

平成 22 年 5 月 12 日現在

研究種目：若手研究（B）

研究期間：2007～2009

課題番号：19760063

研究課題名（和文）Sc 含有 Al-Mg 合金及び Al-Mg-Si 合金の高温疲労特性の評価と改善

研究課題名（英文）Enhancement of fatigue properties of Al-Mg and Al-Mg-Si alloys at elevated temperatures by addition of small amount of Scandium

研究代表者

渡邊 千尋（WATANABE CHIHIRO）

金沢大学・機械工学系・准教授

研究者番号：60345600

研究成果の概要（和文）：Sc を添加した Al-Mg 合金及び Al-Mg-Si 合金を作製し、高温における疲労挙動の調査を行った。その結果、Al-Mg 合金においては、 Al_3Sc 粒子サイズが小さい場合には、運動転位による粒子のせん断が生じ疲労軟化を示し、粒子サイズが大きな場合には変形は均一となり疲労軟化は生じなかった。Al-Mg-Si 合金においては、Sc を添加する事で、 β' - Mg_2Si 析出物に加えて Al_3Sc 粒子が析出し、この Al_3Sc 粒子の存在により、変形の局在化を抑制し、疲労寿命が大きく改善する事を示した。

研究成果の概要（英文）：The effects of small amount of Sc addition on the fatigue properties of Al-Mg and Al-Mg-Si alloys at elevated temperatures have been examined. Cyclic softening after initial hardening is found in the Al-Mg alloys with small Al_3Sc particles, but no cyclic softening takes place in the alloys with larger particles. The cyclic softening is explained by a loss of particle strengthening through particle shearing within strongly strained slip bands. The larger Al_3Sc particles have a stronger retardation effect on the formation of fatigue-induced stable dislocation structure than small particles even at a high temperature. After peak-aging treatments, the Al-Mg-Si alloys has fine lath-shaped β' precipitates. In the Sc-containing Al-Mg-Si alloy, spherical Al_3Sc precipitates of about 11 nm in diameter are co-existed. The Al-Mg-Si alloy with Sc exhibits cyclic hardening to saturation, while the alloy without Sc shows clear cyclic softening after initial hardening. In the Sc-bearing Al-Mg-Si alloy, owing to the existence of non-shearable Al_3Sc precipitates, dislocations were uniformly distributed, resulting in the improvement of fatigue life.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2007 年度	2,300,000	0	2,300,000
2008 年度	500,000	150,000	650,000
2009 年度	500,000	150,000	650,000
年度			
年度			
総計	3,300,000	300,000	3,600,000

研究分野：金属疲労

科研費の分科・細目：機械工学・機械材料・材料力学

キーワード：機械材料・金属疲労・Sc 含有 Al 合金

1. 研究開始当初の背景

自動車などの運送機器には地球環境保全や安全性に対する厳しい要求が課せられており、車体の軽量化と衝突安全性向上の両立が求められている。これを達成するために、比強度の高いアルミニウム (Al) 合金を用いたスペースフレーム構造といった新しい工法が導入されている。このようなオール Al 車体は一部の高級車といった少量生産車に限定されているが、社会的要請から大量生産車への適用拡大は避けられない。車体構造部材用途で Al 合金が用いられる場合、エンジン近傍などで高温下 (150~250°C) にさらされるため、耐熱性・優れた高温強度が要求される。

自動車車体用 Al 合金として、整形性・耐食性に優れた Al-Mg 合金や Al-Mg-Si 合金が用いられている。しかし、Al-Mg 合金では析出硬化型の 2000 系・7000 系 Al 合金と比較して著しく強度特性が低いこと、Al-Mg-Si 合金では溶接割れといった問題点が挙げられる。近年、Al 合金への Sc の微量添加により、铸造性・耐熱性・強度などが改善されるため、Sc 含有 Al 合金は活発に研究が行われている。例えば、微量の Sc の添加により、Al-Mg 合金の優れた整形性や溶接性を損なうことなく、強度が向上することが報告されている。Al-Mg-Si 合金では少量の Sc 添加により溶接割れが抑制され、溶接部の強度が改善されることが見いだされている。しかし、Sc を含む Al-Mg 合金の疲労挙動を調査した研究例は少なく、高温疲労特性の調査に至ってはほとんどなされていない。また、Sc 含有 Al-Mg-Si 合金については、いくつかの国内外のグループによって、析出挙動や再結晶挙動に関する報告がなされているが、機械的特性を調べた研究例は皆無である。従って、工業材料としてこれらの Sc 含有 Al-Mg 合金、Al-Mg-Si 合金を実用化するには、信頼性の観点から高温疲労特性の評価は必須である。

2. 研究の目的

本研究では、現在自動車車体用 Al 合金として代表的な 5000 系 Al-Mg 合金及び 6000 系 Al-Mg-Si 合金に、高温における材料組織の安定化を目的として Sc を添加し、150~250°C の範囲で高温疲労特性の評価を行った。加えて得られた知見をフィードバックし微視組織制御による高温疲労特性の改善を目的として、以下の項目について調査を行った。

- 1) 5000 系 Al-1mass%Mg 合金、6000 系 Al-1mass%Mg-0.6mass%Si 合金に 0.3mass% までの Sc を添加後、時効熱処理による組織変化
- 2) 同合金の微視組織 (析出物分散状況・結晶

粒径等) と高温疲労特性の関連性

3) 同合金の高温疲労に伴う微視組織変化

4) 加工熱処理による同合金の高温疲労向上への微視組織の最適化

3. 研究の方法

Al-1wt%Mg 合金、Al-0.8wt%Mg-0.7wt%Si 合金及び、これらに 0.27wt%Sc を添加した合金を、古河スカイアルミニウム株式会社に依頼し铸造作製を行った。均質加熱処理の後に、鑄塊の表面を 3mm 研削した後、540°C にて 50% の熱間圧延を行った。Al-Mg 系合金に関しては、610°C にて 2 時間、Al-Mg-Si 系合金に関しては、620°C にて 2 時間の条件で溶体化処理を行った。溶体化処理後の試料に 200°C ~ 475°C の温度範囲で種々の時間時効熱処理を施した。時効処理後の合金を用いて、ビッカース硬度を測定し、時効硬化曲線を作成した。同時に、透過型電子顕微鏡 (日本電子 2010FEF) を用いて、微視組織観察を行い、合金中の析出物の種類、サイズ、分布状況を調査した。

引張試験及び、疲労試験用の試料は、熱間圧延方向が応力負荷方向と平衡になるように、ドッグボーン型平滑試験片を切り出した。引張試験は、インストロン型万能試験機 (島津 Auto Sigma) を用いて、室温~200°C の範囲で、初期ひずみ速度 $10^{-3} s^{-1}$ の条件で行った。塑性ひずみ振幅制御疲労試験並びに、応力振幅制御疲労試験は、油圧式引張り一圧縮疲労試験機 (島津 Servo Pulsar) を用いて、室温~200°C の範囲で行った。この際、試験片表面に直接ひずみゲージを貼付し、疲労試験中の応力-ひずみ応答をモニタリングした。

各種力学試験後の試料より、応力軸と平行に薄膜試料を作製し、透過型電子顕微鏡を用いて、内部転位組織の観察を行った。

4. 研究成果

Sc を添加した Al-Mg 合金の第 2 相析出物の分散状況を変化させ、微視組織と高温疲労挙動の関連性について調査を行った。その結果、繰返し数に対して塑性ひずみ振幅の変化を表した繰返し硬化曲線において、Figure 1 に示すように、亜時効 (UA) 材、ピーク時効 (PA) 材では初期硬化の後に疲労軟化を示した。これに対して過時効 (OA) 材では初期硬化の後に塑性ひずみ振幅は飽和した。

疲労軟化を示した試料表面ではすべり帯が観察され、変形の局在化が認められた。試料内部を観察するとバンド状の転位組織が形成しており、表面観察結果と良く対応していた。一方、塑性ひずみ振幅が飽和した試料表面ではすべり帯が観察されず、また試料内部においても明確な転位組織は形成してお

らず、転位は巨視的に均一に分布していた。高温での疲労寿命は室温のそれよりも低下した。高温疲労試験後の試料表面では粒界すべりや粒界に沿ってクラックが伝播していたことから、粒界すべりによって粒界割れが生じ、疲労寿命が低下したと理解された。さらに、詳細な組織観察より、粒界近傍には、無析出物帯 (PFZ) が形成しており、この PFZ 内で変形の局在化が生じる事により、上記の粒界破壊が生じる事を明らかにした。低温での時効後に高温で再度時効を行う二段時効を適用する事で、この PFZ 幅を制御する事が可能である事を見いだした。二段時効を行った過時効 (OA2) 材と通常の熱処理を行った OA 材の、疲労寿命 ($S-N$) 曲線を Figure 2 に示す。OA2 材と OA 材は、強度・伸びとも同等の特性を示すが、PFZ 幅の狭い OA2 材において、疲労寿命が 3 倍以上となっている事が分かる。すなわち、第二相の析出状況をコントロールする事で、同等の機械的性質を持つ場合でも優れた疲労特性を付与する事が可能である事を示した。これらの成果を日本材料学会で発表し、高い評価を受け、平成 20 年度日本材料学会優秀講演賞を受賞した。

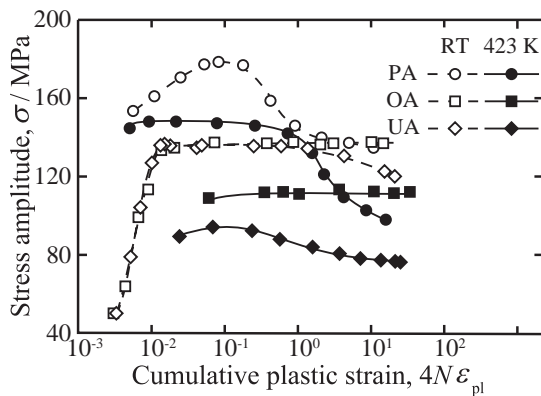


Fig. 1 Cyclic-hardening curves of specimens UA, PA and OA, fatigued under a plastic-strain amplitude of 1.0×10^{-3} at 423K. Also shown are the data obtained at RT

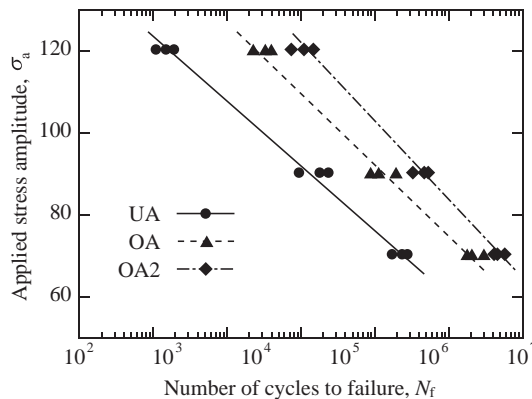


Fig. 2 $S-N$ curves of specimens UA, OA and

OA2 obtained at 423 K.

Al-Mg 合金中の Al_3Sc 粒子の析出挙動の基礎調査中に、 Al_3Sc 粒子がそのサイズによって形状を変化させるという学術的に非常に興味深い事実を発見した。すなわち、サイズが小さい場合には球状であるが、そのサイズが約 30nm を超えると立方体形状へと変化する事を明らかにした。この粒子形状変化を Figure 4 に示す。球から立方体までを連続的に記述できる超球近似を用いて、 Al_3Sc 粒子の形状を記述し、弾性ひずみエネルギーと界面エネルギー変化の解析を行った。その結果、粒子サイズの増加に伴い弾性ひずみエネルギーの全エネルギーへの寄与が大きくなり、また母相の弾性常数の異方性から立方体形状が安定形状となる事を示した。これらのエネルギー論的解析から、 Al_3Sc 粒子の形状変化を定量的に明らかにする事が出来た。

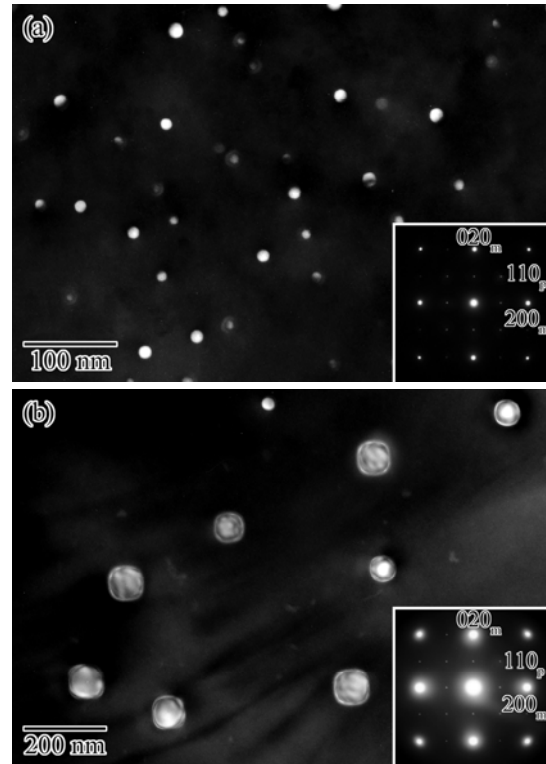


Fig. 3 Dark-field images of Al_3Sc precipitates in an Al-1wt%Mg-0.27wt%Sc alloy aged at 723 K for (a) 30 min and (b) 27 h. The zone axis is $[001]$.

Sc を添加した Al-Mg-Si 合金の析出挙動の調査並びに、高温における基本的な機械的性質及び塑性ひずみ振幅制御疲労試験を行った。二段時効を用いることで、直径約 10nm の Al_3Sc 粒子と棒状・ (Mg_2Si) 粒子を二重分布化することに成功した。疲労試験の結果、繰返し数に対して応力ひずみ振幅の変化を表した繰返し硬化曲線において、Sc を含まない合金では初期硬化の後に疲労軟化を示し

たに対して Sc を含有する合金では初期硬化の後に塑性ひずみ振幅は飽和した。

疲労軟化を示した試料表面ではすべり帯が観察され、変形の局在化が認められた。試料内部を観察すると、Figure 4 に示すように、バンド状の転位組織が形成しており、表面観察結果と良く対応している。また、Figure 4 の左下で見られるように、このすべり帯内で棒状・' 粒子が運動転位により繰り返しせん断を受け破壊していることも明らかにした。

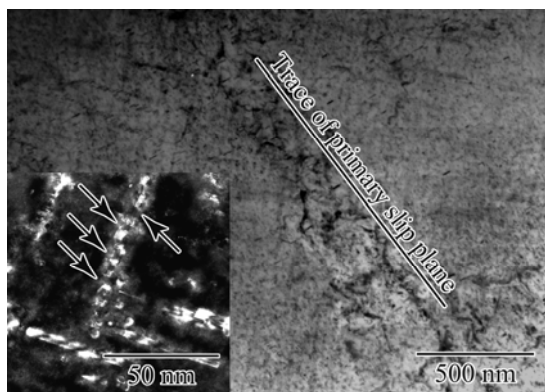


Fig. 4 TEM micrographs of Al-Mg-Si alloy fatigued under $\epsilon_{pl} = 1.0 \times 10^{-3}$. The inset is enlarged dark-field image of β' particles within the slip band.

一方、塑性ひずみ振幅が飽和した Sc 含有合金ではすべり帯が観察されず、また試料内部においても明確な転位組織は形成しておらず、転位は巨視的に均一に分布していた。すなわち、体積分率にして・' 粒子の 1/10 程度の Al_3Sc 粒子を共分散させることによって、繰り返し変形時の変形の局在化を抑制することが可能であり、これによって、疲労寿命を大幅に向上させる事に成功した。

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 5 件)

1. C. Watanabe and R. Monzen, *Material Science Forum*, in press, 査読有
2. C. Watanabe and R. Monzen, *Journal of physics CS*, in press, 査読有
3. C. Watanabe, D. Watanabe, T. Tanii and R. Monzen, *Philosophical Magazine Letters*, 90 (2010), 1347-1358, 査読有
4. C. Watanabe, R. Monzen and K. Tazaki, *International Journal of Fatigue*, 30 (2008), 635-641, 査読有
5. D. Watanabe, C. Watanabe and R. Monzen, *Materials Transactions*, 48 (2007), 1571-1574, 査読有

[学会発表] (計 7 件)

1. 渡邊千尋, Al-Sc 系合金中の Al_3Sc 粒子の粗大化成長, 日本軽金属学会第 117 会講演大会, 2009 年 11 月 15 日, 電気通信大学 (東京都)
2. C. Watanabe and R. Monzen, Fatigue behavior and microstructure of an Al-Mg-Sc alloy at an elevated temperature, The 15th International Conference on the Strength of Materials, 2009. 8. 18, Technische Universität Dresden (Germany)
3. Y. Ishino, C. Watanabe and R. Monzen, Low-cycle fatigue and dislocation structure of Al-Mg alloy with Sc at elevated temperature, The 9th Asia-Pacific Microscopy Conference, 2008. 11. 8, Jeju International Convention Center (Korea)
4. 石野嘉章, 渡邊千尋, 門前亮一, Al-Mg-Sc 合金における高温疲労特性と微細組織, 日本軽金属学会第 117 回秋期講演大会, 2008 年 11 月 6 日, 工学院大学 (東京都)
5. 渡邊千尋, 石野嘉章, 門前亮一, Al-Mg-Sc 合金の微視組織と高温疲労挙動, 第 57 期日本材料学会講演大会, 2008 年 5 月 25 日, 鹿児島大学 (鹿児島県)
6. 渡部大然, 渡邊千尋, 門前亮一, 573K にて時効された Al-Mg-Sc 合金における Al_3Sc 粒子の粗大化, 日本金属学会・2007 年周期講演大会, 2007 年 9 月 21 日, 岐阜大学 (岐阜県)
7. 渡邊千尋, 石野嘉明, 門前亮一, Al-Mg-Sc 合金における高温疲労挙動と転位組織, 日本金属学会・2007 年秋期講演大会, 2007 年 9 月 20 日, 岐阜大学 (岐阜県)

6. 研究組織

(1) 研究代表者

渡邊 千尋 (WATANABE CHIHIRO)

金沢大学・機械工学系・准教授

研究者番号: 60345600