

表面冷間加工処理を施したAC4CHアルミニウム合金鋳物の熱機械疲労特性

戸田, 裕之
豊橋技術科学大学生産システム工学系

福永, 哲也
豊橋技術科学大学生産システム工学系

小林, 正和
豊橋技術科学大学生産システム工学系

上杉, 健太郎
(財) 高輝度光科学研究センター

他

<https://hdl.handle.net/2324/7363459>

出版情報 : Journal of Japan Institute of Light Metals. 58 (6), pp.236-241, 2008-06-30. The Japan Institute of Light Metals

バージョン :

権利関係 : © 2008 一般社団法人 軽金属学会



表面冷間加工処理を施した AC4CH アルミニウム合金鋳物の 熱機械疲労特性

戸田 裕之*・福永 哲也*・小林 正和*・上杉健太郎**
小林 俊郎*・山田 徹***・大場 義夫***・柿崎みな子***

Journal of Japan Institute of Light Metals, Vol. 58, No. 6 (2008), pp. 236-241

Thermo-mechanical fatigue property of a surface-hardened AC4CH cast aluminum alloy

Hiroyuki TODA*, Tetsuya FUKUNAGA*, Masakazu KOBAYASHI*, Kentaro UESUGI**
Toshiro KOBAYASHI*, Toru YAMADA***, Yoshio Ooba*** and Minako KAKIZAKI***

The thermo-mechanical fatigue life and microstructural change under a compression-tension thermo-mechanical cyclic loading of a surface-hardened Al-Si-Mg alloy casting are investigated. A surface cold working technique using steel balls is utilized for the surface hardening. Out-of-phase type thermo-mechanical fatigue tests have been performed with the temperature range of 323–523K and the applied mechanical strain range of 0.75–2.0%. The surface-hardened material exhibits better thermo-mechanical fatigue property especially in a low cycle regime, together with higher generated stress, suggesting that it is even superior under stress-controlled loading. The differences in the stress-strain hysteresis loops and hardness variation near specimen surface between the materials with and without surface hardening have not vanished until final fracture. The observed difference in the thermo-mechanical property is attributed to some microstructural differences. The effects of damaging at the silicon particles to this difference are also investigated using the high-resolution microtomography technique. It has been clarified by microstructural observations that recovery and recrystallization are suppressed in the surface-hardened material. It can be inferred that such thermal stability is attributed to the multi-axial deformation by a combination of the surface hardening and the thermo-mechanical loading.

(Received October 30, 2007 Accepted February 22, 2008)

Keywords: cast aluminum alloy, thermo-mechanical fatigue, surface hardening, out-of-phase, microtomography

1. 緒 言

近年、輸送機器エンジンなどの特性向上に伴い、部材にかかる熱的および機械的負荷がますます厳しくなっており、耐熱疲労特性向上が望まれる。これまで、エンジンなどの軽量耐熱素材として多用されている Al-Si 鋳物合金の耐熱疲労性に関し、共晶 Si 粒子の球状化¹⁾、Cu 添加、過時効処理²⁾³⁾、ポロシティ⁴⁾などの効果に関する工業的な観点からの報告があるほか、熱機械サイクル負荷下で時効析出物が外力に適応して配向する⁵⁾ことを利用したスマート組織制御⁶⁾や、軟質材コーティングによる熱疲労き裂伝播阻止効果⁷⁾のように、新しいアイディアによる試みも報告されている。

ところで、ショットピーニングに代表される表面冷間加工処理により、圧縮残留応力などの効果で疲労特性が改善されることはよく知られている。しかし、Al-Si 合金鋳物への強加工は、Si 粒子や AlFe(Mn)Si などの脆性な金属間化合物を破壊して疲労き裂の発生や伝播を促進する懸念もある⁸⁾。本研究では、表面冷間加工処理を Al-Si 鋳物合金に施した場合の熱疲労特性を試験し、未処理の場合と比較して評価する。

2. 実験方法

2.1 供試材および表面冷間加工処理

本研究では、AC4CH 合金を用いた。化学組成は Al-6.80%Si-0.31%Mg-0.11%Fe-0.11%Ti-0.02%Zn-0.01%Mn である。熱処理は、813K で 14.4ks の溶体化処理後水冷し、453K-7.2ks の時効処理を施す T6 処理である。表面冷間加工処理としては、ピーニング処理の 1 種としてシリンダヘッドなどの閉空間内に直径 5~12mm の鋼球を入れて容器を揺動させることで対象面を塑性加工する AS 処理⁹⁾を用いた。用いたのはダンベル型試験片¹⁾でその標点間は中実円筒状で、標点間距離 20mm、同直径 10mm である。試験片表面に処理を施すため、特別に 200mm×150mm×80mm の大きさの容器に試験片と、容器の体積率で 50% の鋼球を入れて揺動時間を 4 分間とし大気雰囲気中で処理した。以後、処理を施した材料を SH (Surface hardening) 材、未処理材を NH (No hardening) 材と称する。

2.2 熱疲労試験

熱疲労試験機は、電気油圧式サーボ型疲労試験機と高周波

* 豊橋技術科学大学生産システム工学系 (〒441-8580 豊橋市天伯町雲雀ヶ丘 1-1)。Department of Production Systems Engineering, Toyohashi University of Technology (1-1, Hibarigaoka, Tempaku, Toyohashi, Aichi 441-8580). E-mail: toda@pse.tut.ac.jp

** (財)高輝度光科学研究センター Japan Synchrotron Radiation Research Institute

*** 旭テック(株)基礎研究部 Fundamental Research Department, ASAHI TEC Corporation

誘導コイルによる加熱，圧縮空気吹付けによる冷却を組合せた拘束率可変型のものである。試験はひずみ制御で行い，負荷ひずみと熱サイクルの位相を反転して同期させる Out-of-phase 型とした。この場合，加熱時に圧縮負荷，冷却時には引張負荷がかかることになる。1回の熱サイクルは400sであり，温度範囲323K~523K，ひずみ波形を三角波とした。負荷ひずみ範囲 $\Delta\epsilon_m$ は，0.75, 1.0, 1.25, 1.5, 2.0% の5水準とした。

2.3 その他

マイクロ組織の観察と評価には，光学顕微鏡，走査型電子顕微鏡 (SEM)-EBSP，透過型電子顕微鏡 (TEM) のほか，X線吸収マイクロトモグラフィ (CT) を用いた。CTの撮像は，高輝度放射光施設 SPring-8 のビームライン BL47XU で行った。なお，手法の詳細は文献と同じである¹⁰⁾。再構成した3D画像の画素サイズは，0.474 μm となった。今回は試料-検出器間の距離を50mmとし，屈折コントラストにより微小なき裂，アルミニウム基地と吸収係数が極めて近いシリコン粒子などを強調して明瞭に観察できるようにした。また，0~180°のステージ回転中に1500枚の断層像を撮影し，高分解能を担保している。撮像領域は，SH材の表面から深さ約0.6mmまでとした。

このほか，加工組織の変化を調査するため，表面から中心に向かう硬さ分布をマイクロビッカース硬さ試験により求めた。負荷条件は $\Delta\epsilon_m=1.0\%$ とし，0, 4, 20, 80, 300, 1000 サイクル，および破断後の各条件まで熱機械サイクルを負荷した試料を作製し，横断面上で硬さ分布を測定した。圧子荷重は，表面から内部に向かうにつれて0.245N~0.98Nと硬さの分布勾配に応じて変化させた。

3. 実験結果および考察

3.1 表面付近のマイクロ組織

光学顕微鏡で観察した表面付近のマイクロ組織を Fig. 1 に示す。SH材の表面層では，強い塑性加工を受けて組織が流動した様子がうかがえる。Fig. 1でも，あるいはさらに高倍率でSEMにより観察しても，マイクロクラックの発生やシリコン粒子などの損傷は確認されなかった。

ただし，これらは切断研磨面の観察であり，ボイドやマイクロクラックなどの空隙は，一般に切断研磨時に研磨粒子や被削材自身の摩耗粉などで埋められて観察できない場合が多い。そこで，高分解能CTを用いて切断研磨などなしに3D撮像した断層像の一例を Fig. 2 に示す。この画像では，8ビットのモノクロ濃淡画像でX線吸収係数の分布を表現している。マイクロクラックが存在すると，X線のフレネル回折によりき裂/アルミニウム界面付近に白黒のフリンジができ，界面が強調される。このため，き裂の開口量が画素サイズの1/10程度と小さくても，き裂の存在が高感度に検出されることが知られている¹¹⁾。Fig. 2で基地アルミニウムより濃い色の部分は共晶シリコン粒子であり，白くぼんやりと見えるものはFeを含む，基地よりX線吸収の大きな粒子である。マイクロクラックやボイドが存在すると，外周の空気より黒く見えるはずであるが⁸⁾，この断面にも他の断面にもそれらは見られない。これより，少なくともサブミクロンレベルの開口を伴う損傷の発生は，表面冷間加工処理により生じないことがわかる。また，SH材ではまれにSEMにより表面層に約

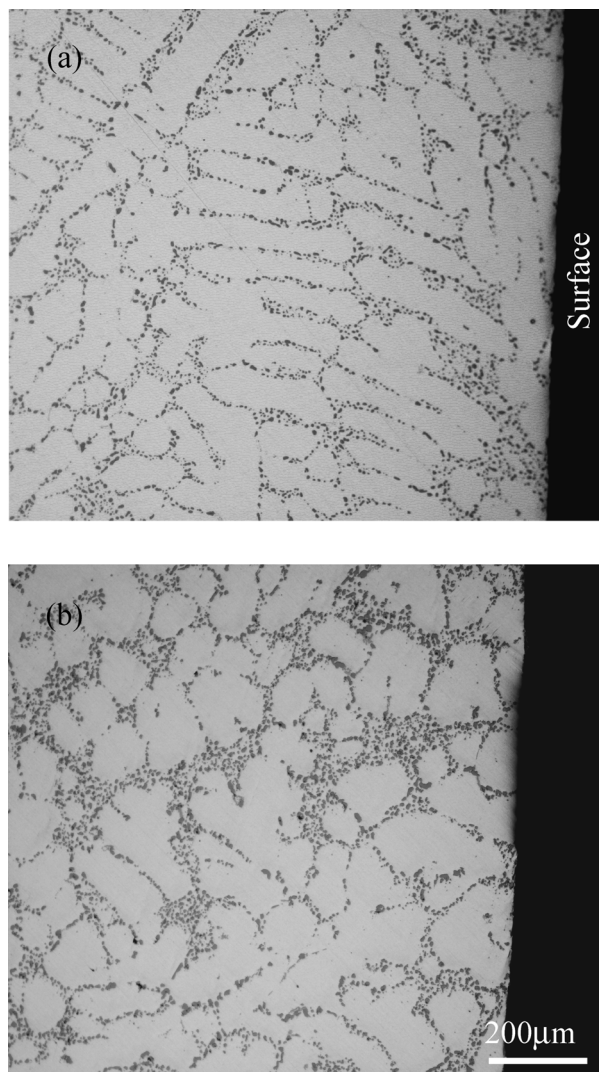


Fig. 1 Optical micrographs of materials SH and NH near specimen surface. (a) the material SH and (b) the material NH.

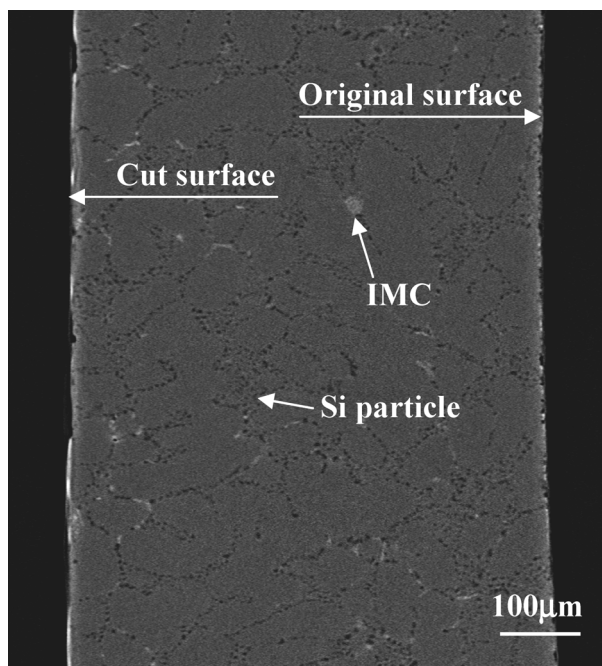


Fig. 2 Virtual tomographic slice of surface and its vicinity in the material SH.

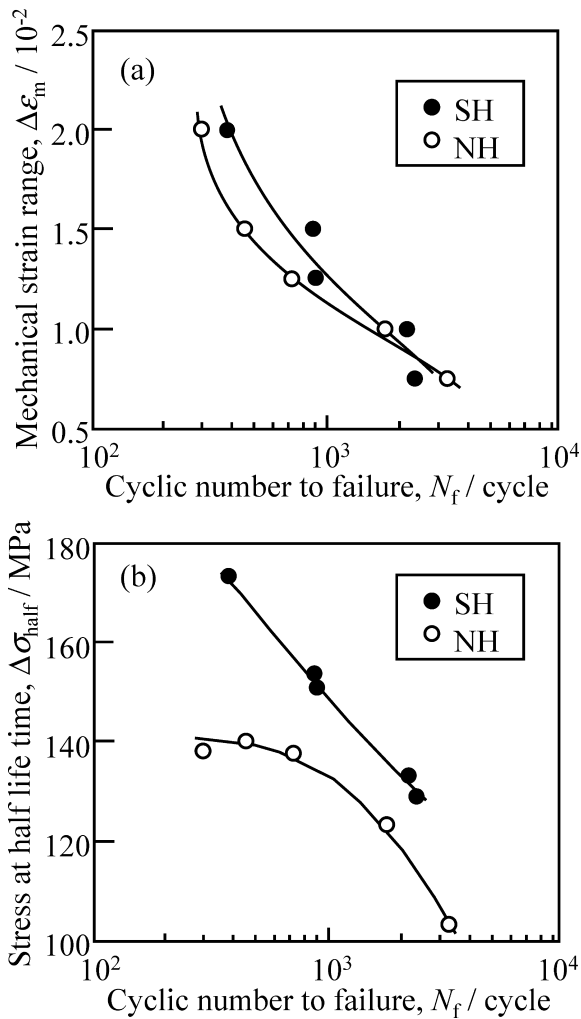


Fig. 3 Variations in thermo-mechanical fatigue lives with (a) applied mechanical strain range and (b) generated stress range at half lifetime.

20 μm のフレーク状のアルミニウムの剥離が見られた。しかし、剥離途中もしくは剥離後の表面から疲労き裂の発生、伝播、もしくはそれらに影響すると思われるような現象は認められなかったため、疲労特性に影響はないと判断される。

3.2 熱疲労試験結果

Fig. 3 (a) に負荷ひずみ範囲と熱疲労寿命の関係を、そして (b) には全寿命の半分のサイクル数で測定した応力ひずみヒステリシスの応力振幅と疲労寿命の関係を示す。まず Fig. 3 (a) では、SH 材の熱疲労特性が低サイクル側で優れており、熱疲労では高サイクルと言ってよい数千サイクル程度で NH 材と同等レベルに収斂していることがわかる。両者の差は、低サイクル側でも高々数 10~50% 程度である。Fig. 3 (b) の発生応力範囲ではさらに有意な差が認められ、特に 1000 サイクルを超えても大きな差異が認められる。低サイクル側で大きな差が生じるのは、加工硬化した SH 材の回復による軟化が初期数百サイクルで急激に変化することを示す。これは、ひずみ制御に近い負荷条件でも SH 材の優位はあるものの、応力制御に近い場合には発生塑性ひずみ範囲が相対的に小さくなり、さらに有利となることを意味する。

SH 材で 2000 サイクルの段階では、200~250°C の高温にさらされる時間が約 56 時間に達し、表面冷間加工処理の効果

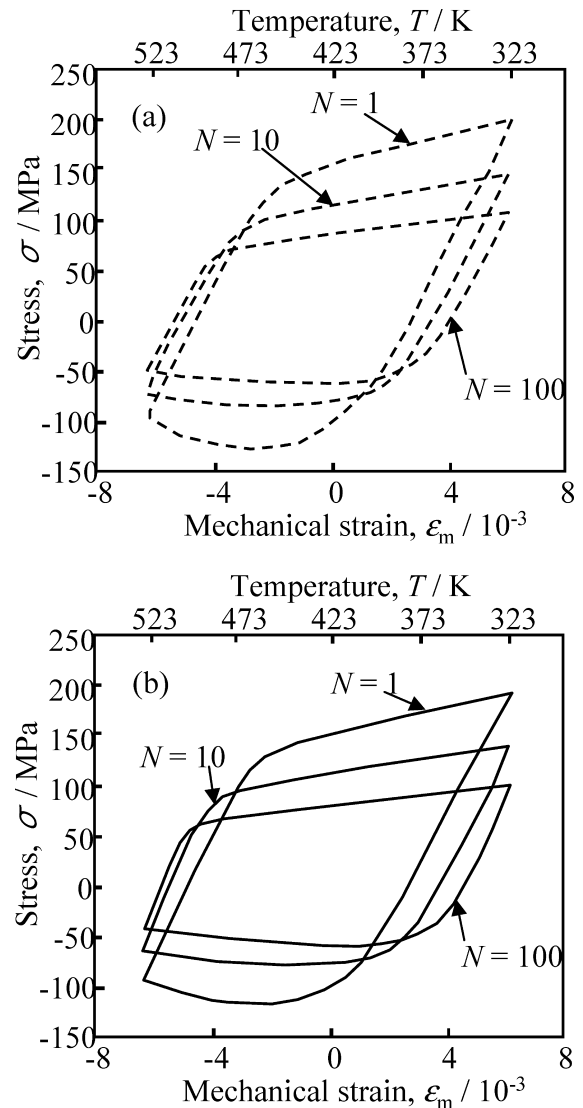


Fig. 4 Variations in stress-strain hysteresis loops during the thermo-mechanical loading in (a) the material SH and (b) the material NH. Applied mechanical strain was 1.25% this case.

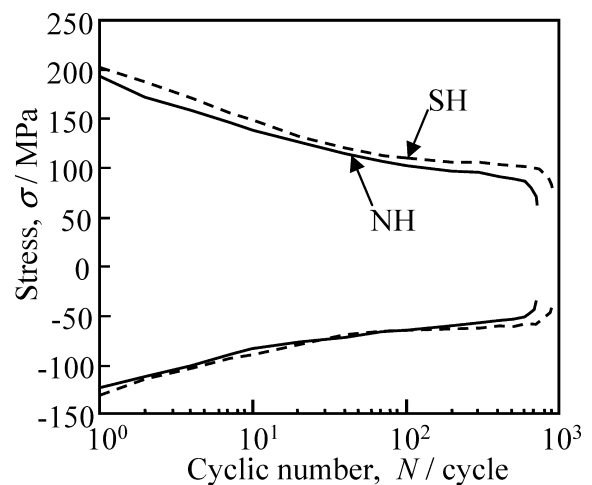


Fig. 5 Variations of the maximum and minimum stresses in stress-strain hysteresis loops during the thermo-mechanical loading. Applied mechanical strain was 1.25% this case.

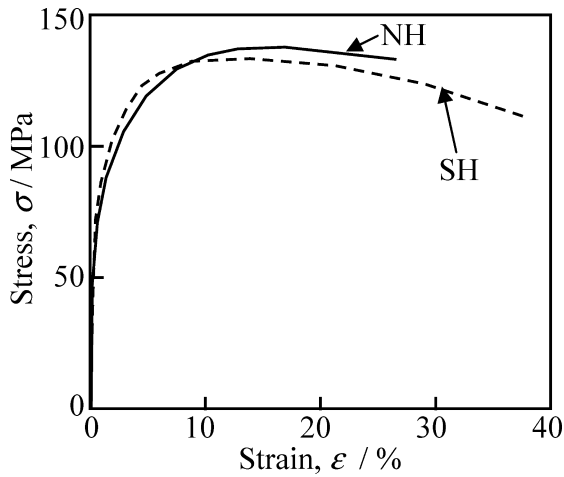


Fig. 6 Tensile stress-strain curves at room temperature obtained after three hundreds of thermo-mechanical cycles ($\Delta\epsilon_m=1.0\%$) had been applied.

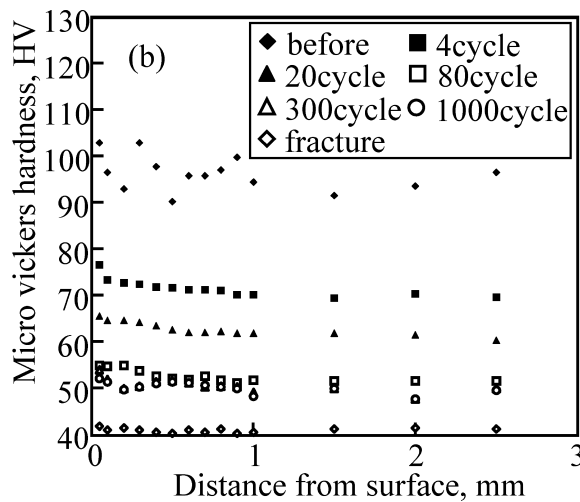
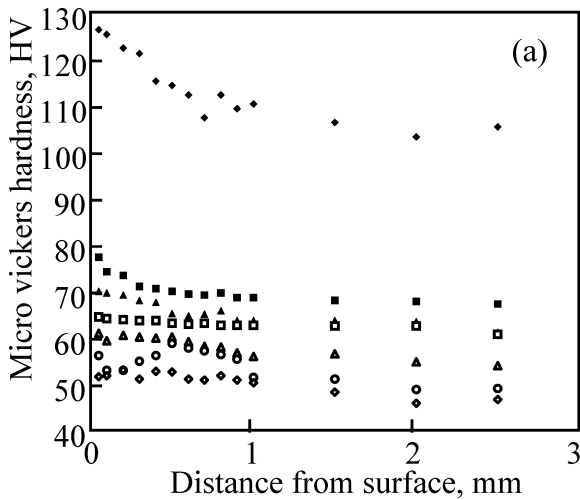


Fig. 7 Variations of hardness distribution from the specimen surface during the thermo-mechanical loading. Applied mechanical strain was 1.0% this case. (a) the material SH and (b) the material NH.

がかなり失われていてもおかしくない。以下では、にもかかわらず SH 材の熱疲労特性が NH 材を上回る理由を検討する。まず、Fig. 4 に応力-ひずみヒステリシスを、そして Fig. 5 にその最大・最小応力の破断までの変化を示す。この場合

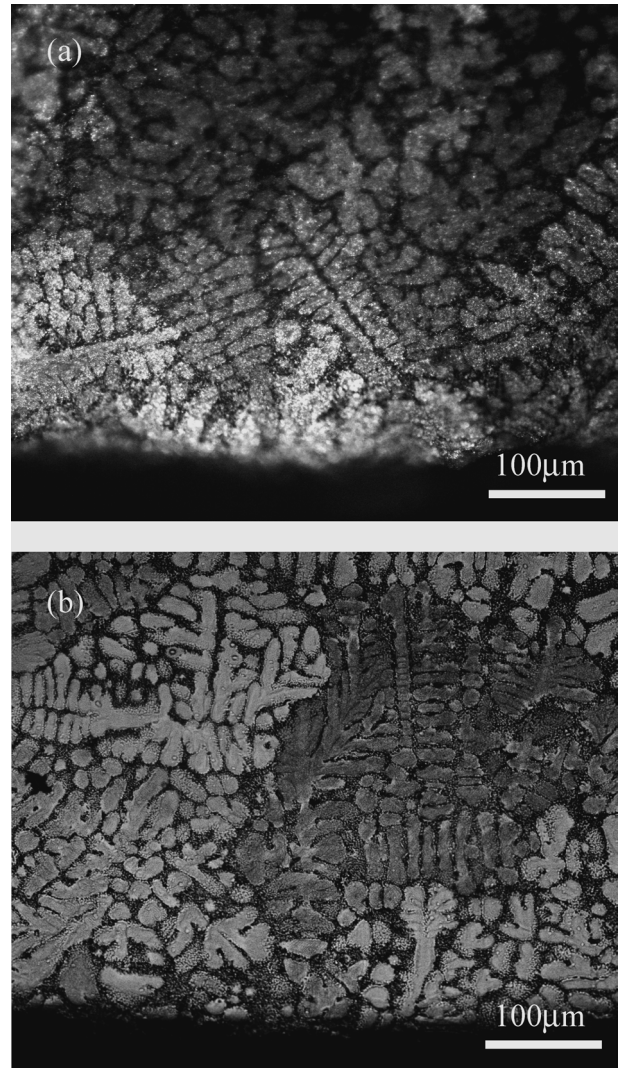


Fig. 8 Optical micrographs taken under a polarized light after etched by means of the Barker's method, showing grain structure after thermo-mechanical fatigue fracture ($\Delta\epsilon_m=1.0\%$). (a) the material SH and (b) the material NH.

の負荷ひずみ範囲は、1.25% である。全般的には、特に最初の 100 サイクル程度までの範囲で主として過時効軟化により強度が大きく低下しており、さらに破断直前に巨視的なき裂の発生により応力が再度大きく低下し、破断に至る。低温側（引張側）で弾性域に相当する直線部分の傾きが徐々に小さくなっているが、これはシリコン粒子などの損傷など、疲労損傷の累積によるものと考えられる。実際、同様の条件で同じ AC4CH-T6 材に熱機械サイクルを負荷した場合、20 サイクル目の段階で少なくとも表面のシリコン粒子の多くが破断ないし界面剥離し、発生したマイクロクラックが連結する様子が報告されている¹²⁾。

熱機械負荷中の応力-ひずみヒステリシスは、一般に変位計測の困難さや温度分布の存在で、その計測に誤差を生む可能性が高い。そこで、Fig. 6 には、300 サイクルまで熱機械サイクルを負荷した後に測定した常温における引張応力-ひずみ関係を示す。最大強度には差異がないものの、SH 材の降伏応力が高く、加工硬化が大きいことがわかる。

SH 材と NH 材の差に留意して Fig. 4~Fig. 6 を眺めると、SH

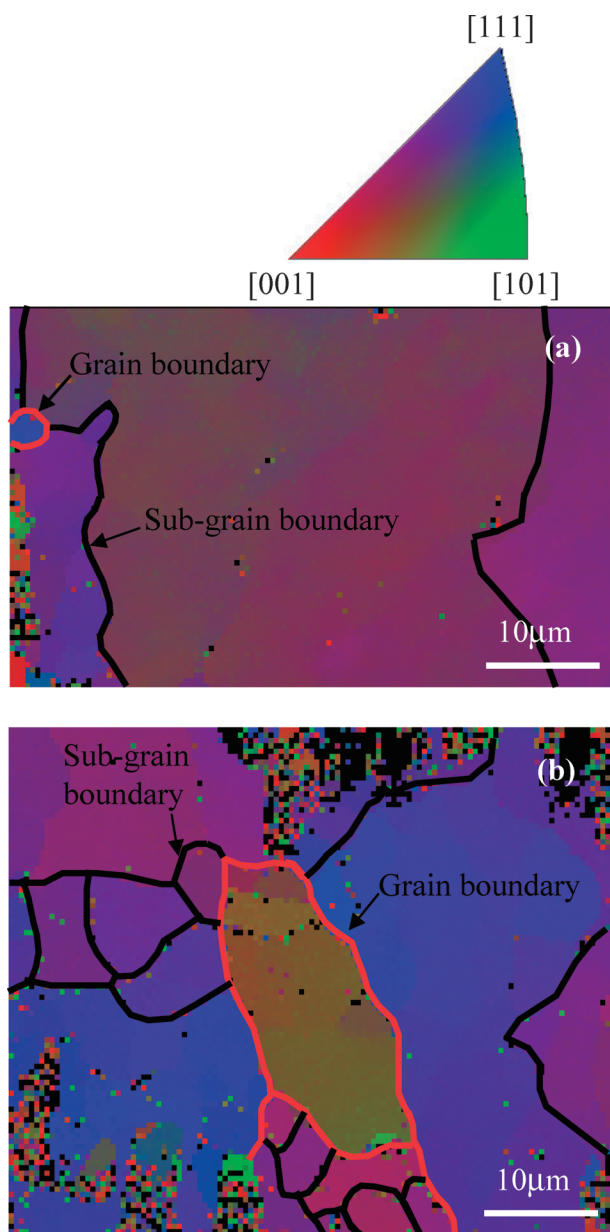


Fig. 9 Inverse pole figure maps obtained by means of the SEM-EBSP technique after thermo-mechanical fatigue fracture ($\Delta\epsilon_m=1.25\%$). (a) the material SH and (b) the material NH.

材の方が加工硬化は大きい傾向があるものの、あまり顕著な差異はない。表面冷間加工処理を受けた領域を単純に深さ1mmまでと仮定しても、その領域が全体に対して占める割合は高々1/3強である。しかも、表面硬化層はその硬化の度合いが徐々に遷移しているため、試験片全体の挙動に対する影響はさらに小さくなる。これが、試験片の応力-ひずみ関係で両試料に明瞭な差が見られにくい理由である。一方、疲労破壊は局所的な現象であり、疲労き裂の発生と初期の伝播に対して表面層の影響が支配的となるため、熱疲労寿命に対してはより明瞭な影響が出ると考えられる。次節では、この表面層の変化を見る。

3.3 表面硬化層の変化

Fig. 7に、熱機械負荷中 ($\Delta\epsilon_m=1.0\%$) の断面上表面付近の硬さ分布を示す。熱機械負荷前の硬さ分布で深さ1mm程度まで両者に差が生じる。それ以降5~10HV程度の差がある

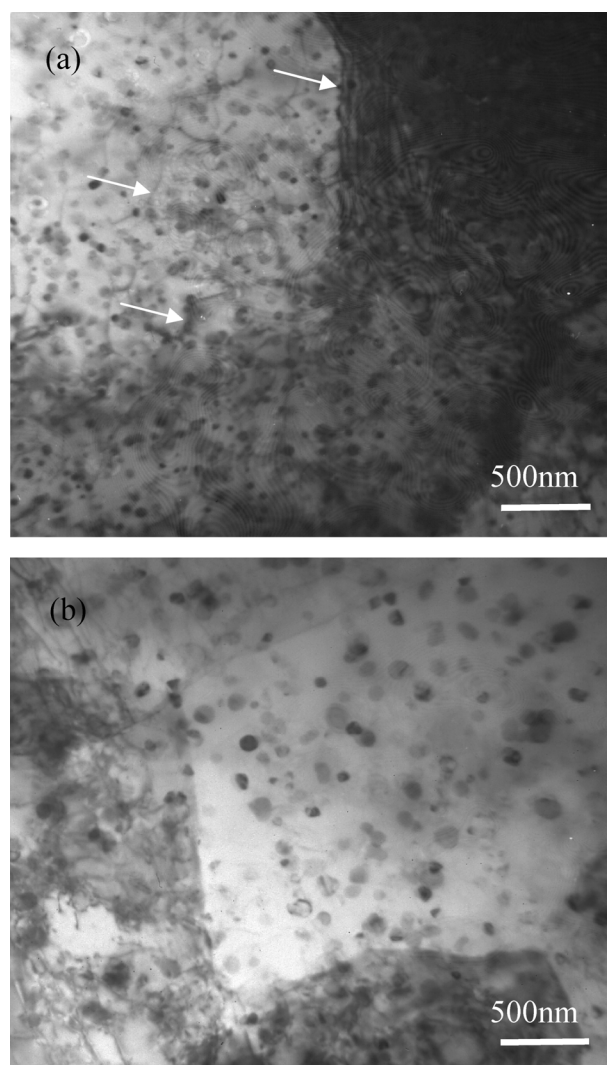


Fig. 10 Bright field TEM micrographs showing subgrain boundary and its vicinity after thermo-mechanical fatigue fracture ($\Delta\epsilon_m=1.25\%$). The arrows indicate dislocations tangled around precipitate particles. (a) the material SH and (b) the material NH.

が、これは1つの舟形から1本の試験片を採取しているために生じた個体の差であると考えられる。1サイクル負荷後に硬さは数10%低下し、20サイクル負荷後には、一見両試料で硬さ分布に差は見られなくなる。しかし、硬さレベルを比較すると、NH材ではそれ以降も硬さの低下が続くのに対し、SH材では硬さが下げ止まる傾向がみられる。80サイクル以降でも内部と硬化層におおむね5~10HV程度の差があり、それがSH材とNH材の硬さの差に反映されている。総じて、両者の挙動の最も顕著な違いは、NH材における単調な硬さの減少に比較して、SH材では4サイクル以降の硬さ変化がかなり小さいことが挙げられる。

Fig. 8は、破断後の試料で、表面から500 μm 程度の位置における表面層中の結晶粒をバーカー法で現出して示した光学顕微鏡写真である。いずれの試料でも、マクロな結晶粒はいくつかのデンドライトを含むものであり、铸造後と変化がないように見える。**Fig. 9**は、同じく破断後の試料で表面から250 μm 程度の位置でSEM-EBSPにより結晶粒内部(初晶 $\alpha\text{-Al}$ 部分)を観察したものである。NH材では、5~10 μm 程

度の多数の小傾角粒界が形成されている。一部は、数十 μm 程度の大傾角粒界に成長しているものも見られた。一方、SH材ではさほど回復が進んでおらず、NH材で見られた小さな亜結晶粒も見られない。これらのことから、両者の動的回復再結晶の進捗には大きな差があると結論される。Fig. 10には、破断後の試料で表面から250 μm 程度の位置で観察したTEM明視野像を示す。SH材の析出物（おもにシリコン粒子¹³⁾）はNH材と比較して小さく、密に分散している。これは、時効硬化能を考えると粗大で効果が小さいサイズレベルのものと考えてよい。SH材では、この析出物にトラップされた転位がより高密度に存在するのが特徴で、NH材で動的回復がより進行していることを裏付けている。

3.4 表面硬化層が熱疲労特性に及ぼす効果の考察

表面を鋼球により塑性加工した後、引張圧縮の両振り負荷を加える本研究の試料は、多軸負荷を受けたと考えることができる。このような複合モードの負荷を加えた場合、加工組織の熱的安定性が優れるとの報告がある。例えば、6061合金T6材の切削粉で、切削によるせん断ひずみが3.2~5.2のものに175°C~210°Cで1時間の焼なましを施すだけで、硬さが急激に低下することが報告されている¹⁴⁾。一方、同じ材料をECAP (Equal Channel Angular Pressing) で4パス（せん断ひずみ約4）したものを170°Cないし210°Cで焼なましした場合、170°Cでは硬さの低下がなく、210°Cでもわずかに低下するのみである¹⁵⁾。これは、ECAPの1パスごとに+90°、-90°と加工の方向を変えているため、毎回異なる方向に塑性ひずみが導入されて複合加工となっているためである。彼らは、複合強加工による複雑な転位組織と析出物の組合せが結晶粒の回転による動的再結晶を妨げるとしている。これにより類推すると、表面を鋼球により多軸的に塑性加工することがその後の熱疲労負荷中の加工組織の熱的安定性の面で有利に働き、熱疲労特性向上に寄与したものと考えられる。

また、SH材とNH材で見られた時効析出物のサイズの差に関しても複合加工の影響があると思われるが、その機構についてはさらに検討が必要である。

4. 結 言

アルミニウム合金鋳物に表面冷間加工処理を施し、表面加工組織と材料の熱疲労特性の関係を試験した。ひずみ制御の場合、熱疲労寿命は特に低サイクル側で有意に向上し、高サイクル側では未処理のものと同等となった。これを発生応力

で整理すると、表面硬化材の方がより高い応力に耐えていることから、応力制御ないしそれに近い条件の場合には、低~高サイクルのいずれの場合にも表面加工組織が存在することで熱疲労寿命についてかなり有利になると推察される。これは、表面層に塑性加工に伴う損傷の発生が見られないこと、加工組織が長時間にわたって安定であることの二点によるものと結論された。あらかじめ表面に塑性加工を施すことで加工組織の動的回復、再結晶が遅延し、加工組織の安定化が観察されたことがこの結論をサポートしている。

供試材を作製された旭テック(株) 酒井崇之氏、EBSPをお借りした豊橋技術科学大学 戸高義一准教授に感謝する。CT撮像は、SPRING-8 課題 2005A0417-ND1c-np（実用金属の亀裂進展挙動 3D 直接可視化による高度信頼性保証）の一部である。これを記して感謝する。

参 考 文 献

- 1) 金曾誠, 小林俊郎, 戸田裕之: 鋳造, **74** (2002), 699.
- 2) 茂泉 健, 手塚裕康, 里 達雄: 鋳造工学, **75** (2003), 397-402
- 3) 茂泉 健, 手塚裕康, 里 達雄: 軽金属, **53** (2003), 588-594.
- 4) 生野 元, 岩永省吾, 粟野洋司: 軽金属, **45** (1995), 671-676.
- 5) M. Toyoda, H. Toda, H. Ikuno, T. Kobayashi, M. Kobayashi and K. Matsuda: Scripta Mater., **56** (2007), 377-380.
- 6) 福永哲也, 戸田裕之, 小林俊郎, 小林正和: 軽金属学会第112回春期大会講演概要, (2007), p. 289-290.
- 7) H. Toda, M. Toyoda, T. Kobayashi, T. Akahori and M. Niinomi: J. Intelligent Mater. Sys. Struct., **17** (2006), 1099-1103.
- 8) H. Zhang, H. Toda, H. Hara, M. Kobayashi, T. Kobayashi, D. Sugiyama and N. Kuroda: Metall. Mater. Trans. A, **38A** (2007), 1774-1785.
- 9) 川島志郎, 鈴木松夫, 赤堀博美: 特許第 3964349 号, 表面加工体及び表面加工方法並びに表面加工装置, (2004).
- 10) L. Qian, H. Toda, K. Uesugi, T. Kobayashi, T. Ohgaki and M. Kobayashi: Appl. Phys. Lett., **87** (2005), 241907.
- 11) P. Cloetens, M. Pateyron-Salome, J-Y. Buffiere, et al.: J. Appl. Phys, **1** (1997), 5878.
- 12) H. Toda, H. Mizutani, T. Akahori, M. Niinomi and T. Kobayashi: Mater. Trans., **46** (2005), 2229-2236.
- 13) D. J. Chakrabarti and D. E. Laughlin: Prog. Mater. Sci., **49** (2004), 389-410.
- 14) M. R. Shankar, S. Chandrasekar, A. H. King and W. D. Compton: Acta Mater., **53** (2005), 4781-4793.
- 15) S. Ferrasse, V. M. Segal, K. T. Hartwig and R. E. Goforth: J. Mater. Res., **12** (1997), 1253-1261.