

鑄造アルミニウム合金 AC4CH の疲労挙動  
に及ぼす鑄造欠陥の影響とその疲労強度  
向上のための組織改質に関する研究

**Effect of casting defect on fatigue behavior in cast  
aluminum alloy AC4CH and improvement of fatigue  
strength by microstructural modification**

田尻 明子



鑄造アルミニウム合金 AC4CH の疲労挙動  
に及ぼす鑄造欠陥の影響とその疲労強度  
向上のための組織改質に関する研究

**Effect of casting defect on fatigue behavior in cast  
aluminum alloy AC4CH and improvement of fatigue  
strength by microstructural modification**

2016 年 9 月

田尻 明子

## 目次

<b>第 1 章</b>	<b>緒論</b>	<b>1</b>
1. 1	疲労現象解明の重要性	2
1. 2	鋳造アルミニウム合金	3
1. 3	大型構造物の疲労強度に対する鑄巣サイズの定量評価	4
1. 4	鑄巣除去による疲労強度の向上	5
1. 5	本論文の目的と構成	6
<b>第 2 章</b>	<b>アルミニウム合金 AC4CH 大型鑄物の疲労挙動 に及ぼす鑄造欠陥の影響</b>	<b>7</b>
2. 1	緒言	8
2. 2	供試材および試験方法	9
2. 2. 1	供試材および試験片	9
2. 2. 2	組織観察およびビッカース硬さ	12
2. 2. 3	実験装置および試験方法	17
2. 2. 4	極値統計法	18
2. 2. 4. 1	極値統計法	18
2. 2. 4. 2	隣接した鑄巣の統合	19
2. 2. 4. 2. 1	Type 1	20
2. 2. 4. 2. 2	Type 2	21
2. 2. 4. 3	疲労限度推定	22
2. 3	実験結果	23
2. 3. 1	S-N 曲線	23
2. 3. 2	破面観察	25
2. 4	考察	28
2. 4. 1	極値統計による解析	28
2. 4. 1. 1	Type 1 による鑄巣の統合	28

2. 4. 1. 2	Type 2 による鑄巢の結合	31
2. 4. 2	鑄巢の統合の違いによる比較	34
2. 4. 2. 1	Material A	34
2. 4. 2. 2	Material B	35
2. 4. 2. 3	Material C	36
2. 4. 2. 4	Material D	37
2. 4. 2. 5	Material 1	38
2. 4. 2. 6	Material 2	39
2. 4. 2. 7	Material 3	40
2. 4. 3	疲労限度推定式の妥当性評価	41
2. 4. 3. 1	大型鑄造材から採取した A~D 材について	41
2. 4. 3. 2	鑄造条件の異なる 1~3 材について	41
2. 4. 4	新たな疲労限度推定式の提案	46
2. 4. 4. 1	Type 1 に基づく疲労限度推定式	47
2. 4. 4. 2	Type2 に基づく疲労限度推定式	48
2. 5	結 言	49

### 第 3 章 摩擦攪拌により組織改質した鑄造アルミニウム合金の疲労挙動に及ぼす改質条件の影響 51

3. 1	緒 言	52
3. 1. 1	表面処理・改質技術と摩擦攪拌	52
3. 1. 2	摩擦攪拌改質の特徴	53
3. 1. 3	攪拌条件	55
3. 2	供試材料および実験方法	57
3. 2. 1	供試材	57
3. 2. 2	攪拌条件および熱処理条件	58
3. 2. 3	試験片および実験方法	60
3. 3	実験結果	65
3. 3. 1	組織観察	65

3. 3. 1. 1	BM (Base Metal) 材	65
3. 3. 1. 2	L (Lower strain rate FSP) 材	67
3. 3. 1. 3	H (Higher strain rate FSP) 材	70
3. 3. 1. 4	LT6 材	73
3. 3. 1. 5	HT6 材	75
3. 3. 2	引張特性	77
3. 3. 3	硬さ試験	78
3. 3. 4	疲労挙動	80
3. 3. 4. 1	疲労強度	80
3. 3. 4. 2	破面観察	82
3. 3. 4. 3	微小き裂成長およびき裂進展経路	90
3. 3. 4. 4	微小き裂成長速度	100
3. 4	考 察	103
3. 4. 1	疲労挙動に及ぼす摩擦攪拌の影響	103
3. 4. 2	後熱処理の影響	103
3. 4. 3	攪拌条件の影響	105
3. 4. 3. 1	組織生成への影響	105
3. 4. 3. 2	機械的性質への影響	109
3. 4. 3. 3	疲労挙動への影響	111
3. 5	結 言	127
<b>第 4 章</b>	<b>結 論</b>	<b>129</b>
4. 1	結 論	130
4. 2	将来の課題	131
	<b>参考文献</b>	<b>132</b>
	<b>謝 辞</b>	<b>135</b>



# 第1章

## 緒論



## 1.1 疲労現象解明の重要性

20世紀以降の疲労破壊の有名な事故例としては、1954年の英国デ・ハビランド社のジェット旅客機コメット号の空中分解、1985年の御巣鷹山に墜落した日本航空123便の後部圧力隔壁の疲労き裂、1988年ハワイで起きたアロハ航空B-737型機の胴体の天井剥離などがあげられるが[1]、疲労が原因とされる事故はもっと身近な構造物においても多く発生している。Fig.1-1は西田による溶接構造物における破損事故の原因別分類であるが、80%弱が疲労に起因し、またメーカー起因と考えられる割合が全体の80%となっており、疲労強度問題の解決は製造業にとって避けて通れない重要事項の一つとなっている[2]。

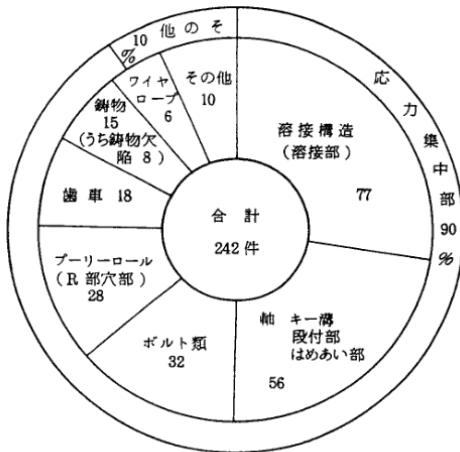


図1 機器部材の破損の内訳

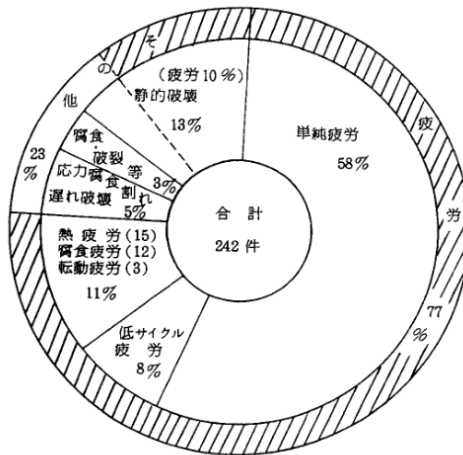


図2 破損の原因別分類

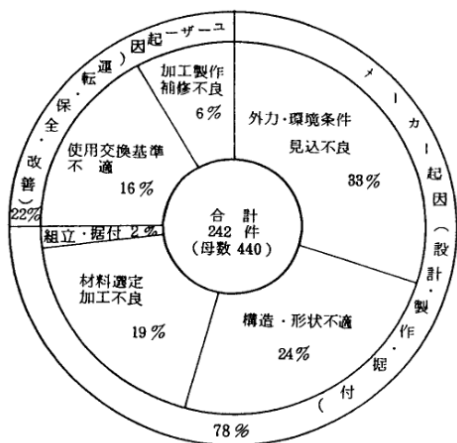


図3 破損の要因別分類

Fig.1-1 溶接構造物の疲労破壊と疲労強度因子 [2]

疲労強度を考慮した設計手法としては、近年の航空機設計によく用いられている「損傷許容設計」と従来から使われている疲労強度を基準とした「有限疲労寿命設計(安全寿命設計)」とに大別される。前者は構造物には最初から何らかの損傷が存在すると仮定し、き裂が臨界値に達する以前に検出して、その対策を施すことができるような設計および保守、管理を行う設計方式で、最近では溶接鋼構造物の余寿命評価にも同様の考え方が破壊管理制御設計として採用されてきているが[3]、後者の疲労限度を基準値として設計応力と比較する安全寿命設計も設計の現場では広く使われている。これは疲労き裂の発生が即時に構造物全体の破壊をもたらすという考え方に基づいており、特に機器の使用期間あるいは設計寿命があらかじめ定められている機械の場合には有用な設計方式である。

## 1.2 鋳造アルミニウム合金

工業材料に求められるものとして、第一に十分な強度、そして軽量であること、低コストおよび市販の流通性、機械加工性、リサイクルが可能であることなどが求められるが、これらすべてを適切に満足する代表的なものとしては構造用鋼とアルミ合金が挙げられる。特にアルミ合金はその高い比強度で、ランニング・コストを含んだ環境やエネルギー問題を考慮した工業材料として多用されており、切削、押出成形、鋳造など様々な加工法に適応でき、製品形状に合わせて最適な加工法を選択することにより、製造工程を減少させコスト削減が可能となる。特に鋳造による加工は、一度の成形でほぼ製品の形状となるのでエネルギー消費が少なく、材料歩留が高い。また製品の設計変更、短納期の試作などに対応しやすいといった長所が挙げられる[4]。

以上のような観点から、現在の製造業において鋳造アルミニウム合金の利用は強く望まれている。その中でも、Al-Si-Mg系のAC4CHは高強度、高延性、高耐食性であるとともに鋳造性に優れていることから、代表的な高強度鋳造合金として一般的に使われている。しかし、鋳物材料には鋳造欠陥が内在するという欠点がある。

### 1.3 大型構造物の疲労強度に対する鑄巣サイズの定量評価

鑄造アルミニウム合金には、製造工程に起因して、本質的に鑄巣などの欠陥を初めから内在しているため、これにより疲労強度が大きくばらつく。Fig.1-2はアルミニウム合金鑄物の引張り強さと回転曲げ疲労強度の関係を示したものであるが、この資料によると砂型鑄物の疲労比の範囲は約0.15~0.55の広範囲に渡っており、設計基準として中間値をとるのは少量生産である大型鑄物構造物の場合リスクが大きい。しかし下限値を基準として疲労設計するとかなりの過剰設計となるため、より適切な設計基準となる疲労強度の推定法が求められる。

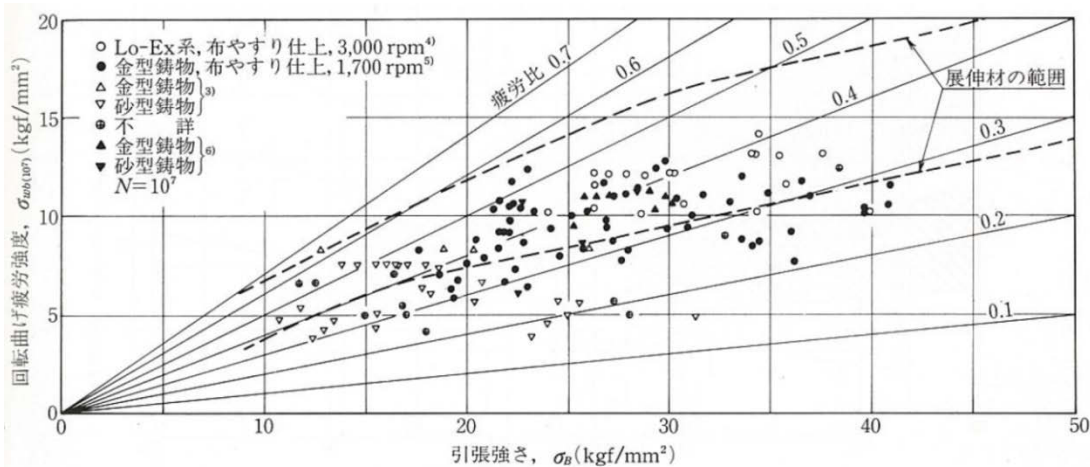


Fig.1-2 . アルミニウム合金鑄物の引張り強さと回転曲げ疲労強度の関係 [5]

以上より、本研究の前半(第2章)にて、アルミニウム鑄物の凝固速度と疲労強度の関係を検証し、AC4CH の大型鑄物の疲労挙動に及ぼす鑄造欠陥の影響を調べる(研究1)。

## 1.4 鑄巣除去による疲労強度の向上

本質的に鑄物材料には鑄造欠陥が内在する事はすでに述べたが、この鑄造欠陥を製造プロセス上取り除くことは困難である。そのため鑄造合金において鑄造組織を消失させ、組織を均一化させることが鑄造 Al 合金の利用に関する重要な課題となる。一般に、疲労き裂は材料の自由表面およびその周辺から発生する場合が多く、材料表面のき裂発生抵抗を向上させる技術が期待される。この技術の中で最近では強ひずみ加工による組織改質が注目されており、その一つとして摩擦攪拌による組織改質 (Friction Steering Process) が近年注目されている。

FSP は回転したツールショルダー部における摩擦熱で材料を軟化させ、ツールプローブ周囲の攪拌作用によって塑性流動させることで組織の均一化や結晶粒の微細化させる手法である。この技術は疲労強度向上に有効であるが、改質条件により層状の組織が生成されることも報告されている。FSP によって形成された組織はき裂成長過程において成長経路を誘導するように作用するため、疲労強度への悪影響が懸念されている。そのため良質な改質結果を得るためには、摩擦攪拌技術の深い理解が必要である。本研究では改質条件によって異なる組織をもった材料の疲労試験を検討することで、改質条件が疲労挙動に及ぼす影響について調査する。

以上より、本研究の後半(第3章)にて、摩擦攪拌により組織改質した鑄造アルミニウム合金の疲労挙動に及ぼす改質条件の影響を検証する(研究2)。

## 1.5 本論文の目的と構成

本論文の目的は、アルミニウム合金 AC4CH の大型鋳物の疲労強度の推定のため、その鋳造欠陥が疲労強度におよぼす影響について検証し(研究1)、さらにその疲労強度を向上するための手段の一つとして FSP による改質技術に注目し、その挙動を明らかにする(研究2)ものである。

研究1において、鋳造アルミニウム合金には、製造工程に起因して、本質的に鋳巣などの欠陥を初めから内在しているため、鋳巣により疲労強度がばらつくこと、また鋳巣が大きくなるにつれて疲労強度が低下することが知られている。鋳造アルミニウム合金の疲労強度、疲労き裂の発生および進展挙動に関する研究報告はこれまでにいくつか見受けられるが、微視的組織や内部欠陥の影響に注目した研究は少なく、十分に明らかにされているとはいえない。よって、「アルミニウム合金 AC4CH 大型鋳物の疲労挙動に及ぼす鋳造欠陥の影響(研究1)」では、凝固速度の異なる部位の疲労限度の推定を試みる。

研究2において、近年 FSW に関する報告は異種材料接合を含め多数見られるが摩擦攪拌改質を行った材料の疲労挙動はほとんど検討されていない。また摩擦攪拌改質は特定の領域の組織様相を改質し、機械的性質の改質をもたらすが、その改質条件の変化により、ワームホールなどの改質欠陥の生成[6]およびオニオンリングと呼ばれる層状組織の生成が報告[7]されており、摩擦攪拌改質と言っても、改質結果には数多くの金属組織のパターンおよびその材料強度が存在する。そのため改質条件が及ぼす改質材料の疲労挙動への影響を把握することは、設計手法の実用化において非常に重要である。よって、「摩擦攪拌により組織改質した鋳造アルミニウム合金の疲労挙動に及ぼす改質条件の影響(研究2)」では、複数ある改質条件のうち、ツールの回転速度の影響に注目することで、その攪拌中のひずみ速度を変化させ、その改質条件における FSP が疲労挙動に及ぼす影響を検討する。さらに FSP 後に施した、後熱処理による疲労強度への影響についても明らかにする。

## 第2章

アルミニウム合金 AC4CH 大型鋳物の疲労挙動に及ぼす

鋳造欠陥の影響

(研究1)

## 2.1 緒言

本研究では、鋳物材の大型化に対する鋳造時の冷却速度の違いにより生成される鋳造欠陥の大きさや分布が、アルミニウム合金 AC4CH の疲労強度に及ぼす影響を検討し、材料中に含まれる最大鋳造欠陥寸法を極値統計を用いて推定することにより疲労限度を検討するものである。さらに、鋳造欠陥の大きさが疲労挙動に及ぼす影響を比較するために、製造方法を変えて意図的に欠陥寸法を変えた3種類の材料を用いて、それぞれの疲労強度について検討する。

## 2.2 供試材および試験方法

### 2.2.1 供試材および試験片

供試材は鋳造アルミニウム合金 AC4CH である。その化学成分および機械的性質 (Material A) を Table 2-1 および Table 2-2 にそれぞれ示す。

**Table 2-1 Chemical compositions of material (mass. %).**

Material	Si	Mg	Fe	Ni	Cr	Sn	Al
AC4CH	6.66	0.383	0.153	0.009	0.002	0.002	Bal.

**Table 2-2 Mechanical properties of Material-A specimen.**

Material	0.2% proof stress $\sigma_{0.2}$ (MPa)	Tensile strength $\sigma_B$ (MPa)	Total elongation $\delta$ (%)	Elastic modulus E (GPa)
AC4CH	215	237	2.5	70

鋳巣の影響を比較するために鋳造時の湯の流動シミュレーションを行い、鋳造冷却時の凝固時間が異なることが予測される大型鋳物 (寸法: 260mm×15000mm×200mm) の3箇所から試験片となる試料を採取した。湯口から最も遠い底部から採取した材料を A 材, 湯口付近の鋳造時下部分を B 材, 鋳造時上部分を C 材, 側面中心付近の鋳造時下部分を D 材と分類する。冷却速度は A 材 > B 材 > C 材 > D 材である。

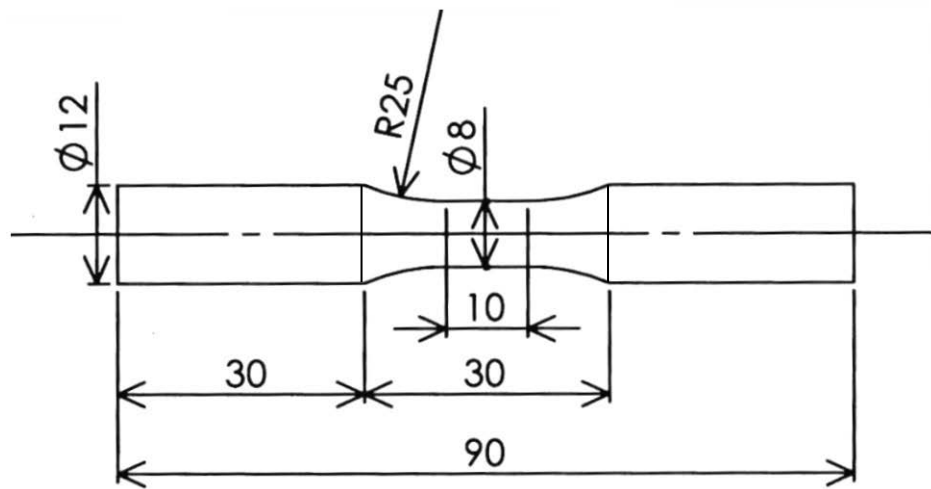
さらに、鋳巣の数や大きさの影響を比較するために鋳巣の数の異なる 3 種類の試験片を用いた。鋳巣の数が最も多い材料を 1 材, 次に多い材料を 2 材, 最も少ない材料を 3 材と分類する。この材料については、Table 2-3 に示すように、鋳造時にフラックス精錬, 脱ガス処理, 凝固圧, 鋳込み温度, 冷やし金の有無などの条件を変えることで、鋳巣の大きさに変化を与えている。



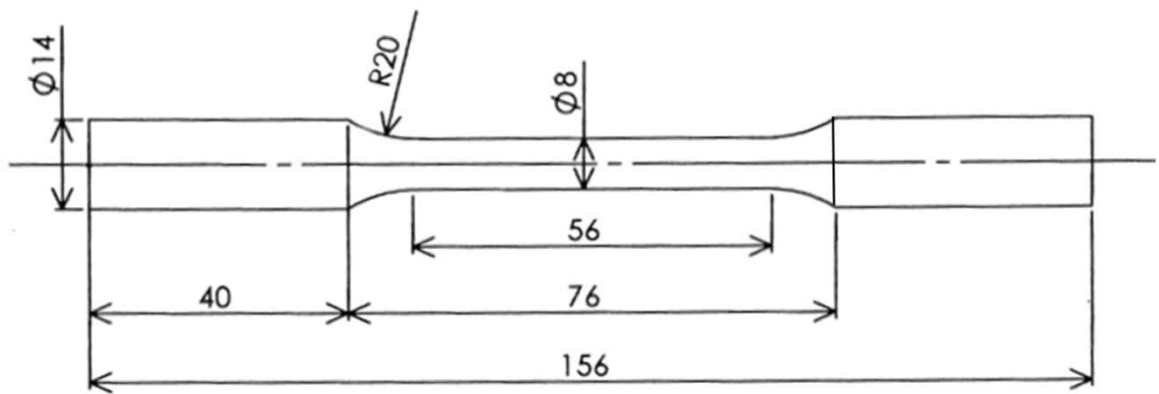
Table 2-3 Casting conditions of materials 1, 2 and 3.

Material	1	2	3
Casting defect size	large	medium	small
Flux refining	×	○	○
Degassing	×	○	○
Coagulation	Atmospheric pressure	Atmospheric pressure	Pressurization (700kPa)
Pouring temperature(°C)	800	700	700
Chills	×	×	Center

試験片は、採取したそれぞれの試料から機械加工により作製した。疲労試験片の形状は JIS Z 2274 に、引張試験片の形状は JIS Z2201 14 号 A に準ずるものとした。本研究で用いた(a)疲労試験用および(b)引張試験用の試験片形状をそれぞれ Fig.2-1(a)および(b)に示す。また疲労試験片については試験部をエメリー紙で順次 2000 番まで研磨し、バフ研磨により鏡面に仕上げた。



(a) For fatigue test.

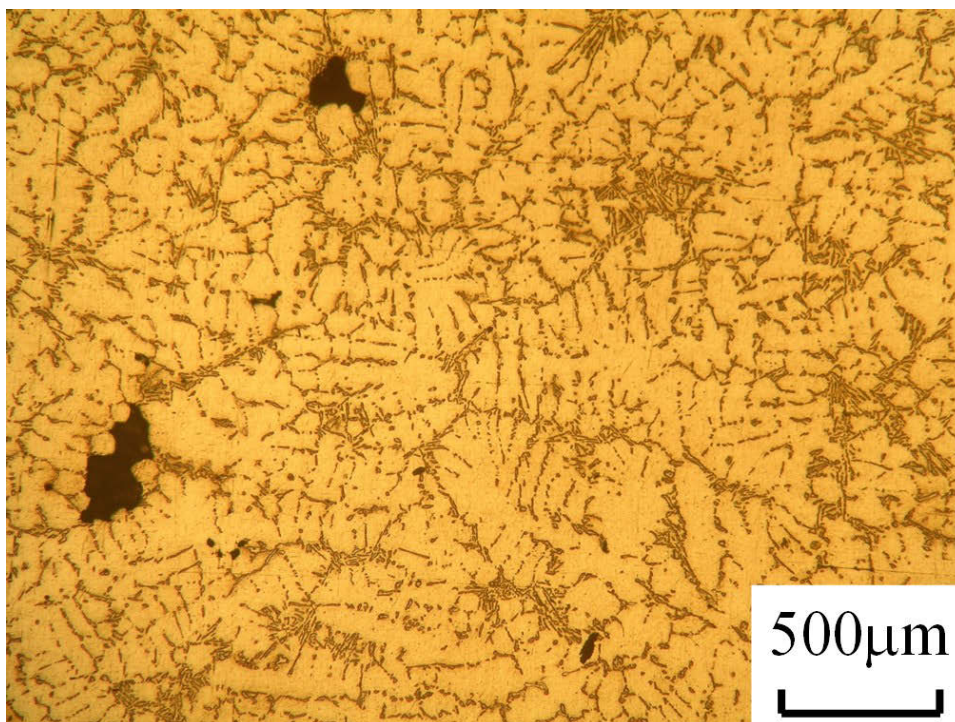


(b) For tensile test.

Fig.2-1 Specimen configurations.

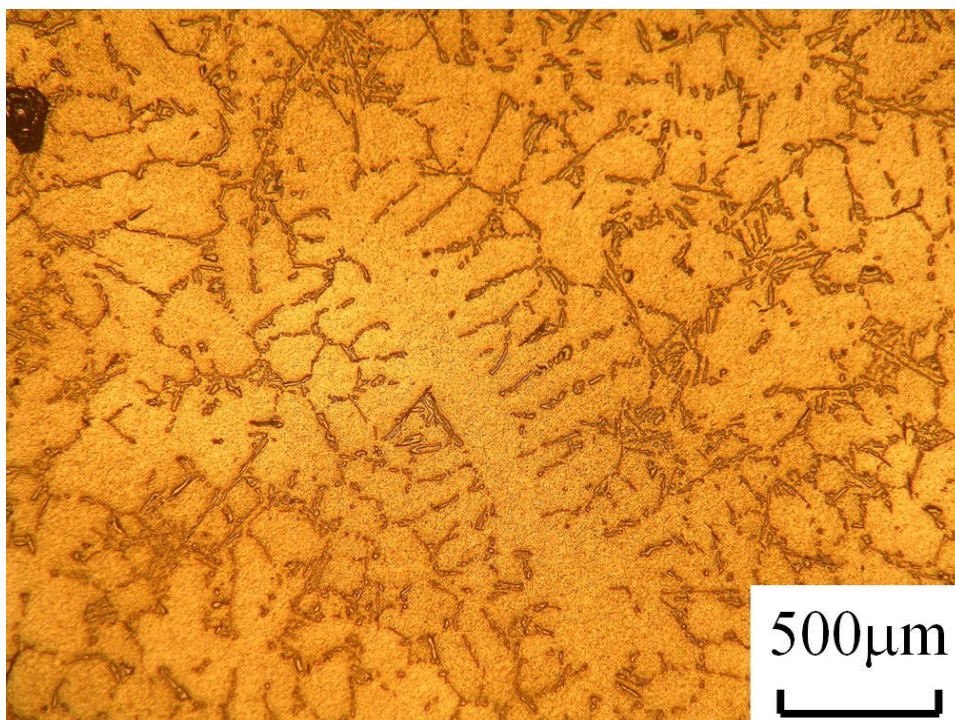
### 2.2.2 組織観察およびビッカース硬さ

各試料の組織写真を Fig.2-2(a), (b), (c), (d), (e), (f)および(g)に示す. それぞれ, A 材, B 材, C 材, D 材, 1 材, 2 材および 3 材である. 組織観察に先立ち表面をエメリー紙にて 2000 番まで研磨, その後バフ研磨を行い, 塩酸 (5ml )+フッ化水素酸 (7.5ml)+蒸留水 (4.5ml)の腐食液を用いて表面を腐食した後, 光学顕微鏡により観察した. 2 次枝法[8]でデンドライトアームスペーシング(DAS)を求め, 各試料について組織の比較を行った. また, 各試料の硬さを測定した. 硬さ試験にはマイクロビッカース硬さ計を用い, 荷重 0.98N, 保持時間 30 秒で測定を行った. それぞれの材料の DAS および硬さを Table 2-4 および Table 2-5 に示す. 凝固時間が遅くなるのに伴い DAS は大きくなり, 硬さは低下していることがわかる.

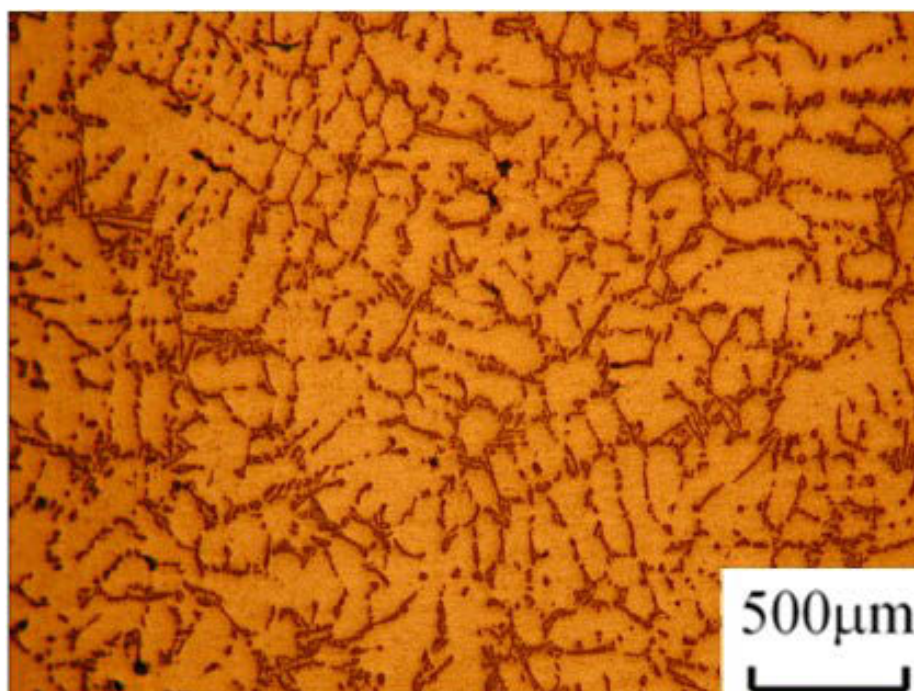


(a) Material A

Fig.2-2 Microstructures.

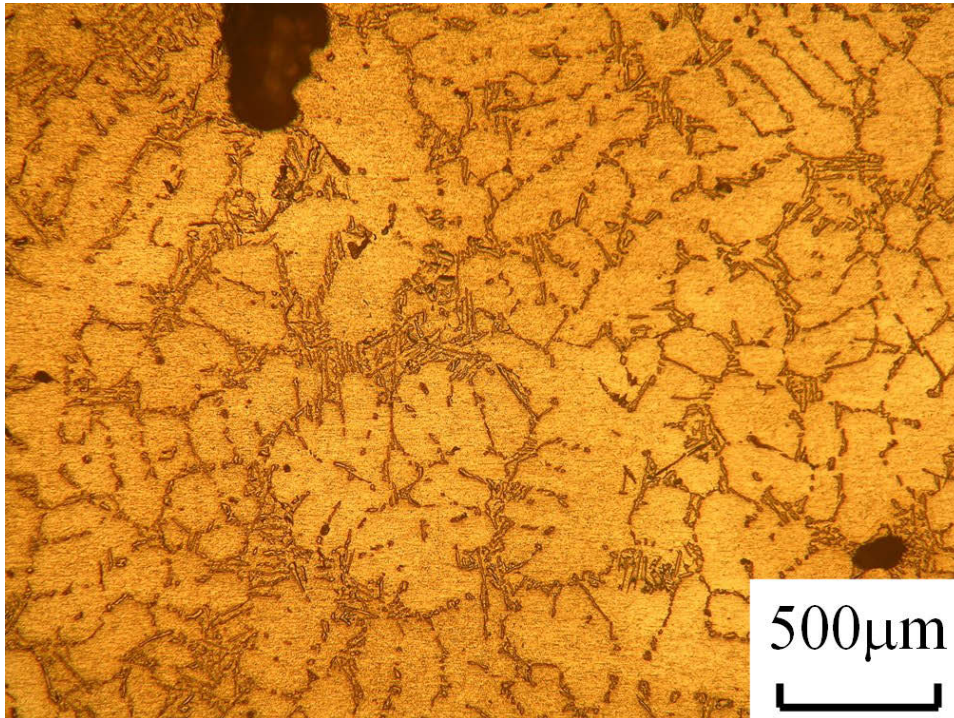


**(b) Material B**

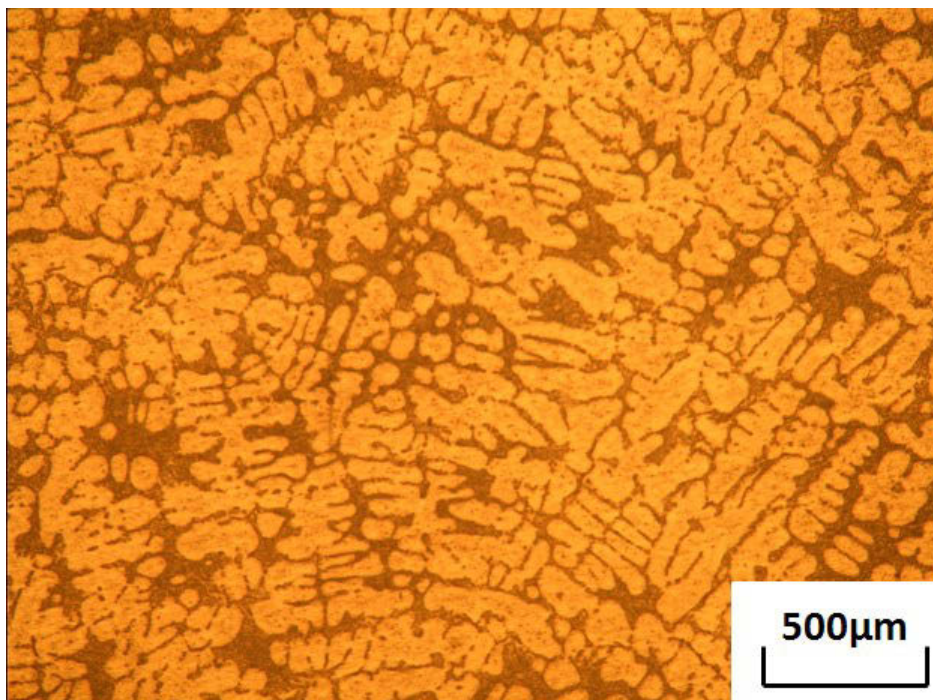


**(c) Material C**

**Fig.2-2 Continued.**

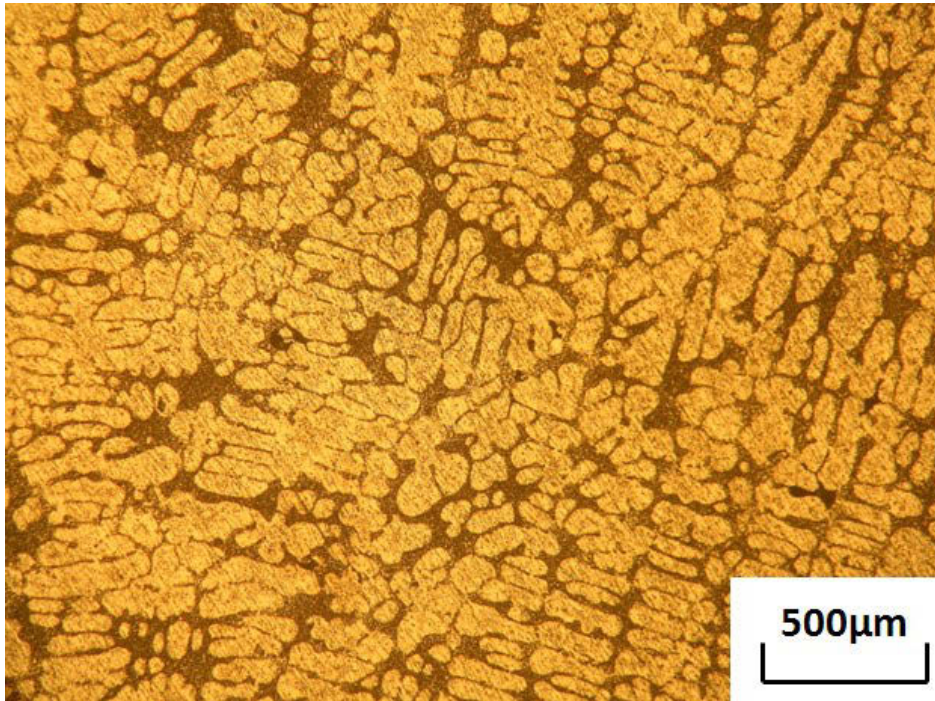


**(d) Material D**

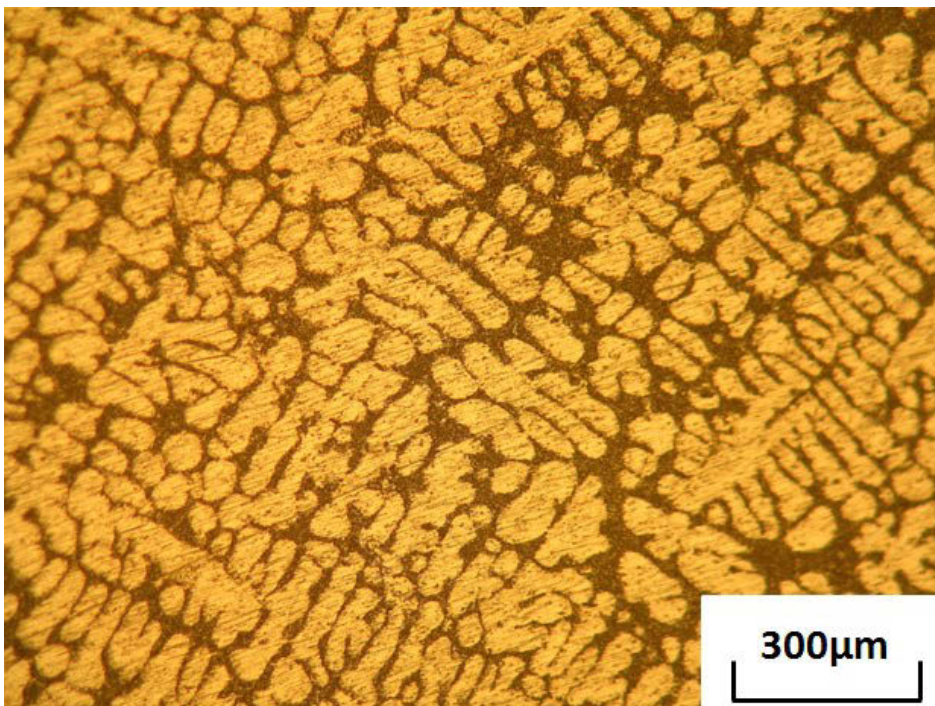


**(e) Material 1**

**Fig.2-2 Continued.**



**(f) Material 2**



**(g) Material 3**

**Fig.2-2 Continued.**

**Table 2-4 DAS.**

Material	A	B	C	D
DAS ( $\mu\text{m}$ )	57	84	99	96

Material	1	2	3
DAS ( $\mu\text{m}$ )	71	66	33

**Table 2-5 Vickers hardness.**

Material	A	B	C	D
Vickers hardness	116	108	102	90

Material	1	2	3
Vickers hardness	104	107	103

### 2.2.3 実験装置および試験方法

引張試験には万能材料試験機を用い、疲労試験には小野式回転曲げ疲労試験機を用いた。疲労試験は室温大気中において繰返し速度  $f = 60\text{Hz}$  , 応力比  $R = -1$  で行った。破面観察には、走査型電子顕微鏡 (Scanning electron microscope, SEM) を使用した。



## 2.2.4 極値統計法

### 2.2.4.1 極値統計法

検査基準面積内で最大の鑄造欠陥を選び、その最大欠陥の面積を測定し、その平方根 ( $\sqrt{area}$ : 欠陥の代表寸法) をとる。この検査部が重複しないように異なる検査面について  $n$  回測定を行う。測定した  $n$  個の最大欠陥寸法 ( $\sqrt{area_{max}}$ ) を小さいものから順に並べ直し累積分布関数  $F_j(\%)$  および基準化変数  $y_j$  を計算する。

$$F_j = j/(n + 1) \times 100 \quad \text{式 2-(1)}$$

$$y_j = -\ln[-\ln\{(T - 1)/T\}] \quad \text{式 2-(2)}$$

平面を立体化するために測定した最大欠陥寸法の平均値 ( $\sum \sqrt{area}/n$ ) を仮想的な厚さとして用いて、検査基準面積と厚さにより検査基準体積  $V_0$  を求める。最小二乗法により、最大鑄造欠陥分布直線を求め基準化変数  $y$  を決定し、予測を行う試験片の最小断面部の検査基準体積より再帰期間を求める。

$$\sqrt{area}_{max} = a \cdot y + b \quad \text{式 2-(3)}$$

$$T = (V + V_0)/V_0 \quad \text{式 2-(4)}$$

基準化変数を最大鑄造欠陥分布直線に代入して、最大欠陥寸法を計算する。ここで危険体積  $V$  は  $95.5\text{mm}^3$  である。危険堆積の定義を Fig.2-3 に示す。

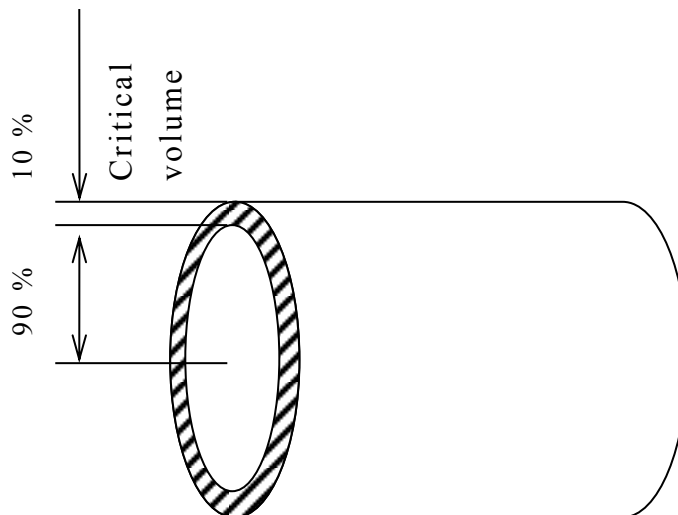


Fig.2-3 Definition of Critical volume.

### 2.2.4.2 隣接した鑄巣の統合

鑄巣を鑄造欠陥として捉え、 $\sqrt{\text{area}}$ 法を用いて解析するわけであるが、鑄巣が考えている検査基準面積内に十分離れて独立して存在するときは、その内の最大寸法の鑄巣を鑄造欠陥として選び、前節の手法で極値統計解析を行えば良い。しかしながら、複数の鑄巣が近接して存在する場合、その取扱いには注意が必要であり、以下のような手法を用いて一つの鑄巣として見なすことにした。

2つの鑄巣が近接している場合は、それぞれ鑄巣の $\sqrt{\text{area}}$ を求め、2つの間の距離が小さい方の鑄巣の $\sqrt{\text{area}}$ よりも短い場合は1つの鑄巣とみなして統合し、長い場合は独立する鑄巣とみなした[9]。

3つ以上鑄巣が近接している場合の統合は以下に示す2通りの方法を用い、その比較を行った。3つ以上の鑄巣が近接している例を Fig.2-4 に示す。単体の鑄巣を小文字で、統合した鑄巣を大文字で表す。

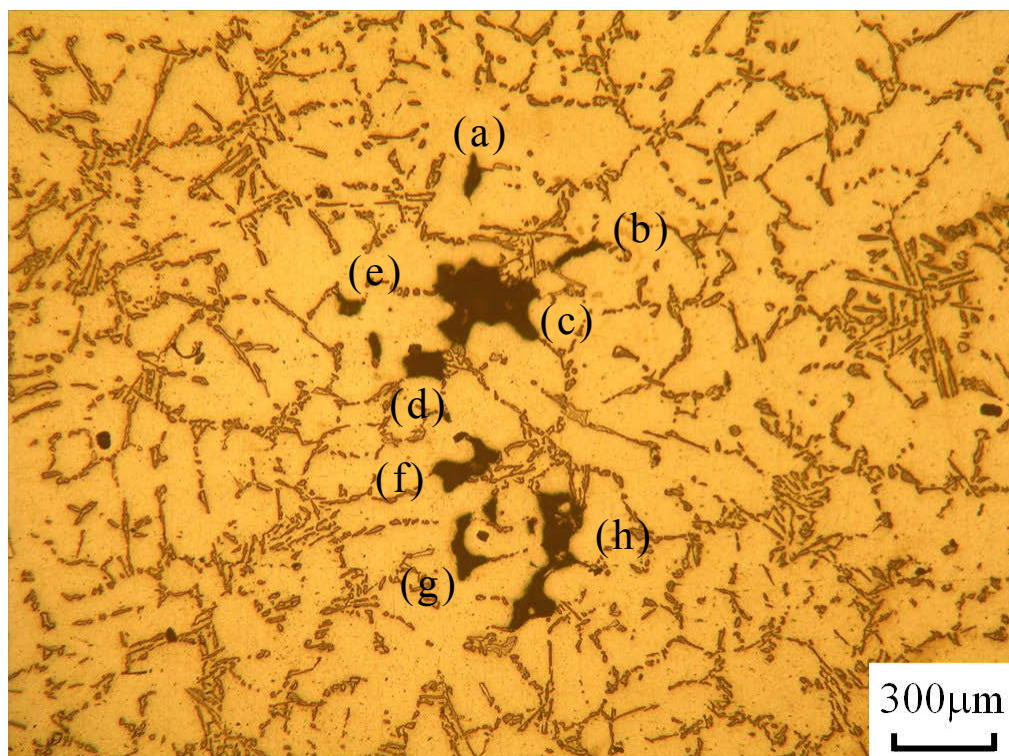


Fig.2-4 Multiple casting defects.

### 2.2.4.2.1 Type 1

統合した鑄巣とその周りにある鑄巣を比較し、全体の鑄巣を統合した極値統計を行なった。Fig.2-4 で示した鑄巣の拡大図である Fig.2-5 に、鑄巣を統合した例を示す。まず、例えばFig.2-4 で示した鑄巣(c)は、周りの鑄巣(b), (d) および(e)との距離を考えると、鑄巣間の距離は小さい方の鑄巣の $\sqrt{area}$ よりも短いために統合することが可能である。ここで、(b)~(e)を統合した鑄巣を(A)としてFig.2-5 中に破線で示す。同様にして、鑄巣(f)~(h)も統合されて大きな鑄巣(B)となる。これらの鑄巣(A), (B)をそれぞれ一つの鑄巣と考えると、両鑄巣間の距離は小さい方の鑄巣の $\sqrt{area}$ よりも短いためにさらに統合できる。このように、一度統合した鑄巣を大きな独立した鑄巣と考えて統合の作業を進めると、Fig.2-5 の鑄巣の集合は最終的に実線で示す大きな鑄巣(C)としてカウントされる。Type 1 の手法では、この大きな鑄巣(C)を用いて極値統計を行う。

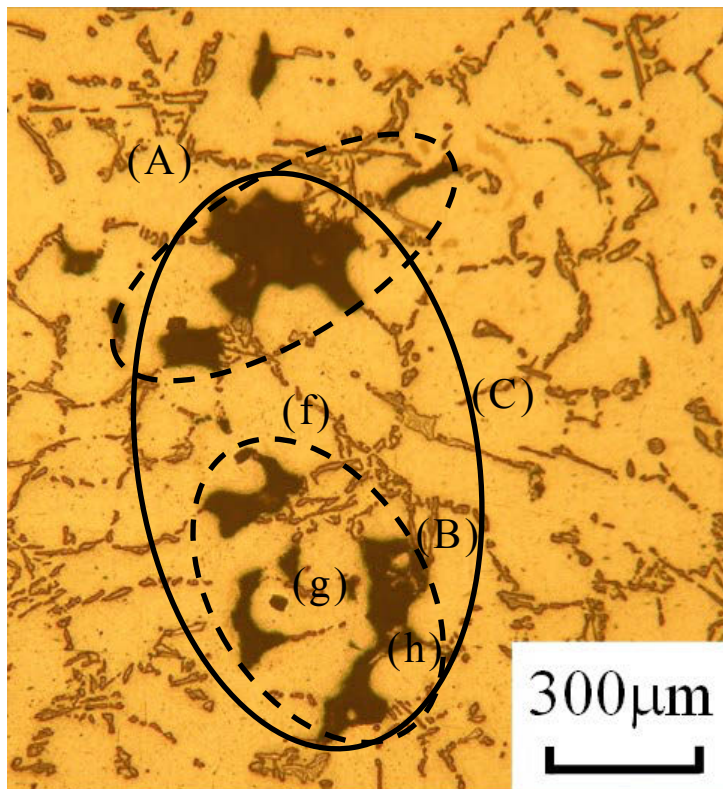


Fig.2-5 Example of the integration of casting defects in Type 1.

### 2.2.4.2.2 Type 2

一方 Type 2 は、統合した鑄巣を一つの独立した鑄巣と見なさずに、一つ一つの小さな鑄巣の間の距離を順次比較する手法である。Fig.2-6 にこの手法を用いて鑄巣を統合する例を示す。Fig.2-6 の場合、鑄巣 (b), (c), (d), (e) でそれぞれの鑄巣の距離を考え得ると、その距離はいずれも小さい方の鑄巣の  $\sqrt{\text{area}}$  よりも短いため統合することができ、大きな鑄巣 (A) と見なすことができる。この統合については、Type 1, Type 2 のいずれも同じである。一方鑄巣 (A) に含まれる鑄巣 (d) から最も近い位置にある鑄巣 (f) を考えると、両者の距離は小さい方の鑄巣の  $\sqrt{\text{area}}$  よりも大きいため統合できない。すなわち鑄巣 (A) は、鑄巣 (f) を含む鑄巣の集合 (f) ~ (h) と相関性はないと考える。一方鑄巣 (f) ~ (h) は近接しているため大きな鑄巣 (B) に統合される。以上のプロセスによれば、鑄巣 (a) ~ (h) は大きな鑄巣 (A) および鑄巣 (B) としてカウントされる。Type 2 ではこのような手法で極値統計を行う。

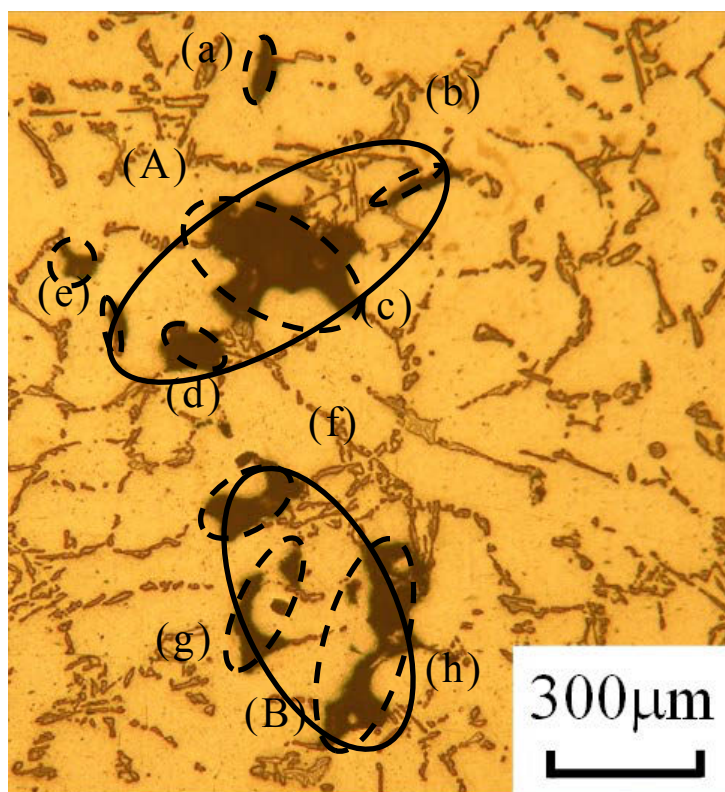


Fig.2-6 Example of the integration of casting defects in Type2.

### 2.2.4.3 疲労限度推定式

微小な欠陥や介在物を有する鉄鋼材料の疲労限度推定予測法として、村上ら[9]は $\sqrt{area}$ 法を提案している。各種高強度鋼等を用い、そのビッカース硬さ  $HV$ 、欠陥を最大引張応力方向に投影した面積の平方根 $\sqrt{area}$  ( $\mu m$ )から以下の式を疲労限度 $\sigma_w$ 推定式として提唱している。

[表面の微小欠陥，き裂，介在物に対する疲労限度評価式]

$$\sigma_w = \frac{1.43(HV+120)}{(\sqrt{area})^{\frac{1}{6}}} \quad \text{式 2-(5)}$$

[表面に接するような微小欠陥，き裂，介在物に対する疲労限度評価式]

$$\sigma_w = \frac{1.41(HV+120)}{(\sqrt{area})^{\frac{1}{6}}} \quad \text{式 2-(6)}$$

この式を用いることにより、高強度鋼等の疲労限度は精度よく推定できる。しかし、非鉄金属材料では危険側の推定となり、野口ら[10]は式 2-(5)にヤング率  $E$  における補正項を設けた推定式を提唱している。

$$\sigma_w = \frac{1.43\left(120\frac{E}{E_{st}}+HV\right)}{(\sqrt{area})^{\frac{1}{6}}} \quad \text{式 2-(7)}$$

しかし、 $\sqrt{area}$ 法の適用範囲は $\sqrt{area} \leq 1000 \mu m$ とされており、 $\sqrt{area} > 1000 \mu m$ の領域において $\sqrt{area}$ 法の適用の可能性は示されていない。そこで上野ら[11]は、 $\sqrt{area}$ が  $1400 \mu m$  程度を境にした表面起点型の2通りの疲労限度推定式を提唱している。

$\sqrt{area} < 1400 \mu m$  の場合：

$$\sigma_w = \frac{1.43(HV+75)}{(\sqrt{area})^{\frac{1}{6}}} \quad \text{式 2-(8)}$$

$\sqrt{area} > 1400 \mu m$  の場合：

$$\sigma_w = \frac{1.43(HV+450)}{(\sqrt{area})^{\frac{1}{3}}} \quad \text{式 2-(9)}$$

以上の式を用いて、大型鋳物材に含まれる鋳造欠陥に対する疲労限度推定式の妥当性の検討を行った。

## 2.3. 実験結果

### 2.3.1 S-N 曲線

AC4CH の疲労試験結果を S-N 線図上にプロットしたものを Fig.2-7(a),(b) に示す. Fig.2-7(a)における○印は A 材, △印, ◇印および□印はそれぞれ B 材, C 材および D 材を示す. Fig.2-7(b)における△印は 1 材, □印および○印はそれぞれ 2 材, 3 材を示す.

Fig.2-7(a)より, A 材の  $10^7$  回の繰返しに対する疲労限度は 65MPa, 以下, B 材は 80MPa, C 材は 78MPa, D 材は 75MPa となった. 凝固時間の早い A 材のみ疲労限度が低い. それ以外の B~C 材では, 冷却速度が速いほど疲労限度が向上する傾向は見られたが, その差は小さかった. 一方, Fig.2-7(b)では 1 材の  $10^7$  回の繰返しに対する疲労限度は 20MPa, 以下, 2 材は 50MPa, 3 材は 105MPa となった. 鑄巣の数が多くなるほど疲労限度は低下し, 鑄造条件の相違に依存した明確な差が見られた.

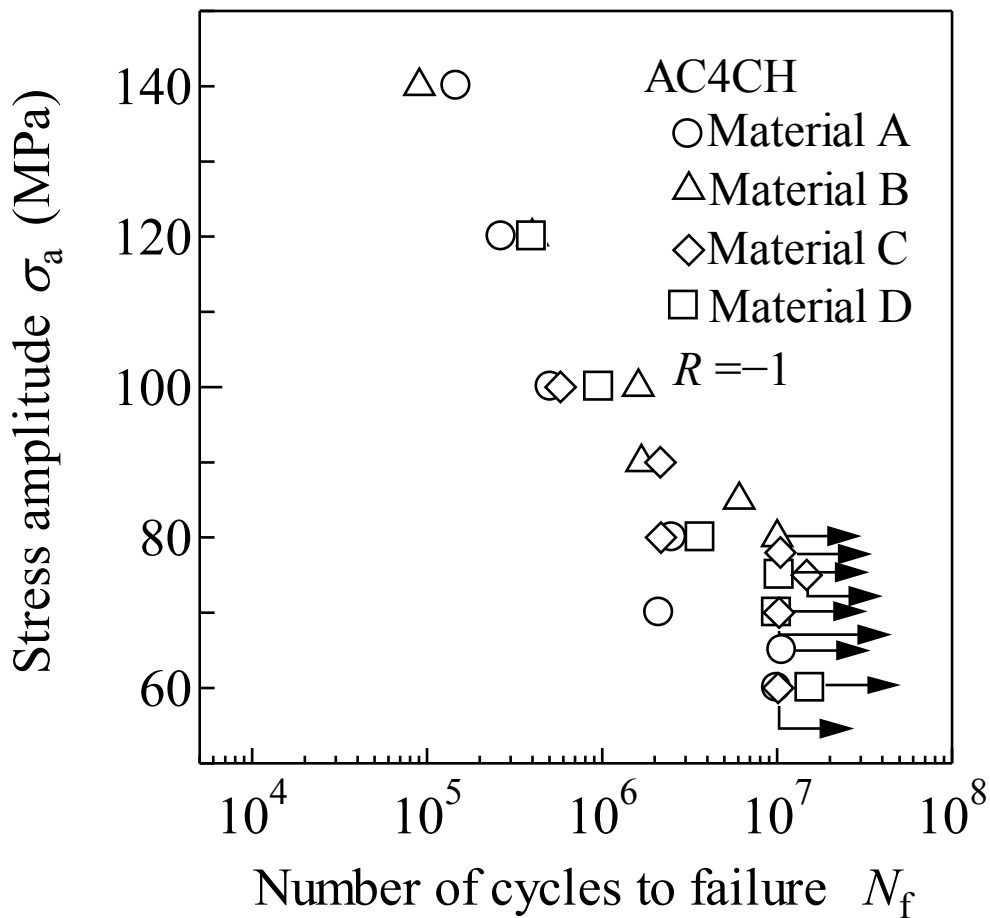


Fig.2-7(a) S-N diagram of Material A-D.

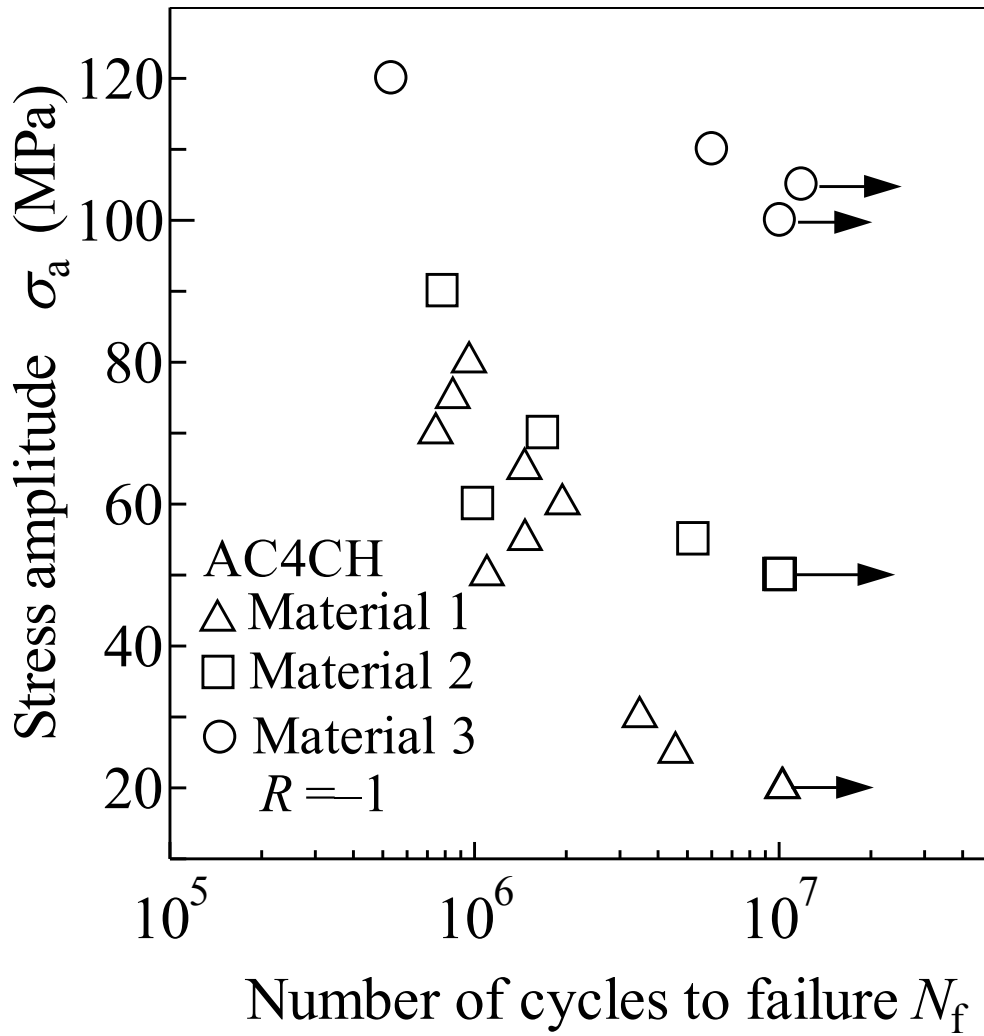
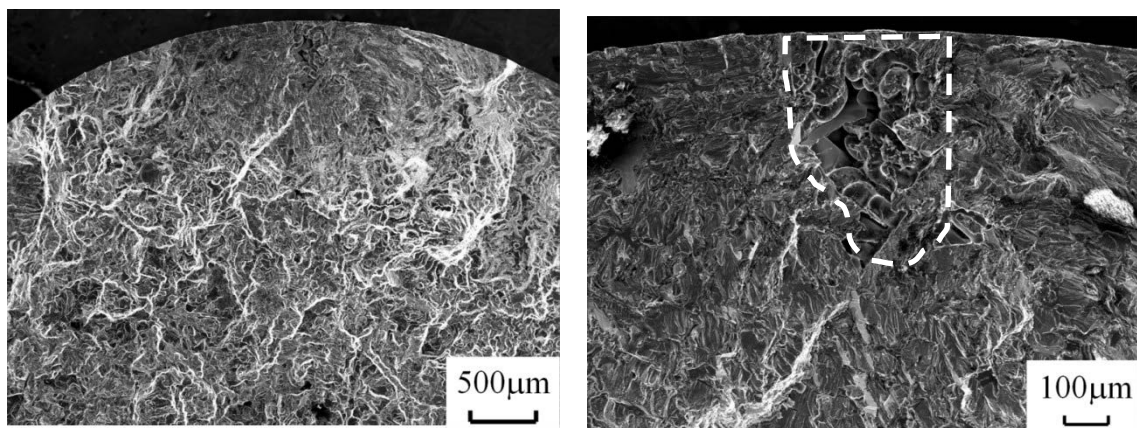


Fig.2-7(b) *S-N* diagram of Material 1-3.

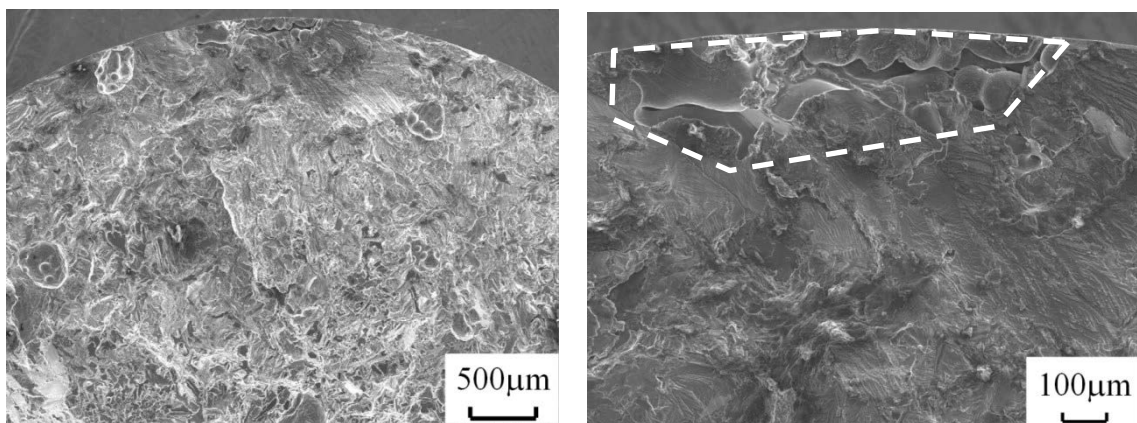
### 2.3.2 破面観察

A材, B材, C材, D材, 1材, 2材および3材における破面のSEM写真を, それぞれ Fig.2-8(a), (b), (c), (d), (e), (f)および(g)に示す.

A材, B材, C材, D材において, 鑄造欠陥サイズがおよそ  $400\mu\text{m}$  から  $1200\mu\text{m}$  ほどの表面近傍の鑄造欠陥からき裂が発生し, 進展して破断が生じていることが分かった.



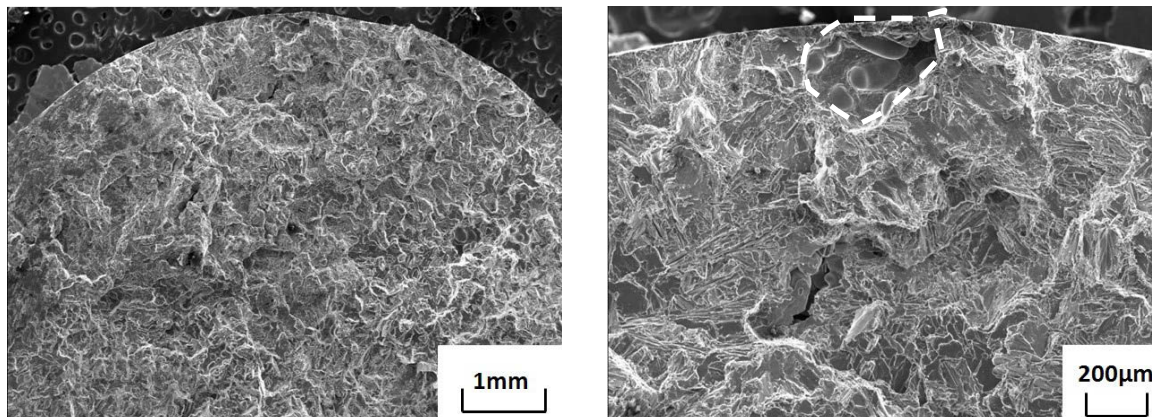
(a) Material A ( $\sigma_a = 160\text{MPa}$ ,  $N_f = 5.4 \times 10^4$ ).



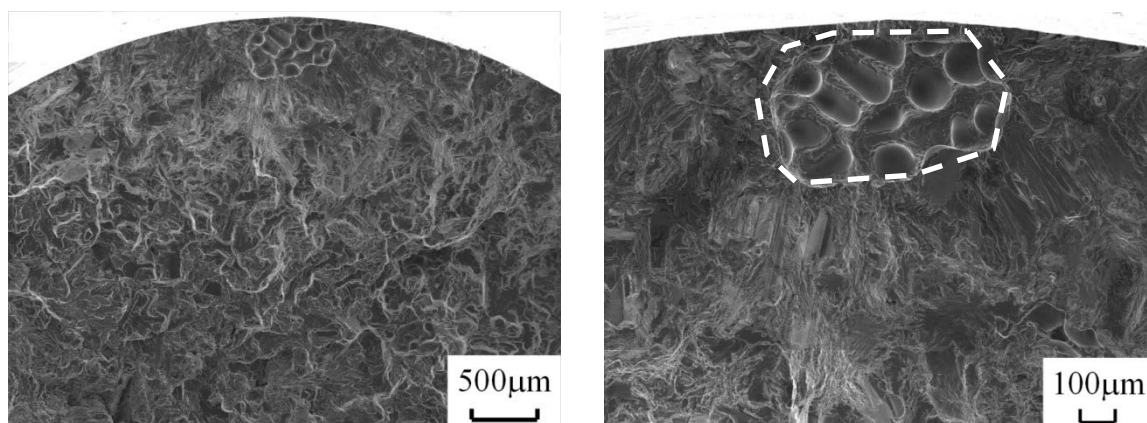
(b) Material B ( $\sigma_a = 90\text{MPa}$ ,  $N_f = 1.7 \times 10^6$ ).

Fig.2-8 SEM micrographs showing crack initiation site of AC4CH.

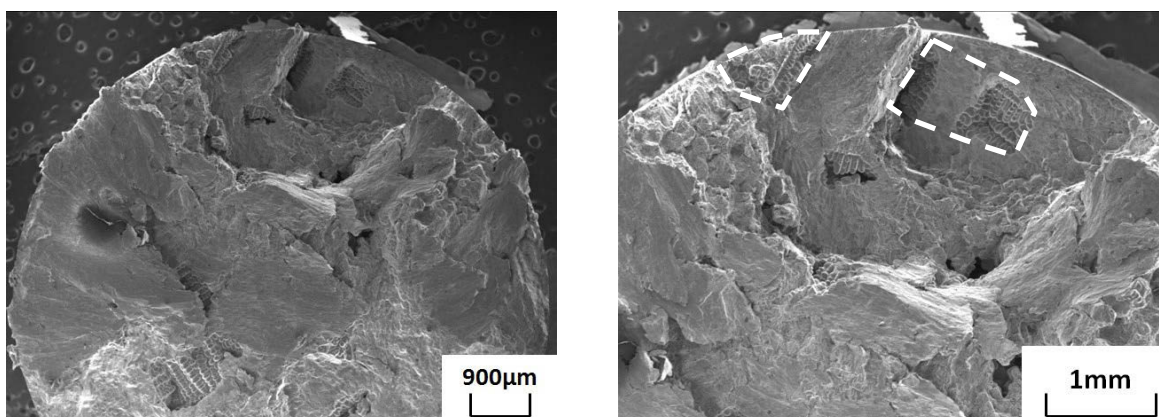




(c) Material C ( $\sigma_a = 80\text{MPa}$ ,  $N_f = 2.2 \times 10^6$ ).

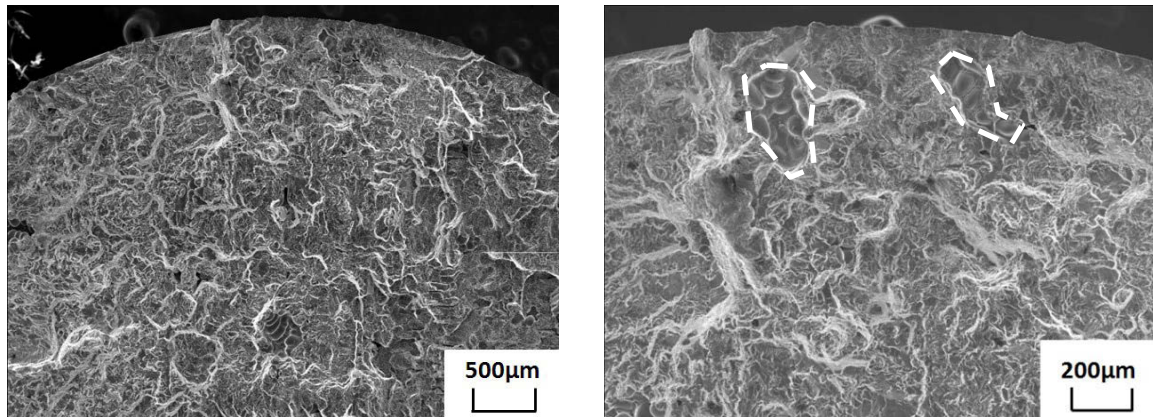


(d) Material D ( $\sigma_a = 120\text{MPa}$ ,  $N_f = 4.0 \times 10^5$ ).

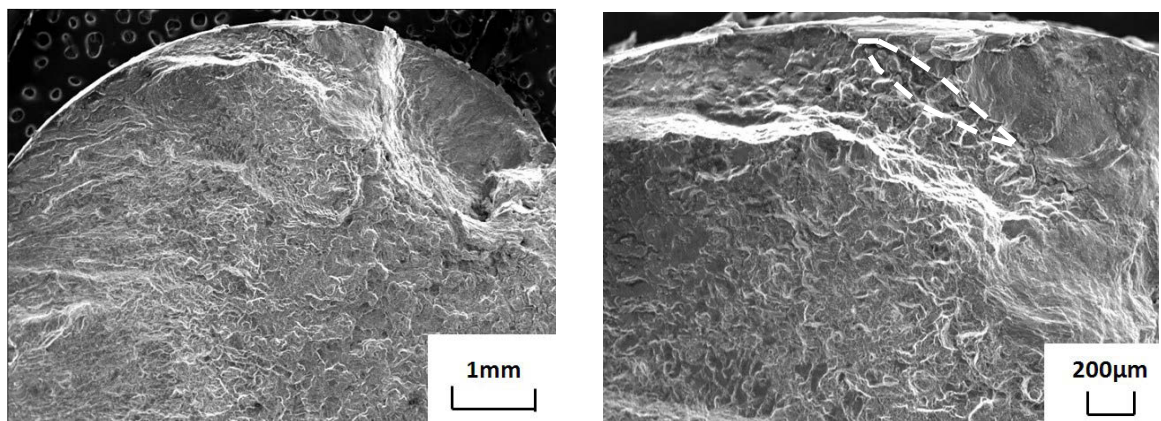


(e) Material 1 ( $\sigma_a = 55\text{MPa}$ ,  $N_f = 1.5 \times 10^5$ ).

Fig.2-8 Continued.



(f) Material 2 ( $\sigma_a = 90\text{MPa}$ ,  $N_f = 7.9 \times 10^5$ ).



(g) Material 3 ( $\sigma_a = 120\text{MPa}$ ,  $N_f = 5.4 \times 10^5$ ).

Fig.2-8 Continued.

## 2.4. 考 察

### 2.4.1 極値統計による解析

#### 2.4.1.1 Type 1 による鑄巢の統合

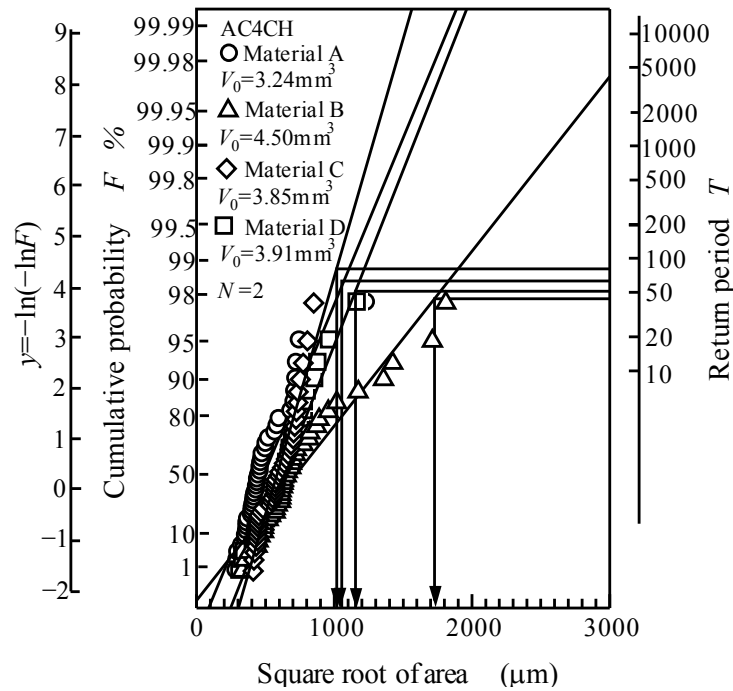
3つ以上の隣り合った鑄巢の統合方法に Type 1 を用いて, AC4CH について1本の試験片の危険断面内に含まれる最大欠陥寸法を予測した. それぞれのアルミニウム鑄造合金に含まれる鑄造欠陥の極値統計グラフを Fig.2-9(a)および(b)に示す.

Fig.2-9(a)における各部材の最大鑄造欠陥寸法の分布を示す各材料の記号の対応を下記に示す.

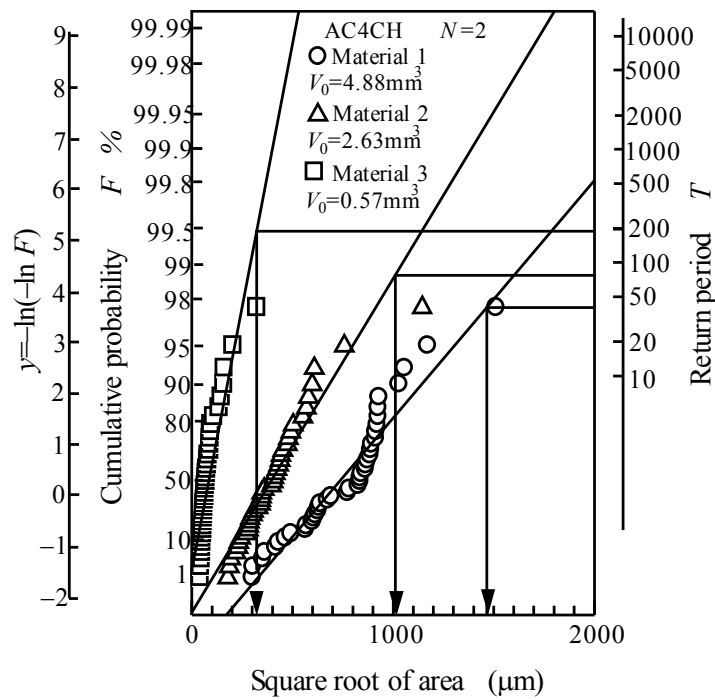
- 印・・・A 材 (基準体積  $V_0=3.24\text{mm}^3$ )
- △印・・・B 材 (基準体積  $V_0=4.50\text{mm}^3$ )
- ◇印・・・C 材 (基準体積  $V_0=3.85\text{mm}^3$ )
- 印・・・D 材 (基準体積  $V_0=3.91\text{mm}^3$ )

Fig.2-9(b)における各部材の最大鑄造欠陥寸法の分布を示す各材料の記号の対応を下記に示す.

- 印・・・1 材 (基準体積  $V_0=4.88\text{mm}^3$ )
- △印・・・2 材 (基準体積  $V_0=2.63\text{mm}^3$ )
- 印・・・3 材 (基準体積  $V_0=0.57\text{mm}^3$ )



**Fig.2-9(a) Estimation of casting defect size in terms of extreme value statistics for Material A, B, C and D.**



**Fig.2-9(b) Estimation of casting defect size in terms of extreme value statistics for Material 1, 2 and 3.**

この分布曲線より、危険体積中に含まれる最大欠陥寸法( $\sqrt{area}_{max}$ )を予測した。Fig.2-1(a)に示す疲労試験用試験片において、最小断面部(危険断面)の危険体積は  $V=95.5\text{mm}^3$  となる。この危険体積と基準体積  $V_0$  の比  $(V+V_0)/V_0$ が再帰期間  $T$ (Return period)となり、それらは A 材, B 材, C 材, D 材, 1 材, 2 材および 3 材において、それぞれ  $T=61, T=44, T=52, T=51, T=41, T=75$  および  $T=336$  となった。推定結果を Table 2-6(a)および(b)に示す。Table 2-6 に示すように A 材, B 材, C 材, D 材, 1 材, 2 材および 3 材の試験片 2 本当り ( $N=2$ ) で推定される最大鑄造欠陥寸法  $\sqrt{area}_{max}$  は、それぞれ  $1181\ \mu\text{m}, 1728\ \mu\text{m}, 971\ \mu\text{m}, 1153\ \mu\text{m}, 1465\ \mu\text{m}, 1011\ \mu\text{m}$  および  $357\ \mu\text{m}$  と推定された。

**Table 2-6(a) Estimated results of casting defect size for Material A, B, C and D.**

Material	A	B	C	D
Control volume $V_0(\text{mm}^3)$	3.24	4.50	3.85	3.91
Number of data	40			
Number of specimens for estimation	N=2			
Return period	61	44	52	51
Critical volume $V(\text{mm}^3)$	95.5			
Defect size ( $\mu\text{m}$ )	1181	1728	971	1153

**Table 2-6(b) Estimated results of casting defect size for Material 1, 2 and 3.**

Material	1	2	3
Control volume $V_0(\text{mm}^3)$	4.88	2.63	0.57
Number of data	40		
Number of specimens for estimation	N=2		N=1
Return period	41	75	336
Critical volume $V(\text{mm}^3)$	95.5		
Defect size ( $\mu\text{m}$ )	1465	1011	357

### 2.4.1.2 Type 2 による鑄巣の結合

3つ以上の隣り合った鑄巣の統合方法に Type 2 を用いて、AC4CH の1本の試験片の危険断面内に含まれる最大欠陥寸法を予測した。それぞれのアルミニウム鑄造合金に含まれる鑄造欠陥の極値統計グラフを Fig.2-10(a)および(b)に示す。

Fig.2-10(a)における各部材の最大鑄造欠陥寸法の分布を示す各材料の記号の対応を下記に示す。

- 印・・・A 材 (基準体積  $V_0=3.20\text{mm}^3$ )
- △印・・・B 材 (基準体積  $V_0=4.17\text{mm}^3$ )
- ◇印・・・C 材 (基準体積  $V_0=3.85\text{mm}^3$ )
- 印・・・D 材 (基準体積  $V_0=3.91\text{mm}^3$ )

Fig.2-10(b) における各部材の最大鑄造欠陥寸法の分布を示す各材料の記号の対応を下記に示す。

- 印・・・1 材 (基準体積  $V_0=4.80\text{mm}^3$ )
- △印・・・2 材 (基準体積  $V_0=2.42\text{mm}^3$ )
- 印・・・3 材 (基準体積  $V_0=0.55\text{mm}^3$ )

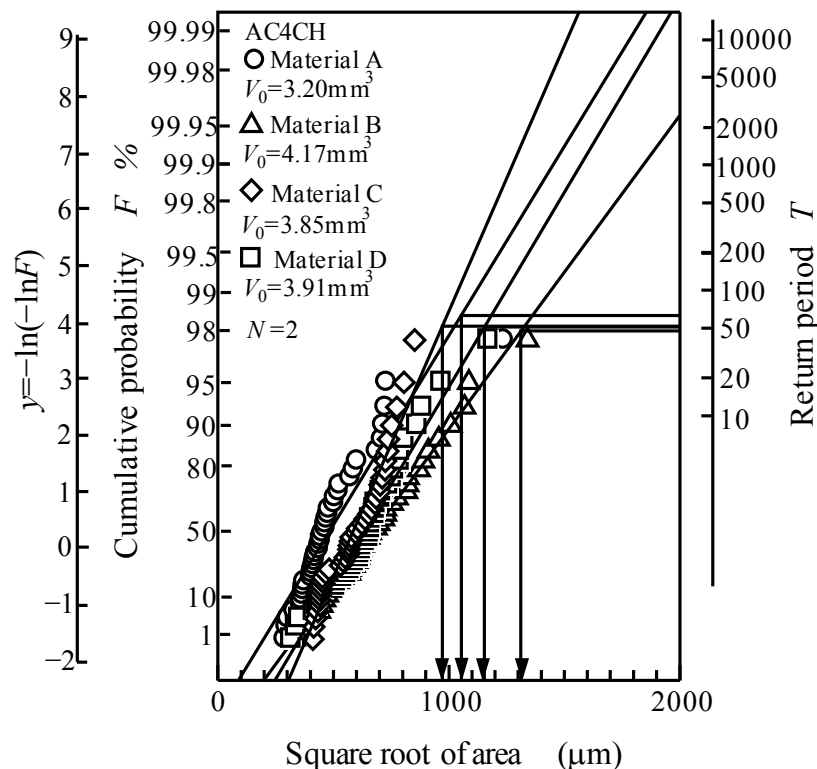
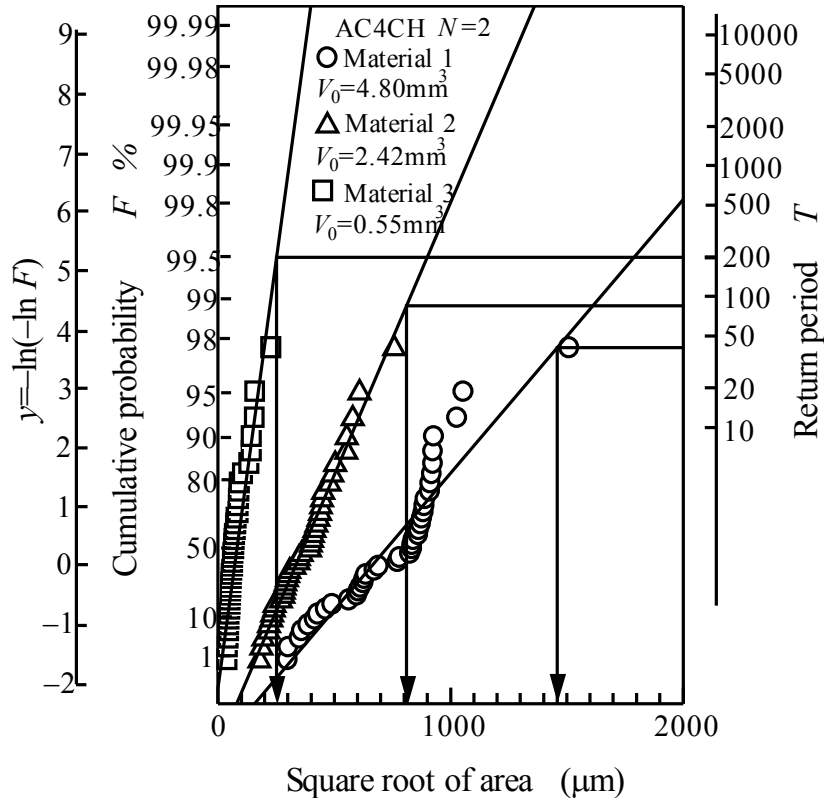


Fig.2-10(a) Estimation of casting defect size in terms of extreme value statistics for Material A, B, C and D.



**Fig.2-10(b) Estimation of casting defect size in terms of extreme value statistics for Material 1, 2 and 3.**

この分布曲線より危険体積中に含まれる最大欠陥寸法( $\sqrt{area}_{max}$ )を予測した。危険体積  $V=95.5\text{mm}^3$  は同一であり、基準体積  $V_0$  の比  $(V + V_0/V_0)$  である再帰期間  $T$ (Return period)は、A材、B材、C材、D材、1材、2材および3材において、それぞれ  $T=62$ ,  $T=48$ ,  $T=52$ ,  $T=51$ ,  $T=42$ ,  $T=81$  および  $T=351$  となった。推定結果を Table 2-7(a), (b)に示す。Table 2-7(a), (b)に示すようにA材、B材、C材、D材、1材、2材および3材の試験片2本当り( $N=2$ )で推定される最大鑄造欠陥寸法  $\sqrt{area}_{max}$  は、それぞれ  $1053\ \mu\text{m}$ ,  $1312\ \mu\text{m}$ ,  $971\ \mu\text{m}$ ,  $1153\ \mu\text{m}$ ,  $1459\ \mu\text{m}$ ,  $811\ \mu\text{m}$  および  $278\ \mu\text{m}$  と推定された。

**Table 2-7(a) Estimated results of casting defect size for Material A, B, C and D.**

Material	A	B	C	D
Control volume $V_0(\text{mm}^3)$	3.20	4.17	3.85	3.91
Number of data	40			
Number of specimens for estimation	$N=2$			
Return period	62	48	52	51
Critical volume $V(\text{mm}^3)$	95.5			
Defect size ( $\mu\text{m}$ )	1053	1312	971	1153

**Table 2-7(b) Estimated results of casting defect size for Material 1, 2 and 3.**

Material	1	2	3
Control volume $V_0(\text{mm}^3)$	4.80	2.42	0.55
Number of data	40		
Number of specimens for estimation	$N=2$		$N=1$
Return period	42	81	351
Critical volume $V(\text{mm}^3)$	95.5		
Defect size ( $\mu\text{m}$ )	1459	811	278



## 2.4.2 鑄巣の統合の違いによる比較

### 2.4.2.1 Material A

隣接した鑄巣の統合条件が異なる Type 1 および Type 2 について極値統計を行い、推測される鑄巣の寸法から式 2-(8)を用いて疲労限度を推測した。極値統計の結果を Fig.2-11 および Table 2-8 に示す。

Table 2-8 を見ると Type 1 および Type 2 で疲労限度の推定値に大きな差は認められなかった。これは、3 つ以上の鑄巣が隣接したものが少なかったことが挙げられる。また、式 2-(8)によるいずれの予測も実験値に比べて危険側の予測となった。

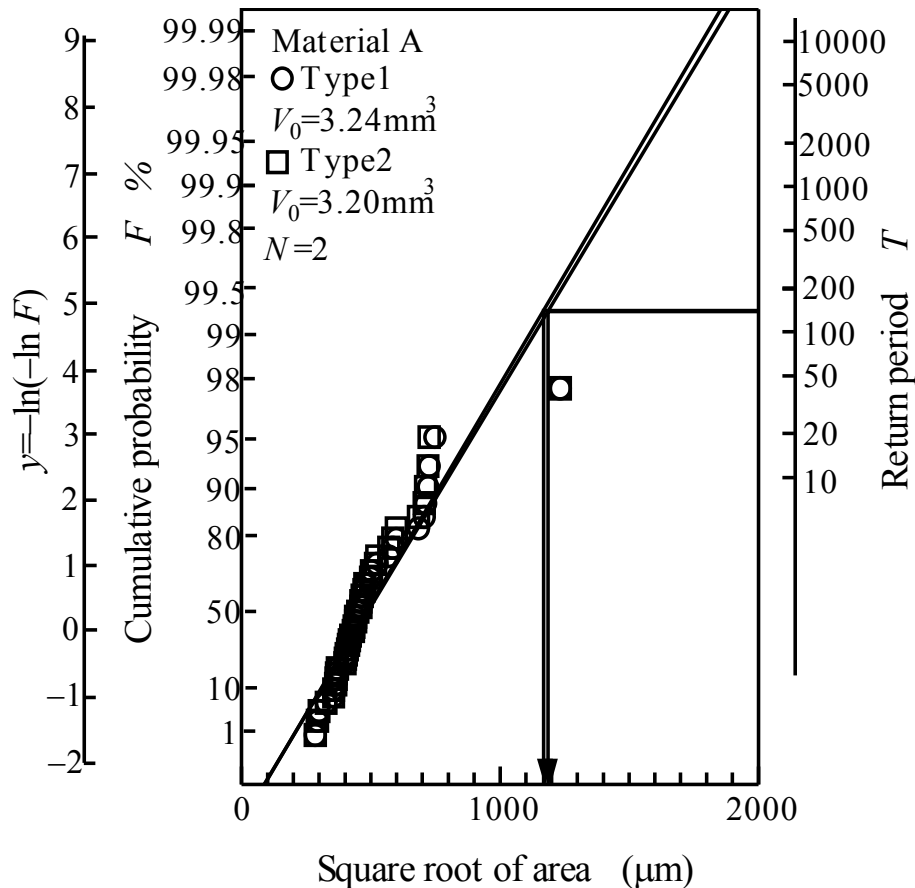


Fig.2-11 Statistics of extreme distribution of casting defects in Material A.

Table 2-8 Comparison between integration type 1 and type 2 in Material A.

Material A	$V_0$ (mm <sup>3</sup> )	$T$	$\sqrt{area}$ (μm)	Fatigue limit (MPa)	
				Prediction by Eq.2-(8)	Experimental
Type 1	3.24	61	1181	84	60
Type 2	3.20	62	1053	85.6	

### 2.4.2.2 Material B

Material B に対する極値統計の結果を Fig.2-12, 推測される疲労限度を Table 2-9 に示す. ただし, この場合鑄巣の予測寸法が  $1400 \mu\text{m}$  に近い, あるいは超過しているため, 式 2-(9)を用いている. 以降, 寸法が  $1400 \mu\text{m}$  以下の場合には式 2-(8), 超える場合は式 2-(9)を用いた推定である. Table 2-9を見ると Type 1 および Type 2 で疲労限度の推定に差が生じるが, いずれの推定も実験値と比べて安全側の推定を行っていることがわかる. Type 1 と Type 2 で差があるのは, 湯口から離れた場所で金型内の溶湯の流動が遅いため密集した鑄巣が多く見られたことによると考えられる.

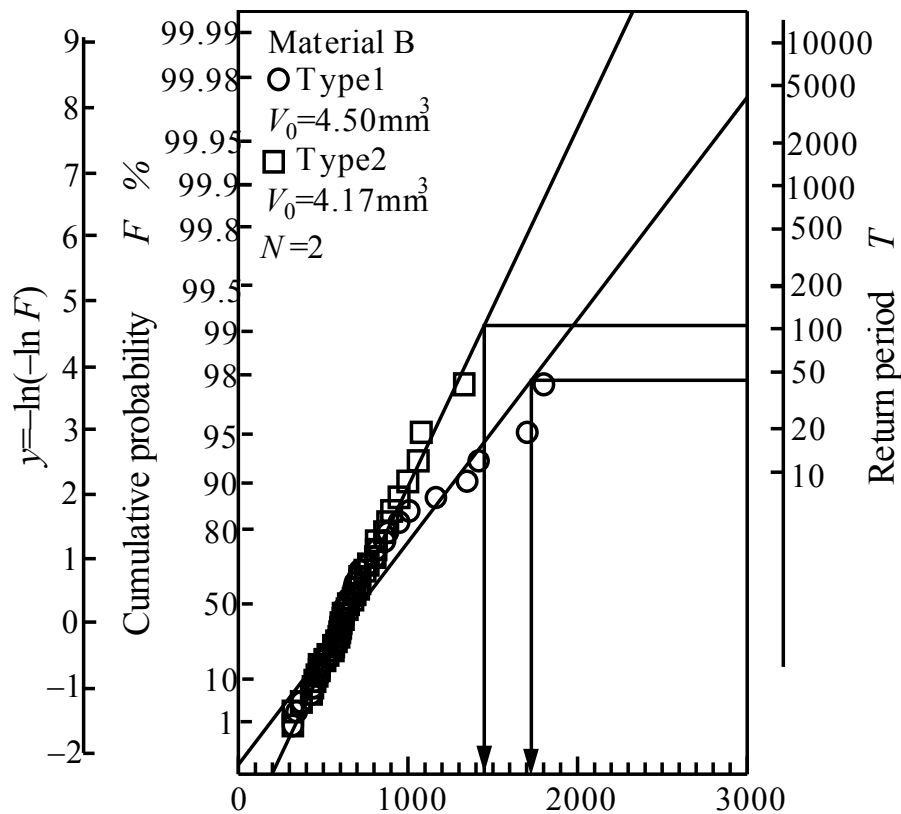


Fig.2-12 Statistics of extreme distribution of casting defects in Material B.

Table 2-9 Comparison between integration type 1 and type 2 in Material B.

Material B	$V_0$ ( $\text{mm}^3$ )	$T$	$\sqrt{\text{area}}$ ( $\mu\text{m}$ )	Fatigue limit (MPa)	
				Prediction by Eq.2-(9)	Experimental
Type1	4.50	44	1728	66.5	80
Type2	4.17	48	1312	72.9	

### 2.4.2.3 Material C

Material C の結果を Fig.2-13 および Table 2-10 に示す. この場合, 鑄巣が小さいため式 2-(8)を利用している. Table 2-10 を見ると Type 1 および Type 2 で疲労限度の推定に差はなかった. これは, 前節と同様に, 3 つ以上の隣接した鑄巣が全く存在しなかったためである. また予測値は実験値と比較して安全側の値を示した.

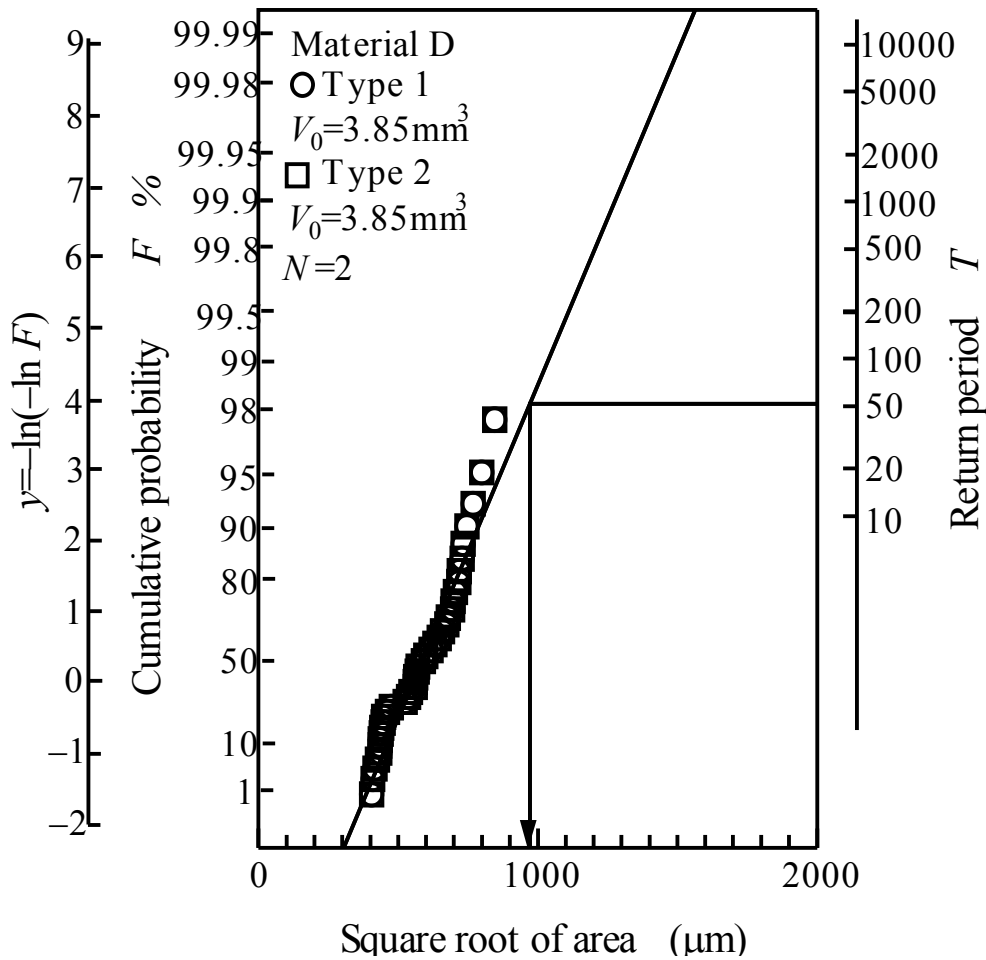


Fig.2-13 Statistics of extreme distribution of casting defects in Material C.

Table 2-10 Comparison between integration type 1 and type 2 in Material C.

Material C	$V_0$ ( $\text{mm}^3$ )	$T$	$\sqrt{\text{area}}$ ( $\mu\text{m}$ )	Fatigue limit (MPa)	
				Prediction by Eq.2-(8)	Experimental
Type1	3.85	52	971	75.9	78
Type2	3.85	52	971	75.9	

### 2.4.2.4 Material D

Material D の結果を Fig.2-14 および Table 2-11 に示す. 推定式は 2-(8)である. Table 2-11 を見ると Type 1 および Type 2 で疲労限度の推定に差はなかった. この材料については, 3 つ以上の隣接した鑄巣が全く存在しなかったために推定値は完全に一致した. また予測値は実験値と比較して安全側の値を示した.

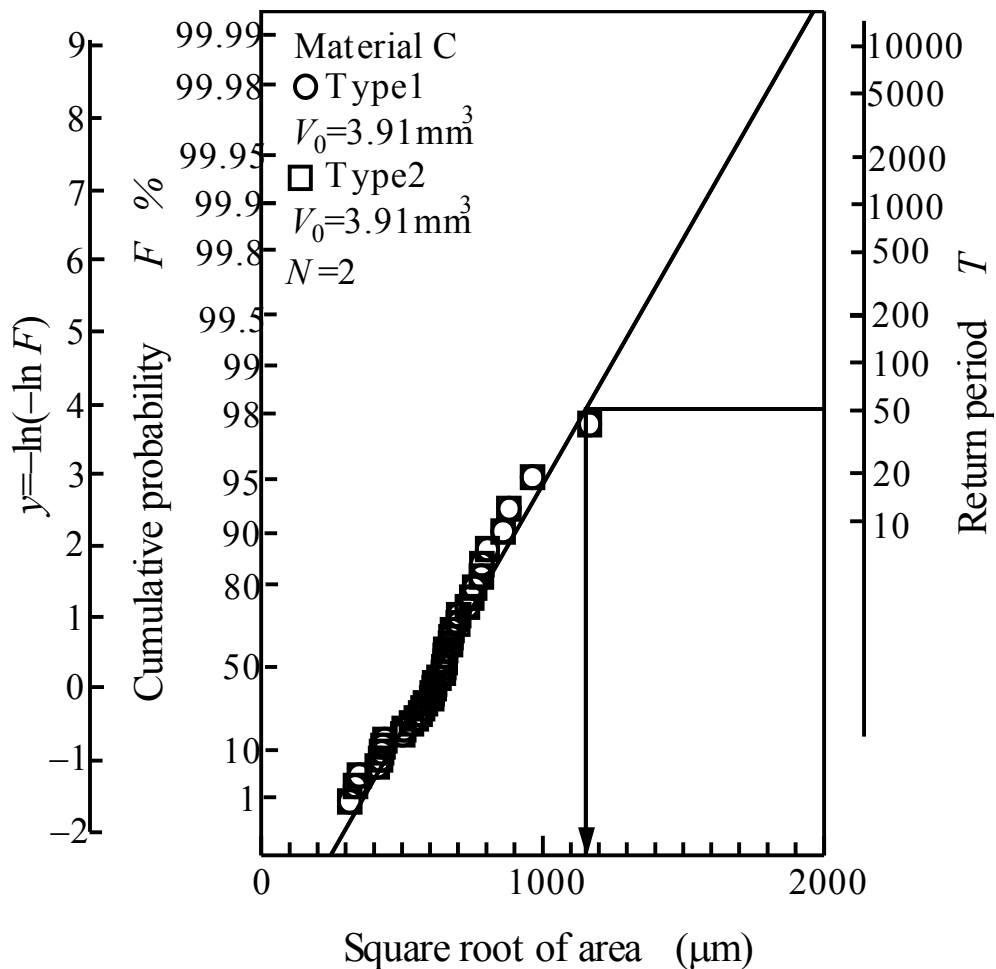


Fig.2-14 Statistics of extreme distribution of casting defects in Material D.

Table 2-11 Comparison between integration type 1 and type 2 in Material D.

Material D	$V_0$ ( $\text{mm}^3$ )	$T$	$\sqrt{\text{area}}$ ( $\mu\text{m}$ )	Fatigue limit(MPa)	
				Prediction by Eq.2-(8)	Experimental
Type1	3.91	51	1153	72.9	75
Type2	3.91	51	1153	72.9	

### 2.4.2.5 Material 1

Material 1 に関する極値統計の結果を Fig.2-15 および Table 2-12 に示す。鑄巣が大きいため、推定式は 2-(9) である。Table 2-12 より Type 1 および Type 2 で疲労限度の推定にあまり差はなかった。同材は鑄巣が大きいため、3 つ以上の鑄巣が隣接したものが少なかったことが挙げられる。また式 2-(9) による予測値は実験値と比較して危険側の値を示した。

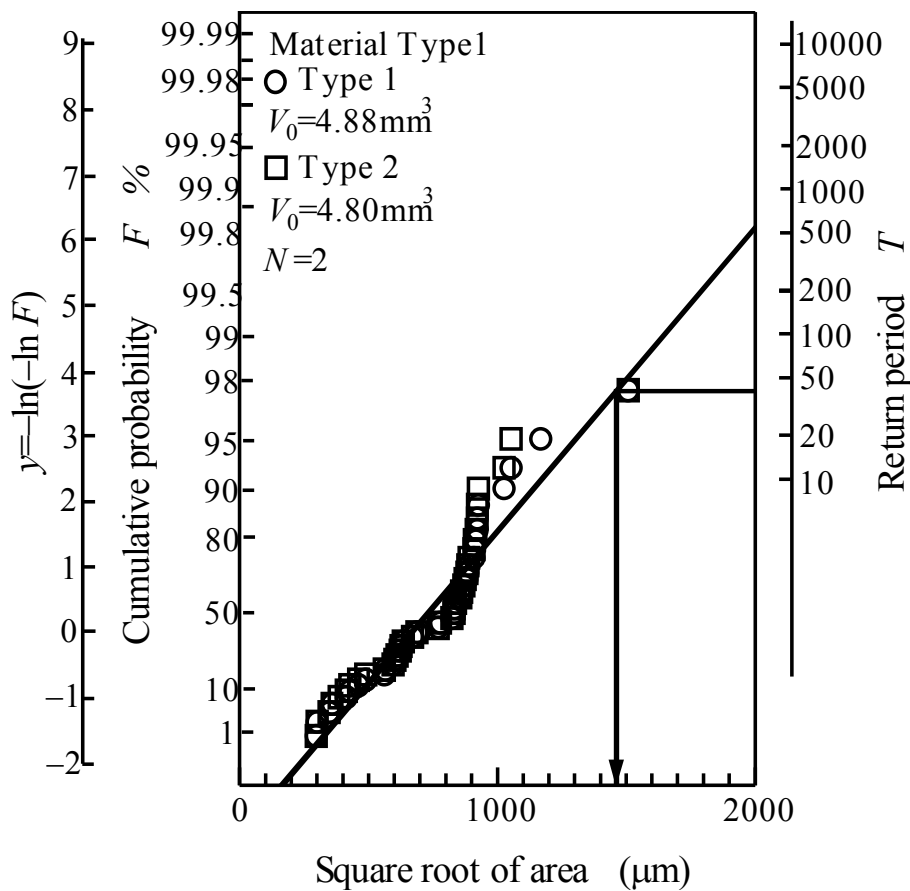


Fig.2-15 Statistics of extreme distribution of casting defects in Material 1.

Table 2-12 Comparison between integration type 1 and type 2 in Material 1.

Material 1	$V_0$	$T$	$\sqrt{area}$	Fatigue limit (MPa)	
	( $mm^3$ )			( $\mu m$ )	Prediction by Eq.2-(9)
Type1	4.88	41	1465	69.8	20
Type2	4.80	42	1459	69.8	

### 2.4.2.6 Material 2

Material 2 の結果を Fig.2-16 および Table 2-13 に示す. Table 2-13 では Type 1 および Type 2 で疲労限度の推定に差を生じた. これは, 寸法の大きな 3 つ以上の隣接した鑄巣の推定に差が生じたことに起因すると考えられる. また式 2-(8)による予測値は実験値と比較して危険側の値を示した.

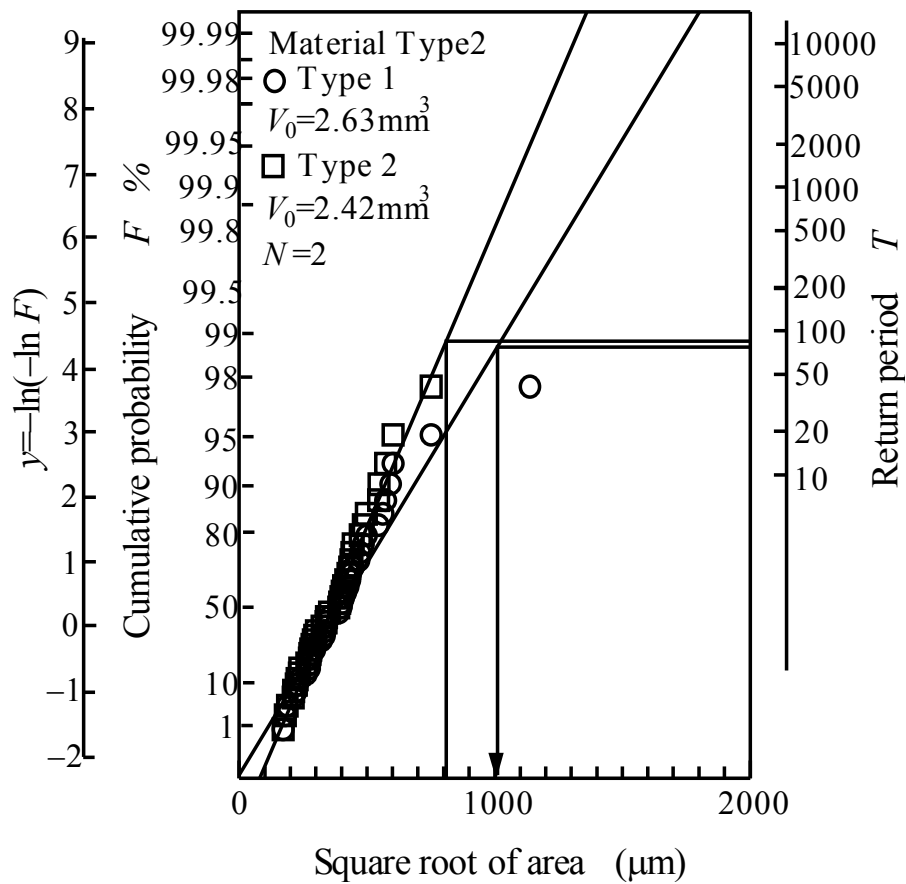


Fig.2-16 Statistics of extreme distribution of casting defects in Material 2.

Table 2-13 Comparison between integration type 1 and type 2 in Material 2.

Material 2	$V_0$ (mm <sup>3</sup> )	$T$	$\sqrt{area}$ (μm)	Fatigue limit (MPa)	
				Prediction by Eq.2-(8)	Experimental
Type1	2.63	75	1011	82.2	50
Type2	2.42	81	811	85.2	

### 2.4.2.7 Material 3

Material 3 の結果を Fig.2-17 および Table 2-14 に示す. Table 2-14 でも Type 1 および Type 2 で疲労限度の推定に差を生じた. これは, 前節と同様に, 寸法の大きな 3 つ以上の隣接した鑄巣が多いために, 推定値に差が生じたと考えられる. また予測値は実験値と比較して安全側の値を示した.

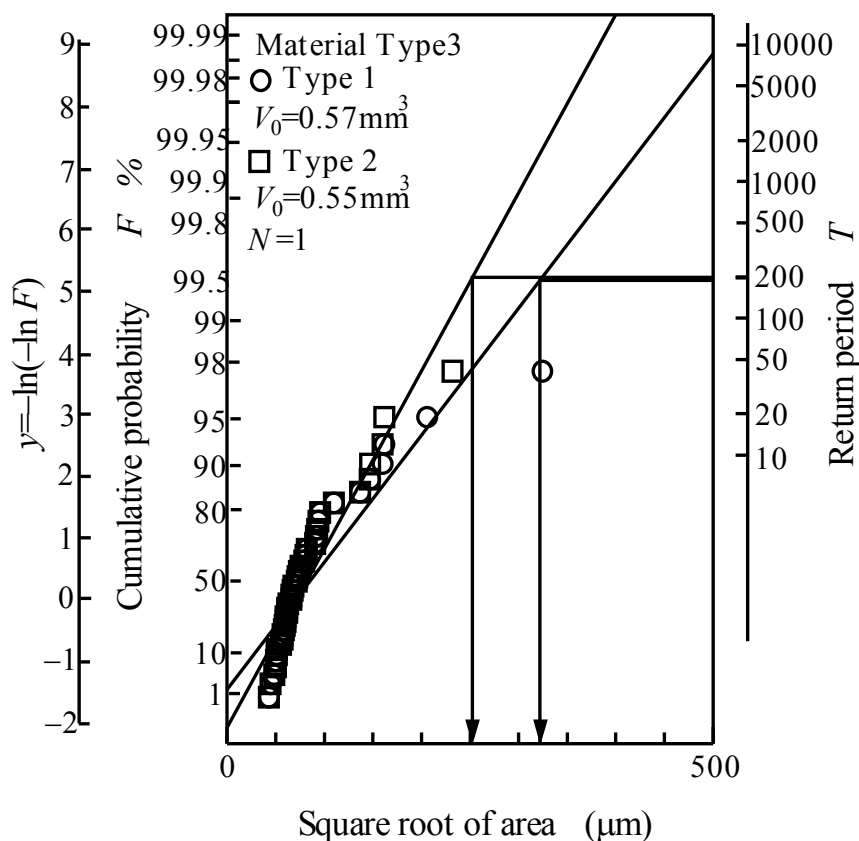


Fig.2-17 Statistics of extreme distribution of casting defects in Material 3.

Table 2-14 Comparison between integration type 1 and type 2 in Material 3.

Material 3	$V_0$	$T$	$\sqrt{area}$	Fatigue limit (MPa)	
	( $mm^3$ )			( $\mu m$ )	Prediction by Eq.2-(8)
Type1	0.57	336	322	97.2	105
Type2	0.55	351	253	101.2	

### 2.4.3 疲労限度推定式の妥当性評価

極値統計によって求めた最大欠陥寸法 $\sqrt{area}_{max}$ と各試料の  $HV$  を式 2-(8) および式 2-(9)に代入して疲労限度推定を行い、比較として既存の推定式 2-(5)および式 2-(7)による推定も行い比較した。結果を Table 2-15 に示す。また、式 2-(5)、式 2-(7)および式 2-(8)、式 2-(9)により推定した疲労限度をそれぞれ  $\sigma_{wa}$ ,  $\sigma_{wb}$ ,  $\sigma_{wc}$ ,  $\sigma_{wd}$  とし、実際の疲労限度  $\sigma_w$  に対する比を求めた。ここで、式 2-(7)において  $E_{st}=206\text{GPa}$ ,  $E=70\text{GPa}$  である。その結果は Table 2-16 に示す。

#### 2.4.3.1 大型鋳造材から採取した A～D 材について

まず、実際の大型構造材から採取した A～D 材については、Table 2-15 より C, D 材については実験値と推定値が良く一致している事がわかる。また C, D 材は 3 つ以上の隣接した鑄巣がなく、Type 1 と Type 2 の推定結果は同一となっている。一方 B 材を見ると、3 つ以上の隣接した鑄巣が多いため、予想される最大鑄巣寸法が大きく異なっている。特に Type 1 では鑄巣寸法が  $1400\mu\text{m}$  を超えているため推定式 2-(9)、Type 2 では  $1400\mu\text{m}$  以下のために推定式 2-(8) が利用できる。実験値に近いのは Type 2 を用いた推定結果であり、Type 2 として提案した鑄巣の統合手法の方が高精度に疲労限度を予測可能であることを示している。A 材は鑄巣が小さく、かつ Table 2-4 で示したように DAS が緻密で硬さも高い。それにもかかわらず、実験値が予測値よりもかなり小さく、危険側の推測となっている。A 材のみがイレギュラーな結果を示してしまったが、その原因として A 材のみ、大型鋳造材の湯境の部分から採取していることが考えられる。湯境は、鑄型の中で溶融した材料がぶつかる位置であり、複雑な流動を示す。今回の流動シミュレーションでは湯境を考慮していない。すなわち、推定式 2-(8)や 2-(9)は、湯境の部位には適応できない可能性があり、注意が必要である。

#### 2.4.3.2 鋳造条件の異なる 1～3 材について

1～3 材については、3 材についてのみ実験値と予測値が比較的一致するが、1, 2 材の予測値は著しく危険側となっている。ここで 1 材について、応力拡大係数を $\sqrt{area}$ を用いて評価した結果を Fig.2-18 に示す。村上は計算式を $\sqrt{area}<1000\mu\text{m}$  の条件で用いたが、本研究では $\sqrt{area}<4000\mu\text{m}$  の条件で比



較を行った. 1 材の応力拡大係数は村上の値よりも大きい値となり, これはき裂発生に対して安全側の推定である. それにも変わらず, 危険側の推定となった原因は以下のことが考えられる. Fig.2-19 は, 1 材と 2 材の断面組織である. 1 材と 2 材はいずれも重力鑄造であり, 鑄巣が断面中に密集していることがわかる. これに対して実際の大型鑄造材や鑄巣の小さな 3 材は加圧鑄造となっている. したがって, 重力鑄造のようにあまりに鑄巣が多い場合には, 硬さと最大欠陥寸法のみから疲労限度を予測する事が困難と考えられる.

**Table 2-15 Comparisons of predicted fatigue limit with experimental result.**

Material	Type	$\sqrt{area}_{max}$ ( $\mu\text{m}$ )	Hardness HV	Prediction of fatigue limit (MPa)				
				Eq.(5)	Eq.(7)	Eq.(8)	Eq.(9)	Experimental
A	1	1181	116	104	69	84	77	65
	2	1053		106	69	86	80	
B	1	1728	108	94	62	76	66	80
	2	1312		99	65	79	73	
C	1	971	92	96	61	76	78	78
	2	971						
D	1	1153	90	93	58	73	74	75
	2	1153						

Material	Type	$\sqrt{area}_{max}$ ( $\mu\text{m}$ )	Hardness HV	Prediction of fatigue limit (MPa)				
				Eq.(5)	Eq.(7)	Eq.(8)	Eq.(9)	Experimental
1	1	1465	104	95	62	76	70	20
	2	1459		95	62	76	70	
2	1	1011	107	102	67	82	79	50
	2	811		106	70	85	85	
3	1	322	103	122	80	97	115	105
	2	253		127	82	101	125	

Table 2-16 Ratios of estimated fatigue limit to experimental result.

Material	Type	$\sigma_w/\sigma_{wa}$	$\sigma_w/\sigma_{wb}$	$\sigma_w/\sigma_{wc}$	$\sigma_w/\sigma_{wd}$
A	1	0.63	0.94	0.77	0.84
	2	0.61	0.94	0.76	0.81
B	1	0.85	1.29	1.05	1.21
	2	0.81	1.23	1.01	1.10
C	1	0.81	1.28	1.03	1.00
	2				
D	1	0.81	1.29	1.03	1.01
	2				

Material	Type	$\sigma_w/\sigma_{wa}$	$\sigma_w/\sigma_{wb}$	$\sigma_w/\sigma_{wc}$	$\sigma_w/\sigma_{wd}$
1	1	0.21	0.32	0.26	0.29
	2	0.21	0.32	0.26	0.29
2	1	0.49	0.75	0.61	0.63
	2	0.47	0.71	0.59	0.59
3	1	0.86	1.31	1.08	0.91
	2	0.83	1.28	1.04	0.84

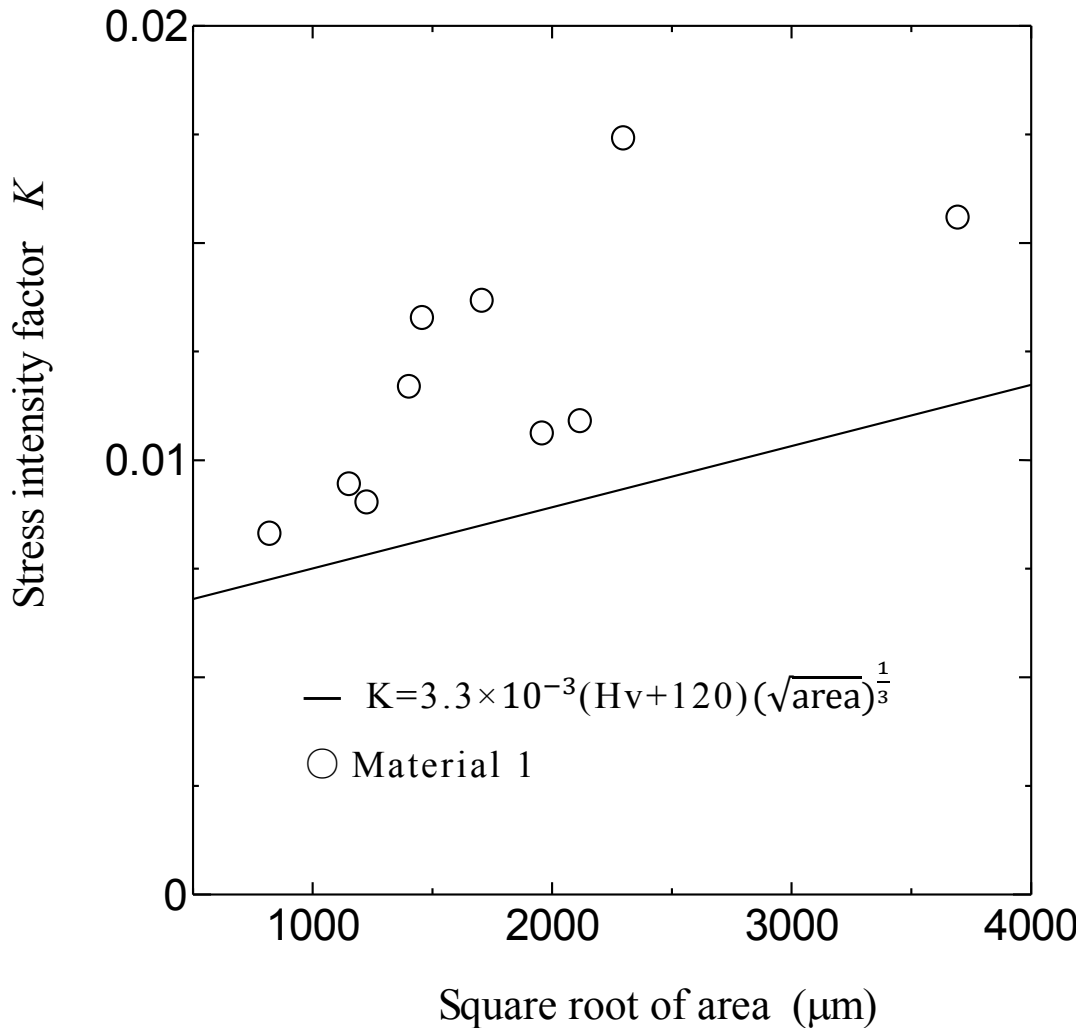
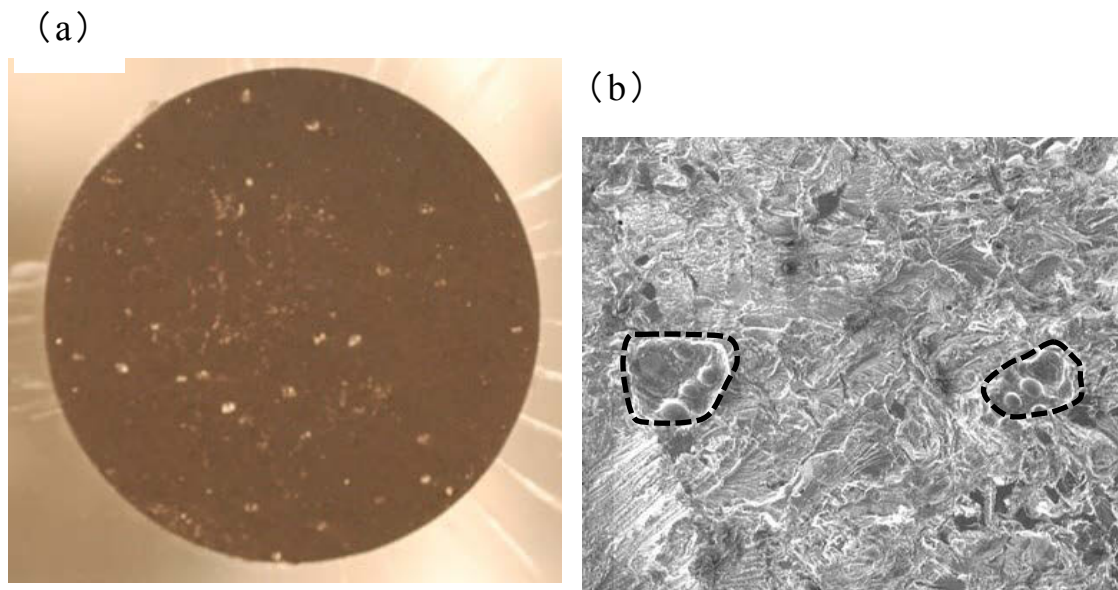
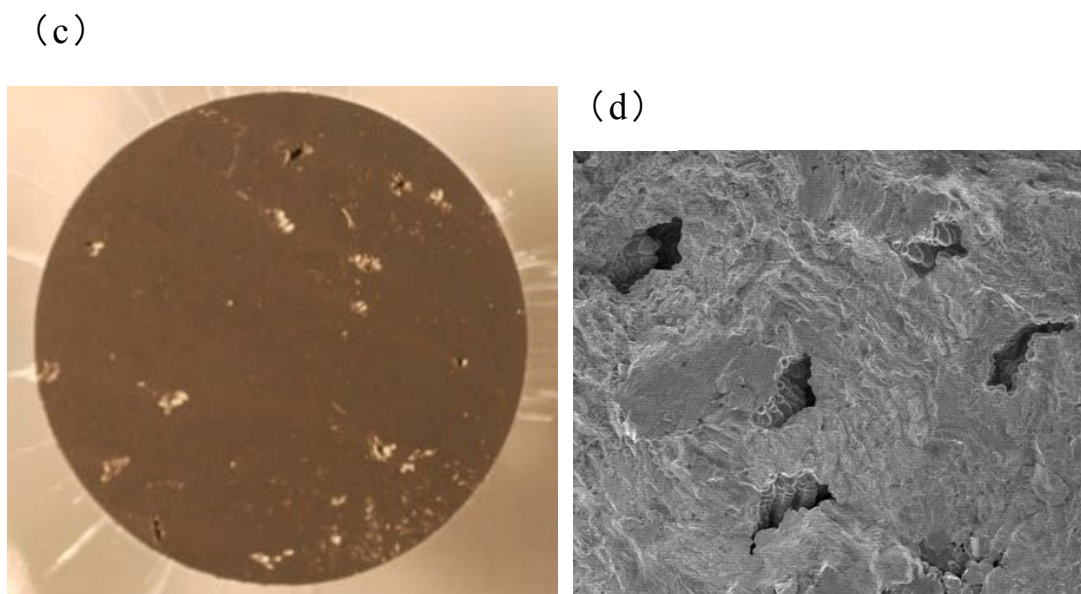


Fig.2-18 Stress intensity factor for crack initiation.



(a), (b) Material 2



(c), (d) Material 1

**Fig.2-19 Shape of casting defect.**

### 2.4.4 新たな疲労限度推定式の提案

前節までで述べた結果で、 $\sqrt{area}$ 法を用いて疲労限度推定を行う際に必要な因子をまとめた表を Table 2-17 に示す。さらに、疲労試験より求めた疲労限度と欠陥の $\sqrt{area}_{max}$ との関係を Fig.2-20 に示す。次節より前述した Type 1 と Type 2 のそれぞれについて疲労限度推定式の定式化を行う。

Table 2-17 Estimated results of casting.

Material	A	B	C	D	1	2	3
Fatigue limit (MPa)	65	80	75	78	20	50	105
Vickers hardness ( $Hv$ )	116	108	90	92	104	107	103
$\sqrt{area}_{max}$ ( $\mu m$ ) (Type 1)	1181	1728	1153	971	1465	1011	357
$\sqrt{area}_{max}$ ( $\mu m$ ) (Type 2)	1053	1312	1153	971	1459	811	278

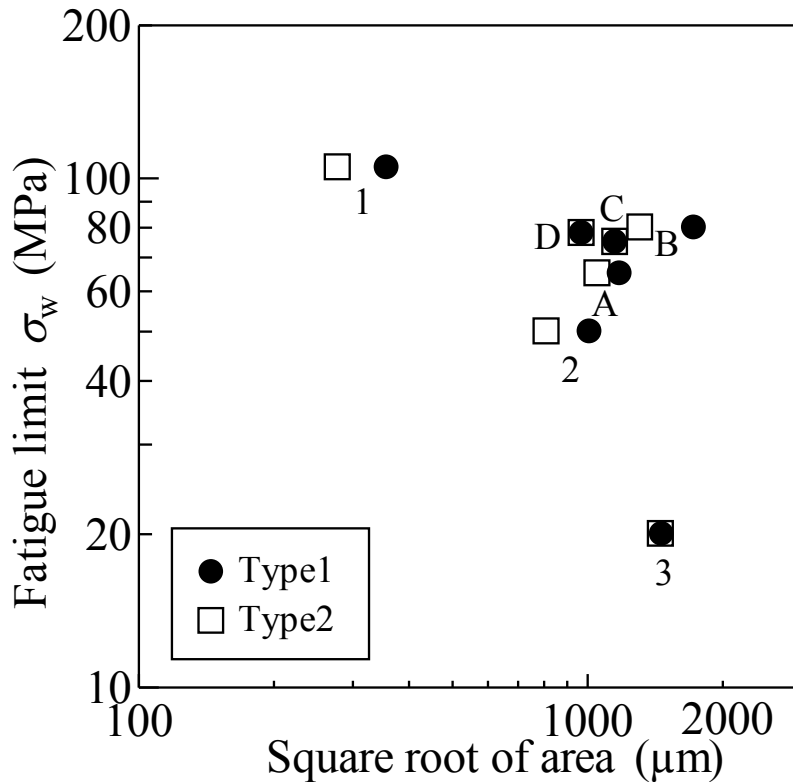


Fig.2-20 Relationships between fatigue limit and  $\sqrt{area}_{max}$ .

### 2.4.4.1 Type1 に基づく疲労限度推定式

Type1 の統合方法によって得られた疲労限度と欠陥の $\sqrt{area}_{max}$  との関係を Fig.2-21 に示す. 図で示す直線は 3 材, A 材, B 材, C 材および D 材の 5 点で最小二乗法によって得た近似直線である. なお, 硬さは各材で若干異なるが, 大きな差が無い $HV$ は 5 材の平均値 (102) を取っている. 前項で示したように, 1 材および 2 材は欠陥密度があまりに大きいため, 推定式から除外している.

Type1 による近接する欠陥の合体について表面起点型破壊に対する疲労限度推定式 (図中式 (i)) を提案する. 式 (i) により $\sqrt{area}_{max} = 100(\mu\text{m})$ における疲労限度は 118(MPa) と推定される.

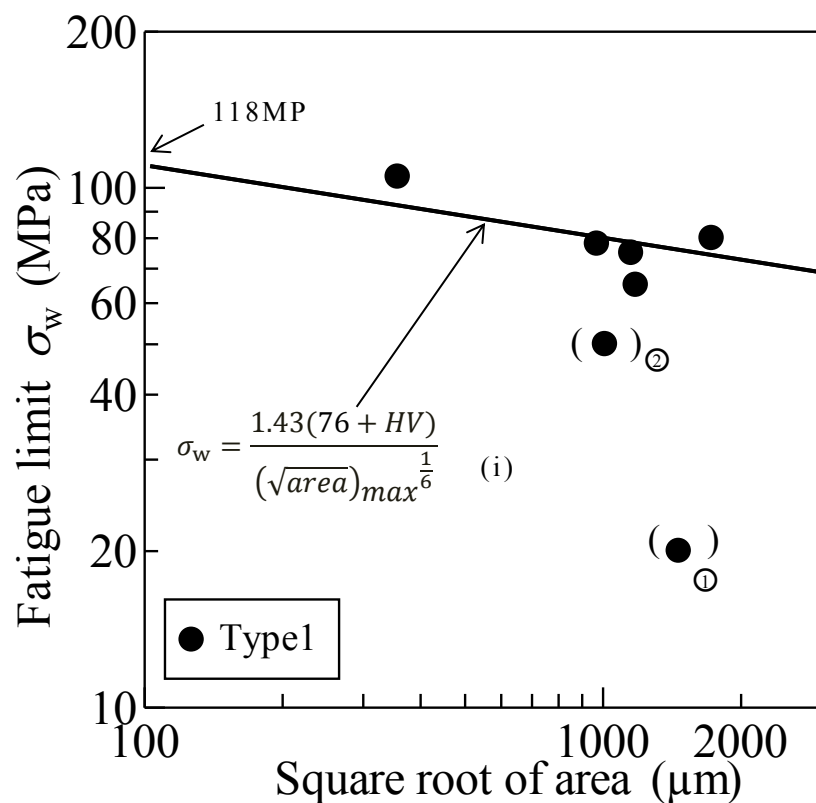


Fig.2-21 Relationships between fatigue limit and  $\sqrt{area}_{max}$  based on Type 1.

### 2.4.4.2 Type 2 に基づく疲労限度推定式

Type 2 に基づく前節と同様の関係を Fig.2-22 に示す. 図で示す直線は 3 材, A 材, B 材, C 材および D 材の 5 点で最小二乗法によって得た近似直線である. 1 材および 2 材は前節と同様除外している.

Type2 による欠陥の合体によって得られた表面起点型破壊に対する疲労限度推定式(図中式(ii))を提案した. 式(ii)により $\sqrt{area}_{max} = 100(\mu m)$ における疲労限度は 116(MPa)と推定される. Type 1 と Type 2 ではほとんど推定値に差が現れないが, Type 1 および Type 2 における決定係数  $R^2$  はそれぞれ 0.40 および 0.54 であり, Type 2 の方が 1 に近いことから精度よく近似できていることを示している. また, 図中の式は上野等の提案した式 2-(8)に極めて近く, 妥当な提案式と考えられる. しかし, A 材のみ危険側の推定値となっており, やはり湯境における特異性については注意すべきである.

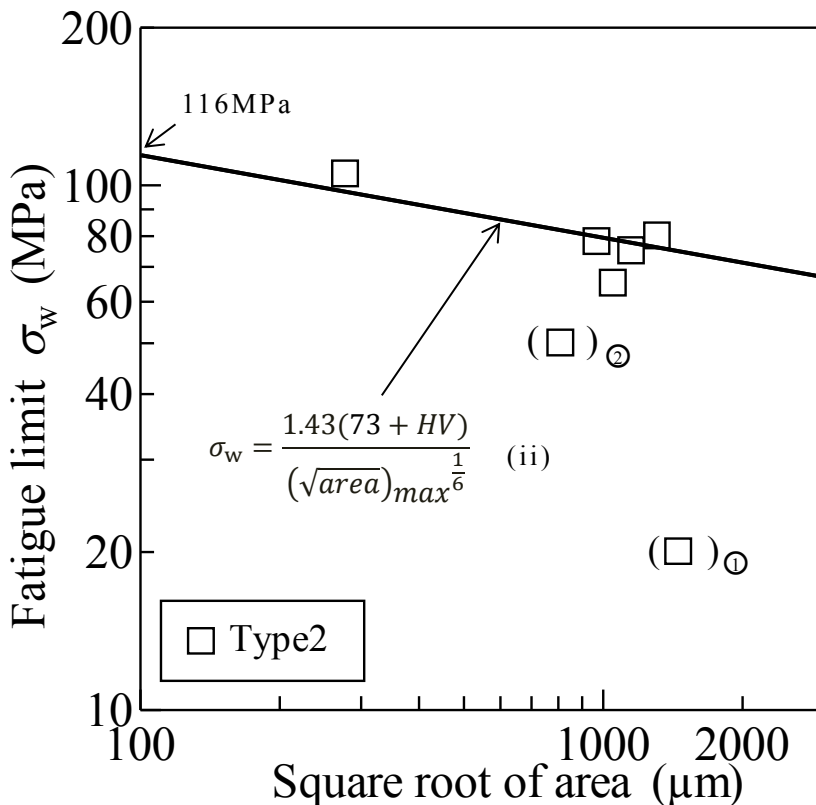


Fig.2-22 Relationships between fatigue limit and  $\sqrt{area}_{max}$  based on Type 2.

## 2.5. 結言

本研究では、大型鋳物材から凝固時間の違いで切り出した AC4CH と、鋳巣の数と寸法を意図的に変えた AC4CH の疲労試験と極値統計を行い、疲労限度を調べた。また、隣接した鋳巣の統合方法の妥当性と疲労限度推定式の妥当性を調査した。得られた主な結果を以下に示す。

- (1) 硬さには凝固時間との相関が見られた。すなわち凝固時間が短いほど硬さは高いことがわかった。
- (2) 疲労限度と Dendrite Arm Spacing (DAS) には凝固時間との相関が見られず、用いた材料による相違は認められなかった。
- (3) 最大欠陥寸法は材料による相違はあるが、凝固時間との相関は見られなかった。
- (4) 疲労限度および DAS は鋳巣の大きさとの間で相関が見られた。すなわち鋳巣の大きさが大きいほど疲労限度は低くなり、DAS は小さくなることが分かった。
- (5) 鋳巣が大きくなるにつれて極値統計による疲労限度の推定が困難になる。
- (6) 鋳造の際に生じる湯境付近の疲労限度の推定は困難である。
- (7) 鋳巣が密集している材料では本研究で用いた推定式による疲労限度の推定は困難であることが分かった。





## 第3章

摩擦攪拌により組織改質した鋳造アルミニウム合金の  
疲労挙動に及ぼす改質条件の影響  
(研究2)

## 3.1 緒言

### 3.1.1 表面処理・改質技術と摩擦攪拌

優れた特性を創り出す表面処理・改質の技術手法は，組成・組織・結晶構造など材料表面の制御，異なる特性をもつ異相の被覆，微細加工による表面形状制御などに大きく分類される．耐食性や耐摩耗性を向上させて製品寿命を長くすること，摺動性の向上により省エネルギーに寄与すること，生体との馴染みをよくして生体材料としての機能を高めることなど，それらの目的は様々である．

一方，金属材料を使用する際に，全ての製品に共通して求められる性能は材料強度である．特に，疲労強度は材料表面の状態に大きく左右されるため，これまでも表面処理・改質技術が注目されてきた．その新旧技術には，浸炭法や窒化法などの固溶強化，鋼球やレーザー，ウォータージェットなどのピーニングによる加工強化，残留応力の付与および結晶粒微細化効果などがある．その中で結晶粒微細化による強化はじん性を向上させる最も有効な方法であり，強度の向上以外にも従来得られなかった材料特性を示すことが期待される．そのため，結晶粒径が  $10\ \mu\text{m}$  以下となるような強ひずみ加工が材料改質技術として利用されるようになった．

このような強ひずみ加工では，鑄造材に存在する欠陥も除去できることから，き裂発生を抑制し，き裂発生抵抗を向上させることが期待できる．しかし，これまでの強ひずみ加工法は製品サイズが制限され，解決すべき問題も多い．そのため，容易に表面改質あるいは材料全体の改質が行える，新規で優れた技術の開発が期待されている．

1991年英国の溶接研究所(The Welding Institute; TWI)において，摩擦攪拌接合(Friction Stir Welding; FSW)が開発された．この接合法は一般の溶接と異なり，固相状態で接合が可能な技術である．そのため，多くの利点を有し，接合以外の応用例が多数見受けられる[12]．その中のひとつとして，摩擦攪拌が結晶粒微細化に寄与し，有効に気孔などの欠陥を消去できることから，この効果を積極的に材料の特性改善に用いる摩擦攪拌改質(Friction Stir Processing; FSP)が注目されている．しかし，比較的新しい技術であるため，改質材について材料強度を検討した例は少なく[13]-[16]，特に疲労挙動

に関する研究はほとんど見られない[17], [18]. そのため, 摩擦攪拌により組織改質した材料の疲労挙動を把握することが重要となる.

### 3.1.2 摩擦攪拌改質の特徴

FSP の工程の模式図を Fig.3-1 に示す. 本プロセスでは, 回転ツールと呼ばれる棒状の工具を高速で回転させながら材料と接触させる. 材料との間で発生する摩擦熱により材料の温度が上昇し, その部分で降伏応力が低下する. この時に材料内部に挿入され高速回転している攪拌ピンにより材料が機械的に攪拌され, 材料に強ひずみが加えられる. この状態で工具を水平方向に移動させることで, 工具が通過した部分の組織改質を行う. この方法では最高到達温度が融点に達しないため固相状態を維持しながら回転ツールによる塑性流動によって改質が行なわれる. FSP ではツールが回転しつつ進行するため, ツールの左右の組織は対称ではない. 回転ツールの回転方向と進行方向が一致する側を“A-side: Advancing side”と呼び, 反対側は“R-side: Retreating side”と呼ぶ.

攪拌部(Stir Zone: SZ)の模式図を Fig.3-2 に示す. 図中グレーの部分が攪拌により塑性流動を起こす SZ である. 回転ツールはプローブとショルダーからなる. プローブには通常逆ネジが切られており, 回転方向だけではなく上下方向にも材料の塑性流動が行われる.

摩擦攪拌改質のパラメーターは, ピンの挿入深さ, ツールの回転数, 送り速度などである. 平板を改質する場合, ピンの挿入深さは板厚により決定されるため, ツールの回転数と送り速度が条件となる.

摩擦攪拌プロセスの長所として下記の点が挙げられる.

- (1) ツールの摩擦熱以外に熱源を必要としない.
- (2) 高速で広範囲の加工が可能.
- (3) 攪拌部は高速かつ強い塑性加工を受けるため, 結晶粒が微細化される.
- (4) 局所的な材料改質が可能
- (5) ツールが非消耗性なので経済的

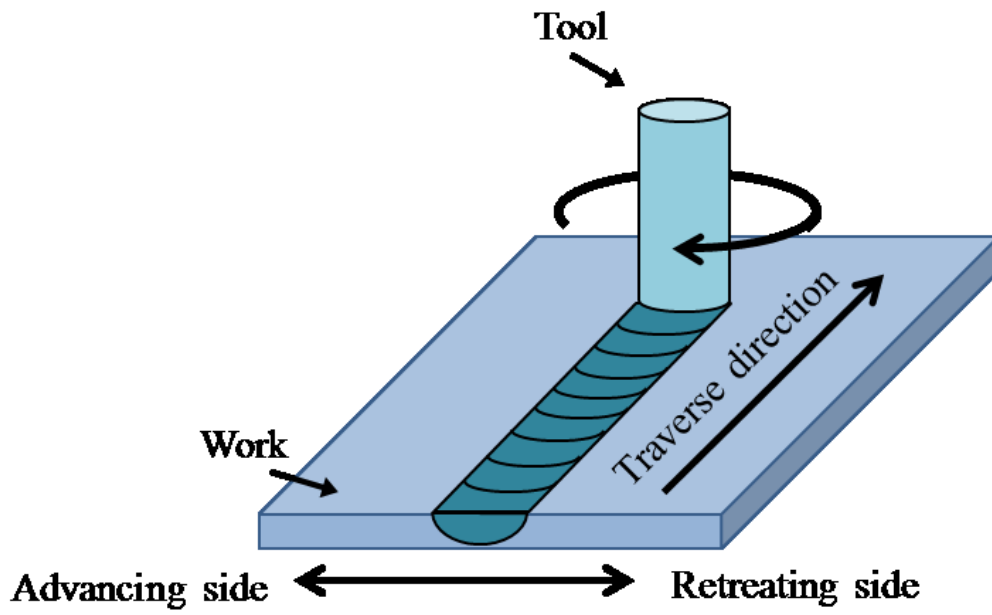


Fig.3-1 Schematic illustrations of friction stir processing.

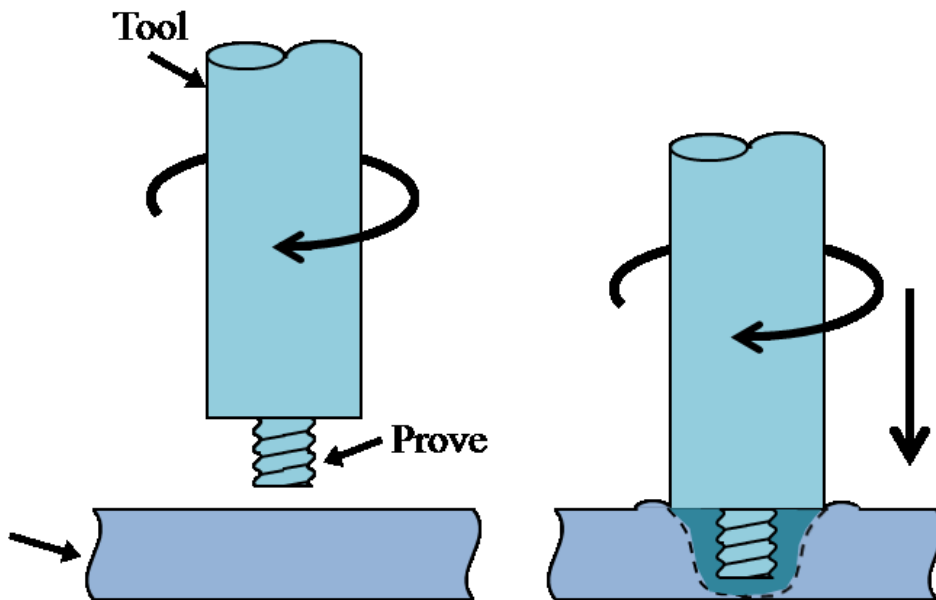


Fig.3-2 Schematic illustrations of stir zone.

### 3.1.3 攪拌条件

Fig.3-3 に摩擦攪拌改質を A-side から見た模式図を示す. 摩擦攪拌改質 (FSP) には主にツール形状, またはツールの回転速度および送り速度, 傾き角, 押し込み量などが攪拌条件に挙げられる. 特に FSP によって形成される組織は, 入熱 (摩擦熱) の影響によるところが大きいことから, 回転速度および送り速度が一般的に非常に重要な因子となることが知られている. 過去の研究では, FSP によって Fig.3-4 に示すような塑性流動組織 (オニオンリング) が生成 [7] される. 発生したき裂が湾曲した組織に沿って進展し, き裂進展速度を速めるなど疲労強度に悪影響を与える. 一方, 低ひずみ速度下における FSP を施すことにより高ひずみ速度条件下での FSP に比較してオニオンリングの生成領域を抑制する [7] と報告している. 攪拌条件によってオニオンリング生成量や粒径を制御することは, 材料強度向上などの目的においては必要であるが, 攪拌条件の影響に関する研究は少ないのが現状である.

FSP 中の流動組織は回転したピンによって攪拌されている. ピンの回転速度とのずれがあることから, その流動速度は遅くなりうる. FSP 中の平均材料流動速度  $R_m$  をピンの回転速度の約半分  $R_p$  とし, 流動中の平均的なひずみ速度  $\dot{\epsilon}$  を直線近似することによって式 3-(1) のように算出される [19].

$$\dot{\epsilon} = \frac{R_m \cdot 2\pi r_e}{L_e} \quad \dots \text{式 3-(1)}$$

式中の  $r_e$  や  $L_e$  は Fig.3-5 に示すそれぞれ動的再結晶領域の平均半径および深さである. このことから送り速度を一定とすると回転速度が増加するとひずみ速度が比例して増加する. また FSP 中のひずみ速度は回転速度に依存している.

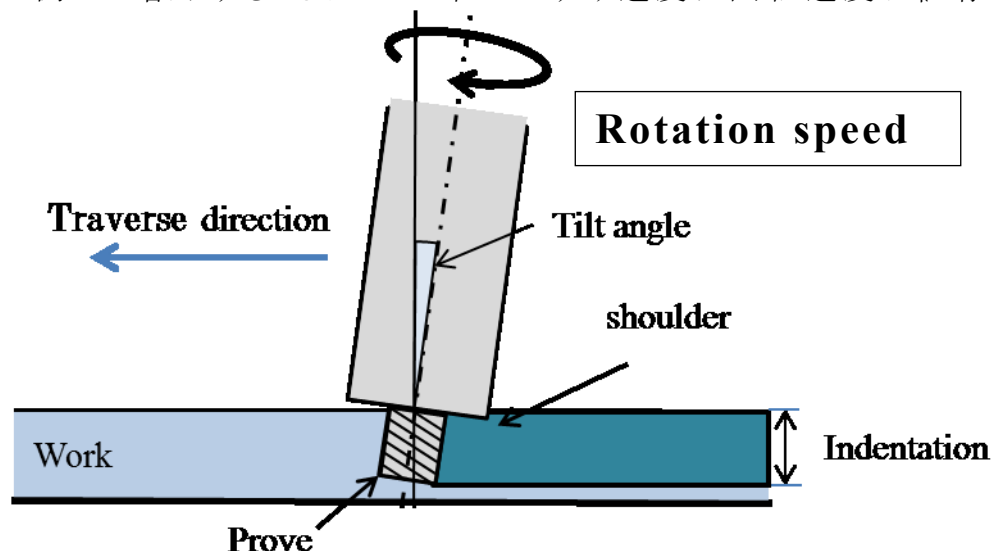


Fig.3-3 Cross section of material during FSP process.

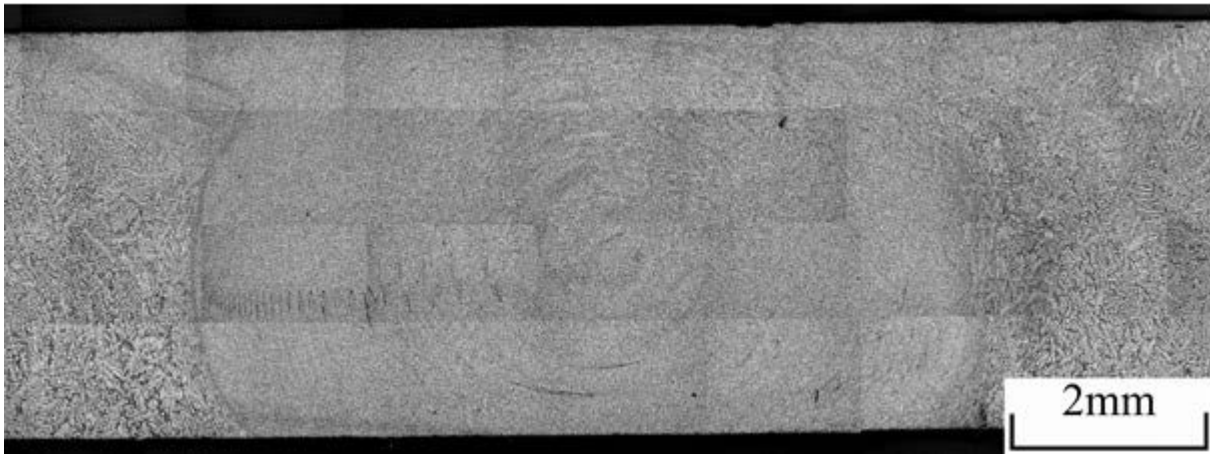


Fig.3-4 Cross section of FSP material in the earlier study. [7]

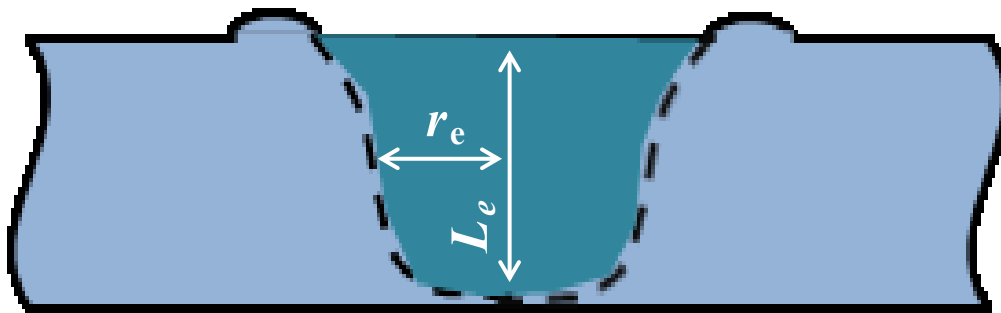


Fig.3-5 Cross section of FSPed material.

## 3.2 供試材および実験方法

### 3.2.1 供試材

供試材は, Al-Si-Mg 系 鋳造 Al 合金 AC4CH-T6 であり 鋳造 金型は JIS H 5202 における 金型 鋳物の 試験片 採取用 供試材 製造 鋳型に 準拠した 舟形 形状で 納入された. なお T6 処理は 808K で 4 時間の 溶体化 処理後, 室温 水で 急冷, 453K で 3 時間の 人工 時効である. その 化学 組成を Table3-1 に示す.

Fig.3-6 に示すように 舟形 鋳物から フライス 加工により 直方体 に削り, ワイヤ 放電 加工によって 厚さ 5mm の 平板を 切り出した後, 試験片を 形状に 加工し, 試験片を 作製した. 以後 AC4CH-T6 材を BM (Base metal 材) と呼ぶことに する.

Table 3-1 Chemical compositions (mass %).

Al	Si	Mg	Fe	Cu	Mn	Ni	Ti	Cr	Zn
6.20	6.66	0.383	0.153	0.011	0.011	0.009	0.129	0.002	0.005

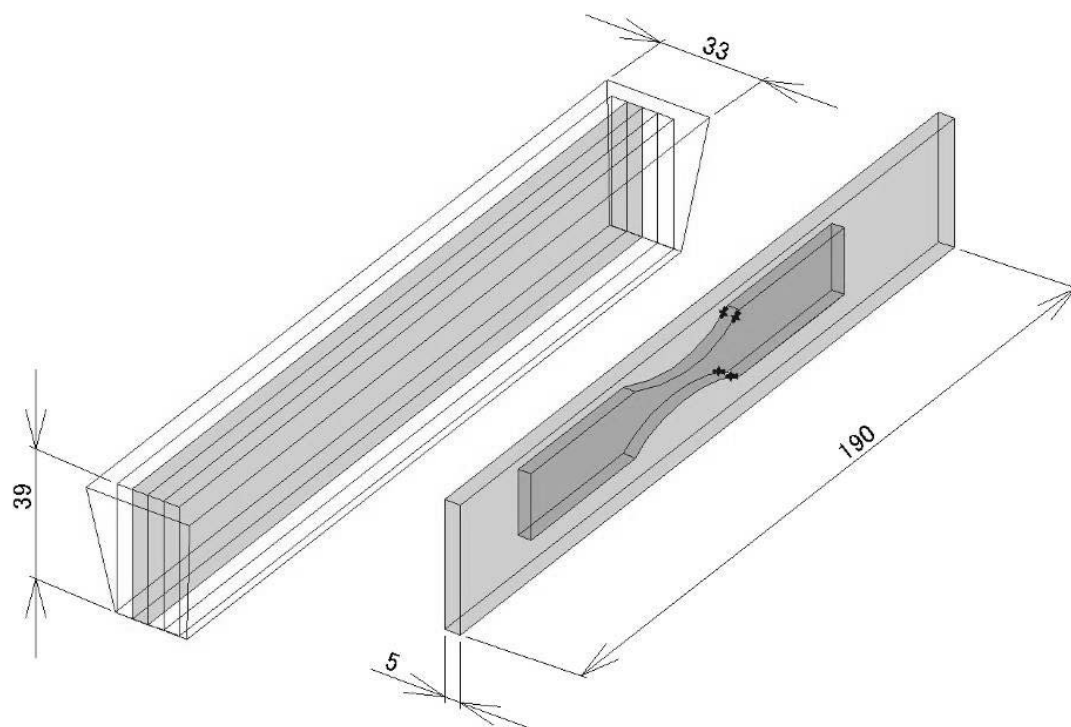


Fig.3-6 Boat-shaped mold from which specimen blanks were sampled.



### 3.2.2 攪拌条件および熱処理条件

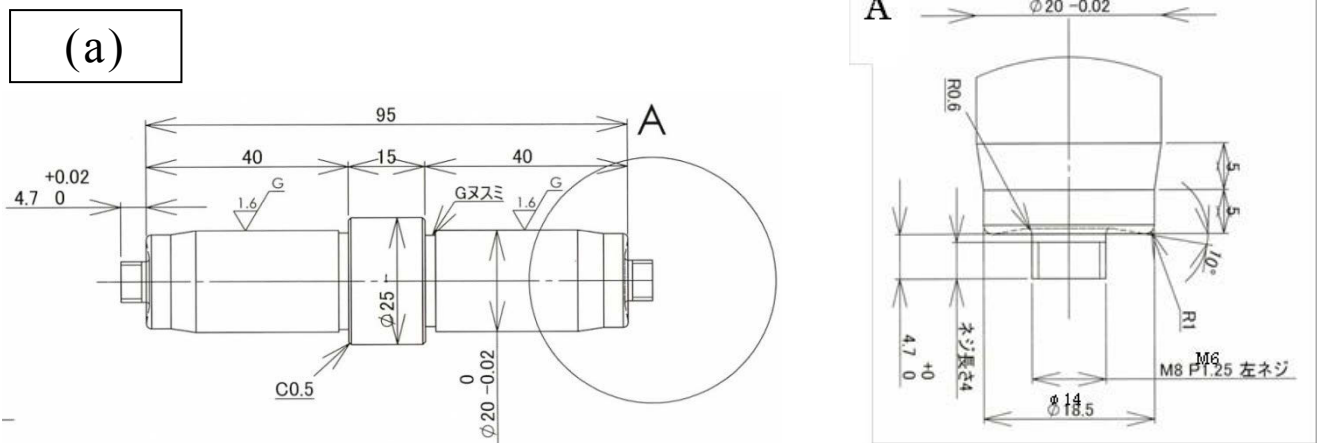
FSP 改質に用いたツールの形状の詳細を Fig.3-7 に示す. このツールは熱間工具鋼 SKD61 を材料としており, ショルダー部とプローブ部から成っている. それぞれショルダー径  $\phi 14\text{mm}$ , プローブ形状 M6, 長さ  $4.7\text{mm}$  でプローブには逆ネジが施している. ツールは時計回りに回転する. Fig.3-8 に示すように試験片長手方向 (荷重方向に対して平行) へツールを移動させ, 試験片全体が改質組織となるよう配慮した.

欠陥を有しない健全な改質を行おうとする際, 適正改質条件は一般的にツールと材料間に発生する摩擦熱 (入熱) や塑性流動, 位置一定制御あるいは荷重一定制御などにより変化する [12]. また, 3.1.3 節で述べたようにツール回転数や送り速度などの改質条件が非常に重要な因子となることが知られている [12]. 本研究では過去の研究 [7] を参考に送り速度を一定として回転速度を変化させ, 攪拌中のひずみ速度が比較的小さな条件および大きい条件の二つの攪拌条件で行った. 回転速度の遅い条件および速い条件で FSP を施した材料をそれぞれ L (Lower-strain-rate FSP) 材, H (Higher-strain-rate FSP) 材と以後呼称する. Table 3-2 に攪拌条件の詳細を示す.

これまでに, 析出硬化型 Al-Si-Mg 合金 FSW 継手の研究において, SZ や TMAZ では攪拌の入熱によって強化析出相が再固溶することによって硬さが低下することが報告されている [20]. 本研究で用いる AC4CH 材も析出硬化型合金であるため, 硬さの低下が懸念される. そこで, FSP を施した材料の硬さを向上させる目的で改質後, 後熱処理 (808K で 12 時間溶体化処理後, 428K で 4 時間の人工時効) を施した. 以後, L 材, H 材に後熱処理を施したものをそれぞれ単に LT6 材, HT6 材と呼ぶことにする.

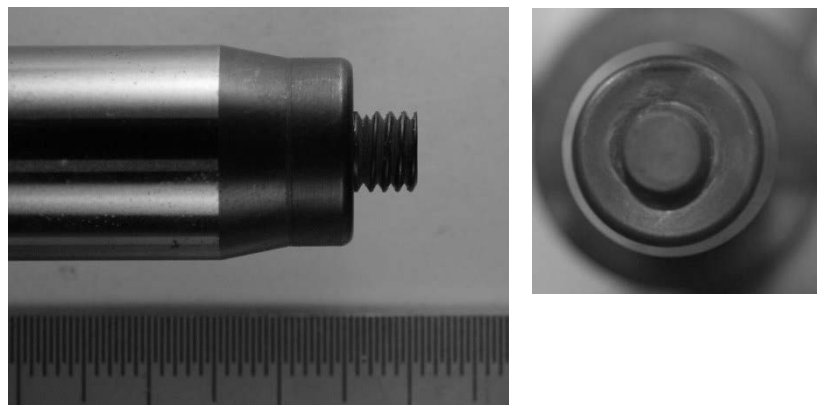
Table 3-2 FSP condition.

Notation	Rotational speed [rpm]	Traveling Speed [mm/min]	Tilt angle [°]	Tool plunge depth [mm]	Subsequent heat treatment
BM					
L	500	150	3	5	
H	1000	150	3	5	
LT6	500	150	3	5	T6
HT6	1000	150	3	5	T6



(a)

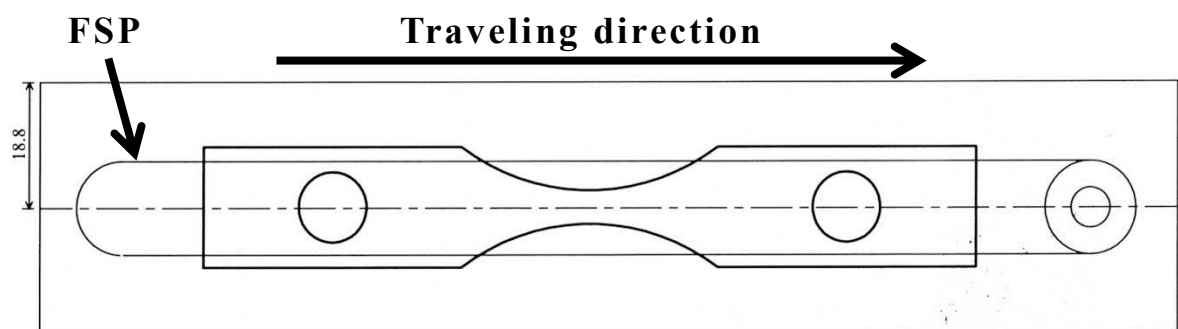
(a) Configuration of FSP tool.



(b)

(b) Configuration of FSP tool.

Fig.3-7 Configuration of FSP tool.



Fatigue specimen balk

Fig.3-8 Schematic illustration of FSPed specimen.

### 3.2.3 試験片および実験方法

Fig.3-6 に示したように切出した短冊状板材に FSP した後，攪拌ツール挿入方向表面の 0.3mm，SZ(攪拌域)底表面の 0.7mm を切削加工により除去し，板厚 4mm に仕上げた．その後，ワイヤー放電加工により改質中心が試験片中心となるよう試験片形状に加工した．

BM 材の引張試験片および疲労試験片を Fig.3-9, Fig.3-10 に，改質材(後熱処理材を含む)の引張試験片および疲労試験片の形状寸法をそれぞれ Fig.3-11, Fig.3-12 に示す．引張試験片の形状は BM 材においては JIS Z2201 14A 号試験片に，改質材においては JIS Z 2201 14B 号試験片に準拠した．疲労試験片は機械加工後，表面をエメリー紙 2000 番まで順次研磨し，さらにバフ研磨を施して試験に用いた．

組織観察にはフリック液(蒸留水 78.3%，弗酸 8.7%，塩酸 13.0%)あるいは 2%NaOH 水溶液を用い，光学顕微鏡で観察した．硬さ試験にはマイクロビッカース硬さ試験機を用い荷重 2.94N，保持時間 30s で行う．引張試験には万能試験機を用いた．疲労試験には島津共振型ねじり曲げ疲労試験機を用い，室温大気中で曲げ疲労試験を行った．試験条件は繰返し速度  $f=33.3\text{Hz}$ ，応力比  $R=-1$  とした．また，破面観察には走査型電子顕微鏡(SEM)を用いた．

微小き裂成長の観察は，所定の繰返し数ごとに試験機を停止させ，アセチルセルロースフィルムを用いて試験片の表面のレプリカを採取して行った．採取したレプリカフィルムを，光学顕微鏡を用いて観察し，き裂長さを測定した．

微小き裂に対する応力拡大係数の評価には，Raju-Newman の解析結果を用いた[21]，[22]．平面曲げの表面き裂に対して以下の式が成り立つ．

$$K = H \cdot \sigma \sqrt{\pi a} \cdot \frac{1}{E\left(\frac{a}{t}\right)} \cdot F_S \quad \dots \text{式 3-(2)}$$

$$F_S = \left\{ M_1 + M_2 \left(\frac{a}{t}\right)^2 + M_3 \left(\frac{a}{t}\right)^4 \right\} \cdot g \cdot F_\phi \cdot F_W \quad \dots \text{式 3-(3)}$$

$$F_W = \sqrt{\sec\left(\frac{\pi c}{2b} \cdot \sqrt{\frac{a}{t}}\right)}$$

$a/c \leq 1$  の場合

$$\begin{aligned}
 H &= H_1 + (H_2 - H_1) \sin \varphi \\
 H_1 &= 1 - 0.34(a/t) - 0.11(a/c)(a/t) \\
 H_2 &= 1 + G_1(a/t) + G_2(a/t)^2 \\
 G_1 &= -1.22 - 0.12(a/c) \\
 G_2 &= 0.55 - 1.05(a/c)^{0.75} + 0.47(a/c)^{1.5} \\
 E(k) &= \{1 + 1.464(a/c)^{1.65}\}^{0.5} \\
 M_1 &= 1.13 - 0.09(a/c) \\
 M_2 &= -0.54 + 0.89 / \{0.2 + (a/c)\} \\
 M_3 &= 0.5 - 1 / \{0.65 + (a/c)\} + 14 \{1 - (a/c)\}^{24} \\
 g &= 1 + \{0.1 + 0.35(a/t)^2\} (1 - \sin \varphi)^2 \\
 F_\varphi &= \{(a/c)^2 \cos^2 \varphi + \sin^2 \varphi\}^{0.25}
 \end{aligned}
 \tag{3-4}$$

ただし、Fig.3-13 に示すように  $2b$  は試験片幅、 $\sigma$  は最大応力、 $t$  は試験片板厚、 $a$  はき裂深さ、 $2c$  は表面におけるき裂長さである。また  $\varphi$  はき裂表面から深さ方向への角度を表している。式 3-(4)において  $\varphi=0^\circ$  を代入すれば表面の応力拡大係数  $K_c$  が、 $\varphi=90^\circ$  を代入すれば最深部の応力拡大係数  $K_a$  が得られる。なお本研究ではアスペクト比  $a/c=1$  と仮定して、 $2c/b < 0.5$  の適応範囲で解析を行った。

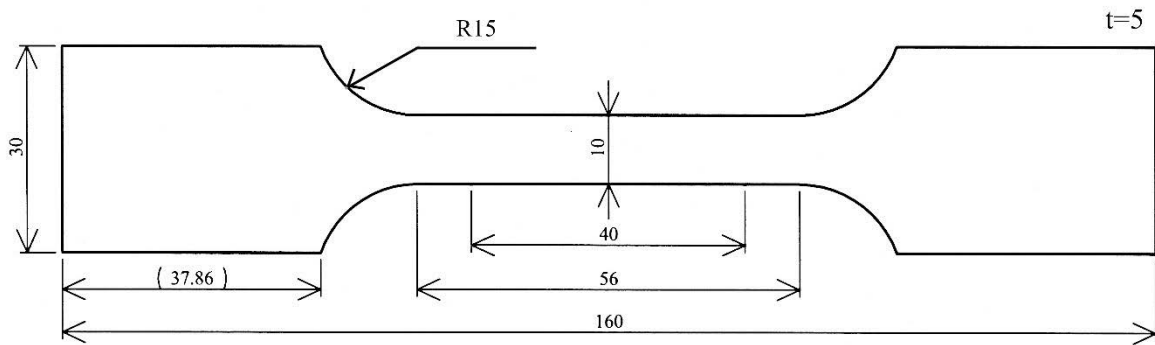


Fig.3-9 Configuration of tensile specimen of base metal.

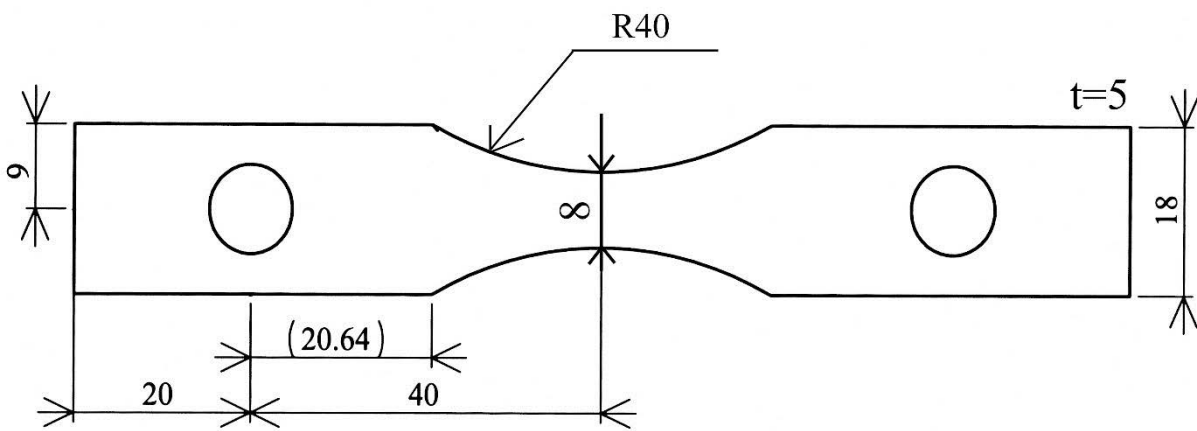


Fig.3-10 Configuration of fatigue specimen of base metal.

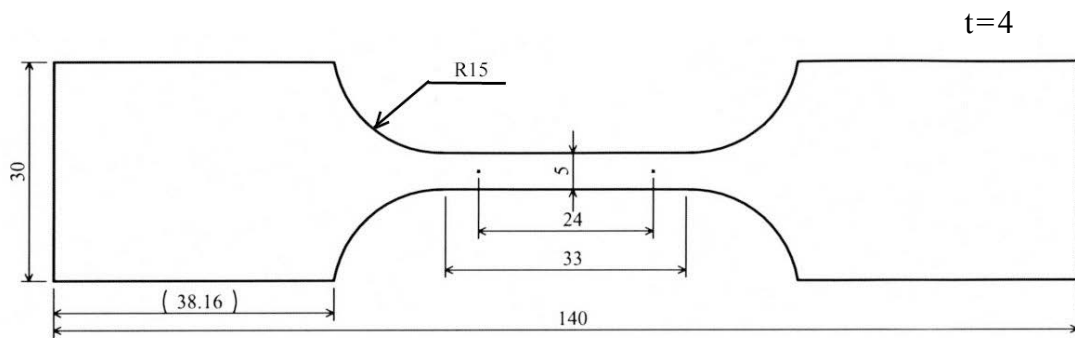


Fig.3-11 Configuration of tensile specimen of FSP material.

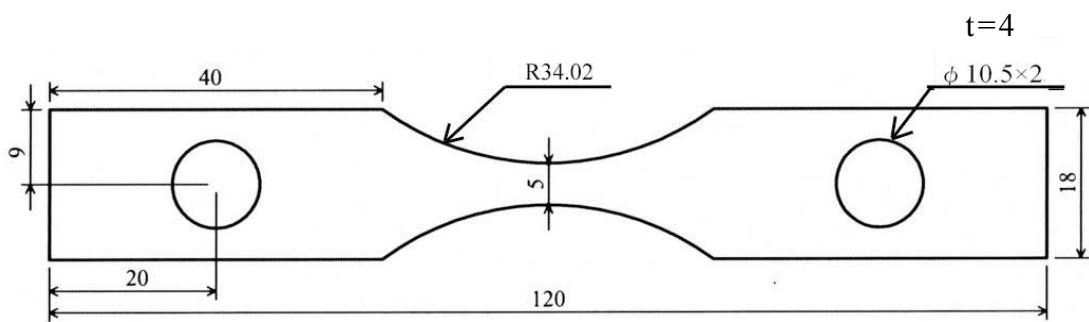


Fig.3-12 Configuration of fatigue specimen of FSP material.

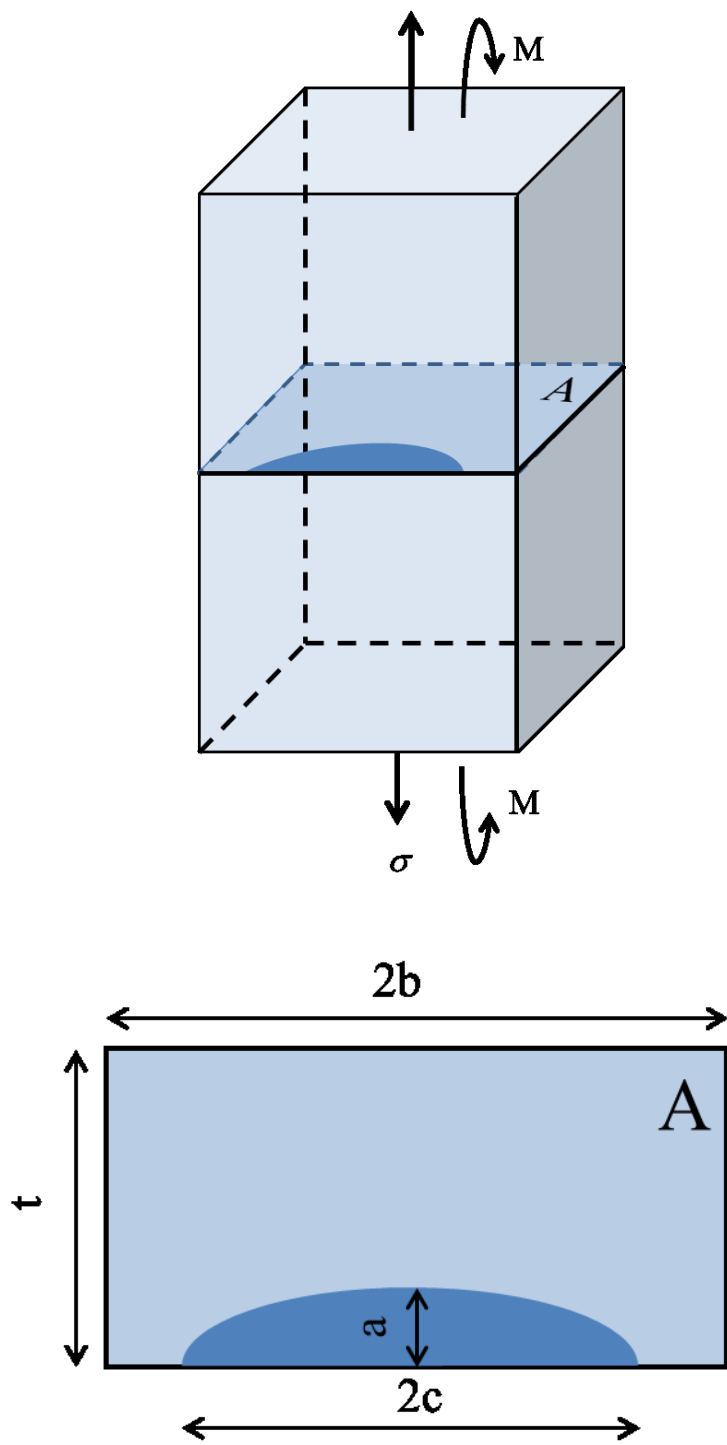


Fig.3-13 Schematic illustration of surface-crack configuration.

## 3.3 実験結果

### 3.3.1 組織観察

#### 3.3.1.1 BM (base metal) 材

BM 材すなわち納入材である AC4CH-T6 に FSP 処理を施す前の組織観察結果を Fig.3-14 に示す. Fig.3-14(a)は試験片採取部付近の組織写真, Fig.3-14(b), Fig.3-14(c)はそれらを高倍率で観察した結果を示している. この図より BM 材の組織は網目状に共晶 Si が分布した樹枝状デンドライト組織 (Fig.3-14(b)) であることがわかる. また, 鑄造時に生成したと考えられる鑄巣 (Fig.3-14(c)矢印) が多く存在している. この鑄巣は鑄造において凝固時に水素の発生が起因していると考えられる. 円相当径 (Equivalent Circular Diameter) [23]により求めた鑄巣の大きさは最大では  $401\mu\text{m}$  ほどの鑄巣も存在し, 平均では  $84\mu\text{m}$  である.

二次枝法 [6]により求めた初晶デンドライト枝の間隔であるデンドライトアームスペーシング (DAS: Dendrite Arm Spacing) は, 鑄造時重力方向におけるインゴット中心線上では  $26.3\mu\text{m}$ , 中心線上から  $10\text{mm}$  下層側では  $18.6\mu\text{m}$ , 同じく中心線から  $10\text{mm}$  上層側では  $44.2\mu\text{m}$  である. 一般に, DAS は冷却速度の低下に伴って大きくなる傾向がある [6]. 上層に向かうほど冷却速度が低いため, DAS は大きくなったと考えられる.

なお, 本研究で用いる BM 材試験片は平行部幅寸法が  $8\text{mm}$  と小さく, 舟形のほぼ中央位置に相当する. したがって舟形の上下層での組織の違いによって試験片内での組織に分布を生じることがほとんどない.



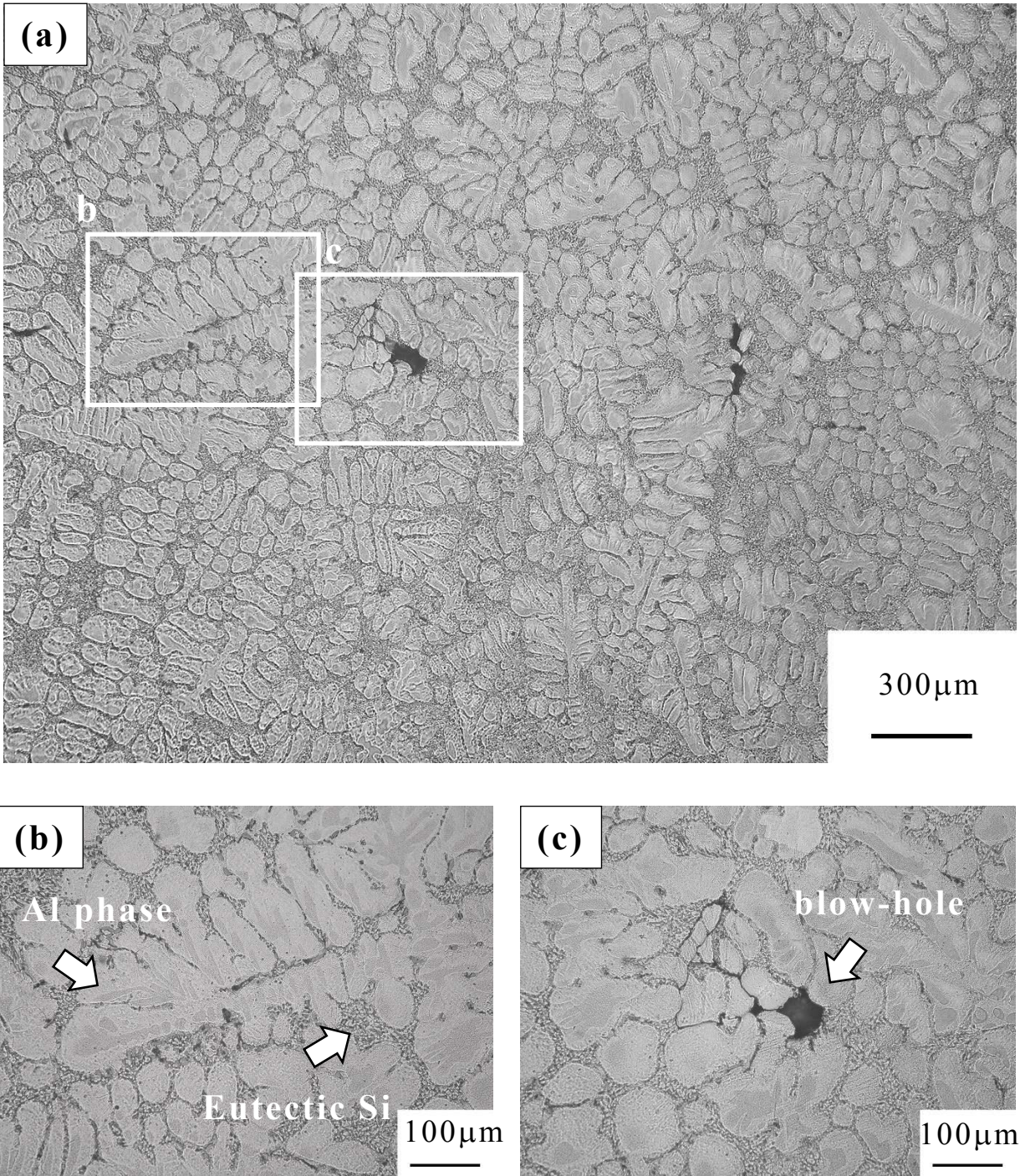


Fig.3-14 Microstructures on cross section of blank cut at location of 20mm from casting bottom.

### 3.3.1.2 L (Lower-strain-rate FSP)材

低ひずみ速度条件下で組織改質した L 材の巨視的および微視的組織様相を Fig.3-15 に示す. L 材では Fig.3-15(b), (d) のように BM 材で観察された鑄巣はツールによる攪拌作用によって完全に消失している. また Fig.3-15(a) の SZ の A-side 下面側においてオニオンリングと思われる層状の組織が観察された.

Fig.3-15(b) はオニオンリング生成部付近の組織観察結果を示しており, Fig.3-15(c) にはその高倍率写真を示す. BM 材で観察された網目状の組織はなく, Si 粒子は一様に分散し, デンドライド組織は完全に消失している. また Si 粒子 (Fig.3-15(c) 矢印) は, Al 相同様に  $5\mu\text{m}$  程度まで微細化している.

一方, SZ 中央上部付近で観察した Fig.3-15(d) の組織写真では, デンドライド組織が延ばされた組織様相であり, Si 粒子は均質には分散していない. また Fig.3-15(e) の拡大写真を Fig. 3-15(c) と比較すると, 結晶粒径や Si 粒子の大きさに違いがあり, 上面側に対して下面側の方が粒径は小さい.

Fig.3-16 に試験片の最小断面部における立体組織様相を示す. この結果からわかるように, 層状の組織が規則的に並んでいる様子が伺える. また層状組織の部分は, 試験片の体積の約半分を占めていることが分かる.

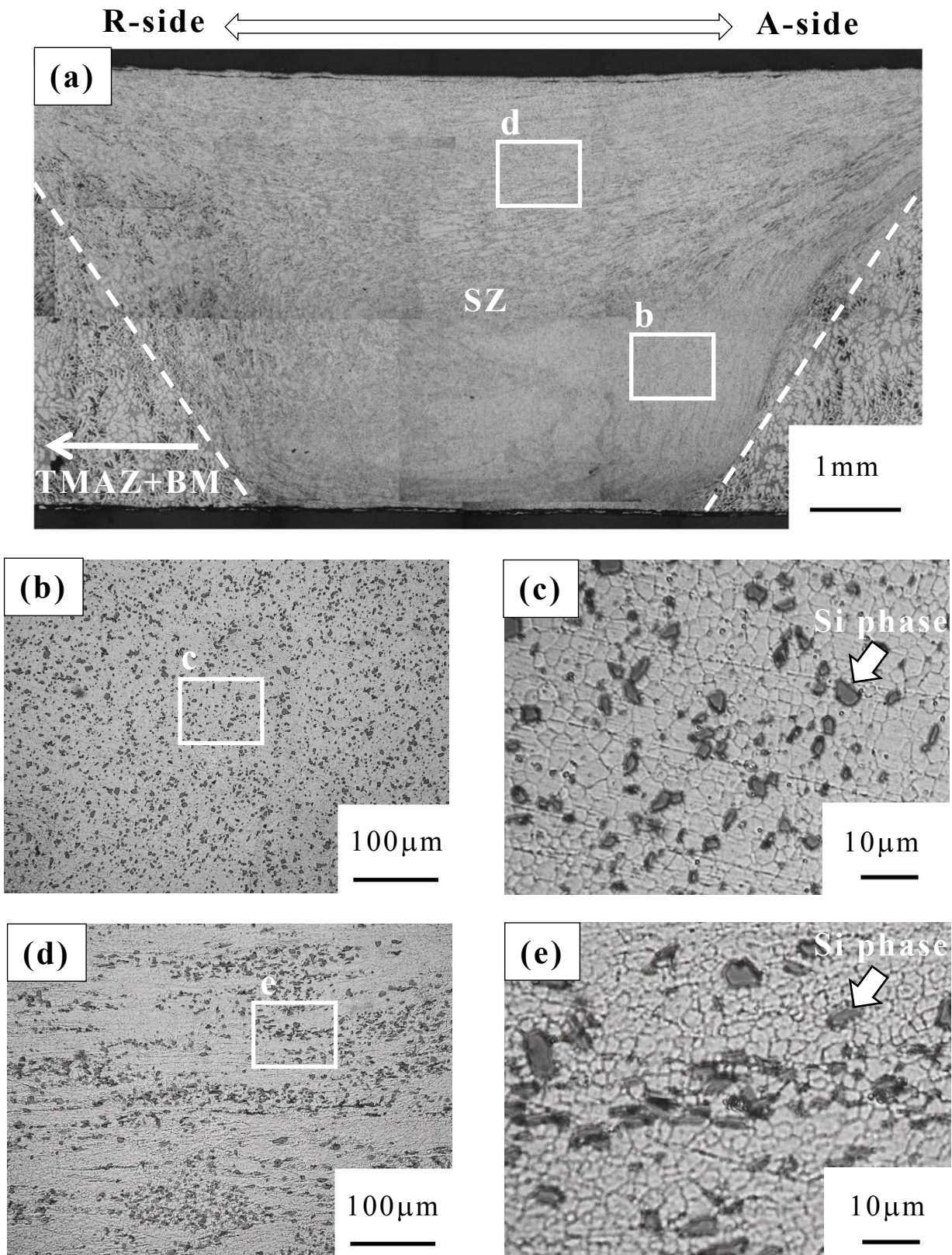


Fig.3-15 Microstructure of L material: (a) macroscopic view, (b), (c), (d) and (e) magnified view of stir zone.

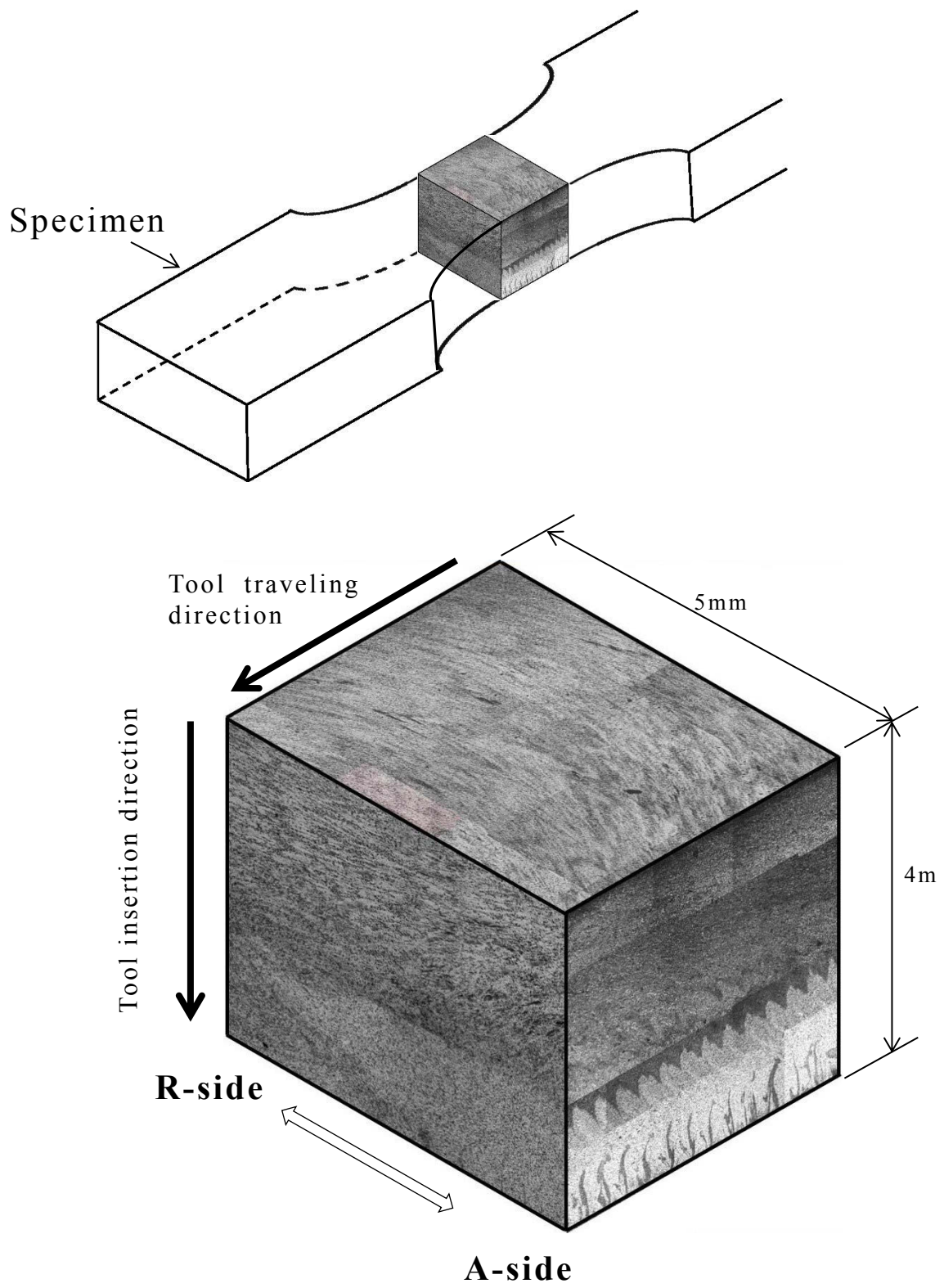


Fig.3-16 3-dimensional microstructure of L material.

### 3.3.1.3 H (Higher-strain-rate FSP)材

高ひずみ速度条件下で組織改質した、H材の巨視的および微視的組織様相を Fig.3-17 に示す。Fig.3-17(b), (d)に示すように、L材同様、鑄巣は攪拌作用によって完全に消失している。L材と比較してH材ではデンドライド組織は完全に消失しており、Si粒子が一様に分布している。また層状のオニオンリングがSZ全体で観察される。

Fig.3-17(c), (e)はそれぞれSZ上部(Fig.3-17(b)), 下部(Fig.3-17(d))における組織を高倍率で観察した結果を示している。上部, 下部共に、Si粒子は微細化され、一様に分布していることがわかる。またL材同様、上部, 下部において結晶粒径の大きさに違いがあるが、下部の方が粒径は大きい。Fig.3-17(c),(e)に示す破線を境界として結晶粒径に違いがあるように観察される。暗部ではより微細な粒径の組織が存在し、おおよそ $5\mu\text{m}$ 程度である。その領域の外では $10\text{-}20\mu\text{m}$ の粒径組織があり、微細な組織と交互に並んでいる。

Fig.3-18 に試験片の最小断面部における立体組織様相を示す。H材では攪拌部全域において層状な組織が規則的に並んでおり、ツール送り方向においても同様に全域に観察される。またL材の層状の組織の間隔に対してH材のそれは小さいことが伺える。これはピンの一回転に対してツール移動量がL材と比較して小さいためである。

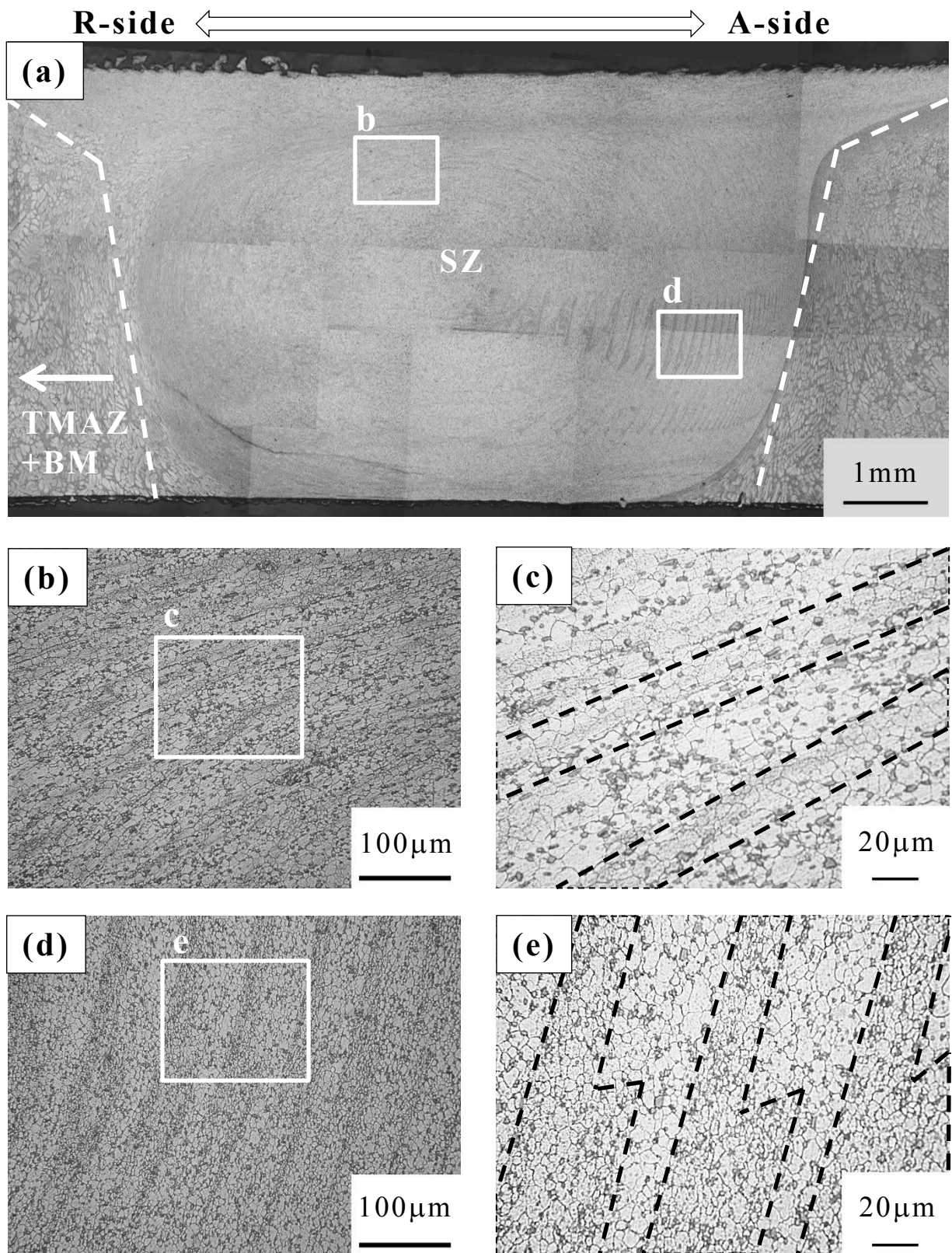


Fig.3-17 Microstructure of H material: (a) macroscopic view, (b), (c), (d) and (e) magnified view of stir zone.

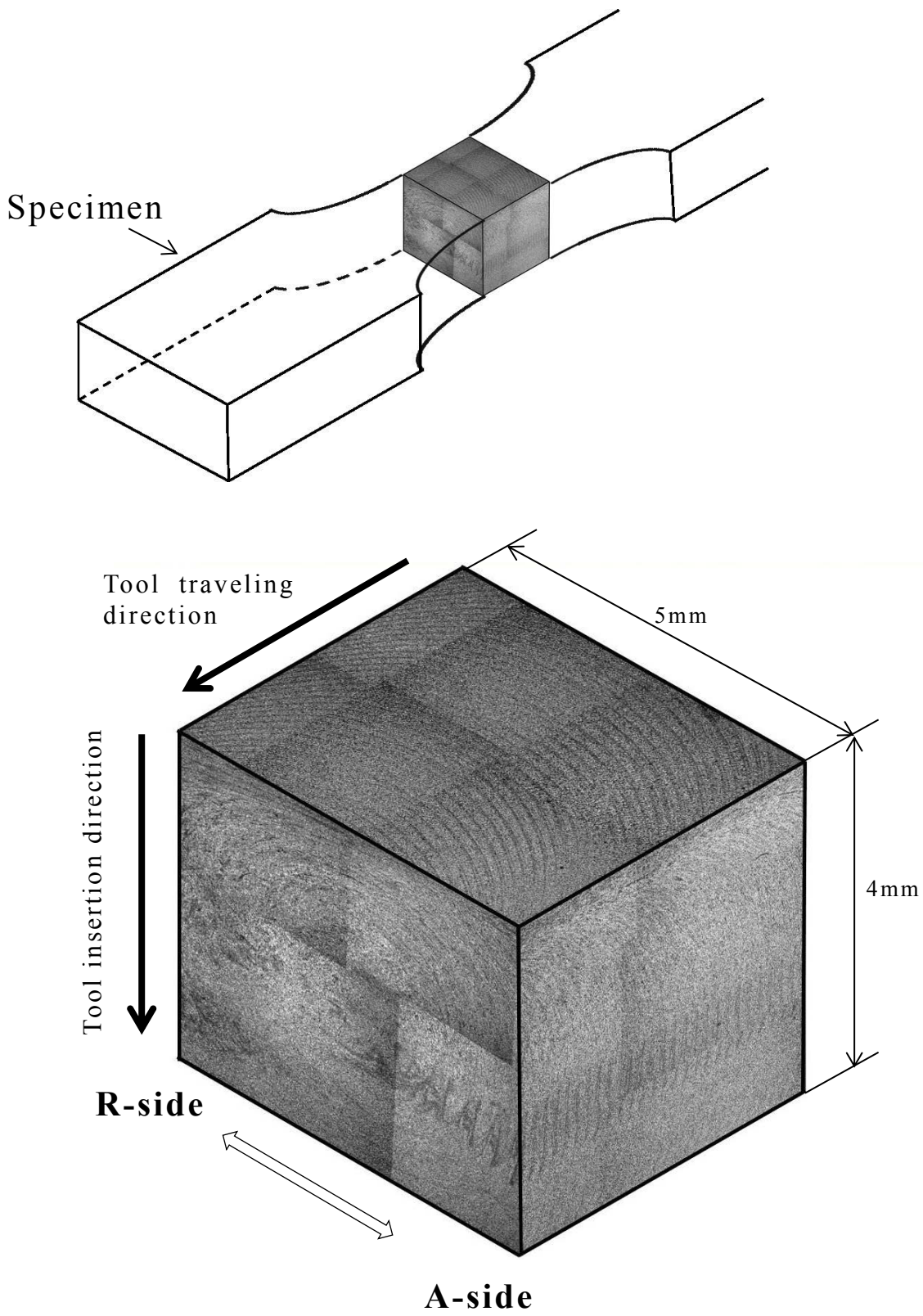


Fig.3-18 3-dimensional microstructure of H material.

### 3.3.1.4 LT6 材

3.2.2 節で述べたように、これまでに報告されている析出硬化型 Al 合金 FSW 継手の場合、SZ や TMAZ では攪拌作用により硬さが低下する。そこで本研究では、硬さを向上させる目的で改質後、後熱処理を施した。後熱処理の条件は 808K で 12 時間の溶体化処理後、428K で 4 時間の人工時効とした。LT6 材の組織様相を Fig.3-19(a)~(c)に示す。巨視的および微視的観察において Si 粒子の変化は認められないが、攪拌作用により微細化した結晶粒が後熱処理により粗大化している。L 材では結晶粒径が 5 $\mu\text{m}$  以下程度であったのに対し、後熱処理を施した LT6 材では 200~300 $\mu\text{m}$  程度の大きさまで成長している。ただし、Fig.3-19(c)に示すように、あまり粗大化していない結晶粒も存在した。同様に FSP による改質後、後熱処理により顕著な結晶粒の粗大化が生じる事が報告されている[24], [25]。結晶粒の粗大化は、一般に引張強度や疲労強度の低下をもたらすとされる。この材料の強度については 3.4 節にて述べる。



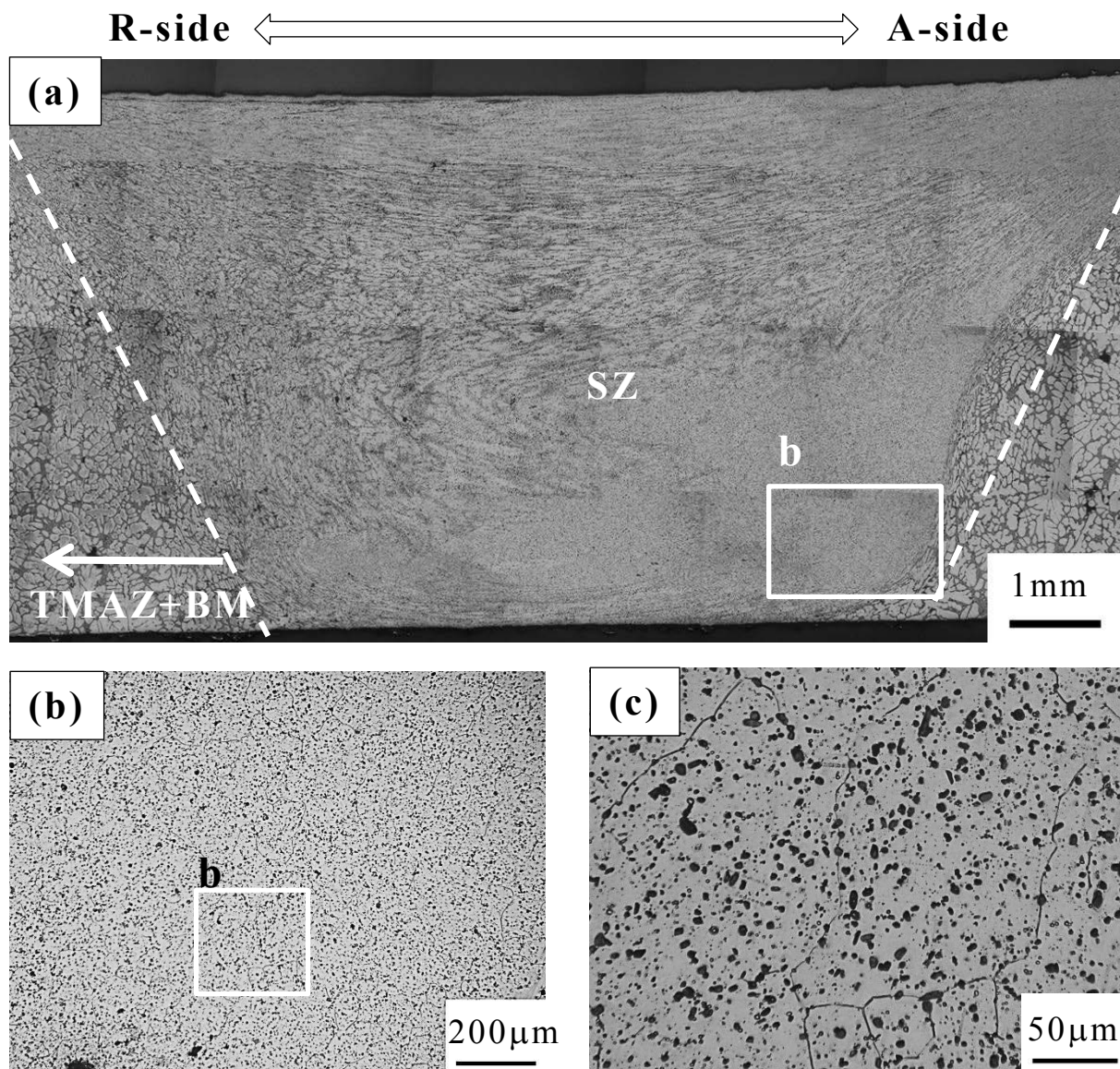


Fig.3-19 Microstructure of LT6 material: (a) macroscopic view, (b) and (c) magnified views of stir zone.

### 3.3.1.5 HT6 材

HT6 材の組織様相を Fig.3-20(a)~(c)に示す. LT6 材同様, 後熱処理による Si 粒子への影響は認められない. Fig.3-20(b) に Fig. 3-20(a)の A-side, SZ 上部の拡大写真を示す. Fig.3-20(c)にその粒界を黒い破線で示す. H 材では 10~20 $\mu\text{m}$  であった結晶粒径が 1~2mm のオーダーの大きさまで成長している. LT6 材で認められた粗大化現象は HT6 材でも確認されるが, 結晶粒の粗大化の程度は LT6 材に比較して HT6 材において顕著である. 材料内に加工によって蓄積されるひずみの量が大きくなると, 焼きなましで結晶成長による結晶粒の大きさは大きくなる[26]. このことから, 攪拌作用による塑性ひずみ量は回転速度に依存していると考えられる.

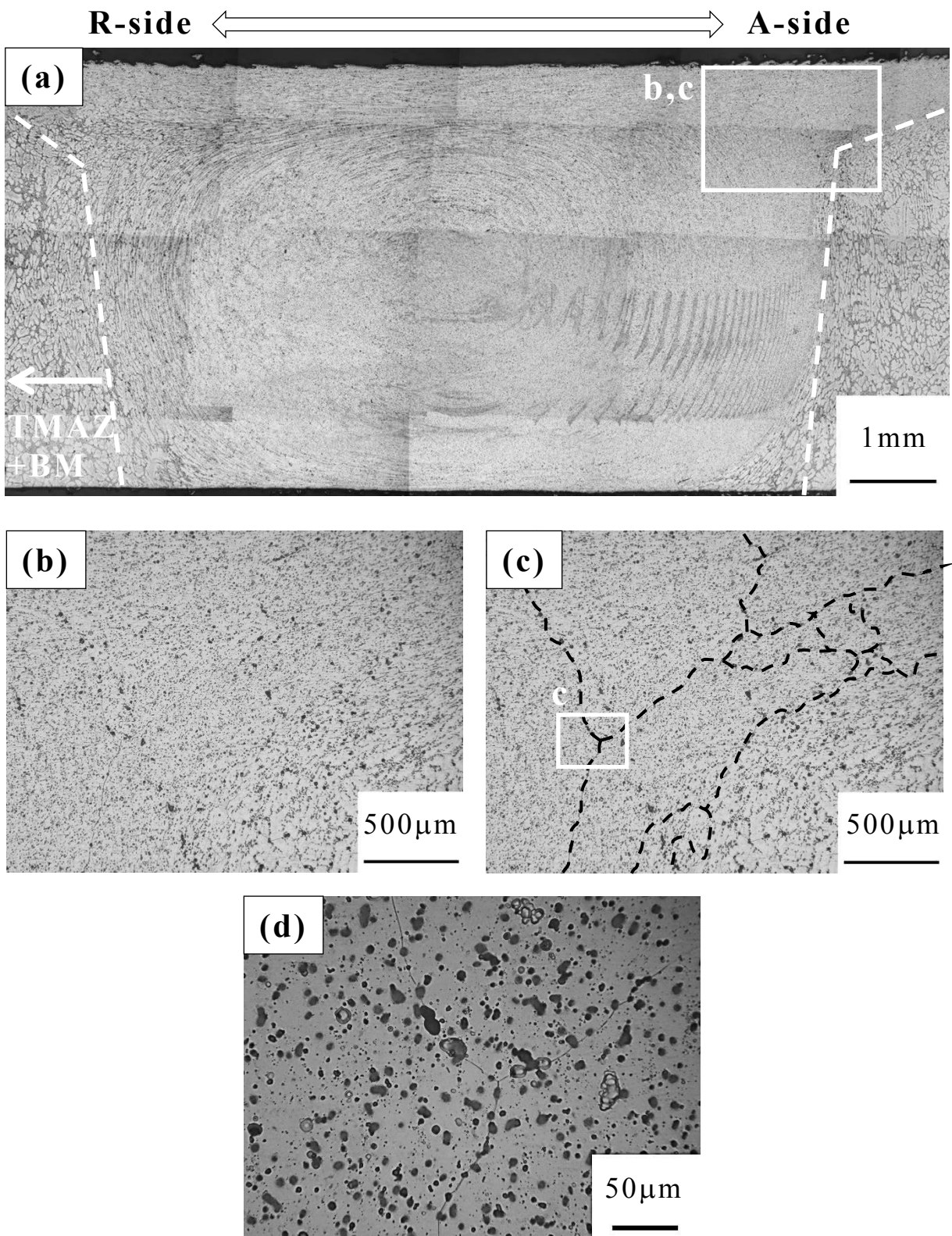


Fig.3-20 Microstructure of HT6 material: (a) macroscopic view, (b), (c) and (d) magnified views of stir zone.

### 3.3.2 引張特性

各材料における機械的性質を Table 3-3 に示す. FSP を施した材料である L 材, H 材では BM 材に比べ伸びが大きく増加したが, その一方で引張強さが L 材では低下し, H 材ではほぼ同程度となった. 0.2% 耐力は共に大きく低下した. 摩擦攪拌による改質時に, Al 基材は固相状態を保つが温度は 773K 程度まで上昇することが指摘されている[27]. この高温により析出物の再固溶が生じたために, 析出強化の機構が失われたために強度の低下を示したのだと考えられる. なお L 材は, H 材よりも引張特性が低下している.

また後熱処理された材料である LT6 材, HT6 材は, 引張強さおよび 0.2% 耐力が BM 材よりも向上した. また HT6 材の引張特性に比べ LT6 材のそれは低く, 後熱処理を施す前の H 材と L 材における引張特性の差は, 後熱処理を施した後でも同様に存在している.

Table 3-3 Mechanical properties.

Material	Tensile strength $\sigma_B$ [MPa]	0.2% proof stress $\sigma_{0.2}$ [MPa]	Total elongation $\delta$ [%]	Elastic modulus $E$ [GPa]
BM	218	180	11	64
L	199	138	17	65
H	215	159	18	63
LT6	243	180	14	66
HT6	251	198	14	65

### 3.3.3 硬さ試験

Fig.3-21 に改質材の断面における硬さ分布を示す。硬さ測定は改質方向に対して垂直な面とし、板厚中心線上 (Middle) において SZ を中心に 0.25mm 間隔で測定を行った。Fig.3-21 は SZ の中心から板幅方向に $\pm 8\text{mm}$  の範囲での分布を示している。BM 材の平均硬さ 103HV および FSP 後に熱処理を施した材料 (LT6 材, HT6 材) を実線で, FSP のままの材料 (L 材, H 材) を破線で, それぞれ示す。

BM 材の硬さと比較すると, FSP 材の SZ およびその周辺では, 組織が微細化したにも関わらず, 硬さが低下している。また H 材と L 材でも SZ において硬さが異なる。この SZ における硬さの差は 20HV であり, L 材の硬さに対して H 材のそれは高くなっている。H 材, L 材の TMAZ の硬さは同程度であるが, H 材においては SZ 部での硬さが TMAZ のそれより上昇していた。一方, L 材では SZ の中心で硬さが最も低下していた。これらの硬さ分布は, 引張特性と同様に, 改質時の入熱により析出物が再固溶したためと考えられる。

後熱処理を施した LT6 および HT6 材においては全体的に硬さの回復が見られた。また LT6 材 HT6 材の組織における結晶粒径の相違は, 硬さに対する影響がほとんどない。

Fig.3-22 は, SZ の中心から板幅方向に $\pm 3\text{mm}$  の試験片採取部範囲での硬さ分布を示している。また, 試験片表面付近の硬さを測るために, 板厚中心線上 (Middle), 中心線上から 2mm の上面側 (Top), 同じく中心線から 2mm 下面側 (Bottom) の線上において測定した。なお Fig.3-21 と同様に 0.25mm 間隔で硬さを計測している。どの条件においても上面側, 下面側との差は 10HV 程であり, また板厚中心上の硬さにも大きな差はない。

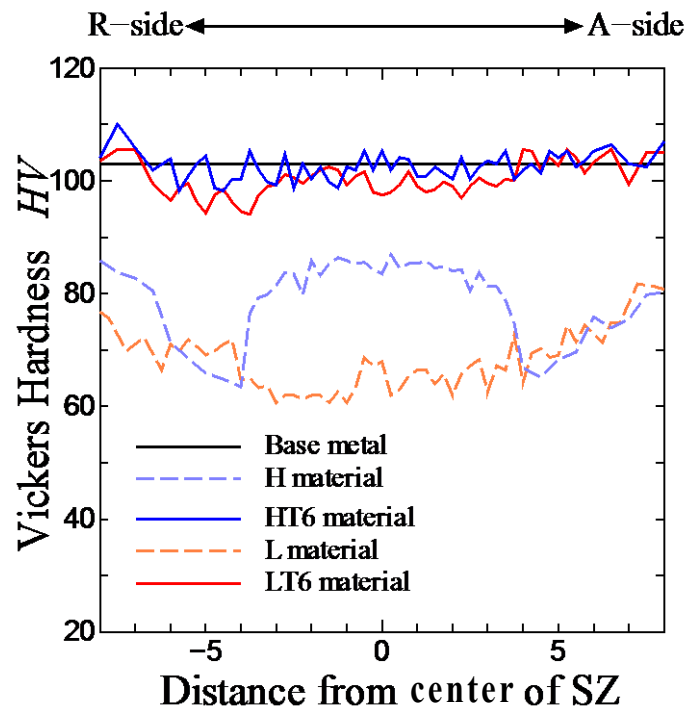


Fig.3-21 Hardness profile in cross section.

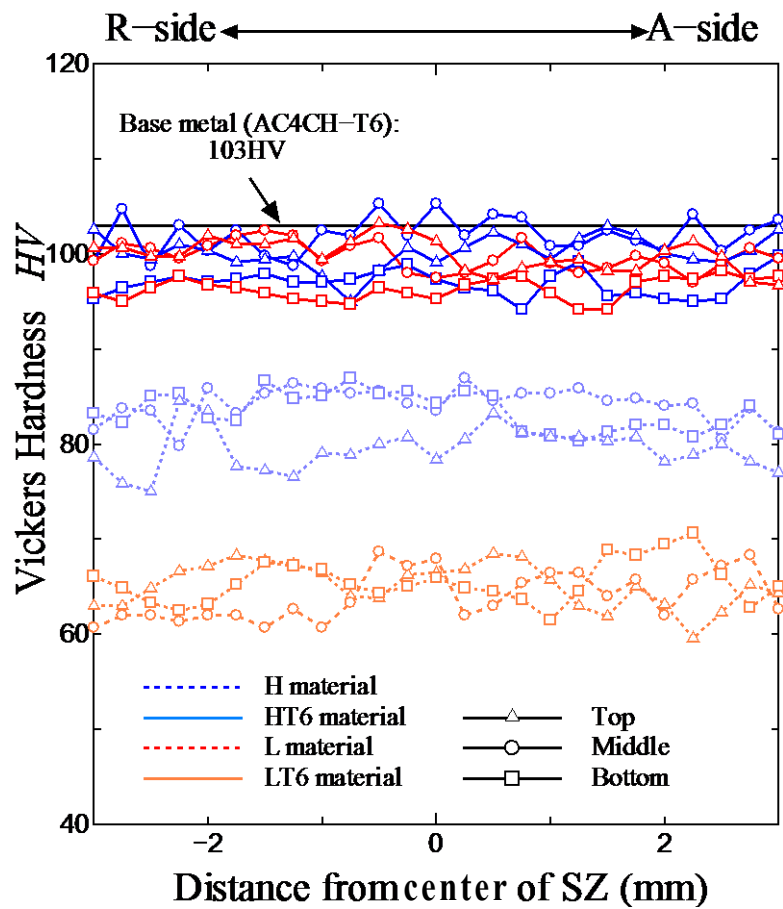


Fig.3-22 Hardness profile in SZ.

### 3.3.4 疲労挙動

#### 3.3.4.1 疲労強度

Fig.3-23 に各材の  $S-N$  曲線を示す. 本研究では  $S-N$  曲線が明確な折れ曲がりを示さない場合でも, 便宜上  $10^7$  回の繰返し数に耐えた最大応力振幅を疲労限度と定義する.

Table 3-4 に示すように BM 材, L 材, H 材, LT6 材, HT6 材の疲労限度はそれぞれ 60MPa, 140MPa, 118MPa, 110MPa, 100MPa である. BM 材では, データのばらつきがやや大きい, 折れ曲がりはなく, 応力振幅が小さくなるにしたがって直線的に疲労寿命は増加している. FSP を施した H 材においては  $10^5$  回程度の繰返し数までは BM 材と変わらないものの, 折れ曲がりが見れることにより, BM 材よりも大幅に疲労限度が改善されている. 同様に L 材の疲労強度は有限寿命域においても BM 材のそれよりも向上しているが, L 材の疲労強度は H 材に対してはるかに高い. なお L 材, H 材ともに BM 材よりもデータのばらつきが減少した.

一方, FSP 材に後熱処理を施した LT6 材および HT6 材では, FSP により低下した硬さが後熱処理により BM 材と同等まで回復し, 引張強さにおいては BM 材よりも向上しているため有限寿命域の疲労強度と疲労限度の向上が期待された. しかし, 疲労限度は FSP 材よりも低い. FSP-T6 材の組織は 3.3.1.4, 3.3.1.5 節で述べたように, 結晶粒が粗大化している. この結晶粒の粗大化により, き裂発生抵抗が低下し, これに起因して疲労限度が低下した可能性がある. なお, 疲労限度に達した各試験片の表面には停留き裂は存在していなかった. また, 結晶成長において H 材の粗大化が顕著であったが, 疲労強度においては L 材よりやや低い程度の結果となり, 影響は少ない.

Material	BM	L	H	LT6	HT6
Fatigue limit [MPa]	60	140	118	110	100

Table 3-4 Fatigue limit of materials.

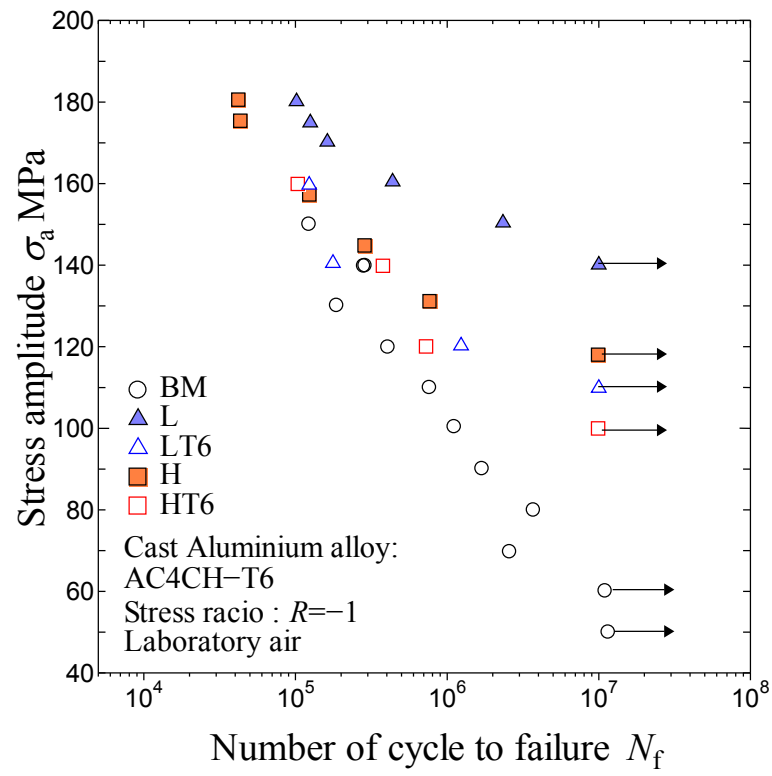


Fig.3-23 S-N diagram.



### 3.3.4.2 破面観察

各材料における破断面の全体像およびき裂発生起点近傍の SEM 写真を Fig.3-24~30 に示す。それぞれき裂発生起点近傍の写真においては左側が低倍率、右側が白い四角枠で囲まれた部分の高倍率を示している。

BM 材(鋳造 Al 合金)の場合、き裂は一般に鋳造欠陥から発生することが多い[28]が、その他のき裂発生原因として針状の共晶 Si 粒子、母地、共晶 Si 粒子と母地の界面などから考えられる。本研究では 3.3.1.1 の組織観察結果から述べたように、最大 400 $\mu\text{m}$  ほどの鑄巣が観察されており、多数の 100 $\mu\text{m}$  オーダーの大きさの鑄巣が存在する。Fig.3-3.24(c),(d)に示されるように、表面近傍に大小様々な鑄巣が存在することで、き裂は全てこのような鋳造欠陥から発生した。

それに対して、Fig.3-25, Fig.3-27 に示す FSP 材では、き裂発生起点に欠陥は認められない。またき裂発生箇所については FSP 材の方が少なく、例えば高応力で BM 材では数十点から疲労き裂が発生していたが、FSP 材では 2, 3 点であり、さらに低応力においては単一き裂の発生、進展から破断に至っていた。Fig.3-25(e)および Fig.3-27(e)のき裂発生起点近傍の詳細写真をそれぞれ Fig.3-26, Fig.3-28 に示す。Fig.3-26(b),(c),(d)および Fig.3-28(b),(c)に示されるように、き裂発生近傍の破面は微視的には粒状の荒い表面を呈している。また 3.3.1.2 節, 3.3.1.3 節で述べたように L 材および H 材の結晶粒径はそれぞれ 5 $\mu\text{m}$  および 10~20 $\mu\text{m}$  である。これに対し、Fig.3-26, Fig.3-28 で示した FSP 材の起点近傍破面で見られる凹凸の程度は粒径にほぼ一致している。したがって、初期き裂はき裂粒界を進展していることが予想される。また、Fig.3-26(e), Fig.3-28(d)はき裂近傍からおおよそ 200 $\mu\text{m}$  の距離における破面を示しているが、き裂発生起点よりも破面は平坦である。すなわち、き裂が成長するにつれ、破面の微視的な凹凸が減少し、平坦な破面へと遷移していた。

後熱処理材である LT6 材および HT6 材では Fig.3-29, Fig.3-30 で示すように、平坦な一見脆性的な破面を示している。特にき裂発生近傍は平坦な破面を呈しており、き裂は繰返しすべり変形によって発生したと考えられる。後熱処理材は結晶粒が粗大なため、このような一見ぜい性的な平坦な起点様相になったと考えられる。また FSP 材に比べ、き裂は多数の箇所から発生しており、FSP を施した材料よりもき裂発生抵抗が低くなっていることが伺える。

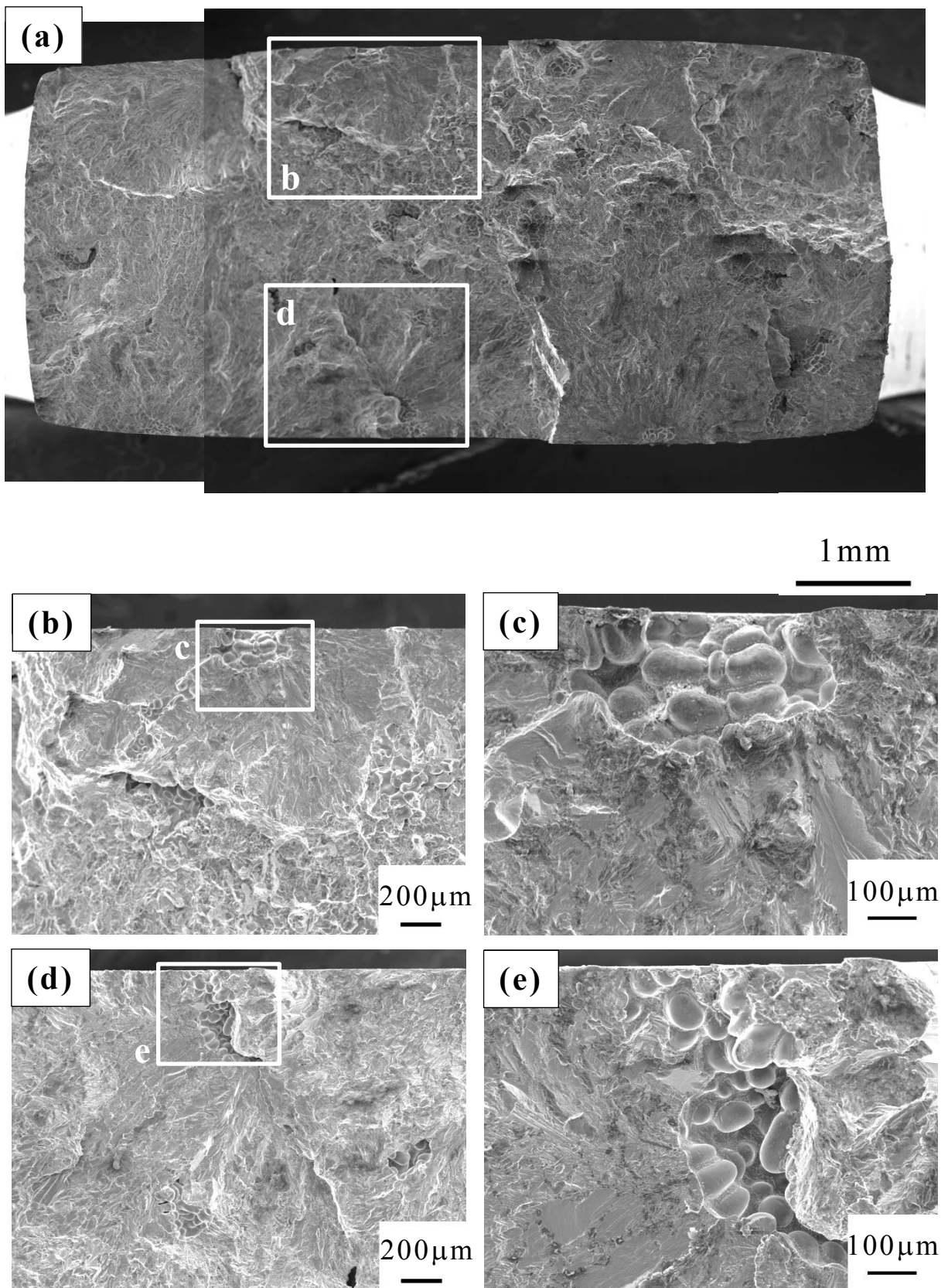


Fig.3-24 SEM micrographs showing crack initiation site of BM specimen.

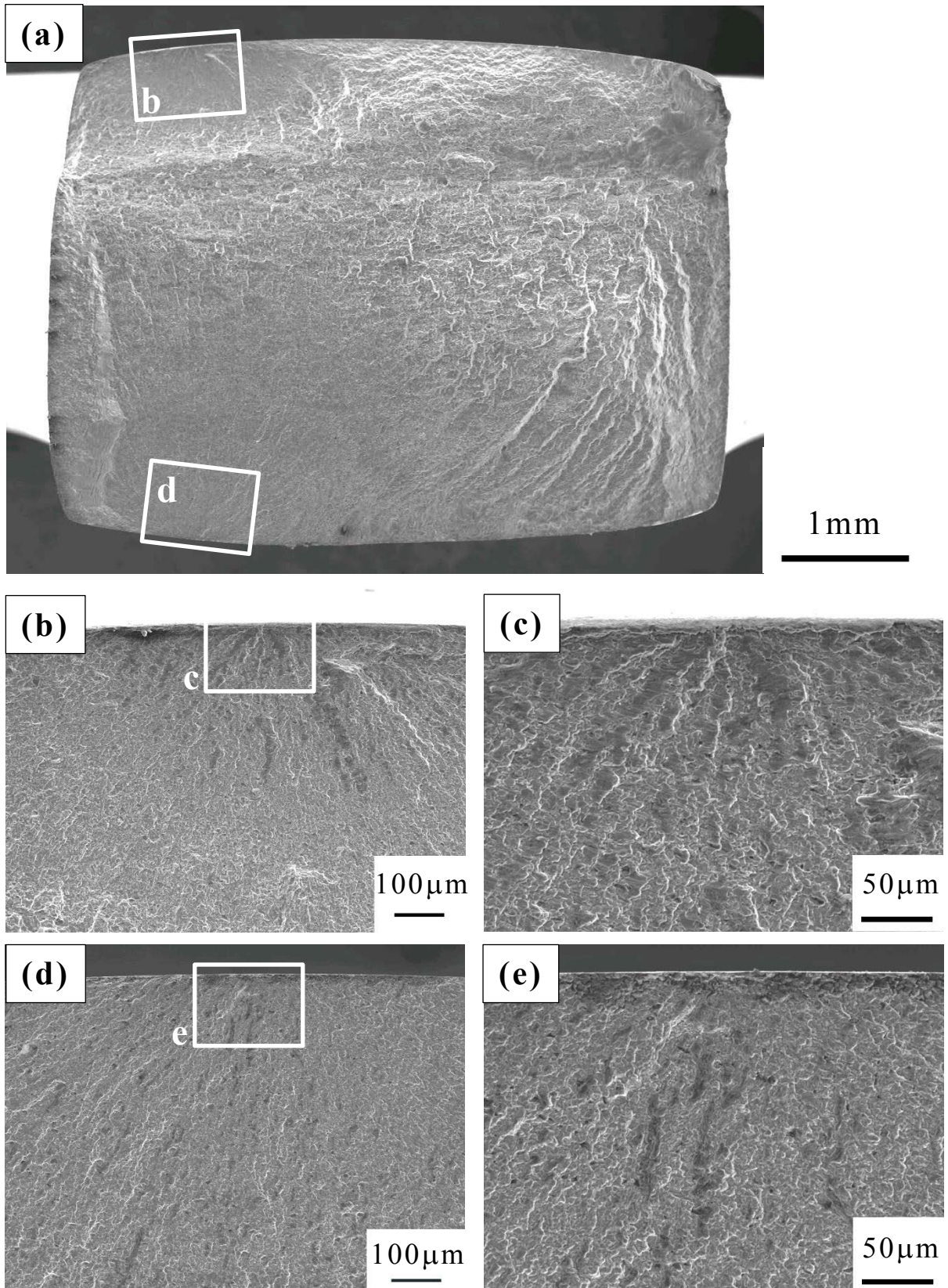


Fig.3-25 SEM micrographs showing crack initiation site of L specimen ( $\sigma_a=170\text{MPa}$ ,  $N_f=162000$ ).

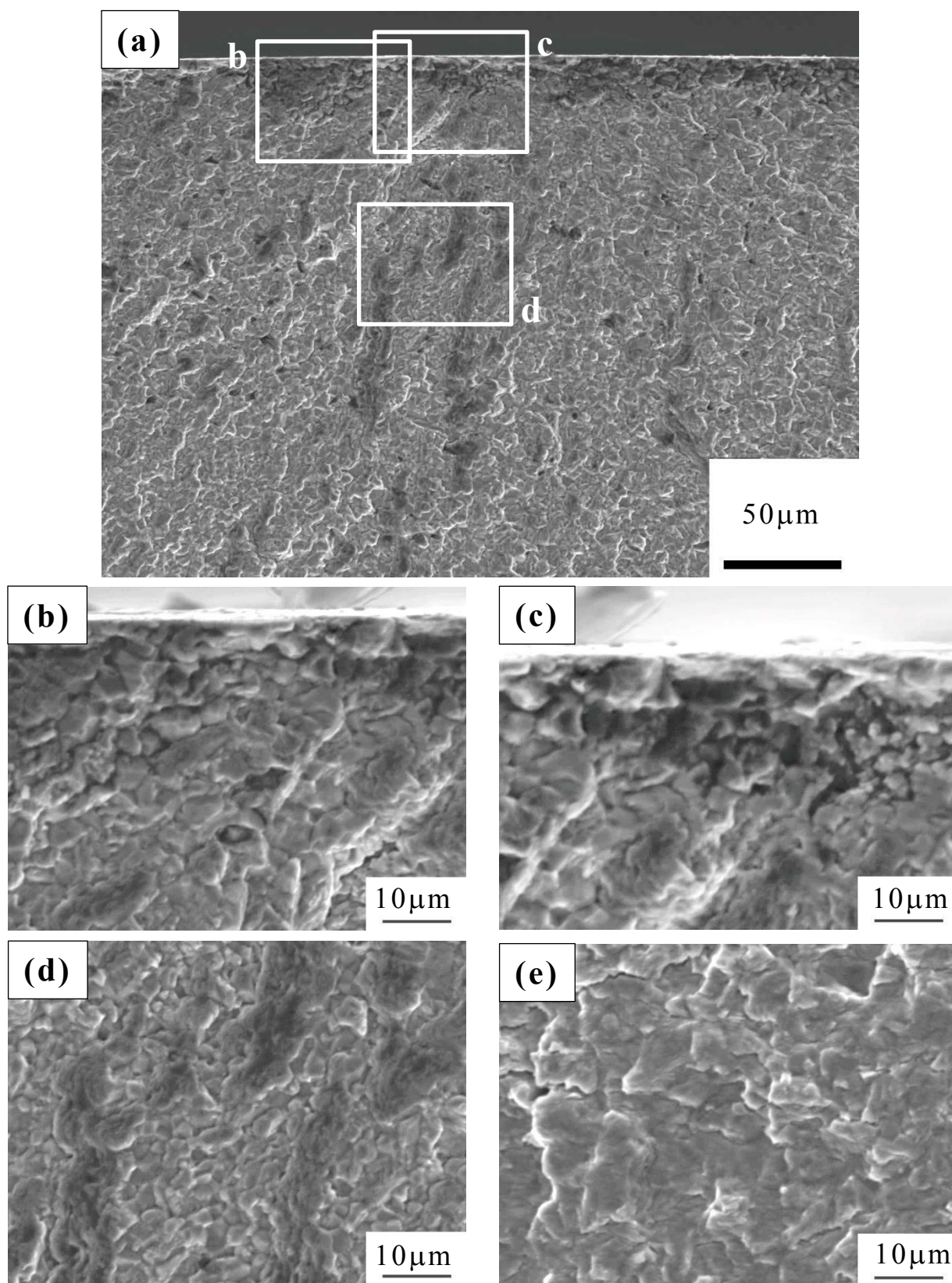


Fig.3-26 SEM micrographs showing fracture surface near the crack initiation site of L specimen.

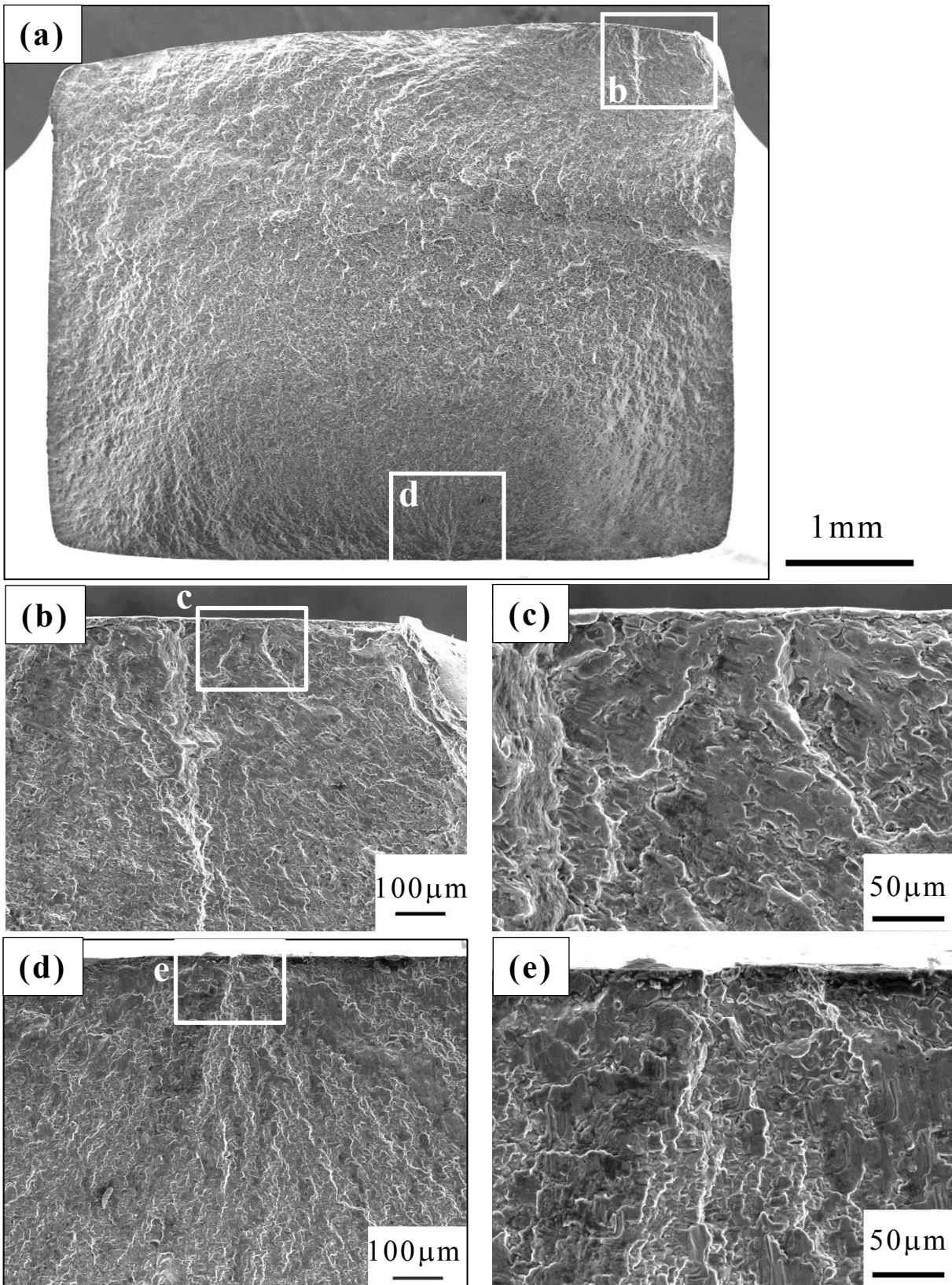


Fig.3-27 SEM micrographs showing crack initiation site of H specimen ( $\sigma_a=180\text{MPa}, N_f=42300$ ).

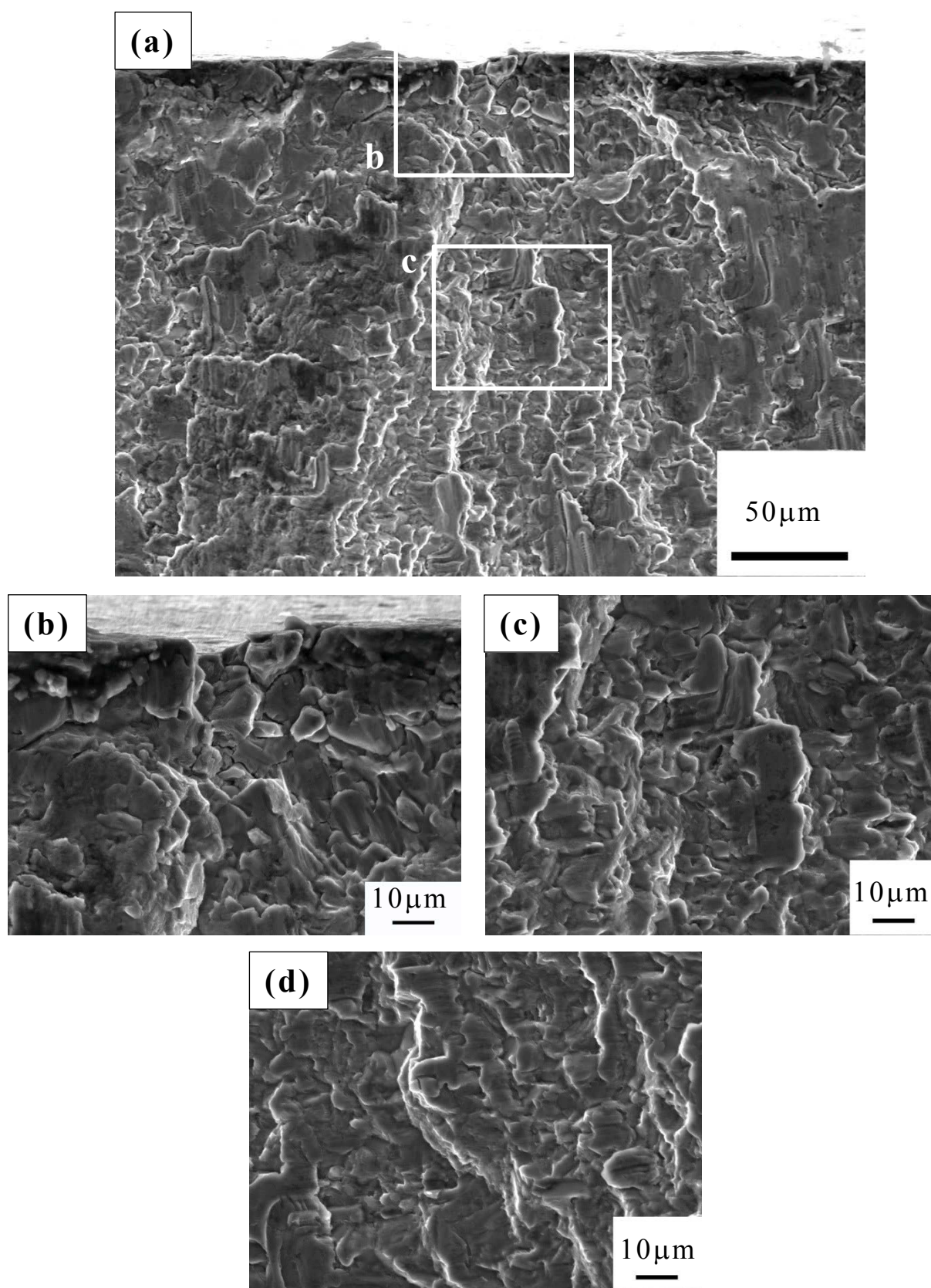


Fig.3-28 SEM micrographs showing fracture surface near the crack initiation site of H specimen.

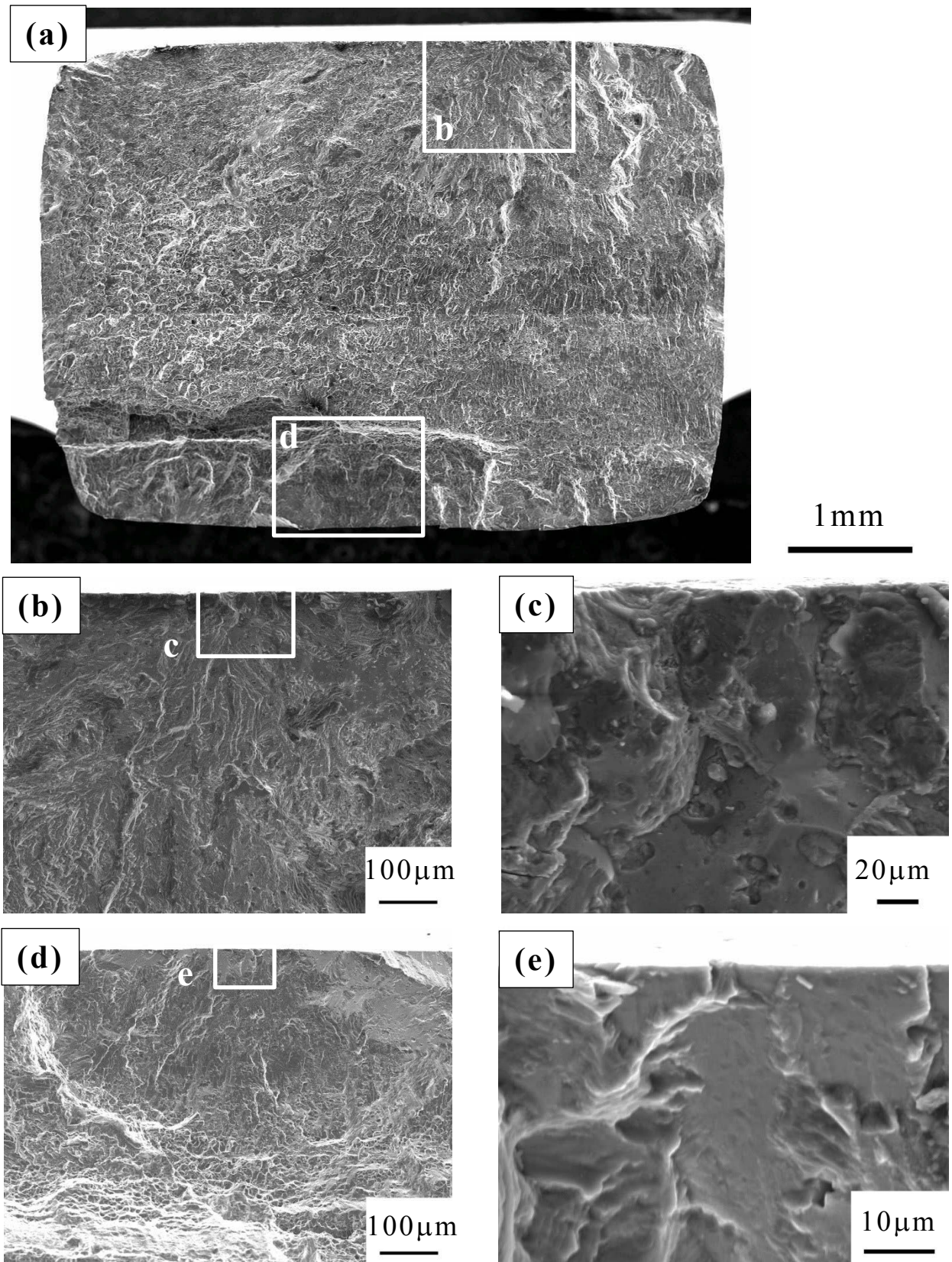


Fig.3-29 SEM micrographs showing crack initiation site of LT6 specimen.

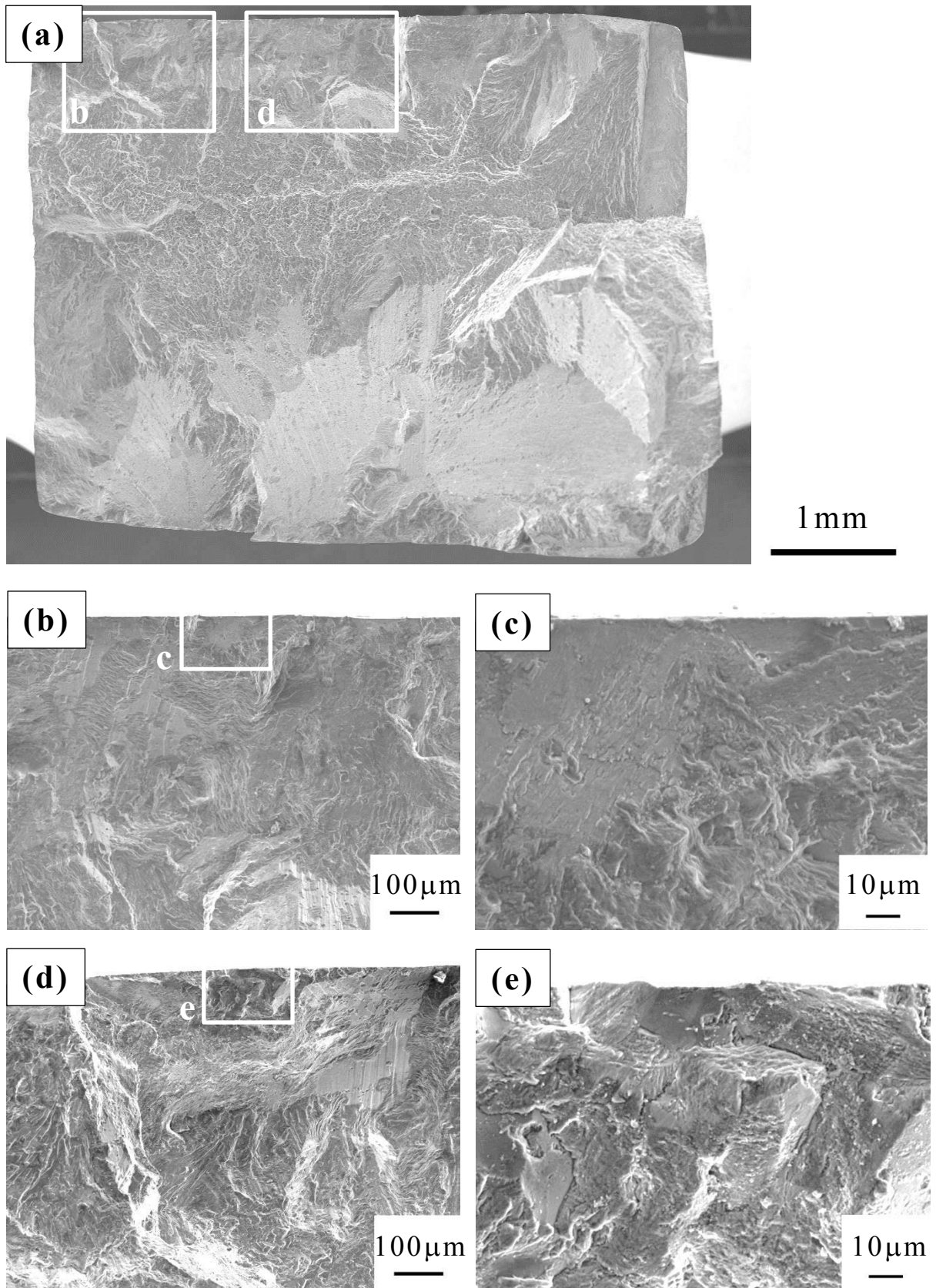


Fig.3-30 SEM micrographs showing crack initiation site of HT6 specimen.



### 3.3.4.3 微小き裂成長およびき裂進展経路

Fig.3-31にBM材の試験片表面におけるき裂成長様相を示す。き裂は試験片表面に露出した鑄造欠陥である鑄巣から発生しており、Fig.3-31(b)に示すようにき裂は共晶Si粒子と母地の界面および共晶Si粒子内を細かく屈曲しながら進展し、ほぼ荷重軸直角方向に成長する。

FSPを施したL材、H材のき裂成長様相について、レプリカによって観察した連続写真をそれぞれFig.3-32, Fig.3-34に、巨視的き裂様相をそれぞれFig.3-33, Fig.3-35に示す。例えばH材では、レプリカ連続写真の $N=5000\sim 13000$ においてSi相(Fig.3-34中矢印)の界面を迂回しながらき裂は成長している。き裂は微細なSi相と母相の界面を優先的に進むため、細かく屈曲して成長している。これはL材においても同様であった。Fig.3-33(b)およびFig.3-35(b)中の矢印は、それぞれFig.3-32およびFig.3-34のレプリカ写真で示したき裂の発生位置を示している。き裂進展経路はBM材と異なり、L材ではFig.3-32に示すようにき裂成長の初期には荷重軸にほぼ直角に進展するものの、Fig.3-33(a)に示すように成長に伴って、き裂は荷重軸直角方向からそれていく。一方H材では初期のき裂成長挙動はL材と同様に荷重軸直角方向に成長するものの、成長に伴ってFig.3-35(a)に示すようにき裂は大きく湾曲する。Fig.3-35(c)に示すように、成長したき裂の先端でも、Si相と母相の界面を優先してき裂が成長しているが、Si相の分布そのものが、Fig.3-35(a)に示すような大きく湾曲したき裂経路に影響を及ぼしているわけではない。

後熱処理を施したLT6材およびHT6材のき裂成長様相を、それぞれFig.3-36, Fig.3-38にレプリカ連続写真およびFig.3-37, Fig.3-39に巨視的写真を示す。Fig.3-37(a), Fig.3-39(a)に示すように、破断直前の試験片表面にはき裂が多数発生していることから、後熱処理によってき裂発生抵抗が低くなっていることが伺える。Fig.3-38のHT6材のレプリカ連続写真において、初期の段階からき裂は荷重軸直角方向から逸れる形に成長し、Fig.3-39(a)のように破断直前においても、初期の傾きとほぼ同じ方向にき裂が進展している。一方でLT6材では、Fig.3-36に示すように、HT6材同様に初期段階のき裂は荷重軸直角方向から微かに逸れて進展するものの、き裂が長くなるにつれ、おおそ荷重軸直角方向に進展している。

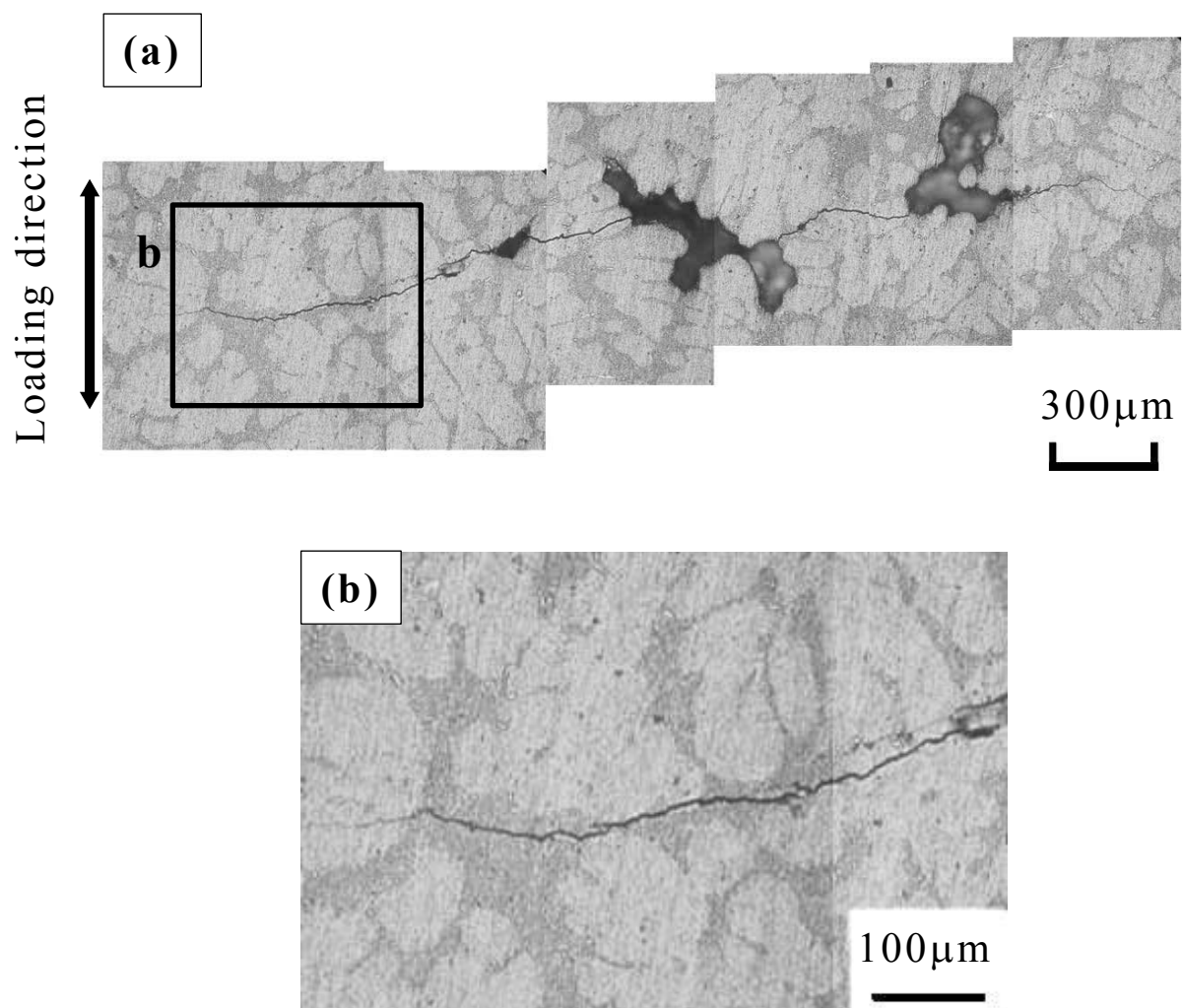


Fig.3-31 Small crack growth paths of BM specimen ( $\sigma_a=80\text{MPa}$ ,  $N=2.9 \times 10^6$ ).

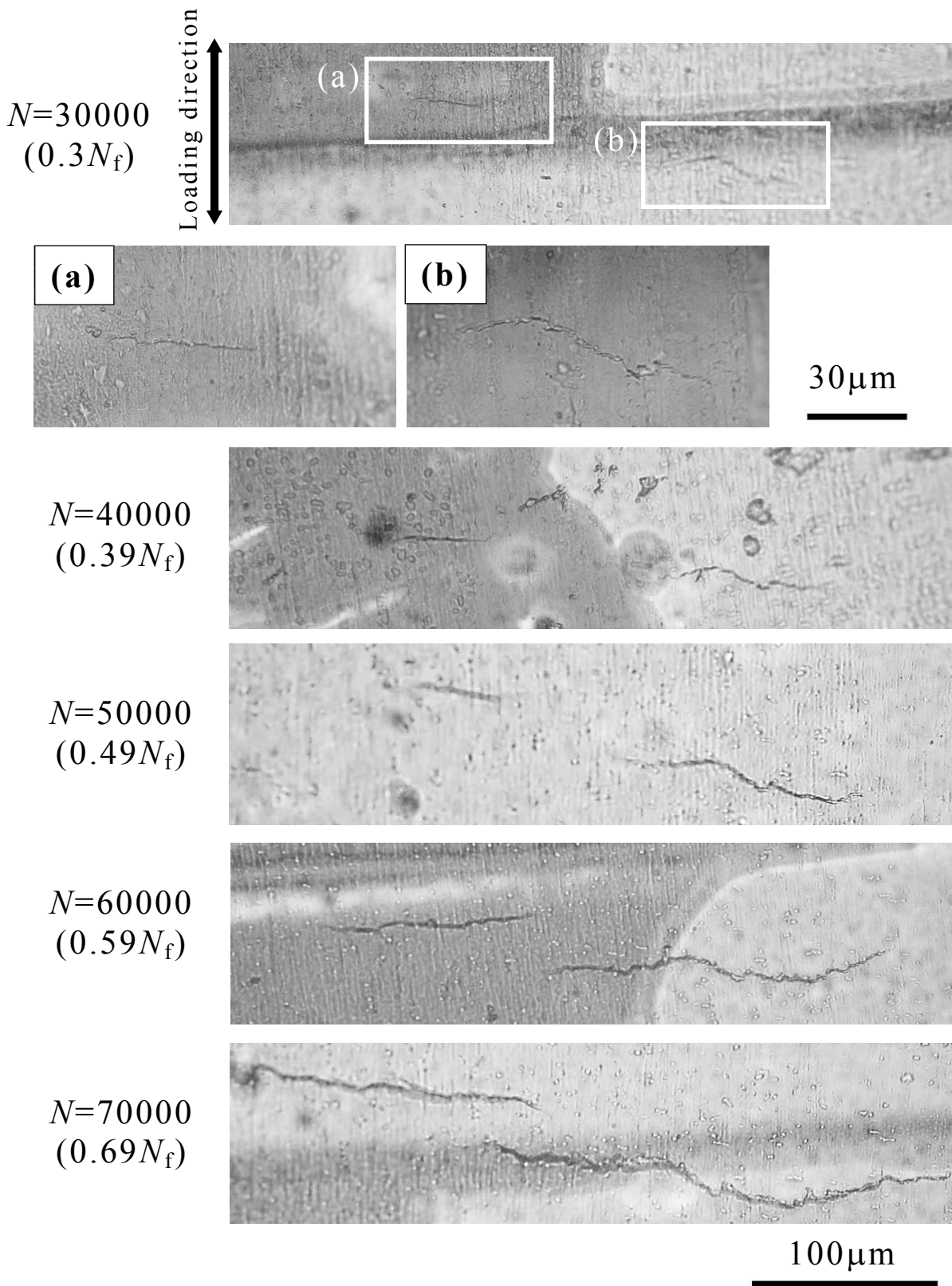


Fig.3-32 Small crack growth path of L specimen ( $\sigma_a=180\text{MPa}$ ).

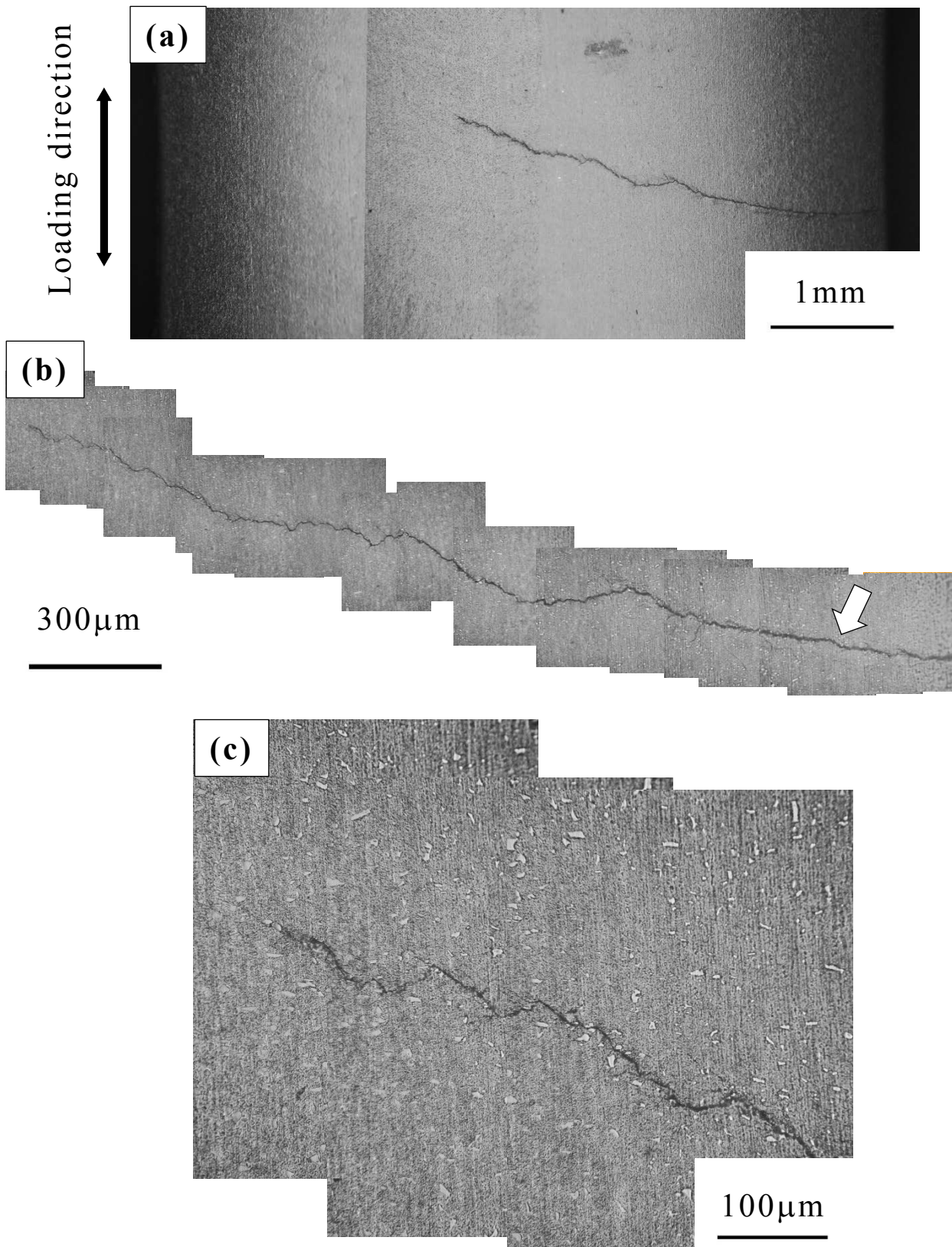


Fig.3-33 Small crack growth path of L specimen ( $\sigma_a=180\text{MPa}$ ,  $0.98N_f$ ).

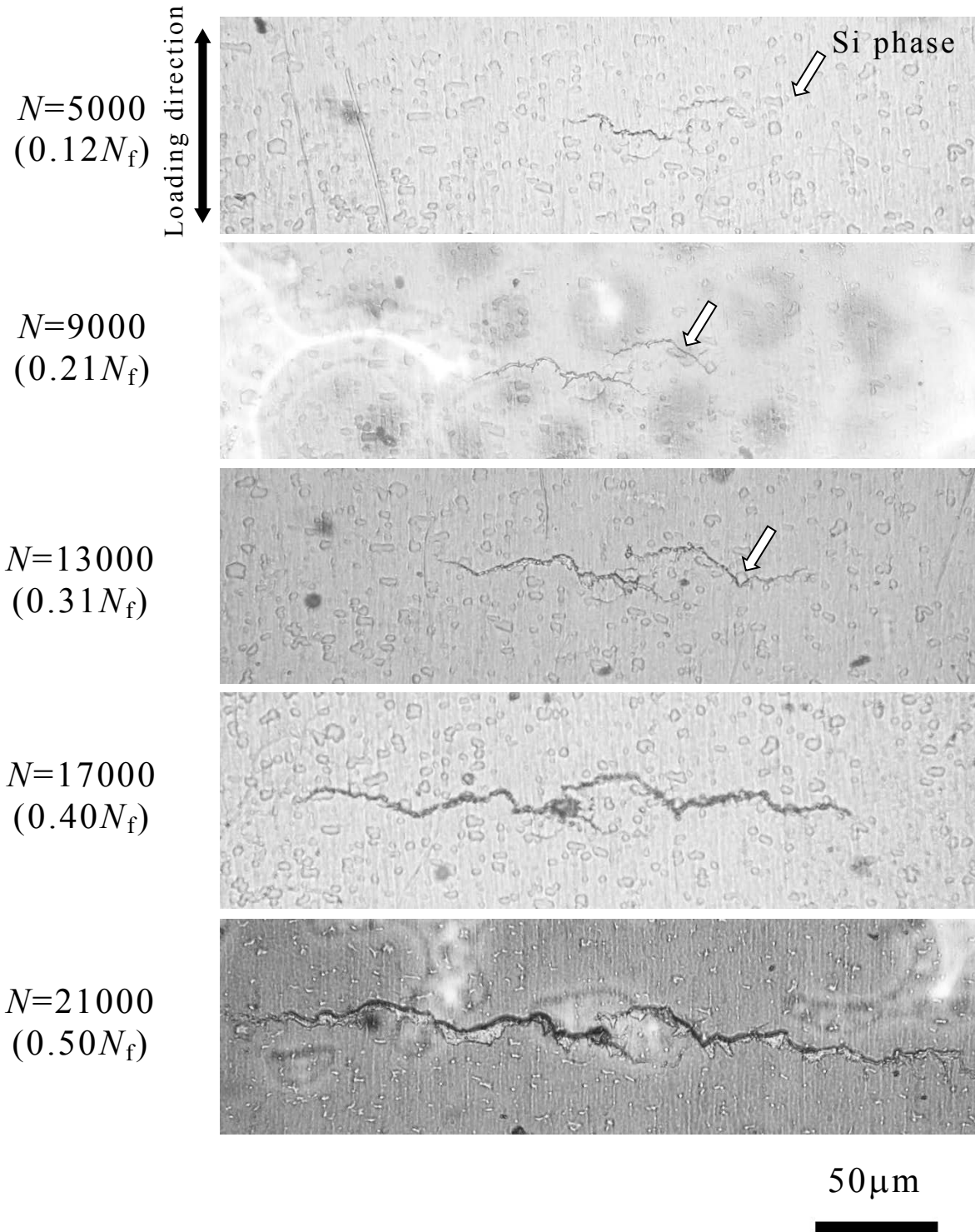


Fig.3-34 Small crack growth path of H specimen ( $\sigma_a=180\text{MPa}$ ).

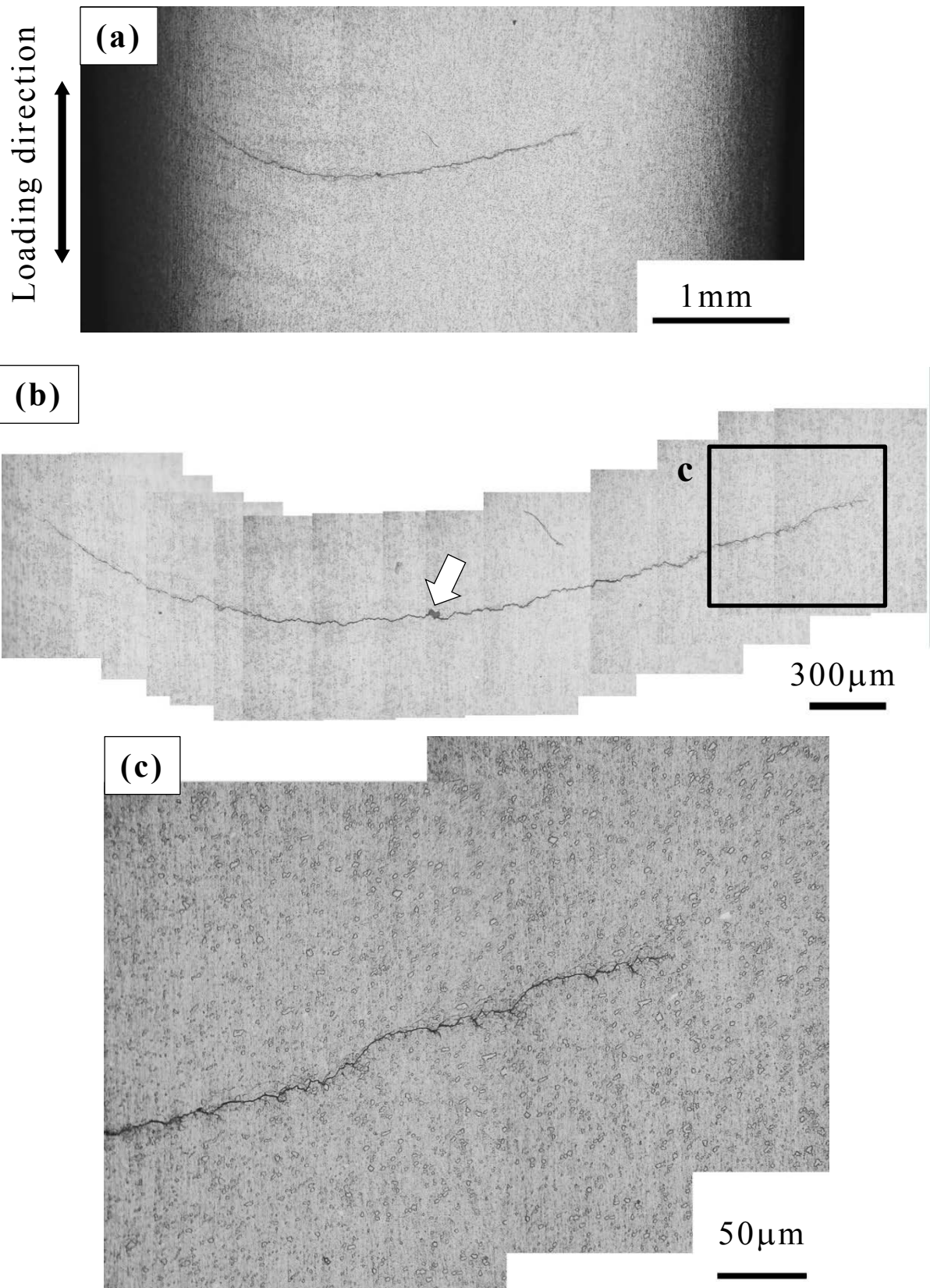


Fig.3-35 Small crack growth path of H specimen ( $\sigma_a=180\text{MPa}$ ,  $0.92N_f$ ).

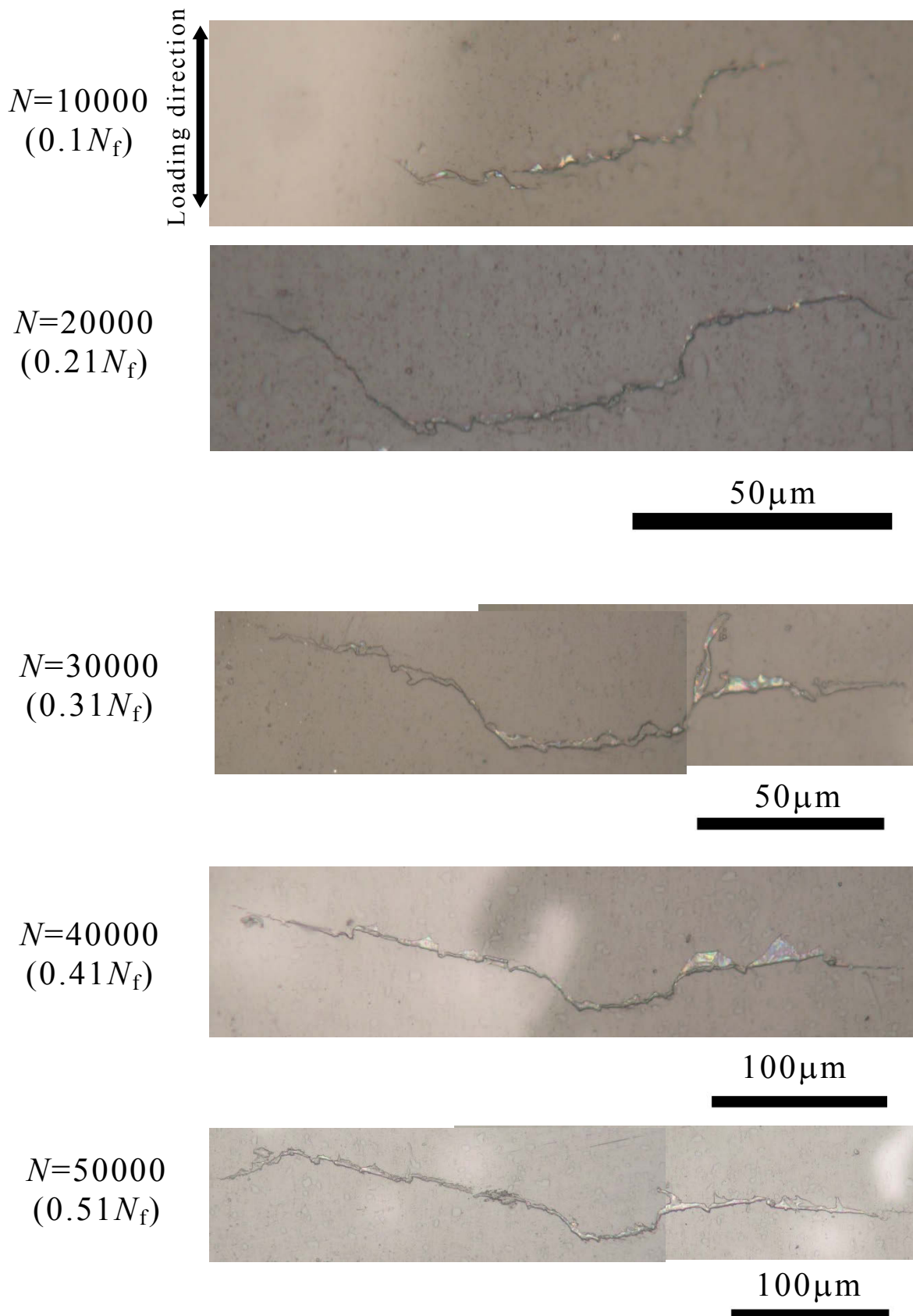


Fig.3-36 Small crack growth path of LT6 specimen ( $\sigma_a=180\text{MPa}$ ).

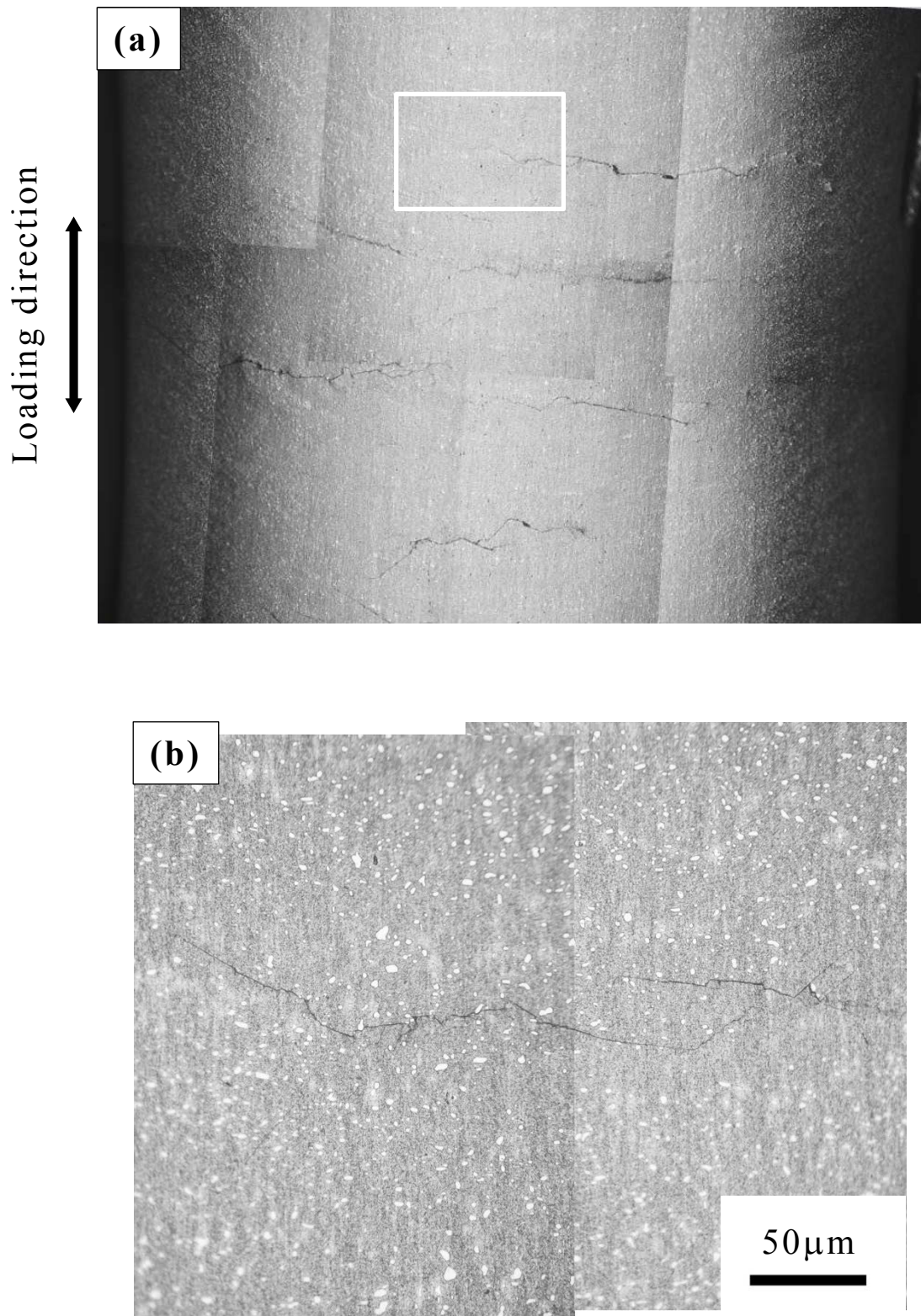


Fig.3-37 Small crack growth path of LT6 specimen ( $\sigma_a=180\text{MPa}$ ,  $0.87N_f$ ).



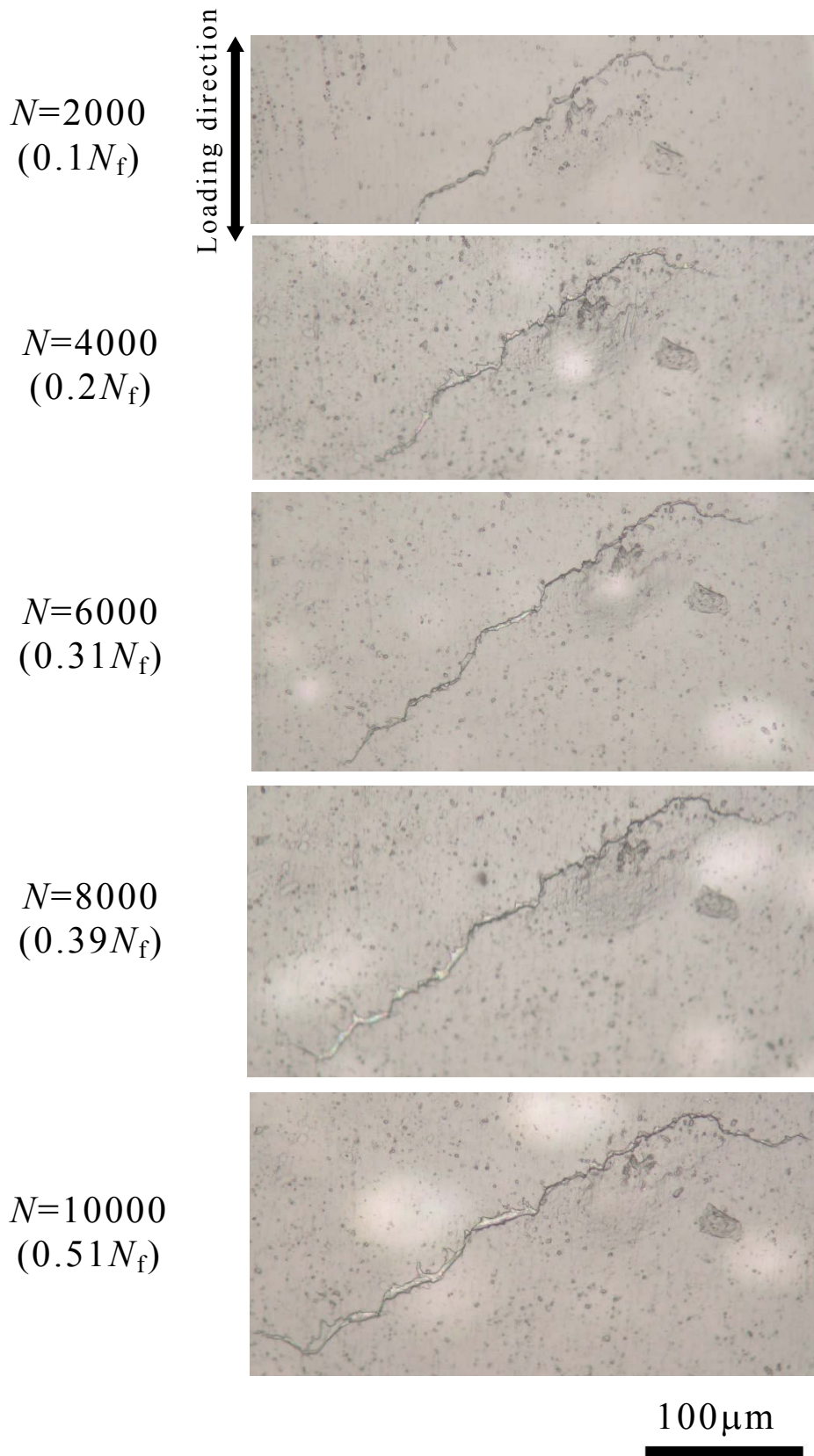


Fig.3-38 Small crack growth path of HT6 specimen ( $\sigma_a=180\text{MPa}$ ).

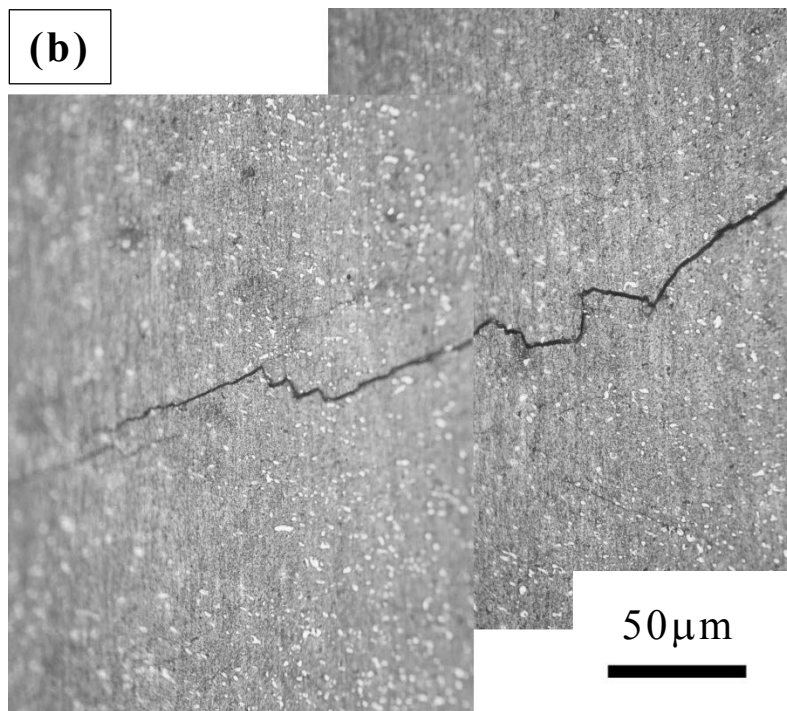
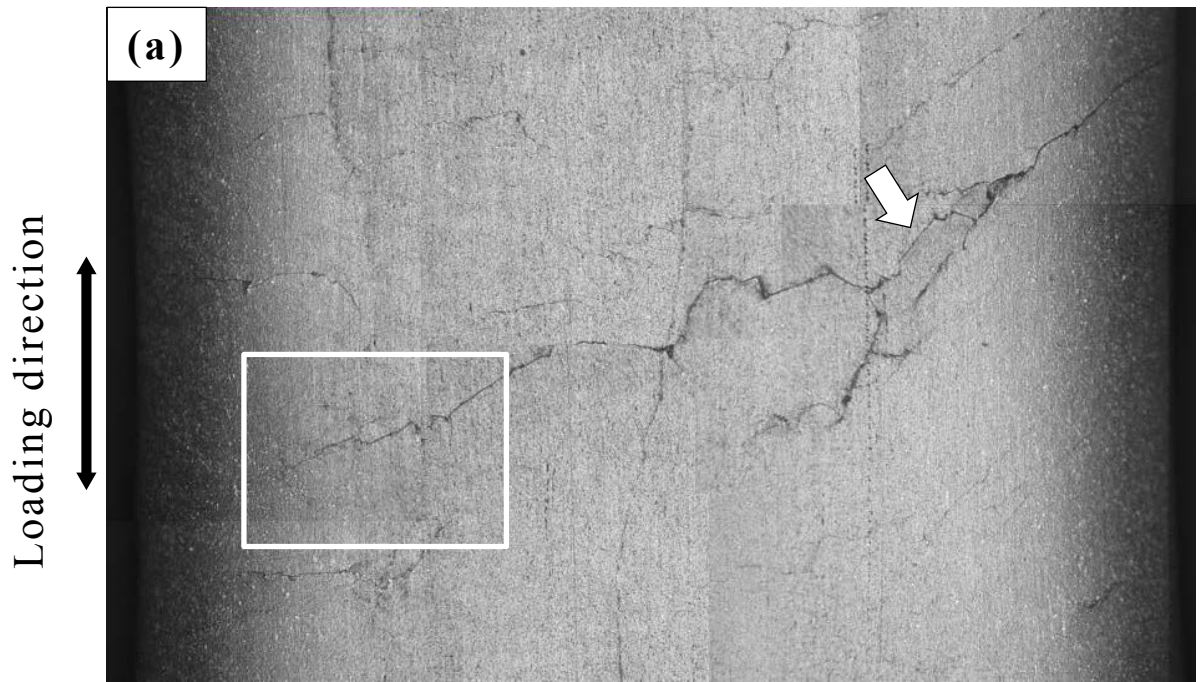


Fig.3-39 Small crack growth path of HT6 specimen ( $\sigma_a=180\text{MPa}$ ,  $0.92N_f$ ).

### 3.3.4.4 微小き裂成長速度

レプリカ連続観察から測定された表面き裂長さ  $2c$  と繰返し数  $N$  の関係を Fig.3-40 に、表面き裂長さ  $2c$  と繰返し数比  $N/N_f$  の関係を Fig.3-41 に示す。なお、試験応力は BM 材試験片では  $\sigma_a=140\text{MPa}$ 、L 材、LT6 材、H 材および HT6 では  $\sigma_a=180\text{MPa}$  とした。これらの応力レベルは、 $S-N$  曲線に基づいて、破断繰返し数がほぼ  $10^5$  回程度になるように設定している。BM 材においてき裂は複数発生しており、その成長過程で Fig.3-40 (図中矢印) に示すように、繰返し数が  $10^5$  付近で 2 つのき裂は合体する様子が見られた。この 2 つのき裂をそれぞれ crack1, crack2 と表し、Fig.3-40, Fig.3-41, Fig.3-42 に示している。BM 材は鑄造欠陥(鑄巣)がき裂発生起点となって初期段階でき裂が発生するため、微小き裂の成長過程がほぼ全寿命を占めている (Fig.3-41) ことがわかる。一方、FSP を施した L 材および H 材ではき裂発生寿命が BM 材よりもやや長くなっている。Fig.3-41 からわかるように、H 材のき裂発生寿命が全疲労寿命の約 10% 以内であるのに対し、L 材ではおおよそ 30% となっており、き裂発生寿命が長い。すなわち、き裂発生抵抗が高いことを示唆している。

Fig.3-42 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。Raju-Newman の応力拡大係数の評価において、適応範囲は  $2c/b < 0.5$  とした。試験片形状の違いから BM 材では表面き裂長さの最大 2mm まで、それ以外の材料においては 1mm までのき裂成長過程を最大応力拡大係数の計算対象としている。図から明らかのように、FSP を施した材料は BM 材よりもき裂成長速度が高速側に位置している。BM 材よりも高速となった L 材および H 材では、**3.3.1.2, 3.3.1.3** および **3.3.3** 節で述べたように、攪拌作用で結晶粒が微細化するとともに、入熱による析出物の再固溶によって硬さが低下するため、き裂成長速度が高速になったと考えられる。また L 材と H 材のき裂成長速度は大きく異なっており、H 材は L 材に対して高速側に位置している。後熱処理により、き裂成長速度は FSP 材よりも低速となった。これは FSP によって溶解した析出物が後熱処理によって再析出したことで硬さが回復するとともに、結晶粒が粗大化したことで、き裂成長抵抗が向上したと考えられる。また LT6 材と HT6 材で硬さでは同じであるが、HT6 材のき裂成長速度は LT6 材よりも高速となっている。

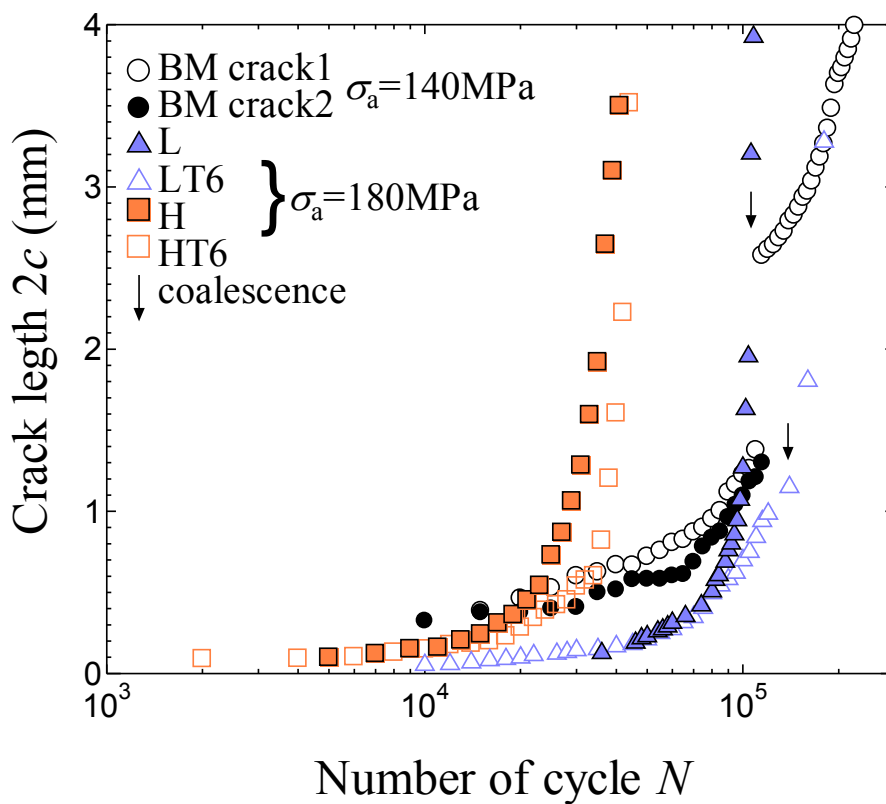


Fig.3-40 Relationship between crack length and number of cycle.

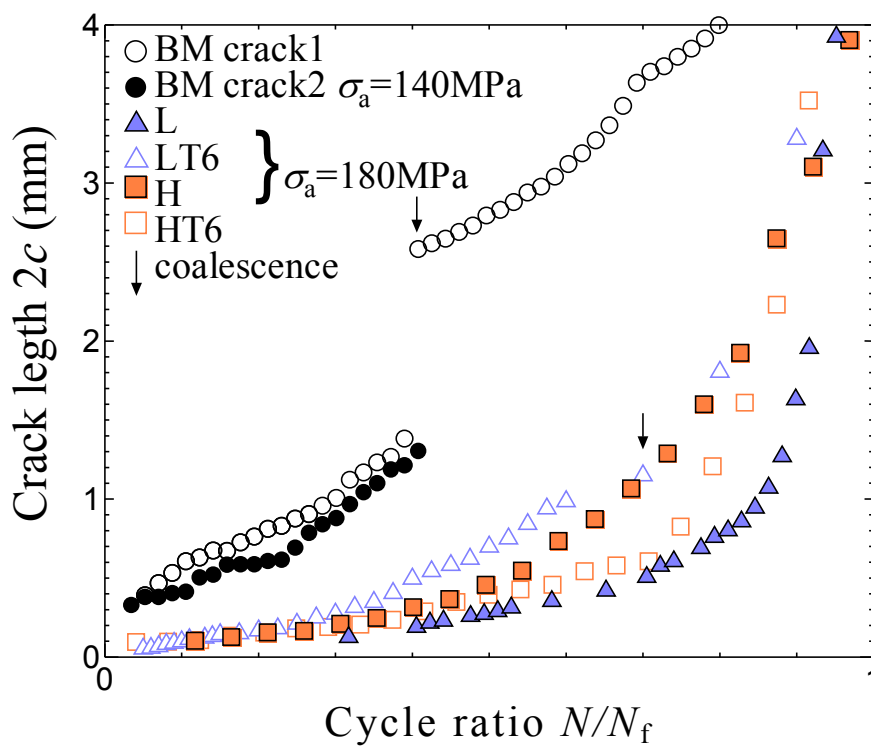


Fig.3-41 Relationship between crack length and cycle ratio.

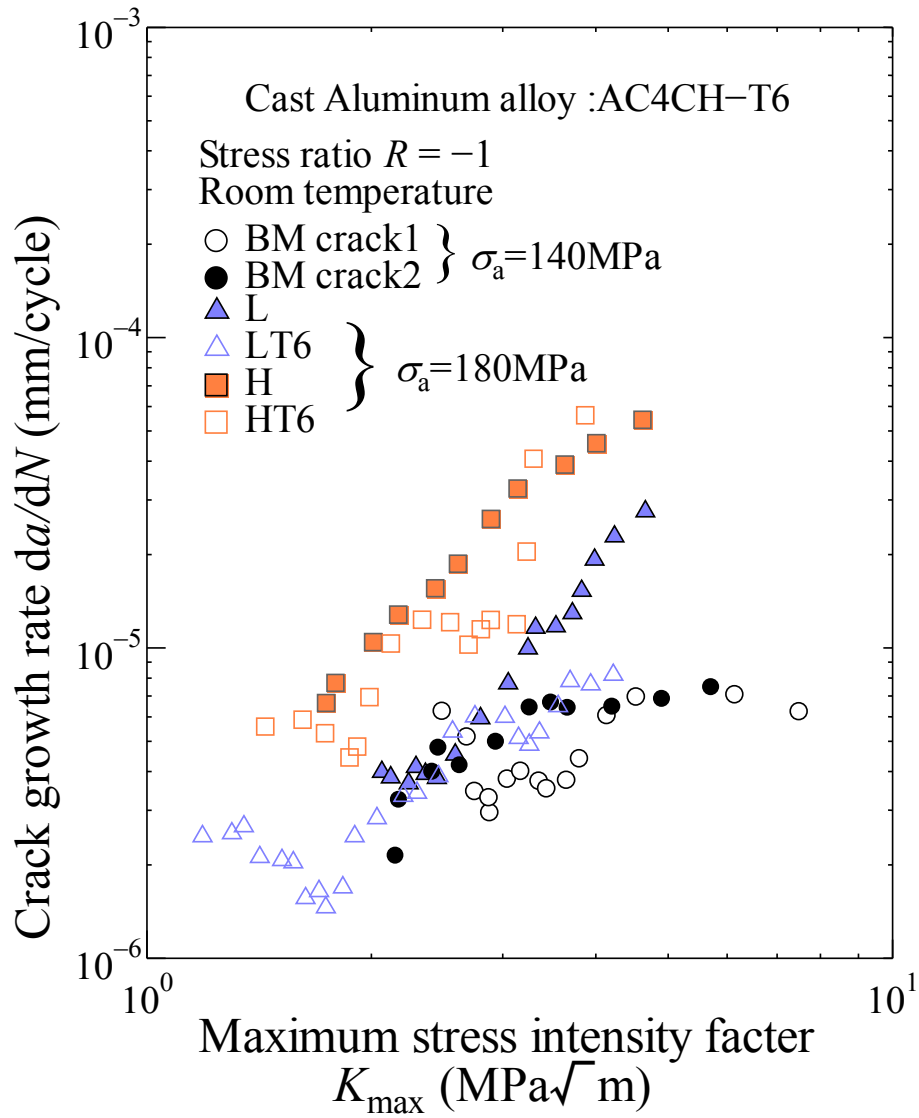


Fig.3-42 Relationship between crack growth rate and maximum stress intensity factor.

## 3.4 考察

### 3.4.1 疲労挙動に及ぼす摩擦攪拌の影響

Fig.3-23 に示したように、疲労限度が  $\sigma_w=60\text{MPa}$  となった BM 材の疲労強度を基準とした場合、FSP を施した材料では、BM 材に比べ有限寿命域の疲労強度および疲労限度が向上し、L 材は  $\sigma_w=140\text{MPa}$ 、H 材は  $\sigma_w=118\text{MPa}$  となった。いずれの材料も、摩擦攪拌中の入熱による析出物の再固溶によって軟化しているにもかかわらず、疲労限度が向上している。この要因として、摩擦攪拌による鑄造欠陥の除去が挙げられる。これは、Fig.3-41 に示したように、FSP を施した材料のき裂発生寿命が BM 材に比べて長くなっていることに対応している。BM 材の鑄造欠陥である鑄巣が初期き裂として働くことで、低い応力でも応力集中によりき裂が発生しやすい。それに対して 3.3.1.2, 3.3.1.3 節で示したように鑄造組織および鑄巣を完全に除去した組織をもつ FSP 材料では、BM 材に比べ応力集中源となる鑄巣が除去されたことでき裂発生寿命が向上した。これが疲労限度を大幅に向上させた原因であると考えられる。一方で、Fig.3-42 で示したように、BM 材のき裂進展速度に対して、FSP 材料は高速側に位置しており、FSP によりき裂進展抵抗は低下している。これについては、FSP 材の軟化と結晶粒微細化が原因の一つと考えられる。さらに、後述するように FSP 材では強塑性加工によって集合組織が形成され、疲労き裂進展抵抗が減少したと考えられる。しかし、*S-N* 曲線は基本的にき裂発生抵抗支配型であり、鑄造欠陥の除去による疲労き裂発生抵抗の上昇が、FSP 材の高い疲労限度の要因となっている。

### 3.4.2 後熱処理の影響

摩擦攪拌部における後熱処理による結晶粒粗大化は、Frigaard らにより、A6082-T6 ならびに A7108-T79 の 2 種類のアルミニウム合金について報告されている[6]。本研究では、L 材では  $200\text{-}300\ \mu\text{m}$  程度、H 材では  $1\text{mm}$  オーダーの大きさまで結晶粒が成長していた。一般に粒成長は、攪拌で蓄積される残留ひずみが大きいほど顕著に起こるとされている。すなわち、攪拌処理によって材料に蓄積されるひずみ量は回転速度によって変化し、より顕著な粒成長の起きた H 材の方が残留ひずみが大きいと考えられる。

Fig.3-23 に示したように FSP 材に後熱処理を施すと、有限寿命域での疲労

強度が BM 材と同等となり, FSP 材よりも低下するものの, 疲労限度は BM 材のそれより高いままである. また, 疲労限度は LT6 材では  $\sigma_w=110\text{MPa}$ , HT6 材では  $\sigma_w=100\text{MPa}$  である. すなわち後熱処理によって FSP 材よりも硬さが上昇しているにもかかわらず, 疲労限度が低下してことを示している. 前述のように, 後熱処理によって結晶粒が粗大化したため, 微細粒を有する FSP 材よりも疲労限度が低下した. 一方で, 鑄造欠陥は存在しないため, BM 材よりは高い疲労限度を有すると考えられる.

### 3.4.3 攪拌条件の影響

#### 3.4.3.1 組織生成への影響

Karthikeyan らの鋳造 Al 合金 A319 の FSP の研究によると、摩擦攪拌による組織改質は攪拌ツールの回転速度と送り速度によって、組織様相、機械的性質および硬さに違いが現れることが報告されている[6]。これは入熱の違いによって材料の軟化の度合いは変化するからである。また Frigaard らにおける入熱量  $Q$  の評価[29]は以下の式で示される。

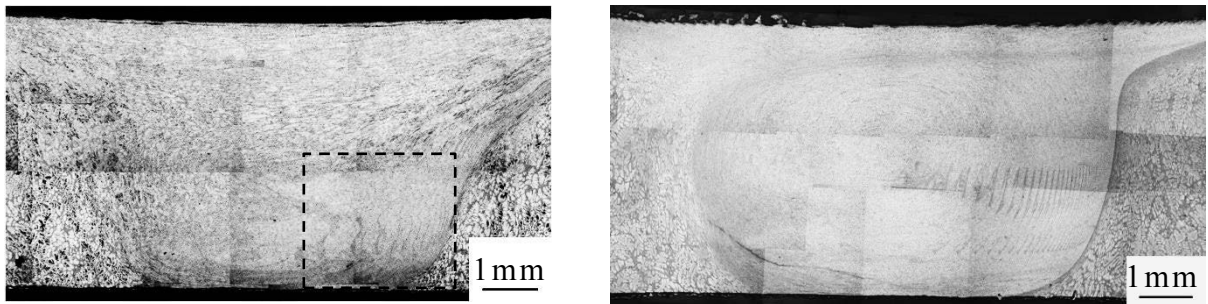
$$Q=(3/4) \pi R^3 P \mu \cdot N \quad \cdots \text{式 3-(5)}$$

式 3-(5)中の  $R$  はショルダー径、 $P$  は押し付け荷重、 $\mu$  は動摩擦係数、 $N$  は回転速度である。本研究では攪拌ツールおよび材料は同じであることから、回転速度によって摩擦熱による入熱に変化があることがわかる。送り速度による影響は柴柳らによって報告[25]されており、送り速度が変化することによって単位時間あたりの入熱が変化することが示唆されている。本研究では送り速度を一定として回転速度を遅い条件で行った L 材と、速い条件で行った H 材では粒径に違いが現れた。これは回転速度が増大することで入熱が増大することから、FSP の際の結晶粒の動的回復の傾向が、L 材に比べ H 材は大きく、H 材の結晶粒径が L 材に対して大きくなったと考えられる。

また Asadi らの FSW の解析結果によると、ツールピン先端で最も摩擦熱が上昇し、さらに A-side (ツール進行方向と回転方向が一致する領域) で高い熱量があることが報告されている[30]。これは 3.3.1.2 および 3.3.1.3 節で示したように、SZ 上面側および下面側で結晶粒径の大きさに違いがあることに対応している。Fig.3-43 は L 材と H 材の組織様相を示しており、Fig.3-43(a)は断面方向の組織様相、Fig.3-43(b)は立体的組織様相、Fig.3-43(c)には Fig.3-43(b)のオニオンリング生成位置および形状の模式図をそれぞれ示している。本研究で実施した L 材の組織様相 (Fig.3-43(a),(b)) において、ツールピン先端よって改質された領域 (図中破線部) では Si 粒子の均等な分布が観察された。組織様相上面側では 3.3.1.2 節で示したように組織が伸びた様相がみられ、Si 粒子が部分的に集まっている様子が観察されている。一方で H 材では攪拌部全域において層状の組織が観察されていた。Fig.3-44 に改質時における塑性流動をモデル化した図を示す。Fig.3-44 に示すように、摩擦攪拌における塑性流動はピ



ンの進行方向の前面にある組織(図中 Zone1)がツールピン後方(図中 Zone2)に堆積することを繰り返して、ツールピン周辺に層状の集合組織(オニオンリング)が形成されることが知られている。先に述べたように、ツールピン先端では入熱が大きい。そのため L 材では熱量が大きい領域においては材料の軟化傾向が大きくなり、攪拌作用によって均一な組織形成が行われると考えられる。一方、SZ 上面側ではツールピン先端に当たる領域よりも入熱が小さいために、塑性変形抵抗が高く、組織が攪拌作用の効果小さくなったのだと考えられる。そのため Fig.3-43(b)に示されるように、本研究では回転速度の速い、すなわち入熱の大きい H 材では全面に、入熱の小さい L 材においては、ツールピンの先端の比較的入熱の大きい領域だけに層状組織(オニオンリング)が生成されていたと考えられる。

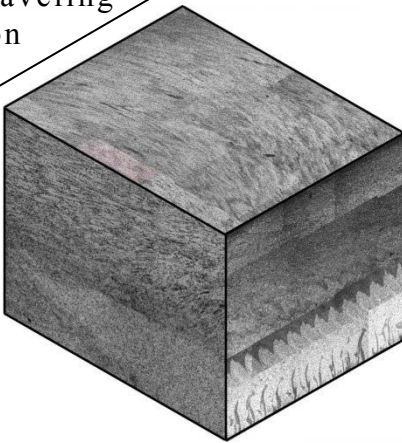


L material

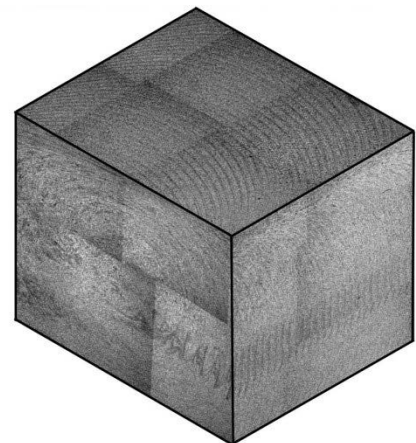
H material

(a) Cross section of SZ.

Tool traveling  
direction



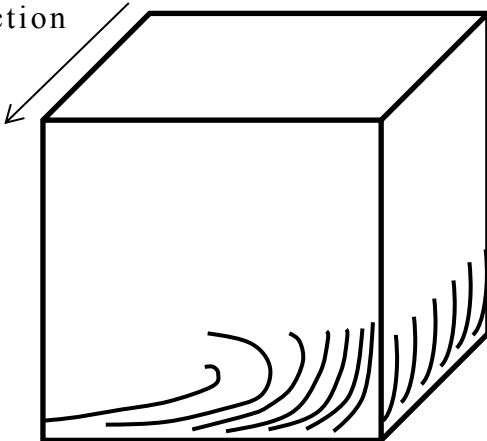
L material



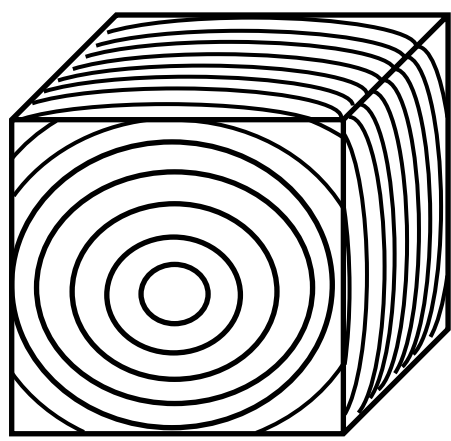
H material

(b) 3-dimensional microstructure.

Tool traveling  
direction



L material



H material

(c) Schematic illustration of onion-ring.

Fig.3-43 Microstructure of SZ by Different FSP.

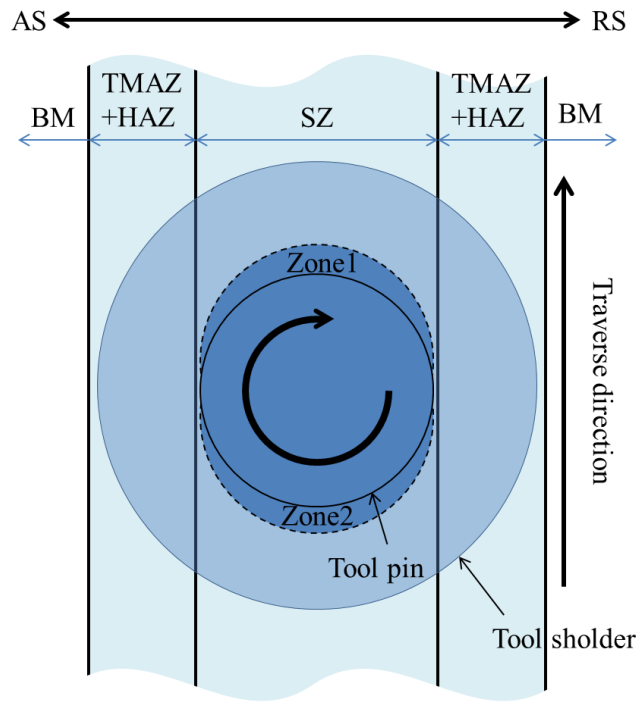


Fig.3-44 Schematic illustration showing two zones around the traveling tool during friction stir processing.

### 3.4.3.2 機械的性質への影響

一般に Al-Si-Mg 合金において、T6 処理で析出する強化析出相  $\beta''$  相は硬さ、引張強さおよび 0.2% 耐力を向上させることが知られている。しかし、この  $\beta''$  相は熱に弱く、先に述べたように Al 合金の摩擦攪拌時における攪拌ツール先端の温度は 773K (500°C) 程度にも上昇するため、この高温下では固相状態における処理においても  $\beta''$  相はすぐに再固溶してしまう。本研究でも FSP によって再固溶が生じ、材料の硬さおよび引張特性において伸びは向上するものの、硬さや引張強度には低下が見られた。

本研究では回転速度による改質条件の違いで、SZ 周辺の硬さの分布が大きく異なる。Fig.3-45 に示すように H 材と L 材では TMAZ およびその外側での硬さの低下は同程度であるものの、SZ においては H 材では TMAZ の硬さよりも向上し、L 材では低下が現れた。3.3.1.2 および 3.3.1.3 節で述べたように L 材の結晶粒径より H 材のそれは大きく、結晶粒径と硬さの相関性がないことがわかる。佐藤らによる Al-Si-Mg 合金 A6063 における FSW の研究によると、非攪拌部で観察される多量の針状析出物  $\beta''$  相と少量の棒状析出物  $\beta'$  相が、FSW によって TMAZ では  $\beta''$  相の減少と  $\beta'$  相の増加が、TMAZ 最軟化部では少量の  $\beta'$  相のみが観察され、SZ では析出物が観察されなかったと報告されている[31][32]。一般に  $\beta''$  相および  $\beta'$  相の析出相は硬さや引張強度の向上に大きな影響を与えることが知られており、熱源となる攪拌ツールの近くにある組織ほど入熱の影響を大きく受けるため、SZ に近づくとつれ硬さが低下する傾向がある。

さらに Simar らが行った Al-Si-Mg 合金 A6061 の FSW に関する研究によれば、摩擦攪拌時に SZ では摩擦熱によって 773K 以上にまでも温度が上昇することから、析出相は全て溶解した過飽和固溶体となり、GP ゾーン (Guinier - Preston zone) を形成した後、自然時効することで硬さが上昇すると報告している[33]。また、FSP によって GP ゾーンが形成されることは他の研究[6]でも報告されている。3.4.3.1 節で、L 材と H 材では摩擦熱による温度上昇の違いがあると述べた。また、温度上昇の大きいツールピン先端の A-side に当たる組織において、L 材では Fig.3-45 の破線で囲まれる範囲で硬さの微かな上昇が見られる。Fig.3-46 には板厚中心線上 (Middle) から  $\pm 2\text{mm}$  の高さで計測した、SZ での硬さ分布を示している。層状の組織が生成している領域を Bottom、その反対側を Top として示している。この結果より入熱の大きい箇所における硬さは、Top

よりも Bottom 側でやや高くなった. すなわち L 材では部分的に, 入熱の大きい H 材では SZ 全域に FSP によって GP ゾーンを形成し, 自然時効した可能性がある.

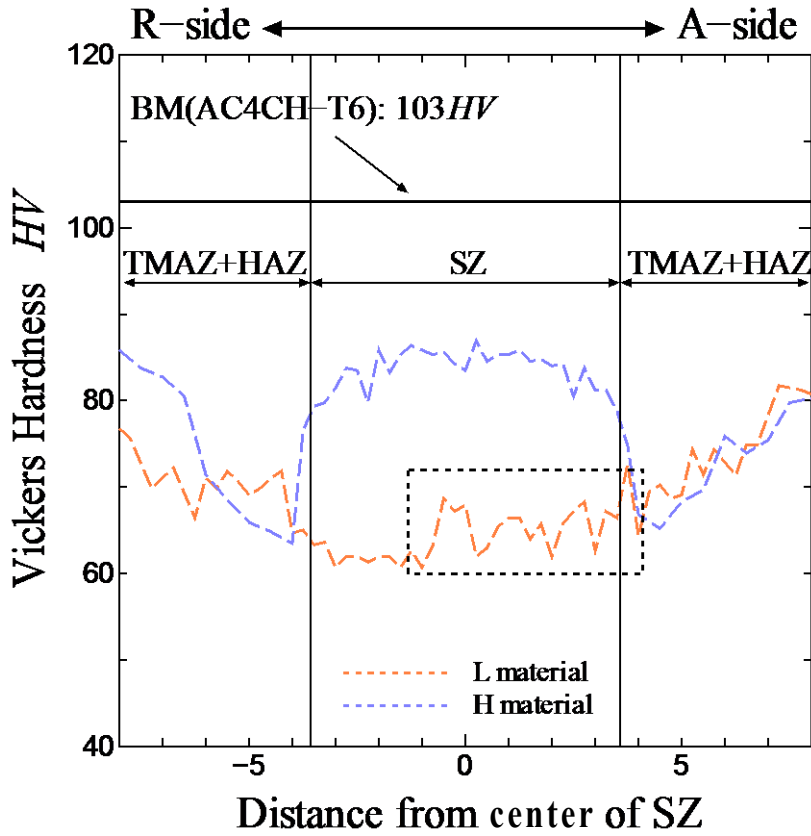


Fig.3-45 Hardness profile of cross section.

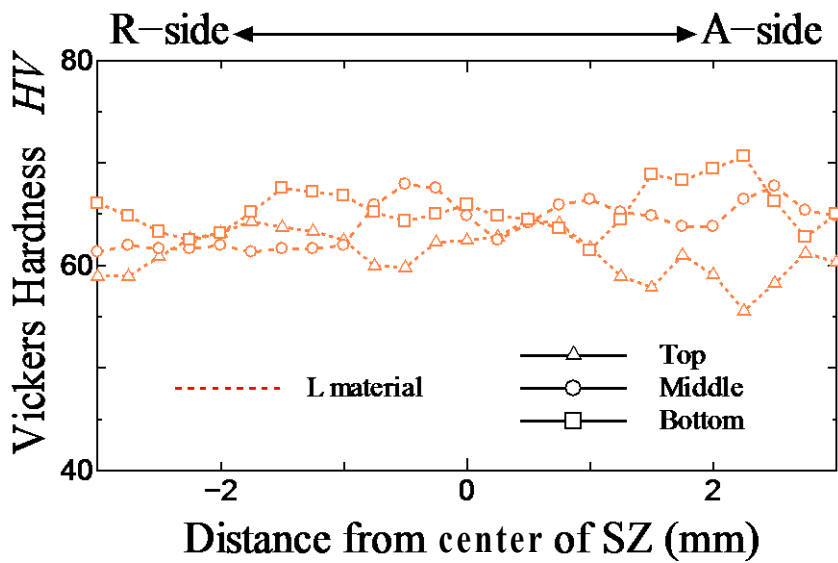


Fig.3-46 Hardness profile of SZ.

### 3.4.3.3 疲労挙動への影響

Fig.3-23 に示したように、L 材と H 材では疲労強度が大きく異なり、L 材の疲労強度は H 材よりも大幅に高くなっている。その一方で機械的性質においては、L 材の引張強さおよび硬さは H 材のそれらよりも低い。一般に、引張強さもしくは硬さの高い材料において疲労強度は高くなることが知られている。しかしながら、本研究における L 材と H 材の疲労試験では逆の結果となったことから、引張強さおよび硬さよりも大きな影響因子が存在することを示唆している。

Fig.3-47 はき裂発生位置を併記した L 材と H 材の  $S-N$  曲線である。この図中の T と B は攪拌部の組織における上面側（ツール挿入する面）を T (Top) で、下面側（ツールピン先端で改質する領域に近い面）を B (Bottom) でそれぞれ表しており、両方の印がついている場合は上面側および下面側の両面からき裂が発生していることを示している。この結果から L 材において上面側からき裂が発生する傾向が大きい。対して H 材では上面側、下面側とき裂発生する面に偏りはない。L 材において上面側からき裂が発生する要因として、Fig.3-46 に示したように、上面側の硬さは下面側のそれに対してやや低くなっていることが考えられる。また 3.3.1.2 節で示したように上面側と下面側では組織の粒径が異なる L 材では上面側に近づくほど粒径が小さくなる傾向があった。このような粒径の分布が疲労き裂発生抵抗に影響を及ぼした可能性もある。

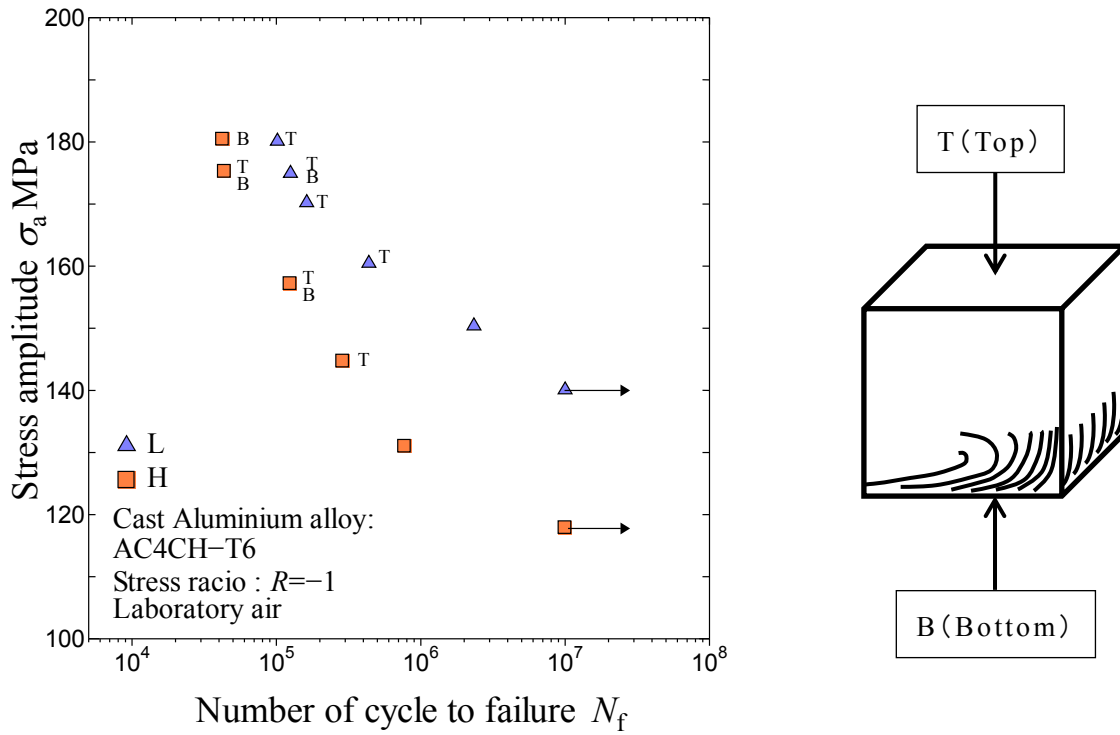


Fig. 3-47 S-N diagram showing data of fatigue tests which crack initiated from Top or Bottom surface .T(Top) indicates surface near region stirred by tool shoulder in thickness direction, and B(Bottom) indicates surface near region end of tool pin.

3.3.4.3 節で述べたように L 材と H 材のき裂進展経路は大きく異なっていた。L 材と H 材は荷重軸に対して逸れるようにき裂は進展する。加えて H 材でき裂は湾曲しながら半円状に進展する。この L 材と H 材でき裂進展経路の相違が、疲労強度や進展速度に影響を与えることが予想される。そこで、L 材と H 材のき裂進展経路近傍の表面において、EBSD 解析により結晶方位測定を行った。L 材においては上面 (Top) を、H 材においては下面側 (Bottom) を計測した。L 材の解析結果を Fig.3-49~54 および Fig.3-59 に、H 材については Fig.3-55~58 および Fig.3-60 に示す。まず Fig.3-48 には、破断した試験片における EBSD の解析箇所を示している。L 材 (Fig.3.48(a)) においては、試験片幅方向におおよそ均等に 6 地点、H 材 (Fig.3.48(b)) においては、5 地点で解析を実施している。なお、EBSD 解析の前処理としてイオンミリング施しているが、解析地点表面に存在する Si 相は母地よりも容易に削れるため、解析地点表面には Si 相の存在した位置にピットのような穴ができる。EBSD 解析する上で、解析表面の凹凸はノイズとして検出される。したがって、Fig.3-49(b)~58(b) の解析結果にある黒色の部分は、Si 相が存在していた位置のピットに相当する。

Fig.3-49~54 に示すように、L 材の EBSD 解析結果から方位に偏りがあることがわかる。Fig.3-49(b) では赤色 ( $\{001\}$  の方位をもった結晶) の結晶粒が集まっている部分 (図中破線枠) や Fig.3-51 では青色 ( $\{111\}$  の方位をもった結晶) の結晶粒が集まっている部分 (図中破線枠) など多々観察される。対して H 材では赤色 ( $\{001\}$  の方位をもった結晶) の結晶はあまり観察されず、青 ( $\{111\}$  の方位をもった結晶) や黄色 ( $\{110\}$  の方位をもった結晶) が均一に分布しているように見受けられる。

Fig.3-59 と Fig.3-60 は、L 材および H 材の観察した地点における極点図をそれぞれ示している。極点図とは観察している結晶面の分布、またはその傾きについて示したものである。Fig.3-61 にその例を示す。Fig.3-61(c) には分布の集積した点が 4 つ観察される。この極点図は  $\{001\}$  面、すなわち格子面の方位を示している。この格子面は中心付近に 2 つ (白丸) が観察され、この 2 つの集積点は Fig.3-61(b) のように示される。また極点図 (Fig.3-61(c)) には円の外側に 2 つの集積点 (黒枠) が観察される。円外側は円の中心から 90 度の傾きを示している。

以上のことから Fig.3-61(c) の集合組織の方位は Fig.3-61(b) に示されるような 1 つの格子と推測できる。この詳細については他の文献 [34] を参考にされた



い. このことから Fig.3-59(b)および Fig.3-60(b)の極点図はある方向をもった格子として認識できる. この極点図に示されるように H 材に比べ, L 材においては格子の方位にばらつきが多いように見受けられる. Fig.3-62 に示すように Fig.3-59(D), (E)の L 材の 2 つの地点における{001}の極点図はそれぞれ 2 種類の集合組織の方位を示している. これは先に述べたように, EBSD 解析結果 (Fig.3-49~54)において, 組織にある方位を示す結晶が集まった集合組織として分布していることを示唆している. また H 材においては, おおよそ{110}面を向いた集合組織が試験片幅方向全域で見られる. ここで特に注意すべきなのは, L 材では H 材に比べ, 規則性が少なく集合組織が弱いということである.

**3.4.3.1** 節では上面側 (Top) で入熱が小さいことを述べた. 入熱が小さい場合には高い塑性変形抵抗により, H 材に比べ攪拌作用による組織の流動する程度が小さい. そのため攪拌される前の組織が完全には攪拌されず, 方位が部分的に残っている状態であると考えられる. これは, **3.3.1.2** 節で示したように上面側 (Top) では組織が伸びた様相と Si 相が偏って存在していたことから裏付けられる. H 材ではこのおおよそ{110}面に揃った組織が RS 側から AS 側に渡って, 徐々に回転している様相を示している. 加えて{110}面が ND 方向 (板厚方向) におおよそ一致する軸を中心として, 集合組織の方位が回転しているように極点図から読み取れる.

森田らによる Al-Si-Mg 合金の FSW の研究 [34] において, ツールピン周辺に集合組織を形成し, ピン外側から母材までの領域 (Fig.3-63(a) 図中 Zone1) では大きく集合組織の方位が回転するのに対し, ツールピン内側の領域 (Fig.3-63(a) 図中 Zone2) では A-Side から R-side にかけて集合組織の方位がツールの回転方向と反対方向に回転する様相 (Fig.3-63(b)) を極点図の解析によって示している. 加えて, 板厚方向とツール移動方向でなす面に関して面対称の組織になることを示唆している. 本研究の EBSD 解析による極点図では, 面対称とはならず, Fig.3-64 に示すように H 材では Fig.3-60(A)~(C) においてツール回転方向と反対方向に集合組織の方位が回転していることが極点図から伺えるものの, Fig.3-60(C)~(E) までの領域においてはツール回転方向に一致して集合組織の方位が回転しているように見える. しかし, いずれにせよ H 材の試験片幅方向全域 (ツールが通った領域) において, 結晶方位が回転し, おおよそ{110}面が ND 方向に向いた集合組織となっている. 一般に, 微小き裂は優先すべり方向に沿って進展する事が知られている. H 材ではこのような集合組織の影響により, き裂成長経路が湾曲して半円状を呈したと考えられる. ま

たL材においては、集合組織がH材よりも弱い。これは回転速度が遅いために塑性流動が弱く、結果として集合組織も弱くなったと考えられる。以上の結果より、このようなL材の弱い集合組織が、H材よりも高い疲労強度が得られた主因と考えられる。

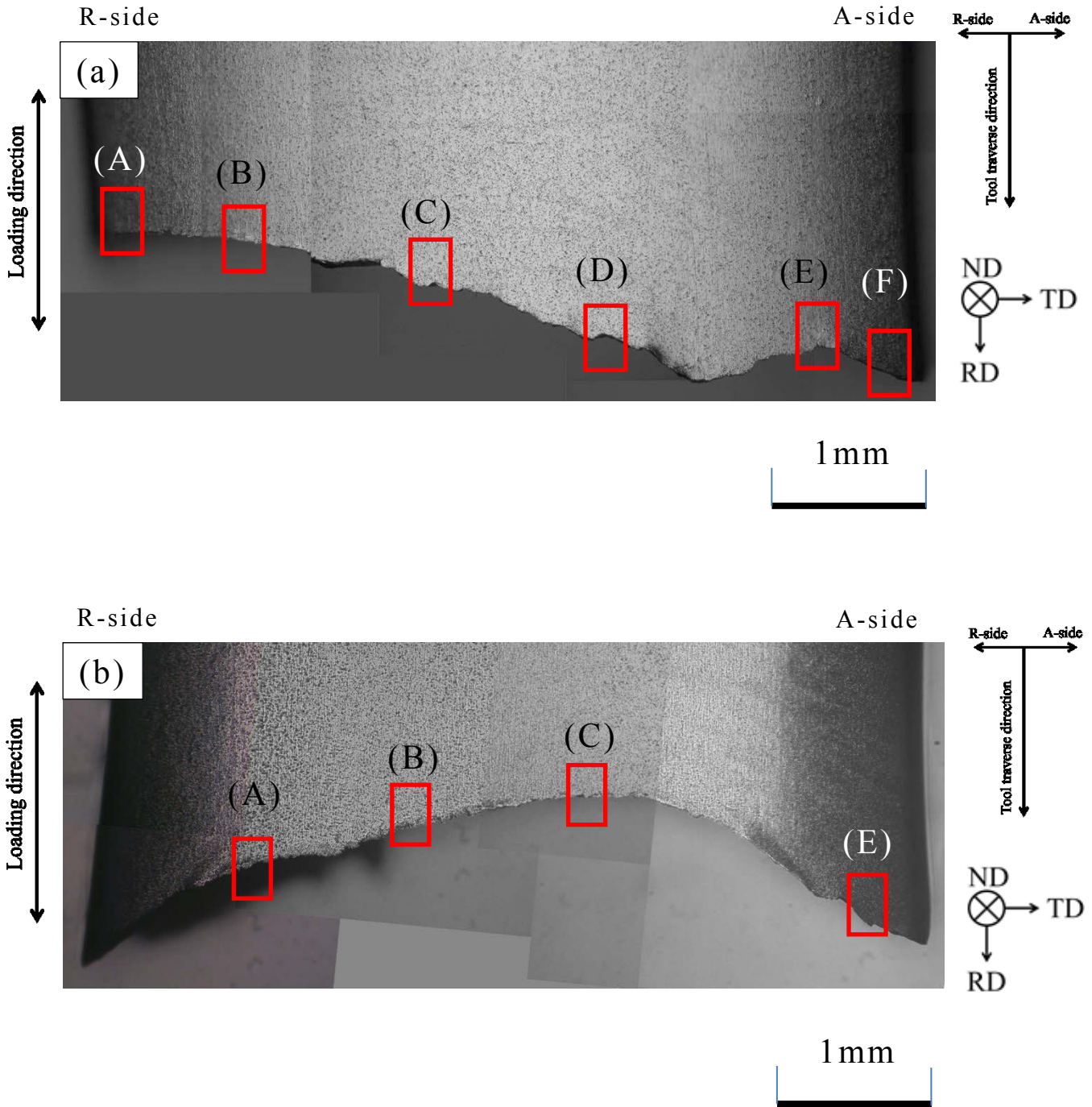


Fig.3-48 Macrographs showing region indicated by rectangle in fatigue fractured specimen: (a)L specimen, (b)H specimen.

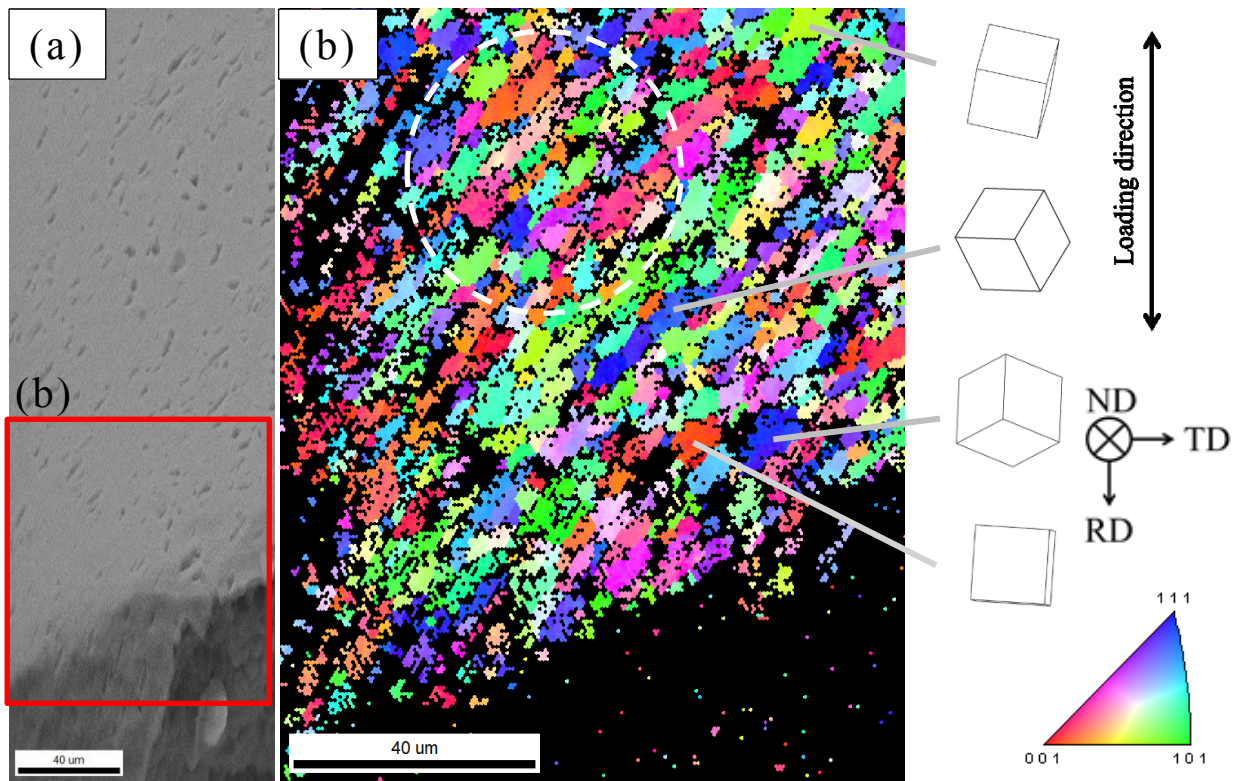


Fig.3-49 EBSD analysis result of region indicated by rectangle (A) in Fig.3-48(a).

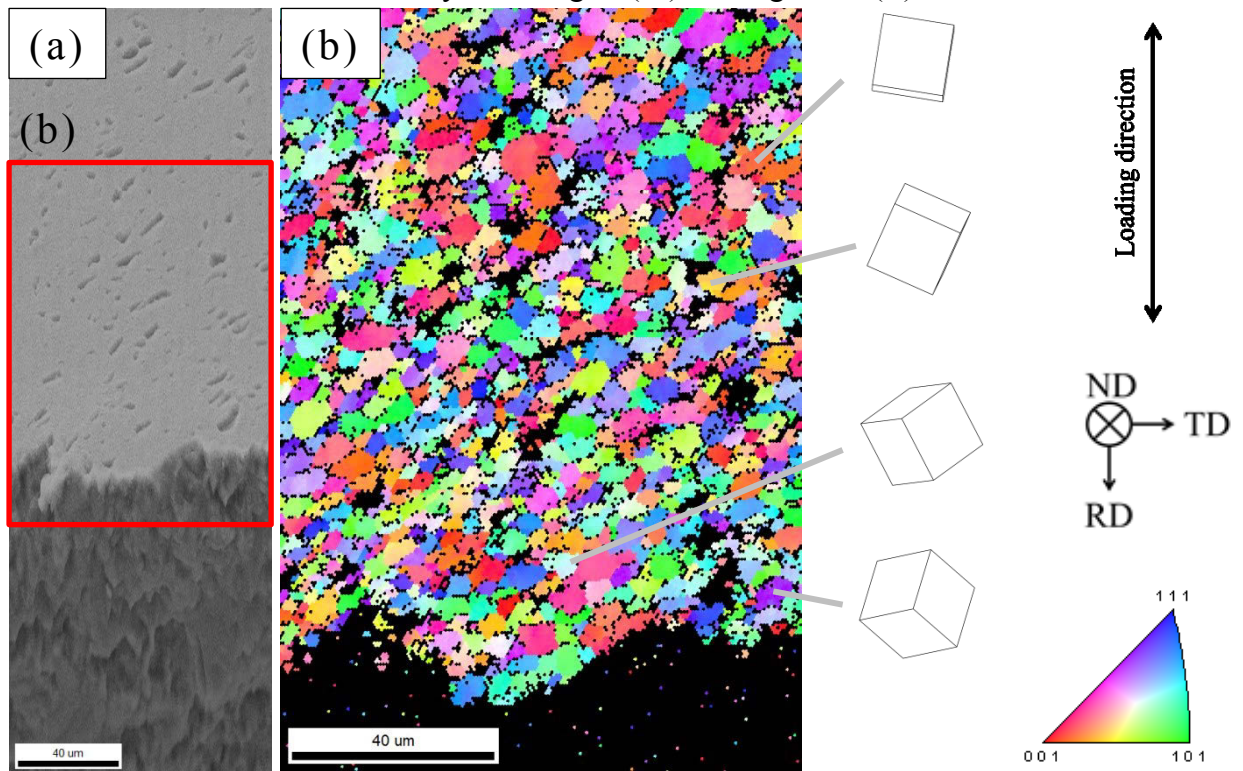


Fig.3-50 EBSD analysis result of region indicated by rectangle (B) in Fig.3-48(a).

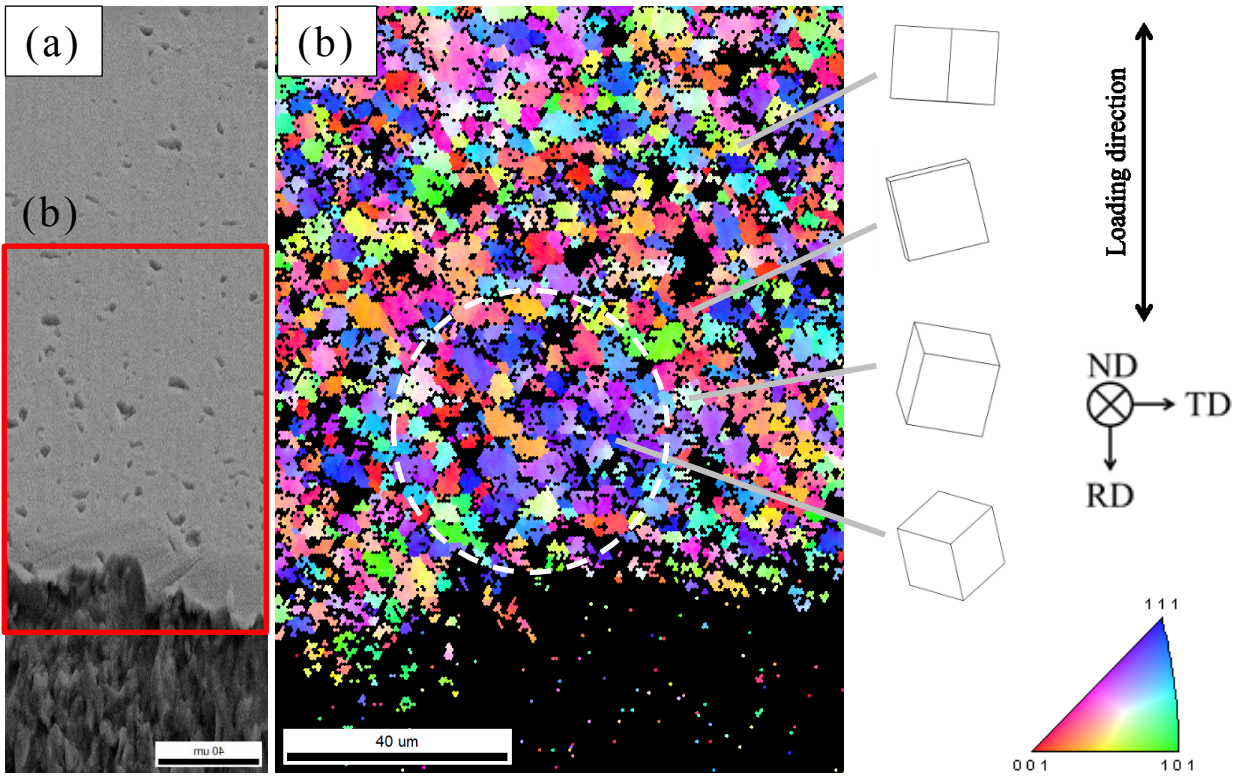


Fig.3-51 EBSD analysis result of region indicated by rectangle (C) in Fig.3-48(a).

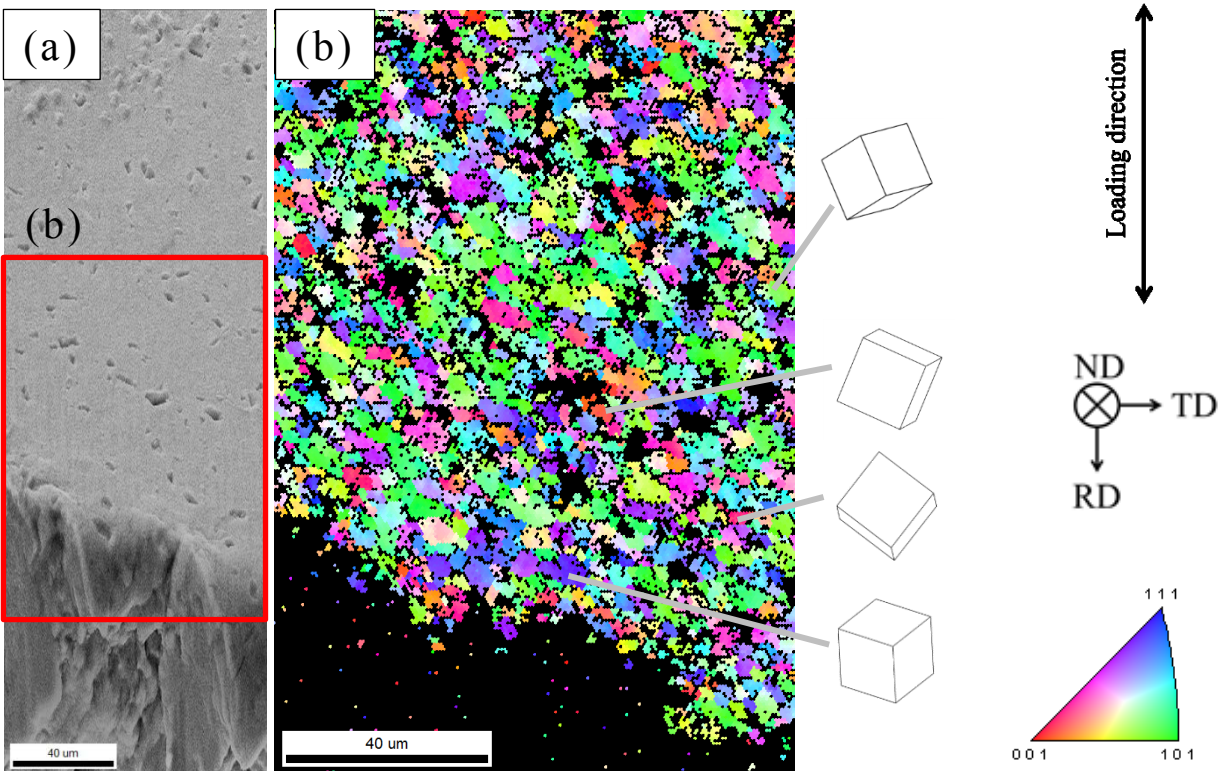


Fig.3-52 EBSD analysis result of region indicated by rectangle (D) in Fig.3-48(a).

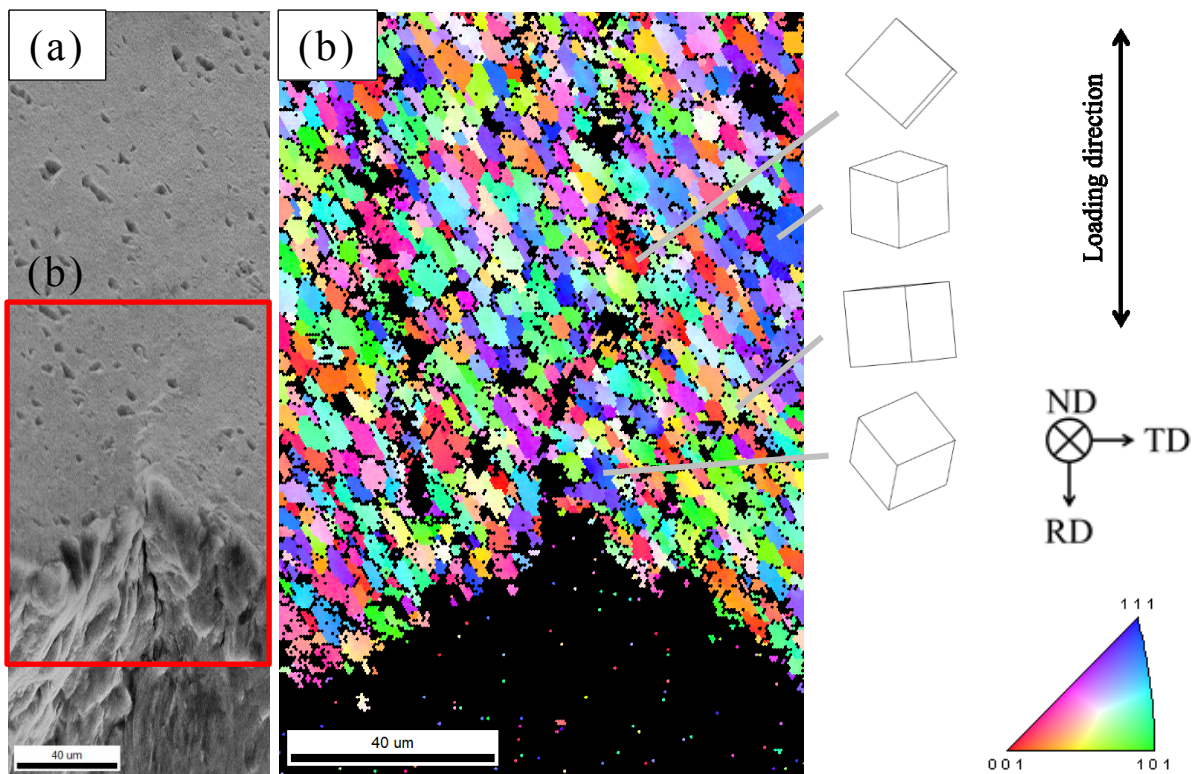


Fig.3-53 EBSD analysis result of region indicated by rectangle (E) in Fig.3-48(a).

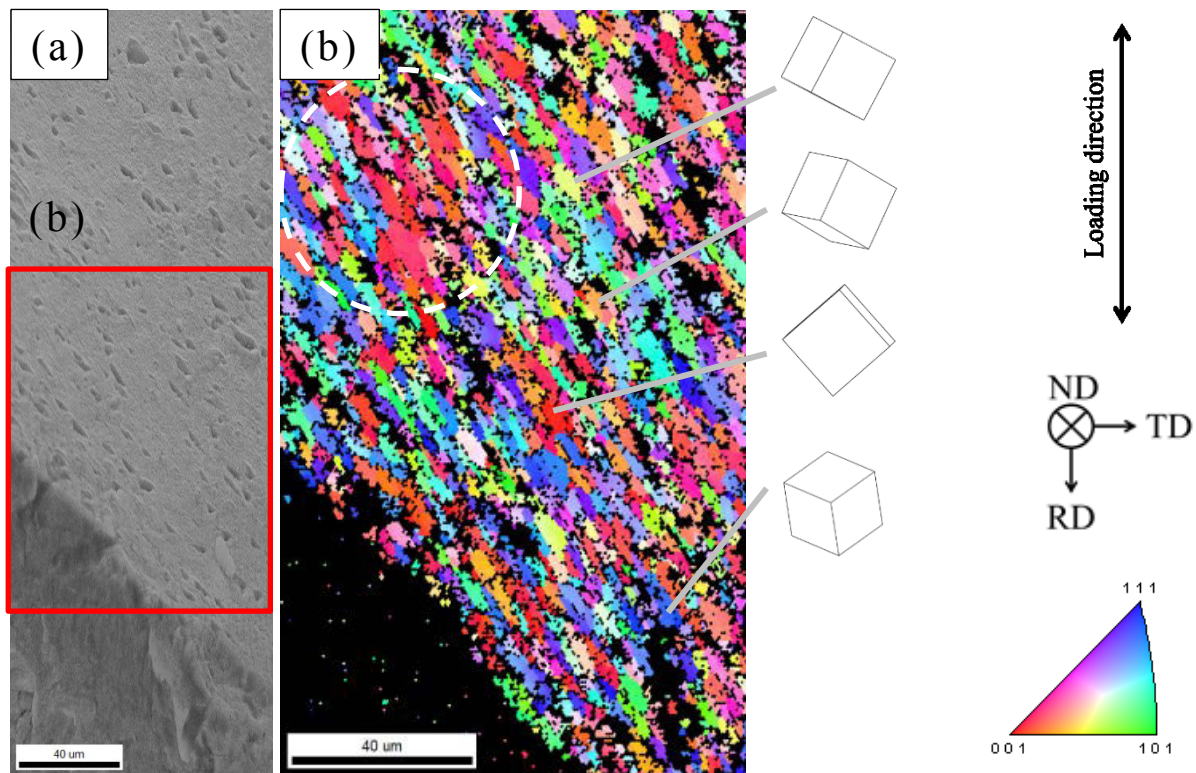


Fig.3-54 EBSD analysis result of region indicated by rectangle (F) in Fig.3-48(a).

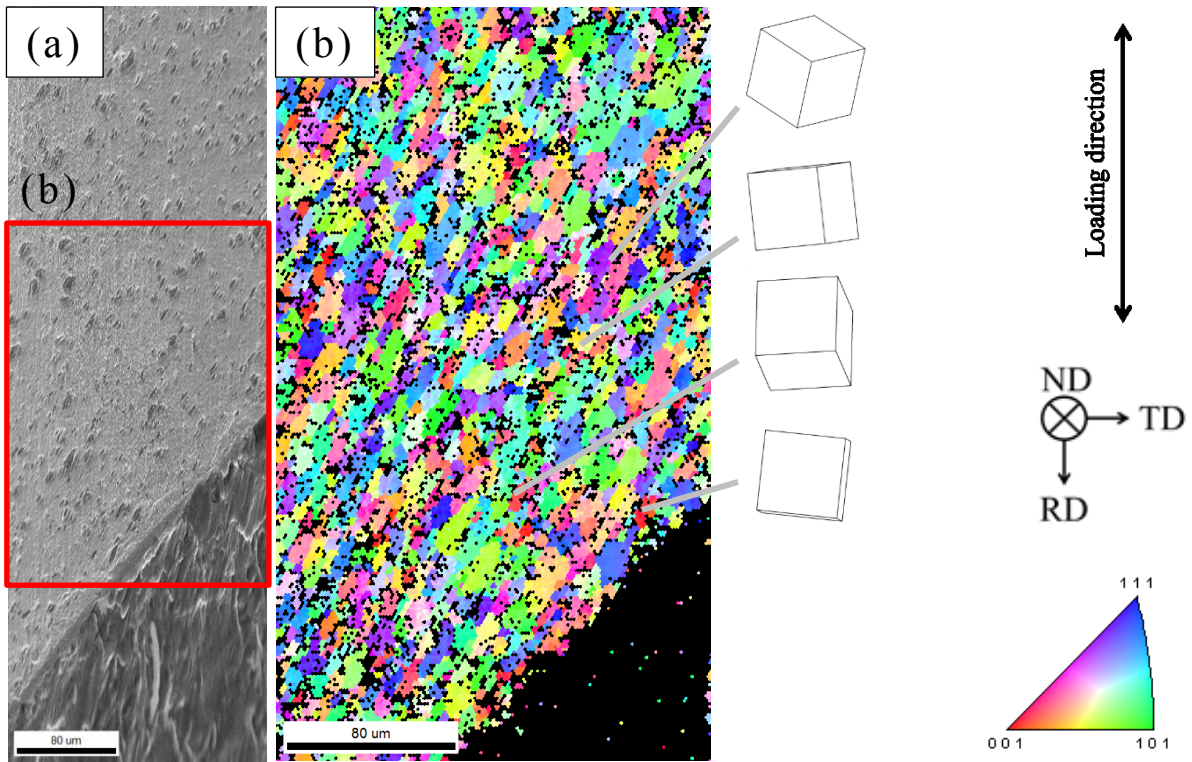


Fig.3-55 EBSD analysis result of region indicated by rectangle (A) in Fig.3-48(b).

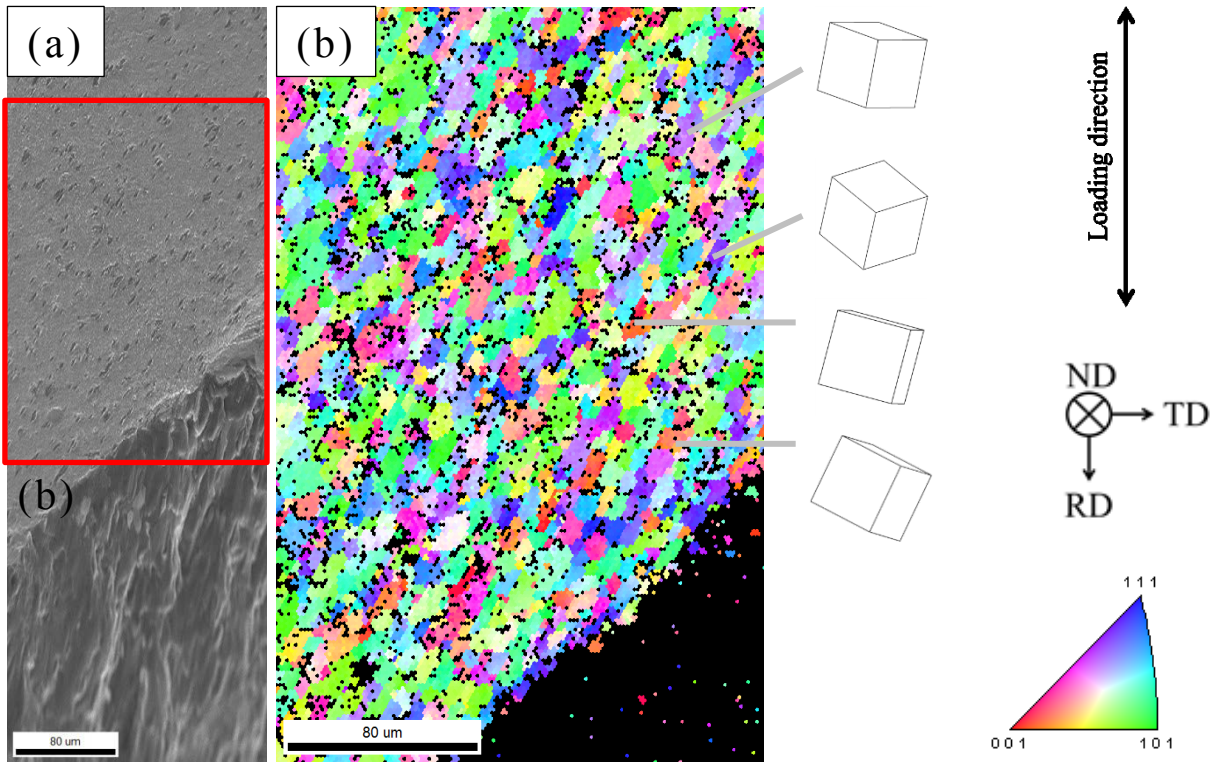


Fig.3-56 EBSD analysis result of region indicated by rectangle (B) in Fig.3-48(b).

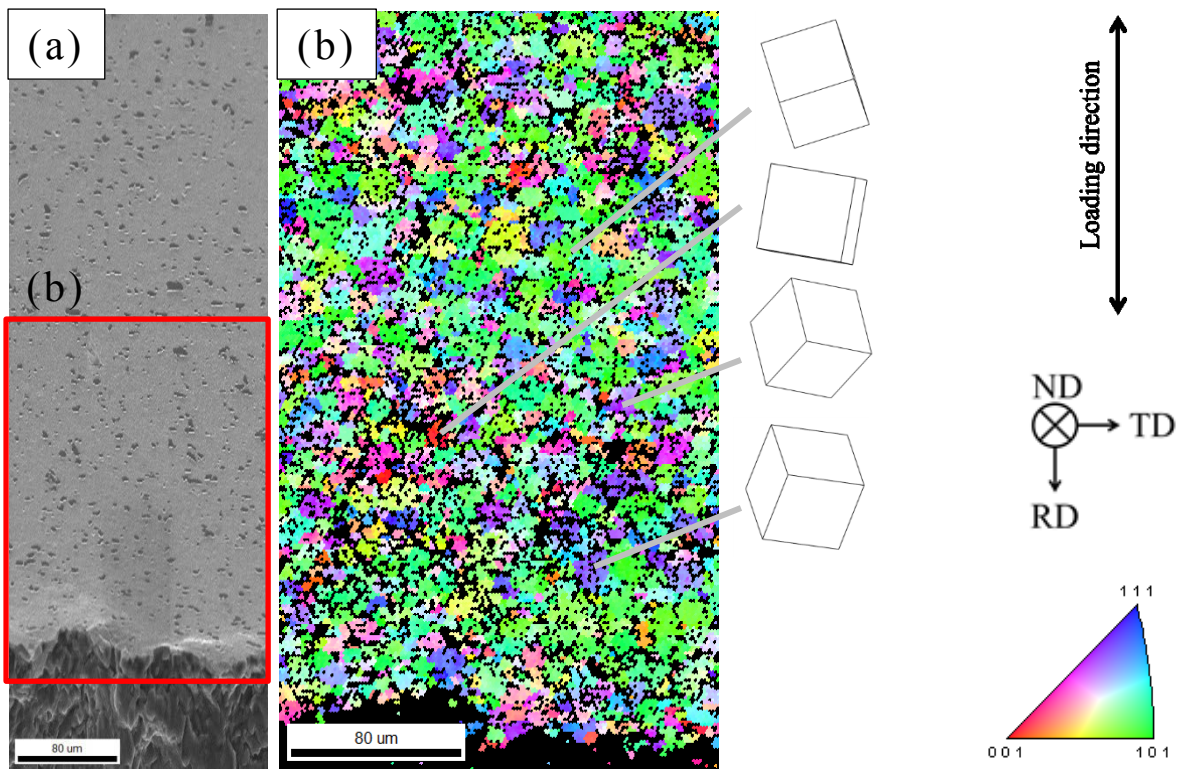


Fig.3-57 EBSD analysis result of region indicated by rectangle (C) in Fig.3-48(b).

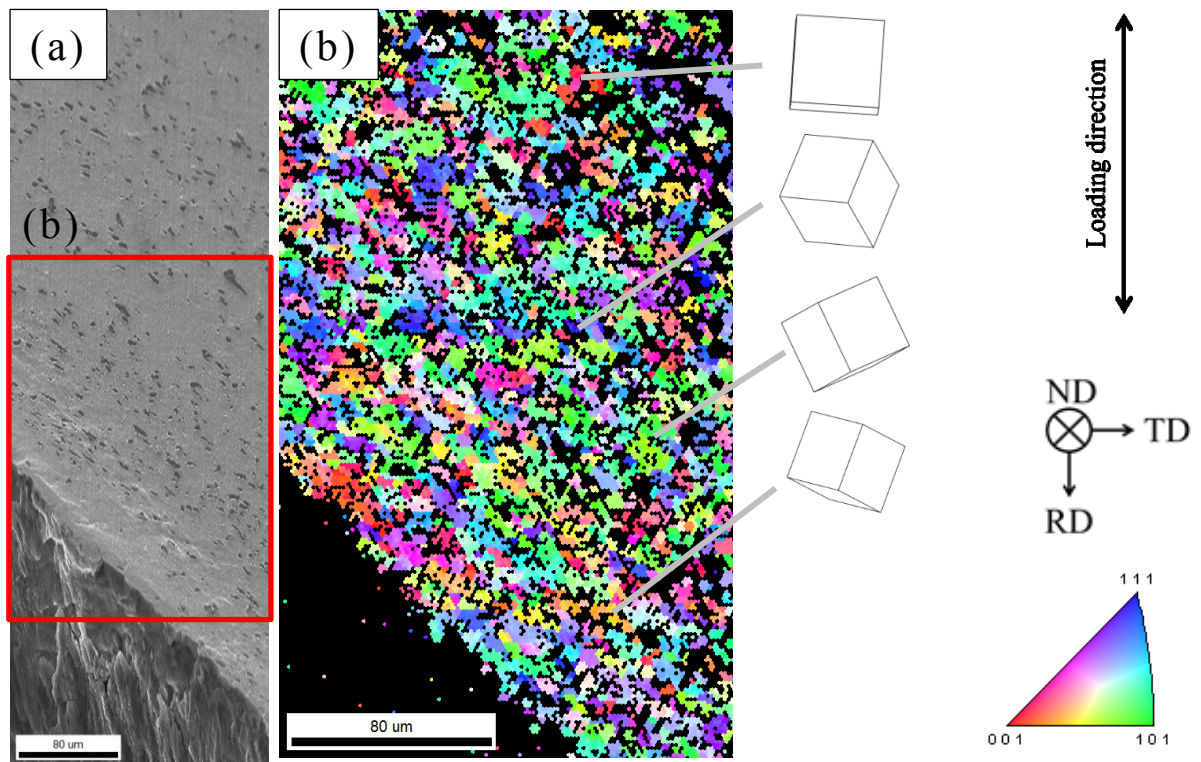


Fig.3-58 EBSD analysis result of region indicated by rectangle (E) in Fig.3-48(b).



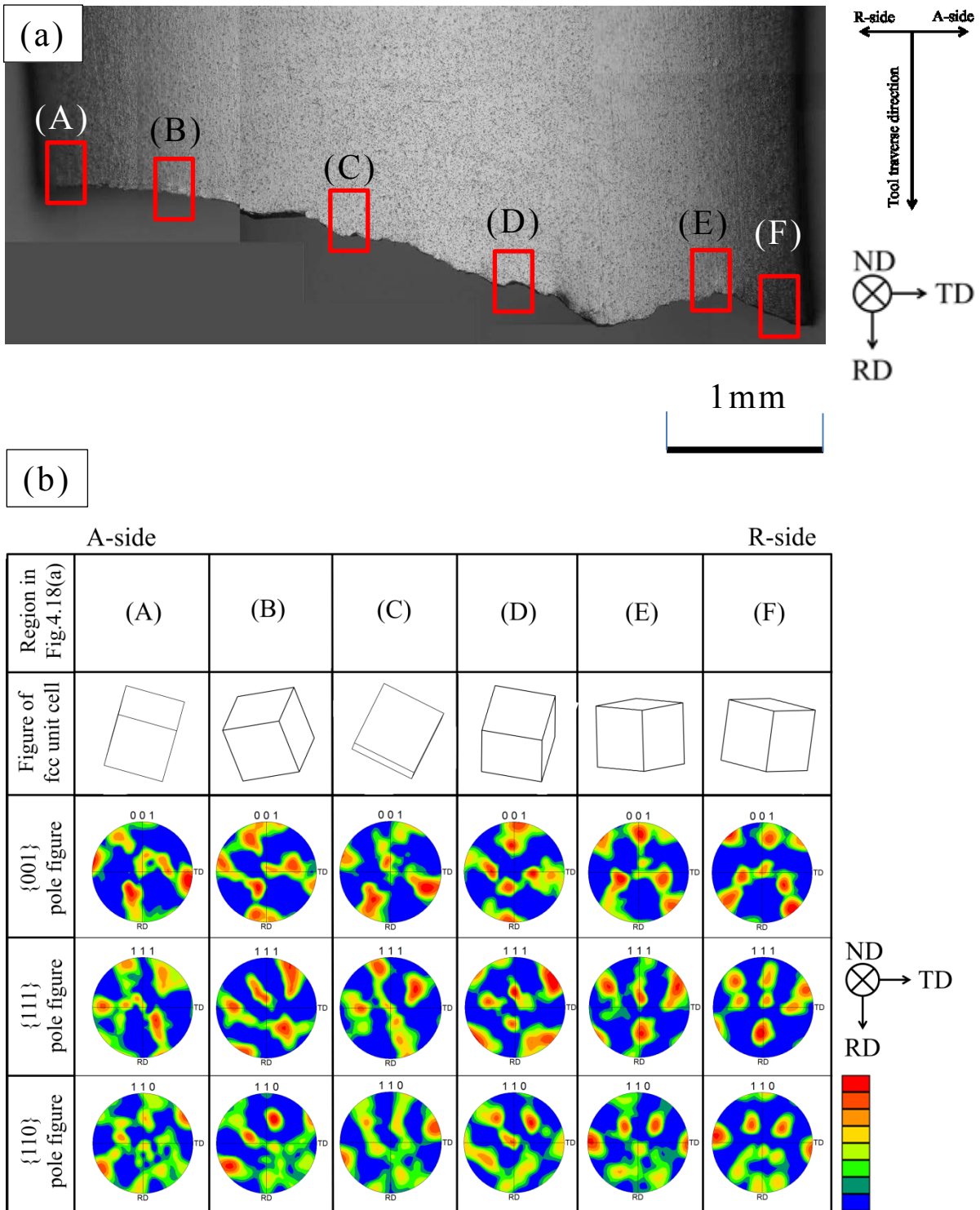


Fig.3-59 The pole figures obtained by EBSD analysis in L specimen:  
 (a) Macrograph showing regions indicate by rectangle  
 (b) The pole figures obtained by EBSD analysis at regions indicated by rectangle in (a).

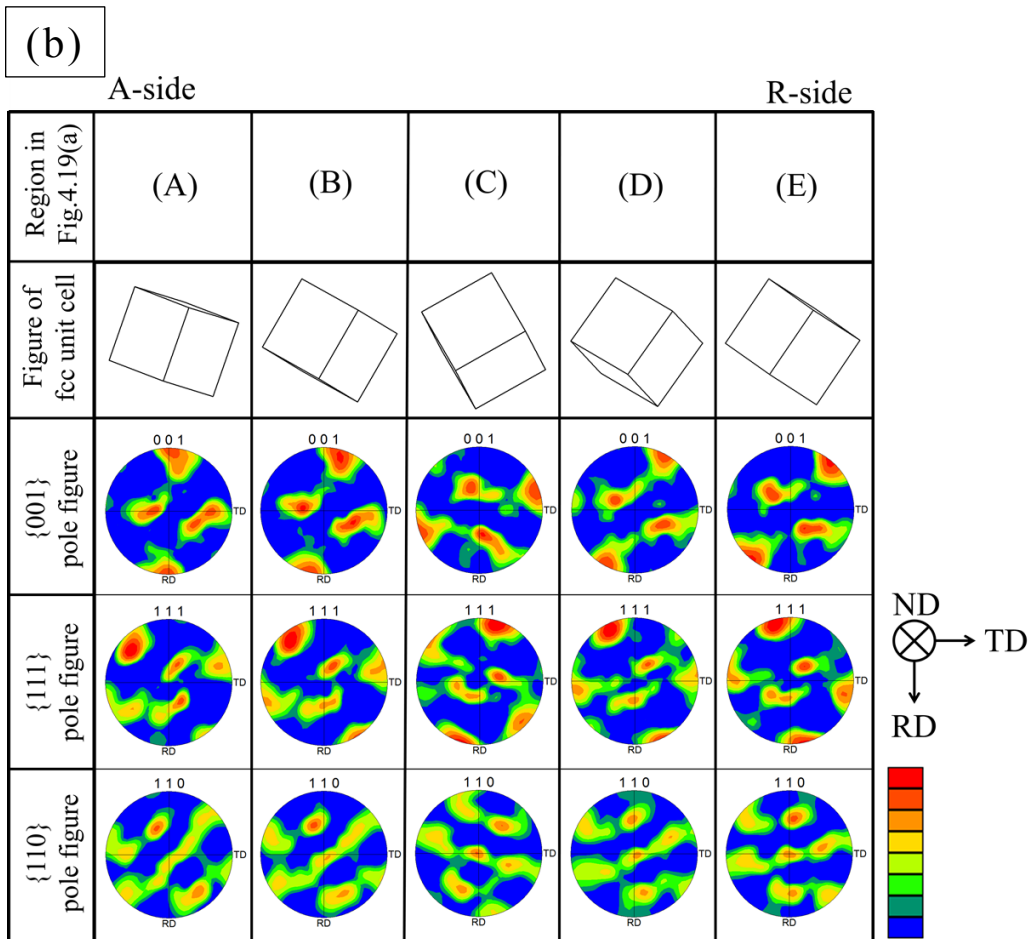
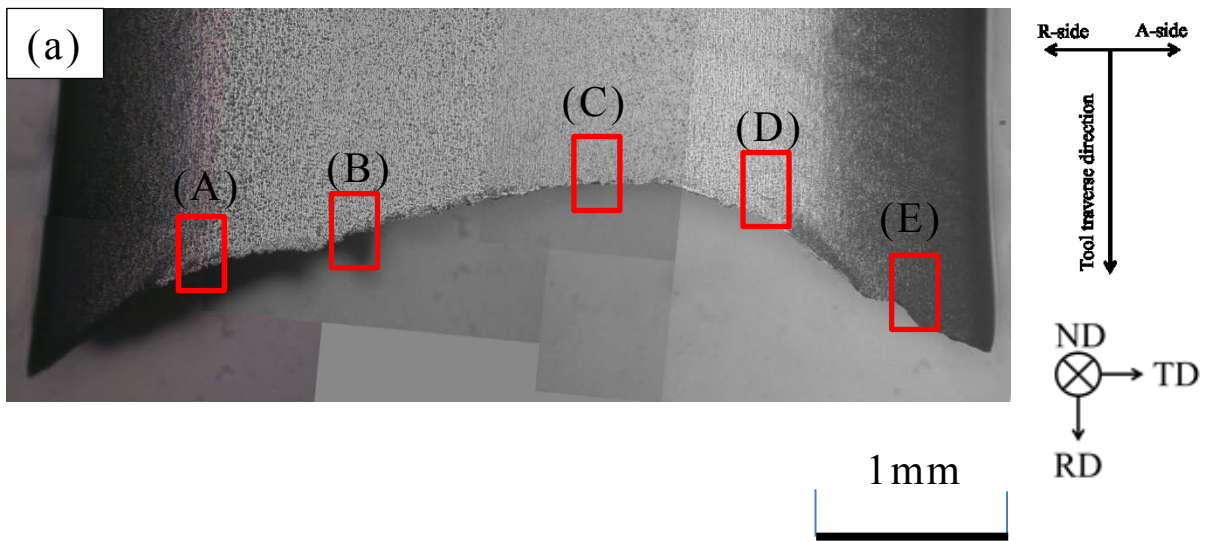


Fig.3-60 The pole figures obtained by EBSD analysis in H specimen:  
 (a) Macrograph showing regions indicate by rectangle  
 (b) The pole figures obtained by EBSD analysis at regions indicated by rectangle in (b).

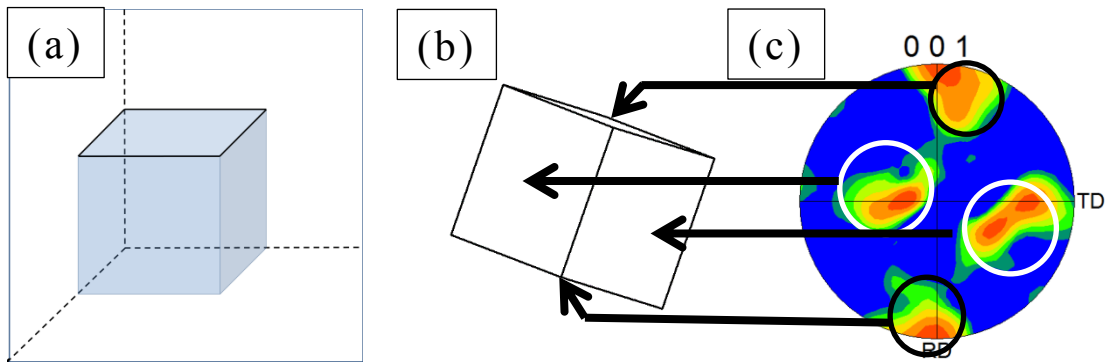


Fig.3-61 Illustration of relationship between orientation of texture and unit of fcc cell:

- (a) an illustration of (001) plane,
- (b) figure of fcc unit cell face corresponding to orientation of {001} pole figure in (c),
- (c) {001} pole figure in Fig.3-60(A).

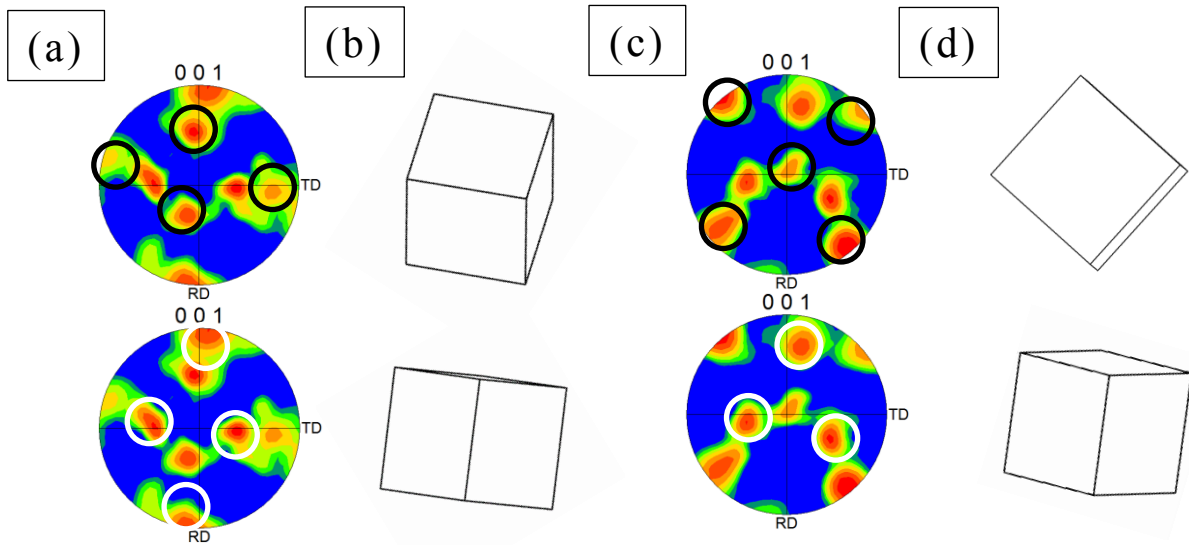


Fig.3-62 The pole figure in L specimen:

- (a) {001} pole figures in Fig.3-59(D) showing regions indicated by white and black circle
- (b) two figures of fcc unit cell corresponded to orientation of {001} pole figure in (a), respectively
- (c) {001} pole figures in Fig.3-59(D) showing regions indicated by white and black circle
- (d) two figures of fcc unit cell corresponded to orientation of {001} pole figures in (c), respectively.

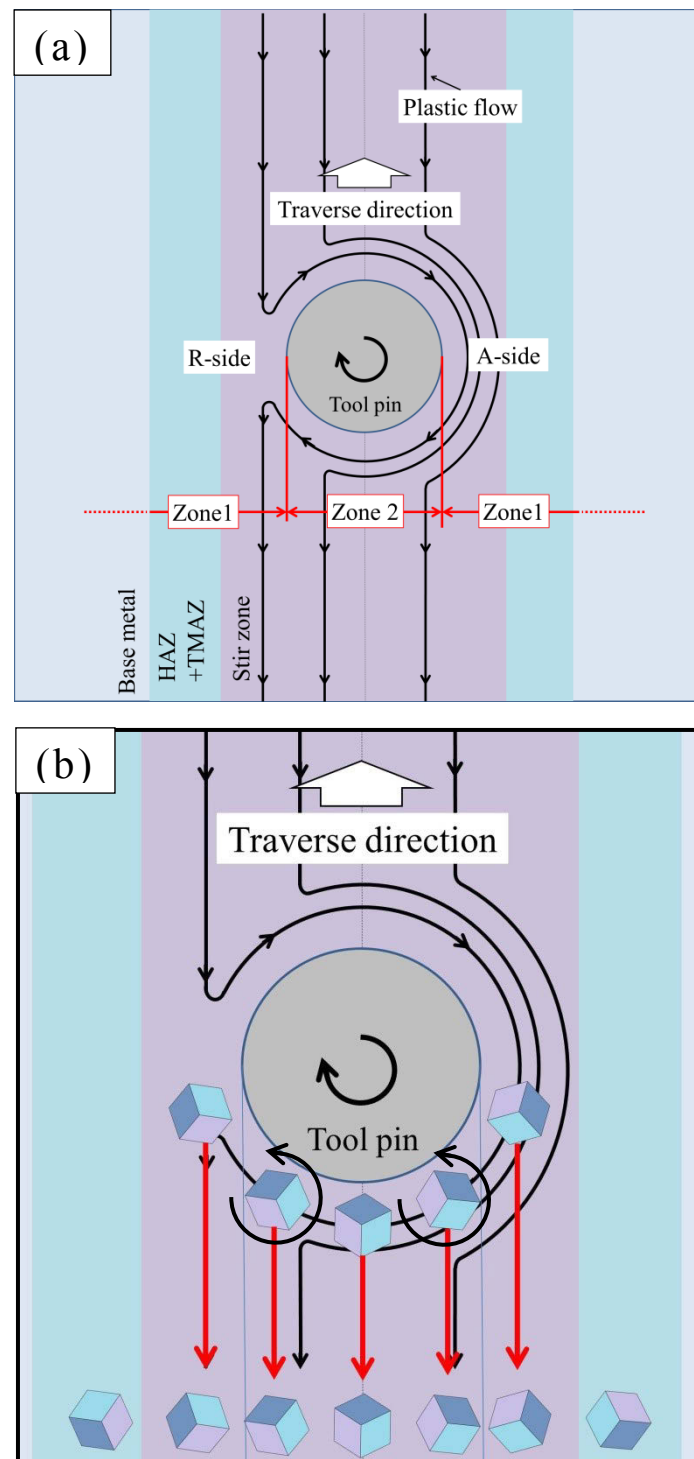


Fig.3-63 Illustrations showing relative material flow and orientation of texture around tool pin in study of FSWed Al-Si-Mg Al alloy by Morita[34]:

(a) an illustration showing two zones around tool pin.

(b) an illustration to explain the rotation of the texture.

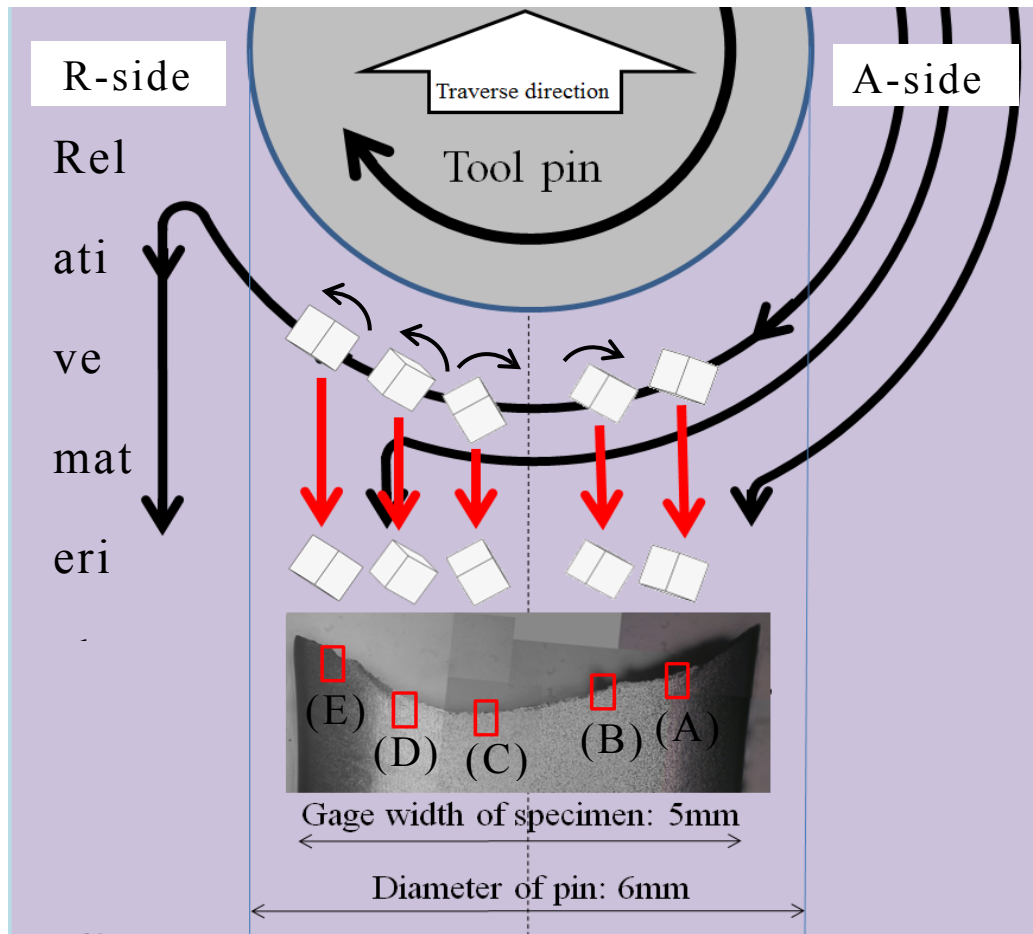


Fig.3-64 Illustrations showing relative material flow, orientation of texture and rotate of texture around tool pin.

(A)~(E) indicate rectangle regions corresponded to Fig.3-4.19(A)~(E).

### 3.5 結言

本章の研究では、鋳造アルミニウム合金の AC4CH-T6 材を摩擦攪拌処理 (FSP) により異なる改質条件で組織改質した材料 (L および H 材), および FSP 後に再度 T6 処理を施した後熱処理材 (LT6 および HT6 材) を用いて、平面曲げ疲労試験を行い、破面観察、き裂発生および成長挙動に基づいて、疲労強度に及ぼす改質条件および後熱処理の影響について検討した。得られた結果を以下に要約する。

1. FSP を施した材料では、摩擦攪拌処理により鋳造欠陥である鋳巣を除去することができ、微細な等軸粒組織を得た。ツール回転速度の遅い L 材に対し、回転速度の速い H 材の方が結晶粒径は大きかった。また、後熱処理を施した材料では異常粒成長を示した。その粗大化傾向は L 材と比較し、H 材の方が顕著であった。
2. FSP を施すことで引張強さおよび 0.2% 耐力は低下し、硬さも低下した。L 材の機械的性質に対し、H 材のそれは高かった。一方で後熱処理を施した材料では硬さが基材と同程度となり、引張強さは向上した。
3. 基材に対し、FSP を施すことで疲労強度は大幅に向上した。これは、基材でき裂発生起点となった鋳造欠陥が FSP で除去されたためである。また H 材よりも L 材の疲労強度が高くなった。一方で後熱処理を施した材料においては、基材よりも疲労限度は高くなったが、H 材、L 材よりも低かった。
4. FSP を施すことにより、基材よりも微小き裂進展速度は高速となった。また、L 材よりも H 材のき裂進展速度が高速側となった。一方後熱処理を施すことにより、FSP 材よりもき裂進展速度は低速となった。
5. 基材のき裂は荷重軸に対してほぼ垂直に成長するが、FSP 材荷重軸直角方向から逸れるようにき裂は成長した。
6. EBSD 解析の結果から、H 材では強い集合組織が形成されており、おおよそ {110} 面がツール回転方向に沿っていた。一方 L 材では、集合組織が H 材よりも弱かった。このように、L 材の集合組織が弱いため、H 材よりも高い疲労強度が得られたと考えられる。



## 第4章

### 結 論



## 4.1 結論

現代の機械においては、機械そのものの能力として高度な機能が要求されるだけでなく、持続可能な社会を実現するための地球温暖化問題や環境資源問題、人間工学に基づく快適性など、同時に異なる複数の課題をクリアされる事が設計者には求められる。また、かつての機械は専門の技能を持った人が操作することを想定して設計されていたが、現代では機械の知識に乏しい一般の人をも操作対象としてユーザーフレンドリーであること、PL 法に代表される安全基準法、メンテナンス簡略化の中での歩留まり向上のための稼働信頼性向上など、製造業に対する要求はかつてないほど複雑になってきている。

これに対する一つ的手段として、コンピュータの発展とともに近年急速な発達をとげた設計技術の一つに CAE (Computer Aided Engineering) ソフトウェアを用いた構造解析が、多くの設計の現場で多用されており、コストダウンが宿命とも言える企業の設計現場の期待に応えるべく、臨界設計を可能にしてきている。しかし、CAE により設計応力がかかなり正確に求められるようになった一方で、その基準となる応力値は、実際に試作品を作り疲労試験を行って現物確認するか、もしくは一般値に対して高い安全率をかける事で現状では対処していることも多い。特にアルミニウム鋳物合金に関しては、疲労限度のばらつきが大きく、過剰設計の必要性と臨界設計に対する要求に悩まされてきた。

第2章では、これらの現状を改善すべく、「アルミニウム合金 AC4CH 大型鋳物の疲労挙動に及ぼす鋳造欠陥の影響」(研究1)として、凝固速度と疲労強度の相関性から、疲労限度の推定を行った。凝固速度が早いほど Dendrite Arm Spacing (DAS) のサイズで評価した時の鋳物品質は高くなる事が知られており、大型の鋳物構造物の場合、凝固速度には部分的にかなり大きな差が出るため、凝固速度と疲労強度の相関がとれて、その鋳巣の大きさから疲労強度が推定出来れば、設計基準値として大変有用である。しかし、研究1の結果は推定できる場合と推定出来ない場合があるという結果となった。推定出来なかった場合とは、特に鋳巣が密集している状態で、また鋳巣のサイズを制御するために、実機から抽出した試験片 Material A, B および C に加えて、意図的に悪い品質の試験片を含む Material 1, 2 および 3 を鋳物メーカーで舟型試験片に統一し製造したが、同様に鋳巣サイズが大きいものは推定値から乖離する結果となった。

以上の第2章の結果を踏まえて、鑄巣サイズからの疲労強度値の推定が困難な場合に対する手段として、最終的な構造設計の目的としては疲労破壊を起こさない事であることから、その対策として近年注目されている摩擦撈拌接合 Friction Steering Welding (FSW) の技術を利用した鑄物の改質技術である摩擦撈拌改質 Friction Steering Process (FSP) に着目し、「摩擦撈拌により組織改質した鑄造アルミニウム合金の疲労挙動に及ぼす改質条件の影響」(研究2)を行った。その結果、FSP を施した改質材の疲労強度は向上することが確認でき、また FSP ツールの回転速度が疲労強度に大きく影響を与えることがわかった。特に回転速度が高い場合にはオニオンリングと呼ばれる層状組織にき裂に沿うことで、その進展速度を速めていることが確認できた。

以上の本研究で得られた結果から、今まで材料供給側に負うところが大きかった製造条件が複雑なアルミニウム鑄物合金 AC4CH の疲労強度を、設計サイドでも推測できるようになった事は大変有意義な貢献が出来たと考えられる。

## 4.2 将来の課題

さらなる課題としては、明らかに鑄物サイズが大きい時および密集しているものに関して、それらは品質検査で不合格として排除できたとしても、合格か不合格かのグレーゾーンな判定の際などに、鑄巣の組織観察でなく、より企業の現場で判定しやすい手短な手法(例えば重量測定法など)が発達すれば、より本研究の結果が有効に活用される事と思われる。また FSP 技術もまだ発展途上の技術であり、今後さらなる挙動の解明が加えられ工業的に一層活用されていく事を望む。本研究がその一助となれば幸いである。

## 参 考 文 献

- [1] 日本材料学会, 改訂材料強度学, 3-5 (2005).
- [2] 西田新一, 溶接学会誌 62(8), 日本溶接学会, 595-598 (1993).
- [3] 豊貞雅宏, 日本機械学会関西支部第 119 回講習会教材, 95 (1984).
- [4] 溶接学会, FSW シンポジウム 摩擦攪拌接合の基礎と応用, (2005)
- [5] 竹内勝治, アルミニウム合金の疲労強度 軽金属溶接構造協会.
- [6] L. Karthikeyan , V.S. Senthilkumar , K.A. Padmanabhan, Materials and Design, 31 (2010), 761-771.
- [7] 植松美彦, 戸梶恵郎, 戸崎康成, 柴田英明, 藤原和馬, 村山富幸, 材料, Vol.58. No.1 (2009), 69-75.
- [8] 軽金属学会 アルミニウムのデンドライトアームスペーシングと冷却速度の測定法 (1988)
- [9] 村上敬宜, 金属疲労 微小欠陥と介在物の影響 (1993) 養賢堂
- [10] 野口博司, 濱田 繁, 森重利紀, 藤井 匠, 川添字昭, 軽金属における微小き裂についての下限界応力拡大係数幅予測式の提案, 日本材料学会学術講演会講演論文集, 56 (2007), pp.137-138.
- [11] 上野 明, 西田匡秀, 宮川 進, 山田耕二, 菊池将一 日本材料学会 疲労シンポジウム「 $\sqrt{\text{area}}$ 法を用いたアルミダイカスト合金の疲労限度予測」 pp.159-163.
- [12] 産峰出版株式会社, 摩擦攪拌接合-FSW のすべて-, (2006)0
- [13] M.L.Santella, T.Engstrom, D.Storjohann, T.-Y.Pan, Scripta Materialia, 53 (2005), 201-206.
- [14] Z.Y.Ma, S.R.Sharma, R.S.Mishra, Materials Science and Engineering, A433 (2006), 269-278.
- [15] Takeshi Shinoda, Mika Kawai, Surface and Coatings Technology, 169-170 (2003), 456-459.
- [16] K.Nakata, Y.G.Kim, H.Fujii, T.Tsumura, T.Komazaki, Materials Science and Engineering, A437 (2006), 274-280.
- [17] S.R.Sharma, Z.Y.Ma, R.S.Mishra, Scripta Materialia, 51 (2004), 237-241.
- [18] P.Cavalier, P.P.De Marco, Material Characterization, 58 (2007), 226-232.
- [19] C.I. Chang, C.J. Lee, J.C. Huang, Scripta Materialia, 51 (2004), 509-514.

- [20] 植松美彦, 戸梶恵郎, 戸崎康成, 柴田英明, 材料, Vol. 55, No. 1 (2006), 55-60.
- [21] J.C. Newman, Jr. and I.S. Raju, Stress Intensity Factor Equations for cracks in Three-Dimensional Finite Bodies, NASA, Technical Memo random 83200.(1981), PR.1-49.
- [22] 森永卓一, 新しいアルミニウム合金鋳物, 朝倉書店 (1986).
- [23] N. Sun, D. Apelian, La Metallurgia Italiana, 4-13 (2012).
- [24] R. Kapoor, K.Kandasamy, R.S.Mishra, J.A.Baumann, G.Grant, Materials Science and Engineering, A561 (2013), 159–166.
- [25] 柴柳敏哉, 前田将克, 奈賀正明, 軽金属, 56 (2006), 347-353.
- [26] 矢島悦次郎,若い技術者のための機械・金属材料, 丸善株式会社 (2002).
- [27] 古賀信次, 溶接学会, Vol.69 No.3, (2000), 201-205.
- [28] 植松美彦, 戸梶恵郎, 長谷川典彦, 材料, Vol. 55, No.2 (2002), 199-204.
- [29] Frigaard, O. Grong, O. T. Mildling, Metallurgical and Materials Transactions, 32A (2001), 1189-1200.
- [30] P. Asadi, R.A. Mahdavinejad, S. Tutunchilar, Materials Science and Engineering, A 528 (2011), 6469– 6477.
- [31] 佐藤 裕, 粉川博之, まてりあ, Vol. 42, No. 3 (2003), 214-220.
- [32] 佐藤 裕, 粉川博之, 榎本正敏, 成願茂利, 溶接学会全国大会講演概要 第 64 集 (1999), 160-161.
- [33] A. Simar, Y. Bre´chet, B. de Meester, A. Denquin, T. Pardoen, Acta Materialia, 55 (2007) 6133–6143.
- [34] Tatsuo Morita, Mikio Yamanaka, Materials Science and Engineering, A595 (2014), 196–204.



## 謝 辞

本研究は、平成 25 年度から平成 28 年度までの 3.5 年間にわたり、岐阜大学大学院工学研究科生産開発システム工学専攻博士後期課程在籍中に実施したものです。

本研究を遂行および本論文の作成に際して最初から最後までご親切な指導、ご鞭撻を賜りました岐阜大学工学部機械工学科植松美彦教授、および柿内利文准教授に深く感謝の意を表します。

また、有益な助言を頂いた豊田工業高等専門学校中島正貴名誉教授および中村裕紀講師、岐阜大学工学部秋田正之技術職員に深く感謝いたします。

本研究の実験や測定に関して膨大な作業を助けて頂いた学生の野崎さん、竹尾さん、森本さんおよび研究室の方々に心から御礼申し上げます。

私の所属する村田機械株式会社におきましては、柳井部門長をはじめ、神出課長、田中課長、その他多くの皆さまに共同研究の延長から学位取得にいたるまで、業務を通して支えていただいたことに御礼申し上げます。

そして最後に、私の研究生生活を理解し、つねに励まし勇気づけてくれた家族、夫の大西竜治郎、義母大西知子、義姉大西満恵に深く感謝いたします。皆さま本当にありがとうございました。

2016 年 9 月  
田尻 明子

