

平成 2 1 年度戦略的基盤技術高度化支援事業

「輸送用機器等の軽量化向け新規耐熱性マグネシウム合金
鍛造部品の開発」

成果報告書

平成 2 2 年 3 月

委託者 関東経済産業局

委託先 株式会社新技術研究所

目 次

第 1 章 研究開発の概要

1-1	研究開発の背景・研究目的及び目標	3
1-2	研究体制	5
1-3	成果概要	7
1-4	当該研究開発の連絡窓口	8

第 2 章 本論

2-1	合金組成の第一原理計算による設計	9
2-2	Mg-Al-Zn 系新規マグネシウム合金組成及び組織の最適化	
2-2-1	合金ビレットの作製	11
2-2-2	ビレットの押出し	11
2-3	Mg-Al-Zn 系新規マグネシウム合金の物性と組織の評価及び解析	
2-3-1	熱処理条件検討	11
2-3-2	固溶量測定	12
2-3-3	室温引張変形特性	13
2-3-4	高温引張変形特性	15
2-3-5	高温低ひずみ速度における変形特性	15
2-3-6	クリープ変形特性	17
2-3-7	今後の材料設計指針	17
2-4	Mg-Sn-Li 系マグネシウム合金作製および評価	19

第1章 研究開発の概要

1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標

【研究開発の背景】

従来の耐クリープ性マグネシウム合金は、高価な希少金属を必須成分とするものが多いが、希少金属は産出国が限られているため、供給安定性に問題があり、また、高価である。希少金属に代わる成分元素を選定することで、低コスト化を図ることが要請されている。

高温において応力が付加された場合、マグネシウム合金が変形する要因の一つに、材料の結晶粒同士が、粒界で滑ることによる変形がある。マグネシウム合金では、粒界の析出物によるネットワーク組織に、この粒界滑りを妨げる効果があるため、組織を制御することによって耐クリープ性を高めることができる。マグネシウム合金をビレットに鋳造することによって形成される粒界のネットワーク組織は、強い力で押出されることによって破壊されてしまうので、押出材では、高温における応力に対する変形抵抗力が低下してしまう。

このため、この面でのマグネシウム材の合金組成の最適化及び組織制御の高機能化が求められている。

今後の輸送用機器や産業用ロボットは、高速運動と急速な加減速といった過酷な条件下で、長期間安定した稼働が要請されている。このため、部品の耐久性、信頼性の向上が求められているが、鋳造やダイカスト製品内部の欠陥が、重大な問題を引き起こす恐れがある部品には、鍛造加工品の使用が要請される。しかし、既存の耐熱性マグネシウム合金の素形材は、添加元素の影響で加工性が低い。このため、難加工材の耐熱性マグネシウム合金の鍛造加工技術の確立が急務となっている。

【本研究開発の目的】

従来のダイカスト成形用耐熱、耐クリープ性合金では、強度向上に寄与する添加元素量を多くすると、ダイカスト成形で溶湯の金型焼きつきなどを生じてダイカスト成形性を阻害するため、添加元素量に限界があった。しかし、押出し材加工においては、添加元素量の多い材料を加工できるので、添加元素の固溶効果による耐熱性、耐クリープ性改善が期待できる。このため、押出し加工による粒界析出物のネットワーク組織の破壊により、変形抑制効果が低下する押出し材において、特に、従来試みられてこなかった、計算科学の活用と実験による実証を併用することで、押出し材でなければ出来ない、添加元素の固溶効果を最大限発揮する新規な組成とその組織を最適化して、耐熱性、耐クリープ性を発揮する鍛造用押出し材の開発を行う。

【本研究の目標】

本研究の押出し材の目標値は、下記の通りとする。

○室温物性

(NEDO「マグネシウム鍛造部材技術開発プロジェクト」における輸送機器、ロボット用鍛造部材での目標値の80%程度)

引張り強さ： 340MPa 以上

引張り伸び： 10%以上

○高温物性 (150℃)

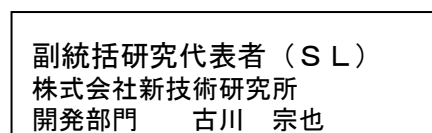
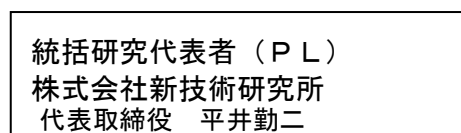
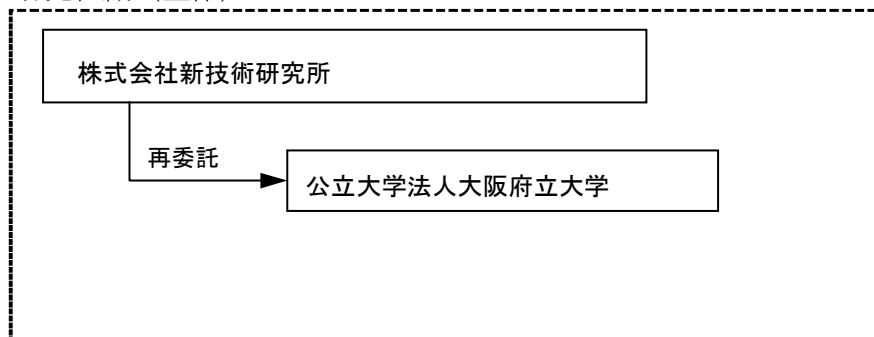
(Mg-Al-Zn系ダイキャストまま材[商品名 ATMag]の特性値)

引張り強さ： 220MPa 以上

1-2 研究体制

(1) 研究組織及び管理体制

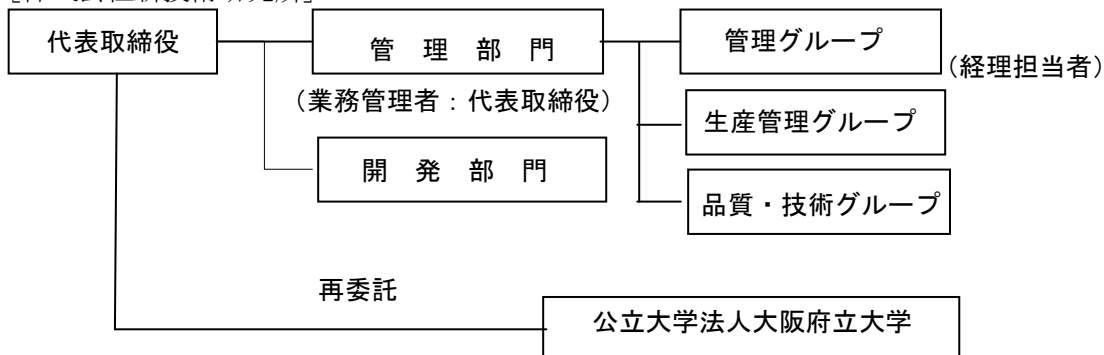
1) 研究組織（全体）



2) 管理体制

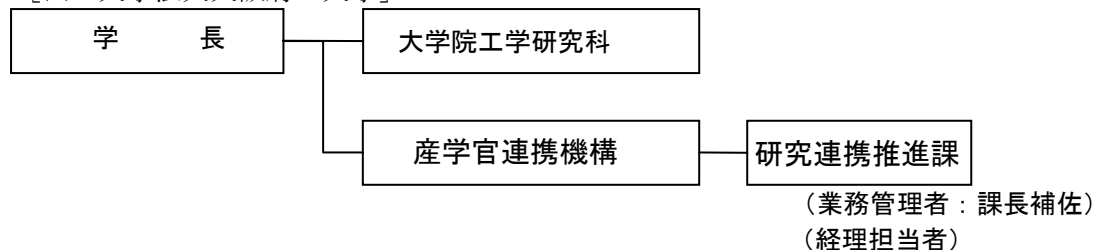
①事業管理者

[株式会社新技術研究所]



② 再委託先

[公立大学法人大阪府立大学]



(2) 管理員及び研究員

【事業管理者】株式会社新技術研究所

①管理員

氏名	所属・役職	実施内容（番号）
平井 勤二	代表取締役	④
秋山 勇	開発部門担当課長	④

② 研究員

氏名	所属・役職	実施内容（番号）
平井 勤二（再）	代表取締役	①
古川 宗也	開発部門	①
北島 典明	開発部門	①

【再委託先】

(研究員)

公立大学法人大阪府立大学

氏名	所属・役職	実施内容（番号）
瀧川 順庸	工学研究科・准教授	②③
上杉 徳照	工学研究科・助教	②③
津田 大	工学研究科・准教授	③
東 健司	工学研究科・教授	②③

1-3 成果概要

① Mg-Al-Zn 系新規マグネシウム合金組成及び組織の最適化（実施：株式会社新技術研究所）

大阪府立大学の第一原理計算により、Mg-Al-Zn 系マグネシウム合金の高温における耐熱性向上に寄与する元素を選定し、固溶強化と金属間化合物の分散強化に最適な組成と組織を選択できるように、2 種類の組成で押出し用ビレットを溶製した。

これを、押出し比 16 で押出して、試験評価材とした。

さらに、押出し加工条件の効果を見るため、耐熱性マグネシウム合金（商品名 ATMag）ビレットを溶製し、強加工押出し条件（押出し比 270）で試験評価材を作製した。

また、大阪府立大学の第一原理計算において、固溶添加元素による積層欠陥エネルギー低下に有望な添加元素として、Al の他に Sn が挙げられた。しかし、Sn は、添加に伴って密度が増加してしまい、マグネシウム合金の最大の利点である軽量さが損なわれてしまうので、低密度金属の Li などを同時に添加することで、密度上昇を抑える必要があることから、Mg-Sn-Li 合金を溶製し、上記押出し比 16 の条件で、試験評価材を作製した。

② 合金組成の第一原理計算による設計（実施：公立大学法人大阪府立大学）

マグネシウム結晶構造に添加された元素の作用を第一原理計算で求め、耐熱性向上に対する寄与元素とそれらのマグネシウムに対する固溶量から、最適組成を明らかにした。

すなわち、実施報告者らが開発してきた耐熱性マグネシウム合金（ATMag）の組成を元に、粒界晶出物のネットワーク組織の押出し加工による破壊にもかかわらず、耐熱性を高められる組成の検討に、固溶添加元素による積層欠陥エネルギーの低下に着目した。また、押出し加工によって破壊される粒界晶出物のネットワーク構造についても検討した。すなわち、押出し加工によってネットワーク構造が破壊されても、粒界を被覆する粒界晶出物が残存していれば、粒界すべりを抑制し、耐熱性の向上に寄与できるものと期待できる。そこで、粒界晶出物の増加を狙った新規合金組成を提案した。

③ 物性と組織の評価及び解析（実施：公立大学法人大阪府立大学）

製作された押出し材丸棒を加工して引張り試験片を作製し、150℃でのクリープ試験、室温、150℃および 175℃の引張り試験、組織観察、分析を行い、物性と組織の関係を明らかにした。

本研究で開発した 2 種類の新規マグネシウム合金において、高温強度については、全ての試料において目標値である 220MPa を達成した。また、室温強度についても、一方の新規マグネシウム合金の押出まま材において、目標値である 340MPa 以上を達成している。一方、伸びについては目標値である 10%を達成することができなかった。しかしながら、ATMag において、押出比を 16 から 270 まで大幅に大きくすることにより、0.2%耐力が本研究で開発した合金と同等の値である 254MPa と非常に大きいにもかかわらず、12%以上の最大伸びを示すという結果が得られており、延性向上のための指針を示すことができた。

本研究で開発した合金の範囲内では、より大きな押出比において押出することにより、さらに優れた室温強度、伸び、高温強度、耐クリープ性を発現する可能性が示唆された。また、今後は、添加元素の固溶量は現状のレベルで、より多くの微細な第 2 相を含む合金を開発することが有効であると結論付けられた。

1－4 当該研究開発の連絡窓口

(フリガナ)：ヒライ キンジ

氏名：平井 勤二

所属組織名：

所属役職：代表取締役

Tel：0550-80-1000 Fax：0550-88-3022

E-mail：kinji.hirai@takata.co.jp

第2章 本論

2-1 合金組成の第一原理計算による設計

これまでの研究で、Mg合金の高温変形において、結晶粒径 $10\sim 200\mu\text{m}$ 、付加応力 $10\sim 100\text{MPa}$ の範囲では、応力指数 $n=5$ または 7 、粒径指数 $p=0$ （粒径依存性を持たない）の転位の上昇運動が支配的な転位クリープにより、変形が生じていることがわかっている。その中で、溶質元素による耐熱性の向上については、積層欠陥エネルギーの低下による効果であると考えられている。すなわち、特定の添加元素により積層欠陥エネルギーが低下すると、転位幅が大きくなる。すると、クリープ変形における転位の上昇が困難になり、クリープ速度が減少するというものである。提案されている積層欠陥エネルギー（ γ ）を含んだ構成方程式は、下記の通りである。

$$\dot{\epsilon} = 5.5 \times 10^{11} \left(\frac{\gamma}{Gb} \right)^3 \left(\frac{Gb}{kT} \right) \left(\frac{\sigma}{G} \right)^5 D_{\text{eff}} \quad \dots (1)$$

ここで、 $\dot{\epsilon}$ はひずみ速度、 γ は積層欠陥エネルギー、 G は剛性率、 b はバーガースベクトル、 k はボルツマン定数、 T は温度、 σ は変形応力、 n は応力指数、 D_{eff} は有効拡散係数である。ここで、有効拡散係数は、格子拡散係数 D_L と転位芯拡散係数 D_p を用いて、以下のように表される。

$$D_{\text{eff}} = D_L + 3 \left(\frac{\sigma}{G} \right)^2 D_p \quad \dots (2)$$

$$D_L = 1.0 \times 10^{-4} \exp(-135000/RT) \quad \dots (3)$$

$$D_p = 7.8 \times 10^{-3} \exp(-92000/RT) \quad \dots (4)$$

このようにして、各合金系における積層欠陥エネルギーを算出することにより、耐熱性向上のための元素添加指針を示すことが可能となる。このことから、これまでに、第一原理計算による、添加元素による積層欠陥エネルギーの変化を明らかにしてきた。

溶質元素の積層欠陥への偏析を表す鈴木の式において、合金の積層欠陥エネルギー γ が、積層欠陥領域での溶質原子濃度 c_{sf} に対して線形に変化すると仮定し、 c_{sf} に対して γ を積分し、Mg の材料パラメータを代入することにより、以下のモデル式を提案してきた。

$$\gamma = \gamma_0 + \frac{4\Delta E}{\sqrt{3}a^2} \frac{c \exp\left(-\frac{\Delta E}{kT}\right)}{1 - c \left[1 - \exp\left(-\frac{\Delta E}{kT}\right) \right]} \quad \dots (5)$$

ここで、 γ_0 は純マグネシウムの積層欠陥エネルギー（ 40.4mJ/m^2 ）、 ΔE は偏析エネルギー、 a はマグネシウムの a 軸の格子定数である。この式より、偏析エネルギーを算出す

ることができれば、各溶質原子濃度における積層欠陥エネルギーを知ることが可能となる。このことから、各元素における偏析エネルギーを、第一原理計算により算出している。この結果を用いることにより、積層欠陥エネルギーを算出することが可能となり、高温強度上昇のための合金組成設計を行うことが可能となる。

これまでに第一原理計算で算出した積層欠陥に対する偏析エネルギーと式 (5) よりマグネシウム 2 元固溶体合金の積層欠陥エネルギーを算出できる。一方で、式 (1) に示したように積層欠陥エネルギーが低下することで、クリープ速度が大幅に低下することが期待できる。そこで、合金組成の設計指針は、限られた固溶限の範囲内で、効果的に積層欠陥エネルギーを低下させる添加元素を見出すことにある。理論上では、溶質原子濃度の最大値は、最大固溶限である。そこで、最大固溶限での積層欠陥エネルギーを、添加元素選択の指標とした。最大固溶限まで固溶できると考えたときに、積層欠陥エネルギー低下に有効な元素は、In、Tl、Sc、Pb、Al、Y、Sn、Bi である。ただし、これらの中には、工業的には不向きな添加元素が多く含まれている。Tl は猛毒であるが、Pb と Bi についても、微量であっても長期間摂取すると、人体に有害であることが指摘されている。

実施報告者らは、これまで主として Al と Zn をマグネシウムに添加した AZ 系と呼ばれるマグネシウム合金を基本組成とし、それに耐熱性を向上させる元素を添加した新規な耐熱性ダイカスト用マグネシウム合金（以下、商品名である ATMag と呼称する）を開発してきた。ATMag ではマグネシウム合金に固溶しない析出物が粒界にネットワーク状に晶出しており、ネットワーク状の粒界晶出物が粒界すべりを効果的に抑制することで、高い耐熱性を達成している。しかしながら、素形材化工程における押出し加工においては、その強い加工応力によって、粒界ネットワーク構造が崩壊してしまう。そのため、強度および延性は向上するが、耐熱性が顕著に低下する。本研究開発では、ATMag の組成を元に、押出し加工による組織の破壊にもかかわらず、耐熱性を高められるように、固溶添加元素による積層エネルギーの低下に着目し、2 種類の新規合金組成として提案した。

2-2 Mg-Al-Zn 系新規マグネシウム合金組成及び組織の最適化

2-2-1 合金ビレットの作製

2 種類の新規合金は、AZ91 合金を 680℃で溶解し、5 分間攪拌した後、所定量の添加元素を添加して、該添加元素が十分溶解するまで攪拌し、15 分間静置した後、直径 40mm、長さ 69mm の水冷金型に casting して、ビレットを作製した。

ATMag は、同様な溶解条件で溶解後、直径 170mm、長 300mm の金型に casting した。

2-2-2 ビレットの押出し

溶製した 2 種類の新規合金の直径 40mm のビレットは、温度 350℃、押出し比 16 で押出し、直径 10mm の丸棒を成形した。

ATMag の直径 170mm のビレットについてのみ、強加工押出しを行った。押出し条件は、押出し比 270 で、直径 9.5mm の丸棒を成形した。

2-3 Mg-Al-Zn 系新規マグネシウム合金の物性と組織の評価及び解析

2-3-1 熱処理条件検討

本研究で開発した、2 種類の新規合金および既存の ATMag について、室温および高温での機械的特性などの物性と、微細組織の評価および解析を行った。まず、本研究で開発した合金はいずれも添加元素の固溶による高温強度向上を狙ったものである。そこで、固溶量増加のための熱処理条件を検討した。検討温度、時間はそれぞれ、400、420、440℃×48h であり、所定の時間の熱処理の後、水中に急冷して試料を得た。

図 3-1 に、熱処理温度の試料表面状態に及ぼす影響の検討結果を示す。新規合金 1 では、400℃での熱処理において、表面が酸化によるわずかに変色したが、それほど顕著な酸化による劣化は見られなかった。これに対して、420℃以上での熱処理では、黒く変色するとともに、表面からの荒れが見られ、顕著な酸化による劣化が見られた。一方、新規合金 2 では、いずれの温度においても、表面はわずかに変色しているが、それほど顕著な酸化による劣化は見られなかった。

熱処理によるミクロ組織変化を観察した。組織観察は、共焦点レーザー顕微鏡により行った。新規合金 1 では、400℃での熱処理により、第 2 相が顕著に減少した。これは、熱処理により、Mg-Al 系の化合物が固溶したことによるものである。しかしながら、420℃での熱処理では、第 2 相の粗大化が生じているものの、その量はほとんど変化しなかった。すなわち、400℃での熱処理により固溶量はほぼ飽和しており、これ以上の温度での熱処理においては、第 2 相の合体による粗大化が生じた。一方、新規合金 2 では、熱処理により第 2 相量はほとんど変化しなかった。しかしながら、400℃での熱処理では、粒内にあった第 2 相が粒界に分散しはじめていることが分かった。さらに、420℃での熱処理では、第 2 相が粒界に微細に均一分散していることがわかった。一方、440℃での熱処理では、第 2 相の顕著な粗大化が生じた。すなわち、熱処理により、第 2 相は粒界に均一分散し、さらなる熱処理によって分散した第 2 相は合体・成長して粗

大化することが明らかになった。これらの結果から、新規合金 1 については 400℃における 48 時間の熱処理を行い、新規合金 2 については 420℃における 48 時間の熱処理を行った。

	新規合金1	新規合金2
400℃ x48hour		
420℃ x48hour		
440℃ x48hour		

図 3-1 熱処理温度の試料表面状態に及ぼす影響

2-3-2 固溶量測定

得られた試料に対し、電子線マイクロアナライザ（Electron Probe Micro Analyzer, EPMA）を用い、各元素の固溶量を測定した。測定は、Mg、Al、Zn、および他の添加元素について行い、点分析により行った。測定は、各試料に対し 8～15 点行った。

それぞれの試料の母相のみの測定結果は、新規合金 1 の押出まま材で 10 点中 8 点、熱処理材で 8 点中 8 点、新規合金 2 の押出まま材で 15 点中 3 点、熱処理材で 14 点中 5 点であった。新規合金 1 においては、押出しま材においても添加元素固溶量が、既存の ATMag に比べて多くなった。この合金を 400℃で 48h 熱処理することにより、固溶量はさらに増加した。これは、熱処理により、Mg-Al 系の化合物が母相に固溶したことによるものである。このような固溶量の増加により、さらなる耐熱性の向上が期待できる。新規合金 2 の押出材に対して、420℃で 48h の熱処理を行ったところ、固溶量はわずかに減少する傾向が見られた。これは、第 2 相に、Mg-Al 系の化合物が、もともとほとんど存在しなかったことを示している。それに加えて、ある程度の濃度ゆらぎを有し

ていた第2相が、その組成を安定させるためにAlを消費したことが、固容量のわずかな減少をもたらしたものと推察できる。このような新規合金2においては、固溶による大幅な耐熱性向上は期待しにくく、むしろ第2相による耐熱性向上が期待される。

2-3-3 室温引張変形特性

新規合金1および2の室温引張変形特性を調べた。試験は、各試料2本ずつ行った。荷重はロードセルによって測定し、伸びは伸び計により測定した。

いずれも局所的なネッキングはみられず破断した。応力-ひずみ曲線より、0.2%耐力を算出した。

表3-1に引張試験結果を示す。比較のため、ATMagダイキャストまま材および該材料を今回の材料と同様の条件で押出した押出まま材(as-extruded ATMag)のデータも示してある。室温強度の強化の最大の指針となる0.2%耐力を比較すると、今回開発した2種類の合金では、押出まま材、熱処理材ともに非常に高い値を示した。これは、新規合金1については、主に添加元素固容量の増加による固溶強化が考えられ、新規合金2については、Alと添加元素の化合物が増加したことによる第2相分散効果であると考えられる。一方、伸びについては、いずれの条件においても、ATMagダイキャストまま材程度の伸びしか得られず、ATMagを今回の材料と同様の条件で押出した押出まま材(as-extruded ATMag)と比較すると、小さいものとなってしまった。一般に、金属材料の降伏応力あるいは0.2%耐力と伸びの間には、トレードオフの関係あることが知られている。今回開発した材料は、いずれも0.2%耐力が非常に大きく、そのために伸びの値が小さくなってしまったものと推察される。さらに、引張強度についても、新規合金2の熱処理材以外は、目標値である350MPaを達成することができなかった。これは、いずれの材料も、加工硬化途中で破断していることから、大きな伸びが得られなかったことにより、高0.2%耐力にもかかわらず、大きな引張り強度が得られなかったものと推察される。

このような材料の伸びの向上のためには、押出比を大きくすることが一つの方法であると考えられる。すなわち、押出比を大きくすることにより、結晶粒径が微細化する。この結晶粒径微細化は、0.2%耐力と伸びの間のトレードオフの関係を唯一打破する方法である。ここで、本来は、今回開発した合金において試験を行うべきではあるが、本知見が得られた時点からの casting 作製は時間的に不可能であったため、既存のATMag 鋳造材による実験を行った。

表3-2に、押出比270で押し出した時の引張試験結果を示す。0.2%耐力は、平均で254MPaと、押出比16で押出した場合の187MPaと比較して、大きく増加しており、本研究で開発した合金と同等の値を示している。しかしながら、このような非常に高い0.2%耐力を示すにもかかわらず、その伸びは最大で12%を示している。この結果から、今年度検討の開発合金においては、伸びの目標値10%を達成することはできなかったが、

高い押出比で押出をすることにより、目標値を達成できる可能性を示すことができた。

表 3-1 室温引張試験結果

		伸び (%)	引張強度 (MPa)	0.2%耐力 (MPa)
as-extruded 新規合金 1	No.1	4.0	293	N/A ¹⁾
	No.2	2.3	339	268
	平均	3.2	316	268
heat-treated 新規合金 1	No.1	1.5	284	251
	No.2	2.9	294	N/A ¹⁾
	平均	2.2	289	251
as-extruded 新規合金 2	No.1	3.1	351	271
	No.2	3.2	358	270
	平均	3.2	355	271
heat-treated 新規合金 2	No.1	4.8	326	N/A ¹⁾
	No.2	3.5	309	248
	平均	4.2	318	248
ATMag		4.9	242	148
as-extruded ATMag		7.1	311	187

1) 試験片のチャックずれのため計測不可

表 3-2 ATMag を押出比 270 で押出した材料の室温引張試験結果

	伸び (%)	引張強度 (MPa)	0.2%耐力 (MPa)
No.1	8.1	342	254
No.2	9.2	343	253
No.3	-	342	254
No.4	7.3	352	254
No.5	12.4	348	251
平均	9.3	345	254

2-3-4 高温引張変形特性

次に、高温での特性を調べた。試験は、温度 150℃、ひずみ速度 $1 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ でのひずみ速度一定の条件で行った。これより得られた最大応力を、150℃での強度とした。表 3-3 に、結果をまとめたものを示す。比較のため、目標値である ATMagr ダイキャストまま材の特性を示してある。いずれの材料も、目標値を大幅に超える高い高温強度を示しており、本研究で開発した合金が優れた高温強度特性を有することが明らかになった。

表 3-3 150℃における強度

150℃での強度 (MPa)	
as-extruded 新規合金 1	287
heat-treated 新規合金 1	282
as-extruded 新規合金 2	291
heat-treated 新規合金 2	300
die-casted ATMag	220

2-3-5 高温低ひずみ速度における変形特性

前項では、150℃における即時破断強度を高温での強度と定義し、測定を行っている。しかしながら、高温での使用に際しては、より小さいひずみ速度での変形が、特性を支配する場合がある。また、その温度依存性も重要となる。そこで、より高温である 175℃において、より低ひずみ速度である 1×10^{-4} および $1 \times 10^{-5} \text{s}^{-1}$ における引張試験を行った。試験は、ひずみ速度一定で行い、ひずみ量 0.1 における応力を代表値として比較した。

いずれも、ひずみ量 0.1 から 0.15 程度で最大応力を迎え、その後、応力は低下していく。表 3-4 に、ひずみ量 0.1 における応力の比較を示す。ATMagr ダイキャストまま材および ATMg を今回の材料と同様の条件で押出した押出まま材 (as-extruded ATMag) のデータも示してある。今回開発した合金においては、いずれも as-extruded ATMag よりも優れた特性を示した。一方、ATMag と比較すると、開発合金の押出まま材では同等または低い応力を示した。このように、高温変形特性は温度、ひずみ速度により、その

優劣が逆転する場合があります、より信頼性を得るためには、幅広い温度、ひずみ速度において試験を実施し、そのメカニズムまで議論する必要があります。この点は今後の課題である。

表 3-4 に示したように、開発合金の熱処理材は、ATMag と比較しても、高い応力を示した。これは、3-2 の結果から、新規合金 1 においては、添加元素の固容量の増加による積層欠陥エネルギー低下に起因するものであり、新規合金 2 においては、第 2 相による効果であると考えられる。このような観点から、今後、さらなる高温強度に優れた押出材を開発していきたい。

表 3-4 175℃における高温変形特性

	175℃流動応力 (MPa)	
	1x10 ⁻⁴ (1/s)	1x10 ⁻⁵ (1/s)
as-extruded 新規合金 1	154	93
heat-treated 新規合金 1	180	141
as-extruded 新規合金 2	160	109
heat-treated 新規合金 2	193	145
die-casted ATMag	159	119
as-extruded ATMag	130	85

2-3-6 クリープ変形特性

より低荷重、低速度での変形特性を調べるために、高温引張クリープ試験を行った。

新規合金1 押出まま材では、短時間で非常に大きな伸びを示しており、その変形量が **ATMag** と比較して著しく大きかった。熱処理材についても、押出まま材よりは変形量が低下するものの、**ATMag** と比較すると、その変形量は著しく大きいことがわかった。

新規合金2 の 100 時間クリープ試験の結果を見ると、押出まま材においては、新規合金1 より変形量が低下しているものの、やはり **ATMag** と比較するとその変形量は著しく大きかった。しかしながら、熱処理を施すことにより、その変形量は顕著に低下し、**ATMag** とほぼ同等のクリープ曲線を示した。

3-5 で示した高温変形特性と比較して、クリープ特性においては材料および熱処理の有無により大きな違いを示す結果となった。この結果は、3-5 で示した結果が定常変形機構に基づく応力とひずみ速度の関係によって得られた結果であるのに対し、クリープ試験により得られた変形量の結果は、これとは異なるものであることを示唆している。

新規合金1 の熱処理材で特性が大幅に向上したことと、3-1、3-2 での組織変化から、クリープ試験による変形量は、粒界での変形が支配している可能性が考えられる。すなわち、第2相を多く含む新規合金2 において、粒界に第2相が微細に配列するような熱処理をしたことによってクリープ変形量が著しく低下し、ダイキャスト材と同等の特性を示したものと推察される。このような観点から、より第2相を微細化して粒界に配列することにより、さらなる耐クリープ性の向上の可能性が示された。

2-3-7 今後の材料設計指針

表 3-5 に、本研究で開発した合金と既存合金との機械的特性の比較を示す。本研究で開発した新規合金1 および新規合金2 において、高温強度については、全ての試料において目標値である 220MPa を達成した。また、室温強度についても、新規合金2 押出まま材において、目標値である 340MPa 以上を達成している。一方、伸びについては目標値である 10%を達成することができなかった。しかしながら、**ATMag** において、押出比を 16 から 270 まで大幅に大きくすることにより、0.2%耐力が本研究で開発した合金と同等の値である 254MPa と非常に大きいにもかかわらず、12%以上の最大伸びを示すという結果が得られており、延性向上のための指針を示すことができた。

目標値以外のその他の項目においては、150℃、50MPa での引張クリープ試験における 100 時間での伸び（クリープ伸び）が、新規合金2 熱処理材において、非常にすぐれた特性を示すものの、**ATMag** ダイキャストまま材と比較するとわずかに劣るという結果を示した。このクリープ伸びをさらに低減するためには、第2相を多く含む合金において、粒界に第2相が微細に配列するような加工・熱処理を施すことが有効であるとの設計指針を得ることができた。例えば、今回開発した合金でこれを達成するためには、新規合金2 をより大きな押出比により押出することにより第2相を微細化し、これを適

切な条件で熱処理することにより第2相を粒界により多く配列させることが提案できる。

これらの観点から、本研究で開発した合金の範囲内では、新規合金2を、より大きな押出比において押出することにより、さらに優れた室温強度、伸び、高温強度、耐クリープ性を発現する可能性が示唆された。また、今後は、添加元素の固溶量は現状のレベルで、より多くの微細な第2相を含む合金を開発することが有効であると結論付けられる。

表 3-5 開発合金と既存合金との機械的特性の比較

	伸び (%)	引張強度 (MPa)	0.2%耐力 (MPa)	150℃ 強度 (MPa)	175℃流動応力 (MPa)		クリープ 伸び (%)
					1x10 ⁻⁴ (1/s)	1x10 ⁻⁵ (1/s)	
as-extruded 新規合金 1	4.0	316	268	287	154	93	14.0
heat-treated 新規合金 1	2.9	289	251	282	180	141	2.4
as-extruded 新規合金 2	3.2	355	271	291	160	109	1.6
heat-treated 新規合金 2	4.8	318	248	300	193	145	0.38
as-extruded ATMag (押出比 270)	12.4	345	254	-	-	-	-
die-casted ATMag	4.9	242	148	220	159	119	0.20
as-extruded ATMag	7.1	311	187	-	130	85	-
目標値	10 以上	340 以上		220 以上			

2-4 Mg-Sn-Li 系マグネシウム合金作製および評価

第1節で述べたように、固溶添加元素による積層欠陥エネルギー低下に有望な添加元素として、Sn が挙げられる。しかし、Sn では、添加に伴って密度が増加してしまい、マグネシウム合金の最大の利点である軽量さが損なわれてしまうので、低密度金属の Li などと同時に添加することで、密度上昇を抑える必要がある。そこで、Mg-Sn-Li 合金を作製し、その高温変形特性を調べた。

試料は鋳造材を押出比 16 で押出した、押出まま材を用いた。評価は 175℃、ひずみ速度 $1 \times 10^{-5} \text{s}^{-1}$ でのひずみ速度一定試験により行った。

MgSnLi 合金においては、高い高温強度は得られなかった。この結果は、鋳造材において Sn が十分に固溶していなかったため、押出材においても固溶による強化がほとんど生じなかったのではないかと考えられる。今後は、Sn が確実に固溶する 500℃以上での溶体化処理を施すことにより、本合金の可能性を見極めたいと考えている。

以上