アルミナペースト塗布による疲労き裂進展の 自動抑制および目視検出*

高橋一比古**, 牛嶋 通雄**, 高橋 千織***, 植松 進**, 古谷 典子***

Automatic Restraint and Visual Detection of Fatigue Crack Growth by Applying an Alumina Paste*

by TAKAHASHI Ichihiko**, USHIJIMA Michio**, TAKAHASHI Chiori***,
UEMATSU Susumu** and KOTANI Noriyuki***

A paste comprising fine alumina particles was applied on surfaces of steel plate specimens and welded joint specimens, and the effects of the paste on restraint and visual detection of fatigue crack growth were experimentally investigated by performing fatigue tests with *in situ* observations by a CCD microscope and through various kinds of fractographic observations and elemental analyses using a SEM (Scanning Electron Microscope) and an EPMA (Electron Probe Microanalyser). As a result, the crack growth rate in the plate specimen was drastically retarded by the wedge effect of the alumina particles, and 344% increase in failure life was produced. Similar crack growth restraint effects were also observed on the welded joint specimens, producing 117-175% increase in failure life. In the fatigue tests of the specimens on which the alumina paste was applied, remarkable black color developed in the white alumina paste along the paths of crack propagation, exceedingly facilitating the visual detection of the cracks. An analysis using an X-ray diffractometer showed that the black matter in the paste consists of fine debris derived from the base metal and the alumina particles.

Key Words: fatigue crack growth, alumina paste, wedge effect, retardation, welded joint, COD, stress intensity factor, fractographic analysis, visual detection

1. は じ め に

遠藤らは、ライニングしたホワイトメタルの疲労試験を種々の油環境中で実施し、油の粘度によって疲れ強さの異なる原因は、き裂の中へ侵入した油のくさび効果と油のき裂への侵入のしやすさによるものであると結論づけた¹⁾。一般に、き裂の進展速度は、き裂先端の有効応力拡大係数範囲 (K_{eff}) によって支配されるため、応力拡大係数の上限値を保持したまま、その下限値を何らかの方法で押し上げれば、き裂進展速度は減少する。上の例では、き裂先端に侵入した油がき裂の閉口を阻害する事により、有効応力拡大係数範囲 K_{eff} が減少したと考えられる。くさび効果に関してはこの他にも種々の報告があり、腐食疲労き裂の進展においては、き裂内の腐食生成物によるくさび効果が重要な役割を果たす事が明らかとなっている²⁾。

近年、このくさび効果をき裂の簡便な補修法として積極的に利用しようという研究が行われ、幾つかの成果が報告されている³⁻⁶⁾。これらはいずれも、ある程度の大きさまで成長した疲労き裂を静的な引張荷重によって強制的に開口させ、その中に樹脂等の物質を注入して固化させる事により人工

的なくさびを形成し、以後のき裂進展を抑制するというものであった。

一方で著者らは、Al-Mg 合金 A5083P-O の平板試験片を用いた疲労き裂進展試験において、アルミナ等の微細粒を油と混ぜてペースト状にし、疲労き裂の発生・伝播が予想される経路に予め塗布しておく、き裂の開閉口に伴うポンプ作用等によって微細粒がき裂先端近傍まで自動的に輸送されて詰まり、これがくさびとなって上述のくさび効果を発現し、き裂の進展が著しく抑制される場合のある事を実験的に示した^{7,8)}。

本論文では、微細粒ペーストの適用対象をより広げるため、上の実験で最も顕著なき裂進展抑制効果を示したアルミナ粒子を用いてアルミナペーストを調整し、SM490A 鋼の平板試験片、K32A 鋼の角回し溶接継手試験片および SM400B 鋼の横リブ溶接継手試験片にそれぞれ塗布して疲労試験を実施し、試験中の「その場観察」や種々の破面解析と併せ、き裂進展の自動抑制効果について検証した結果について述べる。また、本アルミナペーストを塗布した場合、き裂が発生・伝播した箇所においては、白色のペースト中に明瞭な黒色の発色が認められ、目視によるき裂検出を容易にする顕著な効果を持つ事が判明したので、これについても併せて報告する。

2. 実 験 方 法

2.1 アルミナペースト

き裂内のくさびとして作用する微細粒としては、Al-Mg 合

*原稿受付 平成 15 年 12 月 1 日 平成 16 年 4 月溶接疲労強度研究委員会で発表

**正 員 (独)海上技術安全研究所 Member, National Maritime Research Institute

*** (独)海上技術安全研究所 National Maritime Research Institute

金 A5083P-O 製の平板試験片の場合に最も顕著なき裂進展抑制効果を示した、平均粒径 $15.2\ \mu\text{m}$ のアルミナ粒子を用いた^{7,8)}。粒径はメッシュサイズ $10\ \mu\text{m}$ および $20\ \mu\text{m}$ の 2 種類のふるいを用いて揃えており、粒子の見掛け密度は $1.2\text{g}/\text{cm}^3$ である。Fig. 1 にアルミナ粒子の走査電子顕微鏡写真を示す。実験では、アルミナ粒子を適量のシリコングリースおよび食用サラダ油と十分に混合し、垂直面でも液垂れしない程度のペースト状に調整してから、試験片のき裂発生および進展が予想される経路に塗布した。

Fig. 1 SEM image of the alumina particles.

2.2 平板試験片を用いた疲労試験

2.2.1 供試材および試験片

平板試験片 (PL-1 および 2) に用いた供試材は板厚 $9\ \text{mm}$ の SM490A 鋼板で、ミルシートによる Fe 以外の化学成分は C 0.17, Si 0.40, Mn 1.40, P 0.014, S 0.005 (重量%) であり、機械的性質は引張強さ $543\ \text{MPa}$ 、降伏応力 $393\ \text{MPa}$ 、伸び 21% である。

試験片の形状・寸法は Fig.2 に示す通りで、供試鋼板を板厚 $5\ \text{mm}$ まで研削加工し、所定の形状に切り出した後、試験片中央部に長さ $10\ \text{mm}$ のスターナーノッチを放電加工 (EDM) により導入した。

2.2.2 疲労試験

平板試験片の疲労試験には動的容量 $98\ \text{kN}$ の電気 - 油圧サーボ式疲労試験機を用い、試験はすべて荷重比 $R=0$ の完全片振り軸方向荷重制御 (荷重波形は周波数 $4.2\ \text{Hz}$ の正弦波) で行った。

後で破壊力学的考察を行うため、 $0.01\ \text{mm}$ ピッチで動作するサーボモータ式の X-Y テーブルに倍率 1000 倍の CCD マイクロスコープのレンズを載せ、所定の繰り返し数に達した所で疲労き裂の「その場観察」を行った。アルミナペーストを塗布しなかった PL-1 の場合は $N=4.8 \times 10^4$ 回から 2.4×10^4 回毎に、アルミナペーストを塗布した PL-2 の場合は $N=4.8 \times 10^4$ 回から 3.36×10^5 回までは 2.4×10^4 回毎に、その後 $N=9.6 \times 10^5$ 回までは 4.8×10^4 回毎に、その後破断までは 9.6×10^4 回毎に観察を実施した。観察では、き裂の拡大画像を記録す

ると共に、き裂長さ a と、切欠き底におけるき裂開口変位 (COD 値) を、試験片表面で測定した。COD 値は、それぞれ最大荷重および最小荷重 ($=0$) に対応する $\max$ および $\min$ を静的に測定した。なお、アルミナペーストを適用した PL-2 の場合、そのままではき裂の観察ができないので、「その場観察」の直前直後にそれぞれペーストの除去および再塗布を行った。

2.3 角回し溶接継手試験片を用いた疲労試験

2.3.1 供試材および試験片

角回し溶接継手試験片 (WB-1 および 2) に用いた供試材は板厚 $10\ \text{mm}$ の K32A TMCP 鋼板で、Fe 以外の化学成分は C 0.14, Si 0.20, Mn 1.16, P 0.018, S 0.008, Cu 0.02, Cr 0.03, Ni 0.02 (重量%) であり、機械的性質は引張強さ $509\ \text{MPa}$ 、降伏応力 $404\ \text{MPa}$ 、伸び 26% である。

試験片の形状・寸法は Fig. 3 に示す通りで、幅 $50\ \text{mm}$ の主板の表裏各面に $100\ \text{mm} \times 30\ \text{mm}$ の縦リブを隅肉溶接により接合した。溶接には多関節口ボットを用い、溶接条件は溶接電流 $230\ \text{A}$ 、溶接電圧 $25\ \text{V}$ 、溶接速度 $50\ \text{cm}/\text{min}$ 、入熱量 $0.69\ \text{MJ}/\text{m}$ とした。溶接ワイヤーには神戸製鋼所製 MG-50T (1.2) を用い、シールドガスは CO_2 を用いた。溶接は 1 パスとし、溶接の始終端はき裂発生箇所となる角回し部を選

Fig. 2 Design of the plate specimen, PL-1 and 2.

Fig. 3 Design of the corner boxing-welded joint specimen, WB-1 and 2.

けるようにした。溶接後の測定によると、平均脚長は 4.6 mm であった。

2.3.2 疲労試験

角回し溶接継手試験片の疲労試験には動的容量 98 kN の電気 - 油圧サーボ式疲労試験機を用い、試験はすべて荷重比 $R=0$ の完全片振り軸方向荷重制御（荷重波形は正弦波、周波数は 2.5 Hz（試験片 WT-1～4）または 5.1 Hz（試験片 WT-5））で行った。

なお、角回し溶接止端部から試験片長手方向に 5 mm 離れた位置（幅方向中央）に、ゲージ長 2 mm の単軸歪ゲージを貼付し、試験中の軸方向歪を計測した。

アルミナペーストを塗布した WB-2 では、平板試験片のように試験中のペースト除去や再塗布は行わず、破断するまで最初に塗布したままの状態で行った。

2.4 横リブ溶接継手試験片を用いた疲労試験

2.4.1 供試材および試験片

横リブ溶接継手試験片（WT-1～5）に用いた供試材は板厚 12 mm の SM400B 鋼板で、ミルシートによる Fe 以外の化学成分は C 0.14, Si 0.20, Mn 0.69, P 0.020, S 0.005（重量%）であり、機械的性質は引張強さ 437 MPa、降伏応力 283 MPa、伸び 31%である。

試験片の形状・寸法は Fig. 4 に示す通りで、幅 200 mm の主板の表裏各面に 100 mm × 100 mm の横リブを隅肉溶接により接合した。溶接は CO₂ 半自動溶接で行い（溶接ワイヤーは神戸製鋼所製 MG-50T（0.9））、溶接条件は溶接電流 180 A、溶接電圧 28 V、溶接速度 12 cm/min、入熱量 2.52 MJ/m とした。なお、手溶接のため、直線部分と角回し部分とではアーク長や溶接速度等の条件が異なり、上の数値はあくまでも平均的な目安である。溶接は 1 パス溶接とし、溶接の始末端はリブ端の角回し部を避けるようにした。溶接後の測定によると、平均脚長は 7.1 mm であった。

2.4.2 疲労試験

横リブ溶接継手試験片の疲労試験には動的容量 1000 kN

Fig. 4 Design of the transverse welded joint specimen, WT-1 to 5.

の電気 - 油圧サーボ式疲労試験機を用い、試験はすべて荷重比 $R=0$ の完全片振り軸方向荷重制御（荷重波形は正弦波、周波数は 2.5 Hz（試験片 WT-1～4）または 5.1 Hz（試験片 WT-5））で行った。

なお、溶接止端部から試験片長手方向に 10 mm 離れた位置に、ゲージ長 2 mm の単軸歪ゲージを幅方向 20 mm 間隔で貼付し、試験中の軸方向歪を計測した。

アルミナペーストを塗布した WT-4 および 5 では、平板試験片のように試験中のペースト除去や再塗布は行わず、破断するまで最初に塗布したままの状態で行った。

3. 実験結果および考察

3.1 平板試験片を用いた疲労試験

3.1.1 疲労試験結果

平板試験片を用いた疲労試験の条件および結果を、Table 1 に示す。アルミナペーストのき裂進展抑制効果により、ペーストを塗布した PL-2 の破断寿命 N_f は、塗布しなかった PL-1 に比べて約 4.4 倍に伸びている。Fig. 5 は、PL-1 と PL-2 について、片側疲労き裂長さとサイクル数の関係をプロットしたものである。き裂進展の初期段階からアルミナペーストによる進展抑制効果は顕著に認められ、PL-1 の破断寿命 N_f にあたるサイクル数 4.48×10^5 回において、PL-2 のき裂長さは 2.1 mm 以下である。また、き裂長さが 4 mm に達したサイクル数を比較すると、PL-2 は PL-1 の約 3 倍となっている。

Table 1 Conditions and results of the fatigue tests on the plate specimens.

Specimen	$\Delta\sigma_n$ (MPa)	Applied paste	N_f (cycles)
PL-1	104.3		448020
PL-2	104.3	alumina + grease + oil	1989130

Fig. 5 Crack propagation plots on PL-1 (no paste) and PL-2 (alumina paste).

3.1.2 破壊力学的考察

平板試験片の試験中に行った、倍率 1000 倍の CCD マイクロスコブによるその場観察の例を Fig. 6 に示す。Fig. 6 (a) および (b) は、サイクル数 $N=2.64 \times 10^5$ 回における PL-1 (ペースト無し) の切欠き底近傍疲労き裂 (き裂長さ $a=3.81$ mm) を観察したもので、それぞれ最大荷重負荷時および無負荷時に対応している (写真右端が切欠き底)。(b)を見ると、無負荷時の切欠き底における COD 値はゼロで、COD 値の変動幅 $\Delta COD = \sigma_{max} - \sigma_{min}$ は σ_{max} に等しい事がわかる。一方、Fig. 6 (c) および (d) は、サイクル数 $N=4.80 \times 10^5$ 回における PL-2 (アルミナペースト塗布) の切欠き底近傍疲労き裂 ($a=2.35$ mm) であり、Fig. 6 (a), (b) と比較して、以下のような特徴が認められる。

- ・ PL-2 ではき裂面がアルミナ粒子を噛み込んでおり、局所的な塑性変形および COD の増大が見られる。
- ・ PL-1 では表面におけるき裂のエッジがくっきりとして鋭いのに対し、PL-2 では磨耗したようにだれている。
- ・ Fig. 6 (d) から、PL-2 では無負荷時でも COD 値がゼロとならない。

これらの特徴はいずれも、PL-2 においてアルミナ粒子によるくさび効果が発現した事を示唆するものである。

次に、PL-1 と PL-2 を破壊力学的観点から数値的に比較した結果を、Fig. 7 (a), (b), (c) にまとめて示す。

まず Fig. 7 (a) は、切欠き底における COD 値 とサイクル数 N の関係を示している。ここで図中の実線および点線はそれぞれ、最大荷重負荷時および無負荷時における COD 値 σ_{max} および σ_{min} を表す。PL-1 (ペースト無し) の場合、 $N=3.84 \times 10^5$ 回、すなわちほぼ破断直前まで σ_{min} はゼロのままであり、図の横軸上、 $N=4 \times 10^5$ 回付近に僅かに σ_{min} の点線が現れている。これに対して PL-2 では、 $N=2.64 \times 10^5$ 回において既にゼロでない σ_{min} 値が観察され、その後 σ_{min} は増加する

σ_{max} に追従する形で増加あるいは一定値を保持して、全体として COD 値の変動幅 ΔCOD が顕著に抑制されている。PL-2 における $N=2.64 \times 10^5$ 回以降の COD 計測値につき、 $\sigma_{min} / \sigma_{max}$ の比を求めて平均すると 0.53 であり、 σ_{min} の値は約 1/2 に抑制されている。

Fig. 7 (b) は、切欠き底における COD 値 と片側疲労き裂長さ a の関係を示している。PL-1 と PL-2 の間には、き裂進展の初期段階から顕著な相異が見られる。PL-1 (ペースト無し) の場合、 σ_{max} はき裂進展と共に単調に増加し、 σ_{min} はき裂長さが 9 mm を超えるまでゼロのままである。対照的に PL-2 では、き裂長さ a が 1.26 mm を超えると ($N=2.64 \times 10^5$) ゼロでない σ_{min} 値が観察され、その後、 σ_{min} は a が約 2 mm に達するまで ($N=4.32 \times 10^5$) 顕著に増加している。 $a=1.26$ mm における COD 値は $5.62 \mu\text{m}$ で、アルミナ粒子の平均粒径 $15.2 \mu\text{m}$ よりかなり小さいにもかかわらず、この時点で既にくさび効果は発現している。この原因としては、次のような事が考えられる。

- 1 除荷時にき裂が固いアルミナ粒子の端部を「噛む」事により、き裂面の局所的な塑性変形や部分的研削が起こる。
- 2 次の負荷サイクルにおける COD 値がその塑性変形分や研削分だけ増大し、き裂口にアルミナ粒子が入り込みやすくなる。
- 3 上記プロセス (Fig. 8 の模式図参照) が多数のアルミナ粒子について多発的かつ継続的に繰り返される事により、き裂口の変形が蓄積されて COD 値は上昇するが、徐々に新たなアルミナ粒子が侵入してくる事により、くさび効果が維持される。

Fig. 7 (b) において、 σ_{max} の値を PL-1 と PL-2 で比較すると、 $a=3.87$ mm までは PL-2 の方が全般的にやや大きく、これは上記プロセス 1 の影響と考えられる。 a が 3.995 mm となった所で、 σ_{max} の値が σ_{min} と共に不連続的な増大を示してい

Fig. 6 In situ observations of the fatigue cracks; (a) PL-1 (no paste), $N=2.64 \times 10^5$, $a=3.81$ mm, $\sigma_n=104.3$ MPa. (b) PL-1 (no paste), $N=2.64 \times 10^5$, $a=3.81$ mm, $\sigma_n=0$ MPa. (c) PL-2 (alumina paste), $N=4.80 \times 10^5$, $a=2.35$ mm, $\sigma_n=104.3$ MPa. (d) PL-2 (alumina paste), $N=4.80 \times 10^5$, $a=2.35$ mm, $\sigma_n=0$ MPa.

Fig. 7 Comparisons between PL-1 (no paste) and PL-2 (alumina paste) in terms of a fracture mechanics approach; (a) COD versus number of cycles imposed. (b) COD versus fatigue crack length. (c) Crack growth rate da/dN versus the stress intensity factor range K .

るのは, COD 値を計測していた箇所(切欠き底)において, アルミナ粒子を噛みこんで大きな塑性変形を繰り返していた母材の一部が脱落した事に起因している. この増大分を差し引いて以降の δ_{max} を比べてみても, PL-1 よりも PL-2 の方が 20~30% 程度大きめの値を示しているが, これは計測

Fig. 8 Illustration of an alumina particle entering the crack mouth.

箇所においてアルミナ粒子による塑性変形および部分的研削が継続されたためと考えられる.

上記 1~3 のようなプロセスに加えて, 荷重サイクルに伴うアルミナ粒子の切削作用により生じた非常に細かい母材粉や, き裂内で圧迫されて砕けたアルミナ粒子の細片も, くさびの形成およびくさび効果の発現にそれぞれ一定の寄与をしていると考えられる.

次に Fig. 7 (c) は, き裂進展速度 da/dN と応力拡大係数範囲 K の関係を示している. 応力拡大係数は, 次の中央貫通き裂に関する多田の式⁹⁾により求めた.

$$K = \sigma \sqrt{\pi a_1} \cdot F(a_1/w) \quad (1)$$

ただし,

$$F(a_1/w) = \left\{ 1 - 0.025(a_1/w)^2 + 0.06(a_1/w)^4 \right\} \sqrt{\sec \frac{\pi a_1}{2w}}$$

a_1 = 片側き裂長さ (切欠きを含む)

w = 試験片の半幅

σ = 公称応力

Fig. 7 (c)を見ると, PL-1 (ペースト無し) では, ごく初期の段階を過ぎると K の増大に伴って da/dN が単調に増加していくのに対し, PL-2 (アルミナペースト) では, き裂進展の初期段階において da/dN が PL-1 に比べ激減している事がわかる. PL-2 の da/dN は, 局所的な上下変動を伴うものの, PL-1 と比較して最大 1 オーダー程度低く抑えられ, その抑制効果はほぼ最終段階近くまで維持されている.

3.1.3 破面解析結果

微細粒によるき裂進展の自動抑制メカニズムを, よりミクロな見地から検討するため, 平板試験片の破断後, CCD マイクロスコープおよび電子顕微鏡を用いた破面観察および破面解析を行った. 試料はアセトン中で約 5 分間 $\times 2$ 回, 超音波洗浄した後, 観察に供した. 前掲の Fig. 5 や Fig. 7 (b)

Fig. 9 CCD microscope image of the fracture surface of the plate specimen, PL-2 (alumina paste).

から, 微細粒によるき裂進展抑制効果は, き裂長さ 1 ~ 2 mm 程度の初期き裂の段階から顕著に現れる事がわかっている. 切欠き底近傍の破面については特に詳細な観察を実施した.

まず Fig. 9 は, アルミナペーストを用いた PL-2 の破面を, CCD マイクロスコープにより観察したものである. 画像中で白っぽく見えている破面の部分には光沢があり, CCD マイクロスコープ光源からの光を反射して光っている. き裂発生箇所である切欠き底および試験片表裏面のき裂開口部からアルミナペーストが侵入し, アルミナ粒子がくさびとなって母材面を繰り返し圧迫・研削したり, あるいはアルミナ粒子が砕け細かい碎片となって母材破面に圧着したりする事により, このような平坦な面が形成されたものと考えられる (アルミナの圧着については, 後述の EPMA による面分析により検証する).

次に Fig. 10 (a) ~ (d) は, PL-1 および PL-2 について, 板厚中央部, 切欠き底近傍の破面を, 走査電子顕微鏡 (SEM) により観察したものである (a) ~ (d) 共通に, 像下端の段差部分が切欠き底. (b) は (a) を, (d) は (c) をより拡大したもの. まず, (a), (b) は何も塗布しなかった PL-1 のもので, き裂面にはくっきりとした凹凸があって, 一面に細かい皺のようなものが見えており, 一般的な疲労破面である. 一方, (c) はアルミナペーストを用いた PL-2 の破面だが, (a) のような鋭い凹凸は無く, のっぺりとして平坦な表面となっている. また, 切欠き底から 300 ~ 400 μm 程の範囲で像が白っぽくなっているが, これは非導電体のアルミナに電子がチャージした結

Fig. 10 SEM images of the fracture surfaces in the vicinities of notch roots; (a)(b) PL-1 (no paste) and (c)(d) PL-2 (alumina paste).

果と推測される。(c)の切欠き底近傍をより拡大した(d)を、PL-1 の(b)と比較してみると、表面の様相はまったく異なったものとなっている。(d)の表層は鋼母材とは考えがたく、鋼母材のき裂表面に、き裂内で細かく砕かれたアルミナ粒子の細片や研削された鋼母材碎片の混合物が圧着されて新たに形成されたものと考えの方が自然である。このようなアルミナを主成分とするくさび層の破面全体における形成具合を調べるため、PL-2 の破面について、電子プローブ・マイクロアナライザー (EPMA) による Al 元素の面分析を行った。分析結果を Fig. 11 に示す。像が明るい程、Al 濃度が高い事を示している。図中に示す通り、像の左端が切欠き部にあたり、き裂は切欠き底から図の右方に向かって進展した。分析面内の Al 元素分布には偏りがあって、切欠き底から約 400 μm の領域で特に濃度が高くなっている。これはアルミナ (Al_2O_3) の分布状態に相当する Al が同定されたと考えるのが妥当であり、Fig. 10 (c)および(d)に見られる観察結果とあわせ、PL-2 の切欠き底近傍破面にはアルミナの表層が形成されていると考えられる。Fig. 5 において、アルミナペーストによるき裂進展抑制効果がき裂進展の初期段階から顕著に認められるのは、切欠き底近傍のアルミナ層がくさびとして作用し、き裂の自由な開閉口挙動を阻害する事によりもたらされた結果であると推察される。Fig. 11 を見ると、切欠き底から 1 mm 以上離れた部分でもアルミナ表層が形成されており、切欠き底から離れるにつれ Al 濃度は低下するものの、き裂長さ 10 mm 程度までの範囲ではほぼ板厚全域に渡り Al が同定されている。これは、き裂進展の終盤に至るま

Fig. 11 Area analysis of aluminium on the fracture surface of the plate specimen, PL-2 (alumina paste) by EPMA.

で、アルミナ粒子が継続的に供給され、き裂内のくさびとして作用した事を示している。

3.2 角回し溶接継手試験片を用いた疲労試験

3.2.1 疲労試験結果

角回し溶接継手試験片 (WB-1 および WB-2) を用いた疲労試験の条件および結果を Table 2 に示す。アルミナペーストのき裂進展抑制効果により、ペーストを塗布した WB-2 の破断寿命 N_f は、塗布しなかった WB-1 に比べて約 2.2 倍に伸びている。一方、Table 2 の WB-1, 2 に関する N_5 は、角回し溶接止端部から 5 mm 離れた位置における軸方向歪レンジが初期値よりも 5%低下した時点におけるサイクル数であり、これを便宜的にき裂発生寿命とする場合もあるが、実際にはき裂長さ 20 ~ 30 mm、き裂深さ 1 ~ 2 mm の浅く扁平なき裂形状に対応するものである¹⁰⁾。平板試験片の試験結果 (Fig. 7 (b)等) からみても、き裂が深さ 1 ~ 2 mm まで成長していれば、アルミナ粒子のくさび効果が発現する事は十分考えられるため、本論文ではき裂発生寿命という表現を避け、単に N_5 と表記する事にした。さて、WB-2 と WB-1 の N_5 を比べると、その比は約 6.6 で、 N_f の比 2.2 よりも大きい。これは、アルミナ粒子のくさび効果によってき裂の開閉口挙動が阻害されるため、き裂の成長が計測箇所 (止端部から 5 mm) の歪レンジ低下として現れる感度が鈍くなり、結果として WB-2 の N_5 が長めに求められたものと考えられる。

3.2.2 目視検出効果

Fig. 12 は、アルミナペーストを塗布した角回し溶接継手試験片 WB-2 について、最終破断に至るき裂が発生・伝播した角回し溶接部近傍の様相が、サイクル数と共にどう変化したかを観察したものである。まず、 $N=7.68 \times 10^5$ 回では、角回し溶接止端部の写真左側で点状に 2 箇所が黒く発色し、 $N=9.12 \times 10^5$ 回ではその 2 箇所の発色が大きくなると共に板幅中央付近にも線上の黒発色が現れている。 $N=1.056 \times 10^6$ 回になると上述の発色部分はほぼ一つに纏まって益々顕著になると同時に、少し離れた写真右側の止端部でも点発色が見られる。 $N=1.2 \times 10^6$ 回では更に発色域が広がり、写真左側

Table 2 Conditions and results of the fatigue tests on the welded joint specimens.

Type of joint	Specimen	$\Delta\sigma_n$ (MPa)	Applied paste	N_5 (cycles)	N_f (cycles)
Corner boxing-welded joint	WB-1	114.4		60320	601701
	WB-2	115.3	alumina + grease + oil	397371	1305530
Transverse welded joint	WT-1	176.7		214456	334140
	WT-2	148.6		464640	757200
	WT-3	117.8		1280640	1919880
	WT-4	147.5	alumina + grease + oil	1355696	1657410
	WT-5	120.8	alumina + grease + oil		> 5280060

では角回し溶接部を貫通して主板部分でも線上の発色が見られる。本研究で調整したアルミナペーストは白色を呈するため、き裂部分の黒発色は周囲のペーストとの間に著しいコントラストを成し、ある程度離れた位置からでも容易に視認する事ができた。従って、本アルミナペーストには、き裂進展の自動抑制効果の他に、目視によるき裂検出を容易にする効果がある事が判明した。

試験終了後、ペースト中の黒く発色した部分を少量採取して、X線回折分析装置による物質同定を行ったところ、得られた回折ピークから、 Al_2O_3 (アルミナ) および Fe が明確に同定された。また、Fe に対応するピークが比較的にブロードであったことから、非常に大きな歪を受けた鋼の微細粉である事がわかった。従って、3.1.2 項で述べたように、き裂口が硬いアルミナ粒子を噛む事によりき裂面の鋼が圧迫および

研削され、遊離した黒色の鋼微細粉の一部がき裂内の毛細管現象やき裂開口に伴うポンプ作用によってペーストの外表面まで輸送され、黒く発色して見えたものと推察される。鋼の微細粉が何故黒色を呈するのかは不明だが、アルミ合金 A5083P-O の平板試験片を用いた場合^{7,8)}でも全く同様の黒発色が認められ、その後の X 線回折分析では母材の Al に対応するブロードなピークが得られている。母材微粉が黒色化することの原因としては、圧迫や研削に伴う激しい塑性変形による発熱の影響も考えられる。

3.2.3 破面解析結果

アルミナペーストを塗布した角回し溶接継手試験片 WB-2 について、破面解析の結果を Fig. 13 (a)から(d)にまとめて示す。試料は、Fig. 13 (a)上方の概観写真に示す通り、角回し溶接部から進展したき裂により破断した主板側の一部を高速カッターにより切断し、アセトン中で約 5 分間×2 回、超音波洗浄した後、観察に供した(概観写真は切断後に組み合わせて撮影したので、切断線が見えている)。Fig. 13 (a)は破面のマクロ写真で、き裂は写真上側の角回し溶接止端部で発生し、幅方向および深さ方向(写真下向き)に成長した後、最終破断に至った。概観写真からもわかるように、き裂は発生後、角回し溶接部に沿って進展したため、(a)図の破面中、上側中央部分は凹な面となっている。また、主板両端の最終リガメント部分(主に下側)は、最終破断の際、延性的に引きちぎられたため、両端部分の板厚は元厚 10 mm よりも薄くなっている。破面下側の中央部分が盛り上がり見えるのは反対側の角回し溶接ビード部分で、上側止端部から成長してきたき裂は一部下側のビード内にまで達している。破断直後の破面には、上の 3.2.2 項で述べたものと同様の黒色の物質がべったりと付着していたが、超音波洗浄後に観察すると、Fig. 13 (a)に見られるような灰色の濃淡模様が現れた。しかし、き裂発生箇所近傍で通常観察されるような細かな凹凸は見られず、発生箇所は特定できなかった。一方、Fig. 13 (b)は、(a)と同じ破面について、SEM による 80 枚の反射電子組成像を合成したものである。一般に、反射電子組成像では、原子番号の大きな重い元素ほど輝度が高くなる。Fig. 13 の(a)と(b)を見比べると、(b)では破面の両端で輝度が若干不連続に高くなっているが、全体として灰色の濃淡(像の明暗)模様は概ね対応しており、(a)で灰色が濃く見えている領域には相対的に軽い元素が多く分布していると考えられる。即ち、これらの領域ではき裂内に侵入したアルミナ粒子がくさびとして作用し、き裂面にアルミナ表層を形成したものと推察される。次に、(a)の図中に示した A 点の上方、試験片表面近傍の SEM 観察像を Fig. 13 (c)に示す。平板試験片の場合の Fig. 10 (c)と同様、破面に鋭い凹凸は見られず、地ならしされたようなのっぺりした様相を呈しており、くさびとして作用したアルミナが圧着して顕著な表層が形成されている事が見てとれる。Fig. 13 (d)は、SEM に付属しているエネルギー分散型 X 線分光器(EDS)を用いて破面の元素分析(簡

Fig. 12 Development of black color in the alumina paste with the fatigue crack growth in the corner boxing-welded joint specimen, WB-2. The specimen width is 50 mm.

Fig. 13 Fractographic analyses on the corner boxing-welded joint specimen, WB-2; (a) Macroscopic image. (b) Compositional images (back scattered electron images). (c) SEM image in the vicinity of point A. (d) Mass percentage of aluminium.

易定量分析)を行った結果で、縦軸はアルミニウム (Al) の質量%, 横軸は試験片表面 (a) 図における破面上端) からの距離 (深さ) を表し、また、図中の A-A', B, C はそれぞれ、(a) 図に示した破面上の位置に対応している。まず、

Fig. 14 Nominal stress range $\Delta\sigma_n$ versus N_5 and failure life N_f for the transverse welded joint specimens, WT-series of the tests.

A-A'線についてみると、表面からの距離 3 mm までは、Al 質量%が 7 以上と高く、アルミナ表層の存在を示しているが、更に深くなると Al 濃度は急激に低下し、(a) 図の板厚中央付近で白っぽく見える領域ではアルミナのくさびがうまく形成されなかったと考えられる。A 点から板幅方向にやや離れた深さ 1.2 mm の C 点における Al 濃度は A 点と同程度である。他方、深さ 5 mm の B 点は (a) 図の濃い灰色の領域中にあるが、分析では Al 質量%が 10 を超えており、き裂がここまで成長した段階でもくさびがうまく形成されたという事を示している。

3.3 横リブ溶接継手試験片を用いた疲労試験

3.3.1 疲労試験結果

横リブ溶接継手試験片 (WT-1 ~ WT-5) を用いた疲労試験の条件および結果を Table 2 に、また公称応力レンジ $\Delta\sigma_n$ と N_5 (溶接止端部から 10 mm 離れた位置における軸方向歪レンジが初期値よりも 5% 低下した時点におけるサイクル数) および破断寿命 N_f の関係を Fig. 14 に示す。同等の応力レンジレベルで破断寿命 N_f を比較してみると、WT-4 (アルミナペースト) は WT-2 (ペースト無し) に比べて約 2.2 倍に、WT-5 (アルミナペースト) は WT-3 (ペースト無し) に比べて約 2.8 倍以上 (WT-5 は未破断) に伸びている。一方、Table 2 の WT シリーズに関する N_5 に着目すると、WT-4 と WT-2 の N_5 の比は約 2.9 で、 N_f の比 2.2 よりもやや大きい。これは、角回し溶接継手試験片の場合 (3.2.1 項) と同様、アルミナ粒子のくさび効果によってき裂の開閉口挙動が阻害されるため、き裂の成長に伴う計測歪レンジ低下の感度が鈍くなる事に起因すると考えられる。なお、WT-5 については、 $N=5.28 \times 10^6$ 回の試験終了時点においても有意な計測歪レンジの低下は認められなかった。

3.3.2 目視検出効果

Fig. 15 は、アルミナペーストを塗布した横リブ溶接継手試験片 WT-4 について、(最終破断に至る)き裂が発生・伝播した横リブ溶接部近傍の様相が、サイクル数と共にどう変化したかを(リブの上端方向から)観察したものである。まず、 $N=9.6 \times 10^5$ 回では、横リブ溶接止端の幅方向中央付近と写真右側の角回し溶接部付近でペーストが一部茶色く変色

Fig. 15 Development of black color in the alumina paste with the fatigue crack growth in the transverse welded joint specimen, WT-4. The rib width is 100 mm.

し、 $N=1.344 \times 10^6$ 回ではその変色が数力所に広がると共に濃さを増し、リブ中央付近では黒色の発色が生じている。更に $N=1.536 \times 10^6$ 回になると、リブ中央付近の黒発色が顕著さを増し、写真右側の角回し溶接部付近でも線状の黒発色が観察された。 $N=1.632 \times 10^6$ 回になると、リブ幅の広い範囲で連なるようにして黒発色が生じ、周囲の白いアルミナペーストとの間に際立ったコントラストを成す事により良好な視認性を示した。このように、横リブ溶接継手試験片の場合についても、本アルミナペーストには目視によるき裂検出を容易にする効果がある事が確認された。

3.3.3 破面観察結果

Fig. 16 に、アルミナペーストを塗布した横リブ溶接継手試験片 WT-4 の破面マクロ写真を示す。試料はアセトン中で約 10 分間×2 回、超音波洗浄した後、観察に供した。ここで、Fig. 16 に示した破面の左右方向は、Fig. 15 の 4 枚の写真に対応している。き裂は破面上側の溶接止端部数力所から発生し、それぞれ幅方向・深さ方向に成長した後合体し、破断に至ったものと推察される。破面の随所に黒っぽく変色した領域があるが、これらを Fig. 15 と見比べてみると、試験中にペーストが黒く発色した部分にほぼ対応している事がわかる。つまり、き裂が発生・伝播して開閉口を始めた箇所から(き裂のポンプ作用および毛細管現象により)アルミナペーストが侵入し、き裂内でアルミナ粒子がくさびを形成すると同時にき裂面の鋼が圧迫・研削され、遊離した黒色の鋼微細粉の一部がき裂内の毛細管現象やき裂のポンプ作用により止端部表面まで輸送され、表面の白いペースト中に視認されたものと考えられる。破面上の黒く変色した領域は、リブ左端から 40~45 mm 辺りに見られる深いものでは表面から板厚中央を越えたところにまで及んでおり、き裂が深さ方向にここまで進展した段階においても、アルミナ粒子のくさびがうまく効いていたものと推定できる。

Fig. 16 Fracture surface of the transverse welded joint specimen, WT-4.

4. お わ り に

本研究では、アルミナペーストを鋼の平板試験片および 2 種類の溶接継手試験片にそれぞれ塗布して疲労試験を実施し、疲労き裂進展の自動抑制効果について検証した。その結果、定期的にペーストの再塗布を行った平板試験片では破断寿命が約 4.4 倍に、再塗布を行わなかった溶接継手でも破断寿命が約 2.2 ~ 2.8 倍以上に伸び、破壊力学的考察や種々の破面解析結果と併せ、き裂進展抑制効果が確認された。

一方、アルミナペーストを塗布した場合、疲労き裂が発生・伝播した箇所においては白色のペースト中に明瞭な黒色の発色が認められ、目視によるき裂検出を容易にする顕著な効果を持つ事が判明した。本アルミナペーストを疲労き裂の目視検出支援ツールとして捉えた場合、その主な長所・短所を挙げると以下ようになる。

<長所>

特別な機器や装備を必要とせず、ペーストの調整や塗布も極めて容易である。ペースト塗り替えあるいは部材の精密検査・補修に際して古いペーストを除去する作業も、布等で軽く拭き取るだけである。

き裂進展抑制効果があるので、検査や補修に時間的な余裕が持てる。

母材は無傷なのに塗膜だけが割れてしまう、いわゆるペイントクラックによって誤発色する事が無い。つまり、母材き裂とペイントクラックを塗膜の外側から区別できる。色素を用いる染料等と異なり、紫外線（日光）の照射や経時による褪色が起きない。

<短所>

ペーストの性状から言って、床・階段等の人歩く場所や、物が頻繁にぶつかるような場所、激しい水流を受けるような箇所には適用できない（静水中なら適用可）。

疲労強度データの取得を目的とする通常の疲労試験には利用できない（き裂進展抑制効果により寿命が伸びて危険側データとなる）。

き裂内で黒色の細粉が生じ、それがペースト中を移動して表面に現れるまでにはある程度の時間（サイクル数）がか

かるため、き裂の発生とペースト発色によるき裂検出との間には相応のタイムラグが生じる。

謝 辞

本研究の実施にあたり、当所 輸送高度化研究領域 新材料利用研究グループ長（当時）の千田 哲也氏には、SEM および EPMA による破面分析に関して貴重な御指導および御協力を賜りました。ここに深甚なる謝意を表します。

参 考 文 献

- 1) K. Endo and T. Okada, ライニングしたホワイトメタルの疲れ強さ, Journal of the Japan Society of Mechanical Engineers (Part 1), 31-221 (1965), 52-60. (in Japanese)
- 2) K. Endo, K. Komai and Y. Matsuda, 鋼の腐食疲労き裂の進展に対する腐食生成物の力学的効果, Journal of the Japan Society of Mechanical Engineers (Series A), 46-412 (1980), 1337-1343. (in Japanese)
- 3) H. Kitagawa, S. Toyohira and I. Ikeda, A new method of arresting fatigue crack growth by artificial wedge, Proceedings of International Conference on Fracture Mechanics in Engineering Applications, India (1979), 281-292.
- 4) Wang Yanyan, Zho Mingxu and Feng Daqing, A study of retarding fatigue crack growth using an artificial wedge, Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures, 16-3 (1993), 363-376.
- 5) A. ur-Rehman and P. F. Thomason, The effect of artificial fatigue-crack closure on fatigue-crack growth, Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures, 16-10 (1993), 1081-1090.
- 6) P. K. Sharp, J. Q. Clayton and G. Clark, Retardation and repair of fatigue cracks by adhesive infiltration, Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures, 20-4 (1997), 605-614.
- 7) I. Takahashi, C. Takahashi and N. Kotani, Restraint of fatigue crack propagation by wedge effect of fine particles, Journal of Society of Naval Architects of Japan, 184 (1998), 361-367. (in Japanese)
- 8) I. Takahashi, C. Takahashi and N. Kotani, Restraint of fatigue crack growth by wedge effects of fine particles, Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures, 23-9 (2000), 867-877.
- 9) H. Tada, P. C. Paris and G. Irwin, The Stress Analysis of Cracks Handbook Second Edition (1985), Del Research Corporation.
- 10) SR202 committee, Research on fatigue design and quality of welded parts in offshore structures (1991), Shipbuilding Research Association of Japan, No. 395 (in Japanese).