

Al-3mass%Mg 合金の疲労強度に及ぼす表面層の影響

金谷 輝人・細川 智生・谷本 雅

岡山理科大学工学部機械工学科

(1994年9月30日 受理)

1. 緒 言

Al-Mg 合金は、473~673K程度の温度域での粒界割れに基づく熱間加工性の悪さはあるものの、固溶及び加工硬化によって強化出来ることと溶接性、耐食性等に優れていることから、展伸用アルミニウム合金としてよく用いられている。析出による硬化については、高 Mg 量の場合にははっきりと認められるが、Mg 量が~7%以下では、通常の熱処理条件下で殆ど認められない。このこともあって、析出過程についての研究はあまり行われていないようである。この合金の Al 側の相分解の際には、最終的に安定な β (Al_3Mg_2) 相の析出に先立って、 β' (Al_3Mg_2) 相のみが形成すると従来考えられていたが、比較的最近の研究によれば、GP ゾーンの形成も見いだされている^{1),2)}。また、著者らは GP ゾーンの溶解度以上の温度領域で電気比抵抗の異常増加を見だし、これは何らかの Mg 原子クラスターの存在に起因することを示唆した³⁾。

ところで著者らは、GP ゾーンの形成・成長によって時効硬化する Al-Zn 及び Al-Cu 合金の試料各部での低温時効硬化について詳しく検討した。その結果、これらの合金では長時間の時効後でさえ試料の表面付近がより内部に比べて少し軟らかいままであることが解った^{4),5)}。また、このような表面層を含む方が、繰返し引張り疲労強度が大きいことも見いだした^{6)~8)}。

Al-Mg 合金は、空气中で熱処理を行う際に表面付近の Mg が酸化し、合金中の Mg 濃度が低下することが知られている⁹⁾。この研究では、3%程度の Mg を含む Al-Mg 合金を823 K程度の高温に保持した時の表面層の状態及びその疲労強度等への影響について調べた。

2. 実験方法

用いた合金は99.99%Al 及び 99.99%Mg の両純金属を空气中で溶解・鋳造して作製した配合成分 Al-3mass%Mg のものである。この合金を均一化処理後、熱間鍛造および冷間圧延して厚さ約1.1 mm の板にした。なお、この合金は673K以上の温度で圧延すると、二枚板が発生するので^{10),11)}、~623Kでの中間焼鈍を交えながら冷間圧延した。この板から作製した各測定用の試料を823~623Kの範囲の各焼入れ温度(以下、 T_Q と略記)より氷水中へ急冷後、273~463Kの範囲の焼鈍温度(以下、 T_A と略記)に保持した。また、富士電

波製 FVPHP-R-10型ホットプレス用炉を用いて、試料表面付近の Mg 濃度の調節を行った。硬度測定は、マイクロビッカース硬度計及び明石製超微小硬度測定装置 (MZT-1) を用いて、室温で行い、軟らかい表面層の生成の程度等を見積もった。次に、種々の熱処理後の試料及び電解研磨により軟らかい表面層を除去した試料について、引張り試験および繰返し引張り疲労試験し、それぞれ引張り強度および種々の応力振幅 (σ) 下での破断までの繰返し数 (N) を求めた。なお、引張り試験はインストロン万能材料試験機4505を用いて、歪み速度 10^{-3} で行った。又、破断面及び焼鈍組織の電子顕微鏡観察も行った。更に、焼鈍状態での溶質原子の分布状態について考察するために、通常四端子電位差計法による電気抵抗の測定を行った。測定温度は77Kで、dummy 試料を用いて補正した。

3. 実験結果及び考察

Fig. 1 の○印は、823Kで7.2 ks 保持後、氷水中へ焼入れした試料について、荷重を変えて硬度測定した結果である。ただし本合金は、高温に保持する際に表面付近の Mg が酸化することによって出来ると思われる酸化膜のために、そのままの状態では硬度測定が不可能なことが多い。そこで、測定を行う前に軽く電解研磨して、表面層を $\sim 10 \mu\text{m}$ 程度除去した。縦軸はビッカース硬度、 H_v であり、横軸は荷重 (N) である。各硬度値は、各荷重毎に8回測定を行い、その平均値と標準偏差を求めたものである。ここで、荷重が小さい場合に硬度が低いのは、試料の表面付近がより内部に比べて少し軟らかくなっていることを示す。また、1 N以上の荷重になると硬度が一定となっているのは、表面からある程度以上の深さのところの硬度が一定であることを示す。そこでこの内部に比べて少し軟らかい領域の深さを求めるために、試料の表面層を片面数 $10 \mu\text{m}$ ずつ研磨後毎に硬度測定した。20 μm 研磨した場合 (Δ 印) には、0.49 N以上の荷重では硬度が一致するが、低荷重側でなお硬度の減少が認められる。しかし、更に20 μm 研磨すると、荷重によらず硬度はほぼ一致する (\square 印)。以上の結果から、この試料の表面付近の軟らかい領域の深さは、40 \sim 50 μm と考えられる。焼入れ温度を773Kと少し低くして、Fig. 1と同様の実験を行った結果が Fig. 2 である。この場合も軟らかい表面層は認められるが、その厚さは $\sim 20 \mu\text{m}$ と減少している。

Fig. 3 は、623Kより焼入れ後、373 \sim 463Kの範囲の各温度で焼鈍した時の電気比抵抗による等温焼鈍曲線を示す。比抵抗 ρ は、時間とともに最初単調に増加または減少するが、その後一定値となる。この一定値は、焼鈍温度によって異なり、温度が低い程大きい。これら ρ 変化の傾向は、Al-Zn 合金等で微小な溶質原子クラスターが生成されると考えられる場合の傾向^{12)~14)}とよく一致する。長村らの研究¹⁾によれば、この合金における GP ゾーン溶解度限は273K以下である。また、電子顕微鏡による組織観察結果からも析出物等は認められなかった。従って、Fig. 1, 2の場合の軟らかい領域の生成は、主に試料表面付近での脱 Mg によると考えられる。 $T_0=773\text{K}$ に比べて823Kの場合の方が軟らかい表面層の

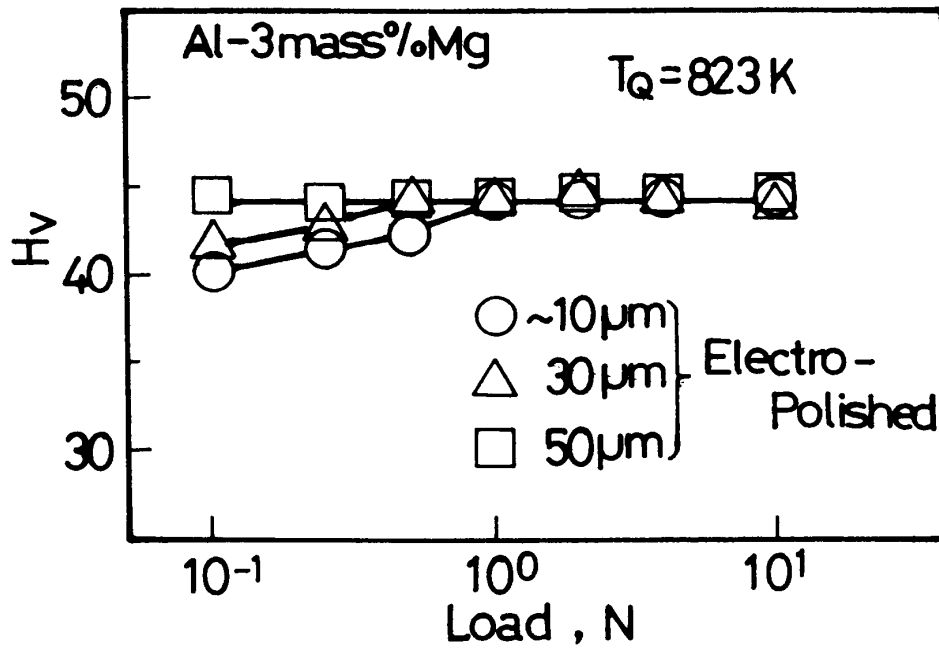


Fig. 1 Variation with the thickness of surface layer removed, of the dependence of H_v on the load ($T_Q=823K$).

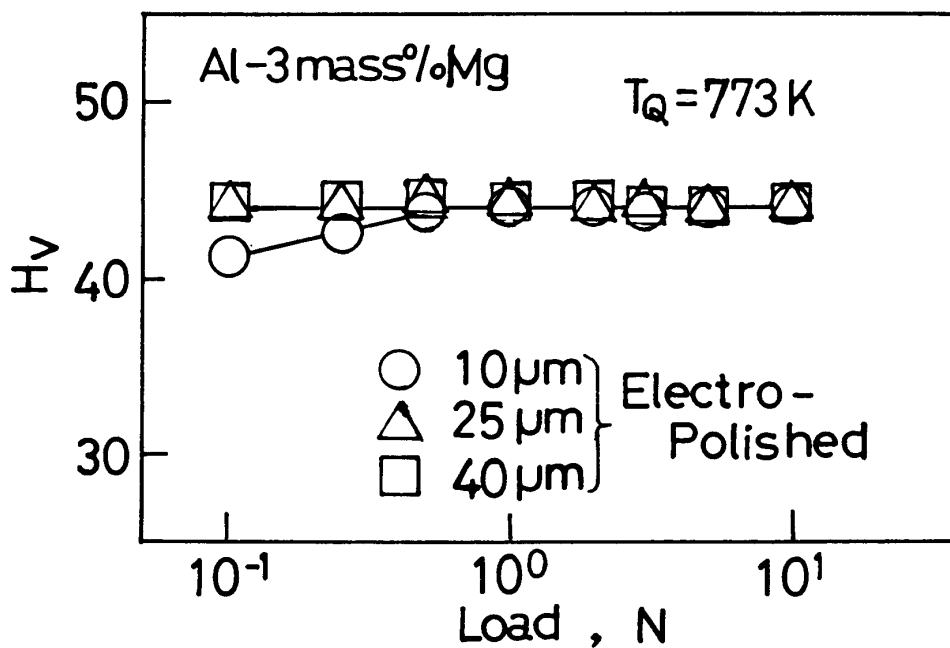


Fig. 2 Variation with the thickness of surface layer removed, of the dependence of H_v on the load ($T_Q=773K$).

厚さがより厚くなっているのは、より高温のために酸化が顕著となり脱 Mg 量が増大したためであろう。

Table 1 は、823K より焼入れ後、273K で 86 ks 保持した試料の表面層を電解研磨により除去した時の表面層の厚さと引張り強度との関係を示す。研磨による引張り強度の差はあまりないようである。ただ、40 μm 研磨の場合の強度が他の場合より少し大きくなって

Table 1 Dependence of tensile strength(σ_b) on thicknesses removed from the surface of specimens annealed for 86ks at 273K after quenching from 823K.

removed thickness (μm)	σ_b (MPa)
0	171 ± 4
10	169 ± 3
40	175 ± 3

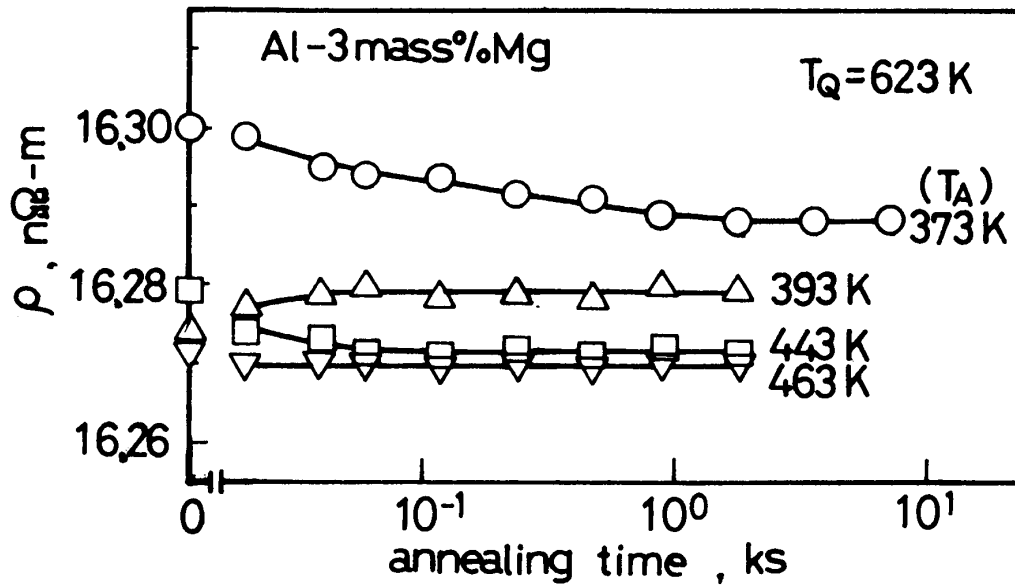


Fig. 3 Variation of isothermal annealing curves in resistivity with annealing temperatures.

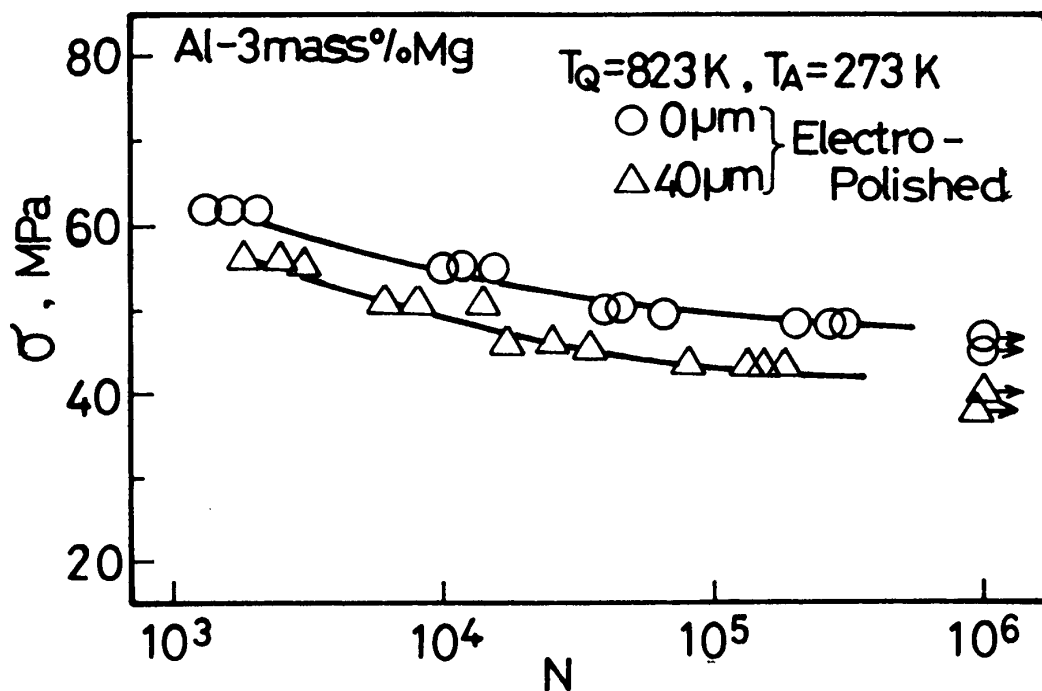


Fig. 4 Variation of σ - N curves with the thickness of surface layers removed ($T_Q=823\text{K}$).

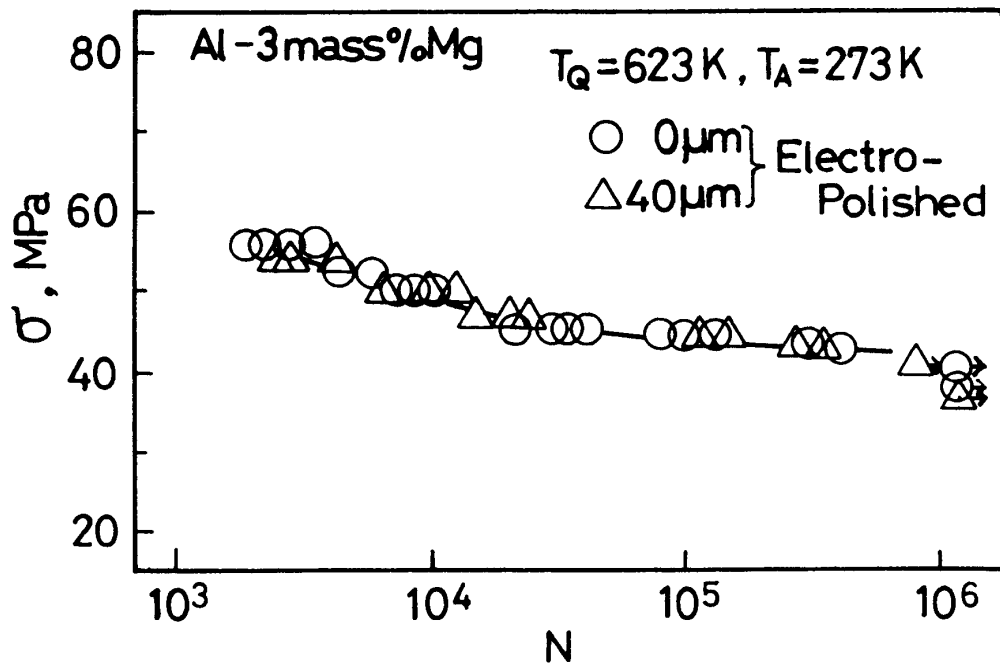


Fig. 5 Variation of σ - N curves with the thickness of surface layers removed ($T_Q=773K$).

いるのは、軟らかい表面層をほぼ完全に除去したことによると思われる。

Fig. 4 は、軟らかい表面層の有無と疲労強度との関係について調べた結果の一例であり、823Kより焼入れし、273Kで86 ks 以上保持した試料（○印）と更に軟らかい領域を除去した試料（△印）についての σ - N 曲線を示す。軟らかい領域を含む試料の方が曲線全体が上となり、疲労強度が大きいことが解る。

Fig. 5 は、 $T_Q=623K$ と焼入れ温度を低くした場合の表面層の有無と疲労強度との関係を示す。図から明らかなように、研磨の有無によらず両曲線は一致し、疲労強度は変化しない。Fig. 1, 2と同様の実験によれば、623Kに保持することによる脱 Mg の影響は殆ど認められず、軟らかい表面層の存在は殆ど確認できなかった。これらの結果より、Fig. 4 の40 μ m 研磨の場合の疲労強度の減少は、単に酸化膜を含む表面層を除去したことによるのではなく、軟らかい表面層を除去したことに起因すると考えられる。すなわち、GP ゾーンの形成・成長によって硬化する Al-Zn 合金等の場合と同様に、この合金でも軟らかい表面層の存在は繰返し引張り疲労強度を増大させると解釈できる。

4. 結 言

823K程度の高温に保持した Al-3mass%Mg 合金について、微小硬度測定により試料表面からの深さ方向での硬度変化を調べたところ、表面付近はより内部に比べて少し軟らかいことが見いだされた。この軟らかい領域の深さは、 $\sim 50 \mu$ m 程度であった。電子顕微鏡観察結果等によれば、GP ゾーンや析出物は認められなかった。したがって軟らかい領域は、

表面付近の Mg の酸化による 脱 Mg に起因すると考えられる。このような試料の疲労強度等を検討した結果、軟らかい領域の存在は、少なくとも繰返し引張り疲労強度を増大させることが解った。

謝 辞

最後に、本研究の遂行に協力して下さった学生の内海公次郎氏（現 自重堂(株)）及び北迫祐一氏（現 アイシン精機(株)）に深く感謝致します。

参考文献

- 1) 長村, 小倉, 村上: 軽金属, **31** (1981), 484.
- 2) 高橋, 里: 日本金属学会誌, **50** (1986), 133.
- 3) T. Kanadani and A. Sakakibara: Phys. Stat. Sol., (a)**110** (1988), K 9
- 4) 太田, 山田, 金谷, 榊原, 山田: 軽金属, **33** (1983), 212.
- 5) 榊原, 金谷, 山田, 太田: 軽金属, **38** (1988), 767.
- 6) T. Kanadani: Phys. Stat. Sol., (a)**115** (1989), K147.
- 7) T. Kanadani and A. Sakakibara: Phys. Stat. Sol., (a)**117** (1990), K97.
- 8) T. Kanadani, T. Matsushima, N. Hosokawa, T. Kaneeda and A. Sakakibara: Phys. Stat. Sol., (a)**124** (1991), K97.
- 9) A. Csanady, V. Stefaniay and D. L. Beke: Mater. Sci. Eng., **38** (1979), 55.
- 10) 前, 竹内: 軽金属, **35** (1977), 326.
- 11) 伊藤, 鈴木, 小山: 軽金属, **27** (1985), 501.
- 12) 太田, 金谷, 前田: 日本金属学会誌, **40** (1976), 1199.
- 13) 太田, 金谷, 山田, 榊原: 軽金属, **28** (1978), 406.
- 14) T. Kanadani and A. Sakakibara: Phys. Stat. Sol., (a)**114** (1989), K17

Effect of Surface Layer on the Fatigue Strength of an Al-3mass%Mg Alloy

Teruto KANADANI, Norio HOSOKAWA and Tadashi TANIMOTO

Department of Mechanical Engineering,

Okayama University of Science,

Ridai-cho 1-1, Okayama 700, Japan

(Received September 30, 1994)

The surface layer of an Al-3mass%Mg alloy annealed at high temperature and its effect on the fatigue strength were studied by measurements of microhardness, electrical resistivity and number of cycles to failure under repeated tensile loading.

The results obtained are summarized as follows.

- (1) The surface layer was softer than the interior. The thickness of this layer was about 50 μm .
- (2) It is interpreted that the formation of this soft surface layer was because of the depletion of Mg atoms due to oxidation of Mg atoms near surface.
- (3) The soft surface layer has an effect of raising the fatigue strength to repetitive tensile loading.