

高強度アルミニウム合金における
腐食疲労ピットおよびき裂の発生と成長の観察
Observations of Corrosion Pits and Cracks in Corrosion Fatigue

中井 善一^a, 塩澤 大輝^a

Yoshikazu Nakai^a, Daiki Shiozawa^a

^a 神戸大学大学院工学研究科

^a Kobe University, Graduate School of Engineering

高強度アルミニウム合金 7075-T651 における腐食疲労ピットおよびき裂の形状およびその発生と成長の観察を行った。SPring-8 で疲労試験を行うことが可能な可搬型疲労試験機および取付けたまま測定が可能な腐食槽を開発した。実験の結果、腐食ピットは表面の介在物から形成され、不動態皮膜の下に存在する場合がある様子が見られた。また、腐食ピットの底において圧延方向に伸びた腐食領域が観察された。この腐食領域は介在物または結晶粒界の影響によるものであると考えられる。

キーワード：放射光イメージング、高強度アルミニウム合金、腐食疲労

【背景と研究目的】

高強度アルミニウム合金は、優れた比強度のために、航空機や自動車のような輸送機器に多く使用されているが、塩化物イオンが存在する環境下で、電気化学的作用と力学的作用の相互作用により強度が著しく低下することが知られている。特に腐食疲労では、腐食ピットが生成した後、ピット底からき裂が発生し破壊に至ることが多い。そのため、著者ら¹⁾は、AFMを用いて、この腐食ピットの形状および成長挙動を観察してきた。AFM観察は、すべり帯のような微細な表面の凹凸の測定には有効であった²⁾が、数 μm 程度以上の凹凸を観察することは不可能であり、腐食ピットの観察には限界があった。一方、Weiら³⁾は、エポキシ樹脂によって腐食ピットのレプリカを作成して、それをSEMによって観察した結果、腐食ピットは複雑な三次元形状をしていることを明らかにしている。そこで、本研究では、高輝度放射光の μCT イメージングを用いて、高強度アルミニウム合金における腐食ピットの観察を行った。

【実験】

本研究で用いた材料は、高強度アルミニウム合金 7075-T651 である。この化学成分および力学的性質を Table 1 および Table 2 に示す。2008A 期に使用した材料の納入時の寸法・形状は直径 10mm の棒材であった。試験片の形状を Fig. 1 に示す。

CT 観察はビームライン BL19B2 の第 1 ハッチにて、X 線エネルギー 28keV、積算時間 10 秒、回転角度 0.5deg ステップ (透過像 330 枚)、試料-カメラ間距離 150mm の条件で行った。検出器としてビームモニタ (BM3) および CCD カメラ (C4880-41S) を用いた。透過像の 1pixel あたりの寸法は約 0.7 μm である。可搬型疲労試験装置をビームラインハッチ側に設置して腐食疲労試験を行い、既定繰返し数に達するごとに試験を中断して CT 撮影を行った。2007B 期課題実験では負荷形式は曲げモーメントであったのに対し、2008A では軸力とした。また、き裂を開口させき裂形状の観察を容易にするために、CT 撮影中に試験片に引張負荷を与えた。

腐食溶液は 3%食塩水とした。腐食疲労過程のその場観察を行うためにシリコンチューブおよび熱収縮チューブを用いて Figs. 2 および 3 に示す 3 種類の腐食槽を作製し、その形状が CT 像に及ぼす影響を検討した。

Table 1 Chemical composition of 7075-T651 (mass%)

Si	Fe	Mn	Mg	Zn	Ti	Cr	Cu	Al
0.09	0.24	0.07	2.4	5.7	0.01	0.20	1.5	bal.

Table 2 Mechanical properties of materials

0.2% proof stress (MPa)	Tensile strength (MPa)	Elongation (%)
575	609	12

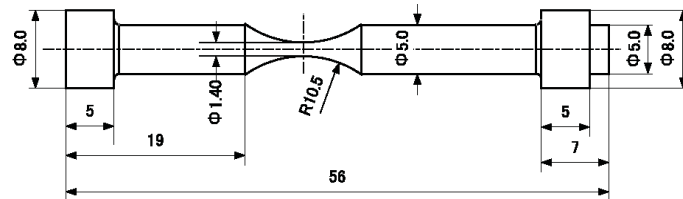


Fig. 1 Shape and dimensions of specimens (in mm)

【結果および考察】

(1) 腐食槽形状の影響

腐食槽のCT像への影響を調べた結果を Fig. 4 に示す. (a)より, Type I の腐食槽を取付けた場合, 再構成像全体を横切るアーティファクトが現れていることが分かる. CT像を再構成する場合, 腐食槽を含めた試料の全幅が撮影領域 (幅 5.5mm) に入る必要があるが, Type I の場合, 腐食槽の幅はそれよりも大きく, 中央部のみが撮影領域内に入る. このような場合でも, 腐食槽の撮影領域内に入っている部分が均一であればほとんど問題はないが, Type I の場合, 回転角度によって X 線透過厚さが異なっているだけでなく, Fig. 2(a)右図に示した場合のように, 回転角度によっては撮影領域内にシリコンチューブが入らない場合もあり, その前後でシリコンチューブの透過厚さが不連続に変化する. このことがアーティファクト発生の原因であると考えられる. Type II の場合, 試験片の外側にアーティファクトが見られるが, 試験片内部のアーティファクトは, 腐食槽を着けずに測定した(c)と, ほとんど異ならない. Type II の場合も, 腐食槽は中央部しか撮影領域内に入らないが, 回転方向に対して腐食槽は滑らかな形状であり, また, 全ての回転角に対してほぼ同一の透過厚さになっている. したがって, 腐食槽による X 線吸収量はほぼ一定である. この場合も, 再構成された試料内部各点における線吸収係数の値そのものは真の値ではないが, 測定された値と真の値との差は断面内ではほぼ一定であるため, 線吸収係数の分布像にアーティファクトがほとんど現れなかったものと考えられる. Type III を用いた場合には, 試料が回転した場合でも透過像に写る腐食槽がほぼ均一となるため, 腐食槽によるアーティファクトはほとんど見られない.

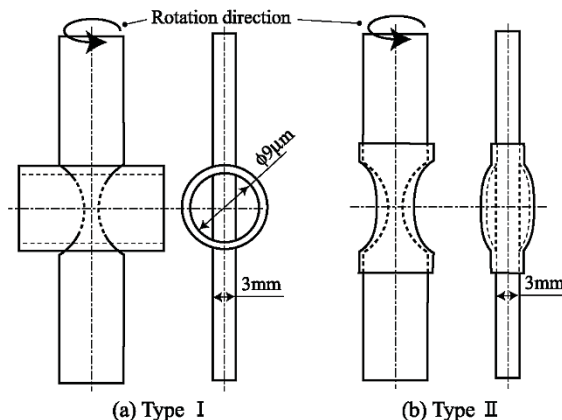


Fig. 2 Corrosion cell for 2007B

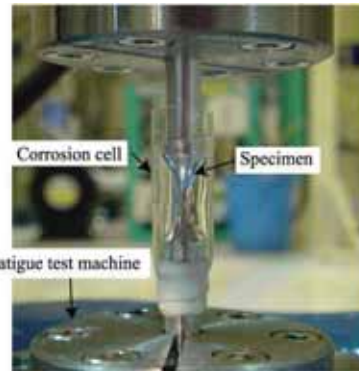


Fig. 3 Type III corrosion cell for 2008A

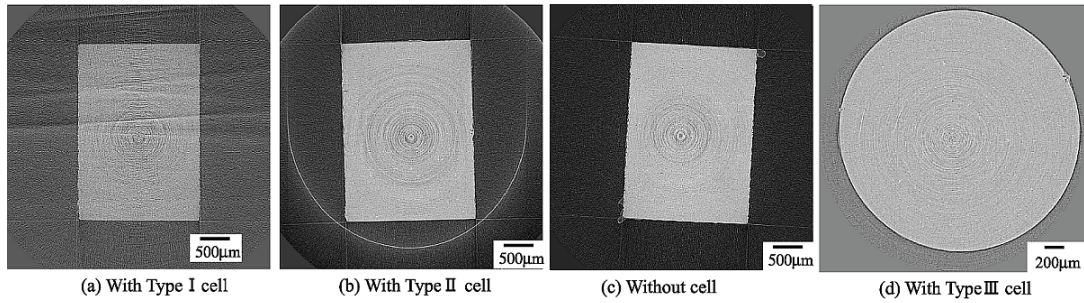


Fig. 4 Effect of corrosion cell on CT imaging

(2) 腐食ピットの観察

2008A期実験では2007B期実験で使用した試験片よりも試験片断面積を小さくすることによって分解能を高くし、腐食ピットの詳細な観察を行った。応力振幅 $\sigma_a=115\text{MPa}$ 、負荷繰り返し数 $N=4.9 \times 10^5 \text{cycles}$ におけるCT像の例をFig. 5に示す。Fig. 5(a)において、試験片長手方向（圧延方向）に細長く伸びた黒い像が見られる。これは介在物-母材界面あるいは結晶粒界の腐食によるものと考えられる。なお、この像は腐食ピットよりも大きい、表面では観察されない。Fig. 6にこのピットの3D像を示した。

このような腐食ピットの形状は、Weiらによってレプリカ法で観察された結果と類似である³⁾。Fig. 5よりも1回前 ($N=3.8 \times 10^5 \text{cycles}$) のCT撮影結果では、腐食ピットは観察されたが、圧延方向に長い形状の像は観察されなかった。また、Fig. 5(b)より、腐食ピット発生部の表面は、盛り上がっていることが分かる。

腐食ピットの他の例をFig. 7に示した。この場合も、Fig. 5の場合よりも長さは短い、ピット底に圧延方向に長い形状の像が認められる。なお、この場合、腐食ピットが発生した位置における表面の盛り上がりが顕著であり、表面観察では、腐食ピットは見られない。このような盛り上がりは、マルテンサイト系ステンレス鋼のAFM観察においても認められている¹⁾。以上より、腐食ピットの生成・成長メカニズムとして、以下のように考えられる。まず、試験片表面の介在物周辺で腐食ピットが発生し、成長する。試験片内部において、圧延方向に伸びた介在物あるいは結晶粒界がある場合、腐食ピット底で介在物または結晶粒界に沿って腐食が進行する。このため、腐食ピットは複雑な形状となる。表面で観察されるよりも内部で腐食が進行している場合、腐食ピットの成長と、ピットからのき裂発生に関して、表面観察のみによる議論は、十分でない場合があるものと考えられる。

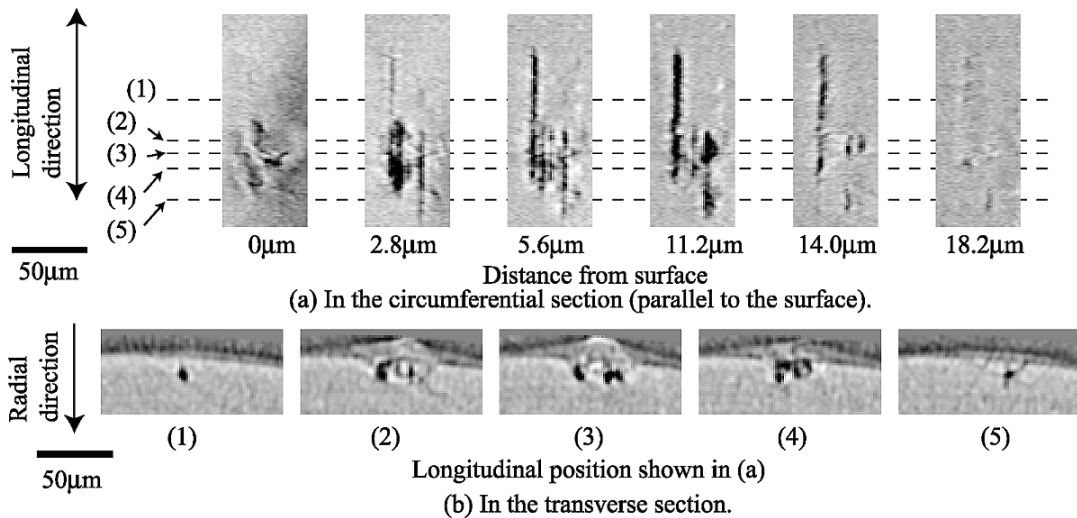


Fig. 5 CT images ($\sigma_a=115\text{MPa}$, $N=4.9 \times 10^5 \text{cycles}$)



Fig. 6 3D image of inclusions
 $(\sigma_a=115\text{MPa}, N=4.9\times 10^5 \text{ cycles})$

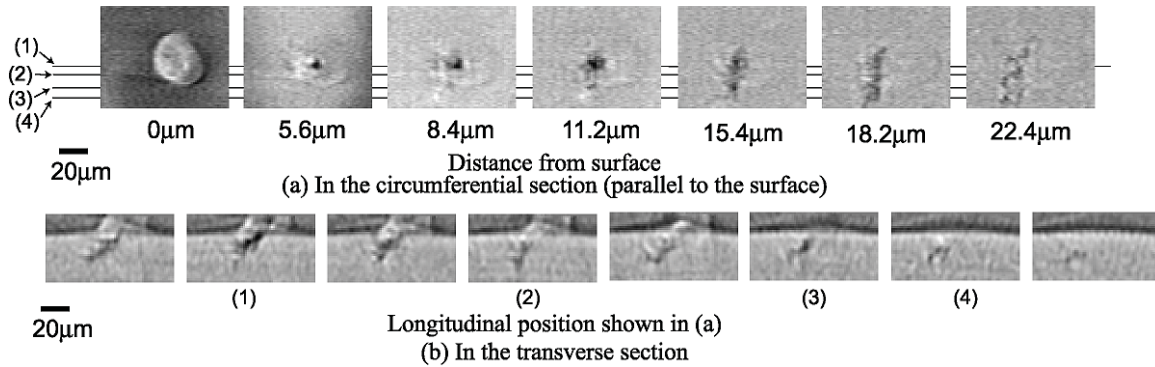


Fig. 7 CT images of corrosion pit $(\sigma_a=115\text{MPa}, N=4.9\times 10^5 \text{ cycles})$

【今後の課題】

2008A 期実験では、高分解能な CT イメージングにより内部で進行する腐食過程を観察することにより、介在物およびその分布と腐食ピットの成長との関連性について新たな知見が得られた。今回のビームタイム内では、腐食の進行が予想よりも遅く腐食ピットからのき裂発生を観察することができなかった。今後実験を進め、介在物の分布やピットの形状、大きさが疲労寿命および強度に与える影響などについて検討する予定である。

【参考文献】

- 1) Y. Nakai, S. Fujiwara, T. Ogawa, and Y. Shimizu, Mat. Sci. Res.Int., STP 1, 101 (2001).
- 2) Y. Nakai, T. Kusakawa, and N. Hayashi, ASTM STP 1406, 122(2001).
- 3) R.P. Wei and D. G.. Harlow, Proc. Fatigue 99, 2197 (1999).