

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2013 年 1 月 3 日(03.01.2013)



(10) 国際公開番号
WO 2013/002082 A1

- (51) 国際特許分類:
B21J 5/00 (2006.01) C22F 1/00 (2006.01)
C22F 1/06 (2006.01) C22F 1/18 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2012/065666
- (22) 国際出願日: 2012 年 6 月 19 日(19.06.2012)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2011-143042 2011 年 6 月 28 日(28.06.2011) JP
- (71) 出願人(米国を除く全ての指定国について): 国立
大学法人電気通信大学(The University of Elec-
tro-Communications) [JP/JP]; 〒1828585 東京都調布
市調布ヶ丘一丁目 5 番地 1 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: および
- (75) 発明者/出願人(米国についてのみ): 三浦 博己
(MIURA, Hiromi) [JP/JP]; 〒1828585 東京都調布市
調布ヶ丘一丁目 5 番地 1 国立大学法人電気通
信大学内 Tokyo (JP).
- (74) 代理人: 伊東 忠重, 外(ITO, Tadashige et al.); 〒
1000005 東京都千代田区丸の内二丁目 1 番 1 号
丸の内 M Y P L A Z A (明治安田生命ビ
ル) 16 階 Tokyo (JP).

- (81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保
護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA,
BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO,
CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI,
GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS,
JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS,
LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX,
MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT,
QA, RO, RS, RU, RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST,
SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ,
VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保
護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW,
MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシ
ア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ
(AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR,
GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT,
NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI
(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR,
NE, SN, TD, TG).

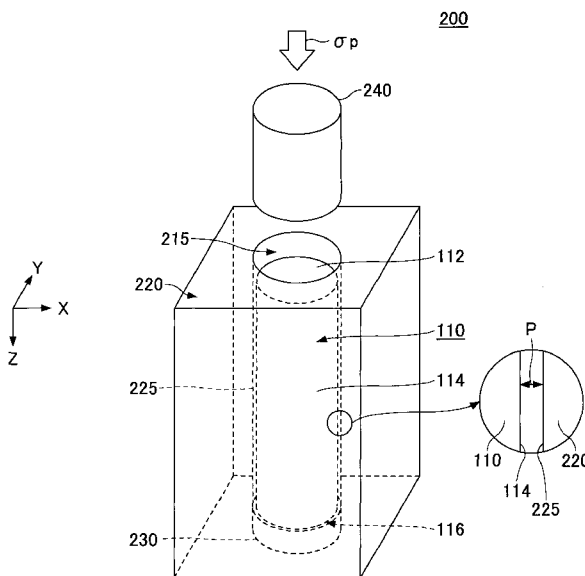
添付公開書類:

— 国際調査報告(条約第 21 条(3))

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING HIGH-STRENGTH MAGNESIUM ALLOY MATERIAL AND ROD PRODUCED FROM MAGNESIUM ALLOY

(54) 発明の名称: 高強度マグネシウム合金材料を製造する方法およびマグネシウム合金製の棒材

[図3]



(57) Abstract: A method for producing a high-strength magnesium alloy material is characterized by comprising: (a) a step of preparing a body to be worked (110) having a top face (112) and a side face (114) and produced from a magnesium alloy; and (b) a step of applying a compressive load (σ_p) (MPa) from the top face (112) side of the body to be worked (110) and performing uniaxial forging on the body to be worked (110), and characterized in that the step (b) is performed under conditions that satisfy (i) $\sigma_p > \sigma_f$ (where σ_f is the compressive breaking stress (MPa) of the body to be worked), (ii) a plastic deformation rate of 10% or less, and (iii) a strain rate of 0.1/sec or less while deformation such that the side face (114) of the body to be worked (110) is widened outwardly is suppressed.

(57) 要約: 高強度マグネシウム合金材料を製造する方法であって、(a) 上面(112)および側面(114)を有するマグネシウム合金製の被加工体(110)を準備するステップと、(b) 前記被加工体(110)の前記上面(112)側から圧縮荷重 σ_p (MPa)を加え、前記被加工体(110)を一軸鍛造処理するステップと、を有し、前記ステップ(b)は、前記被加工体(110)の前記側面(114)が外側に広がるような変形が抑制された状態で、(i) $\sigma_p > \sigma_f$ (ただし、 σ_f は前記被加工体の圧縮破断応力(MPa))、(ii) 塑性変

形率10%以下、および(iii) ひずみ速度0.1/sec以下、を満たす条件下で実施されることを特徴とする方法。

明 細 書

発明の名称：

高強度マグネシウム合金材料を製造する方法およびマグネシウム合金製の棒材

技術分野

[0001] 本発明は、高強度マグネシウム合金材料を製造する方法に関する。

背景技術

[0002] マグネシウム合金（マグネシウム金属を含む。以下同じ）は、軽量で比強度が大きいという特徴を有するため、次世代軽量構造材料としての適用が期待されている。

[0003] 一方で、マグネシウム合金は、難加工性材料の一つであり、圧延処理または鍛造処理などの一般的な加工処理を適用すると、容易にワレや欠陥が生じてしまうことが知られている。従って、マグネシウム合金材料に対して、加工硬化処理による強度向上効果を期待することは難しく、マグネシウム合金の適用分野は、小型電子機器用の部品など、強度があまり重要視されない、限られた一部の用途に留まっている。

[0004] 近年、このような問題に対処するため、マグネシウムに遷移金属と特定の希土類金属とを添加することにより、マグネシウム合金強度を向上させる技術が開示されている（例えば、非特許文献1、2）。

先行技術文献

非特許文献

[0005] 非特許文献1：Y. Kawamura, M. Yamasaki, Mater. Trans., vol. 48, pp. 2986-2992 (2007)

非特許文献2：河村能人、東田賢二、「長周期積層構造型高強度マグネシウム合金の強化機構」、軽金属奨学会課題研究成果報告書、軽金属奨学会（2010）

発明の概要

発明が解決しようとする課題

- [0006] 前述の非特許文献 1、2 に記載されたマグネシウム合金は、K U M A D A I マグネシウム合金とも称される。K U M A D A I マグネシウム合金では、希土類金属元素の添加により、合金組織中に特殊な原子配列構造（長周期積層構造）を発達させることにより、合金の強度向上を達成することができる。
- [0007] しかしながら、このような K U M A D A I マグネシウム合金を得るには、合金中に、希土類金属元素を重量比で 5 % ~ 7 % 程度以上添加して、合金組成を制御する必要がある。また、このような希土類金属元素は、一般に価格が高いという問題があり、さらに近年では安定供給の面からの問題もある。従って、非特許文献 1、2 に記載されたマグネシウム合金材料は、その適用が一部の高級付加価値製品に限られる可能性がある。
- [0008] 本発明は、このような背景に鑑みなされたものであり、本発明では、比較的簡便かつ低コストで、高強度マグネシウム合金材料を製造する方法を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

- [0009] 本発明では
- 高強度マグネシウム合金材料を製造する方法であって、
- (a) 上面および側面を有するマグネシウム合金製の被加工体を準備するステップと、
- (b) 前記被加工体の前記上面側から圧縮荷重 σ_p (MPa) を加え、前記被加工体を一軸鍛造処理するステップと、
- を有し、
- 前記ステップ (b) は、前記被加工体の前記側面が外側に広がるような変形が抑制された状態で、
- (i) $\sigma_p > \sigma_f$ (ただし、 σ_f は前記被加工体の圧縮破断応力 (MPa))、
- (i i) 塑性変形率 10 % 以下、および

(i i i) ひずみ速度 $0.1 / \text{sec}$ 以下、

を満たす条件下で実施されることを特徴とする方法が提供される。

[0010] なお、塑性変形率は、鍛造処理前後の被加工体の体積の比で定義される。

また、ひずみ速度は、初期ひずみ速度で定義される。

[0011] ここで、本発明による方法において、 $\sigma_p \geq 2.4 \sigma_f$ であっても良い。

[0012] また、本発明による方法において、前記ステップ (b) では、前記被加工体を収容する内部空間を有する型が使用され、

前記内部空間は、前記型の内壁によって構成され、

前記被加工体の上面の最大寸法を L とし、前記型の内壁と前記被加工体の側面の間の最大隙間を P としたとき、比 ($L : P$) は、 $20 : 1 \sim 600 : 1$ であっても良い。

[0013] また、本発明による方法において、前記型の内部空間は、複数の型部材を組み合わせることにより構成されても良い。

[0014] また、本発明による方法において、前記内部空間は、前記型を貫通していても良い。

[0015] また、本発明による方法において、前記内部空間は、深さ方向に沿って寸法が変化しても良い。

[0016] さらに、本発明では、長手方向が実質的に c 軸方向と平行な、マグネシウム合金製の棒材が提供される。

[0017] また、本発明では、棒、板、ブロック、ペレットまたは管状の形態を有し、

前述のいずれかの方法で製造されたマグネシウム合金材料が提供される。

発明の効果

[0018] 本発明では、比較的簡便かつ低コストで、高強度マグネシウム合金材料を製造する方法を提供することができる。

図面の簡単な説明

[0019] [図1]本発明による高強度マグネシウム合金材料を製造する方法のフローチャートの一例である。

[図2]被加工体の形状の一例を模式的に示した図である。

[図3]本発明による方法を実施するための装置の一例を模式的に示した図である。

[図4]本発明による鍛造処理が適用される前後の被加工体の組織状態（光学顕微鏡写真）の一例を示した図である。

[図5]被加工体に印加される圧縮荷重 σ_p と被加工体の硬さ変化の関係の一例を示したグラフである。

[図6]本発明に使用され得る別の型の構成を概略的に示した図である。

[図7]本発明に使用され得るさらに別の型の構成を概略的に示した図である。

[図8]図7に示した型に使用される型部材665A、665Bの形状を概略的に示した図である。

[図9]本発明に使用され得るプレスmandrelの別の構成を概略的に示した図である。

[図10]図9に示したプレスmandrelの使用態様を模式的に示した図である。

[図11]本発明に使用され得るプレスmandrelおよび／またはベース部材の別の構成を概略的に示した図である。

[図12]鍛造処理前のサンプルの長手方向における圧縮応力-ひずみ曲線の測定結果を示したグラフである。

[図13]OIM観察により、鍛造処理前のサンプル（初期材）およびサンプル5における集合組織変化を測定した結果である。

[図14]各鍛造処理後のサンプルの引張試験における真応力-公称ひずみ曲線を、処理前の曲線とともに示したグラフである。

発明を実施するための形態

[0020] 一般に、マグネシウム合金材料は、加工性が悪く、冷間圧延処理または鍛造処理などの一般的な加工処理を施工すると、容易にフレや欠陥が生じてしまうことが知られている。従って、マグネシウム合金材料の場合、加工により多くの歪みを導入することはできず、加工硬化処理による強度向上効果を

期待することは難しいという問題がある。

[0021] 一方、近年、マグネシウム合金の強度向上を図るため、合金内に希土類金属元素を添加して、合金組織中に長周期積層構造を発達させることが提案されている（KUMADA I マグネシウム合金）。

[0022] しかしながら、このような技術では、高強度マグネシウム合金を得るには、合金中に、希土類金属元素を重量比で5%～7%程度以上添加する必要がある、すなわち合金組成を制御する必要がある。また、希土類金属元素は、一般に価格が高いという問題があり、そのため、この技術では、得られるマグネシウム合金も、高価なものになってしまう可能性がある。さらに、希土類金属元素の使用は、材料の安定供給の観点から、あまり好ましくはない。

[0023] これに対して、本願発明者らによって見出された新たな高強度マグネシウム合金の製造方法は、以下に詳細を示すように、高価な希土類金属元素を添加して組成を制御する必要はない。また、本発明では、鍛造処理によって、高強度のマグネシウム合金を製造することができる。従って、本発明では、簡便かつ低コストな方法で、高強度マグネシウム合金を提供することが可能となる。

[0024] すなわち、本願発明では、

高強度マグネシウム合金材料を製造する方法であって、

(a) 上面および側面を有するマグネシウム合金製の被加工体を準備するステップと、

(b) 前記被加工体の前記上面側から圧縮荷重 σ_p を加え、前記被加工体を一軸鍛造処理するステップと、

を有し、

前記ステップ(b)は、前記被加工体の前記側面が外側に広がるような変形が抑制された状態で、

(i) $\sigma_p > \sigma_f$ (ただし、 σ_f は前記被加工体の圧縮破断応力)、

(i i) 塑性変形率10%以下、および

(i i i) ひずみ速度0.1/sec以下、

を満たす条件下で実施されることを特徴とする方法が提供される。

[0025] 本発明による高強度マグネシウム合金材料を製造する方法では、被加工体に対して、

$$\sigma_p > \sigma_f \quad (1) \text{式}$$

を満たすような、大きな圧縮荷重 σ_p が印加される。ここで、 σ_f は、圧縮荷重 σ_p が印加される方向における、変形の拘束がない状態での被加工体の圧縮破断応力である。

[0026] 一般に、従来の鍛造プロセスでは、難加工性材料の被加工体に対して、このような条件下で鍛造処理が行われることはない。被加工体に対して、このような大きな圧縮荷重 σ_p を印加した場合、被加工体が破壊してしまうからである。

[0027] しかしながら、本発明の製造方法では、マグネシウム合金製の被加工体を破壊させることなく、(1) 式を満たすような大きな圧縮荷重 σ_p を印加することができる。これは、本発明では、鍛造処理を、被加工体の側面が「拘束」された状態で「ゆっくりと」実施するとともに、塑性変形率を小さな値に限定しているためである。

[0028] すなわち、本発明では、被加工体の側面を「拘束」し、ひずみ速度を $0.1 / \text{sec}$ 以下とし、塑性変形率を 10% 以下に抑制することにより、(1) 式を満たすような大きな圧縮荷重 σ_p を被加工体に印加しても、被加工体にワレや破損を生じさせることなく、一軸鍛造処理を行うことを可能にしている。

[0029] ここで、本願において、被加工体の側面の「拘束」または側面を「拘束する」とは、鍛造処理の際に、被加工体の側面において自由な変形が抑制されること、より具体的には、被加工体の側面が元の位置から大きく外側に広がるような変形が抑制されることを意味する。

[0030] このような本発明による方法では、鍛造処理後に、結晶組織内に多数の変形双晶が導入されるとともに、すべり変形によって転位密度が有意に向上する。従って、本発明では、鍛造処理による加工硬化が可能となり、被加工体

の強度を有意に高めることができる。

[0031] なお、被加工体に印加される圧縮荷重 σ_p の値は、(1) 式を満たす限り、特に限られないが、より顕著な強度向上効果を得るためには、圧縮荷重 σ_p の値は、できる限り大きい方が好ましい。例えば、 $\sigma_p \geq 2.4 \sigma_f$ であっても良く、 $\sigma_p \geq 3 \sigma_f$ であることがより好ましい。

[0032] ただし、圧縮荷重 σ_p が極端に大きくなると、前述の (i i) および (i i i) の条件の下でも、被加工体にワレが生じる危険性が高くなる。このため、圧縮荷重 σ_p は、

$$\sigma_p < 10 \sigma_f \quad (2) \text{ 式}$$

を満たすことが好ましい。

[0033] (本発明による製造方法の具体的構成について)

以下、図面を参照して、本発明による製造方法をより詳しく説明する。

[0034] 図 1 には、本発明による高強度マグネシウム合金材料を製造する方法のフローチャートの一例を示す。

[0035] 図 1 に示すように、本発明による高強度マグネシウム合金材料を製造する方法は、

(a) 上面および側面を有するマグネシウム合金製の被加工体を準備するステップ (ステップ S 1 1 0) と、

(b) 前記被加工体の前記上面側から圧縮荷重 σ_p を加え、前記被加工体を一軸鍛造処理するステップであって、前記ステップ (b) は、前記被加工体の前記側面が外側に広がるような変形が抑制された状態で、

(i) $\sigma_p > \sigma_f$ (ただし、 σ_f は前記被加工体の圧縮破断応力)、

(i i) 塑性変形率 10% 以下、および

(i i i) ひずみ速度 $0.1 / \text{sec}$ 以下、

を満たす条件下で実施されるステップ (ステップ S 1 2 0) と、

を有する。

[0036] 以下、各工程について詳しく説明する。

[0037] (ステップ S 1 1 0)

まず、マグネシウム合金製の被加工体が準備される。

[0038] 図2には、被加工体110の形状の一例を示す。

[0039] 図2に示すように、被加工体110は、上面112、側面114および底面116を有する略円柱形状を有する。ただし、この形状は、一例であって、被加工体110は、別の形状であっても良い。例えば、被加工体110は、棒状、ブロック状、円錐状、円錐台状、角錐状、角錐台状、板状（ディスク状を含む）、ペレット状、または管状等であっても良い。すなわち、被加工体110は、上面および側面を有する限り、いかなる形状であっても良い。

[0040] なお、本願において、被加工体の「上面」および「側面」という用語は、被加工体の相対的な部位を表すために使用されていることに留意する必要がある。すなわち、「上面」とは、被加工体の鍛造処理の際に、プレスマンドレル（被加工体に圧縮荷重を印加する部材）が直接接触する被加工体の面であって、圧縮荷重が負荷される方向と略垂直な面を意味する。また、被加工体の「側面」とは、被加工体の「上面」と隣接する面（の一つ）を意味するものとする。

[0041] 従って、例えば、被加工体が角柱状であり、該被加工体が長手方向に平行な方向に圧縮される場合、被加工体の「上面」とは、被加工体の一方の底面を意味し、「側面」とは、被加工体の長手方向に延伸する複数面のうちの少なくとも一つを意味する。

[0042] また、例えば、被加工体が管状であり、該被加工体が長手方向に平行な方向に圧縮される場合、被加工体の「上面」とは、管の開口部を有する一方の端面を意味し、「側面」とは、管の長手方向に延伸する外周面および／または内周面を意味する。

[0043] 被加工体110の材質は、マグネシウム合金であれば特に限られない。被加工体110は、例えば、AZ系マグネシウム合金（アルミニウムと亜鉛とを含むマグネシウム合金）、希土類元素添加マグネシウム合金、およびCa添加マグネシウム合金等であっても良い。

[0044] なお、本発明は、マグネシウム合金以外の難加工性材料、例えばチタン合金、ジルコニウム合金、モリブデン合金、およびニオブ合金等にも適用することができることに留意する必要がある。

[0045] (ステップS 1 2 0)

次に、前述の被加工体 1 1 0 が鍛造処理される。

[0046] 図 3 には、本発明による方法により、高強度マグネシウム合金材料を製造する際に使用され得る装置構成の一例を示す。

[0047] 図 3 に示すように、本発明に使用される装置 2 0 0 は、内部に内部空間 2 1 5 を有する型 2 2 0 と、該型 2 2 0 の内部空間 2 1 5 の底部に配置されたベース部材 2 3 0 と、プレスmandレル 2 4 0 とで構成される。ただし、ベース部材 2 3 0 は、必ずしも必要ではない。

[0048] 型 2 2 0 は、内壁 2 2 5 を有し、該内壁 2 2 5 によって、内部空間 2 1 5 が形成される。

[0049] 型 2 2 0、ベース部材 2 3 0、およびプレスmandレル 2 4 0 の材質は、特に限られないが、高い圧縮強度を有する材質、例えば、金型用鉄鋼材料および超硬セラミックス等が好ましい。

[0050] 鍛造処理の際には、前述の被加工体 1 1 0 が、型 2 2 0 の内部空間 2 1 5 に收容される。この際には、被加工体 1 1 0 は、底面 1 1 6 がベース部材 2 3 0 と接し、側面 1 1 4 が型 2 2 0 の内壁 2 2 5 と対面するようにして、型 2 2 0 の内部空間 2 1 5 に配置される。また、鍛造処理の際には、被加工体 1 1 0 の上面 1 1 2 の上部に、プレスmandレル 2 4 0 が配置される。

[0051] ここで、被加工体 1 1 0 の側面 1 1 4 と、型 2 2 0 の内部空間 2 1 5 を形成する内壁 2 2 5 の間には、僅かな間隔 P が形成されている。

[0052] 鍛造処理の際は、被加工体 1 1 0 の上面 1 1 2 にプレスmandレル 2 4 0 が押し付けられ、被加工体 1 1 0 の長手方向（図 3 の Z 方向）に沿って、プレスmandレル 2 4 0 が移動する。これにより、被加工体 1 1 0 に圧縮荷重 σ_p (MPa) が印加される。

[0053] ここで、本発明では、被加工体 1 1 0 の長手方向における圧縮破断応力を

σ_f (MPa) としたとき、印加される圧縮荷重 σ_p は、

$$\sigma_p > \sigma_f \quad (1) \text{ 式}$$

を満たす。

[0054] 通常の鍛造プロセスでは、難加工性材料の被加工体に対して、(1) 式のような条件下で鍛造処理が行われることはない。被加工体に対して、このような大きな圧縮荷重 σ_p を印加した場合、被加工体が破壊してしまうからである。

[0055] これに対して、本発明では、被加工体 110 の側面 114 と、型 220 の内部空間 215 を形成する内壁 225 の間には、僅かな間隔 P しか存在しない。このため、鍛造処理によって、被加工体 110 が圧縮変形を受けても、被加工体 110 の側面 114 は、型 220 の内壁 225 によって「拘束」され、大きく外側に変形することはできない。(以下、このような変形を「拘束変形」とも称する。) また、鍛造処理の際には、被加工体 110 のひずみ速度は $0.1 / \text{sec}$ 以下に制御され、被加工体 110 の塑性変形率は 10 % 以下に抑制される。例えば、鍛造処理による被加工体 110 の塑性変形率は、2 % ~ 8 % の範囲であっても良い。

[0056] これらの特徴により、本発明では、被加工体 110 にワレや欠陥を生じさせることなく、被加工体 110 に大きな圧縮荷重 σ_p を印加することができる。

[0057] 被加工体 110 と内壁 225 の間隔 P は、塑性変形率および／または被加工体 110 の上面 112 の最大長さ (「L」とする) によっても変化するが、例えば、間隔 P は、被加工体 110 の上面 112 の最大長さ L との比 (P : L) が、1 : 20 ~ 1 : 600 の間であっても良い。(なお、上面 112 (XY 平面) と平行な一方向において、内壁 225 と被加工体 110 との間の間隔の合計は、最大 2 P である。)

このような本発明による方法では、鍛造処理後に、結晶組織内に多数の変形双晶が導入されるとともに、すべり変形によって転位密度が有意に向上する。従って、本発明では、鍛造処理による加工硬化が可能となり、処理後に

、被加工体 110 の強度を有意に高めることができる。

[0058] 図4には、本発明による鍛造処理が適用された後の被加工体の組織状態（光学顕微鏡写真）の一例を示す。左側の組織は、鍛造処理前の被加工体の組織状態を示しており、中央の組織は、圧縮荷重 σ_p を $\sigma_p / \sigma_f = 1.9$ となるように選定したときの結果であり、右の組織は、圧縮荷重 σ_p を $\sigma_p / \sigma_f = 3.8$ となるように選定したときの結果である。

[0059] なお、被加工体は、AZ系マグネシウム合金（8wt%A1－wt%Zn－Mg）であり、被加工体のひずみ速度は $10^{-3} / \text{sec}$ とし、被加工体の塑性変形率は3%とした。また、前述の間隔Pは、前述の比（P：L）が1：102となるように設定した。

[0060] 図4から、圧縮荷重 σ_p を高くするほど、組織中に多くの変形双晶が導入されていることがわかる。また、双晶が導入されたことを除き、結晶粒組織に大きな変化が認められないことから、本発明による方法では、初期の結晶粒組織がそのまま残存した状態で、多数の変形双晶が導入されることがわかる。

[0061] この結果から、本発明では、「拘束変形」状態で、ゆっくりと圧縮変形を行うため、処理の際に被加工体に大きな圧縮荷重 σ_p を印加しても、被加工体に破壊を生じさせることなく、多数の変形双晶を生成することができるものと考えられる。

[0062] 図5には、被加工体に印加される圧縮荷重 σ_p と被加工体の硬さ変化の関係の一例を示す。被加工体は、AZ系マグネシウム合金（8wt%A1－wt%Zn－Mg）であり、被加工体のひずみ速度は $10^{-3} / \text{sec}$ である。また、鍛造時の前述の比（P：L）は、1：102である。

[0063] この図5から、圧縮荷重 σ_p を大きくするほど、被加工体の硬度が上昇することがわかる。これは、本発明による鍛造処理によって、被加工体に加工硬化が生じていることを示す結果である。すなわち、本発明の鍛造処理によって、組織内に変形双晶や転位が発生し、これにより、被加工体の強度が向上することが理解される。

[0064] (本発明による製造方法に使用される装置の別の構成について)

前述の記載では、図3に示す装置200を用いて、本発明による方法を被加工体に適用する例について説明した。しかしながら、図3は、単なる一例に過ぎず、この他にも様々な装置を用いて、本発明を適用しても良いことは当業者には明らかである。例えば、型の構成として、型220の他にも様々な態様が考えられる。また、ベース部材および／またはプレスマンドレルの形態としても、様々な態様が考えられる。

[0065] 以下、図6～図8を参照して、本発明に使用され得る別の型の構成について説明する。

[0066] 図6には、本発明に使用され得る別の型の構成を概略的に示す。

[0067] 図6に示すように、この型420は、略円錐台形状の被加工体310を収容することが可能な内部空間415を有する。

[0068] ただし、内部空間415は、型420を貫通しておらず、一端が閉止されている。このため、この型420の場合、図3に示したようなベース部材230は、必ずしも使用する必要はない。内部空間415は、内壁425および底部壁428によって構成される。前述のように、被加工体310の側面314と内壁425の間には、間隔Pが形成される。

[0069] なお、この型420を使用して被加工体310を鍛造処理する場合、内部空間415の上部に適合する形状のプレスマンドレル440が使用される。プレスマンドレル440を被加工体310の長手方向（図6のZ方向）に沿って移動させることにより、被加工体310に圧縮荷重 σ_p が印加される。

[0070] 図7および図8には、本発明に使用され得る別の型の構成を概略的に示す。

[0071] 図7に示すように、この型620は、外部ハウジング部650と、内部型660とによって構成される。内部型660は、中央に被加工体（図示されていない）用の内部空間615を有する。内部型660は、2つの型部材665A、665Bを組み合わせることにより構成される。

[0072] 図8に示すように、内部型660を構成する型部材665A、665Bは

、略同一の形状を有する。すなわち、型部材 6 6 5 A、6 6 5 B は、円筒を長手方向（Z 方向）に沿って半割にした形状を有し、両者を組み合わせることにより、中央部分に、長手方向に沿って延伸する内部空間 6 1 5 が形成される。

[0073] このような「分割式」の内部型 6 6 0 を使用した場合、鍛造処理後の被加工体を、型 6 2 0 から取り出すことが容易になる。

[0074] なお、図 7 および図 8 の例では、内部型 6 6 0 および内部空間 6 1 5 は、略円柱状の形状を有するが、これは必ずしも必要ではなく、内部型 6 6 0 および内部空間 6 1 5 は、例えば、長手方向に沿って一端から他端に向かって直径が減少する（すなわちテーパ形状を有する）円錐台形状であっても良い。あるいは、内部型 6 6 0 および内部空間 6 1 5 は、その他の形状であっても良い。例えば、内部型 6 6 0 の外周は、テーパ形状としても良い。この場合、鍛造処理後に、型部材 6 6 5 A、6 6 5 B、および被加工体を外部ハウジング部 6 5 0 から取り外すことがよりいっそう容易となる。

[0075] また、内部型 6 6 0 を構成する型部材の数は、特に限られず、内部型 6 6 0 は、3 つ以上の型部材で構成されても良い。

[0076] 一方、プレスmandレルおよび／またはベース部材の形態は、被加工体の上面および底面との接触部が平坦面を有するものに限られない。

[0077] 図 9 および図 1 0 には、本発明に使用され得るプレスmandレルの別の構成を概略的に示す。

[0078] 図 9 に示すように、このプレスmandレル 9 4 0 は、上部分 9 4 2 と、この上部分 9 4 2 に結合された延伸部 9 4 3 とを備える。延伸部 9 4 3 は、プレスmandレル 9 4 0 の中心軸に沿って延伸する。

[0079] このようなプレスmandレル 9 4 0 は、被加工体が管状形状を有する場合に有効である。

[0080] 図 1 0 には、このプレスmandレル 9 4 0 を使用した際の装置構成を概略的に示す。

[0081] 図 1 0 に示すように、型 8 2 0 の内部空間 8 1 5 には、円管状の被加工体

710が設置される。被加工体710は、ベース材830の上部に配置される。図9に示す形状を有するプレスマンドレル940は、延伸部943が被加工体710の貫通穴を通るようにして、被加工体710の上部に設置される。

[0082] この状態で、プレスマンドレル940の上部分942に、Z方向に沿って圧縮荷重を加えると、被加工体710が圧縮変形される。

[0083] ここで、被加工体710の外周側面は、「拘束変形」を受け、被加工体710の外周側面と内壁825との間の隙間がなくなる程度までしか外側に変形することができない。同様に、被加工体710の内周側面も、プレスマンドレル940の延伸部943による「拘束」変形を受け、被加工体710とプレスマンドレル940の延伸部943との間の隙間がなくなる程度までしか、変形することができない。

[0084] 従って、鍛造処理の際には、被加工体710の全体が「拘束」変形を受けることになり、処理後の被加工体710は、貫通穴が閉塞されることなく、全体的に強度が向上する。

[0085] 図11には、本発明に使用され得るプレスマンドレルおよび／またはベース部材の別の構成を概略的に示す。

[0086] 図11(a)に示す例では、プレスマンドレル1041の被加工体との接触面（以下、単に「接触面」と称する）は、凸状部1041Pを有し、ベース部材1031の接触面は、凹状部1031Cを有する。また、図11(b)に示すように、プレスマンドレル1042の接触面は、凹状部1042Cを有し、ベース部材1032の接触面は、凸状部1032Pを有しても良い。あるいは、プレスマンドレルの接触面は、平坦面であり、ベース部材の接触面のみが凸状部または凹状部を有しても良い。また、これとは逆に、ベース部材の接触面は、平坦面であり、プレスマンドレルの接触面のみが凸状部または凹状部を有しても良い。

[0087] この他にも、装置の構成として、様々な態様が考えられ得る。特に、被加工体を収容する収容空間は、前述のような単純な形状の他、より複雑な、例

えば最終製品の形状に近い外輪郭を有しても良い。また、被加工体の側面と型の内壁との間の間隔Pは、深さ方向（鍛造方向）において、異なっても良い。

実施例

[0088] 以下、本発明の実施例について説明する。

[0089] （鍛造処理）

市販のAZ80マグネシウム合金製の熱間押出丸棒（大阪富士工業株式会社製）からディスク状サンプルを準備した。サンプルの寸法は、直径Lが25.5mm、全長が16mmである。

[0090] 図12には、鍛造処理前のサンプルの長手方向における圧縮応力-ひずみ曲線の測定結果を示す。なお、この試験は、初期ひずみ速度を $3.0 \times 10^{-3} / \text{sec}$ とし、室温で実施した。また、この試験では、圧縮の際に、サンプルは外側に向かって自由に広がることができ、変形は拘束されていない。

[0091] この図12から、鍛造処理前のサンプルの、変形が拘束されていない条件下での圧縮破壊強度 σ_f は、約400MPa程度であることがわかる。

[0092] 次に、図3に示したような装置を用いて、室温でサンプルの圧縮鍛造処理を行った。

[0093] まず、サンプルを型の内部空間に配置した。この内部空間は、型を貫通しており、直径26mm、全長16mmの円板状である。サンプルを配置した際に、サンプルの側面と型の内壁との間に生じる間隔Pは、0.25mmであり、従って、 $L : P = 25.5 : 0.25 = 102 : 1$ である。

[0094] 次に、サンプルの上部に、プレスマンドレルを配置した。マンドレルの直径は、25.5mmである。

[0095] この状態で、プレスマンドレルを介して、サンプルに圧縮荷重 σ_p を印加し、サンプルの全長方向に沿ってサンプルを圧縮した。初期ひずみ速度は、 $1 \times 10^{-3} / \text{sec}$ とし、鍛造処理の塑性加工量は、3%とした。

[0096] 圧縮荷重 σ_p は、試験毎に変化させ、566MPa、754MPa、943MPa、1320MPa、および1509MPaとした。これは、 $\sigma_p /$

σ_f の比で、それぞれ、約 1.4、約 1.9、約 2.4、約 3.3、および約 3.8 に相当する。以下、 σ_p / σ_f が約 1.4 の処理後のサンプルをサンプル 1、 σ_p / σ_f が約 1.9 の処理後のサンプルをサンプル 2、 σ_p / σ_f が約 2.4 の処理後のサンプルをサンプル 3、 σ_p / σ_f が約 3.3 の処理後のサンプルをサンプル 4、 σ_p / σ_f が約 3.8 の処理後のサンプルをサンプル 5 と称する。

[0097] 試験後に、サンプル 1～サンプル 5 の状態を目視で観察したところ、いずれのサンプルにおいても、ワレや欠陥は生じていないことが確認された。

[0098] (評価)

各鍛造処理によって得られたサンプル 1～サンプル 5 の組織を光学顕微鏡で観察した。前述の図 4 には、サンプル 2 およびサンプル 5 の組織写真を、鍛造処理前の組織写真とあわせて示す。なお、図において、矢印 LA は、各サンプルの鍛造方向を示している。

[0099] この結果から、鍛造処理の際の圧縮荷重 σ_p が増加するほど、多数の変形双晶が導入されることがわかる。

[0100] 図 13 には、OIM (Orientation Imaging Microscopy) 観察により、鍛造処理前のサンプル (初期材) およびサンプル 5 における集合組織変化を測定した結果を示す。図 13 (a) は、初期材の結晶方位分布を示し、図 13 (b) は、サンプル 5 の結晶方位分布を示している。なお、初期材の観察は、押出方向に対して垂直な断面で行った。また、サンプル 5 の観察は、圧縮方向に対して垂直な断面で行った。図において、色が濃い領域ほど、結晶のその方位の分布が高いことを示している。

[0101] 図 13 (a) から、初期材の場合、c 軸 (0001) と垂直な方向、特に結晶方位 (1010) が主要な方向となるように、結晶が配列されていることがわかる。これは、熱間押出材の典型的な特徴である。すなわち、棒状の熱間押出材では、c 軸は、初期棒材の長手方向に垂直に配向される傾向にある。

[0102] これに対して、サンプル 5 では、結晶方位 (0001)、すなわち c 軸が

主要な方向となるように、結晶が配列されていることがわかる。すなわち、サンプルでは、 c 軸（ 0001 ）は、圧縮方向に平行に配列される傾向にあることがわかる。これは、棒材の長手方向に沿って c 軸が並列されていることを表している。

[0103] これらの結果は、本発明による方法の適用によって、結晶回転が生じていることを示唆するものである。このように、加工面に（ 0001 ）面集合組織が形成されることは一般的である。しかし、熱間押出棒材は、初期棒材のように長手方向に垂直な方向に c 軸が配列された集合組織を有するのに対して、本発明で得られる加工棒材は、長手方向と平行に c 軸が配列した集合組織を有するという特徴を有する。

[0104] 通常、このような結晶回転は、材料に大きな塑性変形が生じた際に初めてもたらされるものである。このため、難加工性材料では、このような挙動は、破壊したサンプルでしか認めることができない。しかしながら、本発明による方法では、被加工体を破壊することなく、鍛造処理後に、被加工体に結晶回転が生じることがわかった。

[0105] 次に、サンプル 1～サンプル 5 の強度を評価するため、各サンプルを用いて、室温の引張試験を行った。試験には、Instron 型試験機を用い、試験における初期ひずみ速度は、 $1.0 \times 10^{-3} / \text{sec}$ とした。

[0106] 図 14 には、サンプル 1、およびサンプル 3～5 における真応力－公称ひずみ曲線をまとめて示す。なお、この図 14 には、鍛造処理前のサンプルの真応力－公称ひずみ曲線も合わせて示している。

[0107] この結果から、 σ_p / σ_f が約 1.9 のサンプル 1 においても、鍛造処理前のサンプルに比べて、降伏応力および最大引張応力が有意に向上していることがわかる。特に、サンプル 3（ $\sigma_p / \sigma_f \div 2.4$ ）～サンプル 5（ $\sigma_p / \sigma_f \div 3.8$ ）では、鍛造処理前のサンプルに比べて、降伏応力および最大引張応力は、著しく向上した。

[0108] また、各サンプルにおいて、最大引張強度は、400 MPa を超えており、いずれのサンプルにおいても、処理前の状態（最大引張強度 350 MPa

程度)に比べて、最大引張強度が上昇することがわかる。さらに、各サンプルにおいて、降伏応力は250MPa以上となっており(処理前は100MPa程度)、降伏応力が向上することがわかる。

[0109] このように、本発明による方法によって、高強度のマグネシウム合金材料が製造されることが確認された。また、各サンプルにおいて、伸びは6%程度あり、本発明による方法で処理されたサンプルは、加工性にも優れることがわかった。

[0110] 本願は、2011年6月28日に出願した日本国特許出願2011-143042号に基づく優先権を主張するものであり、同日本国出願の全内容を本願の参照として援用する。

符号の説明

[0111]	110	被加工体
	112	上面
	114	側面
	116	底面
	200	装置
	215	内部空間
	220	型
	225	内壁
	230	ベース部材
	240	プレスマンドレル
	310	被加工体
	314	側面
	420	型
	415	内部空間
	425	内壁
	428	底部壁
	440	プレスマンドレル

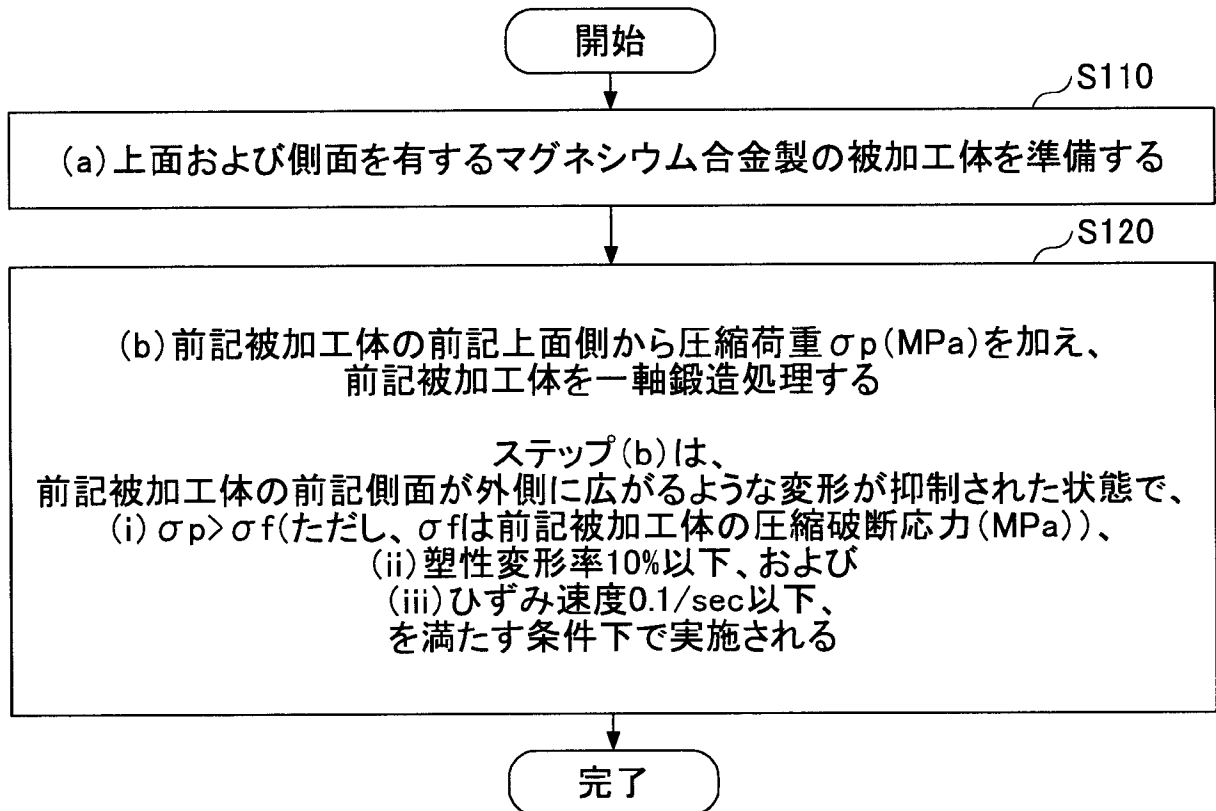
6 2 0 型
6 1 5 内部空間
6 5 0 外部ハウジング部
6 6 0 内部型
6 6 5 A、6 6 5 B 型部材
7 1 0 被加工体
8 1 5 内部空間
8 2 0 型
8 2 5 内壁
8 3 0 ベース材
9 4 0 プレスマンドレル
9 4 2 上部分
9 4 3 延伸部
1 0 3 1 ベース部材
1 0 3 1 C 凹状部
1 0 3 2 ベース部材
1 0 3 2 C 凸状部
1 0 4 1 プレスマンドレル
1 0 4 1 P 凸状部
1 0 4 2 プレスマンドレル
1 0 4 2 C 凹状部
P 間隔

請求の範囲

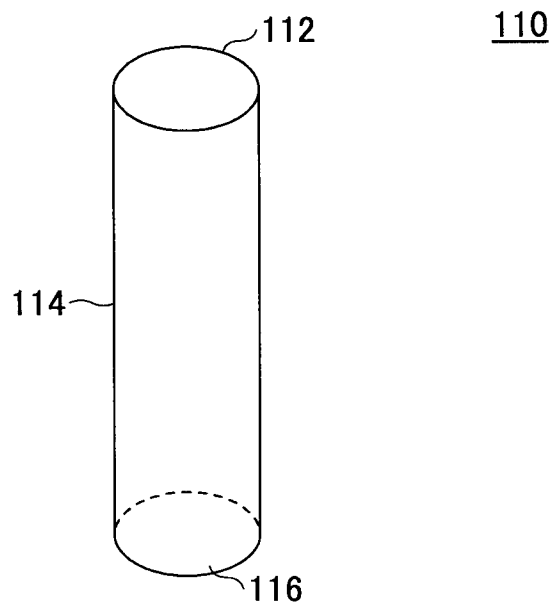
- [請求項1] 高強度マグネシウム合金材料を製造する方法であって、
- (a) 上面および側面を有するマグネシウム合金製の被加工体を準備するステップと、
 - (b) 前記被加工体の前記上面側から圧縮荷重 σ_p (MPa) を加え、前記被加工体を一軸鍛造処理するステップと、
- を有し、
- 前記ステップ (b) は、前記被加工体の前記側面が外側に広がるような変形が抑制された状態で、
- (i) $\sigma_p > \sigma_f$ (ただし、 σ_f は前記被加工体の圧縮破断応力 (MPa))、
 - (ii) 塑性変形率 10% 以下、および
 - (iii) ひずみ速度 $0.1 / \text{sec}$ 以下、
- を満たす条件下で実施されることを特徴とする方法。
- [請求項2] $\sigma_p \geq 2.4 \sigma_f$ であることを特徴とする請求項 1 に記載の方法。
- [請求項3] 前記ステップ (b) では、前記被加工体を収容する内部空間を有する型が使用され、
- 前記内部空間は、前記型の内壁によって構成され、
- 前記被加工体の上面の最大寸法を L とし、前記型の内壁と前記被加工体の側面の間の最大隙間を P としたとき、比 ($L : P$) は、 $20 : 1 \sim 600 : 1$ であることを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の方法。
- [請求項4] 前記型の内部空間は、複数の型部材を組み合わせることにより構成されることを特徴とする請求項 3 に記載の方法。
- [請求項5] 前記内部空間は、前記型を貫通していないことを特徴とする請求項 3 または 4 に記載の方法。
- [請求項6] 前記内部空間は、深さ方向に沿って寸法が変化することを特徴とする請求項 3 乃至 5 のいずれか一つに記載の方法。

- [請求項7] 長手方向が実質的に c 軸方向と平行な、マグネシウム合金製の棒材
。
- [請求項8] 棒、板、ブロック、ペレットまたは管状の形態を有し、
請求項 1 に記載の方法で製造されたマグネシウム合金材料。

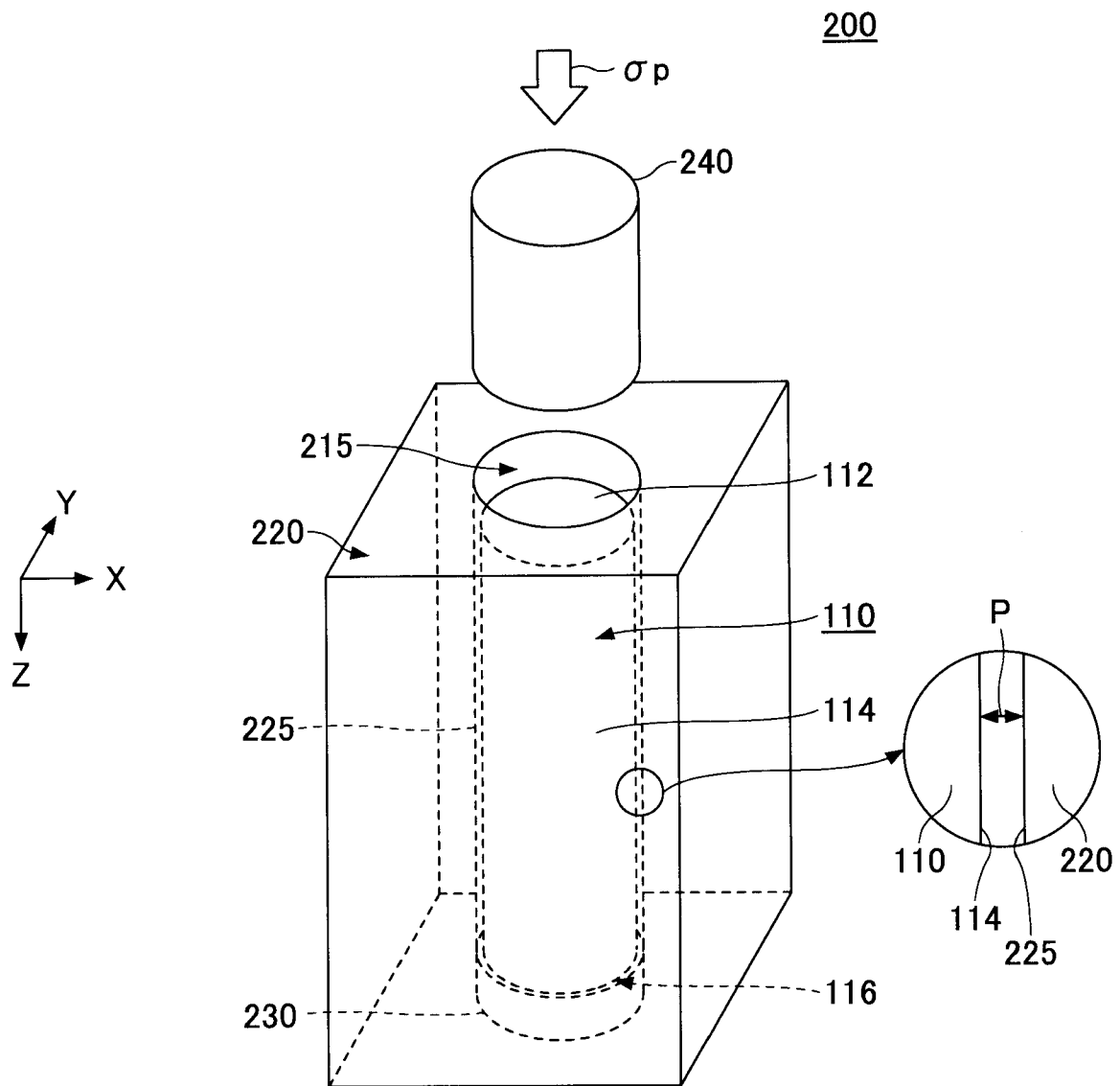
[図1]



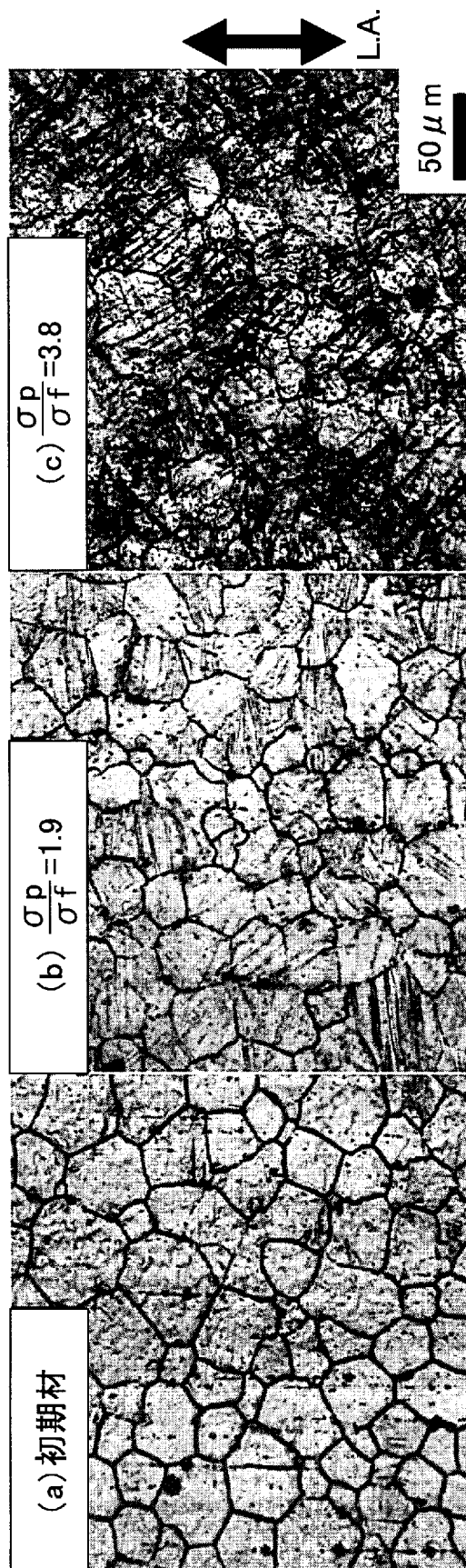
[図2]



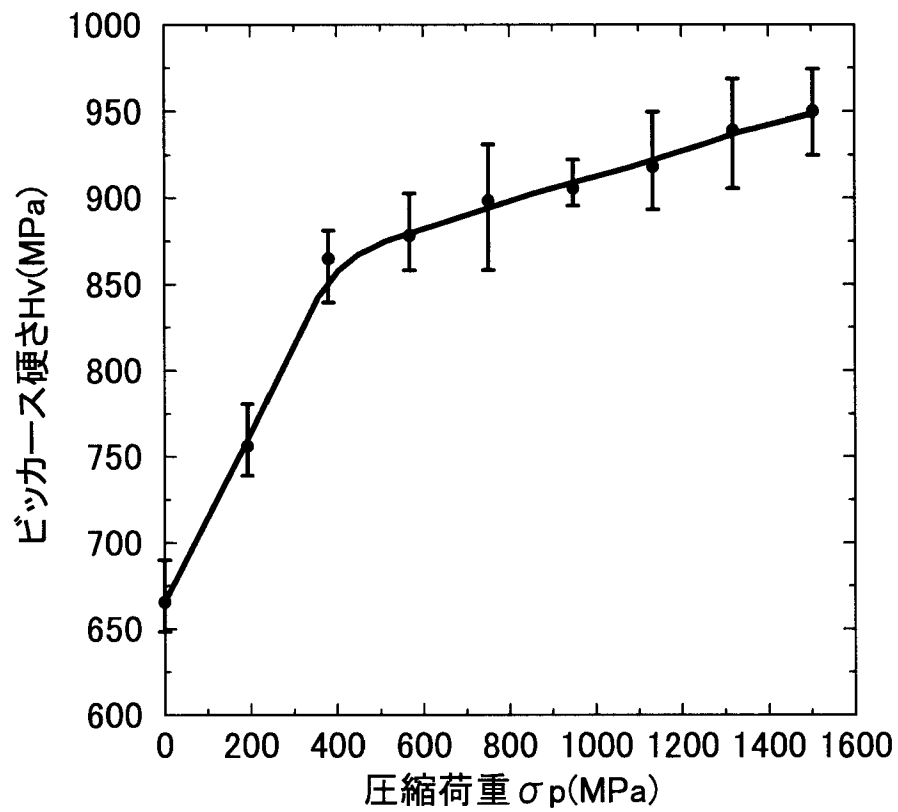
[図3]



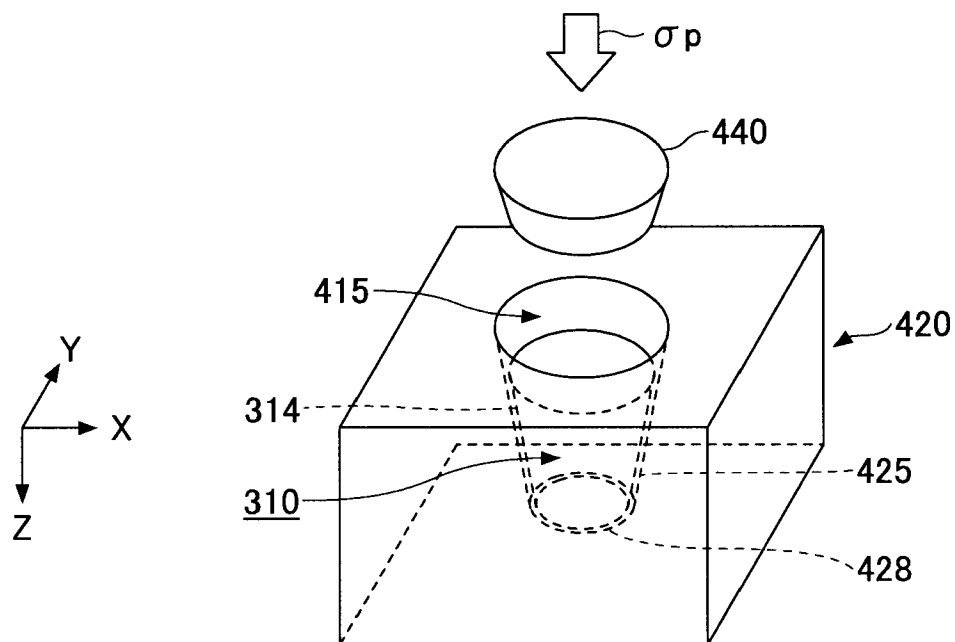
[図4]



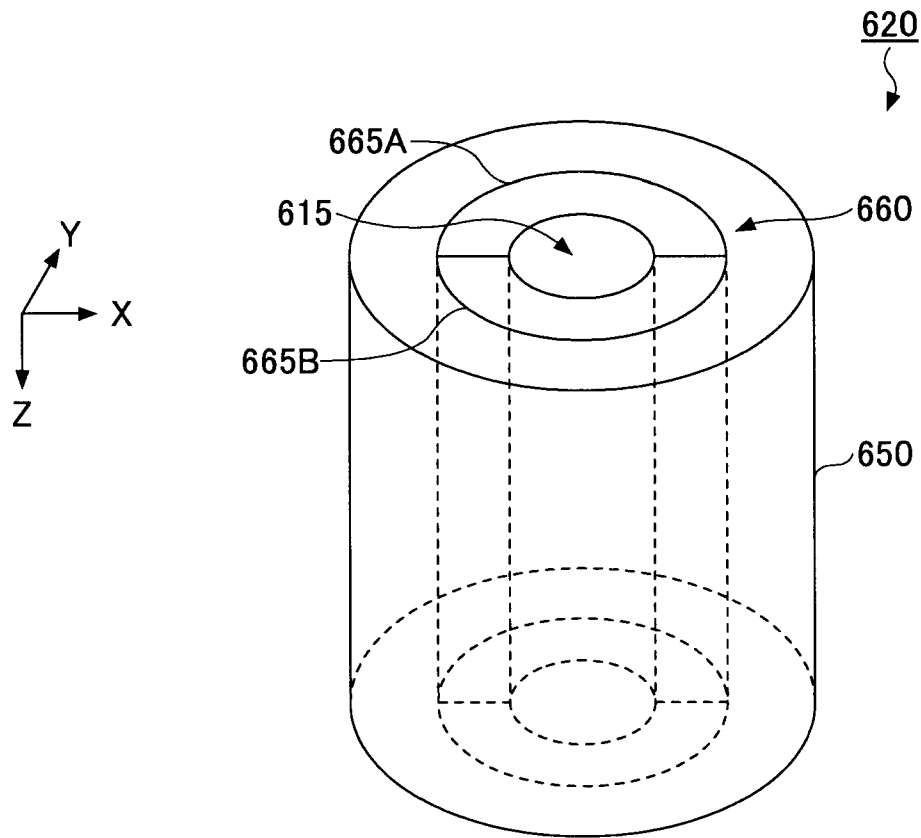
[図5]



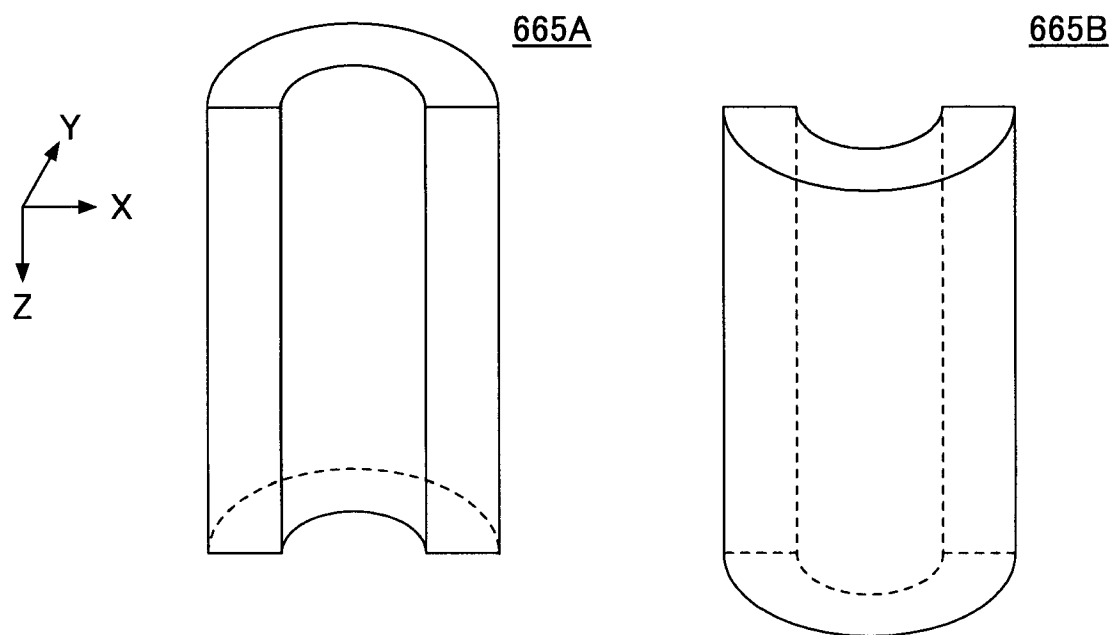
[図6]



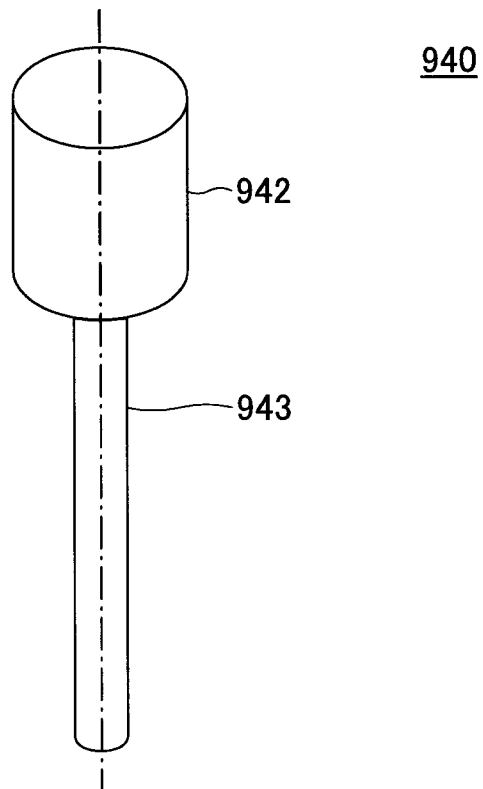
[図7]



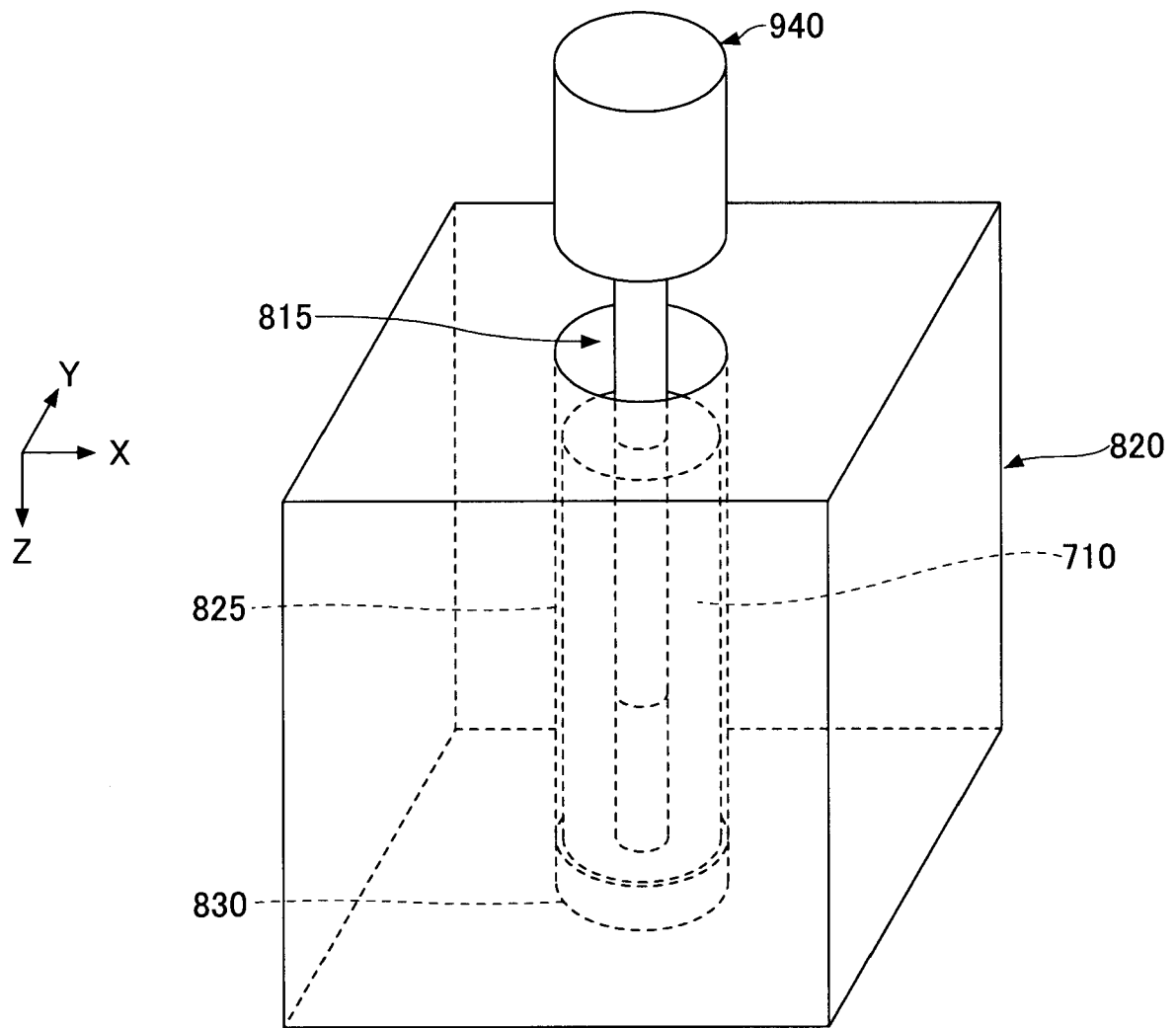
[図8]



[図9]



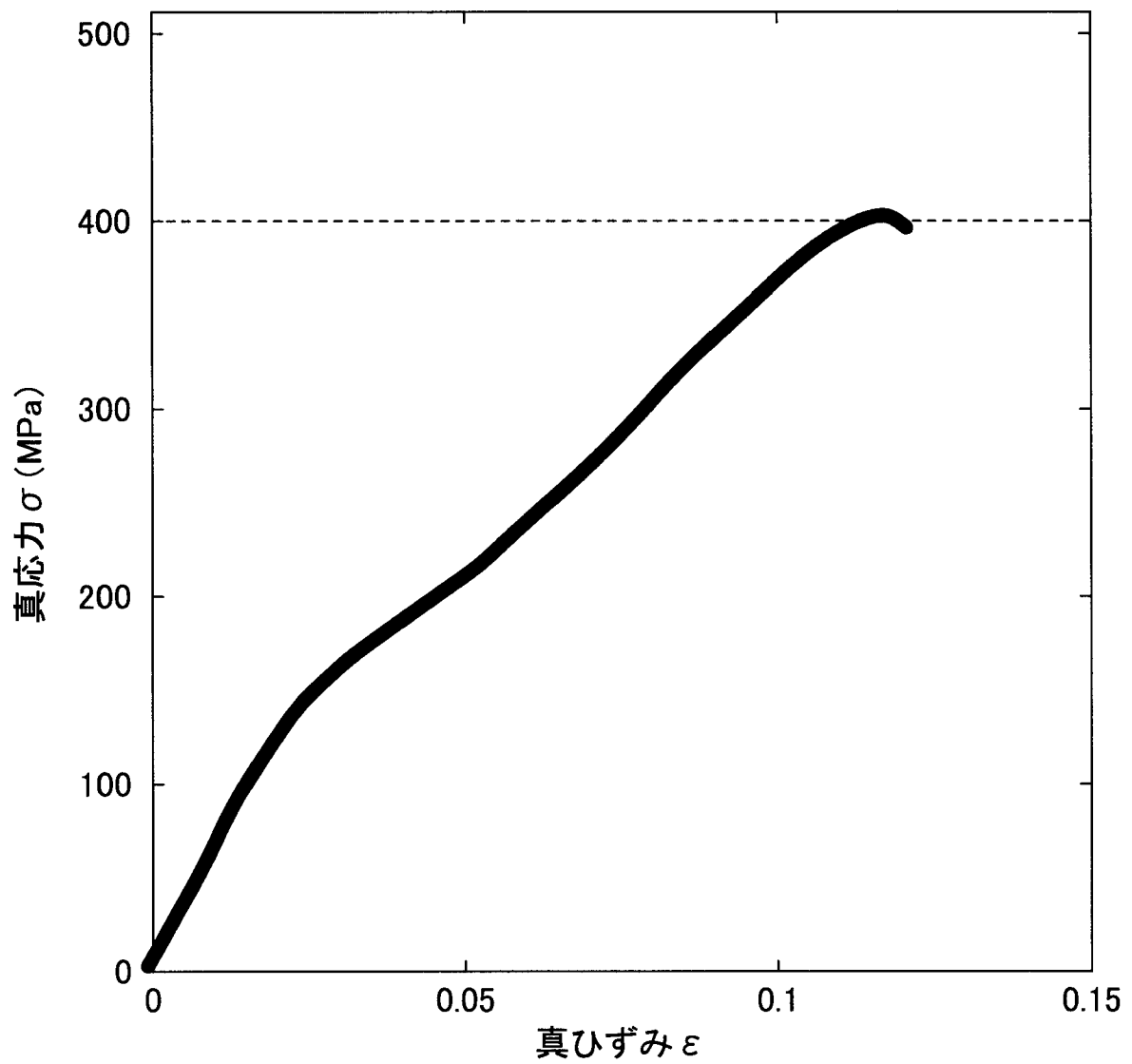
[図10]



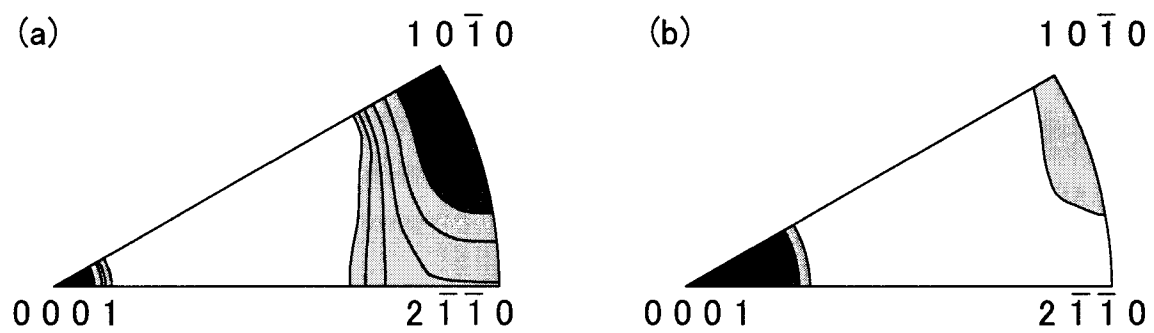
[図11]



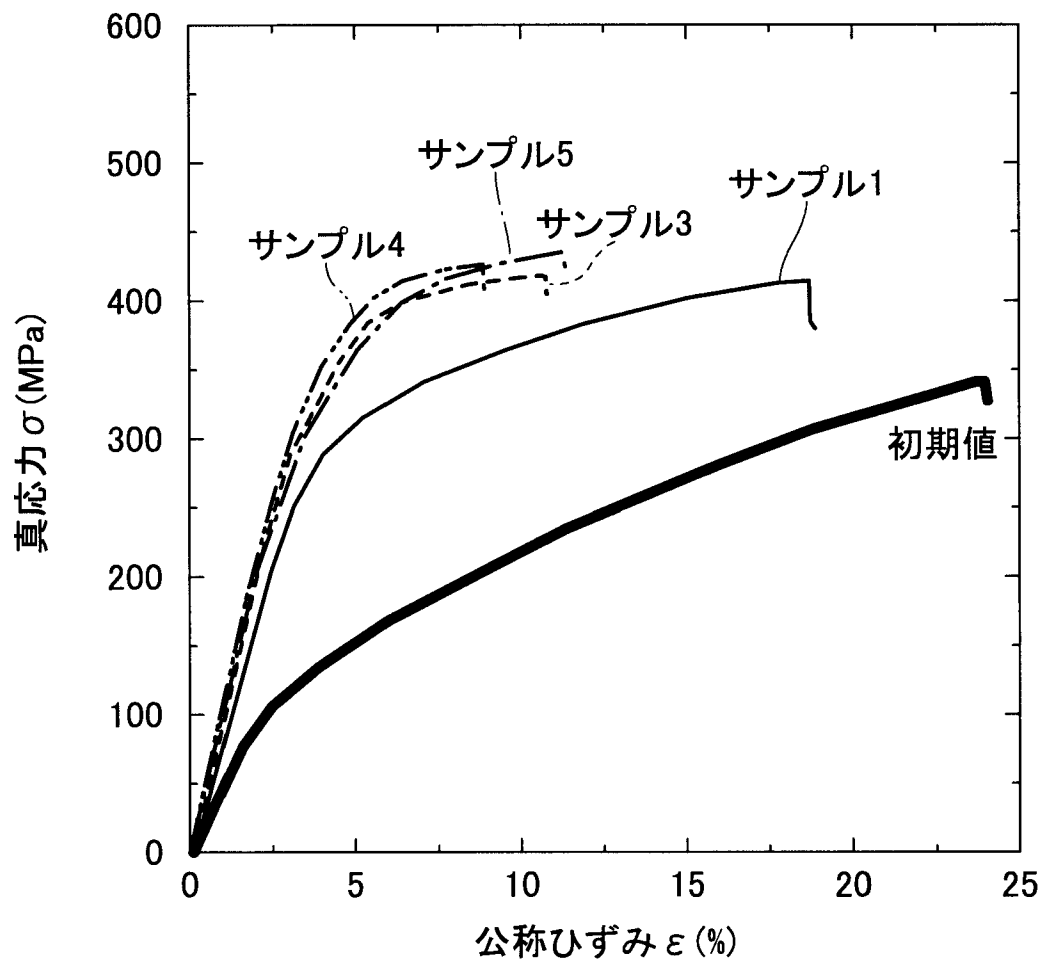
[図12]



[図13]



[図14]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2012/065666

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

B21J5/00(2006.01)i, C22F1/06(2006.01)i, C22F1/00(2006.01)n, C22F1/18(2006.01)n

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

B21J5/00, C22F1/06, C22F1/00, C22F1/18

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2012
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2012	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2012

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2010-515 A (Kagoshima-Ken, Kokubu Denki Co., Ltd.), 07 January 2010 (07.01.2010), claims; paragraphs [0027] to [0041]; fig. 1, 9 (Family: none)	1-6, 8
Y	JP 2011-121118 A (The University of Electro-Communications), 23 June 2011 (23.06.2011), paragraphs [0081] to [0082] & WO 2012/063504 A	1-6, 8
Y	JP 2004-12296 A (Honda Motor Co., Ltd.), 15 January 2004 (15.01.2004), paragraph [0017] (Family: none)	6



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
12 September, 2012 (12.09.12)

Date of mailing of the international search report
25 September, 2012 (25.09.12)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2012/065666

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X A	JP 2009-172657 A (National Institute of Advanced Industrial Science and Technology), 06 August 2009 (06.08.2009), paragraphs [0005] to [0008] (Family: none)	7 1-6, 8

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (I P C))

Int.Cl. B21J5/00(2006.01)i, C22F1/06(2006.01)i, C22F1/00(2006.01)n, C22F1/18(2006.01)n

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (I P C))

Int.Cl. B21J5/00, C22F1/06, C22F1/00, C22F1/18

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1 9 2 2 - 1 9 9 6 年
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 - 2 0 1 2 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 2 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 2 年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
Y	JP 2010-515 A (鹿児島県, 国分電機株式会社) 2010.01.07, 特許請求の範囲, 段落【0027】-【0041】, 図1, 9 (ファミリーなし)	1-6, 8
Y	JP 2011-121118 A (国立大学法人電気通信大学) 2011.06.23, 段落【0081】-【0082】 & WO 2012/063504 A	1-6, 8
Y	JP 2004-12296 A (本田技研工業株式会社) 2004.01.15, 段落【0017】 (ファミリーなし)	6
X	JP 2009-172657 A (独立行政法人産業技術総合研究所) 2009.08.06,	7
A	段落【0005】-【0008】 (ファミリーなし)	1-6, 8

C欄の続きにも文献が列挙されている。

パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

1 2 . 0 9 . 2 0 1 2

国際調査報告の発送日

2 5 . 0 9 . 2 0 1 2

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (I S A / J P)
郵便番号 1 0 0 - 8 9 1 5
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

宇田川 辰郎

3 P

3 7 3 0

電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 3 6 4