

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

第1章	緒	論 …		1
	参考	考文 献		6
第2章	<u> </u>	の非鉄金	え属の大気中疲労破壊	9
2.1	緒			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	曹		23
	参≉	皆文 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	=		_
	11 <b>D</b>	百		26
3.2	<u></u> 試料:	ョ および実	験方法	26 26
3.2 3.	<ul><li>這料</li><li>2.1</li></ul>	ョ および実! 試	験方法 ·····	26 26 26
3.2 3. 3.	試料 2.1 2.2	ョ および実! 試 実験方	験方法 ······ 料 ······ 法 ·····	26 26 26 28
3.2 3. 3. 3.3	<ul> <li>試料:</li> <li>2.1</li> <li>2.2</li> <li>実験</li> </ul>	ョ および実! 試 実験方 結果	験方法 ······ 料 ······ 法 ·····	<ul> <li>26</li> <li>26</li> <li>26</li> <li>28</li> <li>30</li> </ul>
3.2 3. 3. 3.3 3.3	<ul> <li>試料:</li> <li>2.1</li> <li>2.2</li> <li>実験</li> <li>3.1</li> </ul>	ョ および実! 試 実験方 結果 平滑材の	験方法 料 法 ·································	<ul> <li>26</li> <li>26</li> <li>26</li> <li>28</li> <li>30</li> <li>30</li> </ul>
3.2 3. 3.3 3.3 3.3	<ul> <li>試料:</li> <li>2.1</li> <li>2.2</li> <li>実験</li> <li>3.1</li> <li>3.2</li> </ul>	<sup>111</sup> および実 試 実験方 結 果 材 の き 裂伝は	験方法 料 法 辺疲労強度 『速度と応力拡大係数との関係	26 26 28 30 30 31
3.2 3. 3.3 3.3 3.3 3.4	<ul> <li>試料:</li> <li>2.1</li> <li>2.2</li> <li>実験</li> <li>3.1</li> <li>3.2</li> <li>考</li> </ul>	<sup>ED</sup> および実 試 実 新 来 和 オ の の は 察	験方法 料 法 辺疲労強度 『速度と応力拡大係数との関係	26 26 28 30 30 31 36
3.2 3. 3.3 3.3 3.3 3.4 3.4	<ul> <li>試料:</li> <li>2.1</li> <li>2.2</li> <li>実験</li> <li>3.1</li> <li>3.2</li> <li>考</li> <li>4.1</li> </ul>	ロボン また お ま ま ま ま ま ま ま ま ま ま ま ま ま ま ま い い い い	験方法 料 法 ご ジ疲労強度 『速度と応力拡大係数との関係 	26 26 28 30 30 31 36 36
3.2 3. 3.3 3.3 3.4 3.4 3.	<ul> <li>試料:</li> <li>2.1</li> <li>2.2</li> <li>実験</li> <li>3.1</li> <li>3.2</li> <li>考</li> <li>4.1</li> <li>4.2</li> </ul>	お 試 実 結 平 き ま 破 壊 果 材 伝 察 ま 材 伝 察 き 様 す る 感 壊 す す ま む 壊 ま す む ま む しょうしょう しょうしょうしょう しょうしょうしょう しょうしょう しょうしょう しんかいしょう しんかいしょう しんかい しんかい しんかい きんかい しんかい しんかい しんかい しんかい しんかい しんかい しんかい し	験方法 料 法 辺疲労強度 ば速度と応力拡大係数との関係 い して いて	26 26 28 30 30 31 36 36 39
3.2 3.3 3.3 3.3 3.4 3.4 3.3 3.5	<ul> <li>試料:</li> <li>2.1</li> <li>2.2</li> <li>実験</li> <li>3.1</li> <li>3.2</li> <li>考</li> <li>4.1</li> <li>4.2</li> <li>結</li> </ul>	お 試 実 結 平 き 表 破 言 び 験 果 材 伝 察 き 様 言 す し い し ま ま ま ま ま ま ま ま す ま ま す ま す ま す む い い し ま す む ま す む む ま す む む ま す む む む ま む む む む	験方法 料 法 辺疲労強度 ば速度と応力拡大係数との関係 い について	26 26 28 30 30 31 36 36 39 41
3.2 3.3 3.3 3.3 3.4 3.4 3.3 3.5	<ul> <li>試料:</li> <li>2.1</li> <li>2.2</li> <li>3.1</li> <li>3.2</li> <li>4.1</li> <li>4.2</li> <li>結</li> </ul>	お 試 実 結 平 き 善表 破 = び 験 果 材 伝 察 き 様 言 切 験 果 材 伝 察 き 様 言 い は る ま ま む ま む しょうしょう しんしょう しんしょ ひょう しんしょう しんしょ しんしょ	験方法 料 法 ご ジ疲労強度 ば速度と応力拡大係数との関係 について について	26 26 28 30 30 31 36 36 39 41

	参	考 文 献	••••		42
第4章	ΑZΞ	81合金の疲	复労硕	<b>攴壊に及ぼす結晶粒径の影響</b>	43
4.1	緒		•••••		43
4.2	試料	および実	験方	法	43
4.	2.1	試	料		43
4.	2.2	引張り詰	弌験		45
4.	2.3	疲労試験	<b>흋</b>		45
4.3	実斸	検結 果	•••••		45
4.	3.1	引張り詰	、験		45
4.	3.2	平滑材0	)疲労	6強度	47
4.	3.3	疲労き죟	退伝に	《速度	48
4.4	考	察	•••••		50
4.5	結	言	•••••		53
	参	考 文 献			53
第5章	AZ3	81合金の疲	复労破	を壊への試験温度の影響	55
5.1	緒	미해			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	引張り話	弌験		59
5.	3.2	疲労強	度		61
5.	3.3	疲労き죟	設伝に	《速度	62
5.4	低温	側におけ	る結	果	65
5.	4.1	引張り詰	弌験		65
5.	4.2	疲労強	度		67
5.5	考	察			69
<b>–</b> 0	約二	亖			74

	参考	考 文 献	•••••	•••••	•••••	•••••••••••••••••		•••••	•••••	74
第6章	水溶液	返中の疲労	嵌壞	•••••	•••••	•••••••••••••	•••••	•••••	•••••	75
6.1	緒		•••••	•••••		••••••••••••	•••••		•••••	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	ムの食	塩水中にオ	らける疲労破	皮壞		•••••	82
6.4	5052	合金の食	塩水中に	こおけ	る疲労破壊	丧 ······	•••••	••••••	•••••	84
6.	4.1	切欠きを	の疲労	強度		••••••	•••••		•••••	84
6.	4.2	き裂伝は	『速度	•••••	••••••	••••••	•••••	••••••••••	•••••	85
6.5	ΑZ	31合金の約	純水お。	よび食	塩水中にオ	うける疲労破	皮壞		•••••	88
6.	5.1	切欠きを	の疲労	強度	•••••	••••••	•••••	•••••	•••••	88
6.	5.2	破断まて	の繰り	返し数	攻と NaCl	濃度との関係	系 …		•••••	90
6.	5.3	き裂伝は	【速度と	NaCl	濃度との	関係	•••••	•••••	•••••	92
6.6	考	察	••••••	•••••			• • • • • • • • • • •	•••••	•••••	95
6.	6.1	工業用純	ヨアルミ	ニウノ	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	こおける疲	労き裂伝ば	挙動	•••••	•••••	101
6.	6.3	A Z 31슫	金の純	水中に	こおける疲	労き裂伝ぱ	•••••	•••••	•••••	106
6.	6.4	A Z 31슫	金のき	裂伝は	ぱ速度に及	ぼす NaCl 🤉	農度の	影響 …	•••••	106
6.	6.5	AZ31슽	金の食	塩水中	中における	疲労き裂伝い	ぱ挙動	•••••	•••••	108
6.7	結	言		•••••		•••••••••••••••••	• • • • • • • • • •	•••••	•••••	113
	参考	考 文 献				••••••	•••••	•••••	•••••	114
第7章	疲労破	支壊とAE	挙動	•••••		••••••	• • • • • • • • • • • •	•••••	•••••	116
7.1	緒			•••••				•••••	•••••	116
7.2	ΑE	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合会	金のAE挙動	•••••	••••••	•••••	120
7.4.2	A Z 31 î	含金のAE挙	劫	•••••••••••••	•••••	123
7.5 考	察	•••••	•••••••••••••••••••••••••••••••••••••••	•••••	••••••	125
7.5.1	5052合会	金のAE挙動に	こ及ぼす微視組	織の影響	•••••	125
7.5.2	疲労きる	裂の初期段階に	こおけるAE挙	動	•••••	131
7.5.3	疲労きる	漫伝ぱ過程にお	らけるAE挙動	••••••	•••••	133
7.6 結		•••••	•••••••	•••••	••••••	136
参	考文献	•••••	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	•••••	•••••	136
第8章 腐食	疲労とA]	E検知	••••••		•••••	
8.1 緒		•••••			••••••	
8.2 試料	斗および実	験方法 …	••••••		•••••	
8.2.1	試	料	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •		•••••	
8.2.2	実験方	方法	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	•••••		
8.3 実	験 結 果	•••••	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •		•••••	
8.3.1	食塩水中	中における疲労	労き裂伝ぱに伴	うAE挙	勆	
8.3.2	AE計数	約総数とき裂 <del>」</del>	長さとの関係	•••••	•••••	142
8.4 考	察	•••••	•••••	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	•••••	144
8.4.1	dn / dN	$\geq K^2_{max} \cdot d$	a / dN との関係	ξ ·····	•••••	144
8.4.2	き裂伝い	ぱに伴うAE≐	エネルギーの変	化	•••••	150
8.4.3	AE発生	主要因	••••••	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	•••••	
8.5 結		•••••	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	•••••	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を 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充分に活用され 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

-1 -

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<sup>3)</sup>。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<sup>4)</sup>により実験 的に  $da / dN = C (\Delta K)^{m} (da / dN : き裂伝ば速度、a : き裂長さ、N : 繰り返し数、$ △ K : 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<sup>5)</sup>。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<sup>8)9)</sup>、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 Haigh<sup>10)</sup>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 $10^{-3}$ ~ $10^{-4}$  sec<sup>-1</sup>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<sup>11)</sup>。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<sup>12)~14)</sup>。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<sup>15</sup>により明らかにされ、その後、 Despic ら<sup>16</sup>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<sup>17)~19)</sup>。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 はきわめて局部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 裂伝ぱ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。

— 3 —

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 い性ストライエイションの形成<sup>20)~23)</sup>などにより、大気中より速くなるといわれてい る<sup>20)</sup>。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<sup>24)25)</sup>。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<sup>26)</sup>あるいは応力波形(正弦波、三角波、矩形波など)の影響<sup>26)</sup>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ている。

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<sup>++</sup>+2(OH)<sup>-</sup>→Mg(OH)<sub>2</sub>の反応が進み、マグネシウムの腐食は進行する<sup>27)</sup>。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<sup>28)~30)</sup>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ている。 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。この手法の金属への 応用は1950年代から行われている<sup>31)</sup>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<sup>32)</sup>。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

-4 -

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<sup>33)34)</sup>。また、腐食環境下ではカソード反応で生じた水素<sup>35)36)</sup>、き裂先端の塑性域で 生ずる変形、介在物の割れ<sup>37)38)</sup>、厚い酸化皮膜の破壊<sup>39)40)</sup>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℃ ~ 250℃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),

392.

- (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.
- 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<sup>1)</sup>。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<sup>2)</sup>。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 裂伝ぱ挙動について調べ、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  $Mg - Al - Zn \propto AZ 21$ 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 MgAl-Zn 系合金<sup>3)</sup>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 FeAl<sub>3</sub> および  $\alpha$  (FeSi) と考えら れる<sup>4)5)</sup>。5052合金は図 2 - 3 に示す Al-Mg 系合金<sup>6)</sup>に属するが、  $\alpha$  相の中に Mg<sub>2</sub>Si または Cr などの未溶解の晶出相が一部認められる<sup>7)</sup>。銅はタフピッチ銅で、 酸素量の影響により Cu<sub>2</sub>O が少量共晶として存在している<sup>6)</sup>。

A 7 2 1	AL	Zn	Mn	Fe	Si	Cu	Mg	
	1.70	0.716	0.680	0.012	0.051	Τr.	Bal.	
Zinc	Cd	Pb	Fe	Cu	Zn			
21110	0.040	0.044	0.011	0.0008	Bal.			
1100	Fe	Si	Mg	Cu	Mn	Zn	Cr	AL
1100	0.63	0.11	0.01	0.13	0.01	0.01	Tr.	Bal
5052	Mg	Fe	Si	Cr	Cu	Mn	Zn	AI
5052	2.57	0.28	0.09	0.19	0.06	0.02	Tr.	Bal
Conner	Fe	Pb	Zn	Sn	Cu			
copper	0.0008	0.0009	0.0001	≤0001	Bal			

表2-1 試料の化学成分

(wt %)



$AY = Z$ $\overline{A} \overline{A} \overline{A} \overline{A} \overline{A} \overline{A} \overline{A} \overline{A} $	表 2	- 2	試料の機械的性質
---	-----	-----	----------

Specimens	Heat treatment	0.2% Proot stress (kgf/mm <sup>2</sup> )	Tensile strength (kgf/mm <sup>2</sup> )	Hardness (Hv)
AZ21 (A)	as-received	1 2.7	23.9	7 3.1
AZ21 (B)	400°C-2hr+F.C	10.1	21.1	5 1.7
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)	4 <b>50°</b> C-1hr <del>=</del> 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)<sup>3)</sup>



図 2-3 AI-Mg 系状態図<sup>6)</sup>

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。



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5mm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<sup>6</sup>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<sup>7</sup>回における疲労強度は焼なまし材の方が加工材よりも2kgf/mm<sup>2</sup>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 の高繰り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 $\sigma/\sigma_{\rm B}(\sigma$ :曲げ応力、 $\sigma_{\rm B}$ :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り返し数側につ



図2-6  $\sigma/\sigma_B \ge N_f \ge O$ 関係

いては従来報告されている結果<sup>8</sup>)を併記した。いずれの試料とも両対数座標軸上でほ ぼ一次関係が認められ、( $\sigma/\sigma_B$ )<sup>m</sup>N<sub>f</sub> = C (N<sub>f</sub>:破断までの繰り返し数、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り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 一 3	(σ/σ <sub>B</sub> ) <sup>m</sup> N <sub>f</sub> =Cより得られたmの値
---------	---

Specimens	m
AZ 21 (A)	5.6
A Z 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<sup>7</sup>回における疲労比 $\sigma/\sigma_B$ の値についてみる。なお、10<sup>7</sup>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 $\sigma$ を求めるものとする。AZ 21合金お よび亜鉛の $\sigma/\sigma_B$ 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、さらに高繰り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<sup>7</sup>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。繰り返し初期の1.7×10<sup>4</sup>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、繰り返し数が4.0×10<sup>4</sup>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。こうした繰り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

-16-



-17-

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):  $\sigma = 11.9 \text{kg f} / \text{mm}^2$ , N = 3.2×10<sup>4</sup> (b):  $\sigma = 11.9 \text{kg f} / \text{mm}^2$ , N = 6.4×10<sup>4</sup>

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 3.



1100(B)

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ぱ 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



AZ21(B)

AZ21(A)

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イ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。ストライエイションが粒界とほぼ直角なるときにはス トライエイションは比較的容易に隣の粒に進展していく。一方、ストライエイション が粒界とほぼ平行な場合には、ストライエイ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、ストライエイションの方向は結晶粒によりほとんど変化しない。

っぎに、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2-6 AZ21合金の疲労破面 (a): σ=9.5kg f /mm<sup>2</sup>, N<sub>f</sub>=1.8×10<sup>5</sup> (b): σ=9.2kg f /mm<sup>2</sup>, N<sub>f</sub>=8.3×10<sup>5</sup>



写真2-7 1100(B)の疲労破面 σ=7.3kg f /mm<sup>2</sup> N<sub>f</sub>=9.0×10<sup>4</sup>



写真2-8 AZ21合金(A)の疲労破面 σ=9.2kg f /mm<sup>2</sup> N<sub>1</sub>=8.3×10<sup>5</sup> 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中に生じたも 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<sup>9)</sup>からみて変形過程中に生 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イションがみられ、それらストライエイショ 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AZ21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 σ=8.4kg f /mm<sup>2</sup> N,=1.3×10<sup>6</sup>

# 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2~3kgf/mm²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、ストライエイ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 <sup>11)</sup>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 Zp を求め、 da / dN = D (Zp)<sup>n</sup> (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<sup>12)</sup>。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<sup>1)</sup>。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<sup>13)</sup>、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イションがみ られ、双晶面とストライエイ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 平行なるときに生じるといわれており<sup>14)</sup>、そのために双晶面とストライエイションの 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<sub>B</sub>は5052合金> AZ 21合金>1100ア

-23--

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, McGrow-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, 增本, 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<sup>1)</sup>。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<sup>2)3)</sup>。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<sup>4)5)</sup>、 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、 $\Delta K$ :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<sup>6)</sup>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らない<sup>7)8)</sup>。Pook ら<sup>7)</sup>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	Αl	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.
				<b>1</b>	<b>.</b>	<b></b>	(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1mm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、いずれの試料も単相となっている。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。

20µm



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 <sup>2</sup> )	Tensile strength (kgf/mm <sup>2</sup> )	True fracture stress (kgf/mm <sup>2</sup> )	Elongation (%)	Reduction of area (°/₀)
Mg	11.4	16.8	16.4	3.7	5.6
AZ31	22.1	27.5	40.8	25.6	43.5
AZ 61	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 Kmax<sup>9)</sup>を用い、 Kmax 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<sub>I</sub>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<sup>10)11)</sup>。

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

( $K_{max}$ :応力拡大係数、 $\sigma$ :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<sup>10)</sup>。

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

# ここで、んは次式で表される。

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

(D:試験片の外径、t : 肉厚、 $\nu$ :ポアソン比) また、 $1 < \lambda \leq 8$ のときkは図 $3 - 2^{11}$ より与えられる。



-29-

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り返し数との関係を図3-3に示す。 図中には May ら<sup>5)</sup>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、高繰り返し数側の疲労強度はほぼ同等であるが、低繰 り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 り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、 AZ 31合金のそれ




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。繰り返し数10<sup>7</sup>回における疲労強度はマグネシウムで約2.4kgf / mm<sup>2</sup>、AZ 31合金で約8.8kgf / mm<sup>2</sup>およびAZ 61合金で約9.4kgf / mm<sup>2</sup>となる。

つぎに、縦軸の曲げ応力を疲労比 $\sigma / \sigma_{\rm B}$ ( $\sigma$ :曲げ応力、 $\sigma_{\rm B}$ :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  $\sigma/\sigma_{\rm B}$ とN<sub>f</sub>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<sup>7</sup>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り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り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<sub>max</sub> 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<sub>max</sub> 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 AZ 31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 4.5~10.1kgf / mm<sup>2</sup>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<sub>max</sub> =10kgf / mm<sup>3/2</sup> では A Z 31合金においては約 2 ×10<sup>-5</sup> mm / cycle、マグネシウムにおいては約 3 ×  $10^{-4}$  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<sup>6)</sup>。

---35---

$$da/dN = C (\triangle K)^{m} \qquad (3-4)$$

なお、本実験では応力比(σmin/σmax)が-1であるので、△Kの代わりに K<sub>max</sub> を用いる<sup>8)</sup>。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。

$da/dN = 4.0 \times 10^{-8} (K_{max})^4$	( Mg )	(3-5)
$da/dN = 2.2 \times 10^{-9} (K_{max})^4$	(AZ 31)	(3-6)

 $da/dN = 4.5 \times 10^{-8} (K_{max})^3$  (AZ 61) (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<sup>6</sup>)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<sup>12)13)</sup>。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<sup>7)</sup>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<sup>°</sup>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。Forsyth<sup>14)</sup>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

-36-

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ょうな塑性域を伴 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 (σ=3.4kg f /mm<sup>2</sup>) (a): N=5.0×10<sup>3</sup>, (b): N=6.5×10<sup>3</sup>, (c): N=7.5×10<sup>3</sup>, (d): N=9.0×10<sup>3</sup>.



写真3-3 AZ31合金のき裂伝ばの様子(σ=5.6kg f/mm<sup>2</sup>) (a): N=5.5×10<sup>4</sup>, (b): N=8.0×10<sup>4</sup>, (c): N=10.0×10<sup>4</sup>, (d): N=11.5×10<sup>4</sup>.



写真 3 - 4 AZ 61合金のき裂伝ばの様子 ( $\sigma$  = 7.9kg f /mm<sup>2</sup>) (a): N=2.5×10<sup>4</sup>, (b): N=2.9×10<sup>4</sup>, (c): N=3.3×10<sup>4</sup>, (d): N=3.5×10<sup>4</sup>.

以上、三種の試料の表面き裂は Forsyth<sup>111</sup>によるき裂伝ば過程に基づき伝ばしてい くものと思われる。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 AZ31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<sup>15)</sup>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<sup>4/5/</sup>、 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イションの混在した組織がみられる。ストライエイ 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 エイ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 AZ31合金のき裂伝ば遷移域における破面



写真3-7 AZ31合金のき裂伝ば遷移後における破面

-40-

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 イエイ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。こうした結晶粒衣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 からストライエイ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<sup>15'</sup>。しかし、Birkbeck ら<sup>16)</sup>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イションが観察され ると報告している。また、小林ら<sup>17)</sup>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<sup>7</sup>回における疲労比 $\sigma / \sigma_{\rm B}$ 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。AZ31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よるものと思われる。

(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イションに 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 AZ31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<sup>1)</sup>。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<sup>2)3)</sup>。

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<sup>4)</sup>~<sup>6)</sup>、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<sup>2)7)8)</sup>。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<sup>9)</sup>。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イションが観 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 エイ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(AZ31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	A۱	Zn	Mn	Fe	Si	Cu	Mg
A Z 31	2.70	1.03	0.31	0.005	0.010	0.004	Bal,
(wt %)					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イルムのレプリカ 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<sup>10)11)</sup>。

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

(K<sub>max</sub>: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 2hr保持した場合の結果を示す。0.2%耐力は500℃の加熱時間が2hrから4hr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千減少していく。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、明りょうな差異は認められない。絞りは2 hrから8hr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8hrまでは徐々に大きくなり、8hrから16hrの間でやや増大が認められ、 16hrと48hr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、



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。

Specimen	Heattreatment	0.2°%Proof stress (kgf/mm²)	Tensile strength (kgf/mm²)	Grain size (mm)
А	350°C-2hr <del>-</del> F.C.	22.1	27.5	0.015
В	500°C-4hr + F.C.	13.0	25.8	0.032
С	500°C-8hr - F.C.	11.6	25.7	0.044
D	500°C-48hr <del>-</del> F.C.	10.7	25.4	0.086
		/	_	

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

(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 力と破断までの繰り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<sup>7</sup>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<sup>7</sup>回における疲労強度 $\sigma_W$ を求め、疲労比 $\sigma_W / \sigma_B (\sigma_B : 引張り強さ)および \sigma_W / \sigma_{0.2} (\sigma_{0.2} : 0.2%耐力)と結$  $晶粒径との関係を示すと、図4-4となる。<math>\sigma_W / \sigma_B$ の値は0.29~0.32であり、本



図 4 - 4 AZ 31合金における σ<sub>w</sub>/ σ<sub>B</sub>および σ<sub>w</sub>/ σ<sub>0.2</sub>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、明りょ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 $\sigma/\sigma_B$ 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<sup>2</sup>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5.2kgf /mm<sup>3/2</sup>の値が得られている<sup>12)</sup>。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~ 0.086mmの場合の下限界応力拡大係数を曲線から求めると、約3.6kgf /mm<sup>3/2</sup>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 0.032~0.086mmにおいては応力拡大係数 7 ~ 8 kgf /mm<sup>3/2</sup>のところでグラフ上に明りょ うな段を生じ、き裂伝ぱ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、繰り返し数10<sup>7</sup>回においては差がみ られないが、低繰り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0.032~0.086mm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 ~0.086mm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<sup>4)~6)</sup>、切欠き材においてはその影響はほとんど認めら れない<sup>2)7)8)</sup>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<sup>15)</sup>。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<sup>13)~15)</sup>。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0.015~0.032mm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

-50-

0.015mmのところで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( $K_{max}/\sigma_{0.2}$ )<sup>2</sup>/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AZ 61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、( $K_{max}/$ 



 $\sigma_{0.2}$ )<sup>2</sup>/ 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<sub>max</sub>/ $\sigma_{0.2}$ )<sup>2</sup>/ 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<sup>10)16)17)</sup>。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  $\mathbf{r}_{\mathbf{P}}$  は  $(K_{max}/\sigma_{0.2})^2$ に比例することが知られている<sup>10)</sup>。ここでは、板厚Bは1mm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



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ことは、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<sup>18)</sup>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 rp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、 $\sigma_w/\sigma_B$ ( $\sigma_w$ : 10<sup>7</sup>回における疲労強度、 $\sigma_B$ :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であると推論された。

(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),

-53-

319.

- (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) Hoeppner, 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, 增本, 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<sup>1)</sup>、被削性<sup>2)</sup>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<sup>3)</sup>。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<sup>4)</sup>。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<sup>5)</sup>、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

Specimen	Αl	Zn	Mn	Fe	Si	Cu	Mg
A Z 3 1	3.22	0.95	0.13	0.008	0.011	0.001	Bal.
	L			1		(	wt ¶

表 5 - 1 AZ 31合金の化学成分



(a)



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



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<sup>6)</sup>。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<sup>6)</sup>。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0.020 mm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1mm/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

-57-

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ーワ瓶を用いた。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 $K_{max} = \sigma \sqrt{\pi a} (\sigma: 曲げ応力、a: き裂長さ)^{7} \circ^{9}$ の式を用いて整理を行った。



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<sup>4)</sup>による AZ 31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ほぼ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ィンプルが一様に認められる(a)。100℃にな

-59-



図5-6 AZ 31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。



(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 - 8 AZ 31合金の σ / σ<sub>B</sub>とN<sub>f</sub>との関係

労強度は室温のそれの約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 $\sigma$ を疲労比 $\sigma / \sigma_{\rm B}$ ( $\sigma$ :曲げ応力、 $\sigma_{\rm B}$ :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 と繰り返し数 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/mm<sup>2</sup>の範囲で4種類、100℃では4.8~7.7 kgf/mm<sup>2</sup>の範囲 で3種類、150℃では4.2~5.6 kgf/mm<sup>2</sup>の範囲で3種類、200℃では2.4~4.1 kgf/mm<sup>2</sup> の範囲で4種類および250℃では2.1~2.8 kgf/mm<sup>2</sup>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ぱ 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<sup>10)</sup>。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℃)



図 5 -12 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, 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℃との間には差はほとんど認められないが、-196℃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<sup>4)</sup>。さらに、応力-伸び曲線 をみると、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℃と



図 5-14 AZ 31合金の公称応力一伸び曲線

の間にはあまり差はみられないが、-196℃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℃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みると、室温および-75℃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℃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℃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℃ 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℃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、明りょうな 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  $\sigma$  を疲労比  $\sigma$  <sub>B</sub> に描き改めた関係を図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 AZ31合金のS-N曲線



図 5-16 AZ 31合金の σ / σ<sub>B</sub>とN<sub>f</sub>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 AZ 31合金の表面き裂(100℃, σ=6.7kg f /mm<sup>2</sup>) (a):き裂初期, (b):安定き裂成長段階



写真5-5 AZ 31合金の表面き裂(150℃, σ=4.2kg f /mm<sup>2</sup>) (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℃, σ=2.4kg f /mm<sup>2</sup>) (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1~2mm)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イションが観察さ



# 写真5-7 AZ31合金の疲労破面 (a):室温、σ=6.2kgf/mm<sup>2</sup> (b):100℃、σ=4.8kgf/mm<sup>2</sup> (c):150℃、σ=4.2kgf/mm<sup>2</sup> (d):200℃、σ=2.4kgf/mm<sup>2</sup>

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 トライエイ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 エイ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 トライエイションを生じながら進展し、そのストライエイ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 AZ31合金のき裂初期の疲労破面 (a):150℃, σ=4.2kg f/mm<sup>2</sup> (b):200℃, σ=2.4kg f/mm<sup>2</sup>

Forsyth ら<sup>11)</sup>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<sup>12</sup>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<sup>13)</sup>。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/mm<sup>2</sup>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(σ=6.8kg f /mm<sup>2</sup>) (a):-75℃,(b):-196℃

ライエイションは各結晶粒ごとに異っているが、ストライエイションはかなり乱れる 傾向にある。一方、-196℃になると、ストライエイ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 (σ≒6.8kg f /mm<sup>2</sup>) (a):室温, (b):-196℃

-72-



写真 5 -11 AZ 31合金の疲労破面 (σ ≒9.9kg f /mm<sup>2</sup>) (a):室温,(b):-196℃



写真5-12 AZ31合金の疲労破面(σ≒18.9kg f/mm²) (a):室温,(b):-196℃

的で、比較的平たんな破面となっている。応力9.9 kgf/mm<sup>2</sup>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℃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<sup>2</sup>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℃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℃~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℃ 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℃~250℃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 C -250 C の温度範囲における疲労比 $\sigma / \sigma_{\rm B} (\sigma : 繰り返し応力、 \sigma_{\rm B} : 引張り強さ)と破断までの繰り返し数との関係は試験温度による影響は小さく、ほぼ 一つの曲線で整理された。$ 

(2) -196℃~150℃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℃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、 Mg<sup>++</sup>+2(OH)<sup>-</sup>→ Mg(OH)<sub>2</sub>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<sup>1)</sup>。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<sup>2)~5)</sup>。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<sup>6)</sup>。

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<sup>71~9)</sup>、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<sup>10)~12)</sup>。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 2 mmずつの面削 を行い、560℃で12 hr の均質化加熱後、460℃で熱間圧延により3.3mm厚とし、360℃ で 2 hr 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

<u> </u>	Fe	Si	Cu	Mn	Mg	Zn	Cr	Αl
А	0.06	0.01	0.003	tr.	tr.	tr.	tr.	bal.
В	0.17	0.06	0.003	tr.	tr.	tr.	tr.	bal.
С	0.37	0.17	0.003	tr.	tr.	tr.	tr.	bal.
D	0.56	0.28	0.003	tr.	tr.	tr.	tr.	bal.
	•				<b>A</b>		(w	t º/o)

表6-1 工業用純アルミニウムの化学成分

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6-2 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1mm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0.064mm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。

Si Сr Cu Mn Zn Αl Specimen Mg Fe 0.03 0.04 Τr. Bal. 5052 2.47 0.27 0.10 0.18

表 6-2 5052合金の化学成分

(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	Tensile strength	Elongation	Hardness
(kg f/mm²)	(kgt/mm²)	(°/₀)	<u>(Hv)</u>
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.

 60°
 0°

 t=1.5
 0°

 15
 40

 15
 (89.6)

 (mm)

 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 AZ 31合金の機械的性質

0.2% Proof stress (kgf/mm²)	Tensile strength (kgf/mm²)	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 4 / 2 / 2 / 2 / 2)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 C 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 近似状の引張りー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 竪型引張り一引張り疲労試験機

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



-80-

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±1℃ 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<sup>13)</sup>。

 $K = \sigma \sqrt{\pi a} \cdot F(a/W)$ (6-1)(K:応力拡大係数、 $\sigma$ :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、  $a/W = \xi とおくと、F(a/W) = 1.12 - 0.231 \xi + 10.55$  $\xi^2 - 21.72 \xi^3 + 30.39 \xi^4$ )

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 竪型の二種類の試験機を用いた。横型試験機は竪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、試験片に引張り一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 横型引張り一引張り疲労試験機

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±1℃一定とした。また、竪型の試験 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<sup>2</sup>、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。ここで竪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ぼす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±2℃)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ぼす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<sup>6</sup>回の疲労強度は試料Aでは約4.5kgf/mm<sup>2</sup>、Dで は約6.6kgf/mm<sup>2</sup>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



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り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ょうとなる。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 験機の繰り返し速度によっても影響されるであろう。図中の①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 での繰り返し数  $N_{f(N)}$ と大気中の破断までの繰り返し数  $N_{f(A)}$ 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 でなる。 なお、各曲 げ応力レベルに おける破断までの繰り返し数は図 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<sub>f</sub>(N)/N<sub>f</sub>(A)に及ぼす鉄,けい素量の影響 N<sub>f</sub>(N): 3 % NaCl 水溶液中の破断までの繰り返し数 N<sub>f</sub>(A): 大気中の破断までの繰り返し数

 $N_{f(N)}/N_{f(A)}$ 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 の繰り返し数の低下は(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 $\sigma/\sigma_{\rm B}(\sigma$ :曲げ応力、 $\sigma_{\rm B}$ :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  $\sigma / \sigma_{\rm B} \ge N_{\rm f} \ge 0$  関係

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

 $(\sigma / \sigma_{\rm B})^{7.3} N_{\rm f(A)} = 10^{3.6}$  (大気中) (6-2)  $(\sigma / \sigma_{\rm B})^{5.3} N_{\rm f(N)} = 10^{3.6}$  (3% NaCl 水溶液中) (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<sup>11)</sup>, 遠藤ら<sup>14)</sup>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 – T 6 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<sub>f</sub>(N)と N<sub>f</sub>(A)との間には次の関係が成り立つ。 N<sub>f</sub>(N)/N<sub>f</sub>(A)=( $\sigma/\sigma_{\rm B}$ )<sup>2</sup> (6-4)

すなわち、  $N_{f(N)}/N_{f(A)}$ の値は疲労比 $\sigma/\sigma_B$ 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 $\sigma/\sigma_{\rm B}$ 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り返し数との



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り 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 /mm<sup>2</sup>程度になると、その差が明りょうとなる傾向にある。10<sup>5</sup>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 水溶液における繰り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 6-11 5052合金のき裂長さと繰り返し数との関係(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 $\Delta$ K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、 $\Delta$ Kが約40kgf/mm<sup>3/2</sup>以上では da/dN と $\Delta$ K 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、 $\Delta$ Kが35~40kgf/mm<sup>3/2</sup>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% NaCI 水溶液中)

ている。一方、NaCl 水溶液中の場合は $\Delta$ Kの低いところにおいては直線的に増加し ていくが、 $\Delta$ K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 $\Delta$ σが低い程顕著である。 $\Delta$ Kが約40kgf/mm<sup>3/2</sup>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  $\Delta$ Kの低いところにおいて明りょ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り返し応力と 破断までの繰り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



は明りょ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、破断までの繰り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、 破断までの繰り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り返し数、 $N_{f(N)}$ :水溶液中における破断 までの繰り返し数)と繰り返し応力 $\sigma$ との関係を図 6 - 15に示す。図から、蒸留水中



図 6 -15 AZ 31合金のN<sub>1(N)</sub>/N<sub>1(A)</sub>とσとの関係(N<sub>1(A)</sub>:大気中における破断までの繰り返し数, N<sub>1(N)</sub>:水溶液中における破断までの繰り返し数, σ:繰り返し応力)



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/mm<sup>2</sup>で約0.25、5.5kgf/mm<sup>2</sup>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/mm<sup>2</sup>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 破断までの繰り返し数と NaCl 濃度との関係

応力変動幅 4 kgf/mm<sup>2</sup>、応力比0.27 (最大応力5.5 kgf/mm<sup>2</sup>) 一定として得られた破断 までの繰り返し数と NaCl 濃度との関係を図 6 - 16および17に示す。繰り返し速度30 cpm の結果についてみると、蒸留水中の破断までの繰り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り返し数は低下し、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、 Nf 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り返し数は30 cpm のそれとほぼ同じであり、この繰り返し速度範囲においては大気中では破断ま での繰り返し数に及ぼす繰り返し速度の影響はほとんどみられない。蒸留水中の Nf は大気中のそれより幾分高くなる傾向にある。 Nf 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 Nf の値を比較してみる と、150 cpm の Nf 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り返し数 N<sub>f(A)</sub>に対する NaCl 水溶液中にお

-90-







図 6 -17 AZ 31 合金の破断までの繰り返し数と NaCI 濃度との関係 (△ σ = 4 kg f /mm<sup>2</sup>, R = 0.27, 150 cpm)



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

-92--



図 6-20 AZ 31 合金のき裂長さと繰り返し数との関係(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。繰り返し速度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Δ K の低いところでは大気中のそれとほぼ 同じであるが、Δ K 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Δ K 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、繰り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り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, σ=5.6kg f /mm<sup>2</sup>) (a): N=5.2×10<sup>4</sup> (b): N=1.6×10<sup>5</sup>



写真6-6 工業用純アルミニウム(D)の表面き裂(大気中, σ=5.6kg f/mm<sup>2</sup>, N=1.1×10<sup>6</sup>)



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, σ=4.9kg f /mm<sup>2</sup>, N=7.9×10<sup>4</sup>)



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, σ=4.9kg f /mm<sup>2</sup>, N=7.9×10<sup>4</sup>)

-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みせ 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<sup>15)</sup> 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, σ=5.3kg f /mm<sup>2</sup>, N =1.6×10<sup>5</sup>)

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と、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 (σ=5.3kg f/mm<sup>2</sup>, N=1.6×10<sup>5</sup>)

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<sup>16)</sup>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 ける腐食状況をみると、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<sup>18)</sup>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<sup>19)</sup>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<sup>20)</sup> 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 因となりうることがわかる。なお、これら化合物は従来の研究報告<sup>21)22)</sup>によると Al<sub>3</sub>Fe および  $\alpha$  (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 ( σ=5.3kg f /mm<sup>2</sup>, N=1.6×10<sup>5</sup>)

試料Dの大気中および NaCl 水溶液中におけるき裂長さと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 個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



図6-23 工業用純アルミニウム(D)のき裂長さと繰り返し数との関係

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 エイションがみられる<sup>23)</sup>。なお、ストライエイ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イションが観察されるが、ストライエイショ ンの形状からすると、大気中では溝状型ストライエイ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イションがみられる<sup>24)</sup>。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イションが観察されるが、応 力が低くなるとストライエイ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イションがみられる。応力が 低くなると、比較的明りょうなストライエイ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イションの乱れがみられ、化合物の前方ではストライエイ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

-99-



-100-



写真 6-14 工業用純アルミニウム(D)の破面(大気中, σ=8.1kg f/mm<sup>2</sup>, N<sub>f</sub>=2.4×10<sup>4</sup>)

物が小さい(b)の場合には、化合物の前方における平たんな部分の大きさは(a)ほど 広くない。こうした平たん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<sup>25)</sup>、その傾向は化合物が大きくなる程著しくなるといえ よう。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ところが認められるようになる。この現象が生じる 繰り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<sup>26)</sup>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<sup>27)</sup> 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口しているときの応力拡大係数すなわち有効応力 拡大係数 $\Delta K_{eff}$ の低下に基づくことが指摘されている<sup>28)</sup>。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% NaCI 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<sup>26)</sup>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イ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 (△ σ : 7.5~8.0kg f /mm<sup>2</sup>, △ K ≒80kg f /mm<sup>3/2</sup>) (a):大気中 (b): 3 % NaCI水溶液中

は(b)に示すようにストライエイ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<sup>29)</sup>。ところで、疲労破壊過程中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  $\mathbf{r}_{\mathbf{P}}$  は  $\mathbf{r}_{\mathbf{P}} \propto (K_{max}/\sigma_{YS})^2$  ( $K_{max}$ :最大応力拡大係数、 $\sigma_{YS}$ :降状応力) なる関係式<sup>12)</sup>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 エイ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





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ば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

-104-

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1mm、深さ2mmのスリット状の切欠きを入れた後、約2mm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 をみると図 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3mmであるのに対し、応力腐食割れのそれは7mm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7mm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<sup>301</sup>。プラトー領域を示すときのき裂伝ば速度 は約5×10<sup>-4</sup>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 1.25×10<sup>-4</sup>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、 $Mg^{++} + 2 (OH)^{-} \rightarrow Mg(OH)_2$ 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<sup>1)</sup>。

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2.4~4.2×10<sup>4</sup> 回であり、大気中の  $N_f$  1.9×10<sup>4</sup> 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<sup>31)</sup>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 NaCI 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 $\Delta$ K が20,30,40および50kgf/mm<sup>3/2</sup>のときの値で表示されている。繰



図 6 - 26 AZ 31合金の(da/dN)<sub>N</sub>/(da/dN)<sub>A</sub>と NaCI 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、 $\Delta K \, tilt{mn}^{3/2}$ 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。 $\Delta K \, 30 \sim 50 \, kg \, f/\, mm^{3/2}$ 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の破断までの繰り返し数に及ぼす 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。

っぎに、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イ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,(9):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% NaCI 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% NaCI 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% NaCI 水溶液中) (a):き裂初期,(b):き裂中期



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 ストライエイションが観察され、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、破面は平たんで、全体的 にへき開的となる。また、破面にはストライエイ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3mmを含む)4.5~5mm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% NaCI 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 イ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みせるが、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イ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イションの乱れが、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イ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.
- 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<sup>1)</sup>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<sup>2)3)</sup>、転位の固着からの 離脱<sup>4)</sup>、転位源の活性化<sup>5)6</sup> 、双晶<sup>7)</sup>、粒界すべり<sup>1)</sup>、き裂の発生および成長<sup>8)9)</sup>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<sup>10)</sup>

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<sup>10)~13)</sup>、 peak load AE に及ぼす応力比Rの影響<sup>10)14)</sup>、繰り返し応力速度の影 響<sup>10)</sup>、温度の影響<sup>14)15)</sup>、力学的条件の影響<sup>12)</sup>およびき裂の開閉に伴う AE (closure AE)<sup>16)</sup>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る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 伝ぱに伴う 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  $\mu$  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  $\mu$  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1mm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AZ31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、AZ31合金はエメリー紙1200番までにより最終 板厚を1mm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	AI
	2.47	0.27	0.10	0.18	0.03	0.04	Bal.
A Z 3 1	Αι	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、引張り一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/mm<sup>2</sup>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= $\sigma\sqrt{\pi a}$ ・F(a/W)<sup>17)</sup>( $\sigma$ : 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、繰り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り返し数3×10<sup>4</sup>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 µ 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 繰り返し応力下における AE 挙動(5052合金-炉冷材, △σ=5.9kg f/mm<sup>2</sup>)

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<sup>4</sup>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<sup>18)</sup>。き裂が急速



 $N = 2.5 \times 10^4$ 

 $N = 3.1 \times 10^4$ 

写真7-1 繰り返し応力に伴うAE波形 (5052合金一炉冷材)

に伝ばし始める破断近くの3.1×10<sup>4</sup>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、引張り一圧縮による 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<sup>19/20)</sup>。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7.6kgf/mm<sup>2</sup>における三種の試料の繰り返しに伴うき 裂長さおよび AE 計数総数の変化を図 7 - 6、7に示す。き裂長さと繰り返し数と 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りょ うに認められる。



図7-6 繰り返し数に伴うき裂長さと AE 計数総数の変化(5052合金, △σ=5.9kg f /mm<sup>2</sup>)



図7-7 繰り返し数に伴うき裂長さとAE計数総数の変化(5052合金, △σ=7.6kg f /mm<sup>2</sup>)
 7.4.2 AZ 31合金の AE 挙動

AZ 31合金焼なまし材の繰り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 繰り返し応力下における AE 挙動(AZ 31合金一焼なまし材, △σ≒2.5kg f/mm<sup>2</sup>)



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, △σ≒4.0kg f /mm<sup>2</sup>)



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, △σ≒5.4kg f/mm<sup>2</sup>)

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5.4kgf/mm<sup>2</sup>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、 A E 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4kgf/mm<sup>2</sup>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ょ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, △σ≒4.0kg f /mm<sup>2</sup>)

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℃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 計数総数には明りょ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<sup>21)22)</sup>。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、

-125-

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 発生の差異は比較的 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 ×12×50mm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  $\mu$  V の二種類とした。炉冷材の場合についてみると、応力ーひず 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、応力ーひずみ曲線においてはあまり明りょうに現れていな 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 μ V にな ると、 AE 計数率はしきい値レベル50 μ 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ょうな降状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ょ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ょうな降伏点を示し、リューダース帯の伝ばの起ることが 知られている<sup>24,125)</sup>。リュー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

Heat treatment		0.2% Proof stress (kgf/mm <sup>2</sup> )	Tensile strength (kgf/mm <sup>2</sup> )	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	

表7-2 三種の試験片の機械的性質

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 <sup>26)</sup>。Al-Mg単結晶においては降伏点はみられず、リューダース帯の伝ばがみられな いといわれており<sup>23)</sup>、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~  $40 \mu m$ 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<sub>2</sub>Si)と思われる析出物が一部観察される<sup>27)28)</sup>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、繰り返しに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8.2kgf/mm<sup>2</sup>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合金一炉冷材)

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<sup>1)</sup>(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、疲労き裂発生のモ 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<sup>11)</sup>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<sub>1</sub> 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、

$$\mathbf{U} = \mathbf{B}\mathbf{G}_{\max}\mathbf{d}a = \mathbf{B}(\mathbf{K}^{2}_{\max}/\mathbf{E})\mathbf{d}a \tag{7-1}$$

で表される。ここで、 G<sub>max</sub> はひずみエネルギー解放率、 K<sub>max</sub> 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<sub>1</sub> 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<sub>1</sub>/dN は次式で示される。

$$\frac{\mathrm{d}n_1}{\mathrm{d}N} = C_1 B G_{\max} \frac{\mathrm{d}a}{\mathrm{d}N} = C_1 \frac{B}{E} K^2_{\max} \frac{\mathrm{d}a}{\mathrm{d}N}$$
(7-2)

その後、Lindley ら<sup>12)</sup>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<sub>1</sub> および n<sub>2</sub> として関係式を導いた。ここで、 n<sub>1</sub> は Harris らによって求められた n<sub>1</sub> と同一である。き裂先端の塑性域寸法 r<sub>P</sub> は r<sub>P</sub> =  $\alpha$  (K<sub>max</sub>/  $\sigma_{YS}$ )<sup>2</sup> ( $\alpha$ :定数、 $\sigma_{YS}$ :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<sub>max</sub>/ $\sigma_{YS}$ )<sup>2</sup>da となり、塑性変形に伴う AE 計数率 n<sub>2</sub> 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<sub>2</sub>/dN は次式で表 される。

$$\frac{\mathrm{d}n_2}{\mathrm{d}N} = \mathrm{C}_2 \mathrm{B} \,\,\alpha \,\,(\frac{\mathrm{K}_{\mathrm{max}}}{\sigma_{\mathrm{YS}}})^2 \frac{\mathrm{d}a}{\mathrm{d}N} \tag{7-3}$$

-133-

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

$$\frac{\mathrm{d}\mathbf{n}}{\mathrm{d}\mathbf{N}} = \frac{\mathrm{d}\mathbf{n}_1}{\mathrm{d}\mathbf{N}} + \frac{\mathrm{d}\mathbf{n}_2}{\mathrm{d}\mathbf{N}} = \left(\frac{\mathrm{B}}{\mathrm{E}}\mathrm{C}_1 + \frac{\mathrm{B}\,\boldsymbol{\alpha}}{\boldsymbol{\sigma_{ys}^2}}\mathrm{C}_2\right)\mathrm{K}^2_{\max}\frac{\mathrm{d}\boldsymbol{\alpha}}{\mathrm{d}\mathbf{N}} \tag{7-4}$$

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ょうに認められ、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<sup>2</sup>max・da/dN との関係 (5052合金)



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  $K^2_{max} \cdot da/dN$  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  $K_{max}^2$ ・ 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<sup>2</sup>max ・ 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.
- 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 Vp について検討を加えた。なお、 Vp 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、引張りー引張りの繰り返し荷重が負

荷される。応力変動幅 4 kgf /mm<sup>2</sup>、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、き裂伝ぱ 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ぱに伴う 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 μ 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ことがわかる。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, △σ≒4 kg f /mm<sup>2</sup>)



図8-2 AZ 31合金の繰り返し応力下における AE 挙動(0.125% NaCI 水溶液中, 150 cpm, △ σ ≒ 4 kg f /mm<sup>2</sup>)

つぎに、繰り返し速度30 cpm、0.125% NaCl 水溶液中の結果の一例を図8-3に 示す。繰り返し速度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 計数の値は繰り返し速度が遅くなると多く なる傾向にある。



図 8 - 3 AZ 31合金の繰り返し応力下における AE 挙動(0.125% NaCI 水溶液中, 30 cpm, △ σ ≒ 4 kg f /mm<sup>2</sup>)

### 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。繰り返し速度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。









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  $dn/dN \ge K_{max}^2 \cdot da/dN \ge O$ 関係

第7章の大気中の場合と同様 dn/dN と  $K_{max}^2$ ・ 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  $\mu$  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



 $(150 \text{ cpm}, \text{Vth}: 50 \mu \text{ V})$ 



図 8 - 7 AZ 31合金の dn/dN とK<sup>2</sup>max・da/dN との関係 (30 cpm, Vth:50 µ 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  $^{2}_{max}$ ・ 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  $^{2}_{max}$ ・ 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くなる。また、 dn/dN とK  $^{2}_{max}$ ・ 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  $^{2}_{max}$ ・ da/dN ど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  $^{2}_{max}$ ・ 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ょうな点が残る。

そこで、この原因を調べるためにピーク電圧 Vp 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り返し速度30 cpm における繰り返し初期 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、繰り返し数N=Oのときの Vp の値は約40  $\mu$  Vである。その後、繰り返 し数の増加に伴って Vp の値は徐々に増加していく。蒸留水中の Vp の値は大気中と ほぼ同じで、明りょうな差異は指摘しがたい。一方、 NaCl 水溶液中の繰り返し数N = 0 における Vp 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 Vp と繰り返し数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=Oのときの Vp 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、 Vp 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 Vp 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  $^{2}_{max}$  · da/dN との関係をき裂初期(き 裂長さ a : 3 ~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<sup>2</sup>max・da/dN との関係(30 cpm)

-147-

きい値レベル50μV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

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



図 8 -10 AZ 31 合金のピーク電圧 Vp とき裂長さ a との関係

Vp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Vp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Vpの値はほぼ一致するが、 0.05%以下になると、Vp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 $Vp^2 - Vn^2$  (Vp: ピーク電圧、Vn: 雑音レベル) で

表される。本実験では Vn 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 Vn を40  $\mu$  V、 NaCl 水溶液中の Vn を180  $\mu$  Vとした。 こうして得られた Vp<sup>2</sup>-Vn<sup>2</sup> とK  $_{max}^{2}$ ・ da/dN との関係を図 8 -11に示す。大気中、



図 8 -- 11 AZ 31合金の Vp<sup>2</sup>-- Vn<sup>2</sup>とK<sup>2</sup>max・da/dN との関係

蒸留水中の結果についてみると、K $^{2}_{max}$ ・da/dN が小さい場合には、Vp<sup>2</sup>-Vn<sup>2</sup> は K $^{2}_{max}$ ・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 $^{2}_{max}$ ・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 $^{2}_{max}$ ・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 $^{2}_{max}$ ・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 Vp 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5mm付近に相当する。このようにき裂長さ3~5mm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、AZ31

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、ストライエイ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、ストライエイ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<sup>2</sup> - V n<sup>2</sup>と破壊力学的な因子 K<sup>2</sup><sub>max</sub> · d*a*/dN との間によい相関性が認められることは、マグネシウム合金の腐食疲 労き裂伝ぱ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<sup>1)2)</sup>、き 裂先端の塑性域内で生じる変形、変態、介在物の割れ<sup>3)4)</sup>、へき開割れ<sup>4)</sup>、厚い酸化 皮膜の破壊<sup>5)6)</sup>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<sup>7)</sup>。縦軸は AE 計数、横軸 Vp 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  $\mu$  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  $\mu$  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  $\mu$ 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 Vp 分布と AE 発生要因  $(n \propto Vp^{-m})^{7}$ 

領域I:アノード溶解,不働態被膜の電気力学的破壊(Vp≤100μV)
領域II:水素のバブリング,変形,マルテンサイト変態(100≤Vp≤200~300μV,m=3~4)
領域III:微小割れ(200~300μV≤Vp≤1mV,m=2)
領域IV:破面のこすれ,巨視割れ(1mV≤Vp≤3mV)
領域V:酸化被膜の力学的破壊(Vp≥3mV)

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(Vth :  $50 \mu V$ )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<sup>2</sup>max · 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るようになった。また、 NaCl 水溶液中の AE エネルギーV  $p^2 - Vn^2$  (V p : ピーク電圧、V n :環境雑音)とK<sup>2</sup>max · 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、鋳造性がよいこと、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充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 $\sigma / \sigma_B$  ( $\sigma$ :応力、 $\sigma_B$ :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合金についで高く、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り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。繰り返し数10<sup>7</sup>回における疲労比 $\sigma / \sigma_B$ 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<sub>max</sub>)<sup>m</sup> 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 イエイ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。繰り返し数10<sup>7</sup>回における疲労比 $\sigma / \sigma_B$ の値は0.27~0.32とほぼ変らず、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℃~250℃の温度範囲における疲労破壊につい

-154-

て検討した。その結果、-196℃~250℃の温度範囲における疲労比σ/σ<sub>B</sub>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℃~150℃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℃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℃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みせ 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イ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イションの乱れが 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、疲労寿命に及ぼす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イ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みなされた。

(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、繰り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。AZ 31合金の疲労き裂伝ば過程における dn/dN とK<sup>2</sup>max・ 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(Vth: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<sup>2</sup>max · da/dN の関 係は大気中のデータ上に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 Vp<sup>2</sup> – Vn<sup>2</sup> (Vp: ピーク電圧、 Vn:環境雑音)とK<sup>2</sup>max · 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 室の皆様に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。