

マグネシウム合金 AZ31 の疲労き裂発生機構と
応力比の影響に関する結晶方位学的検討

**Crystallographic analyses of fatigue crack initiation mechanism
in AZ31 magnesium alloy and the effect of stress ratio**

2021 年 9 月

玉 田 和 寛

マグネシウム合金 AZ31 の疲労き裂発生機構と
応力比の影響に関する結晶方位学的検討

**Crystallographic analyses of fatigue crack initiation mechanism
in AZ31 magnesium alloy and the effect of stress ratio**

2021 年 9 月

玉 田 和 寛

目 次

第1章 緒 論	1
1.1 疲労特性解明の背景	1
1.2 稠密六方構造を有する Mg 合金	3
1.3 Mg 合金の疲労挙動	5
1.4 結晶方位解析の重要性	6
1.5 本論文の目的および構成	6
第2章 EBSD 法による結晶方位解析とすべり線解析	11
2.1 EBSD 法の特徴	11
2.2 EBSD 法の原理	11
2.3 EBSD 解析の実際	13
2.4 結晶方位解析と Schmid 因子	14
2.5 EBSD による結晶方位解析とすべり系の同定手法	15
2.5.1 座標系の定義	15
2.5.2 座標変換	16
2.5.3 すべり系および双晶系の算出	19
2.5.4 Schmidt 因子の算出	20
2.5.5 すべり線角度の定義とすべり面の特定手法	22
第3章 完全両振り下における疲労き裂発生挙動	25
3.1 緒 言	25
3.2 実験方法	26
3.2.1 供試材	26
3.2.2 結晶粒粗大化処理	27
3.2.3 試験片形状	28
3.2.4 疲労試験方法	30
3.3 実験結果	30
3.3.1 基礎的な疲労強度	30
3.3.2 結晶方位解析（巨視的様相）	32
3.3.3 双晶帯内部で発生した疲労き裂様相（Fatigue crack I）	35

3.3.4	結晶粒界で発生した疲労き裂様相 (Fatigue crack II)	37
3.4	考 察	39
3.4.1	粒内疲労き裂 (Fatigue crack I) の解析	39
3.4.2	粒内疲労き裂発生条件	41
3.4.3	粒界疲労き裂 (Fatigue crack II) の解析	46
3.5	結 言	49
第4章	完全方振り下における疲労き裂発生挙動	52
4.1	緒 言	53
4.2	実験方法	53
4.3	実験結果	53
4.3.1	基礎的な疲労強度	53
4.3.2	結晶方位解析 (巨視的様相)	54
4.3.3	双晶境界に発生した疲労き裂様相 (Fatigue crack I)	55
4.3.4	双晶境界に発生した疲労き裂様相 (Fatigue crack II)	58
4.4	考 察	60
4.4.1	双晶境界き裂 (Fatigue crack I) の解析	60
4.4.2	双晶境界き裂 (Fatigue crack II) の解析	61
4.4.3	引張り-引張り荷重下における二重双晶解析	63
4.4.4	平均応力の相違による影響	64
4.5	結 言	66
第5章	結 論	68

第1章 緒 論

1.1 疲労特性解明の背景

我々の生活は、技術の進歩に伴い大変便利で豊かなものになり、機械・構造物はますます大型化、複雑化、そして高性能化が進んでいる。しかしその一方で、疲労破壊が原因とみられる機械・構造物の破壊事故はいまだに多発している。疲労破壊による事故は、経済的な損失を招くだけでなく、人命にも関わるなど、社会的に大きな影響をもたらす。したがって、疲労破壊による事故を未然に防ぐために、その機構を解明することは大変重要な課題である。疲労破壊とは、一回の負荷では破壊しない、もしくは降伏しない程度の低い応力でも、繰返し負荷された場合に破壊が起こる現象である。機械・構造物を設計する際は、この疲労破壊を考慮に入れる必要がある。疲労設計をする際には、使用中に疲労破壊を起こす危険がないように十分な安全寿命を持たせる安全寿命設計や、材料の疲労限度を考えた疲労限度設計（耐久限度設計）、疲労き裂の発生・進展を考慮に入れた損傷許容設計（破壊管理設計）が広く用いられている。それらの手法は、経験則に基づく設計基準となっているが、今後、変動荷重や腐食などの影響因子も含めてより正確な疲労寿命予測を行うためには、材料の疲労破壊機構をより詳細に明らかにすることが必要となる。

疲労破壊のメカニズムについては、例えば模式的に Fig.1-1 に示すように、疲労き裂発生と、それに続く疲労き裂進展に分類される⁽¹⁾。疲労限度設計で用いる疲労限度は、停留き裂や疲労き裂発生抵抗により定まり、損傷許容設計では、疲労き裂進展抵抗が問題となる。この中で、特に疲労き裂発生抵抗については、材料の微視組織の影響を強く受けることが知られている^{(2)~(4)}。したがって、特に疲労限度設計を考える場合、疲労き裂発生に対する材料組織の影響を理解することが重要となり、鉄鋼材料だけでなく、非鉄金属であるアルミニウム (Al) 合金やチタン (Ti) 合金に関しても多くの研究が行われている^{(5)~(10)}。

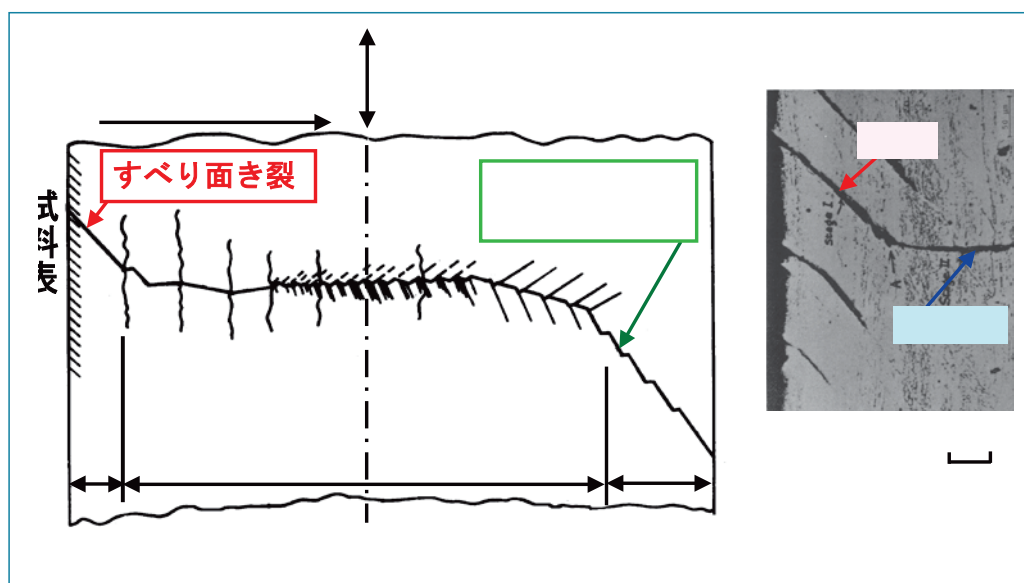


図1 疲労き裂発生から進展への模式図

例えば同一材料であっても，結晶粒寸法が小さくなれば降伏応力が上昇するが，以下の式のように降伏応力と結晶粒寸法は以下のような式で記述される．

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_y d^{-\frac{1}{2}} \quad (1)$$

ここで σ_y : 降伏応力, d : 結晶粒径, σ_0 および k_y : 材料定数であり, Hall-Petch の関係と呼ばれている．また, Hall-Petch 係数 k_y は金属の種類によって異なることが知られている．降伏応力の向上は, 粒径の減少とともに, 転位移動の障壁となる粒界が増えるためであり, 粒界によるバリア効果として知られる．このように, 微視構造は材料の強度レベルの影響因子となり, 疲労限度についても同様である．すなわち, 疲労限度も結晶粒径とともに上昇する Hall-Petch 型の関係を示すことが知られている⁽¹¹⁾．しかしながら, 疲労き裂発生抵抗と微視組織の関係は, 降伏応力の場合よりもさらに複雑であり, 例えばマグネシウム (Mg) 合金 AZ61 では, 結晶粒の微細化とともに疲労限度が向上するが, ある寸法以下になると Hall-Petch 則が成立しなくなる場合があることが報告されている⁽¹²⁾．その原因の一つとして, 結晶粒の集合組織が挙げられている．すなわち, 疲労損傷とは個々の結晶粒におけるすべりと関連する局所的な事例であるため, 応力負荷方向に

対してすべりが集中するような粒があれば、微細粒であっても疲労損傷が進行する場合がある。

1.2 稠密六方構造を有する Mg 合金

近年の地球環境問題に対する意識から、機械・構造物の軽量化のため、構造材料に比重の小さな材料が使われ始めている。マグネシウム (Mg) や Al, Ti などの軽合金は、次世代の軽量構造材料として大変期待されている⁽¹³⁾。例えば CFRP などの樹脂系複合材料についても、今後自動車分野での適用が考えられ、低燃費化に貢献するとも期待されている。しかしながら、従来の金属材料と比較して CFRP は高コストであり、リサイクルプロセスの確立が進んでいないなどの問題点も有している。その点では金属材料の優位性があり、上記のような軽量非鉄金属については、今後さらなる需要増加が見込まれている。その中でも Mg 合金は、構造用金属材料の中で最も軽いという特徴がある。さらに軽量だけでなく、資源量が豊富である、リサイクル性に優れるなどの特徴もあることから、特に期待の大きい非鉄金属軽量材料である⁽¹⁴⁾。したがって、Mg 合金を機械構造物に利用するため、力学特性や疲労特性を詳細に解明する必要がある。

Mg 合金の特徴は結晶構造にあり、稠密六方 (hcp) 構造を有している。構造用金属材料として hcp 構造を有しているのは Ti 合金と Mg 合金のみである。hcp 構造では、Fig.1-2 に示すような様々なすべり系、双晶系を有するが、Mg 合金の室温での塑性変形は主に Fig.1-2(a)に示す底面すべりと Fig.1-2(b)に示す{10-12}面で作動する引張り双晶に限定されることが知られている。 a - c 軸比の異なる Ti 合金では、柱面すべりも作動するとされており、底面すべり+引張双晶のみによる塑性変形機構は、Mg 合金に特有のものである。また、結晶が任意の形状に変形するためには、Mises の変形条件より 5 つの独立したすべり系が活動しなければならない。しかし、底面すべりと引張り双晶を合わせた独立すべり系の数は 4 つであることから、これら以外のすべり系や双晶変形の活動が必要となる。非底面すべりの活動に関しては、Fig.1-2(d)に示す二次錐面すべりの活動が多く報告されている⁽¹⁵⁾。ただし、Mg 合金における二次錐面すべりの臨界せん断応力 (critical resolved shear stress: CRSS) はおよそ 40MPa であり、底面すべりにおける 0.5MPa, および双晶変形における 3MPa に比して 10 倍以上である。そのため、面心立方 (fcc) 構造や体心立方 (bcc) 構造の金属よりも塑性変形能に劣るため、冷間加

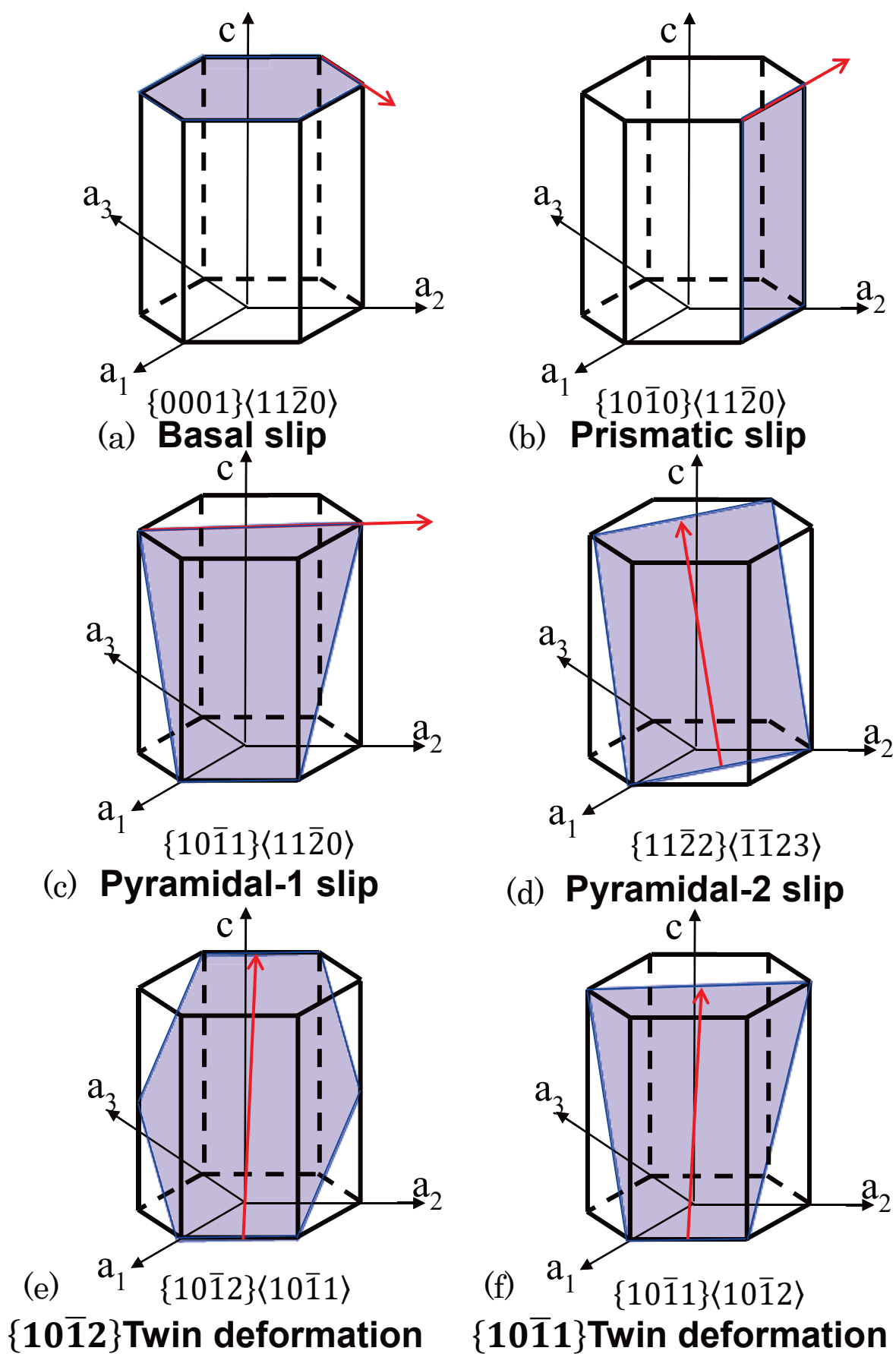


図 1-2 hcp 構造のすべり・双晶系

工が難しい材料に分類される。また Mg 合金は組織異方性を有しており、双晶に対する CRSS が引張りと圧縮で大きく異なる。そのため、Fig.1-3 で示すように引張りと圧縮で応力ひずみ線図が異なるという特徴を有している⁽¹⁶⁾。

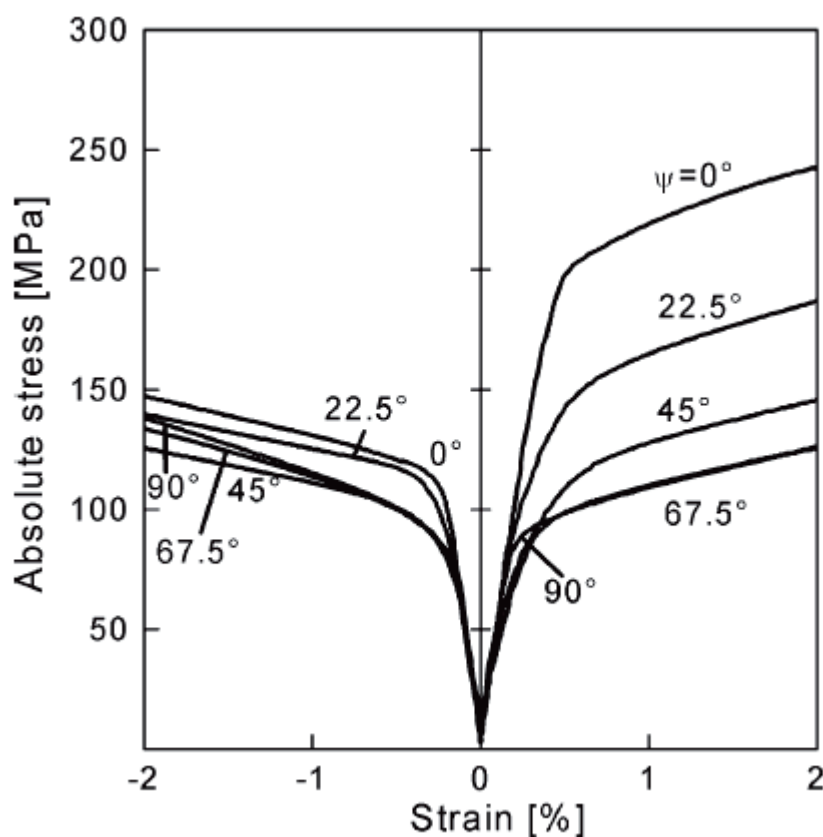


図 1-3 Mg 合金の引張り，圧縮における応力-ひずみ関係異方性⁽¹⁶⁾。

1.3 Mg 合金の疲労挙動

以上のように、Mg 合金は一般の金属とは異なって特異な変形挙動を示すことから、その疲労挙動が十分に解明されていないという実情がある。例えば戸梶らは、Mg 合金の丸棒試験片による回転曲げ疲労試験を行い、微小疲労き裂の発生機構を検討したり⁽¹⁷⁾⁻⁽²⁰⁾、CT 試験片による疲労き裂進展機構を解明したり⁽²¹⁾⁻⁽²⁴⁾している。その中で、丸棒押し出し試験片では、強い集合組織が形成されているため、回転曲げ疲労強度が丸棒押し出し条件に強く依存することが報告されている^{(18),(19)}。疲労き裂進展については、Mg 合金は腐食に弱いため、疲労き裂進展速度が湿潤環境下で加速することも報告している。また塩澤らは、Mg 合金の疲

労限度は、圧縮の双晶に対する降伏応力に強く依存することなども報告している⁽²⁵⁾。これは前述のように、引張りと圧縮に対する異方性が存在するためである。しかしながらそれらの研究では、結晶方位や集合組織強度など、結晶学的な詳細解析が行われていない。一方で小池らは、Mg合金の疲労き裂発生に及ぼす微視組織の影響を検討し、二重双晶が疲労き裂の早期発生に影響することを明らかにした⁽²⁶⁾。しかし、疲労き裂の発生とすべり変形や双晶との相関についてはほとんど明らかになっていない。

1.4 結晶方位解析の重要性

近年、後方散乱電子回折法、すなわち EBSD (Electron Back Scattered Diffraction) 法という手法が開発され、比較的容易に材料中の結晶方位が解析できるようになった。EBSD法の測定原理や利用法に関する詳細は第2章で記述するが、このような結晶方位解析は材料開発などで威力を発揮している⁽²⁷⁾。同手法が機械工学分野、すなわち材料強度分野で注目されるようになったのは、2000年ごろからであり、比較的新しいツールといえる。例えば菅田らは、面心立方 (fcc) 構造を有する α 黄銅の疲労試験を行い、微小き裂の進展が結晶方位の影響を強く受けることを明らかにし、き裂先端近傍のすべり因子がき裂進展方向を律則するという機構を提案した^{(28),(29)}。また、hcp 構造を有する Ti-6Al-4V 合金にも同手法を適用し、局所的な結晶方位と微小疲労き裂発生・進展の相関を明らかにしている⁽³⁰⁾。その他にも、例えば Mg合金の塑性変形時におけるすべり解析なども行われており⁽³¹⁾⁻⁽³³⁾、材料強度学分野において、材料の強度と微視組織を関連付けるための強力なツールとなっている。

1.5 本論文の目的および構成

前述のように、Mg合金の塑性変形挙動や疲労挙動に関する研究は行われている。しかしながら、塑性変形に対する詳細な結晶方位解析が行われていても、Mg合金の疲労挙動に関する EBSD 解析例はほとんどない。特に、疲労限度設計や寿命予測で重要となる、疲労き裂発生機構については、結晶学的な検討がほとんど行われていない。これは、疲労損傷は塑性変形のように単調な変形ではなく、繰返し荷重に伴う経時的な変化を追跡する必要があり、実験的な損傷評価が難

しいことに起因している。しかし、疲労き裂発生は局所的な事象であることから、EBSDによる結晶方位解析は、き裂発生機構の解明に非常に有効なツールと考えられる。

本論文の目的は、Mg合金を機械構造物に利用する際に必要となる、耐久限度設計を見据え、Mg合金の疲労き裂発生機構を結晶学的に明らかにすることである。疲労き裂発生に対しては、様々な影響因子が考えられるが、その中の一つに応力比 ($R = \sigma_{\min}/\sigma_{\max}$) がある。ここで σ_{\min} と σ_{\max} は、それぞれ繰返し応力の最小値と最大値である。すなわち R が -1 であれば完全両振りの疲労試験であり、 R が正であれば引張り負荷のみの片振りとなる。前述のように、Mg合金は引張りと圧縮で応力-ひずみ線図に非対称性があることから、この応力比の影響が、引張りと圧縮で等方的な挙動を示す通常の金属材料とは異なる可能性がある。そこで、本研究ではMg合金AZ31を用いて応力比 $R = -1$ の完全両振り疲労試験を実施し、EBSDによる結晶方位解析により疲労き裂発生機構を結晶学的に検討した。また、 $R = 0.1$ の片振りの疲労試験も実施し、疲労き裂発生機構に及ぼす応力比（平均応力）の影響についても検討した。

本論文の構成および具体的な内容は以下の通りである。第1章の緒論では、疲労研究を行うこと背景、hcp構造を有するMg合金の特徴について述べるとともに、Mg合金の塑性変形や疲労挙動に関する従来研究成果をまとめた。さらに、本研究の目的および構成について述べた。

第2章では、結晶方位解析の基礎となる、EBSD法の原理、ならびに実際に作動したすべり系を同定するためのすべり線解析の手法について解説する。

第3章では、応力比 $R = -1$ の完全両振り疲労試験を行い、試験を適宜中断してEBSD解析を実施し、経時的な観察によって疲労き裂発生機構を結晶学的に検討する。

第4章では、応力比 $R = 0.1$ の片振り疲労試験を行い、第3章と同様の手法で疲労き裂発生機構の結晶学的解析を行い、疲労き裂発生機構に及ぼす応力比の影響について検討する。

第5章の結論では、第2～4章までの結果を総括するとともに、将来の展望について解説する。

参考文献

- (1) P.J.E. Forsyth, Fatigue damage and crack growth in aluminium alloys. *Acta Metallurgica*, Vol.11, pp.703-705 (1963).
- (2) K. Katagiri et al., Early stage crack tip dislocation morphology in fatigued copper, *Metallurgical Transactions A*, Vol.8, pp.1769-1773 (1977).
- (3) 中沢 一, 初期疲労き裂 (第 I 段階き裂の挙動), *材料*, Vol.26, No.280, pp.99-105 (1977).
- (4) 中井善一, 楠川哲平, 70-30黄銅における疲労すべり帯の成長とき裂発生条件の原子力間顕微鏡による定量評価, *日本機械学会論文集 (A編)*, Vol.67, No.655, pp.476-482 (2001).
- (5) 戸梶恵郎 他, 純チタンの微小疲労き裂成長挙動とその確率特性, *日本機械学会論文集 (A編)*, Vol.56, No.523, pp.543-551 (1990).
- (6) 小熊博幸 他, Ti-6Al-4V合金の超高サイクル疲労特性と破壊形態, *材料*, Vol.52, No.11, pp.1298-1304 (2003).
- (7) 植松美彦 他, 鋳造アルミニウム合金AC4CHの疲労挙動に及ぼす温度の影響, *材料*, Vol.55, No.2, pp.199-204 (2006).
- (8) S. Nelson et al., Fatigue and monotonic loading crack nucleation and propagation in bimodal grain size aluminum alloy, *Acta Materialia*, Vol.59, pp.3550–3570 (2011).
- (9) S.K. Jha, Deformation heterogeneities and their role in life-limiting fatigue failures in a two-phase titanium alloy, *Acta Materialia*, Vol.82, pp.378–395 (2015).
- (10) C. Cauthen et al., Fatigue crack nucleation and microstructurally small crack growth mechanisms in high strength aluminum alloys, *International Journal of Fatigue*, Vol.140 (2020) 105790.
- (11) 高木節雄, 多結晶フェライト鋼における降伏・変形挙動, *日本金属学会誌*, Vol.83, No.5, pp.107-118 (2019).
- (12) Y. Uematsu et al., Effect of grain size on fatigue behavior in AZ61 Mg alloys fabricated by MD Fing, *Materials Transactions*, Vol.57, No.9, pp.1454-1461 (2016).
- (13) J. Hirsch and T. Al-Samman, Superior light metals by texture engineering: Optimized aluminum and magnesium alloys for automotive applications, *Acta Materialia*, Vol.61, pp.818-843 (2013)
- (14) B.L. Mordike and T. Ebert, *Magnesium: Properties — applications —*

- potential, *Materials Science and Engineering A*, Vol.302, pp.37–45 (2001).
- (15) H. Fan and J.A. El-Awady, Towards resolving the anonymity of pyramidal slip in magnesium, *Materials Science and Engineering A*, Vol.644, pp.318–324 (2015).
- (16) S. Kleiner, P.J. Uggowitzer, Mechanical anisotropy of extruded Mg–6% Al–1% Zn alloy, *Materials Science and Engineering A*, Vol.379, pp.258–263 (2004).
- (17) 鎌倉光利 他, マグネシウム合金AZ61押し出し材の疲労挙動と破壊機構, 材料, Vol.53, No.12, pp.1371-1377 (2004).
- (18) 鎌倉光利 他, 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, 材料, Vol.54, No.3, pp.245-250 (2005).
- (19) Y. Uematsu et al., Effect of extrusion conditions on grain refinement and fatigue behaviour in magnesium alloys, *Materials Science and Engineering A*, Vol.434, pp.131–140 (2006).
- (20) Y. Uematsu et al. Effect of aging treatment on fatigue behaviour in extruded AZ61 and AZ80 magnesium alloys, *Materials Science and Engineering: A*, Vol.517, pp.138-145 (2009).
- (21) 戸梶恵郎 他, マグネシウム合金AZ31圧延材の疲労き裂進展特性, 材料, Vol.52, No.7, pp.821-826 (2003).
- (22) K. Tokaji et al., Fatigue crack propagation and fracture mechanisms of wrought magnesium alloys in different environments, *International Journal of Fatigue*, Vol.31, pp.1137-1143 (2009).
- (23) Y. Uematsu et al., Fatigue crack propagation of AZ61 magnesium alloy under controlled humidity and visualization of hydrogen diffusion along the crack wake, *International Journal of Fatigue*, Vol.59, No.2, pp.234-243 (2014).
- (24) T. Kakiuchi et al., Effect of hydrogen on fatigue crack propagation behavior of wrought magnesium alloy AZ61 in NaCl solution under controlled cathodic potentials, *Engineering Fracture Mechanics*, Vol.137, pp.88–96 (2015).
- (25) 塩澤和章 他, マグネシウム合金展伸材の高サイクル疲労強度特性に及ぼす応力比並びに荷重負荷様式の影響, 日本機械学会論文集 (A編), Vol. 79, No. 805, pp.1366-1381 (2013).
- (26) J. Koike et al., Roles of deformation twinning and dislocation slip in the fatigue failure mechanism of AZ31 Mg alloys, *Scripta Materialia*, Vol.63, pp.747–750 (2010).
- (27) 正橋直哉, EBSP法による材料組織解析の現状, まてりあ, Vol.38, No.11,

- pp.871-879 (1999).
- (28)菅田 淳 他, AFMその場観察と結晶方位解析による α 黄銅における微小疲労き裂進展屈曲機構の解明, 材料, Vol.54, No.12, pp.1268-1274 (2005).
- (29)A. Sugeta and Y. Uematsu, In-situ atomic force microscopy and crystallographic orientation analysis of small fatigue crack deflection behavior, Key Engineering Materials, Vols.345-346, pp.227-230 (2007).
- (30)S. Sasaoka et al., The effects of crystallographic orientation on fatigue crack initiation behavior in Ti-6Al-4V, International Journal of Fatigue, Vol.117, pp.371–383 (2018).
- (31)Z.Z. Shi et al., On the selection of extension twin variants with low Schmid factors in a deformed Mg alloy, Acta Materialia, Vol.83, pp.17-28 (2015).
- (32)H. Somekawa et al., Enhancement of room temperature stretch formability via grain boundary sliding in magnesium alloy, Materials Science and Engineering A, Vol.676, pp.427–433 (2016).
- (33)T. Hama et al., Role of twinning on the stress and strain behaviors during reverse loading in rolled magnesium alloy sheets, Materials Science and Engineering A, Vol.725, pp.8–18 (2018).

第2章 EBSD法による結晶方位解析とすべり線解析

2.1 EBSD 法の特徴

走査電子顕微鏡において、試料表面の一点に電子線を固定して入射角度を変化させると、各結晶面に対する Bragg 角の前後で反射電子線の強度が大きく変化するために、一对の平行線が多数スクリーン上に現れる。この回折パターンは電子チャネリングパターン：ECP (Electron Channeling Pattern) であり、これを用いた解析は菊池線解析と呼ばれる。EBSD (Electron Back Scattered Diffraction) 法はこの ECP (菊池線) を利用し、非破壊で数 μm 程度の微小領域の結晶方位を高精度に解析できるという特徴を有する。Fig. 2-1 に EBSD 装置の概要図を示す。

EBSD 法は、結晶学的情報を簡単に得ることができる方法として、近年利用が拡大している。この手法とパターンの自動解析装置を利用することにより、個々の結晶におけるマッピング図や、逆極点図など定量的な情報が得られ、試料の組織解析に使用することができる。そのため最近では多結晶材料の組織評価には欠かせない手法の一つになっている。また金属材料だけでなく、結晶性を具備した多様な材料の方位解析にも活用されるようになってきている。

2.2 EBSD 法の原理

EBSD 法の原理は、菊池線の発生機構と深く関与する。試料に照射した電子線は結晶面で弾性散乱し、同時に起こる非弾性散乱の効果により散乱強度が減衰する。この減衰量は入射電子線と回折線との角度に依存して変化するために、蛍光板上では明暗の一对の線となって出現し、この図形を菊池線と称する。実際の EBSD 解析ではこの菊池線の交点間の距離、すなわち回折面の交線方向の角度を読みとることで、試料の面方位を決定するが、この解析には同じ軸に属さない 3 種類の明暗線 (3 個の交点) が必要である。

EBSD を用いた結晶方位解析では SEM に入れたバルク試料からの菊池線を観察することから、蛍光板を試料向かい側に設置し (反射側)、試料面と入射電

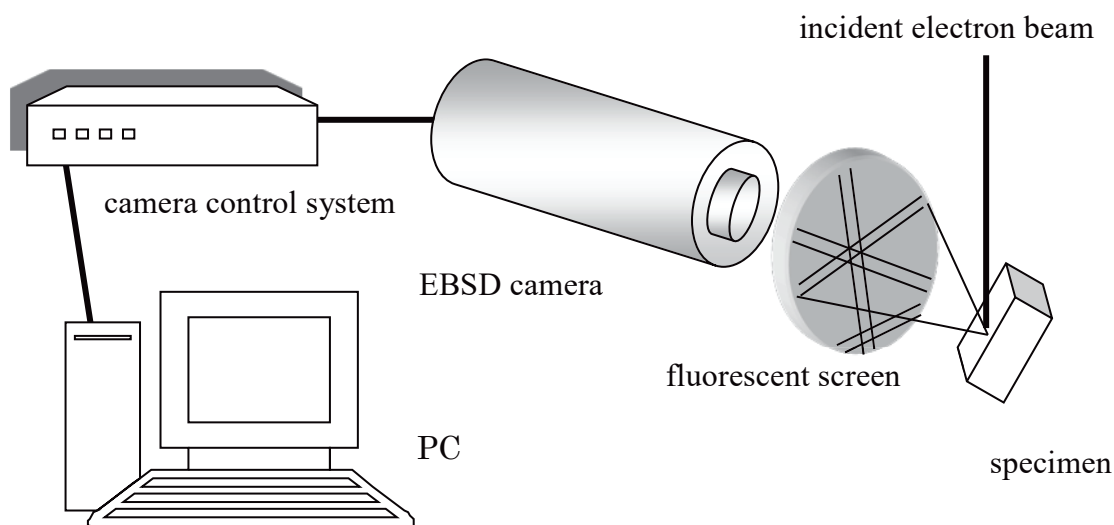


Fig. 2-1 EBSD system.

子線の角度を小さくすることで，吸収電子線量を小さくし，その結果強まった反射電子を用いる．すなわち，試料に照射して結晶面で回折する散乱電子線のうち，反射成分を最大にして透過（吸収）成分を最小にする必要から，入射電子線の角度を試料表面に対して約 20° 前後傾斜させる（Z 方向から入射する電子線に対し，試料を 70° 程度傾ける）．蛍光板の菊池線は CCD カメラに取り込んで解析を行うが，菊池線のイメージクオリティ像（測定位置の結晶の完全性をパラメータ化したもの）が悪い場合には指数付けの精度は低下する．しかし最近，菊池線の位置座標を Hough 変換を用いることにより，精度よく高速に自動解析することが可能になった．Hough 変換は各菊池線を原点に下ろした垂線の距離と，基準線と菊池線のなす角度の二つの指数で表記する方法で，各菊池線は点として表記される．各点の相対的な位置を計算することで，複数の菊池線間の角度やそれぞれの回折面を精度よく決定することができる．

EBSD 法は，観察組織を適当な大きさのメッシュに分割して各メッシュの方位解析を行い，二次元面内で走査させることにより組織全体を解析する．その際，連続するメッシュ間で方位変化をもたらした境界を界面（粒界）と認識し，結晶粒を区別する．各メッシュを解析するのに要する時間は菊池線の鮮明度にも依存するが，数十 m 秒～数秒である．このようにして解析された結果はオンラインでコンピュータに取り込まれ，結晶方位マップとして描きだすことができる．試料の結晶性と表面形状，そして反射電子の取り込み条件がよければ，

短時間で広範囲の組織の結晶学的情報を得ることができる。また上述のように、粒界(界面)を挟んで結晶方位が変化することを調べることで粒界を特定でき、その両側の結晶方位から粒界の結晶学的な特性評価が可能となる。さらに粒界がわかれば結晶粒度分布、結晶粒の幾何学的情報(アスペクト比)等がわかり、これらの情報の相関を把握することで従来の組織観察の画像処理では得られない情報が入手できる。このような組織観察法を Orientation Imaging Microscopy (OIM) と称し、マクロとミクロ、さらにはその中間であるメゾ領域をも包含した組織の結晶構造を解析する有効な手法である。

2.3 EBSD 解析の実際

Fig. 2-2 に、菊地図形と各バンドに指数付けを行った例を示す。試料は純アルミニウム単結晶である。指数付けは、入力画像をいったん Hough 変換して直線性の高い画像情報を個別に取り出すことから始まる。Hough 空間では直線は点として表現され、線間のなす角度も得られるので、結晶構造から算出されるバンドのうち主要なものを7本使って、実際のパターンとのマッチングの度合いを評価し、候補となるパターンの組み合わせを何種類か選定するというアルゴリズムを採用している。最もフィットするパターンを決定するとそのパターンを与える方向に結晶が向いていたということになり、最終的に結晶方位が決定できる。なお、結晶方位は3つの Euler 角度で与えられる。

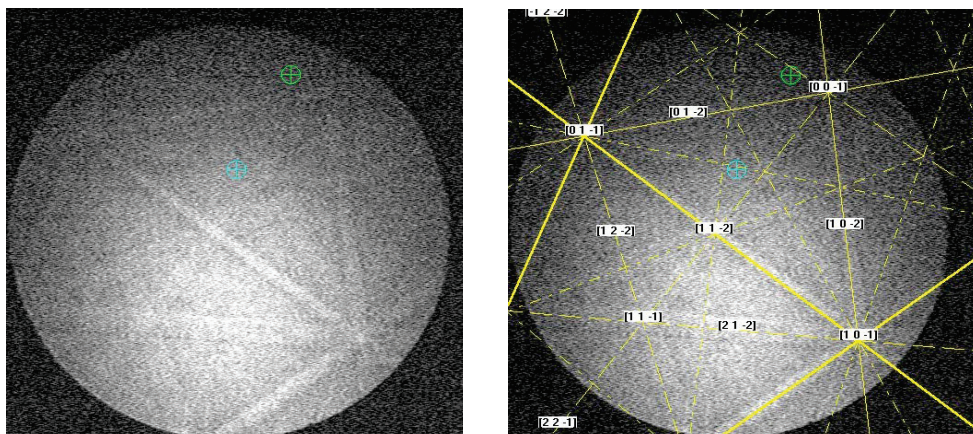


Fig. 2-2 Example of Kikuchi pattern matching (pure Al single crystal).

2.4 結晶方位解析と Schmid 因子

結晶方位を評価するには、試験片に対して相対的に試料法線方向（Normal Direction）、圧延方向（Rolling Direction）および圧延方向と直角方向（Transverse Direction）がどのようになるかを定義する必要がある。試験片形状については次章で示すが、本研究で用いた試験片における切欠きと座標系の関係は Fig. 2-3 に示す通りである。結晶方位解析結果得られる Euler 角より、方位マップ図ならびに逆極点図が得られる。これらの結果より、試験片に荷重が負荷された際のシュミット因子を各結晶粒ごとに導くことが可能となる。

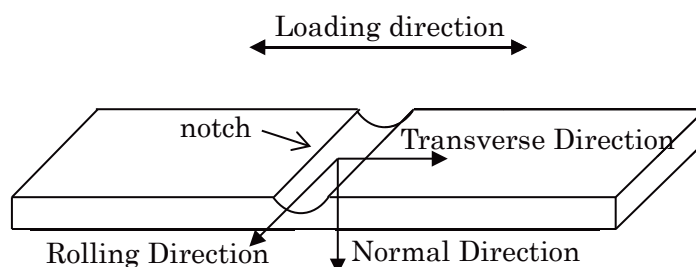


Fig. 2-3 Specimen and coordinate.

Fig. 2-4 に示すような単結晶からなる断面積 A の試料に、引張り力を加える場合を考える。応力軸がすべり面の法線となす角を θ 、すべり方向となす角を λ とおくと、Schmid 因子 S_F は式 (2-1) で与えられる。この Schmid 因子に応力 σ をかけた値 τ を分解せん断応力とよび、この λ が物質固有の値である CRSS に達したときすべりが生じる。この法則を Schmid の法則とよぶ。

$$S_F = \cos\lambda\cos\theta \quad (2-1)$$

$$\tau = \sigma S_F \quad (2-2)$$

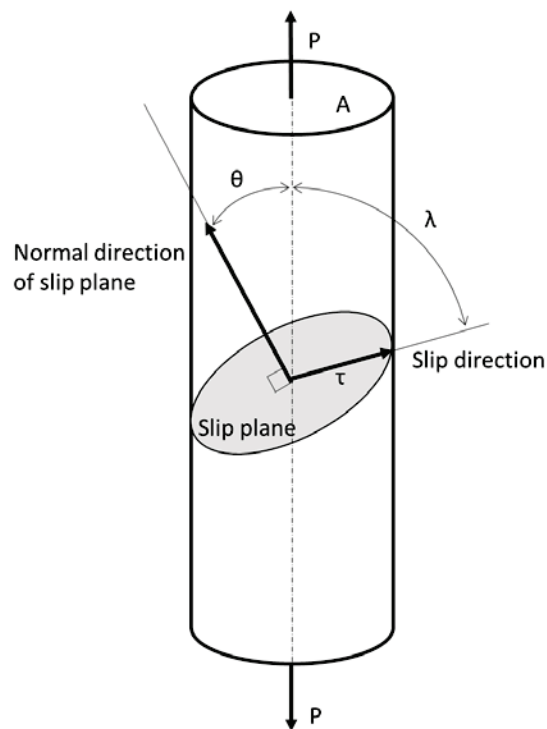


Fig. 2-4 Schematic of slip plane, load direction and relative angles.

2.5 EBSD による結晶方位解析とすべり系の同定手法

2.5.1 座標系の定義

結晶状態に依存しない、試験片を固定する場における座標系を試料座標系 (X, Y, Z) とする。試料座標系における試験片および引張方向との関係を Fig. 2-5(a) に示す。次に各結晶粒における結晶格子に一致した座標系を結晶座標系 ($X^{(c)}, Y^{(c)}, Z^{(c)}$) とする。これを Fig. 2-5(b) に示す。

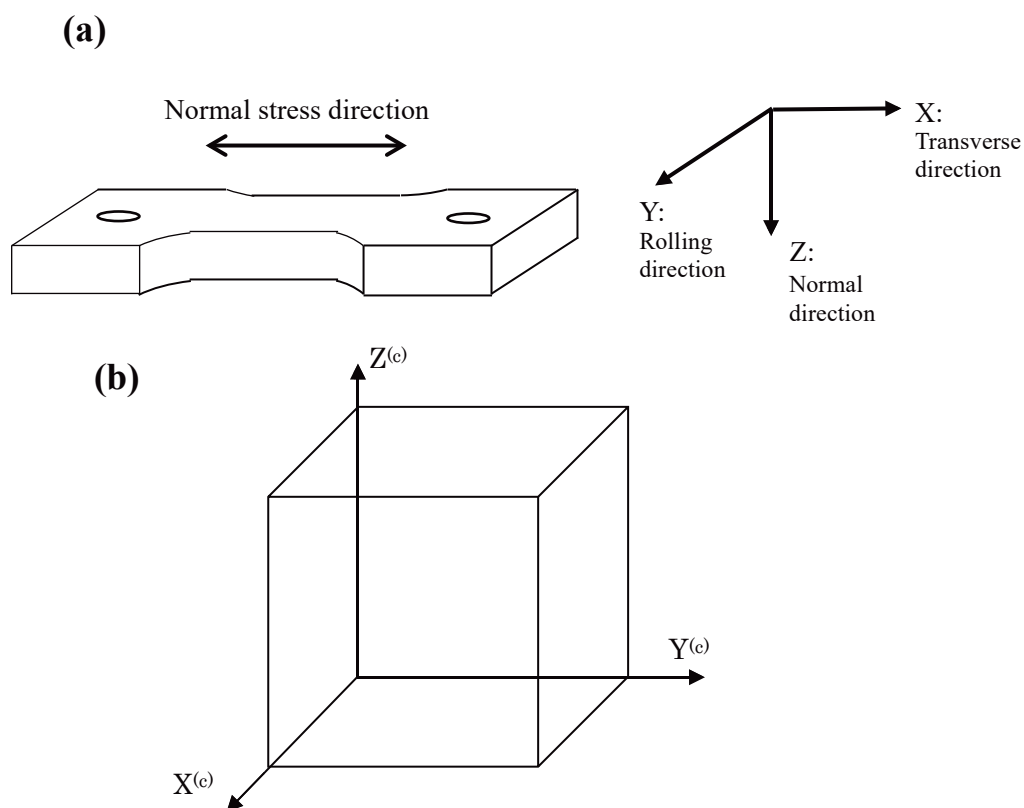


Fig. 2-5 Definition of coordinate : (a) Coordinate in terms of specimen, (b) Coordinate in terms of cubic crystal.

2.5.2 座標変換

試料座標系での座標軸を結晶座標系のそれに一致させるのに必要な回転角が Euler 角 ($\varphi_1, \theta, \varphi_2$) で EBSD 法により求まっている。両座標系間の変換は、試料座標系を Z 軸まわりに φ_1 回転し、その座標系 (X', Y', Z') を X' 軸まわりに θ 回転 (X'', Y'', Z'') させ、最後に Z'' 軸まわりに φ_2 回転することにより行われ、Euler 角は変換に必要な回転角を表す。Euler 角の概念を模式的に Fig. 2-6 に示している。

そこで、これより試料座標系における座標軸を、結晶座標系におけるそれと一致させる変換を行うことにより両座標系間での座標変換則を求めることを考える。

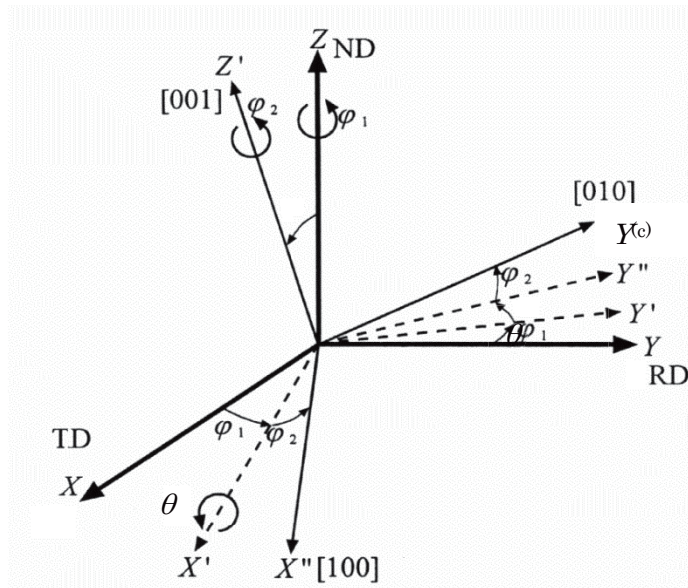


Fig. 2-6 Definition of Euler angle.

Fig. 2-7 に示すように、試料座標系(X, Y, Z)を Z 軸まわりに φ_1 回転させた、座標系(X', Y', Z')を考える. このときの試料座標系における任意のベクトル $\mathbf{a} = {}^t(x \ y \ z)$ は、座標系(X', Y', Z')では次のように表される.

$$\begin{cases} x' = x \cos \varphi_1 + y \sin \varphi_1 \\ y' = -x \sin \varphi_1 + y \cos \varphi_1 \\ z' = z \end{cases} \Leftrightarrow \begin{pmatrix} x' \\ y' \\ z' \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} \cos \varphi_1 & \sin \varphi_1 & 0 \\ -\sin \varphi_1 & \cos \varphi_1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \begin{pmatrix} x \\ y \\ z \end{pmatrix} \quad \text{---(2-3)}$$

続いて座標系(X', Y', Z')を X' 軸まわりに θ 回転させ座標系(X'', Y'', Z'')に一致させると以下のようなになる.

$$\begin{cases} x'' = x' \\ y'' = y' \cos \theta + z' \sin \theta \\ z'' = -y' \sin \theta + z' \cos \theta \end{cases} \Leftrightarrow \begin{pmatrix} x'' \\ y'' \\ z'' \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos \theta & \sin \theta \\ 0 & -\sin \theta & \cos \theta \end{bmatrix} \begin{pmatrix} x' \\ y' \\ z' \end{pmatrix} \quad \text{---(2-4)}$$

最後に Z'' 軸まわりに φ_2 回転することにより試料座標系 (X^(c), Y^(c), Z^(c)) を得る.

$$\begin{cases} x^{(c)} = x'' \cos \varphi_2 + y'' \sin \varphi_2 \\ y^{(c)} = -x'' \sin \varphi_2 + y'' \cos \varphi_2 \\ z^{(c)} = z'' \end{cases} \Leftrightarrow \begin{pmatrix} x^{(c)} \\ y^{(c)} \\ z^{(c)} \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} \cos \varphi_2 & \sin \varphi_2 & 0 \\ -\sin \varphi_2 & \cos \varphi_2 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \begin{pmatrix} x'' \\ y'' \\ z'' \end{pmatrix} \quad (2-5)$$

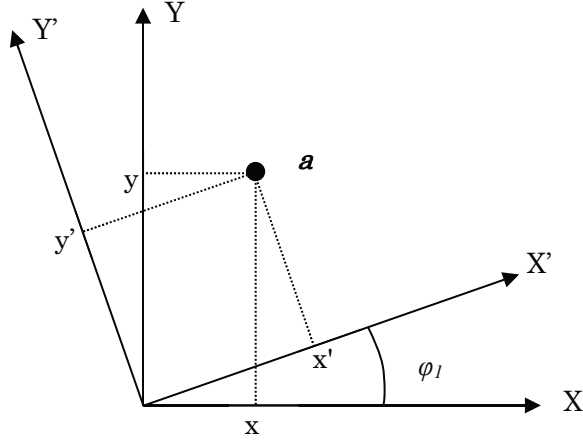


Fig. 2-7 Rotation of coordinate.

式(2-3)から(2-5)より試料座標系にある成分を結晶座標系に変換することができ、以下のようになる。

$$\begin{pmatrix} x^{(c)} \\ y^{(c)} \\ z^{(c)} \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} \cos \varphi_2 & \sin \varphi_2 & 0 \\ -\sin \varphi_2 & \cos \varphi_2 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos \phi & \sin \phi \\ 0 & -\sin \phi & \cos \phi \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \cos \varphi_1 & \sin \varphi_1 & 0 \\ -\sin \varphi_1 & \cos \varphi_1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \begin{pmatrix} x \\ y \\ z \end{pmatrix}$$

$$= \begin{bmatrix} \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 - \sin \varphi_1 \cos \theta \sin \varphi_2 & \sin \varphi_1 \cos \varphi_2 + \cos \varphi_1 \cos \theta \sin \varphi_2 & \sin \theta \sin \varphi_2 \\ -\cos \varphi_1 \sin \varphi_2 - \sin \varphi_1 \cos \theta \cos \varphi_2 & -\sin \varphi_1 \sin \varphi_2 + \cos \varphi_1 \cos \theta \cos \varphi_2 & \sin \theta \cos \varphi_2 \\ \sin \theta \sin \varphi_1 & -\cos \varphi_1 \sin \theta & \cos \theta \end{bmatrix} \begin{pmatrix} x \\ y \\ z \end{pmatrix}$$

よって試料座標系から結晶座標系への成分変換行列 \mathbf{M} は

$$\mathbf{M} = \begin{bmatrix} \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 - \sin \varphi_1 \cos \theta \sin \varphi_2 & \sin \varphi_1 \cos \varphi_2 + \cos \varphi_1 \cos \theta \sin \varphi_2 & \sin \theta \sin \varphi_2 \\ -\cos \varphi_1 \sin \varphi_2 - \sin \varphi_1 \cos \theta \cos \varphi_2 & -\sin \varphi_1 \sin \varphi_2 + \cos \varphi_1 \cos \theta \cos \varphi_2 & \sin \theta \cos \varphi_2 \\ \sin \theta \sin \varphi_1 & -\cos \varphi_1 \sin \theta & \cos \theta \end{bmatrix} \quad (2-6)$$

となる。

2.5.3 すべり系および双晶系の算出

本研究で用いた材料である AZ31 の結晶は稠密六方構造を持っており、前述した座標系の変換を行うためにはまず六方晶の座標系で表された (a_1, a_2, a_3, c) を直交座標系 (X, Y, Z) に変換しなければならない。そこで Fig. 2-8 に示すように a_1 軸と X 軸を一致させ、直交座標への変換を行う。その際、すべり面および双晶面の数値はミラー指数で表記されていることに留意せねばならない。

まず、すべり面および双晶面の変換を行う。すべり面を示す (a_1, a_2, a_3, c) の値を Fig. 2-9 の例に示すようにプロットし、それぞれの点の直交座標系における座標を読みとる。このとき a_1 の長さを単位量とするため z 座標には軸比 c/a を乗じなければならない。次に面が通りうる任意の 3 点の座標をとり、ベクトルの外積によって法線ベクトルを算出する。

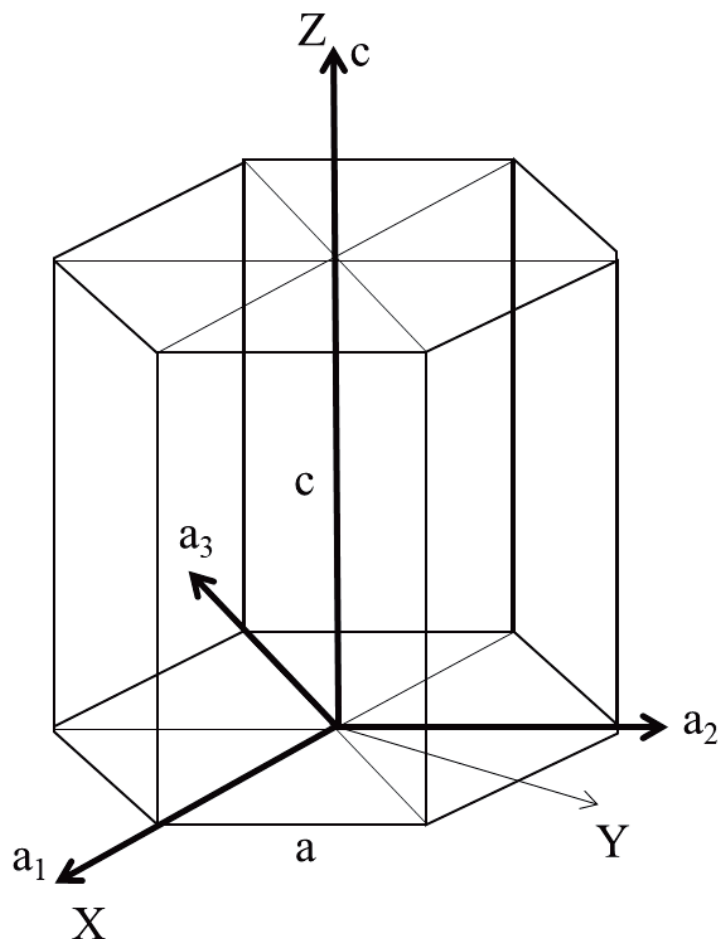


Fig. 2-8 hcp structure and orthogonal coordinate system.

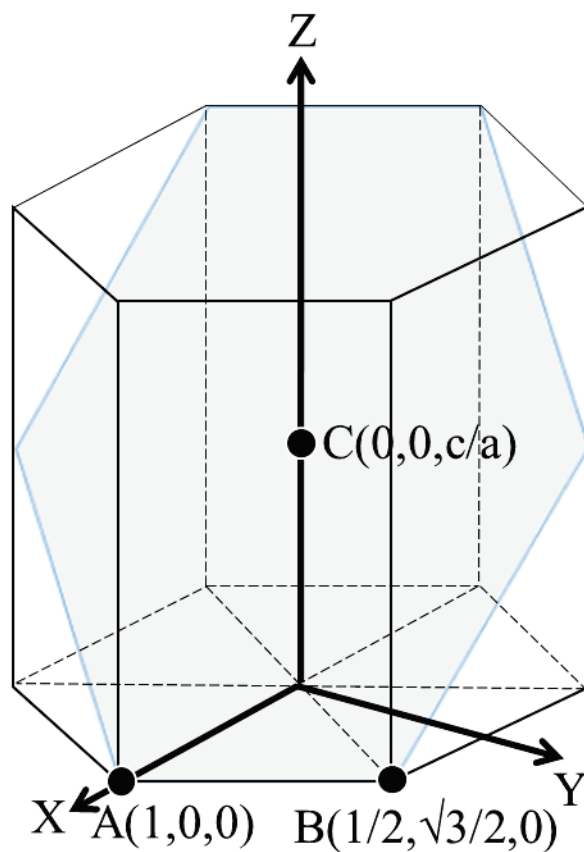


Fig. 2-9 Coordinate of twinning system.

すべり方向および双晶方向 $[a_1, a_2, a_3, c]$ は、式(2-7)を用いて算出を行う。
 式中の c/a はすべり面の計算同様、軸比である。

$$x = a_1 - a_2 \cos 60^\circ - a_3 \cos 60^\circ$$

$$y = a_2 \cos 30^\circ - a_3 \cos 30^\circ$$

$$z = c \times \frac{c}{a}$$

— (2-7)

2.5.4 Schmid 因子の算出

式 (2-5) にて定義したすべり系に対して Schmid 因子を算出するためには、すべり方向、すべり面法線、引張力方向のベクトル成分が必要である。そこで引張方向ベクトルを \mathbf{F} 、すべり方向ベクトルを \mathbf{d} 、すべり面法線ベクトルを \mathbf{n} とする。また結晶座標系で表示するときは $\mathbf{F}^{(c)}$ などと表示することとする。

試料座標系にある引張力方向ベクトル成分を結晶座標系に成分変換することにより、それぞれのすべり系に対する Schmid 因子を求める。そこで Fig. 2-5(a) 試料座標系では $\mathbf{F}=(0\ 1\ 0)^t$ であるので、座標変換行列を用いて結晶座標系での引張力方向ベクトル $\mathbf{F}^{(c)}$ は次のようになる。

$$\mathbf{F}^{(c)} = \mathbf{M}\mathbf{F} \quad \text{— (2-8)}$$

Schmid 因子は引張応力と、すべり方向への分解せん断応力との比であり式 (2-9) の関係があり、各記号は Fig. 2-10 に示すとおりである。

$$\tau^{(c)} = (F^{(c)} \cos \phi) / A_s = (F^{(c)} / A) \cos \lambda \cos \phi = \sigma^{(c)} \cos \lambda \cos \phi = \sigma^{(c)} S_F \quad \text{— (2-9)}$$

ここでなす角 $\cos \lambda \cos \phi$ はベクトルの内積より求めることができ、それぞれ以下に示すように求めた。

$$\mathbf{F}^{(c)} \cdot \mathbf{n}^{(c)} = |\mathbf{F}^{(c)}| |\mathbf{n}^{(c)}| \cos \lambda \Leftrightarrow \cos \lambda = \frac{\mathbf{F}^{(c)} \cdot \mathbf{n}^{(c)}}{|\mathbf{F}^{(c)}| |\mathbf{n}^{(c)}|} \quad \text{— (2-10a)}$$

$$\mathbf{F}^{(c)} \cdot \mathbf{d}^{(c)} = |\mathbf{F}^{(c)}| |\mathbf{d}^{(c)}| \cos \phi \Leftrightarrow \cos \phi = \frac{\mathbf{F}^{(c)} \cdot \mathbf{d}^{(c)}}{|\mathbf{F}^{(c)}| |\mathbf{d}^{(c)}|} \quad \text{— (2-10b)}$$

最後に式 (2-10) に求めるすべり系のすべり方向およびすべり面法線のベクトルを代入することにより Schmid 因子 S_F を求めることができる。

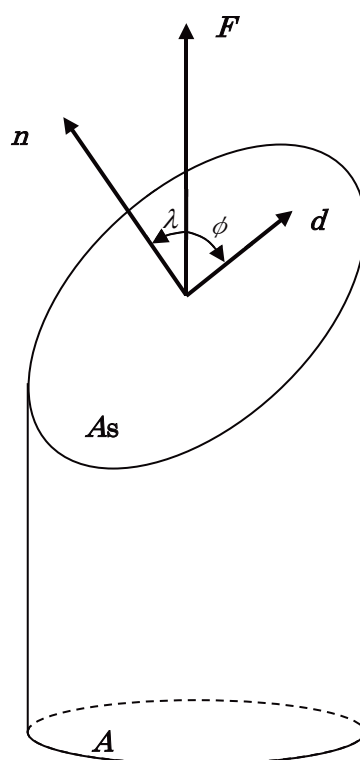


Fig. 2-10 Schematics of tensile load, F , and coordinate.

2.5.5 すべり線角度の定義とすべり面の特定手法

結晶座標系にて表示されているすべり系を試料座標系表示に変換し、試験片表面とすべり面との関係からすべり線の出現する角度を求める手順を以下に示す。

まず、結晶座標系で表示されているすべり面法線ベクトルを式 (2-6) の関係を用いて次のように変換する。

$$\mathbf{n} = M^{-1} \mathbf{n}^{(c)} \quad \text{---(2-11)}$$

ここで、すべり面法線ベクトルが $\mathbf{n} = (a \ b \ c)^t$ 、すなわちすべり面を示すミラー指数が $(\frac{1}{a} \ \frac{1}{b} \ \frac{1}{c})$ となる場合の平面を表す方程式は式 (2-12) で示される。

$$a \cdot X + b \cdot Y + c \cdot Z = 1 \quad \text{--- (2-12)}$$

次に試験片表面におけるすべり線は、すべり面と試験片表面との交線であり、

試験片表面を表す方程式は $Z=0$ であるから、すべり線は一般に式 (2-13) で示される。

$$a \cdot X + b \cdot Y = 1 \quad \text{— (2-13)}$$

すべり線の角度の基準は、Fig. 2-5(a)における X-Y 面上のすべり線と X 軸のなす角を α 、反時計回りの方向を正とする。すべり面が (a b c) であるとき、すべり面とその角度は Fig. 2-11 に示すような状態であり、(a b c) 面内でのすべり活動によるすべり線は X 切片が $1/a$ 、Y 切片が $1/b$ となる直線となって出現する。よってすべり線のなす角は式(2-14)によって表すことができる。

$$\alpha = \arctan\left(\frac{a}{b}\right) \quad \text{— (2-14)}$$

同様に、試験片内部方向におけるすべり線角度は Fig. 2-5(a)における X-Z 面上のすべり線と X 軸とのなす角を β 、Y-Z 面上のすべり線と Y 軸とのなす角を γ とするとき、式(2-15)および式(2-16)によって表すことができる。

$$\beta = \arctan\left(\frac{a}{c}\right) \quad \text{— (2-15)}$$

$$\gamma = \arctan\left(\frac{b}{c}\right) \quad \text{— (2-16)}$$

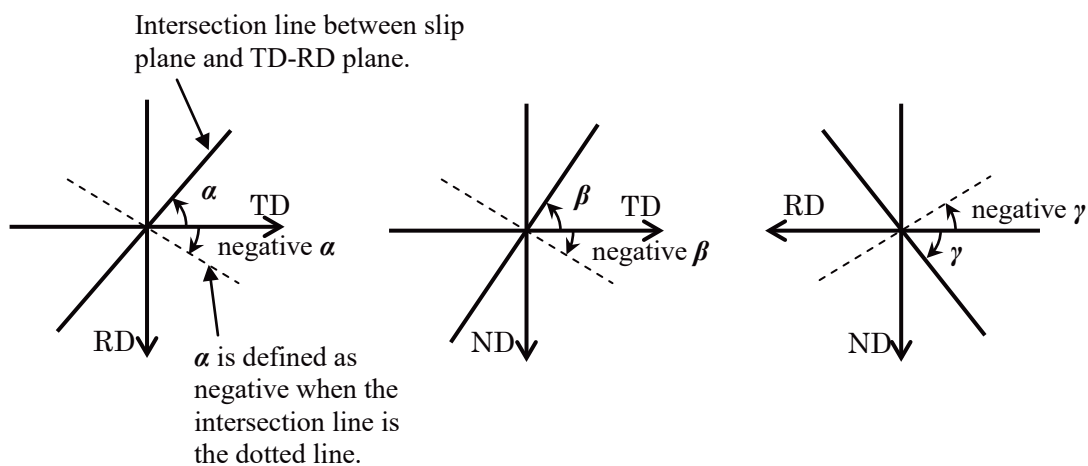
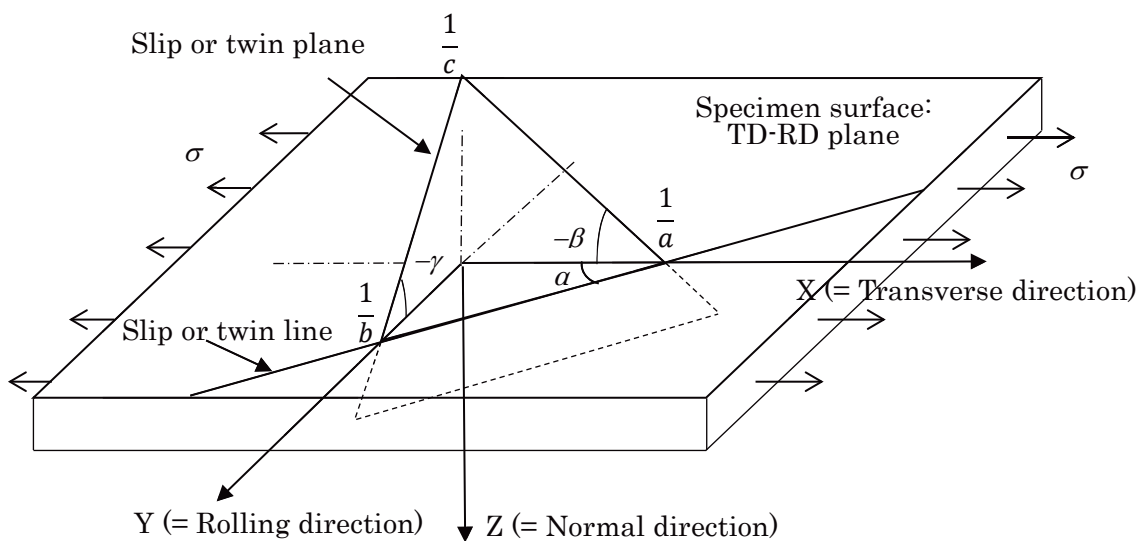


Fig. 2-11 Schematic illustration of coordinates: (a) Coordinates and specimen direction, (b) The definition of angles α , β , γ between slip plane and TD-RD, ND-TD, RD-ND planes.

第3章 完全両振り下における疲労き裂発生挙動

3.1 緒 言

第1章で述べたように、構造材料の疲労破壊機構を解明することは重要である。特に、疲労き裂発生機構を明らかにすることは、疲労限度設計の信頼性を向上することに寄与することができ、工学的な重要性が高い。したがって、マグネシウム (Mg) 合金の疲労試験については、データの蓄積も進んでいる。しかし、例えば Ogarrevic と Stephens は、1923～1990 年の間に出版された論文について、Mg 合金の疲労データに関する文献調査を行った。その結果、多数の疲労データが存在しているものの、その多くが旧ソビエト連邦時代に同国で取得されたものであり、冶金技術の進歩に伴う最新のデータの蓄積が重要であると結論付けた⁽¹⁾。一般的に Mg 合金は、鋳造 Mg 合金と展伸 Mg 合金に大別できるが、AZ91 などの高強度鋳造 Mg 合金の疲労挙動については、比較的多くの実験データが蓄積されてきた^{(2)~(4)}。しかし、展伸 Mg 合金の疲労挙動に関してはデータが少なかったことから、2000 年代以降に例えば戸梶らが、典型的な構造用展伸 Mg 合金である AZ31 や AZ61 を用いて引張り圧縮の軸荷重疲労試験を行い、疲労挙動に及ぼす押出加工条件の影響や微小き裂発生、疲労き裂進展などについて検討してきた^{(5)~(8)}。特に押出加工条件については、結晶粒径や集合組織など Mg 合金の微視組織に強い影響を及ぼすため、その疲労挙動に対しても影響因子となることを明らかにしている^{(7),(8)}。しかしそれらの研究では、結晶学的な解析がほとんど行われていない。第2章で述べたように、Mg 合金は hcp 構造を有しているため、従来の bcc, fcc 構造を有する鋼やアルミニウム合金とは疲労損傷の蓄積、それにとまなう疲労き裂の発生機構が異なる可能性がある。したがって、単に疲労設計の指針となる S-N 曲線を取得するのみではなく、Mg 合金の疲労き裂発生機構について結晶学的な検討を加えることが重要となる。

そこで本章では、展伸 Mg 合金 AZ31 を供試材とし、非破壊で微小領域の結晶方位を高精度に解析できる、電子線後方散乱回折 (Electron Backscatter Diffraction : EBSD) 法により結晶方位を測定した試験片を用いて平面曲げ疲労

試験を行った。応力比 $R=-1$ の完全両振り条件とし、微小き裂発生挙動におよぼす結晶方位の影響について検討した。また、結晶粒を粗大化した試料を用いることで、結晶方位の影響を抽出しやすくする工夫をしている。

3.2 実験方法

3.2.1 供試材

供試材料は市販のMg合金AZ31圧延材であり、板厚4mmである。その化学成分と機械的性質をそれぞれTable 3-1とTable 3-2に示す。また、Fig.3-1にAZ31基材の組織写真を示す。組織観察はエメリー紙で1000番から2000番まで順次研磨し、バフ研磨まで施した試料を、硝酸2%、蒸留水98%の溶液を用いて50秒間腐食させた後、光学顕微鏡を用いて行った。基材の平均結晶粒径は15 μm 、最大結晶粒径は48 μm であった。

Table 3-1 Chemical composition of material (mass%).

Material	Al	Zn	Mn	Si	Fe	Cu	Ni	Mg
AZ31	2.9	0.73	0.27	0.004	0.002	<0.002	<0.002	Bal.

Table 3-2 Mechanical properties of as-received material.

Material	0.2% proof stress $\sigma_{0.2}$ (MPa)	Tensile strength σ_B (MPa)
AZ31	116	295

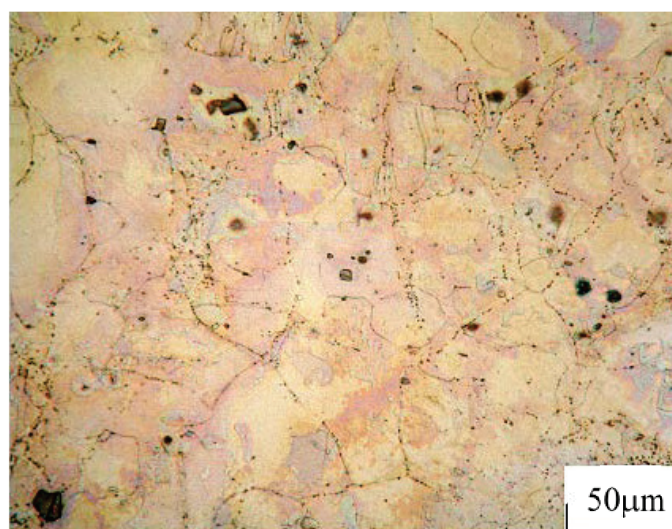


Fig. 3.1 Microstructure of as-received material.

3.2.2 結晶粒粗大化処理

本研究では、結晶粒内から発生した疲労き裂を結晶学的に検討する。その際、前述のように納入材の平均結晶粒径は $15\mu\text{m}$ であり、微細な粒の内部もしくは粒界に発生する疲労き裂と結晶方位を相関させるのが難しい。そこで、粒内で発生した直後の微小な疲労き裂観察を容易にするため、納入材の結晶粒を粗大化することを試みた。一般に強塑性変形を受けたのちに再結晶温度以上に加熱すると、結晶粒が粗大化する（ひずみ焼きなまし）ことが知られている。例えば、摩擦攪拌接合のように強塑性変形で材料を接合したのち、再結晶温度以上に加熱すると、高いひずみエネルギーが蓄積した接合部で結晶粒が 1mm 程度まで粗大化する異常粒成長が知られている^{(9),(10)}。そこで本研究では、摩擦攪拌後の再結晶で発生する異常粒成長に注目した。具体的には、納入されたAZ31合金板に摩擦攪拌ツールを挿入して攪拌することで強塑性変形を与え、その後再結晶温度以上に加熱することで結晶粒の粗大化を試みた。

Mg合金の摩擦攪拌接合や摩擦攪拌改質に関する文献⁽¹¹⁾⁻⁽¹⁴⁾を参考とし、プローブ直径 6mm 、プローブ長さ 3.7mm 、ショルダー直径 14mm の摩擦攪拌接合用ツールを用い、納入材に強塑性変形を与えた。前述の参考文献をもとに、ツール回転速度 1000rpm 、送り速度 $100\text{mm}/\text{min}$ 、傾き角 3° を摩擦攪拌条件とした。摩擦攪拌後、 500°C で24時間保持し、その後炉冷する再結晶を伴う焼鈍処理を施し、結晶粒を粗大化させた。Table 3-3に結晶粒粗大化材の機械的性質を示す。結晶粒粗大化処理により、Table 3-2に示した納入材と比較し、著しく降伏応力が低下していることがわかる。また、Fig. 3-2に結晶粒粗大化材の組織写真を示す。Fig. 3-1と撮影スケールが異なるほど明らかに結晶粒が粗大化しており、結晶粒粗大化材の平均結晶粒径は $510\mu\text{m}$ 、最大結晶粒径は $1050\mu\text{m}$ となった。

Table 3-3 Mechanical properties of grain-coarsened material.

Material	0.2% proof stress $\sigma_{0.2}$ (MPa)	Tensile strength σ_B (MPa)
AZ31	46	157

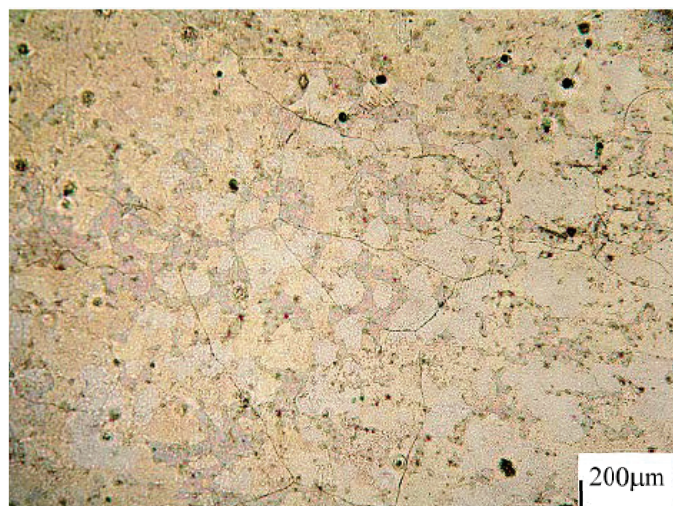


Fig. 3.2 Microstructure of grain-coarsened material.

3.2.3 試験片形状

平面曲げ疲労試験片の形状は2種類あり、Fig. 3-3 (板厚 4mm) は材料の基礎的な $S-N$ 曲線を取得するために用いたものである。一方、疲労試験を中断し、中断ごとに EBSD 観察を行うためには、EBSD の観察ステージに試験片が収まらなければいけない。そこで中断試験には、Fig. 3-4 に示す若干小型の試験片を用いた。同試験片に対しては、疲労き裂発生個所を特定するため、試験片中央部に応力集中係数 1.02 の切欠きを与えた。応力集中の程度は微細であり、ほぼ平滑な状態で発生するき裂とみなすことができる。

Fig. 3-3 の試験片については、エメリー紙で 800 番から 2000 番まで順次研磨後、アルミナ砥粒径 $1.5\mu\text{m}$ でバフ研磨を行って疲労試験を行った。中断試験片については、適宜 EBSD による結晶方位解析を行う。そこでエメリー紙で 1500 番から 4000 番まで順次研磨し、アルミナ砥粒径 $1.5\mu\text{m}$ および $0.05\mu\text{m}$ でバフ研磨を行った。その後、KIKUSUI PMC35-3 を電源装置とし、脱水エタノールと硝酸を 4:1 で混合したものを研磨液として用いて、3A, 12.8V で 3 秒間電解研磨を行った。電解研磨後、HITACHI 製 IM-3000 FLAT MILLING SYSTEM をイオンミリング装置として用いて、ビーム照射角度 60° 、偏心 2mm、ディスチャージカレント $400\mu\text{A}$ 、イオンビームカレント $120\mu\text{A}$ で 3 分間仕上げ加工を行った。

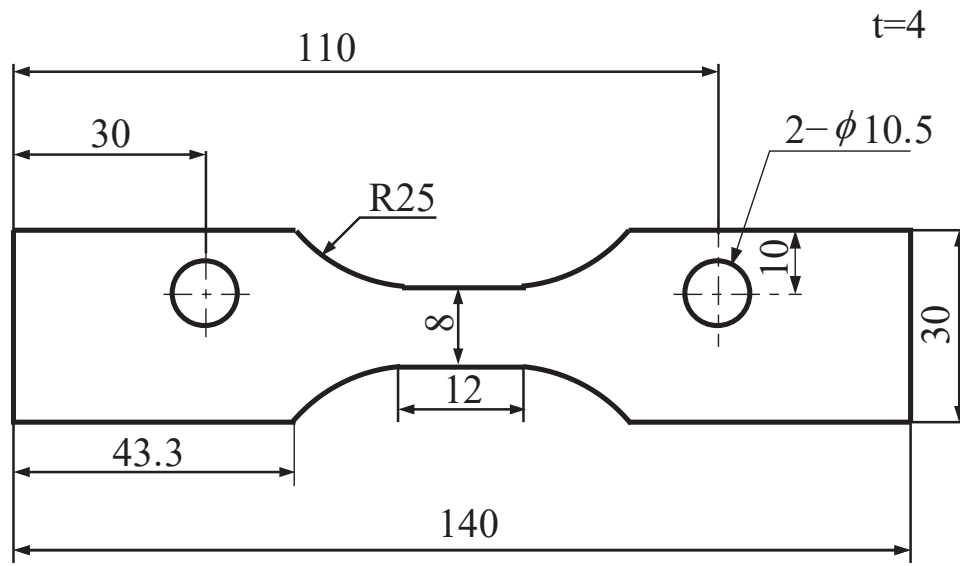


Fig. 3-3 Specimen configuration for fatigue test to obtain $S-N$ diagram.

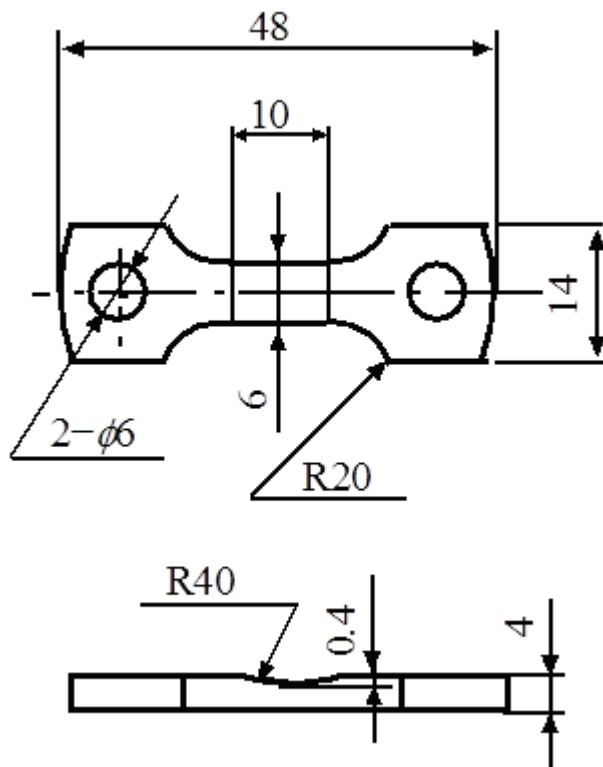


Fig. 3-4 Specimen configurations for interrupted fatigue test.

3.2.4 疲労試験方法

疲労試験は、島津製作所製曲げねじり疲れ試験機 TB-10 形を用いて、室温大気中、繰返し速度 $f=33.3\text{Hz}$ で行った。応力比は $R=-1$ の完全両振り条件である。中断試験には結晶粒粗大化材を用いて、応力振幅 130MPa で行った。Fig. 3-3 の形状の疲労試験片で得られた $S-N$ 曲線のデータをもとに破断繰返し数 N_f を推定し、 $N/N_f=0\%$, 5% , 8% , 10% において適宜試験を中断し、EBSD 解析を行った。EBSD 解析を行うにあたり、 $N/N_f=0\%$ では 3.2.3 項で述べた条件により、電解研磨およびイオンミリング処理を行った。 $N/N_f=5\%$ および 8% では電解研磨、イオンミリング処理は行わず、そのままの状態を観察を行った。 $N/N_f=10\%$ では、電解研磨は行わず、イオンミリング処理のみ、 $N/N_f=0\%$ と同条件で行った。EBSD 解析には、TSL 製 OIM Data Collection を用いて測定を行い、同社製 OIM-Analysys6 を用いて解析を行った。

3.3 実験結果

3.3.1 基礎的な疲労強度

Fig. 3-5 に納入材と結晶粒粗大化材の $S-N$ 曲線を示す。結晶粒粗大化材の 10^7 回の繰返しに対する疲労限度は 75MPa となった。一方、基材の $S-N$ 曲線では 10^8 回の超長寿命域まで疲労試験を継続しているが、 10^7 回を基準とする疲労限度は $100\sim 110\text{MPa}$ と推定される。すなわち、結晶粒粗大化材の 10^7 回の繰返しに対する疲労限度は基材と比較して約 35MPa 低下した。Fig. 3-6 は、応力振幅 σ_a を引張強さ σ_B で正規化した $S-N$ 曲線である。結晶粒粗大化材および基材の 10^7 回の繰返しに対する疲労比はそれぞれ 0.475 , 0.373 であり、鋼材の値 (約 0.5) と比較して低い。これは、非鉄金属に一般的な傾向である。Mg 合金の疲労限度における疲労比は約 $0.35\sim 0.45$ となることが知られており⁽¹⁵⁾、結晶粒粗大化材、基材ともに一般的な疲労比を示していた。なお、応力振幅 σ_a を引張強さ σ_B で正規化した $S-N$ 曲線では結晶粒粗大化材の方が高強度側にあり、結晶粒粗大化による引張り強さの低下と比較し、疲労強度の低下の度合いが小さいことを示している。

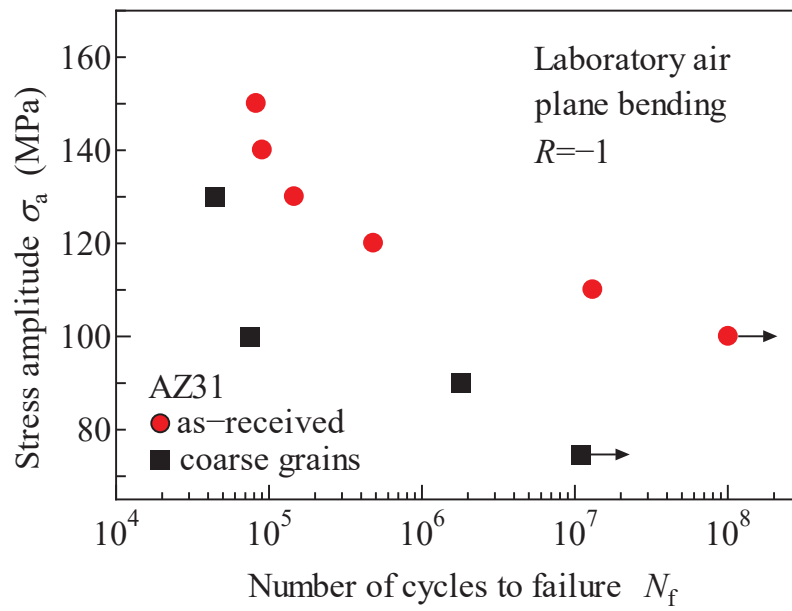


Fig. 3-5 $S-N$ diagram.

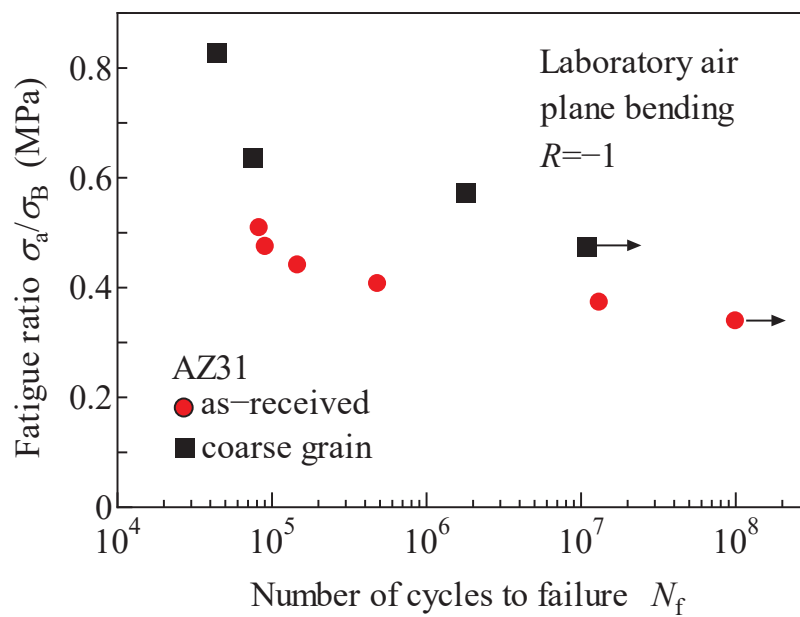


Fig. 3-6 $S-N$ diagram in terms of fatigue ratio, σ_a/σ_B .

3.3.2 結晶方位解析（巨視的様相）

疲労試験開始前 ($N/N_f=0\%$) の初期状態において、試験片最小断面部の結晶方位をEBSDを用いて解析した結果をIPF (Invers Pole Figure) としてFig. 3-7に示す。観察した最小断面部では、最大結晶粒径は $680\mu\text{m}$ であり、結晶粒径にはばらつきが見られる。また、結晶方位もばらついており、顕著な集合組織は認められなかった。Mg合金の圧延材では、一般的に底面が圧延面に対して平行となる強い集合組織が形成されることが知られている⁽¹⁶⁾。しかし本材では、強塑性変形後に再結晶させているため、ほぼランダムな結晶方位となっていることがわかる。

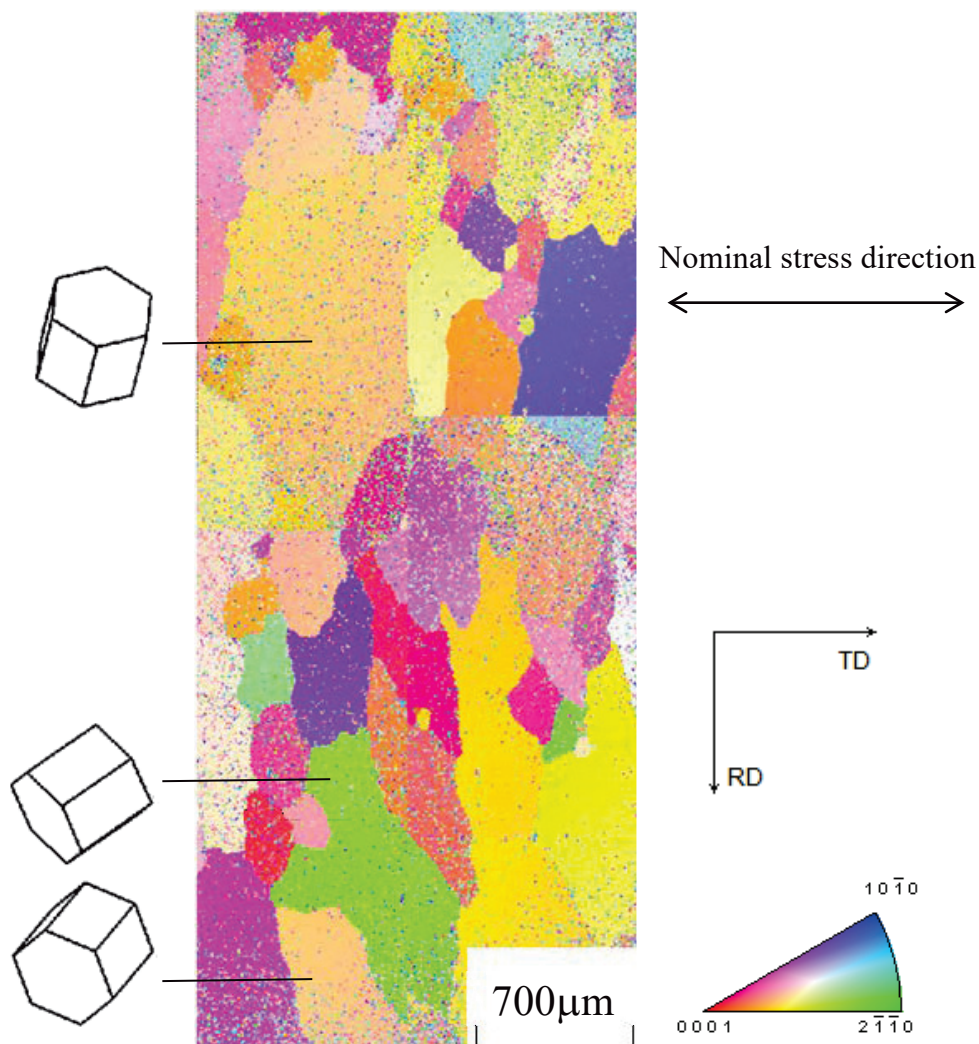


Fig. 3-7 IPF map at the initial stage, $N/N_f = 0\%$.

Fig. 3-7 で示した初期状態の試験片を用いて、応力振幅 130MPa で疲労試験を実施した。同応力振幅における破断繰返し数は、Fig. 3-5 に示した $S-N$ 曲線によれば $N_f = 4.5 \times 10^4$ となる。そこで、 $N/N_f = 5\%$ および $N/N_f = 8\%$ となる繰返し数で疲労試験を中断し、切欠き底の結晶方位を巨視的に観察した。得られた IPF 図を Fig. 3-8(a), (b) にそれぞれ示す。なお、EBSD 解析位置は荷重負荷前 ($N/N_f = 0\%$) とほぼ同位置である。 $N/N_f = 5\%$ では荷重負荷前と比較して、結晶粒内に多数の筋が確認できる。これらの筋は底面すべりか双晶によるものと思われるが、作動するすべり系の同定については後述する。 $N/N_f = 8\%$ では、 $N/N_f = 5\%$ と比較してさらに多数の筋が確認でき、応力繰返し数の増加とともにすべり、もしくは双晶の作動も増大していると言える。

さらに高倍率の観察によって、 $N/N_f = 8\%$ において 2 本の疲労き裂が発生しているのが確認された。疲労き裂の位置は、Fig. 3-8(b) 中に "Fatigue crack I", "Fatigue crack II" として記載してある。 $N/N_f = 5\%$ では高倍率観察でも疲労き裂が認められなかったことから、 $N/N_f = 5\% \sim 8\%$ の間に発生したき裂と考えることができる。以下の項では、高倍率観察に基づき、これら発生直後の疲労き裂について結晶方位解析を行う。

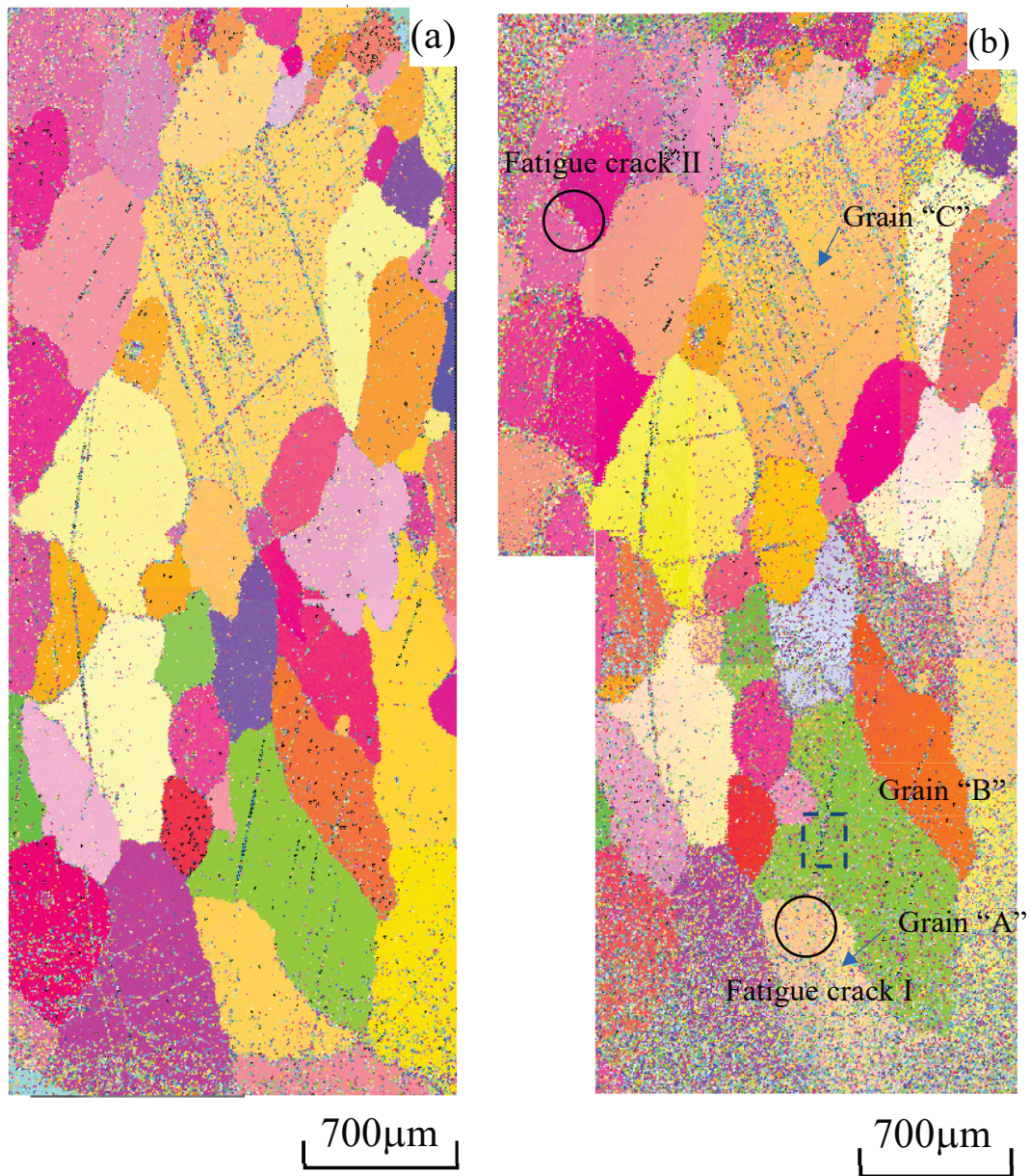


Fig. 3-8 IPF maps: (a) $N/N_f = 5\%$, (b) $N/N_f = 8\%$.

3.3.3 双晶帯内部で発生した疲労き裂様相 (Fatigue crack I)

前述のように、 $N/N_f = 8\%$ で中断した試験片表面を高倍率で詳細に観察したところ、Fig. 3-8(b)の円で囲まれた箇所にて、2つの疲労き裂が確認された。Fig. 3-8(b)中の Fatigue crack I の SEM 像を Fig. 3-9 に、同領域の IPF 図を Fig. 3-10 に示す。Fig. 3-9 は(a)が $N/N_f = 8\%$ 、(b)がさらに繰返し数の進んだ $N/N_f = 10\%$ における様相である。(a)の $N/N_f = 8\%$ では長さ約 $18\mu\text{m}$ の疲労き裂が確認できる。また、(b)の $N/N_f = 10\%$ においてき裂は約 $20\mu\text{m}$ となっており、 $2\mu\text{m}$ 程度のき裂長さの変化が見られた。このように、応力の繰返しによる長さの変化がみられることから、Fig. 3-9 の筋は疲労き裂と考えることができる。

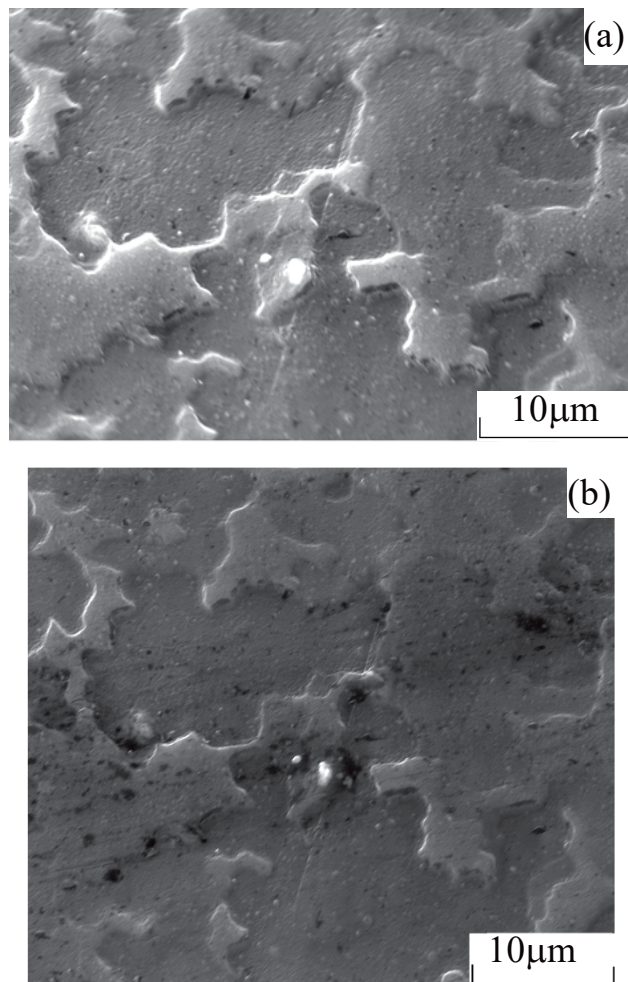


Fig. 3-9 SEM micrographs showing “Fatigue crack I” in Fig. 3-8(b):
(a) $N/N_f = 8\%$, (b) $N/N_f = 10\%$.

一方 Fig. 3-10 は $N/N_f = 8\%$ における様相であり, (a)が SEM 画像, (b)が IPF 図である. まず IPF 図では, 明瞭な幅 $5\mu\text{m}$ 程度の双晶帯が確認できる. どの双晶帯が作動したかについては, 次章の考察で述べる. 詳細に見れば, き裂の上端は双晶境界に接しているものの, 下端は双晶帯内に存在している. すなわちこの疲労き裂は, 双晶境界ではなく, 双晶内部で発生していると考えられることができる.

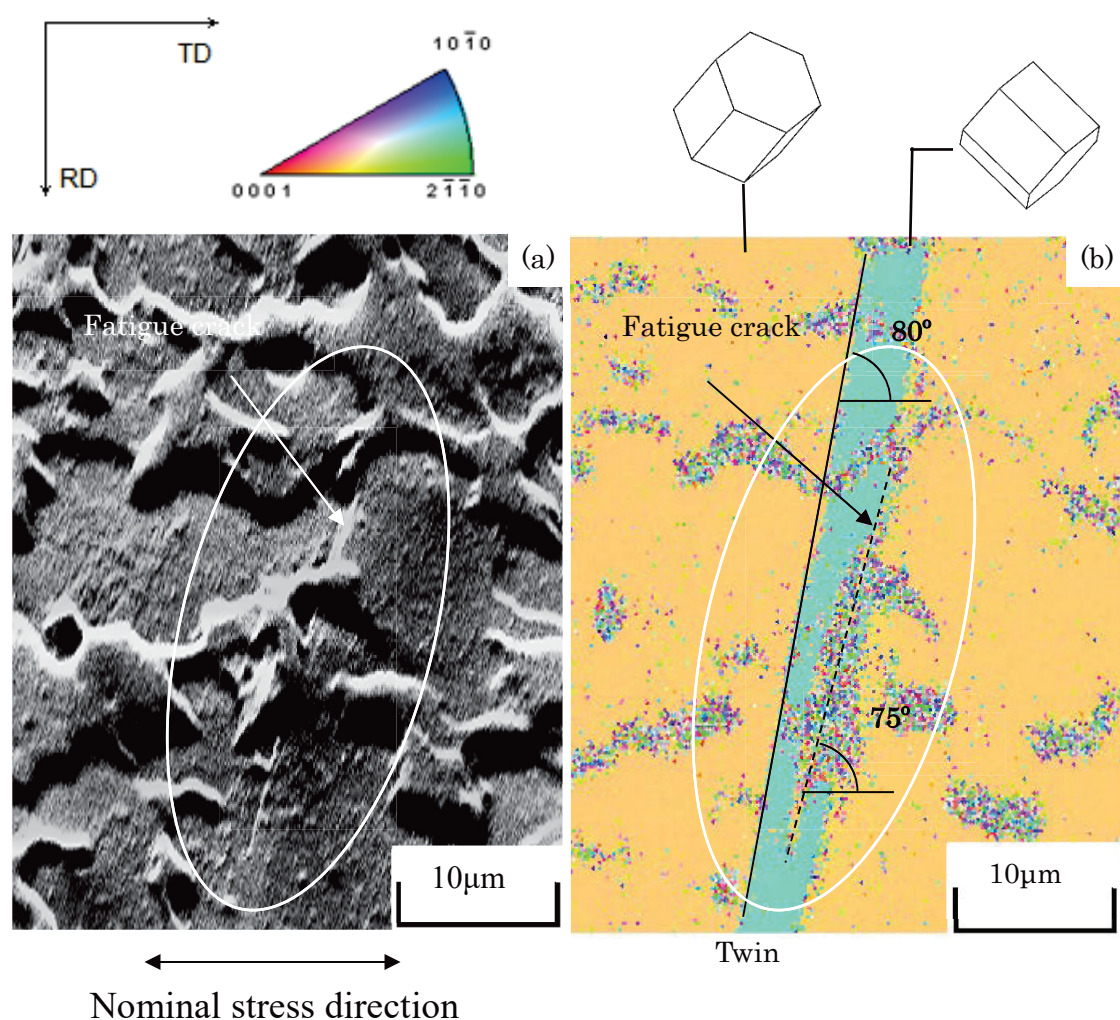


Fig. 3-10 EBSD analytical result of “Fatigue crack I” at $N/N_f = 8\%$:

(a) SEM image, (b) IPF map.

3.3.4 結晶粒界で発生した疲労き裂様相 (Fatigue crack II)

Fig. 3-8(b)中のFatigue crack IIのSEM像をFig. 3-11に、同領域のIPF図をFig. 3-12に示す。Fig. 3-11は(a)が $N/N_f = 8\%$ 、(b)が $N/N_f = 10\%$ の状態である。(a)の $N/N_f = 8\%$ では長さ約 $60\mu\text{m}$ の疲労き裂が確認でき、(b)の $N/N_f = 10\%$ では約 $90\mu\text{m}$ となっており、 $30\mu\text{m}$ 程度のき裂長さの変化が見られた。またFig. 3-12のIPF図より、この疲労き裂は結晶粒界で発生し、粒界に沿って進展する粒界き裂であることがわかる。

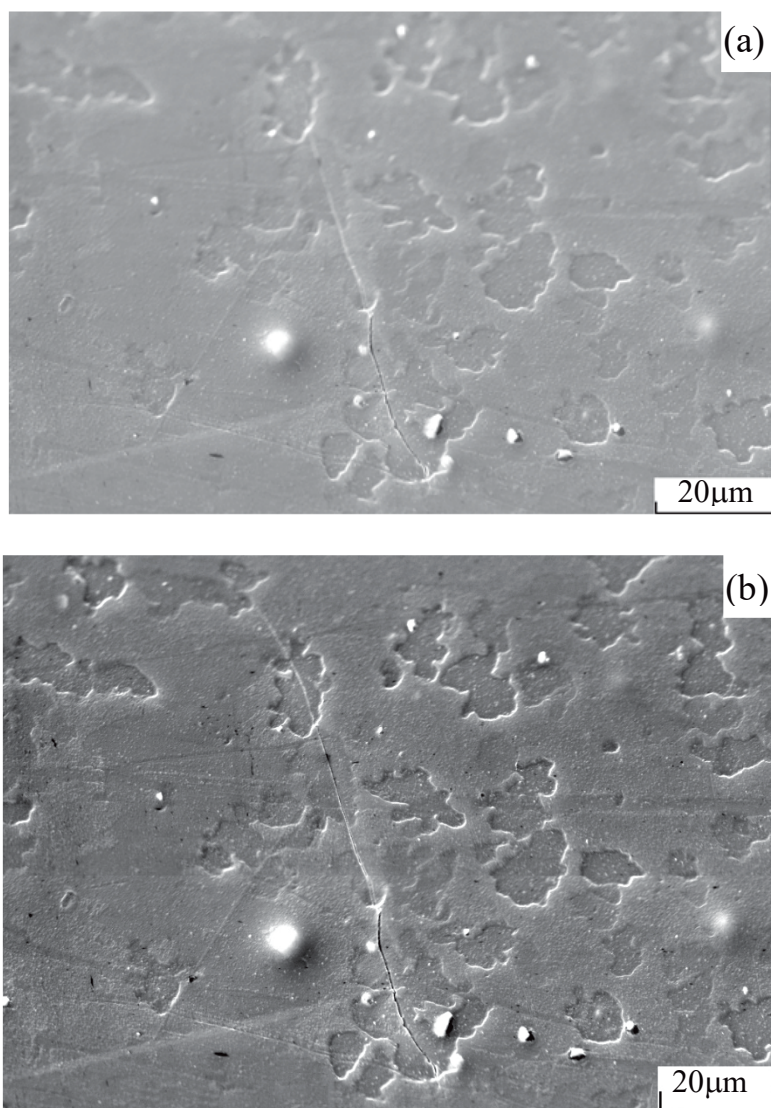


Fig. 3-11 SEM micrographs showing “Fatigue crack II” in Fig. 3-8(b):
(a) $N/N_f = 8\%$, (b) $N/N_f = 10\%$.

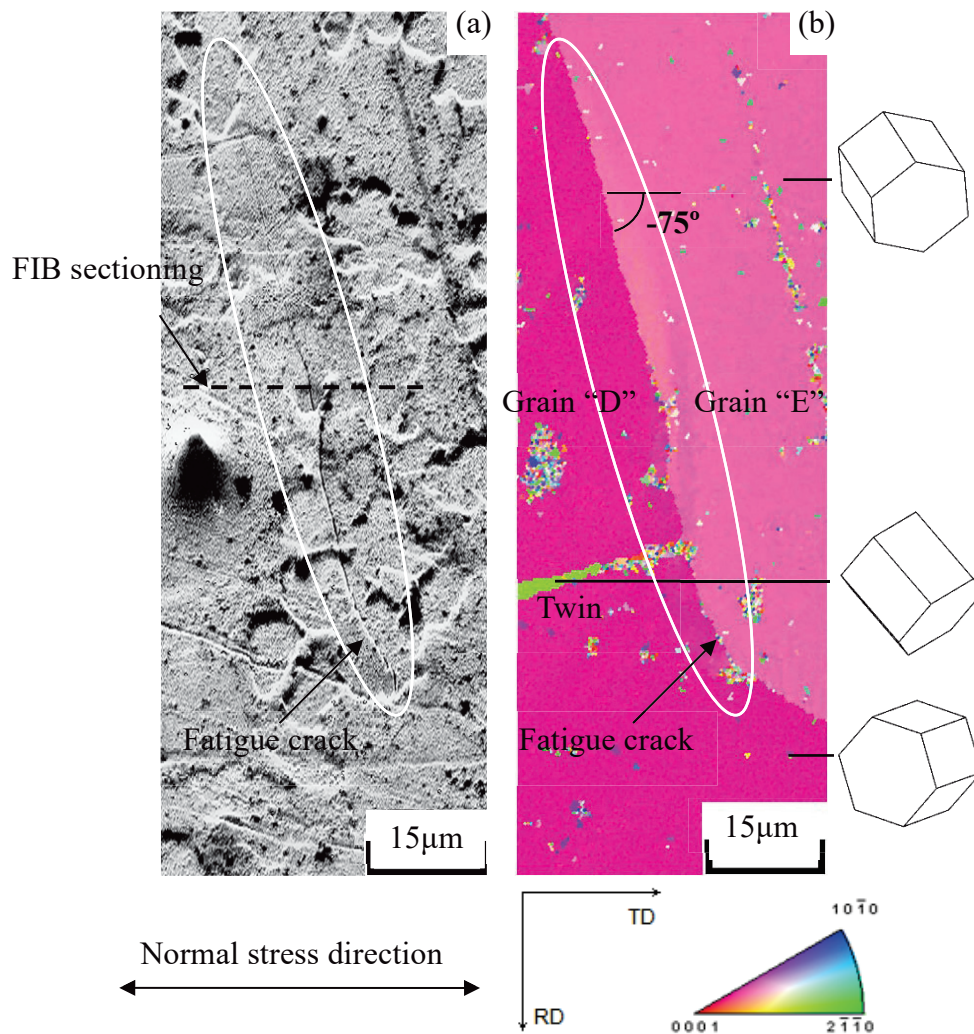


Fig. 3-12 EBSD analytical result of "Fatigue crack II" at $N/N_f = 8\%$:

(a) SEM image, (b) IPF map.

3.4 考察

3.4.1 粒内疲労き裂 (Fatigue crack I) の解析

Fig. 3-8(b)に示したように”Fatigue crack I”が発生した結晶粒を”Grain A”と定義し、第2章で述べたような線解析を行った。Table 3-4に主たるすべり系、双晶系のシュミット因子SFと、それぞれのすべり系が作動した場合の角度 α , β , γ を示す。Fig. 3-10(b)では、角度 α に相当する双晶帯の角度は、応力方向に対して 80° であることがわかる。Table 3-4には引張双晶 (Primary twin) と圧縮双晶 (Secondary twin) の角度も示してあるが、(10-12)引張双晶が作動した場合、双晶面と試験片表面の交線角度 α は理論上 84° となる。実際には、Fig. 3-10(b)の水平方向が完全に応力方向と一致しているわけではなく、試験片をチャンバー内に設置した際などにわずかな角度誤差が生じる。それを考慮に入れば、Fig. 3-10(b)で認められる幅 $5\mu\text{m}$ 程度の双晶帯は、(10-12)引張双晶であると特定することができる。前述のように、同図中の微小き裂下端は双晶帯内にあり、かつ角度が 75° と双晶帯角度と異なることから、疲労き裂は双晶境界ではなく、双晶帯の内部に発生していると考えられる。

Table 3-4 SFs and angles of grain “A”.

	slip plane	slip direction	SF	α	β	γ
Basal Slip		[11-20]	0.4			
	(0001)	[2-1-10]	0.14	-39	33.1	-38.8
		[1-210]	0.26			
Primary twin	(01-12)	[01-1-1]	0.27	-65.3	81.8	-72.6
	(10-12)	[10-1-1]	0.16	84.3	53.6	7.7
	(1-102)	[1-10-1]	0.1	69.6	13.4	5.1
	(0-112)	[0-11-1]	0.22	30.9	-15.2	-24.5
	(-1012)	[-101-1]	0.11	9.00	-18.5	-64.8
	(-1102)	[-110-1]	0.09	-25.5	84.1	-87.2
	(-1101)	[-110-2]	0.11	-20.7	-51.7	73.4
Secondary twin	(10-11)	[10-1-2]	0.06	66.00	62.00	40.00
	(0-111)	[0-11-2]	0.41	64.00	-32.8	-17.4
	(1-101)	[1-10-2]	0.04	12.8	5.3	22.1
	(-1011)	[-101-2]	0.29	23.9	-61.3	-76.4
	(01-11)	[01-1-2]	0.01	-74.1	-80.5	59.6

Fig. 3-10(b)の双晶帯は幅が $5\mu\text{m}$ 程度あるため、双晶帯そのものの結晶方位解析が可能である。そこで、双晶帯における結晶方位解析結果を Table 3-5 に示す。まず底面すべりの角度 α は 46° であり、実際のき裂角度 75° と全く異なることから、双晶帯内に確認されたき裂は底面すべりに沿うものではないことがわかる。一方、双晶帯内で(01-12)双晶が作動した場合の角度 α は 83.7° であるが、これは Table 3-5 の(10-12)双晶に対する detwinning となっている。Table 3-5 中に示した角度 α が 75° 以下で実際のき裂と近いものをマッチングすると、(-1011)圧縮双晶の角度 α が 65.2° となり最も近い。また SF も 0.29 と比較的高いことがわかる。Mg 合金では、引張双晶と圧縮双晶が作動する二重双晶はしばしば報告されており⁽¹⁷⁾、簡便な角度解析ではあるが、応力の繰返しとともに引張双晶が作動し、その内部に圧縮双晶が作動する。その双晶界面に底面すべりが堆積して疲労き裂が発生したと考えられる。

Table 3-5 SFs and angles of twin band in grain “A”.

	slip plane	slip direction	SF	α	β	γ
Basal Slip	(0001)	[11-20]	0.05			
		[2-1-10]	0.41	46	76.2	75.8
		[1-210]	0.46			
Primary twin	(01-12)	[01-1-1]	0.15	83.7	53.4	8.4
	(10-12)	[10-1-1]	0.22	30.7	22.3	34.6
	(1-102)	[1-10-1]	0.04	2.2	6.7	71.8
	(0-112)	[0-11-1]	0.18	14.5	-34.5	-69.5
	(-1012)	[-101-1]	0.2	57.2	-53.6	-41.1
	(-1102)	[-110-1]	0.03	87.2	-86.6	-39.8
Secondary twin	(-1101)	[-110-2]	0.28	-74.8	-80.6	58.6
	(10-11)	[10-1-2]	0.06	11.9	4.8	21.9
	(0-111)	[0-11-2]	0.03	-2.1	3.4	-58.5
	(1-101)	[1-10-2]	0.27	-17.6	-41.7	70.4
	(-1011)	[-101-2]	0.29	65.2	-37.7	-19.6
	(01-11)	[01-1-2]	0.3	-73.4	45.5	-16.9

3.4.2 粒内疲労き裂発生条件

Fig. 3-8 に示したように $N/N_f = 8\%$ では, "Grain A" で疲労き裂が発生したが, それ以外の結晶粒においても多数の双晶帯が認められる. 前述のように, 引張双晶帯の内部で圧縮双晶が作動し, 疲労き裂が発生したのであれば, なぜ"Grain A" で疲労き裂が発生し, 他の結晶粒では発生しなかったのかを考える必要がある. Fig. 3-8(b) 中に示す"Grain B" と "Grain C" では, 粒内に多数の双晶帯が発生しているが, 疲労き裂は認められなかった. そこで, 疲労き裂が発生した"Grain A" と発生しなかった"Grain B", "Grain C" では結晶条件がどのように異なるかについて検討した. Fig. 3-13 は(a)が"Grain B", (b)が"Grain C"の結晶方位を双晶帯を含んで解析したものである. それぞれの観察領域は, Fig. 3-8(b)の"Grain B"および"Grain C"内に破線の矩形領域として示している. また, "Grain C"には2つの双晶が作動していたため, それぞれを双晶1, 双晶2として区別した. "Grain B"の母地と双晶帯の結晶方位解析結果をそれぞれ Table 3-6, 3-7 に示す. また, "Grain C"の母地と双晶帯1, 双晶帯2の解析結果をそれぞれ Table 3-8, 3-9, 3-10 に示す.

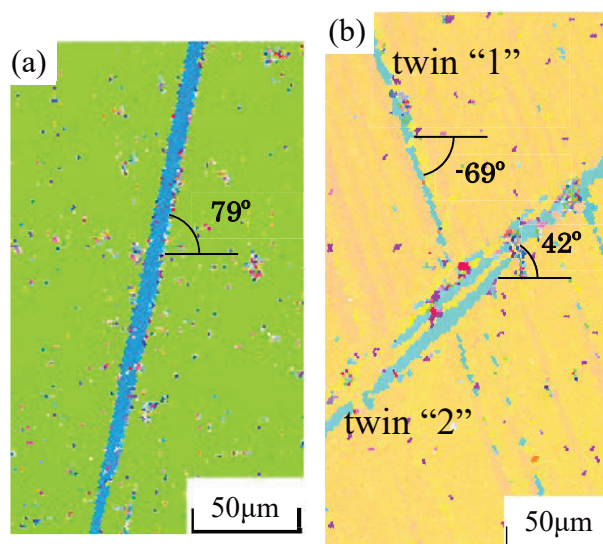


Fig. 3-13 Magnified views of rectangle areas in Fig. 3-8(b):
(a) Grain "B", (b) Grain "C".

Table 3-6 SFs and angles of grain “B”.

	slip plane	slip direction	SF	α	β	γ
Basal Slip		[11-20]	0.29			
	(0001)	[2-1-10]	0.2	-55	-66.0	57.6
		[1-210]	0.49			
Primary twin	(01-12)	[01-1-1]	0.1	80.4	-76.7	-35.5
	(10-12)	[10-1-1]	0.29	88.4	-37.4	-1.3
	(1-102)	[1-10-1]	0.19	-21.2	-14.3	33.4
	(0-112)	[0-11-1]	0.16	-9.6	-30.9	74
	(-1012)	[-101-1]	0.3	-32.7	60.2	-69.8
	(-1102)	[-110-1]	0.14	-74.8	70.9	-38.1
Secondary twin	(-1101)	[-110-2]	0.36	-85.3	55.1	-6.7
	(10-11)	[10-1-2]	0.27	56.7	-26.0	-17.7
	(0-111)	[0-11-2]	0.14	8.9	38.7	78.9
	(1-101)	[1-10-2]	0.09	12.0	6.0	26.2
	(-1011)	[-101-2]	0.22	-21.2	29.3	-55.3
	(01-11)	[01-1-2]	0.35	62.2	-81.4	-74.1

Table 3-7 SFs and angles of twin band in grain “B”.

	slip plane	slip direction	SF	α	β	γ
Basal Slip		[11-20]	0.18			
	(0001)	[2-1-10]	0.31	39	90	90
		[1-210]	0.48			
Primary twin	(01-12)	[01-1-1]	0.04	2.9	-6.1	-64.5
	(10-12)	[10-1-1]	0.19	47.3	-38.8	-36.5
	(1-102)	[1-10-1]	0.09	80.2	-75.6	-34
	(0-112)	[0-11-1]	0.01	75.1	63.7	28.4
	(-1012)	[-101-1]	0.2	30.7	29.1	43.2
	(-1102)	[-110-1]	0.04	-2.2	-8.6	75.8
Secondary twin	(-1101)	[-110-2]	0.31	-21.3	-47.4	70.3
	(10-11)	[10-1-2]	0.2	55.3	-24.9	-17.8
	(0-111)	[0-11-2]	0.22	-85.5	56.2	-6.7
	(1-101)	[1-10-2]	0.2	-80.8	-71.3	25.8
	(-1011)	[-101-2]	0.12	22.7	12.2	27.5
	(01-11)	[01-1-2]	0.2	-16.5	23.1	-55.2

Table 3-8 SFs and angles of grain “C”.

	slip plane	slip direction	SF	α	β	γ
Basal Slip		[11-20]	0.14			
	(0001)	[2-1-10]	0.34	-15	14.0	-43.0
		[1-210]	0.48			
Primary twin	(01-12)	[01-1-1]	0.06	-30.6	80.2	-84.2
	(10-12)	[10-1-1]	0.22	-65.1	59.8	-38.5
	(1-102)	[1-10-1]	0	-89.5	25.3	-0.2
	(0-112)	[0-11-1]	0.1	63.6	-14.2	-7.2
	(-1012)	[-101-1]	0.2	41.6	-42.8	-46.2
	(-1102)	[-110-1]	0.06	9.6	-48.5	-81.5
Secondary twin	(-1101)	[-110-2]	0.24	17.5	63.1	80.9
	(10-11)	[10-1-2]	0.11	-80.2	74.5	-31.9
	(0-111)	[0-11-2]	0.13	-68.3	-23.9	10
	(1-101)	[1-10-2]	0.29	56.3	29.4	20.6
	(-1011)	[-101-2]	0.24	59.1	-62.1	-48.5
	(01-11)	[01-1-2]	0.27	-35.7	-68.4	74.1

Table 3-9 SFs and angles of twin band “1” in grain “C”.

	slip plane	slip direction	SF	α	β	γ
Basal Slip		[11-20]	0.11			
	(0001)	[2-1-10]	0.16	82	-85.0	-57.9
		[1-210]	0.04			
Primary twin	(01-12)	[01-1-1]	0.48	67.7	51.9	27.6
	(10-12)	[10-1-1]	0.46	-66.8	62.3	-39.2
	(1-102)	[1-10-1]	0.47	-55.0	-74.8	68.9
	(0-112)	[0-11-1]	0.49	-81.4	-44.0	8.3
	(-1012)	[-101-1]	0.48	47.7	-47.4	-44.8
	(-1102)	[-110-1]	0.49	40.0	82.0	83.3
Secondary twin	(-1101)	[-110-2]	0.33	21.5	66.6	80.3
	(10-11)	[10-1-2]	0.48	-49.1	45.1	-41.0
	(0-111)	[0-11-2]	0.38	-64.9	-25.9	12.8
	(1-101)	[1-10-2]	0.46	-35.7	-67.2	73.2
	(-1011)	[-101-2]	0.31	26.4	-25.4	-43.7
	(01-11)	[01-1-2]	0.43	56.6	32.1	22.5

Table 3-10 SFs and angles of twin band “2” in grain “C”.

	slip plane	slip direction	SF	α	β	γ
Basal Slip	(0001)	[11-20]	0.04	78	-83.9	-63.2
		[2-1-10]	0.19			
		[1-210]	0.15			
Primary twin	(01-12)	[01-1-1]	0.02	64.7	52.0	31.2
	(10-12)	[10-1-1]	0.19	-70.6	64.3	-36.3
	(1-102)	[1-10-1]	0.42	-58.9	-73.8	64.4
	(0-112)	[0-11-1]	0.02	-86.	-43.0	3.7
	(-1012)	[-101-1]	0.21	42.8	-44.8	-46.9
	(-1102)	[-110-1]	0.45	36.2	81.5	83.7
	(-1101)	[-110-2]	0.25	17.8	61.6	80.2
Secondary twin	(10-11)	[10-1-2]	0.24	-53.1	48.2	-40
	(0-111)	[0-11-2]	0.05	-69.4	-25.3	10.1
	(1-101)	[1-10-2]	0.47	-39.5	-66.9	70.7
	(-1011)	[-101-2]	0.09	21.3	-21.3	-45.1
	(01-11)	[01-1-2]	0.02	54.4	31.9	24.0

疲労き裂が発生した結晶粒”A”，発生しなかった結晶粒”B”，”C”では何が異なるのかを比較するため，3つの結晶粒の特徴的な部分をまとめたものを Table 3-11 に示している．まず，疲労き裂が発生しなかった結晶粒”B”について検討する．結晶粒”B”では Table 3-6 によれば，(01-12)引張双晶が作動した場合に表面に生じる双晶線角度 α は 80.4° であり，かつ底面のシュミット因子 SF も非常に高い．底面の SF は結晶粒”B”で 0.49 であり (Table 3-6)，結晶粒”B”中に発生した双晶帯内でも 0.48 である (Table 3-7)．このように，双晶線角度 α や，底面の SF が高いことは，疲労き裂が発生した結晶粒”A”と類似している．しかし，Table 3-7 からわかるように，引張り双晶帯内における圧縮双晶の角度 α は最大で 55.3° であり，疲労き裂が発生すべき引張双晶帯の角度 (80.4°) と大きく異なっている．また結晶粒”A”では，引張双晶帯内で作動した圧縮双晶の SF は 0.29 (Table 3-4) と比較的高いが，結晶粒”B”でのそれは 0.2 と低い．すなわち，結晶粒”A”と”B”の違いをまとめると，①疲労き裂発生の可能性がある引張双晶帯と，その内部にある圧縮双晶の角度差が大きい，②引張双晶帯の内部にある圧

縮双晶の SF が低い，になる。

次に，疲労き裂が発生しなかった結晶粒”C”について検討する．結晶粒”C”では，Fig. 3-13(b)で示したように2つの双晶”1”，”2”が作動しており，それぞれの角度 α は -69° と 42° であった．Table 3-8より，作動した双晶はそれぞれ(10-12)および(-1012)引張双晶と特定することができる．Table 3-8では双晶”1”，すなわち(10-12)引張双晶の理論上の角度 α は -65.1° である．その双晶帯内部の結晶方位解析結果がTable 3-9であるが，引張双晶帯内部で作動する圧縮双晶を確認すると，(0-111)圧縮双晶の作動角度 α は -64.9° であり， -65.1° に近い．次に双晶”2”，すなわち(-1012)引張双晶（双晶帯角度 α は 41.6° ）について検討する．双晶帯内部の結晶方位解析結果がTable 3-10であるが，(01-11)圧縮双晶の角度 α が 54.4° であり，引張双晶帯の角度に近い．以上のように，結晶粒内で作動する引張双晶帯と，その双晶帯内部で作動する圧縮双晶の角度が近いという点は，疲労き裂が発生した結晶粒”A”と類似している．しかし，Table 3-9, 3-10の引張双晶帯内部での底面すべりのSFに着目すると，双晶”1”で $SF = 0.04 \sim 0.16$ ，双晶”2”で $SF = 0.04 \sim 0.19$ と非常にSFが低いことがわかる．疲労き裂が発生した結晶粒”A”では底面すべりの最大SFは0.48と大きく，これが疲労き裂の発生した結晶粒と発生しなかった結晶粒の大きな相違点である．

これらの相点をまとめた物がTable 3-11であり，疲労き裂が発生する結晶粒の特徴は次のように総括できる．

- (1) 母相となる結晶粒，引張双晶帯のいずれにおいても，底面すべりのSFが大きい．
- (2) 母相で発生する引張双晶帯の角度が，双晶帯内部で作動する圧縮双晶の角度と近い．
- (3) 引張双晶帯内部で作動する圧縮双晶のSFが比較的大きい．

さらに，結晶粒”A”，”B”，”C”のいずれにも共通するのが，粒内で発生する引張双晶帯の太さが $5\mu\text{m}$ 程度あり，双晶帯内部でのEBSD解析が可能であった点である．他の結晶粒にも多数の双晶が発生していたが，いずれも双晶帯の太さが十分でなく，EBSD解析が不可能であった．また，それらの結晶粒に疲労き裂の発生は認められなかった．すなわち，疲労き裂の発生にはある程度の双晶帯の幅が必要であると考えられ，次の点も疲労き裂発生が発生する条件に加え

ることができる。

(4) 粒内に発生する引張双晶帯が 5 μm 程度の幅を有している。

Table 3-11 Summary of crystallographic conditions of grains with and without fatigue crack.

		Basal slip SFs in the original grain and twin band in it	Secondary twin SF in twin band	The difference of angles between twin band and secondary twin
Grain "A" with fatigue crack		Large	Medium	Small
Grain "B"		Large	Medium	Large
Grain "C"	Twin "1"	Small	Large	Small
	Twin "2"	Small	Small	Medium

全ての Table には，表面角度 α のみでなく，内部方向への角度 β , γ も示してある。以上の考察については，表面における角度 α のみを考察に用いているが，疲労き裂発生については表面における事象であり，角度 α が最も重要な影響因子と考えられる。一方，発生したき裂は，内部方向への微小き裂進展のステージへ移行するが，き裂進展においては，内部方向への角度 β , γ も影響因子として重要となることが予想される。

3.4.3 粒界疲労き裂 (Fatigue crack II) の解析

Fig. 3-12(b)に示したように，"Fatigue crack II"は粒界に発生し，粒界に沿って進展していた。Fig. 3-12(b)では，この粒界き裂に対して左側と右側にある結晶粒をそれぞれ"Grain D"，"Grain E"と定義している。これらの結晶粒における結晶方位解析結果をそれぞれ Table 3-12, 3-13 に示す。まず"Fatigue crack II"の応力方向に対する角度，すなわちこの場合は粒界の角度は -75° であった。Table 3-12にあるように，結晶粒"D"の底面すべり，(1-102)および(-1102)引張双晶，(-1101)，(1-101)圧縮双晶は，すべて作動角度 α が -73.2° であり，疲労き裂が発生した粒界の表面での角度に近い。また，Table 3-13 に示すように，結晶粒"E"では(1-102)引張双晶の角度 α が -69.8° と粒界の角度と近くなっている。

Table 3-12 SFs and angles of grain “D”.

	slip plane	slip direction	SF	α	β	γ
Basal Slip	(0001)	[11-20]	0.14			
		[2-1-10]	0.42	-73.2	29.9	-9.9
		[1-210]	0.28			
Primary twin	(01-12)	[01-1-1]	0.1	-31.7	46.2	-59.4
	(10-12)	[10-1-1]	0.08	8.9	-6.6	-36.4
	(1-102)	[1-10-1]	0.19	-73.2	-11.6	3.6
	(0-112)	[0-11-1]	0.11	24.8	17.4	34.1
	(-1012)	[-101-1]	0.12	65.3	61.0	39.7
	(-1102)	[-110-1]	0.24	-73.2	73.5	-45.5
	(-1101)	[-110-2]	0.05	-73.2	-87.0	80.0
Secondary twin	(10-11)	[10-1-2]	0.26	26.9	-29.1	-47.7
	(0-111)	[0-11-2]	0.05	6.7	8.2	50.7
	(1-101)	[1-10-2]	0.4	-73.2	-29.8	9.8
	(-1011)	[-101-2]	0.1	55.9	77.8	72.3
	(01-11)	[01-1-2]	0.13	-22.3	64.7	-79.1

Table 3-13 SFs and angles of grain “E”.

	slip plane	slip direction	SF	α	β	γ
Basal Slip	(0001)	[11-20]	0.3			
		[2-1-10]	0.27	34	-24.4	-33.9
		[1-210]	0.03			
Primary twin	(01-12)	[01-1-1]	0.1	39.5	-77.4	-79.6
	(10-12)	[10-1-1]	0.39	77.9	-65.6	-25.2
	(1-102)	[1-10-1]	0.02	-69.8	-32.0	13.0
	(0-112)	[0-11-1]	0.07	88.8	6.7	0.1
	(-1012)	[-101-1]	0.35	-33.7	27.6	-38.1
	(-1102)	[-110-1]	0	-0.4	1.3	-72.4
	(-1101)	[-110-2]	0.09	-10.1	82.2	-88.6
Secondary twin	(10-11)	[10-1-2]	0.13	89.9	-80.9	-0.4
	(0-111)	[0-11-2]	0.18	51.8	19.0	15.2
	(1-101)	[1-10-2]	0.07	-45.7	-35.6	34.9
	(-1011)	[-101-2]	0.49	-53.2	48.8	-40.5
	(01-11)	[01-1-2]	0.03	41.2	74.1	76.0

次に、粒界き裂の内部方向への進展角度を確認するため、Fig. 3-12(a)中の破線（FIB sectioning）で示す位置においてFIBにより断面を作製した。断面部分における観察結果をFig. 3-14に示す。FIB断面はTD-ND面に相当し、観察される疲労き裂の角度 33° についてはTable 3-12, 3-13中の角度 β との相関を検討すべきである。それらの表からは、結晶粒”D”の底面すべり、結晶粒”E”の(-1012)引張り双晶の角度 β がそれぞれ 29.9° と 27.6° であり、き裂の内部方向への角度と近いことがわかる。以上の観察結果から、粒界を挟む2つの結晶粒で、いくつかの底面すべり、引張り双晶、圧縮双晶の角度 α が、粒界の角度と近いときに粒界疲労き裂が発生しやすいと推測される。当然のこととして、負荷されている応力方向に対して、粒界が垂直に近い方向に配置されていることも重要な条件となる。実際にFig. 3-12で示した粒界き裂は、応力軸に対して比較的直角に近い粒界で発生していた。

この章で示した実験結果では、粒界き裂である”Fatigue crack II”の長さが、粒内き裂の”Fatigue crack I”よりも長く、かつ $N/N_f = 5\% \sim 8\%$ の間のき裂増分も”Fatigue crack II”の方が長かった。すなわち、最終破断まで疲労試験を実施すれば、”Fatigue crack II”が主き裂として進展することが予想される。しかし、だからと言って常に粒界き裂が主き裂となるわけではないことに注意を要する。本研究で使用した材料は結晶粒を粗大化しており、そもそも粒界の長さが納入材と比較して長い。すなわち粒界き裂は発生した時点ですでに比較的長いため、結果として主き裂として進展しやすかったと考えられる。引張り双晶帯内の圧縮双晶で発生するき裂と、初期状態で存在する結晶粒界で発生するき裂のどちらが主き裂として進展するかは、結晶粒径や、発生した初期き裂を取り囲む微視組織に依存すると考えられる。

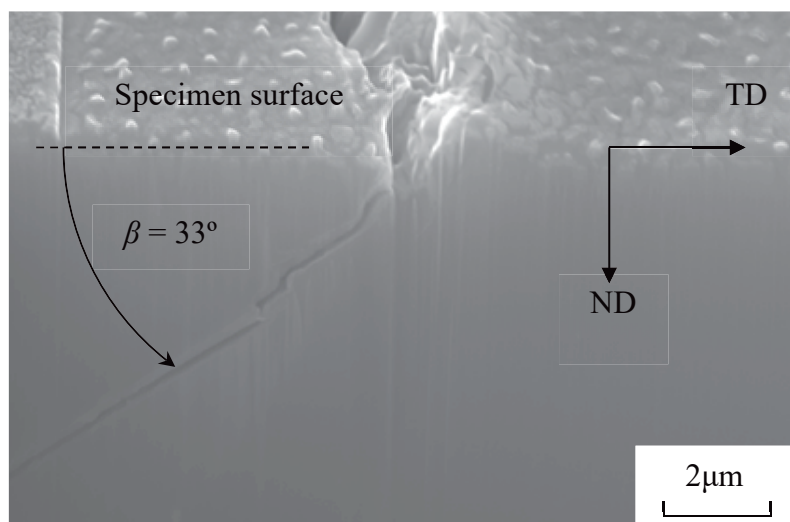


Fig. 3-14 FIB sectioning of fatigue crack “II” along grain boundary. RD is perpendicular to TD-ND plane.

3.5 結 言

本章では、結晶粒を粗大化したMg合金AZ31を用いて、完全引張り圧縮となる応力比 $R = -1$ の条件下で平面曲げ疲労試験を実施した。ある応力条件下の疲労試験を中断しながら実施し、中断するごとにき裂発生が予想される切欠き部位のEBSD解析を実施し、完全両振り下の疲労き裂発生について結晶学的に検討した。得られた主な結論は、以下のとおりである。

(1) 平面曲げ疲労試験では、結晶粒を粗大化したAZ31は納入材よりも低い疲労強度を示した。応力振幅 $\sigma_a = 130\text{MPa}$ で疲労試験を実施した場合、疲労寿命の8%で2つの疲労き裂が発生するのが確認された。

(2) 疲労き裂が引張り双晶帯内で発生するのが確認された。結晶方位解析に基づき、応力の繰返しによってまず引張り双晶帯が形成され、続いて双晶帯内に圧縮双晶が形成されるのが確認された。引張り双晶帯内の底面すべりのシュミット因子SFが大きいことから、多数の底面すべりが作動し、圧縮双晶境界に転位が堆積して疲労き裂が発生したと考えられる。

(3) 引張り双晶帯内に疲労き裂が発生する条件として、引張り双晶帯と内部

に発生する圧縮双晶との角度差が小さいこと、双晶帯が発生する母相と双晶帯のいずれにおいても底面すべりのSFが大きいことが挙げられる。

(4) 粒界き裂については、粒界を挟む2つの結晶粒において、いくつかの底面すべり、引張り双晶、圧縮双晶の角度が、粒界の角度に比較的近いこと、粒界が応力軸に対して垂直に近いことが満たされた場合、疲労き裂が発生しやすい。また結晶粒粗大化材では、き裂が発生する粒界が長いため、粒界き裂が主き裂として進展しやすいことが判明した。

参考文献

- (1) V.V. Ogarevic and R.I. Stephens, Fatigue of magnesium alloys, *Annu Rev Mater Sci*, Vol.20, pp.141–77 (1990).
- (2) G. Eisenmeier et al., Cyclic deformation and fatigue behaviour of the magnesium alloy AZ91, *Materials Science and Engineering A*, Vol.319–321, pp.578–82 (2001).
- (3) H. Mayer H et al., Influence of porosity on the fatigue limit of die cast magnesium and aluminium alloys, *International Journal of Fatigue*, Vol.25, pp.245–56 (2003).
- (4) Z. Li et al. Fatigue properties of cast magnesium wheels, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol.47, No.8, pp.4239-4275 (2016).
- (5) K. Tokaji et al., Fatigue behaviour and fracture mechanism of a rolled AZ31 magnesium alloy, *International Journal of Fatigue*, Vol.26, pp.1217–1224 (2004).
- (6) 鎌倉光利他, マグネシウム合金AZ61押出材の疲労挙動と破壊機構, *材料*, Vol.53, No.12, pp.1371-1377 (2004).
- (7) 鎌倉光利他, 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, *材料*, Vol.54, No.3, pp.245-250 (2005).
- (8) Y. Uematsu et al., Effect of extrusion conditions on grain refinement and fatigue behaviour in magnesium alloys, *Materials Science and Engineering A*, Vol.434, pp.131–140 (2006).
- (9) S. Mironov et al., Relationship between material flow and abnormal grain growth in friction-stir welds, *Scripta Materialia*, Vol.67, pp.983–986 (2006).
- (10) 植松美彦他, Al-Mg-Si系合金摩擦攪拌スポット接合継手の疲労挙動に及ぼ

- す後熱処理の影響, 溶接学会論文集, Vol.26, No.1, pp.7-14 (2008).
- (11)植松美彦他, AZ61マグネシウム合金摩擦攪拌接合接手の疲労挙動, 溶接学会論文集, Vol.25, No.1, pp.224-229 (2007).
- (12)Y. Uematsu et al., Fatigue behaviour of cast magnesium alloy AZ91 microstructurally modified by friction stir processing, *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, Vol.32, Issue 7, pp.541-551 (2009).
- (13)Angga Afrinaldi et al., The effect of friction stir processing and post aging treatment on fatigue behavior of Ca-added flame-resistant magnesium alloy, *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, Vol.95, Issue 5–8, pp.2379–2391 (2018).
- (14)Angga Afrinaldi et al., Fabrication of recycled carbon fiber reinforced magnesium alloy composite by friction stir processing using 3-flat pin tool and its fatigue properties, *Materials Transactions*, Vol.59, No.3, pp.475–481 (2018).
- (15)植松美彦, 近年における疲労研究の趨勢 5. 非鉄金属の疲労挙動—Al合金およびMg合金を中心として—, *材料*, Vol.66, No.9, pp.688-694 (2017).
- (16)A. Styczynski et al., Cold rolling texture in AZ31 wrought magnesium alloy, *Scripta Materialia*, Vol.50, pp.943-947 (2004).
- (17)J. Koike et al., Roles of deformation twinning and dislocation slip in the fatigue failure mechanism of AZ31 Mg alloys, *Scripta Materialia*, Vol.63, pp.747–750 (2010).

第4章 片振り下における疲労き裂発生挙動

4.1 緒 言

第3章では、結晶粒を粗大化した Mg 合金 AZ31 を用いて $R=-1$ の完全両振り条件下で平面曲げ疲労試験を実施し、完全両振り状態での疲労き裂発生について結晶学的に検討した。その結果、疲労荷重の繰返しとともに結晶粒内に引張り双晶帯が発生し、その双晶帯内部で疲労き裂が発生することを明らかにした。しかしながら、Mg 合金を機械構造材として利用する場合、実際の利用条件下では常に完全両振りの応力で使用されるとは限らず、正の平均応力 ($\sigma_m = (\sigma_{\max} + \sigma_{\min})/2$) が付与される場合には応力比が-1 よりも大きくなり、応力範囲 ($\Delta\sigma = \sigma_{\max} - \sigma_{\min}$) 中に含まれる引張り応力成分が増加する。一般的な疲労設計では、このような平均応力の影響は修正グッドマン線図⁽¹⁾や SWT (Smith Watson Topper) 線図を利用して評価することができる⁽²⁾。また、応力の繰返しによって入込と突き出しが形成され、入込部における応力集中によって疲労き裂が発生するというメカニズムに対しては、平均応力の影響はないとされている。しかしながら一般的な金属材料では、引張りと圧縮の弾性・塑性挙動は対称であり、上記のような概念はそのような対称性の材料に適用される。一方で第1章の1.2節で述べたように、Mg 合金は組織異方性を有し、引張りと圧縮では応力-ひずみ応答が非対称となる特異な変形挙動を示すことが知られており⁽³⁾、応力比の影響が Al 合金や鉄鋼のような従来材料と同じであるかどうかは不明である。すなわち、第3章で検討した完全両振り条件と引張-引張の負荷である片振り条件では、疲労き裂の発生挙動が異なる可能性がある。したがって、異なる平均応力下における疲労き裂発生挙動を検討することが重要である。すでに Mg 合金の疲労強度に及ぼす応力比の影響についての検討は行われており⁽⁴⁾、従来材料と同様に修正グッドマン線図の適用が可能であるとの報告もあるが、疲労き裂発生機構に対する結晶学的な検討は行われていない。

そこで本章では、正の平均応力を付与して応力比 $R=0.1$ の片振り応力条件下で平面曲げ疲労試験を実施し、疲労き裂発生挙動に及ぼす平均応力の影響について結晶方位学的に検討した。また、修正グッドマン線を用いて $R=-1$ 疲労強度

を $R=0.1$ 相当の等価応力振幅に換算し、比較を行った。

4.2 実験方法

供試材は第3章と同様であり、結晶粒を粗大化したMg合金AZ31である。また、疲労試験片形状や、利用した試験機も同様である。ただし、応力比を $R=0.1$ の片振り条件とした。応力振幅65MPaで行った疲労試験を $N=2.5 \times 10^3$, 3.5×10^3 にて適宜中断し、EBSDによる結晶方位解析と角度解析を行った。

4.3 実験結果

4.3.1 基礎的な疲労強度

Fig. 4-1 に応力比 $R=-1$ および 0.1 における $S-N$ 曲線を示す。結晶粒粗大化材の $R=0.1$ における 10^7 回の繰返しに対する疲労限度は 57MPa となった。なお、第3章で評価した完全両振り下における疲労強度と比較を行うため、前章で得られた応力比 $R=-1$ の疲労試験結果を、 $R=0.1$ に相当する等価応力振幅 σ_{eq} へと修正グッドマン式を用いて変換した⁽⁵⁾。修正グッドマン式を以下に示す。

$$\sigma_{\text{eq}} = \sigma_a (1 - \sigma_m / \sigma_B) \cdots (4-1)$$

ここで、 σ_a : 応力振幅, σ_m : 平均応力, σ_B : 引張強さである。等価応力振幅で評価した場合、 $R=-1$ と 0.1 の疲労強度は同程度であるが、 $R=0.1$ の方が若干高く、完全には一致しなかった。この結果は、Mg合金では必ずしも修正グッドマン線図が成り立つわけではないことを示唆している。

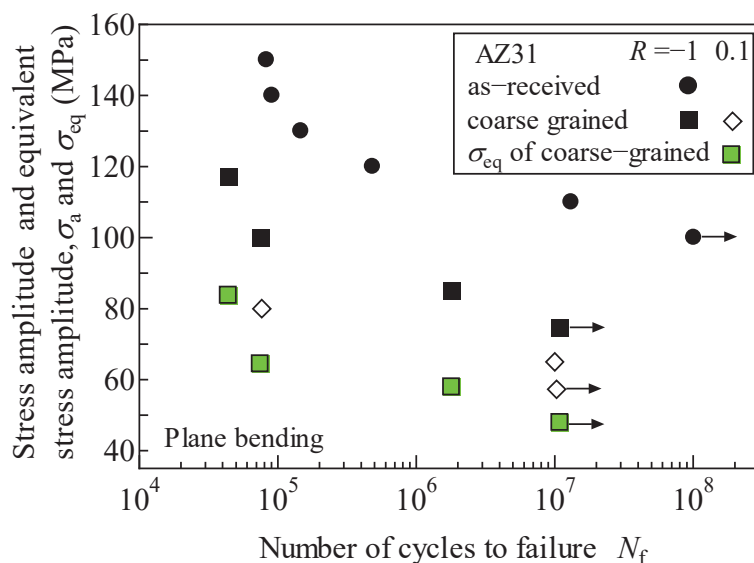


Fig. 4-1 S-N diagram.

4.3.2 結晶方位解析（巨視的様相）

疲労試験開始前 ($N/N_f=0\%$) の初期状態において、試験片最小断面部の結晶方位をEBSDを用いて解析した結果をIPF (Invers Pole Figure) 図としてFig. 4-2に示す。観察した最小断面部では、最大結晶粒径は $800\mu\text{m}$ であり、結晶粒径にはばらつきが見られる。また、図中には代表的な結晶方位も示している。一般のMg合金圧延材では、底面が圧延面と平行となる強い集合組織が形成されるが、結晶粒粗大化材では再結晶熱処理を行っているため、結晶方位もばらついており、顕著な集合組織は存在していないことがわかる。また、初期状態では粗大な結晶粒内に、双晶帯が存在していない点にも注意する必要がある。

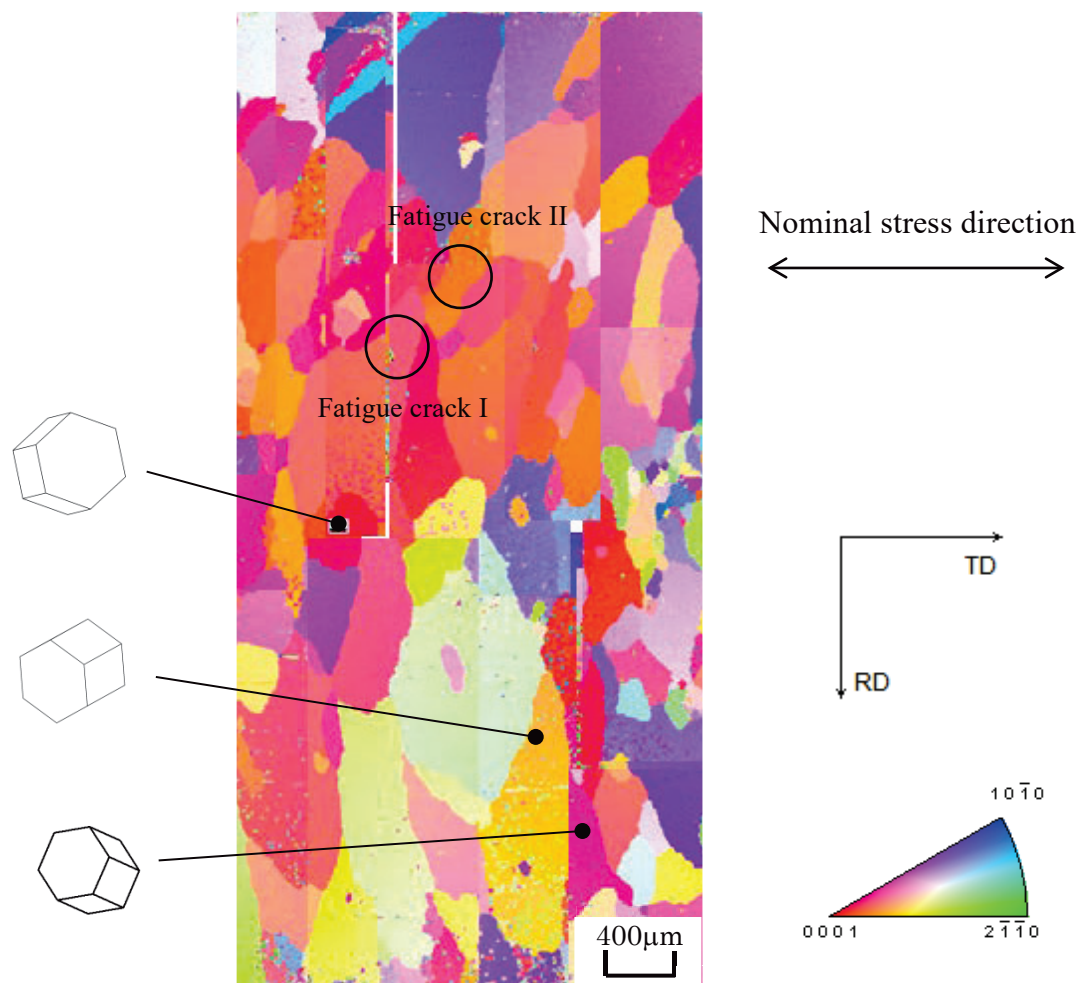


Fig. 4-2 IPF map at the initial stage, $N/N_f = 0\%$.

4.3.3 双晶境界に発生した疲労き裂様相 (Fatigue crack I)

Fig. 4-2 で示した初期状態の資料を用いて $R=0.1$ での疲労試験を実施し、前述のように $N=3.5 \times 10^3$ で中断した。その後、試験片の表面を高倍率で詳細に観察したところ、Fig. 4-2 中の円で囲まれた箇所にて、長い直線状のき裂が複数確認された。それぞれを Fatigue crack I および II と定義する。

Fig. 4-2 中の Fatigue crack I の位置における高倍率 SEM 像を Fig. 4-3 に示す。試験片表面には双晶と思われる線が観察されるが、開口していないため、この時点では疲労き裂は発生していないと判定した。

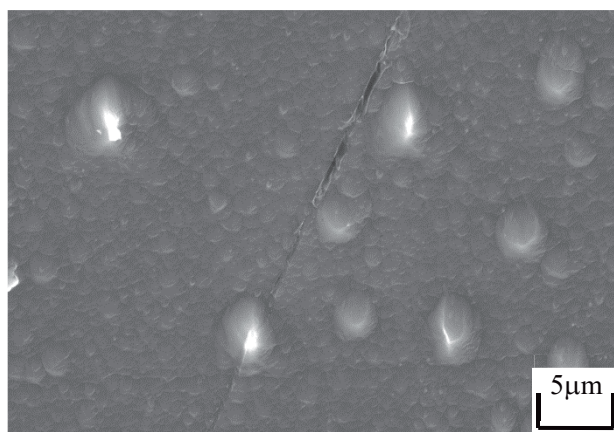
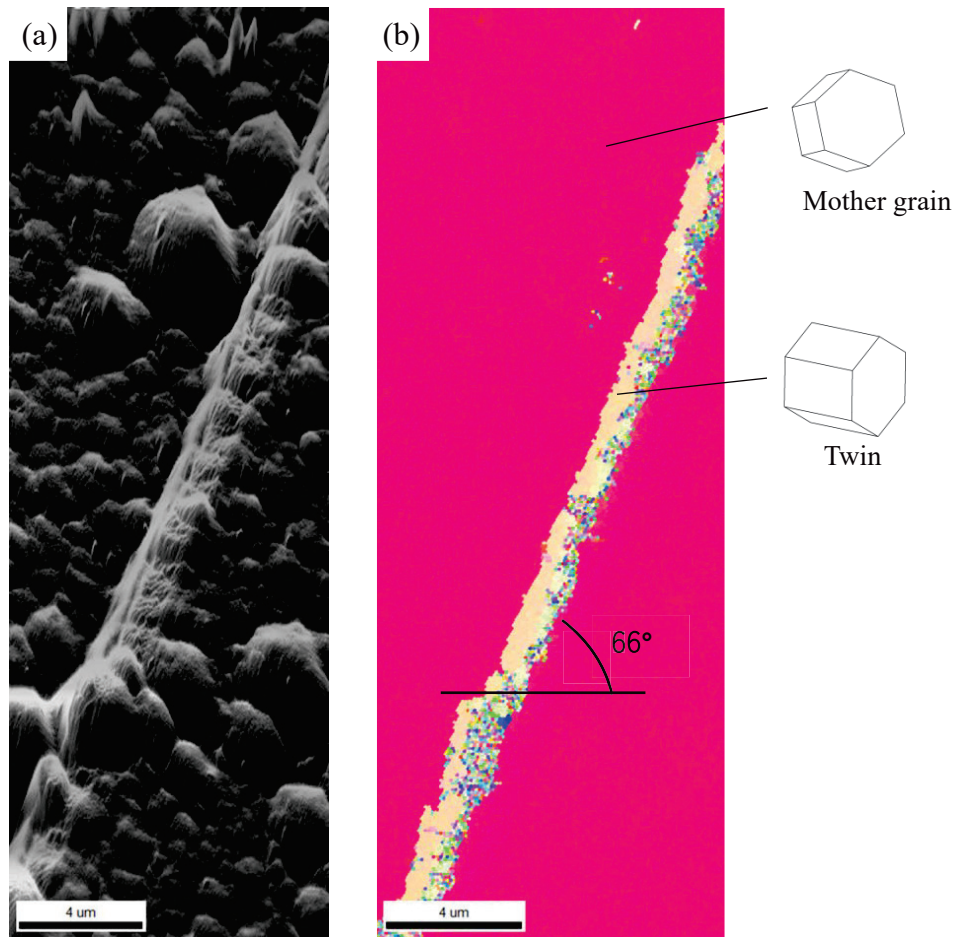


Fig. 4-3 SEM micrographs showing “Fatigue crack I” in Fig. 4-2(b): $N = 2.5 \times 10^3$.

一方 Fig. 4-4 に示す SEM 像と IPF 図は、 $N = 3.5 \times 10^3$ で中断した試験片で観察された代表的なき裂である。き裂長さは約 $420 \mu\text{m}$ であり、作動角度は 66° であった。この疲労き裂は IPF 図に観察される双晶帯に沿うように、直線的に発生していた。Fig. 4-5 は Fig. 4-4 のき裂に対して TD-ND 面に沿って FIB を用いて切断し、内部方向へのき裂成長を観察したものである。き裂は内部におよそ $1 \sim 2 \mu\text{m}$ 進展しており、表面上は長いが、浅いき裂となっていることがわかる。一般的な鋼材では、このようなき裂は停留き裂、すなわち繰返し数が 10^7 回以上繰返されても進展しないき裂となることが多い。しかし Mg 合金については、塩澤等は Mg 合金 AZ80 の超高サイクル疲労試験を行っている⁽⁶⁾が、 10^8 回を超える領域でも表面起点型の疲労き裂発生からの破断が生じることを報告しており、Mg 合金で停留き裂は発生しないと考えられている。すなわち Fig. 4-4 で示したき裂は、長くて非常に浅い形状を有しているが、停留き裂ではない可能性がある。



←→
Nominal stress direction

Fig. 4-4 EBSD analytical result of "Fatigue crack I" at 3.5×10^3 :

(a) SEM image, (b) IPF map.

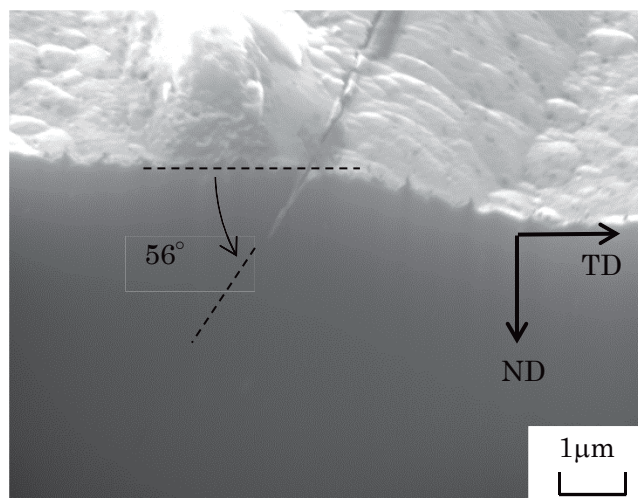


Fig. 4-5 FIB sectioning of “Fatigue crack I”. RD is perpendicular to TD-ND plane.

4.3.4 双晶境界で発生した疲労き裂様相 (Fatigue crack II)

Fig. 4-4 と同様のき裂は複数観察された。Fig. 4-2 中の Fatigue crack II の高倍率 SEM 像を Fig. 4-6 に示す。同図は、 $N=3.5 \times 10^3$ の時点で試験を中断して観察したものであり、き裂長さは約 $187 \mu\text{m}$ となっている。

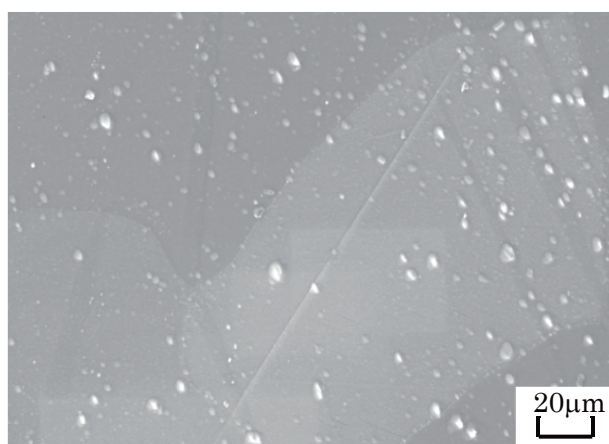


Fig. 4-6 SEM micrographs showing “Fatigue crack II” in Fig. 4-2.

Fig. 4-7 は Fig. 4-6 中の一部を拡大した SEM 像と IPF 図である。IPF 図では、

幅 $1\mu\text{m}$ 程度の双晶帯が確認され、き裂はその双晶帯に沿うように直線的に発生していた。また Fig. 4-8 に FIB によるき裂断面を示す。Fig. 4-4 と同様に、双晶帯に沿って比較的長いき裂が発生しており、また Fig. 4-5 と同様に、内部に浅く $1\sim 2\mu\text{m}$ 程度進展していることがわかる。

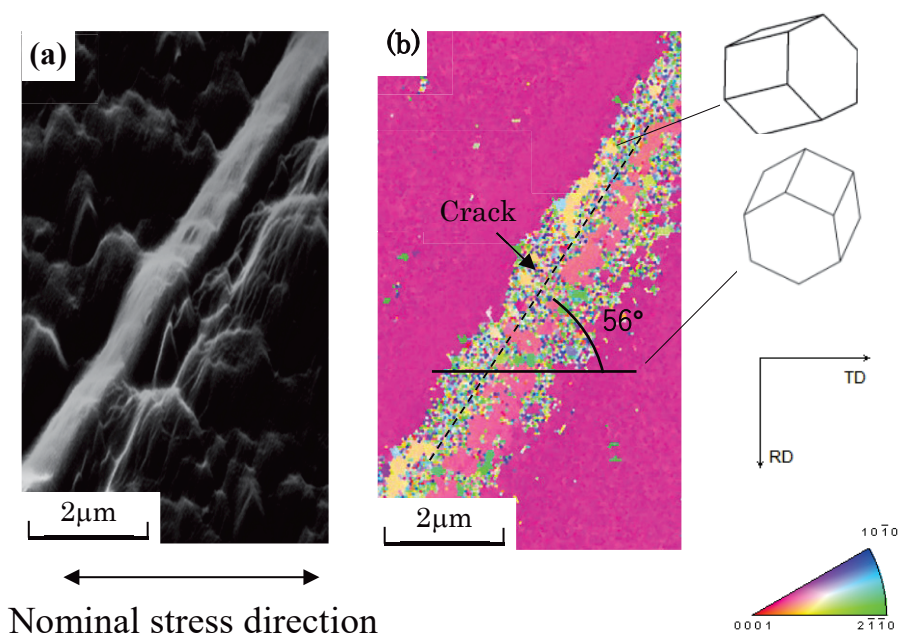


Fig. 4-7 EBSD analytical result of “Fatigue crack II” at $N_f = 2.5 \times 10^3$:

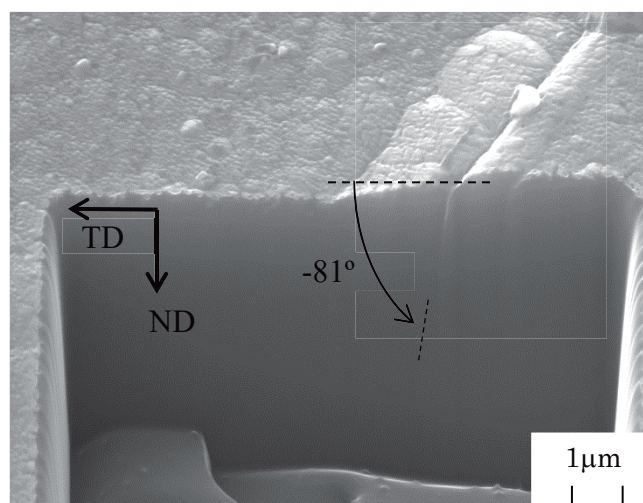


Fig. 4-8 FIB sectioning of “Fatigue crack II”. RD is perpendicular to TD- ND plane.

4.4 考 察

4.4.1 双晶境界き裂 (Fatigue crack I) の解析

Fig. 4-2に示した”Fatigue crack I”が発生した結晶粒を”Grain A”と定義し，第2章で述べたような線解析を行った．Table 4-1に主たるすべり系，双晶系のシュミット因子SFと，それぞれのすべり系が作動した場合の角度 α , β , γ を示す．Fig. 4-4(b)では，双晶帯の角度 α が示してあるが，応力方向に対して約 66° であった．しかしTable 4-1より， 66° に近い作動角度をもつ引張双晶系または圧縮双晶系は存在しない．そこで，母相と双晶帯のそれぞれの組織における c 軸の方位差を比較した．母相と観察された双晶帯の方位差は 34.8° であった．引張双晶の母相との理論上の方位差は 86° ，圧縮双晶の理論方位差は 56° でありいずれとも異なるが，作動面が $\{11-21\}$ 系双晶の方位差とほぼ一致する．Table 4-2に $\{11-21\}$ 系双晶のシュミット因子SFとそれぞれの作動角度 α , β , γ を示す． $(-1-121)[11-26]$ 双晶のSFは0.42と高く，作動角度 α は 66.8° であり，Fig. 4-4(b)で観察された双晶帯の角度とほぼ一致している．

Table 4-1 SFs and angles of grain “A”.

	slip plane	slip direction	SF	α	β	γ
Basal Slip		[11-20]	0.26			
	(0001)	[2-1-10]	0.05	-78	16.7	-3.6
		[1-210]	0.21			
Primary twin	(01-12)	[01-1-1]	0.42	-78.8	59.7	-18.7
	(10-12)	[10-1-1]	0.17	53.6	47.0	38.3
	(1-102)	[1-10-1]	0	0.1	0.1	36.8
	(0-112)	[0-11-1]	0.38	-79.6	-25.8	5.1
	(-1012)	[-101-1]	0.15	21.8	-15.9	-35.3
	(-1102)	[-110-1]	0.01	-31.2	35.0	-49.1
Secondary twin	(-1101)	[-110-2]	0.04	-25.1	51.7	-69.7
	(10-11)	[10-1-2]	0.03	47.3	64.9	63.1
	(0-111)	[0-11-2]	0.48	-79.3	-44.4	10.5
	(1-101)	[1-10-2]	0.05	-9.4	-12.9	54.0
	(-1011)	[-101-2]	0.23	31.4	-36.5	-50.5
	(01-11)	[01-1-2]	0.18	-78.9	78.7	-44.5

Table 4-2 SFs and angles of grain "A".

	slip plane	slip direction	SF	α	β	γ
	(11-21)	[-1-126]	0.01	72.5	87.5	82.1
	(1-211)	[-12-16]	0.29	-45.0	-48.8	48.8
{11-21}	(-2111)	[2-1-16]	0.03	5.9	-19.7	-73.9
twin	(-1-121)	[11-26]	0.42	66.8	-56.4	-32.9
	(-12-11)	[1-216]	0.05	-50.4	87.2	-86.7
	(2-1-11)	[-2116]	0.06	16.2	43.0	72.7

4.4.2 双晶境界き裂 (Fatigue crack II) の解析

Fig. 4-2に示す”Fatigue crack II”が発生した結晶粒を”Grain B”と定義し、4.4.1と同様に解析を行った。Table 4-3に主たるすべり系、双晶系のシュミット因子SFと、それぞれのすべり系が作動した場合の角度 α , β , γ を示す。Fig. 4-7(b)では、双晶帯の角度 α が示してあるが、応力方向に対して 56° となっている。Table 4-3より、(10-12)[10-1-1]引張双晶および(0-111)[0-11-2]圧縮双晶が 56° に近い作動角度をもつ。しかし、母相と観察された双晶帯のそれぞれの組織における c 軸の方位差を計測して比較すると、母相と双晶帯の方位差は 34.8° であった。Fatigue crack Iと同様に引張双晶と母相の理論方位差 86° 、圧縮双晶の理論方位差 56° のいずれとも異なり、作動面が{11-21}系双晶の方位差とほぼ一致する。Table 4-4に{11-21}系双晶のシュミット因子SFとそれぞれの作動角度 α , β , γ を示す。(11-21)[-1-126]双晶のSFは0.39と高く、作動角度 α は 56.4° であり、双晶帯の角度とほぼ一致している。

Table 4-3 SFs and angles of grain “B”.

	slip plane	slip direction	SF	α	β	γ
Basal Slip		[11-20]	0.2			
	(0001)	[2-1-10]	0.16	-23	-14.8	31.8
		[1-210]	0.04			
Primary twin	(01-12)	[01-1-1]	0.16	16.9	33.1	65.0
	(10-12)	[10-1-1]	0.42	54.5	32.2	24.3
	(1-102)	[1-10-1]	0.03	-27.3	4.2	-8.2
	(0-112)	[0-11-1]	0.18	78.2	-36.1	-8.7
	(-1012)	[-101-1]	0.45	-64.2	-62.8	43.3
	(-1102)	[-110-1]	0.04	-23.7	-60.4	76
Secondary twin	(-1101)	[-110-2]	0.01	-23.9	75.7	-83.5
	(10-11)	[10-1-2]	0.48	73.8	49.8	19.1
	(0-111)	[0-11-2]	0.07	58.5	-45.3	-31.8
	(1-101)	[1-10-2]	0.07	-24.9	12.6	-25.7
	(-1011)	[-101-2]	0.25	-74.3	-81.0	60.5
	(01-11)	[01-1-2]	0.22	26.8	73.0	81.3

Table 4-4 SFs and angles of grain “B”.

	slip plane	slip direction	SF	α	β	γ
{11-21} twin	(11-21)	[-1-126]	0.39	56.4	73.8	66.4
	(1-211)	[-12-16]	0.04	18.3	-17.2	-43.2
	(-2111)	[2-1-16]	0.01	-53.3	74.7	-70.0
	(-1-121)	[11-26]	0.06	76.0	-74.9	-42.8
	(-12-11)	[1-216]	0.02	5.4	-22.3	-77.0
	(2-1-11)	[-2116]	0.28	-66.7	43.0	-21.8

4.4.3 引張り－引張り荷重下における二重双晶解析

4.4.1 および 4.4.2 項において、き裂が双晶帯に沿って発生していた。また、その双晶帯と母相の c 軸の方位差、およびすべり系の作動角度 α は $\{11-21\}$ 系の双晶と近いことを示した。しかし、Mg 合金において $\{11-21\}$ 系双晶が作動したとされる報告はこれまでされていないため、この双晶が作動したと考えることは適切ではない。そこで、一つの双晶内に異なる双晶が作動する二重双晶について検討する。

Fig. 4-9 は双晶が作動したときの母相に対する双晶面およびその底面の角度関係を表す模式図である⁽⁷⁾。Fig.4-9(a)は双晶が作動していないときの結晶を表す。Fig.4-9(b)は引張双晶が存在したとき、母相の底面に対する双晶の角度が 43° であり、母相と双晶の c 軸の方位差は 86° になることを示している。Fig. 4-9(c) は圧縮双晶の場合であり、母相の底面に対する双晶の角度は 62° 、母相と双晶の c 軸の方位差は 56° となる。これらが引張双晶と圧縮双晶の理論上の相対角度である。一方 Fig.4-9(d)は、 $\{10-12\}$ 引張双晶が発生し、さらに $\{10-11\}$ 圧縮双晶が作動した二重双晶を表しており、その場合は双晶と母相の方位差は 37.5° となる。疲労き裂近傍に観察された双晶と母相の方位差は 34.8° であり、この二重双晶に近い方位差を持つ。Ando らは、二重双晶が作動するとき、試験片表面には表面起伏が現れることを報告している^{(7),(8)}。Fig. 4-5 および Fig. 4-8 より、き裂の断面を観察すると TD-RD 面上のき裂近傍に明瞭な表面起伏が認められる。角度解析、ならびに断面における表面起伏の発生から、疲労き裂に沿って平行に作動している双晶は、 $\{10-11\}$ － $\{10-12\}$ 二重双晶系であったと考えられる。

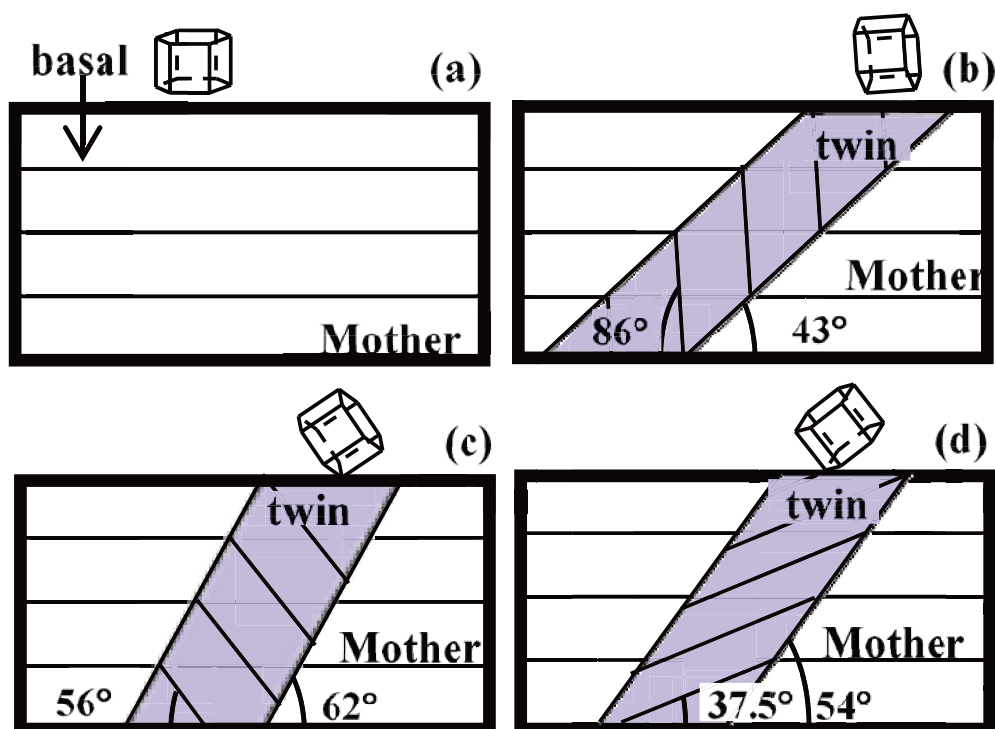


Fig. 4-9 The angle of twinning and basal plane:

(a) no twinning, (b) primary twin, (c) secondary twin, (d) dual twinning.

4.4.4 平均応力の相違による影響

第3章では引張-圧縮 ($R=-1$), 本章では引張-引張 ($R=0.1$) の疲労試験において作動したき裂および変形に関する考察をそれぞれ行った. $R=-1$ においては, 引張双晶帯内で圧縮双晶が作動することで疲労き裂が発生することを観察した. 一方, $R=0.1$ において, 引張双晶は多くの結晶内で発生しているが, 引張双晶内での疲労き裂発生は確認できなかった. また, $\{10\bar{1}1\}$ - $\{10\bar{1}2\}$ 二重双晶の顕著な作動は, $R=0.1$ においてのみ観察された. 圧縮-圧縮のときの変形を検討するため, $R=0.1$ で試験を行った疲労試験片の裏側の IPF 図を Fig.4-10 に, Table 4-5 に引張双晶の SF および α を示す. 圧縮-圧縮の側では, 引張双晶のみが観察され, 二重双晶は確認できなかった.

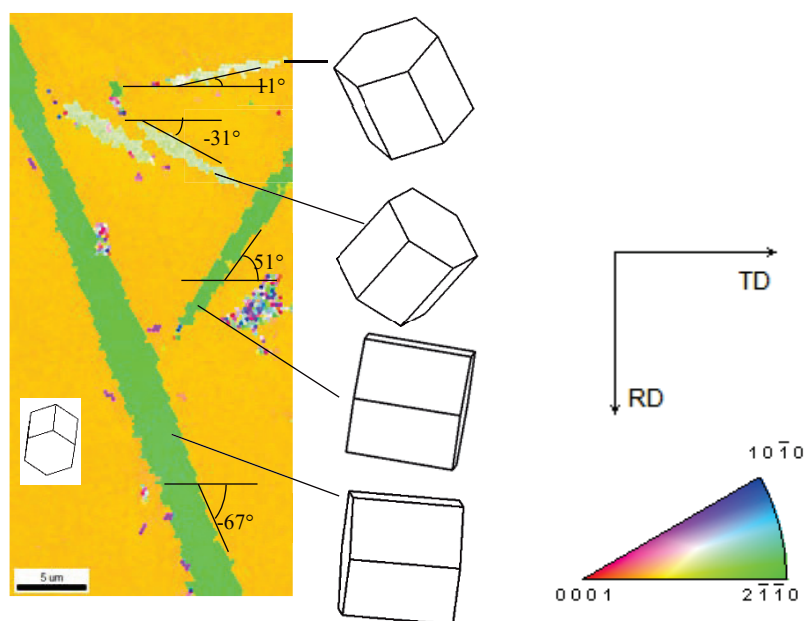
Fig. 4-10 IPF map of specimen back surface at $N=3.5 \times 10^3$ ($R=0.1$).

Table 4-5 SFs and angles of grain in Fig. 4-10.

	slip plane	slip direction	SF	α
Primary twin	(01-12)	[01-1-1]	0.01	8
	(10-12)	[10-1-1]	0.42	48
	(1-102)	[1-10-1]	0.32	84
	(0-112)	[0-11-1]	0	13
	(-1012)	[-101-1]	0.41	-69
	(-1102)	[-110-1]	0.31	-33

以上の結果より、 $R=-1$ では引張で作動した双晶に対して、圧縮時に逆方向応力が作用する。作動した引張双晶は、対応する双晶面で再び双晶変形することにより母相の組織へと戻ることがあると報告されている。これを **detwinning** と呼ぶが⁽⁹⁾⁻⁽¹¹⁾、引張-圧縮の繰返し負荷により母相の再生成が可能である。**detwinning** が生じたかについては明瞭な観察結果はできていないが、底面すべりに加えて、**detwinning** による引張と圧縮双方向への変形が可能である。一方、引張双晶は圧縮負荷下で作動しやすいとされており、圧縮-圧縮の状態では、引張双晶のみが多数観察されたものと考えられる。しかし、引張-引張の応力下では、引張双晶は発生し難く、**detwinning** は生じない。引張双晶の作動後に

さらに引張方向への変位に対応するためには他の変形系が作動する必要がある。そこで、引張双晶内部において、引張双晶と作動する応力方向が反対である圧縮双晶が作動し、二重双晶が形成されたと考えられる。

Fig.4-1 で示したように、疲労強度を等価応力振幅で評価した場合、 $R=0.1$ と -1 の結果に若干の相違があり、これは Mg 合金における修正グッドマン線図が、通常の金属材料よりも大きな誤差を与えることを示唆している。その一因が、両振りと片振りでの疲労き裂の発生機構が異なることであると考えられる。 $R=0.1$ では双晶に対する応力方向が限定されるため、組織異方性を持つ Mg 合金においては疲労き裂が発生し難く、等価応力振幅で評価した場合に疲労強度が $R=-1$ に比して高くなったと考えられる。

4.5 結 言

本章では、結晶粒を粗大化した Mg 合金 AZ31 を用いて、片振りとなる応力比 $R=0.1$ の条件下で平面曲げ疲労試験を実施した。ある応力条件下の疲労試験を中断しながら実施し、中断するごとにき裂発生が予想される切欠き部位の EBSD 解析を実施し、片振り下の疲労き裂発生について結晶学的に検討した。得られた主な結論は、以下のとおりである。

(1) $R=0.1$ および -1 における疲労強度について等価応力振幅で比較すると、 $R=0.1$ の方が若干高強度であった。これは疲労き裂の発生機構が異なるためであると考えられる。

(2) $R=0.1$ の応力条件下で平面曲げ疲労試験を行った試験片においても多数の引張双晶が観察されたが、疲労き裂との関連は認められなかった。

(3) $R=0.1$ の応力条件下では、 $\{10\bar{1}1\}$ - $\{10\bar{1}2\}$ 二重双晶が作動し、二重双晶の境界で疲労き裂が発生した。

(4) $R=-1$ と 0.1 の条件下での疲労き裂発生機構の相違は、正負の荷重に対する双晶の非対称性に起因すると考えられる。

参考文献

- (1) 例えば, 改訂 機械材料学, 第5章, 日本材料学会編.
- (2) K.N. Smith, P. Watson, and T.H. Topper, A stress-strain function for the fatigue of metals, *J. Mater. ASTM*, Vol.5, pp. 767–778 (1970).
- (3) S. Kleiner, P.J. Uggowitzer, Mechanical anisotropy of extruded Mg–6% Al–1% Zn alloy, *Materials Science and Engineering A*, Vol.379, pp.258–263 (2004).
- (4) 塩澤和章他, マグネシウム合金展伸材の高サイクル疲労強度特性に及ぼす応力比並びに荷重荷重様式の影響, *日本機械学会論文集 (A編)*, Vol.79, No.805, pp.1366-1381 (2013).
- (5) 種子島亮太他, 590MPa 級自動車用鋼板を母材とするスポット溶接継手における負荷荷重に基づく累積疲労損傷評価手法の確立, *日本機械学会論文集 (A編)*, Vol.78, No.787, pp.278-288 (2012).
- (6) 塩澤和章他, マグネシウム合金AZ80展伸材のギガサイクル疲労挙動とフラクトグラフィ, *日本機械学会論文集 (A編)*, Vol.75, No.754, pp.733-741 (2009).
- (7) D. Ando et al., Relationship between deformation twinning and surface step formation in AZ31 magnesium alloys, *Acta Materialia*, Vol.58, pp.4316-4324 (2010).
- (8) 安藤新二他, マグネシウム単結晶の{11-22} <-1-123> すべり, *軽金属*, Vol.42, No.12, pp.765-771 (1992).
- (9) L. Wu et al., Twinning–detwinning behavior during the strain-controlled low-cycle fatigue testing of a wrought magnesium alloy, ZK60A, *Acta Materialia*, Vol.56, pp.688–695 (2008).
- (10) L. Wu et al., Internal stress relaxation and load redistribution during the twinning–detwinning-dominated cyclic deformation of a wrought magnesium alloy, ZK60A, *Acta Materialia*, Vol.56, pp.3699–3707 (2008).
- (11) B.M. Morrow et al., In-situ TEM observation of twinning and detwinning during cyclic loading in Mg, *Metallurgical Materials Transactions*, Vol.45A, pp.36–40 (2014).

第5章 結 論

機械・構造物の軽量化が求められることから、構造材料には比重の小さな材料が使われ始めており、構造用金属材料の中で最も軽く、資源量が豊富な Mg 合金は次世代の構造材料として期待される。Mg 合金は引張と圧縮で応力-ひずみ線図が非対称性を示すように特異な変形挙動を持ち、疲労挙動は十分に解明されていない。機械構造物に利用するためには力学特性や疲労特性を詳細に解明する必要がある、結晶学的な解析を行うことはき裂発生に対する材料組織の影響を理解し、寿命予測をする上で極めて重要となる。

本論文では、Mg 合金を機械・構造物に利用する際に必要となる、Mg 合金の疲労き裂発生機構を結晶学的に明らかにすることを目的とした。Mg 合金 AZ31 を用いて完全両振り疲労試験を実施し、EBSD を用いた結晶方位解析により疲労き裂発生機構を結晶学的に検討した。次いで、片振りの疲労試験も実施し、疲労き裂発生機構に及ぼす応力比の影響についても検討した。本研究により得られた結果を以下にまとめる。

第2章では、結晶方位解析の基礎となる、EBSD 法の原理、ならびに実際に作動したすべり系を同定するためのすべり線解析の手法について解説した。

第3章では、結晶粒を粗大化した Mg 合金 AZ31 を用いて、応力比 $R=-1$ の完全両振りの平面曲げ疲労試験を行い、試験を適宜中断して EBSD 解析を実施し、経時的な観察によって疲労き裂発生機構を結晶学的に検討した。

(1)結晶粒を粗大化させた AZ31 は納入材よりも低い強度を示した。応力振幅 $\sigma_a = 130\text{MPa}$ で疲労試験を実施した場合、疲労寿命の 8%で 2 つの疲労き裂が発生することが確認された。

(2)疲労き裂が引張り双晶帯内で発生することが確認された。結晶方位解析に基づき、応力の繰り返しによってまず引張双晶帯が形成され、続いて双晶帯内に圧縮双晶が形成されることが確認された。引張双晶帯内の底面すべりの Schmid 因子が大きいことから、多数の底面すべりが作動し、圧縮双晶境界に転位が堆積して疲労き裂が発生したと考えられる。

(3)引張双晶帯内に疲労き裂が発生する条件として、引張双晶帯と内部に発生

する圧縮双晶の角度差が小さいこと、双晶帯が発生する母相と双晶帯のいずれにおいても底面すべりの Schmid 因子が大きいことが挙げられる。

(4)粒界き裂については、粒界を挟む 2 つの結晶粒において、いくつかの底面すべり、引張双晶、圧縮双晶の角度が粒界の角度に比較的近いこと、粒界が応力軸に対して垂直に近いことが満たされた場合に疲労き裂が発生しやすい。また、結晶粒粗大化材では、き裂が発生する距離が長いため、粒界き裂が主き裂として進展しやすいことが判明した。

第 4 章では、正の平均応力を付与して、片振りとなる応力比 $R=0.1$ の条件下で平面曲げ疲労試験を実施した。応力振幅 65MPa の疲労試験を中断しながら実施し、中断するごとにき裂発生が予想される切り欠き部位を EBSD 解析し、片振り下での疲労き裂発生挙動について結晶学的に検討した。

(1) $R=0.1$ および-1 における疲労強度について修正グッドマン式により算出した等価応力振幅で比較すると、 $R=0.1$ の方が若干高強度であった。これは疲労き裂の発生機構が異なるためであると考えられる。

(2) $R=0.1$ の応力条件下で平面曲げ疲労試験を行った試験片においても多数の引張双晶が観察されたが、疲労き裂との関連は認められなかった。

(3) $R=0.1$ の応力条件下では、{10-11}-{10-12}二重双晶が作動し、二重双晶の境界で疲労き裂が発生した。引張双晶の作動後にさらに引張方向への変位に対応するためには他の変形系が作動する必要があるが、引張双晶と作動する応力方向が反対である圧縮双晶が作動し、二重双晶が形成されたと考えられる。

(4) $R=-1$ の応力条件下で生じた引張双晶には detwinning が生じるが、 $R=0.1$ では双晶に対する応力方向が限定されるため、detwinning は生じない。この荷重に対する双晶の非対称性に起因して、 $R=0.1$ と-1 の条件下で疲労き裂発生機構が異なると考えられる。

以上のように、本論文で得られた成果は、展伸 Mg 合金 AZ31 の疲労き裂発生に及ぼす結晶方位の影響を明らかにし、また、平均応力の影響により変化するき裂発生機構について実用的に貴重な情報を提供し、その疲労挙動解明に重要な知見が得られた。

今後、機械・構造物の軽量化が進められるに従い、ますます Mg 合金への期待は高まる。本研究成果は、Mg 合金の疲労限度設計や損傷許容設計において重要

な指針になると考えられる。部材の疲労寿命を評価する上で一方で、疲労寿命はき裂発生寿命とき裂進展寿命に分けることができるが、本研究で疲労き裂発生機構を解明したことは、特にき裂発生寿命予測の高精度化に貢献できると考えられる。しかし、現実の機械・構造物の挙動は複雑であり、単純な完全両振りや片振りでの損傷事例ばかりではない。得られた知見を実用化につなげるためには、様々な応力条件の組合せに対して、疲労き裂発生機構がどのように変化するかを今後さらに検討していく必要がある。

謝 辞

本研究は、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研究の成果をまとめたものである。

本研究の遂行及び論文の作成にあたり、多大なご指導を賜りました岐阜大学工学部機械工学科 植松美彦教授，ならびに柿内利文准教授に心よりお礼申し上げます。

本論文の審査にあたり、丁寧なご指導を賜りました、岐阜大学工学部機械工学科 屋代如月教授に厚くお礼申し上げます

研究を進めるにあたり多くのご指導をいただきました，豊田工業専門学校中島正貴名誉教授，中村裕紀准教授，ならびに岐阜大学工学部機械工学科 秋田正之技術職員に深くお礼申し上げます。

本研究の実験や測定に関してご協力いただきました，岐阜県産業技術総合センター職員の皆様に感謝申し上げます。

研究への励ましをいただきました，研究室の皆様に感謝申し上げます。

最後に、博士課程進学を受け入れ、応援していただいた家族に深く感謝いたします。