LPSO-Mg 合金一方向凝固材に対する異なる負荷方向の圧縮試験における AE 解析

武藤 有輝* 白岩 隆行 榎 学

東京大学大学院工学系研究科マテリアル工学専攻

J. Japan Inst. Met. Mater. Vol. 80, No. 11 (2016), pp. 697-701
© 2016 The Japan Institute of Metals and Materials

AE Analysis of Compression Test with Different Loading Direction of Unidirectional Solidification LPSO-Mg Alloys

Yuki Muto*, Takayuki Shiraiwa and Manabu Enoki

Department of Materials Engineering, School of Engineering, The University of Tokyo, Tokyo 113-8656

Long-period Stacking ordered (LPSO) Mg alloys were focused on owing to its high properties. In this study, compression tests of unidirectional solidification (DS) $\text{Mg}_{85}\text{Y}_6\text{Zn}_9$ were carried out with AE measurement. The three type specimens of load direction to solidification direction were manufactured for estimation of anisotropy. The continuous AE clustering analysis divided the AE waves measured in one type specimen into three clusters. By compared with the observation results and clustering results, a cluster was considered as the AE waves of noise and one of the other two clusters was considered as the AE waves of kink deformation. The results showed the possibility of evaluating the effect of anisotropy and the deformation mechanism of LPSO-Mg alloys. [doi:10.2320/jinstmet.J2016025]

(Received April 18, 2016; Accepted August 1, 2016; Published September 2, 2016)

Keywords: acoustic emission, long-period-stacking-orderd (LPSO) structures, kink deformation, clustering

1. 序 論

近年、高強度・高耐熱性なシンクロ型長周期積層(LPSO: Long-Period Stacking Ordered)構造を有した Mg 合金が注目されている¹⁻⁵⁾。LPSO 構造とは、長い周期を有する原子配列の構造のことを指す。この LPSO 構造内では微視的領域においてキンク変形と呼ばれる変形機構が生じることが報告されており、LPSO-Mg 合金において、キンクバンドの形成が高強度化に寄与すると考えられている⁶⁾。LPSO-Mg 合金の更なる合金開発に向けては、このキンク変形の詳細な挙動を解明することが必要である。我々はこれまで AZ 系 Mg 合金に対して、アコースティック・エミッション(Acoustic Emission, AE)法を用いて双晶生成消滅機構および破壊靱性の評価を行ってきた⁷⁻¹²⁾。本研究においては、底面方位に強い配向性を有する LPSO-Mg 合金一方向凝固(Directionally Solidified, DS)材に対して圧縮試験を行い、試験中に生じた AE 信号に対して解析を行うことで本合金の異方性および変形機構を *in-situ* に評価することを目的とする。

2. 実験方法および解析方法

本研究では、 $\text{Mg}_{85}\text{Zn}_6\text{Y}_9$ 一方向凝固材を用いた。凝固方向および凝固方向と垂直方向に対して、走査型電子顕微鏡(SEM, JSM-6510LA, JEOL)を用いて表面観察を行った(Fig. 1)。側面は凝固方向に対してほぼ平行に組織が成長している様子が確認された。一方、上面ではランダムな方向に針状に成長した組織であることがわかった。

凝固方向に対して荷重方向が 0°, 45°, 90°となるように、5 mm×5 mm×5 mm の立方体の試験片を作製した。以下それぞれを 0°, 45°, 90°の試験片と呼称する。圧縮試験は精密万能試験機(AG-5000C, 島津製作所)を用いて、クロスヘッド速度 0.5 μm/s にて試験を行った(Fig. 2)。試験中はビデオマイクロスコープ(VHX-600, KEYENCE)を用いて表面観察を行った。

AE 計測は本研究室開発の Continuous Wave Memory (CWM)を用いて、サンプリング数 10 MHz, 測定レンジ 5 V にて行った¹³⁾。AE センサ(M304A, 富士セラミックス)は上下の治具に 1 つずつ設置した。試験機からの機械的なノイズを除去するために 100 kHz のハイパスフィルタを適用した。

CWM を用いて記録された連続 AE 波形を一定時間ごとに区切り、それぞれを一つの要素とした^{14,15)}。本解析ではその時間幅を 204.8 ms とした。抽出された各要素に対して短時

* 東京大学大学院生, 現在: JX 金属㈱(Graduate Student, The University of Tokyo, Present address: JX Nippon Mining & Metals Corp.)

Fig. 1 Surface of specimen: (a) $\text{Mg}_{97}\text{Y}_1\text{Zn}_2$, DS, parallel section, (b) $\text{Mg}_{97}\text{Y}_1\text{Zn}_2$, DS, vertical section.

Fig. 2 Schematic figure of compression testing system.

間フーリエ変換(Short Time Fourier Transform, STFT)を行うことで各周波数に対するエネルギーを算出し、周波数に対するエネルギースペクトラムを算出した。本解析では 9.8 kHz ごと、0~2000 kHz の周波数区間に対するエネルギーを求めた。ここで AE の強度に依存しない周波数特性による解析を行うため、エネルギーの最大値で各要素を除した。これらとエネルギーの合計値を解析する要素として、正規化および主成分解析(Principal Component Analysis, PCA)を行った後に k -means 法によるクラスタリング解析を行った¹⁶⁾。本解析では、 $k=3\sim7$ に対する平均シルエット値¹⁷⁾を計算し、その値が最大となった k 値を用いてクラスタリング解析を行った。ここで $k=2$ を除いたのは、ノイズとそれ以外の AE を区別することとなり有意な結果を得られないためである。

3. 結果および考察

3.1 表面観察

0°, 45°, 90°の試験片に対する圧縮試験中における表面観察をビデオマイクロスコープにて行った結果を Fig. 3~Fig. 5 に示す。0°試験片において Fig. 3(c)の図より凝固方向と垂直に変形帯が生じていることがわかる。この変形帯は降伏前より生じており、降伏点付近にて多く導入されていることが確認された。ここで、降伏点は 0.2%耐力から算出した値を用いた。45°試験片においては Fig. 4(b)の図より非常に低い応力から凝固方向と平行に線が入っていることが見て取れ

る。これは底面と平行な $\langle a \rangle$ すべりであると考えられる¹⁸⁾。また Fig. 4(c)の図より大きな粒には 45°試験片においても凝固方向と垂直に少数の変形帯が生じた様子が確認できる。90°試験片においては Fig. 5(c)の図までは凝固方向に垂直な変形帯は確認されなかったが、Fig. 5(d)の図では非常に少量の変形帯が確認された。また 90°試験片は他の試験片に比べて、圧縮した際の表面に発生する凹凸の変位が大きかった。

3.2 RMS 電圧値

0°, 45°, 90°の試験片に対する圧縮試験中に計測された AE 信号の RMS 電圧を応力-時間曲線と共に Fig. 6 に示す。時定数は 5 s として RMS 電圧は算出した。0°試験片では応力がかかり始めた直後から RMS 電圧値が上昇し、降伏点付近にて非常に高い値を示した。45°試験片および 90°試験片は、0°試験片に比べ低い RMS 電圧値を示した。またこのどちらも降伏点付近にて高い値を示した。

3.3 AE イベントの位置標定

圧縮試験中の AE イベントをしきい値 60 dB で抽出し、応力-時間曲線と共にプロットした(Fig. 7)。AE イベントは x 軸を時間、 y 軸を位置標定を行い算出された中心からの距離、 z 軸(色)を振幅としてプロットを行った。位置標定は 1 次元の標定であるため、上下の 2 ch のセンサまでの到達時刻の差から、AE 源が発生した位置と試験片の中心の位置との距離の差を求めた。ここで到達時刻の差は two-step AIC picker¹⁹⁾ による立ち上がりを用いて算出された値を用いた。全ての試験片において応力が作用し始めた時刻から AE イベントが検出され始めた。また、中心から ± 2.5 mm 以内の位置に強度の高い AE イベントが集中していたことが確認された。これは試験片の高さが 5 mm であるため、試験片内にて強度の高い AE イベントが生じたことを示している。このことから AE イベントの位置標定を行えない場合でも、AE イベントの強度が高いイベントは試験片内で生じた現象に起因する可能性が高いことが示された。

3.4 異方性の影響

0°, 45°, 90°試験片における圧縮試験では、その応力-時間曲線および AE 挙動に大きな違いが生じた。応力-時間曲線では 0°試験片では降伏点にて明確な応力の降下が確認された。一方、45°, 90°試験片では降伏点付近での応力降下は確

Fig. 3 Surface observation of compression test (0° specimen): (a) 0 MPa, (b) 50 MPa, (c) 200 MPa, (d) 190 MPa after yield point.

Fig. 4 Surface observation of compression test (45° specimen): (a) 0 MPa, (b) 20 MPa, (c) 50 MPa, (d) 120 MPa.

Fig. 5 Surface observation of compression test (90° specimen): (a) 0 MPa, (b) 25 MPa, (c) 50 MPa, (d) 120 MPa.

Fig. 6 Stress curve and RMS voltage of compression test: (a) 0° specimen, (b) 45° specimen, (c) 90° specimen.

認められず、傾きの変化にとどまった。どちらの試験片における降伏応力は 120～130 MPa 程度であり、200 MPa 程度の降伏応力を示した 0° 試験片に比べて低い値を示した。また AE 挙動においても 0° 試験片は他の試験片に比べて活発な挙動を示し、降伏点付近における上昇が激しかった。これらの差は組織の方位差によって生じたものである。LPSO-Mg 合金一方向凝固材では凝固方向に対して (0001) 底面が平行に強く配向することが知られている²⁰⁾。本材料に対する圧縮試験において凝固方向と圧縮方向との角度を変えることは底面方位と圧縮方向との角度を変えることと同義である。更にシュミット因子を考慮すると、キンク変形は底面と平行に、また底面すべりは底面と 45° 方向に圧縮された際に、それぞ

Fig. 7 Location of AE event of compression test: (a) 0° specimen, (b) 45° specimen, (c) 90° specimen.

れ最も生じやすいことがこれまでの研究から報告されている¹⁸⁾。以上のことから、0°試験片ではキンク変形が、45°試験片は底面すべりが非常に生じやすくなっており、逆に0°試験片では底面すべりが、45°試験片はキンク変形が生じにくくなっている。90°試験片ではそのどちらも生じにくい。これらとAE挙動の結果を照らし合わせると、底面すべりが起こった際に生じるAEと比較してキンク変形が起こった際に生じるAEは高いエネルギーを有していることがわかる。また0°試験片では他の試験片より降伏強度が上昇した。これは、キンク変形の導入が高強度化に寄与するという従来の研究結果に整合する結果である。

3.5 AE クラスターの挙動

0°の試験片に対してクラスタリング解析を行った。k=3にて平均シルエット値が最大となったため、k=3にて解析を行い、3種のクラスタを得た。各クラスタにおける代表的な周波数に対するエネルギースペクトラムをFig. 8に示した。クラスタ3は他の2つに比べて全体的に低いエネルギー値を示した。また、クラスタ1は低周波側に、クラスタ2は高周波側にそれぞれ高いエネルギー値を示した。ク

Fig. 8 Energy spectrum of each cluster of 0° specimen compression test: (a) cluster 1, (2) cluster 2, (c) cluster 3.

Fig. 9 Ratio of each cluster of 0° specimen compression test.

ラストリング結果を Fig. 9 に応力-時間曲線と共に示した。各時刻におけるそれぞれのクラスタの割合を各色の高さで示している。図中の青い部分がクラスタ 1, 赤い部分がクラスタ 2, 灰色の部分がクラスタ 3 を表している。試験開始直後においてはおよび変形が進んだ後はクラスタ 3 が支配的である。特に荷重がかかる前はクラスタ 3 が 100% であることがわかる。一方, 降伏点付近においてクラスタ 2 が支配的である。クラスタ 1 は試験全体を通じて割合が低いが, 変形初期から降伏点付近にかけて比較的高い割合を示している。

3.6 AE クラスタと AE 源の関係

0°試験片において, 負荷していない時刻においては割合が 100% であったクラスタ 3 は熱雑音や電氣的なノイズであるといえる。また応力が急激に下がる時刻付近においてクラスタ 2 の AE 信号が支配的であることが示された。底面に平行に圧縮した場合, 底面配向よりキンク変形が支配的になることから, 0°試験片ではキンク変形が支配的であると考えられる。試験中の試料表面をビデオマイクロスコープによって観察した結果において, 0°試験片において図中に矢印で示したように変形帯が生じたことが確認された (Fig. 3)。この観察からも応力が急激に下がる付近の時刻においてキンク変形が多数生じていると考えられる。これらのことからクラスタ 2 に分類された AE 信号がキンク変形に対応すると考えられる。他の AE 源としてすべり変形が考えられる。このすべり変形がクラスタ 1 に対応する可能性はあるが, 断定することはできておらず今後の課題であるといえる。これらよりクラスタリング解析を用いて, 本合金の変形機構を *in-situ* に評価できる可能性を示した。

4. 結 論

本研究では, LPSO-Mg 一方向凝固材に対して, 複数の負荷方向に対して圧縮試験を行った。これにより以下のような結果を得た。

1. LPSO-Mg 一方向凝固材に対して 3 種類の荷重方向にて圧縮試験を行い, その AE 挙動の異方性を示した。

2. 各荷重方向の圧縮試験中に生じた AE 信号に対してクラスタリング解析および表面観察を行うことで, それぞれの AE 信号を分類した。

3. 0°試験片において, 凝固方向に垂直な変形帯の生成を AE 信号を用いて動的に解析できる可能性を示した。

本研究の一部は文部科学省科学研究費補助金・新学術領域研究「シンクロ型 LPSO 構造の材料科学一次世代軽量構造材料への革新的展開」(課題番号 23109001)の援助により行われた。ここに特記して深甚な感謝の意を表する。

文 献

- 1) Y. Kawamura, K. Hayashi, A. Inoue and T. Masumoto: Mater. Trans. **42**(2001) 1172-1176.
- 2) A. Inoue, M. Matsushita, Y. Kawamura, K. Amiya, K. Hayashi and J. Koike: Mater. Trans. **43**(2002) 580-584.
- 3) T. Itoi, T. Semiya, Y. Kawamura and M. Hirohashi: Scr. Mater. **51**(2004) 107-111.
- 4) E. Abe, Y. Kawamura, K. Hayashi and A. Inoue: Acta Mater. **50**(2002) 3845-3857.
- 5) M. Matsuda, S. Ii, Y. Kawamura, Y. Ikuhara and M. Nishida: Mater. Sci. Eng. A **393**(2005) 269-274.
- 6) X. H. Shao, Z. Q. Yang and X. L. Ma: Acta Mater. **58**(2010) 4760-4771.
- 7) Y. P. Li and M. Enoki: Mater. Trans. **48**(2007) 1215-1220.
- 8) Y. P. Li and M. Enoki: Mater. Trans. **48**(2007) 2343-2348.
- 9) Y. P. Li and M. Enoki: Mater. Trans. **49**(2008) 1800-1805.
- 10) Y. P. Li and M. Enoki: Mater. Sci. Eng. A **536**(2012) 8-13.
- 11) T. Yasutomi and M. Enoki: Mater. Trans. **53**(2012) 1611-1616.
- 12) Y. Muto, K. Matsumoto, T. Shiraiwa and M. Enoki: J. Japan Inst. Met. Mater. **78**(2014) 381-387.
- 13) K. Ito and M. Enoki: Mater. Trans. **48**(2007) 1221-1226.
- 14) E. Pomponi and A. Vinogradov: Mech. Syst. Signal Process. **40**(2013) 791-804.
- 15) A. Vinogradov, D. Orlov, A. Danyuk and Y. Estrin: Mater. Sci. Eng. A **621**(2015) 243-251.
- 16) J. B. Macqueen: Proc. 5th Berkeley Symp. Math. Stat. Prob., (Berkeley, University of California Press, 1967) pp. 281-297.
- 17) P. J. Rousseeuw: J. Comput. Appl. Math. **20**(1987) 53-65.
- 18) K. Hagihara, N. Yokotani and Umakoshi: Intermetallics **18**(2010) 267-276.
- 19) P. Sedlak, Y. Hirose, S. A. Khana, M. Enoki and J. Sikula: Ultrasonics **49**(2009) 254-262.
- 20) M. Tane, Y. Nagai, H. Kimizuka, K. Hagihara and Y. Kawamura: Acta Mater. **61**(2013) 6338-6351.