

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7701756号
(P7701756)

(45)発行日 令和7年7月2日(2025.7.2)

(24)登録日 令和7年6月24日(2025.6.24)

(51)国際特許分類		F I	
C 2 2 C	23/00 (2006.01)	C 2 2 C	23/00
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 2
		C 2 2 F	1/00 6 2 4
請求項の数 6 (全12頁) 最終頁に続く			
(21)出願番号	特願2023-557991(P2023-557991)	(73)特許権者	301023238
(86)(22)出願日	令和4年10月27日(2022.10.27)		国立研究開発法人物質・材料研究機構
(86)国際出願番号	PCT/JP2022/040199		茨城県つくば市千現一丁目2番地1
(87)国際公開番号	WO2023/080056	(74)代理人	100127513
(87)国際公開日	令和5年5月11日(2023.5.11)		弁理士 松本 悟
審査請求日	令和6年2月29日(2024.2.29)	(72)発明者	染川 英俊
(31)優先権主張番号	特願2021-180888(P2021-180888)		茨城県つくば市千現一丁目2番地1 国立研究開発法人物質・材料研究機構内
(32)優先日	令和3年11月5日(2021.11.5)	(72)発明者	山浦 秀樹
(33)優先権主張国・地域又は機関	日本国(JP)		東京都江東区豊洲五丁目6番36号 株式会社プロテリアル内
		審査官	山本 佳
		最終頁に続く	

(54)【発明の名称】 マグネシウム基合金伸展材

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】
MnをA mol %、XをB mol %含有し、残部がMgと不可避免的不純物からなるMg基合金伸展材であって、
ここで、XはLi、並びにAl、Ca、Zn、Sn、及びBiの群から選択される一種類以上の元素であって、
Aの値は、0.03 mol %以上、2 mol %以下であり、
AとBの関係は、A ≤ Bで、Bの上限値はAの上限値に対して1.0倍以下であり、Bの下限値は0.03 mol %であるMg基合金伸展材。

【請求項2】
請求項1に記載のMg基合金伸展材であって、Mg母相の平均結晶粒サイズが25 μm以下であるMg基合金伸展材。

【請求項3】
請求項1に記載のMg基合金伸展材であって、前記Mg基合金伸展材の金属組織中のMg母相及び結晶粒界に、粒子径が0.5 μm以下の金属間化合物粒子が分散析出し、その体積率が10%以下であるMg基合金伸展材。

【請求項4】
請求項1に記載のMg基合金伸展材であって、前記Mg基合金伸展材の結晶粒界に、Mg以外の元素が偏析しているMg基合金伸展材。

【請求項5】

請求項 1 に記載の Mg 基合金伸展材であって、初期ひずみ速度： $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ の室温引張試験によって得られる応力 - ひずみ曲線図において、降伏応力が 200 MPa を超える Mg 基合金伸展材。

【請求項 6】

請求項 1 に記載の Mg 基合金伸展材であって、初期ひずみ速度： $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ の室温引張と圧縮試験によって得られる降伏応力の比（＝圧縮降伏応力÷引張降伏応力）、すなわち、降伏異方性が 0.6 を超える Mg 基合金伸展材。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、室温強度に優れ、降伏異方性が低減されたマグネシウム（Mg）基合金伸展材に関する。

【背景技術】

【0002】

Mg 合金は、次世代の軽量金属材料として注目されている。構造部材として使用する場合、安全性・信頼性を確保するため、強度特性に優れた素材や部材の開発が望まれている。金属冶金学において、結晶粒サイズの微細化は、強度の向上に効果的な手法として古来より活用されている。特に、Mg は、その結晶構造（＝六方晶構造）に起因し、他金属に比べて Hall-Petch 係数が大きいため（非特許文献 1）、結晶粒サイズ微細化による高強度化への効果が大きい。また、強度改善に関する別の手法として、Mg 以外の元素を 1 種類以上添加し、合金化することもよく認知されて実験している。とりわけ、母金属との原子半径差が大きな元素であるほど、改善の効果が大きく、Mg 合金では、希土類金属を添加することが最も有効である。しかしながら、希土類元素の使用は、素材価格が高騰するため、経済的観点からは好ましくはない。

【0003】

汎用元素に目を向けると、アルミニウムと亜鉛を含有した Mg-Al-Zn：AZ 系合金や、亜鉛とジルコニウムを含有した Mg-Zn-Zr：ZK 系合金が流通している。これらの Mg 合金に対し、結晶粒サイズの微細化を目的として、熱処理をとまなう伸展加工を付与し、強度の改善を図っている。この伸展加工時に、底面が加工方向に平行に配向し、底面集合組織を形成する。そのため、結晶粒サイズ微細化に起因し、「引張」強度は改善するものの、「圧縮」強度は引張強度の半分程度であり、応力付与方向によって降伏応力が変化する降伏異方性を示す問題を抱えている。通常、金属材料の塑性変形は、転位が変形を担うが、Mg の場合、c 軸に対して圧縮応力が付与されると、転位運動よりも小さな応力で変形双晶を形成する。この塑性変形機構の違いが、降伏異方性を引き起こし、Mg 伸展材の扱いを制限している要因でもある。

【0004】

このような背景のなかで、発明者らは、一種類のみの溶質元素を添加させることに着目し、Mg 基合金の高強度化について調査し、研究を行った。その研究結果に基づいて、希土類元素又は汎用元素である Ca, Sr, Ba, Sc, Y, La, Ce, Pr, Nd, Pm, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu のうち一種類の元素を微量に含有させ、結晶粒が微細化している強度特性に優れた微細結晶粒 Mg 合金を特許文献 1 に開示している。この合金の高強度化は、添加した溶質元素が結晶粒界に偏析することが主要因である。

【0005】

特許文献 2 では、14.5 mass % 以下の Sn が含有され、Mg 母相の平均粒径が $10 \mu\text{m}$ 以下で、Mg 母相を取り囲む結晶粒界のうち、平均粒径が $2 \mu\text{m}$ 以下の亜結晶粒界（小角粒界）の割合が多数を占めることで、室温強度特性に優れた Mg 基合金を開示している。高密度に亜結晶粒界を導入する前記知見を、3.5～11 mass % の Al が含有される Mg 基合金にも展開できることを見出し、特許文献 3 に開示している。特許文献 2 や 3 に開示する Mg 基合金は、優れた強度だけでなく、亜結晶粒界の存在に起因し、圧縮

10

20

30

40

50

降伏応力と引張降伏応力との降伏異方性が低減することも特徴としている。

【 0 0 0 6 】

また、特許文献 4 には、二種類以上の溶質元素を添加した Mg 基合金について、Ca と Zn を固溶量以内で含有し、Ca と Zn が Mg の c 軸方向に対して平行に偏析していることを特徴とする高強度 Mg 基合金も開示されている。

【 0 0 0 7 】

Mn を含有する Mg 基合金に関しても、発明者らは鋭意調査し、研究を行った。その研究結果に基づいて、1 mol % 以下の Mn を含有し、Mg 母相内に変形双晶が存在する破壊靱性に優れた Mg 合金を特許文献 5 に開示している。特許文献 6 では、Mg 母相のサイズが 5 μm 以下で、0.07 ~ 2 mass % の Mn を含有した室温延性に優れた Mg 基合金を開示している。これらの合金は、破断伸びが 100 % 程度を示し、変形に及ぼす粒界すべりの寄与率の指標である m 値が 0.1 以上を示すことを特徴としている。また、成形性の指標として、応力低下度を用い、その値が 0.3 以上を示すことを特徴としている。また、特許文献 7 では、Mg-A mol % Mn-B mol % X からなり、A は 0.03 ~ 1 mol %、B は A の 1 倍以下であり、Bi、Sn、Zr を含有し、公称ひずみを 0.2 以上付与しても破断しない室温延性に優れた Mg 基合金を開示している。しかし、これらの特許文献 5 ~ 7 は、破壊靱性や室温延性に関する改善に関するものであり、強度特性の改善については、記載、開示されていない。

【 0 0 0 8 】

Mg に対して添加される Mn 元素は、溶解時に鉄 (Fe) やシリコン (Si) と結合し、不純物元素除去元素として使用されることがほとんどである。Mn を主元素 (筆頭元素) として含有する Mg 合金について、延性能が付与されることは知られている (特許文献 6、7、非特許文献 2、3)。これは、Mn 元素の添加によって、粒界すべりが活性化されることによる。一方、発明者らの知る範囲では、Mg-Mn 系合金の強度特性に関する開示例や報告例はない。また、Mn 元素の原子半径は、Mg よりも小さいことや、Mn の電子状態は半閉殻構造を示すことを特徴とすることから、Mn を主元素として添加した場合、強度特性に効果があるかは不明である。

【先行技術文献】

【特許文献】

【 0 0 0 9 】

【文献】特開 2006-16658 号公報

【文献】特許第 6080067 号公報

【文献】特許第 5561592 号公報

【文献】特許第 5787380 号公報

【文献】特許第 6587174 号公報

【文献】特許第 6648894 号公報

【文献】特許第 6860235 号公報

【非特許文献】

【 0 0 1 0 】

【文献】K.Kubota et al., J.Mater.Sci., 34 (1999) pp.2255-2265.

【文献】H.Somekawa et al., Philo.Mag. 96 (2016) pp.2671-2685.

【文献】H.Somekawa et al., Mater.Sci.Eng., A730 (2018) pp.355-362.

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【 0 0 1 1 】

本発明は、Mn を主元素として含有する、室温強度に優れ、降伏異方性が低減された Mg 基合金伸展材を提供することを課題としている。

【課題を解決するための手段】

【 0 0 1 2 】

本発明の第 1 の側面は、Mn を A mol %、X を B mol % 含有し、残部が Mg と不可

10

20

30

40

50

避的不純物からなるMg基合金伸展材（以下、このMg基合金伸展材を「Mg - A (mol %) Mn - B (mol %) X」と表記する。）であって、ここで、XはAl、Ca、Li、及びZnの群から選択されるいずれか一種類以上の元素であって、Aの値は、0.03 (mol %)以上、2 (mol %)以下であり、AとBの関係は、 $A \leq B$ であって、Bの上限値はAの上限値に対して1.0倍以下であり、Bの下限値は0.03 (mol %)であるMg基合金伸展材を提供する。

【0013】

本発明の第2の側面は、本発明の第1の側面におけるMg基合金伸展材であって、前記Xが、さらにSn及び/又はBiを含有するMg基合金伸展材を提供する。

【0014】

本発明の第3の側面は、本発明の第2の側面におけるMg基合金伸展材であって、Mnを前記A mol %、Sn、並びにAl、Ca、Li、及びZnの群から選択される一種類以上の元素を前記B mol %含有するMg基合金伸展材を提供する。

【0015】

本発明の第4の側面は、本発明の第1又は第2の側面におけるMg基合金伸展材であって、Mnを前記A mol %、Li、並びにAl、Ca、Zn、Sn、及びBiの群から選択される一種類以上の元素を前記B mol %含有するMg基合金伸展材を提供する。

【0016】

本発明の第5の側面は、本発明の第1又は第2の側面におけるMg基合金伸展材であって、Mnを前記A mol %、Zn、並びにAl、Ca、Li、Sn、及びBiの群から選択される一種類以上の元素を前記B mol %含有するMg基合金伸展材を提供する。

【0017】

本発明の第6の側面は、本発明の第1から第5のいずれかの側面におけるMg基合金伸展材であって、Mg母相の平均結晶粒サイズが $2.5 \mu\text{m}$ 以下であるMg基合金伸展材を提供する。

【0018】

本発明の第7の側面は、本発明の第1から第6のいずれかの側面におけるMg基合金伸展材であって、前記Mg基合金伸展材の金属組織中のMg母相及び結晶粒界に、粒子径が $0.5 \mu\text{m}$ 以下の金属間化合物粒子が分散析出し、その体積率が10%以下であるMg基合金伸展材を提供する。

【0019】

本発明の第8の側面は、本発明の第1から第7のいずれかの側面におけるMg基合金伸展材であって、前記Mg基合金伸展材の結晶粒界に、Mg以外の元素が偏析しているMg基合金伸展材を提供する。

【0020】

本発明の第9の側面は、本発明の第1から第8のいずれかの側面におけるMg基合金伸展材であって、初期ひずみ速度： $1 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ の室温引張試験によって得られる応力-ひずみ曲線図において、降伏応力が200 MPaを超えるMg基合金伸展材を提供する。

【0021】

本発明の第10の側面は、本発明の第1から第9のいずれかの側面におけるMg基合金伸展材であって、初期ひずみ速度： $1 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ の室温引張と圧縮試験によって得られる降伏応力の比（＝圧縮降伏応力÷引張降伏応力）、すなわち、降伏異方性が0.6以上を超えるMg基合金伸展材を提供する。

【発明の効果】

【0022】

上記の本発明によれば、室温強度（降伏応力）が高く、降伏異方性が低減されたMg基合金伸展材を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【0023】

【図1】Mg - 3 mass % Al - 1 mass % Zn合金押出材の室温引張、圧縮試験に

10

20

30

40

50

よって得られる公称応力 - 公称ひずみ曲線。

【図2】実施例のMg - 0.3 mol % Mn - 0.1 mol % Sn - 0.07 mol % X 押出材に関する室温引張試験によって得られる公称応力 - 公称ひずみ曲線。

【図3】実施例のMg - 0.3 mol % Mn - 0.1 mol % Zn 押出材に関する微細組織観察例。

【発明を実施するための形態】

【0024】

本発明の効果を得るためのMg基合金素材は、Mg - A mol % Mn - B mol % Xからなり、X = Al、Ca、Li、及びZnの4元素の群から選択される一種類以上の元素、又は、これらの4元素に加えて、Sn及び/又はBiの2元素が選択されている。すなわち、Mg - Mn - Alをはじめとする3元系合金であっても、Mg - Mn - Al - Biをはじめとする4元系合金であってもよく、Xは、Snのみ、Biのみ、Sn及びBiのみの組合せを除く前記6元素から選択されていれば良い。AとBの関係は、A < Bであり、Aの値は、好ましくは2 mol %以下、より好ましくは1.5 mol %以下、さらに好ましくは1.0 mol %以下である。Aの値が2 mol %を超える場合、母相内に高密度の α -Mn粒子が析出し、変形中に早期破断を引き起こす。Aの下限値は、0.03 mol %であり、好ましくは0.1 mol %、より好ましくは0.3 mol %である。Bの上限値は、Aの上限値に対して1.0倍以下が好ましく、0.9倍以下がより好ましく、0.8倍以下がさらに好ましい。Bの下限値は、0.03 mol %である。ここで、0.03 mol %は不可避的不純物と添加元素との境界を定める値である。Mg基合金素材の原料として、リサイクルMg基合金を用いる場合には、各種の合金元素が予め含まれている可能性があるため、Mg基合金素材の原料として用いる場合に、通常含まれるような含有量を排除するためである。不可避的不純物に含まれる元素には、例えばFe、Si、Cu（銅）、Ni（ニッケル）がある。

【0025】

伸展加工後のMg基合金伸展材は、Mg母相の平均結晶粒サイズが、25 μ m以下であることが好ましい。より好ましくは、20 μ m以下、さらに好ましくは10 μ m以下である。結晶粒サイズの測定は、G0551 JIS規格に基づいた切片法を使用することが好ましい。結晶粒サイズが微細な場合や、結晶粒界が不鮮明な場合、切片法の使用が困難であるため、透過型電子顕微鏡によって得られる明視野像や電子線後方散乱回折像を用いて、測定してもよい。ここで、結晶粒サイズが25 μ mより粗大な場合、バルク内に占める結晶粒界の体積が低減し、塑性変形中に生じる転位を障害する障壁（=結晶粒界）が少なくなり、強度は低くなる傾向にある。もちろん、平均結晶粒サイズを25 μ m以下に維持できるのであれば、熱間加工後に、ひずみ取り焼鈍などの熱処理を行ってもよい。

【0026】

また、Mg母相内および結晶粒界には、 α -Mn粒子、及びMnと結合した金属間化合物粒子のいずれか又は両方が分散する。これらの分散粒子は、圧縮時降伏応力の向上に寄与し、降伏異方性の低減を引き起こす。分散粒子のサイズは、0.5 μ m以下であることが好ましく、より好ましくは、0.25 μ m以下、さらに好ましくは0.1 μ m以下である。また、Mg母相と結晶粒界に分散する粒子の割合（=体積率）は、好ましくは10%、より好ましくは7.5%、さらに好ましくは5%以下である。0.5 μ mを超える粗大な粒子が分散する場合、これらの粗大粒子と母相界面が剥離しやすく、微小き裂の起点となり、早期破断を引き起こす可能性がある。微細な粒子であっても、体積率が10%を超えるような高密度に分散する場合、転位運動の障壁となり延性低下の要因となる。また、高密度に α -Mn粒子が分散する場合、添加したMn元素は、 α -Mn粒子やMnと結合した金属間化合物粒子の析出に費やされ、Mnが結晶粒界に偏析しにくくなる問題もある。なお、金属間化合物粒子には、Mnと結合した金属化合物粒子、すなわち、MnとMgが結合した金属間化合物粒子、Mnと前記X（Al、Ca、Li、Zn、Sn、Bi）が結合した金属間化合物粒子以外に、Mgと前記Xが結合した金属間化合物粒子、前記X同士が結合した金属間化合物粒子もあり、本明細書では、これらを含めて「金属間化合物粒子」

という。 α -Mn粒子と金属間化合物粒子の存在は、XRDを用いて確認することができ、粒子径や体積率は光学顕微鏡や走査型電子顕微鏡を用いた微細組織観察から計測することができる。

【0027】

室温におけるMg基合金伸展材の強度は、室温引張試験によって取得される公称応力と公称ひずみ曲線から算出する。強度をはじめとする力学特性は、試験速度に影響を受けやすいため、 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ の初期ひずみ速度によって得られた公称応力と公称ひずみ曲線とする。なお、強度が試験速度に影響を受ける場合、試験速度の高速化にともない強度は上昇する傾向にある。そのため、汎用試験速度であり、準静的試験速度域内、かつ、最小試験速度を想定し、上記初期ひずみ速度を設定した。

10

【0028】

図1に、比較例であるMg-3mass%Al-1mass%Zn：通称AZ31押出材によって、室温引張試験から得られた公称応力と公称ひずみ曲線を示す。図1に示す引張試験時の応力—ひずみ曲線では、降伏後、わずかな加工硬化を示した後、公称ひずみが0.2程度に到達した時に破断に至っている。降伏応力は、JIS Z2241に基づき、弾性域で得られる直線の傾きを公称ひずみ0.2%オフセット時の値で算出する。本発明では、算出された引張時の降伏応力が200MPaを超えることが好ましく、250MPa以上であることがより好ましく、300MPa以上であることがさらに好ましい。降伏応力が200MPa以下の場合、汎用Mg基合金伸展材と同等である。また、破断伸びも弾性域で得られる直線の傾きを用いて算出し、15%を超えることが好ましく、20%以上であることがより好ましく、25%以上であることがさらに好ましい。破断伸びが15%以下の場合、汎用Mg基合金伸展材と同等である。なお、破断伸びは、引張試験後の試料を用いた突き合わせ法によって計測してもよい。

20

【0029】

降伏異方性は、 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ の初期ひずみ速度の引張、圧縮試験によって得られる降伏応力を使用し、算出する。すなわち、圧縮降伏応力を引張降伏応力によって除した値を降伏異方性とし、好ましくは0.6超、より好ましくは0.7以上、さらに好ましくは0.75以上である。降伏異方性が0.6以下では、汎用Mg合金伸展材と同等である。

【実施例】

【0030】

30

(実施例1)

市販の純Mn(99.9mass%)と市販の純Mg(99.98mass%)を、鉄製るつばを用いて、Mg-Mn母合金を作製した。市販の純Snと市販の純Zn、前記Mg-Mn母合金を用い、目標含有量が、0.3mol%Mn-0.1mol%Sn-0.07mol%Znとなるように調整し、鉄製るつばを用いてMg-Mn-Sn-Zn合金鋳造材を溶製した。なお、溶製条件は、Ar雰囲気にて、溶解温度は700、溶解保持時間を5分とした。鋳造は、直径50mm、高さ200mmの鉄製鋳型を用いて行った。その後、鋳造材を500、24時間にて溶体化処理した。

【0031】

溶体化処理後の鋳造材を、機械加工により、直径40mm、長さ40mmの円柱押出ビレットに加工した。加工後のビレットを200に設定したコンテナ内で30分間保持した後、押出比25:1にて押出による熱間ひずみ付与加工を行い、直径8mmで長さ500mm以上の形状の実施例1に係るMg-0.3Mn-0.1Sn-0.07Zn4元系合金のMg基合金伸展材(以下、Mg基合金伸展材を押出材と称す。)を作製した。

40

【0032】

実施例2から44に記載する各種押出材は、以下に記載するとおり作製した。なお、添加元素としてLiを使用する場合は、Mg-Mn母合金を作製し、添加元素としてAl、Bi、Caを使用する場合は、母合金を作製せず、市販の純金属を用いた。各添加元素は、目的組成となるように調整し、鉄製るつばにて各種鋳造材を溶製した。その後、溶体化処理条件(温度と時間)や円柱押出ビレット寸法、押出加工時の押出比と保持時間は、前

50

記と同じ条件で各種押出材を作製した。押出温度は表 1 に示すとおりである。

【 0 0 3 3 】

(実施例 2 から 4)

Z n の代わりに A l 、 C a 、 L i を用い、目標含有量がそれぞれ 0 . 0 7 m o l % となるように調整した他は、実施例 1 と同様にして、実施例 2 から 4 に係る M g - 0 . 3 M n - 0 . 1 S n - 0 . 0 7 (A l 、 C a 、 L i) 4 元系合金の押出材を作製した。

【 0 0 3 4 】

(実施例 5 から 8)

S n の目標含有量を 0 . 1 m o l % から 0 . 1 5 m o l % に変更した他は、実施例 1 から 4 と同様にして、実施例 5 から 8 に係る M g - 0 . 3 M n - 0 . 1 5 S n - 0 . 0 7 (Z n 、 A l 、 C a 、 L i) 4 元系合金の押出材を作製した。

10

【 0 0 3 5 】

(実施例 9 から 1 2)

S n の目標含有量を 0 . 1 m o l % から 0 . 0 5 m o l % に変更し、Z n 、 A l 、 C a 、 L i 、の目標含有量を 0 . 0 7 m o l % から 0 . 0 3 m o l % に変更した他は、実施例 1 から 4 と同様にして、実施例 9 から 1 2 に係る M g - 0 . 3 M n - 0 . 0 5 S n - 0 . 0 3 (Z n 、 A l 、 C a 、 L i) 4 元系合金の押出材を作製した。

【 0 0 3 6 】

(実施例 1 3 から 1 6)

M n の目標含有量を 0 . 3 m o l % から 0 . 5 2 m o l % に変更し、Z n 、 A l 、 C a 、 L i 、の目標含有量を 0 . 0 7 m o l % から 0 . 0 3 m o l % に変更した他は、実施例 1 から 4 と同様にして、実施例 1 3 から 1 6 に係る M g - 0 . 5 2 M n - 0 . 1 S n - 0 . 0 3 (Z n 、 A l 、 C a 、 L i) 4 元系合金の押出材を作製した。

20

【 0 0 3 7 】

(実施例 1 7 から 2 0)

M n の目標含有量を 0 . 3 m o l % から 0 . 4 5 m o l % に変更し、Z n 、 A l 、 C a 、 L i 、の目標含有量を 0 . 0 7 m o l % から 0 . 0 5 m o l % に変更した他は、実施例 1 から 4 と同様にして、実施例 1 7 から 2 0 に係る M g - 0 . 4 5 M n - 0 . 1 S n - 0 . 0 5 (Z n 、 A l 、 C a 、 L i) 4 元系合金の押出材を作製した。

【 0 0 3 8 】

(実施例 2 1 から 2 5)

M n の目標含有量を 0 . 3 m o l % から 0 . 4 5 m o l % に変更し、S n の代わりに L i を用い、L i の目標含有量を 0 . 1 m o l % にし、Z n 、 A l 、 C a 、 B i 、S n の目標含有量をそれぞれ 0 . 0 5 m o l % にした他は、実施例 1 と同様にして、実施例 2 1 から 2 5 に係る M g - 0 . 4 5 M n - 0 . 1 L i - 0 . 0 5 (Z n 、 A l 、 C a 、 B i 、S n) 4 元系合金の押出材を作製した。

30

【 0 0 3 9 】

(実施例 2 6 から 2 8)

M n の目標含有量を 0 . 3 m o l % に変更し、L i の目標含有量を 0 . 1 5 m o l % に変更し、Z n 、 C a 、S n の目標含有量をそれぞれ 0 . 0 7 m o l % に変更した他は、実施例 2 1 、2 3 、2 5 と同様にして、実施例 2 6 から 2 8 に係る M g - 0 . 3 M n - 0 . 1 5 L i - 0 . 0 7 (Z n 、 C a 、S n) 4 元系合金の押出材を作製した。

40

【 0 0 4 0 】

(実施例 2 9 から 3 2)

M n の目標含有量を 0 . 6 m o l % に変更し、Z n 、 A l 、 C a 、 B i の目標含有量をそれぞれ 0 . 0 5 m o l % に変更した他は、実施例 2 1 から 2 4 と同様にして、実施例 2 9 から 3 2 に係る M g - 0 . 6 M n - 0 . 1 L i - 0 . 0 5 (Z n 、 A l 、 C a 、 B i) 4 元系合金の押出材を作製した。

【 0 0 4 1 】

(実施例 3 3 、3 4)

50

Znの目標含有量を0.007%から0.1mol%に変更し、Snの代わりにCa、Liを用い、Ca、Liの目標含有量をそれぞれ0.03mol%にした他は、実施例1と同様に、実施例33、34に係るMg-0.3Mn-0.1Zn-0.03(Ca、Li)4元系合金の押出材を作製した。

【0042】

(実施例35から38)

Ca、Liの代わりにAl、Ca、Li、Snを用い、これらの目標含有量をそれぞれ0.05mol%にした他は、実施例33、34と同様に、実施例35から38に係るMg-0.3Mn-0.1Zn-0.05(Al、Ca、Li、Sn)4元系合金の押出材を作製した。

10

【0043】

(実施例39から42)

Mnの目標含有量を0.6mol%に変更した他は、実施例35から38と同様に、実施例39から42に係るMg-0.6Mn-0.1Zn-0.05(Al、Ca、Li、Sn)4元系合金の押出材を作製した。

【0044】

(実施例43から46)

Mnの目標含有量を1.0mol%に変更した他は、実施例35から38と同様に、実施例43から46に係るMg-1.0Mn-0.1Zn-0.05(Al、Ca、Li、Sn)4元系合金の押出材を作製した。

20

【0045】

(実施例47から50)

Mnの目標含有量を0.15mol%に変更し、Znの目標含有量を0.07mol%に変更し、Al、Ca、Li、Snの目標含有量をそれぞれ0.03mol%に変更した他は、実施例35から38と同様に、実施例47から50に係るMg-0.15Mn-0.07Zn-0.03(Al、Ca、Li、Sn)4元系合金の押出材を作製した。

【0046】

(実施例51、52)

SnとZnの代わりにZnを用い、Znの目標含有量を0.1mol%、0.3mol%にした他は、実施例1と同様に、実施例51、52に係るMg-0.3Mn-(0.1、0.3)Zn3元系合金の押出材を作製した。

30

【0047】

(実施例53)

SnとCaの代わりにCaを用い、Caの目標含有量を0.1mol%にした他は、実施例3と同様に、実施例53に係るMg-0.3Mn-0.1Ca3元系合金の押出材を作製した。

【0048】

(実施例54、55)

SnとLiの代わりにLiを用い、Liの目標含有量を0.2mol%、0.3mol%にした他は、実施例4と同様に、実施例54、55に係るMg-0.3Mn-(0.2、0.3)Li3元系合金の押出材を作製した。

40

【0049】

(実施例56、57)

Mnの目標含有量を0.6mol%に変更した他は、実施例51、52と同様に、実施例56、57に係るMg-0.6Mn-(0.1、0.3)Zn3元系合金の押出材を作製した。

【0050】

(実施例58)

Znの代わりにAlを用いた他は、実施例57と同様に、実施例58に係るMg-0.6Mn-0.3Al3元系合金の押出材を作製した。

50

【 0 0 5 1 】

(実施例 5 9)

M n の目標含有量を 0 . 6 m o l % に変更した他は、実施例 5 4 と同様にして、実施例 5 9 に係る M g - 0 . 6 M n - 0 . 2 L i 3 元系合金の押出材を作製した。

【 0 0 5 2 】

(実施例 6 0 から 6 2)

M n の目標含有量を 0 . 9 m o l % に変更し、Z n 、A l 、L i の目標含有量をそれぞれ 0 . 1 m o l % にした他は、実施例 5 7 から 5 9 と同様にして、実施例 6 0 から 6 2 に係る M g - 0 . 9 M n - 0 . 1 (Z n 、A l 、L i) 3 元系合金の押出材を作製した。

【 0 0 5 3 】

各種押出材の微細組織は、光学顕微鏡および電子線後方散乱回折法により観察し、母材の平均結晶粒サイズは、切片法によって求め、表 1 にまとめている。いずれの押出材においても、平均結晶粒サイズは、6 μ m 以下である。また、M g 母相内に α - M n 粒子と M n と結合した粒子径が 0 . 5 μ m 以下の金属間化合物が分散しているかについては、X 線回折 (X R D) を用いて評価し、分散を確認した場合は、表 1 に丸印で示している。一部の押出材の結晶粒界に、M g 以外の元素が偏析していることも確認した。図 3 に実施例 5 1 の微細組織観察例を示す。透過型電子顕微鏡に付帯する E D S 分析解析より、Z n に関するマッピング像では、結晶粒界が明瞭であり、Z n 元素が粒界に偏析していることが確認できる。また、M n に関するマッピング像では、0 . 0 5 μ m サイズからなる明瞭な領域が存在する。同一箇所の Z n マッピング像から、明瞭な領域が確認できないことから、 α - M n 粒子が母相内に分散していることが分かる。

【 0 0 5 4 】

M g 基合金押出材から採取した試験片について、初期ひずみ速度が、 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ で室温引張、圧縮試験を行った。引張試験は、平行部長さ 10 mm、平行部直径 2 . 5 mm からなる丸棒試験片、圧縮試験は、直径 4 mm、高さ 8 mm からなる円柱試験片を用いた。全ての試験片は、押出方向に対して、平行方向から採取した。典型的な引張公称応力と公称ひずみ曲線を図 2 に示している。いずれの押出材の引張降伏応力は 200 MP a を超え、優れた強度特性を示すことが分かる。また、降伏異方性は、0 . 6 を超えることが確認できる。

【 0 0 5 5 】

10

20

30

40

50

【表 1】

実施例No.	Mg基合金伸展材の組成	XRD	押出温度 ℃	平均結晶 粒サイズ μm	引張試験		圧縮試験		降伏 異方性
					降伏応力 Mpa	破断伸び %	降伏応力 MPa	破断伸び %	
実施例1	Mg-0.3Mn-0.1Sn-0.07Zn		210	1.7	290	25.5	225	13	0.78
実施例2	Mg-0.3Mn-0.1Sn-0.07Al	○	200	1.8	225	35.5	200	24	0.89
実施例3	Mg-0.3Mn-0.1Sn-0.07Ca	○	220	2.1	200	24.5	175	27	0.88
実施例4	Mg-0.3Mn-0.1Sn-0.07Li	○	200	1.6	225	23.5	210	25	0.93
実施例5	Mg-0.3Mn-0.15Sn-0.07Zn		215	1.8	285	24	225	14	0.79
実施例6	Mg-0.3Mn-0.15Sn-0.07Al		210	2.1	230	24	195	20	0.85
実施例7	Mg-0.3Mn-0.15Sn-0.07Ca		195	1.8	245	31	230	22.5	0.94
実施例8	Mg-0.3Mn-0.15Sn-0.07Li		210	1.6	230	17	205	21	0.89
実施例9	Mg-0.3Mn-0.05Sn-0.03Zn		180	1.2	285	17.5	250	14	0.88
実施例10	Mg-0.3Mn-0.05Sn-0.03Al		180	1.6	210	21.5	200	38	0.95
実施例11	Mg-0.3Mn-0.05Sn-0.03Ca	○	180	1.2	290	9.5	255	13	0.88
実施例12	Mg-0.3Mn-0.05Sn-0.03Li		180	1.4	220	22	205	35	0.93
実施例13	Mg-0.52Mn-0.1Sn-0.03Zn	○	200	1.3	285	21	250	16	0.88
実施例14	Mg-0.52Mn-0.1Sn-0.03Al	○	200	1.5	245	25.5	235	24	0.96
実施例15	Mg-0.52Mn-0.1Sn-0.03Ca	○	200	1.4	240	22.5	220	32	0.92
実施例16	Mg-0.52Mn-0.1Sn-0.03Li	○	200	1.4	255	20.5	225	22	0.88
実施例17	Mg-0.45Mn-0.1Sn-0.05Zn		210	1.3	295	16.5	245	12	0.83
実施例18	Mg-0.45Mn-0.1Sn-0.05Al	○	210	1.5	285	21.5	230	11.5	0.81
実施例19	Mg-0.45Mn-0.1Sn-0.05Ca	○	210	1.4	235	27	205	19	0.87
実施例20	Mg-0.45Mn-0.1Sn-0.05Li		210	1.4	250	18.5	220	17.5	0.88
実施例21	Mg-0.45Mn-0.1Li-0.05Zn	○	190	2.2	295	20	255	15	0.86
実施例22	Mg-0.45Mn-0.1Li-0.05Al	○	190	2.2	210	42.5	195	47.5	0.93
実施例23	Mg-0.45Mn-0.1Li-0.05Ca	○	190	1.1	385	7	265	9	0.69
実施例24	Mg-0.45Mn-0.1Li-0.05Bi	○	190	2.2	210	37	195	40	0.93
実施例25	Mg-0.45Mn-0.1Li-0.05Sn		210	1.7	210	24	195	27	0.93
実施例26	Mg-0.3Mn-0.15Li-0.07Zn		210	2.9	285	28	240	15	0.84
実施例27	Mg-0.3Mn-0.15Li-0.07Ca		220	1.9	375	5	265	9	0.71
実施例28	Mg-0.3Mn-0.15Li-0.07Sn		200	2.2	210	17	205	26	0.98
実施例29	Mg-0.6Mn-0.1Li-0.05Zn	○	210	1.3	280	20	230	12	0.82
実施例30	Mg-0.6Mn-0.1Li-0.05Al	○	210	2.0	215	37	195	40.5	0.91
実施例31	Mg-0.6Mn-0.1Li-0.05Ca	○	230	2.2	365	3.5	250	7	0.68
実施例32	Mg-0.6Mn-0.1Li-0.05Bi	○	210	1.6	215	34	190	29	0.88
実施例33	Mg-0.3Mn-0.1Zn-0.03Ca	○	290	3.3	305	11	190	9	0.62
実施例34	Mg-0.3Mn-0.1Zn-0.03Li	○	275	1.5	225	19.5	150	13	0.67
実施例35	Mg-0.3Mn-0.1Zn-0.05Al		245	1.8	245	24.5	175	12.5	0.71
実施例36	Mg-0.3Mn-0.1Zn-0.05Ca		290	2.3	310	12.5	190	9.0	0.61
実施例37	Mg-0.3Mn-0.1Zn-0.05Li		275	3.3	220	19.5	150	12.5	0.68
実施例38	Mg-0.3Mn-0.1Zn-0.05Sn		240	2.6	265	21.0	195	12.5	0.74
実施例39	Mg-0.6Mn-0.1Zn-0.05Al		240	1.7	260	23.5	195	12.0	0.75
実施例40	Mg-0.6Mn-0.1Zn-0.05Ca		270	6*	325	8.5	205	8.5	0.63
実施例41	Mg-0.6Mn-0.1Zn-0.05Li		245	1.5	270	20.5	195	12.0	0.72
実施例42	Mg-0.6Mn-0.1Zn-0.05Sn		220	2.7	295	20.0	240	12.5	0.81
実施例43	Mg-1.0Mn-0.1Zn-0.05Al		245	2.5	265	13.5	205	11.5	0.77
実施例44	Mg-1.0Mn-0.1Zn-0.05Ca		255	4.3*	305	19.0	225	8.5	0.74
実施例45	Mg-1.0Mn-0.1Zn-0.05Li		255	3*	265	20.5	200	11.0	0.75
実施例46	Mg-1.0Mn-0.1Zn-0.05Sn		270	5.7*	255	17.5	185	11.5	0.73
実施例47	Mg-0.15Mn-0.07Zn-0.03Al		205	5.4*	270	22.0	220	13.5	0.81
実施例48	Mg-0.15Mn-0.07Zn-0.03Ca		205	2.2	285	14.0	225	13.0	0.79
実施例49	Mg-0.15Mn-0.07Zn-0.03Li		200	3.3	250	23.5	190	14.0	0.76
実施例50	Mg-0.15Mn-0.07Zn-0.03Sn		210	2	255	20.0	200	15.0	0.78
実施例51	Mg-0.3Mn-0.1Zn		200	1.2	310	23	265	15	0.85
実施例52	Mg-0.3Mn-0.3Zn		215	1.4	300	17	240	14	0.80
実施例53	Mg-0.3Mn-0.1Ca		250	2.2	370	7.5	250	13	0.68
実施例54	Mg-0.3Mn-0.2Li		190	2.8	285	22	250	17	0.88
実施例55	Mg-0.3Mn-0.3Li		185	1.7	300	21	185	40	0.62
実施例56	Mg-0.6Mn-0.1Zn	○	200	1.3	310	19	255	15	0.82
実施例57	Mg-0.6Mn-0.3Zn	○	245	2	275	16	195	14	0.71
実施例58	Mg-0.6Mn-0.3Al	○	210	2.5	240	31	235	15	0.98
実施例59	Mg-0.6Mn-0.2Li	○	190	1.4	315	18	260	14	0.83
実施例60	Mg-0.9Mn-0.1Zn	○	215	1.7	300	16	245	15	0.82
実施例61	Mg-0.9Mn-0.1Al	○	220	1.9	210	40	150	39	0.71
実施例62	Mg-0.9Mn-0.1Li	○	180	1.8	275	20	210	43.5	0.76

*印：未再結晶領域を含む

【 0 0 5 6 】

(比較例)

商業用マグネシウム合金 (Mg - 3 m a s s % A l - 1 m a s s % Z n : 通称 A Z 3 1) 押出材を用いて、室温引張と圧縮試験を行い、得られた公称応力とひずみ曲線を図 1 に示している。いずれも前記の実施例と同じ試験片寸法、試験条件である。引張時の降伏応力は 2 0 0 M P a、破断伸びは 1 5 %、圧縮時の降伏応力は 1 2 0 M P a であり、降伏異方性は 0 . 6 である。

【産業上の利用可能性】

【 0 0 5 7 】

10

20

30

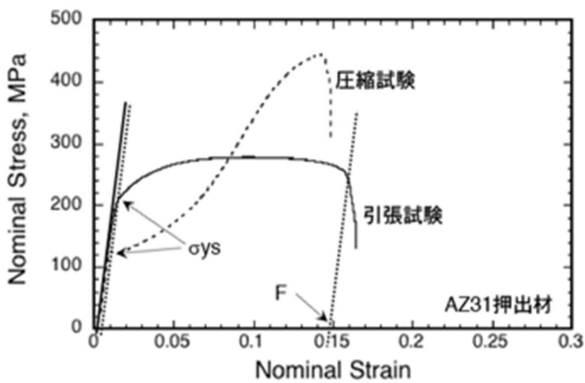
40

50

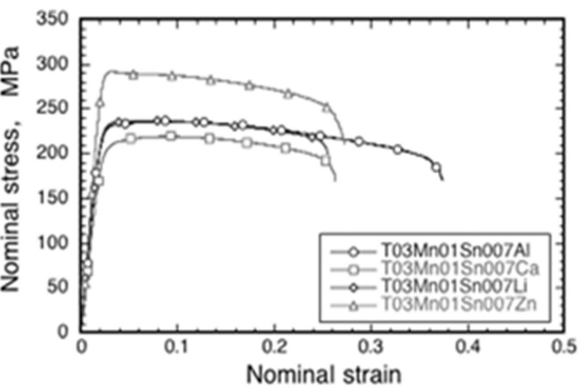
本発明のMg基合金は、優れた室温強度特性を示し、降伏異方性が小さいことから、三次元等方変形能を有する。そのため、自動車をはじめとする移動用部材への適応が考えられる。また、汎用元素の微量添加と希土類元素を用いていないため、従来の希土類添加Mg合金と比較して素材の価格を低減することが可能である。

【図面】

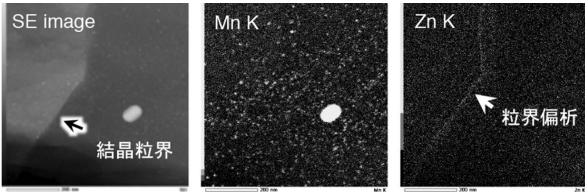
【図 1】



【図 2】



【図 3】



10

20

30

40

50

フロントページの続き

(51)国際特許分類	F I		
	C 2 2 F	1/00	6 3 0 A
	C 2 2 F	1/00	6 8 1
	C 2 2 F	1/00	6 8 3
	C 2 2 F	1/00	6 9 1 B
	C 2 2 F	1/00	6 9 1 C
	C 2 2 F	1/00	6 9 4 A
	C 2 2 F	1/00	6 8 2
	C 2 2 F	1/00	6 9 4 B
(56)参考文献	中国特許出願公開第 1 0 1 7 9 2 8 7 8 (C N , A)		
	中国特許出願公開第 1 0 4 0 4 6 8 6 8 (C N , A)		
	中国特許出願公開第 1 0 6 5 2 1 2 7 2 (C N , A)		
	韓国公開特許第 1 0 - 2 0 1 9 - 0 0 9 8 3 0 7 (K R , A)		
(58)調査した分野	国際公開第 2 0 2 1 / 2 1 5 2 4 1 (W O , A 1)		
	(Int.Cl. , D B 名)		
	C 2 2 C	2 3 / 0 0	
	C 2 2 C	2 3 / 0 4	