SiC_p/Al2024 複合材料における微小疲労き裂のその場観察*秋庭 義明^{*1}, 田中 啓介^{*1}
清水 憲一^{*2}, 萩原 隆彰^{*3}In Situ Observation of Small Fatigue Cracks in SiC_p/Al2024 CompositesYoshiaki AKINIWA, Keisuke TANAKA,
Kenichi SHIMIZU and Takaaki HAGIWARA

Fatigue tests were conducted on aluminum alloy (2024-T6) reinforced with 20 volume percent and two different sizes of SiC particles using a specially designed servo-hydraulic fatigue testing equipped machine in a scanning electron microscope. The influence of reinforcement-particle size on the initiation and propagation behavior of small fatigue cracks in a smooth specimen was examined. In the case of fine particle-reinforced composites, crack initiation was associated with matrix slip in a particle-rich region. When the crack propagated from the particle-rich region to a matrix-rich region, sub-crack and crack bridging by particles were observed. In the case of coarse particle-reinforced composites, cracks were mainly initiated by particle cracking, and particle fracture ahead of a main crack and crack bridging by an uncracked ligament were observed.

Key Words: Fatigue, Composite Material, Particle, Crack Opening Displacement, In Situ Observation

1. 緒 言

炭化ケイ素(SiC)粒子で強化したアルミニウム合金は、強度特性および経済的に多くの利点を有するため、従来材料の代替材として期待されている。機械構造用材料として適用する場合、疲労強度特性は極めて重要な因子であり、近年おもに長いき裂を対象として疲労き裂伝ばに関する研究がなされてきた^{(1)~(3)}。疲労き裂伝ばに及ぼす強化粒子の役割は、おもにき裂伝ば抵抗の増大を促し、粒子による弾塑性変形の拘束、き裂面の偏向⁽⁴⁾およびき裂面における粒子や母材の架橋⁽⁵⁾による遮へい効果等が指摘されており、特に下限界近傍での効果が大きいことが報告されている⁽⁶⁾⁽⁷⁾。しかしながら疲労寿命の大半を占める微小き裂伝ばに関する研究は少なく、き裂発生や伝ばに及ぼす強化粒子の影響は明確でない。また、き裂伝ば挙動に及ぼす強化粒子寸法の影響については、長いき裂を対象としていくつか報告されているものの、引張強さ等の機械的性質に及ぼす影響が必ずしも一致しておらず、材料の製

造法による依存性が大きいようである。

前報では、切欠き底から発生・伝ばする微小き裂の伝ば挙動を観察し、複合化によって切欠材疲労強度の面でも大きな向上が見られることを示した⁽⁸⁾。さらに平滑材の微小欠陥から発生した表面き裂の伝ば挙動を詳細に観察し、弾塑性下の疲労き裂伝ばには J 積分範囲が有効であることを示した⁽⁹⁾。しかしながら、光学顕微鏡を用いた比較的巨視的な観察のため、強化粒子との相互作用下にある疲労き裂の発生および伝ばのメカニズムに関しては必ずしも明確ではなかった。

き裂伝ばに対する粒子の影響を明らかにするためには、その相互作用を直接観察することが有効であり、走査形電子顕微鏡(SEM)内における疲労き裂の伝ば挙動の観察例がいくつか報告されているが⁽¹⁰⁾、強化粒子の寸法効果については不明な点が多い。

そこで本研究では、平均粒径3 μ mと30 μ mのSiC粒子をそれぞれ20%体積率で含む2種類のアルミニウム合金2024-T6複合材を用いて、SEM内で疲労き裂伝ば挙動のその場観察を行い、微小疲労き裂の発生および伝ばに及ぼす強化粒子の影響について検討するとともに、粒子寸法の効果について考察した。

* 原稿受付 1996年4月22日。

^{*1} 正員、名古屋大学工学部(〒464-01 名古屋市中千種区不老町)。^{*2} 准員、名古屋大学大学院。^{*3} 名古屋大学大学院。

Table 1 Mechanical properties

Material (SiC _p /Al2024)	Young's modulus E(GPa)	0.2% proof strength $\sigma_{0.2}$ (MPa)	Tensile strength σ_B (MPa)	Elongation ϵ_r (%)
20%-30 μm	108	395	459	2.5
20%-3 μm	114	465	625	6.2

(a) Al/SiC3

(b) Al/SiC30

Fig. 1 Micrographs

2. 試験方法

2.1 材料および試験片 供試材料は、粉末冶金法により製作した炭化ケイ素粒子強化アルミニウム合金(SiC_p/Al2024-T6)である。強化材であるSiC粒子の体積含有率を20%とし、粒子の平均粒径が3 μm と30 μm の複合材を用意した。3 μm 材については、素材ビレットを $\phi 20$ mmの丸棒に押し比12に押し出した材料で、30 μm 材は、厚さ3.3 mmの板の押し出材である。熱処理はいずれもT6とした。表1に両材料の機械的性質を示す。平均粒径の小さいほうが引張強さ

Fig. 2 Test specimen

や0.2%耐力が大きく、また伸びも大きい。この傾向はShangら⁽⁶⁾⁽¹¹⁾やKumaiら⁽⁴⁾とは異なり、李ら⁽¹²⁾の材料と同様の傾向である。ヤング率はあまり変わらない。

図1に二つの複合材の組織写真を示す。3 μm 材では、押し出し方向と平行な面で黒い粒子リッチな領域と白いマトリックスリッチな領域がバンド状に分布しており、その幅は約10 μm である。また母材のアルミの結晶粒径は、ほぼ一定で約5 μm である。一方、30 μm 材では、粒子はほぼ均一に分布しており、平均粒径3 μm の複合材のようなバンド状組織は認められない。また母材のアルミの結晶粒径は、3 μm 材と等しく約5 μm であった。

図2に本実験で用いた試験片形状を示す。3 μm 材の試験片は、まず丸棒よりワイヤ放電加工によって長手方向が押し出し方向となるように厚さ1 mmの板を採取した後、ワイヤ放電加工により図2に示す形状に試験片を加工した。観察面には先端半径1 mmの半球状のエンドミルを用いて深さ約150 μm 、直径約1 mmの鈍い切欠きを導入した。30 μm 材の試験片は、まず3.3 mmの板材よりフライスによって長手方向が押し出し方向となるように厚さ1 mmの板に加工した後、ワイヤ放電加工により試験片を作成した。最後に、いずれの試験片についても電解研磨によって表面層を約50 μm 除去し、エンドミルによる加工の影響を取り除いた。また、30 μm 材はき裂観察を容易にするため電解研磨後、ダイヤモンドペーストで表面を若干研磨した。三次元境界要素法により得られる応力集中係数は1.5である。

2・2 疲労試験 疲労試験には走査形電子顕微鏡付電気油圧サーボ式疲労試験機(島津 SEM サーボパルサー)を使用した。試験条件は、片振引張りの正弦波、応力比 0.1 とした。3 μm 材については、最大負荷応力 220 MPa で荷重一定とした。一方、30 μm 材については、最大応力 200 MPa で疲労試験を開始し、発生した疲労き裂が停留した後に 220、240 MPa と増加させた。0.2%耐力に対する最大応力の比率は、3 μm 材および 30 μm 材についてそれぞれ 0.47、0.51~0.61 であり、30 μm 材のほうが若干大きい。繰返し速度は、いずれの試験片についても直接観察時には 1 Hz、それ以外は 5 Hz とした。試験環境はすべて室温真空中である。

2・3 表面き裂観察 表面観察は 30~5 000 倍で行った。疲労試験中常時 TV 信号をモニタし、き裂と強化粒子の相互作用を詳細に観察した。また繰返し初期には 1 000 回ごと、その後 2 000 回ごとに疲労試験を中断し、詳細に表面観察するとともに、必要に応じて最大および最小荷重で保持し、TV 画像を画像処理装置(PIAS-III)に取り込んだ。画像の取り込みは、10 枚の画面の積分入力によって行った。き裂長さは画像データをもとに、荷重軸に垂直な方向への投影長として測定した。なお、本条件における最小分解能は 0.04 μm 以下である。また架橋粒子の破壊前後におけるき裂開口変位分布の測定結果と、汎用有限要素プログラム(MARC)による三次元弾性解析の結果を比較した。要素数 2 235、節点数 10 546 として 20 節点要素を用い、材料特性は複合材料の値を用いて解析した。

Table 2 Crack initiation site

	Particle fracture	Decohision at interface	Matrix cracking near particle
Number of sites	31	2	5

Fig. 3 Crack initiation in Al/SiC3

3. 実験結果および考察

3・1 表面き裂の発生 図 3 に 3 μm 材のき裂発生時の写真を示す。荷重方向は上下方向である。このときの繰返し数は 1.5×10^5 、き裂全長は約 5 μm である。き裂は粒子リッチ領域中のマトリックス部より生じた。粒子リッチ領域では、粒子間の相互作用による大きな応力集中によって、母材のすべり変形によるき裂発生が誘起されたものと考えられる。なお本材料ではこのき裂以外に発生は認められなかった。

一方、30 μm 材では、最大応力 200 MPa において比

(a) Particle fracture

(b) Debonding of interface

(c) Matrix cracking near particle

Fig. 4 Crack initiation in Al/SiC30

較的早期に複数のき裂の発生が確認されたが、発生したき裂はすべて停留した。表2には最大応力 240 MPa で主き裂長さが 140 μm になった時点でのき裂発生箇所の分類を示す。き裂発生のパターンとしては、粒子割れ、粒子と母材の界面、粒子近傍の母材部の3種類が観察されたが、表2よりほとんどのき裂は、粒子割れから生じたことがわかる。ただし、このうち24本は粒子割れのみでマトリックスへの伝ばは認められなかった。割れが認められた粒子の表面での寸法は 15~50 μm とばらつき、寸法、位置、縦横比等に関する特別な傾向は認められなかった。また必ずしも粒子の中央部で割れず、界面に近い部分での割れも認められた。このことは界面強度が比較的高いことを示唆している。界面からのき裂発生は2例、界面に近い母材での発生は5例であった。ただし、界面に近い母材き裂については試料内部の情報が得られないため明確ではないが、内部での界面き裂が試料表面で母材に伝ばした可能性もある。

図4(a)に30 μm 材の主き裂発生時の粒子割れを示す。最大応力 200 MPa、繰返し数 $N=5.0 \times 10^3$ の時点で、両粒子で割れが明りょうに認められた。図4(b)は

最大応力 200 MPa、 $N=3.0 \times 10^4$ において発生した粒子とマトリックスの界面き裂の例である。き裂はこの後停留し、最大応力を 240 MPa に増加させた時点で 20 μm 伝ばした後、再び停留した。図4(c)は最大応力を 240 MPa に変更後 2.0×10^4 で発生した粒子直上のマトリックスき裂の例である。本き裂もこの後停留した。

3・2 表面き裂の伝ば挙動 図5(a)に3 μm 材に発生伝ばしたき裂の表面 SEM 写真を示す。このときのき裂全長は 250 μm であり、繰返し数は 5×10^5 である。き裂は図5(a)に示すように切欠きのやや右側に発生した。これ以外にき裂の発生は認められなかった。き裂の先端近傍では後述するように、しばしば先行き裂が発生したが、それらはいずれもほぼ主き裂面上にあり、き裂は巨視的には荷重軸垂直方向に伝ばした。図5(b)は図5(a)に対応させたき裂伝ば速度とき裂長さの関係を示す。なお、このときのき裂長さとしては、先行き裂を含めた長さとして評価した。また、図5(b)中の黒塗印は、き裂伝ばが確認されなかった点である。これらの点におけるき裂伝ば速度は、最小き裂長さ分解能を荷重繰返し数で割った値をプロットし

(a) Scanning electron micrograph

(b) Relation between crack propagation rate and crack length

Fig. 5 Crack observed in Al/SiC₃

た。き裂はI点より発生し、この点を中心にして左右に伝ばした。き裂はC, D, E, G, H, J, K, L, N, O点において一時的な停留が認められた。このうちC, D, E, G, H, L, N, O点は、粒子によってき裂が一時的に停留した点である。なお、J, K点はマトリックス部における一時停留であり、試料表面に粒子はない。また、A, B, F, J, M点は後述する先行き裂の発生点であるが、これらの先行き裂は、主き裂と合体するまでほとんど伝ばしなかった。き裂は伝ば初期に一時的な停留を繰り返すが、き裂全長が約150 μm 以上では一時的な停留は認められず連続的に伝ばした。

図6(a)はA点に発生した先行き裂の最大負荷応力における写真である。主き裂先端と先行き裂先端をそれぞれ矢印で示す。右側の粒子リッチ領域から伝ばしてきた疲労き裂前方のマトリックスリッチ領域に先行き裂が認められる。図6(b)はその後 2.0×10^3 回繰返した後の様子であるが、図6(a)では確認されなかった粒子割れが明瞭に認められ、主き裂と先行き裂は合体した。3 μm 材の先行き裂の大部分は、このようにき裂が粒子リッチ領域からマトリックスリッチ領域に伝ばする箇所で観察され、また前述のように先行き裂は、主き裂面上とほぼ同じ面上に発生した。以上のことより、疲労き裂は粒子リッチ領域で材料内部のマトリックスを回り込み、前方のマトリックスリッチ領域に現出したものと考えられる。すなわち先行き裂

が発生した時点では試験片表面において粒子もしくは粒子リッチ領域による架橋状態にあることが推察される。この現象は試験片内部においても同様と考えられ、3 μm 材の疲労き裂伝ばには架橋効果が重要な役割を果たしていることが示唆される。

Davidsonらは、長いき裂においてき裂伝ば速度が速い場合に粒子割れを伴っていることを報告⁽⁶⁾しているが、本実験では $da/dN=10^{-9}$ m/cycle程度の低伝ば速度域においても観察されており、強化粒子と母材の界面強度および負荷応力に強く依存するものと考えられる。

図7は図6より得られるき裂開口変位とき裂先端からの距離の関係を示す。き裂開口変位は画像処理によってき裂面を明瞭に現出した後、画素数をもとに測定した。強化粒子の架橋がはずれることによって開口変位はおよそ0.4 μm 増加する。なお、図6(b)は図6(a)に比較して0.5 μm 伝ばしているが、き裂半長110 μm に比較して小さく、き裂長さの増加による影響は小さい。

図7中破線はMarcを用いた三次元有限要素法による弾性解析の結果を示す。アスペクト比を1の半円として外負荷($\sigma_{\text{max}}=220$ MPa)のみが作用する場合と、SiCの曲げ強度に相当する内圧450 MPaを架橋部(き裂先端後方6~9 μm の3 μm 角)に重畳させた場合について計算した。実験結果はき裂先端での塑性変形のため計算結果に比較して変位が大きいが、架橋による効果は計算結果とほぼ同程度である。なお、このときの応力拡大係数を比例変位法によって評価したが、1個の粒子架橋による減少量は約4%であった。

図8(a), (b)に30 μm 材のSEMによるき裂写真および伝ば速度とき裂長さの関係を示す。このときの最大負荷応力は240 MPa、き裂全長は220 μm であり、き裂は切欠きの左側に発生した。図8中A~H点はき裂が一時的に停留した点である。このうちA, D点は、

Fig. 6 Example of particle breakage

Fig. 7 Relation between crack opening displacement and distance from crack tip

(a) Scanning electron micrograph

(b) Relation between crack propagation rate and crack length

Fig. 8 Crack observed in Al/SiC30

粒子によってき裂が一時的に停留した点で、B、C、E～H 点はマトリックス部における一時停留で試料表面に粒子はない。き裂は最初、最大応力 200 MPa、繰返し数 5.0×10^3 で図中の粒子②、③の割れから発生した[図 4(a)]。このうち最大応力 200 MPa でマトリックス中に伝ばし続けたのは粒子③から発生したき裂のみで、他方は粒子割れのみで母材への伝ばは認められなかった。その後繰返しとともに粒子③から発生したき裂は左右に伝ばしたが、粒子②④の隣接粒子に近づくにつれ伝ば速度が低下し最終的に図 8 中の C、D 点で停留した。ついで最大応力を 220 MPa に増加させた。き裂はわずかに 7 μm 伝ばし、B、E 点で停留した。さらに最大応力を 240 MPa に増加させたところ、本き裂と粒子②から伝ばしてきたき裂が合体し、その後粒子①が破壊した。

図 9 は粒子④の拡大写真である。き裂は荷重軸にほぼ垂直に伝ばした後、SiC 粒子を回り込むように界面近傍のマトリックス部を伝ばした。荷重軸に対する伝ば方向の傾斜や、粒子回りの複雑な応力分布のためき裂は不連続的であり、混合モード下での伝ば様相を呈するが、図 8 に示すようにこれら不連続なき裂は合体せず、

Fig. 9 Scanning electron micrograph of interface crack

本粒子の下部を破壊して比較的直線なき裂となった。

また粒子⑤は最大負荷応力 200 MPa でき裂が伝ばし、D 点に到達する直前に境界に近い部分での割れが認められた。このように境界に極近い部分で粒子が破壊することは、界面強度が極めて大きいことを示唆している。Davidson ら⁽¹⁰⁾ は SiC 粒子とアルミ合金の界面強度として 1 000～3 000 MPa を見積もっており、強化粒子を破壊するに十分な界面強度を有していることを報告している。

以上のように粒径が大きい複合材料では、き裂が粒子に接近することによって粒子割れが誘起され、割れから発生する先行き裂と主き裂が合体することにより伝ばする。このとき先行き裂と主き裂の間では母材リガメント部におけるブリッジング効果⁽⁵⁾が作用する。

3.3 長いき裂との比較 図10にき裂伝ば速度と最大応力拡大係数の関係を示す。表面き裂の応力拡大係数はRajuとNewmanの解析結果⁽¹⁴⁾を用いて次式で計算した。

$$K = 1.5 \times 1.174 \times (2/\pi) \sigma (\pi c)^{1/2} \dots\dots\dots (1)$$

ここで、係数1.5は主き裂が発生した位置における応力集中係数で、またアスペクト比は実験後の破面観察結果をもとに半円とした。図10中の実線および破線は片側切欠材を用いて、室温大気中、応力比 $R = -1$ の荷重漸減試験で得られた長いき裂の関係である。長いき裂に対して同一の K_{max} で比較した場合、強化粒子の小さいほうが低伝ば速度で、Shangら⁽⁶⁾⁽¹¹⁾の結果とは異なる。これは前述のごとくShangらの材料は粒径が大きいほうが引張強さ耐力とも大きく、材料特性が異なることが一因と考えられる。表面微小き裂に注目すると、いずれの材料においても長いき裂の下限界以下でも高速に伝ばしている。一般に、微小疲労き裂の伝ば速度は負荷応力に依存し、高負荷応力程伝ば速度は高い。3 μm 材は、引張強さもしくは耐力に対する相対的な負荷応力は小さいものの、同一の K_{max} で比較すると平均粒径30 μm の複合材より伝ば速度は高い。

4. 結 言

体積含有率20%、平均粒径3 μm と30 μm の2種類のSiC粒子で強化したアルミニウム合金の平滑材表面に発生した微小き裂の伝ばをSEM中で直接観察し、強化粒子の寸法影響について強化粒子とき裂の相互作用の観点から検討した。

(1) 平均粒径3 μm の複合材では、き裂は粒子リッチ領域のマトリックス部より1本のみ発生した。一方、平均粒径30 μm の複合材では、複数の粒子割れを起点としており、粒子とマトリックスの界面、粒子の直上のマトリックス部などからの発生も認められたが、ほとんどのき裂は停留した。

(2) 平均粒径3 μm の複合材では、粒子リッチ領域からマトリックスリッチ領域に伝ばする場合に先行き裂が発生した。先行き裂と主き裂の間には粒子による架橋が生じ、その後架橋粒子は破壊した。また粒子架橋がき裂開口変位に及ぼす影響は数値計算によって得られた効果とほぼ一致した。

(3) 平均粒径30 μm の複合材では、粒子にき裂が

Fig. 10 Relation between crack propagation rate and stress intensity range

接近することによって粒子割れが誘起され、粒子割れと主き裂の合体によってき裂が伝ばした。

(4) 表面微小き裂は長いき裂の伝ば速度と最大応力拡大係数の関係より高速に伝ばし、また強化粒子が大きいほうが伝ば速度は低い。

本研究の一部は日本学術振興会の援助により行われたもので感謝する。

また、材料を神戸製鋼(株)機械研究所より提供していただいた。心から感謝する。

文 献

- (1) Longsdon, W. A. and Liaw, P. K., *Eng. Fract. Mech.*, **24**-5 (1986), 737-751.
- (2) Davidson, D. L., *Eng. Fract. Mech.*, **33**-6 (1989), 965-977.
- (3) Biner, S. B., *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.*, **13**-6 (1990), 637-646.
- (4) Kumai, S., Yoshida, K., Higo, Y. and Nunomura, S., *Int. J. Fatigue*, **14**-2 (1992), 105-112.
- (5) Shang, J. K. and Ritchie, R. O., *Met. Trans.*, **A**, **20** (1989), 897-908.
- (6) Shang, J. K., Weikang, Y. and Ritchie, R. O., *Mater. Sci. Eng.*, **A**, **102** (1988), 181-192.
- (7) Vasudevan, A. K. and Sadananda, K., *Scripta Met. Mater.*, **28**-7 (1993), 837-842.
- (8) 田中啓介・秋庭義明・清水憲一・松原剛, *機論*, **60**-573, A (1994), 1143-1149.
- (9) 田中啓介・秋庭義明・清水憲一, *機論*, **61**-586, A (1995), 1190-1196.
- (10) Davidson, D. L., *Met. Trans.*, **A**, **18** (1987), 2115-2128.
- (11) Shang, J. K. and Ritchie, R. O., *Acta Met.*, **37**-8 (1989), 2267-2278.
- (12) 李湘兵・三沢啓志, *機論*, **61**-589, A (1995), 1940-1945.