

# 超微細結晶粒 P/M アルミニウム合金の 中高温域における微小疲労き裂発生および初期進展挙動†

菅 田 淳\* 植 松 美 彦\*\*  
安 田 宗 浩\*\*\* 城 野 政 弘\*\*\*\*

## Initiation and Growth Behavior of Small Fatigue Cracks in Ultra-fine Grained P/M Aluminum Alloy at Elevated Temperatures

by

Atsushi SUGETA\*, Yoshihiko UEMATSU\*\*, Munehiro YASUDA\*\*\* and Masahiro JONO\*\*\*\*

Small fatigue crack initiation and growth behavior at elevated temperatures were investigated using ultra-fine grained P/M (Powder Metallurgy) aluminum alloy of which grain size was from 200 to 500nm. Reversed plane bending fatigue tests were conducted at three different temperatures of room temperature (R.T.), 200°C (473K) and 250°C (523K), and crack initiation and small crack growth were studied in detail by means of replication technique. The fatigue strength decreased as test temperature increased. The cracks initiated at the boundary between powders regardless of test temperatures, and total fatigue life was dominated by crack initiation life. The fatigue crack initiation and growth behavior was almost irrelevant to the test temperatures. Fatigue crack growth rates,  $da/dn$ , were slightly accelerated at a fixed  $K_{max}$  with increasing test temperature, while  $da/dn$  evaluated in terms of  $K_{max}/E$  ( $E$ : Elastic modulus) agreed well. The dependence of fatigue strength and crack growth rate on test temperature was much smaller than that of conventional aluminum alloys, indicating the high heat resistance of ultra-fine grained P/M aluminum alloy.

**Key words:** Fatigue, Ultra-fine grain, Elevated temperature, Small fatigue crack, Crack initiation, Crack growth

### 1 緒 言

アルミニウム合金は、軽量構造材料として航空機や車両のような輸送機器など、機械構造物に幅広く用いられている。また、機械構造物の環境負荷低減化を実現するために、今後鉄鋼材料などをアルミニウム合金で置換し、構造物を軽量化することが進められていくと考えられる。アルミニウム合金の適用範囲を広げるために、材料の高強度化が求められているが、近年その手法として結晶粒の微細化が注目されている。<sup>1)</sup> 其中で、粉末冶金 (Powder Metallurgy: PM) 法により結晶粒径を 200 ~ 500nm まで微細化した、超微細結晶粒 P/M アルミニウム合金が開発された。本材を軽量構造材料として実用化するためには、その疲労挙動を理解する必要がある。

そこで前報<sup>2)</sup>では、組成の異なる超微細結晶粒 P/M アルミニウム合金の微小疲労き裂の発生と初期進展挙動について検討し、き裂発生挙動に対して材料や試験片採取方位の依存性があるが、き裂進展に対する影響はほとんどないことを示した。また、2 段繰返し変動荷重下のき裂進展特性について検討<sup>3)</sup>し、超微細結晶粒 P/M アルミニウム合金では塑性誘起き裂開口の影響が小さいことを明らかにした。本材の主な特徴の一つに、温度上昇に

対する強度低下の度合いが小さいことがある。例えば、本材の 200°C での引張強さは約 300 ~ 350MPa であり、一般のアルミニウム合金の約 2 倍である。<sup>4)</sup> したがって本材は、自動車用エンジンのピストンシリンダライナーなど、中高温環境にさらされる構造部材への適用が検討されているが、実際の使用環境に近い温度環境下での疲労挙動については検討されていない。

そこで本研究では、超微細結晶粒 P/M アルミニウム合金を用いて中高温環境下の平面曲げ疲労試験を行い、表面微小疲労き裂の発生と初期進展挙動について検討した。

### 2 供試材料および試験方法

供試材料は、前報<sup>2)</sup>と同じ超微細結晶粒 P/M アルミニウム合金である。Al 合金粉末を冷間成形で密度 75% の成形体とした後、高周波誘導加熱器を用いて急速加熱、直接熱間鍛造する急速加熱粉末鍛造法に作成されている。本材の組織写真を Fig. 1 に示すが、原料粉末の粒径は 10 ~ 100 $\mu$ m 程度である。材料供給元における TEM 観察により、粉末粒内には粒径 200 ~ 500nm の結晶粒が存在し、さらに母材 Al 中には微細な金属間化合物 Al-(La, Ce)-Ni が晶出した状態にあることが確認されている。Table 1 に本材の化学成分を示す。表中の MM

† 原稿受理 平成 17 年 8 月 26 日 Received Aug. 26, 2005

\* 正 会 員 大阪大学工学部機械システム工学専攻 〒565-0871 吹田市山田丘, Dept. of Mech. Eng. and Systems, Osaka Univ., Yamada-oka, Suita, 565-0871

\*\* 正 会 員 岐阜大学工学部機械システム工学科 〒501-1193 岐阜市柳戸, Dept. of Mech. and Systems Eng., Gifu Univ., Yanagido Gifu, 501-1193

\*\*\* 関西電力(株) 〒530-8270 大阪市北区中之島, Kansai Electric Power Co., Inc., Kita-ku, Osaka, 530-8270

\*\*\*\* 正 会 員 福井工業大学機械工学科 〒910-8505 福井市学園, Dept. of Mech. Eng., Fukui Univ. of Tech., Gakuen, Fukui, 910-8505

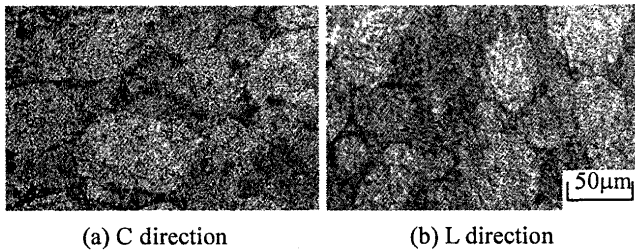


Fig. 1 Microstructure of Material.

(ミツシュメタル) とは La, Ce 等の希土類元素である。Table 2 は室温および 250℃での機械的性質である。<sup>4)</sup> 本材は 250℃での引張強さが 307MPa であり、高温でも高い強度を保っていることが分かる。

Fig. 2 に試験片形状を示す。き裂の発生起点を限定するために試験片中央には応力集中係数 1.26 の浅い切欠きを設けている。また試験片は、熱間鍛造後の円盤状素材より C-C 方位に採取した。試験片表面は研磨材によって研磨し、試験に供した。疲労試験は小型動電型平面曲げ試験機を用い、繰返し速度  $f=30\text{Hz}$ 、応力比  $R=-1$  の正弦波で行った。加熱には赤外線ヒータを具備した自作の小型加熱炉を用い、切欠き部に添付したアルメル・クロメル熱電対によって目標温度の  $\pm 1^\circ\text{C}$  以内に制御した。試験温度は 200℃ (473K), 250℃ (523K) である。試験を随時中断し、レプリカを用いて表面微小き裂進展の連続観察を行った。

Table 1 Chemical composition (mass%).

Material	Ni	Si	Zr	Fe	MM	Al
Ultra-fine grained Al Alloy	1.5	17.0	1.5	2.0	5.0	bal.

Table 2 Mechanical properties of material.

Temperature [°C]	0.2% proof stress $\sigma_{0.2}$ [MPa]	Tensile strength $\sigma_B$ [MPa]	Elongation $\delta$ [%]
R.T.	330	428	3.0
250	269	307	10

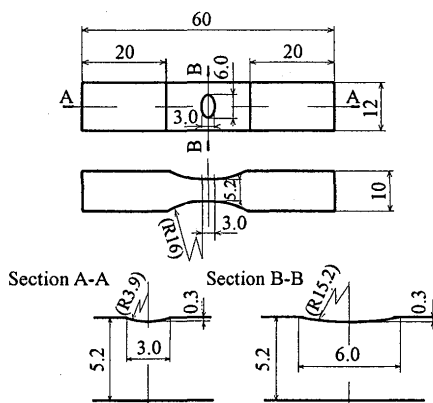


Fig. 2 Specimen configuration.

### 3 試験結果および考察

#### 3.1 S-N 曲線

Fig. 3 に各試験温度における S-N 曲線を示す。室温の値は、前報<sup>2)</sup>の結果である。図中白印はき裂発生寿命  $N_i$ 、黒印は破断寿命  $N_f$  を示している。なおき裂発生直後に確認されるき裂長さ  $2a$  は、荷重条件により 20 ~ 200 $\mu\text{m}$  の範囲に渡っている。そこで  $N_i$  は、便宜的に全ての荷重条件で  $2a$  が 200 $\mu\text{m}$  に達した時の繰返し数として定義した。一方破断寿命については  $2a$  が 1.0mm に達した時点とした。いずれの温度においても、疲労寿命のほとんどはき裂発生寿命で占められていることがわかる。また、温度の上昇とともに疲労強度が低下しているが、200℃と 250℃での強度差は小さい。比較的耐熱性が良いとされる鋳造アルミニウム合金 AC4CH を用いて著者の一人が行った回転曲げ疲労試験では、250℃での疲労強度は室温に比較すると 1/60 程度まで低下する。<sup>5)</sup> 本材の場合、250℃の有限寿命域における疲労強度は、室温の 1/5 ~ 1/10 程度であり、温度上昇による強度低下は一般のアルミニウム合金よりも小さいことがわかる。

#### 3.2 疲労き裂発生挙動

Fig. 4 に各温度におけるき裂発生数と  $\sigma_a$  の関係を示す。同一応力で複数の試験を行った場合もあるため、全ての試験結果をプロットしている。室温において低応力レベルでは切欠き底に一つのき裂が発生し、それが主き裂として進展するが、応力レベルが高い場合に複数発生する。また温度上昇とともにき裂発生数が増加する傾向が見られた。

室温、 $\sigma_a = 250\text{MPa}$  の試験におけるき裂発生起点近傍の破面写真を Fig. 5 に示す。粉末粒径程度の数十  $\mu\text{m}$  の凸部が観察される。また、対になる破面には対応する凹部が認められた。いずれの試験条件でもき裂発生起点の様相は同じであり、前報<sup>2)</sup>でも示したように応力レベルによらず原料粉末粒の界面がき裂発生起点となっていることがわかる。200℃、250℃におけるき裂発生起点近傍の破面をそれぞれ Figs. 6, 7 に示す。いずれの場合も室温と同様に、起点付近には数十  $\mu\text{m}$  の凸部があり、原料粉末粒の界面においてき裂が発生したことを示している。

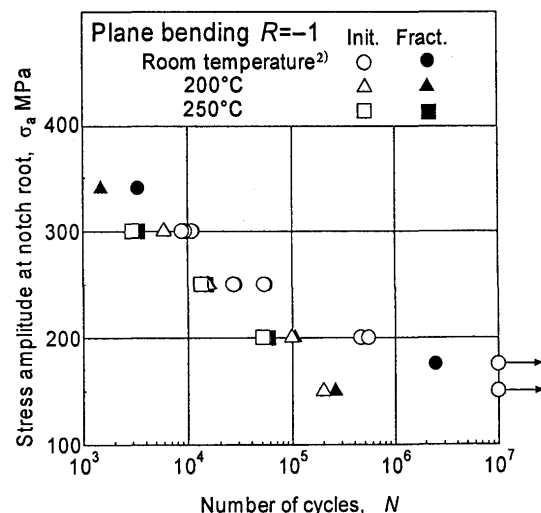


Fig. 3 S-N curves.

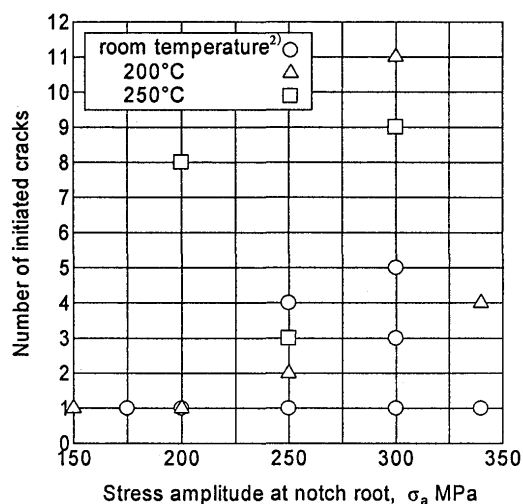


Fig. 4 Relationship between number of initiated cracks and stress amplitude.

以上のように、き裂発生機構に温度依存性は認められなかった。Fig. 3 で見られたように温度上昇とともに疲労強度は低下するが、これは温度の上昇により、原料粉末の界面圧着強度が低下したためと考えられる。

なお前述の AC4CH 材の場合、<sup>9)</sup>250°C では応力レベルによらず、すべりによって発生した無数のき裂が切欠き底で確認される。しかし本材の場合、高温でもき裂発生起点は原料粉末界面であり、すべりによるき裂発生は認められなかった。これは超微細化された結晶粒界により、すべりが抑制されたためと考えられる。

### 3・3 微小疲労き裂進展挙動

200°C,  $\sigma_a = 200\text{MPa}$  および 250°C,  $\sigma_a = 200\text{MPa}$  の試験における、微小疲労き裂進展挙動のレプリカによる連続観察結果をそれぞれ Figs. 8, 9 に示す。いずれの場合もき裂は微小な屈曲をともない、巨視的には荷重軸直角方向へと進展した。また、発生直後のき裂は直線的であるが、徐々に微視的な屈曲が増加する傾向が見られた。Fig. 4 で示したように、高温では複数のき裂発生が確認されたが、主き裂と微小き裂の顕著な合体は生じなかった。また室温での観察結果と比較し、き裂進展経路の凹凸が増加するなどの変化も認められなかった。

それぞれの試験条件における、巨視的な破面写真を Figs. 10, 11 に示す。破面においても、発生直後に比較的平坦な破面が、き裂進展とともに数十  $\mu\text{m}$  程度の凹凸が生じるようになる。すなわち前報<sup>2)</sup>の室温でのき裂進展挙動と同様に、原料粉末の粒界で発生したき裂は、き裂発生起点近傍では主に原料粉末粒内を進展するが、徐々に原料粉末粒界も進展するようになるために破面の凹凸が大きくなったと考えられ、き裂進展機構が遷移していることを示している。Figs. 12, 13 にレプリカによる連続観察から得られた、各試験条件でのき裂進展曲線を示す。250°C の場合、切欠き底に3つのき裂が発生しており、それぞれのき裂について進展曲線を得ている。主き裂以外のき裂も進展しているが、比較的離れた位置に発生しているためにき裂の合体等は生じておらず、Figs. 12, 13 ともになめらかなき裂進展曲線となっている。

AC4CH 材では、<sup>9)</sup>室温では表面近傍の鑄造欠陥を起点

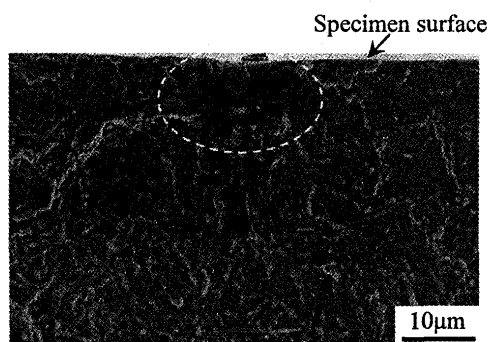


Fig. 5 Fracture surface near crack origin.  
(room temperature,  $\sigma_a = 250\text{MPa}$ )

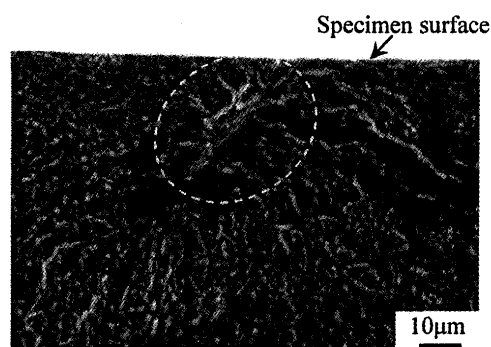


Fig. 6 Fracture surface near crack origin.  
(200°C,  $\sigma_a = 200\text{MPa}$ )

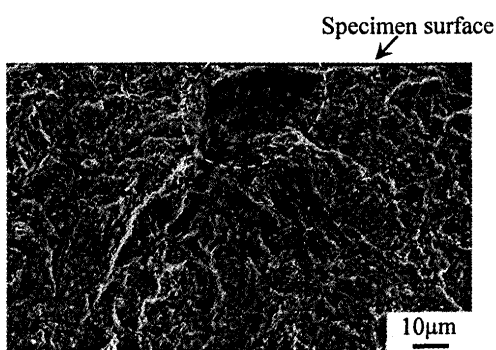


Fig. 7 Fracture surface near crack origin.  
(250°C,  $\sigma_a = 200\text{MPa}$ )

として疲労き裂が発生するが、温度上昇とともにすべりによってもき裂が発生するようになる。また高温ではき裂の合体が頻繁に発生し、共晶 Si に沿ったき裂進展が生じるようになるなど、き裂発生機構や進展機構が温度上昇により変化する。これに対して本材は、き裂発生数に若干の違いがあるものの、き裂発生機構、進展機構ともに顕著な温度依存性は認められなかった。

### 3・4 き裂進展速度

き裂進展曲線から求められる各温度のき裂進展速度と最大応力拡大係数  $K_{\max}$  の関係を Fig. 14 に示す。ここで  $K_{\max}$  は、Newman-Raju の式<sup>6)</sup>により求めた。なおき裂のアスペクト比は、巨視的破面より 200°C で 0.83, 250°C で 0.88 として  $K_{\max}$  を算出した。 $\sigma_a = 200\text{MPa}$  で行った試験の結果を示しているが、温度の上昇とともにき裂進展速度が高速となる傾向がある。しかし 200°C と 250°C の

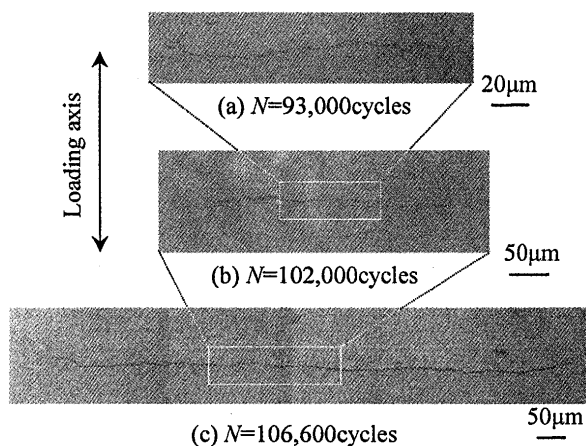


Fig. 8 Observation of crack growth behavior.  
(200°C,  $\sigma_a = 200\text{MPa}$ )

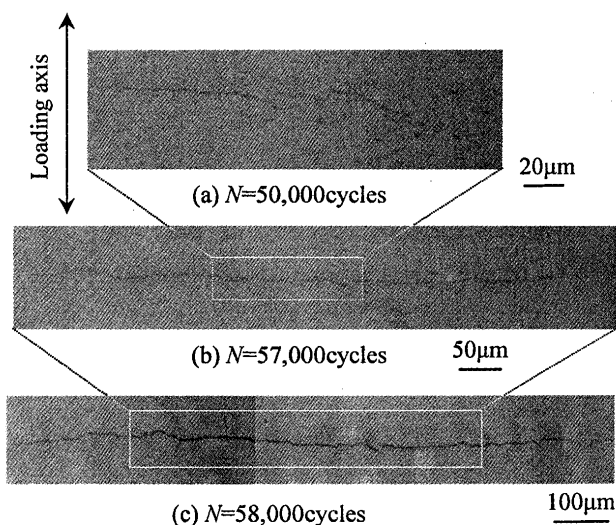


Fig. 9 Observation of crack growth behavior.  
(250°C,  $\sigma_a = 200\text{MPa}$ )

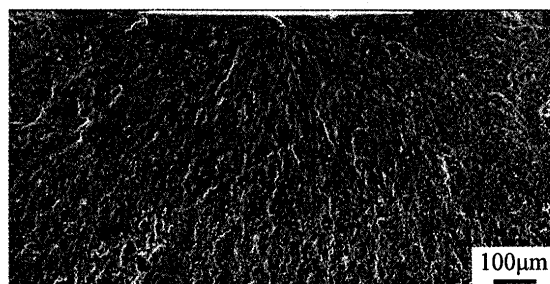


Fig. 10 Fracture surface. (200°C,  $\sigma_a = 200\text{MPa}$ )

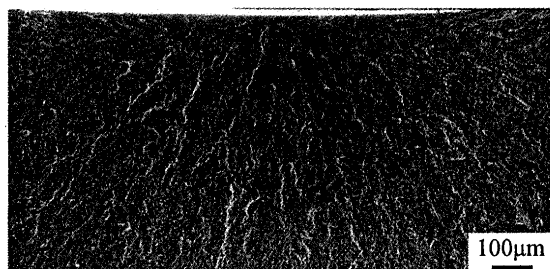


Fig. 11 Fracture surface. (250°C,  $\sigma_a = 200\text{MPa}$ )

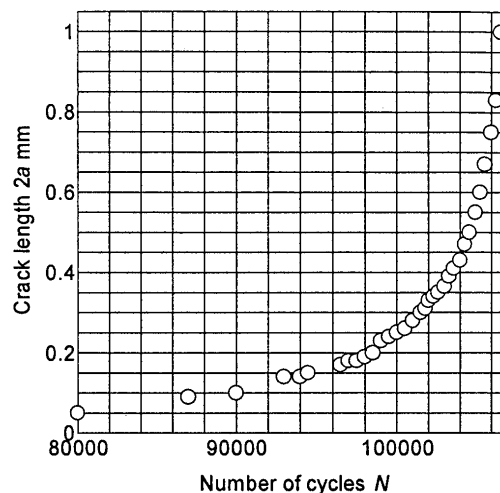


Fig. 12 Crack growth curve. (200°C,  $\sigma_a = 200\text{MPa}$ )

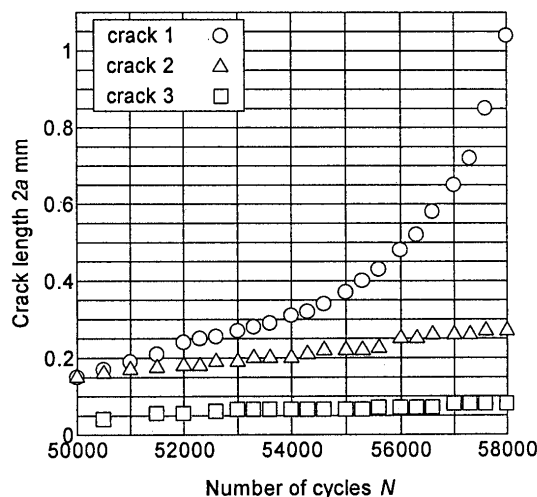


Fig. 13 Crack growth curves. (250°C,  $\sigma_a = 200\text{MPa}$ )

差は小さく、特に高  $K_{\max}$  域ではほぼ一致している。AC4CH 材の 250°C における微小疲労き裂進展速度<sup>5)</sup>は、室温に比べて 1 オーダほど高速となる。したがって、本材のき裂進展抵抗の温度依存性は非常に小さいことがわかる。

本材の室温、200°C、250°C における縦弾性係数  $E$  は、材料供給元によってそれぞれ 90GPa、81GPa、78GPa と測定されている。そこで  $K_{\max}$  を各温度での  $E$  で正規化した値とき裂進展速度の関係を Fig. 15 に示す。室温を含め、各温度でのき裂進展速度は一致する傾向にある。レプリカ観察や破面観察から得られた微小き裂進展様相にも、顕著な温度依存性が認められなかったことから、各温度でのき裂進展速度の相違は主に縦弾性係数の違いによるものである。例えば鋳造アルミニウム合金 AC8A では、室温、250°C における縦弾性係数  $E$  はそれぞれ 74GPa、54GPa であり、<sup>7)</sup>温度上昇により  $E$  値は約 27% 低下する。これに対して本材の  $E$  値の低下は、約 13% にとどまっており、結果としてき裂進展速度の温度依存性が小さくなったと考えられる。

以上のように本材は、温度上昇による強度や剛性低下が従来材よりも小さく、き裂進展速度の温度依存性も小

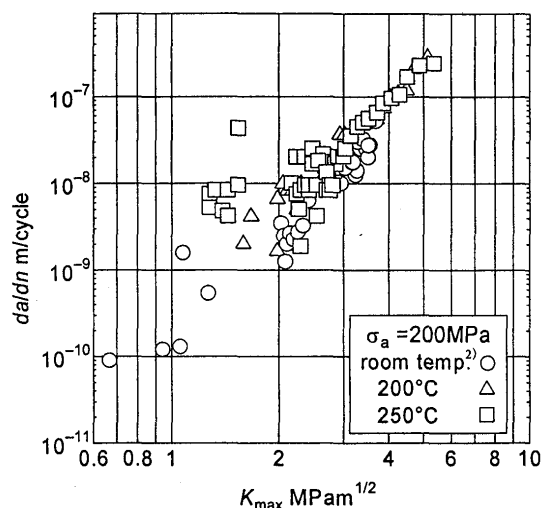


Fig. 14 Relationship between  $da/dn$  and  $K_{\max}$ .  
( $\sigma_a = 200\text{MPa}$ )

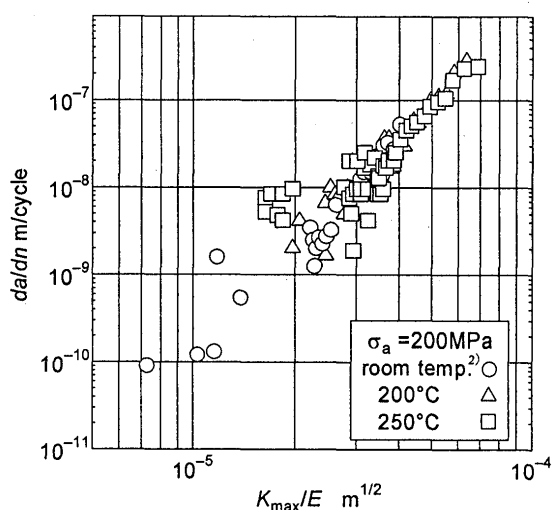


Fig. 15 Relationship between  $da/dn$  and  $K_{\max}/E$ .  
( $\sigma_a = 200\text{MPa}$ )

さい。すなわち、高温環境下における利用に適しているが、これは結晶粒が超微細化されているのみでなく、本材は希土類金属や遷移金属のように、アルミニウム中での拡散係数が小さな元素が添加されており、それによって形成されるAlとの金属間化合物の耐熱性が良好なため<sup>4)</sup>と考えられる。

前報<sup>2)</sup>では、室温における長いき裂と微小き裂の進展特性を比較し、微小き裂の進展速度は長いき裂よりも高速であること、長いき裂の下限界値以下においても微小き裂は進展することを報告した。本材の場合、微小き裂の進展挙動や進展速度の温度依存性が非常に小さいため、高温でも室温と同様な結果が得られることが予想されるが、高温での長いき裂の進展特性評価は行っておらず、詳細については今後の検討課題である。

#### 4 結 言

超微細結晶粒 P/M アルミニウム合金を用いて室温、200°C、250°Cの高温下で平面曲げ試験を行い、微小疲労き裂の発生と初期進展挙動について検討した。以下に得られた結論を示す。

(1) S-N曲線において、温度上昇とともに疲労強度は低下するが、従来のアルミニウム合金と比較して低下の割合は小さい。

(2) き裂発生機構に温度依存性は認められず、全ての条件で結合力の弱い粉末粒界面でき裂が発生する。温度上昇とともに粉末粒界面の圧着強度が低下して、疲労強度が低下したと考えられる。

(3)  $da/dn$ - $K_{\max}$  関係では、低  $K_{\max}$  域では高温ほどき裂進展速度は高速となるが、その温度依存性は従来の溶製アルミニウム合金に比較して小さい。 $K_{\max}$  を各温度での  $E$  で正規化するときき裂進展速度はほぼ一致すること、き裂進展機構が室温とほぼ同様であることから、温度上昇による  $E$  の低下がき裂進展抵抗の減少を引き起こしたと結論づけられる。本材の温度上昇による  $E$  の低下は従来材に比べて小さく、高温環境下での使用に適していることが明らかとなった。

本研究の遂行に当たり、住友電気工業(株)より素材をご提供いただいた。また本研究は、科学研究費補助金(基盤研究(B) 15360056)の補助を受けた。ここに記して謝意を表す。

#### 参 考 文 献

- 1) J. Z. Zhang, J. Z. Zhang and Z. X. Meng, "Direct high resolution in situ SEM observations of very small fatigue crack growth in the ultra-fine grain aluminium alloy IN 9052", Scripta Materialia, Vol.50, No.6, pp.825-828 (2004).
- 2) A. Sugeta, Y. Uematsu, S. Nakamura, M. Yasuda and M. Jono, "Initiation and Growth Behavior of Small Fatigue Cracks in Ultra Fine-grained P/M Aluminum Alloys", Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol.53, No.5, pp.526-531 (2004).
- 3) A. Sugeta, Y. Uematsu, T. Kumegawa and M. Jono, "Fatigue Crack Growth Behavior in Ultra-fine Grained P/M Aluminum Alloy under Repeated Two-step Variable Amplitude Load Sequences", Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol.54, No.7, pp.754-760 (2005).
- 4) T. Kaji, H. Hattori, M. Hashikura, T. Tokuoka, T. Takikawa, A. Yamakawa and Y. Takeda, "Development of Tough and Heat-resistant Nanostructured Aluminum Alloys", Sumitomo Electric Technical Review, Vol.157, pp.95-100 (2000).
- 5) Y. Uematsu, K. Tokaji and N. Hasegawa, "Effect of Test Temperature on Fatigue Behaviour in AC4CH Cast Aluminium Alloy", Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol.55, No.2, pp.199-204 (2006).
- 6) J. C. Newman, Jr. and I. S. Raju, "Stress-intensity factor equations for cracks in three-dimensional finite bodies", pp.I238-I265 (1983) American society for testing and materials special technical publication 791.
- 7) M. Okazaki, T. Hagino and J. Mizutani, "Small fatigue crack initiation and propagation in particulate reinforced and whisker reinforced aluminum base composites at high temperatures", Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol.44, No.496, pp.59-64 (1995).