

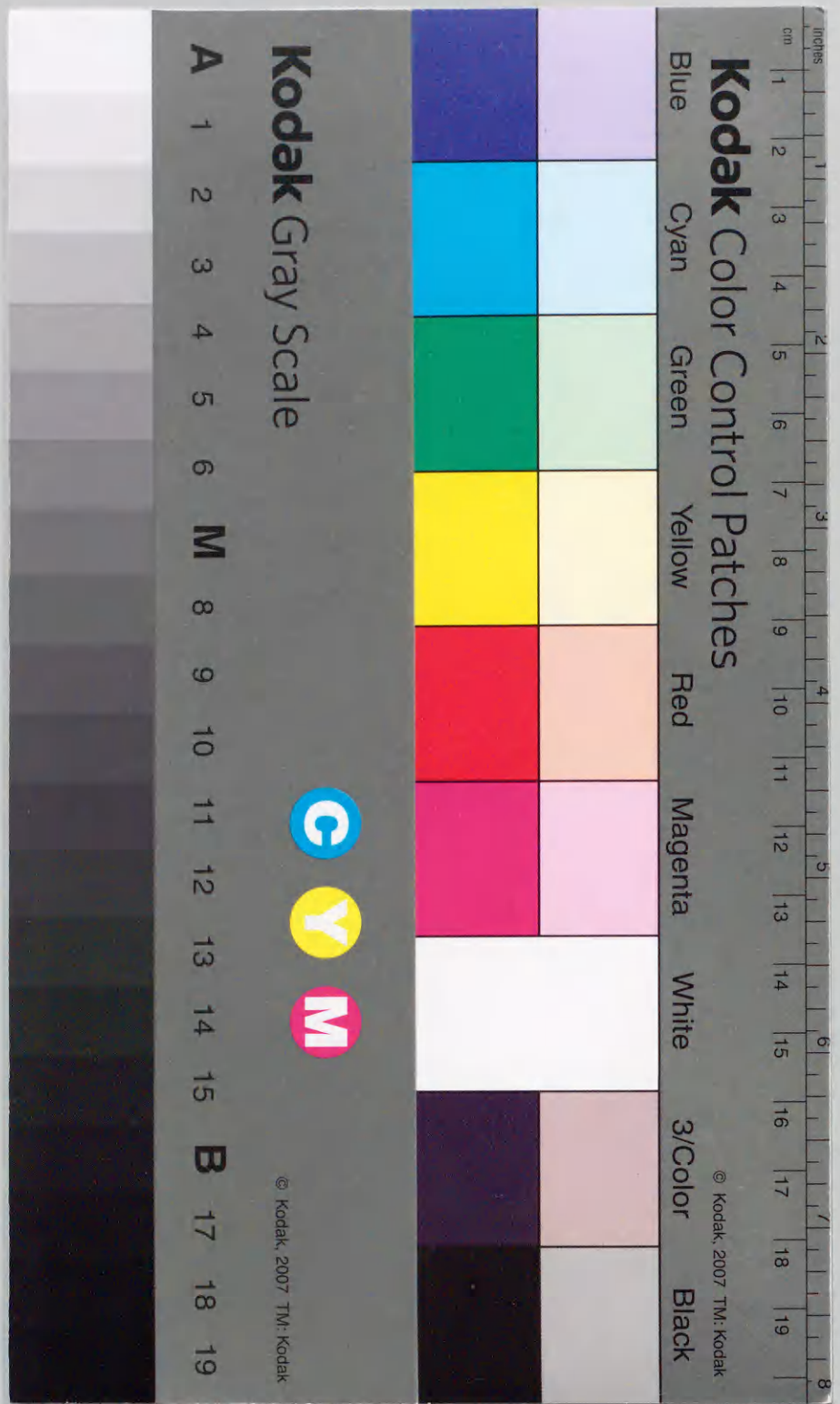
SiC ウィスカー強化アルミニウム合金複合材料の
力学的性質とマイクロ組織制御

1995年1月

博士(工学)

戸田裕之

豊橋技術科学大学



①

SiC ウィスカー強化アルミニウム合金複合材料の
力学的性質とマイクロ組織制御

1995年1月

博士(工学)

戸田裕之

豊橋技術科学大学

和文概要

金属基複合材料(MMC)は、近年になってようやく実用化の緒に就いた感がある。MMCには、優れた物性が容易に実現できる高性能材料としての側面の他に、本来的には、任意の複数の構成相を選択して材料設計を行うことによって、様々な物性値を使用部材や使用環境に合わせて最適化できるという自由度の高さがあるはずである。しかしながら、現在までのところ、MMC用に開発されたマイクロ組織や力学的特性の制御法がないばかりか、その物性発現や破壊の機構、設計指針さえ充分には明らかにされていない。本論文では、これまであまり注意が払われていなかった MMC のマイクロ組織に注目し、マイクロ組織の特徴や強化機構、破壊機構、疲労き裂伝播機構等を検討するとともに、いくつかのマイクロ組織制御法を提案する。

まず、第 I 章の緒言に続き、第 II 章では、未だに議論の絶えない MMC の強化機構について、複合化による金属母相変化という視点から議論する。本研究では、合計 15 種類のウィスカー強化材および粒子強化材の引張り試験を行い、この結果を従来の複合材料理論による解析やマトリックスのマイクロ組織因子の検討に供した。結果として、複合化による転位密度の上昇や熱残留応力、強化材による分散強化などのマイクロ組織因子を考慮すれば、理論と実験値の著しい相違が問題になっている不連続強化材の MMC の強度をよく予測できることが明らかとなった。また、この考え方に基づいた強化材のサイズ、形状、材質やマトリックスの材質などの最適設計指針についても述べる。

近年、MMC の特異な時効硬化特性が報告されている。第 III 章では、様々な時効温度における時効硬化曲線を求め、供試材の時効硬化が非強化の合金と比較して加速されており、その傾向は低温時効となるほど顕著になることを示した。また、DSC と TEM による解析から、MMC では高密度の転位や強化材-マトリックス界面で焼き入れ過剰空孔が消滅するため、GP(I)ゾーンの形成が阻害されることを示した。一方、GP(II)ゾーンと中間相の形成のための活性化エネルギーは複合化によって顕著に減少し、両相の形成は MMC では促進されていることがわかった。これは、高密度の転位や界面が溶質原子の高速拡散路および各析出相の優先析出サイトとなるためである。

第 IV 章では、強度試験と破壊じん性試験を行って破壊機構を検討した。MMC では、き裂の先端前方でマイクロクラックが発生し、これをトレースするようにき裂が伝播するというき裂進展機構が確認された。また、亜時効状態の場合は安定き裂成長を伴った金属材料と同様な延性的な破壊形態が認められるが、最高時効以降では、ほとんど安定き裂成長を伴わない低応力脆性破壊的な様相を呈する。これは、強化材近傍に PFZ が形成され、同時に界面に粗大な析出物が形成されたり、溶質原子の非平衡偏析が生じることで、ウィスカーの実質的な破断強度が低下するとともに、強化材端部での応力集中が緩和されて、そこでのポイドの生成が抑制され、破断したウィスカーを核としてポイドが発生、成長する傾向が強まるためである。

第 V 章では、前章で明らかとなった強化材付近の溶質原子の偏析を利用した MMC 用の熱処

理法を提案した。これは、溶質原子濃度によって各領域の復元温度が異なることを利用したものであり、時効処理の途中に短時間の復元処理を挿入することにより、母相を 2~3 相に分割して各相の時効状態を制御し、MMC の力学的特性を改善しようとするものである。ここでは、まず DSC や硬さ曲線等によって、意図したような析出物の再固溶や析出が達成されているかどうかを確認した。また、各処理段階の温度、時間などの熱処理条件を詳細に検討し、条件を適切に選択すれば、T6 処理を上回る強度が得られ、強度と延性などのバランスを考慮したマイクロ組織制御も可能であることが明らかとなった。

第VI章では、第IV章で明らかとなった MMC のき裂伝播機構に関する知見を基に、破壊力学に基づいて、マイクロクラックの発生とそれがもたらす応力遮蔽効果、き裂偏向の効果やき裂の進展開始にともなう応力場特異性の変化などの外生的要因を計算するき裂伝播シミュレーションを構築した。まず、いくつかの実験によって第IV章で確認されたき裂伝播機構がこの計算によって再現できることを示した。また、強化材の体積率、強度、分散状態、界面強度がき裂進展開始および伝播特性に及ぼす影響を調べ、特に、強化材の分布にある程度の凝集を持たせた場合、き裂進展開始じん性を損なわずにき裂伝播抵抗を有効に向上できることが明らかになった。最後に、このようなマイクロ組織を人工的に創製する手法を提案するとともに、実際に MMC を試作してその強度、弾性特性、破壊じん性等を実験的に検証した。

第VII章では、疲労き裂伝播試験を行って疲労き裂の伝播機構を検討した。MMC では、マトリックスの時効状態を亜時効とした場合に最もき裂伝播抵抗が高く、最高時効の場合にき裂伝播抵抗が低い結果となった。また、MMC のき裂伝播速度は II b 段階で顕著に加速され、マトリックス合金との優劣が逆転する。疲労き裂伝播の場合も、第IV章で示した一方向破壊の場合と同様な破壊機構が働くことが明らかになった。上記のような負荷応力レベルやマトリックスの時効状態が疲労き裂伝播抵抗に及ぼす影響を、き裂開閉口挙動の相違の他に、マイクロクラックによる応力遮蔽効果やき裂偏向の影響で説明した。また、前章と同様のシミュレーションを行い、マイクロクラックによる応力遮蔽効果とき裂偏向の効果を評価した。

第VIII章では、疲労き裂が特に短い間の特異な挙動を調べた。アルミニウム合金、MMC いずれの場合も、き裂が短い間はき裂の一時的な停留や伝播速度の顕著な変動が観測される。き裂伝播速度の統計的解析から、き裂伝播速度のばらつきは、マイクロ組織がき裂伝播の障害となることに起因し、そのマイクロ組織とは、MMC の場合は専ら強化材であり、アルミニウム合金の場合は結晶粒界や介在物であることが明らかになった。また、き裂がマイクロ組織の影響下にある長さ範囲を求めた。

第IX章では、得られた知見や提案したマイクロ組織制御法について総括するとともに、本研究の結果や考察によって新たに生じた研究課題についても触れている。

Mechanical properties and microstructural control in SiC whisker reinforced aluminum alloy composite.

Abstract

It has been just fairly under way to put metal matrix composites, MMC, into practical use. It is at our option to take any plural materials in a designing process of the composite material. Therefore the properties of the composite materials should be artificially controllable in itself. However while enormous researches have been devoted to the mechanical properties of the metal matrix composite, there is still very little known about sophisticated control methods for fundamental mechanical properties such as strength and fracture modes. The objective of this paper is to investigate such mechanics and mechanisms of the composite fracture and the composite strengthening based on the close observations on microstructures of the metal matrix composite. In addition, we'll come up with several methods and many information concerning controls of the mechanical properties with strength, ductility and fracture characteristics as subject matter.

Chapter 1 is an introductory remarks. General circumstances around practical use of the metal matrix composites are mentioned and then the metal matrix composites are characterized by the mechanical properties.

Chapter 2 is entitled "Strengthening mechanisms of the MMC due to microstructural change.". Classical strengthening mechanisms have been based on the simple rule of mixture, load transfer between matrix and reinforcement or internal stresses introduced by existence of the reinforcement. In these models, it has been assumed that the addition of the reinforcement has no effect on the textures of constituents. However, recently preliminary investigations have shown that there are some negligible effects of the reinforcement on the matrix microstructures.

In this chapter strength values of several tens MMCs including whisker-reinforced and particulate composites are arranged according to the classical theories and several microstructural factors. It is found that the classical strengthening mechanisms are not capable of predicting strengthening of the MMCs. These faults are attributed to the change of the microstructural features such as high dislocation density of the MMC matrix, thermal residual stress and dispersion strengthening. Information concerning optimum size and configuration of the reinforcement to maximize the strength of the discontinuously-reinforced MMCs will also be mentioned.

In chapter 3 "Age-hardening characteristics and effects of microstructures on it.", accelerated or sometimes retarded age-hardening rate of the MMCs, reported recently, is investigated quantitatively. Overall age-hardening sequence and precipitation phases are not altered by the addition of the reinforcement. However precipitation kinetics is strongly affected by the existence of the reinforcement. Times to achieve peakaging are shortened in the MMC over the whole temperature range. But this tendency becomes remarkable with lowering the aging temperature. This acceleration is attributed to the drastic decrease of the activation energy required for formation of GP(II) zone and intermediate β' phase. In contrast, formation of GP(I) zone is slightly retarded simultaneously. Mechanisms of these phenomena are attributed to high dislocation density in the matrix and existence of reinforcement-matrix interface acting as high diffusivity paths and precipitation sites.

Chapter 4 is entitled "Fracture mechanisms and effects of microstructures on fracture characteristics.". Underaged MMC exhibits high fracture toughness and stable crack growth behavior. On the other hand fracture mode changes drastically to low stress brittle fracture with increasing aging time. And the fracture toughness is degraded to the minimum level of $13.6\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ then. This transition in the fracture mode is considered to be caused by degradation of the reinforcement with precipitation process, i.e. from ductile fracture with void nucleation and growth at corners of the reinforcement in the underaging condition to more brittle fracture with breakage of the reinforcement. Formation of thin PFZ layer around the reinforcement and existence of coarse precipitates of equilibrium phase are observed using TEM. Coarse precipitates on the surface degrades fracture strength of the reinforcement as a matter of course. Existence of the PFZ layer with

high ductility depresses development of hydrostatic stress around the sharp corners of the reinforcement and it also promotes breakage of the reinforcement. In the vicinity of the reinforcement which almost corresponds to the PFZ, remarkable segregation of magnesium is detected by STEM-EDX analysis. It is shown that the segregation of Mg is consistent with the hypothesis of non-equilibrium segregation based on vacancy-drag mechanism.

In chapter 5 entitled "Microstructural control in MMCs by means of retrogression and reaging treatment.", a method is described of thermally treating the MMCs to improve and tailor their precipitation structure according to the microstructural information obtained in the chapter 4. The method comprises subjecting the MMCs for a short period of time above solvus temperatures of the GP(II) zone and/or the intermediate phase β' after adequate pre-aging treatment, and subsequently subjecting to a second aging treatment. Partial dissolution of the GP zone or the transition phase is brought by the heat-treatment due to dependence of the solvus temperatures on the solute concentration. Local distribution of the precipitates can be successfully controlled by controlling the temperature and period of the respective treatment stages. Effects of the various heat-treatment conditions on hardness, ultimate tensile strength, yield strength and elongation are investigated. Strength is improved comparing with conventional T6 heat treatment and likelihood of control in balance between strength and ductility or toughness is exhibited.

In chapter 4, mechanism of crack growth through the MMC is also investigated. It is summarized as follows; microcracking ahead of a main crack, growth of the microcracks and growth of the main crack towards the fatal microcracks ahead of its tip and subsequent linkage between the main crack and the microcrack resulting in severe crack deflection.

In chapter 6, entitled "Construction of crack propagation simulation and proposal of method controlling the microstructures and microstructurally-toughened MMC based on the results of the computation", fracture mechanical simulation program is constructed based on the crack growth mechanisms obtained in the chapter 4 to evaluate crack initiation and growth characteristics in discontinuously-reinforced MMCs. Before the construction of the simulation, spatial patterns of reinforcement are quantified using three statistical probability functions. Crack tip stress field before and after crack initiation is preliminarily identified by in-situ CODs measurement. Stress concentration around the reinforcement in the HRR field is approximated by FEM analysis. Subsequently several criteria for microcrack initiation are applied to each reinforcement. Shielding effects and effects of crack deflection are taken into consideration to calculate local mode I and mode II crack driving forces. Microcrack initiation ahead of a major crack-tip and crack deflection towards the microcracks, which has been often observed in-situ in the discontinuously-reinforced MMCs, are well simulated by the simulation. Parametric studies are performed to evaluate the effects of reinforcement properties, such as volume fraction, tensile strength, interfacial bonding stress and spatial pattern of reinforcement distribution. It is found that spatial patterns of the reinforcement distribution have a strong influence on crack growth resistance, and there exists an optimum extent of whisker clustering for crack growth resistance.

In chapter 6, based on the results of the computation, MMC with artificial and periodic clustering of whisker is proposed. It has been fabricated actually by high pressure infiltration casting using preforms made from granulated whiskers. It is certain that crack growth resistance of the MMC is improved by introducing clustering without spoiling other mechanical properties.

In chapter 7, entitled "Fatigue crack propagation characteristics", effects of the aging conditions on fatigue crack resistance is evaluated. Fatigue crack resistance including fatigue thresholds for MMCs exceeds that for the unreinforced alloy. However fatigue crack growth rates of the MMCs are remarkably accelerated in the stage IIb. Moreover MMCs fracture unstably and rapidly at much lower growth rates than the unreinforced alloy in the stage IIc. In all the matrix aging conditions, the underaged MMC exhibits superior fatigue crack growth resistance, and this is considered primarily due to crack closure, shielding effects caused by damaged zone and effects of the crack deflection. In the stage IIa of the MMC, crack-tip plastic zone is so small that stresses ahead of the crack-tip are not sufficient to fracture the whiskers. Therefore the crack propagates

smoothly in the matrix and when it comes at a whisker, the crack tends to avoid the whisker, thereby promoting whisker pull-out. With increasing ΔK level, the crack-tip stress field develops, so the main crack propagates towards microcracks initiated ahead of the crack-tip and consequently crack deflection becomes remarkable. The effects of the extrinsic factors such as microcrack shielding and crack deflection are evaluated by crack propagation simulation similar to that in the chapter 6.

In chapter 8, entitled "Short fatigue crack propagation characteristics.", effects of the composite microstructures on the short crack propagation behavior are investigated. Short fatigue cracks initiate and grow in much lower ΔK ranges than the threshold stress intensity ranges, ΔK_{th} , of the long fatigue cracks. In addition, there exists a growth dip in the MMC, and it could be explained by measured abrupt awakening of crack closure which is mainly induced by asperity contact. Statistical scatter in the growth rate of the microstructurally-short crack is observed in the unreinforced alloy and the MMC. It is ascertained that the distributions of the crack propagation rates well follows three parameter Weibull distribution functions. The crack length ranges when the scatter converges are 110~183 μm in the unreinforced alloy and 25~40 μm in the MMC. These ranges are considered as upper bounds of the microstructurally-short cracks. The difference in the crack length may be attributed to the respective crack growth mechanisms. That is to say, crystallographic crack growth such as slip band cracking and intergranular cracking, which are generally observed in the unreinforced alloy, are suppressed in the MMC due to the existence of the closely-spaced reinforcement, and a microstructurally-short crack mainly interacts with the respective reinforcement and clustered reinforcement.

Chapter 9 is a recapitulation and also includes suggestions for future work.

目次

第 I 章 序論

1. 緒言

- 1. 1. 複合材料の基本的な位置付け 10
 - 1. 2. 国内外における MMC 実用化の進捗状況 12
 - 1. 3. 複合材料の普及のための障害とその克服に向けて 13
 - 1. 4. 本論文の目的と概要 15
- 文献 17

第 II 章 ミクロ組織を考慮した MMC の強化メカニズム

1. 緒言

- 1. 1. 最近の複合材料理論研究の流れ 18
- 1. 2. これまでに提出されている主要な MMC の強化理論 18
 - 1. 2. 1. 複合則 19
 - 1. 2. 2. Shear-lag モデル 19
 - 1. 2. 3. Ehelby モデル 20

2. 実験方法

- 2. 1. 本論文で扱う供試材の詳細 21
- 2. 2. 第 II 章の供試材に関する補足説明 23
- 2. 3. 試験方法 24

3. 実験結果と考察

- 3. 1. 引張試験結果とその Shear-lag モデルによる整理 25
- 3. 2. マトリックス合金の In-situ 特性を考慮した供試材の強度評価 26
 - 3. 2. 1. マトリックスの転位密度の上昇による強化 27
 - 3. 2. 2. 強化材による分散強化 28
 - 3. 2. 3. 熱残留応力の効果 29
 - 3. 2. 4. ミクロ組織的因子の効果の合算 29
 - 3. 2. 5. 強化材からの転位の放出距離に関する考察 30
- 3. 3. 強度予測モデルの粒子強化 MMC への適用 30
 - 3. 3. 1. 粒子強化 MMC の強度特性に関する考察 30
 - 3. 3. 2. ウィスカー材と粒子材を総合した場合の各予測モデルの妥当性の検討 31
- 3. 4. 母相の転位密度を最大にする MMC の設計指針 32
 - 3. 4. 1. 強化材サイズおよび体積率に関する検討 32
 - 3. 4. 2. 最適な強化材とマトリックスの組合せに関する考察 35

4. 結言

- 文献 37

第 III 章 時効硬化特性とミクロ組織の関係

1. 緒言

- 40

2. 実験方法

- 2. 1. 供試材 41
- 2. 2. 試験方法 41

3. 実験結果と考察

- 3. 1. 時効硬化曲線 42
 - 3. 1. 1. 450K における時効硬化曲線 42
 - 3. 1. 2. 時効温度の影響 42
- 3. 2. 時効析出過程の分析

- 3. 2. 1. DSC カーブの各ピークと時効析出相の対応 43

- 3. 2. 2. 時効処理の進行に伴う DSC カーブの変化 46

- 3. 3. 各析出相の生成の活性化エネルギー

- 3. 3. 1. 解析方法 47

- 3. 3. 2. 各析出相の活性化エネルギー 48

- 3. 4. 反応速度次数を用いた GP(II)ゾーン形成反応の解析

- 3. 4. 1. 解析方法 49

- 3. 4. 2. GP(II)ゾーンの形成反応の解析 50

- 3. 4. 3. 析出物形状に関する考察 52

4. 結言

- 53

- 文献 54

第 IV 章 破壊機構と破壊に及ぼすミクロ組織の影響

1. 緒言

- 56

2. 実験方法

- 2. 1. 供試材および試験片 56

- 2. 2. 強度試験および破壊じん性試験の方法 57

- 2. 3. 破面および破面横断面の観察方法 57

- 2. 4. X線フラクトグラフィーの詳細 58

- 2. 5. ミクロ組織の観察、分析方法 58

3. 実験結果と考察

- 3. 1. 強度および弾性特性 59

- 3. 2. 破壊じん性特性 60

- 3. 2. 1. 破壊じん性値の時効処理による変化 60

- 3. 2. 2. 破壊時に発生する AE 信号による考察 62

- 3. 2. 3. き裂進展過程の観察結果 64

- 3. 2. 4. 破面観察結果 65

- 3. 2. 5. 残留応力測定結果 67

- 3. 3. マトリックスのミクロ組織が破壊に及ぼす影響の検討

- 3. 3. 1. ミクロ組織の観察、分析の結果 68

- 3. 3. 2. 強化材近傍の PFZ および偏析の発生機構の考察 70

- 3. 3. 3. PFZ の形成が力学的性質に及ぼす影響の検討 72

4. 結言

- 73

- 文献 73

第 V 章 復元再時効処理によるマトリックスのミクロ組織制御

1. 緒言

- 76

2. 実験方法

- 2. 1. 供試材および試験片 76

- 2. 2. 試験方法 77

3. 母相のミクロ組織制御法（復元再時効処理）の提案

- 77

4. 復元再時効処理の解析

- 4. 1. DSC による復元再時効処理の In-situ 分析 79

- 4. 2. 硬さ試験による熱処理条件の検討 81

- 4. 3. 本研究で提案する熱処理と T77 処理のメカニズムの相違について 82

- 4. 4. 強度試験による復元再時効処理の有効性の検討 83

- 4. 5. ミクロ組織に及ぼす熱処理効果の検討 84

- 4. 6. 熱残留応力に関する検討 85

- 4. 7. 6061 合金へ復元再時効処理を適用した場合の効果 86

5. 結言

- 87

| | |
|--|-----|
| 文献 | 87 |
| 第VI章 き裂進展シミュレーションの構築とこれを利用したマイクロ組織制御法および高破壊じん性 MMC の提案 | |
| 1. 緒言 | 90 |
| 2. シミュレーションプログラムの構築 | |
| 2. 1. 計算対象材料とその数値データとしての記述方法 | |
| 2. 1. 1. 計算対象材料 | 91 |
| 2. 1. 2. MMC の数値データとしての表記方法 | 91 |
| 2. 1. 3. 実用材料の強化材分布の定量分析結果 | 92 |
| 2. 1. 4. 分散状態以外の強化材特性 | 95 |
| 2. 2. き裂進展開始、き裂停留およびき裂進展方向の判定のための基準の作成 | |
| 2. 2. 1. MMC 中を進展する主き裂先端の応力場特性 | 95 |
| (1) 成長き裂の先端近傍の特異応力場の特定 | |
| (2) 異方性材料、不均質材料への破壊力学適用の問題 | |
| (3) 損傷を受けた材料への弾塑性破壊力学の適用の問題 | |
| (4) 混合モード負荷下での応力場の計算 | |
| 2. 2. 2. マイクロクラック生成基準 | 99 |
| 2. 2. 3. マイクロクラックと主き裂の相互作用 | 99 |
| 2. 2. 4. き裂偏向の効果 | 100 |
| 2. 2. 5. 混合モードのき裂進展基準 | 101 |
| 2. 3. シミュレーションプログラムの構成 | 102 |
| 3. シミュレーションの結果 | |
| 3. 1. シミュレーションの計算条件 | 102 |
| 3. 2. 実際のき裂伝播挙動との比較 | |
| 3. 2. 1. マイクロクラックと進展中のき裂の相互作用 | 103 |
| 3. 2. 2. マイクロクラック分布とき裂伝播経路 | 104 |
| 3. 3. ウィスカー体積率が破壊に及ぼす影響 | |
| 3. 3. 1. き裂進展開始じん性に及ぼす影響 | 105 |
| 3. 3. 2. き裂伝播抵抗に及ぼす影響 | 107 |
| 3. 4. ウィスカーの破断強度、界面強度が破壊に及ぼす影響 | |
| 3. 4. 1. き裂進展開始じん性に及ぼす影響 | 107 |
| 3. 4. 2. き裂伝播抵抗に及ぼす影響 | 110 |
| 3. 5. 強化材の分布様式が破壊に及ぼす影響 | |
| 3. 5. 1. き裂進展開始じん性に及ぼす影響 | 112 |
| 3. 5. 2. き裂伝播抵抗に及ぼす影響 | 113 |
| 4. シミュレーション結果に基づくマイクロ組織制御法の提案 | |
| 4. 1. シミュレーションで明らかになった破壊特性に及ぼすマイクロ組織の影響の小括 | 114 |
| 4. 2. 高破壊じん性 MMC とその製造方法の提案 | 116 |
| 4. 3. 材料試験の方法 | 118 |
| 4. 4. 高破壊じん性 MMC の破壊特性 | 118 |
| 5. 結言 | |
| 5. 1. 計算機実験に先立って行った予備実験の結果 | 120 |
| 5. 2. シミュレーションにより得られた知見 | 120 |
| 5. 3. 提案した高破壊じん性 MMC についての結論 | 121 |
| 6. Appendix | |
| 6. 1. [An] の詳細 | 121 |
| 6. 2. [Bn] の詳細 | 121 |
| 6. 3. [D02] の詳細 | 122 |

| | |
|------------------------------------|-----|
| 文献 | 122 |
| 第VII章 疲労き裂伝播特性 | |
| 1. 緒言 | 124 |
| 2. 実験方法 | |
| 2. 1. 供試材および試験片 | 125 |
| 2. 2. 疲労き裂伝播試験方法 | 125 |
| 2. 3. 破面解析およびき裂進展経路の観察方法 | 125 |
| 3. 実験結果と考察 | |
| 3. 1. 疲労き裂伝播特性 | |
| 3. 1. 1. 供試材とアルミニウム合金の疲労き裂伝播特性の比較 | 126 |
| 3. 1. 2. J積分による高き裂伝播速度領域の評価 | 127 |
| 3. 1. 3. 疲労き裂伝播速度に及ぼすマトリックス時効状態の影響 | 128 |
| 3. 2. き裂開閉口挙動 | 128 |
| 3. 3. 破面の観察結果 | 129 |
| 3. 4. き裂進展経路の観察結果 | 132 |
| 3. 5. 塑性域サイズの測定結果 | 132 |
| 3. 6. 供試材の破壊機構の検討 | 136 |
| 3. 7. 疲労き裂伝播シミュレーションによるき裂伝播抵抗の評価 | |
| 3. 7. 1. シミュレーションプログラムの概要 | 137 |
| 3. 7. 2. シミュレーション結果 | 137 |
| 4. 結言 | 139 |
| 文献 | 139 |
| 第VIII章 微小疲労き裂伝播特性 | |
| 1. 緒言 | 142 |
| 2. 実験方法 | |
| 2. 1. 供試材および試験片 | 142 |
| 2. 2. 微小き裂試験の方法 | 143 |
| 2. 3. き裂開閉口挙動の測定方法 | 143 |
| 2. 4. き裂伝播速度の統計的解析の方法 | 144 |
| 3. 実験結果と考察 | |
| 3. 1. き裂発生過程 | 144 |
| 3. 2. 微小疲労き裂の伝播特性 | |
| 3. 2. 1. 微小き裂のき裂伝播曲線 | 147 |
| 3. 2. 2. き裂伝播速度のばらつきとき裂の停留 | 147 |
| 3. 2. 3. マトリックスの時効状態が微小き裂の伝播に及ぼす影響 | 149 |
| 3. 2. 4. き裂開閉口挙動の検討 | 149 |
| 3. 2. 5. き裂伝播速度のばらつきの統計的解析結果 | 150 |
| 3. 2. 6. 微小き裂の伝播機構に関する考察 | 153 |
| 3. 2. 7. 平均き裂伝播速度によるき裂伝播特性の評価 | 156 |
| 4. 結言 | 157 |
| 文献 | 158 |
| 第IX章 総括 | 160 |
| 謝辞 | 163 |
| 論文目録 | 164 |

第 I 章 序 論

1. 緒言

1. 1. 複合材料の基本的な位置付け

統計の取り方にもよるが、現在、50,000種類を超えるような膨大な数の材料があると言われていいる。これらの材料は、大きく分けて金属、セラミックス、ガラス、ポリマー、モノマー、複合材料とその他の材料に大別される。この中で、金属材料は一般に鋳造や鍛造などで成形することができ、安価で信頼性も高いが、各種物性は現在既に飽和に達した感がある。セラミックス材料は高い硬度と弾性率を有しており、高温でも安定した性能を発揮するが、一般に脆性的であり、現在の所、bulkでは用途が限られている。また、プラスチック材料は非常に多様で個性的であり、成形加工も容易であるが、耐熱性および弾性率が劣っている。

代表的な材料の物性は、概略的には以上のように位置付けられるが、実際には熱処理や二次加工などの製造後処理、製造方法、材質等の違いで大きく変化するので、様々な特性に関して、多種多様な材料が同じレベルで競合する形となっている。したがって、全ての物性を総合的に考慮してその材料の相対的な評価を行うのは、年間1,000種とも言われる新しい先端材料が次々と開発されている現在のような状況下にあつては、ますます困難になりつつあると言える。この点で、材料の複合化という技術は、生産技術上の問題を度外視して本来的な話をすれば、任意の複数の異質で異形の材料を組み合わせて所望する特性を持つ材料を創製し得るといふ tailor-made の手法であり、設計者にとって理想的な手法であると言える。

このような seeds oriented を標榜する材料設計上の位置付けの他に、MMCには、各素材単体の場合には到底到達できない優れた物性を比較的容易に実現できるという高性能材料としての側面がある。後章でその一部を紹介するように、このような複合化効果に対する理論的取り扱いについては、従来から様々なものが報告されている。しかしながら、一般的に言って、複数の構成相の材料特性が相加相乗ないしは相互補間する線形、非線形の効果の他に、各構成相の特性が相殺または共鳴する様な効果によって構成相単体の特性からは予測できない特異な特性が発現される場合があり、単純ではない。例えば、複合化による耐食性の劣化や、繊維に配向性がある場合の各種物性の顕著な異方性はその代表的な例であろう。

ここで、本研究で使用した金属基複合材料:MMCの弾性率と引張強度を例にとって話をすると、供試した炭化ケイ素(SiC)ウiskアーとアルミニウム合金のMMCの場合、本文中で示した力学的性質の実測値から、6061アルミニウム合金中にSiCウiskアーを体積率で32.7%添加することにより、ヤング率を非強化の場合の70.8GPaから129.1GPaへと80%以上改善することができる。また、密度は2.71kg/m³から2.85kg/m³へと若干増加するという結果が得られている。

Fig.1-1は、様々な材質と形状を持つ部材が様々な負荷を受ける場合の比弾性率を比較するために、Ashbyがまとめたチャートである⁽¹⁾。本研究でマトリックスとして用いたアルミニウム合金では、ミクロ組織の変化がヤング率や密度にほとんど影響を与えないため、アルミニウ

ム合金は、Fig.1-1上では中央右上の狭い領域に集中している。また、図中には、本研究の供試材に相当する位置を×印で示した。この×印を通る実線は、ヤング率を密度で割ったE/ρが一定の線分であり、引張応力を受ける棒材や内圧を受ける円筒材、および回転する円筒材の比弾性率を最適化する場合の指標となる⁽¹⁾。同様に、破線はE^{1/2}/ρが一定となる線であり、棒材や円筒材の捻りや曲げに対するものである⁽¹⁾。点線は、E^{1/3}/ρが一定となる線であり、板材の曲げまたはバックリングに相当する⁽¹⁾。この図では、材料の比弾性率に相当する図上の位置が、比較対象とする材料に対応する位置を通り、かつ負荷様式や部材形状によって決まる上記のような線分の上側であれば、その使用環境下にある部材の素材としては、比弾性率が優れているものと判断される。

Fig.1-1から明らかなように、供試したMMCの比弾性率は、部材の形状や負荷様式にかかわらず、全ての実用金属材料、ポリマーを凌駕している。また、棒材の引張り、内圧を受ける円筒材および回転する円筒材に応用する場合を想定すれば、全ての種類の木材と大半のエンジニアリングFRPを上回ることになる。さらに、曲げまたはバックリン

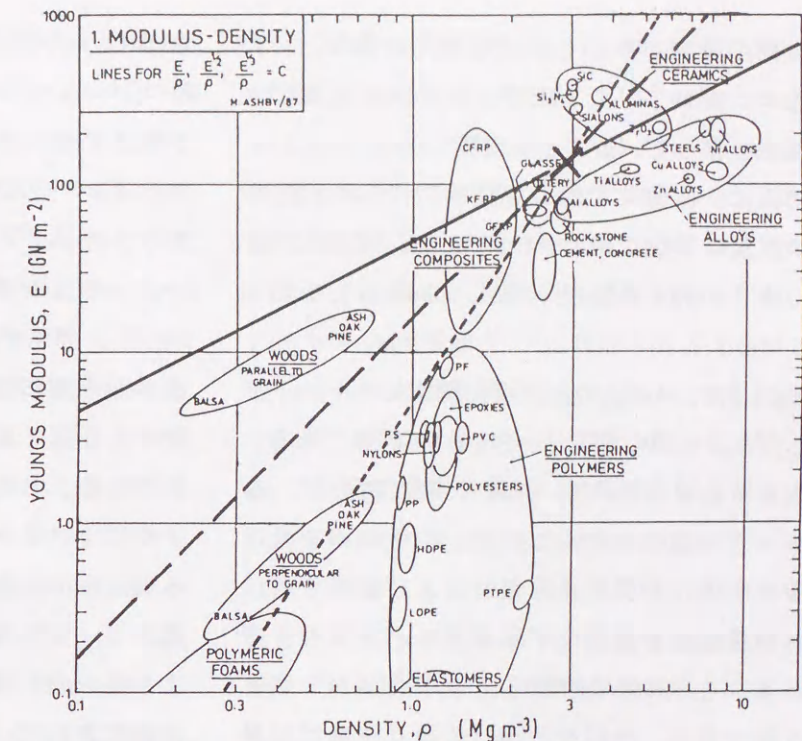


Fig.1-1 Materials selection chart (Quoted from Ref.(1) reported by M.F.Ashby.): Young's modulus against density (balloons enclose data for given class of material).

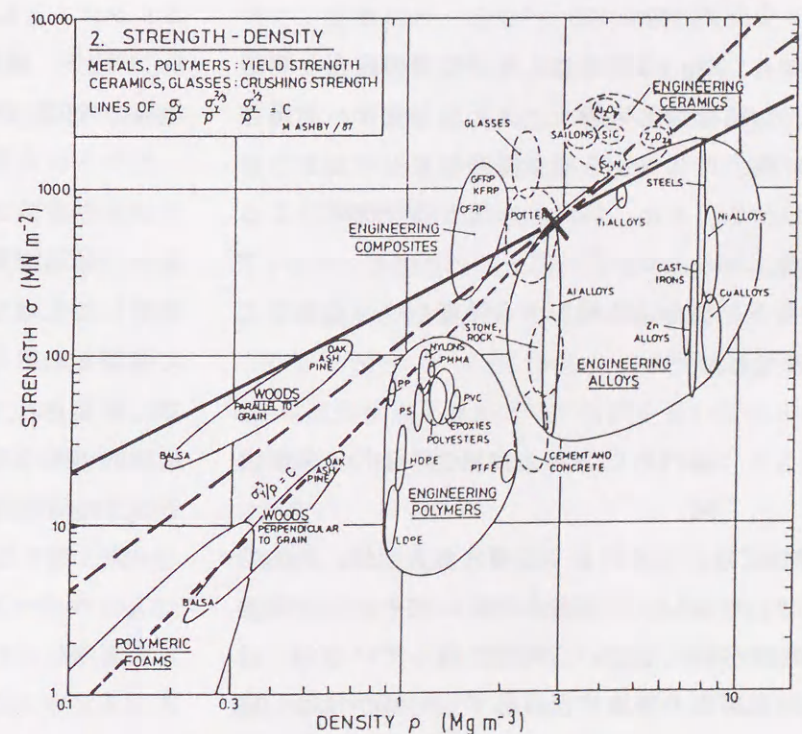


Fig.1-2 Materials selection chart (Quoted from Ref.(1) reported by M.F.Ashby.): Strength against density (Yield strength for ductile materials, and compressive crushing strength for brittle solids. Balloons enclose data for given class of material).

グ方向の負荷がかかる板材を考えた場合、いわゆるエンジニアリングセラミックスと比肩できる性能を有していることが理解できる。

同様に、本論文で扱う体積率32.7%のMMCの引張強度は実測で614.0MPaであり、非強化の合金の場合の333.5MPaと比較して84%以上も増加している。

Fig.1-2は、Ashbyの比強度に関するチャートである⁽¹⁾。×印の意味は、Fig.1-1と同様である。この×印を通る実線は、強度を密度で割った σ_y/ρ が一定の線であり、これは、引張応力を受ける棒材や内圧を受ける円筒材および回転する円筒材の比強度を最適化する場合のパラメーターである⁽¹⁾。同様に破線は、 $\sigma_y^{2/3}/\rho$ が一定となる線であり、棒材や円筒材の捻りや曲げに対するパラメーターである⁽¹⁾。点線は $\sigma_y^{1/2}/\rho$ が一定となる線分であり、板材の曲げまたはバックリングに相当する⁽¹⁾。

以上、Fig.1-1に示した比弾性率の場合と同様に、供試材の比強度は、ほとんど全ての実用金属材料、ポリマーを凌ぐ優秀なものであることがわかる。また、部材の形状と負荷様式によっては、木材、エンジニアリングセラミックス、FRPなどと十分に比肩できる強度レベルにあることになる。

1. 2. 国内外におけるMMC実用化の進捗状況

MMCは、上述のように優れた力学的、熱的特性などを有し、しかも本来的にはそれらの特性の制御が行えるという特徴を持っているが、近年の実用化の進捗状況は必ずしもはかばかしいものとは言えない。

日本国内で報告されている実用化例としては、民生用の輸送用機器等を中心として、油圧ベーンポンプやロータリーコンプレッサーのベーン

および圧力側板⁽²⁾、自動車および船用のディーゼルエンジンピストン⁽³⁾およびガソリンエンジンのコネクティングロッド⁽⁴⁾、ゴルフ用ドライバーのフェース⁽⁵⁾、自転車の薄肉パイプフレーム⁽⁶⁾、オートバイのショックアブソーバーシリンダー⁽⁷⁾、人工衛星のパイプ継ぎ手⁽⁴⁾、原子炉用ボルト⁽⁴⁾等があり、1970年代後半から主に加圧鋳造法や加圧鋳造法と鍛造、押出、圧延、転造などとの併用によって製造されている。これらの多くは、セラミックスの粒子やウイスキー、短繊維等で強化した、いわゆる discontinuously-reinforced MMC であり、連続繊維で一方向強化されたもの、または織布等により多方向に強化したものの実用化例はほとんど報告されていない。また、強化材やマトリックス合金の種類としては、国内の企業で開発されているものの70%近くがアルミニウム合金をマトリックスとしたものであり、同様に40%以上がSiCの粒子、繊維、ウイスキーで強化したもので他種の強化材を圧倒している⁽⁸⁾。

これらの実用化例は、一部のものを除いて常温から中高温までの温度域での耐摩耗性、耐擦過性、低熱膨張率、騒音減衰能といった特性を利用したものであり、上述の優れた比弾性率、比強度を応用したものではない。また、現在までに報告されているほとんどの実用化例では、比較的小型の部材で、耐摩耗性などを必要とする部分に局部的に使用されているに過ぎない。

一方、振り返って海外に目を転じると、米国NASAのスペースシャトルの床材のサポーターとして実用化されたことで有名なボロン繊維強化アルミニウム合金を始めとして、軍需、航空宇宙の分野を中心にいくつかの応用例が報告されている⁽⁹⁾。これらの多くは、炭素、炭化ケイ素および炭化ケイ素系、ボロンなどの長繊維で強化した軽合金であり、力学的性質においては

非常に高いレベルにあるが、製造プロセスが複雑でかつ非常にコスト高となっている。この理由は、例えば1981年のレーガン政権誕生以降の米国のように、軍やNASAなどの航空宇宙関連の団体からの多額の財政的援助に支えられて研究開発が進められたことにある。このため、1980年代に高性能な炭素繊維が開発されたことでCFRPが普及し、大型の構造物がほとんどCFRP化したことや、冷戦構造の崩壊による軍需予算の削減という材料開発を取り囲む国際的な環境の下で、はるかに低いコストと大量生産性が求められる民需用途への展開が今一步遅れた形となっている。

このため、1980年代の終盤以降、Duralcanと名付けられてインゴットで供給されるSiC粒子強化アルミニウム合金のMMC⁽¹⁰⁾のように、現在では安価で製造プロセスが単純な複合材料の開発と実用化に力点がおかれている。

1. 3. 複合材料の普及のための障害とその克服に向けて

いずれにせよ、MMCの実用化に関する国内外の状況を鑑みると、その実用化の障害となっている理由をいくつか推察、列挙することができる。ここでまず第一に挙げられるのは、複合化によるコストの大幅な上昇である。そしてこの他にも、慣用材料と同等の信頼性を確保するために、さらに膨大なデータの蓄積が必要であるという材料保証上の問題、そしていくつかの特性が強化材との複合化によって低下してしまうという問題が挙げられる。

最初に挙げたコストの問題は、特性をコストで割った対コスト比強度や対コスト比弾性率といったような整理の仕方や、コストと密度と特性を同時に考慮した整理をすることで、力学的性質などと関連付けて議論することができる。

このうち、コストそのものの抑制に関しては生産量や生産技術等の問題であり、本論文の範囲から逸脱するのでここでは触れないが、MMCの物性を最適化して現状よりも向上させれば、問題の相対的な改善につながるものと考えられる。また、材料の信頼性に関しては、いわゆるWeibull強度⁽¹¹⁾に代表されるように、物性のばらつきを表現できるパラメーターで整理すれば、材料特性の一つとして捉える事ができる。この様に考えて来れば、材料学的な視点に立ってMMCの実用化への障害を克服するためには、その優れた物性を最大限に高めることと、複合化によって逆に低下してしまう材料特性を最大限に補強することが肝要であると考えられる。

ここで、話を材料の力学的特性に限定すれば、前述の強度と弾性率以外にも、複合化によって、硬さ、耐摩耗性、耐熱性、疲労特性、クリープ特性、振動騒音減衰能、熱膨張率、中性子吸収断面積、耐高温脱ガス性、耐原子状酸素劣化性等の特性が金属単体の場合と比較して改善できることが報告されている。

一方で、MMCの場合も多くの先端材料と同様に、破壊じん性値が非強化の場合と比べて大きく低下するという欠点がある。この問題は、MMCが常温用構造用材料として活路を見いだせるかどうかという点で死命を制するといっても過言ではない。

Fig.1-3は、先程と同じチャートを強度と破壊じん性値のバランスという観点から整理したものである⁽¹⁾。この図では、右上にある材料が最も強靱で理想的ということになる。供試材は、優れた強度特性を有しているにもかかわらず、その低い破壊じん性値のために、強度とじん性のバランスという点では、鉄鋼材料やエンジニアリングFRP、非鉄合金にも劣る結果となってい

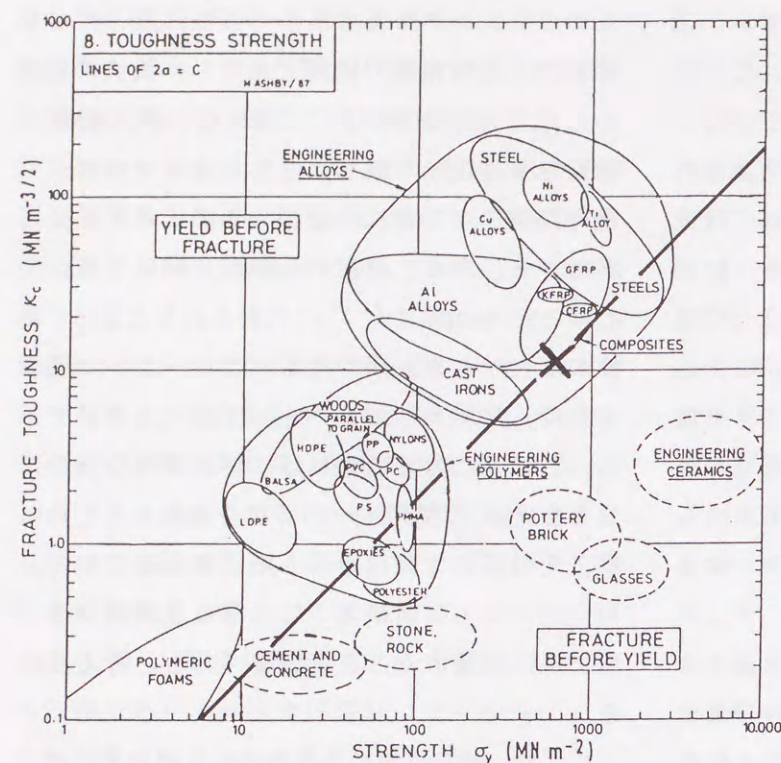


Fig.1-3 Materials selection chart (Quoted from Ref.(1) reported by M.F.Ashby.): Fracture toughness against strength. (Yield strength for ductile materials, and compressive crushing strength for brittle solids. Balloons enclose data for given class of material).

る。また、×印を通る実線は、 K_{Ic}/σ_y が一定の直線である。一般に、材料の破壊を制御するためには、材料が破壊する前に降伏することが望ましい。これを材料選択の条件とすれば、図の実線上にある材料は同程度の欠陥を許容でき、この線分が左上に平行移動するほど大きな欠陥を許容できることになる。この場合、体積率32.7%の供試材が許容できる欠陥のサイズは、約103 μm 以下となる。したがって、内在する欠陥に対する感受性で比較すると、ほとんどの実用金属材料、木材、ポリマーよりも敏感であり、セメントやコンクリート並になってしまう。

この破壊じん性値以外にも、MMCのき裂発生から伝播、破断に至るまでの疲労特性は、現在までのところ充分に明らかにされているとはいえず、鉄鋼材料や非鉄材料などで蓄積されて

きた疲労特性に関する膨大な知見とは比べるべくもない。また、伸びの低下、物性値の統計的なばらつきが存在などは、セラミックスと金属の複合化がもたらす好ましくない負の効果と見なすことができる。そして、時として存在する各種物性の顕著な異方性は、剛性設計が重視される航空機構造などにおいては利用可能な特性であるが、金属材料の代替という観点からみれば欠点となる。

したがって、前述のような国内外における実用化の進捗状況を考慮すれば、取りあえず、MMCの強度と弾性率を今以上に向上させ、その低い破壊じん性値を改善し、疲労特性やその機構を解明すれば、その高性能な構造用部材としての活路は自ずと開けるものと期待される。

このためには、MMCを金属の変種と見なして慣用材料と同様の処理や製造方法を流用して適用したり、単相材料の単純な組合せとして力学的にMMCを理解しようとする従来の手法には自ずと限界がある。したがって、MMCのマイクロ組織を注意深く観察し、そこから得られた知見に基づいて考察する材料科学的な視点と、従来の複合材料理論のような力学的視点を融合することこそが必要であると考えられる。ここで言うところの、そして本論文を通じて用いるMMCのマイクロ組織の定義とは、金属マトリックスのマイクロ組織だけではなく、強化材の力学的性質、サイズ、形状、配向性、体積率、分布の粗密、そして強化材-マトリックス界面の状態などの様々な因子を含んだ広い意味でのものを指して

いる。

ところで、材料の実用化には様々な段階を考えることができる。ここではそれを、材料の試作が行われて製造技術が開発されてゆく黎明期、製造方法が確立され、基本的な熱処理、加工などの二次処理法、量産技術などが開発される発展途上期、材料固有の特性を最大限に引出し得る多種多様な製造方法と二次処理方法が確立され、これらを適切に行うために必要な材料のマイクロ組織構造に関する情報が蓄積されて実用化が加速される拡大期、新技術の開発と他材料による当該材料の駆逐が平衡状態に達する飽和期の四つの段階に区分して考える。

MMCの研究開発と実用化の現状は、基本的な製造技術や量産技術の開発は既にかかなり進んだレベルにあると考えられるが、様々な材料を組み合わせて複合材料を設計し、そのマイクロ組織を変化させる技術は極めて限定されている。すなわち、現段階では、強化材とマトリックスのごく限られた組合せのものだけが研究開発されており、体積率など、一部のマイクロ組織的因子を限られた範囲内でのみ制御できるに過ぎない。

また、マイクロ組織制御の技術が確立されていないことに起因して、マイクロ組織を変化させた場合に各種物性に及ぶ影響も、例えばマトリックスの材質や強化材の材質や体積率など、限られたものの影響が限定的に調べられているに過ぎない。したがって、それぞれの力学的特性に対して理想的かつ最適なマイクロ組織の状態とは如何なるものかといった総合的かつ基礎的な知見すら得られていない手探りの状態であるというのが現状であろう。このため、材料の特性を最大限に発揮させる事ができるMMC用の熱処理法や二次加工法、加工熱処理法などの開発に関しても、ほとんど手付かずのままとなっている。

この意味では、MMCの開発と実用化は、上で

言うところの発展途上期の緒に付いたばかりと言え。これは、例えば鉄鋼材料やアルミニウム合金等において、必要であれば様々な合金元素を添加すると同時に、いくつかのプロセスを組み合わせた複雑な製造後処理を施すことで、部材の必要とする性能や使用環境等に応じてマイクロ組織を精密に制御可能な技術レベルにあるのと比較すると、顕著な開きがあると言わざるを得ない。

このようなMMCの開発に関する現在の状況を考えると、この章の冒頭で述べたMMCの本来の最大の特徴である seeds oriented materials としての側面は、現在の所、ほとんど机上の空論に過ぎないと言え。そして、本節の前半で列挙した実用化のための諸障害に加えて、設計可能な自由度の高い材料であるというMMCの最大の利点が、マイクロ組織構造に関する基礎的な理解の欠如から実現されていないという点が、その実用化に対する隠された、そして最大の障害ではないかと推測する。

1. 4. 本論文の目的と概要

本論文では、単純な複合材料系で、実用化が一部で始まるなど、既にかかなりの信頼性と物性が確保されているMMCを用いて検討を進めることにする。まず、上記のような状況に鑑みて、複合材料の最適構造設計を究極の理想とし、強化機構と強度、一方向破壊、疲労破壊の各分野で、最適設計の基本となるべき特性の発現機構の解明や現象の理解に努める。この場合、従来の複合材料学の視点でとすれば軽視されがちであった微視的構造との関係を念頭において検討を進める。また、得られた知見に基づいて、MMCマイクロ組織の最適設計の第一歩となるべきいくつかの手法を提案し、その有効性を実験的に検証することも合わせて行うことにする。

まず、第II章では、第I章の序論に続いて、MMCの強化機構に焦点を当てる。

MMCの強度特性に関しては、かなり以前から様々な力学的見地に立脚してその発現機構の説明が試みられてきた。しかしながら、それらの試みは、いずれも多様なマイクロ組織的条件を備えたMMCの強度を包括的に説明できるものではなく、実験値と各理論による予測値には顕著な開きがあることが報告されている。本研究では、複合化による転位密度の上昇や熱残留応力の発生、微細な強化材による分散強化の効果などの微視的な要因を考慮し、MMCの強化機構を考察する。

ここでは、まず本論文の全ての実験で試験材料としたSiCウィスカーと6061アルミニウム合金のMMCの詳細について述べる。次に、ウィスカーのサイズや形状を変化させて試作した12種類のMMCの引張試験を行い、従来の複合材料モデルによる降伏応力の予測値や上述の各マイクロ組織因子の強度への貢献分と実験値とを比較、検討する。また、体積率や粒子径が異なる4種類のSiC粒子強化6061アルミニウム合金基複合材料に対しても、同様の解析を適用してその妥当性を検討する。最後に、MMCの降伏強度の最適設計の指針について整理する。

また近年、セラミックスなどとの複合化によって、合金の時効硬化速度が大きく変化することが報告されている。これは、複合化によるマイクロ組織の変化や強化材-マトリックス界面の存在など、MMC特有のマイクロ組織に起因するものと予測される。そこで、第III章では、硬さ試験、示差走査熱分析(DSC)、透過電子顕微鏡(TEM)観察等によって供試材の時効硬化特性を解析し、時効硬化速度が複合化によって変化する機構を明らかにする。

第IV章では、マトリックスの時効状態を変化

させた場合の強度および破壊じん性値を求め、時効状態が力学的性質に及ぼす影響を調べる。また、破面解析やき裂伝播経路の観察等によって、MMCの微視的な破壊機構やき裂伝播機構を明らかにする。さらに、TEM、エネルギー分散型X線分析(STEM-EDX)、フィールドエミッションガン走査型電子顕微鏡(FE-SEM)を用いて供試材のマイクロ組織を観察、分析し、マイクロ組織構造と力学的性質との関係を検討する。

第V章では、前章で明らかとなったMMCマトリックスのマイクロ組織の特徴を積極的に利用し、MMCの力学的性質を制御する熱処理法を提案する。本研究では、温度、時間などの熱処理条件を変化させて実験を行い、熱処理条件とMMCの硬さ、強度、伸びの関係を明らかにする。

第VI章では、第IV章で得られたMMC中のき裂進展機構に関する知見に基づき、破壊力学ベースのき裂進展シミュレーションプログラムを構築する。この場合、まず、強化材の凝集の有無や程度などの分布様式の定量評価方法の検討や、MMC中を進展しているき裂のき裂先端応力場特異性の確認などの予備的実験を行う。そして、このようなシミュレーションの結果と実際のき裂進展特性を比較するとともに、強化材の体積率、破断強度、分散状態、界面剥離強度などのマイクロ組織上の設計変数がMMCのき裂進展開始じん性およびき裂伝播抵抗に及ぼす影響を計算する。

また、シミュレーションの結果に基づいて、MMCの破壊じん性を改善するための強化材組織設計法を提案する。そして、この強化材組織設計法を実現するために新たに開発した手法で実際にMMCを試作し、強度試験、破壊じん性試験、弾性特性の測定等を行ってその力学的性質を検証する。

MMCの疲労破壊に関する情報が不足している

ことは既に述べたが、第VII章では、まず供試材のマトリックスの時効状態を変化させて疲労き裂伝播試験を行い、マトリックスのマイクロ組織変化がき裂伝播速度に及ぼす影響を調べる。また、破面解析、塑性域サイズの測定、き裂伝播過程のその場観察等を行って供試材の疲労き裂伝播機構を考察する。最後に、ここで得られた疲労き裂伝播機構を考慮し、第VI章のシミュレーションプログラムを疲労き裂伝播特性の計算用に改造してシミュレーションを行い、実際の疲労き裂伝播試験の結果と比較、検討する。

第VII章で述べた通常の疲労き裂伝播試験で評価し得る十分に長い疲労き裂の場合とは異なり、近年、その特異な挙動が問題となっている微小疲労き裂の段階では、マイクロ組織が疲労き裂の伝播に及ぼす影響も増大する。このため第VIII章では、まず、レプリカ法による微小疲労き裂試験を行うとともに、き裂伝播速度の統計的ばらつきを解析し、微小き裂伝播に影響を及ぼすマイクロ組織的因子の特定を行う。また、マイクロ組織が顕著な影響を及ぼすき裂長さの範囲、すなわち、いわゆるマイクロ組織的微小き裂の限界長さを明らかにする。

第IX章では、本研究で得られたMMCの力学的性質の発現機構、マイクロ組織に関する知見、マイクロ組織と力学的性質の関係、およびマイクロ組織制御法について総括するとともに、本研究によって新たに明らかとなった問題や将来への課題についても触れることにする。

文献

- (1)M.F.Ashby: Mat. Sci. Tech., 5(1989), 517.
- (2)日経ニューマテリアル: 6-5(1989), 37.
- (3)T.Yamauchi: Proc. 1991 Small Engine Tech. Conf., SAE, (1991), 505.
- (4)福永秀春: 軽金属学会研究部会報告書, No.25

- (1991), 67.
- (5)日経ニューマテリアル: 6-13(1988), 62.
- (6)森本啓之: 軽金属学会研究部会報告書, No.25, (1991), 95.
- (7)渡部晶, 齊藤充, 菅井義裕, 小野惣一: *ibid.*, (1991), 106.
- (8)A.Mortensen: J. Met., 45(1993), 10.
- (9)古田敏康: 工業材料, 36(1988), 18.
- (10)Duralcan composites, catalog: Duralcan USA, San Diego, (1990).
- (11)R.Roy: セラミックスの寿命と破壊, 内田老鶴堂, (1989), 26.

第 II 章 ミクロ組織を考慮したMMCの強化メカニズム

1. 緒言

1. 1. 最近の複合材料理論研究の流れ

序論でも述べたように、複合材料の本来的な最大の特徴は、その優れた力学的性質や他の特性にあるのではなく、むしろ、様々な物性を如何様にも制御できる点にある。しかしながら、現実的には、最も基本的な特性の一つである強度だけをとってみても、その制御はおろか強度発現の機構さえも充分には明らかにされていない。そのため、いくつかの実用化例が報告されるようになった今日に至っても、なおMMCの強化機構を議論した論文が散見される⁽¹⁾⁻⁽¹³⁾といった具合である。

ただし、これらの論文は、全く新しい複合材料理論を提案するのではなく、従来の理論的解析で盲点となっていたマトリックスなどの複合材料構成要素のIn-situ特性を論じたものがほとんどである。ここでいうところの従来の理論的解析とは、古典的な複合則に始まり、Shear-lagモデルやEshelbyモデルなどの複合材料モデル⁽⁴⁾から、有限要素法⁽⁵⁾⁽⁶⁾⁽¹²⁾などの近似解析までを指す。これらの各理論では専ら力学的な解析に主眼がおかれ、実際の材料のミクロ組織に関しては、軽視、ないしは無視されてきた経緯がある。すなわち、解析に必要な強化材およびマトリックスの特性として、測定が容易な、またはデータが容易に入手できる材料単体の場合のものを使用し、またこれが材料中で均一であるという意識的または無意識的な前提に基づくものとなっている。そして、このような仮定が、各解析の結果を実験値からかけ離れたものとして

化機構を巡る議論の流れである。

このなかで、MMCマトリックスに関しては、複合化によって多数の転位が導入されること⁽¹⁾⁽³⁾⁽⁴⁾⁽⁷⁾⁽⁸⁾⁽¹⁰⁾⁽¹²⁾⁽¹³⁾、また時としてこれが亜結晶粒を形成すること⁽²⁾⁻⁽⁴⁾⁽⁷⁾⁽⁸⁾⁽¹²⁾⁽¹³⁾、さらに強化材周囲に局所的な熱残留応力場が存在すること⁽⁴⁾⁽⁷⁾⁽⁸⁾などが、様々な実験や解析によって明らかにされている。また、界面には時として脆弱な反応相が生成して⁽¹⁴⁾⁻⁽²⁶⁾界面接着強度が低下したり、強化材強度も内在する欠陥⁽²²⁾⁽²⁷⁾、析出物や反応生成物などの反応相⁽¹⁵⁾⁽¹⁶⁾、付着物⁽¹⁹⁾⁽²²⁾、反応による表面の凹凸の形成⁽¹⁶⁾⁽²³⁾などによって低下し得ることが示されている。

この内、本研究で扱うSiCとAlないしAl合金の系に関しては、純アルミニウムの融点から10Kだけ低い923Kで既に熱力学的平衡状態にあり⁽²¹⁾、773Kで25hの高温暴露に対しても全く繊維強度が低下しない等⁽¹⁴⁾、強化材とマトリックスの反応性が低いことが知られている⁽¹⁸⁾。また、界面接着応力は1690MPa以上と高く⁽²⁸⁾、総合的に見て、いわゆる適合性(Compatibility)に優れた界面であると考えられる。また、後に本文中で示すように、繊維自体の力学的性質も優れているため、ここでは複合化によるマトリックス部分の変質に焦点を当てて検討を進めることにする。

第II章では、始めに従来の複合材料理論を簡単に紹介する。次に、製造条件を変えて強化材の体積率やサイズを変化させた12種類のMMCを試作し、従来からある複合材料の強化理論による強度の予測や、MMCマトリックスのIn-situ特性の評価を行い、力学的性質のより現実に近い

評価、予測方法を検討する。

1. 2. これまでに提出されている主要な

MMCの強化理論

供試材のように、粒子や短繊維、ウイスキーなどの不連続な強化材で補強した複合材料の強度代表的な理論としては、複合則、Shear-lagモデル、Eshelbyモデルの3つのものがある。以下にこれらを順に概説する。

1. 2. 1. 複合則

複合則は、1世紀以上も前にVoigtによって提案された⁽²⁹⁾。複合則では、各相中のせん断歪が負荷応力によるせん断歪に等しいとする仮定の下に、複合材料の剛性率 G_c を以下のように表す。

$$G_c = \sum_{i=0}^N V_i G_i \quad \dots(1)$$

ここで、 V_i はN個からなる各相の体積率、 G_i は各相の剛性率である。

(1)式に関しては、Hillが、実験によって得られる剛性率の上限にほぼ相当することを示している⁽³⁰⁾。また、複合則は、その単純さも手伝って、様々な物性の予測に拡張されている。例えば、式(1)の剛性率を強度に置き換えれば、複合材料の強度 σ_c を各相の強度 σ_i を用いて以下のように表すことができる。

$$\sigma_c = \sum_{i=0}^N V_i \sigma_i \quad \dots(2)$$

この場合は、複合材を構成する各相が等歪変形する場合の強度、すなわち強度の上限値を示すことになる。このような単純なモデルでも、連続繊維一方向強化のMMCの繊維軸方向の強度、弾性率をよく予測できることが、W繊維/Cu系で報告されている⁽³¹⁾。ただし、その物理的意味の希薄もあり、より複雑な不連続強化材のMMCへの適用は難しいものと考えられる。

1. 2. 2. Shear-lagモデル

Shear-lagモデルは、1952年にCoxによって提案された⁽³²⁾。Shear-lagモデルでは、均一な長さを持つ短繊維が一方向配向した場合について、Fig.2-1に示すようにそれぞれの繊維の側面での応力伝達を考えて繊維とマトリックスの平均応力を求め、繊維が有効に応力を分担できるものとして複合則により全体の強度を求めている。また、Fukudaらは、これを短繊維がランダムに配向した複合材料に拡張しており、その解は以下ようになる⁽³³⁾。

$$\sigma_c = \beta \cdot \sigma_{fb} \cdot Vf \cdot F(l_c/l_m) + \sigma_m'(1-Vf) \quad \dots(3)$$

$$F(l_c/l_m) = 1 - l_c/2l_m \quad (l_m > l_c), \quad l_m/2l_c \quad (l_m < l_c) \quad \dots(4)$$

ここで、 σ_c と σ_{fb} は、それぞれ複合材料と繊維の引張強度、 σ_m' は複合材料の破断時にマトリックスにかかる応力、 Vf は繊維の体積率、係数 β は繊維の配向に関するもので、三次元的にランダム配向の場合には、 $1/6$ ⁽³²⁾、 $1/8$ ⁽³³⁾、 0.18 ⁽³⁴⁾等の値が報告されている。 l_m と l_c は、それぞれ繊維の複合材料中での平均長さ、および強化に寄与する繊維長さの下限を示す臨界長さである。ここで、 l_c は以下の式で与えられる。

$$l_c = d \cdot \sigma_{fy} / 2 \tau_{my} \quad \dots(5)$$

この中で、 σ_{fy} は繊維の降伏強度、 d は繊維の直径、 τ_{my} は繊維とマトリックスの界面せん断降伏応力である。

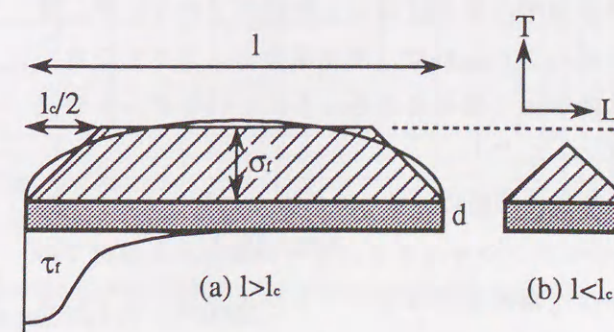


Fig.2-1 Schematic representations of load-transfer in the shear-lag model.

また、実際に(3)式を計算するためには、以下のような仮定が必要となる。

$$\sigma_{fy} = \sigma_{fb} \quad \dots(6)$$

$$\sigma_m' = \sigma_{my} \quad \dots(7)$$

$$\tau_{my} = \tau_{mb} = 1/2 \sigma_{mb} \quad \dots(8)$$

一般に、Shear-lagモデルは、 l_c 以上の長さがある繊維で強化されたMMCの強度を、かなり過小評価されている⁽³⁵⁾。

1. 2. 3. Eshelbyモデル

このモデルでは、Fig.2-2に示すように、塑性歪(eigen strain: e^*)を持つ楕円体形状の介在物が無限で均質等方性の弾性体中に存在すると仮定し、介在物内外の応力を代数的手法で解いている。この楕円体のアスペクト比を変化させれば、粒子から長繊維まで様々な強化材を考慮することができる。実際に、アスペクト比1の粒子を仮定して弾性率に関して解けば、Hashin-Shtrikmanの式⁽³⁶⁾の下限値と等しくなる。また、熱膨張係数に関して解けば、Kernerの式⁽³⁷⁾と同じ形の解が得られる。さらに、アスペクト比を無限大として弾性率を解けば、横等方性の複合材料について、Hashin⁽³⁸⁾とHill⁽³⁹⁾が求めた弾性率の下限の式を得ることができる。

Eshelbyの原理論では、粒子間相互作用を無視して介在物内外の応力場と系の歪エネルギーを導出している⁽⁴⁰⁾。したがって、このままでは低体積率の複合材料にしか適用できないが、後にMoriとTanakaは、平均場近似によって任意の体積率まで適用できるようにこのモデルを修正している⁽⁴¹⁾。

弾塑性問題における降伏応力に関しては、MMCのポテンシャルエネルギーの変化分と母材での塑性仕事のエネルギーバランスから、以下のよう

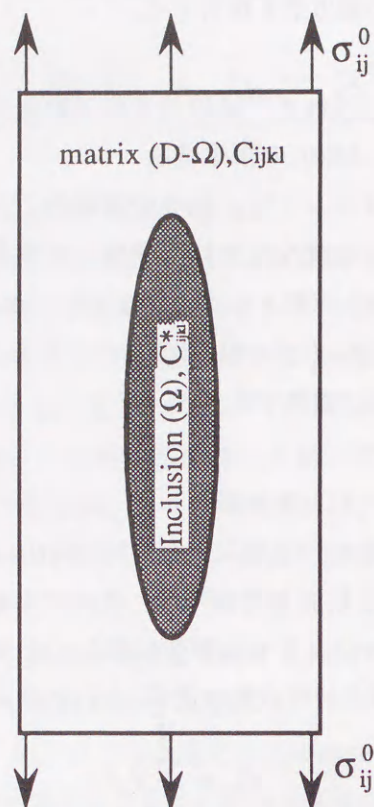


Fig.2-2 Schematic representation of the Eshelby model assuming single inclusion in an infinite solid.

$$\sigma_0 = \sigma_{y0} + Vf / (1 - Vf) \cdot (\sigma_{33} - \sigma_{11}) \quad \dots(9)$$

ここで σ_0 は繊維方向の外部応力成分、 σ_{y0} はマトリックスの降伏応力、 Vf は繊維の体積率である。また、 σ_{ij} は内部応力の各成分を表わし、Eshelbyモデルでは以下のように導ける。

$$\sigma_{ij} = (1 - Vf) \{ (S_{kkmn} \cdot e_{mn}^{**} - e_{kk}^{**}) \lambda \delta_{ij} + 2\mu (S_{ijmn} \cdot e_{mn}^{**} - e_{ij}^{**}) \} \quad \dots(10)$$

ここで、 S_{kkmn} はEshelbyテンソルと呼ばれるもので、 e_{ij}^{**} はeigen歪、 λ と μ はマトリックスに対するLameの定数、 δ_{ij} はクロネッカーのデルタである。

ただし、このような解析の適用範囲は、基本的に粒子分散材か、または繊維が一方向に配向したものに限定される。

2. 実験方法

2. 1. 本論文で扱う供試材の詳細

本論文で扱う材料は、 β 型SiC whiskerと6061アルミニウム合金のMMCであり、各章で実験目的に応じて体積率やwhiskerのサイズ、熱処理状態などは変化させているものの、製造条件や素材の特性などの共通した項目が多いため、ここでその製造方法と特性について詳述しておく。

まず、用いたSiC whiskerは東海カーボン(株)製であり、第二章を除いてTWS

-200型の量産品を用い、粉碎などの加工を加えること無しにそのまま用いた。

このwhiskerの特徴をTable2-1にまとめて示す。表中の直径0.44 μ m、長さ8.52 μ mは、受け入れのままのwhiskerに対する実測値である。また、表中の強度、弾性率はカタログ値⁽⁴²⁾であり、単なる推定値と思われるが、参考までにPetrovicらがSiC whiskerを直径6 μ m、長さ5mmまで成長させて引張試験によって測定した破断強度の実測値⁽⁴³⁾を括弧内に示した。またシリコンとカーボン以外の不純物は、Braueらが詳細に検討しており⁽⁴⁴⁾、これを付記した。彼らの分析によると、同社製whiskerの不純物は、0.3mass%以下と他のメーカーのもの比べて少なく、Fe、S、Al、P、Cr、Ti、Ni等の微量金属元素を含有しているのが特徴である。

ところで、実際の複合材料中では、プリフォーム製造時または製造時にwhiskerが折損し、その

Table 2-1 Properties of the standard SiC whisker used in this paper.

| | |
|------------------------|---|
| Diameter | 0.44 μ m |
| Length | 8.52 μ m |
| Aspect ratio | 18.8 |
| Density | $3.19 \cdot 10^3$ kg/m ³ |
| Bulk density | $0.1 \cdot 10^3$ kg/m ³ |
| Tensile strength | 3~14GPa* (8.4GPa*) |
| Elastic modulus | 400~700GPa* (581GPa*) |
| Structure of crystals | β |
| CTE | $4.2 \sim 4.5 \cdot 10^{-6}$ /K |
| Additional impurities* | 0.70 mass% N 0.20 mass% O 0.01 mass% Ca 0.03 mass% other metals (i.e. Fe, S, Al, P, Cr, Ti, Ni) |

* See reference.

平均長さやアスペクト比はバルクの状態よりも短くなる。本研究の場合も、Fig.2-3に示すように、受け入れ時の平均長さは8.52 μ m、平均アスペクト比は18.8であり、比較的長いwhiskerも混在している。一方、本論文の多くの実験で共通して用いた体積率22%のMMCから酸洗いによ

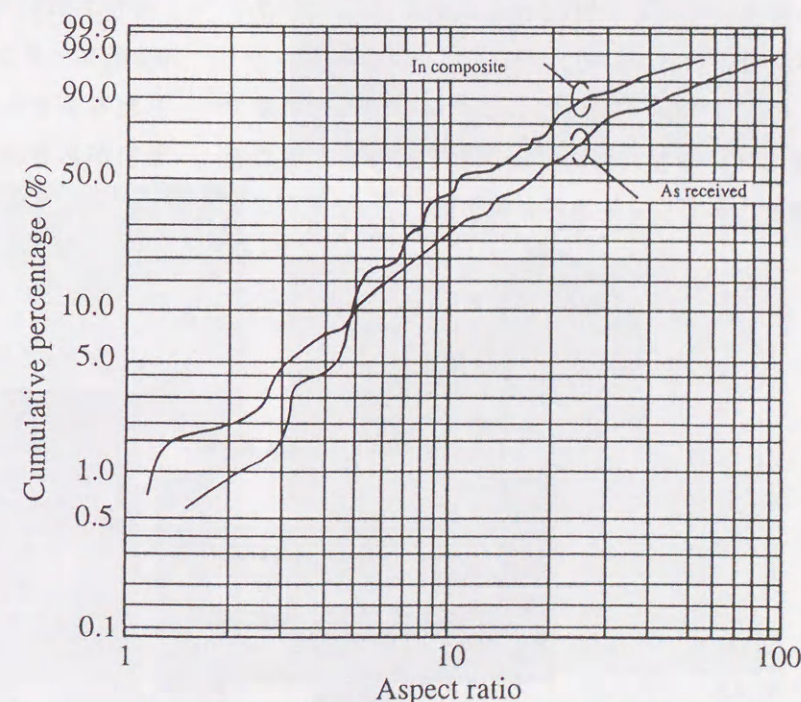


Fig.2-3 Change in variation of the aspect ratio through the fabrication process of the MMC.

って抽出したウィスカーの場合、平均長さは7.55 μm 、平均アスペクト比は13.7であり、アスペクト比10以下のウィスカーの割合が受け入れ時の約2倍に増加している。

本研究の場合、ウィスカーの直径とアスペクト比は各ロット毎に走査型電子顕微鏡（以下、SEMと略す。）と画像解析装置（ニレコ製Luzex III）を用いて測定した。この場合、観察時の倍率は500~5000倍であり、ランダムに100本の標本を採取した。また、MMC中のIn-situサイズに関しては、供試したMMCを10%の塩酸溶液に30分間浸漬し、濾過と洗浄を繰り返してウィスカーを抽出した。

マトリックスとして用いた合金は、展伸材の6061アルミニウム合金であり、 casting後、各試作ロット毎に成分分析を行った。これは、時効硬化という観点でみると、Al-Mg₂Siの擬二元系と見なすことができる。本論文の場合、ロットによっても異なるが、MgとSiの比が概ね2:1のバランス合金となっている。

次に、製造方法に関してであるが、第VI章で強化材組織を人為的に制御して試作したものを除き、まずウィスカーを吸引法^(4,5)でプリフォ

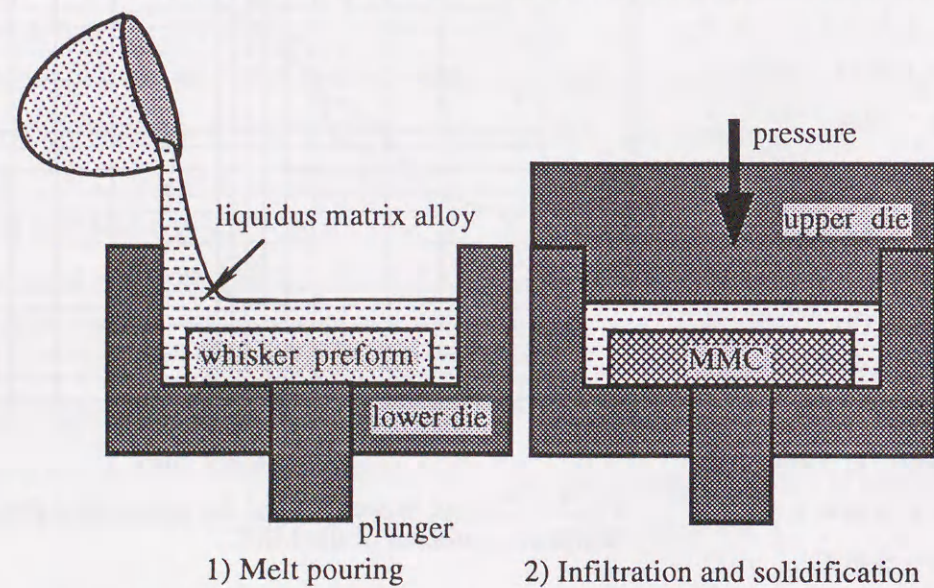


Fig.2-4 Schematic illustration of the high pressure infiltration method for consolidation of a ceramics preform with metal.

ームと呼ばれる予備成形体にする。この場合、バインダーや分散剤などの添加物を一切使用せず、ウィスカーを水と混合してスラリーとし、凝集したウィスカーの解繊のために1分間ミキサーで強撹拌した後、直ちに80mm角のプリフォーム型に注湯して真空ポンプで吸引脱水した。

アルミニウム合金とウィスカーの複合化は、高圧含浸鋳造法^(4,5)によった。Fig.2-4にその試作装置を模式的に示す。本論文の場合、プリフォームを700℃に予熱して約250℃に温調した金型内にセットし、1073Kの6061合金溶湯を注ぎ、直ちに約100MPaの圧力でアルミニウム合金をプリフォーム中に加圧含浸、凝固させた。また、このようなMMCでは、製造後、鍛造、圧延、押出などの二次加工を施す場合があるが、このような二次加工は強化材やマトリックス合金の結晶粒に強い配向性をもたすため、本研究では鋳造のままのものを熱処理して使用した。

Fig.2-5は、製造のままのMMCを1%HF溶液で30分間エッチングし、その表面をSEMにより観察した写真である。ウィスカーの分布には若干の粗密があるが、マクロ的にはほぼ均一に分布している。また、配向に関しては、ほぼ3次的に

ランダムになっており、総じて均質かつ等方性に近い材料と見なすことができる。

また、強化材の体積率は、アルキメデス法により測定した。この場合、温度によるH₂Oの密度変化や温度、気圧、相対湿度による空気浮力の変化、試料を保持するワイヤーの浸漬深さやワイヤーに対するH₂Oの付着性を考慮して有効数字で小数点以下3桁の精度を確保している。

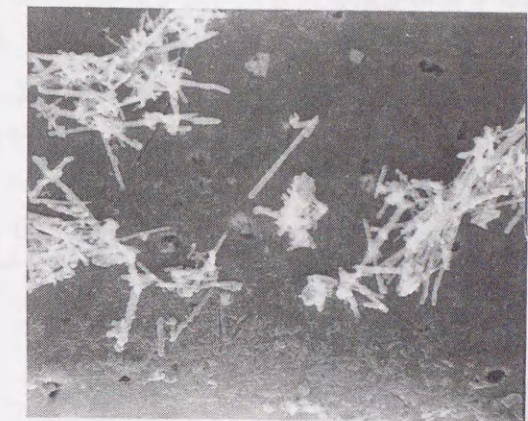
2. 2. 第II章の供試材に関する補足説明

第二章で用いた強化材は、東海カーボン(株)から入手したTWS100試作品、TWS200、TWS400の3種類のウィスカーである。各ウィスカーのSEM像を、Fig.2-6に示した。この場合、ウィスカー表面に付着したSiO₂がAl中のMgと反応してスピネル(MgAl₂O₄)を形成し、MMCの強度特性に影響を及ぼすのを避けるため、ウィスカーには、5%HF溶液で30分間の酸洗処理を施した。この後、ボールミルを用い、粉碎時間を0~120分まで変化させて長さのアスペクト比を調整した。また、

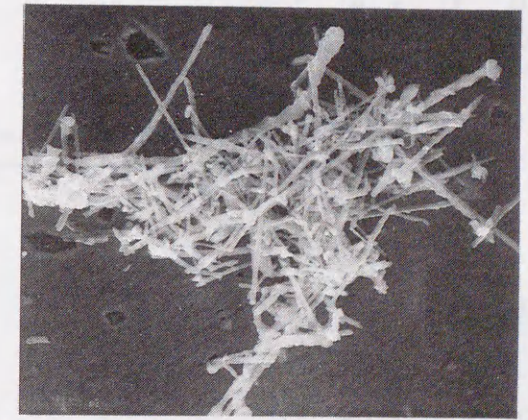


Fig.2-5 SEM image of typical whisker distribution in the as-fabricated composite.

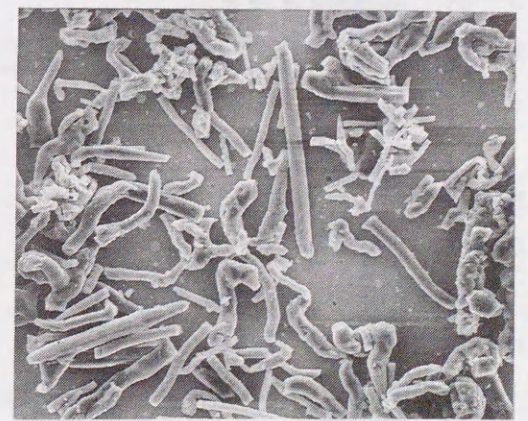
粉碎処理後のウィスカーは、No.1からNo.12と番号を付して区別した。



(a) No.1 (L:7.7 μm , d:0.39 μm , L/d:21.6)



(b) No.3 (L:9.1 μm , d:0.59 μm , L/d:15.4)



(c) No.9 (L:27.9 μm , d:4.4 μm , L/d:7.2)

Fig.2-6 Three typical SEM images of the whiskers leached from the MMCs.

Fig.2-7は、受け入れのままで粉碎処理を施していないNo.1、No.3、No.9のウィスカーのアスペクト比の分布を示したものである。No.1およびNo.3のものは比較的直径が揃っており、長くアスペクト比が小さいものが含まれている。また、No.9のものは繊維径が大きく、そのばらつ

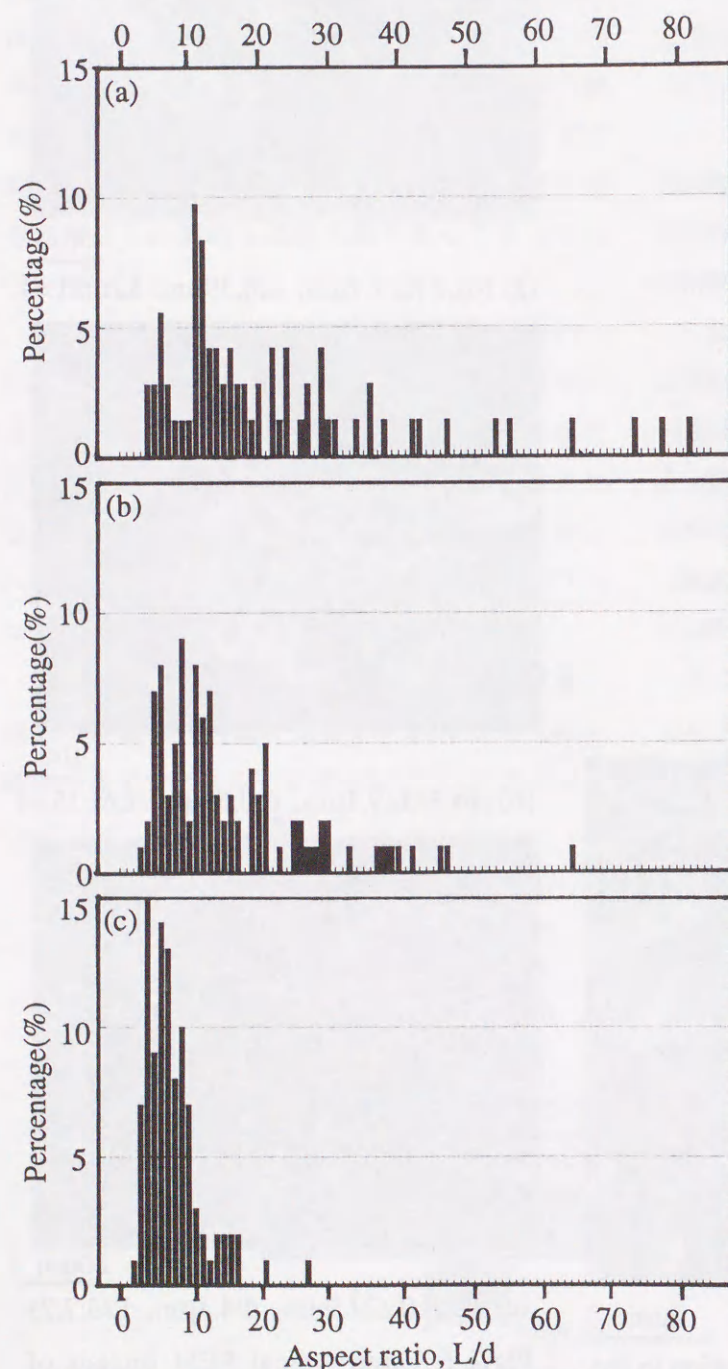


Fig.2-7 Frequency distribution in aspect ratio of the three as-received whiskers. (a) No.1, (b) No.3 and (c) No.9.

きも大きい、全体的に見るとアスペクト比の小さいものが多いことがわかる。

Table 2-2には、供試した12種類のウィスカーの平均長さ:L、平均直径:d、平均アスペクト比:L/dおよび複合化後の体積率:Vfを示した。また一例として、No.9のものの粉碎にともなうアスペクト比の変化をFig.2-8に示した。No.1とNo.3のウィスカーは比較的直径が揃っているため、粉碎による平均直径の変化は少なく、おもに長いウィスカーが破断することによって平均アスペクト比が減少している。一方、No.9のウィスカーでは、直径が大ききものはアスペクト比が小さい傾向があるため、粉碎によって細く長い繊維が破断して平均直径、平均長さともに減少している。

2. 3. 試験方法

casting後の供試材は、833Kで43.2ksの均質化処理後、約250K/hの降温速度を目安として徐冷した。このインゴットから、 casting時の加圧方向と試験時の荷重軸が垂直となるように引張試験片を

Table 2-2 Lengths, diameters and aspect ratios of the whiskers and volume fractions after casting

| Sample number | Vf (%) | whisker size | | |
|---------------|--------|--------------|-------|------|
| | | L(μm) | d(μm) | L/d |
| No.1 | 24.2 | 7.7 | 0.39 | 21.6 |
| No.2 | 28.3 | 3.4 | 0.35 | 10.7 |
| No.3 | 15.1 | 9.1 | 0.59 | 15.4 |
| No.4 | 22.0 | 8.3 | 0.56 | 14.7 |
| No.5 | 17.0 | 8.0 | 0.54 | 15.8 |
| No.6 | 22.6 | 7.4 | 0.51 | 14.9 |
| No.7 | 27.5 | 6.7 | 0.58 | 12.0 |
| No.8 | 29.9 | 5.6 | 0.51 | 11.2 |
| No.9 | 51.5 | 27.9 | 4.35 | 7.2 |
| No.10 | 50.8 | 19.8 | 3.01 | 7.5 |
| No.11 | 50.2 | 21.1 | 3.81 | 6.6 |
| No.12 | 51.4 | 17.5 | 4.21 | 5.0 |

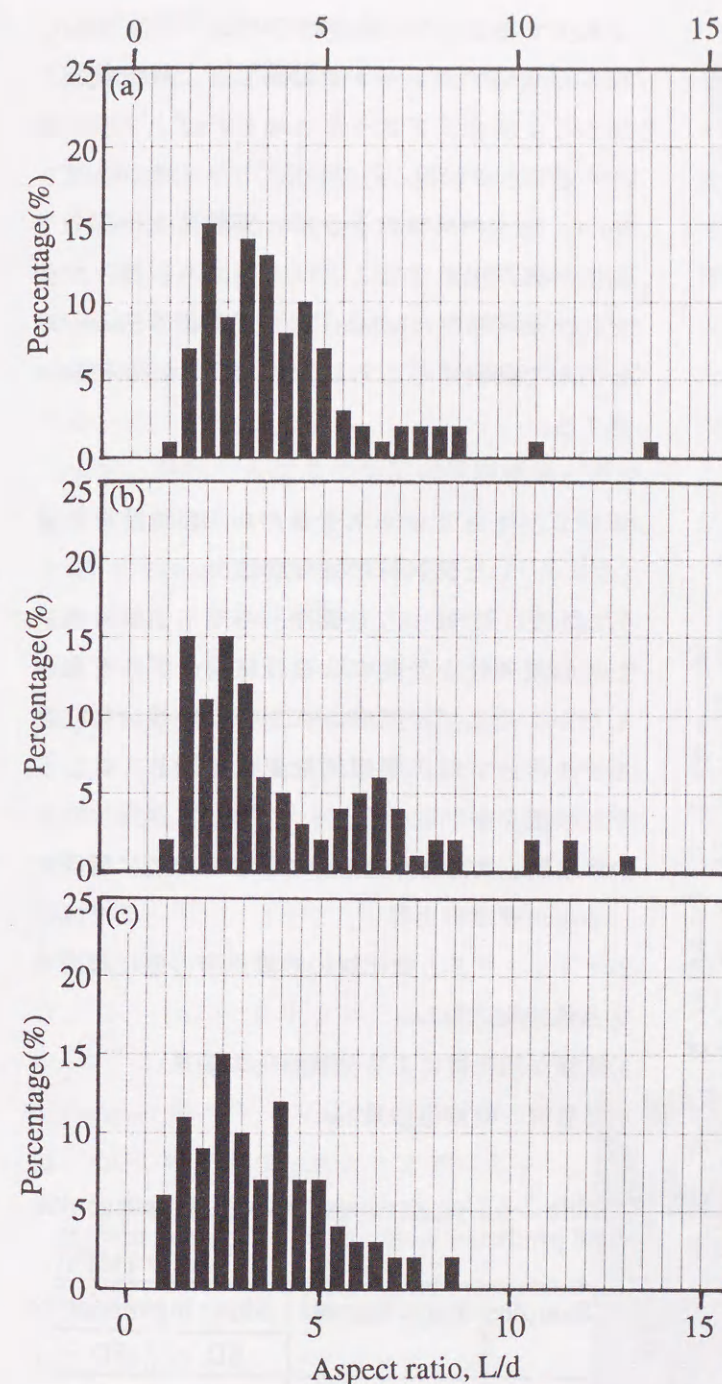


Fig.2-8 Variation in the frequency distribution of the whisker aspect ratio with the ball-milling treatment. (a) No.9, (b) No.11 and (c) No.12.

採取した。試験片は、標点間距離が10mm、直径が4mmの砂時計型であり、両端にチャック用のネジを加工した。試験は、容量98kNのインストロン型万能試験機を用い、室温大気中で負荷速度 8.3×10^{-6} m/sで行った。

マイクロ組織観察用の試料は、精密切断機で3mm角、厚さ1mmの薄板を切り出し、手研磨で約100μmの厚さとした後、電解研磨で微小な穴をあけ、最終的にイオンミリング法により薄膜に仕上げた。用いたイオンミリング装置は、薄片の両側から二個のイオンガンを用いて研磨するタイプであり、研磨条件はビームと薄片の角度が13°、ガン入力電圧3.5kV、ガン入力電流3mAとした。この場合、温度上昇による転位等のダメージの導入を避けるため、液体窒素で冷却する試料ステージを使用してステージ温度を概ね253~263Kに保持した。また、薄片のマイクロ組織観察は、TEM(日立製作所製H-800)を用いて加速電圧200kVで行った。

3. 実験結果と考察

3. 1. 引張試験結果とそのShear-lagモデルによる整理

まず、供試材のように強化材が3次元的にランダム配向したMMCの降伏応力を有効に予測できるEshelbyモデルは存在しないため、本研究では、供試材の引張試験結果をShear-lagモデルと比較することにする。

Table 2-3は、No.1からNo.12のMMCの体積率、サイズ、降伏応力: σ_y と複合化による降伏応力の増分: $\Delta\sigma_y$ をまとめたものである。表中には、実測し

た平均直径と平均長さから、ウィスカーのサイズを表中に示す縮尺で模式的に示している。ただし、No.11に関しては、製造欠陥のために有効な強度値が得られなかった。

Table 2-4は、実験で求めた複合化による降伏

Table 2-3 Yield strengths and increments of the yield strength due to the existence of the reinforcements. (MPa)

| Sample | σ_y | $\Delta\sigma_y$ |
|--------|------------|------------------|
| No.1 | 148.1 | 93.1 |
| No.2 | 184.1 | 129.0 |
| No.3 | 96.1 | 41.1 |
| No.4 | 125.2 | 70.2 |
| No.5 | 90.6 | 35.5 |
| No.6 | 123.6 | 68.6 |
| No.7 | 132.8 | 77.8 |
| No.8 | 165.7 | 110.6 |
| No.9 | 194.6 | 139.5 |
| No.10 | 182.5 | 127.4 |
| No.11 | - | - |
| No.12 | 187.4 | 132.3 |

応力の増分: $\Delta\sigma_y$ と Shear-lag モデルの予測結果を比較したものである。Shear-lag モデルの予測は、(3)式の配向係数: β を変化させ、繊維配向が二次元的にランダムな場合と、三次元的にランダムな場合の両方の計算結果を示した。結果として、No.4、5、6などの一部のものを除いて、 $\Delta\sigma_y$ の予測値の多くがマイナスとなるなど、ほとんどの値が実験値からかけ離れた非現実的なものとなっている。これは、試作した12種類の複合材料では、ウイスキーのアスペクト比が5~15程度、最高でも21.6と、(5)式から計算される強化に有効な下限界に相当する臨界アスペクト比(25~40程度)よりもかなり小さいことと、ウイスキーがランダム配向していることによるものと考えられる。

しかしながら、本研究で試作したMMCは、実用MMCの中では強化材のアスペクト比が大きい部類に属する。すなわち、一般には加圧鋳造法で試作した後に押し出しや鍛造、圧延等の二次加工が施される場合が多く、二次加工中のウイスキーの破断によりアスペクト比が減少するためである。実際に、As-castでアスペクト比13~19のものが、713Kで押し出し比10、押し出し速度10mm/minの熱間押し出しを施すことにより、8~9程度ま

で減少することが報告されている⁽³⁵⁾。また、粉末冶金法でピレットを製造し、これを押し出し加工した場合、アスペクト比が2~5とさらに減少することが報告されている⁽¹⁾。したがって、No.4、5、6の試料のように、実験値と一部の予測値が偶然接近することはあっても、様々な強化材サイズを持ったMMCの強度特性をShear-lagモデルで説明することはできないという結論に達する。

3. 2. マトリックス合金のIn-situ特性を考慮した供試材の強度評価

1. 2. では、応力伝達、内部応力等を考慮して強度特性を予測する複合材料モデルを概説したが、そこでは考慮されていない複合化によるマトリックスの微視的な変化に関しては、以下の要因が挙げられる。

- 1) マトリックスと強化材の熱膨張率の差に起因する転位密度の上昇
- 2) マトリックスと強化材の熱膨張率の差に起因する熱残留応力
- 3) 微細な強化材による分散強化の効果
- 4) 結晶粒の微細化効果

Table 2-4 Comparisons between experimental and predicted increments in the yield stresses. (MPa)

| Sample | Experimental | Shear lag model | |
|--------|--------------|-----------------|-------|
| | | 3D | 2D |
| No.1 | 93.1 | -16.5 | 133.4 |
| No.2 | 129.0 | -67.1 | 20.7 |
| No.3 | 41.1 | -34.9 | 36.9 |
| No.4 | 70.2 | -38.5 | 62.8 |
| No.5 | 35.5 | -38.0 | 40.4 |
| No.6 | 68.6 | -40.0 | 61.5 |
| No.7 | 77.8 | -56.2 | 40.8 |
| No.8 | 110.6 | -61.5 | 42.4 |
| No.9 | 139.5 | -127.4 | -22.8 |
| No.10 | 127.4 | -124.9 | -19.0 |
| No.11 | - | -111.2 | -45.3 |
| No.12 | 132.3 | -101.2 | -80.9 |

- 5) 亜結晶粒の形成とその微細化の効果
- 6) 固溶強化、析出強化などの効果の複合化による変化

7) 強靱な強化材によるマトリックスの変形の拘束と強化材周囲における三軸応力の発達

このうち、1)~3)に関しては、以下に詳述する。また、7)の効果を検討するには、非線形FEMによる近似解析が必要となるので、本研究では割愛する。

まず、供試材の結晶粒径を光学顕微鏡と画像解析装置で測定した結果、MMCでは平均で約106 μm 、非強化の6061合金では約102 μm であった。したがって、供試材の場合、4)の効果は無視できることになる。また、供試材には粉末冶金法で製造されたMMCや二次加工を施されたもの⁽⁷⁾と異なって、試料全体に及ぶ明瞭な亜結晶粒の発達は観察されないため、5)の効果もここでは考慮しない。残りの6)の効果に関しては、第三章で検討する。

3. 2. 1. マトリックスの転位密度の上昇による強化

Arsenaultら⁽⁴⁶⁾とVogelsangら⁽⁴⁷⁾は、SiCの粒子やウイスキーとアルミニウム合金のMMCで、またMortensenら⁽⁴⁸⁾は、AgClとガラスファイバーの複合材料で、複合材料の昇降温にともなう強化材からのプリズマティック転位ループの放出を、TEMのその場観察などで確認している。

これは、例えばSiCとアルミニウム合金の場合、熱膨張率に10倍程度の大きな差があるため、製造時や熱処理時の加熱、冷却過程で歪が発生し、変位がバーガースペクトルより大きくなると、これが界面からの転位の放出

(プリズマティック・パンチング)によって解放されることに起因する。例えば、非強化の2024アルミニウム合金の転位密度は $5 \times 10^{12} \text{m}^{-2}$ 程度であるが、直径11.6 μm 、体積率10%のSiC粒子で強化した場合には、溶体化処理後水冷する処理によって、粒子近傍で転位密度が 10^{14}m^{-2} 程度まで上昇することが報告されている⁽⁴⁹⁾。また、本研究と同じSiCウイスキーと6061アルミニウム合金の場合でも、803Kで焼鈍後、炉冷することによって、体積率が20%の場合に、転位密度が $6 \times 10^{13} \text{m}^{-2}$ 程度となることが報告されている⁽⁷⁾。

Fig.2-9には、No.1の試料に43.2ksの均質化処理を施した後、徐冷した時のマイクロ組織のTEM像を示す。試料は完全に焼鈍されており、製造工程から残留した転位はほとんど無いと考えてよい。しかしながら、マトリックス部分は転位が一部でセル構造を形成しており、非強化のアルミニウム合金を焼鈍したものと比較してかなり転位密度が上昇していることがわかる。

ところで、本研究で観察したTEM像から転位

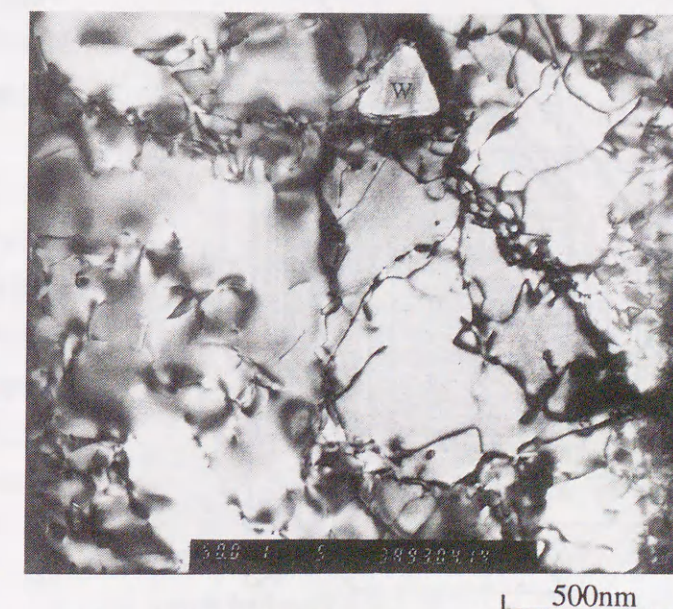


Fig.2-9 Bright field TEM micrograph of the as-fabricated 22vol% composite.

密度を測定すると、非強化のアルミニウム合金、MMCとも、上記の1/5ないし1/10程度の値となってしまう。これは、100ないし200kVの加速電圧で観察できる薄膜厚さはせいぜい0.3 μ m程度であり、この程度の厚さでは、試料表面における転位の消滅が問題となるためである。このような場合、有効な転位密度の測定には、1MV以上の加速電圧で1~2 μ m以上の膜厚の試料を観察する必要があるとされている⁽⁷⁾。そこで、本研究では、強化材からの転位ループの放出に関して提出されている以下のモデルを用いてMMCの転位密度を予測することにする。

Arsenaultらは、強化材粒子をFig.2-10に示すような直方体に単純化し、昇温、降温にともなって、強化材とマトリックス金属の熱膨張率の非整合に起因して放出される転位ループの量を予測している^(4,6)。このモデルでは、以下のようないくつかの仮定を置いている。

- 1) 転位を移動させるのに必要な分解せん断応力は非常に小さく、転位の移動速度は発生速度よ

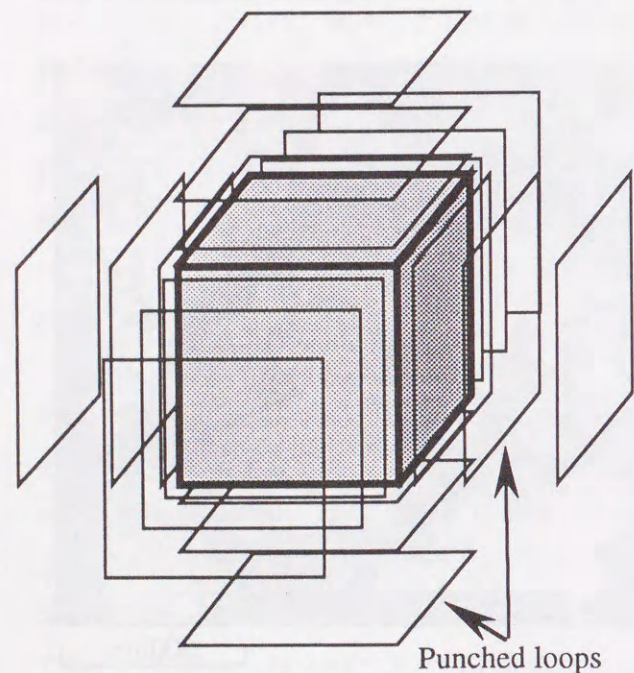


Fig.2-10 Schematic diagram of arrays of prismatic dislocation loop punched-out from a cubic particle.

- りも大きい。
- 2) 逆応力は無視する。
- 3) 強化材同士、および隣り合う強化材から出た転位同士の相互作用は無視する。
- 4) 歪はすべて解放される。

このモデルによって、マトリックスの転位密度は以下のように予想される。

$$\rho = \{4Vf \epsilon (1/A)^{2/3} (1+2A)(1/V)^{1/3}\} / \{b(1-V)\} \quad \dots(11)$$

ここで、Aはアスペクト比、Vは強化材の体積、bはパーガーズベクトルである。また、熱膨張率の差に起因して冷却時に発生する歪: ϵ は、熱膨張率の差: ΔCTE と冷却時の温度差: ΔT により、(12)式のように表される。

$$\epsilon = \Delta CTE \cdot \Delta T / 2 \quad \dots(12)$$

ここで、 $b=2.86 \times 10^{-10}$ m⁽⁷⁾、 $\Delta T=250$ K^(4,7)、 $\Delta CTE=21.1 \times 10^{-6}$ として計算すると、供試材の転位密度は最も低いNo.9で 1.99×10^{13} m⁻²、最も高いNo.2では 8.91×10^{13} m⁻²となる。これは、Arsenaultらが20vol%SiCw/6061で報告している実測値、 6×10^{13} m⁻²にほぼ匹敵する妥当な値と判断される。

次に、転位密度と降伏応力の関係は、変形の初期段階(第I段階)での変形応力と転位密度の関係を表す以下の実験式から計算できる^(5,10)。

$$\sigma_y = \sigma_{y0} + \alpha G b \rho^{1/2} \quad \dots(13)$$

ここで、 σ_{y0} は、例えば固溶硬化などの他の要因の寄与を考慮した内生的な降伏応力。 α は定数で、ここでは1.25^(5,11)。Gは、マトリックスのせん断剛性率である。Gに、第VI章で述べる超音波法により実測した値:26.6GPaを用いて計算すると、均質化処理温度からの冷却による降伏応力の上昇分: $\Delta \sigma_y(\rho)$ は、Table 2-5のようになる。

3. 2. 2. 強化材による分散強化

第二相粒子が転位の移動の障害となる場合、

転位が粒子間を通過する場合の臨界応力に関しては、初期には、Orowanによって by-passing 機構が提案された。ただし、ウィスカーのように針状の粒子がマトリックス中に存在するときの臨界応力に関しては、後にHirshらが解析している^{(5,2) (5,3)}。これによれば、長さ:l、直径:dの第二相粒子が粒子間隔: λ で分散しているときの臨界せん断応力: τ は、以下のように表される。

$$\tau = 0.83 G b (1+l/\lambda) \ln(d/r_0) / \{2\pi(1-\nu)^{0.5} \lambda\} \quad \dots(14)$$

ここで、 ν はポアソン比、 r_0 は転位芯半径である。 ν に第VI章で記述する超音波法による実測値である0.33を用い、 $r_0=4b$ と仮定した場合の分散強化の効果を、Table 2-5に $\Delta \sigma_y(d)$ として示した。

$\Delta \sigma_y(d)$ は、ウィスカーサイズが大きく、粒子間距離が短いNo.9~No.12では数MPaと小さく、ウィスカーサイズが最も小さなNo.2のもので最大となっている。しかしながら、その絶対値は最大で17.7MPaであり、3. 2. 1. で計算した $\Delta \sigma_y(\rho)$ の1/5以下の値である。

3. 2. 3. 熱残留応力の効果

延性があり、比例限が低い合金マトリックス中に高強度で高剛性の強化材が存在する場合、昇降温にともなってマトリックス中には残留応力が発生する。冷却による熱残留応力の場合、強化材の周囲は圧縮の応力場が存在し、強化材間では残留応力が引張となる。厳密には、この様な局所的な残留応力の分布が変形に影響を及ぼすと考えられるが、これを実際に測定するのは困難であるため、本研究ではX線回折によってマクロな残留応力の測定を行った。

Table 2-5 Comparisons between experimental yield stress increments and calculated microstructural contributions. (MPa)

| Sample | Experimental | * $\Delta \sigma_y(\rho)$ + $\Delta \sigma_y(d)$ + $\Delta \sigma_y(R)$ |
|--------|--------------|---|
| No.1 | 93.1 | 74.3 + 12.4 - 2.4 = 84.4 |
| No.2 | 129.0 | 89.1 + 17.7 - 2.0 = 104.8 |
| No.3 | 41.1 | 44.2 + 6.2 - 1.5 = 48.9 |
| No.4 | 70.2 | 57.4 + 8.9 - 2.4 = 63.9 |
| No.5 | 35.5 | 50.9 + 7.5 - 2.0 = 56.4 |
| No.6 | 68.6 | 61.8 + 9.9 - 1.8 = 69.9 |
| No.7 | 77.8 | 65.6 + 10.7 - 1.9 = 74.4 |
| No.8 | 110.6 | 75.3 + 13.2 - 2.4 = 86.0 |
| No.9 | 139.5 | 42.1 + 3.6 - 10.5 = 35.2 |
| No.10 | 127.4 | 50.1 + 4.9 - 12.0 = 43.1 |
| No.11 | - | 45.1 + 4.1 - 12.3 = 36.9 |
| No.12 | 132.3 | 43.2 + 4.0 - 12.1 = 35.1 |

* $\Delta \sigma_y(\rho)$: $\Delta \sigma_y$ due to high dislocation density
 $\Delta \sigma_y(d)$: $\Delta \sigma_y$ due to dispersion strengthening
 $\Delta \sigma_y(R)$: $\Delta \sigma_y$ due to residual stress

この場合、研削などの影響を除去するために表面層を1、2mmだけエッチングにより除去して測定した。結果は、 $\Delta \sigma_y(R)$ としてTable 2-5に併せて示した。今回の場合、いずれの試料でもわずかな引張の残留応力が測定されており、マクロ的にみれば供試材の強化には貢献しないことになる。

3. 2. 4. ミクロ組織的因子の効果の合算

これまでに求めた各ミクロ組織因子による降伏応力向上分の合算を、Table 2-5に合わせて示した。No.9~No.12の試料を除いた8つの試料では、実験により求めたSiCウィスカーとの複合化による降伏応力の上昇分 $\Delta \sigma_y$ と、複合化によって変化したマトリックスのIn-situ特性の効果の合算が良好な相関関係にあることがわかる。この比較から、ウィスカーが微細化すればその強化効率が向上するものと推測される。一方、No.9~No.12のものでは、体積率が著しく高いためにウィスカー同士の接触が激しく、ウィスカー同士の相互作用やウィスカーから放出された転位同士の相互作用が大きくなり、予測よりも降伏

応力の上昇が少なくなったものと推測される。

また、妥当な予測ができたNo.1~No.8のものでは、合算した3つのマイクロ組織的因子の中で、マトリックス転位密度の向上に起因する $\Delta\sigma_y(\rho)$ が占める割合が85%以上と最も大きい。これは、転位密度の向上という因子が、MMCの強化機構に対して大きな影響を持つことを示している。

3. 2. 5. 強化材からの転位の放出距離に関する考察

3. 2. 1. では、ウィスカーから放出された転位がMMC中に均一に分布していると仮定し、複合化に伴う転位密度の上昇によるマトリックスの降伏応力の増加分を計算した。しかしながら、ウィスカーから放出された転位がウィスカー近傍に留まっているならば、この計算は成り立たないことになる。そこで、以下に、転位の強化材からの放出距離を考察する。

金属中の介在物が膨張方向の非整合歪を持つ時の介在物周囲の塑性域サイズに関しては、有限要素法による近似解析や連続体力学、Eshelbyモデルに基づいたいくつかのアプローチが報告されている⁽⁵⁴⁾⁻⁽⁵⁷⁾。この中でも、最近DunandとMortensenは、連続体を仮定してTrescaの降伏条件を用いたHillの解を、流動応力に及ぼす転位密度の影響を考慮して修正し、塑性域サイズを求めた⁽⁵⁷⁾。彼らは、AgClマトリックスをガラス粒子またはアルミナ短繊維で強化した複合材料を試作してその妥当性を確認している。

この場合、半径:rの円筒形の強化材を仮定した場合の塑性域半径: r_p は、転位強化を考慮しないマトリックスの内生的なせん断降伏応力を τ_{y0} 、ヤング率をEとして、以下の式を解くことにより求められる。

$$\tau_{y0} + \alpha G[2\sqrt{2b} \Delta CTE \Delta T / r \{(r_p/r)^2 - 1\}]^{0.5}$$

$$-2E \Delta CTE \Delta T / \{(5-4\nu)(r_p/r)^2\} = 0 \quad \dots(15)$$

ここで、 α 、G、b、 ΔCTE 、 ΔT 、 ν は前述の定数または物性値である。

Table 2-6には、式(15)から求めた塑性域サイズとウィスカーの重心位置の間隔で定義する強化材間隔を合わせて示した。No.1~No.8の試料の場合、塑性域サイズは強化材間隔の50~76%であり、No.9~No.12の場合は200~260%程度となっている。ウィスカーの場合、繊維中心軸の周りに円筒状の塑性域を持っており、供試材中ではウィスカーが3次的にランダム配向している

Table 2-6 Comparisons between plastic zone sizes around the reinforcement and inter-particle spacings. (μm)

| Sample | λ | $2r_p$ |
|--------|-----------|--------|
| No.1 | 1.57 | 0.77 |
| No.2 | 1.05 | 0.64 |
| No.3 | 2.56 | 1.47 |
| No.4 | 2.12 | 1.36 |
| No.5 | 2.22 | 1.29 |
| No.6 | 1.88 | 1.18 |
| No.7 | 1.88 | 1.43 |
| No.8 | 1.57 | 1.18 |
| No.9 | 9.29 | 21.52 |
| No.10 | 6.50 | 13.60 |
| No.11 | 7.78 | 18.27 |
| No.12 | 7.83 | 20.68 |

ことを考えると、塑性域はマトリックスのかなりの部分を占有しているものと考えられる。したがって、熱残留応力の解放に伴う強化材からの転位の放出は、強化材近傍だけの局所的な事象ではなく、MMCの強度を有効に向上させ得るものと結論できる。

3. 3. 強度予測モデルの粒子強化MMCへの適用

3. 3. 1. 粒子強化MMCの強度特性に関する考察

Table 2-7 Yield strength and microstructural parameters in the particulate SiC reinforced 6061 alloys heat-treated to T6 peakaging.

| Vf | d(μm) | $\lambda(\mu\text{m})$ | $\sigma_y(\text{MPa})$ |
|-------|--------------------|------------------------|------------------------|
| 0.0% | - | - | 338.9 |
| 4.9% | 6.2 | 2.5 | 291.1 |
| 11.2% | 8.6 | 2.9 | 355.4 |
| 21.5% | 11.9 | 3.5 | 357.1 |
| 31.0% | 12.0 | 3.5 | 374.4 |

λ : Interparticle spacing

粒子強化のMMCでは、繊維の場合のような強化材による負荷応力の分担は少ないと予測されるにもかかわらず、直径数十 μm という分散強化がほとんど期待できないようなサイズの粒子で強化した場合でさえ、

実際には強度のかなりの上昇が認められる⁽¹⁾。そこでここでは、3. 2. でウィスカー強化材に対して行った考察を、粒子強化材に適用してその強化機構を考察する。

まず、Table 2-7は、既にその疲労特性⁽⁵⁸⁾、破壊じん性等⁽⁵⁹⁾が論文として発表されている粉末冶金法で製造したSiC粒子強化MMCの降伏強度、体積率、粒子径と粒子間隔を示したものである。体積率31.0%のMMCの場合、非強化のアルミニウム合金と比較して10%以上の降伏応力の向上が認められる。

Table 2-8には、3. 2. と同様の方法で計算した転位密度の上昇に起因する降伏応力の増加分: $\Delta\sigma_y(\rho)$ 、分散強化の寄与分: $\Delta\sigma_y(d)$ 、残留応力の実測値: $\Delta\sigma_y(R)$ を示した。なお、SiC粒子の場合も残留応力はわずかに引張であった。また、 $\Delta\sigma_y(\rho)$ が3つのマイクロ組織的因子の合算に

占める割合も66~81%と高くなっており、すべての試料で85%以上となったウィスカー強化の場合程ではないが、粒子強化の場合も転位密度上昇の影響が大きいことになる。

表中には、Nardoneらが粒子強化材の強化機構を説明するために、従来の側面でのせん断力による応力伝達に加えて、上下面の引張による応力伝達の項を考慮して提出した修正 Shear-lag モデル⁽²⁾⁽⁶⁰⁾による予測と、単純な複合則 (ROM: Rule of mixture)による予測を合わせて示した。

Table 2-8では、粒子の添加によって降伏応力が逆に低下した体積率4.9%のものを除いて、マイクロ組織的因子を考慮すれば、実験値に近い値を

Table 2-8 Comparisons between experimental yield strength increments and prediction by various composite models. (MPa)

| Sample | Experimental | $\Delta\sigma_y(\rho) + \Delta\sigma_y(d) + \Delta\sigma_y(R)$ | Shear-lag | ROM |
|--------|--------------|--|-----------|-------|
| 4.9% | -47.8 | 9.7 + 9.4 - 0.6 = 18.5 | 8.3 | 81.4 |
| 11.2% | 16.5 | 12.8 + 8.3 - 1.5 = 19.5 | 19.0 | 186.0 |
| 21.5% | 18.2 | 16.0 + 7.3 - 2.0 = 21.3 | 36.4 | 357.1 |
| 31.0% | 35.5 | 20.4 + 7.3 - 2.4 = 25.3 | 52.5 | 514.9 |

$\Delta\sigma_y(\rho)$: $\Delta\sigma_y$ due to high dislocation density
 $\Delta\sigma_y(d)$: $\Delta\sigma_y$ due to dispersion strengthening
 $\Delta\sigma_y(R)$: $\Delta\sigma_y$ due to residual stress

予測できることがわかる。また、Shear-lagモデルはMMCの降伏応力をかなり過大評価し、複合則は現実的な予測値を与えない。

3. 3. 2. ウィスカー材と粒子材を総合した場合の各予測モデルの妥当性の検討

Fig.2-11は、粒子強化のMMCと、ウィスカー強化のMMCの降伏強度の予測値と実験値の関係をまとめたものである。また、Table2-9は、各モデルと実験値の相関係数である。ただし、実験で妥当な値が得られなかったもの、すなわちウィスカー強化のものでNo.9~No.12のものおよび

粒子強化材で体積率4.9%のものは除外している。

Shear-lagモデルや複合則などでは、強化材の形状にかかわらず妥当な値を予測しない。Shear-lagモデルの中で最も実験値に近い予測を与えるもの、すなわち、ウィスカー強化材では2次元モデル、粒子強化材では修正Shear-lagモデルでも、実験値との相関係数は0.238と低い。一方、転位密

Table 2-9 Correlation factors between the experimental yield strength increment and predicted strength based on various prediction models.

| Prediction model | Correlation factor |
|-------------------------|--------------------|
| Dislocation density | 0.938 |
| Microstructural factors | 0.954 |
| Shear-lag model | 0.238 |

度の上昇、残留応力、分散強化の合算であるマイクロ組織的因子の効果を考慮すると、実験値との相関係数は0.954となり、かなり正確な予測と設計が可能であることがわかる。また、ウィスカー強化材、粒子強化材、いずれの場合も、その中でマトリックスの転位密度の上昇による効果が支配的であることは既に述べた。しかしながら、転位密度の効果だけを考慮した場合、相関係数は0.938とかえって低下することから、分散強化や残留応力などの効果を合わせて考慮することが重要であることがわかる。

3. 4. 母材の転位密度を最大にするMMCの設計指針

3. 4. 1. 強化材サイズおよび体積率に関する検討

ここまでの検討によって、粒子強化の場合もウィスカー強化の場合も、複合化による転位密度の上昇や分散強化、

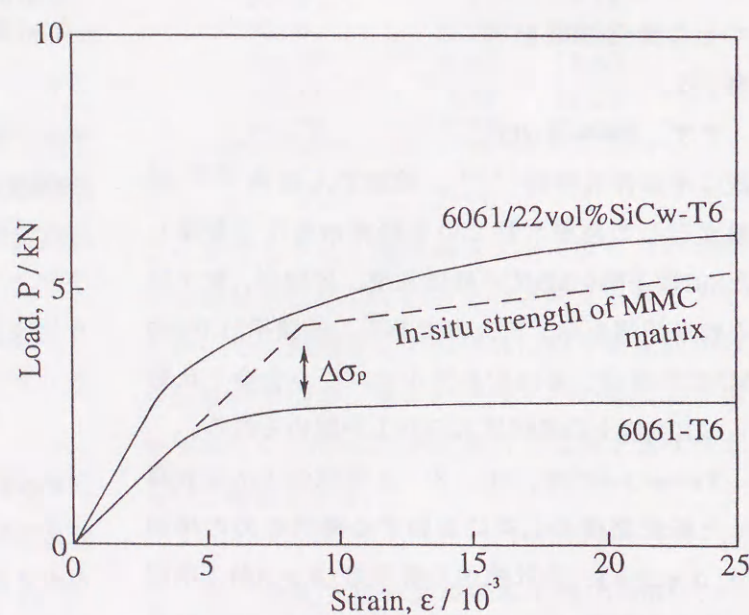


Fig. 2-12 Comparison of stress-strain curves between the unreinforced alloy and the composite. Explanation of the strengthening due to high dislocation density in the matrix is included.

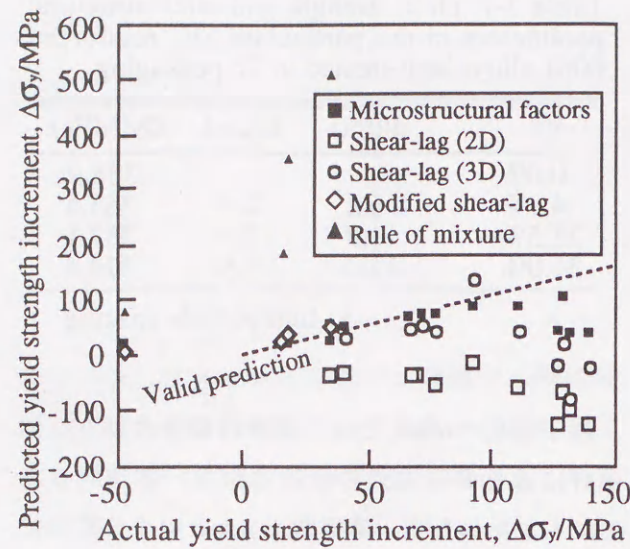


Fig. 2-11 Correlation between actual yield strength increment obtained by the tensile tests and calculated values according to the various prediction model.

残留応力などのマトリックスのマイクロ組織の変化を考慮すれば、MMCの強度特性をよく説明、予測できることが明らかとなった。またその中でも、高密度の転位によるマトリックスのIn-situ

強度の上昇は、大きな割合を占める結果となった。

Fig. 2-12は、このマトリックスの高転位密度が、MMCの応力-歪曲線に及ぼす影響を模式的に示したものである。マトリックスの転位密度の増加は、弾性変形特性には影響を与えないが、破線で示すように塑性変形領域の強度を底上げする。また、破線と実際のMMCの強度やヤング率の差を考えるには、強化材周囲の内部応力や端部での三軸応力の発達を考慮する必要がある。

このように、MMCの強化機構に大きな影響を及ぼすマトリックス転位密度を考慮すれば、従来の複合材料理論に基づいてMMCを設計する場合とは異なる設計指針が得られる可能性がある。

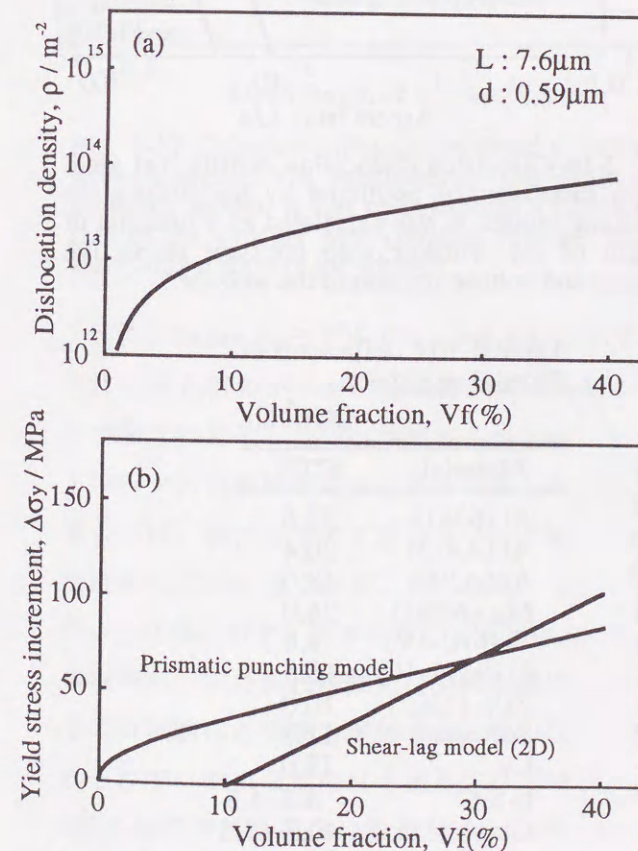


Fig. 2-13 Calculated dislocation density; (a) yield stress increase; (b) predicted by the dislocation punching model. It was calculated as a function of volume fraction of the whisker with constant whisker size.

Fig. 2-13~Fig. 2-17は、式(3)、(11)、(13)に基づいて、強化材の体積率、サイズを変化させた場合に、複合化による降伏応力の増加分がどのように変化するかを計算したものである。

まず、強化材の長さを7.6 μm、直径を0.59 μmでそれぞれ一定とし、体積率を変化させて計算したFig. 2-13の場合、および体積率を22%、長さを7.6 μmで一定とし、直径を変化させて計算したFig. 2-14の場合には、Shear-lagモデルもマトリックスの転位密度の増加を考慮した場合も、強化効率の両パラメーターに対する同様の依存性が得られた。しかしながら、Fig. 2-15~Fig. 2-17から明らかのように、Shear-lagモデルでは、長い強化材、大きなアスペクト比の場合に強化効率

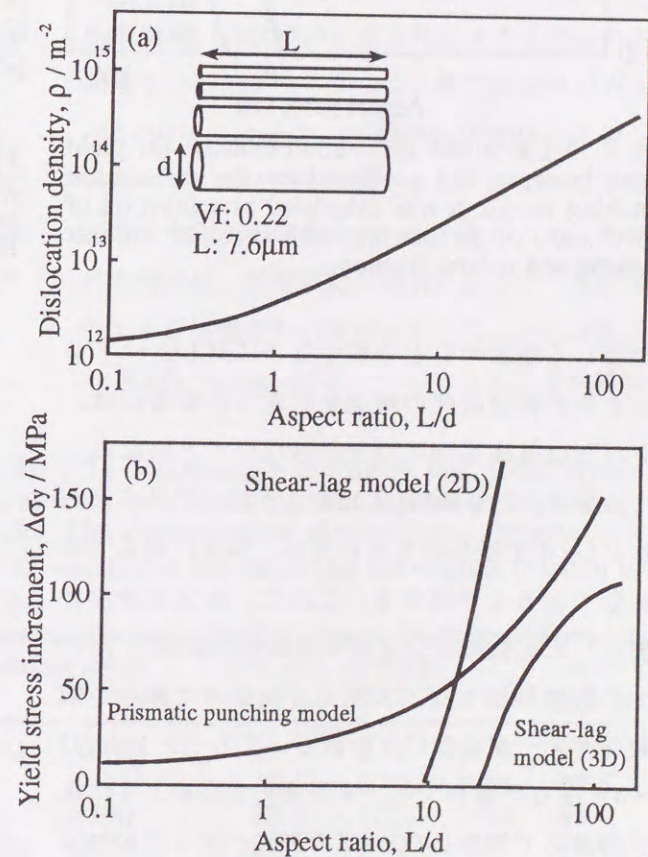


Fig. 2-14 Calculated dislocation density; (a) yield stress increase; (b) predicted by the dislocation punching model. It was calculated as a function of aspect ratio of the whisker with constant whisker length and volume fraction.

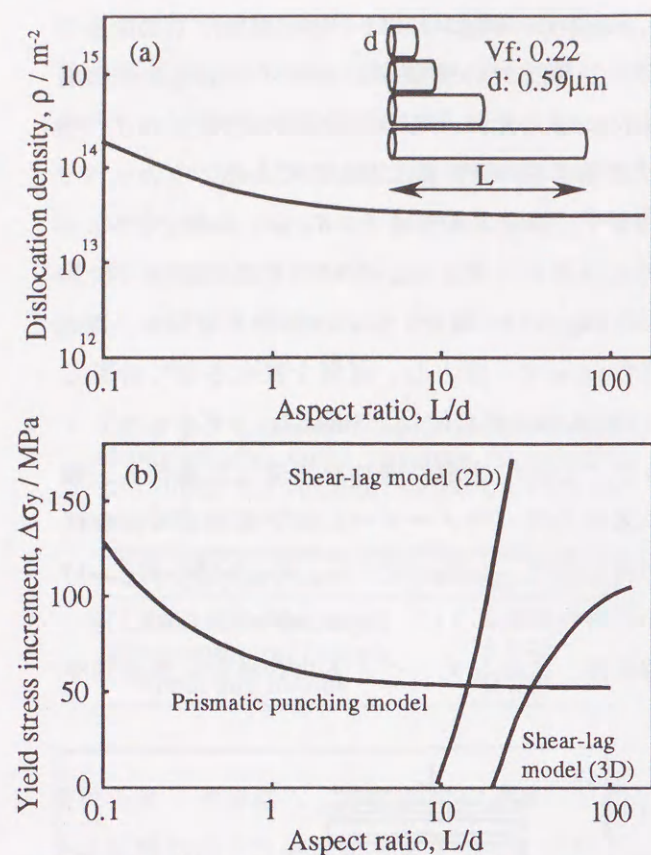


Fig. 2-15 Calculated dislocation density; (a) yield stress increase; (b) predicted by the dislocation punching model. It was calculated as a function of aspect ratio of the whisker with constant whisker diameter and volume fraction.

が著しく増加すると予測するのに対し、マトリックスの転位密度の増加を考慮した場合には、それらは強度増加につながらないことになる。この場合、むしろFig.2-15のように、アスペクト比が1以下で板状のものの方が、強度に対しては有効であると予測する。これは、粉末冶金法で製造した短繊維やウィスカー強化のMMCにおいて、熱間押し出しなどの製造プロセスで繊維が顕著なダメージを受けて折損し、アスペクト比が2~4となった場合でも、本研究の場合のように加圧鋳造法で試作したMMCでアスペクト比が20以上の場合と同様に、降伏応力がマトリックス単体の場合の2~3倍となるような効率のよい強化が得られる実験事実⁽²⁾⁽⁶⁾⁾とよく一致している。

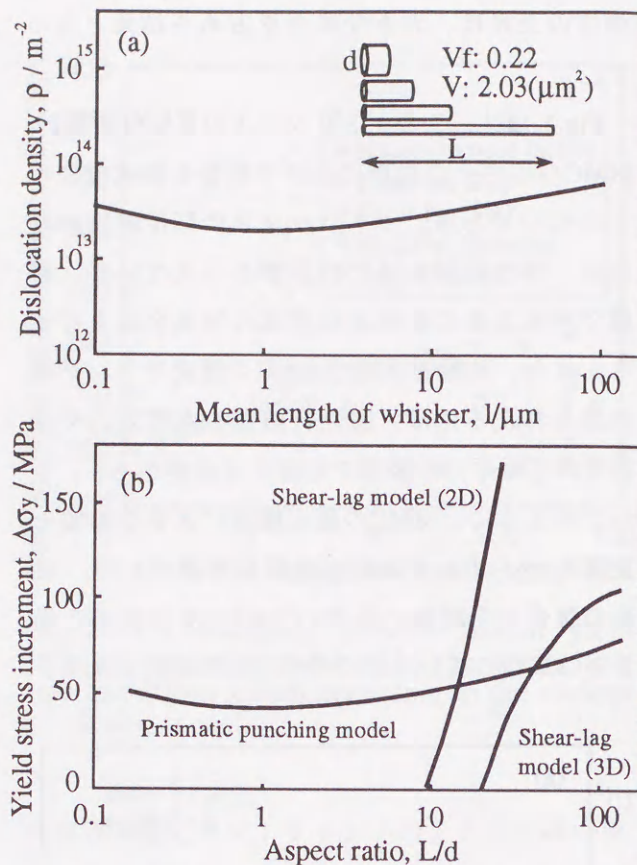


Fig. 2-16 Calculated dislocation density; (a) yield stress increase; (b) predicted by the dislocation punching model. It was calculated as a function of length of the whisker with constant respective volume and volume fraction of the whisker.

Table 2-10 Coefficients of thermal expansion.

| Material | CTE (×10 ⁶ /K) |
|---|---------------------------|
| Al (6061) | 23.6 |
| Al (A413) | 20.4 |
| Al (A390) | 18.0 |
| Mg (AZ91) | 26.0 |
| Ti (6Al-4V) | 8.6 |
| SUS (18-10) | 16.5 |
| SUS (13Cr) | 10.0 |
| Soft steel | 11.7 |
| Cu | 17.0 |
| β-SiC | 4.2~4.5 |
| Graphite a: | -0.7~-1.5 |
| c: | 28 |
| Al ₂ O ₃ | 5.9 |
| K ₂ O·6TiO ₂ | 6.8 |
| 9Al ₂ O ₃ ·2B ₂ O ₃ | 4.2 |
| ZnO | 4.0 |
| B (fiber) | 8.0 |
| Si ₃ N ₄ | 1.5 |

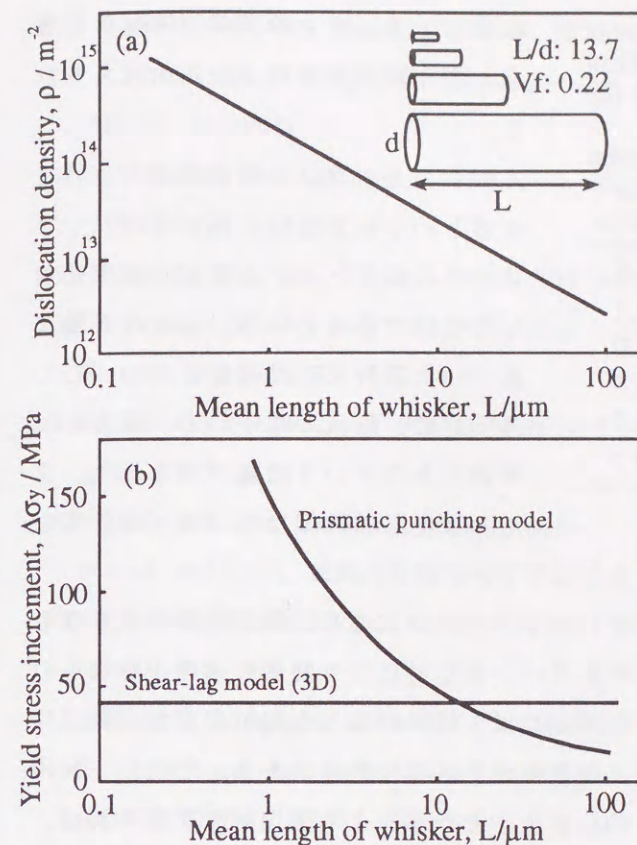


Fig. 2-17 Calculated dislocation density; (a) yield stress increase; (b) predicted by the dislocation punching model. It was calculated as a function of size of the whisker with constant volume fraction and configuration of the whisker.

また、Shear-lagモデルでは、Fig.2-17に示すように、強化材の形状が一定であれば強化材の大小で強度は変化しないと予測するが、マトリックスの転位密度の上昇を考慮した場合には、強化材サイズが小さいほど強度に対しては有効であることになる。このように強化材サイズが小さい場合には、体積率が一定であれば強化材間隔も減少して分散強化の効果も増加すると考えられるので、微細な強化材を使用すればMMCの強度特性を有効に改善できるものと期待できる。

3. 4. 2. 最適な強化材とマトリックスの組合せに関する考察

強化材の体積率やサイズだけではなく、強化材とマトリックスの熱膨張率の差: ΔCTEや、昇降温時の温度差: ΔTを変化させればマトリックスの転位密度は変化する。

Table 2-10は、様々な金属、セラミックスの熱膨張率を示したものである。本研究で用いた6061アルミニウム合金よりも熱膨張率の大きなマグネシウムなどをマトリックスとし、β型SiCウィスカーよりも熱膨張率が小さなSi₃N₄などのセラミックスを強化材として用いれば、供試材以上にマトリックスの転位密度を上昇させることができると予測される。

Table 2-11には、強化材を供試材と同じβ型SiCウィスカーとし、マトリックスの材質を種々変化させた場合のΔCTE、マトリックスの転位密度、降伏応力の複合化による上昇分の予測値を示した。マトリックスを熱膨張率の大きなAZ91にした場合、本研究の供試材と比較してΔσ_y(ρ)が6%程度増加するが、これはさほど大きな改善とは言えない。したがって、供試材の場合は、転位強化の機構によって、既に充分大きな補強効果が得られていることになる。

同様にTable2-12は、マトリックスを供試材

Table 2-11 Dislocation densities and yield stress increments predicted by the prismatic punching model. The reinforcement is assumed as the standard β-SiC whisker in this paper and the volume fraction is 22%.

| Matrix alloy | ΔCTE (×10 ⁶ /K) | misfit ε (×10 ⁻³) | ρ (×10 ¹³) | Δσ _p (MPa) |
|---------------|----------------------------|-------------------------------|------------------------|-----------------------|
| Al A6061 | 19.3 | 2.41 | 3.70 | 57.4 |
| A413 | 16.1 | 2.01 | 3.09 | 52.5 |
| A390 | 13.7 | 1.71 | 2.63 | 48.4 |
| Mg AZ91 | 21.7 | 2.71 | 4.17 | 60.9 |
| Ti 6Al-4V | 4.3 | 0.53 | 0.82 | 27.0 |
| Fe SUS(18-10) | 12.2 | 1.52 | 2.34 | 45.6 |
| SUS(13Cr) | 5.7 | 0.71 | 1.09 | 31.1 |
| Soft steel | 7.4 | 0.92 | 1.41 | 35.5 |
| Cu | 12.7 | 1.58 | 2.43 | 46.6 |

Table 2-12 Dislocation densities and yield stress increments predicted by the prismatic punching model. The matrix is assumed as 6061 alloy and the volume fraction of the reinforcement is 22%.

| Reinforcement | ΔCTE ($\times 10^6/K$) | misfit ϵ ($\times 10^3$) | ρ ($\times 10^{13}$) | $\Delta\sigma_p$ (MPa) |
|---|-------------------------------------|--|--------------------------------|---------------------------|
| β -SiC | 19.3 | 2.41 | 3.70 | 57.4 |
| α -Al ₂ O ₃ | 17.7 | 2.21 | 3.41 | 55.1 |
| ZnO | 19.6 | 2.45 | 3.77 | 58.0 |
| α -Si ₃ N ₄ | 22.1 | 2.76 | 4.25 | 61.6 |
| K ₂ O·6TiO ₂ | 16.8 | 2.10 | 3.23 | 53.7 |
| 9Al ₂ O ₃ ·2B ₂ O ₃ | 19.4 | 2.43 | 3.73 | 57.7 |

と同じ6061合金と設定し、強化材の材質を変化させた場合の予測結果である。強化材に熱膨張率が小さなSi₃N₄を用いた場合、供試材と比較して $\Delta\sigma_p(\rho)$ が7%程度増加するが、これも顕著な改善とは言えない。また、単に転位密度の増加だけを期待するのであれば、強化材の種類が何であれ、その効果は本研究の供試材と比較して、±7%程度しか変化しないことになる。

4. 結言

アスペクト比5~22程度のSiCウィスカーが6061アルミニウム合金中にランダムに配向した12種類のMMCを試作した。これらの降伏応力の発現機構を検討して以下の結論を得た。

1) 供試材の強化機構は、Shear-lagモデル等の従来の複合材料理論では説明できず、複合化によるマトリックスの転位密度の上昇や強化材による分散強化、熱残留応力などの複合化によるマトリックスマイクロ組織の変化を考慮する必要がある。また、この中ではマトリックス転位密度の上昇の効果が大きな割合を占めている。

2) ウィスカー周囲の塑性域は十分に大きく、マトリックス中の広い部分をカバーしていると考えられる。

3) SiC粒子強化のMMCの強化機構に関しても、SiCウィスカーの場合と同じ考察が適用でき、同

様にマトリックスの高転位密度の影響が大きな割合を占めていると考えられる。

4) マトリックスの転位密度を上昇させるという設計指針に基づけば、ウィスカーの高アスペクト比化が強度に対して有利であるという、従来の理論に基づいた設計思想は否定される。むしろ反対に、板状の粒子の方が強化には有効であるという結論が得られた。また、強化材は微細なものほど高強度を

もたらすことが示された。

5) マトリックスにさらに熱膨張率の大きなものを用い、強化材により熱膨張率の小さなものを用いれば、供試材よりも転位密度が上昇して高強度化が計れる可能性がある。ただし、実用的な合金やセラミックス強化材を想定すれば、供試材のマトリックス転位密度は、既に充分高いレベルにある。

文献

- (1) R.J.Arsenault: *Mat. Sci. Engng.*, 64(1984), 171.
- (2) V.C.Nardone and K.M.Prewo: *Scripta Metall.*, 20(1986), 43.
- (3) F.J.Humphreys: *Mechanical and Physical Behaviour of Metallic and Ceramic Matrix Composites*, Ed. by S.I.Andersen, H.Lilholt and O.B.Pedersen, RIS0 National Laboratory, Roskilde, Denmark, (1988), 51.
- (4) M.Taya and R.J.Arsenault: *Metal Matrix Composite*, Pergamon Press, Oxford, (1989), 41.
- (5) T.Christman, A.Needleman and S.Suresh: *Acta Metall.*, 11(1989), 3029.

- (6) V.Tvergaard: *Acta Metall.*, 38(1990), 185.
- (7) R.J.Arsenault, L.Wang and C.R.Feng: *Acta Metall.*, 39(1991), 47.
- (8) C.Voituries and I.W.Hall: *J. Mat. Sci.*, 26(1991), 4241.
- (9) H.Lilholt: *Mat. Sci. Engng.*, A135(1991), 161.
- (10) M.Taya, K.E.Lulay and D.J.Lloyd: *Acta Metall.*, 39(1991), 73.
- (11) Y.Wu and E.J.Lavernia: *Scripta Metall.*, 27(1992), 173.
- (12) N.Shi, B.Wilner and R.J.Arsenault: *Acta Metall.*, 40(1992), 2841.
- (13) R.J.Arsenault and X.Zhou: *Scripta Metall.*, 28(1993), 875.
- (14) S.Kohara: *Composite Materials, Proc. Japan-U.S. Conference*, Ed. by K.Kawata and T.Akasaka, Tokyo, (1981), 224.
- (15) J.M.Quinisset, P.Soumelidis, R.Pailler, R.Naslain and N.S.Stoloff: *J. Mat. Sci.*, 20(1985), 4532.
- (16) 落合庄治郎, 長村光造: 複合材料次世代技術動向調査研究, 日本機械工業連合会, (1986), 129.
- (17) L.J.Fu, M.Schmerling and H.L.Marcus: *Composite Materials: Fatigue and Fracture*, ASTM STP 907, Ed. by H.T.Hahn, ASTM, Philadelphia, (1986), 51.
- (18) 森本啓之, 大内権一郎: 鉄と鋼, 75(1989), 1541.
- (19) 手塚英志, 今井義一, 近藤雅之, 香山晃: 鉄と鋼, 75(1989), 1470.
- (20) H.Ribes, R.D.Silva, M.Surey and T.bretheau: *Mat. Sci. Tech.*, 6(1990), 621.
- (21) J.C.Viala, P.Fortier and J.Bouix: *J. Mat. Sci.*, 25(1990), 1842.
- (22) X.G.Ning, H.G.Hu, H.Q.Ye, J.Zhu, K.Y.Hu, Y.X.Lu and J.Bi: *Phil. Mag. A*, 63(1991), 727.
- (23) 菅沼克昭: 複合材料の界面強度, プロセッシングおよび構造用部材への適用, 軽金属学会研究委員会報告書, No.25, (1991), 25.
- (24) W.Ning, Z.Wang, G.C.Weatherly: *Metall. Trans. A*, 23A(1992), 1423.
- (25) K.Suganuma, G.Sasaki, T.Fujita and M.Tokuse: *Mat. Trans. JIM*, 33(1992), 659.
- (26) A.D.Mcleod and C.M.Garbyel: *Metall. Trans. A*, 23A(1992), 1279.
- (27) X.G.Ning, J.Pan, K.Y.Hu, H.Q.Ye and H.Fukunaga: *J. Mat. Sci. Lett.*, 11(1992), 558.
- (28) Y.Flom and R.J.Arsenault: *Mat. Sci. Engng.*, 77(1986), 191.
- (29) W.Voigt: *Wied. Ann.*, 38(1889), 573.
- (30) R.Hill: *Proc. Phys. Soc.*, A65(1952), 349.
- (31) D.L.McDanel, R.W.Jech and J.W.Weeton: *Trans. Metal. Soc. AIME*, 233(1965), 636.
- (32) H.L.Cox: *J. Appl. Phys.*, 3(1952), 72.
- (33) H.Fukuda and T.W.Chou: *J. Mat. Sci.*, 17(1982), 1003.
- (34) J.C.Fisher: *General Electric Report(RL-450)*, (1950).
- (35) 次世代複合材料技術ハンドブック, 日本規格協会, (1990), 493.
- (36) Z.Hashin and S.Shtrikman: *J. Mech. Phys. Solids*, 11(1963), 127.
- (37) E.H.Kerner: *Proc. Phys. Soc.*, 69B(1956), 808.
- (38) Z.Hashin: *J. Mech. Phys. Solids*, 13(1965), 119.
- (39) R.Hill: *J. Mech. Phys. Solids*, 12(1964), 199.
- (40) J.D.Eshelby: *Proc. Roy. Soc.*, A241(1957), 376.
- (41) T.Mori and K.Tanaka: *Acta Metall.*, 21(1973), 571.
- (42) トーカウィスカーカタログ: 東海カーボン(株).

- (43) J.J. Petrovic, J.V. Milewski, D.L. Rohr and F.D. Gac: *J. Mat. Sci.*, 20(1985), 1167.
- (44) W. Braue, R.W. Carpenter and D.J. Smith: *J. Mat. Sci.*, 25(1990), 2949.
- (45) 福永秀春: *軽金属*, 38(1988), 740.
- (46) R.J. Arsenault and N. Shi: *Mat. Sci. Engng.*, 81(1986), 175.
- (47) M. Vogelsang, R.J. Arsenault and R.M. Fisher: *Metall. Trans. A*, 17A(1986), 379.
- (48) D.C. Dunand and A. Mortensen: *Acta Metall.*, 39(1991), 127.
- (49) C.T. Kim, J.K. Lee and M.R. Plichta: *Metall. Trans. A*, 21A(1990), 673.
- (50) 例えば、結晶の塑性: 日本金属学会編, (1977), 451.
- (51) N. Hansen: *Acta Metall.*, 25(1977), 863.
- (52) P.B. Hirsh and F.J. Humphreys: *Physics of Strength and Plasticity*, Ed. by A.S. Argon, MIT Press, Cambridge, (1969), 143.
- (53) A.J.E. Foreman, P.B. Hirsh and F.J. Humphreys: *Fundamental Aspects of Dislocation Theory*, vol. II, Govt. Printing Office, Washington, DC, (1970), 1083.
- (54) C.A. Hoffman: *J. Engng. Mater. Tech.*, 95(1973), 55.
- (55) M. Taya and T. Mori: *Acta Metall.*, 35(1987), 155.
- (56) I. Dutta, D.L. Bourell and D. Latimer: *J. Comp. Mater.*, 22(1988), 829.
- (57) D.C. Dunand and A. Mortensen: *Acta Metall.*, 39(1991), 127.
- (58) 小林俊郎, 岩成弘美, 袴田真司, 新家光雄, 戸田裕之: *日本金属学会誌*, 55(1991), 72.
- (59) 小林俊郎, 岩成弘美, 金憲珠, 尹義博, 渡辺修一郎: *軽金属*, 41(1991), 89.
- (60) P. Zhao and S. Ji: *Scripta Metall.*, 27(1992), 1443.
- (61) R.J. Arsenault: *Proc. 3rd. Japan Conf., Composites '86., Recent Advances in Japan and United States*, Ed. by K. Kawata, S. Umekawa and A.K. Kobayashi, (1987), 521.

第III章 時効硬化特性とミクロ組織の関係

1. 緒言

第II章では、マトリックスや強化材の特性が複合材料中と単体の場合では大きく異なっており、マトリックス部分のIn-situ特性を考慮すれば、純粋に力学のみに依存する従来の複合材料理論では予測できない実用金属基複合材料(MMC)の強度特性を合理的に説明できることが明かとなった。また、MMC特有のミクロ組織的因子は、その強化機構だけではなく、他の様々な特性にも影響を及ぼすものと予測できる。

その一例として、最近、MMCの時効硬化速度が、非強化の合金の場合とは大きく異なる事が報告されている。Table 3-1には、複合化による時効硬化速度の変化に関する報告例を整理して示した^{(1)~(7)}。たいていの場合、複合化によって時効硬化速度は加速され、最も顕著な例では、最高時効に達するまでの時間が非強化の場合の1/10程度にまで短縮される。また、材料や時効条件によっては、全く変化が認められなかったり、逆に時効硬化が遅延する例も報告されており、単純ではない。

Table 3-1 Reported changes in aging response due to the existence of the reinforcements in aluminum alloy matrix composites.

| Investigators | Systems | Aging response | Time to peak hardness (composite / aluminum) |
|-----------------------------------|------------------------|----------------|--|
| M.A.Bayoumi et al. ⁽²⁾ | 17%SiCp/Al-7Si-0.33Mg | Acceleration | 18h/35h (433K) |
| K.K.Chawla et al. ⁽³⁾ | SiCp/2014 | No change | 11h/11h (423K) |
| | | Acceleration | 5.5h/9.5h (453K) |
| S.Suresh et al. ⁽¹⁾ | SiCp/Al-3.5Cu | Acceleration | 16~24h/60h (463K) |
| A.Kamio et al. ⁽⁴⁾ | SiCw/Al-2.2Li-2.8Cu | Acceleration | 48h/over500h (423K) |
| M.B.House et al. ⁽⁵⁾ | 20%SiCw/6061 | Acceleration | 2h/4h (448K) |
| T.G.Nieh et al. ⁽⁶⁾ | B ₄ Cp/6061 | Acceleration | 3h/10h (450K) |
| H.J.Rack ⁽⁷⁾ | 20%SiCw/6061 | Retardation | 512h/256h (398K) |
| | | Acceleration | 18h/43h (423K) |

したがって、当然のことながら、マトリックス合金の熱処理をそのままMMCに適用した場合、時効条件を最高時効に設定したとしても、実際の時効状態は亜時効側または過時効側に少なからず外れている可能性が高い。また、実用合金の場合、時効状態によって破壊様式や破壊荷重が極端に変化する場合があるため、このような材料の物性試験を行っても、MMCの力学的性質と力学的性質に及ぼすミクロ組織の影響を正しく理解することはできない。例えば、Al-Zn-Cu-(Mg)系の高力アルミニウム合金では、高強度が得られるT6調質状態では応力腐食割れを起こし易く、多少過時効の状態で使用される。この場合、溶体化処理なども含めて熱処理の条件を誤ると、応力腐食割れ感受性が著しく高まることが知られている。

ところで、材料の析出組織や析出過程の定量的かつ迅速な解析には、示差走査熱量測定:DSCと透過型電子顕微鏡:TEMを組み合わせた実験が有効であることが知られている。このような実験解析から、析出相の同定や体積率の測定だけ

ではなく、反応速度などに関する様々な情報を得ることができる。このため、アルミニウム合金の析出物の形成と再固溶の解析にも、この手法は盛んに利用されている^{(8) (9)}。

第III章では、供試したSiCウイスキー/6061アルミニウム合金のMMCと非強化の6061合金鋳造材の各時効温度における時効硬化曲線を正確に測定し、両者の相違を明らかにするとともに、DSCおよびTEMを用いた実験により、MMCの時効硬化の機構を詳細に検討する。ここでは、GP(I)ゾーン、GP(II)ゾーン、中間相β'などの各析出相の形成速度の複合化による変化を調べ、時効処理の進行に伴う析出速度の変化から、析出反応の状態を推定することにする。このようなMMCの特異な時効硬化機構を知ることは、MMC特有のミクロ組織の特徴を把握することにもつながるものと期待する。

2. 実験方法

2.1. 供試材

本研究で用いた供試材は、直径0.44μm、長さ8.52μmのウイスキーを用いて試作し、アルキメデス法による密度の測定から求めた体積率は22.0%となった。

次に、この章で用いた製造ロットの供試材について、マトリックス部分の成分分析を行った結果をTable 3-2に示す。供試材はJISの6061合金規格に合致しており、概ねMg₂Si量が1.52mass%のAl-Mg₂Si擬二元系合金として取扱うことができる。また、擬二元系からの過剰マグネシウム濃度は、0.21mass%である。

Table 3-2 Chemical compositions of matrix alloy used in this chapter.

| Si | Mg | Cu | Fe | Mn | Zn | Ni | Ti | Cr | Sn |
|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| 0.56 | 1.18 | 0.27 | 0.39 | 0.07 | 0.05 | 0.01 | 0.02 | 0.07 | 0.00 |

2.2. 試験方法

硬さ試験用のブロックは一辺5mmの立方体であり、熱処理後、表面を#1000まで研磨して硬さ試験に供試した。

供試材は、803Kで7.2ksの溶体化処理後、氷水中に急冷し、その後直ちに人工時効処理を行いながらロックウェル硬さ試験(HRB)により時効硬化曲線を測定した。この場合、溶体化処理は塩浴中で、また時効処理は雰囲気循環炉を用いて大気中で行った。なお、時効温度は、403、432、450、463、470、481Kの6水準を採用した。

DSC用の試料は、約3.5mm角で厚さ約0.3mm、重量約10mgである。この試料を直径50mm、高さ30mm、肉厚0.7mmの鉄製容器に入れて803Kで7.2ksの溶体化処理を行った後、試料を炉から取り出す途中で空冷されるのを避けるため、この容器中に直接氷水を注ぐことによって試料を急冷した。その後、室温時効の影響を除去するため、純銀製のパンに試料をセットして直ちにDSCの測定をスタートした。

測定に使用したDSCは、マックサイエンス社製DSC3100である。この場合、測温は、白金-ロジウム熱電対を用いて4秒毎にサンプリングした。また、加熱は純アルゴン雰囲気中に行い、昇温速度は、特に断わりのない限り0.15K/sである。ただし、時効析出の各素過程の活性化エネルギーを求める実験では、0.025、0.058、0.15、0.333K/sの4種類の昇温速度で測定を行った。なお、データ解析には、各試料、各条件について最低3回の測定を行い、その平均をとって評価した。

また、得られたDSCカーブで複数のピークが重なっている場合、アレニウスプロットの直線性^{(10) (11)}を考慮することでこれを分離した。

本研究では、DSCカーブとベースラインの囲む面積を画像解析を用いて測定し、反応のエンタルピーを求めた。ただし、6061合金の場合は、報告されているように多数の析出相のピークが重なるために、全ての析出相に対してエンタルピーを正確に測定することは困難である⁽¹²⁾。そこで、本研究では、DSCカーブ上の各析出相の形成、固溶に対応するピーク温度を測定して速度論的解析を行った。DSCカーブ上の各ピーク温度は、析出相の安定性や反応の活性化エネルギーによって変化し、反応速度が最大となる点と考えられる⁽¹³⁾⁽¹⁴⁾。

また、GP(II)ゾーンに関しては、DSCカーブ上のある温度までの析出量の全析出量に対する割合を求めてJohnson-Mehl-Avramiタイプの時間依存型の速度式で整理し、得られた反応速度次数を用いて時効析出反応を評価した。

3. 実験結果と考察

3. 1. 時効硬化曲線

3. 1. 1. 450Kにおける

時効硬化曲線

Fig.3-1に、本研究で供試したMMC、およびMMCと同条件で加圧鋳造法によって製造した6061合金をそれぞれ過飽和固溶体とし、その後直ちに450Kで人工時効処理を施した時の時効硬化曲線を示す。6061アルミニウム合金、MMCとも、時効処理開始後2~3ksの第一段の硬さの上昇と、それ以降最高硬さに達するまでの第二段の硬さの上昇が存在する。また特徴的なことに、最高硬さに達するまでの所要

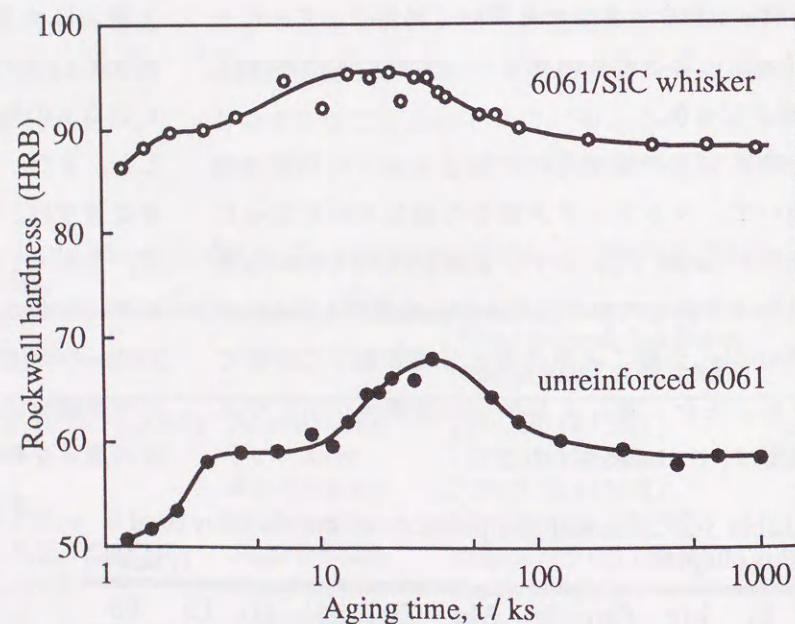


Fig.3-1 Age-hardening curves measured at 450K in the 6061 alloys with and without the SiC whisker.

時間は、6061アルミニウム合金の34ksに対してMMCでは22ksと短縮されており、MMCでは時効硬化が顕著に加速されている。

さらに、6061アルミニウム合金の最高硬さのピークは明瞭であるが、MMCの場合、そのピークは14~29ksの範囲でかなりブロードであった。MMCマトリックスをTEM観察すると、転位や析出物の分布やサイズが不均一である事がわかるが、MMCにおける時効硬化曲線のブロードなピークは、専らこのようなマトリックスの不均一さに起因するものと考えられる。すなわち、ウィスカーや転位の分布の粗密によって局部的に時効析出の進行度合が異なるため、マトリックスの微小領域が次々と最高硬さに達する結果、最高硬さのピークが不明瞭になるものと考えられる。

3. 1. 2. 時効温度の影響

アルミニウム合金の時効析出では、ある特定の温度範囲では、時効硬化速度と時効温度がア

レニウス型の相関関係を示すことが知られている⁽¹⁵⁾⁽¹⁶⁾。

Fig.3-2では、各温度における最高硬さに達するまでの時間の逆数を時効硬化速度とし、時効温度に対してアレニウスプロットした。図中には、参考までに展伸材の6061合金のデータ⁽¹⁷⁾も合わせてプロットした。6061合金単体では、481K以上を除いてアレニウスプロットがほぼ直線で近似できる。一方、481K以上でプロットが直線から逸脱するのは、析出物がGPゾーンを経由せずに直接析出するという時効硬化過程の変化のためである(いわゆる高温時効)。これに対して、MMCでは低温で析出が大きく加速され、直線からのシフトが顕著である。

Fig.3-2で近接する二点間を直線で結び、その傾きから計算できる活性化エネルギーは、この材料の時効析出がいくつかのプロセスから構成されているために、物理的意味が不明確であるため、ここでは見かけの活性化エネルギーと呼ぶことにする。MMCの450~470Kの温度範囲では、この見かけの活性化エネルギーは117.2kJ/molであり、6061アルミニウム合金の122.1kJ/molと同程度であるが、403~432Kと時効温度が低くなると、73.1kJ/molへと急激に減少している。

ところで、Al-Zn合金やAl-Mg合金などの一部の合金では、GPゾーンの形成がスピノーダル分解によって起こるとされている。その条件は、溶質原子濃度と時効温度によるが、Al-Mg-Si系の場合はこれらの報告例と比較して溶質原子濃度ははるかに低く、スピノーダル分解でクラスターが形

成されるという報告もない。よって、以下では初期の時効析出が核形成と成長というプロセスで進行するとして議論を進める。

このように、核生成と成長という過程を考えた場合、その進行速度は核生成の容易さと溶質原子の拡散速度のいずれかに支配される。ここで、低温で時効硬化の活性化エネルギーが低下するというFig.3-2の実験データは、一般に、低温で体拡散に替わって著しく優勢となる転位や界面等の高速拡散路⁽¹⁸⁾が供試材の時効析出に

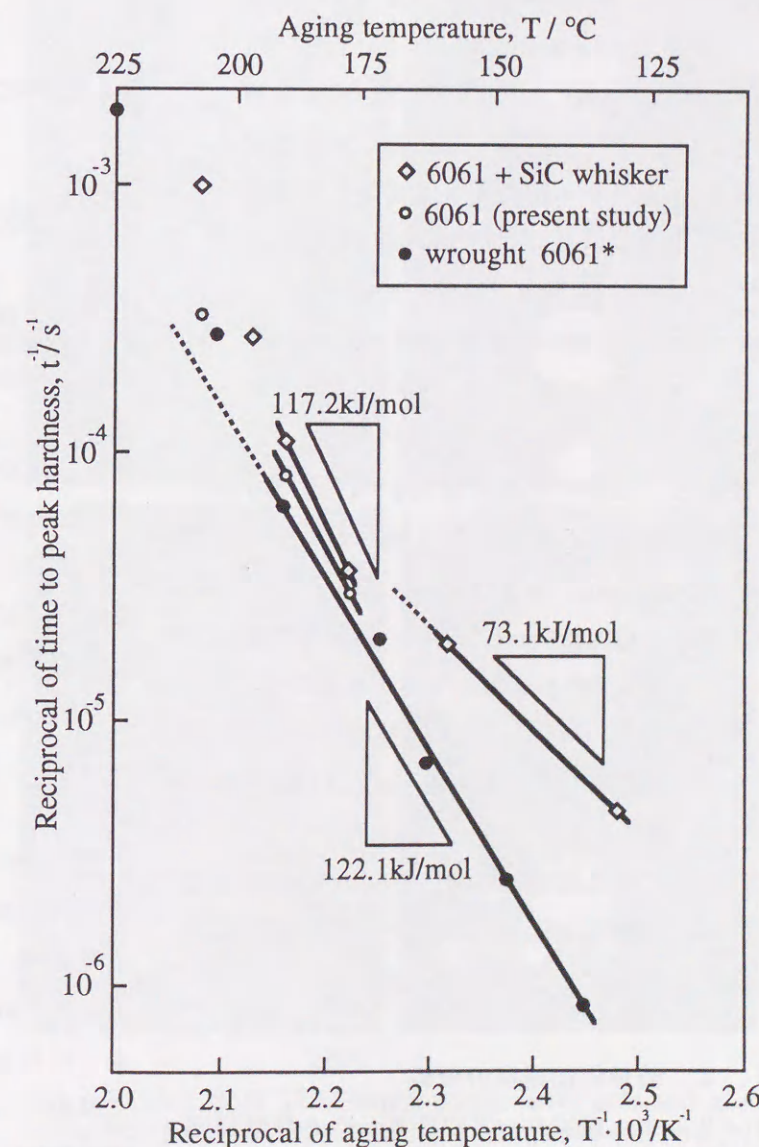


Fig.3-2 Reciprocal of time to peak hardness as a function of aging temperature.

大きく寄与していることを示唆している。しかも、アルミニウム中ではシリコンの方がマグネシウムよりも拡散係数が小さい⁽¹⁹⁾⁽²⁰⁾ことから、この場合は、シリコンの拡散が時効析出を律速しているものと考えられる。

ところで、アルミニウム中のシリコンの拡散は、電気抵抗測定やTEM観察によって詳細に研究されている。この中でも、McCaldinとSankurは、シリコンを含むアルミニウムの薄膜を等温時効し、純アルミニウム中におけるシリコンの体拡散の活性化エネルギーを求めて129.8kJ/molと報告している⁽²¹⁾。また、Mondolfoも同様に、127kJ/molという値を報告している⁽²²⁾。一方、Gurpは、空孔濃度の低いAl-Si合金の薄膜を等温時効した場合のシリコンの析出について検討し、Al-0.4%Siで転位密度が 10^{10} cm^{-2} 程度と比較的高く、パイプ拡散の影響が無視できない場合に、シリコンの拡散の活性化エネルギーを求めて $84.8 \pm 5 \text{ kJ/mol}$ という値を得ている⁽²³⁾。

前者は、本研究でMMCを450~470Kで時効した場合に得られたみかけの活性化エネルギーである117.2kJ/mol、および6061アルミニウム合金で得られた122.1kJ/molに近く、これらの場合はシリコンの体拡散が支配的であると考えられる。また、後者は、MMCを403~432Kという比較的低い温度で時効した場合に得られた73.1kJ/molという低い活性化エネルギーの値と対応している。これは、この温度範囲におけるMMCの時効硬化が、短絡拡散路を通るシリコンの高速拡散に支配されていることを示唆している。

3. 2. 時効析出過程の分析

3. 2. 1. DSCカーブの各ピークと時効析出相の対応

本研究では、昇温に伴う試料からの吸熱、発

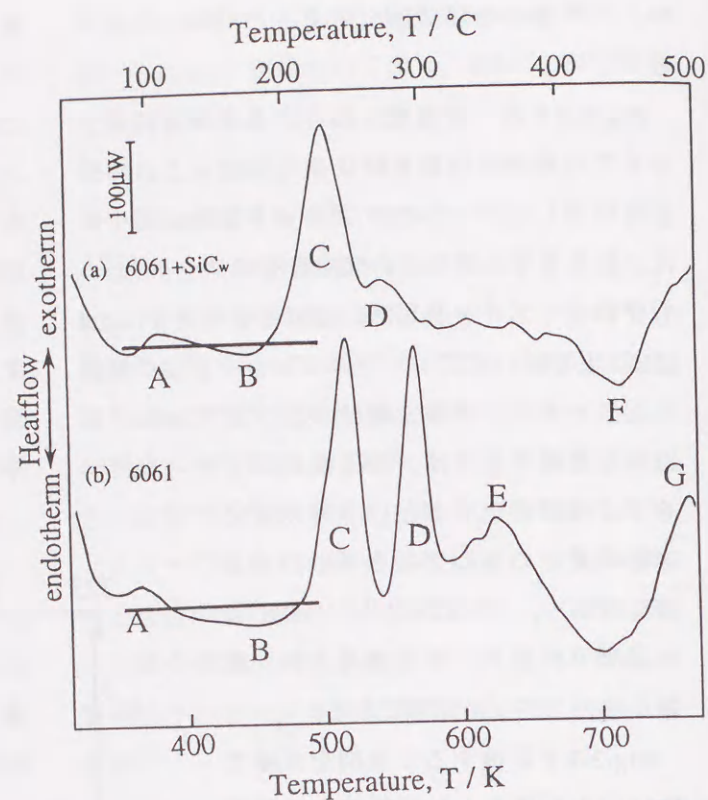


Fig.3-3 Typical DSC curves of (a) the 6061/SiCw and (b) the 6061 alloy, measured at 0.15K/s after solution treatment and subsequent quenching.

熱をDSCを用いて測定した。Fig.3-3は、その典型的な測定結果である。

供試材は実用合金であり、DSCカーブ上に出現する各ピークは、必ずしもAl-Mg₂Si擬二元系の析出と再固溶のみには対応せず、単純ではない。Fig.3-3から、供試した6061アルミニウム合金の場合、大きく分けて5つの発熱のピーク(A、C、D、E、G)と2つの吸熱のピーク(B、F)が存在することがわかる。また、MMCの場合も全体のカーブの形は6061アルミニウム合金の場合と類似であり、およそ対応する位置にピークが現れている。MMCの場合、各ピーク位置は、6061アルミニウム合金と比較して低温側または高温側に移動している。また、特徴的なことに、MMCではDのピークの面積が6061アルミニウム合金の場合と比較してかなり小さくなっている。

ところで、鈴木らがDSCとTEMを用いて行っ

た高純度Al-Mg-Si合金に関する研究⁽²⁴⁾では、Fig.3-3のEの発熱ピーク以外の6つのピークが、本研究とほとんど同じ温度に出現している。また、一般に、Al-Mg-Si系合金の過飽和固溶体から安定相までの析出過程は、低温時効では以下のような事知られている⁽²⁴⁾⁻⁽²⁶⁾。

- 過飽和固溶体
- GP(I)ゾーン (空孔濃度が高い球状または針状のGPゾーン)
- GP(II)ゾーン (内部規則性を有する針状のGPゾーン、研究者によってはβ")
- 中間相β' (母相と半整合な棒状の中間相)
- 安定相β (母相と非整合な板状の析出物)

これらの情報を総合すると、Fig.3-3の各ピークは、発熱A…GP(I)ゾーンの形成、吸熱B…その再固溶、発熱C…GP(II)ゾーンの形成、発熱D…中間相β'の析出、吸熱F…それらの再固溶、発熱E…安定相βの析出、と対応させることができる。また発熱Gは、例えばAl-Fe-Si等のAl-Mg₂Si擬二元系以外の析出物の形成に対応するものと考えられるが、ここでは省略する。

次に、Fig.3-4に、最高時効状態および過時効状態のMMCのマトリックスからTEMによって得た制限視野回折図形および析出物の暗視野像を示す。制限視野回折図形には、アルミニウムの基本格子の他に、析出物からの明瞭な逆格子ストリークが認められる。これらのストリークは、

Jacobs⁽²⁵⁾やThomas⁽²⁷⁾の報告する〈100〉_{Al}のもので、それぞれ等価な三方向のストリークが確認できる。また、一次回折斑点を通るものは弱く、(100)、(300)の様に奇数の面指数を持つ逆格子面に添うストリークは明瞭である。さらに、このストリークは長手方向に明るさの変調構造を有しており、この変調の度合いが時効処理の進行とともに顕著になる等の特徴も彼らの報告と同様である。このストリーク出現の周期性は、

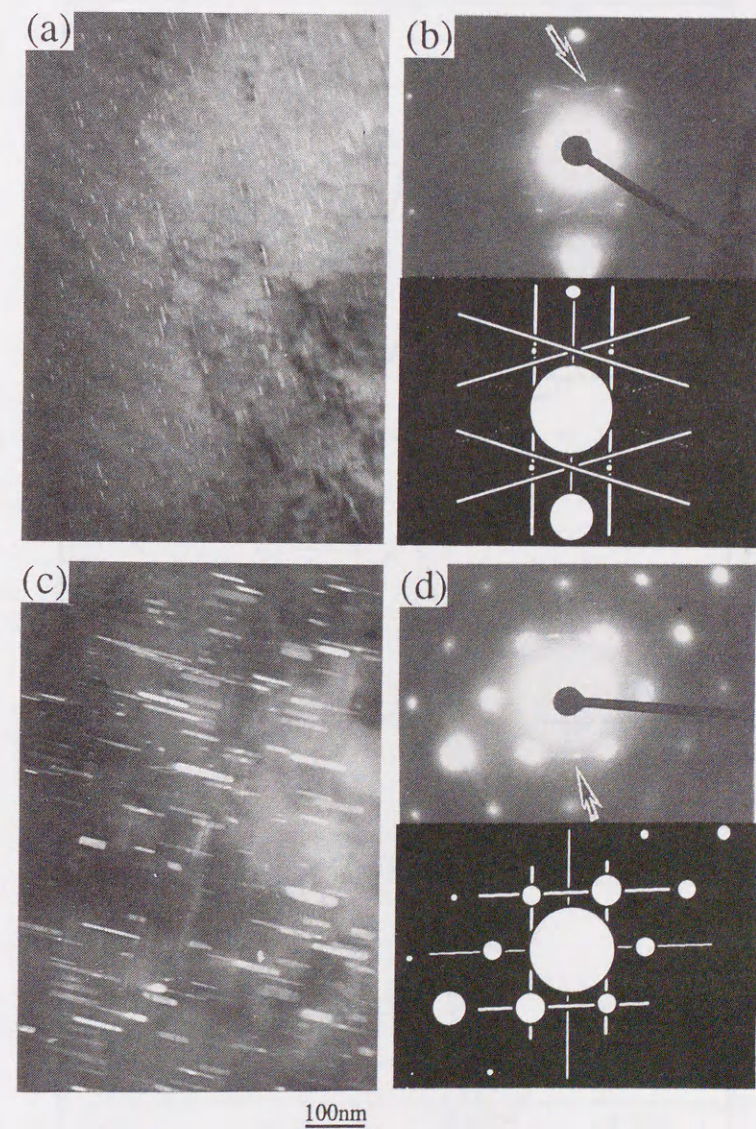


Fig.3-4 Dark field TEM micrographs with selected area diffraction patterns of the peak aged composite ((a) and (b)) and the over aged ((c) and (d)) composite. The dark field images were taken from the streaks indicated by arrows.

析出物内部の規則性の存在を意味し、ストリークの明るさの変調は針状析出物の半径方向の周期構造を反映するものとされている⁽²⁸⁾。Fig.3-4から、供試材の場合、最高時効状態、過時効状態いずれの場合も、針状の析出物が存在することが確認できる。

ここで、DSCおよびTEMによる実験結果を総

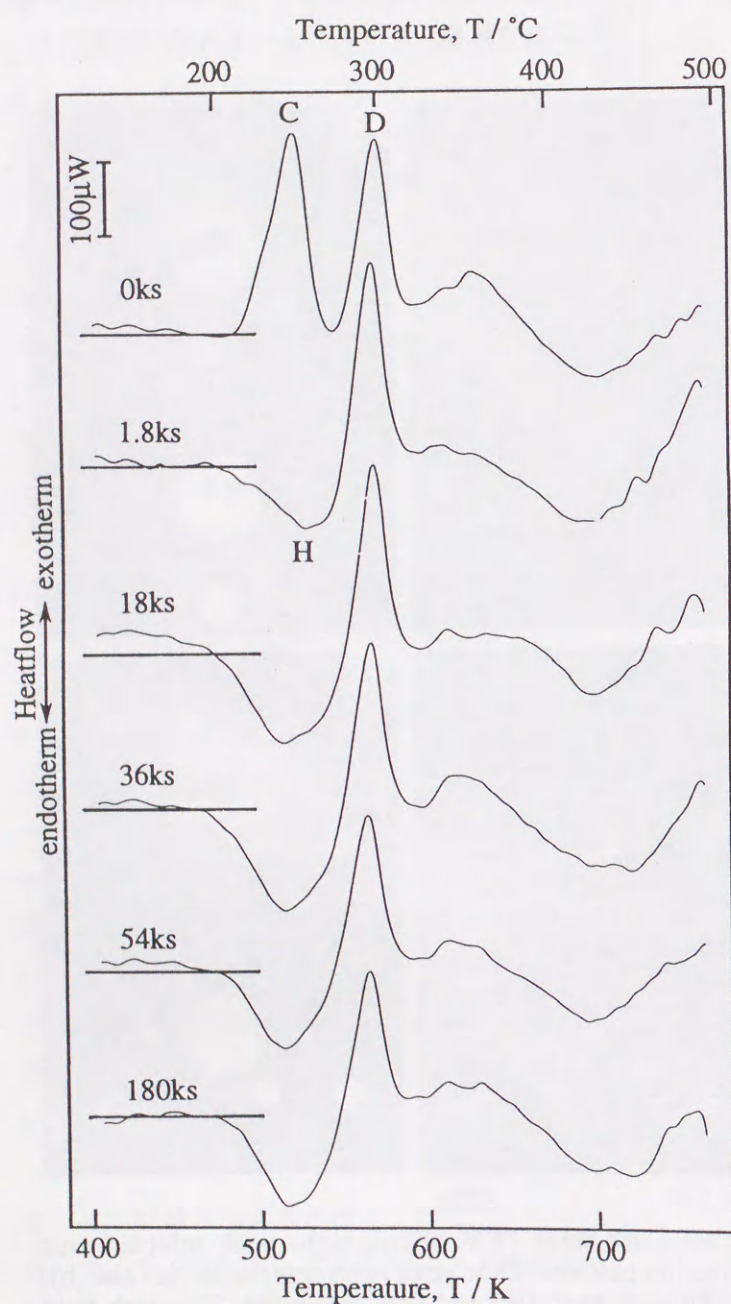


Fig.3-5 Variation in DSC curves of the unreinforced 6061 with aging treatment at 450K; Heating rate is 0.15K/s.

合すると、SiCウィスカーとの複合化によって6061合金の時効析出過程や析出物の特性は変化しないものと結論できる。

3. 2. 2. 時効処理の進行に伴うDSCカーブの変化

Fig.3-5に、時効処理後に測定した6061アルミニウム合金のDSCカーブを示した。この場合、450Kにおける時効時間を図中に示す様に何種類かに変化した試料を準備し、これらを時効処理後、直ちに測定して時効時間の影響を調べた。

450Kで1.8ksの時効処理で、既にGP(II)ゾーンの形成のピークCは消滅しており、代わりに同じ位置に新たな吸熱のピークHが出現している。この吸熱のピークHは、すでに生成したGP(II)ゾーンの再固溶に相当する。この場合、最高時効状態は、GP(II)ゾーンから中間相β'への移行段階に相当することになる。また、その後も中間相β'の析出は非常に緩やかに進行し、180ksの時効後も、大部分は未析出のまま残っている。

次に、Fig.3-6に、MMCに対してFig.3-5と同様の実験を行った結果を示す。MMCの場合も、GP(II)ゾーンに対応するピークは、時効処理開始後速やかに消滅している。また、新たに出現した吸熱のピークHは、時効開始後21.6ksまで増大を続けている。さらに、6061アルミニウム合金の場合とは異なり、最高時効を過ぎると中間相β'の発熱ピークは速やかに減少し、180ksの時効後はピークがほとんど消滅し

ている。

3. 3. 各析出相の生成の活性化エネルギー

3. 3. 1. 解析方法

Table 3-3に、DSCで得られた各析出相の形成、再固溶のピーク温度を、昇温速度別に整理して示した。

各析出相のピークは、昇温速度が増加すると高温側へ大きく移動している。これは、昇温速度が各相の析出溶解速度、すなわち熱的な応答時間と比較してはるかに大きいため、平衡論ではなく、速度論が各反応を支配していることを示している。また、このような非等温条件下にある反応の場合、反応が広い温度範囲にわたり、反応速度の温度依存性を考慮しなければならないため、恒温プロセスに対する単純な取扱いは適用できない。そこで、従来からこのような非等温熱分析の結果を解析する方法がいくつか提案されている⁽²⁹⁾⁻⁽³⁴⁾。中でも、AugisとBennettは、反応速度の温度依存性を適切に処理する事によって、反応の活性化エネルギーを求める方法を提案している⁽³⁵⁾。

多くの恒温条件下にある化学反応は、以下に示すJohnson-Mehl-Avrami⁽³⁷⁾の式に従うことが知られている。

$$x=1-\exp[-(Kt)^n] \quad \dots(1)$$

ここで、xは反応生成物の体積率、Kは有効総括反応速度、tは時間、nは成長の機構や生成方向の次元に依存する次数である。(1)式の二次の微分より、以下の式が得られる。

$$d^2x/dt^2=[d^2u/dt^2u-(du/dt)^2(nu^n-n+1)]$$

$$nu^{n-2}(1-x)=0 \quad \dots(2)$$

ただし、 $u=Kt$ である。ここで、Kが時間依存性を持つことより、 du/dt は以下のように表される。

$$du/dt=K+tdK/dt \quad \dots(3)$$

このKがアレニウス型の温度依存性を持つとすると、以下のような関係が成立する。

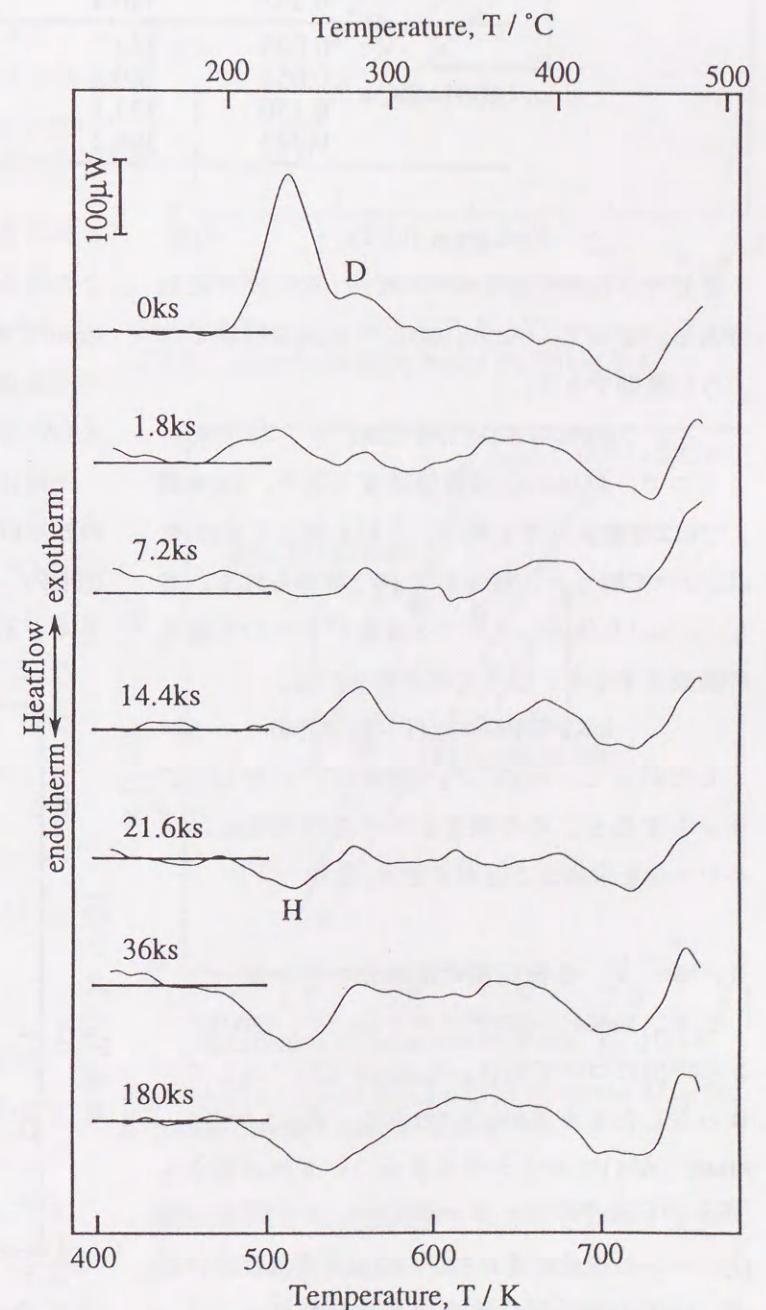


Fig.3-6 Variation in DSC curves of the SiCw/6061 composite with aging treatment at 450K; Heating rate is 0.15K/s.

Table 3-3 Peak temperatures corresponding to formation of the respective phases in DSC scans at four different heating rates.

| Sample | Heating rate (K/s) | GP(I) zone (K) | GP(II) zone (K) | Intermediate phase β' (K) |
|-----------|--------------------|----------------|-----------------|---------------------------------|
| 6061 | 0.025 | 329.8 | 491.3 | 539.0 |
| | 0.058 | 350.2 | 503.1 | 553.1 |
| | 0.150 | 363.5 | 518.2 | 567.4 |
| | 0.333 | 380.4 | 532.8 | 582.1 |
| 6061+SiCw | 0.025 | 343.7 | 469.0 | 509.0 |
| | 0.058 | 360.8 | 487.6 | 535.8 |
| | 0.150 | 373.1 | 511.0 | 552.3 |
| | 0.333 | 398.2 | 531.6 | 572.3 |

$$K = K_0 \exp(-E/RT) \quad \dots(4)$$

ここで、Eは活性化エネルギー、Rはガス定数である。よって、式(3)、(4)より、 du/dt は以下のように整理できる。

$$du/dt = u(1/t + dT/dt \cdot E/RT^2) \quad \dots(5)$$

ここで、 $dT/dt(=Q)$ は昇温速度であり、 du/dt およびuは温度依存性を持つ。これを使って式(2)をuについて解くと、解として $u=1$ が得られる。さらに、 $u=1$ を代入してピーク温度 T^P について解き対数表示すると、以下の式が得られる。

$$\ln K_0 - E/RT^P + \ln[(T^P - T_0)/Q] = 0 \quad \dots(6)$$

したがって、 $\ln[(T^P - T_0)/Q]$ を $1/T^P$ に対してプロットすると、その傾きから反応の活性化エネルギーEを求めることができる。

3. 3. 2. 各析出相の活性化エネルギー

まず、Table 3-3のデータを用いて、GP(I)ゾーンの析出について $\ln[(T^P - T_0)/Q]$ を $1/T^P$ に対してプロットしたものがFig.3-7である。Fig.3-7では、MMC、6061アルミニウム合金、いずれの場合もプロットのばらつきがやや大きい。これは、GP(I)ゾーンの形成温度が330~400Kと常温に近いため、DSCの測定開始直後に起る加熱のオーバーシュートの影響が大きく、また、ピーク自体も微弱なためである。図中に示す通り、GP(I)ゾ

ーンの析出の活性化エネルギーは、6061アルミニウム合金の32.0kJ/molに対して複合材料では35.4kJ/molであり、これはGP(I)ゾーンの活性化エネルギーが増加傾向にあることを示唆するものと考えられる。

一般に、GP(I)ゾーン形成に対する転位や界面の寄与は余り大きくないとされている。これは、GP(I)ゾーンの核生成には活性化エネルギーをほとんど必要としないために転位線上に不均一析

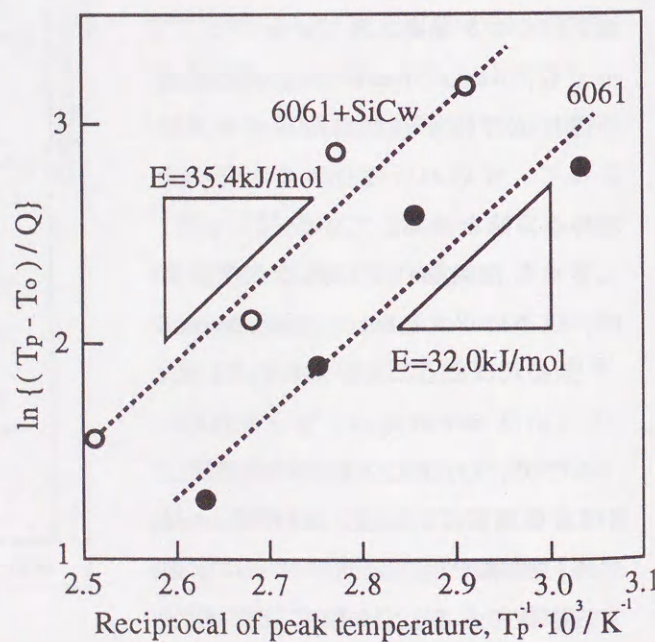


Fig.3-7 The plots of $\ln\{(T_p - T_0)/Q\}$ versus $1/T_p$ for GP(I) zone formation based on Table 3-4.

出する必要がなく、またこの段階では溶質原子の移動も主に焼き入れ過剰空孔との位置交換によるためである。一方、界面や転位は、過剰空孔の完全消滅サイトとなるので⁽³⁶⁾、時効析出初期に低次のGPゾーンの形成に寄与する焼き入れ過剰空孔の消滅を早めることになる。本研究でも、GP(I)ゾーン形成の活性化エネルギーはSiCウィスカーとの複合化によって増加する傾向が認められ、マトリックスの高密度の転位や強化材-マトリックス界面がGP(I)ゾーンの形成を阻害したものと考えられる。

同様に、GP(II)ゾーンの形成、および中間相 β' の析出に関する $\ln[(T_p - T_0)/Q] - 1/T_p$ のプロットを、Fig.3-8およびFig.3-9に示す。Fig.3-8に示すGP(II)ゾーンの場合では、ウィスカーとの複合化によって、活性化エネルギーが123.9kJ/molから71.4kJ/molへと40%以上も減少している。同様にFig.3-9においても、中間相 β' の析出の活性化エネルギーは、複合化によって151.9kJ/molから90.4kJ/molへと40%程度減少している。この様に、最高時効状態を構成するGP(II)ゾーンおよび中間相 β' の両相の形成、析出が、MMCの場合は劇的に加速されていることが明らかとなった。

3. 4. 反応速度次数を用いたGP(II)ゾーン形成反応の解析

3. 4. 1. 解析方法

式(1)で表されるJohnson-Mehl-Avramiの式の一般形の中に現れるnは、反応速度次数と呼ばれる指数である。ここで、核生成をともなう反応の場合、このnは核生成速度の時間依存性や核生成サイトの飽和等によって影響を受ける。また、成長過程を考える場合は、成長の形態(界面律速か拡散律速か)や成長方向(すなわち生成物の形状)に依存する。このようにnを実

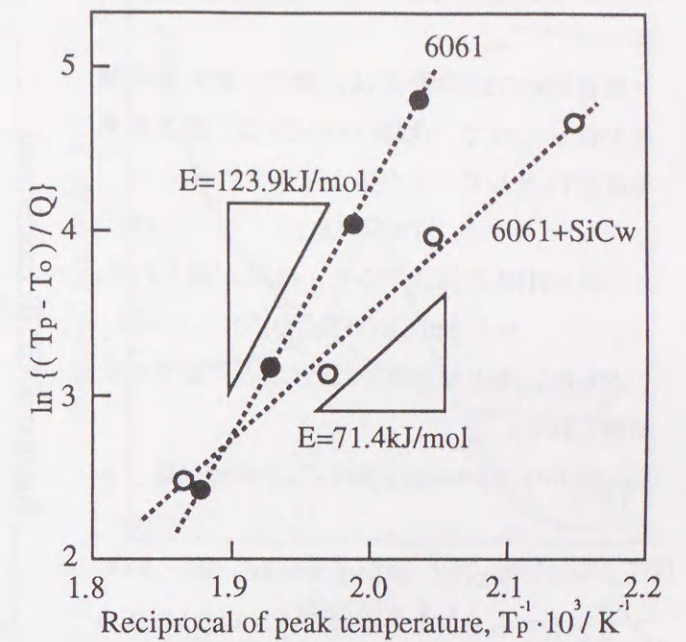


Fig.3-8 The plots of $\ln\{(T_p - T_0)/Q\}$ versus $1/T_p$ for GP(II) zone formation based on Table 3-4.

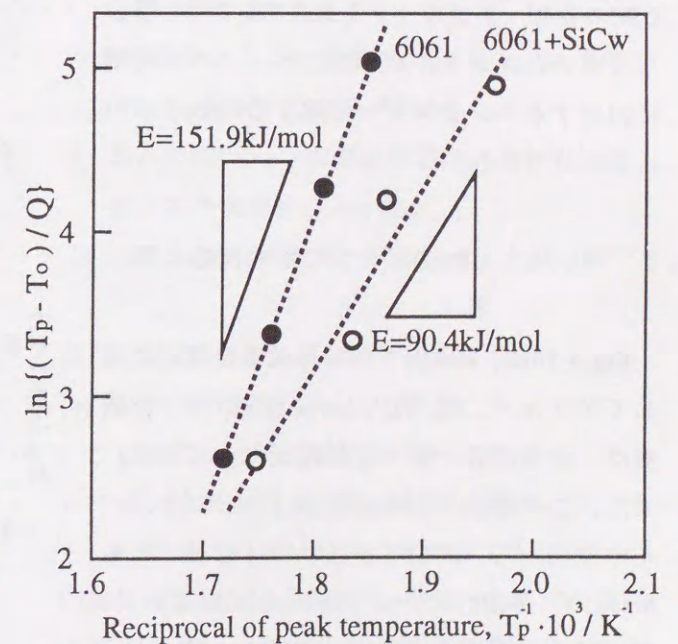


Fig.3-9 The plots of $\ln\{(T_p - T_0)/Q\}$ versus $1/T_p$ for β' precipitation based on Table 3-4.

験的に求めることによって、反応の定性的な評価が可能となる。

ところで、非等温条件下にある反応の反応速度次数の導出方法については、小沢が提出した方法があり、DSCやDTAの解析に広く用いられ

ている⁽³⁸⁾。

第Ⅲ章のDSCの測定は、全て一定の昇温速度で行ったので、 t 秒後の温度 T は、測定開始温度を T_0 として以下のように表される。

$$T = T_0 + Qt \quad \dots(7)$$

これを(1)式に代入すると、(8)式が得られる。

$$x = 1 - \exp[-\{K(T - T_0)/Q\}^n] \quad \dots(8)$$

さらに、両辺の対数を2回とると、以下の式が得られる。

$$\log_{10}[-\ln(1-x)] = n \log_{10}[K(T - T_0)] - n \log_{10}Q \quad \dots(9)$$

よって、 $\log_{10}[-\ln(1-x)]$ を $\log_{10}Q$ についてプロットすると、その直線の傾きから n を求めることができる。

ここで、温度 T における析出物の体積率 x は、DSCの各ピークのカーブを温度 T まで部分積分して求めたエンタルピーを、ピークの全面積に相当するエンタルピーで除することで求めることができる。

3. 4. 2. GP(II)ゾーンの形成反応の解析

Fig.3-10に、GP(II)ゾーン形成量を温度に対してプロットした。ただし、GP(II)ゾーン形成量は、全形成量で割って無次元化してある。また、この場合の昇温速度は0.333K/sである。この整理から、6061アルミニウム合金よりもMMCの方がGP(II)ゾーン形成の開始は早い、6061アルミニウム合金では温度の上昇とともに速やかに析出が完了するため、両者のカーブは途中でクロスすることがわかる。

さらに、6061アルミニウム合金とMMCのGP(II)ゾーン形成のピークについて、各温度における $\log_{10}[-\ln(1-x)]$ を $\log_{10}Q$ に対してプロットした結果を、Fig.3-11およびFig.3-12に示す。また、これらのグラフから求めたGP(II)ゾーン

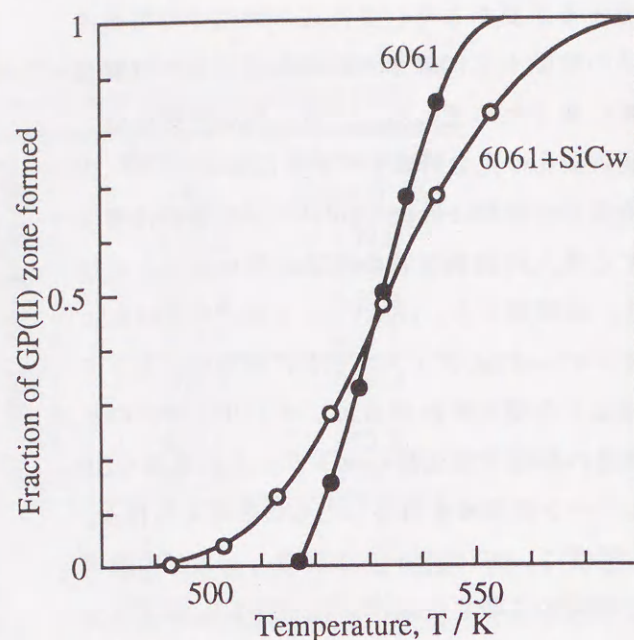


Fig.3-10 Fraction of the GP(II) zone already formed as a function of temperature. Heating rate is 0.333K/s.

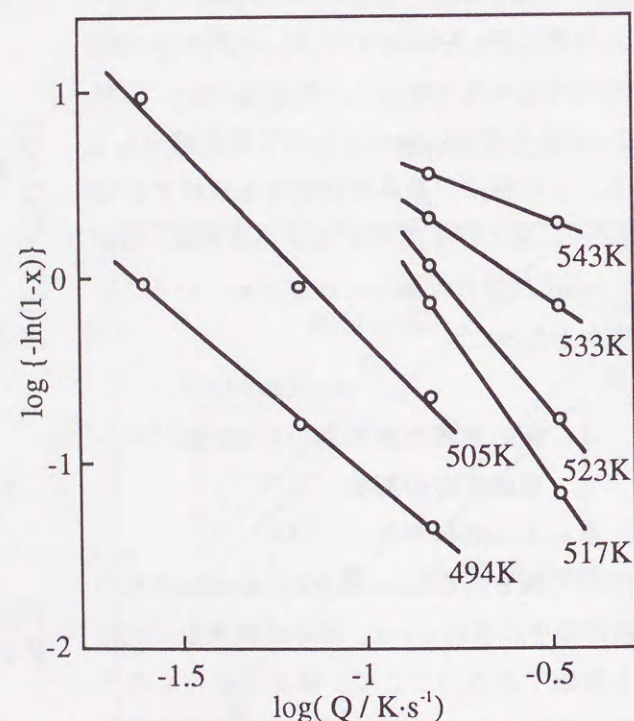


Fig.3-11 The plots of $\log\{-\ln(1-x)\}$ versus $\log Q$ for the formation of GP(II) zone in the unreinforced 6061 calculated from DSC scans at different heating rates.

形成反応の反応速度次数を、Fig.3-13に示す。

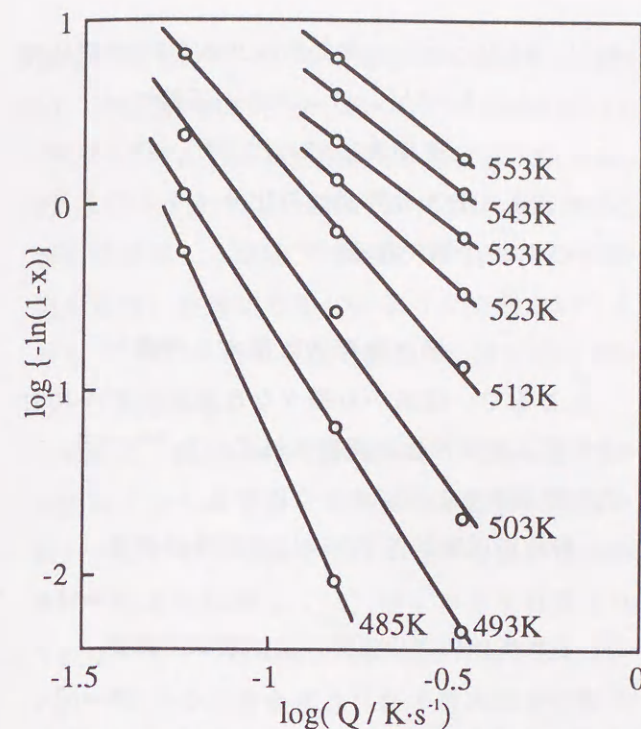


Fig.3-12 The plots of $\log\{-\ln(1-x)\}$ versus $\log Q$ for the formation of GP(II) zone in the SiCw reinforced 6061 composite calculated from DSC scans at different heating rates.

6061アルミニウム合金、MMC、いずれの場合も、ゾーン形成開始直後は反応速度次数が高い。このように n の値が2.5を越える場合、GPゾーンの核生成速度が時間とともに上昇しているものと考えられる。これは、DSCが加熱プロセスであるため、時間の経過とともに温度が上昇し、反応開始後しばらくは核生成速度が上昇するためである⁽³⁹⁾。また、Fig.3-9と同様に、6061アルミニウム合金ではGPゾーンの形成開始後、急速に反応速度次数が減少しているが、この事については後ほど考察する。さらに、Fig.3-12では、反応が終了に近づくにつれて n が一定値に収束している。GPゾーン形成の最終段階では核生成サイトは既に飽和し、核生成速度は考慮しなくてよいと考えられるから、この反応速度次数の収束値からGPゾーン形成反応終盤のGPゾーンの成長の様相を推定することができる。

ここで、供試材で観察された高密度の転位が

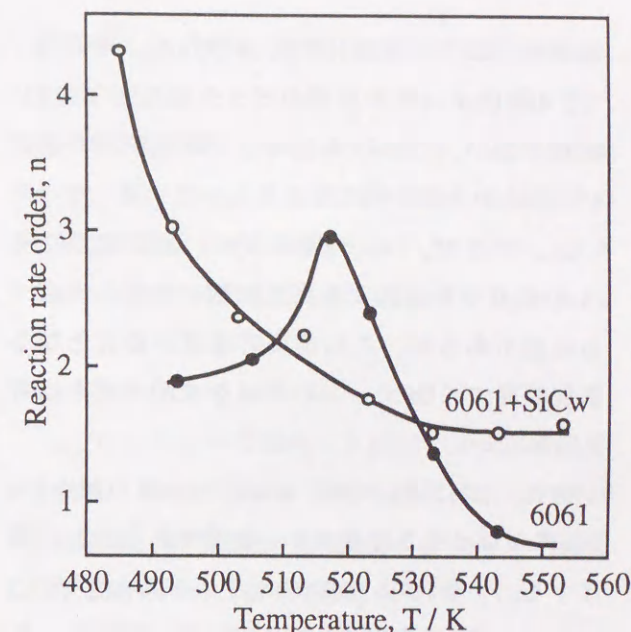


Fig.3-13 The reaction rate order, n , for GP(II) zone formation as a function of temperature calculated from DSC scans at different heating rates.

合金の析出に及ぼす影響については、以下のファクターを検討する必要がある。

- (1) 低次のGPゾーンの形成の場合、焼き入れ過剰空孔の消滅サイトとなる。
- (2) GP(II)ゾーンの不均一析出サイトとなる⁽⁴⁰⁾⁽⁴¹⁾。
- (3) 短絡拡散路として拡散を促進する。
- (4) 転位の周囲の歪場による拡散⁽⁴²⁾。

このうち、本節で論じているGP(II)ゾーンについては、(2)~(4)を検討する必要がある。なかでも、転位が(2)の様に核生成を促進するのか、(3)の様に成長過程を促進するのか、またはその両方であるかは、時効析出の機構を考える上で大変重要である。

既に述べたように、本研究では403~432Kという比較的低い温度範囲で時効析出が加速されたことから、転位による高速拡散が時効硬化速度に大きく寄与していることが示唆された。しかしながら、DSCによる実験では、昇温速度が反応速度よりも充分に大きいため、反応の進行が恒

温条件下よりも高温に持ち来される。本研究でも、GP(II)ゾーンの析出のピークは469~532Kに出現するが、これは等温時効で時効析出が劇的に加速された403~432Kよりもかなり高くなっている。そこで、DSCの測定では、反応初期こそ(3)の転位や界面による高速拡散の効果を考慮する必要があるが、これが反応速度が最大となる温度範囲でのGPゾーンの形成を支配するとは考えられない。

次に、(2)に関しては、MMCではn値の減少が6061アルミニウム合金よりも緩慢であることと関連する。すなわち、6061アルミニウム合金ではGPゾーンの核生成サイトが早い時期に飽和し、その後、速やかにゾーンの成長段階に移行するが、MMCでは高密度の転位が膨大な量の不均一核生成サイトを提供するため、n値の減少が緩慢なものと考えられる。

事実、MMCのマトリックスには、Fig.3-14に示すように転位上に同じ方位を向いて配列したほぼ同じ長さの析出物が観察され、熱応力によって導入された高密度の転位が、不均一核生成サイトとして析出に重要な役割を果たしていることが確認される。また、この合金の針状析出

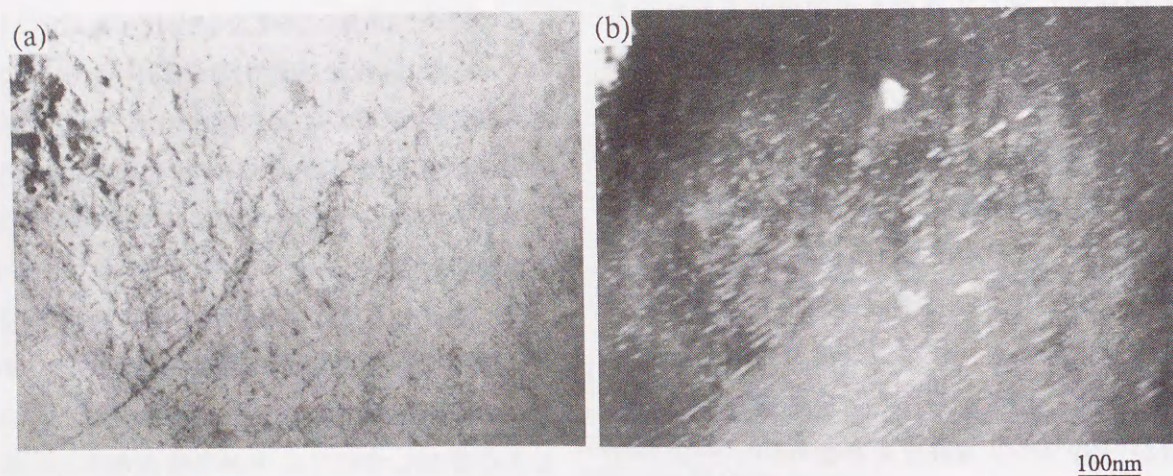


Fig.3-14 TEM micrographs of the peak aged composite (aging condition: 450K-21.6ks); (a) bright field image and (b) corresponding dark field image, illustrating precipitation along dislocations.

物は、析出によってマトリックスを2%程度圧縮することから⁽²⁷⁾、ウィスカー近傍のマトリックスの大きな圧縮残留応力により、ウィスカーとマトリックスの界面は析出サイトとはなりにくいものと予測できる。

3. 4. 3. 析出物形状に関する考察

ところで、従来から様々な反応のモデルに対する反応速度次数が報告されている⁽⁴²⁾⁻⁽⁴⁵⁾。これを整理すると以下ようになる。

- (a) 針状析出物が長手方向に拡散律速成長: $n = 1$
- (b) 板状析出物が板幅方向に拡散律速成長: $n = 2$
- (c) 粒子が拡散律速成長: $n = 1.5$
- (d) 粒子が界面律速成長: $n = 3$
- (e) 一定速度で核生成しながら拡散律速成長: $n = 2.5$
- (f) 転位などの応力場によって成長: $n = 0.67$

Fig.3-13より、GP(II)ゾーンの形成過程が完了する直前の反応速度次数は、6061アルミニウム合金では約1弱、MMCでは約1.5であった。6061アルミニウム合金で $n=1$ という値は、(a)の針状析

出物が長手方向に拡散律速成長する場合に相当し、非強化の6061合金のGP(II)ゾーンが針状であることを考えると妥当な値である。また、MMCの1.5という値は、(c)の粒子が拡散律速成長する場合に相当し、MMCの場合のGP(II)ゾーンの析出形態は、非強化の場合のような針状というよりも⁽²⁴⁾⁻⁽²⁶⁾、むしろ粒子のように三次元的であると予測される。

実際に、Fig.3-14のTEM像においても、針状の析出物とならんで点状の微細な析出物が観察される。このような複合化による析出物の形状やサイズの変化に関しては、他にあまり報告されていないようであるが、本研究と同様のSiCウィスカー強化6061合金複合材料で最高時効状態の場合、やはり点状の微細な析出物が観察されるという報告例がある⁽⁴⁶⁾。このように析出物が微細で密に分布していると、合金の力学的性質にも好ましい影響を与えるものと期待できる。

Table 3-4は、非強化のアルミニウム合金と供試材の時効硬化能の差を、降伏応力と引張強度で比較したものである。一般には、複合化によって時効硬化能が減少ないし消滅するという報告が多いが、逆に本研究の場合、上述の析出物の微細化に対応して、降伏応力では約23%、引張強度で約9%、時効硬化能が向上する結果となっている。時効硬化能の減少や消滅は、製造時や熱処理時のマトリックス-強化材間の反応による溶質原子の消費に起因するため、製造方法、製造や熱処理の条件に大きく左右されるものと

Table 3-4 Increment in yield strength and ultimate tensile strength due to T6 heat-treatment.

| Sample | (MPa) | |
|-----------|------------------|------------------|
| | $\Delta\sigma_y$ | $\Delta\sigma_B$ |
| 6061 | 199.9 | 174.1 |
| 6061/SiCw | 245.0 | 189.1 |

考えられる。また、観察された析出物の微細化は、転位密度などのマイクロ組織にも影響を受けると考えられる。本研究の結果は、時効硬化能についても、マイクロ組織や製造時、熱処理時の条件などを総合的に制御することにより、改善できる可能性があることを示唆している。

4. 結言

SiCウィスカーで強化した6061アルミニウム合金複合材料を対象に、過飽和固溶体からの時効析出挙動、およびその非強化の合金単体の場合との比較を行い、以下の結論を得た。

- 1) 6061合金マトリックスの過飽和固溶体からの時効析出過程、および析出様相は、強化材が存在しても変化しない。また、GP(II)ゾーンから中間相 β' への移行段階で最高硬さに達することも6061アルミニウム合金と同様である。
- 2) SiCウィスカーの存在により、6061合金の時効析出は総合的に加速される。また、低温になるほどその傾向が顕著となる。
- 3) GP(I)ゾーンの形成はSiCウィスカーの存在によって阻害され、その活性化エネルギーは複合化によって増加する傾向が認められた。逆に、GP(II)ゾーンの形成および中間相 β' の析出は劇的に促進され、GP(II)ゾーンの形成反応の活性化エネルギーは123.9kJ/molから71.4kJ/molへと、また中間相 β' の場合は、151.9kJ/molから90.4kJ/molへとそれぞれ大幅に減少する。
- 4) MMCのマトリックス中の転位は、GP(II)ゾーンおよび中間相 β' の析出のための不均一核生成サイトとなると同時に、特に低温時効では高速拡散として溶質原子の拡散を促進する。
- 5) GP(II)ゾーンの形成反応終盤の反応速度次数は6061アルミニウム合金とMMCで異なり、GP(II)ゾーンの析出形態が両者で異なることを示唆している。

文献

- (1) S.Suresh, T.Christman and Y.Sugimura: Scripta Met., 23(1989), 1602.
- (2) M.A. Bayoumi, H.Ribes and M.Suery: Mechanical and Physical Behavior of Metallic and Ceramic Composites, Ed. by S.I.Andersen, H.Lilholt and O.B.Pedersen, RISO National Laboratory, (1988), 291.
- (3) K.K.Chawla, A.H.Esmaceli, A.K.Datye and A. K.Vasudevan: Scripta Metall., 25(1991), 1315.
- (4) 神尾彰彦, 手塚裕康: 第109回日本金属学会講演概要, (1991), 416.
- (5) M.B.House, K.C.Meinert and R.B.Bhagat: J. Metals, (1991), 24.
- (6) T.G.Nieh and R.F.Karlak: Scripta Metall., 18 (1984), 25.
- (7) H.J.Rack: Proc. 6th. Int. Conf. on Composite Materials, vol.2, Elsevier Applied Science, London, (1987), 382.
- (8) J.M.Papazian: Metall. Trans. A, 13A(1982), 761.
- (9) R.D.DeIasi and P.N.Adler: Metall. Trans. A, 8A(1977), 1177.
- (10) R.F.Speyer, B.C.Richardson and S.H.Risbud: Metall. Trans., 17A(1986), 1479.
- (11) 高木節雄, 徳永洋一: 日本金属学会誌, 44(1980), 696.
- (12) J.M.Papazian: Metall. Trans. A, 19A(1988), 2945.
- (13) E.J.Mittemeijer, L.Cheng, P.J.van der Schaaf, C.M.Brakman and B.M.Korevaar: Metall. Trans. A, 19A(1988), 925.
- (14) E.J.Mittemeijer, A.van Gent and P.J.van der Schaaf: Metall. Trans. A, 17A(1986), 1441.
- (15) R.C.Dorward: Metall. Trans. A, 4A(1973), 507.
- (16) E.Korngiebel, H.Loffler and W.Oettel: Phys. Stat. Sol. (a), 30(1975), 125.
- (17) Metals Handbook, 9th ed., vol.2, ASM, (1985), 271.
- (18) 平野賢一: 転位論, 日本金属学会, 丸善, (1981), 301.
- (19) S.Fujikawa, K.Hirano and Y.Fukushima: Metall. Trans., 9A(1978), 1811.
- (20) S.Fujikawa and K.Hirano: Mat. Sci. Engng., 27(1977), 25.
- (21) J.O.McCaldin and H.Sankur: Appl. Phys. Lett., 19(1971), 524.
- (22) L.F.Mondolfo: Aluminium Alloys Structure and Properties, Butterworths, UK, (1976), 570.
- (23) G.J.van Gorp: J. Appl. Phys., 44(1973), 2040.
- (24) 鈴木 寿, 菅野幹宏, 白石泰久: 軽金属, 28(1978), 234.
- (25) M.H.Jacobs: Phil. Mag., 26(1972), 1.
- (26) 大堀絃一: 軽金属, 38(1988), 748.
- (27) G.Thomas: J. Inst. Metals, 90(1961-1962), 57.
- (28) I.Dutta and S.M.Allen, J. Mater. Sci. Lett., 10(1991), 323.
- (29) H.J.Borchardt: J. Inorg. Nucl. Chem., 12(1960), 252.
- (30) G.O.Piloyan, I.D.Rybachikov and O.S. Novikov: Nature, 212(1966), 1229.
- (31) J.Sestak: Phys. Chem. Glasses, 15 (1974), 137.
- (32) H.S.Chen: J. Non-Crystalline Solids, 27(1978), 257.
- (33) R.L.Takhor: Advances in Nucleation and Crystallization of Glasses, Am. Ceram. Soc., Columbus, (1972), 166.
- (34) H.E.Kissinger: J. Res. NBS, 57(1956), 217.
- (35) J.A.Augis and J.E.Bennett: J. Thermal Anal., 13(1978), 283.
- (36) 松浦圭助: 軽金属, 2(1961), 1076.
- (37) H.Yinnon and D.R.Uhlmann: J. Non-Crys. Solids, 54(1983), 253.
- (38) T.Ozawa: Polymer, 12(1971), 150.
- (39) I.Dutta and D.L.Bourell: Acta Met., 38(1990), 2041.
- (40) H.J.Rack and R.W.Krenzer: Metall. Trans. A, 8A(1977), 335.
- (41) T.T.Long, 西村隆宣, 逢坂達吉, 合瀬路博, 森田幹郎: 日本金属学会誌, 52(1988), 609.
- (42) A.H.Cottrell and B.A.Billy: Proc. Phys. Soc., A62(1949), 49.
- (43) F.S.Ham: J. Chem. Phys. Solids, 6(1958), 335.
- (44) F.S.Ham: J. Appl. Phys., 30(1959), 915.
- (45) J.Burke: The Kinetics of Phase Transformation in Metals, Pergamon Press, Oxford, (1965).
- (46) H.J.Rack: Proc. Int. Conf. on Compos. Mater., vol.2, Ed. by F.L. Matthews, N.C.R.Buskell, J. M.Hodgkinson and J.Morton, Elsevier Applied Science, London, (1987), 382.

第IV章 破壊機構と破壊に及ぼすマイクロ組織の影響

1. 緒言

序論でも触れたように、MMCが比強度や比弾性率などの多くの優れた特性を持ち合わせているにもかかわらず、その構造用材料としての実用化が遅々として進展しない背景には、破断ひずみが小さい⁽¹⁾、破壊じん性が低い⁽²⁾等といった原因が存在する。この欠点を克服してその実用化を加速するためには、破壊じん性を含む多くの力学的性質を精密に制御し、有効に改善できる実用的な手法を確立することが急務である。

このような精緻な力学的性質制御法を実現するためには、微視的な破壊機構を十分に把握することが必要条件となる。しかしながら、MMCの破壊機構に関しては、変形・破壊様式のように本質的な要因の他に、強化材の配向性、異方性、粗密、強度のばらつき、界面の特性、製造欠陥の有無、製造プロセスの相違などの様々な二次的因子が関与するため、慣用材料と比較しても非常に複雑であり、充分には解明されていないのが現状である。

例えば、MMCマトリックスの時効状態と破壊じん性の関係については、現在までにいくつかの報告がなされている^{(3)~(9)}。これらの研究で扱われている材料は、そのほとんどが粉末冶金法によって製造されたものであり、具体的には、2124等の2000系合金^{(4)~(6)}や7091等の7000系合金^{(3)~(5)~(8)~(9)}をSiC粒子やSiCウィスカー⁽⁷⁾で強化したMMCである。これらの研究結果によると、マトリックスが最高時効状態にある時に破壊じん性値が最大になる⁽⁷⁾、最低となる^{(3)~(6)~(8)}、ほとんど変化しない⁽⁹⁾等とそれぞれ異

なる傾向が報告されている。

これらの報告例の中で、Lewandowskiらは、7000系合金とSiC粒子の複合材料の破壊じん性試験を行って、亜時効状態ではSiC粒子の破壊が支配的であるのに対し、過時効状態では界面における平衡 η 相の析出によって界面剥離が生じるといふ破壊モードの遷移が起きることを報告している⁽³⁾。彼らは、このような破壊様式の変化が、時効処理の進行に伴って破壊じん性値が大きく変化する原因であると結論している。このように、マイクロ組織の変化が破壊特性に大きな影響を与えることは、注目すべきことである。

第IV章では、供試材の一軸引張負荷下での変形、破壊特性を調べるとともに、マトリックス部分のマイクロ組織に注目し、その一つの因子である時効状態を変化させて試験を行い、その影響を評価した。さらに、マトリックス部分のマイクロ組織をTEM、STEM-EDXを用いて詳細に観察、分析し、そこで明らかとなったマイクロ組織上の特徴と破壊メカニズムとの関連を考察し、第VI章で述べるMMCの破壊過程の理論的解析の基礎となる情報を提供することを目的とした。

2. 実験方法

2.1. 供試材および試験片

本章における供試材は、第III章と同じ製造ロットで、体積率22.0%のものである。本章では、鋳造のままの供試材を803Kで7.2ksの溶体化処理後、氷水中に水冷し、450Kで1.8ks、21.6ks、180ksだけ時効処理を施し、それぞれ亜時効、最高時効、過時効とした。この場合の亜時効状態は、第III章のFig.3-1で示した450Kにおける時効硬化

曲線で、第一段階の硬さの上昇が終了してGP(II)ゾーン単体が存在する状態に相当する。また、過時効状態は、中間相 β' の析出がほぼ完了した状態に相当する。

引張試験には、標点間が20mm、平行部の断面が2mm×4mmの平板試験片を用い、鋳造時の加圧方向と試験片の荷重軸方向が垂直となるように鋳塊中央部から採取した。また、破壊じん性試験に用いた試験片は、幅Wが50mm、厚さBが12.5mmのCT試験片であり、鋳塊の板厚中央部付近から採取した。なお、試験片側面は、最終的に直径1 μ mのダイヤモンド粒子で研磨して鏡面仕上げとし、試験に供した。

破壊じん性試験片には、ASTM-E399-83⁽¹⁰⁾に準拠して a_0/W (a_0 :初期き裂長さ)が約0.45となるように疲労予き裂を導入した。この疲労予き裂導入の条件は、荷重波形が引張り一引張りの片振り正弦波で、応力比0.1、周波数30Hzであった。なお、予き裂導入時の最終段階の最大応力拡大係数は、いずれの材料についても、本論文の第VII章で詳述する疲労き裂伝播のIIb段階の下限付近となるようにとり、実用上、可能な限り低く設定した。具体的に言えば、亜時効材では破壊じん性値の50%程度、最高時効材では同じく66%程度、過時効材では54%程度となった。

2.2. 強度試験および破壊じん性試験の方法

引張試験および破壊じん性試験は、容量98kNのインストロン型万能試験機を用い、室温大気中で荷重速度を 8.3×10^{-6} m/sとして行った。また、供試材のような不連続な強化材を用いた複合材料では、引張試験時の応力-ひずみ曲線上で弾性域に相当する直線部分が存在しないか、または、あってもごくわずかであるため、ヤング率の測定は、いわゆる unloading-reloading法

⁽¹¹⁾によった。本研究の場合、降伏に達するまで、段階的に除荷と再負荷を5回繰り返し、再負荷時の荷重変位曲線の傾きより求めたヤング率の平均値を採用した。

本研究で行った破壊じん性試験は、ASTM-E399-83⁽¹⁰⁾に準拠する平面ひずみ破壊じん性試験である。この場合、変位は荷重点に取り付けたクリップゲージで測定し、き裂発生点の検出は5%オフセット法によった。ちなみに、供試材の場合、全ての時効状態で最大荷重点が K_{IC} に対応するき裂発生点と判定された。

また、本研究では、破壊じん性試験時に発生するAE(Acoustic Emission)信号を計測して変形、破壊過程を解析した。用いたAE計測装置は、島津精製SAE-1000Aである。本研究では、計測時に治具や試験片、試験機などから発生するノイズを除去するために、同型のセンサーを試験片の上下に対称に貼って空間フィルターとし、AE信号の到達時間差を計測した。また、変換子は共振周波数200Hzの共振型であり、増幅率80dB、通過周波数帯域100~500Hz、敷居値45mVで測定した。

2.3. 破面および破面横断面の観察方法

破壊じん性試験では、き裂の進展状況を確認するため、最大荷重点前の複数の荷重レベルで試験を中断し、予め鏡面研磨した試験片側面をSEM観察した。この場合の負荷の中断は、最大荷重の3% (最高時効の場合) ないし4% (亜時効の場合) 毎に行った。

また、破面観察によってディンプルの核を特定するため、破断後の両側の破面をSEM内で対応させて観察し、ディンプルの核の特定を試みた。この他、引張試験片の破面に無電解ニッケルメッキを施してこれを保護し、その断面を試験片板厚中央部付近まで研磨して鏡面とし、破

面直下の成長途中のボイドをSEM観察した。

2. 4. X線フラクトグラフィーの詳細

破壊じん性試験後の破面は、X線フラクトグラフィー⁽¹²⁾により定量的に解析した。この方法は、破面から順次薄層を除去しながらX線回折により残留応力、または特性ピークの半価幅を測定し、これらの値が母材部の値に収束した削除厚さをもって塑性域の負荷応力方向の大きさとするものである。この手法では、X線回折によって測定される応力の絶対値は使用せず、その分布のみを使うため、精度が高く適用範囲も広いとされている。

X線回折による応力の測定は、破壊じん性試験後の破面の疲労予き裂前方のおよそ1×8mmの領域で行い、それ以外の部分にはビニールテープでマスキングを施した。この測定は、表面層を10%弗酸で少しずつ（深さにして1~3μm毎）エッチングによって除去しながら行った。また、その際の除去量は、あらかじめ作成しておいたエッチング時間と除去深さの校正曲線により求め、CT試験片のスリット部分の高さをマイクロメーターで測定することによりクロスチェックした。

X線回折は、平行ビームを用いた通常の並傾法の光学系で0.3°ステップで測定し、 $\sin^2\phi$ 法により応力を決定した。特性X線としてはCo-K α 線を用い、アルミニウム(331)面の回折を使った。また、データのばらつきを防ぐため、測定時には±5°の入射角の揺動を行った。その他の測定条件も含めて、X線回折の条件をTable 4-1にまとめて示した。

2. 5. ミクロ組織の観察、分析方法

ミクロ組織観察用およびSTEM-EDX分析用の試料の熱処理条件は、450K-1.8ksの亜時効状態と

Table4-1 Conditions of the X-ray diffraction measurement and the residual stress determination.

| | |
|-------------------|---------------------------|
| Target | Co-K α |
| Diffraction plane | Al (331) |
| Diffraction angle | 148.7° |
| Tube voltage | 30kV |
| Tube current | 10mA |
| Scanning speed | 0.4°/min. |
| Determination | 2 θ - $\sin^2\phi$ |

450K-14.4ksの最高時効状態の他、できるだけAs-quenchedに近い状態で分析できるように、水冷後速やかに試料を調製して分析した室温時効約10日間の三種類である。

ミクロ組織の観察は、TEMを用いて加速電圧200kVで行った。また、強化材近傍の溶質原子濃度の分布は、STEM-EDXの点分析で測定した。ここでは、マグネシウム濃度をアルミニウムとマグネシウムのピーク強度の比で表わし、膜厚をコンタミネーションスポット法⁽¹³⁾で測定して吸収補正をした⁽¹⁴⁾。

この分析では、ビームを可能な限り絞り、できるだけ狭い領域からの情報を得よう留意した。この場合、レンズの球面収差係数は2.0mm、対物絞りの焦点距離は2.2mm、対物絞りの直径は30μm、加速電圧は200kV、カソード温度は約150°Cであり、非点収差と色収差は十分に補正されているとすると、プローブ径⁽¹⁵⁾は1.5nm程度になっているものと推定される。また、点分析位置における試料膜厚の実測値は平均で300nm前後であり、モンテカルロシミュレーションで試料内の電子の軌跡を計算した結果⁽¹⁶⁾を利用し、膜厚を300nmとしてビームと垂直方向の電子の広がりを計算すると、約22nmとなる。今回の点分析は、界面と垂直な方向に約20~30nm間隔で行ったが、得られた測定値は、分析位置を中心として半径10数nm程度の領域からの総合的な情報であることになる。

この他、ウィスカー表面に形成した時効析出物を観察するため、各時効状態のMMCを10%水酸化ナトリウム溶液に浸漬することによってマトリックスを溶かし、洗浄後に残ったウィスカーの表面をFE-SEMを用いて加速電圧5kVで観察した。

3. 実験結果および考察

3. 1. 強度および弾性特性

Fig.4-1は、各熱処理状態の場合の引張試験時の荷重-歪曲線である。またFig.4-2は、供試材の引張強度、降伏応力、破断伸び、ヤング率と時効時間の関係をまとめたものである。

Table 4-2には、真応力-真歪曲線から算出した加工硬化指数を示した。

供試材は、マトリックスを最高時効状態とすることにより、As-castの場合の引張強度335MPaが約1.6倍の約524MPaに上昇し、同様に降伏応力は約2.1倍の442MPaとなる。一方、破断伸びは1.9%程度にまで低下している。また、特徴的なこ

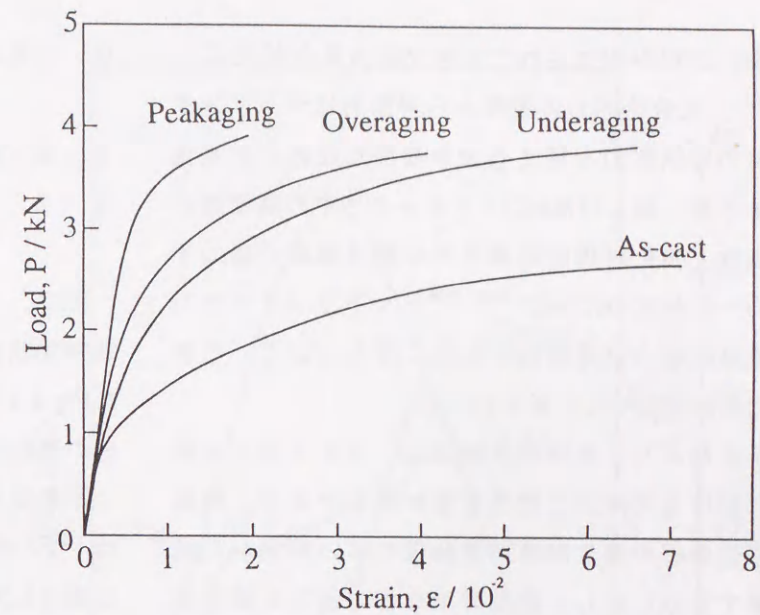


Fig.4-1 Comparison of stress-strain curves among the four different aging conditions in the 22vol%SiCw/6061 composite.

Table4-2 Strain hardening exponents in the various aging conditions.

| Condition | n |
|------------|------|
| Underaging | 1.98 |
| Peakaging | 1.28 |
| Overaging | 1.90 |

とに、マトリックス合金単体の場合には熱処理状態に依存せずほぼ一定であるヤング率が、時効処理の進行とともに大きく変化し、最高時効状態では111.2GPaとなって亜時効状態と比較して約19%上昇していることがわかる。また、時効状態によって加工硬化指数も変化し、最高時効状態における加工硬化指数はかなり小さくなっている。

供試材で時効状態によってヤング率が変化したことは、高強度、高剛性で延性に乏しいセラミックス強化材で、特に鋭い角部を持つようなものでは、その端部でマトリックスの

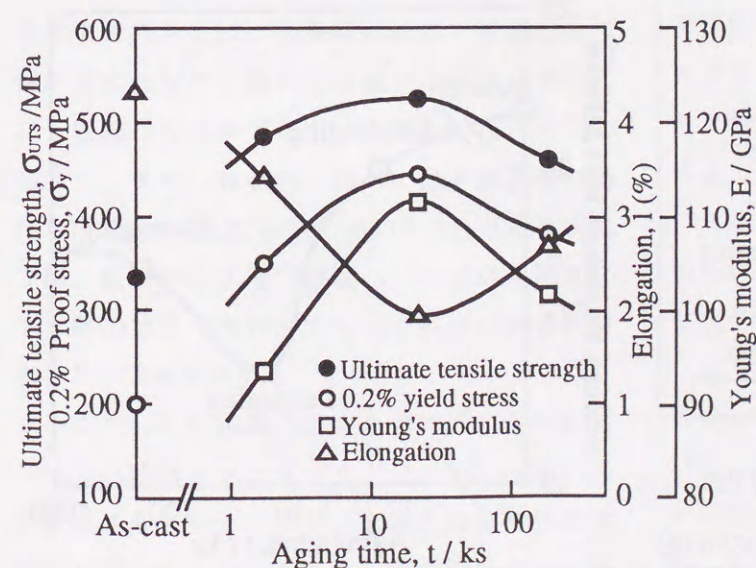


Fig.4-2 Effects of aging condition on tensile mechanical properties in 22vol%SiCw/6061 composite.

塑性変形が拘束されて大きな応力集中が生じ⁽¹⁷⁾、低負荷応力の段階から局所的にマトリックスの降伏応力を越える大きな静水圧応力が発生する事、およびMMCマトリックス中の高密度の転位と強化材周囲の微視的な熱残留応力場の不均一な分布のために⁽¹⁸⁾⁽¹⁹⁾、マトリックスの引張降伏応力が局所的に大きくばらついている事に起因するものと考えられる。

すなわち、亜時効状態では、ウィスカー端部における局所的な塑性変形が顕著であり、荷重変位曲線の傾きが負荷開始後の早い時期から減少するのに対し、最高時効などではこの様な応力集中が相対的に少なく⁽¹⁷⁾、マトリックスからウィスカーに応力がより有効に伝達するために、荷重変位曲線の初期の傾きが大きくなるものと考えられる。したがって、ここで測定されたヤング率は、供試材の弾性変形特性を厳密に反映した値と言うよりは、見かけのものに過ぎ

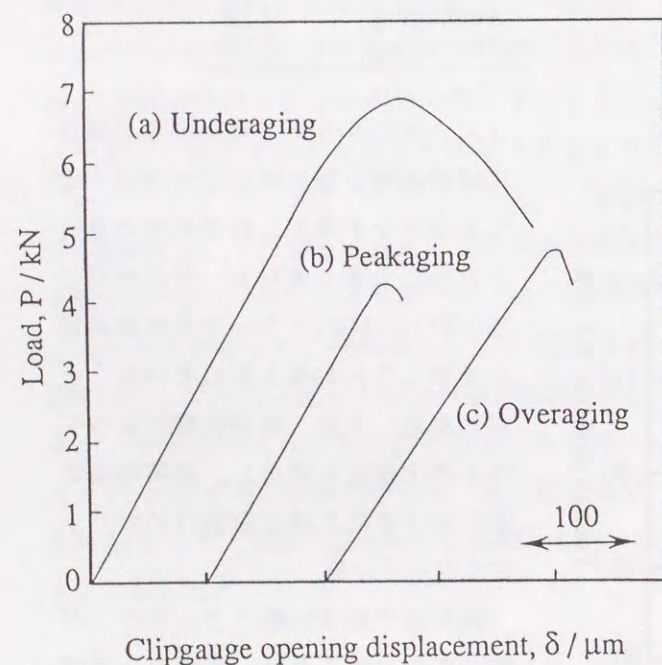


Fig.4-3 Load - load point displacement curves in (a) the underaged composite, (b) the peakaged composite and (c) the overaged composite.

ないと考えられる。

3. 2. 破壊じん性特性

3. 2. 1. 破壊じん性値の時効処理による変化

次に、Fig.4-3は破壊じん性試験時に得られた各時効状態における荷重-変位曲線である。またFig.4-4は、線形弾性破壊じん性値: K_{Ic} の時効処理の進行に伴う変化をまとめたものである。

本研究の破壊じん性試験では、平面ひずみ条件⁽¹⁰⁾や予き裂長さ等の大方のASTM試験規格は満足しており、有効な K_{Ic} かなり近い妥当な値が得られていると推測できる。しかしながら、予き裂前縁が試験規格以上に湾曲しており、一部の試験片の疲労予き裂先端の形状が規格に合致しないため、ここでは K_Q と表示した。このようなMMCにおける疲労予き裂導入時の問題点については、他の研究者も同様に指摘をしている⁽²⁰⁾。

まず、供試材の破壊じん性値については、亜時効状態では $20.0\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ であり、As-cast状態の $21.8\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ とあまり遜色がない比較的良好な値

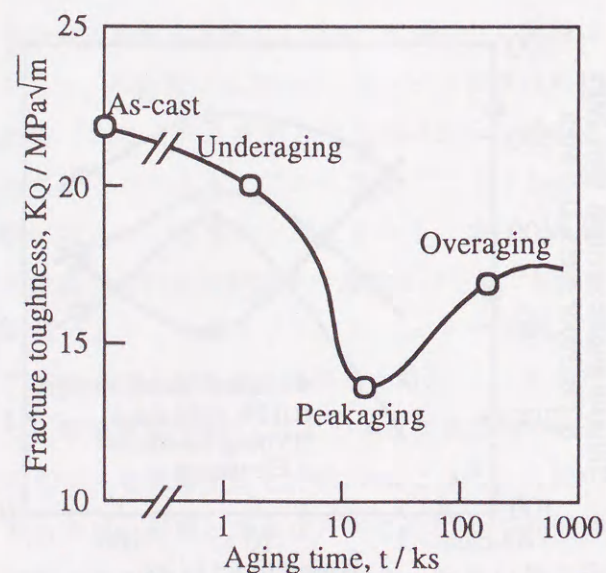


Fig.4-4 Fracture toughness as a function of aging time in the 22vol%SiCw/6061 composite.

が得られているが、最高硬さまで時効することにより $13.6\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ まで低下し、過時効状態では逆に $16.9\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ とやや回復している。また、荷重-変位曲線の形状に関しては、亜時効状態では、荷重が変位に対して直線的に上昇した後、最大荷重に達するまで顕著な非線形の荷重上昇が続き、最大荷重に達した後もゆっくりと荷重が低下するという、非強化のアルミニウム合金⁽²¹⁾と類似のものである。これに対して、最高時効および過時効状態では、荷重が変位に対して直線的に増加した後、比較的低い応力から一気に破断に至るというセラミックスの低応力脆性破壊と類似の挙動を示している。

ところで、緒言でも触れたように、MMCマトリックスの時効状態の違いによる破壊じん性値の変化に関しては、過去にもいくつかの報告例がある⁽⁸⁾⁻⁽⁹⁾。このうち、粉末冶金法で製造した5vol%SiC粒子強化2124

合金複合材料では、最高時効状態で破壊じん性値が最大となり、過時効状態では亜時効状態よりも破壊じん性が劣るという報告がなされている⁽⁷⁾。また、対照的に同じく粉末冶金法で製作した20vol%SiC粒子強化7000系合金基複合材料では、最高時効状態で破壊じん性値が最低となり、過時効まで時効してもその回復はわずかであるという報告がある⁽⁸⁾⁽⁹⁾。

ここで、延性破壊抵抗をき裂先端の鈍化などの内生的要因とマイクロクラックによる応力の遮蔽効果やブリッジング、き裂先端後方の未破断のリガメント等による外生的要因を合わせたものと定義すると、前者のように最高時効状態

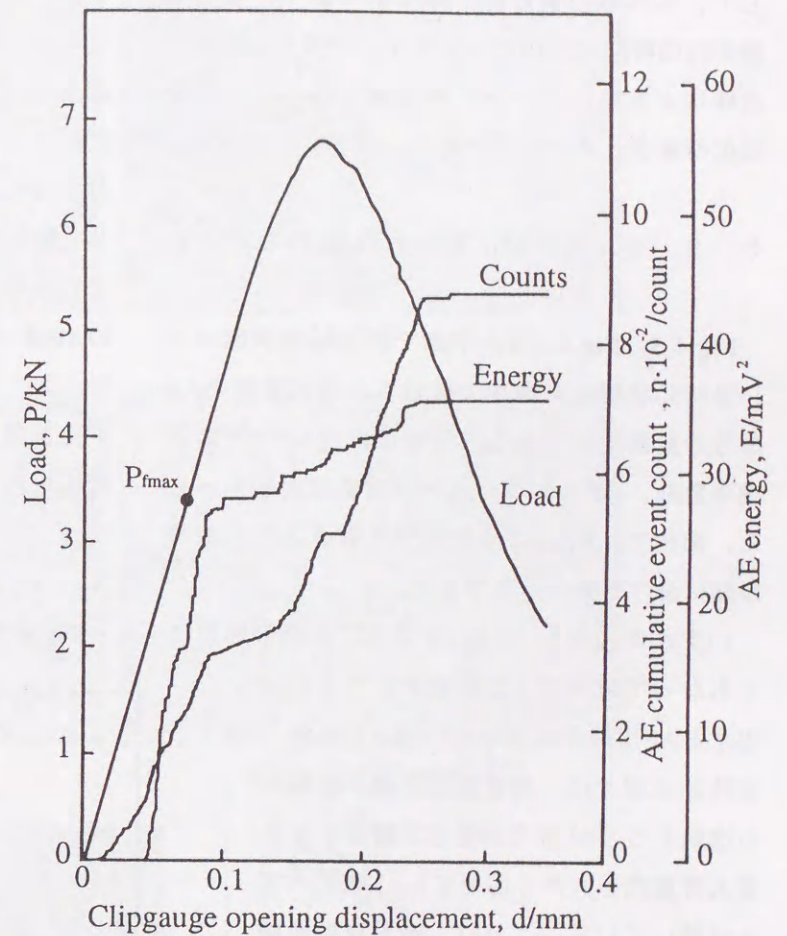


Fig.4-5 AE cumulative event count and AE energy measured in the fracture toughness test of the underaged composite.

で破壊じん性値が最大となる場合は、時効処理の進行とともに延性破壊抵抗が低下して最高時効で最低となる効果よりも、むしろ強度の上昇によって最大荷重が上昇する効果の方が支配的であると考えられる。一方、後者や供試材で認められる傾向は、一般に非強化のアルミニウム合金が示す傾向⁽²¹⁾と同様である。

ところで、非強化の6000系合金を最高時効状態として破壊させた場合⁽²²⁾、粒界ですべり帯が阻止され、粒界における局所的なひずみの集中が粒界におけるポイドの発生を促す。このため、粒界延性破壊が粒内延性破壊に混在するという破壊形態の変化が原因となって破壊じん性値が低下することが報告されている。これに対

して、供試材の場合は、後で示すように破面形態が時効時間にかかわらずポイドの発生、成長、合体による粒内ディンプル破壊であることが非強化の場合と異なる点である。

3. 2. 2. 破壊時に発生するAE信号による考察

Fig.4-5、Fig.4-6は、それぞれ亜時効状態および過時効状態の試験片の破壊じん性試験時のAE信号の計測結果である。図中には、AE信号の累積事象数、AEエネルギーと荷重変位曲線を示した。図中で、 P_{fmax} は、疲労予き裂導入時の最終段階における最大荷重である。

いずれの場合も、 P_{fmax} までは、き裂の開口にともなって破面同士が摩擦することに起因するAE信号が発生している。この後、亜時効状態では、荷重変位曲線が直線から逸脱するとAE信号の発生が顕著となり、最大荷重点を大きく越えてもAE信号の発生は続いている。これは、荷重変位曲線が直線から外れる辺りでき裂の進展が始まり、その後、最大荷重点を越えても安定き裂成長が続くことを示唆している。

また、亜時効状態の試験で得られたAE信号をその持続時間で整理すると、持続時間が $100\mu s$ 以下と非常に短いAE信号は、荷重変位曲線が直線からシフトする時点の以前から発生していることがわかった。このような持続時間のきわめて短いAE信号の発生状況は、持続時間が $100\sim 5000\mu s$ と長く、き裂の進展に対応すると考えられるAE信号とは明らかに異なっており、ウィスカーの剥離や破断などのより微視的な事象に対応する^(2,3)と考えられる。したがって、き裂が進展を開始するより前に、既にき裂先端前方で損傷が発生す

ることを示している。

一方、過時効状態の試験においては、最大荷重点までのAE信号の発生は少なく、最大荷重点直前になってAE信号のエネルギーおよび事象数が急増している。この付近のデータをさらに詳しく解析すると、最大荷重点直前でPop-inに対応すると考えられる $1mV^2$ 以上の大きなエネルギーのAE信号が発生していることがわかった。したがってこの場合、ほとんど安定き裂成長を伴わずに、最大荷重点付近から急速破壊したものと考えられる。

3. 2. 3. き裂進展過程の観察結果

Fig.4-7、Fig.4-8は、亜時効および最高時効状

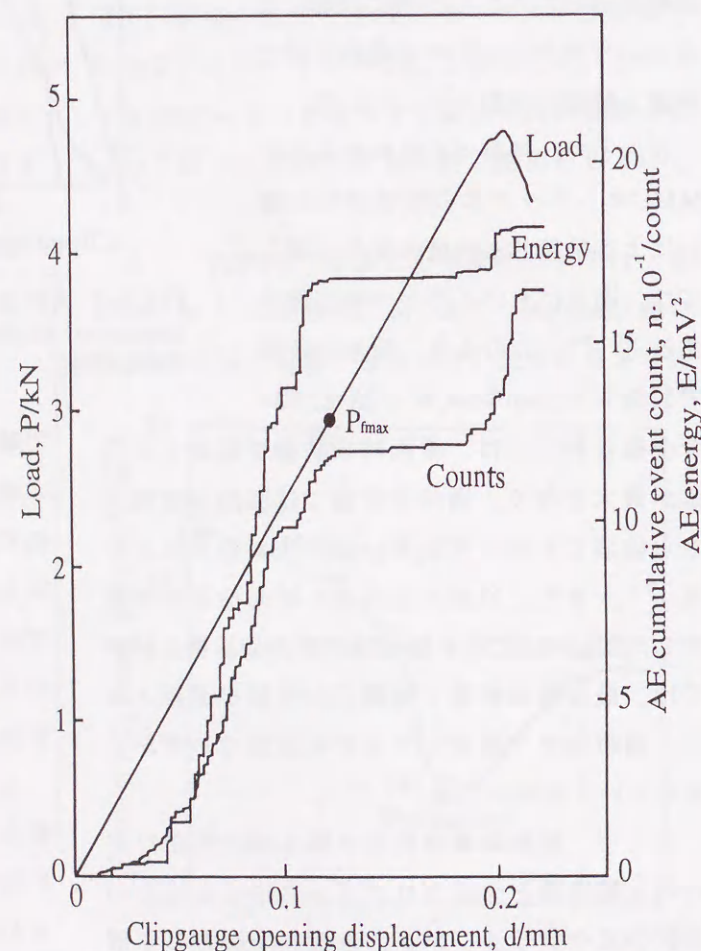


Fig.4-6 AE cumulative event count and AE energy measured in the fracture toughness test of the over aged composite.

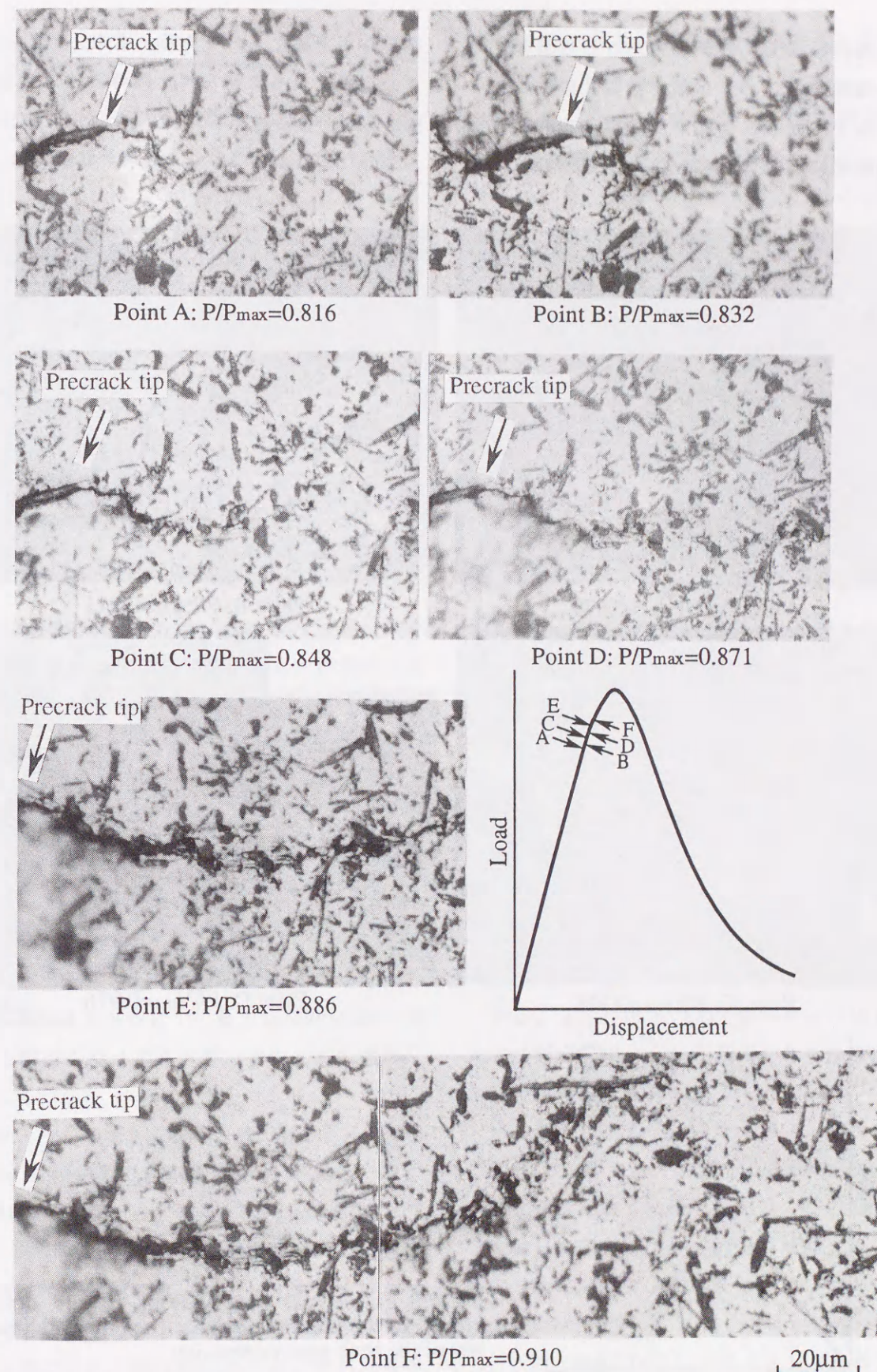
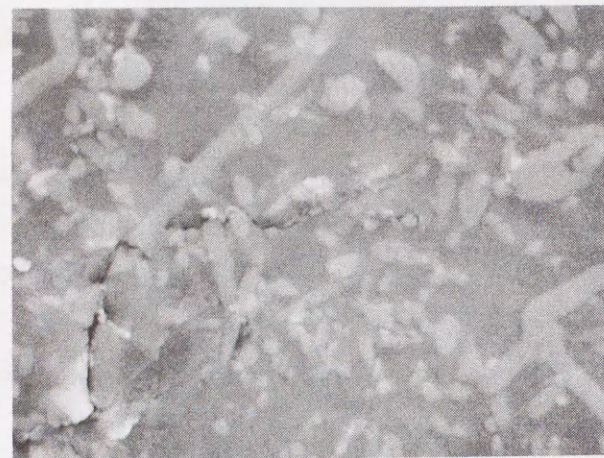


Fig.4-7 Sequential observations of the crack growth in the interrupted static fracture toughness test of the underaged composite.

態のものの破壊じん性試験における破壊様式の違いを確認するため、試験を荷重変位曲線上の複数の点で中断し、き裂進展の様子を試験片側面で連続的にSEMまたは光学顕微鏡で観察した



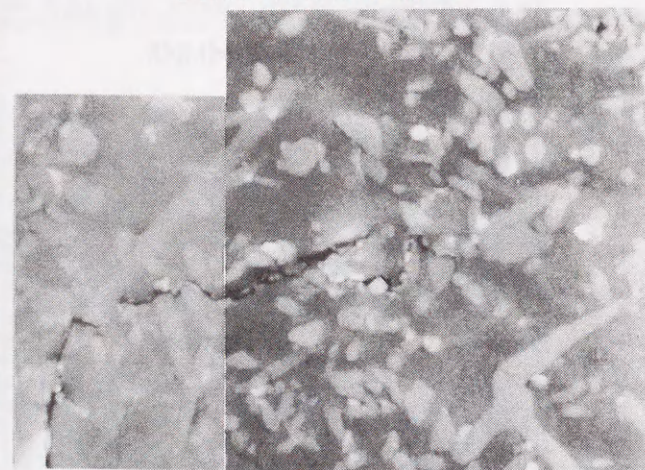
Point A: $P/P_{max}=0.879$



Point B: $P/P_{max}=0.911$



Point C: $P/P_{max}=0.944$



Point D: $P/P_{max}=0.976$

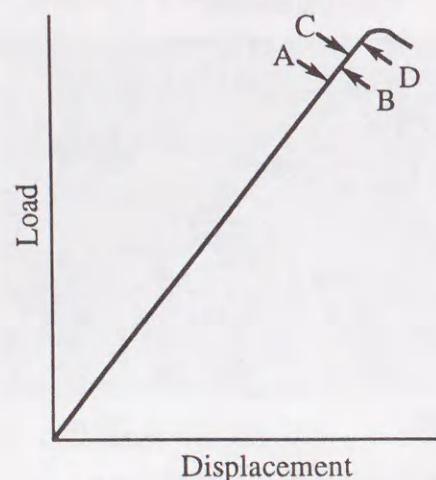


Fig.4-8 Sequential observations of the crack growth in the interrupted static fracture toughness test of the peak aged composite.

結果をまとめたものである。また、Fig.4-9は、この実験によって得られた両時効状態のき裂伝播曲線を荷重に対してプロットしたものである。このうちFig.4-7に示した亜時効状態では、Fig.

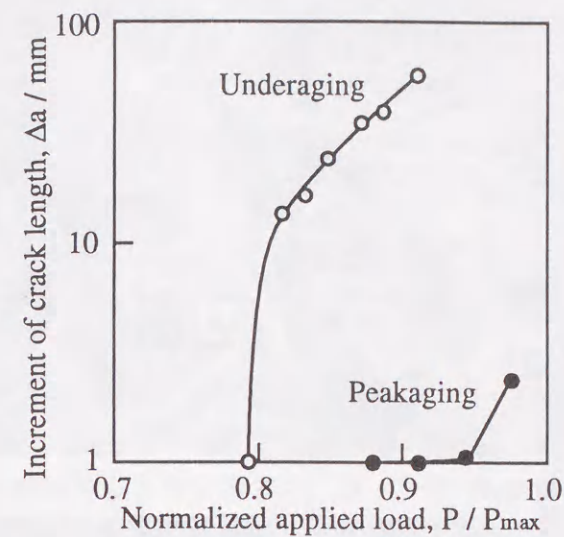


Fig.4-9 Increment of crack length as a function of applied load normalized with respective maximum load in the underaged composite and the peakaged composite.

4-9から明らかなように、金属材料で一般に観察される安定き裂成長領域が存在し、巨視的には荷重変位曲線の初期弾性線にある最大荷重の80%に相当する点で、既にき裂が進展を開始しているのが確認された。その後、このき裂は、荷重軸方向に $10\mu m$ を越える偏向を繰り返しながら安定的に進展を続けている。

これに対して、Fig.4-8に示す最高時効状態では、荷重の増加とともに疲労予き裂先端の鈍化やき裂先端前方でのウィスカーの破断と界面の剥離が観察されるだけで、最大荷重の94.4%に相当する荷重を越えてもき裂は依然として進展を開始していない。

このような観察から得られるき裂発生点は、AE信号の計測結果でき裂進展開始に対応するとされるAEエネルギーの急増点⁽²⁴⁾とほぼ対応している。本研究の場合、き裂進展開始時の荷重の絶対値は時効状態の違いによってあまり差がなく、厳密な意味でのき裂進展開始じん性を考えれば両者に大きな差はない。一方、それ以降の安定き裂成長とそれに伴う荷重の上昇の有無が、

測定された両者の破壊じん性値の差となって表れていると考えられる。

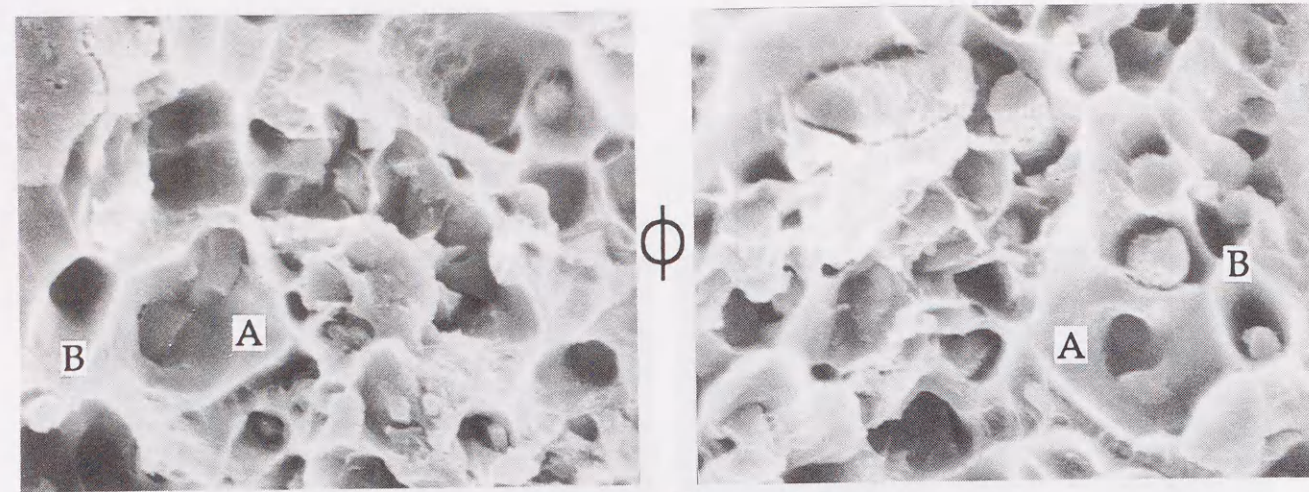
さらに、これらの実験では、主き裂先端前方の塑性域内で、主き裂の進展に先だつてウィスカーの破断やウィスカー端部でのボイドの発生が起こり、これらがマイクロクラックとして成長するとともに、主き裂がこれらのマイクロクラックの中で致命的なものを選択してトレースするように進展する様子が観察される。これは、本研究の場合には負荷は完全なMode Iであるが、主き裂先端近傍にウィスカーやマイクロクラックなどの応力集中源や応力緩和源が存在すると、主き裂先端の応力状態が混合モードとなり、FE Mによるき裂進展シミュレーションで報告されているように⁽²⁵⁾、主き裂が応力集中源の方向に引き寄せられるように偏向するためである。

このような破壊機構は、第七章で述べる疲労き裂伝播過程で、繰り返し負荷が大きな場合にも明瞭に認められる。したがって、これは比較的低い応力またはひずみレベルでも強化材近傍に大きな応力集中が起きる事に起因するものと考えられる。

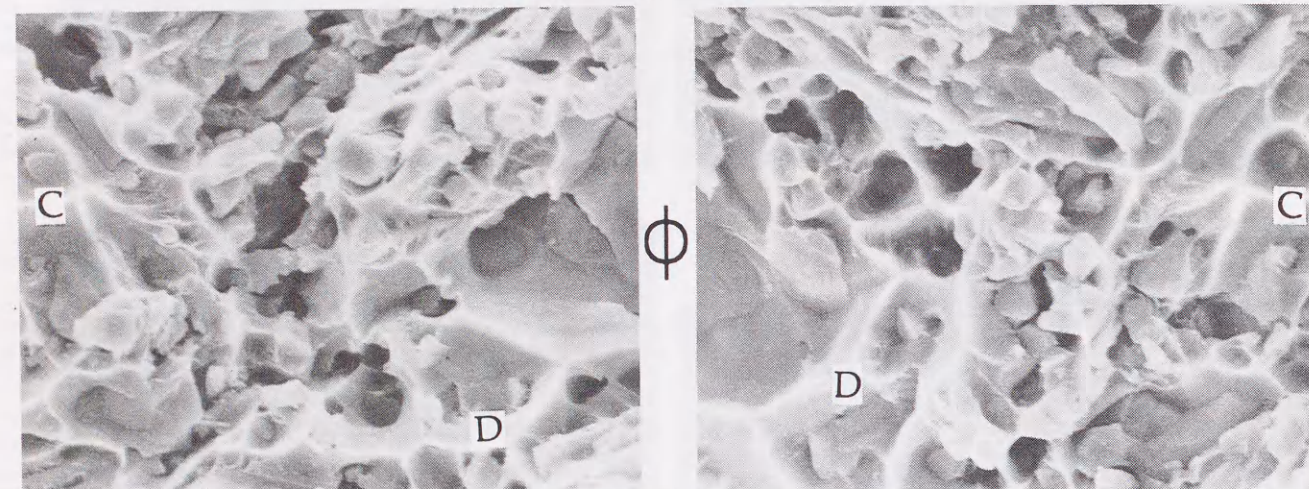
3. 2. 4. 破面観察結果

Fig.4-10は、供試材の破壊じん性試験後の破面である。また、図中の上下の写真は、破断した両側の破面を対応させて観察したものであり、上下の写真で対応するA、Bなどのアルファベットは、両側の破面で対をなすディンプルを示している。(a)に示した亜時効状態では、ディンプルパターンは良く発達しており、他の時効状態と比較してディンプルの直径、高さともに大きい。これに対して、最高時効および過時効状態の破面では、ディンプルは小さくかつ浅い。

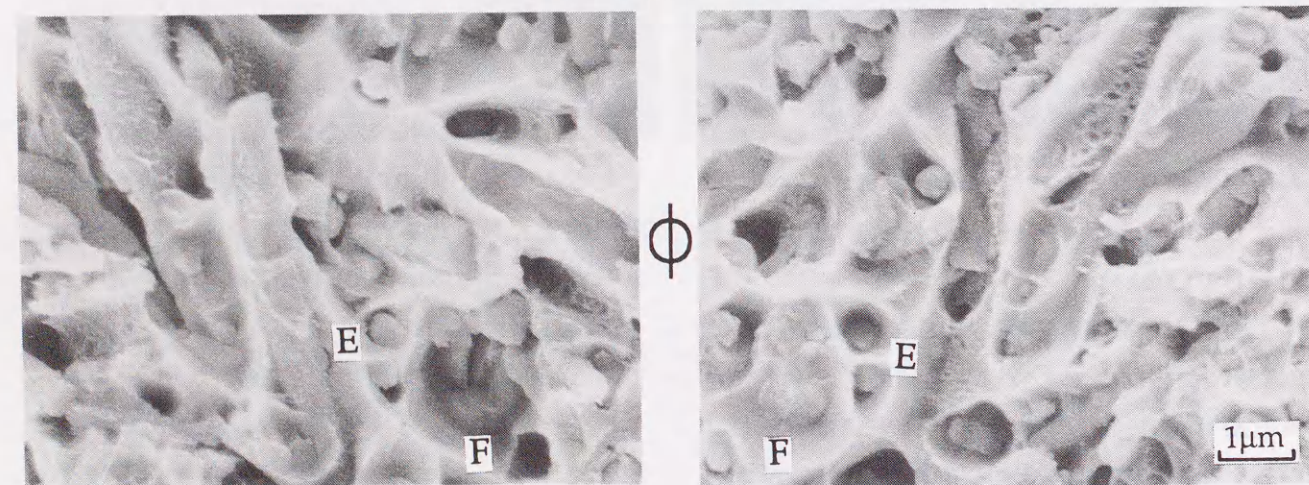
ここで、Fig.4-10でA、Bのディンプルのように両側のディンプルの底にウィスカーの端部が確



(a) Underaged composite



(b) Peakaged composite



(c) Overaged composite

Fig.4-10 Matching surface SEM fractographs of the fracture toughness specimens in (a) the underaged composite, (b) the peakaged composite and (c) the overaged composite. Pairs of alphabets between the left and the right photographs are corresponding identical dimples.

Table4-3 Mode of void initiation determined from the matching surface SEM fractographs. Observed numbers of pairs of the dimples judged as breakage of the whisker or interfacial debonding at whisker end are arranged as follows.

| Condition | Breakage | Debonding | Ratio of breakage |
|------------|----------|-----------|-------------------|
| Underaging | 11 | 25 | 0.31 |
| Peakaging | 19 | 4 | 0.83 |
| Overaging | 21 | 7 | 0.75 |

認められる場合は、破断したウィスカーがボイド形成の核となったと考えられる。一方、破面の片側にしかウィスカーが観察されない場合は、ウィスカー端部を核としてボイドが発生したものと考えられる。Table 4-3には、各時効状態でボイドの核となったものの割合をこのようにして判別した結果をまとめた。亜時効状態では、ウィスカーの端部が核となってボイドが発生する傾向が強く、ウィスカーの破断は少ない。一方、最高時効および過時効では、大半のボイドが破断したウィスカーを核として発生していることになる。

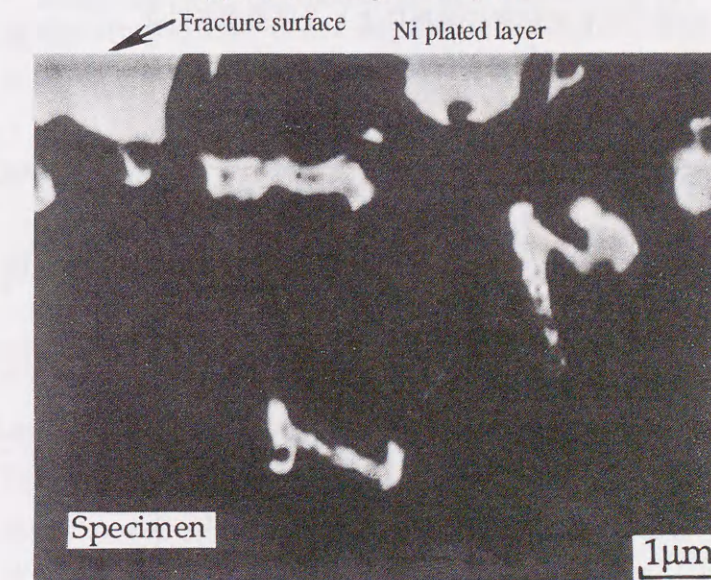
Fig.4-11は、引張試験片断面の破面直下をSEM観察したものである。(a)に示す亜時効状態では、ウィスカー端部からボイドが発生し、これがこの場所に生じる静水圧応力によって三軸方向に成長するというウィスカー強化MMCに典型的な破壊様式⁽²⁶⁾が確認できる。また、最高時効状態では、破断したウィスカーが核となってボイドが発生する傾向が強いことが確認できる。これは、Fig.4-10の観察結果ともよく対応しており、このようなボイド発生機構の相違が、破壊じん性試験において時効処理の進行に伴う破壊様式の変化をもたらすものと考えられる。

3. 2. 5. 残留応力測定結果

Fig.4-12は、最高時効状態の供試材の破壊じん性試験後の破面で、残留応力の荷重軸方向の分布を測定したものである。ここでは、残留応力値と破面からの深さに一偏的な相関



(a) the underaged composite



(b) the overaged composite

↑ Loading direction

Fig.4-11 Longitudinal sections of the fractured tensile specimens in (a) the underaged composite and (b) the overaged composite.

関係が得られている。すなわち、残留応力値は破面から離れるにしたがって単調に減少し、破面からの深さ約130 μm でほぼ一定値に収束している。このように残留応力が母材の値に戻る深さは、破壊時の塑性域の負荷応力方向の長さの半分に相当すると考えられる⁽¹²⁾。同様に求めた塑性域寸法は、亜時効状態では520 μm 、過時効状態では160 μm であった。また、平面歪状態では、大まかに言って塑性域の体積が塑性域寸法の平方に比例すると考えられるので、最高時効状態での塑性域の体積は、亜時効状態の6.3%、過時効状態では亜時効状態の9.5%に過ぎないことになる。

ところで、一般に塑性域の寸法 γ_p と降伏応力 σ_y 、破壊じん性値 K_{Ic} の間には以下のような相関関係⁽²⁷⁾がある。

$$\gamma_p = \alpha (\sigma_y / K_{Ic})^2 \quad \dots(1)$$

Riceらの有限要素法解析により、平面歪条件下で完全弾塑性体の場合には、定数 α は0.15と計算

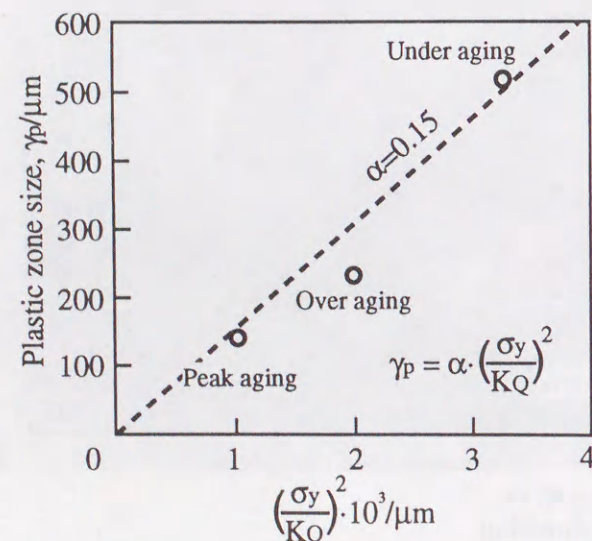


Fig.4-13 Relationship between the measured and the calculated plastic zone sizes in the static fracture toughness test of the composites.

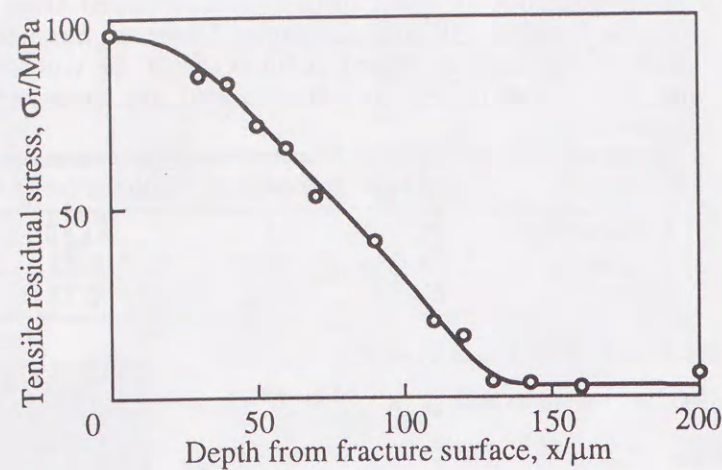


Fig.4-12 Residual stress distribution beneath the fracture surface in the fracture toughness test of the peak aged composite.

されている⁽²⁸⁾。

Fig.4-13は、供試材の破壊じん性値と降伏強度から計算した $(\sigma_y/K_{Ic})^2$ とX線フラクトグラフィにより実測した塑性域寸法の関係を示したものである。供試材の場合も両者には良い相関関係が認められ、 α の値は0.15程度となっている。これは、供試材では、破断後の破面をX線によって解析することで破断前の力学的性質を予想することが可能であることを示しており、破損解析などの実用的な見地からも重要である。

3. 3. マトリックスのマイクロ組織が破壊に及ぼす影響の検討

3. 3. 1. ミクロ組織の観察、分析の結果

Fig.4-10およびFig.4-11で観察された時効処理の進行に伴う顕著な破壊様式の変化は、例えばウイスキー強化MMCの変形挙動のFEM解析で報告されるように⁽¹⁷⁾、亜時効のような低強度、高延性のマトリックスではウイスキーによる拘束効果が大きく、ウイスキー端部の応力集中部でより大きな塑性ひずみと静水圧応力が生じるといった力学的な効果だけで説明することは難しい。そこで、マトリックスのマイクロ組織が時

効処理によって何等かの変化をきたしていると考えるのが妥当である。

Fig.4-14は、TEMによって観察した供試材のマイクロ組織の例である。下側の写真は、最高時効状態のマトリックスから取った制限視野回折図形であり、アルミニウムの基本格子の他に、時効析出物からの弱いストリークが観察されるのは第三章と同様である。また、上側の暗視野像は、このストリーク的位置から取った析出物のものであり、ここで観察されるのは最高時効状態を構成するGP(II)ゾーンおよび中間相 β' である。

ここで、この暗視野像を注意深く観察すると、上下に写っている二本のウイスキーを取り巻くように存在するPFZ(無析出物帯)が観察できる。ただし、複合材料中のウイスキーの平均直径が約0.44 μm であるのに対し、コンタミネーションスポット法によって測定した

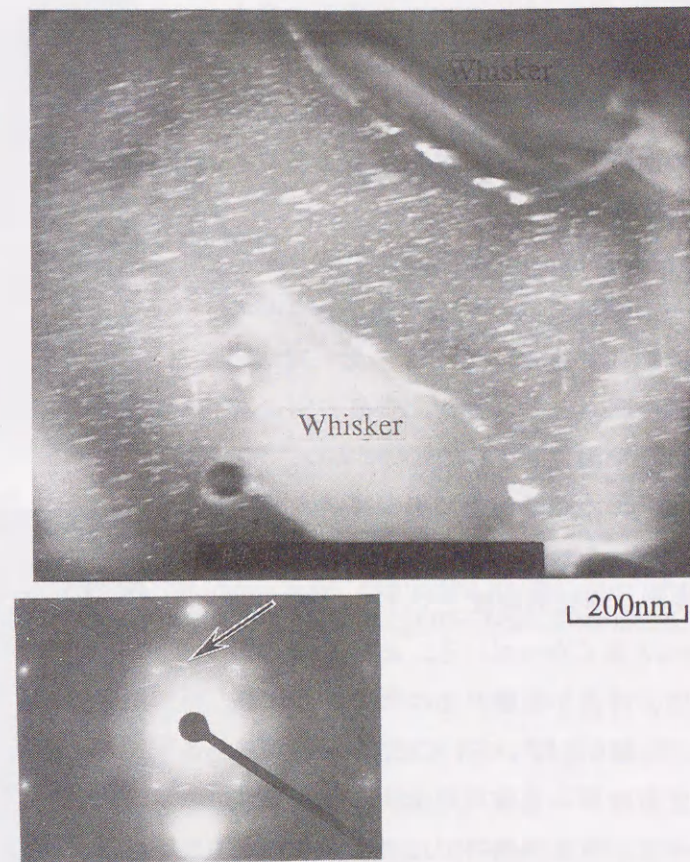


Fig.4-14 Dark field TEM micrograph of the peak aged composite with diffraction pattern, illustrating precipitate depleted zones adjacent to whiskers. The image was taken from streaks indicated by an arrow.

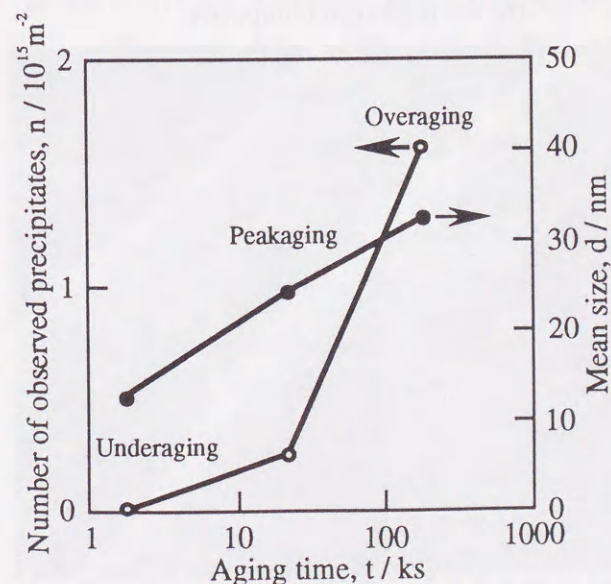


Fig.4-16 Number of the observed precipitates per unit area on the whisker-matrix interface, together with mean size of the precipitates as a function of aging time.

結果では、観察した試料の膜厚は0.3 μm 程度とウイスキーの直径にほぼ匹敵しており、PFZ内の析出物の分布と密度に関しては、観察像と現実が異なっていることには注意が必要である。また、ウイスキー周囲のPFZの幅は40~60nmであり、非強化のアルミニウム合金の粒界で観察されるPFZと比較してかなり狭いことがわかる。また、アルミニウム合金などでは、PFZの形成に伴って粒界上に平衡相などの粗大な時効析出物が観察されるが⁽²⁹⁾、供試材の場合も、Fig.4-14に見られるウイスキーマトリックス界面上には白く光る粗大な析出物が多数観察できる。

Fig.4-15は、各時効状態の供試材からウイスキーを抽出し、その表面をFE-SEMで観察したものである。図中(b)および(c)の最高時効および過時

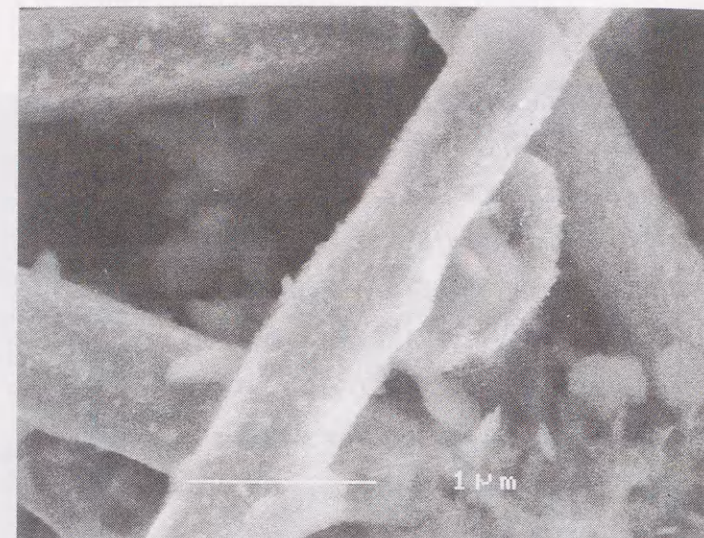
効状態では、ウィスカーの表面に粗大な析出物が多数観察される。また、この析出物はFig.4-16に示すように時効処理の進行とともにその数が増し、サイズも顕著に増加している。

Fig.4-17は、PFZが観察されるウィスカー近傍の領域のマグネシウム濃度の分析結果である。これは、ウィスカー表面を原点とし、界面と垂直方向に20~30nm間隔で測定したものである。

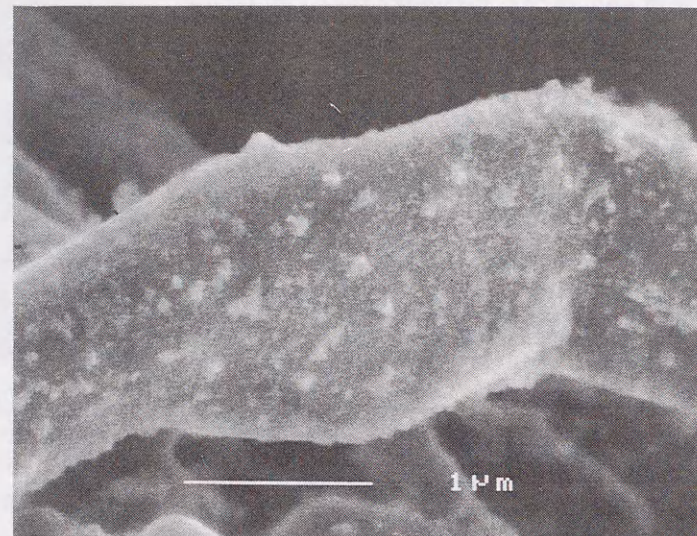
いずれの時効状態でもウィスカーマトリックス界面近傍にはMgが偏析しており、特に界面直上ではその濃度が4~6%と高くなっている。また、Mgの濃度は、界面から離れるにしたがって緩やかに減少している。ここで、Mg原子濃度がほぼ一定値に収束する偏析領域の幅は、室温時効材では界面から70ないし100nm程度であるが、この幅は時効処理の進行にともなって単調に減少し、最高時効状態では40nm弱となっている。

3. 3. 2. 強化材近傍のPFZおよび偏析の発生機構の考察

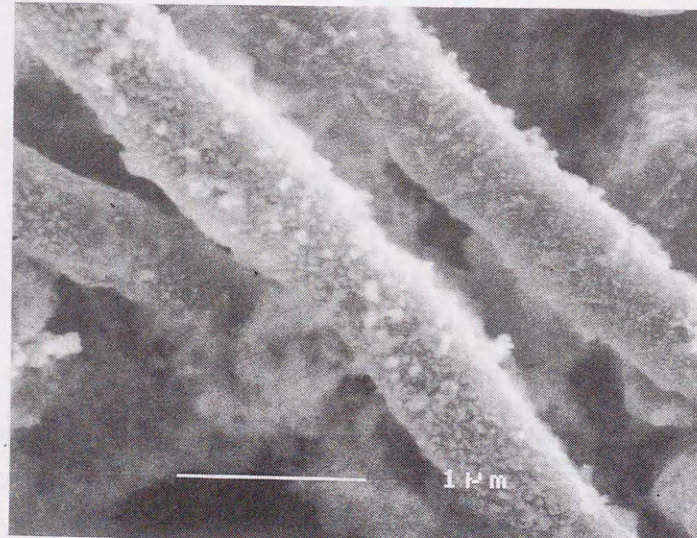
PFZがウィスカーの周囲に形成される理由としては、ウィスカーマトリックス界面が、アルミニウム合金の粒界PFZの場合の様に焼入れ過剰空孔の完全消滅サイトとなり、ウィスカー近傍の空孔濃度が低下してAl-Mg-Si系合金で時効初期に形成される高濃度の空孔を含むGP(I)ゾーンの形成が阻害されるためと考えられる。このように、MMCでGP(I)ゾーン形成が阻害されるという現象は、既に第三章で述べた時効析出過程のDSCによる解析結果でも明らかとなっ



(a) the underaged composite



(b) the peakaged composite



(c) the overaged composite

Fig.4-15 High magnification views of whiskers extracted from MMC, observed using FE-SEM in (a) the underaged composite, (b) the peakaged composite and (c) the overaged composite.

ている。

次に、強化材近傍に偏析が生じるための機構を検討すると、以下の5つのものに整理できる。

- 1) 界面への析出
- 2) 界面における原子配列の乱れに起因する平衡偏析
- 3) 強化材周囲の残留応力場による平衡偏析
- 4) 強化材周囲の転位の応力場による平衡偏析
- 5) 界面へのVacancy-drag機構による非平衡偏析

まず、1)の様に界面に析出物が存在する場合、溶質原子濃度は、析出物サイズに相当する領域でほぼ一定に高く、偏析領域の終端では急激に落ち込むと報告されている⁽³¹⁾。また、供試材中のウィスカー表面に形成する時効析出物のサイズは、Fig.4-16から亜時効で平均13nm、最高時効で25nm程度であり、時効処理の進行とともにそのサイズと密度が顕著に増加する⁽⁴⁾。したがって、本研究の場合、偏析領域の幅、時効の進行に伴う変化の傾向、濃度分布の勾配等、全ての傾向が1)の場合とは異なっている事になる。

次に、2)は、合金の結晶粒界における偏析の機構であり、界面エネルギーと溶質原子の相互作用によるものである。また、その場合、偏析領域の幅は界面から数原子層程度であり、濃度分布の勾配も非常に大きい事が知られている⁽³¹⁾。

3)、4)の残留応力場と転位は、強化材セラミックスとマトリックスの熱膨張率の差に起因し、界面からの距離に対して勾配を持つことが知られている⁽³⁰⁾⁽³²⁾⁽³³⁾。これについては、供試材のような短繊維強化材の冷却過程のFEM解析によって、強化材周囲の弾塑性境界はその半径の1.66倍、また引張圧縮の境界は同じく1.90倍の位置にあるという報告がある⁽³²⁾。これに従えば、

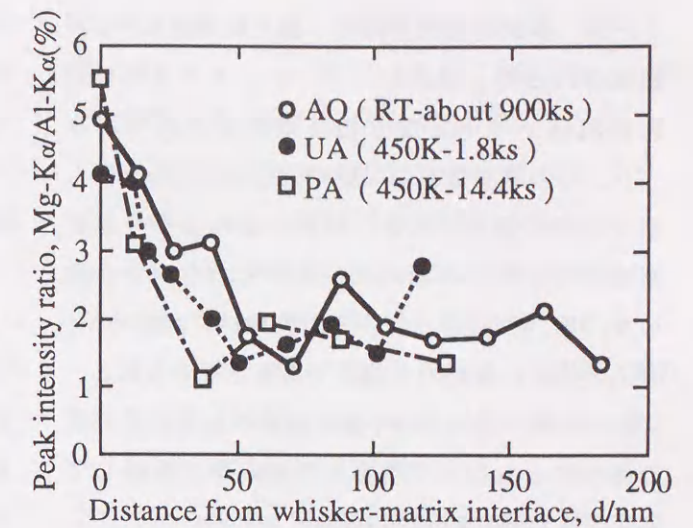


Fig.4-17 Magnesium concentration profiles normal to Al-SiC interfaces, expressed as the ratio of the Mg-K α to the Al-K α integrated peak intensities.

供試材⁽⁷⁾の場合、熱応力に起因する転位の存在する限界である弾塑性境界は、界面から150nm程度の位置、また圧縮残留応力場の幅を規定する引張圧縮の応力境界は、200nm程度の位置に存在することになり、偏析領域に比べてはるかに大きいことになる。

この様に2)~4)の機構を考えた場合、偏析領域の幅や溶質原子濃度の分布は、本研究で測定された偏析の傾向を説明するものではない。その上、これらの偏析は全て平衡偏析であり、一旦平衡状態に達した後は、界面などへの析出を考えなければ時効処理時間に拘らず一定となるはずである。したがって、いずれの機構もこの場合は支配的ではないと結論される。

最後に、5)の非平衡偏析は、空孔と溶質原子の結合エネルギーが正で分配係数が1以下である場合、溶質原子が空孔と対をなして移動し、空孔が完全消滅サイトで消滅するために生じる⁽³⁴⁾。また、これは非平衡偏析であるため、時間の経過とともに徐々に解消される事、および偏析領域が100~500nmの広い範囲に及び、緩やかな濃度勾配を持つ事等が知られている⁽³¹⁾⁽³⁵⁾。

一方、供試材の場合にも、強化材周囲にPFZが観察される等、強化材-マトリックス界面が空孔の消滅サイトとなり得る事が示されており⁽⁴⁾、その濃度分布の勾配や、最大で100nmにも達する偏析領域の広さ、時効の進行に伴う偏析領域の減少などの傾向は、本研究のもとと合致している。したがって、5)が供試材におけるMg原子の偏析の支配的な機構であると考えられる。

以上で述べた2)~5)の偏析機構の効果が熱処理の進行にともなって消長する傾向を、整理して模式的にTable 4-4に示した。

ところで今回、Siを主成分とする強化材からのかぶりのために、Siの濃度分布は分析できなかった。このSiと空孔の結合エネルギーは、電気抵抗測定による急冷実験によって、 $6.8 \pm 1.0 \text{ kJ/mol}$ と報告されている⁽³⁶⁾。これは、Mg-Vの結合エネルギーである $3.9 \pm 1.0 \text{ kJ/mol}$ よりも大きい⁽³⁶⁾ため、Siの方がMgよりも空孔と結合し易い事になる。また、MgやSiは単独で空孔と結合するのではなく、 $\text{Mg}_1\text{-Si}_m\text{-V}_n$ の形で移動するという報告もある⁽³⁷⁾。したがってSiに関しても、時効初期には充分な量の空孔との対が存在すると考えられる。一方、その移動についても、Si-Vペアの移動エネルギーは、Mg-Vペアの 73 kJ/mol ⁽³⁸⁾とほぼ等しい 79 kJ/mol であると報告されており⁽³⁹⁾、Siの移動の容易さは、Mgとほぼ同様

と考えて良い。したがって、Siについても上述のMgと同じ機構による偏析は、十分に起こり得るものと予測される。

3. 3. 3. PFZの形成が力学的性質に及ぼす影響の検討

ウイスキー近傍のPFZや界面上の粗大な析出物は、特に最高時効以降の供試材の破壊挙動に大きな影響を及ぼすものと考えられる。すなわち、最高時効以降では、ウイスキー周囲のPFZの存在によって、マトリックスがウイスキーを取り囲む薄い軟質相とその周囲の時効硬化相の二層構造となることで、ウイスキー端部における応力集中が緩和されて静水圧応力は分散、低下するものと考えられる。また、ウイスキーに付着した粗大な析出物がウイスキーの弾性変形に伴って早期に割れてき裂を生じる効果⁽⁴⁰⁾や、変形に伴うせん断歪が低強度、高延性のPFZ部分に集中し、PFZ内の変形が付着物によって拘束されてこの部分に応力集中する効果⁽⁴¹⁾により、ウイスキーが破断する応力レベルは、亜時効状態などの析出物の付着の無い場合と比較して大きく低下しているものと考えられる。したがって、最高時効およびそれ以降では、ウイスキーの破断応力レベルが低下するとともに、ウイスキー端部におけるボイドの生成応力が上昇するとい

う二重の効果が存在することになる。このため、ウイスキー端部でボイドが発生する以前の低い応力レベルでウイスキーが破断し、ウイスキーの破断と同時に、そのウイスキーが負荷応力の一部を分担したり、マトリックスの塑性変形を拘束していた効果が消滅ないしは減少する。これと同時に、隣接するウイスキーに応力集中してその破断を誘発し、低荷重段階から一気に不安定高速破壊に至るものと考えられる。

4. 結言

1) 時効処理の進行とともに、破壊様式が亜時効状態の安定き裂成長をともなった延性的なものから最高時効および過時効状態の低応力脆性型の破壊へと劇的に変化し、破壊じん性値は最高時効で最低となる。

2) 亜時効状態ではウイスキー端部の応力集中部でボイドが発生するのに対し、最高時効以降ではウイスキーが破断してボイドの核となる傾向が認められる。

3) 供試したMMCのき裂進展機構は、主き裂先端前方でウイスキーの破断や界面の剥離によってマイクロクラックが発生し、主き裂が大きく偏向してマイクロクラックを吸収しながら進展するというものである。

4) 最高時効以降の供試材では、時効処理の進行に伴ってウイスキーの周囲に幅40~60nmのPFZが形成されたこと、およびこれに伴ってウイスキーの表面に粗大な析出物が形成されたことにより、ウイスキー端部におけるボイドの形成が抑制され、ウイスキーの破断が促進されたものと考えられる。

5) PFZ層が存在する強化材近傍の領域ではMg原子の顕著な偏析が認められた。これはVacancy-drag機構による非平衡偏析と結論された。

文献

- (1) 藤田米章: 鉄と鋼, 75(1989), 102.
- (2) C.M.Friend: Mater. Sci. Tech., 5(1989), 1.
- (3) J.J.Lewandowski, C.Liu and H.J.Hunt Jr.: Processing and Properties for Powder Metallurgy Composites, Ed. by P.Kumar and A. Ritter, The Metallurgical Society., (1988), 117.
- (4) D.S.Liu, M.Manoharan and J.J.Lewandowski: Scripta Metall., 23(1989), 253.
- (5) M.Manoharan and J.J.Lewandowski: Int. J. Fract., 240(1989), 31.
- (6) J.J.Lewandowski and C.Liu: Mater. Sci. Engng., A107(1989) 241.
- (7) P.L.Ratnaparkhi and H.J.Rack: Scripta Metall., 23(1989), 2143.
- (8) M.Manoharan and J.J.Lewandowski: Scripta Metall., 23(1989), 301.
- (9) M.Manoharan and J.J.Lewandowski: Mater. Sci. Engng., A150(1992), 179.
- (10) ASTM-E399-83, Annual Book of ASTM Standards, 03.01, (1987), 680.
- (11) T.G.Nieh and D.J.Chellman: Scripta Metall., 18(1984), 925.
- (12) 日本材料学会X線材料強度部門委員会, 材料, 31(1982), 244.
- (13) G.W.Lorimer, G.Cliff and J.N.Clark: Developments in Electron Microscopy and Analysis, Ed. by J.A.Venables, Academic Press, (1975), 153.
- (14) J.I.Goldstein: Introduction to Analytical Electron Microscopy, Ed. by J.J.Hren, J.I.Goldstein and D.C.Joy, Plenum Press, New York, USA, (1979), 94.
- (15) 日比野倫夫: 先端材料評価のための電子顕微鏡技法, 日本電子顕微鏡学会関東支部, 朝倉

Table 4-4 Variations in the extent of various equilibrium and non-equilibrium segregation with heat treatment in the SiCw/6061 composite.

| | Solution treatment | As-quenched | Underaging | Peakaging | Overaging |
|--|--------------------|-------------|------------|-----------|-----------|
| Equilibrium segregation (Al-SiC interface, GB) | Low | High | High | High | High |
| Equilibrium segregation (punched-out dislocation) | Low | High | High | High | High |
| Equilibrium segregation (Residual stress field) | Low | High | High | High | High |
| Non-equilibrium segregation (Al-SiC interface, GB) | High | Low | Low | Low | Low |

- 書店, (1991), 47.
- (16)坂東義雄: 先端材料評価のための電子顕微鏡技法, 日本電子顕微鏡学会関東支部, 朝倉書店, (1991), 57.
- (17)T.Christman, A.Needleman and S.Suresh: *Acta Metall.*, 37(1989), 3029.
- (18)N.Shi, B.Wilner and R.J.Arsenault: *Acta Metall.*, 40(1992), 2841.
- (19)F.J.Humphreys: *Mechanical and Physical Behaviour of Metallic and Ceramic Composites*, Ed. by S.I.Andersen, H.Lilholt and O.B.Pedersen, Riso, Denmark, (1988), 51.
- (20)C.R.Crowe, R.A.Gray and D.F.Hasson: 5th. Int. Conf. on Comp. Mat. ICCM-V, (1985), 843.
- (21)小林俊郎: 軽金属, 32(1982), 539.
- (22)D.M.Jian, B.D.Hong, T.C.Lei, D.A.Downham and G.W.Lorimer: *Mater. Sci. Tech.*, 7(1991), 1010.
- (23)坂巻清司, 吉田憲一, 高木均, 吉田昌史: 日本機械学会論文集 (A編), 55(1989), 1063.
- (24)G.Clarke and J.F.Knott: *Met. Sci.*, 11(1977), 531.
- (25)萩原芳彦, Doulet Shohret, 渋谷知足, 星野利章: 日本機械学会論文集 (A編), 57(1991), 64.
- (26)S.R.Nutt and A.Needleman: *Scripta Metall.*, 21(1987), 705.
- (27)F.A.McClintock and G.R.Irwin: *Fracture Toughness Testing and its Application*, ASTM-STP381, ASTM, Philadelphia, (1965), 84.
- (28)N.Levy, P.V.Marcial, W.J.Ostengren and J.R.Rice: *Int. J. Fract.*, 7(1971), 143.
- (29)石動正和, 上谷保裕, 松田健二, 多々静夫, 池野進: 第83回秋期大会講演概要, 軽金属学会, (1992), 36.
- (30)N.Shi, B.Wilner and R.J.Arsenault: *Acta Met.*, 40(1992), 2841.
- (31)D.F.Stein, W.C.Johnson and C.L.White: *Grain Boundary Structural Properties*, Ed. by G.A.Chadurck and B.A.Smith, Academic Press, (1976), 301.
- (32)I.Dutta, D.L.Bourell and D.Latimer: *J. Compos. Mater.* 22(1988), 829.
- (33)D.C.Dunand and A.Mortensen: *Acta Met.*, 39(1991), 127.
- (34)D.R.Harries and A.D.Marwick: *Phil. Trans. R. Soc. Lond. A*, 295(1980), 197.
- (35)G.M.Scamans, N.J.H.Holroyd, and C.D.S.Tuck: *Corrosion Sci.*, 27(1987), 329.
- (36)M.Koike, K.Furukawa, J.Takamura, H.Hira, N.Yamamoto and F.Nakamura: *Yamada Conf. V, Point Defects and Defect Interactions in Metals*, Ed. by J.Takamura et al., Univ. of Tokyo Press, (1982), 457.
- (37)E.Korngiebel, H.Loffler and W.Oettel: *Phys. Stat. Sol. (a)*, 30(1975), 125.
- (38)H.Elsayed and I.Kovacs: *Phys. Stat. Sol. (a)*, 24(1974), 123.
- (39)H.Borchers and M.Kainz: *Metall.*, 18(1964), 1045.
- (40)S.Ochiai, T.Arai, K.Tokinori, K.Osamura, M.Nakatani and K.Yamatsuta: *J. Mater. Sci.*, 27(1992), 4667.
- (41)手塚英志, 今井義一, 近藤雅之, 香山晃: 鉄と鋼, 75(1989), 1470.

第V章

復元再時効処理によるマトリックス・マイクロ組織の制御

1. 緒言

序論でも触れたように、MMCマトリックスのマイクロ組織に関しては、その様々な特徴や重要性がようやく認識され始めたという感がある。このため、依然として非強化の合金の力学的特性がMMC中でもそのまま温存されるという乱暴な仮定が、意識的または無意識の内に置かれる場合が多い。これは、非強化の合金に対する熱処理が、往々にしてMMCにもそのまま流用されることに端的に表れている。このような手法が妥当性を欠くことは、第III章の最初に示した両者の時効硬化曲線の顕著な相違からだけでも明らかである。本論文の志向するものは、このような非工学的な手法から脱却し、MMCの力学的性質を精密に制御できる洗練された手法を確立することにある。

ところで、本論文でこれまでに得られた実験結果および考察から、MMCマトリックスのマイクロ組織には、高密度の転位や強化材-マトリックス界面の存在など、非強化の合金にはない様々な特徴があり、それらがMMCの力学的性質に顕著な影響を及ぼす場合があることが明らかになった。このため、例えば溶質原子の拡散は、界面や転位が高速拡散経路となることで促進され、同時にこれらが時効析出サイトとなることで、一部の析出相の形成は大きく加速される。また、マトリックスの高転位密度はMMCの強化にも大きく貢献している。一方、時効硬化の進行に伴って強化材近傍にPFZや粗大な析出物が形成され、逆にMMCの力学的性質が大きく損なわれる現象も認められた。

この他のMMCマトリックスの特徴としては、

析出物のサイズ⁽¹⁾や形態⁽¹⁾が合金単体の場合とは異なるとか、マトリックスと強化材の過剰な反応により、MMCマトリックスの時効硬化能が喪失する場合がある⁽²⁾などの報告がある。

このように、MMCマトリックス特有のマイクロ組織がその力学的性質に好ましからざる影響を及ぼすいくつかの例が明らかになってきたが、逆の考え方をすれば、今まで未知な部分の多かったMMCマトリックスの特徴を詳細に把握してその賢明な利用法を模索すれば、非強化の合金の熱処理とは全く異なる視点から、新しいマイクロ組織制御法を開発することも不可能ではないと考えられる。

第V章では、前章の観察、分析結果から明らかとなった溶質原子の強化材近傍への偏析を利用し、MMC用のものとしては、恐らくこれまでに例がない専用の熱処理法を提案する。そして、実際にこれを供試したMMCに適用した場合の力学的性質の改善効果を実験的に検証するとともに、その物性改善の機構についても議論する。

本章で提案する熱処理法は、マトリックス部分の時効析出の進捗や析出物の分布様相を制御することでMMCの力学的性質を制御しようとするものであり、第II章で示した強化効率改善のための強化材のサイズや形状、材質等の制御法に次いで、本論文で明らかにする二番目のマイクロ組織制御法となる。

2. 実験方法

2.1. 供試材および試験片

第V章で用いた製造ロットの供試材は、強化材の体積率が22.0%であり、予備実験によって引

Table 5-1 Chemical compositions of the matrix alloy used in this chapter. (mass%)

| Si* | Mg* | Cu | Fe | Mn | Zn | Ni | Ti | Cr | Sn |
|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| 0.80 | 1.07 | 0.23 | 0.26 | 0.07 | 0.07 | 0.03 | 0.00 | 0.07 | 0.00 |

*Mg₂Si = 1.69%, excess Si = 0.18%

張強度が最高時効状態で524MPa、降伏応力が同じく324MPa、破断伸びが約3.95%であることを確認している。

Table 5-1は、第V章の実験で使用したロットのMMCのマトリックス合金の成分分析結果である。これは6061アルミニウム合金のJIS規格を満足しており、Al-Mg₂Si擬二元系の時効析出という観点で見ると、Mg₂Si量が1.69mass%、過剰Si濃度が0.18mass%となる。

供試材インゴットは、833Kで43.2ksの均質化処理後、冷却速度約250K/hで炉冷した。熱処理は、荒加工後の試料に803Kで7.2ksの溶体化処理を施した後、水冷し、その後初期時効および再時効処理は熱風循環炉中で、また復元処理は塩浴中でそれぞれ行った。

2.2. 試験方法

本研究では、示差走査熱量測定(DSC)によって熱処理過程を解析した。ここで用いた試料は、約3.5mm角で厚さ約1mmであり、室温時効の影響を排除するため、溶体化処理などの熱処理後、可及的速やかに分析に供した。なお、試料の加熱は純アルゴン雰囲気で行い、特に断わりの無い限り昇温速度は0.15K/sである。

その他、TEMによるマイクロ組織観察、FE-SEMによるウイスキー表面の観察、引張試験、硬さ試験、X線回折法による残留応力測定などの試験片形状、試験機、試験方法に関しては、第IV章と同様である。

3. 母相のマイクロ組織制御法(復元再時効処理)の提案

Fig.5-1は、Al-Mg₂Siの擬二元系平衡状態図にGP(II)ゾーンおよび中間相β'のソルバス(Solvus)温度曲線を重ねて示したものである⁽³⁾。この状態図では、両相のソルバス温度曲線が横軸に示すMg₂Si濃度に対してかなりの傾きを持っている事がわかる。したがって、前章で明らかとなったウイスキー近傍への溶質原子の顕著な非平衡偏析を考慮すれば、GPゾーンや中間相β'のソルバス温度は、強化材から離れるにしたがって低下するという局所的な勾配を持っていることになる。

そこで、供試材に時効処理を施してある程度の析出物を形成させてから、時効温度以上、例えば、Fig.5-1のT_Aに昇温した場合、Mg₂Si濃度がC_A以下の領域、すなわち強化材から遠い領域では、T_Aがその領域内でGP(II)ゾーンのソルバス

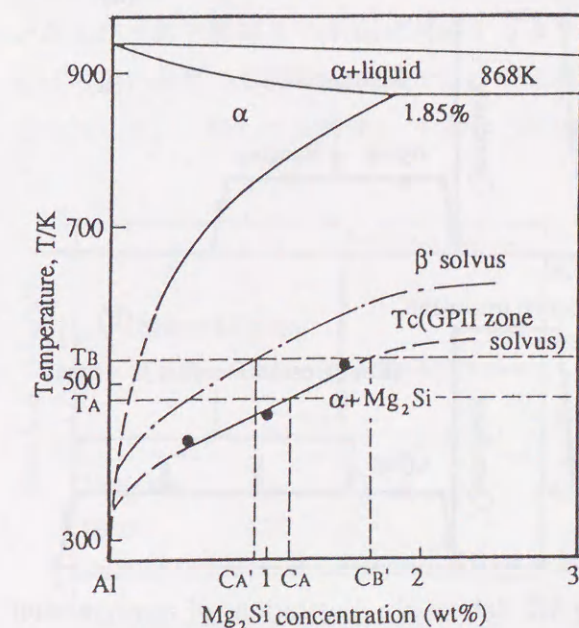


Fig.5-1 Pseudo-binary phase diagram for Al-Mg-Si alloy, including β' and GP(II) zone solvus temperature curves.

温度を越えるため、一旦生成したGP(II)ゾーンが再固溶する。逆に、強化材近傍で濃度が C_A 以上の領域では、 T_A がソルバス温度以下となってそのまま時効析出が進行する。また、析出物が再固溶する領域の広さは、偏析領域の幅と偏析の度合い、すなわち溶体化処理や初期時効の条件および T_A を変化させる事で制御可能である。

次に、同様に予備時効処理後、Fig.5-1の T_A よりもさらに高い温度、例えば図中の T_B に昇温した場合、 Mg_2Si 濃度が C_A 以下の領域では、GP(I)ゾーンおよび中間相 β' の両相が再固溶し、濃度が C_A 以上 C_B 以下の領域ではGP(II)ゾーンのみが再固溶し、残りの濃度 C_B 以上の領域では単純に過時効化が進行する事になる。また実際には、この様な一部領域の析出物の再固溶を行う処理(以下、復元処理と表記。)を施した後、Fig.5-2(a)⁽⁴⁾に示すように、再時効処理を追加して強度等を調整するという、7000系合金のT77処理⁽⁶⁾ -⁽¹⁰⁾のようなプロセスも有効と予測される。

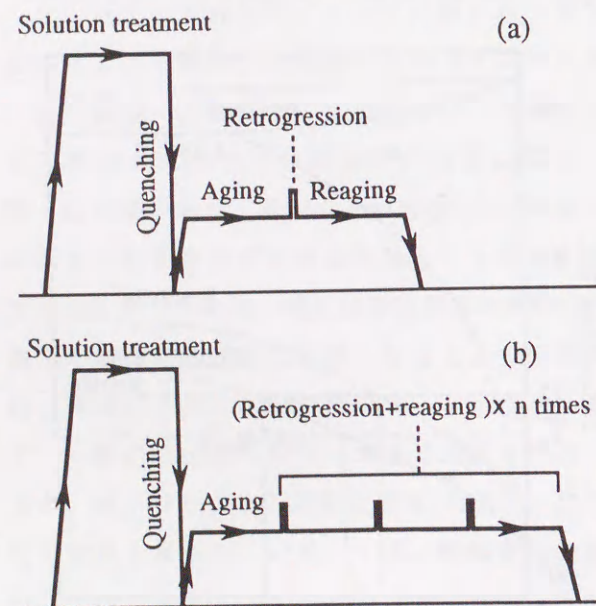


Fig.5-2 Schematic illustrations of retrogression and reaging treatment proposed in this study. (a) is a basic process and (b) a multiple repetition of retrogression and reaging.

以上、強化材からの距離によってマトリックス部分を二相ないしは三相に分割し、それぞれの析出様相を制御する手法を提案した。この様にMMCマトリックスのマイクロ組織を積極的に制御しようとする試みは、過去に報告された例がない。ただし、球状黒鉛鋳鉄や黒鉛鋼では、黒鉛周囲の環状第二相をフェライトなどの軟質相(i.e.ソフトアイ)としたり、マルテンサイトなどの硬質相(i.e.ハードアイ)とする事で、強度や延性、じん性を改善しようとする試みが報告されている⁽⁵⁾⁽⁶⁾。この場合、硬質相の面積率が同じであれば、ソフトアイよりもハードアイの方が強度に対して有効であり⁽⁵⁾、また、全面ベイナイトとする事で、黒鉛の周囲に10%だけフェライトが残存する場合と比べて、引張強度で37%、0.2%耐力で60%以上もの改善効果が得られるという報告がある⁽⁶⁾。さらに、ハードアイの硬質相としては、ソルバイトよりも、さらに硬いマルテンサイトが強度向上に有効であるとされている⁽⁵⁾。

一方、供試材の場合は、時効状態の違いによって強化材の破断によってポイドが発生する場合と、強化材端部でポイドが発生、成長、合体する場合の二つの破壊機構が存在することが第四章の実験で明らかとなっている。また、ポイドの発生サイトである強化材近傍には、第四章のTEM観察で明らかとなったように軟質のPFZ層が存在し、この部分のマイクロ組織が供試材の破壊様式を左右している。したがって、強化材周囲のPFZを緩和してこの領域を強化すれば、強化材端部でのポイドの発生、成長を抑制しながらウィスカーのIn-situ破断強度を向上させることができ、供試材の力学的特性の改善につながるものと期待できる。

以上のような考察に基づいて、本研究ではFig.5-2(a)に示すような初期時効後、復元、再時効す

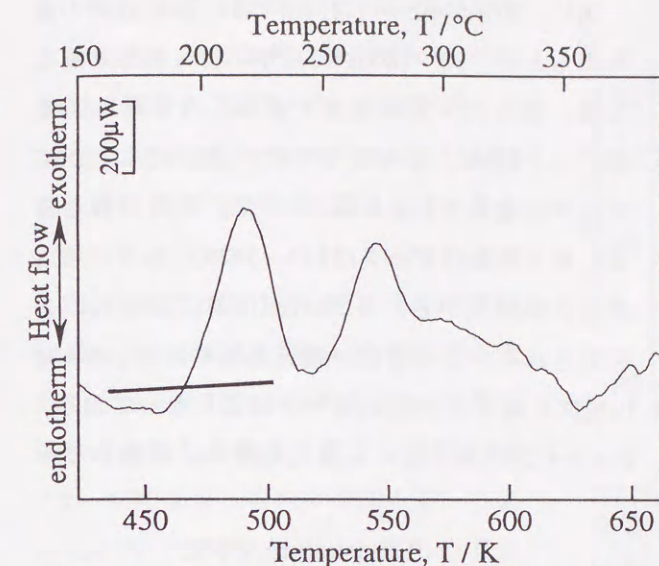


Fig.5-3 Typical DSC curve of the solutionized and quenched SiCw/6061 composite. Heating rate is 0.15K/s.

るとい処理をMMCに施す事によって強化材近傍のマトリックスを強化し、供試材の力学的特性が有効に制御できるかどうかを検討する。また、今回の実験では、簡単のためGP(II)ゾーンのみを局部的に再固溶させるように復元処理条件を設定した。

4. 復元再時効処理の解析

4. 1. DSCによる復元再時効処理のIn-situ分析

まず最初に、Fig.5-2(a)の熱処理をDSCで解析し、この処理で意図したような析出物の部分的な復元が可能かどうかを検証する。

Fig.5-3は、第五章の供試材を溶体化処理後水冷し、直ちに0.15K/sで昇温しながら測定した時の典型的なDSCカーブである。供試材は、第三章で使用したものとは製造ロットが異なるため、化学成分が若干異なっているが、DSCカーブの形状に関しては第三章のFig.3-3とほぼ同様である。

本節の実験では、とりあえず第三章でGP(II)

ゾーンの形成がほぼ終了している事をDSCによる実験で確認した450K-7.2ksを初期時効の条件として採用した。また、復元処理温度に関しては、成分分析で確認した Mg_2Si 量:1.69mass%を参考に、マトリックス中で Mg_2Si 量:1.5mass%の等高線が、GP(II)ゾーンが再固溶するか、それともそのまま過時効化するかの境界となるように設定し、Fig.5-1から493Kに決定した。

分析の手順は、まず溶体化処理後、水冷した試料を直ちに0.33K/sで初期時効温度まで急速昇温して7.2ks保持した後、再び0.33K/sで復元処理温度まで急速昇温して保持した。Fig.5-4は、この時の試料からの発熱、吸熱を示したものである。

初期時効中は、時効温度に到達してから約5.4ksの潜伏期間の後、試料からの発熱(A)が測定されている。この発熱は、第三章で示した供試材の時効析出過程のDSCによる解析結果から、GP(II)ゾーンの形成に対応するものと判断される。この後、急速昇温ともなっており残りのGP(II)ゾーンおよび一部中間相 β' の析出に対応すると考えられる鋭い発熱のピークが現れた後、復元温度に近づくと、一転して吸熱(B)、すなわち析出相

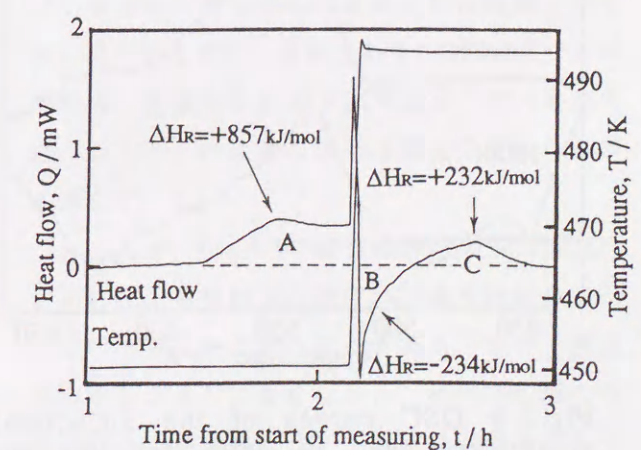


Fig.5-4 DSC curve of the RRA process for the SiCw/6061 composite, measured in-situ in the DSC.

の再固溶が起こっている。さらに、この吸熱が終了した直後に、再び発熱(C)が観測されている。

Fig.5-4には、AからCの各ピークの面積から計算した反応のエンタルピーを合わせて示している。このエンタルピーは、形成または再固溶した析出物の量にほぼ比例するものと考えられるので、復元処理温度への昇温後、450Kで形成した量の約27%に相当する量のGP(II)ゾーンが再固溶し、その直後に再固溶量にほぼ匹敵する量の析出物が析出している事になる。このような復元直後の析出は、過飽和度の回復によって析出の

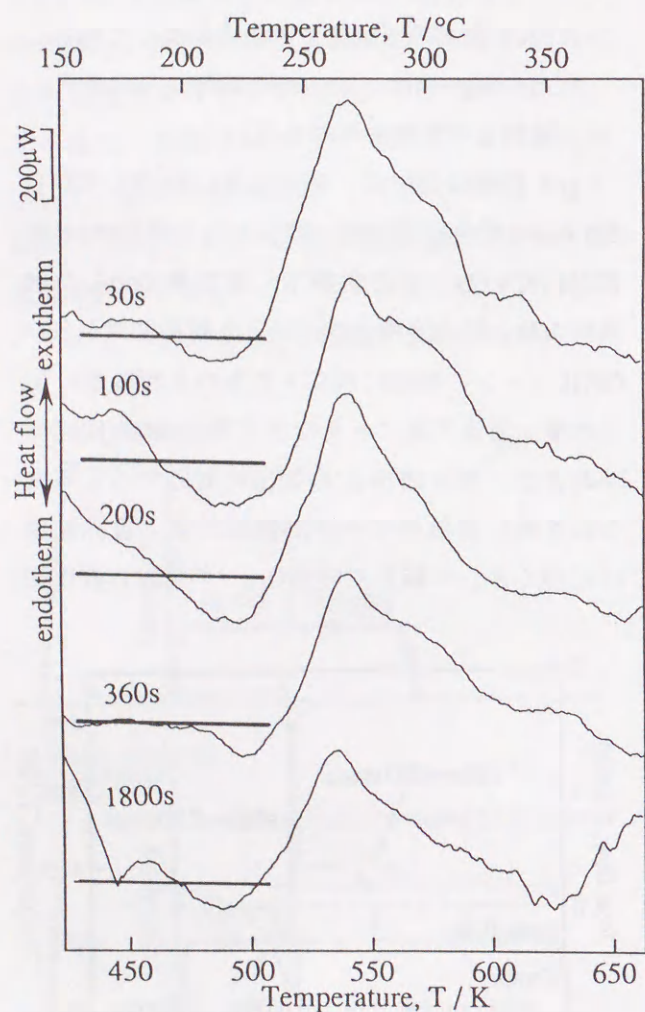


Fig.5-5 DSC curves of the SiCw/6061 composite, aged at 450K for 9ks and retrogressed at 493K for specified times at 450K. Heating rate is 0.15K/s.

駆動力が高まった事によるものと考えられる。

次に、Fig.5-4と同じ初期時効と復元処理の条件のもとで、30~1800sの5水準の復元処理を施した後、直ちに一定の速度で昇温しながらDSCを測定した時の、復元処理時間の違いによるDSCカーブの変化をFig.5-5に示した。図中の各曲線にある発熱のピークは537~542Kにあり、第三章の実験結果から、 β' の析出に対応するものと判断される。この場合、復元処理時間が200~360s程度を越えると β' のピークは低くなっており、Fig.5-4で493Kにおける復元処理中に吸熱のピー

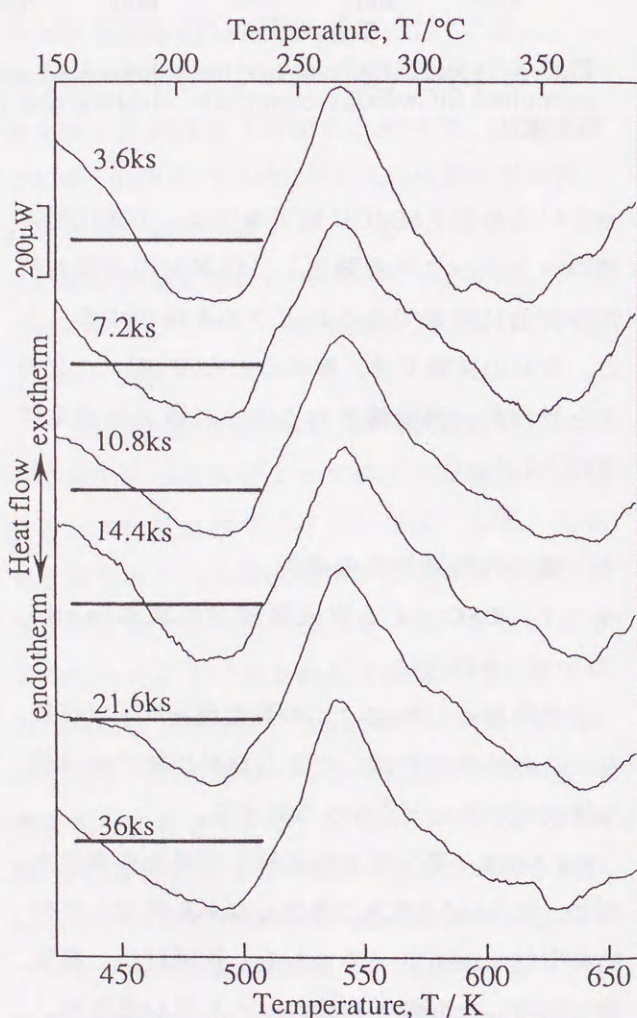


Fig.5-6 DSC curves of the SiCw/6061 composite, aged at 450K for 9ks, retrogressed at 493K for 120s and followed by reaged at 450K for specified times. Heating rate is 0.15K/s.

クに引き続いて観察された発熱Cは、 β' の析出に対応するものである事がわかる。また、Fig.5-5ではGP(II)ゾーンの発熱は観察されておらず、当初意図したように、GP(II)ゾーンの形成は、Fig.5-3の予備時効中の発熱Aで完了していることになる。

Fig.5-6は、Fig.5-4と同じ条件の予備時効処理後、493Kで2minの復元処理を施し、さらに450Kで3.6ks~36ksの再時効処理を施した直後に測定した時のDSCカーブであり、再時効時間の違いによるDSCカーブの変化を示したものである。再時効処理中には、GP(II)ゾーンの形成は確認されず、専ら中間相 β' の析出が進行することがわかる。

以上のような実験と考察から、Fig.5-2(a)の処理を適当な条件のもとで供試材に施せば、当初意図したように、初期時効中に形成したGP(II)ゾーンの一部を復元処理によって再固溶できる事が確認された。

4. 2. 硬さ試験による熱処理条件の検討

Fig.5-7は、初期時効の条件を先程と同じ450K、7.2ksとし、493Kにおける復元処理中の硬さの変化を示したものである。図中には、これに初期時効と同じ条件の時効処理を追加した時の復元処理時間の違いによる硬さの変化も重ね合わせて示した。

復元処理開始後、供試材の硬さは緩やかに減少して120sで極小となり、その後、再び上昇に転じてすぐに180~240sで二次ピークとなり、以後、単調に減少している。これをFig.5-4と比較する事により、復元処理開始後120sまで観察される硬さの減少は、GP(II)ゾーンの再固溶に対応するものと考えられる。また、それ以降、180~240sま

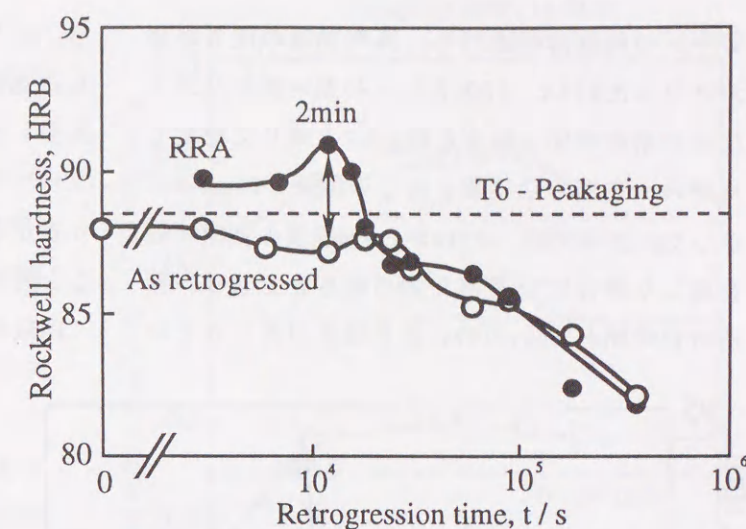


Fig.5-7 Variations of Rockwell hardness as a function of retrogression time at 493K after aging at 450K for 7.2ks. (RRA: above-mentioned treatment plus reaging treatment at 450K for 7.2ks.)

で観察される硬さの上昇は、過飽和度の回復による β' の析出に対応し、その後は、この β' の粗大化に伴う過時効化によって硬さが減少してゆくものと考えられる。

次に、再時効後の硬さに関しては、硬さが極小となった復元処理時間120sのものに再時効処理を施した場合に最も高い硬さが得られている。この後、硬さが二次ピークをとった180~240sまで復元処理を続けた場合、再時効後の硬さは大きく低下している。これは、局所的なGP(II)ゾーンの再固溶が最も進んだ状態から再時効を施す事が硬さの上昇には有効であり、GP(II)ゾーンが再固溶した部分で β' が析出するまで復元処理を続けると、この改善の効果は急速に失われる事を示している。

ところで、Fig.5-7で復元処理時間が180s以内であれば、再時効後の硬さがT6最高時効を上回っている事は注目すべき点である。また、復元処理時間がさらに長くなると、再時効処理の有無で硬さに差がなくなり、単調に過時効化してゆく事がわかる。

次に、復元処理の条件を、Fig.5-7で最もGP(II)

ゾーンの再固溶が進行し、再時効後の硬さが最大となった493K、120sとし、初期時効時間および再時効の時間、温度をFig.5-7と同じに設定した時の、初期時効時間と硬さの関係をFig.5-8に示した。ここでは、0.9ksから9ks程度の初期時効を施した場合にT6最高時効の硬さを上回り、初期時効時間が5.4ksの時に最高硬さが得られてい

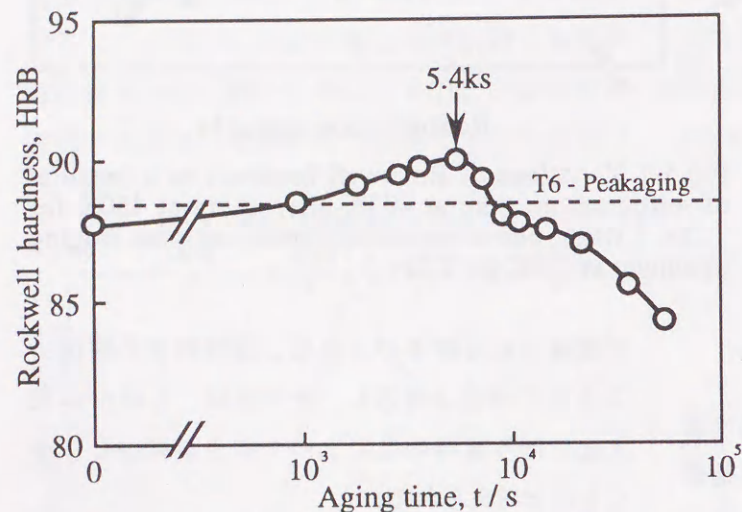


Fig.5-8 Variation of Rockwell hardness as a function of preaging time at 450K in the SiCw/6061 composite, followed by retrogression at 493K for 120s and reaged at 450K for 7.2ks.

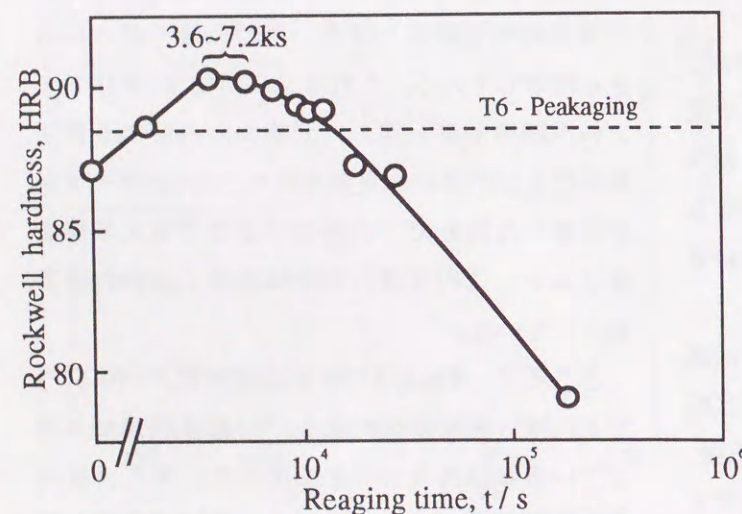


Fig.5-9 Variation of Rockwell hardness as a function of reaging time at 450K in the SiCw/6061 composite, measured after preaging at 450K for 7.2ks and following retrogression at 493K for 120s.

る。そしてこの後、硬さは時効処理の進行とともに急速に低下している。これは、時効時間が長引くとGP(II)ゾーンが臨界サイズ以上となり、ソルバス温度以上に昇温しても復元せずに、より安定な中間相β'へと変態してしまうためであると考えられる⁽⁷⁾。

同様に、Fig.5-9は、初期時効の条件を450K、7.2ksとし、復元処理の条件をFig.5-8と同様に493K、120sに固定して、450Kにおける再時効中の硬さの変化を調べた結果である。この場合、再時効の硬化曲線は、初期時効のそれと同様に明瞭なピークを持ち、硬さの上昇および下降は初期時効の硬化曲線よりもかなり顕著である。したがって、再時効時間の選択には、初期時効の場合よりも注意が必要である事になる。また、再時効時間が1.8ksから12.6ksの範囲でT6最高時効の硬さレベルを上回り、再時効時間が3.6ksから7.2ks程度の場合に最高硬さが得られている。

4. 3. 本研究で提案する熱処理とT77処理のメカニズムの相違について

ところで、Fig.5-2(a)と同様なプロセスを持つ熱処理には、7000系合金を対象とした熱処理として実用段階に入りつつあるT77処理がある⁽⁸⁾⁻⁽¹⁰⁾。これは、粒界と粒内の時効析出の進捗の差をT6以上に顕著なものにする事で、T6と同等の強度を維持しながらSCC特性を改善する事を目的としている。ただし、この場合は、アルミニウム合金の粒界優先析出傾向を利用して、この熱処理を適用するためには、主と

して硬化に寄与する析出物が7000系合金のように復元可能で粒内に存在し、粒界には復元不能な析出物が存在する事が必要となる。一方、本研究で提案する熱処理では、強化材近傍の溶質原子濃度の勾配を利用しているため、析出物も復元可能なものが一相だけあればよい事になる。

また、Fig.5-8およびFig.5-9では、復元再時効処理後に最高硬さを与える初期時効および再時効の条件が、T6最高時効の14.4ksに対して1/2~1/4程度の亜時効状態に相当する事が明らかになった。これは、7000系アルミニウム合金のT77処理の場合、初期時効および再時効は、T6の最高時効に相当する条件が力学的特性に対して有効であり⁽¹⁰⁾、特に7475合金では、初期時効で過時効としても高い硬さが得られるのとは対照的である⁽¹¹⁾。

この理由としては、7000系合金では最高時効のマイクロ組織が復元可能な粒子によって構成され、復元処理によって粒内の析出物がほとんど再固溶するのに対し、供試材の6061合金マトリックスでは、最高時効以前から析出を開始する中間相β'が493K程度の復元温度では再固溶しない事が考えられる。

4. 4. 強度試験による復元再時効処理の有効性の検討

Fig.5-10は、Fig.5-9と同様の初期時効処理および復元処理条件のもとで、450Kで行った再時効処理中の引張強度、降伏応力、伸びの変化を示したものである。この場合、復元再時効処理によって最高強度が得られる450K-3.6ksの再時効をかけた場合、T6最高時効に対して引張強度で6.1%、降伏応力で8.3%の改善が認められ、伸びは、ほぼ同等となっている。また、例えば再時効時間1.8ksの場合、引張強度および降伏応力はT6最

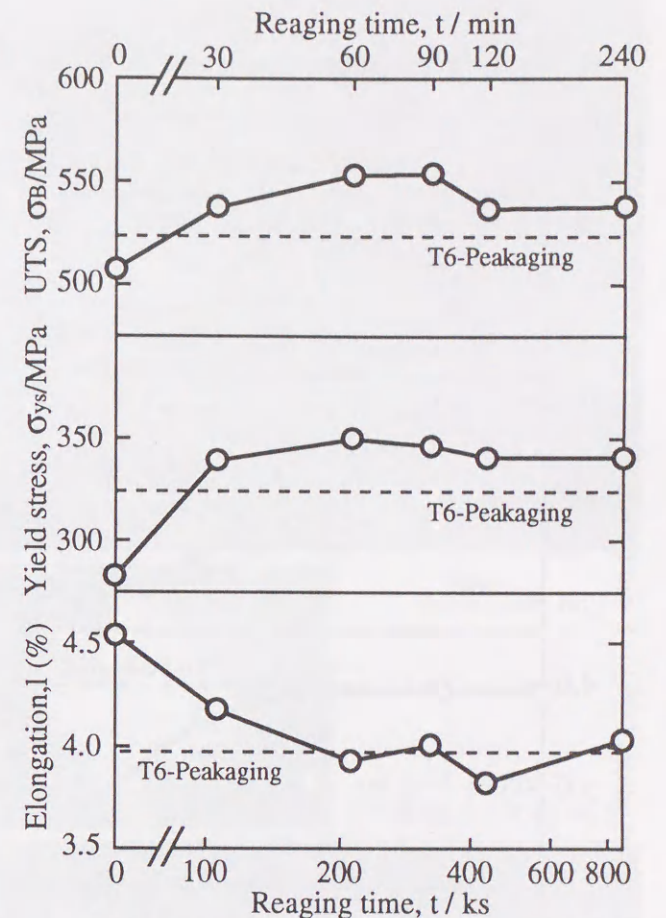


Fig.5-10 Variations in tensile strength, 0.2% proof stress and elongation during reaging treatment at 450K in the 6061/SiCw composite. Measurement was done after preaging at 450K for 7.2ks and following retrogression at 493K for 120s.

高時効を上回り、同時に伸びが5%程度向上している事がわかる。この時の伸びの改善は必ずしも顕著ではないが、さらに熱処理条件を最適化する事により、強度だけではなく強度と伸び、じん性等をバランス良く、有効に改善できる可能性がある事を示している。

さらに、初期時効および再時効の条件を450K、7.2ksに固定し、復元処理の温度を変化させて強度特性を調べた結果がFig.5-11である。この場合も復元処理時間は120sとした。ここでは、復元温度が505K以下の場合に引張強度が、また同じく520K以下の場合に降伏応力がT6最高時効のレベルを上回っている。ちなみに、GP(II)ゾーンのソル

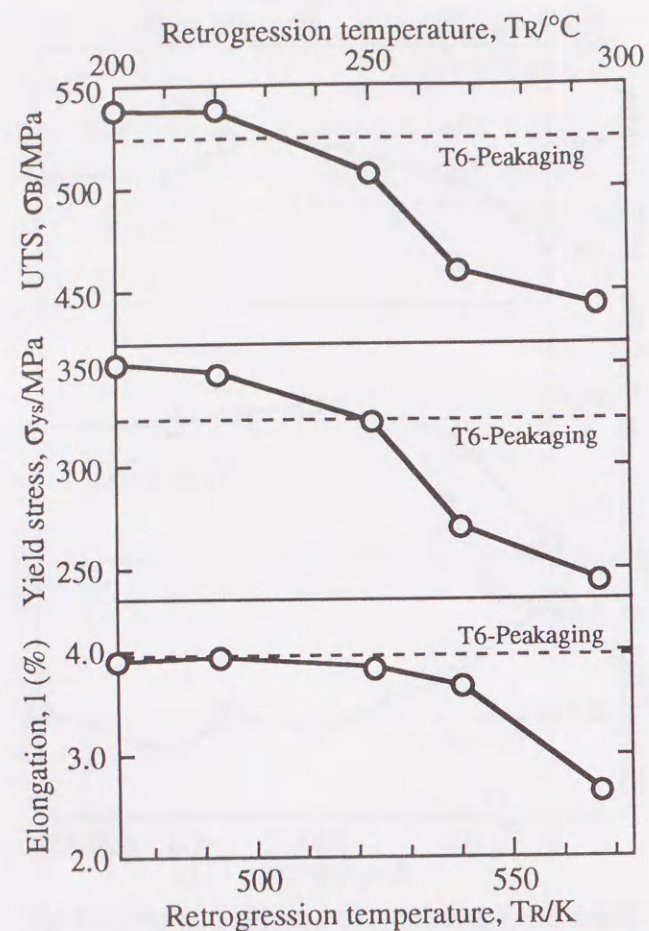


Fig.5-11 Variations in tensile strength, 0.2% proof stress and elongation as a function of retrogression temperature in the 6061/SiCw composite. Both aging conditions are 450K and 7.2ks.

バス温度曲線上で505Kと520Kに相当する Mg_2Si 濃度は、それぞれ1.55mass%および1.70mass%である。これは、Table 5-1に示した供試材の平均 Mg_2Si 濃度である1.69mass%とほぼ同じか、または若干低い。したがって、第IV章のFig.4-18に示した溶質原子濃度の分布から、T6亜時効の場合の数十nm程度の偏析領域、すなわちほぼPFZに相当する領域の析出物のみを過時効化させ、残る領域の析出物を再固溶させるような復元処理条件下で、有効な強度特性の改善が得られていることになる。

Fig.5-12は、強度の改善が認められた450K、7.2ksの初期時効後、493K、120sの復元処理と、45

0K、7.2ksの再時効処理を施した場合の引張試験時の荷重-歪曲線を、T6最高時効のもの重ねて比較したものである。両者の加工硬化の傾向はほぼ同様であり、0.2%耐力および引張強度の改善は、専らその比例限の向上によるものである事がわかる。これは、強化材近傍と強化材間の析出様相の差が、復元再時効処理によって緩和された結果であると考えられる。すなわち、供試材の変形にともなって、巨視的には弾性域にある変形初期において、強度の低いPFZ内で生じる剪断などの局所的な変形が抑制され、変形がより均一なものに近づいたためであると考えられる。

4. 5. ミクロ組織に及ぼす熱処理効果の検討

Fig.5-13は、初期時効を450K、7.2ks、復元処理を493K、120s、再時効を450K、21.6ksとした時の供試材のミクロ組織をTEMにより観察したものである。ここで、(a)は析出物の暗視野像であり、左側に示す制限視野回折図形の矢印部分から取ったものである。また(b)は、T6最高時効状態の供試材の同様の観察像である。両者を

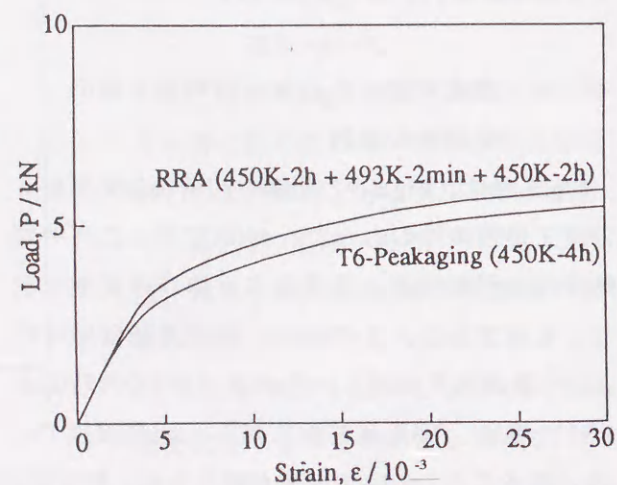


Fig.5-12 Comparison of stress-strain curves of the T6-peakaged composite and the RRA-treated composite.

比較すると、PFZは復元再時効処理によって軽減されているようであるが、依然としてある程度のPFZが認められる。この場合、供試材中のウィスカーの平均半径が約 $0.22\mu m$ とほぼ試料の膜厚に匹敵するため、試料厚さ方向の情報が重畳する事もあって、両者の定量的な差異を明らかにする事はできなかった。いずれにしても、Fig.5-2(b)に示すように、復元と再時効を繰り返し行う事により、ミクロ組織の制御をより確実なものとする事⁽⁴⁾⁽¹²⁾も重要であると考えられる。

また、Fig.5-14は、FESEMによりウィスカー表面の析出物を観察したものである。この様なウィスカー表面の析出物は、変形初期に破断してウィスカーに対する切欠きとなってその実質的な破断強度を低下させるとともに、軟質なPFZ内の剪断歪の集中を招いて供試材の破壊挙動に大きな影響を与えらる。 (a)で示す復元再時効処理材では、若干T6最高時効の場合よりも表面の析出物が少なく、小さくなっている。これは、PFZ内の析出によってそこでの過飽和度が下がり、その成長が抑制された結果であると考えられる。

4. 6. 熱残留応力に関する検討

ところで、供試材の様なMMCでは、強化材とマトリックスの熱膨張率の相違により、加熱または冷却過程では必然的に熱残留応力が発生する。また、復元再時効処理は、初期時効温度から復元温度へのup-quenchと復元温度から再時効温度へのdown-quenchを必然的に伴うため、T6最高時効の場合とは残留応力が異なってい

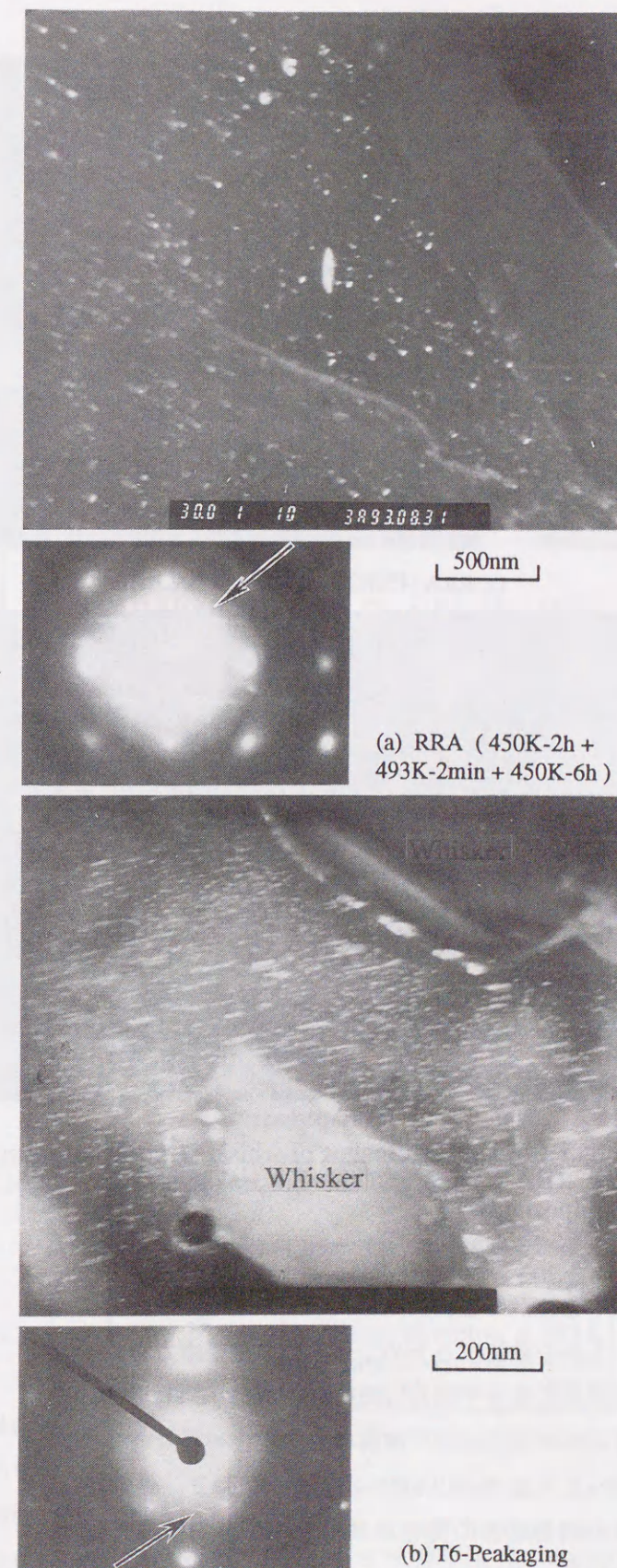
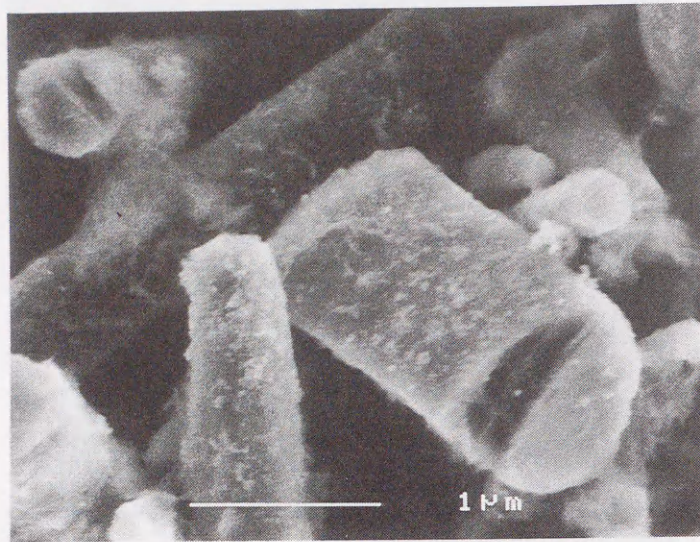


Fig.5-13 Dark field TEM micrograph of (a) the RRA-treated and (b) the T6-peakaged 6061/SiCw with diffraction patterns, illustrating precipitate free zones adjacent to whiskers. The images were taken from streaks indicated by arrows.



(a) RRA (450K2h-493K2min-450K1.5h)



(b) T6-peakaged

Fig.5-14 FE-SEM images of whiskers extracted from the RRA-treated and the T6-peakaged SiCw/ 6061 composite.

る可能性がある。

これを確認するため、供試材の残留応力をX線回折法によって測定した結果をTable 5-2に示す。復元再時効処理後の残留応力は、T6の場合の36.5 MPaと大差ない42.6MPaに留まっており、熱処理中の残留応力の変化が供試材の強度改善の原因ではない事がわかる。

4. 7. 6061合金へ復元再時効処理を適用した

場合の効果

Parkらは、復元処理が中間相の部分的な復元を招き、再時効中にこの未固溶の中間相の成長と再析出が同時に起きるため、中間相が高密度で微細になる事がT77処理後の強度上昇の一因であるとしている⁽⁹⁾。また、大西らは、電気伝導率の測定によって、T77処理を施した場合の全析出量が、T6の場合よりも増加すると報告しており、これは全時効時間がT6の場合よりもはるかに長い事に起因するとしている⁽¹⁰⁾。

本研究の場合も、復元再時効処理によって復元処理中に再固溶する領域内の析出物のサイズや総量に変化した結果、強度などが改善された可能性は否定できない。そこで、同様な処理を様々な条件のもとで非強化の6061合金に施した場合の硬さ試験の結果をFig.5-15に示す。

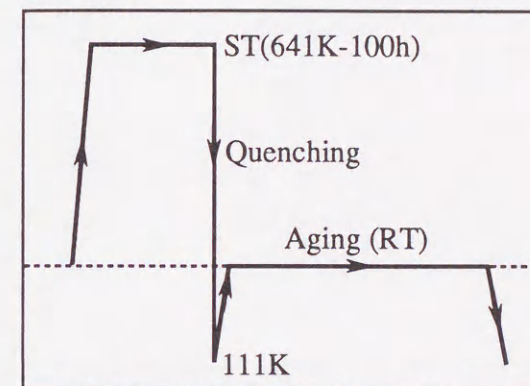
ここでは、初期時効および再時効の温度を450K、初期時効時間を10.8ksおよび21.6ksとし、復元処理を473Kおよび493Kで行った時の再時効に伴う硬さの変化を示した。493Kで復元処理を行い、初期時効を450K、10.8ksとした場合に再時効中の硬さの明瞭なピークが認められ、GP(II)ゾーンの再固溶の効果が現れ

ている。しかしながら、この場合のピーク硬さは、T6の最高硬さよりもかなり低く、復元再時効処理を非強化の供試材に施しても有効な硬さの改善は得られない事がわかる。したがって、供試したMMCに復元再時効処理を施した場合の力学的特性の改善は、析出物サイズや全析出量の変化によるものではないと結論される。

Table 5-2 Residual stress values measured by X-ray diffraction technique in the T6-treated and the RRA treated composites. The value during aging was approximated by that during a natural aging stage of illustrated pseudo-T6 process.

| | (MPa) |
|----------------|-------|
| As quenched | 103.6 |
| During aging * | 21.3 |
| After T6 | 36.5 |
| After RRA | 42.6 |

*Approximated by the following pseudo-T6 process



5. 結言

SiCウィスカー/6061合金のマトリックスのミクロ組織を観察し、得られた知見から考察して新しいMMC用の熱処理法を提案した。そして、この熱処理を実際に供試材に適用した場合の力学的性質を調べ、その発現のメカニズムを検討した。

1) 供試材に復元再時効処理を施す事により、マトリックス部分を界面からの距離に応じて二相または三相に分割し、その時効析出の進度等を制御する手法を提案した。また、意図したような析出状態の制御が達成されている事をDSCで確認した。

2) 初期時効および再時効の条件としては、T6の垂時効に相当する条件が適当であり、復元処理時間としては、GP(II)ゾーンの再固溶が最も進行して硬さが極小となる120s

程度が最適である。

3) 適当な条件で熱処理することにより、T6と同等の伸びを保ちながら σ_B で約6.1%、 σ_y で約8.3%の改善の効果が認められた。また、強度と伸び等のバランスを保ちながら、両者を同時に改善できる可能性が示された。

4) 上述の力学的特性の改善は、析出物の微細化や全析出量の増加、残留応力の変化によるものではない事を確認した。

文献

- (1) H.J.Rack: Proc. Int. Conf. Compos. Mater., vol.2, Ed. by F.L. Matthews, N.C.R.Buskell, J. M.Hodgkinson and J.Morton, Elsevier Appl. Sci., London, (1987), 382.
- (2) 西田義則, 今井恒道, 山田守, 松原弘美, 白柳格: 軽金属, 38(1988), 515.
- (3) R.C.Dorward: Metall. Trans. A, 4A(1973), 507.
- (4) 特許出願中(H5年2月19日出願), 発明者: 戸田

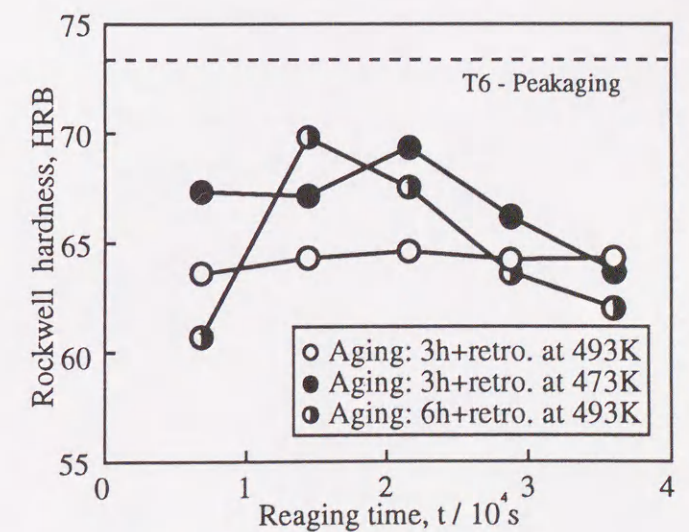


Fig.5-15 Variations of Rockwell hardness as a function of reaging time at 450K in the unreinforced 6061 alloy, measured after preaging at 450K for 10.8ks or 21.6ks and retrogression at 473K or 493K for 120s.

裕之, 小林俊郎, 出願者: スズキ㈱.

- (5) 洪鍾微, 辻川正人, 池永明, 川本信, 岡林邦夫: 鋳物, 57(1985), 15.
- (6) 杉山好弘, 浅見克敏, 松岡忍: 材料, 40(1991), 675.
- (7) G.W.Lorimer and R.B.Nicholson: The Mechanism of Phase Transformations in Crystalline Solids, Inst. Metals, London, (1968), 36.
- (8) B.M.Cina: United States Patent, 3856584, (1974).
- (9) J.K.Park and A.J.Ardell: Met. Trans. A, 15A (1984), 1531.
- (10) 大西忠一, 茨木良昭, 伊藤太一郎: 日本金属学会誌, 52(1988), 872.
- (11) 大西忠一, 塩田秀昭: 軽金属, 36(1986), 647.
- (12) 大西忠一, 久米秀樹: 軽金属, 41(1991), 582.

第VI章

き裂進展シミュレーションの構築とこれを利用した マイクロ組織制御法および高破壊じん性MMCの提案

1. 緒言

第IV章で詳述したように、金属材料にセラミックスなどの強化材を添加することで、その破壊じん性値は著しく低下し、このことがMMCを常温付近で構造用材料として実用化する上で越え難い障害となっている。このため、MMCの破壊じん性や破壊様式等は、現在に至るまで国内外で盛んに評価、研究の対象とされている⁽¹⁾⁻⁽⁷⁾。しかしながら、いずれも単にMMCの破壊特性や破壊じん性値を報告するに留まっており、その具体的な改善方法にまで迫った報告例はない。

複合材料には複数の構成相の組合せによって多数の組織因子が存在し、それに対応して破壊の様相も多数の要因が関与する複雑なものとなる。そのため、ごく一部の因子を経験的に変化させることで、ある程度の材料設計を行うことは可能であっても、他の優れた諸性能を損なうことなしに、一つの性質を大きく向上または改善するような高度なマイクロ組織の制御は実現し難い。そこで、MMCの実用化を大きく促進するためには、マイクロ組織制御によって破壊じん性を有効に改善できる実用的なアイデアや手法が、何らかの理論的根拠に基づいて系統的に提案されることが切に望まれるところである。

ところで、第IV章における実験観察から、部材の最終的な破断を招く主き裂の先端前方では、強化材の破断や強化材-マトリックス界面の剥離によって多数のマイクロクラックが発生し、これがMMC中のき裂進展に大きな影響を与えることが明らかとなった。同様な破壊機構に関し

ては、セラミックス強化材のうち、特にウイスキーや粒子、短繊維等の不連続な形状のもので強化したMMCについて、何人かの研究者が報告している⁽¹⁾⁻⁽⁶⁾。

例えば、小林らは、PM法で製造したSiC粒子/6061合金のMMCの破壊じん性試験で中断試験を行い、試験片側面のSEM観察により、SiC粒子の体積率が30%の場合でき裂面から60 μ m程度、同じく10%の場合で170 μ m程度離れた範囲までマイクロクラックの発生が観察されるとしている⁽¹⁾。また、Lewandowskiらは、Al₂O₃粒子で強化した2014合金の破壊をIn-situ観察し、亜時効状態の試料の場合、き裂面の上下120 μ m以内の領域でマイクロクラックが発生することを報告している⁽²⁾。同様に本研究の供試材と同様なウイスキー強化材に関しても、Leeらは、In-situ観察により主き裂先端の少なくとも30 μ m前方でマイクロクラックが発生することを確認している⁽³⁾。

これらの報告例のうちいくつかでは、第IV章で確認されたのと同様なき裂進展機構、すなわち、主き裂がマイクロクラックに向かって時には大きく偏向しながら進展し、主き裂がマイクロクラックと連結するように進展することが確認されている⁽¹⁾⁻⁽⁶⁾。これは、このようなMMCの場合、主き裂先端近傍でのマイクロクラックの発生と、マイクロクラックと主き裂の相互作用が破壊に対して重要な意味を持つことを示唆している。

第VI章では、上記のようなMMCの破壊機構に

関する知見に基づき、マイクロクラックなどによる応力遮蔽効果やき裂偏向による進展駆動力の変化、進展開始後の応力場特異性の変化など、材料のじん性に影響を及ぼす外生的な諸要因の影響を検討し、これらを破壊力学に基づいて記述したコンピューターシミュレーションのプログラムを作成する。そして、広い意味でのMMCのマイクロ組織因子、すなわち強化材の分布、サイズ、形状、体積率、配向性、力学的性質等の強化材組織と、マトリックスのマイクロ組織、およびマトリックス-強化材界面の特性などがMMCの破壊特性に及ぼす影響を、計算機を用いたシミュレーションによって簡便かつ迅速に評価できる環境を整備することを目的とした。

さらに、このようなシミュレーションの実行によって、第IV章で確認されたような破壊様式が再現されるかどうかを確認する。

また、本論文の供試材を想定し、実際に強化材の強度、体積率、分散状態、界面剥離強度といった強化材組織のパラメーターを変化させてシミュレーションを行い、これらの特性が供試材のき裂進展開始じん性やき裂伝播抵抗に及ぼす影響を評価する。そして、これらの結果に基づいて、MMCの破壊じん性特性の有効な改善につながるマイクロ組織制御法を提案するとともに、実際にその制御法を供試材に適用してMMCを試作し、シミュレーション結果が予測するような力学的特性の有効な改善や制御が達成されるかどうかを材料実験によって検証する。

2. シミュレーションプログラムの構築

2. 1. 計算対象材料とその数値データとしての記述方法

2. 1. 1. 計算対象材料

今回のシミュレーションプログラムでは、材料の異方性や不均一性を破壊力学で取り扱う場

合の諸問題を避けるため、異方性がなく、均質な材料のみを計算対象とした。具体的には、ウイスキーなどの短繊維がランダム配向した材料または粒子強化材で、強化材サイズがき裂先端の応力場と比較して十分に小さく、マクロ的に見て均質かつ等方性の材料として取り扱えるものに限定する。また、複合化後の鍛造や圧延、押出等の二次加工によってマトリックスの結晶粒に顕著な異方性が存在するものも、今回の計算では対象としていない。

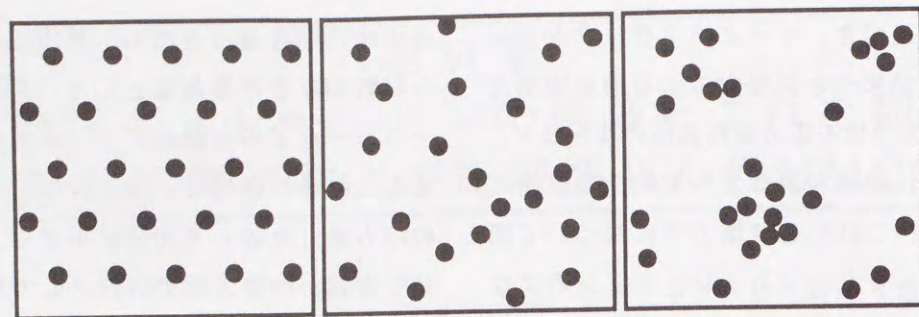
また、計算の所要時間の関係から、材料モデルは二次元とし、平面歪条件で計算を行った。

2. 1. 2. MMCの数値データとしての表記方法

MMCを計算機の数値データとして記述するためには、強化材の形状、サイズ、分布、体積率、配向角度などの幾何学的条件と、強度、ヤング率、剛性率、ポアソン比、界面強度等の力学的特性やそのばらつきを数値データとして与えてやる必要がある。この中で、強化材の分布状態以外の項目は、入力したデータを平均値として、あるいは何等かの統計関数に従う分布を持つものとして個々の強化材に与えてやれば良い。

一方、現実のMMCにはある程度避けられず、力学的性質にも影響が大きいと考えられる強化材分布の粗密や凝集⁽⁶⁾⁽⁸⁾を定量化する手法は未だに確立されておらず、シミュレーションプログラムを構築するためには、まず第一にこれを検討することが必要となる。

ところで、このような空間的分布様式の定量化手法に関しては、従来から様々なものが提案されている⁽⁹⁾⁻⁽¹¹⁾。本研究では、実際の分布を計測してコンピューター上へ再現する場合の容易さから、主に生態学等の分野で用いられる手法⁽¹¹⁾を検討することにする。これはFig.6-1に



(a) uniform distribution (b) random distribution (c) aggregated distribution
 Fig.6-1 Three different spatial patterns of the reinforcement distribution defined in this paper in the discontinuously-reinforced MMC.

示すように、二次元平面上で考えて、個体の分布様式の違いを、その粗密の度合に応じて分布がほぼ一様な均一分布、無規則に散布するランダム分布、ある程度の凝集がある集中的分布の三つの離散分布に分類して表現するものである。分布様式の数学的記述方法としては、Fig.6-2に示すように、二次元平面上に網の目状のメッシュを想定し、各メッシュ内の個体の出現個数の度数分布を考えて、その度数分布を表現できる分布関数を決定してやれば良い。

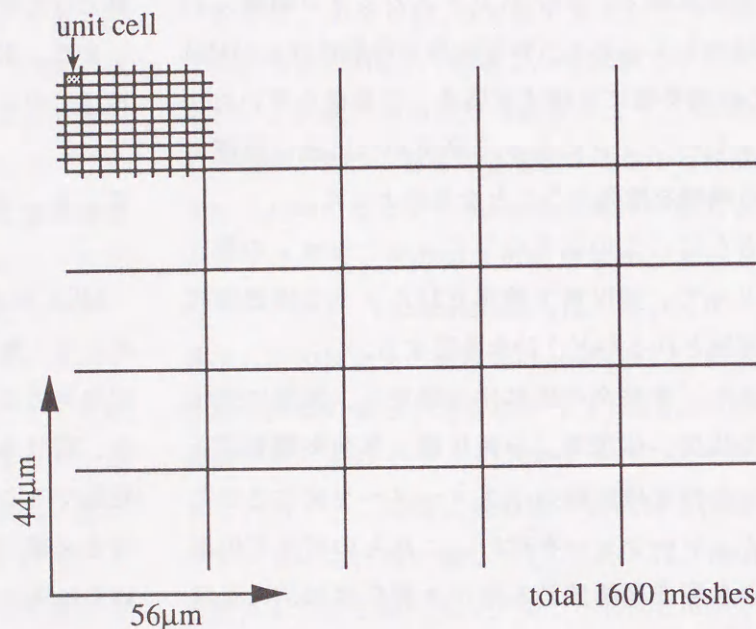


Fig.6-2 Schematic illustration of the mesh for assignment of the reinforcement.

例えば、均一分布に関しては、メッシュ内に現れる個体数は、以下に示す二項分布で近似することができる。

$$N(x) = N \cdot r \dots C_x \cdot p^x (1-p)^{r \dots - x} \quad \dots(1)$$

$$p = \lambda / r_{max} \quad \dots(2)$$

ここで、Nはメッシュの総数。λはメッシュ内の個体数の平均値、 r_{max} はメッシュに入る個体数の最大値である。

また、ランダム分布を表現する確率関数としては、次式で示されるPoisson分布がある。

$$N(x) = N \cdot \exp(-\lambda) \cdot (\lambda^x / x!) \quad \dots(3)$$

残る集中的分布に関しては、既に発生した個体周囲の出現確率が伝播的に増大してゆくPólya-Eggenberger分布を用いれば、組織の粗密や凝集の度合を表現することができる。この分布関数を以下に示す。

$$N(x) = N \cdot N(0) / x! \cdot \prod_{d=1}^{x-1} (\lambda + d \cdot L) \quad \dots(4)$$

$$N(0) = (1+L)^{-\lambda/L} \quad \dots(5)$$

$$L = V/\lambda - 1 (>0) \quad \dots(6)$$

ここで、Vは、1つのメッシュ内の個体数の分散である。

また、Poisson分布であるかどうかは、以下に示す分散係数:cdによって判別できることが知られている⁽¹¹⁾。

$$cd = V/\lambda \quad \dots(7)$$

すなわち、cd=1であればPoisson分布、cd<1であれば二項分布、cd>1ではPólya-Eggenberger分布ということになる。また、cd=1の有意性は、以下に示すtが、自由度N-1のt分布に従うことを利用したBartlettの方法で検定することができる⁽¹²⁾。

$$S = (2/(N-1))^{0.5} \quad \dots(8)$$

$$t = (cd-1)/S \quad \dots(9)$$

今回作製したプログラムでは、一辺の長さが1551nmのメッシュを縦横40個ずつ、すなわちNが1600となるように配置し、実測などによって求めた所定のパラメーターを入力した各離散分布関数に従う乱数を発生させ、各メッシュ内の強化材の数を決定する。そして、各メッシュ内では一様乱数によって強化材の重心座標を決定している。

ここで、単純な例として、rおよびvをともに1、一辺の長さ:aが2.2μmの直方体形状の強化材が、体積率:Vfで15%含有されている場合を想定し、上述の3つの分布様式を出力したものがFig.6-3である。各分布関数のパラメーターやメッシュの大きさを変化させれば、より均一に近いものからより凝集や粗密の激しいものまで、広範囲にわたる強化材の分布様式を表現することができる。

2. 1. 3. 実用材料の強化材分布の定量分析結果

前節で記述した手法に基づいて、実際にSiCウイスキー強化アルミニウム合金複合材料の強化材組織を定量化することを試みた。供試材は、1050および6061アルミニウム合金とSiCウイスキー

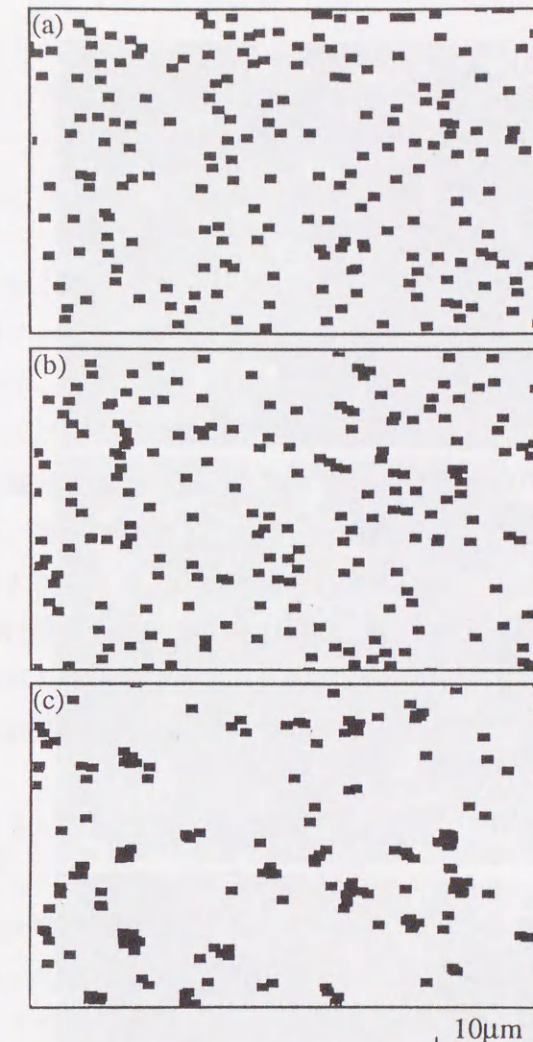


Fig.6-3 Three different spatial patterns of the reinforcement in the discontinuously reinforced MMCs. (a) Binominal distribution, (b) Poisson's distribution and (c) Pólya-Eggenberger distribution.

一の複合材料である。また、製造方法は加圧鋳造法であり、製造条件などは本論文の他の供試材と同じである。

Fig.6-4は、1050合金/SiCウイスキーのMMCで、加圧方向と垂直な面をSEMで観察したものである。ウイスキーの体積率が高い場合は、強化材の分布がかなり均一であるが、体積率が低くなるほど部分的な粗密が顕著に認められるようになる。これは、加圧鋳造法によるMMCの製造では、強化材が接触し合って骨格を形成する成形体を予め製作してから合金を加圧含浸させ

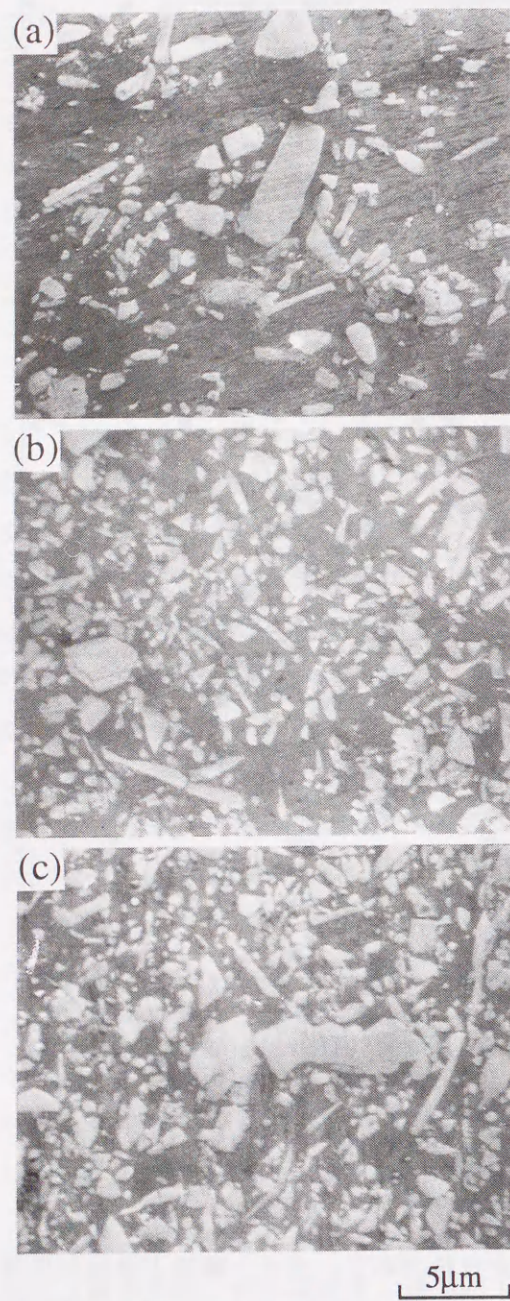


Fig.6-4 SEM micrographs of reinforcement structures in the SiC whisker / 1050 Al composites. (a) Vf15.6%, (b) Vf25.8% and (c) Vf30.2%.

るため、同じサイズ、形状の強化材で形成できる成形体の体積率が限定されるためである。このため、低体積率の成形体を作ろうとすると、必然的に強化材の疎な部分が生じることになる。

次に、Fig.6-2に示すように、観察面

から縦44μm、横56μmの領域を抽出し、縦横それぞれ40分割、合計1600分割して、それぞれの分割格子中に含まれるウィスカーの重心の数をカウントした。

測定結果の一例として、Fig.6-5には、1050アルミニウム合金をマトリックスとする体積率が30.2%のMMCの場合の単位メッシュ内のウィスカーの出現個数の度数分布を示した。図中の折れ線は、実験値を近似して得られた二項分布関数

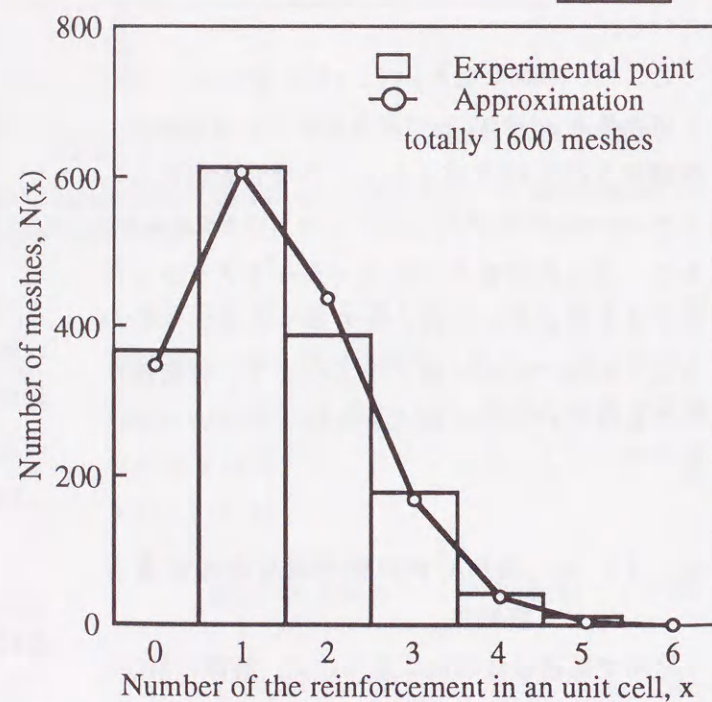
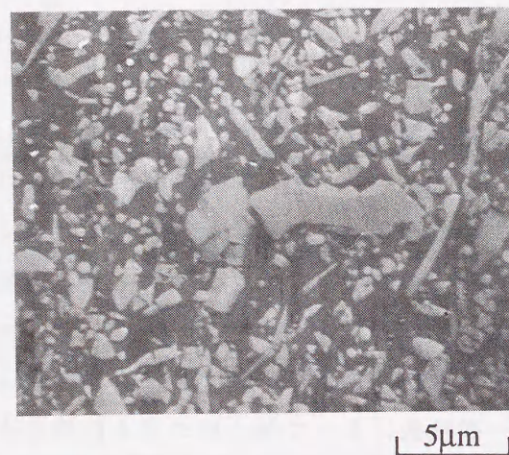


Fig.6-5 Frequency distribution of numbers of the reinforcement in unit cells in the 30.2vol% SiCw/1050Al composite.

である。

Table 6-1は、この様にして測定した単位格子内のウィスカー個数の度数分布から、各MMCの分布様式を判別したものである。なお、検定の条件は、自由度1599、有意水準0.05である。今回、加圧鋳造法で試作したSiCウィスカー/アルミニウム合金のMMCの場合、体積率が15%程度と低い場合は集中的分布で、体積率が25%程度以上では均一分布で、またその中間程度の体積率では、Poisson分布で近似できるという検定結果が得られた。

2. 1. 4. 分散状態以外の強化材特性

これまでに述べた強化材の分散状態以外の特性に関しては、強化材のサイズ（粒径、繊維状の強化材の場合は直径と長さ）、形状（繊維の場合はアスペクト比）、体積率や界面剥離強度などの物性値を、実測値や文献値などを基に入力し、全ての強化材で一定としている。また、繊維の場合の配向性はランダム分布を基本としているが、後述する強化材による応力集中の計算を単純化するため、今回は、とりあえず垂直と水平の二方向のみの繊維を考慮している。さらに、ウィスカーや粒子などの微小なセラミックス強化材の強度はバルクの場合とは異なるが、今回は理論強度などを入力する場合と、3母数のワイブル分布⁽¹³⁾に従う分布を持つ場合を選択できるようにした。

2. 2. き裂進展開始、き裂停留およびき裂進展方向の判定のための基準の作成

2. 2. 1. MMC中を進展する主き裂先端の応力場特異性

シミュレーションプログラムでは、材料を数値データとして記述した後、主き裂先端の位置をランダムに配置している。

このように材料中にき裂が存在すると、その先端近傍にはいわゆる応力場特異性が生じ、応力、歪がき裂先端に向かって集中する。マイクロクラックの生成を考慮するためには、き裂先端近傍の応力、歪の絶対値を正確に計算する必要がある。ここでは、この応力場の導出に関する諸問題を順に検討してゆく。

(1) 成長き裂の先端近傍の特異応力場の特定

一般に、弾塑性条件下にある静止き裂先端では、き裂先端のごく近傍の不均一な塑性変形によってポイドや微小なすべり面分離を生じた破壊進行域と、それを取り囲む塑性域、そしてさらにその外側の弾性域が存在する⁽¹⁴⁾。

べき乗硬化体中に存在するき裂の先端近傍のJ積分支配領域における応力、歪の分布に関しては、Hutchinson、Rice、Rosengren (HRR)が全歪理論を用いた弾塑性漸近解析を行って特異応力歪場を求めている⁽¹⁵⁾⁽¹⁶⁾。このHRR解によれば、

Table 6-1 Parameters of the reinforcement distributions in the SiC whisker / 1050 MMC and the 6061 MMC fabricated by the high pressure infiltration method.

| Matrix alloy | Vf. of SiCw | λ | r_{max} | V | cd | t | distribution function |
|--------------|-------------|-----------|-----------|-------|-------|-------|-----------------------|
| 1050 | 15.6 | 0.983 | 7 | 1.180 | 1.201 | 5.70 | Polya-Eggenberger |
| 1050 | 25.8 | 1.055 | 5 | 0.945 | 0.896 | -2.95 | Binominal |
| 1050 | 30.2 | 1.347 | 6 | 1.169 | 0.868 | -3.74 | Binominal |
| 6061 | 19.9 | 0.756 | 6 | 0.778 | 1.030 | 0.85 | Poisson |
| 6061 | 24.6 | 1.160 | 7 | 1.088 | 0.938 | -1.75 | Poisson |
| 6061 | 32.7 | 0.800 | 6 | 0.718 | 0.896 | -2.94 | Binominal |

応力は $r^{-1/(n+1)}$ の特異性を持つことになる。

ところが、さらに最近になって、Rice、Drugan、Sham(RDS)は、き裂がそのき裂自身の塑性域中に進展してゆく場合、き裂面上下の非比例的負荷によって、応力場の特異性が $\ln(1/r)$ の弱いものへ変化することを、歪増分理論に基づいた平面歪下の厳密解によって示している⁽¹⁷⁾。Fig.6-6は、RDS特異応力場の場合に、き裂先端応力場と塑性域の重なり合いによって生じる弾性除荷域を模式的に示したものである。このような場合、負荷がほとんど比例的になるJ支配領域(HRR応力場)の内側に、より応力、歪レベルの低い非比例的負荷領域が存在し、さらにその内側に弾性除荷域が発生することが示されている⁽¹⁷⁾。

このような破壊力学の予測に基づいて、様々な材料の成長き裂先端の応力場特異性が調べられている。Table 6-2は、これを整理したものである。例えば、Al-8Fe-7Ce合金⁽¹⁸⁾では、298Kおよび589KでいずれもHRR特異応力場が支配的であるのに対し、Al-8Fe-1.4V-1.7Si合金⁽¹⁸⁾では、両温度においてRDS特異応力場が支配的であることが報告されている。また、Ti-24Al-11Nb

Table 6-2 Examples of the singularities near the tip of a growing crack in various alloys.

| Alloy | RT | High temperature |
|--------------------|-----|------------------|
| Al-8Fe-2Mo-1V* | HRR | RDS (589K) |
| Al-8Fe-7Ce* | HRR | HRR (589K) |
| Al-8Fe-1.4V-1.7Si* | RDS | RDS (589K) |
| Ti-24Al-11Nb** | HRR | RDS (873K) |

*K.S.Chan: Metall. Trans. A., 1990, vol.21A, p81.

**K.S.Chan: Metall. Trans. A., 1993, vol.24A, p569.

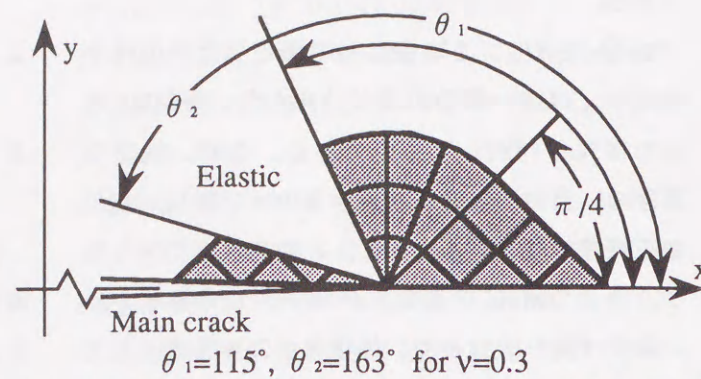


Fig.6-6 Schematic representation of the RDS field with an elastic unloading sector for a growing crack.

合金⁽¹⁹⁾やAl-8Fe-2Mo-1V合金⁽¹⁸⁾では、298KではHRR特異性が、また高温ではRDS特異性が支配的になることが報告されている。

ここで、き裂の成長にともなう応力場特異性の変化は、塑性域内部の非比例的負荷の度合、すなわち材料の延性に大きく左右される。この場合、真の破断歪: ϵ_{1f} 、ヤング率:E、流動応力: σ_0 から(10)式のように定義される延性パラメータ: Ω を計算すれば、その大まかな判別は可能であるとされている⁽¹⁸⁾。

$$\Omega = E \epsilon_{1f} / \sigma_0 \quad \dots(10)$$

この Ω が34.5以上であれば、RDS特異応力場への遷移が起きるとされている⁽¹⁸⁾。 Ω の値は、本研究の供試材では2~15程度であり、非強化の6061合金鋳造材の場合は20~35程度となる。したがって、供試材の場合は、RDS特異応力場への遷移は起こらないものと予測される。

しかしながら、この応力場の遷移を厳密に確認するためには、応力場の式を解いてき裂開口変位: δ のき裂面に沿う分布を求め、これを実測値と比較して判別する必要がある。すなわち、HRR特異応力場が支配的である場合は(11)式の、また、平面応力条件下でRDS特異応力場が支配的である場合は、(12)式の比例関係が成立する。

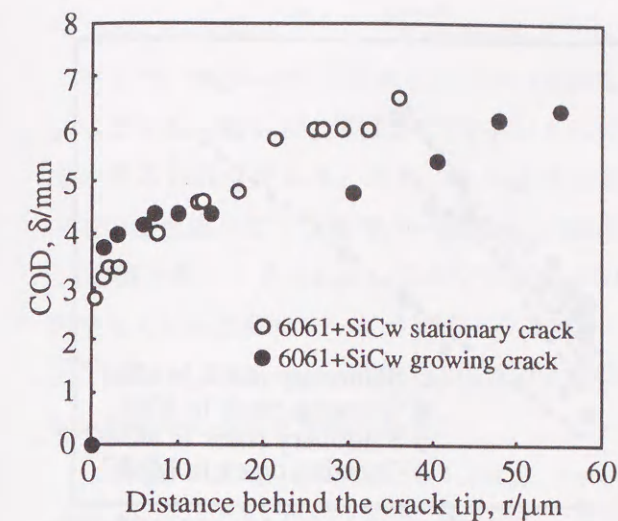


Fig.6-7 Distributions of the crack-tip opening displacement as a function of the distance behind a crack-tip in the 22vol%SiCw/6061 composite.

$$(J/\sigma_0 r)^{n/(n+1)} \propto E \delta / \sigma_0 r \quad \dots(11)$$

$$\ln(R/r) \propto E \delta / \sigma_0 r \quad \dots(12)$$

ここで、 r はき裂先端から後方へ向かう距離、 J はJ積分値、 n は加工硬化指数、 R は塑性域の大きさである。

そこで、Table 6-1で強化材組織の分布状態を評価したSiCウイスキー/6061合金のMMCについて、き裂進展開始前後の負荷状態におけるき裂面の開口変位分布を測定した。供試材は、本論文で用いた典型的なMMCである体積率22%のものであり、最高時効状態に熱処理して試験に供した。また、比較のために同じプロセスで試作した非強化の6061合金についても同様の評価を行った。

用いた試験片は、幅: W が50mm、厚さ: t が2mmの予き裂入りCT試験片であり、予めその側面を鏡面研磨した。試験は、容量98kNのインストロン型万能試験機を用いて行った。そして、き裂進展開始前、き裂進展開始後の数点で負荷を保持した状態で試験片側面をSEM観察し、き裂面の開口の様子を写真撮影した。この写真を用い、き裂偏向の山と谷、破断したウイスキーやウイスキーの端部など、上下

のき裂面に対応の取れる部分のき裂開口変位を読み取り顕微鏡で測定した。

Fig.6-7には、その一例として、供試したMMCの静止き裂および成長き裂のき裂面に沿う δ の分布を示した。いずれの場合もき裂先端には鈍化が確認され、RDS特異応力場への遷移に伴うき裂の先鋭化は認められない。

Fig.6-8は、この様にして測定した δ の分布を(11)式で整理したものであり、Fig.6-9は、同様に(12)式で整理したものである。MMCでは、Fig.6-7のプロットがき裂進展開始前も進展開始後もほとんど直線で整理でき、最小二乗法による近似曲線との相関係数は1.00となった。したがって、試験したMMCの場合は、静止き裂の場合も成長き裂の場合も、HRR応力場特異性が支配的であると結論できる。これに対して、非強化の6061合金の成長き裂では、Fig.6-8では相関係数が0.12~0.18となり、比例関係が認められない。この場合、Fig.6-9のプロットで比例関係が成立し、近似曲線との相関係数が0.95となった。このようにMMCと比較して流動応力が小さく、延性に富ん

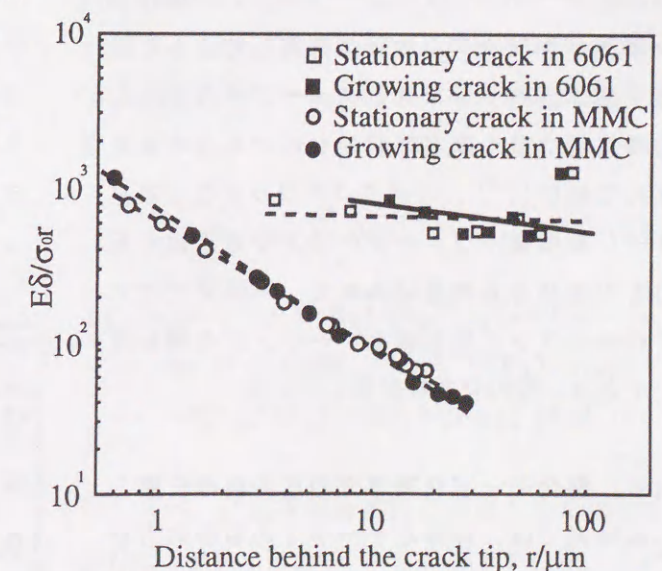


Fig.6-8 Log($E\delta/\sigma_0 r$) as a function of log r for judgement of the HRR singularity, representing linear dependence for a stationary crack and a growing crack in the SiCw/6061 composite.

だ6061合金の場合、き裂の進展開始に伴ってHRR特異性からRDS特異性への遷移が起きていることになる。

(2) 異方性材料、不均質材料への破壊力学の適用限界の問題。

2. 1. 1. の計算対象材料の項目でも述べたように、今回の計算は、短繊維等がランダム配向した材料や粒子強化材で、かつ強化材サイズが数 μm オーダーと、き裂先端応力場と比較して十分に小さく、総合的にみて、メゾ、マクロレベルでは均一かつ等方性と仮定できるものを対象としている。また、このような材料には、本研究で取り扱うような線形弾性および弾塑性破壊力学が適用可能であるものとする。

(3) 損傷を受けた材料への弾塑性破壊力学の適用の問題。

マイクロクラックや微小ボイドなどの損傷を受けた材料のき裂先端応力場に関しては、いくつかのアプローチがある⁽²⁰⁾⁽²¹⁾。この場合、マイクロクラックが均一に分布していると仮定すれば、バージン材とダメージ材のHRR応力特異場は驚くほど類似のものであると報告されており⁽²⁰⁾、マイクロクラックなどのダメージを損傷パラメーターなどで定量化することの困難さも考慮に入れて、本研究ではマイクロクラック発生後もバージン材の解を用いて応力、歪の分布を計算している。

(4) 混合モード負荷下での応力場の計算

本研究では、純粋なモードIの負荷応力を仮定しているが、き裂偏向やマイクロクラックと繊維による応力遮蔽効果を考慮すれば、後述のようにき裂先端での応力状態は混合モ

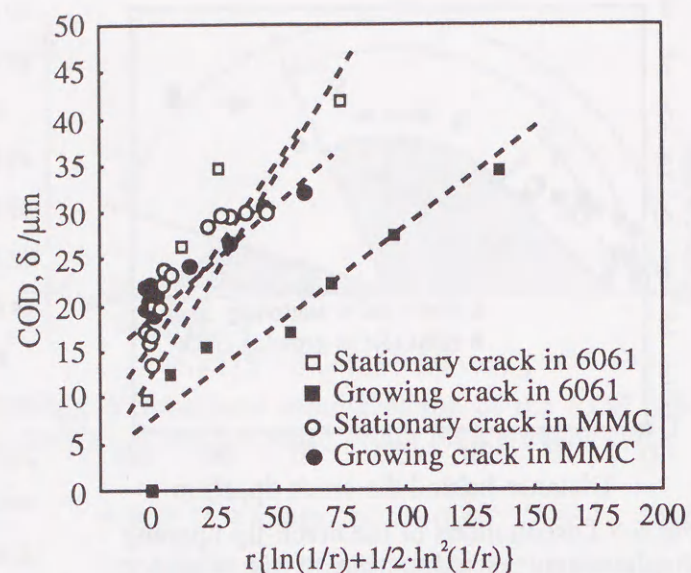
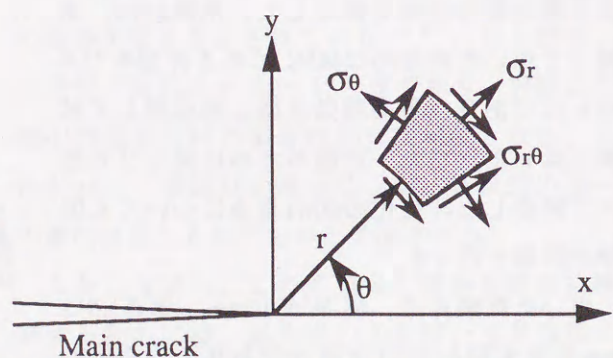


Fig. 6-9 Crack-tip opening displacement, δ , as a function of $r\{\ln(1/r)+1/2\cdot\ln^2(1/r)\}$ for judgement of the RDS singularity, representing linear dependence for a growing crack in the 6061 alloy.

ードとなり、応力場の計算でもこれを考慮する必要がある。

本研究で想定すべきモードI、モードIIの混合モードの場合、応力場内の応力は、単一モードの解析からの拡張によって次のように表される⁽²²⁾。



σ : Stress components acting on a small element near the tip of a main crack.
 r : Distance between the main crack tip and the small element.
 θ : Angle between the main crack and the small element.

Fig. 6-10 Schematic illustration of coordinates for the HRR stress field.

$$\sigma_{ij} = \sigma_0 K_{MP} r^{-1/(n+1)} \tilde{\sigma}_{ij}(\theta, M_p) \dots (13)$$

ここで、Fig. 6-10に示すように、 σ_{ij} は極座標表示でき裂先端からの距離が r 、方位が θ の位置での各応力成分である。また、 K_{MP} は混合モード下の塑性応力拡大係数で、一般には(14)式のように J 値を用いて表される。この中で、 M_p は(15)式で与えられる混合モードパラメーターであり、 $\tilde{\sigma}_{ij}(\theta, M_p)$ はある M_p の場合に応力の θ に関する分布を与える固有関数である。

$$J = (\alpha \sigma_0^2 / E) \cdot (K_{MP})^{(n+1)} I_n(M_p) \dots (14)$$

$$M_p = 2 / \pi \cdot \tan^{-1} | (\tilde{\sigma}_{\theta\theta}(\theta=0, M_p) / (\tilde{\sigma}_{r\theta}(\theta=0, M_p))) | \dots (15)$$

ここで、 α は材料定数、 $I_n(M_p)$ はある M_p のもとでは n のみに依存する係数である。また、 M_p は0から1の範囲にあり、0の時に純粋なモードI、1の時に純粋なモードIIとなる。

本研究の場合、 $\tilde{\sigma}_{ij}(\theta, M_p)$ は、文献(15)の式15の4階の非線形連立微分方程式を、4次のルンゲクッタ法で数値的に解くことによって求めている。

2. 2. 2. マイクロクラック生成基準

主き裂先端の応力場内にある強化材の破断や剥離によるマイクロクラックの発生を考えるためには、前節で検討したき裂先端応力場を考えるだけでは不十分であり、rigidな強化材による応力集中を考える必要がある。今回のシミュレーションでは、この強化材による応力集中を、有限要素法解析の結果をプログラムに組み込むことで考慮している。ただし、既存のFEM解析結果⁽²³⁾が、荷重軸に対するウィスカーの軸方位の関係が垂直方向と水平方向の2種類の場合しかないため、今回はウィスカーの配向を2方向に単純化している。ただし、強化材の配向角の分布の影響を検討することも実用上重要であるため、今後、ウィスカーの配向角を小刻みに

変化させた場合の応力集中の度合を予め非線形有限要素法で計算してプログラムに数値データの形で格納し、プログラム実行の途中でこれを必要に応じて参照する形に改造する必要があると考えている。

この様にして、繊維内に働く繊維軸方向の応力 σ_f 、界面上で働く剥離方向の応力 σ_i がわかれば、これを繊維の破断強度 σ_{fb} や界面剥離強度 σ_{db} と比較することでマイクロクラックの発生を判定することができる。すなわち、マイクロクラックの発生基準は、以下の式で表される。

$$\sigma_f \geq \sigma_{fb} \dots (16)$$

$$\sigma_i \geq \sigma_{db} \dots (17)$$

2. 2. 3. マイクロクラックと主き裂の相互作用

主き裂先端近傍にマイクロクラックが存在する場合の応力遮蔽効果および反遮蔽効果に関しては、いくつかの解析例がある⁽²⁴⁾⁻⁽²⁹⁾。このうち、Gongらは、複素ポテンシャル法による解析によってき裂先端の応力拡大係数の干渉効果を厳密に解析している⁽²⁵⁾。シミュレーションプログラムでは、以下に示すこの解析結果を用いて、マイクロクラックによる応力遮蔽効果を計算している。

$$k_i = k_i^0 + \sum_{j=1}^n \Delta k_i^j \quad (i=1,2) \dots (18)$$

$$\Delta k_i^j = 1/4 \cdot (c^j/d^j)^2 [B_2]^j [A_0]^j k_i^0 + 1/128 \cdot (c^j/d^j)^4 \{ 24[B_4]^j [A_0]^j + 3[B_2]^j [A_2]^j + 4[B_3]^j [A_1]^j + 8[B_2]^j [D_{02}]^j [A_0]^j \} k_i^0 + \dots \dots (19)$$

ここで、 k^0 はき裂の偏向を考慮した局所的な応力拡大係数、 n はマイクロクラックの数、 Δk^j は j 番目のマイクロクラックによる遮蔽効果分を表す。また、 c はマイクロクラック長の1/2、 d は主き裂先端からマイクロクラックまでの距離で

あり、 $[A_n]$ 、 $[B_n]$ 、 $[D_{02}]$ はAppendixに示したマイクロクラックの方位角 θ と傾き角 ϕ に依存する2行2列の行列である。また、Appendixには、 d 、 c 、 θ 、 ϕ の関係を示すFig.6-40も合わせて示した。

(19)式からわかるように、マイクロクラックが主き裂に及ぼす応力遮蔽効果は、 d の二乗または四乗などに逆比例し、主き裂に接近すれば急激にその効果が増大する。また、負荷が純粋なモードIであっても、マイクロクラックの位置や大きさなどの条件によっては、大きなモードII成分が発生することになる。

Fig.6-11は、式(19)の最初の三項だけを使い、主き裂からちょうどマイクロクラックの長さの半分の距離のところ(すなわち、 $c=d$ なる位置)、主き裂に対して水平または垂直なマイ

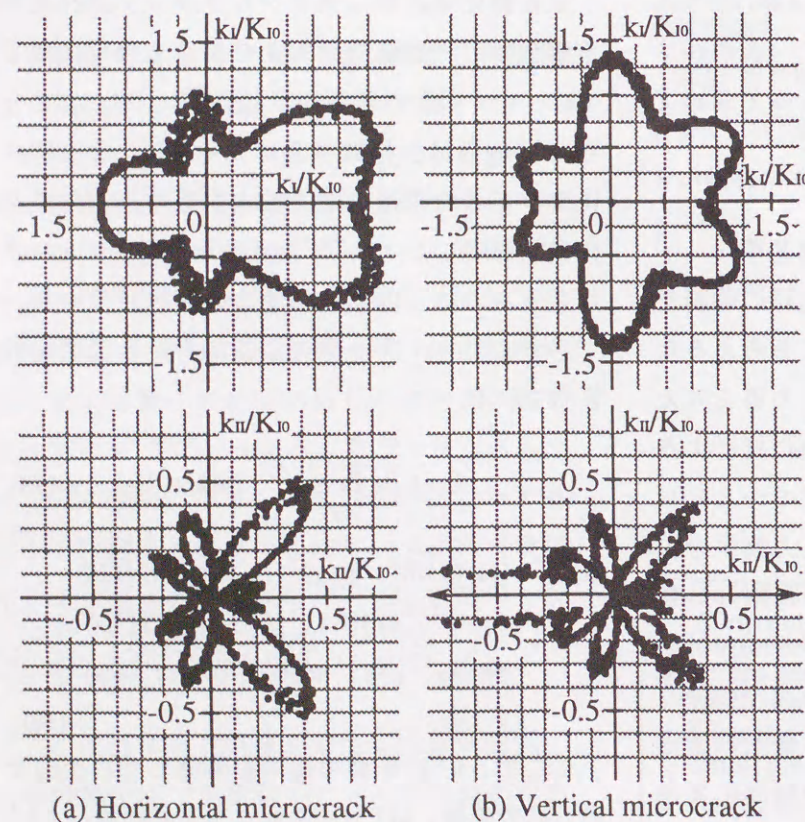


Fig.6-11 Variations of mode I and mode II stress intensity factors at a tip of a maincrack with a single microcrack. ($c=d$)

クロクラックが一本だけ存在する場合の応力遮蔽効果を、モードIおよびモードII方向に分けて計算した結果である。図では、x軸上にある主き裂の先端位置は原点に相当し、マイクロクラックを主き裂先端の周りに360°回転させた時の k_I 、 k_{II} の変化を、負荷応力に相当する K_I で無次元化して示している。

例えば、(a)の水平なマイクロクラックの計算では、主き裂先端前方にマイクロクラックがある場合、 k_I は最大で78%程度増幅され、逆に斜め前方から側方を通して後方にかけて存在する場合に k_I は減少しており、最小の場合には K_I の33%程度となっている。また、 k_{II} 成分に関しては、主き裂先端のちょうど前方および後方にマイクロクラックが位置する時はほとんど無視できるが、前方の斜め45°方向および斜め後方で影響が大きく、 K_I の65%程度の大きなモードII成分が現れている。

2. 2. 4. き裂偏向の効果

偏向したき裂の先端の局所応力拡大係数 k_I 、 k_{II} に関しては、Bilbyらによる解析が知られている⁽³⁰⁾。この場合、 k_I 、 k_{II} は、偏向がない場合の応力拡大係数 K_I 、 K_{II} を用いて、以下のように表される。
 $k_I = a_{11}(\theta)K_I - a_{12}(\theta)K_{II}$... (20)
 $k_{II} = a_{21}(\theta)K_I - a_{22}(\theta)K_{II}$... (21)
 ここで、 $a_{ij}(\theta)$ は、き裂の偏向角 θ の関数であり、文献(30)で与えられている。

2. 2. 5. 混合モードのき裂進展基準

従来から、混合モード条件下にあるき裂の進展基準に関しては、 $K_{II}=0$ ⁽³¹⁾、最大 σ_0 ⁽³²⁾、最大エネルギー解放率⁽³³⁾、最小歪エネルギー密度⁽³⁴⁾、連続体損傷力学に立脚するモデル⁽³⁵⁾など、様々なものが提案されている。このうち本研究では、5000系のアルミニウム合金などの延性破壊に対してその有効性が検証されている⁽³⁴⁾歪エネルギー密度を採用した。これは、き裂先端近傍の微小要素になされた仕事ないしは蓄えられた歪が、ある臨界値を越えた時にき裂が進展を開始し、その場合の進展方向は、歪エネルギー密度 S が最小となる方向になるというものである。

ここで、モードI、モードIIの混合モード条件下では、 S は以下の式で表される⁽³⁴⁾。

$$S = a_{11}k_I^2 + 2a_{12}k_I k_{II} + a_{22}k_{II}^2 \dots (22)$$

$$a_{11} = 1/16 \mu \cdot [(1 + \cos \theta)(\kappa - \cos \theta)] \dots (23)$$

$$a_{12} = 1/16 \mu \cdot \sin \theta [2 \cos \theta - (\kappa - 1)] \dots (24)$$

$$a_{22} = 1/16 \mu \cdot [(\kappa + 1)(1 - \cos \theta) + (1 + \cos \theta)(3 \cos \theta - 1)] \dots (25)$$

ただし、 μ は剛性率、 θ はき裂進展方向、 κ は ν をポアソン比として平面歪条件下では $3-4\nu$ 、平面応力条件下では $(3-\nu)/(1+\nu)$ となる定数である。この場合のき裂進展開始基準は式(26)で表され、その場合のき裂進展方向 β は式(27)に従って決定される。

$$S \geq S_c \text{ for } \theta = \beta \dots (26)$$

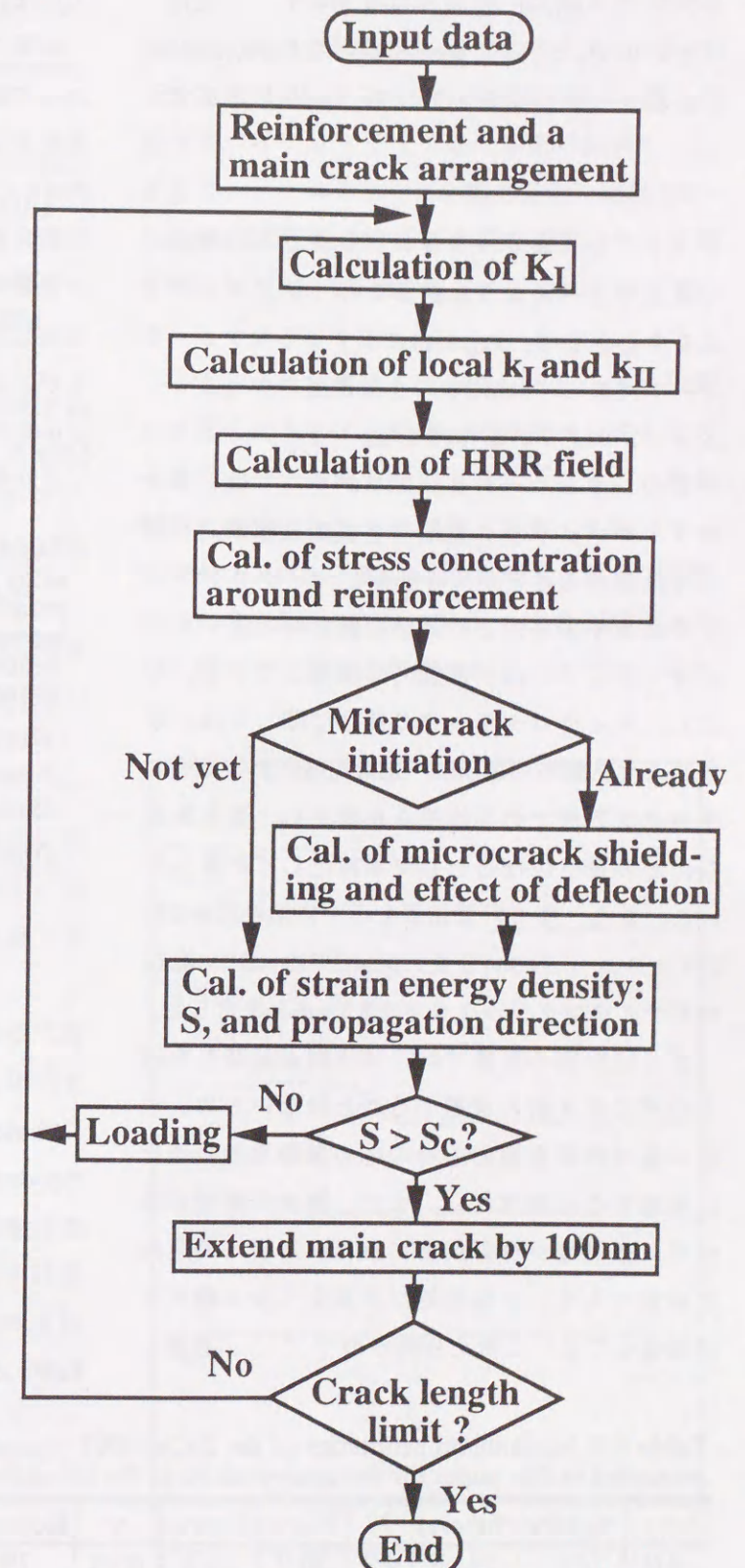


Fig.6-12 Flowchart of the crack propagation simulation program for monotonous loading.

$$\partial S/\partial \theta = 0 \text{ at which } \theta = \beta \quad \dots(27)$$

この中で、 S_c は、モードI条件下の K_{Ic} や J_{Ic} と同様に、材料定数として取り扱うことができる。

2. 3. シミュレーションプログラムの構成

以上で述べたような演算を行うサブプログラムを中心として、Fig.6-12に示すようなフローチャートに沿ってMMC中のき裂進展のシミュレーションプログラムを作成した。

このシミュレーションプログラムでは、個々のマイクロクラック先端のき裂進展駆動力に関しては求めることができるが、マイクロクラックの成長や主き裂との連結を厳密に考慮することはできないため、便宜的に無視している。ただし、マイクロクラックの長さに関しては、破壊じん性試験時のIn-situ/SEM観察によってそのき裂先端近傍での平均長さを測定し、発生後直ちにその長さになるとして単純化して計算している。また、後で計算結果を示す体積率22%のSiC whiskerと6061合金のMMCでは、SEM観察からマイクロクラック長さを $2.5 \mu\text{m}$ と決定した。

さらに今回の計算では、強化材が破断も剥離もせずに主き裂と遭遇することはないため、き裂が異相界面を横切る時の応力場特異性の変化は考慮する必要はない。また、強化材周囲の弾性域、塑性域がき裂伝播に及ぼす影響は局所的な事象であり、き裂先端が界面から少し離れれば無視してよいと考えられるので⁽³⁶⁾、考慮し

Table 6-4 Mechanical properties of the SiCw/6061 composites measured in this paper for the computations of the simulation.

| Vf(%) | σ_y (MPa) | σ_0 (MPa) | N | E(GPa) | G(GPa) | ν | K_{Ic} (MPa $\sqrt{\text{m}}$) |
|-------|------------------|------------------|-----|--------|--------|-------|-----------------------------------|
| 0.0 | 249.7 | 291.6 | 4.2 | 70.8 | 26.6 | 0.33 | 29.1 |
| 19.9 | 336.4 | 424.7 | 2.7 | 108.0 | 41.8 | 0.29 | 14.5 |
| 24.6 | 365.9 | 458.7 | 2.1 | 112.2 | 43.3 | 0.30 | 12.8 |
| 32.7 | 407.0 | 510.5 | 1.4 | 129.1 | 50.6 | 0.28 | 10.2 |

ていない。

本章で示す計算に関しては、幅50mm、厚さ12.5mmのCT試験片を仮定し、き裂進展前の初期き裂長さは25mm、初期負荷が純粋な引張方向に6000Nとし、き裂がその計算ステップで停留すれば引張負荷を10Nだけ増加させて再計算した。また、き裂進展と判定された場合は、き裂長さを進展方向に100nmだけ増加させた。条件によっても違うが、通常、荷重軸と垂直方向のき裂進展量50 μm あたり、1000から10000ループ程度の計算サイクルを要した。

Table 6-3 Mechanical properties of the 6061 alloy measured in this paper for the computations of the simulation.

| | |
|---------------------------------|----------------------------|
| Fracture toughness, K_{Ic} | 29.4 MPa $\sqrt{\text{m}}$ |
| 0.2% proof strength, σ_y | 249.7 MPa |
| Work hardening index, N | 4.2 |
| Young's modulus, E | 70.8 GPa |
| Shear modulus, G | 26.6 GPa |
| Poisson ratio, ν | 0.33 |

3. シミュレーションの結果

3. 1. シミュレーションの計算条件

Table 6-3には、計算の入力データとして用いた6061合金の降伏応力 σ_y 、流動応力 σ_0 、加工硬化指数N、ヤング率E、剛性率G、ポアソン比 ν を示す。また、計算に用いたこれらの入力パラメーターと破壊じん性値 K_{Ic} 、体積率は、Table 6-4に示す通りである。表中の σ_y 、 σ_0 、

N、 K_{Ic} は、第IV章と同じ試験方法で、また、E、G、 ν は、超音波法⁽³⁷⁾で測定したものである。Table 6-4に示した体積率以外のものの計算では、複合則⁽³⁸⁾を仮定して算出した値を使用した。

Table 6-5 Properties of SiC whisker used for the computations.

| | |
|---|--------------------|
| Diameter, d | 0.44 μm |
| Aspect ratio, L/d | 18.8 |
| Theoretical strength, σ_0 | 14000 MPa |
| Interfacial bond strength, σ_i m in Weibull distribution | 1690 MPa |
| α in Weibull distribution | 4.2 |
| γ in Weibull distribution | 6000 MPa |
| | 940 MPa |

Table 6-5は、計算に用いた強化材の特性であり、直径とアスペクト比は第II章で示したSEM観察による実測値、ウィスカーの理論強度⁽³⁹⁾は文献値である。また、ウィスカーの強度が3母数のワイブル分布に従うと仮定する計算では、ワイブル分布の位置母数と形状母数にはSiC繊維に対する文献値⁽⁴⁰⁾を採用し、尺度母数に関しては、ワイブル分布の期待値が、報告されているSiCウィスカーの強度の実測値 8.4GPa ⁽⁴¹⁾に等しくなるように設定した。界面剥離強度に関しては、FlomらがSiC/6061合金系のMMCに関して実験的に求めた界面接着強度の下限値である 1690MPa ⁽⁴²⁾を採用した。

一般に、き裂進展開始時の破壊じん性の尺度である K_{Ic} や J_{Ic} などは、き裂伝播抵抗に比例すると考えられているが、実際には両者は大きく異なる場合が多い⁽⁴³⁾。そこで本研究では、き裂進展開始およびき裂伝播時の破壊抵抗を区別し、ミクロ組織がそれぞれに及ぼす影響を評価した。この場合、き裂進展開始特性を求める計算の場合は20回、き裂伝播特性の場合は、き裂長さのx軸への投影長さが $50 \mu\text{m}$ に達するまでの計算を10回、それぞれ同条件で繰り返し、その平均をとって評価した。

3. 2. 実際のき裂伝播挙動との比較

3. 2. 1. マイクロクラックと進展中のき裂の相互作用

まず、一本のマイクロクラックが主き裂の進展経路に及ぼす影響をFig.6-13に示す。この図は、予め主き裂先端から水平方向右側に $20 \mu\text{m}$ 離れた位置にマイクロクラックを一本だけ配置し、主き裂とマイクロクラックの垂直方向の距離を0~ $8 \mu\text{m}$ の間で変化させて主き裂を進展させる実験を5回行い、その結果をまとめて示したものである。

主き裂がマイクロクラックの側方 $8 \mu\text{m}$ の位置を通過しようとする場合、主き裂はわずかにマイクロクラックの方に引き寄せられるが、進展経路の変化はわずかである。また、き裂がマイクロクラックから数 μm 側方の位置を通過する場合は、主き裂はマイクロクラックの影響をかなり受けてその進展が阻害される。さらに、それ

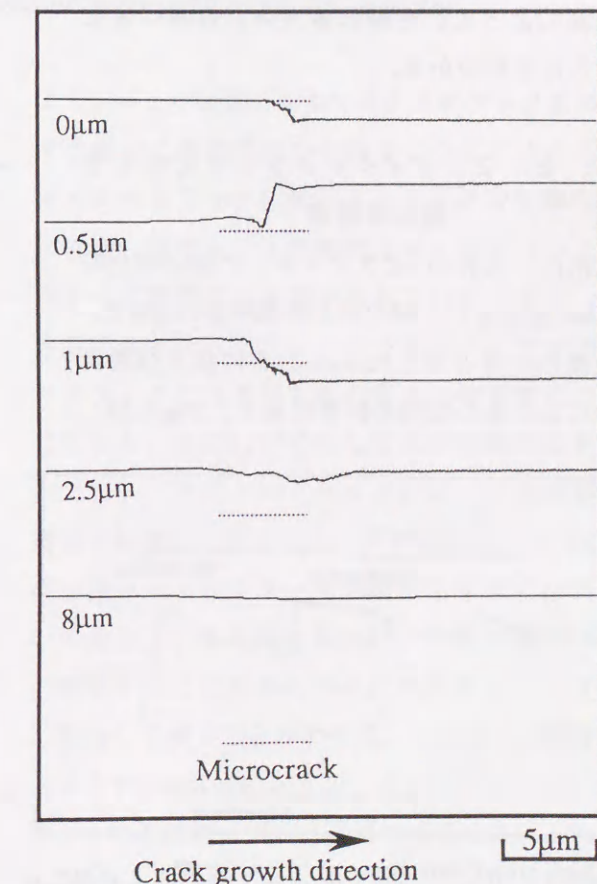


Fig.6-13 Crack path morphologies when a crack passes by a microcrack at various intervals in the vertical direction.

以上に近いところを通過しようとする場合は、主き裂はマイクロクラックの方に引き寄せられてマイクロクラックの中心を通過した。これは、本論文の第IV章などで観察されたMMC中の一般的なき裂進展の機構⁽¹⁾⁽³⁾⁻⁽⁶⁾であり、本研究で考慮したマイクロクラックによる応力遮蔽効果などの計算によって、現実に近い挙動がよく再現できることがわかる。

また、Fig.6-14は、3本のマイクロクラックを予め配しておき、主き裂がその間を進展するように設定した場合のシミュレーション結果である。このように複数のマイクロクラックがある場合は、マイクロクラックが一本しかない場合のように単純ではなく、各マイクロクラックから受ける影響の合算によって、き裂伝播方向が複雑に変化することがわかる。

3. 2. 2. マイクロクラック分布とき裂伝播経路

次に、実際のSiC whisker/6061合金のMMCを想定し、強化材の体積率が24.6%で、実際の材料と同じPoisson分布に従う分散状態にあるとした時の計算結果を、Fig.6-15、

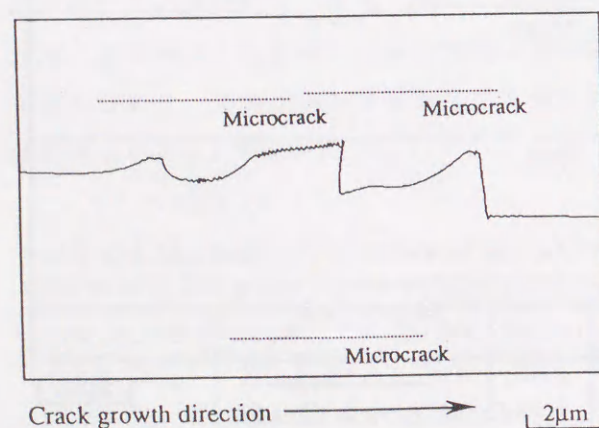


Fig.6-14 Crack path morphology when a crack interacts with three microcracks.

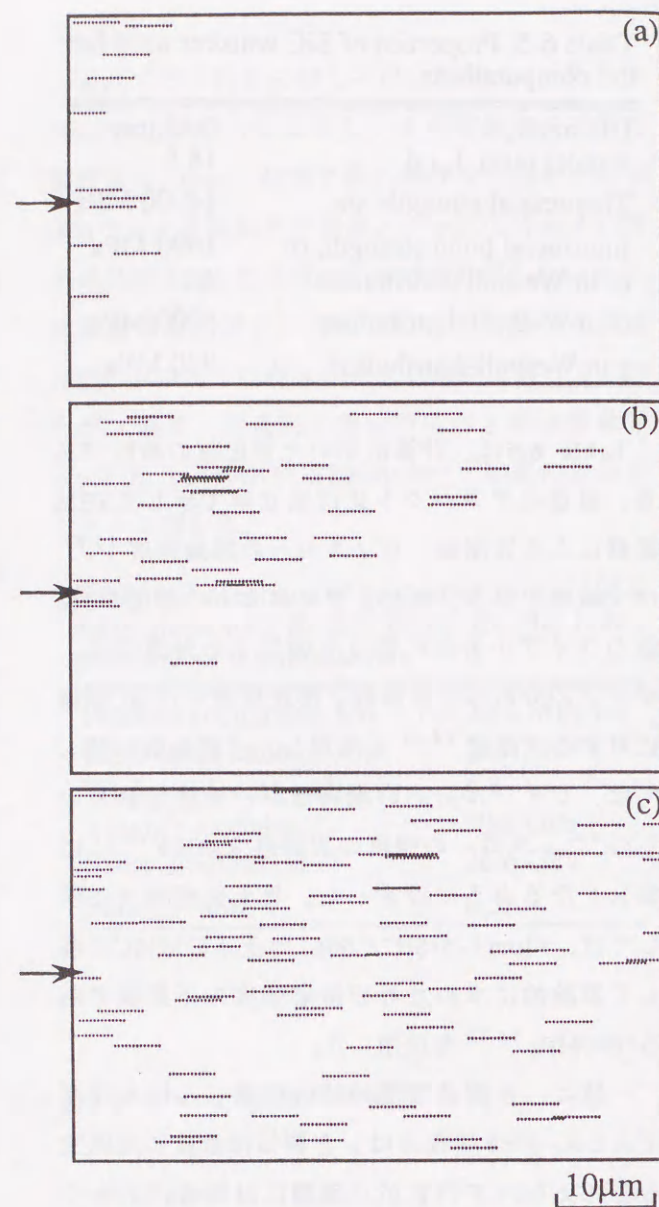


Fig.6-15 Computed microcrack distributions just before the onset of propagation. (a) $M_p=0.05$ (almost mode I), (b) $M_p=0.51$ (mixed mode) and (c) $M_p=0.99$ (almost mode II). Arrows indicate crack tip and crack growth direction.

Fig.6-16、Fig.6-17に示す。

まず、Fig.6-15は、き裂進展開始直前のマイクロクラックの分布を示したものである。(a)、(b)、(c)は、ランダムに配置された主き裂先端と最初に発生したマイクロクラックの位置、方位の影響から、主き裂先端での応力拡大係数がほとんどモードI:(a)、ちょうど k_I と k_{II} が等しい程度

の混合モード:(b)、ほとんどモードII:(c)となった場合のマイクロクラックの分布を示したものである。この計算結果から、き裂先端の応力状態が荷重応力と同じモードIのみである時は、き裂面の上下方向にのみマイクロクラックが発生して前方では発生しないことがわかる。一方、モードII成分が支配的になると、塑性域の前方への顕著な広がり⁽¹⁸⁾に対応して、マイクロクラックもより前方遠くまで、大量に発生するようになる。また、(b)のように混合モードの場合は、せん断の方向によって塑性域がき裂の上面または下面のみに発達し⁽¹⁸⁾、マイクロクラックの分布も上下どちらかに偏る形となる。

Fig.6-16は、き裂長さが $50\mu\text{m}$ となるまで計算させた場合のき裂進展経路、およびマイクロクラックの分布の一例である。この場合、ウィスカーの分布としてはPoisson分布を仮定しているため、発生したマイクロクラックの分布にもある程度の粗密が確認できる。これに対応して、マイクロクラックが少ない領域ではき裂は直線的に進展し、マイクロクラック密度の高い領域では主き裂の軌跡はかなり偏向していることがわかる。

Fig.6-17では、中央にFig.6-16のき裂伝播経路を示し、この場合のき裂進展にともなう主き裂先端での k_I 、 k_{II} の変化を示したものである。図中の垂直な5本の点線は、主き裂がマイクロクラックの位置を通過した時点を示している。主き裂先端のx方向の位置が、1から $15\mu\text{m}$ 程度、および18から $29\mu\text{m}$ 程度の範囲にある場合、主き裂の伝播経路は直線的であり、 k_{II} 成分はほとんど0に近く、 k_I 成分もほとんど荷重応力に相当する程度で変動は少ない。しかしながら、x座標がお

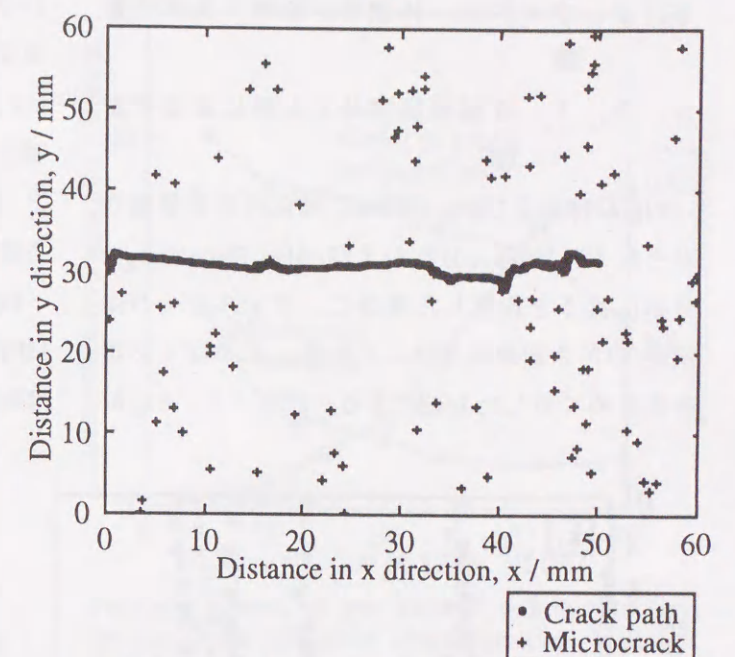


Fig.6-16 Results of the computer simulation representing microcrack distribution and a main crack path in the 6061 Al alloy reinforced with Poisson-distributed 22vol% SiC whisker.

よそ $16\mu\text{m}$ の位置にあるマイクロクラックを通過する場合に典型的にみられるように、主き裂がマイクロクラックに接近すると主き裂先端の k_I は急激に増加し、主き裂がマイクロクラックに向かって顕著に引き寄せられている。また、主き裂がマイクロクラックをトレースしてマイクロクラックが主き裂先端の後方に位置するようになると、逆に k_I は平均して大きな負の値をとっており、マイクロクラックによって主き裂の進展が顕著に阻害されることがわかる。一方 k_{II} 成分はマイクロクラック接近中に大きくバラついており、ミクロ的にみれば、き裂は頻繁にその向きを変えながらもマイクロクラックの方向に偏向してゆくことがわかる。さらに、x座標がおよそ $31\mu\text{m}$ 以降のように、主き裂がマイクロクラックに連続的に接近、遭遇する場合には、 k_I 、 k_{II} 成分とも絶えず大きく変動しており、き裂伝播経路の偏向が激しくなっている。

3. 3. ウィスカー体積率が破壊に及ぼす影響

3. 3. 1. き裂進展開始じん性に及ぼす影響

Fig.6-18およびFig.6-19は、強化材の分散様式がそれぞれPoisson分布およびPólya-Eggenberger分布に従うと設定した場合に、ウィスカーの体積率:Vfがき裂進展開始じん性: K_{i_n} に及ぼす影響をまとめて示したものである。このうち、Fig.6-

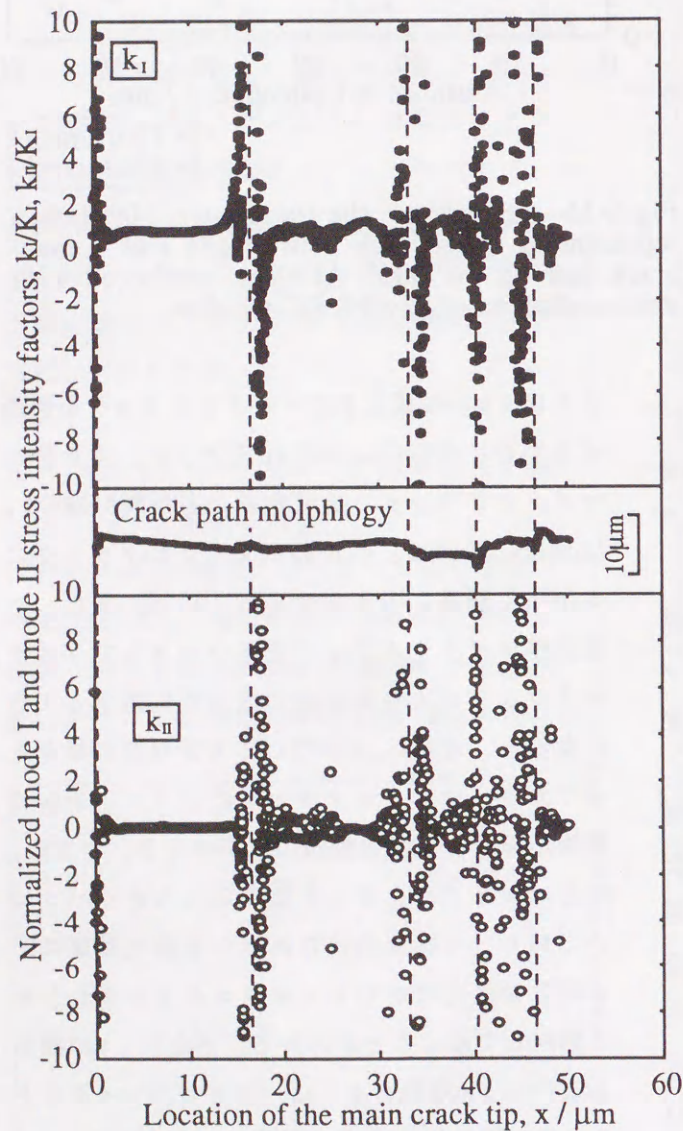


Fig.6-17 Variation of k_I and k_{II} due to microcrack shielding and crack deflection in the 6061 Al alloy reinforced with the Poisson-distributed 22% SiC whisker.

19のPólya-Eggenberger分布では、一辺1551nmの単位メッシュ内のウィスカーの出現個数の分散:Vを0.9に設定している。図中には、き裂が進展開始するまでに発生したマイクロクラック数:Nと、最初にマイクロクラックが発生する時の応力拡大係数: K_{m_i} を合わせて示した。

Fig.6-18でVfが5.0%の場合、 K_{i_n} は平均で30.2MPa \sqrt{m} と母材単体の時の値にほぼ等しい。 K_{i_n} はVfの増加とともに単調に減少し、Vf24.6%では22.8MPa \sqrt{m} まで低下する。また、Vf5.0%では、平均でKが15.8MPa \sqrt{m} となるまでマイクロクラックは発生しないが、Vfが24.6%以上では4MPa \sqrt{m} 以下の低い負荷レベルから多数のマイクロクラックが発生している。

プログラムでは、負荷開始前にマイクロクラックは存在せず、予き裂は荷重軸に垂直であると設定しているため、 K_{i_n} に影響を及ぼすのはマイクロクラックによる応力遮蔽効果だけである。また、Fig.6-11から、き裂先端前方の上下 $\pm 43^\circ$ 内の領域にマイクロクラックが存在する場合に主き裂先端の K_I が増加し、それ以外、すなわち斜め前方から側方および後方に位置する場合には、 K_I は減少することがわかっている。したがって、Fig.6-18およびFig.6-19の計算結果は、き裂進展開始前に前方に偏って発生する傾向があるマイクロクラックによって、結果的には主き裂先端の K_I が増加することを意味している。

ところで、Table 6-4の K_{Ic} の実測値と計算により求めた K_{i_n} の比較から、SiCウィスカーと複合化することによる K_{Ic} の低下分のうち、マイクロクラックによる応力遮蔽効果の寄与する割合は、Vf19.9%で36%以上、Vf24.6%で39%以上、Vf32.7%では4

4%以上に達する。すなわち、き裂先端の鈍化やすべり様相の変化といった、き裂進展開始じん性に影響を与える内生的要因の他に、MMCではマイクロクラックとの相互作用という外生的要因の効果も無視できない程大きいと言える。

また、Fig.6-19から、強化材分布に凝集があると設定した場合でも、き裂進展開始特性に及ぼすVfの効果は、強化材分布が均一である場合と同様であることがわかる。

3. 3. 2. き裂伝播抵抗に及ぼす影響

Fig.6-20は、強化材の分布がPoisson分布に従うとした時に、Vfを変化させて計算した場合のき裂伝播経路およびマイクロクラックの分布状態で、典型的なものをまとめて示したものである。また、Fig.6-21には、強化材のVfがき裂伝播抵抗に及ぼす影響を整理して示した。本研究の場合、き裂伝播抵抗の指標として、進展開始後、実際にき裂が伝播した長さx軸への

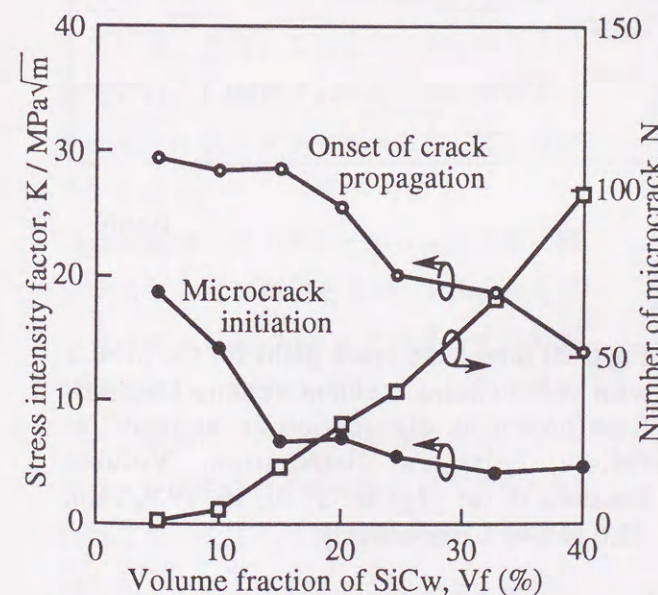


Fig.6-19 Effects of the whisker volume fraction on the crack initiation characteristics. Whisker distribution is assumed to follow Pólya-Eggenberger distribution (V=0.9).

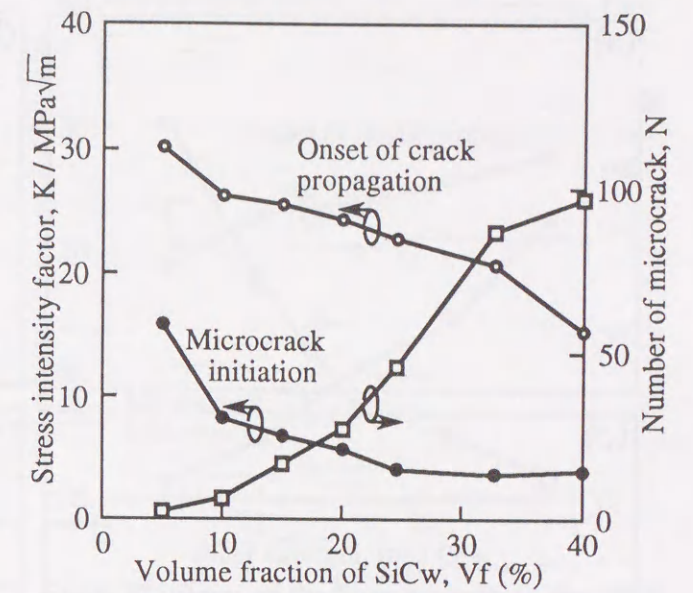


Fig.6-18 Effects of the whisker volume fraction on the crack initiation characteristics. Whisker distribution is assumed to follow Poisson's distribution.

投影長さで割って無次元化した粗さプロファイルパラメーター: $R_L^{(44)}$ を定義して用いた。

Fig.6-21では、 R_L はVfの増加とともにほぼ直線的に増加し、Vf40.0%の場合、き裂はVf5.0%の場合の2倍以上の距離を進展する。また、強化材の分散がPólya-Eggenberger分布(V=0.9)に従うような凝集をともなっていると仮定した場合の計算でも、ほぼ同様の結果が得られた。

3. 4. ウィスカーの破断強度、界面強度が破壊に及ぼす影響

3. 4. 1. き裂進展開始じん性に及ぼす影響

Fig.6-22、Fig.6-23は、Vfを24.6%に設定し、強化材の分散状態がPoisson分布に従うとした場合に、ウィスカーの破断強度: σ_{fb} と界面強度: σ_i がき裂進展開始じん性に及ぼす影響をまとめたものである。Fig.6-22では、 σ_i を1690MPaに、またFig.6-23では、 σ_{fb} を14GPaにそれぞれ設定している。

Fig.6-22では、 σ_{fb} をSiCの理論強度である14GPa⁽³⁹⁾に設定した場合、き裂進展開始

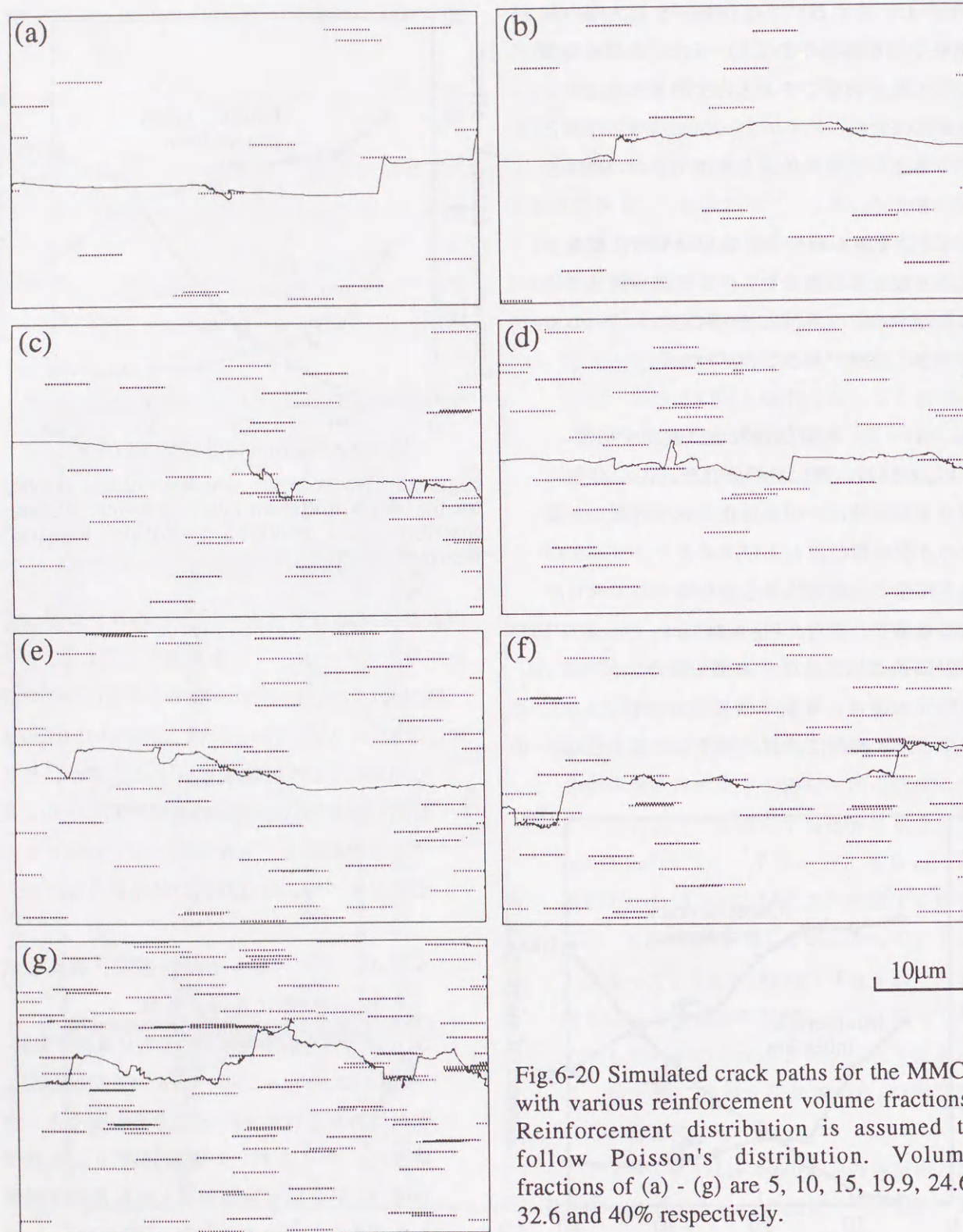


Fig.6-20 Simulated crack paths for the MMCs with various reinforcement volume fractions. Reinforcement distribution is assumed to follow Poisson's distribution. Volume fractions of (a) - (g) are 5, 10, 15, 19.9, 24.6, 32.6 and 40% respectively.

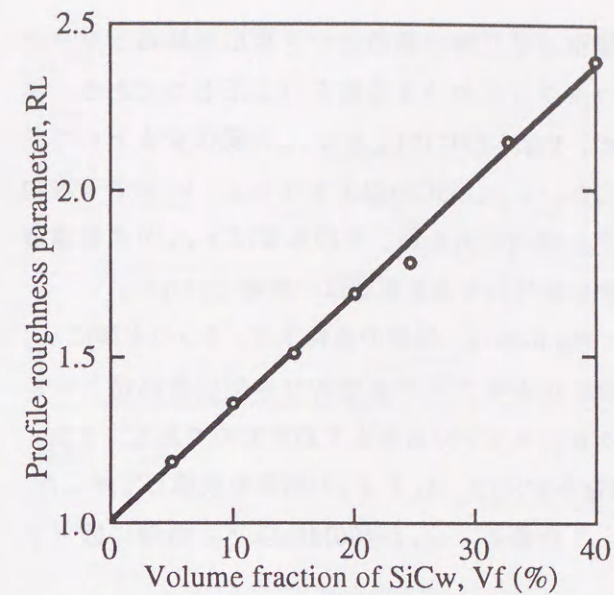


Fig.6-21 Effect of the whisker volume fraction on the profile roughness parameter. Whisker distribution is assumed to follow Poisson's distribution.

までに発生するマイクロクラック数は平均で6.5と少なく、 K_{in} も平均 $27.6\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ と高い。しかしながら、 σ_{fb} が減少するとマイクロクラックの発生数は急激に増加し、 σ_{fb} が2GPaまで低下すると、平均して110本以上のマイクロクラックが発生して K_{in} は $18.8\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ に減少している。また、このように σ_{fb} が小さい場合には、 $1.4\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ 程度の低い負荷レベルからマイクロクラックが発生していることがわかる。

ところで、ウィスカーの σ_{fb} を実際に測定することは困難であるが、Petrovicらはウィスカーを2~3mmまで伸長させて引張試験を行い、 $8.4\text{GPa}^{(4)}$ という値を得ている。実際に、内部欠陥の存在などによって σ_{fb} が理論強度の約60%に相当する 8.4GPa 程度まで低下しているとすれば、Fig.6-22から、マイクロクラックによる反遮蔽効果によって、き裂先端の K は $3.6\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ 程度増加することになる。

次にFig.6-23では、 σ_i が700MPa以上で

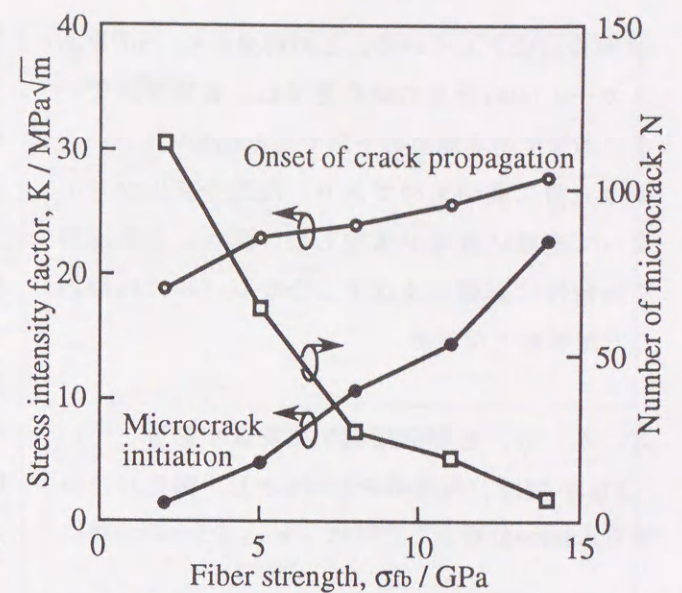


Fig.6-22 Effects of the fiber strength on the crack initiation characteristics. Whisker distribution is assumed to follow Poisson's distribution. Volume fraction is 24.6%.

あれば、マイクロクラックの発生数や K_{in} 等はほぼ一定であり、界面強度の影響は認められない。しかしながら、 σ_i が400MPa以下となるとマイクロクラックの発生数は急増し、 K_{in} は $7.5\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$

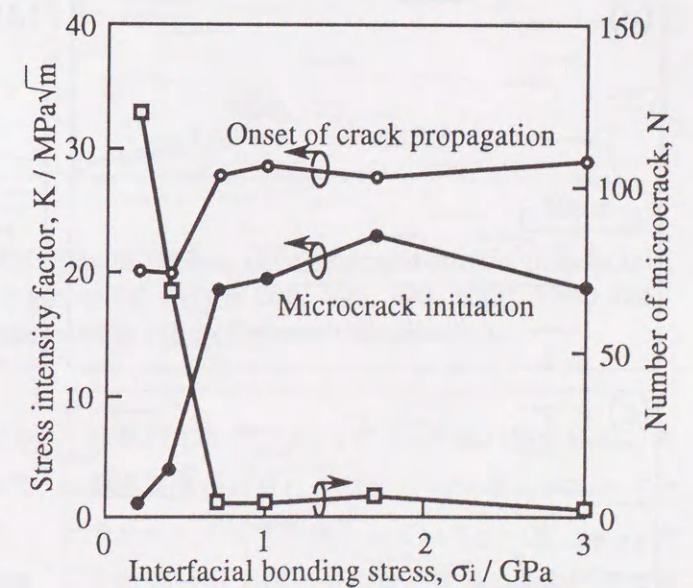


Fig.6-23 Effects of the interfacial bonding stress on the crack initiation characteristics. Whisker distribution is assumed to follow Poisson's distribution. Volume fraction is 24.6%.

$a\sqrt{m}$ 程度低下している。この結果から、SiCウィ
 スカーと6061合金の組合せでは、報告されてい
 る界面強度の実測値の下限である1690MPaとい
 う値は十分に高いものであり、反応や析出など
 によって極端に界面が劣化しない限り、き裂進展
 開始特性に影響を及ぼすようなレベルにはない
 ことが明かとなった。

3. 4. 2. き裂伝播抵抗に及ぼす影響

Fig.6-24は、体積率を24.6%とし、強化材の分
 散をPoisson分布とした時に、 σ_{fb} を5つの水準に

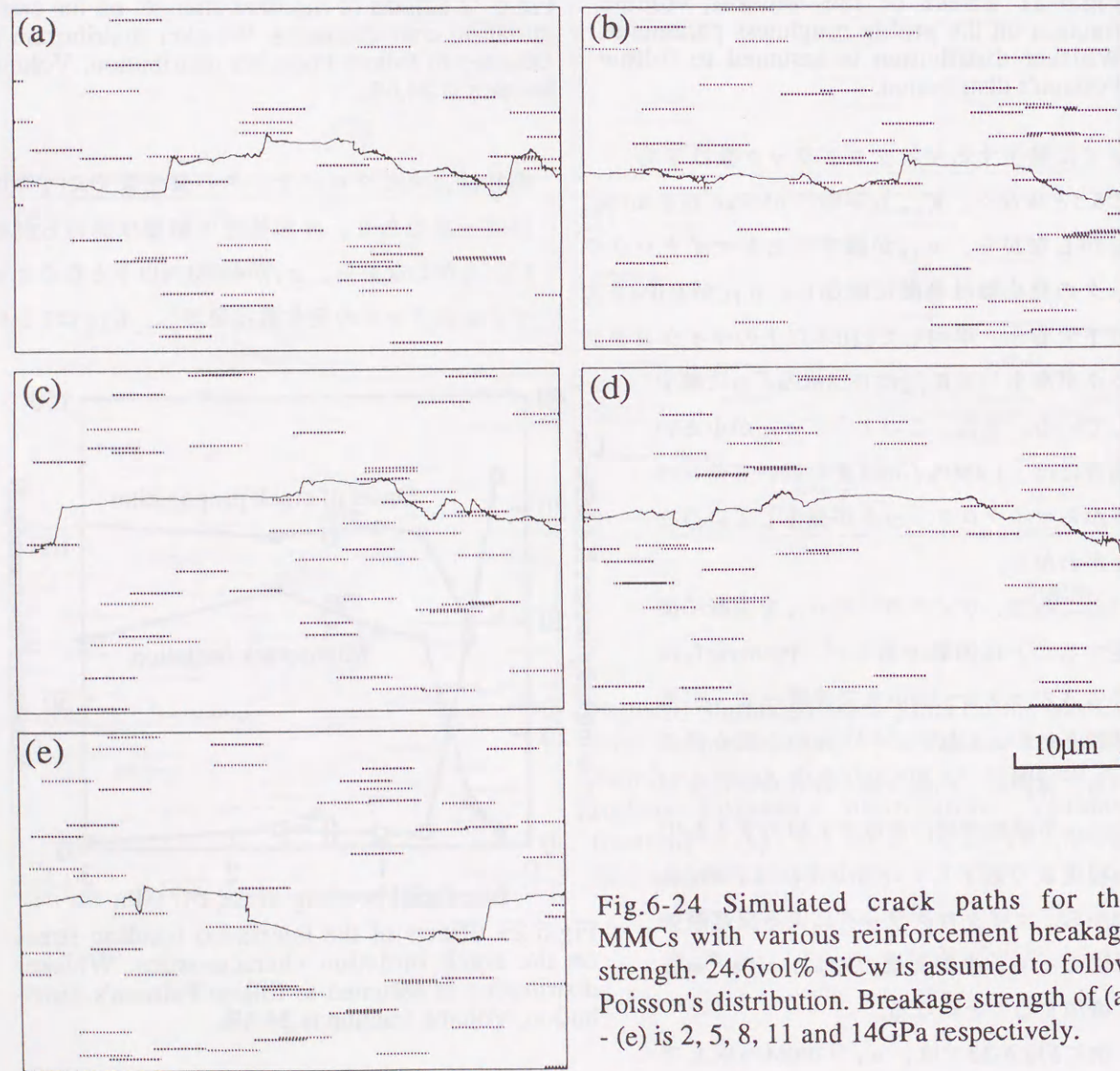


Fig.6-24 Simulated crack paths for the MMCs with various reinforcement breakage strength. 24.6vol% SiCw is assumed to follow Poisson's distribution. Breakage strength of (a) - (e) is 2, 5, 8, 11 and 14GPa respectively.

変化させた時の典型的なき裂伝播経路とマイク
 ロクラックの分布状態を示したものである。ま
 た、Fig.6-25には R_L と σ_{fb} の関係をまとめて示
 した。 σ_{fb} が5GPa以下となると、 R_L は若干増加
 する傾向にあるが、その影響は σ_{fb} がき裂進展
 開始特性に与える影響ほど顕著ではない。

Fig.6-26は、同様の条件下で、5つの水準に σ_i
 を変化させた時の典型的なき裂伝播経路とマイ
 クロクラック分布をまとめたものである。また、
 Fig.6-27には、 R_L と σ_i の関係を整理して示した。
 この場合、 σ_i が400MPa以下と極端に低下す

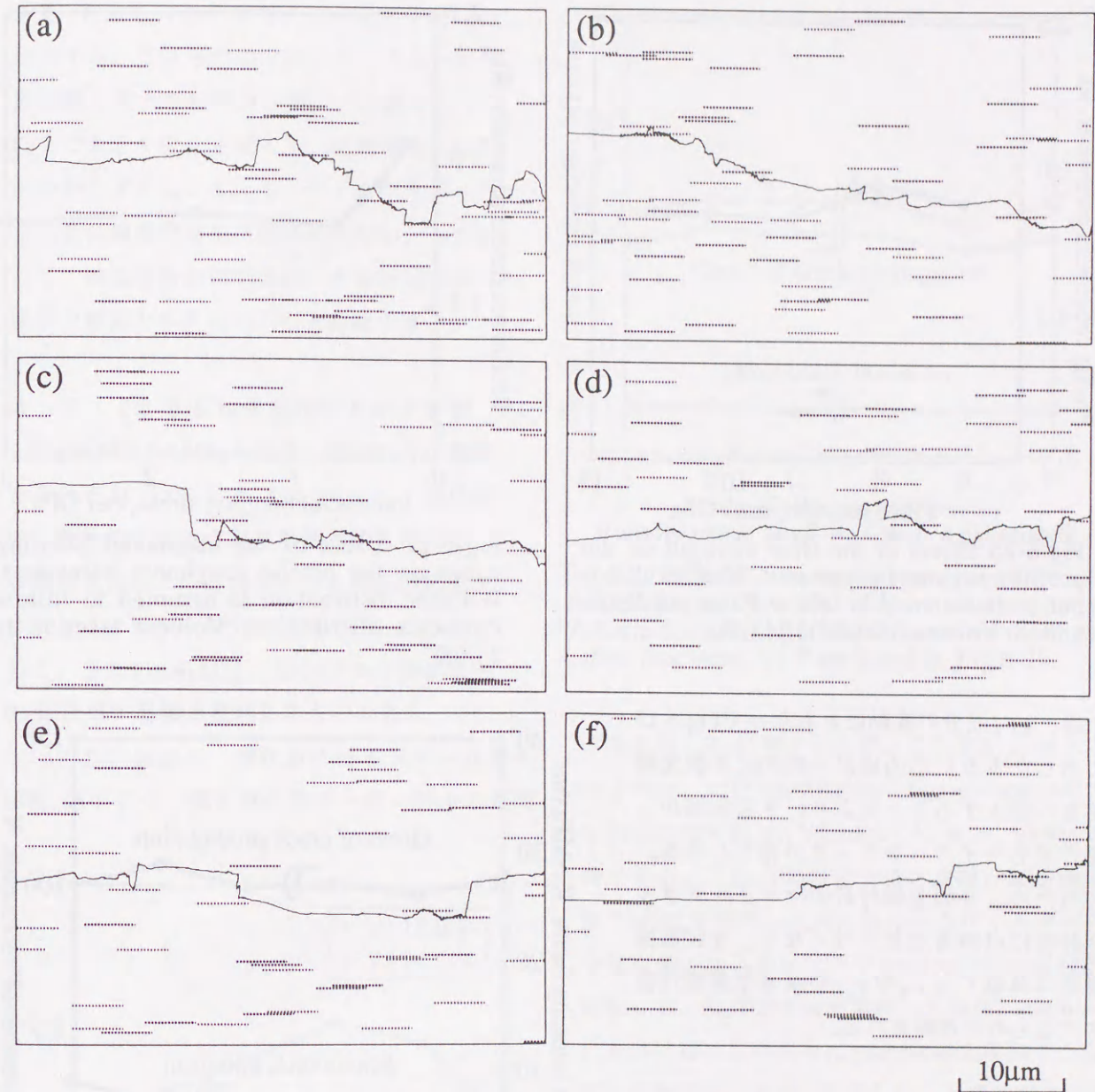


Fig.6-26 Simulated crack paths for the MMCs with various reinforcement-matrix interfacial bonding strength. Interfacial bonding strength of (a) - (f) is 200, 400, 700, 1000, 1690 and 3000MPa respectively. 24.6vol% SiCw is assumed to follow Poisson's distribution.

れば R_L はある程度増加するが、通常問題となる
 範囲内では、 σ_i の影響はほとんどないと言って
 よい。したがって、実用的な特性の範囲では、
 σ_i や σ_{fb} がき裂伝播抵抗に及ぼす影響は概し
 て顕著ではなく、これらは主としてき裂進展開
 始特性に影響を及ぼすものであることが明らか
 となった。

以上述べた計算結果のデータをもう少し詳細

に検討すると、 σ_{fb} や σ_i が低い場合には、き
 裂進展開始前後にかなり広い領域にわたってマ
 イクロクラックが発生している。一方、 σ_{fb} や
 σ_i が上昇すれば、き裂進展開始の前後に既に発
 生しているマイクロクラック数は大きく減少し、
 き裂は、進展開始後しばらくはマイクロクラッ
 クの影響をほとんど受けずにほぼ直線的に進展
 する。しかしながら、き裂が数十 μm 進展する間

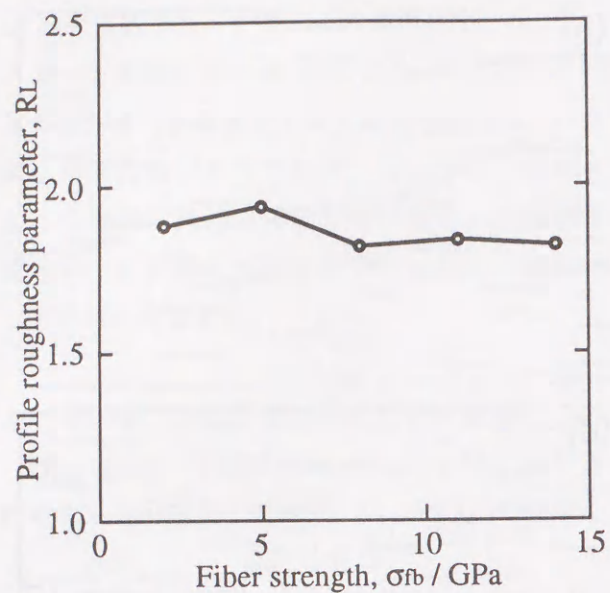


Fig.6-25 Effect of the fiber strength on the profile roughness parameter. Whisker distribution is assumed to follow Poisson's distribution. Volume fraction is 24.6%.

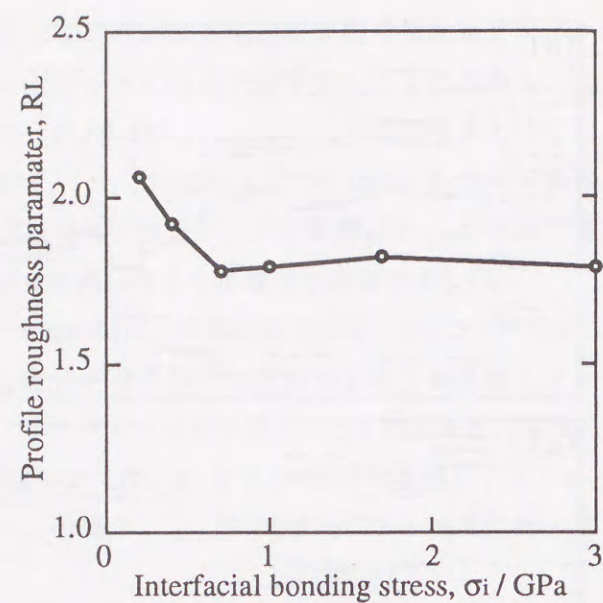


Fig.6-27 Effect of the interfacial bonding stress on the profile roughness parameter. Whisker distribution is assumed to follow Poisson's distribution. Volume fraction is 24.6%.

には、 k_{11} 成分の変動にともなってFig.6-15に示したように応力場が一時的にき裂先端前方へ拡大することにより、き裂先端から遠方でもマイクロクラックが発生し得る。このため、き裂先端付近のマイクロクラック分布には顕著な差がなくなり、き裂伝播経路に及ぼす σ_{fb} や σ_i の顕著な影響は喪失するものと推察される。

3. 5. 強化材の分布様式が破壊に及ぼす影響

3. 5. 1. き裂進展開始に及ぼす影響

ウィスカー分布の粗密がき裂進展開始に及ぼす影響を、Vf15.0%およびVf32.7%の場合についてまとめたものが、それぞれFig.6-28およびFig.6-29である。この場合、 σ_{fb} は3母数のワイブル分布に従うものとし、 σ_i は1690MPaに設定した。ここでは、単位メッシュ内に出現する個体数の分散で

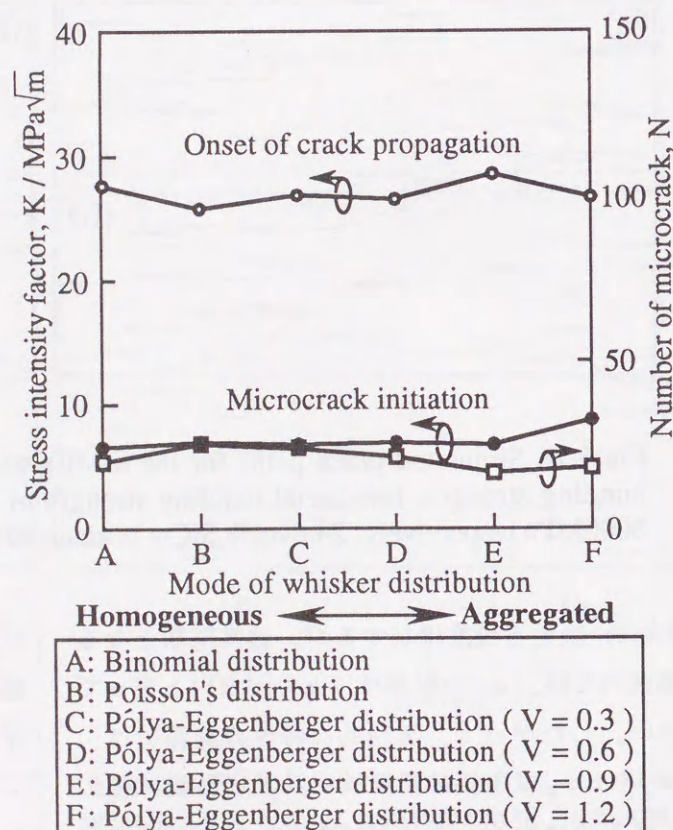


Fig.6-28 Effects of the spatial patterns of the whisker distribution on the crack initiation characteristics. Volume fraction is 15.0%.

あるVが大きくなれば強化材の凝集の度合は増加する。これらの図では、ウィスカーの分散状態を均一なものから激しい凝集を伴うものまで大きく変化させても、体積率の大小にかかわらず K_{in} 、 K_{mic} 、マイクロクラック発生数に顕著な変化は認められない。したがって、強化材分布の粗密は、き裂進展開始に顕著な影響を与えないものと結論できる。

3. 5. 2. き裂伝播抵抗に及ぼす影響

Fig.6-30およびFig.6-31は、強化材の体積率をそれぞれ15.0%および24.6%とし、強化材の分散状態を変化させて計算させた場合に、各分散状態における典型的なき裂伝播経路とマイクロクラックの分布状態を示したものである。またFig.6-32は、強化材の分散状態が R_L に及ぼす影響を整理したものである。

いずれの場合も、強化材の分布が均一な場合は R_L が小さく、強化材にある一定レベルの凝集

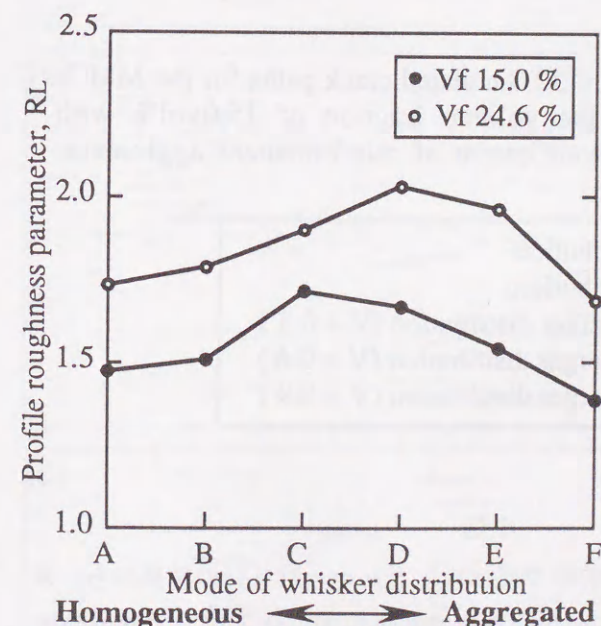


Fig.6-32 Effects of the spatial patterns of the whisker distribution on the profile roughness parameter. Volume fraction is 15.0% and 24.6%. Contents of the distribution functions; A - F are listed in Fig.6-28.

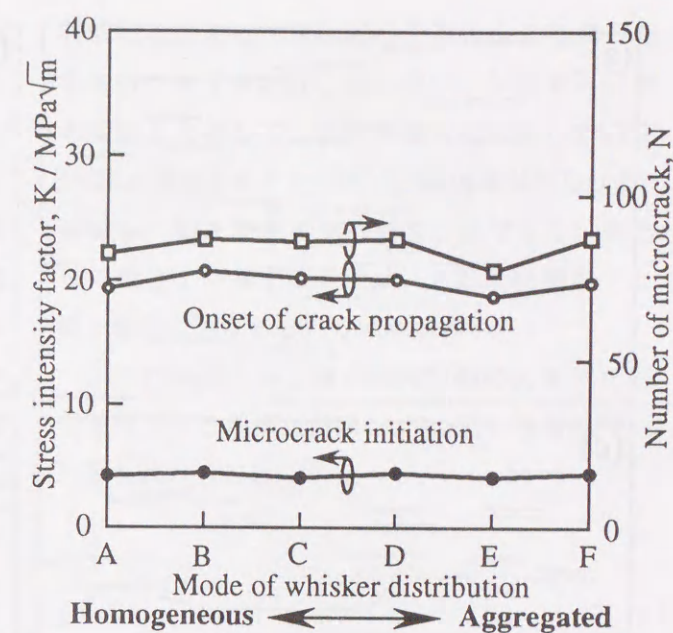


Fig.6-29 Effects of the spatial patterns of whisker distribution on the crack initiation characteristics. Volume fraction is 32.7%. Contents of the distribution functions; A - F are listed in Fig.6-28.

がある時に R_L は極大となる。ここで R_L が最大となるのは、Vf15.0%ではPólya-Eggenberger分布でVが0.3の時であり、Vf24.6%では同じくVが0.6の時である。これらの場合では、実際に加圧鋳造法でMMCを試作した時に得られるウィスカーの分散状態である均一分布やPoisson分布の場合と比較して、 R_L が20%程度増加しており、Fig.6-21に基づけば、この効果はVfが5%以上増加する効果に匹敵する。また、Vがこれ以上増加すれば R_L は低下し、凝集が過度になれば、き裂伝播抵抗はむしろ低下することが理解できる。

上記のような効果は、Fig.6-30およびFig.6-31から、強化材分布が均一な場合は、上下のマイクロクラックによる応力遮蔽効果のために発生する k_{11} 成分が相殺され、き裂の偏向が抑制される傾向にあるのに対し、強化材が凝集している場合は、き裂面の上下どちらか一方にマイクロクラックの集団が偏るために、き裂が強化材の集団に大きく引き寄せられて偏向が激しくなり、き裂伝播抵抗が向上すると考えることで理解で

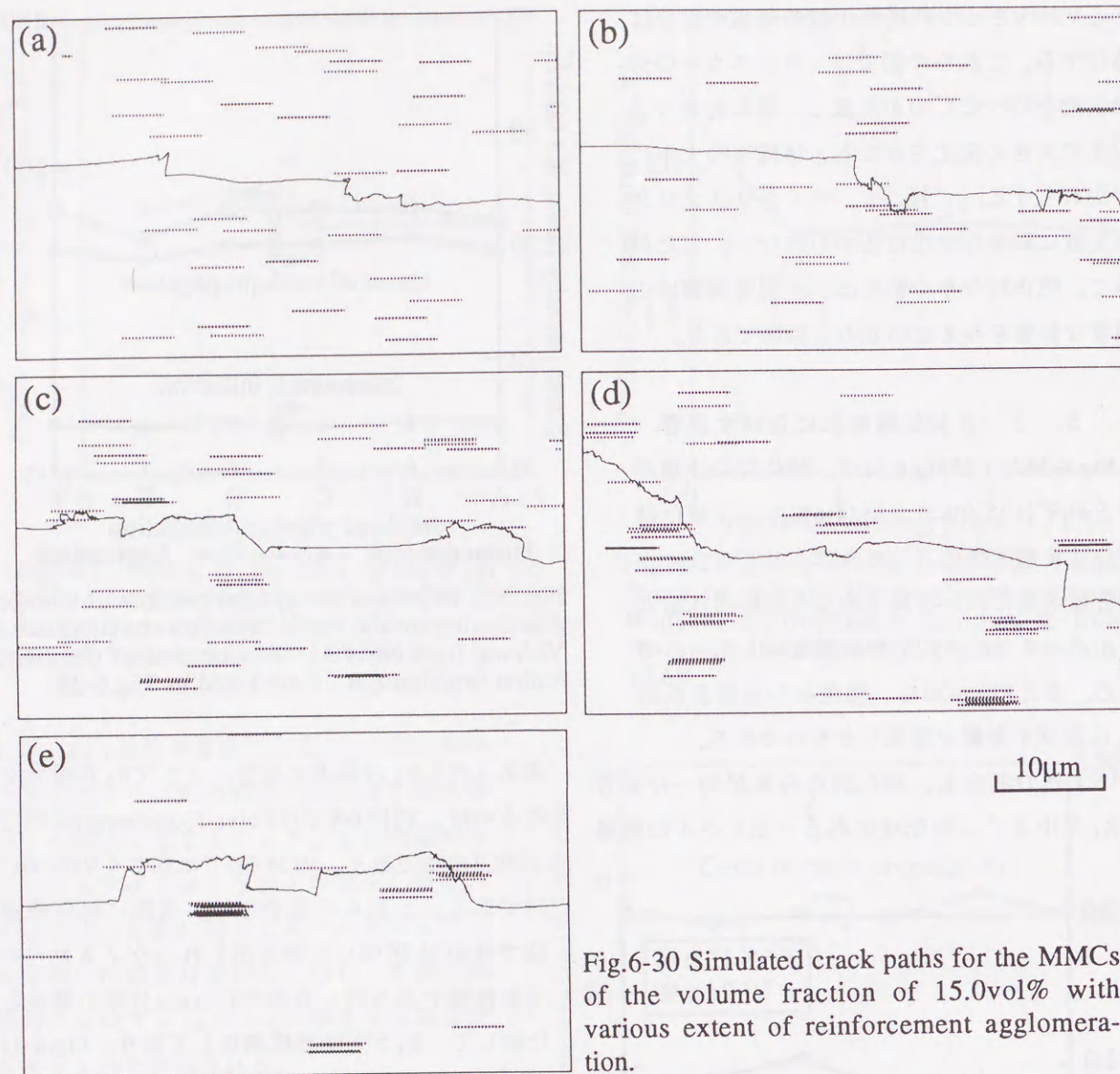
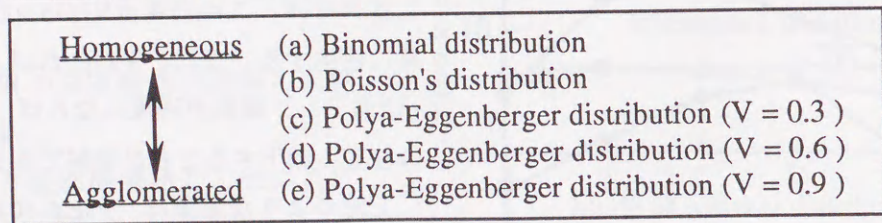


Fig.6-30 Simulated crack paths for the MMCs of the volume fraction of 15.0vol% with various extent of reinforcement agglomeration.



きる。

4. シミュレーション結果に基づくマイクロ組織制御法の提案

4. 1. シミュレーションで明らかとなった破壊特性に及ぼすマイクロ組織の影響の

小括

前節で述べたシミュレーションの結果から、MMCの強化材組織や界面特性を制御して破壊特性を向上させる上で、いくつかの指針が得られた。まず、強化材のVfを増加させればき裂伝播抵抗

抗は増加するものの、き裂進展開始じん性は低下してしまう。また、界面強度が低い場合には、これを改善すればき裂進展開始じん性を向上させることができるが、SiCと6061合金の場合は界面強度は既に高いレベルにあり、これ以上の有効な改善は期待できない。同様に、強化材強度を向上させればき裂進展開始じん性は改善できるが、これもSiCウィスカーの場合は、現状でかなり高いレベルにあると考えられ、有効ではない。一方、強化材や界面の強度を改善しても、き裂伝播抵抗にはほとんど影響がない。また、

特徴的なことに、強化材の分散にある程度の粗密を持たせてやれば、均一ないしランダム分散の場合と比較して、き裂伝播抵抗に対してVfを5%以上増加させたのと同じ改善効果が得られる。しかも、Vfを増加させる場合と異なって、強化材の粗密を制御する手法は、き裂進展開始じん性を犠牲にしないという利点がある。

以上の結果から、強化材の分散に人為的な粗密を付与する手法を検討してMMCの破壊特性の改善を試みることにする。

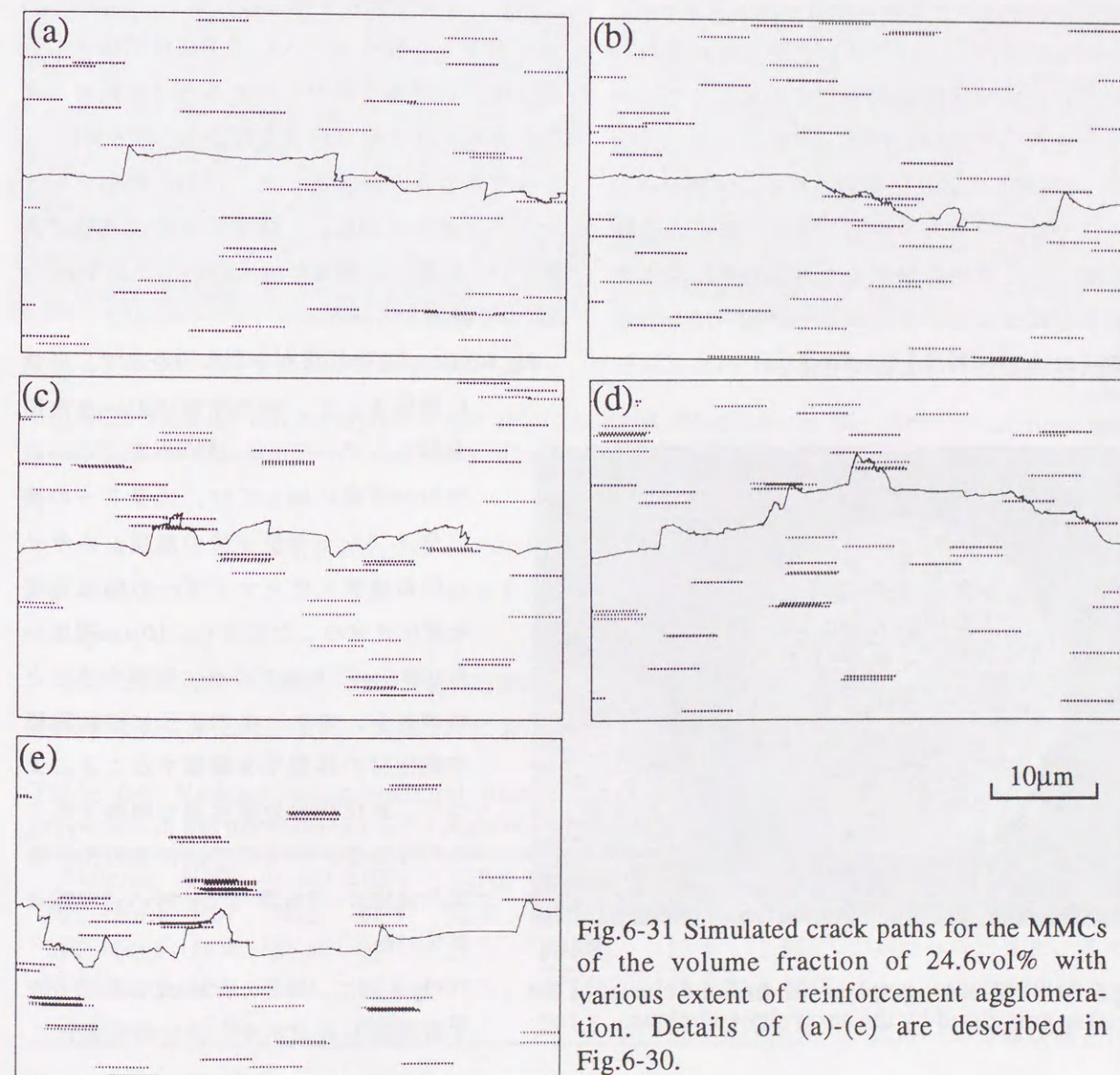


Fig.6-31 Simulated crack paths for the MMCs of the volume fraction of 24.6vol% with various extent of reinforcement agglomeration. Details of (a)-(e) are described in Fig.6-30.

4. 2. 高破壊じん性MMCとその製造方法の提案

一般に、製造過程で強化材の凝集が生じる場合、凝集部分には、往々にしてマトリックスが未含浸であったり、または強化材同士の接触が激しいなどの製造欠陥が存在する。しかしながら、前節で明かとなった強化材組織の粗密の制御によってMMCのじん性を向上させるためには、製造欠陥を伴わない規則的な凝集を作り出す必要がある。本研究では、以下のような方案によってそれを実現することを提案する。

まず、ウィスカーを水に分散させて、ガラス、PVAおよびシランカップリング剤をそれぞれバインダーおよび接着助剤として添加し、このスラリーを十分に攪拌した後、スプレードライ法^(4,5)で造粒して球状に凝集させる。スプレードライ法では、ウィスカーが一様に分散した溶媒が水滴として空中を飛散しながら急速に脱水されることによって、ウィスカーが均一に分散した球状の塊を作ることができる。このスプレー

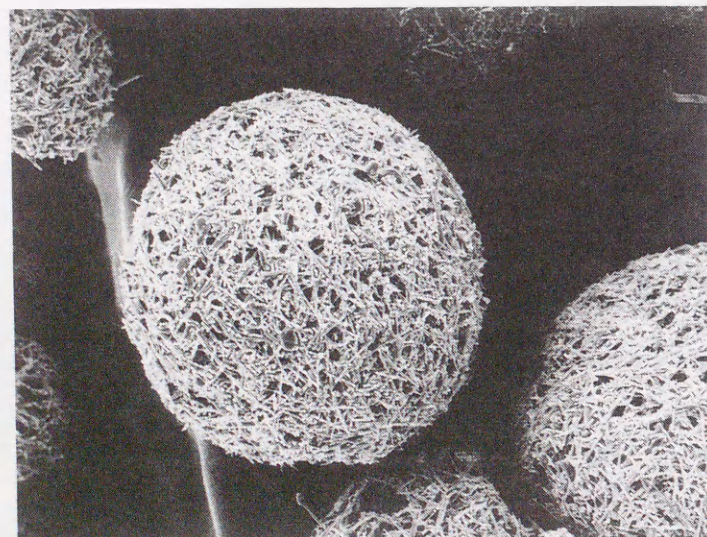


Fig.6-34 SEM micrograph of the artificial cluster of the whisker granulated by the spray-dry technique.

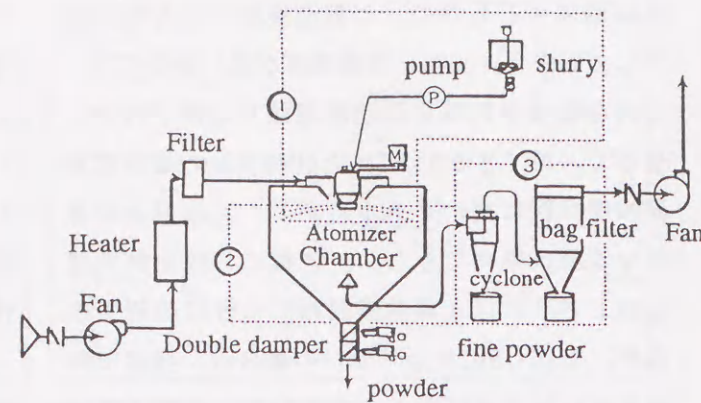


Fig.6-33 Schematic representation of the apparatus for the spray-dry technique.

ドライ装置の概略を、Fig.6-33に示した。

次に、この造粒粉を型内に充填し、0.46MPaの加圧力でごく軽くプレスして予備成形体とし、焼成後、加圧鋳造法で、できるだけ成形体の変形が少なくなる様な鋳造条件のもとで6061アルミニウム合金と複合化した。なお、PVAとシランカップリング剤は、予備成形体の焼成時に沸騰ないし燃焼し、残渣が残らないことを予めDTAにより確認している。

Fig.6-34に、造粒したウィスカーを示す。非常に規則正しく、かつ球形に近い造粒粉が得られていることがわかる。この造粒粉の直径に関しては、スラリーの濃度やスプレードライ時の温度、スラリー供給速度、アトマイザーの回転速度を変化させることにより、10µm程度から100µm以上まで自由に制御することができる。また、このように造粒粉径や強化材の体積率を調整することによって、強化材の分散状態を制御することができる。本研究では、造粒条件を変化させて、3水準のサイズの造粒粉を試作した。

Fig.6-35に、試作したMMCの断面の光学顕微鏡写真を示す。強化材組織は、

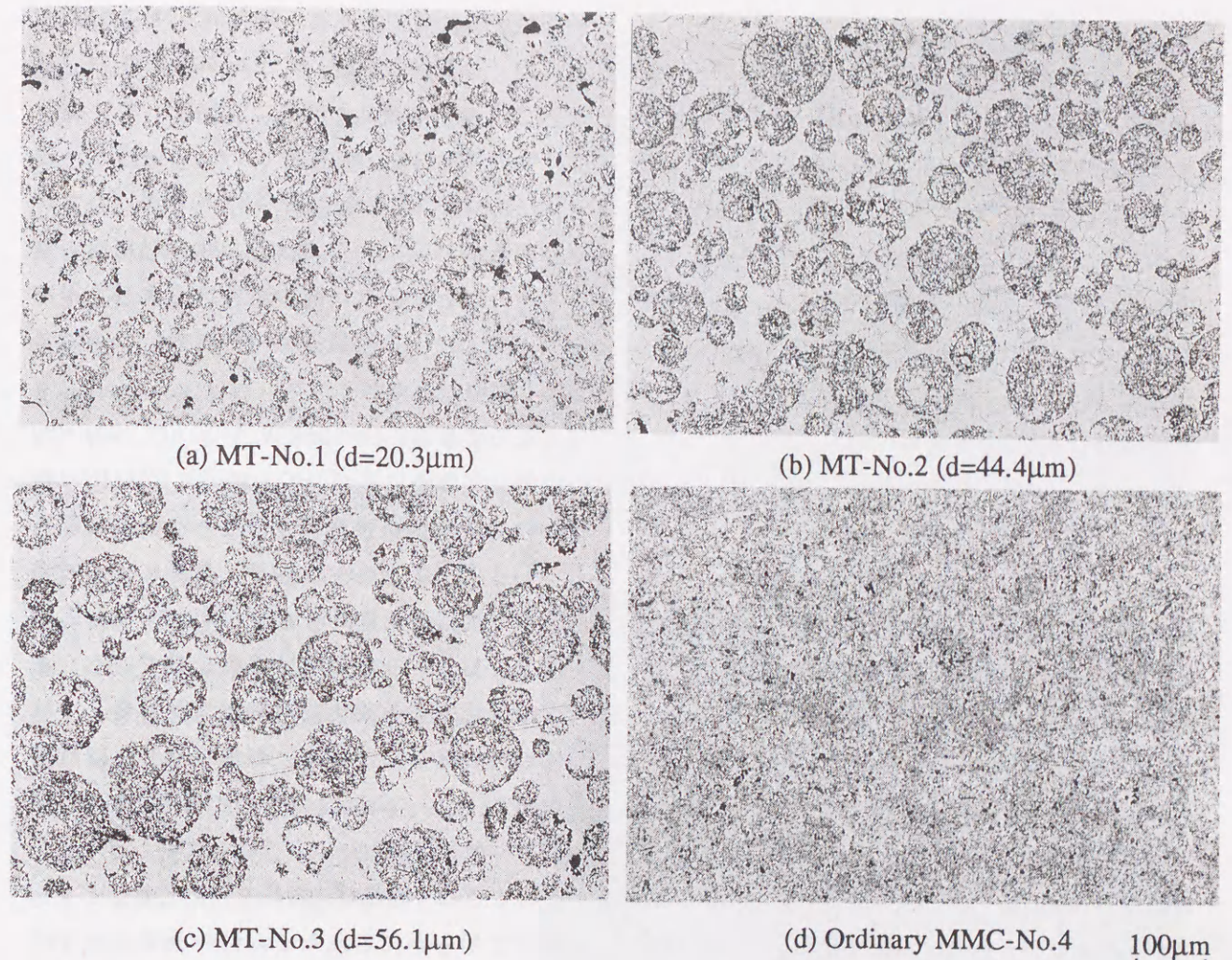


Fig.6-35 Optical micrographs of the reinforcement structures in the three microstructurally-toughened MMCs and the one ordinary MMC manufactured experimentally in this paper.

ウィスカーによって強化された球状のMMC領域が、非強化のアルミニウム合金中に分散したものととなっている。

試作したMMCの体積率、造粒粉径は、Table 6-6にまとめて示した。また、画像解析による面

積率の測定とSEMを用いたMMC領域内のウィスカーの分散状態の定量評価の結果、例えばNo.3のFig.6-35(c)のMMCは、ウィスカーが二項分布に従ってほぼ均一に分散しているVf22.9%の球状のMMC領域が、アルミニウム合金中にVfで53.

7%含まれており、平均してSiCウィスカーのVfが12.3%となった二重構造のMMCとなっていることがわかった。また、他のものも、MMC領域内のウィスカーの分散状態と体積

Table 6-6 Various microstructural parameters and mechanical properties in the microstructurally-toughened and the ordinary MMC.

| Material | Vf(%) | d(µm) | E(GPa) | G(GPa) | σ_b (MPa) | K_{IC} (MPa \sqrt{m}) | RL |
|-----------|-------|-------|--------|--------|------------------|----------------------------|------|
| MT - No.1 | 10.7 | 20.3 | 82.5 | 31.6 | 358.1 | 19.1 | 1.41 |
| MT - No.2 | 11.4 | 44.4 | 82.3 | 31.3 | 381.1 | 18.8 | 1.55 |
| MT - No.3 | 12.3 | 56.1 | 82.3 | 31.6 | 332.9 | 16.8 | 1.46 |
| Ordinary | 12.0 | — | 84.0 | 33.1 | 291.5 | 17.4 | 1.21 |

率は、ほぼ同様であった。

本研究では、比較材として、バインダーと焼成条件の調整によって崩壊しやすい造粒粉を製作し、上記と同じ製造方法でFig.6-35(d)に示すようにウィスカーを比較的均一に分散させたMMCも試作した。以後、Fig.6-35(a)~(c)のものをMT材 (i.e. Microstructurally-Toughened composite)、(d)のものを均一分散材と呼ぶ。なお、Table 6-6に示すように、均一分散材のVfは12.0%で、MT材とほぼ同じとした。

4. 3. 材料試験の方法

試作した素材は、最高時効に熱処理して試験に供試した。破壊じん性試験に用いた試験片は、幅50mm、厚さ12.5mmのCT試験片である。試験方法は、ASTM-E399-83⁽¹⁷⁾に準拠する平面ひずみ破壊じん性試験であり、容量98kNのインストロン型万能試験機を用いてクロスヘッド速度: 8.3×10^{-6} m/sで行った。また、弾性率などの測定方法は前述の通りである。強度に関しては、 $10 \times 10 \times 55$ mmの三点曲げ試験片を用い、上記の試験機で曲げ強度を求めて評価した。この場合のクロスヘッド速度は、 8.3×10^{-6} m/sとした。

一般に、き裂伝播抵抗を定量的かつ厳密に把握するためには、テアリングモジュラス: T_R またはき裂先端開口角: CTOAによる評価が必要になる。 T_R は、主き裂の安定き裂進展過程における破壊抵抗の増加の割合を表すために、J- Δa 曲線上のR曲線の傾きを無次元化したものである。ここでは、ASTM-E813-88に準拠する複数試験片法⁽⁴⁶⁾によってJ- Δa 曲線を求め、供試材のき裂伝播抵抗を評価した。

4. 4. 高破壊じん性MMCの破壊特性

Table 6-6には、試作した3種類のMT材および均一分散材の破壊じん性値、 R_L とその他の力学

的特性を合わせて示した。例えば、No.3のMT材は、均一分散材と比較してヤング率で約2%、剛性率で約5%、破壊じん性値で約4%劣っているが、曲げ強度で約14%、粗さプロファイルパラメータでは約24%の大きな改善が認められる。したがって総合的に見て、このような強化材組織の制御を行うことにより、他の諸特性を大きく損なうこと無しに、き裂伝播特性を有効に改善できることが明らかである。

ところで最近、CorbinとWilkinsonは、Eshelbyの等価介在物法に基づいて、粒子強化MMCの強化材の分散状態が強度特性に与える影響を解析している⁽⁴⁷⁾。彼らは、粒子の凝集によって変形初期の加工硬化率が増加し、MMCの流動応力が向上するという興味深い結果を得ている。また、複合化による強化効率を考えた場合、やはり本研究の結果と同様に、凝集の程度には最適値があり、均一な場合と比較して最大で25%の強化効率の改善が得られると予測している。

このように、強化材に凝集を持たせることで、本論文で明らかにされたじん性の改善だけではなく、強度も改善できる可能性があることは重要な情報である。実際に、Table 6-6に示したMT材の曲げ強度は、均一分散材と比較して同等か、または最大で23%程度改善されている。したがって、本論文で提案するマイクロ組織制御法によっても、MMCの強度が改善される可能性は充分にあると言える。今後は、非線形有限要素法解析などによって強度や延性に及ぼす凝集の影響を詳細に解析し、強度とじん性の両方のバランスを考慮して、最も強靱なMMCが得られるマイクロ組織条件を検討することが課題となる。

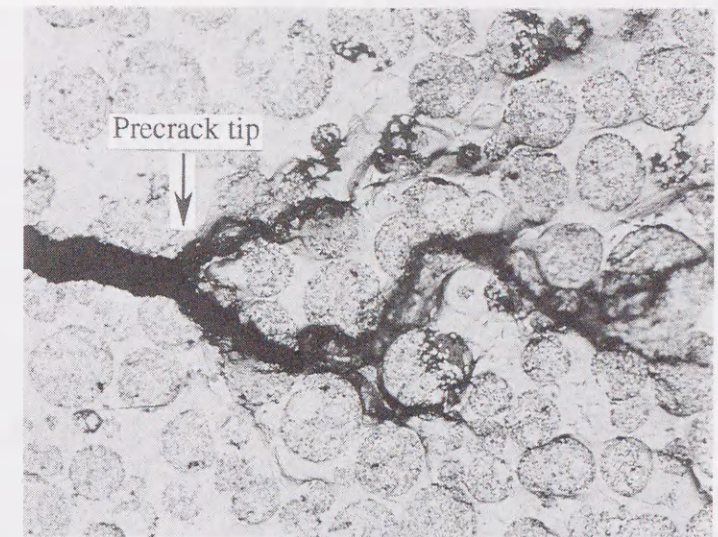
Fig.6-36は、破壊じん性試験である程度き裂を進展させた後、試験を中断して試験片側面の予き裂先端付近を観察したものである。MT材の場合、き裂進展開始にともなって予き裂先端が顕

著に鈍化するが、均一分散材では鈍化量ははるかに小さい。また、MT材では、このような顕著なき裂の鈍化にともなう、明瞭なすべり帯が最大せん断応力方向に相当するき裂先端前方の上下斜め方向に形成されている。

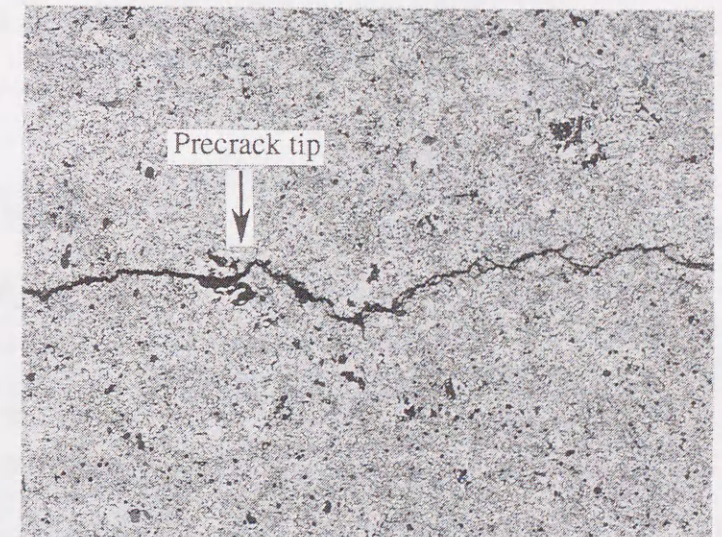
Fig.6-37は、No.2のMT材の破面のSEM像である。破面は、第IV章で既示した通常のMMCと同じボイドの生成、成長、合体によるディンプルパターンを呈している。破壊は、ほとんどすべて造粒粉の内部で起こっており、造粒粉間はアルミニウム合金の塑性変形で結ばれていることがわかる。また、変形はアルミニウム合金部分に局在化しており、き裂面から500 μ m程度離れた位置でも、マトリクス部分には明瞭なすべり変形の痕跡が観察される。このことから、MT材では、球状のMMC領域がすべり変形を阻止する働きをしていることがわかる。

Fig.6-38は、光学顕微鏡を用いて試験片側面でき裂伝播経路を観察したものである。Fig.6-37の破面観察で明らかとなったように、き裂は造粒粉間にある強度の低いアルミニウム合金だけの部分を通して進展するのではなく、逆に球状のMMC部分を選択的に通過する傾向がある。これは、本章で示したシミュレーションによる予測結果とよく一致している。

Fig.6-39は、き裂伝播経路をSEMを用いてさらに高倍率で観察したものである。き裂伝播経路をより詳細に観察すると、MMC領域内には多数のマイクロクラックが観察される。また、MMC領域内のき裂伝播経路はジグザグであり、そこ



(a) Microstructurally-toughened MMC (No.3)



(b) Ordinary MMC (No.4)

100 μ m

Fig.6-36 Optical micrographs of crack paths including precrack-tips after the interrupted fracture toughness tests.

でのき裂伝播抵抗はかなり高いものと推測される。MMC領域内には塑性変形の痕跡は確認されないが、MMC領域とアルミニウム領域の界面は強固であるため、界面の剥離などは観察されない。

以上の破面観察およびき裂伝播経路の観察結果を総合すると、MT材のき裂伝播機構に関しては、凝集のあるMMC中を伝播するき裂のシミュ

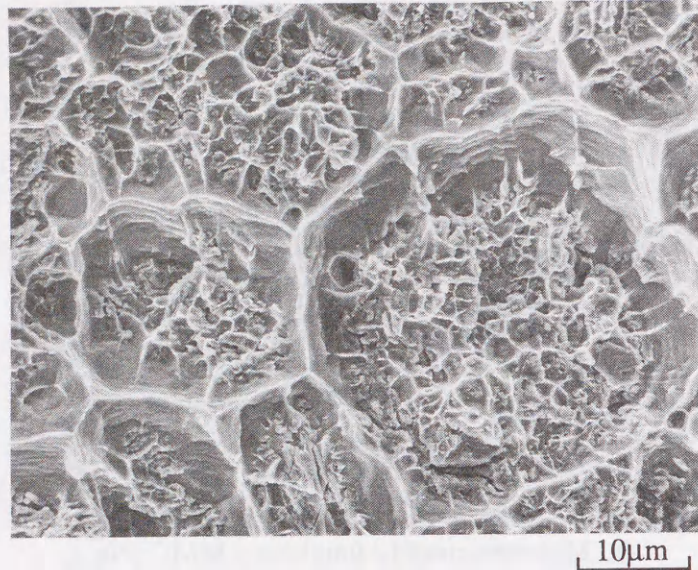


Fig.6-37 SEM image of the fracture surface after the fracture toughness test of the No.2 microstructurally-toughened MMC

レーションにより予測されるき裂伝播機構と同様であると結論される。

5. 結言

5. 1. 計算機実験に先立って行った予備実験の結果

1) MMC強化材の二次元的な分布様式は、均一なものから凝集を伴った粗密のある分布まで、二項分布、Poisson分布、Pólya-Eggenberger分布の3つの離散分布関数を用いて表示できる。

2) SiCウイスキー/6061アルミニウム合金MMC中をき裂が伝播する場合、静止き裂の場合も進展き裂の場合も、HRR特異応力場が支配的である。一方、非強化の6061合金の場合、静止き裂の場合のHRR特異性が、き裂の進展にもなってRDS特異性へと変化する。

5. 2. シミュレーションにより得られた知見

1) マイクロクラックと主き裂の相互作用を考慮することにより、主き裂は付近のマイクロクラックに向かって進展し、これをトレースするという実験観察で確認された実際のMMCの挙動と同じものが再現された。

2) 主き裂先端の応力状態によって、主き裂先端前方で発生するマイクロクラックの分布は大きく変化する。

3) き裂は、マイクロクラック密度の低い領域では直線的に進展し、密度の高い領域では大きく偏向しながら進展する。

4) マイクロクラックに接近する場合、主き裂先端の k_I は加速度的に増加する。また、マイクロクラックから遠ざかる場合は k_I が非常に小さくなり、主き裂の進展はマイクロクラックによって著しく阻害される。

5) 強化材の V_f を増加させることで、き裂伝播抵抗は大きく上昇するが、逆にき裂進展開始じん性は大きく低下する。

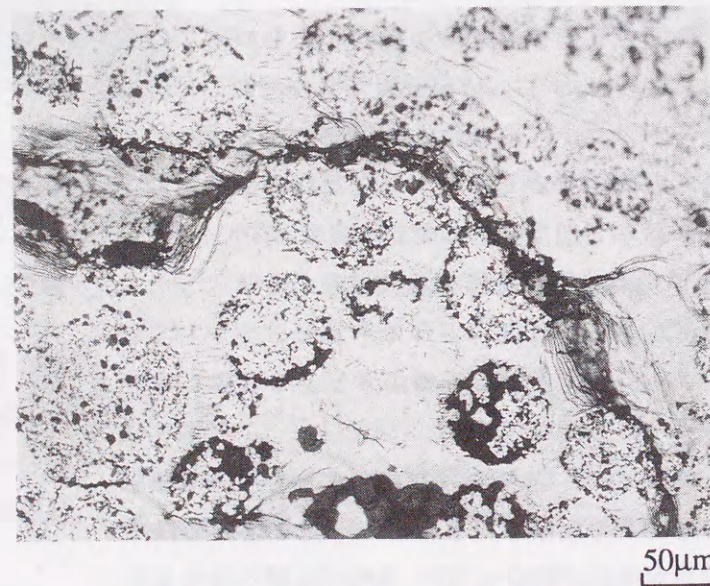


Fig.6-38 Optical micrograph of the crack path in the No.3 microstructurally-toughened MMC, representing predominant crack path through the reinforced regions.

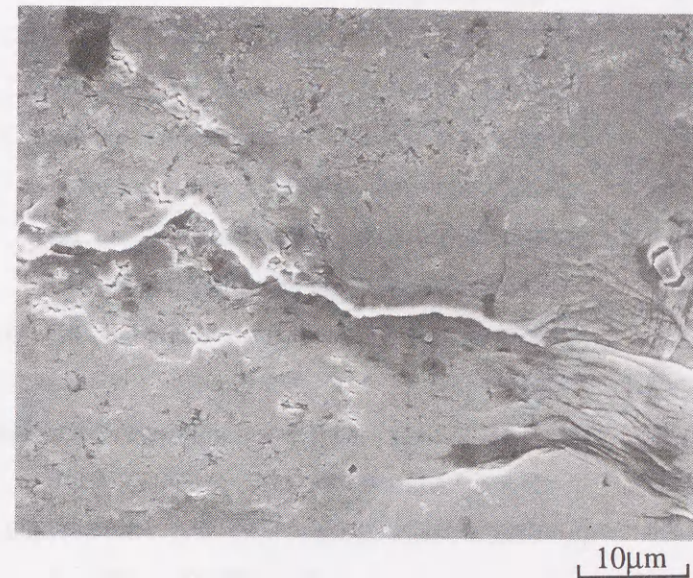


Fig.6-39 SEM image of the crack path in the No.3 microstructurally-toughened MMC, representing microcracking and high propagation resistance due to microcracking in the reinforced regions.

6) 界面強度や強化材の破断強度を高く設定すれば、き裂進展開始じん性は改善される。ただし、SiCと6061合金の場合は、いずれも現状で既に充分高いレベルにあり、これ以上顕著な改善の効果は期待できない。また、界面度や強化材強度は、き裂伝播抵抗にはあまり影響を及ぼさない。

7) 強化材分布に適当な粗密をもたせることにより、き裂伝播抵抗を改善することができる。その効果は、 V_f を5%以上増加させる効果に匹敵するが、 V_f を増加させる場合のように、き裂進展開始じん性を低下させない。

5. 3. 提案した高破壊じん性MMCについての結論

1) シミュレーションの結果に基づいて、ウイスキーを予め球状に造粒してその形状を損なわないように加圧鋳造法で合金マトリックスと複合化することにより、強化材組織に人為的かつ規則的な粗密を持ち、かつ製造欠陥を伴わない

高破壊じん性MMCを製造する手法を提案した。また、造粒粉のサイズや V_f を制御することにより、凝集の度合いを任意に制御することができる。

2) 上述の手法で実際にMMCを試作し、強化材の分散状態の制御により、強度、弾性率、き裂進展開始じん性などの諸特性を損なうことなしに、き裂伝播抵抗を有効に改善できることを確認した。したがって、本研究で提案したマイクロ組織制御法は、MMCの実用化にとって最大の障害の一つであるじん性の改善に有効であると結論される。

6. Appendix

6. 1. $[A_n]$ の詳細

$$A_n(11) = 1/2 \cdot (n+2) \cos[n\phi - (n+1/2)\theta] + 1/4 \cdot \cos[(n+2)\phi - (n+1/2)\theta] - 1/2 \cdot (n+1/2) \cos[(n+2)\phi - (n+5/2)\theta]$$

$$A_n(12) = 1/2 \cdot (n+2) \sin[n\phi - (n+1/2)\theta] - 3/4 \cdot \sin[(n+2)\phi - (n+1/2)\theta] - 1/2 \cdot (n+1/2) \sin[(n+2)\phi - (n+5/2)\theta]$$

$$A_n(21) = n/2 \cdot \sin[n\phi - (n+1/2)\theta] + 1/4 \cdot \sin[(n+2)\phi - (n+1/2)\theta] - 1/2 \cdot (n+1/2) \sin[(n+2)\phi - (n+5/2)\theta]$$

$$A_n(22) = -n/2 \cdot \cos[n\phi - (n+1/2)\theta] + 3/4 \cdot \cos[(n+2)\phi - (n+1/2)\theta] + 1/2 \cdot (n+1/2) \cos[(n+2)\phi - (n+5/2)\theta]$$

$$P_n = (2n)! / (2^{2n} (n!)^2)$$

6. 2. $[B_n]$ の詳細

$$B_n(11) = -(n-2)P_{n-1} \cos[(n-1/2)\theta - n\phi] + nP_{n-1} \cos[(n-1/2)\theta - (n-1)\phi] + 2nP_n \sin \theta \sin[(n+1/2)\theta - n\phi]$$

$$B_n(12) = -(n-2)P_{n-1} \sin[(n-1/2)\theta - n\phi] + (n-2)P_{n-1}$$

$$\begin{aligned} & \sin[(n-1/2)\theta - (n-2)\phi] + 2nP_n \sin \theta \\ & \cos[(n+1/2)\theta - n\phi] \\ B_n(21) &= nP_{n-1} \sin[(n-1/2)\theta - n\phi] - nP_{n-1} \\ & \sin[(n-1/2)\theta - (n-2)\phi] + 2nP_n \sin \theta \\ & \cos[(n+1/2)\theta - n\phi] \\ B_n(22) &= nP_{n-1} \cos[(n-1/2)\theta - n\phi] - (n-2)P_{n-1} \\ & \cos[(n-1/2)\theta - (n-2)\phi] - 2nP_n \sin \theta \\ & \sin[(n+1/2)\theta - n\phi] \end{aligned}$$

6. 3. $[D_{02}]$ の詳細

$$\begin{aligned} D_{02}(11) &= 15 + 4\cos(2\phi) - 2\cos\theta - \cos(2\theta) \\ & - 6\cos(\theta - 2\phi) + 2\cos(3\theta - 2\phi) \\ & - \cos(3\theta - 4\phi) - 2\cos(4\theta - 4\phi) - \cos(5\theta - 4\phi) \\ D_{02}(12) &= 2\sin(2\phi) + 3\sin(\theta - 2\phi) - \sin(3\theta - 2\phi) \\ & + \sin(3\theta - 4\phi) + 2\sin(4\theta - 4\phi) + \sin(5\theta - 4\phi) \\ D_{02}(21) &= D_{02}(12) \\ D_{02}(22) &= 7 - 2\cos\theta - \cos 2\theta + \cos(3\theta - 4\phi) \\ & + 2\cos(4\theta - 4\phi) + \cos(5\theta - 4\phi) \end{aligned}$$

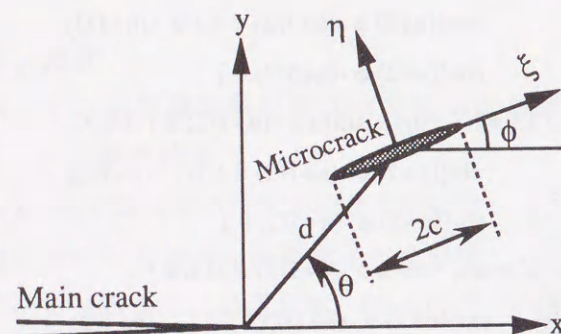


Fig.6-40 Definition of the axis of the coordinates in the unit for the computation of the micro-crack shielding effects.

文献

- (1) 小林俊郎, 岩成弘美, 金憲珠, 尹義博, 渡辺修一郎: 軽金属, 41(1991), 89.
- (2) J.J.Lewandowski and C.Liu: Mat. Sci. Engng., A107(1989), 241.
- (3) C.S.Lee, Y.H.Kim, T.Lim and K.S.Han: Scripta Met., 25(1991), 613.
- (4) M.Manoharan and J.J.Lewandowski: Scripta Met., 24(1990), 2357.
- (5) H.J.Kim, T.Kobayashi, H.S.Yoon and E.P.Yoon: Mat. Sci. Engng., A154(1992), 35.
- (6) Y.Flom and R.J.Arsenault: Acta Met., 9(1989), 2413.
- (7) M.Manoharan and J.J.Lewandowski: Mat. Sci. Engng., A150(1992), 179.
- (8) M.H.Carvalho, T.Marcelo, H.Carvalhinhos and C.M.Sellars: J. Mat. Sci., 27(1992), 2101.
- (9) K.Muramatsu, A.Kawasaki, M.Taya and R.Watanabe: Proc. 1st Symp. on FGM, Ed. by Yamanouchi et al., (1990), 53.
- (10) Q.F.Li and D.G.McCartney: J. Mat. Proc. Tech., 41(1994), 249.
- (11) 鈴木啓祐: 空間人口学, 大明堂, (1980), 30.
- (12) P.G.Smith: Ann. Bot., 16(1952), 293.
- (13) 藤井太一: "信頼性工学の基礎概念" 複合材料次世代技術動向調査研究, 日本機械工業連合会, (1984), 87.
- (14) 久保司郎: 材料, 32(1983), 1285.
- (15) J.R.Rice and G.F.Rosengren: J. Mech. Phys. Solids, 16(1968), 1.
- (16) J.W.Hutchinson: J. Mech. Phys. Solids, 337(1968), 13.
- (17) J.R.Rice, W.J.Drugin and T.L.Sham: Fracture Mechanics: Twelfth Conference, ASTM STP 700, ASTM, (1980), 189.
- (18) K.S.Chan: Met. Trans. A, 21A(1990), 81.
- (19) K.S.Chan: Met. Trans. A, 23A(1992), 183.
- (20) J.Wang and C.L.Chow: Int. J. Fract., 54(1992), 165.
- (21) Ch.Zhang and D.Gross: Int. J. Fract., 60(1993), R51.
- (22) C.F.Shih: Fracture Analysis, ASTM STP 560, ASTM, (1974), 187.
- (23) I.B.Jeong, D.N.Lee, K.H.Oh and H.I.Lee: Fundamental Relationships Between Microstructure & Mechanical Properties of Metal Matrix Composites, Ed. by P.K.Liew et al., TMS, Pittsburg, (1990), 187.
- (24) J.W.Hutchinson: Acta Met., 35(1987), 1605.
- (25) S.X.Gong and H.Horii: J. Mech. Phys. Solids, 37(1989), 27.
- (26) C.L.Chow and T.J.Lu: Int. J. Fract., 50(1991), 79.
- (27) Y.Fu and A.G.Evans: Acta Metall. 33(1985), 1515.
- (28) S.Nirmalendran and H.Horii: J. Mech. Phys. Solids, 40(1992), 863.
- (29) S.Wu and A.Chundnovsky: Int. J. Fract., 59(1993), 41.
- (30) B.A.Bilby, G.E.Cardew and I.C.Howard: Fracture 1977, vol.3, Ed. by D.M.R.Taplin, Univ. of Waterloo Press, (1977), 197.
- (31) B.Cotterell and J.R.Rice: Int. J. Fract., 16(1980), 155.
- (32) F.Erdogan and G.C.Sih: J. Basic Engng., (1963), 519.
- (33) B.Cotterell: Int. J. Fract., 1(1965), 96.
- (34) G.C.Sih: Int. J. Fract., 10(1974), 305.
- (35) C.L.Chow and J.Wang: Int. J. Fract., 47(1991), 145.
- (36) F.Erdogan: Engng. Fract. Mech., 4(1972), 811.
- (37) W.A.Fate: J. Appl. Phys., 46(1975), 2375.
- (38) M.Taya and R.J.Arsenault: Metal Matrix Composite, Pergamon Press, Oxford, (1989), 41.
- (39) 香川豊, 八田博志: セラミックス基複合材料, アグネ承風社, (1990), 27.
- (40) K.M.Prewo: J. Mat. Sci., 21(1986), 3590.
- (41) J.J.Petrovic, J.V.Milewski, D.L.Rohr and F.D.Gac: J. Mat. Sci., 20 (1985), 1167.
- (42) Y.Flom and R.J.Arsenault: Mat. Sci. Engng., 77(1986), 191.
- (43) S.Suresh and A.K.Vasudevan, Mater. Sci. Engng., 79(1986), 183.
- (44) E.E.Underwood and K.Banerji: Mater. Sci. Engng., 80(1986), 1.
- (45) 横山哲夫: 粉体と工業, 23(1991), 55.
- (46) ASTM-E813-88, Annual Book of ASTM Standards, 03.01(1988), 698.
- (47) S.F.Corbin and D.S.Wilkinson: Acta Metall., 42(1994), 1311.

第 VII 章 疲労き裂伝播特性

1. 緒言

一般に、材料が繰り返し荷重を受ける場合、材料に生じる応力の絶対値がその降伏応力以下でも、材料の損傷、き裂の発生と伝播という過程で破壊は進行する。そして、構造用部材が使用中に破壊する場合、その破壊過程には何らかの形でこのような疲労破壊が関与している場合が多い。これは、部材の設計段階で、強度にはかなりの安全率が見込まれているために、無傷で欠陥の無い部材に、その強度を越える過大な応力が荷重されて一気に破断することは少ないと考えられるからである。また、巨視的には急速破壊と認められても、その原因は微小な疲労き裂の発生による場合も数多く報告されている。

疲労破壊の研究には、1852年に発表されたA. Wohlerの系統的な研究以来、140年以上の歴史がある。そして、鉄やアルミニウム合金などの実用金属材料に関しては、バウジンガー効果や加工硬化、加工軟化などの静的な変形、破壊特性との関連や、疲労き裂の発生および伝播に関する微視的な機構に関して、多くの現象が解明されている。

ところで、金属基複合材料:MMCが多くの優れた性質を有することは既に述べた通りである。そして、その強度発現や破壊、き裂伝播などの機構、マイクロ組織の特徴とその影響に関しては、本論文のこれまでの検討で多くのことが明らかになっている。しかしながら、MMCの疲労特性や疲労破壊の機構に関する理解は、高々数十年という複合材料研究の歴史の浅さも相まって、鉄鋼材料などで蓄積されてきた膨大な知見や理

論的解析とは比べるべくもない。特に、MMCが疲労破壊する場合、非強化のMMCにはない多くのマイクロ組織因子が存在し、時としてき裂やき裂先端塑性域のサイズがこのようなマイクロ組織単位と同等のレベルになるため、複数の因子が疲労破壊に関与する複雑なものとなる。

本論文では、いくつかの疲労破壊の過程の中で、特にき裂の伝播過程を取り扱う。一般に、疲労き裂伝播過程は、マイクロ組織や平均応力、環境などの影響を強く受け、連続体力学が適用できない微小疲労き裂 (Short fatigue crack または単に、Short crack) の段階と、それらの影響下から脱却して連続体力学的な解析が適用できる長い疲労き裂(Long fatigue crack)の段階の二つの段階に分けられる。

このうち、第VII章では、十分に長い疲労き裂の特性を検討する。ここでは、き裂停留に相当する下限界応力拡大係数範囲近傍から破断に至るまでの広い速度範囲にわたる疲労き裂伝播速度を、KやJ等の破壊力学パラメーターを用いて整理する。また、背面歪の測定によるき裂開口挙動の評価や、X線およびSEMを用いたフラクトグラフィから、マトリックスのマイクロ組織が疲労特性に与える影響や疲労破壊機構について考察した。これに加えて、観察により得られた疲労破壊機構に関する情報に基づいて、第VI章と同様の手法で破壊力学シミュレーションを構築し、マイクロクラックやき裂偏向などの外生的要因がMMCの疲労き裂伝播抵抗に及ぼす影響を評価した。

2. 実験方法

2. 1. 供試材および試験片

供試材は、第III章、第IV章と同じ製造ロットのMMCで、その体積率は22.0%である。これに803Kで7.2ksの溶体化処理後、450Kにおいて、亜時効材で1.8ks、最高時効材で21.6ks、過時効材で180ksの人工時効処理を施した。このロットの供試材の場合、引張試験によって求めた降伏強度は、亜時効材では347.9MPa、最高時効材では442.0MPa、過時効材では379.3MPaである。さらに、供試材の疲労き裂伝播特性を非強化の場合と比較するため、MMCと同じ方法で6061アルミニウム合金単体のもの(以下、6061アルミニウム合金と表記)を試作し、疲労き裂伝播試験に供した。この6061アルミニウム合金の時効条件は450Kで36ksであり、これは最高時効状態に相当する。また、6061アルミニウム合金の降伏強度は、302.8MPaである。

疲労試験に用いた試験片は、幅Wが50mm、厚さBが12.5mmのCT試験片である。この試験片は、予めその側面を直径1μmのダイヤモンド粒子で研磨し、鏡面仕上げとした。

2. 2. 疲労き裂伝播試験方法

疲労き裂伝播試験は、室温、大気中で行った。試験条件は、荷重波形を引張り-引張りの片振り正弦波、応力比(R)を0.1、周波数を20Hzとした。

試験方法は、高疲労き裂伝播速度領域($da/dN \geq 10^{-8}$ m/cycle)では、ASTM-E647⁽¹⁾に準拠する定荷重振幅の ΔK 漸増試験を採用し、低き裂伝播速度領域($da/dN \leq 10^{-8}$ m/cycle)では、応力を段階的に減少させてゆく ΔK 漸減試験法によった⁽²⁾。また、き裂長さは荷重軸に垂直な方向への投影長とし、精度 ± 0.01 mm、倍率25倍の工具顕微鏡を用い、試験片側面で測定した。ただし、 ΔK の

算出には、試験後の破面で測定した5点平均のき裂長さで補正した値を使用し、き裂伝播速度の計算はセカント法⁽³⁾によった。

本研究では、特に小規模降伏状態を逸脱する高 ΔK 領域での疲労き裂伝播特性を評価するため、クリップゲージを用いて荷重点変位を測定し、荷重-荷重点変位曲線のヒステリシスループの面積から ΔJ を計算して評価した⁽⁴⁾。Fig.7-1には、この ΔJ の定義を模式的に示した。

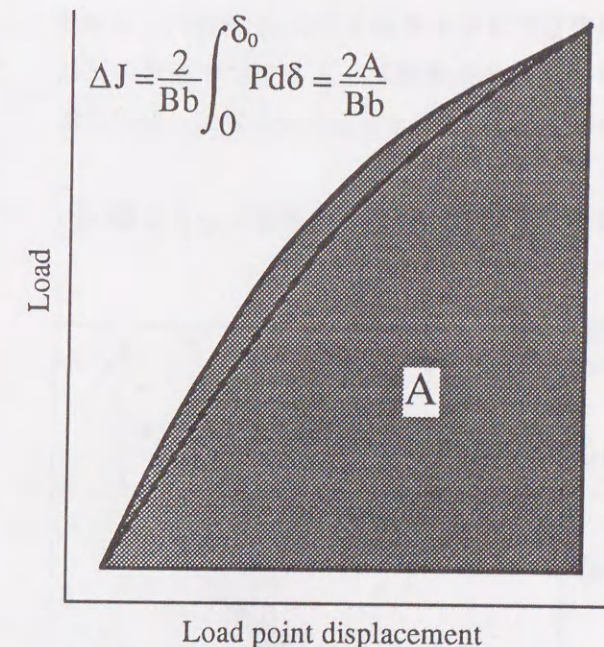


Fig.7-1 Schematic representation of the ΔJ measurement from a load - load-point-displacement curve.

疲労き裂伝播試験時には、き裂開口挙動を評価するため、同時に背面歪除荷弾性コンプライアンス法⁽⁵⁾によって疲労き裂の開口応力を測定した。

2. 3. 破面解析およびき裂伝播経路の観察方法

疲労き裂伝播試験後の破面は、き裂伝播速度と対応させながらSEMを用いて観察した。また、X線フラクトグラフィの手法を用いて破面の定

量解析を行った。この測定は、一定の負荷応力拡大係数範囲で3~5mm程度疲労き裂を進展させた後、試験片を破断させ、破面を10%弗酸で1~3 μm ずつエッチングして表面層を除去しながら、X線回折法によって残留応力や半価幅の破面と垂直方向の分布を測定するものである。この場合、測定部以外にはマスキングを施し、データのばらつきを防ぐために $\pm 5^\circ$ の入射角の揺動を行った。また、除去量は、予め作製しておいた校正曲線より求め、CT試験片のスリット部分の高さを測定してクロスチェックした。X線による残留応力の測定は、平行ビームを用いた通常の並傾法の光学系で 0.3° ステップで測定し、 $\sin^2 \psi$ 法により応力を決定した。

また、各時効状態、各速度域でのき裂偏向の

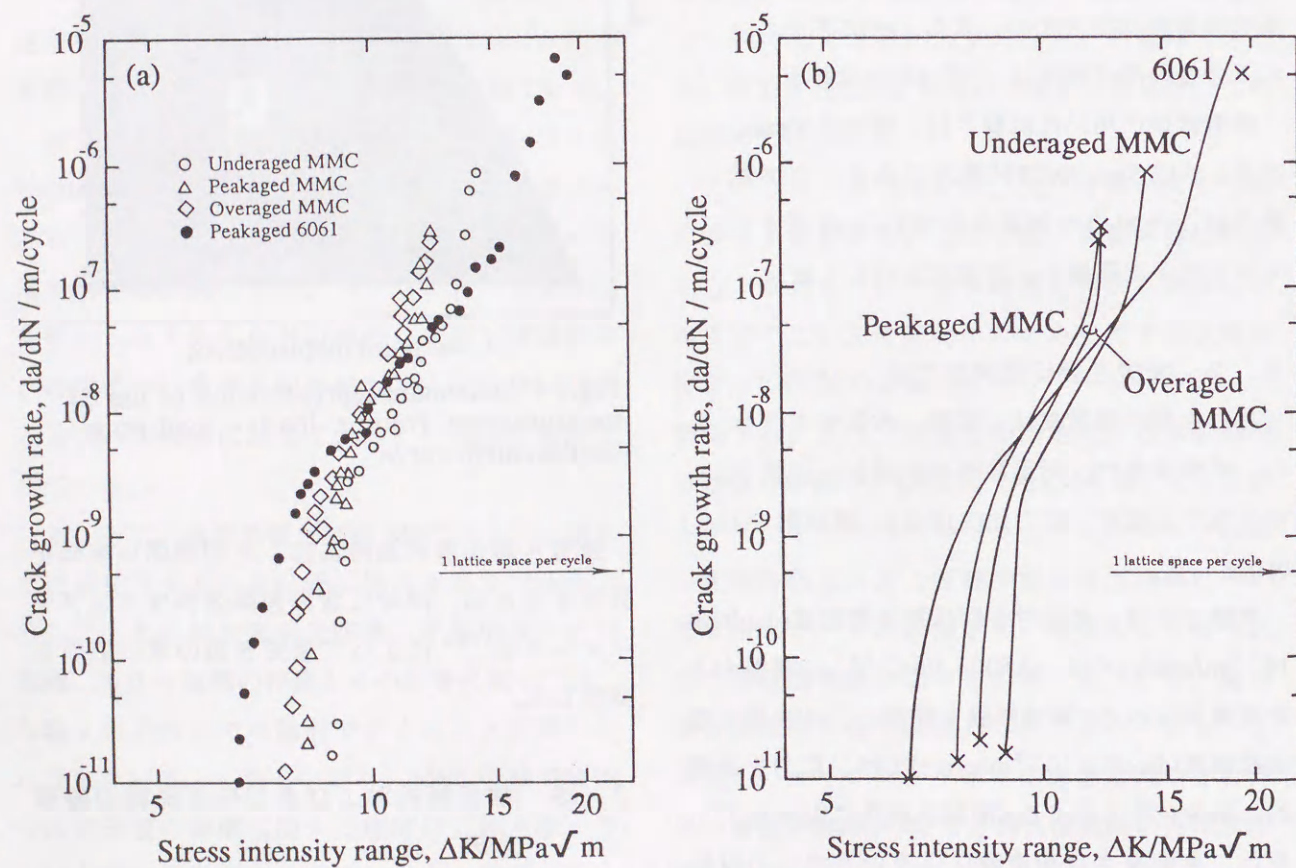


Fig.7-2 Variations in the long fatigue crack growth rates as a function of stress intensity ranges. (a) Experimental points and (b) approximated lines.

違いを定量的に調べるため、接触型の面粗さ計を用いてき裂進展方向の破面粗さを測定した。

これらの観察、解析に加えて、疲労き裂伝播試験中の試験片の側面を連続的に観察し、疲労き裂の伝播機構を考察した。この観察は、き裂伝播速度測定用の試験片とは別の試験片を用い、1000サイクル毎に試験を中断してSEMを用いて加速電圧10kVで行った。

3. 実験結果と考察

3. 1. 疲労き裂伝播特性

3. 1. 1. 供試材とアルミニウム合金の疲労き裂伝播速度の比較

Fig.7-2に、各時効状態の供試材および6061アルミニウム合金のき裂伝播速度:da/dNと応力拡大

Table7-1 Paris's law crack growth rate parameters and threshold stress intensity ranges.

| Material | C | n | ΔK_{th} (MPa $\sqrt{\text{m}}$) |
|---------------|------|------|--|
| Peakaged 6061 | 2.37 | 6.6 | 6.6 |
| Underaged MMC | 2.15 | 10.3 | 8.8 |
| Peakaged MMC | 9.54 | 12.1 | 7.7 |
| Overaged MMC | 4.08 | 11.6 | 8.2 |

係数範囲: ΔK の関係を示した。

一般に、第II段階の疲労き裂の伝播は、低応力側から順にII a、II b、II cの三つの段階に分けられる。このうち、最も負荷応力レベルの低いII a段階では、き裂が事実上進展しなくなる下限応力拡大係数範囲: ΔK_{th} が存在する。

この ΔK_{th} を、他の材料定数とともに、Table 7-1にまとめた。MMCとアルミニウム合金を同じ最高時効状態で比較すると、 ΔK_{th} は非強化の6061合金の場合の6.55に対し、MMCでは7.70と16%程度向上している。またこの ΔK_{th} 近傍を含むMMCのII a段階の疲労き裂伝播抵抗は、6061アルミニウム合金と比較して優秀であることがわかる。

次にII b段階では、一般に、次式で表される、いわゆるParis-Erdogan則⁽⁶⁾が成立し、da/dNと ΔK が両対数線図上で直線となる。

$$da/dN=C(\Delta K)^n \quad \dots(1)$$

これらのC、nは、材料定数である。このParis-Erdogan則の指数nは、Fig.7-2でII b段階部分の直線の傾きに相当し、nの値が大きくなるほどII b段階以降の疲労き裂伝播速度が加速されることになる。Table 7-1には、このC、nの値も合わせて示した。最高時効状態の場合のMMCで得られたn値は12.1であり、同じ状態の6061アルミニウム合金の6.6に比べてはるかに大きい。すなわち、疲労き裂伝播のII b段階では供試材の疲労き裂伝播速度は急激に増加し、その制御はかなり困難であることがわかる。このため、供試

材と6061アルミニウム合金の特性はII b段階の途中で逆転し、高速度域では、むしろ供試材の方が疲労き裂伝播速度が大きくなる結果となった。

また、最も荷重レベルが高いII c段階では、疲労破壊じん性値: K_{fc} が疲労き裂伝播の打ち切り条件となる。一般に、 K_{fc} は平面歪破壊じん性値 K_{Ic} と相関があり、 K_{Ic} よりも小さな値をとることが知られている。供試材の疲労破壊じん性値は、その破壊じん性値の低さを反映して、6061アルミニウム合金のそれよりもかなり小さい。また、この段階のMMCの疲労き裂伝播はかなり不安定で、6061アルミニウム合金よりも一桁程度低い速度域から急速破断することがわかる。

3. 1. 2. J積分によるき裂伝播速度領域の評価

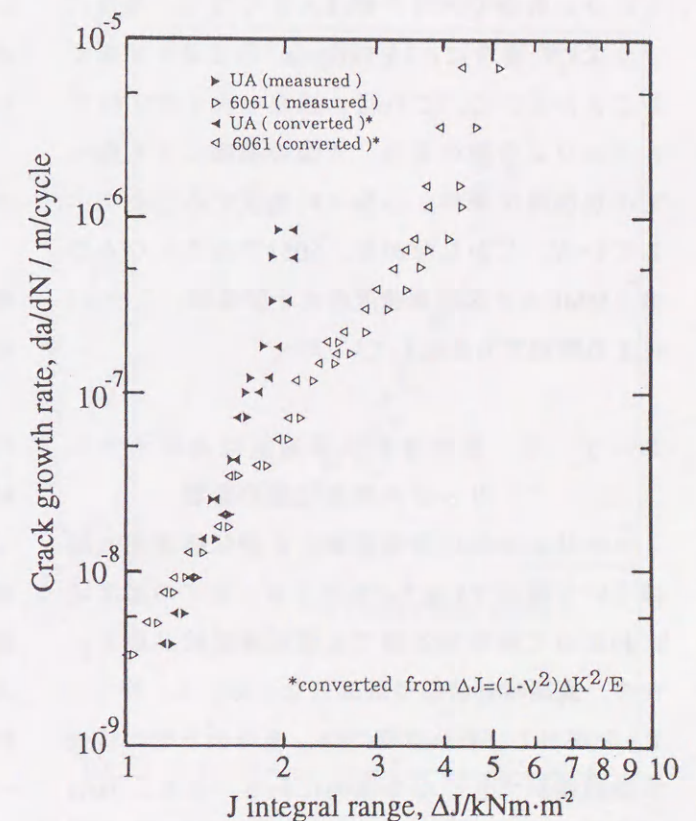


Fig.7-3 Fatigue crack growth rate, da/dN, as a function of ΔJ , measured and converted from ΔK .

疲労き裂伝播のIIc段階では、疲労き裂先端に形成される塑性域サイズが大きくなり、供試材と6061アルミニウム合金で降伏規模が異なる可能性が高い。そのため、両者の比較には大規模降伏領域まで含めて評価できるJ積分による整理⁽⁴⁾⁽⁷⁾⁽⁸⁾が必要となる。

Fig.7-3は、供試材と6061アルミニウム合金の中速度域以上でのき裂伝播速度を、J積分範囲: ΔJ によって整理し、比較したものである。図中には、参考までに次式によって ΔK から換算した ΔJ 値を左向きの三角形で示した。

$$\Delta J = (1 - \nu^2) \Delta K^2 / E \quad \dots(2)$$

ここで、 ν はポアソン比、 E はヤング率である。

IIb領域では、実験によって求めた ΔJ と、 ΔK から換算した ΔJ は両材料でよく一致している。ただし、これより高速度側では、特に6061アルミニウム合金で両者の差は大きくなり、換算により求めた場合に ΔJ を 1 kNm/m^2 程度過小評価することがわかる。これは、延性の大きな6061アルミニウム合金の場合、き裂の進展にともなって小規模降伏条件から徐々に逸脱することを示している。しかしながら、6061アルミニウム合金とMMCのき裂進展速度の大小関係は、この ΔJ による整理でも変化していない。

3. 1. 3. 疲労き裂伝播速度に及ぼすマトリックス時効状態の影響

マトリックスの時効状態とき裂伝播速度の関係という観点でFig.7-2を見ると、全ての速度域にわたって亜時効状態でき裂伝播抵抗が最大となり、最高時効状態で最低となっている。特に、IIb段階およびそれ以降では、亜時効と他の時効状態の差が大きくなる傾向にある。また、Paris則の指数 n も、亜時効材の10.3に対して最高時効材では12.1、過時効材では11.1と大きくなっている。そのうえ、最高時効材および過時効材では、

最終的に亜時効材より低い速度域から急速破断している。

ところで、非強化のアルミニウム合金の場合、時効状態が疲労き裂伝播に与える影響については、以下の様な説明が可能である。すなわち、亜時効材は母相と整合でせん断され易い粒子によって強化されているため、き裂先端でのすべりが粗く不均一となり、き裂が大きく偏向してき裂伝播抵抗が増加する。ところが、時効処理の進行とともに強化機構がOrowanのBypass機構にシフトするため、均一で微細なすべりが生じて破面がより平滑になり、疲労き裂伝播抵抗が単調に減少する。

これに対して、MMCの場合、疲労き裂伝播速度に及ぼす時効状態の影響が上記のアルミニウム合金単体の場合と異なるのは、疲労き裂伝播に影響を及ぼす各要因の効果の程度が、供試材と非強化のアルミニウム合金の場合で異なっているためと考えられる。

3. 2. き裂開閉口挙動

Fig.7-4は、き裂開閉口時の応力拡大係数 K_{op} を最大応力拡大係数 K_{max} で無次元化したものと、 K_{max} の関係を示したものである。

IIb領域では、最もき裂伝播速度の大きな最高時効材でき裂開閉レベルは低く、以下、過時効材、亜時効材とき裂開閉レベルは単調に増加している。したがって、このき裂開閉口挙動を考慮して、現実なき裂が開閉しているときの応力拡大係数範囲、すなわちElberの提唱する有効応力拡大係数範囲 ΔK_{eff} ⁽⁹⁾によって整理すると、Fig.7-5にその一例を示すように、各供試材のデータは互いに集まる傾向になる。これは、ヤング率や剛性率などの弾性特性、降伏強度、すべりモードや破壊機構の相違などの疲労き裂伝播に影響を及ぼす本質的な要因や、他の外生的要

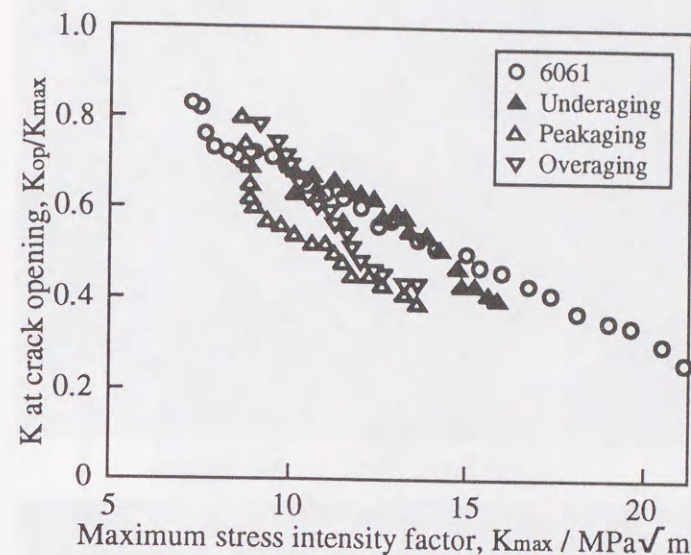


Fig.7-4 Normalized crack opening stress intensity factor as a function of the maximum stress intensity factor, K_{max} .

因の影響の他に、き裂開閉口が疲労き裂の伝播に無視できない程大きな影響を与えることがわかる。

また、IIa領域では、いずれの時効状態においても K_{max} の低下に伴ってき裂開閉レベルが急激に上昇している。この場合、き裂開閉レベルは全負荷荷重の80%程度にまで達しており、き裂伝播に有効な駆動力は、負荷の20%前後にまで低下していることになる。

ところで、き裂開閉の機構としては、塑性誘起き裂開閉⁽¹⁴⁾、破面粗さ誘起き裂開閉⁽¹⁵⁾、酸化物誘起き裂開閉⁽¹⁶⁾の三つが代表的である。後で述べるように、供試材では負荷荷重の増加とともに破面粗さが増加するため、塑性誘起き裂開閉と破面粗さ誘起き裂開閉の効果は疲労き裂伝播速度が大きいほど顕著になる。一方、酸化物誘起き裂開閉の効果は、湿度、温度、雰囲気などの試験環境や破面粗さと相関があり単純ではないが、一般に破面形成に時間がかかる低き裂伝播速度領域ほど顕著になる。したがって、供試材のき裂開閉レベルが ΔK_{th} 近傍で急激に増加した

原因は、主として酸化物誘起き裂開閉の効果によるものと考えられる。これは、供試材の場合、電氣的に貴なセラミックス強化材が混在するために、アルミニウム合金単体の場合と比較して腐食に対する感受性が高いことや、破面粗さの差に起因するものと考えられる。

3. 3. 破面の観察結果

Fig.7-6は、過時効状態の供試材の破面を、疲労き裂伝播の各ステージ毎にSEM観察したものである。供試材の疲労き裂伝播のIIa段階の破面は比較的平滑であり、マクロ的に観察すると、破面上には所々潰れて変形した痕跡が観察される。破面は、よりミクロ的に見ても比較的平滑であり、ストライエ

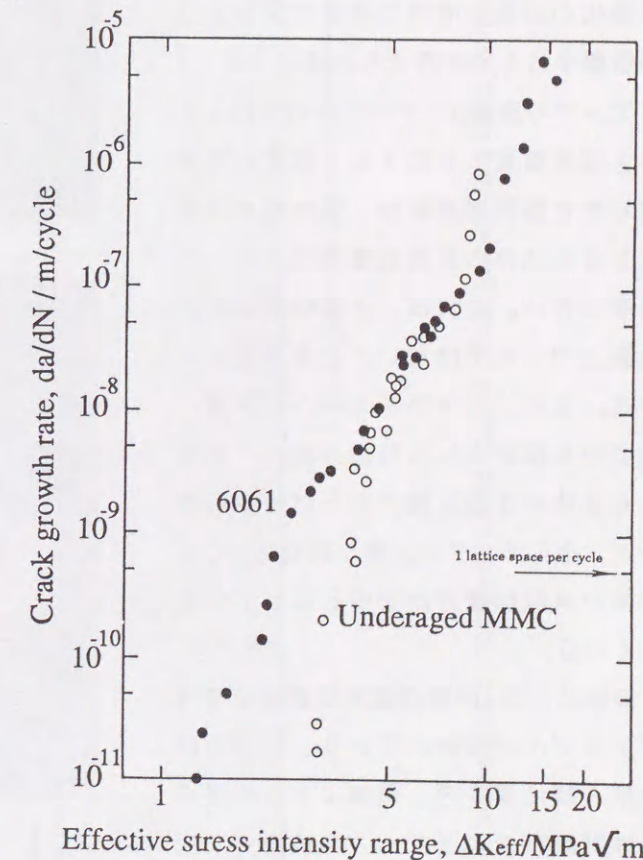
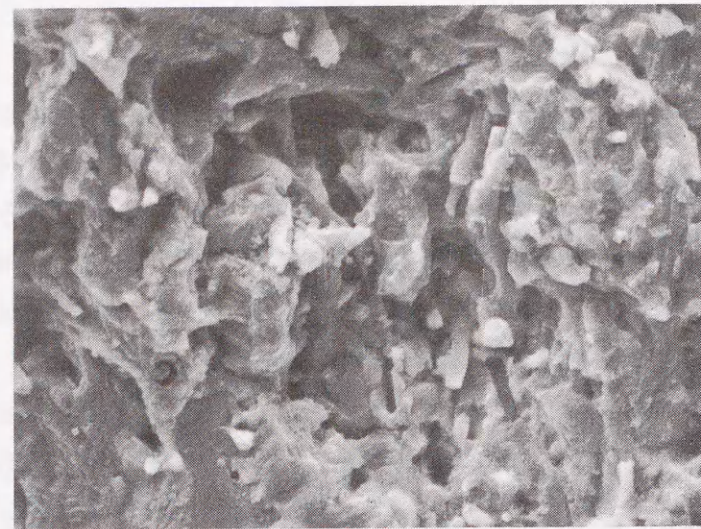


Fig.7-5 Variations in the long fatigue crack growth rates as a function of effective stress intensity ranges.

ーションやマイクロ組織の痕跡などの特徴は認められない。また、Fig.7-6からは判別し難いが、この段階の破面にはウイスキーのプルアウトが多数観察され、個々の強化材が疲労き裂伝播の有効な障害となっていることが窺える。

次に、Fig.7-6のIIb段階の破面では、IIa段階と比較して破面粗さが大きい。また、一般にアルミニウム合金の展伸材の場合に観察される典型的なストライエーション模様は観察できなかつた。しかしながら、詳しく観察すると、供試材でもウイスキー間ではストライエーション状の部分的な条痕が観察される。したがって、MMCの場合も、部分的にはき裂先端の鈍化と再鋭化という非強化の合金と同様な機構で疲労き裂が伝播するものと考えられる。また、1ステップの条痕が1サイクルの負荷によるき裂進展量に対応すると仮定して算出したき裂伝播速度は、破面観察位置における全体のき裂伝播速度より一桁程度大きい。これは、き裂伝播速度が破面上で一定ではないことを示唆している。また、ストライエーション状の条痕から推定される伝播方向は、必ずしも全体のき裂伝播方向とは一致しないが、全くランダムと言う訳ではなく、全体のき裂伝播方向を中心にして分散している。

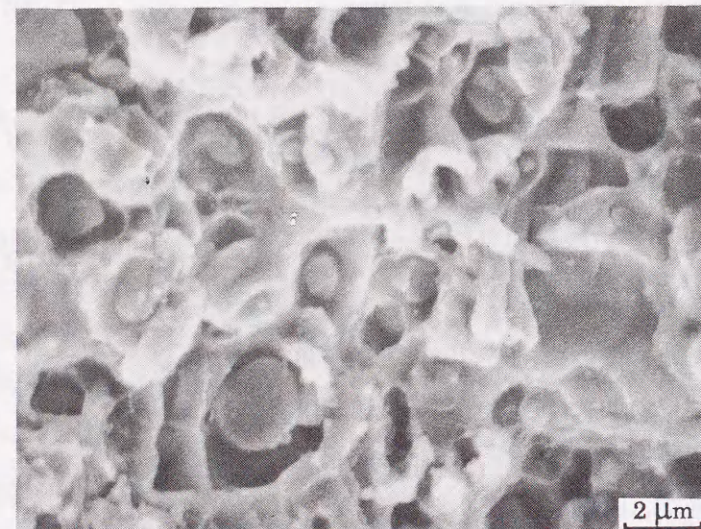
最後に、IIc段階の破面は微細な等軸ディンプルで覆われており、この段階では、既に繰り返し破壊よりも破壊じん性試験時のような一方方向破壊が支配的であることを示している。また、このディンプルの直径は、その核となる



(a) Stage IIa (Low ΔK region)



(b) Stage IIb (Paris' region)



(c) Stage IIc (High ΔK region)

Crack growth direction ↑

Fig.7-6 SEM micrographs of the fatigue fracture surfaces at (a) IIa, (b) IIb and (c) IIc crack growth regions in the over aged composite.

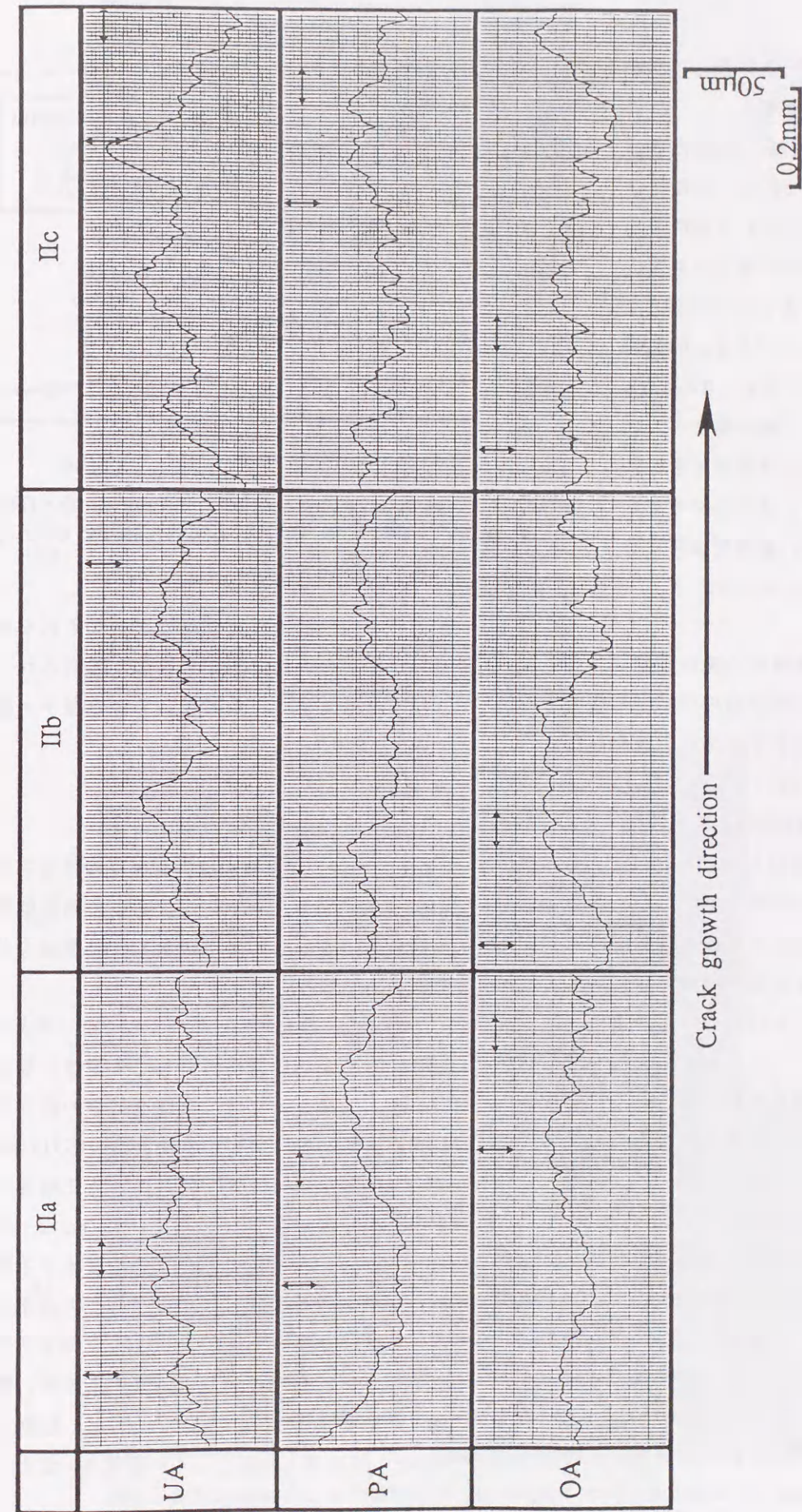


Fig.7-7 Fracture surface roughness of the fatigue crack growth rate test specimens for various aging conditions and fatigue crack growth regions.

破断したウィスカーと比較してもかなり小さいものである。

この他に、II b段階、II c段階と ΔK が大きくなるにつれて、破面粗さが次第に大きくなるという特徴がある。Fig.7-7は、破面の粗さをき裂伝播方向に測定し、高さ方向に25倍に強調して示したものである。同じ時効状態では、II a、II b、II cと ΔK の増加にしたがって破面粗さが大きくなる。また、同じ速度域で各時効状態を比較すると、亜時効材で最も破面粗さが大きく、最高時効材で最も小さくなる結果となった。

3. 4. き裂進展経路の観察結果

Fig.7-8は、亜時効状態の供試材の疲労き裂進展の様子を、1000サイクル毎に観察したものである。なお、測定時のき裂進展速度は 5.0×10^{-9} m/cycleであり、II b段階の前半に相当する。Fig.7-8では、き裂が蛇行しながら進行し、その進展量も各1000サイクルで一定ではないことがわかる。また、主き裂前方で白く輝く斑点は強変形領域であり、ウィスカー付近への強い応力集中により、主き裂に先行してウィスカーの破断や界面剥離が発生し、これらと主き裂が順次連結する形で疲労き裂が進展するという、第四章の破壊じん性試験時に観察されたものと同様のき裂進展機構が認められた。

Fig.7-9、Fig.7-10は、それぞれII a、II b、II c領域の疲労き裂とき裂先端近傍の領域をSEMを用いて観察したものである。Fig.7-9のII a段階では、主き裂に先行する損傷はほとんど観察されず、生成したき裂面下にもウェイクはほとんど認められない。しかし、Fig.7-10に示すII b領域中盤の疲労き裂先端では、主き裂に先行するウ

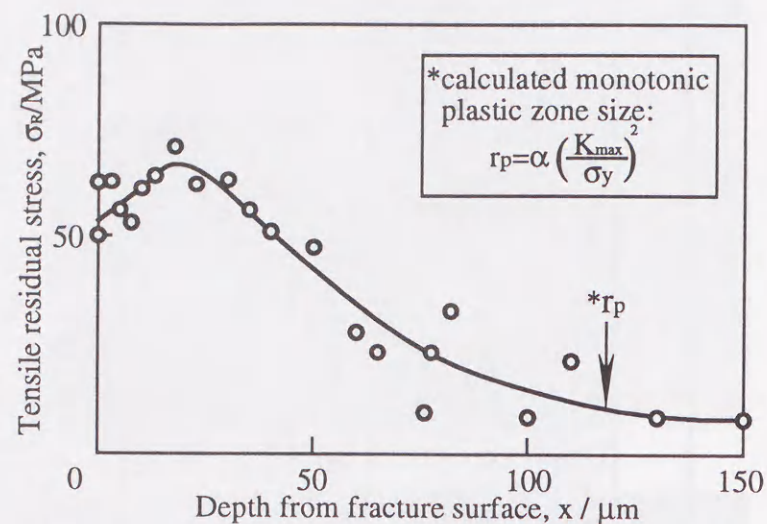


Fig.7-11 Residual stress distribution beneath the fatigue fracture surface at $K_{max}=10.6\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ in the over aged composite.

ィスカーの破断や界面剥離、さらにそれらが成長して形成された二次き裂が多数観察され、これがプロセスゾーンを形成している様子が確認できる。

3. 5. 塑性域サイズの測定結果

Fig.7-11は、供試材の疲労破面下の残留応力分布の測定結果の一例である。図は、過時効状態の試験片破面で、II b段階に相当する領域で分析したものである。

この場合、残留応力は表面下 $18\mu\text{m}$ で極大値をとり、そこから単調に減少して一定値に漸近している。このカーブは、破壊進行中の疲労き裂先端の逆降伏域⁽¹¹⁾や破面生成時の応力の解放、そして破面生成後のき裂閉口による圧縮等の効果が重畳した結果⁽¹²⁾、複雑なものとなっている。しかし、残留応力が一定値に収束する深さは、破壊進行時の疲労き裂先端の一方方向塑性域の、負荷応力方向の長さの半分 r_p に相当する。この深さは、図中に示した破壊じん性値、降伏強度と塑性域サイズの関係⁽¹³⁾から、定数 α を0.15として計算した値とよく一致する。また、 α

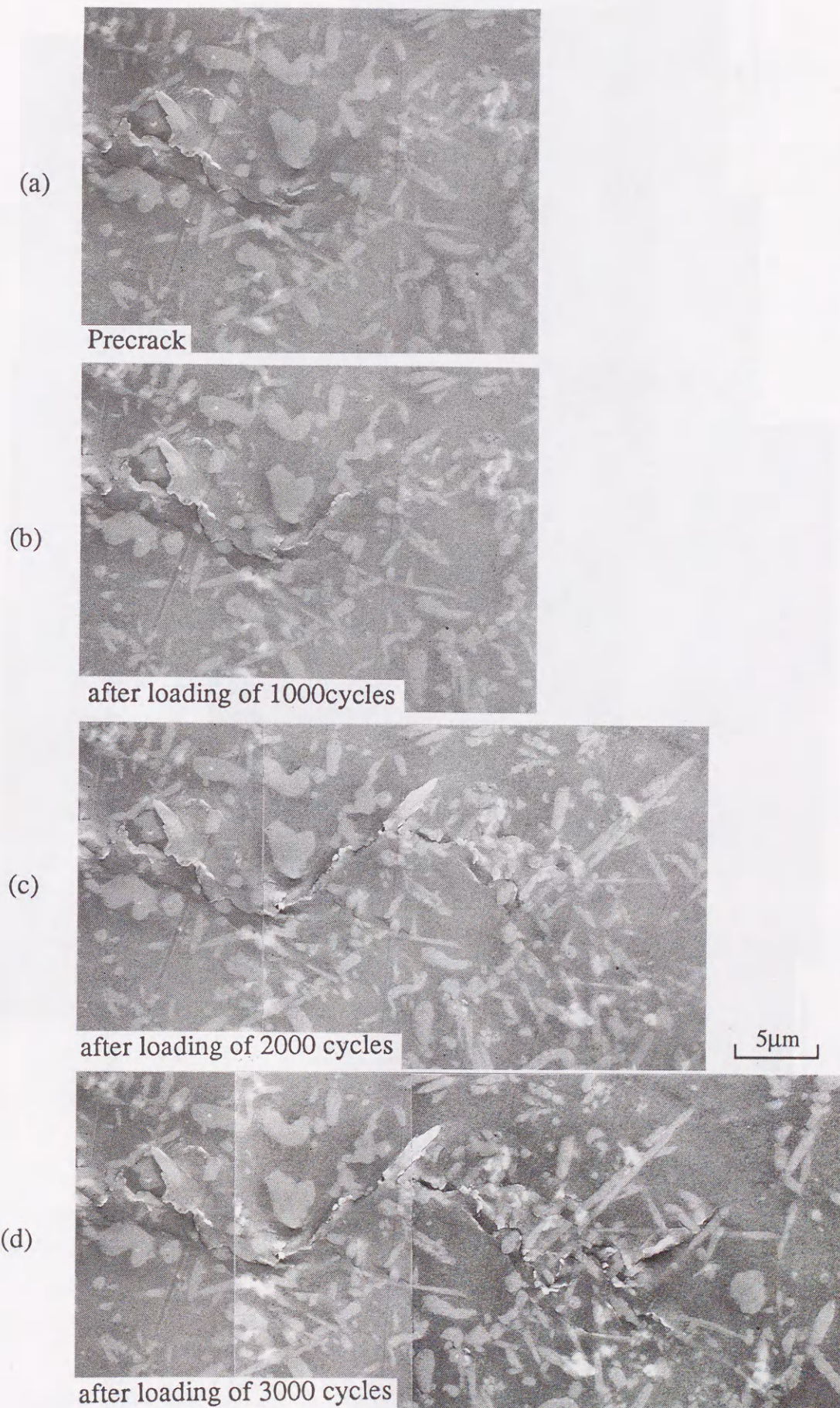


Fig.7-8 Sequential observations of the fatigue crack growth in the underaged composite.

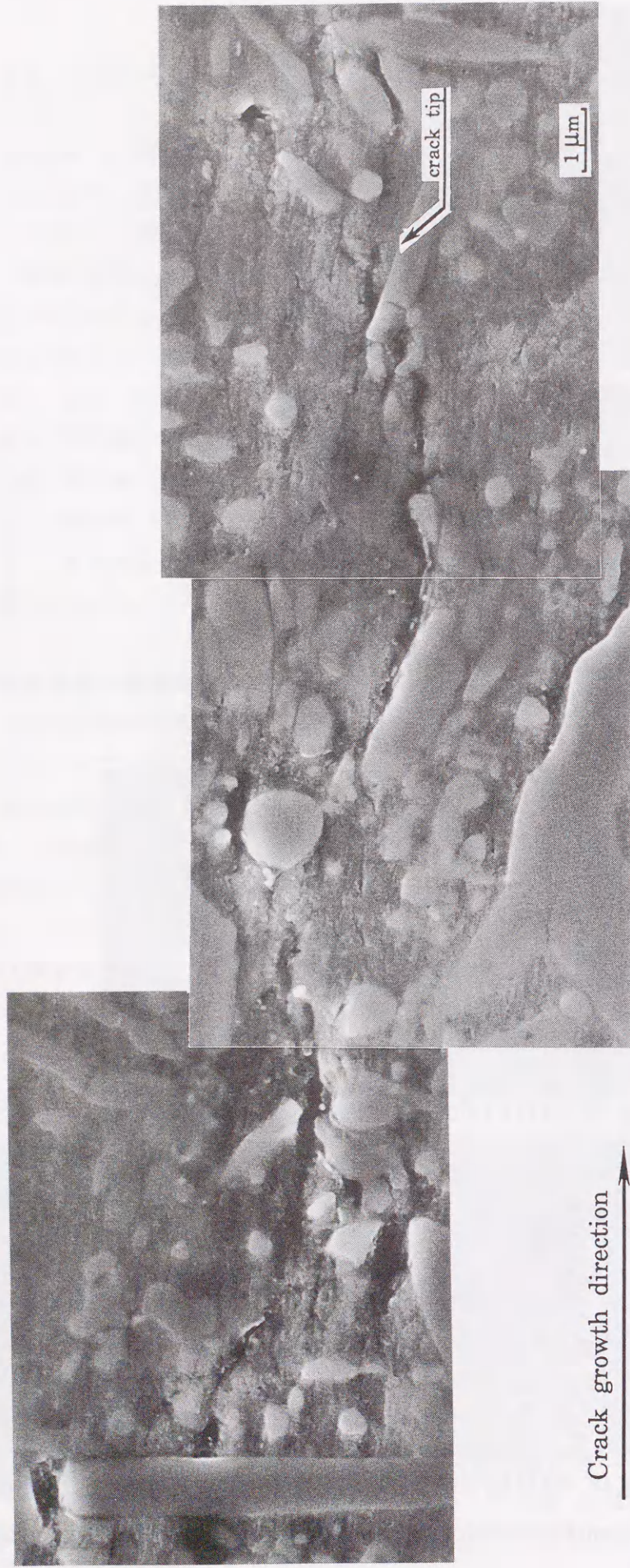


Fig.7-9 SEM micrograph of the specimen surface in the vicinity of the crack-tip. Representing crack growth at stage IIa in the overaged composite.



Fig.7-10 SEM micrograph of the specimen surface in the vicinity of the crack-tip. Representing crack growth at stage IIb in the overaged composite.

の値は、第IV章の破壊じん性試験の場合とほぼ同じとなっている。この様に、部材が破断した後の疲労破面の解析から、負荷応力や破断前の強度が推定できることは、実用上の見地からも重要である。

Table 7-2は、各材料、各速度域での塑性域寸法を、この計算により求めたものである。これを ΔK_{Ih} 近傍で比較すると、亜時効状態の供試材は、他の時効状態と比べてかなり大きな塑性域を持っている。ここで、平面歪状態では塑性域の体積が塑性域寸法の平方に比例することを考えると、亜時効材では、最高時効材の4倍もの体積を持つ塑性域が形成されることになる。

Table 7-2 Monotonic plastic zone size calculated using yield stresses and maximum stress intensity ranges. (μm)

| Crack growth rate | MMC | | | PA-6061 |
|---------------------------------|-------|-------|-------|---------|
| | UA | PA | OA | |
| near ΔK_{Ih} | 118.5 | 56.2 | 86.6 | 86.6 |
| da/dN=10 ⁻¹⁰ m/cycle | 123.9 | 57.7 | 88.7 | 93.4 |
| da/dN=10 ⁻⁹ m/cycle | 130.9 | 65.3 | 97.4 | 118.2 |
| da/dN=10 ⁻⁸ m/cycle | 181.8 | 92.9 | 134.0 | 202.0 |
| da/dN=10 ⁻⁷ m/cycle | 272.7 | 132.9 | 190.1 | 395.8 |
| da/dN=10 ⁻⁶ m/cycle | — | — | — | 563.2 |

3. 6. 供試材の破壊機構の考察

一般のアルミニウム合金の場合、IIb領域までの疲労破壊を特徴づける破壊形態は、疲労き裂先端での塑性鈍化と再鋭化によるき裂の安定的かつ連続的な進展である。ただし、IIa領域では、塑性域サイズが結晶粒サイズよりも小さくマイクロ組織の影響が大きいと、粒界や粒内でのすべり面分離の機構が働いて、組織を単位とする不連続進展が観察される。したがって、一般にIIa段階の破面粗さは組織のサイズ程度に大きくなり、破面粗さ誘起き裂閉口、および破面フレ

ッティングによる酸化物誘起き裂閉口等のメカニズムによって、 ΔK_{eff} が減少する。一方、IIb段階の破面は、いわゆるストライエーションを呈して平滑となり、破面粗さや酸化物のき裂閉口に代って残留ストレッチに起因する塑性誘起き裂閉口の寄与分が増加する。

ところが、供試材のIIa段階の破面には結晶学的なファセットや粒界が認められず、破面粗さのレベルも6061アルミニウム合金と比較してはるかに小さい。これは、Table 7-2に示した ΔK_{Ih} 近傍の塑性域サイズと比較してはるかに小さいウィスカーが、き裂先端から射出された転位群の移動を有効に妨害することによるものと考えられる。さらに、ウィスカーの周囲には複雑な形状の深い残留応力場が存在し、き裂の進展に大きな影響を与えるものと考えられる。また、供試材では、ウィスカーマトリックス界面や高密度の転位が溶質原子の偏析サイトとなるため、粒界偏析量、ひいては脆性な介在物が減少して粒界破壊に要する応力が増大するため、粒界割れが抑制されたと推測する事ができる。

以上を総合すると、供試材では粒界割れや粒内でのすべりが抑制され、ウィスカーやその周囲の残留応力、転位組織等のより微視的な組織単位の影響で、非強化の場合とは異なる特徴の無い平滑な破面になったと考えられる。

また、IIb段階においては、局所的にアルミニウム合金と同様なストライエーション状の条痕が認められたこと、またき裂閉口を除去した ΔK_{eff} による整理によって、非強化のアルミニウム合金の場合の疲労き裂伝播曲線と接近する傾向にあったことなどから、根本的なき裂伝播の機構はアルミニウム合金の場合と同様である

と考えられる。

しかしながら、非強化の場合と対比的に、供試材の疲労破面の粗さは、IIb段階でも負荷の増加とともに単調に増加する傾向にある。これは、Fig. 7-8~Fig. 7-10で観察されたように、主き裂に先行するウィスカーの破断や界面剥離によってマイクロクラックが生成し、このうち、致命的なものを主き裂がトレースしながら進展するというき裂進展機構に起因するものと考えられる。この考え方によれば、負荷の増加にもなう偏向量の増加は、塑性域の拡大で説明できる。また、き裂偏向が激しくなれば、き裂先端のモードIの有効応力が減少するだけではなく、主き裂の通過後も粗い破面が破面粗さ誘起き裂閉口や酸化物誘起き裂閉口等の機構によって有効応力拡大係数範囲の減少に貢献する。

また、き裂先端の応力場が最も大きな亜時効状態で疲労き裂伝播抵抗が最大となり、最も応力場が小さな最高時効状態で伝播抵抗が最小となった理由に関しても、上記のようなマイクロクラックと応力場サイズの影響によって説明することができる。

そこで、以下では、第VI章と同様なシミュレーションプログラムを作成し、き裂閉口の影響を除去して、マイクロクラック等による応力遮蔽効果やき裂偏向の効果などの外生的要因を評価することにする。

3. 7. 疲労き裂伝播シミュレーション

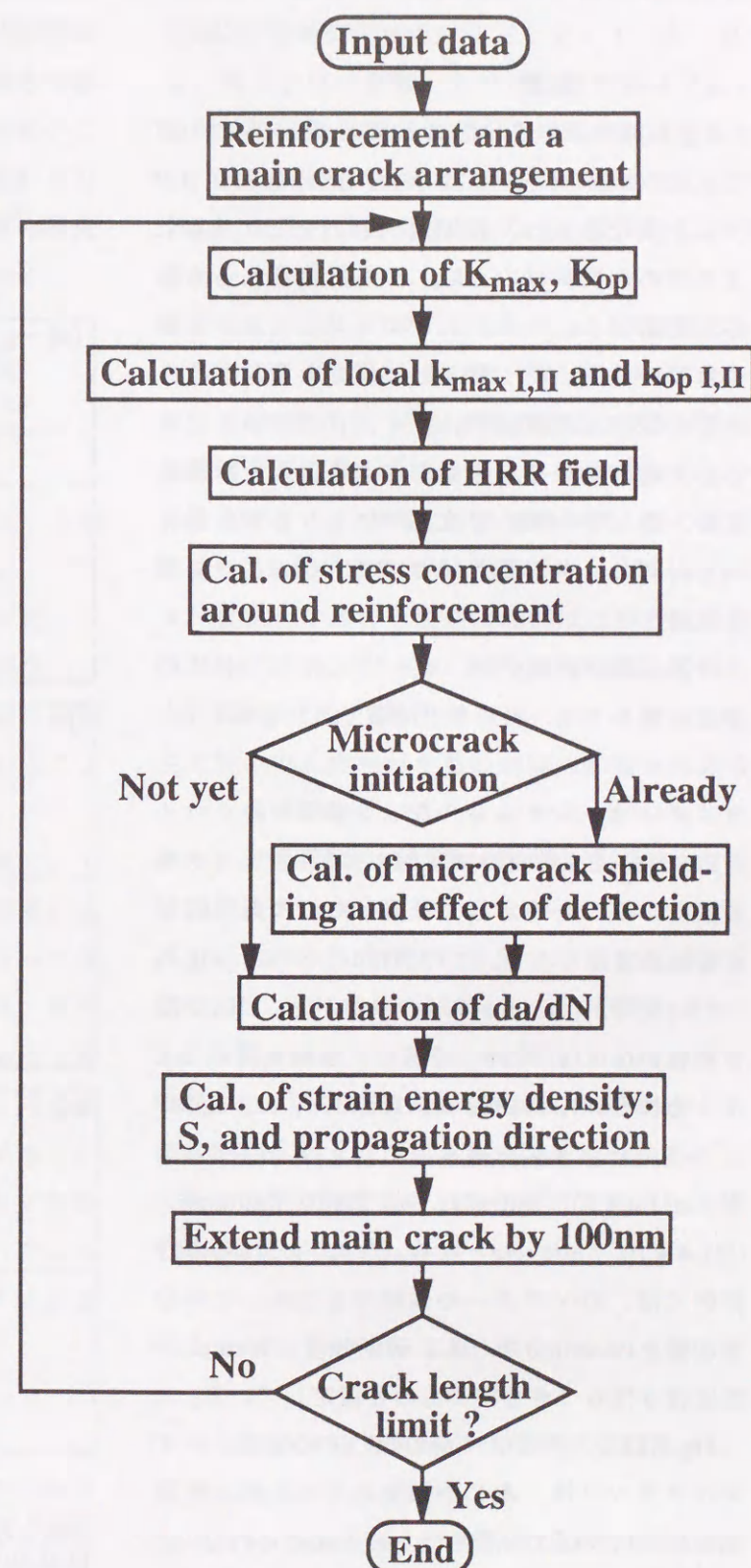


Fig.7-12 Flowchart of the fatigue crack propagation simulation program.

3. 7. 1. シミュレーションプログラムの概要

Fig.7-12に、作成したシミュレーションプログラムのフローチャートを示す。第VI章のプログラムと異なる点は、初期負荷応力として実験により求めた供試材の ΔK_{eff} から計算される有効応力範囲 ΔP_{eff} を用い、シミュレーション計算中はこの ΔP_{eff} を一定とした点である。また、き裂の停留は考慮せず、マイクロクラックによる応力遮蔽効果やき裂偏向による効果を計算した後、歪エネルギー密度基準によりき裂伝播方向を計算し、各計算サイクルで100nmだけき裂を進展させた。

計算に用いた強化材、マトリックス、MMCの物性に関しては、第VI章と同様であり省略する。

3. 7. 2. シミュレーション結果

Fig.7-13は、最高時効状態の供試材で、3水準の負荷レベルを想定して計算した時の典型的なき裂伝播経路である。この負荷レベルは、Fig.7-2でIIc段階が(a)、IIb段階の中盤が(b)、IIa段階の終盤が(c)の計算例に相当し、初期負荷の ΔK は、それぞれ $12.0\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ 、 $10.5\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ 、 $8.5\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ とした。き裂伝播速度で言えば、Fig.7-2から、(a) $1.4 \times 10^{-7}\text{m/cycle}$ 、(b) $2.0 \times 10^{-8}\text{m/cycle}$ 、(c) $1.4 \times 10^{-9}\text{m/cycle}$ となる。また、これらの計算例では、ウイスキーの体積率を22%、その分散状態をPoisson分布とし、破断強度はWeibull分布に従うばらつきを持つものと仮定している。

Fig.7-13で、負荷レベルの低い(c)の場合、マイクロクラックは一本しか発生しておらず、き裂伝播経路に及ぼす影響もほとんど認められない。この場合の粗さプロファイルパラメーター R_L は、約1.00である。しかし、(b)のようにIIb段階中盤となると、負荷応力の上昇とき裂開口レベルの

低下にともなって10本以上のマイクロクラックが発生しており、マイクロクラックの近傍を通過する場合に顕著な偏向が生じている。ただし、この場合の R_L は約1.26となっており、き裂進展に及ぼす影響は総合的には大きくない。さらに負荷が増加した(a)の場合、図に示す $50\mu\text{m}$ のき

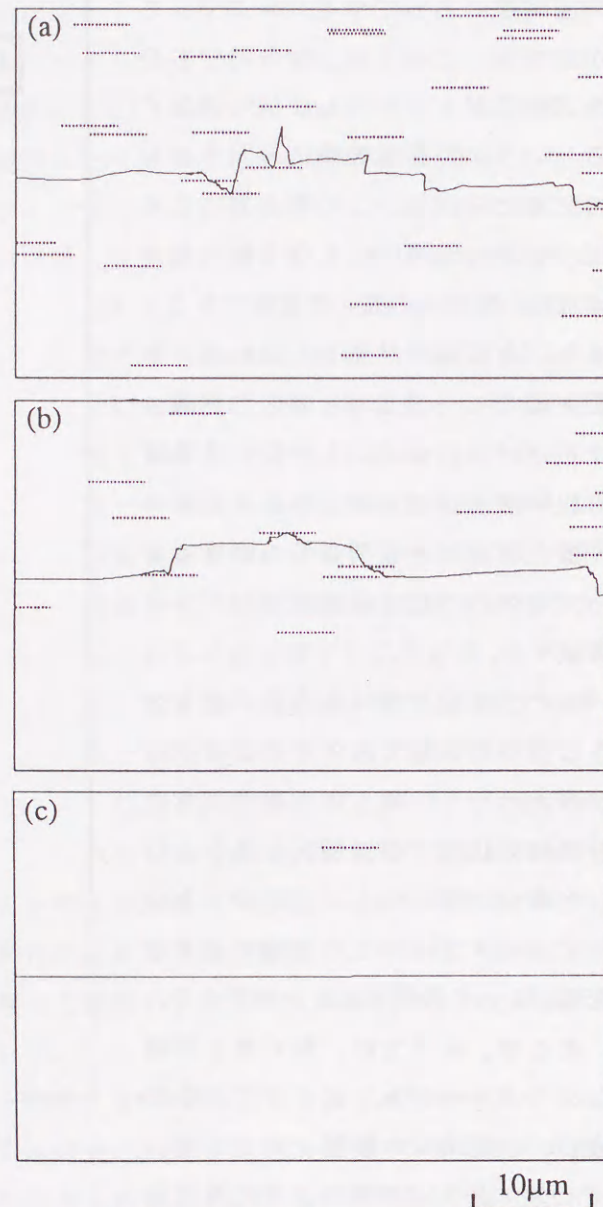


Fig.7-13 Simulated fatigue crack paths for the peakaged composite at various fatigue crack propagation stages. Applied stress intensity ranges are (a) $12.0\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ (stage IIc), (b) $10.5\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ (stage IIb) and (c) $8.5\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ (stage II a).

裂進展の間に約半数のウイスキーが破断しており、き裂伝播経路にもその顕著な影響が表れている。この場合の R_L は約1.46であり、マイク

Table7-3 Calculated profile roughness parameters, R_L , for the fatigue crack growth.

| Aging condition | IIa | IIb | IIc |
|-----------------|------|------|------|
| Underaging | 1.00 | 1.33 | 1.59 |
| Peakaging | 1.00 | 1.26 | 1.46 |
| Overaging | 1.00 | 1.21 | 1.53 |

ロクラックによる応力遮蔽効果によって、き裂伝播抵抗がかなり向上することがわかる。

これらの計算から、IIb段階中盤以降では、き裂進展に先行するマイクロクラックの発生とこれがき裂伝播に及ぼす影響が、き裂閉開口挙動の変化と並んで重要な役割を果たしていることが明らかとなった。

Table7-3は、Fig.7-13と同じ材料を仮定し、マトリックスの時効状態を亜時効、最高時効、過時効と変化させてシミュレーションを行った場合の R_L をまとめたものである。ここでは、亜時効材で破面粗さが最大となり、最高時効材で最低となるというFig.7-7で実測されたのと同じ傾向が得られていることがわかる。したがって、供試材で時効状態がき裂伝播速度に及ぼす影響がアルミニウム合金と異なった理由は、ウイスキー位置で形成されるマイクロクラックによる応力遮蔽効果にあるものと推察される。

4. 結言

1) 供試材は、IIa段階からIIb段階の途中までは非強化の合金単体よりも疲労き裂伝播抵抗が高い。しかし、IIb段階でのき裂伝播速度の加速は大きく、供試材と6061アルミニウム合金のき裂伝播速度は途中で逆転する。また、供試材で

は、6061アルミニウム合金よりもかなり低い速度域から急速破断する。

2) 時効状態の影響としては、亜時効材で最も疲労き裂伝播速度が小さく、最高時効材で大きい。また、破面粗さ、き裂先端の塑性域サイズや K_{op} も亜時効材で最大となり、最高時効材で最低となる。

3) ΔK 、 ΔJ 、いずれによっても、供試材のき裂伝播速度との間に一義的な相関関係が得られ、特にIIb段階では、き裂伝播速度との関係が両対数線図上で直線となる。また、6061アルミニウム合金では、IIc領域で、小規模降伏からの逸脱により ΔK の有効性は失われる。

4) 供試材の疲労き裂進展機構は、非強化の場合とほぼ同様と考えられるが、IIb段階以上では、主き裂に先行して発生するマイクロクラックと主き裂の相互作用がき裂の進展に影響を与えるという機構が働く。また、シミュレーションにより、各速度域や各時効状態の場合のき裂伝播経路の差が、マイクロクラックによる応力遮蔽効果などの外生的要因の影響であることが明らかとなった。

5) 供試材の疲労破面をX線回折によって解析することにより、破壊時の塑性域寸法を測定することができる。これをもとに、破壊時の応力拡大係数範囲や強度などの破面解析上有益な情報を得ることができる。

文献

- (1) ASTM-E647-83, Annual Book of ASTM Standards, 03.01(1987), 711.
- (2) ASTM Committee E-24, ASTM-STP 340, (1981), 738.
- (3) 小林英男: 材料試験技術, 29(1984), 39.
- (4) N.E.Dowling and J.A.Begley: Mechanics of

第VIII章 微小疲労亀裂伝播特性

1. 緒言

前章では、CT試験片を用いた疲労き裂伝播試験によって、長い貫通疲労き裂の伝播特性を評価した。しかしながら、小型の構造用部材の疲労寿命や疲労き裂伝播特性を議論する場合、問題となるのは長い貫通き裂ではなく、材質および環境などによって決まるある長さ以下の微小き裂(Short crack)である場合が多い⁽¹⁾。これは、実際の機械や構造物の疲労寿命は、その部材が小型のものとなるほど、微小疲労き裂の発生および伝播寿命に支配されること、さらには、微小き裂の伝播挙動が長い疲労き裂とは全く異なることの二点による。

特に、微小疲労き裂の特異な伝播挙動に関しては、長いき裂の場合よりも伝播速度が大きくなる⁽²⁾、小さくなる⁽³⁾、不規則になる⁽⁴⁾、長い疲労き裂の下限界応力拡大係数範囲以下でも進展する⁽⁵⁾、切り欠き底における停留が観察される等⁽⁶⁾、様々な報告がなされており、ここ数十年程度の間はその重要性が認識されつつある。

ここで、微小疲労き裂のより工学的な定義⁽⁷⁾⁽⁸⁾としては、粒界などのマイクロ組織がき裂進展に著しい影響を与える場合のマイクロ組織的微小き裂、き裂長さがき裂先端の塑性域よりも小さいか、または切り欠きから発生したき裂が切り欠き先端の歪場に影響を受ける場合の力学的微小き裂、き裂開閉口の未発達がもたらす物理的微小き裂、および腐食などのき裂先端の化学的状态による化学的微小き裂の四つが挙げられる。すなわち、ある使用環境下にあるき裂が上記のマイクロ組織的、力学的、物理的および化学的な条件を一つでも満足しなければ、そのき裂は微

小き裂として区別され、その取り扱いには長い疲労き裂の場合とは異なる注意を要することになる。また、試験条件や環境、材料によって異なるために一概には言えないが、一般には数mmないし10mm程度が微小き裂と通常の疲労き裂の境界とされる⁽²⁾。

ところで、MMCの微小疲労き裂に限った話をすれば、現在までに得られた知見⁽⁴⁾⁽⁹⁾⁽¹⁰⁾は乏しく、特にセラミックス粒子や短繊維で強化したMMCを実用化するためには、その破壊じん性値の低さも相まって、微小疲労き裂の伝播に関する知見をさらに集積することが肝要である。

第VIII章では、微小き裂の発生から伝播の中で、主に伝播過程に焦点を当て、長い疲労き裂の場合とのき裂伝播速度の比較やき裂伝播機構の検討を行う。また、微小き裂の場合のき裂開閉口の形成、発達過程を検討するとともに、き裂伝播速度のデータを統計的に解析して、MMCのマイクロ組織が微小き裂の伝播に及ぼす影響を、非強化のアルミニウム合金の場合と比較しながら定量的に評価する。

2. 実験方法

2. 1. 供試材および試験片

供試材は、第III、IV、VII章と同じ製造ロットのMMCで、その体積率は22.0%である。これに、803Kで7.2ksの溶体化処理後、450Kにおいて亜時効材で1.8ks、最高時効材で21.6ks、過時効材で180ksの人工時効処理を施した。これらの時効条件で引張試験を行ったときの降伏強度は、亜時効材で347.9MPa、最高時効材で442.0MPa、過時効材で379.3MPaである。なお、断わりのない場合、供試材のデータは最高時効状態のものを示して

いる。

さらに、供試材の疲労き裂伝播特性を非強化の場合と比較するため、MMCと同じ方法でアルミニウム合金単体のもの(以下、6061アルミニウム合金と表記)を試作し、疲労き裂伝播試験に供した。この6061アルミニウム合金の時効条件は、450Kで36ksであり、最高時効状態に相当する。また、この場合の降伏強度は、302.8MPaであった。

試験片は、Fig.8-1に示すように、5mm角の標点間の一方に、き裂発生場所を限定するために半径25mmの鈍い切欠きを加工したものである。切欠き部の弾性応力集中係数は、Neuberの方法⁽¹¹⁾によれば約1.1であり、この切り欠きは10%程度の緩やかな応力集中源として働くことになる。また、試験片は荷重軸が鋳造時の加圧方向と垂直になるように採取し、評点間はダイヤモンド粒子を用いて荷重軸方向に機械的に研磨して鏡面仕上げとした。

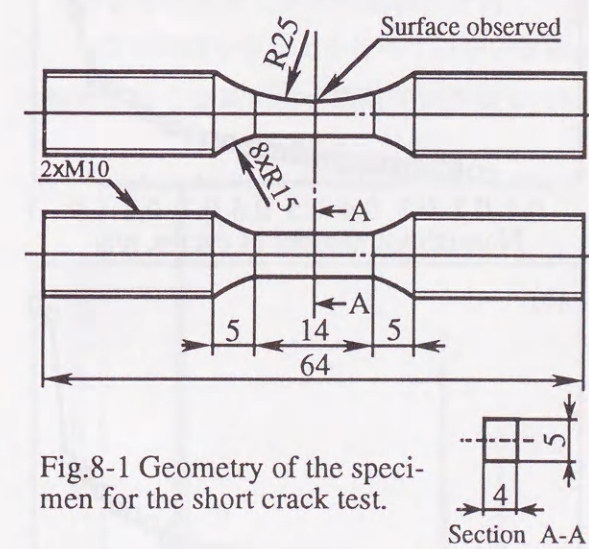


Fig.8-1 Geometry of the specimen for the short crack test.

2. 2. 微小き裂試験の方法

試験は、容量1トンの電気油圧式サーボ型疲労試験機を用い、荷重振幅一定の条件で、室温、大気中で行った。なお、負荷した最大荷重は、

特に断わりのない限り、各材料の降伏応力に切欠き底の最小断面積を乗じたものの85%とした。その他の試験条件は、荷重波形が引張りの片振り正弦波、応力比:0.1、周波数:20Hzである。

き裂長さは、切り欠き面から採取したレプリカを用いて測定した。ここでは、負荷開始直後のき裂発生の様子を調べる場合を除き、試験を2000サイクル毎に約1分間中断し、平均荷重に保持して切欠き面からレプリカを採取した。さらに、これを試験後に光学顕微鏡を用いて500倍の暗視野像で撮影してネガとし、プロジェクターで方眼紙上に拡大投影してき裂長さの測定を行った。なお、方眼紙上での最終倍率は、約3250倍とした。

この様にして測定した表面き裂長さ:aは、予め別の試験片でマーカロード法⁽¹²⁾によって測定しておいたa/cとaの関係(c:内部き裂長さ)からcに変換し、応力拡大係数:Kの計算に用いた。以下に示す式(1)、式(2)は、それぞれMMCおよび6061アルミニウム合金で、予備実験の実験点から最小二乗法近似により求めた校正曲線である。

$$a/c = -175.5c + 0.998 \quad \dots(1)$$

$$a/c = -193.2c + 0.992 \quad \dots(2)$$

また、Kの算出は、NewmanとRajuの方法⁽¹²⁾によった。

2. 3. き裂開閉口挙動の測定方法

き裂開閉口の発生、発達の様子を調べるため、破面粗さ誘起き裂閉口や酸化物誘起き裂閉口など、除荷時にき裂が完全に閉口しないために生じるき裂開閉口挙動の発達の目安となる除荷時のモードIおよびモードII方向の開閉量を測定した。測定は、数百ないし数千サイクル毎に試験を中断し、FE-SEMを用いて試験片側面を5万倍で観察し、主き裂先端から約10μm後方の位置で写真撮影を行った。この写真から偏向したき

裂の上下のき裂面の山と谷や、引き抜けたウィスカーの先端と穴など、上下のき裂面に対応が確認できる点を利用して上下のき裂面の変位を測定した。

2. 4. き裂伝播速度の統計的解析の方法

本研究では、得られたき裂伝播速度のデータの統計的解析を行った。き裂伝播速度のデータは、各材料について、各階級のき裂長さの中央値の常用対数がほぼ等間隔となるように9個の階級に分級し、各階級内のき裂伝播速度の分布を以下に示す3母数のワイブル分布関数⁽¹³⁾で整理した。

$$F(x)=1-\exp[-\{(x-\gamma)/\alpha\}^m] \quad (x \geq \gamma) \quad \dots(1)$$

ここで、 m は形状母数、 α は尺度母数、 γ は位置母数である。また、これらの各母数の決定は、非線形最小二乗法によった。なお、き裂の一時停留の検知は、き裂伝播速度の読み取り精度に大きく依存するため、解析には一時停留のデータは除外した。また、母集団分布の累積確率 $F(t)$ は、総計 n 個の観測値の内の第 i 番目の観測値である順序統計量 x_i の平均傾向を表す中央値をもって $F(x_i)$ とする、Bernardの近似式⁽¹³⁾を採用した。これは、以下に示す式で表される。

$$F(x_i)=(i-0.3)/(n+0.4) \quad \dots(2)$$

さらに、き裂進展にともなうき裂伝播速度の変化を調べるため、ガンマ関数で定義されるWeibull分布の平均値 μ を用い、以下に示す平均伝播速度⁽¹⁴⁾を定義して評価した。

$$da/dN=(n_0 \times 10^{-11} + (n-n_0) \times \mu)/n \quad \dots(3)$$

ここで、 n_0 は、一時停留時のデータ数である。

3. 実験結果および考察

3. 1. き裂発生過程

Fig.8-2は、MMCおよび6061アルミニウム合金のサイクル数とき裂長さの典型的な関係を示したものである。破断時のサイクル数は、それぞれ100520サイクルおよび65010サイクルであり、Fig.8-2横軸のサイクル数は、これらの値で無次元化して表示した。非強化の6061アルミニウム合金では、き裂の発生寿命が全寿命の15%程度を占めるのに対し、供試したMMCでは、繰り返し負荷開始直後の数ないし数十サイクルで既に15 μ m程度のき裂が発生しており、この初期き裂がその後、徐々に拡張している。

Fig.8-3は、最終破断までに一本の試験片表面で観察された疲労き裂の本数を示したものである。6061アルミニウム合金では、ほぼ一本の試

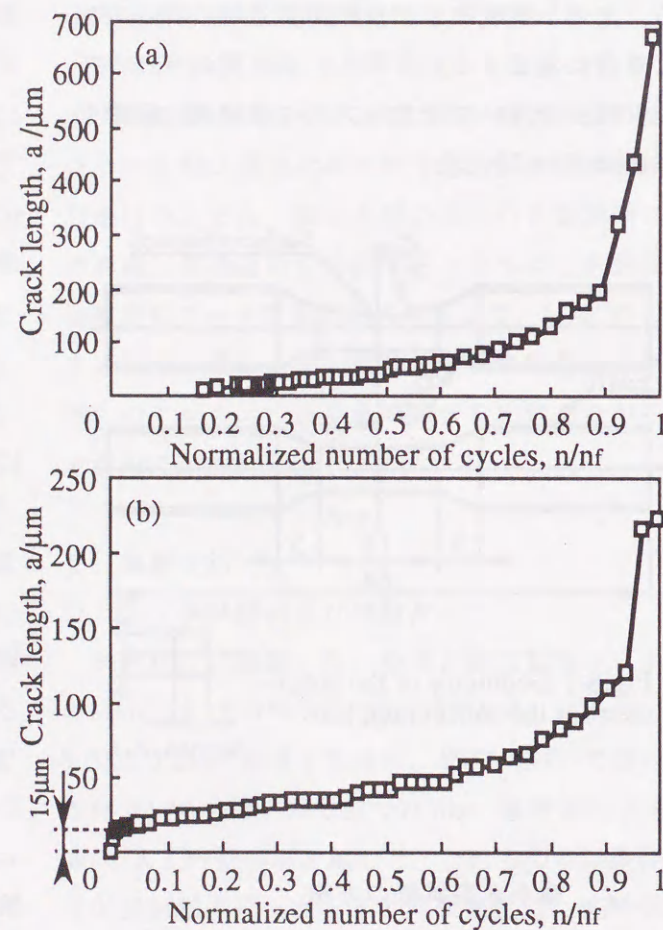


Fig.8-2 Crack length as a function of normalized number of cycles in (a) the unreinforced 6061 and (b) the 6061/SiCw composite.

験片に一本のき裂のみが観察されており、そのほとんどのき裂が、応力の最も高くなる最小断面部付近のピン角部で発生している。

一方、MMCでは、平均で4.3本、最大では17本もの表面き裂が確認されており、発生箇所も、試験片角部だけではなくレプリカ採取面の最小断面部付近を中心として2、3mm程度の範囲に広く分布している。これを、Fig.8-2に示したき裂伝播曲線と合わせて考えると、供試したMMCでは、非強化の場合と比較して疲労き裂の発生が著しく容易であると考えられる

Fig.8-4は、典型的な疲労き裂発生位置のSEM写真である。また、Fig.8-5は、Fig.8-4の起点の化学成分をEDX分析した結果である。6061アルミニウム合金では、粒界または粒内のAl-Fe-Ni-Siなどの金属間化合物粒子の界面剥離や粒子自体の破壊が、疲労き裂発生の起点となっている。これは、今回用いた6061アルミニウム合金は casting のままの状態ですべて供試しており、均質化処理や後加工を行っていないため、比較的粗大な金属間化合物粒子が残留してい

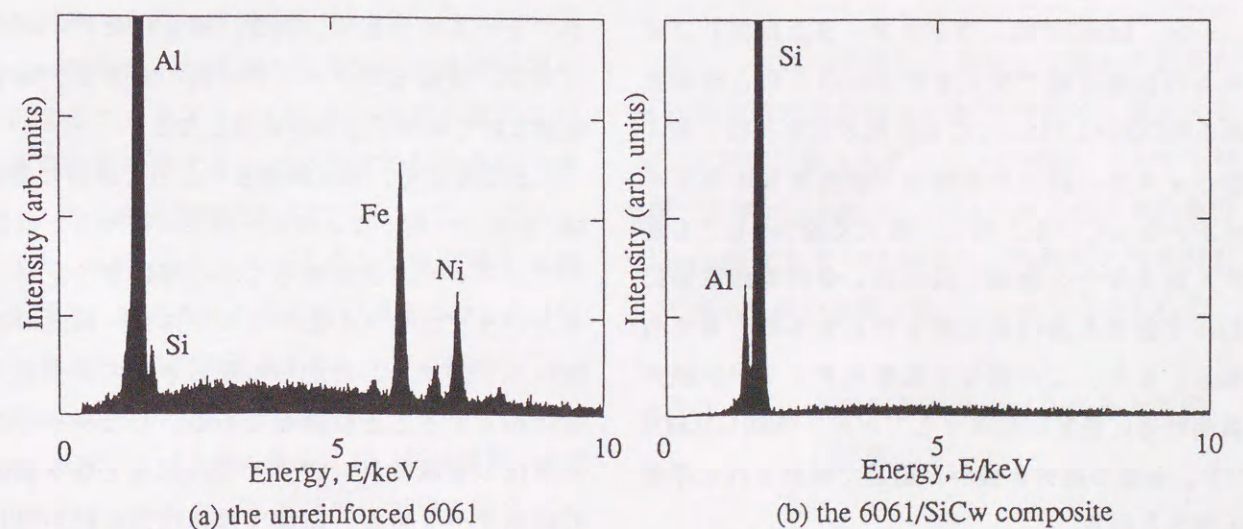


Fig.8-5 Energy dispersive X-ray spectra of the typical crack initiation points in (a) the unreinforced 6061 as shown in (a) of Fig.8-4 and (b) the 6061/SiCw composite as shown in (c) of Fig.8-4.

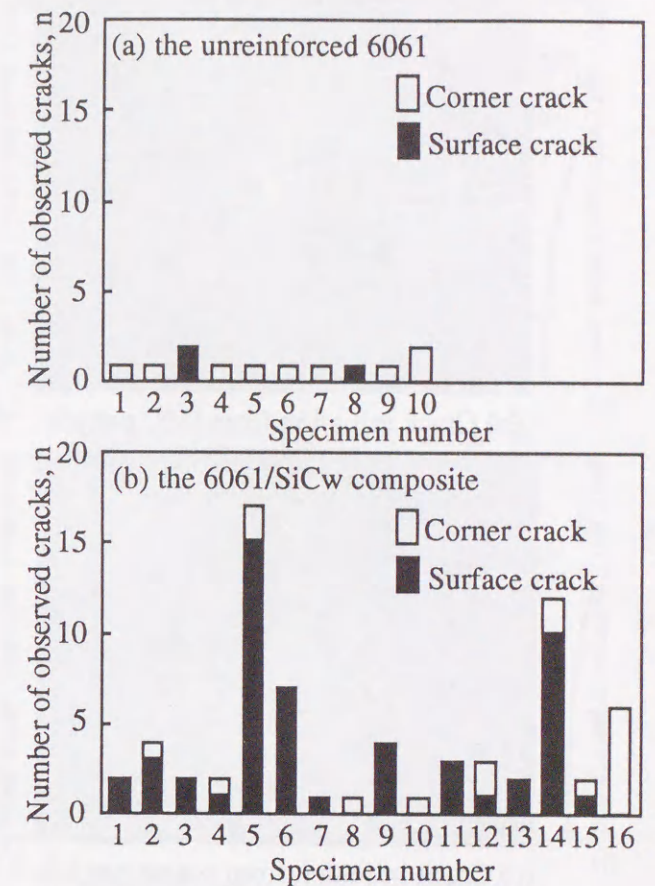


Fig.8-3 Numbers of cracks in each specimen observed just before fracture in (a) the unreinforced 6061 and (b) the 6061/SiCw composites.



(a) Crack initiation from IMC particle



(b) Crack initiation from clustering whisker



(c) Crack initiation from coarse particle

Fig.8-4 SEM images of typical crack initiation points in (a) the unreinforced 6061 and (b), (c) the 6061/SiCw composite.

るためである。また、一般に報告されるような表面の固執すべり帯や粒界そのものすべりによるき裂の発生は認められなかった。

一方、MMCでは、ウイスキーまたはプリフォームの製造過程で混入または生成したと推測されるSiCないしはSiO₂などの粗大な介在物、およびウイスキー同士の接触部が疲労き裂の発生サイトとなっている。特に、最大で数十μmにも達する粗大な介在物は、繰り返し負荷開始直後に割れて疲労き裂の発生をもたらすものと考えられる。また、この様なき裂発生サイトが試験片表面付近に豊富に存在することが、供試したMMCで、多数の疲労き裂が広範囲で観察された原因と考えられる。

ところで、以上の結果から、MMCの疲労き裂発生抵抗を改善するためには、ウイスキーの製造工程を制御したり、製造後に分離工程を追加

するなどの方法で、粗大な介在物を除去することが有効である。また、ウイスキー同志の接触部からの疲労き裂の発生に関しては、均一なプリフォームの作製や、鋳造、複合化条件の制御により、接触したウイスキー間の未含浸欠陥を低減ないし除去する事が必要となる。

しかしながら、加圧鋳造法によって試作したMMCでは、一旦、ウイスキー同士が接触した状態のプリフォームに成形してから溶湯を含浸させるというプロセスのため、ウイスキー同志の接触は不可避で、ここからの疲労き裂の発生を完全に防止することは困難である。したがって、非強化の金属材料で疲労き裂の起点となる表面の固執すべり帯を、微細で強靱な強化材が阻止することによって疲労き裂発生抵抗が向上するという、一般に容易に想像できる複合化による効果は、供試材のような加圧鋳造法によるMMC

では期待できないことになる。

3. 2. 微小疲労き裂の伝播特性

3. 2. 1. 微小き裂のき裂伝播曲線

Fig.8-6は、本研究で得られた最高時効状態の供試材の全てのき裂伝播速度のデータを、応力拡大係数で整理したものである。図中には、参考までに、第七章で求めた長い疲労き裂の場合のき裂伝播曲線も合わせて示した。

6061アルミニウム合金、MMC、いずれの場合も、き裂長さが短くΔKが小さい間はき裂伝播速度が大きくばらついている。また、微小き裂は長いき裂の下限界応力拡大係数範囲以下でも進展し、同じΔKでは長いき裂の場合よりもき裂伝播速度が大きい。特に、下限界応力拡大係数範囲以下の小さなき裂進展駆動力でも、10⁻⁷m/cycle前後の高速で伝播することは注意すべき点である。

これは、20Hzの周波数で負荷した場合に、き裂が1時間当たり7.2mm程度進展する速度に相当し、最高時効状態のMMC中を伝播する長い疲労き裂は2×10⁻⁷m/cycle程度の比較的低い速度域から不安定な急速破壊に移行することを考えれば、微小き裂段階のき裂進展挙動を考慮することが部材の材料保証上重要であることが認識される。

また、6061アルミニウム合金中を伝播する微小き裂は、発生直後の最も低い場合には、0.5MPa√m程度のΔKでも進展する。一方、MMCでは、1MPa√m以下のΔKでき裂が進展することはない。しかしながら、MMCの場合では、発生直後から2×10⁻⁸m/cycleを越える高速で伝播する場合はあ

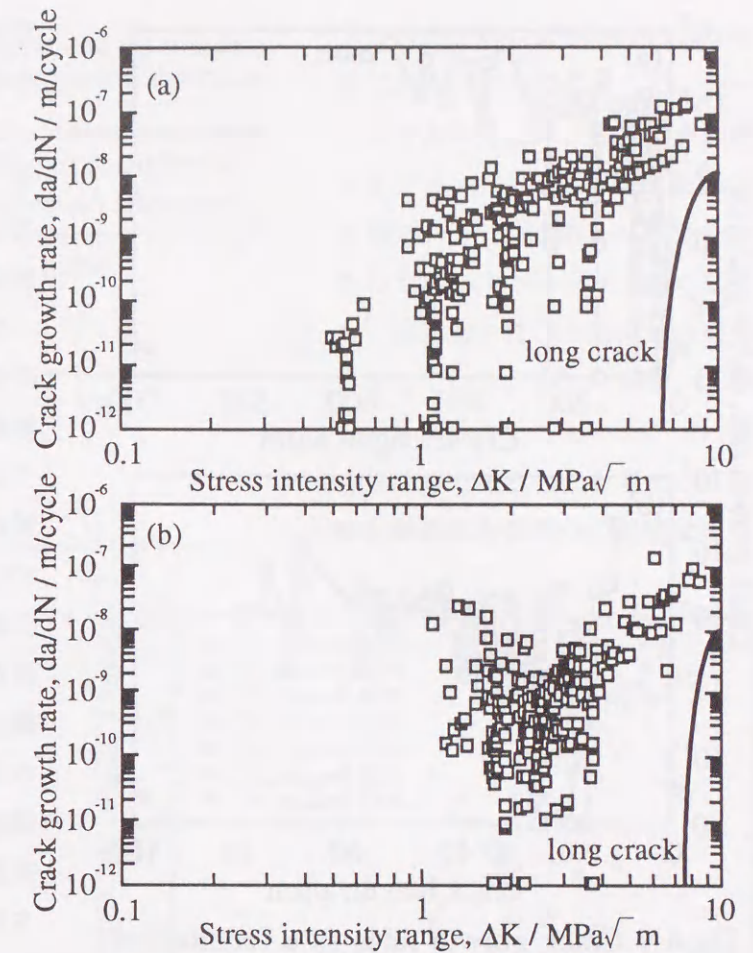


Fig.8-6 Crack growth rates as a function of stress intensity range in (a) the unreinforced 6061 and (b) the 6061/SiCw composite.

る。

また、き裂の進展にともなって微小き裂のき裂伝播曲線は十分に長いき裂の場合に漸近するが、本研究で扱ったき裂長さの範囲、すなわちMMCでは数百μm程度、6061アルミニウム合金では1mm程度までの範囲では、両材料とも依然として微小き裂の段階を脱していないことになる。

3. 2. 2. き裂伝播速度のばらつきとき裂の停留

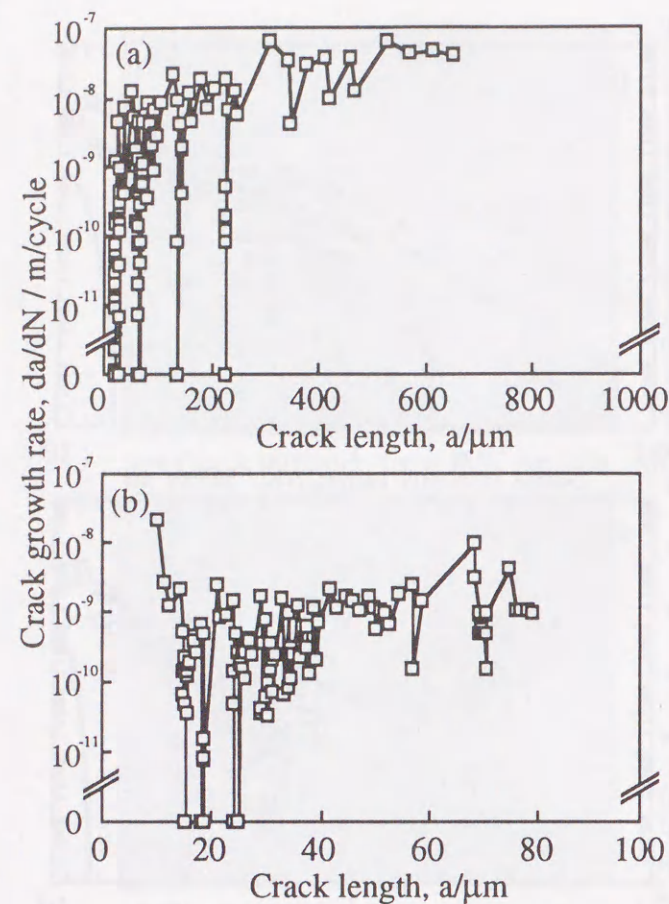


Fig.8-7 Crack growth rates as a function of crack length in (a) the unreinforced 6061 and (b) the 6061/SiCw composite.

Fig.8-7は、き裂発生から破断に至るまでの、き裂長さとき裂伝播速度の典型的な関係を示したものである。いずれの材料でも、き裂が短い間は頻りに停留や減速を繰り返し、き裂伝播速度のばらつきが激しい。また、き裂の進展とともに、その傾向は徐々に収束に向かっている。

Fig.8-7ではわかりにくい、Fig.8-8では、き裂長さを9階級に分級し、き裂伝播速度の全てのデータからき裂停留の確率を求めてき裂長さで整理した。6061アルミニウム合金では、き裂長さがおよそ100 μ m以下で停留が頻りに観察されるのに対し、MMCでは、き裂の停留の頻度は非強化の場合よりもはるかに少ない。これは、MMCでは、き裂の減速と加速の反復

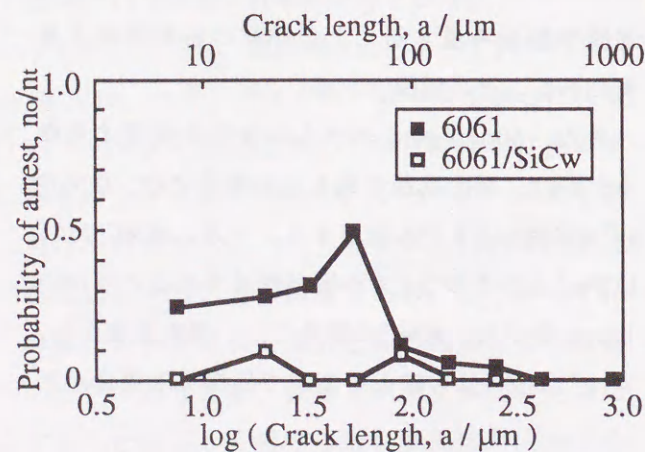


Fig.8-8 Probability of crack arrest as a function of crack length.

がき裂伝播速度のばらつきの本質であることを示している。

Table 8-1は、破断後の試験片側面をSEMもしくは光学顕微鏡で観察することによって、観察された停留がどこで起こったかを特定した結果をまとめたものである。

MMCでは、原因が特定できた全てのき裂停留が、ウィスカーマトリックス界面で観察される。一方、6061アルミニウム合金では約7割が粒界で、また残りの3割が金属間化合物粒子で停留している。これは、6061アルミニウム合金の場合、き裂がすべり面分離による結晶学的な進展をするため、粒界がき裂の進展に対する有効な障害として働くのに対し、MMCでは、同様な結晶学的なき裂進展は観察されず、発生直後からき裂がすべり面や結晶粒界とはほぼ無関係に荷重軸に垂直な方向に進展するためである。さらに、6061アルミニウム合金では、き裂が一旦粒界で停留した後、隣接粒内の方位の異なったすべり面に乗って進展するため、粒界でき裂進展方向の大きな変化が観察される。

一方、MMCでは、き裂がウィスカーを迂回して進行するため、一時的なき裂進展方向の変化はあるが、き裂がウィスカーなしウィス

Table 8-1 Numbers of observed crack arrest and its sources, together with probability of changing crack growth direction after arrest.

| | Observed crack arrest | Probability of changing in growth direction after arrest |
|------|--|--|
| MMC | 7 Interface: 5 Unknown: 2 | 100% |
| 6061 | 60 Grain boundary: 15 Intermetallics: 7 Unknown: 38 | 77.3% |

カーの集団を離れると、直ちに進展方向が荷重軸と垂直な方向に復帰する。

この様なき裂の停留やき裂伝播速度のばらつきについては、上述のマイクロ組織との相互作用の他、き裂開閉口の未発達や定期的なき裂の偏向などもその要因として考えられる。3. 2. 4. および3. 2. 5. ではこれらを順に検討する。

3. 2. 3. マトリックスの時効状態が微小き裂の伝播に及ぼす影響

Fig.8-9に、マトリックスの時効状態および負荷応力を変化させた時の da/dN と ΔK の関係をもとめて示す。微小き裂段階のき裂伝播速度は、3. 2. 2. で示したようにばらつきが激しく、負荷応力やマトリックスの時効状態などの影響は、このようなマイクロ組織の影響による伝播速度の激しいばらつきに隠された形となり、Fig.8-9からは明瞭に認められない。

3. 2. 4. き裂開閉口挙動の検討

Fig.8-10は、除荷時のモードIおよびモー

ドII方向の開閉量をSEMにより測定したものである。ここで、モードI方向の変位は、破面粗さ誘起き裂閉口⁽¹⁵⁾および酸化物誘起き裂閉口⁽¹⁶⁾の効果が重畳したものであり、モードII方向の変位は、破面粗さ誘起き裂閉口の発達を表していると考えられる。ただし、各試験に要した時間がせいぜい数時間であることを考えると、酸化物誘起き裂閉口の影響は相対

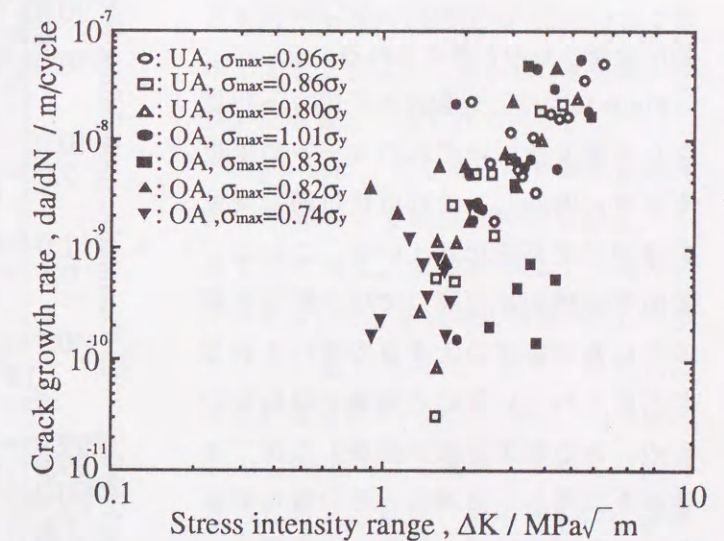


Fig.8-9 Crack growth rate as a function of stress intensity range in various aging and loading conditions.

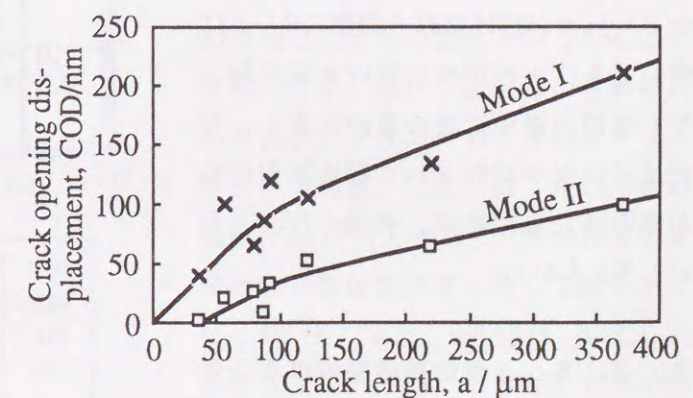


Fig.8-10 Crack opening displacement at zero load in the 6061/SiCw composite, measured 10 μ m behind a crack tip.

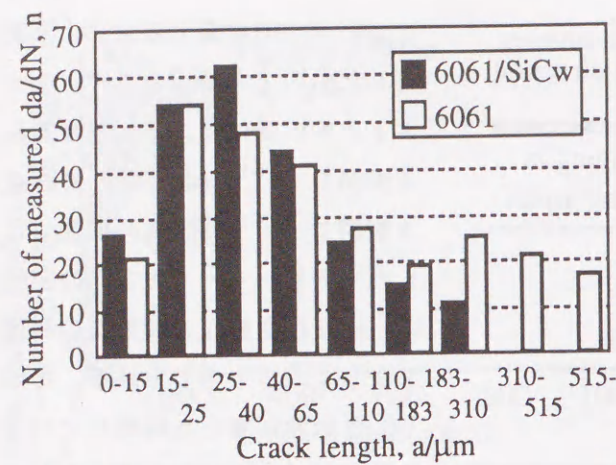


Fig. 8-11 Numbers of measured crack growth rates in each crack length range set.

的に少ないものと考えられる。

Fig. 8-10では、き裂長さが $100\mu\text{m}$ 程度となるまでは、いずれのモードの変位も急激に増加し、それ以後は開口変位の増加速度が鈍化している。これは、破面粗さ誘起き裂開口では、既なき裂後方にある程度の大きさの粗いき裂面が形成されていないと効果が現れないため、ある程度き裂が進展した後で急速なき裂開口が発達し、その後は破面の拡張や破面様相の変化による緩やかな発達に移行するためである。

また、Fig. 8-10の除荷時の開口量では捉えられない塑性誘起き裂開口⁽¹⁷⁾に関しても、き裂が短い間はき裂先端よりも周囲の塑性変形の方が大きく、弾性域の拘束が緩和されて塑性域の形成が阻害されるために、有効に作用しないと考えられる。

3. 2. 5. き裂伝播速度のばらつき の統計的解析結果

本研究では、MMCで236個、6061アルミニウム合金で273個のき裂伝播速度の

データが得られた。Fig. 8-11は、本研究で採用したき裂長さの階級、および上記のき裂伝播速度の実験値をこの階級で分類した時の各階級に属するデータ数を示したものである。統計的解析の信頼性は、各階級内のデータ数に依存するが、いずれの階級にも、き裂長さが特に長い場合を除いて、20から60個程度の十分なデータ数が確保できている。

Fig. 8-12は、各階級内のき裂伝播速度のデータ

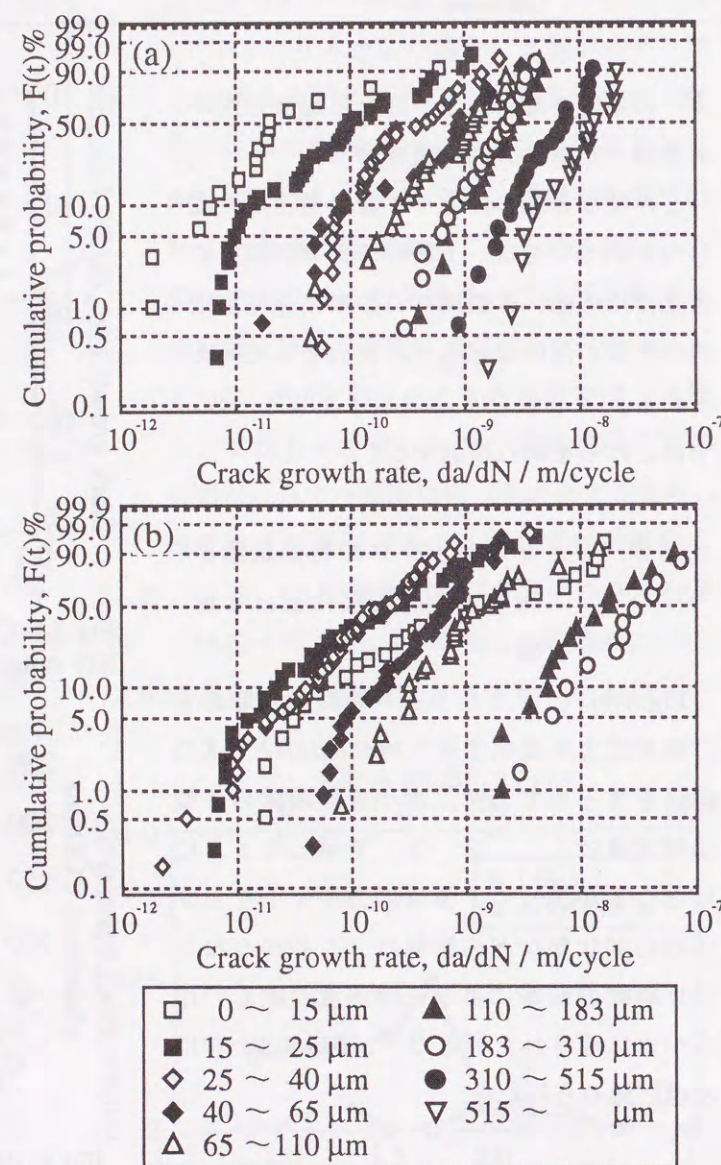


Fig. 8-12 Two parameter Weibull distributions of the crack growth rates in (a) the unreinforced 6061 and (b) the 6061/SiCw composite.

を2母数のWeibull分布で近似し、Weibull確率紙上にプロットしたものである。6061アルミニウム合金、MMCいずれの分布も、各階級内の低速側で非線形性が顕著となり、両材料のき裂伝播速度の分布に2母数のWeibull分布を適用することは妥当でないことがわかる。

次にFig. 8-13は、各階級内のき裂伝播速度のデータを3母数のWeibull分布で整理し、横軸に $da/dN-\gamma$ をとってWeibull確率紙上にプロットし

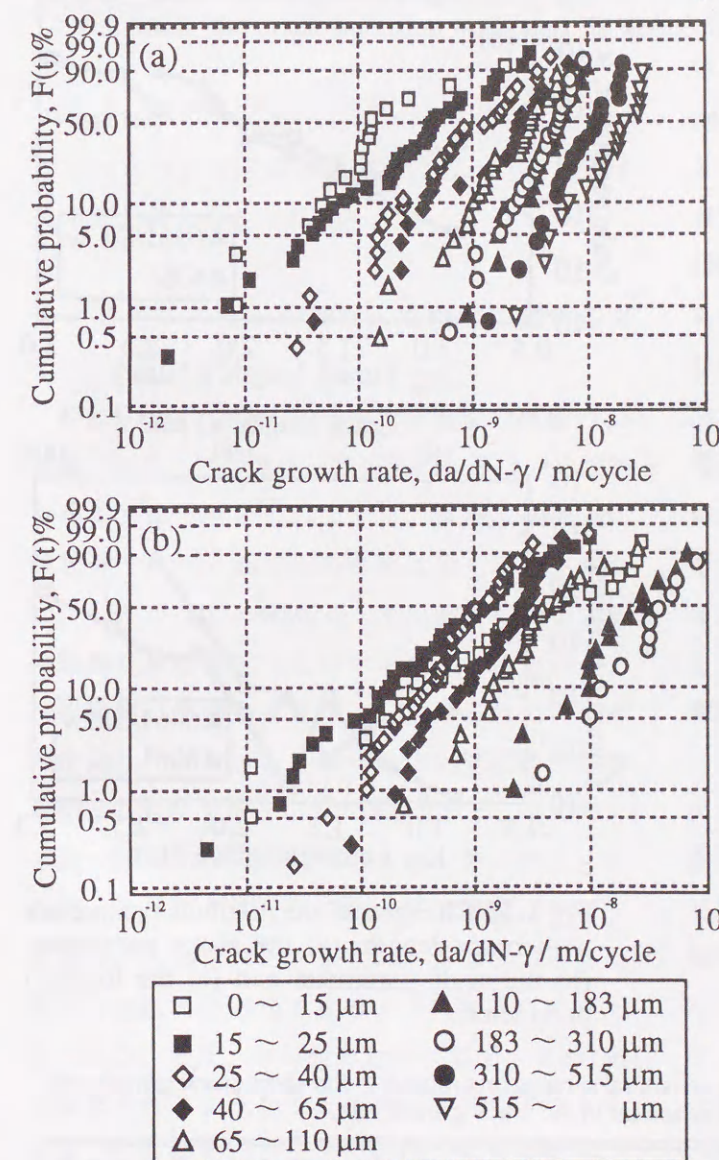


Fig. 8-13 Three parameter Weibull distributions of the crack growth rates in (a) the unreinforced 6061 and (b) the 6061/SiCw composite.

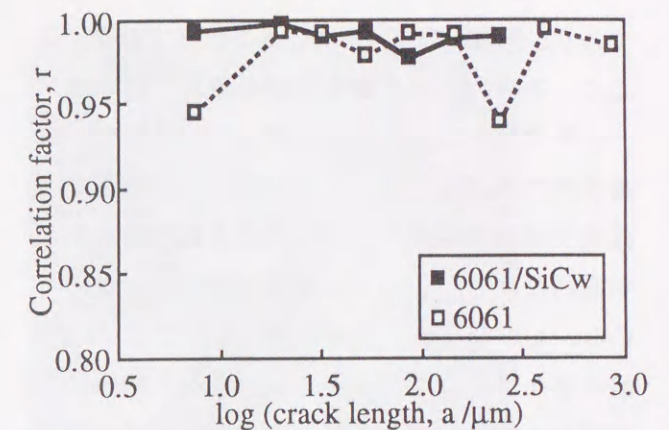


Fig. 8-14 Correlation between the experimental points and the Weibull distribution functions.

たものである。3母数のWeibull分布で整理することにより、Weibull確率紙上で良好な直線性が得られている。

Fig. 8-14は、各階級内のき裂伝播速度の分布関数と実験値の相関係数を示したものである。本研究では、一部のデータを除いて、各階級で相関係数0.98以上の高い値が得られており、得られたき裂伝播速度データは、総じて3母数のWeibull分布でよく整理できると結論付けられる。これは、微小き裂の伝播速度に関して他で報告されている解析結果^{(14) (18)}と一致するものである。

Fig. 8-15は、Weibull分布の各母数のき裂進展にともなう変化を示したものである。まず、形状母数 m は、各階級内のき裂伝播速度のばらつきの度合を示すものである。ここでは、たいていの場合に m は1以下であり、その確率密度関数はき裂伝播速度に対して減少型となっている。また、 m の値は、いずれの場合もき裂の進展にともなって一旦増加し、その後ほぼ一定となっている。この m がほぼ一定に収まるき裂長さは、6061アルミニウム合金では $110\sim 183\mu\text{m}$

であり、MMCでは25~40 μm の範囲である。ここで、本研究ではき裂長さがある範囲にあるデータをセットにして解析に供しているため、各階級内でもある程度のき裂伝播速度の増加または減少が必然的に生じ、これがき裂伝播速度の本質的なばらつきの中に包含された形となっている。しかしながら、本研究の場合には、 m が1前後またはそれ以下と小さく、マイクロ組織によるばらつきの方が、各階級内のき裂伝播速度の増減傾向よりもはるかに優勢であると見なすことができる。

また、き裂伝播速度が一定値に収束した後の形状母数は、6061アルミニウム合金の方がMMCよりも若干大きな値を取っている。これは、マイクロ組織の影響を強く受けるき裂長さの範囲を脱出しても、依然、MMCではある程度のき裂伝播速度のばらつきが存在し、非強化の場合のように完全にマイクロ組織の影響から脱し得ないことを示唆している。

次に、 α は、 m 、 γ などによって決まる定数であり、 γ はき裂伝播速度の下限界を示すものと考えられるが、これ以上の物理的意味を付与することは本研究の範囲を逸脱するので省略する。

Table 8-2は、上のようにして求めたき裂伝播速度のばらつきが収束する時のき裂長さを、様々なマイクロ組織単位と比較したものである。6061アルミニウム合金では、き裂長さが結晶粒径程度の大きさになった時にき裂伝播速度のばらつきが収束するのに対し、MMCでは、き裂先端

Table 8-2 Comparisons between various microstructural dimensions related to the short crack growth and crack length ranges which correspond to cease of scatter in the crack growth rate.

| | Crack length > Whisker length | Plastic zone > whisker length | Rapid increase in COD at 0 load | Crack length > Grain size | Plastic zone > Grain size | Cease of scatter in crack growth rate |
|------|-------------------------------|-------------------------------|---------------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------------------|
| MMC | $a=7.6\mu\text{m}$ | $a=51\mu\text{m}$ | $a=100\mu\text{m}$ | $a=105.7\mu\text{m}$ | $a=605\mu\text{m}$ | $a=25-40\mu\text{m}$ |
| 6061 | ———— | ———— | ———— | $a=102.3\mu\text{m}$ | $a=650\mu\text{m}$ | $a=110-183\mu\text{m}$ |

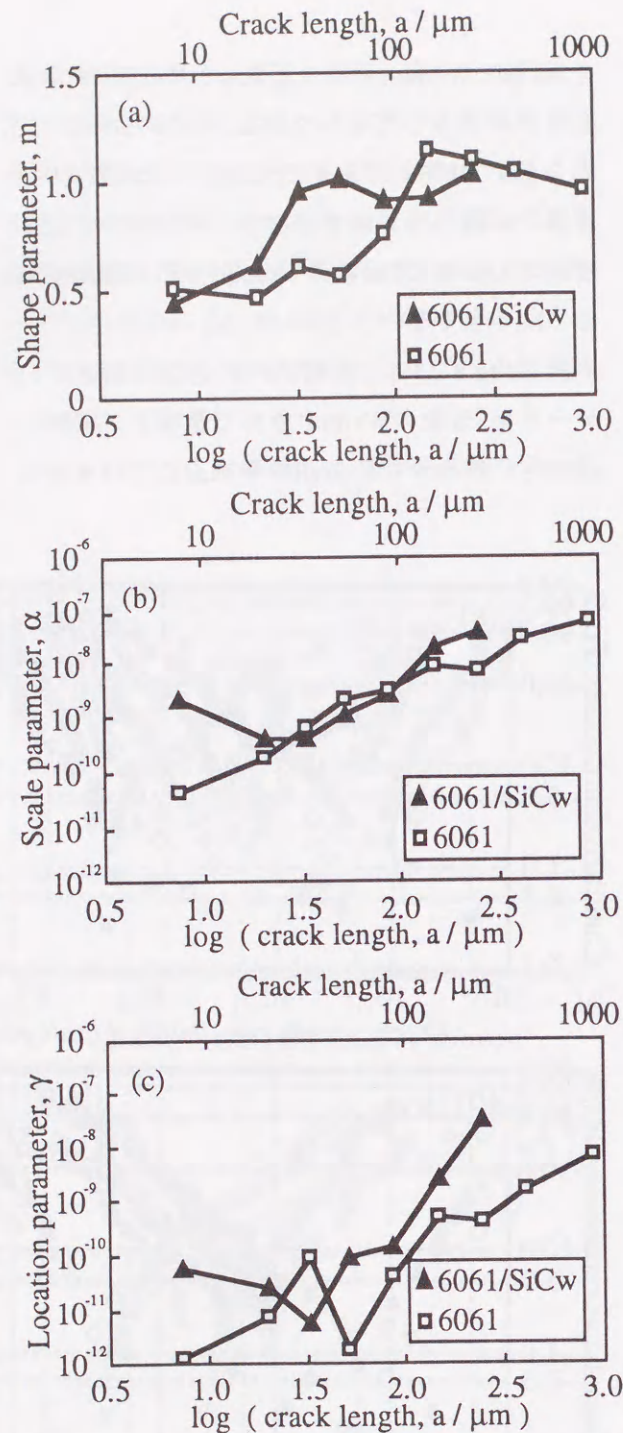


Fig.8-15 Changes of the Weibull parameters with crack length. (a) the shape parameter, (b) the scale parameter and (c) the location parameter.

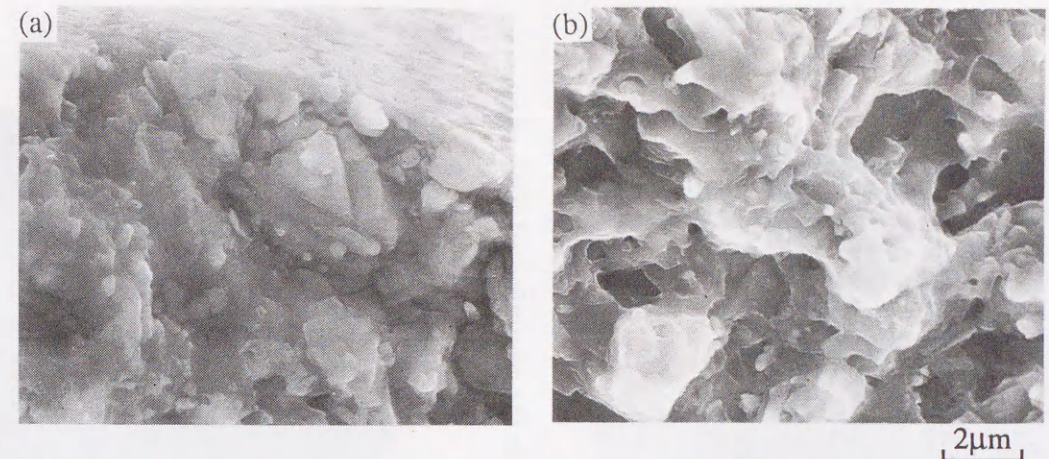


Fig.8-16 SEM images of the fracture surface in the 6061/SiCw composite. (a) near the crack initiation point and (b) about 320 μm from the crack initiation point.

の塑性域がウィスカーサイズに相当する大きさとなった時にき裂伝播速度のばらつきが収束するものと考えることができる。

3. 2. 6. 微小き裂の伝播機構に関する考察

Fig.8-16は、MMCの場合の試験後の破面のSEM像である。き裂発起点付近の破面は、比較的平坦で特徴の無いものである。また、破面上には粒界やすべり面分離の痕跡は全く認められない。したがって、MMCのマイクロ組織的微小き裂の進展は、結晶粒などのマトリクス合金のマイクロ組織には影響を受けず、もっぱら強化材やその密集したパッケージといった強化材組織の影響を受けるものであることが確認される。さらに、き裂の進展に伴って破面粗さは次第に大きくなるが、これはき裂先端の塑性域の成長に伴い、き裂面からはずれたところにある進展が容易な部分を選択的に通過できるようになるためと考えられる。また、長い疲労き裂の場合のIIa段階で観察されるようなウィスカーのプルアウトも破面上に観察されるが、これは、主き裂前方でき裂の到達に先立ってウィスカーが破断したり、ウィスカー端部でポイドが生成することなしに、

主き裂先端がウィスカーに達した後にき裂がウィスカーを迂回する時の痕跡であると考えられる。

Fig.8-17およびFig.8-18は、それぞれ6061アルミニウム合金およびMMCの場合の起点部分を含む伝播経路をSEMにより観察したものである。6061アルミニウム合金の場合、介在する金属間化合物粒子の剥離により疲労き裂が発生し、き裂長さが50 μm 程度となるまでは、すべり面にのらない不規則な伝播をし、その後、最大せん断応力方向に近い活発なすべり面に乗って進展する。また、き裂が粒界や介在物粒子に遭遇すると、一時停留ないし減速し、時としてき裂伝播方向が変化する。このように、6061合金におけるマイクロ組織的微小き裂の進展では、結晶粒や粒内、粒界の金属間化合物粒子とき裂との相互作用が支配的であることがわかる。

一方、MMCの場合には、疲労き裂発生後、直ちに応力軸に垂直な方向に伝播を開始する。ただし、MMCでも疲労き裂伝播の第I段階を飛び越えて、いきなりマイクロ組織に鈍感な第II段階の伝播を始めるのではなく、ウィスカーが疎らな領域でこそき裂は直線的に進展するが、き裂先端に進展の障害となるようなサイズ、配向角

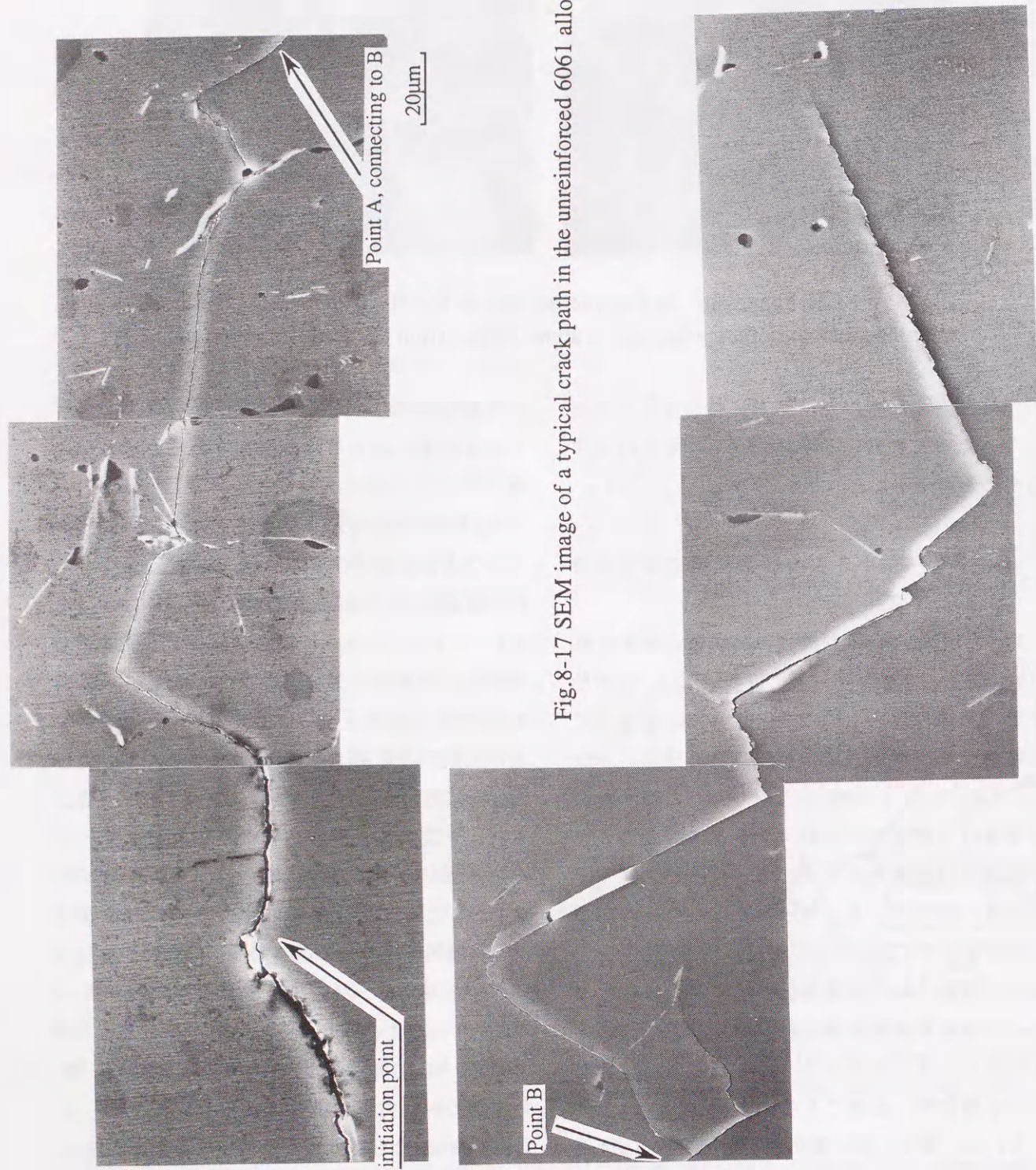


Fig.8-17 SEM image of a typical crack path in the unreinforced 6061 alloy.

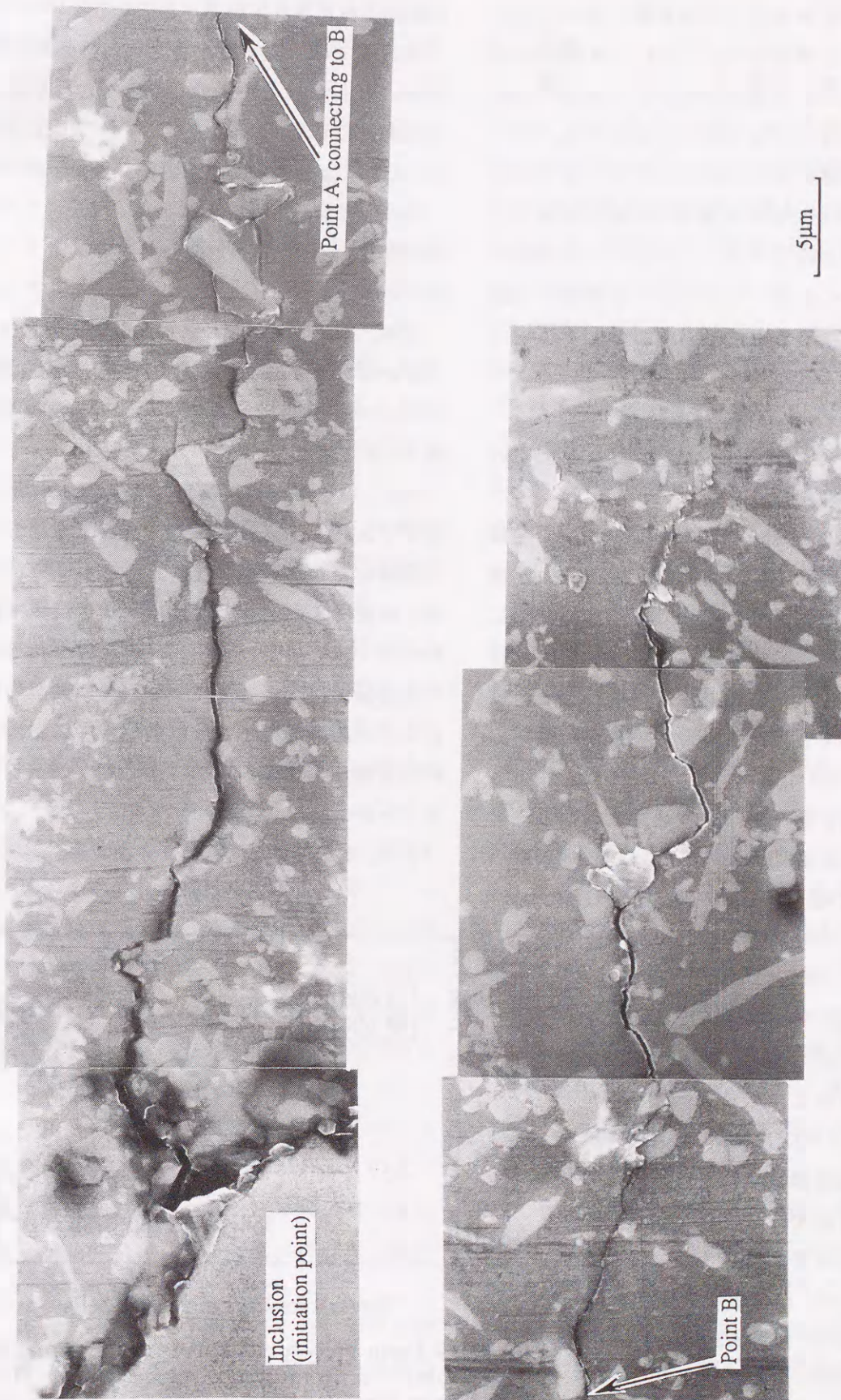


Fig.8-18 SEM image of a typical crack path in the 6061/SiCw composite.

のウィスカーがあると、その界面に添って大きく迂回する様に進展する。さらに、き裂が長くなると、界面に添う進展は減少し、き裂伝播経路は、比較的滑らかなものへと変化する。このようにき裂伝播経路が比較的滑らかになるき裂長さは、Fig.8-15で形状母数が一定値に収束したき裂長さ範囲と符合する。これは、このき裂伝播速度のばらつきが、ウィスカーが有効にき裂進展の障害となることに起因することを示唆している。

3. 2. 7. 平均き裂伝播速度によるき裂伝播特性の評価

Fig.8-19は、Weibull分布の平均値を用いて定義した各段階毎の平均伝播速度を、Fig.8-6のき裂伝播速度と応力拡大係数範囲の図に重ねて示したものである。6061アルミニウム合金では、疲労き裂発生直後はき裂伝播速度が低く、その後単調に増加して十分に長いき裂のき裂伝播曲線に漸近する。それに対して、MMCでは、疲労き裂発生直後はき裂がかなりの速度で伝播し、その後、き裂伝播速度は減少してき裂長さが25~40 μm の範囲で極小値を取った後、再び増加に転じて十分に長いき裂の場合のき裂伝播曲線に漸近している。

二つの材料の平均伝播速度を比較すると、発生直後こそMMCの方が6061アルミニウム合金よりもき裂伝播速度が大きい、 ΔK が1.5MPa $\sqrt{\text{m}}$ 程度で両者のき裂伝播速度は逆転し、これ以上の範囲で再び逆転することはない。さらに、第七章の結果と総合すると、発生後、き裂が数十 μm に成長するまでと、長い貫通き裂のき裂進展過程のIIb段階の後半以降を除く全ての範囲で、MMCの方が6061アルミニウム合金よりもき

裂伝播抵抗が優れていることになる。

ところで、一般に微小き裂の伝播速度がその進展にもなって減速する場合、これを説明する機構としては、以下の3つが考えられる⁽⁷⁾。

- 1) 切欠きによる応力場の影響と、き裂進展に伴うその応力場からの脱出
- 2) 急速なき裂閉口の形成と発達
- 3) ミクロ塑性の効果

まず、本研究で試験片に挿入した切欠きはR25の鈍いものであり、切欠きによる応力場は試験片サイズと比較して広く浅いので、1)の効果は無視できると考えられる。

また、き裂閉口に関してはFig.8-10に示した通りであり、き裂長さが100 μm 程度となるまでは急激な発達が観察された。したがって、き裂発生直後はき裂閉口の欠如によりき裂伝播速度が大きく、その後のき裂閉口の急激な発達によりき裂伝播速度が一旦減少し、その発達の鈍化とミクロ組織的微小き裂段階からの脱出により再びき裂伝播速度が増加に転じるものと説明することができる。

また、2)の機構を考えれば、き裂伝播速度の極

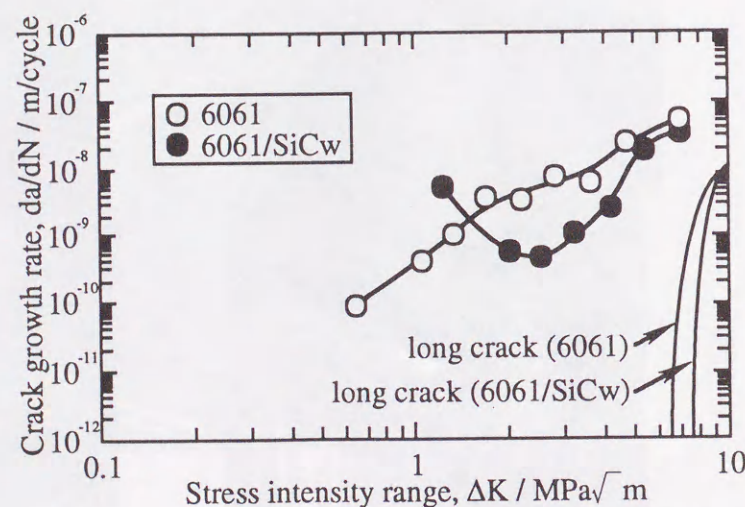


Fig.8-19 Mean growth rate curves of the short fatigue crack obtained from mean values in the Weibull distribution functions.

小値が6061アルミニウム合金で観察されず、MMCでのみ存在する理由としては、MMCではき裂がウィスカーを迂回することによってマイクロな破面粗さが大きく、破面粗さ誘起き裂閉口がより顕著であるためと考えられる。

最後に、3)のミクロ塑性の効果は、一般には、粒界がき裂先端すべり帯や塑性域を阻止するために、き裂が粒界に近づくにつれて減速するといった機構で説明される⁽¹⁹⁾。しかしながら、本研究で扱ったMMCの場合、き裂の伝播に影響を与えるのはマトリックスの組織ではなく強化材であるため、き裂とウィスカーの相互作用を考慮する必要がある。

ところで第七章で示したように、長いき裂の場合は、数百 μm のサイズの塑性域内で主き裂の到達に先立ってマイクロクラックが発生し、これが主き裂と連結することによってき裂が進展する様子が観察される。一方、MMC中で疲労き裂が25~40 μm の長さになった時のき裂先端塑性域サイズを、便宜的に長いき裂の場合と同様の手法で計算すると3.7~6 μm 程度となる。このように微小な塑性域の内部では、主き裂に先行する予破壊が生じるとは想定し難い。しかし、き裂伝播速度のばらつきがき裂とウィスカーの相互作用によると考えられることや、上記の塑性域サイズがおおよそウィスカーの平均長さに相当することからも、塑性域がある程度の大きさになれば、き裂がき裂先端に存在するウィスカーをより円滑に迂回できるようになると考えることは可能であろう。しかしながら、このような効果は塑性域の発達とともに単調に増加すると考えられるので、これで平均伝播速度の極小値の存在を説明することはできない。

以上を総括すると、き裂がごく短い間のき裂伝播速度に与える影響としては、2)のき裂閉口の影響が支配的であると結論される。

4. 結言

1) 供試したMMC中での疲労き裂の起点は、ブリフォームに含まれる数十 μm のSiCないしSiO₂などの介在物やウィスカーの接触部であり、繰返し負荷開始直後に既に数十 μm のき裂が発生するなど、供試材では疲労き裂の発生は著しく容易であることが明かとなった。

2) MMC、6061アルミニウム合金とも、長いき裂の ΔK_{th} 以下の ΔK で進展し、同じ ΔK では微小き裂の方が速く進展する。

3) MMC、6061アルミニウム合金とも、き裂が短い間は伝播速度のばらつきやき裂の停留の頻度が大きい。停留する位置は、6061アルミニウム合金では主に粒界であり、MMCではウィスカー界面である。また、MMCでは停留の頻度は小さく、単に加減速するだけである場合が多い。

4) 6061アルミニウム合金のミクロ組織的微小き裂の段階では、一般的な結晶学的伝播が認められる。一方、MMCでは、最初から応力軸に垂直な非結晶学的な伝播をし、主に強化材による妨害が進展抵抗となる。

5) き裂伝播速度のばらつきが収束するき裂長さは、6061アルミニウム合金では110~183 μm の範囲であり、MMCでは25~40 μm の範囲である。このき裂伝播速度のばらつきは、6061アルミニウム合金では粒界などのミクロ組織と微小き裂との相互作用によるものであり、MMCの場合、強化材がき裂進展の有効な障害となるために生じる。

6) MMCでは、疲労き裂発生後、平均き裂伝播速度は一旦減少し、き裂長さが25~40 μm の時に極小値をとった後、増加に転ずる。

7) MMCの場合、破面粗さ等によるき裂閉口の効果は、き裂長さが100 μm 程度となるまでは急激に増加し、それ以上では増加の割合が鈍化する。

る。このき裂開閉口の急速な発達、MMCの平均き裂伝播速度に極小値を形成する原因であると考えられる。

8) き裂伝播抵抗は、き裂発生直後とき裂伝播のII b段階以降を除いて、SiCウイスキーとの複合化によって改善される。

文献

- (1) R.A.Smith: Fatigue Mechanisms, ASTM STP 811, Ed. by J.Lankford, D.L.Davidson, W.L. Morris and R.P.Wei, ASTM, Philadelphia, (1983), 264.
- (2) K.T.Venkateswara Rao, W.Yu and R.O.Ritchie, Metall. Trans. A, 19A(1988), 563.
- (3) C. Kaynak and A. Ankara: Engng. Fract. Mech., 5 (1992), 769.
- (4) S.Kumai, J.E.King and J.F.Knott: Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct., 15(1992), 1.
- (5) J.F.McCarver and R.O.Ritchie: Mat. Sci. Engng., 55(1982), 63.
- (6) N.E.Frost and D.S.Dugdale: J. Mech. Phys. Solids, 5(1957), 182.
- (7) R.O.Ritchie and S.Suresh: Proc. 55th. Specialists Meeting of The AGARD Structural and Materials Panel, Tronto, (1982), 1.
- (8) 田中啓介: 日本機械学会論文集 (A編), 54(1988), 1.
- (9) S.B.Biner: Fundamental Relationship Between Micro-structure & Mechanical Properties of Metal-Matrix composites, Ed. by P.K.Liaw and M.N.Gungor, TMS, Warrendale, PA, (1990), 825.
- (10) 田中啓介, 松原剛, 田中拓, 細野久雄: 第21回疲労シンポジウム講演予稿集, 日本材料学会, (1992), 155.
- (11) 西田正孝: 応力集中, 森北出版, (1976), 171.
- (12) M.H.Swain and J.C.Newman, Jr.: AGARD CP-376, AGARD, France, (1984), 12.1.
- (13) 藤井太一: "信頼性工学の基礎概念" 複合材料次世代技術向調査研究, 日本機械工業連合会, (1984), 87.
- (14) 秋庭義明, 田中啓介, 松井英治: 日本材料学会講演論文集, (1986), 4.
- (15) S.Suresh and R.O.Ritchie: Metall. Trans. A, 13A(1982), 1627.
- (16) S.Suresh, G.F.Zamiski and R.O.Ritchie: Metall. Trans. A, 12A(1981), 1435.
- (17) B.Budiansky and J.W.Hutchinson: J. Appl. Mech., 45(1978), 267.
- (18) 秋庭義明, 原田昭治, 中野雅弘: 第21回疲労シンポジウム講演論文集, 日本材料学会疲労部門委員会, (1992), 27.
- (19) W.L.Morris, M.R.James and O.Buck: Metall. Trans. A, 12A(1981), 57.

第IX章 総括

以下に、本論文で明らかとなった結論を要約する。

第I章は序論であり、本研究で取り扱う金属基複合材料の現在の研究開発状況、複合材料技術の位置付け、本研究の背景と目的、概要などについて述べている。

第II章では、セラミックスとの複合化によるマトリックス転位密度の増加や、強化材による分散強化の機構、熱残留応力などを考慮すれば、純粋に力学のみに依存する従来の複合材料理論による予測値と現実のMMCの降伏強度の大きな相違を説明し得ることが明らかとなった。なかでも、マトリックスの高転位密度はMMCの強化機構の主たる因子であり、これを制御するという視点に立てば、従来の複合材料理論が与えるMMCの設計指針とは全く異なる指針が得られる。

この章で示したマイクロ組織制御法とは、強化材の熱膨張率、体積率、サイズ、形状およびマトリックスの熱膨張率を変化させてMMCの強度を最適化する手法である。したがって、この考え方に基づけば、降伏応力付近までの強化に貢献するのは主としてマトリックスのマイクロ組織であり、強化材が早期に破断しない程度の強度を有していれば、その強度はMMCの降伏応力には影響を与えないことになる。

次に、MMCの熱処理や二次加工に関しては、往々にしてマトリックス金属用に開発された処理が流用される傾向がある。第III章では、近年、このような場合に問題となっている時効硬化速度の変化の機構を解明した。

MMCマトリックスには、マトリックス合金の粒界や材料表面以外に、高密度の転位と強化材

マトリックス界面という二つの空孔消滅サイトが存在する。したがって、Al-Mg₂Si合金のGP(I)ゾーンの様に、生成のための活性化エネルギーが低いために不均一析出せず、かつ溶質原子の拡散や集合に焼入れ過剰空孔が関与する相の形成は、複合化によって阻害される。逆に、GP(II)ゾーンや中間相β'の場合は、転位等の短絡拡散路の影響で溶質原子の拡散は促進され、同時にそれらが核生成サイトを提供することで、析出が顕著に加速される。したがって、このような界面や高密度の転位が果たす役割を理解すれば、他の合金系の挙動も容易に推測できると考えられる。

このようなマクロ的な析出様相の変化と並んで、第IV章では、より微視的にMMCマトリックスの組織を観察し、強化材周囲のPFZの形成や界面上への粗大な析出物の形成、強化材周囲への溶質原子の偏析といった特徴的な事象が明らかとなった。特に、最高時効状態以降のMMCではこれが顕著に表れ、強化材端部で生じる強い応力集中とボイドの発生が抑制されて強化材が破断する傾向が強まり、これがMMCの破壊を支配するようになる。

また、析出相によって複合化の影響が大きく異なることや、強化材近傍におけるPFZの形成や溶質原子の偏析などのために、T4、T6などの通常の熱処理をMMCに適用する場合にも、溶体化処理や時効処理の温度や時間、処理後の冷却速度などの条件をMMCに合わせて最適化する必要がある。ただし、MMCの場合、これらの条件は体積率や製造プロセスなどに大きな影響を受けるため、MMCの各組織を表現できるパラメータ

一の関数として厳密に明らかにされることが望まれる。

また、第IV章では、引張試験、破壊じん性試験時の破壊機構を確認した。これは、MMC中をき裂が進展する場合、き裂先端前方の応力場内で強化材の破断や界面剥離によってマイクロクラックが発生し、き裂がその影響を受けて偏向し、マイクロクラックを吸収しながら進展するというものである。

第IV章で明らかとなったMMCの破壊に好ましくない影響を与える局所的なマイクロ組織の特徴を逆に利用し、マトリックス組織を制御することで力学的性質を改善する手法を第V章で提案した。これは、各析出相の再固溶温度が溶質原子濃度によって異なることと、界面への非平衡偏析によって溶質原子濃度が強化材に近づくにつれて増加することを利用したものである。具体的には、MMCに予備時効処理を施した後、それより高い復元温度に短時間暴露することで、各析出相が再固溶するか単純に過時効化が進行するかの差によってマトリックスを2~3の領域に分割し、各領域の時効析出状態を制御するというものである。

次に、強化材近傍のPFZを改善する様な条件で、実際に供試材にこの熱処理法を適用し、各処理段階の時間、温度を変化させた場合の強度や硬さの変化を調べた。そして、特定の熱処理条件下では、実際に強度や強度と延性のバランスの改善が可能であることを確認した。今後は、破壊じん性や疲労特性などの諸特性の熱処理による変化を調べるとともに、様々な特性をさらに向上させ得る熱処理条件の調査を行う必要がある。

第VI章では、第IV章で確認されたMMC中のき裂進展機構を基に、これを破壊力学に基づいて記述したシミュレーションプログラムを作成し

た。このシミュレーションによって、実験で観察されたMMCの破壊機構が再現できることを確認するとともに、強化材の破断強度、体積率、分散状態、界面剥離強度を変化させた時の破壊特性の変化を、き裂進展開始じん性とき裂伝播抵抗に分けて評価した。

これらの実験から得られた強化材組織の設計指針の中で、強化材の分散状態にある程度の凝集をもたせれば、き裂進展開始じん性を犠牲にすることなしにき裂伝播抵抗を改善できるという知見は、特筆すべきことである。本研究では、スプレードライ法によって強化材の造粒粉を作成し、この形状をMMC中に残存させることで規則的な強化材の凝集をともなったMMCの製造を実現した。そして、このような強化材組織の制御法を適用したMMCでは、通常のMMCと同等の強度やき裂進展開始じん性、弾性特性を維持しながら、き裂伝播抵抗を20~30%改善できることを材料実験によって確認した。今後は、有限要素法解析などによって強化材の凝集が強度特性に及ぼす影響を評価し、強度とじん性や延性を兼ね備えた強靱なMMCのマイクロ組織条件を明らかにする必要がある。

第VII章、第VIII章では、依然として理解が遅れているMMCの疲労特性を検討した。このうち、第VII章では長い疲労き裂の伝播特性を、第VIII章では微小疲労き裂の特異な挙動を検討した。

まず、疲労き裂が発生後、MMCではき裂長さが25~40μmとなるまで、また6061合金では110~183μmとなるまではマイクロ組織の影響が顕著であり、き裂伝播速度の著しい加減速やき裂の停留が観察される。これは、MMCの場合は強化材がき裂進展の障害となるためであり、6061アルミニウム合金では、粒界がすべり変形を阻止することに起因する。したがって、MMCでは、強化材のサイズや強度を増加させれば、微小き

裂段階の伝播抵抗を有効に向上できることになる。

また、連続体力学が適用できないこのような微小き裂領域の特性を有効に向上させるためには、確率的なき裂進展過程を何等かの手法で表現してシミュレーションを行い、強化材や界面、マトリックスの特性が微小き裂の伝播特性に及ぼす影響を明らかにする必要があると考えられる。

疲労き裂が微小き裂領域を脱出して成長を続けると、き裂先端の応力場が発達、拡大し、き裂先端でマイクロクラックが発生してき裂進展経路はこの影響を次第に強く受けるようになる。また、一般のアルミニウム合金では、微小き裂段階では結晶粒の影響で破面粗さが大きく、その後の安定き裂成長領域（いわゆる、Paris領域）では、き裂先端の鈍化と再鋭化によってストライエーションが形成されるため、破面は一転して平坦となる。しかしながら、MMCではき裂の成長とともに破面粗さが単調に増加することが明かとなった。この他、マトリックスの時効状態が疲労き裂伝播抵抗に及ぼす影響も、6061アルミニウム合金とMMCとで異なっている。このような相違は、上記のようなMMCの疲労き裂進展機構やそのき裂進展に伴う変化を考慮することで説明できる。

さらに、第VII章では、第VI章のプログラムを疲労き裂伝播計算用に改造し、実験で得られた傾向をシミュレーションによって確認した。このようなシミュレーションの結果から、高負荷、高き裂伝播速度領域では、第VI章と同様なマイクロ組織制御法が疲労き裂伝播抵抗の向上にも有効であることが明らかとなった。

以上、MMCの力学的性質や破壊に関して、本論文で得られた知見や新たに提案したマイクロ組織制御法を要約した。これらは、決して全てのM

MCの全ての特性を網羅するものではないが、マイクロ組織を注意深く観察することの重要性と、組織制御の有効性は確認されたと考える。

また、今後のMMCの発展を考えると、同種の手法が次々と開発されて具体的に用途を絞った実用化技術開発まで展開できるかどうか、MMCが、次世代産業を支えるACM(Advanced Composite Materials)としての地位を確立できるかどうかの鍵であると考えられる。

謝辞

豊橋技術科学大学教授 工学博士 小林俊郎先生には、研究の遂行および本論文の執筆に関し、指導教官として終始、懇切かつ的確なご指導を頂きました。また、数多くの学会発表や論文執筆の機会を与えて頂き、そこでは研究の遂行において有益な示唆を得ることができました。ここに、深甚なる感謝の意を表します。

豊橋技術科学大学助教授 工学博士 新家光雄先生には、折りにふれて有意義なご議論、ご助言を頂きました。また、先生には TEM 観察に多くの時間を割いて頂きました。ここに、深く感謝致します。

豊橋技術科学大学教授 工学博士 川上正博先生、同じく教授 工学博士 上村正雄先生には、本論文の執筆に当たり、様々なご指摘とご助言をいただきました。また、名古屋大学教授 工学博士 森永正彦先生には、修士課程在学時代から貴重なご議論とご助言を頂きました。ここに、深く感謝致します。

豊橋技術科学大学助教授 工学博士 村田純教先生には、TEM および EDX 分析に関して親身なご教示をいただきました。同じく助教授 工学博士 畔上秀幸先生には、FEM 解析に関してご教授とご協力をいただきました。また、第三章の DSC 分析は、同じく助教授 工学博士 梅本実先生の御好意により、装置をお借りして行いました。ここに心から御礼申し上げます。

著者が所属するスズキ㈱ 開発第二部の石森茂 参与、高田一郎 主管には、会社の業務を離れて大学で研究を行う機会を与えていただき、研究成果の外部発表にもご理解をいただきました。また、篤崎陽一 主任を始めとする開発第二部の方々には、実験素材の試作や加工などでご協力をいただきました。ここに、深く感謝致します。

豊橋技術科学大学 技官 村本浩一氏には、何日にもわたって TEM 観察や EDX 分析などの面倒な測定につきあっていただきました。ここに、心から感謝致します。

最後に、学生として筆者とともに MMC の研究を行い、夜遅くまで実験解析につきあってくれた和田義治君、井上直也君を始めとする豊橋技術科学大学 材料保証学研究室の学生および卒業生の方々に感謝致します。

論文目録

【研究論文】 (○印は、本論文に関するもの。)

- 1 小林俊郎, 岩成弘美, 袴田真司, 新家光雄, 戸田裕之:
SiC 粒子 6061 アルミニウム合金複合材料の疲労き裂伝播特性,
日本金属学会誌, 55(1991), 72.
- 2 T.Kobayashi, M.Niinomi, H.Iwanari and H.Toda:
Fatigue crack propagation characteristics in SiCp/6061-T6 composite,
Science and Engineering of Light Metals, Proceedings of RASELM '91, Ed. by K.Hirano, H.Oikawa and K.Ikeda, Japan Institute of Light Metals, Sendai, (1991), 543.
- ③ H.Toda and T.Kobayashi:
Fatigue crack growth characteristics of cast Al-SiCw composites,
Aluminum Alloys Their Physical and Mechanical properties, Proceedings of the 3rd International Conference on Aluminum Alloys, Ed. by L.Arnberg, O.Lohne, E.Nes and N.Ryum, Norwegian Inst. Tech., Trondheim, (1992), 635.
- ④ 戸田裕之, 小林俊郎, 新家光雄:
SiC ウィスカー強化 6061 合金複合材料の時効析出挙動,
日本金属学会誌, 56(1992), 75.
- ⑤ 戸田裕之, 小林俊郎:
SiC ウィスカー強化 6061 合金複合材料の疲労き裂伝播特性,
日本金属学会誌, 56(1992), 84.
- 6 戸田裕之:
SiC ウィスカー強化 6061 合金複合材料の時効硬化特性,
スズキ技報, 19(1993), 58.
- ⑦ H.Toda and T.Kobayashi:
Fatigue crack initiation and growth characteristics of SiC whisker reinforced aluminum alloy composites,
Mechanisms and Mechanics of Composites Fracture, Conference Proceedings, Ed. by R.B.Bhagat, S.G.Fishman and R.J.Arsenault, TMS, Pittsburgh, (1993), 55.
- 8 T.Kobayashi, M.Murakami and H.Toda:
Fracture toughness of SiC whisker reinforced aluminum alloy composites,
Mechanisms and Mechanics of Composites Fracture, Conference Proceedings, Ed. by R.B.Bhagat, S.G.Fishman and R.J.Arsenault, TMS, Pittsburgh, (1993), 41.
- ⑨ 戸田裕之, 小林俊郎:
SiC ウィスカー強化 6061 合金複合材料のマイクロ組織的微小疲労き裂の伝播,
日本金属学会誌, 58(1994), 337.
- ⑩ 戸田裕之, 小林俊郎, 新家光雄:
SiC ウィスカー強化 6061 アルミニウム合金複合材料の破壊特性に及ぼす時効処理の影響,
日本金属学会誌, 58(1994) 468.

- ⑪ H.Toda and T.Kobayashi:
Growth behaviour of microstructurally-short cracks in the 6061 aluminum alloy reinforced with 22vol% SiC whisker,
Proceedings of 10th. International Conference on Strength of Materials, Ed. by Oikawa et al., J. Inst. Met., Sendai, (1994), 525.
- 12 T.Kobayashi, H.Toda and M.Murakami:
Crack initiation and growth characteristics in the dynamic and static fracture toughness tests of SiC whisker/Al alloy composite,
Proceedings of 10th. International Conference on Strength of Materials, Eds. by Oikawa et al., J. Inst. Met., Sendai, (1994), 529.
- ⑬ 戸田裕之, 小林俊郎, 新家光雄:
復元再時効処理による SiC ウィスカー強化アルミニウム合金複合材料のマイクロ組織制御,
日本金属学会誌, 58(1994), 1086.
- ⑭ 戸田裕之, 小林俊郎, 和田義治:
短繊維または粒子で強化した金属基複合材料中を進展するき裂の破壊力学シミュレーション,
日本金属学会誌, 59(1995), 94.
- ⑮ H.Toda and T.Kobayashi:
Growth behavior of microstructurally-short crack in 6061 aluminum alloy with and without 22vol% SiC whisker,
Metall. Trans. A, 投稿中.
- ⑯ 戸田裕之, 小林俊郎, 井上直也, 和田義治:
破壊力学シミュレーションによる金属基複合材料の破壊じん性評価とマイクロ組織制御法の提案,
日本金属学会誌, 59(1995), 印刷中.
- ⑰ T.Kobayashi and H.Toda:
Simulation of fracture behaviour on Al-SiCw composite.
Proceedings of International Conference on Failure Analysis and Prevention, Ed. by C.Q.Chen et al., Beijing Univ. of Aeronautics and Astronautics, Beijing, (1995), in press.
- ⑱ H.Toda, Y.Shimasaki, I.Takada, S.Ishimori and T.Kobayashi:
Designing principal to optimize strength of discontinuously-reinforced MMC.
Proceedings of 8th. International Pacific Conference on Automotive Engineering, SAE Japan, Yokohama, (1995), in press.

【解説論文】 (○印は、本論文に関するもの。)

- ① 戸田裕之, 小林俊郎:
金属基複合材料 (MMC) の疲労特性,
日本金属学会報, 31(1992), 1040.

