

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 26 年 5 月 20 日現在

機関番号：17201

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2012～2013

課題番号：24760578

研究課題名(和文) 特有な集合組織の多結晶マグネシウム合金のき裂先端特異応力場での破壊機構の解明

研究課題名(英文) Fracture mechanism of textured polycrystalline magnesium alloys

研究代表者

森田 繁樹 (MORITA, Shigeki)

佐賀大学・工学(系)研究科(研究院)・准教授

研究者番号：00314089

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 2,700,000円、(間接経費) 810,000円

研究成果の概要(和文)：強い底面集合組織を有する多結晶マグネシウム合金展伸材の疲労き裂進展挙動を調査した。その結果、疲労き裂進展挙動に及ぼすマイクロ組織(集合組織および結晶粒径)の影響を明らかにした。また、疲労き裂進展挙動に及ぼす変形双晶の影響を明らかにした。具体的には、き裂先端に予め存在する変形双晶は疲労き裂進展速度に大きな影響を及ぼさないが、疲労き裂進展中に形成される変形双晶は疲労き裂進展速度を高くする。

研究成果の概要(英文)：The fatigue crack propagation behavior of textured polycrystalline magnesium alloys were investigated. The fatigue crack propagation rate is controlled by the microstructure (grain size and texture). The pre-introduced deformation twins existing at a crack tip does not influence the fatigue crack propagation rate. On the other hand, the living deformation twins raise the fatigue crack propagation rate during the cyclic loading.

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学 構造・機能材料

キーワード：マグネシウム合金 変形双晶 集合組織 結晶粒径 疲労き裂 変形異方性

### 1. 研究開始当初の背景

マグネシウムは HCP 構造であり、多結晶合金では、加工により特有の強い底面集合組織が形成される。このような組織に起因して単純な引張あるいは圧縮負荷で変形異方性を示す。き裂材の場合では、き裂先端が特異応力場になることから、変形・破壊の特異性がより顕著となることが容易に想像できる。我々はこれまでに、多結晶マグネシウム合金押出材や圧延材の繰返し変形挙動や疲労特性などを調査してきた。その結果、繰返しの初期段階で疲労き裂が発生し、疲労寿命の約 80% ~ 90% が疲労き裂進展寿命であることを明らかにした。しかし、集合組織および結晶粒径が疲労き裂進展挙動に及ぼす影響やその進展メカニズムについては未だ不明な点が多かった。

### 2. 研究の目的

本研究では、多結晶マグネシウム合金の集合組織および結晶粒径が疲労き裂進展に及ぼす影響について統一的・包括的な理解を得ることを目的とする。具体的には、疲労き裂が進展し難いミクロ組織（集合組織・結晶粒径・変形双晶の影響）を探索するために、以下の3点について明らかにすることを目的とする。

- (1) 疲労き裂進展速度に及ぼす集合組織（試験片採取方向）の影響。
- (2) 疲労き裂進展速度に及ぼす結晶粒径の影響。
- (3) 疲労き裂進展速度に及ぼす変形双晶（予め導入された変形双晶および疲労き裂進展中に形成される変形双晶）の影響。

### 3. 研究の方法

(1) 供試材には市販の AZ31 (3%Al-1%Zn-Mg) マグネシウム合金圧延材 (板厚  $t=60\text{mm}$ ) を用いた。図には示さないが本供試材は(0001)底面が圧延方向に平行に配向している典型的な圧延材の集合組織が形成されている。しかし、ピーク値が最大で 5.6 と比較的弱い集合組織である。また、供試材の結晶粒は等軸粒であり、平均結晶粒径は約  $38\mu\text{m}$  であった。疲労き裂進展試験では、片側切欠き試験片 (高さ  $50\text{mm}$ 、幅  $12\text{mm}$ 、厚さ  $4\text{mm}$ 、スリット長さ  $1\text{mm}$ ) を用いた。試験片は、L-T 試験片 (き裂面が圧延面に垂直で、き裂が板幅方向に進展)、L-S 試験片 (き裂面が圧延面に垂直で、き裂が板厚方向に進展) および S-T 試験片 (き裂面が圧延面に平行で、き裂が板幅方向に進展) の 3 種類である。同試験片には #3000 までのエメリー紙による乾式研磨を施した後、バフ研磨により鏡面状に仕上げ、試験に供した。試験機は容量  $9.8\text{kN}$  のサーボパルサー (島津製作所 EHL-EG10KN-10L) を用いた。繰返し速度  $f=5\text{Hz}$  および  $10\text{Hz}$ 、室温大気中で、応力比  $R=0.1$  および  $-1$  で行った。予備実験をもとに、各試験片の最大荷重  $P_{\text{max}}$  を  $2\text{kN}$  とした。

(2) 供試材には結晶粒径の異なる市販の AZ31 (3%Al-1%Zn-Mg) マグネシウム合金押出丸棒材を用いた。供試材の結晶粒はいずれも等軸粒であり、微細および粗大粒を有する供試材の平均粒径はそれぞれ約  $20\mu\text{m}$  および約  $120\mu\text{m}$  であった。図には示さないが両供試材ともに (0001) 底面が押出方向に平行に配向している典型的な押出材の集合組織が形成されている。

変形双晶を導入していない状態で供試材を加工した試験片のうち微細粒を有する試験片を未圧縮材 (微細粒)、粗大粒を有する試験片を未圧縮材 (粗大粒) と称する。また、予め変形双晶を導入する目的で、試験片加工前に圧縮耐力を超える圧縮応力を押出方向に  $85\text{MPa}$ 、 $122\text{MPa}$ 、および  $152\text{MPa}$  負荷することにより、それぞれ 1%、3% および 5% のひずみを付与した粗大粒の試験片を準備した。(以降、これらを 1% 圧縮材、3% 圧縮材および 5% 圧縮材と称する。) EBSD 解析により粗大粒を有する各供試材の押出方向に垂直な面の変形双晶の面積率を測定した。その結果、未圧縮材 (粗大粒)、1% 圧縮材、3% 圧縮材および 5% 圧縮材の変形双晶の面積率はそれぞれ、0%、3.4%、36.0% および 56.4% であった。

疲労き裂進展試験では、CT 試験片 (幅  $W=12\text{mm}$ 、厚さ  $B=6\text{mm}$ 、スリット長さ  $a=4\text{mm}$ ) を用いた。全ての試験片の初期き裂面は押出方向に垂直である。同試験片には #3000 までのエメリー紙による乾式研磨を施した後、バフ研磨により鏡面状に仕上げ、試験に供した。疲労き裂進展試験は、容量  $9.8\text{kN}$  のサーボパルサー (島津製作所 EHL-EG10KN-10L) を用いて、室温大気中で、繰返し速度  $f=5\text{Hz}$  および  $10\text{Hz}$ 、応力比  $R=0.1$  で行った。予備実験をもとに、各試験片の最大荷重  $P_{\text{max}}$  を  $0.50\text{kN}$  および  $0.55\text{kN}$  とした。

### 4. 研究成果

(1) 応力比  $R=0.1$  において、き裂進展速度は L-S 試験片が最も低い値を示し、S-T 試験片が最も高い値を示した。L-S 試験片のき裂進展速度は L-T 試験片の  $1/3$  低い値を示した。S-T 試験片のき裂進展速度は、 $K$  が  $7\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  を越えると差が見られ、L-T 試験片の 5 倍高い値を示した。

$R=-1$  において、き裂進展速度は  $R=0.1$  と同様に、L-S 試験片が最も低い値を示し、S-T 試験片が最も高い値を示した。しかし、 $K$  が  $8\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  まで L-T、L-S および S-T 試験片のき裂進展速度が同程度である。

L-T 試験片の  $R=-1$  と  $R=0.1$  のき裂進展速度を比較すると、 $K$  が  $9\sim 12\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  間ではき裂進展速度は一定となっている。 $K$  が  $11\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  を越えると  $R=-1$  のき裂進展速度は  $R=0.1$  より高くなっており、5 倍高い値を示した。L-S 試験片の  $R=-1$  と  $R=0.1$  のき裂進展速度を比較すると、 $K$  が  $7\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  まで  $R=-1$  のき裂進展速度が  $R=0.1$  よりも高いが、 $K$  が  $7\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  を越えると  $R=0.1$  の 2.5 倍高くなっている。一方、S-T 試験片の

R = -1 におけるき裂進展速度は、R = 0.1 と同程度であった。

SEM による破面観察の結果、L-T 試験片において、R = 0.1 の破面ではき裂進展方向に対して平行な筋状模様であったが、R = -1 の破面では様々な方向の筋状模様が確認された。L-S 試験片において、R = 0.1 の破面ではき裂進展方向に対して垂直な筋状模様であったが、R = -1 の破面では様々な方向の筋状模様が確認された。S-T 試験片において、R = -1 の破面は R = 0.1 の破面と同様にき裂進展方向に対して様々な筋状模様が確認され、L-T および L-S 試験片の R = -1 の破面と類似している。

応力比の影響として、R = -1 において L-T および L-S 試験片に圧縮荷重が負荷されると c 軸に対しての引張負荷と等価であると考えられ、圧縮荷重が負荷されると、c 軸引張型の {10-12} 変形双晶が形成されると考えられる。さらに、変形双晶によって底面が母相に対して約 86.3° 変化する。すなわち負荷方向に対して底面が垂直になる。R = -1 において、K が 8 MPa·m<sup>1/2</sup> まで L-T、L-S および S-T 試験片のき裂進展の傾向が同程度である点と、L-T 試験片および L-S 試験片の R = -1 の破面は S-T 試験片の破面の筋状模様の方向が類似していた点から、L-T 試験片および L-S 試験片は変形双晶によって底面が約 86.3° 変化することで変形双晶内の方位が S-T 試験片と同じようになると考えられる。以上のことから、L-T 試験片および L-S 試験片において、R = -1 では圧縮荷重時に双晶変形が形成され、引張負荷により疲労き裂が進展したため、R = -1 の疲労き裂進展速度は R = 0.1 のそれに比べ高い値になったと考えられる。

(2) 疲労き裂進展中にき裂先端近傍で変形双晶が形成されるかを調査するため、まず未圧縮材（微細粒）および未圧縮材（粗大粒）の疲労き裂進展挙動を調査した。その結果、未圧縮材（粗大粒）のき裂進展速度は未圧縮材（微細粒）のそれと比較して高い値を示した。

SEM による破面観察の結果、両供試材ともにマクロなき裂進展方向に対して様々な方向の筋模様が確認できた。しかし、未圧縮材（微細粒）の破面に形成されている筋模様は短く、未圧縮材（粗大粒）の破面に形成されている筋模様は長い。この筋模様の長さは結晶粒径に対応しており、その方向は各結晶粒の結晶方位に依存しているものと考えられる。また、図には示さないが、疲労き裂進展経路近傍に変形双晶は確認されなかった。

未圧縮材（微細粒）および未圧縮材（粗大粒）では疲労き裂進展の際に変形双晶の形成は確認されなかった。そこで、変形双晶を容易に形成する粗大な結晶粒径の供試材に予め変形双晶を導入し、その影響を調査した。実験を行った応力拡大係数範囲において、1% 圧縮材のき裂進展速度は未圧縮材（粗大粒）のそれと比較して低い値を示した。また、3% 圧

縮材および 5% 圧縮材のき裂進展速度と未圧縮材（粗大粒）のそれは同程度であった。以上のことから、変形双晶がき裂先端に存在していてもき裂進展速度は高くないことがわかった。

SEM による破面観察の結果、未圧縮材の破面はマクロなき裂進展方向に対して様々な方向の筋模様が確認できたが、1% 圧縮材の破面には未圧縮材（粗大粒）と比較して明瞭な直線的な筋模様が少なく、破面の凹凸も大きい。また、3% 圧縮材の破面には、前述の 2 つより更に明瞭な筋模様が少なくなり、明瞭でない筋模様が多く確認できる。また、破面の凹凸が大きい。さらに 5% 圧縮材の破面は凹凸が最も大きく、明瞭でない筋模様が最も多く確認できた。

次に、疲労き裂進展経路の EBSD 観察のため、疲労き裂進展試験後の試験片からサンプルを切出した。観察の結果、疲労き裂は結晶粒界ではなく結晶粒内を進展していた。また、変形双晶と母相との界面あるいはその近傍ではなく、結晶粒内を進展していることが確認できた。変形双晶がき裂の進展経路となる場合、疲労き裂は母相と変形双晶との界面あるいはその近傍を進展することが考えられるが、それが見られず、変形双晶が疲労き裂進展速度を高くするものではないと考察できる。

## 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)

(1) S. Morita and N. Hattori, High Cycle Fatigue Properties and Cyclic Deformation Behavior of Extruded AZ61A Magnesium Alloy, Materials Science Forum or Key Engineering Materials, 査読有, (2014) .

〔学会発表〕(計 11 件)

(1) 犬童悠哉, 宇都宮拓人, 藤原誠也, 森田繁樹, 服部信祐, 眞山剛, AZ31 マグネシウム合金圧延材の繰返し変形・破壊挙動に及ぼす荷重負荷方向の影響, 日本機械学会九州学生会卒業研究発表講演会, 2014 年 3 月 4 日, 九州大学 .

(2) 岡本悠司, 堀爵仁, 森田繁樹, 服部信祐, 染川英俊, 眞山剛, AZ31 マグネシウム合金押出板材の疲労特性に及ぼす結晶粒径の影響, 日本機械学会九州学生会卒業研究発表講演会, 2014 年 3 月 4 日, 九州大学 .

(3) S. Morita and N. Hattori, High Cycle Fatigue Properties and Cyclic Deformation Behavior of Extruded AZ61A Magnesium Alloy, Thermec2013, 2013 年 12 月 3 日, Las Vegas, USA.

(4) 森田繁樹, 藤原誠也, 眞山剛, 服部信祐, 多結晶マグネシウム合金の疲労き裂進展挙動に及ぼす変形双晶の影響, 日本機械学会

M&M2013 材料力学カンファレンス ,2013 年 10 月 12 日 , 岐阜大学 .

(5) S. Morita, K. Matsushita, S. Fujiwara, T. Mayama, N. Hattori, Influence of Deformation Twin on Fatigue Crack Growth in Extruded AZ31 Magnesium Alloy, PRICM8, 2013 年 8 月 6 日 , Hawaii, USA.

(6) 森田繁樹, マグネシウム合金展伸材の疲労き裂進展挙動に及ぼすミクロ組織の影響, 日本マグネシウム協会第 21 回マグネシウム技術研究発表会 (招待講演), 2013 年 6 月 4 日, 日本大学 .

(7) 森田繁樹, 松下航也, 藤原誠也, 服部信祐, 眞山剛, AZ31 マグネシウム合金の疲労き裂進展に及ぼす変形双晶の影響, 日本金属学会第 152 回春期大会, 2013 年 3 月 29 日, 東京理科大学 .

(8) 前川博和, 森田繁樹, 眞山剛, 服部信祐, AZ31 マグネシウム合金圧延材のき裂先端での繰返し変形・破壊挙動, 軽金属学会第 123 回秋期大会, 2012 年 11 月 10 日, 千葉工業大学 .

(9) 松下航也, 森田繁樹, 眞山剛, 服部信祐, AZ31 マグネシウム合金の変形双晶による疲労き裂成長の遅延, 軽金属学会第 123 回秋期大会, 2012 年 11 月 10 日, 千葉工業大学 .

(10) S. Morita, K. Matsushita, T. Mayama, T. Hirai, T. Enjoji and N. Hattori, Fatigue-Fractured Surfaces and Crack Paths of Textured Polycrystalline Magnesium Alloys, The 4th International Conference on Crack Paths (C02012), 2012 年 9 月 19 日, Gaeta, Italy.

(11) 松下航也, 森田繁樹, 平井智紀, 円城寺隆志, 服部信祐, AZ31 マグネシウム合金押出材の疲労き裂進展に及ぼす変形双晶の影響, 軽金属学会第 122 回春期大会, 2012 年 5 月 19 日, 九州大学 .

〔その他〕

ホームページ等

<http://www.me.saga-u.ac.jp/sentan/index.html>

## 6 . 研究組織

### (1)研究代表者

森田 繁樹 (MORITA, Shigeki)

佐賀大学・大学院工学系研究科・准教授

研究者番号 : 00314089