

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号  
特許第7370166号  
(P7370166)

(45)発行日 令和5年10月27日(2023.10.27)

(24)登録日 令和5年10月19日(2023.10.19)

(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 C 23/02 (2006.01)	C 2 2 C 23/02
C 2 2 C 23/04 (2006.01)	C 2 2 C 23/04
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

請求項の数 13 (全27頁) 最終頁に続く

(21)出願番号	特願2019-84242(P2019-84242)	(73)特許権者	000221889 東邦金属株式会社
(22)出願日	平成31年4月25日(2019.4.25)		大阪府大阪市中央区備後町二丁目4番9号
(65)公開番号	特開2019-194355(P2019-194355 A)	(73)特許権者	504159235 国立大学法人 熊本大学
(43)公開日	令和1年11月7日(2019.11.7)		熊本県熊本市中央区黒髪二丁目3番1号
審査請求日	令和4年3月28日(2022.3.28)	(73)特許権者	000239426 福田金属箔粉工業株式会社
(31)優先権主張番号	特願2018-84154(P2018-84154)		京都府京都市下京区松原通室町西入中野之町176番地
(32)優先日	平成30年4月25日(2018.4.25)	(74)代理人	100110858 弁理士 柳瀬 睦肇
(33)優先権主張国・地域又は機関	日本国(JP) (出願人による申告)平成29年度~平成30年度、 国立研究開発法人日本医療研究開発機構、「産学連携医療イノベーション創出プログラム(ACT-MS)」委託研究開発、産業技術力強化法第17条の適用を受ける特許出願	(74)代理人	100100413

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 マグネシウム合金のワイヤ及びその製造方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

80原子%以上のMgを含有し、  
- Mg相を有するマグネシウム合金のワイヤにおいて、

前記マグネシウム合金は、Mg-Zn-Y合金、Mg-Zn-Gd合金、Mg-Zn-(Y-Gd)合金、Mg-Zn-Y-X-Z合金、Mg-Zn-Gd-X-Z合金、及びMg-Zn-Y-Gd-X-Z合金のいずれかであり、

前記Xは、Al、Ca及びLiからなる群から選択される少なくとも1種の元素であり、

前記Zは、希土類元素、Mn、Si、Zr、Ti、Hf、Nb、Sn、Ag、Sr、Sc、Sb、B、C及びBeからなる群から選択される少なくとも1種の元素であり、

前記Znの含有量をa原子%、前記Yの含有量をb原子%、前記Gdの含有量をb原子%、前記Y及びGdの合計含有量をb原子%、前記Xの含有量をc原子%、前記Zの含有量をd原子%とすると、下記(式1)~(式6)を満たし、

前記ワイヤの線径をDとし、前記ワイヤの長手方向に対して垂直方向に切断した断面で観察した前記 - Mg相の平均結晶粒径をdとした場合に下記の(式41)及び(式42)を満たすことを特徴とするマグネシウム合金のワイヤ。

(式1)  $0.1 \leq a \leq 3.0$

(式2)  $0.1 \leq b \leq 3.0$

(式3)  $c \leq 3.0$

(式4)  $d \leq 1.0$

$$\frac{(式5) b}{a + 2}$$

$$\frac{(式6) b}{a - 1}$$

$$(式41) 0.1 \text{ mm} \leq D \leq 1 \text{ mm}$$

$$(式42) d \leq 1 \text{ } \mu\text{m}$$

【請求項2】

80原子%以上のMgを含有し、 $\alpha$ -Mg相を有するマグネシウム合金のワイヤにおいて、

前記マグネシウム合金のワイヤは長周期積層構造相を有し、

前記長周期積層構造相は前記 $\alpha$ -Mg相内に析出されており、

前記ワイヤの線径をDとし、前記ワイヤの長手方向に対して垂直方向に切断した断面で観察した前記 $\alpha$ -Mg相の平均結晶粒径をdとした場合に下記の(式41)及び(式42)を満たすことを特徴とするマグネシウム合金のワイヤ。

$$(式41) 0.1 \text{ mm} \leq D \leq 1 \text{ mm}$$

$$(式42) d \leq 1 \text{ } \mu\text{m}$$

【請求項3】

請求項1において、

前記マグネシウム合金のワイヤは長周期積層構造相を有し、

前記長周期積層構造相は前記 $\alpha$ -Mg相内に析出されていることを特徴とするマグネシウム合金のワイヤ。

【請求項4】

80原子%以上のMgを含有し、 $\alpha$ -Mg相を有するマグネシウム合金のワイヤにおいて、

前記マグネシウム合金は、Caをx原子%含有し、Alをy原子%含有し、残部がMgからなる組成を有し、

aとbが下記(式31)～(式33)を満たし、

前記ワイヤの線径をDとし、前記ワイヤの長手方向に対して垂直方向に切断した断面で観察した前記 $\alpha$ -Mg相の平均結晶粒径をdとした場合に下記の(式41)及び(式42)を満たすことを特徴とするマグネシウム合金のワイヤ。

$$(式31) 3 \leq x \leq 7$$

$$(式32) 4 \leq y \leq 12$$

$$(式33) 1 \leq y/x \leq 3.0$$

$$(式41) 0.1 \text{ mm} \leq D \leq 1 \text{ mm}$$

$$(式42) d \leq 1 \text{ } \mu\text{m}$$

【請求項5】

請求項4において、

前記マグネシウム合金にZnをx1原子%含有し、x1が下記(式34)を満たすことを特徴とするマグネシウム合金のワイヤ。

$$(式34) 0 < x1 \leq 3$$

【請求項6】

請求項4または5において、

前記マグネシウム合金にMn、Zr、Si、Sc、Sn、Ag、Cu、Li、Be、Mo、Nb、W、及び希土類元素の群から選択された少なくとも一つの元素をx2原子%含有し、x2が下記(式35)を満たすことを特徴とするマグネシウム合金のワイヤ。

$$(式35) 0 < x2 \leq 0.3$$

【請求項7】

80原子%以上のMgを含有し、 $\alpha$ -Mg相を有するマグネシウム合金のワイヤにおいて、

前記マグネシウム合金は、下記(A)～(E)のいずれかの合金であり、

前記ワイヤの線径をDとし、前記ワイヤの長手方向に対して垂直方向に切断した断面で観察した前記 $\alpha$ -Mg相の平均結晶粒径をdとした場合に下記の(式41)及び(式42)

10

20

30

40

50

)を満すことを特徴とするマグネシウム合金のワイヤ。

$$(式41) \quad 0.1 \text{ mm} \leq D \leq 1 \text{ mm}$$

$$(式42) \quad d \leq 1 \mu\text{m}$$

(A) Mg-Al-Mn合金であり、Alの含有量をe原子%、Mnの含有量をf原子%とすると、下記(式7)及び(式8)を満す。

$$(式7) \quad 2.7 \leq e \leq 9.2$$

$$(式8) \quad 0.02 \leq f \leq 0.07$$

(B) Mg-Al-Mn-Ca合金であり、Alの含有量をg原子%、Mnの含有量をh原子%、Caの含有量をi原子%とすると、下記(式9)～(式11)を満す。

$$(式9) \quad 2.7 \leq g \leq 9.2$$

$$(式10) \quad 0.02 \leq h \leq 0.07$$

$$(式11) \quad 0.4 \leq i \leq 1.6$$

(C) Mg-Al-Zn-Ca合金であり、Alの含有量をl原子%、Znの含有量をm原子%、Caの含有量をn原子%とすると、下記(式14)～(式16)を満す。

$$(式14) \quad 2.7 \leq l \leq 8.5$$

$$(式15) \quad 0.3 \leq m \leq 1.2$$

$$(式16) \quad 0.4 \leq n \leq 1.6$$

(D) Mg-Nd-Y合金であり、Ndの含有量をo原子%、Yの含有量をp原子%とすると、下記(式17)及び(式18)を満す。

$$(式17) \quad 0.3 \leq o \leq 0.7$$

$$(式18) \quad 0.7 \leq p \leq 1.4$$

(E) Mg-Al-RE合金であり、Alの含有量をq原子%、REの含有量をr原子%とすると、下記(式19)及び(式20)を満す。

$$(式19) \quad 2.2 \leq q \leq 4.2$$

$$(式20) \quad 0.2 \leq r \leq 0.9$$

#### 【請求項8】

請求項1乃至7のいずれか一項において、

前記D及び前記dは下記の(式43)を満すことを特徴とするマグネシウム合金のワイヤ。

$$(式43) \quad d/D \leq 2.65/500$$

#### 【請求項9】

80原子%以上のMgを含有するマグネシウム合金の溶湯を急冷凝固させて複数の急冷凝固物を作製する工程(a)と、

前記複数の急冷凝固物を熱間押出加工することで固化成形物を作製する工程(b)と、

前記固化成形物を押出加工することでマグネシウム合金母材ワイヤを作製する工程(c)と、

前記マグネシウム合金母材ワイヤに複数回の引き抜き加工を施すことにより、 $\alpha$ -Mg相を有するマグネシウム合金のワイヤを製造する工程(d)と、  
を具備し、

前記マグネシウム合金の溶湯を急冷凝固させる際の冷却速度が1000K/秒より速く、

前記複数回の引き抜き加工をそれぞれ施す際の前記マグネシウム合金母材ワイヤの温度が150℃以上350℃以下で、引き抜き速度が0.1m/分以上100m/分以下であり、

前記ワイヤの線径をDとし、前記ワイヤの長手方向に対して垂直方向に切断した断面で観察した前記 $\alpha$ -Mg相の平均結晶粒径をdとした場合に下記の(式1)及び(式2)を満すことを特徴とするマグネシウム合金のワイヤの製造方法。

$$(式1) \quad 0.1 \text{ mm} \leq D \leq 1 \text{ mm}$$

$$(式2) \quad d \leq 1 \mu\text{m}$$

#### 【請求項10】

請求項9において、

10

20

30

40

50

前記 D 及び前記 d は下記の ( 式 3 ) を満たすことを特徴とするマグネシウム合金のワイヤの製造方法。

$$( 式 3 ) \quad d / D \quad 2 . 6 5 / 5 0 0$$

【請求項 1 1】

請求項 9 または 1 0 において、

前記複数回の引き抜き加工の少なくとも一回の加工後のマグネシウム合金母材ワイヤに、熱処理を施す工程を含み、

前記熱処理の温度は、前記熱処理の直前の引き抜き加工の直後の前記マグネシウム合金母材ワイヤの温度より 5 0 高い温度以上 4 0 0 以下であり、

前記熱処理の時間は 1 0 秒以上 1 2 時間以下であることを特徴とするマグネシウム合金のワイヤの製造方法。 10

【請求項 1 2】

請求項 9 乃至 1 1 のいずれか一項において、

前記工程 ( d ) で得られたマグネシウム合金のワイヤの 0 . 2 % 耐力は、前記マグネシウム合金と同一組成の鋳造材を押出加工した直後の 0 . 2 % 耐力の 1 . 3 倍以上であることを特徴とするマグネシウム合金のワイヤの製造方法。

【請求項 1 3】

請求項 9 乃至 1 2 のいずれか一項において、

前記複数回の引き抜き加工それぞれを施す際に用いているダイスの温度を 2 0 0 以上 3 0 0 以下にすることを特徴とするマグネシウム合金のワイヤの製造方法。 20

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0 0 0 1】

本発明は、マグネシウム合金のワイヤ及びその製造方法に関する。

【背景技術】

【0 0 0 2】

マグネシウム合金は、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、各種電気製品のボディーなどにも広く普及し始めている。

また、マグネシウム合金ワイヤについても利用可能性があるものと考えられる。

【0 0 0 3】

特許文献 1 には、線径が 0 . 0 5 0 m m で、 - M g 相の平均結晶粒径が 1 . 1  $\mu$  m のマグネシウム合金ワイヤが開示されている。しかし、このマグネシウム合金ワイヤよりも平均結晶粒径を小さくできれば、より高強度のマグネシウム合金ワイヤを実現できると考えられる。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0 0 0 4】

【文献】特開 2 0 1 5 - 1 4 0 4 6 号 ( 段落 0 1 1 5 )

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】 40

【0 0 0 5】

本発明の一態様は、 - M g 相の平均結晶粒径を 1  $\mu$  m 以下とすることで高強度を有するマグネシウム合金のワイヤまたはその製造方法を提供することを課題とする。

【課題を解決するための手段】

【0 0 0 6】

以下に本発明の種々の態様について説明する。

[ 1 ] 8 0 原子%以上の M g を含有し、 - M g 相を有するマグネシウム合金のワイヤにおいて、

前記ワイヤの線径を D とし、前記ワイヤの長手方向に対して垂直方向に切断した断面で観察した前記 - M g 相の平均結晶粒径を d とした場合に下記の ( 式 4 1 ) 及び ( 式 4 2 50

)を満たすことを特徴とするマグネシウム合金のワイヤ。

$$(式41) 0.1 \text{ mm} < D < 1 \text{ mm}$$

(式42)  $d < 1 \mu\text{m}$  (好ましくは、 $d < 0.5 \mu\text{m}$ 、より好ましくは $d < 0.4 \mu\text{m}$ 、さらに好ましくは $d < 0.3 \mu\text{m}$ 、よりさらに好ましくは $d < 0.2 \mu\text{m}$ )

【0007】

[2] 上記[1]において、

前記D及び前記dは下記の(式43)を満たすことを特徴とするマグネシウム合金のワイヤ。

$$(式43) d/D < 2.65/500 \text{ (好ましくは } 1/500 \text{、より好ましくは、 } d/D < 1/650 \text{、さらに好ましくは } d/D < 1/750 \text{)}$$

10

【0008】

[3] 上記[1]または[2]において、

前記マグネシウム合金は、Mg-Zn-Y合金、Mg-Zn-Gd合金、Mg-Zn-(Y-Gd)合金、Mg-Zn-Y-X-Z合金、Mg-Zn-Gd-X-Z合金、及びMg-Zn-Y-Gd-X-Z合金のいずれかであり、

前記Xは、Al、Ca及びLiからなる群から選択される少なくとも1種の元素であり、

前記Zは、希土類元素、Mn、Si、Zr、Ti、Hf、Nb、Sn、Ag、Sr、Sc、Sb、B、C及びBeからなる群から選択される少なくとも1種の元素であり、

前記Znの含有量をa原子%、前記Yの含有量をb原子%、前記Gdの含有量をb原子%、前記Y及びGdの合計含有量をb原子%、前記Xの含有量をc原子%、前記Zの含有量をd原子%とすると、下記(式1)~(式6)を満たすことを特徴とするマグネシウム合金のワイヤ。

20

$$(式1) 0.1 < a < 3.0$$

$$(式2) 0.1 < b < 3.0$$

$$(式3) c < 3.0$$

$$(式4) d < 1.0$$

$$(式5) b < a + 2$$

$$(式6) b < a - 1$$

【0009】

[4] 上記[1]または[2]において、

前記マグネシウム合金は、Caをx原子%含有し、Alをy原子%含有し、残部がMgからなる組成を有し、

aとbが下記(式31)~(式33)を満たすことを特徴とするマグネシウム合金のワイヤ。

30

$$(式31) 3 < x < 7$$

$$(式32) 4.5 < y < 12$$

$$(式33) 1.2 < y/x < 3.0$$

【0010】

[5] 上記[4]において、

前記マグネシウム合金にZnをx1原子%含有し、x1が下記(式34)を満たすことを特徴とするマグネシウム合金のワイヤ。

40

$$(式34) 0 < x1 < 3$$

【0011】

[6] 上記[4]または[5]において、

前記マグネシウム合金にMn、Zr、Si、Sc、Sn、Ag、Cu、Li、Be、Mo、Nb、W、及び希土類元素の群から選択された少なくとも一つの元素をx2原子%含有し、x2が下記(式35)を満たすことを特徴とするマグネシウム合金のワイヤ。

$$(式35) 0 < x2 < 0.3$$

【0012】

[7] 上記[1]または[2]において、

50

前記マグネシウム合金は、下記 (A) ~ (F) のいずれかの合金であることを特徴とするマグネシウム合金のワイヤ。

(A) Mg - Al - Mn 合金であり、Al の含有量を e 原子%、Mn の含有量を f 原子% とすると、下記 (式 7) 及び (式 8) を満たす。

$$(式 7) 2.7 e \geq 9.2$$

$$(式 8) 0.02 f \leq 0.07$$

(B) Mg - Al - Mn - Ca 合金であり、Al の含有量を g 原子%、Mn の含有量を h 原子%、Ca の含有量を i 原子% とすると、下記 (式 9) ~ (式 11) を満たす。

$$(式 9) 2.7 g \geq 9.2$$

$$(式 10) 0.02 h \leq 0.07$$

$$(式 11) 0.4 i \leq 1.6$$

(C) Mg - Al - Zn 合金であり、Al の含有量を j 原子%、Zn の含有量を k 原子% とすると、下記 (式 12) 及び (式 13) を満たす。

$$(式 12) 2.7 j \geq 8.4$$

$$(式 13) 0.3 k \leq 1.2$$

(D) Mg - Al - Zn - Ca 合金であり、Al の含有量を l 原子%、Zn の含有量を m 原子%、Ca の含有量を n 原子% とすると、下記 (式 14) ~ (式 16) を満たす。

$$(式 14) 2.7 l \geq 8.5$$

$$(式 15) 0.3 m \leq 1.2$$

$$(式 16) 0.4 n \leq 1.6$$

(E) Mg - Nd - Y 合金であり、Nd の含有量を o 原子%、Y の含有量を p 原子% とすると、下記 (式 17) 及び (式 18) を満たす。

$$(式 17) 0.3 o \leq 0.7$$

$$(式 18) 0.7 p \leq 1.4$$

(F) Mg - Al - RE 合金であり、Al の含有量を q 原子%、RE の含有量を r 原子% とすると、下記 (式 19) 及び (式 20) を満たす。

$$(式 19) 2.2 q \geq 4.2$$

$$(式 20) 0.2 r \leq 0.9$$

#### 【0013】

[8] 上記 [1] 乃至 [3] のいずれか一項において、

前記マグネシウム合金のワイヤは長周期積層構造相を有し、

前記長周期積層構造相は前記  $\alpha$  - Mg 相内に析出されていることを特徴とするマグネシウム合金のワイヤ。

#### 【0014】

[9] 上記 [1] 乃至 [9] のいずれか一項において、

前記ワイヤの 0.2% 耐力は、前記マグネシウム合金と同一組成の鋳造材を押し出しした直後の 0.2% 耐力の 1.3 倍以上であることを特徴とするマグネシウム合金のワイヤ。

#### 【0015】

[10] 80 原子% 以上の Mg を含有するマグネシウム合金の溶湯を急凝固させて複数の急凝固物を作製する工程 (a) と、

前記複数の急凝固物を熱間押し出し加工することで固化成形物を作製する工程 (b) と、

前記固化成形物を押し出し加工することでマグネシウム合金母材ワイヤを作製する工程 (c) と、

前記マグネシウム合金母材ワイヤに複数回の引き抜き加工を施すことにより、 $\alpha$  - Mg 相を有するマグネシウム合金のワイヤを製造する工程 (d) と、

を具備し、

前記マグネシウム合金の溶湯を急凝固させる際の冷却速度が 1000 K / 秒 (好ましくは 10000 K / 秒) より速く、

前記複数回の引き抜き加工をそれぞれ施す際の前記マグネシウム合金母材ワイヤの温度が 150 °C 以上 350 °C 以下 (好ましくは 200 °C 超 300 °C 以下) で、引き抜き速度が

10

20

30

40

50

0.1 mm/分以上100 mm/分以下であり、

前記ワイヤの線径をDとし、前記  $\alpha$ -Mg相の平均結晶粒径をdとした場合に下記の(式1)及び(式2)を満たすことを特徴とするマグネシウム合金のワイヤの製造方法。

(式1)  $0.1 \text{ mm} < D < 1 \text{ mm}$

(式2)  $d < 1 \text{ }\mu\text{m}$  (好ましくは、 $d < 0.5 \text{ }\mu\text{m}$ 、より好ましくは $d < 0.4 \text{ }\mu\text{m}$ 、さらに好ましくは $d < 0.3 \text{ }\mu\text{m}$ 、よりさらに好ましくは $d < 0.2 \text{ }\mu\text{m}$ )

【0016】

[11] 上記[10]において、

前記D及び前記dは下記の(式3)を満たすことを特徴とするマグネシウム合金のワイヤの製造方法。

(式3)  $d/D < 2.65/500$  (好ましくは $1/500$ 、より好ましくは、 $d/D < 1/650$ 、さらに好ましくは $d/D < 1/750$ )

【0017】

[12] 上記[10]または[11]において、

前記複数回の引き抜き加工の少なくとも一回の加工後のマグネシウム合金母材ワイヤに、熱処理を施す工程を含み、

前記熱処理の温度は、前記熱処理の直前の引き抜き加工の直後の前記マグネシウム合金母材ワイヤの温度より50℃高い温度以上400℃以下であり、

前記熱処理の時間は10秒以上12時間以下であることを特徴とするマグネシウム合金のワイヤの製造方法。

【0018】

[13] 上記[10]乃至[12]のいずれか一項において、

前記工程(d)で得られたマグネシウム合金のワイヤの0.2%耐力は、前記マグネシウム合金と同一組成の鋳造材を押し出し加工した直後の0.2%耐力の1.3倍以上であることを特徴とするマグネシウム合金のワイヤの製造方法。

【0019】

[14] 上記[10]乃至[13]のいずれか一項において、

前記複数回の引き抜き加工それぞれを施す際に用いているダイスの温度を200℃以上300℃以下にすることを特徴とするマグネシウム合金のワイヤの製造方法。

【発明の効果】

【0020】

本発明の一態様によれば、 $\alpha$ -Mg相の平均結晶粒径を1  $\mu\text{m}$ 以下とすることで高強度を有するマグネシウム合金のワイヤまたはその製造方法を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【0021】

【図1】本発明の一態様に係るマグネシウム合金のワイヤの製造方法を説明するための断面図である。

【図2】実施例1によるサンプル1、サンプル2、サンプル3及びサンプル4それぞれのワイヤの長手方向に対して垂直方向に切断した断面(横断面)でEBSDにより測定した際の粒径分布を示す組織写真である。

【図3】図2に示す粒径分布を結晶粒径とその比率の関係で示す図である。

【図4】サンプル1~4それぞれの横断面の $\alpha$ -Mg相の平均結晶粒径を示す図である。

【図5】サンプル1~4それぞれのワイヤの長手方向に切断した断面(縦断面)で観察した組織写真である。

【図6】サンプル1~4それぞれの縦断面の $\alpha$ -Mg相の平均結晶粒径(組織長)を示す図である。

【図7】 $\alpha$ -Mg相の結晶粒のアスペクト比を示す図である。

【図8】サンプル2~4それぞれの0.2%耐力を測定した結果を示す図である。

【図9】実施例2によるサンプル5、サンプル6、サンプル7及びサンプル8それぞれのワイヤの長手方向に対して垂直方向に切断した断面(横断面)でEBSDにより測定した

10

20

30

40

50

際の粒径分布を示す組織写真である。

【図 10】実施例 2 によるサンプル 9、サンプル 10、サンプル 11 及びサンプル 12 それぞれのワイヤの長手方向に対して垂直方向に切断した断面（横断面）で E B S D により測定した際の粒径分布を示す組織写真である。

【図 11】実施例 2 によるサンプル 13、サンプル 14、サンプル 15 及びサンプル 16 それぞれのワイヤの長手方向に対して垂直方向に切断した断面（横断面）で E B S D により測定した際の粒径分布を示す組織写真である。

【図 12】実施例 2 によるサンプル 17、サンプル 18、サンプル 19 及びサンプル 20 それぞれのワイヤの長手方向に対して垂直方向に切断した断面（横断面）で E B S D により測定した際の粒径分布を示す組織写真である。

10

【図 13】実施例 2 によるサンプル 21、サンプル 22、サンプル 23 及びサンプル 24 それぞれのワイヤの長手方向に対して垂直方向に切断した断面（横断面）で E B S D により測定した際の粒径分布を示す組織写真である。

【図 14】図 9 に示す粒径分布を結晶粒径とその比率の関係で示す図である。

【図 15】図 10 に示す粒径分布を結晶粒径とその比率の関係で示す図である。

【図 16】図 11 に示す粒径分布を結晶粒径とその比率の関係で示す図である。

【図 17】図 12 に示す粒径分布を結晶粒径とその比率の関係で示す図である。

【図 18】図 13 に示す粒径分布を結晶粒径とその比率の関係で示す図である。

【図 19】サンプル 5 ~ 8 それぞれの横断面の - M g 相の平均結晶粒径を示す図である。

【図 20】サンプル 9 ~ 12 それぞれの横断面の - M g 相の平均結晶粒径を示す図である。

20

【図 21】サンプル 13 ~ 16 それぞれの横断面の - M g 相の平均結晶粒径を示す図である。

【図 22】サンプル 17 ~ 20 それぞれの横断面の - M g 相の平均結晶粒径を示す図である。

【図 23】サンプル 21 ~ 24 それぞれの横断面の - M g 相の平均結晶粒径を示す図である。

【図 24】サンプル 13 ~ 16 それぞれのワイヤの長手方向に切断した断面（縦断面）で観察した組織写真である。

【図 25】サンプル 21 ~ 24 それぞれのワイヤの長手方向に切断した断面（縦断面）で観察した組織写真である。

30

【図 26】サンプル 13 ~ 16、21 ~ 24 それぞれの縦断面の - M g 相の平均結晶粒径（組織長）を示す図である。

【図 27】サンプル 13 ~ 16、21 ~ 24 それぞれの - M g 相の結晶粒のアスペクト比を示す図である。

【図 28】サンプル 5 ~ 8 それぞれの 0.2% 耐力を測定した結果を示す図である。

【図 29】サンプル 9 ~ 12 それぞれの 0.2% 耐力を測定した結果を示す図である。

【図 30】サンプル 13 ~ 16 それぞれの 0.2% 耐力を測定した結果を示す図である。

【図 31】サンプル 17 ~ 20 それぞれの 0.2% 耐力を測定した結果を示す図である。

【図 32】サンプル 21 ~ 24 それぞれの 0.2% 耐力を測定した結果を示す図である。

40

【発明を実施するための形態】

【0022】

以下では、本発明の実施の形態について図面を用いて詳細に説明する。ただし、本発明は以下の説明に限定されず、本発明の趣旨及びその範囲から逸脱することなくその形態及び詳細を様々に変更し得ることは、当業者であれば容易に理解される。従って、本発明は以下に示す実施の形態の記載内容に限定して解釈されるものではない。

【0023】

< マグネシウム合金のワイヤ >

本発明の一態様は、線径が 0.1 mm 以上 1 mm 以下の範囲のマグネシウム合金のワイヤである。詳細には、このマグネシウム合金のワイヤは、80 原子% 以上の M g を含有し

50

、 $\alpha$ -Mg相を有し、ワイヤの線径をDとし、ワイヤの長手方向に対して垂直方向に切断した断面で観察した $\alpha$ -Mg相の平均結晶粒径をdとした場合に下記の(式41)及び(式42)を満たすものである。このように $\alpha$ -Mg相の平均結晶粒径を $1\mu\text{m}$ 以下と小さくすることで、ワイヤの高強度または高耐食性を実現することができる。

(式41)  $0.1\text{mm} < D < 1\text{mm}$

(式42)  $d < 1\mu\text{m}$  (好ましくは $d < 0.5\mu\text{m}$ 、より好ましくは $d < 0.4\mu\text{m}$ 、さらに好ましくは $d < 0.3\mu\text{m}$ 、よりさらに好ましくは $d < 0.2\mu\text{m}$ )

【0024】

また、ワイヤの線径D及び $\alpha$ -Mg相の平均結晶粒径dは下記の(式43)を満たすとよい。このように $\alpha$ -Mg相の平均結晶粒径をワイヤの線径に対して十分に小さくすることで、ワイヤの高強度化を実現することが可能となる。

(式43)  $d/D < 2.65/500$  (好ましくは $1/500$ 、より好ましくは、 $d/D < 1/650$ 、さらに好ましくは $d/D < 1/750$ )

【0025】

また、ワイヤの長手方向に切断した断面で観察した $\alpha$ -Mg相の平均結晶粒径をLとした場合に、アスペクト比である下記(式44)を満たすとよい。

(式44)  $5 < L/d$  (好ましくは $7 < L/d$ )

アスペクト比については、細線加工を進めると平均結晶粒径dが小さくなり、組織長(平均結晶粒径)Lが長くなる傾向にあるため、アスペクト比が大きくなる。その結果、ワイヤの強度を高くできる。従って、ワイヤの特性を向上させることが可能となる。

なお、本実施形態では、アスペクト比を式44のようにしているが、ワイヤの線径Dが式41の範囲では、 $L/d$ が9.5以下となることも多く、さらに $L/d$ が7.5以下となることも多く、またさらに $L/d$ が5.4以下となることも多い。

【0026】

また、本明細書においてワイヤの線径とは、例えば図1に示すワイヤ12の線径Dを意味し、ワイヤの断面形状が円形でない場合はワイヤの断面の最大の外径を意味する。

【0027】

また、本明細書において、ワイヤの長手方向に対して垂直方向に切断した断面で観察した $\alpha$ -Mg相の平均結晶粒径dとは、ワイヤの長手方向に対して垂直方向に切断した断面のEBSD観察像の測定結果より得られた粒度分布の平均値を意味する。

【0028】

また、本明細書において、ワイヤの長手方向に切断した断面で観察した $\alpha$ -Mg相の平均結晶粒径Lの求め方は次のとおりである。CP処理を施した断面のSEM観察により明瞭に組織が観察出来る視野を選択し、視野内の組織長を測定時のレンジを元に測長していく。その際、見え方が曖昧なものは測長から除外する。この測長の合計と測定数の算術平均により求めた値を平均結晶粒径Lとする。

【0029】

上記のマグネシウム合金は、以下の[1]~[5]のいずれかの合金を用いることができる。

【0030】

[1] マグネシウム合金は、Mg-Zn-Y合金、Mg-Zn-Gd合金、Mg-Zn-(Y-Gd)合金、Mg-Zn-Y-X-Z合金、Mg-Zn-Gd-X-Z合金、及びMg-Zn-Y-Gd-X-Z合金のいずれかであり、

前記Xは、Al、Ca及びLiからなる群から選択される少なくとも1種の元素であり、

前記Zは、希土類元素、Mn、Si、Zr、Ti、Hf、Nb、Sn、Ag、Sr、Sc、Sb、B、C及びBeからなる群から選択される少なくとも1種の元素であり、

前記Znの含有量をa原子%、前記Yの含有量をb原子%、前記Gdの含有量をb原子%、前記Y及びGdの合計含有量をb原子%、前記Xの含有量をc原子%、前記Zの含有量をd原子%とすると、下記(式1)~(式6)を満たすとよい。

(式1)  $0.1 < a < 3.0$

10

20

30

40

50

$$(式2) \quad 0.1 \leq b \leq 3.0$$

$$(式3) \quad c \leq 3.0$$

$$(式4) \quad d \leq 1.0$$

$$(式5) \quad b \leq a + 2$$

$$(式6) \quad b \leq a - 1$$

なお、希土類元素はすべての希土類元素を含む意味である。

【0031】

[2] マグネシウム合金は、Caをx原子%含有し、Alをy原子%含有し、残部がMgからなる組成を有し、

aとbが下記(式31)～(式33)を満たすとよい。 10

$$(式31) \quad 3 \leq x \leq 7$$

$$(式32) \quad 4.5 \leq y \leq 12$$

$$(式33) \quad 1.2 \leq y/x \leq 3.0$$

【0032】

[3] 上記[2]において、

前記マグネシウム合金にZnをx1原子%含有し、x1が下記(式34)を満たすとよい。

$$(式34) \quad 0 < x1 \leq 3$$

【0033】

[4] 上記[2]または[3]において、 20

前記マグネシウム合金にMn、Zr、Si、Sc、Sn、Ag、Cu、Li、Be、Mo、Nb、W、及び希土類元素の群から選択された少なくとも一つの元素をx2原子%含有し、x2が下記(式35)を満たすとよい。

$$(式35) \quad 0 < x2 \leq 0.3$$

【0034】

[5] マグネシウム合金は、下記(A)～(F)のいずれかの合金であるとよい。

(A) Mg-Al-Mn合金であり、Alの含有量をe原子%、Mnの含有量をf原子%とすると、下記(式7)及び(式8)を満たす。

$$(式7) \quad 2.7 \leq e \leq 9.2$$

$$(式8) \quad 0.02 \leq f \leq 0.07$$

(B) Mg-Al-Mn-Ca合金であり、Alの含有量をg原子%、Mnの含有量をh原子%、Caの含有量をi原子%とすると、下記(式9)～(式11)を満たす。 30

$$(式9) \quad 2.7 \leq g \leq 9.2$$

$$(式10) \quad 0.02 \leq h \leq 0.07$$

$$(式11) \quad 0.4 \leq i \leq 1.6$$

(C) Mg-Al-Zn合金であり、Alの含有量をj原子%、Znの含有量をk原子%とすると、下記(式12)及び(式13)を満たす。

$$(式12) \quad 2.7 \leq j \leq 8.4$$

$$(式13) \quad 0.3 \leq k \leq 1.2$$

(D) Mg-Al-Zn-Ca合金であり、Alの含有量をl原子%、Znの含有量をm原子%、Caの含有量をn原子%とすると、下記(式14)～(式16)を満たす。 40

$$(式14) \quad 2.7 \leq l \leq 8.5$$

$$(式15) \quad 0.3 \leq m \leq 1.2$$

$$(式16) \quad 0.4 \leq n \leq 1.6$$

(E) Mg-Nd-Y合金であり、Ndの含有量をo原子%、Yの含有量をp原子%とすると、下記(式17)及び(式18)を満たす。

$$(式17) \quad 0.3 \leq o \leq 0.7$$

$$(式18) \quad 0.7 \leq p \leq 1.4$$

(F) Mg-Al-RE合金であり、Alの含有量をq原子%、REの含有量をr原子%とすると、下記(式19)及び(式20)を満たす。 50

(式19)  $2.2 \leq q \leq 4.2$

(式20)  $0.2 \leq r \leq 0.9$

【0035】

なお、上記のマグネシウム合金は、その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。

【0036】

上記の[1]のマグネシウム合金は、 $\alpha$ -Mg相及び長周期積層構造相の結晶組織を有し、前記長周期積層構造相は前記 $\alpha$ -Mg相内に析出されていることが好ましい。このように $\alpha$ -Mg相内に長周期積層構造相が析出されるのは、マグネシウム合金の溶湯を急冷凝固させて複数の急冷凝固物を作製し、その複数の急冷凝固物を熱間押出加工することで固化成形物を作製するような急冷凝固粉末冶金(RS-P/M)法によって製造されたマグネシウム合金の特徴である。また、上記の[1]のマグネシウム合金のワイヤは、長周期積層構造相を有することで高強度、高延性及び高靱性の機械的特性を備えることができる。

10

【0037】

<マグネシウム合金のワイヤの製造方法>

本発明の一態様に係るマグネシウム合金のワイヤの製造方法について図1を参照しつつ説明する。

【0038】

まず、 $\alpha$ -Mg相の平均結晶粒径の小さいマグネシウム合金母材ワイヤを作製する。

20

詳細には、80原子%以上のMgを含有するマグネシウム合金の溶湯を急冷凝固させて複数の急冷凝固物を作製する。この際の冷却速度は、1000K/秒(好ましくは10000K/秒)より速いとよい。複数の急冷凝固物は、例えばRS-P/M法で作製された粉末(またはRS-P/M法で作製された薄片、薄帯または細線、溶湯抽出法で作製された細線)である。

【0039】

次いで、複数の急冷凝固物を熱間押出加工することで固化成形物を作製する。詳細には、粉末を銅製の缶に充填し、それを真空封入することでピレットを作製し、それを押出成形することで固化成形物を作製できる。その他の固化成形の方法としては、粉末を溝ロールによって圧延する方法がある。

30

次いで、前記固化成形物を押出加工することで、 $\alpha$ -Mg相の平均結晶粒径の小さいマグネシウム合金母材ワイヤを作製する。

【0040】

なお、本実施形態では、 $\alpha$ -Mg相の平均結晶粒径の小さいマグネシウム合金母材ワイヤを急冷凝固粉末冶金(RS-P/M)法で作製しているが、例えばECAE(equal-channel-angular-extrusion)加工法のように素材に巨大歪を加えられる方法で $\alpha$ -Mg相の平均結晶粒径の小さいマグネシウム合金母材ワイヤを作製してもよい。

【0041】

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鑄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鑄造物に応力を加えて成形体を得る方法である。ECAEのパス回数は複数回が好ましい。ECAEの加工時の温度は例えば250℃以上500℃以下が好ましい。

40

【0042】

上記のマグネシウム合金母材ワイヤを作製した後、マグネシウム合金母材ワイヤに複数回の引き抜き加工を施すことにより、 $\alpha$ -Mg相を有するマグネシウム合金のワイヤを製造する。なお、本明細書において「マグネシウム合金母材ワイヤ」及び「マグネシウム合金のワイヤ」は次のように定義する。マグネシウム合金のワイヤは、複数回の引き抜き加工が終了した後のワイヤを意味する。マグネシウム合金母材ワイヤは、複数回の引き抜き

50

加工前のワイヤ及び複数回の引き抜き加工の途中のワイヤを意味する。つまり、マグネシウム合金母材ワイヤは、複数回の引き抜き加工が終了する前の全てのワイヤを意味する。例えば、図1に示す加工工程が、複数回の引き抜き加工が終了する最後の引き抜き加工である場合は、この最後の引き抜き加工前がマグネシウム合金母材ワイヤ11となり、引き抜き加工後がマグネシウム合金のワイヤ12となる。また、図1に示す加工工程が、複数回の引き抜き加工の途中の引き抜き加工である場合は、この途中の引き抜き加工前がマグネシウム合金母材ワイヤ11となり、引き抜き加工後もマグネシウム合金母材ワイヤ12となる。

#### 【0043】

上記のマグネシウム合金母材ワイヤは、温度が300の熱処理で粒成長がしない(又ははしにくい)マグネシウム合金によって形成されているとよく、具体的には上記の[1]~[5]のいずれかの合金によって形成されているとよい。

10

#### 【0044】

図1に示すように、線径が例えば1mm超3mm以下のマグネシウム合金母材ワイヤ11を、ダイス13を用いて矢印の方向に0.1m/分以上100m/分以下の引き抜き速度(例えば7m/分の引き抜き速度)で引き抜き加工を施すことによりマグネシウム合金のワイヤ(複数回の引き抜き加工の途中の場合はマグネシウム合金母材ワイヤ)12を形成する。その引き抜き加工を施す際のマグネシウム合金母材ワイヤ11の温度(即ちダイス13を通過するときのマグネシウム合金母材ワイヤ11の温度)は150以上350以下(好ましくは200超300以下)の範囲とするとよい。このような温度範囲とする理由は、引き抜き加工の際にマグネシウム合金母材ワイヤが断線しにくく、また引き抜き加工後に歪を除去するための熱処理の温度または時間を小さくするためである。熱処理の温度または時間を小さくする理由は、それが小さいと-Mg相の粒成長を抑制することができるからである。

20

#### 【0045】

なお、本明細書においてマグネシウム合金母材ワイヤの線径とは、例えば図1に示すマグネシウム合金母材ワイヤ11の線径d3を意味し、マグネシウム合金母材ワイヤの断面形状が円形でない場合はマグネシウム合金母材ワイヤの断面の最大の外径を意味する。

#### 【0046】

室温のマグネシウム合金母材ワイヤ11に1回目の引き抜き加工を施すと、ダイス13を通過する際にダイス13とマグネシウム合金母材ワイヤ11との摩擦による熱が引き抜き後のマグネシウム合金母材ワイヤ12に加えられることを考慮し、ダイス13の温度を制御する。例えば、ダイス13の温度を200以上300以下に制御する。これにより、引き抜き加工を施す際のマグネシウム合金母材ワイヤの温度を上記の範囲にすることができる。

30

#### 【0047】

2回目の引き抜き加工を施す際に、マグネシウム合金母材ワイヤ11の温度を室温に戻し、室温のマグネシウム合金母材ワイヤ11に温度が制御されたダイス13を通過させて引き抜き加工を施す。マグネシウム合金のワイヤ12の線径Dが下記(式41)を満たすまで、このような引き抜き加工を複数回繰り返す。下記(式41)を満たすマグネシウム合金のワイヤ12は-Mg相を有し、その-Mg相の平均結晶粒径をdとした場合に下記(式42)を満たすとよい。

40

#### 【0048】

(式41)  $0.1\text{mm} < D < 1\text{mm}$

(式42)  $d < 1\mu\text{m}$  (好ましくは、 $d < 0.5\mu\text{m}$ 、より好ましくは $d < 0.4\mu\text{m}$ 、さらに好ましくは $d < 0.3\mu\text{m}$ 、よりさらに好ましくは $d < 0.2\mu\text{m}$ )

#### 【0049】

上記の複数回の引き抜き加工それぞれを施す際に、ダイス13に潤滑油としてノンシリコン系の油を供給するとよく、例えば食用油を供給するとよい。これにより、ダイス13とマグネシウム合金母材ワイヤ11との摩擦熱を低減することができ、引き抜き加工時に

50

ワイヤが切れるのを抑制することができる。

【0050】

上記の複数回の引き抜き加工それぞれを施す際の断面減少率RAは、下記(式45)を満たすとよく、好ましくは下記(式45')を満たすとよい。

$$(式45) \quad 3\% \leq RA \leq 15\%$$

$$(式45') \quad 5\% \leq RA \leq 12\%$$

なお、断面減少率とは、引き抜き加工前の線径を $d_3$ とし、引き抜き加工後の線径をDとすると、 $(1 - (D/d_3)^2) \times 100$ の値をいう。

【0051】

また、マグネシウム合金母材ワイヤに複数回の引き抜き加工を施していくうちにマグネシウム合金母材ワイヤ11の線径が徐々に小さくなっていく。複数回の引き抜き加工の少なくとも一回の加工後のマグネシウム合金母材ワイヤに熱処理を施す。この熱処理の温度は、前記熱処理の直前の引き抜き加工の直後のマグネシウム合金母材ワイヤの温度より50℃高い温度以上400℃以下であるとよく、熱処理の時間は10秒以上12時間以下であるとよい。

10

【0052】

熱処理を施すタイミングとしては、複数回の引き抜き加工後のマグネシウム合金母材ワイヤのMg相の平均結晶粒径が、複数回の引き抜き加工前のマグネシウム合金母材ワイヤのMg相の平均結晶粒径よりかなり小さくなった時である。また、熱処理を施す回数は、複数回でもよく、適宜調整するとよい。

20

【0053】

例えば、引き抜き加工を施した後ごとに熱処理を施してもよいし、引き抜き加工を施した後ごとではなく、引き抜き加工を施した後に熱処理を行うときと行わないときがあってもよい。また、例えば、熱処理温度を350℃とし、熱処理時間を30分とすると、大気雰囲気でも熱処理を施しても、マグネシウム合金のワイヤ12の表面に酸化膜が形成されるのを低減することができる。つまり、熱処理を施しても酸化被膜の形成は低減する。

【0054】

このようにして0.1mm以上1mm以下の線径Dで、Mg相の平均結晶粒径dが1μm以下(好ましくは0.5μm以下)のマグネシウム合金のワイヤ12を製造することができる。この場合、線径D及び平均結晶粒径dは下記(式43)を満たすとよい。

30

$$(式43) \quad d/D \leq 2.65/500 \quad (\text{好ましくは } 1/500, \text{ より好ましくは, } d/D \leq 1/650, \text{ さらに好ましくは } d/D \leq 1/750)$$

【0055】

また、上記のようにして得られたマグネシウム合金のワイヤの0.2%耐力は、そのマグネシウム合金と同一組成の鋳造材を押し出し加工した直後の0.2%耐力の1.3倍以上となる。

【0056】

上記実施形態によれば、急冷凝固粉末冶金法によって結晶粒径の小さいマグネシウム合金母材ワイヤを作製し、その後、なるべく再結晶や粒成長を抑制するようなマグネシウム合金母材ワイヤの引き抜き加工及び熱処理工程を繰り返すことで、所定の線径においてMg相の平均結晶粒径を1μm以下とすることができる。これにより、高強度または高耐食性を有するマグネシウム合金のワイヤを実現することができる。

40

【実施例1】

【0057】

図2は、実施例1によるサンプル1、サンプル2、サンプル3及びサンプル4それぞれのワイヤの長手方向に対して垂直方向に切断した断面(横断面)でEBSD(Electron Back Scatter Diffraction)により測定した際の粒径分布を示す組織写真である。

【0058】

サンプル1は、RS-P/M法で作製された粉末、薄片、薄帯または細線を固化成形し、その固化成形物を押し出し加工した後のマグネシウム合金母材ワイヤであり、その合金組成

50

は  $Mg_{97} - Zn_1 - Y_2$  である。サンプル 2 は、サンプル 1 のマグネシウム合金母材ワイヤに複数回の引き抜き加工及び熱処理を施して得られた線径 1.0 mm のマグネシウム合金のワイヤである。サンプル 3 は、サンプル 2 にさらに複数回の引き抜き加工及び熱処理を施して得られた線径 0.5 mm のマグネシウム合金のワイヤである。サンプル 4 は、サンプル 3 にさらに複数回の引き抜き加工及び熱処理を施して得られた線径 0.1 mm のマグネシウム合金のワイヤである。

【0059】

サンプル 1 の作製方法は次のとおりである。

$Mg_{97} - Zn_1 - Y_2$  合金をアルゴンガス雰囲気中でガス加熱により溶解し、約  $2 \times 10^5$  K / sec の冷却速度で冷却することで、合金粉末を作製する。次いで、その合金粉末を 60 ~ 170 MPa の圧力で予備成形し、250 の温度で 2 時間の真空脱ガスを行うことで、ピレットを作製する。次いで、ダイスとコンテナを固定し、ピレットをダイスに押しつけて押出加工を行う。この際、押出加工条件は、以下のとおりである。

押出速度 : 2.5 mm / 分

コンテナ、ダイス及びピレットの温度 : 350

押出比 : 15

サンプル 1 のマグネシウム合金母材ワイヤの線径 : 3 ~ 15 mm

なお、本実施例では、約  $2 \times 10^5$  K / sec の冷却速度を用いているが、 $1 \times 10^5$  K / sec 以上  $2 \times 10^5$  K / sec 以下の範囲の冷却速度を用いることも可能である。

【0060】

サンプル 2 の作製方法は次のとおりである。

マグネシウム合金母材ワイヤの引き抜き加工時の温度 : マグネシウム合金母材ワイヤの線径が 1.08 mm まで 300、それ以下の線径からは 225

引き抜き速度 : 0.1 ~ 1.0 m / 分

熱処理の温度 : 350

熱処理時間 : 10 分

熱処理の頻度 : マグネシウム合金母材ワイヤの線径が 1.65 mm まで引き抜き加工毎、それ以下の線径では 2 回の引き抜き加工につき 1 回実施

ダイスの材質 : マグネシウム合金母材ワイヤの線径が 2.13 mm まで超硬ダイス、それ以下の線径からはダイヤモンドダイスを使用

ダイス温度 : マグネシウム合金母材ワイヤの線径が 1 mm 程度、0.8 mm まで 300、それ以下の線径からは 225

ダイスの潤滑剤 : 食用油

引き抜き方向 : 2 つの方向

サンプル 2 のワイヤの線径 : 1.0 mm

なお、引き抜き方向とは、図 1 に示す矢印の方向を意味する。引き抜き方向が 2 つの方向を有するとは、1 つの方向が図 1 に示す矢印の方向である場合、もう 1 つの方向はマグネシウム合金母材ワイヤ 11 の向きを 180° 回転させて逆向きに配置した引き抜き方向を意味する。

【0061】

サンプル 3 の作製方法は次のとおりである。

マグネシウム合金母材ワイヤの引き抜き加工時の温度 : 225

引き抜き速度 : 1.0 m / 分

熱処理の温度 : 350

熱処理時間 : 10 分

熱処理の頻度 : 2 ~ 4 回の加工ステップで 1 回実施

ダイスの材質 : ダイヤモンドダイス

ダイスの温度 : 225

ダイスの潤滑剤 : 食用油

引き抜き方向 : 2 つの方向

サンプル 3 のワイヤの線径 : 0.5 mm

【0062】

サンプル 4 の作製方法は次のとおりである。

マグネシウム合金母材ワイヤの引き抜き加工時の温度 : 225

引き抜き速度 : 1.0 ~ 5.0 m / 分

熱処理の温度 : 350

熱処理時間 : 10 分

熱処理の頻度 : 3 ~ 10 回の加工ステップで 1 回実施

ダイスの材質 : ダイヤモンドダイスを使用

ダイスの温度 : 225

ダイスの潤滑剤 : 食用油

引き抜き方向 : 2 つの方向

サンプル 4 のワイヤの線径 : 0.1 mm

【0063】

図 3 は、図 2 に示す粒径分布を結晶粒径とその比率の関係で示す図である。図 4 は、サンプル 1 ~ 4 それぞれの横断面の  $\beta$ -Mg 相の平均結晶粒径を示す図である。図 5 は、サンプル 1 ~ 4 それぞれのワイヤの長手方向に切断した断面（縦断面）で観察した組織写真である。図 6 は、サンプル 1 ~ 4 それぞれの縦断面の  $\beta$ -Mg 相の平均結晶粒径（組織長）を示す図である。図 7 は、 $\beta$ -Mg 相の結晶粒のアスペクト比を示す図である。

【0064】

図 4 に示す横断面の  $\beta$ -Mg 相の平均結晶粒径  $d$  の測定方法は次のとおりである。

ワイヤの長手方向に対して垂直方向にワイヤを切断し、その切断した断面の EBS D 観察像を測定する。その測定結果より得られた  $\beta$ -Mg 相の粒度分布の平均値を  $\beta$ -Mg 相の平均結晶粒径  $d$  とした。

【0065】

図 6 に示す組織長（平均結晶粒径  $L$ ）の測定方法は次のとおりである。

CP 処理を施した断面の SEM 観察により明瞭に組織が観察出来る視野を選択し、視野内の組織長を測定時のレンジを元に測長していく。その際、見え方が曖昧なものは測長から除外する。この測長の合計と測定数の算術平均により求めた値を平均結晶粒径  $L$  とした。

【0066】

図 8 は、サンプル 2 ~ 4 それぞれの 0.2% 耐力を測定した結果を示す図である。図 8 に示すように、サンプル 2 のワイヤは 571 MPa の 0.2% 耐力を有し、サンプル 3 のワイヤは 583 MPa の 0.2% 耐力を有し、サンプル 4 のワイヤは 638 MPa の 0.2% 耐力を有する。これらの 0.2% 耐力は、同一組成の鑄造材を押出加工した直後の 0.2% 耐力と比べると十分に 1.3 倍以上になる。

【0067】

このようにマグネシウム合金のワイヤを高強度とすることができる理由は、 $\beta$ -Mg 相の平均結晶粒径を図 4 に示すように小さくしたこと、ワイヤの線径を  $D$  とし、ワイヤの横断面の  $\beta$ -Mg 相の平均結晶粒径を  $d$  とした場合に  $d/D$  を  $1/500$  以下としたことが考えられる。

【実施例 2】

【0068】

図 9 は、実施例 2 によるサンプル 5、サンプル 6、サンプル 7 及びサンプル 8 それぞれのワイヤの長手方向に対して垂直方向に切断した断面（横断面）で EBS D により測定した際の粒径分布を示す組織写真である。

【0069】

サンプル 5 は、RS-P/M 法で作製された粉末、薄片、薄帯または細線を固化成形し、その固化成形物を押出加工した後のマグネシウム合金母材ワイヤであり、その合金組成は AMX602 である。AMX602 は、例えば 91.7 Mg - 6.0 Al - 0.3 Mn - 2.0 Ca (wt%) または 93.14 Mg - 5.49 Al - 0.13 Mn - 1.23

10

20

30

40

50

Ca (at%) であるが、各元素には含有量に幅がある。サンプル 6 は、サンプル 5 のマグネシウム合金母材ワイヤに複数回の引き抜き加工及び熱処理を施して得られた線径 1.0 mm のマグネシウム合金のワイヤである。サンプル 7 は、サンプル 6 にさらに複数回の引き抜き加工及び熱処理を施して得られた線径 0.5 mm のマグネシウム合金のワイヤである。サンプル 8 は、サンプル 7 にさらに複数回の引き抜き加工及び熱処理を施して得られた線径 0.1 mm のマグネシウム合金のワイヤである。

【0070】

サンプル 5 の作製方法はサンプル 1 の作製方法と同様である。

サンプル 6 の作製方法はサンプル 2 の作製方法と同様である。

サンプル 7 の作製方法はサンプル 3 の作製方法と同様である。

サンプル 8 の作製方法はサンプル 4 の作製方法と同様である。

10

【0071】

図 10 は、実施例 2 によるサンプル 9、サンプル 10、サンプル 11 及びサンプル 12 それぞれのワイヤの長手方向に対して垂直方向に切断した断面（横断面）で EBSD により測定した際の粒径分布を示す組織写真である。

【0072】

サンプル 9 は、RS - P / M 法で作製された粉末、薄片、薄帯または細線を固化成形し、その固化成形物を押出加工した後のマグネシウム合金母材ワイヤであり、その合金組成は ASTM 記号の AZ91D である。AZ91D は、例えば  $90 \text{ Mg} - 9 \text{ Al} - 0.7 \text{ Zn} - 0.3 \text{ Mn}$  (wt%) または  $91.37 \text{ Mg} - 8.23 \text{ Al} - 0.26 \text{ Zn} - 0.13 \text{ Mn}$  (at%) であるが、各元素には含有量に幅がある。サンプル 10 は、サンプル 9 のマグネシウム合金母材ワイヤに複数回の引き抜き加工及び熱処理を施して得られた線径 1.0 mm のマグネシウム合金のワイヤである。サンプル 11 は、サンプル 10 にさらに複数回の引き抜き加工及び熱処理を施して得られた線径 0.5 mm のマグネシウム合金のワイヤである。サンプル 12 は、サンプル 11 にさらに複数回の引き抜き加工及び熱処理を施して得られた線径 0.1 mm のマグネシウム合金のワイヤである。

20

【0073】

サンプル 9 の作製方法はサンプル 1 の作製方法と同様である。

サンプル 10 の作製方法はサンプル 2 の作製方法と同様である。

サンプル 11 の作製方法はサンプル 3 の作製方法と同様である。

サンプル 12 の作製方法はサンプル 4 の作製方法と同様である。

30

【0074】

図 11 は、実施例 2 によるサンプル 13、サンプル 14、サンプル 15 及びサンプル 16 それぞれのワイヤの長手方向に対して垂直方向に切断した断面（横断面）で EBSD により測定した際の粒径分布を示す組織写真である。

【0075】

サンプル 13 は、RS - P / M 法で作製された粉末、薄片、薄帯または細線を固化成形し、その固化成形物を押出加工した後のマグネシウム合金母材ワイヤであり、その合金組成は  $\text{Mg}96.75 - \text{Zn}0.85 - \text{Y}2.05 - \text{Al}0.35$  である。サンプル 14 は、サンプル 13 のマグネシウム合金母材ワイヤに複数回の引き抜き加工及び熱処理を施して得られた線径 1.0 mm のマグネシウム合金のワイヤである。サンプル 15 は、サンプル 14 にさらに複数回の引き抜き加工及び熱処理を施して得られた線径 0.5 mm のマグネシウム合金のワイヤである。サンプル 16 は、サンプル 15 にさらに複数回の引き抜き加工及び熱処理を施して得られた線径 0.1 mm のマグネシウム合金のワイヤである。

40

【0076】

サンプル 13 の作製方法はサンプル 1 の作製方法と同様である。

サンプル 14 の作製方法はサンプル 2 の作製方法と同様である。

サンプル 15 の作製方法はサンプル 3 の作製方法と同様である。

サンプル 16 の作製方法はサンプル 4 の作製方法と同様である。

【0077】

50

図 1 2 は、実施例 2 によるサンプル 1 7、サンプル 1 8、サンプル 1 9 及びサンプル 2 0 それぞれのワイヤの長手方向に対して垂直方向に切断した断面（横断面）で E B S D により測定した際の粒径分布を示す組織写真である。

【 0 0 7 8 】

サンプル 1 7 は、R S - P / M 法で作製された粉末、薄片、薄帯または細線を固化成形し、その固化成形物を押出加工した後のマグネシウム合金母材ワイヤであり、その合金組成は A S T M 記号の W E 4 3 B である。W E 4 3 B は、例えば  $91.65 \text{ Mg} - 2.25 \text{ Y} - 1.9 \text{ RE} - 0.2 \text{ Zr}$  (wt%) であるが、各元素には含有量に幅がある。サンプル 1 8 は、サンプル 1 7 のマグネシウム合金母材ワイヤに複数回の引き抜き加工及び熱処理を施して得られた線径 1.0 mm のマグネシウム合金のワイヤである。サンプル 1 9 は、サンプル 1 8 にさらに複数回の引き抜き加工及び熱処理を施して得られた線径 0.5 mm のマグネシウム合金のワイヤである。サンプル 2 0 は、サンプル 1 9 にさらに複数回の引き抜き加工及び熱処理を施して得られた線径 0.1 mm のマグネシウム合金のワイヤである。

10

【 0 0 7 9 】

サンプル 1 7 の作製方法はサンプル 1 の作製方法と同様である。

サンプル 1 8 の作製方法はサンプル 2 の作製方法と同様である。

サンプル 1 9 の作製方法はサンプル 3 の作製方法と同様である。

サンプル 2 0 の作製方法はサンプル 4 の作製方法と同様である。

【 0 0 8 0 】

図 1 3 は、実施例 2 によるサンプル 2 1、サンプル 2 2、サンプル 2 3 及びサンプル 2 4 それぞれのワイヤの長手方向に対して垂直方向に切断した断面（横断面）で E B S D により測定した際の粒径分布を示す組織写真である。

20

【 0 0 8 1 】

サンプル 2 1 は、R S - P / M 法で作製された粉末、薄片、薄帯または細線を固化成形し、その固化成形物を押出加工した後のマグネシウム合金母材ワイヤであり、その合金組成は  $\text{Mg} 96.6 - \text{Zn} 0.85 - \text{Y} 2.05 - \text{Al} 0.35 - \text{Ca} 0.15$  である。サンプル 2 2 は、サンプル 2 1 のマグネシウム合金母材ワイヤに複数回の引き抜き加工及び熱処理を施して得られた線径 1.0 mm のマグネシウム合金のワイヤである。サンプル 2 3 は、サンプル 2 2 にさらに複数回の引き抜き加工及び熱処理を施して得られた線径 0.5 mm のマグネシウム合金のワイヤである。サンプル 2 4 は、サンプル 2 3 にさらに複数回の引き抜き加工及び熱処理を施して得られた線径 0.1 mm のマグネシウム合金のワイヤである。

30

【 0 0 8 2 】

サンプル 2 1 の作製方法はサンプル 1 の作製方法と同様である。

サンプル 2 2 の作製方法はサンプル 2 の作製方法と同様である。

サンプル 2 3 の作製方法はサンプル 3 の作製方法と同様である。

サンプル 2 4 の作製方法はサンプル 4 の作製方法と同様である。

【 0 0 8 3 】

図 1 4 は、図 9 に示す粒径分布を結晶粒径とその比率の関係で示す図である。図 1 5 は、図 1 0 に示す粒径分布を結晶粒径とその比率の関係で示す図である。図 1 6 は、図 1 1 に示す粒径分布を結晶粒径とその比率の関係で示す図である。図 1 7 は、図 1 2 に示す粒径分布を結晶粒径とその比率の関係で示す図である。図 1 8 は、図 1 3 に示す粒径分布を結晶粒径とその比率の関係で示す図である。

40

【 0 0 8 4 】

図 1 9 は、サンプル 5 ~ 8 それぞれの横断面の  $\beta$  - Mg 相の平均結晶粒径を示す図である。図 2 0 は、サンプル 9 ~ 1 2 それぞれの横断面の  $\beta$  - Mg 相の平均結晶粒径を示す図である。図 2 1 は、サンプル 1 3 ~ 1 6 それぞれの横断面の  $\beta$  - Mg 相の平均結晶粒径を示す図である。図 2 2 は、サンプル 1 7 ~ 2 0 それぞれの横断面の  $\beta$  - Mg 相の平均結晶粒径を示す図である。図 2 3 は、サンプル 2 1 ~ 2 4 それぞれの横断面の  $\beta$  - Mg 相の平

50

均結晶粒径を示す図である。

【 0 0 8 5 】

図 2 4 は、サンプル 1 3 ~ 1 6 それぞれのワイヤの長手方向に切断した断面（縦断面）で観察した組織写真である。図 2 5 は、サンプル 2 1 ~ 2 4 それぞれのワイヤの長手方向に切断した断面（縦断面）で観察した組織写真である。

【 0 0 8 6 】

図 2 6 は、サンプル 1 3 ~ 1 6 , 2 1 ~ 2 4 それぞれの縦断面の  $\alpha$ -Mg 相の平均結晶粒径（組織長）を示す図である。図 2 7 は、サンプル 1 3 ~ 1 6 , 2 1 ~ 2 4 それぞれの  $\alpha$ -Mg 相の結晶粒のアスペクト比を示す図である。

【 0 0 8 7 】

図 1 9 ~ 図 2 3 に示す横断面の  $\alpha$ -Mg 相の平均結晶粒径  $d$  の測定方法は実施例 1 と同様である。

図 2 6 に示す組織長（平均結晶粒径  $L$ ）の測定方法は実施例 1 と同様である。

【 0 0 8 8 】

図 2 8 は、サンプル 5 ~ 8 それぞれの 0 . 2 % 耐力を測定した結果を示す図である。  
 図 2 9 は、サンプル 9 ~ 1 2 それぞれの 0 . 2 % 耐力を測定した結果を示す図である。  
 図 3 0 は、サンプル 1 3 ~ 1 6 それぞれの 0 . 2 % 耐力を測定した結果を示す図である。  
 図 3 1 は、サンプル 1 7 ~ 2 0 それぞれの 0 . 2 % 耐力を測定した結果を示す図である。  
 図 3 2 は、サンプル 2 1 ~ 2 4 それぞれの 0 . 2 % 耐力を測定した結果を示す図である。

【 0 0 8 9 】

マグネシウム合金のワイヤを高強度とすることができる理由は、 $\alpha$ -Mg 相の平均結晶粒径を図 1 9 ~ 図 2 3 に示すように小さくしたこと、ワイヤの線径を  $D$  とし、ワイヤの横断面の  $\alpha$ -Mg 相の平均結晶粒径を  $d$  とした場合に  $d / D$  を  $2 . 6 5 / 5 0 0$  以下（好ましくは  $1 / 5 0 0$  以下）としたことが考えられる。

【符号の説明】

【 0 0 9 0 】

- 1 1 ... マグネシウム合金母材ワイヤ
- 1 2 ... マグネシウム合金のワイヤまたはマグネシウム合金母材ワイヤ
- 1 3 ... ダイス
- $D$  ... マグネシウム合金のワイヤの線径
- $d$  ... マグネシウム合金母材ワイヤの線径

10

20

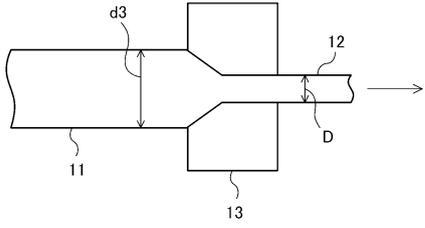
30

40

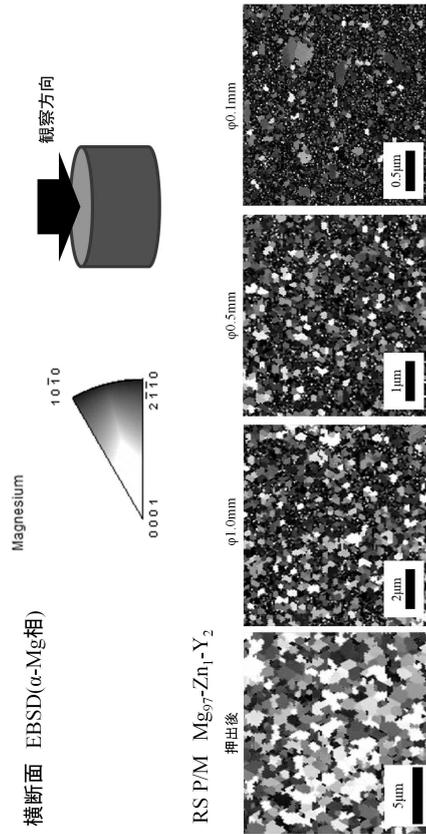
50

【図面】

【図 1】



【図 2】

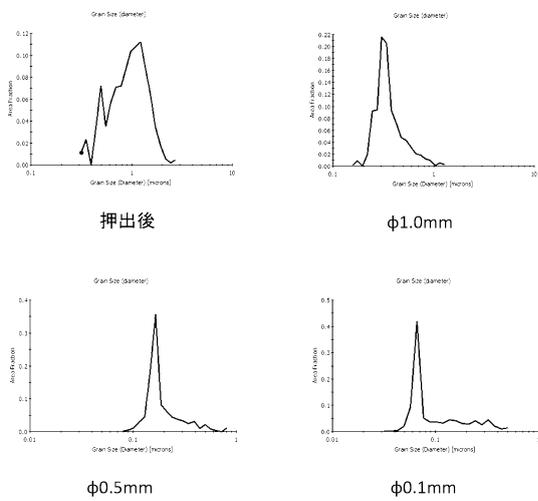


10

20

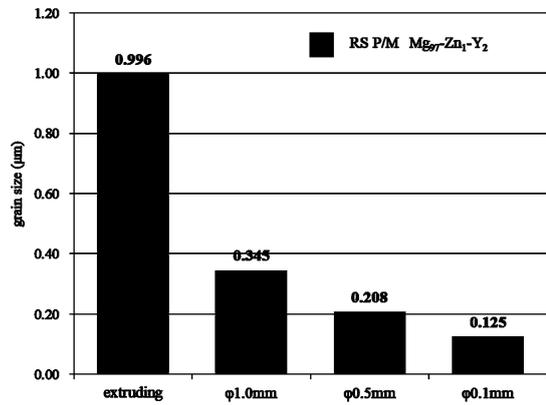
【図 3】

結晶粒径変化 grainsize グラフ  
RS P/M Mg<sub>97</sub>Zn<sub>1</sub>-Y<sub>2</sub>



【図 4】

結晶粒径変化

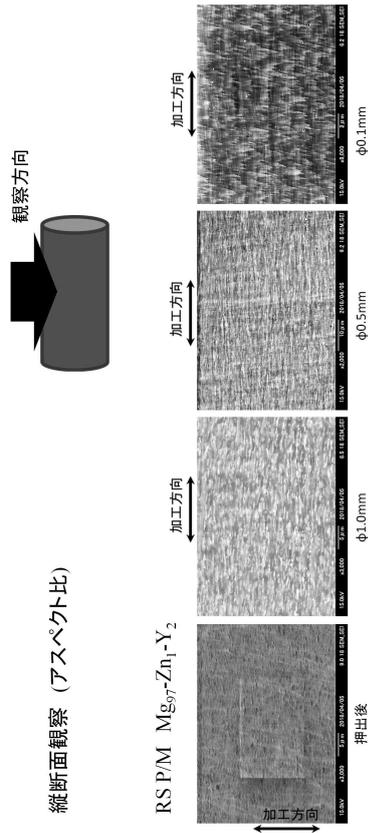


30

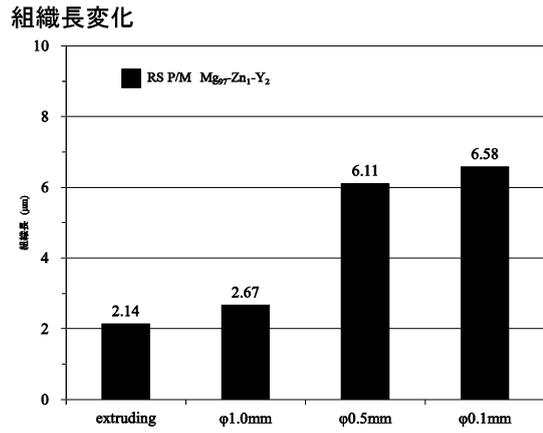
40

50

【図5】



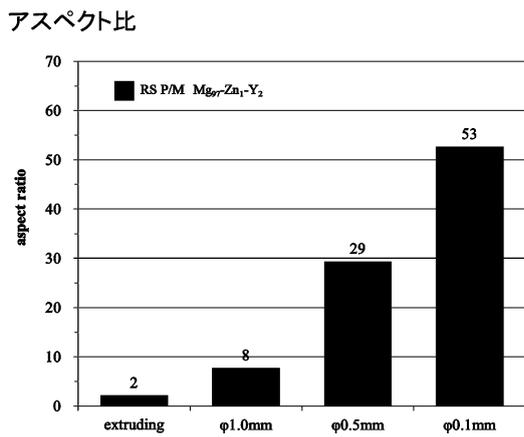
【図6】



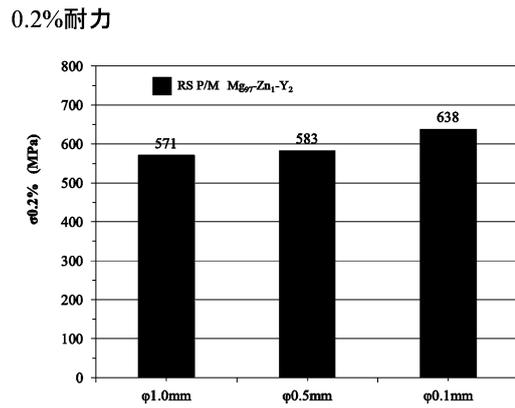
10

20

【図7】



【図8】

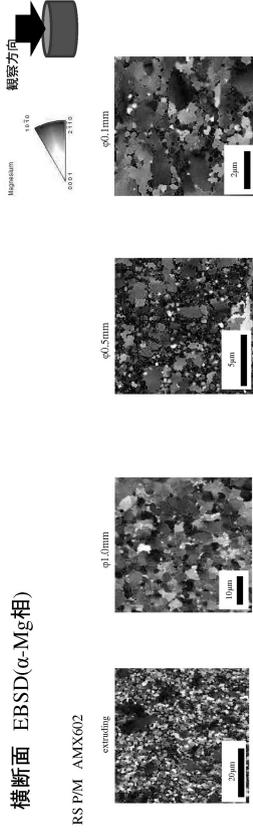


30

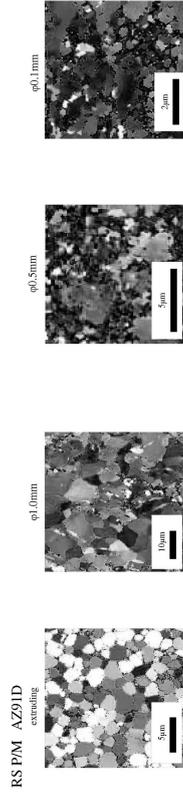
40

50

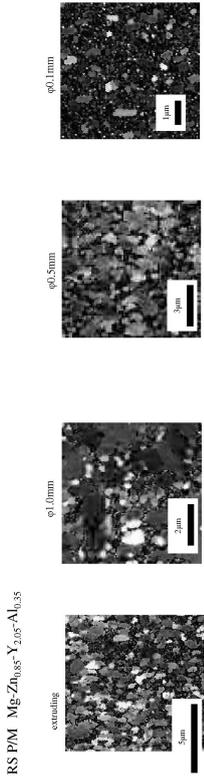
【 図 9 】



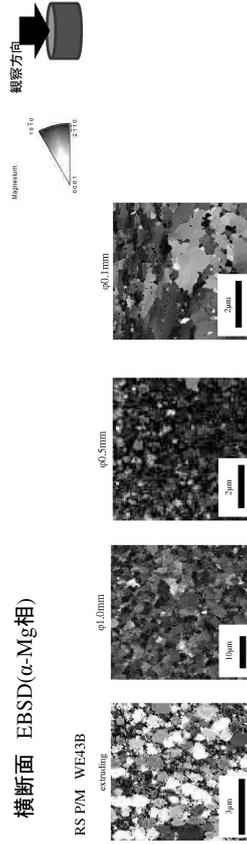
【 図 10 】



【 図 11 】



【 図 12 】



10

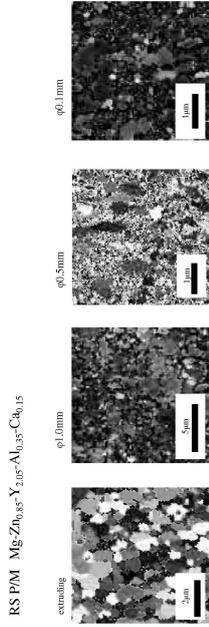
20

30

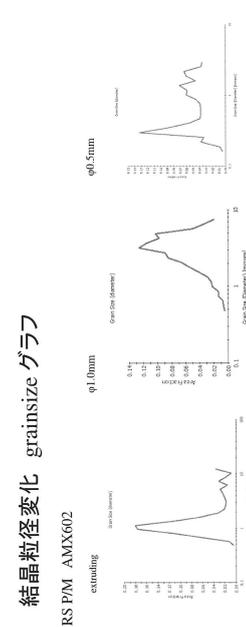
40

50

【 図 1 3 】



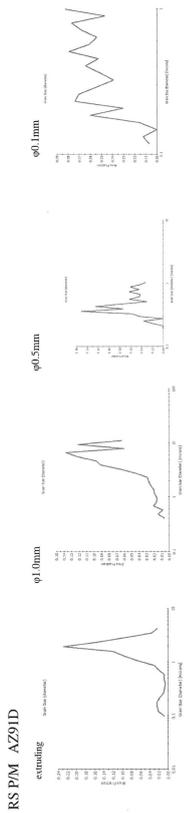
【 図 1 4 】



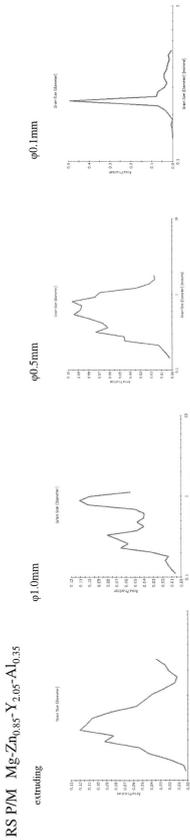
10

20

【 図 1 5 】



【 図 1 6 】



30

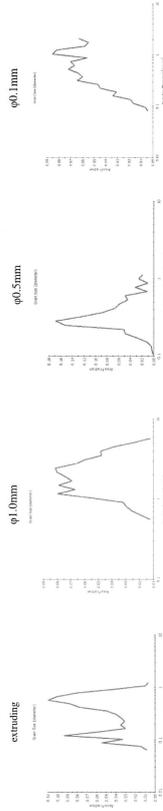
40

50

【図 17】

結晶粒径変化 grainsize グラフ

RS P/M WE43B



【図 18】

RS P/M Mg-Zn<sub>0.85</sub>-Y<sub>2.05</sub>-Al<sub>0.35</sub>-Ca<sub>0.15</sub>



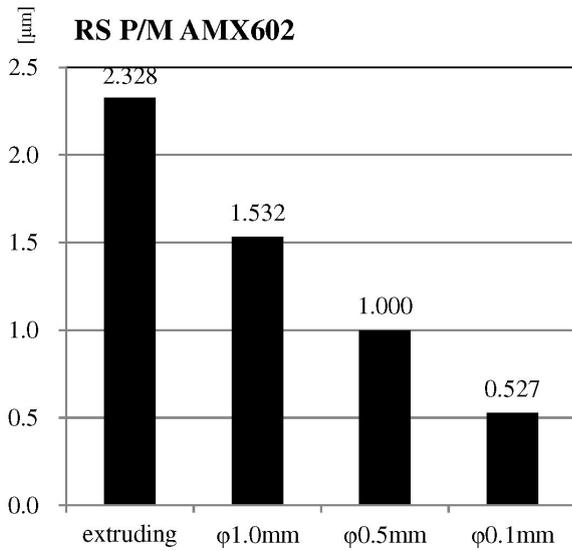
10

20

【図 19】

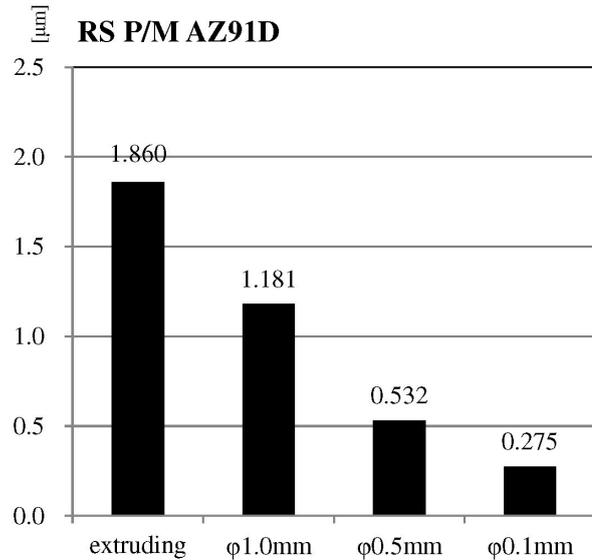
結晶粒径変化比較

RS P/M AMX602



【図 20】

RS P/M AZ91D

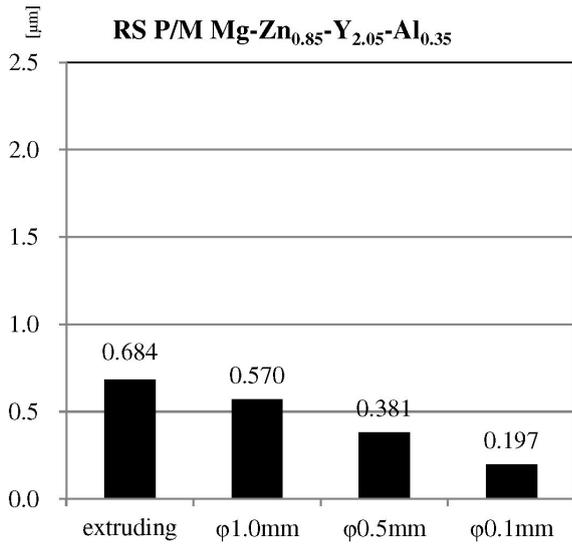


30

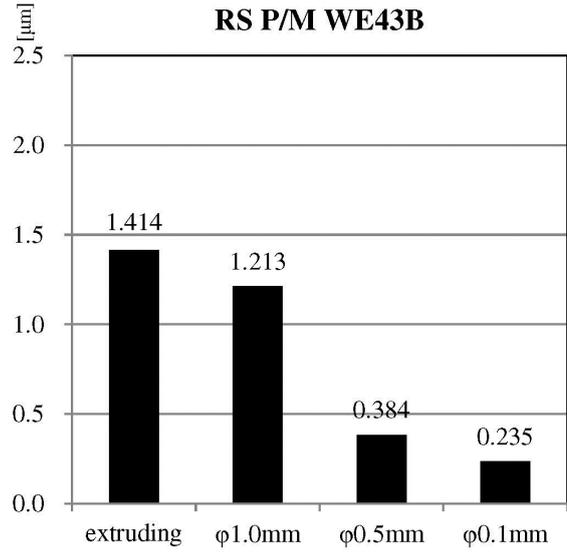
40

50

【 図 2 1 】



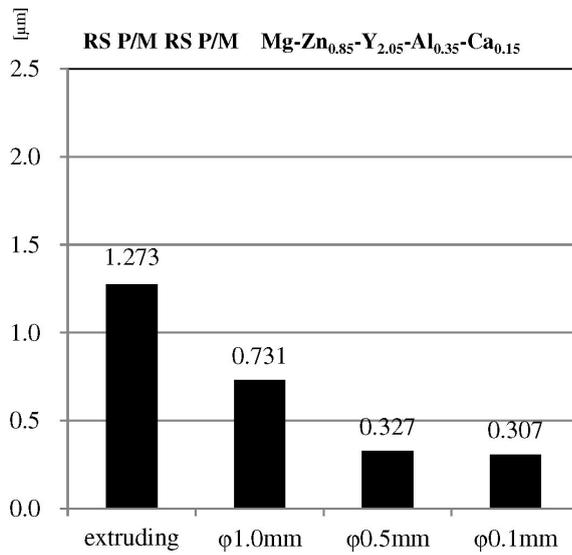
【 図 2 2 】



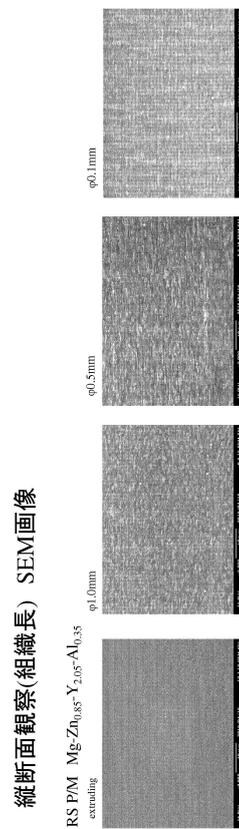
10

20

【 図 2 3 】



【 図 2 4 】

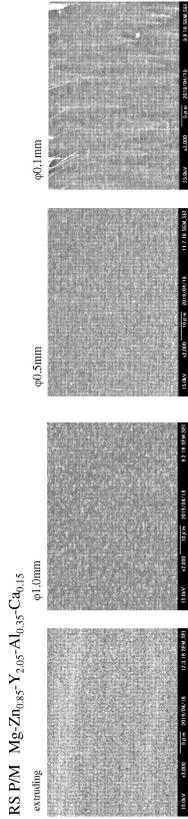


30

40

50

【図 2 5】



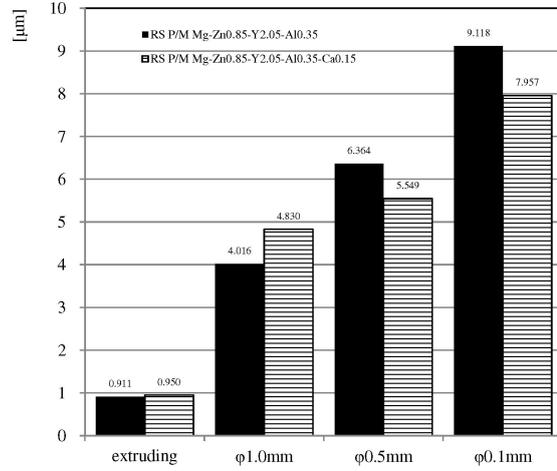
【図 2 6】

縦断面観察(組織長、アスペクト比) グラフ

RS P/M Mg-Zn<sub>0.85</sub>-Y<sub>2.05</sub>-Al<sub>0.35</sub>

RS P/M Mg-Zn<sub>0.85</sub>-Y<sub>2.05</sub>-Al<sub>0.35</sub>-Ca<sub>0.15</sub>

組織長



10

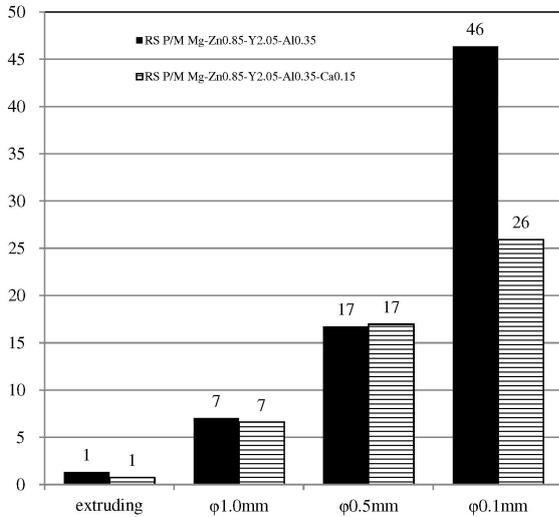
20

【図 2 7】

RS P/M Mg-Zn<sub>0.85</sub>-Y<sub>2.05</sub>-Al<sub>0.35</sub>

RS P/M Mg-Zn<sub>0.85</sub>-Y<sub>2.05</sub>-Al<sub>0.35</sub>-Ca<sub>0.15</sub>

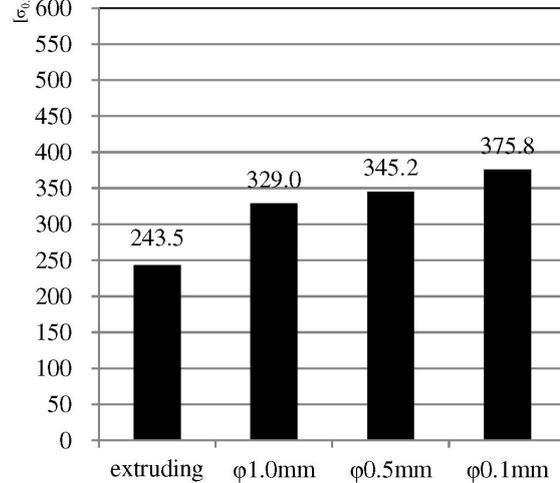
アスペクト比



【図 2 8】

耐力変化

RS P/M AMX602

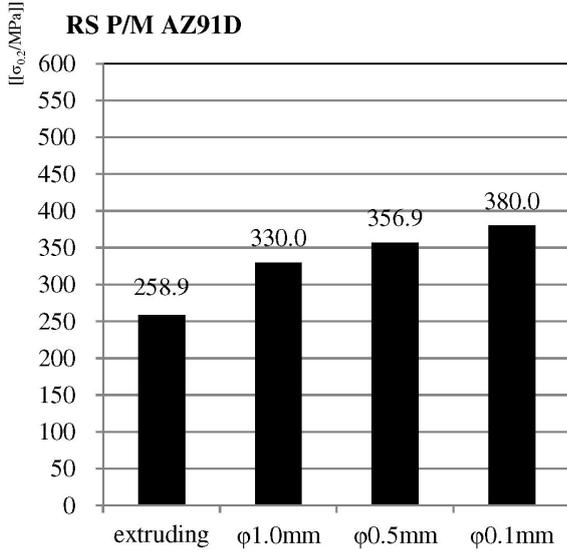


30

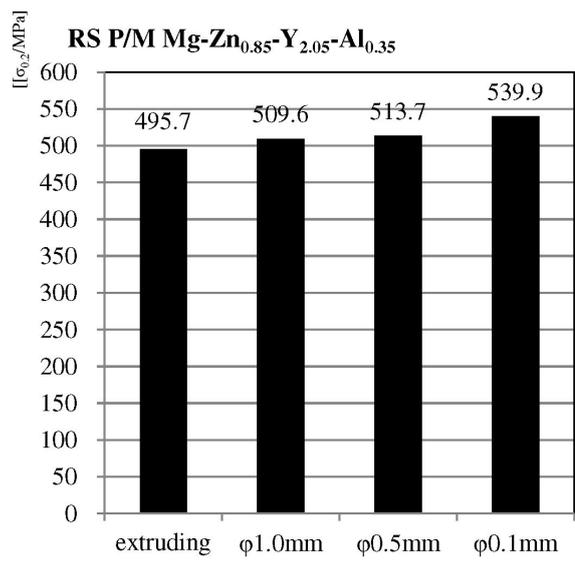
40

50

【 2 9 】

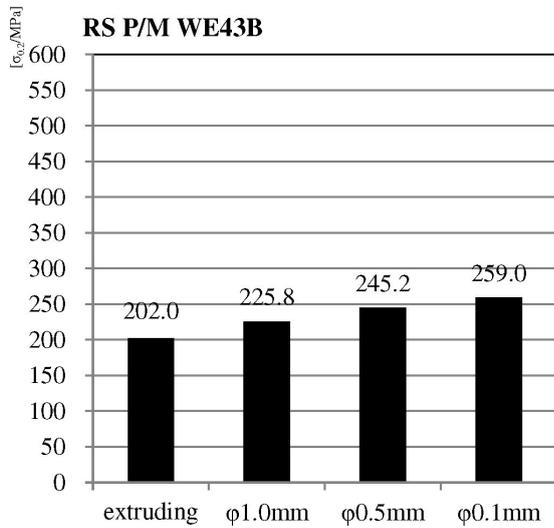


【 3 0 】

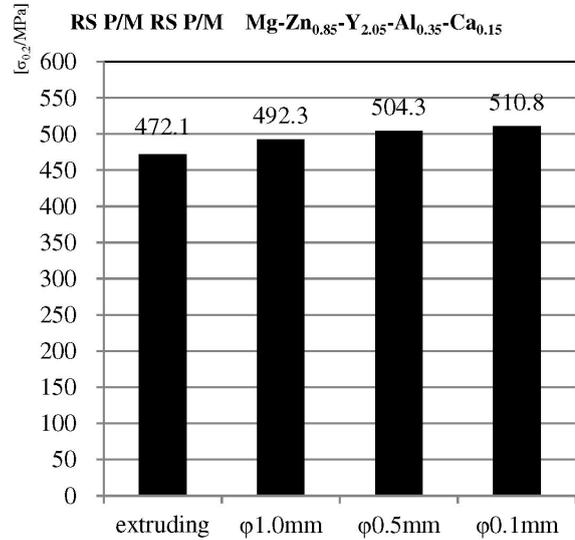


10

【 3 1 】



【 3 2 】



20

30

40

50

## フロントページの続き

## (51)国際特許分類

**B 2 2 F** 5/12 (2006.01)  
**B 2 2 F** 3/20 (2006.01)  
**C 2 2 F** 1/00 (2006.01)

## F I

B 2 2 F 5/12  
 B 2 2 F 3/20 C  
 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 1  
 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 4 0 A  
 C 2 2 F 1/00 6 8 3  
 C 2 2 F 1/00 6 8 4 B  
 C 2 2 F 1/00 6 8 5 A  
 C 2 2 F 1/00 6 8 6 A  
 C 2 2 F 1/00 6 8 6 B  
 C 2 2 F 1/00 6 8 7  
 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 2 A  
 C 2 2 F 1/00 6 9 4 A  
 C 2 2 F 1/00 6 9 4 B  
 C 2 2 F 1/00 6 9 4 Z

弁理士 渡部 温

## (72)発明者

津田 泰志

大阪府寝屋川市池田西町 2 6 - 5 東邦金属株式会社 寝屋川工場内

## (72)発明者

黒木 英雄

福岡県北九州市門司区小森江 2 - 1 - 2 3 東邦金属株式会社 門司工場内

## (72)発明者

河村 能人

熊本県熊本市中央区黒髪 2 丁目 3 9 番 1 号 国立大学法人熊本大学内

## (72)発明者

大河内 均

京都府京都市山科区西野山中臣町 2 0 福田金属箔粉工業株式会社内

## (72)発明者

石田 峰央

京都府京都市山科区西野山中臣町 2 0 福田金属箔粉工業株式会社内

## 審査官

鈴木 葉子

## (56)参考文献

中国特許出願公開第 1 0 3 1 8 4 3 9 7 ( C N , A )

特開 2 0 0 5 - 2 9 0 4 7 2 ( J P , A )

特開 2 0 0 3 - 2 9 3 0 6 9 ( J P , A )

特開 2 0 0 4 - 1 8 1 5 0 0 ( J P , A )

特開 2 0 0 4 - 1 8 1 5 0 1 ( J P , A )

特開 2 0 1 5 - 0 1 4 0 4 6 ( J P , A )

特開 2 0 1 2 - 0 8 7 3 2 7 ( J P , A )

特開 2 0 1 3 - 2 2 1 2 0 1 ( J P , A )

特開 2 0 1 7 - 0 8 0 7 7 5 ( J P , A )

特開平 0 6 - 0 4 1 7 0 1 ( J P , A )

特開 2 0 1 8 - 0 2 1 2 5 1 ( J P , A )

## (58)調査した分野 (Int.Cl., D B 名)

C 2 2 C 2 3 / 0 0 - 2 3 / 0 6

C 2 2 F 1 / 0 0 , 1 / 0 6

B 2 2 F 3 / 2 0 , 5 / 1 2

B 2 1 C 1 / 0 0 - 1 9 / 0 0

B 2 1 C 2 3 / 0 0 - 3 5 / 0 6