

高強度アルミニウム合金における腐食疲労損傷のその場観察

In-situ Observation of Corrosion Fatigue Damage in High-strength Aluminum Alloy

神戸大学大学院 工学研究科 中井 善一

神戸大学大学院 工学研究科 塩澤 大輝

1. 利用目的

アルミニウム合金はその軽量性と比強度から航空機，自動車および輸送容器などに使用されており，近年の輸送産業の環境負荷への問題から高強度アルミニウム合金の適用範囲が拡大されている．しかしながら，アルミニウム合金は塩化物イオンが存在する環境下では応力腐食割れを起こし，疲労強度の低下も著しい．腐食疲労は化学・力学の複合作用であり，腐食ピットと呼ばれる微小な穴が生成した後，ピット底から疲労き裂が発生し破壊に至る現象である．腐食ピット形状は複雑で通常の表面観察では捉えられず，材料内部の損傷を明瞭に観察する手段が極めて重要である．そこで放射光  $\mu$ CT イメージングを適用し，腐食ピットの成長と疲労き裂発生・進展の三次元形状観察を行う．本実験では測定条件および放射光  $\mu$ CT イメージングの適用性について検討を行った．

2. 利用方法および利用結果

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 0.3deg ステップ（透過像 600 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（BM2,  $f=24$ ）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 1.37 $\mu$ m である．

試験片材料は航空機用高強度アルミニウム合金（Al7075-T651）である．観察試料形状を Fig.1 に示す．ここで最小断面部は 2mm $\times$ 3mm の 4 角柱である．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．腐食疲労試験は，繰返し速度 20Hz，応力比  $R=-1$ （両振り）の正弦波で，繰返し平面曲げモーメントを負荷して行った．腐食環境としては，3%食塩水とし，腐食環境をその場観察するためにシリコンチューブを用いた腐食槽を試験片に取付けた．CT 観察における腐食槽の影響について調べるために Fig. 2 に示すような 2 種類の腐食槽を取付けて測定を行った．Type A は試験片を横切るようにシリコンチューブを挿入したものであり，Type B は試験片をシリコンチューブ内に挿入したものである．

腐食槽の  $\mu$ CT 像への影響を調べた結果を Fig. 3 に示す．Fig. 3(a)より，Type A の腐食槽を取付けたものでは，再構成像全体を横切るアーチファクトが現れていることがわかる．撮影視野は  $W5.5\times H2.8$ mm であり，Type A では全ての撮影角度で撮影視野内にシリコンチューブの全体が写らないとともに，撮影角度によってシリコンチ

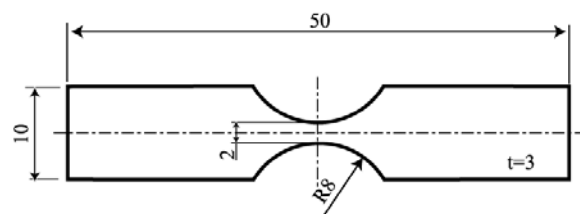


Fig. 1 Geometry of specimen

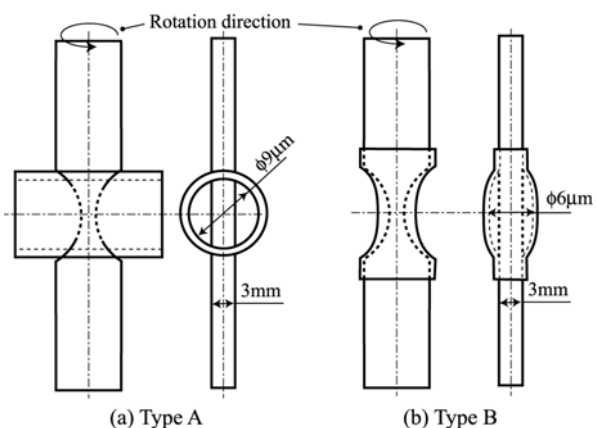


Fig. 2 Illustration of tank

ューブの形状が異なっている．このため CT 再構成に必要な情報の欠損がアーチファクトとなったものと考えられる．次に Type B では Fig. 3(b) に示したように，試験片外部にアーチファクトが見られるが，腐食槽をつけずに測定した Fig. 3(c) と比較して観察可能な程度のアーチファクトであることが分かる．Type B でも撮影視野内にシリコンチューブ全体が写っていないが，回転軸に対して腐食槽は同心楕円状であり，全ての撮影角度に対して撮影像にほぼ同一形状の腐食槽が写る．撮影像は常に腐食槽による一定量の減衰が生じたものとなるため，再構成された試料の線吸収係数の値には誤差として現れるが，線吸収係数の分布，すなわち試料形状に影響は現れ難いものと考えられる．今回の実験では腐食槽をつけずに CT 撮影を行ったが，今後の実験では角度を変えた場合でも透過像に写りこむ腐食槽が均一となる同心円状となるように設計する予定である．

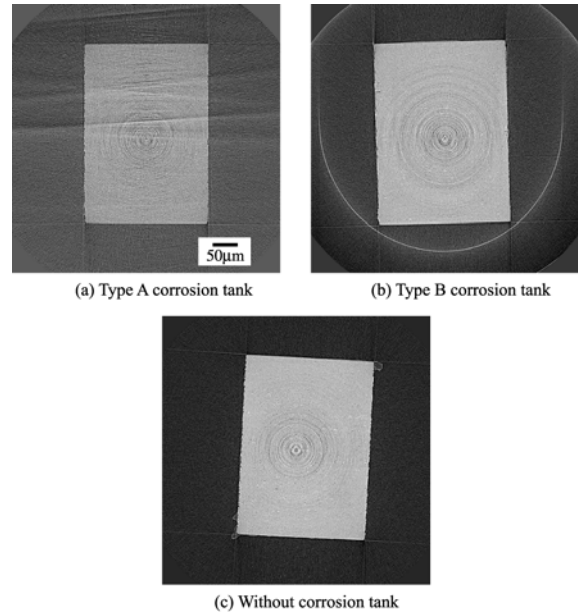


Fig. 3 Effect of corrosion tank on X-ray  $\mu$ CT image

破断した試験片の電子顕微鏡 (SEM) による表面観察結果，および SPring-8 での腐食疲労過程の  $\mu$ CT 像の一例を示す．破断後の試験片では，Fig. 4(a) に示すような表面上に皮膜が観察された．Fig. 4(b) より， $\mu$ CT 像においても試験片表面上に細かな割れが見られ，これらの割れを有する層の下に腐食ピットが存在することが分かる．さらに次の疲労負荷の後の観察では，この皮膜が観察されなかった．このように試験片表面の皮膜の形成と繰返し負荷による脱落を繰り返しながら腐食疲労が進むと考えられる．

次に，応力振幅  $\sigma_a=120\text{MPa}$  の場合における腐食ピットの成長を観察した一例を Fig. 5 に示す．この図では， $3.5, 4.0$  および  $4.5 \times 10^5$  cycles での，表面から内部への深さ  $d$  の位置における腐食ピットの形状を示している．Fig. 5(a) より，介在物と見られる白点の周りにピットが形成されていることが分かる．また，試験片内部にも多数の介在物と思われる白点が見られる．次に (2)  $d=6\mu\text{m}$  の深さでは， $3.5 \times 10^5$  cycles の時点よりも  $N=4.0 \times 10^5$  cycles のピットの径が大きくなっており，ピットの深さも  $12\mu\text{m}$  に達していることが分かる．このように皮膜の下に存在する腐食ピットや腐食ピット底の形状も  $\mu$ CT イメージングにより観察できることが明らかになった．

非破壊で腐食疲労過程を連続的に観察することにより，母相まで達しない不動態皮膜の割れや腐食ピットの内部形状の成長過程を観察することができた．腐食疲労は化学・力学の複合作用であるため，破壊メカニズムの解明や事故原因の探求には実際の環境を再現しながら非破壊で観察を行うことが有用であるものと考えられる．

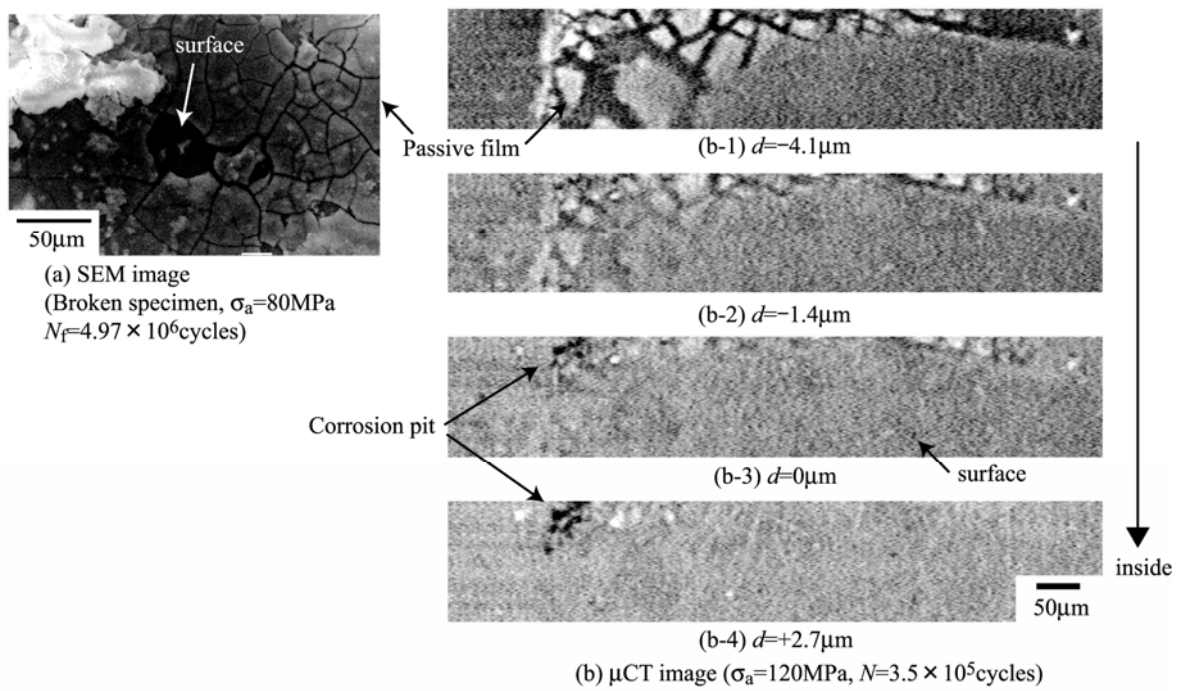


Fig. 4 Corrosion pit and passive film on the specimen surface

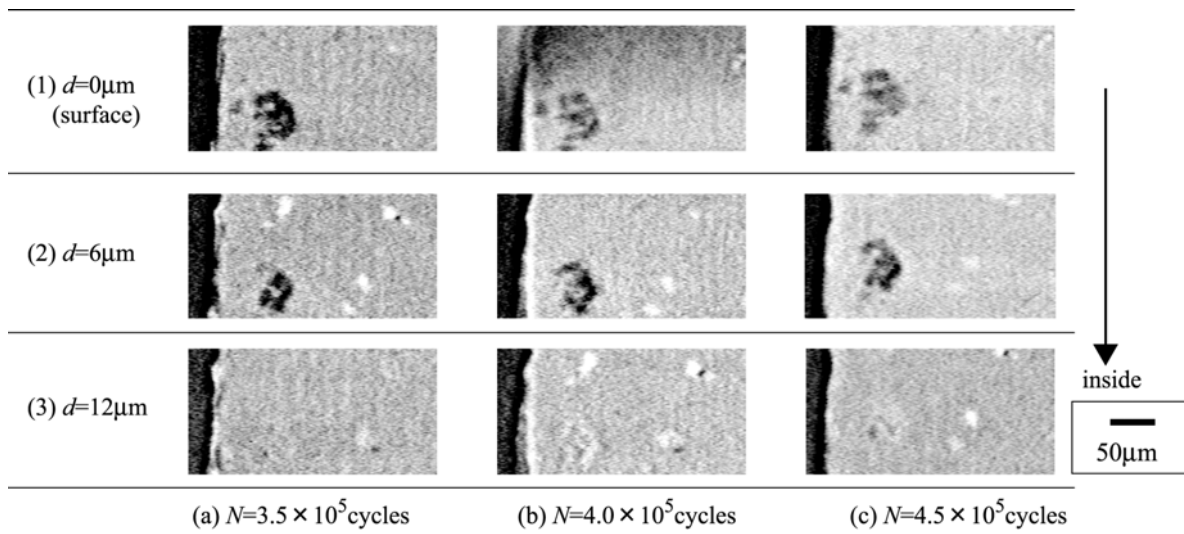


Fig. 5 Shape and growth of corrosion pit ( $\sigma_a=120\text{MPa}$ , 3%NaCl)