

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 27 年 6 月 15 日現在

機関番号：13701

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2013～2014

課題番号：25820006

研究課題名(和文)超小型Mg合金単結晶疲労試験による疲労特性の微視構造依存性の解明

研究課題名(英文)Clarification of dependency of fatigue behavior on microstructures by fatigue tests using micro-sized monocrystalline specimen of Mg alloy

研究代表者

柿内 利文(KAKIUCHI, TOSHIFUMI)

岐阜大学・工学部・准教授

研究者番号：20452039

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 2,100,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では、Mg合金の単一の結晶粒から採取した超小型試験片(マイクロマテリアル)用の疲労試験機を作製し、疲労特性の微視構造依存性を調べた。試験結果より、通常寸法のバルク試験片に比較して、マイクロマテリアルの疲労強度は高く、ばらつきが大きかった。試験片ごとにみると、疲労強度が低い順に、底面すべり、双晶、一次錐面すべりの変形機構がそれぞれの試験片の疲労過程に作動した。また、これらは結晶方位と荷重荷方向との関係に強く依存していた。一方、バルク試験片の疲労過程において、疲労き裂は主として二重双晶から発生し、単結晶マイクロマテリアルの疲労過程において作動した変形機構と異なることがわかった。

研究成果の概要(英文)：In this study, the dependency of the fatigue property of the Mg alloy on the microstructure was investigated using our self-made fatigue testing machine for a very small specimen of a micro material fabricated from a single crystal. The fatigue test results exhibited that the fatigue strength of the micro material was higher than that of the bulk material with the normal size and the scatter of the micro material was larger than that of the bulk material. The basal sliding, the twinning and the pyramidal sliding operated in each specimen in the increasing order of the fatigue strength, respectively. Besides, they were dependent strongly on the relationship between the crystal orientation and the loading direction. On the other hand, fatigue cracks initiated from the double twinning in most of the specimens of the bulk material and it is found that the operating deformation mechanism of the bulk material is different from that of the micro material.

研究分野：工学

キーワード：疲労 マイクロマテリアル

1. 研究開始当初の背景

長期間の利用を想定した実構造物の設計において、構造部材に用いられる金属材料の高サイクル疲労特性の把握は重要である。金属疲労は、大寸法の部材をも破断に至らしめる巨視的な現象であるが、そのメカニズムは材料の微視構造に大きく依存する。疲労特性の微視構造への依存は、特に低応力負荷時の高サイクル疲労において顕著であるから、これを詳細に把握することは工学的に重要かつ有意義である。

金属材料の微視構造が疲労に及ぼす影響については、これまでに多くの研究がなされてきたが、さらに疲労メカニズムを深く理解し、これを定量的評価に活用するためには、微視構造そのものの疲労に対する強度および特性の詳細な把握が必要である。しかしながら、従来のこの分野の研究は、多結晶のバルク体を対象とした試験と微視構造の詳細な観察および分析を組み合わせで行われたものが多く、微視構造そのものを対象とした疲労試験およびその特性評価は、この実験的な研究が困難であることから、これまで十分に行われてはいない。

マグネシウム (Mg) 合金は実用金属中で最も比重が小さく、比強度や比剛性に優れるという利点を持つため、軽量構造材料としての利用拡大が期待されている。Mg 合金の結晶は稠密六方 (hcp) 構造を持ち、室温において作動する変形機構は少なく異相性が強い。さらに Mg 合金は集合組織を形成することが多い。そのため、特に Mg 合金においては微視構造の疲労特性評価が重要であり、この評価の工学的意義も高いと考えられる。

2. 研究の目的

前述した背景に鑑み、本研究では次のことを目的とした。

(1) Mg 合金の微視構造の疲労特性評価を行うための試験技術を確立する。具体的には次に挙げる事項を行う。

(a) 結晶方位を同定した Mg 合金の単一の結晶粒から最大辺の寸法が数十 μm 程度の超小型マイクロマテリアル試験片を作製する。

(b) この試験片を用いて疲労試験を行うための微小荷重あるいは微小変位の負荷が可能な疲労試験装置を作製する。

(c) 疲労破壊に寄与する微視構造特性、特に疲労過程に作動する変形機構を特定するための観察技術を確立する。

(2) 上述の疲労試験システムを用いて多数回の疲労試験を行い、疲労特性と微視構造との関係、特に結晶方位が疲労特性に及ぼす影響を明らかにする。

(3) マイクロマテリアルの試験結果とバルク体の試験結果の比較を行い、その違いおよび関連を明らかにする。

3. 研究の方法

供試材には Mg 合金 AZ31 を用いた。一部の試験では、納入材に摩擦攪拌による強加工およびその後の熱処理を加えることで結晶粒を $500\mu\text{m} \sim 1\text{mm}$ まで粗大化させた材料を用いた。これは、供試材の平均結晶粒径が約 $30\mu\text{m}$ であったのに対して、後述するようにマイクロマテリアル試験片の最大辺の寸法は $40\mu\text{m}$ 程度としており、供試材をそのまま利用する場合には試験片を単一の結晶粒から採取できない可能性があったためである。また、粗大結晶粒材を用いることで単一の結晶粒からの複数の試験片作製が比較的容易となり、試験結果の再現性を確認することも可能となる。

試験片の作製には μm 単位の加工を正確かつ容易に行うことのできる集束イオンビーム (Focused Ion Beam; FIB) 法を用いた。試験片の形状は超小型片持ち梁 (マイクロカンチレバー) とし、数 cm 程度の直方体バルクブロックの辺上に作製した。マイクロマテリアルの強度試験において、試験片の確認は顕微鏡下で行う必要があり、一般に試験片のハンドリングやグリップは困難である。一方、疲労試験はかなりの回数をこなすため、これらはなるべく簡便に行われる必要がある。試験片をカンチレバーとすることで、押し込み動作を行うだけで荷重を負荷することが可能となり、荷重負荷位置における試験片のグリップに複雑な機構を用いる必要がなくなる。またバルク体上に試験片を作製することで試験片支持側のグリップもバルク体のグリップを行えばよく、試験片のハンドリングおよび位置調整も容易となる。マイクロカンチレバー試験片の寸法は、長さ $40\mu\text{m}$ 、幅 $8\mu\text{m}$ 、奥行き $3\mu\text{m}$ とした。この寸法は、FIB 加工の精度や試験片観察に用いた顕微鏡の分解能などを考慮した上でできるだけ小寸法となるように決定した。一部の試験片では試験部の応力評価を正確に行うために、幅を $3\mu\text{m}$ とする切欠きを付した。結晶方位の同定には電子線後方散乱回折 (Electron Backscatter Diffraction; EBSD) 法を用いた。試験片作製の手順は以下のようにした。(1) バルクブロックの上面の EBSD 解析を行い、結晶粒の分布およびその方位同定を行う。(2) 試験片採取の容易さ、試験時のシュミット因子 (主として作用する垂直応力に対して特定の变形機構が作動する面およびその作動方向のせん断応力の比率を表す無次元指標) の検討を行い、試験片を採取する結晶粒を決定する。またその結晶粒に FIB を用いてマーキングする。(3) 顕微鏡を用いて位置を確認しながら、研磨紙を用いた研磨および精密ワイヤソーによる切断を行い、試験片を採取する結晶粒が直方体の辺に接するような面出しを行う。(4) 上面のみ、あるいは切欠きをつける場合は上面と側面の2回に分けて FIB 加工を行い、試験片を所定の形状に加工する。

疲労試験機は、ピエゾアクチュエータ (最大変位 $40\mu\text{m}$)、デジタルマイクロスコープ、

精密ステージ, 小型ロードセル(容量 50mN)などを用いて自作した. 荷重の負荷方式は応力比 $R = 0$ の片持ち曲げとし, 試験変位を顕微鏡で確認しながらピエゾアクチュエータに負荷する電圧を一定に制御することで変位一定の試験を行った. 試験条件は, 室温大気中, 繰返し速度 $f = 15\text{Hz}$, とした. 図 1, 2 に, 試験片, 疲労試験装置のそれぞれの模式図を示す.

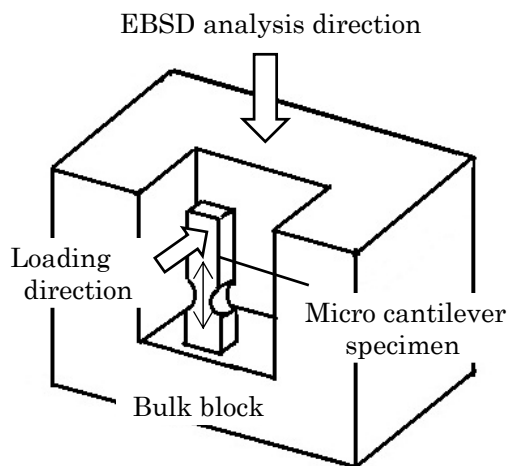


図 1. 試験片模式図

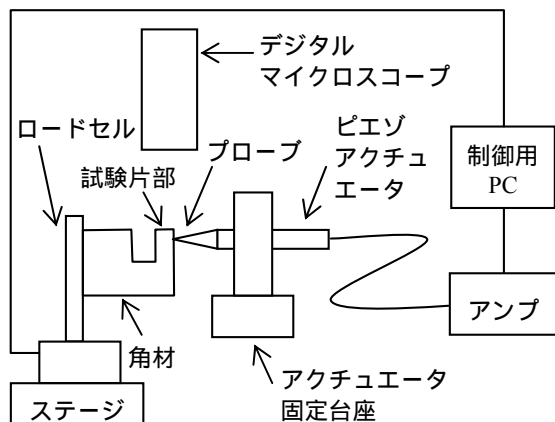


図 2. 疲労試験装置模式図

一部の疲労試験においては, 疲労破壊の前に生じる大変形に伴う負荷荷重低下時に試験を中断して表面の詳細な観察を行い, 試験片の作製前に行った EBSD による結晶方位解析結果を考慮しながら, 作動した変形機構の特定を行った.

バルク体においても, 上記のマイクロカンチレバーの実験に用いたものと同じ材料を用いて平面曲げによる疲労試験を行った. さらに本研究と同様に EBSD による結晶方位解析を組み合わせて試験途中の試験片の表面観察も行い, マイクロカンチレバーの試験結果と合わせて比較・検討した.

4. 研究成果

疲労試験により得られた $S-N$ 線図をバルク体の疲労試験結果とともに図 3 に示す. マイクロカンチレバーの疲労試験では変位を一定とした試験を行っているために試験の終盤に比較的大きな変形を生じて荷重が低下し, 最終的な破断が得られない場合がある. これは特に切欠き試験片において生じたが, この場合には荷重低下を生じた時点を破断とみなして図中にプロットした. また, 最終破断を生じなかった切欠き試験片は, 試験後に表面の SEM 観察を行い, 変形機構の特定を行った. この結果も合わせて図に示す.

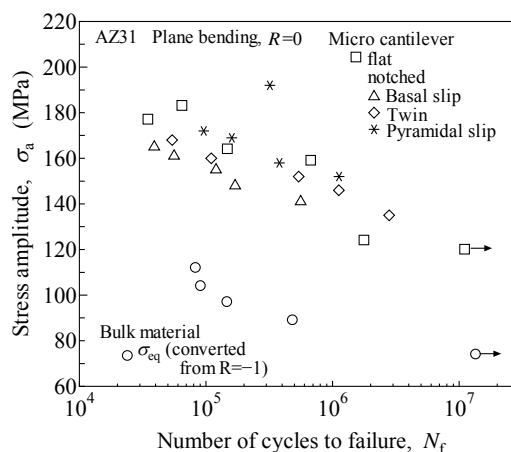


図 3. $S-N$ 線図

試験結果より, 通常寸法のバルク試験片に比較して, マイクロカンチレバーの疲労強度は高く, ばらつきが大きいことがわかる. 表面観察の結果より, 試験片ごとに, 底面すべり, 双晶, 一次錐面すべりのいずれかの変形機構が疲労過程に作動しており, さらにこの順に疲労強度が低い, すなわち, 底面すべりが作動した試験片の疲労強度がもっとも低く, 次いで双晶, 錐面すべりの順に疲労強度が高くなることがわかった. この考察を踏まえて作動した変形機構ごとに試験結果をみると, それぞれのばらつきは小さい. したがって, 作動する変形機構の相違がマイクロカンチレバーの疲労試験結果のばらつきの原因と考えられる. さらに, 作動した変形機構とそれぞれの変形機構におけるシュミット因子の大小を比較したところ, 底面すべりのシュミット因子が高い試験片では底面すべりが作動していた. 一方, 双晶あるいは錐面すべりのいずれかが作動した試験片では底面すべりのシュミット因子が比較的低く, 双晶のシュミット因子の方が高かった. 双晶と錐面すべりの2つのいずれが作動するのかと, それぞれのシュミット因子との関係は明確ではなかったが, さらに, 主応力の方向に着目すると, これが hcp 構造の c 軸と平行に近い方向に作用する場合に双晶が, 垂直に近い方向に作用する場合に錐面すべりが, それぞれ作動する傾向が見られた. 以上のことよ

り、作動する変形機構は結晶方位と荷重負荷方向に大きく依存し、またそれが疲労強度にも大きな影響を及ぼすことがわかった。

バルク材の疲労過程における変形機構を調べると、バルク材では試験の序盤から複数の変形機構が作動していた。しかし、特に疲労き裂発生箇所初期の変形機構に着目すると、疲労き裂は二重双晶から発生するという結果が多く得られた。このことから、同じ材料であっても、マイクロマテリアル単結晶体とバルクマテリアル多結晶体とで異なる特性が見られることがわかった。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文](計1件)

Toshifumi Kakiuchi, Yoshihiko Uematsu, Shinya Tamano, Satoshi Mizuno, Effect of grain orientation on fatigue behavior in micro cantilever of magnesium alloy AZ31, Procedia Materials Science, peer-reviewed, Vol.3, 2014, pp.967 - 972.

[学会発表](計2件)

Toshifumi Kakiuchi, Yoshihiko Uematsu, Shinya Tamano, Satoshi Mizuno, Effect of grain orientation on fatigue behavior in micro cantilever of magnesium alloy AZ31, 20th European Conference on Fracture (ECF20), 30/June - 4/July/2014, Trondheim (Norway)

柿内利文, 植松美彦, 水野聡, Mg合金AZ31のマイクロカンチレバーによる微笑疲労試験とEBSD結晶方位解析, 日本機械学会2013年度年次大会, 2013年9月8日~9月11日, 岡山大学(岡山県・岡山市)

6. 研究組織

(1)研究代表者

柿内 利文 (KAKIUCHI, Toshifumi)

岐阜大学・工学部・准教授

研究者番号: 20452039

(2)研究分担者

なし

(3)連携研究者

なし