

マグネシウム合金におけるミクロ領域の力学特性評価

Evaluation of mechanical properties of microstructure in magnesium alloy

精密工学専攻 38号 藤澤翔一
Shoichi Fujisawa

1. 緒言

マグネシウムは、実用金属の中でも最軽量であり、電子情報機器の筐体や自動車等の輸送機の部材として利用拡大が試みられている。しかしながら、アルミニウム合金と比較して、機械的性質の優位性は少なく、その特性改善が必要である。ダイカスト法によって製造されるマグネシウム合金は鍛造材とは異なり、塑性加工による強度改善が困難なため、熱処理や合金化によって析出する金属間化合物が強度改善に重要な役割を担う⁽¹⁾⁽²⁾⁽³⁾。したがって、ダイカストマグネシウム合金において生成される金属間化合物の変形特性評価が重要となる。

しかしながら、金属間化合物はミクロスケールと微小なため、引張や圧縮試験によって化合物単体の変形特性の評価は行うことができない。そこで、著者らは局所的な機械的性質を推定できる微小押し込み法を用いてマグネシウム合金 AZ91D における微視組織 (α -Mg および β -Mg₁₇Al₁₂) の塑性特性評価を行った⁽⁴⁾。さらに微視組織を模擬した力学モデルを構築し、金属間化合物の量や変形特性が及ぼすマグネシウム合金全体への影響を明らかにした。一方、時間依存型のクリープ変形特性の評価も重要であり、例えば Mahmudi らによりフラット圧子を用いたマグネシウム合金のクリープ特性評価が報告されている⁽³⁾。しかしながら、金属間化合物は数 10 μ m 程度の微視組織であるため、より鋭利な圧子による推定手法の構築が必要である。その他の既往研究にて、鋭利な圧子を用いたクリープ評価手法は報告されているが、ノートン則のクリープパラメータにおける n 値の推定は可能であるものの、 A 値の推定は難しいことが報告されている⁽⁵⁾。したがって、三角錐圧子を用いた高精度なクリープ特性推定手法の構築が必要である。そこで、本報告では鋭利な三角錐圧子によるクリープ特性の推定法を確立し、マグネシウム合金 AZ91D における金属間化合物のクリープ特性を推定することを目的とした。

2. ミクロ領域におけるクリープ特性評価法の構築と AZ91D の評価

2.1 供試材

供試材は、丸棒試験片から切り出した直径 12 mm、厚さ 2 mm の円盤形状のダイカストマグネシウム合金 AZ91D (Mg:90%, Al:9%, Zn:1%) である。供試材表面を機械研磨で鏡面に仕上げた後、エッチング溶液 (蒸留水 24 ml, 60% 硝酸 1 ml, エチレングリコール 75 ml の混合溶液) に 30 秒ほど浸漬して、得た組織写真の一例を Fig.1 に示す。これより、Mg 固溶体 (α -Mg) の粒界近傍に、多くの金属間化合物 (β -Mg₁₇Al₁₂) が析出していることがわかる。この微視組織を 1mm² 以上の面積に渡って観察した結果、金属間化合物は偏りなく均質に析出しており、Mg 固溶体と金属間化合物の面積比は 95:5 であることがわかった。

また、本研究で構築する評価手法の有用性を検討するために純マグネシウムおよび純アルミニウムの二つの材料を別途用意した。以上の試料の弾塑性特性を Table 1 に示す。

2.2 実験方法

微小押し込み試験には、異なる二種類ダイヤモンド製の三角錐圧子 (対稜角度 100 度および 115 度) を装着した高温ダイナミック超微小硬度計 (島津製作所製: DUH-510S) を用いた。試験は、室温環境下で荷重制御で行った。押し込みクリープ試験は、最大試験力において 1000 秒間試験力を保持し、時間に対する押し込み変位量を計測した。

また、本研究では別途圧縮試験を実施して、純マグネシウムおよび純アルミニウムのクリープ変形特性を評価した。単軸圧縮クリープ試験中に渦電流式変位センサを用いてクリープ変位量を計測し、ノートン則を用いてクリープパラメータ (A と n) を評価した。

2.3 クリープ特性推定法

本研究では、定常領域のクリープ変形はノートン則 ($\dot{\epsilon} = A\sigma^n$) に従うとし、クリープ定数 A とクリープ指数 n を推定する。Fig.2 に実験結果である押し込み曲線と保持時間における変位量を表した時間-変位曲線の一例を示す。これより、時間-変位曲線の定常領域では、傾き \dot{h} は一定となることがわかった。この変位速度 \dot{h} とクリープパラメータ (A と n) を簡易的に結び付けられる無次元関数を Π 理論に基づいて構築した。 Π 理論は変数の次元のみに着目し、無次元化された変数間の関係を簡易的に定式化する方法である。

Fig.2 に示した押し込みクリープ試験中の時間-変位曲線における \dot{h} (深さ速度) の値は、対象材料の弾塑性特性 (流動

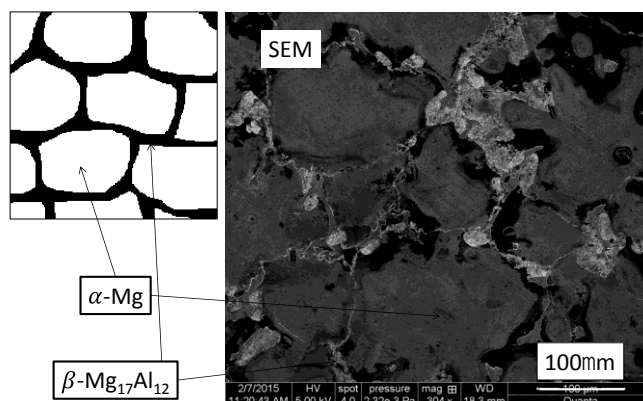


Fig.1 Microstructure of α -Mg and β -Mg₁₇Al₁₂ in die-cast magnesium alloy (AZ91D)

Table 1 Material property of specimens used in this study

Material	Young's modulus E , GPa	Poisson's ratio ν	Plastic property (ϵ_p : Plastic strain)	
			Plastic flow stress σ , MPa ($\sigma_y + K\epsilon_p^n$)	Representative flow stress σ_r , MPa
Pure Mg	45.0	0.291	$51+1145\epsilon_p$	σ_{r115}/E^* 0.00191 σ_{r100}/E^* 0.00304
Pure Al	70.0	0.330	$59+223\epsilon_p^{0.85}$	0.000926 0.00110
α -Mg	44.7	0.291	$135+530\epsilon_p^{0.8}$	0.00353 0.00426
β -Mg ₁₇ Al ₁₂	71.9	0.234	$330+4800\epsilon_p$	0.00671 0.00977

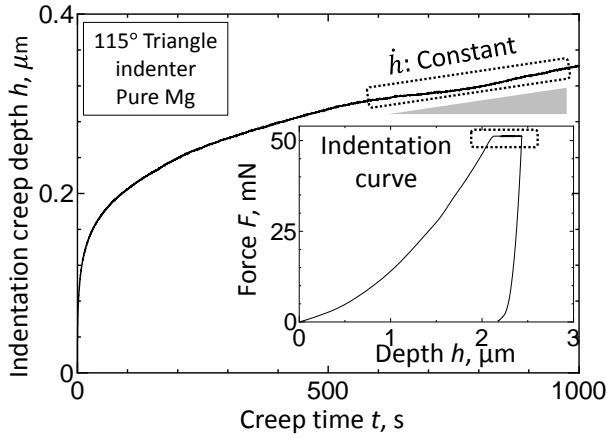


Fig.2 Relationship between indentation creep depth and creep time and indentation curve

応力 σ_r), クリープパラメータ (A と n), 圧子形状 α , 押し込み深さ h_{max} に依存する. したがって, \dot{h} はそれぞれ以下のパラメータの関数としてあらわされる.

$$\dot{h} = (E^*, \sigma_r, A, n, \alpha, h_{max}) \quad (1)$$

さらに次元解析の Π 理論に基づき, (1)式を変形する. (1)式における変数のうち最大押し込み深さ h_{max} , 弾性率 E^* , クリープ定数 A を独立変数に選ぶことで, 次の関数が得られる.

$$\frac{\dot{h}}{E^* n A h_{max}} = \Pi \left(\frac{\sigma_r}{E^*}, \alpha, n \right) \quad (2)$$

右辺括弧内の3変数は, 無次元の独立変数であり, 関数 Π はこれら無次元独立変数の関係性を無次元関数として表現できる. また, 本研究では圧子形状 α を100度, 115度の三角錐圧子に限定しており, 供試材の弾塑性特性 σ_r/E^* は既知としている. したがって, (2)式は以下のように簡略化できる.

$$\frac{\dot{h}}{E^* n A h_{max}} = \Pi(n) \quad (3)$$

本研究では, (3)式の無次元関数をあらかじめ作成しておき, 実験結果と照合することでクリープパラメータの A および n を推定する.

2.4 純マグネシウムの推定

2.4.1 有限要素法と無次元関数

上述で提案した次元解析手法(式(3))の有用性を, 純マグネシウムのクリープ特性推定にて検証する. 有限要素解析は, 二次元軸対称モデルとし, 対稜角115度および100度の二種類の三角錐圧子を, 二次元軸対称モデルへ変換するために円錐角70.3度, 50.6度の円錐圧子として, 押し込み試験のFEM解析を行った. 押し込み負荷過程では弾塑性解析, 最大試験力での保持過程では弾塑性クリープ解析を実施した. なお, 用いた弾塑性特性はTable 1に示した通りである.

(3)式の無次元関数の具体形を決定するために, クリープパラメータ A と n を様々に変化させた合計36通りのパラメトリックFEM解析を実施した. FEM解析のクリープ変位速度 \dot{h} は, 入力したクリープパラメータによって変化するため, 各 A と n に対応した \dot{h} を求めた. 得られた値を, (3)式の無次元関数に代入した結果をFig.3に示す. この関数は, 単調減少型で, A の値にも依存することがわかる.

2.4.2 クリープ特性の推定結果

対稜角が115度および100度の二種類の三角錐圧子を用いた押し込みクリープ試験を行った. 試験結果より \dot{h} と h_{max} を取得し, (3)式に入力することで $n - \dot{h}/E^* n A h_{max}$ 曲線を作成し

た. 一例として対稜角115度の三角錐圧子の結果をFig.4に示す. つぎに実験より取得した $n - \dot{h}/E^* n A h_{max}$ 曲線(Fig.4)と, あらかじめ構築した(3)式の無次元関数(Fig.3)を照合した結果をFig.5に示す. Fig.5中の両曲線はいくつかの点において交差していることがわかる. これらの交点から複数の A と n の組み合わせが求まるため, 115度圧子による $A-n$ 曲線が一つ求まる.

ここで, A と n の唯一解を求めるためには, もうひとつの異なる $A-n$ 曲線が必要となる. そこで100度圧子においても同様の手法を用いることで, 115度圧子とは独立した $A-n$ 曲線を推定した. それぞれの圧子で推定した $A-n$ 曲線を比



Fig.3 Dimensionless function of pure Mg obtained by 115° triangle indenter

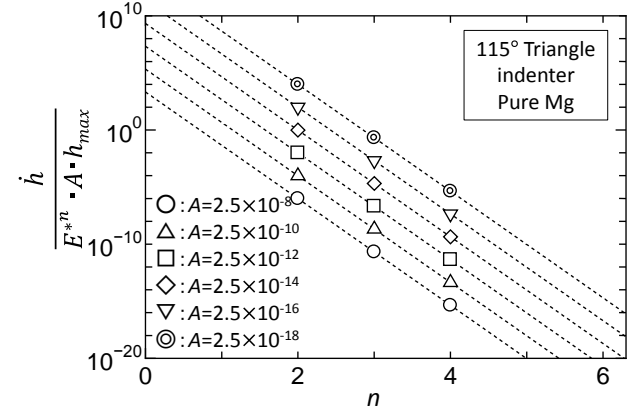


Fig.4 Relationship between $\dot{h}/E^* n A h_{max}$ and n obtained by indentation creep test of Fig.2

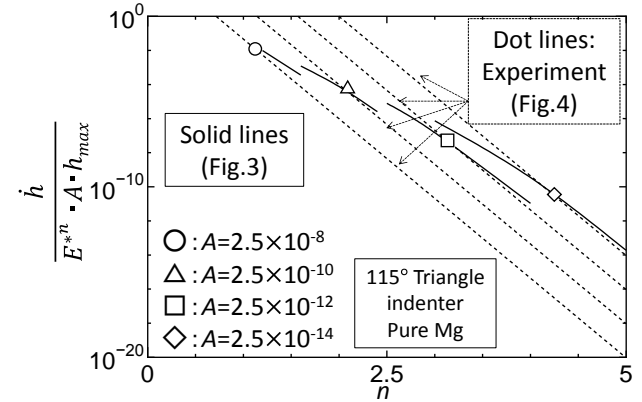


Fig.5 Dimensionless function of pure Mg obtained by 115° triangle indenter [solid lines (Fig.3)]. This compares with $n - \dot{h}/E^* n A h_{max}$ curve estimated by indentation creep test for pure Mg [dot lines (Fig.4)]

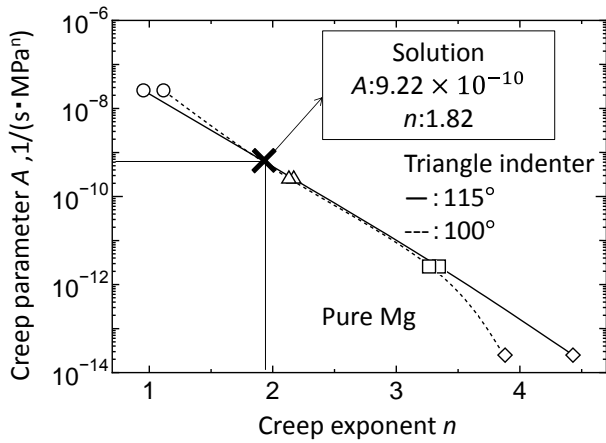


Fig.6 Relationship between creep parameter A and n for 115° and 100° triangle indenters

較した結果を Fig.6 に示す. これより両曲線は一点 (図中×印) で交わっており, その交点から $A=9.22 \times 10^{-10}$, $n=1.82$ と求まった. この結果を別途行った圧縮クリープ試験の結果と比較した. 単軸圧縮クリープ試験より求めた結果は $A=1.42 \times 10^{-10}$, $n=1.20$ であり, 両者はよく一致していることから, 本手法の有効性を証明できた. また, 紙面の都合で詳細は省くが, 純アルミニウムにおいても, 本手法の推定結果と単軸圧縮クリープ試験の結果は良く一致した.

2.5 AZ91D (α 相と β 相)のクリープ特性推定結果

本手法を用いて Fig.1 に示したマグネシウム合金 AZ91D における微視組織のクリープ特性評価を行った. 前節で述べた方法を用いて α 相と β 相におけるクリープ特性を推定した. 一例として β 相の時間-クリープ変位曲線および圧痕写真を Fig.7 に示す. 圧痕写真より, β 相単体に押し込み試験が行えていることがわかる. 押し込み試験結果を前述の手法と同様に, 無次元関数と照合して, クリープ特性を推定した. Table 2 に α 相と β 相の推定したクリープ特性を示す. これより, β 相の塑性変形抵抗は α 相を大きく上回るが, クリープ変形抵抗は α 相に近い値を示すことがわかった.

2.6 無次元関数の様々な材料への拡張

2.6.1 クリープパラメータ (A と n) 推定

Fig.3 に示した $n - \dot{h}/E^*Ah_{max}$ 曲線は, 弾塑性特性 σ_r/E^* に応じて変化するため, 2.4 節および 2.5 節のクリープパラメータの推定においては, 弾塑性特性が既知の材料を対象にしていた. 従って, 弾塑性特性が異なるその他の材料に本手法は

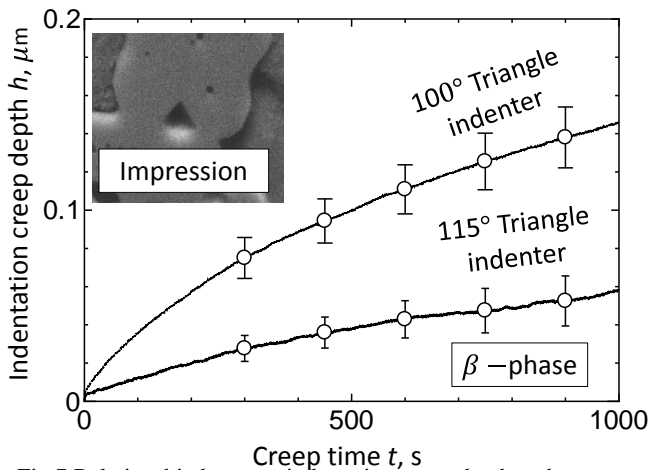


Fig.7 Relationship between indentation creep depth and creep time for β -phase

Table 2 Comparison creep parameter of α -Mg and β -Mg₁₇Al₁₂

Phase	Plastic flow stress σ_p , MPa	Creep parameter	
		A , $1/(s \cdot MPa^n)$	n
α -Mg	$135+530\varepsilon_p^{0.8}$	1.05×10^{-9}	1.92
β -Mg ₁₇ Al ₁₂	$330+4800\varepsilon_p$	2.43×10^{-10}	1.69

適用できず, 新たに無次元関数を構築する必要がある. そこで本研究では, 様々な材料にも適用できるクリープ特性評価法を確立することを目指した. 具体的には様々な弾塑性特性に応じた $n - \dot{h}/E^*Ah_{max}$ 曲線を得られる手法を確立することでクリープ特性を推定する.

$n - \dot{h}/E^*Ah_{max}$ 曲線は指数関数 ($y = e^{(Sx+I)}$) を用いて近似をすることができる. ここで各 A に対して近似曲線のパラメータを算出し, 弾塑性特性 σ_r/E^* との対応関係を調べた. 本研究では前述の四つの材料に加え, 任意の弾塑性特性 σ_r/E^* を有した三つの仮想材料 (Mat.1, Mat.2, Mat.3) に対してもパラメトリック FEM 解析を行い, 計 7 種類の弾塑性特性に応じた $n - \dot{h}/E^*Ah_{max}$ 曲線を得た. そして, 得られた $n - \dot{h}/E^*Ah_{max}$ 曲線を指数関数により近似し, 各曲線におけるパラメータ (傾き: S と切片: I) を算出する. 例として, Fig.8 に 115° 度圧子において $A=2.5 \times 10^{-10}$ のときの弾塑性特性 σ_r/E^* とパラメータ S と I の関係を示す. この曲線より任意の弾塑性特性 σ_r/E^* に応じた $n - \dot{h}/E^*Ah_{max}$ 曲線が得られるため, 最終的にはクリープ特性が推定できる.

2.6.2 弾塑性特性 σ_r/E^* の推定

高温環境ではクリープ特性のみならず弾塑性特性も変化する. そこで本研究では, 押し込み曲線から弾塑性特性 σ_r/E^* を推定できる無次元関数を構築することで, 弾塑性特性とクリープ特性を同時に推定できる手法を最終的に確立する. ここでは押し込み曲線における負荷過程の荷重に着目し, 無次元関数の構築を行う. 押し込み荷重 F は対象材料の弾性率 E^* , 代表応力 σ_r , 圧子形状 α および押し込み深さ h によって決定され, 次式の関数形で表すことができる.

$$\frac{F}{E^*h^2} = \frac{C}{E^*} = \Pi\left(\frac{\sigma_r}{E^*}, \alpha\right) \quad (4)$$

(4)式より, 本研究で扱った 7 つの材料における $C/E^* - \sigma_r/E^*$ 曲線を作製した. その結果を Fig.9 に示す. これより算出した C の値に対応した弾塑性特性 σ_r/E^* の推定が可能となる.

2.7 仮想材料を用いた推定手法の検証

本手法を 5 つの材料 (純マグネシウム, 純アルミニウム, 仮想材料 Mat.4, Mat.5, Mat.6) を用いて検証した. 本推定手法のフローチャートを Fig.10 に示す. はじめに 115° および 100° 度三角錐圧子における押し込み曲線から算出した C/E^* を, Fig.9 の $C/E^* - \sigma_r/E^*$ 曲線に入力することで, 各圧子の σ_r/E^* の値を推定する. その推定結果を Fig.11 に示す. これより幅広い弾塑性特性を持つ材料においても, 入力値と推定値はよく一致しており, 本手法は高精度に推定できることがわかった.

次に Fig.9 より推定した σ_r/E^* を $\sigma_r/E^* - S, I$ 曲線 (例として Fig.8) に入力し, $n - \dot{h}/E^*Ah_{max}$ 曲線の近似式 ($y = e^{(Sx+I)}$) における係数 S と I の値を推定し, $n - \dot{h}/E^*Ah_{max}$ 曲線の形状を決定する (例として Fig.3). これを 115° および 100° 度三角錐圧子の各 A 値において行う. そして前述の手法と同様に, 実験結果の h_{max} と \dot{h} を $n - \dot{h}/E^*Ah_{max}$ 曲線に照合して, $A-n$ 曲線を得る (例として Fig.5). そして, 二つの圧子の結

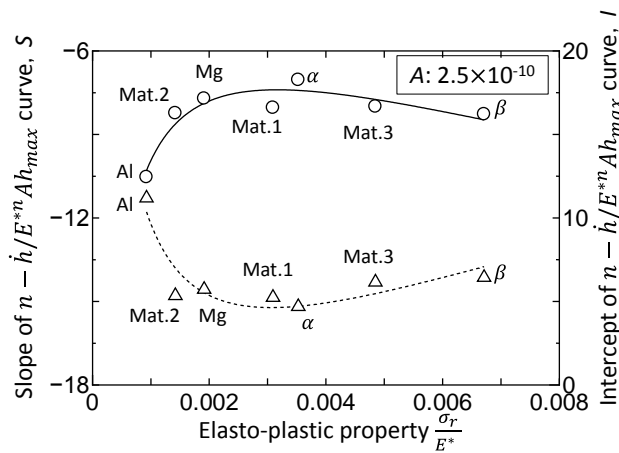


Fig.8 Relationship between σ_r/E^* and slope, intercept of $n - \dot{h}/E^{*n} Ah_{max}$ curve for 115° triangle indenter

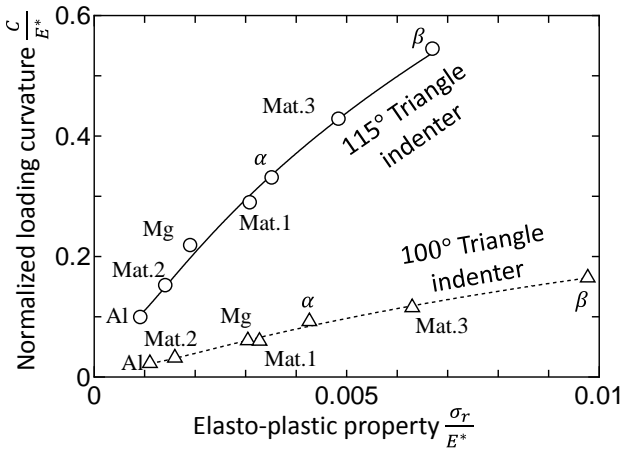


Fig.9 Relationship between C/E^* and σ_r/E^* for 115° and 100° triangle indenters

果から A と n の唯一解を推定した。推定したクリープパラメータと入力値を比較した結果を Fig.12 に示すが、Fig.11 と同様にクリープパラメータ A と n も精度よく推定できていることがわかる。

3. 結言

本研究では、ノートン則 ($\dot{\epsilon} = A\sigma^n$) に従うクリープ特性を推定する微小押込み法を提案した。具体的には、二種類の鋭利な圧子（対稜角 115 度、 100 度の三角錐圧子）を用いて押込みクリープ試験を行い、得られた結果を無次元関数 ($n - \dot{h}/E^{*n} Ah_{max}$ 曲線) に代入して、クリープパラメータ (A と n) を推定する方法である。本手法を用いて、純マグネシウムおよび純アルミニウムのクリープ特性を推定したところ、単軸圧縮クリープ試験の結果とよく一致し、本手法の有用性を示すことができた。さらに、マグネシウム合金 AZ91D における α -Mg 固溶体および β -Mg₁₇Al₁₂ のクリープパラメータ (A と n) を推定した。

さらに、様々な弾塑性特性を持つ材料に対しても本手法を適用するため、弾塑性特性 σ_r/E^* と $n - \dot{h}/E^{*n} Ah_{max}$ 曲線を結びつける手法を構築した。これにより、弾塑性特性とクリープ特性を同時に推定することが可能となった。したがって、本手法は現在扱われているマグネシウム合金 (AZ91D など) に加え、様々な合金元素を添加した際に生成される新たな金属間化合物の弾塑性特性とクリープ特性を推定できると考えられる。

参考文献

- (1) Z. W. Huang et al, Physica B, 407 (2012), pp.1075-1081
- (2) H.Guomin et al, Scripta Materialia, 68 (2013), pp.691-694
- (3) R. Mahmudi et al, Material Science and Engineering, 566(2013), pp.30-39
- (4) S. Fujisawa et al, Material Science and Engineering: A, 616 (2014), pp.63-70
- (5) H. Takagi et al, Materials Transactions, 55 (2014), pp.275-284

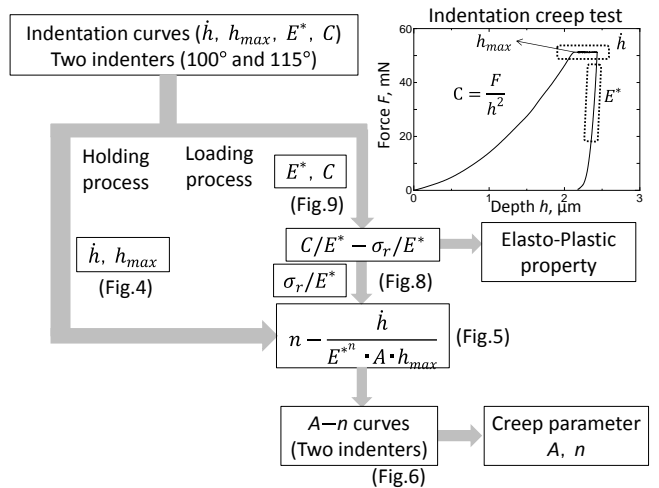


Fig.10 Flowchart of estimating elasto-plastic and creep properties

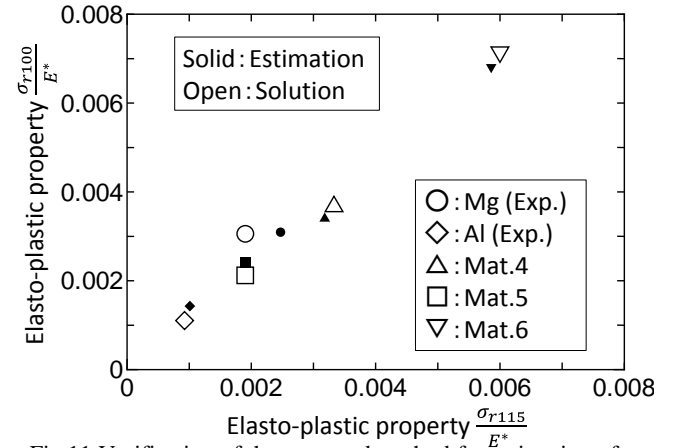


Fig.11 Verification of the proposed method for estimation of elasto-plastic property

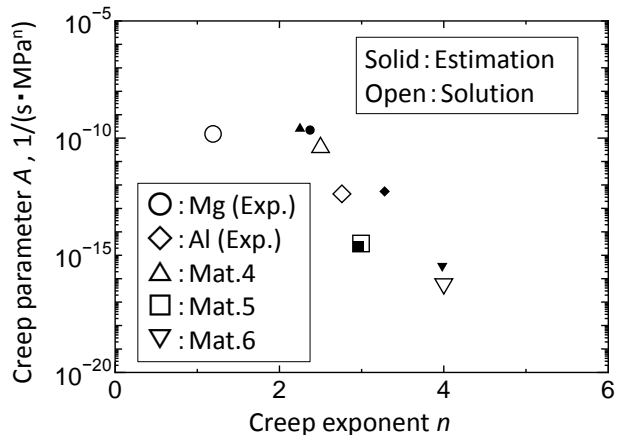


Fig.12 Verification of the proposed method for estimation of creep parameter