



Title	マグネシウムを主体とした軽金属の大気中および食塩水中における疲労破壊に関する研究
Author(s)	加藤, 一
Citation	大阪大学, 1984, 博士論文
Version Type	VoR
URL	https://hdl.handle.net/11094/1540
rights	
Note	

The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

The University of Osaka

マグネシウムを主体とした軽金属の大気中および食塩水中における疲労破壊に関する研究

1 9 8 4

加 藤 一

目 次

第1章 緒 論	1
参考文献	6
第2章 二、三の非鉄金属の大気中疲労破壊	9
2.1 緒 言	9
2.2 試料および実験方法	9
2.2.1 試 料	9
2.2.2 疲労試験	13
2.3 実験結果	13
2.3.1 疲労強度	13
2.3.2 表面き裂	16
2.3.3 破面観察	19
2.4 考 察	21
2.5 結 言	23
参考文献	24
第3章 マグネシウム合金の大気中疲労破壊	26
3.1 緒 言	26
3.2 試料および実験方法	26
3.2.1 試 料	26
3.2.2 実験方法	28
3.3 実験結果	30
3.3.1 平滑材の疲労強度	30
3.3.2 き裂伝ば速度と応力拡大係数との関係	31
3.4 考 察	36
3.4.1 表面き裂について	36
3.4.2 破壊様式について	39
3.5 結 言	41

参 考 文 献	42
第 4 章 A Z 31合金の疲労破壊に及ぼす結晶粒径の影響	43
4.1 緒 言	43
4.2 試料および実験方法	43
4.2.1 試 料	43
4.2.2 引張り試験	45
4.2.3 疲労試験	45
4.3 実 験 結 果	45
4.3.1 引張り試験	45
4.3.2 平滑材の疲労強度	47
4.3.3 疲労き裂伝ば速度	48
4.4 考 察	50
4.5 結 言	53
参 考 文 献	53
第 5 章 A Z 31合金の疲労破壊への試験温度の影響	55
5.1 緒 言	55
5.2 試料および実験方法	55
5.2.1 試 料	55
5.2.2 実 験 方 法	57
5.3 高温側における結果	59
5.3.1 引張り試験	59
5.3.2 疲 勞 強 度	61
5.3.3 疲労き裂伝ば速度	62
5.4 低温側における結果	65
5.4.1 引張り試験	65
5.4.2 疲 勞 強 度	67
5.5 考 察	69
5.6 結 言	74

参 考 文 献	74
第 6 章 水溶液中の疲労破壊	75
6.1 緒 言	75
6.2 試料および実験方法	76
6.2.1 試 料	76
6.2.2 疲 労 試 験	79
6.3 工業用純アルミニウムの食塩水中における疲労破壊	82
6.4 5052合金の食塩水中における疲労破壊	84
6.4.1 切欠き材の疲労強度	84
6.4.2 き裂伝ば速度	85
6.5 A Z 31合金の純水および食塩水中における疲労破壊	88
6.5.1 切欠き材の疲労強度	88
6.5.2 破断までの繰返し数と NaCl 濃度との関係	90
6.5.3 き裂伝ば速度と NaCl 濃度との関係	92
6.6 考 察	95
6.6.1 工業用純アルミニウムの食塩水中における疲労き裂伝ば挙動 ..	95
6.6.2 5052合金の食塩水中における疲労き裂伝ば挙動	101
6.6.3 A Z 31合金の純水中における疲労き裂伝ば	106
6.6.4 A Z 31合金のき裂伝ば速度に及ぼす NaCl 濃度の影響	106
6.6.5 A Z 31合金の食塩水中における疲労き裂伝ば挙動	108
6.7 結 言	113
参 考 文 献	114
第 7 章 疲労破壊と A E 挙動	116
7.1 緒 言	116
7.2 A E 測定法	117
7.3 試料および実験方法	118
7.3.1 試料	118
7.3.2 疲 労 試 験	119

7.4	実験結果	120
7.4.1	5052合金のA E挙動	120
7.4.2	A Z31合金のA E挙動	123
7.5	考察	125
7.5.1	5052合金のA E挙動に及ぼす微視組織の影響	125
7.5.2	疲労き裂の初期段階におけるA E挙動	131
7.5.3	疲労き裂伝ば過程におけるA E挙動	133
7.6	結 言	136
	参 考 文 献	136
第8章	腐食疲労とA E検知	139
8.1	緒 言	139
8.2	試料および実験方法	139
8.2.1	試 料	139
8.2.2	実 験 方 法	139
8.3	実験結果	140
8.3.1	食塩水中における疲労き裂伝ばに伴うA E挙動	140
8.3.2	A E計数総数とき裂長さとの関係	142
8.4	考 察	144
8.4.1	dn/dN と $K_{\max}^2 \cdot da/dN$ との関係	144
8.4.2	き裂伝ばに伴うA Eエネルギーの変化	150
8.4.3	A E発生要因	150
8.5	結 言	151
	参 考 文 献	152
第9章	総 括	153
	謝 辞	157

第1章 緒 論

今日の文明社会は巨大なエネルギーを消費することによって成り立っている。ところで、いわゆる第1次石油ショック以来、省エネルギーは世界の潮流となるに至った。当然の帰結として機械、器具、装置の軽量化設計のために比強度の高い構造材料が強く求められる。とくに、飛翔体、輸送機関や回転機械では構成材料として軽金属を使用すると高い省エネルギーを発揮することになる。一方、これら構造物は使用中に振動を伴い、繰り返し応力が負荷された状態となっている。一般に、実用構造物の破壊原因としては繰り返し応力による破壊すなわち疲労破壊が大半を占めているといわれる。それ故に、軽金属を構造材料として使用することを考えるにあたっては、まず疲労破壊について研究しておくことが必要である。

マグネシウム合金は軽金属材料の中でも最も比重が低いものに属しており、比強度も高い。この他、マグネシウム合金の他の特性として鋳造性がよいこと、減衰能、被削性がすぐれていることあるいはくぼみ抵抗性が大きいなどのすぐれた有用な特徴もっている。しかし、マグネシウム合金は現在工業用金属材料として十分に活用されているとはいえない。これはマグネシウムの本性によるというのではなくて、鋼はもとより銅合金やアルミニウム合金あるいは最近注目されるようになったチタンに比べても開発利用の研究の努力が非常に遅れているという事実に基づいているというべきである。なかでも、実用段階で問題となる疲労破壊の研究はほとんどなされていない現状である。

これまで、マグネシウム合金の金属組織学的な研究、静的応力下における変形・破壊挙動についての研究、また、腐食され易いことから防食に関する研究はある程度なされてきた。しかしながら、構造材料の主要な破壊原因であるところの疲労破壊についての研究は極めて少なく、マグネシウム合金の疲労破壊については現在のところ不明確な部分が多く残されている。また、現在構造材料として最も広く利用されている軽金属はアルミニウム合金であるが、その結晶構造はマグネシウム合金とは異なっており、これら合金の疲労破壊との類似点あるいは相違点を明らかにしておくことは、マグネシウム合金の疲労破壊の特性を理解するうえにおいても必要である。そこで、本

研究では主としてマグネシウム合金の疲労破壊について研究するとともに、疲労破壊の特性をアルミニウム合金のそれと対比することにした。

マグネシウム合金の疲労破壊においては、表面状態が疲労強度に影響を及ぼすといわれている。また、マグネシウムのき裂の発生に対して変形双晶は重要な役割を果たすことが指摘されている¹⁾²⁾。近年、疲労破壊機構あるいはその原因解明のために破面解析が活発になされ、鋼やアルミニウム合金などについてこれまでに多くの知見が得られている³⁾。しかし、マグネシウム合金の疲労破壊機構を破面解析により系統的に検討した研究は見当らず、マグネシウム合金の疲労破壊の様相はほとんどわかっていない。一般に、機械・構造物における疲労き裂の発生は切欠きあるいはR部に優先的に生じ、破壊に至ることが多い。疲労寿命はき裂の発生過程と伝ば過程に分けられ、切欠きを有する場合には、き裂伝ば過程が疲労寿命の大部分を占める。そこで、き裂の発生位置を指定した切欠き材の疲労き裂伝ば速度の検討は、Paris ら⁴⁾により実験的に $da/dN = C (\Delta K)^m$ (da/dN : き裂伝ば速度、 a : き裂長さ、 N : 繰り返し数、 ΔK : 応力拡大係数変動幅、 C , m : 材料による定数) の関係式が提唱されて以来、フェールセーフ設計の基礎を与えるものとして種々の金属材料について検討され、この関係式に基づいて疲労き裂伝ば挙動の解析がなされてきた。平滑材のき裂伝ば過程は結晶学的な特徴を示す第1期段階、結晶学的な特定面によらず応力軸にほぼ直角にき裂が伝ばする段階の第2期に区分され、第1期は主にすべり面き裂を発生し、第2期の初期はすべり、へき開混合き裂で、その後塑性域を伴いながらき裂は進展していくといわれている⁵⁾。さらに、第2期のき裂は組織に敏感な領域Ⅱaと組織に敏感でない領域Ⅱbに分けられている。切欠き材におけるき裂は第2期のき裂となり、Ⅱa段階はき裂先端における塑性域寸法が結晶粒径程度のときに生じるといわれている⁶⁾⁷⁾。マグネシウム合金においては、Mg-Zn-Zr合金、Mg-Mn合金のき裂伝ば速度が若干調べられている程度であり⁸⁾⁹⁾、微視的なき裂伝ば挙動との関連についての検討はなされていない。

また、現実の疲労破壊についてみると、腐食性環境が関与している場合が多い。このような繰り返し応力と腐食とが同時に作用して破壊に至る現象は腐食疲労として知られている。腐食疲労に関する研究はHaigh¹⁰⁾により1917年にアンモニアふん囲気中

で黄銅の疲労について調べられたのが最初である。近年、高強度材料の開発と利用が進むにつれて、また、金属材料の使用される環境が過酷になるにつれて腐食疲労破壊の重要性がとくに強調されるようになってきた。最近では大気中の疲労破壊においても腐食の影響を無視することはできないといわれている。腐食疲労と類似した破壊現象として静的な応力と腐食とが同時に作用して起る破壊すなわち応力腐食割れがある。応力腐食割れと腐食疲労の区別は最近ではひずみ速度により規定される傾向にあり、ひずみ速度が $10^{-3} \sim 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ 以下のごく小さい場合には応力腐食割れが起り、ひずみ速度がそれ以上の場合に腐食疲労が起るといわれている¹¹⁾。したがって、きわめて周期の大きい腐食疲労では繰り返し応力下において応力腐食割れも起すことになる。一般に耐食性が良好であるといわれている金属材料は応力腐食割れを起しにくい。しかし、腐食疲労は耐食性が良好であり、応力腐食割れ感受性がほとんど見られない金属材料、例えば、アルミニウムやマグネシウム含有量の低い Al-Mg 合金においても起ることが知られている^{12)~14)}。このことは繰り返し応力という応力状態が腐食疲労破壊過程においては重要な役割を果たしていることを示すものである。腐食疲労過程における腐食はすべり運動中のすべり帯上に優先的に起ることが、Gough、Sopwith ら¹⁵⁾により明らかにされ、その後、Despic ら¹⁶⁾によりひずみ電極の電気化学的反応すなわち新生すべりの部分がアノードとなり、すべりを起していない部分がカソードとなって電気化学的な局部電池を形成し、すべり帯でアノード溶解が進行することが指摘された。これらの現象は腐食疲労破壊機構を解釈する場合の重要な現象となっている。現在腐食疲労き裂発生機構としては、孔食説、選択溶解説、保護膜破壊説、吸着説、最低臨界腐食速度説などが提唱されている^{17)~19)}。しかし、腐食疲労き裂発生は環境の種類、材質の違い、荷重のかかり方により異なり、さらに、この現象はきわめて局所的な現象であるため、そのき裂発生機構について明確な解釈が得られていないのが現状である。平滑材の腐食液中における疲労寿命の大半はき裂伝ば過程に支配されることから、腐食疲労のき裂伝ば過程は重要な問題である。腐食疲労のき裂伝ば過程は大気中の場合と同様、き裂伝ば速度と応力拡大係数との関係に基づいて検討されている。き裂伝ば過程はき裂発生とは異なりき裂先端での局所的な挙動に限定されるものであり、き裂先端での変形挙動と腐食環境との相互作用が問題となる。

腐食性環境中におけるき裂伝ば速度はき裂先端での腐食溶解あるいはへき開を伴うぜい性ストライエーションの形成^{20)~23)}などにより、大気中より速くなるといわれている²⁰⁾。一方、腐食性環境中におけるき裂伝ば速度が大気中より遅くなることもあることが指摘されている²⁴⁾²⁵⁾。さらに、腐食環境中におけるき裂伝ば挙動は繰り返し速度の影響²⁶⁾あるいは応力波形(正弦波、三角波、矩形波など)の影響²⁶⁾を受けるため、その挙動はますます複雑、多様化する傾向にあり、腐食環境下での疲労き裂および伝ばに関する研究は重要な課題となってきた。

マグネシウムは大気中では酸化作用による酸化物あるいは水分の影響による水酸化物の膜で覆われ、これらの膜により腐食が防止される。しかし、水酸化マグネシウムの生成段階において塩素イオンが存在すると、水酸化マグネシウムの膜は破壊され、 $Mg^{++} + 2(OH)^{-} \rightarrow Mg(OH)_2$ の反応が進み、マグネシウムの腐食は進行する²⁷⁾。われわれの最も身近な腐食性環境としては水あるいは海水が挙げられ、これら水溶液中の塩素イオンの影響は重要である。とくに、塩素イオンを含む水溶液中において繰り返し応力が作用する場合には腐食疲労破壊となり、腐食効果が一層著しくなることが予想される。現在までのところ、マグネシウム合金の疲労破壊に及ぼす腐食性環境の影響は一部断片的になされている^{28)~30)}が、マグネシウム合金の疲労破壊挙動に及ぼす水および塩素イオン濃度の影響については現在のところ不明確である。しかし、今後マグネシウム合金を機械構造材として使用する際には、水溶液の影響も検討しておくべき課題であると考ええる。

一方、こうした繰り返し応力過程における構造材料の変形・破壊過程を非破壊的かつ連続的に監視することが、機械・構造物の安全管理上重要な問題となってきた。材料内部における組織構造の変化、塑性変形または割れなどに伴って貯えられたひずみエネルギーが解放され、その結果、弾性波を放出する現象をアコースティック・エミッション(Acoustic Emission, 以下 AE と省略する)という。この手法の金属への応用は1950年代から行われている³¹⁾が、その研究はまだ初期段階にあり、個々の金属材料の AE 挙動が十分に把握されていない現状である³²⁾。大気中の繰り返し応力下における AE 発生は、最大荷重点付近、除荷時および再負荷時の 3 箇所を中心にして広範囲の位相にわたり AE が発生し、一方、腐食環境下では腐食の影響によりき裂

面同志の摩擦が軽減されるため、最大荷重付近と再負荷時に集中して AE が発生する³³⁾³⁴⁾。また、腐食環境下ではカソード反応で生じた水素³⁵⁾³⁶⁾、き裂先端の塑性域で生ずる変形、介在物の割れ³⁷⁾³⁸⁾、厚い酸化皮膜の破壊³⁹⁾⁴⁰⁾などが AE 発生要因として提示されている。しかし、AE の発生状況は材料の組成、力学的条件、環境により異なるため AE 発生に及ぼすこれら因子の整理が急務となっている。現在のところ、マグネシウム合金の疲労破壊挙動のモニタリングとしての AE 技法の適用は見られず、その AE 挙動について明らかでない。さらに、マグネシウム合金は腐食性が問題となることを考えると、マグネシウム合金の腐食疲労破壊に対する AE 技法の有用性の検討は重要である。

そこで、本研究では、はじめにマグネシウム合金の大気中での疲労破壊の様相を調べ、疲労破壊に及ぼす結晶粒径の影響、低温から高温にわたる疲労破壊伝ば挙動を明らかにしたのち、純水および NaCl を含む水溶液中で疲労破壊を調べるとともに、アルミニウム合金との比較検討を併せて行った。続いて、疲労き裂の発生と伝ばに対応するアコースティック・エミッションの発生を確認して、これらを用いて腐食疲労のモニタリングへの AE 技法の適用の可能性を確かめた。

これらの研究はマグネシウム合金の疲労破壊過程を明らかにするばかりでなく、マグネシウム合金を構造材として使用する場合のフェールセーフ設計のための有意義な基礎知見を与えるものと信ずる。

本研究の各章は以下のとおりである。

第 2 章では、マグネシウム合金と二、三の非鉄金属との疲労強度および疲労破壊挙動について比較検討を行う。

第 3 章では、マグネシウム、AZ 31合金および AZ 61合金の疲労強度、き裂伝ば速度およびき裂進展に伴う破壊挙動について検討を加える。

第 4 章では、マグネシウム合金の疲労破壊に及ぼす結晶粒径の影響を明らかにするとともに、き裂伝ば速度とき裂先端に生じる塑性域との関係について考察する。

第 5 章では、マグネシウム合金の $-196^{\circ}\text{C} \sim 250^{\circ}\text{C}$ の温度域における疲労強度およびき裂伝ば速度について調べ、さらに、温度による破壊形態の変化を解明する。

第 6 章では、工業用純アルミニウム平滑材の疲労破壊に与える腐食の効果を明らか

にするとともに、不純物元素量の影響について検討を加える。また、5052アルミニウム合金の腐食疲労き裂伝ば過程について究明する。さらに、これらアルミニウム合金の結果を踏まえて、マグネシウム合金の疲労き裂伝ば挙動に及ぼす食塩濃度の影響を解明する。

第7章では、5052アルミニウム合金を用いて、疲労き裂伝ば過程におけるAE発生状況について考察する。さらに、繰り返し初期およびき裂成長に伴うAE挙動を調べ、マグネシウム合金の疲労破壊に対するAE技法の有用性について検討する。

第8章では、マグネシウム合金の腐食疲労き裂伝ば過程のモニタリングとしてのAE技法の適用の可能性を調べる。

第9章では、以上の結果の総括を行う。

参 考 文 献

- (1) R. W. Armstrong and G.T. Horne : J. Inst. Metals, **91** (1962-63), 311.
- (2) H.J. May and R. W. K. Honeycombe : J. Inst. Metals, **92** (1963-64), 41.
- (3) 北川, 小寺沢: フラクトグラフィ, 培風館, (1977), 79.
- (4) Paris, P. C. and Erdogan, F. : Trans. ASME Ser. D, **85** (1963), 528.
- (5) Forsyth, P.J.E. : Acta. Metall., **11** (1963), 703.
- (6) G. Birkbeck, A.E., Inckle and G. W. J. Waldron : J. Mater. Sci., **6** (1971), 319.
- (7) 小林, 杉浦, 井上, 中沢, 片桐, 岩佐: 日本機械学会論文集, **43** (1977), 416.
- (8) L. P. Pook and A. F. Greenan : Eng. Frac. Mech., **5** (1973), 935.
- (9) マグネシウム委員会: 軽金属, **32** (1982), 488.
- (10) B. P. Haigh : J. Inst. Metals, **18** (1917), 55.
- (11) 下平: 日本金属学会会報, **14** (1975), 811.
- (12) 竹内: 軽金属, **16** (1955), 110.
- (13) 深井, 竹内: 住友軽金属技報, **8** (1967), 181.
- (14) 森永, 高橋, 小島: 軽金属, **22** (1972), 113.
- (15) H. J. Gough and D. G. Sopwith : Proc. Roy. Soc. London, A, **135** (1932),

- (16) A. R. Despic, R. G. Raicheff and J. O'M. Bockris : J. Chem. Phys. **49** (1968), 926.
- (17) C. Laird and D. J. Duquette : *Corrosion Fatigue ; Chemistry, Mechanics and Microstructure*, NACE, Houston, (1972), 88.
- (18) H. H. Uhlig : *Corrosion Fatigue ; Chemistry and Mechanics and Microstructure*, NACE, Houston, (1972), 270.
- (19) H. H. Lee and H. H. Uhlig : Met. Trans., **3** (1972), 2949.
- (20) C. A. Stubbington : Metallurgia, **68** (1963), 109.
- (21) P. J. E. Forsyth : Acta Met., **11** (1963), 703.
- (22) R. M. Pelloux : *Fracture*, Chapman and Hall, (1969), 731.
- (23) R. E. Stoltz and R. M. Pelloux : Met. Trans., **3** (1972), 2433.
- (24) 遠藤, 駒井, 大西 : 材料, **17** (1968), 160.
- (25) 遠藤, 駒井, 鈴木 : 日本機械学会論文集, **40** (1974), 1262.
- (26) 駒井 : 日本金属学会会報, **13** (1974), 17.
- (27) 佐藤 : マグネシウムマニュアル, マグネシウム委員会, (1975), 95.
- (28) W. L. Holshouser and J. A. Bennet : Proc. ASTM, **62** (1962), 683, SAE. J., **70** (1962-9), 60, Canad. Mech. & Metal Working, **74** [6] (1963-6), 148, J. Environmental Science, **5** [4] (1962-8), 16.
- (29) J. A. Benet : Acta Metall., **11** (1963), 799.
- (30) M. O. Speidel, M. J. Blackburn, T. R. Beck and J. A. Feeney : *Corrosion Fatigue ; Chemistry, Mechanics and Microstructure*, NACE, Houston, (1972), 324.
- (31) J. Kaiser : Ark. Eisenhüttenwesen, **24** (1953), 43.
- (32) 尾上, 山口, 仲佐, 佐野, 磯野, 渡辺 : アコースティック・エミッションの基礎と応用, コロナ社, (1976).
- (33) 大平, 岸, 堀内 : 非破壊検査, **28** (1977), 292.
- (34) 湯山, 久松, 岸 : 日本金属学会誌, **46** (1982), 85.

- (35) 湯山, 久松, 岸, 高原: 春期学術講演大会予稿集, 腐食防食協会, (1980), 43.
- (36) 湯山, 岸, 久松: 鉄と鋼, **68** (1982), 2019.
- (37) 湯山, 久松, 岸: 春期学術講演大会予稿集, 腐食防食協会, (1980), 46.
- (38) 湯山, 久松, 岸: 日本金属学会誌, **46** (1982), 85.
- (39) 鈴木, 辻川, 久松: 防食技術, **25** (1976), 155.
- (40) B. Cox : Corrosion, **30** (1974), 191.

第2章 二、三の非鉄金属の大気中疲労破壊

2.1 緒 言

近年、疲労破壊機構あるいはその原因の解明のためにフラクトグラフィによる解析が活発になされ、鋼やアルミニウム合金などについてこれまでにかなりの知見が得られている¹⁾。しかし、マグネシウム合金に関するものは見当らず、したがって、その破壊機構などについても不明な点が多いように思われる。六方晶系であるマグネシウム合金は常温では底面すべりが主であるため、面心立方晶金属などに比べすべり変形の起りにくいことが知られている²⁾。こうした変形挙動からみて、マグネシウム合金の疲労破壊はアルミニウム合金などとは異なることが予想される。そこで、マグネシウム合金の疲労破壊の基礎的な検討を加えるに先立って、アルミニウムおよび銅などの非鉄金属との疲労破壊挙動の差異を検討することとした。これは他の非鉄系構造用金属に対するマグネシウムの疲労破壊の特徴を把握しておくために必要と考えたからである。

ここでは、実験が比較的容易な平面曲げ簡易式疲労試験機を試作して用い、はじめに Mg-Al-Zn 系合金 (AZ 21 合金) の加工材および焼なまし材の疲労強度ならびにき裂伝ば挙動について調べ、さらに同一試験条件下において亜鉛、1100 アルミニウム、5052 アルミニウム合金および銅についても同様に実験した。

2.2 試料および実験方法

2.2.1 試料

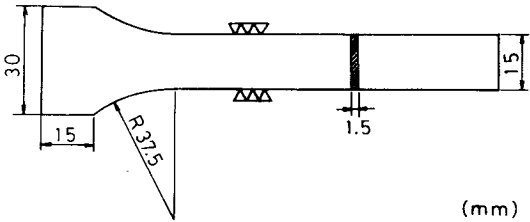
供試材は市販の Mg-Al-Zn 系 AZ 21 合金で、厚さ 1.5mm の加工材である。その試料の化学成分を表 2-1 に示す。さらに、比較のために市販の亜鉛 (純度 99.9%)、1100 アルミニウム、5052 アルミニウム合金および銅 (純度 99.99%) の板材を用いた。試験片は加工方向と平行な方向に切り出した。その形状および寸法を図 2-1 に示す。実験は熱間または冷間加工した受理試料およびこれらを表 2-2 に示すとおり焼なまししたものについて行った。表中にはそれぞれの試料の機械的性質をも表示した。これら試料の光学顕微鏡組織を写真 2-1 に示す。AZ 21 合金は図 2-2 に示す Mg-

Al-Zn 系合金³⁾で、固溶体型合金である。本合金はさらに添加元素として Mn を含んでいるが、組織写真から明らかなように単相の固溶体状態となっている。亜鉛も単相となっている。1100には第2相が見られ、それはFeAl₃ および α (FeSi) と考えられる⁴⁾⁵⁾。5052合金は図2-3に示すAl-Mg系合金⁶⁾に属するが、 α 相の中にMg₂Si またはCrなどの未溶解の晶出相が一部認められる⁷⁾。銅はタフピッチ銅で、酸素量の影響によりCu₂Oが少量共晶として存在している⁶⁾。

表2-1 試料の化学成分

A Z 21	Al	Zn	Mn	Fe	Si	Cu	Mg	
	1.70	0.716	0.680	0.012	0.051	Tr.	Bal.	
Zinc	Cd	Pb	Fe	Cu	Zn			
	0.040	0.044	0.011	0.0008	Bal.			
1100	Fe	Si	Mg	Cu	Mn	Zn	Cr	Al
	0.63	0.11	0.01	0.13	0.01	0.01	Tr.	Bal.
5052	Mg	Fe	Si	Cr	Cu	Mn	Zn	Al
	2.57	0.28	0.09	0.19	0.06	0.02	Tr.	Bal.
Copper	Fe	Pb	Zn	Sn	Cu			
	0.0008	0.0009	0.0001	≤0.001	Bal.			

(wt %)



(mm)

図2-1 試験片形状

表2-2 試料の機械的性質

Specimens	Heat treatment	0.2% Proof stress (kgf/mm ²)	Tensile strength (kgf/mm ²)	Hardness (Hv)
AZ 21 (A)	as-received	12.7	23.9	73.1
AZ 21 (B)	400°C-2hr-F.C.	10.1	21.1	51.7
Zinc (A)	as-received	16.6	19.8	59.8
Zinc (B)	200°C-1hr-F.C.	7.1	12.1	57.0
1100 (A)	as-received	9.8	13.8	47.3
1100 (B)	450°C-1hr-F.C.	4.7	9.1	24.0
5052 (A)	as-received	20.4	22.7	56.0
5052 (B)	350°C-1hr-F.C.	7.6	18.2	41.6
Copper (A)	as-received	9.6	24.6	95.1
Copper (B)	550°C-1hr-F.C.	3.6	20.4	58.5

(F.C. : Furnace cooled)

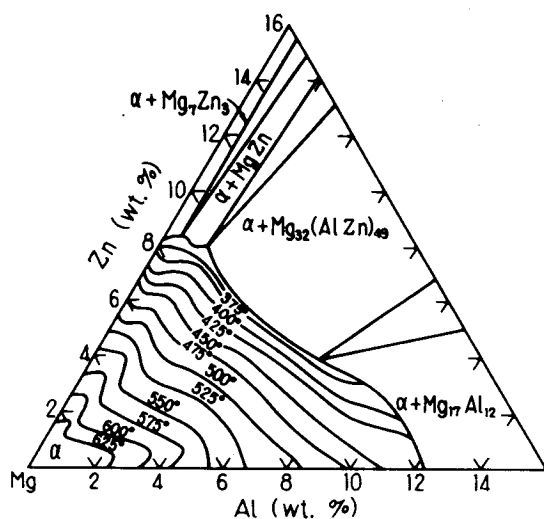


図 2-2 Mg—Al—Zn 系状態図 (固相面)³⁾

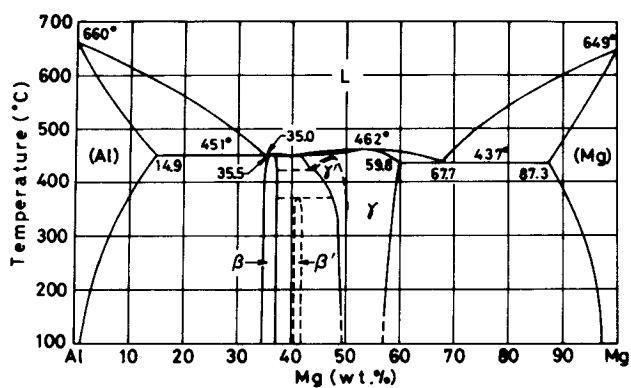
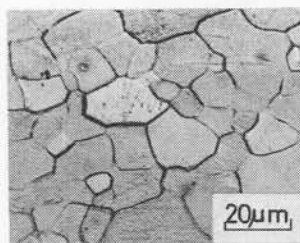
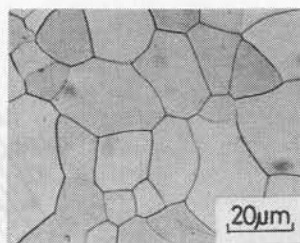


図 2-3 Al—Mg 系状態図⁶⁾

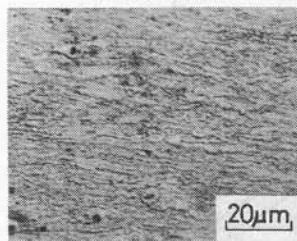
各試験片はいずれもエメリー紙1200番まで研磨した後実験に供した。なお、表面き裂観察の試験片はエメリー紙で研磨後、化学研磨または電解研磨を施し実験に供した。



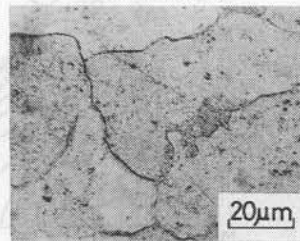
AZ21(A)



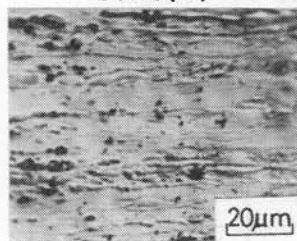
AZ21(B)



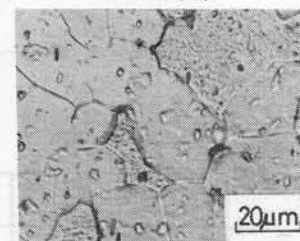
Zinc(A)



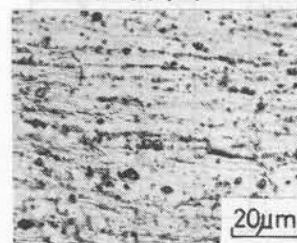
Zinc(B)



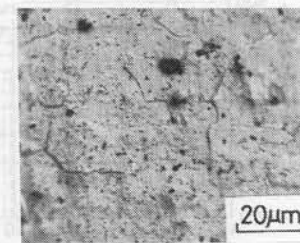
1100(A)



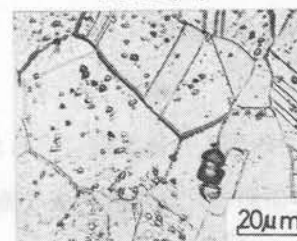
1100(B)



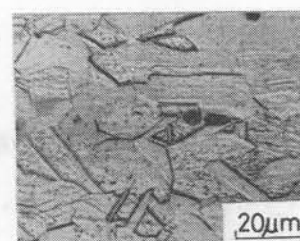
5052(A)



5052(B)



Copper(B)



Copper(A)

写真 2-1 試料の光学顕微鏡組織

2.2.2 疲労試験

疲労試験機として一端固定の平面曲げ簡易式試験機を試作した。その試験機の概略図を図2-4に示す。試験機はクランク機構により振幅5 mmを与えるものである。試験

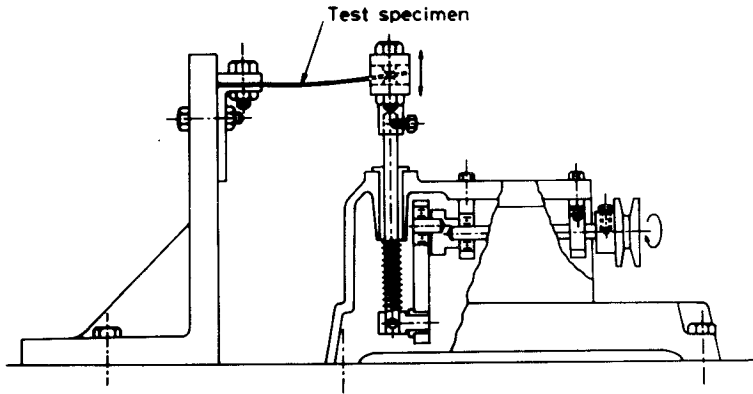


図2-4 試作した疲労試験機の概略図

片の駆動部は自由端となるように駆動チャックと試験片とは線接触とし、すべるようにした。試験片にかかる応力は試験片のチャック間距離を変化させることにより変えた。試験は完全両振り曲げで、繰り返し速度は1150 cpm（サイクル/分）である。

表面き裂は光学顕微鏡により、また、破面はレプリカを採り透過型電子顕微鏡により観察した。

2.3 実験結果

2.3.1. 疲労強度

曲げ応力と破断までの繰り返し数との関係を図2-5に示す。図から、マグネシウム合金の疲労強度をみると、破断までの繰り返し数約 10^6 回までは加工材の方が焼なまし材よりも高いが、それ以上になると、逆に加工材の方が焼なまし材より低下する傾向にあり、 10^7 回における疲労強度は焼なまし材の方が加工材よりも 2 kgf/mm^2 程度高くなっている。同じ六方晶系である亜鉛においては両者の差異はほとんど認められない。つぎに、面心立方晶系であるアルミニウム合金や銅について比較してみると、機械的性質の高い加工材の疲労強度は焼なまし材のそれよりも高くなっており、これ

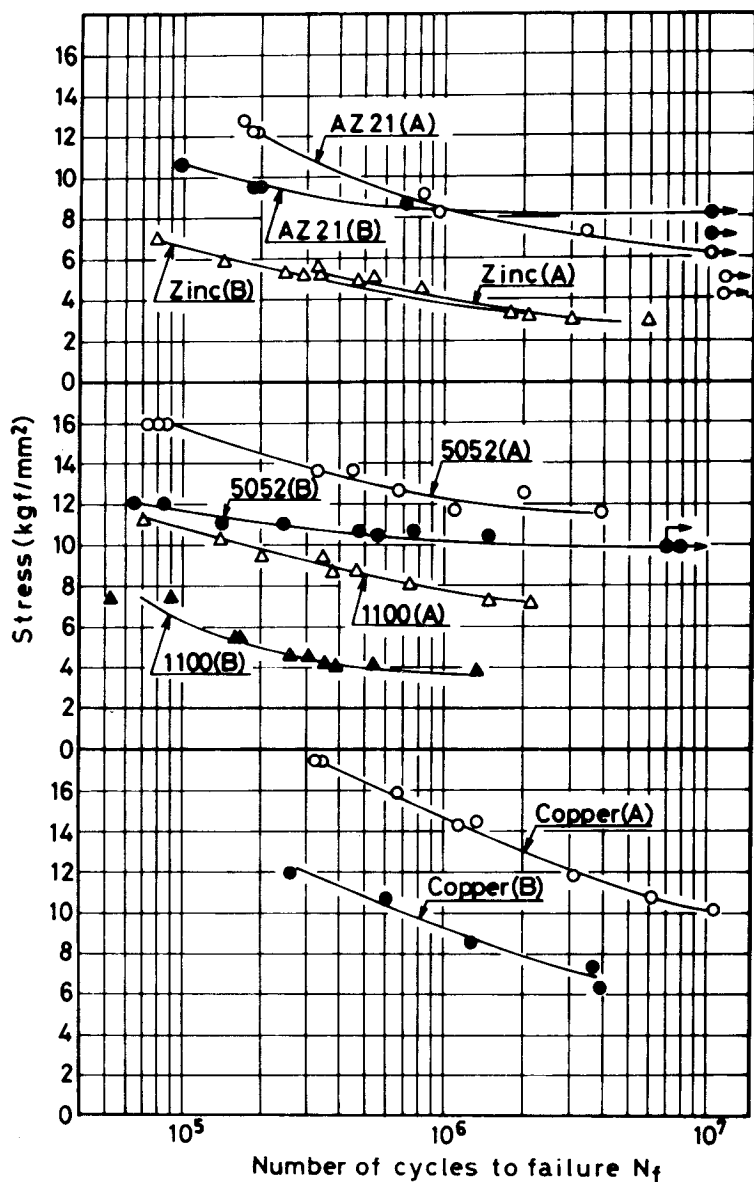


図 2-5 S-N 曲線

は一般的にいわれていると同様の傾向を示している。また、これら試料の焼なまし材の高繰返し数側における疲労強度をみると、5052合金＞AZ 21合金＞銅＞1100≒亜鉛の順となる。

つぎに、図 2-5 の縦軸を疲労比 σ/σ_B (σ : 曲げ応力、 σ_B : 引張り強さ) に描き改めた関係を図 2-6 に示す。なお、1100 の焼なまし材における高繰返し数側につ

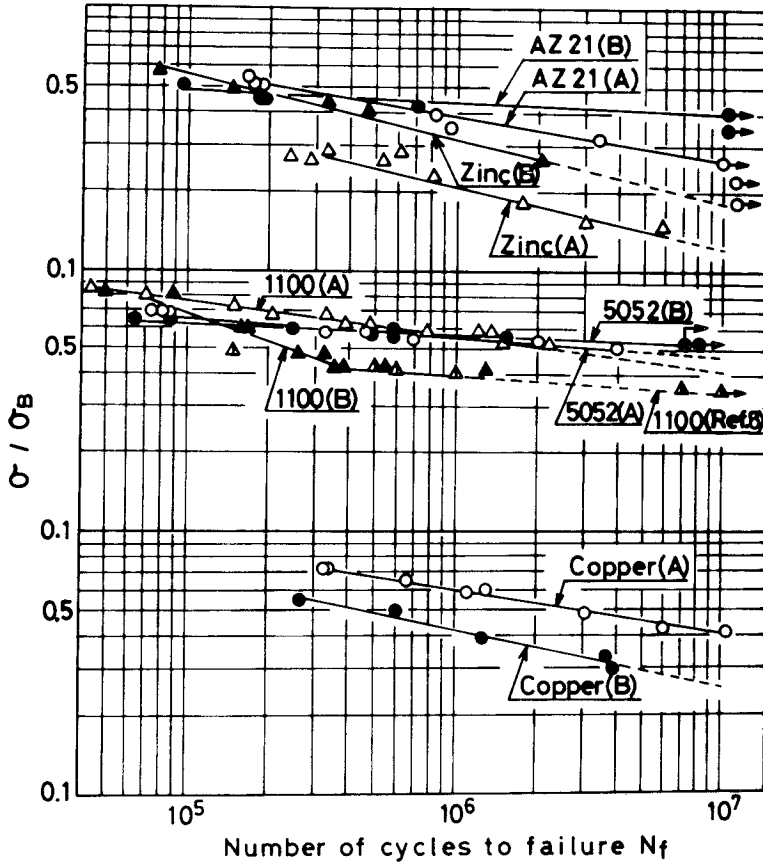


図 2-6 σ/σ_B と N_f との関係

いては従来報告されている結果⁸⁾を併記した。いずれの試料とも両対数座標軸上ではば一次関係が認められ、 $(\sigma/\sigma_B)^m N_f = C$ (N_f : 破断までの繰返し数、 m 、 C : 材料、試験条件によって決まる定数) の関係が成り立つ。図から、定数 m を算出すると表 2-3 となる。表から、AZ 21合金の m の値は焼なましを行うことにより大きくなる。すなわち、熱処理を施すことにより破断までの繰返し数に及ぼす応力依存性が著しくなることがわかる。亜鉛においてはほとんど差は見られない。1100および5052合金は熱処理を施すことにより m の値は加工材の約 2 倍程度となる。銅においては AZ 21合金の傾向とは逆に焼なましを行うことにより m の値は小さくなる。なお、表 2-3 の m の変化は熱処理の影響ばかりでなく、加工の程度により異なるものと思われるが、本実験に用いた試料中では AZ 21合金の場合が最も著しいことが知られる。

表 2-3 $(\sigma/\sigma_B)^m N_f = C$ より得られたmの値

Specimens	m
AZ 21 (A)	5.6
AZ 21 (B)	20.9
Zinc (A)	4.1
Zinc (B)	3.7
1100 (A)	7.3
1100 (B)	15.1
5052 (A)	12.9
5052 (B)	22.2
Copper(A)	5.9
Copper(B)	4.5

さらに、 10^7 回における疲労比 σ/σ_B の値についてみる。なお、 10^7 回まで直線関係が成り立つものとして外挿により疲労強度 σ を求めるものとする。AZ 21合金および亜鉛の σ/σ_B の値は熱処理を行うことにより明らかに高くなることが知られる。5052合金においてもその傾向が若干認められる。1100および銅においては逆の傾向を呈するが、1100においては直線の傾きから考えて、さらに高繰返し数側の結果を考慮する必要があるものと思われる。また、各焼なまし材の 10^7 回における疲労比を比較してみると、5052合金>AZ 21合金>1100>銅>亜鉛の順となることが知られる。

2.3.2 表面き裂

AZ 21合金焼なまし材の疲労過程における表面き裂の様子を写真2-2に示す。繰返し初期の 1.7×10^4 回には(a)に示すような微視的なき裂が試験片の肩部と平行部の境界近傍の試料表面に数多く生成される。一部には変形双晶に関係したき裂が認められる。その後、繰返し数が 4.0×10^4 回と増すにつれて、き裂は成長、合体しながら伸びていく(b)。また、き裂には(c)のようなすべり線に沿ったものも観察される。その場合のき裂はすべり線に沿って直線的に進展している。このようにして破断したAZ 21合金の巨視的な破断形状をみると、写真2-3に示すように直線的な破断形状を呈する。また、同じような傾向は亜鉛においても認められる。こうした繰返し初期における多くの微視き裂の発生は1100、5052合金および銅の焼なまし試料に

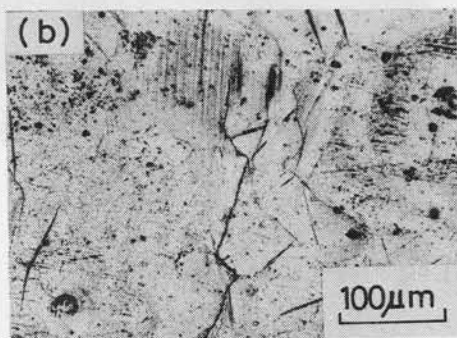
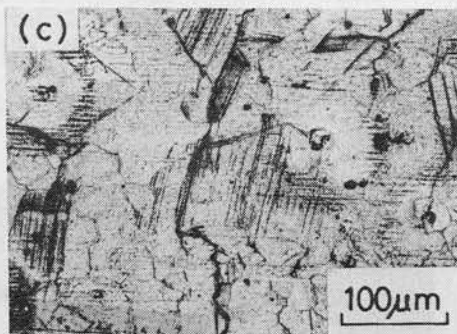
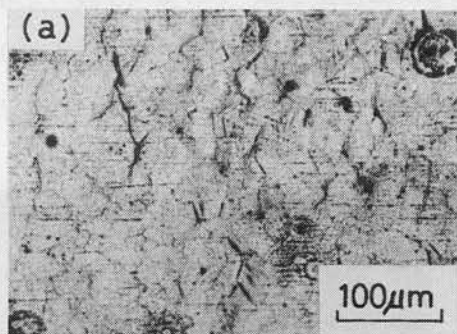
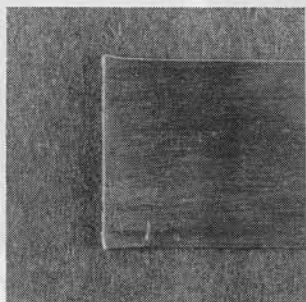
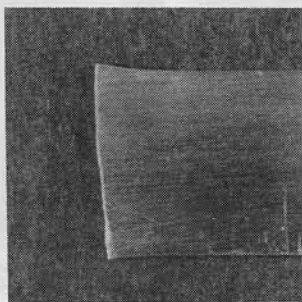


写真 2-2 AZ 21合金(B)の疲労表面き裂
 $(\sigma = 10.6 \text{ kg f / mm}^2)$
 (a) : $N = 1.7 \times 10^4$
 (b) : $N = 4.0 \times 10^4$
 (c) : $N = 6.3 \times 10^4$



AZ 21(B)



Zinc(B)

写真 2-3 破断試験片の形状

においても観察されるが、面心立方晶系である5052合金では、その微視き裂の先端部が枝分れを生じる傾向が認められる。それを写真2-4(a)に示す。また、すべり線に沿ったき裂の中には写真2-4(b)のように階段状に進むものも観察される。三種類

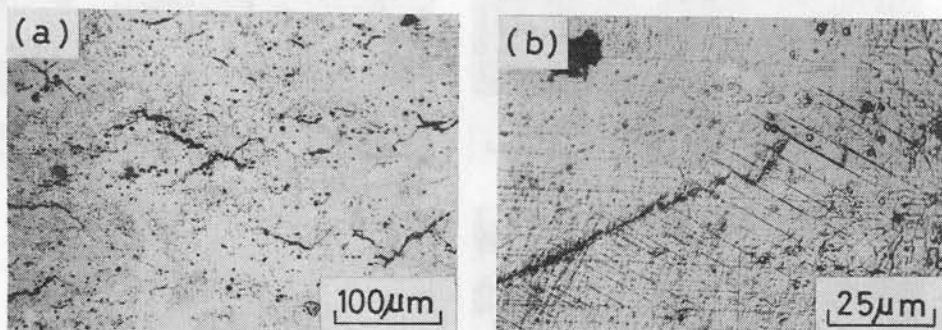


写真2-4 5052合金(B)の疲労き裂

(a) : $\sigma = 11.9 \text{ kg f/mm}^2$, $N = 3.2 \times 10^4$

(b) : $\sigma = 11.9 \text{ kg f/mm}^2$, $N = 6.4 \times 10^4$

の面心立方晶金属の破断形状をみると、1100および5052合金では写真2-5に示すように凹凸がかなり認められる。また、銅は凹凸が多少見られるが、比較的直線的である。

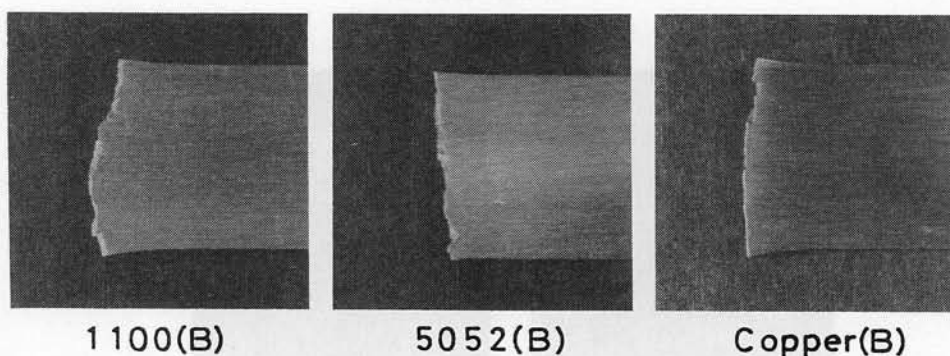


写真2-5 破断試験片の形状

一方、加工材についてみると、AZ 21合金を含む各試料ともき裂の発生は試料端部から生じ、それが繰り返し数とともに成長していくのが観察され、加工材のき裂伝ば過程はき裂の合体を生じながら伝ばしていく焼なまし材に比べ複雑でないものと予想される。

2.3.3 破面観察

AZ 21合金の焼なまし材における疲労破面の一例を写真2-6(a)に示す。き裂の伝ば方向は結晶粒ごとに異なる傾向がみられる。この傾向は加工材になるとより明りょうとなるようである。それを写真2-6(b)に示す。写真の中の矢印はき裂伝ば方向を示しているが、その方向は結晶粒により明りょうに異なっており、約90°も異

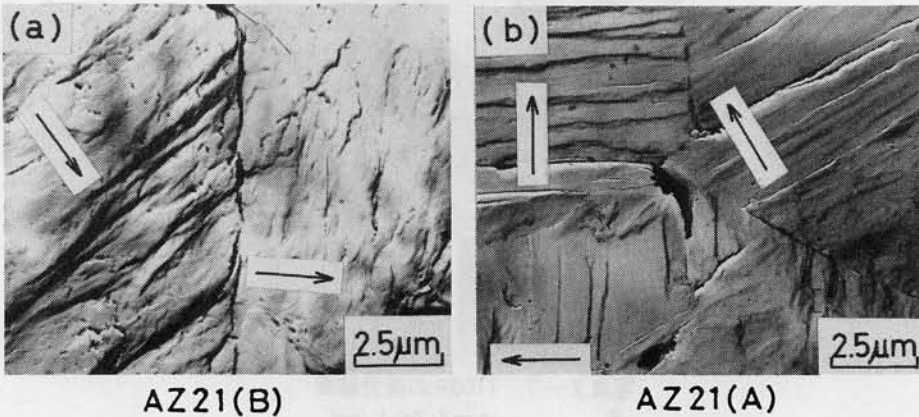


写真2-6 AZ 21合金の疲労破面

(a): $\sigma = 9.5 \text{ kg f/mm}^2$, $N_f = 1.8 \times 10^5$

(b): $\sigma = 9.2 \text{ kg f/mm}^2$, $N_f = 8.3 \times 10^5$

なる場合も認められる。また、結晶粒界近傍でのストライエーションの乱れはきわめて少ないことがわかる。破面に及ぼす結晶粒の影響の一例として1100の焼なまし材の観察結果を写真2-7に示す。ストライエーションが粒界とほぼ直角なときにはストライエーションは比較的容易に隣の粒に進展していく。一方、ストライエーションが粒界とほぼ平行な場合には、ストライエーションの間隔は粒界近傍で狭く密となり、き裂伝ば速度が遅くなっており、粒界近傍はき裂伝ばに対して抵抗となっていることが知られる。しかし、ストライエーションの方向は結晶粒によりほとんど変化しない。

つぎに、AZ 21合金の加工材における変形双晶と関係したと思われる破面についてみる。その一例を写真2-8に示す。写真において黒くレンズ状にみられる部分が変形双晶と思われる部分である。変形双晶は結晶粒界より発生しており、結晶粒内を完全に横切っているものも観察される。破面はへき開的な面と双晶面の段からなり階段状を呈している。また、双晶面にはき裂の躍動により生じたと思われるのこぎり歯状

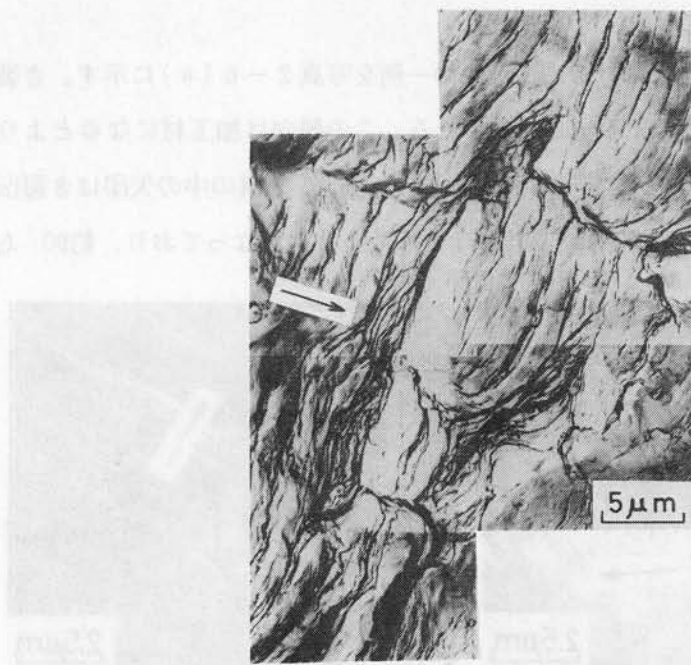


写真 2-7 1100(B)の疲労破面
 $\sigma = 7.3 \text{ kg f/mm}^2$
 $N_f = 9.0 \times 10^4$



写真 2-8 AZ 21合金(A)の疲労破面
 $\sigma = 9.2 \text{ kg f/mm}^2$
 $N_f = 8.3 \times 10^5$

の部分が一部認められる。なお、この変形双晶は既存のものか変形過程に生じたものかについては明らかでないが、志村らの純チタンの結果⁹⁾からみて変形過程に生じたものと考えられる。

一方、銅において観察された焼鈍双晶と関連した破面の一例を写真2-9に示す。双晶の両側には比較的明りょうなストライエーションがみられ、それらストライエーションの方向には食違いはほとんどみられずほぼ平行となっている。双晶面にはAZ 21合金と同様のこぎり歯状の部分が認められる。

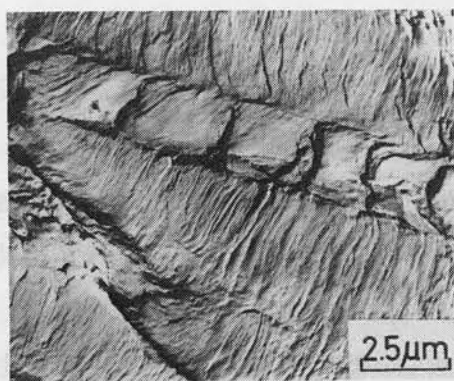


写真2-9 銅(B)の疲労破面

$$\sigma = 8.4 \text{ kg f/mm}^2$$

$$N_f = 1.3 \times 10^6$$

2.4 考 察

AZ 21合金、亜鉛、1100、5052合金および銅の各焼なまし材の疲労強度を比較してみると、5052合金 > AZ 21合金 > 銅 > 1100 ≒ 亜鉛の順となる。また、疲労比についてみると、5052合金 > AZ 21合金 > 1100 > 銅 > 亜鉛の順となる。このようにAZ 21合金の疲労強度、疲労比の値は5052合金に次いで高いことから、AZ 21合金は繰り返し応力に対して比較的良好であるといえよう。

加工材の疲労強度は加工条件により異なるため、各試料の加工材の疲労強度を比較することはできないので、各試料の加工材と焼なまし材の疲労強度の差異について検討してみる。面心立方晶系金属である1100、5052合金および銅においては、加工材の疲労強度は焼なまし材より明らかに高くなっている。しかし、六方晶系金属であるAZ 21合金の疲労強度は低繰り返し数側では加工材の方が焼なまし材より高いが、高

繰り返し数側になると逆に加工材の方が焼なまし材よりも幾分低くなる傾向が認められる。また、同じ六方晶系に属する亜鉛では加工材と焼なまし材の疲労強度の差はほとんど認められない。こうした加工材の疲労強度が焼なまし材とほぼ同じか、または、幾分低くなる現象は面心立方晶系金属にはみられず、六方晶系金属において認められることから、結晶構造に起因する変形性の違いが大きく影響しているものと考えられる。表 2-2 に示すように AZ 21 合金の 0.2 耐力および引張り強さは加工材の方が焼なまし材よりも $2 \sim 3 \text{ kgf/mm}^2$ 高くなっていることから、低繰り返し数側では機械的性質に依存して、AZ 21 合金の疲労強度は加工材の方が焼なまし材より高くなる。さらに、高繰り返し数側になると機械的性質以外に、例えば、加工に際して導入される選択方位性の影響を考慮する必要があるものと思われる。六方晶系金属は加工によってすべり面が回転し、それが加工面に平行になる傾向があり、とくに底面が最も強い影響を受ける¹⁰⁾。加工材の試料表面は底面が優先的に配置された状態となっているため、加工材の方が焼なまし材よりき裂発生が起り易くなり、その結果、AZ 21 合金の高繰り返し数側の疲労強度は加工材の方が焼なまし材よりも低くなったものと推察される。表 2-3 に示した破断までの繰り返し数に及ぼす応力依存性の熱処理による差異が AZ 21 合金において著しいこともこのことを反映しているものと思われる。

また、AZ 21 合金の焼なまし材の破断形状が 1100 および 5052 合金に比べて比較的直線となる。このことは六方晶系金属は面心立方晶系金属に比してすべり変形を起しにくいという一面を現しており、マグネシウム合金の疲労破壊における一つの特徴であろうと考えられる。

破面観察によると、AZ 21 合金のき裂伝ば方向は結晶粒ごとに異なる傾向が認められる。一般に、ストライエーションは破壊が引張り型になっている時に観察され、巨視的なき裂伝ば方向にほぼ直角に生じるといわれており、こうした結晶粒によりき裂伝ば方向の異なる破面形態の形成は、単にき裂が伝ばする時に形成されると考えると理解しがたい。

疲労き裂伝ばに際して、き裂の先端近傍に塑性域が形成される。この塑性域の変形挙動がき裂伝ば挙動に重要な役割を果たしているのではないかと考えられる。和久ら

¹¹⁾は Fe-Si 合金についてき裂伝ば速度 da/dN の時のき裂先端に生じる塑性域寸法

Z_p を求め、 $da/dN = D (Z_p)^n$ (D 、 n : 材料による定数) の関係の成り立つことを示している。このことは換言すれば塑性域が疲労き裂伝ば速度を規定しているとも考えられ、塑性域での変形挙動がき裂伝ばに対して重要であることを示している。また、マグネシウムの主すべり面は室温近傍ではただ一つしか存在せず、面心立方金属に比べてすべり変形が隣接する結晶粒まで伝ばする機会は非常に少ないといわれている¹²⁾。このようなことから考えて、AZ 21合金の結晶粒ごとにき裂伝ば方向の異なる破面は塑性域の形成段階にある程度生じているのではないかと推察される。結晶粒ごとにき裂伝ば方向の異なる破面は5052-0材においても一部指摘されている¹⁾。しかし、AZ 21合金のような明りょうな結晶粒依存性は認めておらず、結晶粒界で変形の連続性がある程度維持されている。なお、結晶粒の影響のある破面は塑性域の大きさが結晶粒の数倍のとき生じるともいわれており¹³⁾、結晶粒径と塑性域寸法との関係を考慮する必要がある。

つぎに、AZ 21合金の変形双晶と疲労き裂との関係について考察する。AZ 21合金の双晶を伴う破面はへき開的な面と双晶面の段からなり階段状を呈している。一方、銅の焼鈍双晶の場合には、双晶の両側には比較的明りょうなストライエーションがみられ、双晶面とストライエーションの面はほぼ平行となっており、AZ 21合金の場合とはかなり異なる。銅の焼鈍双晶境界におけるき裂の発生は一次すべり面が双晶面に平行なときに生じるといわれており¹⁴⁾、そのために双晶面とストライエーションの認められる面が一致したものと考えられる。一方、AZ 21合金の場合には双晶面とすべり面とは異なるため、銅の焼鈍双晶にみられる破面様相とは異なり、変形双晶の両端はへき開的な様相を呈したものと考えられる。

2.5 結 言

Mg-Al-Zn 系合金 (AZ 21合金) の加工材および焼なまし材における疲労強度ならびに疲労き裂伝ば挙動を平面曲げ疲労試験により調べ、さらに、亜鉛、1100アルミニウム、5052アルミニウム合金および銅との比較を行い、得られた結果はつぎのように要約される。

(1) 焼なまし材の疲労強度は5052合金 > AZ 21合金 > 銅 > 1100アルミニウム ≒ 亜鉛の順となった。また、焼なまし材の疲労比 σ/σ_B は5052合金 > AZ 21合金 > 1100ア

ルミニウム>銅>亜鉛の順となった。AZ 21合金の値は5052合金に次いで高く、AZ 21合金の疲労強度は比較的良好であることがわかった。

(2) AZ 21合金加工材の疲労強度は高繰り返し数側になると、焼なまし材より低くなった。また、亜鉛加工材の疲労強度は焼なまし材とほぼ同じであった。一方、1100アルミニウム、5052合金および銅においては、加工材の疲労強度は焼なまし材より明らかに高くなった。AZ 21合金の疲労強度の変化は、加工に際して導入される選択方位性の影響によるものと考えられた。

(3) AZ 21合金焼なまし材の表面き裂はすべり系を多く有する金属に比べて比較的直線的に進展する傾向がみられた。また、同じような傾向は亜鉛においても認められた。

(4) AZ 21合金には結晶粒ごとにき裂伝ば方向の異なる破面が観察された。この傾向は加工材の方が焼なまし材より顕著であった。この結晶粒依存性のある破面の形成にはき裂先端での塑性域の変形挙動が関与しているものと推察された。

(5) AZ 21合金における双晶を伴う破面はへき開的な面と双晶面の段からなることがわかった。これは双晶面とすべり面が異なるためによるものと考えられた。また、この破面様相は銅の焼鈍双晶を伴う破面とは異なることが知られた。

参 考 文 献

- (1) 北川, 小寺沢: フラクトグラフィ, 培風館, (1977), 79.
- (2) マグネシウム委員会: マグネシウム便覧, 軽金属協会, (1975), 51.
- (3) C. S. Roberts : *Magnesium and its Alloys*, John Wiley & Sons. Inc. (1960).
- (4) Haneman und Schrader : *Ternäre Legierungen des Aluminiums*, (1952), 109.
- (5) 村上, 那須, 増山, 河辺, 大西, 岸本: 軽金属, **23** (1973), 492.
- (6) M. Hansen : *Constitution of Binary Alloys*, McGraw-Hill Book Co., New York, (1958).
- (7) 森永: 非鉄金属顕微鏡写真集, 日刊工業新聞社, (1972), 26.
- (8) 堀, 北沢: 軽金属, **19** (1969), 24.
- (9) 志村, 篠原, 竹内: 日本金属学会誌, **32** (1968), 559.

- (10) 長島：集合組織，日本金属学会，(1966), 49.
- (11) 和久，増本，小倉：日本金属学会誌， **45** (1981), 228.
- (12) 吉岡，中山：日本金属学会誌， **26** (1962), 707.
- (13) G. Birkbeck, A. E. Inckle and G. W. J. Waldron : J. Mater. Sci., **6** (1971), 319.
- (14) R. C. Boettner, J. J. Mc Evily and Y. C. Liu : Phil. Mag., **10** (1964), 95.

第3章 マグネシウム合金の大気中疲労破壊

3.1 緒 言

最近、マグネシウム合金は軽量化の目的で自動車部品などに用いられるようになり、その需要の増加が期待されている¹⁾。こうした機械構造材としての利用に伴って今後マグネシウム合金の繰り返し応力下における破壊現象は重要になってくるものと考えられる。しかしながら、現在マグネシウム合金の疲労破壊に関する研究はきわめて少ない。マグネシウム合金の疲労破壊においては、表面処理、表面加工および鋳肌面の微細な割れなどの欠陥が疲労強度に影響を及ぼすといわれている²⁾³⁾。また、マグネシウムのき裂の発生に対して変形双晶は重要な役割を果たすことが指摘されており⁴⁾⁵⁾、前章において変形双晶はき裂伝ばにも影響することが知られた。

一方、疲労き裂伝ば速度は応力拡大係数により表され、 $da/dN = C(\Delta K)^m$ (da/dN : き裂伝ば速度、 ΔK : 応力拡大係数変動幅、 C 、 m : 材料による定数) の関係の成り立つことが知られている。この関係式は Paris ら⁶⁾により実験的に求められて以来、フェールセーフ設計の基礎を与えるものとして、これまで鋼やアルミニウム合金などについて多くの研究がなされている。しかし、マグネシウム合金のき裂伝ば速度に関する報告はほとんど見当たらない⁷⁾⁸⁾。Pook ら⁷⁾は Mg-Zn-Zr 合金および Mg-Mn 合金の板材について引張り疲労試験を行い、き裂伝ば速度と応力拡大係数との関係を調べているが、き裂の微視的な検討はなされていない。

そこで、本研究では純マグネシウムと Mg-Al-Zn 系合金二種類 (AZ 31合金および AZ 61合金) について回転曲げ疲労試験を行い、これら三種の中実材の疲労強度を求め、さらに、解析を容易にするため薄肉中空材の試験片を用いて、疲労き裂伝ば過程をレプリカ法により連続的に観察し、疲労き裂伝ば速度と応力拡大係数との関係を調べた。また、表面き裂および破面の観察を行い、マグネシウム合金の疲労き裂伝ば挙動について検討を加えた。

3.2 試料および実験方法

3.2.1 試 料

供試材は純マグネシウムと Mg-Al-Zn 系合金二種類 (AZ 31合金および AZ 61合

金)で、直径19mmの押し出し棒である。試料は純度99.9 wt %のマグネシウム地金、純度99 wt %以上のアルミニウム地金、純度99 wt %以上の亜鉛地金および Al- 10 wt % Mn 母合金を用いて、鋼板製るつぼ中でフラックス溶解し、直径75mmの金型に鋳造後、5 mmの面削を行い、その後、350℃で20 hr の均質化処理を施し、350℃で熱間押し出しにより得たものである。試料の化学成分を表 3 - 1 に示す。

表 3 - 1 試料の化学成分

Specimen	Al	Zn	Mn	Fe	Si	Cu	Mg
Mg	-	0.023	0.021	0.014	0.014	0.002	Bal.
AZ 31	2.70	1.03	0.31	0.005	0.010	0.004	Bal.
AZ 61	6.10	0.54	0.22	0.005	0.054	0.003	Bal.

(wt %)

疲労強度の測定には平行部の直径12mmの中実材を用いた。疲労き裂伝ば測定用試験片は機械加工により肉厚 1 mmの中空材とし、き裂発生の位置を指定するため試験片の中央に0.5mmの横穴をあけた。図 3 - 1 にその形状を示す。なお、き裂伝ばの検討に

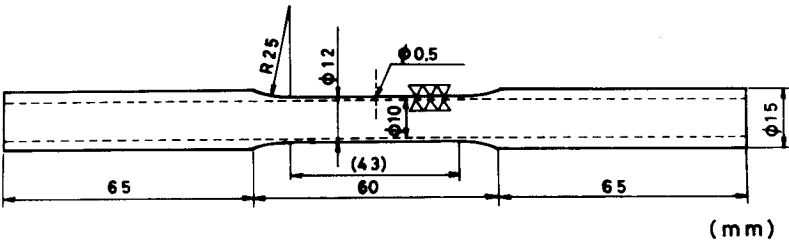


図 3 - 1 き裂伝ば速度測定に用いた試験片形状

薄肉中空材を用いた理由は、回転曲げ応力負荷における試験片の応力こう配の影響をできるだけ除去し、き裂伝ば過程を単純化させて応力拡大係数による整理を容易にするため、また、薄肉中空材にすることによって板材におけるき裂伝ば速度との比較が可能になるものと考えたからである。

熱処理条件はマグネシウムは400℃、AZ 31合金および AZ 61合金は350℃でそれぞれ 2 hr 熱処理後炉冷とした。これら三種の試料の光学顕微鏡組織は写真 3 - 1 のと

おりで、いずれの試料も单相となっている。表 3-2 にこれら平滑試験片の機械的性質を示す。各試験片は熱処理後硝酸 1 : エチルアルコール 2 の割合の溶液で化学研磨を施し実験に供した。

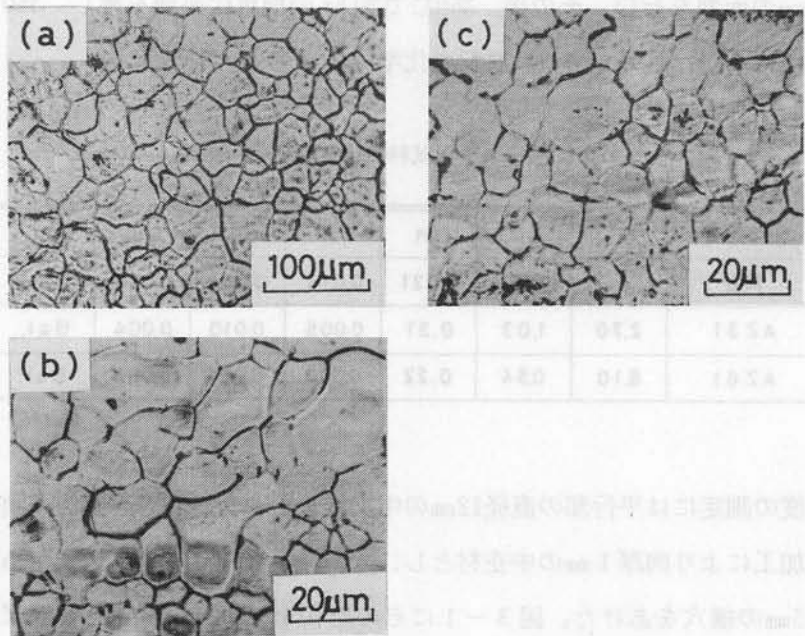


写真 3-1 試料の光学顕微鏡組織

- (a) : 純マグネシウム
- (b) : AZ 31
- (c) : AZ 61

表 3-2 試料の機械的性質

Specimen	0.2% Proof stress (kgf/mm ²)	Tensile strength (kgf/mm ²)	True fracture stress (kgf/mm ²)	Elongation (%)	Reduction of area (%)
Mg	11.4	16.8	16.4	3.7	5.6
AZ31	22.1	27.5	40.8	25.6	43.5
AZ61	22.3	32.3	39.8	17.1	20.4

3.2.2 実験方法

試験機は容量10kgf-m の小野式回転曲げ疲労試験機を用い、回転速度は1500 rpm である。

き裂長さの測定は一定繰り返し数ごとに試験機を停止し、無負荷の状態で切欠き部から酢酸メチルを溶剤としてアセチルセルロースフィルムのレプリカを採取し、その

レプリカから光学顕微鏡に取り付けたダイヤルゲージによりき裂長さを測定した。なお、使用したアセチルセルロースフィルムの厚さは0.034mmであり、試験片直径に比べ充分に小さいので、試料に張り付けたフィルムを平面上に平らにした場合に生じるき裂長さの誤差は極めて小さいものと考えられるので無視した。

き裂伝ば速度はき裂長さと繰り返し数との関係のグラフ上において、種々のき裂長さにおける接線こう配から求めた。応力拡大係数の整理には $K_{\max}^{9)}$ を用い、 $K_{\max}$ は無限平板中の円孔の縁から成長するき裂モードⅠ（開口型）の K_I の値に円筒の曲率の影響を考慮し、き裂は引張り応力によって成長するものと仮定して次式を用いて算出した¹⁰⁾¹¹⁾。

$$K_{\max} = k \sigma \sqrt{\pi a} \tag{3-1}$$

（ $K_{\max}$ ：応力拡大係数、 σ ：曲げ応力、 a ：き裂長さの半分、 k ：円筒の曲率による補正係数）なお、 k の値は次式で与えられる¹⁰⁾。

$$k = 1 + \frac{\pi}{32} \sqrt{\frac{12(1-\nu^2)}{Dt}} a^2 \quad (\lambda < 1 \text{ のとき}) \tag{3-2}$$

ここで、 λ は次式で表される。

$$\lambda = \frac{\{12(1-\nu^2)\}^{1/4}}{\sqrt{\frac{Dt}{2}}} a \tag{3-3}$$

（ D ：試験片の外径、 t ：肉厚、 ν ：ポアソン比）

また、 $1 < \lambda \leq 8$ のとき k は図3-2¹¹⁾より与えられる。

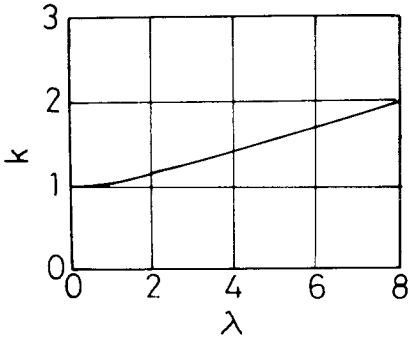


図3-2 k と λ との関係¹¹⁾

表面き裂は光学顕微鏡で、また、破面はレプリカを透過電子顕微鏡で観察した。

3.3 実験結果

3.3.1 平滑材の疲労強度

三種の中実試験片の曲げ応力と破断までの繰返し数との関係を図3-3に示す。図中には May ら⁵⁾による純度99.95%のマグネシウムの焼なまし材における一軸の引張-圧縮疲労による結果を併記した。本実験において得られたマグネシウムの結果と May らのそれと比較すると、高繰返し数側の疲労強度はほぼ同等であるが、低繰返し数側になると開きが認められる傾向がある。本実験の試料の結晶粒径は約0.05mmで、May らのそれは0.04~0.06mmであり差はみられない。したがって、低繰返し数側における疲労強度の差異は回転曲げと一軸の引張-圧縮との応力のかけ方の違いによる試料内部での応力状態の差異に起因するものと考えられる。すなわち、曲げ応力の場合には試料表面において最大応力がかかり、内部に入るにつれて応力の低下を示し、試料内部に応力こう配を生じる。この応力こう配は曲げ応力が大きくなるほど著しくなるため、応力のかけ方の違いによる疲労寿命の差異は高応力になるほど大きくなるものと考えられる。

三種の試料の疲労強度を比較すると、マグネシウムは最も低く、AZ31合金のそれ

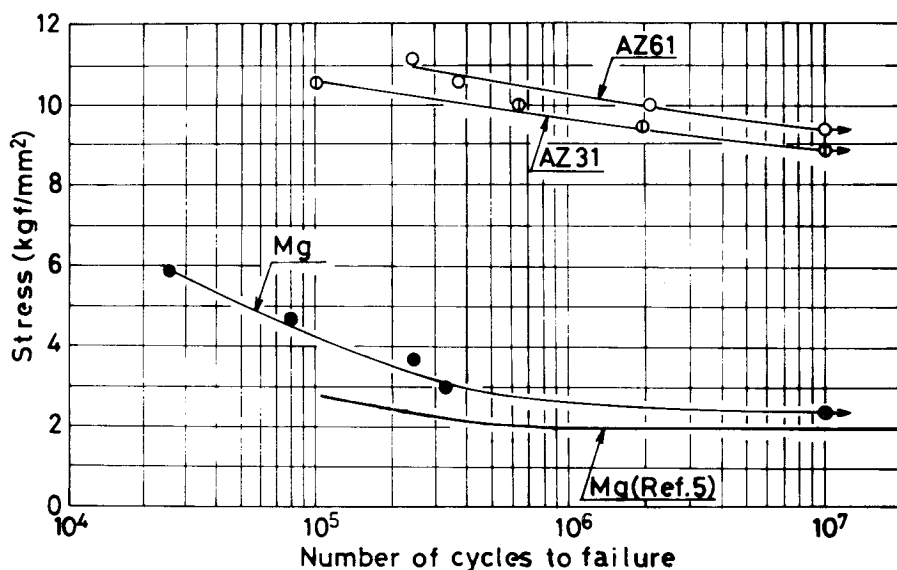


図3-3 S-N曲線

はマグネシウムの約3倍となり、また、AZ 61合金はAZ 31合金に比べ若干高い。繰返し数 10^7 回における疲労強度はマグネシウムで約 2.4 kgf/mm^2 、AZ 31合金で約 8.8 kgf/mm^2 およびAZ 61合金で約 9.4 kgf/mm^2 となる。

つぎに、縦軸の曲げ応力を疲労比 σ / σ_B (σ : 曲げ応力、 σ_B : 引張り強さ) に描き改めた関係を図3-4に示す。マグネシウムの疲労比は最も低く、AZ 31合金と

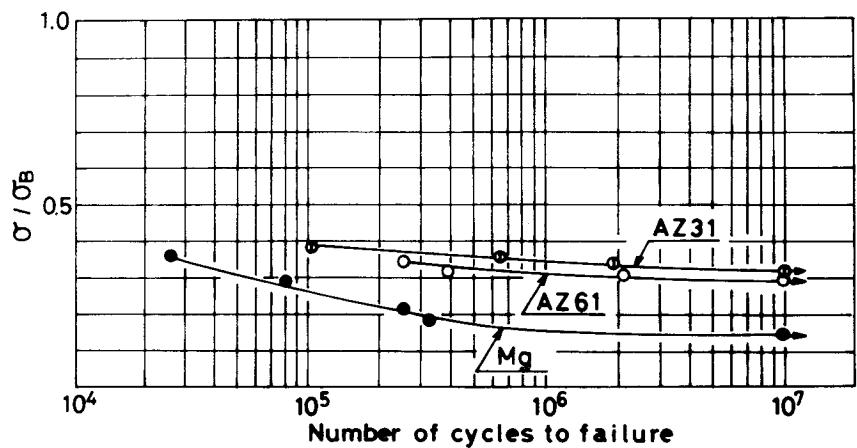


図3-4 σ / σ_B と N_f との関係

AZ 61合金の疲労比はほぼ同等で、マグネシウムの約2倍となり、合金になると疲労比はかなり改善される。 10^7 回における疲労比はマグネシウムで約0.15、AZ 31合金で約0.32およびAZ 61合金で約0.29である。前章において得られた平面曲げ試験における焼なまし材の結果と比較してみると、マグネシウムの疲労比は1100アルミニウムの1/2以下で、亜鉛とほぼ同じである。また、AZ 31合金の疲労比はAZ 21合金よりやや低い値となっている。

3.3.2 き裂伝ば速度と応力拡大係数との関係

三種の試料の薄肉中空穴付き試験片における繰返し数の増加に伴うき裂長さの変化の様子を図3-5~7に示す。いずれの曲線とも繰返し数が増すにつれて当然き裂長さは大きくなっていくが、曲げ応力が低くなるにつれてその曲線の立ち上りは緩やかとなる。これらの曲線から各き裂長さに対するき裂伝ば速度を求め、さらに、(3-1)式から K_{max} を算出して両者の関係を示したものが図3-8~10である。マグネシウムの結果についてみると(図3-8)、 K_{max} が小さくなるとデータのバラツキは

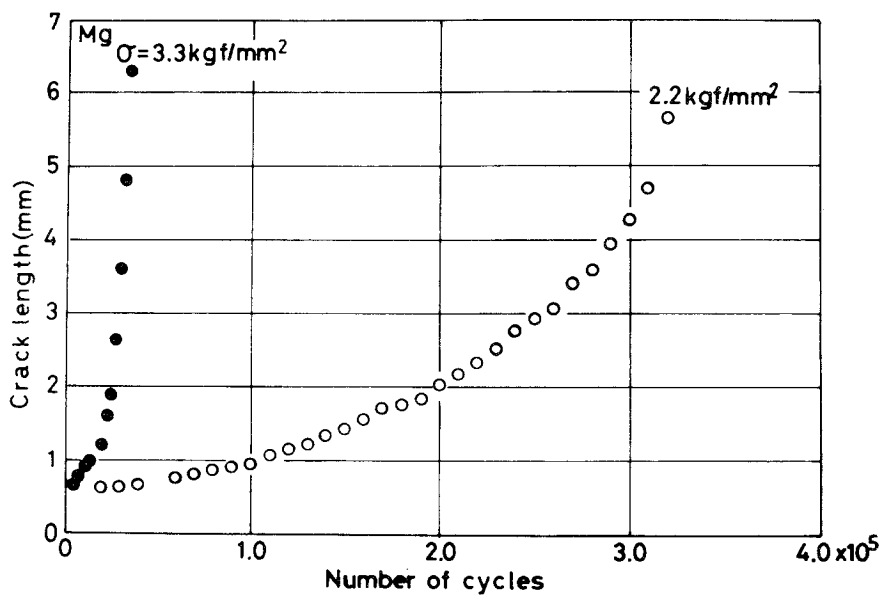


図 3-5 マグネシウムのき裂成長曲線

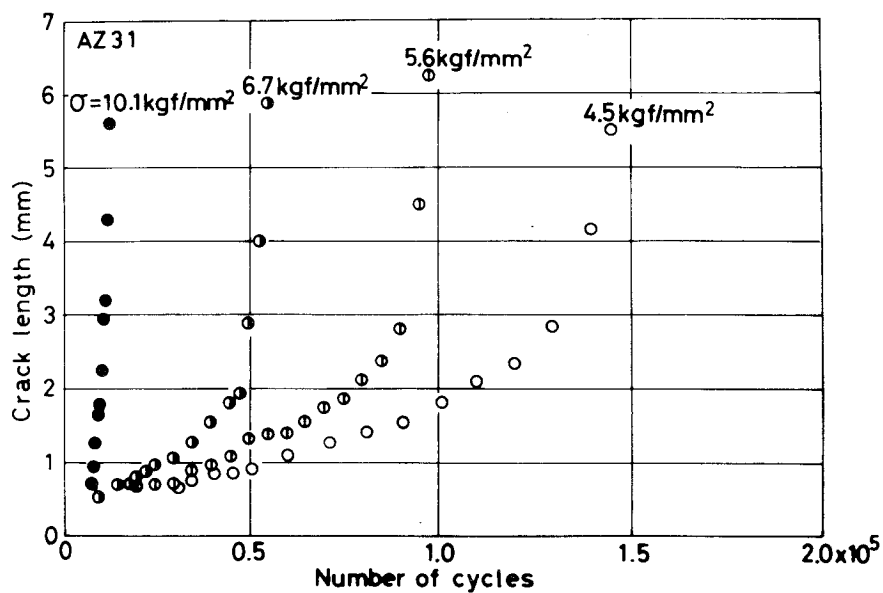


図 3-6 AZ31合金のき裂成長曲線

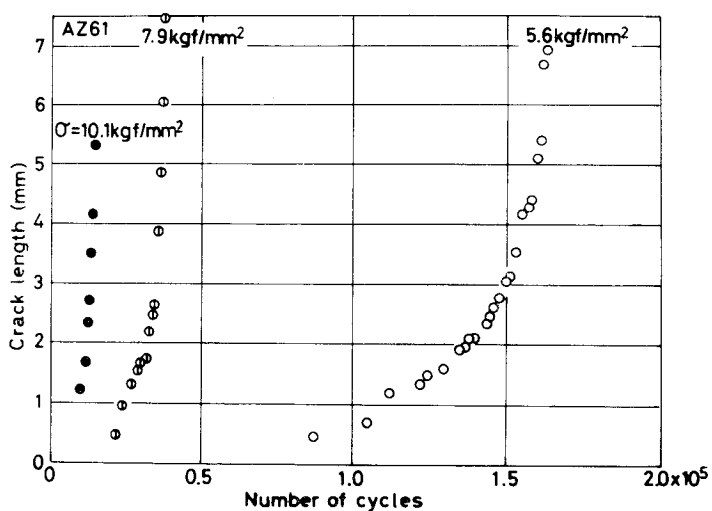


図 3-7 AZ 61 合金のき裂成長曲線

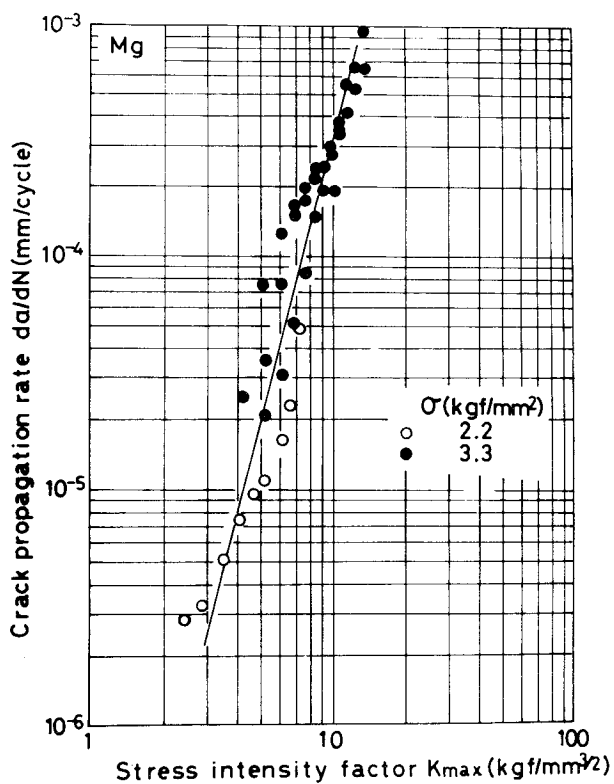


図 3-8 マグネシウムのき裂伝ば速度と応力拡大係数との関係

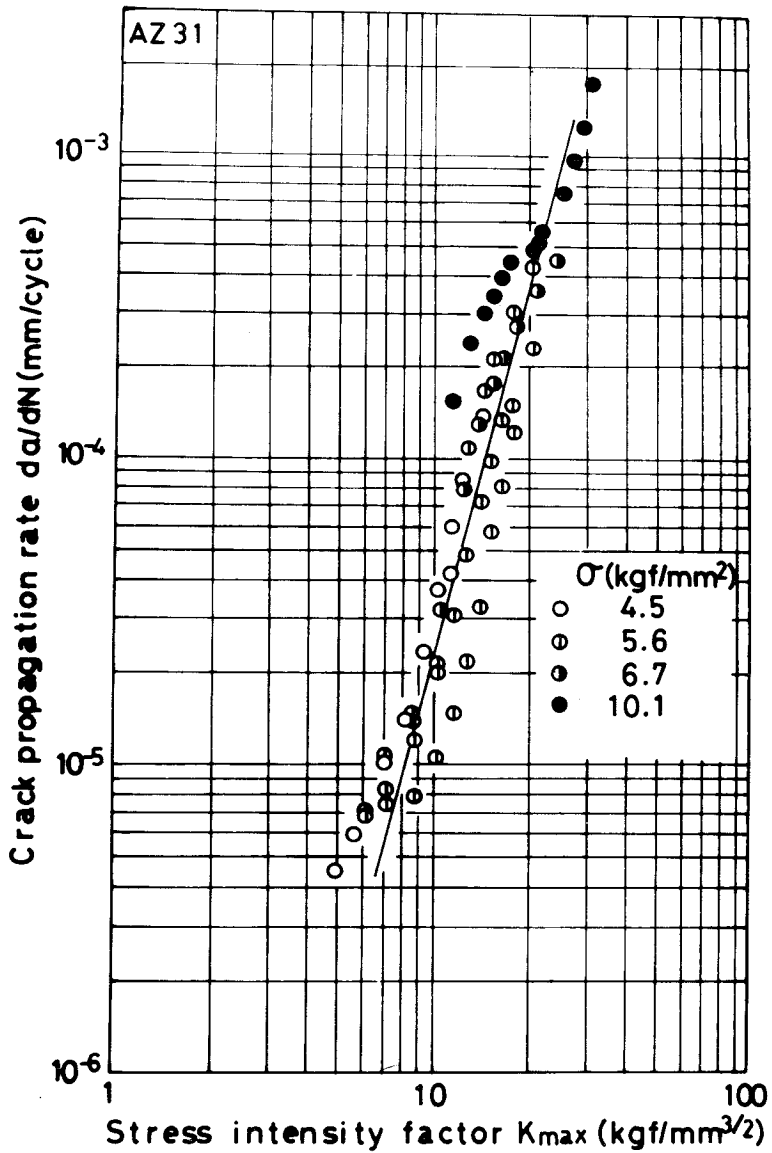


図 3 - 9 AZ 31 合金のき裂伝ば速度と応力拡大係数との関係

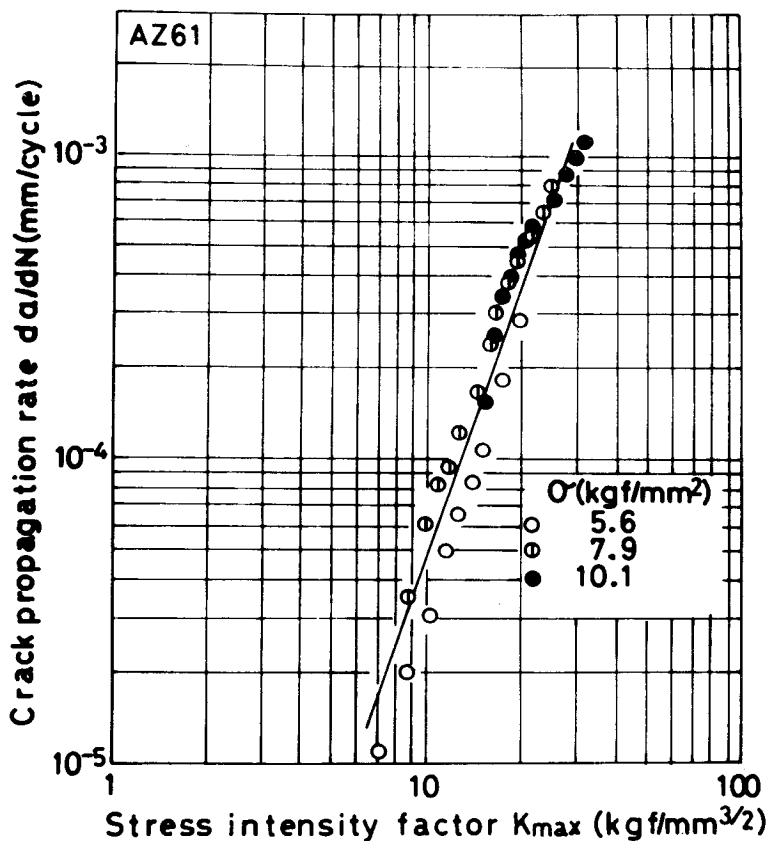


図 3-10 AZ 61合金のき裂伝ば速度と応力拡大係数との関係

大きくなる傾向にある。つぎに、AZ 31合金についてみると(図 3-9)、曲げ応力を 4.5~10.1 kgf / mm²の範囲で四種類変化させたが、曲げ応力の大きさの違いによるデータのバラツキは多少みられるがほぼ一つの直線で整理できる。AZ 61合金では(図 3-10)、曲げ応力の大きさの違いによるデータのバラツキはAZ 31合金に比べ小さくなっている。また、AZ 61合金の結果はAZ 31合金のそれに近い値が得られている。AZ 31合金とマグネシウムとのき裂伝ば速度を比較すると、例えば、 $K_{max} = 10 \text{ kgf / mm}^{3/2}$ ではAZ 31合金においては約 $2 \times 10^{-5} \text{ mm / cycle}$ 、マグネシウムにおいては約 $3 \times 10^{-4} \text{ mm / cycle}$ で、AZ 31合金のき裂伝ば速度はマグネシウムに比べかなり小さく、合金になるとき裂先端でのき裂伝ばに対する抵抗は大きくなることがわかる。

一般に、き裂伝ば速度と応力拡大係数との間には次の関係の成り立つことが知られている⁶⁾。

$$da/dN = C (\Delta K)^m \quad (3-4)$$

なお、本実験では応力比 ($\sigma_{\min}/\sigma_{\max}$) が -1 であるので、 ΔK の代わりに $K_{\max}$ を用いる⁸⁾。いずれの試料ともデータのバラツキは多少あるが、(3-4) 式をほぼ満足している。グラフから三種の試料の実験式を求めると次式が得られる。

$$da/dN = 4.0 \times 10^{-8} (K_{\max})^4 \quad (\text{Mg}) \quad (3-5)$$

$$da/dN = 2.2 \times 10^{-9} (K_{\max})^4 \quad (\text{AZ 31}) \quad (3-6)$$

$$da/dN = 4.5 \times 10^{-8} (K_{\max})^3 \quad (\text{AZ 61}) \quad (3-7)$$

m の値はマグネシウムおよび AZ 31 合金では 4、AZ 61 合金では 3 の値を示す。 m の値は Paris ら⁶⁾ により $m = 4$ が提案され、それ以来、多くの実験結果から 0.5~8.0 の広範囲にわたることが指摘されている¹²⁾¹³⁾。しかし、従来の報告は鋼およびアルミニウム合金に関するものが大部分であり、マグネシウム合金に関する研究は極めて少ない。Pook ら⁷⁾ は Mg-Zn-Zr 合金および Mg-Mn 合金の二種類の板材について一軸方向の引張りによる疲労試験を行い、き裂伝ば速度と応力拡大係数との関係について調べている。その結果によると、応力比 0~0.78 の範囲において m の値は 3.35 と報告している。試料および実験方法は異なるが、本実験において得られた m の値は 3~4 であり、Pook らのマグネシウム合金の結果とほぼ一致している。したがって、回転曲げ疲労試験においても薄肉の中空材を用いることにより板材の場合と同様き裂伝ば速度は応力拡大係数により充分評価しうるものと考えられる。

3.4 考 察

3.4.1 表面き裂について

三種の試料の繰り返し数の増加に伴う表面き裂の成長過程を写真 3-2~4 に示す。マグネシウムの表面き裂をみると(写真 3-2)、その初期は応力軸に約 45° の角度をなして成長し、その後、き裂は応力軸に比較的垂直となり、塑性域を伴って直線的に進展していく。Forsyth¹⁴⁾ は Al-Zn-Mg 合金の平滑材のき裂伝ば過程を結晶学的な特徴を示す第 1 期段階、結晶学的な特定面によらず応力軸にほぼ直角にき裂が伝ばする段階の第 2 期段階に区分している。第 1 期は主にすべり面き裂を発生し、第 2 期の初期はすべり、へき開混合き裂で、その後、塑性域を伴いながらき裂は進展していくという。したがって、上述のマグネシウムの初期のき裂は恐らく第 1 期のき裂

の後半が一部認められたものと考えられる。また、き裂はき裂長さが短いときには結晶粒内を優先的に伝ばしていくが、き裂が長くなると結晶粒界を通るものも認められるようになる。これはき裂の成長に伴うき裂先端における応力上昇が寄与しているものと思われる。つぎに、AZ 31合金の観察結果についてみる(写真3-3)。AZ 31合金のき裂の初期はマグネシウムの場合と異なり、き裂は複雑に蛇行しながら成長し、途中き裂は枝分れを生じながら進展していく。枝分れしたき裂の進展をみると、それらのき裂のうち応力軸に垂直な方向に近いき裂が優先的に成長し、主き裂となっていく傾向がある。き裂はある長さまで進展すると、き裂はその周囲に塑性域を伴いながら応力軸にほぼ直角に進むようになる。写真の中の矢印はその明りような塑性域を伴う時点を示している。AZ 31合金においては Forsyth による第2期のき裂が主であると考えられる。AZ 61合金の場合は(写真3-4)、AZ 31合金のき裂の初期にみられたようなき裂の蛇行はなく、き裂は最初から比較的応力軸にほぼ垂直に直線的に進展していく。

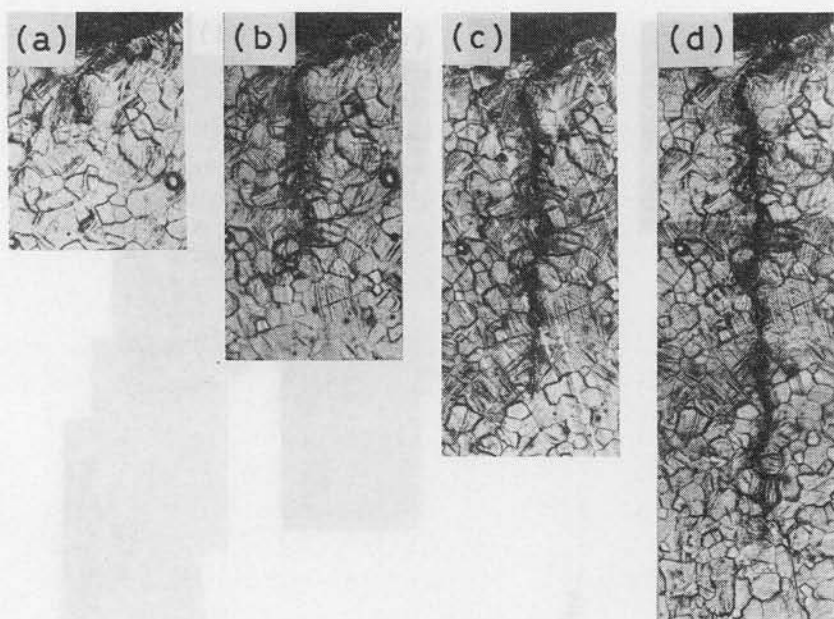


写真3-2 マグネシウムのき裂伝ばの様子 ($\sigma = 3.4 \text{ kg f/mm}^2$)
(a): $N = 5.0 \times 10^3$, (b): $N = 6.5 \times 10^3$,
(c): $N = 7.5 \times 10^3$, (d): $N = 9.0 \times 10^3$.

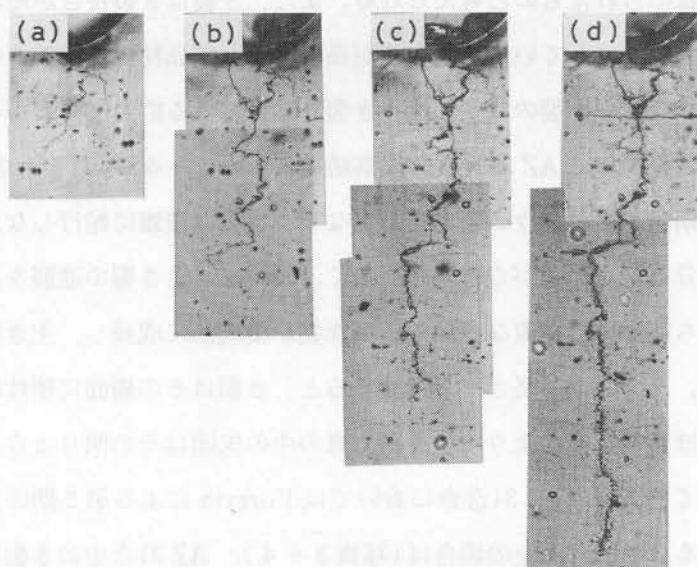


写真 3-3 AZ 31 合金のき裂伝ばの様子 ($\sigma=5.6 \text{ kg f/mm}^2$)

(a) : $N=5.5 \times 10^4$, (b) : $N=8.0 \times 10^4$,
(c) : $N=10.0 \times 10^4$, (d) : $N=11.5 \times 10^4$.

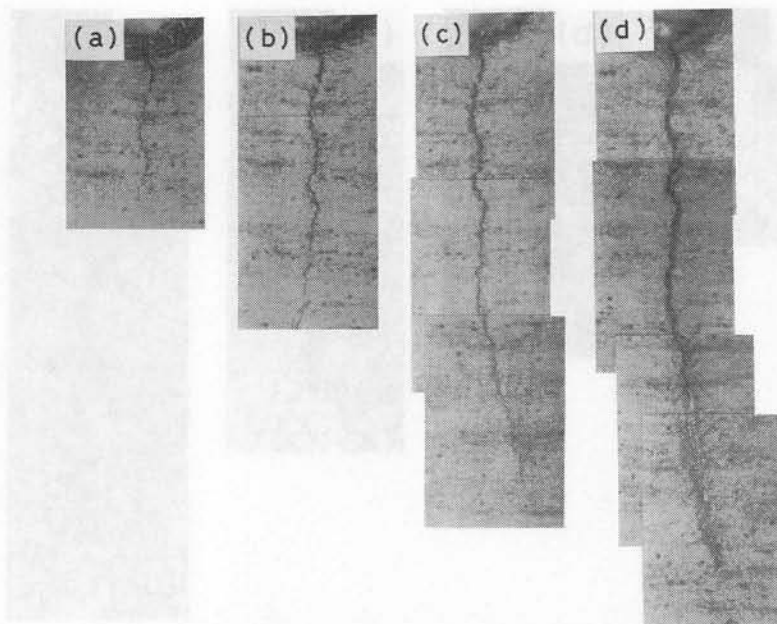


写真 3-4 AZ 61 合金のき裂伝ばの様子 ($\sigma=7.9 \text{ kg f/mm}^2$)

(a) : $N=2.5 \times 10^4$, (b) : $N=2.9 \times 10^4$,
(c) : $N=3.3 \times 10^4$, (d) : $N=3.5 \times 10^4$.

以上、三種の試料の表面き裂は Forsyth¹⁴⁾によるき裂伝ば過程に基づき伝ばしているものと思われる。しかし、き裂の開口状態をみると、曲げ応力が高いにも拘らず合金のそれはマグネシウムに比べかなり小さい。この傾向はとくに AZ 31 合金において顕著である。このようにき裂開口が小さくなることはき裂先端の塑性域がき裂伝ばに対して抵抗となっていることを示すものである。AZ 31 合金はマグネシウムに比べ 0.2% 耐力、引張り強さが高くなっているが、それと同時に伸び、断面収縮率が高くなっており、延性の増加が認められる。こうした延性の増加がき裂伝ば速度、さらには平滑材の疲労強度、疲労比の改善に役立っているものと思われる。延性の改善要因としては結晶粒径の影響が考えられる。本実験の試料の結晶粒径はマグネシウムで約 0.05mm、AZ 31 合金で約 0.015mm であり、き裂伝ば速度に対しては結晶粒径の影響を考慮する必要がある。これについては第 4 章において検討を加える。

3.4.2 破壊様式について

AZ 31 合金においてはそのき裂はある時点から明りょうな塑性域を伴いながら応力軸にほぼ直角に進行していくことを知った。こうした AZ 31 合金の表面き裂の伝ば過程の変化は破面においてもみられるものと思われる。そこで、AZ 31 合金について破面観察を行い、き裂伝ば過程について検討を加える。き裂の初期段階には写真 3-5 のような破面が認められる。破面は粒内割れで全体的に平たんであり、へき開的な破

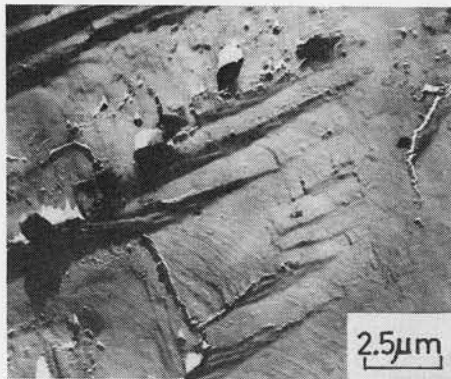


写真 3-5 AZ 31 合金のき裂初期における破面

壊の様相を呈している。また、破面にはレンズ状の部分が観察される。志村ら¹⁵⁾の純 α チタンの破面観察の結果によると、疲労破壊の初期の段階においてはき裂先端にお

ける局部応力の集中により双晶転位が生成され、変形双晶の生じることを指摘している。また、マグネシウムの表面き裂に変形双晶が重要な役割を果たすといわれており⁴⁾⁵⁾、前章において変形双晶はき裂伝ばに影響することを示した。したがって、上述のレンズ状の部分は変形双晶とみなしうる。前章において示した AZ 21加工材の変形双晶に比べると、その大きさは小さく、また、変形双晶は複雑な形態を示している。

つぎに、き裂が明りょうな塑性域を伴うあたりの破面を写真 3-6 に示す。破面にはへき開的な部分とストライエーションの混在した組織がみられる。ストライエーションをみると、それは直線的であり、ほとんどわん曲していない。また、ストライエーションの方向は結晶粒により明らかに異なっており、結晶粒の影響を大きく受け



写真 3-6 AZ 31 合金のき裂伝ば遷移域における破面

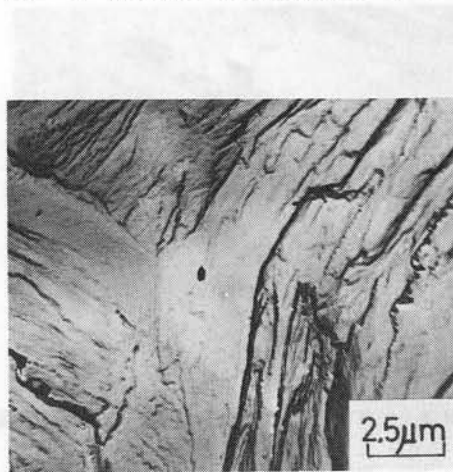


写真 3-7 AZ 31 合金のき裂伝ば遷移後における破面

ている。さらに、き裂が進展すると、写真 3-7 のような破面が認められる。ストライエーションの結晶粒による方向性は認められるが、その方向性は乱れていく傾向がみられる。こうした結晶粒依存性のある破面は前章の結果と符合している。

以上、AZ 31 の破面観察の結果、き裂の進展に伴って破面の様相はへき開的な破壊からストライエーションによる破壊へと移行することが知られた。このことは同じ六方晶系金属である純 α チタンにおける破面観察の結果と一致する¹⁵⁾。しかし、Birkbeck ら¹⁶⁾の低炭素鋼の切欠き試験片における破面観察の結果によると、第 2 期のき裂を組織に敏感な領域(Ⅱ a)と組織に敏感でない領域(Ⅱ b)に分け、Ⅱ a の領域においては粒界ファセットが主にみられ、Ⅱ b の領域ではストライエーションが観察されると報告している。また、小林ら¹⁷⁾も低炭素鋼について同様の知見を得ている。こうしたき裂初期における破面の相違は結晶構造の差異による破壊機構の違いに起因するものと考えられる。

3.5 結 言

マグネシウムと Mg-Al-Zn 系合金 (AZ 31 合金および AZ 61 合金) の疲労強度および疲労き裂伝ばを回転曲げ疲労試験により調べ、得られた結果はつぎのように要約される。

(1) 疲労強度はマグネシウム、AZ 31 合金、AZ 61 合金の順に高い。また、繰り返し数 10^7 回における疲労比 σ / σ_B は、マグネシウムで約 0.15、AZ 31 合金で約 0.32 および AZ 61 合金で約 0.29 であり、合金の疲労比はマグネシウムの約 2 倍となった。こうした合金の疲労強度、疲労比の改善要因としては、0.2% 耐力、引張り強さなどの強度の向上の他に伸びなどの延性の向上を考慮する必要があると考えられる。

(2) き裂伝ば速度と応力拡大係数との関係は $da/dN = C (K_{max})^m$ で表され、 m の値はマグネシウムで 4、AZ 31 合金で 4 および AZ 61 合金で 3 であった。また、AZ 31 合金のき裂伝ば速度はマグネシウムに比べ遅く、AZ 61 合金のそれは AZ 31 合金とほぼ同じであった。

(3) 三種試料の表面き裂は Forsyth によるき裂伝ば過程に基づいて伝ばしていくものと考えられた。AZ 31 合金の表面き裂伝ばの初期は蛇行しながら進展し、その後、き裂は比較的明りょうな塑性域を伴いながら応力軸にほぼ直角に進む。この初期におけるき

裂の蛇行はき裂が枝分れを起し易いために由るものと思われる。

(4) AZ 31 合金の破面はき裂の進展に伴い、へき開的な破壊からストライエーションによる破壊へ移行する。

参 考 文 献

- (1) 中村：マグネシウムマニュアル，マグネシウム委員会，(1978), 14.
- (2) Dow Chemical Co. : *Magnesium Design*, (1957).
- (3) マグネシウム委員会：マグネシウム便覧，軽金属協会，(1975), 181.
- (4) R. W. Armstrong and G. T. Horne : J. Inst. Metals, **91** (1962-63), 311.
- (5) M. J. May and R. W. K. Honeycombe : J. Inst. Metals, **92** (1963-64), 41.
- (6) Paris, P. C. and Erdogan, F. : Trans. ASME, Ser. D, **85** (1963), 528.
- (7) L. P. Pook and A. F. Greenan : Eng. Frac. Mech., **5** (1973), 935.
- (8) 北川，松本：日本機械学会論文集，**43** (1982), 2421.
- (9) 木村，山田，清水，国尾：日本機械学会論文集，**42** (1976), 1.
- (10) 石田：き裂の弾性解析と応力拡大係数，培風館，(1976), 206.
- (11) Follias, E. S. : Eng. Frac. Mech., **2** (1970), 151.
- (12) 中沢，小林：機械の研究，**20** (1963), 603.
- (13) 北川，三角：日本機械学会講演論文集，714-10 (1971-11), 67.
- (14) Forsyth, P. J. E. : Acta. Metall., **11** (1963), 703.
- (15) 志村，篠原，竹内：日本金属学会誌，**32** (1968), 559.
- (16) G. Birkbeck, A. E. Inckle and G. W. J. Waldron : J. Mater. Sci., **6** (1971), 319.
- (17) 小林，杉浦，井上，中沢，片桐，岩佐：日本機械学会論文集，**43** (1977), 416.

第4章 AZ 31合金の疲労破壊に及ぼす結晶粒径の影響

4.1 緒 言

平滑材の疲労き裂は結晶学的な特徴を示す第1段階と結晶学的な特定面によらず応力軸にほぼ直角にき裂が伝ばしていく第2段階に分けられる¹⁾。鋭い切欠きを有する試験片は第2段階が大半を占める。さらに、第2段階のき裂は組織に敏感な領域(Ⅱa)と組織に敏感でない領域(Ⅱb)に区分されている²⁾³⁾。

一般に、疲労寿命に及ぼす結晶粒径の大きさの影響は平滑材において認められており^{4)~6)}、切欠き材においてはほとんど認められないといわれている²⁾⁷⁾⁸⁾。このことは疲労破壊に及ぼす結晶粒径の大きさの影響はき裂発生過程(第1段階)において著しく、き裂伝ば過程(第2段階)においてほとんど見られないことを示すものである。さらに、第2段階をⅡa領域とⅡb領域に分け検討した結果によると、Ⅱa段階においては結晶粒径の大きさの影響を受けることが低炭素鋼において指摘されている⁹⁾。一般に、第2段階の疲労破面には、き裂伝ば方向にほぼ直角なストライエーションが観察される。しかし、六方晶系に属するマグネシウム合金の破面に形成されるストライエーションは直線的であり、かつ、その方向は結晶粒ごとに異なる傾向があり、すべり系を多く有する面心立方晶金属に比べ、各結晶粒の方向性の影響を著しく受けることを第2章および第3章において指摘した。こうした疲労破壊挙動から考え、マグネシウム合金の疲労破壊に及ぼす結晶粒径の大きさの影響は興味ある課題の一つと考えられる。

そこで、本研究では供試材として固溶体型 Mg-Al-Zn 系合金(AZ 31合金)を用いて、回転曲げ疲労試験により、平滑材の疲労破壊および切欠きを有する薄肉中空試験片のき裂伝ば速度に及ぼす結晶粒径の大きさの影響について検討を加えた。

4.2 試料および実験方法

4.2.1 試 料

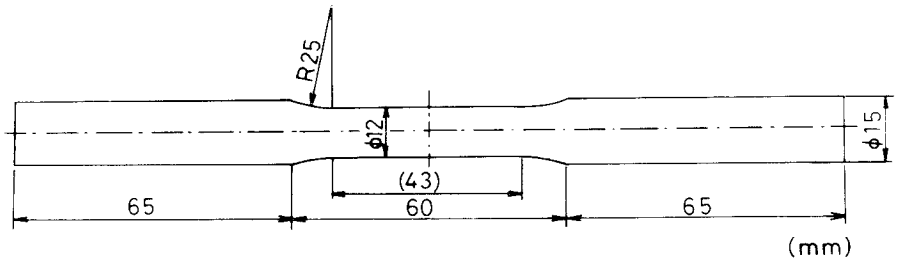
供試材はAZ 31合金で、第3章と同じ直径19mmの熱間押し出し棒である。その試料の化学成分を表4-1に示す。直径19mmの丸棒を約200mmに切断し、これを500℃で保持時間を種々変えて結晶粒径を調整した。その後、機械加工により図4-1に示すよ

表 4-1 試料の化学成分

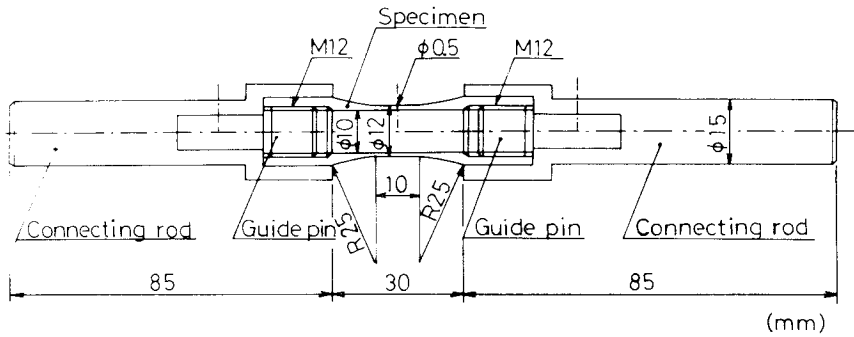
Specimen	Al	Zn	Mn	Fe	Si	Cu	Mg
A Z 31	2.70	1.03	0.31	0.005	0.010	0.004	Bal.

(wt%)

うな試験片形状にそれぞれ仕上げた。各試験片は機械加工後エメリー紙井800まで研磨した後、機械加工による残留応力を除くために260℃、30 min のひずみ取り焼鈍を施した。その後、硝酸1：エチルアルコール2の割合の溶液で化学研磨を行い実験に供した。なお、結晶粒径の大きさは切片法により算出した。



(a) 平滑試験片



(b) 切欠き試験片および継手

図 4-1 試験片の形状および寸法

疲労強度の測定用試験片は平行部直径12mm中実材を用いた(a)。一方、疲労き裂伝ば速度の測定用試験片は肉厚1mmの中空材で、き裂の発生の位置を指定するため試験片の中央に0.5mmの横穴をあけた。なお、管内の機械加工を容易にするため、試験片長さを短くし、試験片の両端に継手を取り付ける構造にした試験片を採用した(b)。

2.2 引張り試験

引張り試験片には(a)試験片を用いた。引張り試験はテンシロンを用い、変形速度1 mm/min で実験を行った。

3.2.3 疲労試験

疲労試験機は容量10 kgf-m の小野式回転曲げ疲労試験を用いた。回転速度は1500 rpm である。

き裂長さの測定は第3章と同様、一定繰り返し数ごとに試験機を停止し、無負荷の状態で切欠き部から酢酸メチルを溶剤としてアセチルセルロースフィルムのレプリカを採取し、そのレプリカから光学顕微鏡に取り付けたダイヤルゲージによりき裂長さを測定した。

き裂伝ば速度は繰り返し数とき裂長さとの関係のグラフ上において、種々のき裂長さにおける接線こう配より算出した。応力拡大係数は第3章と同様次式を用いて整理した¹⁰⁾¹¹⁾。

$$K_{\max} = k \sigma \sqrt{\pi a}$$

($K_{\max}$: 応力拡大係数、 σ : 曲げ応力、 a : き裂全長の半分、 k : 円筒の曲率による補正係数)

4.3 実験結果

4.3.1 引張り試験

図4-2に中実試験片の0.2%耐力、引張り強さ、伸び、絞りおよび結晶粒径に及ぼす500℃の加熱時間の影響を示す。図中の★印の値は3章において得られた350℃で2 hr 保持した場合の結果を示す。0.2%耐力は500℃の加熱時間が2 hr から4 hr の間でやや急激に低下し、その後、加熱時間の増加に伴って若干減少していく。引張り強さの変化は本実験の熱処理条件下においてはほとんど認められない。伸びは加熱時間とともに幾分増加する傾向にあるが、明りような差異は認められない。絞りは2 hr から8 hr の間で減少し、その後、幾分増加する傾向にある。結晶粒径の大きさは加熱時間8 hr までは徐々に大きくなり、8 hr から16 hr の間でやや増大が認められ、16 hr と48 hr とではほとんど差異は認められない。しかし、写真4-1に示すように、16 hr の焼鈍材では滑らかでない粒界がみられるのに対し、48 hr では粒界は滑かな形

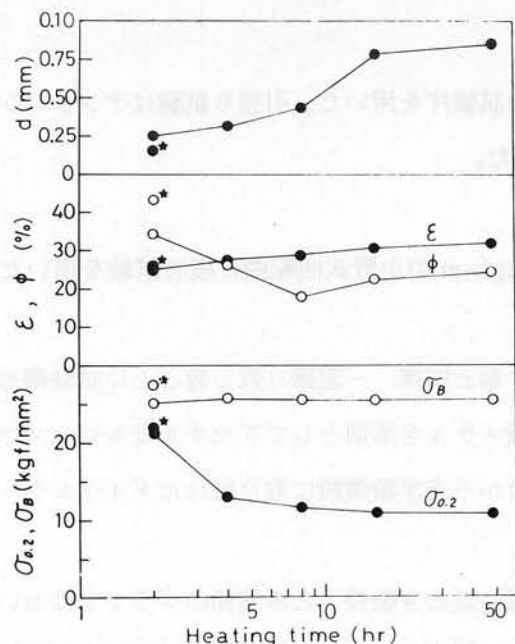


図 4-2 AZ 31 合金の機械的性質および結晶粒径に及ぼす加熱時間の影響（熱処理温度：500℃，但し，★印は350℃の結果を示す。）

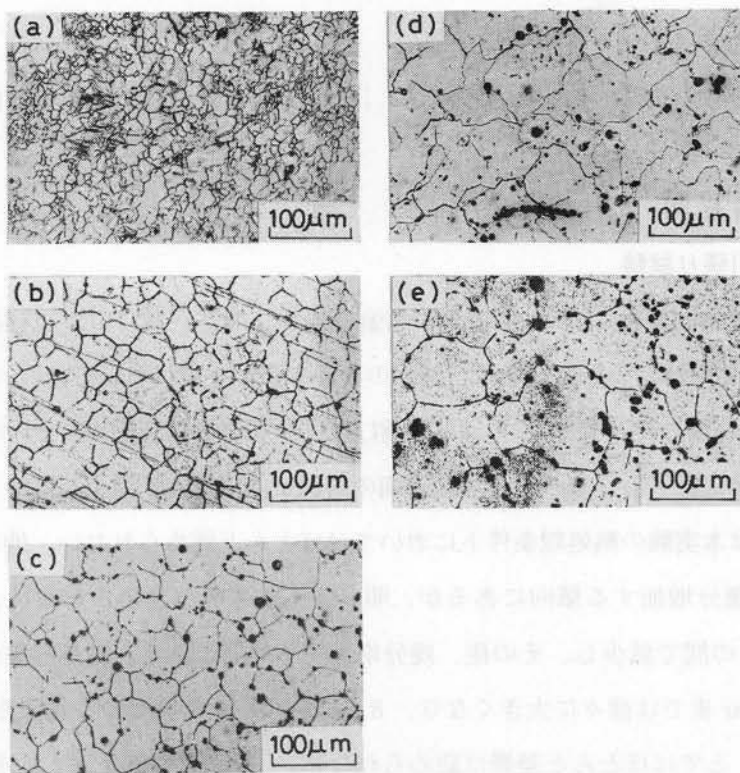


写真 4-1 AZ 31 合金の光学顕微鏡組織 (a)：350℃－2 hr (b)：500℃－4 hr, (c)：500℃－8 hr, (d)：500℃－16 hr, (e)：500℃－48 hr

態を示している。

以上、引張り試験および組織観察の結果から、表 4－2 に示す四種類の試験片について疲労試験を行い、疲労破壊に及ぼす結晶粒径の影響について検討を加えた。

表 4－2 疲労試験に用いた AZ 31 合金試験片の機械的性質と結晶粒径

Specimen	Heat treatment	0.2% Proof stress (kgf/mm ²)	Tensile strength (kgf/mm ²)	Grain size (mm)
A	350°C-2hr → F.C.	22.1	27.5	0.015
B	500°C-4hr → F.C.	13.0	25.8	0.032
C	500°C-8hr → F.C.	11.6	25.7	0.044
D	500°C-48hr → F.C.	10.7	25.4	0.086

(F.C.:Furnace cooled)

4.3.2 平滑材の疲労強度

図 4－3 に結晶粒径の大きさ 0.015、0.032 および 0.086mm の中実材における曲げ応力と破断までの繰返し数との関係を示す。粒径 0.015mm と 0.032mm との結果を比較し

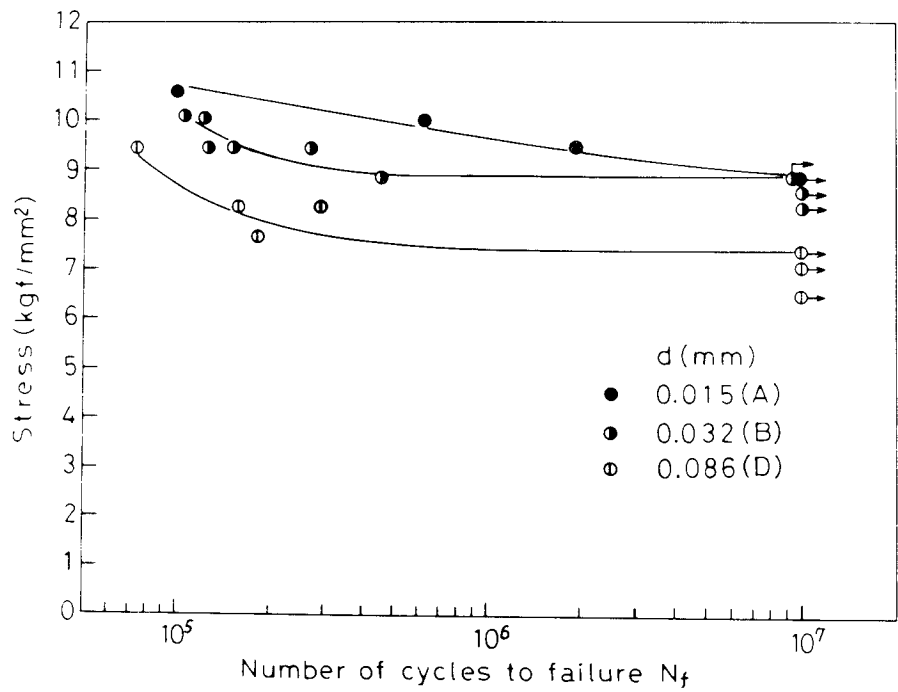


図 4－3 AZ 31 合金平滑材の疲労強度に及ぼす結晶粒径の影響

てみると、低繰り返し数側の疲労強度は結晶粒径が大きくなると低下するが、 10^7 回の疲労強度はほぼ一致している。さらに、結晶粒径が0.086mmと大きくなると、疲労強度は両者に比べ明らかに低下している。つぎに、 10^7 回における疲労強度 σ_w を求め、疲労比 σ_w/σ_B (σ_B : 引張り強さ) および $\sigma_w/\sigma_{0.2}$ ($\sigma_{0.2}$: 0.2%耐力) と結晶粒径との関係を示すと、図4-4となる。 σ_w/σ_B の値は0.29~0.32であり、本

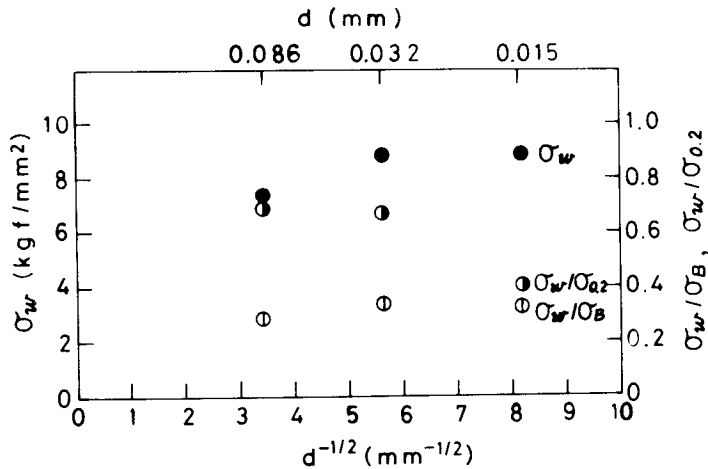


図4-4 AZ31合金における σ_w/σ_B および $\sigma_w/\sigma_{0.2}$ と結晶粒径との関係

実験の結晶粒径の大きさの範囲では、明りような差異は認められない。しかし、 $\sigma_w/\sigma_{0.2}$ の値をみると、粒径0.015mmでは約0.40であるのに対し、粒径0.032mmでは約0.67となり、 $\sigma_w/\sigma_{0.2}$ の値の増加が認められる。さらに、粒径が0.086mmと大きくなっても、その値は約0.68であり、変化はほとんど認められない。したがって、マグネシウム合金の疲労破壊に対しては、疲労比としては σ/σ_B よりも $\sigma/\sigma_{0.2}$ の値を考慮する必要があるのではないかと考えられる。

4.3.3 疲労き裂伝ば速度

横穴を有する中空試験片のき裂伝ば速度に及ぼす結晶粒径の影響を図4-5に示す。粒径0.015mmの結果は第3章において得られた結果を併記した。図中の各結晶粒径の結果は、応力レベルを3.4~6.8kgf/mm 2 の範囲で三種類変化させたが、いずれの場合もほぼ一つの曲線で整理されたので、各結晶粒ごとに一つにまとめ、図示されている。結晶粒径0.032~0.086mmの結果は多少バラツキがあるが、ほぼ一つの曲線で整

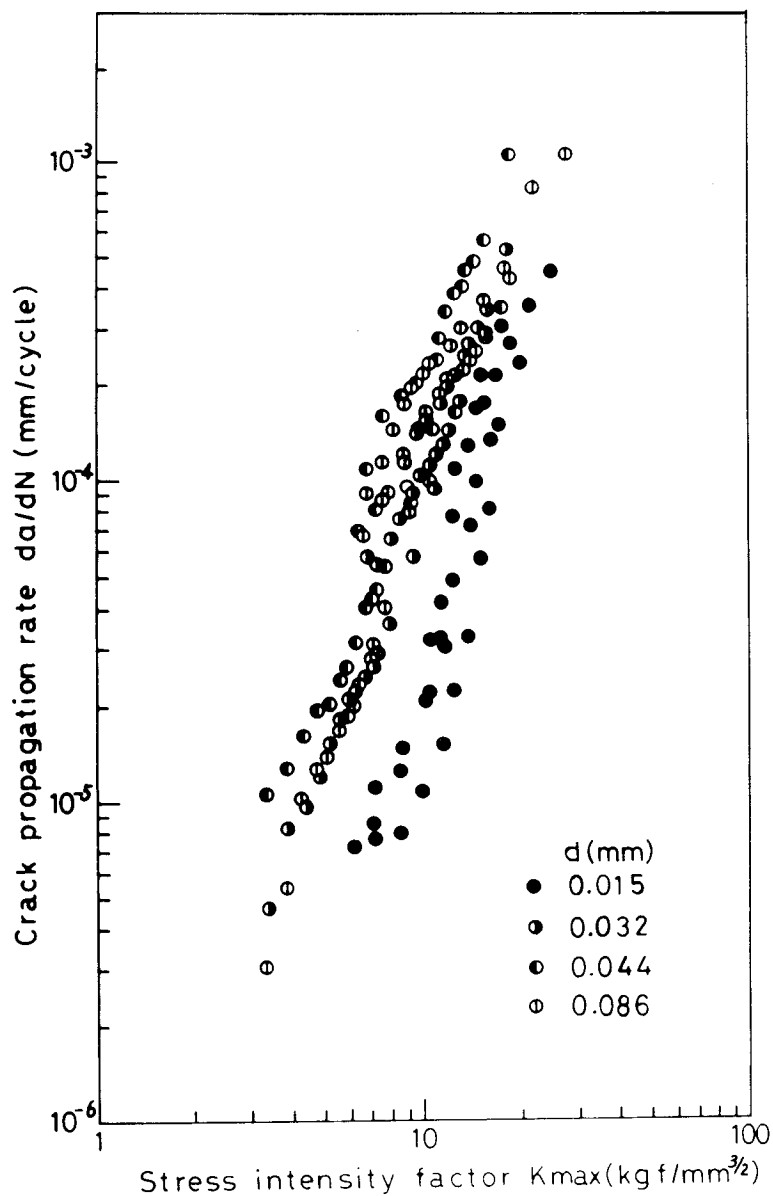


図 4-5 AZ 31合金のき裂伝ば速度に及ぼす結晶粒径の影響

理されうる。粒径0.032~0.086mmの結果は粒径0.015mmのそれよりも左側に位置しており、き裂伝ば速度の速いことがわかる。また、両者の差異は応力拡大係数の小さな領域で著しく、応力拡大係数が大きくなると、その差は少なくなる傾向にある。粒径0.015mmの場合、き裂進展の下限界を示す下限界応力拡大係数は明らかでないが、北

川らの平面曲げ疲労によると $5.2\text{kgf/mm}^{3/2}$ の値が得られている¹²⁾。本実験のグラフの傾向からみて下限界応力拡大係数はこの値に近いものと考えられる。粒径が $0.032\sim 0.086\text{mm}$ の場合の下限界応力拡大係数を曲線から求めると、約 $3.6\text{kgf/mm}^{3/2}$ となり、結晶粒径が大きくなると下限界応力拡大係数は低下することが知られる。

また、曲線をよくみると、粒径 0.015mm のときにはあまり明らかではないが、粒径 $0.032\sim 0.086\text{mm}$ においては応力拡大係数 $7\sim 8\text{kgf/mm}^{3/2}$ のところでグラフ上に明りような段を生じ、き裂伝ば速度が急激に増加する領域が認められる。

4.4 考 察

粒径 0.015mm と 0.032mm の平滑材の疲労強度は、繰返し数 10^7 回においては差がみられないが、低繰返し数側において差を生じる。これは下限界応力拡大係数およびき裂伝ば速度の違いから考え、き裂発生過程およびき裂伝ば過程の両方の影響によるものと考えられる。一方、粒径 0.032mm と 0.086mm の平滑材の疲労強度の差は、き裂伝ば速度において違いがみられないことから、き裂発生過程が影響しているものと思われる。

結晶粒径 $0.032\sim 0.086\text{mm}$ の範囲においては、き裂伝ば速度は結晶粒径の大きさにより変化せず、差異は認められないが、粒径 0.015mm のときのき裂伝ば速度は粒径 $0.032\sim 0.086\text{mm}$ のそれに比して明らかに遅くなる。疲労破壊に及ぼす結晶粒径の影響は平滑材において指摘されており^{4)~6)}、切欠き材においてはその影響はほとんど認められない²⁾⁷⁾⁸⁾といわれている。しかし、Fe-3%Si合金において、結晶粒径が大きくなると、き裂伝ば速度が速くなることが指摘されている¹⁵⁾。その原因として、き裂伝ば速度に及ぼす疲労破壊靱性値（試験片の残り断面において全域降伏を生じて、き裂伝ば速度が急増するときの応力拡大係数の値）の影響があげられている。すなわち、結晶粒径が大きくなるにつれて疲労破壊靱性値が小さくなり、その結果、き裂伝ば速度も速くなるといわれている^{13)~15)}。しかし、本実験では応力拡大係数が大きくなると、結晶粒径による差がみられなくなることから、き裂伝ば速度の差が疲労破壊靱性値の影響に起因するとは考えにくい。この原因についての詳細は明らかでないが、0.2%耐力が粒径 $0.015\sim 0.032\text{mm}$ のところで急激に低下することから考え、降伏応力の大きさがき裂伝ば速度に影響を与えているのではないかと考えられる。なお、結晶粒径

0.015mmのところでは0.2%耐力が急激に増大したのは、0.015mmの結晶粒径が写真4-1に示すように整粒となっておらず、0.2%耐力が細かい粒径に支配されたためではないかと推察される。このことは平滑材の $\sigma_w/\sigma_{0.2}$ の値が粒径0.032mm以上になると高い値を示すようになることとも関係あるものと思われる。

結晶粒径0.032～0.086mmのき裂伝ば速度と応力拡大係数との関係を示す曲線はある応力拡大係数の領域で段を生じる。図4-5の横軸応力拡大係数 K_{max} を $(K_{max}/\sigma_{0.2})^2/B$ (B ：試験片の厚さ)に描き改めた結果を図4-6に示す。図中には第3章において得られたマグネシウムおよびAZ61合金の結果も併記した。データはかなりのバラツキを生じているが、ほぼ一つの曲線帯の中に整理されうる。図から、 $(K_{max}/\sigma_{0.2})^2/B$

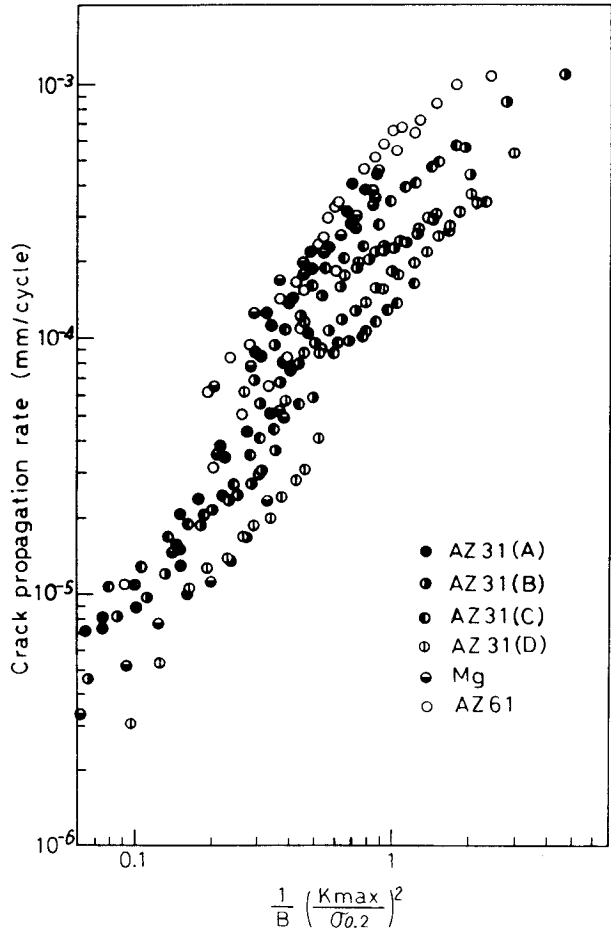


図4-6 da/dN と $(K_{max}/\sigma_{0.2})^2/B$ との関係

$\sigma_{0.2})^2 / B$ の値が0.3~0.5のところにおいて、グラフは変曲していることがわかる。

$(K_{\max} / \sigma_{0.2})^2 / B$ の値は力学的条件を示し、試験片の力学状態はこの値が0.4以下の場合にはき裂先端の板厚方向のひずみが完全に拘束された平面ひずみ状態となり、0.4以上になると、き裂先端の板厚方向の応力成分が他の応力成分に比べるとはるかに小さくなり、板厚方向の変形が起り易くなる平面応力状態へ移行するといわれている¹⁰⁾¹⁶⁾¹⁷⁾。本実験のグラフの変化点はこの0.4にほぼ位置していることから、き裂伝ば速度に不連続部がみられたのはこうした試験片のき裂先端部における力学的な応力状態の変化に起因するものと考えられる。

また、き裂先端に生じる塑性域寸法 r_p は $(K_{\max} / \sigma_{0.2})^2$ に比例することが知られている¹⁰⁾。ここでは、板厚 B は1 mm一定であるので、図4-6の横軸の値は塑性域寸法の大きさに対応することになる。グラフは応力状態が変化するところで段を生じる

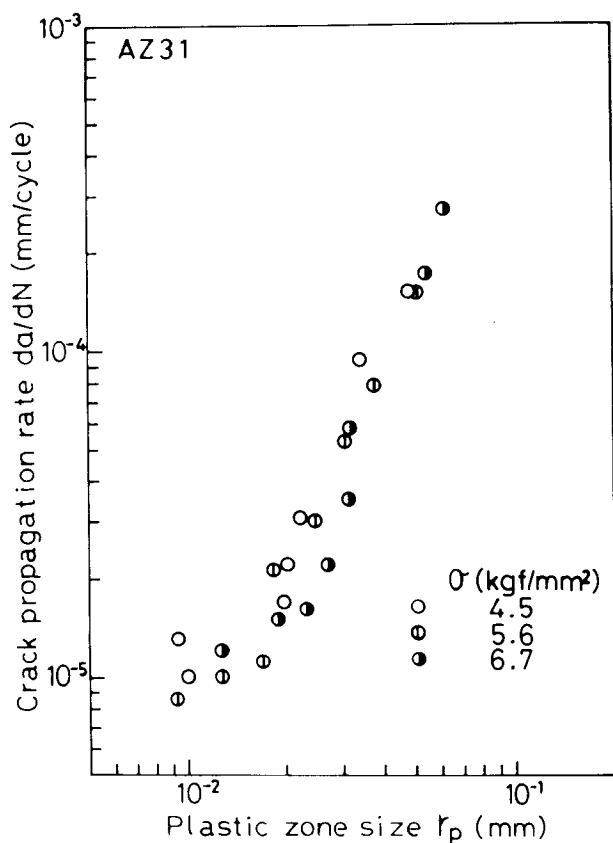


図4-7 き裂伝ば速度と塑性域寸法との関係
(AZ31合金-A材)

が、マグネシウム、AZ 61合金を含めたこれらマグネシウム合金の結果がほぼ一つの曲線帯中に整理されうるのは、き裂先端に生じる塑性域寸法の大きさがき裂伝ば速度に対して重要な働きをなすことを示すことになる。そこで、塑性域が比較的明りょうに認められたAZ 31合金(A)について塑性域寸法の測定を行った。試料表面のき裂先端に生じる塑性域寸法の大きさはき裂周辺に生じる塑性域寸法の大きさにほぼ一致することが知られている¹⁸⁾ので、ここでは、き裂周辺に残された塑性変形領域の大きさを塑性域寸法 r_p とした。その結果を図4-7に示す。図から、塑性域寸法の増大に伴ってき裂伝ば速度は速くなることがわかる。また、グラフの傾向は図4-6とほぼ似かよっている。このことは、塑性域寸法の大きさがき裂伝ば速度に影響を及ぼしていることを示唆するものである。

4.5 結 言

固溶体型AZ 31合金の疲労強度およびき裂伝ば速度に及ぼす結晶粒径の大きさ(0.015mm~0.086mm)の影響を回転曲げ疲労により調べ、得られた結果はつぎのように要約される。

(1) 平滑材の疲労強度は結晶粒径が大きくなると低下した。また、 σ_w/σ_B (σ_w : 10^7 回における疲労強度、 σ_B : 引張り強さ)の値は0.27~0.32とほぼ一定で、結晶粒径の影響はみられなかった。しかし、 $\sigma_w/\sigma_{0.2}$ ($\sigma_{0.2}$: 0.2%耐力)の値は粒径0.015mmで約0.40、0.032mm以上で約0.67となり、結晶粒径の影響が認められた。

(2) 結晶粒径0.032mm以上におけるき裂伝ば速度は0.015mmのそれよりも速く、その差異は応力拡大係数が小さいほど大きくなった。これは降伏応力(0.2%耐力)の大きさの違いによるものと推論された。

(3) き裂伝ば速度と応力拡大係数との関係のグラフ上において、ある応力拡大係数のところでき裂伝ば速度が急激に増加する不連続部を生じる。この原因としては力学的条件が平面ひずみ状態から平面応力状態へ移行するためによるものと考えられた。

参 考 文 献

- (1) Forsyth, P. J. E. : Acta. Metall., **11** (1963), 703.
- (2) G. Birkbeck, A. E. Inckle and G. W. J. Waldron : J. Mater. Sci., **6** (1971),

- (3) 小林, 杉浦, 井上, 中沢, 片桐, 岩佐 : 日本機械学会論文集, **43** (1977), 416.
- (4) Forrest, P. G. and Tate, A. E. : J. Inst. Metals, **93** (1965), 438.
- (5) Yokobori, T., ほか 2 名 : Tech. Rep. Tohoku Univ., **28** (1963), 65.
- (6) Thompson, A. W., and W. Backofen : Acta Metall, **19** (1971), 597.
- (7) Hoepfner, D. W. : ASTM STP, **415** (1967), 486.
- (8) Yokobori, T., Kawada, I, and Hata, H. : Rep. Res. Inst. Str. Frac. Mat. Tohoku Univ., **3** (1967), 39.
- (9) 中沢, 小林, 森田, 飯倉, 宮内, 石井 : 日本機械学会論文集 (第 1 部), **40** (1974), 9.
- (10) 石田 : き裂の弾性解析と応力拡大係数, 培風館, (1976), 206.
- (11) Follias, E. S. : Eng. Frac. Mech., **2** (1970), 151.
- (12) 北川, 松本 : 日本機械学会論文集, **43** (1977), 2421.
- (13) 安藤, 小倉, 西岡 : 日本機械学会論文集, **44** (1978), 4014.
- (14) Forman, R. G., et.al. : Trans. ASME, Ser. D, **89** (1967), 459.
- (15) 石田ほか 2 名 : 日本機械学会講演論文集, 710-9 (1971), 49.
- (16) 金沢, 越賀 : 脆性破壊 2, 培風館, (1977), 47.
- (17) 岸 : 軽金属, **31** (1981), 266.
- (18) 鈴木, 増本, 小倉 : 日本金属学会誌, **44** (1980), 1076.

第5章 AZ 31合金の疲労破壊への試験温度の影響

5.1 緒 言

マグネシウム合金は実用金属中では比重が最も軽く、耐食性には劣るが比強度、減衰能¹⁾、被削性²⁾などに優れており、これら利点を生かした構造材としての利用が望まれている。

第2章、第3章および第4章において室温、大気中におけるマグネシウム合金の疲労破壊挙動について検討を加えてきたが、さらに、実用に際しては破壊挙動に与える温度の影響は重要な課題である。Mg-Al-Zn合金の高温使用限界温度はその静的な高温特性から約150℃であるといわれている³⁾。しかしながら、その動的な破壊挙動の温度依存性については明らかでない。一方、六方晶系に属するマグネシウム合金は低温ぜい性を呈するが、その遷移温度は典型的な低温ぜい性を示す金属に比してあまり急激でないといわれている⁴⁾。しかし、マグネシウム合金が低温において繰り返し応力を受ける場合の破壊挙動に関する研究は極めて少なく⁵⁾、不明な点が多いように思われる。

そこで、本研究では加工用マグネシウム合金として広く知られているAZ 31合金を用いて、室温～250℃の高温側および室温～-196℃の低温側における疲労破壊について調べ、疲労破壊挙動に及ぼす温度の影響について検討を加えた。

5.2 試料および実験方法

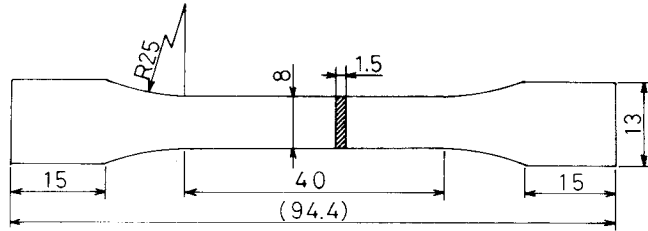
5.2.1 試 料

供試材はAZ 31合金で、純度99.9 wt %のマグネシウム地金、純度99 wt %以上のアルミニウム地金、純度99 wt %以上の亜鉛地金およびAl-10 wt % Mn母合金を用いて、鋼板製るつぼ中でフラックス溶解し、直径75mmの金型に鋳造後、5 mmの面削を行い、その後、350℃で20 hrの均質化処理を施し、350℃で熱間押し出しにより厚さ1.6mm、幅28mmの板材としたものである。試料の化学成分を表5-1に示す。試験片は押し出し方向と平行に切り出し、機械加工後エメリー紙1200番まで研磨を行い最終板厚に調整した。高温用および低温用の試験片形状を図5-1および図5-2にそれぞれ示す。高温用疲労試験片にはき裂が入る場所を指定するため半径1 mmの切欠きを

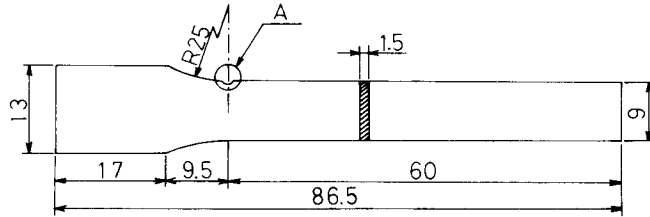
表 5 - 1 AZ 31合金の化学成分

Specimen	Al	Zn	Mn	Fe	Si	Cu	Mg
A Z 3 1	3.22	0.95	0.13	0.008	0.011	0.001	Bal.

(wt %)



(a)

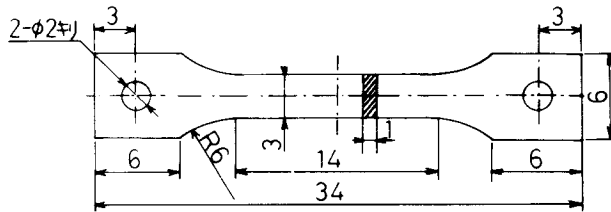


(b)

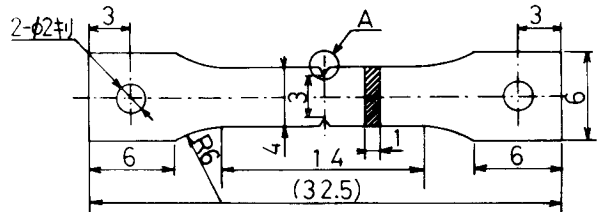
(mm)

図 5 - 1 高温用試験片の形状

(a) : 引張り試験片, (b) : 疲労試験片

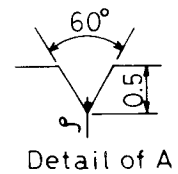


(a)



(b)

(mm)



Detail of A

図 5 - 2 低温用試験片の形状

(a) : 平滑材, (b) : 切欠き材

1 mm 導入した。なお、切欠きの形状係数は約2.2である⁶⁾。また、低温用疲労試験片としては平滑材および切欠き材を用いた。切欠き材の切欠き曲率半径は約0.064 mmで、形状係数は約6.2である⁶⁾。試験片は研磨後350℃で2 hrの焼なましを行った後、硝酸1：エチルアルコール2の混合液で化学研磨を施し実験に供した。これら試料の試験前の光学顕微鏡組織は写真5－1のとおりで、結晶粒径は約0.020mmである。

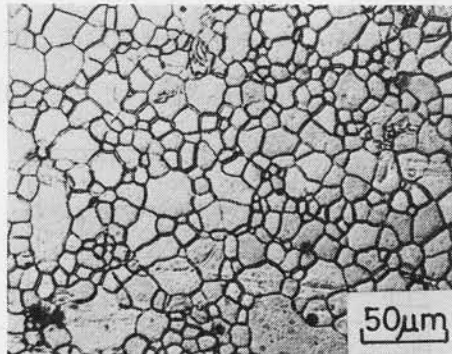


写真5－1 AZ 31合金の光学顕微鏡組織

5.2.2 実験方法

引張り試験はテンシロンを用い、変形速度1 mm/min一定とした。室温(17±2℃)以上はシリコン油中、0℃は氷水中、-75℃はドライアイスとメチルアルコールの混合溶液中および-196℃は液体窒素中にてそれぞれ行った。

高温用疲労試験機は一端固定の両振り平面曲げにより試験片に一定振幅を与えるもので、繰り返し速度は734 cpm (cycle/min)である。室温～150℃の試験温度の調整は割型の電気炉内に銅－コンスタンタン熱電対を試験片近傍の3箇所にて設けて、炉内温度を±2℃となるように電気炉加熱電流を制御する方法(A)で行った。また、200℃および250℃の試験温度の調整は熱風循環方式(B)により行った。それぞれの試験機の概略図を図5－3および4に示す。き裂長さの測定は耐熱ガラスの窓を通して、読み取り顕微鏡により試験機を停止することなく連続的に行った。また、アルゴンガス雰囲気中の試験は図5－3の炉の周囲をアクリル板により囲い、その試験槽内の空気をアルゴンガスで置換し、試験中はガスを絶えず流した状態で行った。

低温用疲労試験機は偏心板による変位を圧縮バネに与え、試験片に繰り返し応力が

負荷されるようにしたものである。繰り返し応力比（最小応力 / 最大応力）0 の正弦波で、繰り返し速度は30 cpm である。その試験機の概略図を図5-5に示す。なお、低温槽には市販のデュワー瓶を用いた。実験は試験片を低温槽に取り付け、10～20 min 間各温度に保持した後に行った。

本実験において高温側の試験において平面曲げを採用したのは、高温側において一軸の引張り一引張り繰り返し荷重を負荷すると試験片伸びの増大を伴い、試験片断面積の変化が著しくなるからである。なお、高温側における応力拡大係数は便宜的に $K_{\max} = \sigma \sqrt{\pi a}$ (σ : 曲げ応力、 a : き裂長さ)^{7)~9)}の式を用いて整理を行った。

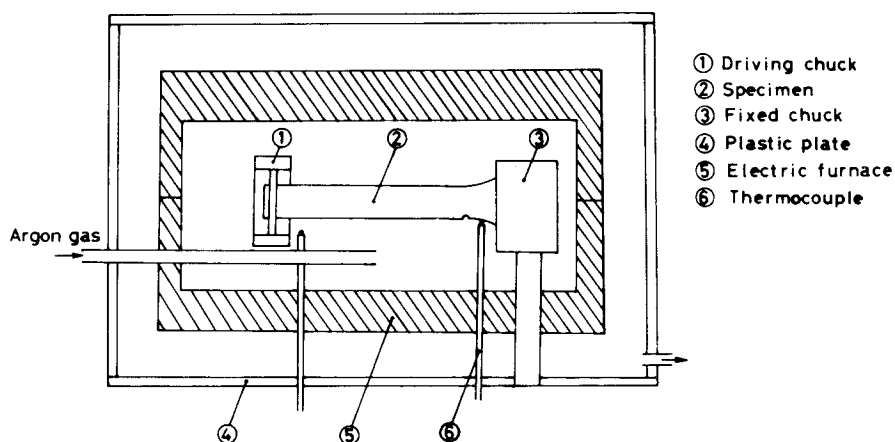


図5-3 高温用疲労試験機(A)

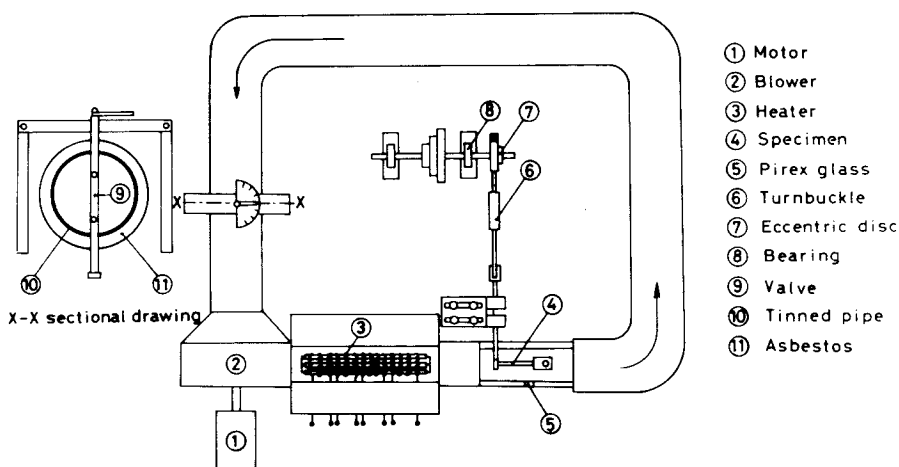


図5-4 高温用疲労試験機(B)

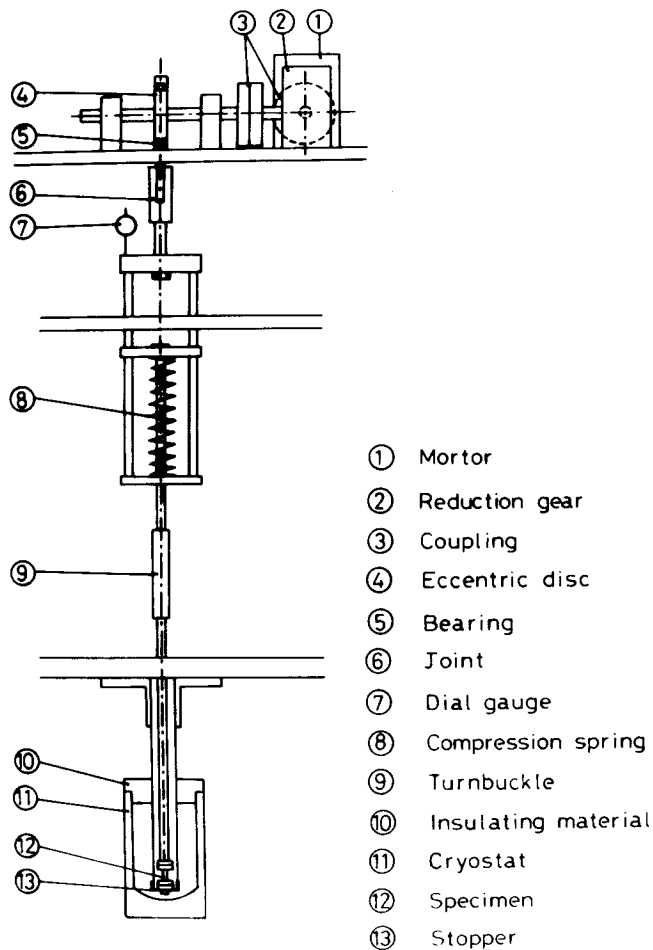


図 5 - 5 低温用疲労試験機

5.3 高温側における結果

5.3.1 引張り試験

焼なまし平滑材の引張り強さおよび0.2%耐力に及ぼす温度の影響を図5-6に示す。なお、▲印はToazら⁴⁾によるAZ31合金の結果を示す。引張り強さの低下は50℃位までは比較的緩慢であるが、50℃以上になると著しくなることがわかる。また、0.2%耐力においても引張り強さと同様の傾向が認められる。本実験の引張り強さの結果はToazらの結果とよく符合する。

つぎに、温度上昇に伴う破断試験片の破面様相の変化をみると、写真5-2にみられるように、室温では比較的細かいデンプルが一様に認められる(a)。100℃にな

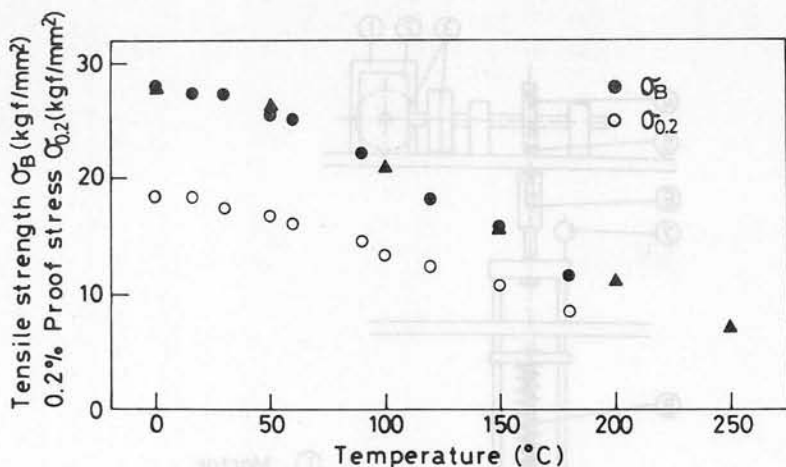


図5-6 AZ31合金の引張り強さおよび0.2%耐力に及ぼす温度の影響

ると幾分大きなディンプルが共存するようになる(b)。さらに、150℃以上になると、ディンプル形状は全体的に大きくなり(c)、また、伸長型のディンプルも認められるようになる(d)。

以上、引張り変形における破壊挙動は150℃付近から幾分変化することが予想される。

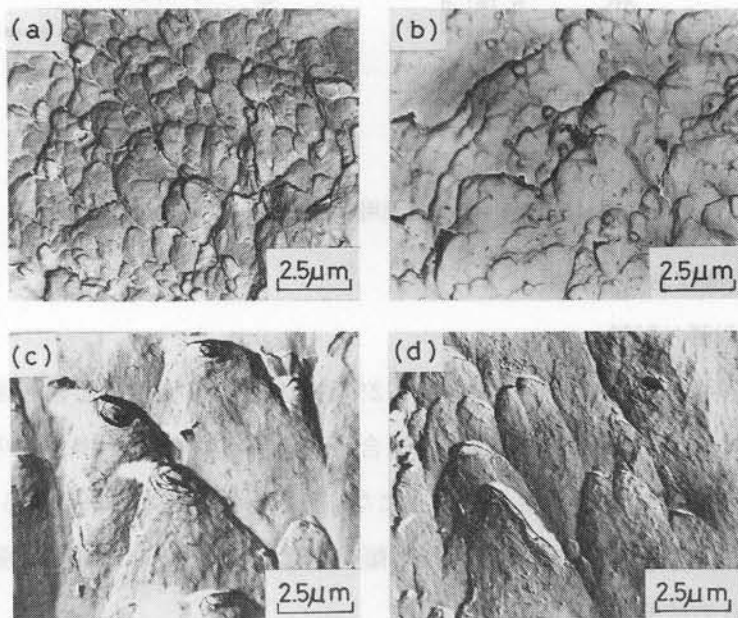


写真5-2 AZ31合金の引張り破面

- (a)：室温
(b)：100℃
(c), (d)：150℃

5.3.2 疲労強度

大気中における切欠き材の疲労強度に及ぼす温度の影響を図5-7に示す。なお、図中には室温～150℃の温度範囲におけるアルゴンガス中の結果も示してある。大気中の場合についてみると、温度が高くなると疲労強度は低下し、例えば、150℃の疲

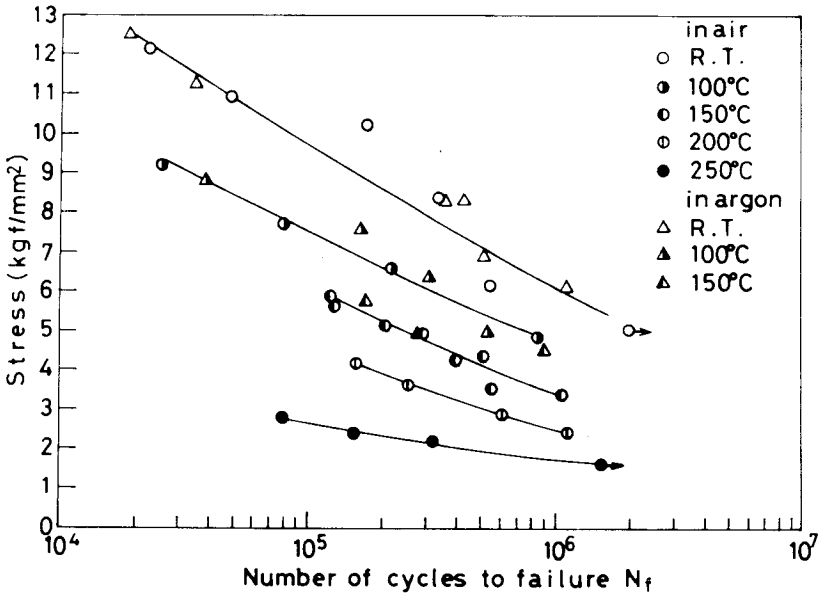


図5-7 AZ31合金のS-N曲線

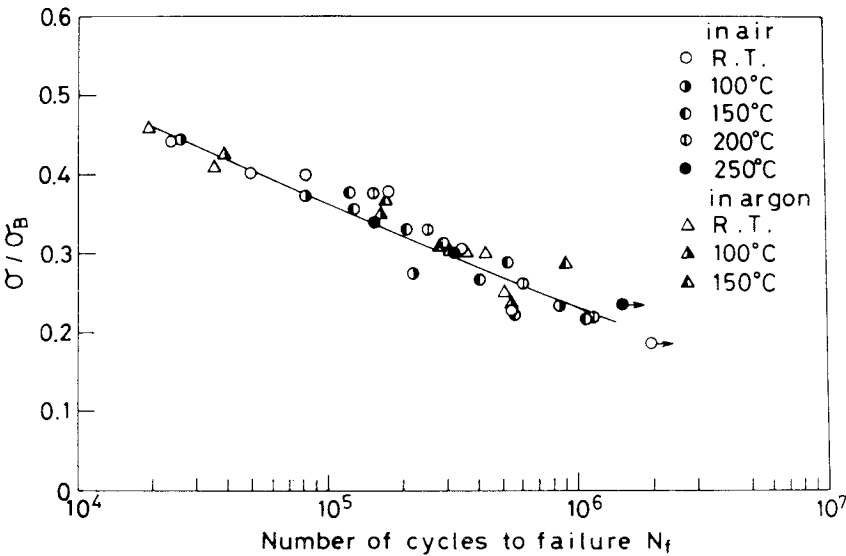


図5-8 AZ31合金の σ/σ_B と N_f との関係

疲労強度は室温のその約0.6倍程度となっている。この結果は図5-6に示した温度上昇に伴う機械的性質の低下と符合する。また、アルゴンガス中の結果は各温度とも大気中とほぼ同じ傾向を示しており、室温～150℃の温度範囲においては両者の差異はほとんど認められない。

つぎに、縦軸の σ を疲労比 σ / σ_B (σ : 曲げ応力、 σ_B : 各温度における引張り強さ) に描き改めた関係を図5-8に示す。本実験の試験温度範囲内では、大気中、アルゴンガス中とも温度に関係なくほぼ一つの曲線で整理されうる。したがって、この温度範囲での疲労強度の低下は引張り強さの低下に対応しているものと考えられる。

5.3.3 疲労き裂伝ば速度

き裂長さ a と繰返し数 N との関係から各き裂長さにおけるき裂伝ば速度 da/dN

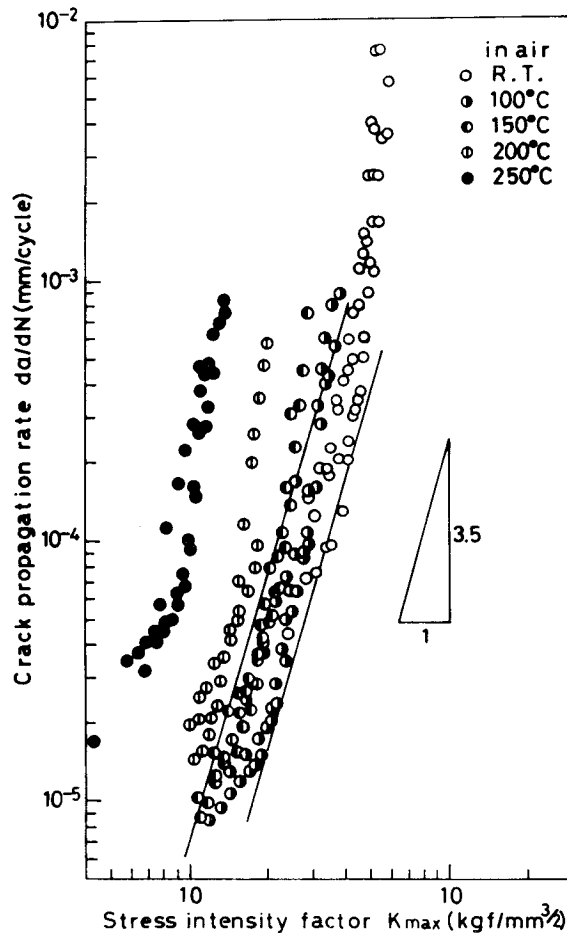


図5-9 AZ 31合金のき裂伝ば速度と応力拡大係数との関係 (大気中)

を求め、応力拡大係数に対して得られた関係を図5-9に示す。各温度における結果は室温では10.2~12.1 kgf/mm²の範囲で4種類、100℃では4.8~7.7 kgf/mm²の範囲で3種類、150℃では4.2~5.6 kgf/mm²の範囲で3種類、200℃では2.4~4.1 kgf/mm²の範囲で4種類および250℃では2.1~2.8 kgf/mm²の範囲で3種類それぞれ応力を変化させたが、いずれの場合においても応力に関係なく一つの曲線で整理されたので、各温度における結果を一つにまとめ図示されている。室温~150℃までの結果についてみると、き裂伝ば速度が急速に増加するまでの結果は温度依存はあるが、それは弱くほぼ一つの直線上で整理され、そのこう配は約3.5である。この値は第3章の薄肉中空試験片を用いて回転曲げ疲労試験より得られた結果3~4の値とほぼ符合する。このようにほぼ一つの直線で整理されることから、この温度範囲内におけるき裂伝ば挙動は比較的似かよっていることが予想される。さらに、温度が200℃になると、室温~150℃の結果から外れる傾向にあり、250℃では曲線は明らかに上記の結果から外れる。この原因の一つとして温度上昇に伴う縦弾性係数Eの低下が影響していることが予想される¹⁰⁾。また、直線関係から外れ、き裂伝ば速度が急速となる時点の応力拡大係数の値についてみると、その値は試験温度が高くなるにつれて低下する。この領域は試験片の最終破断近傍に相当し、静的な機械的性質の影響を受け、温度上昇に伴う機械的性質の低下によりそのときの応力拡大係数の値が減少したものとみなされる。

室温~150℃のアルゴンガス雰囲気中の結果についてみると、図5-10~12に示すように、各温度とも大気中の結果とほぼ重なる。本実験の試験条件下においては、アルゴンガスの効果は疲労強度およびき裂伝ば速度に対してほとんど認められないことから、室温~150℃の温度範囲においては大気中のき裂伝ば速度に及ぼす酸化の影響はきわめて少ないものとみなされる。

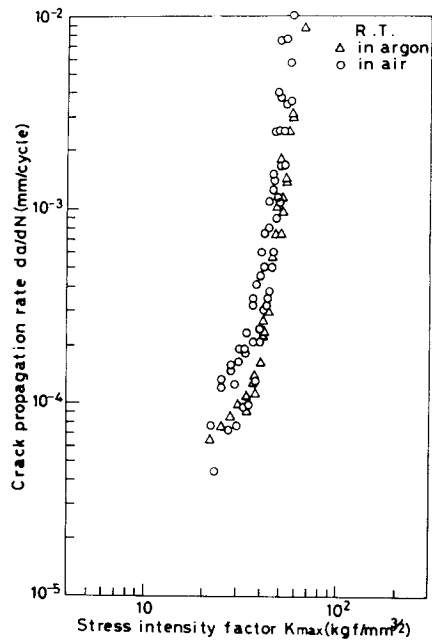


図 5-10 AZ 31合金のき裂伝は速度と応力拡大係数との関係（アルゴンガス中，室温）

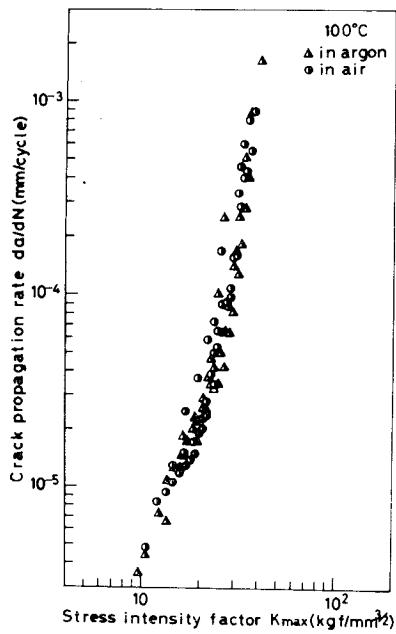


図 5-11 AZ 31合金のき裂伝は速度と応力拡大係数との関係（アルゴンガス中，100°C）

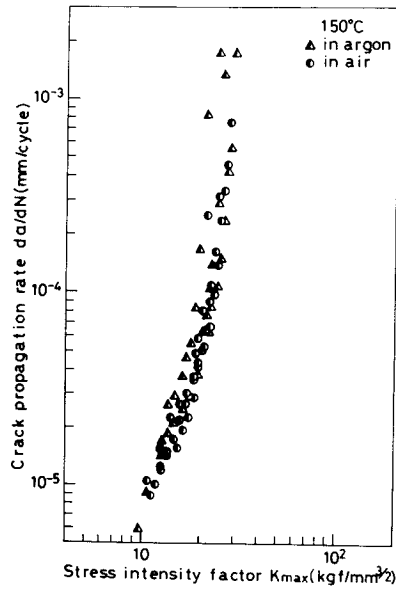


図5-12 AZ 31合金のき裂伝ば速度と応力拡大係数との関係（アルゴンガス中，150℃）

5.4 低温側における結果

5.4.1 引張り試験

引張り強さ、0.2%耐力および伸びに及ぼす試験温度の影響を図5-13に示す。図から、引張り強さおよび0.2%耐力はいずれも温度が低くなると増加することがわか

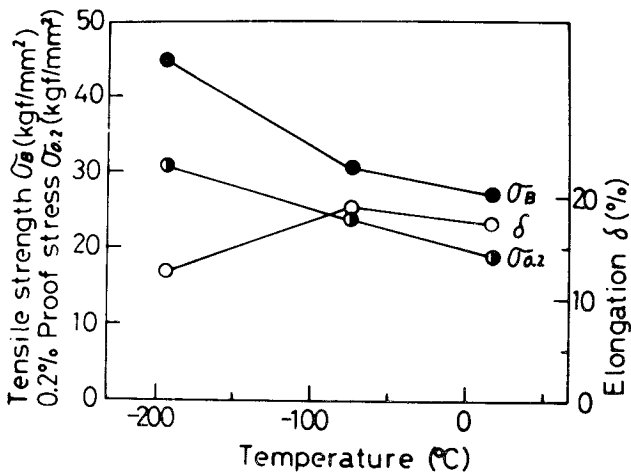


図5-13 AZ 31合金の機械的性質に及ぼす温度の影響

る。一方、伸びは室温と -75°C との間には差はほとんど認められないが、 -196°C になると減少する。この傾向は従来の結果とほぼ符合する⁴⁾。さらに、応力-伸び曲線を見ると、図5-14に示すように引張り強さまでのグラフのこう配は室温と -75°C と

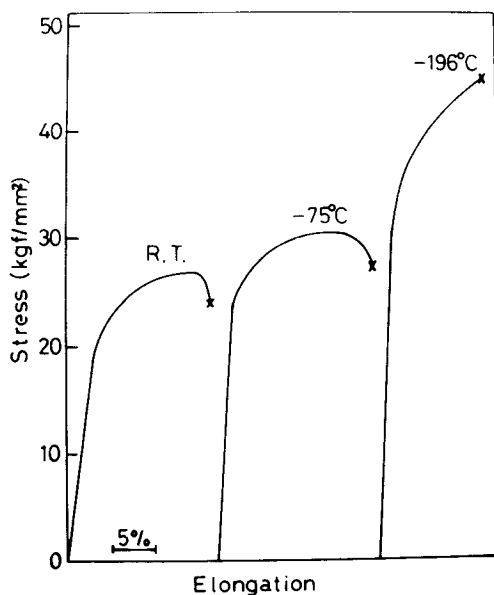


図5-14 AZ31合金の公称応力-伸び曲線

の間にはあまり差はみられないが、 -196°C になると両者に比してかなり急となっている。このことは -196°C になると加工硬化が著しくなることを示している。また、引張り強さに達した後の様子を見ると、室温および -75°C においてはくびれを生じる不安定破壊領域が認められるが、 -196°C においてはその領域は認められず最高強さに達した後直ぐに破断している。つぎに、破面観察の結果を写真5-3に示す。室温では明りょうなディンプルが観察されるが、 -196°C になるとディンプルの大きさは室温に比べてかなり細かく、その認められる部分は局所的となり、へき開的な部分が多くみられるようになる。このように応力-伸び曲線および破壊形態から、 -196°C になるとぜい性的となり、伸びが低下することがわかる。なお、 -196°C の伸びについてみると、その値は本実験では室温の約3/4倍となっており、典型的な低温ぜい性を示す金属材料に比して延性の低下はあまり急激でない。

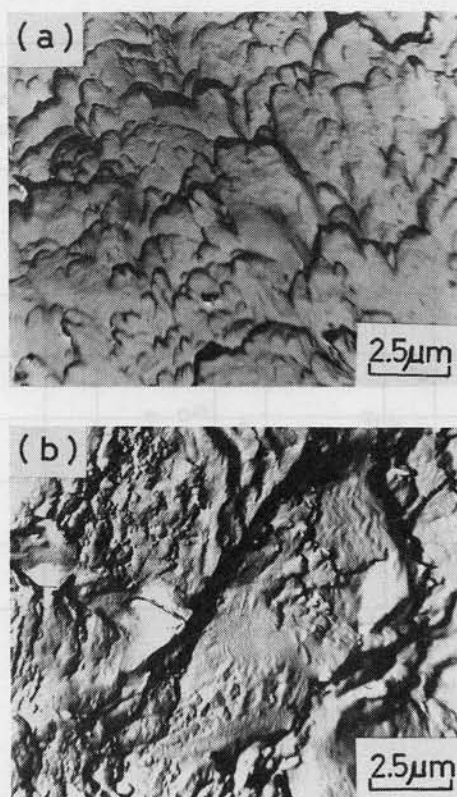


写真 5-3 AZ 31合金の引張り破面
(a): 室温, (b): -196℃

5.4.2 疲労強度

平滑材および切欠き材の疲労強度に及ぼす温度の影響を図 5-15 に示す。平滑材の結果についてみると、-75℃の疲労強度は室温に比して若干高くなるが、明りような差は指摘しがたい。-196℃になると、その疲労強度は室温に比べて明らかに高く、約 2 倍程度となる。切欠き材の疲労強度は平滑材より当然低下するが、各温度とも平滑材の約 1/2 程度の値となっている。また、切欠き材の疲労強度に及ぼす温度の影響は平滑材の傾向と同様である。こうした温度の低下に伴う疲労強度の増大としては高温側における場合と同様引張り強さの変化に起因することが考えられる。そこで、縦軸の応力 σ を疲労比 σ / σ_B に書き改めた関係を図 5-16 に示す。平滑材についてみると、-196℃の疲労比は室温、-75℃に比して若干高い傾向にあるが三種の温度ともほぼ一つの曲線で整理されうる。また、切欠き材の場合においても、平滑材と同様三種類の温度の結果はほぼ一つの曲線上にある。

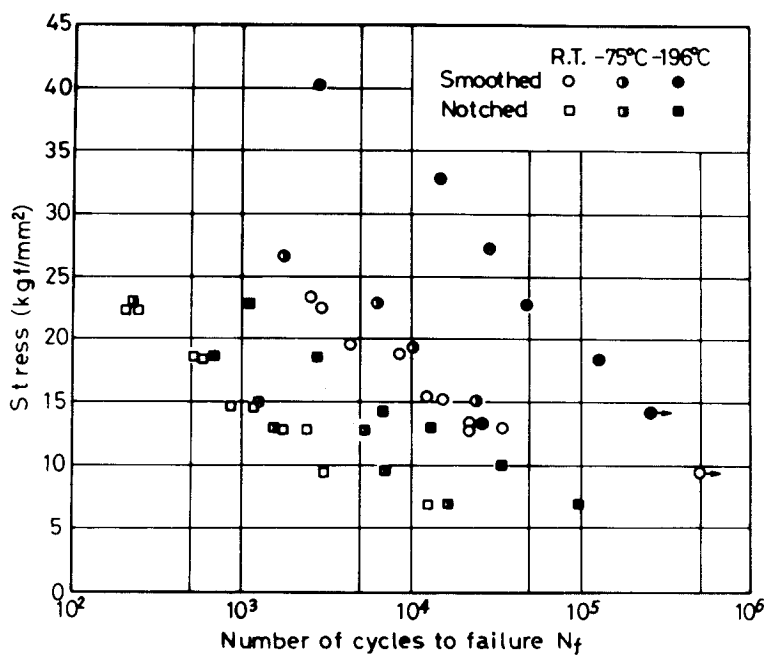


図 5-15 AZ 31合金の S-N 曲線

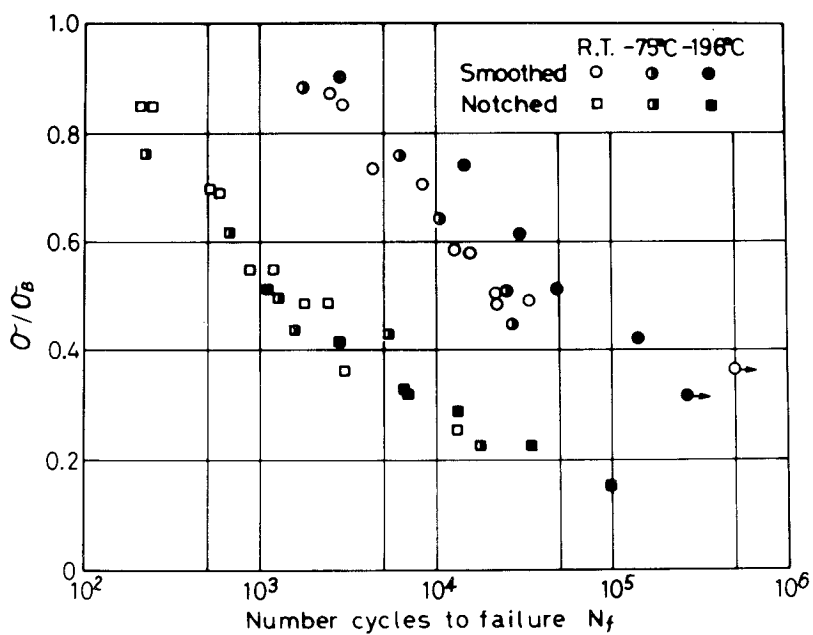


図 5-16 AZ 31合金の σ/σ_B と N_f との関係

5.5 考 察

き裂伝ば速度からみたき裂伝ば挙動は室温～150℃の温度範囲では似かよっているが、さらに、温度が高くなると室温～150℃の結果から外れることを示した。そこで、この原因を調べるために、表面き裂および破面観察を行った。写真5-4～6に表面き裂の様子の一例を示す。(a)はき裂初期の様子を、(b)は切欠き底のき裂長さが1～2mmの時点の様子を示している。なお、室温の結果は100℃のそれと同じ傾向が認められた。温度が100℃までのときにはき裂初期および進展した時点いずれの場合においても主に粒内割れが認められる。150℃の場合にはき裂初期において粒界割れが認められるようになる。さらに、200℃になると、き裂初期および進展した時点いずれの場合も粒界割れが観察される。

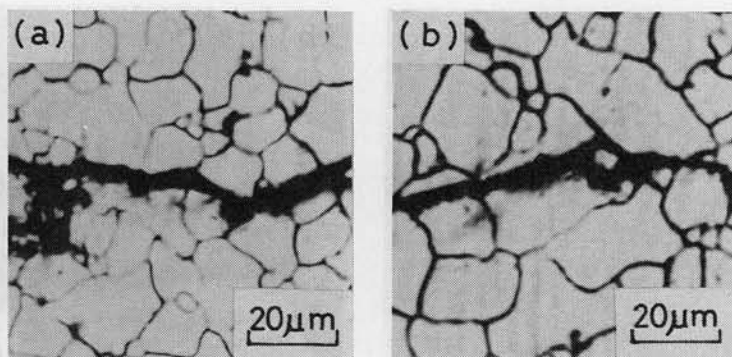


写真5-4 AZ31合金の表面き裂 (100℃, $\sigma = 6.7 \text{ kg f/mm}^2$)
(a): き裂初期, (b): 安定き裂成長段階

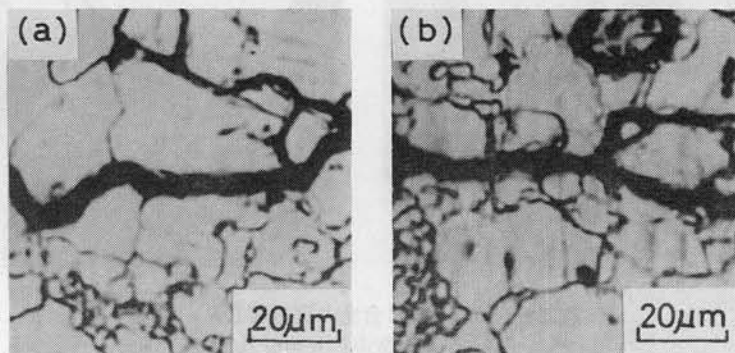


写真5-5 AZ31合金の表面き裂 (150℃, $\sigma = 4.2 \text{ kg f/mm}^2$)
(a): き裂初期, (b): 安定き裂成長段階

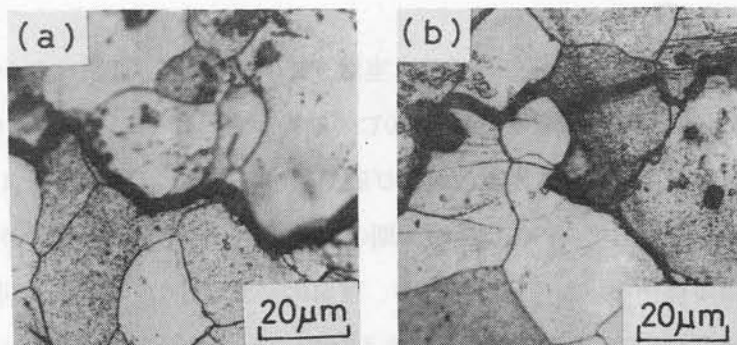


写真 5-6 AZ 31 合金の表面き裂 (200℃, $\sigma = 2.4 \text{ kg f/mm}^2$)

(a) : き裂初期, (b) : 安定き裂成長段階

つぎに、安定き裂成長段階(切欠き底のき裂長さ 1 ~ 2 mm)における破面の様子を写真 5-7 に示す。室温の破面をみると、比較的直線的なストライエーションが観察さ

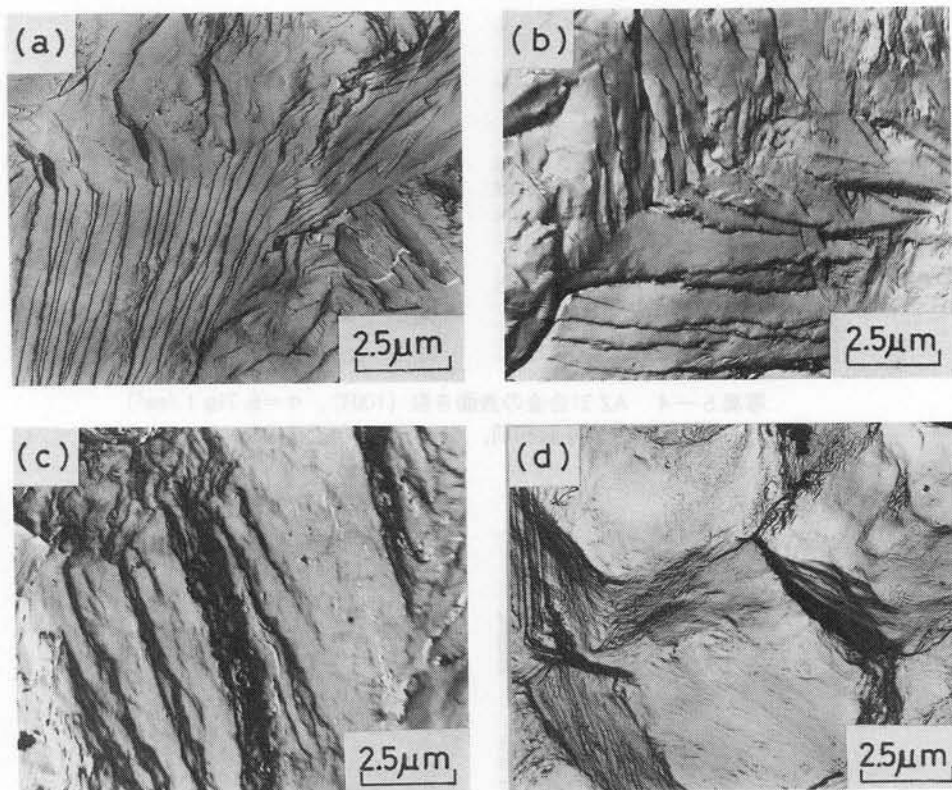


写真 5-7 AZ 31 合金の疲労破面

(a) : 室温, $\sigma = 6.2 \text{ kg f/mm}^2$

(b) : 100℃, $\sigma = 4.8 \text{ kg f/mm}^2$

(c) : 150℃, $\sigma = 4.2 \text{ kg f/mm}^2$

(d) : 200℃, $\sigma = 2.4 \text{ kg f/mm}^2$

れ、また、き裂伝ば方向は結晶粒ごとに異なる傾向がみられる。100℃になると、ストライエーションは室温に比べて塑性変形を帯びる傾向があり、150℃ではストライエーション部はかなり塑性変形を伴っていることがわかる。さらに、200℃になると、粒界割れが認められるようになる。すなわち、安定成長段階のき裂は150℃まではストライエーションを生じながら進展し、そのストライエーションの形態は温度が高くなるにつれて塑性変形を伴い複雑となっていくが、さらに、200℃付近から粒界割れへと移行することが知られる。一方、き裂初期の破面においては、表面き裂の場合と同様室温、100℃の破壊は粒内割れであるが、150℃以上になると、写真5-8に示すような粒界割れが認められるようになる。本実験では切欠き材を使用しているため、

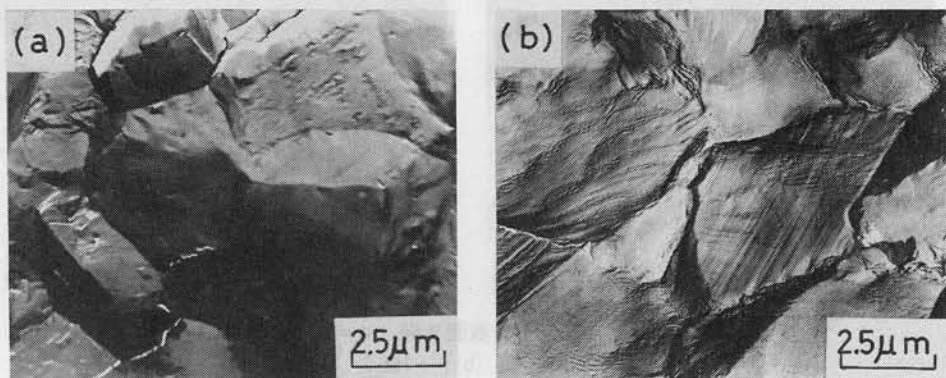


写真5-8 AZ 31合金のき裂初期の疲労破面

(a): 150℃, $\sigma = 4.2 \text{ kg f/mm}^2$

(b): 200℃, $\sigma = 2.4 \text{ kg f/mm}^2$

Forsyth ら¹¹⁾のいう stage I はほとんど認められず、stage II の初期段階が一部観察されたものと思われる。なお、室温では stage II の初期段階の破面は第3章で述べたようにへき開的な破面を呈することから、温度の影響により粒内割れから粒界割れに移行したものと考えられる。

以上、AZ 31合金の疲労き裂伝ば挙動は室温から150℃の温度範囲では粒内割れが支配的であるが、150℃付近からき裂の初期に粒界割れが認められるようになり、200℃では破壊形態は全体的に粒界割れへ移行する。こうした温度が高くなるにつれて疲労き裂の破壊様式が粒内割れから粒界割れへと移行する現象については、May ら¹²⁾によるマグネシウムの疲労表面き裂の観察結果においても指摘されている。粒界割れの

発生要因としては、たとえば、温度が高くなると粒界にボイドが形成され、粒界が割れ易くなったことが考えられる¹³⁾。したがって、疲労き裂伝ば挙動からみた AZ 31 合金の動的な応力下における使用限界温度としては150℃前後が妥当であるように思われる。

つぎに、低温側における疲労き裂伝ば挙動について考察する。写真5-9に切欠き材の表面き裂の一例を示す。各温度とも、き裂は粒内割れが支配的であるが、-196℃のき裂は-75℃に比べて直線的となっている。さらに、破面観察の結果を写真5-10~12に示す。応力約6.8 kgf/mm²の場合についてみると、室温の破面に見られるスト

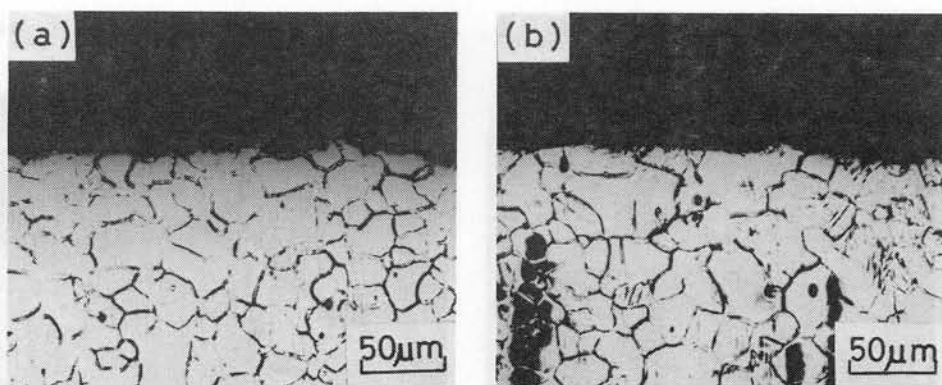


写真5-9 AZ 31合金の表面き裂 ($\sigma = 6.8 \text{ kg f / mm}^2$)
(a): -75℃, (b): -196℃

ライエーションは各結晶粒ごとに異っているが、ストライエーションはかなり乱れる傾向にある。一方、-196℃になると、ストライエーションは室温に比してより直線

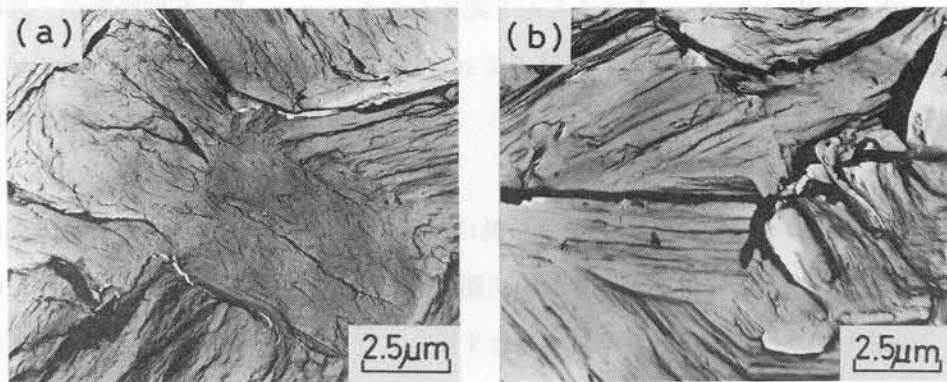


写真5-10 AZ 31合金の疲労破面 ($\sigma \approx 6.8 \text{ kg f / mm}^2$)
(a): 室温, (b): -196℃

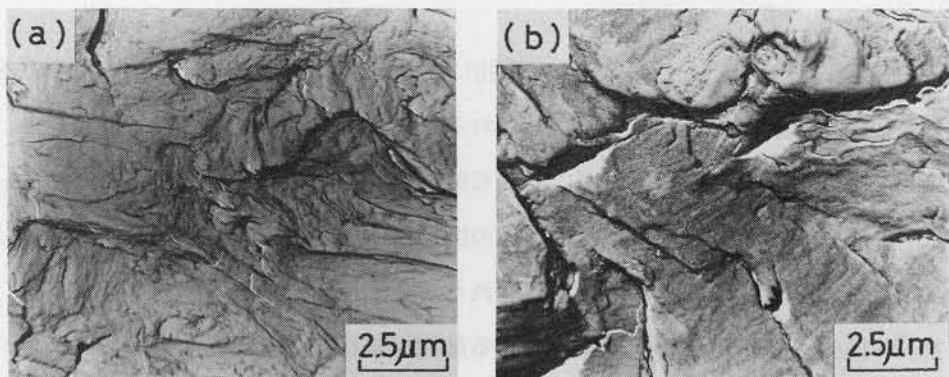


写真 5-11 AZ 31合金の疲労破面 ($\sigma \approx 9.9 \text{ kg f/mm}^2$)
(a): 室温, (b): -196°C

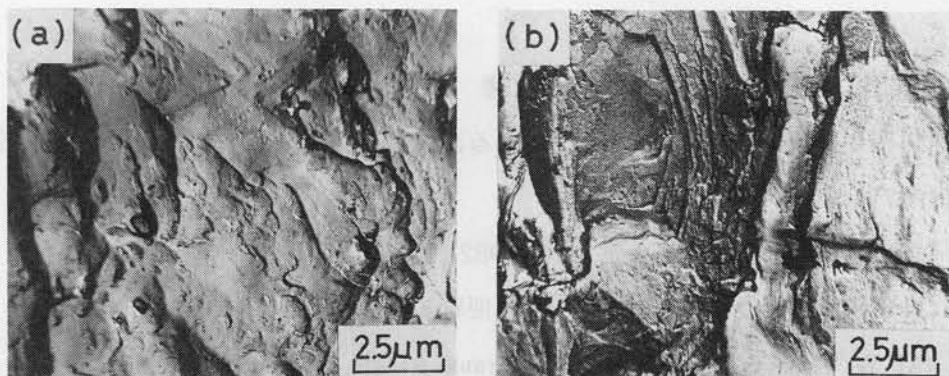


写真 5-12 AZ 31合金の疲労破面 ($\sigma \approx 18.9 \text{ kg f/mm}^2$)
(a): 室温, (b): -196°C

的で、比較的平たんな破面となっている。応力 9.9 kgf/mm^2 の場合には、室温の破面にはかなり塑性変形を伴った部分が観察される。 -196°C では、へき開的な破面形態となり、リバーパターンも認められる。さらに、応力が 18.9 kgf/mm^2 と高くなると、室温においてはディンプルが観察されるようになる。また、 -196°C においてはへき開的な破面形態の中に一部変形を帯びた部分も認められるようになる。

以上、 -196°C ～ 室温の温度範囲での疲労破壊は粒内割れが支配的であるが、 -196°C になると、へき開的となることが知られる。この傾向は引張り試験の結果とほぼ一致する。

5.6 結 言

AZ 31合金の $-196^{\circ}\text{C} \sim 250^{\circ}\text{C}$ の温度範囲における疲労破壊に及ぼす温度の影響を調べ、得られた結果はつぎのように要約される。

(1) $-196^{\circ}\text{C} \sim 250^{\circ}\text{C}$ の温度範囲における疲労比 σ / σ_B (σ : 繰返し応力、 σ_B : 引張り強さ) と破断までの繰返し数との関係は試験温度による影響は小さく、ほぼ一つの曲線で整理された。

(2) $-196^{\circ}\text{C} \sim 150^{\circ}\text{C}$ の温度範囲における破壊様式は粒内割れが支配的である。なお、温度が高くなると、き裂初期に粒界割れが認められるようになり、また、温度が低くなると、へき開的となった。さらに、温度が 200°C 以上になると、き裂は全体的に粒界割れとなった。

参 考 文 献

- (1) 吉田：マグネシウムの利用に関する講習会テキスト，マグネシウム委員会，(1977), 1.
- (2) 栗原，菊池，江田：軽金属，**18** (1968), 2.
- (3) マグネシウム委員会：マグネシウム便覧，軽金属協会，(1975), 182.
- (4) M. W. Toaz and E. J. Ripling : Trans. AIME, August (1956), 936.
- (5) R. K. MacCrone, R. D. McCammon and H. M. Rosenberg : Phil. Mag. Ser. 8, **4** (1959), 267.
- (6) 西田：応力集中，森北出版，(1967), 190.
- (7) Erdogan, F. and Roberts, R. : *Proc. 1st Int. Conf. Fract.*, Sendai, **1** (1966), 341.
- (8) Roberts, R. and Rich, T. : Trans. ASME, Ser. E, **34** (1967), 277.
- (9) 北川，松本：日本機械学会論文集，**43** (1977), 2421.
- (10) 城野，宋，三上，大垣：材料，**33** (1984), 468.
- (11) Forsyth, P. J. E : Acta. Metall., **11** (1963), 703.
- (12) M. J. May and R. W. K. Honeycombe : J. Inst. Metals. **92** (1963-64), 41.
- (13) 間淵，中山：日本金属学会誌，**46** (1982), 198.

第6章 水溶液中の疲労破壊

6.1 緒 言

前章までにおいて、マグネシウム合金の大気中における疲労破壊挙動について検討を加えてきたが、現実の疲労破壊についてみると、繰り返し応力と同時に腐食が作用して破壊に至る場合が多い。この現象は腐食疲労としてよく知られている。マグネシウムが塩素イオンを含む水溶液中に置かれると、塩素イオンの影響により水酸化マグネシウムの膜は破壊され、 $\text{Mg}^{++} + 2(\text{OH})^- \rightarrow \text{Mg}(\text{OH})_2$ の反応が進み、マグネシウムの腐食は促進されるといわれている¹⁾。マグネシウム合金の腐食性溶液として身近なものに水道水あるいは海水が挙げられ、これら水溶液中の塩素イオン濃度の影響はマグネシウム合金を構造材として使用する場合は重要な問題となってくるであろう。

食塩水中におけるマグネシウムおよびマグネシウム合金の腐食に及ぼす不純物の影響については、マグネシウムとの電位差の大きい Fe、Cu、Ni などの不純物が多いと腐食は進行することが知られている^{2)~5)}。また、応力腐食割れについてみると、純マグネシウム、Mg-Mn 合金はその抵抗性は比較的高いが、Mg-Al-Zn、Mg-Al 合金においては、アルミニウム含有量が多くなるとその抵抗性の低下することが指摘されている⁶⁾。

しかしながら、繰り返し応力下におけるマグネシウム合金の疲労破壊に及ぼす塩素イオンの影響についての検討はきわめて少く^{7)~9)}、その詳細は明らかでない。とくに、繰り返し応力が作用する場合には、繰り返し応力の影響により水酸化マグネシウムの膜は破壊されるため腐食効果が一層著しくなることが考えられ、この破壊は大切であると思われる。

ところで、腐食疲労は耐食性が良好であり、応力腐食割れ感受性がほとんど認められない金属材料、例えば、純アルミニウムやマグネシウム含有量の比較的低い Al-Mg 系合金においても起ることが知られている^{10)~12)}。このことは繰り返し応力という応力状態が腐食疲労破壊過程において重要な役割を果たしていることを示すものであり、耐食性の良好な金属材料の腐食疲労破壊を検討することはマグネシウム合金の

腐食疲労破壊挙動を理解する上において重要であると考えられる。

そこで、本研究では、はじめに鉄、けい素含有量の異なる工業純度 (99.1～99.9 wt %) のアルミニウムの平滑材について、3 wt % NaCl 水溶液中で平面曲げ疲労試験を行い、腐食疲労強度、き裂の発生、進展状況および破面に及ぼす不純物の影響について調べた。つぎに、Al-Mg 系5052アルミニウム合金の切欠き材を用いて、大気中および3 wt % NaCl 水溶液中における疲労き裂伝ば挙動について比較検討を行った。最後に、AZ 31マグネシウム合金の切欠き材を用いて、まず、大気中、蒸留水中、水道水中および0.5 wt % NaCl 水溶液中で疲労試験を行い、疲労寿命に及ぼすこれら水溶液の影響を調べ、つぎに、NaCl 濃度の異なる水溶液中にて疲労試験を行い、疲労き裂伝ば挙動に及ぼす NaCl 濃度の影響について検討を加えた。

6.2 試料および実験方法

6.2.1 試料

供試材としては工業用純アルミニウム、5052アルミニウム合金およびAZ 31マグネシウム合金を用いた。工業用純アルミニウムは鉄およびけい素含有量の異なる四種類の試料を用いた。試料は金型に鋳込んだ鋳塊(20×100×200mm)を片面2mmずつの面削を行い、560℃で12hrの均質化加熱後、460℃で熱間圧延により3.3mm厚とし、360℃で2hrの中間焼なましを施した後冷間圧延により1.5mm厚に仕上げた。これら圧延材はH14に相当する。表6-1にこれら試料の化学成分を示す。試験片は圧延方向と平

表6-1 工業用純アルミニウムの化学成分

	Fe	Si	Cu	Mn	Mg	Zn	Cr	Al
A	0.06	0.01	0.003	tr.	tr.	tr.	tr.	bal.
B	0.17	0.06	0.003	tr.	tr.	tr.	tr.	bal.
C	0.37	0.17	0.003	tr.	tr.	tr.	tr.	bal.
D	0.56	0.28	0.003	tr.	tr.	tr.	tr.	bal.

(wt %)

行な方向に機械加工により加工変質層が生じないように注意深く切り出した。なお、機械加工による変質層があるとしてもその影響は圧延による加工層に比べるとはるかに小さいであろうから、試験片は加工後そのまま実験に供した。疲労試験片の形状を

図 6 - 1 に示す。また、図 6 - 2 にこれらの試料の0.2%耐力、引張り強さおよび硬さの変化を示す。これら諸性質は (Fe + Si) 量の増加に伴って増大している。試験片はいずれもアセトンおよびアルコールにて脱脂、洗浄後疲労試験に供した。また、表面き裂観察用試験片は硝酸 1 : エチルアルコール 2 の混合液で電解研磨を行い、実験に供した。

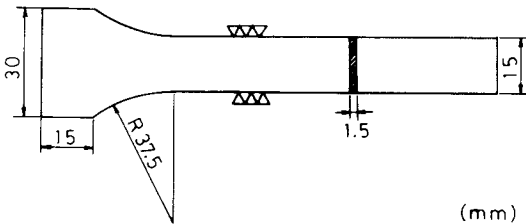


図 6 - 1 工業用純アルミニウムの疲労試験片形状

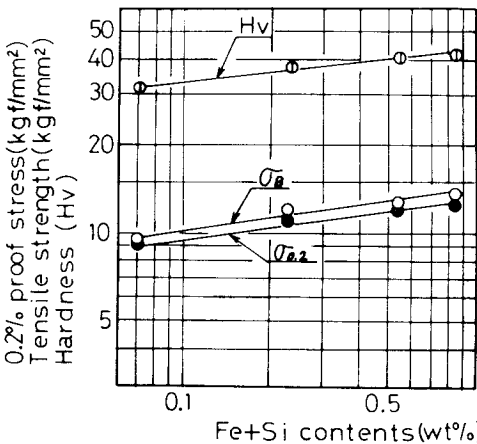


図 6 - 2 工業用純アルミニウムの機械的性質に及ぼす鉄、けい素の影響

5052合金は市販のH34材で、板厚 1 mmである。その試料の化学成分を表 6 - 2 に示す。疲労試験片は圧延方向と平行な方向に切り出した。その形状を図 6 - 3 に示す。試験片にはき裂の入る場所を指定するために60°のアンギュラーカッターにより切欠きを導入した。切欠き先端の曲率半径は約0.064 mmである。試験片は機械加工後、硝酸 1 : エチルアルコール 2 の混合液で電解研磨を施し実験に供した。なお、この平滑材の機械的性質は表 6 - 3 に示すとおりである。

表 6－2 5052合金の化学成分

Specimen	Mg	Fe	Si	Cr	Cu	Mn	Zn	Al
5 0 5 2	2.47	0.27	0.10	0.18	0.03	0.04	Tr.	Bal.

(wt %)

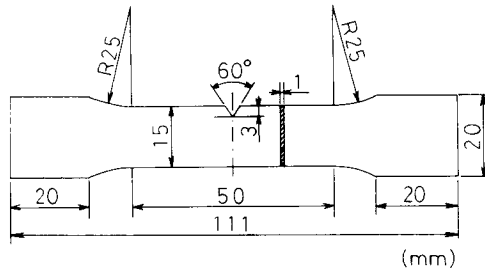


図 6－3 5052合金の疲労試験片形状

表 6－3 5052合金の機械的性質

0.2% Proof stress (kgf/mm ²)	Tensile Strength (kgf/mm ²)	Elongation (%)	Hardness (Hv)
20.3	26.3	10.5	78.6

AZ 31合金は第 5 章と同じ厚さ1.6mm、幅28mmの熱間押し出し材である。その試料の化学成分を表 6－4 に示す。試験片は押し出し方向と平行な方向に切り出し、その後、エメリー紙1200番までの研磨により最終板厚を1.5mmおよび1.0mmに仕上げた。板厚1.5mmの試験片形状 (a) は図 6－4 のとおりで、また、板厚1.0mmの試験片 (b) は図

表 6－4 AZ 31合金の化学成分

Specimen	Al	Zn	Mn	Fe	Si	Cu	Mg
A Z 3 1	3.22	0.95	0.13	0.008	0.011	0.001	Bal.

(wt %)

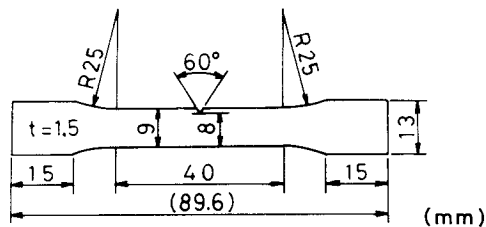


図 6－4 AZ 31合金の疲労試験片形状(a)

6-3と同じものである。(a)の試験片は大気中、イオン交換した蒸留水中、水道水中および0.5 wt % NaCl 水溶液中における破断までの繰り返し数に及ぼす応力の影響を、また、(b)の試験片はき裂伝ば挙動に及ぼす NaCl 濃度の影響を調べるのに用いた。試験片はいずれも350℃で2 hrの焼なましを施した後、硝酸1：エチルアルコール2の混合液で化学研磨を行い実験に供した。なお、表面き裂観察用の試験片は6 % ピクリン酸アルコール液100：水10：酢酸5の混合液で腐食した後、実験に供した。熱処理後の平滑材の機械的性質を表6-5に示す。

表6-5 AZ31合金の機械的性質			
0.2% Proof stress (kgf/mm ²)	Tensile strength (kgf/mm ²)	Elongation (%)	Hardness (Hv)
18.3	27.5	19.2	63.3

6.2.2 疲労試験

工業用純アルミニウムに用いた疲労試験機は第2章の試験機にアクリル製の容器を取り付け腐食疲労試験が行えるように改良したものである。その試験機の概観を写真6-1に示す。試験は完全両振り曲げ試験で、振幅5 mm、繰り返し速度1150 cpm (サイクル/分)である。腐食疲労試験は3 wt % NaCl 水溶液中にて行い、液温は20±1℃に調整した。試験片が20℃になるには浸漬後約10分を要した。なお、疲労試験を開始するまでの10分間の浸漬による腐食孔の発生は認められなかった。

疲労過程における試験片表面のき裂の観察は、一定繰り返し数おきに試験を中断し、光学顕微鏡にて行った。また、破面はレプリカを透過電子顕微鏡で観察した。

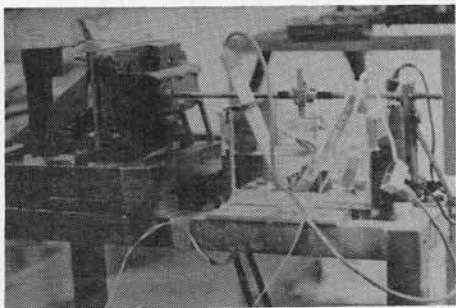


写真6-1 両振り平面曲げ疲労試験機

5052合金に用いた疲労試験機はクランク機構により圧縮バネを介して試験片に台形近似状の引張り—引張り繰り返し荷重が負荷されるようになっている。その試験機の概観を写真6-2に示す。図6-5に測定された波形の一例を示す。波形は圧縮バネ

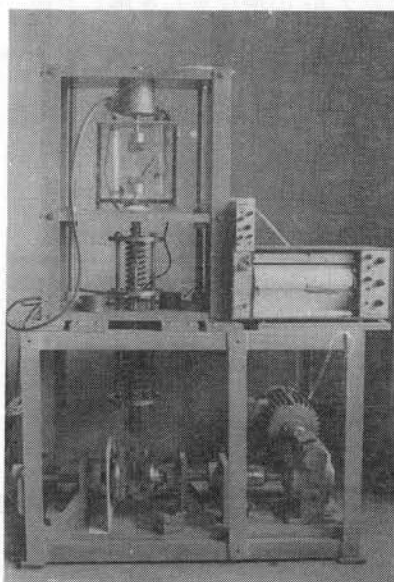


写真6-2 縦型引張り—引張り疲労試験機

により正弦波の上下を切断して荷重保持を行っているため、最大および最小荷重時に波形は屈折状とならず幾分乱れている傾向が認められるが、ほぼ台形波に近似できる。本実験では最大荷重保持時間、最少荷重保持時間および荷重変動時間はそれぞれ等しくなるように設定した。また、最小荷重は約20kgf一定で、繰り返し速度は30 cpmで

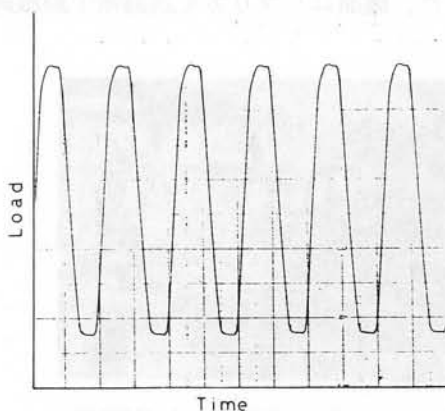


図6-5 荷重波形

ある。試験中における荷重制御は荷重負荷用バネの変位量を調整することにより行った。腐食液はイオン交換水を溶媒とした 3 wt % NaCl 水溶液を用い、液温は $20 \pm 1^\circ\text{C}$ に保持した。き裂長さの測定は読み取り顕微鏡により試験機を停止することなく連続的に行った。

応力拡大係数は次式により算出した¹³⁾。

$$K = \sigma \sqrt{\pi a} \cdot F(a/W) \quad (6-1)$$

(K : 応力拡大係数、 σ : 公称応力、 a : き裂長さ、 W : 試験片の幅、 $F(a/W)$: 試験片形状による補正係数、 $a/W = \xi$ とおくと、 $F(a/W) \doteq 1.12 - 0.231\xi + 10.55\xi^2 - 21.72\xi^3 + 30.39\xi^4$)

AZ 31 合金の疲労試験には写真 6-3 に示すような横型および写真 6-2 に示した縦型の二種類の試験機を用いた。横型試験機は縦型試験機と同様偏心カムにより圧縮バネを変位させる機構となっており、試験片に引張り-引張りの繰り返し荷重が負荷される。横型の試験機は破断までの繰り返し数に及ぼす水溶液の影響を調べるのに用

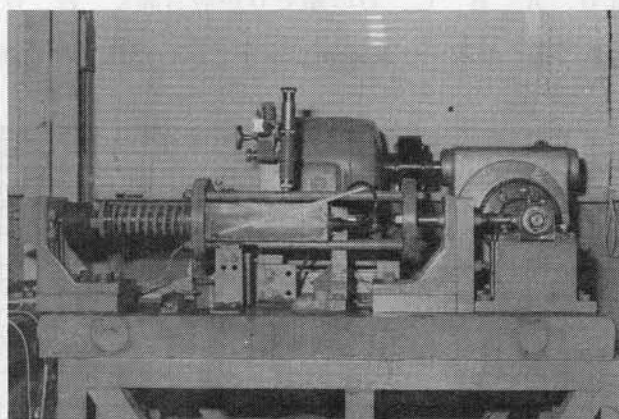


写真 6-3 横型引張り-引張り疲労試験機

いた。応力比 (最小応力 / 最大応力) 0 の正弦波荷重で、繰り返し速度は 30 cpm 一定である。また、液温は自動温度調節器により $20 \pm 1^\circ\text{C}$ 一定とした。また、縦型の試験機は破断までの繰り返し数に及ぼす NaCl 濃度の影響を調べるのに用いた。応力変動幅は 4 kgf/mm^2 、応力比 0.27 一定の正弦波荷重で、繰り返し速度は 30 および 150 cpm の二種類で行った。ここで縦型の試験機を用いたのは AE 挙動を調べるために試験

片に密着させたトランスデューサーを液中に浸さないようにするためである。この AE 挙動の結果については第 8 章において述べる。また、試験片形状および試験条件は横型の試験機の場合とは異なっているが、本実験の試験条件では、後述するように破断までの繰り返し数に及ばず試験条件の影響はほとんど認められなかった。なお、試験温度は室温($17 \pm 2^\circ\text{C}$)とし、とくに自動温度調整は行わなかった。それはこの温度範囲内においては疲労寿命に及ばず温度の影響がほとんどみられなかったため、また、自動温度制御用リレーの入一切に伴う電気火花によるノイズが AE 信号に入らないようにするためである。

応力拡大係数の整理には (6-1) 式を用いた。

6.3 工業用純アルミニウムの食塩水中における疲労破壊

図 6-6 に大気中および 3% NaCl 水溶液中における四種類の試料の曲げ応力と破断までの繰り返し数との関係を示す。四種類の試料の大気中の疲労強度を比較すると、例えば、破断までの繰り返し数 10^6 回の疲労強度は試料 A では約 4.5 kgf/mm^2 、D では約 6.6 kgf/mm^2 となり、A、B、C、D の順で D が最も高く、鉄、けい素量が多くなるに伴って疲労強度は高くなる。これは図 6-3 に示した鉄、けい素量の増加に伴

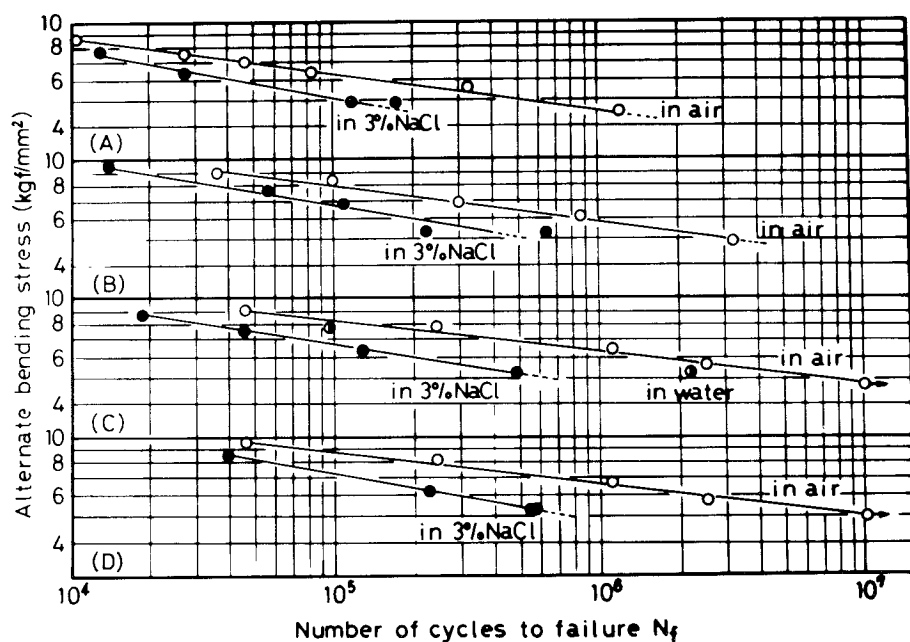


図 6-6 工業用純アルミニウムの S-N 曲線

う機械的性質の変化と対応する。

つぎに、3 % NaCl 水溶液中の結果についてみると、各試料とも曲げ応力が高いと大気中と食塩水中との破断までの繰返し数の差は小さく、曲げ応力が低くなるにつれて両者の差異は明りようとなる。これは曲げ応力が低く、疲労寿命が長いほど腐食の影響がより現れるためであると考えられる。したがって、この両者の差異はまた試験機の繰返し速度によっても影響されるであろう。図中の●印は試料Cについて水道水中において同一条件で疲労試験した結果で、大気中試料より疲労強度が落ちている。

腐食の影響をより明らかにするため、四種類の試料の3 % NaCl 水溶液中の破断までの繰返し数 $N_{f(N)}$ と大気中の破断までの繰返し数 $N_{f(A)}$ との比 $N_{f(N)} / N_{f(A)}$ を (Fe + Si) 量に対して表したものが図 6 - 7 である。なお、各曲げ応力レベルにおける破断までの繰返し数は図 6 - 6 より求めた。曲げ応力が低くなるにつれて、

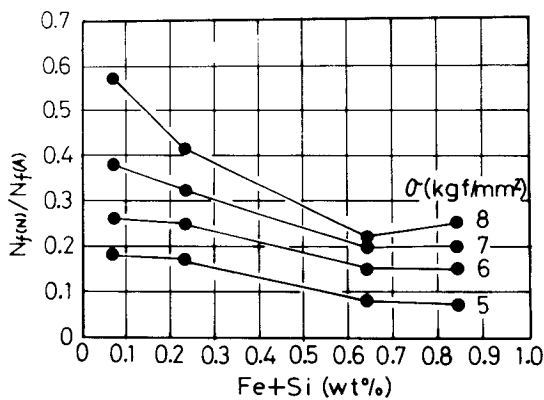


図 6 - 7 工業用純アルミニウムの $N_{f(N)} / N_{f(A)}$ に及ぼす鉄，けい素量の影響
 $N_{f(N)}$: 3 % NaCl 水溶液中の破断までの繰返し数
 $N_{f(A)}$: 大気中の破断までの繰返し数

$N_{f(N)} / N_{f(A)}$ の値の低下がみられる。また、各曲げ応力とも腐食疲労による破断までの繰返し数の低下は (Fe + Si) 量の増加に伴って顕著となるが、(Fe + Si) 量が約 0.65 % 以上ではほとんど差異はみられない。

つぎに、縦軸を疲労比 σ / σ_B (σ : 曲げ応力, σ_B : 引張り強さ) に描き改めた結果を図 6 - 8 に示す。多少のバラツキはあるが、各試料とも大気中および 3 % NaCl 水溶液中の結果はいずれも両対数座標軸上でそれぞれ一つの直線で整理され、本実験の

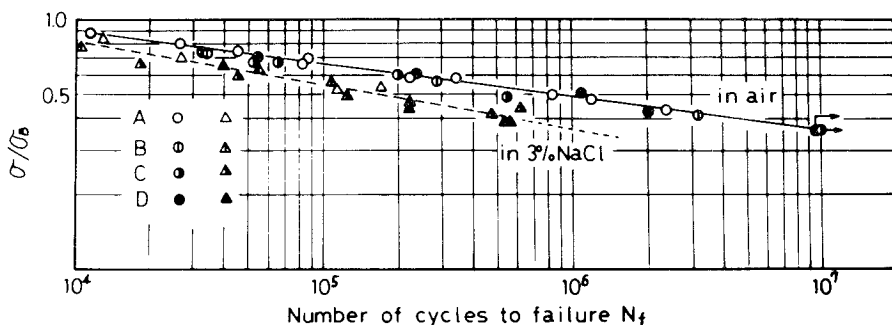


図6-8 工業用純アルミニウムの σ/σ_B と N_f との関係

試験条件範囲内で $(\sigma/\sigma_B)^m \cdot N_f = C$ (N_f :破断までの繰返し数、 m , C :試験条件によって決まる定数)の関係が成り立つ。大気中および3% NaCl水溶液中における実験式を求めると、(6-2)および(6-3)式で示される。

$$(\sigma/\sigma_B)^{7.3} N_{f(A)} = 10^{3.6} \quad (\text{大気中}) \quad (6-2)$$

$$(\sigma/\sigma_B)^{5.3} N_{f(N)} = 10^{3.6} \quad (3\% \text{ NaCl 水溶液中}) \quad (6-3)$$

応力依存性を示す m の値は大気中で7.3, 3% NaCl水溶液中で5.3となる。竹内¹¹⁾, 遠藤ら¹⁴⁾によるとNaCl水溶液中におけるアルミニウム合金の回転曲げ疲労試験結果から m の値を求めると、5052合金の焼なまし材で3.2, 30%加工材で2.6, 5056合金の焼なまし材で3.3また7075-T6で2.7となる。本実験において得られた m の値はこれら合金に比べて大きく、工業用純アルミニウムの応力依存性は合金に比べて小さいことがわかる。

さらに、(6-2)、(6-3)式より $N_{f(N)}$ と $N_{f(A)}$ の間には次の関係が成り立つ。

$$N_{f(N)}/N_{f(A)} = (\sigma/\sigma_B)^2 \quad (6-4)$$

すなわち、 $N_{f(N)}/N_{f(A)}$ の値は疲労比 σ/σ_B によって表され、その2乗に比例することがわかる。

なお、第2章において得られた1100加工材の大気中結果と比較してみると、 m の値は一致するが、疲労比 σ/σ_B は1100材よりも若干低くなっている。

6.4 5052合金の食塩水中における疲労破壊

6.4.1 切欠き材の疲労強度

大気中および3% NaCl水溶液中における応力変動幅と破断までの繰返し数との

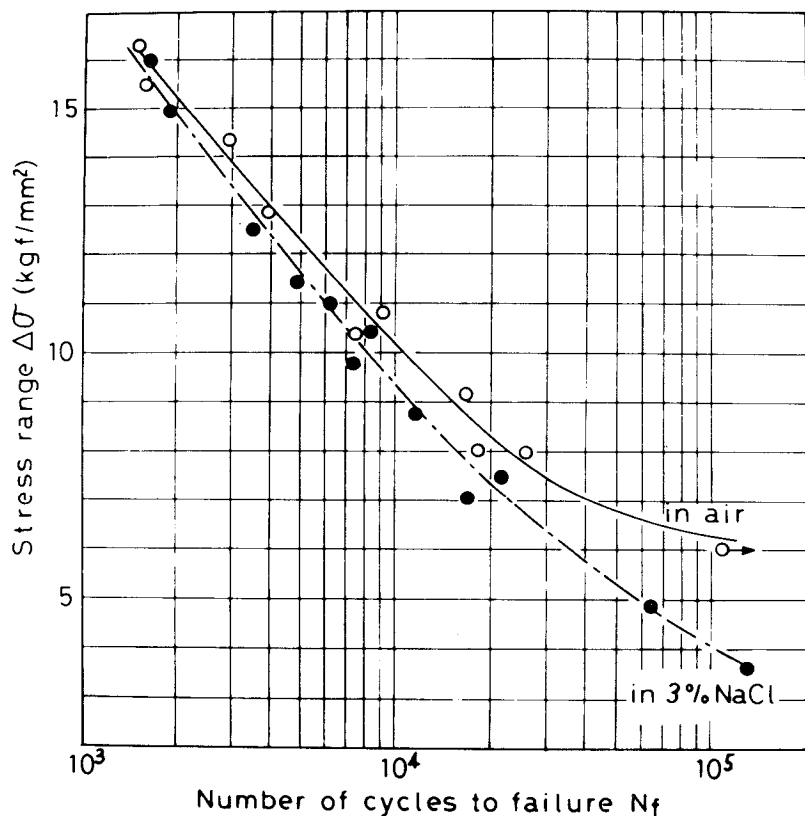


図 6-9 5052合金のS-N曲線

関係を図 6-9 に示す。図から、高応力側では 3 % NaCl 水溶液中の破断までの繰返し数は大気中のそれに比べ幾分低いが、両者の差異はあまり認められない。応力変動幅が 7 ~ 8 kgf/mm² 程度になると、その差が明りようとなる傾向にある。10⁵ 回における疲労強度を比較すると、NaCl 水溶液中の値は大気中のそれより明らかに低い値が得られている。こうした応力依存性は高応力側では応力が支配的であるが、低応力になると破断までに要する時間が長くなり、腐食の効果が大きくなるためと考えられる。

6.4.2 き裂伝ば速度

大気中および NaCl 水溶液における繰返し数の増加に伴うき裂長さの変化の様子を図 6-10、11 に示す。いずれの場合も応力変動幅が小さくなるにつれて曲線の立ち上りは緩やかとなる。大気中と NaCl 水溶液中とのき裂長さの初期における曲線の立ち上りを比較してみると、同一応力変動幅に対する実験結果はないが、NaCl 水溶液

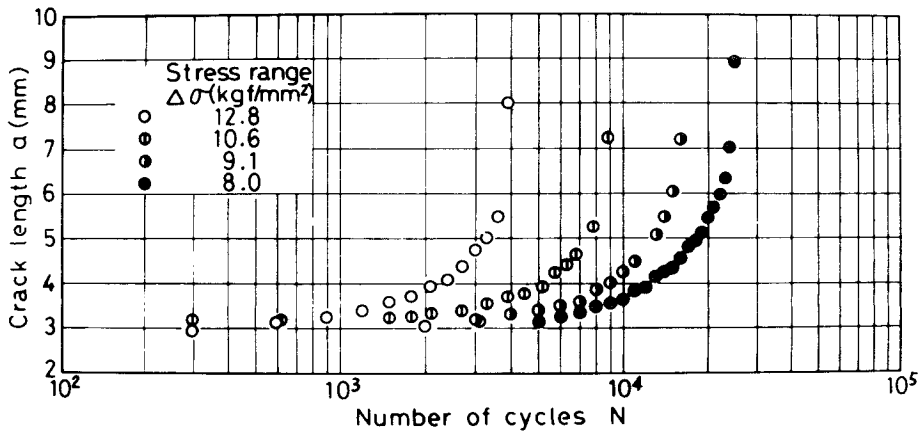


図 6-10 5052合金のき裂長さとし繰返し数との関係（大気中）

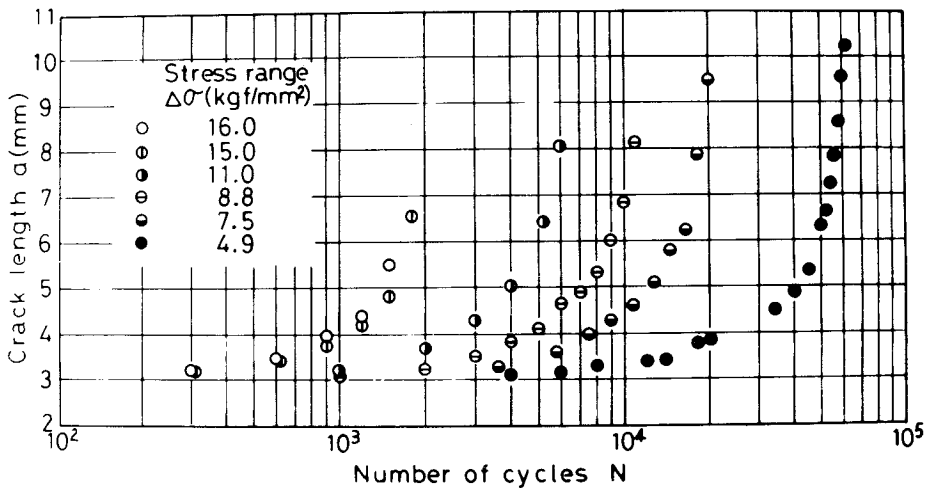


図 6-11 5052合金のき裂長さとし繰返し数との関係（3% NaCl 水溶液中）

中の方が大気中に比べ幾分急となっている。これらの関係から各き裂長さにおけるき裂伝ば速度を求め、応力拡大係数変動幅 ΔK に対してプロットすると図 6-12, 13 が得られる。なお、後述するように NaCl 水溶液中でのき裂先端は大気中に比べて複雑な形状となるため、応力拡大係数変動幅を算出するに際して考慮する必要があると思われるが、大気中と同様の式を用いて整理した。大気中の場合についてみると、データのバラツキが多少見られるが、応力比の影響はほとんどみられずほぼ一つの曲線で整理され、 ΔK が約 $40 \text{ kgf/mm}^{3/2}$ 以上では da/dN と ΔK との間には両対数座標軸上でほぼ直線関係が成り立つ。また、 ΔK が $35 \sim 40 \text{ kgf/mm}^{3/2}$ では曲線は急激に立ち上っ

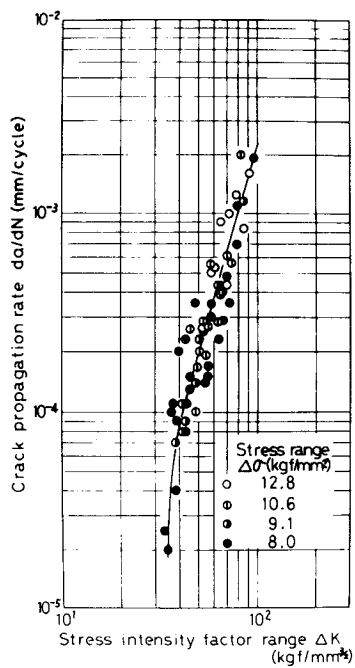


図 6-12 5052合金のき裂伝ば速度と応力拡大係数変動幅との関係（大気中）

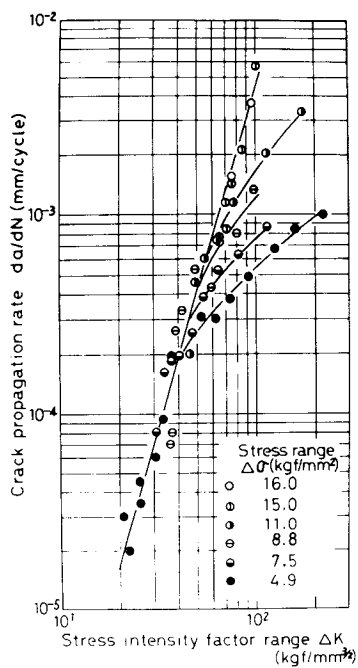


図 6-13 5052合金のき裂伝ば速度と応力拡大係数変動幅との関係（3% NaCl 水溶液中）

ている。一方、NaCl 水溶液中の場合は ΔK の低いところにおいては直線的に増加していくが、 ΔK がある値以上になると直線から外れ、 da/dN の増加割合が緩やかとなる。その変化は $\Delta\sigma$ が低い程顕著である。 ΔK が約 $40\text{kgf/mm}^{3/2}$ 以下についてみると、本実験の試験条件範囲内では大気中でみられたような直線の急激な立ち上りは認められず、グラフは直線的に減少しており、NaCl 水溶液中のき裂伝ば速度は大気中のそれより明らかに速い。このように大気中と NaCl 水溶液中とのき裂伝ば速度の差が ΔK の低いところにおいて明りように認められることは応力変動幅が小さくなるほどき裂伝ば速度に及ぼす腐食の影響が大きくなることを示す図 6-9 の結果と対応する。

6.5 AZ 31合金の純水および食塩水中における疲労破壊

6.5.1 切欠き材の疲労強度

大気中、蒸留水中、水道水中および0.5% NaCl 水溶液中における繰返し応力と破断までの繰返し数との関係を図 6-14に示す。大気中と蒸留水中との結果の間に

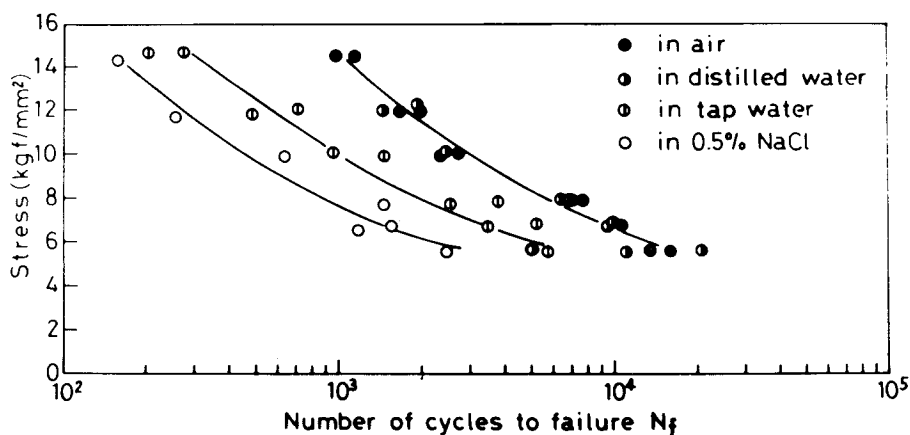


図 6-14 AZ 31合金のS-N曲線

は明りような差は指摘しがたい。0.5% NaCl 水溶液中の結果は大気中のそれより明らかに左側に位置しており、破断までの繰返し数は短くなることがわかる。また、水道水中の結果は大気中と0.5% NaCl 水溶液中との中間に位置している。つぎに、破断までの繰返し数に及ぼす水溶液の影響をより明らかにするために、 $N_{f(N)}/N_{f(A)}$ ($N_{f(A)}$: 大気中における破断までの繰返し数、 $N_{f(N)}$: 水溶液中における破断までの繰返し数) と繰返し応力 σ との関係を図 6-15に示す。図から、蒸留水中

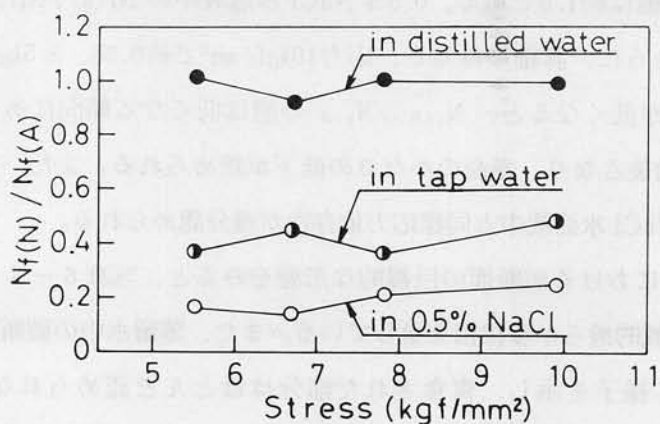
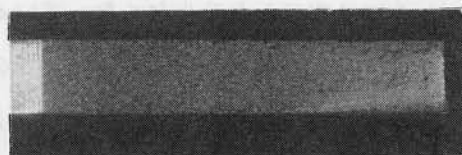
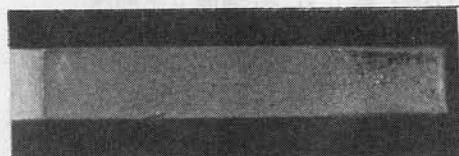


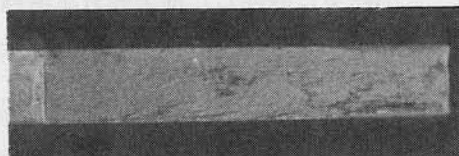
図6-15 AZ31合金の $N_f(N)/N_f(A)$ と σ との関係 ($N_f(A)$:大気中における破断までの繰返し数, $N_f(N)$:水溶液中における破断までの繰返し数, σ :繰返し応力)



(a) in air



(b) in distilled water



(c) in tap water



(d) in 0.5% NaCl

写真6-4 AZ31合金の巨視的な破面の様子

の $N_{f(N)}/N_{f(A)}$ の値は約1.0である。0.5% NaCl 水溶液中の $N_{f(N)}/N_{f(A)}$ の値は約0.2前後となる。さらに、詳細にみると、応力10kgf/mm²で約0.25、5.5kgf/mm²で約0.15となり、応力が低くなると、 $N_{f(N)}/N_{f(A)}$ の値は低くなる傾向にある。また、水道水中で約0.4前後となり、寿命のかかなりの低下が認められる。また、水道水中においても、0.5% NaCl 水溶液中と同様応力依存性が幾分認められる。

応力5.5kgf/mm²における破断面の巨視的な形態をみると、写真6-4となる。大気中の破断面は比較的滑らかな様相を呈している。また、蒸留水中の破断面も大気中のそれとほぼ同じ様子を示し、腐食された部分はほとんど認められない。0.5% NaCl 水溶液中の場合には大気中に比べて起伏がみられ、また、腐食の影響によると思われる黒い部分が多く観察される。水道水中においても、0.5% NaCl 水溶液中と同様黒い部分がみられるが、その比率はかなり少なくなっている。

以上の結果から、AZ 31合金の疲労破壊に及ぼす塩素イオンの影響はかなり著しいことが知られる。そこで、つぎに塩素イオンの影響を詳しくみるため、NaCl 濃度を0~0.5 wt %の範囲で変えた水溶液中において実験を行った。

6.5.2 破断までの繰返し数と NaCl 濃度との関係

応力変動幅4 kgf/mm²、応力比0.27(最大応力5.5kgf/mm²)一定として得られた破断までの繰返し数と NaCl 濃度との関係を図6-16および17に示す。繰返し速度30 cpmの結果についてみると、蒸留水中の破断までの繰返し数は大気中のそれとほぼ同じで差がみられない。この結果は前述した横型疲労試験機の結果とほぼ一致している。NaCl 濃度が増すにつれて破断までの繰返し数は低下し、その低下の割合は NaCl 濃度0.1%付近まで急激である。さらに、濃度が0.1%以上になると、 N_f の低下は緩やかとなる。一方、150 cpm の場合には、大気中の破断までの繰返し数は30 cpm のそれとほぼ同じであり、この繰返し速度範囲においては大気中では破断までの繰返し数に及ぼす繰返し速度の影響はほとんどみられない。蒸留水中の N_f は大気中のそれより幾分高くなる傾向にある。 N_f に及ぼす NaCl 濃度の影響は30 cpm の場合とほぼ同じ傾向にあるが、各 NaCl 濃度における N_f の値を比較してみると、150 cpm の N_f の値は30 cpm のそれより高い値を示す。

つぎに、大気中における破断までの繰返し数 $N_{f(A)}$ に対する NaCl 水溶液中にお

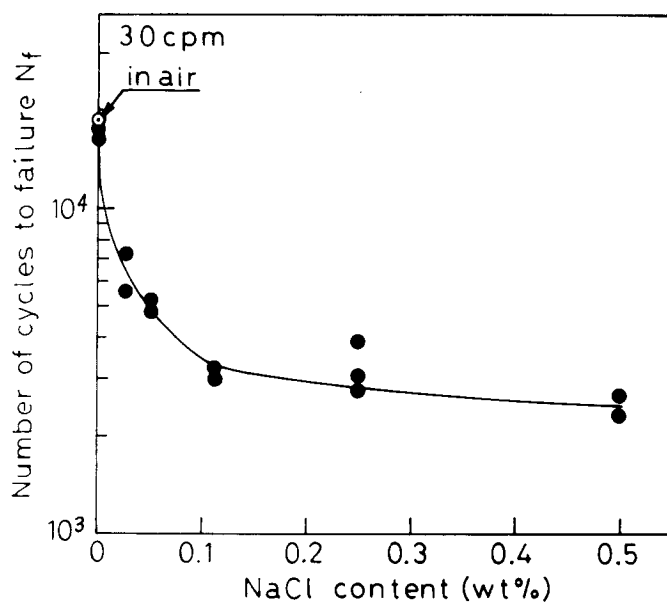


図 6-16 AZ 31 合金の破断までの繰返し数と NaCl 濃度との関係 ($\Delta\sigma = 4 \text{ kg f/mm}^2$, $R = 0.27$, 30 cpm)

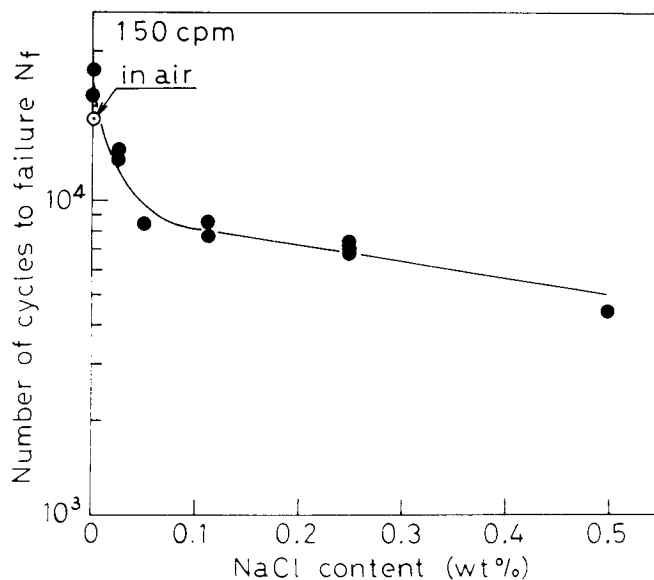


図 6-17 AZ 31 合金の破断までの繰返し数と NaCl 濃度との関係 ($\Delta\sigma = 4 \text{ kg f/mm}^2$, $R = 0.27$, 150 cpm)

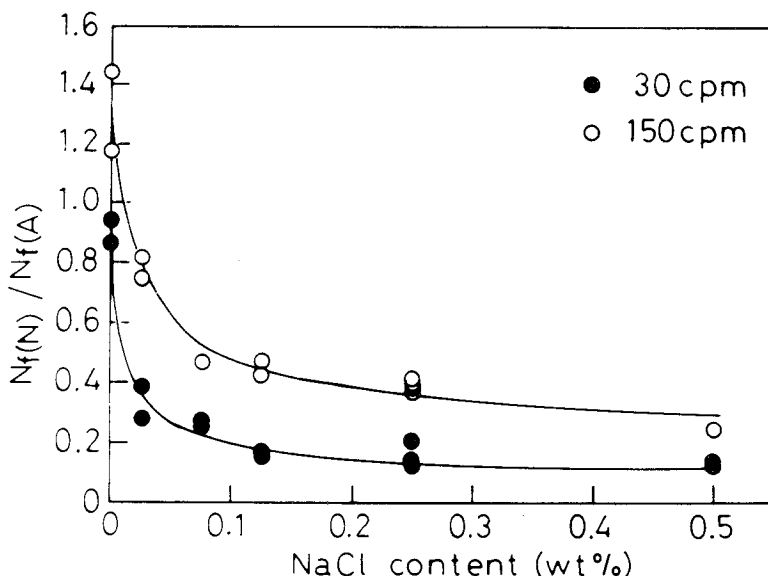


図 6-18 AZ31合金の $N_f(N)/N_f(A)$ と NaCl 濃度との関係

ける破断までの繰り返し数 $N_f(N)$ の比 $N_f(N)/N_f(A)$ に描き改めると図 6-18 となる。30 cpm の $N_f(N)/N_f(A)$ の値は NaCl 濃度 0.1% で約 0.2、0.5% NaCl で約 0.15 程度となる。一方、150 cpm の場合には、NaCl 濃度 0.1% で約 0.45、0.5% で約 0.3 となり、30 cpm の約 2 倍程度の値となっている。このことは繰り返し速度が速くなると、1 サイクル間に溶液と試料とが反応する時間が短くなり、その結果、腐食効果が軽減することを示すものである。

6.5.3 き裂伝ば速度と NaCl 濃度との関係

繰り返し数に伴うき裂長さの変化を図 6-19、20 に示す。繰り返し速度 30 cpm の場合についてみると、蒸留水中のき裂長さの成長は低繰り返し数側においては大気中のそれとほぼ同じであるが、高繰り返し数になると、大気中より速くなる部分が認められる。NaCl 水溶液中の曲線は大気中に比べて立ち上っており、その立ち上りは濃度が増すにつれて急になり、き裂成長が速くなることがわかる。さらに、NaCl 水溶液中のき裂が発生し始める繰り返し数は大気中のそれより明らかに小さく、腐食効果によりき裂発生が促進されていることを示している。150 cpm の場合には、蒸留水中のき裂成長は大気中に比べ遅くなる傾向がみられる。また、NaCl 水溶液中のき裂成長に及ぼす NaCl 濃度の影響は 30 cpm の場合と同じであるが、曲線の立ち上りは 30 cpm の場合よりも緩やかとなっており、き裂成長に及ぼす繰り返し速度の影響が認

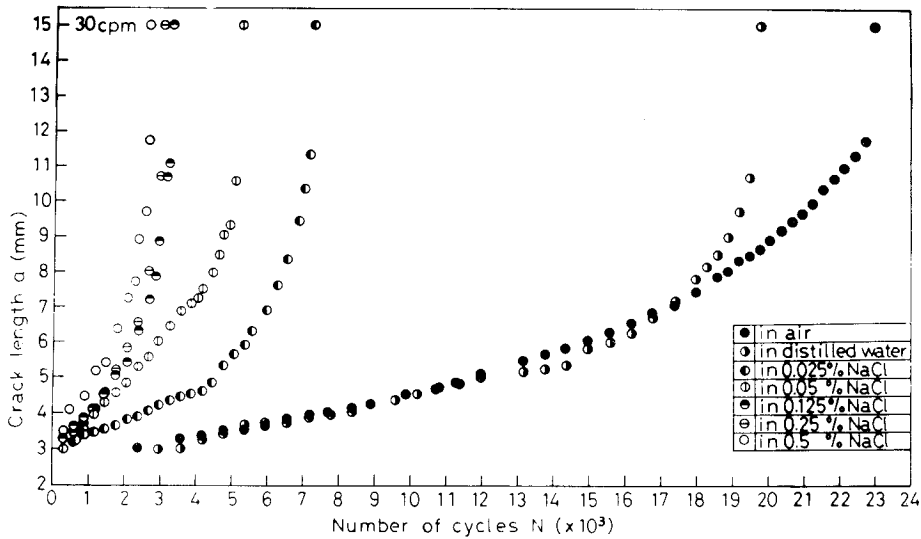


図 6-19 AZ 31合金のき裂長さとし繰返し数との関係 (30 cpm)

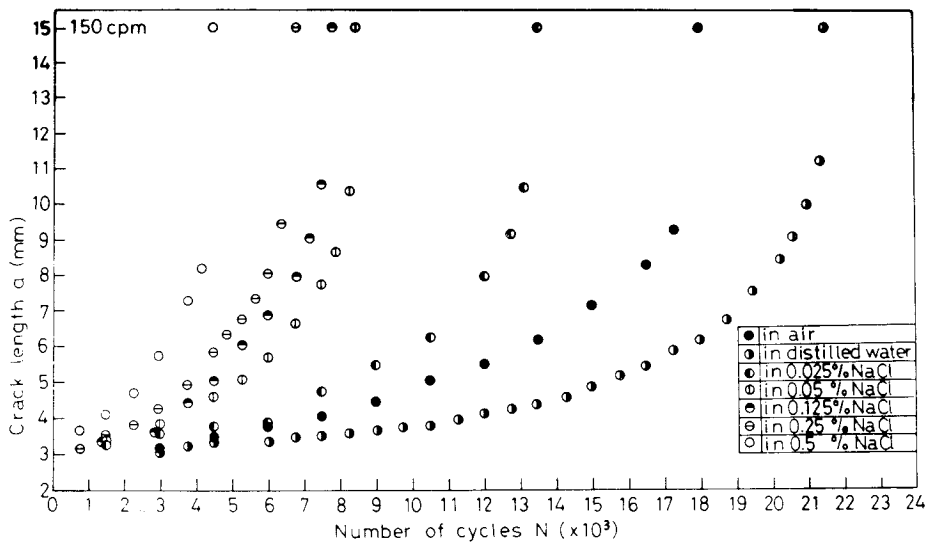


図 6-20 AZ 31合金のき裂長さとし繰返し数との関係 (150 cpm)

められる。

図 6-19および20の関係からき裂伝ば速度を求め、応力拡大係数変動幅に対して図示すると図 6-21、22となる。繰返し速度30 cpmの結果についてみると、蒸留水中のき裂伝ば速度は応力拡大係数変動幅 ΔK の低いところでは大気中のそれとほぼ同じであるが、 ΔK が大きくなると、蒸留水中のき裂伝ば速度は大気中より速くなる。0.025% NaCl水溶液中と大気中とのき裂伝ば速度の差は応力拡大係数変動幅が大き

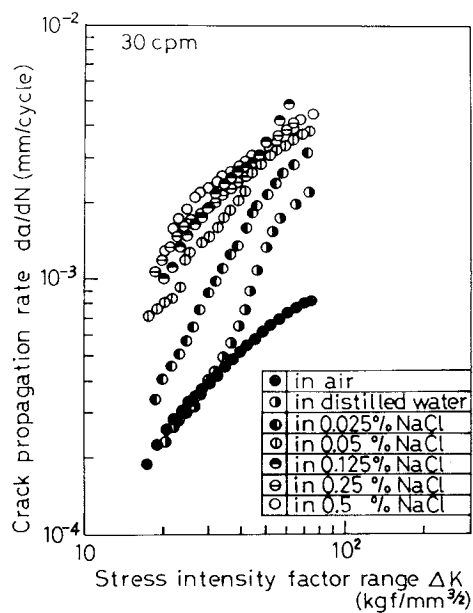


図 6-21 AZ 31合金のき裂伝ば速度と応力拡大係数変動幅との関係 (30 cpm)

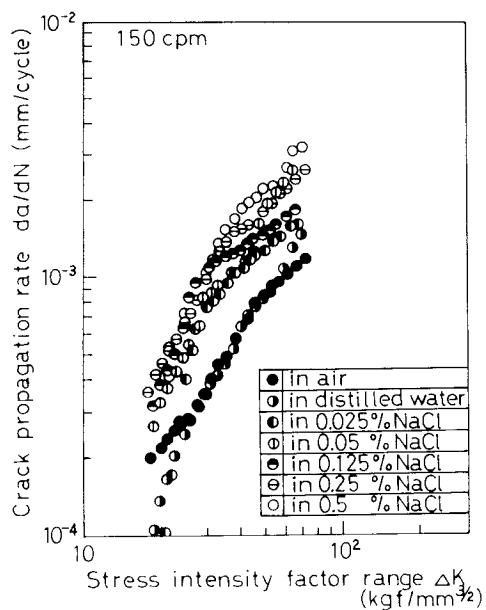


図 6-22 AZ 31合金のき裂伝ば速度と応力拡大係数変動幅との関係 (150 cpm)

くなるほど明りょうとなる。さらに、NaCl 濃度が増すにつれてき裂伝ば速度は速くなり、0.125%以上では曲線はほぼ重なる。また、150 cpm においては、蒸留水中のき裂伝ば速度は ΔK の低いところで大気中より遅くなる傾向がある。また、NaCl 濃度の増加に伴うき裂伝ば速度の増加の割合は30 cpm の場合よりも小さい。

6.6 考 察

6.6.1 工業用純アルミニウムの食塩水中における疲労き裂伝ば挙動

6.3 節において工業用純アルミニウム平滑材の疲労寿命は鉄、けい素量が増加すると低下し、その低下は低応力になるほど著しいことを示した。そこで、低応力側における疲労き裂の発生およびき裂の進展状況について検討を加える。大気中における試料AおよびDのき裂を比較すると、試料Aでははじめ試験片の肩部と平行部との境界近傍に写真6-5(a)に示すような数多くの枝状に分れた表面き裂が生じる。さらに、繰返し数が増すに伴ってその大きさと数を増し、それら微細なき裂は合体しながら進展していく。その様子を写真6-5(b)に示す。一方、試料Dにおいては、試料端部より発生したき裂は繰返し数の増加につれて成長し、途中金属間化合物から発生したと思われるき裂と合体しながら進む。写真6-6は試料端部および化合物から伝ばしてきたき裂が合体する直前の様子を表している。

つぎに、3% NaCl 水溶液中の場合についてみると、試料Aでは腐食の影響により試料端部に腐食孔が生じ、その腐食孔において切欠き効果によりき裂が発生し、成長していく。写真6-7はその様子を示す。また、試料表面の内側には写真6-8にみられるようなすべり帯に沿って発生した多くのき裂が認められた。試料Dには写真6

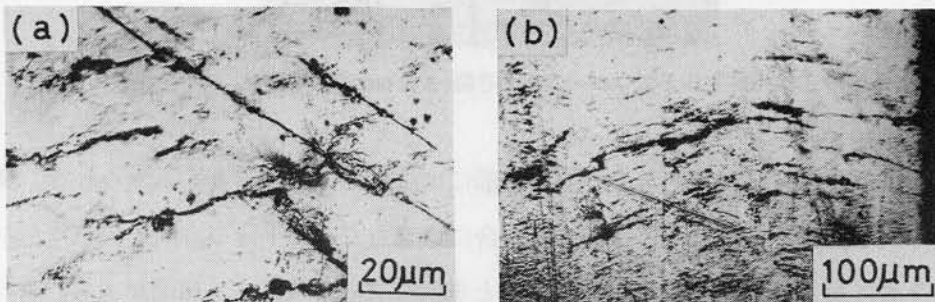


写真6-5 工業用純アルミニウム(A)の表面き裂 (大気中, $\sigma = 5.6 \text{ kg f/mm}^2$)

(a): $N = 5.2 \times 10^4$

(b): $N = 1.6 \times 10^5$

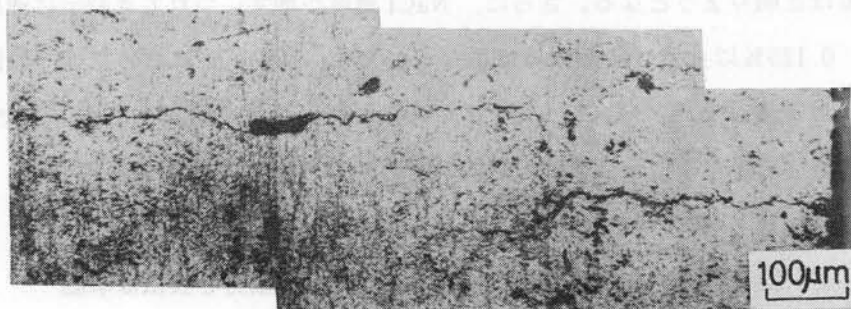


写真 6-6 工業用純アルミニウム(D)の表面き裂(大気中, $\sigma = 5.6 \text{ kg f/mm}^2$, $N = 1.1 \times 10^6$)

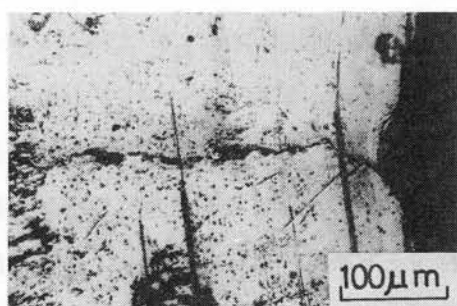


写真 6-7 工業用純アルミニウム(A)の表面き裂(3% NaCl 水溶液中, $\sigma = 4.9 \text{ kg f/mm}^2$, $N = 7.9 \times 10^4$)

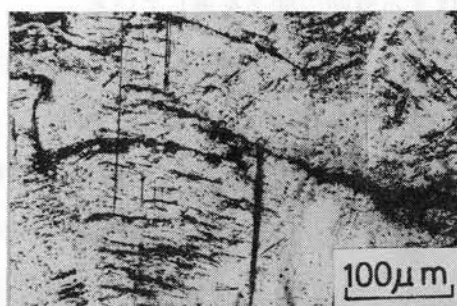


写真 6-8 工業用純アルミニウム(A)の表面き裂(3% NaCl 水溶液中, $\sigma = 4.9 \text{ kg f/mm}^2$, $N = 7.9 \times 10^4$)

— 9 のようなき裂が観察される。試料端部には試料 A と同様腐食孔がみられる。腐食孔の形状を比較してみると、試料 A の場合には応力方向に平行な方向に広がりを見せる。それに対して、試料 D では応力方向と垂直な方向に成長する傾向がある。岩元¹⁵⁾による炭素鋼の NaCl 水溶液中での腐食疲労による腐食孔形状の観察結果によると、腐食作用が弱いときには腐食孔は応力方向に広がり、腐食作用が強いと応力方向に垂

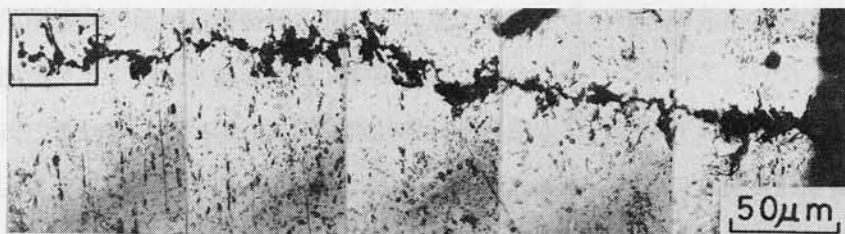


写真 6-9 工業用純アルミニウム(D)の表面き裂 (3% NaCl 水溶液中, $\sigma = 5.3 \text{ kg f/mm}^2$, $N = 1.6 \times 10^5$)

直に成長する傾向があり、この傾向は応力が低い場合により明りょうになるという。この傾向がアルミニウムにおいても当てはまるものとする、腐食孔の形状からみて、試料Dの方が試料Aよりも腐食の影響を受け易いことを意味している。写真 6-9 におけるき裂先端の囲いの場所の拡大写真を写真 6-10 に示す。き裂先端部の孔食をみ

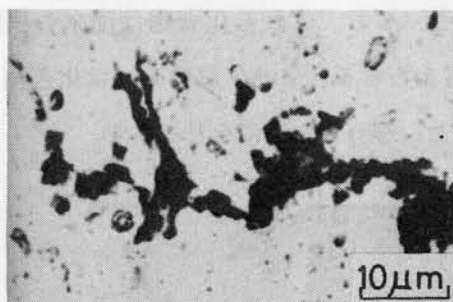


写真 6-10 工業用純アルミニウム(D)のき裂先端の拡大写真 ($\sigma = 5.3 \text{ kg f/mm}^2$, $N = 1.6 \times 10^5$)

ると、孔食は矩形状に発達しており、結晶方位性が認められる。後藤ら¹⁶⁾によると、水中でアルミニウムに発生する孔食はつぎのような過程を経て成長していくという。すなわち、発生後すぐの孔食の形態は $\{100\}$ ファセットの結晶方位性を有し、それがトンネル形成などによって成長していく。その後、さらに孔食の一部は電解研磨されたような滑らかな多数の小半球状の溶解したものの集合体になっていく。したがって、写真 6-10 にみられるき裂先端部の形状は第二段階目のトンネル形成などによって成長した結晶方位性を持ったものと考えられる。き裂先端より内部に入ったところにおける腐食状況を見ると、孔食はかなり発達しており、矩形状の部分は減少し、比較的滑らかな部分が多くなる傾向にある。このことはき裂進展後き裂部が腐食液にさらされ腐食が進行していることを示している。

さらに、き裂先端の矩形状に発達した孔食には化合物が認められた。杉本ら¹⁷⁾によ

ると、塩化物水溶液中におけるアルミニウムの孔食溶解速度は地金の純度が悪くなるほど大きくなり、アルミニウムに含まれる不純物元素に影響されることを指摘している。また、堀部¹⁸⁾はアルミニウム中の不純物元素の主なものは鉄、けい素であり、これら元素が孔食腐食に影響があるという。さらに、井上ら¹⁹⁾によると、アルミニウムに形成される孔食の大多数は鉄を含む金属間化合物を中心にして発生し、これら金属間化合物は孔食発生時に重要な役割を果たしていると報告している。また、後藤ら²⁰⁾も同様の結果をX線マイクロアナライザーによって示している。これらの報告はいずれも浸漬試験における腐食挙動についての結果であり、繰り返し応力が付加された場合のき裂先端における腐食挙動については明らかにされていないが、試料Dのき裂先端の観察から、き裂先端部における化合物は腐食疲労き裂伝ば挙動に対して重要な要因となりうるということがわかる。なお、これら化合物は従来の研究報告²¹⁾²²⁾によると Al_3Fe および $\alpha(\text{FeSi})$ と考えられる。また、試料Dには化合物に関連した腐食孔から成長したき裂が認められた。写真6-11にそれを示す。

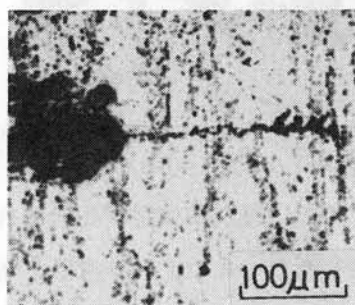
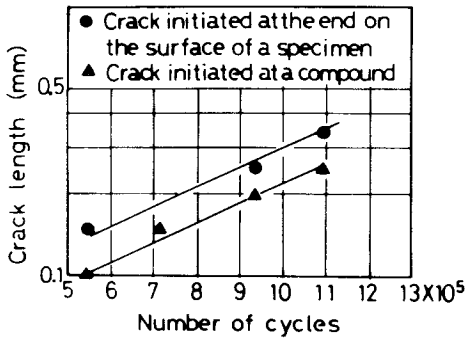
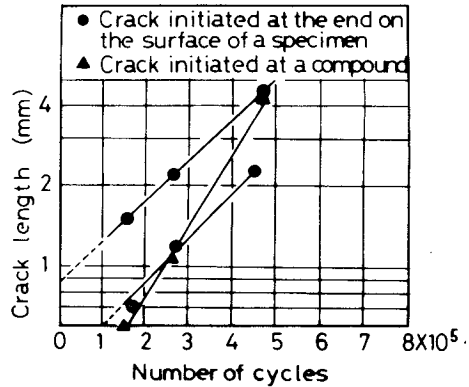


写真6-11 工業用純アルミニウム(D)の表面き裂
($\sigma = 5.3 \text{ kg f/mm}^2$, $N = 1.6 \times 10^5$)

試料Dの大気中およびNaCl水溶液中におけるき裂長さとし繰り返し数との関係をみると図6-23となる。●印は試料端部からのき裂、▲印は化合物からのき裂を示す。なお、試験片端部からのき裂長さは応力と直角方向に測り、化合物からのき裂長さは一つの化合物から応力軸にほぼ直角に互いに反対方向に成長した二つのき裂先端距離を測り、その長さの1/2をき裂長さとした。また、NaCl水溶液中の場合、試験片端部からのき裂の直線が2本描かれているのは、試験片の両端部からき裂が発生したことを表している。大気中と3% NaCl水溶液中との結果を比較すると、3% NaCl水



(a) 大気中



(b) 3% NaCl 水溶液中

図 6-23 工業用純アルミニウム(D)のき裂長さと繰返し数との関係

溶液中のき裂伝ば速度は大気中より明らかに速く、腐食の効果はき裂伝ば速度に明りょうに現れている。

つぎに、試料AおよびDの破面観察の結果を写真6-12および13にそれぞれ示す。試料Aの大気中の場合には、応力が高いときも低いときも典型的な延性型のストライエーションがみられる²³⁾。なお、ストライエーションの間隔は曲げ応力が低くなると狭くなり、応力が低くなると伝ば速度が遅くなることがわかる。また、NaCl水溶液中では大気中と同様延性的なストライエーションが観察されるが、ストライエーションの形状からすると、大気中では溝状型ストライエーションがみられるのに対し、NaCl水溶液中ではのこぎり歯状のストライエーションがみられる²⁴⁾。一方、試料Dの大気中では曲げ応力の高いときは延性型のストライエーションが観察されるが、応力が低くなるとストライエーションの乱れは著しくなる。NaCl水溶液中では、応力が高いと大気中の場合と同様比較的規則的なストライエーションがみられる。応力が低くなると、比較的明りょうなストライエーションも一部みられるが、平たんな部分が多く認められるようになり擬へき開的な様相を呈している。このことはき裂伝ば速度が速くなることを示している。

また、化合物の破面に及ぼす影響をみると写真6-14となる。試料はD材で、大気中の結果である。(a)、(b)は化合物の大きさの異なる場合の様子を表している。(a)についてみると、化合物の後方においてストライエーションの乱れがみられ、化合物の前方ではストライエーションはほとんどみられず比較的平たんな破面となる。化合

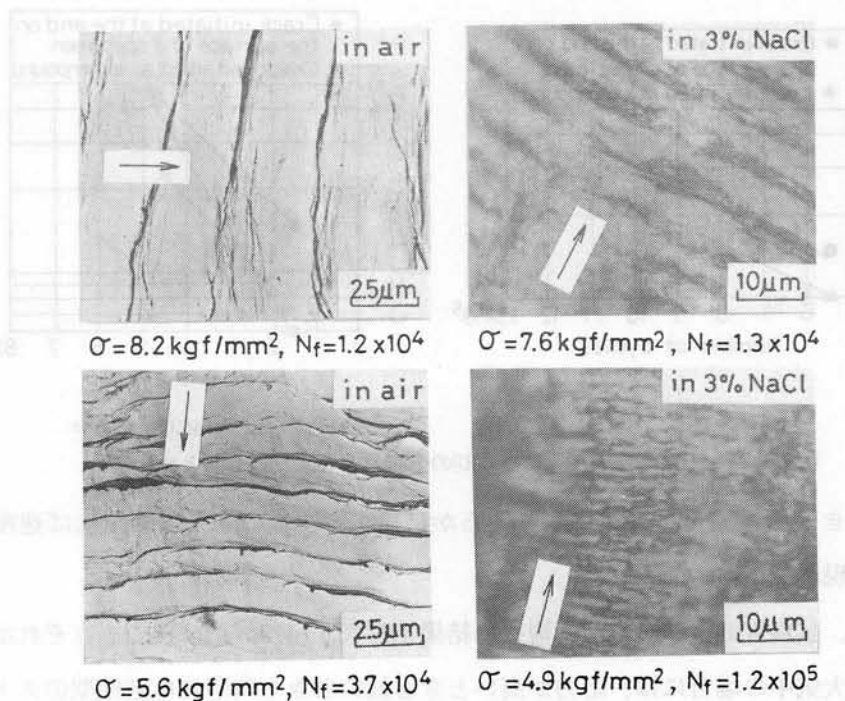


写真 6-12 工業用純アルミニウム(A)の疲労破面

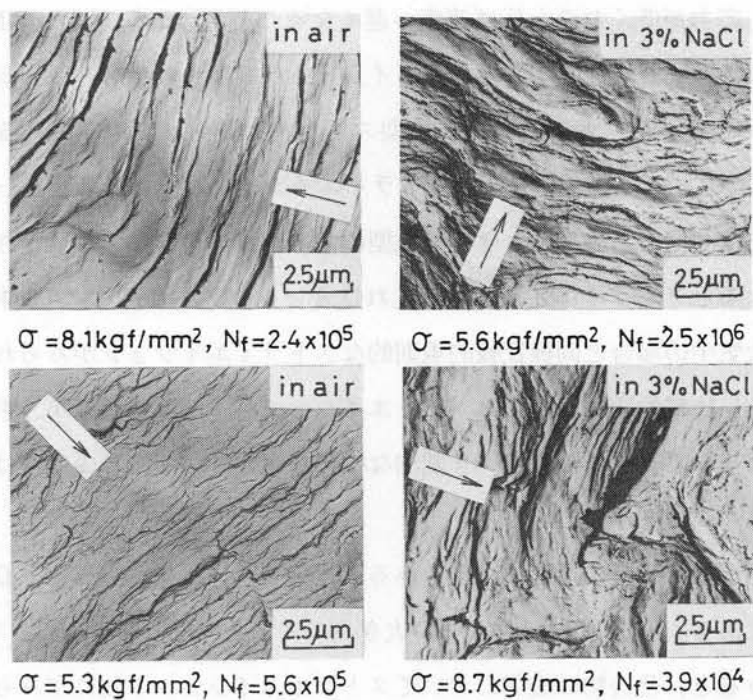


写真 6-13 工業用純アルミニウム(D)の疲労破面

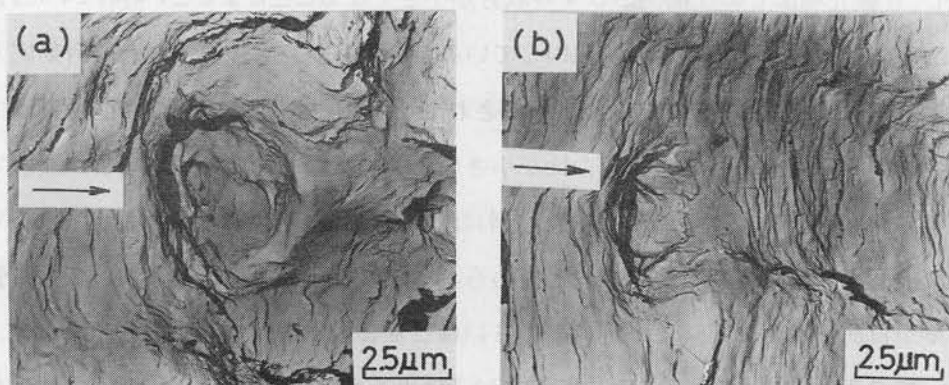


写真 6-14 工業用純アルミニウム(D)の破面 (大気中, $\sigma = 8.1 \text{ kg f/mm}^2$, $N_f = 2.4 \times 10^4$)

物が小さい (b) の場合には、化合物の前方における平坦な部分の大きさは (a) ほど広くない。こうした平坦部の形成は化合物界面がはく離して微小割れの起源となることを予想させるものであり²⁵⁾、その傾向は化合物が大きくなる程著しくなるといえる。なお、NaCl 水溶液中における疲労破面には化合物に関する知見は得られなかったが、これは腐食作用による化合物の脱落のため観察が困難になったものと考えられる。

以上、工業用純アルミニウム平滑材の腐食疲労における寿命低下は腐食孔の形成に伴う切欠き効果によるき裂発生および腐食作用によるき裂伝ば速度の促進によるものと考えられる。

6.6.2 5052合金の食塩水中における疲労き裂伝ば挙動

5052合金切欠き材のき裂伝ば速度は、 ΔK が低い場合には NaCl 水溶液中の方が大気中より明らかに速い。しかし、 ΔK がある値以上になると NaCl 水溶液中のき裂伝ば速度が大気中より遅くなるどころが認められるようになる。この現象が生じる繰返し数を求めてみると、各応力変動幅ともその値は破断寿命の 7～8 割程度に相当し、この現象はき裂がかなり成長した段階で生じている。このように NaCl 水溶液中でのき裂伝ば速度が大気中より遅くなることについては、遠藤ら²⁶⁾により炭素鋼 (S 15C) の回転曲げ疲労において指摘されている。彼らによると、NaCl 水溶液中でのき裂伝ば速度はあるき裂長さまでは大気中とほぼ同じであるが、あるき裂長さ以上になると大気中よりも遅くなるという。これは圧縮時に腐食生成物によるくさび効果²⁷⁾

を生じ、き裂先端部での圧縮側のひずみ成分が小さくなることによるといわれていた。さらに、その後の研究によりき裂が開いているときの応力拡大係数すなわち有効応力拡大係数 ΔK_{eff} の低下に基づくことが指摘されている²⁸⁾。なお、このくさび効果は(1)腐食生成物の生成が著しい、(2)応力比が小さい、(3)繰り返し速度が速い場合に顕著であるといわれている。本実験に用いた試料は耐食性の比較的良好な Al-Mg 系合金であり、破面には腐食生成物がほとんど認められないこと、最小荷重時においても引張り荷重が負荷されていること、応力が小さいほどき裂伝ば速度の低下が著しいこと、また、繰り返し速度が 30 cpm と比較的遅いことから考え、上述のくさび効果は起りにくいと考えられる。そこで、NaCl 水溶液中のき裂伝ば速度が大気中より遅くなる領域に相当するところの試料表面のき裂先端近傍の様子を光学顕微鏡により観察した。その一例を写真 6-15 に示す。大気中のき裂 (a) はその開口がほとんどなく閉じ

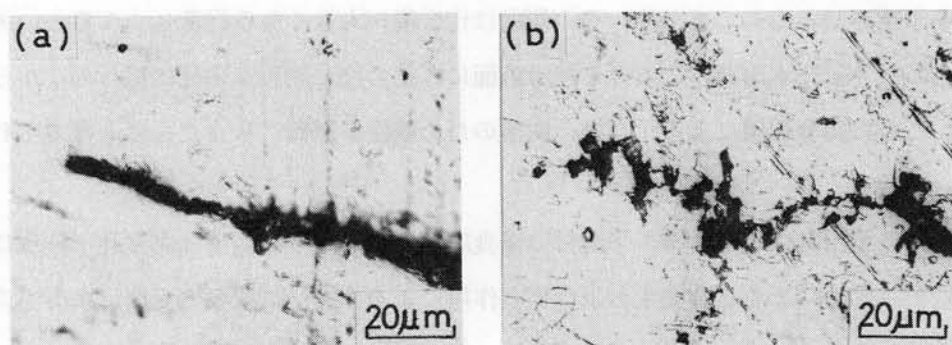


写真 6-15 5052合金の疲労表面き裂

(a) : 大気中

(b) : 3% NaCl 水溶液中

た状態となっており、写真では不鮮明であるが、き裂の周辺および先端には塑性域が観察される。一方、NaCl 水溶液中の場合には塑性域は観察されず、き裂先端にはアルミニウムにおいてみられたと同様矩形状の孔食がみられる。ところで、炭素鋼 (S15C) における NaCl 水溶液中でのき裂先端の観察結果²⁶⁾によると、き裂先端はほぼ 90° の開き角度をなし、き裂先端は比較的一様に腐食されている。したがって、5052 合金のき裂先端での腐食様式は炭素鋼に比べて局所的に進行しているものと考えられる。さらに、破面の様子を写真 6-16 に示す。大気中では (a) のように比較的方向性の一定した明りょうなストライエーションが観察されるのに対し、NaCl 水溶液中で

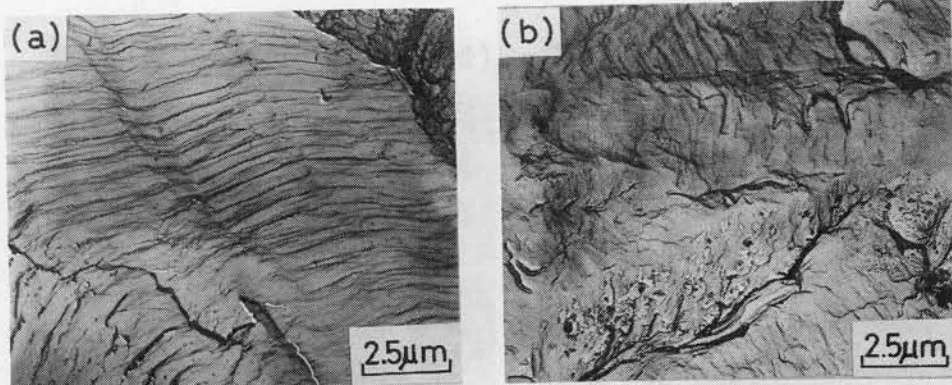


写真 6-16 5052合金の疲労破面 ($\Delta\sigma : 7.5 \sim 8.0 \text{ kg f/mm}^2$, $\Delta K \approx 80 \text{ kg f/mm}^{3/2}$)

(a) : 大気中

(b) : 3% NaCl水溶液中

は(b)に示すようにストライエーションの間隔は大気中に比べて狭く乱れており、き裂伝ば方向が一定せず複雑化する傾向が認められる。また、破面にはへき開的な部分も一部観察される。このことは試料表面だけでなく試料内部においてもき裂先端の腐食が局所的に進行していることを予想させるものである。なお、腐食生成物が破面に一部観察されるが、全体的にはあまり認められなかった。

孔食の発生は作用中のすべり変形部が優先的に電気化学的に腐食され生じるといわれている²⁹⁾。ところで、疲労破壊過程にき裂先端に生じるすべり変形部すなわち塑性域の大きさ r_p は $r_p \propto (K_{\max}/\sigma_{YS})^2$ ($K_{\max}$: 最大応力拡大係数、 σ_{YS} : 降伏応力) なる関係式¹²⁾で表され、最大応力拡大係数に依存することが知られている。したがって、き裂先端での孔食の発生は応力拡大係数が高くなるほど顕著となり、それに伴ってき裂伝ば過程も複雑化し、例えば、き裂の枝分れ現象などを生じ、き裂伝ば速度の低下を招くのではないかと考えられる。なお、NaCl水溶液中におけるき裂伝ば速度の低下は応力変動幅が低くなるほど著しくなるが、その原因としては応力が低くなるほど腐食液に浸漬される時間が長くなることによるものと思われる。

つぎに、き裂発生初期の破面の一例を写真6-17に示す。大気中(a)ではストライエーションの間隔はかなり密になっており、圧延組織の影響と思われる破面形態が認められる。一方、NaCl水溶液中(b)ではき裂が生じた後腐食液に長い間浸漬されているため、き裂発生時のものとは異なっているものと思われるが、大気中に比べて全体

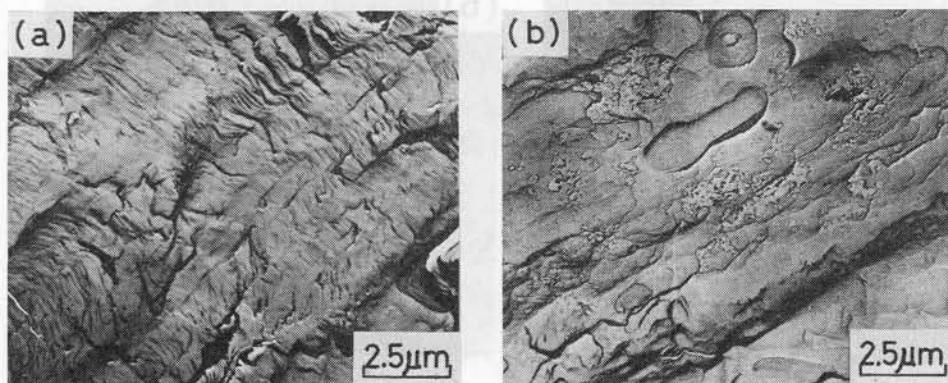


写真 6-17 5052合金の疲労破面 ($\Delta\sigma : 7.5 \sim 8.0 \text{ kg f/mm}^2$, $\Delta K : 35 \sim 40 \text{ kg f/mm}^{3/2}$)

(a) : 大気中

(b) : 3% NaCl 水溶液中

的に滑らかな粗い破面形態となっており、ぜい性的な傾向が認められる。応力拡大係数変動幅の低いところでは、孔食の発生は少なくき裂伝播過程の複雑化はほとんどないものと思われる。

ところで、本実験では台形近似状の繰り返し荷重が負荷されており、最大荷重保持時に応力腐食割れを起すことも考えられる。そこで、一軸の定荷重試験法により初期応力拡大係数と破断までの時間との関係を調べた。その結果を図 6-24 に示す。なお、

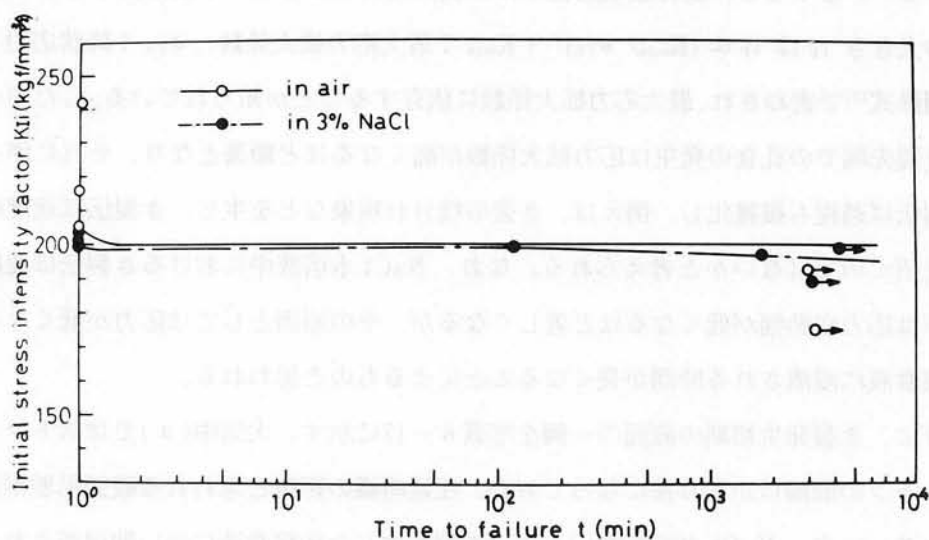


図 6-24 5052合金の応力腐食割れにおける初期応力拡大係数と破断までの時間との関係

応力腐食割れに用いた試験片は図 6 - 3 に示す疲労試験片の切欠き底にさらにメタルソーにより幅 1 mm、深さ 2 mm のスリット状の切欠きを入れた後、約 2 mm の疲労き裂を導入し実験に供した。これは疲労試験と同一のものでは破断を示さなかったからである。腐食液の条件は疲労試験の場合と同様である。本実験の試験条件下では大気中と NaCl 水溶液中の両者の差異は僅少で、5052 合金の応力腐食割れ感受性はきわめて小さいことが知られる。

つぎに、NaCl 水溶液中で破断した試験片のき裂伝ば速度と応力拡大係数との関係を見ると図 6 - 25 となる。なお、応力拡大係数の算出には、疲労試験では切欠き長さ

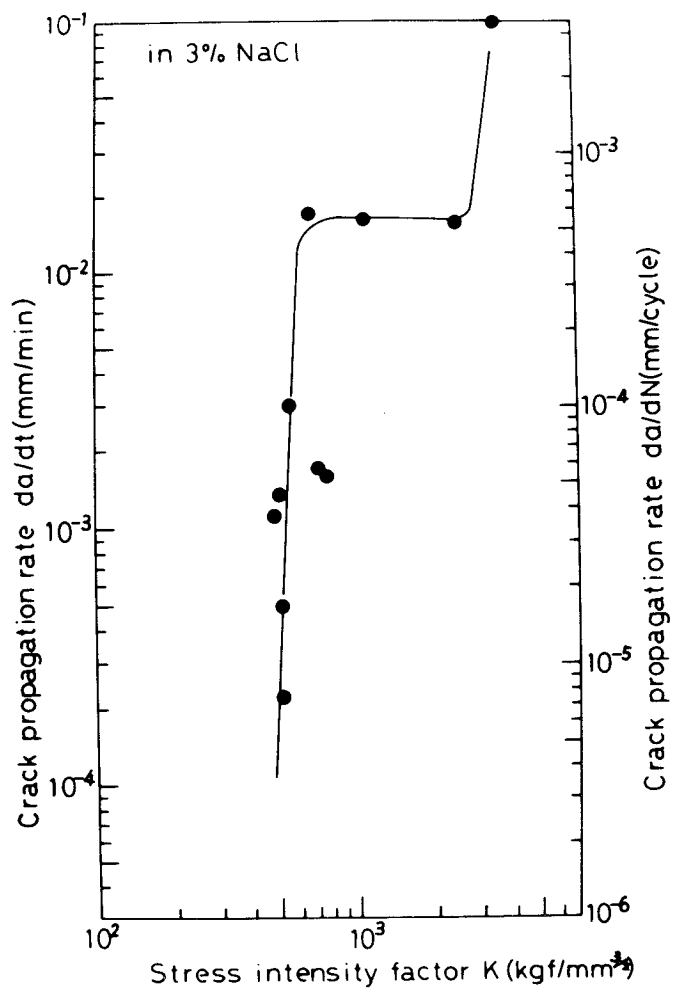


図 6 - 25 5052 合金の応力腐食割れにおけるき裂伝ば速度と応力拡大係数との関係

が3 mmであるのに対し、応力腐食割れのそれは7 mmとなっており、切欠き長さに対する補正をする必要があるかもしれないが、応力腐食割れにおける切欠き長さを7 mmとして整理を行っている。図から、明らかなように曲線は最初急激に上昇し、その後、プラトー領域を示し、再び増加していく³⁰⁾。プラトー領域を示すときのき裂伝ば速度は約 $5 \times 10^{-4} \text{ mm/cycle}$ で、最大荷重保持時間0.5 sec 間におけるき裂の進展長さは $1.25 \times 10^{-4} \text{ mm}$ となる。したがって、本実験のように最大荷重時に保持を行った場合には、その荷重保持時に腐食の影響を受けることも考えられ、また、このことは単純な応力腐食割れとは区別する必要があるように思われる。

6.6.3 AZ 31合金の純水中における疲労き裂伝ば挙動

蒸留水中の疲労寿命は大気中のそれとほぼ近い値を示す。この実験事実はマグネシウム合金の腐食疲労破壊を考える上において興味ある現象である。

一般に、マグネシウムは水中に置かれると、 $\text{Mg}^{++} + 2(\text{OH})^{-} \rightarrow \text{Mg}(\text{OH})_2$ の反応を起し、水酸化マグネシウムの膜を生成する。塩素イオンを含む場合には、この水酸化マグネシウムの膜は破壊され、上述の反応は促進され腐食溶解が著しくなる。しかし、塩素イオンを含まない場合には、この膜は保護被膜として働き、腐食反応は抑制されるといわれている¹⁾。

そこで、疲労き裂に及ぼす水酸化マグネシウム膜の影響を調べるために、0.2 N KOH 水溶液中 (pH 12.5) にて疲労試験 (繰り返し速度: 150 cpm) を行った。その結果、破断までの繰り返し数 N_f は $2.4 \sim 4.2 \times 10^4$ 回であり、大気中の N_f 1.9×10^4 回より低い値を示すことなく、むしろ延びる傾向が認められた。

疲労破壊過程においては、繰り返し応力により水酸化マグネシウムの膜は機械的に破壊されると同時に新生面が現れるために、水酸化マグネシウム膜の再生が常に繰り返されることになる。しかし、疲労破壊過程中に形成される水酸化マグネシウム膜の厚さは反応時間が短いために薄く、また、水酸化マグネシウム膜は基底面に平行にへき開するので割れ易い³¹⁾ ために、この水酸化マグネシウム膜それ自体はき裂伝ば速度にほとんど影響を与えないものと考えられる。

6.6.4 AZ 31合金のき裂伝ば速度に及ぼす NaCl 濃度の影響

NaCl 濃度の変化に伴うき裂伝ば速度の変化割合をみるために、図 6-21、22から

NaCl 水溶液中におけるき裂伝ば速度 $(da/dN)_N$ と大気中におけるき裂伝ば速度 $(da/dN)_A$ との比 $(da/dN)_N/(da/dN)_A$ を求めると図 6-26 となる。なお、図は応力拡大係数変動幅 ΔK が 20, 30, 40 および $50 \text{ kgf/mm}^{3/2}$ のときの値で表示されている。繰

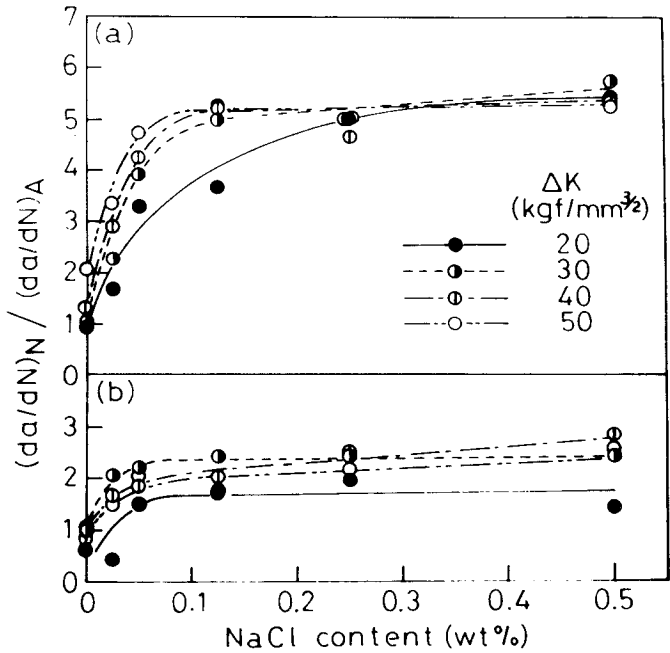


図 6-26 AZ 31 合金の $(da/dN)_N / (da/dN)_A$ と NaCl 濃度との関係
(a) : 30 cpm, (b) : 150 cpm

り返し速度 30 cpm の結果についてみると、 ΔK が $20 \text{ kgf/mm}^{3/2}$ と低いときには NaCl 濃度 0.25% あたりまで $(da/dN)_N/(da/dN)_A$ の値の増加がみられる。 $\Delta K 30 \sim 50 \text{ kgf/mm}^{3/2}$ の範囲では濃度 0.1% あたりまではき裂伝ば速度の増大が認められるが、それ以上の濃度になると、応力拡大係数変動幅の大きさに関係なく $(da/dN)_N/(da/dN)_A$ の値は約 5 の値で、き裂伝ば速度は大気中の約 5 倍となる。150 cpm の場合には、応力拡大係数変動幅の大きさによる依存性が多少あるが、NaCl 濃度 0.1% 以上におけるき裂伝ば速度は大気中の約 2 倍前後の値を呈している。こうしたき裂伝ば速度に及ぼす NaCl 濃度の影響は図 6-18 の破断までの繰返し数に及ぼす NaCl 濃度の影響とよい対応がみられる。このように NaCl 濃度が約 0.1% 以上になると、き裂伝ば速度がほとんど変化しないことは、き裂伝ば挙動に与える NaCl 濃度の臨界値が存在することを示すものである。

6.6.5 AZ 31合金の食塩水中における疲労き裂伝ば挙動

AZ 31合金の NaCl 水溶液中におけるき裂伝ば速度の増大は繰り返し速度が遅くなるとより著しくなることを示した。そこで、繰り返し速度30 cpm において腐食疲労き裂を約1.5mm生じさせた後、直ちに試験片を取りはずし、洗浄、乾燥させて試料表面のき裂の様子を観察した。その結果を写真6-18に示す。蒸留水中のき裂は大気中と同様腐食された部分はほとんど認められない。0.025% NaCl 水溶液中では腐食された部分が多く認められるようになる。その腐食部分は NaCl 濃度が高くなるにつれて多くなる。NaCl 濃度0.05%まではき裂進展の状況を部分的に把握することができるが、0.125%以上になると、表面き裂部は完全に腐食されており、表面き裂の伝ばの様子は明らかでない。そこで、0.125%以上の実験に際しては、試料表面の片面に粘着テープを張って実験を行った。なお、粘着テープを片面に張ることによるき裂伝ば速度の差異はほとんど認められなかった。その結果、得られた表面き裂の様子を写真6-19に示す。写真から明らかなように、表面き裂は腐食されておらず、き裂伝ばの様子は明りょうとなることがわかる。

つぎに、これら表面き裂を拡大した結果の一例を写真6-20~23に示す。0.125% および0.5%の結果は粘着テープを張って得られたものである。(a)はき裂初期、(b)は切欠き底からのき裂長さ約1mmあたりのき裂の様子を表す。各水溶液中とも、き裂初期、中期とも大気中と同様粒内割れが支配的である。また、大気中ではき裂の周囲に塑性域が認められるが、0.025% NaCl 水溶液中の場合にはそれは認められない。粘着テープを張った0.125%および0.5% NaCl 水溶液中の試料においては塑性域が観察される。このように腐食液との接触を防ぐことにより、き裂の周囲に塑性変形領域が観察されるようになることから、塑性変形領域は優先的に腐食されているものと考えられる。しかし、0.025% NaCl 水溶液中のき裂(写真6-21)をみると、腐食によるき裂の開口は比較的少なく、また、工業用純アルミニウムや5052合金において観察されるような孔食は認められない。したがって、き裂先端の応力集中部は優先的に全面腐食されているのではないかと推察される。

つぎに、切欠き底からのき裂長さ約1mmにおける破面様相をみると、写真6-24に示されるように、大気中の場合には方向性のあるストライエーションが観察される。

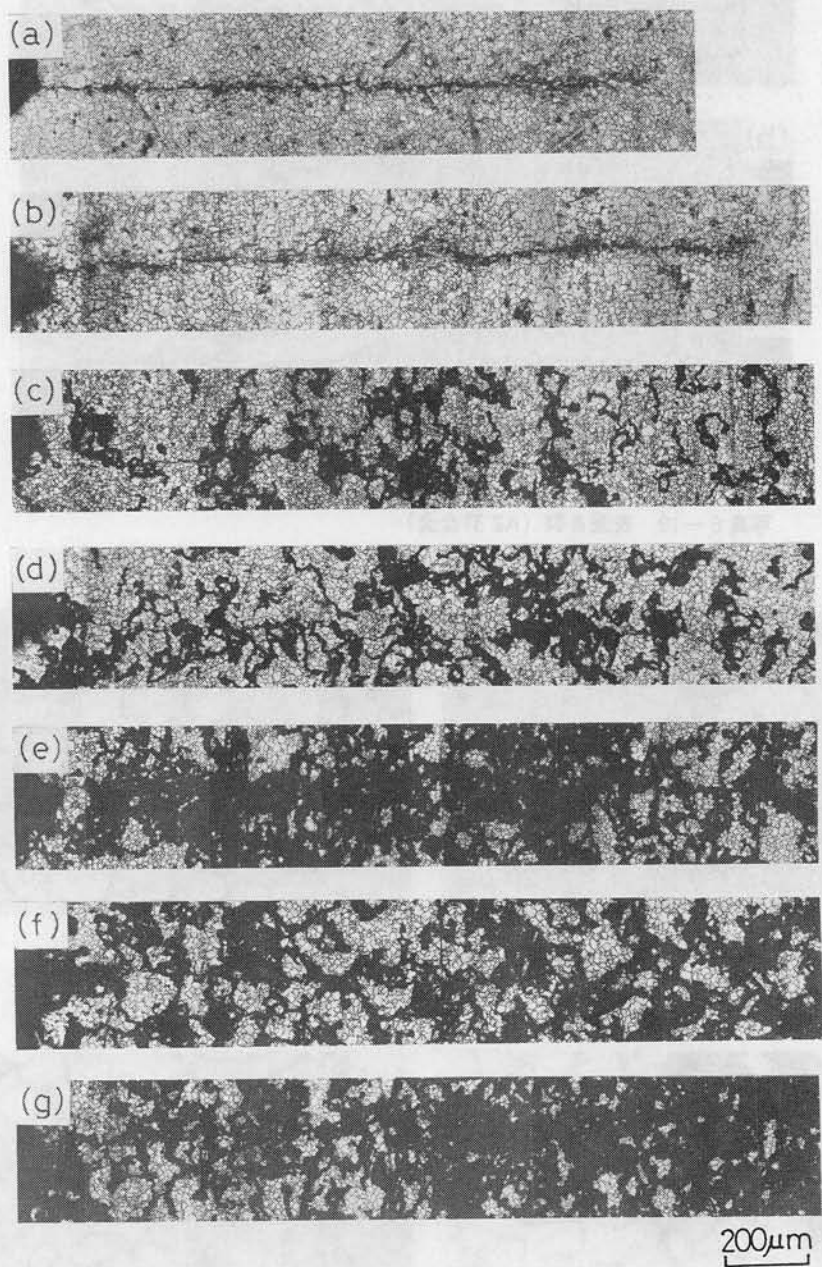


写真 6-18 AZ 31合金の表面き裂

(a) : 大気中, (b) : 蒸留水中, (c) : 0.025% NaCl

(d) : 0.05% NaCl, (e) : 0.125% NaCl, (f) : 0.25% NaCl, (g) : 0.5 NaCl

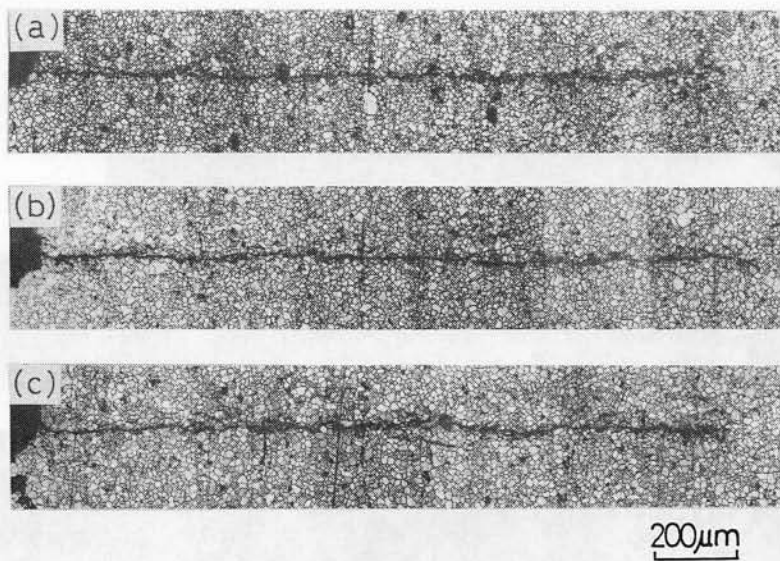


写真 6-19 表面き裂 (AZ 31合金)

(a) : 0.125% NaCl, (b) : 0.25% NaCl, (c) : 0.5% NaCl

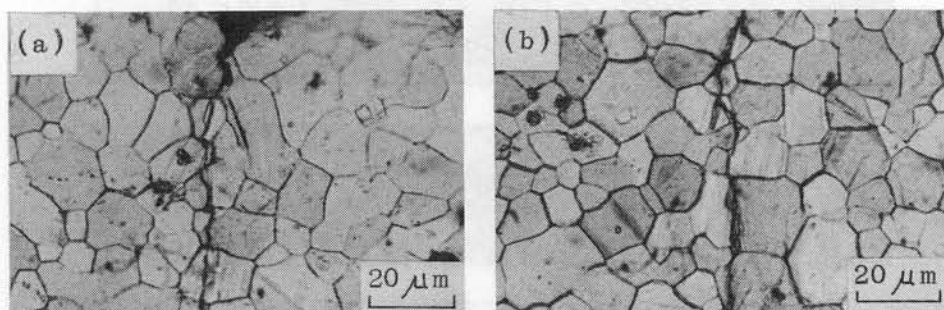


写真 6-20 AZ 31合金の表面き裂 (大気中)

(a) : き裂初期, (b) : き裂中期

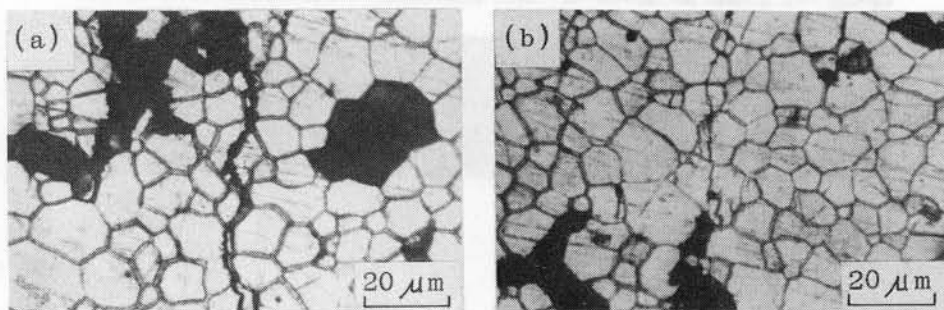


写真 6-21 AZ 31合金の表面き裂 (0.025% NaCl 水溶液中)

(a) : き裂初期, (b) : き裂中期

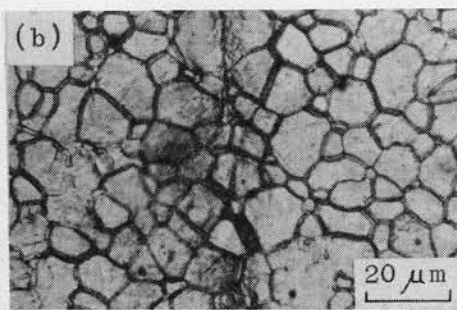
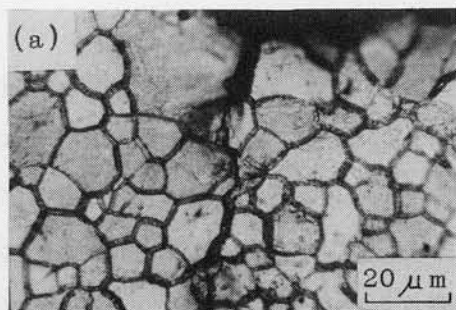


写真 6-22 AZ 31合金の表面き裂 (0.125% NaCl 水溶液中)

(a) : き裂初期, (b) : き裂中期

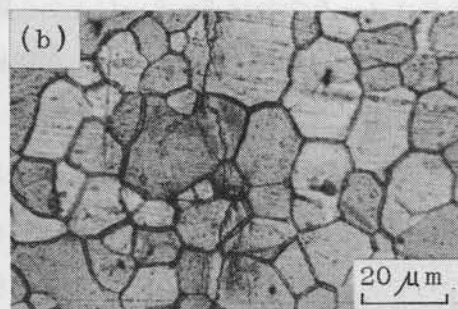
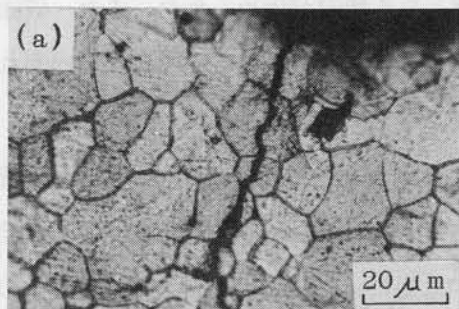


写真 6-23 AZ 31合金の表面き裂 (0.5% NaCl 水溶液中)

(a) : き裂初期, (b) : き裂中期

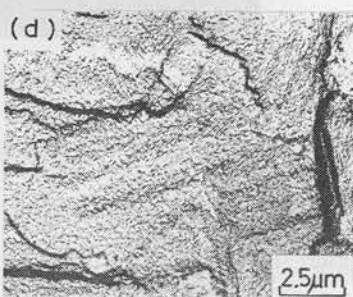
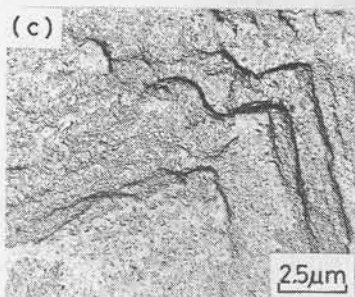
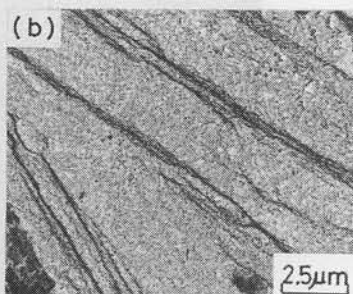
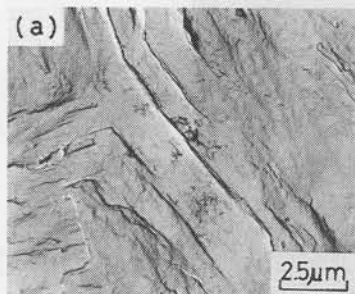


写真 6-24 AZ 31合金の疲労破面

(a) : 大気中

(b) : 0.025% NaCl 水溶液中

(c) : 0.125% NaCl 水溶液中

(d) : 0.5% NaCl 水溶液中

0.025% NaCl 水溶液中においては、破面は全体的に腐食されているが、明りょうなストライエーションが観察され、その間隔は大気中に比して広くなっており、き裂伝ば速度が速くなることがわかる。0.125%, 0.5%になると、破面は平坦で、全体的にへき開的となる。また、破面にはストライエーションがみられるが、その方向は乱れ不明りょうとなる傾向にある。これら NaCl 水溶液中の破面はき裂生成後も腐食液にさらされているため、実際の破面状態とは異なるものと思われるが、NaCl 水溶液中の破面は腐食効果によりへき開的となる。なお、このへき開割れはき裂長さ a (切欠き長さ 3 mm を含む) 4.5 ~ 5 mm 付近から顕著となる傾向が認められた。また、破面には粒界割れと思われる部分はほとんど認められないことから、破面形態は粒内割れが支配的である。これは表面き裂の結果と一致する。

さらに、腐食された面の拡大写真をみると、写真 6-25 のような小さなピットを生じている。このピットの曲率半径はきわめて小さく、き裂先端での応力集中は相当高くなっていることが考えられ、この応力集中効果により破壊様式はへき開的となり易くなるものと予想される。

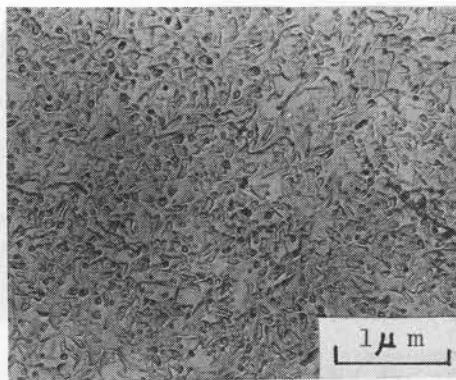


写真 6-25 AZ 31 合金の腐食破面 (0.125% NaCl 水溶液中)

以上、AZ 31 合金の NaCl 水溶液中の疲労破壊は粒内割れが支配的で、ストライエーションによる破壊からへき開的な破壊へと変化する。こうした破壊形態の変化によりき裂伝ば速度は促進されるといえる。この傾向は工業用純アルミニウム、5052 合金の傾向と対応する。ところで、AZ 31 合金の疲労寿命に及ぼす応力依存性をみると (図 6-14)、高応力側においても疲労寿命の低下は著しい。一方、5052 合金においては (図

6－9)、応力が高い場合には疲労寿命の低下はきわめて少なく、応力が低くなるとその低下が明りょうとなる。このことはAZ 31合金においては応力が高く、疲労寿命が短い場合においても腐食効果が著しいことを、また、5052合金においては応力が低く、疲労寿命が長くなると腐食効果が現れるようになることを示しており、AZ 31合金は腐食され易く、5052合金は腐食されにくいことを示すものである。したがって、AZ 31合金のNaCl水溶液中のき裂伝ばに対しては、へき開的な割れ以外に腐食溶解によるき裂伝ば速度の促進効果を考慮する必要があるだろう。なお、へき開的な割れは腐食溶解により生じるものであり、腐食溶解とへき開的な割れを相互に繰り返しながらき裂は伝ばしていくものと思われる。

6.7 結 言

鉄、けい素量の異なる工業用純アルミニウムの平滑材、5052アルミニウム合金およびAZ 31マグネシウム合金の切欠き材を用いて、食塩水中における疲労破壊挙動について調べ、得られた結果はつぎのように要約される。

(1) 工業用純アルミニウムの大気中に対する3% NaCl水溶液中の疲労寿命の低下は鉄、けい素量が多くなるほど著しくなった。

(2) 工業用純アルミニウムの試験片端部に生じる腐食孔は、鉄、けい素量が少ないと、応力方向に平行な方向に広がりをもせるが、鉄、けい素量が多くなると、応力方向と垂直な方向に成長する。また、鉄、けい素量の多い試料のき裂先端部には矩形状の孔食が認められた。

(3) 工業用純アルミニウムの破面には、鉄、けい素量が少ない場合、大気中および3% NaCl水溶液中とも延性型のストライエーションが観察される。鉄、けい素量が多い場合には、大気中ではストライエーションの乱れが、3% NaCl水溶液中ではぜい性的な破面が認められるようになる。

(4) 工業用純アルミニウムの腐食疲労における寿命低下は腐食孔の形成に伴う切欠き効果によるき裂発生および腐食作用によるき裂伝ば速度の促進によることがわかった。また、この効果は鉄、けい素量が多くなるほど顕著となることが知られた。

(5) 5052合金の疲労寿命に及ぼす腐食の影響は応力が低くなると認められた。

(6) 5052合金のNaCl水溶液中におけるき裂伝ば速度は応力拡大係数変動幅の低い

ところでは、大気中よりも速く、これは破壊がへき開的となることによるものと考えられた。しかし、ある応力拡大係数変動幅以上になると、NaCl 水溶液中のき裂伝ば速度は大気中より遅くなるのが認められ、この傾向は応力が低いほど顕著であった。こうした NaCl 水溶液中のき裂伝ば速度の挙動はき裂先端の塑性変形領域での孔食の発生が顕著となり、き裂伝ば過程の複雑化が生じたことによるものであると推論された。

(7) AZ 31合金の NaCl 水溶液中における疲労寿命の低下は、NaCl 濃度 0 ~ 0.1 wt % の範囲で著しく、それ以上になるとその低下は緩やかとなる。この疲労寿命の低下の割合は 30 cpm の方が 150 cpm よりも大きく、繰り返し速度の影響が認められた。また、き裂伝ば速度の増大は NaCl 濃度 0 ~ 0.1 wt % で顕著であり、それ以上の濃度になると、その増大はほとんど認められず、疲労寿命に及ぼす NaCl 濃度の影響とよい対応を示した。

(8) AZ 31合金の NaCl 水溶液中における破壊は大気中と同様粒内割れが支配的である。また、NaCl 水溶液中の破面はストライエーションによる破壊からへき開的な破壊へと移行することがわかった。こうした破壊様相の変化が疲労寿命の低下あるいはき裂伝ば速度の増大を促していることが知られた。

参 考 文 献

- (1) 佐藤：マグネシウムマニュアル，マグネシウム委員会，(1975), 95.
- (2) J. D. Hanawalt, Member AIME, C. E. Nelson and J. A. Peloupet : Tr. Am. Inst. Mining Met. Engrs., Inst. Metal Div., **147** (1942), 273.
- (3) 市川：軽金属，**7** (1957), 50, 65.
- (4) 麻田：軽金属，**8** (1958), 65.
- (5) 佐藤，喜田，中谷，清水：軽金属，**20** (1970), 398.
- (6) E. C. W. Perryman, M. A., A. I. M. Member : J. Inst. Metals, **78** (1951), 621.
- (7) W. L. Holshouser and J. A. Bennet : Proc. ASTM, **62** (1962), 683, SAE. J., **70** (1962-9), 60, Canad. Mech. & Metal Working, **74** [b] (1963-6), 148, J. Environmental Science, **5** [4] (1962-8), 16.

- (8) J. A. Bennet : *Acta Metall.*, **11** (1963), 799.
- (9) M. O. Speidel, M. J. Blackburn, J. R. Beck and J. A. Feeney : *Corrosion Fatigue ; Chemistry, Mechanics and Microstructure*, NACE, Houston, (1972), 324.
- (10) 軽金属協会：アルミニウムハンドブック，朝倉書店，(1963), 149 .
- (11) 竹内：軽金属， **16** (1955), 110 .
- (12) 深井，竹内：住友軽金属技報， **8** (1967), 181 .
- (13) 岡村：線形破壊力学入門，培風館， (1976), 217 .
- (14) 遠藤，駒井，中室：日本機械学会論文集， **35** (1969), 2154 .
- (15) 岩元：日本機械学会論文集， **34** (1968), 1345 .
- (16) 後藤，伊藤，清水：軽金属講演概要， (1973-11), 75 .
- (17) 杉本，沢田，森岡：日本金属学会誌， **32** (1968), 842 .
- (18) 堀部：軽金属， **18** (1968), 579 , **19** (1969), 105 , **19** (1969), 184 .
- (19) 井上，加藤：軽金属， **23** (1973), 78 .
- (20) 後藤，清水，伊藤：軽金属， **37** (1977), 442 .
- (21) Haneman und Schrader : *Ternäre Legierungen des Aluminiums*, (1952), 109.
- (22) 村上，那須，増山，河辺，大西，岸本：軽金属， **23** (1973), 492 .
- (23) 志村，大日方：軽金属， **19** (1969), 79 .
- (24) 北川，小寺沢：フラクトグラフィ，培風館， (1977), 84 .
- (25) 須藤，神保：日本金属学会誌， **35** (1971), 237 .
- (26) 遠藤，駒井，大西：日本機械学会論文集， **40** (1974), 1262 .
- (27) Christensen, R. H. : *Appl. Mat. Res.*, **2** (1963), 207.
- (28) 遠藤，駒井，松田：日本機械学会論文集，A編， **46** (1980), 1337 .
- (29) A. R. Despic, R. G. Raicheff and J. O'M Backris : *J. Chem. Phys.*, **49** (1968), 926.
- (30) 駒井：材料， **29** (1980), 754 .
- (31) 伊藤：腐食科学と防食技術，コロナ社，(1970), 316 .

第7章 疲労破壊と AE 挙動

7.1 緒 言

構造材料の変形・破壊過程を非破壊的かつ連続的に監視することは、機械・構造物の安全管理上重要な課題である。材料内部における組織構造の変化、塑性変形または割れなどに伴って貯えられたひずみエネルギーが解放され、その結果、弾性波を放出する現象をアコースティック・エミッション（Acoustic Emission、以下 AE と省略する）という。この手法の金属学への応用は1950年代から行われている¹⁾が、個々の金属材料の AE 挙動が十分に把握されておらず、AE 発生に及ぼす要因の整理が急務となっている。

引張り応力下における AE の発生源としては、すべり変形²⁾³⁾、転位の固着からの離脱⁴⁾、転位源の活性化⁵⁾⁶⁾、双晶⁷⁾、粒界すべり¹⁾、き裂の発生および成長⁸⁾⁹⁾などが挙げられている。一方、繰り返し応力下においては、図7-1に示すように塑性変形、破壊、き裂の開閉に伴う AE を発生し、しかも、それらは応力位相の影響を受けるため、疲労破壊における AE 挙動は引張り変形下のそれよりもさらに複雑なものとなる。疲労破壊過程における AE 挙動はこれまで鋼やアルミニウム合金など

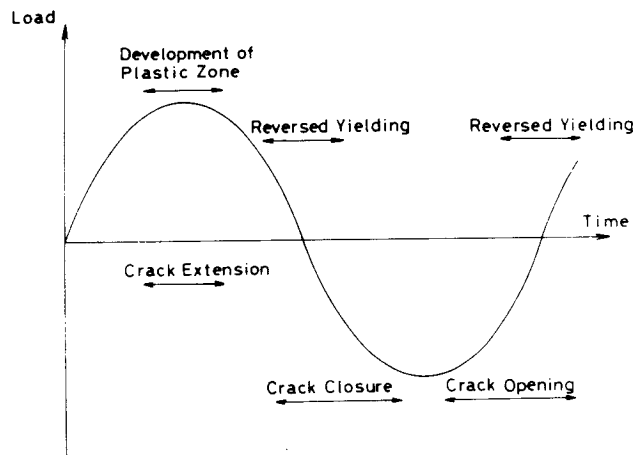


図7-1 疲労き裂伝ば時の AE の発生要因¹⁰⁾

について研究が成されており、最大荷重点で生ずる AE (peak load AE)と破壊力学との関係^{10)~13)}、 peak load AE に及ぼす応力比 R の影響¹⁶⁾¹⁴⁾、繰り返し応力速度の影響¹⁰⁾、温度の影響¹⁴⁾¹⁵⁾、力学的条件の影響¹²⁾およびき裂の開閉に伴う AE (closure AE)¹⁶⁾などについての検討が行われている。しかしながら、疲労破壊過程における AE 発生要因についてはいまだ不明確な部分が多く残されている現状である。とくに、前章までにおいて主に取り扱ってきたマグネシウム合金の疲労破壊過程における AE 挙動に関する研究は見当らず、その AE 挙動は不明である。

そこで、本章では AE 発生の度合いの比較的高いことで知られている 5052 アルミニウム合金および AE 挙動について明らかでない AZ 31 マグネシウム合金の疲労き裂伝ばに伴う AE 挙動について検討を加えた。

7.2 AE 測定法

AE 測定系のブロック線図を図 7-2 に示す。AE 検出には共振周波数 140 kHz のチタン酸ジルコン酸鉛 (PZT) 圧電型素子のトランスデューサーを用いた。トランスデューサーの取り付けの様子を図 7-3 に示す。トランスデューサーをベークライト製ホルダーに差し込み、それを圧縮バネを用いて試験片に密着させた。トランスデューサーと試験片との間の媒体として真空グリースを用いた。AE 信号の測定周波数域

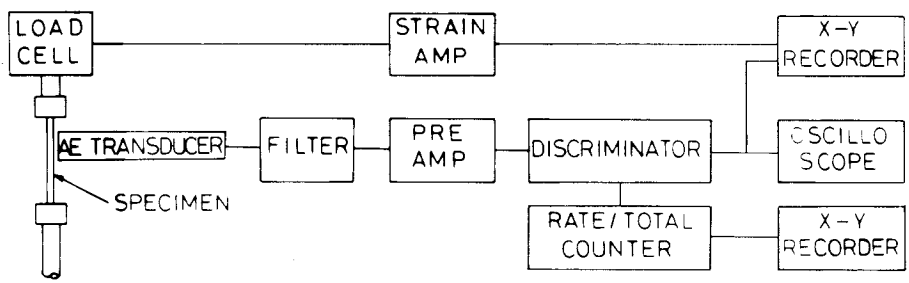


図 7-2 AE 測定系のブロック線図

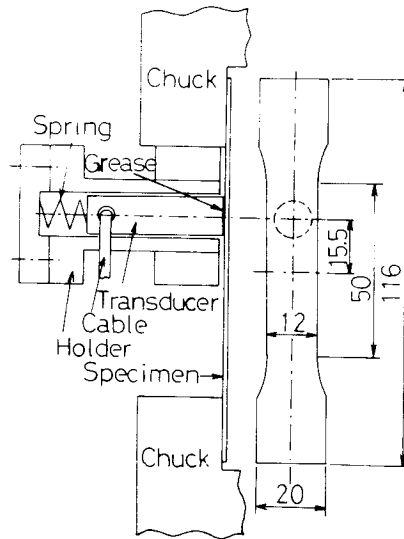


図 7-3 トランスデューサーホルダーの概観

はハイパスフィルターにより100 kHz 以上とし、また、AE 測定系の総合利得は80 dB とした。こうして生じたトランスデューサーの雑音レベルの大きさは約 $25\ \mu\text{V}$ であった。AE 計数の測定は事象計数法の一つである dead time 法を用い、不感時間は10 m sec とした。また、しきい値レベルはS / N比が2となるように $50\ \mu\text{V}$ 一定とした。

7.3 試料および実験方法

7.3.1 試 料

供試材は第6章と同じ厚さ1 mmの5052アルミニウム合金の圧延材および第5章と同じ板厚1.6mmのAZ 31マグネシウム合金の熱間押し出し材である。これら試料の化学成分を表7-1に示す。試験片は加工方向と平行な方向に切り出した。試験片の形状および寸法を図7-4に示す。なお、AZ 31合金はエメリー紙1200番までにより最終板厚を1 mmに調整した。試験片にはき裂の入る場所を指定するため、 60° のアンギュ

表 7-1 試料の化学成分

5052	Mg	Fe	Si	Cr	Cu	Mn	Al
	2.47	0.27	0.10	0.18	0.03	0.04	Bal.
AZ31	Al	Zn	Mn	Fe	Si	Cu	Mg
	3.22	0.95	0.13	0.008	0.011	0.001	Bal.

(wt%)

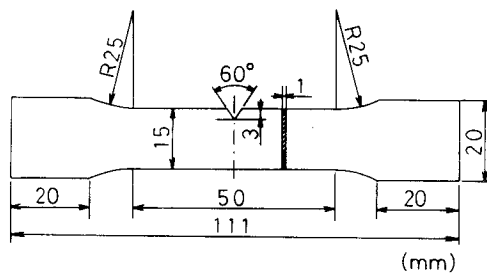


図 7-4 試験片形状

ラーカッターにより切欠きを入れた。切欠き底の曲率半径は約0.064 mmである。5052合金は機械加工後400℃で4時間保持した後、炉冷、空冷および水冷の処理を施した。また、AZ 31合金は加工後350℃で2時間保持後炉冷の処理を施した。熱処理後、5052合金は電解研磨、また、AZ 31合金は化学研磨を行い、実験に供した。

7.3.2 疲労試験

疲労試験機は図 6-2 と同じで、引張り-引張りの繰り返し荷重を負荷させるものである。応力波形は正弦波とし、繰り返し速度は150 cpm (サイクル/分)一定とした。なお、最小公称応力 $\sigma_{\min}$ は約1.5kgf/mm²一定である。

応力拡大係数Kの値は第6章の(6-1)式と同様 $K = \sigma \sqrt{\pi a} \cdot F(a/W)^{1/2}$ (σ : 公称応力、 a : き裂長さ、 W : 試験片の幅、 $F(a/W)$: 試験片形状による補正係数)より算出した。

7.4 実験結果

7.4.1 5052合金の AE 挙動

疲労き裂伝ば過程に伴う AE 挙動の一例を図 7-5 に示す。試料は400℃で4時間保持後炉冷したものである。X-Yレコーダに記録された AE 平均値出力についてみると、繰返し直後にはやや高い AE の発生がみられ、その後、いったん減少を示し、き裂が成長するにつれて再び徐々に増加していく。AE 計数率は平均値出力と同じ傾向が認められるが、き裂成長が急速となる破断近傍の繰返し数 3×10^4 回あたりから急激な増加を示す。また、AE 計数総数においても同様の傾向が認められる。なお、本実験においては AE 計数測定におけるしきい値レベルは $50 \mu V$ であり、X-Yレコーダに記録された AE 平均値出力の値からみると、AE 信号は計測されないことになるが、AE 計数は測定されている。これは X-Yレコーダの周波数応答性が低いためによるものである。しかしながら、X-Yレコーダにより記録された平均値出力の波形は AE 計数率とよい対応性を示しており、AE の発生状況は示されているものと考えられる。

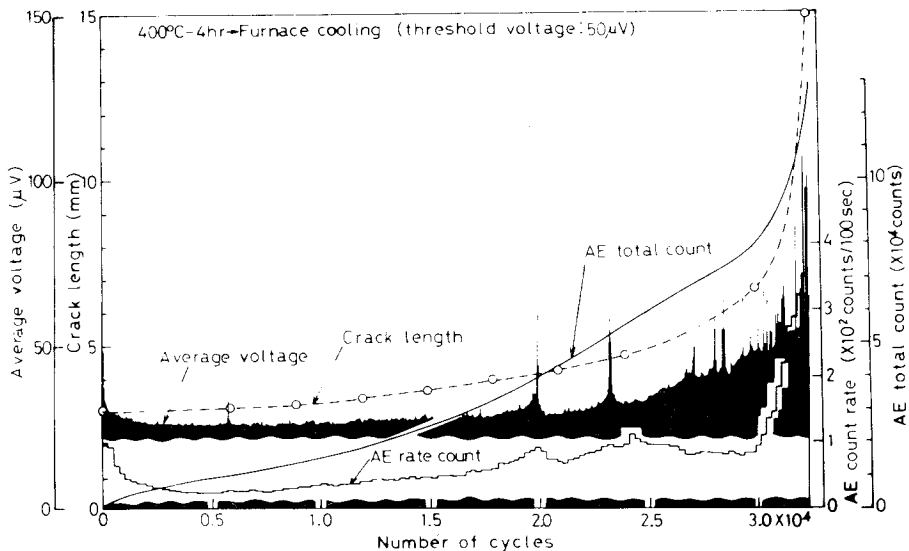


図 7-5 繰返し応力下における AE 挙動 (5052合金-炉冷材, $\Delta \sigma = 5.9 \text{ kg f/mm}^2$)

繰り返し応力下における AE の発生時を知るために、シンクロスコープに応力波形に対応させて掃引させた AE 波形の写真の一例を写真 7-1 に示す。繰り返し数 2.5×10^4 回までにおいては AE の発生は最大荷重近傍で認められる¹⁸⁾。き裂が急速

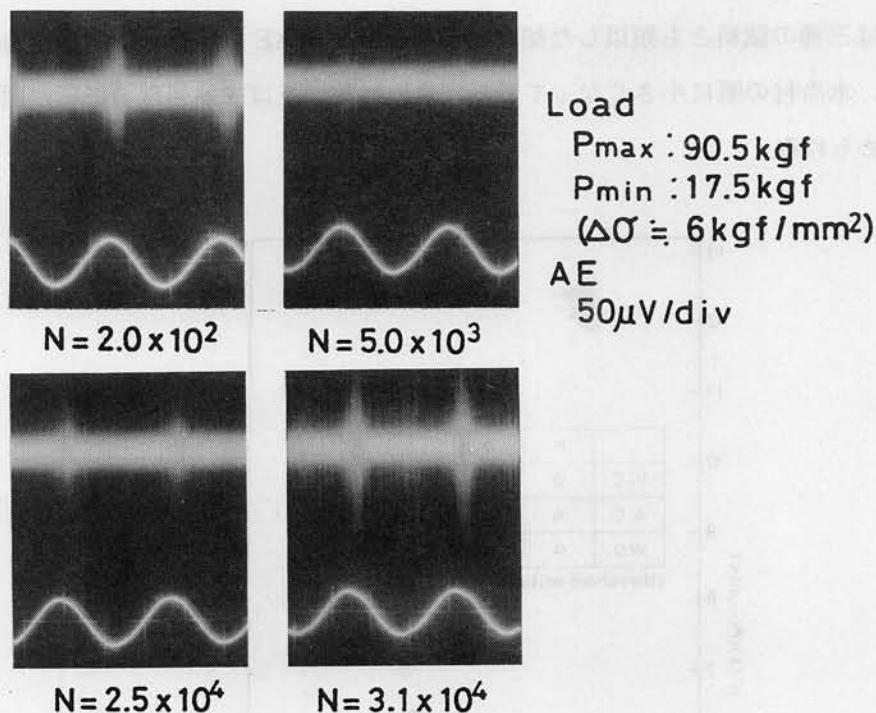


写真 7-1 繰り返し応力に伴う AE 波形
 (5052 合金—炉冷材)

に伝ばし始める破断近くの 3.1×10^4 回になると、最大荷重付近以外に最小荷重付近においても AE 波形が認められるようになる。しかし、最小荷重付近の AE 出力の大きさは最大荷重付近のそれよりも小さくなっている。一般に、引張り—圧縮による疲労においては、き裂発生後すぐに圧縮荷重時においてかなり高い AE の発生がみられる¹⁹⁾²⁰⁾。しかし、本実験では最小荷重時においても引張り荷重が負荷された状態となっているため、最終破断近傍になるまで最小荷重時の AE 発生がほとんどみられなかったものと思われる。また、破断近くになると、破壊形態が延性的（ディンプルを伴う破壊）となり、最小荷重付近において破面同士のこすれ合いを生じて AE の

発生が認められるようになるものと考えられる。したがって、このようにある程度の初期荷重を与えることにより、AE 発生の荷重位相位置を最大荷重付近に限定することになる。

つぎに、応力変動幅 5.9 および 7.6 kgf/mm^2 における三種の試料の繰返しに伴うき裂長さおよび AE 計数総数の変化を図 7-6、7 に示す。き裂長さと繰返し数との関係は三種の試料とも類似した傾向がみられるが、AE 計数総数の値は炉冷材、空冷材、水冷材の順に小さくなっており、AE 計数に及ぼす熱処理の影響が明らかに認められる。

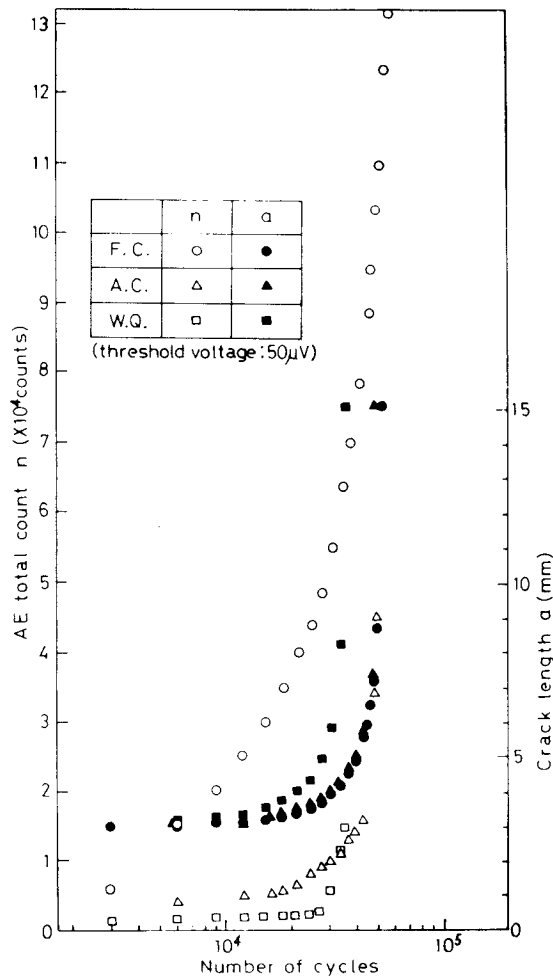


図 7-6 繰返し数に伴うき裂長さと AE 計数総数の変化 (5052合金, $\Delta\sigma = 5.9 \text{ kg f/mm}^2$)

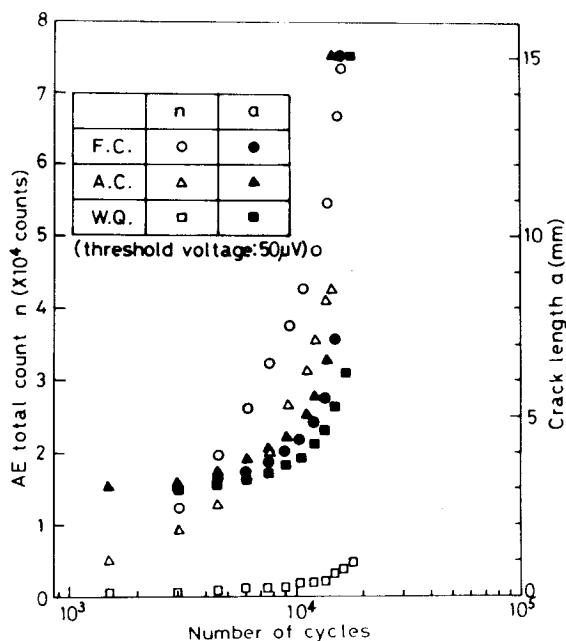


図7-7 繰返し数に伴うき裂長さと AE 計数総数の変化 (5052合金, $\Delta\sigma = 7.6 \text{ kg f/mm}^2$)

7.4.2 AZ 31合金の AE 挙動

AZ 31合金焼なまし材の繰返し応力下における AE 挙動を図7-8~10に示す。
き裂伝ぱに伴う平均値出力の値は応力変動幅が大きくなるほど高くなることがわか

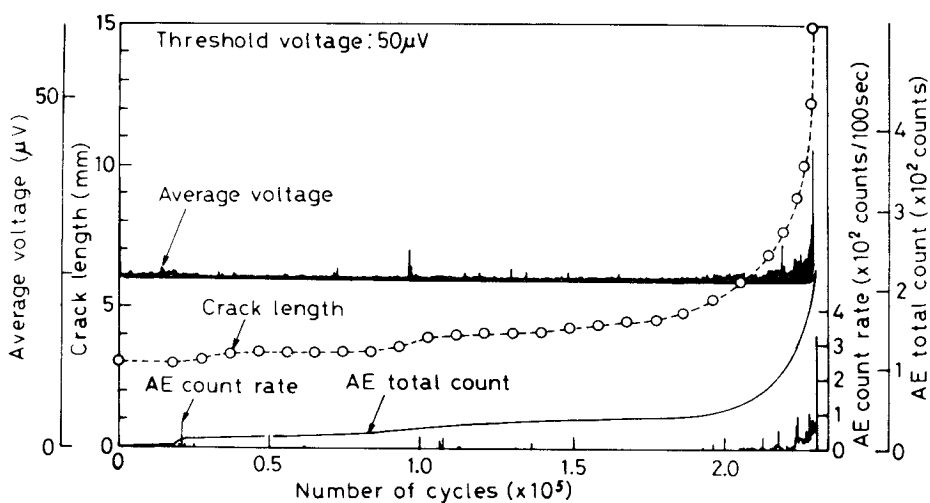


図7-8 繰返し応力下における AE 挙動 (AZ 31合金—焼なまし材, $\Delta\sigma \approx 2.5 \text{ kg f/mm}^2$)

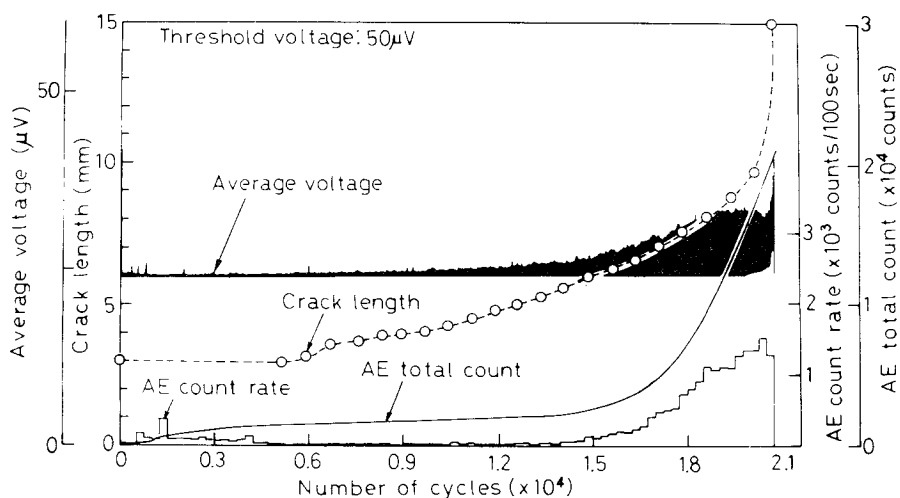


図7-9 繰り返し応力下における AE 挙動 (AZ 31合金—焼なまし材, $\Delta\sigma \approx 4.0 \text{ kg f/mm}^2$)

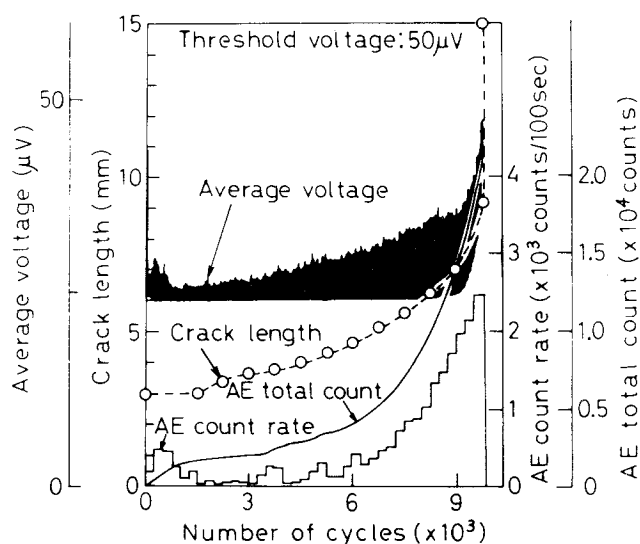


図7-10 繰り返し応力下における AE 挙動 (AZ 31合金—焼なまし材, $\Delta\sigma \approx 5.4 \text{ kg f/mm}^2$)

る。また、応力変動幅が小さいときには明らかでないが、応力変動幅 5.4 kgf/mm^2 の場合には、5052合金の場合と同様、繰り返し数の初期において幾分高い AE がみられ、その後、いったん減少して、き裂が成長し始める時点から徐々に増加していく。また、AE 計数率についてみると、繰り返し初期において AE 計数率のピークが認められ、

その後、き裂の成長に伴い AE 計数率は増加していく。AE 計数総数は繰り返し初期において幾分増加が大きく、その後、その増加は緩やかとなり、き裂長さ a が 5 ～ 6 mm になると増加が急激となる。

つぎに、応力変動幅が 4 kgf/mm^2 における加工材の結果を図 7-11 に示す。加工材のき裂成長に伴う AE 挙動は焼なまし材のそれとほぼ類似した傾向が認められる。しかし、繰り返し初期をみると、加工材の計数率の値は焼なまし材よりも小さく、また、加工材では焼なまし材において認められた明りような計数率のピークはみられない。

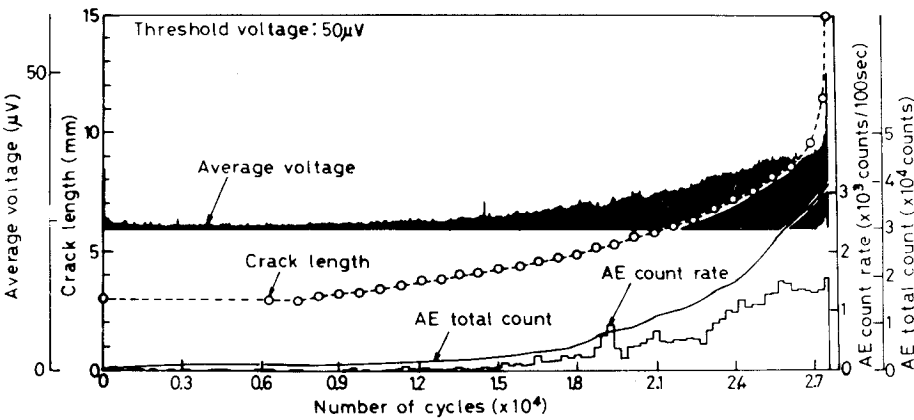


図 7-11 繰り返し応力下における AE 挙動 (AZ 31 合金—加工材, $\Delta\sigma \cong 4.0 \text{ kg f/mm}^2$)

7.5 考 察

7.5.1 5052 合金の AE 挙動に及ぼす微視組織の影響

5052 合金を 400°C で 4 hr 熱処理した後、炉冷、空冷および水冷を施した三種の試料の繰り返し応力下における AE 計数総数には明りような差が認められた。本実験においてはき裂長さが最終破断近傍になるまでは、AE 発生は主に最大荷重近傍において認められることから、繰り返し応力下における AE 発生としては、割れに伴う AE とき裂先端での塑性変形に伴う AE に分けられる²¹⁾²²⁾。そこで、熱履歴の異なる三種の試料についてき裂伝ば速度と応力拡大係数変動幅との関係をもとめてみると、

図 7-12 となる。図から明らかなように、炉冷材、空冷材、水冷材のき裂伝ば速度は一つの曲線で整理されており、三種の試料のき裂伝ば速度にはほとんど差異がみられない。したがって、これら三種の試料における割れに伴う AE 発生の変異は比較的小さいものとみなされる。つぎに、き裂先端での塑性変形を調べるために引張り試験

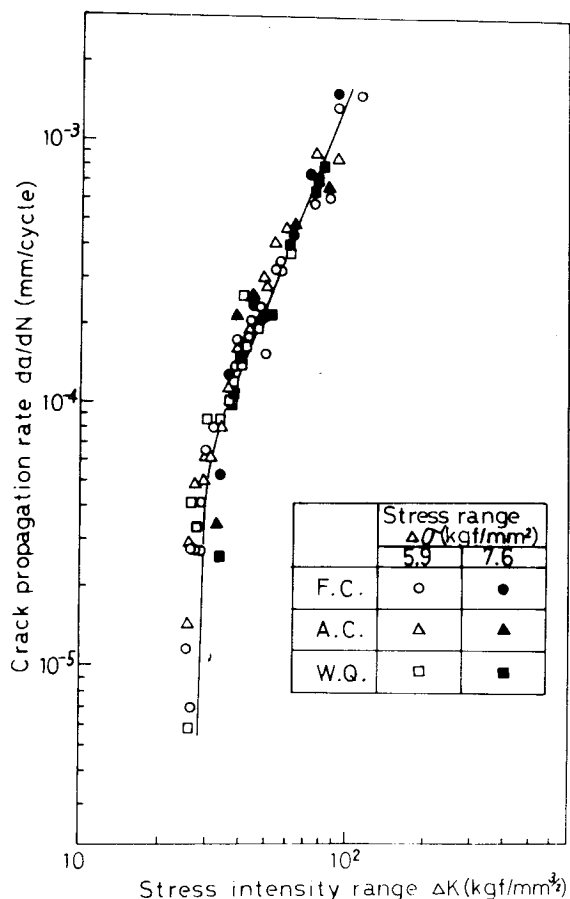


図 7-12 き裂伝ば速度と応力拡大係数変動幅との関係 (5052合金)

を行った。その結果を図 7-13~15に示す。試験片は平行部 $1 \times 12 \times 50$ mmの平滑材で、変形速度は 5 mm/min とした。また、AE 計数はリングダウン法を用い、しきい値レベルは 50 および $100 \mu\text{V}$ の二種類とした。炉冷材の場合についてみると、応力-ひずみ曲線には比較的明りょうな降伏点がみられる。AE 平均値出力は降伏点に対応し

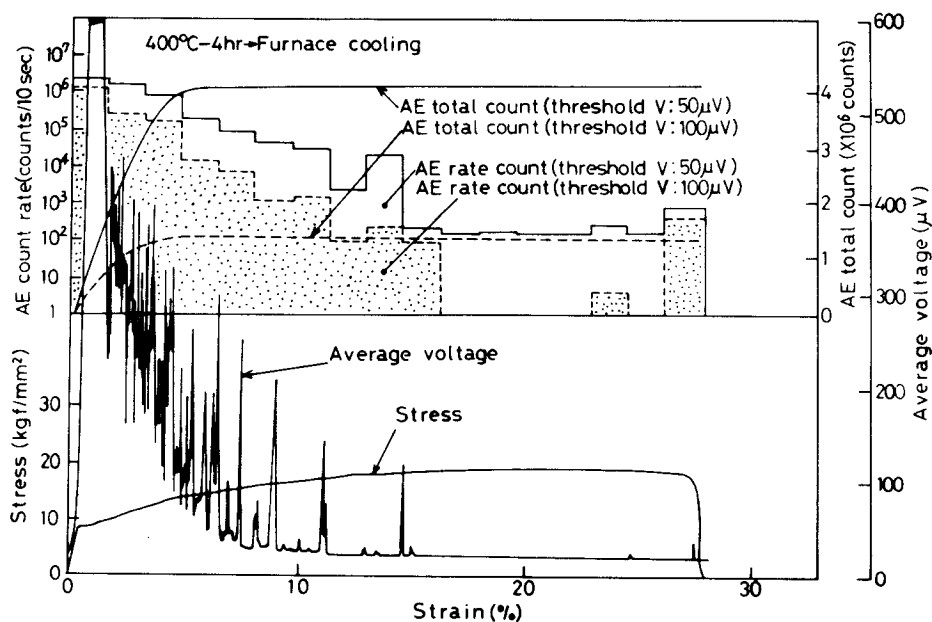


図 7-13 引張り変形における AE 挙動 (5052合金—炉冷材)

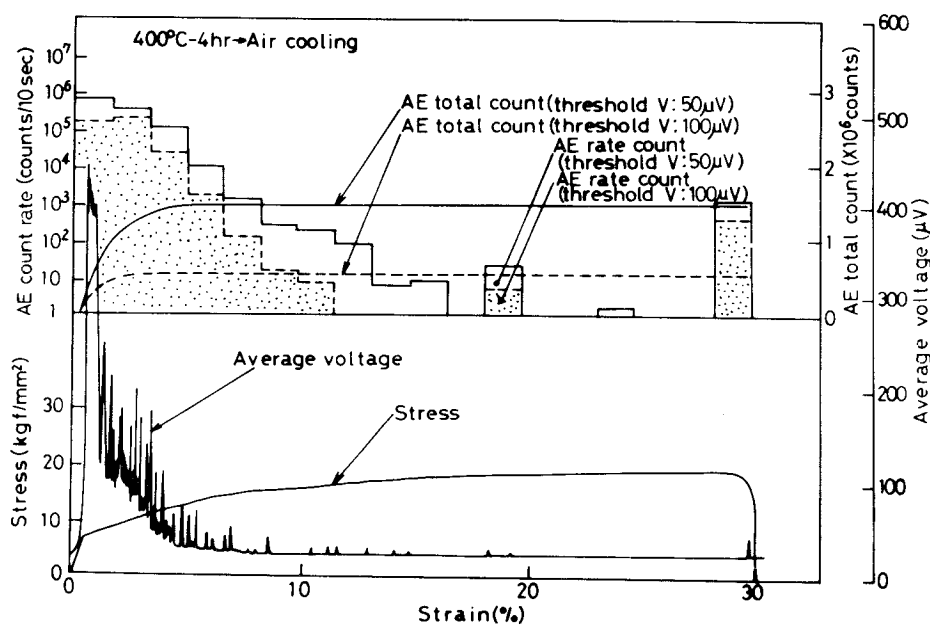


図 7-14 引張り変形における AE 挙動 (5052合金—空冷材)

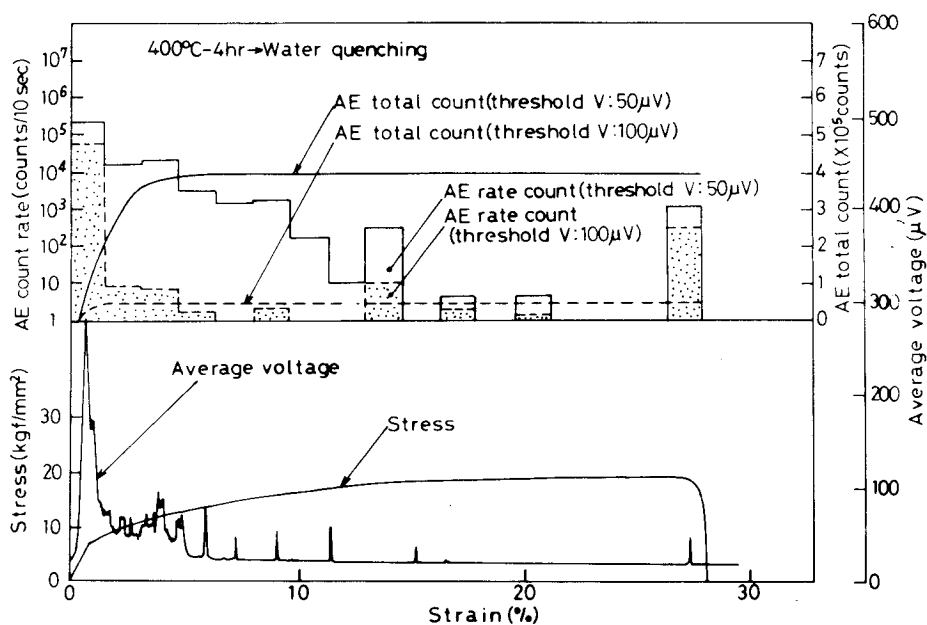


図 7-15 引張り変形における AE 挙動 (5052合金-水冷材)

てピークを示し、その後、応力-ひずみ曲線においてはあまり明りように現れていないが、セレイションに伴う突発型の AE を生じる。AE 計数率は平均値出力と同様降伏点近傍で最も高く、その後、漸次減少していく。しきい値レベルが $100 \mu V$ になると、AE 計数率はしきい値レベル $50 \mu V$ の場合に比して明らかに低くなる。なお、計数率が 0 % の時点ですでに高い値を示しているが、変形初期における AE の発生は転位の運動に伴うものであり、また、降伏点近傍(耐力)になると転位運動は活発となることから、計数時間をさらに短くすることによって AE 計数率は降伏点近傍でピーク値を示すようになる。その一例を図 7-16 に示す。また、AE 計数総数はひずみとともに増大していくが、あるひずみ以上になると定常状態となる。

加熱保持後の冷却速度が速くなるにつれて明りような降伏点は認められなくなり、平均値出力の波形も空冷材では炉冷材においてみられた降伏点に対応した連続型波形は減少し、水冷材では急激に上昇した後、即座に低下していく。また、そのピーク値

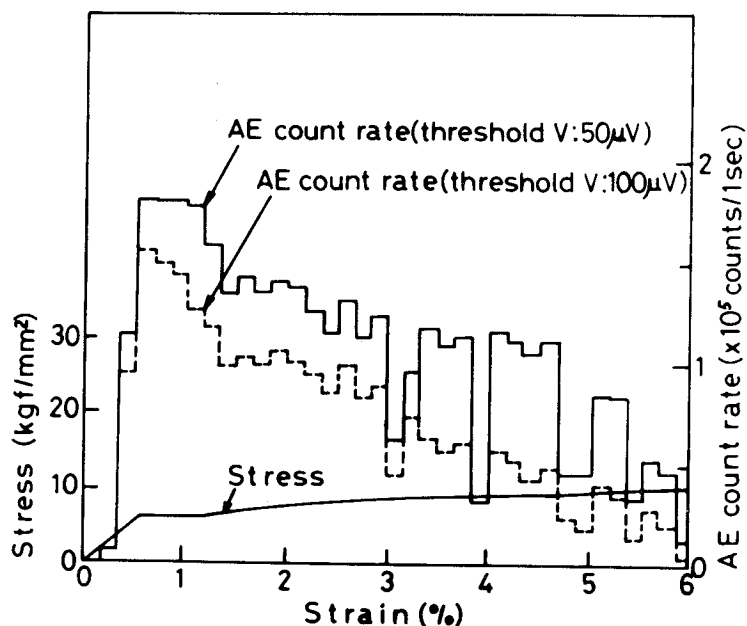


図 7-16 引張り変形における AE 挙動 (5052合金-炉冷材)

も炉冷、空冷、水冷の順に低くなっていく。こうした冷却速度の違いによる AE 発生 の低下は計数率においても認められる。

以上、三種の試料における AE 挙動の差異は引張り変形下においても認められ、とくに、降伏点(耐力)近傍で顕著である。繰り返し応力により生じる塑性域はき裂先端近傍のみに生じるため、引張り変形の場合とは異なるが、こうした三種の試料の塑性変形における AE 挙動の差異が疲労き裂先端の塑性領域においても起きているものとみなされる。

さらに、この原因について考察してみる。三種の試料の機械的性質を求めてみると表 7-2 となり、試料間における明りような差異は指摘しがたい。焼鈍された Al-Mg 合金は軟鋼と同様明りような降伏点を示し、リュウダース帯の伝ばの起ることが知られている²⁴⁾²⁵⁾。リュウダース帯の伝ばはつぎのようにして起るといわれている。すなわち、結晶粒内に発生した転位が結晶粒界に推積し、その結果、推積された転位の先端部に応力集中を引き起し、引張り応力が臨界応力に達すると転位は固着から離

表 7-2 三種の試験片の機械的性質

Heat treatment		0.2% Proof stress (kgf/mm ²)	Tensile strength (kgf/mm ²)	Elongation (%)	Hardness (Hv)
400°C-4hr	F. C.	7.9	18.4	28.1	46.4
	A. C.	7.9	18.5	28.2	46.5
	W. Q.	8.2	19.2	27.8	49.6

F.C.:Furnace cooled, A.C.:Air cooled, W.Q.:Water cooled.

脱して連鎖反応的につぎからつぎへと他の固着転位をはずして起るといわれている²⁶⁾。Al-Mg 単結晶においては降伏点はみられず、リュース・ダース帯の伝播がみられないといわれており²³⁾、Al-Mg 多結晶の降伏現象には結晶粒界における転位の固着力は重要な要因と考えられる。組織観察を行ったところ、三種の試料の結晶粒径は30~40 μ m で熱処理による違いはみられない。しかし、写真 7-2 に示すように、炉冷材の結晶粒界に β 相 (Mg_2Si) と思われる析出物が一部観察される²⁷⁾²⁸⁾が、水冷材ではほとんど認められない。このことは加熱後の冷却速度が遅いと、マグネシウム原子が結晶粒界に優先析出し易くなることを予想させるものである。こうしたマグネシウム原子の偏析の差異により、降伏点(耐力)近傍における AE 挙動が異なるものと考えられる。

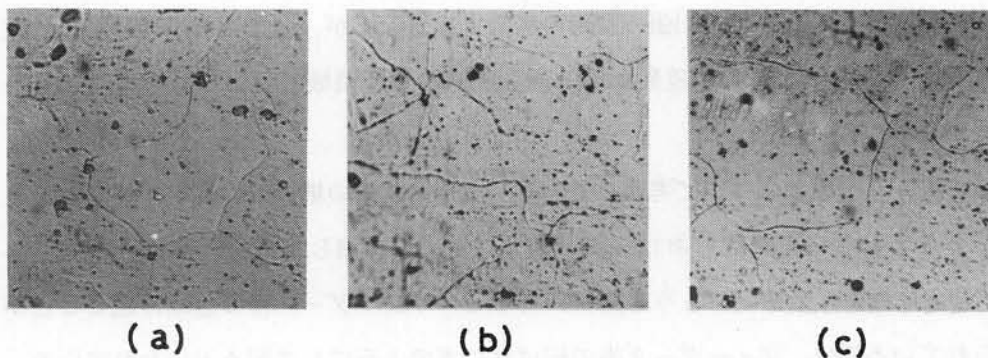


写真 7-2 5052合金の光学顕微鏡組織

(a): 炉冷材, (b): 空冷材, (c): 水冷材

7.5.2 疲労き裂の初期段階における AE 挙動

繰り返し初期における AE 計数率および AE 計数総数をみると、つぎのような特徴が認められる。その模式図を図 7-17 に示す。すなわち、AZ 31 合金においては、

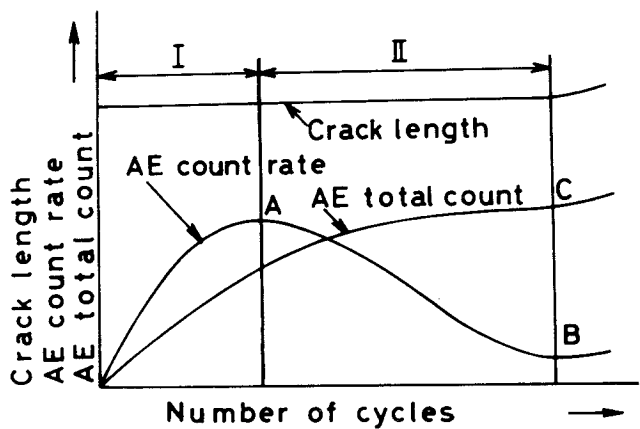


図 7-17 繰り返し初期における AE 計数率および AE 計数総数の変化の模式図

AE 計数率はピーク (A) を示し、その後、繰り返しの伴って減少して極小値 (B) を呈し、再び、徐々に増加していく。また、AE 計数総数はいったん増加した後、定常状態となり、その後、変曲点 (C) を示して徐々に増加していく。この AE 計数率の B 点および AE 計数総数の C 点はマクロ的なき裂が発生し始める時点とほぼ対応している。この傾向は 5052 合金においても認められるが、AE 計数率においては I 領域は認められず、II の領域だけが認められる。

疲労試験片と同じ切欠き試験片の引張り試験結果を図 7-18 に示す。AE 計数率は平滑材と同様耐力近傍でピークを呈し、その後、ひずみの増加につれて減少していく。また、AE 計数総数はあるひずみ以上になると定常状態となっている。なお、切欠き材の耐力の値は 8.2 kgf/mm^2 であり、平滑材の値とほぼ一致している。この引

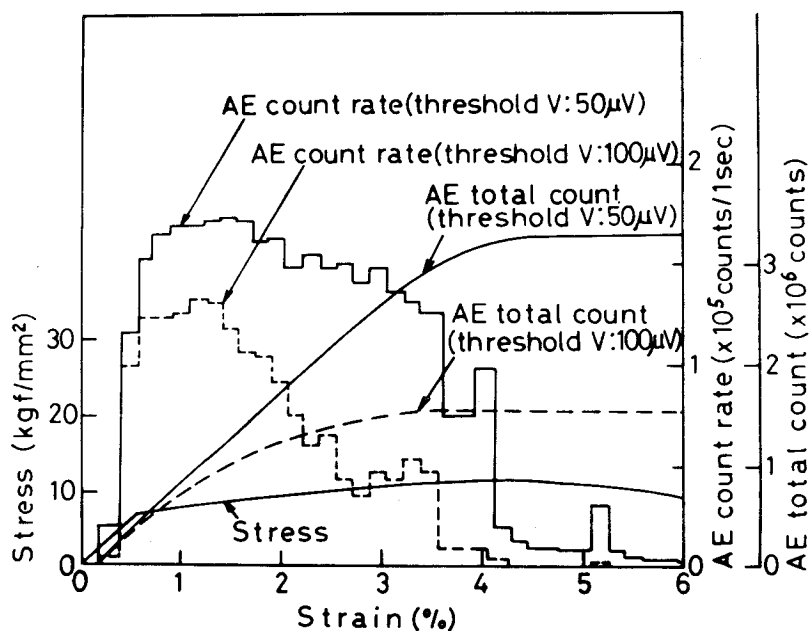


図 7-18 切欠き材の引張り変形における AE 挙動
(5052合金-炉冷材)

張り変形における AE 挙動は図 7-17 の繰り返し応力下における AE 挙動とよく似かよっていることがわかる。したがって、繰り返し応力下における AE 計数率のピーク(A)は、繰り返し応力により切欠き底先端に降伏領域が形成し始めたことを示すものではないかと考えられる。その後、き裂先端での加工硬化が進むにつれて、AE 発生は Kaiser 効果¹⁾ (応力を負荷した後除荷した場合、AE の発生は一度負荷された応力まで認められない現象) により減少するものとみなされる。さらに、マクロ的なき裂が入ると、割れおよび新しい塑性域の形成に伴い AE 計数率および AE 計数総数は再び徐々に増加していくものと思われる。なお、5052合金においては、図 7-17 における I 領域は観察されないが、これは最大応力 $\sigma_{\max}$ が引張りの耐力にほぼ近いために、繰り返し直後にき裂先端部が降伏現象を生じたことによるものと考えられる。

以上、繰り返し応力下において、AE 計数率または AE 計数総数の変化点（B 点または C 点）からマクロ的なき裂発生を検知できることが予想され、疲労き裂発生のもニタリングとしての AE 法の有用性を示唆するものである。

7.5.3 疲労き裂伝ば過程における AE 挙動

Harris ら¹¹⁾は peak load AE の発生源としてき裂伝ばに伴うエネルギー解放を考え、そのときに生じる AE 計数を n_1 としてつぎの関係を導いた。いま、荷重サイクル中最大荷重のときにき裂が da 進むとすると、そのときのエネルギー解放量 U は、板厚を B とすると、

$$U = BG_{\max}da = B(K_{\max}^2/E)da \quad (7-1)$$

で表される。ここで、 $G_{\max}$ はひずみエネルギー解放率、 $K_{\max}$ は最大応力拡大係数、 E はヤング率である。き裂伝ばに伴う AE 計数率 n_1 がこのエネルギー解放量に比例すると仮定すると、1 サイクルごとの AE 計数率 dn_1/dN は次式で示される。

$$\frac{dn_1}{dN} = C_1 BG_{\max} \frac{da}{dN} = C_1 \frac{B}{E} K_{\max}^2 \frac{da}{dN} \quad (7-2)$$

その後、Lindley ら¹²⁾は peak load AE の発生源として、き裂伝ばに伴うエネルギー解放とき裂先端に形成される降伏域内での塑性変形の二つの要因を考え、そのとき生じる AE 計数をそれぞれ n_1 および n_2 として関係式を導いた。ここで、 n_1 は Harris らによって求められた n_1 と同一である。き裂先端の塑性域寸法 r_p は $r_p = \alpha (K_{\max}/\sigma_{ys})^2$ (α : 定数、 σ_{ys} : 降伏応力) で与えられる。いま、1 サイクルあたりにき裂が da 進むと塑性域寸法も da 前進するものと考えられるから、塑性域体積の増加量は $\Delta V = B \alpha (K_{\max}/\sigma_{ys})^2 da$ となり、塑性変形に伴う AE 計数率 n_2 が新しい降伏域体積の増加量に比例すると仮定すると、1 サイクルごとの AE 計数率 dn_2/dN は次式で表される。

$$\frac{dn_2}{dN} = C_2 B \alpha \left(\frac{K_{\max}}{\sigma_{ys}} \right)^2 \frac{da}{dN} \quad (7-3)$$

したがって、1サイクルごとの AE 計数率 dn/dN は (7-2)、(7-3) より

$$\frac{dn}{dN} = \frac{dn_1}{dN} + \frac{dn_2}{dN} = \left(\frac{B}{E} C_1 + \frac{B \alpha}{\sigma_{ys}^2} C_2 \right) K_{max}^2 \frac{da}{dN} \quad (7-4)$$

となる。結果としては (7-2) と同じ関係が導かれる。

そこで、この関係式に基づいて本実験の結果を整理してみると、図 7-19~21 となる。5052 合金についてみると、試料間における差異が明りように認められ、それらの差は $K_{max}^2 \cdot da/dN$ が小さいほど顕著である。炉冷材のグラフの傾きはほぼ一定で、約 1/3 である。また、空冷材、水冷材のグラフの傾きは $K_{max}^2 \cdot da/dN$ の小さな領域では約 1 で、(7-4) 式をほぼ満足する。しかし、 $K_{max}^2 \cdot da/dN$ が大きくなると、

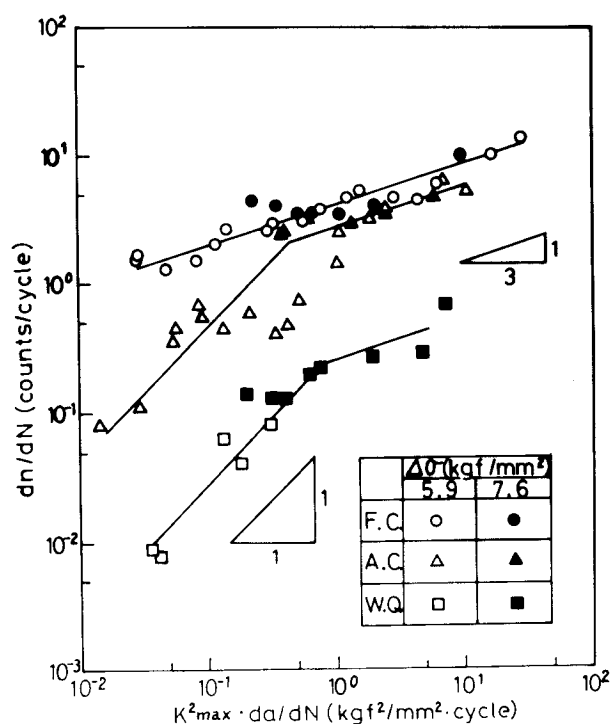


図 7-19 dn/dN と $K_{max}^2 \cdot da/dN$ との関係
(5052 合金)

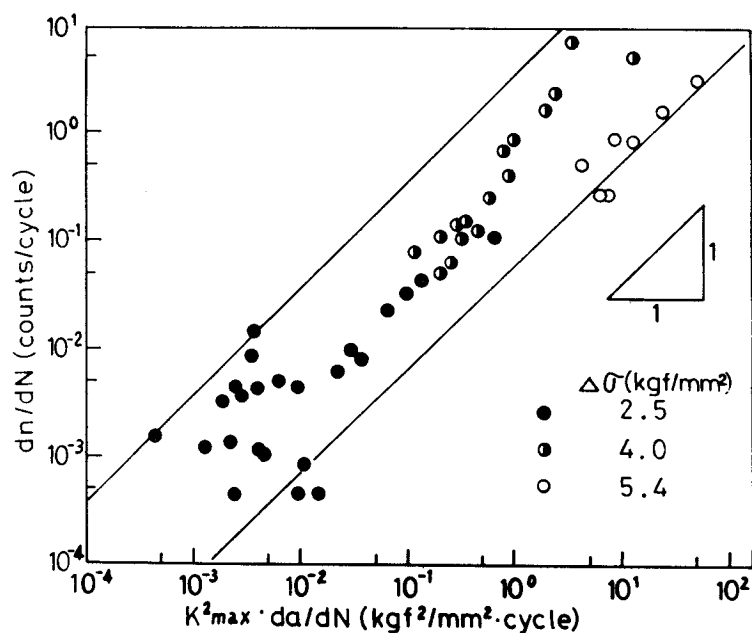


図 7-20 dn/dN と $K^2_{max} \cdot da/dN$ との関係
(AZ 31合金—焼なまし材)

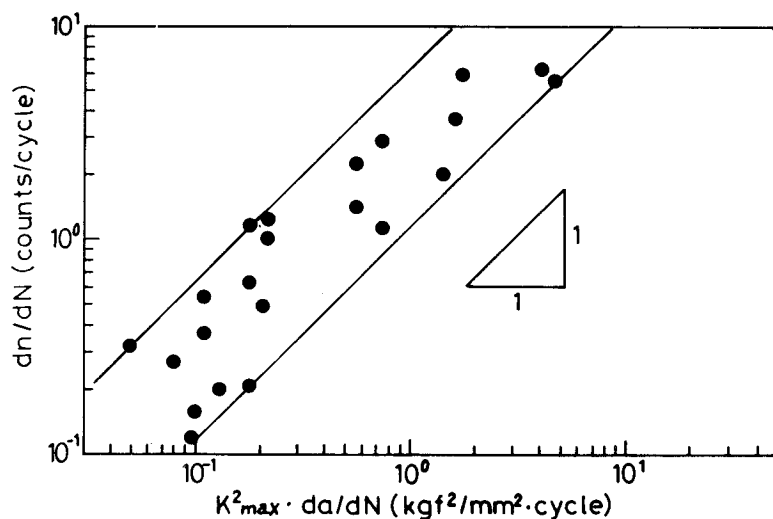


図 7-21 dn/dN と $K^2_{max} \cdot da/dN$ との関係
(AZ 31合金—加工材, $\Delta\sigma = 4.0 \text{ kgf/mm}^2$)

グラフの傾きは緩やかとなり約 $1/3$ 程度となる。本実験に用いた 5052 合金においては (7-4) 式を満たす部分は一部に限られる。一方、AZ 31 合金焼なまし材についてみると、データのバラツキはかなり認められるが、三種類の応力変動幅の結果はいず

れもほぼ一つの直線帯内で整理され、その傾きは約 1 で、(7-4) 式をほぼ満足しうる。また、加工材においてもグラフの傾きは約 1 で、比較的よい対応がみられる。このように 5052 合金と AZ 31 合金とで dn/dN と $K_{\max}^2 \cdot da/dN$ との相関関係が幾分異なるのは、5052 合金焼なまし材は AZ 31 合金に比べてより延性的であるためき裂伝ば挙動が複雑となっているためではないかと考えられる。

以上、AZ 31 合金における AE 計数率 dn/dN が力学的因子 $K_{\max}^2 \cdot da/dN$ により評価されうることは、AE 法がマグネシウム合金の疲労き裂伝ば過程のモニタリングとして有用であることを示すものである。

7.6 結 言

5052 アルミニウム合金を 400℃ で 4 時間熱処理後、炉冷、空冷および水冷処理を施した三種の試料および AZ 31 マグネシウム合金の切欠き材を用いて、繰り返し応力下における AE 挙動を調べ、得られた結果はつぎのように要約される。

(1) 5052 合金の繰り返し応力下における AE 発生の度合いは、炉冷材、空冷材、水冷材の順に低くなった。この三種の試料の AE 発生の度合いの違いは、き裂伝ばに伴う AE によるものではなく、き裂先端での塑性変形の差異によるものであると推察された。

(2) 繰り返し初期における AE 計数率または AE 計数総数の変化からマクロ的なき裂発生時を予想しうることが知られた。

(3) AZ 31 合金の疲労き裂伝ば過程における dn/dN と $K_{\max}^2 \cdot da/dN$ との間には一次関係が成り立った。このことは AE 法がマグネシウム合金の疲労き裂伝ば過程のモニタリングとして有用なることを示すものである。

参 考 文 献

- (1) J. Kaiser : Ark. Eisenhüttenwesen, **24** (1953), 43.
- (2) E. R. Fitzgerald : J. Acoust. Soc. Am., **32** (1960), 1270.
- (3) P. P. Gillis : ASTM STP, 505 (1972), 20.

- (4) D.R. James and S. H. Carpenter : J. Appl. Phys., **42** (1971), 4686.
- (5) R. T. Sedgwick : J. Appl. Phys., **39** (1968), 1728.
- (6) T. Imanaka et. al. : *Crystal Lattice Defects*, **4** (1973), 57.
- (7) J. P. Toronchuk : Materials Evaluation, **37** (1977), 51.
- (8) A. S. Tetelman and R. Chow : ASTM STP, 505 (1972), 30.
- (9) 小野：鉄と鋼, **59** (1973), 132.
- (10) Morton, T. M., Smith, S. and Harrington, R. M. : Exptl. Mech., **14** (1974), 208.
- (11) Harris, D. O. and Dunegan, H.L. : Exptl. Mech., **14** (1974), 71.
- (12) Lindley, T. C., Palmer, I. G. and Richards, C. E. : Materials Science and Engineering, **32** (1978), 1.
- (13) 大平, 岸, 堀内：非破壊検査, **29** (1980), 189.
- (14) 永田, 榊原, 森, 大平, 岸：日本機械学会講演予稿集, 790-2(1979), 193
- (15) Nagata, T., Mori, Y., Sakakibara, Y. and Kishi, T. : *The 4th AE Symposium*, Tokyo, (1978-9) 3-45.
- (16) 大平, 岸, 堀内：日本金属学会講演概要, (1978-10), 41.
- (17) 岡村：線形破壊力学入門, 培風館, (1976), 217.
- (18) 羽田野：材料, **24** (1975), 974.
- (19) 門田：日本金属学会シンポジウム講演予稿, アコースティックエミッションと音波物性, (1978-10), 37.
- (20) 大平, 岸, 堀内：日本金属学会シンポジウム講演予稿, アコースティックエミッションと音波物性, (1978 - 10), 41.
- (21) H. L. Dunegan, D. O. Harris and C. A. Tatro : Eng. Fract. Mech., **1** (1968), 105.
- (22) I. G. Palmer : Mater. Sci. Eng., **11** (1973), 227.
- (23) 岸, 小幡, 田中, 榊原, 堀内, 青木：日本金属学会誌, **40** (1976), 492.
- (24) V. A. Phillips, A. J. Swain and R. Eborall : J. Inst. Metals, **81** (1952-53), 625.

- (25) 堀内, 石川: 日本金属学会誌, **34** (1970), 257.
- (26) 鈴木: 鉄と鋼, **50** (1964), 2351.
- (27) 鳥飼, 季: 生産研究, **29** (1977), 149.
- (28) 森永: 非鉄金属顕微鏡写真集, 日刊工業新聞社, (1972), 27.

第 8 章 腐食疲労と AE 検知

8.1 緒 言

第 7 章において、マグネシウム合金の大気中における疲労破壊過程のモニタリングとして AE 技法が有用なることを示した。一方、腐食環境中の疲労破壊の場合、疲労き裂の発生、伝ばは腐食の影響により一層促進されるため、機械・構造物の安全管理はさらに重要になってくる。

とくに、腐食環境中の場合には、き裂の発生、伝ば過程を目視することが困難である場合が多く、非破壊的かつ連続的に外部より機械・構造物を管理することが要求される。そこで、本章では NaCl 水溶液中における AZ 31 合金の腐食疲労破壊に対して AE 法を適用し、マグネシウム合金の腐食疲労破壊過程における AE 挙動について調べた。

8.2 試料および実験方法

8.2.1 試 料

供試材は AZ 31 マグネシウム合金で、第 5 章と同じ板厚 1.6mm の熱間押し出し材である。試験片は押し出し方向と平行な方向に切り出した。その後、エメリー紙研磨により最終板厚を 1mm に調整した。試験片の平行部形状および切欠きは第 7 章と同じであるが、トランスデューサーを腐食液に浸さないようにするために試験片つかみ上部の長さを 10mm 長くした。試験片は 350℃ で 2 hr 焼なましを施した後、硝酸 1 : エチルアルコール 2 の混合液で化学研磨を行い、実験に供した。

8.2.2 実験方法

AE 検出器および AE 計測系は第 7 章と同様である。最初に、第 7 章の大気中で行ったと同じ AE 計測条件で実験を行った。つぎに、AE 挙動をさらに詳しく調べるために、AE 出力のピーク値 V_p について検討を加えた。なお、 V_p の値は一定繰り返し数ごとにディスクリレベルを変化させ、AE 計数が行われなくなるときの値により決定した。

疲労試験機は第 7 章において用いた試験機で、引張り－引張りの繰り返し荷重が負

荷される。応力変動幅 4 kgf/mm^2 、応力比0.27一定の正弦波荷重で、繰り返し速度は150および30 cpm（サイクル/分）の二種類を用いた。

試験片の水溶液にさらされる部分を試験片平行部の切欠きを含む10mmに限定するため、試験片のそれ以外の部分および試験片取り付け金具はすべてビニール液（換気扇リパック、リンレイ製）により塗布した。

腐食液としては、イオン交換した蒸留水を溶媒、特級試薬 NaCl を溶質とした 0 ～ 0.5 wt % NaCl 水溶液を用いた。なお、本実験では比較的濃度の低い NaCl 水溶液を採用したのは、NaCl 濃度が高くなると腐食溶解が著しくなり、その結果、き裂伝ば過程が不明りょうとなる、また、マグネシウム合金の利用を考えた場合には、マグネシウム合金は実用金属中で最も卑な金属であることから、水道水あるいは雨水などの比較的希薄な塩素濃度を考慮する必要があるものと考えたからである。なお、水溶液中の実験は最小荷重下で試験片を水溶液中に10 min 間保持した後に実験を開始した。また、試験はいずれも室温で行った。

8.3 実験結果

8.3.1 食塩水中における疲労き裂伝ばに伴う AE 挙動

繰り返し速度150 cpm における疲労き裂伝ば過程における AE 挙動の一例を図 8-1、2 に示す。AE 計測条件は第 7 章において AE を調べたそれと同様で、AE 計数に用いたしきい値レベルは $50 \mu \text{V}$ である。蒸留水中の結果についてみると、平均値出力の値は第 7 章の大気中のそれとほぼ同じで、ほとんど差異はみられないが、AE 計数の値は大気中に比べてやや高くなる。すなわち、マグネシウム合金は水と接触しているだけで AE 発生数の多くなる傾向を示す。0.125% NaCl 水溶液中の場合には、平均値出力の値は大気中、蒸留水中より明らかに高く、塩素イオンを含む水溶液中では AE 出力の値は高くなるのがわかる。また、AE 計数の値も高くなっており、AE 発生頻度も著しくなる。

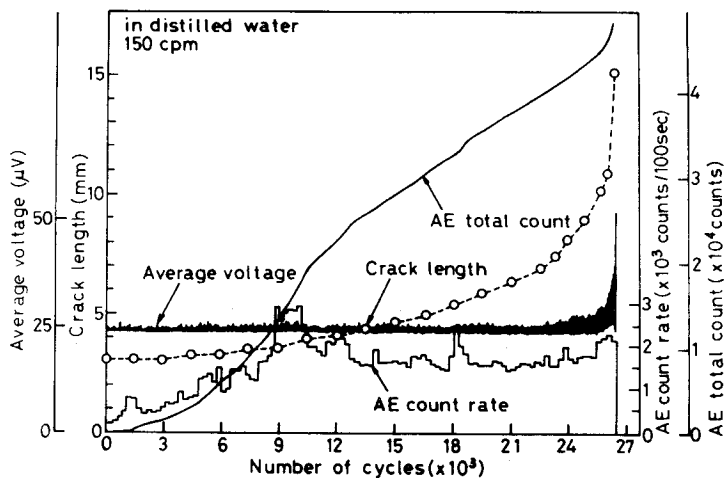


図 8-1 AZ 31合金の繰り返し応力下における AE 挙動 (蒸留水中, 150 cpm, $\Delta\sigma \approx 4 \text{ kg f/mm}^2$)

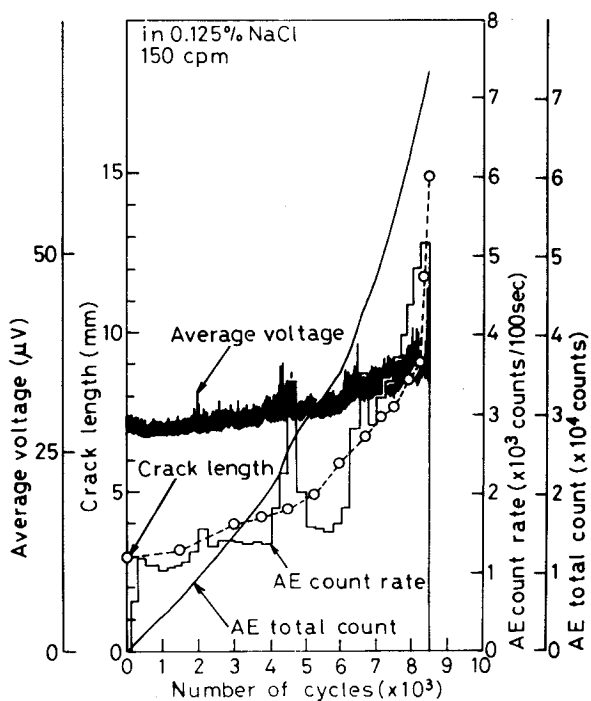


図 8-2 AZ 31合金の繰り返し応力下における AE 挙動 (0.125% NaCl 水溶液中, 150 cpm, $\Delta\sigma \approx 4 \text{ kg f/mm}^2$)

つぎに、繰返し速度30 cpm、0.125% NaCl 水溶液中の結果の一例を図8-3に示す。繰返し速度150 cpm の場合と対比してみると、AE 平均値出力の値においては差異はほとんど認められないが、AE 計数の値は繰返し速度が遅くなると多くなる傾向にある。

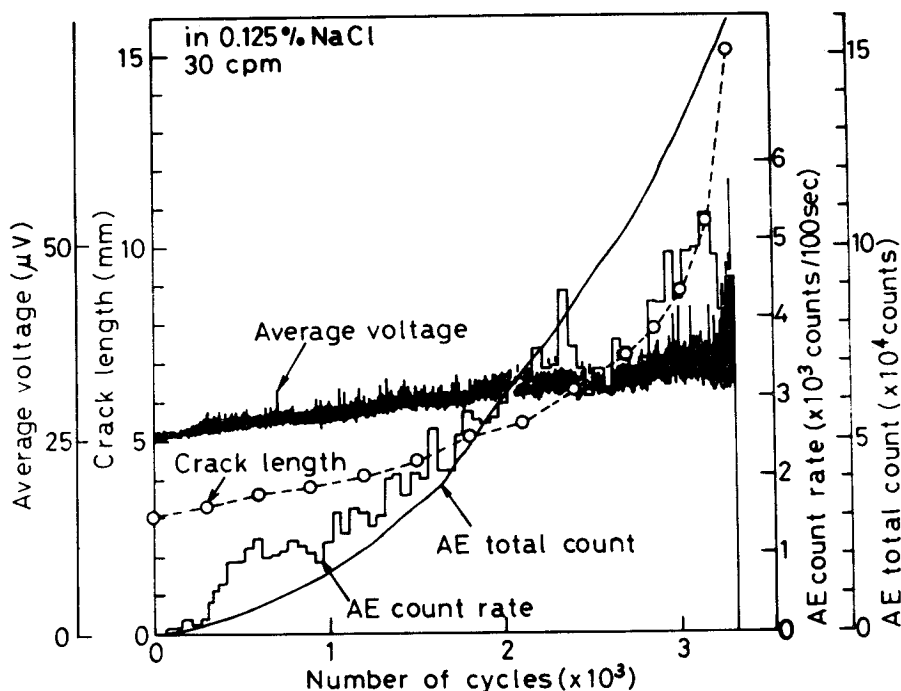


図8-3 AZ31合金の繰返し応力下におけるAE挙動 (0.125% NaCl 水溶液中, 30 cpm, $\Delta\sigma \approx 4 \text{ kg f/mm}^2$)

8.3.2 AE 計数総数とき裂長さとの関係

各水溶液中におけるAE計数総数の変化をき裂長さ a (切欠き長さ3 mmを含む) に対してプロットすると図8-4、5となる。繰返し速度150 cpm の場合についてみると、AE計数総数の値は0.025% NaCl 水溶液中が最も高く、さらに、NaCl濃度が増すとAE計数総数は低下していく。また、同じ傾向は30 cpm においても認められる。

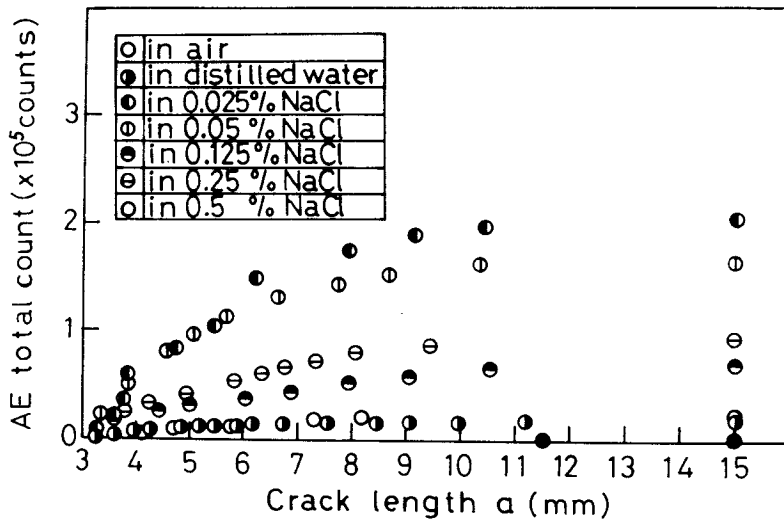


図 8-4 AZ 31 合金の AE 計数総数とき裂長さとの関係
(150 cpm, V_{th} : 50 μ V)

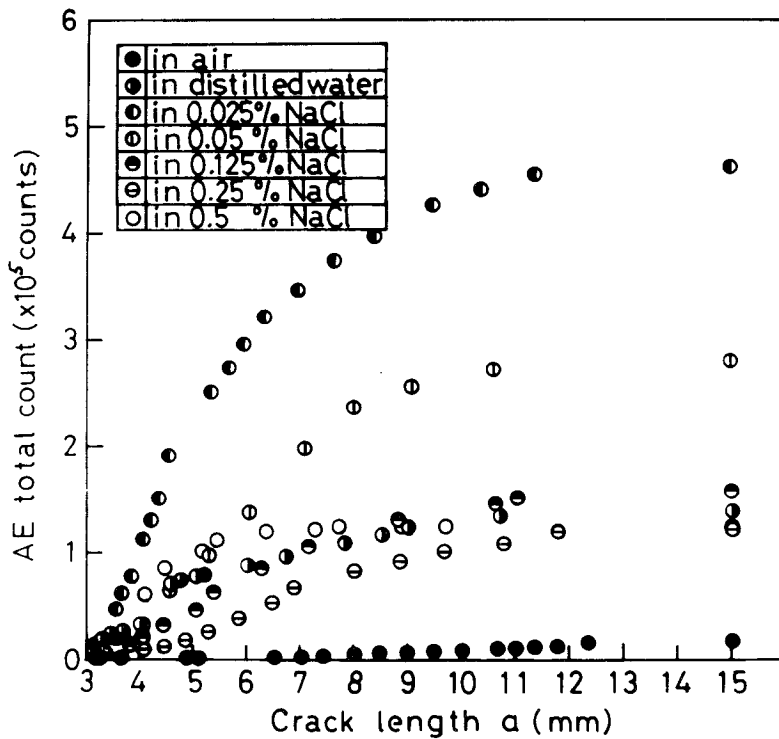


図 8-5 AZ 31 合金の AE 計数総数とき裂長さとの関係
(30 cpm, V_{th} : 50 μ V)

しかし、いずれの水溶液中とも、30 cpm の AE 計数総数は150 cpm のそれよりも高くなっており、AE 計数総数に及ぼす繰り返し速度の影響が認められる。

8.4 考 察

8.4.1 dn/dN と $K_{\max}^2 \cdot da/dN$ との関係

第7章の大気中の場合と同様 dn/dN と $K_{\max}^2 \cdot da/dN$ との関係を求めると、図8-6、7となる。なお、結果はき裂伝ば速度が急速となる以前までのき裂長さ a が3～8 mmの範囲において表示されている。また、しきい値レベルはいずれも50 μ Vである。繰り返し速度150 cpm の場合についてみると、水溶液中の dn/dN の値はいずれも大気中に比して明らかに高い値を呈しているが、大気中におけるような相関性は認

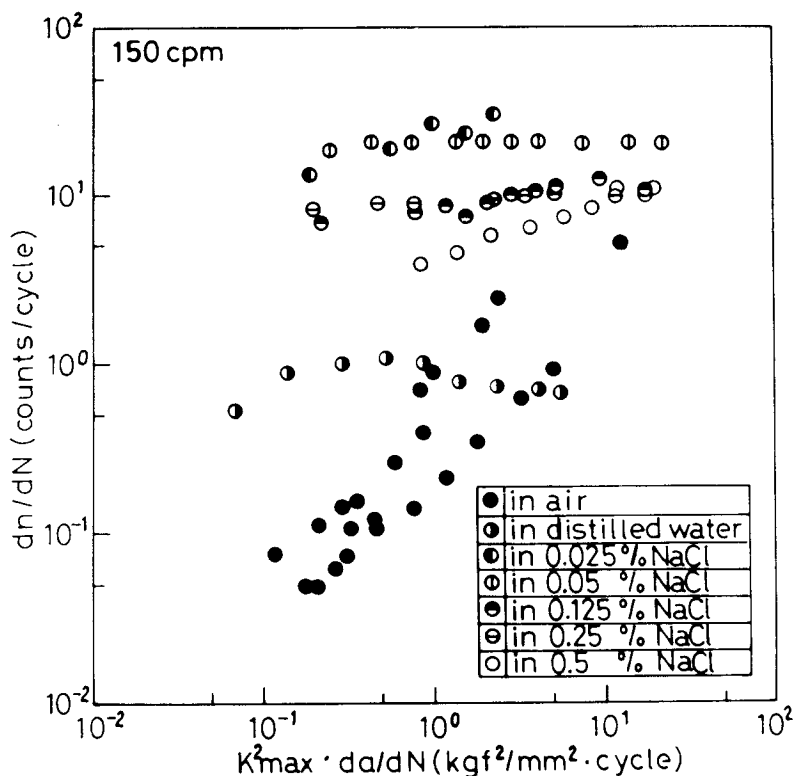


図8-6 AZ31合金の dn/dN と $K_{\max}^2 \cdot da/dN$ との関係
(150 cpm, V_{th} : 50 μ V)

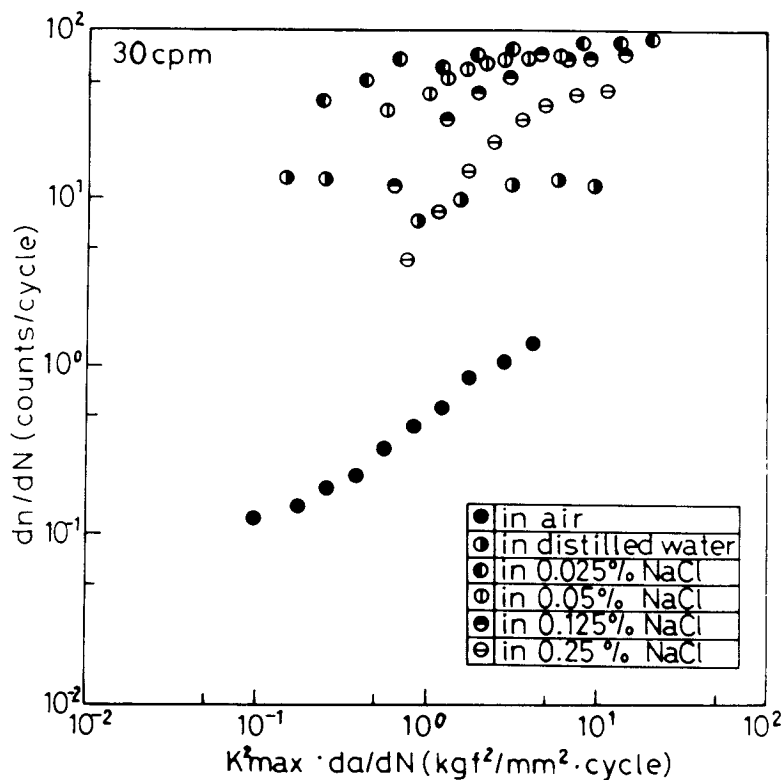


図 8-7 AZ 31合金の dn/dN と $K_{\max}^2 \cdot da/dN$ との関係
(30 cpm, $V_{th} : 50 \mu V$)

められない。すなわち、0.5% NaCl 水溶液中においては、 dn/dN の値は $K_{\max}^2 \cdot da/dN$ が増すにつれて幾分増加していく傾向にあるが、それ以外の水溶液中においてはその傾向は認められず、 dn/dN の値はほぼ一定である。一方、繰り返し速度30 cpm の場合には、各 NaCl 水溶液中とも $K_{\max}^2 \cdot da/dN$ が増すに伴い dn/dN が増加する領域が認められ、その領域は NaCl 濃度が高くなるほど広がる。また、 dn/dN と $K_{\max}^2 \cdot da/dN$ との間には良好な関係があり、傾きはほぼ1である。しかし、 $K_{\max}^2 \cdot da/dN$ がある値以上になると dn/dN の増加はほとんど認められなくなる。大気中の場合には、30 cpm のグラフは150 cpm のそれとほぼ重なり、 dn/dN に及ぼす繰り返し速度の影響はこの速度範囲においては認められない。一方、水溶液中の場合には、30 cpm の dn/dN の値は150 cpm より全体的に高くなっている。第6章において示したように、30 cpm のき裂伝ば速度は150 cpm の場合の約2～3倍になるこ

とから考え、き裂伝ば挙動が AE 発生に影響を与えているものとみなされる。しかしながら、図 8-6、7 の AE 計数率 dn/dN の値は NaCl 濃度が増すにつれて低下する傾向があり、大気中と同じ AE 計測条件で得られた NaCl 水溶液中の AE 計数率 dn/dN の値については不明りような点が残る。

そこで、この原因を調べるためにピーク電圧 V_p の測定を行った。はじめに、き裂伝ば速度に及ぼす腐食の影響が大である繰返し速度 30 cpm における繰返し初期における AE 挙動について調べた。その結果を図 8-8 に示す。大気中の結果についてみると、繰返し数 $N=0$ のときの V_p の値は約 $40 \mu V$ である。その後、繰返し数の増加に伴って V_p の値は徐々に増加していく。蒸留水中の V_p の値は大気中とほぼ同じで、明りような差異は指摘しがたい。一方、NaCl 水溶液中の繰返し数 $N=0$ における V_p の値は約 $180 \mu V$ 以上の値となっており、大気中、蒸留水中に比べ

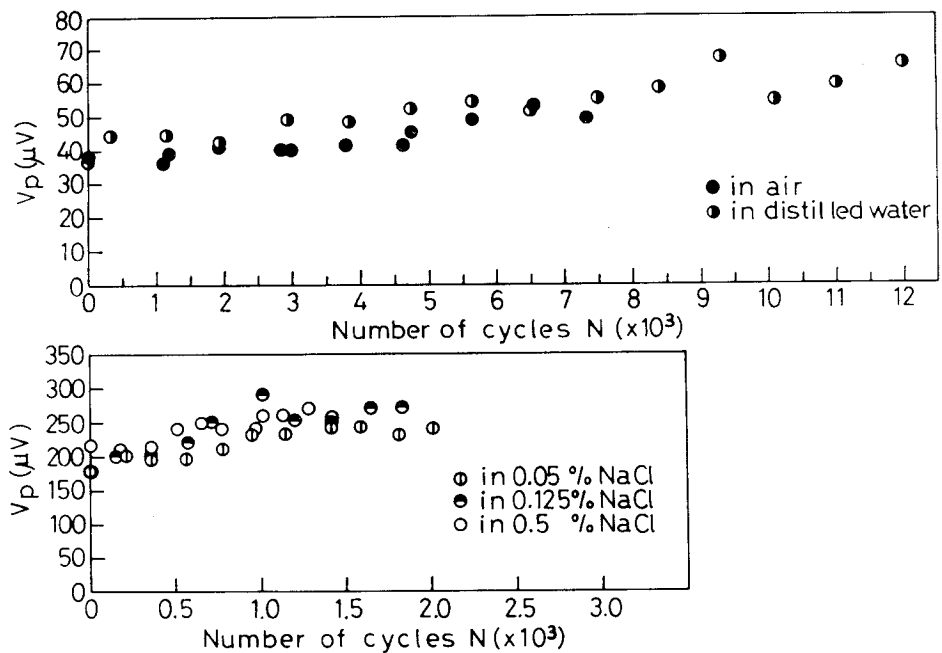


図 8-8 AZ 31合金のピーク電圧 V_p と繰返し数 N との関係

て相当高くなっていることがわかる。このことは NaCl 水溶液中の場合には、試験片に繰り返し応力を負荷する前からすでに高い AE を発生していることを示すものである。すなわち、試験片が腐食液中に浸されることにより高い AE を生じることになる。NaCl 水溶液中の試料表面には気泡の発生が認められることから、カソード反応により生じた水素により NaCl 水溶液中の $N=0$ のときの V_p の値は大気中、蒸留水中に比べ高くなるものと考えられる。その後、大気中と同様、 V_p は繰り返し数が増すにつれて増加する傾向にある。

このように NaCl 水溶液中の繰り返し応力前において V_p が大気中に比して著しく高くなることから、NaCl 水溶液中の AE 計数率 dn/dN の測定においてはしきい値レベルを大気中の場合よりも高くとる必要がある。そこで、NaCl 水溶液中のしきい値レベルを $200\mu V$ とし、AE 計数率 dn/dN と $K^2_{max} \cdot da/dN$ との関係を引き裂初期(き裂長さ $a : 3 \sim 4.5mm$)において求めてみた。その結果を図 8-9 に示す。図中にはし

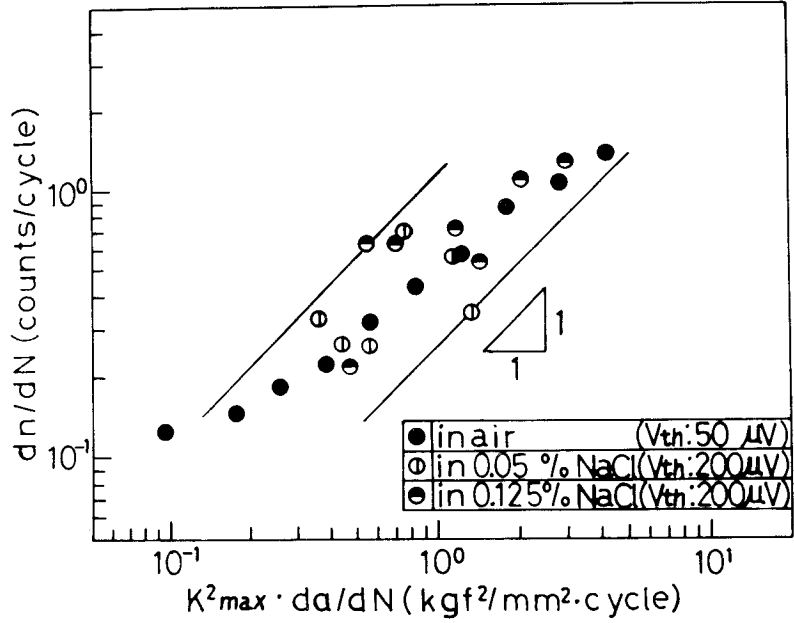


図 8-9 AZ 31合金の dn/dN と $K^2_{max} \cdot da/dN$ との関係 (30 cpm)

きい値レベル $50\mu\text{V}$ の大気中の結果(図8-7)を併記した。NaCl水溶液中の結果は大気中のデータ上にほぼ位置してくる。したがって、腐食環境下におけるAE計数率 dn/dN の値は、環境雑音を考慮することによって有意義なものになるものと考えられる。

8.4.2 き裂伝ぱに伴うAEエネルギーの変化

き裂伝ぱに伴うピーク電圧 V_p の変化を図8-10に示す。大気中および蒸留水中の

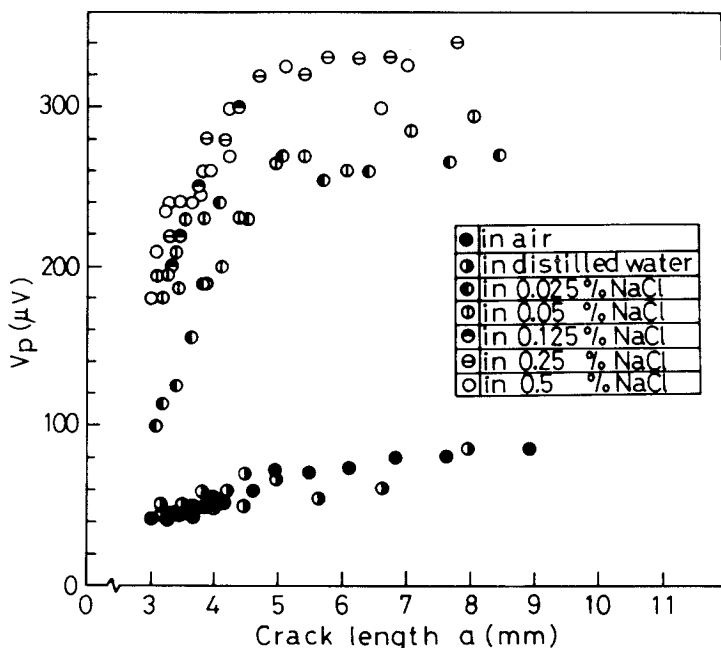


図8-10 AZ31合金のピーク電圧 V_p とき裂長さ a との関係

V_p の値はき裂長さの増大に伴って増加していくが、き裂長さ約5mm付近からその増大は緩やかとなる。一方、NaCl水溶液中においても大気中、蒸留水中と同じような傾向が認められるが、き裂長さ3～5mmにおける V_p の増加割合は大気中、蒸留水中に比べてかなり大きい。また、NaCl濃度0.125%以上では V_p の値はほぼ一致するが、0.05%以下になると、 V_p の値は濃度が低くなるにつれて低下する傾向にある。

ところで、AEエネルギーは $V_p^2 - V_n^2$ (V_p :ピーク電圧、 V_n :雑音レベル)で

表される。本実験では V_n として環境雑音レベルを採用することにする。すなわち、ここでは大気中、蒸留水中の V_n を $40\mu V$ 、NaCl 水溶液中の V_n を $180\mu V$ とした。こうして得られた $V_p^2 - V_n^2$ と $K_{\max}^2 \cdot da/dN$ との関係を図 8-11 に示す。大気中、

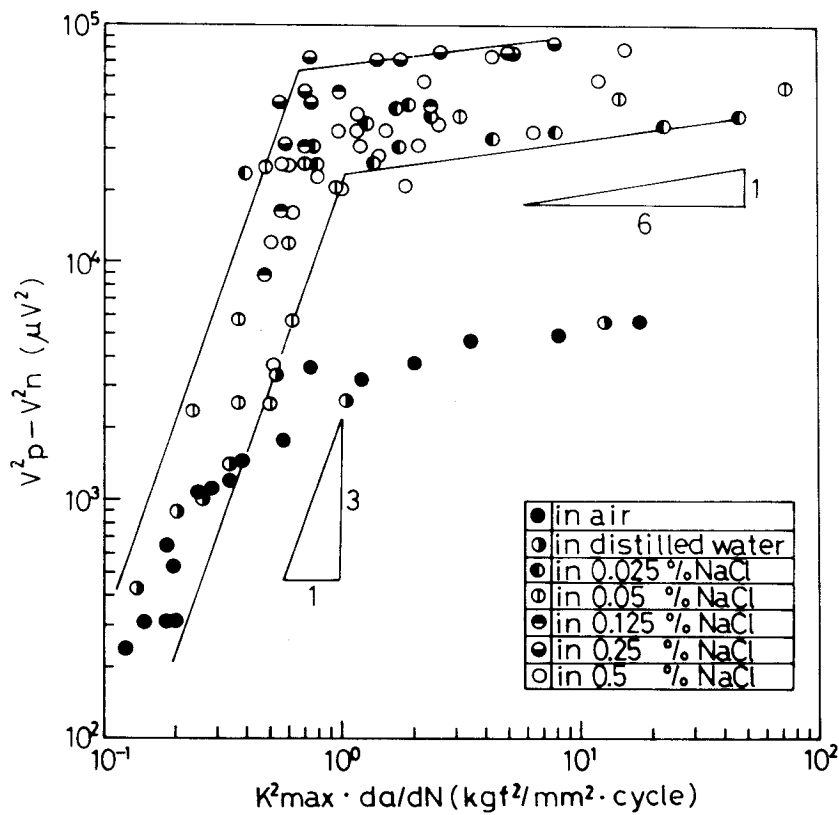


図 8-11 AZ 31合金の $V_p^2 - V_n^2$ と $K_{\max}^2 \cdot da/dN$ との関係

蒸留水中の結果についてみると、 $K_{\max}^2 \cdot da/dN$ が小さい場合には、 $V_p^2 - V_n^2$ は $K_{\max}^2 \cdot da/dN$ の増加に伴って直線的に増大し、その傾きは約 3 となっている。さらに、 $K_{\max}^2 \cdot da/dN$ がある値以上になるとグラフの傾きは緩やかとなる。一方、NaCl 水溶液中の場合には、 $K_{\max}^2 \cdot da/dN$ の小さな領域における結果は大気中、蒸留水中の傾き 3 のグラフの延長上に整理される。さらに、 $K_{\max}^2 \cdot da/dN$ の値が 1 以上になると、大気中、蒸留水中と同様グラフの傾きは緩やかとなり、その傾きは約 1 / 6 程

度となる。なお、この傾きが変化するところは図 8-10 の V_p の増加割合が変化するところと対応しており、き裂長さ約 5 mm 付近に相当する。このようにき裂長さ 3 ~ 5 mm における NaCl 水溶液中の結果が大気中、蒸留水中の延長上に認められるのは、破壊様式が類似しているためと考えられる。すなわち、第 6 章において述べたように、AZ 31

合金の疲労破壊様式は大気中、蒸留水中、NaCl 水溶液中いずれの場合も粒内割れが支配的である。このことが AE 挙動にも反映されているものとみなされる。また、グラフの傾きがあるき裂長さ以上になると緩やかとなるのは、大気中、蒸留水中の場合には、ストライエーションが乱れるためによるものと考えられる。また、NaCl 水溶液中の場合には、ストライエーションを伴う破壊からよりへき開的な部分を含む破壊へと移行するためによるものと考えられる。

このように環境雑音を考慮した AE エネルギー $V_p^2 - V_n^2$ と破壊力学的な因子 $K_{max}^2 \cdot da/dN$ との間により相関性が認められることは、マグネシウム合金の腐食疲労き裂伝ば過程のモニタリングとしても AE 法が有用であることを示すものである。

8.4.3 AE 発生要因

鋼の腐食環境下の AE 発生要因としては、カソード反応で生じた水素発生¹⁾²⁾、き裂先端の塑性域内で生じる変形、変態、介在物の割れ³⁾⁴⁾、へき開割れ⁴⁾、厚い酸化皮膜の破壊⁵⁾⁶⁾などが指摘されている。さらに、SUS 304 ステンレス鋼の腐食疲労に伴う AE 信号の波高分析結果によると、AE 発生要因は図 8-12 のように分類されている⁷⁾。縦軸は AE 計数、横軸 V_p は AE 波高値である。このステンレス鋼の結果に基づいて、NaCl 水溶液中の AZ 31 合金の AE 挙動を検討してみる。マグネシウム合金の水素発生に伴う AE ピーク値は図 8-8 から約 180 μ V 以下であると考えられる。この値はステンレス鋼において観察される V_p とほぼ一致している。また、マグネシウム合金の腐食溶解は著しいが、ステンレス鋼の結果からみて、アノード溶解の V_p は 180 μ V 以下であると推察される。さらに、破面のこすれに伴う AE は応力比を高くとってあるためにほとんど生じないものとみなされる。したがって、180 μ V 以上における NaCl 水溶液中の AE 発生要因としては、き裂伝ばとき裂先端の降伏域内での塑性変形によるものと考えられる。それゆえに、環境雑音を考慮することに

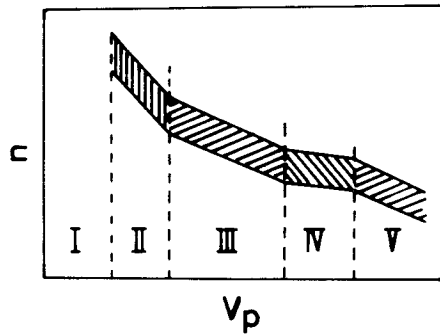


図 8-12 腐食疲労破壊における AE 振幅 V_p 分布と AE 発生要因 ($n \propto V_p^{-m}$)⁷⁾

領域Ⅰ：アノード溶解，不働態被膜の電気力学的破壊 ($V_p \leq 100 \mu V$)

領域Ⅱ：水素のバブリング，変形，マルテンサイト変態

($100 \leq V_p \leq 200 \sim 300 \mu V$, $m = 3 \sim 4$)

領域Ⅲ：微小割れ ($200 \sim 300 \mu V \leq V_p \leq 1 \text{ mV}$, $m = 2$)

領域Ⅳ：破面のこすれ，巨視割れ ($1 \text{ mV} \leq V_p \leq 3 \text{ mV}$)

領域Ⅴ：酸化被膜の力学的破壊 ($V_p \geq 3 \text{ mV}$)

よって NaCl 水溶液中の AE 発生要因は大気中のそれと類似したものとなり、図 8-9 あるいは図 8-11 に示すように NaCl 水溶液中の結果が大気中の結果を含めた形で整理されうるものと推論される。

8.5 結 言

AZ 31 合金の切欠き材を用いて、0 ~ 0.5 wt % NaCl 水溶液中の疲労き裂伝ば過程における AE 挙動を調べ、得られた結果はつぎのように要約される。

- (1) NaCl 水溶液中の AE 出力は大気中より明らかに高くなった。
- (2) 大気中と同じしきい値レベル ($V_{th} : 50 \mu V$) で測定された NaCl 水溶液中の 1 サイクルあたりの AE 計数率 dn/dN の値は大気中よりも明らかに高くなった。しか

し、NaCl 濃度が増すにつれて dn/dN の値は減少する傾向を示した。

(3) 環境雑音（水素発生に伴う AE）を考慮した NaCl 水溶液中の AE 計数率 dn/dN と $K_{\max}^2 \cdot da/dN$ （ $K_{\max}$ ：最大応力拡大係数、 da/dN ：き裂伝ば速度）との関係は大気中のグラフ上に整理されうようになった。また、NaCl 水溶液中の AE エネルギー $V_p^2 - V_n^2$ （ V_p ：ピーク電圧、 V_n ：環境雑音）と $K_{\max}^2 \cdot da/dN$ との関係は大気中の結果を包括した形で表示されうることがわかった。したがって、腐食環境下における環境雑音を考慮することによって、AE 法はマグネシウム合金の腐食疲労き裂伝ば過程のモニタリングとして有用となることが知られた。

参 考 文 献

- (1) 湯山，久松，岸，高原：春期学術講演大会予稿集，腐食防食協会，(1980), 43.
- (2) 湯山，岸，久松：鉄と鋼，**68** (1982), 2019.
- (3) 湯山，久松，岸：春期学術講演大会予稿集，腐食防食協会，(1980), 46.
- (4) 湯山，久松，岸：日本金属学会誌，**46** (1982), 85.
- (5) 鈴木，辻川，久松：防食技術，**25** (1976), 155.
- (6) B. Cox : Corrosion, **30** (1974), 191.
- (7) 岸：材料，**29** (1980), 908.

第9章 総 括

マグネシウム合金は軽金属材料の中で最も比重が低いものに属しており、比強度も高い。この他、鑄造性がよいこと、減衰能、被削性がすぐれていること、くぼみ抵抗性が大きいなどのすぐれた有用な特徴をもつものが多い。しかしながら、マグネシウム合金は現在工業用金属材料として十分に活用されていない。これは、他の実用金属に比べてマグネシウムの開発研究の努力が非常に遅れていることによると考えられる。なかでも、構造材料の主要な破壊原因である疲労破壊についての研究は極めて少ない。本研究では、構造用軽金属材料としてのマグネシウム合金の疲労破壊を調べるために、アルミニウム合金と対比しながら大気中および NaCl を含む水溶液中での疲労破壊挙動を研究した。すなわち、はじめにマグネシウム合金の大気中での疲労破壊の様相を調べ、疲労破壊に及ぼす結晶粒径の影響、低温から高温にわたる疲労破壊伝ば挙動を明らかにしたのち、NaCl を含む水溶液中での疲労破壊を調べるとともに、アルミニウム合金との比較検討を行った。続いて、アルミニウム合金およびマグネシウム合金について、疲労き裂の発生と伝ばに対応するアコースティック・エミッション（AE）の発生を確認して、これを用いてマグネシウム合金の腐食疲労のモニタリングへの AE 技法の適用の可能性を確かめた。

本研究の結果はつぎのようにまとめられる。

(1) AZ 21マグネシウム合金の加工材および焼なまし材の疲労強度ならびに疲労き裂伝ば挙動を調べ、さらに、亜鉛、1100アルミニウム、5052アルミニウム合金および銅との比較検討を行った。その結果、焼なまし材の疲労強度は5052合金＞AZ 21合金＞銅＞1100アルミニウム≒亜鉛、また、焼なまし材の疲労比 σ / σ_B (σ ：応力、 σ_B ：引張り強さ) は5052合金＞AZ 21合金＞1100アルミニウム＞銅＞亜鉛の順となり、AZ 21合金の値は5052合金について高く、疲労強度は比較的良好であることが確かめられた。AZ 21合金加工材の疲労強度は高繰返し数になると焼なまし材より低く、こうしたAZ 21合金の疲労強度の変化は、加工によりもたらされた選択方位性の影響によるものと考えられた。AZ 21合金には結晶粒ごとにき裂伝ば方向の異なる破面が観察され、この傾向は加工材の方が焼なまし材より顕著である。この結晶粒依存性の

ある破面の形成はき裂先端での塑性域の変形挙動が関与しているものと推察された。AZ 21合金における双晶を伴う破面はへき開的な面と双晶面の段からなることがわかった。これは双晶面とすべり面が異なるためによるものと考えられた。また、この破面様相は銅の焼鈍双晶を伴う破面とは異なることが知られた。

(2) マグネシウム、AZ 31マグネシウム合金およびAZ 61マグネシウム合金の大気中での疲労強度および疲労き裂伝ばを調べた。その結果、疲労強度はマグネシウム、AZ 31合金、AZ 61合金の順に高い。繰返し数 10^7 回における疲労比 σ / σ_B はマグネシウムで約0.15、AZ 31合金で約0.32およびAZ 61合金で約0.29で、合金の疲労比はマグネシウムの約2倍となる。また、AZ 31合金のき裂伝ば速度はマグネシウムに比べ遅く、AZ 61合金のそれはAZ 31合金とほぼ同じである。こうした合金の疲労強度、疲労比、き裂伝ば速度の改善要因としてはアルミニウムなどの添加による強度の向上、延性の向上にあると考えられた。マグネシウム、AZ 31合金およびAZ 61合金についてのき裂伝ば速度と応力拡大係数との関係はいずれも $da/dN = C (K_{max})^m$ で表され、 m の値はマグネシウムおよびAZ 31合金で4、AZ 61合金で3を与えた。これら三種の試料の表面き裂はForsythによるき裂伝ば過程にもとづいて伝ばしていくものと考えられた。また、破面はき裂の進展に伴い、へき開的な破壊からストライエーションによる破壊へ移行する。このき裂初期のへき開的な割れは結晶構造に起因するものと考えられた。

(3) AZ 31マグネシウム合金の結晶粒径を0.015mmから0.086mmの間に変化させて、疲労強度およびき裂伝ば速度に及ぼす結晶粒径の影響を調べた。その結果、平滑材の疲労強度は結晶粒径が大きくなると低下する。繰返し数 10^7 回における疲労比 σ / σ_B の値は0.27～0.32とほぼ変わらず、結晶粒径の影響はみられない。 $\sigma / \sigma_{0.2}$ ($\sigma_{0.2}$: 0.2%耐力)の値は結晶粒径が大きいと大となった。結晶粒径0.032mm以上におけるき裂伝ば速度は0.015mmのそれよりも速く、その差異は応力拡大係数が小さいほど著しい。これは降伏応力の大きさの違いによるものであると推論された。き裂伝ば速度はある応力拡大係数のところで不連続的に増加するが、これは力学的条件が平面ひずみ状態から平面応力状態へ移行するためによるものと考えられた。

(4) AZ 31マグネシウム合金の $-196^{\circ}\text{C} \sim 250^{\circ}\text{C}$ の温度範囲における疲労破壊につい

て検討した。その結果、 $-196^{\circ}\text{C} \sim 250^{\circ}\text{C}$ の温度範囲における疲労比 σ / σ_B と破面までの繰り返し数との関係は、試験温度によって変らず、ほぼ一つの曲線で整理された。 $-196^{\circ}\text{C} \sim 150^{\circ}\text{C}$ の温度範囲における破壊様式は粒内割れが支配的で、温度が高くなると、き裂初期に粒界割れが認められるようになり、 200°C 以上になると、全体的に粒界割れとなる。また、温度が低くなるとへき開的となる。この破壊形態の変化から、AZ 31合金の動的な応力下における使用限界温度は 150°C 前後であると考えられた。

(5) 鉄、けい素量の異なる工業用純アルミニウムの平滑材、5052アルミニウム合金およびAZ 31マグネシウム合金の切欠き材を用いて、食塩水中における疲労破壊挙動について検討した。その結果、工業用純アルミニウムの疲労寿命に及ぼす食塩水の影響は、鉄、けい素量が多くなるほど著しくなった。工業用純アルミニウムの試験片端部に生じる腐食孔は鉄、けい素量が少ないと、応力方向に平行な方向に広がりを見せるが、鉄、けい素量が多くなると、応力方向と垂直な方向に成長する。これは鉄、けい素量の増加に伴い化合物を中心とした腐食が著しくなるためによると考えられた。

工業用純アルミニウムの破面には、鉄、けい素量が少ない場合、大気中およびNaCl水溶液中とも延性型のストライエーションが観察されるが、鉄、けい素量が多い場合には、大気中ではストライエーションの乱れがNaCl水溶液中ではぜい性的な破面が認められるようになる。工業用純アルミニウムの腐食疲労における寿命低下は腐食孔の形成に伴う切欠き効果によるき裂発生および腐食作用によるき裂伝ば速度の促進による。この効果は鉄、けい素量が多くなるほど顕著となる。5052合金では応力が低くなると腐食の影響が認められる。5052合金のNaCl水溶液中におけるき裂伝ば速度は、応力拡大係数変動幅の低いところでは大気中よりも速く、これは破壊がへき開的となることによるものと考えられた。しかし、ある応力拡大係数変動幅以上になると、NaCl水溶液中のき裂伝ば速度は大気中より遅くなる。この傾向は応力が低いほど顕著で、こうしたNaCl水溶液中のき裂伝ば挙動はき裂先端の塑性変形領域での孔食の発生が顕著となり、き裂伝ば過程の複雑化によるものであると考えられた。AZ31合金のNaCl水溶液中における疲労寿命の低下はNaCl濃度0.1 wt %までの範囲で著しく、それ以上になると低下は緩やかとなる。この疲労寿命の低下の割合は繰り返し速度の遅い方が大きい。また、き裂伝ば速度の増大はNaCl濃度0～0.1 wt %で

顕著で、それ以上になると、その増大はほとんど認められず、疲労寿命に及ばずNaCl

濃度の影響とよい対応を示した。AZ 31合金の NaCl 水溶液中における破壊は大気中と同様粒内割れが支配的で、NaCl 水溶液中の破面はストライエーションによる破壊からへき開的な破壊へと移行する。こうした破壊様相の変化が疲労寿命の低下あるいはき裂伝ば速度の増大を促していると考えられた。

(6) 5052アルミニウム合金の熱処理を変えたものおよび AZ 31マグネシウム合金の切欠材について、繰返し応力下における AE 挙動を調べた。その結果、5052合金の繰返し応力下における AE 発生度合いは炉冷材、空冷材、水冷材の順に低くなった。この三種の試料の AE 発生度合いの違いは、き裂伝ばに伴う AE によるものではなく、き裂先端での塑性変形の差異によるものと考えられた。また、繰返し初期における AE 計数率または AE 計数総数の変化からマクロ的なき裂発生時を予想しうるということが知られた。AZ 31合金の疲労き裂伝ば過程における dn/dN と $K_{\max}^2 \cdot da/dN$ (dn/dN : 1 サイクルあたりの AE 計数率、 $K_{\max}$: 最大応力拡大係数、 da/dN : き裂伝ば速度) との間には一次関係が成り立ち、AE 技法がマグネシウム合金の疲労き裂伝ば過程のモニタリングとして有用なることを示した。

(7) AZ 31マグネシウム合金の切欠き材を用いて、0 ~ 0.5 wt % NaCl 水溶液中の疲労き裂伝ば過程における AE 挙動を調べた。その結果 NaCl 水溶液中の AE 出力は大気中より明らかに高い。大気中と同じしきい値レベル (V_{th} : 50 μ V) で測定された NaCl 水溶液中の1サイクルあたりの AE 計数率 dn/dN の値は大気中よりも高い。しかし、NaCl 濃度が増すにつれて dn/dN の値は減少する。環境雑音(水素発生に伴う AE) を考慮した NaCl 水溶液中の AE 計数率 dn/dN と $K_{\max}^2 \cdot da/dN$ の関係は大気中のデータ上にはほぼ整理されるようになる。また、NaCl 水溶液中の AE エネルギー $V_p^2 - V_n^2$ (V_p : ピーク電圧、 V_n : 環境雑音) と $K_{\max}^2 \cdot da/dN$ との関係は大気中の結果を包括した形で表示できる。これらの結果から、腐食環境下における環境雑音を考慮することによって、AE 技法はマグネシウム合金の腐食疲労き裂伝ば過程のモニタリングとしても有用であることを確かめた。

謝 辞

本論文の作成にあたり、終始御懇切なる御指導と御鞭撻を賜りました大阪大学教授 堀 茂徳先生に心から感謝の意を表します。

本論文の作成にあたり、有益な御討論と御助言を賜りました大阪大学教授 山根寿己先生、柴田俊夫先生ならびに城野政弘先生に心から感謝の意を表します。

本研究の遂行にあたり、御親切な御指導を賜りました宇都宮大学教授 杜澤達美先生ならびに宇都宮大学名誉教授 栗原健助先生に深く感謝申し上げます。

さらに、実験の計画、実行にあたり、御協力頂いた宇都宮大学工学部材料工学研究室の皆様心から御礼申し上げます。

また、常に御激励下さいました宇都宮大学教授 貴志浩三先生に深く感謝致します。