溶結 Al-Al₂O₃ 合金の疲労き裂伝ば微視機構[†]

佐 竹 忠 昭* 菅 野 幹 男**

Micromechanism of Fatigue Crack Growth in
Melt-Sintered Al-Al₂O₃ Alloys

by

Tadaaki SATAKE* and Mikio SUGANO**

The melt-sintered Al-Al₂O₃ dispersion-strengthened alloy has been fatigued in plane bending at the resonant frequency for the second-order mode of oscillation to study the micromechanism of fatigue crack growth. Specimens were annealed at 373K for 1 hr to obtain the structure for recovery stage heat treatment, having the average cell size of 0.7 μm in diameter. Fatigue damage was examined by optical and scanning electron microscopy. It was found from the microstructural observations that the fracture surface morphology with fatigue crack growth was classified into three categories depending on ΔK values: in $\Delta K < 5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ the granular mode of fracture covered over fracture surfaces, in $5 < \Delta K < 10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ striation-like marking and microcracking were observed together with the granular mode, and in $\Delta K > 10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ the granular mode has been hardly observed. The $\Delta K \approx 5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ seemed to be the critical value at which the striation-like marking and microcracking appeared on fracture surfaces. It was concluded that fatigue damage concentrated on cell boundaries. The results obtained are discussed in connection with the effect of the Al₂O₃ particles dispersed in cells on dislocation motion.

Key words : Melt-sintered Al-Al₂O₃ alloys, Micromechanisms, Fatigue crack growth, Fractography

1 緒 言

分散強化型合金の母相中に微細に分散した粒子は、すべり変形を均一にすることにより疲労き裂の発生を抑制し、疲労強度を改善することが知られている^{1)~3)}。しかしながら、微細分散粒子の疲労き裂伝ば機構への効果については、すべり変形の均一化によってき裂伝ばを遅延させる^{1),4)}、粒子と母相との界面に形成される空洞がき裂伝ばを促進させるあるいはき裂伝ばにはほとんど影響しない⁵⁾等の考え方があり、従来の報告には必ずしも統一的な結論は得られていない。また、介在物の場合には疲労き裂進展曲線の第2段階でも a, b, c の各段階で介在物の影響が異なるとの報告もある⁵⁾。微細分散粒子が疲労き裂伝ば機構に及ぼす効果の本質的な解明には、なおいっそうの系統的研究の蓄積が必要である。

筆者らは、前報⁶⁾で標記材料の疲労強度を熱処理条件との関係において調べた。透過電顕による内部組織観察の結果から、回復段階(373K)の熱処理材では、疲労変形はセル内ではあまり進行せずセル境界領域に集中することを明らかにした。本研究では、前報⁶⁾で最

も疲労特性の優れていた回復熱処理材について、疲労き裂伝ばの力学的挙動を調べるとともに SEM 観察に基づく破面解析によって疲労き裂伝ばの微視機構を検討した。

2 実験方法

使用した材料は、前報⁶⁾同様、溶結法により微細な Al₂O₃ 粒子を Al 母相内に分散させて造った分散強化型 Al 合金である。主な化学成分は Fe : 0.14, Si : 0.08, Mn : 0.03, Al : bal. (wt. %) である。本材の

Fig. 1. Shape and dimensions of specimen.

[†] 原稿受理 平成3年1月25日 Received Jan. 25, 1991

* 山形大学工学部 米沢市城南, Faculty of Engineering, Yamagata University, Jonan, Yonezawa

** 正 会 員 山形大学工学部 米沢市城南, Faculty of Engineering, Yamagata University, Jonan, Yonezawa

Fig. 2. Optical (a) and TEM (b) micrographs showing microstructure of Al-Al₂O₃ alloy prior to fatigue test.

Al₂O₃ 粒子の体積分率はおよそ 1 % 程度と推定される。

試験片は、95% 冷間圧延によって得られた厚さ 1 mm の素材板をさらに 0.3 mm まで冷間圧延した後、長軸が圧延方向と平行となるように Fig. 1 の形状と寸法に機械加工した。標点間距離中央部の片側端部には図示のような切欠きを放電加工により導入した。この場合の応力集中係数 $\alpha_k=2.5$ である。成形後、真空中 ($<10^{-3}$ Pa) 373K で 1 hr 保持の焼なまし処理を施した。疲労試験開始前に、試験片の表面層をそれぞれ約 30 μ m 電解研磨により溶去した。試験片の最終厚さは 0.25 mm である。電解液には、メタノール (10)、n-ブタノール (6)、過塩素酸 (1) の混合液を使用し、液温 269K (-4° C)、電圧 12 V (D. C.) の条件下で、電解研磨を行った。疲労試験機には自製の電磁共振形繰返し平面曲げ疲労試験機を使用した。繰返し荷重下で生じた組織変化の顕微鏡観察に好都合のように、2 次の振動形を採用した。その時の共振周波数は 400 ~ 500 Hz の範囲となる。

Fig. 2 には、熱処理後の顕微鏡組織写真を示した。図 (a) は圧延方向と平行な縦断面の光学顕微鏡写真である。圧延方向に並ぶ 2 ~ 3 μ m 幅の層状組織が観察される。図 (b) は圧延面から作製した薄膜の内部組織である。回復段階のセル組織を示しており、セル内には分散した Al₂O₃ 粒子が認められる。平均セル径は 0.7 μ m、Al₂O₃ 粒子径は 0.1 ~ 0.2 μ m 程度であった。

Table I には静的引張試験の結果をまとめて示した。比較のために 573K 熱処理 (再結晶は認められなかつ

た) を施した Al-Al₂O₃ 合金と 373K の純 Al 材の結果も併記した。純 Al 材との比較では、降伏強度と引張強度はいずれも Al-Al₂O₃ 合金が純 Al 材の約 1.6 倍と高い値を示すが、伸びは逆に約 0.8 倍と低い。573K で熱処理した Al-Al₂O₃ 合金のセル径は 373K で熱処理した純 Al 材よりも小さい。これは微細分散 Al₂O₃ 粒子にセルの成長を抑制する効果があることを示唆している。

き裂進展速度曲線は、顕微鏡テレビカメラを使用したき裂長さの測定と面外曲げに対する Erdogan⁷⁾ の考えに基づく北川⁸⁾ の式 $\Delta K = 1.005 \Delta \sigma \sqrt{\pi a}$ によって算出した応力拡大係数幅とによって求めた。ここで、 $\Delta \sigma$ は応力振幅、 a は切欠深さを含む全き裂長さである。 ΔK_{th} は、 ΔK 漸減法により求めた。

表面き裂近傍の組織観察は、ノマルスキー式微分干涉顕微鏡により、また、破面観察は SEM (X-560 形 XMA: 日立製) により行った。破面率は、900 倍の写真上でプランメータを用いて測定した。

3 実験結果および考察

3・1 疲労曲線

373K で熱処理した Al-Al₂O₃ 合金と純 Al 材および 573K で熱処理した Al-Al₂O₃ 合金の疲労試験結果を Fig. 3 に示した。Al₂O₃ 粒子分散材の疲労特性は純 Al 材よりも優れていることが分かる。両材間の差は繰返し数が 10^6 cycles 付近で小さく、 10^6 cycles より短寿命側でも、長寿命側でも増大する傾向を示す。Al-Al₂O₃ 合金の曲線の形状に 373K と 573K との熱処理の違いによる差は認められないが、純 Al 材の間には顕著な差が存在する。純 Al 材のような fcc 金属の S-N 曲線の形状は、Wood⁹⁾ による疲労変形機構 (H, F, S 機構) との関係で説明されている。しかしながら、分散強化型合金の場合は、疲労変形機構が純金属とかなり異なること^{1)~4), 6)} から純 Al 材の考え方をそのまま適用できないように思われる。Al-Al₂O₃ 合金の耐久限と疲労寿命の向上は Al₂O₃ 分散粒子がセル内のすべり変形を抑制する効果やセル寸法が小さいことによる

セル境界のセル内変形に対する拘束の増大等に起因すると考えられる。すなわち、Al₂O₃ 粒子を分散させることにより、セル内部の変形とき裂生成に対する抵抗は

Table I. Mechanical properties of Al-Al₂O₃ alloy and pure Al.

Material	Cell size (μ m)	Yield strength $\sigma_{0.2}$ (MPa)	Tensile strength (MPa)	Elongation (%)
Al-Al ₂ O ₃ 373K 1 hr	0.7	181	200	3.5
Al-Al ₂ O ₃ 573K 1 hr	1.5	118	131	11.6
99.99 wt% Al 373K 1 hr	2.5	113	123	4.2

Fig. 3. Fatigue curves for Al-Al₂O₃ alloys and pure Al.

損傷がセル境界で起こりうる応力振幅レベルまで増大する。また、後述の組織観察による塑性域寸法の結果が示す通り (Fig. 5), 低応力振幅域でのき裂発生と伝ばは限られた局所的領域に集中して起こるのに対して、高応力振幅域での変形は主き裂周辺のやや広い領域に分散するようになる。高応力振幅の場合、変形に関与するセル数と個々のセル内の変形量が増し、その結果、変形に関与する Al₂O₃ 分散粒子数も増大すると推察される。変形関与 Al₂O₃ 分散粒子数が増大すれば、分散粒子効果もそれだけ大きくなると解釈される。Al-Al₂O₃ 合金材の 10⁸ cycles における耐久限は純 Al 材の約 2 倍と得られた。

3・2 疲労き裂進展特性

4 本の試験片による ΔK 漸増試験と 3 本の試験片による ΔK 漸減試験のデータから求めたき裂進展速度曲線の結果を Fig. 4 に示した。 $\Delta K \approx 5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 以上の領域では、グラフはほぼ直線的な増加を示す。この領域に Paris のべき乗則 $da/dN = C \cdot \Delta K^m$ の関係を適用し、最小自乗法により描いた直線から m 値と C 値を求めるとそれぞれ $m=3.8$, $C=6.5 \times 10^{-12}$ と得られる。また、 $da/dN = 10^{-11} \text{ m/cycles}$ の点で求めた ΔK_{th} の平均値は $\Delta K_{th}=3.0 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ であった。

面外繰返し曲げ試験に対する ΔK_{th} 値は、北川ら⁸⁾によって縦弾性係数 E と降伏応力 σ_y との関係として次式のように与えられている。

$$\Delta K_{th} = AE - B\sigma_y \quad (\text{MPa}\sqrt{\text{m}})$$

ここで、 A と B は $A=6.3 \times 10^{-5} \sqrt{\text{m}}$, $B=6.6 \times 10^{-3} \sqrt{\text{m}}$ で与えられる定数である。本式は種々材料の板厚 3 mm の試験片について求められたものである。上式に $E=68600 \text{ MPa}$, σ_y

Fig. 4. Relationship between crack growth rate, da/dN , and stress intensity factor range, ΔK , for Al-Al₂O₃ alloy.

$=181 \text{ MPa}$ をそれぞれ採用して代入すると、 $\Delta K_{th}=3.1 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ と得られ、実験値とかなり良い一致を示す。それゆえ、本実験で薄板状試験片から得られた結果とその考察は、他の厚い試験片の場合にも充分適用可能と考えられる。

き裂周囲の変形様相には、 ΔK 値に依存して顕著な差異が認められた。 Fig. 5 (a), (b) には $\Delta K=4.8$ および $12.0 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ に相当する表面観察の例をそれぞれ示した。低 ΔK 値に相当する図 (a) では、塑性域寸法はき裂に沿って $10 \mu\text{m}$ 以下の狭い領域に限られる。き裂の両側にすべり線の形跡はほとんど認められない。

Fig. 5. Optical micrographs showing aspects of fatigue damage near main cracks in Al-Al₂O₃ alloy.

Fig. 6. Relationship between plastic zone size and stress intensity factor range, ΔK , for Al-Al₂O₃ alloy.

一方, 高 ΔK 値に相当する図 (b) はき裂の両側に数 100 μm に及ぶ領域に変形跡が認められる。この変形跡は, 前報のレプリカ法による表面観察の結果から, セル境界に形成された一種の微小き裂群に対応することが明らかにされた。き裂進展経路は, 図 (a) では直線的であるのに対して図 (b) ではジグザグとなり, き裂の分岐も観察される。この場合の主き裂の成長は, き裂先端部のセル境界に形成された微小き裂と連係, 合体しながら進展すると考えられる。

Fig. 6 には, き裂進展方向に対して垂直に測定した塑性域寸法と ΔK との関係を図示した。 $\Delta K \leq 5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ では 10 μm 以下の狭い塑性域寸法であるが, $\Delta K \approx 5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ で変形跡が顕著に出現し始め, 同時に, 塑性域の飛躍的な増大が起こる。その後, 塑性域寸法は ΔK の増大とともに直線的に増加する。このように $\Delta K \approx 5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ を境に塑性変形挙動に顕著な差が現れることから, $\Delta K \approx 5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ の値はき裂伝ば機構の遷移に対する臨界値に対応すると推察される。

3・3 破面解析

Fig. 7 は ΔK_{th} 付近のき裂伝ば形態とき裂前縁形状を SEM で巨視的観察したものである。図は, き裂前縁形状を知るため負荷応力の振幅を変えることによってピーチマーク (図中に EFG で表示) を付け, さらに, その後の ΔK 漸減試験によりき裂進展がおおむね停止した段階 (Fig. 4 の (A)) で引張破断した破面を示している。き裂前縁の形状は, き裂進展が曲げ試験の試験片中立面に対して上下対称で, 試験片表面で速く, 中立面で遅くなることを示している。このような場合, 試験片表面と内部との ΔK 値に差異を生じる。

Fig. 7. Scanning electron micrograph showing fracture surface appearance at ΔK_{th} and its schematic illustration.

しかし, 繰返し平面曲げ試験における破面解析の対象を表面層に限って行う場合には, 微視機構を試験片表面のき裂長さに基づく ΔK と関連づけて論じてもそれほど大きな誤解を生じることはないと考えられる。疲労破面には, 細かいすじ状模様が試験片表面の巨視的き裂伝ば方向と平行に全域にわたって観察される。

Crack growth direction →

(a)

(b) $\Delta K = 3.7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$

Fig. 8. Scanning electron micrographs showing fracture surface appearance at $\Delta K = 3.7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (a) and detail of the framed area (b).

このようなすじ状模様は低 ΔK 領域に共通して認められた。

Fig. 8 は, Fig. 4 の (B) 段階に相当し, $\Delta K=3.7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ の例である. 図 (a) には, Fig. 7 の場合と同様, すじ状模様が表面巨視的き裂伝ば方向と平行に観察される. この様相は, 粉末冶金 Al 合金に関する城野らの報告と類似しており, 前述の Fig. 2 (a) で観察された層状組織に対応すると考えられる. 図 (b) は図 (a) の枠内を部分拡大したものである. 破面は粒界破壊の様相を示す granular 形態を呈しており, 個々の粒の大きさは TEM 観察によるセル径寸法 (Fig. 2 (b)) とよく一致する. 破面にはストライエーション状模様や微視き裂の形成はほとんど認められなかった. それゆえ, この低 ΔK 領域におけるき裂伝ばはセル境界に沿って局所的に進展すると判断される. これは, 前報の転位組織観察結果に示したように, Al₂O₃ 分散粒子はセル内の転位運動を阻止する作用によってセル内変形を抑制する効果で説明可能と思われる. セル内変形の抑制がセル境界変形を生起するに要する応力レベル以上に到達する場合には, 変形はセル境界に集中するようになると考えられる.

一方, 高 ΔK 領域における疲労破面の様相はこれとは大分異にする. Fig. 9 は, $\Delta K=13.3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ の

(a)

(b) $\Delta K=13.3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$

Fig. 9. Scanning electron micrographs showing fracture surface appearance at $\Delta K=13.3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (a) and detail of the framed area (b).

場合で Fig. 4 の (D) に相当する. 図 (a) 中の矢印 1 と 2 は, それぞれ巨視的ならびに微視的き裂伝ばの方向を示す. 主たる破面形態は tear ridges and plateaus で, plateaus 上にはストライエーション状模様と多数の微視き裂が観察される. ストライエーション状模様の平均間隔は, Fig. 4 に並記したように, ΔK に依存せずセル径寸法にはほぼ等しい. き裂進展に伴うセル径寸法の変化は無かったと考え合わせ, これはストライエーション状模様の生成機構がセル境界での変形と密接な関係にあることを示唆している. Plateaus 上のもう一つの特徴である微視き裂はストライエーション状模様と平行にかつ両者がほぼ等しい間隔で形成されている. このことは, 両者の生成機構は本質的には同じで, 微視き裂はストライエーション状模様からさらに進行した損傷段階に相当することを示唆する. 図 (b) は, 図 (a) 中の枠内を部分拡大したものである. セル境界で進展する微視き裂の形成と成長の様相を知ることができる. このようなセル境界上に生成した多数の微視き裂の存在が高 ΔK 領域の破面形態の特徴と言える.

中間 ΔK 領域の疲労破面には種々の形態が混在して観察された. Fig. 10 に $\Delta K=8.6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ の例を示した. 図中で A は granular 形態, B はストライエーション状模様, C は tear ridges, D は微視き裂にそれぞれ対応する. それゆえ, この領域は破面形態の上からも低 ΔK 領域から高 ΔK 領域への遷移段階と見なすことができる. E はたまたま観察された介在物で

Fig. 10. Scanning electron micrograph showing fracture surface appearance at $\Delta K=8.6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

Fig. 11. Plot of area fraction of striation like marking and number of microcracks per unit area vs. ΔK value.

ある。このような介在物の数は非常に少ないので、本材の疲労き裂伝ば挙動への影響はほとんどないと考えられる。

ストライエーション状模様が観察される領域の面積率は ΔK 値とともに変化する。Fig. 11 には、ストライエーション状模様の面積率および微視き裂数と ΔK 値との関係を図示した。ストライエーション状模様は $\Delta K \approx 5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ から現れ始め、 $\Delta K \approx 10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ではほぼ全域に観察されるようになる。 $\Delta K < 5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ の領域では granular 形態の破面を示す。 $\Delta K > 10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ では granular 形態は観察されなかったことから、 $5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}} < \Delta K < 10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ の領域は granular 形態からストライエーション状模様への破面形態の遷移段階に相当する。微視き裂の場合もストライエーション状模様と同様 $\Delta K \approx 5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ で現れ始め、その後 ΔK 値の増大とともに微視き裂数が増加する。したがって、 $\Delta K \approx 5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ の値は破面形態が granular 形態からストライエーション状模様と微視き裂が出現し始める臨界値に相当すると考えられる。

以上の観察結果から、本材の主な疲労損傷機構は、セル境界における変形と微視き裂生成である。主き裂はき裂先端近傍の微視き裂との連係、合体の繰返しによって成長、進展すると推論する。

4 結 言

回復段階の熱処理 (373K) を施した溶結 Al-Al₂O₃ 合金の疲労き裂伝ば挙動を力学的ならびに破面解析的に追求、検討し、次の諸事項に関する結論を得た。

(1) da/dN - ΔK 曲線は、 $\Delta K \approx 5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 以上の領域で直線関係を示し、Paris のべき乗則を適用でき

る。この場合、 m 値は 3.8 となる。

(2) 破面解析結果から、微視的破面形態は ΔK 値によって次の 3 つに分類される。 $\Delta K < 5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ の領域では破面は granular 形態を呈し、 $\Delta K > 10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ の領域ではストライエーション状模様と微視き裂が全域に観察される。中間の $5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}} < \Delta K < 10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ の領域では各種破面形態が混在する。

(3) 破面形態は $\Delta K \approx 5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 付近で granular 形態からストライエーション状模様と微視き裂の形態へ遷移する。

(4) 主な疲労損傷機構はセル境界における変形と微視き裂生成である。これは、Al₂O₃ 粒子の分散効果によってセル内変形が抑制されるため、疲労変形はセル境界に集中するようになると解釈される。この場合、主き裂はき裂先端近傍の微視き裂との連係、合体を繰返しながら成長、進展する。

(5) 溶結 Al-Al₂O₃ 合金の疲労強度特性は純 Al 材に比べて優れている。10⁸ cycles における耐久限は純 Al 材の約 2 倍である。

本研究を遂行するにあたり、種々の有益な助言を賜った本学部 松浦圭助 教授に深甚の謝意を表します。また、ご援助賜った NTT 茨城通研の五十嵐賢氏に厚く感謝します。

(平成 2 年 11 月 15 日 第 20 回疲労シンポジウムにて講演)

参 考 文 献

- 1) P. V. Raymond and J. W. Martin, Z. Metallkde., **70**, 80 (1979).
- 2) J. W. Martin, "Micromechanisms in particle-hardened alloys", p. 99 (1980) Cambridge Univ. Press, London
- 3) W. C. Kuo Victor and E. A. Stake, Jr., Met. Trans. A, **14A**, 435 (1983).
- 4) L. Edwards and J. W. Martin, Met. Sci., **17**, 511 (1983).
- 5) 小林英男, 材料, **29**, 198 (1980).
- 6) 菅野幹男, 佐竹忠昭, 松浦圭助, 材料, **31**, 328 (1982).
- 7) F. Erdogan and R. Roberts, Proc. 1st Int. Conf. Frac., Sendai, **1**, 341 (1966).
- 8) 北川英夫, 松本年男, 日本機械学会論文集, **43**, 2421 (1977).
- 9) W. A. Wood, S. McK. Gousland and K. R. Sargant, Acta Metallurg., **11**, 643 (1963).
- 10) 城野政弘, 菅田 淳, 大町正弘, 日本機械学会論文集, A-53, 1993 (1987).