

薄片曲げ小型疲労試験機の開発と
それを用いた hcp 金属の疲労破壊挙動の解析

2010 年 3 月

熊本大学大学院自然科学研究科産業創造工学専攻

津志田雅之

目次

第1章 序論

1.1	はじめに	2
1.1.1	疲労破壊とは	2
1.1.2	hcp 金属の塑性変形について	2
1.1.3	hcp 金属単結晶の疲労破壊挙動について	4
1.2	本論文の目的	5
1.3	本論文の構成	6
	参考文献	7

第2章 薄片曲げ小型疲労試験機の開発

2.1	緒言	10
2.2	薄片曲げ小型疲労試験機	11
2.2.1	疲労試験片	11
2.2.2	疲労試験機の構成	12
2.2.3	応力評価	13
2.3	小括	20
	参考文献	21

第3章 純マグネシウム単結晶における疲労破壊挙動の結晶方位依存性

3.1	緒言	23
3.2	実験方法	24
3.2.1	マグネシウム単結晶疲労試験片	24
3.2.2	疲労試験	26
3.3	実験結果	26
3.4	考察	33
3.5	小括	36

参考文献	37
第 4 章 純チタン単結晶における疲労破壊挙動の結晶方位依存性	
4.1 緒言	39
4.2 実験方法	40
4.2.1 チタン単結晶疲労試験片	40
4.2.2 疲労試験	42
4.3 実験結果	43
4.4 考察	53
4.5 小括	58
参考文献	59
第 5 章 AZ31 マグネシウム合金押し出し材の結晶粒径と疲労強度の関係	
5.1 緒言	62
5.2 実験方法	63
5.3 実験結果および考察	65
5.4 小括	71
参考文献	72
第 6 章 長周期積層構造型 Mg-Zn-Y 系合金の疲労破壊特性	
6.1 緒言	76
6.2 実験方法	76
6.3 実験結果および考察	77
6.4 小括	84
参考文献	85
第 7 章 総括	86

謝辞

第 1 章

序 論

1. 1 はじめに

1.1.1 疲労破壊とは

多くの実用機器は、時間的に変動する力を受けている場合が多く、これは鉄道や航空機、自動車、発電設備に限られたことではない。このような変動する力を多数回受ける状態では、静的な降伏応力以下の負荷応力であっても、それが繰り返し負荷されることで、き裂が発生し、そのき裂が進展することで材料は破壊することがある。この現象が疲労破壊である¹⁾。特に航空機や原子力プラントなどの機械構造物における破壊事故は、この疲労破壊が引き金となって起こっていることが多い。これらの損傷事故はこれまでに多くの尊い人命を奪ってきた。このような事故が起こるたび、疲労破壊という現象が注目されてきたが、未だ疲労破壊に起因した損傷事故は後を絶たない。

疲労破壊などの損傷事故を防止し、安全性を確保するために、構造部材の設計には **safe-life** と **fail-safe** の2つの概念がある²⁾。safe-life の設計原理は、対象とする部材が構造物全体の破壊につながるような場合に用いられる。この設計法では、部材の稼働条件を把握し、寿命を予め推定しておき、その部材を交換することで未然に破壊を防ぐ。しかし、実際にこれらの条件を完全に把握することは不可能であり、高い安全率がとられているのが現状である。このため非経済的ではあるが、特に安全性が要求される構造物にはこの原理が適用されている。一方、fail-safe の設計原理では、構造物の一部が破壊しても全体が破壊に至らなければよいので、構造物の部材を定期的に点検し、き裂を発見して部材を取り替える、構造物の適当な部分にき裂停止板を挿入する、重複荷重経路構造を採用するなどの処置が採られており、より経済的である。いずれの設計原理を採用するにせよ、疲労寿命を正確に知ることは重要である。

1.1.2 hcp 金属の塑性変形について

結晶性金属材料の機械的性質を考える際に、塑性変形機構を知ることは極めて重要である。疲労破壊においても、金属材料の疲労き裂進展は、基本的なき裂先端の塑性変形に基づいて起こることが知られている。この塑性変形機構は、その金属の結晶構造に強く依存し、結晶構造毎に異なる性質を有する。ほとんどの金属材料の結晶構造は、面心立方格子 (fcc)、体心立方格子 (bcc) および最密六方格子 (hcp) の3つに大別される。このうち、fcc や bcc 構造

を有する金属については、これまでに多くの研究がなされてきた。ところが hcp 金属については、亜鉛、マグネシウム、チタンなどの実用金属が多いにも関わらず、それらの変形機構についての研究は fcc や bcc に比べて少なく、その詳細について不明確な部分が多い。

hcp 金属の研究が少ない理由として、以下のように hcp 金属の変形機構が複雑であることが考えられる。hcp 構造は単純六方格子を二つ重ねた二重格子構造であり、その結晶対称性は低い。そのため単一構造である fcc や bcc 構造を有する金属に比べ弾性異方性が大きく、荷重軸方向により活動するすべり系が異なる。さらに hcp 金属では、その結晶の軸比 (c/a) によっても活動するすべり系が異なり、それらが完全には同定されていない。それに加えて、容易すべり系の数が少なく、双晶変形を起こし易い。

主要な hcp 金属の活動するすべり系について具体的に述べるために、これまでの報告をまとめたものを Table 1-1 に示す³⁾。hcp 金属の主すべり系の転位は a 転位であるが、底面が主すべり面になるのは、カドミウム (Cd, $c/a = 1.886$)、亜鉛 (Zn, $c/a = 1.856$)、コバルト (Co, $c/a = 1.628$)、マグネシウム (Mg, $c/a = 1.624$)、ベリリウム (Be, $c/a = 1.568$) であり、柱面が主すべり面になるのはジルコニウム (Zr, $c/a = 1.593$)、チタン (Ti, $c/a = 1.587$) であり金属によって異なっている。理論的には転位を 1 原子間距離動かすのに必要なパイエルス応力は、すべり面間隔が大きいほど小さくなる。同一の結晶で比較した場合、理想 $c/a = 1.633$ よりも大きい場合には、(0001)の面間隔は $\{10\bar{1}0\}$ の面間隔がよりも大きくなり、底面すべりのパイエルス応力が柱面すべりのパイエルス応力よりも小さくなる。このように考えると、hcp 金属

Table 1-1 Principal slip planes observed for hcp elements which exist in solid form at atmospheric pressure³⁾

Element	c/a (at R.T.)	Principal Slip plane \bar{a}	Principal Slip plane $\bar{c}+\bar{a}$
Cd	1.886	(0001)	$\{11\bar{2}2\}$
Zn	1.856	(0001)	$\{11\bar{2}2\}$
Co	1.628	(0001)	$\{11\bar{2}2\}$
Mg	1.624	(0001)	$\{11\bar{2}2\}$
Zr	1.593	$\{10\bar{1}0\}$	$\{1\bar{1}01\}$
Ti	1.587	$\{10\bar{1}0\}$	$\{1\bar{1}01\}$
Be	1.568	(0001)	$\{11\bar{2}2\}$

における主すべり系は、 $c/a = 1.633$ 以上では底面すべりが、それ以下では、柱面すべりが主すべり系となる。しかしながら、Table 1-1 からコバルト、マグネシウム、ベリリウムのように c/a が 1.633 以下であっても主すべり系が底面すべりのものがあり、すべり系が c/a の大きさによって支配されているわけではないことを示している。

hcp 金属の主すべり系である底面すべりおよび柱面すべりのいずれのすべり系においても、すべりは $\langle a \rangle$ 方向であり、これらは $\langle c \rangle$ 方向のひずみを生じない。したがって、 $\langle c \rangle$ 方向の変形については、錐面すべりあるいは双晶の活動によってもたらされる。チタンでは、 $\langle c+a \rangle$ 方向のすべり系として、主に $\{10\bar{1}1\}\langle\bar{1}123\rangle$ の 1 次錐面すべりの活動が報告されている^{4, 5)}。これに対しマグネシウムにおいては、主に $\{11\bar{2}2\}\langle\bar{1}123\rangle$ 2 次錐面すべりの活動が報告されている⁶⁻⁸⁾。双晶変形としては、チタンでは、 $[0001]$ 引張で $\{10\bar{1}2\}\langle\bar{1}011\rangle$ 双晶や $\{11\bar{2}1\}\langle\bar{1}126\rangle$ 双晶が、 $[0001]$ 圧縮で $\{11\bar{2}2\}\langle\bar{1}123\rangle$ 双晶が報告されている^{4, 9-17)}。これに対し、 c/a が大きいカドミウムなどでは $\{10\bar{1}2\}\langle\bar{1}011\rangle$ が $[0001]$ 圧縮で起こる⁹⁻¹²⁾。このように hcp 金属では、多数の活動するすべり系および双晶が存在し、それらの活動は、荷重軸方向が異なるとシュミット因子とその臨界分解せん断応力 CRSS(critical resolved shear stress)の大小によって変化すると考えられる。以上のように、hcp 金属の塑性変形は複雑であり、それらによる変形機構について十分に解明されていない。

1.1.3 hcp 金属単結晶の疲労破壊挙動について

金属材料の疲労き裂進展は基本的にき裂先端の塑性変形に基づいており、通常、荷重 1 サイクルあたり $10^{-9} \sim 10^{-6} \text{m}$ の範囲で進展することが観察されている。この大きさは通常の金属材料の結晶粒径より十分に小さい。したがって、き裂先端におけるき裂進展機構を考えるためには、1 つの結晶粒内、つまり単結晶における疲労破壊挙動を調査することが最も基本的なものとなる。hcp 金属において単結晶を用いた疲労破壊挙動に関する報告は少なく、これまでに報告されたマグネシウムおよびチタン単結晶における疲労き裂進展の結晶方位依存性についてまとめると、以下のようになる。

Ando らは、結晶方位の異なるマグネシウム単結晶 CT 試験片を用いた疲労き裂進展試験を行っており¹⁸⁻²⁰⁾、次のように報告している。切欠面および方向がそれぞれ $(\bar{1}2\bar{1}0)$ $[10\bar{1}0]$ と $(\bar{1}100)$ $[11\bar{2}0]$ の場合、き裂は、いずれも 2 次錐面すべりを伴って $(\bar{1}2\bar{1}0)$ $[10\bar{1}0]$ に沿って進展する。切欠面および方向がそれぞれ (0001) $[10\bar{1}0]$ と (0001) $[2\bar{1}\bar{1}0]$ の場合、き裂は、切欠に対し 90° 偏向

して進展する。切欠面および方向がそれぞれ(0001) $[10\bar{1}0]$ と(0001) $[11\bar{2}0]$ の場合、き裂は、(0001)に平行に $\{10\bar{1}2\}$ 双晶を伴って進展する。これらの疲労き裂進展速度 da/dN は結晶方位毎に大きく異なる。

MineらとAndoらは、結晶方位の異なるチタン単結晶CT試験片を用いた疲労き裂進展試験を行っており、次のように報告している²¹⁻²³。切欠面および方向がそれぞれ $(\bar{1}2\bar{1}0)$ $[10\bar{1}0]$ と $(01\bar{1}0)$ $[2\bar{1}10]$ の場合、き裂は、き裂先端で交差する2組の柱面すべりの活動によって、 $(01\bar{1}0)$ $[2\bar{1}10]$ に平行に進展する。切欠面および方向がそれぞれ $(01\bar{1}0)$ $[0001]$ と $(\bar{1}2\bar{1}0)$ $[0001]$ の場合、き裂は、切欠方向に対してほぼ垂直な方向に発生あるいは進展する。切欠面および方向がそれぞれ(0001) $[10\bar{1}0]$ と(0001) $[2\bar{1}10]$ の場合、き裂は、(0001)に沿って双晶を伴い進展する。そして、チタンにおいても da/dN は結晶方位毎に大きく異なる。さらに、マグネシウムとチタンでは、同じ切欠方位であっても、き裂進展経路や疲労き裂進展機構が異なり、切欠方位に対する da/dN の大小の関係も大きく異なっている。

以上のように、hcp 金属であるマグネシウムとチタン単結晶の疲労き裂進展挙動は、初期切欠方向によって異なることが明らかになっている。しかし、上述の報告は、き裂進展挙動のみの結果であり、き裂の発生や最終破壊までの疲労寿命および疲労強度については不明である。また試験は、応力比 $R=0.1$ の引張荷重のみであり、応力比を変えた場合の疲労破壊挙動も明らかにされていない。

1. 2 本論文の目的

前節で述べたように、金属材料の疲労き裂進展は、基本的にき裂先端の塑性変形に基づいていることから、結晶対称性の低いhcp 金属では、その疲労破壊挙動に及ぼす結晶方位の影響が大きいと考えられる。しかし、hcp 金属の単結晶を用いて疲労破壊挙動の結晶方位依存性を調査した研究は、応力比 $R=0.1$ のき裂進展機構のみである。そこで本論文では、hcp 金属の中でも、実用構造材料として重要なマグネシウムとチタンについて、結晶方位の異なる単結晶を用いて、 $R=-1$ における疲労寿命や疲労強度に及ぼす結晶方位の影響や、結晶方位毎の疲労破壊機構を明らかにすることを目的とした。さらに、集合組織を有すると考えられるマグネシウム合金として、AZ31B 押出し材と Mg-Zn-Y 系合金の押出し材の疲労破壊試験を

行い、単結晶の結果を基に、多結晶の疲労破壊機構を明らかにすることを目的とした。ここで、単結晶を用いて疲労試験を行う場合、既存の試験法で用いられる大きさの試験片を準備することは困難である。さらに、単結晶は変形し易く、機械加工により損傷が入り易い。そこで、小寸法で単純な形状の試験片を用いて、その疲労破壊挙動の調査が可能である疲労試験機の開発を行った。

1. 3 本論文の構成

第1章では、本論文の背景と目的を示した。第2章以降の構成は以下の通りである。

第2章では、単結晶の疲労破壊試験を行うために、薄片試験片用の小型疲労試験機の開発を行った。ここでは、この疲労試験法における応力振幅の評価方法を提案した。以下の章の試験はすべてこの疲労試験機を使用した。

第3章では、異なる結晶方位を有するマグネシウム単結晶の疲労破壊挙動を調査し、結晶方位におけるき裂進展方向の違いや応力振幅による疲労破壊機構の違いを明らかにした。さらに、結晶方位ごとの疲労破壊機構についても示した。

第4章では、異なる結晶方位を有するチタン単結晶の疲労破壊挙動を調査し、疲労破壊挙動における強い結晶方位依存性を明らかにした。さらに、結晶方位ごとの疲労破壊機構についても示した。

第5章では、異なる結晶粒径を有するAZ31マグネシウム合金押し出し材の疲労破壊挙動を調査し、結晶粒径の違いによる疲労寿命および疲労限の関係を明らかにした。さらに、疲労破壊機構には、押し出し加工による集合組織と粒径の違いによる双晶の活動性が大きく影響していることを示した。

第6章では、高い強度と延性を併せもち、組織に長周期積層構造相 (long period stacking ordered phase, 以下LPSO相) を有するMg-Zn-Y系合金押し出し材の疲労破壊特性を調査し、LPSO相が疲労強度の上昇に寄与していることを明らかにした。さらに、その疲労破壊機構についても示した。

第7章では、本論文で得られた研究結果を総括した。

参 考 文 献

- 1) The Society of Materials Science, Japan, Committee on Fatigue of Materials: *Syoshinsya Notameno Hirosekkeiho* (Nishimurashintendo, 2006) pp.5.
- 2) S. Suresh: *Fatigue of Materials 2nd Ed.*, Translated by K. Kishimoto : *Zairyo No Hirohakai*, (Baifukan, 2005) pp.14.
- 3) I. P. Jones and W. B. Hutchinson: *Acta Metall.* **29** (1981) 951-968.
- 4) S. Hanada: *TETSU-TO-HAGANE* **76** (1990) 495-502.
- 5) H. Numakura, Y. Minonishi and M. Koiwa: *Scr. Metall.* **20** (1986), 1581-1586.
- 6) J. F. Stohr and J. P. Poirier: *Phil. Mag.* **25** (1972) 1313-1329.
- 7) T. Obara, H. Yoshinaga and S. Morozumi: *Acta Metall.* **21** (1973) 845-853.
- 8) S. Ando, K. Nakamura, K. Takashima and H. Tonda: *J. Japan Inst. Light Metals* **42**(1992) 765-771.
- 9) P. G. Partridge: *Met. Rev.:* **12** (1967) 169-194.
- 10) M. H. Yoo: *Metall. Trans. A:* **12A** (1981) 409-418.
- 11) M. H. Yoo and J. K. Lee: *Philos. Mag. A* **63** (1991) 987-1000.
- 12) N. Menroe, X. Tan and H. Gu: *Scr. Meter.* **36** (1997) 1383-1386.
- 13) X. Tan, H. Gu, C. Laird and N. D. H. Munroe: *Metall. Mater. Trans. A* **29A** (1998) 507-512.
- 14) E. A. Anderson, D. C. Jillson and S. R. Dunbar: *J. Met.* (1953) 1191-1197.
- 15) A. Akhtar: *Metall. Trans. A* **6A** (1975) 1105-1113.
- 16) N. E. Paton and W. A. Backofen: *Metall. Trans.* **1** (1970) 2839-2847.
- 17) R. P. Arthey and W. T. Roberts: *Met. Technol* **3** (1976), 317-321.
- 18) S. Ando, N. Iwamoto, T. Hori and H. Tonda: *J. Japan Inst. Metals* **65**(2001) 187-190.
- 19) S. Ando, K. Saruwatari, T. Hori and H. Tonda: *J. Japan Inst. Metals* **67**(2003) 247-251.

- 20) S. Ando, Y. Ikejiri, N. Iida, M. Tsushida and H. Tonda: J. Japan Inst. Metals **70**(2006) 634-637.
- 21) Y. Mine, S. Ando, K. Takashima, H. Tonda and Y. Higo: J. Japan Inst. Metals **61**(1997) 41-48.
- 22) Y. Mine, S. Ando, H. Tonda, K. Takashima and Y. Higo: J. Japan Inst. Metals **62**(1998) 708-717.
- 23) S. Ando, Y. Mine, H. Tonda and K. Takashima: Ti-2003 Science and Technology, edited by G. Ljering and J. Albrecht, WILEY- VCH, (2004)1933-1940.

第 2 章

薄片曲げ小型疲労試験機の開発

2.1 結 言

金属材料に繰り返し応力が作用することにより生じる疲労破壊は、各種機械構造物における損傷原因の多くを占める。この疲労破壊はき裂先端の繰り返し塑性変形に基づいて、き裂が進展し、最終的な破壊に至る現象である¹⁾。ここで、hcp 金属では金属ごとに活動すべり系が異なり、しかもそれらの活動性は十分に解明されていない²⁾。また結晶方位によっては、双晶変形を起こし易い³⁻⁸⁾。そのため、結晶方位により疲労破壊挙動が異なることが予想される。しかしながら、hcp 金属の疲労破壊機構やその結晶方位依存性などに関する報告は少ない⁹⁻¹⁵⁾。

近年、マグネシウムやチタンは、軽量かつ高比強度材料として開発が進められている。このマグネシウムやチタンは結晶構造が hcp であるため、結晶方位により疲労破壊挙動が大きく異なると考えられる。この疲労破壊挙動の結晶方位依存性を明確にするためには、異なる結晶方位を有する単結晶供試材による疲労試験が必要である。しかし、単結晶を用いて、疲労試験を行う場合、既存の試験法で用いられる大きさの試験片を準備することは困難である。さらに、単結晶は変形し易いため、試験片を作製する際にも、機械加工により損傷が入り易い。そこで本章では、単結晶試験片のように、寸法に制約がある材料や損傷の入り易い材料においても、その疲労破壊挙動の調査が可能な疲労試験機の開発を行った¹⁶⁾。

試験片は、小サイズで単純な形状として、幅 3mm、厚さ 0.3mm、長さ 20~30mm 程度の短冊状の薄片とした。疲労試験方法は、共振式の平面曲げに着目し、アクチュエータとして、スピーカのボイスコイルを利用した。これは、試験片の形状に合わせて共振周波数の設定が可能であり、一般的な回転曲げ試験機や電気油圧式サーボ試験機に比べ、高い周波数での疲労試験が行えるためである。この場合、試験片における応力振幅をより正確に評価することが必要である。

本章においては、開発した疲労試験機の性能評価を実施し、本試験法における応力評価式を提案した。

2.2 薄片曲げ小型疲労試験機

2.2.1 疲労試験片

マグネシウムおよびチタン単結晶の疲労試験片として、幅3mm、厚さ0.3mm、長さ20~30mm程度の短冊状の試験片を用いることにする。その試験に先立ち、応力振幅の評価法を確立する必要がある。そこでまず、市販のマグネシウム合金であるAZ31B押出材を用いて試験方法を検討した。Fig. 2-1に作製した試験片の形状を示す。まず、押出材から3mm×0.3mm×30mmの試験片を切り出し、試験片の下端から24mmの位置に、き裂発生点とするために直径0.5mmの円孔を導入した。そして、表面を1 μ mのダイヤモンド研磨材で鏡面仕上げした。試験片にはステンレス製のホルダーを、ホルダーの下端が円孔中心から1mmの位置になるように接着剤で取り付けた。

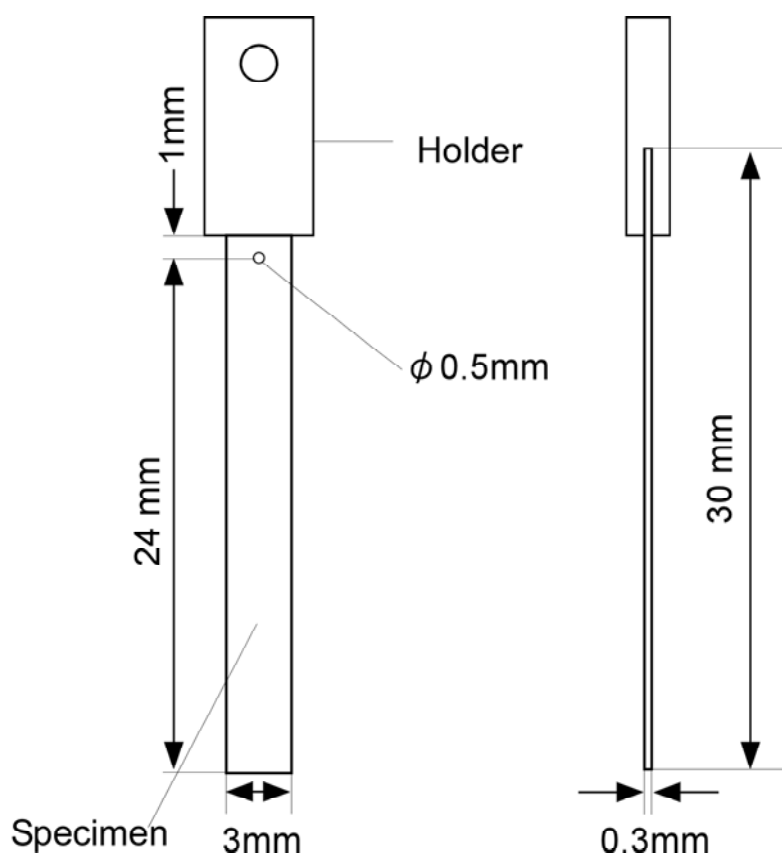


Fig. 2-1 Shape and dimensions of fatigue test specimen.

2.2.2 疲労試験機の構成

Fig. 2-2に疲労試験機の構成を示す。試験片に取り付けたホルダーを、音響用スピーカのボイスコイル部に固定し、下端を自由端とした。信号発生装置とアンプを用いてボイスコイルを振動させ、試験片を1次共振状態になるように周波数を調整した。この共振状態において、試験片に生じる曲げにより、試験片の円孔部分には引張と圧縮の周期的な応力が加えられる。この場合の振動形態を Fig. 2-3 (i) ~ (iv) に示す。図中の Y_h および Y はそれぞれ試験片のホルダー部と自由端の最大振幅である。前述の試験片を用いて1次共振周波数で振動させた場合、例えば Y が2.00 mmのとき、 Y_h は0.02mm程度の値となった。1次共振状態において理論的には、試験片のホルダー部と自由端部の変位に、 $\pi/2$ の位相のずれが生じる。このことは、疲労試験中、試験片の振幅と位相をレーザ変位計とオシロスコープを用いて確認した。したがって、試験片の自由端が最大の振幅になる(ii)および(iv)の場合、試験片ホルダー部の振幅はゼロとなる。そのため Y のみをレーザ変位計で測定することにより、試験片のホルダー根元に生じる応力を評価できることになる。

試験片の1次共振周波数 f は次式で求められる¹⁷⁾。

$$\begin{aligned} f &= \lambda / 2\pi \\ &= (140EI)^{1/2} / \{2\pi (11ML^3)^{1/2}\} \end{aligned} \quad (2-1)$$

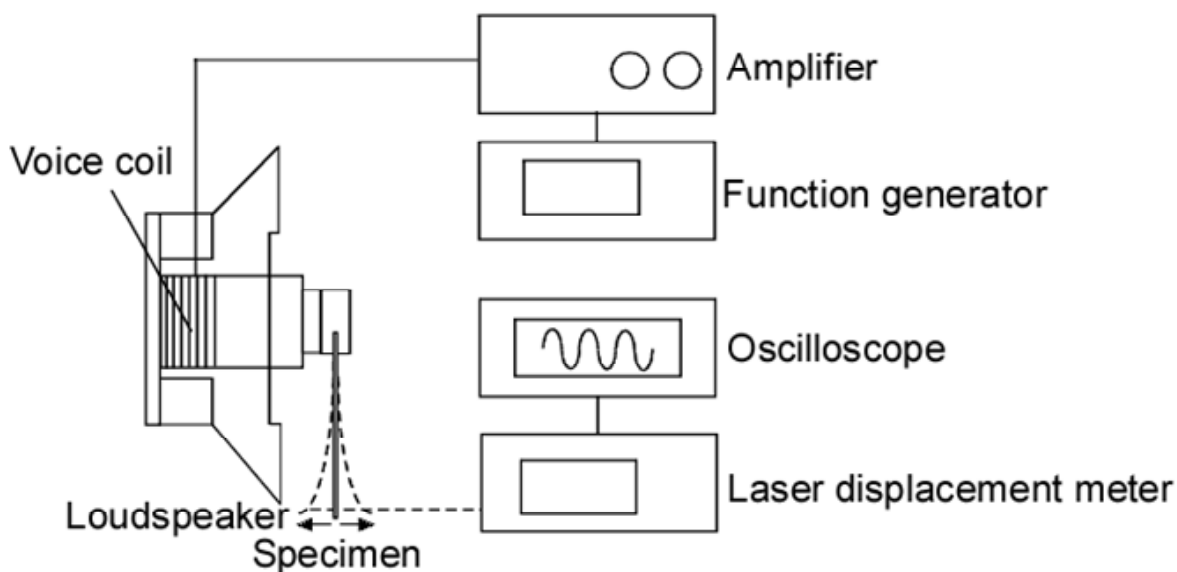


Fig. 2-2 Schematic illustration of the fatigue testing machine for thin sheet specimen.

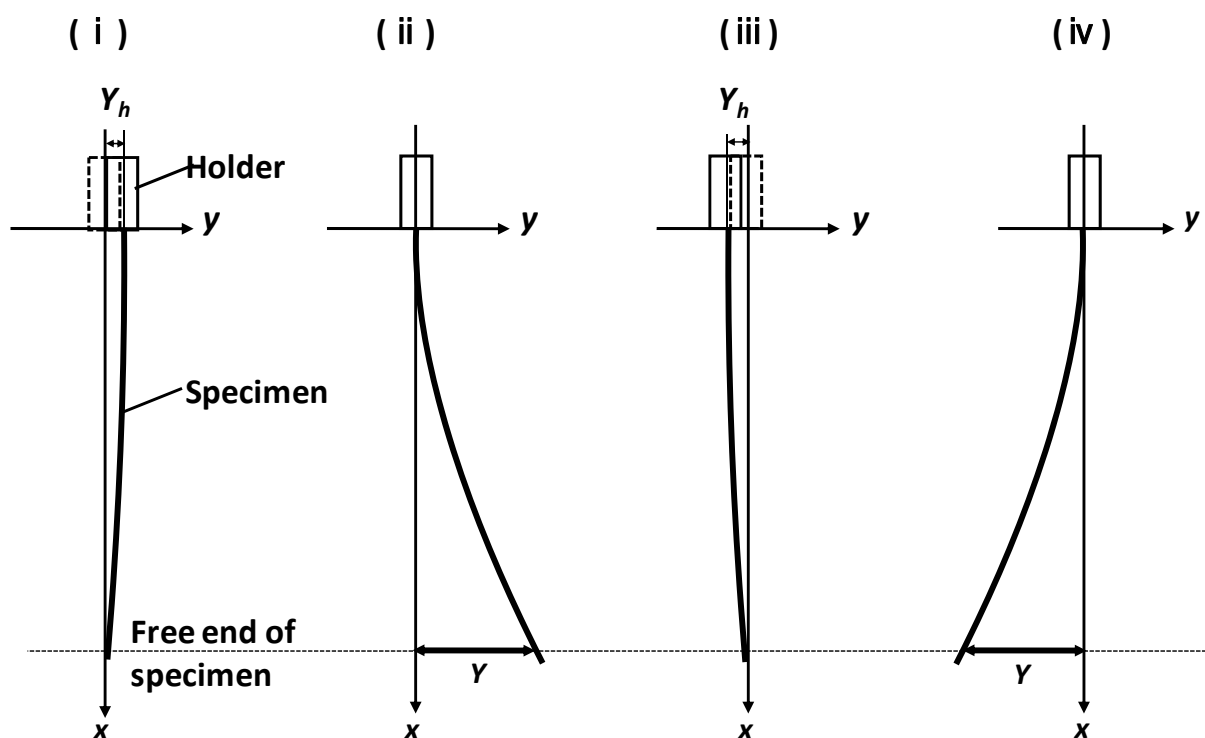


Fig. 2-3 Schematic illustration of 1st. mode resonance of sheet specimen.

ここで、 λ は1次の固有角振動数、 E はヤング率、 I は断面2次モーメント、 L は試験片のホルダーから自由端までの長さ、 M は試験片のホルダーから自由端までの重さである。AZ31合金では、式(2-1)より393Hzとなり、これは実際の試験においてもほぼ同じ値となった。

なお本試験法では、初めに1次共振状態で Y が所定の振幅になるように周波数とアンプの出力を設定するが、き裂が発生、進展していくにつれて共振周波数が少しずつ低くなっていく。そのため、き裂が発生した後は Y を常に一定に保つように周波数と出力を再調整し試験を行った。

2.2.3 応力評価

試験片のホルダー付け根に生じる応力は、片持ち梁の曲げ応力の式により評価する。曲げ応力 σ は、試験片に等分布荷重が負荷されると仮定した場合の式(2-2)で、試験片自由端に集中荷重が負荷されると仮定した場合は、式(2-3)で表わされる¹⁸⁾。

$$\sigma = 4EIY / ZL^2 \quad (2-2)$$

$$\sigma = 3EIY / ZL^2 \quad (2-3)$$

ここで、 Z は断面係数である。

本試験法においてどちらの式を採用すべきかを判断するために、試験片全体の振幅をレーザ変位計により調査した。その結果をFig. 2-4に示す。Fig. 2-4は横軸に試験片のホルダー根元から長軸方向の位置 x を、縦軸にその位置における試験片の振幅 Y_x を示している。図中の◆、▲、■、●はそれぞれ試験片の自由端での振幅 $Y_{x=24}$ を0.5mm, 1.0 mm, 1.5mm, 2.0mmとしたときの Y_x をレーザ変位計により測定した値である。また図中の実線および破線は、 $Y_{x=24}$ を0.5mm, 1.0mm, 1.5mm, 2.0mmとしたときに、それぞれ集中荷重および等分布荷重と仮定して求めた Y_x である。この Y_x は次のようにして求めた。

まず、試験片の自由端に集中荷重 P が作用している場合の Y_x の式は、式(2-4)で表すことができる¹⁸⁾。

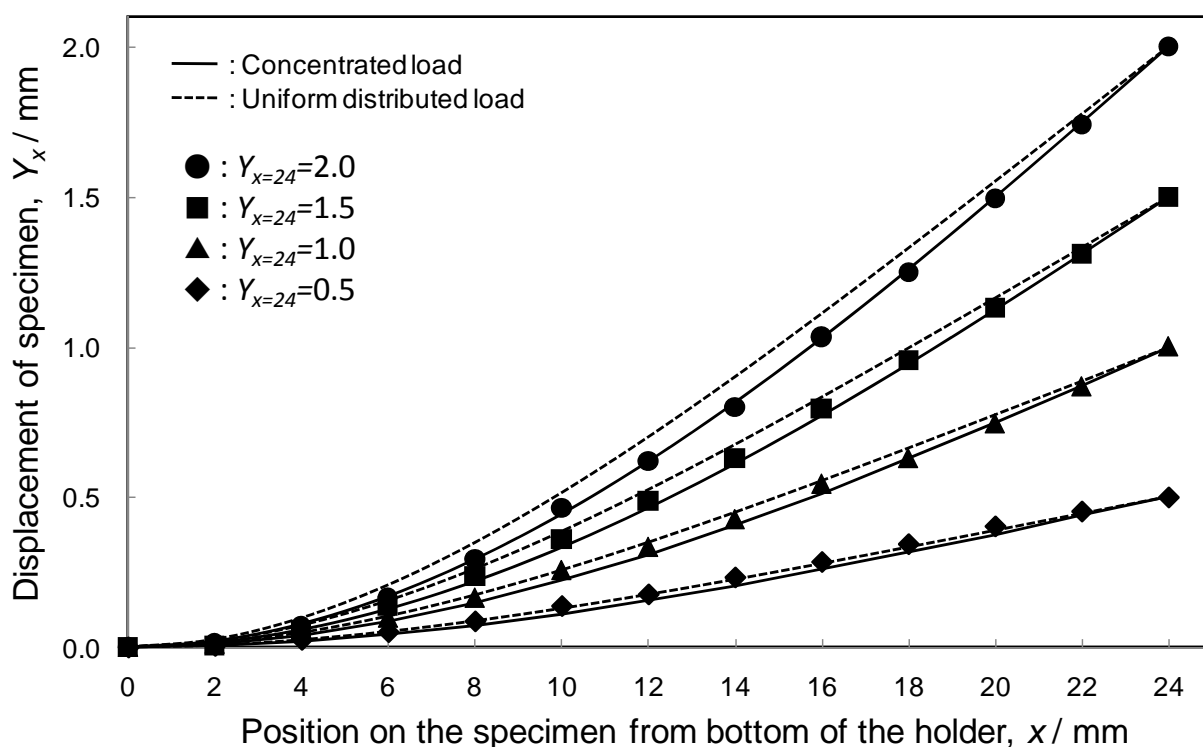


Fig. 2-4 Comparison of deflection curves of specimen between concentrated load and uniform distributed load.

$x=L$ で最大たわみを生じ，その最大値は以下のようなになる．

$$Y_{max}=Y_{x=L}=PL^3 / 3EI \quad (2-5)$$

式(2-5)より P の値を式(2-4)に代入すると以下の式となる．

$$Y_x = Y_{x=L} \{2-3(L-x)/L+(L-x)^3/L^3\} / 2 \quad (2-6)$$

この式(2-6)により集中荷重のたわみ曲線を求めた．一方，試験片に等分布荷重 q が作用している場合， Y_x は式(2-7)で表すことができる．

$$Y_x=qL^4\{3-4(L-x)/L+(L-x)^4/L^4\} / (24EI) \quad (2-7)$$

集中荷重と同様にして求めると等分布荷重のたわみ曲線の式は以下となる．

$$Y_x = Y_{x=L} \{3-4(L-x)/L+(L-x)^4/L^4\} / 3 \quad (2-8)$$

Fig. 2-4においてレーザ変位計により測定した値は， $Y_{x=24}$ が0.5mmではどちらもほぼ一致しているが， $Y_{x=24}$ が1.0mm以上では集中荷重と仮定した曲線とよく一致している．論文の第3章以降に示す試験において，自由端の振幅 Y が0.6mm以上で疲労試験を行っているため，集中荷重の式 (2-3) より σ を評価することにした．ここで，本論文の第4章に示す E の高い純チタン単結晶や第6章に示すMg - Zn - Y系の合金においては，より高い Y を与える場合に，試験片の自由端先端に0.14gのおもりを取り付けて試験を行った．そこで，試験片におもりを付けた場合の試験片の Y_x を，同様に測定し， $Y_{x=24}$ の測定値で集中荷重と等分布荷重をフィッティングさせた結果を，Fig. 2-5に示す．この結果からおもりを付けた場合も，測定値は全域で集中荷重のたわみ曲線に近いことがわかる．そこで本論文におけるすべての試験において，集中荷重の式を基に， σ を評価することにした．

集中荷重の式 (2-3) の σ は，ホルダー付け根の応力である．しかし，き裂はホルダー付け根から約1mmの位置にある円孔ふちより発生する．さらに，レーザ変位計の測定位置は，実

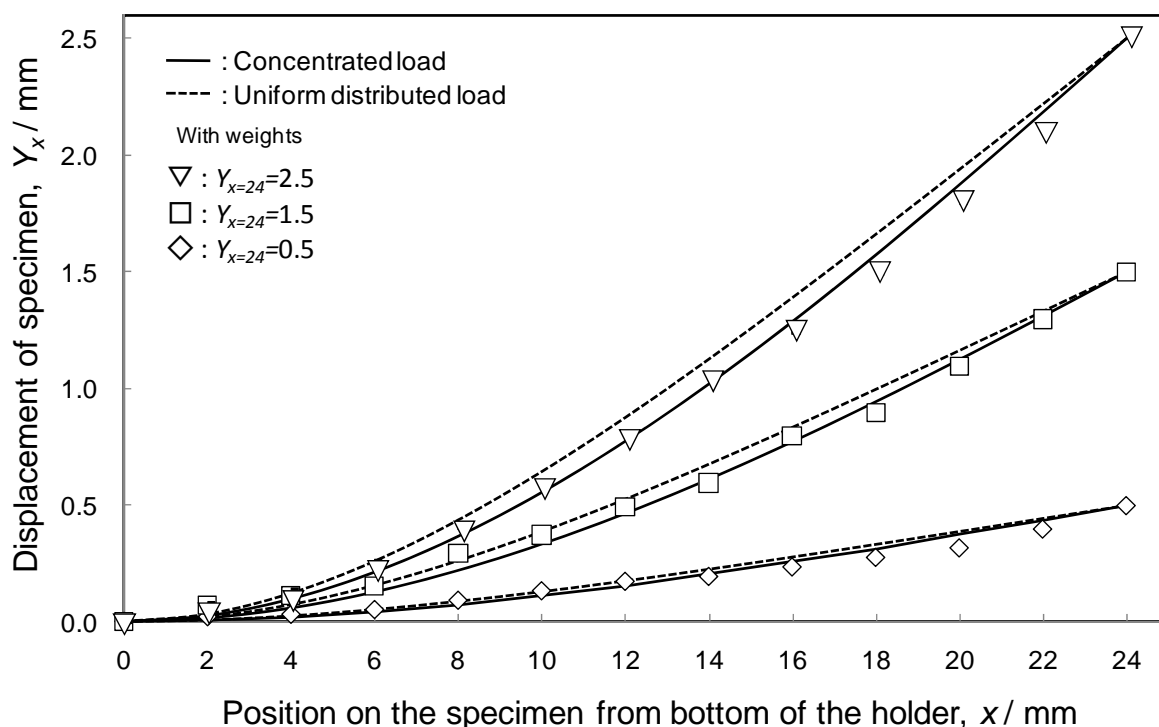


Fig. 2-5 Comparison of deflection curves of specimen with weights between concentrated load and uniform distributed load.

際には試験片の自由端より少し内側である。そこで円孔位置に生じる応力 σ_h は、次のようにして評価した。Fig. 2-6に示すように、 L を試験片ホルダーから試験片下端までの長さ、 L' を試験片の自由端から円孔中心位置までの長さ、 L'' をホルダーからレーザ変位計による測定位置までの長さ、 h を試験片の厚みとする。試験片下端に荷重 P が負荷されていると仮定すると、試験片の自由端から x 離れた位置における試験片の振幅 Y は次式で表される¹⁸⁾。

$$Y = P \{2L^3 - 3L^2x + x^3\} / (6EI) \tag{2-9}$$

レーザ変位計における測定位置では $x=L-L''$ となり

$$Y = P \{2L^3 - 3L^2(L-L'') + (L-L'')^3\} / (6EI) \tag{2-10}$$

円孔位置での曲げモーメント M_h は次式で表すことができる。

$$M_h = P L' \tag{2-11}$$

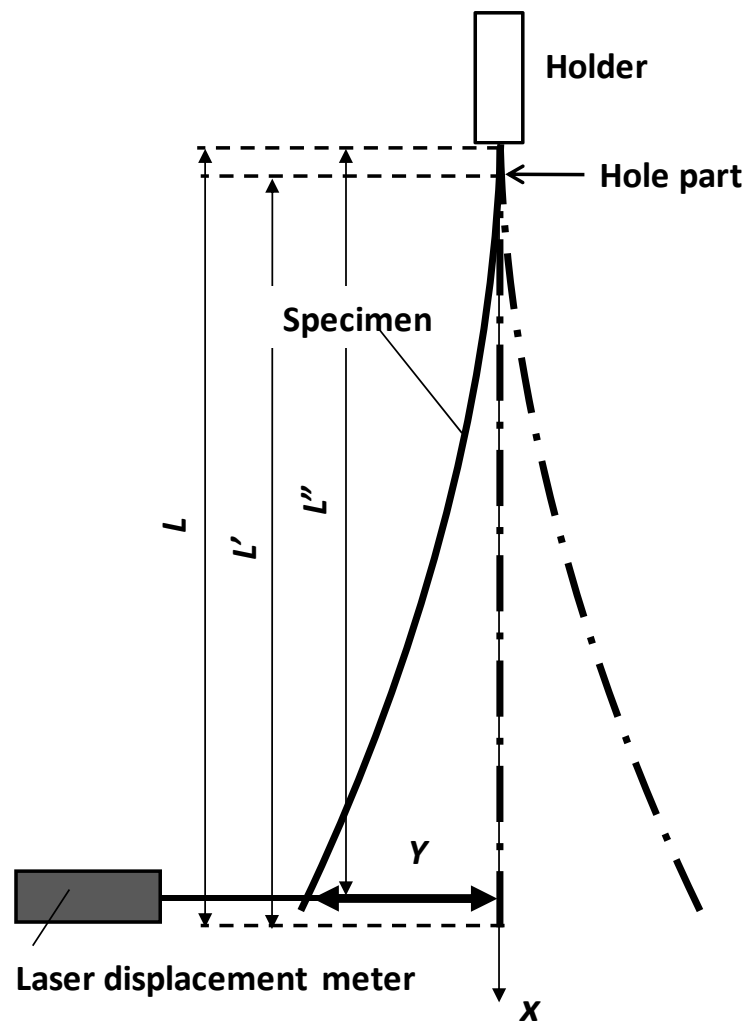


Fig. 2-6 Positions of the hole and the measurement point of the displacement in the fatigue specimen.

$$\begin{aligned} \sigma_h &= M_h (h/2) / I \\ &= 3EYhL' / \{2L^3 - 3L^2(L-L'') + (L-L'')^3\} \end{aligned} \quad (2-12)$$

式 (2-12) による応力評価の正当性を確認するために、円孔のない試験片にゲージ長さ2mmのひずみゲージを円孔位置にゲージの中心が来るように取り付け、曲げひずみを測定し、応力を評価した。Fig. 2-7に、Yとひずみゲージにより求めた応力 σ_h のプロットおよび式 (2-12) による計算値(実線)の比較を示す。ここで用いた試験片における $L=25.01\text{mm}$, $L'=23.21\text{mm}$, $L''=24.00\text{mm}$, $h=0.332\text{mm}$ である。この結果より、ひずみゲージから求めたプロットは、おもりの有無に関係なく式 (2-12) において算出した計算値(実線)とよく一致していることが

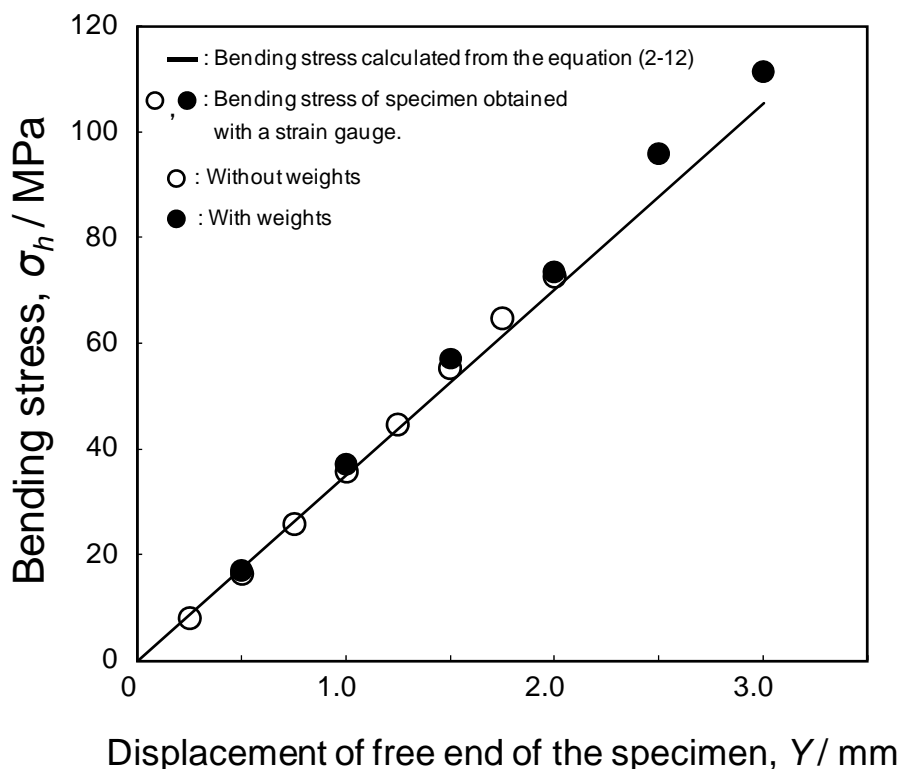


Fig. 2-7 Comparison between the bending stresses calculated from the equation (2-12) and obtained with a strain gauge.

分かる。このことから、式 (2-12) による応力評価の正当性が確認できた。

次に、円孔による応力集中の程度を、有限要素解析ソフトANSYSを用いて評価した。その結果をFig. 2-8に示す。試験片の円孔中心を原点にとり、幅方向と長軸方向を、それぞれ x および y 方向とし、 y 方向の応力を求めた。Fig. 2-8のグラフは、 σ_y に対する試験片幅方向のふちの応力 $\sigma_y(x=1.5)$ の比と、円孔中心からの距離を示している。その結果、円孔ふちの応力は、 $\sigma_y(x=1.5)$ の1.85倍の値となった。 $\sigma_y(x=1.5)$ の応力を円孔が無い場合の応力 σ_h と等しいとして、最終的に円孔部に生じる応力振幅 σ_a を次の式で評価することにした。

$$\sigma_a = \sigma_h \times 1.85 \quad (2-13)$$

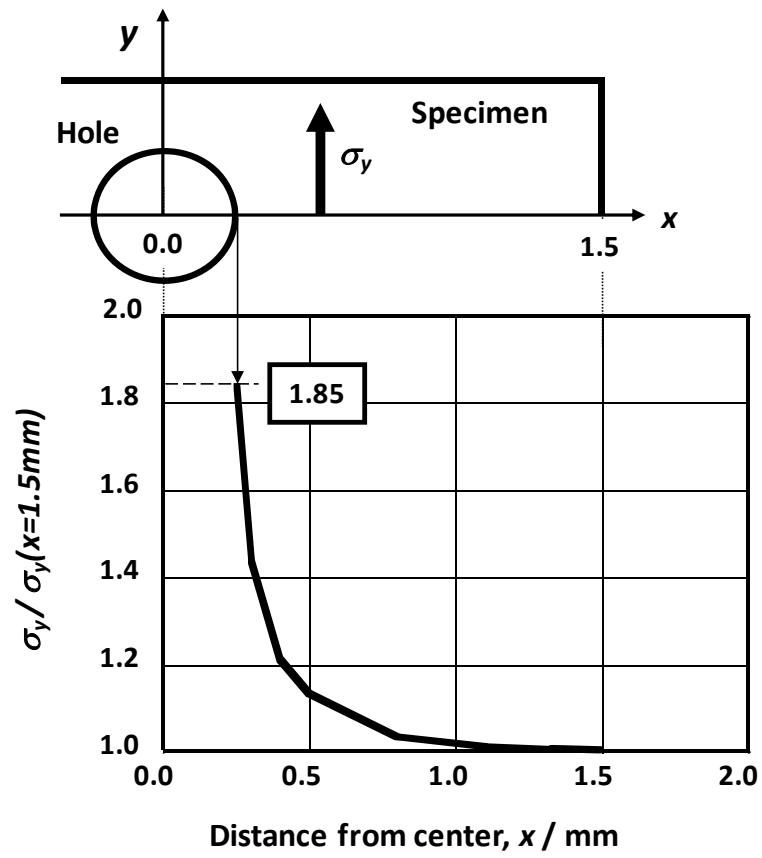


Fig. 2-8 Stress concentration at a hole of specimen calculated by finite element method.

2.3 小 括

寸法に制約がある材料や損傷の入り易い材料においても、その疲労破壊挙動の調査が可能な薄片曲げ小型疲労試験機の開発を行った。そして、以下の評価を実施した。

- (1) レーザ変位計により、振動時の試験片のたわみを調査した結果、試験片のたわみ曲線は、試験片先端に集中荷重が負荷される場合のたわみ曲線と一致した。
- (2) ひずみゲージにより求めた応力と本章で提案した式から算出した応力は、同程度の値を示した。
- (3) 応力集中の影響を有限要素解析ソフトANSYSを用いて評価した結果、円孔における応力集中係数は1.85であった。
- (4) 上記の結果より、以下の式を用いて応力振幅を評価することにした。

$$\sigma_a = 1.85 \times [3EYhL' / \{2L^3 - 3L^2(L-L'') + (L-L'')^3\}] \quad (2-14)$$

参 考 文 献

- 1) C. Laird and G. C. Smith: *Philos. Mag.* **7** (1962) 847-857.
- 2) P. G. Partridge: *Metall. Rev.*, **12** (1967) 169-194.
- 3) M. H. Yoo and J. K. Lee: *Philos. Mag. A*, **63** (1991) 987-1000.
- 4) M. H. Yoo: *Metall. Trans. A* **12A** (1981) 409-418.
- 5) H. Gu: *Scr. Mater.* **36** (1997) 1383-1386.
- 6) S. Ishiyama, S. Hanada and O. Izumi: *J. Japan Inst. Metals* **54** (1990) 976-984.
- 7) H. Asada and H. Yoshinaga: *J. Japan Inst. Metals* **23** (1958) 67-71.
- 8) S. Yoshida and N. Nagata: *J. Japan Inst. Metals* **31** (1967) 444-449.
- 9) A. W. Bowen: *Acta Metall.* **23** (1975) 1401-1409.
- 10) C. M. Ward-close and C. J. Beevers: *Metall. Trans. A* **11A** (1980) 1007-1017.
- 11) Y. Mine, S. Ando, K. Takashima, H. Tonda and Y. Higo: *J. Japan Inst. Metals* **61** (1997) 41-48.
- 12) Y. Mine, S. Ando, H. Tonda, K. Takashima and Y. Higo: *J. Japan Inst. Metals* **62** (1998) 708-717.
- 13) S. Ando, N. Iwamoto, T. Hori and H. Tonda: *J. Japan Inst. Metals* **65** (2001) 187-190.
- 14) S. Ando, K. Saruwatari, T. Hori and H. Tonda: *J. Japan Inst. Metals* **67**(2003) 247-251.
- 15) S. Ando, Y. Ikejiri, N. Iida, M. Tsushida and H. Tonda: **70** (2006) 634-637.
- 16) M. Tsushida, R. Ikeda, H. Kitahara and S. Ando: *J. Soc. Mat. Sci., Japan* **58** (2009) 703-708.
- 17) Z. Iwai, M. Hino and I. Mizumoto: *Shindokogaku No Kogi To Ensyu*, (Nisshin syuppan, 2000) pp.139-140.
- 18) J. Oda and J. Sakamoto: *Kozo · Zairyo No Rikigaku*, (Baifukan, 2002) pp.69-93.

第 3 章

純マグネシウム単結晶における 疲労破壊挙動の結晶方位依存性

3.1 結 言

近年、マグネシウムは、軽量かつ高比強度材料として開発が進められている。このマグネシウムは結晶構造が hcp であるため切欠き方位や荷重軸方位により疲労破壊挙動が大きく異なると考えられる。

マグネシウムにおいて、圧延材や押し出し材などの展進材は強い集合組織を持つ¹⁻⁹⁾。すなわち、マグネシウムの底面は圧延方向や押し出し方向に平行に配向する。この展進材を用いて、集合組織に対し荷重軸方向を変えて疲労破壊挙動を調査した報告がある¹⁰⁻¹²⁾。

Ishihara ら¹⁰⁾は、AZ31 押し出し材において、荷重軸方向が押し出し方向に平行な EP 試験片と押し出し方向に垂直な EV 試験片の2種類の試験片を用いて、回転曲げ疲労試験を行っている。その結果、EP 試験片の疲労寿命は EV 試験片より長く、荷重繰り返し数が $10^5 - 10^7$ での疲労強度も EP 試験片が EV 試験片より高いことが報告されている。

Lv ら¹¹⁾は、AZ31 圧延材において、荷重軸が圧延方向 RD とその圧延方向に垂直な方向 TD の試験片を用いて、ひずみ比 $S=-1$ の疲労試験を行っている。その結果、荷重軸が TD の試験片の疲労寿命は、RD の試験片よりも長いことが報告されている。

Sajuri ら¹²⁾は、AZ61 の押し出し材において、荷重軸が押し出し方向に平行、垂直および 45° 傾いた3種類の試験片を用いて、疲労試験を行っている。その結果、押し出し方向に平行、垂直および 45° 傾いた試験片の疲労限は、それぞれ 85, 63 および 67MPa であり、疲労強度に違いがあることが報告されている。

以上のように、底面集合組織を持つマグネシウム合金の展進材において、疲労強度や疲労寿命が荷重軸に依存することが報告されている。これらは、マグネシウムの疲労破壊挙動に強い結晶方位依存性があることを示している。しかし、それらのマグネシウム合金の疲労破壊挙動における荷重方位の影響やその疲労破壊機構については、ほとんど述べられていない。

この疲労破壊挙動における結晶方位の影響を明確にするためには、単結晶を用いた疲労試験が有効である。マグネシウム単結晶を用いた研究として、Ando らにより、マグネシウム単結晶 CT 試験片を用いた疲労き裂進展機構が報告されている¹³⁻¹⁵⁾。その報告では、結晶方位によって以下のように、疲労き裂進展挙動が大きく異なることが確認されている。切欠面および方向がそれぞれ $(\bar{1}210)[10\bar{1}0]$ と $(1\bar{1}00)[11\bar{2}0]$ の場合、き裂は、いずれも $(\bar{1}210)$ に沿って $[10\bar{1}0]$ に進展する。切欠面および方向がそれぞれ $(0001)[10\bar{1}0]$ と $(0001)[2\bar{1}10]$ の場合、き裂は、切欠き

に対し 90° 偏向して進展する。切欠面および方向が $(0001)[10\bar{1}0]$ と $(0001)[11\bar{2}0]$ の場合、き裂は、 (0001) に平行に $\{10\bar{1}2\}$ 双晶を伴って進展する。これらの疲労き裂進展速度 da/dN は結晶方位毎に大きく異なる。

このように単結晶のき裂進展試験において、結晶方位による疲労き裂進展挙動の違いが報告されているが、これまでの報告は、き裂進展のみであり、疲労強度、疲労寿命については調査されていない。そこで本章では、マグネシウムにおける疲労破壊挙動の結晶方位依存性を明らかにするために、き裂の発生、疲労寿命および疲労強度の調査を行った。

3.2 実験方法

3.2.1 マグネシウム単結晶疲労試験片

Fig. 3-1に、作製したマグネシウム単結晶疲労試験片の形状を示す。市販の99.9%のマグネシウムインゴットからブリッジマン法により母結晶を作製した。この母結晶から寸法 $20\text{mm} \times 3\text{mm} \times 0.3\text{mm}$ の試験片を硝酸を用いて切り出し、エタノール、硝酸、過酸化水素水の組成がそれぞれ $20:7:3$ の化学研磨液を用いて、化学研磨盤により試験片板面を鏡面仕上げした。試験片には、Fig.2-6の $L=16\text{mm}$ となるように、ステンレス製のホルダーを接着剤で取り付けた。また $L'=15\text{mm}$ の位置に、き裂発生点とするための直径 0.5mm の円孔を導入し、試験片のホルダーからレーザ変位計までの測定位置は $L''=15\text{mm}$ とした。

今回、Fig. 3-2に示すAとCの2種類の結晶方位の異なる試験片を準備した。それぞれの試験片板面および荷重軸方向（長軸方向）は、 $(0001)[11\bar{2}0]$ と $(11\bar{2}0)[1\bar{1}00]$ である。ここで単結晶のヤング率 E は、結晶方位により異なる値となる。hcp金属では、 E は次式¹⁶⁾により求められる。

$$1/E = s_{11}(1-l_3^2)^2 + s_{33}l_3^4 + (2s_{13} + s_{44})l_3^2(1-l_3^2) \quad (3-1)$$

ここで、 l_3 は底面に垂直な方向の方向余弦であり、 s_{11} 、 s_{33} 、 s_{13} 、 s_{44} は剛性率である。マグネシウムの場合¹⁶⁾、それぞれ、 $s_{11} = 2.20 \times 10^{-11} \text{Pa}^{-1}$ 、 $s_{33} = 1.97 \times 10^{-11} \text{Pa}^{-1}$ 、 $s_{13} = -0.50 \times 10^{-11} \text{Pa}^{-1}$ 、 $s_{44} = 6.10 \times 10^{-11} \text{Pa}^{-1}$ となる。式 (3-1) により算出したAおよびC試験片の荷重軸方向の E は、 $E_{\langle 11\bar{2}0 \rangle} = E_{\langle 1\bar{1}00 \rangle} = 45 \text{GPa}$ となる。今回用いた試験片の荷重軸方向は、いずれも底面に平

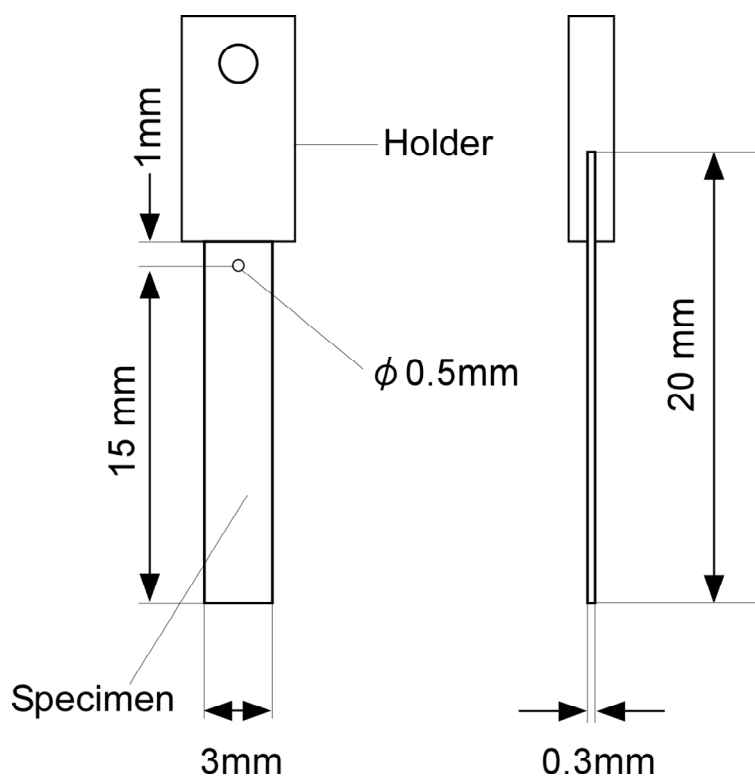


Fig. 3-1 Shape and dimensions of fatigue test specimen of magnesium single crystal.

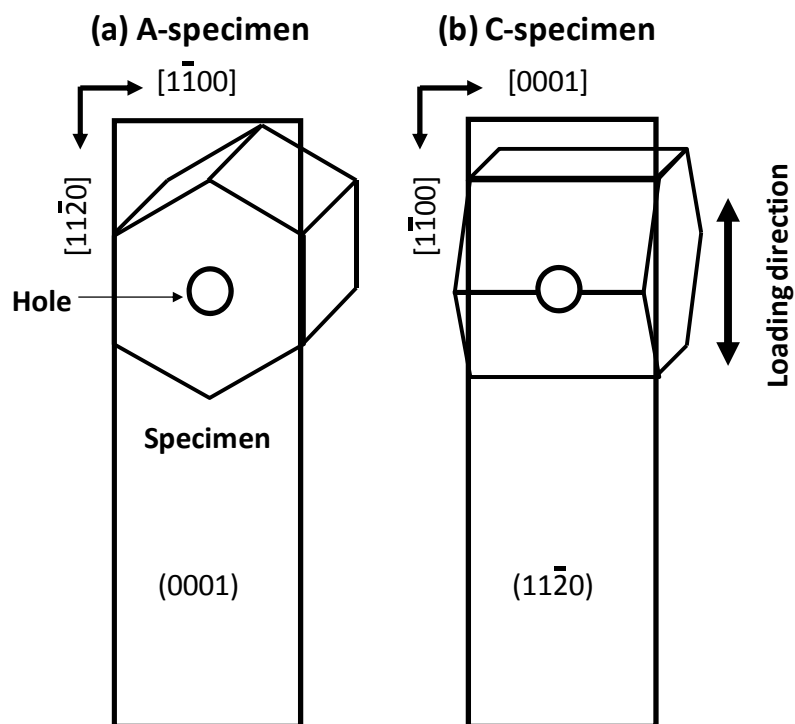


Fig. 3-2 Orientations of A- and C-specimen.

行であるため同じ値となった。本単結晶試験片において、1次共振周波数は式(2-1)より981Hzとなり。これは実際の試験においてもほぼ同じ値であった。

3.2.2 疲労試験

Fig.3-1の試験片をスピーカのボイスコイル部に固定し、1次共振振動させることにより、第2章のFig.2-6に示すように、試験片の円孔部に曲げ応力を発生させ、平面曲げ疲労試験を行った。応力振幅 σ_a は式(2-13)により求めた。疲労試験は、応力比-1、室温大気中で行った。疲労試験後は破面をSEMにより観察した。

3.3 実験結果

Fig.3-3に、各試験片におけるS-Nプロット（応力振幅 σ_a と破断までの繰り返し数 N_f との関係）を示す。図中の矢印を付記したプロットは、その繰り返し数において未破断であることを示している。破断した試験片では、き裂は、いずれの試験片においても円孔淵から発生した。き裂が、約1mm程度まで成長した後、最終的に破壊した。10⁸サイクルで破断しなかった試験片では、き裂は発生していなかった。この結果より、AとC試験片の疲労限は、いずれも約45MPaと見積もることができる。この応力は、マグネシウム単結晶の[11 $\bar{2}$ 0]引張試験（ひずみ速度(0.8-1.0)×10⁻³/s)における降伏応力¹⁷⁾の約50%であった。これに対し、 σ_a が55MPa程度では、AとC試験片の疲労寿命は、それぞれ1.9×10⁶サイクルと2.9×10⁷サイクルであった。C試験片の疲労寿命は、A試験片と比較すると2.71×10⁷サイクル長いことが分かる。このように疲労寿命には、強い結晶方位の依存性が確認された。プロットは少ないが、 σ_a が80MPa前後では、傾斜部の傾きが異なるように見える。

Fig.3-4に、A試験片のき裂プロファイルを示す。Fig.3-4(a)のように、 $\sigma_a=99$ MPaでは、き裂は[11 $\bar{0}$ 0]に進展した。これに対し、Fig.3-4(b)のように $\sigma_a=52$ MPaでは、き裂は[11 $\bar{0}$ 0]から30°偏向した[12 $\bar{1}$ 0]に進展した。このことから、 σ_a によりき裂進展機構が変化していると考えられる。ここで、A試験片には σ_a によらず、多数の双晶が発生していた。これらの双晶は、試験片板面の双晶トレースの解析により{10 $\bar{1}$ 2}双晶であると考えられる。この{10 $\bar{1}$ 2}双晶は、マグネシウムにおいて(0001)底面に平行な圧縮により、低い応力で起こることがよく

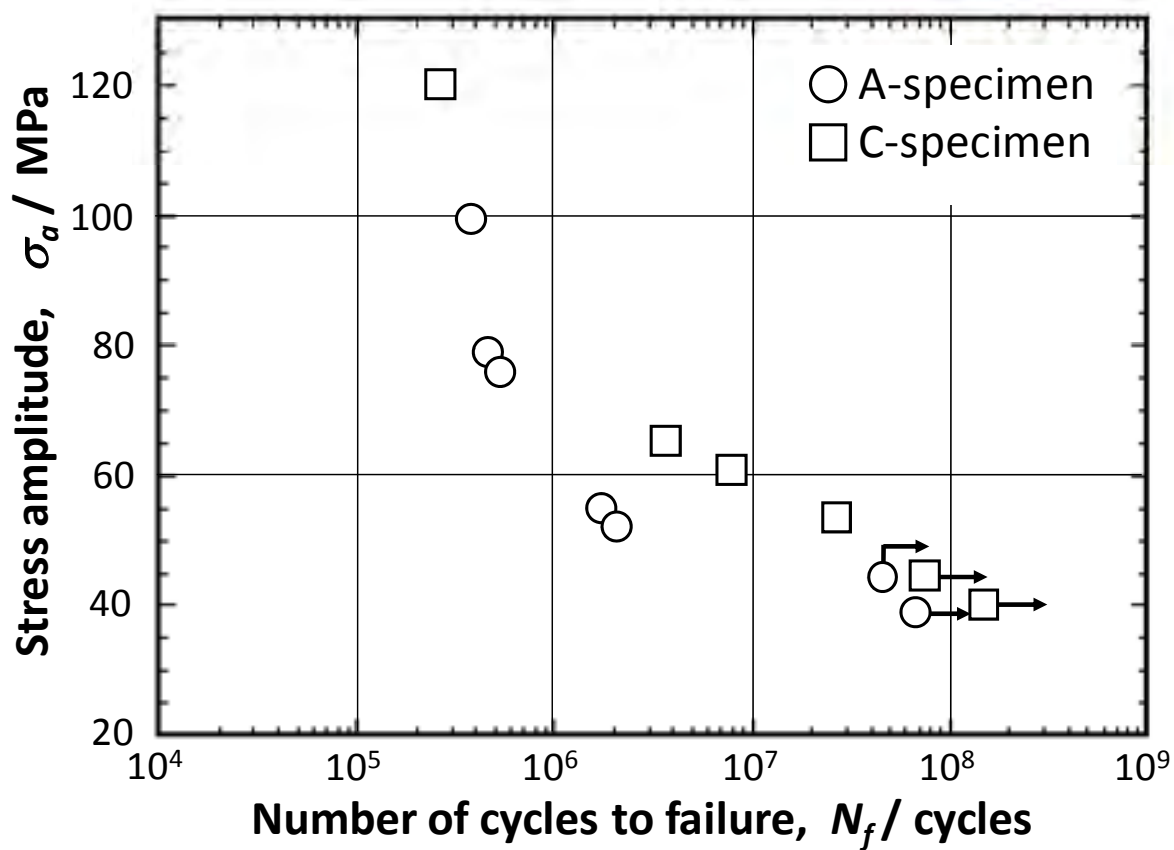


Fig. 3-3 S-N plots of A- and C-specimen.

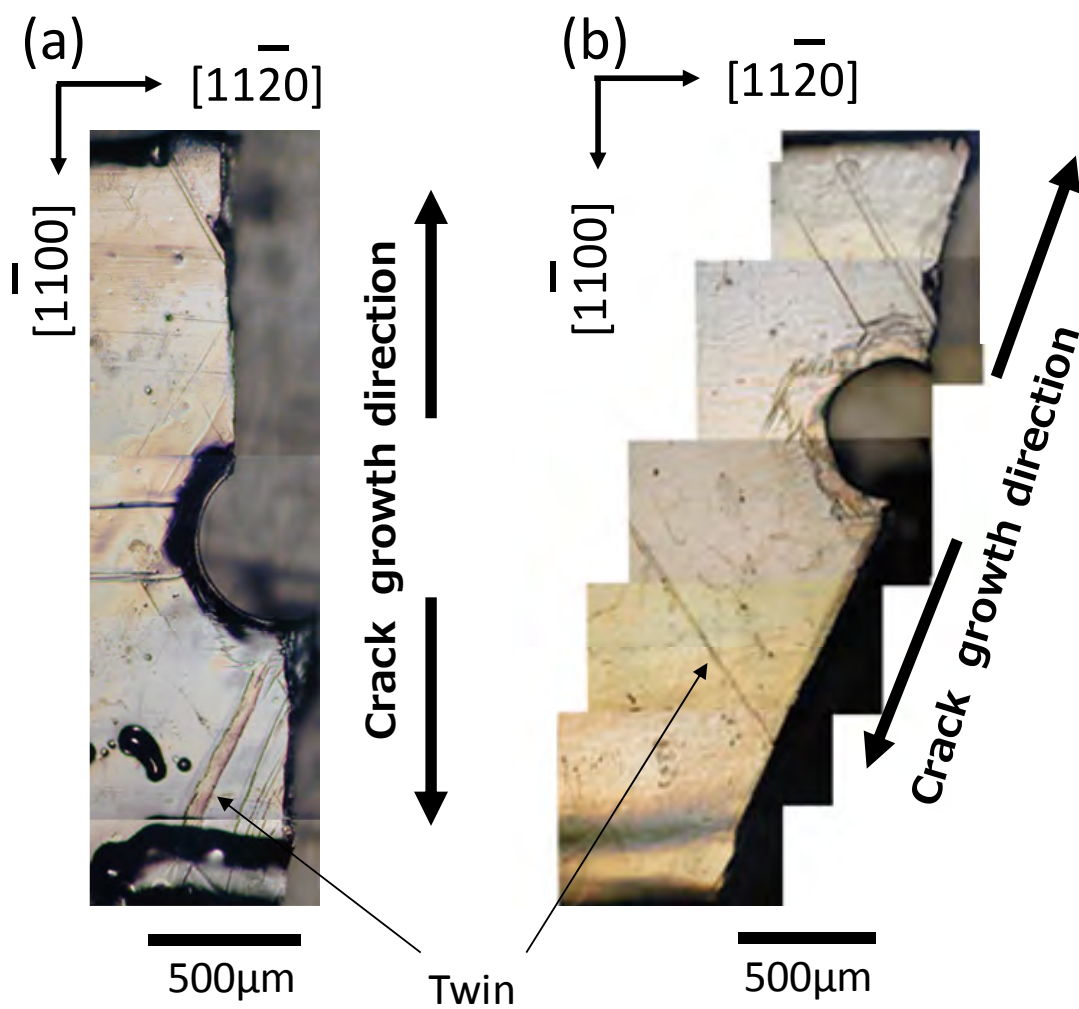


Fig. 3-4 Fatigue crack profiles of A-specimen at (a) $\sigma_a=99\text{MPa}$ and (b) $\sigma_a=52\text{MPa}$.

知られている²⁾。したがって、 $\{10\bar{1}2\}$ 双晶は、曲げによる圧縮応力により生じたと考えられる。次に Fig.3-5 に、A 試験片の代表的な破面を示す。Fig.3-5 (a) は、 $\sigma_a=99$ MPa で、試験片板面から約 $20\mu\text{m}$ の位置における破面である。同様の破面は、板面からおよそ $40\mu\text{m}$ の領域まで観察された。このようにき裂が $[\bar{1}100]$ へ進展した場合、破面にはき裂進展方向に平行な粗いすじ模様が観察された。Fig.3-5 (b) は、 $\sigma_a=52$ MPa で、試験片板面から約 $70\mu\text{m}$ の位置での破面であるが、同様の破面はほぼ全域で観察された。き裂が $[\bar{1}210]$ に進展した場合の破面は、比較的平滑であり、一部でき裂進展方向に垂直な規則的なすじ模様が観察された。

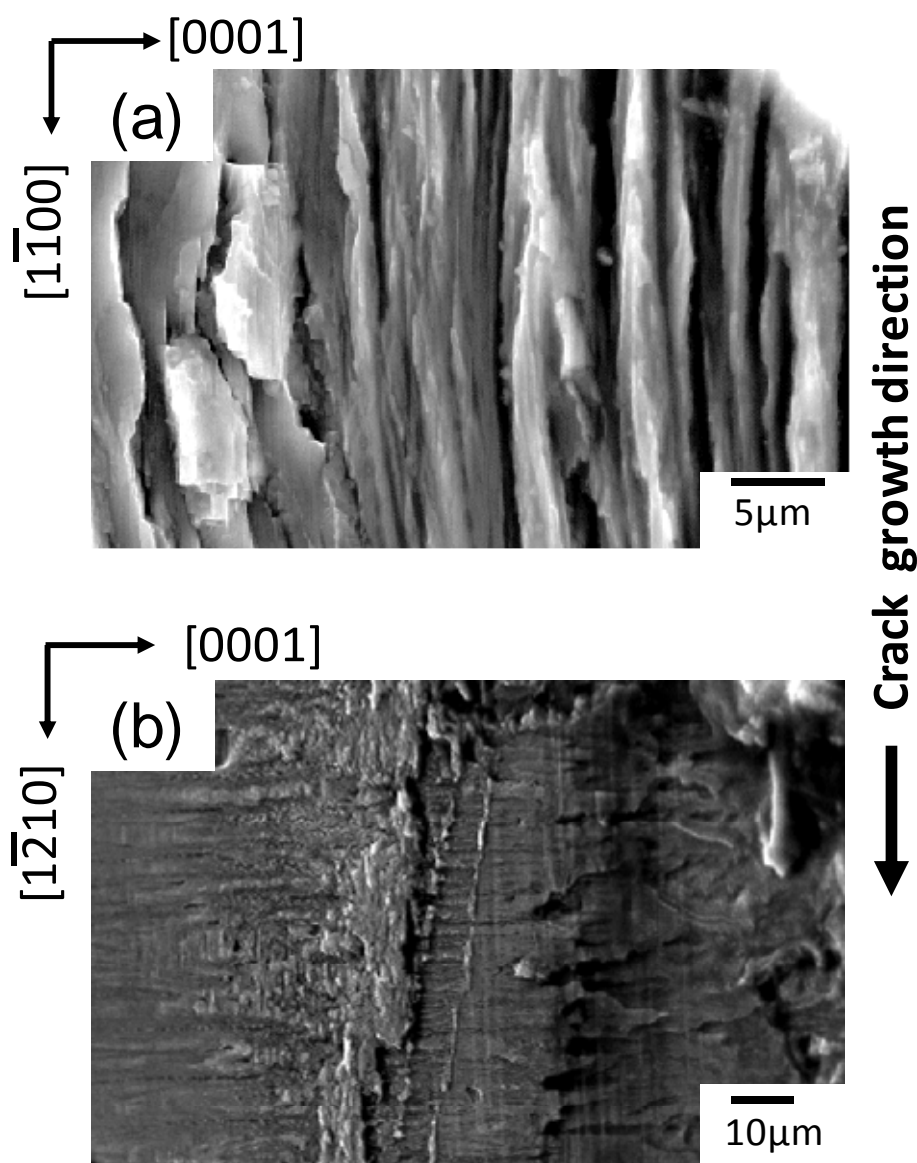


Fig. 3-5 The typical fatigue surface in A-specimen at (a) $\sigma_a=99$ MPa and (b) $\sigma_a=52$ MPa.

Fig.3-6 に、C 試験片における $\sigma_a=119\text{MPa}$ と $\sigma_a=53\text{MPa}$ のき裂プロフィールを示す。C 試験片において、 σ_a に関係なく、試験片板面には多数の $\{10\bar{1}2\}$ 双晶が観察された。Fig. 3-7 に、Fig.3-6 (b) を拡大したものを示す。図中の A で示すように、き裂は、双晶と交わる場所では、一部その双晶トレースに沿って進展したが、大部分は図中の B で示すように、双晶とは関係なく進展した。き裂近傍には、荷重軸方向の $[1\bar{1}00]$ に平行なすべり線が多数観察された。これはマグネシウムの主すべり系である底面すべりによるものである。Fig.3-6 に示すように、このようなき裂プロフィールは、 σ_a に関わらず観察された。

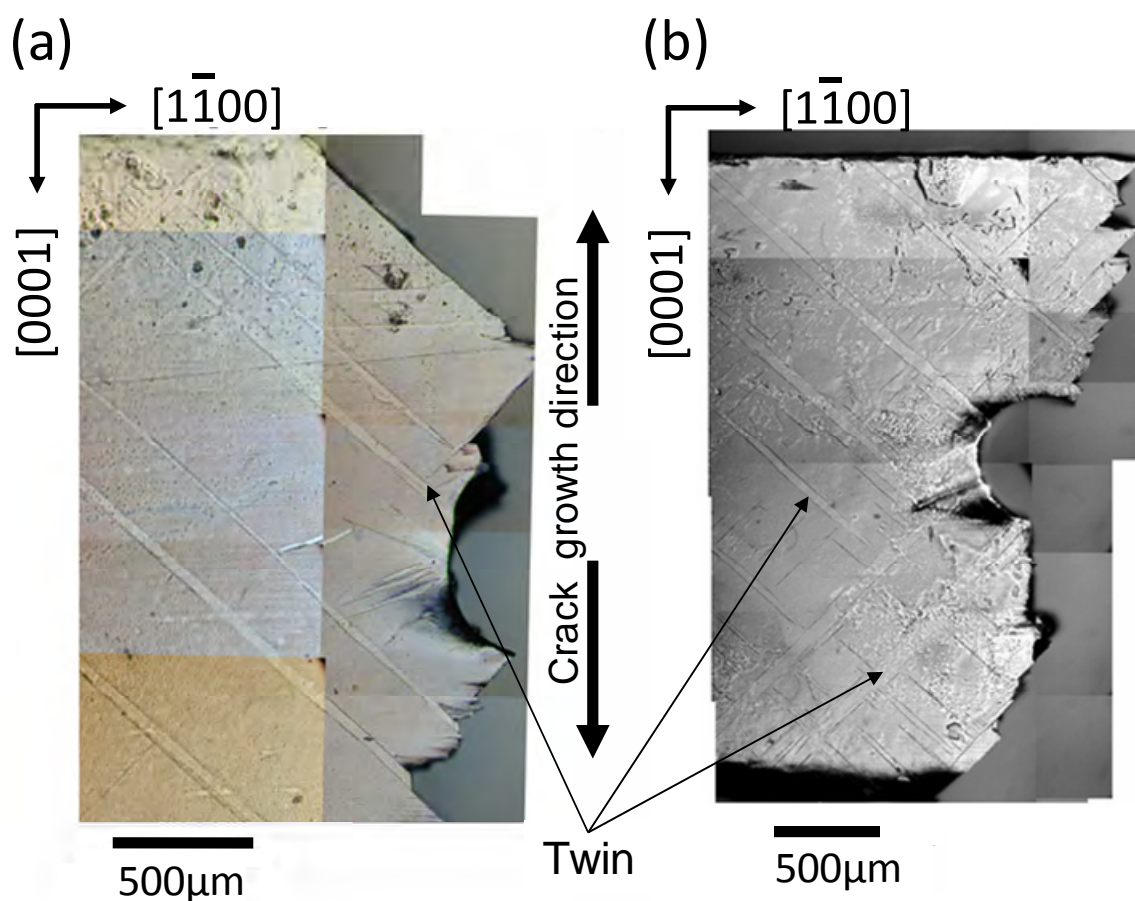


Fig. 3-6 Fatigue crack profiles of C-specimen at (a) $\sigma_a=119\text{MPa}$ and (b) $\sigma_a=53\text{MPa}$.

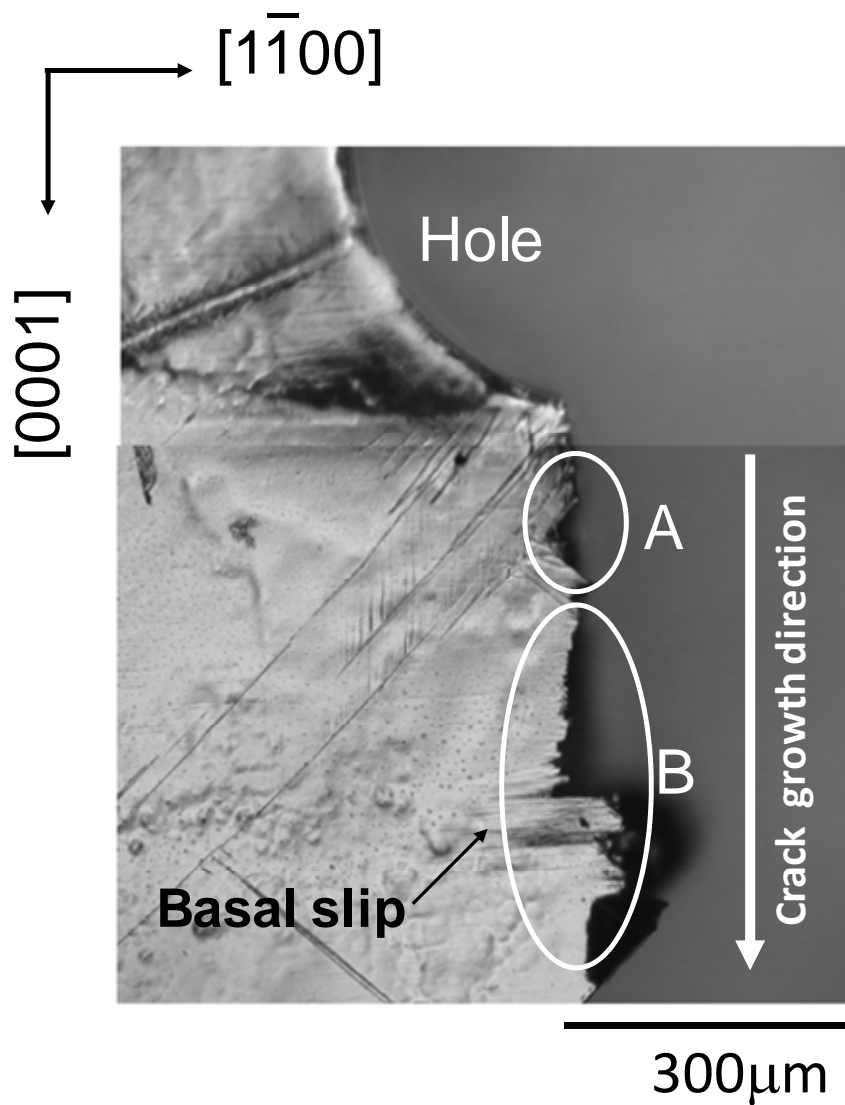


Fig. 3-7 Fatigue crack profiles of C-specimen at 53MPa.

結晶方位により疲労寿命が異なった原因を調べるために、き裂発生から破断までの繰り返し数を比較した。Fig. 3-8 に、その結果を示す。本試験では、疲労試験中にき裂が発生すると、試験片の共振周波数が変化する。その際、約300 μm のき裂が生じていることを光学顕微鏡によって確認した。このときの繰り返し数をき裂発生寿命 N_i とし、Fig. 3-8に、AとC試験片の N_i をそれぞれ●と■で、破断時の繰り返し数 N_f を○と□でプロットした。 N_f に差がある $\sigma_a = 55\text{MPa}$ 程度では、AとC試験片の N_i は、それぞれ 1.1×10^6 サイクルと 4.8×10^6 サイクルである。また前述のようにAとC試験片の N_f は、それぞれ 1.9×10^6 サイクルと 2.9×10^7 サイクルであった。このことから、 N_i から N_f までのサイクル数は、それぞれ 0.8×10^6 サイクルと 2.4×10^7 サイクルであり、 2.3×10^7 サイクル程度C試験片がA試験片よりも長い。したがって、C試験片のき裂進展はA試験片よりも遅いことが分かる。以上のことより、C試験片はA試験片に対し、き裂の発生寿命が長く、それに加えてき裂進展が遅いことから、低応力振幅では疲労寿命が大きく異なると考えられる。

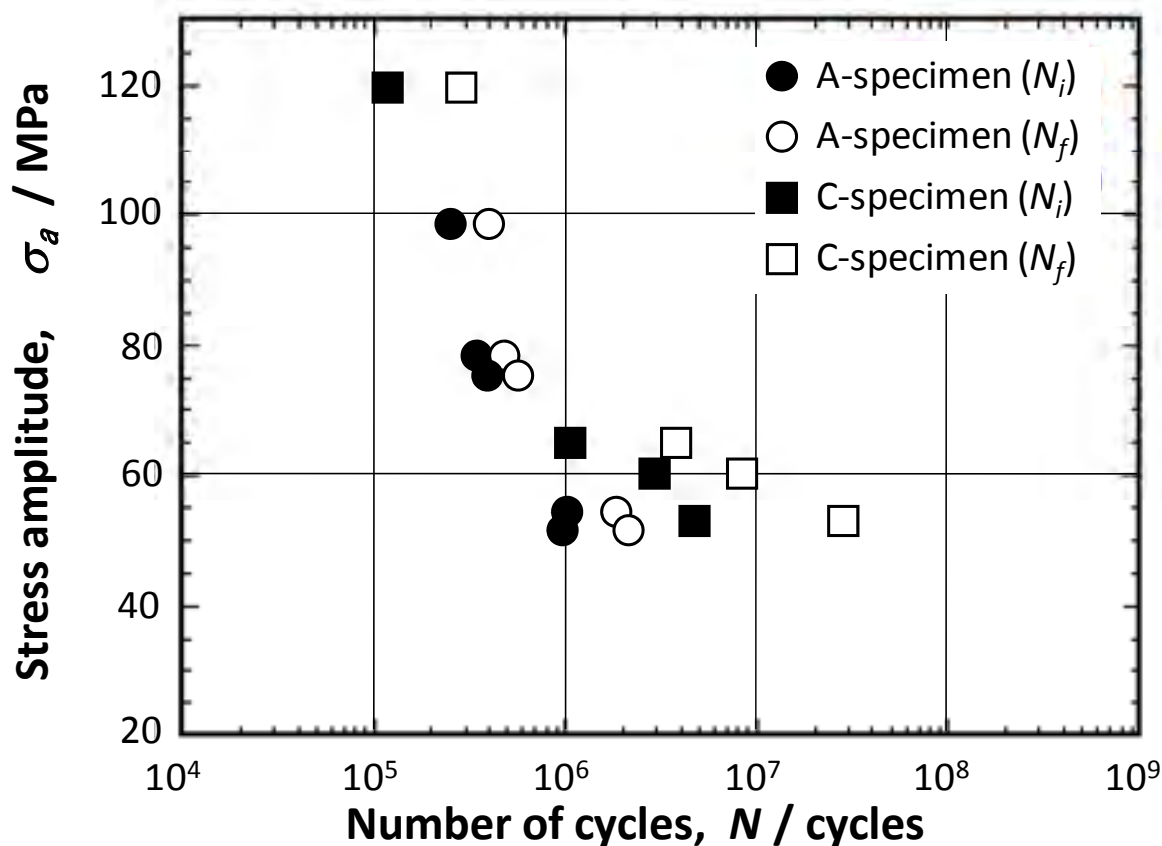


Fig. 3-8 Comparisons between number of cycles to crack initiation and to failure.

3.4 考 察

2種類の結晶方位の異なる単結晶試験片を用いて疲労試験を行った。その結果, Fig.3-3のS-Nプロットから, 疲労寿命に強い結晶方位依存性があることが分かった。さらに, σ_a が80MPa程度を境に, S-Nプロットの傾斜部が変化していることも分かった。

A試験片においては, σ_a によって疲労き裂は異なる方向に進展しており, 破面形態も異なったことから, 疲労破壊機構が σ_a により変化したと考えられる。 $\sigma_a=99\text{ MPa}$ の高い σ_a では, き裂が $[\bar{1}100]$ へ進展し, その破面にはき裂進展方向に平行な粗いすじ模様が観察される。このような破面形態は, Andoら¹⁴⁾におけるマグネシウム単結晶のCT試験片を用いたき裂進展試験においても観察されている。その破面近傍には多くの(c+a)転位が観察されていることから, Andoらは, き裂先端における2次錐面すべりのslip-off機構により, き裂が進展することを提案している。つまりFig. 3-9に示すように, き裂先端で2つの交差する2次錐面すべりが生じ, せん断型の変形によりき裂は進展する。この2つの2次錐面の交線方向が $[\bar{1}100]$ であるため, き裂開口に伴い, 破面上にはき裂進展方向に平行なすじ模様が形成され, き裂は $[\bar{1}100]$ へ進展する。A試験片の $\sigma_a=99\text{MPa}$ におけるき裂進展方向や破面形態は, それと同様であることから, 同じき裂進展機構が働いていると考えられる。また2次錐面すべりの降伏応力は, $[\bar{1}120]$ 引張にお

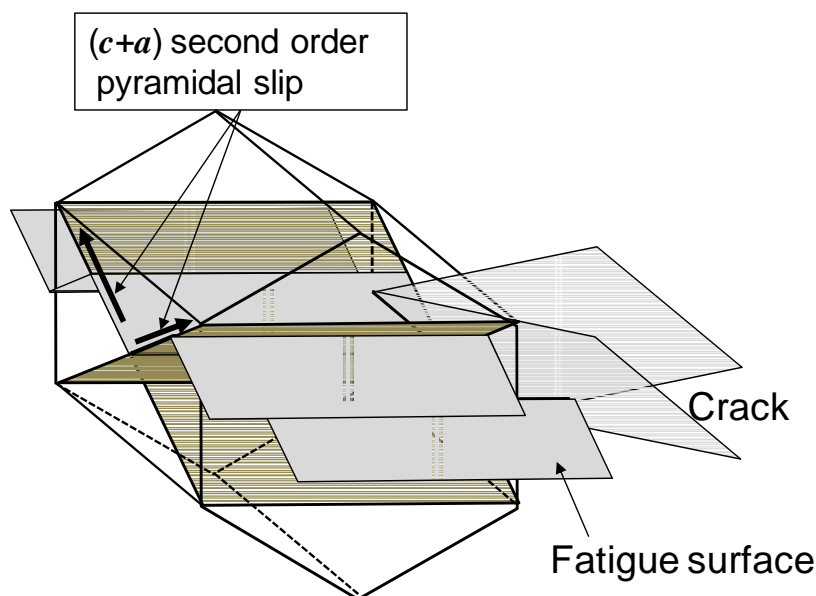


Fig. 3-9 Crack propagation models of A-specimen at high stress amplitude.

いて約90MPa¹⁷⁾であることから、 $\sigma_a = 99\text{MPa}$ の場合、この2次錐面すべりが活動すると考えられる。これに対し、 σ_a が80MPa以下の低い σ_a では、Fig.3-5 (b) のように破面形態が異なり、Fig.3-4 (b) のようにき裂進展経路も異なっている。 σ_a が80MPa以下の低い σ_a では、2次錐面すべりの活動は考えにくいことから、別のき裂進展機構が働いていると考えられる。

Fig.3-4 (b) に示すように、き裂は、試験片板面上で双晶トレースに沿って進展している。破面自体は試験片板面に垂直である。A試験片において双晶面である $\{10\bar{1}2\}$ は、試験片板面にに対し約43° 傾いている。そのため、き裂は $\{10\bar{1}2\}$ 双晶面に沿って進展しているとはいえない。しかし、き裂は、試験片板面上では双晶トレースに沿って30° 傾いた方向に進展していることから、双晶変形が疲労き裂に何らかの影響を与えていると考えられる。しかしながら、このことについては更なる調査が必要である。以上の結果より、A試験片のき裂進展機構は、 σ_a によって変化する。そのため、S-Nプロットの傾斜部にも変化が生じたと考えられる。

C試験片では、 σ_a の大きさに関わらず、疲労き裂進展挙動に違いはなかった。前節で述べたように、き裂は $[0001]$ に進展し、そのき裂近傍には多数の底面すべりが観察された。Andoら¹³⁻¹⁵⁾は、底面に垂直な切欠面を有するマグネシウム単結晶のCT試験片を用いて、き裂進展試験を行っている。その結果、き裂先端における底面すべりの活動により、疲労き裂は進展することが報告されている。本試験においても、底面すべりが観察されていることから、同様の機構によりき裂が進展していると考えられる。すなわち、Fig.3-10に示すように、繰り返し荷重が作用すると、き裂先端においてマグネシウムの主すべり系である底面すべりが活動し、き裂が開口する。C試験片では、すべりが繰り返されると、圧縮応力によりFig.3-6のように多数の双晶が発生する。その境界において、底面すべりの転位が堆積し、底面でのすべりが抑制される。その結果、き裂先端では応力集中により高い応力が生じ、底面の前方が部分的に破断する。そして、き裂がある一定距離進展すると、そこで再び底面すべりが生じ、き裂が開口することになる。C試験片では、これを繰り返すことによりき裂が進展すると考えられる。

低応力振幅の $\sigma_a = 55\text{MPa}$ 程度において、AとC試験片では、疲労寿命に大きな差が生じた理由について考察する。前節で述べたように、C試験片の N_f がA試験片よりも長くなっていた原因として、 N_f が長く、き裂進展が遅いことが挙げられる。ここで N_f に対するき裂発生から破断までのサイクル数($N_f - N_i$)の割合 $(N_f - N_i) / N_f$ を比較すると、A試験片が42%であるのに対し、C試験片は83%となり、C試験片のき裂の発生から破断までの割合が長いことが分かる。つまりC試験片では、疲労寿命全体におけるき裂進展課程が占める割合が大きい。そこで、疲

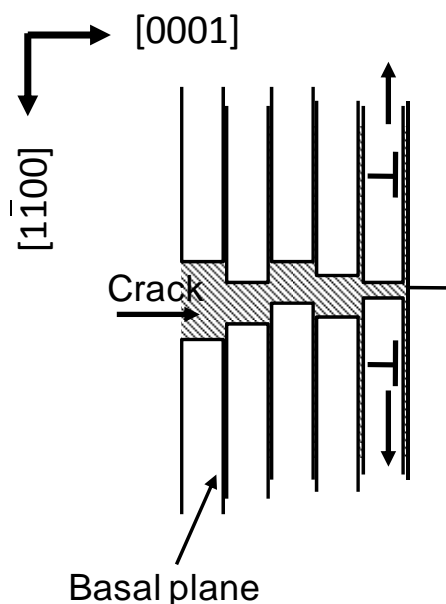


Fig. 3-10 Crack propagation models of C-specimen.

疲労寿命の違いは、き裂進展速度による違いが大きいと考えられる。ここでAndoら^{14,15)}は、マグネシウム単結晶のCT試験片において、切欠面および方向が、 $(10\bar{1}0)[0001]$ の試験片のき裂進展速度 da/dN は、切欠き面および方向が $(11\bar{2}0)[\bar{1}100]$ の試験片よりも高いことを示している。前者および後者の結晶方位は、それぞれ本試験のA試験片とC試験片に対応する。しかし、本試験では、C試験片のき裂進展はA試験片よりも遅くなっており、Andoらの結果と逆の結果になった。本試験では、引張と圧縮の応力が作用するため、 a 軸方向の圧縮により、 $\{10\bar{1}2\}$ 双晶がすべての試験片において発生する。しかし、Andoら^{14,15)}による疲労試験は応力比0.1で行われており、引張応力のみが作用するため、双晶変形は生じていない。A試験片の $\sigma_a = 99\text{MPa}$ において、き裂は双晶トレースに沿わず $[\bar{1}100]$ へ進展する。C試験片では、き裂の大部分は双晶トレースに沿わず $[0001]$ に進展する。これらの疲労き裂進展機構は、Andoらのき裂進展機構と同様である。しかし、疲労寿命に差が見られた σ_a が80MPa以下では、A試験片のき裂は、 $\{10\bar{1}2\}$ 双晶のトレースに沿って進展しており、これはCT試験におけるき裂進展挙動とは異なっている。すなわち、き裂が $\{10\bar{1}2\}$ 双晶トレースに沿って進展する場合、き裂進展速度は、き裂が (0001) に垂直に進展する場合よりも極めて高いと考えられる。したがって、双晶の存在がき裂進展に大きく影響を及ぼすことが分かった。しかし、結晶方位や応力振幅によっては、双晶が存在してもき裂進展にほとんど影響しない場合もある。このことから、この双晶の影響については今後さらに検討することが必要である。

3.5 小 括

マグネシウム単結晶を用いて、薄片曲げ小型疲労試験機により、疲労破壊挙動の結晶方位依存性を調査した。その結果、以下のことが明らかとなった。

- (1) 試験片板面および荷重軸方向が $(0001)[11\bar{2}0]$ であるA試験片では、応力振幅 σ_a が高い場合、き裂は2次錐面すべりのslip-off機構により $[11\bar{0}0]$ に進展する。しかし、 σ_a が低い場合、き裂は $\{10\bar{1}2\}$ 双晶のトレースに沿って進展する。この結晶方位では、 σ_a によりき裂進展機構が変化する。
- (2) 試験片板面および荷重軸方向が $(11\bar{2}0)[1\bar{1}00]$ であるC試験片では、き裂は部分的に $\{10\bar{1}2\}$ 双晶のトレースに沿って進展する。しかし、き裂進展経路全体におけるその割合は小さく、大部分は底面すべりを伴って進展する。
- (3) S-Nプロットを求めた結果、AとC試験片の疲労限はいずれも約45MPaであった。これに対し、疲労寿命は、C試験片がA試験片よりも長寿命であり、低 σ_a でその傾向は顕著であった。
- (4) 低 σ_a では、A試験片のき裂は、双晶トレースに沿って進展しており、この場合き裂進展速度は極めて高くなる。

参 考 文 献

- 1) R. W. Hertzberg: (John Wiley & Sons, 1976) pp.124
- 2) F. Yang, S. M. Yin, S. X. Li and Z. F. Zhang: Mater. Sci. Eng. A **491**(2008) 131-136.
- 3) L. Jiang, J. J. Jonas, R. K. Mishra, A. A. Luo, A. K. Sachdev and S. Godet: Acta Mater. **55**(2007) 3899-3910.
- 4) J.Kaneko, M. Sugamata, M. Numa, Y. Nishikawa and H. Takada: J. Japan Inst. Metals **64**(2000) 141-147.
- 5) M. R. Barnett, Z. Keshavarz, A. G. Beer and D. Atwell: Acta Materi. **52**(2004) 5093-5103.
- 6) R. Ohyama, J. Koike, M. Suzuki and K. Maruyama: J. Japan Inst. Metals **68**(2004) 27-33.
- 7) J. Koike, Y. Sato and Ando: Mater. Trans. **49**(2008) 2792-2800.
- 8) Y. Chino, M. Mabuchi, R. Kishihara, H. Hosokawa, Y. Yamada, C. Wen, K. Shimojima and H. Iwasaki: Mater. Trans. **43**(2002) 2554-2560.
- 9) L. Cisar, Y. Yoshida, S. Kamodo, Y. Kojima and F. Watanabe: Mater. Trans. **44**(2003) 476-483.
- 10) S. Ishihara, Z. Nan and T. Goshima: Mater. Sci. Eng. A **468-470** (2007) 214-222.
- 11) F. Lv, F. Yang, Q. Q. Duan, T. J. Luo, Y. S. Yang, S. X. Li and Z. F. Zhang: Scr. Mater. **61** (2009) 887-890.
- 12) Z. B. Sajuri, Y. Miyashita, Y. Hosokai and Y. Mutoh: Int. J. Mech. Sci. **48** (2006) 198-209.
- 13) S. Ando, N. Iwamoto, T. Hori and H. Tonda: J. Japan Inst. Metals **65**(2001) 187-190.
- 14) S. Ando, K. Saruwatari, T. Hori and H. Tonda: J. Japan Inst. Metals **67**(2003) 247-251.
- 15) S. Ando, Y. Ikejiri, N. Iida, M. Tsushida and H. Tonda: J. Japan Inst. Metals **70**(2006) 634-637.
- 16) R. W. Hertzberg: (John Wiley & Sons, 1976) pp.6-16.
- 17) S. Ando, K. Nakamura, K. Takashima and H. Tonda: J. Japan Inst. Light Metals **42**(1992) 765-771.

第 4 章

純チタン単結晶における 疲労破壊挙動の結晶方位依存性

4.1 結 言

hcp 金属の中でもチタンは、軽量で高強度材料であるため、航空機やエンジンの部材として重要な材料である。hcp 構造は結晶の対称性が低いことから、このチタンにおいても第3章で述べたマグネシウムと同様に、結晶方位によって疲労破壊挙動が異なると考えられる。しかし、マグネシウムでは、Table 1-1 に示したように、 $\langle a \rangle$ 方向の主すべり系は $\{0001\}\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 底面すべりであり、 $\langle c+a \rangle$ 方向の主すべり系は $\{11\bar{2}2\}\langle \bar{1}123 \rangle$ 2次錐面すべりである。これに対し、チタンでは、 $\langle a \rangle$ 方向の主すべり系は $\{10\bar{1}0\}\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 柱面すべりであり、 $\langle c+a \rangle$ 方向の主すべり系は $\{10\bar{1}1\}\langle \bar{1}123 \rangle$ 1次錐面すべりである。またマグネシウム展進材の集合組織は、圧延方向や押し出し方向に底面が平行になる²⁻¹⁰⁾のに対し、チタンの圧延材においては、 $(0001)[10\bar{1}0]$ 方位が、圧延方向まわりに左右約 $30^\circ \sim 45^\circ$ 傾いた方位を持つ^{2,11-13)}。このように、同じ hcp 金属でも、マグネシウムとチタンでは、塑性変形挙動や集合組織は大きく異なる。そのため、チタンにおける疲労破壊挙動の結晶方位依存性は、マグネシウムとは異なることが予想される。

これまでにMineら^{14,15)}やAndoら¹⁶⁾は、チタン単結晶を用いた小型CT試験片を作製し、異なる切欠き方位における、疲労き裂進展挙動の結晶方位依存性を調査している。その結果、以下のように、結晶方位によって、疲労き裂進展挙動が大きく異なることを報告している。切欠面および方向がそれぞれ $(1\bar{2}10)[10\bar{1}0]$ と $(01\bar{1}0)[2\bar{1}10]$ の場合、き裂は、き裂先端で交差する2組の柱面すべりの活動によって、 $(01\bar{1}0)[2\bar{1}10]$ に平行に進展する。切欠面および方向がそれぞれ $(01\bar{1}0)[0001]$ と $(1\bar{2}10)[0001]$ の場合、き裂は、切欠方向に対してほぼ垂直な方向に発生あるいは進展する。切欠面および方向がそれぞれ $(0001)[10\bar{1}0]$ と $(0001)[2\bar{1}10]$ の場合、き裂は、 (0001) に沿って進展し、疲労き裂進展に双晶の活動が関与している。そして、疲労き裂進展速度 da/dN は結晶方位毎に大きく異なる。

このようにチタン単結晶供試材のき裂進展試験において、結晶方位の違いによる疲労破壊挙動が報告されているが、き裂進展のみであり、疲労強度、疲労寿命については調査されていない。そこで本章では、チタン単結晶において、疲労強度や疲労寿命などの疲労破壊挙動の結晶方位依存性を調査した。

4.2 実験方法

4.2.1 チタン単結晶疲労試験片

Table 4-1に、本研究で用いた市販のJIS 1種純チタン材の組成を示す。チタンは融点が高く活性であるため、マグネシウムのように、ブリッジマン法で坩堝を用いて金属を溶解することで単結晶を作製することは困難である。そこで熱処理により粗大結晶粒を作製した。熱処理は以下の手順で行った。まず、純チタン圧延材より幅15mm、長さ50mm、厚さ10mmの平板状試料を切り出し、この試料を石英管中に真空度 6.66×10^{-3} Pa以下で封入した、次に、 β 相領域である1473Kまで加熱速度0.1K/sで加熱し、その温度で10.8ks保持後、 β 変態点（1155K）直下の1123Kまで冷却速度7K/sで炉冷した。その後、その温度で86.4ks保持したのち、室温まで炉冷した。このような方法によりFig.4-1に示すような結晶粒径20mm程度の粗大結晶粒を得た。

これらの粗大結晶粒の方位を背面反射X線ラウエ法により同定し、約 $20 \times 3 \times 0.3$ mmの試験片を切り出した。そして、Fig.4-2に示すように、この試験片に疲労き裂発生のための切欠きとして、試験片下端から15mmの位置に0.5mm ϕ の円孔を導入した。チタン単結晶試験片の場合、第2章のFig.2-6において、 $L=16$ mm, $L'=15$ mm, $L''=15$ mmとした。

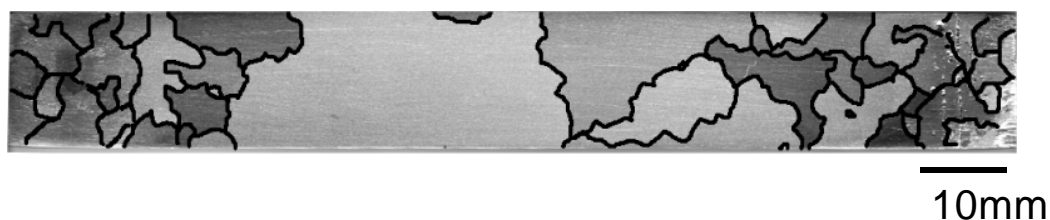


Fig. 4-1 Coarse grains grown by heat treatment.

Table 4-1 Chemical composition of Ti ingot.

Chemical composition / at.ppm		
Ti	O	Fe
Bal.	3260	470

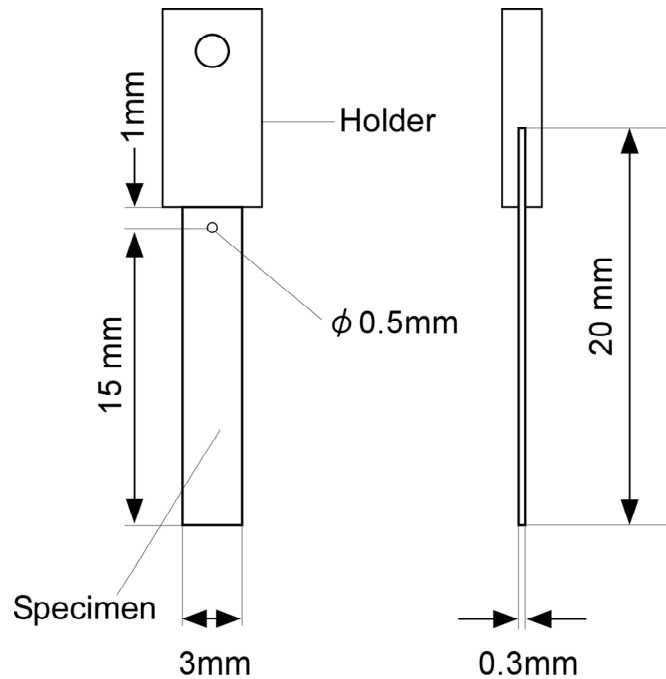


Fig. 4-2 Shape and dimensions of fatigue test specimen.

Fig.4-3に、今回用いた試験片の結晶方位を示す．試験片の板面ならびに荷重軸方向がA試験片では $(0001)[1\bar{1}20]$ ，B試験片では $(0001)[1\bar{1}00]$ ，D試験片では $(1\bar{1}00)[1\bar{1}20]$ ，E試験片では $(11\bar{2}0)[0001]$ ，F試験片では $(1\bar{1}00)[0001]$ とした．ここで，A，BおよびD試験片は，いずれも荷重軸が (0001) 底面に平行である．これに対しEとF試験片は，荷重軸が底面に垂直である．

試験片の切出し後，機械加工によるひずみを除去するため，試料を石英管中に真空度 $6.66 \times 10^{-3}\text{ Pa}$ 以下で封入し，温度範囲 $873\sim 1073\text{ K}$ ，1サイクルの 19.6 ks の熱サイクル焼鈍を6サイクル施した．その後，熱処理中に形成された酸化被膜の除去のために試験片の板面をコロイド状の二酸化シリコンを主成分とする研濁液，過酸化水素水，アンモニアをそれぞれ $92 : 3 : 5$ の組成からなる研磨液により鏡面仕上げした．

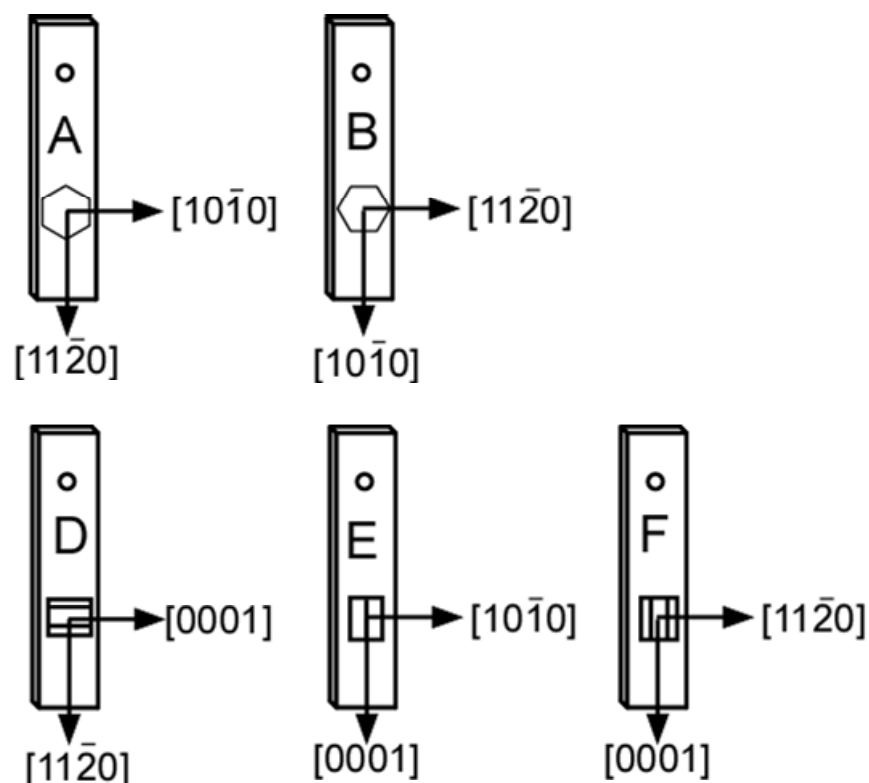


Fig. 4-3 Orientations of A, B, D, E and F-specimens.

4.2.2 疲労試験

チタン単結晶のヤング率 E は、結晶方位により異なる値となる¹⁷⁾。その値を式(3-1)により、チタンの剛性率¹⁷⁾をそれぞれ、 $s_{11} = 0.97 \times 10^{-11} \text{P}^{-1}$ 、 $s_{33} = 0.69 \times 10^{-11} \text{Pa}^{-1}$ 、 $s_{13} = -0.18 \times 10^{-11} \text{Pa}^{-1}$ 、 $s_{44} = 2.15 \times 10^{-11} \text{Pa}^{-1}$ として計算した。その結果、 E は、荷重軸が底面に平行であるA、BおよびD試験片では103GPa、荷重軸が底面に垂直であるEとF試験片では145GPaとなった。チタンでは、高い応力振幅を得るために、試験片下端に0.14gのおもりを取り付けた。応力振幅は、式(2-13)により算出し、疲労試験は応力比-1、室温大気中とし、荷重繰り返し周波数はA、BおよびD試験片において290Hz、EとF試験片において340 Hzで行った。疲労試験後は破面をSEMにより観察した。

4.3 実験結果

Fig.4-4に、今回の疲労試験で得られたS-Nプロット（応力振幅 σ_a と破断までの繰り返し数 N_f との関係）を示す。図中の矢印を付記したプロットはそのサイクル数で未破断であることを示す。いずれの結晶方位においても、 10^7 サイクル以上では破断せず、疲労限が存在することを示している。なお本試験では、き裂が発生した試験片は、いずれもき裂が成長して最終破断しており、未破断の試験片において、き裂の発生はなかった。BとD試験片は試験本数が十分とはいえないが、疲労限は、AとD試験片では約330MPa、B試験片では約380MPaと見積もられ、若干B試験片が高い傾向にある。これに対し、EとF試験片の疲労限はいずれも約550MPaとなり、A、BおよびD試験の1.5倍以上と高い値であった。S-Nプロットの傾斜部の疲労寿命を比較すると、AとB試験片、EとF試験片が、それぞれ同程度の値を示している。同じサイクル数で疲労強度を比較すると、AとB試験片に比べEとF試験片は、200MPa程度高い値となっている。これらに対し、D試験片の傾斜部の傾きは緩やかで、疲労強度も他の試験片より低いことが分かる。以上のように、S-Nプロットを比較すると、疲労破壊挙動に強い結晶方位依存性があることが分かった。

次に、S-Nプロットが同じ傾向を示す試験片毎に、き裂進展挙動を比較した。Fig.4-5に、AとB試験片の代表的な疲労き裂プロファイルを示す。Fig.4-5 (a)のようにA試験片では、円孔から発生したき裂は、試験片の幅方向である $[1\bar{1}00]$ から 30° 傾いた $[2\bar{1}10]$ に進展していた。Fig.4-5 (b)のようにB試験片では、き裂は、幅方向である $[\bar{1}120]$ 方向に平行に進展した後、進展方向を変えた。その進展方向は $[\bar{1}210]$ および $[2\bar{1}10]$ であった。すなわちAとB試験片のようにき裂が底面に垂直に位置する場合、荷重軸方向にかかわらず、き裂は $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 方向に進展することが分かった。

Fig.4-6に、B試験片において、き裂が $[\bar{1}120]$ に進展した領域の破面を示す。破面には $[\bar{1}120]$ に沿った段差が複数見られ、その段差の平らな領域には、き裂進展方向に垂直な方向、つまり $[0001]$ に平行なストライエーション状のすじ模様が観察された。このすじの間隔は $1\sim 2\mu\text{m}$ である。このようなすじ模様は、B試験片の他の $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ に沿って進展した領域や、A試験片の破面においても同様に観察された。

Fig.4-7に、D試験片のき裂プロファイルと破面を示す。D試験片では、繰り返し荷重を負荷すると、まず円孔の両側に、Fig.4-7 (a)に見られるような $[0001]$ に平行なすべり線が多数生

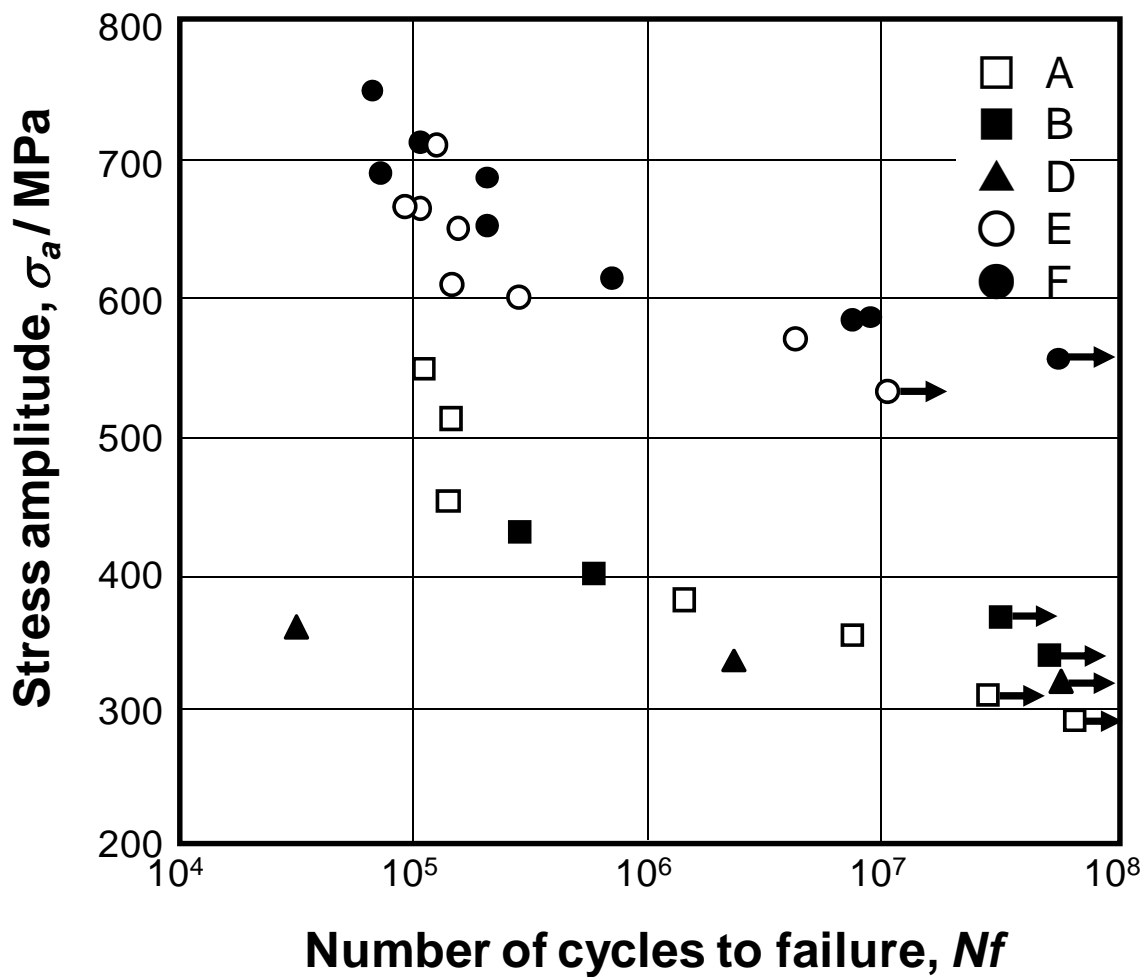
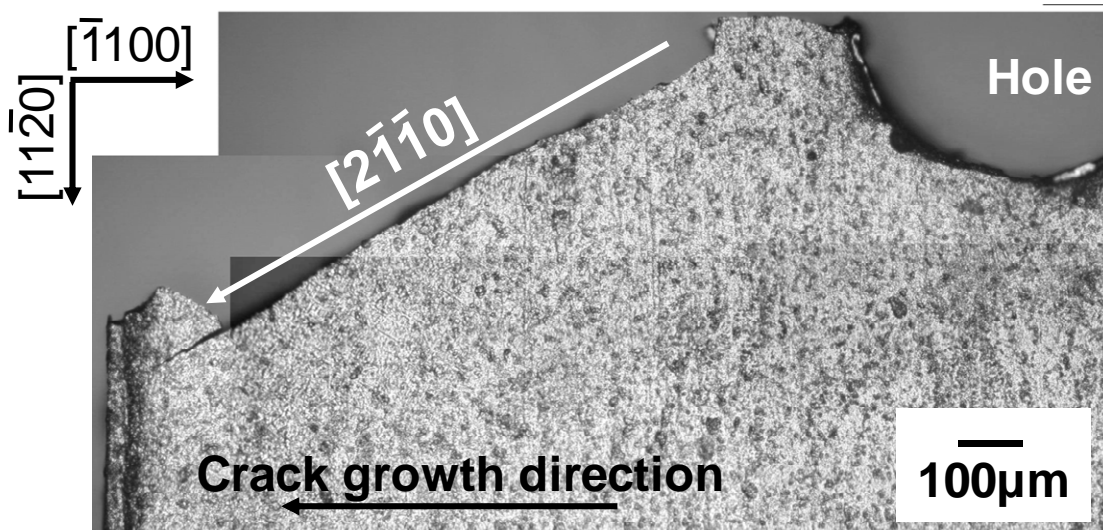


Fig. 4-4 S-N plots of Ti single crystals

(a) A-specimen $\sigma_a=550\text{MPa}$, $N_f=1.07\times 10^5$



(b) B-specimen $\sigma_a=457\text{MPa}$, $N_f=2.28\times 10^5$

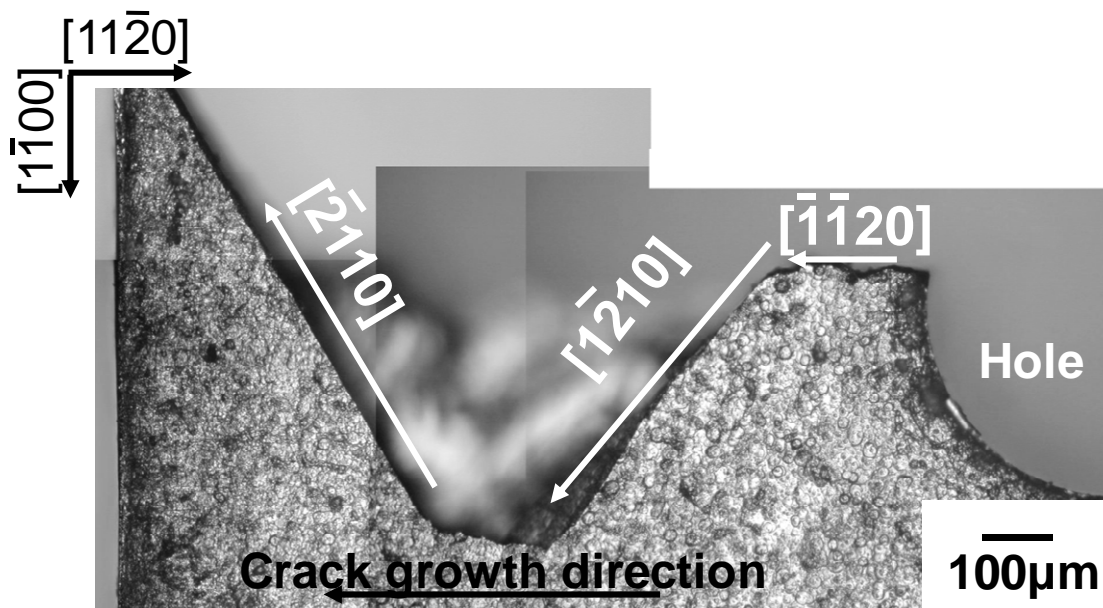


Fig. 4-5 Fatigue crack profiles of (a) A- and (b) B-specimen.

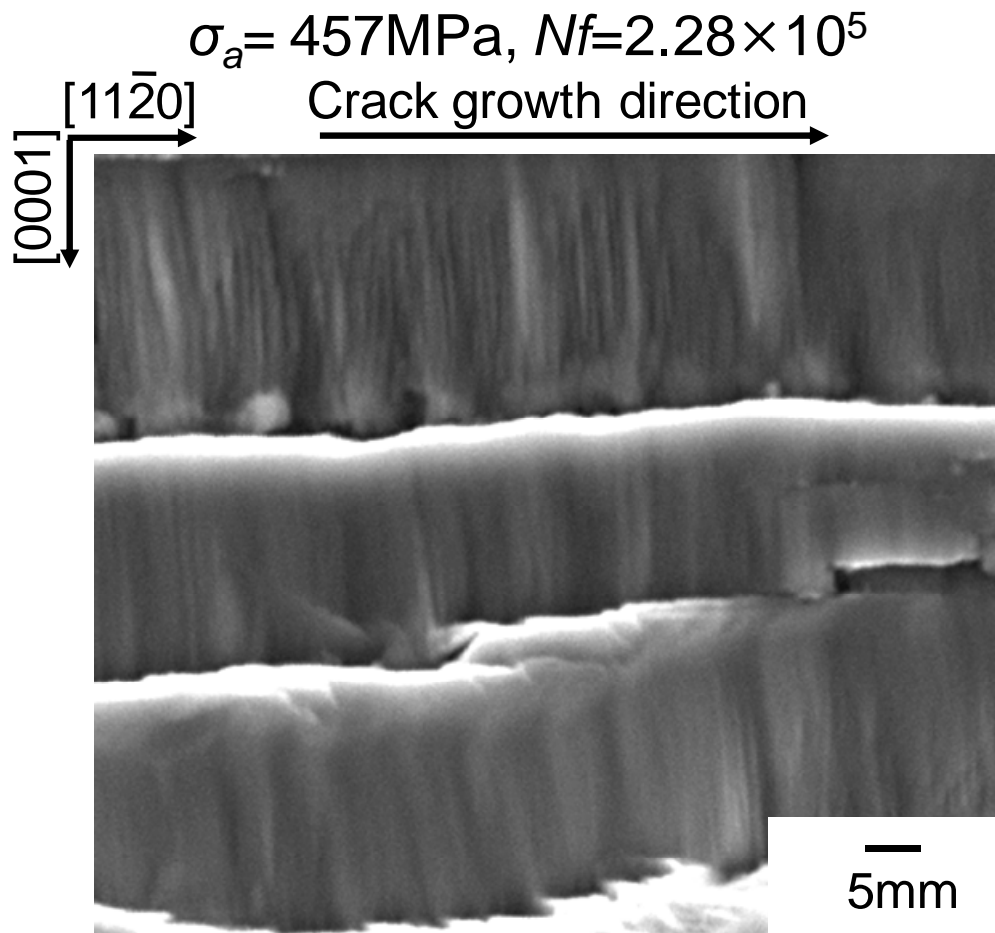


Fig. 4-6 Fatigue fracture surface of B-specimen.

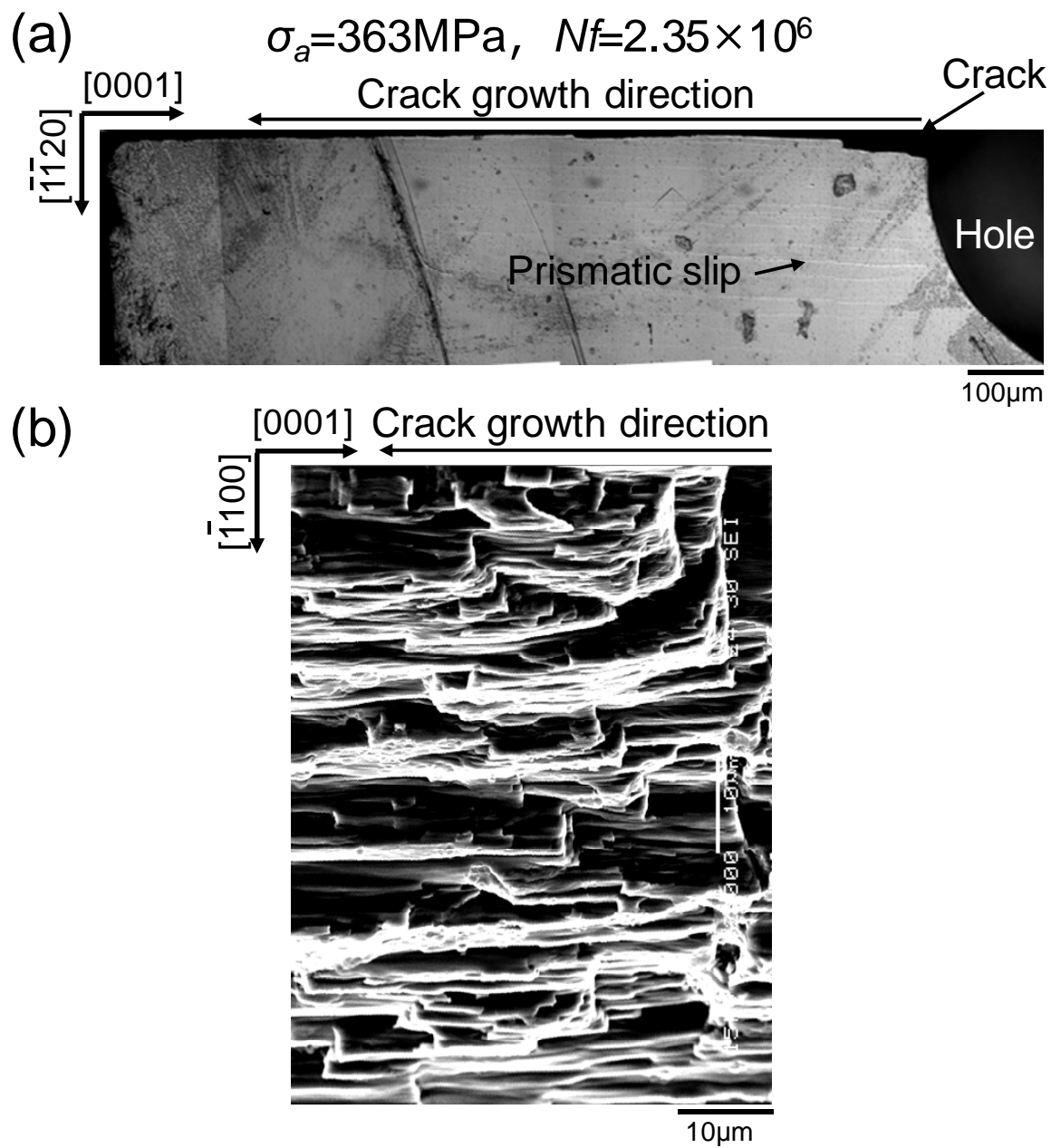


Fig. 4-7 Fatigue crack of D-specimen.

じた。その後円孔淵から、このすべり線に平行にき裂が発生し、そのまま直線的にき裂が進展し、破壊した。Fig.4-7 (b) に示すように、破面上には、き裂進展方向に平行で直線的な粗いすじ模様が、数 μm の間隔で形成されていた。試験片板面上には、 $[0001]$ に平行なすべり線を生じることから、活動したすべり系は、チタンの主すべり系である $\{\bar{1}100\}\langle 11\bar{2}0\rangle$ 柱面すべりである。したがって、D試験片では、柱面すべりの活動により、疲労き裂が進展したと考えられる。

Fig.4-8に、EとF試験片の破面と、その位置に対応した試験片板面のき裂の近傍を示す。

Fig.4-8 (a) のE試験片の破面は (0001) に平行であり、その破面上には、き裂進展方向に対し約 30° の傾きを有するすじ模様が生じている。それぞれのすじは、直線的な段差ではなく細かい起伏が連続して構成されていた。このき裂を試験片板面から見ると、Fig.4-8 (b) のように、き裂に対して約 25° の傾きをもつ双晶トレースが多数生じている。hcp金属で最も起りやすい双晶は $\{\bar{1}0\bar{1}2\}$ 双晶である。チタンにおいて $\{\bar{1}0\bar{1}2\}$ 双晶は、 c 軸に平行な引張応力が作用すると、容易に発生する。Fig.4-8 (a), (b) で示したすじ模様と双晶トレースが、同一の双晶系により生じたものと考えると、両者の角度から $\{\bar{1}0\bar{1}2\}$ 双晶が生じていると考えられる。

F試験片において、Fig.4-8 (c) のように、破面の右側には、き裂進展方向に約 60° の段差がいくつか観察される。この部分と対応して、試験片板面には (Fig.4-8 (d)), き裂進展方向に対して約 38° の細い双晶トレースが観察される。破面の左側 (Fig.4-8 (c)) には、き裂進展方向に平行に生じた段差が複数観察される。この部分に対応して、試験片板面には (Fig.4-8 (d)) き裂に平行な双晶トレースが生じている。Fig.4-8 (d) の2種類の双晶トレースが、それぞれFig.4-8 (c) の破面上の段差に対応しているとする、いずれも $\{\bar{1}0\bar{1}2\}$ 双晶の双晶面に対応する。したがって、EとF試験片では、いずれもき裂進展に $\{\bar{1}0\bar{1}2\}$ 双晶が密接に関連することが分かる。ここで疲労破壊前のF試験片の疲労き裂近傍の様子をFig.4-9に示す。これより、部分的にき裂が双晶トレースを横切っている部分があるが、大部分は、き裂から双晶トレースが生じている。したがって、 $\{\bar{1}0\bar{1}2\}$ 双晶が生じた後をき裂が横切るのではなく、き裂が進展しながら同時に双晶が発生していることが分かる。

ここで、チタンにおける双晶を伴ったき裂進展については、Mine ら^{14,15)}がすでに報告しており、双晶内部でのき裂進展機構について論じている。しかし、母相におけるき裂進展過程については明らかにされていない。そこで、収束イオンビーム加工機により、E試験片の破面下部から試験片板面 $(11\bar{2}0)$ に平行に薄膜試料を切り出し、TEM観察を行った。その結果をFig.4-10に示す。Fig.4-10 (a) は0002回折における暗視野像（ウイークビーム像）であり、

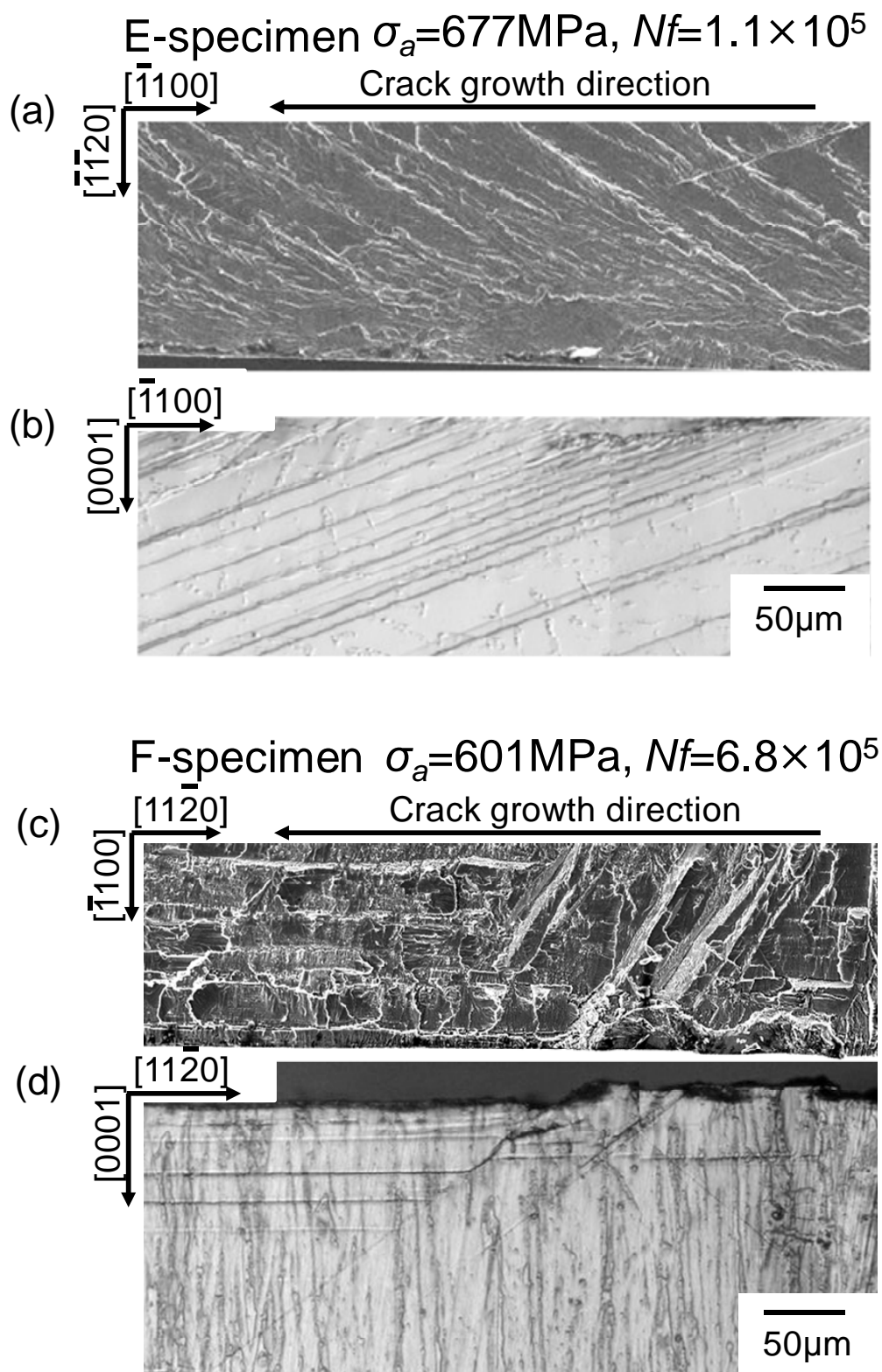


Fig. 4-8 Fatigue cracks of E- and F-specimen.

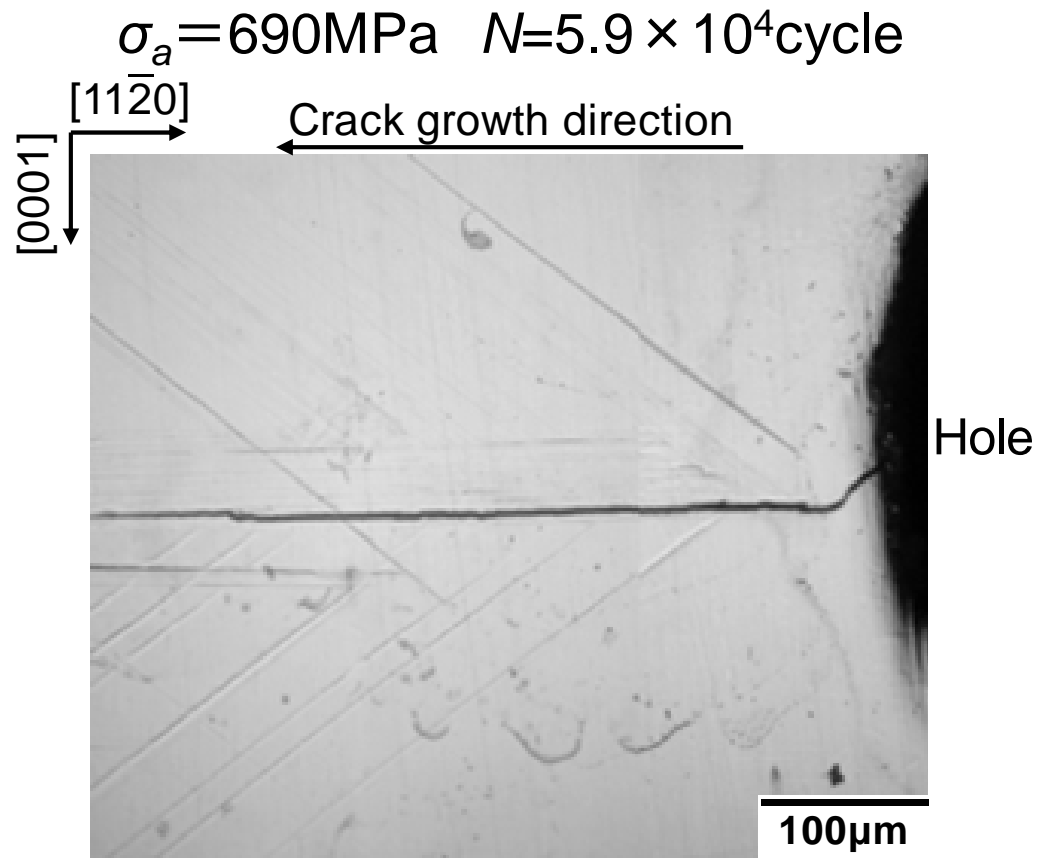


Fig. 4-9 Fatigue crack profile of F-specimen.

膜面： $(11\bar{2}0)$, $\sigma_a=712\text{MPa}$, $N_f=1.23 \times 10^5$

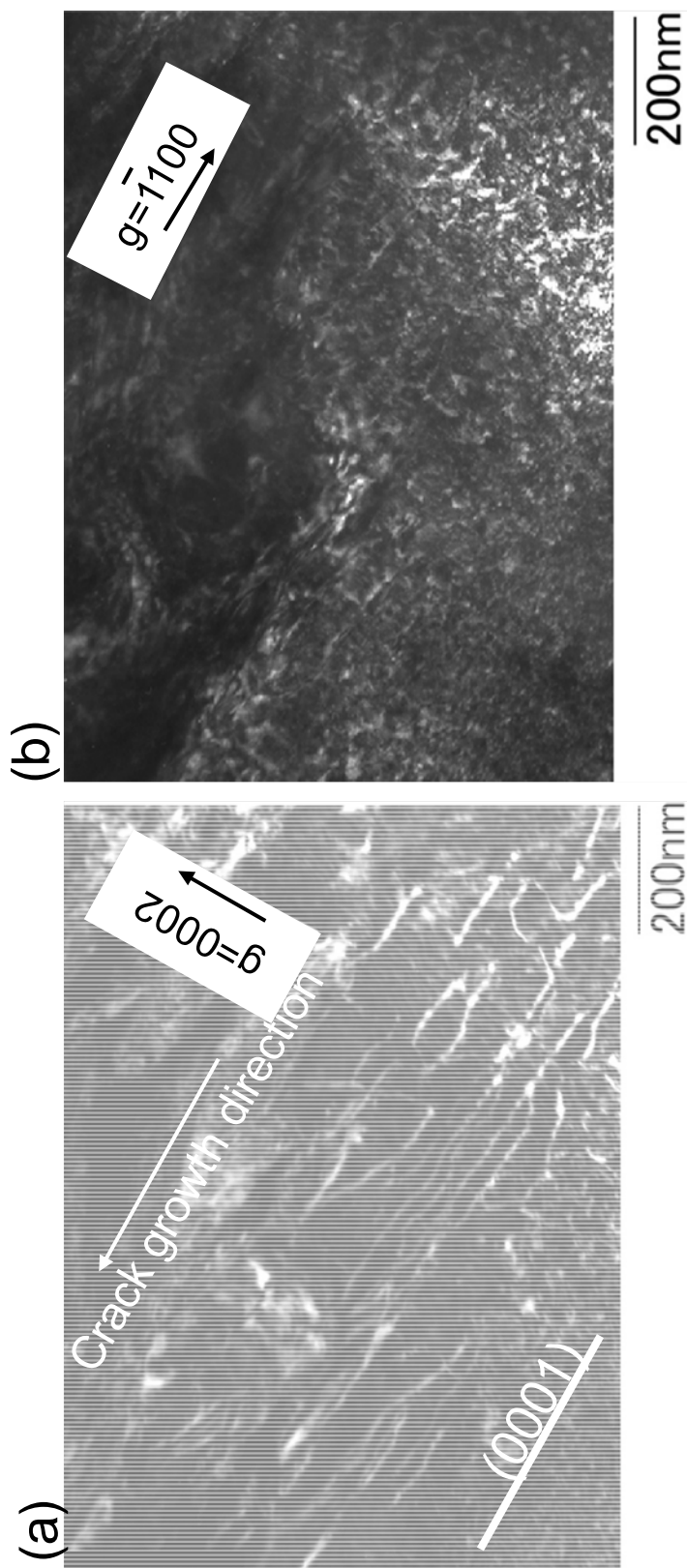


Fig. 4-10 TEM observation of E-specimen.

底面に平行な転位が多数観察される。これらの転位には、2つの底面にまたがって、底面に対し角度を持った転位も観察される。同一領域を $\bar{1}100$ 回折で観察したものをFig.4-10 (b) に示す。0002回折で観察される転位の多くがコントラストを失っている。Table 4-2に逆格子ベクトル g と、その回折条件で観察されるhcp結晶の3種類の完全転位のバーガースベクトル b の関係を示す。0002回折でコントラストを生じ、 $\bar{1}100$ 回折でコントラストを消失する転位は、 c あるいは $(c+a)$ 転位の6つあるバーガースベクトルの内の2つの転位である。これまでにチタンにおいて、 c 転位が活動するすべり系についての報告はない。したがって、Fig.4-10 (a) の転位の多くは、 $(c+a)$ 転位と考えられる。この観察領域では、薄膜面に $(11\bar{2}0)$ が平行であったことから、母相領域である。したがって、E試験片では、母相中をき裂が進展する場合、 $(c+a)$ すべりを伴うことが分かった。なお、A~Fの試験片において応力段階によるき裂プロファイルや破面形態の違いは観察されなかった。

Table 4-2 Relationship of diffraction condition and visible dislocations.

g	a	c	$c + a$
	$1/3\langle 11\bar{2}0 \rangle$	$[0001]$	$1/3\langle 11\bar{2}3 \rangle$
0002	×	○	○
$\bar{1}100$	$2/3$	×	$4/6$

4.4 考 察

結晶方位の異なる5種類の純チタン単結晶試験片を用いて疲労試験を行った。その結果、Fig.4-4に示したように、S-Nプロットに強い結晶方位依存性があることが分かった。そのプロットはAとB試験片、EとF試験片はそれぞれほぼ同じ傾向であり、D試験片を含めて、3つの異なる疲労破壊機構があると考えられる。そこで各方位ごとの疲労破壊機構を以下のように考え、その模式図をFig.4-11とFig.4-12に示す。

AとB試験片のき裂進展機構をFig.4-11 (a), (b) に示す。試験片板面が底面に平行であるので、き裂は、底面に対し垂直であり、底面に平行な方向に進展することになる。AとB試験片では、き裂は、荷重軸方位に関わらず $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 方向に進展している。つまり、破面はマクロ的には $\{10\bar{1}0\}$ に平行に進展する。このとき、破面上には $[0001]$ に平行な細かなストライエーション状模様が観察される。このような破面形態は、Mineら¹⁴⁾におけるチタン単結晶のSEN型試験片の3点曲げにおいても観察されている。その際に柱面すべりが生じていることから2つの柱面すべりのslip-off機構が提案されている。本研究のAとB試験片の疲労き裂進展挙動はそれと同一であることから、薄片の曲げ疲労試験においても同じ機構であると考えられる。すなわちAとB試験片では、Fig.4-11 (a), (b) のように、き裂先端で2つの柱面すべりが交互に活動することにより、そのすべり面間の2等分面である $\{10\bar{1}0\}$ に沿って、き裂が進展すると考えられる。

D試験片では、Fig.4-7 (a) で観察されるようにき裂に平行なすべり線が、き裂の近傍において生じている。このすべり線は、 $(1\bar{1}00)$ 上に $[0001]$ に平行であることから、柱面すべりによるものと考えられる。そこでFig.4-12 (a) に示すように、き裂先端において、2つの柱面すべりが活動する機構を考えた。この場合、き裂先端で図のような方向にすべりが活動し、すべり面の交差する部分が強く変形し、破断することで、き裂が進展することになる。その場合、破断部以外は、柱面に沿ってせん断分離することで、Fig.4-7 (b) のような $[0001]$ に沿った尾根状の破面が形成される。Andoらは¹⁸⁾、hcp結晶の引張変形におけるき裂進展過程の分子動力学シミュレーションを行っている。その結果、き裂面を $(1\bar{1}00)$ 、進展方向を $[0001]$ としたモデル結晶では、き裂先端で2つの柱面すべりが活動し、その交線上でボイドが生じ、 $[0001]$ 方向に溝状の破面が形成することが報告されている。今回のD試験片のき裂進展面は $(1\bar{1}20)$ であるため、シミュレーションのモデル結晶とは全く同じとは言えないが、き裂進展方向は同じで

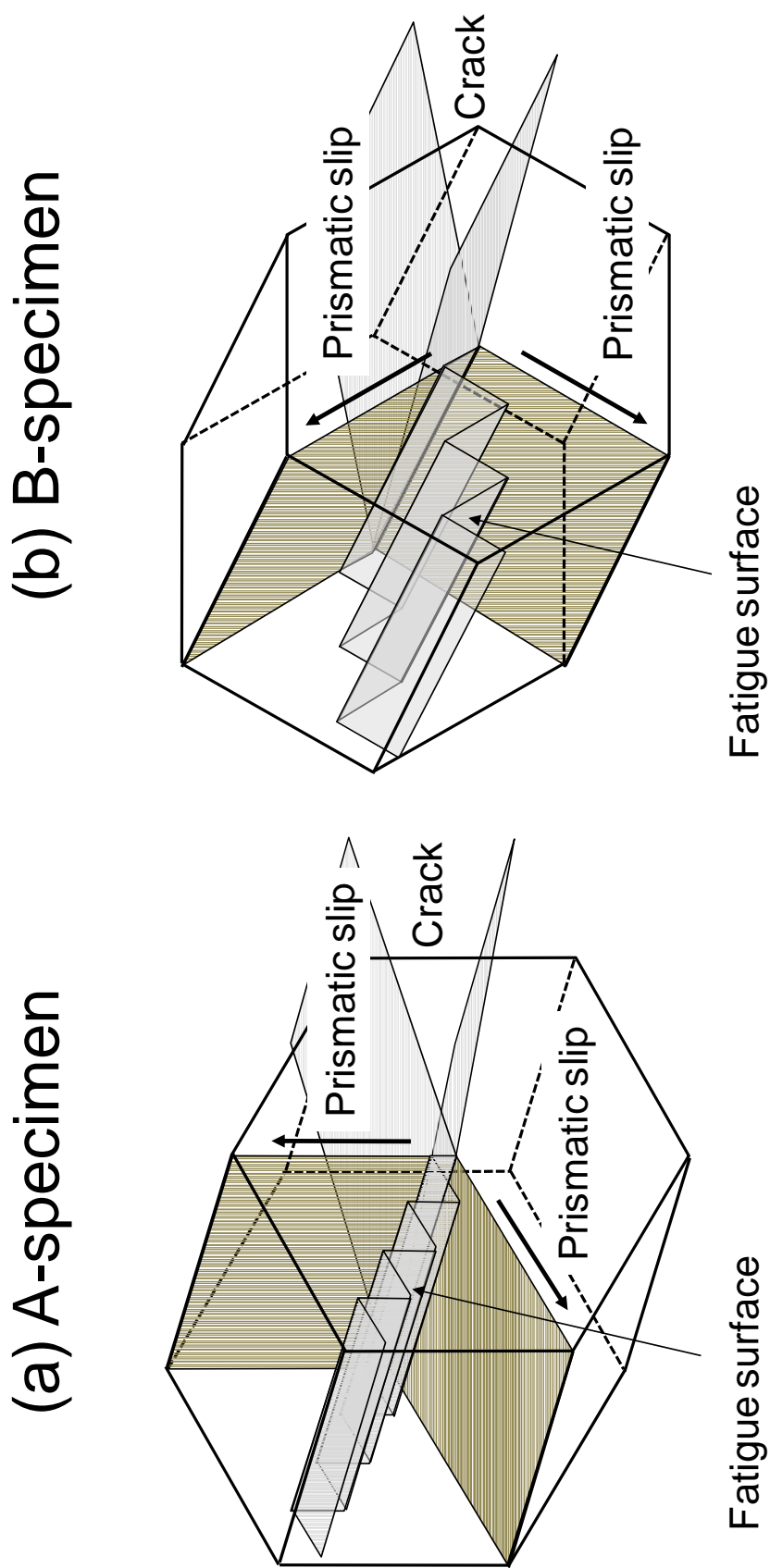


Fig. 4-11 Crack propagation models of (a) A- and (b) B-specimen.

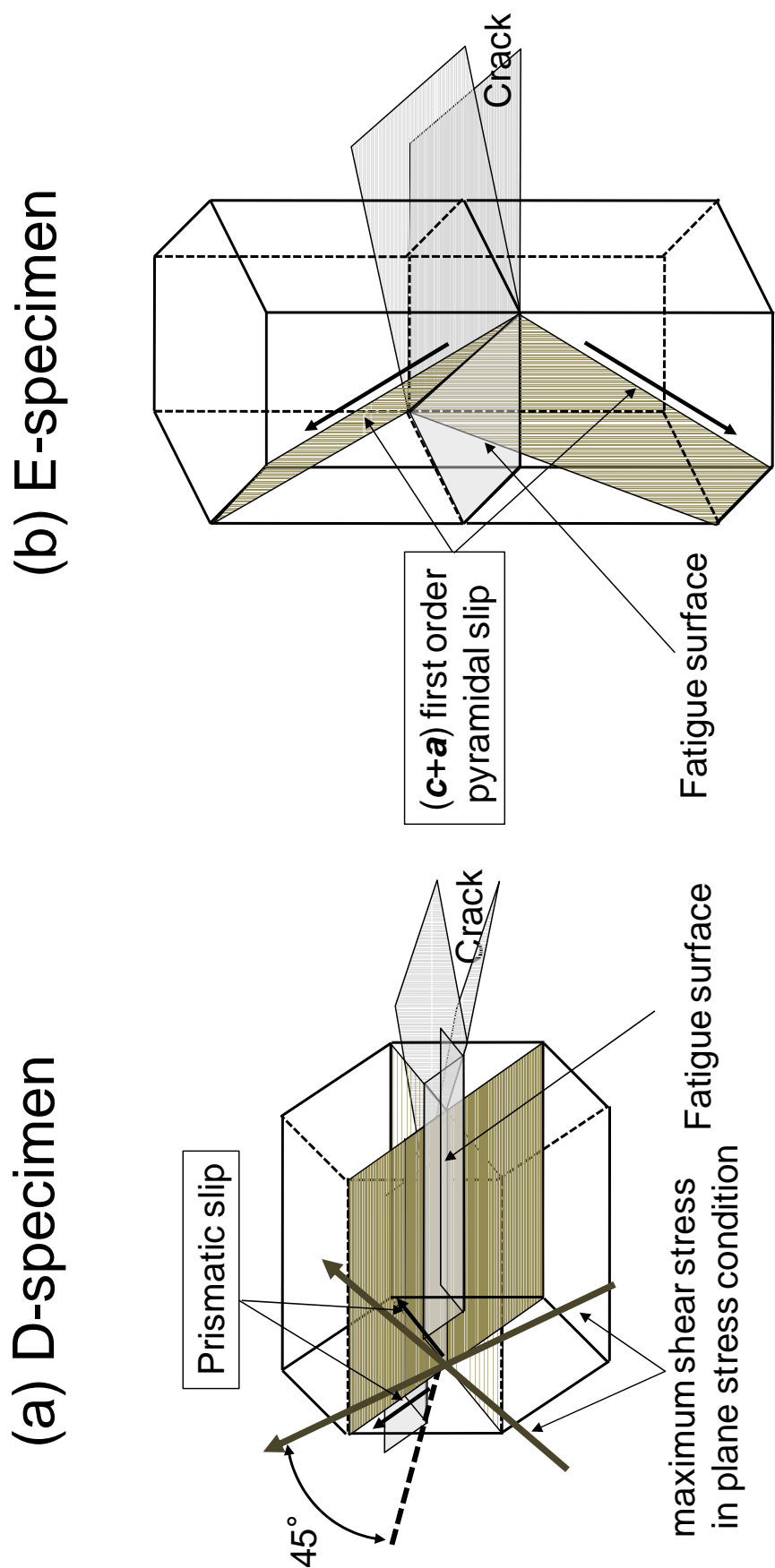


Fig. 4-12 Crack propagation models of (a) D- and (b) E-specimen.

あるため、同様の機構が、D試験片で活動していると考えられる。以上のように、A、BおよびD試験片では、いずれも柱面すべりの活動がき裂進展に寄与している。しかし、S-Nプロットの傾斜部における疲労寿命の違いは、Fig.4-11とFig.4-12に示すように、き裂進展方向に対して活動する柱面すべりのすべり方向が異なるためであると考えられる。すなわち、本試験片のような薄い試験片では、き裂周りは平面応力状態になっていると考えられる。その場合、Fig.4-12 (a) に示すように、荷重軸方向の応力と板厚方向の応力のそれぞれの作用面から45°傾いた方向が、最大せん断方向となることが知られている¹⁹⁾。そのためD試験片では、柱面すべりのすべり方向と最大せん断方向が近くなることから、柱面すべりの活動がA、B試験片より容易となるために、疲労き裂の発生および進展が速くなったと考えられる。

EとF試験片では、Fig.4-8に示したように、いずれの場合もき裂進展に伴って $\{10\bar{1}2\}$ 双晶が発生している。しかし、この双晶の幅は狭いことから、き裂の大半は母相中を(0001)に沿って進展している。E試験片では、Fig.4-10に示したように母相領域において多数の(c+a)転位が生じている。チタンではc軸方向の荷重で活動するすべり系として、 $\{10\bar{1}1\}\langle\bar{1}123\rangle$ 1次錐面すべりが起こることが知られているので、この場合、き裂進展に伴い1次錐面すべりが活動していると考えられる。そこでE試験片では、Fig.4-12 (b) のようにき裂先端で1次錐面すべりのslip-off機構が働いているのではないかと考えられる。この場合、き裂進展にともない $\langle\bar{1}120\rangle$ に平行なストライエーション（あるいはストライエーション状）模様が生じることになるが、十分に観察できていない。F試験片では転位の観察を行っていないが、こちらもき裂に対し、c軸方向の荷重が作用するため、Fig.4-12 (b) と同様の機構が活動していると考えられる。

以上のように、今回の試験片に対して、3種類のき裂進展過程が考えられる。このうちA、BおよびD試験片では、き裂に対するすべり方向が異なるが、いずれも柱面すべりの活動がき裂進展に寄与している。これに対しEとF試験片では、c軸方向の荷重が作用するので、柱面すべりに対するシュミット因子は0となり、このすべりは活動することができない。そこで、 $\{10\bar{1}2\}$ 双晶または1次錐面すべりを伴ったき裂進展が生じると考えられる。ここでチタンの柱面すべりの臨界分解せん断応力CRSS (critical resolved shear stress) は酸素などの不純物濃度に強く依存する。今回用いた試験片での柱面すべりのCRSSは、Nakaら²⁰⁾の報告から50MPa程度と推定できる。これを $[1\bar{1}00]$ あるいは $[11\bar{2}0]$ 引張応力に換算すると約120MPaとなる。これに対し、チタンの $\{10\bar{1}2\}$ 双晶および1次錐面すべりが活動する応力はおおよそ400MPa²¹⁾であり、柱面すべりに比べ高い値となる。したがって、Fig.4-4のS-Nプロットにおいて、柱面すべりが活

動しないEとF試験片の疲労強度が他のものより高い値を示した理由として、き裂先端で活動する変形機構の活動応力の違いに起因すると考えられる。

以上のように、き裂プロファイルや破面形態からき裂の進展機構の結晶方位依存性を考えた。ここで疲労破壊過程においては、き裂の進展だけでなくき裂発生過程も考慮する必要がある。Fig.4-4に示したように、EとF試験片では、疲労限である550MPaでは 10^7 回でき裂が発生せず、これに対してA試験片ではその応力でき裂が発生し、 10^5 回で破断している。また350MPaにおいてAとD試験片では100倍も寿命の差が生じていることから、き裂進展速度の違いだけでなく、き裂発生における結晶方位依存性も十分に考慮すべきである。しかしながら現時点では、各試験片のき裂発生寿命や発生形態について十分な観察結果が得られていないことから、き裂発生の結晶方位依存性については、今後さらに検討することが必要である。

4.5 小 括

チタン単結晶を用いて、薄片曲げ小型疲労試験機により、疲労破壊挙動の結晶方位依存性を調査した。その結果、以下のことが明らかとなった。

- (1) 試験片板面および荷重軸方向が $(0001)[\bar{1}1\bar{2}0]$ であるA試験片と試験片板面および荷重軸方向が $(0001)[\bar{1}100]$ であるB試験片では、き裂はいずれも柱面すべりのslip-off機構により $\{\bar{1}100\}$ に沿って進展する。
- (2) 試験片板面および荷重軸方向が $(\bar{1}100)[\bar{1}1\bar{2}0]$ であるD試験片では、き裂は柱面すべりを伴い $(\bar{1}1\bar{2}0)$ に沿って進展する。
- (3) 試験片板面および荷重軸方向が $(\bar{1}1\bar{2}0)[0001]$ であるE試験片と試験片板面および荷重軸方向が $(\bar{1}100)[0001]$ であるF試験片では、き裂はいずれも $\{10\bar{1}2\}$ 双晶を伴い (0001) に沿って進展する。E試験片において、 $(c+a)$ 転位が観察されたことから、 $\{10\bar{1}1\}\langle\bar{1}1\bar{2}3\rangle$ 1次錐面すべりが活動していると考えられる。
- (4) 5種類の試験片のS-Nプロットは結晶方位に強く依存し、A、BおよびD試験片に比べ、EとF試験片は1.5倍程度高い疲労強度を示した。これらの差は、き裂先端で活動するすべりおよび双晶の活動応力に起因する。

参 考 文 献

- 1) I. P. Jones and W. B. Hutchinson: *Acta Metall.* 29 (1981) 951-968.
- 2) R. W. Hertzberg: (John Wiley & Sons, 1976) pp.124.
- 3) F. Yang, S. M. Yin, S. X. Li and Z. F. Zhang: *Mater. Sci. Eng. A* **491**(2008) 131-136.
- 4) L. Jiang, J. J. Jonas, R. K. Mishra, A. A. Luo, A. K. Sachdev and S. Godet: *Acta Mater.* **55**(2007) 3899-3910.
- 5) J. Kaneko, M. Sugamata, M. Numa, Y. Nishikawa and H. Takada: *J. Japan Inst. Metals* **64**(2000) 141-147.
- 6) M. R. Barnett, Z. Keshavarz, A. G. Beer and D. Atwell: *Acta Materi.* **52**(2004) 5093-5103.
- 7) R. Ohyama, J. Koike, M. Suzuki and K. Maruyama: *J. Japan Inst. Metals* **68**(2004) 27-33.
- 8) J. Koike, Y. Sato and Ando: *Mater. Trans.* **49**(2008) 2792-2800.
- 9) Y. Chino, M. Mabuchi, R. Kishihara, H. Hosokawa, Y. Yamada, C. Wen, K. Shimojima and H. Iwasaki: *Mater. Trans.* **43**(2002) 2554-2560.
- 10) L. Cisar, Y. Yoshida, S. Kamodo, Y. Kojima and F. Watanabe: *Mater. Trans.* **44**(2003) 476-483.
- 11) S. Hanada: *TETSU-TO-HAGANE* 76 (1990) 495-502.
- 12) K. Yoshimi, Y. Murayama, S. Hanada and S. Ishiyama: *J. Japan Inst. Metals* **54** (1990) 962-969.
- 13) H. Kusamachi, K. Kitaoka, T. Nishimura and Y. Moriguchi: *J. Soc. Mater. Sci., Japan* **30** (1981) 1061-1073.
- 14) Y. Mine, S. Ando, K. Takashima, H. Tonda and Y. Higo: *J. Japan Inst. Metals* **61**(1997) 41-48.
- 15) Y. Mine, S. Ando, H. Tonda, K. Takashima and Y. Higo: *J. Japan Inst. Metals* **62**(1998) 708-717.
- 16) S. Ando, Y. Mine, H. Tonda and K. Takashima: *Ti-2003 Science and Technology*, edited by G. Ljering and J. Albrecht, WILEY- VCH, (2004)1933-1940.

- 17) R. W. Hertzberg: (John Wiley & Sons, 1976) pp.6-16.
- 18) S. Ando, K. Oyabu, K. Hirayama, M. Tsushida and H. Tonda: *Key Eng. Mater.* **297-300**(2005) 280-285.
- 19) K. Kuroki, M. Omori and Y. Tomota: *Kinzoku No Kyodo To Hakai 2nd Ed.* (Morikita Shuppan, 1986) pp.22-28.
- 20) S. Naka, A. Lasalmonie, P. Costa and L. P. Kubin: *Philos. Mag. A* **57**(1988) 717-740.
- 21) Y. Tomimasu : Master thesis (1998).

第 5 章

AZ31 マグネシウム合金押し出し材の 結晶粒径と疲労強度の関係

5.1 緒 言

マグネシウム合金は実用金属中最も軽量かつリサイクル可能な次世代軽量材料として注目されており、省エネや環境問題等の観点から自動車部品への展開も期待されている。しかしながら、既存のマグネシウム合金は、アルミニウム合金に比べて静的強度が低いために、その応用範囲が制約されていた。そこで、近年マグネシウム合金を高強度化するために、ECAP(equal channel angular pressing)^{1,2)}やRCP(roll compaction process)³⁾等の強加工法により、結晶粒が微細化され、高強度Al合金を超える強度を有するマグネシウム合金が開発されている。今後、自動車などの構造物へ利用する際には、静的強度だけでなく疲労強度を調査することは、極めて重要である。そのため、集合組織が疲労破壊に与える影響も考える必要がある。マグネシウム合金の疲労破壊挙動に関する研究は、近年のマグネシウム合金の開発や発展に伴い、数多く実施されている。その多くは、疲労特性に及ぼす環境の影響⁴⁻⁸⁾、材料組織の影響⁹⁻¹⁵⁾、疲労き裂進展挙動・疲労寿命・疲労強度¹⁶⁻²⁰⁾に関するものである。しかし、結晶粒径と疲労特性の関係を示す研究は極めて少ない²¹⁻²³⁾。

Uematsu ら²¹⁾は、平均結晶粒径が $10\mu\text{m}$ 以下のAZ31B合金押し出し材の結晶粒径と疲労特性の関係について明らかにしている。押し出し条件を制御することによって、結晶粒径の異なる3種類のAZ31合金の押し出し材（平均結晶粒径： $2.1\mu\text{m}$ 、 $2.9\mu\text{m}$ 、 $7.4\mu\text{m}$ ）を作製し、回転曲げ疲労試験によりS-N曲線を求めている。その結果、結晶粒径が減少するにつれ、疲労限は高くなり、疲労寿命も長くなることを明らかにしている。一方でOchiら²³⁾は、 $29\mu\text{m}$ と $47\mu\text{m}$ の2種類の平均結晶粒径を有するAZ31合金押し出し材の疲労破壊挙動を調査し、それらの疲労限および疲労寿命に関して違いはほとんどなかったことを報告している。またKim ら²²⁾は、粗大な平均結晶粒径を有するAZ31合金押し出し材と、それにECAPを施した微細な粒径を有するAZ31合金の疲労特性を明らかにしている。ECAPを施していないAZ31合金の出発材における平均結晶粒径は $48.3\mu\text{m}$ であり、ECAP材（4 pass）の平均結晶粒径は $2.5\mu\text{m}$ である。その結果、ECAP材の疲労寿命は出発材より低下するというUematsuらと逆の結果を示している。

上述の複数の報告では、Uematsu らは、平均結晶粒径が $10\mu\text{m}$ 以下の疲労特性を調査しているのに対し、Ochi らは、平均結晶粒径が数十 μm の範囲で疲労特性を調査している。これらの研究によりAZ31合金押し出し材における、疲労特性と結晶粒径の関係が部分的に明らかになっている。しかし、Uematsu らの結晶粒径が $10\mu\text{m}$ 以下の報告においては結晶粒径の減少に伴

い、疲労限および疲労寿命が向上しているのに対し、Ochi らの結晶粒径が29 μm と47 μm の報告は結晶粒径が減少しているにも関わらず、その疲労限と疲労寿命に差がない結果となっており、統一性に乏しい。またKim らの結果は、ECAP処理による底面の結晶配向の影響が考えられる。これらの異なる疲労特性は、結晶粒径調査の範囲の違いと集合組織の影響が考えられる。いずれにせよ、結晶粒径と疲労特性の関係を理解するためには、数 μm から数十 μm の範囲で、AZ31押出し材の疲労特性と結晶粒径の関係を調査することが必要である。

そこで本章では、結晶粒径が4.7 μm 、15 μm 、23 μm であるAZ31合金の押出し材を準備し、疲労特性（疲労強度、疲労限、疲労寿命）に及ぼす結晶粒径の影響を調査した。

5.2 実験方法

本試験では、3種類のAZ31合金の押出し材を用いた。Fig.5-1に、準備したAZ31合金の押出し材の縦断面と横断面の光学顕微鏡写真を示す。Fig.5-1のように、押出し方向に伸張した組織ではなく、全ての試験片は等軸粒を有していた。平均結晶粒径は、それぞれ4.7 μm 、15 μm および23 μm （以下、試験片をF-、M- およびC-specimenとする）である。Table 5-1に試験片の組成を示す。合金の化学組成は若干異なるが、AZ31Bの規格の範囲にある。

ここでF-specimenは供試材の寸法が約 ϕ 8mmと制約があることから、第2章で開発した試験法を用いることにした。Fig.5-2 に作製した疲労試験片の形状を示す。各押出材から、30 mm \times 3mm \times 0.3 mm の試験片を作製した。試験片の長軸方向を押出方向に平行になるようにしており、き裂の進展方向は、押出方向に対し垂直となる。Fig. 2-6の $L=25$ mm, $L'=24$ mm, $L''=24$ mm であり、応力振幅は式(2-13)で算出した。

疲労試験は、応力比-1、荷重繰り返し周波数は390Hzとし、室温大気中で行った。疲労試験後の破面は、SEMにより観察した。

Table 5-1 Chemical composition of the AZ31B alloys

	Al	Zn	Mn	Mg
F-specimen ($\bar{d}=4.7\mu\text{m}$)	3.1	0.73	0.61	bal.
M-specimen ($\bar{d}=15\mu\text{m}$)	2.5	0.7	0.2	bal.
C-specimen ($\bar{d}=23\mu\text{m}$)	2.9	0.9	0.48	bal.

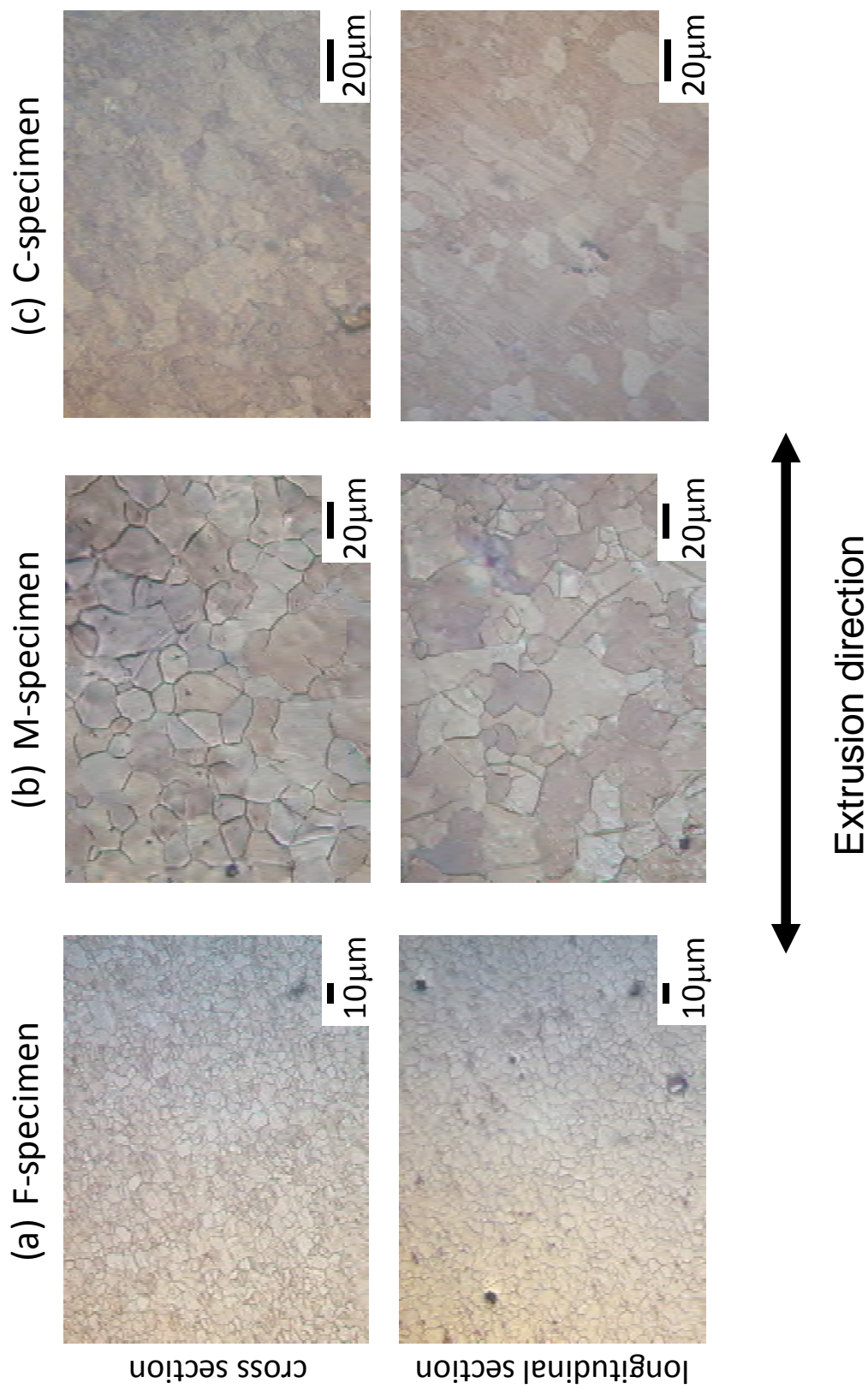


Fig. 5-1 Optical micrographs of the extruded AZ31B alloys with different grain sizes.

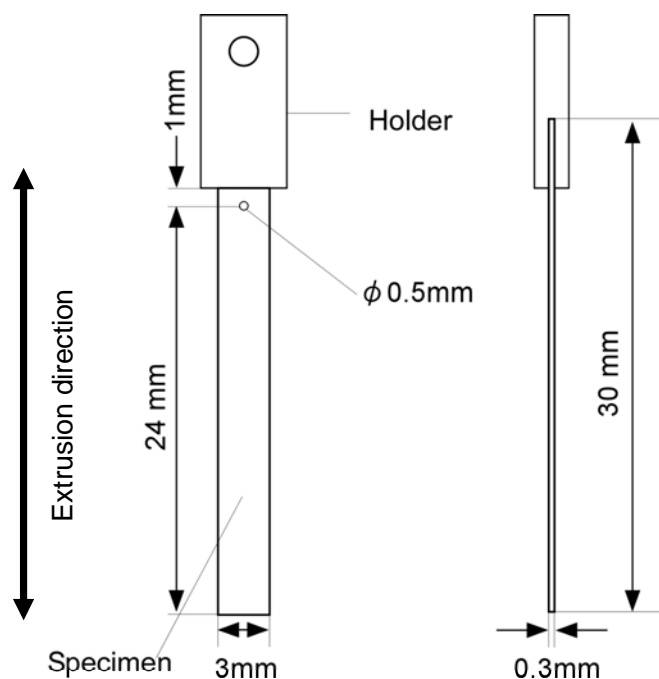


Fig. 5-2 Shape and dimensions of the fatigue test specimen.

5.3 実験結果および考察

Fig.5-3に各試験片におけるS-Nプロット（応力振幅 σ_a と破断までの繰返し数 N_f との関係）を示す。疲労試験は 10^8 サイクル数まで実施し、図中の矢印を付記したプロットは 10^8 サイクルにおいて未破断であることを示している。すべての試験片においてS-Nプロットの傾向は、 10^5 サイクル程度で明確な折れ曲りを示した。そして、F-, M- およびC-specimenの 10^8 サイクルでの疲労強度を疲労限とみなすと、疲労限は、それぞれ160MPa, 150MPa および150MPaと見積もられ、F-specimenは本研究において最も高い疲労限を示した。一方で、M-specimenとC-specimenは結晶粒径が $23\mu\text{m}$ から $15\mu\text{m}$ へと小さくなっているにもかかわらず、その疲労限はほぼ同程度であった。F-, M- およびC-specimenの引張における0.2%耐力は、それぞれ232MPa, 200MPa および203MPaであったので、結晶粒径サイズが $23\mu\text{m}$ から $15\mu\text{m}$ へ減少したにもかかわらず疲労限が向上しなかった理由として引張における0.2%耐力の変化がほとんどなかったためと考えられる。

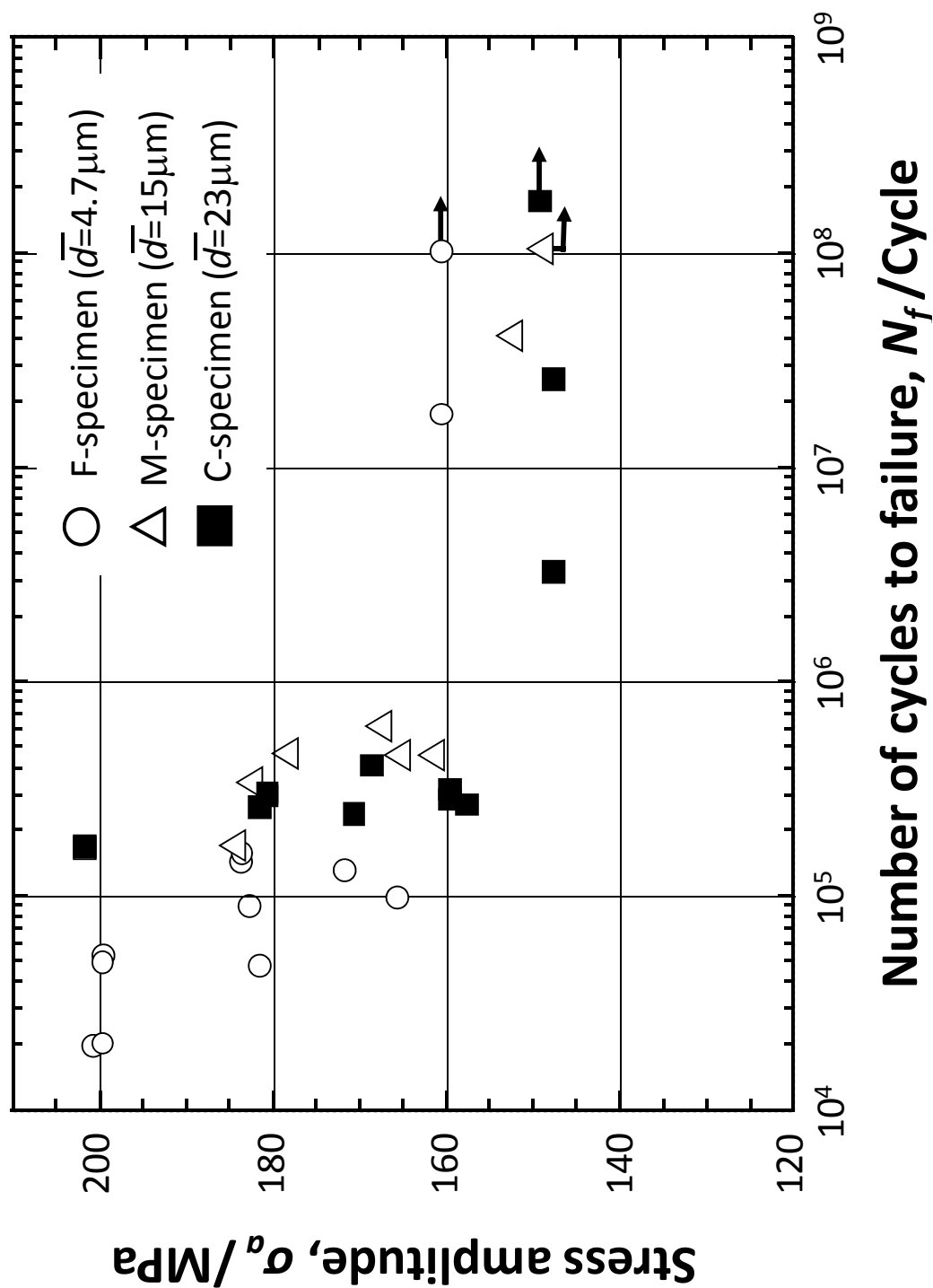


Fig. 5-3 S-N plots of the AZ31B alloys with different grain sizes.

ここで、本研究におけるすべての試験片において、疲労限は引張における0.2%耐力の約70%に相当していた。他の研究者におけるAZ31合金の展進材の応力比 $R = -1$ の疲労試験において、疲労限は引張の0.2%耐力の約45~60%に相当している^{12, 13, 17, 21, 23}。本研究におけるその割合は他の研究者と比較して高い結果となった。ここで、一般的な平滑材による疲労試験について考えると、負荷形式の違いにより疲労強度が異なることは多い²⁴。それも引張と曲げなどのように応力状態が異なる場合強度の差が大きいのでは理解できるが、同じ曲げなのに回転曲げと平面曲げで疲労強度が全くことなることもある。しかも、同一研究者の同一材料に対する結果を突き合わせてみても、回転曲げ疲労強度と平面曲げ疲労強度が一致することは少なく、むしろ差があることが多い²⁵。両疲労強度の差の原因としては、試験片形状や寸法の違い、試験機の負荷形式の違いなどにより見かけの応力が同じでも実際に加わっている応力が異なる可能性があること、試験片が回転するのとししないのとの差、試験片の加工、熱処理等の仕上げ条件の違いなどが考えられる。以上のような点で回転曲げ疲労強度と平面曲げ疲労強度で値がことなることが考えられる。

一方で、短寿命側での疲労寿命と結晶粒径の関係は、疲労限と結晶粒径の関係とは異なる。10⁶ サイクルより低い場合、M-specimenの疲労寿命はC-specimenの疲労寿命よりわずかに長い。しかしながら、F-specimenは本研究において最も短い疲労寿命を示した。すなわち、疲労寿命は単純に結晶粒径の変化に対応しないことになる。

そこで、まず各試験片における破面を比較した。Fig.5-4に F-, M- および C-specimen の疲労破面の SEM 写真をそれぞれ示す。M-specimen と C-specimen の破面は同様に、ストライエーション状のすじ模様が観察された。一見 F-specimen の疲労破面は M-specimen と C-specimen の疲労破面とは異なるように見えるが、F-specimen の疲労破面においても Fig.5-5 のように拡大すると細かいストライエーション状のすじ模様が観察された。このことは AZ31B 合金においてこの粒径範囲では、基本的な疲労破壊機構は結晶粒径に依存しないことを示している。

同様の疲労破面が純マグネシウム²⁶の多結晶材料や第6章に述べる Mg-Zn-Y 系合金^{27,28}の疲労破面においても観察されている。このストライエーション状模様の形成は次のように考えられる。hcp 構造を持つマグネシウムやマグネシウム合金は、圧延や押し出し後に強い集合組織を持つことがよく知られている^{20, 29-35}。つまり、底面は押し出し方向（圧延方向）に対して平行に配向する。本研究において使用した AZ31 合金の押し出し材も、同様の集合組織を持つと考えられる。本き裂は底面に対し垂直に進展すると考えられる。Ando ら^{36,37}は、切欠面お

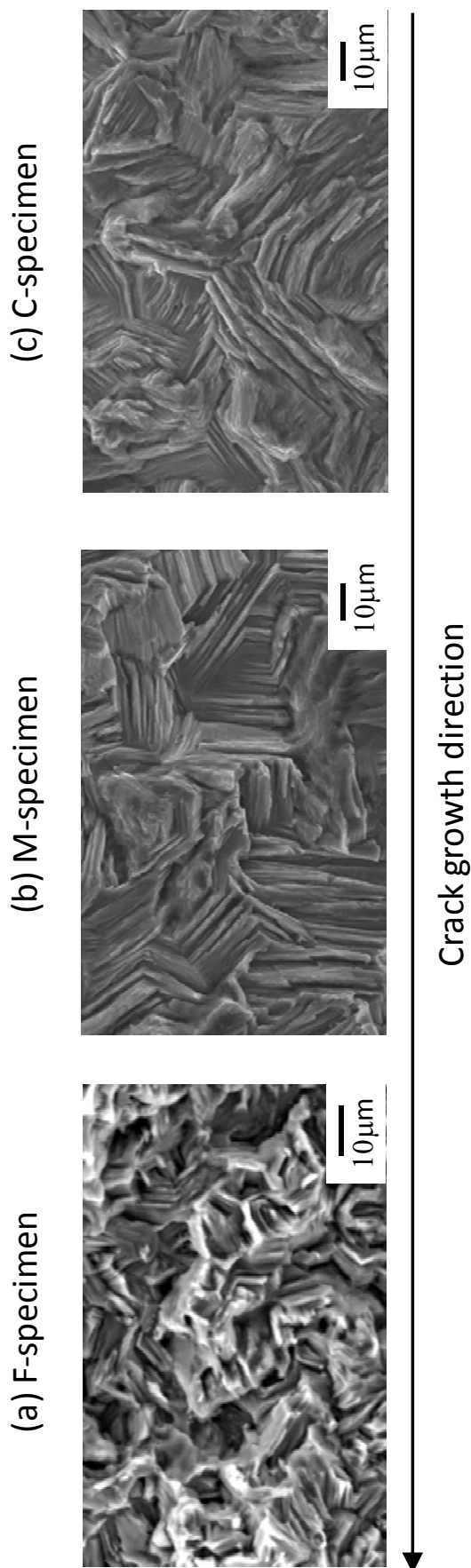


Fig. 5-4 SEM images of the fatigue fracture surfaces of the AZ31B alloy with the grain size of (a) 4.7 μ m (F-specimen), (b) 15 μ m (M-specimen) and (c) 23 μ m (C-specimen).

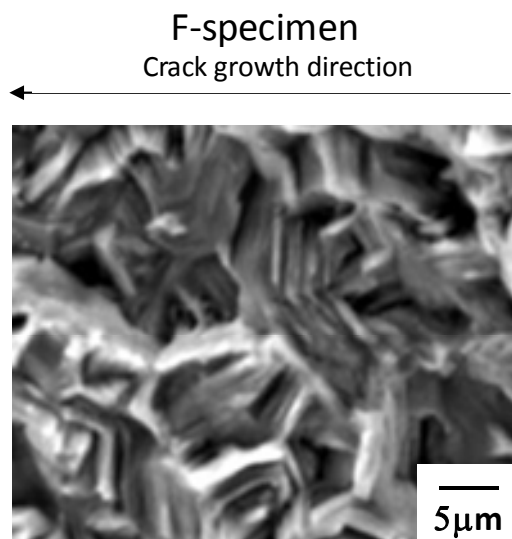


Fig. 5-5 SEM image of the fatigue fracture surface of the AZ31B alloy with the grain size of $4.7\mu\text{m}$ (F-specimen).

よび方向が $(10\bar{1}0)[0001]$ であるマグネシウム単結晶の疲労き裂進展挙動について報告している。その報告では、ストライエーション状のすじ模様が単結晶の疲労破面からも観察されており、このすじ模様が観察される機構を Ando らは次のように提案している。Fig. 3-10 に示したように、繰り返し負荷が試験片に作用すると、疲労き裂先端において、マグネシウムの主すべり系である底面すべりが起こり、き裂が開く。そして、き裂先端において底面すべりの転位が堆積すると、底面すべりによる開口が停止する。そこでき裂先端の応力集中により、き裂前方の底面に平行な引張における破断応力を越えた領域は破断し、一定の長さだけき裂が進展することになる。この破断によって生じたき裂先端において再び底面すべりが生じ、き裂が開く。したがって、マグネシウム単結晶の疲労破面において観察されたストライエーション状のすじ模様は、底面すべりの活動と底面に垂直な破断の繰り返しにより形成されたと提案している。本研究において用いられた AZ31B 合金の押し出し材は集合組織を持っていると考えられ、疲労き裂の進展方向は底面に対して垂直となる。その結果、単結晶の場合と同様に底面すべりが起こることにより、ストライエーション状のすじ模様が形成され、本研究におけるすべての試験片の疲労破面において観察されたと考えられる。

上述のように F-specimen が M-や C-specimen より疲労寿命が短くなった理由を考えるために、き裂近傍を詳細に観察した。Fig.5-6 に、疲労試験後の C-specimen における板面の SEM

写真を示す。多くの並んだ双晶が C-specimen の疲労き裂近傍で観察された。しかし、このような双晶は F-specimen のき裂近傍には観察されなかった。これまでに結晶粒径の減少に伴い双晶が起りにくくなることが知られている^{29, 38-40)}。したがって、F-specimen において、双晶が観察されなかったのは、微細粒組織であったためと考えられる。一方で、Ando ら³⁷⁾はマグネシウム単結晶による疲労き裂進展試験により、双晶変形を伴った試料の疲労き裂進展速度は双晶変形を伴わないものよりも低くなることを報告している。疲労き裂進展速度は疲労寿命を決定する一因であるため、疲労試験における双晶形成は疲労き裂進展速度だけでなく、疲労寿命にも影響を与えたと考えられる。したがって、F-specimen の疲労寿命は、双晶を伴った C-specimen よりも短くなったと考えられる。

以上のように、本研究において M-specimen と C-specimen の疲労限は同程度であったが、結晶粒径が $15\mu\text{m}$ から $4.7\mu\text{m}$ に減少すると疲労限は上昇した。これは結晶粒径の減少に伴う強度の上昇によるものである。

一方で、結晶粒径が $23\mu\text{m}$ から $15\mu\text{m}$ へと減少すると疲労寿命は長くなるが、 $15\mu\text{m}$ から $4.7\mu\text{m}$ へ結晶粒径がさらに減少すると、疲労寿命が短くなる。これは、結晶粒径が $4.7\mu\text{m}$ の試験片では、双晶が起りにくくなり、き裂進展速度が高くなったためである。

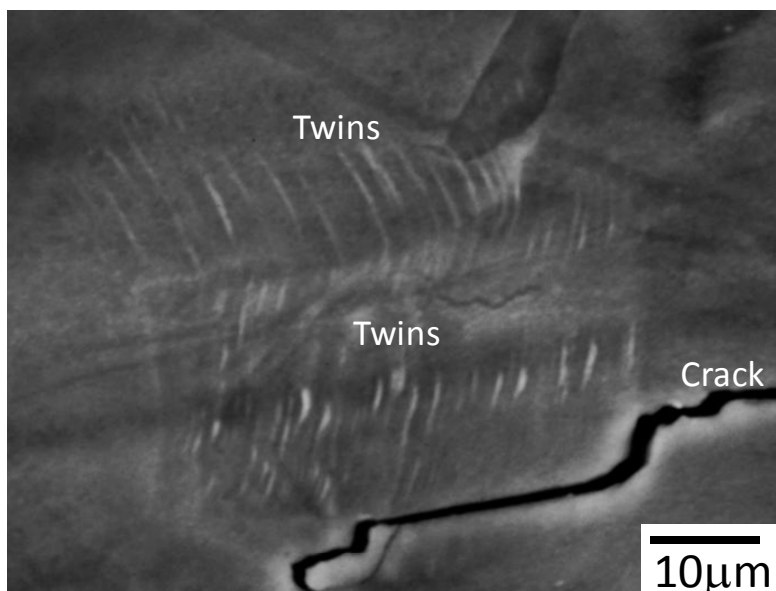


Fig. 5-6 SEM image of the twins near the crack in the C-specimen after the fatigue test.

5.4 小 括

異なる結晶粒径を有するAZ31B押し出し材 ($\bar{d} = 4.7 \mu\text{m}$: F-specimen, $\bar{d} = 15 \mu\text{m}$: M-specimen, $\bar{d} = 23 \mu\text{m}$: C-specimen)の疲労破壊挙動を薄片曲げ小型疲労試験機により調査した。その結果、以下のことが明らかとなった。

- (1) S-Nプロットより、F-, M- およびC-specimenの疲労限はそれぞれ、160MPa, 150MPa および150MPaであり、引張における0.2%耐力と対応した結果となった。
- (2) 10^6 サイクルより低サイクル側での疲労寿命は、結晶粒径が $23 \mu\text{m}$ から $15 \mu\text{m}$ へと減少すると長くなるが、 $15 \mu\text{m}$ から $4.7 \mu\text{m}$ へ減少すると短くなる。
- (3) すべての試験片の疲労破面において、結晶粒径に対応するストライエーション状のすじ模様が観察された。このストライエーション状のすじ模様は、き裂先端における底面すべりの活動により形成される。
- (4) F-specimenの疲労寿命が結晶粒径の大きなC- とM-specimenに比べて短くなったのは、双晶が、微細結晶粒では生じにくくなるためと考えられる。

参 考 文 献

- 1) Y. Iwahashi, J. T. Wang, Z. Hirota and T. G. Langdon: *Scr. Mater.* **35** (1996) 143-146.
- 2) K. Nakashima, Z. Hirota, M. Nemoto and T. G. Langdon: *Acta Mater.* **46** (1997) 1589.
- 3) K. Kondoh: *Magnesium Technology* (2005) 77-80.
- 4) M. Nakajima, K. Tokaji, Y. Uematsu and T. Shimizu: *J. Soc. Mater. Sci., Japan* **56** (2007) 764-770.
- 5) K. Tokaji, M. Nakajima and Y. Uematsu: *Int. J. Fatigue* **31** (2009) 1137-1143.
- 6) A. Eliezer, E. M. Gutman, E. Abramov and Ya. Unigovski: *J. Light Metals* **1** (2001) 179-186.
- 7) Z. Y. Nan, S. Ishihara and T. Goshima: *Int. J. Fatigue* **30** (2008) 1181-1188.
- 8) Y. Unigovski, A. Eliezer, E. Abramov, Y. Snir and E. M. Gutman: *Mater. Sci. Eng. A* **360** (2003) 132-139.
- 9) S. M. Yin, F. Yang, X. M. Yang, S.D. Wu, S. X. Li and G.Y. Li: *Mater. Sci. Eng. A* **494** (2008) 397-400.
- 10) S. M. Yin, H. J. Yang, S.X. Li, S.D. Wu and F. Yang: *Scr. Mater.* **58** (2008) 751-754.
- 11) S. Ishihara, Z. Nan and T. Goshima: *Mater. Sci. Eng. A* **468-470** (2007) 214-222.
- 12) Z. Y. Nan, S. Ishihara, T. Goshima and R. Nakanishi: *Scr. Mater.* **50** (2004) 429-434.
- 13) H. Somekawa, N. Maruyama, S. Hiromoto, A. Yamamoto and T. Mukai: *Mater. Trans.* **49** (2008) 681-684.
- 14) S. A. Khan, Y. Miyashita, Y. Motoh and Z. B. Sajuri: *Mater. Sci. Eng. A* **420** (2006) 315-321.
- 15) H. Mori, M. Noda, T. Tsujimura, K. Funami and K. Higashi: *J. Japan Inst. Metals* **70** (2006) 521-523.
- 16) K. Tokaji, M. Kamakura, N. Hasegawa and Y. Tsuboi: *J. Soc. Mat. Sci., Japan* **52** (2003) 821-826.
- 17) K. Tokaji, M. Kamakura, Y. Ishiizumi and N. Hasegawa: *Inter. J. Fatigue* **26** (2004) 1217-1224.

- 18) S. Ishihara, A. J. McEvily, M. Sato, K. Taniguchi and T. Goshima: *Inter. J. Fatigue* **31** (2009) 1788-1794.
- 19) F. Lv, F. Yang, Q. Q. Duan, T. J. Luo, Y. S. Yang, S. X. Li and Z. F. Zhang: *Scr. Mater.* **61** (2009) 887-890.
- 20) F. Yang, S. M. Yin, S. X. Li and Z. F. Zhang: *Mater. Sci. Eng. A* **491** (2008) 131-136.
- 21) Y. Uematsu, K. Tokaji, M. Kamakura, K. Uchida, H. Shibata, N. Bekku: *Mater. Sci. Eng. A* **434** (2006) 131-140.
- 22) H. K. Kim, Y. I. Lee and C. S. Chung: *Scr. Mater.* **52** (2005) 473-477.
- 23) Y. Ochi, K. Masaki, T. Hirasawa, X. Wu, T. Matsumura, Y. Takigawa and K. Higashi: *Mater. Trans.* **47** (2006) 989-994.
- 24) S. Koe, H. Nakamura, T. Tsunenari and T. Okada: *J. Soc. Mater. Sci., Japan* **32** (1982) 522-527.
- 25) T. Kamata: *J. Soc. Mater. Sci., Japan* **29** (1979) 150-154.
- 26) S. Ando, N. Iwamoto, T. Hori and H. Tonda: *J. Japan Inst. Metals* **65** (2001) 187-190.
- 27) S. Ando, K. Toda, M. Tsushida, H. Tonda and Y. Kawamura: *Key Eng. Mater.* **326-328** (2006) 975-978.
- 28) S. Ando, K. Toda, M. Tsushida, H. Kitahara, H. Tonda and Y. Kawamura: *J. Japan Inst. Metals* **71** (2007) 699-703.
- 29) L. Jiang, J. J. Jonas, R. K. Mishra, A. A. Luo, A. K. Sachdev and S. Godet: *Acta Mater.* **55** (2007) 3899-3910.
- 30) J. Kaneko, M. Sugamata, M. Numa, Y. Nishikawa and H. Takada: *J. Japan Inst. Metals* **64** (2000) 141-147.
- 31) M. R. Barnett, Z. Keshavarz, A. G. Beer and D. Atwell: *Acta Mater.* **52** (2004) 5093-5103.
- 32) R. Ohyama, J. Koike, M. Suzuki and K. Maruyama: *J. Japan Inst. Metals* **68** (2004) 27-33.

- 33) J. Koike, Y. Sato and Ando: Mater. Trans. **49** (2008) 2792-2800.
- 34) Y. Chino, M. Mabuchi, R. Kishihara, H. Hosokawa, Y. Yamada, C. Wen, K. Shimojima and H. Iwasaki: Mater. Trans. **43** (2002) 2554-2560.
- 35) L. Cisar, Y. Yoshida, S. Kamodo, Y. Kojima and F. Watanabe: Mater. Trans. **44** (2003) 476-483.
- 36) S. Ando, K. Saruwatari, T. Hori and H. Tonda: J. Japan Inst. Metals **67** (2003) 247-251.
- 37) S. Ando, Y. Ikejiri, N. Iida, M. Tsushida and H. Tonda: J. Japan Inst. Metals **70** (2006) 634-637.
- 38) Y. Chino, K. Kimura and M. Mabuchi: Mater. Sci. Eng. A **486** (2008) 481-488.
- 39) M. A. Meyers, O. Vöhringer and V. A. Lubarda: Acta mater. **49** (2001) 4025-4039.
- 40) L. L. Chang, Y. N. Wang, X. Zhao and M. Qi: Mater. Charact. **60** (2009) 991-994.

第 6 章

長周期積層構造型 Mg-Zn-Y 系合金 の疲労破壊特性

6.1 緒 言

近年、エネルギー環境問題の観点から、自動車等の輸送機器の構造材料として、軽量で高強度な材料の開発が精力的に行われている。その材料としてマグネシウムは、軽量で高比強度材として注目されている。そのなかで、Kawamura ら¹⁾により、高い強度と延性を併せもつ Mg-Zn-Y 系合金が開発されている。この合金には長周期積層構造相 (long period stacking ordered phase, 以下LPSO 相) をもつという組織的特徴がある^{2,3)}。この材料を輸送機器の構造材として使用する場合には、静的な強度だけでなく、疲労破壊特性の評価も重要となる。この合金系の代表的な組織は、 α -Mg 母相中にLPSO 相が分散した二相組織であることから、各相における疲労破壊機構が異なることが予測される。そこで本章では、LPSO 相を含む Mg-Zn-Y 合金、またLPSO 相単相および α -Mg 単相合金について疲労試験を行い、それらの疲労破壊挙動を比較した。

6.2 実験方法

本試験では、 α -Mg 母相と LPSO 相からなる Mg-Zn-Y 系合金として、 $\text{Mg}_{96}\text{-Zn}_2\text{-Y}_2$ 合金 (以下、二相合金) を用いた。またこの合金は、LPSO 相と α -Mg 母相が単相となる組成が分かっている⁴⁾。そこで、LPSO 相単相となる $\text{Mg}_{88}\text{-Zn}_5\text{-Y}_7$ 合金 (以下、LPSO 相合金) と α -Mg 母相単相となる $\text{Mg}_{99.2}\text{-Zn}_{0.2}\text{-Y}_{0.6}$ 合金 (以下、母相合金) を比較材として用いた。各合金はアルゴンガス中で高周波溶解し、鋳造後、二相合金は押出温度 673K、LPSO 合金と母相合金は 723 K で、いずれも押出比 10 で押出加工をしたものである。ここで Mg-Zn-Y 合金は、現段階では研究室レベルでの製造であるため、その量や素材形状に制約がある。そこで本研究では、第2章で示した薄片曲げ小型疲労試験機により、疲労試験を行うことにした。

Fig.6-1 に作製した疲労試験片の形状を示す。各押出材から、30 mm×3mm×0.3 mm の試験片を作製した。試験片の長軸方向を押出方向に平行になるようにしており、き裂の進展方向は、押出方向に対し垂直となる。本試験において、Fig. 2-6の $L=25$ mm, $L'=24$ mm, $L''=24$ mm であり、応力振幅は式(2-13)で算出した。

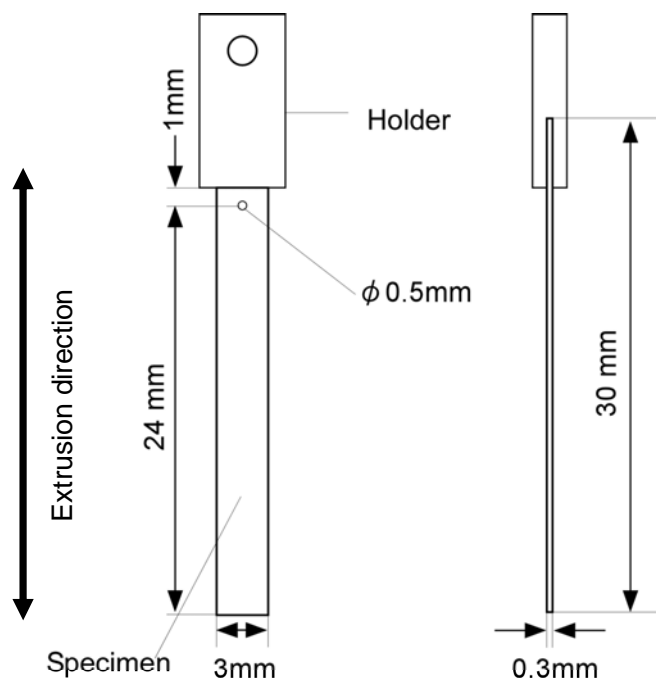


Fig. 6-1 Shape and dimensions of the fatigue test specimen.

疲労試験は応力比-1，荷重繰り返し周波数は390Hz，試験片におもりを付した場合100Hzで，室温大気中で行った．疲労試験後の破面はSEMにより観察した．

6.3 実験結果および考察

Fig. 6-2 に，3 つの合金の横断面と縦断面のSEM 像を示す． Fig. 6-2 (a) が二相合金であり，うすい灰色がLPSO 相，灰色の相が α -Mg 母相である．この合金組成では，LPSO 相は全体の約50%を占めている． Fig. 6-2 (b) のLPSO 相合金では， α -Mg 母相も一部黒く観察されるが，LPSO 相が95%以上を占めている．またFig. 6-2 (c) の母相合金では，化合物相もわずかに白く観察されるが，LPSO 相は無く，ほぼ単相である．これらの合金の組織は，押出加工により微細化し，二相合金と母相合金の α -Mg 相の粒径は，それぞれ約 $1\ \mu\text{m}$ と約 $3\ \mu\text{m}$ であった⁴⁾．LPSO 相は， α -Mg 母相に比べて大きく，二相合金とLPSO 相合金では，それぞれ $20\ \mu\text{m}$ 程度と $50\sim 100\ \mu\text{m}$ 程度であった．LPSO 相内部では，底面が屈曲した組織である^{4,5)}．縦断面をみると，いずれの合金も押出方向に伸長した組織であった．

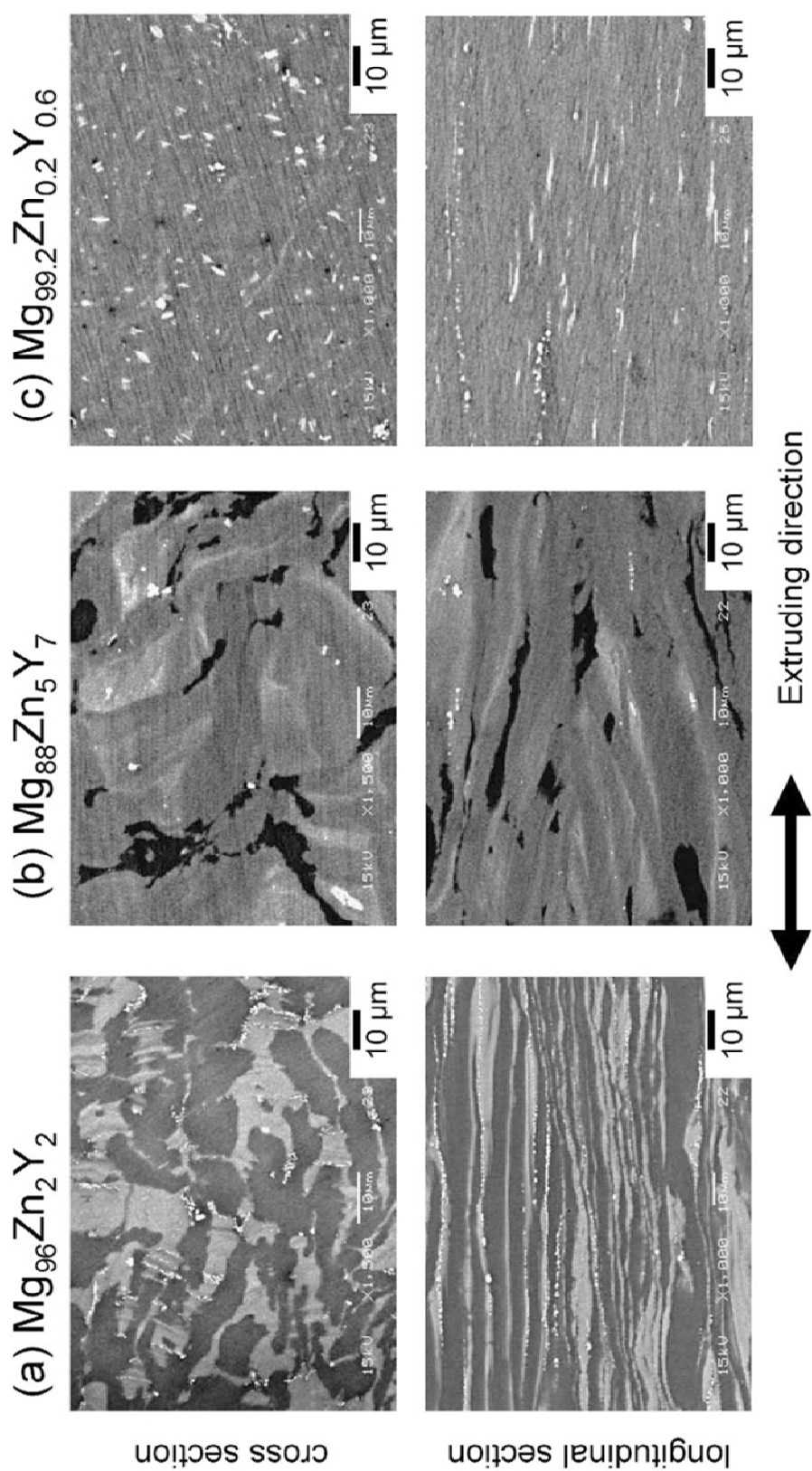


Fig. 6-2 Microstructures of extruded Mg-Zn-Y alloys obtained by SEM.

Fig. 6-3 に、各合金におけるS-N プロット（応力振幅 σ_a と破断までの繰返し数 N_f との関係）を示す。図中の矢印を付記したプロットは未破断であることを示している。S-N プロットより、いずれの合金とも $N_f = 10^6$ 付近で疲労限を示しており、その値は二相合金、LPSO 相合金および母相合金で、それぞれ180 MPa、220 MPaおよび140 MPa となった。

ここで、この疲労限を各合金の0.2%耐力の値⁴⁾と比較すると、2 相合金とLPSO 相合金では約45%、母相合金では約65%の値となった。

Fig. 6-4 に、各試験片の疲労破面を示す。Fig. 6-4 (a) , (b) の二相合金では、破面にすじ模様を示す領域と比較的平坦な破面が観察される。このすじ模様の領域は、 σ_a が高くなるとその領域が広がる傾向があった (Fig. 6-4 (a))。これに対して、Fig. 6-4 (c) の母相合金とFig. 6-4 (d) のLPSO 相合金では、いずれも、破面全体にすじ模様が観察された。さらに、母相合金の破面では、すじ模様が直線的であるのに対し、LPSO 相合金では湾曲した模様になっていることが分かる。このすじ模様の破面は、第5章に示したようにAZ31などの従来の一般的なマグネシウム合金においても観察される。このすじ模様は、マグネシウム単結晶を用いた疲労き進展試験⁶⁻⁸⁾において、き裂が(0001)底面に対し垂直に進展する場合に観察されている。そこで、このような破面は、き裂先端でマグネシウムの主すべり系である底面すべりが活動することにより生じることが報告されている。今回の実験において、LPSO 相合金と母相合金のいずれにおいても、すじ模様の破面形態が観察された。そのため、底面すべりを伴ったき裂進展過程が、Mg-Zn-Y 合金においても生じているとして、Fig. 6-5 に示す Mg-Zn-Y 二相合金における疲労破面の形成過程が考えられる。

まず二相合金中の α -Mg 相において、底面すべりが容易に活動することが考えられる。また Sugino ら⁹⁾は、LPSO 相単相合金において、底面すべりが活動することを報告している。現時点では、この二相合金の押出材がどのような集合組織を形成するかは明らかになっていない。しかし、いずれの相も底面すべりにより変形することから、Fig. 6-5 (a) のように、押出方向に底面が平行になった集合組織になっていると考えられる。そのため、本試験片では、き裂に対し、底面が垂直に配向した結晶粒が多いと考えられる。この場合、き裂先端で底面すべりの活動によりき裂が進展し、それに伴いすじ模様の破面が形成されることになる。ここで、底面すべりの臨界分解せん断応力 CRSS (critical resolved shear stress) は、LPSO 相において約 10MPa と報告されている⁹⁾。これは純マグネシウムや亜鉛等を数%加えた合金における底面すべりの CRSS に比べて高い値である。このことから、二相合金において、各相をき裂が進展する場合、底面すべりの CRSS に差があるため、試験片に加えられる応力により、

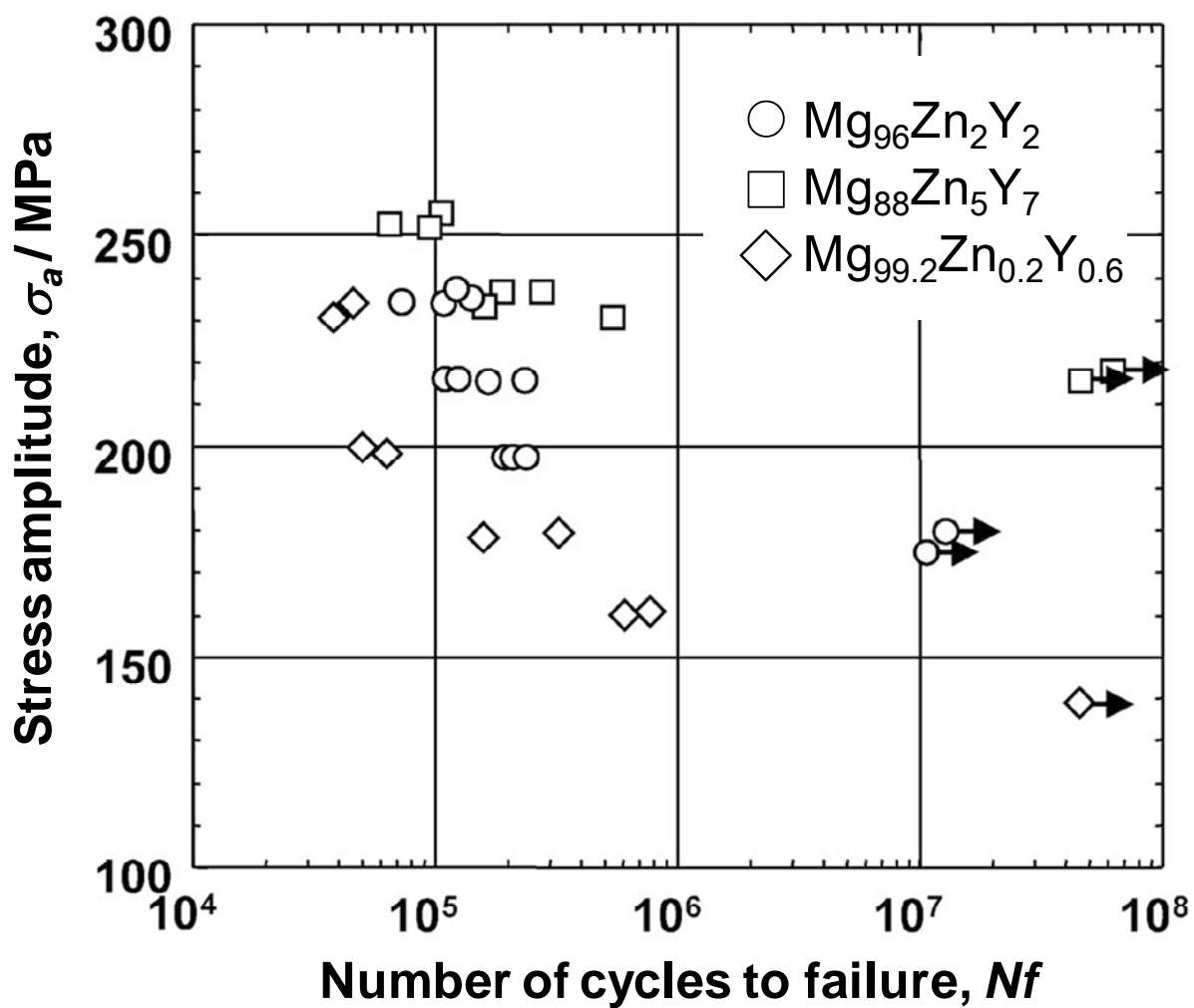
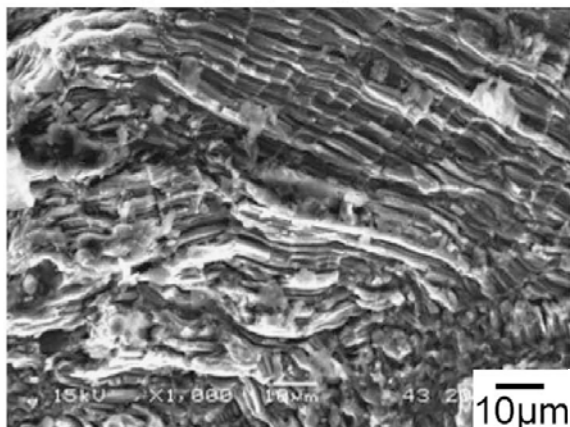
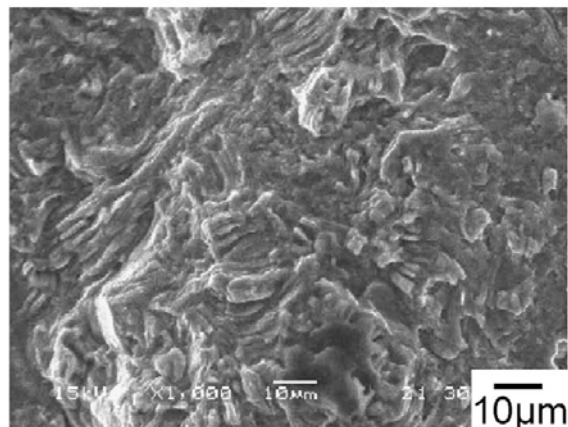


Fig. 6-3 S-N plots of Mg-Zn-Y alloys.

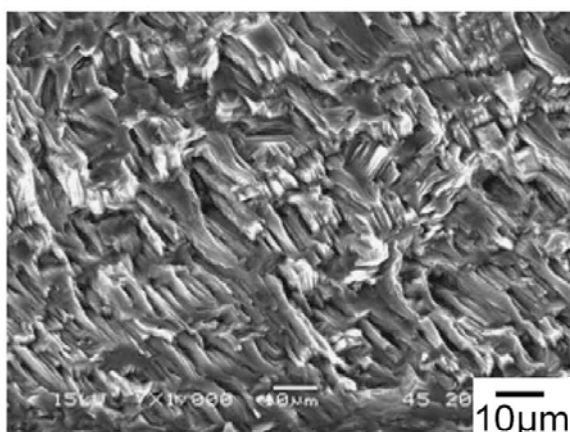
(a) $\text{Mg}_{96}\text{Zn}_2\text{Y}_2$ σ_a :237MPa



(b) $\text{Mg}_{96}\text{Zn}_2\text{Y}_2$ σ_a :196MPa



(c) $\text{Mg}_{99.2}\text{Zn}_{0.2}\text{Y}_{0.6}$ σ_a :160MPa



(d) $\text{Mg}_{88}\text{Zn}_5\text{Y}_7$ σ_a :237MPa

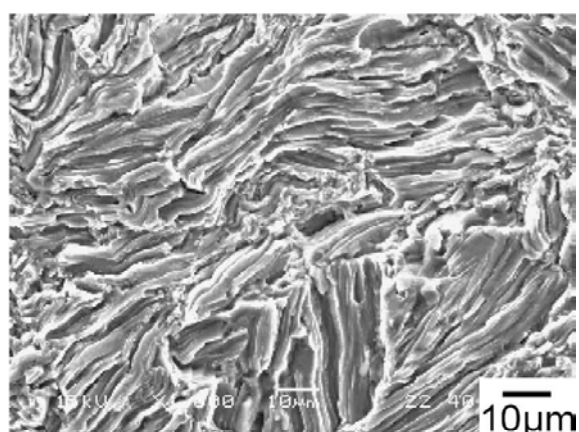


Fig. 6-4 SEM images of fatigue surfaces of Mg-Zn-Y alloys.

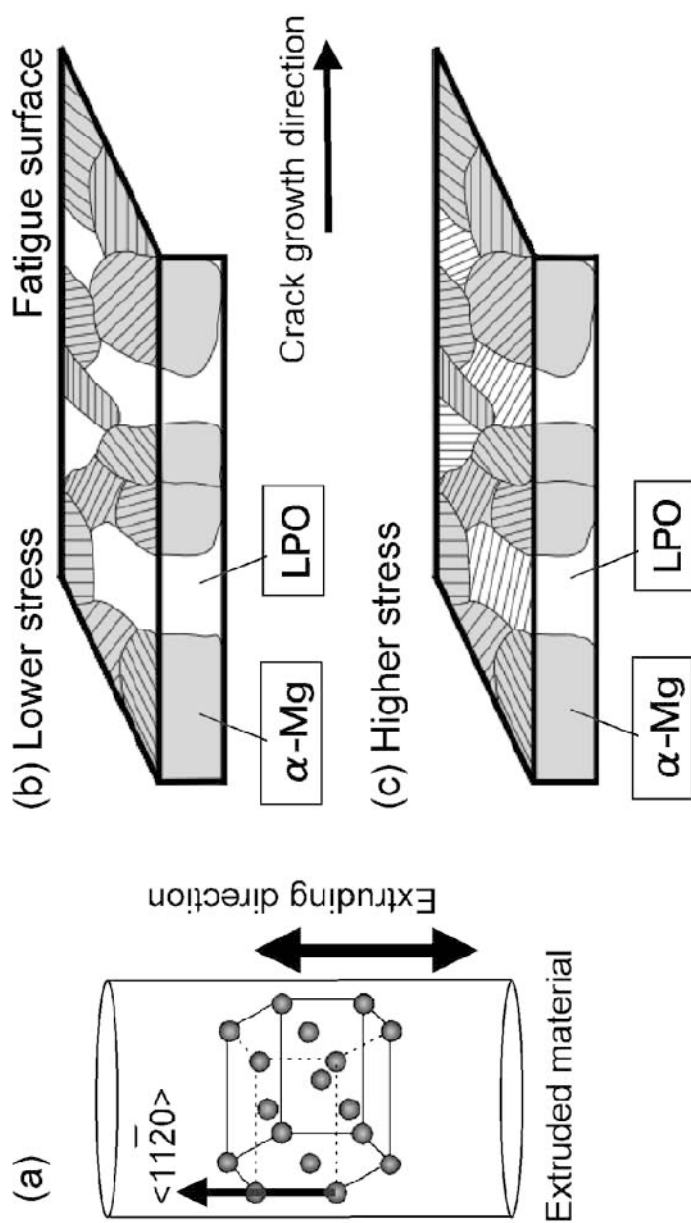


Fig. 6-5 Schematic illustration of fatigue crack propagation.

き裂進展挙動が異なると考えられる。したがって、 σ_a が低い場合 (Fig. 6-5 (b)) , α -Mg 相では底面すべりが低い応力で起こるために、疲労き裂が α -Mg 相を優先的に進展し、その際に α -Mg 相の部分にすじ模様の疲労破面を形成すると考えられる。このときLPSO 相は強度が高く、底面すべりが起こりにくいために疲労き裂は進展しないが、その周囲の α -Mg 相をき裂が進展すると、その後応力集中によりLPSO 相が破壊される。したがって、このLPSO 相の破面は疲労破面とは異なる形態となる。 σ_a が高くなると (Fig. 6-5 (c)) , LPSO 相においても底面すべりが活動するようになり、LPSO 相においても疲労き裂が進展し、すじ模様の破面を呈することになる。Fig. 6-4 (a) , (b) で示したように、 σ_a が増加するとすじ模様の破面を示す領域が増加することは、このように各相における底面すべりのすべり易さに差があるため、応力振幅が増加するに伴い、疲労き裂が進展するLPSO 相が増えるためであると考えられる。またFig. 6-4 (d) では、破面上のすじ模様が湾曲している。これは、Fig. 6-2 (b) で示したように、LPSO 相は湾曲しており、それに伴って粒内の底面もキンク変形を生じ、湾曲・屈曲している⁴⁾。破面に見られるすじ模様は底面すべりにより生じるもので、底面に平行に形成されることが考えられることから、すじ模様もLPSO 相合金では湾曲したものになったと考えられる。

今回得られた各合金の疲労限を比較すると、二相合金の疲労限は各単相合金の中間の値となっている。今回の二相合金では、LPSO 相が組織全体の約50%を占めており、強度が高いLPSO 相が α -Mg 母相中に存在することで、材料の疲労に対する強度を高めている。

6.4 小 括

薄片曲げ小型疲労試験機を用いて、長周期積層構造相を有するMg-Zn-Y 合金の疲労破壊挙動を調査した。その結果、以下のことが明らかとなった。

- (1) Mg₉₆-Zn₂-Y₂ 合金押出材は10⁶ 回で疲労限を示し、その値は180 MPa であった。これは本合金の0.2%耐力の45%に相当する。
- (2) 長周期積層構造相およびα-Mg 母相の単相合金の疲労限は、それぞれ220 MPa および140 MPa であり、長周期積層構造相が存在することで疲労限が向上する。
- (3) いずれの合金においても、き裂先端で底面すべりを伴うき裂進展機構により、疲労破壊する。

参 考 文 献

- 1) Y. Kawamura, K. Hayashi, A. Inoue and T. Masumoto: Mater. Trans. **42** (2001) 1172-1176.
- 2) E. Abe, Y. Kawamura, K. Hayashi and A. Inoue: Acta Mater. **50** (2002) 3845-3857.
- 3) T. Itoi, T. Seimiya, Y. Kawamura and M. Hirohashi: Scri. Mater. **51** (2004) 107-111.
- 4) H. Tamagawa, M. Yamasaki, K. Hagiwara, Y. Umakoshi, K. Higashida and Y. Kawamura:
Abstracts of 111th Annual Meeting of Japan Inst. Light Metal (2006) 171-172.
- 5) S. Yoshimoto, M. Yamasaki and Y. Kawamura: Mater. Trans. **47** (2006) 959-965.
- 6) S. Ando, N. Iwamoto, T. Hori and H. Tonda: J. Japan Inst. Metals **65**(2001) 187-190.
- 7) S. Ando, K. Saruwatari, T. Hori and H. Tonda: J. Japan Inst. Metals **67** (2003) 247-251.
- 8) S. Ando, Y. Ikejiri, N. Iida, M. Tsushida and H. Tonda: J. Japan Inst. Metals **70** (2006) 634-637.
- 9) Y. Sugino, K. Hagiwara, Y. Umakoshi, M. Yamasaki and Y. Kawamura: Collected Abstracts of the
2006 Autumn Meetings of the Japan Inst. Metals (2006) 360.

第 7 章

総 括

金属材料に繰り返し応力が作用することにより生じる疲労破壊は、各種機械構造物における損傷原因の多くを占める。この疲労破壊は、き裂先端の繰り返し塑性変形に基づいて、き裂が進展し、最終的な破壊に至る現象である。ここで、hcp 金属では金属ごとに活動すべり系が異なり、それらの活動性は十分に解明されていない。また結晶方位によっては双晶変形を起こしやすい。そのため、結晶方位により疲労破壊挙動が異なることが予想される。しかしながら、hcp 金属の疲労破壊挙動における結晶方位依存性に関する報告は少ない。この調査には異なる結晶方位を有する単結晶を用いた疲労試験が有効である。そこで本論文では、hcp 金属結晶の中でも実用構造材料として重要なマグネシウム、チタンについて、その結晶方位の異なる単結晶供試材により疲労破壊試験を行い、その疲労破壊挙動における結晶方位依存性を明らかにすることを目的とした。さらに、集合組織を有すると考えられるマグネシウム合金として、AZ31 合金押し出し材および近年開発された長周期積層型 Mg-Zn-Y 系合金押し出し材において疲労破壊試験を行い、単結晶の結果を基にその疲労破壊機構を明らかにすることを目的とした。なお、上述の疲労試験を行うにあたり、新たに薄片曲げ小型疲労試験機を開発した。以下に、本論文における各章のまとめを示す。

第1章では、疲労破壊について述べ、hcp 金属の塑性変形機構とこれまでに報告されている hcp 金属単結晶の疲労破壊の研究について概説した。そして、本論文の目的と各章の構成を示した。

第2章では、単結晶試験片のように、寸法に制約がある材料や損傷の入りやすい材料においても、その疲労破壊挙動の調査が可能な薄片曲げ小型疲労試験機を開発を行った。試験片は小サイズで、機械加工が少ない形状として、厚み 0.3mm、幅 3mm、長さ 20~30mm の短冊状の薄片とし、き裂発生起点を明確にするために 0.5mm の円孔を導入した。疲労試験法は、共振式の平面曲げ試験に着目し、アクチュエータとして、スピーカのボイスコイルを利用した。試験片に生じる応力を調査した結果、本試験の応力振幅は、試験片先端に集中荷重が負荷される片持ち梁の式に、円孔による応力集中係数 1.85 を乗じた式で評価した。

第3章では、純マグネシウムについて、異なる結晶方位を有する単結晶供試材を用いて、疲労破壊挙動における結晶方位依存性を調査した。準備した試験片を、試験片の板面ならびに荷重軸方向により、A 試験片： $(0001)[\bar{1}1\bar{2}0]$ 、C 試験片： $(1\bar{1}20)[\bar{1}\bar{1}00]$ とした。疲労試験の結果、A 試験片では、応力振幅によりその疲労破壊機構が変化することが分かった。応力振幅が 99MPa において、き裂は幅方向の $[\bar{1}\bar{1}00]$ へ進展し、その破面からは2次錐面すべりに起因するすじ模

様が観察された。これに対し、低い応力振幅では、き裂は $\{10\bar{1}2\}$ 双晶のトレースに沿って進展した。C試験片では、応力振幅に関わらず、き裂は部分的に $\{10\bar{1}2\}$ 双晶のトレースに沿って進展したが、大部分は底面すべりを伴って進展した。AとC試験片の疲労限は同程度であったが、低応力振幅では、C試験片がA試験片よりも長寿命であった。両試験片のき裂の発生と破断までの寿命を比較したところ、A試験片のき裂発生寿命はC試験片に比べて短く、A試験片のき裂進展もC試験片に比べ速いことが分かった。低応力振幅において、A試験のき裂は双晶トレースに沿って進展することから、き裂が双晶のトレースに沿って進展する場合、き裂進展速度は極めて高くなると結論づけた。

第4章では、マグネシウムとは別の主すべり系を有する純チタンについて、結晶方位の異なる単結晶供試材を用いて、疲労破壊挙動における結晶方位依存性を調査した。準備した試験片を、試験片の板面ならびに荷重軸方向によりA試験片： $(0001)[11\bar{2}0]$ 、B試験片： $(0001)[\bar{1}100]$ 、D試験片： $(1\bar{1}00)[\bar{1}120]$ 、E試験片： $(11\bar{2}0)[0001]$ 、F試験片： $(1\bar{1}00)[0001]$ とした。得られたS-Nプロットには強い結晶方位の依存性があり、その傾向から、疲労破壊挙動はAとB試験片、D試験片、EとF試験片の3つグループに大きく分けられる。AとB試験片では、き裂は柱面すべりのslip-offにより、いずれも $\{1\bar{1}00\}$ に沿って $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ へ進展した。D試験片では、き裂進展に伴って柱面すべりが活動し、き裂は $(11\bar{2}0)$ に沿って進展した。A、BおよびD試験片において、いずれも柱面すべりによりき裂は進展し、同程度の疲労限を示した。しかし、D試験片の疲労寿命は、AとB試験に比べ短くなっていた。この原因として、平面応力状態の影響が考えられ、最大せん断方向とD試験片の柱面すべりのすべり方向が、AとB試験片に比べ近いことから、柱面すべりの活動がA、B試験片より容易となり、疲労き裂の発生および進展が速くなったと結論づけた。EとF試験片では、他の試験片に比べ非常に高い疲労強度を示した。き裂は底面に平行に進展し、いずれの場合もき裂進展に伴って $\{10\bar{1}2\}$ 双晶が発生した。双晶以外の母相におけるき裂進展に関して、TEMにより $(c+a)$ 転位が観察されたことから、1次錐面すべりのslip-offによりき裂が進展する機構を示した。EとF試験片の疲労強度が他の試験片より高くなったのは、き裂先端で活動する変形機構の活動応力の違いに起因すると結論づけた。

上述の第3章と第4章では、hcp結晶構造を有するマグネシウムとチタンの疲労破壊挙動における結晶方位依存性を明らかにした。さらに、マグネシウムとチタンでは、異なる疲労破壊機構によりき裂が進展したことを示した。またマグネシウムとチタンのS-Nプロットの傾向を比較すると、その傾向にも違いが見られた。マグネシウムでは、き裂が底面に垂直に進

展する C 試験片の疲労寿命は、き裂が底面に平行に進展する A 試験片より長くなる。これに対しチタンでは、き裂が底面に対し垂直に進展する D 試験片の疲労寿命は、き裂が底面に平行に進展する A と B 試験片よりも短くなる。このように、それぞれの主すべり系の違いにより、その疲労破壊機構も異なり、S-N プロットの傾向も全く異なることが分かった。

第5章では、多結晶マグネシウム合金 (AZ31 合金) 押し出し材の疲労破壊試験を行い、結晶粒径の違いによる疲労寿命、疲労限および疲労破壊機構を調査した。平均結晶粒径が $4.7\mu\text{m}$ 、 $15\mu\text{m}$ および $23\mu\text{m}$ である試験片の疲労限は、それぞれ 160MPa 、 150MPa および 150MPa であった。この値はそれぞれの引張りにおける 0.2% 耐力に対応した結果となった。粒径による疲労破面形態の違いは少なく、その破面からいずれも底面すべりによる疲労破壊機構であると結論づけた。しかし、結晶粒径が $23\mu\text{m}$ から $15\mu\text{m}$ へと減少すると疲労寿命はわずかに長くなったが、さらに $4.7\mu\text{m}$ になると疲労寿命は短くなった。それぞれの試験片のき裂近傍を詳細に観察すると結晶粒径 $23\mu\text{m}$ の試験片からは多数の双晶が観察され、結晶粒径が微細な $4.7\mu\text{m}$ からは観察されなかった。そして、マグネシウム単結晶のき裂進展試験の報告から疲労き裂進展における双晶の影響を考察した。その結果、結晶粒径の微細化によって双晶変形が起こらなかった試験片は、双晶変形を伴ってき裂が進展した試験片より疲労寿命が短くなったと結論づけた。

第6章では、高い強度と延性を併せもち、組織に長周期積層構造相 (long period stacking ordered phase) を有する Mg-Zn-Y 合金の疲労破壊挙動を調査した。 α -Mg母相とLPSO相からなるMg-Zn-Y系合金として、 $\text{Mg}_{96}\text{-Zn}_2\text{-Y}_2$ 合金 (以下、二相合金) を用いた。またLPSO 相単相となる $\text{Mg}_{88}\text{-Zn}_5\text{-Y}_7$ 合金 (以下、LPSO 相合金) および α -Mg 母相単相となる $\text{Mg}_{99.2}\text{-Zn}_{0.2}\text{-Y}_{0.6}$ 合金 (以下、母相合金) の3種類の合金を用いて疲労破壊特性の調査を行った。二相合金は 10^6 回で疲労限を示し、その値は 180MPa であった。これは本合金の 0.2% 耐力の 45% に相当する。LPSO相合金および母相合金の疲労限を測定した結果、それぞれ 220MPa および 140MPa であり、長周期積層構造相が存在することで疲労限を向上させたことが分かった。また破面形態から、いずれの合金ともき裂先端で底面すべりを伴うき裂進展機構により疲労破壊すると結論づけた。

第5章と第6章のマグネシウム合金押し出し材の疲労試験により、それぞれの疲労破壊機構について示した。マグネシウム合金押し出し材は、押し出し方向に底面が平行に配向していると考えられる。そのため、き裂が押し出し方向に垂直に進展するような場合、き裂は底面に対し、垂直に進展することになる。このような場合、マグネシウム単結晶のき裂進展機構が適用でき、き裂先端の底面すべりの活動を伴ってき裂が進展する機構を提案した。

第3章と第5章の結果より、マグネシウムの疲労破壊機構には双晶変形が大きく関与していることが分かった。つまり、AZ31合金の疲労試験の結果より、双晶変形を伴ってき裂が進展する場合、き裂進展速度は低くなるのに対し、マグネシウム単結晶の結果のように、双晶トレースに沿ってき裂が進展する場合、き裂進展速度は極めて高くなる。

以上のように本論文では、薄片曲げ小型疲労試験機を開発し、hcp金属の疲労強度における結晶方位依存性およびその疲労破壊機構を明らかにした。このことから、hcp金属の結晶方位を制御することにより、疲労強度や疲労寿命が向上することが分かり、耐疲労破壊に優れた材料の開発における基本指針が得られた。

謝 辞

本研究を遂行するにあたり、多くの御助言ならびに御指導いただいた熊本大学大学院自然科学研究科 安藤新二教授に心より感謝致します。また熊本大学 頓田英機名誉教授には、幾多における御高配を賜りました。ここに感謝申し上げます。私が本学に技術職員として採用されて以来、両先生には度重なる御教示を賜りました。本論文をまとめられたのは両先生の熱心な御指導のおかげと改めて感じている次第です。ここに重ねて感謝申し上げます。

本論文を細部にわたって御検討いただいた熊本大学大学院自然科学研究科 高島和希教授、坂本英俊教授に深く感謝の意を表します。

本論文を執筆するにあたり、様々な御助言と御指導を賜りました熊本大学大学院自然科学研究科 北原弘基助教に厚く御礼申し上げます。

熊本大学工学部技術部 神澤龍市副技術部長、山本光治生産構造技術系総括をはじめ生産構造技術系の皆様には、多大なる御支援を賜りました。ここに心より感謝申し上げます。

本論文を作成するにあたり、懇切丁寧な御指導を賜りました熊本大学工学部マテリアル工学科の諸先生方、研究をともにした材料物性学研究室の共同研究者諸氏ならびに卒業生諸氏に心より感謝致します。特に池尻幸繁氏、高田宜孝氏、戸田和昭氏、坂元隆宏氏、鹿田慧氏の協力は不可欠でした。改めて深く感謝致します。

最後に、常に支えになってくれた妻子に感謝します。