

(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
2010年4月22日(22.04.2010)



(10) 国際公開番号
WO 2010/044320 A1

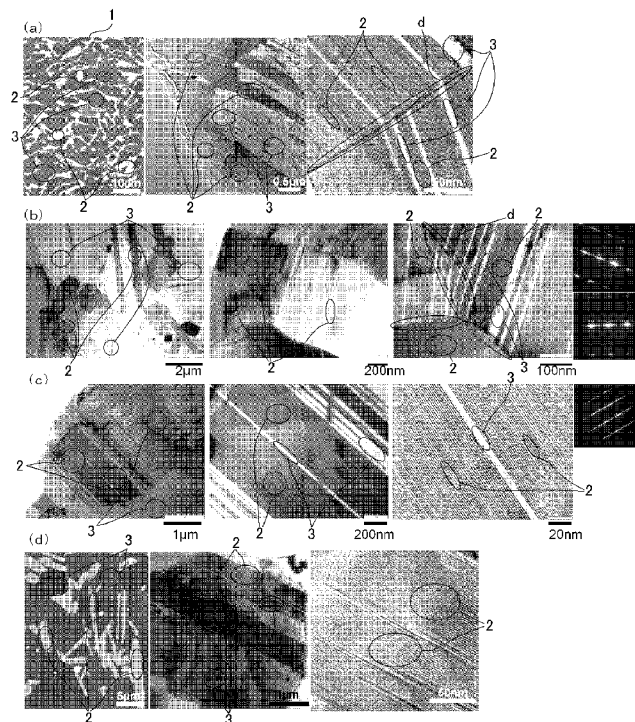
- (51) 国際特許分類:
C22C 23/06 (2006.01) C22F 1/06 (2006.01)
C22C 23/04 (2006.01) C22F 1/00 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2009/065701
- (22) 国際出願日: 2009年9月9日(09.09.2009)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2008-265830 2008年10月15日(15.10.2008) JP
特願 2008-270139 2008年10月20日(20.10.2008) 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 熊本大学(NATIONAL UNIVERSITY CORPORATION KUMAMOTO UNIVERSITY) [JP/JP]; 〒8608555 熊本県熊本市黒髪2丁目3番1号 Kumamoto (JP). 財団法人くまもとテクノ産業財団(Kumamoto Technology&Industry Foundation) [JP/JP]; 〒8612202 熊本県上益城郡益城町大字田原2081番地10 Kumamoto (JP).
- (72) 発明者: および
- (75) 発明者/出願人(米国についてのみ): 河村 能人(KAWAMURA Yoshihito) [JP/JP]; 〒8608555 熊本県熊本市黒髪2丁目3番1号 国立大学法人熊本大学内 Kumamoto (JP). 野田 雅史(NODA Masafumi) [JP/JP]; 〒8612202 熊本県上益城郡益城町大字田原2081番地10 財団法人くまもとテクノ産業財団内 Kumamoto (JP).
- (74) 代理人: 有吉 修一郎(ARIYOSHI Shuichiro); 〒8120013 福岡県福岡市博多区博多駅東3丁目1-4 Fukuoka (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, 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, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV,

[続葉有]

(54) Title: MAGNESIUM ALLOY AND PROCESS FOR PRODUCTION THEREOF

(54) 発明の名称: マグネシウム合金及びその製造方法

[図1]



(57) Abstract: Provided is a magnesium alloy which has excellent tensile strength and excellent ductility. The magnesium alloy is an Mg-Zn-Y type alloy which contains Zn and Y as the essential components with the balance consisting of Mg and unavoidable impurities and which has an alloy structure containing both an α Mg phase and an LPSO phase. The α Mg phase and LPSO phase are present in the form of a lamellar structure, and a part of the lamellar structure is curved or bent. Further, a discontinuous interface or grain boundary between α Mg and LPSO phases is formed in the curved or bent portion.

(57) 要約: 優れた引張強度と良好な延性を有するマグネシウム合金を提供することを目的とする。そのために、必須成分としてZnとYとを含有し、残部がMgと不可避免の不純物とからなるMg-Zn-Y系合金であって、Mg-Zn-Y系合金の合金組織中に、 α Mg相とLPSOを有し、LPSOと α Mg相とがラメラ状に存在すると共に、ラメラ状に存在する組織の一部が湾曲または屈曲している。更に、湾曲または屈曲している部分で α Mg相とLPSOの不連続界面若しくは粒界が形成されている。



SY, 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, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (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, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

規則 4.17 に規定する申立て:

- 発明者である旨の申立て (規則 4.17(iv))
- 不利にならない開示又は新規性喪失の例外に関する申立て (規則 4.17(v))

添付公開書類:

- 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

明 細 書

発明の名称： マグネシウム合金及びその製造方法

技術分野

[0001] 本発明はマグネシウム合金及びその製造方法に関する。詳しくは、高強度であると共に高延性であるマグネシウム合金及びその製造方法に係るものである。

背景技術

[0002] 一般に、マグネシウム合金は、実用化されている合金の中で最も密度が低く軽量で強度も高いため、電気製品の筐体や、自動車のホイール、足回り部品、エンジン回り部品等への適用が進められている。

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

[0003] しかし、上記したマグネシウム合金は、特定の製造方法においては高い機械的特性が得られるものの、特定の製造方法を実現するためには特殊な設備が必要であり、しかも、生産性が低いといった問題があり、更には、適用できる部材も限られるといった問題があった。

[0004] そこで、従来、マグネシウム合金を製造する場合、上記した特許文献1及び特許文献2に記載の様な特殊な設備あるいはプロセスを用いずに、生産性の高い通常の溶解鑄造から塑性加工（押出）を実施しても、実用上有用な機械的特性が得られる技術が提案されている（例えば、特許文献3参照。）。なお、特許文献3に開示されているマグネシウム合金は、高強度が得られることが知られている。

先行技術文献

特許文献

[0005] 特許文献1：特開平6－41701号公報

特許文献2：特開2002-256370号公報

特許文献3：特開2006-97037号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

- [0006] しかしながら、従来の高強度を示すマグネシウム合金（例えば、特許文献3に記載のマグネシウム合金）は高延性を得ることが難しかった。例えば、従来の長周期積層構造相を有するマグネシウム合金では、300MPa程度の引張強度を有しているものの、伸びは10%未満であった。
- [0007] また、市販のAZ系マグネシウム合金では300℃で1時間程度の焼きなましを施すことによって15%程度の伸びを実現することができるものの、引張強度は150MPa程度であった。
- [0008] なお、加工条件や加工方法を厳選することによって、塑性加工のみで高強度及び高延性を満足するマグネシウム合金を実現することがあるいは可能であるかもしれない。しかし、限定された加工条件や加工方法によって高強度及び高延性を満足するマグネシウム合金が実現したとしても、こうした限定された製造方法では、実生産に供するマグネシウム合金の製造方法としては充分であるとは言い難いものである。
- [0009] 本発明は以上の点に鑑みて創案されたものであって、優れた引張強度と良好な延性を有するマグネシウム合金を提供すると共に、こうしたマグネシウム合金を得ることができ、実生産に充分に対応することが可能なマグネシウム合金の製造方法を提供することを目的とするものである。

課題を解決するための手段

- [0010] 上記の目的を達成するために、本発明のマグネシウム合金は、必須成分としてZnとYとを含有し、残部がMgと不可避免の不純物からなるMg-Zn-Y系合金から構成されるマグネシウム合金であって、Mg-Zn-Y系合金の合金組織中に、 α Mg相と長周期積層構造相とを有し、該長周期積層構造相の少なくとも一部が前記 α Mg相とラメラ状に存在すると共に、該ラメラ状に存在する組織の少なくとも一部が湾曲または屈曲しており、更に、湾

曲または屈曲している部分で α Mg相と長周期積層構造相の不連続界面が形成され、若しくは、湾曲または屈曲している部分で α Mg相と長周期積層構造相の粒界が形成されている。

[0011] ここで、Mg-Zn-Y系合金の合金組織中に、 α Mg相と長周期積層構造相（以下、「LPSO: Long Period Stacking Order」と称する。）とを有し、LPSOの少なくとも一部が α Mg相とラメラ状に存在すると共に、ラメラ状に存在する組織の少なくとも一部が湾曲または屈曲しており、更に、湾曲または屈曲している部分で α Mg相とLPSOの不連続界面（粒界）が形成され、若しくは、湾曲または屈曲している部分で α Mg相とLPSOの粒界が形成されていることによって、優れた引張強度と良好な延性を実現することができる。

即ち、LPSO中に含まれている2H構造を有するマグネシウム相が消失して新たなLPSOが現出する結果として、湾曲または屈曲している部分で α Mg相とLPSOの不連続界面（粒界）が形成され（例えば、500℃の焼きなまし材においては、LPSOの湾曲または屈曲している組織が直線的なLPSO組織を形成する）、若しくは、湾曲または屈曲している部分で α Mg相とLPSOの粒界が形成されることとなるのであるが、現出する新たなLPSOが安定組織であるが故に、優れた引張強度と良好な延性を実現することができるのである。

[0012] また、本発明のマグネシウム合金は、必須成分としてZnとYとを含有し、残部がMgと不可避免の不純物からなるMg-Zn-Y系合金から構成されるマグネシウム合金であって、Mg-Zn-Y系合金の合金組織中に、針状若しくは板状の長周期積層構造相を有する。

[0013] ここで、Mg-Zn-Y系合金の合金組織中に、針状若しくは板状のLPSOを有することによって、優れた引張強度と良好な延性を実現することができる。

即ち、Mg-Zn-Y系合金の合金組織中に、針状若しくは板状のLPSOを有するということは、Mg-Zn-Y系合金の合金組織中にラメラ状に

存在していたLPSOが針状若しくは板状に変化したということであり、LPSOが有するキンク帯の先鋭化が生じると共にLPSOが微細分散したことを意味するものである。従って、Mg-Zn-Y系合金の合金組織中に、針状若しくは板状のLPSOを有することによって、上述の通り、優れた引張強度と良好な延性を実現することができるのである。

[0014] また、上記の目的を達成するために、本発明のマグネシウム合金の製造方法では、必須成分としてZnとYを含有し、残部がMgと不可避免の不純物とからなるMg-Zn-Y系合金を鑄造して、長周期積層構造相と α Mg相を含む鑄造材を形成する鑄造工程と、前記鑄造材に塑性加工を行う塑性加工工程と、該塑性加工工程により塑性加工を施した前記鑄造材に熱処理を施す熱処理工程とを備えるマグネシウム合金の製造方法であって、前記熱処理工程は、350℃以上500℃以下の温度範囲内で、かつ、0.5時間以上10時間以下の時間範囲内で行う。

[0015] ここで、熱処理工程を350℃以上の温度で行うのは、概ね10%以上の伸びを得るためである。図5(a)にMg₉₇Zn₁Y₂合金を1時間焼きなました場合における熱処理温度と機械的特性（引張強度、0.2%耐力及び伸び）との関係を示し、図5(b)にMg₉₆Zn₂Y₂合金を1時間焼きなました場合における熱処理温度と機械的特性（引張強度、0.2%耐力及び伸び）との関係を示す。これら図5(a)及び図5(b)から明らかな様に、熱処理温度が350℃以上で概ね300MPa以上の引張強度を実現しつつ概ね10%以上の伸びを得ることができるため、熱処理工程を350℃以上の温度で行うこととしている。なお、図5(a)及び図5(b)中符号aは引張強度を示し、符号bは0.2%耐力を示し、符号cは伸びを示している。

[0016] また、熱処理工程を500℃以下の温度で行うのは、500℃を超えるとマグネシウム合金の融点に近づいてしまうためであり、実生産を考慮して熱処理温度を500℃以下に限定している。

[0017] なお、熱処理温度を400℃以上の温度で行った場合には、長周期積層構造相中に含まれている2H構造を有するマグネシウム相が消失して安定組織

である長周期積層構造相が現出し、300MPa以上の引張強度を実現すると共に概ね12%以上の伸びをも実現することができる。

詳しくは、熱処理工程を、400℃以上500℃以下の温度範囲内で、かつ、0.5時間以上10時間以内の時間範囲内で行うことによって、合金組織中に、 α Mg相とLPsOとを有し、LPsOの少なくとも一部が α Mg相とラメラ状に存在すると共に、ラメラ状に存在する組織の少なくとも一部が湾曲または屈曲しており、更に、湾曲または屈曲している部分で α Mg相とLPsOの不連続界面（粒界）が形成され、若しくは、湾曲または屈曲している部分で α Mg相とLPsOの粒界が形成され、若しくは、針状あるいは板状のLPsO相を有するMg-Zn-Y系合金から構成されるマグネシウム合金を得ることができる。そして、このような組織をMg-Zn-Y系合金が有することによって、優れた引張強度と良好な延性を実現することができるのである。

従って、熱処理工程は400℃以上の温度、詳しくは、400℃以上500℃以下の温度範囲内で行うのが好ましい。

[0018] 更に、熱処理温度を450℃以上の温度で行った場合には、針状若しくは板状の長周期積層構造相が現出し、300MPa以上の引張強度を実現すると共に概ね18%以上の伸びをも実現することができる。従って、熱処理工程は450℃以上の温度、詳しくは、450℃以上500℃以下の温度範囲内で行うのがより一層好ましい。

[0019] また、熱処理時間を0.5時間以上としているのは、所望の機械的性質を得るためであり、具体的には、300MPa以上の引張強度と10%以上の伸びを実現するためである。

[0020] また、熱処理時間を10時間以下としているのは、10時間を超えて熱処理を行ったとしても、機械的性質や組織がそれほど大きな違いを生じないためである。

発明の効果

[0021] 本発明のマグネシウム合金では、優れた引張強度と良好な延性を実現する

ことができる。また、本発明のマグネシウム合金の製造方法では、優れた引張強度と良好な延性を有するマグネシウム合金を得ることができる。特に、本発明のマグネシウム合金の製造方法では、塑性加工と熱処理による組織制御を組み合わせることによって、塑性加工のみによる組織制御と比較すると加工条件や加工方法の制限が緩和され、実生産に充分に対応することができる。

図面の簡単な説明

[0022] [図1]結晶組織を示す顕微鏡写真（１）である。

[図2]本発明を適用したマグネシウム合金の製造方法を説明するためのフローチャートである。

[図3]結晶組織を示す顕微鏡写真（２）である。

[図4]金属間化合物 $Mg_3Zn_3Y_2$ を示す顕微鏡写真である。

[図5]焼きなまし温度と、引張強度、0.2%耐力及び伸びとの関係を示すグラフである。

[図6]結晶組織を示す顕微鏡写真（３）である。

[図7]結晶組織を示す顕微鏡写真（４）である。

[図8]結晶組織を示す顕微鏡写真（５）である。

発明を実施するための形態

[0023] 以下、本発明の実施の形態について図面を参酌しながら説明し、本発明の理解に供する。

図１（a）は $Mg_{96}Zn_2Y_2$ 合金の400℃、1時間の焼きなまし材の結晶組織を示す顕微鏡写真であり、図１（b）は $Mg_{96}Zn_2Y_2$ 合金の450℃、1時間の焼きなまし材の結晶組織を示す顕微鏡写真であり、図１（c）は $Mg_{96}Zn_2Y_2$ 合金の475℃、1時間の焼きなまし材の結晶組織を示す顕微鏡写真であり、図１（d）は $Mg_{96}Zn_2Y_2$ 合金の500℃、1時間の焼きなまし材の結晶組織を示す顕微鏡写真である。

[0024] ここで、本発明のマグネシウム合金は、必須成分としてZn及びYを含有し、残部がMgと不可避免的不純物とからなるMg-Zn-Y系合金であるが

、以下では、 $Mg_{97}Zn_1Y_2$ 合金や $Mg_{96}Zn_2Y_2$ 合金を例に挙げて説明を行う。なお、図1(a)～図1(d)に示す様に、マグネシウム合金1は、その合金組織中に、LPSOと αMg 相3とを有している。

[0025] また、図1(a)では、LPSOと αMg 相とがラメラ状に存在し、ラメラ状に存在する組織の屈曲部（図中符号dで示す領域）でLPSOと αMg 相に連続性が無く、不連続界面（粒界）を形成している。なお、図1(b)～図1(d)では、針状若しくは板状のLPSOを有している。

[0026] [LPSOについて]

まず、本発明のマグネシウム合金は、LPSOを有している。

ここで、LPSOとは、マグネシウム合金の粒内及び粒界に析出する析出物であって、HCP構造における底面原子層の並びが底面法線方向に長周期規則をもって繰り返される構造、即ち、長周期積層構造をいう。このLPSOの析出によって、マグネシウム合金の機械的特性（引張強度、0.2%耐力及び伸び）が向上することとなる。

[0027] [不連続界面（粒界）について]

また、図1(a)からも明らかな様に、本発明のマグネシウム合金は、ラメラ状に存在する組織の屈曲部でLPSOと αMg 相の不連続界面（粒界）を有している。

ここで、LPSO中に含まれている2H構造を有するマグネシウム相が消失し、新たなLPSOが現出することによって、換言すると、回復によってキンクが明瞭な界面として現出することで、不連続界面（粒界）が視認されているものであると考えられる。そして、回復によって現出する新たなLPSOが安定組織であるが故に、機械的特性（引張強さ、0.2%耐力及び伸び）が向上することとなる。

[0028] [針状若しくは板状のLPSOについて]

更に、図1(b)～図1(d)からも明らかな様に、本発明のマグネシウム合金は、針状若しくは板状のLPSOを有している。

ここで、LPSOが針状若しくは板状をなすことによって、LPSOが有

するキンク帯の先鋭化が生じると共にL P S Oが微細分散することとなり、結果としてマグネシウム合金の機械的特性（引張強度、0. 2 %耐力及び伸び）が向上することとなる。

[0029] 以下、本発明のマグネシウム合金の製造方法について説明を行う。

図2は本発明を適用したマグネシウム合金の製造方法を説明するためのフローチャートである。図2に示す様に、本発明を適用したマグネシウム合金の製造方法では、先ず、鑄造工程S1により鑄造される。ここで、鑄造工程では、必須成分としてZnとYを含有し、残部がMgと不可避免の不純物とからなるMg-Zn-Y系合金を鑄造して、L P S Oと α Mg相とを含む鑄造材を形成する。なお、本実施例では、鑄造工程によって形成される鑄造材が、 $Mg_{97}Zn_1Y_2$ 合金である場合と $Mg_{96}Zn_2Y_2$ 合金である場合を例に挙げて説明を行う。

[0030] 次に、鑄造された鑄造材に、塑性加工工程S2を行う。この塑性加工工程の塑性加工は、例えば、押出加工、鍛造加工、圧延加工あるいは引抜加工等であり、鑄造材を塑性加工することによって得られる塑性加工物は、引張強度、伸び、0. 2 %耐力が著しく向上することとなる。

[0031] 続いて、塑性加工された塑性加工物を350℃以上500℃以下の温度範囲内で、かつ、0. 5時間以上10時間以下の時間範囲内で熱処理（具体的には、焼きなまし処理）を施す熱処理工程S3を行う。

[0032] < $Mg_{97}Zn_1Y_2$ 合金の場合>

鑄造工程によって形成される鑄造材が $Mg_{97}Zn_1Y_2$ 合金の場合には、熱処理工程によって α Mg相の結晶粒径が7 μ m～15 μ mとなる様に組織制御する。具体的には、350℃以上500℃以下の温度範囲内で、かつ、0. 5時間以上10時間以下の時間範囲内で熱処理を施すことによって、 α Mg相の結晶粒径が7 μ m～15 μ mとなる様に組織制御する。一例としては、400℃で1時間の熱処理を行うことで7 μ mの結晶粒径を得ることができ、500℃で1時間の熱処理を行うことで10 μ mの結晶粒径を得ることができ、500℃で10時間の熱処理を行うことで15 μ mの結晶粒径を得

ることができる。

[0033] なお、 α Mg 相の結晶粒径を $7\ \mu\text{m} \sim 15\ \mu\text{m}$ に組織制御しているのは、 $\text{Mg}_{97}\text{Zn}_1\text{Y}_2$ 合金の場合には、こうした範囲内に組織制御することによって、概ね 300MPa 以上の引張強度と概ね 10% 以上の伸びの双方を実現することができるからである（図 5（a）参照。）。

[0034] ここで、図 3（a）は $\text{Mg}_{97}\text{Zn}_1\text{Y}_2$ 合金の押出材の結晶組織を示す顕微鏡写真であり、図 3（b）は $\text{Mg}_{97}\text{Zn}_1\text{Y}_2$ 合金の 300°C 、1 時間の焼きなまし材の結晶組織を示す顕微鏡写真であり、図 3（c）は $\text{Mg}_{97}\text{Zn}_1\text{Y}_2$ 合金の 400°C 、1 時間の焼きなまし材の結晶組織を示す顕微鏡写真であり、図 3（d）は $\text{Mg}_{97}\text{Zn}_1\text{Y}_2$ 合金の 500°C 、1 時間の焼きなまし材の結晶組織を示す顕微鏡写真である。図 3（a）～図 3（d）の中で、本発明を適用したマグネシウム合金の製造方法によって得られたマグネシウム合金は、図 3（c）及び図 3（d）であるが、これらマグネシウム合金 1 は、その合金組織中に、 LPSO_2 と α Mg 相 3 とを有している。なお、図 3（a）～図 3（d）で示す顕微鏡写真において、黒色で表されている箇所が LPSO であり、粒状に見える箇所が α Mg 相である。

[0035] < $\text{Mg}_{96}\text{Zn}_2\text{Y}_2$ 合金の場合>

鑄造工程によって形成される鑄造材が $\text{Mg}_{96}\text{Zn}_2\text{Y}_2$ 合金の場合には、熱処理工程によって α Mg 相の結晶粒径が $3\ \mu\text{m} \sim 10\ \mu\text{m}$ となる様に組織制御する。具体的には、 350°C 以上 500°C 以下の温度範囲内で、かつ、0.5 時間以上 10 時間以下の時間範囲内で熱処理を施すことによって、 α Mg 相の結晶粒径が $3\ \mu\text{m} \sim 10\ \mu\text{m}$ となる様に組織制御する。一例としては、 400°C で 1 時間の熱処理を行うことで $3\ \mu\text{m}$ の結晶粒径を得ることができ、 500°C で 1 時間の熱処理を行うことで $10\ \mu\text{m}$ の結晶粒径を得ることができる。

[0036] なお、 α Mg 相の結晶粒径を $3\ \mu\text{m} \sim 10\ \mu\text{m}$ に組織制御しているのは、 $\text{Mg}_{96}\text{Zn}_2\text{Y}_2$ 合金の場合には、こうした範囲内に組織制御することによって、概ね 300MPa 以上の引張強度と概ね 10% 以上の伸びの双方を実現

することができるからである（図5（b）参照。）。

[0037] ここで、図3（e）は $Mg_{96}Zn_2Y_2$ 合金の押出材の結晶組織を示す顕微鏡写真であり、図3（f）は $Mg_{96}Zn_2Y_2$ 合金の $300^{\circ}C$ 、1時間の焼きなまし材の結晶組織を示す顕微鏡写真であり、図3（g）は $Mg_{96}Zn_2Y_2$ 合金の $400^{\circ}C$ 、1時間の焼きなまし材の結晶組織を示す顕微鏡写真であり、図3（h）は $Mg_{96}Zn_2Y_2$ 合金の $500^{\circ}C$ 、1時間の焼きなまし材の結晶組織を示す顕微鏡写真である。図3（e）～図3（h）の中で、本発明を適用したマグネシウム合金の製造方法によって得られたマグネシウム合金は、図3（g）及び図3（h）であるが、これらマグネシウム合金1は、その合金組織中に、 $LPsO_2$ と αMg 相3とを有している。なお、図3（e）～図3（h）で示す顕微鏡写真において、黒色で表されている箇所が $LPsO$ であり、粒状に見える箇所が αMg 相である。

[0038] また、 $Mg_{96}Zn_2Y_2$ 合金を鋳造した場合には、鋳造時点で $0.2\mu m \sim 2.0\mu m$ 程度の金属間化合物 $Mg_3Zn_3Y_2$ を形成していることが分かった。ここで、図4（a）は $Mg_{96}Zn_2Y_2$ 合金の $400^{\circ}C$ 、1時間の焼きなまし材の結晶組織を示す顕微鏡写真であり、図4（b）は $Mg_{96}Zn_2Y_2$ 合金の $450^{\circ}C$ 、1時間の焼きなまし材の結晶組織を示す顕微鏡写真であり、図4（c）は $Mg_{96}Zn_2Y_2$ 合金の $500^{\circ}C$ 、1時間の焼きなまし材の結晶組織を示す顕微鏡写真であるが、金属間化合物 $Mg_3Zn_3Y_2$ を形成していることが分かる。なお、図4（a）～図4（c）で示す顕微鏡写真において、符号eで示す箇所が金属間化合物 $Mg_3Zn_3Y_2$ である。

[0039] ところで、図5（a）及び図5（b）のグラフからも明らかな様に、鋳造工程によって形成される鋳造材が $Mg_{97}Zn_1Y_2$ 合金の場合、 $Mg_{96}Zn_2Y_2$ 合金の場合の双方において、 $400^{\circ}C$ 以上の温度で熱処理（具体的には、焼きなまし処理）を施した場合には、概ね $300MPa$ 以上の引張強度を実現しつつ、概ね 12% 以上の伸びを実現することができるマグネシウム合金を得ることができる。また、 $450^{\circ}C$ 以上の温度で熱処理（具体的には、焼きなまし処理）を施した場合には、概ね $300MPa$ 以上の引張強度を実現

しつつ、概ね18%以上の伸びを実現することができるマグネシウム合金を得ることができる。

[0040] ここで、図6(a)は $Mg_{96}Zn_2Y_2$ 合金の400℃、1時間の焼きなまし材の結晶組織を示す顕微鏡写真であるが、図6(a)で示す顕微鏡写真からLPSOが αMg 相粒内に析出していることが分かる。また、図6(b)は $Mg_{96}Zn_2Y_2$ 合金の425℃、1時間の焼きなまし材の結晶組織を示す顕微鏡写真であるが、図6(b)で示す顕微鏡写真からLPSOが αMg 相粒内に析出していることが図6(a)よりも明確に分かる。次に、図6(c)は $Mg_{96}Zn_2Y_2$ 合金の450℃、1時間の焼きなまし材の結晶組織を示す顕微鏡写真であるが、図6(c)で示す顕微鏡写真から針状若しくは板状のLPSOが αMg 相の粒界若しくは粒内若しくはその両方に析出し始めていることが分かる。続いて、図6(d)は $Mg_{96}Zn_2Y_2$ 合金の475℃、1時間の焼きなまし材の結晶組織を示す顕微鏡写真であるが、図6(d)で示す顕微鏡写真から αMg 相の粒界若しくは粒内若しくはその両方で針状若しくは板状のLPSOが成長し、また、針状若しくは板状のLPSO同士が合体していることが分かる。更に、図6(e)は $Mg_{96}Zn_2Y_2$ 合金の500℃、1時間の焼きなまし材の結晶組織を示す顕微鏡写真であるが、図6(e)で示す顕微鏡写真から αMg 相の粒界若しくは粒内若しくはその両方で針状若しくは板状のLPSOが更に成長していることが分かる。なお、図6(a)～図6(e)で示す顕微鏡写真において、黒色で表されている箇所がLPSOであり、粒状に見える箇所が αMg 相である。

[0041] この様に、400℃以上の温度で熱処理（具体的には、焼きなまし処理）を施すことにより、LPSO内に含まれていた2H構造を有するマグネシウム相が消失して安定組織であるLPSOが現出する結果となる。従って、上述の様に、概ね300MPa以上の引張強度を実現しつつ、概ね12%以上の伸びを実現することができるマグネシウム合金を得ることができるのである。

[0042] 更に、450℃以上の温度で熱処理（具体的には、焼きなまし処理）を施

すことにより、現出したL P S Oが針状組織若しくは板状組織を呈するため、押出加工材に比べてキンク帯の先鋭化が生じると共にL P S Oが微細分散する結果となる。従って、上述の様に、概ね300MPa以上の引張強度を実現しつつ、概ね18%以上の伸びを実現することができるマグネシウム合金を得ることができるのである。

[0043] なお、図7(a)は $Mg_{97}Zn_1Y_2$ 合金の500℃、1時間の焼きなまし材の結晶組織を示す顕微鏡写真であり、図7(b)は $Mg_{97}Zn_1Y_2$ 合金の500℃、5時間の焼きなまし材の結晶組織を示す顕微鏡写真であり、図7(c)は $Mg_{97}Zn_1Y_2$ 合金の500℃、10時間の焼きなまし材の結晶組織を示す顕微鏡写真であるが、図7(a)で示す結晶組織も図7(c)で示す結晶組織も、結晶粒径において大差はなく、本発明を適用したマグネシウム合金である $Mg_{97}Zn_1Y_2$ 合金が熱的安定性に優れていることが分かる。なお、マグネシウム合金の再結晶温度が300℃程度であることに鑑みると、通常のマグネシウム合金の場合には、高温で長時間の熱処理を施した場合には、結晶粒径が成長することで伸びは改善するものの、引張強度が極端に低下してしまう。なお、図7(a)～図7(c)で示す顕微鏡写真において、黒色で表されている箇所がL P S Oであり、粒状に見える箇所が α Mg相である。

[0044] 同様に、図7(d)は $Mg_{96}Zn_2Y_2$ 合金の500℃、1時間の焼きなまし材の結晶組織を示す顕微鏡写真であり、図7(e)は $Mg_{96}Zn_2Y_2$ 合金の500℃、5時間の焼きなまし材の結晶組織を示す顕微鏡写真であり、図7(f)は $Mg_{96}Zn_2Y_2$ 合金の500℃、10時間の焼きなまし材の結晶組織を示す顕微鏡写真であるが、図7(d)で示す結晶組織も図7(f)で示す結晶組織も、結晶粒径において大差はなく、本発明を適用したマグネシウム合金である $Mg_{96}Zn_2Y_2$ 合金は熱的安定性に優れていることが分かる。なお、図7(d)～図7(f)で示す顕微鏡写真において、黒色で表されている箇所がL P S Oであり、粒状に見える箇所が α Mg相である。

[0045] また、図8(a)は $Mg_{96}Zn_2Y_2$ 合金の400℃、1時間の焼きなまし

材の結晶組織を示す顕微鏡写真であり、図8（a）で示す顕微鏡写真においては、LPSOの結晶方位の向きや α Mg相の結晶方位の向きに規則性はなく、結晶方向の向きは乱れた状態であることが分かる。一方、図8（b）は $Mg_{96}Zn_2Y_2$ 合金の500℃、1時間の焼きなまし材の結晶組織を示す顕微鏡写真であり、図8（b）で示す顕微鏡写真においては、同一のLPSO内の結晶方位の向きは全て同一であり、また、任意のLPSO内の結晶方位の向きは、隣接するいずれかの α Mg相の結晶方位と同一であることが分かる。なお、任意のLPSO内の結晶方位の向きが、隣接する α Mg相の双方と同一となることもあり得る。また、LPSOの現出箇所は α Mg相の結晶粒界若しくは結晶粒内であって、結晶粒界と結晶粒内に現出する場合もある。

実施例

[0046] 以下、本発明の実施例について説明する。なお、ここで示す実施例は一例であり本発明を限定するものではない。

[0047] [実施例（1）]

先ず、本発明の実施例（1）のマグネシウム合金の製造方法として、Znを1原子%、Yを2原子%とし、残部をMgと不可避免的不純物のMg-Zn-Y合金をアルゴンガス雰囲気中の高周波溶解炉内で溶解を行った。次に、加熱溶解した材料を金型で鋳造し、 $\phi 29\text{mm} \times L 60\text{mm}$ のインゴット（鋳造材）を作製した。続いて、押出温度350℃、押出比10、押出速度2.5mm/sの条件で塑性加工（押出加工）を行い、その後100℃～500℃の熱処理温度にて1時間の熱処理（焼きなまし）を行ったものを作製した。

[0048] この様にして得られたそれぞれのマグネシウム合金を室温にて引張試験を行い、機械的特性を評価した結果を図5（a）に示す。

[0049] 図5（a）から明らかな様に、本発明の実施例（1）のマグネシウム合金の製造方法で得られる $Mg_{97}Zn_1Y_2$ 合金は、350℃以上の温度で焼きなました場合には概ね300MPa以上の引張強度を実現すると共に概ね10

%以上の伸びを実現することができる。更に、図5（a）から明らかな様に、本発明の実施例（1）のマグネシウム合金の製造方法で得られる $Mg_{97}Zn_1Y_2$ 合金は、 $400^{\circ}C$ 以上の温度で焼きなました場合には概ね $300MPa$ 以上の引張強度を実現すると共に概ね12%以上の伸びを実現し、 $450^{\circ}C$ 以上の温度で焼きなました場合には概ね $300MPa$ 以上の引張強度を実現すると共に概ね18%以上の伸びを実現することができる。

[0050] [実施例（2）]

また、本発明の実施例（2）のマグネシウム合金の製造方法として、 Zn を2原子%、 Y を2原子%とし、残部を Mg と不可避免の不純物の $Mg-Zn-Y$ 合金をアルゴンガス雰囲気中の高周波溶解炉内で溶解を行った。次に、加熱溶解した材料を金型で鑄造し、 $\phi 29mm \times L 60mm$ のインゴット（鑄造材）を作製した。続いて、押出温度 $350^{\circ}C$ 、押出比10、押出速度 $2.5mm/s$ の条件で塑性加工（押出加工）を行い、その後 $100^{\circ}C \sim 500^{\circ}C$ の熱処理温度にて1時間の熱処理（焼きなまし）を行ったものを作製した。

[0051] この様にして得られたそれぞれのマグネシウム合金を室温にて引張試験を行い、機械的特性を評価した結果を図5（b）に示す。

[0052] 図5（b）から明らかな様に、本発明の実施例（2）のマグネシウム合金の製造方法で得られる $Mg_{96}Zn_2Y_2$ 合金は、 $350^{\circ}C$ 以上の温度で焼きなました場合には概ね $300MPa$ 以上の引張強度を実現すると共に概ね10%以上の伸びを実現することができる。更に、図5（b）から明らかな様に、本発明の実施例（2）のマグネシウム合金の製造方法で得られる $Mg_{96}Zn_2Y_2$ 合金は、 $400^{\circ}C$ 以上の温度で焼きなました場合には概ね $300MPa$ 以上の引張強度を実現すると共に概ね12%以上の伸びを実現し、 $450^{\circ}C$ 以上の温度で焼きなました場合には概ね $300MPa$ 以上の引張強度を実現すると共に概ね18%以上の伸びを実現することができる。

符号の説明

[0053] 1 マグネシウム合金

2 L P S O

3 α M g 相

請求の範囲

- [請求項1] 必須成分としてZnとYとを含有し、残部がMgと不可避免の不純物からなるMg-Zn-Y系合金から構成されるマグネシウム合金であって、
- Mg-Zn-Y系合金の合金組織中に、 α Mg相と長周期積層構造相とを有し、
- 該長周期積層構造相の少なくとも一部が前記 α Mg相とラメラ状に存在すると共に、該ラメラ状に存在する組織の少なくとも一部が湾曲または屈曲しており、
- 更に、湾曲または屈曲している部分で α Mg相と長周期積層構造相の不連続界面が形成され、若しくは、湾曲または屈曲している部分で α Mg相と長周期積層構造相の粒界が形成されている
- マグネシウム合金。
- [請求項2] 必須成分としてZnとYとを含有し、残部がMgと不可避免の不純物からなるMg-Zn-Y系合金から構成されるマグネシウム合金であって、
- Mg-Zn-Y系合金の合金組織中に、針状若しくは板状の長周期積層構造相を有する
- マグネシウム合金。
- [請求項3] 前記長周期積層構造相が針状若しくは板状であり、同長周期積層構造相が有するキンク帯の先鋭化が生じると共に長周期積層構造相が微細分散した
- 請求項1に記載のマグネシウム合金。
- [請求項4] 前記 α Mg相の結晶粒界若しくは結晶粒内またはその両方に長周期積層構造相を有しており、前記 α Mgの結晶粒内若しくは前記 α Mg相の結晶粒界の少なくとも一方に、長周期積層構造相を有する
- 請求項1、請求項2若しくは請求項3に記載のマグネシウム合金。
- [請求項5] 前記 α Mg相の結晶粒内若しくは前記 α Mg相の結晶粒界の少なく

とも一方に、針状若しくは板状の長周期積層構造相を有する

請求項1、請求項2若しくは請求項3に記載のマグネシウム合金。

[請求項6] 必須成分としてZnとYを含有し、残部がMgと不可避免的不純物とからなるMg-Zn-Y系合金を鑄造して、長周期積層構造相と α Mg相とを含む鑄造材を形成する鑄造工程と、

前記鑄造材に塑性加工を行う塑性加工工程と、

該塑性加工工程により塑性加工を施した前記鑄造材に熱処理を施す熱処理工程とを備えるマグネシウム合金の製造方法であって、

前記熱処理工程は、350℃以上500℃以下の温度範囲内で、かつ、0.5時間以上10時間以下の時間範囲内で行う

マグネシウム合金の製造方法。

[請求項7] 前記熱処理工程は、400℃以上500℃以下の温度範囲内で、かつ、0.5時間以上10時間以下の時間範囲内で行う

請求項6に記載のマグネシウム合金の製造方法。

[請求項8] 前記熱処理工程は、450℃以上500℃以下の温度範囲内で、かつ、0.5時間以上10時間以下の時間範囲内で行う

請求項6に記載のマグネシウム合金の製造方法。

[請求項9] 前記鑄造工程によりMg₉₇Zn₁Y₂合金よりなる鑄造材を形成すると共に、

前記熱処理工程により α Mg相の結晶粒径を7 μ m以上15 μ m以下に制御する

請求項6に記載のマグネシウム合金の製造方法。

[請求項10] 前記鑄造工程によりMg₉₆Zn₂Y₂合金よりなる鑄造材を形成すると共に、

前記熱処理工程により α Mg相の結晶粒径を3 μ m以上10 μ m以下に制御する

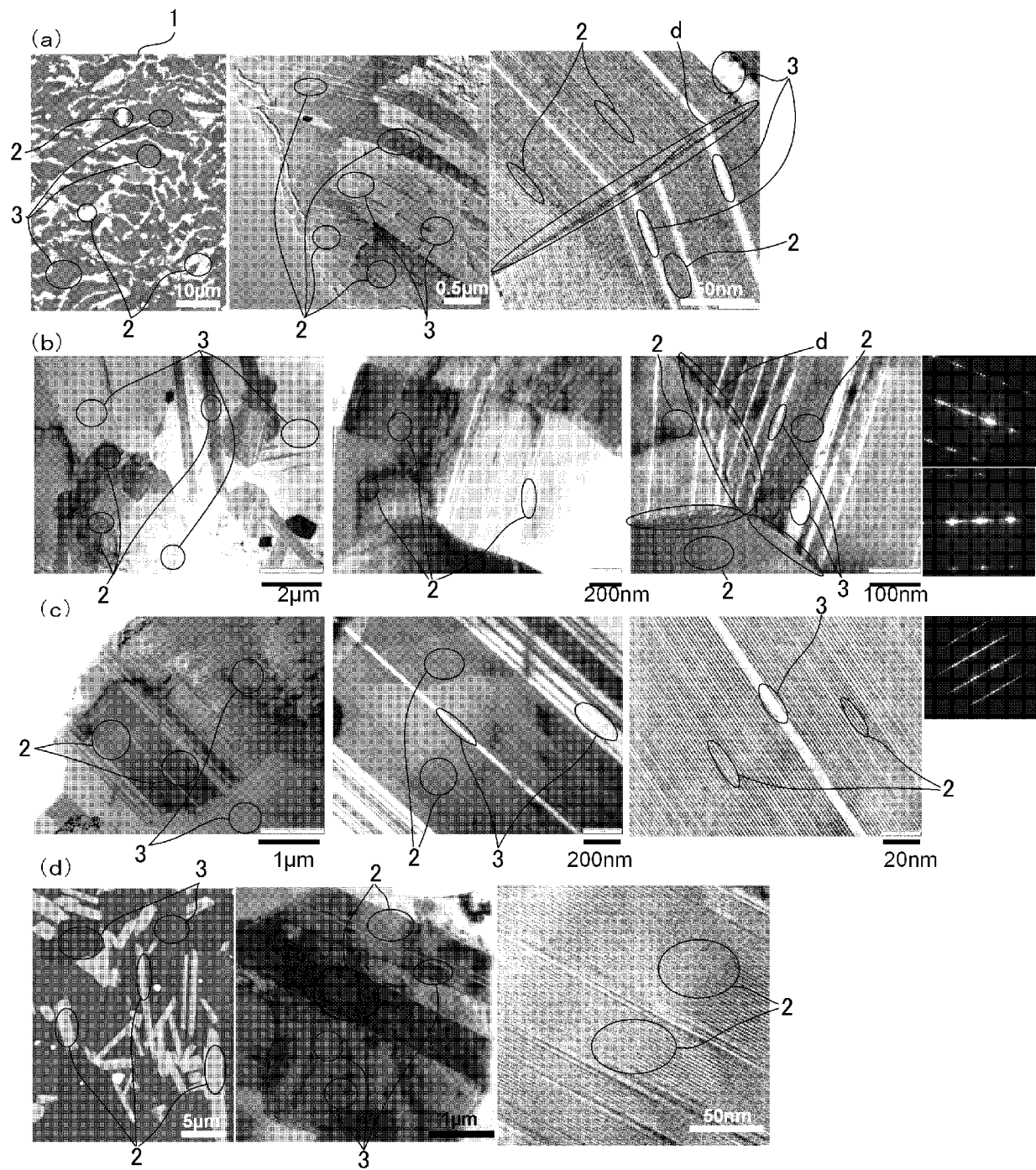
請求項6に記載のマグネシウム合金の製造方法。

[請求項11] 前記熱処理工程により針状若しくは板状の長周期積層構造相を現出

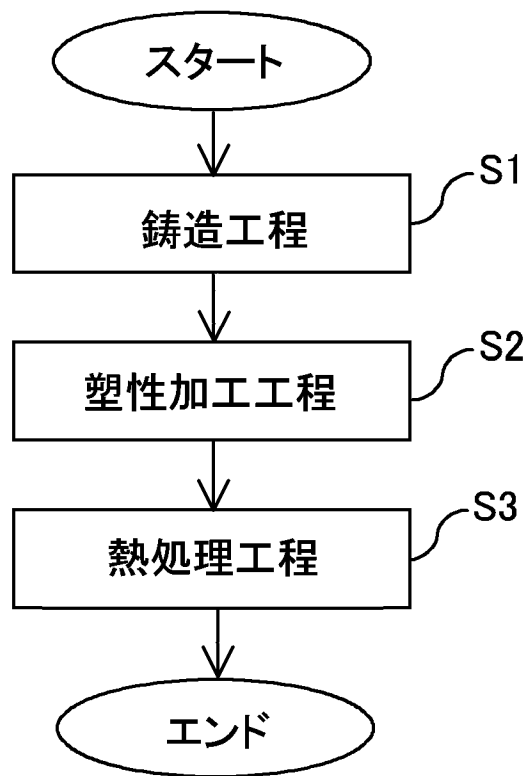
せしめる

請求項 8 に記載のマグネシウム合金の製造方法。

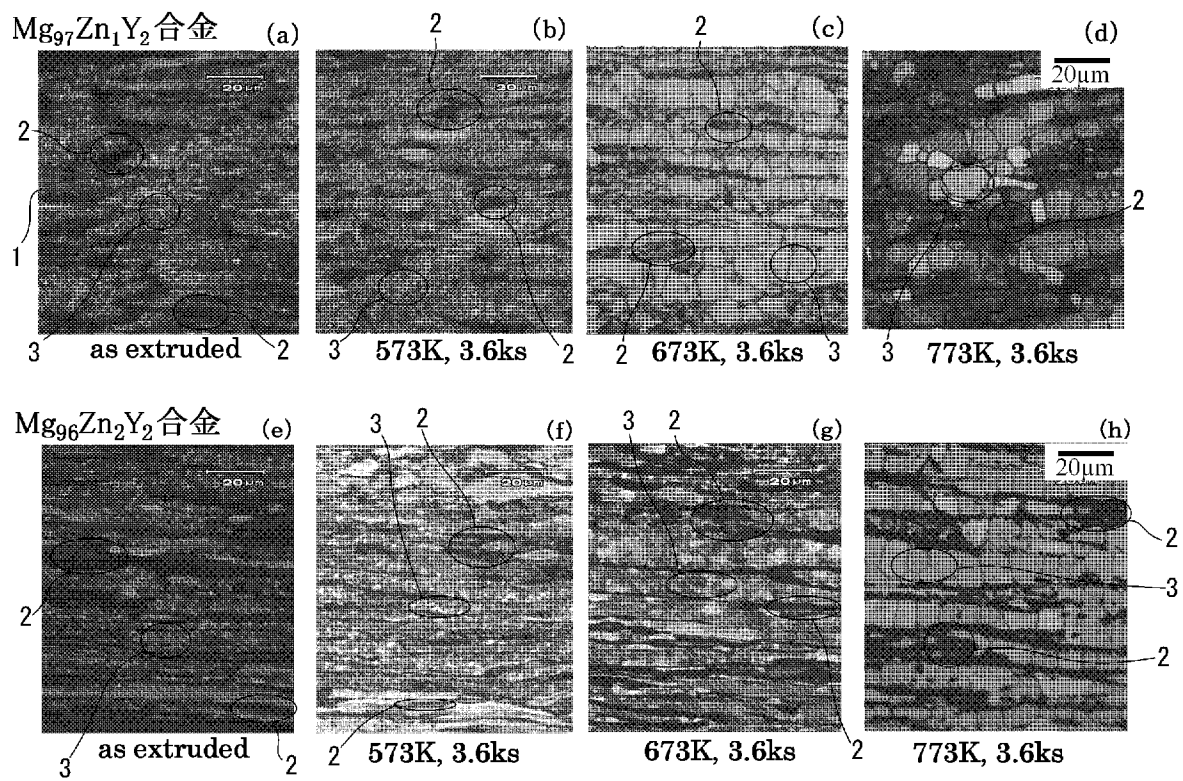
[図1]



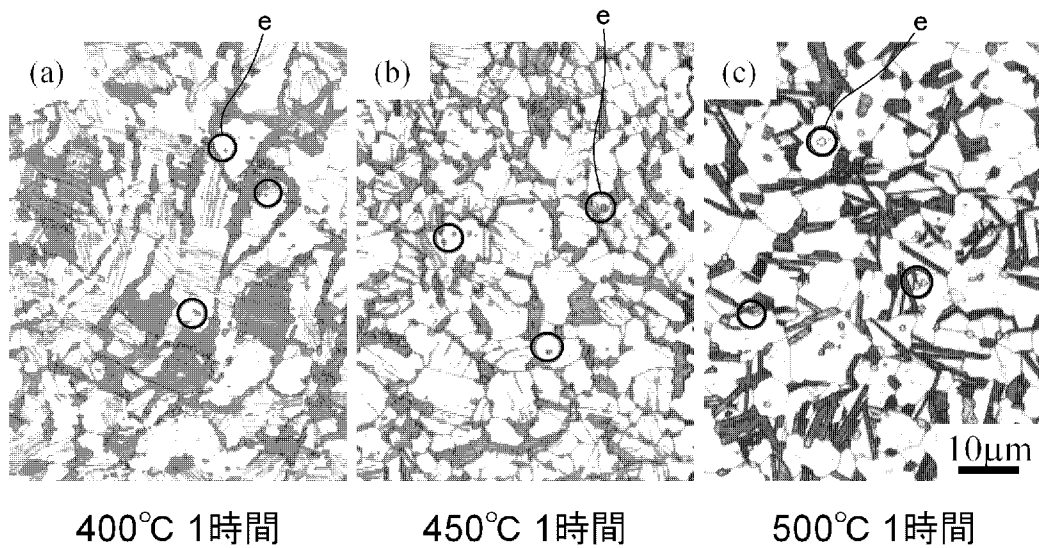
[図2]



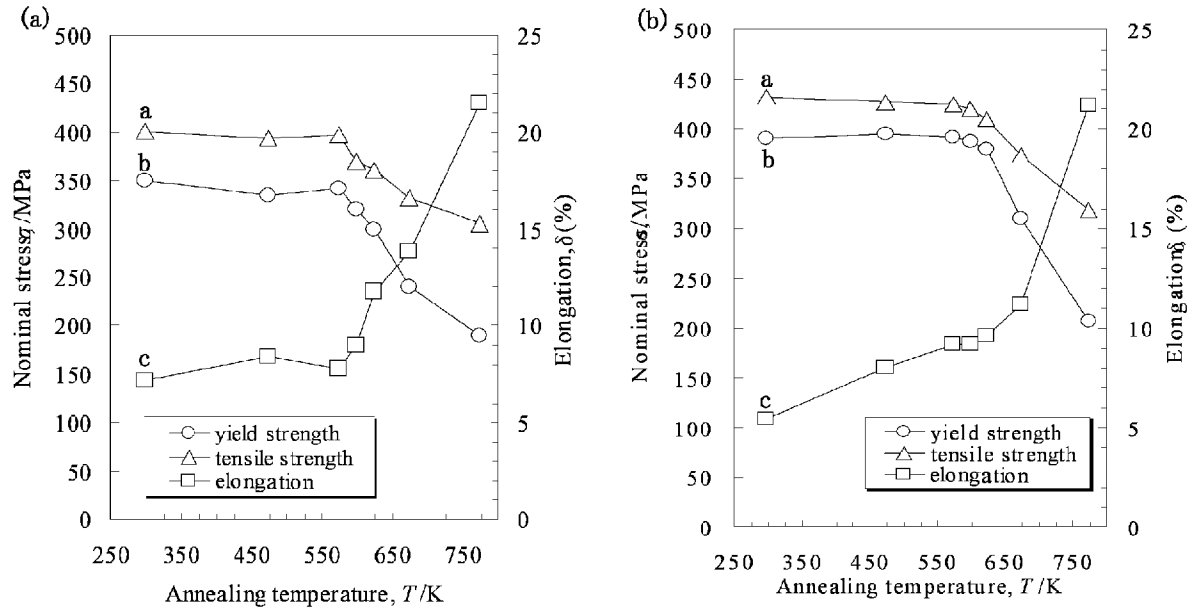
[図3]



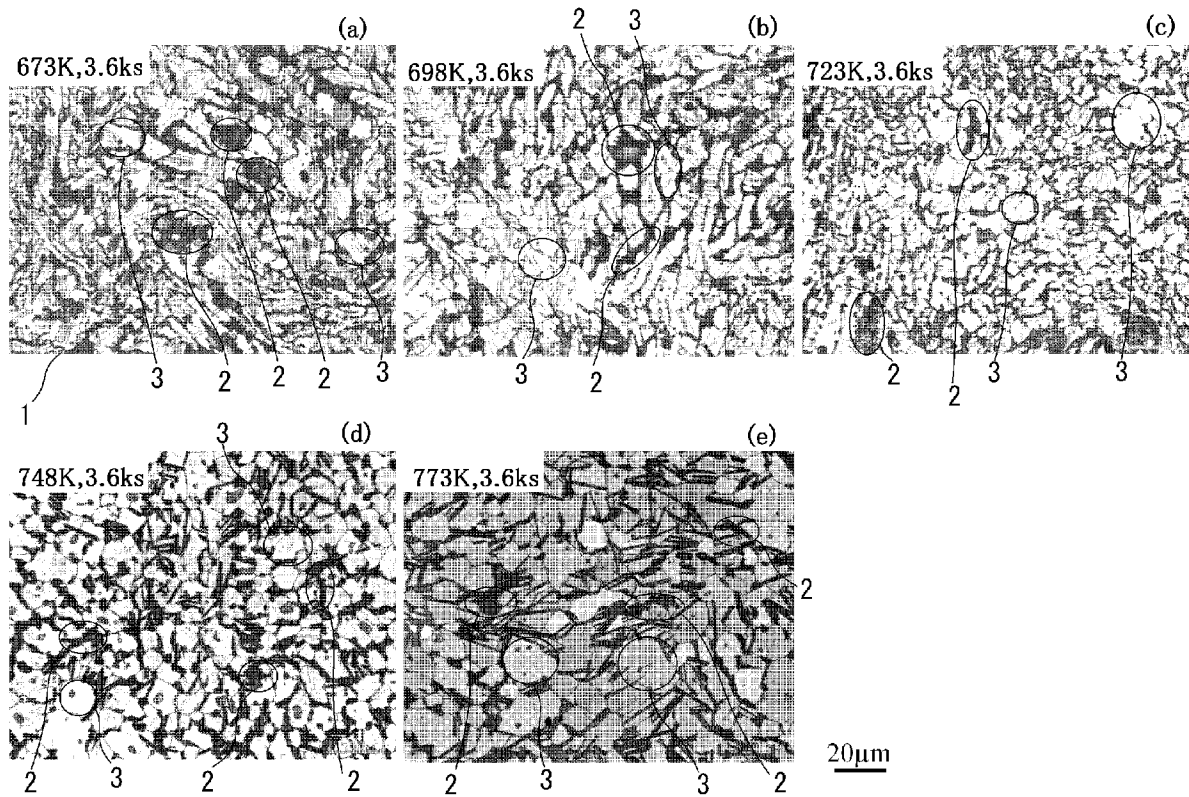
[図4]



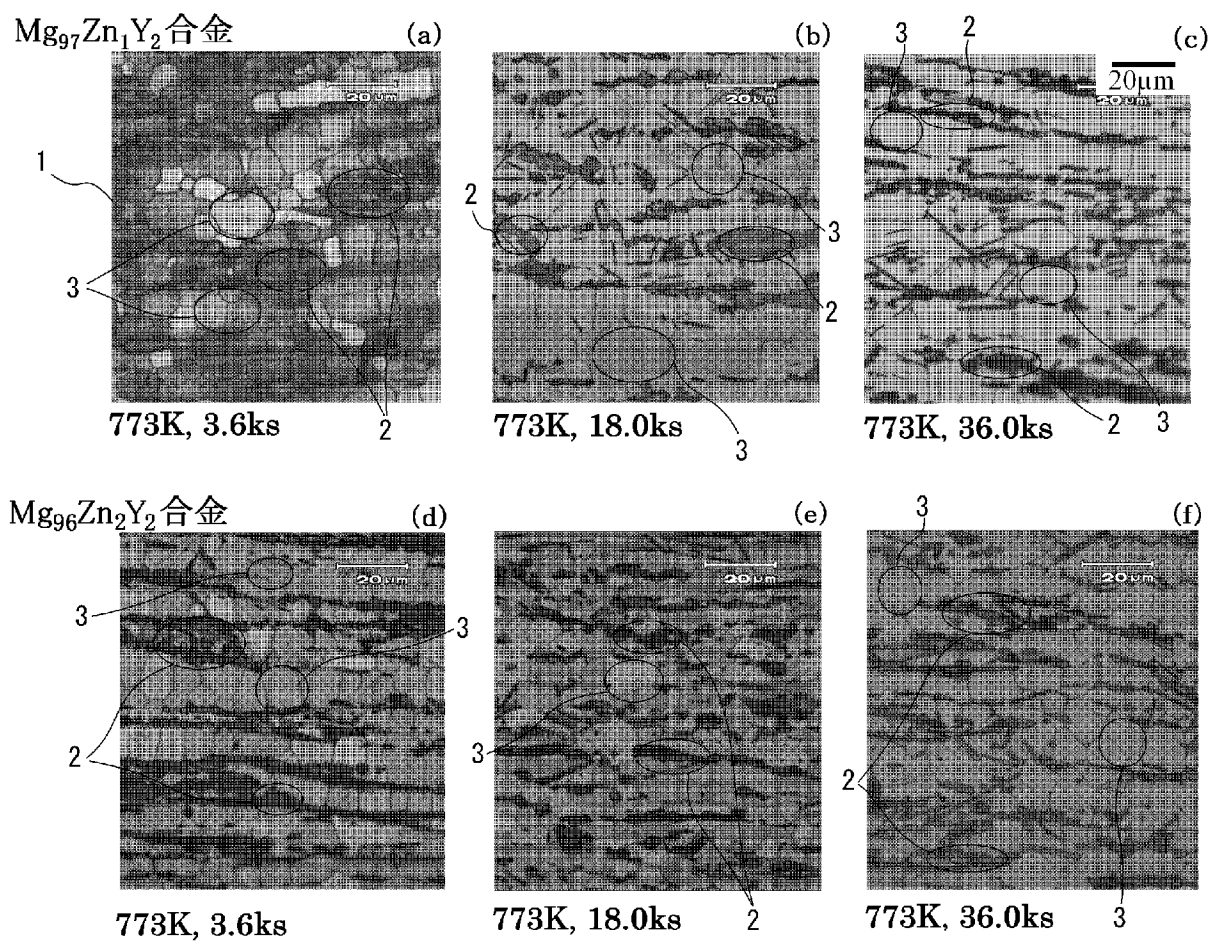
[図5]



[図6]

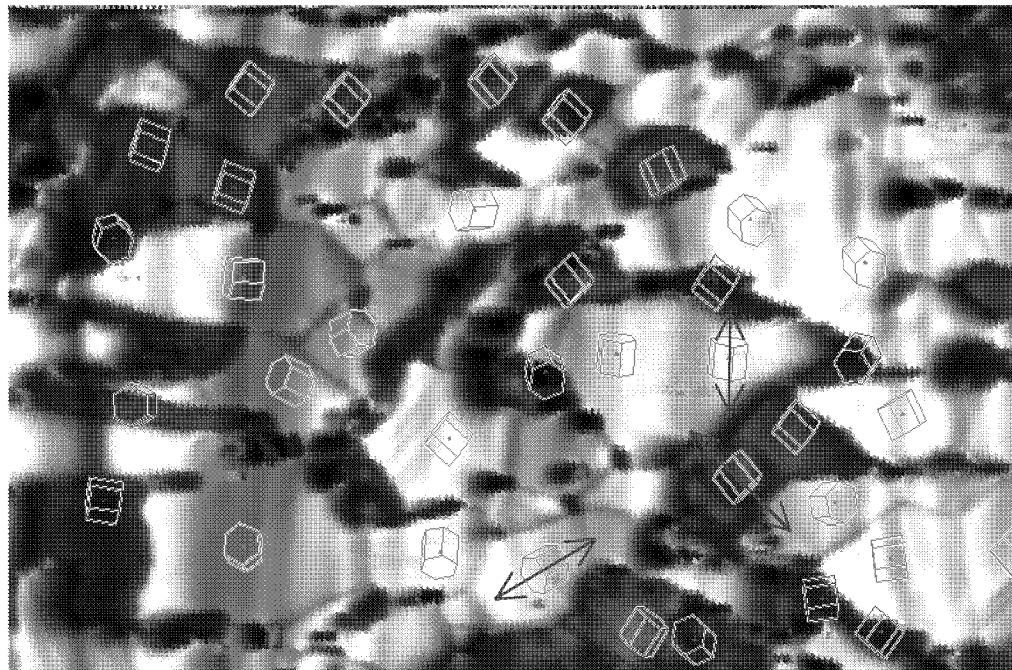


[図7]

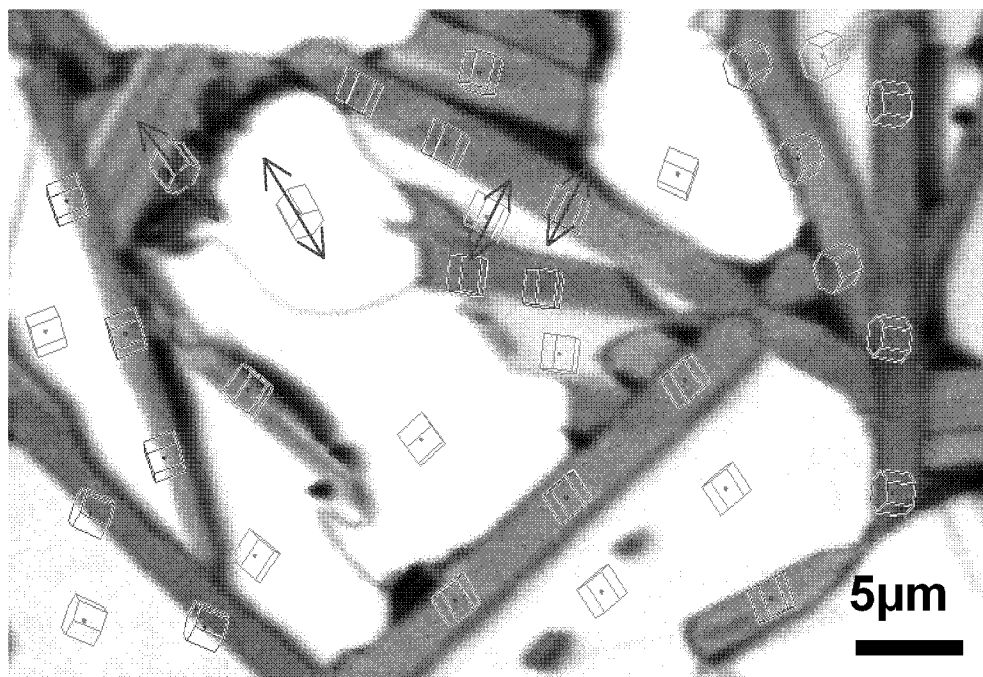


[図8]

(a)



(b)



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2009/065701

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C22C23/06(2006.01)i, C22C23/04(2006.01)i, C22F1/06(2006.01)i, C22F1/00(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)

C22C23/06, C22C23/04, C22F1/06, C22F1/00

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	1996-2009
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2009	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2009

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.
X	JP 2008-150704 A (Kobe Steel, Ltd., Nissan Motor Co., Ltd., Kumamoto University), 03 July 2008 (03.07.2008), claims 1 to 7; paragraphs [0029] to [0031], [0052] & US 2008/0152532 A1 & EP 1925684 A2 & CN 101225494 A	1-5
X	Masashi NODA et al., "Choshuki Sekiso Kozogata Mg-Zn-Y Gokin no Kikaiteki Tokusei ni Oyobosu Kessho Soshiki no Eikyo", Abstracts of the Japan Institute of Metals, 26 March 2008 (26.03.2008), 2008 Nen Shunki (Dai 142 Kai) Taikai, page 371	1-11

☒ 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
08 December, 2009 (08.12.09)

Date of mailing of the international search report
15 December, 2009 (15.12.09)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2009/065701

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 2005-213535 A (National Institute of Advanced Industrial Science and Technology), 11 August 2005 (11.08.2005), claims 1 to 6; paragraph [0018] (Family: none)	2, 4, 5
A	JP 2005-113235 A (Toyota Motor Corp., Independent Administrative Institution National Institute for Materials Science), 28 April 2005 (28.04.2005), claims 1, 2 (Family: none)	1-11
A	WO 2005/052203 A1 (Yoshihito KAWAMURA), 09 June 2005 (09.06.2005), claims 1 to 48; paragraphs [0096], [0125] & US 2007/0125464 A1 & US 2007/0102072 A1 & US 2007/0169859 A1 & EP 1688509 A1 & EP 1690954 A1 & EP 1816224 A1 & WO 2005/052204 A1 & WO 2006/036033 A1 & KR 10-2006-0100450 A & KR 10-2006-0123192 A & CN 1886528 A & CN 1886529 A & CN 101027420 A	1-11
A	JP 2008-75183 A (Yoshihito KAWAMURA), 03 April 2008 (03.04.2008), claims 1 to 77; paragraph [0139] & US 2007/0102072 A1 & US 2007/0125464 A1 & US 2007/0169859 A1 & EP 1688509 A1 & EP 1690954 A1 & EP 1816224 A1 & WO 2005/052203 A1 & WO 2005/052204 A1 & WO 2006/036033 A1 & KR 10-2006-0100450 A & KR 10-2006-0123192 A & CN 101027420 A	1-11

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (I P C))

Int.Cl. C22C23/06(2006.01)i, C22C23/04(2006.01)i, C22F1/06(2006.01)i, C22F1/00(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. C22C23/06, C22C23/04, C22F1/06, C22F1/00

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 0 9 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 0 9 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 0 9 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
X	JP 2008-150704 A (株式会社神戸製鋼所, 日産自動車株式会社, 国立大学法人 熊本大学) 2008.07.03, 【請求項 1】-【請求項 7】, 【0029】-【0031】, 【0052】 & US 2008/0152532 A1 & EP 1925684 A2 & CN 101225494 A	1 - 5
X	野田雅史他, 長周期積層構造型 Mg-Zn-Y 合金の機械的特性に及ぼす結晶組織の影響, 日本金属学会講演概要, 2008.03.26, 2008 年春期 (第 142 回) 大会, 第 371 頁	1 - 11

☒ 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

0 8 . 1 2 . 2 0 0 9

国際調査報告の発送日

1 5 . 1 2 . 2 0 0 9

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)

伊藤 真明

4 K

3 6 4 0

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

C (続き) . 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
X	JP 2005-213535 A (独立行政法人産業技術総合研究所) 2005. 08. 11, 【請求項 1】 - 【請求項 6】 , 【0018】 (ファミリーなし)	2, 4, 5
A	JP 2005-113235 A (トヨタ自動車株式会社, 独立行政法人物質・材料研究機構) 2005. 04. 28, 【請求項 1】 , 【請求項 2】 (ファミリーなし)	1 - 11
A	WO 2005/052203 A1 (河村能人) 2005. 06. 09, 請求の範囲 1-48, [0096], [0125] & US 2007/0125464 A1 & US 2007/0102072 A1 & US 2007/0169859 A1 & EP 1688509 A1 & EP 1690954 A1 & EP 1816224 A1 & WO 2005/052204 A1 & WO 2006/036033 A1 & KR 10-2006-0100450 A & KR 10-2006-0123192 A & CN 1886528 A & CN 1886529 A & CN 101027420 A	1 - 11
A	JP 2008-75183 A (河村能人) 2008. 04. 03, 【請求項 1】 - 【請求項 77】 , 【0139】 US 2007/0102072 A1 & US 2007/0125464 A1 & US 2007/0169859 A1 & EP 1688509 A1 & EP 1690954 A1 & EP 1816224 A1 & WO 2005/052203 A1 & WO 2005/052204 A1 & WO 2006/036033 A1 & KR 10-2006-0100450 A & KR 10-2006-0123192 A & CN 101027420 A	1 - 11