

原子間力顕微鏡によるアルミニウム合金押出材 2024-T3 の
疲労き裂発生と進展挙動の観察*石原 外美^{*1}, 坂 晋二^{*2}
柴田 博司^{*3}, 五嶋 孝仁^{*1}AFM Study on Crack Initiation and Growth Behavior
in an Extruded Aluminum Alloy 2024-T3Sotomi ISHIHARA^{*4}, Shinji SAKA,
Hiroshi SHIBATA and Takahito GOSHIMA^{*4} Department of Mechanical Engineering, Toyama University,
3190 Gofuku, Toyama-shi, Toyama, 930-8555 Japan

In the present study, rotating bending fatigue tests were performed on an extruded aluminum alloy 2024-T3 to study a crack initiation and growth behavior on the smooth un-notched specimen. Effect of microstructure of the material on the crack initiation and growth behavior was also studied using an atomic force microscope, AFM. Small crack with a length of 1-2 μm initiates at grain boundary in the very early stage of fatigue life, $N/N_f=6-10\%$. So the fatigue life is almost considered as a crack propagation life. The initiated crack propagated very slowly along the grain boundary especially at the lower stress amplitude region. The $S-N$ curve can be estimated from an integration of the relation da/dN vs. M , the parameter proposed by authors.

Key Words: Fatigue, Crack Propagation, Life Prediction, Crack Initiation, Microstructure, AFM

1. 緒 言

機械及びその部品や構造物の軽量化を図る目的で、アルミニウム合金は航空機や自動車などのフレーム材に用いられている。これらのフレーム材は、長期間使用されることによってき裂が発生し、最終的に破壊に至る場合もある。従って機械・構造物を疲労設計する場合、より正確な疲労寿命の予測が必要である。このためには、微小き裂の進展挙動や進展機構を考慮する必要がある。

機械・構造物の破壊に直接つながる疲労き裂に関する研究は、これまで多くの研究者によってなされ、アルミニウム合金における疲労微小き裂の進展特性に関しても今日に至るまで数多くの報告がなされている。

例えば M.D.Halliday ら^①は、アルミニウム合金 2024-T351 合金を用いて 4 点曲げ疲労実験を行い、長さが 20 μm 程度の微小き裂と結晶粒との相互作用を調査した。彼らは、疲労き裂は材料中の微細な構成粒子から発生し、微小き裂のき裂進展速度は長い貫通き裂

のそれよりも加速することを報告している。また Jia Zhen Zhang ら^②は、微細結晶をもつアルミニウム合金を用いて、SEM によるその場観察を行った。その結果、長さ 2 ミクロン程度の微小き裂はせん断帯に沿って進展することを報告している。E. Donnelly ら^③は、アルミニウム合金 7075-T6 を用いて、き裂長さが 10 μm から 0.5mm までの微小き裂の進展特性を調査した。彼らは平面曲げ疲労実験と回転曲げ疲労実験における微小き裂の進展特性の差異を明らかにしている。Ishihara, McEvily ら^④は、修正線形破壊力学に基づく M パラメータを用いて、鋳造アルミニウム合金、W319-T7 材の単軸疲労^⑤におけるき裂長さ 20 μm 以上の微小き裂進展特性を解析した。彼らは M パラメータを用いることによってき裂進展曲線や $S-N$ 線図が定量的に予測でき、これらが実験結果と良く一致することを報告している。

以上アルミニウム合金の疲労微小き裂の進展特性に関する研究を概観したが、これらの研究が対象とするき裂の最小寸法は 10-20 μm 程度である。長さが数ミクロン程度の疲労微小き裂の進展特性、並びに疲労き裂の発生・進展と結晶粒との相互作用に関する研究は知見されない。低応力振幅域の疲労過程では、長さ

* 原稿受付 2004 年 7 月 8 日。

^{*1} 正員, 富山大学工学部 (〒930-8555 富山市五福 3190)。^{*2} 学生員, 富山大学大学院理工学研究科。^{*3} 正員, 国立富山商船高等専門学校電子制御工学科 (〒933-0293 新湊市海老江線合 1-2)。

E-mail: ishi@eng.toyama-u.ac.jp

が数ミクロン程度の微小き裂の進展期間が寿命のかなりの期間を占めることが予想される。高い信頼度で疲労寿命を予測するには、以上の極微小き裂の発生と進展特性を調査・研究することは、極めて重要であろう。

本研究では、アルミニウム合金 2024-T3 押出し加工材を用いて回転曲げ疲労実験を行い、ミクロンオーダーの微小き裂の進展特性を調査した。そして、平滑試験片の疲労過程のどの時点でき裂が発生するかについても調査した。また、原子間力顕微鏡(AFM)を用いて、材料の微視組織が、10 μm 以下の微小き裂の進展挙動に対してどのような影響を与えるかを明らかにした。さらに、アルミニウム合金の押出し加工材における微小き裂進展特性に対して、著者ら⁽⁴⁾⁽⁶⁾が提案している M パラメータが有効か否かを確認することも目的とした。

2. 試験片及び実験方法

2.1 試験片 本研究で用いた試験片素材は、アルミニウム合金(2024-T3 丸棒)押出材である。供試材の化学成分、並びに機械的性質を表1に示す。表1よりわかるように、アルミニウム合金押出材の静的強度は通常アルミニウム合金と比較して約 20%高い。試験片は、納入された押出材より図1に示す試験片形状まで機械加工によって作成した。実験に先立ち、試験片の最小径部をエメリー紙、#600, 800, 1000, 1500 と粗さの順に研磨した後、最後にダイヤモンドペーストを用いて鏡面に仕上げた。

Table 1 Chemical Component wt(%)

| | | | | | |
|------|------|------|------|------|-----|
| Cu | Mg | Mn | Zn | Fe | Al |
| 4.25 | 1.32 | 0.56 | 0.25 | 0.12 | Bal |

Mechanical properties

| | | |
|----------------|------------------|------------|
| Yield Strength | Tensile Strength | Elongation |
| 420MPa | 570MPa | 17.0% |

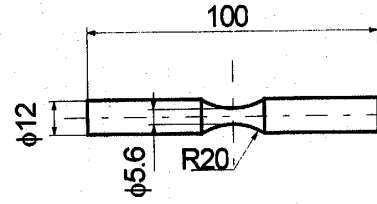


Fig. 1 Dimension of the fatigue specimen

図 2(a)は、結晶粒径を測定するために、腐食液を用いてエッチング処理後の試験片の組織写真を示したものである。なお、エッチング液として、バーカー氏液(ほうフッ化水素酸、水)を用いた。エッチングは同液中に試験片を1分間浸漬させることにより行った。図よりわかるように、エッチングによって結晶粒界が明確に表れなかった。そこで、原子間力顕微鏡(AFM)を用いて図中の線分 A-B に沿って、トレースすることによって結晶粒界を明確にした。右図よりわかるように、AFM によるトレースによって、結晶粒界に明確な凹みが確認される。図 2(b)はこのようにして得られた結晶粒の形状を示したものである。直線切断法を用いて結晶粒径を求めたところ、平均結晶粒直径は 2.3 μm であった。なお、試験片を電解研磨し、SEM 観察を行って結晶粒径を求めたところ、ほぼ上記と同一の値を得た。

2.2 実験方法 用いた疲労試験機は片持ち回転曲げ疲労試験機である。応力繰返し速度 30Hz のもとで完全両振り疲労実験を行った。き裂発生・進展特性を調査するために、応力振幅、 $\sigma_a=300\text{MPa}$, 250MPa, 200MPa のもとで疲労実験を行った。き裂長さの測定とき裂形態の観察は、一定時間毎に実験を中断し、試験片表面のレプリカを採取することによって行った。光学顕微鏡を用いて、得られたレプリカを最高 1000 倍の倍率まで観察した。分解能は 10 μm であった。長さ 10 μm 以下のき裂の観察は原子間力顕微鏡(AFM)を用いて行った。

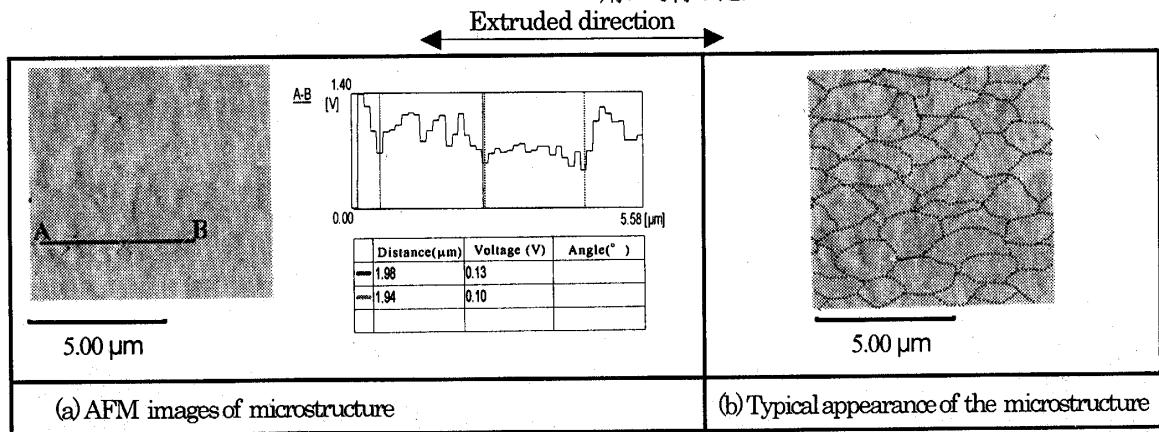


Fig.2 Typical appearance of the microstructure of 2024-T3 aluminum alloy

3. 実験結果

3.1 S-N 線図 図 3 は, 2024-T3 押出材の大気中における S-N 線図を示したものである. 図よりわかるように, $\sigma_a=300\text{MPa}$ では $1 \times 10^5 \text{cycle}$, $\sigma_a=250\text{MPa}$ では $1 \times 10^6 \text{cycle}$, $\sigma_a=200\text{MPa}$ では $1 \times 10^7 \text{cycle}$ で破断に至っている. 以上のアルミニウム合金押出材の疲労強度は, 通常のアルミニウム合金のそれと比較して高い. この理由は, 図 2 に示すように, アルミニウム合金押出材の結晶粒径が $2.3\mu\text{m}$ と通常のアルミニウム合金と比較して微細化しているためと思われる.

なお, 図中の曲線は, 微小き裂進展に対して, McEvily・石原らによって提案されている M パラメータを用いて予想された S-N 曲線を示している. 計算方法については後述する.

3.2 原子間力顕微鏡による微小き裂発生と初期進展挙動の観察 長さが $10\mu\text{m}$ 以下の微小き裂を光学顕微鏡を用いて観察したところ, き裂先端が不明瞭で

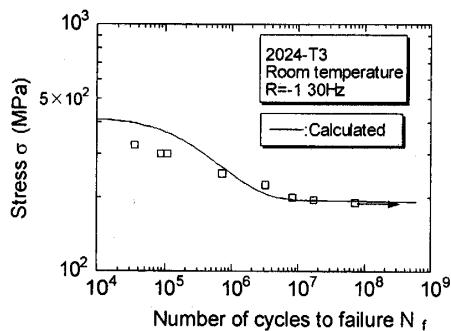


Fig.3 S-N curve for the 2024-T3 alloy

あり, 観察が困難であった. そこで, 原子間力顕微鏡 (AFM) を用い, 微小疲労き裂の進展挙動と材料の微視組織との相互作用に注目して観察を行った. 実験に先立って, 結晶粒界を現出するための試験片表面のエッチングは特に行わなかった. しかし, AFM 観察により結晶粒界が観察できた. 以下では, 微小き裂の発生・進展挙動と材料の微視組織との相互作用に注目し, AFM 観察を行った結果について述べる. 観察は, 負荷応力振幅 $\sigma_a=250\text{MPa}$ と $\sigma_a=200\text{MPa}$ にて行った.

3.2.1 $\sigma_a=250\text{MPa}$ 図 4 は, 疲労過程の微視き裂の発生状況を AFM で観察したものであり, 応力振幅が 250MPa における結果を示したものである. これらの図の下部に, 微小き裂進展と微視組織との相互作用を調査するために, き裂近傍の結晶粒の形状と配置を AFM によるトレースによって明らかにした結果を模式図で示してある. 図 4(a) は破断寿命に対する繰返し数の割合, NN_f が 6% の時の AFM 画像である. 図より結晶粒 1 と 2 の間の結晶粒界または粒界極近傍 (図中 ab) から長さ $1.37\mu\text{m}$ のき裂が発生している. き裂はその後, 結晶粒界を徐々に進展していく. 図 4(b) は $NN_f=10\%$ の時の AFM 画像である. 図(a)で観察されたき裂は $1.3 \times 10^6 \text{cycle}$ の間に, 図中 cd 間に示されるように, $3.2\mu\text{m}$ の長さまで成長している. 図 4(c) は $NN_f=15\%$ の時の AFM 画像である. 図(b)で観察されたき裂は, $1.7 \times 10^6 \text{cycle}$ の間に, 図中 ef 間に示されるように, き裂は $4.5\mu\text{m}$ の長さまで成長している. また, き裂は材料微視組織の影響を強く受けて, 図中 A 点において二手に分岐していることが分かる.

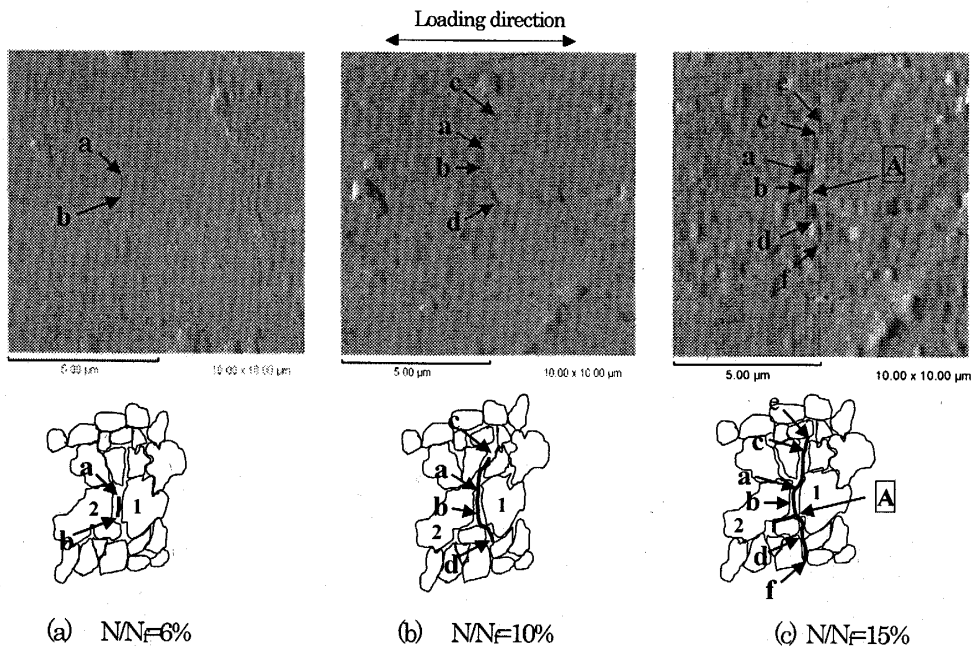


Fig.4 Interaction between crack and microstructure at $\sigma_a=250\text{MPa}$

3.2.2 $\sigma_a=200\text{MPa}$ 図5は、疲労過程の微視き裂の発生状況を AFM で観察したものであり、応力振幅が 200MPa における結果を示したものである。これらの図の下部には、AFM によって明らかにした、微小き裂近傍の結晶粒の形状と配置を示してある。

図5(a)は、 $NN_f=10\%$ において観察された、発生直後のき裂の AFM 画像である。図中の ab 間に長さ $1.88\mu\text{m}$ の非常に細いき裂が観察される。この薄いき裂は、徐々に深く、太くなりき裂として進展していく。応力振幅 250MPa における場合と同様に、応力振幅 200MPa においてもき裂は結晶粒界または粒界極近傍において発生し、粒界を通過して徐々に進展していくことがわかる。図5(b)は $NN_f=31\%$ におけるき裂の AFM 画像である。図(a)で観察されたき裂は進展し、図中の cd まで成長している。その長さは $3.43\mu\text{m}$ であった。図(a)と(b)の応力繰返し数の差は $1.2 \times 10^6 \text{cycle}$ であるが、このような多数回の応力繰返しにより、き裂はわずかに $1.4\mu\text{m}$ だけ成長している。

従って、き裂は、結晶粒との相互作用によって極めてゆっくりと成長することがわかる。このような特性は高応力よりは低応力域において顕著に認められる。図中 cg で示した破線部は将来き裂が進展する経路である。なお、「将来き裂が進展する経路」とは、き裂

化している区間と比較して、AFM 画像において線が非常に薄く、また AFM 断面形状においては非常に浅い区間を指している。図5(c)は $NN_f=42\%$ における AFM 画像である。 $NN_f=31\%$ において cd 間で観察されたき裂は、 $3 \times 10^6 \text{cycle}$ の間に ef まで進展している。その長さは $8.43\mu\text{m}$ であった。また、将来き裂となる薄いき裂は eh 間に観察される。微小き裂の進展においては、き裂が結晶粒界を通過・進展することにより、き裂進展形態はジグザグ状の進展形態を示すことがわかる。

3.3 き裂長さと疲労寿命比 NN_f の関係 図6は、アルミニウム合金押出材 2024-T3 合金の、疲労過程におけるき裂長さ $2a$ と疲労寿命比 NN_f の関係を示したものである。図中には3種類の応力振幅に対する実験結果が示されている。図より、負荷応力振幅に依らず、全疲労寿命はき裂進展寿命とみなせる。また、き裂長さ $2a$ と NN_f の関係には明確な応力振幅依存性が認められ、低応力振幅域ほど、寿命の大半が $10\mu\text{m}$ 以下のき裂進展期間で占められることがわかる。図中の曲線は、後述の $da/dN-M$ 値関係を、 $2a_e$ から破断時の臨界き裂長さ 4mm まで積分することによって得られたものである。

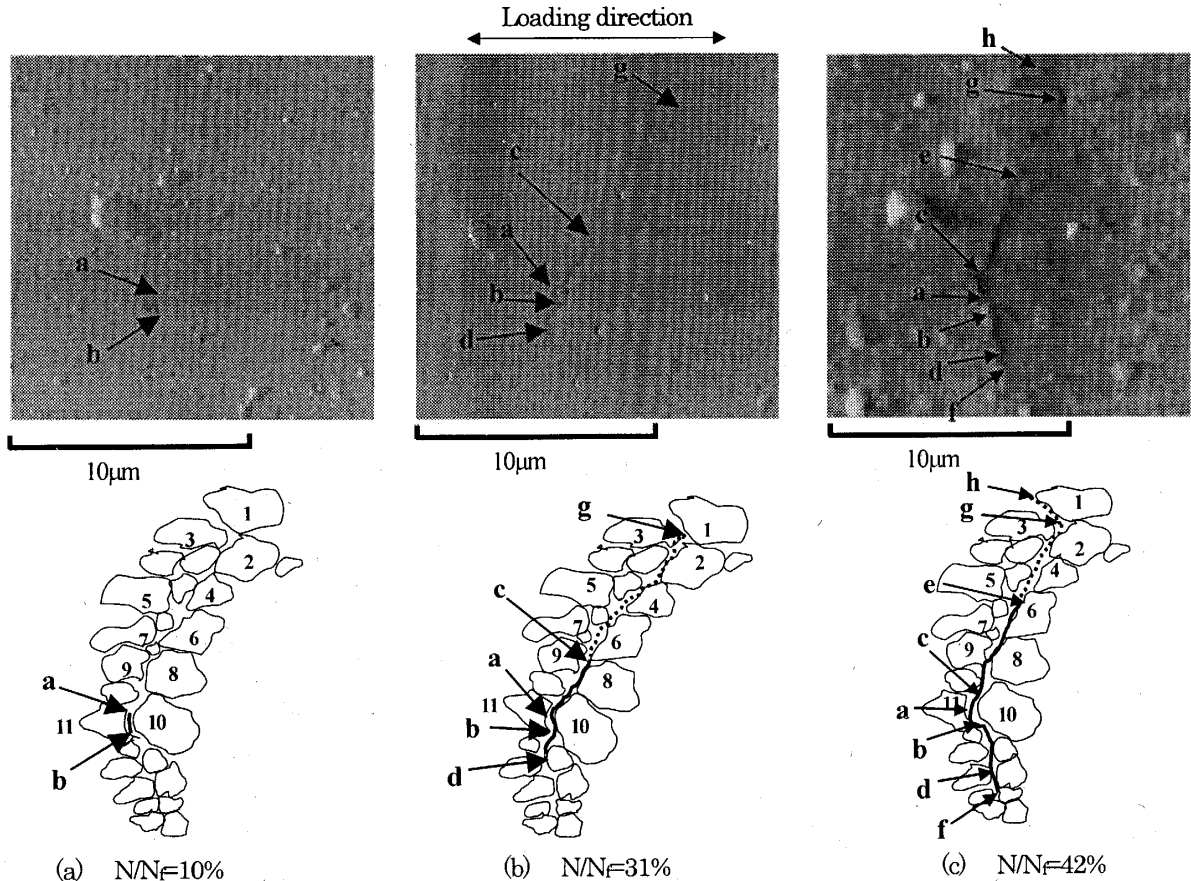


Fig.5 Interaction between crack and microstructure at $\sigma_a=200\text{MPa}$

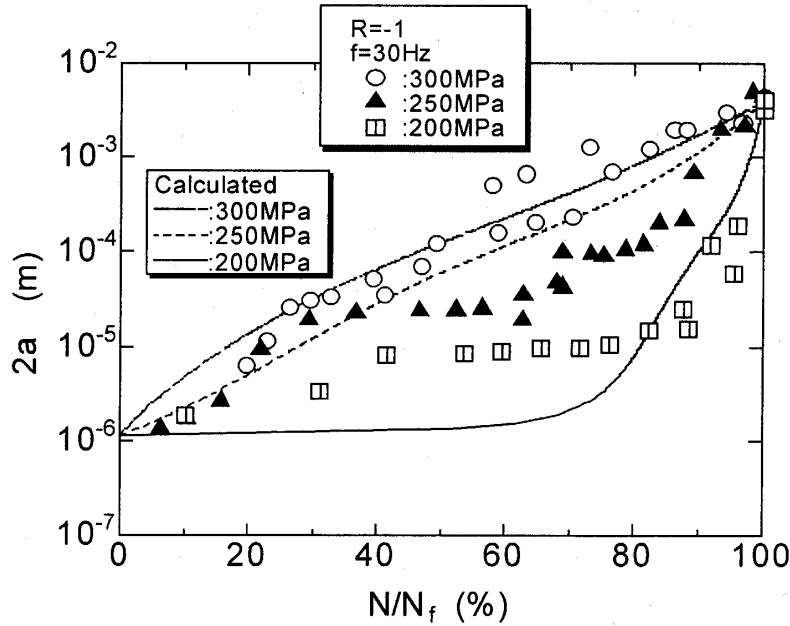


Fig.6 Relation between crack length, 2a and fatigue life ratio, N/N_f

4. き裂進展特性の M パラメータによる解析

図 7 は疲労過程の連続観察から得られたき裂進展曲線の一例を応力振幅 300MPa について示したものである。図中の実線は実験データを最小二乗法によって近似し、描いたものである。き裂の進展曲線より、き裂進展速度 da/dN と応力拡大係数幅 ΔK の関係を作成した。ΔK の計算には次式(1)を用いた。

$$\Delta K = 1.04 Y \sigma_a \sqrt{\pi a} \quad (1)$$

ここで、Y は補正係数であり、破面観察結果より、アスペクト比 (き裂深さ/き裂半長) はほぼ 0.8 であった。そこでき裂形状を半円と近似し Y=0.73 としている。また 1.04 は試験片形状に基づく応力集中係数である。a, σ_a はそれぞれき裂半長並びに応力振幅を示している。得られたき裂進展速度 da/dN と ΔK の関係を図 8 に示す。図中の曲線は各応力振幅における近似曲線を示している。図より、予想されたように da/dN と ΔK の関係には応力振幅依存性があることが分かる。従って線形破壊力学の適用には無理がある。

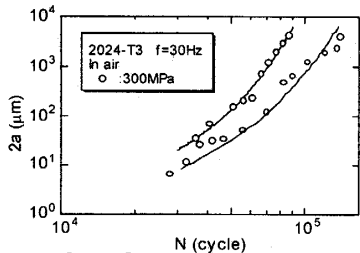


Fig.7 A typical crack growth curve in laboratory air (σ_a=300MPa).

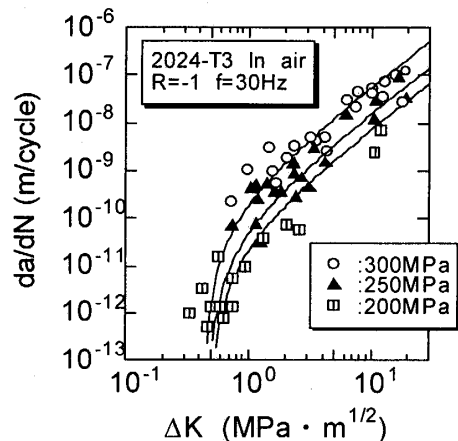


Fig.8 The relation between crack growth rate, da/dN and stress intensity factor range ΔK

そこで、次に McEvily・石原らが提案している(468) 次式の M パラメータによる整理を試みる。

$$M = \left[\sqrt{\pi} \left(\sec \frac{\pi \sigma_{\max}}{2 \sigma_f} + 1 \right) + Y \sqrt{\frac{\pi a}{2} \left(\sec \frac{\pi \sigma_{\max}}{2 \sigma_f} + 1 \right)} \right] \Delta \sigma - (1 - e^{-k a}) (K_{op \max} - K_{\min}) - \Delta K_{eff} \quad (2)$$

式(2)の右辺第一項は微小き裂領域におけるき裂進展に対する応力コントロールの特性を考慮したものであり、第二項は微小き裂先端の弾塑性特性を考慮した項、また第三項はき裂閉口を考慮したものである。最後の項は有効応力拡大係数の下限界値を示している。前述のように式(2)中の第三項はき裂進展過程におけるき裂閉口量 ΔK_{op}(=K_{op}-K_{min})の変化(増加)を記述したもので

ある⁹⁾。ここで K_{Op} はき裂開口レベルを表している。 k はき裂進展量の増加に伴う ΔK_{Op} の増加速度を、また K_{Opmax} は巨視貫通き裂に対するき裂開口レベルを表し、これらの値は長い貫通き裂の進展実験結果を考慮して決定できる。 r_e は材料内部に潜在的に含まれる欠陥半長であり、また λ は潜在欠陥から新しく成長したき裂の進展量を表し、 $\lambda = ar_e$ で与えられる。ここで a はき裂半長である。 r_e は疲労限度 σ_{w0} において潜在欠陥から発生したき裂が進展せず停留する条件、すなわち式 (2) において、 $\Delta\sigma = \Delta\sigma_{w0}$ 、 $\lambda = 0$ において、 $M = 0$ とおくことによって次式で与えることができる⁹⁾。

$$r_e = \left[\frac{\Delta K_{effth}}{\Delta\sigma_{w0}} \right]^2 \frac{1}{\pi \left(\sec \frac{\pi \sigma_{max}}{2 \sigma_y} + 1 \right) \left(1 + \sqrt{2Y + \frac{1}{2} Y^2} \right)} \quad (3)$$

本アルミニウム合金に対する、 K_{Opmax} 、 k 等の諸数値はアルミニウム合金に対する以前の研究⁹⁾を考慮して図 9 中に示す値を採用し、 M を計算した。

図 9 はき裂進展速度 da/dN と M 値との関係を両対数グラフ上に示したものである。図より、 da/dN と M の関係には応力振幅依存性が認められず、また両対数グラフ上で傾き 2 の直線として表される。従って次式が成立する。

$$\frac{da}{dN} = 5.0 \times 10^{-11} M^2 \quad (4)$$

式(4)を初期き裂長さの半長 r_e から臨界き裂長さの半長(a_c)まで数値積分することによって、き裂進展寿命 N_p が計算できる。本実験では、疲労寿命の極初期よりき裂発生が観察されることより、全疲労寿命をき裂進展寿命とみなすことが可能である。計算結果を図 3 の S-N 線図上に示す。図より、計算による S-N 曲線と実験曲線は良く一致することから、 M パラメータの有効性が確認できる。また計算結果を、き裂長さ $2a$ と疲労寿命比 NN_f 関係として表した曲線を図 6 中に示す。図 6 よりわかるように、計算結果は実験結果の傾向と良く一致し、 M パラメータの計算結果の妥当性を示している。

5. 結 言

アルミニウム合金押出し材の平滑試験片を用いて回転曲げ疲労実験を行い、疲労過程における微小疲労き裂の発生と進展特性を、原子間力顕微鏡を用いて詳細に観察した。得られた結果は次のように要約できる。

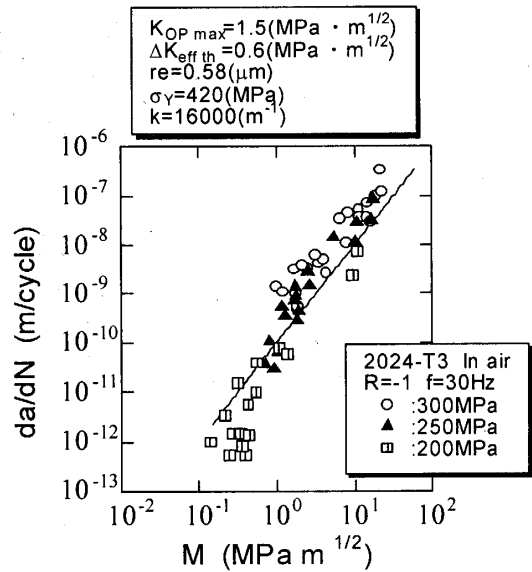


Fig.9 The relationship between da/dN and M parameter proposed by authors.

- (1) AFM 観察より、応力振幅 $\sigma_a = 250 \text{ MPa}$ において、疲労寿命比 NN_f が 6% の時、 $1.37 \mu\text{m}$ のき裂が発生し、応力振幅 $\sigma_a = 200 \text{ MPa}$ においては、 NN_f が 10% の時点で $1.88 \mu\text{m}$ 程度のき裂が発生した。いずれの場合も発生箇所は結晶粒界または粒界極近傍であった。
- (2) 結晶粒界または粒界極近傍から発生したき裂は結晶粒と相互作用を呈し、結晶粒界に沿ってゆっくりと進展した。
- (3) き裂長さ $2a$ と NN_f の関係には明確な応力振幅依存性が認められた。低応力振幅域ほど、寿命の大半が $10 \mu\text{m}$ 以下のき裂進展期間で占められる。
- (4) アルミニウム合金押出材 2024-T3 におけるき裂進展速度と応力拡大係数幅の関係には応力依存性が見られた。き裂進展速度 da/dN を M パラメータにより整理すると、応力振幅依存性がなくなり、両対数グラフ上で傾き 2 の直線として表される。この関係を積分することによって S-N 曲線が導出され、実験結果と定量的に良く一致した。

謝辞

本研究の遂行にあたって、種々ご議論をいただいた米国コネチカット大学 A. J. McEvily 教授に深甚なる謝意を表す。

参考文献

- (1) Halliday, M. D., Cooper, C., Poole, P., and Bowen, P., On predicting small fatigue crack growth and fatigue

- life from long crack data in 2024 aluminium alloy, *Int. Journal of Fatigue* 25(2003), 709-718
- (2) Zhang, J. Z., Zhang, J. Z., and Meng, Z. X., Direct high resolution in situ SEM observations of very small fatigue crack growth in the ultra-fine grain aluminium alloy IN 905, *Scripta Materialia* 50(2004), 825-828
- (3) Donnelly, E., and Nelson, D., A study of small crack growth in aluminum alloy 7075-T6, *Int. Journal of Fatigue* 24(2002), 1175-1189
- (4) Ishihara, S., and McEvily, A. J., Analysis of short fatigue crack growth in cast aluminum alloys, *Int. Journal of Fatigue* 24 (2002), 1169-1174
- (5) Caton, M. J., Jones, J. W., and Allison, J. E., In: Ravichandran, K., Ritchie, R., and Murakami, Y., editors. *Small fatigue cracks*, Elsevier, (1999), 155-66
- (6) McEvily, A. J., Ishihara, S., and Endo, M., An Analysis of Multiple Two-Step Fatigue Loading, *Proc. of Cumulative Fatigue Damage Conference*, Seville, May 27-29, (2003), 20-25
- (7) Minakawa, K., Nakamura, H., and McEvily, A. J., On the Development of Crack Closure with Crack Advance in a Ferritic Steel, *Scripta Metall* 18 (1984), 1371-1374
- (8) McEvily, A. J., Ishihara, S., On the dependence of the rate of fatigue crack growth on the $\sigma_a^n(2a)$ parameter, *Int. Journal of Fatigue* 23 (2001), 115-120
-