

マグネシウム合金の疲労き裂伝ば挙動に及ぼす腐食環境の影響

Effect of corrosive environments on fatigue crack growth behavior of magnesium alloys

知能機械システムコース

学籍番号 1055017

白倉 一人

目次

1. 緒言
2. 材料および実験方法
 - 2-1. 試験片
 - 2-2. 腐食環境チャンバー
 - 2-3. 疲労試験
3. 実験結果
 - 3-1. AZ92A-T6 における疲労き裂伝ば挙動
 - 3-2. AZ31M における疲労き裂伝ば挙動
4. 考察
 - 4-1. き裂開閉口挙動について
 - 4-2. AZ92A-T6 における da/dN - K_{eff} 関係
 - 4-3. AZ31M における da/dN - K_{eff} 関係
 - 4-4. AZ92A と AZ31M の比較
 - 4-5. ΔK に及ぼすき裂長さの影響
 - 4-6. 破面観察
5. 結言
6. 謝辞
7. 参考文献

1. 緒言

実用金属中最も軽量で比強度に優れるマグネシウム合金は、さまざまな構造用材料に使用されている。しかし、構造用材料として不可欠な疲労特性に関してはこれまでにいくつか報告があるものの十分とはいえない。このようにマグネシウム合金の需要が急増する中において、マグネシウム合金を用いた構造用部材としてはダイカスト材を中心とした鋳造材が一般的である。構造用部材として使用を考えた場合には疲労き裂発生およびその進展が重要となるが、特にマグネシウム合金はその活性な材料特性から使用環境の影響を受けやすく、湿潤大気中や海水環境中などの使用においては腐食疲労について考慮する必要がある。したがって、腐食環境中における寿命予測のためには疲労き裂進展特性を把握する必要があり、またこれらを適切に評価することはマグネシウム合金の実用という観点からも重要である。

多くの金属材料は、腐食環境中で繰返し応力を受けるときに、腐食（金属が取り囲まれる環境によって化学反応を起こし、損傷したり、金属イオンが溶け出したりすること）によって疲労強度の低下が著しく、大気中における疲労特性と異なった挙動を示すようになる。一般的に疲労き裂は公称応力が降伏点よりもはるかに低い状況のもとで進行し、塑性変形がき裂先端近傍に限られているので、多くの場合小規模降伏の条件が成立する。これより金属材料の疲労き裂伝ば過程を線形破壊力学によって取り扱うことができる。き裂長さ a が繰返し数 N の間に Δa だけ成長したときの成長速度を da/dN と表し、これを疲労き裂伝ば速度という。一方、変動外力に対応した応力拡大係数の変化量 ΔK は繰返される応力の最大値 σ_{\max} による K_{\max} （式.1）と最小値 σ_{\min} による K_{\min} （式.2）の差をとったもので、これを応力拡大係数幅 ΔK （式.3）という。疲労き裂伝ば速度 da/dN と応力拡大係数幅 ΔK には疲労特性の研究から一定の関係があることが見出され、パリヌ則（式.4）と呼ばれる式で表現できることがわかっている。

$$K_{\max} = \sigma_{\max} \sqrt{\pi a} \cdot F(a) \quad (1)$$

$$K_{\min} = \sigma_{\min} \sqrt{\pi a} \cdot F(a) \quad (2)$$

$$\Delta K = K_{\max} - K_{\min} = \Delta \sigma \sqrt{\pi a} \cdot F(a) \quad (3)$$

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

(a : き裂長さ F :補正係数 W :試験片の幅)

また、繰り返される応力については、最大応力 σ_{\max} と最小応力 σ_{\min} の差を応力振幅 $\Delta\sigma$ (式.5) といひ、最小応力 σ_{\min} に対する最大応力 σ_{\max} の比を応力比 R (以下 R とする) といふパラメータで表す(式.6)。 C および m は材料と負荷条件で決まる定数とされている。

$$\Delta\sigma = \sigma_{\max} - \sigma_{\min} \quad (5)$$

$$R = \sigma_{\min} / \sigma_{\max} = K_{\min} / K_{\max} \quad (6)$$

一般に疲労き裂伝ば速度 da/dN (以下 da/dN とする) と応力拡大係数幅 ΔK (以下 ΔK とする) を両対数プロットすることにより図 1 に示すような曲線を得られることが分かっている。この曲線は三つの領域に分けることができる。 ΔK の低い領域では、それ以下の ΔK においてき裂が伝ばしない ΔK があり、これを下限界応力拡大係数幅 K_{th} といひ、この領域をステージ 1 という。また、 ΔK の高い領域では、それ以上の K では静的破壊が起こる疲労じん性値 K_{fc} があり、この領域をモード II という。これら二つの中間領域においてき裂は伝ばしており、 da/dN が一定で、一本の直線で近似することができるこの領域をモード III といひ、この領域でパリス則は成立する。

本研究ではマグネシウム合金 AZ92A と AZ31M について室温大気中とイオン交換水(純水)中およびこれを溶媒とする 3%NaCl 水溶液(塩水)中において疲労試験を行い、前述したパリス則に基づいて評価し、これらに及ぼす腐食環境の影響について調査した。

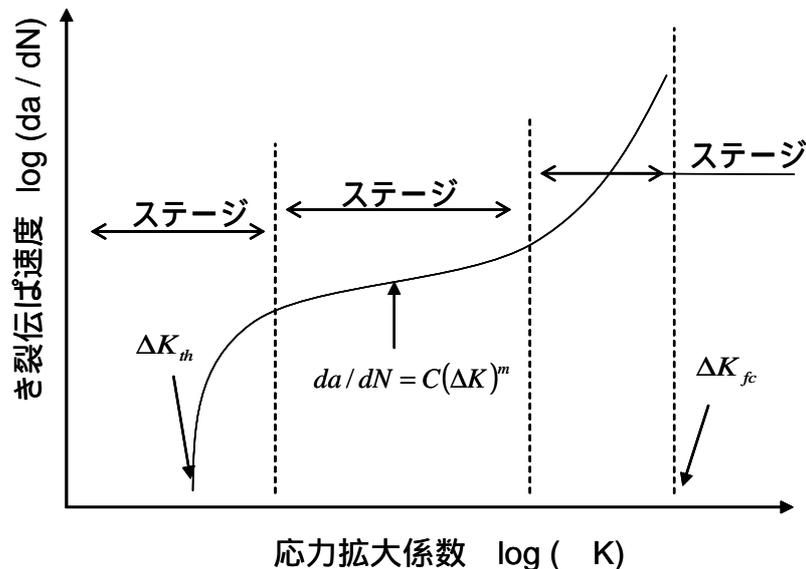


Fig.1 Relationship between da/dN and ΔK

2. 材料および実験方法

2-1. 試験片

本実験に使用した材料は Mg-Al-Zn 系合金 AZ92A-T6(JIS,MC3)と AZ31M(組織の詳細は不明であるが、規格では AL:3%,Zn:1%である)で、AZ92A の T6 の処理条件は 680K、24 時間空冷後 473K、8 時間の人工時効である。また AZ31M については機械的性質を把握するために島津オートグラフ AG-100KG を使用して引張り試験を行った。使用した試験片形状を図 2 に示す。試験片は LT 方向(圧延方向)と TL 方向(圧延に直角方向)の 2 種類作成した。この試験片には中央部より片側約 21mm の 2 個所にポンチで微小くぼみをつけ標点とした。試験条件はクロスヘッド速度を 0.2mm/min で破断が起こるまで引張り続ける。試験片中央に貼り付けられたひずみゲージの出力とロードセル荷重出力より応力 ひずみ曲線図を求め、0.2%耐力を得た。それぞれの化学成分を表 1 に、機械的性質を表 2 に示す。AZ92A と AZ31M の引張り強さは 282、229MPa で、0.2%耐力は 148、134MPa となっている。0.2%耐力とは降伏応力に明瞭な特徴がなく、材料の強度特性が明確に表れないような場合に降伏応力に相当する値として、引張り試験の途中から除荷したときに 0.2%の残留ひずみが残るような応力の事を意味し、一般的に材料の強度特性として用いられている。表 2 の機械的性質で AZ92A と AZ31M を比較してみると 0.2%耐力において AZ92A と AZ31M にそれほど大きな差は見られないが、引張り強さでは AZ92A が AZ31M より大きく、伸びにおいては AZ92A より AZ31M のほうが圧延材であることからはるかに大きいことがわかる。

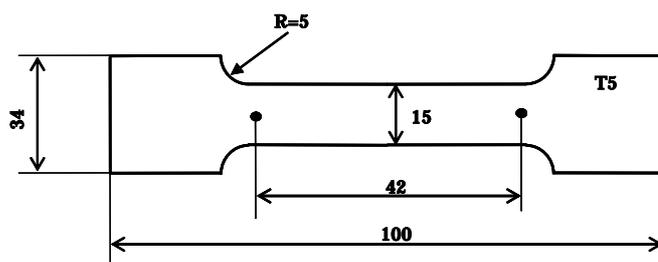


Fig.2 Specimen configurations in mm

Table 1 Chemical composition of AZ92A-T6 and AZ31M (wt%)

	Al	Zn	Mn	Si	Cu	Ni	Fe	Mg
AZ92A	8.69	1.94	0.14	0.023	0.002	0.002	-	bal
AZ31M	2.5	0.7	0.03	0.02	0.005	0.005	0.01	bal

Table 2 Mechanical properties of AZ92A-T6 & AZ31M

	Proof stress $\sigma_{0.2}$ (MPa)	Tensile strength σ_B (MPa)	Elongation (%)	Young Modules E (GPa)
AZ92A	148	282	7.0	43
AZ31M (LT)	103	229	27	48

本研究で使用した試験片の形状および寸法は図2に示すような中央切欠き試験片である。納入材はAZ92Aが鋳塊でAZ31Mは厚さ8mmの圧延板であったため、それぞれ帯のこ盤を使用して試験片の寸法に近い板状に切り出した。次にフライス盤を使用して図2に示す寸法に機械加工し、さらに中央にボール盤を使用して2mmの穴を開け、穴の両縁に糸のこぎりを使用して切り欠き（スリット）を片側1mmずつ入れた。両材料とも機械加工を終えた後に試験片の両面をエメリー紙の150、320、800番の順で研磨し、き裂観察面は仕上げに研磨剤（カーボンランダム800、2000番）を使用し鏡面仕上げにした。鏡面仕上げにする理由は、き裂長さを測定する際に、観察面についている傷をき裂と見間違えないようにするため、疲労試験が終了した後に観察面が受ける腐食環境の影響を観察するためである。また、後述するき裂開閉口挙動の測定のために試験片の片側側面も同様に鏡面仕上げにし、ひずみゲージを貼った。ひずみゲージを貼る場所は、き裂が進展していくと予想される切り欠き（スリット）延長線上の試験片側面に、接着剤で貼り、その上からポリマーコートをし、更にその上からシリコンでシールドを施した。試験片の観察面側のき裂伝ば経路には透明な粘着テープによるシールドを施し、表面での腐食を防いだ。

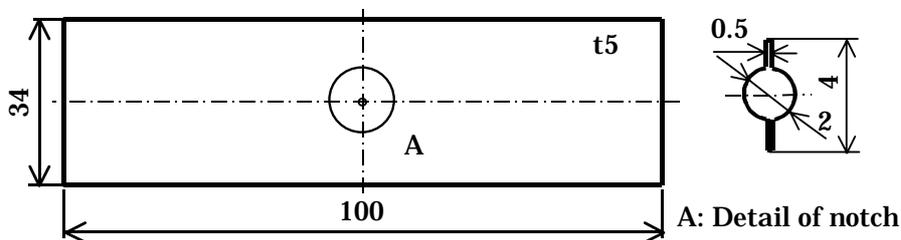


Fig.3 Specimen configurations in mm

2-2. 腐食環境チャンバー

本実験は腐食環境中で疲労試験を行うため、アクリル板を加工してチャンバーを製作した。アクリル板を使用したのは、軽量で加工しやすく、透明でき裂伝ぱの観察が容易に出来るためである。アクリル板を帯のこ盤を使用して切り出した後、フライス盤を使用して所定の寸法（詳細な図面は付録参照）に機械加工した。側面には腐食環境溶液を循環させるために 10mm の穴をあけた。この穴にホースをつなぐためのチューブジョイントを取り付け、漏水しないように周りをシリコンでシールドを施した。試験片とチャンバーとの固定には、試験片に O リングをつけ、それをアクリル板で挟み込むという方法を用いた。試験片とチャンバーと O リングの隙間から漏水しないようにシリコンで隙間を埋めた。このため、試験片がチャンバーの中央を貫通するように設置するために、本体側と挟み込む側の両方ともフライス盤を使用して、中央に 5mm の穴を連続してあけ、35mm × 5mm の穴を加工した。また、挟み込む側のアクリル板にはフライス盤を使用して O リングを挟み込むため、5mm の溝を付けた。これらの機械加工の後、クロロホルムを使用して各部をそれぞれ接着し、組み立てた。チャンバー全体の模式図を図 3 に示す。アクリル製チャンバーにはタンクから、ポンプ、流量調節弁、チャンバー、タンクの順で腐食環境溶液が流量 2.86ml/s で循環するようにした。流量が 2.86ml/s であるのは、試験的に水をチャンバーに流し、流量調節弁を調節して実験をするために最適（溢れ出ない）である状態を作り出し、そのときにおける流量を計測した結果より得られたものである。疲労試験機に腐食環境溶液がかからないようにするために、チャンバーの下にはトレイを置き、漏水対策をした。

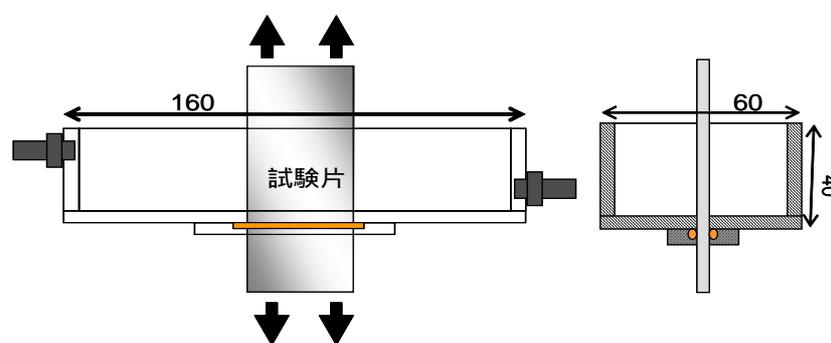


Fig.4 Chamber for corrosive environment

2-3. 疲労試験

疲労試験機には図 4 に示す油圧式サーボ疲労試験機（容量 10kN）を使用した。疲労き裂伝ぱ試験には疲労予き裂の導入が義務付けられているため、両材料とも予き裂を大気中

において導入した。このとき繰返し速度は $f = 20\text{Hz}$ 、最大荷重 $P_{\max} = 4\text{kN}$ 、最小荷重 $P_{\min} = -4\text{kN}$ で負荷し、切欠きを含めてき裂全長が約 4mm になるまで行った。本実験の試験環境は室温大気中とイオン交換水（純水）中およびこれを溶媒とする $3\%\text{NaCl}$ 水溶液（塩水）中とした。塩水の試験前における pH は 6.8 、溶存酸素量は 5.5ppm であった。本実験は両材料とも各環境において応力比 $R = 0.0$ 、 $R = 0.3$ の 2 種類について実験した。大気中においては繰返し速度 $f = 20\text{Hz}$ 、腐食環境中においては環境の効果を大きくさせるために $f = 1\text{Hz}$ の正弦波荷重を負荷し、試験片が破断に至るまで行った。き裂の測定は片側で 0.2mm 伸びるごとに読み取り顕微鏡を用いて測定した。またその時のき裂長さと繰返し数、ひずみゲージから得られる荷重変位曲線の波形データを記録した。この荷重変位のデータの記録にはデータレコーダを使用した。また破面観察には走査型電子顕微鏡（SEM）を使用した。



Fig.5 Fatigue testing machine

3. 実験結果

3-1. AZ92A-T6 における疲労き裂伝ば挙動

AZ92A-T6 マグネシウム合金の実験結果をそれぞれの環境ごとと応力比ごとに整理し、 da/dN と ΔK の関係を示す。応力比の影響を見るために室温大気中、純水中および塩水中の各環境下での $da/dN - \Delta K$ 関係をそれぞれ図 6, 7 および 8 において示した。また環境の影響を見るために応力比 $R = 0.0$ 、 $R = 0.3$ の各応力比ごとに図 9 および 10 に示した。

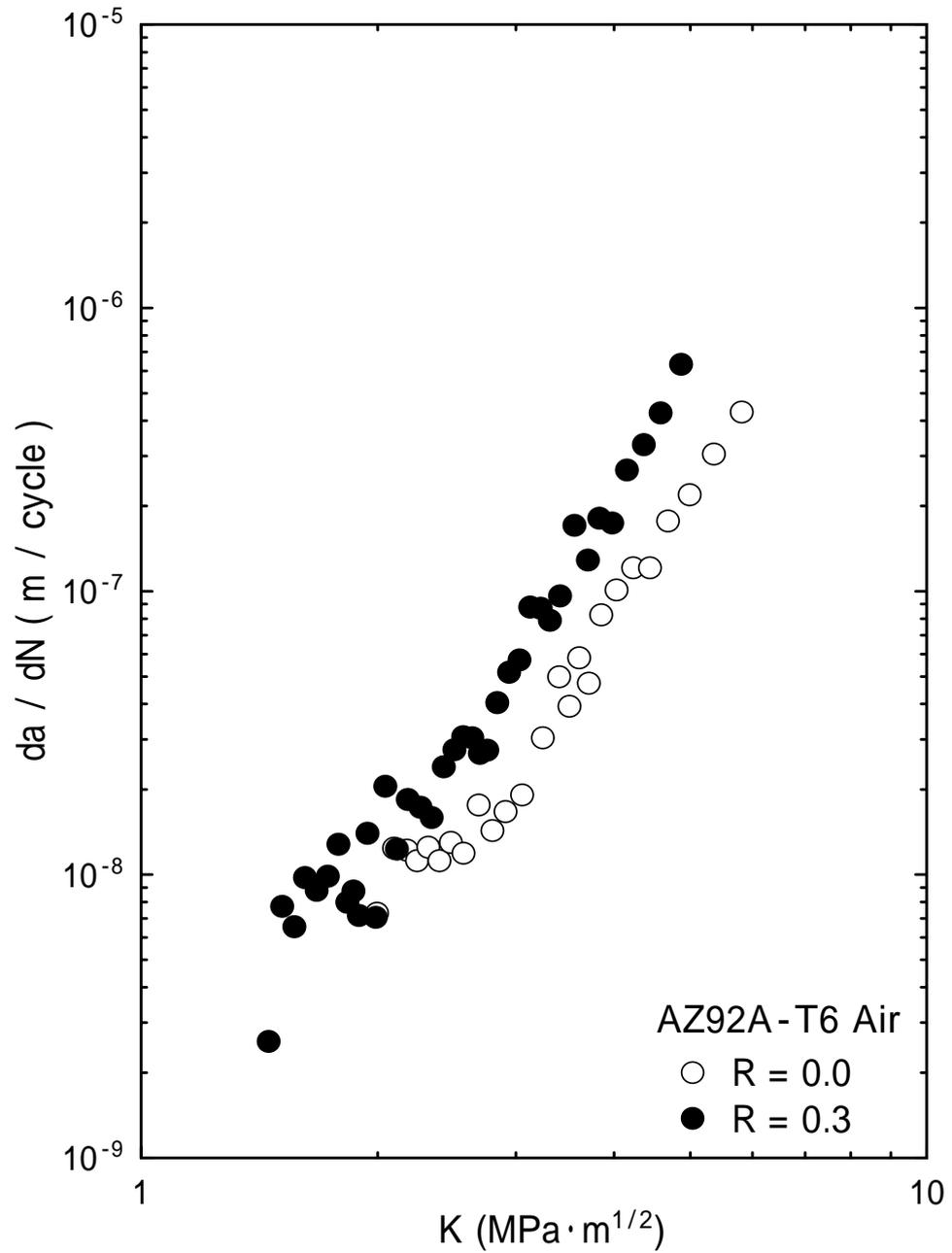


Fig. 6 Relationship between da/dN and ΔK of AZ92A-T6 in room air

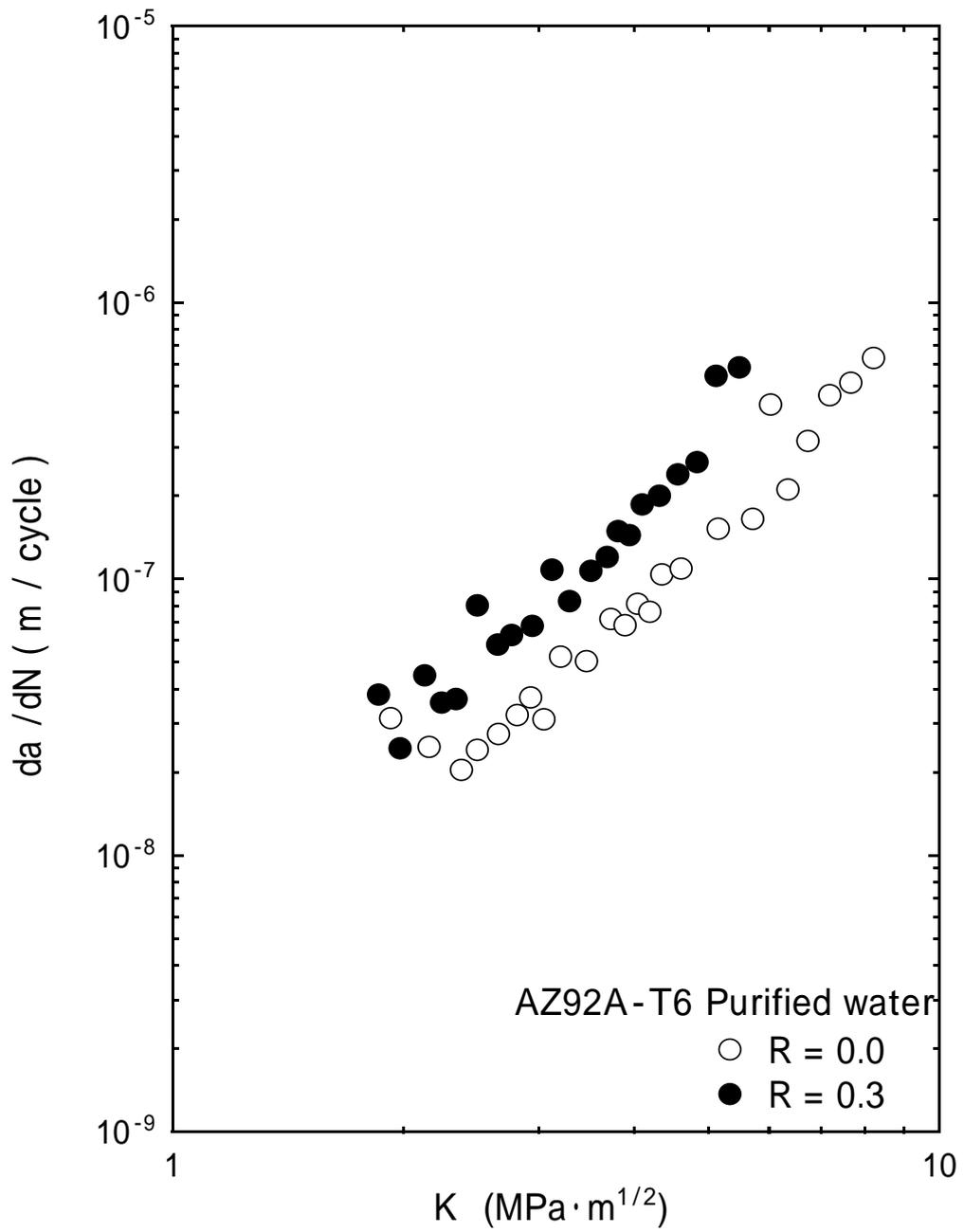


Fig. 7 Relationship between da/dN and ΔK of AZ92A-T6 in purified water

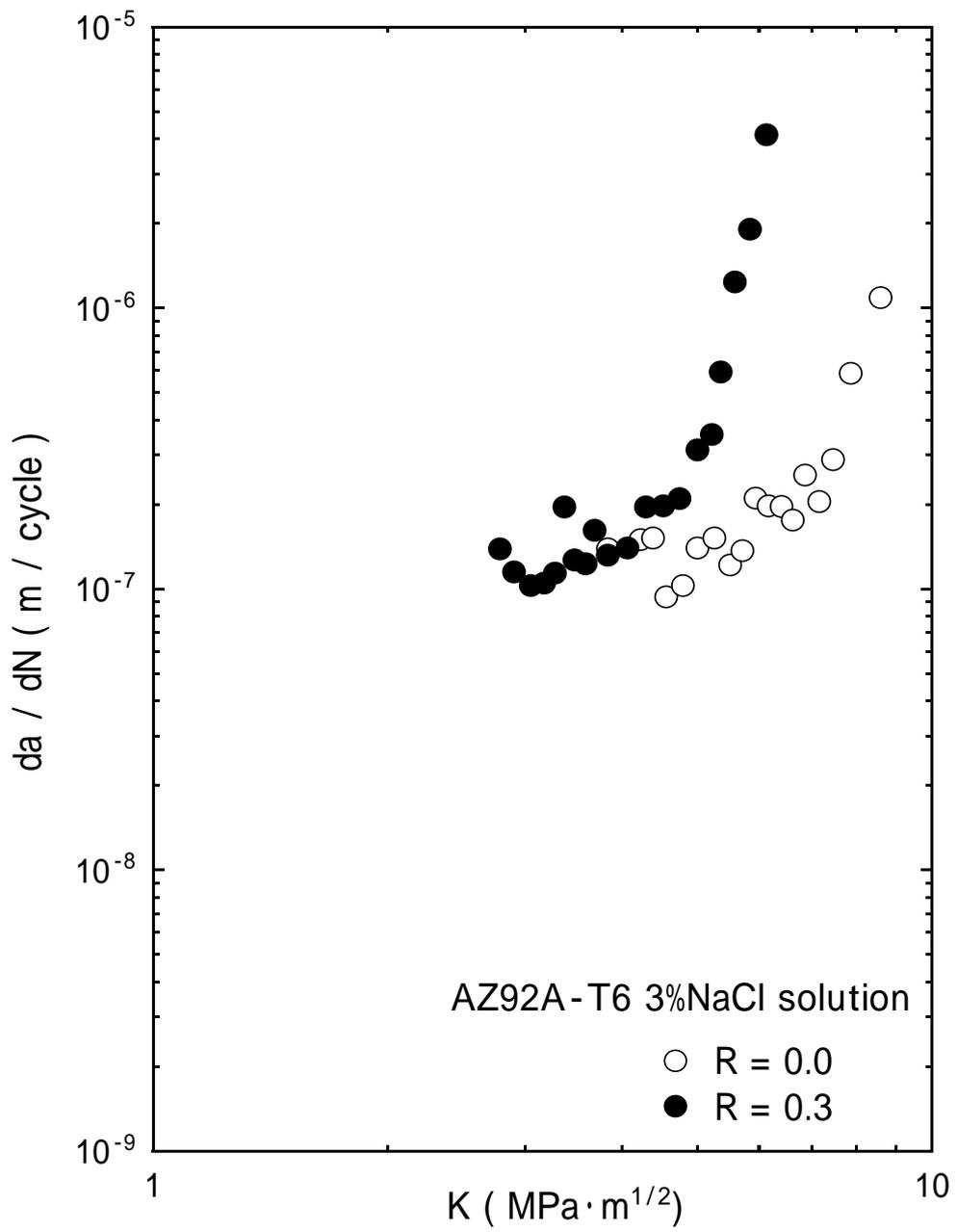


Fig. 8 Relationship between da/dN and ΔK of AZ92A-T6 in 3% NaCl solution

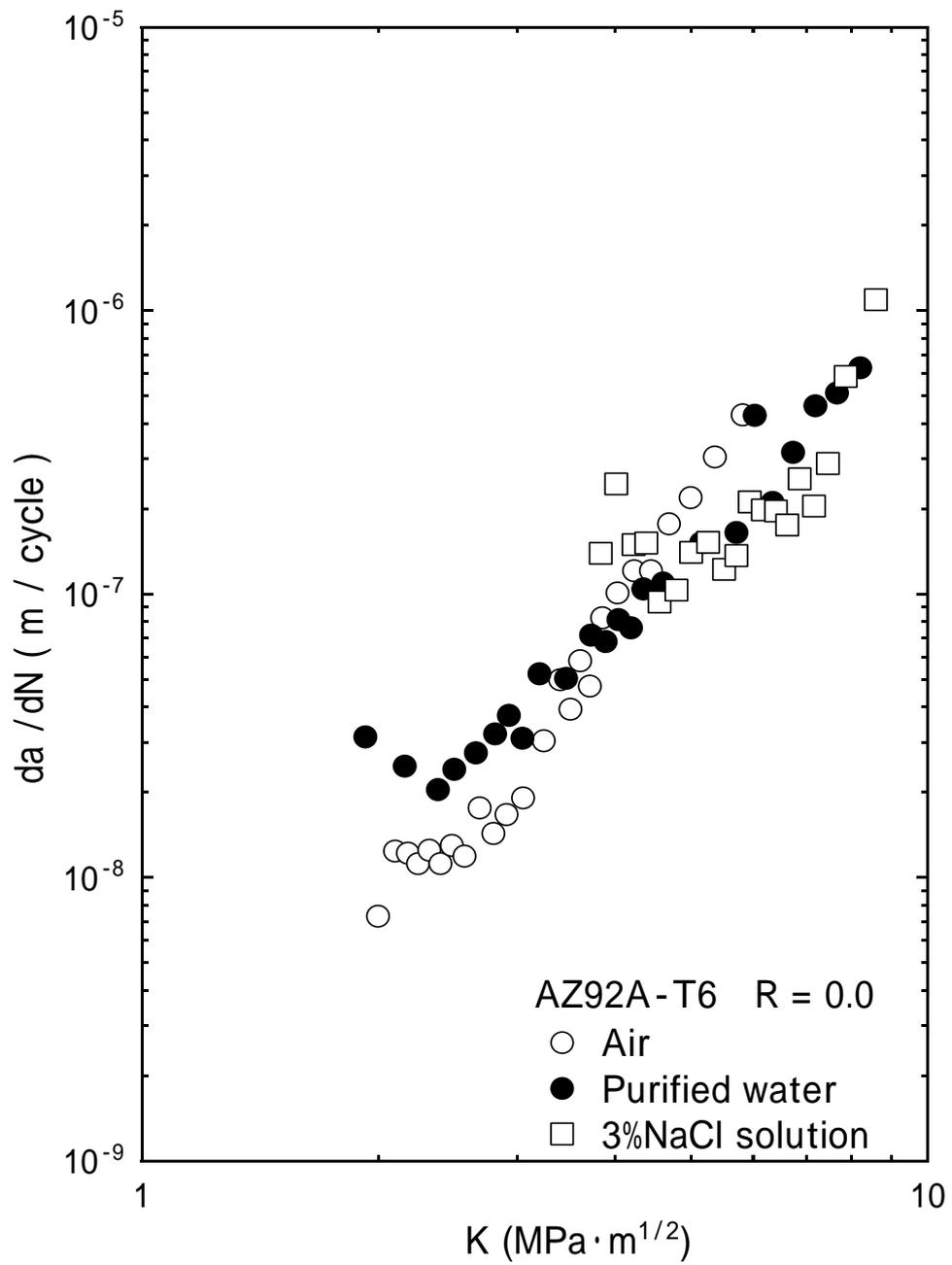


Fig. 9 Relationship between da/dN and ΔK of AZ92A-T6 at stress ratio $R = 0.0$

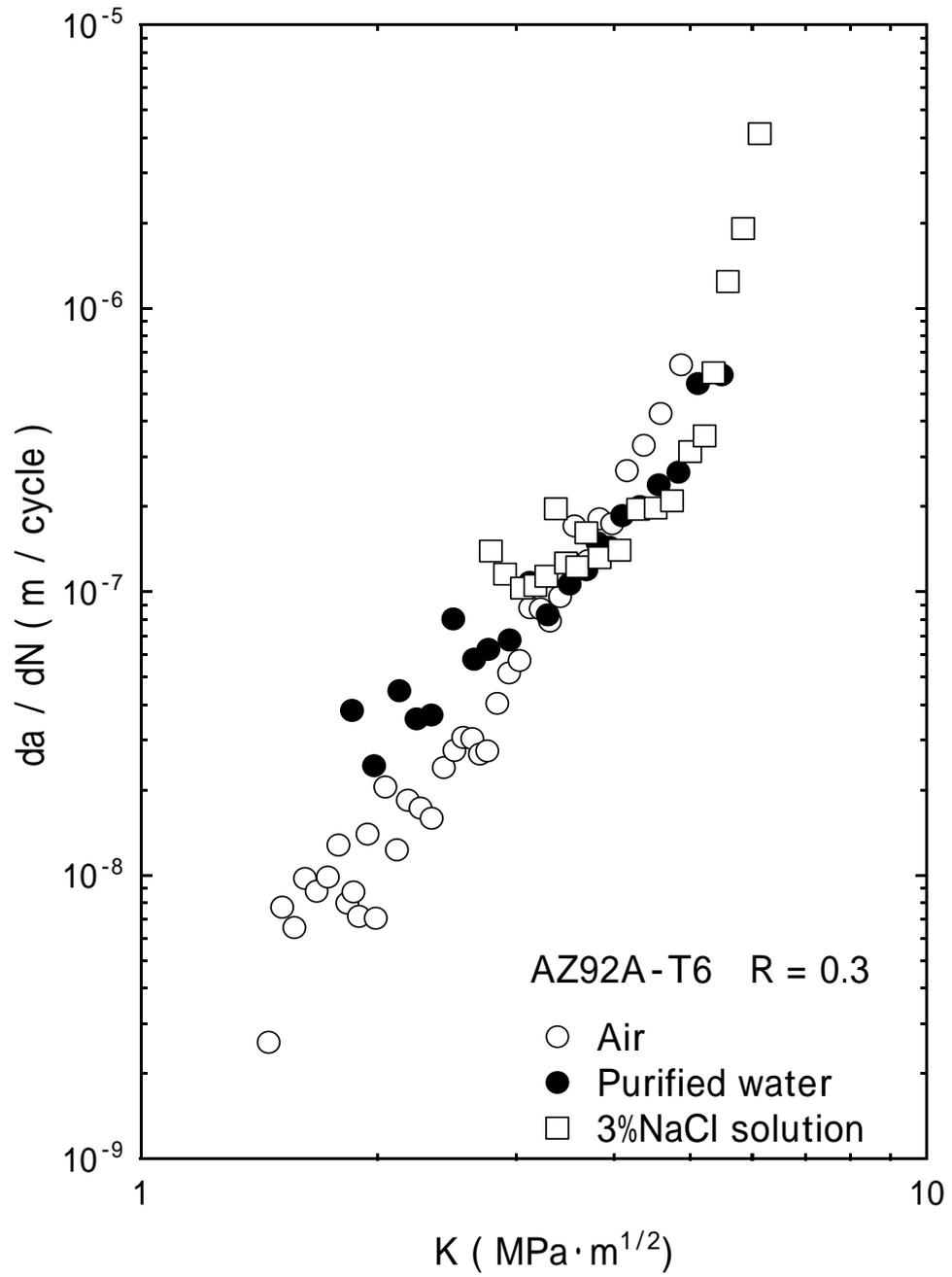


Fig. 10 Relationship between da/dN and ΔK of AZ92A-T6 at stress ratio $R = 0.3$

AZ92A において da/dN と ΔK には相関があり、両対数でプロットすると大気中と純水中では図 6、7 に示すようにほぼ一本の直線で近似することができた。しかし図 8 に示した塩水中における da/dN と ΔK の関係では、 da/dN が ΔK にあまり依存しない領域、いわゆるプラトー領域と、 ΔK の増加に従って急激に増加する 2 つの領域が明瞭に現れた。また同一の ΔK において大気中と塩水の結果を比較すると、塩水中の da/dN は大気中のそれよりも低くなった。塩水環境下における AZ92A は腐食が著しく、疲労試験中においても水素発生が激しかった。プラトー領域におけるき裂伝ば挙動は、このような腐食の影響を受けていることを後述する破面の観察からも確認できた。図 9 に示す $R = 0.0$ では ΔK が低い領域で、 da/dN が高い順に塩水、純水、大気であったが、 ΔK が $3.5 \text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 付近から da/dN が高い順に大気、純水、塩水に変わった。これらのことは図 10 に示す $R = 0.3$ においても同様であった。

3-1. AZ31M

AZ31M マグネシウム合金の実験結果をそれぞれの環境ごとと応力比ごとに整理し、 da/dN と ΔK の関係を示す。応力比の影響を見るために室温大気中、純水中および塩水中の各環境下での $da/dN - \Delta K$ 関係をそれぞれ図 11, 12, および 13 において示した。また環境の影響を見るために応力比 $R = 0.0$ 、 $R = 0.3$ の各応力比ごとに図 14, および 15 に示した。

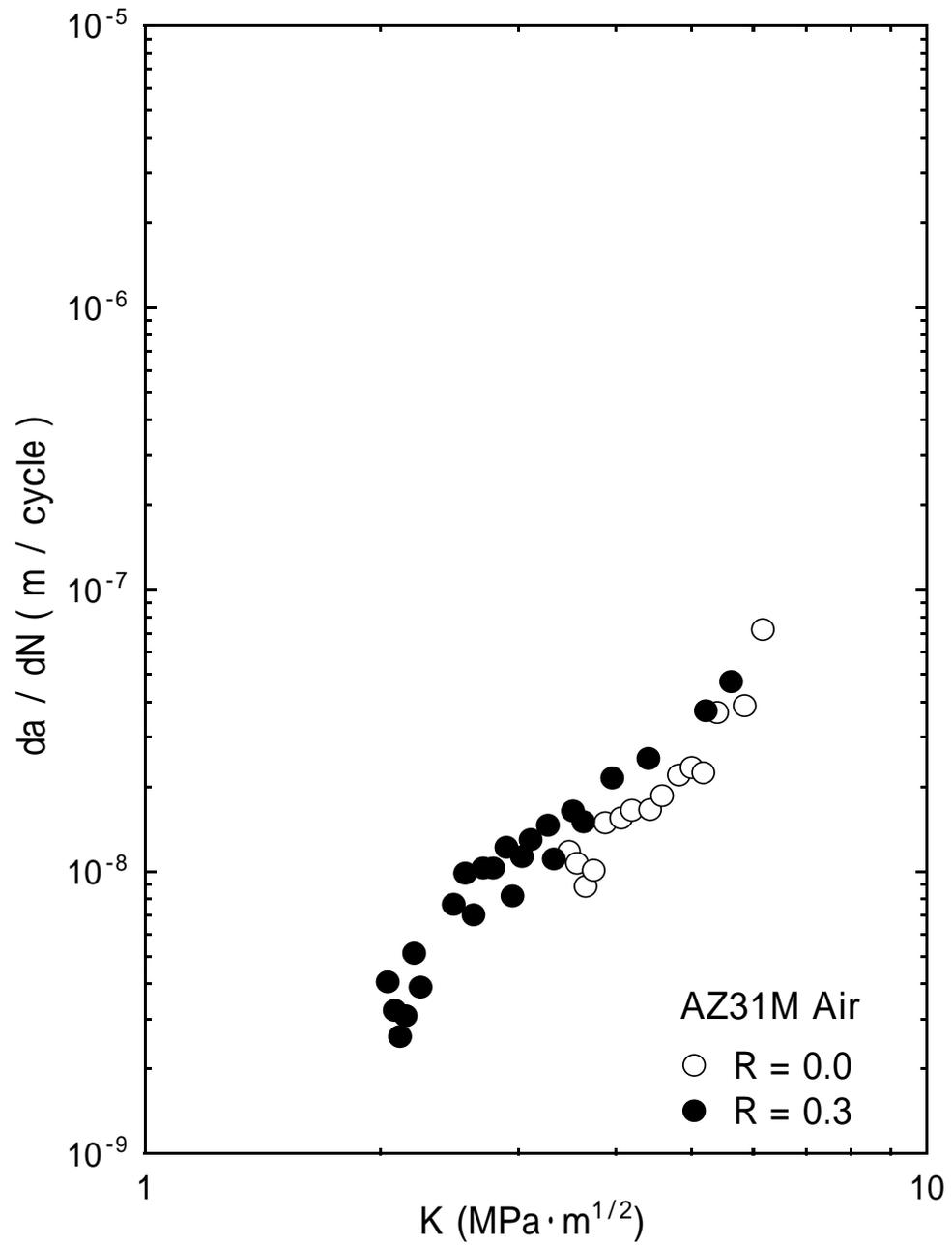


Fig. 11 Relationship between da/dN and ΔK in room air of AZ31M

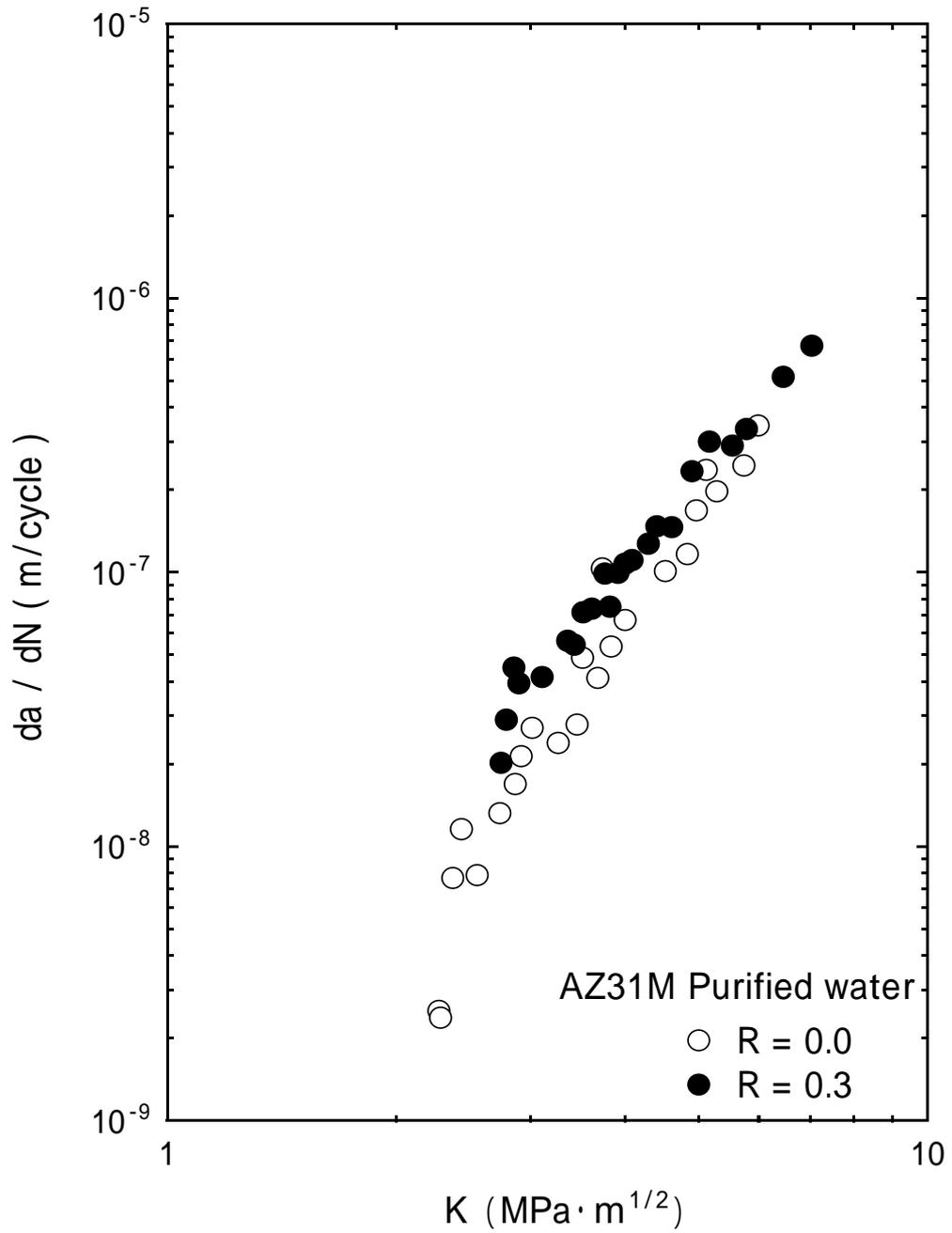


Fig. 12 Relationship between da/dN and ΔK of AZ31M in purified water

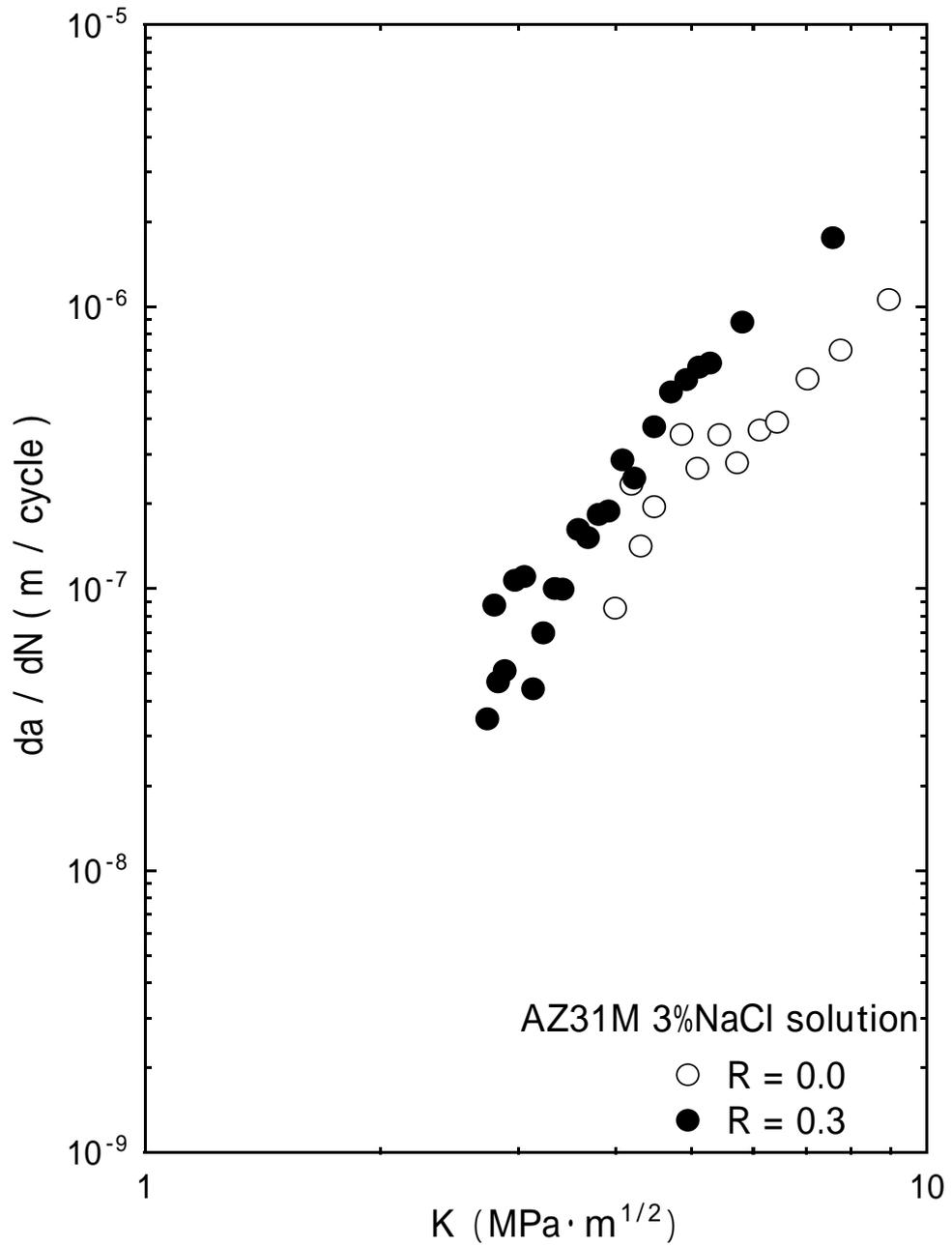


Fig. 13 Relationship between da/dN and ΔK of AZ31M in 3% NaCl solution

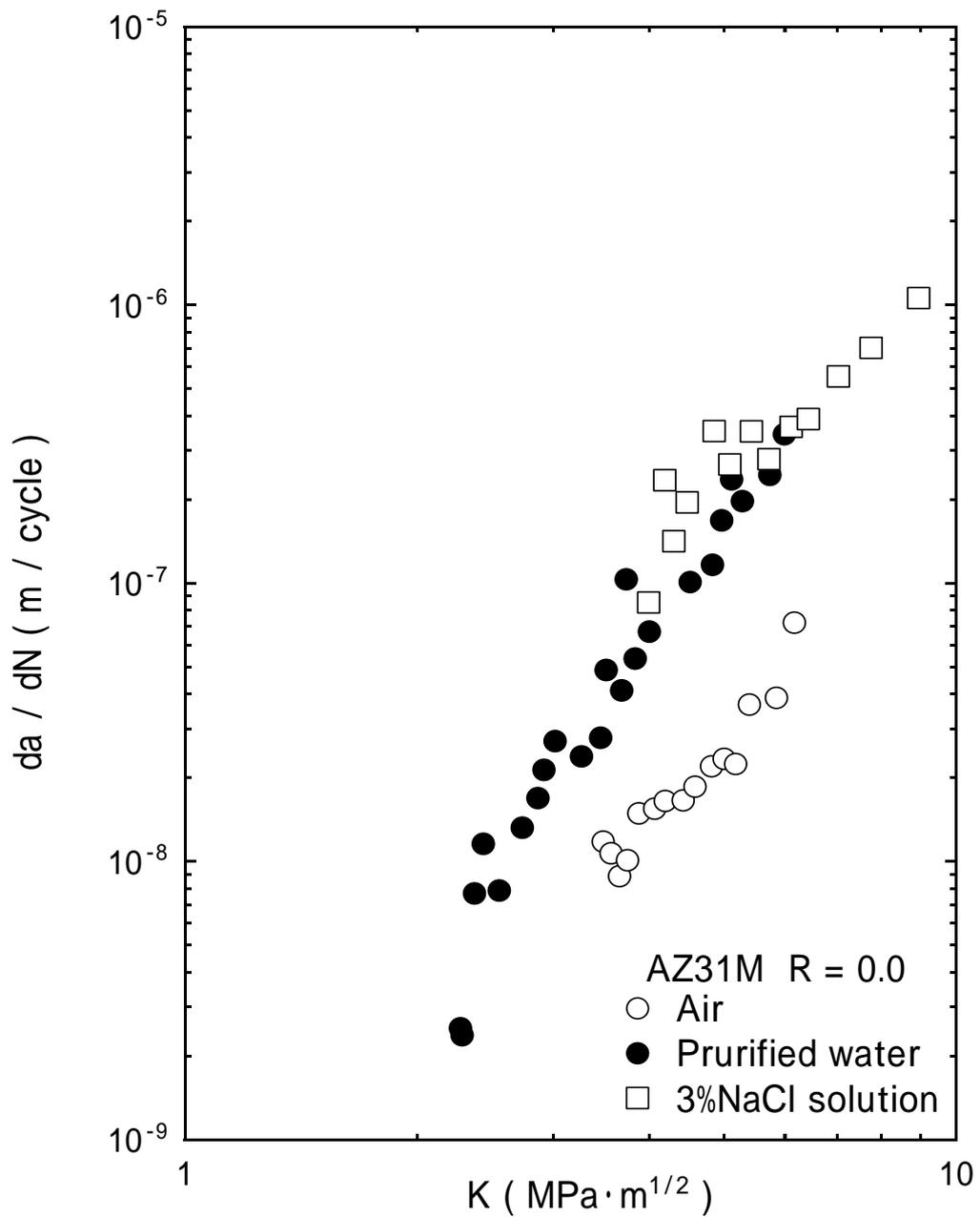


Fig. 14 Relationship between da/dN and ΔK of AZ31M at stress ratio $R = 0.0$

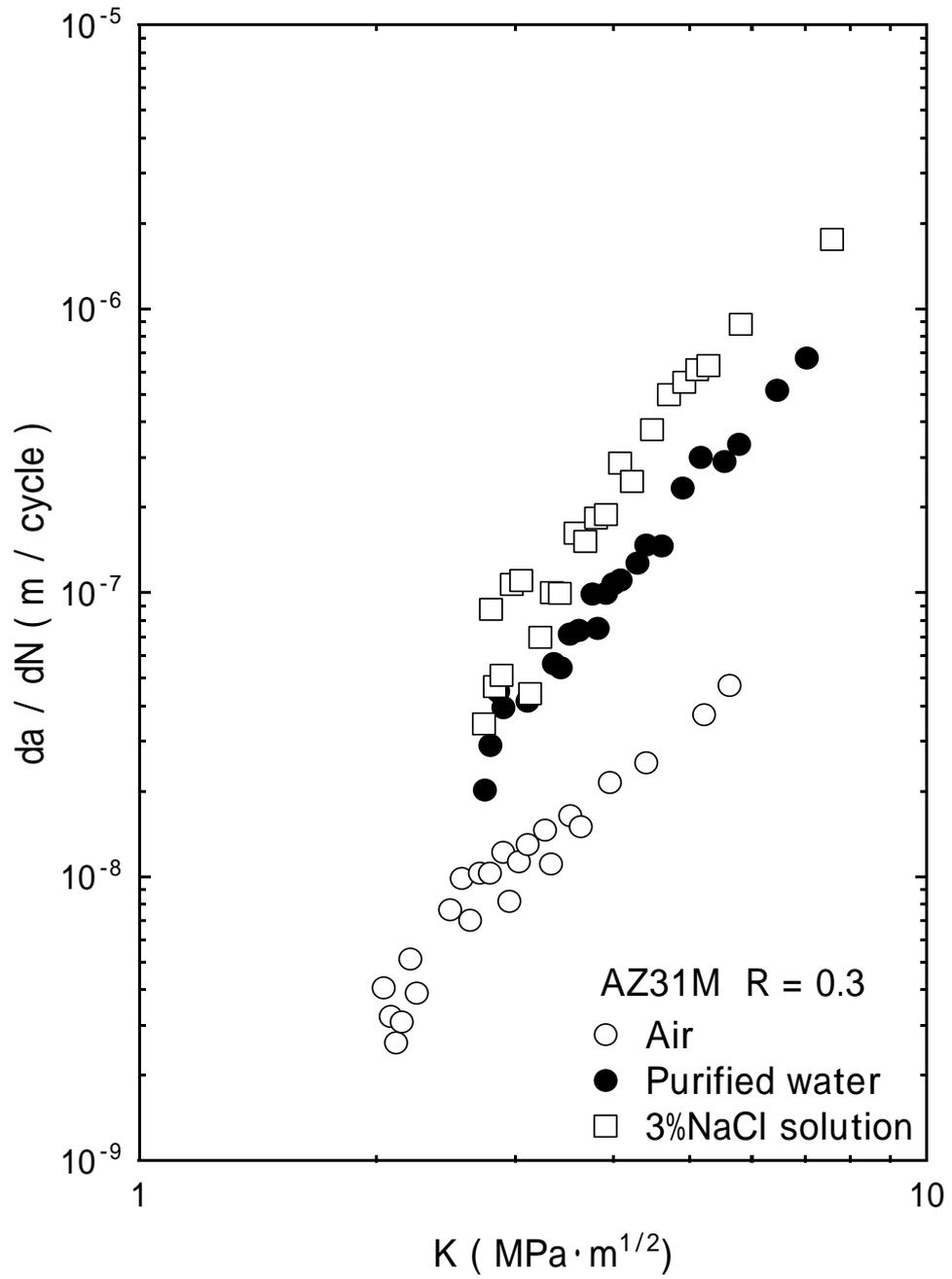


Fig. 15 Relationship between da/dN and ΔK of AZ31M at stress ratio $R = 0.3$

AZ31M の疲労試験において da/dN と ΔK には相関があり、両対数でプロットすると AZ31M は大気中と純水中では AZ92A-T6 と同様に図 11、12 においてほぼ直線で近似することができた。図 13 の塩水中における AZ31M は AZ92A と異なり、 da/dN と ΔK の関係において、プラトー領域と、 ΔK の増加に従って da/dN が急激に増加する領域は表れず、大気中や純水中と同様に一本の直線で近似することができた。同一の応力比において da/dN と ΔK を環境ごとに整理した結果、図 14 に示す $R = 0.0$ では同一の ΔK において da/dN が高い順に塩水中、純水中、大気中であった。同一の ΔK において da/dN を大気中と腐食環境中で比較すると腐食環境が大気中より約 4.5 から 5 倍大きかった。これらのことは図 15 の応力比 $R = 0.3$ においても同様であった。塩水環境下における AZ31M は腐食が著しく、AZ92A-T6 と同様に疲労試験中においても試験片表面の水素発生が激しく気泡が発生しているのが肉眼で確認できた。

4. 考察

4-1. き裂開閉口挙動について

引張り応力下で常にき裂先端部が開いているとは限らないことが、これまでの研究で分かっている。このような引張り荷重下でもき裂が閉じている現象はき裂閉口現象と呼ばれている。この原因としては主に以下の3つの点が考えられている。) 塑性誘起き裂閉口、) 表面あかさ誘起き裂閉口、) 酸化物誘起き裂閉口

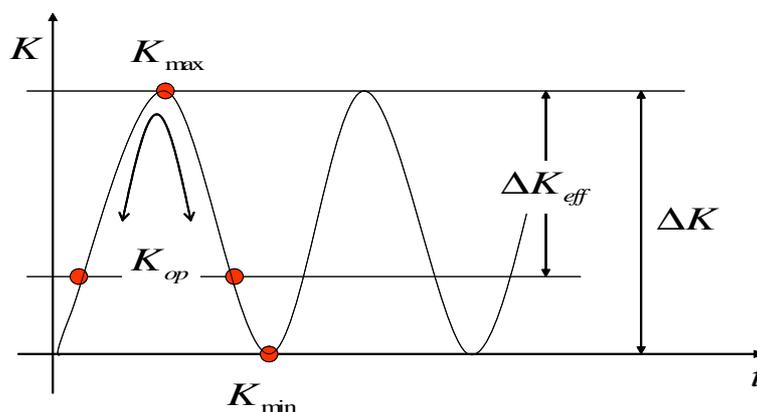


Fig. 16 Effective stress intensity factor

図 16 に示すような一定応力振幅の繰返し正弦波荷重が負荷されているとき、き裂は K_{\max} で最も大きく開口した後、 K_{\min} で閉口すると考えられる。しかし、実際の金属材料においては K_{\min} に達する前の引っ張り負荷を受けている時点で閉口することが報告されている。これをき裂閉口現象といい、最大負荷 K_{\max} からの除荷過程においてき裂が閉口したとき K_{op} と表される。また K_{\min} から K_{\max} の負荷過程では、最初 K が 0 より大きくてもき裂は開口せず、ある程度以上の K になったときに初めて開口し、このときの K をき裂開口応力という。このき裂閉口現象を考慮し、純粹に開口しているときの荷重を測定する為に除荷弾性コンプライアンス法を用いる。除荷弾性コンプライアンス法とは、き裂が伸びるごとに計測していた 1 サイクル分の荷重とひずみの値から、 $P_{\max} - \alpha \varepsilon$ より α の値を求め、1 サイクル分の荷重 P とそれに対応する $P - \alpha \varepsilon$ の結果をプロットすることより荷重 - 変位曲線図 (図 17) を得られる。この荷重変位曲線からき裂開口状態からき裂閉口状態に変わる折れ曲がり点を表し、そこから最大応力拡大係数 K_{\max} 、折れ曲がり点、最小応力拡大係数 K_{\min} の値より開口比 U (式.7) を求めるものである。この開口比 U を用いて得られるき裂伝ばに純粹に作用する応力を有効応力拡大係数幅 K_{eff} (以下 K_{eff} とする) という。(式.8)

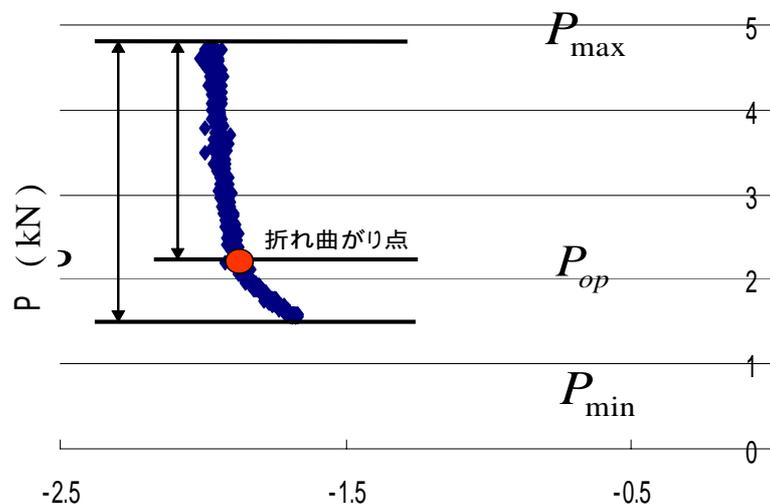


Fig. 17 Load - deformation diagram

$$U = (K_{\max} - K_{op}) / (K_{\max} - K_{\min}) \quad (7)$$

$$\Delta K_{\text{eff}} = K_{\max} - K_{op} = U \cdot \Delta K \quad (8)$$

実験結果より両材料とも同じ環境において $R = 0.0$ よりも $R = 0.3$ の da/dN が高いことが分かった。 R が大きいほうの da/dN が高くなったのは、相対的にき裂開口荷重が低下したと考えられる。除荷弾性コンプライアンス法を使用して、求めた有効応力拡大係数幅 K_{eff} で両材料を疲労き裂伝ば速度 da/dN と有効応力拡大係数幅 K_{eff} の関係を以下に示し考察を行う。

4-2. AZ92A-T6 における da/dN - K_{eff} 関係

AZ92A マグネシウム合金における da/dN - K_{eff} 関係において図 16 から図 20 に示した。応力比の影響を見るために室温大気中、純水中および塩水中の各環境下での da/dN - K_{eff} 関係をそれぞれ図 18、19 および 20 において示した。また各環境の影響を見るために応力比 $R = 0.0$ 、 $R = 0.3$ を図 12 および 22 に示した。

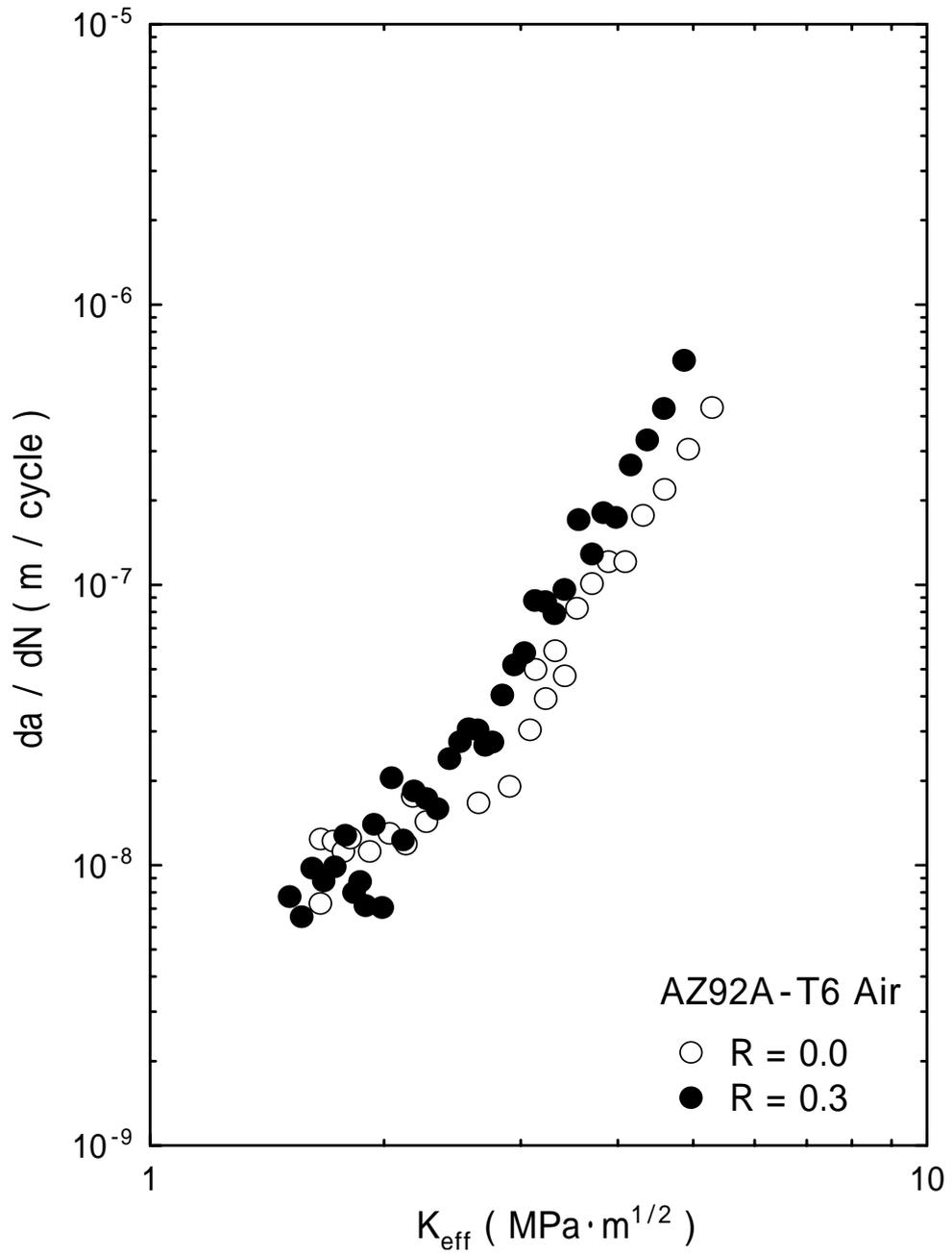


Fig. 18 Relationship between da/dN and K_{eff} of AZ92A-T6 in room air

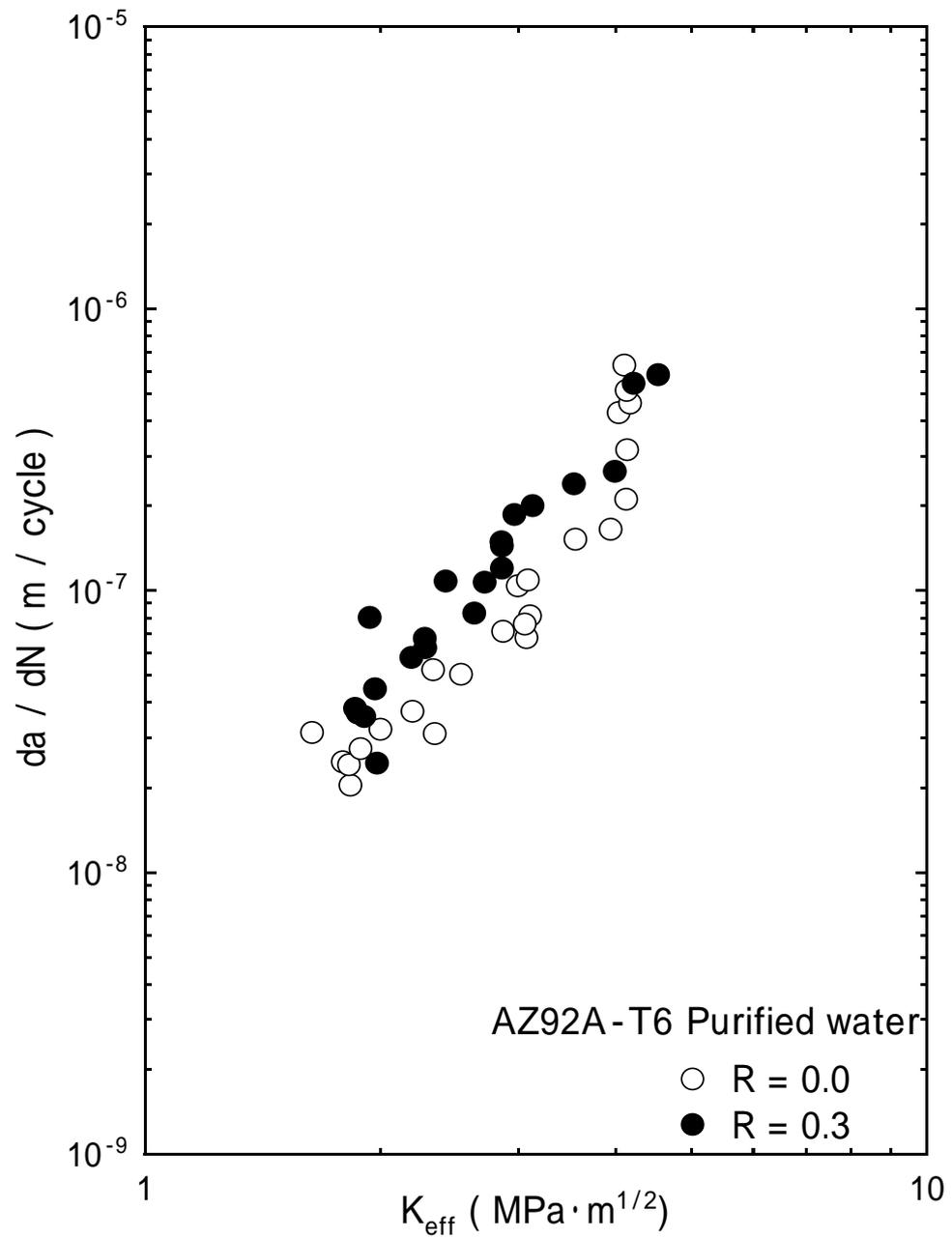


Fig. 19 Relationship between da/dN and K_{eff} of AZ92A-T6 in purified water

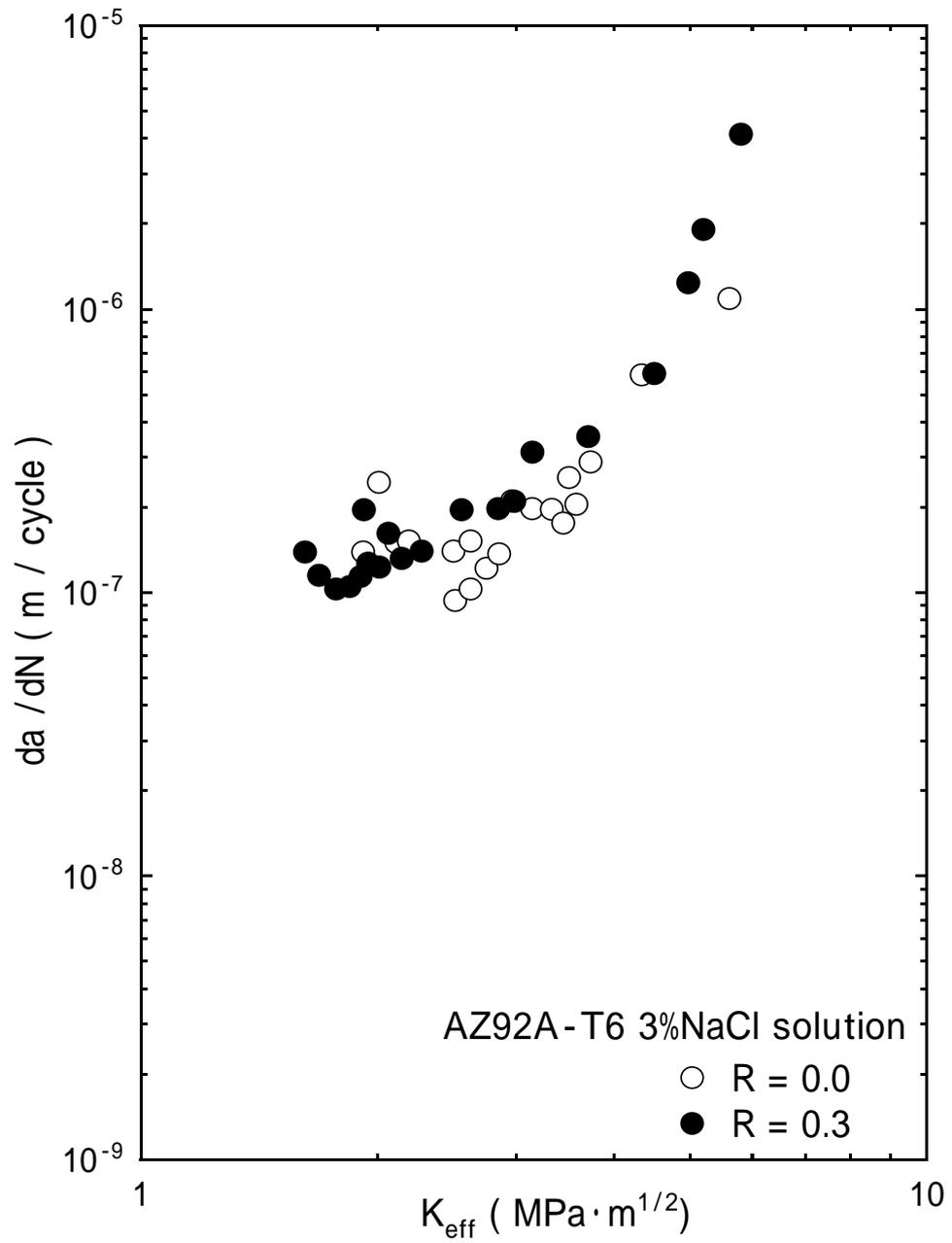


Fig. 20 Relationship between da/dN and K_{eff} of AZ92A-T6 in 3% NaCl solution

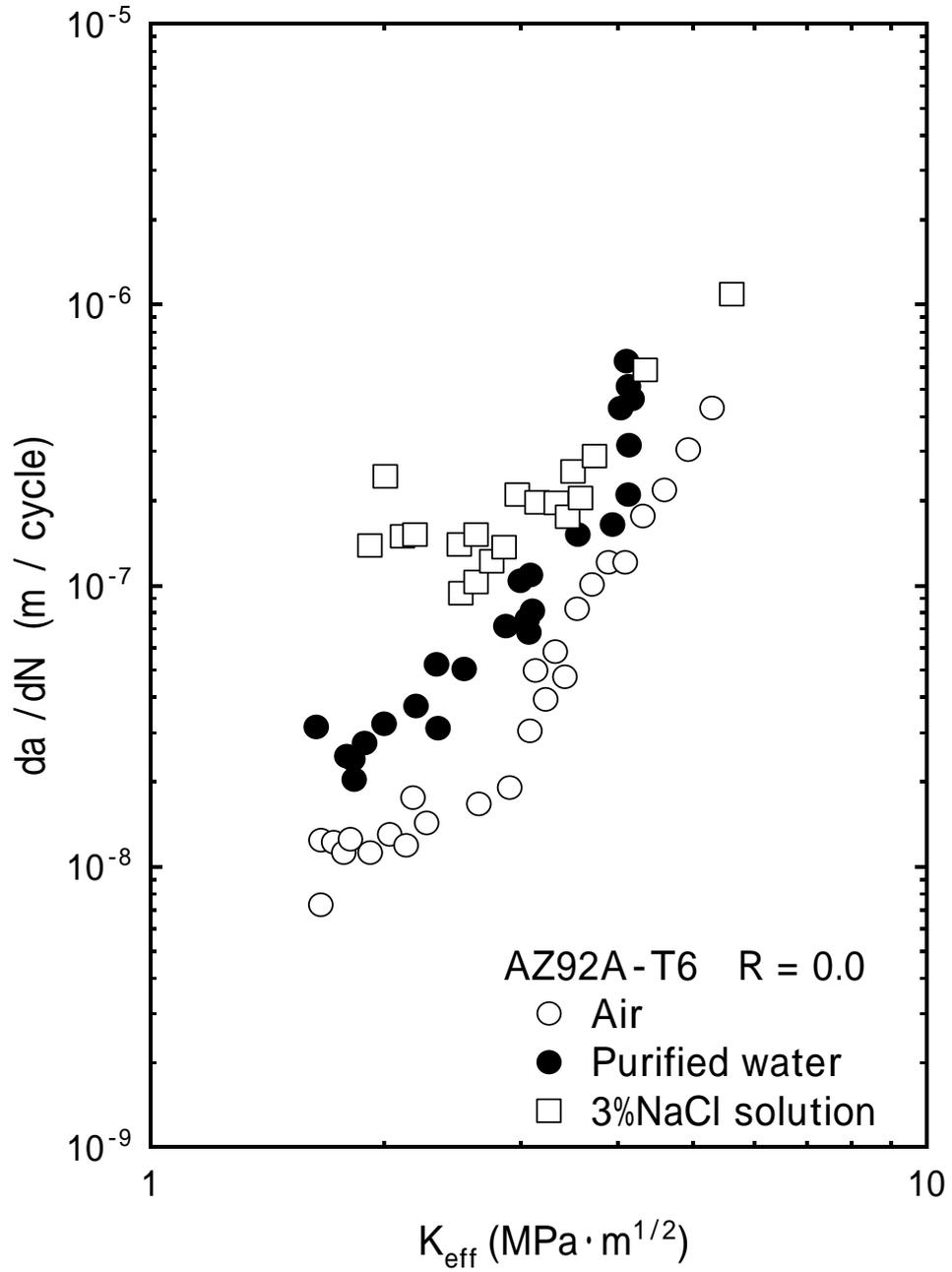


Fig. 21 Relationship between da/dN and K_{eff} of AZ92A-T6 at stress ratio $R = 0.0$

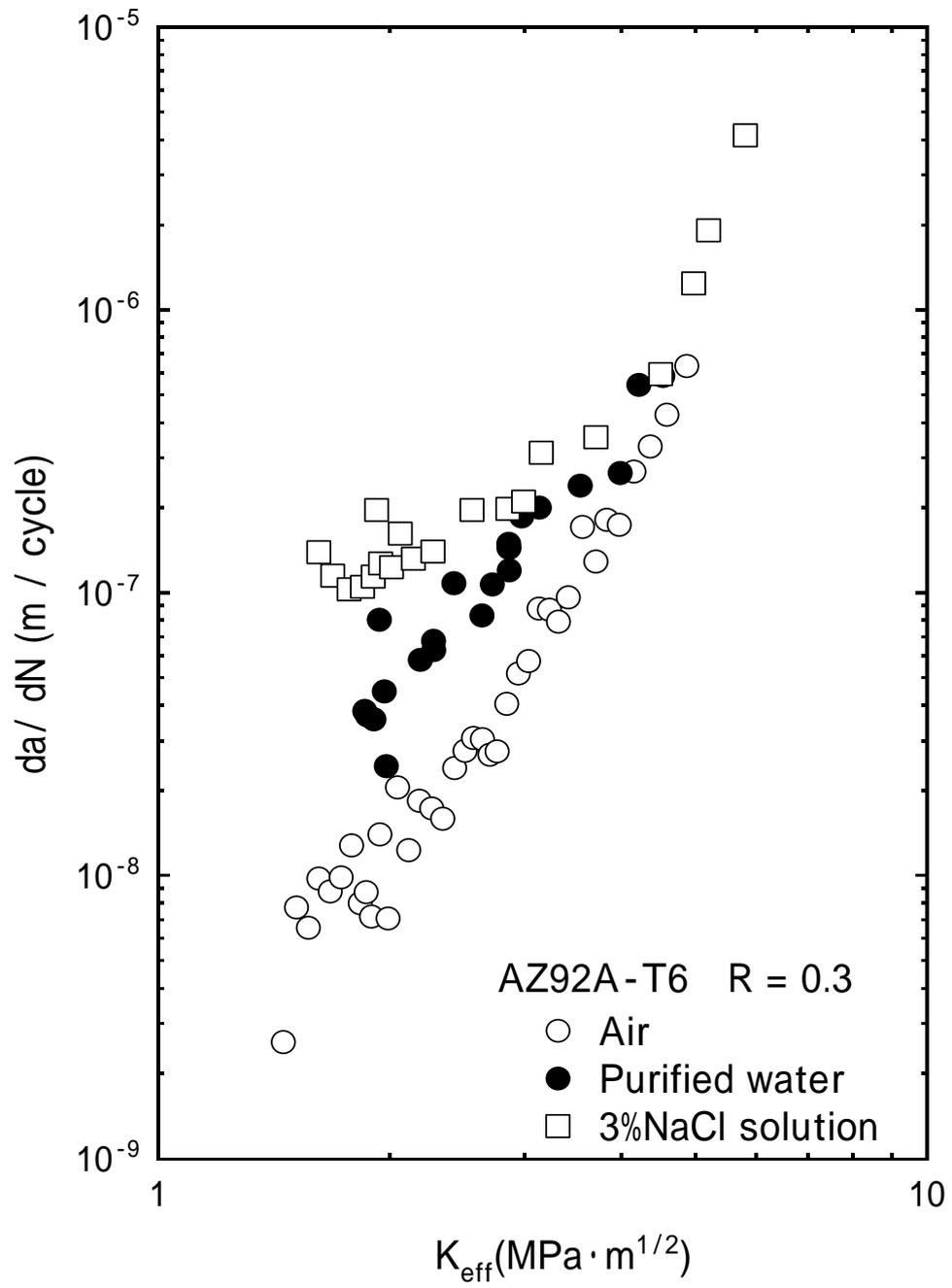


Fig. 22 Relationship between da/dN and K_{eff} of AZ92A-T6 at stress ratio $R = 0.3$

まず図 18、19 および 20 に示すようにいずれの環境下においても K_{eff} による整理では応力比の違いによる da/dN の差異はほとんど見られなくなった。このことは R すなわち平均応力の大小によりき裂先端部での塑性ストレッチによりもたらされた残留圧縮応力場によるき裂閉口、すなわち塑性誘起き裂閉口の大小が生じたためと分かる。き裂閉口荷重の測定結果より大気中、 $R = 0.3$ ではほとんでき裂閉口が生じてないことが分かった。つぎに図 21、22 に示すようにいずれの応力比においても K_{eff} が高い領域では純水と塩水の da/dN に差が見られなくなった。塩水中で見られたプラトー部は依然として明瞭で、 $da/dN - K$ 関係への遷移は R によらず K_{eff} が $3.5\text{MPa}^{1/2}$ 付近で生じた。 K_{eff} が高い領域では $da/dN - K$ 関係とは逆に腐食環境下での da/dN が大気中のそれよりも大きくなった。これは腐食環境下における AZ92A の腐食が激しく、これによりき裂閉口現象が著しくなったと考えられる。このことからくさび効果が起きていることが考えられる。

4-3. AZ31M における $da/dN - K_{\text{eff}}$ 関係

AZ31M マグネシウム合金における $da/dN - K_{\text{eff}}$ 関係において図 21 から図 25 に示した。応力比の影響を見るために室温大気中、純水中および塩水中の各環境下での $da/dN - K_{\text{eff}}$ 関係をそれぞれ図 23、24 および 25 において示した。また各環境の影響を見るために応力比 $R = 0.0$ 、 $R = 0.3$ を図 26 および 27 に示した。

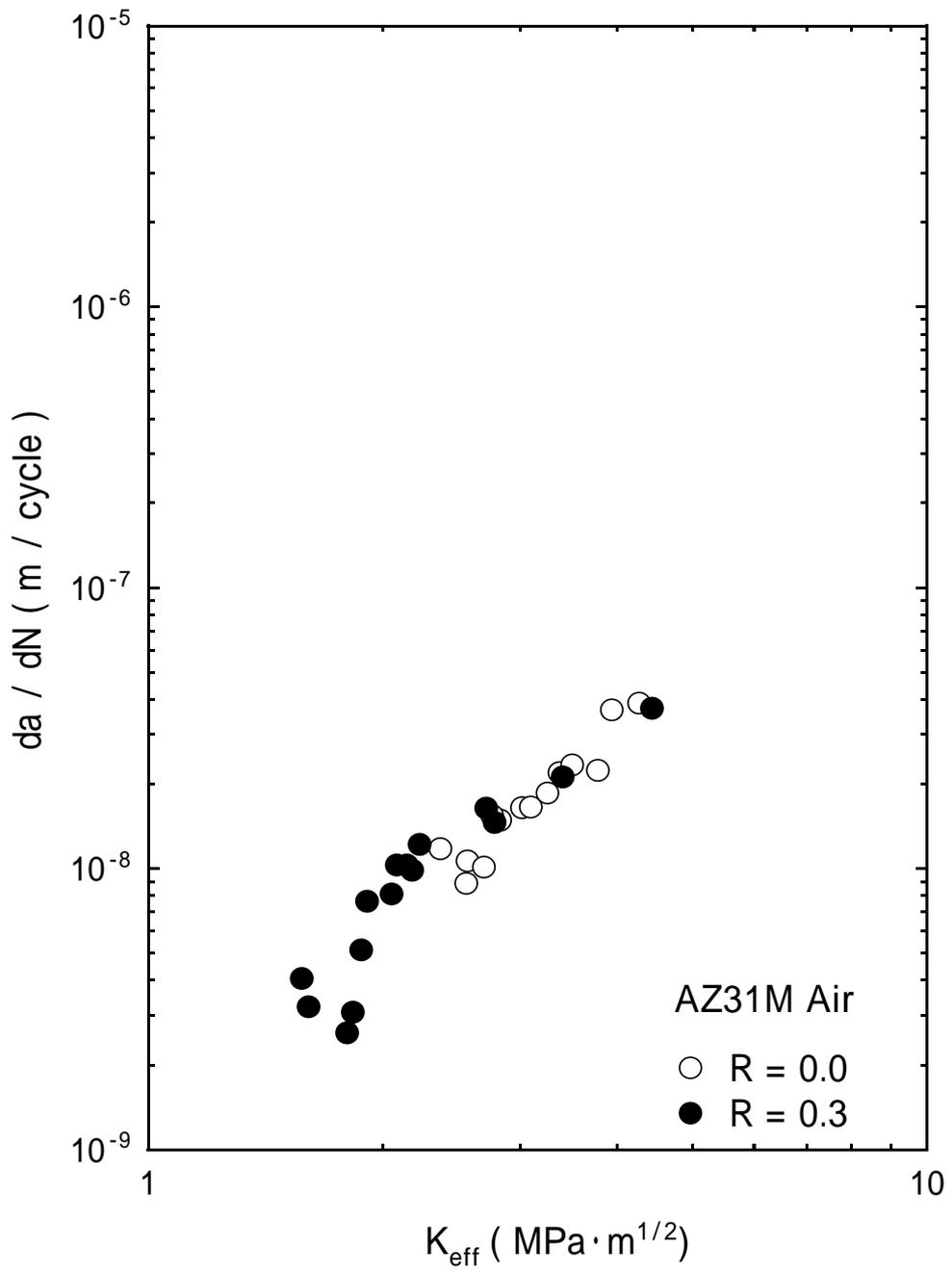


Fig. 23 Relationship between da/dN and K_{eff} of AZ31M in room air

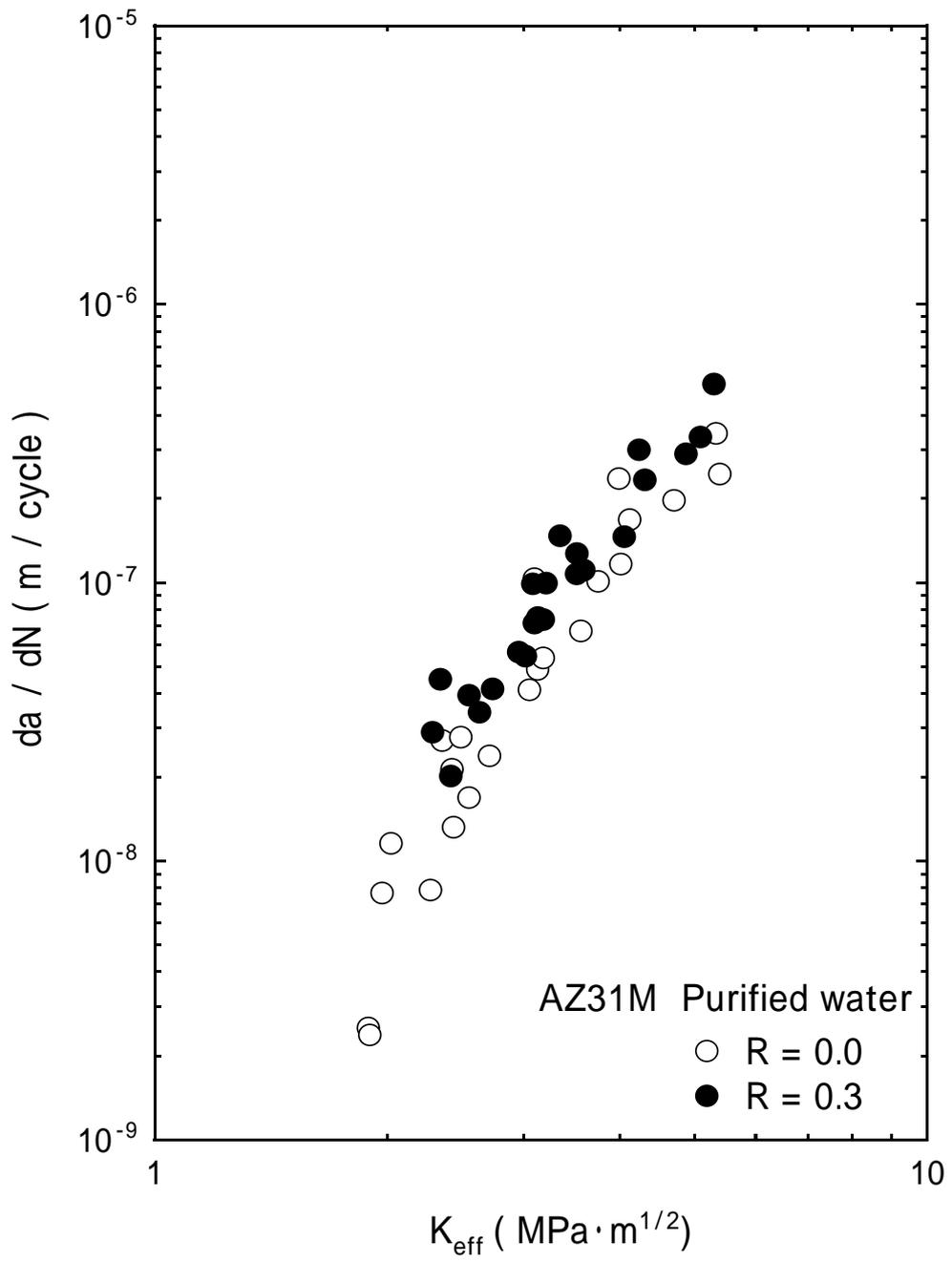


Fig. 24 Relationship between da/dN and K_{eff} of AZ31M in purified water

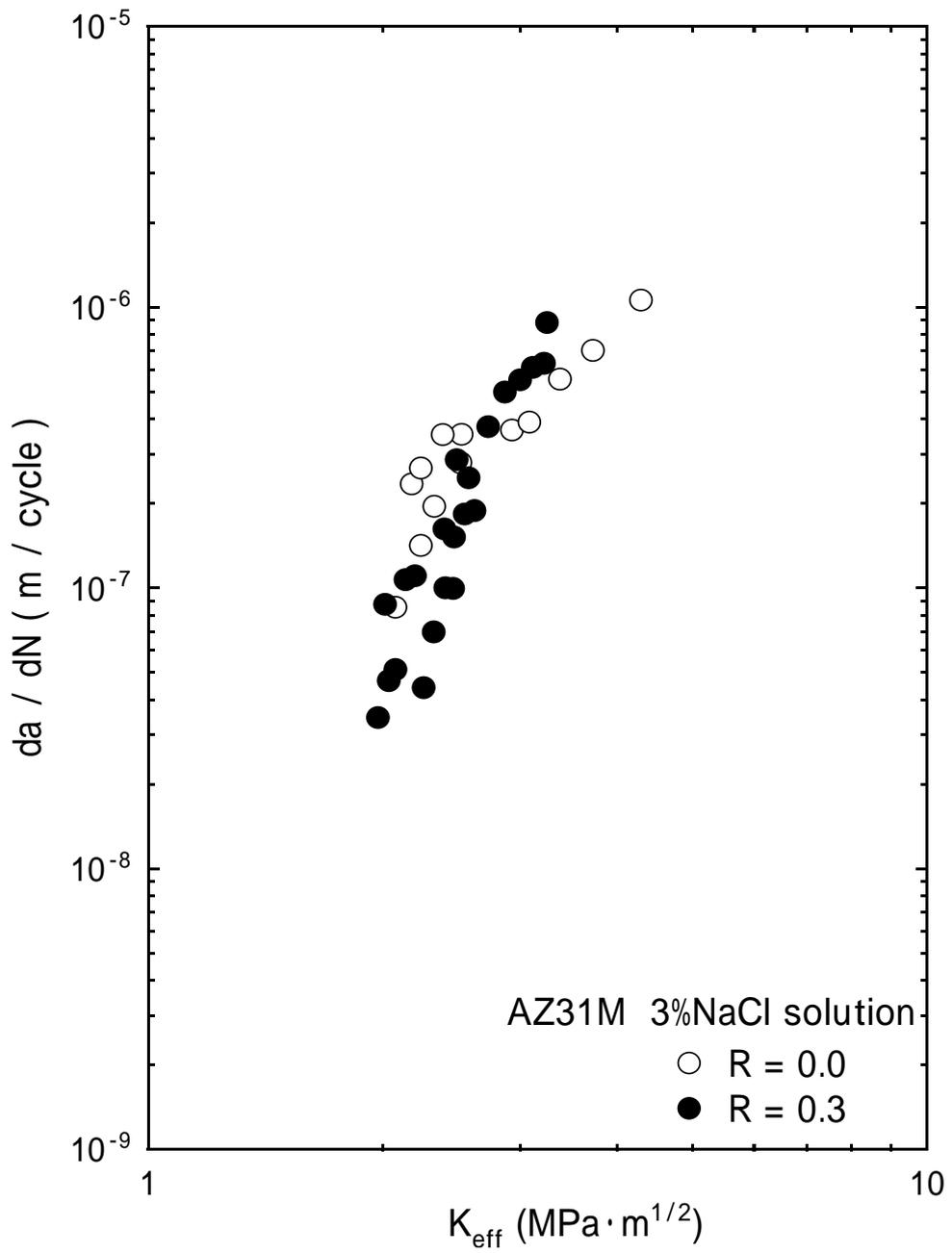


Fig. 25 Relationship between da/dN and K_{eff} of AZ31M in 3% NaCl solution

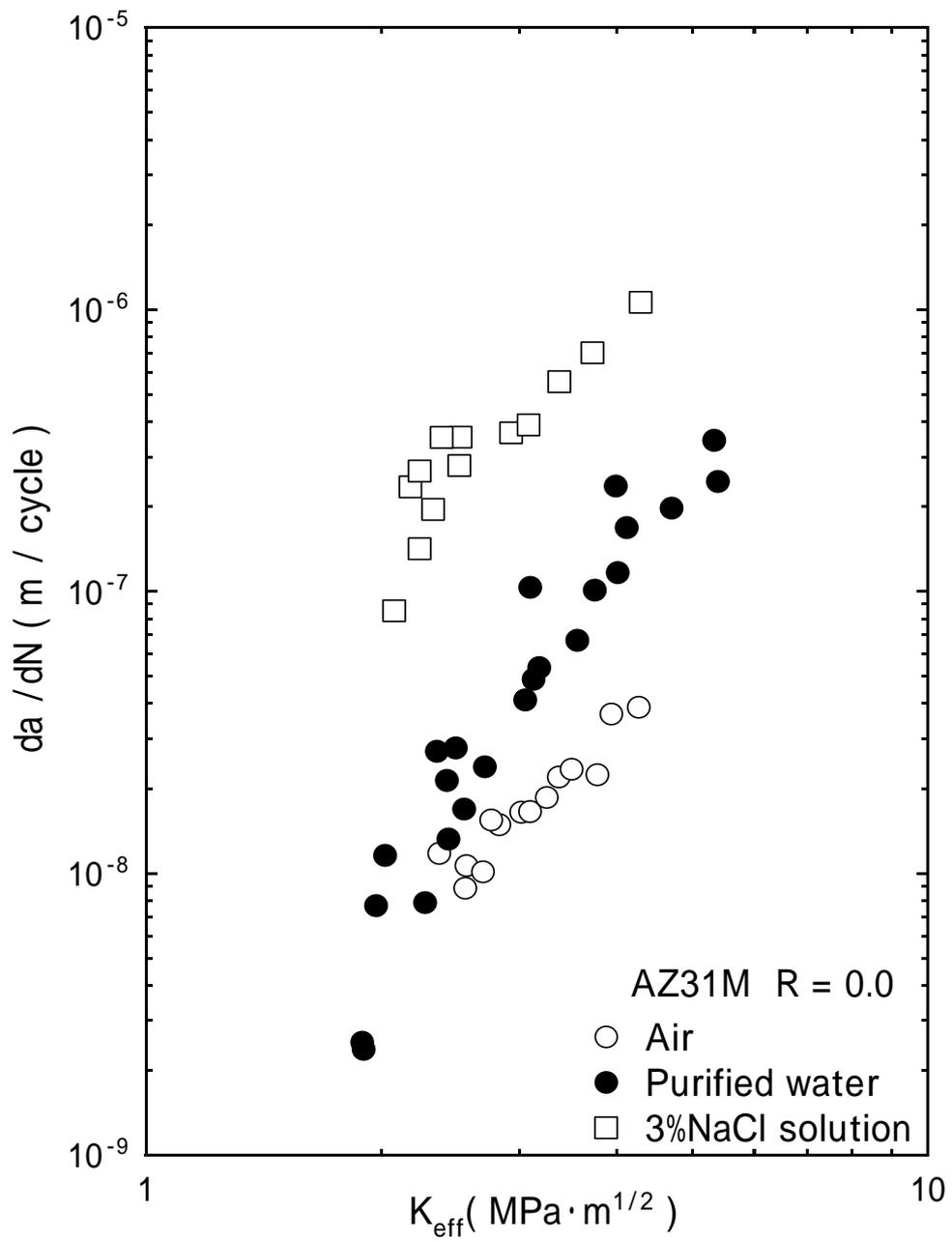


Fig. 26 Relationship between da/dN and K_{eff} of AZ31M in stress ratio $R = 0.0$

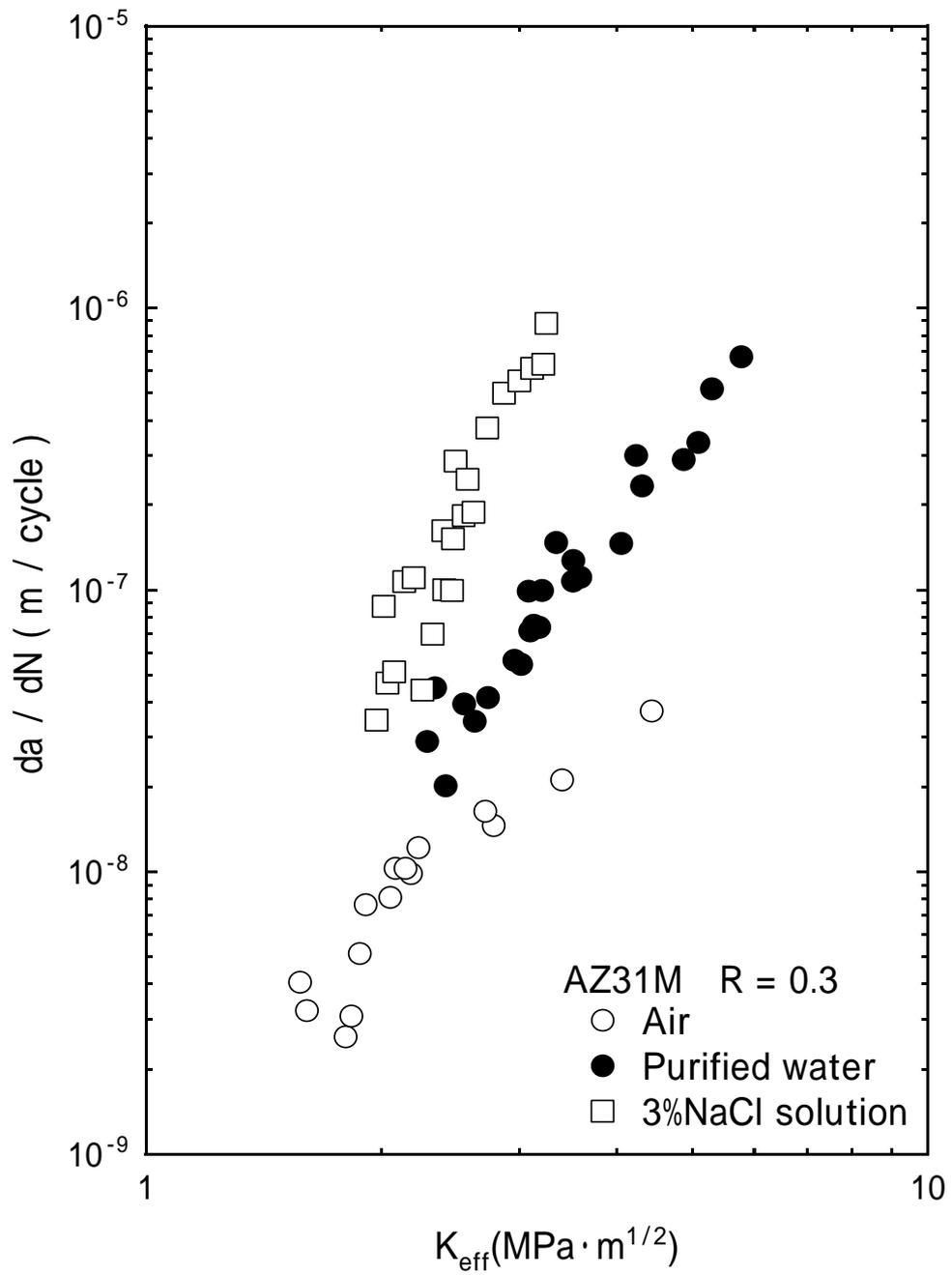


Fig. 27 Relationship between da/dN and K_{eff} of AZ31M in stress ratio $R = 0.3$

まず図 23、24 および 25 に示すようにいずれの環境下においても K_{eff} による整理では応力比の違いによる da/dN の差異はほとんど見られなくなった。このことは R すなわち平均応力の大小によりき裂先端部での塑性ストレッチによりもたらされた残留圧縮応力場によるき裂閉口、すなわち塑性誘起き裂閉口の大小が生じたためと分かる。き裂開口荷重の測定結果より大気中、 $R = 0.3$ ではほとんでき裂閉口が生じてないことが分かった。また純水、塩水中においてはき裂閉口が生じており da/dN は大気中のそれよりかなり高くなった。また環境の影響を比較した場合、先の $da/dN - \Delta K$ において塩水の da/dN は精製水の約 1.5 倍ぐらいであったが、 K_{eff} で整理した場合、 $R = 0.0$ においては塩水中の da/dN が精製水の約 7 倍、 $R = 0.3$ においては精製水の約 6 倍高くなった。特に高 K_{eff} の領域においてはその差は著しかった。これは AZ31M の塩水中における腐食が純水中よりも激しく、これよりき裂閉口現象が著しくなったと考えられる。このことから、くさび効果が起きていることが考えられる。

4.4. AZ92A と AZ31M の比較

これまでの結果から両材料が受ける環境および応力比の影響を見ることができた。これらの結果をもとに両材料を比較し、これを考察する。大気中、純水中および塩水中の各環境下における両材料の、 $da/dN - \Delta K$ 関係の比較を図 28、29 および 30 に示す。また同様に $da/dN - K_{eff}$ 関係の比較を図 31、32 および 33 に示す。

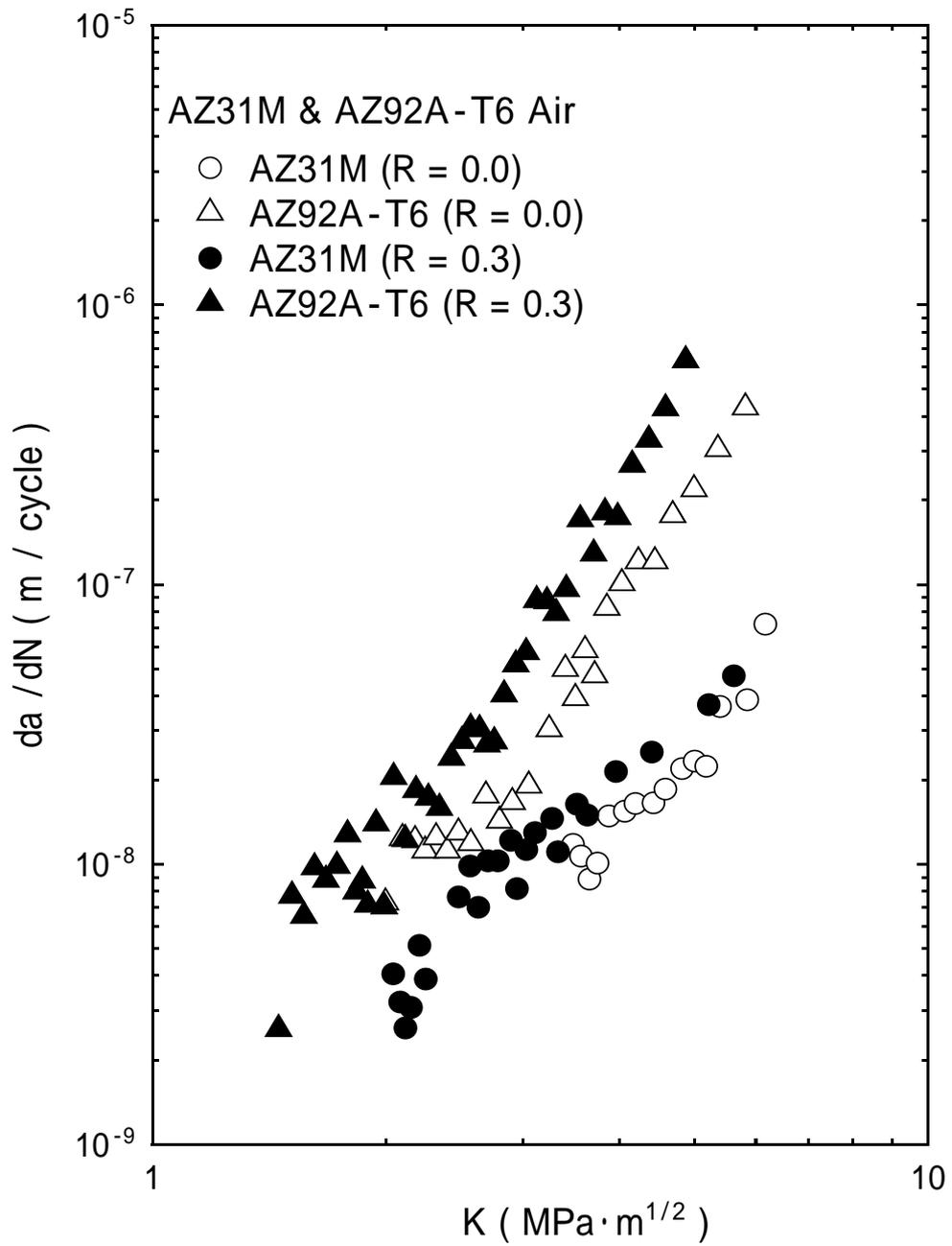


Fig. 28 Relationship between da/dN and ΔK of AZ92A-T6 and AZ31M in room air

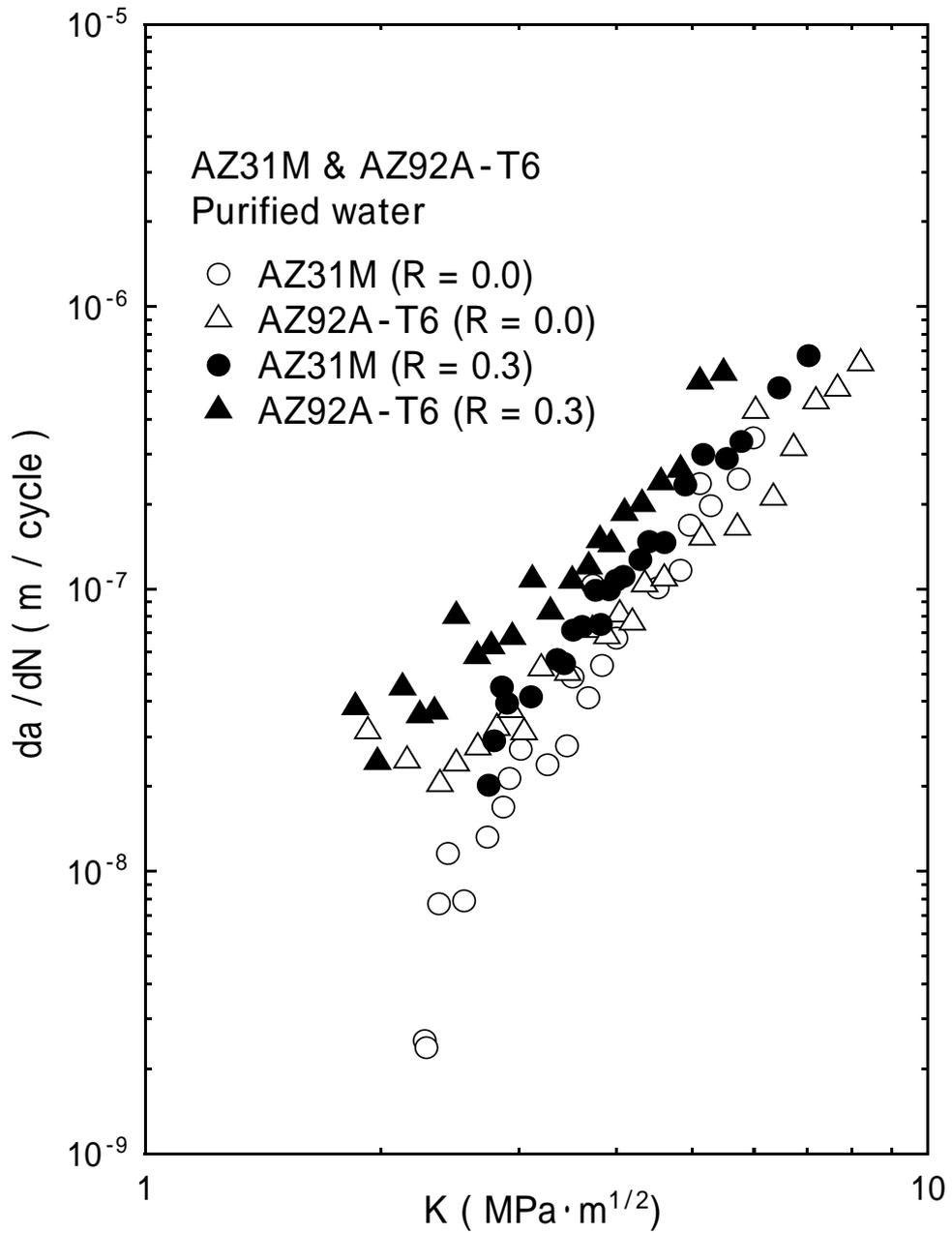


Fig. 29 Relationship between da/dN and ΔK of AZ92A-T6 and AZ31M in purified water

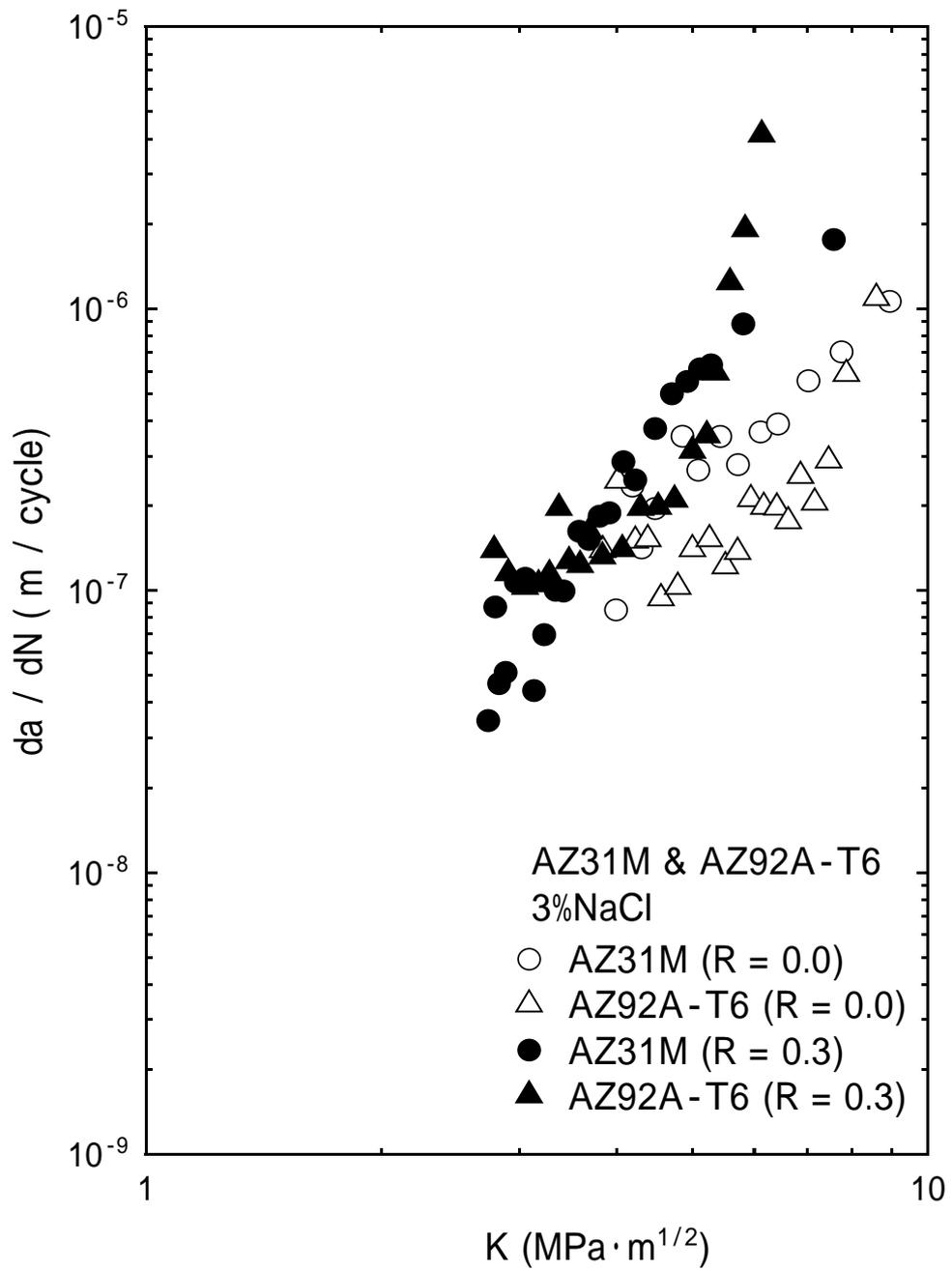


Fig. 30 Relationship between da/dN and ΔK
 of AZ92A-T6 and AZ31M in 3% NaCl solution

da/dN - ΔK 関係において大気中では R によらず AZ92A の da/dN が AZ31M のそれより大きかった。また AZ92A と AZ31M を同一の ΔK で比較した場合、AZ92A の da/dN は AZ31M のそれの約 7 倍であった。また、純水中においては $R = 0.0$ において ΔK が $4.0\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 付近までは AZ92A の da/dN が AZ31M より大きくなったが、それより ΔK が大きい領域においては逆になった。 $R = 0.3$ においては AZ92A の da/dN が AZ31M より大きくなった。塩水中では大気中、純水中とは傾向が異なり、 $R = 0.0$ では AZ31M の da/dN が AZ92A より大きくなった。 $R = 0.3$ において $3.5\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 付近まで AZ92A の da/dN が AZ31M より大きく、そこから $5.3\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 付近まで AZ31M の da/dN が AZ92A より大きくなり、それ以降はまた AZ92A の da/dN が AZ31M より大きくなった。

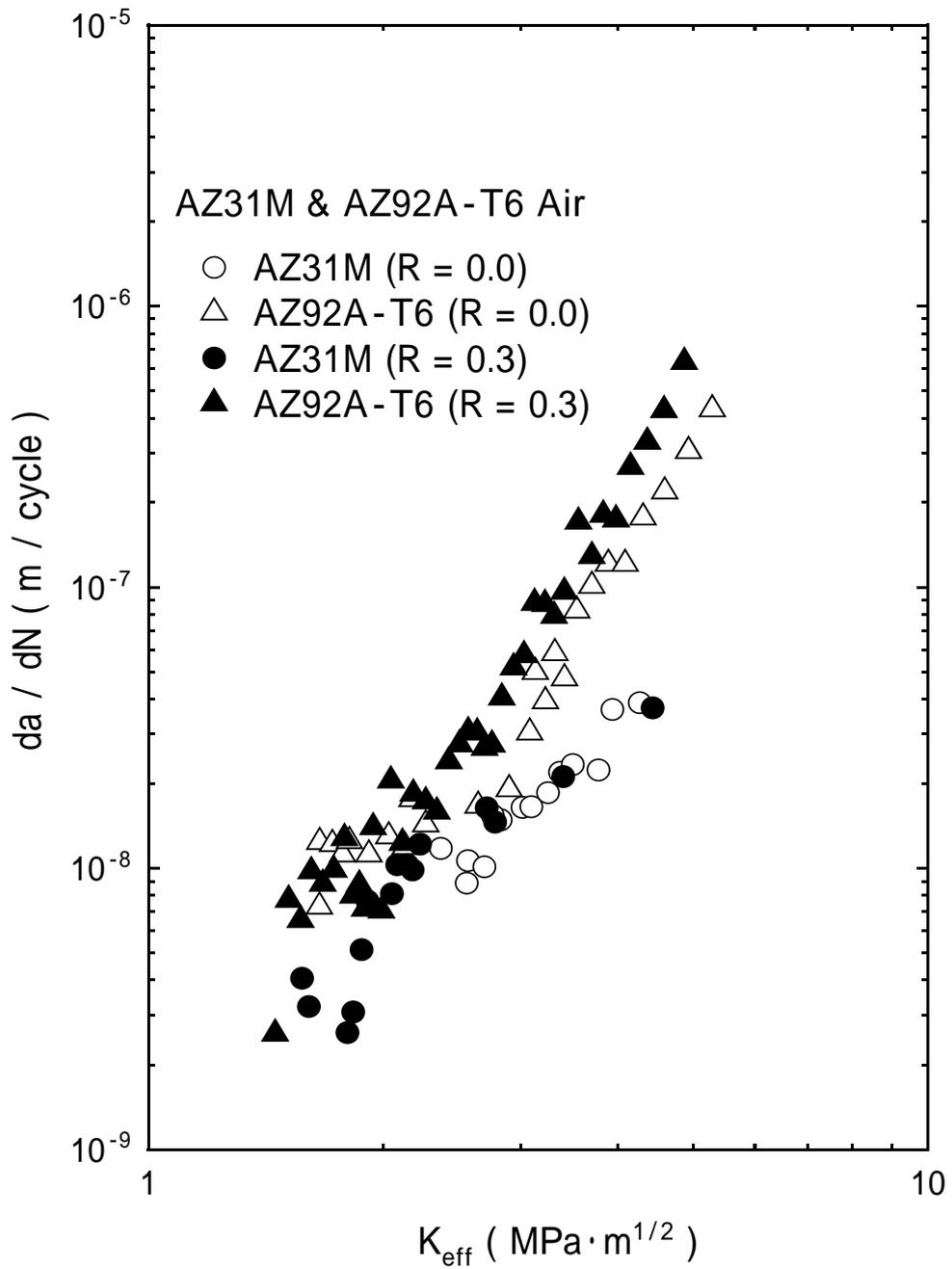


Fig. 31 Relationship between da/dN and K_{eff} of AZ92A-T6 and AZ31M in room air

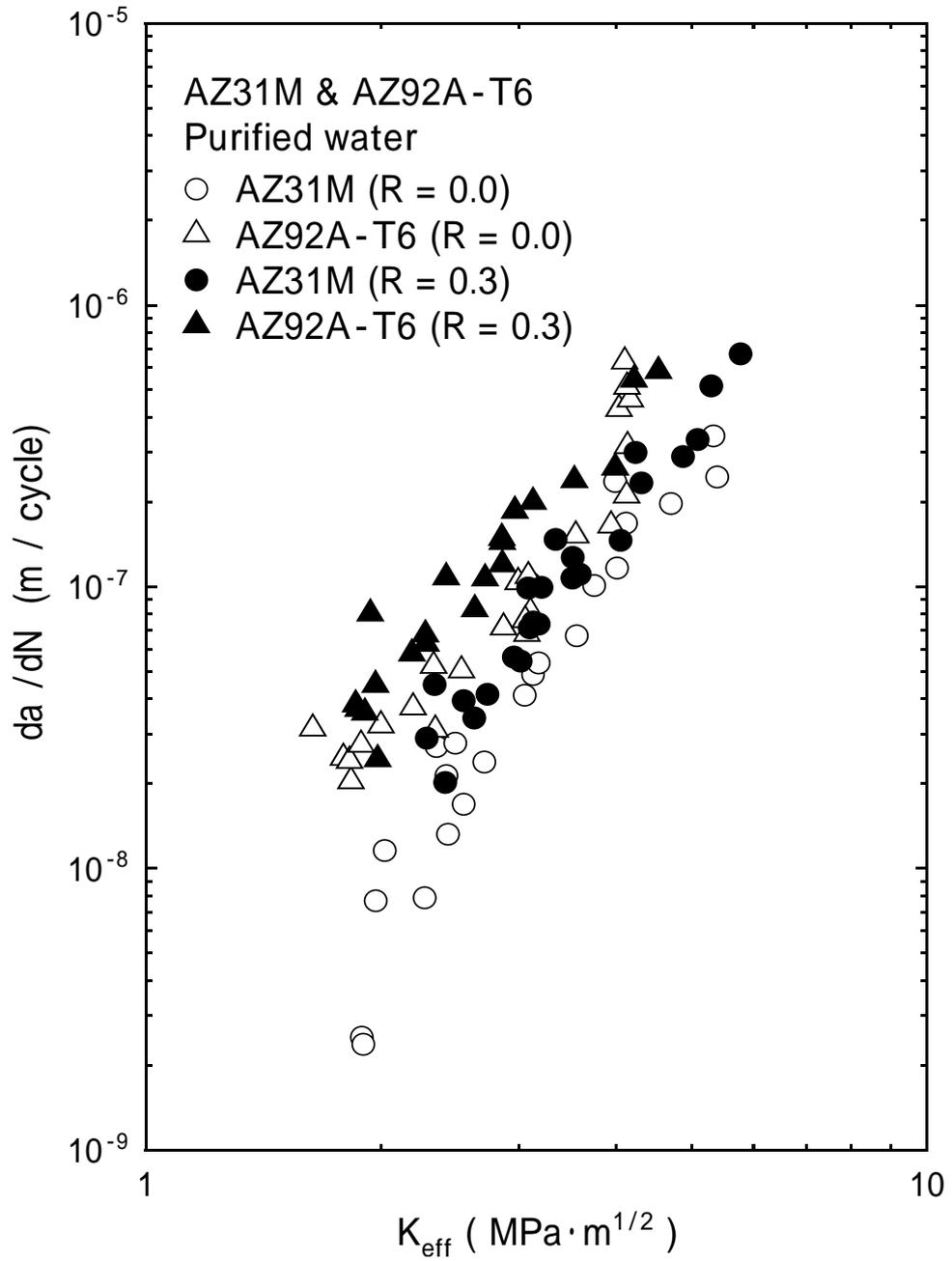


Fig. 32 Relationship between da/dN and K_{eff} of AZ92A-T6 and AZ31M in purified water

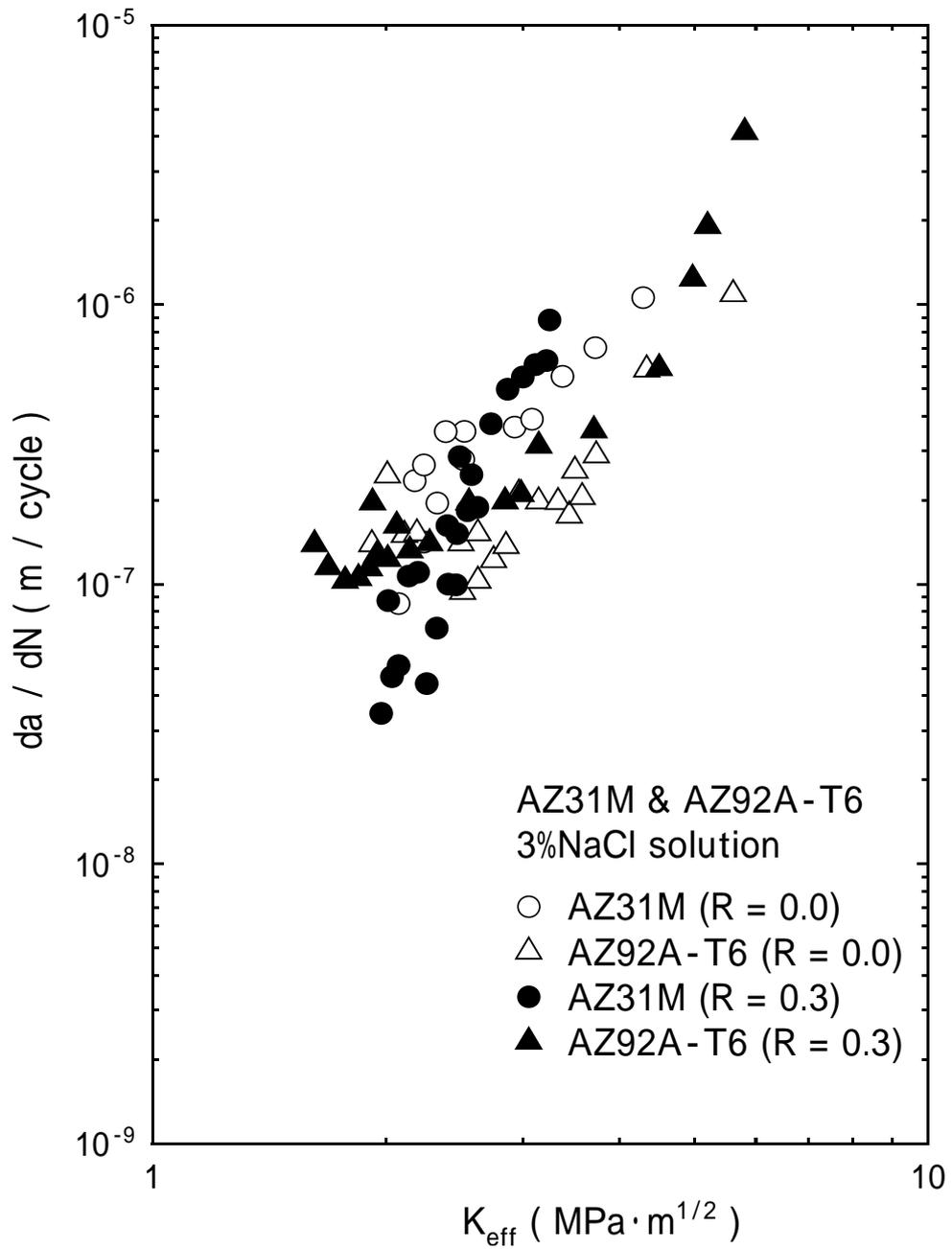


Fig. 33 Relationship between da/dN and K_{eff} of AZ92A-T6 and AZ31M in 3% NaCl solution

大気中、純水中では全体的に AZ92A の da/dN が AZ31M のそれより大きかった。しかし塩水中においてはプラトー部以外では AZ31M の da/dN が AZ92A のそれより大きかった。これは AZ92A の塩水中におけるき裂伝ば抵抗が AZ31M のそれより高いことが分かる。

4-5. 塩水環境下の AZ92A に見られるプラトー部について

AZ92A において塩水中だけにプラトー部が表れた。これはき裂長さに依存するものか、また ΔK に依存するものなのかを考察する実験を行った。図 8 に示した da/dN - K 関係に見られるプラトー部は K 増加試験であるため、き裂長さが比較的短い場合の試験である。そこでき裂長さを 4 mm と長くし、 K をそろえてき裂伝ば試験を行った。結果を先の図 7 に示したデータを合わせて図 34 および 35 に示した

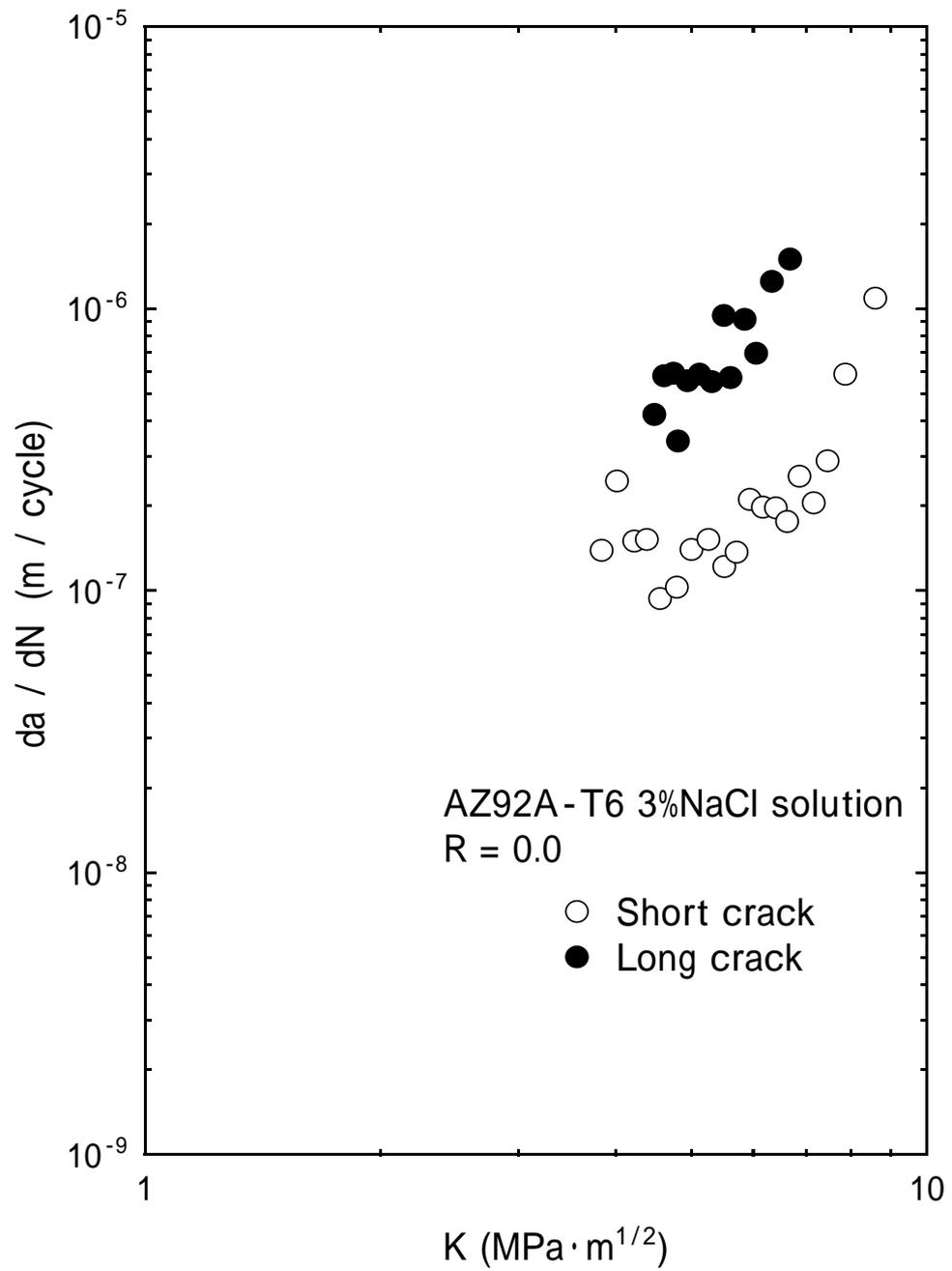


Fig.34 Relationship between da/dN and ΔK of short crack and long crack in 3% NaCl solution

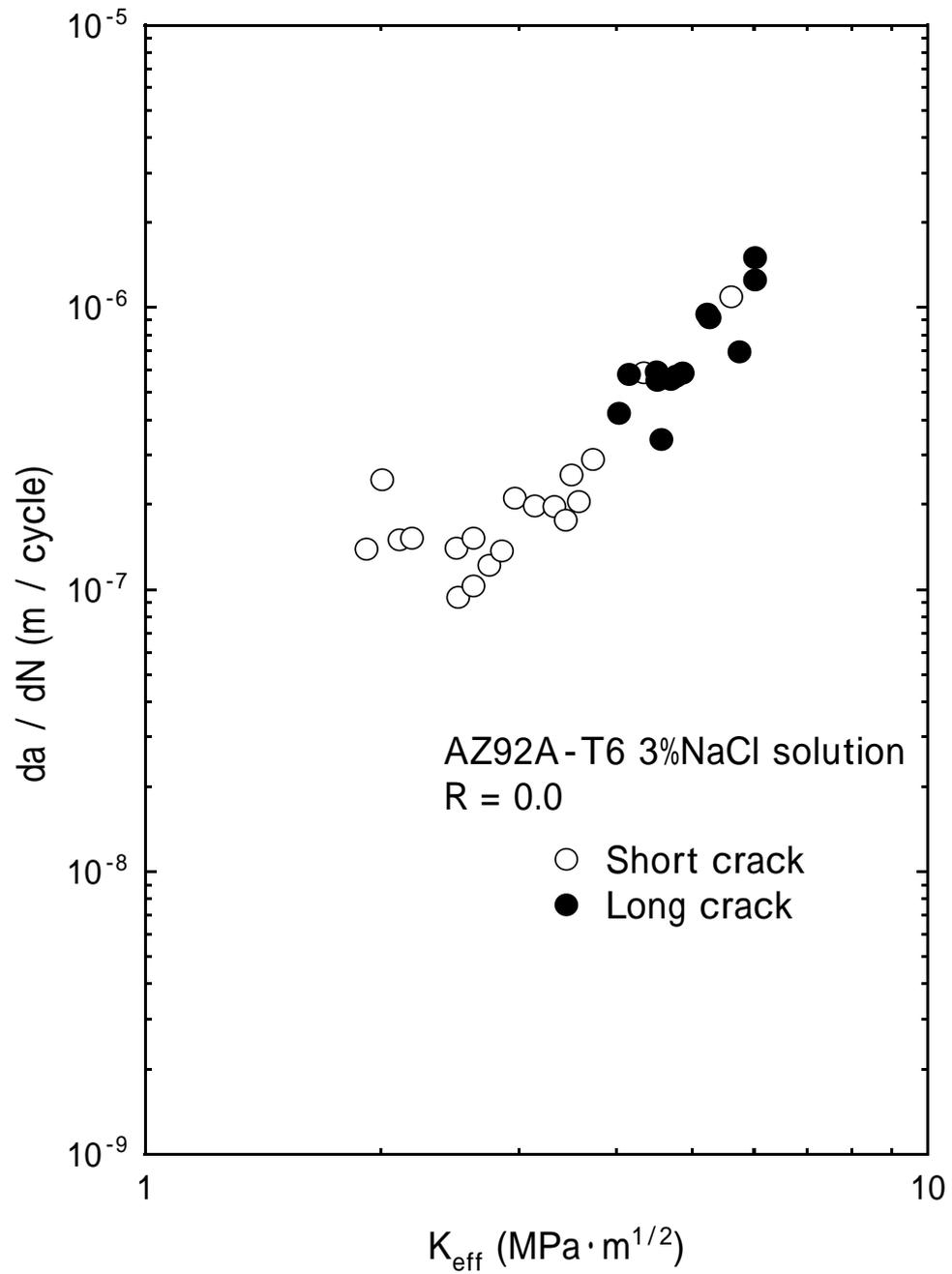


Fig.35 Relationship between da/dN and K_{eff} of short crack and long crack in 3% NaCl solution

da/dN - K 関係において、き裂長さが大きい da/dN がき裂長さの小さいほうのそれより約 5 倍高大きくなった。しかし、これを K_{eff} で整理すると、両方の da/dN がほぼ同じになった。このことはき裂長さが小さいほうは長時間にわたり塩水環境中にあったため、き裂閉口が顕著に生じていたためと考えられる。またプラトー部がき裂長さの小さい場合のみに表れたのに対し、同一の K から試験を行ったき裂長さが大きいほうにはそれは表れなかった。つまり、プラトー部が表れたのはき裂長さに依存するものだということが分かった。

4-6. 破面観察

純水中および塩水中における AZ92A-T6 の破面の SEM 観察例を図 36、37 に、AZ31M の破面の SEM 観察例を図 38、39 にそれぞれ示す。

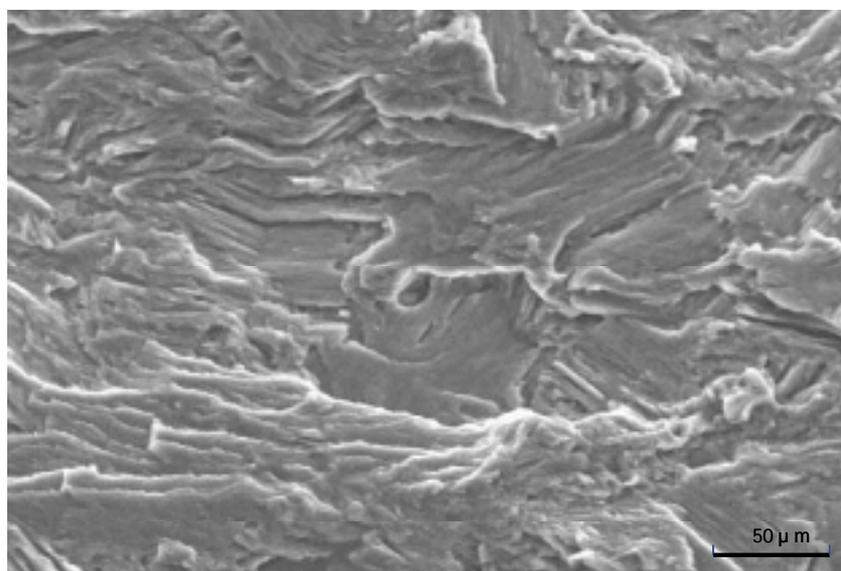


Fig.36 SEM micrographs of fracture surface in purified water of AZ92A-T6, $R = 0.3$; $\Delta K = 4.1 \text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$

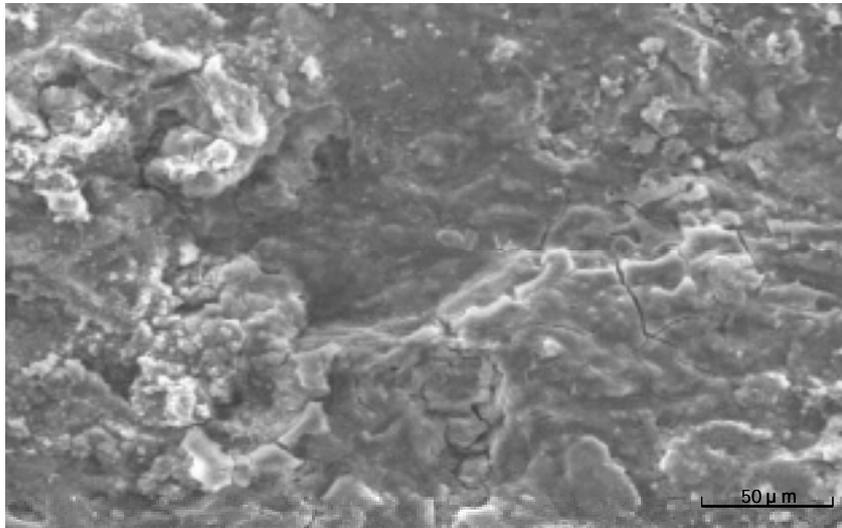


Fig.37 SEM micrographs of fracture surface in 3% NaCl solution of AZ92A-T6, $R = 0.3$; $\Delta K = 3.8MPa \cdot m^{1/2}$

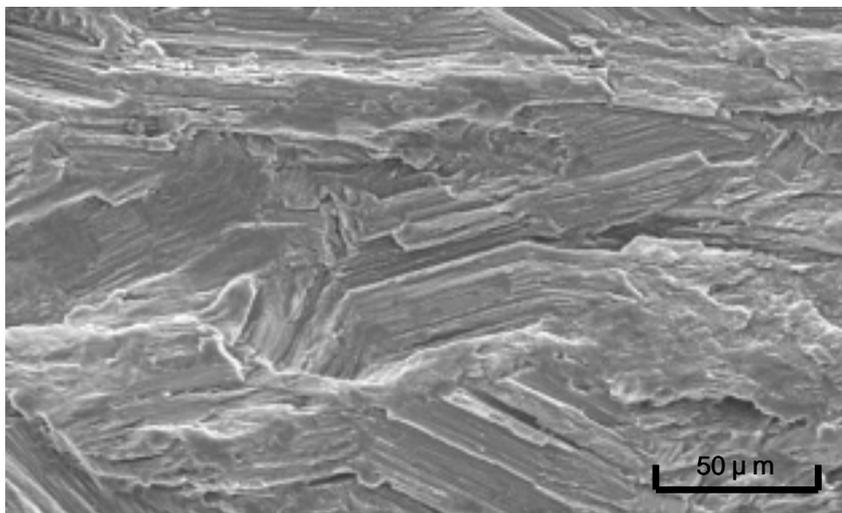


Fig.38 SEM micrographs of fracture surface in purified water of AZ31M, $R = 0.0$; $\Delta K = 3.0MPa \cdot m^{1/2}$

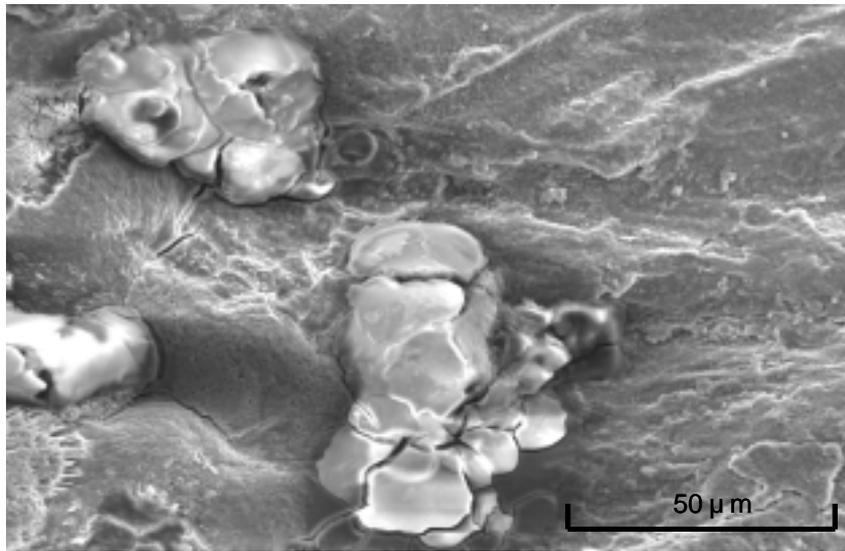


Fig.39 SEM micrographs of fracture surface in purified water of AZ31M, $R = 0.0$; $\Delta K = 4.0 \text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$

AZ92A-T6、AZ31Mにおいて大気中および純水中での破面は、全体的に微視組織を反映したものであり、図36、38に示すように不連続析出相では筋状の破面が明瞭に観察された。純水中の破面には特に微小な凹凸が多く見られ、腐食による溶解が生じていることが分かった。またAZ92A-T6における塩水中での破面は図37に示すように腐食性生物に覆われこれが固着している破面様相が支配的であった。AZ31Mも同様に図39に示すように腐食性生物に覆われこれが固着している破面様相が支配的であったが、AZ92A-T6よりも腐食が激しく腐食生成物が塊となって析出していることが観察された。AZ92A-T6においてこの腐食性生物のくさび効果によるき裂閉口現象が顕著に生じ、 ΔK で比較すると大気中よりも da/dN が低い結果が得られた理由である。また、AZ31Mにおいてはくさび効果によるき裂閉口現象よりも、腐食が激しく結晶組織が溶解し、粒内破壊が進んだため ΔK での比較において大気中よりも da/dN がはるかに高い結果が得られたと考えられる。AZ92A-T6において先に述べた $da/dN - \Delta K$ 関係における伝ば挙動の遷移は巨視的破面においても観察でき、プラトー領域に対応する破面は特に黒味を帯びていた。AZ92A-T6、AZ31Mとも純水中ならびに塩水中では応力腐食割れが生じている可能性も大きい、マグネシウム合金の応力腐食割れは典型的に粒内であり、破面観察でその有無は確認困難であった。

8. 結言

大気中、純水中および 3%NaCl 溶液中において AZ92A と AZ31M の疲労き裂伝ば試験を行い以下の結言を得た。

- (1) AZ92A において、 $da/dN - K$ 関係を純水中と大気中で比較すると、 K の小さい領域では純水中の da/dN が高いが、高 K 領域ではその逆となった。
- (2) AZ92A において、3%NaCl 溶液中の $da/dN - K$ 関係において、き裂伝ば挙動の遷移が観察された。
- (3) AZ31M において、 $da/dN - K$ 関係は全ての試験環境中でパリス則が確認された。
- (4) いずれの材料においても、 R の違いによる da/dN の差はき裂閉口に起因するものであることが分かった。
- (5) AZ92A、AZ31M の比較において大気中、純水中では AZ92A の da/dN が AZ31M のそれより大きくなったが、3%NaCl 溶液においては AZ31M の da/dN が AZ92A のそれより大きくなった。
- (6) AZ92A において、塩水環境下での da/dN にはき裂長さ依存性が存在することが分かった。これは主に腐食環境下でのくさび効果によるき裂閉口であった。またプラトー部の有無もき裂長さに依存することが確認された。
- (7) 破面観察より腐食生成物が確認できた。これより腐食環境中でき裂閉口がくさび効果によるものだということが分かった。

11. 謝辞

本研究、および修士論文作成を進めるにあたり、ご指導くださいました楠川助教授に心から感謝の意を表します。また研究室諸君にも同時に感謝の意を表します。

12. 参考文献

- 1.) 青木 顕一郎 著 基礎機械材料
- 2.) 加藤 康司 小野 陽 前川 一郎 著 機械材料学
- 3.) 村上 理一 高尾 健一 萩山 博之 著 材料強度学入門
- 4.) 腐食防食部門委員会 編 腐食防食の理論と応用
- 5.) 宮下 幸雄 著 AZ61 および AZ91D マグネシウム合金押し出し材の疲労特性
- 6.) 宮下 幸雄 武藤 睦治 著 AZ61 マグネシウム合金押し出し材の疲労き裂伝ば挙動
- 7.) 鳥居 太始之 著 き裂成長と破壊力学から学ぶ疲労現象