

# LPSO 相を含むマグネシウム基合金押出材のインデンテーションクリープ

## Indentation creep of Mg-based extruded alloy containing LPSO Phase

日本大 (院生) ○竹田 大介 日本大・工 高木 秀有 藤原 雅美 九州大・工 東田 賢二 熊本大・工 河村 能人

Daisuke Takeda, Department of Mechanical Engineering, Nihon University

Hidenari Takagi and Masami Fujiwara, Division of Applied Physics, College of Engineering, Nihon University

Kenji Higashida, Department of Materials Science and Engineering, Kyushu University

Kawamura Yoshihito, Department of Materials Science and Engineering, Kumamoto University

### 1. 緒言

輸送機械の CO<sub>2</sub> 排出量を削減する一つの方法として材料置換による部材の軽量化があげられる。マグネシウム合金の密度は、アルミニウム合金の 6 割程度であり、軽量構造材料として有力な材料である。しかし、既存のマグネシウム合金は、鉄鋼やアルミニウム合金と比較して強度および延性が低いいため、適用範囲が限られてきた。

近年開発された Mg<sub>97</sub>Zn<sub>1</sub>Y<sub>2</sub> (mol%) 押出し材は、母相である α 相と強化相である LPSO 相からなる二相合金である。この合金の室温における耐力は、超ジュラルミンの 1.4 倍、展伸用マグネシウム合金 (AZ31B) の 2.2 倍である<sup>1)</sup>。力学特性が大きく向上していることから、軽量構造材料として自動車などのエンジンプロック等への適用が期待される。この場合、材料の耐熱性が要求されるが、本合金の高温力学特性に関する調査はあまり行われていない。

本研究の目的は、Mg<sub>97</sub>Zn<sub>1</sub>Y<sub>2</sub> 合金押出し材の組織が熱的に安定な条件下において、高温ビッカース硬さ試験と押し込みクリープ試験を実施し、高温における性能指標の一つであるクリープの変形律速機構について検討することである。

### 2. 実験方法

供試材は、Mg<sub>97</sub>Zn<sub>1</sub>Y<sub>2</sub> 合金の熱間押出材 (押出温度 723K, 押出比 10, ラム速度 2.5mm/s) である。供試材 (丸棒, 直径 9.4mm) から厚さ約 3mm の薄円柱状の試験片を切り出し、エメリー紙による湿式研磨後、押し出し方向に対して垂直な面を試験面とした。Ar ガス中、T<sub>an</sub> = 623K, 673K, 723K の各温度で焼鈍し、α 相の平均結晶粒径を d<sub>α</sub> = 2.6μm, 3.0μm, 3.9μm に調整した。その後、電解研磨で試験面の表面層を約 40μm 除去した。

高温ビッカース硬さ試験と押し込みクリープ試験はマイクロインデント (アルバック理工製) を用いて行なわれた。高温ビッカース硬さ試験は Ar ガス中、T = 298 ~ 673K, F = 0.98N で実施した。押し込みクリープ試験は真空中 (9.0 × 10<sup>-3</sup> Pa 以下)、試験温度 T = 600K, 637K, 673K, 荷重は F = F<sub>0</sub> exp(λt) (初期荷重: F<sub>0</sub> = 0.196N) の関数で制御し、λ = 5 × 10<sup>-4</sup> ~ 8 × 10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup> である。

### 3. 結果および考察

高温ビッカース硬さ試験は、T = 298 ~ 673K における硬さに対する d<sub>α</sub> の影響を調べるために実施された。Fig. 1 は横軸に d<sub>α</sub> の平方根の逆数、縦軸にビッカース硬さ H<sub>2P</sub> を表している。どの温度でも実験点は一本の直線上に乗っており、H<sub>2P</sub> と d<sub>α</sub> の間にはホール・ペッチの関係が成立している。ホール・ペッチ係数 K<sub>2P</sub> は 298 ~ 573K で K<sub>2P</sub> > 0, 623 ~ 673K では K<sub>2P</sub> < 0 となる。この結果は、623K 以上になると粒界が転位の運動を妨げる障害物としての機能を果たさなくなることを示している。また、d<sub>α</sub> が小さくなり粒界面積が増え

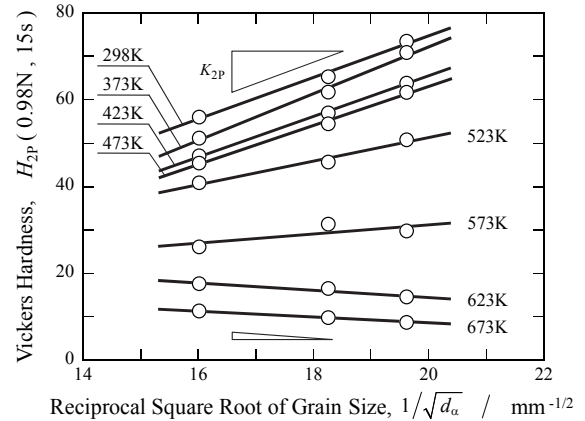


Fig. 1 ホール・ペッチの関係

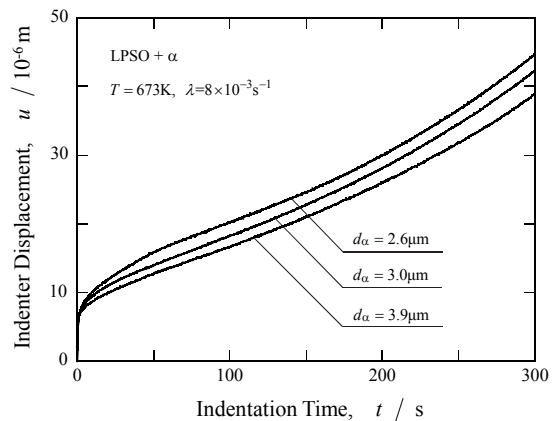


Fig. 2 押し込みクリープ曲線

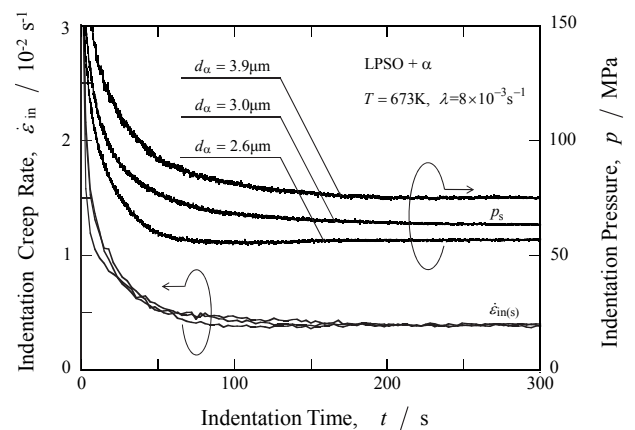


Fig. 3 押し込みクリープ速度と押し込み圧力の時間変化

るほど硬さが低下するということが、粒界すべりが生じていることを示唆する。

**Fig. 2**は $d_\alpha$ の異なる試料について $K_{2P} < 0$ となる673Kで押し込みクリープ試験を行ったときの押し込み変位の時間変化を示す。押し込み変位は負荷直後に急激に増加し、その後、徐々に増加する。負荷直後を除き、どの押し込み時間でも $d_\alpha$ が小さいほうが押し込み変位は大きくなる。この結果は、 $d_\alpha$ が微細であるほどクリープ抵抗が低いことを示しており、Fig. 1の結果と矛盾しない。

**Fig. 3**は押し込みクリープ速度 $\dot{\epsilon}_{in}$ と押し込み圧力 $p$ の時間変化を示す。 $\dot{\epsilon}_{in}$ は負荷直後から急激に低下し、一定値 $\dot{\epsilon}_{in(s)} = \lambda/2$ となる。この値は $d_\alpha$ に依存しない。一方、 $p$ は $\dot{\epsilon}_{in}$ と同様の傾向を示すが、一定となる $p_s$ 値は $d_\alpha$ によって異なり、 $d_\alpha$ が小さいほうが $p_s$ 値は低くなる。他の荷重条件( $\lambda = 5 \times 10^{-4} s^{-1}$ ,  $1 \times 10^{-3} s^{-1}$ ,  $3 \times 10^{-3} s^{-1}$ )においても $\dot{\epsilon}_{in(s)}$ と $p_s$ となることを確認した。 $\dot{\epsilon}_{in(s)}$ と $p_s$ となるとき圧子直下では擬定常状態変形が実現しており、この実験データを用いて押し込みクリープ変形の律速機構を検討することができる<sup>2)</sup>。

**Fig. 4**は、 $\dot{\epsilon}_{in(s)}$ と $p_s$ の両対数プロットである。実験点は $d_\alpha$ ごとに一本の直線上にあり、その直線勾配はクリープの応力指数 $n$ に相当する。図より、どの $d_\alpha$ でも $n = 3.1$ となる。この結果は、二相合金におけるクリープ変形は転位の粘性すべりによって律速されることを示唆している。ちなみに同条件における $\alpha$ 単相合金( $d_\alpha = 3.9 \mu m$ )では $n = 2.3$ となり、クリープ変形の律速機構は粒界すべりであることを示している。二相合金における $d_\alpha$ は $2.6 \sim 3.9 \mu m$ と微細であるにもかかわらず $n = 3.1$ となるのは、材料中に存在するLPSO相(面積率 $\Phi = 25\%$ )の影響であると考えられる。

**Fig. 5**は横軸に $d_\alpha$ の逆数、縦軸に $\dot{\epsilon}_{in(s)}(E/p_s)^n$ を表している。直線の勾配は粒径指数 $q$ に相当し、 $q = 2.4$ となる。二相合金の $n$ 値が3.1であるにもかかわらず $q = 2.4$ となるのは、各相の異なるクリープ変形挙動が現出したことなどによって考えられる。

二相合金のクリープに関する活性化エネルギーを求めるために $d_\alpha = 3.0 \mu m$ の試料について $T = 600K$ ,  $637K$ ,  $673K$ の押し込みクリープ試験を実施した。各温度における $n$ 値は $600K$ で3.1,  $637K$ で2.9,  $673K$ で3.1であり、平均して $n = 3.1$ である。 $n$ 値が一定であることから、本試験条件範囲内におけるクリープ変形の律速機構は同一であると考えられる。**Fig. 6**は $T = 600 \sim 673K$ で $\lambda = 8 \times 10^{-3} s^{-1}$ における $\dot{\epsilon}_{in(s)}(E/p_s)^n$ に関するアーレニウスプロットである。直線の傾きから得たクリープの活性化エネルギー $Q$ は $155 kJ/mol$ となる。この値は、Baeらが $Mg_{97.8}Zn_2Y_{0.2}$ 鋳造合金熱間延材( $d_\alpha = 23.8 \mu m$ )における $T = 648K \sim 698K$ の引張試験から得た値( $Q = 148 kJ/mol$ )<sup>3)</sup>に近い。

#### 4. 結 言

- (1)  $T = 298 \sim 673K$ において、硬さ $H_{2P}$ と粒径 $d_\alpha$ の間にはホール・ペッチの関係が成立する。ホールペッチ係数 $K_{2P}$ は $298 \sim 573K$ で $K_{2P} > 0$ ,  $623 \sim 673K$ では $K_{2P} < 0$ となる。
- (2) 押し込みクリープ試験において、押し込みクリープ速度 $\dot{\epsilon}_{in}$ は $d_\alpha$ に依存しない一定値 $\dot{\epsilon}_{in(s)} = \lambda/2$ をとる。押し込み圧力 $p$ は $d_\alpha$ によって異なる $p_s$ 値をとる。
- (3)  $\dot{\epsilon}_{in(s)}$ と $p_s$ から得たクリープの応力指数は、 $T = 600 \sim 673K$ において $n = 3.1$ となる。また、 $T = 673K$ における粒径指数は $q = 2.4$ となる。
- (4)  $T = 600 \sim 673K$ ,  $\lambda = 8 \times 10^{-3} s^{-1}$ における二相合金の活性化エネルギーは $155 kJ/mol$ となる。

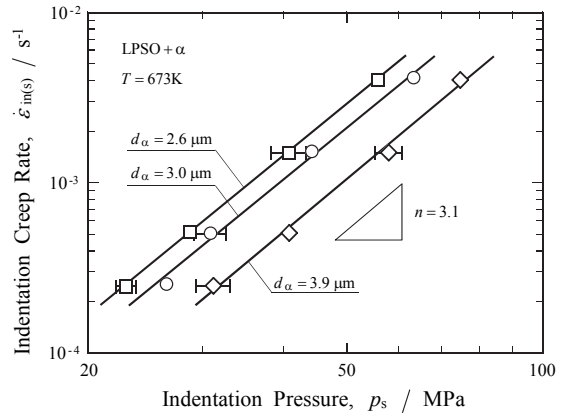


Fig. 4 クリープの応力指数

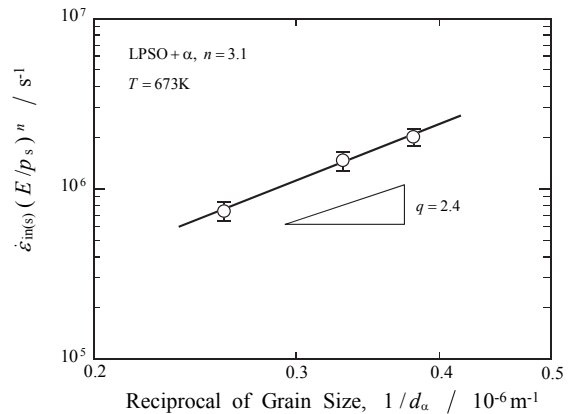


Fig. 5 粒径指数

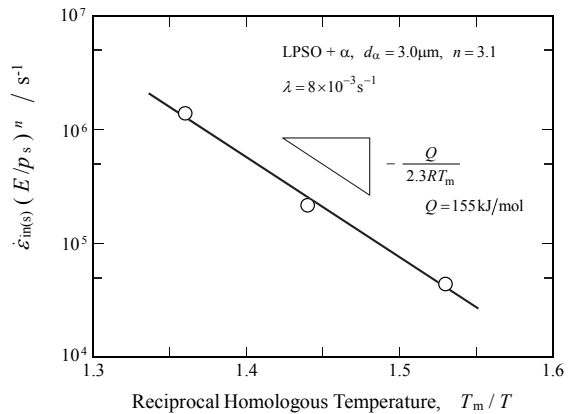


Fig. 6 クリープの活性化エネルギー

#### 参考文献

- 1) 河村 能人: 日本金属学会分科会シンポジウム予稿, 長周期積層構造型マグネシウム合金の現状と今後の課題, (2008), pp.21-24.
- 2) H. Takagi, M. Fujiwara and M. Dao: International Journal of Modern Physics, **24** (2010), pp.227-237.
- 3) D. H. Bae, S. H. Kim, D. H. Kim and W. T. Kim: Acta Mater., **50** (2002) 2343-2356.