

湿度制御環境下におけるマグネシウム合金 AZ61 の 疲労き裂進展挙動と水素拡散域の可視化

岐阜大学 ○植松美彦 岐阜大学 柿内利文 豊田高専 中島正貴 住軽金 宮崎 悟

Fatigue Crack Propagation Behavior of AZ61 Magnesium Alloy under Controlled Humidity and Visualization of Hydrogen Diffusion Area

Yoshihiko UEMATSU, Toshifumi KAKIUCHI, Masaki NAKAJIMA and Satoru MIYAZAKI

1 緒 言

近年、限られた資源の有効利用や環境保全の観点から、省資源・省エネルギーの推進が高まる中、軽量でリサイクル性が良好なマグネシウム (Mg) 合金が注目されている。しかし Mg 合金は化学的に活性で、水中や塩水中のような腐食環境中はもとより、大気中の湿度によっても腐食挙動を示すことが問題となる。構造材料としての使用を考慮すると、このような環境中での使用は避けられず、疲労き裂進展 (FCP) に対する湿度の影響を把握することが重要である。また、Mg 合金の湿度中における FCP 挙動には、水素ぜい化が影響を及ぼすと考えられる。そこで本研究では、Mg 合金 AZ61 の T5 処理材を用いて異なる湿度環境中で FCP 試験を行い、FCP 挙動を検討するとともに、水素マイクロプリント法による水素拡散域の可視化を試みた。

2 実験方法

2.1 供試材 供試材は Mg 合金 AZ61 押出材である。その化学組成 (wt. %) は、Al: 6, Zn: 0.67, Mn: 0.34, Si: 0.01, Cu: 0.002, Ni: 0.002, Fe: 0.004, Mg: bal. である。納入材に対し、水素感受性が高いとされる β 相 ($Mg_{17}Al_{12}$) を析出させ、各環境の差を明確にする目的で、170°C、42h の T5 時効処理を施した。時効後の機械的性質は、縦弾性係数 E : 39GPa, 0.2%耐力 $\sigma_{0.2}$: 190MPa, 引張り強さ σ_B : 330MPa, 伸び δ : 15%, ビッカース硬さ: 70HV である。

2.2 実験方法 FCP 試験は、ASTM E647 に準拠した幅 50.8mm, 厚さ 6mm の CT 試験片を用い、容量 19.6kN の電気油圧サーボ式疲労試験機にて行った。切欠き底から約 2mm の予き裂を導入後、応力比 $R=0.05$, 繰返し速度 $f=10$ Hz で応力拡大係数範囲 ΔK 漸増および漸減試験を行った。試験環境は温度 25°C 一定とし、85%R.H. および 30%R.H. に湿度の制御を行った。湿度制御には Espec 社製のユニット型温湿度供給装置 ASE-110 を用いた。比較として、乾燥空気中および蒸留水中においても試験を行った。また、き裂先端での水素拡散域を可視化するために水素マイクロプリント法を適用した。き裂長さおよびき裂開閉口挙動の測定にはそれぞれ読取り顕微鏡と背面ひずみゲージ法を用いた。

3 実験結果

3.1 FCP 挙動 Fig.1 に各環境中における FCP 速度 da/dN と ΔK との関係を示す。他の Mg 合金の FCP 挙動でも報告されているように、中間速度域で $da/dN-\Delta K$ 関係に折れ曲がり存在するが、乾燥空気中での折れ曲が

りが最も顕著である。30%R.H., 85%R.H. および水環境中の FCP 速度はほぼ同程度となり、乾燥空気中と比較して高速となった。また乾燥空気中との速度差は、 $\Delta K=1.4\sim 5\text{MPa}\sqrt{\text{m}}^{1/2}$ の中間 ΔK 領域で最も大きい。

Fig.2 に K_{op}/K_{max} と K_{max} の関係を示す。開口点は純水環境中で若干低くなったが、環境による顕著な相違は見られない。これは、純水環境中でも腐食生成物誘起のき裂開口がほとんど生じていない事を示唆している。また、き裂開閉口挙動の影響を考慮した $da/dN-\Delta K_{eff}$ 関係を Fig.3 に示すが、 $da/dN-\Delta K$ 関係と同様に 30%R.H., 85%R.H. および水環境中の FCP 速度はほぼ同等であり、また特に中間速度域で、乾燥空気中よりも高速となった。

3.2 破面様相 各環境中における下限界近傍の破面様相を Fig.4 に示す。乾燥空気および 30%R.H. 中の破面に明確な相違は認められず、平坦なファセットを伴う破面であった。水環境中の破面では腐食した様相が見られ、また巨視的な破面観察では 85%R.H. 環境でも、破面の変色が認められた。

3.3 水素マイクロプリント 乾燥空気中、30%R.H. および 85%R.H. 中において水素マイクロプリント法を適用し、き裂経路上の水素拡散域を可視化した。湿潤環境中における、 $\Delta K \approx 3\text{MPa}\sqrt{\text{m}}^{1/2}$ での SEM によるき裂経路観察例を Fig.5 に示す。図中、白い粒が表面上に分布する領域は、乳剤中の酸化銀が水素と反応して銀となり析出した領域であり、水素拡散域と考えられる。同図より、水素拡

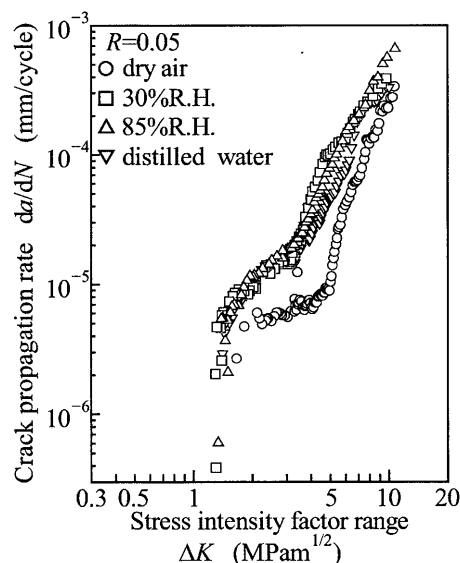


Fig. 1 Relationship between da/dN and ΔK .

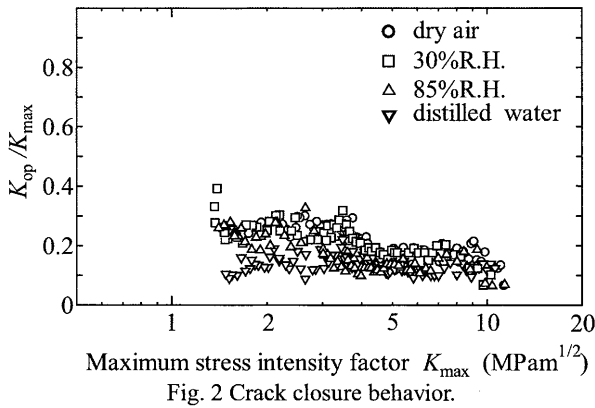


Fig. 2 Crack closure behavior.

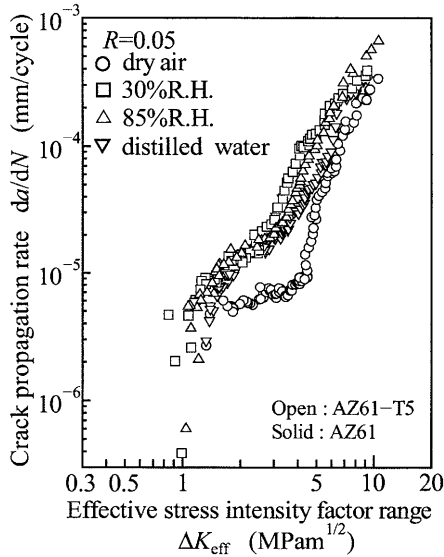


Fig. 3 Relationship between da/dN and ΔK_{eff} .

散域はき裂のウェイクに広がっており、湿度が高いほど、拡散域が大きくなる事がわかる。なお、乾燥空気中では水素拡散域は認められず、水素の発生が湿潤環境に起因することを示している。比較として、AZ61 の納入材と AZ31 についても 85%R.H. 中で水素マイクロプリント法を適用した結果を Fig.6 に示す。いずれの水素拡散域も Fig.5 と同程度であり、熱処理や合金元素が水素拡散域の大きさに及ぼす影響は小さい。

4 考 察

da/dN - ΔK 関係と da/dN - ΔK_{eff} 関係はほぼ同様の傾向を示すが、これは腐食環境が湿潤空気および純水であり、腐食性が低いために腐食生成物誘起のき裂閉口が生じなかったためである。しかし、き裂開閉口を考慮した場合でも乾燥空気中と比較して湿潤環境での da/dN が高速であり、湿潤環境による加速効果が存在する事を示している。Fig.5 より、水素拡散域は乾燥空気中では認められず、湿度の上昇とともに拡大した。水素の発生は、湿潤環境によるアノード溶解に起因する事から、湿度が上昇するにつれ、き裂先端でのアノード溶解と水素吸収が増大する事を示唆している。すなわちアノード溶解と水素ぜい化が、湿潤環境での加速要因と考えられる。しかしながらアノード溶解の程度が小さい 30%R.H. と、大きい 85%R.H. および水環境中の FCP 速度に明瞭な差は認めら

れないことから、加速の主因は水素ぜい化と思われる。水素拡散量が合金系や熱処理によらない事、AZ31 や AZ61 の納入材でも、湿潤環境と純水中での FCP 速度に相違がない事などから、Mg 合金は水素ぜい化に対して敏感であり、少量の水素が拡散するだけで FCP 速度の加速を引き起こすには十分であるが、同時に水素の影響が飽和するのも早いから、湿度上昇の影響が明瞭には認められなかったと考えられる。

4 結 言

本研究では、制御湿度環境中で Mg 合金の FCP 試験を行った。その結果、湿潤環境中の FCP 速度は乾燥空気中よりも高速となるが、湿度上昇によるさらなる加速は生じなかった。乾燥空気中との大きな違いは、き裂先端での水素拡散域の有無であり、加速の主因は水素ぜい化と考えられる。(参考文献省略)

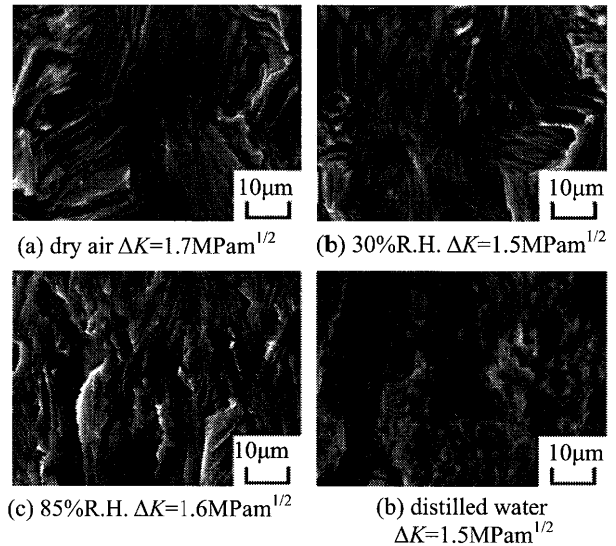


Fig. 4 SEM micrographs showing fracture surfaces.

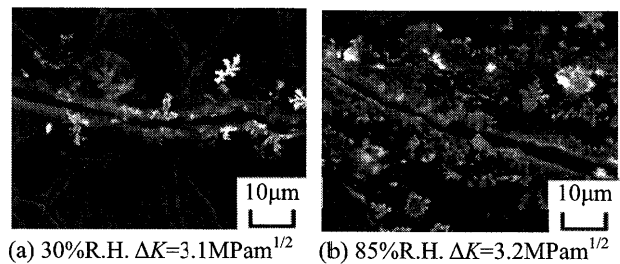


Fig.5 Hydrogen microprint images on fatigue crack in various environment.

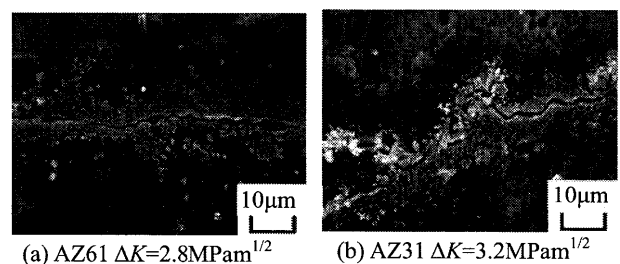


Fig.6 Hydrogen microprint images on fatigue crack in 85%R.H.