

1311 固相合成法による Mg_2Si 分散マグネシウム合金の疲労挙動Fatigue Behavior of Mg_2Si -Dispersed Magnesium Alloys Fabricated by Solid-State Synthesis

正 ○鎌倉光利 (岐阜県製品技術研 (岐阜大院)) 正 戸梶恵郎 (岐阜大工)
正 植松美彦 (岐阜大工)

Mitsutoshi KAMAKURA, Gifu Prefectural Research Institute of Industrial Products,
1288 Oze, Seki, Gifu 501-3265

Keiro TOKAJI, Gifu University
Yoshihiko UEMATSU, Gifu University

Mg_2Si -dispersed magnesium alloys were produced by solid-state synthesis using AZ31 and SiO_2 powders as starting materials in which two different powder sizes in AZ31 were used. Then extrusion was applied to produce bars of 24mm diameter. Rotating bending fatigue tests were performed using smooth specimens of the extruded materials in laboratory air at ambient temperature. It was found that Mg_2Si -dispersed Mg alloys showed lower fatigue strength than the extruded AZ31 alloy and the fatigue strength of the material using coarse powder decreased significantly. Fatigue cracks always initiated from large particles immediately after cyclic loading was applied and subsequent small crack growth was faster than the extruded AZ31 alloy. It was concluded, therefore, that the decrease of the fatigue strength of Mg_2Si -dispersed Mg alloys was attributed to the premature crack initiation from particles and faster small crack growth and the observed powder size dependence of fatigue strength was due to difference in the size of the particle from which the crack initiated.

Key words: Magnesium alloy, Mg_2Si , Solid-state synthesis, Microstructure, Fatigue strength, Crack initiation, Small crack growth

1. 結 言

高い比強度・比剛性とリサイクル性を有するマグネシウム (Mg) 合金が次世代軽量構造材料として注目されている。しかし、各種疲労特性に関する最新のデータの蓄積は不十分であった。そこで著者らはこれまでに、重要な構造部材として応用が期待される展伸材の疲労特性と破壊機構について検討してきた。その結果、絶対的な疲労強度は必ずしも高いとは言えず、今後その向上に対するアプローチが必要と考えられた。その一手法として新合金の開発が挙げられ、最近固相合成法によって Mg 合金中に Mg_2Si 粒子を分散させた材料が開発されている。しかし、その疲労特性は知られていない。

そこで本研究では、AZ31 合金粉末に SiO_2 粉末を添加し固相合成後、押出成形された Mg_2Si 分散マグネシウム合金の平滑試験片を用いて回転曲げ疲労試験を行い、疲労強度と破壊機構について検討する。

2. 材料および実験方法

2-1 Mg_2Si 分散 Mg 合金の製法 まず、Mg 合金 (AZ31) 粉末に SiO_2 粉末とオレイン酸を振動ミルによって攪拌、混合する。次に、ミリング粉末を冷間で圧粉、固化後、673K に加熱することによってオレイン酸を脱脂し、753K で固相合成により Mg_2Si を生成させる。続いて、押出比 2.5 の一次押出加工によりピレットを作製し、その後、同一温度で二次押出加工により直径 24mm の押出材を得る。なお、押出比は 39 である。

2-2 供試材 AZ31 合金粉末として、粒径が 0.1~0.5mm (細粒) と 0.5~2mm (粗粒) の 2 種類を用いた。これらの AZ31 合金粉末に 5mass% SiO_2 粉末 (粒径: 10~20 μm) と 0.5mass%オレイン酸を秤量して粉末調整し、前述した方法により Mg_2Si 分散 Mg 合金を製造した。以後、細粒粉末を用いた材料を Mg_2Si -F 材、粗粒粉末を用いた材料を Mg_2Si -C 材と記す。また、比較材として市販の AZ31 押出材 (押出比: 35) を用いた。その化学成分 (mass%) は、Al: 3.0, Zn: 1.0, Mn: 1.0, Si: 0.1, Cu: 0.05, Ca: 0.04, Fe: 0.005, Ni: 0.005 である。

2-3 実験方法 組織観察には走査型電子顕微鏡 (SEM) および X 線エネルギー分散型分光装置 (EDS) を用いた。機械的性質を評価するために、直径 8mm、標点距離 80mm

の試験片を用いて引張試験を行った。

疲労試験片は直径 8mm、平行部長さ 10mm の平滑試験片であり、エメリー紙で 2000 番まで順次研磨した後、バフ研磨により鏡面に仕上げ試験に供した。

疲労試験には容量 98Nm の小野式回転曲げ疲労試験機を用い、繰返し速度 f 約 50Hz、室温大気中で実験を行った。き裂発生および微小き裂成長をレプリカ法により観察した。また試験後、SEM を用いて破面を詳細に観察した。

3. 実験結果および考察

3-1 組織と機械的性質 Fig.1 に Mg_2Si -F 材および Mg_2Si -C 材のエッチング後の押出方向に垂直な断面 (横断面) 組織を示す。母地組織はほぼ等軸の結晶粒から成っており、その平均結晶粒径は Mg_2Si -F 材では 13.1 μm 、 Mg_2Si -C 材では 12.4 μm である。一方、比較材の AZ31 押出材も等軸の結晶粒組織であり、平均結晶粒径は 15.9 μm であった。

Fig.1 において黒い部分が固相合成により生成した粒子である。 Mg_2Si -F 材ではやや粗大な粒子も見られるが、粒

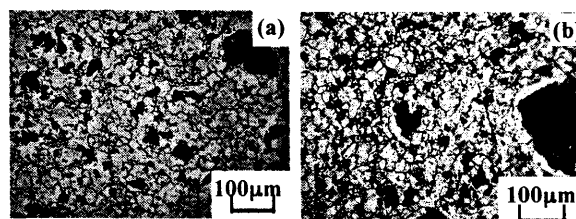


Fig.1 Microstructures of cross section: (a) Mg_2Si -F, (b) Mg_2Si -C.

Table 1 Mechanical properties.

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

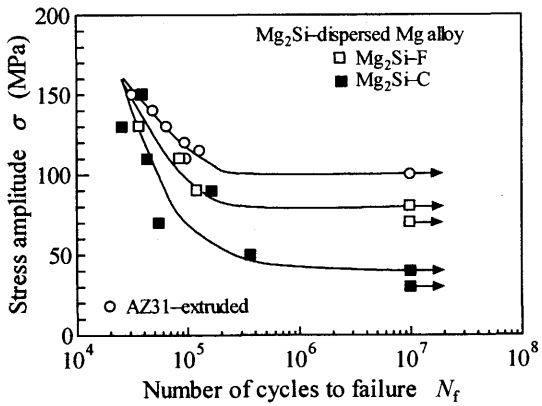


Fig.2 S-N diagram.

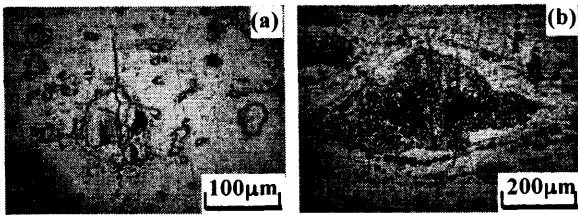


Fig.3 SEM micrographs showing fatigue crack initiation from Mg₂Si particle: (a) Mg₂Si-F, (b) Mg₂Si-C. The specimen axis is the horizontal direction.

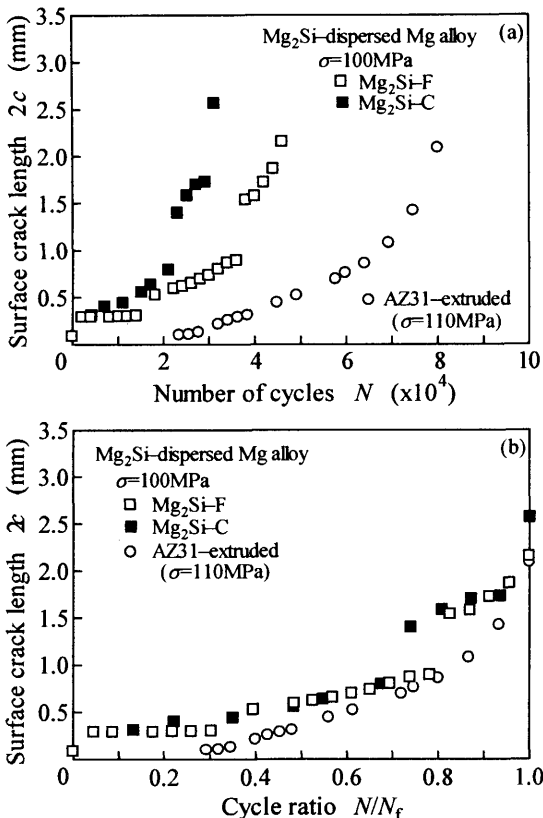


Fig.4 Surface crack length as a function of (a) number of cycles, (b) cycle ratio.

子は母地組織中に比較的均一に分布している。一方、Mg₂Si-C材ではきわめて粗大な粒子が存在している。なお、XRD分析結果によって黒い部分ではMg₂Siの他にMgOが確認されたが、以後その部分をMg₂Si粒子と呼ぶことにする。

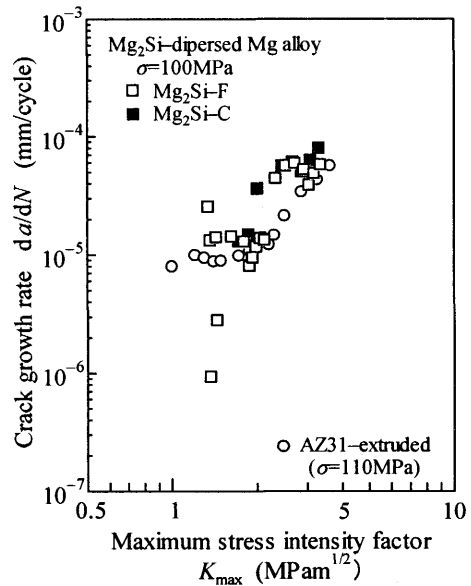


Fig.5 Relationship between crack growth rate and maximum stress intensity factor.

Table1に引張試験結果を示す。Mg₂Si分散Mg合金の場合、耐力はほぼ同程度であるが、引張強さ、伸びおよび絞りはいずれもMg₂Si-F材のほうがMg₂Si-C材よりもやや高く、粉末粒径の影響が見られる。

3・2 疲労強度 Fig.2にS-N線図を示す。いずれのMg₂Si分散Mg合金の疲労強度も比較材のAZ31押出材よりも低下し、低下の程度は粉末粒径の大きいMg₂Si-C材において顕著である。繰返し数 $N=10^7$ 回の疲労強度は、Mg₂Si-F材では80MPa、Mg₂Si-C材では40MPa、AZ31押出材では100MPaである。

3・3 疲労き裂発生 Fig.3にレプリカ法によって観察されたき裂発生様相の例を示す。き裂は例外なく粗大なMg₂Si粒子から発生した。すなわち、強化粒子として期待されたMg₂Si粒子がき裂発生起点となる。

3・4 微小き裂成長挙動 表面のき裂全長 $2c$ と繰返し数 N および繰返し数比 N/N_f (N_f :疲労寿命)の関係を図4に示す。Mg₂Si分散Mg合金はAZ31押出材と比較すると、絶対的にも相対的にもき裂発生は早い。

き裂成長速度 da/dN と最大応力拡大係数 K_{max} の関係をFig.5に示す。Mg₂Si分散Mg合金の場合、両材の da/dN - K_{max} 関係には顕著な相違は見られないが、低 K_{max} 、すなわちき裂寸法の小さい領域ではMg₂Si-F材の成長速度はMg₂Si-C材や比較材のAZ31押出材よりも遅い。しかしその領域を除けば、両Mg₂Si分散Mg合金の結果はAZ31押出材よりもやや高速度側にあり、低いき裂成長抵抗を示す。

以上のき裂発生および微小き裂成長挙動の観察結果から、AZ31押出材よりもMg₂Si分散Mg合金の疲労強度が低いのは、Mg₂Si粒子の存在が却って早期のき裂発生に導くことと、それに続く微小き裂成長抵抗を減ずるためである。

4. 結 言

本研究では、2種類の粒子寸法のAZ31合金粉末とSiO₂粉末を固相合成後、押出成形されたMg₂Si分散Mg合金を用いて回転曲げ疲労試験を行い、その疲労強度が比較材のAZ31押出材より低下し、低下の程度は粉末粒径の大きい材料において顕著であることを明らかにした。

最後に、本研究は平成16年度中小企業地域新生コンソーシアム研究開発事業の一環として行われたものであることを付記し、有益なご助言をいただいた関係各位に謝意を表す。

(参考文献省略)