には、エマルジョンタイプの潤滑剤を採用し、ロールに塗布する方法で行った。

【００５９】

【表１】

実施例及び比較例	合金の種別	予圧延				1回の圧延サイクル					圧延サイクル数	仕上げ焼鈍	
						圧延前焼鈍		圧延(1パスのみ)					
		試料加熱温度／℃	ロール温度／℃	パス圧下率／%	パス数	温度／℃	保持時間／分	試料加熱温度／℃	ロール温度／℃	パス圧下率／%		温度／℃	保持時間／分
比較例1	M1 (1.5%Mn)	450	100	30	2	無し		540	100	30	1	350	60
比較例2		比較例1に同じ										200	120
比較例3		450	100	16	5	450	60	200	RT	16	1	450	30
比較例4		比較例3に同じ										200	120
実施例1		無し				540	2	250	100	30	3	200	120
実施例2		無し				500	2	250	100	30	3	200	120
比較例5		無し				450	2	250	100	30	3	200	120
比較例6		無し				540	10	250	100	30	3	200	120
実施例3		無し				500	2	150	100	24	4	200	120
実施例4		実施例3に同じ										250	120
実施例5		無し				500	20	150	100	24	4	200	120
実施例6		無し				500	2	350	100	24	4	200	120
実施例7		無し				500	2	300	100	24	4	200	120
実施例8		無し				500	2	250	100	24	4	200	120
実施例9		実施例8に同じ										150	120
実施例10		実施例8に同じ										250	120
実施例11		実施例8に同じ										300	120
実施例12		実施例8に同じ										350	120
実施例13		実施例8に同じ										400	120
比較例7		実施例8に同じ										450	120
実施例14		無し				500	2	200	100	24	4	200	120
実施例15		無し				500	2	100	100	24	4	200	120
実施例16		無し				500	2	250	100	16	6	200	120
実施例17		無し				500	2	150	100	16	6	200	120
実施例18		無し				500	2	150	100	30	3	200	120
実施例19		540	100	24	3	500	2	150	100	24	1	200	120
実施例20		540	100	24	2	500	2	150	100	24	2	200	120
実施例21		540	100	24	1	500	2	150	100	24	3	200	120
比較例8		無し				540	2	450	100	30	3	200	120
比較例9		無し				500	2	500	100	24	4	300	120
比較例10		比較例9に同じ										200	120
実施例22		実施例8に同じ										圧延まま	
実施例23		実施例3に同じ										300	120
実施例24		実施例3に同じ										180	120

【００６０】

【表２】

実施例及び比較例	平均結晶粒径／μm		室温エリクセン値	底面集合組織の相対強度
	圧延前焼鈍後	仕上げ焼鈍後		
比較例1	47	24	3.2	10.1
比較例2	47	－	4.8	9.5
比較例3	27	51	3.1	7.9
比較例4	27	－	5.1	7.6
実施例1	55	－	7.0	6.2
実施例2	26	－	7.1	6.3
比較例5	18	－	5.2	7.4
比較例6	114	－	4.9	6.2
実施例3	26	－	7.6	6.0
実施例4	26	11	7.8	5.8
実施例5	42	－	7.4	6.1
実施例6	29	－	6.5	7.1
実施例7	28	－	6.7	6.9
実施例8	27	－	7.2	6.4
実施例9	27	－	7.0	6.5
実施例10	27	12	7.3	6.2
実施例11	27	17	7.1	6.1
実施例12	27	25	6.8	6.1
実施例13	27	35	6.2	6.1
比較例7	27	58	5.3	6.2
実施例14	26	－	7.3	6.2
実施例15	25	－	7.4	6.0
実施例16	27	－	6.3	6.9
実施例17	26	－	6.6	6.8
実施例18	26	－	7.4	5.8
実施例19	28	－	6.1	6.9
実施例20	27	－	7.0	6.4
実施例21	27	－	7.4	6.1
比較例8	56	－	5.3	6.6
比較例9	35	18	3.1	9.6
比較例10	35	－	5.3	7.5
実施例22	27	－	6.7	6.5
実施例23	26	14	7.3	5.6
実施例24	26	－	8.0	6.0

【００６１】

【表３】

実施例及び比較例	Mn量／質量%	1回の圧延サイクル					圧延サイクル数	仕上げ焼鈍		室温エリクセン値	底面集合組織の相対強度
		圧延前焼鈍		圧延(1パスのみ)							
		温度／℃	保持時間／分	試料加熱温度／℃	ロール温度／℃	パス圧下率／%		温度／℃	保持時間／分		
実施例25	0.5	500	2	200	100	23	6	200	120	6.8	5.8
実施例26	1.0	実施例25に同じ								6.3	6.3
比較例11	0.0	450	2	250	100	20	4	200	120	3.5	6.3

【００６２】
【表４】

実施例及び比較例	合金の種別	1回の圧延サイクル					圧延サイクル数	仕上げ焼鈍		平均結晶粒径／μm		室温エリクセン値	底面集合組織の相対強度
		圧延前焼鈍		圧延(1パスのみ)									
		温度／℃	保持時間／分	試料加熱温度／℃	ロール温度／℃	パス圧下率／%		温度／℃	保持時間／分	圧延前焼鈍後	仕上げ焼鈍後		
実施例27	0.6%Zr	500	2	200	150	24	4	200	120	22	-	6.0	7.1
比較例12	0.1%Ca	400	2	400	150	24	4	150	120	19	-	5.5	4.9
実施例28		500	2	300	150	24	4	350	120	31	22	7.2	3.6
実施例29		500	2	250	150	24	4	300	120	31	-	6.4	4.1
実施例30		実施例29に同じ						350	120	31	-	7.8	3.5
実施例31		500	2	200	100	24	4	300	120	31	-	6.3	3.9
実施例32		実施例31に同じ						350	120	31	23	8.2	3.3
実施例33	0.2%Y	500	2	300	150	24	4	150	120	26	-	8.1	4.6
実施例34		実施例33に同じ						350	120	26	17	6.6	3.8
実施例35		500	2	200	100	24	4	150	120	26	-	7.9	4.9
実施例36		実施例35に同じ						350	120	26	17	7.9	4.0
実施例37	0.2%Ce	500	2	300	150	24	4	150	120	24	-	8.0	4.6
実施例38		実施例37に同じ						300	120	24	-	7.7	4.2
実施例39		実施例37に同じ						350	120	24	16	6.3	3.5
実施例40		500	2	250	150	24	4	150	120	24	-	7.2	4.7
実施例41		実施例40に同じ						300	120	24	-	7.1	4.3
実施例42		実施例40に同じ						350	120	24	16	6.0	3.8
実施例43		500	2	200	100	24	4	150	120	24	-	7.0	4.8
実施例44		実施例43に同じ						300	120	24	-	6.9	4.4
比較例13	0.2%Gd	400	2	400	150	24	4	150	120	13	-	5.4	6.2
実施例45		500	2	300	150	24	4	150	120	25	-	7.4	5.4
実施例46		500	2	200	100	24	4	150	120	25	-	7.2	5.7

表中のすべてのケースにおいて、予圧延(初期厚さ5.0mm、最終厚さ3.0mm、試料加熱温度500℃、ロール温度100℃、パス圧下率23%、パス数2)を実施。

【００６３】
（３）集合組織測定
集合組織を把握するために、Ｘ線回折を利用したシュルツの反射法によって、結晶底面（（０００２）面）の配向を解析し、極点図に示した。この極点図において、中心は圧延面に垂直な方位であり、上下方向が圧延方向であり、極点図上の位置は、結晶底面の軸方向に対応しており、その向きに傾斜した底面に基づく回折強度を等強度線で表した。ここで、回折強度の最高値が相対強度であって、これは前述の内部規格で規格化した値である

。この相対強度が低く、等強度線が疎になるほど、結晶方位分布がランダム化したことになる。底面集合組織の相対強度を表２～４に示した。併せて表２と表４には、最終圧延パス前の圧延前焼鈍後と仕上げ焼鈍後の平均結晶粒径を例示した。表中、「－」は未測定を示す。

【００６４】

（４）成形性評価

室温成形性の指標として、エリクセン試験を行った。試験方法は、ＪＩＳ　Ｂ７７２９及びＪＩＳ　Ｚ２２７４に準ずるが、試料に限りがあったため、試験片には、直径５０ｍｍに打ち抜いた円板を用いた。一部の試料で直径の影響を調べた結果によれば、直径６０ｍｍの試験片と比較して、評価に支障がないことを確認した。この試験では、試験片の厚み方向に亀裂が貫通するまでのパンチ移動距離をエリクセン値とするため、エリクセン値が大きいほど成形性が高いことになる。表２～４中に、室温エリクセン値を記載した。

【００６５】

（５）先行技術との比較（実施例１４及び比較例１～４）

本発明の典型的な実施例である実施例１４の仕上げ焼鈍後の試料の光学顕微鏡組織と底面（（０００２）面）の極点図を、先行技術（特許文献３）に基づく比較例１のケースの試料とともに、図２に示した。比較例１の試料は、圧延温度と仕上げ焼鈍温度が高いことを特徴としており、実施例１４の試料に比べて、双晶の量が少なく、底面集合組織の相対強度が高くなっていることが分かる。別の先行技術（特許文献２）に基づく比較例３についても、同様に底面集合組織の相対強度が高かった。比較例３の製造プロセス上の特徴は、圧延前焼鈍温度が若干低く、パス圧下率が小さいことに加えて、仕上げ焼鈍温度が大幅に高いことである。

【００６６】

実施例１４の試料では、圧延時の試料加熱温度を低くし、仕上げ焼鈍温度を低くしたことで、底面集合組織が相対的に弱められた結果、室温エリクセン値が、比較例１及び３の試料に比べて、著しく向上したといえる。また、比較例１及び３の仕上げ焼鈍条件を実施例１４と同じにしたケースの試料について調べた結果においても、それらのエリクセン値は実施例１４の試料に大きく及ばなかった。

【００６７】

（６）圧延前焼鈍条件の影響（実施例１、２、５及び比較例５、６）

実施例１、２及び比較例５の試料は、パス圧下率３０％、圧延時の試料加熱温度２５０℃、ロール温度１００℃、圧延サイクルの繰り返しが３回、仕上げ焼鈍２００℃・１２０分の共通条件のもと、圧延前焼鈍温度のみ変えて製造された（焼鈍時間２分）。図３に示す結果から明らかなように、得られた試料の室温エリクセン値は、圧延前焼鈍温度が５００～５４０℃のときに高く、温度を下げると低下した。圧延前焼鈍温度の低下と底面集合組織の相対強度の上昇が一致していることから、圧延前焼鈍温度が低いと底面集合組織が強まり、その結果、エリクセン値が低下したといえる。これは、圧延前焼鈍温度が低いと結晶粒の成長が不充分となり、その後の圧延時に変形双晶があまり形成されないためである。

【００６８】

一方、５４０℃・１０分の圧延前焼鈍を行った比較例６の試料においては、５４０℃・２分焼鈍の実施例１及び５００℃・２分焼鈍の実施例２のケースの試料に比べて、底面集合組織の相対強度に差はないものの、エリクセン値が大きく低下した。比較例６の試料の圧延前焼鈍直後の組織を光学顕微鏡で観察したところ、５００℃のケースではみられないような異常粒成長が観察されたことから、そのことが、最終的な成形性の低下の原因となったことは否定できない。これらとは別に、圧延前焼鈍を５００℃・２０分とした実施例５の試料では、異常粒成長もなく、比較的高いエリクセン値が得られた。表２に記したように、圧延前焼鈍直後の平均結晶粒径が２０μｍ未満のケースと１００μｍを超えるケースでは、エリクセン値が６未満であった。

【００６９】

（７）圧延時の試料加熱温度の影響（実施例３、６～８、１４、１５、比較例１０）
実施例３、６～８、１４、１５、及び比較例１０の試料は、圧延前焼鈍５００℃・２分、パス圧下率２４％、ロール温度１００℃、圧延サイクルの繰り返しが４回、仕上げ焼鈍２００℃・１２０分の共通条件のもと、圧延時の試料加熱温度のみ変えて製造された。図４に示す結果から明らかなように、圧延時の試料加熱温度が１５０℃以下では、底面集合組織に変化は生じていないが、エリクセン値は１５０℃をピークに低下した。この原因は特定できていないが、１００℃の圧延では耳割れが顕著であり、１００℃未満の圧延は困難であった。このことから、マイクロクラック等の欠陥が発生している可能性がある。一方、２００℃以上では、底面集合組織が徐々に強まり、エリクセン値が低下した。
【００７０】
（８）仕上げ焼鈍温度の影響（実施例３、４、８～１３、２２～２４、比較例７、９、１０）
実施例８～１３、２２及び比較例７の試料は、圧延前焼鈍５００℃・２分、パス圧下率２４％、圧延時の試料加熱温度２５０℃、ロール温度１００℃、圧延サイクルの繰り返しが４回の共通条件のもと、仕上げ焼鈍温度のみ変えて作製された。実施例２２については、仕上げ焼鈍なしの圧延ままのケースである。図５及び表２に示す通り、仕上げ焼鈍温度１５０～４００℃の範囲で室温エリクセン値６以上が得られ、２５０℃のとき室温エリクセン値が極大値７．３を示した。しかし、仕上げ焼鈍温度３００℃以上では、相対強度が低下しているにも拘わらず、室温エリクセン値は次第に低下した。これは粒成長によるものと解釈できる。
【００７１】
一方、実施例３、４、２３、２４は、圧延時試料加熱温度を１５０℃とし、仕上げ焼鈍温度のみ変えたグループであるが、このグループにおいても仕上げ焼鈍温度３００℃以上のケースの試料では室温エリクセン値が低下した。実施例２４の試料は、全体で最も高い室温エリクセン値８．０を示したものであるが、これは仕上げ焼鈍温度１８０℃において達成された。また、仕上げ焼鈍後の平均結晶粒径が５０μｍを超えた比較例７（４５０℃で１２０分焼鈍）のケースの試料では、エリクセン値が６未満であった。
【００７２】
比較例９と１０に例示されるように、相対的に相対強度が高いものでは仕上げ焼鈍温度を高くすると更に相対強度が高くなる傾向がみられた。こうしたケースでは、圧延によって底面が傾斜した組織が形成されても、仕上げ焼鈍により容易に消失してしまうことが示唆される。
【００７３】
（９）パス圧下率の影響（実施例２、３、８、１６～１８）
実施例２、８、１６の試料は、圧延前焼鈍５００℃・２分、圧延時の試料加熱温度２５０℃、ロール温度１００℃、仕上げ焼鈍２００℃・１２０分の共通条件のもと、パス圧下率のみ変えて製造された。同様に、実施例３、１７、１８の試料は、圧延時の試料加熱温度を１５０℃とし、パス圧下率のみ変えて作製されたグループである。これらは、試料毎に、同じパス圧下率の圧延を繰り返して製造したため、パス圧下率によって圧延サイクル数も異なるが、３回目以降の組織変化は小さいので、圧延サイクル数の影響は無視して差し支えない。
【００７４】
図６に示したように、パス圧下率が１６％以上で、室温エリクセン値６以上となった。しかし、パス圧下率が２４％～３０％のケースの試料に比べて、１６％のケースの試料では、底面集合組織の相対強度が高まり、室温エリクセン値が低下した。また、本発明者等は、３０％を超えるパス圧下率についても検討しているが、３０％を超えると、圧延時に、マイクロクラックや著しい耳割れを生じることや、その後の焼鈍時に、異常粒成長が問題となるため、得策ではない。以上のことから、パス圧下率は１６～３０％が好ましい。
【００７５】
（１０）圧延サイクル数の影響（実施例３、１９～２１）

実施例３、１９～２１の試料は、圧延前焼鈍５００℃・２分、パス圧下率２４％、圧延時の試料加熱温度１５０℃、ロール温度１００℃、仕上げ焼鈍２００℃・１２０分の共通条件のもと、本発明を適用した圧延サイクル数のみ変えて製造されたグループである。予圧延（熱間）を含めたトータルの圧延パス数は、すべてのケースで４パスとした。これらのグループの試料は、図７に示したように、圧延サイクル数の増加に伴って、底面集合組織の相対強度が低下し、室温エリクセン値が向上した。圧延サイクルが１回の適用でも、６以上の室温エリクセン値を得られたが、２回以上適用することがより効果的であった。

【００７６】

（１１）強度特性及びエリクセン試験後の写真の一例

強度特性の一例として、高い室温エリクセン値（７．６）を示した実施例３の試料と、比較的低い室温エリクセン値（５．３）を示した比較例８の試料について、それらの引張試験結果を表５に示した。実施例３の試料は、比較例８の試料に比べて、引張強度と耐力で劣る面があるが、伸び（特に、不均質伸び）が大きく、延性に優れている。実施例３と比較例８のエリクセン試験後の試料写真を、図８に示した。

【００７７】

【表５】

試料	引張特性							
	圧延方向となす角／°	引張強度／MPa	耐力／MPa	全伸び／%	均質伸び／%	不均質伸び／%	n値	r値
比較例8	0	172.1	118.6	25.4	8.9	16.5	0.118	0.33
	45	195.5	136.8	20.6	9.3	11.3	0.120	0.59
	90	231.3	161.5	16.2	8.7	7.5	0.114	1.16
実施例3	0	165.2	106.0	27.9	9.4	18.5	0.134	0.30
	45	191.9	126.2	22.6	9.5	13.1	0.128	0.63
	90	232.5	161.6	19.2	8.4	10.8	0.120	1.32

【００７８】

（１２）Ｍｎ濃度の影響（実施例２５、２６、比較例１１）

Ｍｎ濃度の異なるケースについて、Ｍｇ－０．５質量％Ｍｎ合金、Ｍｇ－１．０質量％Ｍｎ合金、純マグネシウムの試料作製条件と、仕上げ焼鈍後に得られた試料の室温エリクセン値及び底面集合組織の相対強度については、表３に示した通りである。

【００７９】

実施例２５、２６は、圧延前焼鈍５００℃・２分、圧延時の試料加熱温度２００℃、パス圧下率２３％、ロール温度１００℃、圧延サイクルの繰り返しが６回、仕上げ焼鈍２００℃・１２０分の条件のもと、異なる組成の試料（Ｍｇ－０．５質量％Ｍｎ合金、Ｍｇ－１．０質量％Ｍｎ合金）を圧延し、その特性を調査した結果である。実施例２５、２６より、本発明により規定されたＭｎ濃度にあって、本発明の製造方法により製造すれば、底面相対強度は低下し、室温エリクセン値６以上の易成形性が発現することが分かる。

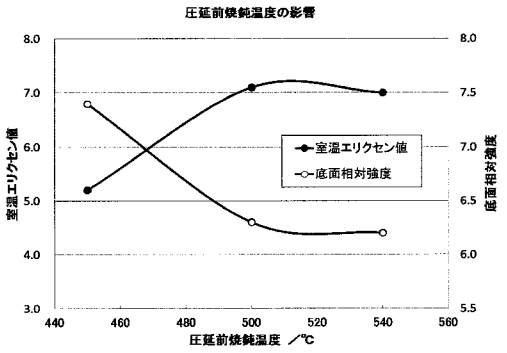
【００８０】

なお、比較例１１は、圧延前焼鈍４５０℃・２分、圧延時の試料加熱温度２５０℃、パス圧下率２０％、ロール温度１００℃、圧延サイクルの繰り返しが４回、仕上げ焼鈍２００℃・１２０分の条件のもと、純マグネシウムを圧延し、その特性を調査した結果である。比較例１１以外にも、純マグネシウムに対して、様々な製造条件について検討しているが、比較例１１が最良の結果であったことを付記しておく。したがって、本発明により規定されたＭｎ濃度よりも低いＭｎ濃度であると、本発明により規定された圧延プロセスで

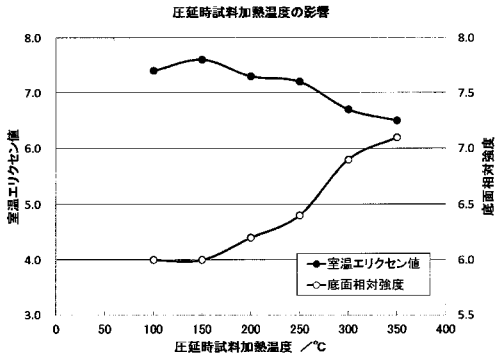
材料を作製しても、室温エリクセン値６以上の易成形性は得られないことが推察される。
【００８１】
（１３）圧延材組織の比較
本発明の圧延材において、仕上げ焼鈍条件の異なるケースの試料について、光学顕微鏡による組織写真を図９に示す。図中、（Ａ）は圧延したまま（圧延まま）の場合、（Ｂ）は（Ａ）に対して２００℃・２時間の仕上げ焼鈍を適用した場合、（Ｃ）は同じく３００℃・２時間の仕上げ焼鈍を適用した場合のものである。なお、（Ｂ）の写真が実施例３に、（Ｃ）の写真が実施例２３に当たる。
【００８２】
これらの光学顕微鏡組織から分かるように、（Ａ）の圧延したままでは、個々の結晶粒を同定できないほどの著しい加工変形組織を呈しているのに対して、（Ｂ）の２００℃・２時間の焼鈍では、僅かな再結晶を伴った回復組織となり、不規則な形状をした結晶粒をみることができ、更に（Ｃ）の３００℃・２時間焼鈍した場合には、再結晶組織となり、等軸の結晶を明確に同定することができる。以上のことは、他の実施例においても同様であり、１５０℃～２００℃での２時間焼鈍では（Ｂ）の組織、２５０℃以上の２時間焼鈍では（Ｃ）の組織に近いことが判明した。
【００８３】
（１４）Ｍｇ－０．６質量％Ｚｒ合金の場合（実施例２７）
Ｍ１合金において比較的高い室温エリクセン値が得られた作製条件（圧延前焼鈍５００℃・２分、圧延時の試料加熱温度２００℃、ロール温度１００℃、パス圧下率２４％、圧延サイクルの繰り返しが４回、仕上げ焼鈍２００℃・１２０分）に従って、Ｍｇ－０．６質量％Ｚｒ合金圧延板を作製したところ、底面集合組織の相対強度と室温エリクセン値は各々７．１と６．０を示し、Ｍ１合金と同等の結果を得ることができた。
【００８４】
（１５）Ｍｇ－０．１質量％Ｃａ合金の場合（実施例２８～３２、比較例１２）
圧延前焼鈍温度と試料加熱温度をともに４００℃とし、仕上げ焼鈍温度を１５０℃とした比較例１２のケースの試料では、底面集合組織の相対強度と室温エリクセン値が各々４．９と５．５であったのに対し、圧延前焼鈍温度を５００℃、試料加熱温度を２００～３００℃、ロール温度を１００～１５０℃、仕上げ焼鈍温度を３００～３５０℃としたケースの試料においては、底面集合組織の相対強度が４．１以下に低下し、室温エリクセン値が６．３～８．２の高い値を示した。低い相対強度と高いエリクセン値が得られる製造条件をＭ１合金の場合と比較してみると、仕上げ焼鈍条件の最適値が高めであるものの、よい一致がみられた。
【００８５】
（１６）Ｍｇ－０．２質量％Ｙ合金、Ｍｇ－０．２質量％Ｃｅ合金、及び、Ｍｇ－０．２質量％Ｇｄ合金の場合（実施例３３～４６、比較例１３）
Ｍｇ－０．１質量％Ｃａ合金のケースと同様に、圧延前焼鈍温度と試料加熱温度をともに４００℃とし、仕上げ焼鈍温度を１５０℃とした比較例１３のケースの試料では、底面集合組織の相対強度と室温エリクセン値が各々６．２と５．４であったのに対し、圧延前焼鈍温度を５００℃、試料加熱温度を２００～３００℃、ロール温度を１００～１５０℃としたケースの試料においては、仕上げ焼鈍温度の１５０～３５０℃に渡って、底面集合組織の相対強度が５．７以下に低下するとともに、室温エリクセン値が６．０～８．１に高まった。Ｍｇ－０．２質量％Ｙ合金、Ｍｇ－０．２質量％Ｃｅ合金、及び、Ｍｇ－０．２質量％Ｇｄ合金についても、低い相対強度と高いエリクセン値が得られる製造条件において、Ｍ１合金の場合とよい一致がみられた。
【産業上の利用可能性】
【００８６】
以上詳述した通り、本発明は、マグネシウム合金板材の製造方法並びにマグネシウム合金板材及びそれを用いたプレス成形体に係るものであり、本発明により、室温成形性に優れるマグネシウム合金板材、その製造方法に関する新技術・新製品を提供することができ

る。本発明は、既存の圧延ラインで製造できるため、コストアップは僅かであり、制振性が必要とされる各種筐体や輸送機器部材等への適用が広がることを可能とするものとして有用である。

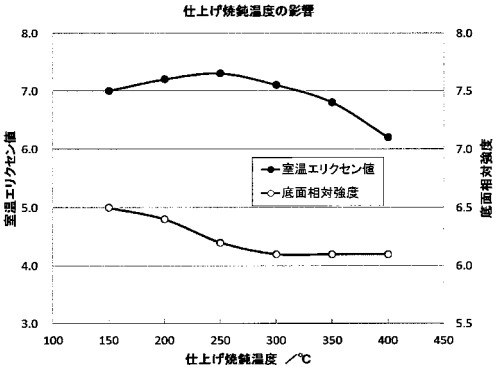
【図３】



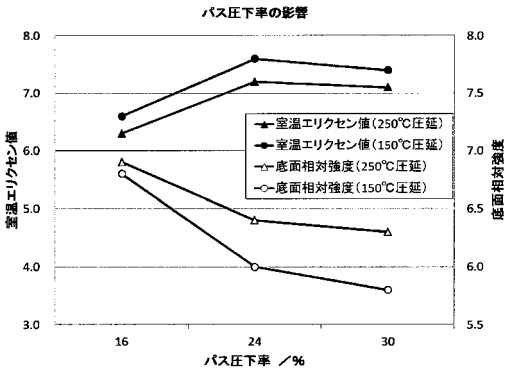
【図４】



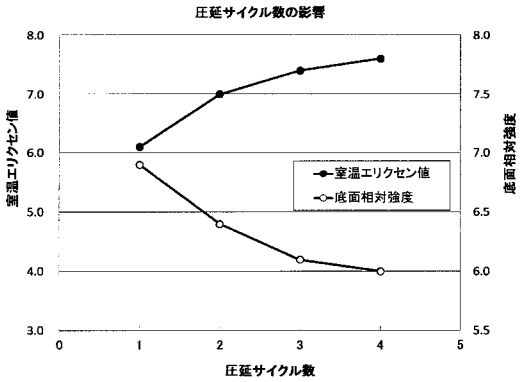
【図５】



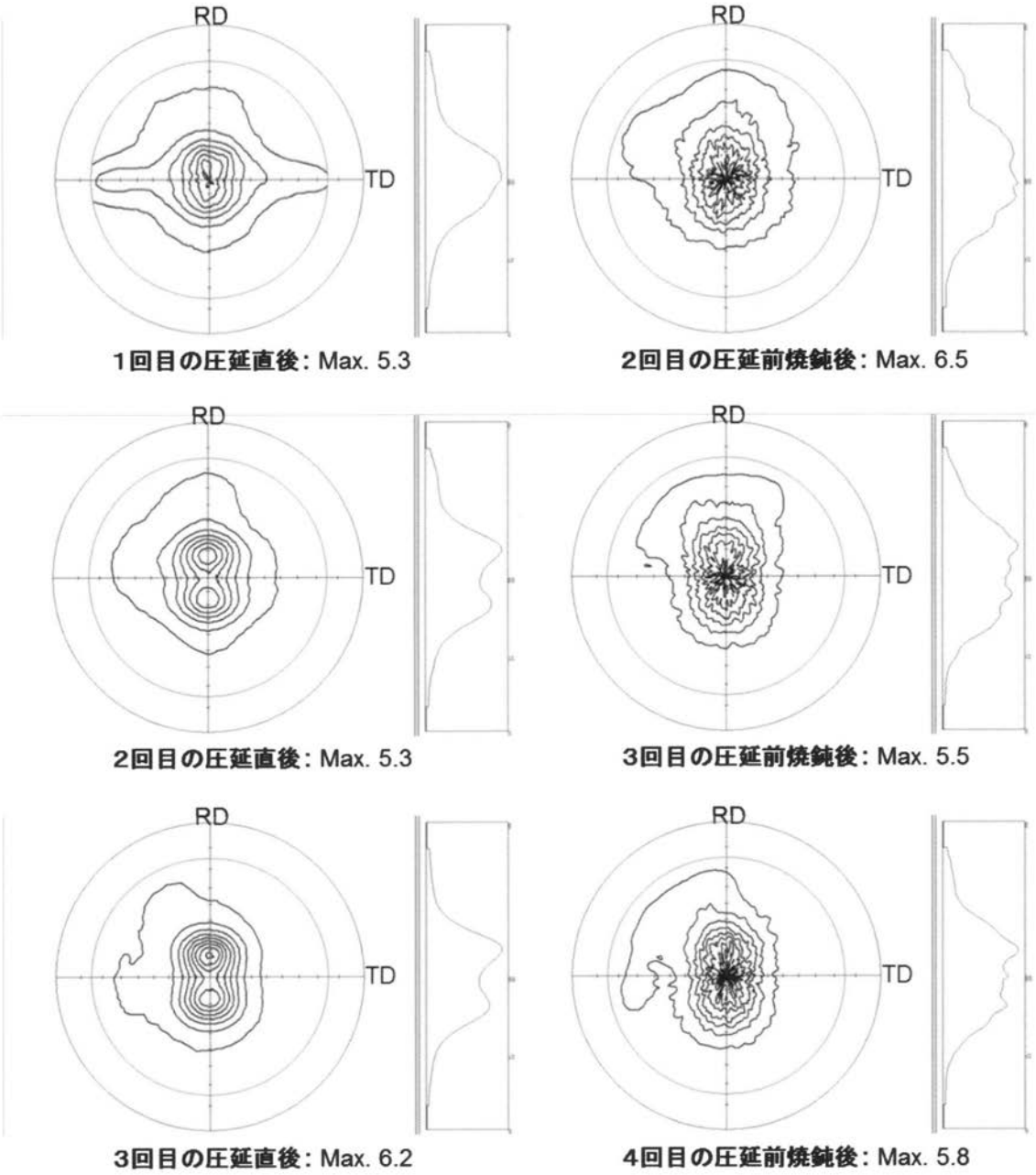
【図６】



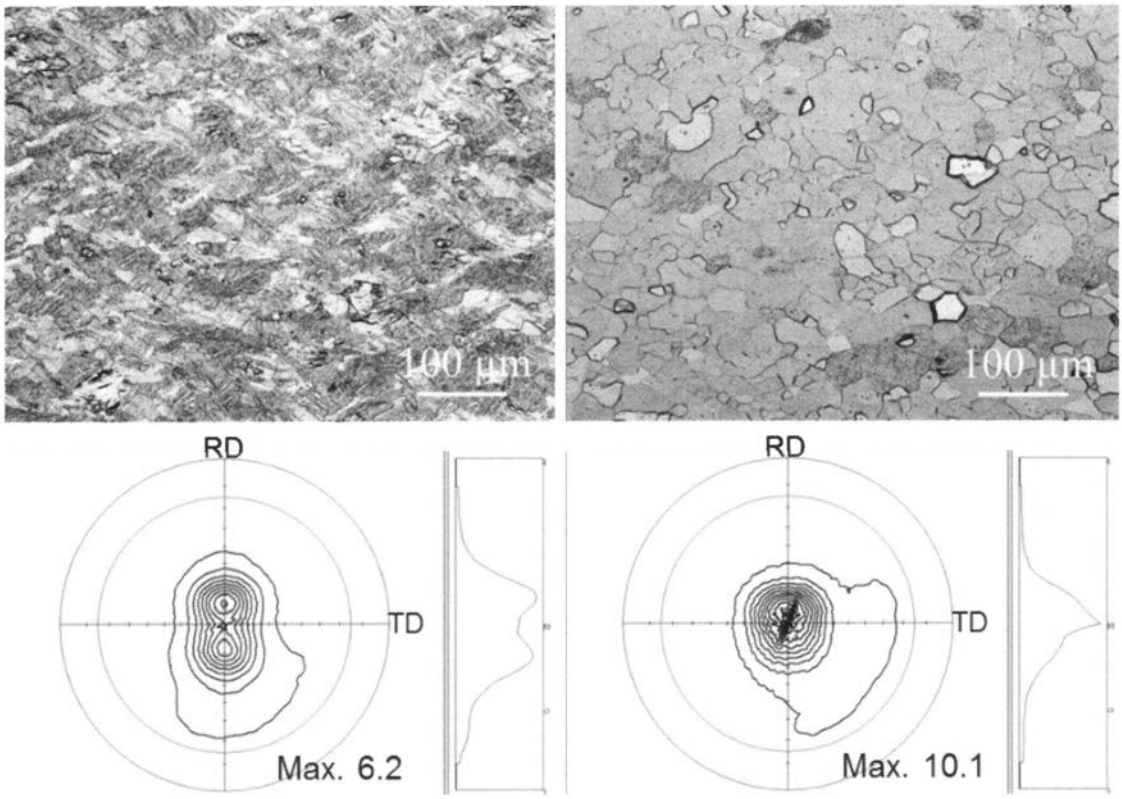
【図７】


圧延サイクル数の影響
室温エリクセン値
底面相対強度
圧延サイクル数
室温エリクセン値
底面相対強度
8.0
7.0
6.0
5.0
4.0
3.0
7.5
6.5
5.5
0
1
2
3
4
5

【図１】

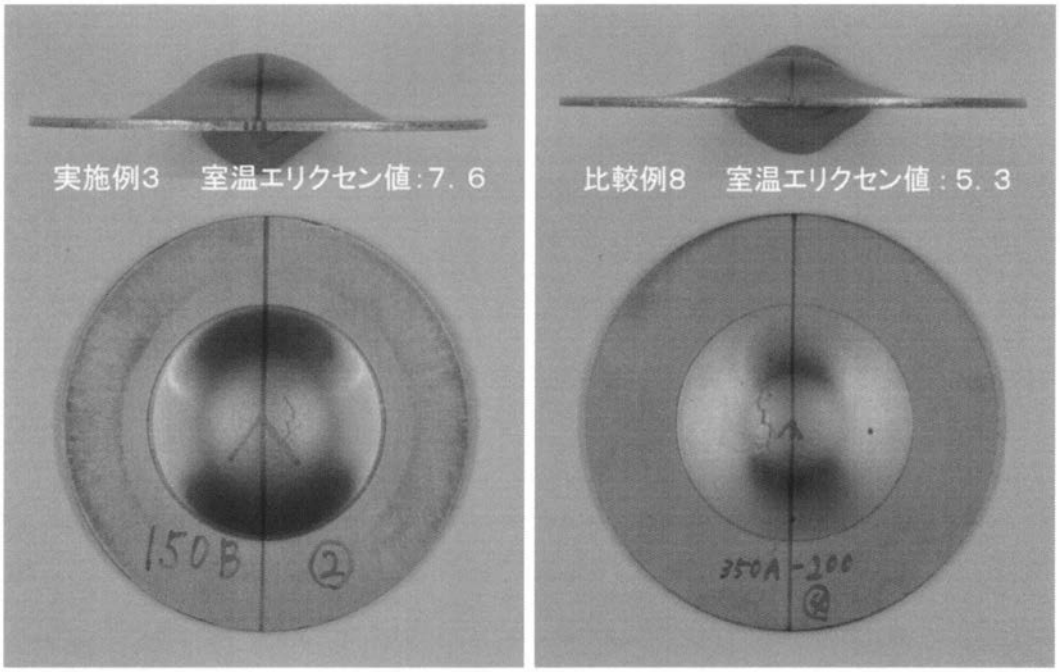

RD
TD
1回目の圧延直後：Max. 5.3
RD
TD
2回目の圧延前焼鈍後：Max. 6.5
RD
TD
2回目の圧延直後：Max. 5.3
RD
TD
3回目の圧延前焼鈍後：Max. 5.5
RD
TD
3回目の圧延直後：Max. 6.2
RD
TD
4回目の圧延前焼鈍後：Max. 5.8

【図２】

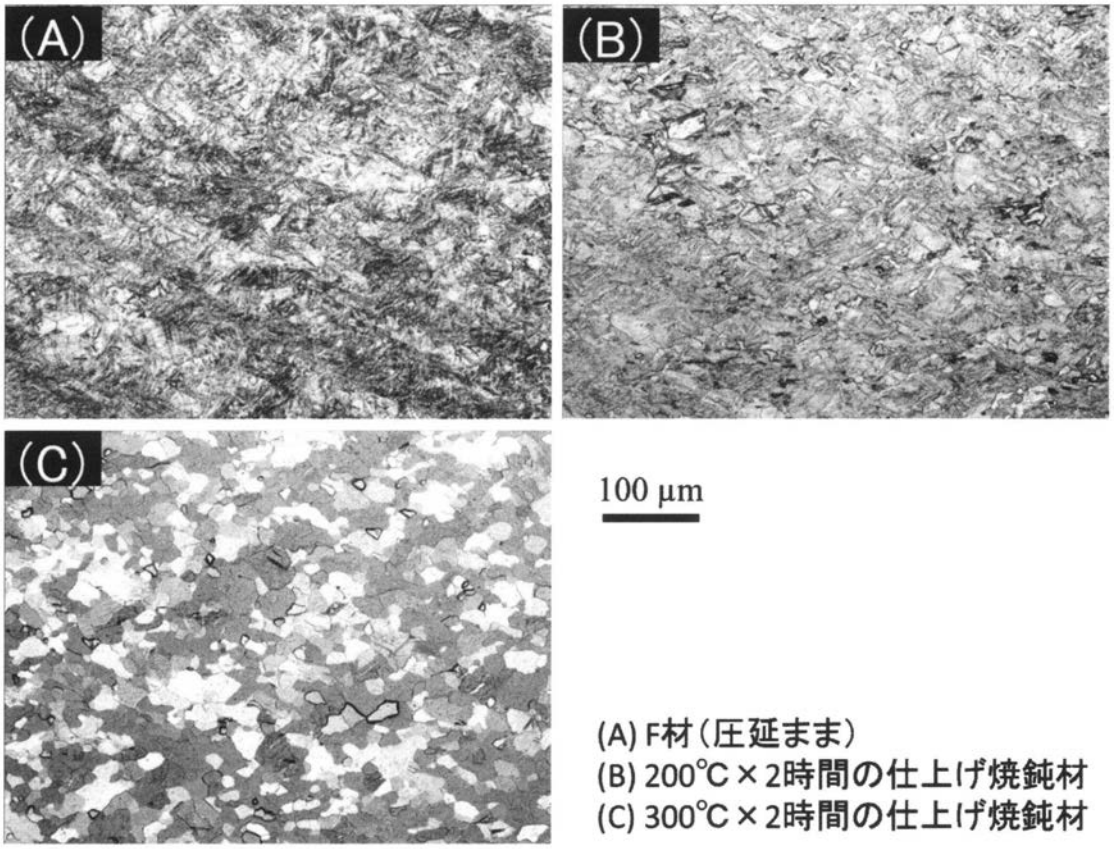


実施例１４（左）と比較例１（右）の光学顕微鏡組織と底面集合組織極点図

【図８】



【図９】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.	FI			テーマコード（参考）
	Ｃ２２Ｆ	1/00	６２３	
	Ｃ２２Ｆ	1/00	６３０Ｋ	
	Ｃ２２Ｆ	1/00	６８５Ａ	
	Ｃ２２Ｆ	1/00	６９１Ｂ	
	Ｃ２２Ｆ	1/00	６９１Ａ	
	Ｃ２２Ｆ	1/00	６９１Ｃ	
	Ｃ２２Ｆ	1/00	６９４Ａ	
	Ｃ２２Ｆ	1/00	６９４Ｂ	
	Ｃ２２Ｆ	1/00	６９４Ｚ	
	Ｃ２２Ｆ	1/00	６３０Ｈ	
	Ｃ２２Ｆ	1/00	６０４	

(72)発明者　黄　新ショウ
愛知県名古屋市守山区大字下志段味字穴ケ洞２２６６番地の９８　独立行政法人産業技術総合研究所中部センター内
(72)発明者　坂本　満
愛知県名古屋市守山区大字下志段味字穴ケ洞２２６６番地の９８　独立行政法人産業技術総合研究所中部センター内
(72)発明者　千野　靖正
愛知県名古屋市守山区大字下志段味字穴ケ洞２２６６番地の９８　独立行政法人産業技術総合研究所中部センター内
(72)発明者　馬渕　守
京都府京都市左京区吉田本町　国立大学法人京都大学大学院エネルギー科学研究科内
(72)発明者　森　英樹
島根県安来市安来町２１０７番地２　日立金属株式会社安来工場内