

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5239022号
(P5239022)

(45) 発行日 平成25年7月17日(2013.7.17)

(24) 登録日 平成25年4月12日(2013.4.12)

(51) Int. Cl.	F I	
C 2 2 C 23/00 (2006.01)	C 2 2 C 23/00	
C 2 2 C 23/06 (2006.01)	C 2 2 C 23/06	
C 2 2 F 1/06 (2006.01)	C 2 2 F 1/06	
C 2 2 F 1/00 (2006.01)	C 2 2 F 1/00	6 0 4
	C 2 2 F 1/00	6 1 1
		請求項の数 38 (全 33 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2008-507511 (P2008-507511)	(73) 特許権者	504159235 国立大学法人 熊本大学 熊本県熊本市中央区黒髪二丁目39番1号
(86) (22) 出願日	平成19年3月20日(2007.3.20)	(73) 特許権者	304021831 国立大学法人 千葉大学 千葉県千葉市稲毛区弥生町1番33号
(86) 国際出願番号	PCT/JP2007/056522	(74) 代理人	100110858 弁理士 柳瀬 睦肇
(87) 国際公開番号	W02007/111342	(74) 代理人	100100413 弁理士 渡部 温
(87) 国際公開日	平成19年10月4日(2007.10.4)	(72) 発明者	河村 能人 熊本県熊本市新南部2丁目7番A-302
審査請求日	平成22年3月3日(2010.3.3)	(72) 発明者	山崎 倫昭 熊本県熊本市黒髪2丁目39番1号 熊本 大学大学院内
(31) 優先権主張番号	特願2006-77736 (P2006-77736)		
(32) 優先日	平成18年3月20日(2006.3.20)		
(33) 優先権主張国	日本国(JP)		
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 高強度高靱性マグネシウム合金及びその製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

Cu、Ni及びCoの少なくとも1種の金属を合計でa原子%含有し、Y、Dy、Er、Ho、Gd、Tb及びTmからなる群から選択される少なくとも1種の元素を合計でb原子%含有し、aとbは下記式(1)~(3)を満たす高強度高靱性マグネシウム合金であって、

前記高強度高靱性マグネシウム合金は長周期積層構造相を有することを特徴とする高強度高靱性マグネシウム合金。

(1) $0.2 \leq a \leq 10$ (2) $0.2 \leq b \leq 10$ (3) $2/3 \leq a - 2/3 \leq b$

【請求項2】

請求項1において、前記高強度高靱性マグネシウム合金はMg相を有し、前記Mg相がラメラ構造を有することを特徴とする高強度高靱性マグネシウム合金。

【請求項3】

請求項1又は2において、前記高強度高靱性マグネシウム合金は化合物相を有することを特徴とする高強度高靱性マグネシウム合金。

【請求項4】

請求項1乃至3のいずれか一項において、前記高強度高靱性マグネシウム合金はマグネシウム合金 casting 物であり、前記マグネシウム合金 casting 物には熱処理が施されていることを

特徴とする高強度高靱性マグネシウム合金。

【請求項 5】

請求項 4 において、前記高強度高靱性マグネシウム合金は、前記マグネシウム合金鑄造物の塑性加工を行った塑性加工物であることを特徴とする高強度高靱性マグネシウム合金。

【請求項 6】

Cu、Ni 及び Co の少なくとも 1 種の金属を合計で a 原子%含有し、Y、Dy、Er、Ho、Gd、Tb 及び Tm からなる群から選択される少なくとも 1 種の元素を合計で b 原子%含有し、a と b は下記式 (1) ~ (3) を満たすマグネシウム合金鑄造物を作り、前記マグネシウム合金鑄造物を切削することによってチップ形状の鑄造物を作り、前記鑄造物を塑性加工により固化した塑性加工物は長周期積層構造相を有することを特徴とする高強度高靱性マグネシウム合金。

$$(1) 0.2 \leq a \leq 10$$

$$(2) 0.2 \leq b \leq 10$$

$$(3) 2/3 a - 2/3 < b$$

【請求項 7】

Cu、Ni 及び Co の少なくとも 1 種の金属を合計で a 原子%含有し、Y、Dy、Er、Ho、Gd、Tb 及び Tm からなる群から選択される少なくとも 1 種の元素を合計で b 原子%含有し、a と b は下記式 (1) ~ (3) を満たすマグネシウム合金鑄造物を作り、前記マグネシウム合金鑄造物に塑性加工を行った後の塑性加工物は長周期積層構造相を有することを特徴とする高強度高靱性マグネシウム合金。

$$(1) 0.2 \leq a \leq 10$$

$$(2) 0.2 \leq b \leq 10$$

$$(3) 2/3 a - 2/3 < b$$

【請求項 8】

請求項 6 又は 7 において、前記マグネシウム合金鑄造物には熱処理が施されていることを特徴とする高強度高靱性マグネシウム合金。

【請求項 9】

請求項 6 乃至 8 のいずれか一項において、前記塑性加工物には熱処理が施されていることを特徴とする高強度高靱性マグネシウム合金。

【請求項 10】

請求項 5 乃至 9 のいずれか一項において、前記塑性加工物は Mg 相を有し、前記 Mg 相がラメラ構造を有することを特徴とする高強度高靱性マグネシウム合金。

【請求項 11】

請求項 5 乃至 10 のいずれか一項において、前記塑性加工物は化合物相を有することを特徴とする高強度高靱性マグネシウム合金。

【請求項 12】

請求項 5 乃至 11 のいずれか一項において、前記塑性加工は、圧延、押出し、ECAE、引抜加工、鍛造、プレス、転造、曲げ、FSW 加工及びこれらの繰り返し加工のうち少なくとも一つを行うものであることを特徴とする高強度高靱性マグネシウム合金。

【請求項 13】

請求項 5 乃至 12 のいずれか一項において、前記塑性加工は、少なくとも一回の相当歪量が 0 超 5 以下であることを特徴とする高強度高靱性マグネシウム合金。

【請求項 14】

Cu、Ni 及び Co の少なくとも 1 種の金属を合計で a 原子%含有し、Y、Dy、Er、Ho、Gd、Tb 及び Tm からなる群から選択される少なくとも 1 種の元素を合計で b 原子%含有し、a と b は下記式 (1) ~ (3) を満たす組成を有する液体を形成し、前記液体を急冷して凝固させた粉末、薄帯又は細線からなり、前記粉末、薄帯又は細線は長周期積層構造相の結晶組織を有することを特徴とする高強度高靱性マグネシウム合金。

$$(1) 0.2 \leq a \leq 10$$

10

20

30

40

50

$$(2) 0.2 \leq b \leq 1.0$$

$$(3) \frac{2}{3}a - \frac{2}{3} < b$$

【請求項15】

請求項14において、前記粉末、薄帯又は細線は Mg相を有し、前記 Mg相がラメラ構造を有することを特徴とする高強度高靱性マグネシウム合金。

【請求項16】

請求項14又は15において、前記粉末、薄帯又は細線は化合物相を有することを特徴とする高強度高靱性マグネシウム合金。

【請求項17】

請求項14乃至16のいずれか一項において、前記粉末、薄帯又は細線にせん断が付加されるように固化されたことを特徴とする高強度高靱性マグネシウム合金。

【請求項18】

請求項1乃至17のいずれか一項において、前記長周期積層構造相がキンキングしていることを特徴とする高強度高靱性マグネシウム合金。

【請求項19】

請求項1乃至18のいずれか一項において、前記 Mg に Zn を c 原子%含有し、前記 a と c は下記式(4)を満たすことを特徴とする高強度高靱性マグネシウム合金。

$$(4) 0.2 < a + c \leq 1.5$$

【請求項20】

請求項19において、前記 a と c はさらに下記式(5)を満たすことを特徴とする高強度高靱性マグネシウム合金。

$$(5) c/a \leq 1/2$$

【請求項21】

請求項1乃至20のいずれか一項において、前記 Mg に La、Ce、Pr、Nd、Sm、Eu、Yb及びLuからなる群から選択される少なくとも1種の元素を合計で d 原子%含有し、前記 b と d は下記式(6)を満たすことを特徴とする高強度高靱性マグネシウム合金。

$$(6) 0.2 < b + d \leq 1.5$$

【請求項22】

請求項21において、前記 b と d はさらに下記式(7)を満たすことを特徴とする高強度高靱性マグネシウム合金。

$$(7) d/b \leq 1/2$$

【請求項23】

Cu、Ni及びCoの少なくとも1種の金属を合計で a 原子%含有し、Y、Dy、Er、Ho、Gd、Tb及びTmからなる群から選択される少なくとも1種の元素を合計で b 原子%含有し、a と b は下記式(1)～(3)を満たすマグネシウム合金鑄造物を作る工程と、

前記マグネシウム合金鑄造物に塑性加工を行うことにより塑性加工物を作る工程と、を具備することを特徴とする高強度高靱性マグネシウム合金の製造方法。

$$(1) 0.2 \leq a \leq 1.0$$

$$(2) 0.2 \leq b \leq 1.0$$

$$(3) \frac{2}{3}a - \frac{2}{3} < b$$

【請求項24】

請求項23において、前記マグネシウム合金鑄造物を作る工程と前記塑性加工物を作る工程との間に、前記マグネシウム合金鑄造物を切削する工程をさらに具備することを特徴とする高強度高靱性マグネシウム合金。

【請求項25】

請求項23又は24において、前記マグネシウム合金鑄造物は長周期積層構造相を有することを特徴とする高強度高靱性マグネシウム合金の製造方法。

【請求項26】

10

20

30

40

50

請求項 2 3 乃至 2 5 のいずれか一項において、前記塑性加工物は長周期積層構造相を有することを特徴とする高強度高靱性マグネシウム合金の製造方法。

【請求項 2 7】

請求項 2 5 又は 2 6 において、前記塑性加工物は Mg 相を有し、前記 Mg 相がラメラ構造を有することを特徴とする高強度高靱性マグネシウム合金の製造方法。

【請求項 2 8】

請求項 2 5 乃至 2 7 のいずれか一項において、前記塑性加工物は化合物相を有することを特徴とする高強度高靱性マグネシウム合金の製造方法。

【請求項 2 9】

請求項 2 5 乃至 2 8 のいずれか一項において、前記長周期積層構造相がキンキングしていることを特徴とする高強度高靱性マグネシウム合金の製造方法。 10

【請求項 3 0】

請求項 2 3 乃至 2 9 のいずれか一項において、前記マグネシウム合金鋳造物を作る工程の後に、前記マグネシウム合金鋳造物に熱処理を施す工程をさらに含むことを特徴とする高強度高靱性マグネシウム合金の製造方法。

【請求項 3 1】

請求項 2 3 乃至 3 0 のいずれか一項において、前記塑性加工物を作る工程の後に、前記塑性加工物に熱処理を施す工程をさらに含むことを特徴とする高強度高靱性マグネシウム合金の製造方法。

【請求項 3 2】

請求項 2 3 乃至 3 1 のいずれか一項において、前記塑性加工は、圧延、押出し、ECAE、引抜加工、鍛造、プレス、転造、曲げ、FSW加工及びこれらの繰り返し加工のうち少なくとも一つを行うものであることを特徴とする高強度高靱性マグネシウム合金の製造方法。 20

【請求項 3 3】

請求項 2 3 乃至 3 2 のいずれか一項において、前記塑性加工は、少なくとも一回の相当歪量が 0 超 5 以下であることを特徴とする高強度高靱性マグネシウム合金の製造方法。

【請求項 3 4】

請求項 2 3 乃至 3 3 のいずれか一項において、前記 Mg に Zn を c 原子%含有し、前記 a と c は下記式 (4) を満たすことを特徴とする高強度高靱性マグネシウム合金の製造方法。 30

$$(4) 0 . 2 < a + c \leq 1 5$$

【請求項 3 5】

請求項 3 4 において、前記 a と c はさらに下記式 (5) を満たすことを特徴とする高強度高靱性マグネシウム合金の製造方法。

$$(5) c / a \leq 1 / 2$$

【請求項 3 6】

請求項 2 3 乃至 3 5 のいずれか一項において、前記 Mg に La、Ce、Pr、Nd、Sm、Eu、Yb 及び Lu からなる群から選択される少なくとも 1 種の元素を合計で d 原子%含有し、前記 b と d は下記式 (6) を満たすことを特徴とする高強度高靱性マグネシウム合金の製造方法。 40

$$(6) 0 . 2 < b + d \leq 1 5$$

【請求項 3 7】

請求項 3 6 において、前記 b と d はさらに下記式 (7) を満たすことを特徴とする高強度高靱性マグネシウム合金の製造方法。

$$(7) d / b \leq 1 / 2$$

【請求項 3 8】

Cu、Ni 及び Co の少なくとも 1 種の金属を合計で a 原子%含有し、Y、Dy、Er、Ho、Gd、Tb 及び Tm からなる群から選択される少なくとも 1 種の元素を合計で b 原子%含有し、a と b は下記式 (1) ~ (3) を満たす組成を有する液体を形成し、 50

前記液体を急冷して凝固させることにより、長周期積層構造相の結晶組織を有する粉末、薄帯又は細線を形成し、

前記粉末、薄帯又は細線にせん断が付加されるように固化することを特徴とする高強度高靱性マグネシウム合金の製造方法。

$$(1) 0.2 < a < 10$$

$$(2) 0.2 < b < 10$$

$$(3) 2/3 a - 2/3 < b$$

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、高強度高靱性マグネシウム合金及びその製造方法に関し、より詳細には特定の希土類元素を特定割合で含有することにより高強度高靱性を達成した高強度高靱性マグネシウム合金及びその製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

マグネシウム合金は、そのリサイクル性とあいまって、携帯電話やノート型パソコンの筐体あるいは自動車用部品として急速に普及し始めている。

これらの用途に使用するためにはマグネシウム合金に高強度と高靱性が要求される。高強度高靱性マグネシウム合金の製造のために従来から材料面等から種々検討されている。

97原子% Mg - 1原子% Zn - 2原子% Yの組成を有するマグネシウム合金の鑄造材には長周期積層構造が生成され、この鑄造材に押出し加工を施すことにより室温において高強度及び高靱性が得られることが本発明者によって提案されている（例えば特許文献1）。

【特許文献1】WO2005/052203

【発明の開示】

【0003】

上述した従来の高強度及び高靱性のマグネシウム合金では、Znを含有することが必須の要件となっているが、本発明者らはZnを他の金属に置換したマグネシウム合金においても高強度及び高靱性が得られるものがあるか否かを検討した。

本発明は上記のような事情を考慮してなされたものであり、その目的は、マグネシウム合金の拡大した用途に対して強度及び靱性ともに実用に供するレベルにある高強度高靱性マグネシウム合金及びその製造方法を提供することにある。

上記課題を解決するため、本発明に係る高強度高靱性マグネシウム合金は、Cu、Ni及びCoの少なくとも1種の金属を合計でa原子%含有し、Y、Dy、Er、Ho、Gd、Tb及びTmからなる群から選択される少なくとも1種の元素を合計でb原子%含有し、aとbは下記式(1)～(3)を満たすことを特徴とする。また、より好ましくは、aとbが下記式(1')～(3')を満たすことである。

$$(1) 0.2 < a < 10$$

$$(2) 0.2 < b < 10$$

$$(3) 2/3 a - 2/3 < b$$

$$(1') 0.2 < a < 5$$

$$(2') 0.2 < b < 5$$

$$(3') 2/3 a - 1/6 < b$$

また、本発明に係る高強度高靱性マグネシウム合金は長周期積層構造相を有することも可能である。

また、本発明に係る高強度高靱性マグネシウム合金は Mg相を有し、前記 Mg相がラメラ構造を有することも可能である。

また、本発明に係る高強度高靱性マグネシウム合金は化合物相を有することも可能である。

また、本発明に係る高強度高靱性マグネシウム合金はマグネシウム合金鑄造物であり、

10

20

30

40

50

前記マグネシウム合金鑄造物には熱処理が施されていることも可能である。

また、本発明に係る高強度高靱性マグネシウム合金において、前記高強度高靱性マグネシウム合金は、前記マグネシウム合金鑄造物の塑性加工を行った塑性加工物であることも可能である。

本発明に係る高強度高靱性マグネシウム合金は、Cu、Ni及びCoの少なくとも1種の金属を合計でa原子%含有し、Y、Dy、Er、Ho、Gd、Tb及びTmからなる群から選択される少なくとも1種の元素を合計でb原子%含有し、aとbは下記式(1)~(3)を満たすマグネシウム合金鑄造物を作り、前記マグネシウム合金鑄造物を切削することによってチップ形状の鑄造物を作り、前記鑄造物を塑性加工により固化した塑性加工物は長周期積層構造相を有することを特徴とする。また、より好ましくは、aとbが下記式(1')~(3')を満たすマグネシウム合金鑄造物を作ることである。

$$(1) 0.2 \leq a \leq 10$$

$$(2) 0.2 \leq b \leq 10$$

$$(3) 2/3 a - 2/3 < b$$

$$(1') 0.2 \leq a \leq 5$$

$$(2') 0.2 \leq b \leq 5$$

$$(3') 2/3 a - 1/6 < b$$

本発明に係る高強度高靱性マグネシウム合金は、Cu、Ni及びCoの少なくとも1種の金属を合計でa原子%含有し、Y、Dy、Er、Ho、Gd、Tb及びTmからなる群から選択される少なくとも1種の元素を合計でb原子%含有し、aとbは下記式(1)~(3)を満たすマグネシウム合金鑄造物を作り、前記マグネシウム合金鑄造物に塑性加工を行った後の塑性加工物は長周期積層構造相を有することを特徴とする。また、より好ましくは、aとbが下記式(1')~(3')を満たすマグネシウム合金鑄造物を作ることである。

$$(1) 0.2 \leq a \leq 10$$

$$(2) 0.2 \leq b \leq 10$$

$$(3) 2/3 a - 2/3 < b$$

$$(1') 0.2 \leq a \leq 5$$

$$(2') 0.2 \leq b \leq 5$$

$$(3') 2/3 a - 1/6 < b$$

また、本発明に係る高強度高靱性マグネシウム合金において、前記マグネシウム合金鑄造物には熱処理が施されていることも可能である。

また、本発明に係る高強度高靱性マグネシウム合金において、前記塑性加工物には熱処理が施されていることも可能である。

また、本発明に係る高強度高靱性マグネシウム合金において、前記塑性加工物はMg相を有し、前記Mg相がラメラ構造を有することも可能である。

また、本発明に係る高強度高靱性マグネシウム合金において、前記塑性加工物は化合物相を有することも可能である。

また、本発明に係る高強度高靱性マグネシウム合金において、前記塑性加工は、圧延、押出し、ECAE、引抜加工、鍛造、プレス、転造、曲げ、FSW加工及びこれらの繰り返し加工のうち少なくとも一つを行うものであることが好ましい。

また、本発明に係る高強度高靱性マグネシウム合金において、前記塑性加工は、少なくとも一回の相当歪量が0超5以下であることが好ましい。

本発明に係る高強度高靱性マグネシウム合金は、Cu、Ni及びCoの少なくとも1種の金属を合計でa原子%含有し、Y、Dy、Er、Ho、Gd、Tb及びTmからなる群から選択される少なくとも1種の元素を合計でb原子%含有し、aとbは下記式(1)~(3)を満たす組成を有する液体を形成し、前記液体を急冷して凝固させた粉末、薄帯又は細線からなることを特徴とする。また、より好ましくは、aとbが下記式(1')~(3')を満たす組成を有する液体を形成することである。

$$(1) 0.2 \leq a \leq 10$$

10

20

30

40

50

$$(2) 0.2 \leq b \leq 10$$

$$(3) 2/3 a - 2/3 < b$$

$$(1') 0.2 \leq a \leq 5$$

$$(2') 0.2 \leq b \leq 5$$

$$(3') 2/3 a - 1/6 < b$$

また、本発明に係る高強度高靱性マグネシウム合金において、前記粉末、薄帯又は細線は長周期積層構造相の結晶組織を有することも可能である。

また、本発明に係る高強度高靱性マグネシウム合金において、前記粉末、薄帯又は細線は Mg 相を有し、前記 Mg 相がラメラ構造を有することも可能である。

また、本発明に係る高強度高靱性マグネシウム合金において、前記粉末、薄帯又は細線は化合物相を有することも可能である。 10

また、本発明に係る高強度高靱性マグネシウム合金において、前記粉末、薄帯又は細線にせん断が付加されるように固化されたことも可能である。

また、本発明に係る高強度高靱性マグネシウム合金において、前記長周期積層構造相がキンキングしていることも可能である。

また、本発明に係る高強度高靱性マグネシウム合金において、前記 Mg に Zn を c 原子%含有し、前記 a と c は下記式 (4) を満たすことも可能である。より好ましくは、前記 a と c が下記式 (4') を満たすことである。

$$(4) 0.2 < a + c \leq 15$$

$$(4') 0.2 < a + c \leq 5$$

また、本発明に係る高強度高靱性マグネシウム合金において、前記 a と c はさらに下記式 (5) を満たすことも可能である。 20

$$(5) c/a \leq 1/2$$

また、本発明に係る高強度高靱性マグネシウム合金において、前記 Mg に La、Ce、Pr、Nd、Sm、Eu、Yb 及び Lu からなる群から選択される少なくとも 1 種の元素を合計で d 原子%含有し、前記 b と d は下記式 (6) を満たすことも可能である。より好ましくは、前記 b と d が下記式 (6') を満たすことである。

$$(6) 0.2 < b + d \leq 15$$

$$(6') 0.2 < b + d \leq 5$$

また、本発明に係る高強度高靱性マグネシウム合金において、前記 b と d はさらに下記式 (7) を満たすことも可能である。 30

$$(7) d/b \leq 1/2$$

また、本発明に係る高強度高靱性マグネシウム合金において、前記 Mg に Zr、Ti、Mn、Al、Ag、Sc、Sr、Ca、Si、Hf、Nb、B、C、Sn、Au、Ba、Ge、Bi、Ga、In、Ir、Li、Pd、Sb、V、Fe、Cr 及び Mo からなる群から選択される少なくとも 1 種の元素を合計で e 原子%含有し、e は下記式 (8) を満たすことも可能である。

$$(8) 0 < e \leq 2.5$$

また、本発明に係る高強度高靱性マグネシウム合金において、前記 e と a と b と d はさらに下記式 (9) を満たすことも可能である。 40

$$(9) e/(a + b + c + d) \leq 1/2$$

本発明に係る高強度高靱性マグネシウム合金の製造方法は、Cu、Ni 及び Co の少なくとも 1 種の金属を合計で a 原子%含有し、Y、Dy、Er、Ho、Gd、Tb 及び Tm からなる群から選択される少なくとも 1 種の元素を合計で b 原子%含有し、a と b は下記式 (1) ~ (3) を満たすマグネシウム合金鑄造物を作る工程と、

前記マグネシウム合金鑄造物に塑性加工を行うことにより塑性加工物を作る工程と、を具備することを特徴とする。また、より好ましくは、a と b が下記式 (1') ~ (3') を満たすマグネシウム合金鑄造物を作る工程を具備することである。

$$(1) 0.2 \leq a \leq 10$$

$$(2) 0.2 \leq b \leq 10$$

$$(3) \quad 2/3 a - 2/3 < b$$

$$(1') \quad 0.2 \quad a \quad 5$$

$$(2') \quad 0.2 \quad b \quad 5$$

$$(3') \quad 2/3 a - 1/6 < b$$

また、本発明に係る高強度高靱性マグネシウム合金の製造方法において、前記マグネシウム合金鑄造物を作る工程と前記塑性加工物を作る工程との間に、前記マグネシウム合金鑄造物を切削する工程をさらに具備することも可能である。

また、本発明に係る高強度高靱性マグネシウム合金の製造方法において、前記マグネシウム合金鑄造物を作る工程の後に、前記マグネシウム合金鑄造物に熱処理を施す工程をさらに含むことも可能である。

10

また、本発明に係る高強度高靱性マグネシウム合金の製造方法において、前記塑性加工物を作る工程の後に、前記塑性加工物に熱処理を施す工程をさらに含むことも可能である。

本発明に係る高強度高靱性マグネシウム合金の製造方法は、Cu、Ni及びCoの少なくとも1種の金属を合計でa原子%含有し、Y、Dy、Er、Ho、Gd、Tb及びTmからなる群から選択される少なくとも1種の元素を合計でb原子%含有し、aとbは下記式(1)~(3)を満たす組成を有する液体を形成し、

前記液体を急冷して凝固させることにより粉末、薄帯又は細線を形成し、

前記粉末、薄帯又は細線にせん断が付加されるように固化することを特徴とする。

また、より好ましくは、aとbが下記式(1')~(3')を満たす組成を有する液体を形成することである。

20

$$(1) \quad 0.2 \quad a \quad 10$$

$$(2) \quad 0.2 \quad b \quad 10$$

$$(3) \quad 2/3 a - 2/3 < b$$

$$(1') \quad 0.2 \quad a \quad 5$$

$$(2') \quad 0.2 \quad b \quad 5$$

$$(3') \quad 2/3 a - 1/6 < b$$

以上説明したように本発明によれば、マグネシウム合金の拡大した用途に対して強度及び靱性ともに実用に供するレベルにある高強度高靱性マグネシウム合金及びその製造方法を提供することができる。

30

【図面の簡単な説明】

【0004】

図1(A)はMg₉₇Co₁Y₂合金の鑄造材のSEM写真であり、図1(B)はMg₉₇Ni₁Y₂合金の鑄造材のSEM写真であり、(C)はMg₉₇Cu₁Y₂合金の鑄造材のSEM写真である。

図2は、Mg₉₇Cu₁Y₂合金の鑄造材の長周期積層構造相のTEM写真と[1120]からの電子線回折図形を示す図である。

図3は、実施例1及び比較例であるMg₉₇X₁Y₂(X=Fe、Co、Ni、Cu)合金の押出材の室温における引張試験結果を示す図である。

図4は、実施例1及び比較例であるMg₉₇X₁Y₂(X=Fe、Co、Ni、Cu)合金の押出材の473Kにおける引張試験結果を示す図である。

40

図5は、ガス・アトマイジング法による急速凝固粉末作製と押出ビレットの作製を行うシステムを示す図である。

図6は、ビレットを加熱押圧して、固化成形する過程を示す図である。

図7は、実施例2のMg₈₅Cu₆Y₉合金の鑄造材のSEM写真である。

図8は、実施例2のMg₈₅Ni₆Y₉合金の鑄造材のSEM写真である。

図9は、実施例2のMg₈₅Co₆Y₉合金の鑄造材のSEM写真である。

図10は、実施例2のMg₈₅Cu₆Y₉合金の鑄造材の長周期積層構造相のTEM写真である。

図11は、実施例2のMg₈₅Cu₆Y₉合金の鑄造材に生成する18R型の長周期積

50

層構造相のディフラクションパターンを示す図である。

図 1 2 は、実施例 2 の $Mg_{85}Cu_6Y_9$ 合金の鑄造材に生成する 1 0 H 型の長周期積層構造相のディフラクションパターンを示す図である。

図 1 3 は、実施例 3 の $Mg_{91}Cu_3Y_6$ 合金熱処理材の TEM 写真および電子回折パターンである。

【符号の説明】

【 0 0 0 5 】

1 0 0	高圧ガス・アトマイザ	
1 1 0	溶解室	
1 1 2	ストッパ	10
1 1 4	誘導コイル	
1 1 6	るつぼ	
1 3 0	アトマイズ室	
1 3 1	ヒータ	
1 3 2	ノズル	
1 4 0	サイクロン分級機	
1 5 0	フィルタ	
1 6 2 , 1 6 6	酸素分析器	
1 6 4	真空ゲージ	
2 0 0	真空グローブ・ボックス	20
2 1 0	アルゴンガス・リファイナ	
2 2 0	ホッパ	
2 3 0	ふるい	
2 4 0	真空ホットプレス機	
2 4 2	真空室	
2 4 4	パンチ	
2 4 6	型	
2 4 8	ヒータ	
2 5 2	キャップ	
2 5 4	缶	30
2 5 6	溶接機	
2 5 8	回転盤	
2 6 0	ビレット	
2 6 2	バルブ	
2 7 0	酸化ボックス	
2 8 0	エントランス・ボックス	
2 9 2	真空ゲージ	
2 9 4	湿度計	
2 9 6	酸素分析器	
3 4 0	スポット溶接機	40
4 0 0	押出プレス機	
4 1 0	ヒータ	
4 2 0	コンテナ	
4 3 0	型(ダイ)	
4 5 0	メイン・ステム	
4 6 0	ダイ・バッカー	
4 7 0	バック・ステム	

【発明を実施するための最良の形態】

【 0 0 0 6 】

以下、本発明の実施の形態について説明する。

本発明者は、Mg - Zn - RE (希土類元素)合金のZnを他の金属に置換して強度及び靱性を検討した。その結果、Zn以外の金属に置換しても強度及び靱性とも高いレベルで有するマグネシウム合金が得られることを見出した。そのマグネシウム合金はMg - (置換金属) - RE (希土類元素)系であり、置換金属がCu、Ni及びCoの少なくとも1種の金属であり、希土類元素がY、Dy、Er、Ho、Gd、Tb及びTmからなる群から選択される少なくとも1種の元素であるマグネシウム合金であり、更に置換金属の含有量が5原子%以下で希土類元素の含有量が5原子%以下という低含有量において従来にない高強度及び高靱性が得られることを見出した。

長周期積層構造相を有する金属を塑性加工することによって長周期積層構造相の少なくとも一部を湾曲又は屈曲させることができる。それにより高強度・高延性・高靱性の金属が得られることを見出した。 10

長周期積層構造相が形成される鑄造合金は、塑性加工後あるいは塑性加工後に熱処理を施すことによって、高強度・高延性・高靱性のマグネシウム合金が得られることが分かった。また、長周期積層構造が形成されて、塑性加工後あるいは塑性加工熱処理後に高強度・高延性・高靱性が得られる合金組成を見出した。

また、鑄造した直後の状態では長周期積層構造相が形成されていない合金であっても、その合金に熱処理を施すことによって長周期積層構造相が形成されることを見出した。この合金を塑性加工又は塑性加工後に熱処理することによって高強度・高延性・高靱性が得られる合金組成を見出した。

また、長周期積層構造が形成される鑄造合金を切削することによってチップ形状の鑄造物を作り、この鑄造物に塑性加工を行い、あるいは塑性加工後に熱処理を施すことによって、チップ形状に切削する工程を行わない場合に比べて、より高強度・高延性・高靱性のマグネシウム合金が得られることが分かった。また、長周期積層構造が形成されて、チップ形状に切削し、塑性加工後あるいは塑性加工熱処理後に高強度・高延性・高靱性が得られる合金組成を見出した。 20

(実施の形態1)

本発明の実施の形態1によるマグネシウム合金は、Cu、Ni及びCoの少なくとも1種の金属と、希土類元素を含む3元以上の合金であり、希土類元素は、Y、Dy、Er、Ho、Gd、Tb及びTmからなる群から選択される1又は2以上の元素である。

本実施の形態によるマグネシウム合金の組成範囲は前記1種の金属の含有量を合計でa原子%とし、1又は2以上の希土類元素の含有量を合計でb原子%とすると、aとbは下記式(1)~(3)を満たすものとなる。また、より好ましくは、aとbが下記式(1')~(3')を満たすことである。 30

$$(1) 0.2 \leq a \leq 10$$

$$(2) 0.2 \leq b \leq 10$$

$$(3) 2/3 a - 2/3 < b$$

$$(1') 0.2 \leq a \leq 5$$

$$(2') 0.2 \leq b \leq 5$$

$$(3') 2/3 a - 1/6 < b$$

前記1種の金属の含有量が合計で10原子%超であると、特に靱性(又は延性)が低下する傾向があるからである。また希土類元素の含有量が合計で10原子%超であると、特に靱性(又は延性)が低下する傾向があるからである。 40

また前記1種の金属の含有量が合計で0.2原子%未満、又は希土類元素の含有量が合計で0.2原子%未満であると強度及び靱性の少なくともいずれかが不十分になる。従って、前記1種の金属の合計含有量の下限を0.2原子%とし、希土類元素の合計含有量の下限を0.2原子%とする。

本実施の形態のマグネシウム合金では、前述した範囲の含有量を有する前記1種の金属と希土類元素以外の成分がマグネシウムとなるが、合金特性に影響を与えない程度の不純物を含有しても良い。

(実施の形態2)

本発明の実施の形態 2 によるマグネシウム合金は、実施の形態 1 の組成に Zn を含有するものである。

すなわち、本実施の形態によるマグネシウム合金は、Cu、Ni 及び Co の少なくとも 1 種の金属と、Zn と、希土類元素を含む 4 元以上の合金であり、希土類元素は、Y、Dy、Er、Ho、Gd、Tb 及び Tm からなる群から選択される 1 又は 2 以上の元素である。

本実施の形態によるマグネシウム合金の組成範囲は前記 1 種の金属の含有量を合計で a 原子%とし、1 又は 2 以上の希土類元素の含有量を合計で b 原子%とし、Zn の含有量を c 原子%とすると、a、b、c は下記式 (1) ~ (3) を満たすものとなる。また好ましくは、a と b が下記式 (1') ~ (3') を満たすことである。

$$(1) 0.2 \leq a + c \leq 15$$

$$(2) 0.2 \leq b \leq 10$$

$$(3) 2/3 a - 2/3 < b$$

$$(1') 0.2 < a + c \leq 5$$

$$(2') 0.2 \leq b \leq 5$$

$$(3') 2/3 a - 1/6 < b$$

また、より好ましくは、下記式 (1) ~ (4) を満たすものとなり、さらに好ましくは、下記式 (1') ~ (4') を満たすものとなる。

$$(1) 0.2 \leq a + c \leq 15$$

$$(2) 0.2 \leq b \leq 10$$

$$(3) 2/3 a - 2/3 < b$$

$$(4) c/a \leq 1/2$$

$$(1') 0.2 < a + c \leq 5$$

$$(2') 0.2 \leq b \leq 5$$

$$(3') 2/3 a - 1/6 < b$$

$$(4') c/a \leq 1/2$$

前記 1 種の金属と Zn の合計含有量が 15 原子%超であると、特に靱性 (又は延性) が低下する傾向があるからである。また希土類元素の含有量が合計で 10 原子%超であると、特に靱性 (又は延性) が低下する傾向があるからである。

また前記 1 種の金属と Zn の合計含有量が 0.2 原子%未満、又は希土類元素の含有量が合計で 0.2 原子%未満であると強度及び靱性の少なくともいずれかが不十分になる。従って、前記 1 種の金属と Zn の合計含有量の下限を 0.2 原子%とし、希土類元素の合計含有量の下限を 0.2 原子%とする。

本実施の形態のマグネシウム合金では、前述した範囲の含有量を有する前記 1 種の金属と希土類元素以外の成分がマグネシウムとなるが、合金特性に影響を与えない程度の不純物を含有しても良い。

(実施の形態 3)

本発明の実施の形態 3 によるマグネシウム合金は、実施の形態 1 の組成に La、Ce、Pr、Nd、Sm、Eu、Yb 及び Lu からなる群から選択される 1 又は 2 以上の元素を含有するマグネシウム合金である。

すなわち、本実施の形態によるマグネシウム合金は、Cu、Ni 及び Co の少なくとも 1 種の金属と、第 1 の希土類元素と、第 2 の希土類元素を含む 4 元以上の合金であり、第 1 の希土類元素は、Y、Dy、Er、Ho、Gd、Tb 及び Tm からなる群から選択される 1 又は 2 以上の元素であり、第 2 の希土類元素は、La、Ce、Pr、Nd、Sm、Eu、Yb 及び Lu からなる群から選択される 1 又は 2 以上の元素である。

本実施の形態によるマグネシウム合金の組成範囲は前記 1 種の金属の含有量を合計で a 原子%とし、1 又は 2 以上の第 1 の希土類元素の含有量を合計で b 原子%とし、1 又は 2 以上の第 2 の希土類元素の含有量を合計で d 原子%とすると、a、b、d は下記式 (1) ~ (3) を満たすものとなる。より好ましくは、a、b、d が下記式 (1') ~ (3') を満たすことである。

10

20

30

40

50

- (1) $0.2 \leq a \leq 10$
 (2) $0.2 < b + d \leq 15$
 (3) $2/3 a - 2/3 < b$
 (1') $0.2 \leq a \leq 5$
 (2') $0.2 < b + d \leq 5$
 (3') $0.2 < b + d \leq 5$

第1の希土類元素と第2の希土類元素の含有量が合計で15原子%超であると、特に韌性（又は延性）が低下する傾向があるからである。また、第2の希土類元素を含有させる理由は、結晶粒を微細化させる効果があること、金属間化合物を析出させる効果があることによる。

10

また、第1の希土類元素と第2の希土類元素の合計含有量が0.2原子%以下であると強度及び韌性の少なくともいずれかが不十分になる。従って、第1の希土類元素と第2の希土類元素の合計含有量の下限を0.2原子%とする。

また、前記1種の金属の含有量を上記のようにした理由は実施の形態1と同様である。（実施の形態4）

本発明の実施の形態4によるマグネシウム合金は、実施の形態2の組成にLa、Ce、Pr、Nd、Sm、Eu、Yb及びLuからなる群から選択される1又は2以上の元素を含有するマグネシウム合金である。

すなわち、本実施の形態によるマグネシウム合金は、Cu、Ni及びCoの少なくとも1種の金属と、Znと、第1の希土類元素と、第2の希土類元素を含む5元以上の合金であり、第1の希土類元素は、Y、Dy、Er、Ho、Gd、Tb及びTmからなる群から選択される1又は2以上の元素であり、第2の希土類元素は、La、Ce、Pr、Nd、Sm、Eu、Yb及びLuからなる群から選択される1又は2以上の元素である。

20

本実施の形態によるマグネシウム合金の組成範囲は前記1種の金属の含有量を合計でa原子%とし、1又は2以上の第1の希土類元素の含有量を合計でb原子%とし、Znの含有量をc原子%とすし、1又は2以上の第2の希土類元素の含有量を合計でd原子%とすると、a、b、c、dは下記式(1)～(3)を満たすものとなる。また好ましくは、aとbが下記式(1')～(3')を満たすことである。

- (1) $0.2 < a + c \leq 15$
 (2) $0.2 < b + d \leq 15$
 (3) $2/3 a - 2/3 < b$
 (1') $0.2 < a + c \leq 5$
 (2') $0.2 < b + d \leq 5$
 (3') $2/3 a - 2/3 < b$

30

また、より好ましくは、下記式(1)～(4)を満たすものとなり、さらに好ましくは、下記式(1')～(4')を満たすものとなる。

- (1) $0.2 < a + c \leq 15$
 (2) $0.2 < b + d \leq 15$
 (3) $2/3 a - 2/3 < b$
 (4) $c/a \leq 1/2$
 (1') $0.2 < a + c \leq 5$
 (2') $0.2 < b + d \leq 5$
 (3') $2/3 a - 2/3 < b$
 (4') $c/a \leq 1/2$

40

第1の希土類元素と第2の希土類元素の含有量が合計で15原子%超であると、特に韌性（又は延性）が低下する傾向があるからである。また、第2の希土類元素を含有させる理由は、結晶粒を微細化させる効果があること、金属間化合物を析出させる効果があることによる。

また第1の希土類元素と第2の希土類元素の含有量が合計で0.2原子%未満であると強度及び韌性の少なくともいずれかが不十分になる。従って、第1の希土類元素と第2の

50

希土類元素の合計含有量の下限を0.2原子%とする。

また、前記1種の金属とZnの合計含有量を上記の範囲とした理由は実施の形態2と同様である。

(実施の形態5)

本発明の実施の形態5によるマグネシウム合金としては、実施の形態1~4のいずれかの組成にMeを加えたマグネシウム合金が挙げられる。但し、MeはZr、Ti、Mn、Al、Ag、Sc、Sr、Ca、Si、Hf、Nb、B、C、Sn、Au、Ba、Ge、Bi、Ga、In、Ir、Li、Pd、Sb、V、Fe、Cr及びMoからなる群から選択される少なくとも1種の元素である。このMeの含有量を合計でe原子%とすると、eは下記式(5)を満たすものとなる。より好ましくは、eと前記aと前記bと前記dはさらに下記式(6)を満たすものとなる。

$$(5) 0 < e \leq 2.5$$

$$(6) e / (a + b + c + d) \leq 1 / 2$$

Meを添加すると、高強度高靱性を維持したまま、他の性質を改善することができる。例えば、耐食性や結晶粒微細化などに効果がある。

尚、上記実施の形態1~5それぞれのマグネシウム合金は、鋳造物を切削することによって作られた複数の数mm角以下のチップ形状鋳造物に適用することも可能である。

(実施の形態6)

本発明の実施の形態6によるマグネシウム合金の製造方法について説明する。

実施の形態1~5のいずれかの組成からなるマグネシウム合金を溶解して鋳造し、マグネシウム合金鋳造物を作る。鋳造時の冷却速度は0.05K/秒以上1000(10³)K/秒以下であり、より好ましくは0.5K/秒以上1000(10³)K/秒以下である。このマグネシウム合金鋳造物としては、インゴットから所定形状に切り出したものを用いる。

次いで、マグネシウム合金鋳造物に熱処理を施しても良い。この際の熱処理条件は、温度が200~550、処理時間が1分~3600分(又は60時間)とすることが好ましい。

前記マグネシウム合金鋳造物は長周期積層構造相の結晶組織を有する。また、マグネシウム合金鋳造物はMg相を有し、このMg相がラメラ構造を有する。また、長周期積層構造相はキンキングしている。ここでいうキンキングとは、強加工された長周期構造相が特に方位関係を持たず、相内で折れ曲がり(bent)を生じ、長周期構造相が微細化される事である。

また、前記マグネシウム合金鋳造物は長周期積層構造相とMg相以外にその他の化合物相が含まれていることがある。

次に、前記マグネシウム合金鋳造物に塑性加工を行う。この塑性加工の方法としては、例えば押し出し、ECAE(equal-channel-angular-extrusion)加工法、圧延、引抜及び鍛造、これらの繰り返し加工、FSW加工などを用いる。尚、前記塑性加工は、少なくとも一回の相当歪量が0.5以下であることが好ましい。ここで、多軸応力状態にある応力成分を、それに相当する単軸応力に換算した応力を相当応力といい、相当歪量とはこの相当応力をうけたときの歪み量である。

押し出しによる塑性加工を行う場合は、押し出し温度を200以上500以下とし、押し出しによる断面減少率を5%以上とすることが好ましい。

ECAE加工法は、試料に均一なひずみを導入するためにパス毎に試料長手方向を90°ずつ回転させる方法である。具体的には、断面形状がL字状の成形孔を形成した成形用ダイの前記成形孔に、成形用材料であるマグネシウム合金鋳造物を強制的に進入させて、特にL状成形孔の90°に曲げられた部分で前記マグネシウム合金鋳造物に応力を加えて強度及び靱性が優れた成形体を得る方法である。ECAEのパス回数としては1~8パスが好ましい。より好ましくは3~5パスである。ECAEの加工時の温度は200以上500以下が好ましい。

圧延による塑性加工を行う場合は、圧延温度を200以上500以下とし、圧下率

を5%以上とすることが好ましい。

引抜加工による塑性加工を行う場合は、引抜加工を行う際の温度が200以上500以下、前記引抜加工の断面減少率が5%以上であることが好ましい。

鍛造による塑性加工を行う場合は、鍛造加工を行う際の温度が200以上500以下、前記鍛造加工の加工率が5%以上であることが好ましい。

上記のようにマグネシウム合金鋳造物に塑性加工を行った塑性加工物は、常温において長周期積層構造の結晶組織を有する。また、塑性加工物はMg相を有し、このMg相がラメラ構造を有する。また、長周期積層構造相はキンキングしている。前記長周期積層構造相の少なくとも一部は湾曲又は屈曲している。また、前記塑性加工物は、長周期積層構造相とMg相以外にその他の化合物相が含まれていることがある。例えば、前記塑性加工物は、Mgと希土類元素の化合物、Mgと前記1種の金属の化合物、前記1種の金属と希土類元素の化合物及びMgと前記1種の金属と希土類元素の化合物からなる析出物群から選択される少なくとも1種類の析出物を有していても良い。また、前記塑性加工物はhcp-Mgを有する。前記塑性加工を行った後の塑性加工物については、塑性加工を行う前の鋳造物に比べてビッカース硬度及び降伏強度がともに上昇する。

前記マグネシウム合金鋳造物に塑性加工を行った後の塑性加工物に熱処理を施しても良い。この熱処理条件は、温度が200～550、熱処理時間が1分～3600分（又は60時間）とすることが好ましい。この熱処理を行った後の塑性加工物については、熱処理を行う前の塑性加工物に比べてビッカース硬度及び降伏強度がともに上昇する。また、熱処理後の塑性加工物にも熱処理前と同様に、常温において長周期積層構造の結晶組織を有し、Mg相を有し、このMg相がラメラ構造を有する。また、長周期積層構造相はキンキングしている。前記長周期積層構造相の少なくとも一部は湾曲又は屈曲している。また、前記塑性加工物は、Mgと希土類元素の化合物、Mgと前記一の金属の化合物、前記一の金属と希土類元素の化合物及びMgと前記一の金属と希土類元素の化合物からなる析出物群から選択される少なくとも1種類の析出物を有していても良い。また、前記塑性加工物はhcp-Mgを有する。

上記実施の形態1～6によれば、マグネシウム合金の拡大した用途、例えば強度及び靱性共に高性能が要求されるハイテク用合金としての用途に対して、強度及び靱性ともに実用に供するレベルにある高強度高靱性マグネシウム合金及びその製造方法を提供することができる。

また、実施の形態1～4の組成に0原子%超2.5原子%以下のZrを添加したマグネシウム合金を溶解して鋳造した場合、このマグネシウム合金鋳造物には化合物の析出が抑制され、長周期積層構造相の形成が促進され、結晶組織が微細化される。従って、このマグネシウム合金鋳造物は押出しなどの塑性加工が容易になり、塑性加工を行った塑性加工物はZrを添加しないマグネシウム合金の塑性加工物に比べて多量の長周期積層構造相を有すると共に微細化された結晶組織を有することになる。このように多量の長周期積層構造相を有することにより、強度及び靱性を向上させることができる。

また、前記長周期積層構造相は濃度変調を有する。前記濃度変調とは、溶質元素濃度が原子層毎に周期的に変化する事をいう。

（実施の形態7）

本発明の実施の形態7によるマグネシウム合金の製造方法について説明する。

実施の形態6と同様の方法で、実施の形態1～5のいずれかの組成からなるマグネシウム合金を溶解して鋳造し、マグネシウム合金鋳造物を作る。次いで、マグネシウム合金鋳造物に均質化熱処理を施しても良い。

次いで、このマグネシウム合金鋳造物を切削することによって複数の数mm角以下のチップ形状鋳造物を作製する。

次いで、チップ形状鋳造物を圧縮又は塑性加工法的手段を用いて予備成形し、熱処理を施しても良い。この際の熱処理条件は、温度が200～550、処理時間が1分～3600分（又は60時間）とすることが好ましい。

チップ形状の鋳造物は例えばチクソーモールドの原料に一般的に用いられている。

尚、チップ形状鋳造物とセラミック粒子とを混合したものを圧縮又は塑性加工法的手段を用いて予備成形し、熱処理を施しても良い。また、チップ形状鋳造物を予備成形する前に、付加的に強歪加工を施しても良い。

次に、前記チップ形状鋳造物に塑性加工を行う。この塑性加工の方法としては、実施の形態6の場合と同様に種々の方法を用いることができる。

このように塑性加工を行った塑性加工物は、実施の形態6と同様に、常温において長周期積層構造の結晶組織を有する。この長周期積層構造相の少なくとも一部は湾曲又は屈曲している。前記塑性加工を行った後の塑性加工物については、塑性加工を行う前の鋳造物に比べてビッカース硬度及び降伏強度がともに上昇する。

前記チップ形状鋳造物に塑性加工を行った後の塑性加工物に熱処理を施しても良い。この熱処理条件は、温度が200 ~ 550、熱処理時間が1分~3600分(又は60時間)とすることが好ましい。この熱処理を行った後の塑性加工物については、熱処理を行う前の塑性加工物に比べてビッカース硬度及び降伏強度がともに上昇する。また、熱処理後の塑性加工物にも熱処理前と同様に、常温において長周期積層構造の結晶組織を有する。この長周期積層構造相の少なくとも一部が湾曲又は屈曲している。

上記実施の形態7では、鋳造物を切削することによってチップ形状鋳造物を作製することにより、組織が微細化するので、実施の形態6に比べてよりより高強度・高延性・高靱性の塑性加工物などを作製することが可能となる。また、本実施の形態によるマグネシウム合金は実施の形態6によるマグネシウム合金に比べて亜鉛及び希土類元素がより低濃度であっても高強度及び高靱性の特性を得ることができる。

上記実施の形態7によれば、マグネシウム合金の拡大した用途、例えば強度及び靱性共に高性能が要求されるハイテク用合金としての用途に対して、強度及び靱性ともに実用に供するレベルにある高強度高靱性マグネシウム合金及びその製造方法を提供することができる。

また、前記長周期積層構造相は濃度変調を有する。前記濃度変調とは、溶質元素濃度が原子層毎に周期的に変化する事をいう。

(実施の形態8)

本発明の実施の形態8によるマグネシウム合金の製造方法について説明する。

急速凝固粉末の作製とその固化成形には、クローズドP/Mプロセッシング・システムを使用する。作製に使用するシステムを図5及び図6に示す。図5は、ガス・アトマイズ法による急速凝固粉末の作製と、作製された粉末から、ピレットを押出成形してピレットを作製する工程を示している。図6は、作製したピレットを押出成形するまでを示している。図5及び図6を用いて、急速凝固粉末の作製と固化成形について、詳しく説明する。

図5において、高圧ガス・アトマイザ100を用いて目的とする成分比のマグネシウム合金の粉末を作製する。これは、まず、溶解室110中のるつぼ116中で、目的の成分比を有する合金を誘導コイル114により溶解する。この際に用いる合金の材料は、実施の形態1~5のいずれかの組成のマグネシウム合金である。

前記の溶解した合金を、ストッパ112を上げて噴出させ、それにノズル132から高圧の不活性ガス(例えば、ヘリウムガスやアルゴンガス)を吹きつけて噴霧することで、合金の粉末を作製する。この際の冷却速度は1000(10³)K/秒以上10000000(10⁷)K/秒以下であり、より好ましくは10000(10⁴)K/秒以上10000000(10⁷)K/秒以下である。ノズル等はヒータ131で加熱されている。また、アトマイズ室130は、酸素分析器162や真空ゲージ164で監視されている。

作成したマグネシウム合金の粉末は長周期積層構造相の結晶組織を有する。また、前記粉末はMg相を有し、このMg相がラメラ構造を有する。また、長周期積層構造相はキンキングしている。また、前記粉末は長周期積層構造相とMg相以外にその他の化合物相が含まれていることがある。

作製した合金粉末は、サイクロン分級機140を介して、真空グローブ・ボックス200中のホッパ220中に収集される。以後の処理は、この真空グローブ・ボックス200の中で行われる。次に、真空グローブ・ボックス200中で徐々に細かいふるい230に

かけることにより、目的とする細かさの粉末を得る。本発明では、粒径 $32\ \mu\text{m}$ 以下の粉末を得ている。尚、粉末に代えて薄帯又は細線を得ることも可能である。

この合金の粉末から、ビレットを作製するために、まず、予備圧縮を真空ホットプレス機240を用いて行う。この場合の真空ホットプレス機は、30トンのプレスを行うことができるものを用いた。

まず、合金粉末をホットプレス機240を用いて銅の缶254に充填し、上からキャップ252をかぶせる。キャップ252と缶254とを、回転盤258で回転しながら、溶接機256で溶接してビレット260を作製する。このビレット260の漏れチェックのため、バルブ262を介して真空ポンプに接続することで、ビレット260の漏れをチェックする。漏れが無かった場合、バルブ262を閉じて、バルブ262を付けたまま容器ごと、真空グローブ・ボックス200のエントランス・ボックス280から合金のビレット260を取り出す。

取り出したビレット260は、図6に示すように、加熱炉に入れて予備加熱を行いながら、真空ポンプに接続してガス抜きを行う(図6(a)参照)。次にビレット260のキャップを圧搾してから、スポット溶接機340でスポット溶接して、ビレット260と外部との接続を遮断する(図6(b)参照)。そして、容器ごと、合金のビレットを押しプレス機400にかけて、最終形状に成形する(図6(c)参照)。押しプレス機は、メイン・プレス(メイン・ステム450側)は100トン、バック・プレス(バック・ステム470側)は20トンの性能を有し、ヒータ410でコンテナ420を加熱することで、押し温度を設定することができる。

本実施の形態の急速凝固粉末は、上述のように、高圧Heガスアトマイズ法により作製する。そして、作製した粒径 $32\ \mu\text{m}$ 以下の粉末を銅製の缶に充填し、それを真空封入することでビレットを作製し、押し温度 $623\sim 723\ \text{K}$ 、押し比 $10:1$ の押し成形により固形成形を行った。この押し成形により、粉末に圧力とせん断が加わり、緻密化と粉末間の結合が達成される。なお、圧延法や鍛造法による成形でもせん断が生じる。

前記固形成形によって得られたマグネシウム合金は長周期積層構造相の結晶組織を有する。また、前記粉末はMg相を有し、このMg相がラメラ構造を有する。また、長周期積層構造相はキンキングしている。また、前記粉末は長周期積層構造相とMg相以外にその他の化合物相が含まれていることがある。

上記実施の形態8によれば、高強度高靱性のマグネシウム合金を提供することができる。このマグネシウム合金は、平均結晶粒径が $1\ \mu\text{m}$ 以下の微細な結晶組織を有する。

【実施例】

【0007】

以下、実施例について説明する。

(実施例1)

まず、Arガス雰囲気中で高周波誘導溶解によって、実施例1として $\text{Mg}_{97}\text{Co}_1\text{Y}_2$ 合金、 $\text{Mg}_{97}\text{Ni}_1\text{Y}_2$ 合金、 $\text{Mg}_{97}\text{Cu}_1\text{Y}_2$ 合金、比較例として $\text{Mg}_{97}\text{Fe}_1\text{Y}_2$ 合金それぞれのインゴット(鑄造材)作製し、これらのインゴットから $29\times 65\ \text{mm}$ の形状に切り出した押しビレットを準備する。

次いで、押しビレットに押し加工を行う。押し加工は、 $623\ \text{K}$ 、20分間の予備加熱を行った後、押し比10、押し温度 $623\ \text{K}$ 、押し速度 $2.5\ \text{mm/秒}$ で行った。

(鑄造材の組織観察)

鑄造材の組織観察をSEM、TEMによって行った。これらの結晶組織の写真を図1(A)~(C)及び図2に示す。図1(A)は、 $\text{Mg}_{97}\text{Co}_1\text{Y}_2$ 合金の鑄造材のSEM写真であり、図1(B)は、 $\text{Mg}_{97}\text{Ni}_1\text{Y}_2$ 合金の鑄造材のSEM写真であり、図1(C)は、 $\text{Mg}_{97}\text{Cu}_1\text{Y}_2$ 合金の鑄造材のSEM写真である。図2は、 $\text{Mg}_{97}\text{Cu}_1\text{Y}_2$ 合金の鑄造材の長周期積層構造相のTEM写真と $[1120]$ からの電子線回折図形を示す図である。

比較例の $\text{Mg}_{97}\text{Fe}_1\text{Y}_2$ 合金の鑄造材には長周期積層構造相が観察されなかった。これに対し、図1(A)に示すように実施例1の $\text{Mg}_{97}\text{Co}_1\text{Y}_2$ 合金の鑄造材には化

10

20

30

40

50

合物相の他に長周期積層構造相の形成を示すラメラ組織が観察された。また、図1(B)、(C)に示すように、 $Mg_{97}Ni_1Y_2$ 合金及び $Mg_{97}Cu_1Y_2$ 合金それぞれの鋳造材には長周期積層構造相の形成を示すラメラ組織が顕著に観察され、 $Mg_{97}Cu_1Y_2$ 合金において最も高い体積分率で長周期積層構造相が観察された。

図2に示す電子線回折図形から $Mg_{97}Cu_1Y_2$ 合金で観察される長周期積層構造相はMg-Zn-Y系合金と同じ18Rタイプであることが確認された。

(ビッカース硬度試験)

$Mg_{97}Cu_1Y_2$ 合金の押出材のビッカース硬度は87HV0.5であった。また、 $Mg_{97}Ni_1Y_2$ 合金の押出材のビッカース硬度は90.1HV0.5であった。また、 $Mg_{97}Co_1Y_2$ 合金の押出材のビッカース硬度は81HV0.5であった。また、 $Mg_{97}Fe_1Y_2$ 合金の押出材のビッカース硬度は77.6HV0.5であった。

図3は、実施例1及び比較例である $Mg_{97}X_1Y_2$ (X = Fe, Co, Ni, Cu)合金の押出材の室温における引張試験結果を示す図である。また、実施例1の押出材の室温における引張試験結果 (YS: 降伏強度、UTS: 引張強さ、伸び(%))、硬さHvを表1に示す。

【表1】

Mg-X-Y室温引張試験結果

合金成分	押出温度	Hv	YS	UTS	Elongation
Mg97Fe1Y2	623K	77.6	255	308	10.5 比較例
Mg97Co1Y2	623K	81.3	315	326	2.3 実施例
Mg97Ni1Y2	623K	90.1	293	373	13.6 実施例
Mg97Cu1Y2	623K	87.7	276	363	12.5 実施例
Mg97Cu1Y2	598K		297	377	8.1 実施例

図3及び表1に示すように、長周期積層構造相を形成しない $Mg_{97}Fe_1Y_2$ 合金は比較的低い強度しか有していない。一方、長周期積層構造相を形成する $Mg_{97}Co_1Y_2$ 合金、 $Mg_{97}Ni_1Y_2$ 合金及び $Mg_{97}Cu_1Y_2$ 合金は、降伏強度(YS)がそれぞれ315MPa、293MPa、276MPaと高い強度を有している。長周期積層構造相の形成量が多い $Mg_{97}Ni_1Y_2$ 合金及び $Mg_{97}Cu_1Y_2$ 合金は12%以上と良好な延性を有しているが、 $Mg_{97}Co_1Y_2$ 合金は化合物が存在するために比較的低い延性しか有していない。

図4は、実施例1及び比較例である $Mg_{97}X_1Y_2$ (X = Fe, Co, Ni, Cu)合金の押出材の473Kにおける引張試験結果を示す図である。また、実施例1の押出材の473Kにおける引張試験結果 (YS: 降伏強度、UTS: 引張強さ、伸び(%))を表2に示す。

【表2】

Mg-X-Y高温引張試験結果 試験温度473K

合金成分	押出温度	YS	UTS	Elongation
Mg97Fe1Y2	623K	217	266	19.4 比較例
Mg97Co1Y2	623K	269	299	11.8 実施例
Mg97Ni1Y2	623K	262	312	20.7 実施例
Mg97Cu1Y2	623K	245	334	18 実施例
Mg97Cu1Y2	598K	273	344	16.3 実施例

表2に示すように、 $Mg_{97}Co_1Y_2$ 合金は、降伏強度269MPaと高い高温強度を有しているが、室温強度に比べるとその高温強度はやや低い。一方、 $Mg_{97}Ni_1Y_2$ 合金及び $Mg_{97}Cu_1Y_2$ 合金は、室温強度と高温強度の差が比較的少なく、高温域においても高い強度を維持している。これらのことから、長周期積層構造相が高温域での機械的性質の向上、即ち高強度・高延性化に大きく寄与することが確認された。

(実施例2)

まず、Arガス雰囲気中で高周波誘導溶解によって、実施例2として $Mg_{85}Cu_6Y$

合金、 $Mg_{85}Ni_6Y_9$ 合金、 $Mg_{85}Co_6Y_9$ 合金それぞれの鑄造材を作製する

。次いで、前記鑄造材に熱間圧延を行う。熱間圧延は、200、30分間の予備加熱を行った後、圧延率50~70%、圧延温度250~400で行った。

(鑄造材の組織観察)

鑄造材の組織観察をSEM、TEMによって行った。これらの結晶組織の写真を図7~図12に示す。図7は、 $Mg_{85}Cu_6Y_9$ 合金の鑄造材のSEM写真である。図8は、 $Mg_{85}Ni_6Y_9$ 合金の鑄造材のSEM写真である。図9は、 $Mg_{85}Co_6Y_9$ 合金の鑄造材のSEM写真である。図10は、 $Mg_{85}Cu_6Y_9$ 合金の鑄造材の長周期積層構造相のTEM写真である。図11は、 $Mg_{85}Cu_6Y_9$ 合金の鑄造材に生成する18R型の長周期積層構造相のディフラクションパターンを示す図である。図12は、 $Mg_{85}Cu_6Y_9$ 合金の鑄造材に生成する10H型の長周期積層構造相のディフラクションパターンを示す図である。

図7~図9に示すように実施例2の $Mg_{85}Cu_6Y_9$ 合金、 $Mg_{85}Ni_6Y_9$ 合金、 $Mg_{85}Co_6Y_9$ 合金それぞれの鑄造材には10~30 μm 程度の板状の組織が観察された。この板状組織が10Hもしくは18R型の長周期積層構造相である。図7~図9中の縮尺バーは100 μm を示している。

図10及び図11に示すTEM写真及び電子線回折図形からは、 $Mg_{85}Cu_6Y_9$ 合金において18R型の長周期積層構造相が確認された。また、図12に示す電子線回折図形からは、 $Mg_{85}Cu_6Y_9$ 合金において10H型の長周期積層構造相が確認された。

また、 $Mg_{85}Ni_6Y_9$ 合金、 $Mg_{85}Co_6Y_9$ 合金それぞれの鑄造材においても18R型と10H型の2種類の長周期積層構造相が確認されている。

(ピッカース硬度試験)

鑄造材及び熱間圧延材それぞれのピッカース硬度試験を行った。

$Mg_{85}Cu_6Y_9$ 合金の鑄造材のピッカース硬度は108HV0.5であり、 $Mg_{85}Cu_6Y_9$ 合金の熱間圧延材のピッカース硬度は150HV0.5であった。また、 $Mg_{85}Ni_6Y_9$ 合金の鑄造材のピッカース硬度は110HV0.5であり、 $Mg_{85}Ni_6Y_9$ 合金の熱間圧延材のピッカース硬度は147HV0.5であった。また、 $Mg_{85}Co_6Y_9$ 合金の鑄造材のピッカース硬度は105HV0.5であり、 $Mg_{85}Co_6Y_9$ 合金の熱間圧延材のピッカース硬度は138HV0.5であった。

上記のように、実施例2の鑄造材及び熱間圧延材が高い硬度を有しているため、実施例2のマグネシウム合金においても高強度を有するものと考えられる。

(実施例3)

試料の作製

(鑄造材の作製)

電気炉を用い、 CO_2 ガスを鉄製のつばに流入させながらMg合金を溶解し、鉄製の鑄型に注湯して鑄造材試料作製を行った。詳細には、各種材料の秤量を行い、秤量後にまずMgを鉄製のつばに入れ溶解する。Mgが溶解した後に、添加元素を入れ、1123Kまで加熱し10分保持する。その後、鉄の棒で攪拌して鑄型に注湯する作業を行った。

(急冷材の作製)

電気炉を用い、 CO_2 ガスを鉄製のつばに流入させながらMg合金を溶解し、銅製の鑄型に注湯して急冷材試料作製を行った。詳細には、鑄造材を鉄製のつばに入れ、 $Mg_{97}X_1Y_2$ ($X = Cu, Ni$)合金は1123Kまで、 $Mg_{94}X_2Y_4$ ($X = Cu, Ni$)合金は1098Kまで、 $Mg_{100-A-B}X_A Y_B$ ($X = Cu, Ni, A = 3 \sim 3.5, B = 6 \sim 7$)合金は1073Kまで加熱し10分間保持する。その後水冷式の銅鑄型に注湯し急冷する作業を行った。

(圧延材の作製)

$Mg_{91}X_3Y_6$ ($X = Cu, Ni$)合金急冷材について623Kにて、圧下率70%まで、熱間圧延を行い圧延材試料作製を行った。圧延ロールをガスバーナーで熱しながら8.6rpmで回転させ、電気炉にて623Kに保持した $Mg_{91}X_3Y_6$ ($X = Cu,$

Ni)合金急冷材を圧延した。

(引張試験片の作製)

放電ワイヤー加工機(三菱電機(株)製FA20)を用いて、JIS規格に基づき14B号の板状試験片を作製した。引張試験片の寸法は標点間距離9.45mm、平行部長さ12.8mm、肩部半径15.0mmとした。加工後は耐水研磨紙およびパフ研磨器によって研磨した。

(熱処理材の作製)

作製した $Mg_{91}X_3Y_6$ ($X = Cu, Ni$)合金圧延材の引張試験片についてひずみとり焼きなましを行った。圧延材を電気炉を用い大気中において673Kにて6h保持した後すぐに水に浸して急冷した。

($Mg_{100-A-B}Cu_A Y_B$ ($A = 1 \sim 3.5, B = 2 \sim 7$)合金急冷材の機械的特性)

$Mg_{100-A-B}Cu_A Y_B$ ($A = 1 \sim 3.5, B = 2 \sim 7$)合金急冷材について室温にて引張試験を行った。 $Mg_{97}Cu_1 Y_2$ 合金急冷材は、室温にて耐力(以下、 $\sigma_{0.2}$ と略) = 121MPa、引張強さ(以下、 σ_B と略) = 215MPa、伸び(以下、 ϵ と略) = 14%を示した。また、 $Mg_{94}Cu_2 Y_4$ 合金急冷材は $\sigma_{0.2} = 191$ MPa、 $\sigma_B = 257$ MPa、 $\epsilon = 8\%$ となり、 $Mg_{97}Cu_1 Y_2$ 合金に比べて伸びは小さくなるものの強度が上昇していることがわかる。さらに、 $Mg_{91}Cu_3 Y_6$ 合金急冷材では $\sigma_{0.2} = 257$ MPa、 $\sigma_B = 312$ MPa、 $\epsilon = 6\%$ 、 $Mg_{90.5}Cu_{3.5} Y_{6.25}$ 合金急冷材では $\sigma_{0.2} = 277$ MPa、 $\sigma_B = 328$ MPa、 $\epsilon = 5\%$ となり、いずれも添加元素量の増加とともに伸びは小さくなるものの強度が上昇する傾向であった。しかし、 $Mg_{89.5}Cu_{3.5} Y_7$ 合金急冷材では $\epsilon = 1\%$ となり、弾性域で脆性的に破断したために強度も $\sigma_B = 221$ MPaと減少した。以上の結果から、CuおよびYの添加元素量が増加すると長周期相が増加し、強度は増加していくが、 $Mg_{89.5}Cu_{3.5} Y_7$ 合金まで添加元素量を増やすと脆性的に破断することがわかった。したがって、長周期相に適切な量のMg相を分散させて複相化させることによって延性を向上させることができることがわかった。

($Mg_{91}Cu_3 Y_6$ 合金の圧延加工と機械的特性)

急冷材の引張試験の結果において $Mg_{91}Cu_3 Y_6$ 合金は降伏強度が257MPa、伸びが6%と高い強度と適度な延性を持つ合金であることから、 $Mg_{91}Cu_3 Y_6$ 合金急冷材とその圧延材、さらに圧延後の熱処理材について室温から623Kにおいて引張試験を行い、圧延による機械的特性を調べた。

($Mg_{91}Cu_3 Y_6$ 合金急冷材の機械的特性)

$Mg_{91}Cu_3 Y_6$ 合金急冷材は、室温にて耐力(以下、 $\sigma_{0.2}$ と略) = 257MPa、引張強さ(以下、 σ_B と略) = 312MPa、伸び(以下、 ϵ と略) = 6%を示した。また、523Kでは $\sigma_{0.2} = 203$ MPa、 $\sigma_B = 250$ MPa、 $\epsilon = 7\%$ 、573Kでは $\sigma_{0.2} = 152$ MPa、 $\sigma_B = 192$ MPa、 $\epsilon = 11\%$ 、さらに、598Kでは $\sigma_{0.2} = 109$ MPa、 $\sigma_B = 125$ MPa、 $\epsilon = 34\%$ 、623Kでは $\sigma_{0.2} = 61$ MPa、 $\sigma_B = 74$ MPa、 $\epsilon = 100\%$ を示した。これより、高温になるにつれて強度が低下し伸びが増加する傾向が見られた。また、523Kという高温域においても降伏強度が150MPa以上という高い値を維持しており、 $Mg_{91}Cu_3 Y_6$ 合金急冷材は高温においても高強度を有する合金であることがわかった。

($Mg_{91}Cu_3 Y_6$ 合金の硬さ)

$Mg_{91}Cu_3 Y_6$ 合金圧延材の硬さは119HV0.5であり、 $Mg_{91}Cu_3 Y_6$ 合金急冷材の100HV0.5に比べて硬さが上昇していた。また $Mg_{91}Cu_3 Y_6$ 合金熱処理材についても硬さ試験を行ったところ、硬さは108HV0.5であり、熱処理によって硬さが減少したことから、Mgおよび長周期相のひずみが緩和したと考えられる。

($Mg_{91}Cu_3 Y_6$ 合金熱処理材の機械的特性)

圧延加工のままでは材料内にひずみが蓄積され、ほぼ弾性域で破断する事がわかっている。そのため、 $Mg_{91}Cu_3 Y_6$ 合金圧延材について673Kで6hのひずみとり焼き

なましを行った $Mg_{91}Cu_3Y_6$ 合金熱処理材について引張試験により機械的特性を調べた。 $Mg_{91}Cu_3Y_6$ 合金熱処理材は、室温にて耐力（以下、 $\sigma_{0.2}$ と略）= 412 MPa、引張強さ（以下、 σ_B と略）= 477 MPa、伸び（以下、 ϵ と略）= 6%を示した。また、523 Kでは $\sigma_{0.2} = 254$ MPa、 $\sigma_B = 284$ MPa、 $\epsilon = 24\%$ 、573 Kでは $\sigma_{0.2} = 199$ MPa、 $\sigma_B = 223$ MPa、 $\epsilon = 46\%$ 、598 Kでは $\sigma_{0.2} = 105$ MPa、 $\sigma_B = 134$ MPa、 $\epsilon = 69\%$ 、さらに623 Kでは $\sigma_{0.2} = 66$ MPa、 $\sigma_B = 81$ MPaを示し、 $\epsilon = 63\%$ においても破断しなかった。これより、急冷材の場合と同様に高温になるにつれて強度が低下し伸びが増加する傾向が観察された。熱処理材では室温において降伏強度が400 MPa以上という非常に高い $\sigma_{0.2}$ を示した。また、高温域では急冷材よりも強度は高く、伸びが大きくなっている。これは圧延加工によって急冷材において存在していたと考えられる試料内の鑄造欠陥（空洞）等の材料欠陥が潰された事によるものと考えられる。そして特に強度面においては、長周期相の底面（0018）が圧延板面と平行に集合組織を形成したためだと考えられる。六方晶の場合、変形させる際の外力の方向が底面に対して平行または垂直であった場合、底面に働くせん断力が0になるため、すべり変形が生じず、塑性変形をしないが降伏強度が向上する。したがって、 $Mg_{91}Cu_3Y_6$ 合金に熱間圧延加工を施すことにより大きく強度が向上し、適度な延性も兼ね備えたMg合金を作製できた。

（ $Mg_{90.5}Cu_{3.25}Y_{6.25}$ 合金の圧延加工と機械的特性）

$Mg_{91}Cu_3Y_6$ 合金について、圧延加工を行い引張試験を行ったところ、室温にて降伏強度が400 MPaを超える高い強度を示し、伸びも6%という非常に優れた特性を持つことがわかった。さらなる高強度の合金を創製するには、 $Mg_{91}Cu_3Y_6$ 合金よりも強度が高く伸びも4.6%と、ある程度の延性を持っている $Mg_{90.5}Cu_{3.25}Y_{6.25}$ 合金に圧延加工を施すことが考えられる。そこで、 $Mg_{90.5}Cu_{3.25}Y_{6.25}$ 合金急冷材を作製し、圧延加工を施した試料について引張試験を行って機械的特性を調べた。

（ $Mg_{90.5}Cu_{3.25}Y_{6.25}$ 合金熱処理材の機械的特性）

作製した $Mg_{90.5}Cu_{3.25}Y_{6.25}$ 合金熱処理材について室温から623 Kにて引張試験を行い、機械的特性を調べた。表3に結果を示す。室温において耐力（以下、 $\sigma_{0.2}$ と略）= 448 MPa、引張強さ（以下、 σ_B と略）= 512 MPa、伸び（以下、 ϵ と略）= 6%を示した。また、523 Kでは $\sigma_{0.2} = 342$ MPa、 $\sigma_B = 375$ MPa、 $\epsilon = 25\%$ 、573 Kでは $\sigma_{0.2} = 228$ MPa、 $\sigma_B = 245$ MPa、 $\epsilon = 44\%$ 、598 Kでは $\sigma_{0.2} = 177$ MPa、 $\sigma_B = 189$ MPa、 $\epsilon = 47\%$ 、さらに623 Kでは $\sigma_{0.2} = 54$ MPa、 $\sigma_B = 61$ MPa、 $\epsilon = 143\%$ となった。この値は $Mg_{91}Cu_3Y_6$ 合金熱処理材と比べて強度が大きく、延性は同程度かやや下回る値であった。これは長周期相の面積率の増加と、圧延による加工率の増加に起因するものと考えられる。

また、 $Mg_{91}Cu_3Y_6$ 合金熱処理材と同様に高温になるにつれて強度が低下し伸びが増加する傾向が観察された。熱処理材では室温において $\sigma_{0.2}$ が448 MPaという値を示し、 σ_B が500 MPaを超える事から、 $Mg_{90.5}Cu_{3.25}Y_{6.25}$ 合金熱処理材は $Mg_{91}Cu_3Y_6$ 合金熱処理材を超える非常に高い強度を持ちながら適度な延性を兼ね備えた材料であるといえる。

図13に $Mg_{91}Cu_3Y_6$ 合金熱処理材のTEM写真および電子回折パターンを示す。図13によると組織はMg粒と長周期相の2相状態である。また長周期に組織的なベント（曲げ）が生じていることが分かり、これも高強度化に寄与していると考えられる。図13の組織は $Mg_{91}Cu_3Y_6$ 合金熱処理材のものであるが $Mg_{90.5}Cu_{3.25}Y_{6.25}$ 合金熱処理材でも同様であると考えられる。

【表 3】

Mg_{90.5}X_{3.25}Y_{6.25}(X=Cu,Zn,Ni)合金圧延熱処理材の機械的特性

試料名	引張温度	耐力 $\sigma_{0.2}$ / MPa	引張強さ σ_B / MPa	伸び δ / %	比強度 $\sigma_{0.2}/\rho$ (2)	比重 ρ / Mg·m ⁻³
Mg _{90.5} Cu _{3.25} Y _{6.25} 合金 圧延熱処理材	室温	448	512	6	214	2.098
	523K	342	375	25	163	
	573K	228	245	44	109	
	598K	177	189	47	84	
	673K	54	61	143	26	
	室温	353	400	5	169	
Mg _{90.5} Zn _{3.25} Y _{6.25} 合金 圧延熱処理材	523K	279	317	14	133	2.093
	573K	150	170	23	72	
	598K	131	145	32	63	
	673K	80	88	57	38	
	室温	460	526	8	220	
	523K	301	245	12	144	
Mg _{90.5} Ni _{3.25} Y _{6.25} 合金 圧延熱処理材	573K	224	236	25	107	2.090
	598K	159	176	34	76	
	673K	114	126	43	55	
	室温	460	526	8	220	

表 3 に本実施例において作製した合金の機械的特性を示す。室温においては Mg_{90.5}Cu_{3.25}Y_{6.25}合金熱処理材、Mg_{90.5}Ni_{3.25}Y_{6.25}合金熱処理材は比強度において A7075-T6 (A7075: Al-1.2% Cu-6% Zn-2% Mg-0.25% Cr-0.25% Mn, T6: 溶体化処理後、人工時効効果処理し

た状態)を超え、Ti-6Al-4Vに僅かに至らないが、非常に高いことが分かる。またMg_{90.5}Zn_{3.25}Y_{6.25}合金熱処理材の比強度も商用化されている既存のマグネシウム合金を上回っている。523Kでの比強度についてはMg_{90.5}Cu_{3.25}Y_{6.25}合金熱処理材、Mg_{90.5}Zn_{3.25}Y_{6.25}合金熱処理材、Mg_{90.5}Ni_{3.25}Y_{6.25}合金熱処理材のいずれの合金も耐熱マグネシウム合金WE54A-T6(WE54A:Mg-5%Y-4%RE, T6:溶体化処理後、人工時効効果処理した状態)、耐熱アルミニウム合金A2219-T81(A2219:Al-6%Cu-0.3%Mn-0.5%Zr, T81:溶体化後1%の冷間圧延を施し、人工時効効果処理した状態)の強度を上回っており、さらに598Kにおいても耐力が100MPa以上であり高強度を保っている。623KにおいてMg_{90.5}Ni_{3.25}Y_{6.25}合金熱処理材は耐力が100MPa以上の高強度を維持しており、Mg_{90.5}Cu_{3.25}Y_{6.25}合金熱処理材は143%の高い延性を示した。

10

以上の結果から、本実施例で作製したMg-TM(TM=遷移金属)-Y合金は室温~高温領域まで高い比強度を有するMg合金であると言える。

上記実施例3の合金"板材"の高強度の理由は、熱間圧延によって、Mgおよび長周期相の(001)および(0018)面が板面に平行に配向(集合組織化)するために、引張方向に対して変形しにくくなるためと考えられる。配向していない急冷まま材の引張試験結果も引張強度が300MPa以上と高強度を示している。これは長周期そのものが、やはり強度が高いことを示した結果である。銅鑄型を使った急冷効果も幾分高強度化に寄与している。これに加えて熱間で圧延する事により集合組織化し、さらに強くなると考えられる。高温でも強い理由は、長周期相そのものが高温に強いことと、400で6時間熱処理をしても、集合組織が残っているために室温と同じ様に高強度化が達成されるためである。圧延後の熱処理は非常に重要で、この熱処理をしないと室温での伸びが向上しない。室温での伸びは熱処理する事によりMgが回復・再結晶化して生じる現象である。Mgは回復するが、長周期相そのものは上記のように400での熱処理後にも集合組織化して残っているために、これが高強度化に大きく寄与する。

20

(実施例4)

まず、Arガス雰囲気中で高周波誘導溶解によって、表4、表5及び表6それぞれに示す組成を有するインゴット(鑄造材)作製し、これらのインゴットから29×65mmの形状に切り出した押出ピレットを準備する。

30

次いで、押出ピレットに押出加工を行う。押出加工は、623K、20分間の予備加熱を行った後、表4~表6に示す押出比、押出温度、押出速度で行った。次に、この押出加工を行った押出材に表4~表6に示す温度で引張試験を行い、その結果を表4~表6に示している。

表4~表6に示すように、長周期積層構造相を形成するマグネシウム合金は、高い降伏強度を有している。

尚、本発明は上述した実施の形態及び実施例に限定されるものではなく、本発明の主旨を逸脱しない範囲内で種々変更して実施することが可能である。

【表 4】

Mg-Ni-Y合金鑄造押出材の引張特性																		
組成 (at.%)	押出条件			室温						引張温度								
	押出温度 (°C)	押出速度 (mm/s)	押出比	降伏強度 (MPa)	引張強度 (MPa)	伸び (%)	200°C		250°C		300°C		350°C					
							降伏強度 (MPa)	引張強度 (MPa)	伸び (%)	引張強度 (MPa)	降伏強度 (MPa)	伸び (%)	引張強度 (MPa)	降伏強度 (MPa)	伸び (%)			
Mg _{93.5} Ni ₃ Y _{3.5}	400	2.5	10	485	551	8.9	320	387	21.9	250	311	31.2	162	199	70	81	97	31.9 (途中停止)
Mg ₈₉ Ni ₄ Y ₇	500	2.5	10	480	507	0.2	392	450	1.7	320	402	6.7	230	274	28.2	119	143	48.2
Mg ₉₃ Ni ₃ Y ₄	400	2.5	10	440	521	2.6	320	389	17	320	389	17	320	389	17	320	389	17
Mg _{94.5} Ni ₃ Y _{2.5}	350	2.5	10	461	513	2.7	320	359	20.4	320	359	20.4	320	359	20.4	320	359	20.4
Mg ₉₄ Ni _{2.5} Y _{3.5}	350	2.5	10	445	520	8.4	324	387	16.7	324	387	16.7	324	387	16.7	324	387	16.7
Mg ₉₄ Ni ₃ Y ₃	350	2.5	10	475	542	6.7	322	375	21.1	322	375	21.1	322	375	21.1	322	375	21.1
Mg _{91.5} Ni ₄ Y _{4.5}	500	2.5	10	407	496	2.4	281	355	19.4	281	355	19.4	281	355	19.4	281	355	19.4
Mg _{92.5} Ni _{3.5} Y ₄	450	2.5	10	465	516	2.7	305	371	22.3	305	371	22.3	305	371	22.3	305	371	22.3
Mg _{92.5} Ni ₄ Y _{3.5}	450	2.5	10	456	531	4.5	300	365	20.3	300	365	20.3	300	365	20.3	300	365	20.3
Mg ₉₂ Ni _{3.5} Y _{4.5}	450	2.5	10	464	536	2.6	310	385	21.9	310	385	21.9	310	385	21.9	310	385	21.9
Mg ₉₂ Ni ₄ Y ₄	450	2.5	10	455	532	3.2	303	374	21.8	303	374	21.8	303	374	21.8	303	374	21.8
Mg _{93.5} Ni _{2.5} Y ₄	450	2.5	10	405	475	7.2	293	374	20.2	293	374	20.2	293	374	20.2	293	374	20.2
Mg _{93.5} Ni _{3.5} Y ₃	400	2.5	10	480	534	5.6	310	365	24	310	365	24	310	365	24	310	365	24
Mg ₉₃ Ni _{2.5} Y _{4.5}	450	2.5	10	355	487	5.9	315	290	19.4	315	290	19.4	315	290	19.4	315	290	19.4
Mg ₉₃ Ni _{3.5} Y _{3.5}	450	2.5	10	456	516	5.8	304	365	26	304	365	26	304	365	26	304	365	26
Mg ₉₅ Ni ₂ Y ₃	350	2.5	10	311	448	10.8	320	370	10	320	370	10	320	370	10	320	370	10
Mg _{92.5} Ni ₃ Y _{4.5}	400	2.5	10	405	518	4	330	409	17	330	409	17	330	409	17	330	409	17
Mg ₉₀ Ni ₄ Y ₆	500	2.5	10	470	470	0.2	375	442	7.7	375	442	7.7	375	442	7.7	375	442	7.7
Mg ₉₆ Ni ₂ Y ₂	350	2.5	10	445	473	5.6	289	325	13.2	289	325	13.2	289	325	13.2	289	325	13.2
Mg ₉₇ Ni ₁ Y ₂	350	2.5	10	293	373	13.6	262	312	20.7	262	312	20.7	262	312	20.7	262	312	20.7

【表 5】

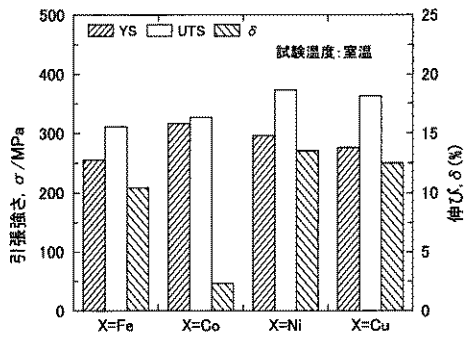
Mg-Cu-Y合金鑄造押出材の引張特性										
組成 (at. %)	押出条件				引張温度					
	押出温度 (°C)	押出比	押出速度 (mm/s)	室温			200°C			
				降伏強度 (MPa)	引張強度 (MPa)	伸び (%)	降伏強度 (MPa)	引張強度 (MPa)	伸び (%)	
Mg _{92.5} Cu ₃ Y _{4.5}	500	10	2.5	310	441	7.8	303	405	17.6	
Mg ₉₄ Cu _{2.5} Y _{3.5}	500	10	2.5	305	410	7.6	281	365	17.6	
Mg ₉₀ Cu ₄ Y ₆	500	10	2.5	375	526	3.9	371	456	13.9	
Mg ₉₅ Cu ₂ Y ₃	500	10	2.5	303	398	10.7	272	353	19.4	
Mg ₉₇ Cu ₁ Y ₂	350	10	2.5	276	363	12.5	245	334	18	
Mg ₉₆ Cu ₂ Y ₂	350	10	2.5	330	414	6.3	305	359	13.6	

【表 6】

Mg-Co-Y合金鑄造押出材の引張特性									
引張温度					引張温度				
室温					200°C				
押出条件									
組成 (at. %)	押出温度 (°C)	押出比	押出速度 (mm/s)	降伏強度 (MPa)	引張強度 (MPa)	伸び (%)	降伏強度 (MPa)	引張強度 (MPa)	伸び (%)
Mg ₉₇ Co ₁ Y ₂	350	10	2.5	315	326	2.3	269	299	11.8
Mg ₉₆ Co ₂ Y ₂	350	10	2.5	265	311	9.2	239	283	12.9

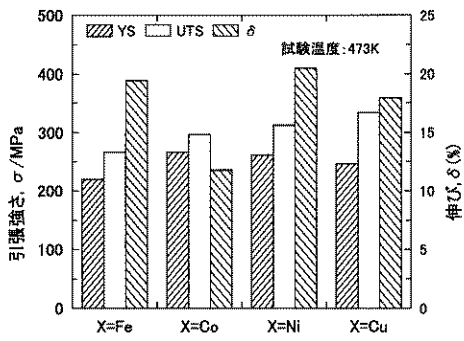
【 図 3 】

図3



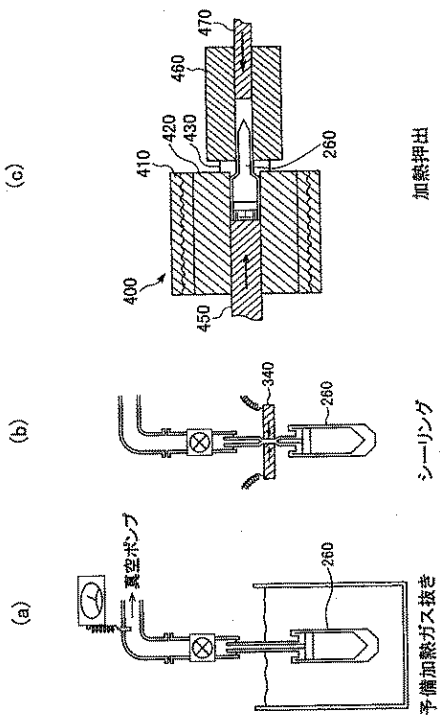
【 図 4 】

図4



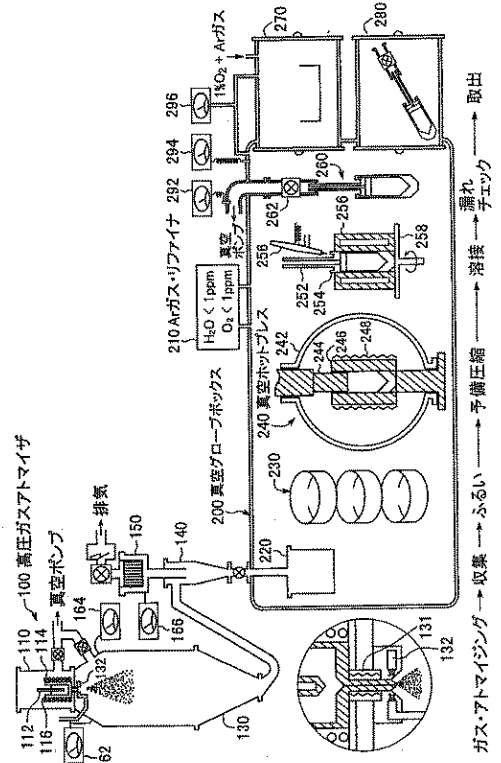
【 図 6 】

図 6



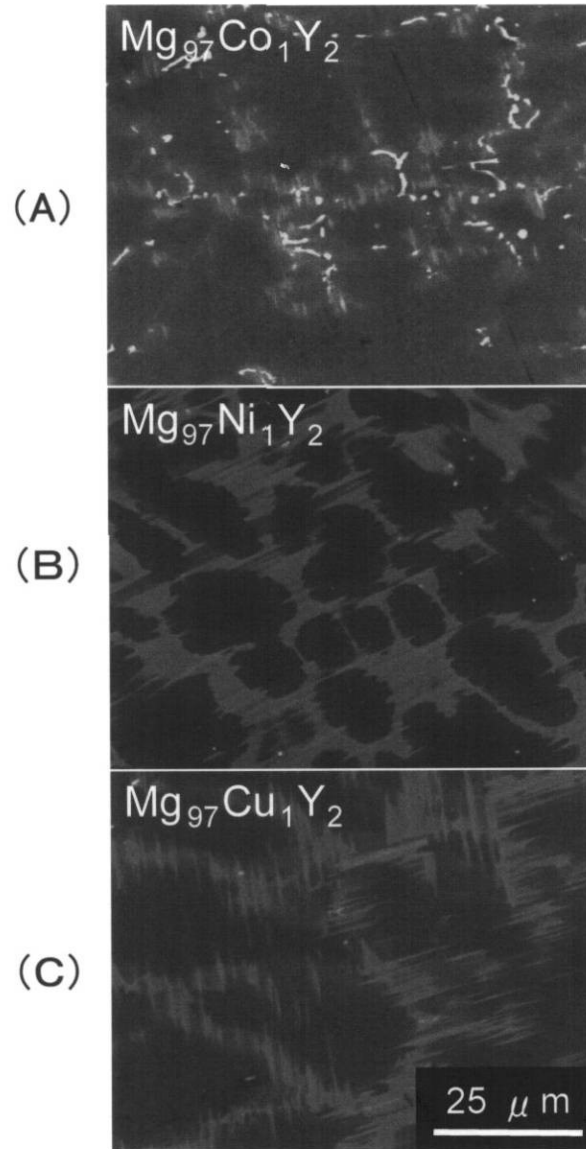
【 図 5 】

図 5



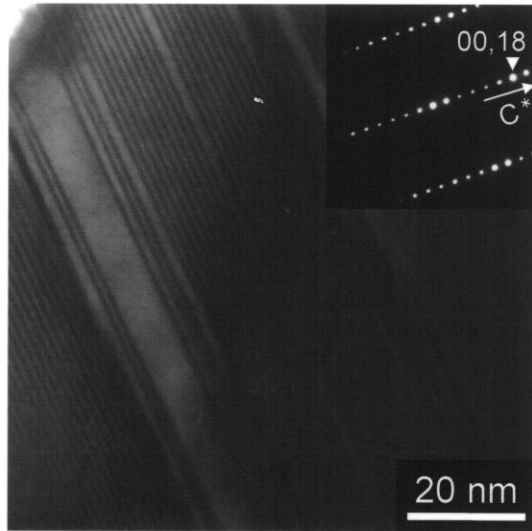
【図 1】

図 1



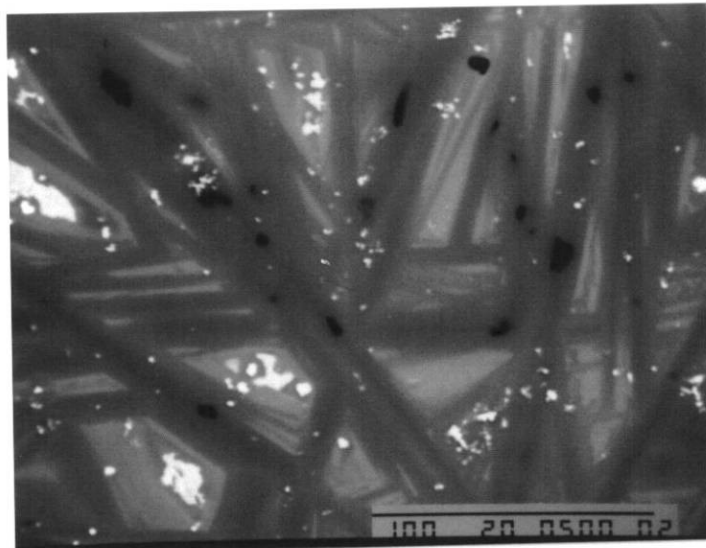
【図 2】

図 2



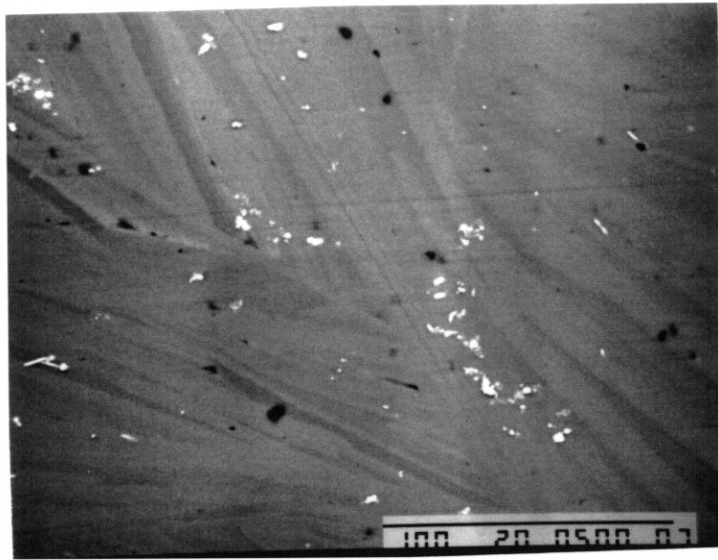
【図 7】

図 7



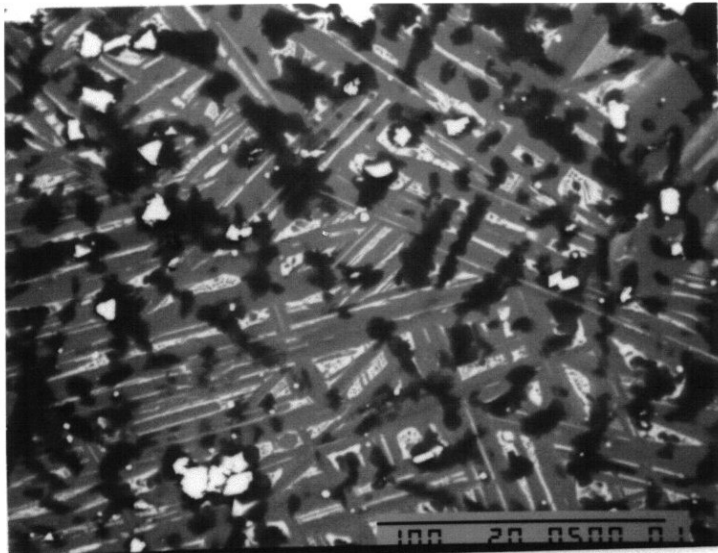
【 図 8 】

図 8



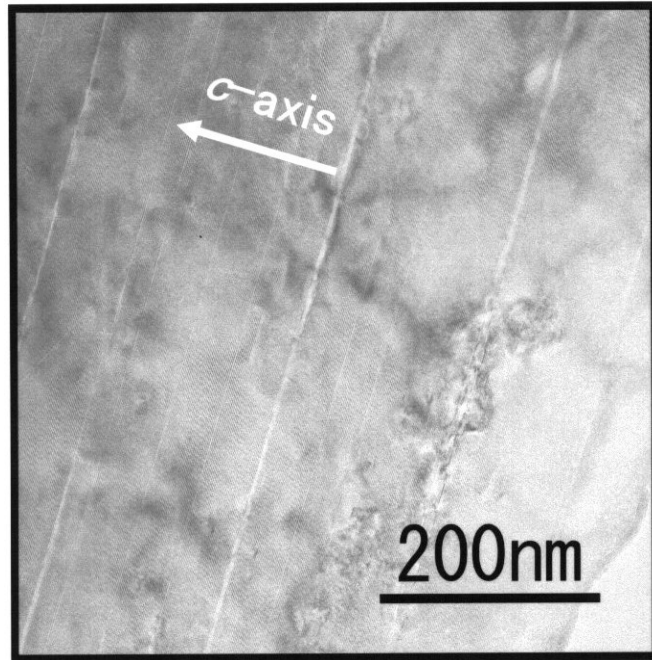
【 図 9 】

図 9



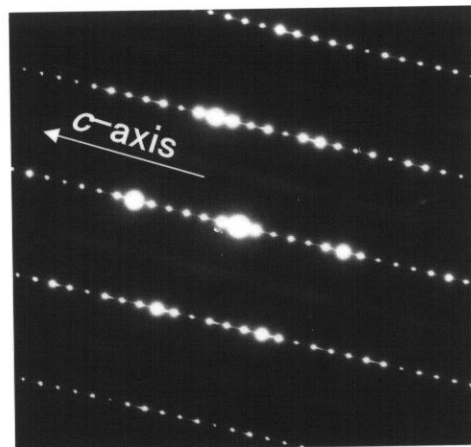
【図 10】

図 10



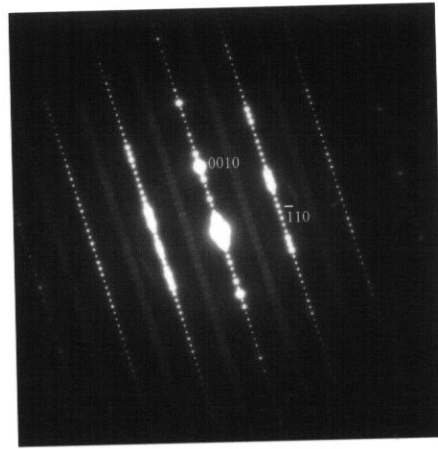
【図 11】

図 11



【図 12】

図 12



【 図 13 】

図 13



 フロントページの続き

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

(72)発明者 糸井 貴臣
 千葉県千葉市稲毛区弥生町1番33号 国立大学法人千葉大学工学部内

(72)発明者 広橋 光治
 千葉県千葉市稲毛区弥生町1番33号 国立大学法人千葉大学工学部内

審査官 鈴木 毅

(56)参考文献 特開平06-316740(JP,A)
 特開平05-306424(JP,A)
 特開平03-047941(JP,A)
 特開平04-072043(JP,A)
 特開平06-081054(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C 2 2 C 2 3 / 0 0 - 2 3 / 0 6
 C 2 2 F 1 / 0 6