# アルミニウム合金単純重ね合わせ接着継手の疲労強度に及ぼす表面処理の影響

Effect of surface treatments on fatigue strength of single-lap adhesive joint of aluminum alloy

#### 1. 緒言

接着接合は,自動車産業や航空機産業等において軽量化を 目的に多種多様な材料が用いられるのにしたがい,その使用 が拡大してきた.接着接合が使用される理由として,接着剤 自体の軽量性,被着材の自由度および接合構造の多様性の3 つが挙げられる.一方,接着接合には,被着材と接着剤の間 に界面が存在し,接着強度が接着面状態に大きく依存すると いう問題もある.そのため,接着面の表面処理を適切にする ことが必須となっている.

また,自動車や航空機等の安全性を重視する製品において は,構造上の強度だけでなく,製品の長期使用に対して疲労 強度を考慮する必要がある.これらに関する研究も行われて おり,表面処理技術の開発や接着継手の疲労試験等が行われ てきた<sup>(1)</sup>.しかし,接着継手の疲労破壊に及ぼす表面処理の 影響に関する研究は十分とはいえない状況である.

本研究では、接着面に異なる表面処理を施したアルミニウ ム合金単純重ね合わせ接着継手の疲労試験を行い、コンプラ イアンス法、AE 法および破面観察の観点から表面処理が疲 労強度に及ぼす影響について明らかにすることを目的とし た.接着面の表面処理には、機械研磨、リン酸陽極酸化処理 およびプラズマ処理を用いた.

#### 2. 試験片および試験方法

#### 2.1 試験片

本研究では,単純重ね合わせ接着継手(SLJ)試験片を用いた. 図1に試験片の寸法を示す.



Fig.1 Schematic illustrations of single lap joint specimen.

被着材にはアルミニウム合金 A2017 を使用した. 接着面に は、機械研磨、リン酸陽極酸化処理、プラズマ処理をそれぞ れ施した.研磨材は、エメリー紙#500を用いて被着材表面を 長手方向に研磨し, 超音波洗浄した後に表面をアセトンで十 分脱脂した.酸化処理材は、被着材表面を#1000までのエメ リー紙を用いて長手方向に研磨し,洗浄および脱脂をした後, 10 wt%リン酸水溶液中でステンレスを対極として,定電圧15 V で 25 分間リン酸陽極酸化処理を行った<sup>(2)</sup>. プラズマ処理 材は、被着材表面をエメリー紙#500 で長手方向に研磨し、洗 浄,脱脂をした後、ドライエッチング装置で窒素ガスによる 低圧プラズマ処理を行った. プラズマ処理条件は, 圧力 15 Pa, ガス流量 150 sccm, 電力 200 W, 照射時間 5 min および 30 min とした.研磨材と酸化処理材の表面を電子顕微鏡で観察 したものを図2に示す.それぞれの処理面には、研磨痕と小 孔が確認された.また,研磨材とプラズマ処理材の接触角測 定結果を表1に示す.プラズマ処理により表面の濡れ性が大 きく向上している.

知能機械システム工学コース

機能性材料工学研究室 1215036 横山 裕之

接着剤は構造用の一液加熱硬化型エポキシ樹脂接着剤 (XA7416, 3M 社製)を用いた. 接着剤を40 分間真空ポンプで 脱泡し, 被着材に塗布した後, 加熱硬化用の治具で固定した. このとき, 接着厚さを0.2 mm に制御するため, 被着材と冶 具間に厚さ0.2 mm のテフロンシートを挟んだ. 試験片は電 気オーブン中で120℃, 40 分間加熱し硬化させた. 加熱硬 化後に試験片からはみ出た接着剤をスクレイパー等で除去 した.

Table 1 Contact angle of polished and plasma etched surface.

	Polished	Plasma
Contact angle(°)	64.6	5.98



(a) polished adherend (b) anodized adherend Fig.2 Microscopic observation of adherend.

#### 2.2 試験方法

SLJ 試験片の引張り疲労試験には,油圧サーボ式疲労試験 機を用いた.試験条件は,荷重制御で繰り返し速度 5Hz の正 弦波状の荷重を応力比 R=0 の片振りで負荷した.最大せん 断応力τ<sub>max</sub>は繰り返し最大荷重P<sub>max</sub>を接着面積Aで除した式 (1)で定義した.

$$\tau_{max} = \frac{P_{max}}{A} \tag{1}$$

疲労試験の 1 サイクル中の荷重Pと変位uの関係を最小二 乗近似し,式(2)よりコンプライアンスCを求めた.

$$C = \frac{u}{P} \tag{2}$$

疲労損傷を評価するため、AE 測定を行った.AE の測定の ため、接着部上面の中央にAE センサを取り付けた.AE 計 測システムによりAE の測定を行い、AE 信号の wavelet 解析 を行った<sup>(3)</sup>.

疲労破断後,疲労破面観察を行った.

## 3. 試験結果

## 3.1 疲労試験

疲労試験から得られた最大せん断応力 $\tau_{max}$ と破断繰返し 数 $N_f$ の関係を図3に示す.酸化処理材の疲労強度は、研磨材、 プラズマ処理材に比べ大きく増加した、最大せん断応力 $\tau_{max}$ が8 MPaのときで比較すると、破断繰返し数に約10~100 倍の差が見られ、疲労寿命が伸びた.対して研磨材とプラズ マ処理材には酸化処理材ほどの違いは見られない.しかし、

τ<sub>max</sub>が8 MPaと大きい領域では、研磨材よりプラズマ処理材の方が、僅かに疲労寿命が増加する傾向にあった.



Fig.3 S-N curves.

 $\tau_{max} = 8$  MPaのコンプライアンスCの変化と繰り返し数N の関係を図 4 に示す.縦軸は初期コンプライアンス値 $C_{in}$ で 標準化し、横軸は繰返し数を破断繰返し数N<sub>f</sub>で標準化した. 研磨材については破断繰返し数が少ないため、3 点プロット のみである.酸化処理材とプラズマ処理材でC/C<sub>in</sub>の挙動を 比較すると、前者ではC/C<sub>in</sub>が大きく増加し始めるのは全寿 命の約 60%であるのに対して、後者では約 40%である.こ のC/C<sub>in</sub>の増加はき裂発生に対応していると考えられるので、 酸化処理によりき裂発生に対する抵抗がかなり増大したと 言える.



Fig.4 Relaationship between compliance and cycles.

# 3.2 AE 波形と wavelet 解析

 $\tau_{max} = 8MPaで疲労試験したプラズマ処理材のき裂発生初期と終期のAE信号の波形とwavelet解析結果を図5に示す.$ これらのAE信号は、前項よりコンプライアンスの変化がみられた疲労寿命40%付近のAE信号と疲労破断前のAE信号である。AE波形を比較すると、初期の波形は突発型であり、終期の波形は連続型であった。また、初期よりも終期で振幅が約20倍も大きい。また、wavelet解析した結果、初期では120kHz付近を中心に50~350kHzに広く分布した周波数成分で、持続時間は0.05ms程度であった。一方、終期では50kHzを中心に30~100kHzの低い周波数成分となり、持続時間は0.1msと初期よりも長い。これは、き裂発生初期では、負荷の繰返しによりき裂先端部にある程度損傷が蓄積した後、き裂が進展するのに対して、終期では1回の負荷ごとにき裂が進展したことを表していると考えられる。



(a)  $N/N_f \approx 0.4$  (b)  $N/N_f \approx 0.9$ Fig.5 AE waveform and wavelet analysis.

#### 3.3 破面観察

 $\tau_{max} = 8$  MPaの研磨材とプラズマ処理材の疲労破断後の破面を図 6 に示す.研磨材とプラズマ処理材の破面は界面破壊と界面近傍凝集破壊が混在しており、プラズマ処理材で界面近傍凝集破壊の割合が多かった.このことはプラズマ処理が界面強度を高めたことを示唆している.



(a) polished specimen (b) plasma etched specimen Fig.6 Fracture surface of specimen.

# 4. 結言

- (1)  $\tau_{max} = 8$  MPaでは,酸化処理材の疲労強度が最も大きく, 研磨材よりプラズマ処理材の方が,僅かに疲労寿命が疲労 寿命が増加する傾向にあった.
- (2)酸化処理材では、疲労寿命の約60%からコンプライアン スの変化が顕著になり、研磨材とプラズマ処理材では、疲 労寿命の40%から変化が見られた。
- (3) AE 信号よりプラズマ処理材の初期の波形は振幅が小さ く持続時間が短く,終期の波形は振幅が大きく持続時間が 長くなることがわかった.

(4) τ<sub>max</sub> = 8 MPaのプラズマ処理材の破面は研磨材に比べ界 面近傍凝集破壊の割合が多く,接着強度が高い.

## 5.参考文献

- (1)元木浩, "樹脂-金属・セラミック・ガラス・ゴム 異種材 接着/接合技術", (2017)
- (2) 日本接着学会, "接着ハンドブック"(2007)
- (3)大津政康, "アコースティック・エミッションの特性と理論"(1988), pp.11-26