

微細粒のくさび効果による疲労き裂進展抑制

正員 高橋 一比古* 正員 高橋 千 織*
古 谷 典 子*

Restraint of fatigue crack propagation by wedge effect of fine particles

by Ichihiko Takahashi*, *Member* Chiori Takahashi*, *Member*
Noriyuki Kotani*

Summary

Restraint of fatigue crack propagation by wedge effect of some fine particles was examined on a JIS A 5083 P-O Al-Mg alloy.

For a fatigue test, a 5 mm thick plate specimen with a central EDM notch was used. As the fine particles to be wedged into fatigue cracks, three kinds of particles were prepared, namely, magnetic particles and two kinds of alumina particles of which the mean particle sizes were $47.3\ \mu\text{m}$ and $15.2\ \mu\text{m}$. Before the fatigue tests, particles of each kind were suspended in an oil, and the suspension was spread on the specimen surface covering the notch part. Fatigue tests were performed by a servo-hydraulic type fatigue tester with a test frequency of 2 Hz and a load ratio of $R=0$.

First a control fatigue test was done by spreading only the oil on the specimen surface, and it was proved that the wedge effect of the oil itself is negligible. The alumina particles of large size were also not effective to restrain the crack propagation, because the suspension is difficult to be made due to the large particle size and the particles cannot be sent to the crack tip properly.

On the other hand, both of the magnetic particles and the alumina particles of small size had evident effects to restrain the crack propagation, especially in the case of the alumina particles the failure lives were extended by the range from 4×10^5 to 7×10^5 cycles. From some crack propagation plots, it was found that the restraint of crack propagation by the particles occurs mainly in the very early stage of crack propagation and the restraint effects become weak when the fatigue crack length exceeds approximately 3 mm.

After the fatigue tests, some macro- and microfractographic analyses were performed using a CCD microscope, a SEM and an EPMA, in order to examine the mechanism of fatigue crack restraint by the wedge effects of the fine particles. From those analyses, it was reasoned that the fine alumina particles wedged into a fatigue crack are subjected to cyclic pressures from the crack surfaces, crushed up into finer particles, and then form a kind of alumina coating (in the vicinity of the notch root) which prevents the free crack closure as a wedge.

1. は じ め に

遠藤ら¹⁾は、ライニングしたホワイトメタルの疲労試験

* 運輸省船舶技術研究所
Ship Research Institute

原稿受理 平成 10 年 7 月 9 日
秋季講演会において講演 平成 10 年 11 月 12, 13 日

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。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 (ΔK_{eff}) によって支配されるため (厳密には、 ΔK_{eff} よりも ΔK_{RP} の方が適しているという報告²⁾もあるが、ここでは一般論にとどめる)、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ことにより、有効応力拡大係数範囲 ΔK_{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ことが明らかとなっている³⁾。

本研究は、微細粒（磁粉およびアルミナ粒子）を含んだ油が疲労き裂内に侵入した場合、き裂先端に輸送された微細粒によるくさび効果が、疲労き裂の進展に対してどのような影響を及ぼすのかを実験的に検討したものであり、主なねらいは次の2点である。

- ・油環境中に種々の微細粒（不純物、摩擦磨耗粉等）が混入するような場合の疲労き裂進展挙動に関する基礎的な知見を得ること。
- ・疲労き裂の発生を検知し、その先端部に微細粒を送り込み、くさび効果を積極的に利用してき裂の進展を抑制するような、一種のスマートペーストを創出する可能性を模索すること。

2. 実 験

2.1 供試材および試験片

疲労き裂伝播試験片に用いた供試材は板厚 5 mm の Al-Mg 合金 A5083P-O 材（日本軽金属製）であり、ミルシ

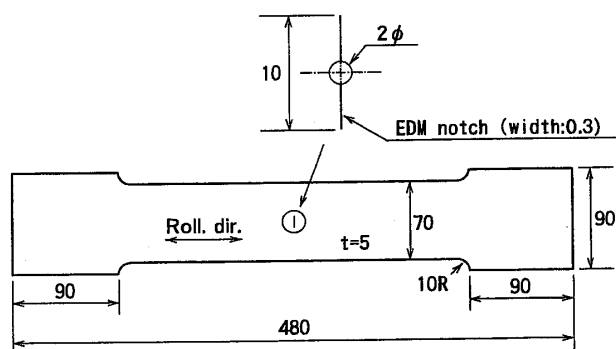
Table 1 Chemical composition of A 5083 P-O

Composition	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti
Weight %	0.13	0.25	0.03	0.61	4.52	0.11	0.02	0.02

Al Balance

Table 2 Mechanical properties of A 5083 P-O

Tensile Strength (MPa)	0.2% Proof Stress (MPa)	Elongation (%)
314	179	25



Dimensions in mm.

Fig.1 Specimen design

ートによる化学成分および機械的性質を Table 1, 2 に示す。

試験片の形状・寸法は Fig.1 に示す通りで、試験片中

Table 3 Particle property of alumina

Type	Composition	Apparent density (g/cm ³)	Mean particle size D(50%) (μm)
L	Al ₂ O ₃	1.6	47.3
S	Al ₂ O ₃	1.2	15.2

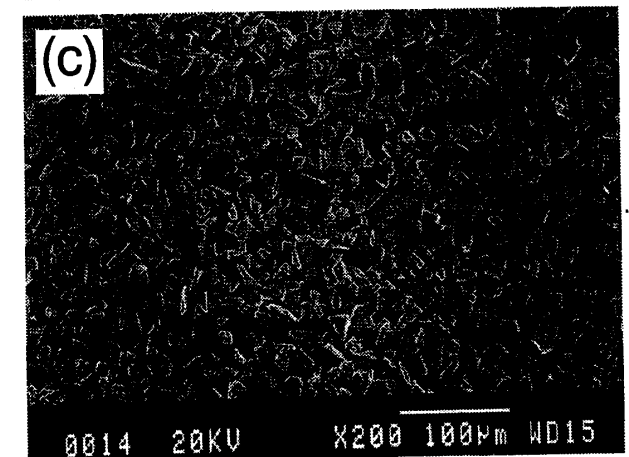
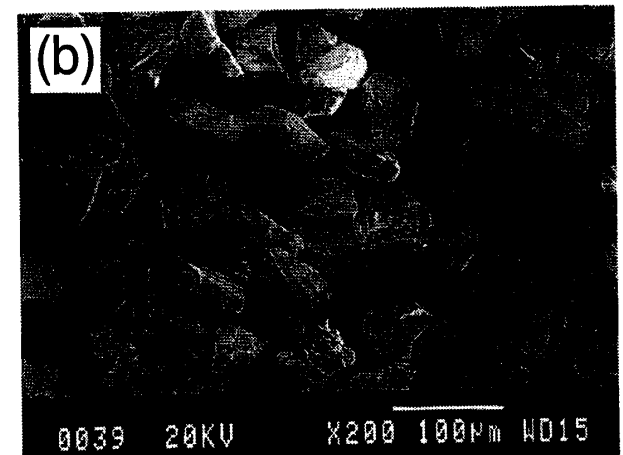


Photo 1 SEM images of (a) magnetic particles, (b) alumina particles of type L (47.3 μm) and (c) alumina particles of type S (15.2 μm)

中央に長さ 10 mm の人工切欠きを放電加工した。

2.2 微細粒ペースト

微細粒としては、磁粉探傷用の磁粉（乾式灰色、太陽物産）および粒度分布の異なる 2 種類のアルミナ粒子（パウレックス製）を用い、これを油で溶いて液垂れしない程度のペースト状にし、試験片の切欠き部および予想されるき裂進展経路に塗布した。Table 3 に 2 種類のアルミナ粒子の特性を、また Photo 1 に磁粉およびアルミナ粒子の走査電子顕微鏡写真を示す。ふるいを用いて粒径をある程度そろえてあるアルミナ粒子に比べ、磁粉の粒径は数 μm から 100 μm 程度にわたって幅広く分布している。

一方、粉末を溶く油としては、比較的粘性の小さい市販の食用サラダ油（日清製油製）を用いた。本研究における疲労試験の繰り返し周波数は 2 Hz であり、文献 1) に見られるような油自体のくさび効果は小さいと予想されたが、これについては別途検証試験を行った。

2.3 疲労試験

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 $R=0$ の完全片振り荷重制御で行った。荷重波形は正弦波とし、制御信号の発生および荷重データのサンプリングには 32 ビット CPU（クロック周波数 133 MHz）のパーソナルコンピュータを用い、サンプリング周波数は 200 Hz とした。

なお、試験片破断後の疲労破面からき裂進展量を求めるため、適当な繰り返し数間隔で最小荷重を最大荷重の 3/4 に保持したまま 1 万回繰り返し、破面にビーチマークを導入した。試験終了後、0.01 mm ピッチで動作するサーボモータ式の移動台に CCD マイクロスコープ（キーエンス製、VH-6110）を取り付けた読み取り装置により、円弧状ビーチマークの最先端部位置を測定した。

3. 疲労試験結果および破面観察結果

3.1 疲労試験結果

疲労試験の条件および結果を、Table 4 にまとめて示す。A シリーズは何も塗布しなかったもの、B シリーズは油だけを塗布したものであり、F シリーズは磁粉ペースト、L および S シリーズはアルミナ粒子ペーストをそれぞれ塗布したものである。切欠きの無い部分における公称応力レンジ $\Delta\sigma_n$ と破断寿命 N_f の関係をプロットすると、Fig. 2 のようになった。

まず、油のみを塗布した場合のデータ 2 点（B シリーズ、○印）をみると、何も塗布しなかったもの（A シリーズ、●印）と有意な差は見られず、先に述べたように、本研究においては油自体のくさび効果は無視できることがわかる。

次に、磁粉ペーストを塗布した場合（F シリーズ、○印）には、塗布しなかったものと比べ、18 万ないし 25 万回寿命が延びており、これは磁粉のくさび効果によるも

Table 4 Fatigue test conditions and results

Specimen	Type of paste	$\Delta\sigma_n$ (MPa)	N_f
A-1	-----	44.3	505380
A-2	-----	54.6	215970
A-3	-----	65.3	108918
B-1	oil only	44.2	451914
B-2	oil only	65.7	153456
F-1	Magnetic particle + oil	44.2	756018
F-2	Magnetic particle + oil	48.3	532356
F-3	Magnetic particle + oil	55.3	473094
F-4	Magnetic particle + oil	65.7	291018
L-1	Al_2O_3 (47.3 μm) + oil	55.3	228378
S-1	Al_2O_3 (15.2 μm) + oil	44.2	1197440
S-2	Al_2O_3 (15.2 μm) + oil	55.2	676548
S-3	Al_2O_3 (15.2 μm) + oil	65.7	489978

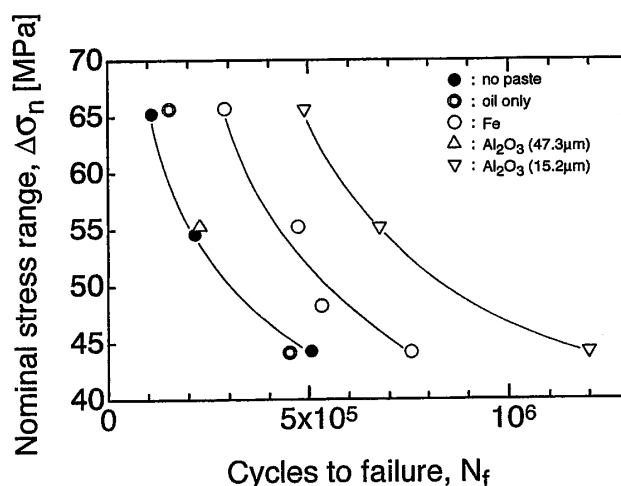


Fig. 2 Nominal stress range $\Delta\sigma_n$ vs. failure life N_f

のと考えられる。

平均粒径 47.3 μm のアルミナ粒子を用いた場合（L-1、△印）には、A シリーズと差が出ず、効果がなかった。これは、粒径が大きいためにオイルとの懸濁性が悪く、き裂先端にアルミナ粒子がうまく供給されなかったことに起因すると考えられる。

一方、平均粒径が 15.2 μm のシリーズ S（▽印）では、破断寿命が 40 万回～70 万回程度延びており、今回試験した中では最も顕著なき裂進展抑制効果を示した。

次に Fig. 3 は、試験片に何も塗布しなかったもの（A-1、A-3）と磁粉ペーストを用いたもの（F-1、F-4）について、ビーチマークから読みとった半き裂長さ（半切欠き長 5 mm を含む）とサイクル数との関係をプロットしたものである。ここで、A-1 は F-1 と、また A-3 は F-4 と荷重条件がほぼ等しい。さて、A-3 と F-4 に着目すると、両者の破断寿命の差が約 18 万回なのに対し、半き裂長さが約 6 mm になるまでのサイクル数の差も約 18 万回であ

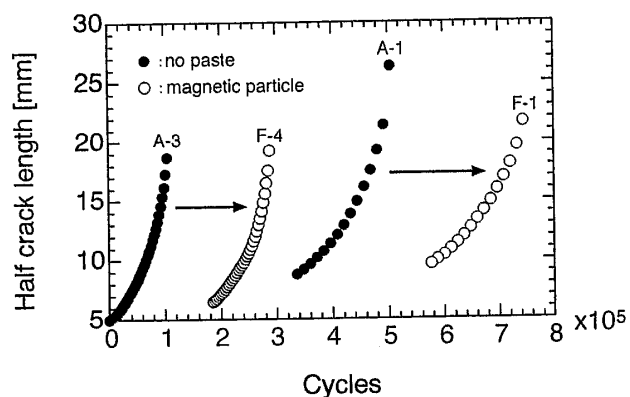


Fig. 3 Crack propagation plots for A-1, A-3 (no paste) and F-1, F-4 (magnetic particle)

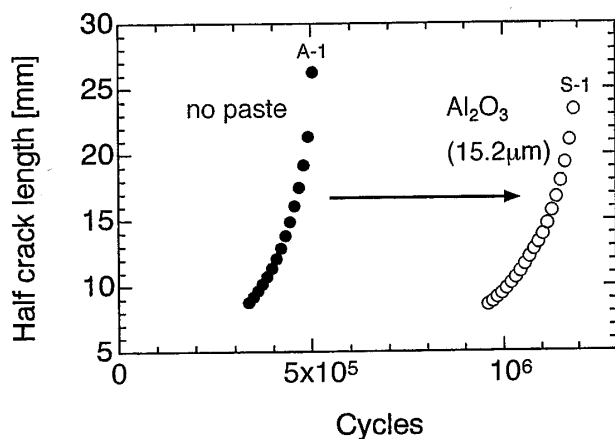


Fig. 4 Crack propagation plots for A-1 (no paste) and S-1 (Al_2O_3 , $15.2\ \mu\text{m}$)

り、磁粉によるき裂進展抑制効果は、疲労き裂が発生してから約1 mm進むまでの初期段階にほぼ限定されていることがわかる。A-1とF-1を比べてみても、破断寿命の差が約25万回なのに対し、疲労き裂が発生後5 mm進展するのに要するサイクル数の差は約24万回である。

次に Fig. 4 は、試験片 A-1 (何も塗布しなかったもの) と、荷重条件のほぼ等しい S-1 (平均粒径 $15.2\ \mu\text{m}$ のアルミナ粒子を用いたもの) について、ビーチマークから読みとった半き裂長さとサイクル数の関係を示している。両者の破断寿命の差が約70万回なのに対し、半き裂長さが8 mm~9 mm程 (即ち片側の疲労き裂長さが3 mm~4 mm) になるまでのサイクル数に約60万回のひらきがあり、アルミナ粒子によるき裂進展抑制効果も、磁粉の場合同様、き裂進展のごく初期の段階で顕著なことがわかる。

3.2 破面観察および破面解析結果

微細粒によるき裂進展抑制メカニズムを、よりミクロな見地から検討するため、試験片破断後、種々の観察機器を用いて破面観察・破面解析を行った。なお、試料はアセトン中で約10分間、超音波洗浄した後、観察に供した。

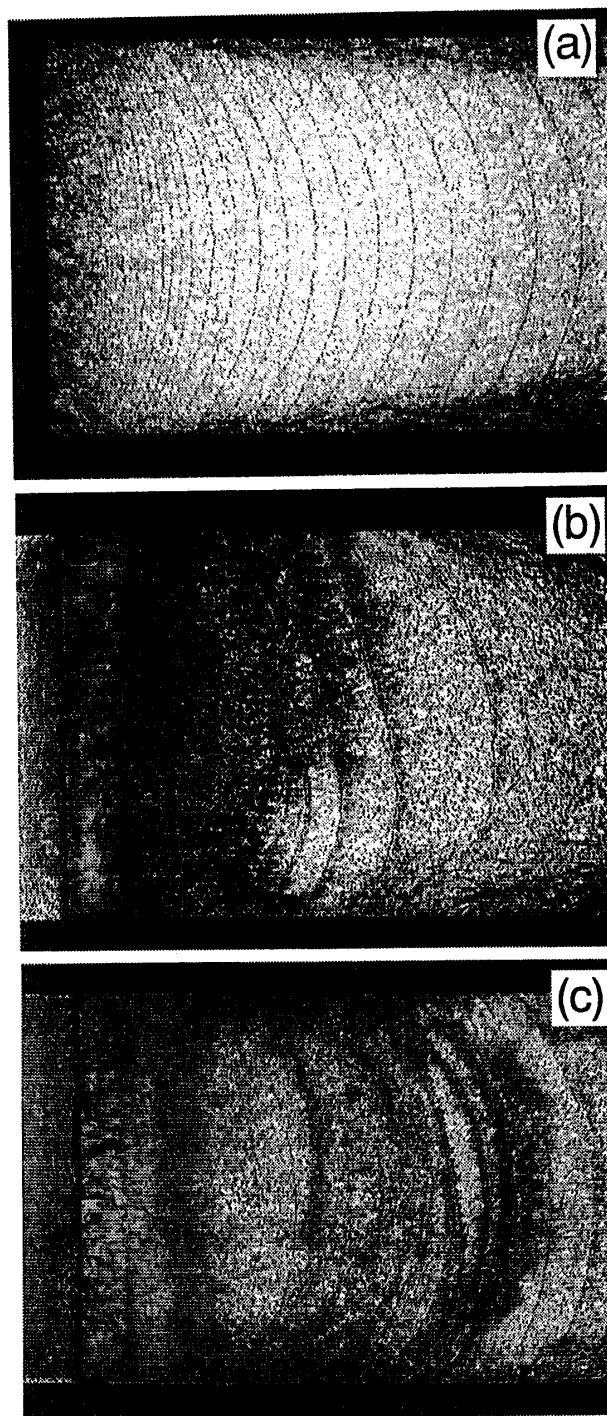


Photo 2 CCD microscope images of fracture surfaces; (a) A-2 (no paste), (b) S-3 (Al_2O_3 , $15.2\ \mu\text{m}$) and (c) S-1 (Al_2O_3 , $15.2\ \mu\text{m}$)

Photo 2 は、CCD マイクロスコップを用いて撮影した破面の様子で、(a)は何も塗布しなかった試験片 A-2 の破面、(b)および(c)は平均粒径 $15.2\ \mu\text{m}$ のアルミナ粒子を用いた S-3 および S-1 の破面であり、写真左端の段差が切欠き底である。なお、断面の上端と下端の距離が板厚5 mmにあたる。(a)において、切欠き底から約1.8 mmのところでビーチマーク間隔が急に広がっているのは、サイクル数 $N=84000$ 回のところで、ビーチマーク

をいれるサイクル数間隔を 3000 回から 6000 回に変更したためである。破面をみると、(a)ではビーチマーク形状がほぼ上下対称で、破面には光沢がある。一方、(b)では切欠き底から 0.7~1 mm 程度のところまで灰色の領域があり、それに続く部分は黒く変色しており、ビーチマークは観察されない。さらにき裂が進展すると、試料の下方部分にのみ光沢をもった破面とビーチマークがあらわれているが、これは、この部分でアルミナ・ペーストの供給が途切れてしまい、き裂進展抑制効果が失われたためと考えられる。この部分ではビーチマークが大きくき裂前方にせり出しており、断面全体を横切る次のビーチマークは上下非対称でいびつな形状となっている。(c)も平均粒径 15.2 μ m のアルミナ粒子を用いた場合で、今回実施した試験の中で最もき裂進展抑制効果の大きかった S-1 の破面を同じく CCD マイクロスコープで観察したものだが、これも (b)同様、切欠き底からすぐのところに、光沢が無く灰色の、母材の破面とはまったく様相の異なる領域が観察された。前掲の Fig. 4 から、微細粒によるき裂進展抑制効

果は、き裂発生直後のごく初期の段階で顕著なことがわかっているため、切欠き底近傍の破面につき、より詳細な破面解析を実施した。

Photo 3 は、3 体の試験片について、板厚中央部、切欠き底近傍の破面を、走査型電子顕微鏡（日本電子製、JSM-5300）の反射電子組成像としてとらえたものである((a), (c), (d)については、写真下端の黒っぽい部分が切欠き。(b)は(a)の破面をより拡大したもの)。まず、(a), (b)は何も塗布しなかった A-1 のもので、き裂面にはくっきりとした凹凸があり、一面に細かいしわのようなものが見える。次に、(c)は磁粉ペーストを塗布した F-1 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破面となっている。これは、き裂中に侵入した磁粉がくさびとなり、荷重サイクルに伴って幾度となくき裂面を圧迫することにより、表面がならされたことによると考えられる。点々と見られる白い部分は、逆にき裂に押しつぶされて破面に圧着した磁粉であろうと思われる(後述の元素分析で検証する)。一方、(d)は平均粒径

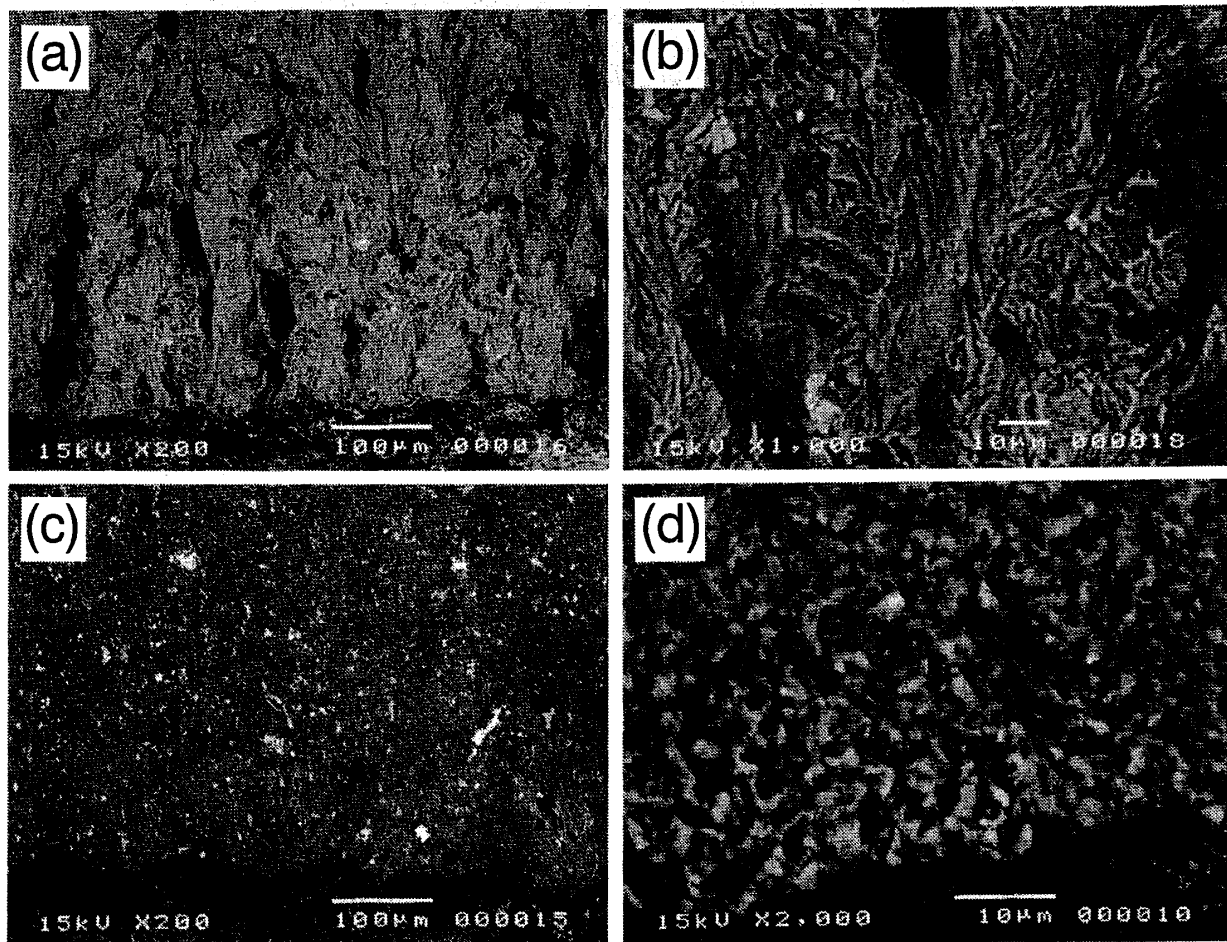


Photo 3 Compositional images (back scattered electron images) of fracture surfaces in the vicinities of notch roots; (a) (b) A-1.(no paste), (c) F-1 (magnetic particle) and (d) S-1 (Al_2O_3 , 15.2/ μ m)

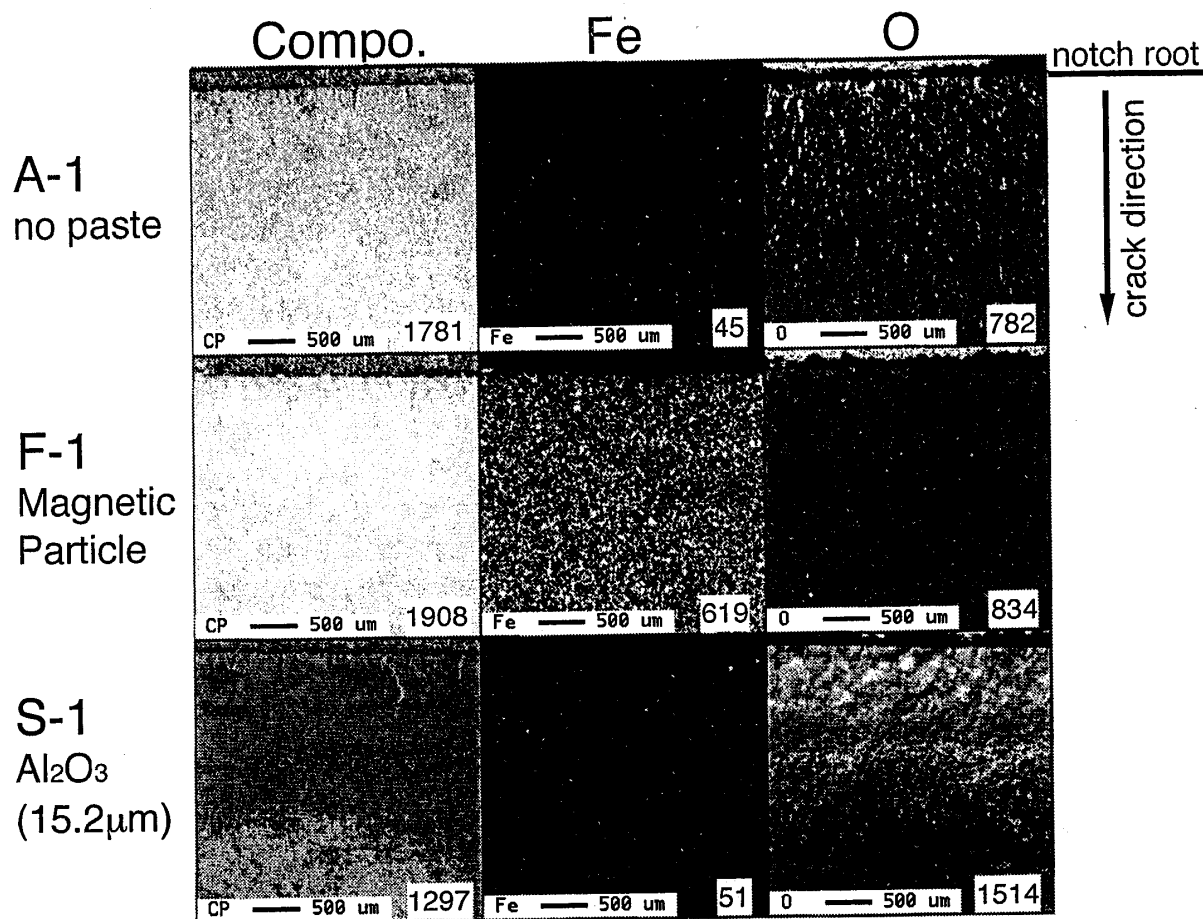


Fig. 5 Results of area analyses by EPMA

15.2 μm のアルミナ粒子を用いた S-1 の破面である。倍率の近い(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。全体的に白っぽく写っている表面層はアルミ合金母材とは考えがたく、き裂内で細かく砕かれたアルミナ粒子が圧着してできた層とみるのがより自然である（これも元素分析で検証する）。また、表面層の所々には、捕捉されたアルミナ粒子と思われる微粒子が散見される。

切欠き底近傍の状態をより正確に把握するため、電子プローブ・マイクロアナライザー（日本電子製、JXA-8800 R/RL）による元素分析（面分析）を行った。分析結果を Fig. 5 にまとめて示す。上端 Compo. とあるのは反射電子組成像を表し、一般に原子番号が大きい程像が明るくなる。一方、上端の Fe および O はそれぞれ鉄および酸素の分析結果であることを表し、像が明るい程、当該元素量が多いことを示している。図中の単位無し数字は、反射電子組成像（Compo. 像）においては平均的な明度の相対値を示し、Fe, O の分析結果においては 50 msec あたりの特性 X 線の平均カウント数を示す。分析は板厚中央部の切欠き底近傍に対して行い、図中に示す通り、各像の上端が切欠き部にあたり、き裂は図の下方に向かって進展した。

3 段あるうち、最上段が何も塗布しなかった A-1、中段

が磁粉を用いた F-1、下段が平均粒径 15.2 μm のアルミナ粒子を用いた S-1 の分析結果である。

まず、Fe の分析結果をみると、磁粉を用いた F-1 の平均カウント数は他の 2 つの 10 倍以上であり、切欠き底近傍の破面に磁粉が圧着されていることが確認された。分析面内で Fe の分布に偏りはみられず、磁粉がよどみなくき裂中に輸送されたことがわかる。

次に O（酸素）の結果を見ると、F-1 は A-1 よりも若干多いがその差は小さく、アルミナ粒子を用いた S-1 は他の 2 つの倍近い平均カウント数を示している。また、Fe とは異なり、分析面内の酸素分布には偏りがあって、切欠き底から約 1 mm の領域で特に濃度が高くなっている。これはアルミナに含まれる酸素が同定されたと考えるのが妥当であり、Photo 2(c) および Photo 3(d) に見られる観察結果とあわせ、S-1 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. 4 において、微細粒によるき裂進展抑制効果がき裂発生直後のごく初期の段階で顕著となっているのは、切欠き底近傍のアルミナ層がくさびとして作用し、き裂の閉口を阻害することにより、顕著なき裂進展抑制効果をもたらしたと推察される。

最後に組成（Compo.）像をみると、平均的な明度の

小関係は $F-1 > A-1 \gg S-1$ となっており (明度の大きい程原始番号が大), 鉄・Al, Mg・酸素の原始番号が $Fe > Al, Mg > O$ の順であることを勘案すると, F-1 および S-1 の破面表層に分布する磁粉およびアルミナ粒子の存在を示唆する結果となっている。

4. 結 言

微細粒 (磁粉およびアルミナ粒子) ペーストによる疲労き裂進展抑制作用を, き裂進展試験および破面解析によって実験的に検討した結果, 次のような知見が得られた。

- (1) 磁粉および平均粒径 $15.2 \mu\text{m}$ のアルミナ粒子を用いた場合, 微細粒のくさび効果による疲労き裂進展抑制作用が確認された。特に後者の場合は効果が大きく, 破断寿命が 40 万回ないし 70 万回延びた。一方, 平均粒径 $47.3 \mu\text{m}$ のアルミナ粒子を用いた場合は効果がなかった。
- (2) 微細粒の疲労き裂進展抑制作用は, き裂発生後, 伝播過程のごく初期の段階 (疲労き裂長さ約 1 mm まで) において顕著であり, 疲労き裂長さが 3 mm を超えるとその効果は殆どみられなくなる。
- (3) 微細粒ペーストが有効であった試験体に対する破面解析の結果, 切欠き底近傍の破面には, くさびとして作用した微細粒が圧着していることが確認された。磁粉の場合には, 押しつぶされた粒子が切欠き底から数 mm の範囲で比較的均一に分布しており, アルミナ粒子の場合には, 細かく粉砕された粒子が切欠き底から約 1 mm

の領域に顕著な表層を形成していた。

以上から, 微細粒のくさび効果による疲労き裂進展抑制作用を扱う場合には, 微細粒の材質, 平均粒径, 硬度等の粒子特性が重要な因子であり, また, その進展抑制作用はき裂伝播過程のごく初期の段階に限られるという点を考慮に入れておく必要があるといえることができる。

謝 辞

本研究を実施するにあたり, 船舶技術研究所 材料加工部 機能評価研究室長 千田哲也氏ならびに応用化技術研究室長 植松 進氏には, SEM および EPMA による破面解析に関し, 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) 遠藤吉郎, 岡田庸敬: ライニングしたホワイトメタルの疲れ強さ, 日本機械学会論文集 (第 1 部), 31 巻 221 号 (1965), pp. 52-60.
- 2) 豊貞雅弘, 山口喜久次, 丹波敏男, 武中秀樹, 梶本勝也, 矢島浩: 新疲労き裂伝播パラメータの提案と高精度コンプライアンス計測法の開発, 日本造船学会論文集, 第 169 号 (1991), pp. 245-255.
- 3) 遠藤吉郎, 駒井謙治郎, 松田喜彦: 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, 日本機械学会論文集 (A 編), 46 巻 412 号 (1980), pp. 1337-1343.