

展伸マグネシウム合金の疲労特性評価と

押出加工による材料改善および創製

Evaluation of Fatigue Properties in Wrought Magnesium Alloys
and Material Improvement and Development due to Extrusion

2006年 1月

学位論文：博士(工学) 甲277

鎌倉光利

目 次

緒 論

軽量構造材料のニーズに対する社会的背景	1
マグネシウムおよびマグネシウム合金	2
疲労特性の評価の重要性	3
マグネシウム合金の疲労特性に関する従来の研究	4
本論文の目的および構成	5
【参考文献】 (緒論関係)	7

第 I 編 既存展伸マグネシウム合金の疲労特性と破壊機構

第 1 章 AZ31 圧延材および AZ61 押出材の疲労き裂進展特性

1. 1 緒 言	13
1. 2 実験方法	14
1. 2. 1 材料	14
1. 2. 2 試験片および機械的性質	17
1. 2. 3 試験方法	18
1. 3 実験結果	20
1. 3. 1 疲労き裂進展挙動	20
1. 3. 2 微視的破壊機構	22
1. 3. 3 き裂進展経路と破面粗さ	24
1. 4 考 察	26
1. 4. 1 き裂進展挙動に及ぼす試験片採取方位の影響	26
1. 4. 2 き裂進展挙動の応力比依存性	26
1. 4. 3 き裂進展における微視的破壊機構の遷移	27
1. 4. 4 Mg 合金と他の合金との比較	28
1. 5 結 言	31

第2章 AZ31 圧延材および AZ61 押出材の疲労挙動と破壊機構

2. 1 緒言	33
2. 2 実験方法	34
2. 2. 1 材料, 組織および機械的性質	34
2. 2. 2 試験片	34
2. 2. 3 試験方法	35
2. 3 実験結果および考察	36
2. 3. 1 疲労強度	36
2. 3. 2 表面起点型破壊	38
2. 3. 2. 1 き裂発生	38
2. 3. 2. 2 微小き裂成長	39
2. 3. 3 内部起点型破壊	45
2. 3. 3. 1 き裂発生点の様相	45
2. 3. 3. 2 内部き裂発生の特徴	47
2. 4 結言	49
【参考文献】(第I編関係)	50

第II編 押出加工によるマグネシウム合金の疲労特性の改善

第3章 AZ61 および AZ31 押出材の疲労強度に及ぼす押出温度の影響

3. 1 緒言	53
3. 2 実験方法	54
3. 2. 1 材料	54
3. 2. 2 押出加工条件	54
3. 2. 3 疲労試験方法	55
3. 3 実験結果および考察	56
3. 3. 1 押出加工による結晶粒微細化	56
3. 3. 1. 1 組織	56
3. 3. 1. 2 押出加工条件と結晶粒径	58
3. 3. 1. 3 機械的性質	59

3. 3. 2 押出材の疲労挙動	60
3. 3. 2. 1 疲労強度	60
3. 3. 2. 2 疲労き裂発生	62
3. 3. 2. 3 微小き裂成長挙動	63
3. 3. 2. 4 疲労強度の結晶粒径依存性	65
3. 4 結 言	67

第4章 AZ61 および AZ80 押出材の疲労強度に及ぼす押出比の影響

4. 1 緒 言	69
4. 2 実験方法	70
4. 2. 1 材料	70
4. 2. 2 押出加工条件	70
4. 2. 3 疲労試験方法	71
4. 3 実験結果	72
4. 3. 1 組織評価	72
4. 3. 1. 1 結晶粒径	72
4. 3. 1. 2 集合組織	73
4. 3. 2 機械的性質	73
4. 3. 3 疲労挙動	74
4. 3. 3. 1 疲労強度	74
4. 3. 3. 2 疲労き裂発生	75
4. 3. 3. 3 微小き裂成長挙動	79
4. 4 考 察	81
4. 4. 1 結晶粒微細化に及ぼす押出比の影響	81
4. 4. 2 疲労強度の結晶粒径依存性	82
4. 5 結 言	84

【参考文献】(第II編関係)	85
----------------	----

第Ⅲ編 粉末押出加工によるマグネシウム合金の創製と疲労特性

第5章 Mg-Zr および MCM-Zr 複合材料の創製と機械的特性

5. 1 緒言	87
5. 2 実験方法	88
5. 2. 1 原料粉末および調整	88
5. 2. 2 熱間固化および押出加工	90
5. 2. 3 組織および機械的特性の評価	90
5. 3 実験結果および考察	91
5. 3. 1 組織	91
5. 3. 2 固化材および押出材の硬さ	95
5. 3. 3 押出材の弾性係数および曲げ強さ	98
5. 3. 4 押出材の内部摩擦	104
5. 4 結言	108

第6章 Mg₂Si 分散マグネシウム合金の疲労挙動

6. 1 緒言	111
6. 2 実験方法	112
6. 2. 1 Mg ₂ Si 分散 Mg 合金の製法	112
6. 2. 2 材料	112
6. 2. 3 試験方法	112
6. 3 実験結果および考察	114
6. 3. 1 組織評価	114
6. 3. 1. 1 生成粒子の同定	114
6. 3. 1. 2 Mg ₂ Si 粒子寸法の分布	117
6. 3. 2 機械的性質	119
6. 3. 3 疲労挙動	120
6. 3. 3. 1 疲労強度	120
6. 3. 3. 2 疲労き裂発生	121
6. 3. 3. 3 微小き裂成長挙動	122
6. 3. 4 疲労強度向上のための材質改善	124
6. 3. 5 Mg ₂ Si 粒子強化 Mg 合金基複合材料の疲労強度	125

6. 4 結 言	128
【参考文献】(第Ⅲ編関係)	129
結 論	133
各編関連発表論文	137
謝 辞	141

緒 論

軽量構造材料のニーズに対する社会的背景

近年、二酸化炭素削減やリサイクルなどの地球環境問題に対する意識が、地球規模で高まってきている。また、日本では産業の空洞化問題の深刻化によるものづくり技術の低下も懸念されている。それらに対応するため、高付加価値のある新しい構造材料の開発や低コスト化、モジュール化などによる部品製造の再構築が必要とされており、日々取り組まれている。

地球環境問題を考慮した構造材料の開発には軽量化がキーワードであり、構造材料に比重の小さい材料を用いることが近道であると考えられている。すなわち、比重 7.86Mg/m^3 の鉄 (Fe) に代表される鉄鋼材料から、比重 4.51Mg/m^3 のチタン (Ti)、比重 2.74Mg/m^3 のアルミニウム (Al) および比重 1.74Mg/m^3 のマグネシウム (Mg) などの非鉄金属材料へ代替し、これらを軽量構造材料として大幅に利用することが挙げられる。軽量構造材料の主な用途として、家電および携帯機器の電子機器類の筐体、航空機、自動車などの輸送機械などが挙げられる。電子機器類の筐体には、これまでの樹脂材料からリサイクルが可能な軽量構造材料として軽金属材料の適用が試みられている⁽¹⁾⁻⁽³⁾。航空機は、1903年に初飛行したライト兄弟による動力付き航空機からまだ100年足らずしか経過していない。しかし、周辺のハイテク技術に支えられて成立する総合機器であるため、軽量構造航空機材料は急激な進歩をなし遂げており、不断の研究開発が続いている⁽⁴⁾。また、自動車などの輸送機械においては、世界的に軽量化に向けた政策による試みを実施されている。北米では1980年代半ばから終わりにかけて、CAFÉ規制（燃費規制）のペナルティ回避のためにエンジン部品、車体部品および内装部品に軽量化の動きがあった。欧州では、1993年から1994年にかけて“3リットルカー”の構想により、燃費削減のための軽量化の重要性が打ち出された。日本では、1995年度の燃費を実績ベースで乗用車の燃費を22.8%改善する、2010年に向けた燃費向上基準案が行われている⁽⁵⁾。自動車の軽量化が図れると、燃費の改善およびCO₂排出量削減による環境汚染の低減に繋がる。

現在、鉄鋼材料の代替となる軽量構造材料としては、Al合金の利用が最も多く、Ti合金やMg合金も一部で利用されはじめている。今後、さらなる軽量構造材料の利用拡大に対して、強度、剛性、耐食性などの諸特性に優れる材料の開発が不可欠であり、

その期待が高まっている。このような軽量構造材料の応用の拡大が進めば、機械・構造物の高性能化、省エネルギー化と同時に、地球環境保護も達成されることになる。そのため、軽量構造材料の開発および製造技術に関する様々な研究の取り組みが行われている^{(3),(6)-(30)}。とりわけ、近年、実用金属材料中最も比重が小さい Mg に注目が集まっており、構造材料へ適応可能な Mg 合金の開発および製造技術に関する研究が為されている^{(28),(31)-(69)}。

マグネシウムおよびマグネシウム合金

Mg は銀白色に輝く美しい金属であり、地殻組成の約 2.5% に相当する地球上で 8 番目に豊富な元素である。資源として、0.13% の割合で含有する海水や世界各地に分布している鉱石があり、無尽蔵に存在する。しかし、Al とほぼ同時期に工業化された Mg は、コストや耐食性および取り扱いにおける安全面の欠点などから Al ほど幅広く汎用されなかった。現在、世界の年間生産量は、Al が約 2,500 万トンであるのに対して、Mg が約 40 万トンに過ぎない。そのため Mg は“眠れる巨人”とさえ言われている⁽⁷⁰⁾。

このような Mg の存在は、今から約 200 年前の 1808 年に英国の H. Davy による電気化学の研究によって発見されたことが定説とされている。その後、欧州の科学者による無水塩化 Mg などを主体とした低コストの電解法や高純度の熱還元法によって、Mg 新地金採取が進められた。さらに 20 世紀になると、ドイツ、フランス、イギリス、アメリカの主要 4 カ国を初めとする国々は Mg にきわめて高い関心を持ち、その製造および工業化に力を注いできた。一方、日本における Mg の抽出は、1921 年（大正 10 年）に秋田がカーライトを輸入して、無水塩化 Mg から電解法によって試みたのが最初である。その後、日本の各企業が、Mg の製造を随時開始しては撤退してきた。1994 年 9 月に Mg 製錬一環生産からの撤退を最後に、国内での Mg 地金生産はゼロとなり、事実上、休止状態となっているのが現状である⁽⁷⁰⁾⁻⁽⁷⁶⁾。

Mg は実用金属材料中最も比重が小さく、Fe の 1/4、Al の 2/3 の比重であり、比強度や比剛性が鋼や Al 合金や樹脂材料よりも優れている。結晶構造は純 Ti と同じ稠密六方格子であるため、常温におけるすべり面が底面の (0001) 面のみとなり、冷間加工がほとんど不可能である。しかし、再結晶温度以上では、柱面すべりや錐面すべりの非底面すべりが低せん断応力で発生し、延性が急増するため、熱間圧延および押出などの加工性が向上する。また、Mg の原子番号は 12、周期律表第 II 属のアルカリ土類金属であり、電気化学的に非常に卑な金属である。そのため耐食性に劣るが、この特

性を逆手にとって、流電陽極方式防食法の陽極（アノード）として利用される。また、純 Mg および一部の Mg 合金において、耐久限度以下の応力サイクル（振動）によるエネルギーを熱として吸収または消散させる減衰能が高く、一般に高減衰能材料とされている鋳鉄よりも軽量の減衰材料となる。切削性の面では、他の金属よりも切削抵抗が小さく、切削速度を速くでき、機械加工時間の短縮や動力の節約および工具の長寿命化が可能となる。しかし、切り屑は発火燃焼し易いため、その取り扱いには注意が必要である^{(5), (77), (78)}。その他に、耐くぼみ性や寸法安定性およびリサイクル性に優れており、放熱性や電磁波遮蔽性などの特性も有している。

Mg の用途のほとんどは、軽金属圧延における Al 合金製品や鋳鉄および鉄鋼への添加剤、Ti、ジルコニウム (Zr)、バナジウム (V) などの金属製錬における還元剤、防食用アノード材料、水素吸蔵合金および酸化剤と混合した花火や照明弾などの非構造用である。一方、機能・構造用途として、溶融法や塑性加工法による様々な方法によって材料が製造されている。なかでも、溶融法であるダイカスト法が主流であり、圧延や鍛造における塑性加工法による製造はきわめて少ない。その利用分野としては、国外では自動車部品、国内では家電や携帯用電子製品の筐体を中心である⁽⁷⁹⁾⁻⁽⁸⁴⁾。しかし、その需要量はきわめて少ないのが現状である。今後、軽量で地球環境に優しい低環境負荷材料としての Mg 合金の需要を拡大するためには、添加剤や還元剤としてではなく、機械・構造物などの構造材料としての利用増加が必要不可欠となる。しかし、現在汎用されている Mg 合金には、十分に需要用途を満足する合金系や耐食性およびコストや製造方法などに問題が残されている。そのため世界各国において、Mg 合金の材料開発^{(28), (31)-(45)}、表面改質および耐食性⁽⁴⁶⁾⁻⁽⁵²⁾、材料製造手法⁽⁵³⁾⁻⁽⁶⁹⁾など多方面から研究が進められている。一方、既存の Mg 合金を構造材料として用いようとするとき、評価が不可欠な力学的特性、とりわけ疲労特性に関する最新のデータの蓄積に乏しいのが現状である。

疲労特性の評価の重要性

一般に、機械・構造物は降伏点（0.2%耐力）以下の繰返し応力を受ける。この繰返し応力によって、それらを構成する材料にき裂が発生、進展し、その結果実断面の減少と伴って最終的に静的破断に至る。この工学的現象を“疲労破壊”という⁽⁸⁵⁾⁻⁽⁸⁷⁾。この現象は、19世紀前半、鉄道建設にともない機関車の車軸の破壊がたびたび生じたため、ドイツの Wöhler によって系統的な研究がなされ、それが現在の疲労研究の基礎と

なつたとされている。疲労破壊事故の実例として、古くは 1949 年 7 月 27 日に、英国の De Havilland 社が開発した史上初のジェット旅客機 Comet が初飛行に成功した後、1 年ほど経過した頃から Comet 機の墜落事故が頻繁に起きた。これは、高空での機体内外の圧力差によって機体に応力が発生し、運行毎の繰返しによって応力集中部で疲労破壊を起こしたものである。近年においては、同様の原因による事故として 1985 年 8 月 12 日に日本航空 123 便 (JA8119) のボーイング 747R 型ジャンボジェット旅客機の墜落事故が起きた。4 名の奇跡的な生存者はいたものの犠牲者 520 名の航空機事故として史上最大の惨事であった。また、原子力発電所における設備では、1991 年 2 月 9 日に福井県美浜町にある関西電力美浜発電所 2 号機の蒸気発生器の伝熱管や、1995 年 12 月 8 日に福井の高速増殖炉原型炉“もんじゅ”の二次冷却系のナトリウム漏れの疲労事故が発生した。これは異常な流力振動による高サイクル疲労破壊事故であった⁽⁸⁸⁾。このように、ほとんどの破壊事故は疲労に起因するものであることがよく知られている。一旦破壊事故が発生すれば多大な被害や損害を生ずるため、それを防止することが工学技術者、設計者の使命である。そのため構造材料の疲労に関する研究が不可欠となる。すなわち、機械や構造物の設計・保守において材料の疲労に関する十分かつ正確なデータの蓄積がなければならない。また、同時に、破壊力学的な考察による材料の疲労破壊メカニズムを解明することによって、構造材料の特性改善や適切な材料設計が可能となり、高度な未来先端技術の達成に貢献することが可能となる。

マグネシウム合金の疲労特性に関する従来の研究

軽量構造材料としての Mg 合金の疲労特性に関する研究は、かなり古くから行われている。Ogarevic と Stephens は、1923 年から 1990 年までの研究結果を概説している⁽⁸⁹⁾。この文献によると、疲労強度 ($S-N$) 特性は各種合金について多く得られているが、その結果は古いこと、また疲労き裂進展 (Fatigue Crack Propagation : FCP) 特性は、比較的新しいが、そのほとんどが旧ソ連で得られたものであることが指摘されている。このような過去の Mg 合金に関する研究状況、およびそれ以降における Mg 合金の材料開発の発展を考慮すれば、今後さらに疲労に関する最新のデータの蓄積が必要不可欠と考えられる。前述したように、Mg 合金が注目されるに伴って、近年幾らかの研究結果が報告されるようになった。その多くは、疲労寿命・変形・強度特性⁽⁹⁰⁾⁻⁽⁹⁶⁾やそれらに及ぼす環境の影響⁽⁹⁷⁾⁻⁽¹⁰⁶⁾に集中しており、疲労き裂進展 (FCP) 挙動⁽¹⁰⁷⁾に関する研究はほとんど行われていない。また、Mg 合金は、鋳造材と展伸材に大別される。

鋳造材に関しては、疲労において鋳巣などのマクロな欠陥の存在が問題となることが多く、疲労強度はその寸法や形状によって影響を受けることが報告されている^{(96),(108),(109)}。したがって、このような内部欠陥が破壊に関与しない展伸材が、今後構造材料として用いられることが期待されるが、各種疲労特性に関する詳細な研究結果が必ずしも十分に得られていないのが現状である^{(94),(95),(110)-(113)}。

今後、軽量構造材料として Mg 合金の需要を増加させるためには、展伸材の疲労強度評価および破壊挙動を解明することと、それを基礎として十分に用途を満足する合金開発や創製を行っていく必要がある。

本論文の目的および構成

本論文では、まず、既存の Mg 合金における展伸材の疲労特性および破壊機構を明らかにする。その結果を踏まえて、展伸材の強度特性の改善のために押出加工に注目し、それを用いて組織制御した材料について疲労特性を評価する。また、Mg 合金の合金開発や製造技術の改善として、粉末を原材料とした押出加工による素材開発の検討と開発された材料の力学的特性や破壊機構を評価、検討する。

本論文の構成および内容は以下の通りである。

第 I 編では、既存展伸 Mg 合金の疲労特性と破壊機構に関して広範、かつ系統的な研究を展開する。

第 1 章では、2 種類の市販 Mg 合金 AZ31 圧延材および AZ61 押出材の CT 試験片を用いた疲労き裂進展 (FCP) 試験を行う。その結果に基づいて、FCP 挙動および破壊機構を評価、検討する。

第 2 章では、第 1 章と同じ材料の平滑試験片を用いた軸荷重疲労試験を実施し、疲労強度および破壊機構について検討する。

第 II 編では、前編における既存展伸 Mg 合金の疲労特性と破壊機構の結果を踏まえ、展伸材の絶対的な疲労強度の向上について検討する。押出加工による結晶粒微細化およびその疲労特性に及ぼす影響について検討する。

第 3 章では、2 種類の Mg 合金 AZ61A および AZ31B ビレットを用いて、押出比一定のもと制御された 3 種類の加工温度下で押出加工を行い、加工温度と結晶粒微細化の関係について明らかにする。また、押出材の平滑試験片を用いた回転曲げ疲労試験を実施し、疲労強度の押出条件依存性、すなわち結晶粒径依存性について検討する。

第4章では、前章の結果を基礎として、異なる押出比で押出加工された材料の疲労挙動について述べる。Mg合金AZ61AおよびAZ80ビレットを低温となる加工温度において3種類の押出比で押出加工し、まず、押出比と結晶粒径や機械的特性の関係について検討する。次いで、押出材の平滑試験片による回転曲げ疲労試験を実施し、疲労強度を評価するとともに、き裂発生、き裂成長挙動および破面解析結果などに基づいて、押出比、すなわち結晶粒径と疲労挙動の関係について明らかにする。

第Ⅲ編では、Mg合金の機械的諸特性の向上を目的に、粉末を原料とした熔融法よりも低温の塑性変形による粉末押出加工プロセスを検討し、材料創製とその力学的評価を行う。

第5章では、まず、Mg粉末にジルコニウム(Zr)粉末を添加した複合材料を創製し、Zr粉末添加量や原料粉末粒径の影響について評価、検討する。次に、制振合金として開発されているMCM(Mg-Cu-Mn)合金鑄造材⁽¹¹⁴⁾⁻⁽¹¹⁷⁾の高強度化を図るために、結晶粒微細化に寄与するとされるZr粉末添加の効果についても調査する。さらに、得られた複合材料について組織、機械的特性および内部摩擦を評価し、従来の鑄造合金と比較、検討する。

第6章では、固相合成法を用いたマグネシウムシリサイド(Mg₂Si)分散Mg合金⁽¹¹⁸⁾⁻⁽¹²²⁾の疲労挙動について検討する。マトリックスとなるMg合金粉末としてAZ31合金粉末、分散強化粒子としてSiO₂粉末を用いて製造プロセス中に固相合成法によりMg₂Si粒子を生成させる。これらの原料粉末を混合および固化し、熱間押出加工により創製した材料について、機械的特性および回転曲げ疲労試験による疲労挙動や破壊機構を把握する。また、Mg₂Si粒子を強化材として添加したMg₂Si粒子強化Mg合金基複合材料についても疲労強度を評価し、既存のAZ31押出材とも比較、検討する。

結論では、第Ⅰ編第1章から第Ⅲ編第6章までの結果を総括するとともに、今後の課題について述べる。

【参考文献】 (緒論関係)

- (1) 株式会社日立金属エム・ピー・エフ, 素形材, **43**, 25 (2002).
- (2) 日経メカニカル, **541**, 16-18 (1999).
- (3) 日経メカニカル, **546**, 32-48 (2000).
- (4) 今村次男, 軽金属, **49**, 302-309 (1999).
- (5) 伊藤茂, 素形材, **99**, 1-6 (1999).
- (6) A.R. Vaidya and J.J. Lewandowski, Mater. Sci. Eng., **A220**, 85-92 (1996).
- (7) 岩崎源, 柳瀬希昭, 森隆資, 馬淵守, 東健司, 粉体および粉末冶金, **43**, 1350-1353 (1996).
- (8) 山岡大祐, 立崎陽介, 佐藤次郎, 春山修身, 桃澤信幸, 渡邊健, 高木研一, 西山勝廣, 材料技術, **16**, 177-184 (1997).
- (9) C.F. Chang, Eng. Fract. Mech., **56**, 735-758 (1997).
- (10) N.L. Han, Z.G. Wang and G.D. Zhang, Composites Sci. Tech., **57**, 1491-1499 (1997).
- (11) 山縣裕, 小池俊勝, 軽金属, **48**, 52-59 (1998).
- (12) 中村和彦, 小原英隆, 軽金属, **48**, 576-580 (1998).
- (13) 馬淵守, 中村守, 相澤龍彦, 東健司, まてりあ, **38**, 301-304 (1999).
- (14) 井上明久, まてりあ, **38**, 310-316 (1999).
- (15) C. Li, F. Ellyin, S. Koh and S.J. Oh, Mater. Sci. Eng., **A276**, 218-225 (2000).
- (16) 古川稔, 堀田善治, 根本實, Terence G. Langdon, 金属, **70**, 971-978 (2000).
- (17) 向井敏司, 東健司, 金属, **70**, 979-985 (2000).
- (18) R.A. Saravanan and M.K. Surappa, Mater. Sci. Eng., **A276**, 108-116 (2000).
- (19) 素形材センター, “素形材技術フォーラム アルミニウム・マグネシウム合金鋳物・ダイカストにおける高品質化技術”, 1-42 (2002).
- (20) 日本塑性加工学会, “第 222 回塑性加工シンポジウム「軽量化技術の最新情報」— 軽金属の役割や最前活用について考える—”, 1-52 (2003).
- (21) T. Goswami, Mater. Des., **24**, 423-433 (2003).
- (22) S.K. Jha, J.M. Larsen, A.H. Rosenberger and G.A. Hartman, Scripta Materialia, **48**, 1637-1642 (2003).
- (23) 松崎邦男, 花田幸太郎, 初鹿野寛一, 清水透, 鈴木悟史, 淵沢定克, 粉体および粉末冶金, **50**, 310-313 (2003).
- (24) 金子純一, 軽金属, **53**, 601-614 (2003).

- (25) L.M. Hsiung and T.G. Nieh, *Mater. Sci. Eng.*, **A364**, 1-10 (2004).
- (26) P. Pérez, G. Garcés and P. Adeva, *Composites Sci. Tech.*, **64**, 145-151 (2004).
- (27) 平賀仁, 軽金属, **54**, 518-521 (2004).
- (28) 佐藤隆芳, 渡辺義見, 三浦誠司, 三浦博己, 軽金属, **54**, 522-526 (2004).
- (29) S.C. Tjong, G.S. Wang and Y.-W. Mai, *Composites Sci. Tech.*, **65**, 1537-1546 (2005).
- (30) 森久史, 辻村太郎, 道浦吉貞, 喜多川真好, 東健司, 材料, **54**, 901 (2005).
- (31) 中川昌也, 和田貴樹, 鎌土重晴, 小島陽, 軽金属, **45**, 21-26 (1995).
- (32) 藤谷渉, 馬越佑吉, 軽金属, **45**, 181-186 (1995).
- (33) 藤谷渉, 東賢一, 古城紀雄, 馬越佑吉, 軽金属, **45**, 333-338 (1995).
- (34) 杉山明, 小林慶三, 尾崎公洋, 西尾敏幸, 松本章宏, **45**, 952-957 (1998).
- (35) 鎌土重晴, 小島陽, まてりあ, **38**, 285-290 (1999).
- (36) 二宮隆二, 鎌土重晴, 森永正彦, 小島陽, まてりあ, **38**, 305-309 (1999).
- (37) 松山晴俊, 佐野利男, 中村守, まてりあ, **38**, 317-320 (1999).
- (38) 秋山茂, 金属, **70**, 475-480 (2000).
- (39) Ma Qian, L. Zheng, D. Graham, M.T. Frost and D.H. StJohn, *J. Light Metals*, **1**, 157-165 (2001).
- (40) 矢野英治, 田村洋介, 茂木徹一, 佐藤英一郎, 軽金属, **51**, 594-598 (2001).
- (41) 矢野英治, 田村洋介, 茂木徹一, 佐藤英一郎, 軽金属, **51**, 599-603 (2001).
- (42) Ma Qian, D.H. StJohn and M.T. Frost, *Scripta Materialia*, **46**, 649-654 (2002).
- (43) 河村能人, 軽金属, **54**, 503-504 (2004).
- (44) 荻沼秀樹, 近藤勝義, 住田雅樹, 湯浅栄二, 粉体および粉末冶金, **52**, 282-286 (2005).
- (45) 足立大樹, 長村光造, 棚橋拓也, 菊池健, 楠井潤, 軽金属, **55**, 164-168 (2005).
- (46) 梅原博行, 高谷松文, 伊藤哲司, 軽金属, **48**, 248-255 (1998).
- (47) 梅原博行, 高谷松文, 伊藤哲司, 軽金属, **49**, 172-177 (1999).
- (48) 中津川勲, まてりあ, **38**, 291-293 (1999).
- (49) 秋本政弘, “表面処理と腐食”, 第56回シンポジウム 今, 注目を集めるマグネシウム材料, 軽金属学会, 27-35 (1999).
- (50) 千野靖正, 森美昭, 一本木康二, 馬淵守, *アルトピア* 2001.12, 37-40 (2001).
- (51) 小野幸子, 三宅めぐみ, 阿相英孝, 軽金属, **54**, 544-550 (2004).
- (52) 山口貴嗣, 近藤勝義, 芹川正, 逸見百子, 荻沼秀樹, 粉体および粉末冶金, **52**, 276-281 (2005).
- (53) 馬淵守, 久保田耕平, 東健司, 粉体および粉末冶金, **40**, 397-400 (1993).

- (54) 中西勝, 馬淵守, 久保田耕平, 東健司, 粉体および粉末冶金, **42**, 373-377 (1995).
- (55) 李斗勉, 李俊瑞, 李智煥, 軽金属, **45**, 391-396 (1995).
- (56) 土取功, 藤井敏男, 府山伸行, 広島県立西部工業技術センター研究報告, **40**, 76-79 (1997).
- (57) 藤井敏男, 府山伸行, 森下勇樹, 藤本宗之, 広島県立西部工業技術センター研究報告, **41**, 41-44 (1998).
- (58) 藤井敏男, 府山伸行, 田谷征雄, 藤本宗之, 広島県立西部工業技術センター研究報告, **42**, 17-20 (1999).
- (59) 山口毅, 附田之欣, 斉藤研, 機械技術, **47**, 59-64 (1999).
- (60) 斉藤研, まてりあ, **38**, 321-324 (1999).
- (61) 千葉工業大学マグネシウム材料研究所, 軽金属, **49**, 263-269 (1999).
- (62) 渡辺博行, 向井敏司, 石川皓一, 大神田佳平, 高津正秀, 東健司, 軽金属, **49**, 401-404 (1999).
- (63) T. Murai, S. Matsuoka, S. Miyamoto and Y. Oki, J. Mater. Proc. Techn., **141**, 207-212 (2003).
- (64) K. Matsubara, Y. Miyahara, Z. Horita and T.G. Langdon, Acta Mater., **51**, 3073-3084 (2003).
- (65) F. Czerwinski and A. Zielinska-Lipiec, Acta Mater., **51**, 3319-3332 (2003).
- (66) 村井勉, 軽金属, **54**, 472-477 (2004).
- (67) 金子純一, 菅又信, 軽金属, **54**, 484-492 (2004).
- (68) 日野実, 村上浩二, 平松実, 西本克治, 前田利啓, 金谷輝人, 軽金属, **54**, 499-502 (2004).
- (69) 會田哲夫, 高辻則夫, 松本賢司, 鎌土重晴, 小島陽, **54**, 532-537 (2004).
- (70) 諸住正太郎, “マグネシウム読本”, カロス出版株式会社, 1-76 (1997).
- (71) 矢島悦次郎, 市川理衛, 古沢浩一, “若い技術者のための機械・金属材料”, 丸善(株), 265-272 (1967).
- (72) 日本マグネシウム協会, “’99 マグネシウムマニュアル”, 1-147 (1998).
- (73) 小島陽, 鎌土重晴, 金属, **60**, 19-26 (1993).
- (74) 諸住正太郎, 金属, **69**, 788-797 (1999).
- (75) マグネシウム技術便覧編集委員会編, “マグネシウム技術便覧”, カロス出版株式会社, 1-434 (2000).
- (76) 小島陽, 金属, **71**, 40-42 (2001).

- (77) 安全管理委員会, “マグネシウムの取扱い安全手引き”, 日本マグネシウム協会, 1-138 (1999).
- (78) マグネシウム技術便覧編集委員会編, “マグネシウム技術便覧”, カロス出版株式会社, 375-384 (2000).
- (79) 永井修次, 素形材 2000.10, 16-23 (2000).
- (80) マグネシウム技術便覧編集委員会編, “マグネシウム技術便覧”, カロス出版株式会社, 385-410 (2000).
- (81) H. Friedrich and S. Schumann, J. Mater. Proc. Tech., **117**, 276-281 (2001).
- (82) 山浦秀樹, 軽金属, **54**, 508-509 (2004).
- (83) 白土清, 軽金属, **54**, 11, 510-512 (2004).
- (84) 梅谷修, 軽金属, **54**, 516-517 (2004).
- (85) 岡村弘之, “線形破壊力学入門”, 培風館, 1-14 (1976).
- (86) 日本材料学会編, “材料強度学”, 日本材料学会, **87** (1992).
- (87) 三村宏, 町田進, “基礎材料強度”, 培風館, 136 (2000).
- (88) 日本材料学会編, “初心者のための疲労設計法”, 日本材料学会, 1-4 (2003).
- (89) V.V. Ogarevic and R.I. Stephens, Annu. Rev. Mater. Sci., **20**, 141-177 (1990).
- (90) T.S. Srivatsan and L. Wei, Eng. Fract. Mech., **56**, 735-758 (1997).
- (91) A. Bag, A. Maw, W. Zhou and I. Pinwill, Processing and Fabrication of Advanced Materials VIII, 677-681 (2000).
- (92) G. Eisenmeier, B. Holzwarth, H. W. Hoppel and H. Mughrabi, Mater. Sci. Eng, **A319-321**, 578-582 (2001).
- (93) T.-S. Shih, W.-S. Liu and Y.-J. Chen, Mater. Sci. Eng, **A325**, 152-162 (2002).
- (94) H. Zenner and F. Renner, Int. J. Fatigue, **24**, 1255-1260 (2002).
- (95) ザイスディン ビン サジュリ, 宮下幸雄, 武藤睦治, 軽金属, **52**, 161-166 (2002).
- (96) H. Mayer, M. Papakyriacou, B. Zettl and S.E. Stanzl-Tschegg, Int. J. Fatigue, **25**, 245-256 (2003).
- (97) 加藤一, 杜澤達美, 高山善匡, 軽金属, **40**, 619-624 (1990).
- (98) A. Eliezer, E.M. Gutman, E. Abramov and E. Aghion, Corrosion Reviews, **16**, 1-25 (1998).
- (99) A.J. Eifert and J.P. Thomas, Scripta Materialia, **40**, 929-935 (1999).
- (100) M. Hipert and L. Wagner, Magnesium Technology 2000, 375-381 (2000).
- (101) M. Hipert and L. Wagner, J. Mater. Eng Perform., **9**, 402-407 (2000).

- (102) A. Eliezer, E.M. Gutman, E. Abramov and Ya. Unigovski, *J. Light Metals*, **1**, 179-186 (2001).
- (103) K. Ishikawa, K. Kido, S. Kimura and Y. Kobayashi, *Proc. Fatigue 2002*, **4**, 2509-2516 (2002).
- (104) Ya. Unigovski, A. Eliezer, E. Abramov, Y. Snir and E.M. Gutman, *Mater. Sci. Eng.*, **A360**, 132-139 (2003).
- (105) A.L. Yerokhin, A. Shatrov, V. Samsonov, P. Shashkov, A. Leyland and A. Matthews, *Surf. Coat. Tech.*, **182**, 78-84 (2004).
- (106) B. Wolf, C. Fleck and D. Eifler, *Int. J. Fatigue*, **26**, 1357-1363 (2004).
- (107) Y. Kobayashi, T. Shibusawa and K. Ishikawa, *Mater. Sci. Eng.*, **A234-236**, 220-222 (1997).
- (108) G. Eisenmeier, B. Holzwarth, H.W. Hoppel and H. Mughrabi, *Mater. Sci. Eng.*, **A319-321**, 578-582 (2001).
- (109) M.F. Horstemeyer, N. Yang, K. Gall, D.L. McDowell, J. Fan and P.M. Gullett, *Acta Mater.*, **52**, 1327-1336 (2004).
- (110) 加藤一, 杜澤達美, *軽金属*, **31**, 240-247 (1981).
- (111) 加藤一, 杜澤達美, *軽金属*, **32**, 473-478 (1982).
- (112) T.-S. Shih, W.-S. Liu and Y.-J. Chen, *Mater. Sci. Eng.*, **A325**, 152-162 (2002).
- (113) I. Altenberger and B. Scholtes, *Scripta Materialia*, **41**, 873-881 (1999).
- (114) 西山勝廣, *表面*, **33**, 82-90 (1995).
- (115) K. Nishiyama, *Japan Research Institute of Material Technology*, **12**, 37-45 (1994).
- (116) S.F. Hassan and M. Gupta, *Mater. Research Bulletin*, **37**, 377-389 (2002).
- (117) N. Srikanth, C.H. Gaofeng and M. Gupta, *J. Alloys Comp.*, **352**, 106-110 (2003).
- (118) 近藤勝義, *塑性と加工*, **45**, 228-232 (2004).
- (119) 近藤勝義, 都筑律子, 杜文博, 鎌土重晴, までりあ, **43**, 275-280 (2004).
- (120) R. Tsuzuki, M. Ishihara, K. Kondoh and E. Yuasa, *J. Jpn. Soc. Powder and Powder Metallurgy*, **51**, 736-740 (2004).
- (121) 近藤勝義, *軽金属*, **54**, 187-191 (2004).
- (122) 荻沼秀樹, 近藤勝義, 山口貴嗣, 湯浅栄二, *粉体および粉末冶金*, **52**, 79-83 (2005).

第 I 編 既存展伸マグネシウム合金の 疲労特性と破壊機構

展伸マグネシウム (Mg) 合金は鋳造材のように欠陥が存在しないので、重要な構造部材への応用が期待される。本編では、構造材料として評価が不可欠な疲労特性と破壊機構について述べる。

第 1 章では、市販 Mg 合金 AZ31 圧延材および AZ61 押出材について疲労き裂進展 (FCP) 試験を行い、FCP 挙動を評価するとともに破壊機構について検討する。

続いて第 2 章では、第 1 章と同じ材料の平滑試験片を用いた軸荷重疲労試験を行い、疲労挙動と破壊機構について検討する。

第1章 AZ31圧延材およびAZ61押出材の 疲労き裂進展特性

1.1 緒言

これまで Mg 合金の利用の大部分はダイカストなどの熔融法によるものであり、構造材料として応用が期待される圧延材や押出材などの展伸材の利用は未だ限られている⁽¹⁾。そのため Mg 合金の疲労に関する研究も、ダイカスト材や鋳物材などに関するものが大部分を占めている^{(2),(3)}。これらの研究データは設計資料として有益ではあるが、熔融法による材料では Mg 合金に限らず疲労特性において材料欠陥が問題となり、疲労強度はその形状や寸法に支配される^{(4),(5)}。したがって、欠陥などの関与しない材料の疲労挙動の把握は、Mg 合金の本質的な破壊機構を理解する上で重要であると考えられる。

Mg 合金の疲労に関する研究は意外に古くから行われている。Ogarevic と Stephens は 1923 年から 1990 年までの研究結果を概説している⁽⁶⁾。これによれば、各種合金について比較的多くの *S-N* 特性が得られているが、データは古いこと、また、比較的新しい疲労き裂進展 (FCP) 特性データのほとんどは旧ソ連で得られたものであることが指摘されている。こうした過去の研究状況、およびその後の Mg 合金の開発と発展が逐次行われていることを考慮すれば、今後さらに疲労特性に関する最新のデータの蓄積が必要であると考えられる。実際、最近では FCP 挙動に関する詳細な研究はほとんど行われていない⁽⁷⁾。

そこで本章では、疲労き裂進展 (FCP) 特性の評価と破壊機構の解明を目的として、市販の Mg 合金 AZ31 圧延材および AZ61 押出材を用いて FCP 試験を行い、き裂開口挙動の測定、SEM 破面観察、および三次元破面解析結果などに基づいて、FCP 挙動に及ぼす方位や応力比の影響および破壊機構について検討する。また、両合金における FCP 試験の結果を他の合金の結果とも比較、検討する。

1. 2 実験方法

1. 2. 1 材料

供試材は市販のMg合金AZ31圧延材（板厚6mm）およびAZ61押出材（板厚5mm）である。AZ31圧延材の化学組成の詳細は不明であるが、規格ではAl: 3 wt.%, Zn: 1 wt.%である。AZ61押出材の化学組成をTable 1-1に示す。両合金とも、熱処理は行わず、納入のまま実験に用いた。

AZ31圧延材およびAZ61押出材の光学顕微鏡による組織写真をそれぞれFig.1-1, Fig.1-2に、また両合金の結晶粒径の分布をFig.1-3に示す。AZ31圧延材の場合（Fig.1-1）、図から明らかなように、いずれの面の組織もほぼ等軸の結晶粒から成り、異方性は見られない。平均結晶粒径 d も各面において差異は見られず約60 μm である。しかし、結晶粒径のばらつきは大きく、最小1.8 μm 程度、最大167 μm 程度の結晶粒が存在する（Fig.1-3(a)）。一方、AZ61押出材の組織もほぼ等軸の結晶粒から成る（Fig.1-2）が、

Table 1-1 Chemical composition of AZ61 (wt. %).

Al	Zn	Mn	Si	Cu	Fe	Ni
6.5	1.0	0.1	0.1	0.05	0.005	0.005

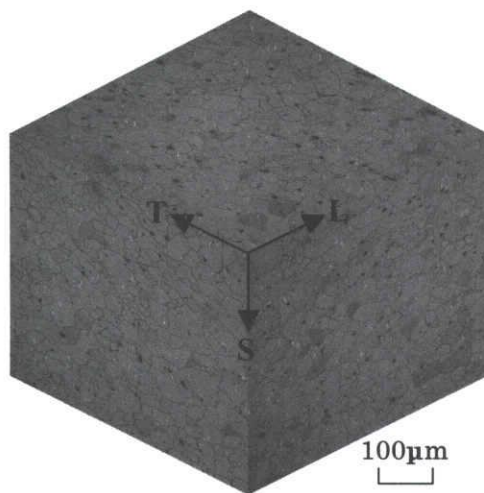


Fig.1-1 Microstructure of AZ31.

(L: longitudinal (rolling direction), T: transverse, S: short transverse).

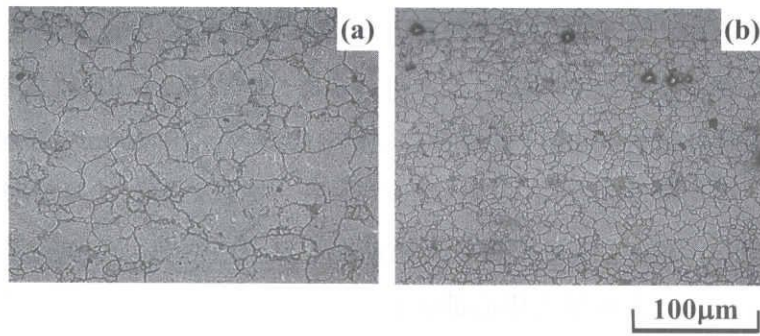


Fig.1-2 Microstructures of cross section in AZ61: (a) surface layer, (b) core.

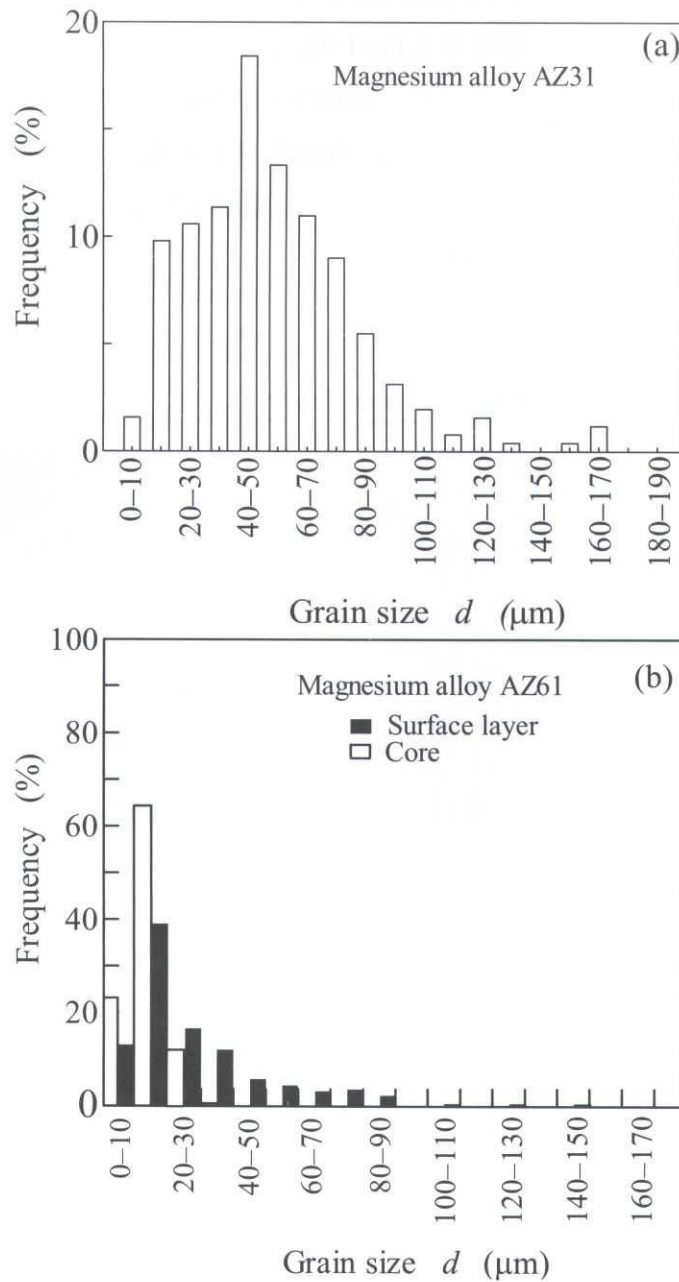


Fig.1-3 Grain size distributions: (a) AZ31, (b) AZ61.

素材板両表面層と中心部の間で結晶粒径に相違が見られる。Fig.1-2から結晶粒は表面層において中心部よりかなり大きいことがわかる。また、Fig.1-3(b)に見られるように、中心部の結晶粒径は最大 $40\mu\text{m}$ の範囲内に分布しており、 $10\sim 20\mu\text{m}$ の微細な結晶粒の頻度が最も高い。平均結晶粒径 d は約 $14\mu\text{m}$ である。それに対して表面層では $40\mu\text{m}$ 以上の結晶粒も存在し、 $100\sim 150\mu\text{m}$ の粗大な結晶粒も認められる。その結果、 d は約 $28\mu\text{m}$ である。このように、表面層と中心部において結晶粒径の相違が生じた理由は明らかではないが、押出加工によって誘起されたことが考えられる。なお、結晶粒が粗大化した領域は、素材両表面から約 1.5mm 内部まで生じていた。その一例として、試験片の片側表面から内部に至る組織様相をFig.1-4に示す。図から明らかなように、粗大化層内はさらに複雑な様相を呈しており、表面から約 $500\mu\text{m}$ 内部まで中心部より大きい結晶粒径の領域が存在し、それに続いて $100\mu\text{m}$ を超える粗大な結晶粒を含む領域が存在している。なお、前述した粗大化層内の d は両領域を含んでいる。

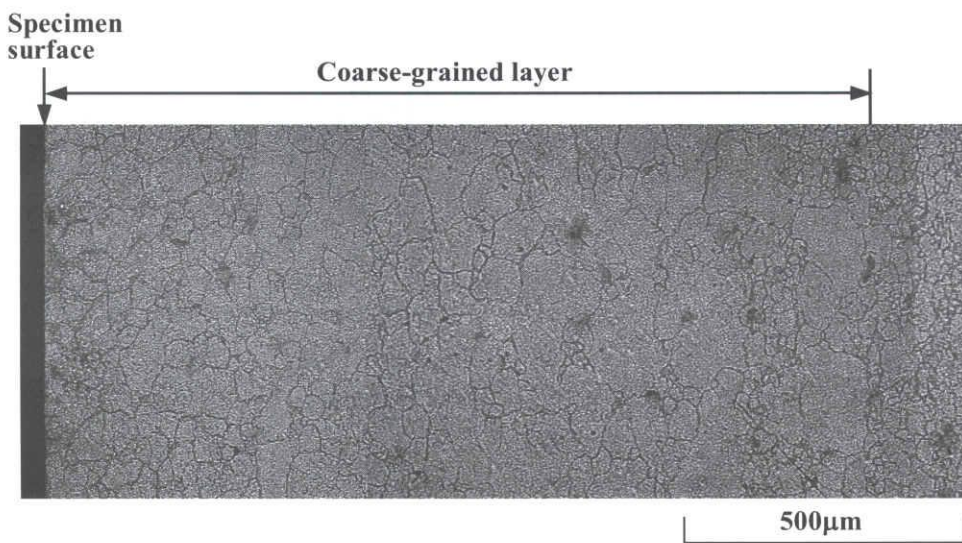


Fig.1-4 Microstructure of cross section of a fatigue specimen in AZ61.

圧延材や押出材では集合組織が生ずることが知られているので⁽⁸⁾、後述するようにAZ31圧延材においてFCP挙動に及ぼす方位の影響を検討した。実験に先立って、AZ31圧延材の集合組織をX線回折法によって測定した。(0001)面の極点図をFig.1-5に示す。この結果から、(0001)面が圧延面(試験片表面)と平行な集合組織を形成していることがわかる。

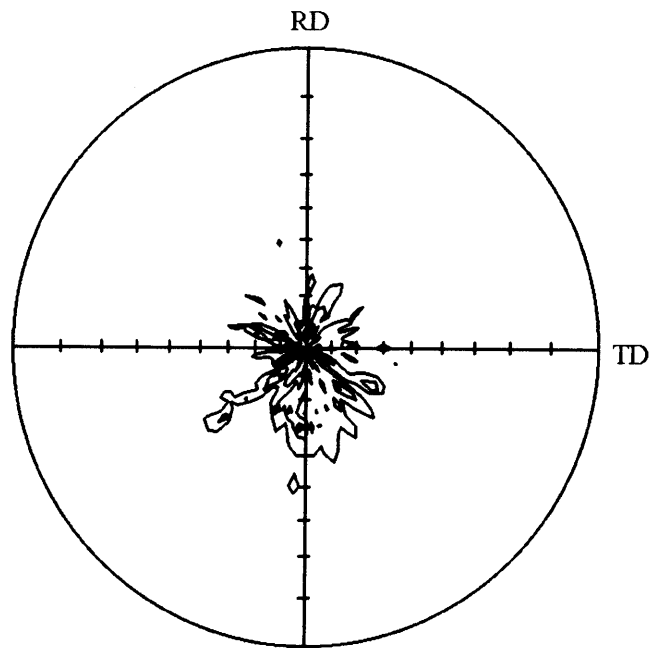


Fig.1-5 (0001) pole figure in AZ31.

1. 2. 2 試験片および機械的性質

Fig.1-6に示す形状寸法の試験片を用いて引張試験を行った。Table 1-2にAZ31圧延材の圧延方向（L方向）とそれと直角方向（T方向），およびAZ61押出材の押出方向の機械的性質を示す。AZ31圧延材のT方向はL方向に比べて高い耐力や引張強さを示すが，差異はきわめて小さく，機械的性質に及ぼす方位，すなわち集合組織の影響はほとんど見られない。また，Alの添加量の多いAZ61押出材のほうが引張強さや硬さが高く，伸びが小さいことがわかる。

両合金とも，納入材からFig.1-7に示すような幅が50.8mm，板厚がAZ31圧延材の場合6mm，AZ61押出材の場合5mmのCT試験片を機械加工した。採取方位はAZ31圧延材の場合，L-T方位（き裂進展方向は圧延方向に垂直）とT-L方位（き裂進展方向は圧延方向と平行）であり，AZ61押出材の場合，L-T方位のみとした。

なお，前述したように，AZ61押出材の場合，素材両表面から約1.5mm内部まで結晶粒の粗大化層が存在していたため，CT試験片では両表面層にその粗大化層が残存している。

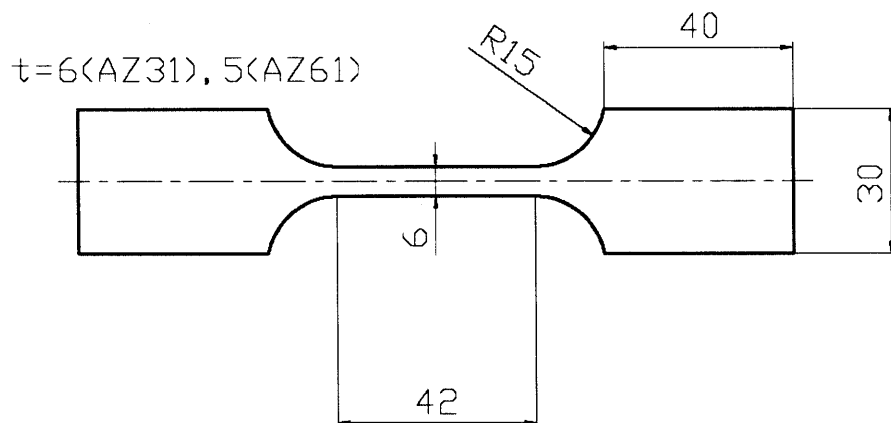


Fig.1-6 Configuration of tensile specimen.

Table 1-2 Mechanical properties.

Material	0.2% proof stress $\sigma_{0.2}$ (MPa)	Tensile strength σ_B (MPa)	Elongation ϕ (%)	Elastic modulus E (GPa)	Vickers hardness HV
AZ31-L	110	224	30	40.5	53
AZ31-T	120	227	29	40.5	53
AZ61		278	25		72

1. 2. 3 試験方法

FCP試験には容量19kNの電気油圧式サーボ疲労試験機を用いた。室温大気中、荷重制御、繰返し速度 $f=10\text{Hz}$ の条件下でASTM規格⁽⁹⁾に準拠した応力拡大係数幅 ΔK 漸増試験および漸減試験を行った。実験に先立って、 $\Delta K=3.5\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ 一定で切欠き底から約2mmの予き裂を導入した。なお、AZ31圧延材の場合、応力比 R の影響を把握するため $R=0.05$ および 0.7 で試験を行った。またAZ61押出材の場合、 $R=0.05$ である。

き裂長さの測定には移動読取り顕微鏡（最小目盛： $10\mu\text{m}$ ）を、き裂開閉口挙動の測定には背面ひずみ除荷弾性コンプライアンス法を用いた。き裂経路、破面観察、および破面の三次元解析には、それぞれ光学顕微鏡、走査型電子顕微鏡（SEM）および三次元表面構造解析顕微鏡を用いた。

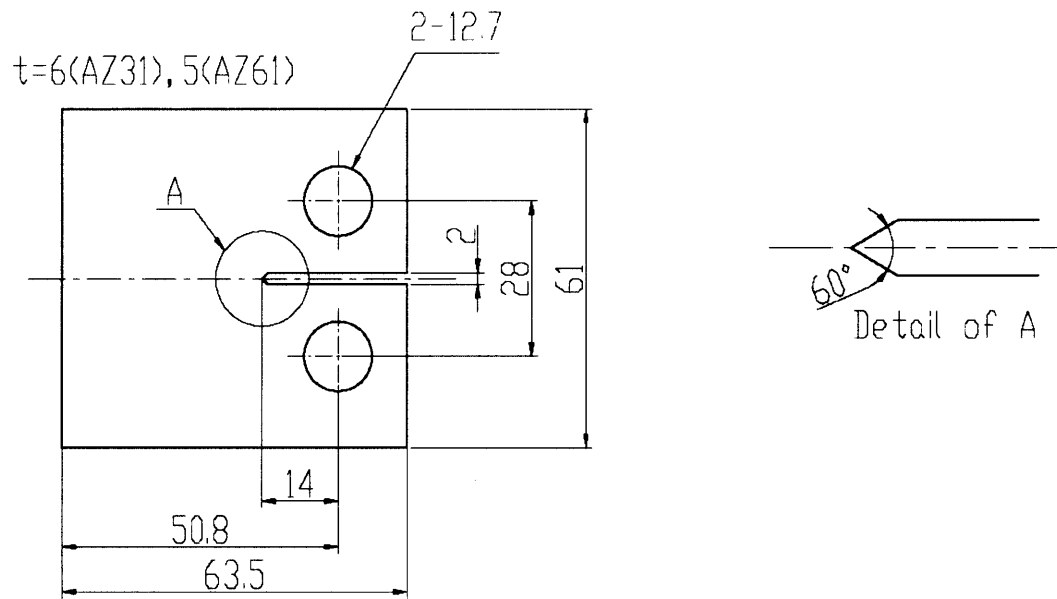


Fig.1-7 Configuration of CT specimen.

1. 3 実験結果

1. 3. 1 疲労き裂進展挙動

Fig.1-8にAZ31圧延材およびAZ61押出材のき裂進展速度 da/dN と応力拡大係数幅 ΔK の関係を示す。まずAZ31圧延材では、応力比にかかわらず全 ΔK 領域において疲労き裂進展（FCP）挙動に及ぼす方位の影響はほとんど認められない。下限界応力拡大係数幅 ΔK_{th} は約 $1.8\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ である。また、 $R=0.7$ の da/dN - ΔK 関係が $R=0.05$ の結果よりも高速度側にあり、AZ31圧延材も一般に知られている応力比依存性を示すことがわかる。なお、 $R=0.7$ の ΔK_{th} は約 $1.3\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ である。FCP挙動における特徴的な点は、 $R=0.05$ の da/dN - ΔK 関係において特に顕著に認められる折れ曲がりであり、 $\Delta K \approx 3.5 \sim 4\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ 近傍で、その上下の da/dN - ΔK 関係の勾配が異なっている。

図に見られるように、AZ61押出材の da/dN - ΔK 関係は全 ΔK 領域において、AZ31圧延材よりもわずかに高速度側に位置する。注目すべき結果は、AZ31圧延材の場合と同様に、 $\Delta K \approx 3\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ 近傍で da/dN - ΔK 関係に折れ曲がりが見られることである。

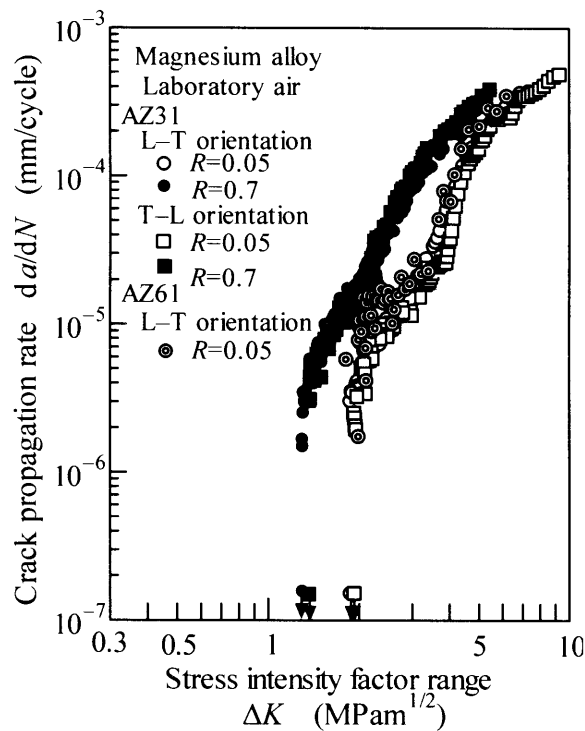


Fig.1-8 Relationship between crack propagation rate and stress intensity factor in AZ31 and AZ61.

次に、き裂開閉口挙動を K_{op}/K_{max} と K_{max} の関係として Fig.1-9 に示す。ここで、 K_{op} はき裂開口応力拡大係数、 K_{max} は最大応力拡大係数である。AZ31 圧延材では、図から明らかなように、下限界近傍で若干の差異が見られるが、両方位の K_{op}/K_{max} はほぼ同様であり、 $K_{max} < 4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ で K_{max} の減少に伴って顕著な上昇を示す。これは後述するように、作動する破壊機構から生ずる破面粗さに起因している。AZ61 押出材の K_{op}/K_{max} は AZ31 圧延材よりもわずかに低い。後述するように、AZ61 押出材の微視的破壊機構は AZ31 圧延材と全く同様であった。したがって、AZ31 圧延材の d (約 $60 \mu\text{m}$) は AZ61 押出材に比べてかなり大きいから、観察されたき裂開閉口挙動における相違は、破面粗さによってもたらされたと考えられる。

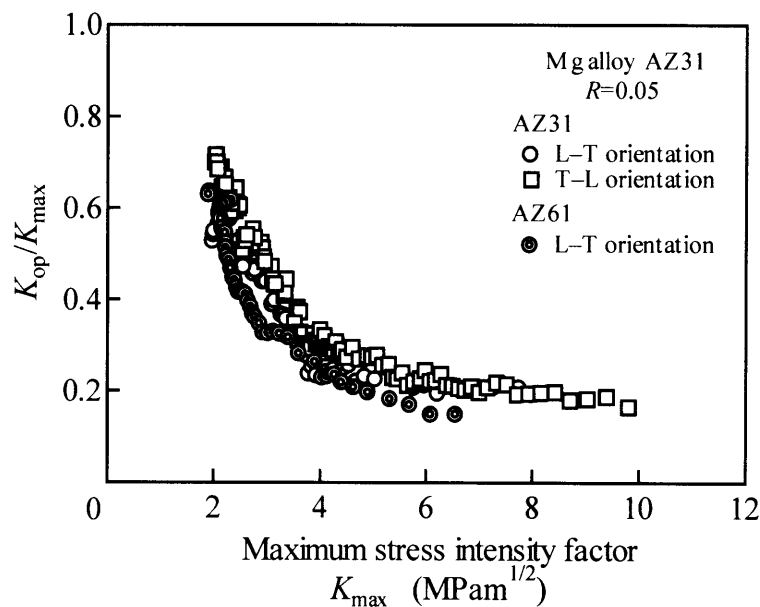


Fig.1-9 Crack closure behaviour for AZ31 and AZ61.

Fig.1-9の結果を用いて、Fig.1-8のFCP挙動を有効応力拡大係数幅 ΔK_{eff} によって整理した結果を Fig.1-10 に示す。AZ31 圧延材では、 $da/dN-\Delta K$ 関係に方位の影響は見られなかったが、き裂開閉口を考慮すると下限界近傍でわずかに方位の影響が現れている。しかし後述するように、両方位間で破壊機構に相違は見られなかったため、この差異はき裂開閉口の測定の際のばらつきによるものと考えられる。注目すべき点は、両方位とも $da/dN-\Delta K$ 関係で見られた折れ曲がりが一層顕著になり、特異な挙動を示すことである。折れ曲がり点以下、すなわち $\Delta K_{eff} < 2.5 \sim 3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ の領域において、 $R=0.05$ の da/dN はき裂開閉口が観察されなかった $R=0.7$ の結果よりもかなり速く、かつ低い下限界有効応力拡大係数幅 $\Delta K_{eff,th}$ を示す。このことは、応力比の影響がき裂開閉口挙動のみでは説明できな

いことを示している。

一方, AZ61押出材の da/dN はき裂閉口を考慮すると, AZ31圧延材の結果と一致する。このことから, $da/dN-\Delta K$ 関係において見られた両合金間の da/dN のわずかな相違は (Fig.1-8), き裂閉口挙動の相違に起因していたことがわかる。図に見られるように, AZ31圧延材の場合と同様に, AZ61押出材の $da/dN-\Delta K_{eff}$ 関係も明瞭な折れ曲がりを示す。

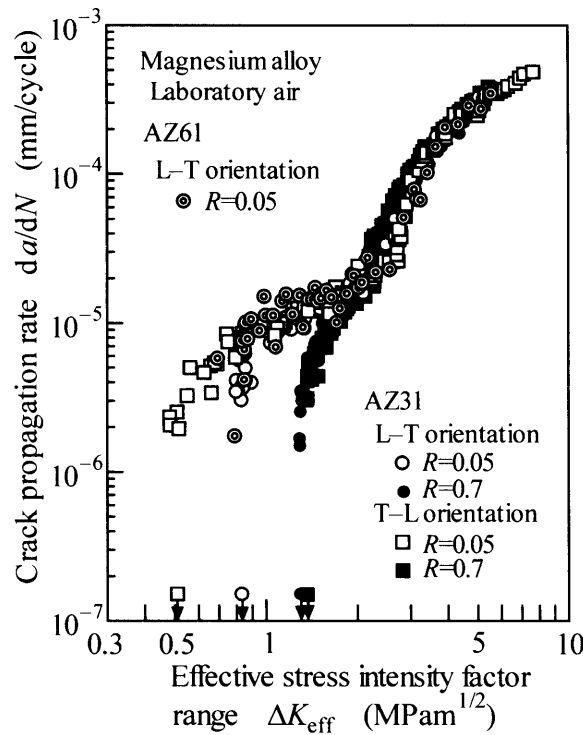


Fig.1-10 Relationship between crack propagation rate and effective stress intensity factor in AZ31 and AZ61.

1. 3. 2 微視的破壊機構

SEM破面観察結果の一例として, AZ31圧延材におけるL-T方位の $R=0.05$ と 0.7 の破面様相をそれぞれFig.1-11およびFig.1-12に示す。 $R=0.05$ の場合, $da/dN-\Delta K$ 関係の折れ曲がり点以上の ΔK 領域 (Fig.1-11(c)) では, 破面は結晶粒単位の細かい筋状の模様を伴った様相を呈している。筋状の模様の向きは個々に異なっているが, 巨視的なき裂進展方向に近い。一方, 折れ曲がり点以下の ΔK 領域 (Fig.1-11(a)) では, 擬へき開状の

平坦なファセットが支配的な破面であり，Fig.1-11(c)とは明らかに様相が異なる．個々のファセットは結晶粒に対応しているように思われる．図中矢印で示すように，ひとつの結晶粒から隣接する結晶粒へ進展する際，き裂進展方向に平行なリバーパターンが観察される．Fig.1-11(b)の ΔK 値は da/dN - ΔK 関係の折れ曲がり点近傍であり，破面は前述の筋状の模様と平坦なファセットの混在した様相を呈している． $R=0.7$ の場合も同様の破面様相であり，高 ΔK 領域では筋状の模様を伴った結晶粒単位の破面 (Fig.1-12(c))，低 ΔK 領域では平坦なファセットが支配的な破面 (Fig.1-12(a)) である．なお，T-L方位においても全く同様の破面様相が観察されている．

AZ61押出材における3レベルの ΔK 値，すなわち折れ曲がり点以下 ($\Delta K=2.5\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$)，近傍 ($\Delta K=3\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$) および以上 ($\Delta K=5\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$) における破面のSEM写真をFig.1-13に示す．まず，AZ31圧延材の場合のFig.1-11と比較すると， ΔK の全領域においてAZ61押出材とAZ31圧延材の破面様相はきわめて類似しており，作動した微視的破壊機構が同様であることを示している．すなわち，折れ曲がり点以上では，結晶粒単位の筋状の模様であるのに対して，折れ曲がり点以下では，結晶粒単位の平坦な擬へき開状の

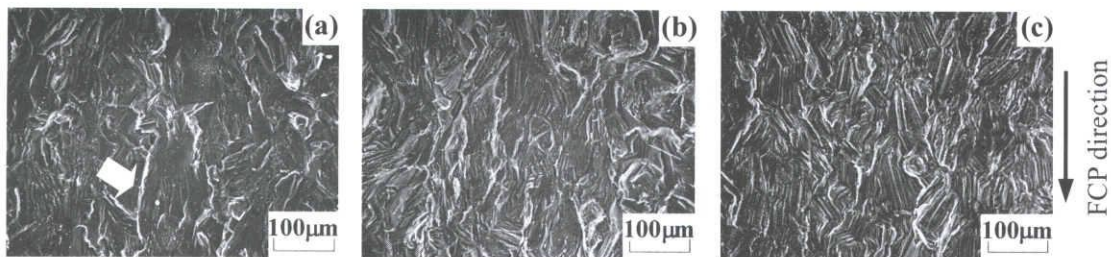


Fig.1-11 SEM micrographs of fracture surfaces at $R=0.05$ in AZ31 (L-T orientation): (a) $\Delta K=2.5\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$, (b) $\Delta K=3.0\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$, (c) $\Delta K=5.0\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$. In (a), arrow indicates river-pattern.

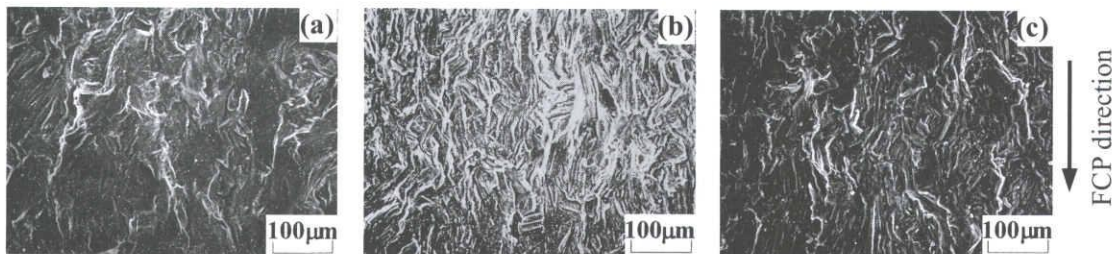


Fig.1-12 SEM micrographs of fracture surfaces at $R=0.7$ in AZ31 (L-T orientation): (a) $\Delta K=1.5\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$, (b) $\Delta K=2.0\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$, (c) $\Delta K=3.0\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$.

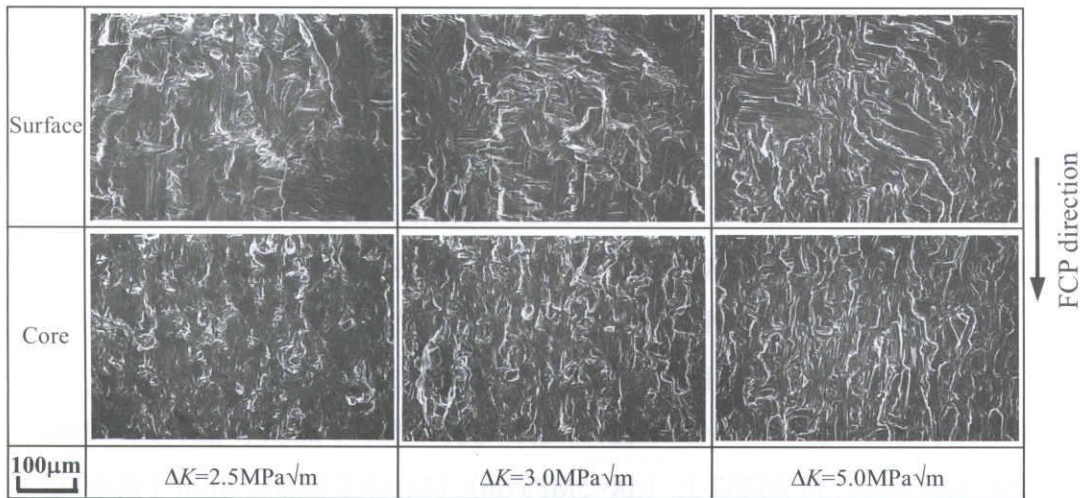


Fig.1-13 SEM micrographs of fracture surfaces at $R=0.05$ in AZ61.

模様で被われている。また、折れ曲がり点近傍では、両破面様相が混在しており、そこで微視的破壊機構の遷移が生じたことがわかる。なお AZ61 押出材の場合、表面層と中心部の相違は、筋状模様または擬へき開状模様の単位の大きさにあり、それは結晶粒径の相違を反映していると考えられる。

1. 3. 3 き裂進展経路と破面粗さ

前述したように、作動した微視的な破壊機構は両合金で同様であったから、ここでは AZ31 圧延材におけるき裂進展経路と破面粗さについて検討する。

き裂進展経路は応力比にかかわらず、高 ΔK 領域で比較的直線的であり、結晶粒内を進展していた。中間 ΔK 領域から低 ΔK 領域では、高 ΔK 領域の経路よりも屈曲は明らかに顕著であった。中間 ΔK 領域ではき裂経路は大きなうねりを示していたが、低 ΔK 領域ではファセットを単位とする屈曲を示していた。

Fig.1-11 および Fig.1-12 と同じ ΔK 値に対応する破面の三次元的様相をそれぞれ Fig.1-14 および Fig.1-15 に示す。応力比にかかわらず、 ΔK の減少に伴って、高 ΔK 領域における細かい凹凸を伴った全体的に粗さの小さい破面様相から、平坦な面を単位として生ずる粗さを伴う破面様相に変化している様子がわかる。

Fig.1-16 に定量的に測定された破面の最大粗さ R_y と ΔK の関係を示す。 R_y の ΔK 依存性は個々の場合でやや異なっているが、全体として方位や応力比にかかわらず ΔK の減少に伴って R_y は増加する傾向があると言える。なお、算術平均粗さ R_a についてもほぼ同

様の結果が得られる。この結果から、Fig.1-9に見られたような低 ΔK 領域における急激な K_{op}/K_{max} の上昇は、破壊機構の遷移から生ずる破面粗さの増加に起因していると考えられる。

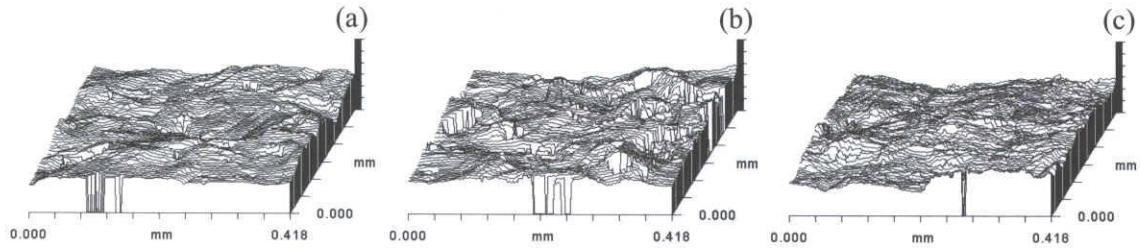


Fig.1-14 Fracture surface topography for L-T orientation at $R=0.05$ in AZ31:
(a) $\Delta K=2.5\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$, (b) $\Delta K=3.0\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$, (c) $\Delta K=5\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$.

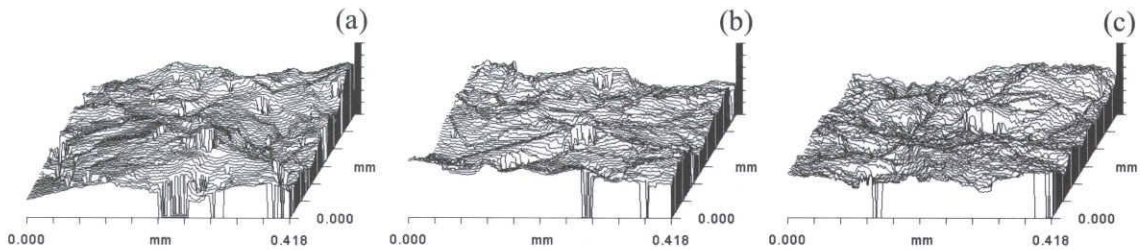


Fig.1-15 Fracture surface topography for L-T orientation at $R=0.7$ in AZ31:
(a) $\Delta K=1.5\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$, (b) $\Delta K=2.0\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$, (c) $\Delta K=3\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$.

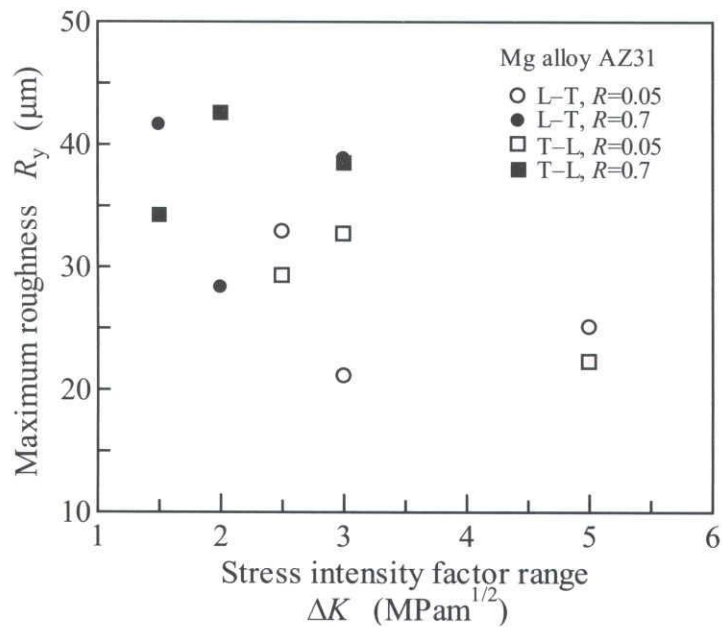


Fig.1-16 Maximum roughness as a function of stress intensity factor range in AZ31.

1. 4 考 察

1. 4. 1 き裂進展挙動に及ぼす試験片採取方位の影響

$da/dN-\Delta K$ 関係には方位の影響は全く見られなかった (Fig.1-8) が、き裂閉口を考慮した $da/dN-\Delta K_{eff}$ 関係には下限界近傍でわずかに方位の影響が認められた (Fig.1-10) . しかし、両方位の微視的破面様相、すなわち破壊機構には相違はなかったため、本質的なき裂進展抵抗も方位の影響を受けないと判断される。

Fig.1-5に示したように、AZ31圧延材では(0001)面が試験片表面と平行な集合組織を形成している。したがって、この集合組織はL-T方位に試験片を採取しても、またT-L方位に採取しても同様であるため、FCP挙動の異方性は現れなかったと考えられる。Ti合金などの圧延板でも集合組織が発達する⁽¹⁰⁾ が、FCP挙動には本質的な影響を及ぼさず、むしろ巨視的な組織の異方性 (層状組織、結晶粒径など) がき裂閉口に影響を及ぼす結果、 $da/dN-\Delta K$ 関係にわずかな方位依存性が現れる場合がある⁽¹¹⁾。しかしAZ31圧延材の場合、Fig.1-1から明らかなように、各面間の巨視的な組織の異方性も見られないから、結果としてき裂開閉口挙動も影響を受けず、FCP挙動の異方性は現れなかったと考えられる。

1. 4. 2 き裂進展挙動の応力比依存性

AZ31圧延材においても、広く知られている応力比依存性が認められた (Fig.1-8) . 一般に、応力比依存性はき裂閉口によるものと認識されており、実際Fig.1-10から明らかなように、高 ΔK_{eff} 領域ではFig.1-8で見られた応力比依存性はき裂閉口を考慮するとほぼ消失した。しかし低 ΔK_{eff} 領域では、 $R=0.05$ の結果が $R=0.7$ よりもかなり高速度側に位置しており特異な挙動を示した。

Fig.1-11およびFig.1-12から明らかなように、 $R=0.05$ と $R=0.7$ の微視的破面様相はほぼ同様であり、低 ΔK 領域ではいずれも平坦なファセットから成っている。したがって、作動する破壊機構に応力比による相違はないことから、本質的なFCP挙動は応力比の影響を受けないと判断される。Fig.1-9に見られたように、低 ΔK 領域では顕著なき裂閉口が生ずるから、 $R=0.7$ においてもき裂先端近傍では、実際にはき裂閉口が生じており、それが測定に反映されなかったことが原因と考えられる。

1. 4. 3 き裂進展における微視的破壊機構の遷移

AZ31 圧延材および AZ61 押出材ともに、 $\Delta K=3.5\sim 4\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ 近傍で $da/dN-\Delta K$ 関係に折れ曲がりが見られた。この折れ曲がりには $R=0.7$ (AZ31 圧延材) でも見られたが、その程度は小さかった。さらにき裂閉口を考慮すると、その折れ曲がりは一層顕著になった。こうした $da/dN-\Delta K$ 関係における折れ曲がりには Al 合金⁽¹²⁾ や純 Ti⁽¹³⁾ などでも観察されており、破壊機構の遷移と関係していることが指摘されている。実際、Mg 合金の場合、SEM 破面観察によって折れ曲がり点の上下で破壊機構は明瞭に異なることが明らかになった (Fig.1-11, Fig.1-12, Fig.1-13)。したがって、 $da/dN-\Delta K$ 関係、または $da/dN-\Delta K_{\text{eff}}$ 関係における折れ曲がりには、作動する破壊機構の遷移に起因するものである。

なお、破壊機構の遷移は、繰返し塑性域寸法と組織の代表寸法 (例えば、結晶粒径) との関係で決まると考えられる。有効繰返し塑性域寸法 (平面ひずみ) $r_{\text{pc,eff}}$ は次式によって与えられる。

$$r_{\text{pc,eff}} = \frac{1}{2\sqrt{2}\pi} \left(\frac{\Delta K_{\text{eff}}}{2\sigma_y} \right)^2 \quad (1)$$

AZ31 圧延材の場合について検討する。上式において $\sigma_y=115\text{MPa}$ (L 方向と T 方向の $\sigma_{0.2}$ の平均値)、 $\Delta K_{\text{eff}}=3\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ として $r_{\text{pc,eff}}$ を求めると約 $20\mu\text{m}$ となり、 $d=60\mu\text{m}$ とは一致しない。やや差異が大きいが、結晶粒径のばらつき等も考慮されなければならないと考えられる。AZ61 押出材の場合、 d は板厚を通じて均一ではないので、その検討は単純ではないが、両合金の折れ曲がり点の ΔK_{eff} 値がほぼ同一であることを考えると、 $r_{\text{pc,eff}} \approx d$ が折れ曲がりの主たる原因ではない。

折れ曲がり点以下の破面様相は平坦で擬へき開状であることから、耐食性に劣る Mg 合金の場合、ある速度以下のき裂進展は大気湿度の影響を受けたものと推測される。実際、Mg 合金にとって大気環境も腐食環境となりうるということが指摘されている^{(2), (14), (15)}。そこで、AZ61 押出材について乾燥空気中で付加的な FCP 試験を行った。その結果を大気中の結果と比較して Fig.1-17 に示す。図から明らかなように、乾燥空気中の FCP 速度は大気中よりも顕著に低下しており、室温大気中の FCP 挙動に及ぼす大気湿度の影響が明らかである。

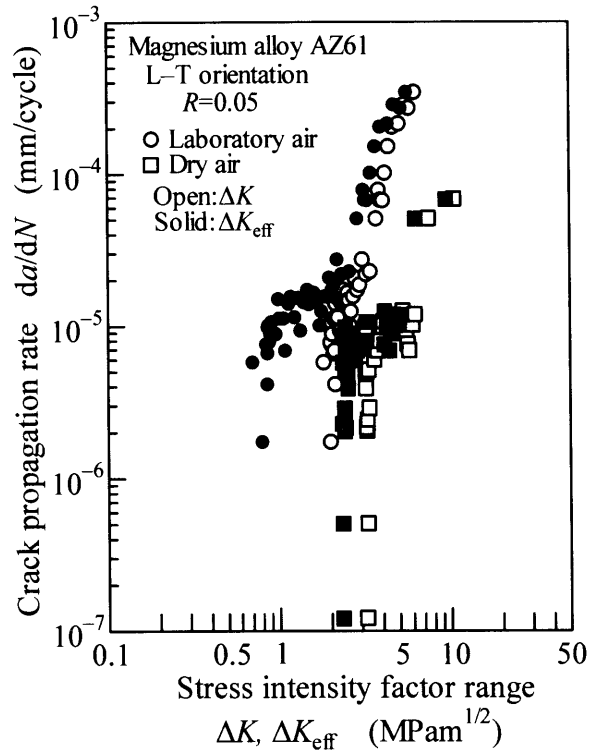


Fig.1-17 Crack propagation behaviour for AZ61 in dry air.

1. 4. 4 Mg合金と他の合金との比較

Fig.1-18にAZ31圧延材およびAZ61押出材のFCP挙動を2種類のAl合金 (7075合金⁽¹⁶⁾, 6063合金⁽¹⁷⁾) と純Ti⁽¹³⁾ のFCP挙動と比較した結果を示す. (a)は da/dN - ΔK 関係, (b)は da/dN - ΔK_{eff} 関係である. Fig.1-18(a)から明らかなように, 両Mg合金の da/dN - ΔK 関係は他の合金よりも全 ΔK 領域において高速度側にあり, ΔK で整理したMg合金のFCP抵抗はAl合金や純Tiよりもかなり低いことがわかる. また, き裂閉口を考慮してもMg合金のFCP抵抗は他の合金よりも劣っている (Fig.1-18(b)).

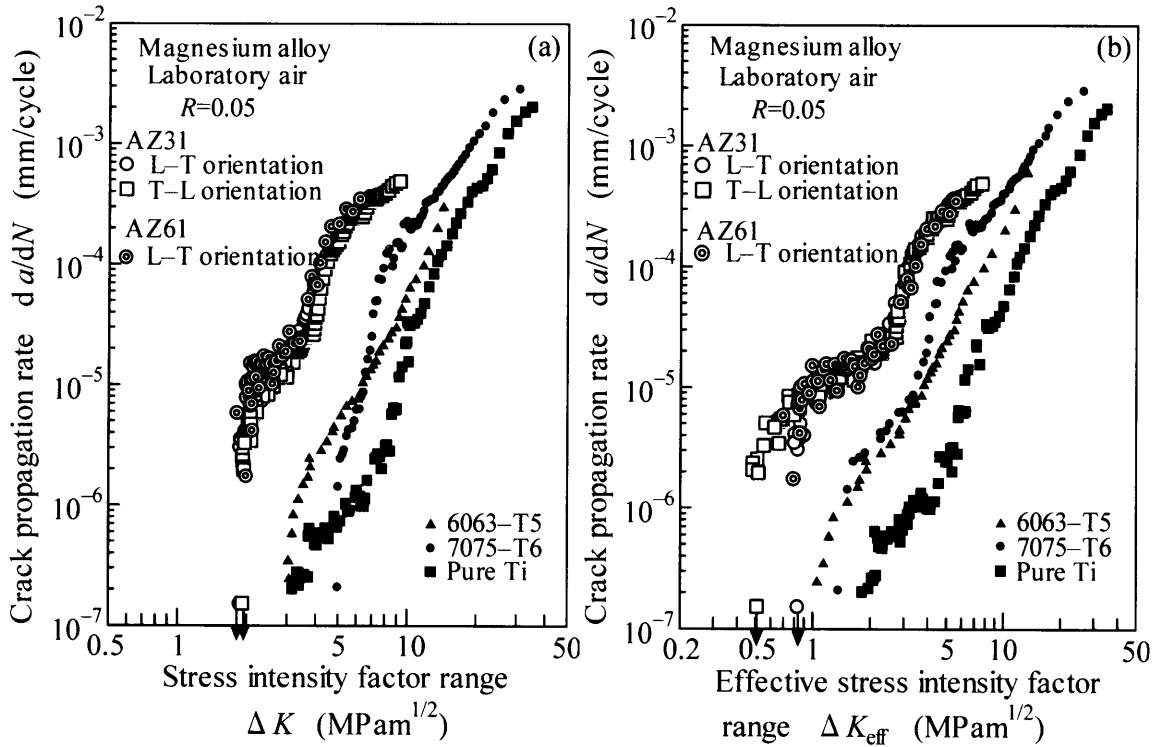


Fig.1-18 Comparison of FCP behaviour between Mg alloys and other alloys:
(a) da/dN - ΔK relationship, (b) da/dN - ΔK_{eff} relationship.

弾性係数 E はFCP挙動における材料支配因子である。そこで、 ΔK_{eff} を E で規準化した $\Delta K_{eff}/E$ でFCP挙動を整理した結果をFig.1-19に示す。6063合金と純Tiの結果は全 $\Delta K_{eff}/E$ 領域でほぼ一致するが、両Mg合金と7075合金はそれらより高速度側にある。Mg合金の折れ曲がり点以上の領域では、両Mg合金の結果は7075合金と一致するが、それ以下の領域では速い da/dN を示す。Mg合金と7075合金は他の比較材に比べて耐食性が悪いことから、それらの全 $\Delta K_{eff}/E$ 領域における低いFCP抵抗は、Fig.1-17に示したように室温大気中の湿度に起因することが考えられる。実際Mg合金の場合、大気が疲労強度に対して腐食環境となること⁽¹⁴⁾、相対湿度80%では腐食疲労の様相を呈すること⁽²⁾などが指摘されている。疲労き裂進展の場合、毛管凝縮によってき裂先端近傍では大気湿度の影響が一層顕著になる⁽¹⁸⁾。こうした環境効果が、他の合金では見られない広範な擬へき開状の破壊を引き起こし、結果として顕著なき裂進展の加速をもたらしたと考えられる。

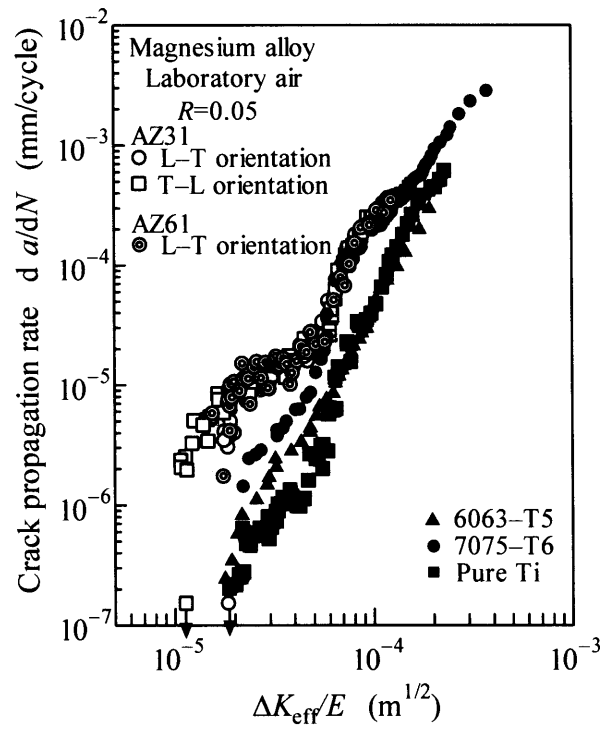


Fig.1-19 Comparison of FCP behaviour characterized in terms of $\Delta K_{eff}/E$ between Mg alloys and other alloys.

1. 5 結 言

本章では、構造材料として広範な応用が期待されている展伸Mg合金の疲労特性を明らかにすることを目的として、AZ31圧延材およびAZ61押出材について疲労き裂進展(FCP)試験を行った。FCP挙動に及ぼす方位や応力比の影響と破壊機構について検討するとともに、他の合金のFCP特性とも比較、検討した。得られた主な結論を以下に示す。

(1) AZ31圧延材の場合、 $da/dN-\Delta K$ 関係には応力比にかかわらず方位の影響は見られず、また $R=0.7$ の $da/dN-\Delta K$ 関係は $R=0.05$ よりも高速度側に位置した。き裂閉口を考慮すると、下限界領域においてわずかな方位と応力比の影響が認められたが、破壊機構はそれらには依存しなかったため、観察された方位および応力比依存性はき裂閉口挙動の測定の問題に起因するものであり、本質的なFCP挙動には方位や応力比の影響は存在しないと判断された。

(2) AZ61押出材の $da/dN-\Delta K$ 関係はAZ31圧延材よりも高速度側に位置したが、き裂閉口を考慮すると両合金の結果は一致した。

(3) 両合金とも $da/dN-\Delta K$ 関係はある ΔK 値で折れ曲がりを示し、この折れ曲がりなき裂閉口を考慮すると一層顕著になった。

(4) 上記の折れ曲がり点以上の領域では結晶粒単位の筋状の模様を伴った破面様相、それ以下の領域では平坦な擬へき開状のファセットが支配的な破面様相であった。このことから、 $da/dN-\Delta K$ 関係、または $da/dN-\Delta K_{\text{eff}}$ 関係における折れ曲がり、作動する破壊機構の遷移によるものであった。

(5) Mg合金の本質的なFCP抵抗はAl合金(7075合金、6063合金)や純Tiよりも劣っていた。

第2章 AZ31 圧延材および AZ61 押出材の 疲労挙動と破壊機構

2.1 緒言

高い疲労信頼性が要求される部材には、材料欠陥の関与しない展伸 Mg 合金の使用が考えられる。しかし、展伸 Mg 合金の疲労特性に関する最新の研究結果は必ずしも十分ではない^{(2), (19)-(22)}。したがって、圧延や押出加工による展伸 Mg 合金の各種疲労特性のデータを蓄積し、それと同時に疲労破壊挙動の詳細な調査を行う必要がある。前者は展伸 Mg 合金の構造部材としての応用に、後者は破壊メカニズムの解明を通じて材質改善や新合金の開発・創製に寄与しうる。

こうした背景から、第1章では2種類の Mg 合金 AZ31 圧延材および AZ61 押出材の CT 試験片を用いた疲労き裂進展 (FCP) 試験を行い、FCP 挙動と破壊機構について検討した。その結果、両合金とも FCP 速度 da/dN と有効応力拡大係数幅 ΔK_{eff} の関係が明瞭な折れ曲がりを示すことを確認し、この挙動が破壊機構の遷移に関係していることを明らかにした。このように特異な挙動が確認されたことから、展伸 Mg 合金の各種疲労特性について、広範かつ系統的に研究を展開することが必要と考えられる。

そこで本章では、第1章と同一材料の AZ31 圧延材および AZ61 押出材の平滑試験片を用いて軸荷重疲労試験を行い、疲労強度を評価するとともに、き裂発生、微小き裂成長挙動および破面解析結果などに基づいて破壊機構について詳細に検討する。

2. 2 実験方法

2. 2. 1 材料, 組織および機械的性質

供試材は, 第 1 章と同一材料である市販の AZ31 圧延材 (板厚 6mm) および AZ61 押出材 (板厚 5mm) である.

AZ31 圧延材の詳細な化学成分 (wt.%) は不明であるが, 規格では Al: 3, Zn: 1 である. 組織はほぼ等軸の結晶粒から成り, 平均結晶粒径は約 $60\mu\text{m}$ である (Fig.1-1). また圧延方向の機械的性質は, 0.2%耐力 $\sigma_{0.2}$: 110MPa, 引張強さ σ_B : 224MPa, 伸び ϕ : 30% である (Table 1-2).

AZ61 押出材の化学成分 (wt.%) は, Al: 6.5, Zn: 1.0, Mn: 0.1, Si: 0.1, Cu: 0.05, Fe: 0.005, Ni: 0.005, bal.: Mg である. 組織は AZ31 圧延材と同様に, ほぼ等軸の結晶粒から成るが, 素材両表面層と中心部の間で結晶粒径に相違が見られた (Fig.1-2). 表面層および中心部の平均結晶粒径 d はそれぞれ約 $28\mu\text{m}$ および約 $14\mu\text{m}$ である. 素材と同じ厚さ (5mm) の板状試験片を用いて引張試験を行った. 得られた押出方向の機械的性質は, 引張強さ σ_B : 278MPa, 伸び ϕ : 25%, ビッカース硬さ HV : 72 である (Table 1-2).

なお, 両材料の詳細については, 第 1 章に示している.

2. 2. 2 試験片

両合金とも納入材から, Fig.2-1 に示す幅 8mm, 平行部 12mm, 板厚 4mm の平板疲労試験片を機械加工した. 疲労試験片の軸方向は, 圧延方向または押出方向と平行である. なお, 疲労試験片の平行部片面にき裂発生箇所を限定するために鈍い切欠きを付している. その応力集中係数は小さいから, 試験片は事実上ほぼ平滑と見なせるものである. エメリー紙で研磨後, さらにバフ研磨を施して疲労試験に用いた.

AZ61 押出材の場合, 前述したように, 素材両表面から約 1.5mm 内部まで結晶粒の粗大化層が存在したため (Fig.1-4), 疲労試験片の両表面層に約 1mm の粗大化層が残存している.

2. 2. 3 試験方法

疲労試験には容量 49kN の電気油圧式サーボ疲労試験機を用いて、室温大気中、軸荷重下、繰返し速度 $f=10\text{Hz}$ 、応力比 $R=-1$ の条件で実験を行った。

試験片表面のき裂発生および微小き裂成長挙動をレプリカ法により観察した。また、実験後、破面を走査型電子顕微鏡 (SEM) を用いて詳細に調査した。

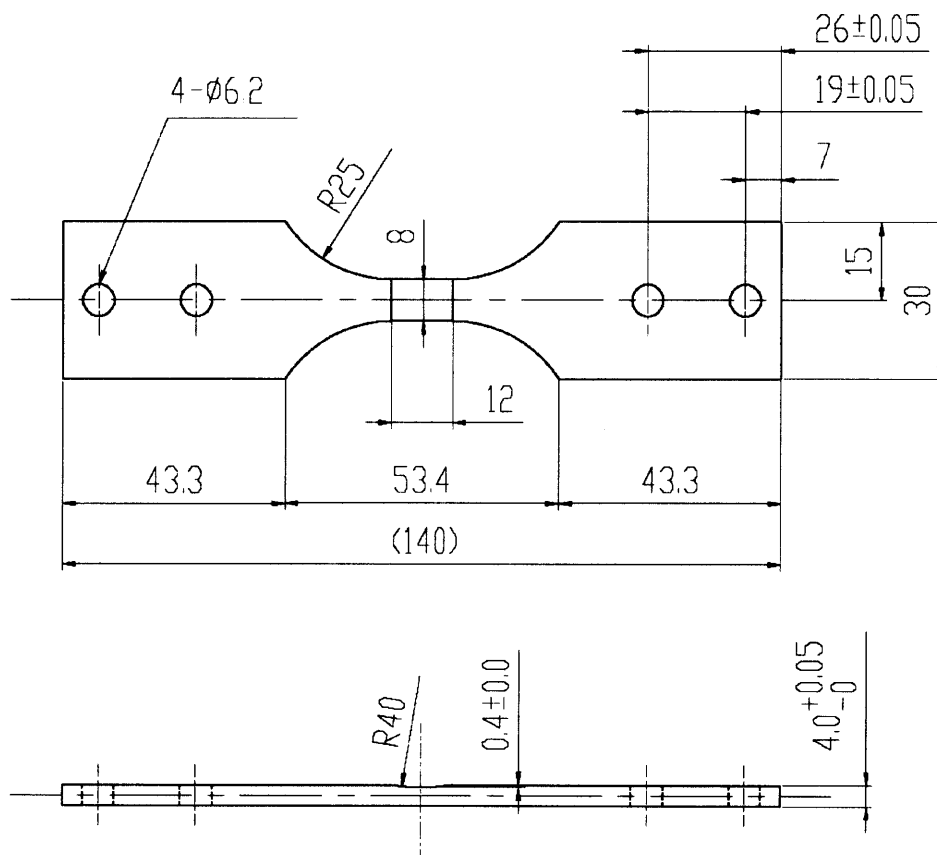


Fig.2-1 Configuration of fatigue specimen.

2. 3 実験結果および考察

2. 3. 1 疲労強度

Fig.2-2 に AZ31 圧延材および AZ61 押出材の $S-N$ 線図を示す。AZ61 押出材の疲労強度は全体的に AZ31 圧延材より高く、 $N=10^7$ 回の疲労強度は前者が $\sigma=60\text{MPa}$ であるのに対して、後者は $\sigma=50\text{MPa}$ である。非鉄金属の場合、疲労限度は観察されず、 $S-N$ 曲線は長寿命域までなだらかに低下することが知られている。しかし、図から明らかのように、2 種類の合金とも明瞭な疲労限度が存在するかのように見える。このような挙動は、これまでに他の AZ61 押出材についても報告されている⁽²⁾。そこで、破壊しなかった試験片の表面を詳細に観察したところ停留き裂が認められた。その例を Fig.2-3 に示す。これらの停留き裂の表面長さは AZ31 圧延材では $74\mu\text{m}$ 、AZ61 押出材では $44\mu\text{m}$ であり、き裂形状を半円と仮定すると両合金とも深さは 1 結晶粒径程度、またはそれ以下となることから、停留き裂は第 I 段階き裂であり、停留に粒界が重要な役割を果たしていることが推測される。なお、停留き裂寸法からその最大応力拡大係数 K_{\max} 値を求めると、AZ31 圧延材および AZ61 押出材に対してそれぞれ $0.46\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ および $0.4\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ であり、大き裂の下限界有効応力拡大係数幅 $\Delta K_{\text{eff,th}}$ ($\approx 0.8\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$) と比べて十分小さい。このことから疲労限度の存在は、発生したき裂の停留挙動に関係していると考えられる。

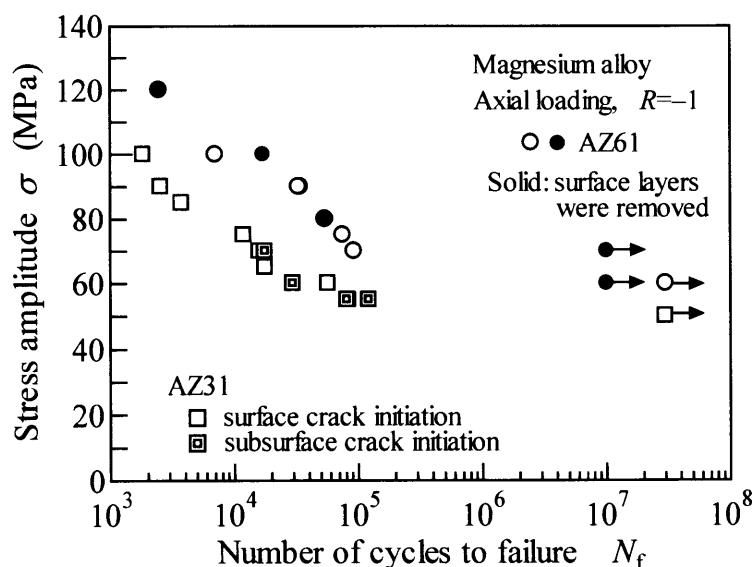


Fig.2-2 $S-N$ diagram.

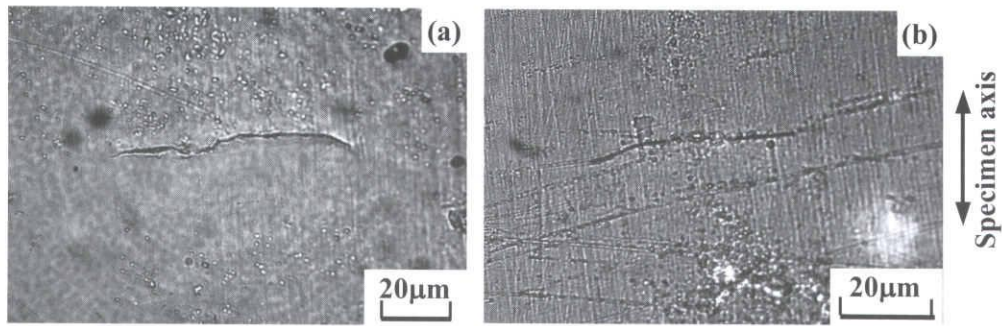


Fig.2-3 Optical micrographs showing non-propagating cracks: (a) AZ31, (b) AZ61.

AZ31 圧延材の特徴的な結果は応力に依存して異なる破壊形態が現れることであり、 $\sigma \geq 70\text{MPa}$ では表面を起点とする破壊（表面起点型破壊）、 $\sigma \leq 70\text{MPa}$ では内部を起点とする破壊（内部起点型破壊）が生ずる。これまで Mg 合金の内部起点型破壊は報告されていない、興味ある知見である。一方、AZ61 押出材の場合、AZ31 圧延材のような応力に依存した破壊形態の変化は見られず、全てき裂は表面から発生している。こうした AZ31 圧延材と AZ61 押出材の相違は、AZ31 圧延材における内部起点型破壊発生機構の解明とともに今後の課題である。

2. 2. 1 で述べたように、AZ61 押出材の疲労試験片における表面層の結晶粒径は中心部よりも大きかった。そこで、両表面の結晶粒の粗大化層を機械加工により除去した板厚 2mm の試験片を準備して疲労試験を行った。その結果を前掲の Fig.2-2 に中実印で示す。有限寿命領域の疲労強度は、粗大化層が存在する試験片の結果とほぼ同程度であるが、 $N=10^7$ 回の疲労強度は若干高く $\sigma=70\text{MPa}$ である。応力勾配のない軸荷重ではあるが、前述したようにき裂は表面で発生するから、観察された $N=10^7$ 回の疲労強度の相違は、結晶粒径の影響を反映していると考えられる。

次に、両合金の疲労比 (σ/σ_B) で表した疲労強度を Fig.2-4 に示す。図から明らかなように、全寿命領域において AZ31 圧延材と AZ61 押出材の結果はほぼ一致する。 $N=10^7$ 回の疲労強度に対する両合金の疲労比は AZ31 圧延材では約 0.23、AZ61 押出材では約 0.22 であり、相対的にかなり低い疲労強度を示す。異なる AZ31 および AZ61 押出材が、回転曲げ荷重下でそれぞれ 0.32 および 0.29 の低い疲労比を示すこと⁽¹⁹⁾ や、また対照的に AZ61 押出材が軸荷重下で鋼と同等の 0.45 の疲労比を示すこと⁽²⁾ も報告されている。なお Al 合金においても、合金の種類に依存して疲労比は異なり、時効硬化型の

Al 合金では 0.25 程度の低い疲労比を示す場合があることが知られている⁽²³⁾。今後さらに広範な合金について実験的に確認する必要がある。

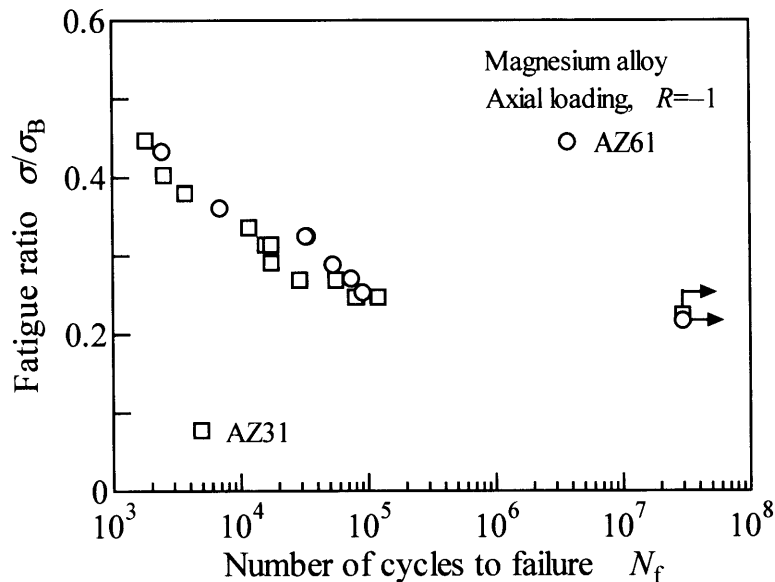


Fig.2-4 S-N diagram characterized in terms of fatigue ratio.

以下では両合金における表面起点型破壊と内部起点型破壊に分けて、それらの挙動と特徴について検討する。

2. 3. 2 表面起点型破壊

2. 3. 2. 1 き裂発生

両合金について、主き裂および試験片に残存する多数のき裂の発生状況を詳細に観察した結果、発生箇所は結晶粒内と粒界に分けられることがわかった。応力が高い場合、両者の発生割合はほぼ同程度であったが、応力の減少に伴って粒内の発生が支配的となり、疲労限度近傍では粒内の発生であった。

Fig.2-5 および Fig.2-6 にき裂発生様相の代表的な例を示す。Fig.2-5 は結晶粒内の発生例である。粒内にき裂と平行に激しいすべり帯が観察されることから、繰返しすべり変形の結果、き裂が発生したと考えられる。Fig.2-6 は粒界における発生例である。同様に結晶粒内に多数のすべり帯が観察され、それらはき裂が発生した粒界とある角度を有していることがわかる。このことから、すべり帯が粒界で阻止されることに起

因する応力集中の結果、粒界でき裂が発生したと考えられる。このように粒内、粒界の違いはあっても、いずれも繰返しすべり変形がき裂発生を引き金となっている。

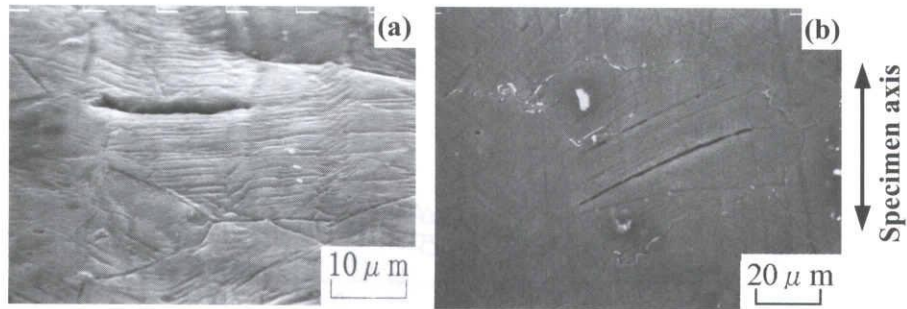


Fig.2-5 Examples of SEM micrographs showing transgranular crack initiation at specimen surface: (a) AZ31($\sigma=85\text{MPa}$), (b) AZ61($\sigma=70\text{MPa}$).

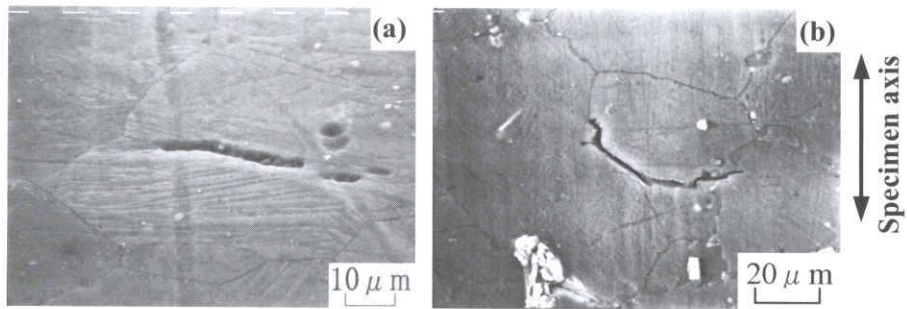


Fig.2-6 Examples of SEM micrographs showing intergranular crack initiation at specimen surface: (a) AZ31($\sigma=70\text{MPa}$), (b) AZ61($\sigma=120\text{MPa}$).

2. 3. 2. 2 微小き裂成長

両合金について3種類の応力レベルでき裂成長挙動を調査した。その結果を表面き裂全長 $2c$ と繰返し数比 N/N_f (N_f : 疲労寿命) の関係として Fig.2-7 に示す。図から明らかのように、応力にかかわらずき裂発生はきわめて早い。この観察結果から、疲労限度の応力においてもき裂は相対的に早く発生したのち、成長を停止したことが推測される。このように、両合金の繰返し応力に対するき裂発生抵抗は低く、このことが相対的に低い疲労強度の原因と考えられる。したがって、 N_f は事実上微小き裂の成長寿命であり、疲労寿命や余寿命の予測においてその評価が重要となることがわかる。なお、いずれの応力においても複数のき裂が発生し、それらが互いに干渉、合体して成長する場合は観察され、それは応力が高いほど顕著であった。

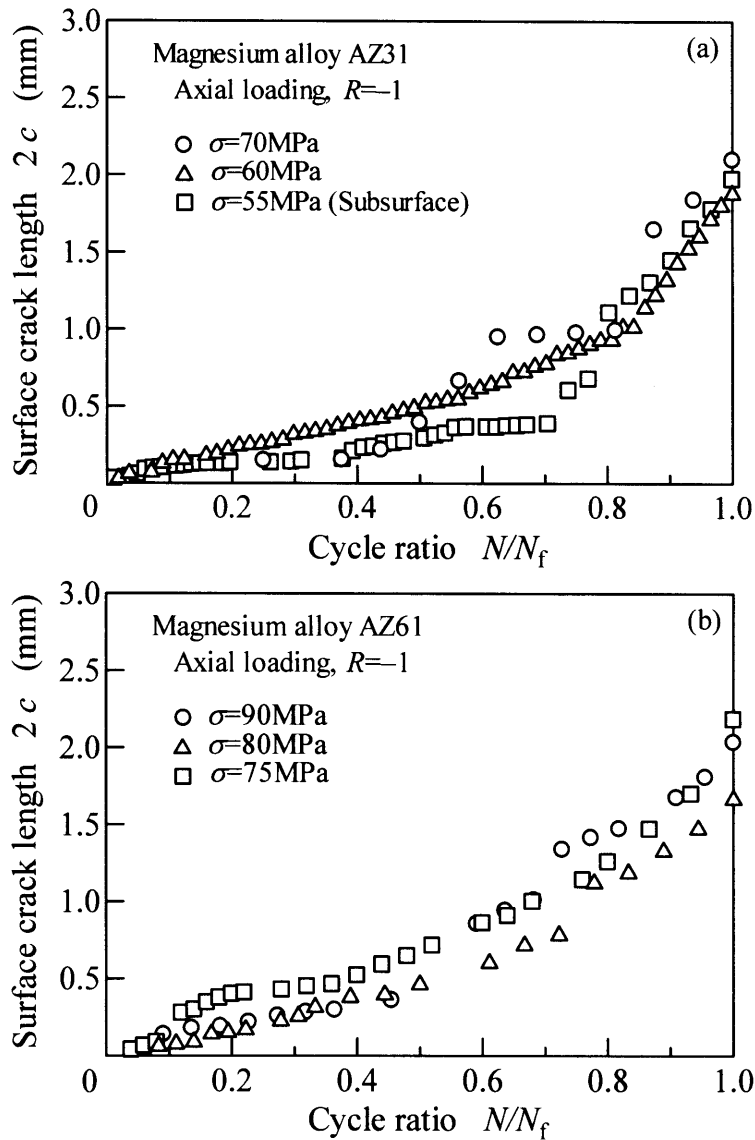


Fig.2-7 Crack length as a function of cycle ratio: (a)AZ31, (b)AZ61.

発生に続く初期の不規則な微小き裂成長挙動の一例を Fig.2-8 に示す. 縦軸は表面における両き裂先端の成長速度 dc/dN , 横軸は発生点を原点とするそれぞれのき裂先端の位置 (き裂長さ) c である. 図から明らかなように, AZ31 圧延材では表面き裂全長 $2c < 0.4\text{mm}$, AZ61 押出材では $2c < 0.8\text{mm}$ において dc/dN が大きく変動している. これまでに多くの材料において初期の微小き裂成長速度は結晶粒界などに起因して変動することが報告されている⁽²⁴⁾が, Mg 合金の場合, その程度が一層顕著であるように思われる.

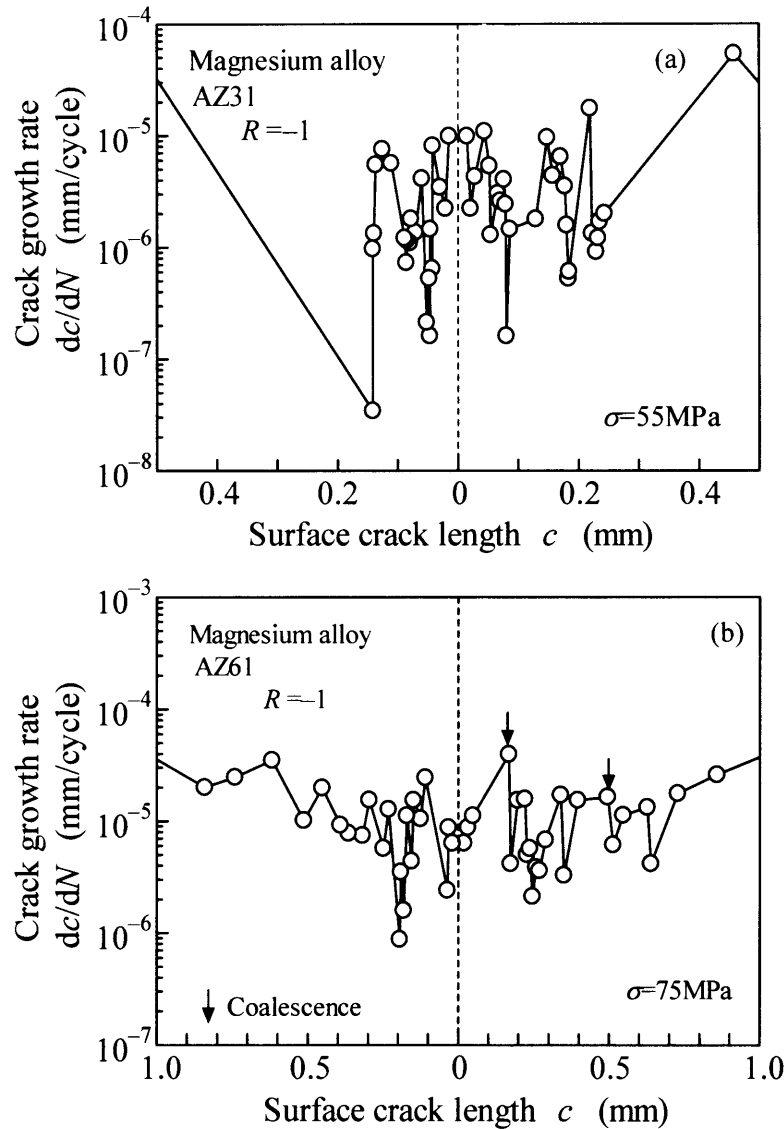


Fig.2-8 Early small crack growth behaviour at specimen surface: (a) AZ31 ($\sigma=55\text{MPa}$), (b) AZ61 ($\sigma=75\text{MPa}$).

Fig.2-9 および Fig.2-10 に AZ31 圧延材および AZ61 押出材のき裂成長様相をそれぞれ示す。き裂は応力にかかわらず，巨視的には試験片軸方向に対して直角に成長するが，顕著な屈曲や分岐を伴うことがわかる。現出した組織との対応から，そのような屈曲や分岐は，隣接する結晶粒にき裂が成長する際に主に粒界で生じていることが確認された。これは両合金の結晶構造が稠密六方構造であり，すべり系が少ないことに起因していると考えられる。戸梶らは同じ結晶構造の純チタンにおいても成長速度の顕著な変動が生ずることを明らかにしている^{(25), (26)}。また，成長速度の変動を生ずるき裂長さの領域（微視組織的微小き裂）は，広範な材料に対して組織の代表寸法（例

えば、結晶粒径) の 8 倍程度であることを指摘している⁽²³⁾ が、両合金もほぼこの関係に従っている。

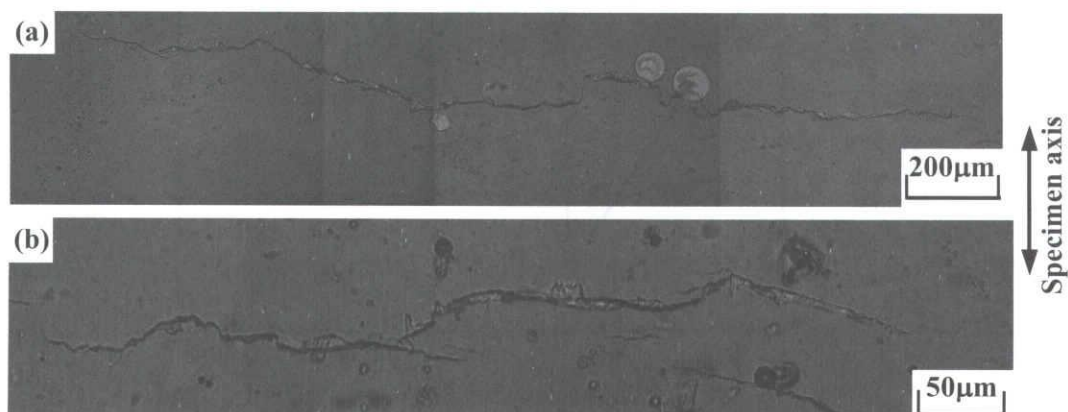


Fig.2-9 Optical micrographs showing crack growth path in AZ31: (a) $\sigma=60\text{MPa}$, $N=5.7 \times 10^4$, (b) $\sigma=55\text{MPa}$, $N=9 \times 10^4$.

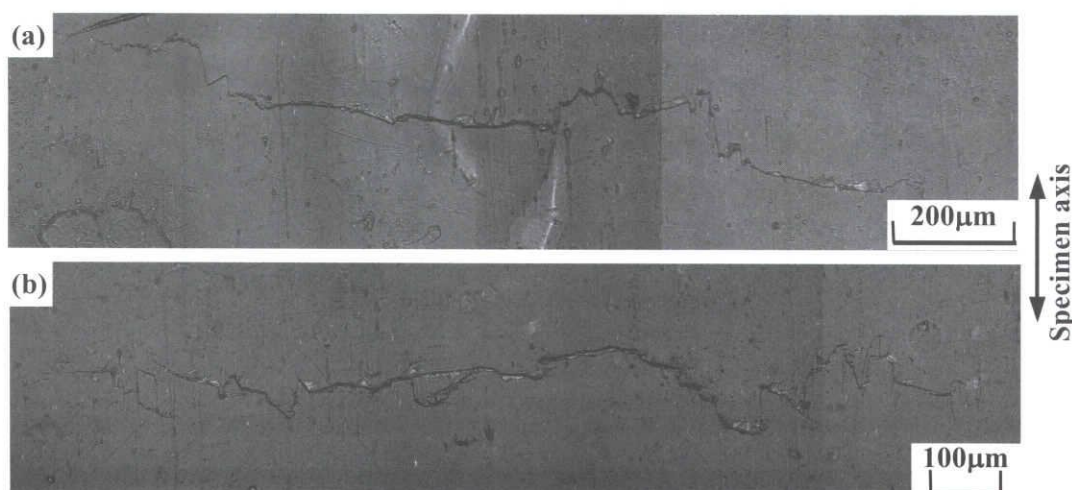


Fig.2-10 Optical micrographs showing crack growth path in AZ61: (a) $\sigma=80\text{MPa}$, $N=4.8 \times 10^4$, (b) $\sigma=75\text{MPa}$, $N=6 \times 10^4$.

Fig.2-11 に微小き裂成長速度 da/dN と最大応力拡大係数 K_{\max} の関係⁽²⁷⁾ を示す。ここで、き裂深さ a と K_{\max} はアスペクト比 $a/c=1$ を仮定して求められている。なお図中には、比較のために、第 1 章における同一合金の CT 試験片による大き裂の $da/dN-\Delta K$ 関係および $da/dN-\Delta K_{\text{cr}}$ 関係も併記した。大き裂の進展挙動は第 1 章においてすでに記述したとおりであるが、微小き裂の成長挙動との比較のために、得られた重要な知見のみを以下に簡潔に記述する。

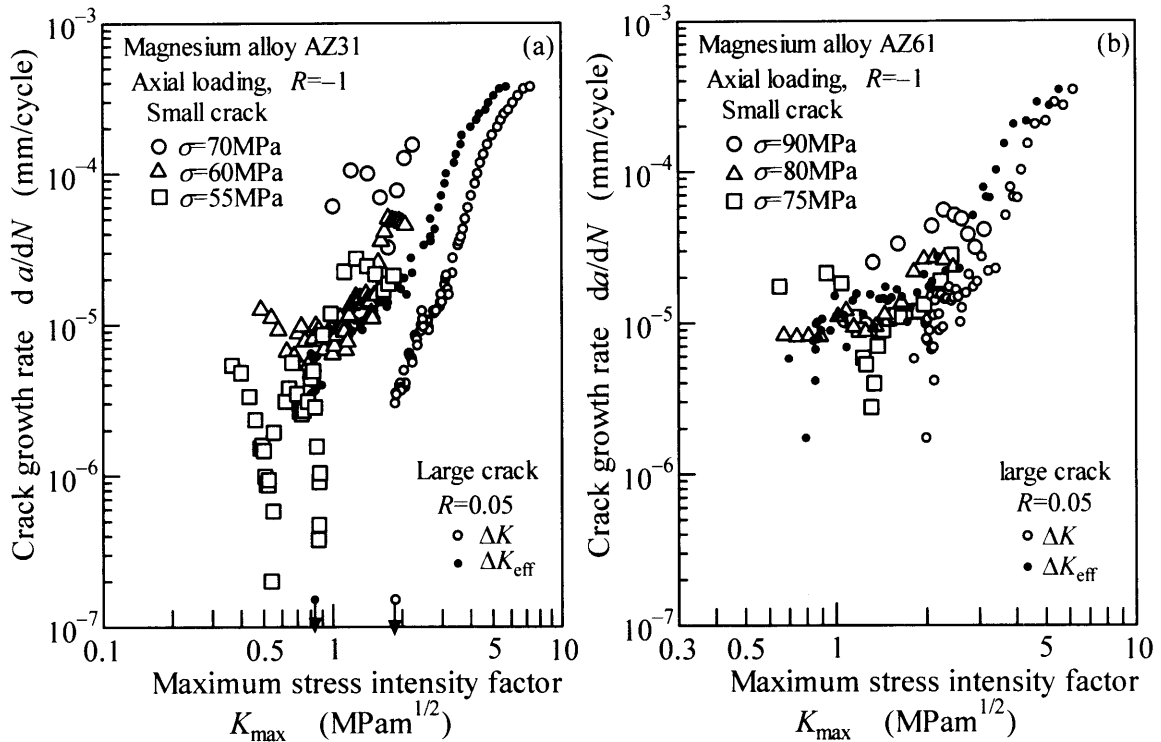


Fig.2-11 Relationships between crack growth rate and maximum stress intensity factor for small cracks: (a) AZ31, (b) AZ61.

図から明らかなように、AZ31 圧延材および AZ61 押出材とも、大き裂の $da/dN-\Delta K$ 関係は $\Delta K \approx 3.5 \sim 4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ で折れ曲がりを示し、き裂閉口を考慮すると ($da/dN-\Delta K_{\text{eff}}$ 関係) 折れ曲がりが一層顕著になった。この折れ曲がりには破壊機構の遷移によるものであり、折れ曲がり点、すなわち遷移点を境に破面様相は明らかに異なっていた。遷移点以上の高 ΔK_{eff} 領域では、結晶粒単位の筋状の模様を伴った破面様相であるのに対して、遷移点以下の低 ΔK_{eff} 領域では、平坦な擬へき開状のファセットで被われており、個々のファセットは結晶粒に対応しているようであった。なお、遷移点近傍の ΔK_{eff} 領域では、両破壊様式の混合となっていた。

一方、微小き裂は Fig.2-11 に見られるように、両合金とも微小き裂特有の挙動を示し、大き裂の下限界応力拡大係数幅 ΔK_{th} はもとより、下限界有効応力拡大係数幅 $\Delta K_{\text{eff,th}}$ 以下でも成長し、不規則な挙動を示す。AZ31 圧延材の場合、微小き裂の $da/dN-K_{\text{max}}$ 関係は合体頻度の高かった $\sigma=70 \text{ MPa}$ の結果とごく初期の成長を除いて、大き裂の折れ曲がり点以下の $da/dN-\Delta K_{\text{eff}}$ 関係とほぼ一致している。また、AZ61 押出材の場合も同様に、 $da/dN-K_{\text{max}}$ 関係は合体頻度の高かった $\sigma=90 \text{ MPa}$ の結果とごく初期の成長を除いて、大き裂の折れ曲がり点以下の $da/dN-\Delta K_{\text{eff}}$ 関係とほぼ一致している。

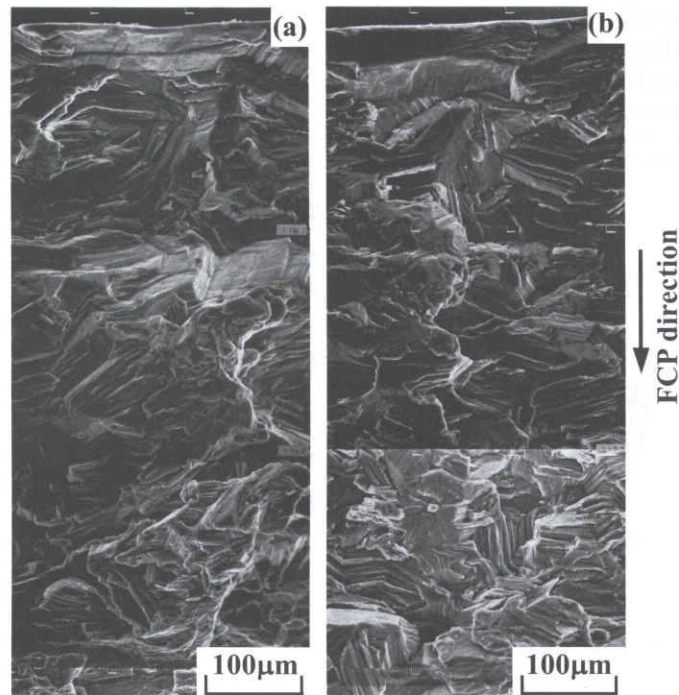


Fig.2-12 SEM micrographs showing fracture surfaces for small cracks in AZ31: (a) $\sigma=60\text{MPa}$, $N_f=5.7\times 10^4$ (b) $\sigma=55\text{MPa}$, $N_f=12.2\times 10^4$.

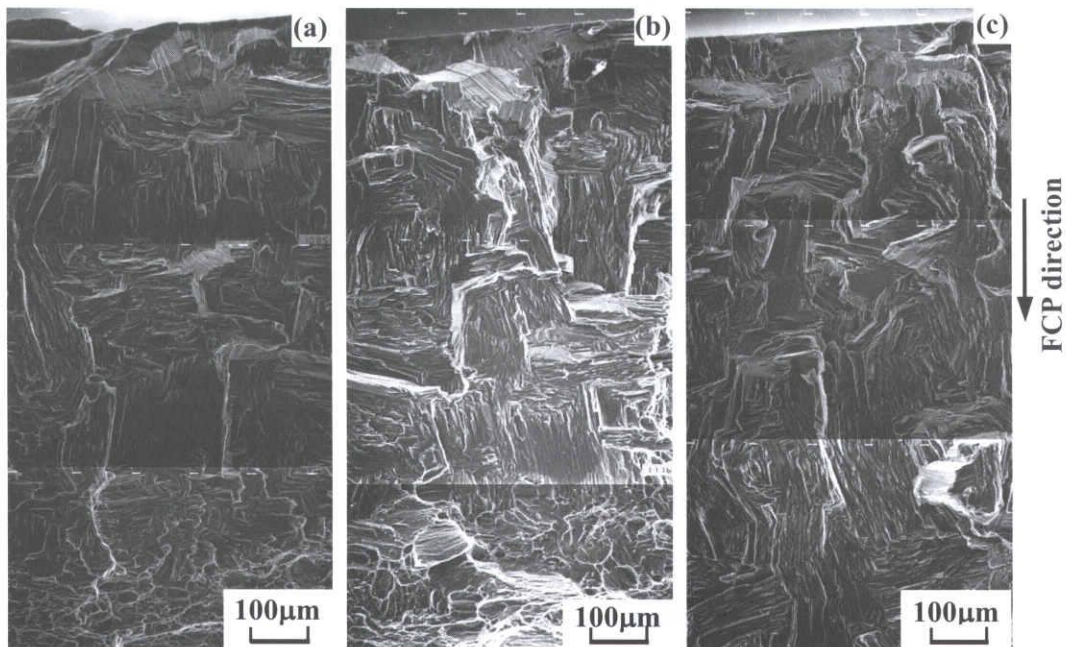


Fig.2-13 SEM micrographs showing fracture surfaces for small cracks in AZ61: (a) $\sigma=90\text{MPa}$, $N_f=3.4\times 10^4$, (b) $\sigma=80\text{MPa}$, $N_f=5.4\times 10^4$, (c) $\sigma=75\text{MPa}$, $N_f=7.5\times 10^4$.

Fig.2-12 および Fig.2-13 に AZ31 圧延材および AZ61 押出材のき裂発生に続く微小き裂成長領域の SEM 破面様相の例を示す。いずれの合金の場合も、き裂発生点にはほぼ結晶粒径に対応する第 1 段階ファセットが見られることから、前述したようにき裂はすべり変形に起因して発生していることがわかる。発生に続く破面は延性的であり、結晶粒単位の筋状模様で被われている。この破面様相は、大き裂の高 ΔK 領域で観察された破面様相 (AZ31 圧延材の場合 : Fig.1-14, AZ61 押出材の場合 : Fig.1-16) と類似しており、大き裂の低 ΔK 領域、すなわち $da/dN-\Delta K_{\text{eff}}$ 関係の折れ曲がり点以下の破面様相とは明らかに異なっている。以上のように、微小き裂の $da/dN-K_{\text{max}}$ 関係は大き裂の $da/dN-\Delta K_{\text{eff}}$ 関係と一致したが、両者の作動した破壊機構は異なっていることに注意する必要がある。Mg 合金に対して大気は腐食環境であることが指摘されている⁽¹²⁾ ように、また第 1 章で指摘したように、大き裂の折れ曲がり点以下の擬へき開状破面は、長期の繰返しの中に大気中の湿度が腐食環境として影響を及ぼした結果であると推測される。

2. 3. 3 内部起点型破壊

これまで AZ31 圧延材および AZ61 押出材の両合金における表面起点型破壊について検討した。ここでは、AZ31 圧延材において観察された内部起点型破壊について検討する。

2. 3. 3. 1 き裂発生点の様相

AZ31 圧延材では Fig.2-2 に示したように $\sigma \leq 70\text{MPa}$ において内部起点型破壊が観察された。き裂発生点の典型的な様相を Fig.2-14 に示す。図から明らかなように、特徴的な様相は応力の高低にかかわらず発生点に見られる平坦なファセットの存在である。表面改質鋼や高強度鋼などで見られる非金属介在物は存在せず、内部き裂発生の機構はそれらの材料とは明らかに異なっている。ファセットは平坦であるが、詳細に見るとその表面に平行な筋状の模様が認められる (Fig.2-14(b))。

ところで、戸梶らは β 型チタン合金において内部起点型破壊を観察し、Mg 合金と同様に発生点に平坦なファセットが存在することを報告している^{(28),(29)}。チタン合金の α 相は Mg 合金と同様の稠密六方構造であるから、両者の比較は興味深い。そこで、 β 型 Ti-22V-4Al 合金で観察された内部き裂発生点の様相を Fig.2-15 に示す⁽²⁹⁾。発生点のファセットの形態が Fig.2-14 に示した本合金のファセットと酷似していることがわかる。

β型チタン合金の場合、内部き裂発生箇所は完全には明らかにされていないが、粒界に析出したα相であると考えられている^{(30),(31)}。また、(α+β)型チタン合金においても内部起点型破壊が観察されており、発生機構としてα相の活動的なすべり系の拘束のために生じた応力集中に起因して、内部き裂がすべりに先んじてへき開によって発生することが指摘されている⁽³²⁾。現時点では、AZ31 圧延材の内部起点型破壊機構は明らかではなく今後の課題であるが、前述したとおり Mg 合金もチタン合金と同じ結晶構造を有することやファセット表面の筋状模様の存在などから、ファセットが結晶学的、すなわち、へき開またはすべりに起因して形成されたことが推測される。

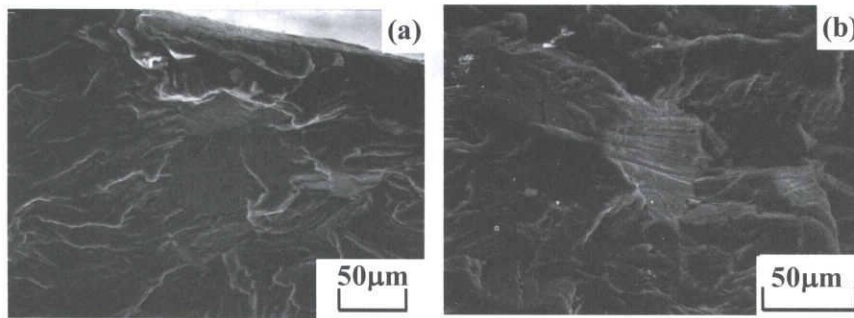


Fig.2-14 Subsurface crack initiation site in rolled AZ31 alloy: (a) $\sigma=70\text{MPa}$, $N_f=1.77\times 10^4$, (b) $\sigma=55\text{MPa}$, $N_f=8.3\times 10^4$.

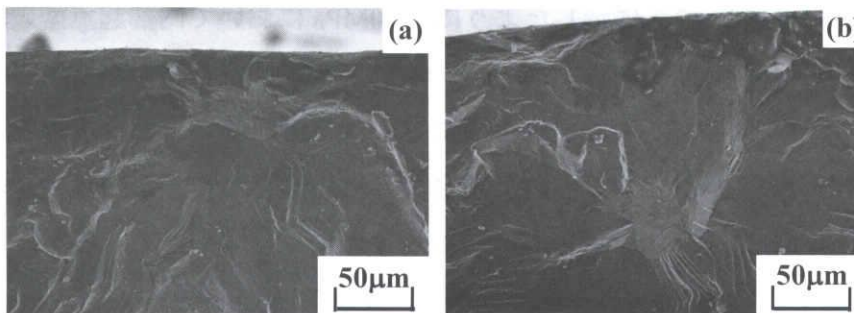


Fig.2-15 Facets at the subsurface crack initiation site observed in solution-treated and aged materials in beta Ti-22V-4Al alloy: (a) STA750, (b) STA800⁽²⁹⁾.

2. 3. 3. 2 内部き裂発生の特徴

$\sigma=70\text{MPa}$ では同一破面上に表面き裂と内部き裂の両者の発生が認められた。その様相を Fig.2-16 に示す。Fig.2-16(a)は表面起点型、Fig.2-16(b)は内部起点型である。内部き裂発生点には前掲した Fig.2-14 と同様に、平坦なファセットが見られる。このように、 $\sigma=70\text{MPa}$ では表面き裂発生と内部き裂発生が共存して現れる。Fig.2-2 に見られるように、 $\sigma < 70\text{MPa}$ でも表面起点型破壊が現れていることから、破壊形態は突然変化するのではなく、 $\sigma=70\text{MPa}$ 近傍で両破壊形態が現れる応力の範囲があり、さらに応力が低くなると完全に内部起点型に遷移すると考えられる。なお、Fig.2-16 に示した両き裂は互いに独立して成長し、最終破壊の直前に合体した。

Fig.2-17 に内部き裂発生点のファセット寸法 $\sqrt{\text{area}}$ と表面からファセットまでの距離 d_{facet} の関係を示す。まず、ファセット寸法に注目すると、 $\sigma=70\text{MPa}$ の一例を除いてファセット寸法は平均結晶粒径程度、またはそれ以下であることがわかる。このことは前節で述べたように、本合金の内部き裂発生が結晶学的であることを示唆していると考えられる。次に、発生点の深さは $400\mu\text{m}$ 以下である。応力勾配のない軸荷重ではあるが、きわめて表面に近い箇所でき裂が発生していることがわかる。

最後に、ファセットをき裂と見なしたときの最大応力拡大係数 $K_{\text{max},i}$ と N_f の関係を Fig.2-18 に示す。図から明らかなように、 $K_{\text{max},i}$ と N_f の間に明瞭な相関は見られないようである。なおチタン合金では、両者の間にきわめて良い相関が認められている⁽³³⁾。

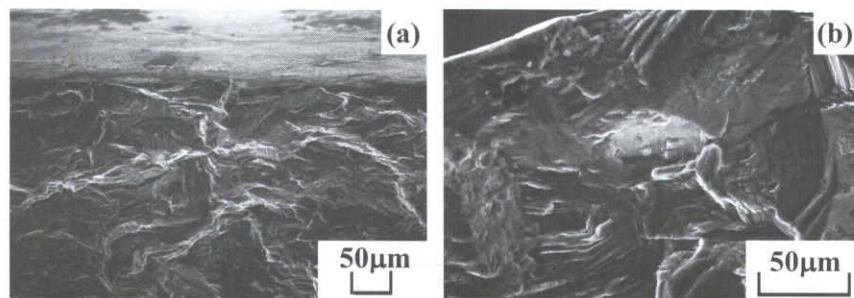


Fig.2-16 Two different crack initiation modes observed at $\sigma=70\text{MPa}$:
(a) surface, (b) subsurface.

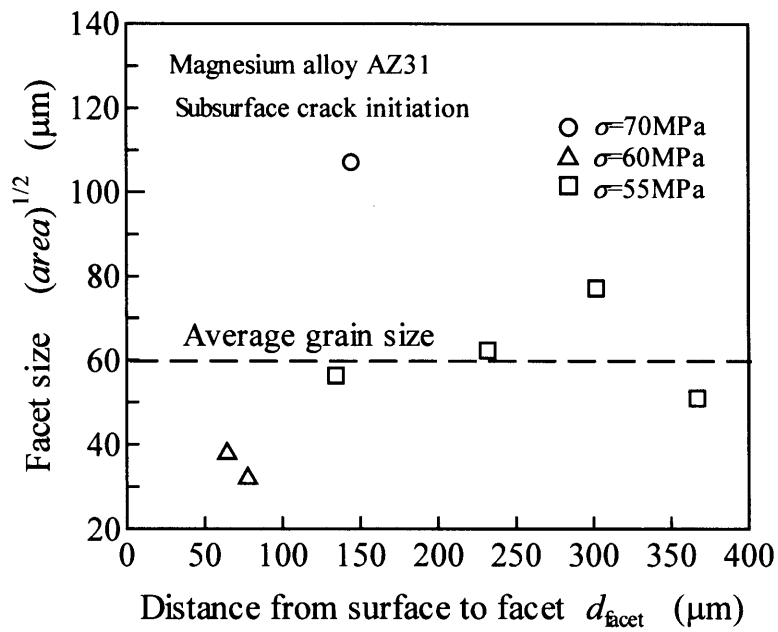


Fig.2-17 Relationship between facet size and distance from surface to facet.

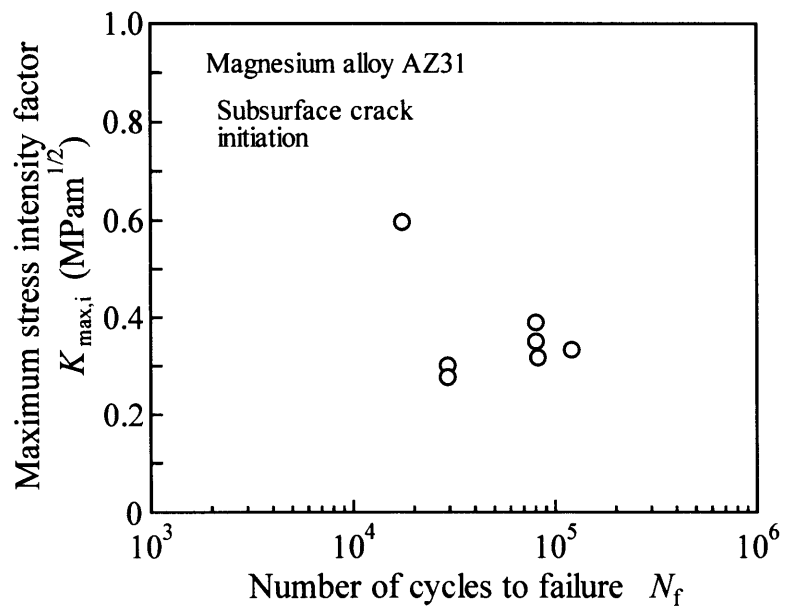


Fig.2-18 Relationship between maximum stress intensity factor for facet and fatigue life.

2. 4 結 言

本章では、AZ31 圧延材および AZ61 押出材の平滑試験片を用いて軸荷重疲労試験を行い、疲労強度を評価するとともに、き裂発生、微小き裂成長および破面観察に基づいて破壊機構について検討した。得られた主な結論は以下の通りである。

(1) AZ31 圧延材および AZ61 押出材の $N=10^7$ に対する疲労強度はそれぞれ 50MPa, 60MPa, 疲労比 (σ/σ_B) は 0.23, 0.22 であり、両合金は絶対的にも相対的にも低い疲労強度を示した。

(2) AZ31 圧延材の場合、 $\sigma=70\text{MPa}$ 近傍を境として、高応力では表面起点型破壊、低応力では内部起点型破壊が生じた。

(3) 表面起点型破壊の場合、疲労き裂は繰返しすべり変形の結果として結晶粒内、または粒界で発生した。応力が高い場合、両者の発生割合はほぼ同程度であったが、応力の減少に伴って粒内の発生が支配的となった。

(4) 疲労き裂の発生は応力にかかわらずきわめて早く、疲労寿命は事実上微小き裂成長寿命であった。

(5) 微小き裂の成長挙動は、ごく初期の成長を除いて、き裂閉口を考慮した大きき裂の進展挙動とほぼ一致したが、両者の作動した破壊機構は異なっていた。

(6) AZ31 圧延材における内部起点型破壊の場合、き裂発生点には常に平坦なファセットが観察された。その寸法は結晶粒径程度であり、表面から比較的浅い位置に存在した。また、ファセットの最大応力拡大係数と疲労寿命の間には明瞭な相関は認められなかった。

【参考文献】 (第 I 編関係)

- (1) 塩谷義, 先端機械材料, 培風館, 69-70 (2002).
- (2) ザイヌディン ビン サジュリ, 宮下幸雄, 武藤睦治, 軽金属, **52**, 161-166 (2002).
- (3) 加藤一, 杜澤達美, 高山善匡, 軽金属, **40**, 619-624 (1990).
- (4) G. Eisenmeier, B. Holzwarth, H. W. Hoppel and H. Mughrabi, Mater. Sci. Eng., **A319-321**, 578-582 (2001).
- (5) H. Mayer, M. Papakyriacou, B. Zettl and S.E. Stanzl-Tschegg, Int. J. Fatigue, **25**, 245-256 (2003).
- (6) V.V. Ogarevic and R.I. Stephens, Annu. Rev. Mater. Sci., **20**, 141-177 (1990).
- (7) Y. Kobayashi, T. Shibusawa and K. Ishikawa, Mater. Sci. Eng., **A234-236**, 220-222 (1997).
- (8) 大年和徳, 勝田基嗣, 軽金属, **51**, 534-538 (2001).
- (9) Annual Book of ASTM Standards, E647-88, (1988).
- (10) F. Larson and A. Zarkades, MCIC Report, 1-76 (1974).
- (11) 戸梶恵郎, 中島正貴, 小川武史, 清水利弘, 材料, **42**, 1319-1325 (1993).
- (12) 城野政弘, 宋 智浩, 三上省二, 大垣雅由, 材料, **33**, 468-474 (1981).
- (13) 小川武史, 戸梶恵郎, 亀山宜克, 材料, **38**, 1026-1032 (1989).
- (14) M. Hipert and L. Wagner, Magnesium Technology 2000, 375-381 (2000).
- (15) 中島正貴, 戸梶恵郎, 植松美彦, 清水利弘, 日本材料学会第 54 期学術講演会講演論文集, 249-250 (2005).
- (16) 戸梶恵郎, 小川武史, 亀山宜克, 材料, **38**, 1019-1025 (1989).
- (17) 五島洋司, 平成 12 年度岐阜大学大学院修士論文 (2001).
- (18) 駒井謙治郎, “構造材料の環境強度設計”, 養賢堂, 197 (1993).
- (19) 加藤一, 杜澤達美, 軽金属, **31**, 240-247 (1981).
- (20) 加藤一, 杜澤達美, 軽金属, **32**, 473-478 (1982).
- (21) T.-S. Shih, W.-S. Liu and Y.-J. Chen, Mater. Sci. Eng., **A325**, 152-162 (2002).
- (22) H. Zenner and F. Renner, Int. J. Fatigue, **24**, 1255-1260 (2002).
- (23) 志村宗昭, 金属学会会報, **7**, 88-101 (1968).
- (24) K. Tokaji and T. Ogawa, Short Fatigue Cracks, MEP, London, 85-99 (1992).
- (25) 戸梶恵郎, 小川武史, 亀山宜克, 加藤容三, 日本機械学会論文集, **56**, 543-551 (1990).
- (26) 戸梶恵郎, 小川武史, 大矢耕二, 日本機械学会論文集, **58**, 178-185 (1992).
- (27) J. C. Newman, Jr., ASTM STP687, 16 (1979).

- (28) 卞 建春, 戸梶恵郎, 中島正貴, 小川武史, 材料, **44**, 933-938 (1995).
- (29) 戸梶恵郎, 大矢耕二, 苧谷宏康, 材料, **49**, 994-1001 (2000).
- (30) J.G. Ferrero, J.R. Wood and P.A. Russo, "Beta Titanium Alloys in the 1990's", TMS, Pennsylvania, 211-226 (1993).
- (31) W. J. Porter and D. Eylon, "Beta Titanium Alloys in the 1990's", TMS, Pennsylvania, 273-281 (1993).
- (32) D.F. Neal and P.A. Blenkinsop, Acta Metal., **24**, 59-63 (1976).
- (33) K. Tokaji, K. Ohya and H. Kariya, Fatigue Fract. Engng Mater. Struct., **23**, 759-766 (2000).

第Ⅱ編 押出加工によるマグネシウム合金の 疲労特性の改善

第Ⅰ編における展伸マグネシウム (Mg) 合金の疲労特性と破壊機構の結果を踏まえ、本編では、展伸 Mg 合金の絶対的な疲労強度の向上策として押出加工による結晶粒微細化に注目し、制御された加工条件のもとで押出加工を行うことによって材質改善を試みる。

第3章では、Mg 合金 AZ61A および AZ31B ビレットを用いて、異なる加工温度下で押出加工を行い、まず結晶粒微細化について調査する。次いで、得られた押出材の平滑試験片を用いた回転曲げ疲労試験を実施し、疲労強度の結晶粒径依存性について検討する。

第4章では、更なる結晶粒微細化を達成するために、Mg 合金 AZ61A および AZ80 ビレットを異なる押出比のもとで押出加工し、組織や機械的性質の押出比依存性、および平滑試験片の疲労挙動に及ぼす押出比の影響について検討する。

第3章 AZ61 および AZ31 押出材の疲労強度に及ぼす押出温度の影響

3.1 緒言

Mg 合金は鋳造材と展伸材に大きく分類される。鋳造材では鋳造欠陥の存在が避けられず、その寸法や形状などが疲労強度を支配することが多い^{(1),(2)}。したがって、今後、重要な構造部材には欠陥が破壊起点とならない展伸材の応用が考えられる。こうした観点から、第1編 第1章および第2章において、AZ31 圧延材および AZ61 押出材の疲労き裂進展および疲労強度について評価し、それらの破壊機構について検討した。その結果、Mg 合金の絶対的な疲労強度は必ずしも十分ではないことを確認した。したがって、低比重であることを考慮しても、疲労強度の一層の向上に対する何らかのアプローチが必要であると考えられる。

ところで、材料の強靭性を向上させる最も有効な方法として結晶粒の微細化がある。最近、種々の材料に対してその試みがなされ、超微細結晶粒材料として実用化されつつある^{(3),(4)}。Mg 合金に対しても、結晶粒微細化によって機械的性質のさらなる向上が期待できると考えられるが、結晶粒微細化に関する研究結果は少なく⁽⁵⁾⁻⁽⁷⁾、また疲労特性との関連のもとに検討した研究はほとんど見られない。

このような観点から、Mg 合金の結晶粒微細化の手法として押出加工に注目した。押出加工は加工熱処理のひとつと考えられるから、加工温度や押出比などの条件を厳密に制御すれば結晶粒の微細化が達成できると考えられる。実際これまでに、AZ31B について押出加工によって 5 μ m 程度の結晶粒径が得られている⁽⁶⁾。また、実用構造部材として押出形材の使用を想定すれば、押出加工によって単に素材としての結晶粒微細化が達成されるだけでなく、同時に製品化が可能となるから、工学的かつ実用的意義はきわめて大きい。

そこで本章では、まず2種類の Mg 合金 AZ61A および AZ31B ビレットを用いて、押出比一定のもと制御された3種類の加工温度下で押出加工を行い、結晶粒微細化について検討する。続いて、得られた押出材の平滑試験片を用いた疲労試験を実施し、疲労強度の押出加工条件依存性、すなわち結晶粒径依存性について検討する。

3. 2 実験方法

3. 2. 1 材料

押出加工に用いた材料は Mg 合金 AZ61A および AZ31B ビレット（直径 140mm）である。化学成分（wt.%）は、前者では Al: 5.8, Zn: 0.6, Mn: 0.29, 後者では Al: 2.8, Zn: 0.6, Mn: 0.32 である。

なお、ビレットの結晶粒径は、両合金とも 200~250 μ m である。

3. 2. 2 押出加工条件

採用した押出加工条件の詳細を Table 3-1 に示す。結晶粒の微細化に対して最も重要なパラメータは押出比と加工中の材料温度と考えられる。本研究の場合、コンテナ径は 150mm であり、1 本のビレットから直径 13mm の 2 本の丸棒を加工している。したがって、押出比（コンテナ径の面積/2 本の丸棒面積）は 67 である。また、加工中の材料の温度を実測することは困難であるから、ダイス出口温度を求め、これを材料の加工温度と呼ぶことにする。予備実験に基づいて、加工温度が最終的に高温、中温および低温となるように、加工温度に影響を及ぼす他のパラメータ値を表に示すように決定した。以後、押出加工における加工温度の相違により、材料記号の後に-H（高温）、-M（中温）、-L（低温）を付して加工後の材料（押出材）を表記する。

結晶粒微細化とそれに伴う機械的性質の変化を評価するために、詳細な組織観察と Fig.3-1 に示す直径 8mm、標点距離 64mm の引張試験片を用いた引張試験を実施した。

Table 3-1 Extrusion conditions.

Material code	Outlet temp. (K)	Billet temp. (K)	Maximum pressure (MPa)	Extrusion rate (m/min)	Die temp. (K)	Container temp. (K)
AZ61A-H	740	680	14.9	7.5	708	671
AZ61A-M	709	678	15.0	2.3	694	671
AZ61A-L	631	584	19.0	0.8	605	573
AZ31B-H	775	727	14.0	9.4	751	671
AZ31B-M	684	638	17.2	2.0	635	600
AZ31B-L	626	614	19.1	1.2	611	573

3. 2. 3 疲労試験方法

押出材から Fig.3-2 に示す直径 8mm, 平行部 10mm の平滑疲労試験片を機械加工した。エメリー紙により 2000 番まで順次研磨したのち, さらにバフ研磨を施して試験に用いた。

疲労試験には容量 98Nm の小野式回転曲げ疲労試験機を用い, 繰返し速度 $f=20\text{Hz}$, 室温大気中で実験を行った。き裂発生および微小き裂成長の観察にはレプリカ法を用いた。

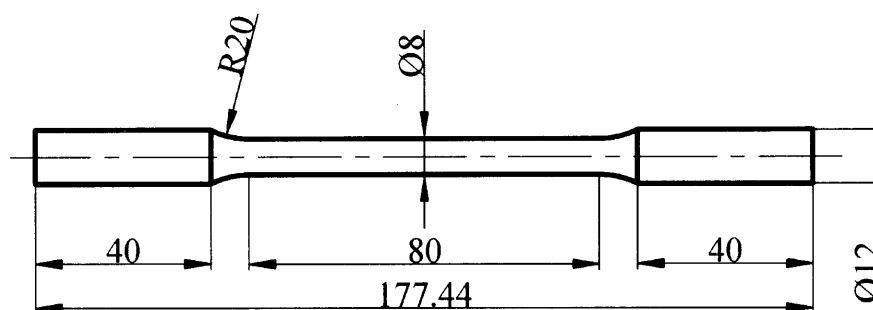


Fig.3-1 Configuration of tensile specimen.

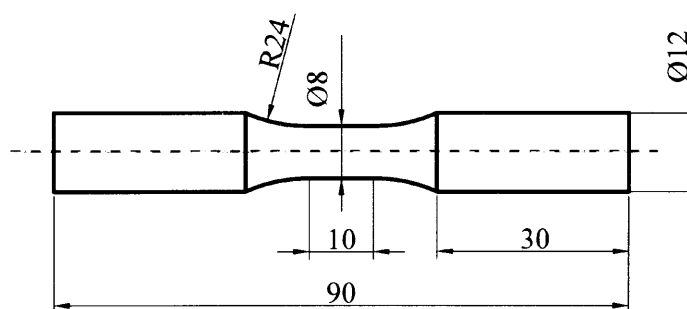


Fig.3-2 Configuration of fatigue specimen.

3. 3 実験結果および考察

3. 3. 1 押出加工による結晶粒微細化

3. 3. 1. 1 組織

AZ61A および AZ31B の押出方向に垂直な断面の顕微鏡組織写真をそれぞれ Fig.3-3 および Fig.3-4 に示す. 両合金とも, 加工条件にかかわらず組織はほぼ等軸の結晶粒から成っている. 前述したとおり, ビレットの結晶粒径は $200\sim 250\mu\text{m}$ であったから, 図から明らかなように, 両合金とも押出加工により顕著な結晶粒の微細化を生じており, AZ61A よりも AZ31B において, より微細な結晶粒が得られる, すなわち微細化が顕著である.

結晶粒径の押出加工条件依存性を定量的に評価するために, 結晶粒径の測定を詳細に行った. 材料によって異なるが $2400\sim 3800$ 個の結晶粒について, 画像処理装置を用いて個々の結晶粒の等価円直径を求め, 結晶粒径とした. なお, 平均結晶粒径は全測定結晶粒の平均値である. 得られた結晶粒径の分布を Fig.3-5 に示す. AZ61A の場合 (Fig.3-5(a)), AZ61A-H と AZ61A-M の結晶粒径の分布はほぼ同様であり, 結晶粒径は

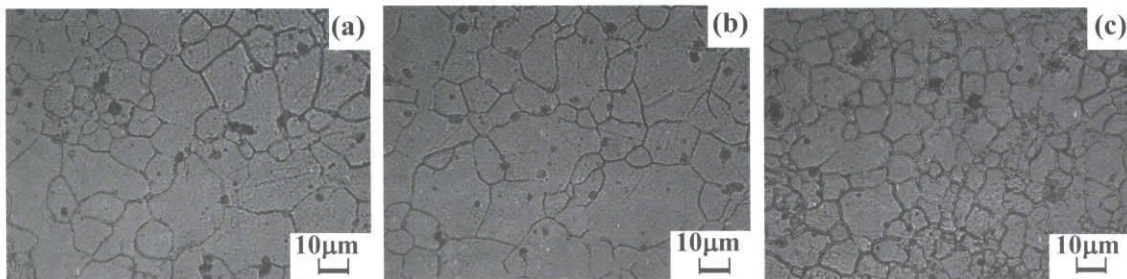


Fig.3-3 Microstructures on cross section perpendicular to extrusion direction in AZ61A: (a) AZ61A-H, (b) AZ61A-M, (c) AZ61A-L.

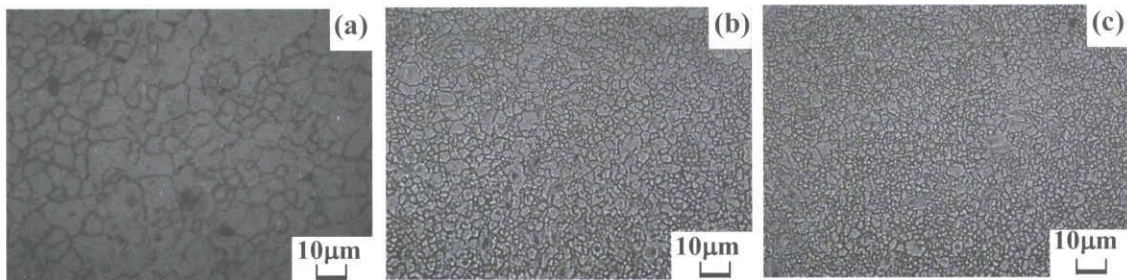


Fig.3-4 Microstructures on cross section perpendicular to extrusion direction in AZ31B: (a) AZ31B-H, (b) AZ31B-M, (c) AZ31B-L.

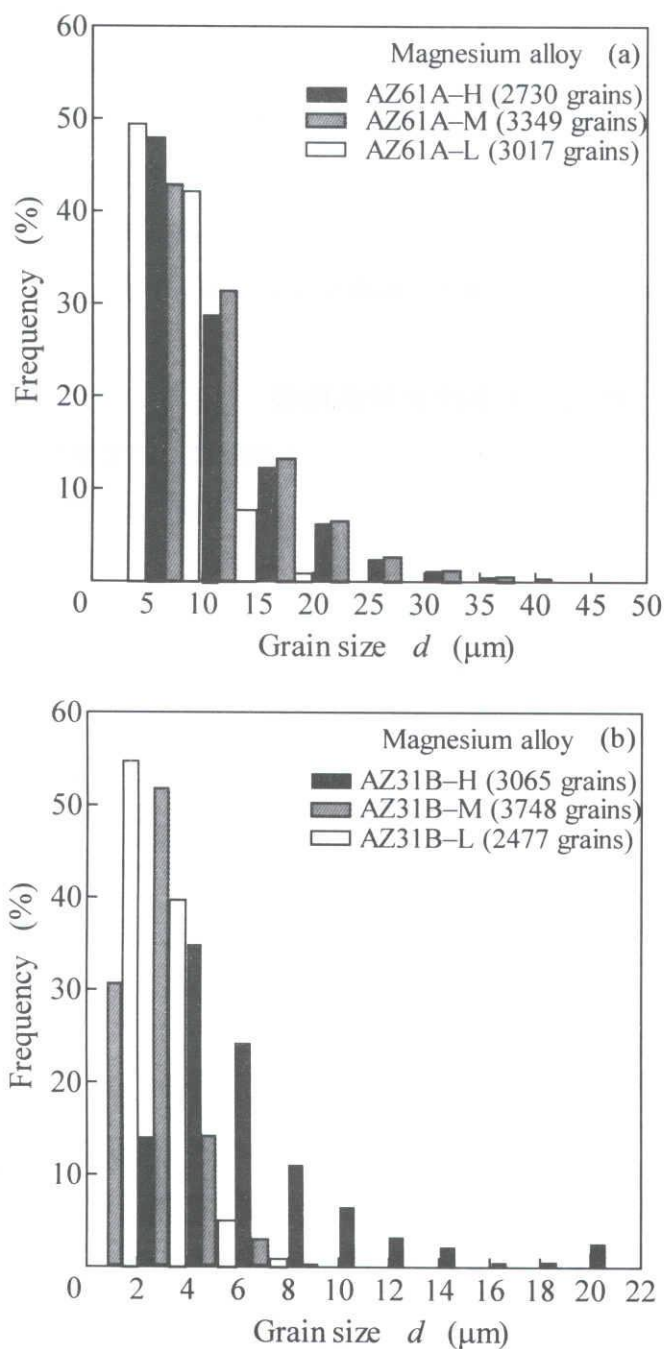


Fig.3-5 Grain size distributions: (a) AZ61A, (b) AZ31B.

5~10 μm の頻度が最も高く、最大約40 μm までの範囲に分布している。それに対して、AZ61A-Lでは5 μm 以下の頻度が最も高く、また分布範囲は20 μm までであり、全体的に結晶粒が微細、かつ均一になる傾向がある。なお、平均結晶粒径はAZ61A-H, AZ61A-M, AZ61A-Lに対して、それぞれ12.1 μm , 12.7 μm , 5.8 μm である。一方AZ31Bの場合 (Fig.3-5(b)), AZ31B-Hの結晶粒径は2~20 μm の分布を示すが、AZ31B-MおよびAZ31B-Lでは最大10 μm 以下の結晶粒径の分布であり、AZ31B-Hに比べて微細化かつ均一化が顕著である。平均結晶粒径はAZ31B-H, AZ31B-M, AZ31B-Lに対して、それぞれ7.4 μm , 2.9 μm , 2.1 μm であり、低温ではきわめて微細な結晶粒が得られている。

3. 3. 1. 2 押出加工条件と結晶粒径

村井らはAZ31Bの押出加工による結晶粒微細化について検討し、押出比の他にビレット温度と押出速度が組織に影響を及ぼすことを指摘している⁽⁶⁾。しかし、ビレット温度も押出速度も加工中の材料温度に影響を及ぼすことから、前述したように、押出加工条件のなかで結晶粒微細化に対する主要なパラメータは押出比と加工温度(材料温度)と考えられる。本研究の場合、押出比は固定されているから、加工温度が最も重要なパラメータとなる。

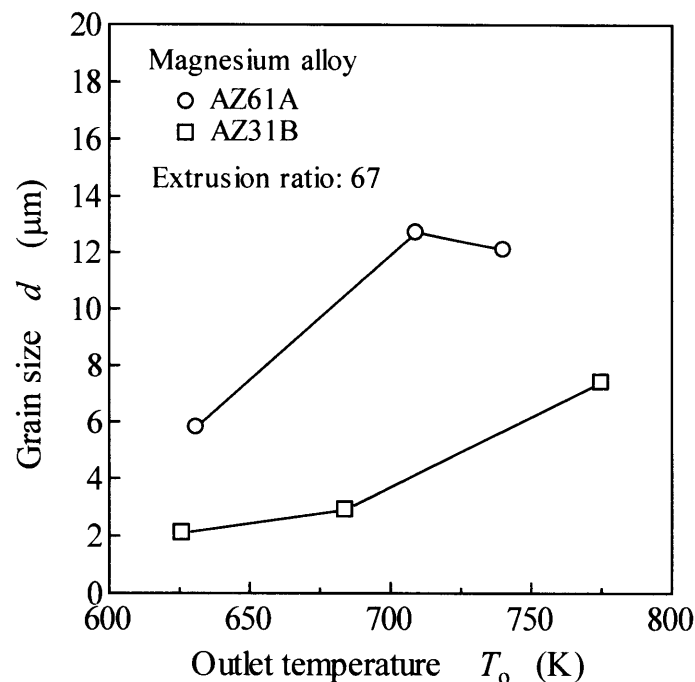


Fig.3-6 Grain size as a function of outlet temperature or working temperature.

Fig.3-6 に結晶粒径とダイス出口温度，すなわち加工温度の関係を示す．AZ61A では加工温度が低い場合，結晶粒の微細化が生じるが，加工温度が高い場合，結晶粒径の加工温度依存性は見られない．これは Table 3-1 に見られるように，結果的に加工温度に顕著な相違が生じなかったことに起因すると考えられる．それに対して，AZ31B では結晶粒径の加工温度依存性が明瞭であり，加工温度の低下に伴って結晶粒は微細になる．また，両合金の結果を比較すると，同一加工温度に対して AZ61A の結晶粒径が大きく，AZ31B よりも結晶粒の微細化が生じ難いことがわかる．

3. 3. 1. 3 機械的性質

引張試験結果を結晶粒径と併せて Table 3-2 に，また機械的性質と結晶粒径の関係を Fig.3-7 に示す．AZ61A の場合，AZ61A-H と AZ61A-M の間で結晶粒径のみならず，その分布にも明瞭な相違が見られなかったことを反映して，両者の機械的性質はほぼ同程度である．また，AZ61A-L は結晶粒径が小さいにもかかわらず，その耐力や引張強さは結晶粒径の大きい場合と同等，または低下しており，特異な結果を示している．これに対して，AZ31B の場合，結晶粒径の減少に伴って耐力や引張強さは上昇し，伸びも増加する傾向を示す．また，一般に Al 添加量の多い AZ61 のほうが AZ31 よりも高い強度を示すが，微細結晶粒の AZ31B (AZ31B-M, AZ31B-L) は AZ61A と同等，またはそれ以上の強度を示している．これは結晶粒微細化の効果であると考えられる．

以上のように，押出加工による結晶粒微細化の効果には材質依存性があるものの，きわめて微細な結晶粒を得ることができることがわかった．

Table 3-2 Mechanical properties.

Material code	Grain size d (μm)	0.2% proof stress $\sigma_{0.2}$ (MPa)	Tensile strength σ_B (MPa)	Elongation ϕ (%)
AZ61A-H	12.1	212	299	16
AZ61A-M	12.7	212	295	17
AZ61A-L	5.8	195	296	20
AZ31B-H	7.4	198	263	18
AZ31B-M	2.9	233	292	23
AZ31B-L	2.1	249	301	23

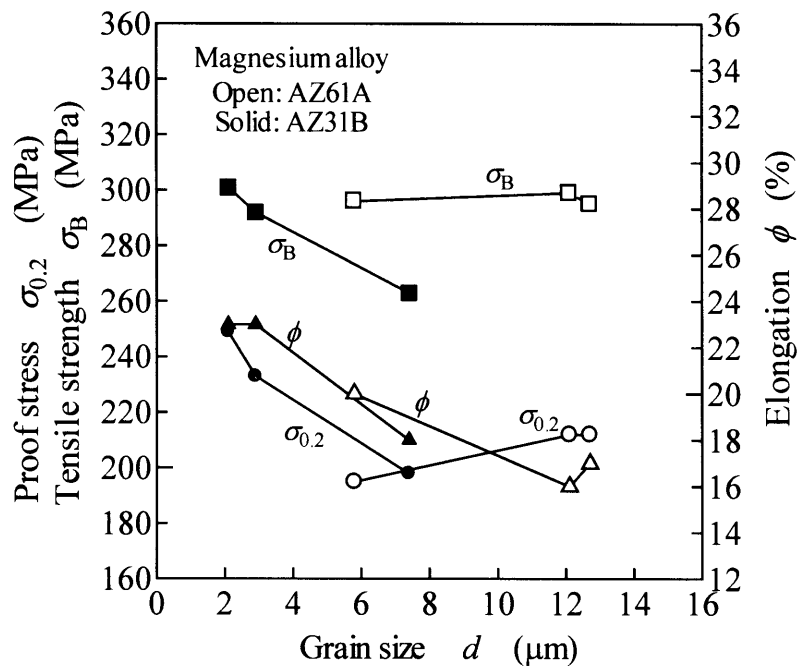


Fig.3-7 Relationship between mechanical properties and grain size.

3. 3. 2 押出材の疲労挙動

3. 3. 2. 1 疲労強度

AZ61A および AZ31B における 3 種類の押出材の $S-N$ 線図を Fig.3-8 に示す. AZ61A の場合 (Fig.3-8(a)), 疲労強度の押出条件依存性, すなわち結晶粒径依存性は全体的に不明瞭であるが, 長寿命領域において結晶粒径の小さい AZ61A-L の疲労強度がわずかに高い傾向がある. $N=10^7$ 回の疲労強度は AZ61A-H, AZ61A-M, AZ61A-L に対して, それぞれ 70MPa, 80MPa, 80MPa である. 一方, AZ31B の場合 (Fig.3-8(b)), 疲労強度の押出条件依存性が明瞭であり, 疲労強度は加工温度の低下, すなわち結晶粒径の減少に伴って増加する. $N=10^7$ 回の疲労強度は AZ31B-H, AZ31B-M, AZ31B-L に対して, それぞれ 90MPa, 120MPa, 130MPa である.

一般に, 非鉄金属の場合, $S-N$ 曲線に明瞭な折れ曲がり (knee) は見られず, 疲労限度は現れないことが知られている. AZ61A の場合, 結晶粒径にかかわらず $S-N$ 曲線はなだらかに低下し, 疲労限度の存在は不明瞭である. しかし AZ31B の場合, $N=10^5 \sim 10^6$ 回の間で $S-N$ 曲線は折れ曲がり, 疲労限度が存在するかのように見える. 同様の結果がサジュリ⁽⁸⁾によっても報告されている. また, 第2章でも同様の結果を得ており,

AZ31 圧延材および AZ61 押出材において、 $N=10^7$ 回で未破壊の試験片に寸法が 1 結晶粒程度の停留き裂の存在を確認し、疲労限度の存在が発生したき裂の停留挙動と関連していることを指摘した。しかし、本研究の場合、明瞭な疲労限度の存在を示唆した AZ31B においても、詳細な観察にもかかわらず停留き裂は確認できなかった。これは結晶粒が微細であるから、1 結晶粒程度のきわめて微小なき裂の検出が困難であったためと考えられる。今後さらに、き裂の停留挙動と疲労限度の存在の関係について検討する必要がある。

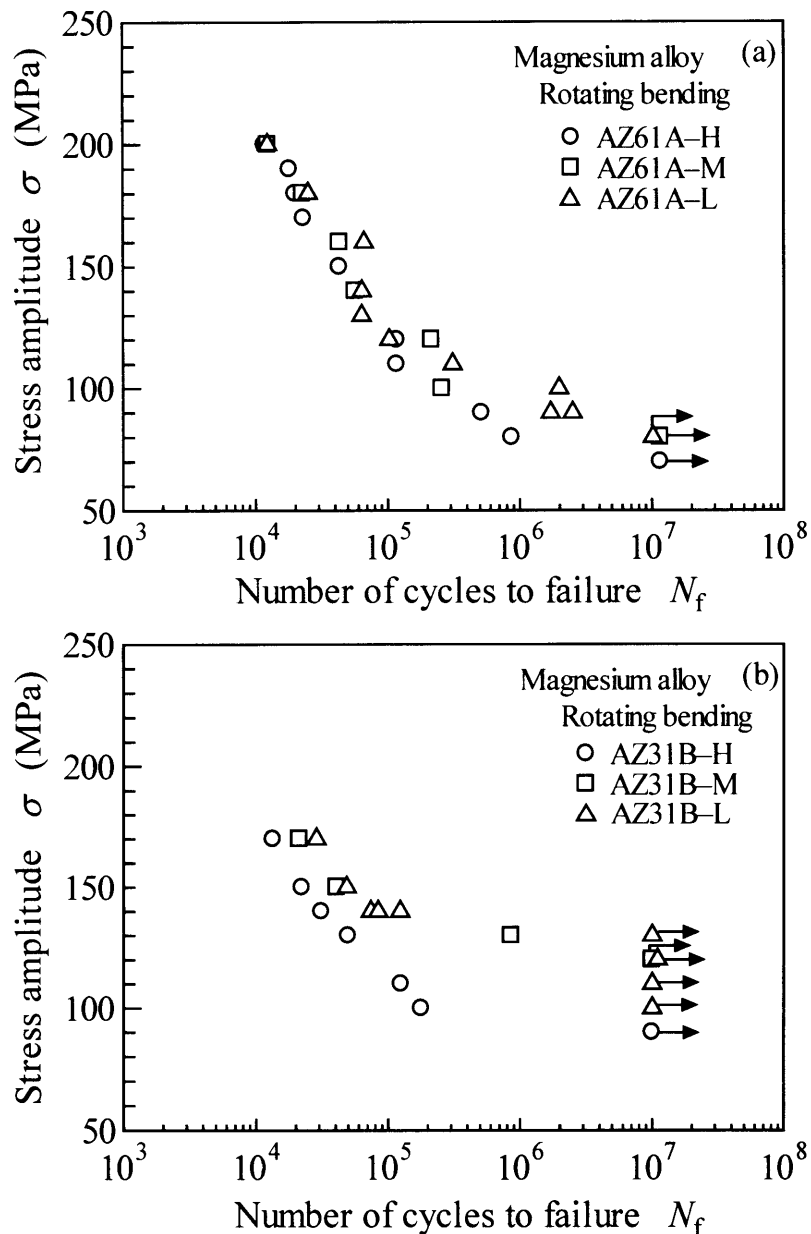


Fig.3-8 S-N diagrams: (a) AZ61A, (b) AZ31B.

なお、疲労強度を疲労比 (σ/σ_B) で表すと、 $N=10^7$ 回の疲労強度に対する疲労比は、AZ61A-H, AZ61A-M, AZ61A-L に対してそれぞれ 23%, 27%, 27%, AZ31B-H, AZ31B-M, AZ31B-L に対して 34%, 41%, 44%であった。この結果から、結晶粒微細化は相対的な疲労強度の改善にも有効であることがわかる。

3. 3. 2. 2 疲労き裂発生

疲労強度の結晶粒径依存性が顕著に認められた AZ31B-H と AZ31B-L について、疲労破壊過程の詳細な観察を行った。

表面のき裂全長 $2c$ と繰返し数比 N/N_f (N_f : 疲労寿命) の関係を Fig.3-9 に示す。図から明らかなように、結晶粒径の大きい AZ31B-H ではき裂発生は N_f の 10%以下であるのに対して、結晶粒径の小さい AZ31B-L では 30%程度である。このことは結晶粒の微細化により、き裂発生抵抗が向上することを示している。これは本合金のような押出材では、第 2 章で指摘したように繰返しすべり変形の結果としてき裂が発生することから、結晶粒径が小さくなるとすべり距離が減少するためと考えられる。なお、Fig.3-5(b)に示したように、AZ31B-H では AZ31B-L や AZ31B-M と比べて結晶粒径の分布範囲が広く、やや粗大な結晶粒が存在する。こうした場合、そのような結晶粒がき裂発生箇所となりうることも考えられるが、本研究では確認できなかった。

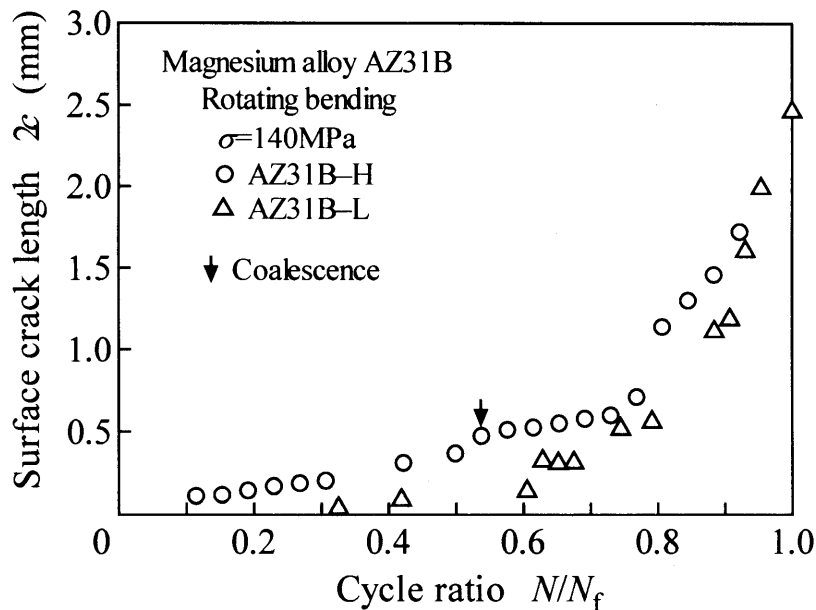


Fig.3-9 Surface crack length as a function of cycle ratio in AZ31B.

3.3.2.3 微小き裂成長挙動

表面におけるき裂成長様相を Fig.3-10 に示す。両材料ともき裂は巨視的には試験片軸に対して垂直に成長しているが、その様相は明らかに異なり、AZ31B-H では経路の屈曲が顕著に生じている。これはき裂が隣接する結晶粒へ成長する際、その向きを変えることや粒界に沿う成長のためである。同じ現象は結晶粒径の小さい AZ31B-L でも認められているが、相対的に小さいために経路は巨視的に直線状に観察されている。なお、前述したように、AZ31B-H ではやや粗大な結晶粒が存在するが、き裂がそれらを選択的、または優先的に成長する傾向は見られなかった。

発生に続く初期の微小き裂成長挙動を、表面における両き裂先端の成長速度 dc/dN とき裂発生箇所を原点とするき裂先端の位置、すなわちき裂半長 c の関係として Fig.3-11 に示す。図から明らかなように、結晶粒径の大きい AZ31B-H では成長速度の変動はほとんど見られないのに対して、結晶粒径の小さい AZ31B-L では顕著である。戸梶らは同じ結晶構造を有する純 Ti の微小き裂成長挙動について検討しており、細粒材では粗粒材よりも顕著な成長速度の変動を生じ、それはき裂が結晶粒界を横切る高い頻度に起因することを明らかにしている^{(9),(10)}。AZ31B-L の場合、結晶粒が微細であるので成長速度の低下が結晶粒界に対応するか否かの確認はできなかったが、純 Ti の場合と同様に結晶粒界に起因すると推測される。なお、Fig.3-11 において観察された変動の回数は少ないが、これは測定間隔によるものであり、実際には高い頻度で生じていると考えられる。

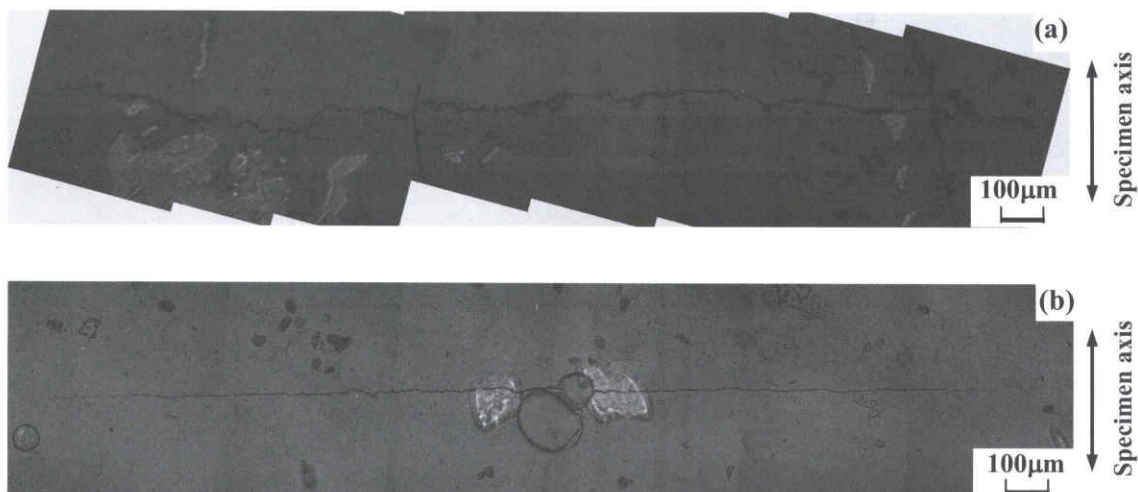


Fig.3-10 Small crack growth paths at $\sigma=140\text{MPa}$ in AZ31B: (a) AZ31B-H ($N=3.12\times 10^4$), (b) AZ31B-L ($N=8.4\times 10^4$).

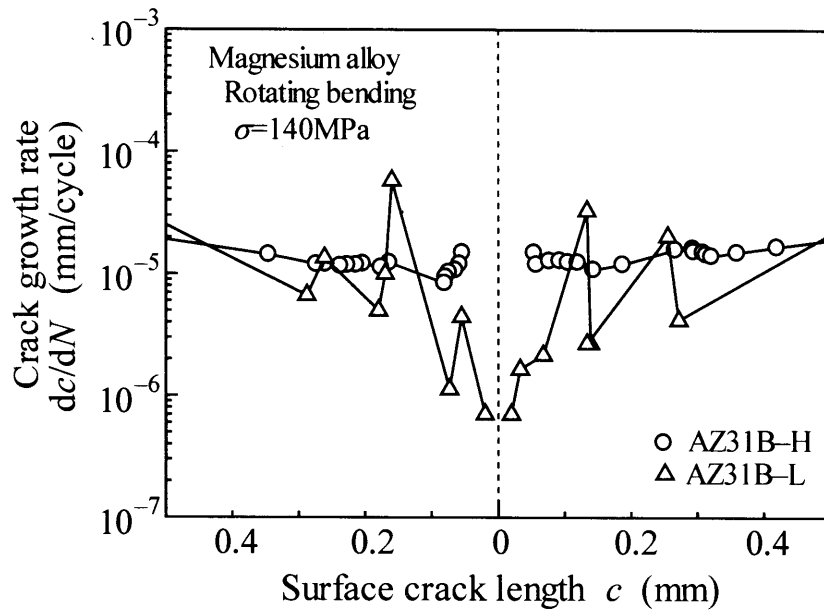


Fig.3-11 Early small crack growth at specimen surface in AZ31B.

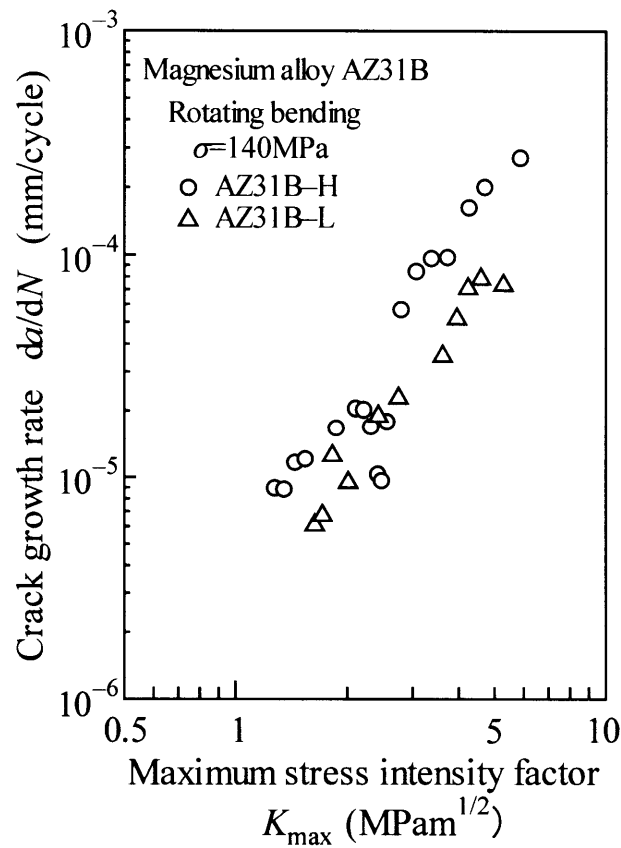


Fig.3-12 Relationship between crack growth rate and maximum stress intensity factor for small cracks in AZ31B.

微小き裂の成長速度 da/dN と最大応力拡大係数 K_{max} の関係を Fig.3-12 に示す。ここで、き裂深さ a と K_{max} はアスペクト比 $a/c=1$ を仮定して求められている。図から明らかのように、全 K_{max} 領域において AZ31B-L の da/dN - K_{max} 関係は AZ31-H よりも低速度側にある。前述したように、AZ31B-L では結晶粒が微細であるから、AZ31B-H よりも結晶粒界の影響を受ける頻度が多い。したがって、その結果、平均的な成長速度も低下したと考えられる。なお、AZ31B-H の $K_{max}=2\sim 3\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ における成長速度の変動は隣接する微小き裂との干渉、合体に起因するものである。

以上のき裂発生および微小き裂成長挙動の観察結果に基づいて、結晶粒の微細化はき裂発生抵抗とそれに続く微小き裂成長抵抗の両者を向上することによって、疲労強度の上昇に寄与すると結論される。

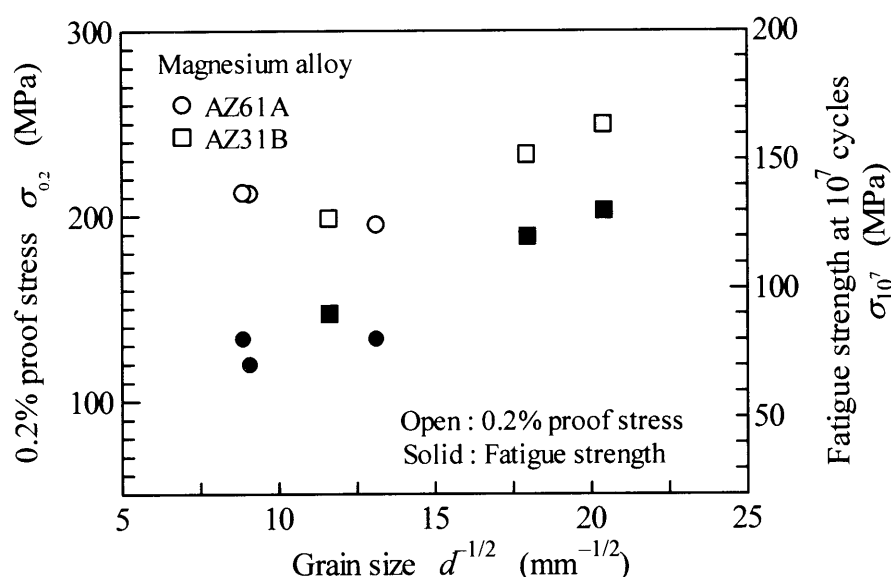


Fig.3-13 Grain size dependence of proof stress and fatigue strength.

3. 3. 2. 4 疲労強度の結晶粒径依存性

疲労強度の結晶粒径依存性を耐力とともに Fig.3-13 に示す。図から明らかのように、AZ31B の場合、疲労強度は耐力と同様に Hall-Petch の関係に従っている。前述したように、き裂は繰返しすべり変形の結果発生し、発生抵抗はすべり距離に依存した。また、発生に続く微小き裂成長は結晶粒の微細化に伴って、より顕著に結晶粒界の影響を受けた。これらのことから、疲労強度はすべりが結晶粒界で一時的に阻止される程度に依存して決まるため、Hall-Petch の関係が成立したと考えられる。したがって、結

晶粒の微細化は機械的性質および疲労強度の向上にきわめて有効である。一方, AZ61A の場合, Hall-Petch の関係は成立していない。第2章の AZ61 押出材の疲労破壊機構は AZ31 圧延材や本章の AZ31B と同様であったことから, 本研究の AZ61A の破壊機構も基本的に同様と考えられる。また最近, AZ61 において耐力と結晶粒径の間に Hall-Petch の関係が成立することも指摘されている⁽¹¹⁾。したがって, AZ61A の疲労強度が Hall-Petch の関係に従わなかった理由として, 結晶粒径の変化範囲が狭く, 結果的にその影響が顕著に現れなかったことが考えられるが, 今後さらに検討が必要である。

3. 4 結 言

本章では、2種類のMg合金AZ61AおよびAZ31Bビレットを用いて、押出比一定のもと制御された3種類の加工温度下で押出加工を行い、結晶粒微細化について検討したのち、得られた押出材の平滑試験片を用いて疲労試験を実施し、疲労強度の押出条件依存性、すなわち結晶粒径依存性について検討した。得られた主な結論は以下の通りである。

(1) 両合金とも、加工温度の低下に伴って結晶粒は微細化かつ均一化した。AZ31Bにおいて結晶粒微細化の効果が顕著であり、加工温度が低温の場合、約2 μm の結晶粒径が得られた。

(2) AZ61Aの場合、機械的性質は加工温度にほとんど依存しなかったが、AZ31Bの場合、加工温度の低下に伴って機械的性質は向上した。

(3) AZ61Aの場合、疲労強度の結晶粒径依存性は不明瞭であったが、AZ31Bの場合、疲労強度は結晶粒径の減少に伴って上昇した。

(4) AZ31Bの場合、き裂発生は粗粒材では疲労寿命の10%以下であるのに対して、細粒材では30%程度であり、結晶粒微細化によってき裂発生抵抗は向上した。

(5) AZ31Bの場合、細粒材では結晶粒界に起因する初期の微小き裂成長速度の低下が認められたが、粗粒材ではほとんど見られなかった。これを反映して細粒材は粗粒材よりも高い微小き裂成長抵抗を示した。

(6) 上記(4)、(5)に基づいて、AZ31B細粒材の高い疲労強度は、結晶粒微細化によるき裂発生抵抗と微小き裂成長抵抗の両者の向上によるものであった。

(7) AZ31Bの場合、耐力や疲労強度と結晶粒径の間にHall-Petchの関係が成立したが、AZ61Aの場合、成立していない。

第4章 AZ61 および AZ80 押出材の疲労強度に及ぼす押出比の影響

4.1 緒言

第2章における AZ31 圧延材および AZ61 押出材を用いた疲労試験結果から、これらの合金の絶対的な疲労強度は必ずしも十分ではないことがわかった。結晶粒微細化は材料の強靱化を達成する最も有効な方法のひとつであることから、前章では展伸 Mg 合金の更なる高強度化を図るために、押出加工に注目し、結晶粒の微細化を試みた。結晶粒微細化に影響を及ぼす押出加工における主要なパラメータは、加工温度（材料温度）と押出比と考えられることから、前章では押出比を一定とし、加工条件を緻密に制御することによって加工温度を高温、中温、低温の3温度とした結果、低温で結晶粒の顕著な微細化が実現され、その結果、疲労強度の向上も達成できた。

近年、各種構造材料において結晶粒微細化の試みが為されており^{(3), (4)}、サブミクロンはもとより、ナノオーダーの結晶粒径の材料の疲労特性評価も行われている⁽¹²⁾⁻⁽¹⁵⁾。一般に、強加工を行うほど微細な結晶粒が得られる。したがって、押出加工の場合、前章の結果に基づいて加工温度を低温側とし、押出比を変えることによって更なる結晶粒の微細化とそれに伴う疲労強度の改善が期待できると考えられる。

そこで本章では、AZ系 Mg 合金のなかで AZ31 より Al 添加量が多く、高強度の AZ61A および AZ80 ビレットを用いて、3種類の異なる押出比で押出加工を行い、まず押出材の組織評価および組織と機械的性質の関係について調査する。続いて、得られた押出材の平滑試験片を用いた回転曲げ疲労試験を実施し、疲労挙動に及ぼす押出比の影響について検討する。

4. 2 実験方法

4. 2. 1 材料

用いた材料は Mg 合金 AZ61A と AZ80 のビレット（直径 140mm）である。AZ61A の化学組成 (wt.%) は Al: 5.5, Zn: 0.61, Mn: 0.31, Cu: <0.005, Fe: <0.01, Ni: <0.005, Mg: bal. である。一方, AZ80 の組成は Al: 8.6, Zn: 0.7, Mn: 0.23, Si: 0.03, Cu: 0.003, Fe: 0.002, Ni: 0.001, Mg: bal. である。

なお, ビレットの結晶粒径は AZ61A では 200~250 μ m, AZ80 では 140~150 μ m である。

4. 2. 2 押出加工条件

押出加工条件の詳細を Table 4-1 に示す。加工温度（ダイス出口温度）が第 3 章における低温（613~650K）となるように制御し、押出比を 39, 67, 133 の 3 種類とした。なお, 押出比 39, 67, 133 に対する押出材の直径は, コンテナ径 150mm に対してそれぞれ 24mm, 13mm (2 本押出), 13mm (1 本押出) である。以後, Table 4-1 に示すように, 両合金の押出材を, 押出比を用いて AZ61A-39, -67, -133 および AZ80-39, -67, -133 のように表記する。

組織および機械的性質に及ぼす押出比の影響について評価するために, 詳細な組織観察と Fig.4-1 に示す直径 8mm, 標点距離 64mm の引張試験片を用いた引張試験を実施した。

Table 4-1 Extrusion conditions.

Material code	Extrusion ratio	Outlet temp. (K)	Billet temp. (K)	Extrusion rate (m/min)	Die temp. (K)	Container temp. (K)
AZ61A-39	39	650	608	1	621	600
AZ61A-67	67	627	607	1	613	603
AZ61A-133	133	613	603	1	609	602
AZ80-39	39	643	608	1	621	596
AZ80-67	67	624	607	1	613	603
AZ80-133	133	614	603	1	609	604

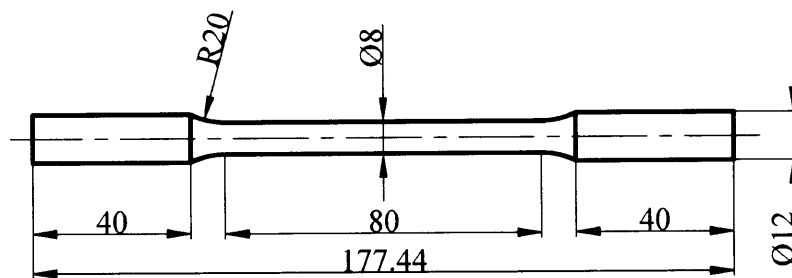


Fig.4-1 Configuration of tensile specimen.

4. 2. 3 疲労試験方法

両合金の各押出材から機械加工によって試験片軸が押出方向と一致するように Fig.4-2 に示す平行部直径 8mm，平行部長さ 10mm の平滑回転曲げ疲労試験片を採取した。平行部をエメリー紙で 2000 番まで順次研磨したのち，さらにバフ研磨により鏡面に仕上げ試験に供した。

疲労試験には容量 98Nm の小野式回転曲げ疲労試験機を使用し，室温大気中，繰返し速度 $f=50\text{Hz}$ で実験を行った。

き裂発生および微小き裂成長の観察にはレプリカ法，破面観察には走査型電子顕微鏡 (SEM) を用いた。また，集合組織の解析には X 線回折装置 (XRD)，介在物の分析にはエネルギー分散型 X 線分析装置 (EDS) を用いた。

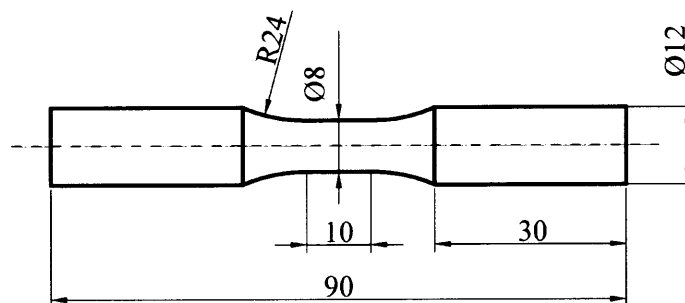


Fig.4-2 Configuration of fatigue specimen.

4. 3 実験結果

4. 3. 1 組織評価

4. 3. 1. 1 結晶粒径

AZ61AおよびAZ80の押出方向に垂直な断面の顕微鏡組織写真をそれぞれFig.4-3およびFig.4-4に示す。両合金とも組織は加工条件にかかわらず、ほぼ等軸の結晶粒から成っている。ピレットの結晶粒径はAZ61Aでは200~250 μm 、AZ80では140~150 μm であったから、両合金とも明らかに押出加工により顕著な結晶粒の微細化を生じていることがわかる。

結晶粒径の押出比依存性を定量的に評価するため、結晶粒径の測定を行った。第3章と同様に、画像処理装置を用いて個々の結晶粒に対する等価円直径を求め、それを結晶粒径とした。その結果、平均結晶粒径はAZ61A-39、AZ61A-67、AZ61A-133に対して、それぞれ4.8 μm 、4.7 μm 、3.9 μm 、AZ80-39、AZ80-67、AZ80-133に対して5.9 μm 、5.5 μm 、4.3 μm であった。

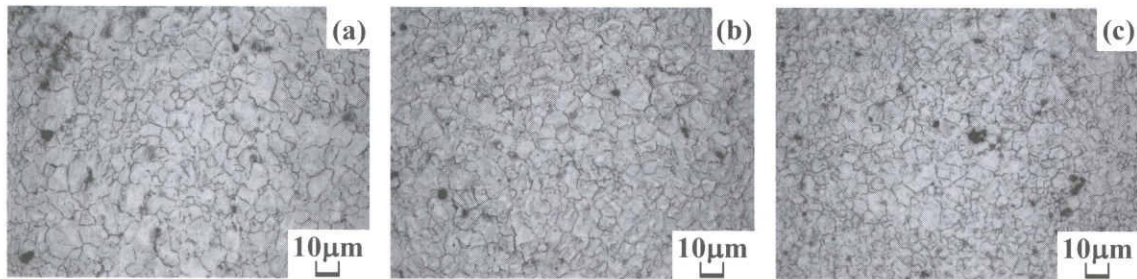


Fig.4-3 Microstructures on cross section perpendicular to extrusion direction in AZ61A: (a) AZ61A-39, (b) AZ61A-67, (c) AZ61A-133.

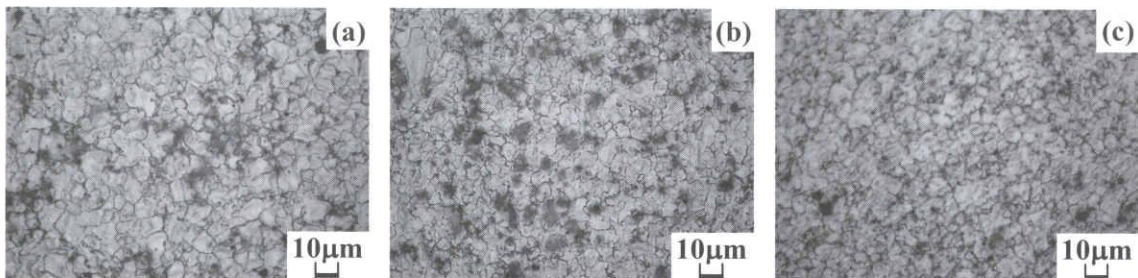


Fig.4-4 Microstructures on cross section perpendicular to extrusion direction in AZ80: (a) AZ80-39, (b) AZ80-67, (c) AZ80-133.

4. 3. 1. 2 集合組織

Mg 合金では圧延や押出によって集合組織が生ずることが知られている⁽¹⁶⁾。そこで、AZ61A について押出方向に垂直な断面上で集合組織の解析を行った。(0002)面の極点図をFig.4-5に示す。紙面円中心の垂直方向が押出方向、すなわち試験片軸方向である。図に見られるように、全ての押出比において(0002)面が押出方向に対して約30°傾いた集合組織を形成していることがわかる。しかし、AZ61A-39 の場合、AZ61A-67 や AZ61A-133 の場合よりも(0002)面の配向にばらつきが見られ、押出方向に垂直な(0002)面の集積も認められる。以上のように、押出加工によって常温における優先すべり面である(0002)面が配向した集合組織が形成され、押出比が大きい程、より配向が強くなる傾向が認められた。

なお、AZ80 押出材についても、ほぼ同様の集合組織が確認されている。

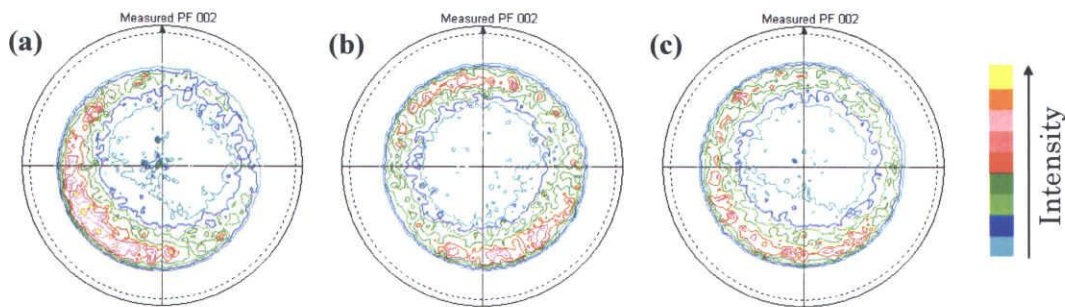


Fig.4-5 (0002) pole figures for AZ61: (a) AZ61A-39, (b) AZ61A-67, (c) AZ61A-133.

4. 3. 2 機械的性質

両合金の引張試験結果を Table 4-2 に示す。両合金とも、0.2%耐力、引張強さおよび硬さは押出比の影響をほとんど受けず、ほぼ同程度である。これは前述したように、結晶粒は押出比の増加に伴って微細化するが、その押出比依存性が小さいためであると考えられる。

一般に、Mg 合金では Al 添加量の増加に伴って強度は増加する^{(17), (18)}。表から明らかのように、本研究の場合も Al 添加量の多い AZ80 のほうが AZ61A よりも高い強度を示している。なお、伸びおよび絞りは、AZ61A では押出比にほとんど依存しないの

に対して、AZ80 では押出比が大きい場合、すなわち結晶粒径が小さく、集合組織が形成され配向が強くなる場合、わずかに減少している。

Table 4-2 Mechanical properties.

Material code	Grain size d (μm)	0.2% proof stress $\sigma_{0.2}$ (MPa)	Tensile strength σ_B (MPa)	Elongation ϕ (%)	Reduction of area ψ (%)	Vickers hardness HV
AZ61A-39	4.8	223	319	18	17	63
AZ61A-67	4.7	233	320	18	15	69
AZ61A-133	3.9	235	325	18	15	70
AZ80-39	5.9	239	333	13	9	70
AZ80-67	5.5	247	333	11	9	69
AZ80-133	4.3	243	336	10	6	73

4. 3. 3 疲労挙動

4. 3. 3. 1 疲労強度

AZ61A および AZ80 押出材の $S-N$ 線図をそれぞれ Fig.4-6 および Fig.4-7 に示す。AZ61A の場合 (Fig.4-6), AZ61A-67 と AZ61A-133 の疲労強度はほぼ同程度であり、 $N=10^7$ 回の疲労強度は 110MPa である。それに対して、AZ61A-39 の疲労強度は AZ61A-67 や AZ61A-133 よりもわずかに高く、 $N=10^7$ 回の疲労強度は 130MPa である。このように、AZ61A では疲労強度は押出比の増加、すなわち結晶粒が微細な場合、却って減少する傾向があり、結晶粒微細化による疲労強度の向上は見られない。

一方、AZ80 の場合 (Fig.4-7), AZ80-67 と AZ80-133 の疲労強度はほぼ同程度であり、AZ80-39 よりも高い。 $N=10^7$ 回の疲労強度は AZ80-39, AZ80-67 および AZ80-133 に対して 130MPa, 150MPa, 150MPa である。このように AZ80 では AZ61A と異なり、押出比の増加、すなわち結晶粒が微細な場合、疲労強度は上昇する。なお、AZ80 の疲労強度が全体的に AZ61A より高いが、これは Al 添加量によるものと思われる。

なお、疲労強度を疲労比 (σ/σ_B) で表すと、 $N=10^7$ 回の疲労強度に対する疲労比は、AZ61A-39, AZ61A-67, AZ61A-133 に対してそれぞれ 40%, 34%, 33%, AZ80-39, AZ80-67, AZ80-133 に対して 39%, 45%, 44%であった。このように相対的な疲労強度の押出比依存性も絶対的な疲労強度の傾向と同様であり、AZ61A では結晶粒が微細な場合、減少するのに対して、AZ80 では逆に増加する。

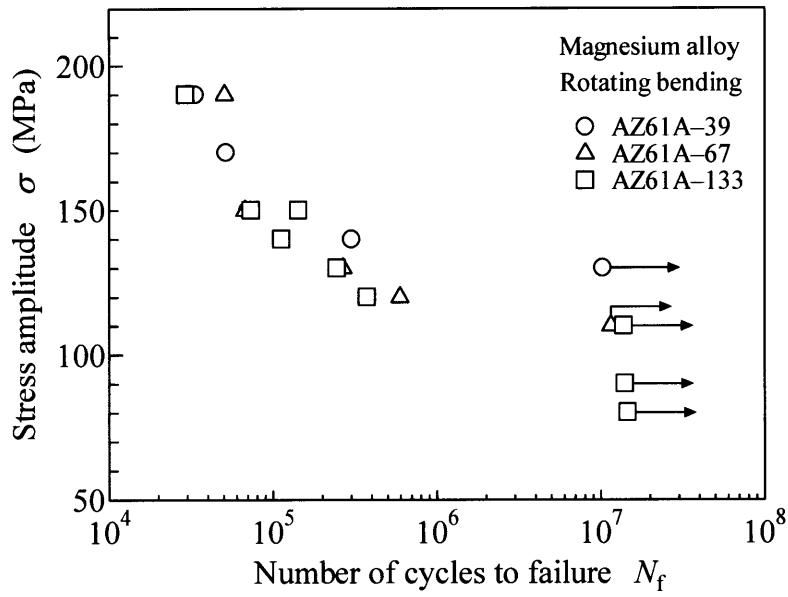


Fig.4-6 S-N diagram for AZ61A.

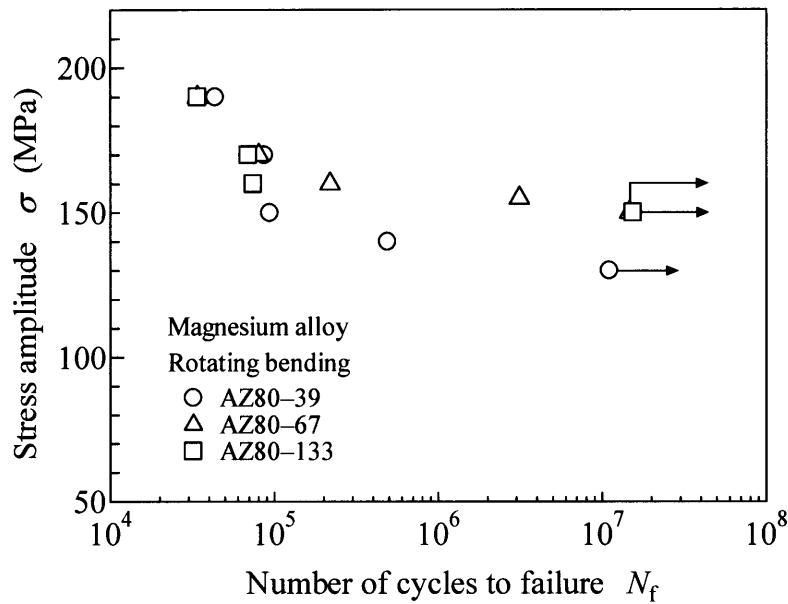


Fig.4-7 S-N diagram for AZ80.

4. 3. 3. 2 疲労き裂発生

レプリカによる観察のみならず，試験片に残存しているき裂の発生様相を詳細に観察した．その結果，き裂発生に介在物が関与している場合が多数観察された．一例をAZ80-39についてFig.4-8に示す．図中矢印で示すように，き裂発生点には直径20~30 μm 程度の介在物が認められ，き裂は母地と介在物の界面近傍で発生している．

この介在物を同定するために EDS 分析を行った。面分析結果を Fig.4-9 に示す。介在物では Mg は検出されず (Fig.4-9 (b)), Al (Fig.4-9 (c)) と Mn (Fig.4-9 (d)) が明瞭に検出された。このことから介在物は Al-Mn 系の金属間化合物であると考えられる。

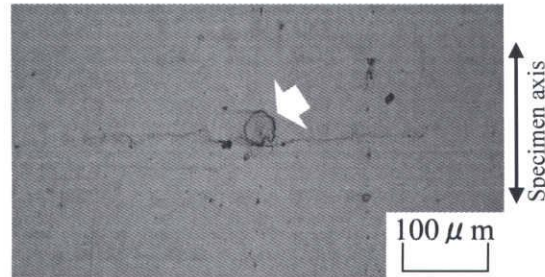


Fig.4-8 Fatigue crack initiation from inclusion at specimen surface (AZ80-39: $\sigma=160\text{MPa}$, $N=40000$). Arrow indicates inclusion.

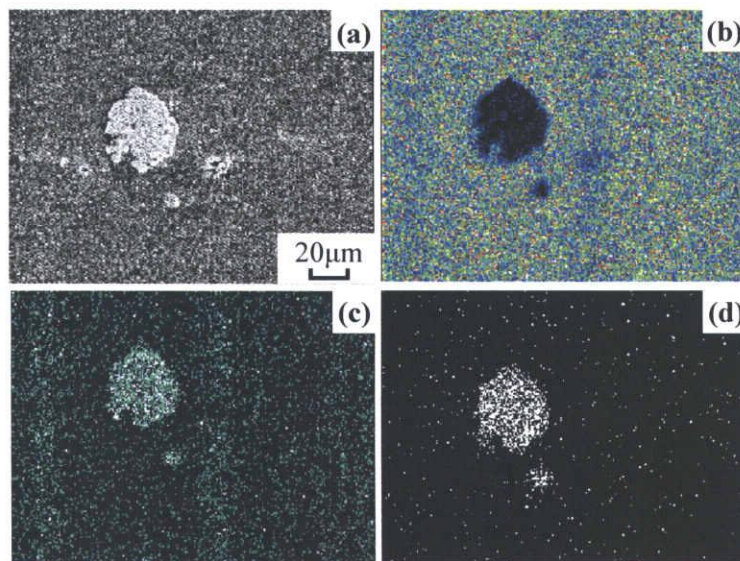


Fig.4-9 EDS analysis for inclusion shown in Fig.4-8 (AZ80-39: $\sigma=160\text{MPa}$, $N=40000$): (a) SEM image, (b) Mg, (c) Al, (D) Mn.

両合金の全試験片について SEM によりき裂発生箇所を詳細に観察した。その結果、AZ61A の場合、き裂発生機構に応力レベル依存性が確認された。ごく少数の例外を除いて、き裂発生は $\sigma \geq 140\text{MPa}$ の高応力域では Fig.4-8 に示したように介在物に関与しており、 $\sigma < 140\text{MPa}$ の低応力域ではすべり変形に起因するものであった。一方、AZ80 の場合、応力レベルにかかわらずき裂発生は介在物に関係していた。なお、押出前のピ

レットにおいても同程度の寸法の介在物が確認されたことから、介在物は押出によって割れることなく残存したと考えられる。

介在物に關与したき裂発生の場合、少数の介在物の割れが認められたが、多くの場合、き裂は介在物周囲（母地との界面近傍）で発生した（Fig.4-8）。これは介在物周辺に生じた応力集中によるものと思われる。

AZ61A および AZ80 について表面のき裂全長 $2c$ と繰返し数 N および繰返し数比 N/N_f (N_f : 疲労寿命) の関係をそれぞれ Fig.4-10, Fig.4-11 に示す。AZ61A の場合 (Fig.4-10), Fig.4-10(a) から明らかなように、き裂発生は繰返し数にほぼ同程度

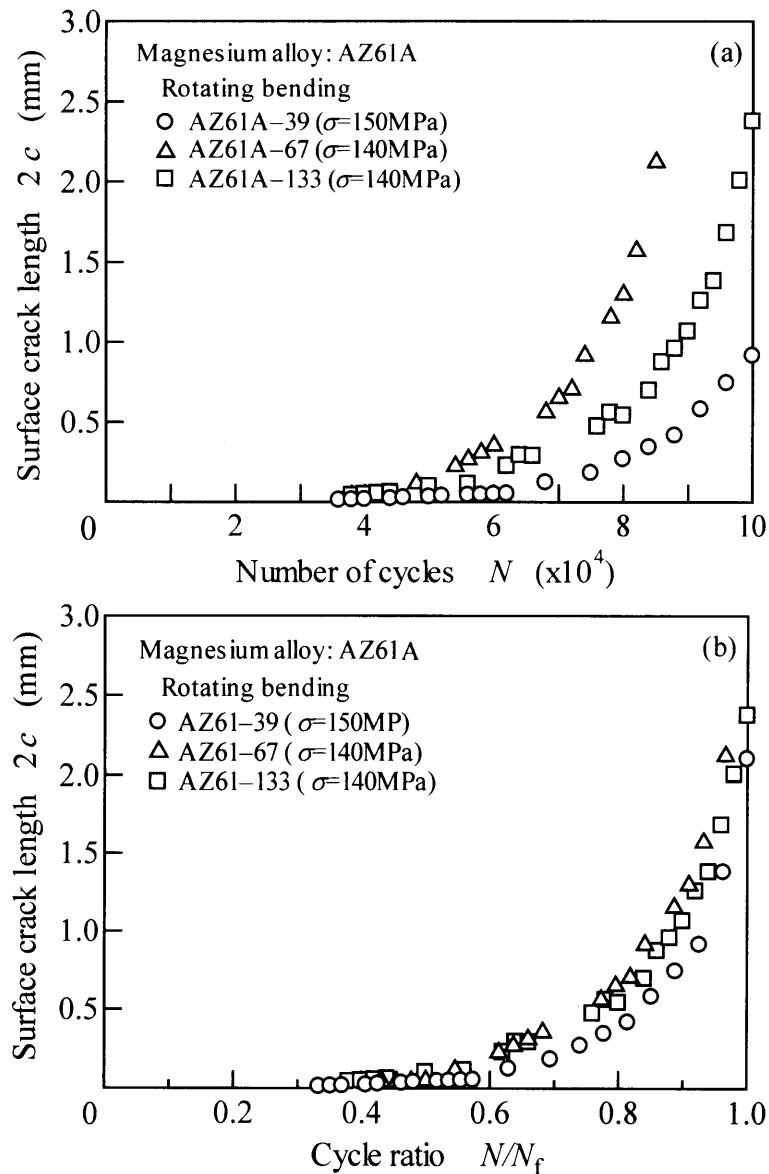


Fig.4-10 Surface crack length as a function of (a) number of cycles, (b) cycle ratio in AZ61A.

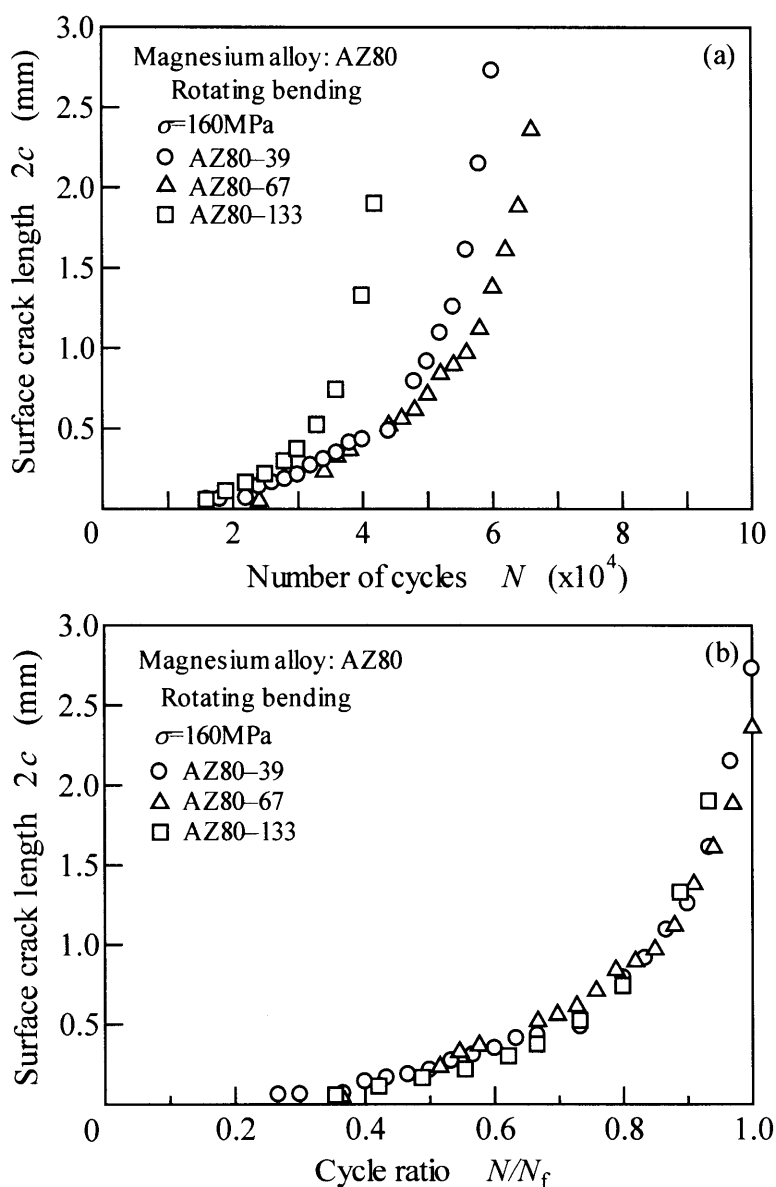


Fig.4-11 Surface crack length as a function of (a) number of cycles, (b) cycle ratio in AZ80.

であるが、応力の相違を考慮すると AZ61A-39 は AZ61A-67 や AZ61A-133 よりも高いき裂発生抵抗を有すると言える。相対的なき裂発生も押出比にかかわらず疲労寿命の 35%程度であり (Fig.4-10(b))、き裂発生とその後の微小き裂成長のいずれも疲労寿命に重要な影響を及ぼしていると考えられる。一方、AZ80 の場合 (Fig.4-11), Fig.4-11(a) から明らかなように、き裂発生は AZ80-39, AZ80-67 や AZ80-133 は同程度である。相対的なき裂発生は AZ80-39 において若干早く疲労寿命の 20%程度であり (Fig.4-11(b)),

AZ80-67 や AZ80-133 では 35%程度である。AZ61A の場合と同様に、疲労寿命はき裂発生と微小き裂成長の両挙動に影響を受けていることがわかる。

4. 3. 3. 3 微小き裂成長挙動

一例として、AZ80 の表面におけるき裂成長様相を示す。き裂は細かい屈曲を伴って巨視的には試験片軸に対して垂直に成長しており、き裂成長様相に押出比の影響はほとんど認められない。これは結晶粒径の押出比依存性が小さかったためであると考えられる。なお、AZ61A の場合も AZ80 とほぼ同様の傾向であった。

Fig.4-13 にき裂成長速度 da/dN と最大応力拡大係数 K_{max} の関係を示す。ここで、き裂深さ a と K_{max} はアスペクト比 $a/c=1$ を仮定して求められている。図から明らかなように、 da/dN は合金の種類や押出比にかかわらずほぼ同程度である。なお、第1章の AZ31 圧延材および AZ61 押出材の場合と同様に、 $K_{max}=2.5\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ 近傍で da/dN - K_{max} 関係に明瞭な折れ曲がりが見られる。

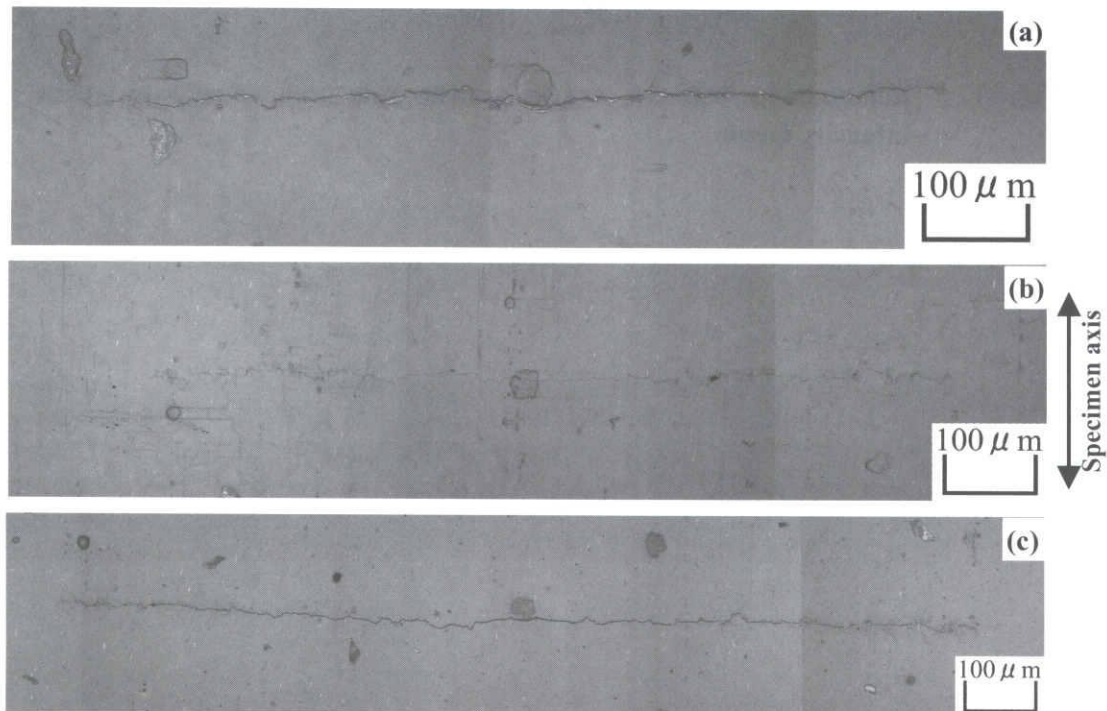


Fig.4-12 Small crack growth paths: (a) AZ80-39 ($\sigma=160\text{MPa}$, $N=5.0\times 10^4$), (b) AZ80-67 ($\sigma=160\text{MPa}$, $N=5.4\times 10^4$), (c) AZ80-133 ($\sigma=160\text{MPa}$, $N=4.0\times 10^4$).

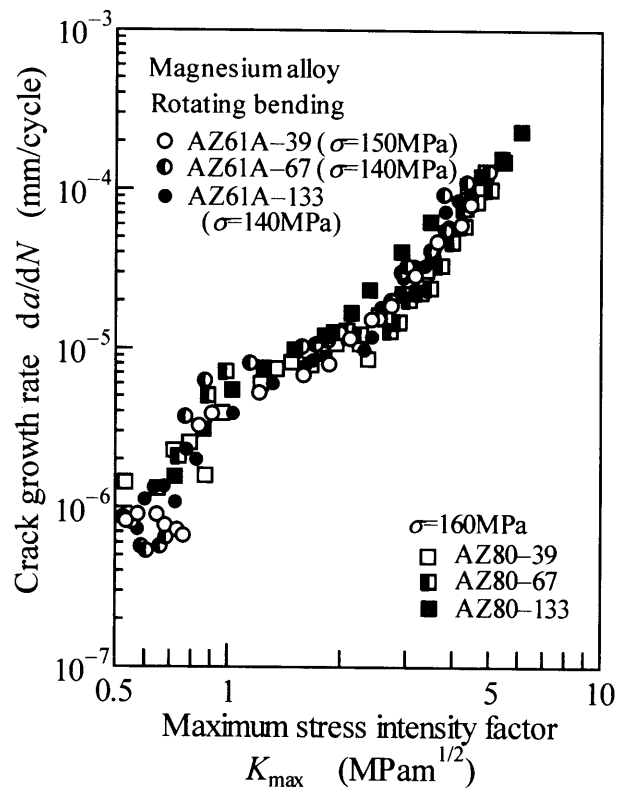


Fig.4-13 Relationship between crack growth rate and maximum stress intensity factor.

4. 4 考 察

4. 4. 1 結晶粒微細化に及ぼす押出比の影響

押出加工において、結晶粒微細化に影響を及ぼすと考えられる主たる加工パラメータは加工温度（材料温度）と加工の程度、すなわち押出比と考えられる。第3章では加工温度を高温、中温、低温の3温度に制御して押出加工を行ったところ、低温で最も結晶粒の微細化が達成された。そこで、本研究では加工温度を低温側とし、異なる押出比のもとで押出加工を行った。実際、村井らも押出比が結晶粒径に大きく影響を及ぼすことを指摘している⁽⁶⁾。

Fig.4-14 に結晶粒径と押出比の関係を示す。比較のために、第3章の AZ31B および AZ61A の結果（押出比：67）も示す。図から明らかなように、本研究の両合金とも押出比の増加に伴って結晶粒は微細化するが、押出比依存性は比較的小さい。また、AZ80 よりも AZ61A において、より微細な結晶粒が得られている。前章の結果も含めると、微細化の程度は AZ31 で最も顕著であり、次いで AZ61, AZ80 の順である。AZ31B では介在物は認められず、Al 含有量の増加に伴って介在物も増加しているようであるから、介在物の存在が結晶粒の微細化に何らかの影響を及ぼしていることが推察される。この点は現時点では不明であり、今後の課題である。

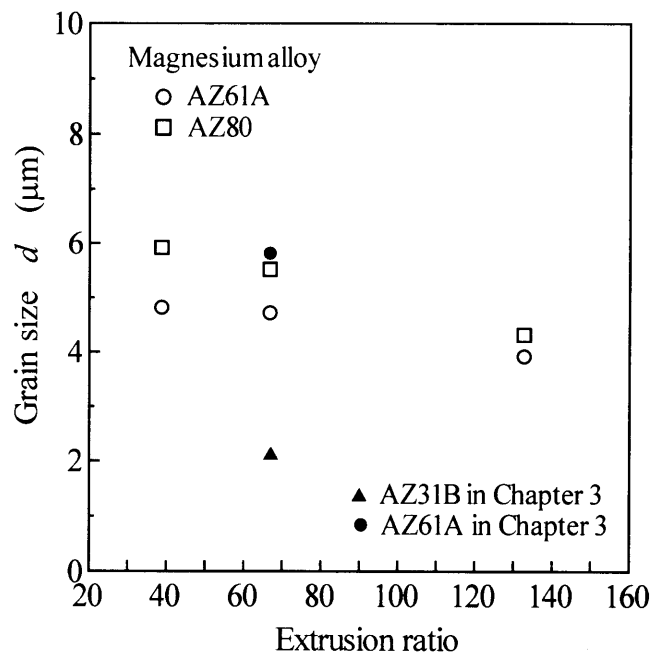


Fig.4-14 Effect of extrusion ratio on grain size in AZ61A and AZ80.

4. 4. 2 疲労強度の結晶粒径依存性

Fig.4-15 に 0.2%耐力および $N=10^7$ 回の疲労強度と結晶粒径の関係を示す。耐力および疲労強度とも、Hall-Petch の関係が成立するか否かは不明瞭である。これは本研究における結晶粒径の変化範囲が結果的に狭かったためである。しかし、実験結果においてすでに述べたように、また図からも明らかなように、耐力は両合金ともほとんど結晶粒径に依存せず、疲労強度は結晶粒径が微細な場合、AZ80 では上昇し、AZ61A では逆に低下した。すなわち、疲労強度に注目すると、両合金の間で結晶粒径依存性が異なっている。この現象には押出加工によって生じた集合組織が重要な役割を果たしていると考えられる。

極点図 (Fig.4-5) に見られるように、押出加工によって室温における優先すべり面である(0002)面が荷重軸に対して約 30° 傾いた集合組織が形成され、その程度は押出比の増加に伴って顕著になった。AZ61A の場合、低応力ではすべり変形に起因してき裂が発生し、未破壊の試験片に停留き裂は認められなかったから、 $N=10^7$ 回の疲労強度はすべりによってき裂が発生する限界の応力である。押出比が大きい材料では強い集合組織のために、押出比の小さい材料よりもすべり変形によるき裂の発生が容易となると考えられる。このことが、押出比が大きい、すなわち結晶粒径が微細な場合に疲労強度が低下した原因と推察される。

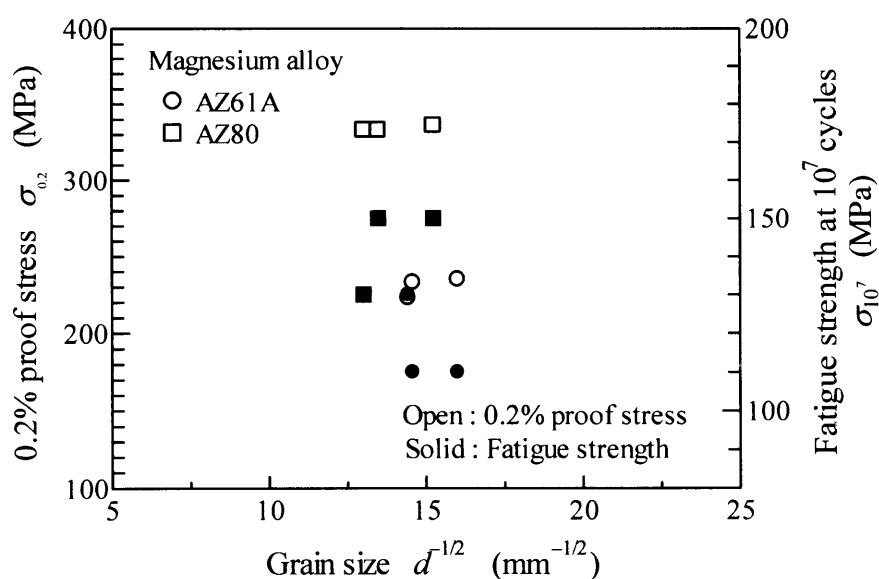


Fig.4-15 Effect of grain size on proof stress and fatigue strength.

一方、AZ80 の場合、応力レベルにかかわらずき裂は主に介在物周辺から発生した。AZ61A と同様に、押出比の増加に伴って結晶粒は微細化すると同時に集合組織も顕著になる。ところで、Mg 合金に SiC 粒子を添加した材料を押出加工すると、強化粒子の体積率の増加に伴って集合組織の程度が弱くなることが指摘されている⁽¹⁹⁾。このことから、介在物の周辺ではその拘束のため集合組織の発達が抑制されていることが推察される。したがって、介在物周囲からき裂が発生する AZ80 では、AZ61A とは異なり集合組織の影響は小さく、押出比が大きい材料ではランダムに方位した微細な結晶粒のすべりに対する高い抵抗のために、疲労強度が上昇したと考えられる。

4. 5 結 言

本章では、2種類のMg合金AZ61AおよびAZ80ビレットを用いて、3種類の異なる押出比のもとで押出加工を行い、得られた押出材の組織を評価するとともに、平滑試験片を用いた回転曲げ疲労試験を実施し、疲労強度の押出比依存性について検討した。得られた主な結論は以下の通りである。

(1) 両合金とも、押出比の増加に伴って結晶粒は微細化したが、その押出比依存性は小さかった。結晶粒径は押出比39, 67, 133に対して、AZ61Aの場合それぞれ4.8 μm , 4.7 μm , 3.9 μm , AZ80の場合5.9 μm , 5.5 μm , 4.3 μm であった。

(2) 両合金において、耐力や引張強さに及ぼす押出比、すなわち結晶粒径の影響はほとんど見られなかった。

(3) 疲労強度は、AZ61Aでは押出比が大きい、すなわち結晶粒が微細な場合、却って減少したが、AZ80では押出比の大きい場合、上昇した。

(4) き裂発生には、直径20~30 μm 程度のAl-Mn系の介在物が関与する 경우가多数認められた。AZ61Aの場合、き裂発生に応力レベル依存性が確認され、き裂は高応力域($\sigma \geq 140\text{MPa}$)では介在物に関与して、低応力域($\sigma < 140\text{MPa}$)ではすべり変形に起因して発生した。一方、AZ80の場合、応力レベルにかかわらず、き裂は主に介在物周辺で発生した。

(5) AZ61Aの場合、押出比が小さい材料のき裂発生抵抗は押出比が大きい材料よりも高くなる傾向が見られたが、AZ80の場合、き裂発生抵抗の押出比依存性は不明瞭であった。

(6) 微小き裂成長速度は、合金の種類や押出比によってほとんど影響を受けなかった。

(7) 実験の範囲内では結晶粒径の変化範囲が狭かったために、Hall-Petchの関係の成立の可否は不明瞭であった。

【参考文献】 (第II編関係)

- (1) G. Eisenmeier, B. Holzwarth, H. W. Hoppel and H. Mughrabi, *Mater. Sci. Eng.*, **A319-321**, 578-582 (2001).
- (2) H. Mayer, M. Papakyriacou, B. Zettl, S. E. Stanzl-Tschegg, *Int. J. Fatigue*, **25**, 245-256 (2003).
- (3) 山縣裕, 小池俊勝, *軽金属*, **49**, 178-182 (1999).
- (4) 足立大樹, 長村光造, 棚橋拓也, 菊池健, 楠井潤, *軽金属*, **55**, 164-168 (2005).
- (5) A. Yamashita, Z. Horita and T. G.Langdon, *Mater. Sci. Eng.*, **A300**, 142-147 (2001).
- (6) 村井 勉, 松岡信一, 宮本 進, 沖 善成, *軽金属*, **51**, 539-543 (2001).
- (7) N.V.R. Kumar, J.J. Blandin, C. Desrayaud, F. Montheillet and M. Suery, *Mater. Sci. Eng.*, **A359**, 150-157 (2003).
- (8) ザイヌディン ビン サジュリ, 宮下幸雄, 武藤睦治, *軽金属*, **52**, 161-166 (2002).
- (9) 戸梶恵郎, 小川武史, 亀山宜克, 加藤容三, *日本機械学会論文集*, **56**, 543-551 (1990).
- (10) 戸梶恵郎, 小川武史, 大矢耕二, *日本機械学会論文集*, **58**, 178-185 (1992).
- (11) 上田雅章, 小野長門, 三浦精, *日本材料学会第53期学術講演会講演論文集*, 64-65 (2004).
- (12) 木村英彦, 秋庭義明, 田中啓介, 近藤 淳, 石川 忠, *材料*, **51**, 795-800 (2002).
- (13) 菅田 淳, 植松美彦, 中村壮一, 安田宗浩, 城野政弘, *材料*, **53**, 526-531 (2004).
- (14) 秋庭義明, 木村英彦, 田中啓介, *材料*, **53**, 752-757 (2004).
- (15) 菅田 淳, 植松美彦, 久米川達矢, 城野政弘, *材料*, **54**, 754-760 (2005).
- (16) 大年和徳, 勝田基嗣, *軽金属*, **51**, 534-538 (2001).
- (17) 水野進, '99 マグネシウムマニュアル, 日本マグネシウム協会, 11 (1998).
- (18) 伊藤茂, 第56回シンポジウム 今, 注目を集めるマグネシウム材料, 2 (1999).
- (19) G. Garcés, P. Pérez and P. Adeva, *Scripta Materialia*, **52**, 615-619 (2005).

第Ⅲ編 粉末押出加工によるマグネシウム合金 の創製と疲労特性

マグネシウム (Mg) 合金の高機能・高強度化を図るために、本編では、粉末を原料とする押出加工プロセスを採用して新しい合金の開発を試みる。また、創製された合金の機械的性質および疲労挙動について検討する。

第 5 章では、Mg 粉末および MCM 合金粉末にジルコニウム (Zr) 粉末を添加した合金の創製を試み、Zr 粉末添加による結晶粒微細化の効果、機械的特性や内部摩擦に及ぼす Zr 添加量や原料粉末粒径の影響などについて評価する。

第 6 章では、新しい合金として注目されている固相合成法による Mg_2Si 分散 Mg 合金の平滑試験片を用いた回転曲げ疲労試験を行い、疲労強度を既存展伸合金と比較するとともに、粉末粒径依存性と破壊機構について検討する。さらに、この結果を受けて創製された Mg_2Si 粒子強化 Mg 合金基複合材料の疲労強度についても触れる。

第5章 Mg-Zr および MCM-Zr 複合材料の 創製と機械的特性

5. 1 緒 言

第 I 編および第 II 編において、既存展伸 Mg 合金の疲労挙動および破壊機構を把握するとともに、その強度改善の必要性から、加工条件を制御した押出加工より結晶粒微細化を試み、押出材の疲労挙動について評価、検討してきた。Mg 合金の高強度化として、押出加工のように従来材料の材質改善を図るほかに、高強度・高機能を有する新しい合金を開発・創製することも必要である。実際、Mg 合金の利用拡大を目的とした合金開発や加工方法などの様々な分野から研究が進められている⁽¹⁾⁻⁽²⁴⁾。

一般に知られているように、粉末冶金法は溶製法、鋳造やダイカストなどに比べて、組織の微細化や合金化・複合化が容易であり、より優れた特性を有する合金開発が可能である。したがって、高強度・高機能を有する新しい Mg 合金の開発のためには、粉末を原料とした加工プロセスの確立とそれを用いた材料開発・創製は不可欠であると考えられる。

そこで本章では、粉末を原料とした押出加工プロセスを用いて合金創製を行い、機械的特性を評価するとともに、従来合金と比較、検討する。まず、Mg および Mg 合金粉末への添加元素の影響について評価する。特に、機能性材料の高性能化・高強度化を目的として、Mg 粉末にジルコニウム (Zr) 粉末を添加した複合材料を創製し、その機械的特性に及ぼす Zr 添加量や粉末粒径の影響について検討する。また、制振合金である MCM (Mg-2.5mass%Cu-0.25mass%Mn) 合金鋳造材⁽²⁵⁾⁻⁽²⁸⁾の高強度化を図ることを目的として、結晶粒微細化に寄与するとされる Zr 粉末添加の効果について、得られた押出加工材の組織、機械的特性および内部摩擦の評価を通じて検討し、従来の鋳造合金とも比較する。

5. 2 実験方法

5. 2. 1 原料粉末および調整

用いた Mg 粉末, MCM 合金粉末および Zr 粉末の SEM 像をそれぞれ Fig.5-1, Fig.5-2 および Fig.5-3 に示す. すべての粉末とも (a) が粗粉末, (b) が微粉末である. Mg 粉末は地金純度 99.9%以上のフレーク状の粉碎粉である. Fig.5-4 に Mg 粉末の粒径分布を示す. 粗粉末の場合, 粉末粒径は約 150 μm 以下, 微粉末の場合, 約 75 μm 以下であるので, 以後, それぞれ Mg150 粉末および Mg75 粉末と表記する. 一方, MCM 合金粉末は, Mg, Cu および Mn をそれぞれ 97.25, 2.50 および 0.25 mass%配合したインゴットから, ガスアトマイズ法を用いて作製した球形状の合金粉末である. Fig.5-2 に示すように, 合金粉末粒径は 75 μm 以下 (以後, MCM-F 合金粉末), 75-150 μm (MCM-C 合金粉末) の 2 種類である. また, Zr 粉末は地金純度 98%の粉碎粉である. その粒径分布は得られていないが, 粗粉末の場合, 約 150 μm 以下 (Zr150 粉末), 微粉末の場合,

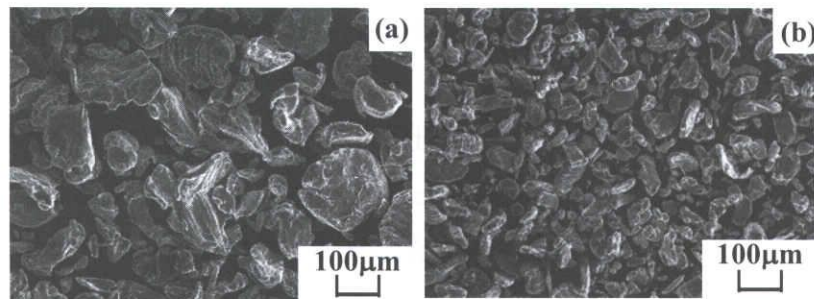


Fig.5-1 SEM micrographs showing Mg powders: (a) Mg150 powder, (b) Mg75 powder.

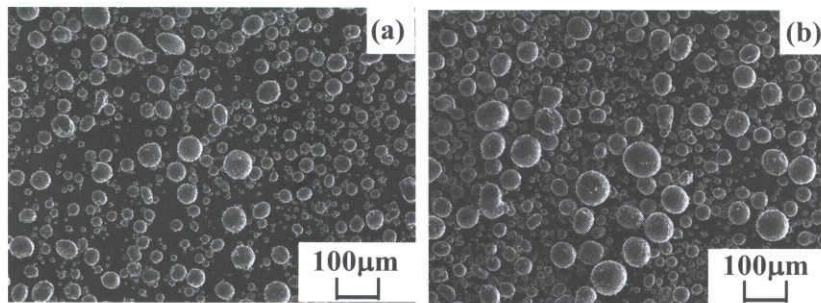


Fig.5-2 SEM micrographs showing MCM alloy powders: (a) MCM-F powder, (b) MCM-C powder.

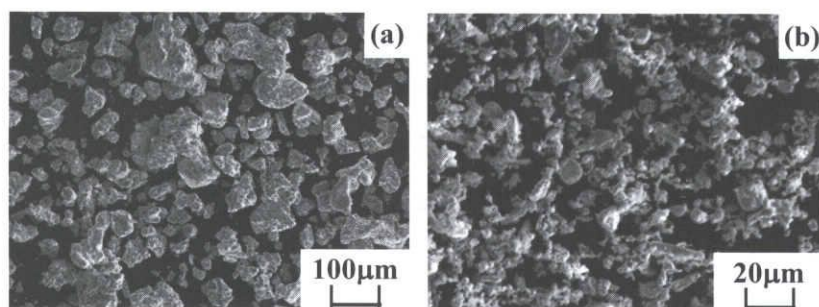


Fig.5-3 SEM micrographs showing Zr powders: (a) Zr150 powder, (b) Zr45 powder.

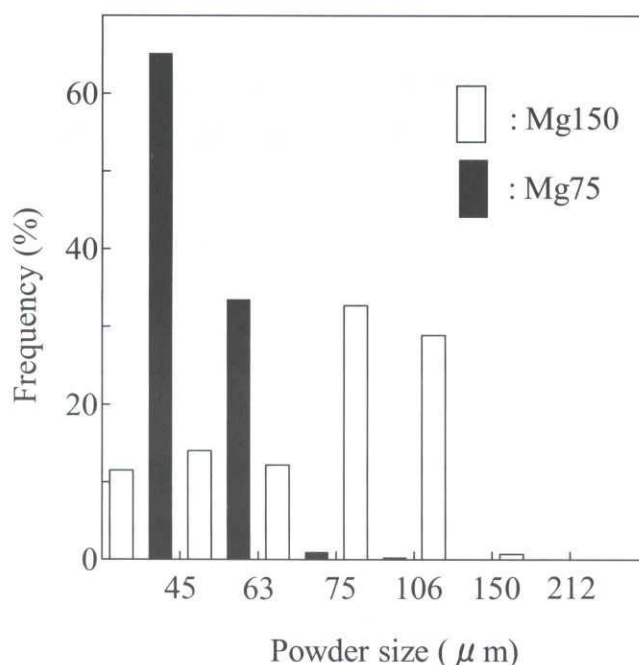


Fig.5-4 Distributions of Mg powder size.

45μm 以下 (平均粉末粒径 : 10μm, Zr45 粉末) である. このように, Zr45 粉末の場合, きわめて微細であるが, Fig.5-3(b)に見られるように局所的に凝集 (クラスター) 化した部分が認められる.

Mg-Zr 系の場合, Mg150 粉末に対しては 1, 3, 5, 10mass%の Zr150 粉末を, Mg75 粉末に対しては 3, 10, 15, 20mass%の Zr45 粉末をそれぞれ秤量し, 粉砕および混合した. 一方, MCM-Zr 系の場合, MCM-F 合金粉末および MCM-C 合金粉末に 3mass% の Zr150 粉末を秤量した. 以後, それぞれを M3Z-F 合金粉末および M3Z-C 合金粉末

と表記する。

粉末調整方法は遊星型ボールミルを用いたメカニカルミリング法^{(29), (30)}であり、ミリング条件は各種粉末と SUS304 製のボールをアルゴン雰囲気中で SUS304 製容器に封入し、公転速度 300rpm, 7.2ks の条件でミリングを行った。なお、各ミリング後の粉末調整状態を走査型電子顕微鏡 (SEM) およびエネルギー分散型 X 線分析装置 (EDS) を用いて観察した。

5. 2. 2 熱間固化および押出加工

熱間押出加工用のビレットを得るために熱間固化加工を行った。その加工手順は以下の通りである。

- (1) 1.96MN 押出加工機に内径 39mm の円柱金型を設置,
- (2) 円柱金型に高さ 20~30mm の円柱となる量の Mg 粉末, MCM 合金粉末および各ミリング粉末を投入,
- (3) 金型を温度 573K に保持 (0.6ks) 後, 圧力 350MPa で加工。

次に、作製されたビレットを以下に示す手順に従って押出比 30 で熱間押出加工した。

- (1) ダイスを 1.96MN 押出加工機のコンテナ (内径 40mm) 内にセット,
- (2) ビレットを挿入,
- (3) コンテナ設定温度は, Mg-Zr 系に対して 573K, MCM-Zr 系に対して 573, 623, および 673K であり, 0.6ks 保持後, 押出速度 5.0mm/sec で加工。

5. 2. 3 組織および機械的特性の評価

得られた押出材について、Mg 粉末および Zr 粉末粒径や熱間押出温度の影響を評価するため、組織評価とともにビッカース硬さ測定および 3 点曲げ試験を行った。また、加工材を L40×W5.0×T2.5mm の短冊形状に加工し、固有振動法である自由共振法^{(31), (32)}より弾性係数および内部摩擦を測定した。

5. 3 実験結果および考察

5. 3. 1 組織

Fig.5-5 に Mg150-10mass%Zr150 と Mg75-10mass%Zr45 ミリング粉末の SEM 像および EDS 分析結果を示す。図から明らかなように、前者では Zr 粉末がまばらであるのに対して、後者では比較的均一に分散している。このことは原料粉末として微細な粉末を用いれば、均一なミリング粉末を得ることができることを示している。また、Mg75-10mass%Zr45 の場合、高倍率の EDS 分析の結果、Mg 粉末表面への Zr 粉末の付着が Mg150-10mass%Zr150 の場合よりも多く確認された。さらに、Zr 粉末の添加量の増加に伴って、Mg 粉末表面への付着量や Zr 粉末同士の凝集が増加する傾向があった。

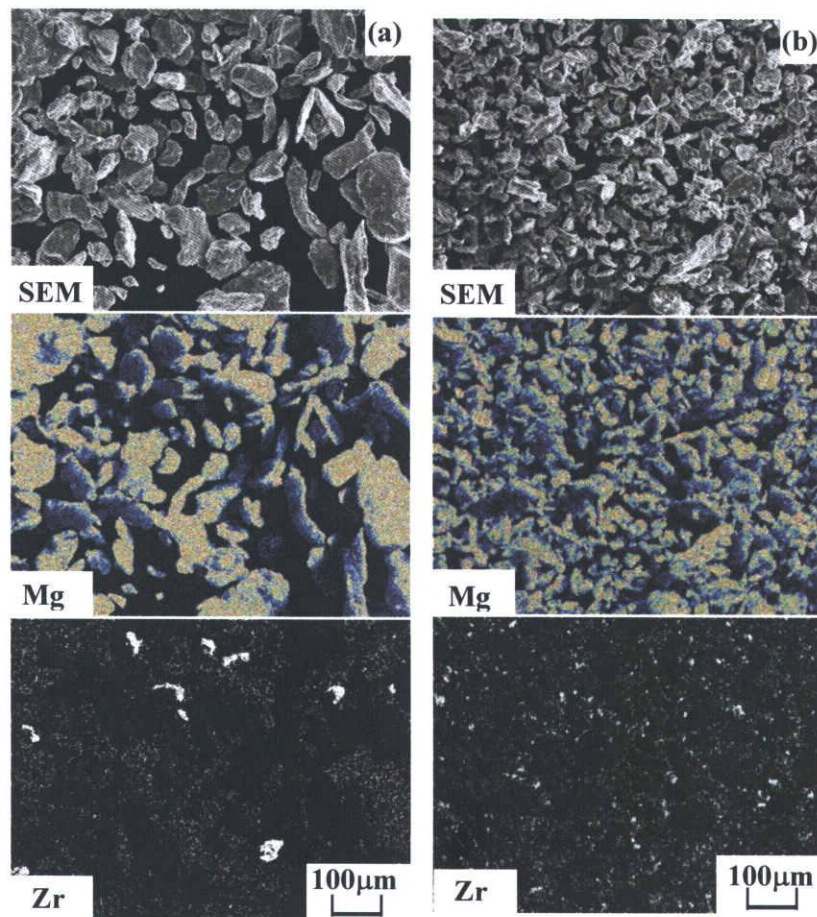


Fig.5-5 SEM micrographs and EDS analysis of Mg-Zr powders:
(a) Mg150-10mass% Zr150, (b) Mg75-10mass%Zr45.

Fig.5-6 に、Mg 粉末に 10mass%Zr 粉末を添加した熱間押出材の組織 (b), (d) を Mg 押出材 ((a), (c)) と比較して示す。まず、Mg 押出材の場合、Mg75 押出材 (Fig.5-6(c)) の結晶粒径は、Mg150 押出材 (Fig.5-6(a)) と比較してきわめて微細 (10 μm 以下) である。これは熱間押出時に動的再結晶が微細粉末においてより顕著に起きたことによると考えられる⁽³³⁾。次に、Mg-Zr 押出材の場合、Mg75-10mass%Zr45 (Fig.5-6(d)) では微細な Zr 粒子がマトリックス中にほぼ一様に分散しているのに対して、Mg150-10mass%Zr150 (Fig.5-6(b)) では Fig.5-5(a)に見られたように、ミリング粉末の不均一性を反映して粗大な Zr 粒子が不均一に分散している。なお、Zr45 粉末を添加した場合、その添加量の増加に伴ってマトリックス中の Zr 粒子は増加したが、マトリックスの結晶粒径に大きな変化は認められなかった。また、いずれの Mg75-Zr45 押出材の場合においても、マトリックスの結晶粒径は Mg150-Zr150 押出材と比較すると微細であった。これは Mg 押出材の場合と同様に、熱間押出時の動的再結晶と、Mg 粉末が微細であることに加えて、微細な Zr 粒子がマトリックスの結晶粒界に分散することにより、結晶粒成長を抑制するピン止め作用が、より効果的に働いたためと考えられる^{(21),(34)}。

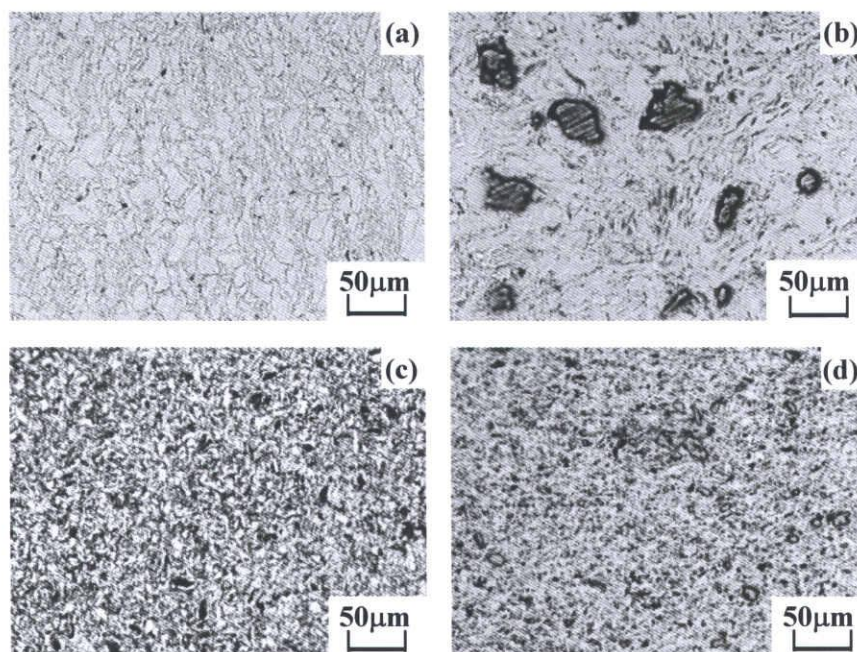


Fig.5-6 Microstructures of hot-extruded materials produced using Mg powder and Mg-Zr powder: (a) Mg150, (b) Mg150-10mass% Zr150, (c) Mg75, (d) Mg75-10mass%Zr45.

MCM-Zr 系の場合、MCM 合金粉末および M3Z 合金粉末を用いた押出材の各押出温度における組織を Fig.5-7, Fig.5-8, Fig.5-9 に、比較材の MCM 合金鋳造材の組織を Fig.5-10 に示す。また、切断法による結晶粒径の測定結果を Table 5-1 に示す。MCM 合金押出材の場合 (Fig.5-7)、高倍率観察によって黒い部分が微細な結晶粒から成っていることを確認している。MCM-F 押出材の 573K と 673K の組織を比較すると、加工温度の高い押出材において粗大な結晶粒が存在することから、押出温度の上昇に伴う結晶粒粗大化の傾向が確認できる。また押出温度 673K の場合、MCM-F 押出材において MCM-C 押出材よりも微細な結晶粒が多く見られることから、粒径の小さい原料粉末を用いれば微細な組織の押出材が得られると考えられる。M3Z 押出材の場合 (Fig.5-8) も MCM 合金押出材の場合と同様に、押出温度の上昇、また粉末粒径の増加に伴って結晶粒粗大化の傾向が認められる。Zr 粉末は母地組織中に点在しており、その周辺には黒く見える領域が確認される。この領域では微細な結晶粒が集中していることから (Fig.5-9(b)), Zr 粉末添加による結晶粒の微細化が生じたと考えられる。このことから、母地組織中に微細な Zr 粉末を高密度に、しかも均一に分散させれば、粗大な結晶粒は減少し、均質な微細組織が得られることが期待できる。

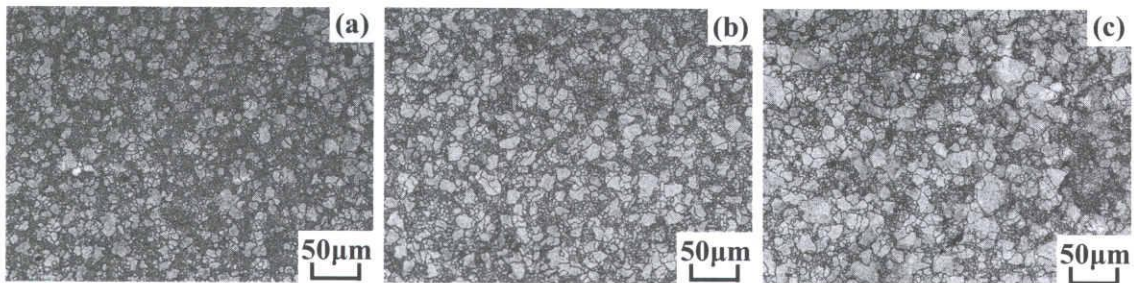


Fig.5-7 Microstructures of hot-extruded materials produced using MCM powder: (a) MCM-F-573K, (b) MCM-F-673K, (c) MCM-C-673K.

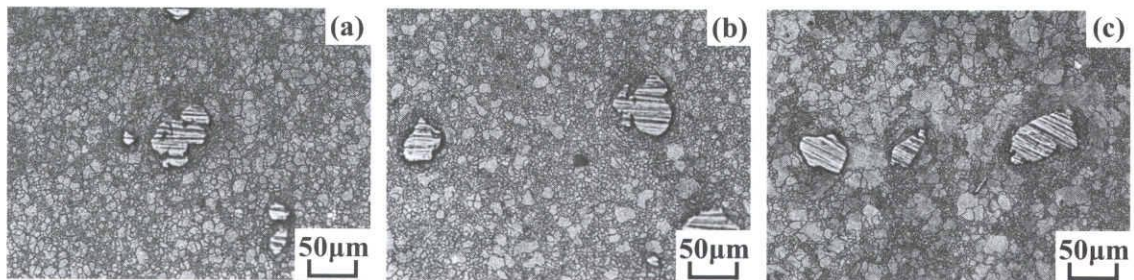


Fig.5-8 Microstructures of hot-extruded materials produced using M3Z powder: (a) M3Z-F-573K, (b) M3Z-F-673K, (c) M3Z-C-673K.

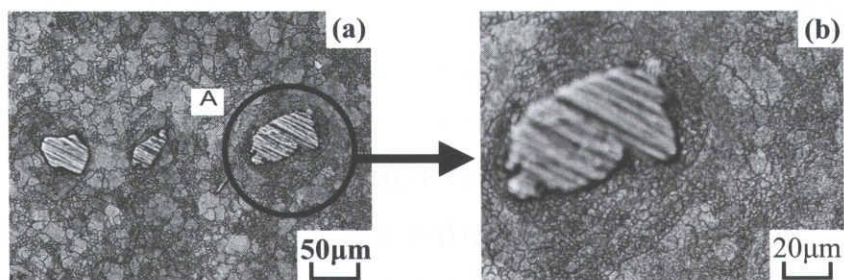


Fig.5-9 Microstructures of hot-extruded M3Z (M3Z-C-673K):
(a) low-magnification, (b) magnified view of Part A.

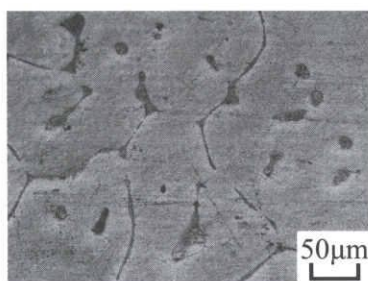


Fig.5-10 Microstructure of MCM cast material.

Table 5-1 Average grain size of hot-extruded alloys compared with MCM cast alloy.

	F-573K	F-673K	C-673K	MCM-Cast
MCM	5.6µm	7.6µm	9.7µm	
M3Z	5.0µm	6.5µm	7.5µm	102.2µm

なお、MCM 合金鋳造材の組織は粗大な Mg 結晶粒から成り、EDS 面分析から結晶粒界に Cu や Mn の析出物が存在することを確認している (Fig.5-10)。このことから鋳造材では、母地組織や結晶粒界の強度低下が考えられるので、創製された合金粉末押出材が鋳造材よりも優れた機械的性質を示すことが期待される。

5. 3. 2 固化材および押出材の硬さ

Mg-Zr 系について、固化材（ビレット）および押出材の硬さと Zr 粉末添加量の間を Fig.5-11 に示す。まず、Mg75-Zr45 ビレットの場合、硬さは Zr 粉末の添加量にかかわらず、Zr を添加しない場合に比べてわずかに上昇する程度である。これは固化加工では十分な圧粉化が得られなかったためと考えられる。これに対して押出材では、固化材に比べて 10~20mass%の添加量において顕著な硬さ上昇を示すが、添加量にはほとんど依存しない。硬さ上昇は、Fig.5-6 に示したようにほぼ均一に分散したマトリックスよりも硬い Zr 粒子に起因する。しかし、10~20mass%の添加量では Zr 粒子の硬さが強く反映されるために、この添加量の範囲では顕著な添加量依存性を示さなかったと考えられる。一方、Mg150-Zr150 押出材の硬さは Mg75-Zr45 押出材よりも著しく低い。これは粗大な Zr 粒子が点在するため、マトリックスの硬さが強く反映されるためである。以上のことから、微細な Zr 粉末添加および微細な粉末を用いれば、固化材の均一性向上の効果によって硬さの増加が達成できると考えられる。

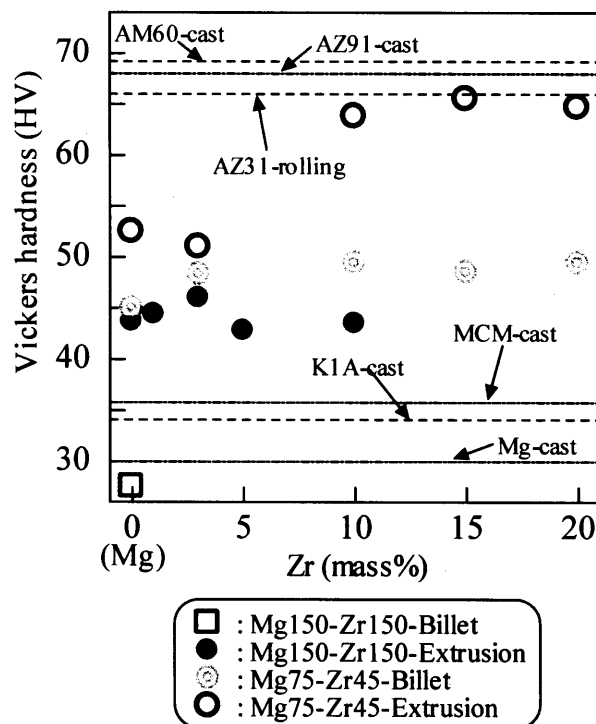


Fig.5-11 Vickers hardness as a function of Zr content in hot-extruded Mg-Zr alloys compared with conventional Mg casting alloys.

なお、Zr45 粉末を 10mass%以上添加した Mg75-Zr45 押出材の硬さは、既存合金の AZ31 圧延材, AZ91 鋳造材や AM60 鋳造材の硬さと比べてほぼ同程度である。さらに、Mg 合金鋳造材、制振合金の MCM や K1A 合金鋳造材の硬さと比較すると約 2 倍の硬さを示す。

以上の結果から、押出材の高硬度化の手法として、微細粉末を用いた熱間押出加工が有効であることがわかった。

MCM-Zr 系について、Fig.5-12 に各加工温度の MCM 押出材および M3Z 押出材の硬さを示す。なお、M3Z 押出材に対する硬さの測定箇所は、Zr 粒子を含まないマトリックスである。押出温度の影響については、MCM-F, C 両押出材ともに、押出温度の上昇に伴い硬さが低下する傾向を示す。一方、M3Z-F, C 両押出材の場合も、最も高い押出温度である 673K において硬さが若干低い。これらは粉末押出加工において生じる加工硬化が、押出温度の上昇に伴って小さくなるためと考えられる。

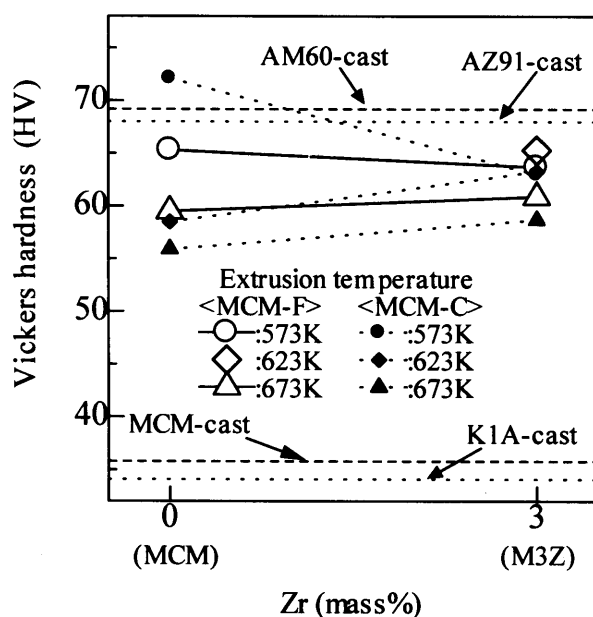
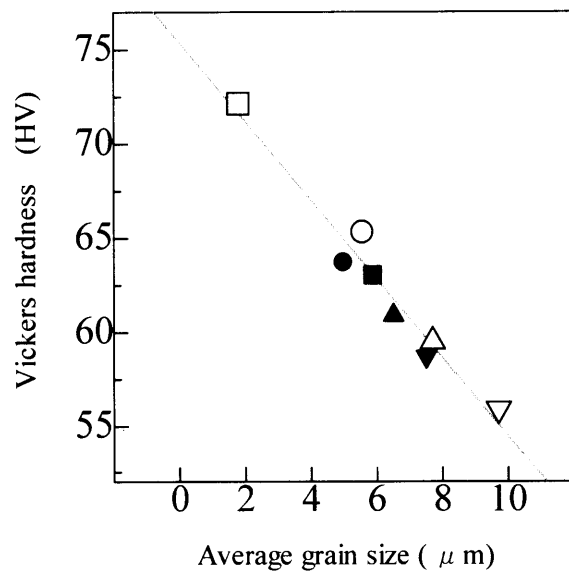


Fig.5-12 Vickers hardness of hot-extruded MCM-Zr alloys compared with conventional Mg casting alloys.

次に、M3Z 押出材と MCM 押出材を比較すると、押出温度 573K では M3Z 押出材のほうが若干低い硬さを示すが、押出温度 623K および 673K では逆に高い傾向を示す。この理由として、M3Z 押出材と MCM 押出材における各押出材の結晶粒径 (Table 5-1) と硬さの関係をみると、結晶粒の微細化により硬さは増加する傾向があることから、

押出材の結晶粒径の差異が挙げられる。ただし、押出温度 573K においてこの傾向が異なるのは、MCM 合金および M3Z-F 押出材の場合、結晶粒径に顕著な相違がないことから、硬さに大きな相違が現れなかったと考えられる。また、押出温度 573K における MCM 合金および M3Z-C 押出材の場合は、MCM 押出材の結晶粒径が約 1.8 μm 、M3Z 押出材の場合が約 5.9 μm で、MCM 合金粉末のほうが微細なことから、他の場合と全く異なる結果になったと考えられる。しかし、押出材の結晶粒の微細化により硬さが向上する傾向は他の押出材と同様であった。そこで、全ての押出材の硬さと結晶粒径の関係を整理すると (Fig.5-13)、両者には明らかに相関があることがわかる。

Mg 合金のなかで一般的な合金である AZ91 および AM60 鋳造材の硬さと各押出材の硬さを比較すると、各押出材の硬さはそれらの鋳造材よりも低い。しかし、制振合金の MCM および K1A 鋳造材^{(25)-(27), (35)}と比較すると、各押出材の硬さは MCM および K1A 鋳造材 (それぞれ HV36, HV34) のほぼ 2 倍である。これは粉末による熱間押出加工の効果であり、それに伴う押出材の組織の微細化が主たる理由と考えられる。



Zr(mass%)	MCM-F		MCM-C	
	573K	673K	573K	673K
0	○	△	□	▽
3	●	▲	■	▼

Fig.5-13 Relationship between Vickers hardness and average grain size in hot-extruded MCM-Zr alloys.

5. 3. 3 押出材の弾性係数および曲げ強さ

Mg-Zr 系について、押出材の弾性係数と Zr 粉末添加量の関係を Fig.5-14 に示す。Mg150-Zr150 押出材の場合、Zr 添加による弾性係数の上昇はほとんど見られず、またその添加量にも依存しない。これは粗大な Zr 粒子とマトリックスの結合が不十分であることや Zr 粒子の割れなどに起因して、有効に荷重負担しないためと推測される。一方、Mg75-Zr45 押出材の場合、弾性係数は Zr 粉末の添加量の増加に伴って単調に増加している。一般に、複合材料では複合則⁽³⁶⁾が成り立つことが知られている。そこで、Mg および Zr の弾性係数をそれぞれ 44.7GPa および 98.0GPa⁽³⁷⁾ として複合則を適用した。その結果を図中の実線で示す。図から明らかなように、実験結果はほぼ複合則に従っている。このことから、微細な Zr 粉末の場合、有効に荷重を負担することによって弾性係数の向上に寄与していることがわかる。また、押出材の結果を既存合金と比較すると、Mg150-Zr150 押出材の弾性係数は casting Mg や MCM 合金 casting 材と同程度であるのに対して、Mg75-Zr45 押出材は 3mass%以上の Zr 粉末の添加によって既存合金よりも高い弾性係数を示す。

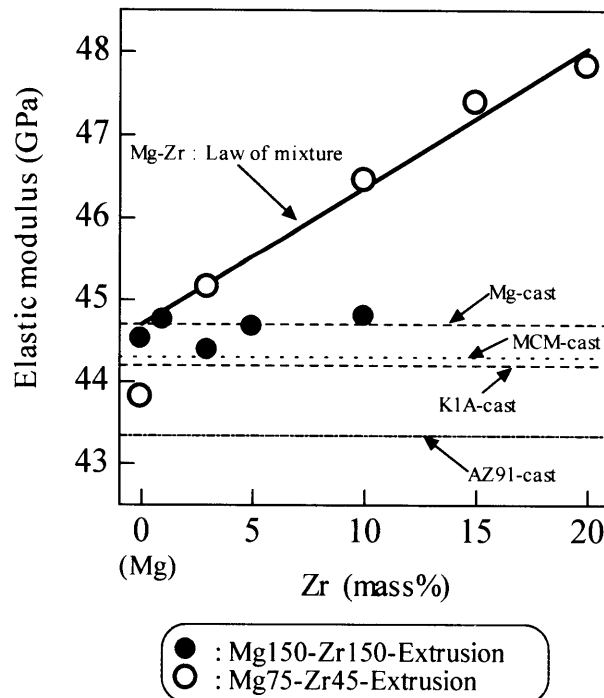


Fig.5-14 Elastic modulus as a function of Zr content in hot-extruded Mg-Zr alloys compared with conventional Mg cast alloys.

Fig.5-15 に押出材の曲げ強さと Zr 粉末添加量の関係を示す. まず Zr 粉末を添加しない場合, Mg75 押出材の曲げ強さは Mg150 押出材よりわずかに上昇する程度であり, 粉末微細化の顕著な効果は確認されない. 一方, Mg-Zr 押出材の場合, Mg150-Zr150 押出材の曲げ強さは大きくばらつき, Zr 粉末の添加の効果は認められないのに対して, Mg75-Zr45 押出材の曲げ強さは Zr 粉末の添加によって大きく上昇する. この結果は微細な Zr 粉末の均一分散 (Fig.5-5), それによる結晶粒微細化 (Fig.5-6), および押出材の硬さ上昇 (Fig.5-11) に対応している.

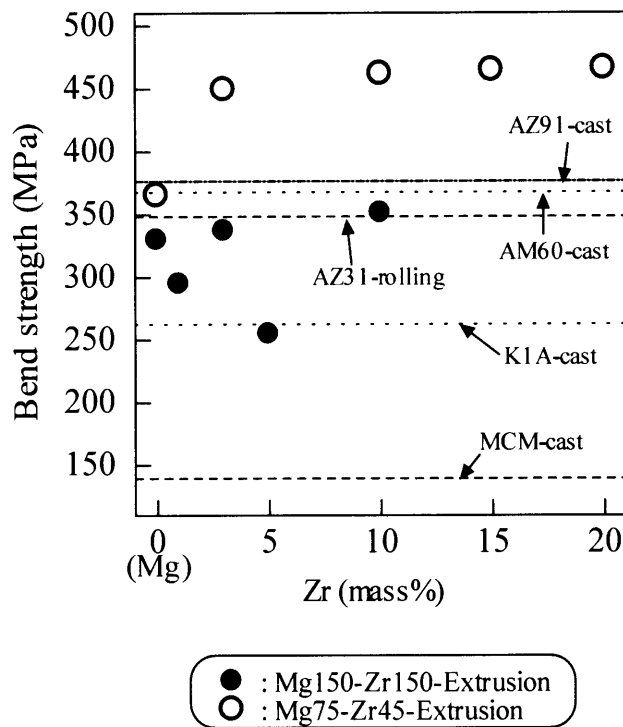


Fig.5-15 Bending strength as a function of Zr content in hot-extruded Mg-Zr alloys compared with conventional Mg cast alloys.

Fig.5-16 に曲げ破面の SEM および BSE 観察結果の典型的な例を示す. (a)は Mg150-10mass%Zr150 押出材, (b)は Mg75-10mass%Zr45 押出材, (c)は Mg75-20mass%Zr45 押出材である. なお, BSE 像において白い部分が Zr 粒子を示している. Mg150-10mass%Zr150 押出材の場合, Fig.5-16(a)の SEM 像に見られるように, 破面上に現れた Zr 粒子はほとんど例外なく脆性的に破壊している. また, Zr 粒子とマトリックスの界面に隙間が見られる. こうした観察結果から, 粗大な Zr 粒子は押出材に塑性変形するような大きな外力が負荷された時, 早期の段階で脆性的に破壊する傾向を有すること

やマトリックスとの低い結合強度に起因して低い曲げ強さを示したと考えられる。すなわち、有効な強化粒子として作用しないため、実断面積の減少を通じて、却って Mg 押出材よりも強度が低下する場合も生じる。

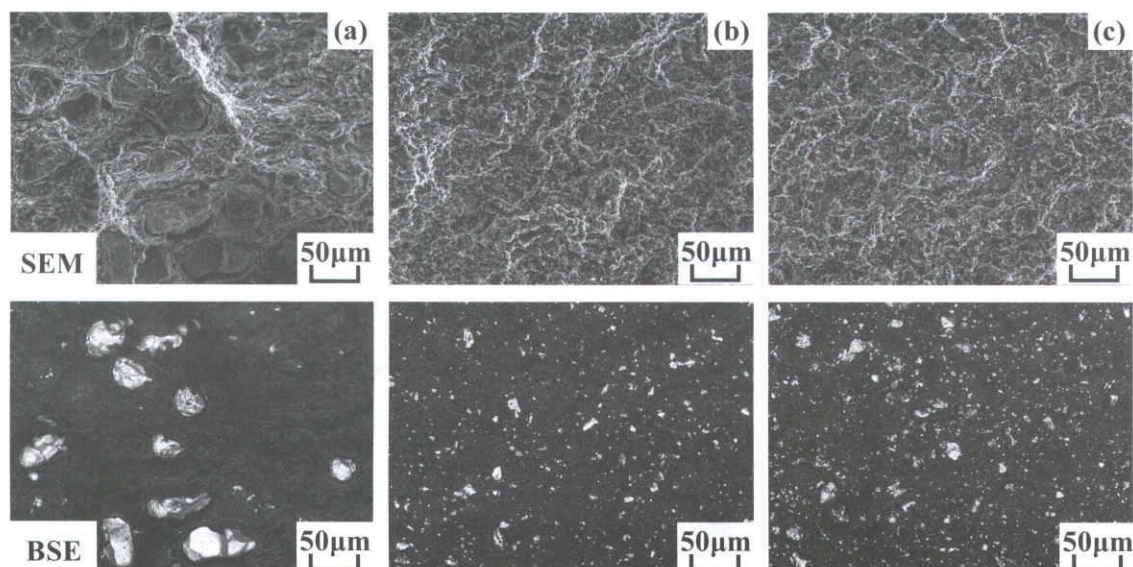


Fig.5-16 SEM and BSE micrographs of bending fracture surfaces in hot-extruded Mg-Zr alloys: (a) Mg150-10mass%Zr150, (b) Mg75-10mass%Zr45, (c) Mg75-20mass% Zr45.

一方、Mg75-10mass%Zr45 押出材と Mg75-20mass%Zr45 押出材の破面様相はほぼ同様である (Fig.5-16(b)と(c))。Fig.5-17 の拡大破面写真から、破面上に現れた Zr 粒子のうち粗大な粒子は脆性的に破壊しているのに対して、微細な Zr 粒子は破壊していない。このことは Zr 粒子寸法に依存して破壊強度が異なることを意味しており、微細な Zr 粒子は容易に破壊することなく荷重を有効に負担すると考えられる。Fig.5-15 に見られたように、Zr 粒子の添加によって強度は上昇したが、Zr 粒子の添加量の増加に伴う曲げ強さの顕著な増加は見られなかった。これは添加量の増加に伴って粗大な粒子の絶対的な量も増加し、それらが早期に脆性的に破壊するためと考えられる。

現在一般に汎用されている AZ31 展伸材、AZ91 鋳造材および AM60 鋳造材と比較して、Mg75-Zr45 押出材の曲げ強さは 20%程度高くなった。さらに、制振合金の MCM および K1A 鋳造材と比べると、それぞれ 234%および 78%増加した。これらの結果から、微細な Mg 粉末と Zr 粉末を用いた押出材は、構造・機能材料として期待できることがわかる。

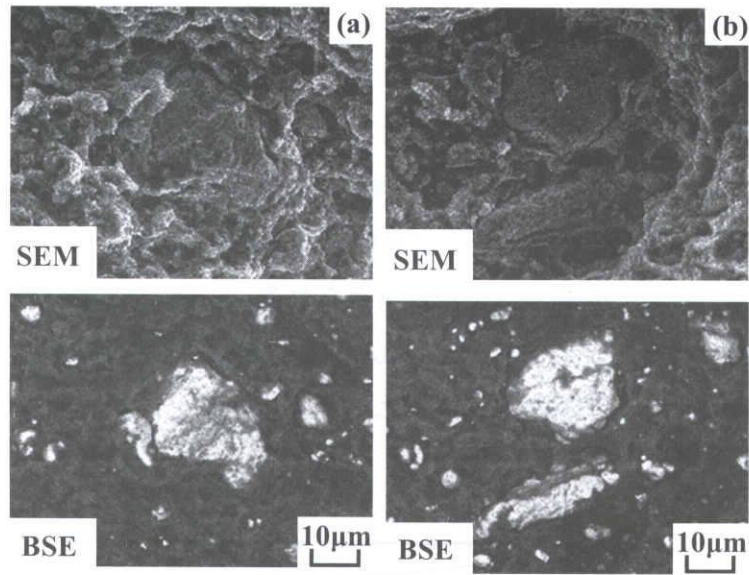


Fig.5-17 Magnified view of Zr particles: (a) Mg75-10mass%Zr45, (b) Mg75-20mass% Zr45.

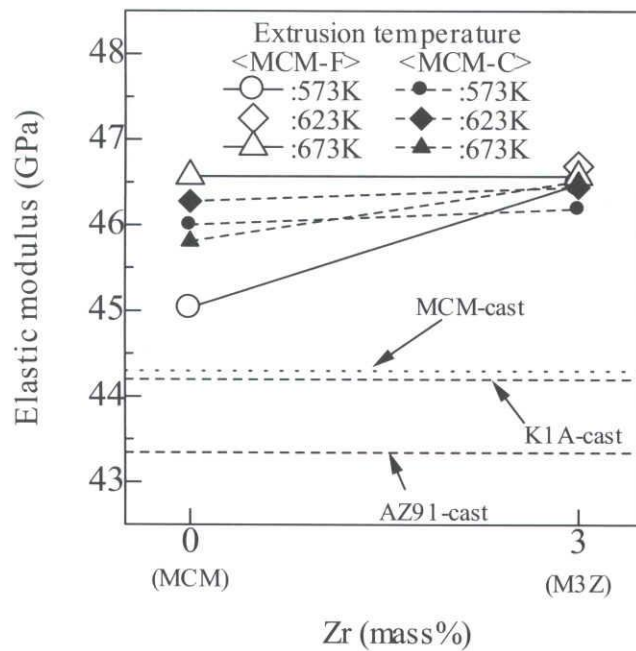


Fig.5-18 Elastic modulus of hot-extruded MCM-Zr alloys compared with conventional Mg cast alloys. Note that all hot-extruded MCM-Zr alloys exhibit higher elastic modulus than conventional cast alloys.

Fig.5-18 に MCM-Zr 系の弾性係数を示す。MCM-F 押出材の押出温度 573K の場合を除いて、弾性係数は粉末粒径や Zr の添加に依存せず、ほぼ同程度と考えられる。しかし、全ての押出材の弾性係数は AZ91, K1A および MCM 鋳造材の弾性係数よりも高く、粉末を用いた熱間押出加工の優位性が確認される。

Fig.5-19 に MCM および M3Z 押出材の曲げ強さを示す。MCM-F および M3Z-F 押出材では、押出温度が低いほど曲げ強さは高い傾向を示す。これは Fig.5-7 および Fig.5-8 に示したように、組織の微細化によると考えられる。一方、MCM-C および M3Z-C 押出材の場合、押出温度による差異はほとんど認められない。本研究で採用した押出温度による組織の粗大化への影響が相対的に小さかったことが原因として考えられる。

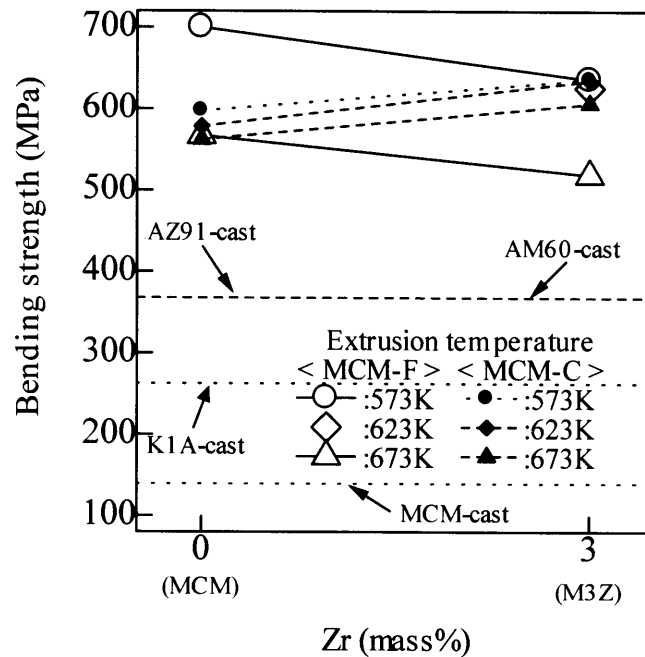
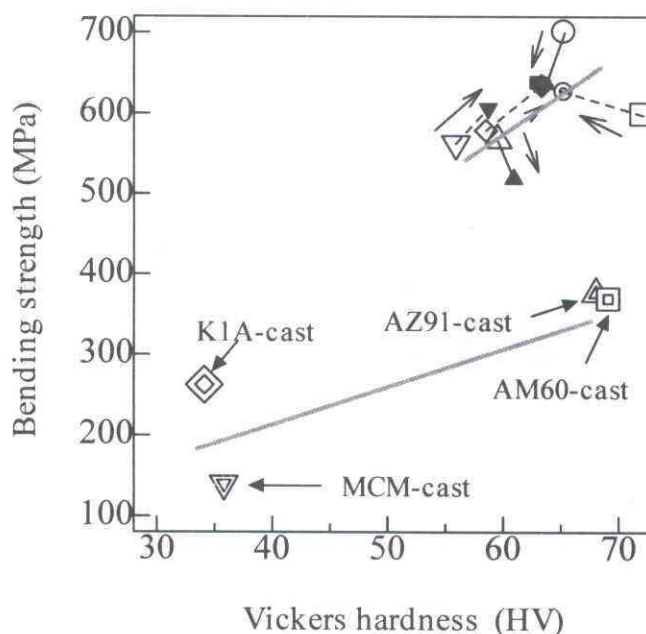


Fig.5-19 Bending strength for hot-extruded MCM-Zr alloys compared with conventional Mg cast alloys.

Zr 粉末の添加について、MCM-F および M3Z-F 押出材を比較すると、M3Z-F 押出材のほうが曲げ強さは低く、Zr 粉末添加による曲げ強さの改善は図れない。しかし、MCM-C および M3Z-C 押出材の場合、M3Z-C 押出材のほうが曲げ強さは高く、Zr 粉末添加によって曲げ強さは増加する。これは前述したように、粗粒粉末の押出材の場合、微細粉末の押出材より押出温度による結晶粒の粗大化の影響が相対的に小さいことと、Zr 粉末周囲の結晶粒は加熱・加工されても顕著な粗大化を生じないことなどに起因す

ると考えられる。さらに、M3Z-F 押出材の場合、Zr 粉末が MCM マトリックスの結晶粒径に比べてきわめて大きいため、Zr 粒子が破壊起点になり易いと考えられるのに対して、M3Z-C 押出材の場合、Zr 粒子と同等の結晶粒が多数存在するため、Zr 粉末自身が破壊起点とならず、Zr 粒子近傍における結晶粒微細化の効果が曲げ強さの向上に寄与したと考えられる。

ところで、MCM および M3Z 押出材は、MCM 鋳造材と比べて約 4 倍、K1A、AZ91 や AM60 鋳造材と比べて 1.5~2 倍以上の曲げ強さの向上を示すことは注目に値する。これらも粉末の利用と熱間押出加工による結晶粒微細化の効果であると考えられる。このことを明瞭に示すために、各加工温度における MCM および M3Z 押出材と既存 Mg 合金鋳造材における曲げ強さと硬さの関係を Fig.5-20 に示す。一般に、材料の引張強さと硬さは相関があることが知られている。ここでは曲げ強さであるが、既存の各 Mg 合金鋳造材と本章の押出材では、曲げ強さと硬さの関係が同一直線とはならないことがわかる。さらに、本章の押出材のほうが、既存の Mg 合金鋳造材の場合と同等の硬さに対して曲げ強さが高いことがわかる。



Zr(mass%)	MCM-F			MCM-C		
	573K	623K	673K	573K	623K	673K
0	○	-	△	●	◆	▲
3	□	◇	▽	■	◎	▼

Fig.5-20 Relationship between bending strength and Vickers hardness for hot-extruded MCM-Zr alloys and conventional Mg cast alloys.

5. 3. 4 押出材の内部摩擦

Mg-Zr 系について、Fig.5-21 に押出材の内部摩擦と Zr 粉末添加量の関係を示す。内部摩擦は物体内部におけるエネルギーの消耗であり、その値が高い場合、物体（材料）自身の制振性が高いことを意味する^{(25), (26), (38)}。Mg150-Zr150 押出材の場合、Zr 添加量の増加に伴って内部摩擦は増加するが、増加の程度は小さい。一方、Mg75-Zr45 押出材の場合、3mass%以上の Zr 粉末添加によって内部摩擦は大きく向上するが、10mass%以上の添加では飽和する傾向を示す。また、既存合金 AZ91 鋳造材や制振合金 MCM および K1A 鋳造材と比較しても、Mg75-Zr45 押出材の内部摩擦はきわめて高い。以上のような内部摩擦の増加もまた、原料を微細な粉末としたことと結晶粒の微細化に起因すると考えられる。また、マトリックス中の Zr 粒子の均一分散状態および界面の状態や結合力も内部摩擦に影響を及ぼしていると考えられる。

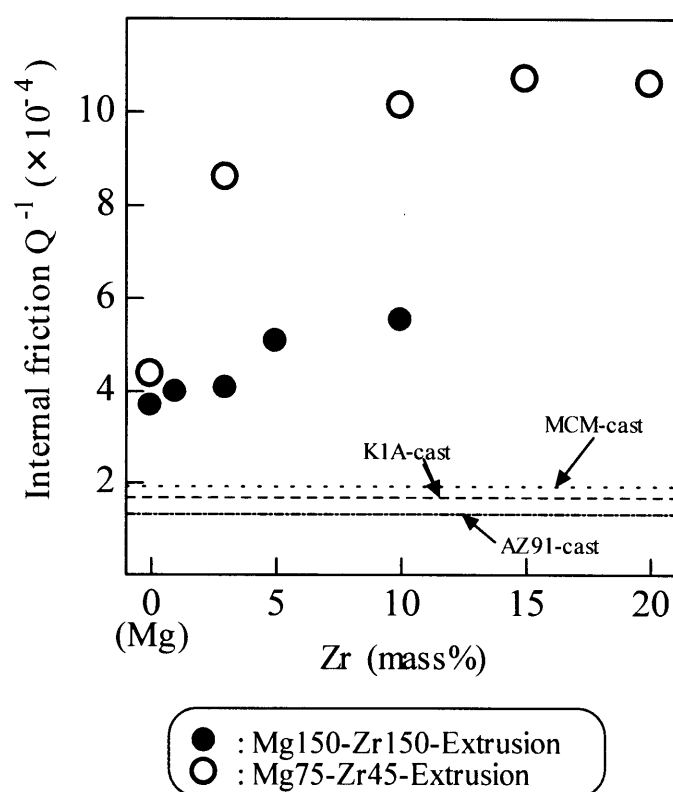


Fig.5-21 Internal friction as a function of Zr content in hot-extruded Mg-Zr alloys compared with conventional Mg cast alloys.

また MCM-Zr 系について、Fig.5-22 に各押出温度における MCM および M3Z 押出材の内部摩擦を示す。MCM-F 押出材では、前述した弾性係数 (Fig.5-14) と同様に、押出温度 573K よりも 673K のほうが高い内部摩擦を示している。微細粉末である MCM-F と M3Z-F 押出材を比較した場合、押出温度に関係なく Zr 粉末添加により内部摩擦は低下する傾向を示す。一方粗粉末の場合、MCM-C 押出材の内部摩擦は加工温度 623K, 573K, 673K の順に高く、M3Z-C 押出材は MCM-C 押出材とは逆に、加工温度が 673K, 573K, 623K の順に高い内部摩擦を示す。また、MCM 合金粉末への Zr 粉末添加による影響については、前述した曲げ強さの傾向と同様に、微細粉末の場合 (MCM-F および M3Z-F 押出材)、内部摩擦の向上は見られない。しかし粗粉末の場合 (MCM-C および M3Z-C 押出材)、Zr 粉末添加によって内部摩擦が増加する傾向がある。内部摩擦は結晶の転位および空孔、粒界や界面等の状態変化に起因する。Mg 合金の場合、内部摩擦構造として転位型や双晶型が指摘されており^{(25),(38),(39)}、これらに対する Zr 粉末添加の何らかの影響が考えられるが、現時点では詳細は不明である。今後、さらに合金粉末粒径、Zr 粉末粒径および結晶粒径との関係について検討することが必要である。

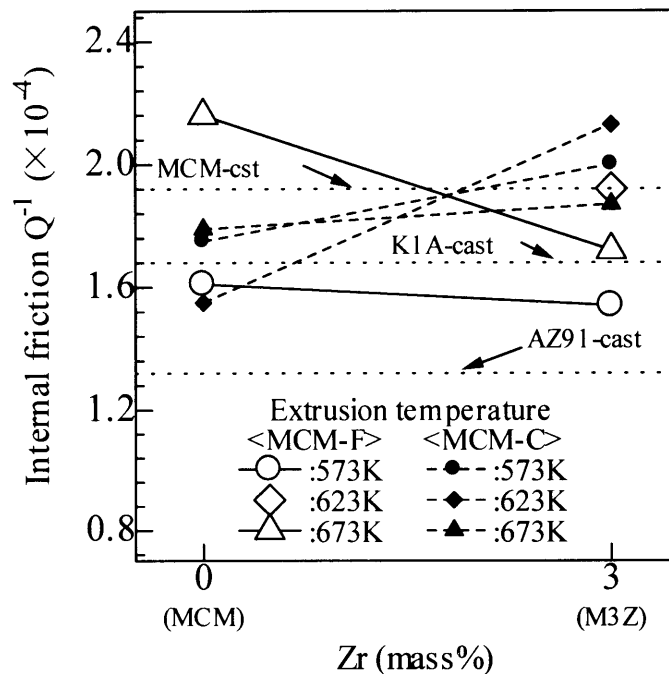
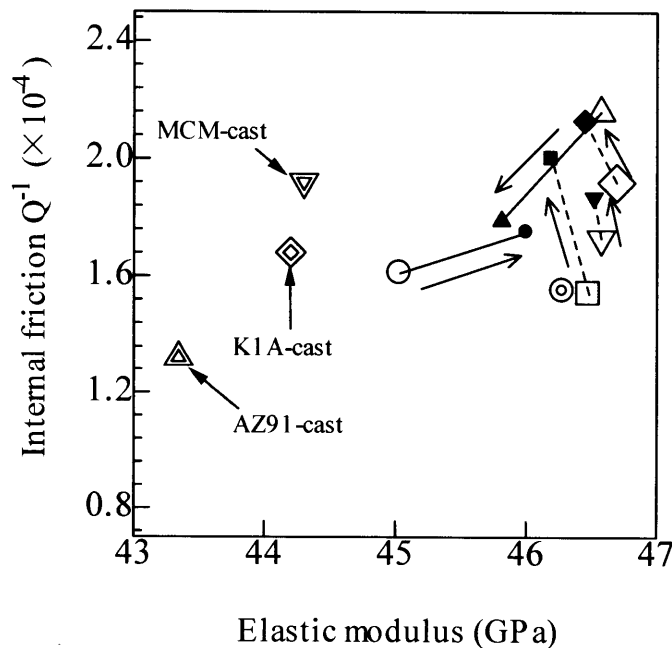


Fig.5-22 Internal friction of hot-extruded MCM-Zr alloys compared with conventional Mg cast alloys.

MCM および M3Z 押出材の内部摩擦は AZ91 鋳造材よりも高い。しかし、MCM 鋳造材および K1A 鋳造材の内部摩擦と比較した場合、MCM-F および M3Z-C 押出材の押出温度 673K と 623K を除いて、それらよりも低い内部摩擦を示し、MCM 合金の機能性である制振性の向上は必ずしも達成されたとは言えない。しかし Fig.5-23 に示すように、押出材の内部摩擦は既存の制振 Mg 合金鋳造材と同程度であるが、弾性係数は MCM 合金鋳造材を含む全ての Mg 合金鋳造材よりかなり大きく、本章の押出材の優位性が伺える。

なお、本章の自由共振法^{(31), (32)}による内部摩擦の測定では、非接触の電気クーロン力により試料を振動（加振）し、音波（振動数）を用いて検出している。そのため、共振する試料のひずみ量は計測できないため、試料形状および駆動力を一定にして測定を行った。しかし、各試料における実際のひずみ量は異なっている可能性がある。また、駆動力も弱いため試料のひずみ量はかなり小さいと考えられる。今後、試験片のひずみ量と内部摩擦の関係について把握する必要がある。



Zr(mass%)	MCM-F			MCM-C		
	573K	623K	673K	573K	623K	673K
0	○	-	△	●	◆	▲
3	□	◇	▽	■	◎	▼

Fig.5-23 Relationship between internal friction and elastic modulus for hot-extruded MCM-Zr alloys and conventional Mg cast alloys.

最後に本章の結果から、粉末を用いた熱間押出加工法は鋳造法と比較して、制振性を低下させることなく、強度の向上を達成できることから、今後 Mg 合金の物理的・機械的特性の改善を目指した合金創製法として有効な一方法として提案できる。また、更なる強度の向上として、原料粉末粒径の微細化および粒度分布の管理を行うとともに、熱間押出加工条件である押出速度や押出ダイス出口温度などの影響に関する検討が必要である。

5. 4 結 言

本章では、まず、粉末粒径の異なる Mg 粉末と Zr 粉末を用いて、Mg-Zr 系複合材料を作製するとともに機械的特性の評価を行い、Zr 粉末添加量や原料粉末粒径の影響について検討した。次に、MCM 合金粉末を用いて熱間押出加工法を適用した加工を試みるとともに、Zr 添加の効果について検討した。得られた押出材について組織、機械的特性および内部摩擦を評価し、従来合金と比較、検討した。主な結論を要約すると以下の通りである。

◆Mg-Zr 系の場合

- (1) 原料粉末である Mg 粉末を微細化すれば、押出材の組織も微細化した。また、Mg 粉末と Zr 粉末の粉末粒径が小さいほど Zr 粒子の分散性が高くなった。
- (2) 粗粉末 Mg-Zr 押出材の硬さは Zr 添加量にかかわらず Mg 押出材と同程度であった。一方、微粉末 Mg-Zr 押出材の硬さは 10mass%以上の Zr 添加によって大きく上昇した。
- (3) 粗粉末 Mg-Zr 押出材の弾性係数は Zr 添加量にかかわらず Mg 押出材と同程度であったが、微粉末 Mg-Zr 押出材の弾性係数はほぼ複合則に従い、Zr 添加量の増加に伴って単調に増加した。
- (4) 粗粉末 Mg-Zr 押出材では、Zr 添加量にかかわらず曲げ強さの向上は見られず、却って Mg 押出材よりも低下する場合があった。それに対して、微粉末 Mg-Zr 押出材では、3mass%以上の Zr 添加によって曲げ強さは大きく上昇したが、添加量には依存しなかった。
- (5) 内部摩擦は Zr 添加量の増加に伴って増加したが、その絶対値や増加の程度は微粉末 Mg-Zr 押出材において顕著であった。
- (6) 微粉末 Mg-Zr 押出材は、一般に汎用されている A31 圧延材、AZ91 鋳造材、制振合金 MCM や K1A 鋳造材より高い弾性係数、曲げ強さおよび内部摩擦を示した。

◆MCM-Zr 系の場合

- (1) 押出材の組織は熱間押出温度に依存し、熱間押出温度の上昇に伴って結晶粒は粗大化したが、Zr 粉末を添加した場合、Zr 粒子周辺で結晶粒の微細化が生じた。
- (2) 押出材の硬さは熱間押出温度の上昇に伴って低下した。汎用の AZ91 鋳造材や AM60 鋳造材よりもやや低い硬さを示したが、制振合金 MCM 鋳造材や K1A 鋳造材よ

りもかなり高い硬さを示した。

(3) すべての押出材の曲げ強さは、熱間押出温度の上昇に伴って低下したが、上記鑄造材よりは大きく増加した。

(4) 押出材の弾性係数は、熱間押出温度や Zr 粉末添加にかかわらずほぼ同程度であった。

(5) 熱間押出温度にかかわらず、押出材の内部摩擦は制振合金 MCM 鑄造材や K1A 鑄造材とほぼ同程度であったが、AZ91 鑄造材よりかなり高かった。また、粗粉末へ Zr 粉末を添加した場合、わずかに内部摩擦の向上が見られた。

第6章 Mg_2Si 分散マグネシウム合金の 疲労挙動

6. 1 緒 言

今後、構造部材として応用が期待される Mg 合金として、圧延や押出などの塑性加工を利用した展伸合金、および新たに開発される高機能・高性能合金が挙げられる。塑性加工を用いると、鋳造法やダイカストなどによる材料とは異なり、製造に起因する欠陥が存在せず、かつ結晶粒微細化による高強度化が期待できる。一方、材料開発・創製においては、組成配合を容易に調整できる粉末を原料とした方法が注目され、塑性加工を用いた結晶粒微細化や粉末を溶融しない固相状態における析出反応を利用した高強度 Mg 合金の開発も試みられている^{(1)-(3), (6), (40)-(46)}。

前章では、粉末押出加工法による Mg-Zr および MCM-Zr 複合材料の創製と機械的特性について検討した。最近、固相合成法によって Mg_2Si を Mg 合金中に分散させた Mg_2Si 分散 Mg 合金が開発されている⁽⁴⁷⁾⁻⁽⁵¹⁾。 Mg_2Si は Mg よりも剛性、硬さおよび耐食性に優れ、かつ低膨張率を有する⁽⁵⁰⁾ ことから、 Mg_2Si 分散 Mg 合金は従来の Mg 合金に勝る軽量構造材料として期待されている。しかし、 Mg_2Si 分散 Mg 合金は、新しい合金であるため、その強度信頼特性、とりわけ構造材料として評価が不可欠な疲労挙動についてはほとんど知られていない。

そこで本章では、原料粉末である AZ31 合金粉末と SiO_2 粉末を固相合成後、押出加工された Mg_2Si 分散 Mg 合金の基礎的な疲労挙動を把握することを目的として、合金粉末粒径の異なる 2 種類の Mg_2Si 分散 Mg 合金平滑試験片を用いて回転曲げ疲労試験を行い、疲労強度を評価するとともに破壊機構について検討する。また、その結果に基づいて、AZ31 合金粉末に Mg_2Si 粒子を強化材として直接添加した Mg_2Si 粒子強化 Mg 合金基複合材料の疲労強度についても述べる。

6. 2 実験方法

6. 2. 1 Mg₂Si 分散 Mg 合金の製法

本研究で用いた Mg₂Si 分散 Mg 合金の製法を以下に簡潔に記述する。

まず、Mg 合金粉末に SiO₂ 粉末とオレイン酸を振動ミルによって攪拌、混合する。なお、オレイン酸は Mg 合金粉末表面に SiO₂ 粉末を付着させるための助剤として用いている。次に、ミリング粉末を冷間で圧粉、固化後、673K に加熱することによってオレイン酸を脱脂し、753K で固相合成により Mg₂Si を生成させる。続いて、押出比 2.5 の一次押出加工によりピレットを作製する。その後さらに、同一温度で押出加工を行い直径 24mm の押出材を得る。なお、押出比は 39 である。

6. 2. 2 材料

Mg 合金粉末として、AZ31 合金粉末の細粒と粗粒の 2 種類を用いた。粉末粒径は細粒では 0.1~0.5mm、粗粒では 0.5~2mm である。これらの AZ31 合金粉末に 5mass%SiO₂ 粉末（粒径：10~20 μ m）と 0.5mass%オレイン酸を秤量して、粉末調整した。その後、前節で記述した方法により Mg₂Si 分散 Mg 合金を製造した。以後、細粒粉末を用いた材料を Mg₂Si-F 材、粗粒粉末を用いた材料を Mg₂Si-C 材と記すことにする。また、比較材として市販の AZ31 押出材（押出比：35）を用いた。その化学成分（mass%）は、Al: 3.0, Zn: 1.0, Mn: 1.0, Si: 0.1, Cu: 0.05, Ca: 0.04, Fe: 0.005, Ni: 0.005 である。

6. 2. 3 試験方法

組織観察には走査型電子顕微鏡（SEM）を用い、組織の同定には X 線回折装置（XRD）およびエネルギー分散型 X 線分析装置（EDS）を用いた。

機械的性質を評価するために、Fig.6-1 に示す直径 8mm、標点距離 64mm の試験片を用いて引張試験を行った。

疲労試験には容量 98Nm の小野式回転曲げ疲労試験機を用い、繰返し速度 $f=50$ Hz、室温大気中で実験を行った。疲労試験片の形状寸法を Fig.6-2 に示す。試験片は直径 8mm、平行部 10mm の平滑試験片である。エメリー紙により 2000 番まで順次研磨したのち、さらにバフ研磨を施し実験に供した。

き裂発生および微小き裂成長の観察にはレプリカ法を、き裂長さの測定およびき裂成長経路の観察にはレーザー顕微鏡を用いた。また破面観察には SEM を用いた。

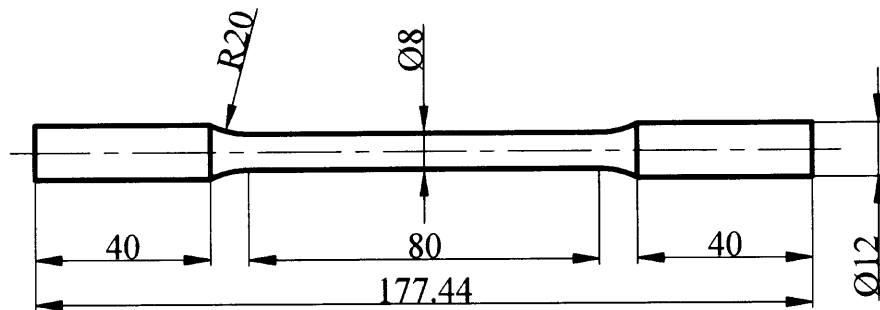


Fig.6-1 Configuration of tensile specimen.

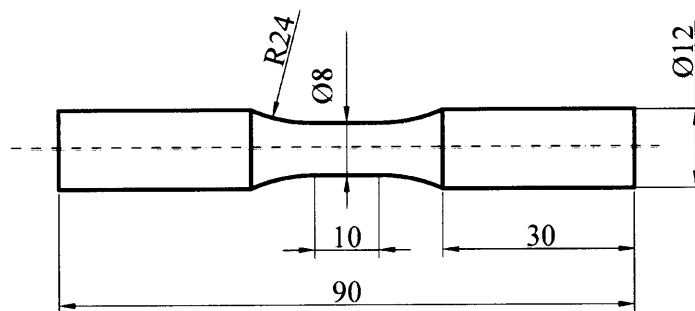


Fig.6-2 Configuration of fatigue specimen.

6. 3 実験結果および考察

6. 3. 1 組織評価

6. 3. 1. 1 生成粒子の同定

一例として、Fig.6-3 に Mg_2Si -C 材の断面組織に対する XRD 分析結果を示す。図から明らかなように、 Mg_2Si の強いピークが検出されている。また、その他に MgO の弱いピークが見られ、 SiO_2 のピークはほとんど検出されていない。この分析結果から、 $4\text{Mg}+\text{SiO}_2 \rightarrow \text{Mg}_2\text{Si}+2\text{MgO}$ の反応にしたがって、 Mg_2Si と MgO が生成されていると考えられる。なお、 Mg_2Si -F 材の結果もほぼ同様であった。

Mg_2Si -F 材および Mg_2Si -C 材のエッチング後の組織をそれぞれ Fig.6-4 および Fig.6-5 に示す。(a)は押出方向に垂直な断面（横断面）、(b)は平行な断面（縦断面）である。後述するように黒い部分が生成した粒子であり、横断面および縦断面ともに、ほぼ等軸結晶粒の母地組織中にそれらが分散した組織である。しかし、縦断面では粒子が押出加工によって押出方向に引き伸ばされている。なお、横断面の母地組織の平均結晶粒径は、 Mg_2Si -F 材では $13.1\mu\text{m}$ 、 Mg_2Si -C 材では $12.4\mu\text{m}$ である。一方、比較材の AZ31 押出材は等軸の結晶粒組織であり、平均結晶粒径は $15.9\mu\text{m}$ であった。

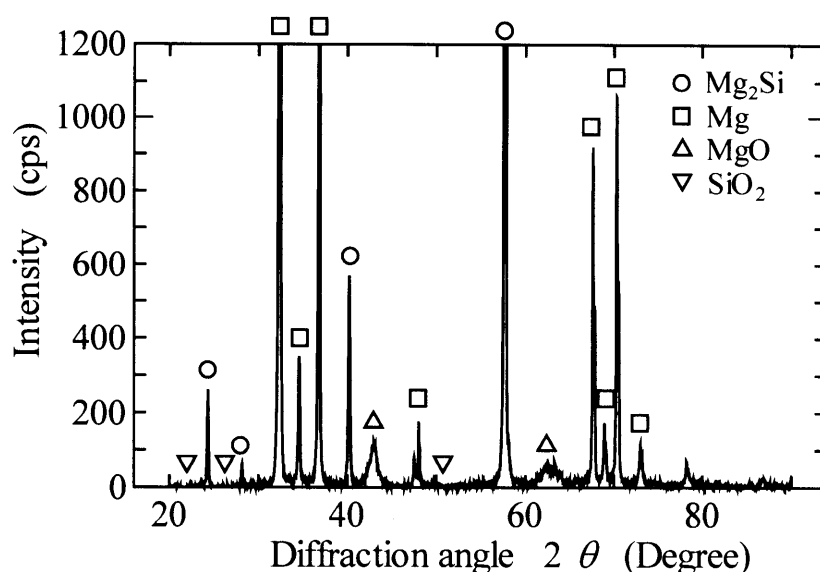


Fig.6-3 An example of XRD pattern for Mg_2Si -dispersed Mg alloy (Mg_2Si -C).

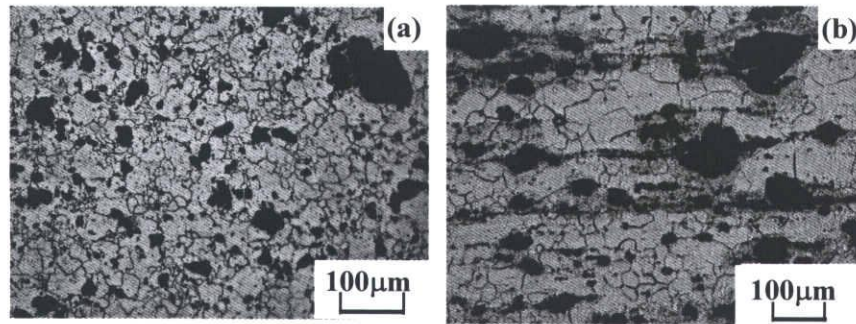


Fig.6-4 Microstructures for Mg_2Si -F: (a) cross section, (b) longitudinal section.

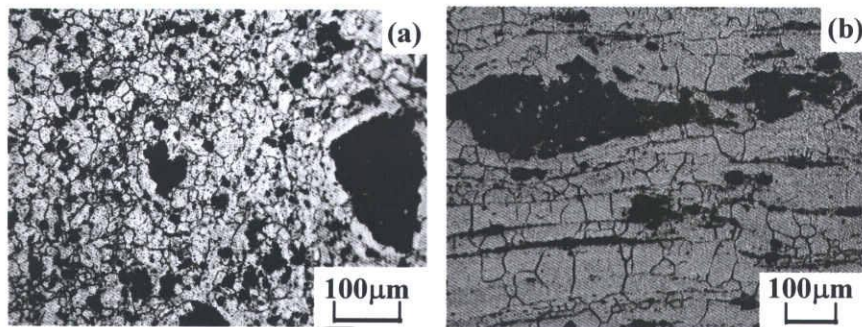


Fig.6-5 Microstructures for Mg_2Si -C: (a) cross section, (b) longitudinal section.

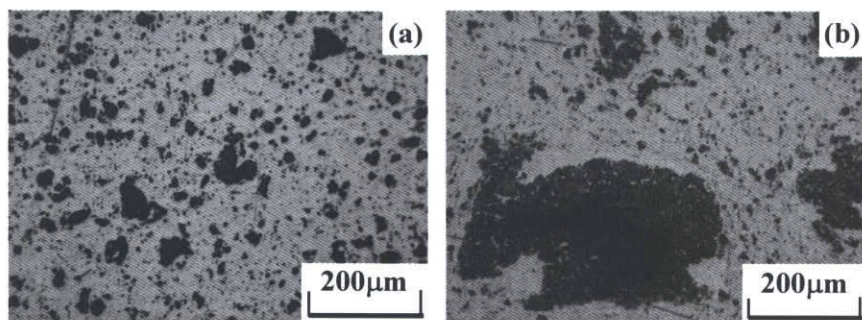


Fig.6-6 Micrographs showing distribution of Mg_2Si particles: (a) Mg_2Si -F, (b) Mg_2Si -C.

Fig.6-6 に研磨のままで観察した生成粒子の分布状況を示す。Mg₂Si-F 材ではやや粗大な粒子も見られるが、粒子は比較的均一に分布しているのに対して、Mg₂Si-C 材ではきわめて粗大な粒子が存在している。Fig.6-6(b)における粗大な粒子の中心部分が周囲よりも一層黒く見えるが、これはレーザ顕微鏡による観察からその部分が凹んでいるためであることがわかった。そこで高倍率の EDS 分析を行った。その結果を Fig.6-7 に示す。SEM 写真からわかるように、中心部分は粒状となっており、粒子間に隙間が見られる。このことから粒子同士の結合は弱く、表面の研磨の過程でその大部分が脱落したために凹んでいたと考えられる。また Fig.6-7(c), (d)に見られるように、O と Si が広範囲に検出され、かつ両者が同一箇所強く検出されている部分もあることから、粗大な粒子の中心部分には MgO、または未反応の SiO₂ が存在していると考えられる。以上のように、本 Mg₂Si 分散 Mg 合金では Mg₂Si の他に MgO や粗大粒子中には SiO₂ も存在するが、組織写真中に見られる粒子（黒い部分）を以後 Mg₂Si 粒子と呼ぶことにする。

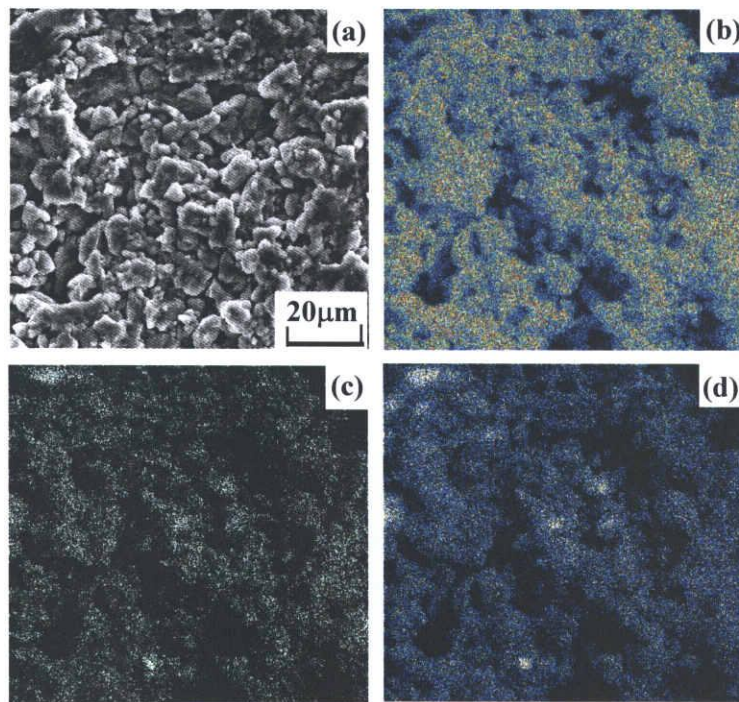


Fig.6-7 Magnified EDS analysis for a large particle formed in Mg₂Si-C: (a) SEM image, (b) Mg, (c) O, (d) Si.

6. 3. 1. 2 Mg_2Si 粒子寸法の分布

前節の結果から、両材料間で Mg_2Si 粒子寸法に差が見られたのでその分布を調べた。結果を Fig.6-8 に示す。図から明らかなように、両材料間で一見分布にはほとんど相違がないように見えるが、 Mg_2Si -C 材では $55\mu m$ 以上の頻度が高いことに注目すべきである。そこで、さらに Mg_2Si 粒子寸法の極値統計解析を行った。結果を Fig.6-9

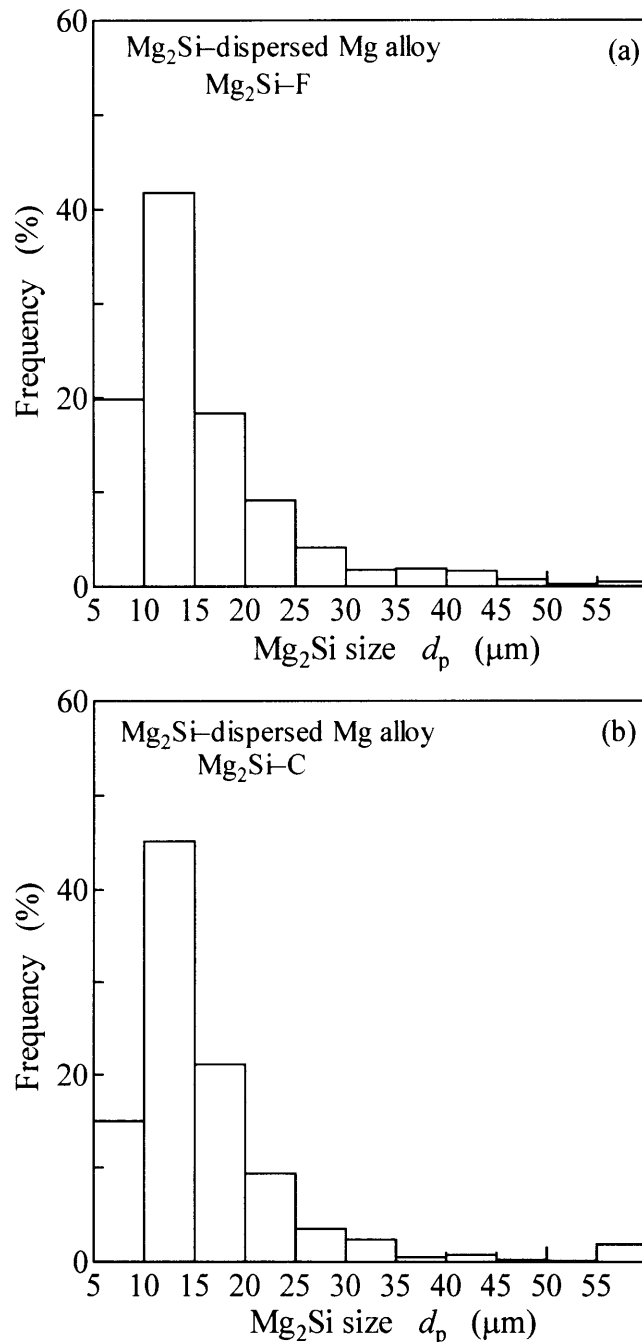


Fig.6-8 Distributions of Mg_2Si size: (a) Mg_2Si -F, (b) Mg_2Si -C.

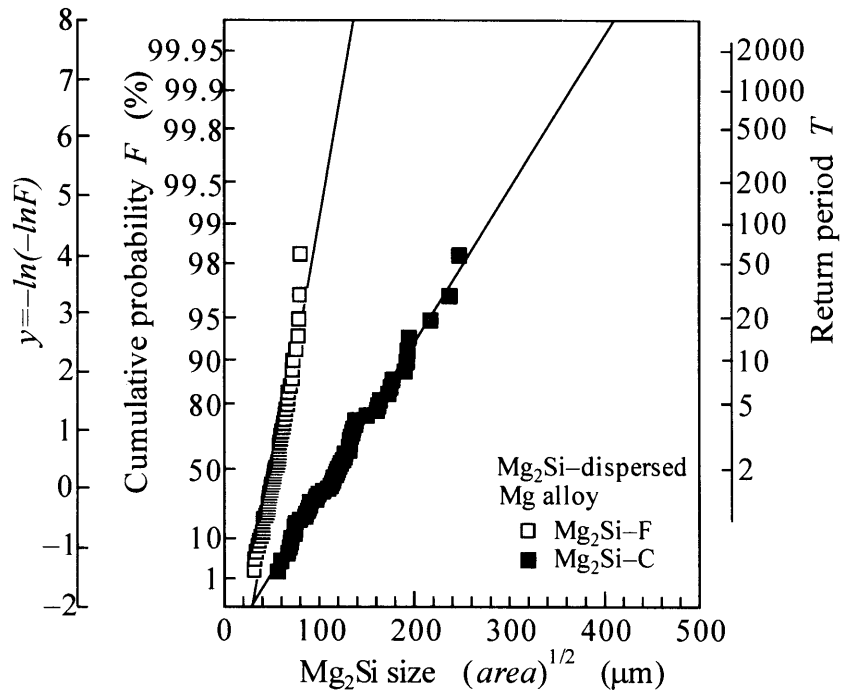


Fig.6-9 Extreme value distribution of Mg₂Si size.

に示す。Mg₂Si-C材のほうが寸法の大きい側に分布しており、その範囲はMg₂Si-F材では32~82μmであるのに対して、Mg₂Si-C材では56~248μmである。このように、粗粒粉末を用いた場合、より粗大なMg₂Si粒子が多く生成されることがわかる。

以上の結果から、原料合金粉末として微細な粉末を用いれば、粗大なMg₂Si粒子の生成は抑制され、より均一な分散が得られることがわかる。

6. 3. 2 機械的性質

引張試験結果をビッカース硬さとともに Table 6-1 に示す。 Mg_2Si 分散 Mg 合金の場合、耐力はほぼ同程度であるが、引張強さ、伸びおよび絞りはいずれも Mg_2Si -F 材のほうが Mg_2Si -C 材よりもやや高く、粉末粒径の影響が見られる。しかし、AZ31 押出材と比較すると、両 Mg_2Si 分散 Mg 合金の引張強さ、伸びおよび絞りは低い。こうした相違は、前述したように強化粒子である Mg_2Si 粒子の寸法や分散状態に起因すると考えられる。なお、 Mg_2Si 分散 Mg 合金のビッカース硬さ HV は AZ31 押出材よりも大きい。これは母地よりも硬い微細な Mg_2Si 粒子の分散によるものである。

Table 6-1 Mechanical properties of Mg_2Si -dispersed Mg alloys.

Material	0.2% proof stress		Tensile strength	Elongation	Reduction of area	Vickers hardness
	$\sigma_{0.2}$ (MPa)	σ_B (MPa)	σ_B (MPa)	ϕ (%)	ψ (%)	HV
Mg_2Si -F	187	256	256	3.5	4.8	70
Mg_2Si -C	186	245	245	2.6	4.2	66
Extruded-AZ31	—	274	274	15	31	53

6. 3. 3 疲労挙動

6. 3. 3. 1 疲労強度

Fig.6-10 に $S-N$ 線図を示す. (a)は応力振幅 σ , (b)は疲労比 (σ/σ_B) で表したものである. Fig.6-10(a)から明らかなように, いずれの Mg_2Si 分散 Mg 合金の疲労強度も比較材料の AZ31 押出材よりも低下し, 低下の程度は粉末粒径の大きい Mg_2Si-C 材において顕著である. このように, Mg_2Si 分散 Mg 合金の疲労強度には粉末粒径の影響が明瞭に現れる. なお, 繰返し数 $N=10^7$ 回の疲労強度は, Mg_2Si-F 材では 80MPa, Mg_2Si-C 材では 40MPa, AZ31 押出材では 100MPa である. $N=10^7$ 回で非

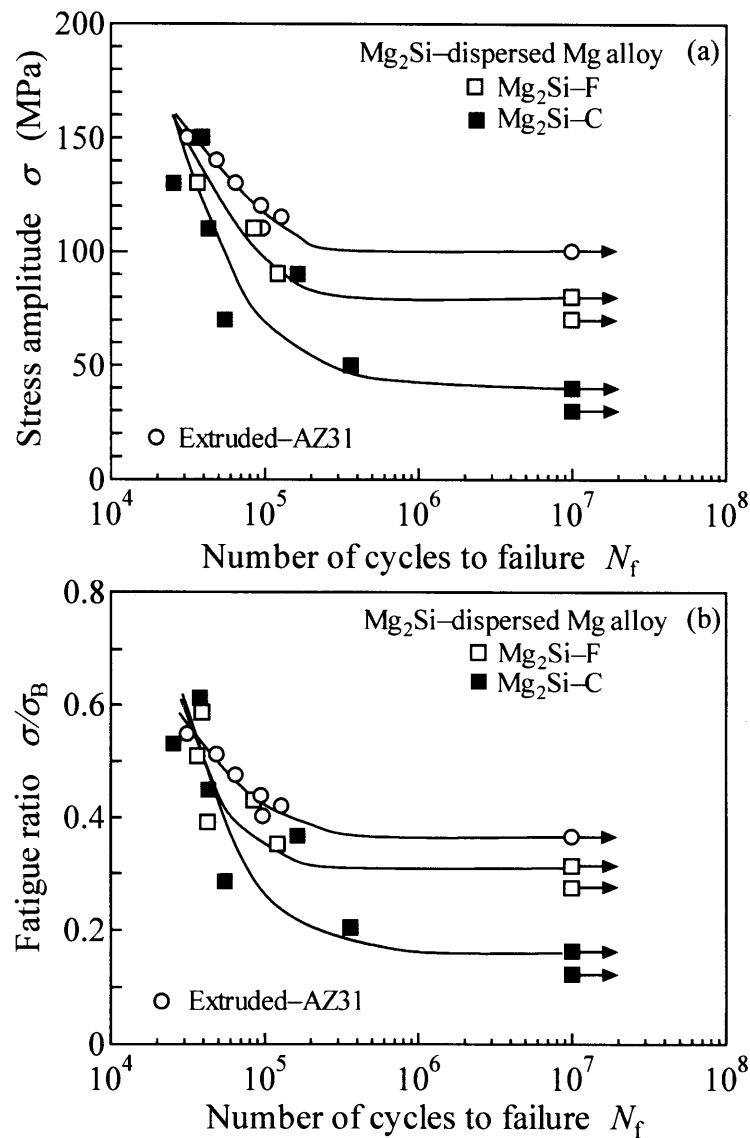


Fig.6-10 $S-N$ diagrams characterized in terms of (a) stress amplitude, (b) fatigue ratio.

破壊の試験片で観察された停留き裂の例を Fig.6-11 に示す. いずれも比較的粗大な Mg₂Si 粒子からき裂が発生し, それらを貫通した後停留している.

疲労強度を疲労比で表しても, Fig.6-10(b)に見られるように Mg₂Si-F 材の疲労強度は Mg₂Si-C 材よりも高く, また両材料とも AZ31 押出材よりも低い. $N=10^7$ 回の疲労比は, AZ31 押出材では 36%であるのに対して, Mg₂Si-F 材では 31%, Mg₂Si-C 材では 16%である.

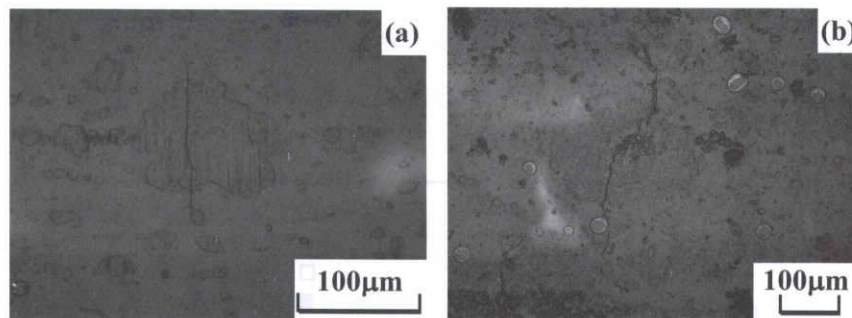


Fig.6-11 SEM micrographs showing non-propagating cracks: (a) Mg₂Si-F ($\sigma=80\text{MPa}$, $2c=140\mu\text{m}$), (b) Mg₂Si-C ($\sigma=30\text{MPa}$, $2c=406\mu\text{m}$). The specimen axis is the horizontal direction.

6. 3. 3. 2 疲労き裂発生

レプリカ法によって試験片表面で観察されたき裂発生様相の例を Fig.6-12 に示す. 図から明らかなように, 両材料とも停留き裂の場合と同様に, き裂は例外なく粗大な Mg₂Si 粒子から発生した. すなわち, 強化粒子として期待された Mg₂Si 粒子がき裂発生起点となっている.

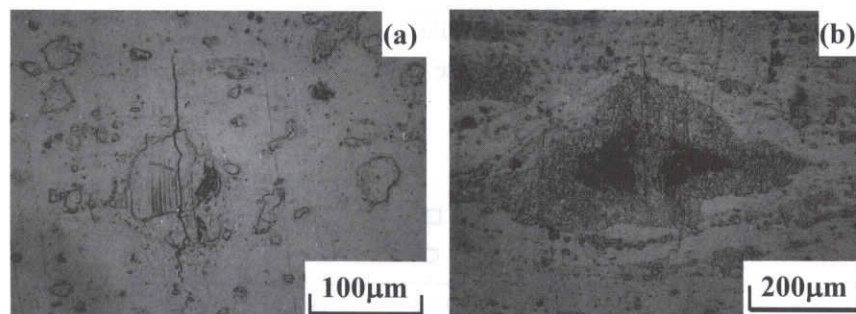


Fig.6-12 SEM micrographs showing fatigue crack initiation from Mg₂Si particle: (a) Mg₂Si-F, (b) Mg₂Si-C. The specimen axis is the horizontal direction.

6. 3. 3. 3 微小き裂成長挙動

Fig.6-13 に表面のき裂全長 $2c$ と N および繰返し数比 N/N_f (N_f : 疲労寿命) の関係を示す. 注目すべき点は, Mg_2Si 分散 Mg 合金の場合, 粉末粒径にかかわらずき裂は負荷直後のきわめて早期に発生することである. これは前述したように, Mg_2Si 粒子からき裂が発生するためである. また AZ31 押出材と比較すると, 絶対的にも相対的にもき裂発生は早い. したがって, このようなき裂発生挙動が, Fig.6-10 で見られた Mg_2Si 分散 Mg 合金の低い疲労強度の一因であると考えられる. なお, Fig.6-13 の応力の場合, いずれの材料においても主き裂は他のき裂と合体して成長した (図中, 矢印). しかし, その頻度は低いので, 疲労寿命に及ぼす合体の影響は小さいと考えられる.

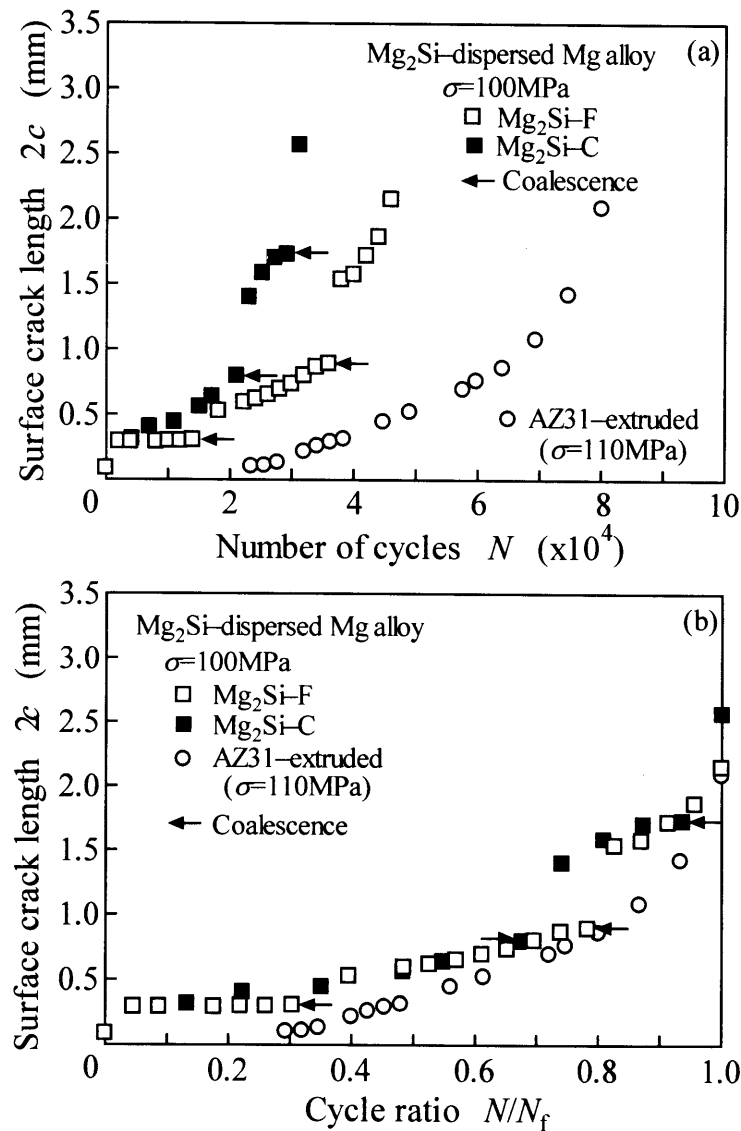


Fig.6-13 Surface crack length as a function of (a) number of cycles, (b) cycle ratio.

微小き裂の成長速度 da/dN と最大応力拡大係数 K_{max} の関係を Fig.6-14 に示す。ここで、き裂深さ a と K_{max} をアスペクト比 $a/c=1$ を仮定して求めている。 Mg_2Si 分散 Mg 合金の場合、両材料の da/dN - K_{max} 関係には顕著な相違は見られないが、低 K_{max} 、すなわちき裂寸法の小さい領域では Mg_2Si -F 材の成長速度は Mg_2Si -C 材や比較材の AZ31 押出材よりも遅い。これは Mg_2Si -F 材のき裂発生起点となった Mg_2Si 粒子が小さく、また寸法の小さい Mg_2Si 粒子が比較的均一に分布しているため、それらによる一時的な停留効果によるものと考えられる。しかしその領域を除けば、両 Mg_2Si 分散 Mg 合金の結果は AZ31 押出材よりもやや高速度側にあり、低いき裂成長抵抗を示している。なお、 Mg_2Si 分散 Mg 合金の弾性係数は、母地の Mg 合金よりも高い剛性の Mg_2Si 粒子の分散によって、比較材の AZ31 押出材よりも約 25%程度高い。この弾性係数の相違を考慮すると、両 Mg_2Si 分散 Mg 合金と AZ31 押出材のき裂成長抵抗の相違はさらに大きくなる。

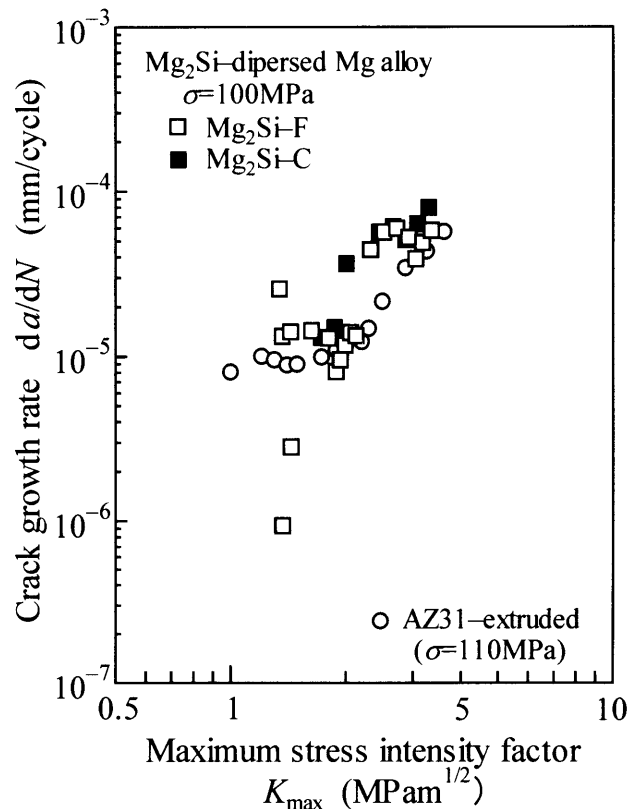


Fig.6-14 Relationship between crack growth rate and maximum stress intensity factor.

一例として、試験片表面における Mg_2Si -F 材のき裂成長様相を Fig.6-15 に示す。 Mg_2Si 粒子寸法が小さい場合、き裂は Mg_2Si 粒子を迂回、またはそれらと母地の界面を成長する傾向があり、寸法が大きい場合、粒子を割って成長している。この傾向は Mg_2Si -C 材でも同様であった。この観察結果から、 Mg_2Si 分散 Mg 合金の低いき裂成長抵抗は、 Mg_2Si 粒子と母地との界面や粒子自体への選択的かつ優先的成長がき裂成長を助長するためと考えられる。



Fig.6-15 An example of small crack growth path (Mg_2Si -F, $\sigma=100MPa$).

以上のき裂発生および微小き裂成長挙動の観察結果から、AZ31 押出材よりも Mg_2Si 分散 Mg 合金の疲労強度が低いのは、 Mg_2Si 粒子の存在が却って早期のき裂発生に導くことと、それに続く微小き裂成長抵抗を減ずるためである。また、 Mg_2Si -F 材と Mg_2Si -C 材の疲労強度の相違はき裂発生起点となった Mg_2Si 粒子寸法（初期欠陥寸法）に起因しており、その寸法の大きい Mg_2Si -C 材ではき裂の発生が一層容易となり、またその後のき裂成長寿命も短くなったと考えられる。なお、高応力では両材料間の疲労強度にほとんど相違が見られないが、これは多数の Mg_2Si 粒子からき裂が発生、成長、合体するから、粒子寸法の影響が顕著に現れないためであると考えられる。

6. 3. 4 疲労強度向上のための材質改善

Fig.6-11 および Fig.6-12 に示したように、粗大な Mg_2Si 粒子は例外なくき裂発生起点となった。この原因として以下の二つが考えられる。第一に、 Mg_2Si 粒子が母地の Mg 合金よりも高剛性・高硬度であるため、粗大粒子は負荷によって脆性的に割れること、第二に、非常に粗大な粒子の場合（約 $200\mu m$ 以上）、未反応の結合の弱い中心部分が研磨の過程で脱落するか、または空洞として作用する（Fig.6-6, Fig.6-7）ことに起因する応力集中である。したがって、まず微細な Mg_2Si 粒子を生成させることが肝要である。生成した Mg_2Si 粒子の寸法や分布状態には、明らかに Mg 合金粉末の寸法の影響

響が認められ、粉末粒径の小さいほうが優れていた。Mg 合金の場合、粉末の取り扱いには注意を要するが、可能な限り小さい粉末を用いることによって、さらに改善は可能であると考えられる。

微小き裂の成長過程においても、粗大な Mg_2Si 粒子や粒子と母地との界面はき裂の優先的な経路となるから、粒子の微細化とともに界面特性の改善も必要であると考えられる。それによって初期の微小き裂成長が粒子を迂回、または一時的に停留することを通じて、成長抵抗の向上に繋がると考えられる。実際、 Mg_2Si -F 材ではそのような挙動が観察されている。

以上のことから、一般に知られているように硬質の第二相粒子を添加した複合材料では、それらを微細かつ均一に分散させることが重要であるのと同じように、本 Mg_2Si 分散 Mg 合金においてもそのための組織制御が不可欠である。その結果として、従来合金を上回る強度特性を得ることが可能であると考えられる。そのような製造プロセスの改善が今後の課題である。

6. 3. 5 Mg_2Si 粒子強化 Mg 合金基複合材料の疲労強度

前節までの Mg_2Si 分散 Mg 合金の創製は、母地となる Mg 合金粉末に SiO_2 粉末を分散させたミリング粉末を固相合成し、強化粒子となる Mg_2Si 粒子を生成する製造プロセスであった。しかし、この製造プロセスによる Mg_2Si 分散 Mg 合金の疲労強度は、比較材の AZ31 押出材よりも低下した。その原因として、母材合金粉末の粒径や助剤であるオレイン酸が Mg_2Si 粒子を凝集（クラスター）化することによる粗大な粒子の生成やオレイン酸の残存などが考えられた。そこで、それらに対する改善策として、微細な Mg_2Si 粒子を母材合金粉末に直接添加するとともに、押出温度を低温化することが挙げられる。以下では、このような観点に基づいて製造された Mg_2Si 粒子強化 Mg 合金基複合材料の疲労強度について示す。

微細な Mg_2Si 粒子（平均粒径：10 μ m）を直接母材 AZ31 合金粉末（粒径：0.1~0.5mm）に添加し、2 種類の異なる条件下で押出加工した。それらについて引張試験および疲労試験を行い、市販の AZ31 押出材の結果と比較、検討した。

用いた材料は、2 種類の異なる条件下で押出加工された Mg_2Si 粒子強化 Mg 合金基複合材料（2mass% Mg_2Si 添加）である。以後、 Mg_2Si -H、 Mg_2Si -L と呼ぶ。いずれも押出比は 133、押出速度は 5m/min であるが、ピレット温度は前者では 685K、後者では 646K、出口温度はそれぞれ 718K、713K である。それらの材料の押出方向に垂直な断

面（横断面）の顕微鏡組織写真を Fig.6-16 に示す。図から明らかなように、ビレット温度の低い Mg₂Si-L の結晶粒が、ビレット温度の高い Mg₂Si-H よりも微細になっている。なお、平均結晶粒径は前者では 7.0μm、後者では 12.1μm である。

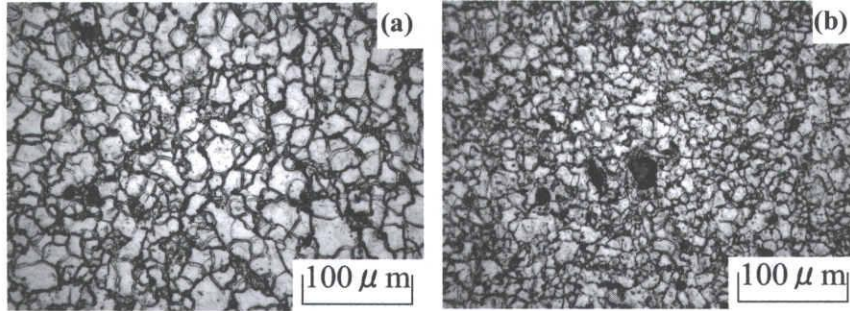


Fig.6-16 Microstructures of Mg₂Si particulate-reinforced Mg alloy composites: (a) Mg₂Si-H, (b) Mg₂Si-L.

Table 6-2 Mechanical properties of Mg₂Si particulate-reinforced Mg alloy composites.

Material	Proof stress	Tensile strength	Elongation	Grain size
	$\sigma_{0.2}$ (MPa)	σ_B (MPa)	ϕ (%)	d (μm)
Mg ₂ Si-H	210	286	6	12.1
Mg ₂ Si-L	209	289	6	7.0
Extruded AZ31-1		274	15	15.9
Extruded AZ31-2	198	263	18	7.4

引張試験結果を Table 6-2 に示す。表中の Extruded AZ31-1 および Extruded AZ31-2 は、それぞれ Mg₂Si-H および Mg₂Si-L の結晶粒径と同程度のものであり、それらと比較するために用いた 2 種類の異なる市販 AZ31 合金押出材である。表から明らかなように、両 Mg₂Si 粒子強化 Mg 合金基複合材料の機械的性質はほぼ同程度であり、結晶粒径の影響は認められない。しかし、同程度の平均結晶粒径である市販の押出材と比較すると、Mg₂Si 粒子強化 Mg 合金基複合材料の耐力や引張強さは高く、逆に伸びは低い。

直径 8 mm、平行部 10 mm の平滑試験片 (Fig.6-2) を用いて、回転曲げ疲労試験を行った。繰返し速度 $f=57\text{Hz}$ 、環境は室温大気中である。Fig.6-17 に疲労試験結果 (S-N 線図) を示す。Mg₂Si 粒子強化 Mg 合金基複合材料の疲労強度には顕著な結晶粒径依存

性が見られ、平均結晶粒径の小さい Mg_2Si -L が結晶粒径の大きい Mg_2Si -H よりも高い疲労強度を示す。特に、 Mg_2Si -L の疲労強度に注目すると、繰返し数 $N > 10^6$ では市販の AZ31 押出材と同等であるが、 $N < 10^6$ では優れた特性を示している。なお、 $N = 10^7$ 回の疲労強度は、 Mg_2Si -L では 90MPa、 Mg_2Si -H では 70MPa、Extruded AZ31-1 および Extruded AZ31-2 ではそれぞれ 100MPa、90MPa である。

以上のことから、結晶粒径の小さい Mg_2Si 粒子強化 Mg 合金基複合材料は、市販の AZ31 押出材と同等、またはそれ以上の疲労強度を示すことがわかった。今後、き裂発生や微小き裂成長挙動などの疲労過程の詳細な観察を行い、破壊メカニズムを解明することにより、 Mg_2Si 粒子強化 Mg 合金基複合材料のさらなる疲労強度向上のための材質改善に対する指針を得ることが必要である。

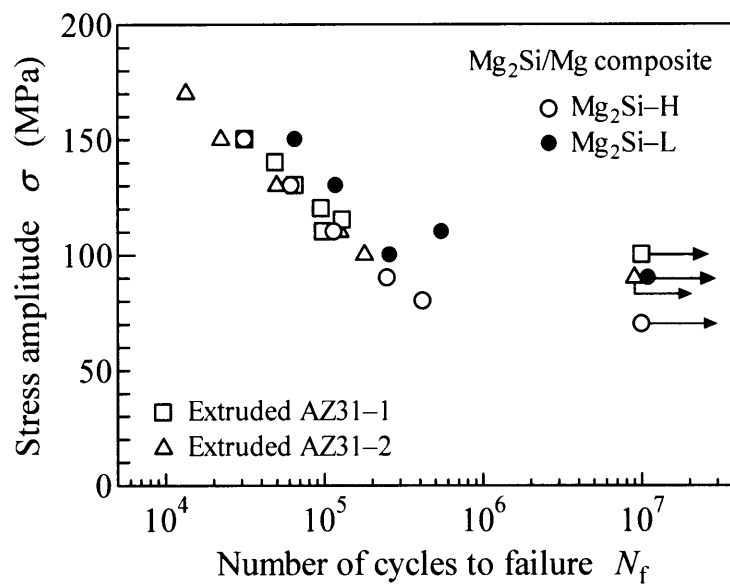


Fig.6-17 *S-N* curves of Mg_2Si particulate-reinforced Mg alloy composites.

6. 4 結 言

本章では、2種類の異なる粒子寸法の AZ31 合金粉末と SiO₂ 粉末を固相合成後、押出成形された Mg₂Si 分散 Mg 合金（細粒材：Mg₂Si-F，粗粒材：Mg₂Si-C）を用いて回転曲げ疲労試験を行い、疲労挙動と破壊機構について検討した。また、微細な Mg₂Si 粒子を直接 AZ31 合金粉末（粒径：0.1~0.5mm）に添加した Mg₂Si 粒子強化 Mg 合金基複合材料の疲労強度についても検討した。得られた主な結論は以下の通りである。

(1) Mg₂Si 分散 Mg 合金の組織は、合金粉末粒径にかかわらず等軸結晶粒の母地組織中に固相反応によって生成した Mg₂Si または MgO が分散したものであった。

(2) 生成した粒子寸法には合金粉末粒径の影響が見られ、粗粒材において大きい寸法の粒子が存在した。粗大な粒子の中心部は粒状となっており、EDS 分析の結果 MgO または未反応の SiO₂ の残存が推定された。

(3) 細粒材の引張強さ、伸びおよび絞りは粗粒材よりもやや高く、粉末粒径の影響が見られた。しかし、両材料の機械的性質は、比較材の AZ31 押出材に比べて硬さは増加したが、他の性質は劣っていた。

(4) Mg₂Si 分散 Mg 合金の疲労強度には顕著な粉末粒径の影響が見られ、細粒材のほうが粗粒材よりも高い疲労強度を示したが、いずれも疲労強度は AZ31 押出材よりも低かった。また疲労強度を疲労比で表しても、それらの傾向は同様であった。

(5) 粉末粒径にかかわらず、疲労き裂は例外なく粗大な粒子からきわめて早期に発生した。また、微小き裂成長挙動には、初期を除いてほとんど粉末粒径の影響は見られなかったが、両材料のき裂成長抵抗は AZ31 押出材よりも低下した。

(6) 上記結論(5)から、AZ31 押出材よりも低い Mg₂Si 分散 Mg 合金の疲労強度は、粗大な粒子の存在に基づくき裂発生抵抗と微小き裂成長抵抗の低下に起因しており、疲労強度の粉末粒径依存性はき裂発生起点となった粒子寸法、すなわち初期欠陥寸法の差によるものであった。

(7) 微細な Mg₂Si 粒子を母材 AZ31 合金粉末に直接添加した Mg₂Si 粒子強化 Mg 合金基複合材料の疲労強度には顕著な結晶粒径依存性が見られ、平均結晶粒径の小さいほうが高い疲労強度を示した。また、Mg₂Si 粒子強化 Mg 合金基複合材料の疲労強度は、繰返し数 $N > 10^6$ では市販の AZ31 押出材と同等であったが、 $N < 10^6$ では優れていた。

【参考文献】 (第Ⅲ編関係)

- (1) K. Nishiyama and N. Eguchi, Proc. 1993 Powder Metallurgy World Congress, Jpn Soc. Powder and Powder Metallurgy, 610-613 (1993).
- (2) 馬淵守, 久保田耕平, 東健司, 粉体および粉末冶金, **40**, 397-400 (1993).
- (3) 中西勝, 馬淵守, 久保田耕平, 東健司, 粉体および粉末冶金, **42**, 373-377 (1995).
- (4) 藤谷渉, 馬越佑吉, 軽金属, **45**, 181-186 (1995).
- (5) 藤谷渉, 東賢一, 古城紀雄, 馬越佑吉, 軽金属, **45**, 333-338 (1995).
- (6) 李斗勉, 李俊端, 李智煥, 軽金属, **45**, 391-396 (1995).
- (7) 杉山明, 小林慶三, 尾崎公洋, 西尾敏幸, 松本章宏, 粉体および粉末冶金, **45**, 952-957 (1998).
- (8) 鎌土重晴, 北口豊, 播磨克忠, 小島陽, 谷池茂弘, 関伊佐夫, 軽金属 **48**, 168-173 (1998).
- (9) 田村洋介, 河野紀雄, 茂木徹一, 佐藤英一郎, 軽金属, **48**, 185-189 (1998).
- (10) 影山洋, 嶋津公志, 鎌土重晴, 小島陽, 軽金属, **48**, 217-221 (1998).
- (11) T. Tsukada, K. Takeya, K. Saito and H. Kubo, J. Japan Institute of Light Metals, **49**, 287-290 (1999).
- (12) 堀江俊男, 岩堀弘昭, 栗野洋司, 松井彰, 軽金属, **49**, 272-276 (1999).
- (13) H.Y. Lee, N.H. Goo, W.T. Jeong and K.S. Lee, J. Alloys and Compounds, **313**, 258-262 (2000).
- (14) Ma. Qian, L. Zheng, M.T. Frost and D.H. StJohn, J. Light Metals, **1**, 157-165 (2001).
- (15) A. Eliezer, E.M. Gutman, E. Abramov and Ya. Unigovski, J. Light Metals, **1**, 179-186 (2001).
- (16) A. Galiyev, R. Kaibyshev and G. Gottstein, Acta Mater., **49**, 1199-1207 (2001).
- (17) 倉本繁, 荒木一郎, 菅野幹宏, 軽金属, **51**, 397-402 (2001).
- (18) T. Murai, S. Matsuoka, S. Miyamoto and Y. Oki, J. Mater. Processing Technology, **141**, 207-212 (2003).
- (19) 近藤勝義, 相澤龍彦, 荻沼秀樹, 湯浅栄二, 木村淳, 粉体粉末冶金協会講演概要集平成13年度秋季大会, **59** (2001).
- (20) N. Ogawa, M. Shiomi and K. Osakada, Int. J. Machine Tools & Manufacture, **42**, 607-614 (2002).
- (21) Ma. Qian, D.H. StJohn and M.T. Frost, Scripta Materialia, **46**, 649-654 (2002).

- (22) T.-S. Shih, W.-S. Liu and Y.-J. Chen, *Mater. Sci. Eng.*, **A325**, 152-162 (2002).
- (23) 吉岡亮, 松岡敬, 坂口一彦, 向井敏司, 村田彰宏, *材料*, **52**, 702-708 (2003).
- (24) B. Wolf, C. Fleck and D. Eifler, *Int. J. Fatigue*, **26**, 1357-1363 (2004).
- (25) 西山勝廣, *表面*, **33**, 82-90 (1995).
- (26) 西山勝廣, *材料技術*, **12**, 37-45 (1994).
- (27) S.F. Hassan and M. Gupta, *Materials Research Bulletin*, **37**, 377-389 (2002).
- (28) N. Srikanth, C.H. Gaofeng and M. Gupta, *J. Alloys and Compounds*, **352**, 106-110 (2003).
- (29) 内藤牧男, *粉体工学会誌*, **30**, 38-46 (1993).
- (30) 尾崎公洋, 小林慶三, 西尾敏幸, 松本章宏, 杉山明, *名工研研究発表会予稿集*, 71-72 (2000).
- (31) 田中良平ほか, *制振材料<その機能と応用>*, 日本規格協会, 15 (1992).
- (32) 児玉功, *ESPEC 技術情報*, **12**, 1-6 (1998).
- (33) 三村宏, 町田進, *基礎材料強度学*, 培風館, 174 (2000).
- (34) 田村洋介, 河野紀雄, 茂木徹一, 佐藤英一郎, *軽金属*, **48**, 185-189 (1998).
- (35) G. F. Weissman and W. Babington, *Proc. ASTM*, **58**, 869-892 (1958).
- (36) 三村宏, 町田進, *基礎材料強度学*, 90 (2000).
- (37) 西川精一, *金属学入門*, (株)アグネ技術センター, 534, 708 (1985).
- (38) 西山勝廣, *金属*, **70**, 459-467 (2000).
- (39) 田中良平ほか, *制振材料 <その機能と応用>*, 日本規格協会, 45 (1992).
- (40) Z.P. Luo, D.Y. Song and S.Q. Zhang, *J. Alloys and Compounds*, **230**, 109-114 (1995).
- (41) 齋藤次郎, 高橋秀史, 関野貴之, 西山勝廣, *粉体および粉末冶金*, **46**, 3-8 (1999).
- (42) 渡辺博行, 向井敏司, 石川皓一, 大神田佳平, 高津正秀, 東健司, *軽金属*, **49**, 401-404 (1999).
- (43) K. Nakashima, H. Iwasaki, T. Mori, M. Mabuchi, M. Nakamura and T. Asahina, *Mater. Sci. Eng.*, **A293**, 15-18 (2000).
- (44) 古川稔, 堀田善治, 根本實, Terence G. Langdon, *金属*, **70**, 971-978 (2000).
- (45) 向井敏司, 東健司, *金属*, **70**, 979-985 (2000).
- (46) P. Pérez, G. Garcés and P. Adeva, *Composites Science and Technology*, **64**, 145-151 (2004).
- (47) 近藤勝義, *塑性と加工*, **45**, 228-232 (2004).
- (48) 近藤勝義, 都筑律子, 杜文博, 鎌土重晴, *まてりあ*, **43**, 275-280 (2004).
- (49) R. Tsuzuki, M. Ishihara, K. Kondoh and E. Yuasa, *J. Jpn. Soc. Powder and Powder*

Metallurgy, **51**, 736-740 (2004).

(50) 近藤勝義, 軽金属, **54**, 187-191 (2004).

(51) 荻沼秀樹, 近藤勝義, 山口貴嗣, 湯浅栄二, 粉体および粉末冶金, **52**, 79-83 (2005).

結 論

地球環境問題を考慮すれば、今後利用される構造材料や新たな材料開発には軽量やリサイクルなどの特性は不可欠となる。このことは必然的に、Fe (比重 7.86Mg/m^3) に代表される鉄鋼材料から、Ti (4.51Mg/m^3) や Al (2.74Mg/m^3)、さらに Mg (1.74Mg/m^3) などの非鉄金属材料の利用に向かうことになる。

近年、Mg 合金は軽量構造材料として注目されているが使用実績はきわめて少ない。その一因として、そのために不可欠な強度特性、とりわけ疲労特性に関する最新のデータの蓄積が不十分なことが挙げられる。したがって、各種疲労特性の評価と破壊機構の解明が急務であり、それを基礎として材質改善も図る必要がある。また、こうしたアプローチと同時に、Mg をベースとする新たな高強度・高機能合金の開発、製造技術および創製などに関する研究も欠かせない。

こうした背景から、本論文では、まず既存展伸 Mg 合金の疲労特性と破壊機構の評価を行い、次いで押出加工による材質改善の試みと疲労特性の向上について検討し、最後に粉末押出加工を用いた新しい Mg 合金の開発、創製と力学的特性および疲労挙動について評価、検討した。

以下に、本論文で得られた成果について各章ごとに記述する。

第 I 編「既存展伸マグネシウム合金の疲労特性と破壊機構」では、既存の展伸 Mg 合金の疲労特性と破壊機構について評価、検討した。

第 1 章では、疲労き裂進展 (FCP) 特性の評価と破壊機構の解明を目的として、AZ31 圧延材および AZ61 押出材を用いて FCP 試験を行い、き裂開閉口挙動の測定、SEM 破面観察、および三次元破面解析結果などに基づいて、FCP 挙動に及ぼす方位や応力比の影響および破壊機構について検討した。まず、方位や応力比の影響はき裂閉口を考慮してもわずかに認められたが、作動した破壊機構は同様であったので本質的な FCP 抵抗は方位や応力比の影響を受けないと判断された。また、両合金の本質的な FCP 抵抗は同程度であった。観察された特徴ある挙動は、き裂進展速度と応力拡大係数幅の関係における折れ曲がりであり、き裂閉口を考慮すると一層顕著になった。折れ曲がり点以上の領域では結晶粒単位の筋状の模様を伴った破面様相、それ以下の領域では平坦な擬へき開状のファセットが支配的な破面様相であったことから、折れ曲がり作動した微視破壊機構の遷移によるものであった。さらに、本質的な Mg 合金の FCP 抵抗は、Al 合金 (7075 合金, 6063 合金) や純 Ti よりも劣ることを明らかにした。

第 2 章では、第 1 章と同一材料の AZ31 圧延材および AZ61 押出材の平滑試験片を用

いて軸荷重疲労試験を行い、疲労挙動と破壊機構について検討した。その結果、AZ31 圧延材および AZ61 押出材の $N=10^7$ 回に対する疲労強度はそれぞれ 50MPa, 60MPa, 疲労比 (σ/σ_B) は 0.23, 0.22 であり、両合金は絶対的にも、相対的にも低い疲労強度を示すことを確認した。両合金のき裂発生挙動は異なり、AZ31 圧延材の場合、 $\sigma=70\text{MPa}$ 近傍を境として、高応力では表面起点型破壊、低応力では内部起点型破壊が生じたが、AZ61 押出材の場合、応力にかかわらず表面起点型破壊であった。表面起点型破壊の場合、き裂は繰返しすべり変形の結果として結晶粒内、または粒界で発生した。き裂発生はきわめて早く、疲労寿命は事実上微小き裂成長寿命であった。微小き裂成長挙動はごく初期の成長を除いて、第 1 章のき裂閉口を考慮した大きき裂の進展挙動とほぼ一致したが、両者の作動した破壊機構は異なっていた。さらに、AZ31 圧延材で観察された内部起点型破壊の場合、き裂発生点には常に平坦なファセットの存在を認めた。その寸法は結晶粒径程度であり、比較的表面層付近に位置した。また、平坦なファセットの最大応力拡大係数と疲労寿命の間には明瞭な相関は確認されなかった。

第 II 編「押出加工によるマグネシウム合金の疲労特性の改善」では、前編における展伸 Mg 合金の疲労特性と破壊機構の結果を踏まえ、加工条件を制御した押出加工を採用し、結晶粒微細化を試みるとともに、得られた押出材の疲労特性と破壊機構について検討した。

第 3 章では、まず AZ61A および AZ31B ビレットを用いて、押出比を一定のもと制御された 3 種類の加工温度下で押出加工を行い、結晶粒微細化について検討した。次に、得られた押出材について平滑試験片を用いた疲労試験を実施し、疲労強度の押出加工温度依存性、すなわち結晶粒径依存性について検討した。両合金とも加工温度の低下に伴って結晶粒は微細化、かつ均一化した。特に、AZ31B における結晶粒微細化効果は顕著であり、低温の加工温度において約 $2\mu\text{m}$ の平均結晶粒径が達成された。AZ61A の場合、機械的性質の加工温度依存性はほとんど見られなかったが、AZ31B の場合、加工温度の低下に伴って機械的性質は向上した。疲労強度の結晶粒径依存性は、AZ61A の場合、不明瞭であったが、AZ31B の場合、明瞭な相関を示した。AZ31B の場合、結晶粒微細化によってき裂発生抵抗と微小き裂成長抵抗の両者がともに向上することを確認し、細粒材の高い疲労強度はそれらに起因することを明らかにした。耐力および疲労強度と結晶粒径の間には、AZ31B の場合、Hall-Petch の関係が成立したが、AZ61A の場合、成立しなかった。

第 4 章では、結晶粒微細化に重要な影響を及ぼす因子のひとつは押出比であると考えられることから、AZ61A および AZ80 ビレットを異なる押出比で押出加工し、組織や機械的性質の押出比依存性および平滑試験片の疲労挙動に及ぼす押出比の影響について検討した。両合金とも、押出比の増加に伴って結晶粒はわずかに微細化したが、

機械的性質はほとんど押出比，すなわち結晶粒径の影響を受けなかった。また，押出加工によって優先すべり面の(0002)面が押出方向（試験片軸方向）に対して約 30°傾いた集合組織が形成され，押出比の増加に伴って配向の程度が顕在化する傾向を認めた。AZ61A の場合，疲労強度は押出比が大きい場合，押出比が小さい場合よりも減少し， $N=10^7$ 回の疲労強度は押出比 39, 67, 133 に対して 130MPa, 110MPa, 110MPa であった。一方，AZ80 の場合，逆に疲労強度は押出比が大きい場合，増加し， $N=10^7$ 回の疲労強度は押出比 39, 67, 133 に対して 130MPa, 150MPa, 150MPa であった。このように合金種によって異なる押出比，すなわち結晶粒径依存性が認められた。両合金のき裂発生点には直径 20~30 μm 程度の Al-Mn 系介在物が確認された。AZ61A の場合，き裂は高応力域では介在物を起点として，低応力域ではすべり変形に起因して発生した。一方，AZ80 では，応力レベルにかかわらずき裂は介在物を起点として発生した。なお，介在物を起点とする場合，少数の介在物割れを除いて，き裂は介在物周囲（界面）で発生した。き裂発生挙動の押出比依存性は疲労強度と対応していること，およびき裂成長抵抗は合金の種類や押出比にかかわらず同程度であったことから，観察された疲労強度の押出比依存性はき裂発生挙動の相違に帰せられた。

第Ⅲ編「粉末押出加工によるマグネシウム合金の創製と疲労特性」では，Mg 合金の高強度・高機能化を図るために，粉末を原料とした押出加工プロセスを用いて新しい合金の開発を試みるとともに，創製された合金の機械的性質と疲労挙動について検討した。

第 5 章では，まず原料粉末粒径の異なる Mg 粉末を用いた熱間押出材の創製およびその機械的特性の評価を行い，Zr 粉末添加量や原料粉末粒径の影響について検討した。また，制振合金 MCM 合金粉末を用いた押出材も創製し，Zr 粉末添加による結晶粒微細化の効果，機械的特性および内部摩擦などについて評価した。Mg-Zr 系の場合，原料の Mg 粉末を微細化すれば，熱間押出材の組織も微細化し，Zr 粒子の分散性も高くなることを認めた。硬さは粗粉末 Mg-Zr 押出材の場合，Zr 添加量にかかわらず Mg 押出材と同程度であったのに対して，微粉末 Mg-Zr 押出材の場合，10mass%以上の Zr 添加によって大きく上昇した。弾性係数は粗粉末 Mg-Zr 押出材の場合，Zr 添加量にかかわらず Mg 押出材と同程度であったが，微粉末 Mg-Zr 押出材の場合，ほぼ複合則に従った。さらに，曲げ強さは粗粉末 Mg-Zr 押出材の場合，Zr 添加によって向上しなかったのに対して，微粉末 Mg-Zr 押出材の場合，3mass%以上で大きく上昇したが，添加量には依存しなかった。一方，MCM-Zr 系の場合，押出材の組織は熱間押出加工温度に依存し，加工温度の上昇に伴って結晶粒は粗大化したが，Zr 粒子周辺では微細化が観察された。硬さおよび曲げ強さは加工温度の上昇に伴って低下し，弾性係数は加工温度や Zr 粉末添加にかかわらずほぼ同程度であった。

第6章では、新しいMg合金として注目されている固相合成法を用いたMg₂Si分散Mg合金の疲労挙動と破壊機構について検討した。まず引張強さ、伸びおよび絞りは粗粒材よりも細粒材において高く、両材料の機械的性質は比較材のAZ31押出材よりも劣ることを見出した。また、Mg₂Si分散Mg合金の疲労強度に顕著な粉末粒径の影響を認め、細粒材のほうが粗粒材よりも高い疲労強度を示したが、いずれもAZ31押出材よりも低かった。き裂は粉末粒径にかかわらず粗大な粒子からきわめて早期に発生したことが、微小き裂成長挙動には初期を除いてほとんど粉末粒径の影響は見られなかったが、両材料の成長抵抗はAZ31押出材よりも低下したことなどを確認し、粗大な生成粒子の存在に基づくき裂発生抵抗と微小き裂成長抵抗の低下に起因して、Mg₂Si分散Mg合金の疲労強度がAZ31押出材よりも低下したことを明らかにした。以上の結果に基づいて、新たに開発されたMg₂Si粒子強化Mg合金基複合材料についても付加的な疲労試験を行った。その結果、Mg₂Si粒子強化Mg合金基複合材料の疲労強度には顕著な結晶粒径依存性が見られ、細粒材が粗粒材よりも高い疲労強度を示すこと、また細粒材の疲労強度は市販のAZ31押出材と同等、または優れることを確認した。

以上のように、本論文で得られた成果は既存展伸Mg合金の構造部材への応用および材質改善と新しい合金の創製に関して、実用的かつ学術的に多大な貢献をなすものである。第I編の結果は、展伸Mg合金を構造部材に用いる場合の基礎設計資料として有用であるのみならず、学術的にも価値あるものである。また第II編の結果は、押出加工が素材としての材質改善の手法として利用できることを示しただけでなく、同時に製品化も可能となるので、実用的意義は大きい。さらに第III編の成果は、今後の新しい合金の開発・創製に対する基礎的指針を与えるものであり、今後の合金設計に対して有用な資料を提供した。

しかしながら、以下に示す幾つかの学術的または実用的な問題が依然として残されている。今後の課題である。

- (1) $da/dN-\Delta K$ 関係、または $da/dN-\Delta K_{eff}$ 関係における折れ曲がり、すなわち微視的破壊機構の遷移が生じる原因 (学術的)、
- (2) 上記(1)と関連して、疲労き裂進展や疲労強度に及ぼす環境の影響 (学術的、実用的)、
- (3) 内部起点型破壊の発現メカニズム (学術的)、
- (4) 展伸Mg合金の更なる高強度化、すなわちサブミクロン、ナノオーダーの結晶粒微細化の達成 (実用的)
- (5) 既存展伸Mg合金の強度を大幅に上回る新Mg合金の開発・創製 (実用的)

各編関連発表論文

第Ⅰ編 既存展伸マグネシウム合金の疲労特性と破壊機構

- (1) マグネシウム合金 AZ31 圧延材の疲労き裂進展特性 (戸梶恵郎, 鎌倉光利, 長谷川典彦, 坪井泰樹), 材料, **52-7**, 821-826 (2003).
- (2) Fatigue behaviour and fracture mechanism of a rolled AZ31 magnesium alloy (K. Tokaji, M. Kamakura, Y. Ishiizumi and N. Hasegawa), International Journal of Fatigue, **26-11**, 1217-1224 (2004).
- (3) マグネシウム合金 AZ61 押出材の疲労挙動と破壊機構 (鎌倉光利, 戸梶恵郎, 石泉有規, 長谷川典彦), 材料, **53-12**, 1371-1377 (2004).

第Ⅱ編 押出加工によるマグネシウム合金の疲労特性の改善

- (4) マグネシウム合金の押出加工による結晶粒微細化と疲労強度の改善 (鎌倉光利, 戸梶恵郎, 柴田英明, 別宮宣克), 材料, **54-3**, 245-250 (2005).
- (5) マグネシウム合金の疲労挙動に及ぼす押出比の影響 (鎌倉光利, 戸梶恵郎, 植松美彦, 別宮宣克, 内田幸助), 投稿予定

第Ⅲ編 粉末押出加工によるマグネシウム合金の創製と疲労特性

- (6) 粉末押出成形によるマグネシウム合金の機械的特性の改善 (鎌倉光利, 柴田英明, 西山勝廣, 戸梶恵郎), 粉体および粉末冶金, **51-5**, 323-329 (2004).
- (7) 粉体押出成形による Mg-Zr 合金の機械的特性 (鎌倉光利, 柴田英明, 戸梶恵郎, 西山勝廣), 粉体および粉末冶金, **52-6**, 404-410 (2005).
- (8) 固相合成法による Mg_2Si 分散マグネシウム合金の組織と疲労挙動 (鎌倉光利, 戸梶恵郎, 植松美彦), 材料, **55-1**, 55-60 (2006).

口頭発表

- (1) マグネシウム合金 AZ31 圧延材の疲労き裂進展特性 (戸梶恵郎, 鎌倉光利, 坪井泰樹, 長谷川典彦), 日本材料学会第 51 期通常総会学会講演論文集, 85-86 (2002).
- (2) 粉体押出成形によるマグネシウム合金の機械的特性 (鎌倉光利, 柴田英明, 西山勝廣), 粉体粉末冶金協会講演概要集平成 14 年度秋期大会, 184 (2002).
- (3) 粉体押出成形によるマグネシウム材料の組織や機械的特性及び押出ダイス形状の影響 (鎌倉光利, 柴田英明, 西山勝廣), 第 53 回塑性加工連合講演会講演論文集, 91-92 (2002).
- (4) マグネシウム合金 AZ31 圧延材の疲労挙動と破壊機構 (石泉有規, 戸梶恵郎, 長谷川典彦, 鎌倉光利), M&M2003 材料力学部門講演会講演論文集, 293-294 (2003).
- (5) マグネシウム合金 AZ61 押出材の疲労挙動と破壊機構 (鎌倉光利, 戸梶恵郎, 石泉有規, 長谷川典彦), 日本機械学会材料力学カンファレンス講演論文集 (M&M2004), 17-18 (2004).
- (6) マグネシウム合金の疲労挙動に及ぼす押出条件の影響 (鎌倉光利, 戸梶恵郎, 柴田英明, 別宮宣克), 日本機械学会 2004 年度年次大会講演論文集, 157-158 (2004).
- (7) 固相合成法による Mg_2Si 分散マグネシウム合金の疲労挙動 (鎌倉光利, 戸梶恵郎, 植松美彦), 日本機械学会 2005 年度年次大会講演論文集, 133-134 (2005).
- (8) 展伸マグネシウム合金 AZ80, AZ61 および AZ60 の疲労挙動 (植松美彦, 戸梶恵郎, 鎌倉光利, 大橋隆司), 日本機械学会材料力学カンファレンス講演論文集 (M&M2005), 213-214 (2005).
- (9) マグネシウム合金 AZ61 および AZ80 押出材の疲労挙動に及ぼす押出比の影響 (内田幸助, 鎌倉光利, 戸梶恵郎, 植松美彦), 日本機械学会材料力学カンファレンス講演論文集(M&M2005), 429-430 (2005).
- (10) Mg_2Si 粒子強化マグネシウム合金の疲労挙動と破壊機構 (眞鍋隆雄, 鎌倉光利, 植松美彦, 戸梶恵郎), 日本機械学会東海支部第 55 期講演会, 講演予定 (2006).
- (11) マグネシウム合金の微視組織と疲労挙動に及ぼす押出加工条件の影響 (植松美彦, 鎌倉光利, 内田幸助, 戸梶恵郎, 柴田英明, 別宮宣克), 日本材料学会第 10 回機械・構造物の強度設計, 安全性評価シンポジウム, 講演予定 (2006).
- (12) Improvement of Fatigue Strength due to Grain Refinement in Magnesium Alloys (M. Kamakura, K. Tokaji, H. Shibata and N. Bekku), 16th European Conference on Fracture,

Alexandroupolis, Greece, to be presented. (2006).

- (13) Fatigue Behaviour of Mg₂Si-Dispersed Magnesium Alloys Produced by Solid-State Synthesis (K. Tokaji, Y. Uematsu and M. Kamakura), 6th European Solid Mechanics Conference, Budapest, Hungary, to be presented. (2006)

参考論文

- (1) 高機能マグネシウム合金の成形プロセスに関する研究（鎌倉光利，柴田英明，赤塚久修），岐阜県製品技術研究所研究報告，**2**，80-85 (2001).
- (2) 高機能マグネシウム合金の成形・利用技術に関する研究（第1報）—粉末による合金設計と成形（押出成形研究）—（鎌倉光利，柴田英明），岐阜県製品技術研究所研究報告，**3**，73-78 (2002).
- (3) 高機能マグネシウム合金の成形・利用技術に関する研究（第4報）—粉末による合金設計と成形Ⅱ（押出成形研究）—（鎌倉光利，柴田英明），岐阜県製品技術研究所研究報告，**4**，45-49 (2003).
- (4) プロセス制御によるマグネシウム合金の成形加工技術の研究（第1報）—塑性加工法を利用した軽金属材料の成形性の向上と製品化に関する研究—（鎌倉光利，佐藤丈士，柴田英明），岐阜県製品技術研究所研究報告，**6**，77-81 (2005).
- (5) 高機能マグネシウム合金の成形・利用技術に関する研究（第7報）—粉末冶金による合金設計と成形Ⅲ（押出成形研究）—（鎌倉光利，柴田英明），岐阜県製品技術研究所研究報告，**6**，123-128 (2005).

謝 辞

本研究は、平成15年度から平成17年度までの3年間にわたり、社会人学生として岐阜大学大学院工学研究科博士後期課程在籍中に実施したものであります。本研究の遂行に際して、最初から最後までご親切なご指導、ご鞭撻を賜りました指導教官であります戸梶恵郎教授に対し、心より感謝の意を表します。

本博士論文を作成するにあたり、長谷川典彦教授および堂田邦明教授には多くの有益なご助言を頂きました。両教授には心から感謝致します。また、本研究の遂行において、懇切丁寧なご助言、ご指導を頂きました植松美彦助教授に感謝の意を表します。

研究の内容や進捗にあたってご丁寧なご指導をして頂きました豊田工業高等専門学校中島正貴教授、大同工業大学高藤新三郎教授に深く感謝致します。また、岐阜大学秋田正之技官および中日本自動車短期大学井藤賀久岳講師には、本研究に対してばかりでなく学生生活においてもご協力して頂きました。心からお礼申し上げます。さらに、本研究の一部を修士・学部研究として行って頂いた当時の石泉有規君、寺嶋友康君、内田幸助君、眞鍋隆雄君、大橋隆司君、そして他の戸梶研究室の院生・学部生の方々にも心からお礼申し上げます。

また、本研究を遂行するにあたり、材料提供や粉末製造および研究評価方法等の助言を頂きました諏訪東京理科大学システム工学部機械システムデザイン工学科西山勝廣教授、独立行政法人産業技術総合研究所先進製造プロセス研究部門難加工材成形研究グループリーダー松崎邦男氏および花田幸太郎氏、東京大学先端科学技術研究センター近藤勝義特任助教授、東京窯業(株)先端材料研究所長羽山清寿氏、副主任研究員清木晋氏、本多金属工業(株)恵那工場技術開発部長別宮宣克氏、(株)東明技研代表取締役吉田悟氏に心から感謝申し上げます。

さらに、本研究の機会を得ることに关してご理解およびご協力を賜りました岐阜県製品技術研究所長島田忠氏、岐阜県生活技術研究所長（前製品技術研究所長）朝原力氏、製品技術研究所主任部長研究員（前製品技術研究所関分室長）石樽芳直氏および製品技術研究所機械・金属研究部長竹腰久仁雄氏に心からお礼申し上げます。職場においては、様々なご協力およびご迷惑をお掛けいたしました製品技術研究所、特に、

謝 辞

機械・金属研究部（前関分室）の職員の皆様方にも感謝申し上げます。

最後に、3年間の学生生活を過ごすことを理解し、協力して頂きました父和雄、母キヨ子および妻の両親加藤伸治様、とみ子様に感謝致します。また、いつも無理なことばかりを頼み、迷惑ばかりをかけ続けてしまった妻千晴と子孝成に心から感謝します。

2006年 1月

鎌倉 光利