

ISSN 0452-2982
UDC 620.178.3:
620.186:
620.193.21.27

航空宇宙技術研究所資料

TECHNICAL MEMORANDUM OF NATIONAL AEROSPACE LABORATORY

TM-544

走査型電子顕微鏡による7075-T6アルミニウム
合金の破面観察

角 田 義 秋 ・ 寺 田 博 之

1985年5月

航空宇宙技術研究所
NATIONAL AEROSPACE LABORATORY

目 次

概要	1
1. まえがき	1
2. 試験方法	1
2.1 供試材料及び試験片	1
2.2 疲労試験	2
2.3 腐食試験	3
2.4 電子顕微鏡観察	4
3. 試験結果と考察	6
3.1 疲労試験（き裂進展速度及び負荷荷重の推定）	6
3.2 腐食試験	9
3.2.1 大気密閉容器の場合	9
3.2.2 真水の場合	9
3.2.3 3%食塩水の場合	12
3.2.4 屋外大気の場合	14
4. まとめ	16
参照文献	17
付録 SEM観察試料の着脱に際して、同一観察位置を短時間に同定する方法	18

走査型電子顕微鏡による7075-T6アルミニウム合金の破面観察*

角 田 義 秋** 寺 田 博 之**

概 要

航空機をはじめ各種機械・構造物の破壊事故の原因究明に役立つ基礎的な資料を得るため、ここではアルミニウム合金 7075-T6 板材を用いた疲労試験を実施し、走査型電子顕微鏡による破面解析及び真水、海水、屋外大気などの環境における破面の腐食進行について観察した。その結果、事故破面に疲労破壊の特徴を示すストライエーションの存在が認められればその部材のき裂進展速度及び負荷荷重の推定が可能となることを明らかにした。また、破面の腐食進行は疲労及び延性などの破面形態や大気密閉容器、真水、3%食塩水及び屋外大気などの環境条件によって著しい相違が見られた。

1. ま え が き

航空機をはじめ、船舶、鉄道車両、自動車、圧力容器、パイプライン、橋梁など各種機械・構造物の破壊事故は社会へ及びばす影響が大きく、事故処理に多くの時間を費やすとともに、人的・経済的に多大な損害を与えることになる。これらの各種機械・構造物は設計する場合に損傷許容を含んだ破壊力学的手法が導入され、実際に遭遇すると考えられる種々の負荷荷重及び使用環境下において、設定した耐用期間を高い信頼性で保証し、その所期の機能を全う出来るように配慮されている。さらに完成して実用に供されるまでは各種の非破壊検査法が活用され、使用材料の初期欠陥及び製造・組立て工程における加工痕の有無などを厳重に検査している。このように細心の注意と努力を払って監視しているにもかかわらず、予期し得ない破壊事故を発生する場合がある。この不測の事故の再発を防止するには事故の原因及び経過などについて克明な調査・検討を行い、それらに対する的確な対策をたてる必要がある。

近年、これら機械・構造物などの破壊事故の原因究明には電子顕微鏡を用いた破面解析の手法が取り

入れられ、大きな成果をあげている。^{1)~6)}すなわち、事故が材料欠陥などの力学的要因に起因する場合にはその事故破面から初期き裂の発生点、き裂の進行方向、き裂の進展速度、荷重の大きさと様式及び環境の影響など多くの重要な情報を読み取ることが可能になりつつある。本報告では次の2つの事柄に着目して、航空機構造用の7075-T6アルミニウム合金板材を用いて疲労試験を行った。(1)事故破面からき裂の進展速度及び負荷荷重を推定する基礎的な資料を取得するため、目視による疲労き裂進展の巨視的な測定と破面上に荷重の繰返しに伴って形成されるストライエーション間隔との対応関係について調べること。(2)破面が真水、海水、屋外大気などの自然環境下に曝された場合を想定して、破面の時間経過に伴う腐食の進行状態を走査型電子顕微鏡によって観察すること。これは一般に観察破面が事故現場の環境条件によって腐食などの二次的損傷を受ける場合、そのことによって事故原因の究明に誤った判断資料を与えてしまうことも想定されるためである。

2. 試 験 方 法

2.1 供試材料及び試験片

本試験に用いた供試材料は板厚 3mm の 7075-T6 アルミニウム合金で、比強度が優れているため、主翼上面外板、上部桁フランジ、胴体円框、尾翼桁な

* 昭和60年4月9日受付

** 機体第二部

どの部分に多く使用されている。この材料の化学成分及び機械的性質をそれぞれ表 1, 表 2 に示す。

疲労試験に用いた試験片は母材の圧延方向と一致するもの (L 方向) と, それに直交するもの (T 方向) の二種類を切り出した。その形状寸法を図 1 に示す。疲労き裂を発生させるための初期切欠きは試験片中央部に直径 3.5mm の穴をあけ, さらに初期長さが 6mm となるようにその両側に直径 0.6mm の

穴をそれぞれあけ, 小型ヤスリを用いて図中に示すような形状に加工した。

2.2 疲労試験

疲労試験には図 2 に示すような慣性力型疲労試験機 (伊藤精機製) を用いたが, その主要要目を表 3 に示す。試験は表 4 に示した二種類の一定振幅の部分片振り引張り荷重をそれぞれ負荷して, 疲れき裂

表 1. 化学成分 (重量パーセント)

	Mg	Cr	Cu	Zn	Al
7075-T6	2.5	0.3	1.6	5.6	Bal.

表 2. 機械的性質

	$\sigma_{0.2}$ (MPa)	σ_B (MPa)	E (GPa)	ϕ (%)
7075-T6	538	606	75.5	14.3

表 3. 疲労試験機主要要目

項目	諸元
加振方法	2組のアンバランスマス加振方法
加振モーメント	0 ~ 50 (kgf-cm)
動荷重変更範囲	0 ~ ± 2,000(kgf)
静荷重変更範囲	0 ~ ± 2,000(kgf)
繰返速度変更範囲	500 ~ 2,500 (cpm)

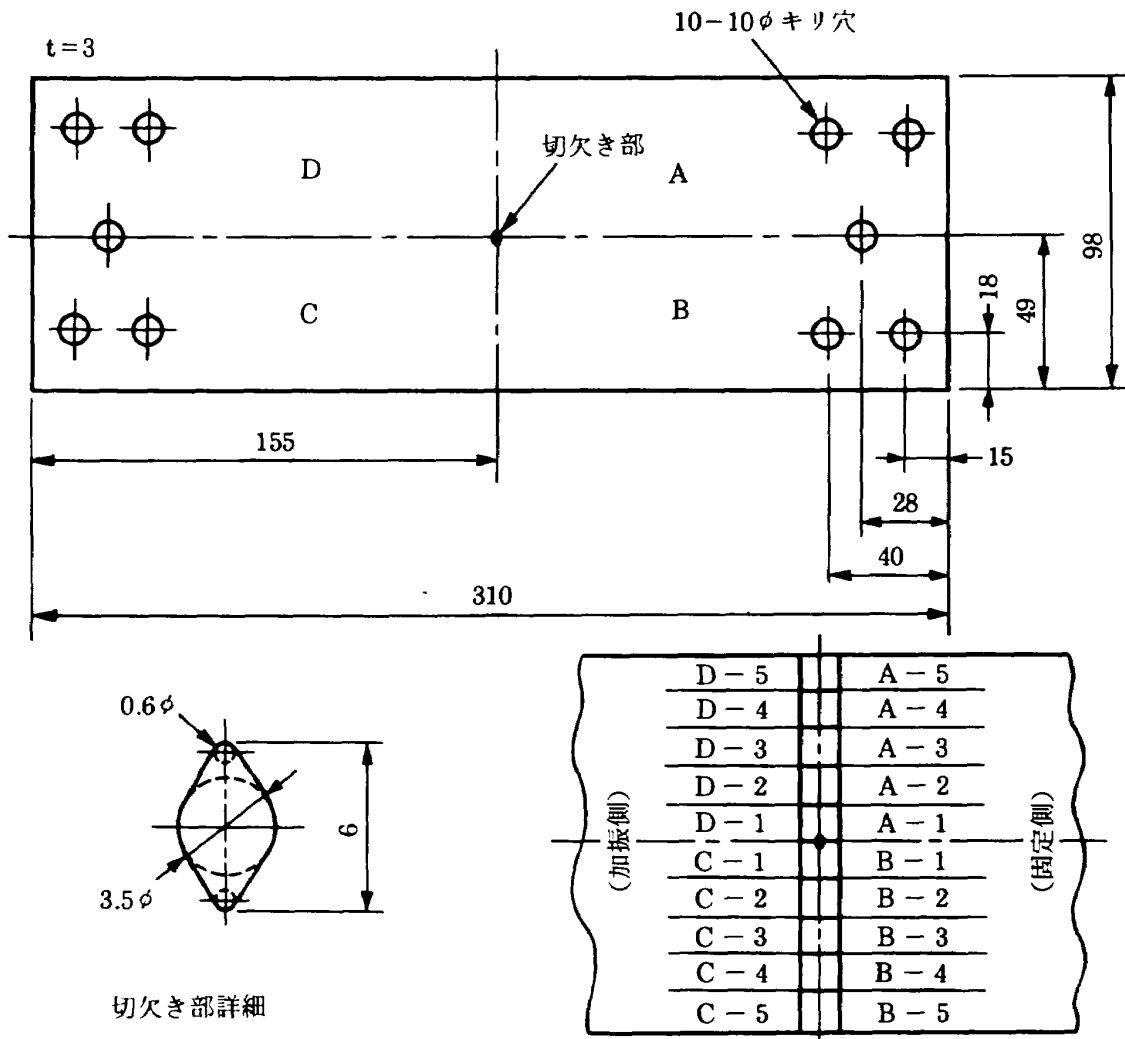


図 1 試験片の形状寸法と試料の採取位置

表 4. 各試験片の負荷応力と繰返し速度

試験片番号	σ_{mean} (kg/mm ²)	σ_{amp} (kg/mm ²)	$R (= \sigma_{\text{min}} / \sigma_{\text{max}})$	f (cpm)
No. T-2	5.27	2.91	0.3	1,500
No. T-1	6.55	2.17	0.5	1,500
No. L-3	6.55	2.17	0.5	1,500

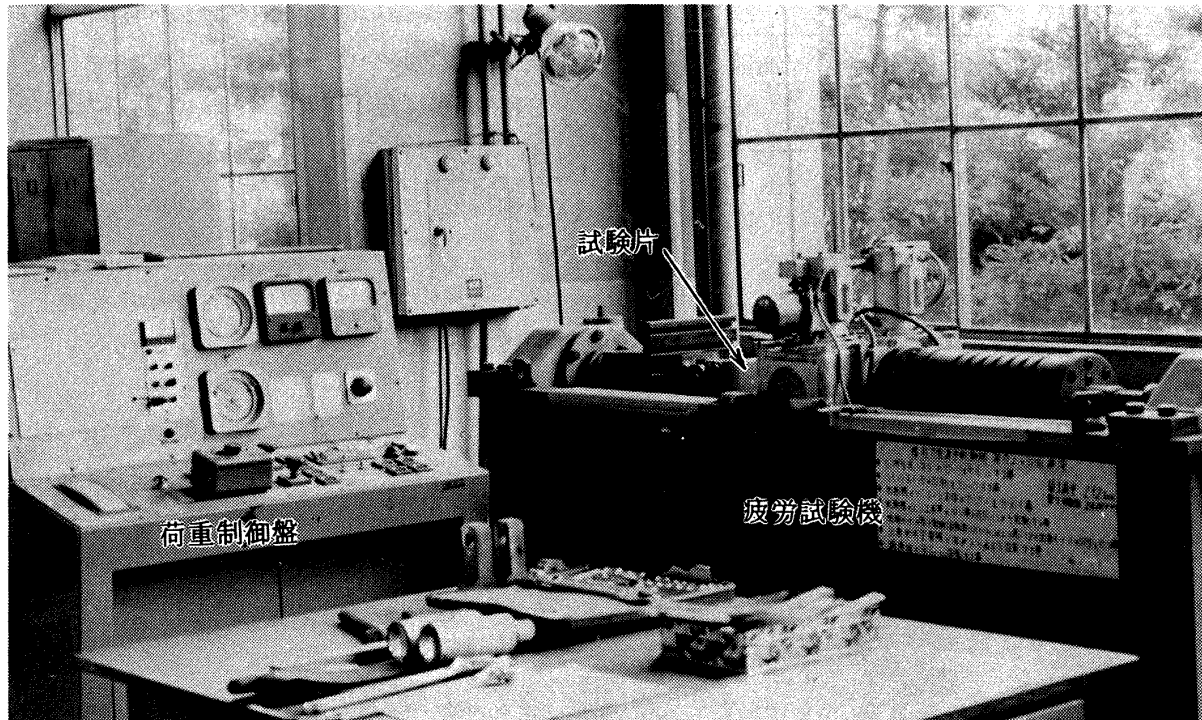


図 2 慣性力型疲労試験機

を発生・進展させた。疲れき裂の測定は疲労試験を停止させることなく、ストロボ装置を併用することによって試験片の振動周期と同期させ、き裂を開口状態に保持して測長器の付いた 20 倍の読取り顕微鏡を用いて行い、き裂が 0.5mm または 1mm 進展するごとにその時の累積繰返し数を記録した。なお、荷重の負荷速度はいずれの場合も 25Hz (1,500cpm) に保持した。

2.3 腐食試験

腐食の進行状況を調べるための試料は疲労試験を実施した後の破断した破面を用いた。腐食試料は破断した試験片からの採取位置を明らかにするため、図 1 に示すように初期切欠き部を中心にして時計回りに A, B, C 及び D と 4 分割し、さらにそれらを

切欠き部中央から試験片端部へ向けて 5 等分して、それぞれ -1 ~ -5 の記号を付した。電子顕微鏡に用いる観察試料の大きさは直径で 10mm 以下にする必要があるため、高さ約 5mm、幅約 9.6mm とした。切り出した観察試料は同一環境条件下における破面形態の相違による腐食進行の程度を調べるため、A, B, C 及び D のうちで、試験片中央部近傍の比較的平坦な疲労破面 (-1 の部分) と最終破断部近傍の凹凸の激しい延性破面 (-5 の部分) の 2 個を 1 組として、表 5 に示すように大気密閉容器、真水、3% 食塩水 (海水を模擬) 及び屋外大気 の 4 つの環境にそれぞれ設置した。なお、試料を納めた容器は屋外大気環境を除いて、すべて温度 24°C 前後に管理されている部屋に保管した。

表 5. 観察資料を保持した条件

	環 境 条 件
大気密閉容器	乾燥したガラス容器に試料を入れて密閉する。
真 水	ガラス容器に真水 100cc を入れてその中へ資料を浸漬した後に密閉する。
3 % 食 塩 水	ガラス容器に 3 % 食塩水 100cc を入れて、その中へ試料を浸漬した後に密閉する。
屋 外 大 気	研究所屋上の日当り、通風ともに良好な場所に放置する。 実施時期 (7 ~ 8 月頃)

2.4 電子顕微鏡観察

破面観察には走査型電子顕微鏡(Scanning Electron Microscope : SEM)を用いた。その外観写真及び主

な仕様をそれぞれ図 3、表 6 に示す。SEMの原理は図 4 に示すように、電子銃①から発生する電子線束を電子レンズ(集束レンズ②、対物レンズ③)で縮小・照射し、試料表面を二次元的に走査することによって、試料から放出される電子を電子プローブ⑤で検出・同期させてブラウン管⑥(Cathode Ray Tube : CRT)上に像を描かせるものである。SEMは低倍率から高倍率までの像が比較的容易に得られ、焦点深度も非常に深く、観察試料の準備も簡単に行えるなどの特長を持っている。

SEM観察は以下の手順によって行った。

- (1) 観察試料を表 5 に示すような腐食環境に設置する前に、あらかじめ観察位置を決めて撮影しておく。
- (2) 写真の撮影は観察破面の焦点、コントラスト及び輝度を調整した後、シートフィルム(ポラロイ

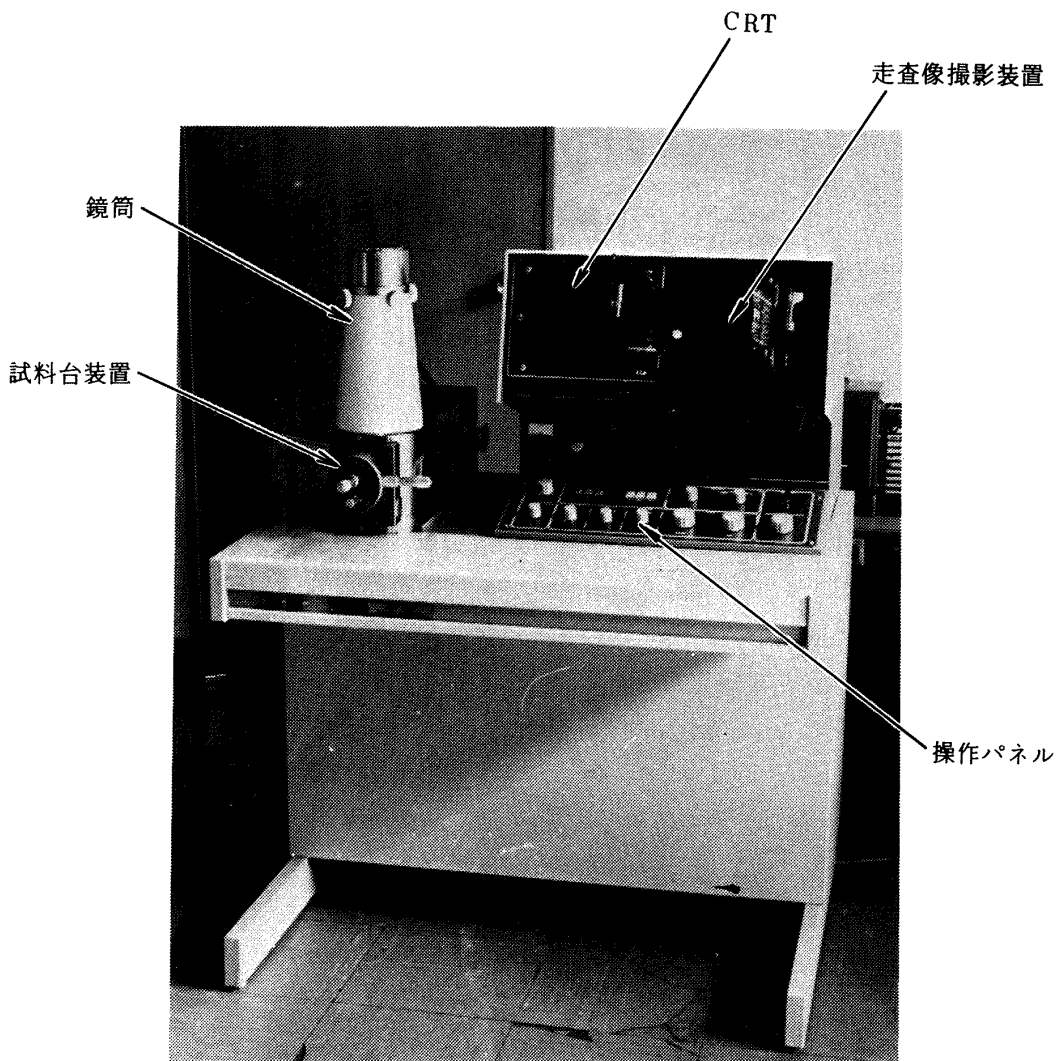


図 3 走査型電子顕微鏡

F製 TYPE52, ASA400)を装填して、レンズの絞り値 F を 16 に設定して行った。

(3) 撮影倍率は巨視的及び微視的観察によってより多くの情報を得るためと、観察していた同一破面

の位置決めに利用するために、最も低い倍率(35倍)、中間倍率(1,000倍)、それに任意の高い倍率(5,000倍または10,000倍)の3種類を選んだ。

(4) 腐食環境に設置された観察試料は適当な時間

表 6. 走査型電子顕微鏡の主な仕様

分 解 能	8 nm(25 Kv, WD = 12mm; WD: 作動距離)
倍 率	× 15 (WD = 48mm) ~ × 100,000 (WD = 12mm)
像 の 種 類	2次電子像, 反射電子像
加 速 電 圧	5Kv, 15Kv, 25Kv
電子銃フィラメント	プリセンタード, フィラメント, カートリッジ交換式
レ ン ズ 系	3段縮小系(集束レンズ2段, 対物レンズ1段)
軸 合 わ せ	機械的軸合わせ機構
非点収差補正	8極電磁方式(スティグマファイнда内蔵)
視野微小移動	電磁方式, 全方位最大 10 μm (25Kv, WD = 20mm) ジョイスティック式
試料ステージ	ユーセントリック式
試料移動範囲	水平移動…… X = 10mm, Y = 10mm
	傾 斜…… T = - 40° ~ + 90° (WD = 48mm: - 30° ~ + 90°)
	回 転…… エンドレス
作動距離(WD)	12mm, 20mm, 48mm
試料寸法	10mmφ × 10mmh
試料交換	ステージ取出方式

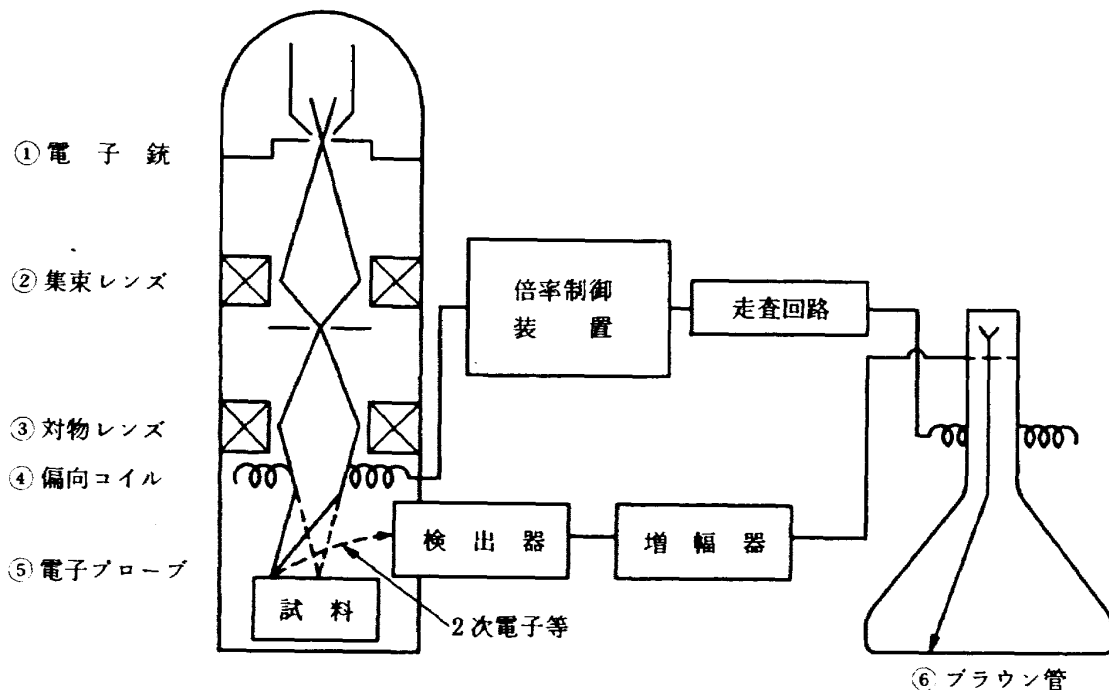


図 4 走査型電子顕微鏡の原理

間隔ごとに取り出して水洗・乾燥処理が行われ、(1)で観察したものと同一箇所の破面を撮影する。なお、SEM観察用の試料着脱に関連して、同一箇所の破面をCRT上に短時間に再現する方法を付録に示す。

3. 試験結果と考察

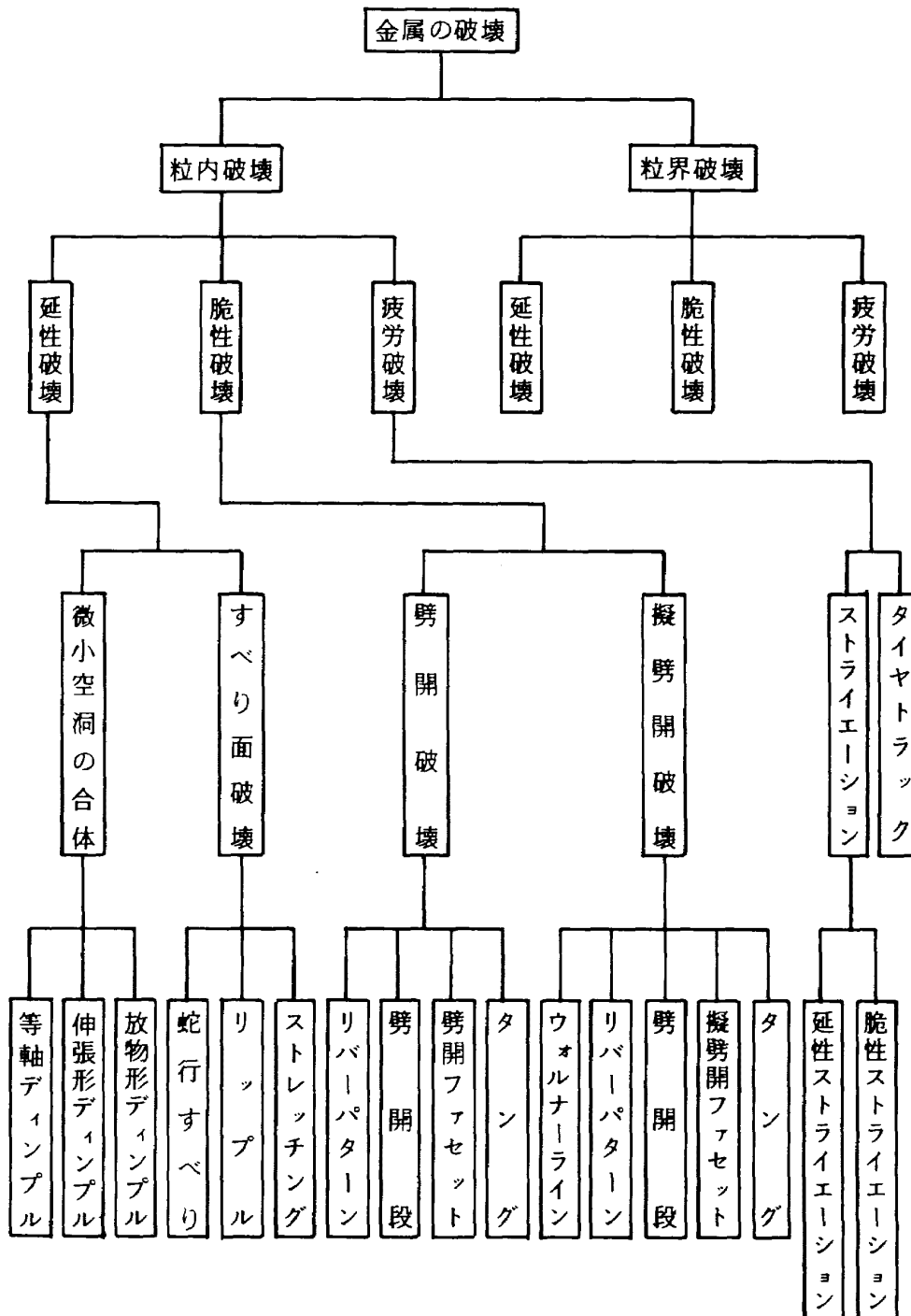
3.1 疲労試験(き裂進展速度及び負荷荷重の推定)

疲労試験の結果の一例として、ここではSEM観察によって得られたストライエーション間隔と巨視

的な疲労き裂進展の測定値との関係について検討した。また、巨視的な疲労き裂の進展とき裂先端の力学的パラメータである応力拡大係数範囲 (ΔK) との関係についても検討を行い、破面のストライエーション間隔が既知であれば負荷荷重の推定が可能となることを示した。

一般に金属破面の特徴的模様は種々の破壊機構によって分類され、表7のように示される。表中における疲労破壊は機械部品の使用破損に占める割合が

表7. 破壊破面の体系一覧



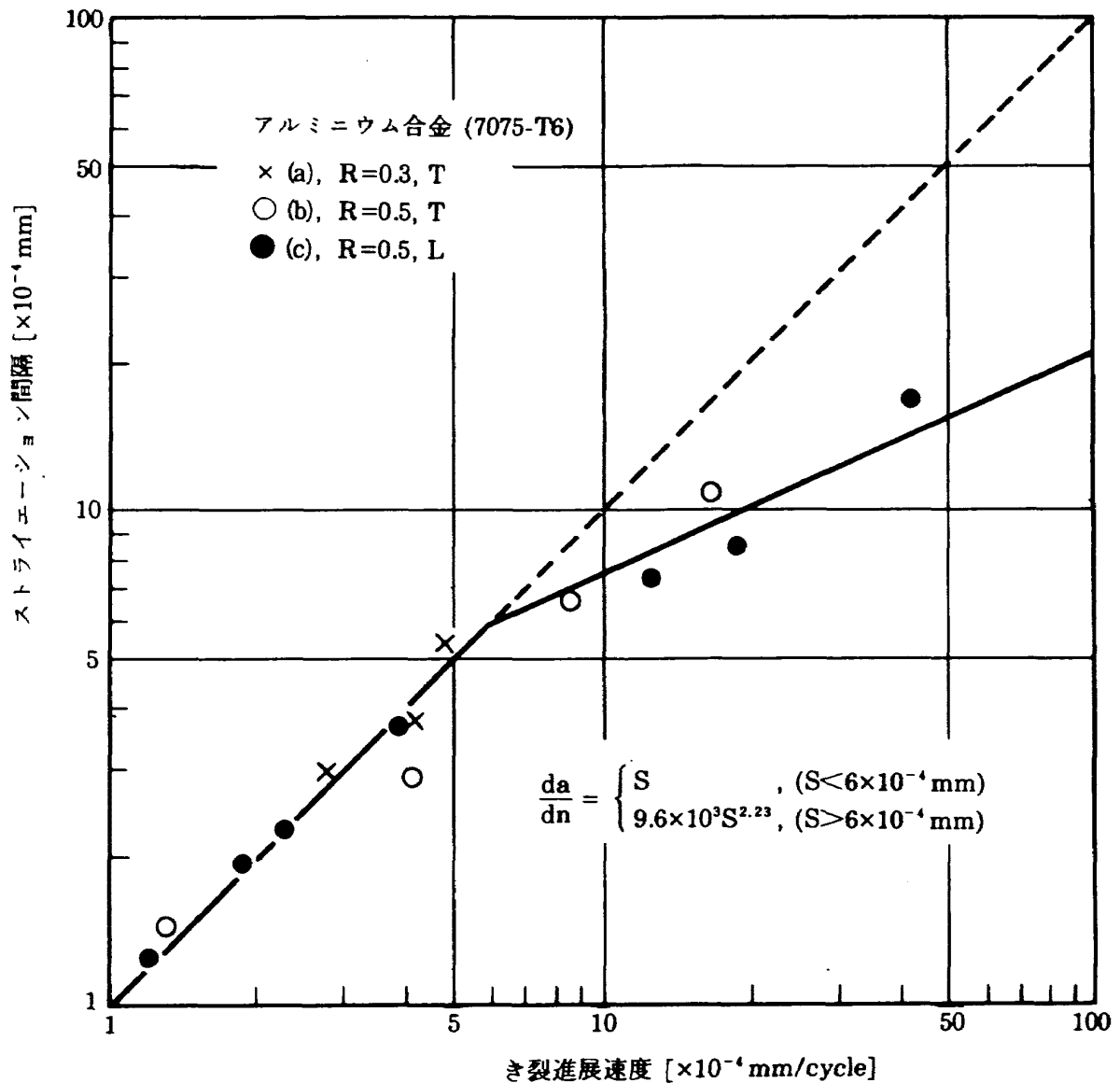
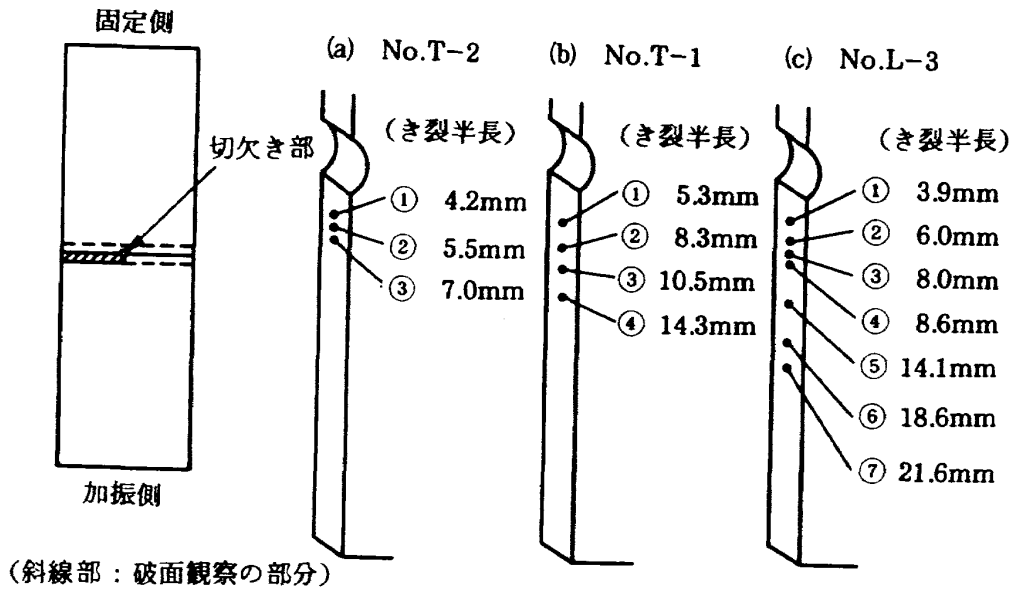


図5 ストライエーション間隔とき裂進展速度の関係

70%であるといわれている。⁷⁾この疲労破壊に伴って、破面には繰返し荷重の1サイクルごとにストライエーション(Striation)と呼ばれる縞模様が形成される。このストライエーションの幅が1サイクル荷重あたりのき裂進展量を示すのであれば、ストライエーション間隔(S)は巨視的なき裂進展速度(da/dn)と一致するはずである。したがって、事故破面にストライエーションの存在が認められ、なおかつその間隔を測定することができれば、構造材料の荷重履歴を推定することが可能となる。破面観察した各々の位置におけるストライエーション間隔と巨視的なき裂進展速度との関係を図5に示す。疲労試験の結果ストライエーション間隔とき裂進展速度が等しければ、実測値は勾配1の直線上に分布しなければならない。ところが、実際にはき裂進展速度が 6×10^{-4} mm/cycle程度の範囲までほぼ直線上に分布しているが、き裂進展速度がそれ以上の領域になるとストライエーション間隔がだんだん小さくなる傾向を示している。これはき裂進展速度が大きい領域になると疲労破面に延性破面が混在してきて、延性破面の特徴であるディンプル模様の破面率が徐々に増加するためであると考えられる。ストライエーションとき裂進展速度の関係を2本の直線で近似すると次式のように表示される。

$$\frac{da}{dn} = \begin{cases} S & , (S < 6 \times 10^{-4} \text{ mm}) \\ 9.6 \times 10^3 S^{2.23} & , (S > 6 \times 10^{-4} \text{ mm}) \end{cases} \quad (1)$$

式(1)の関係は応力比及び試験片の採取方向に関係なくほぼ同じ傾向を示した。この結果から、各種機械・構造物に使用されている金属材料のストライエーション間隔とき裂進展速度との関係が既知であれば、事故破面から得られるストライエーション間隔を測定することによってき裂進展速度を推定することができる。さらに、疲労破面では破面形態から以下の手順によって負荷荷重をも推定することができる。

(1) 先に述べたようにストライエーション間隔を測定することによって、式(1)を用いてき裂進展速度が推定できる。

(2) あらかじめ事故破面と同一な金属材料のき裂進展速度と応力拡大係数範囲との関係が求められていれば、(1)で得られたき裂進展速度の値を用いて応

力拡大係数範囲を知ることができる。

(3) 応力拡大係数範囲が既知となれば、その破壊位置におけるき裂長さや部材の幾何学的条件から負荷荷重を推定することが可能となる。

例えば、本試験で用いた中央き裂を有する平板試験片の応力拡大係数範囲(ΔK)は次式のように表わされる。

$$\Delta K = \Delta \sigma \sqrt{\pi a} \cdot F(\lambda) \quad (2)$$

ここで、 $\Delta \sigma$ は試験片に負荷される全振幅応力範囲、 a はき裂半長、 $F(\lambda)$ は試験片の有限板幅の補正係数をそれぞれ示している。ここで行った疲労き裂進展試験から得られたき裂進展速度と応力拡大係数範囲との関係を両対数表示で示せば図6のようになる。同図からき裂進展速度と応力拡大係数範囲との間にはほぼ比例関係が成り立ち、次式のように表わされる。

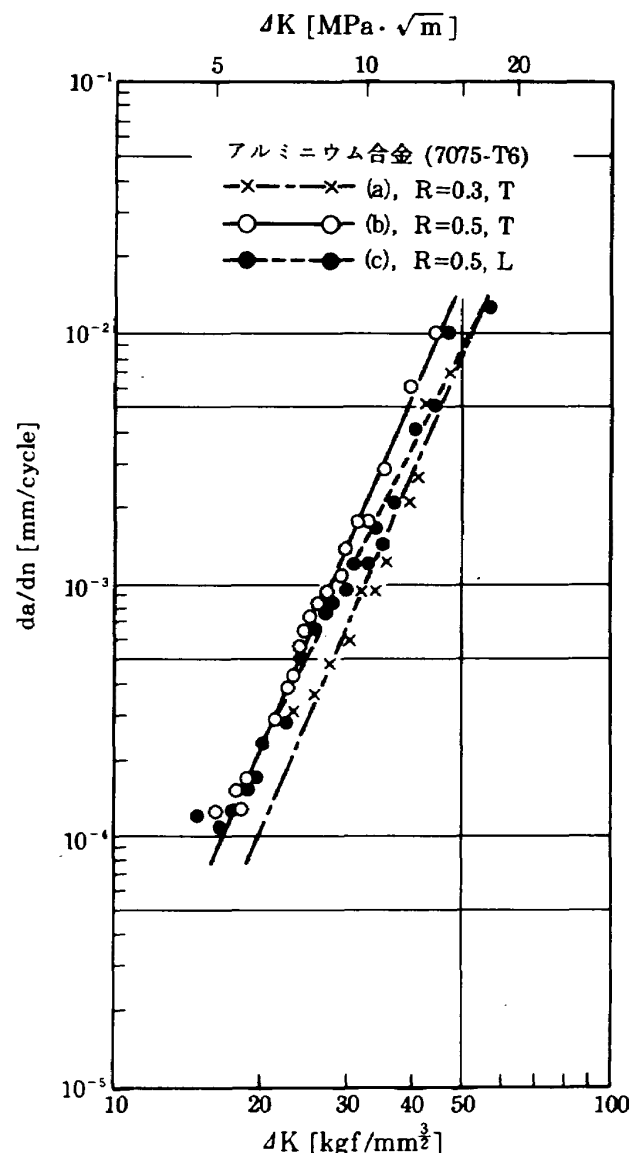


図6 き裂進展速度と応力拡大係数範囲の関係

表 8. 材料定数 C と m の値

試験片番号	応力比 R	試験片の採取方向	C	m
No. T-1	0.5	T	1.53×10^{-10}	4.73
No. L-3	0.5	L	1.77×10^{-9}	3.93
No. T-2	0.3	T	1.08×10^{-10}	4.62

$$da/dn = C(\Delta K)^m \quad (3)$$

ここで、C と m は材料定数であるが、アルミニウムの場合 Paris と Erdogan⁸⁾ は広範囲なデータを整理した結果 $m=4$ とし、次式のような 4 乗則を提案している。

$$da/dn = C\Delta K^4 \quad (4)$$

表 8 には図 6 の試験結果に基づいて定数 C と m を最小 2 乗法によって求めた値を示すが、Paris らの 4 乗則に比較的近い値が得られていることがわかる。応力比 R (R = 最小応力 / 最大応力) を変化させた同じ T 方向の試験片について比較した場合、R = 0.3, 0.5 とともに勾配 m はほぼ等しいが、き裂進展速度については表 4 において $d\sigma$ を求めると R = 0.5 の方が R = 0.3 より低い値にもかかわらず、約 2 倍速くなる傾向を示している。このことから、本供試材については ΔK だけでなく、応力比の影響も受けて変化していることが理解される。また、応力比が同じで採取方向が異なった試験片を比較すると、き裂進展速度が約 3×10^{-4} mm/cycle まで両者はほぼ一致しているが、き裂進展速度がそれ以上の領域になると T 方向に比べて L 方向の方がだんだん遅くなる傾向を示している。

負荷荷重の推定は事故破面からストライエーション間隔を測定し、このストライエーション間隔と図 5 との関係からき裂進展速度が求められ、次にこのき裂進展速度と図 6 との関係から応力拡大係数範囲が得られるので、式(2)を用いることによって行うことができる。

3.2 腐食試験

疲労試験によって破断させた試験片から SEM 観察用の試料を切り出し、これらを表 5 に示すような環境に保持して、適当な時間間隔ごとに試料の腐食進行状態を観察した。それぞれの環境における試料

の観察結果は以下のとおりである。

3.2.1 大気密閉容器の場合

図 7 は試料を大気密閉容器に保持する前の破面形成直後の疲労破面及び延性破面を示したものである。図 8 は試料を保持してから 148 日後に観察したものであるが、疲労破面ではストライエーション模様も明瞭に確認され、破面上に全く変化が見られない。一方、延性破面は保持してから 22 日後に微小な腐食生成物が局部的に少し認められたが、148 日経過後も 22 日目とほぼ同じ状態を保持しており、ディンプル模様も容易に確認できた。これは容器内が乾燥しているため、腐食が進行しにくいことによるものと考えられる。したがって、試料をこのような状態に保管することができれば、比較的長期に渡って破面の良好な保存が可能となる。

3.2.2 真水の場合

図 9 は試料を真水に浸漬する前の疲労破面及び延性破面である。図 10 は試料を真水に浸漬してから 43 日後に観察したものであるが、疲労破面では浸漬 8 日後に微小な腐食生成物の点在している様子が認められた。これは水酸化アルミニウムを主成分とする白色の腐食生成物の粒⁹⁾と見られるが、29 日、43 日と長期化するのに伴って 8 日目の腐食した部分を中核として、腐食領域がさらに広がっていく様子が観察された。しかし、この段階ではまだストライエーションの痕跡が腐食を生じていない部分で明瞭に識別できる。一方、延性破面は 8 日目まで疲労破面と同じ挙動を示していたが、29 日後になると被膜状の腐食生成物ですべて覆われた状態となり、43 日後ではその上に新たな微小な腐食物の堆積が見られ、ディンプルの痕跡を識別することが困難となった。なお、延性破面では浸漬から 29 日後に図 11 (a) に示すように、観察した位置が腐食生成物の塊で覆われてしまい、最初の観察破面を確認できなかった。

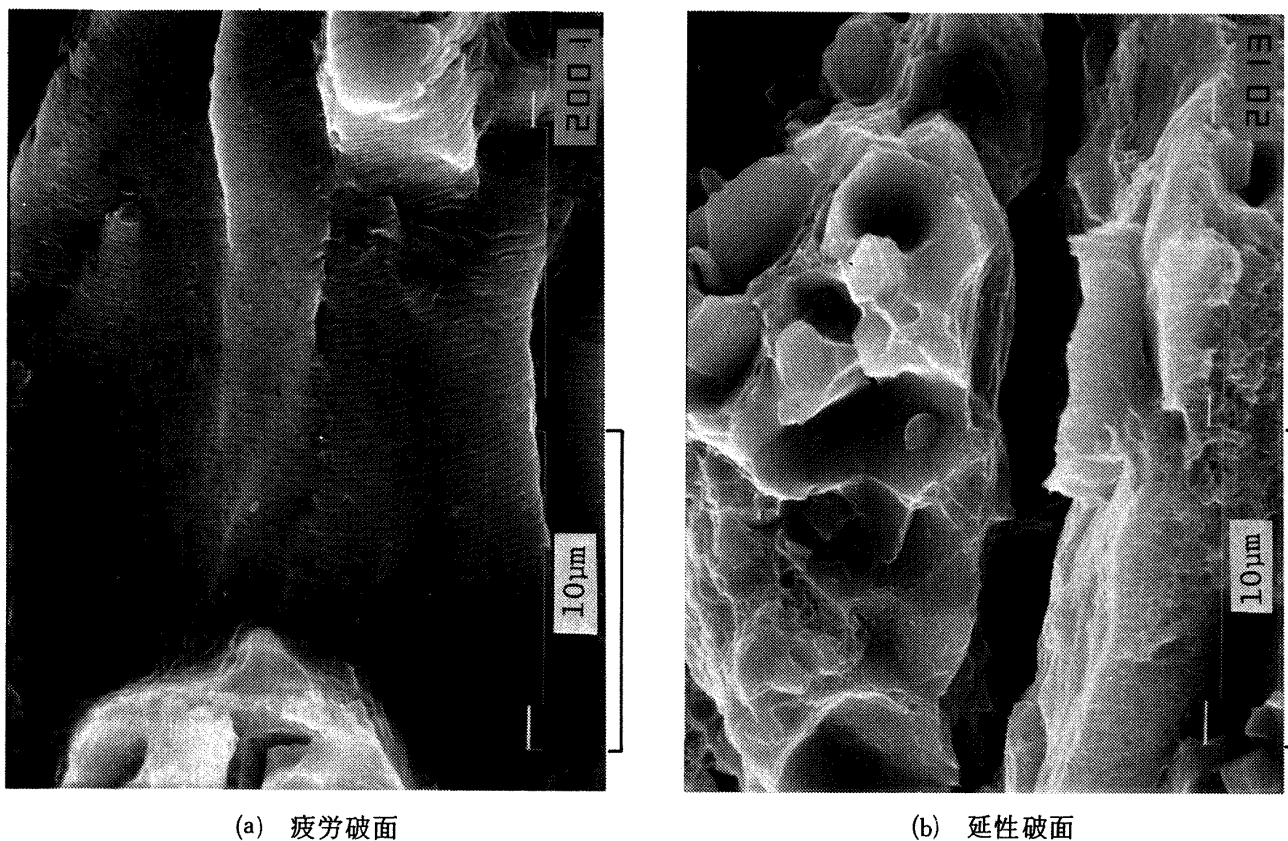


図 7 破断直後の観察試料

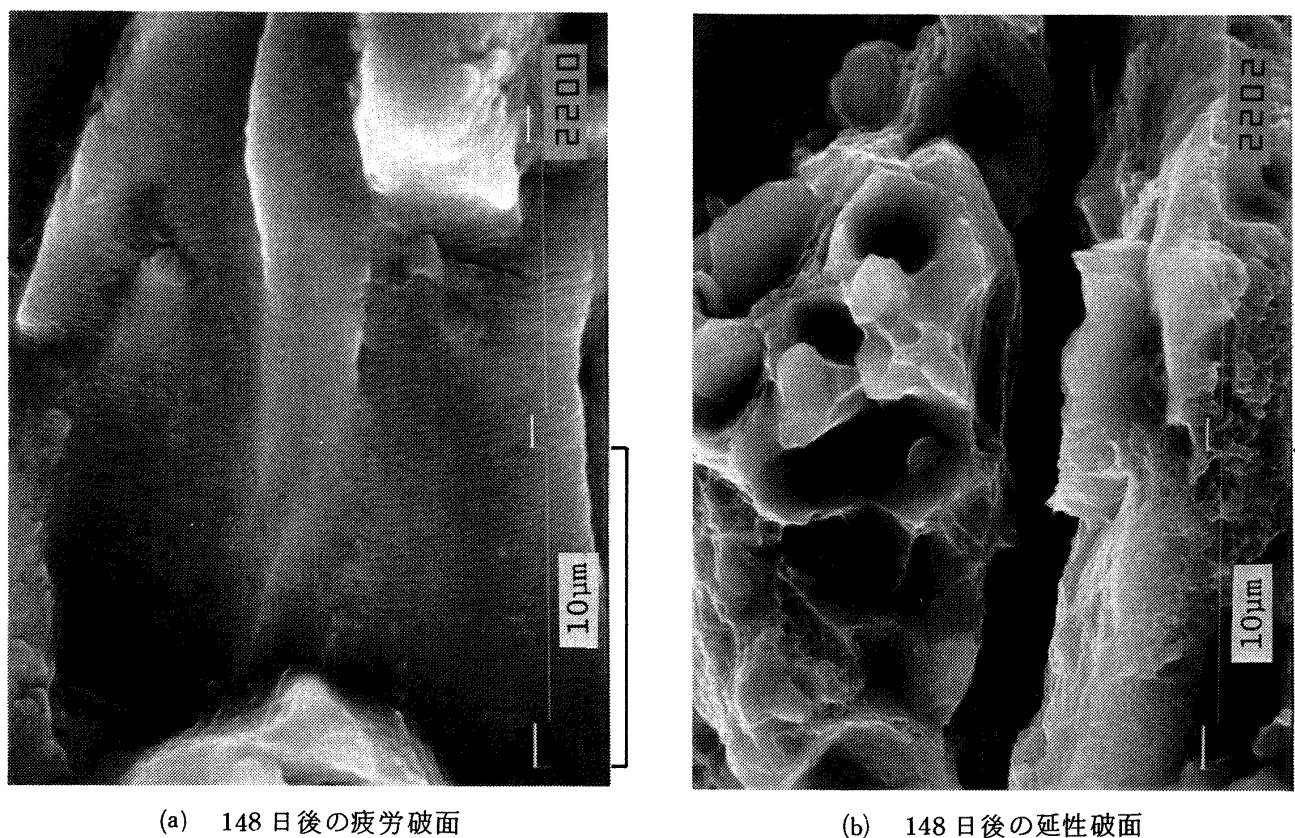
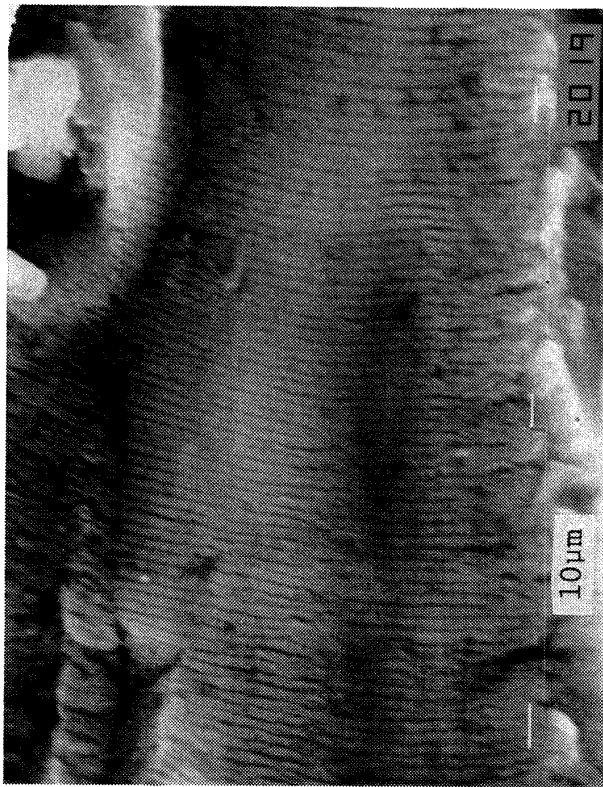
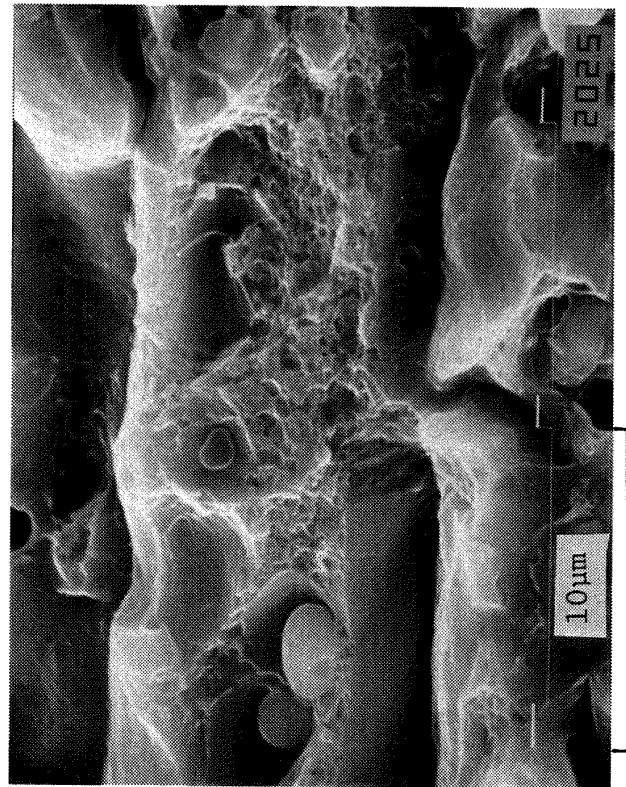


図 8 試料を大気密閉容器に保持した場合

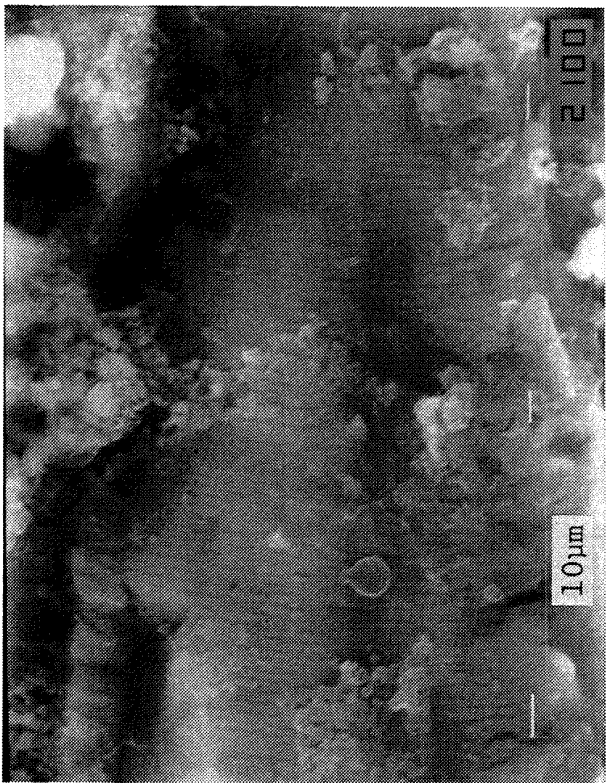


(a) 疲労破面

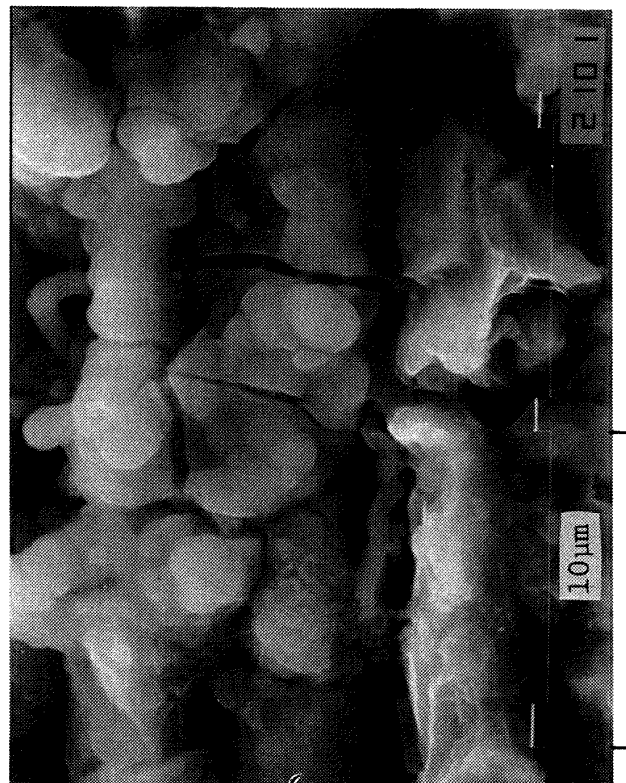


(b) 延性破面

図9 破断直後の観察試料

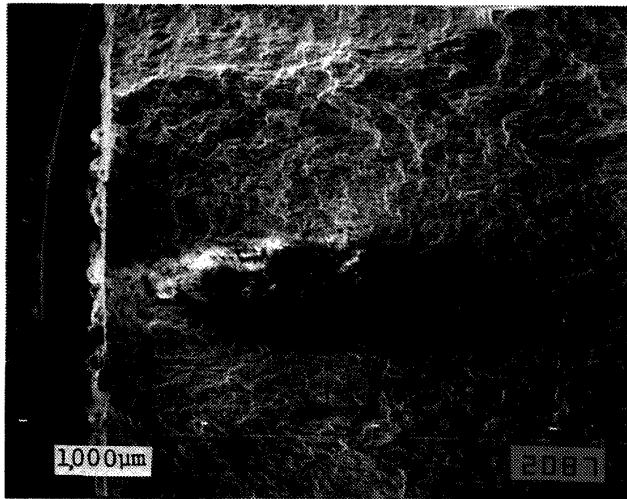


(a) 43日後の疲労破面

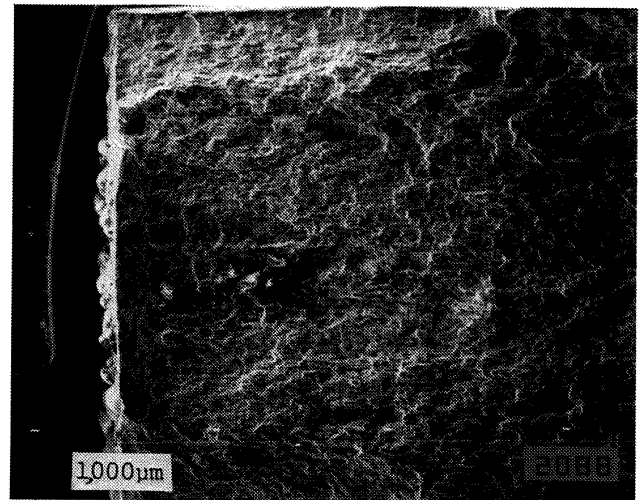


(b) 43日後の延性破面

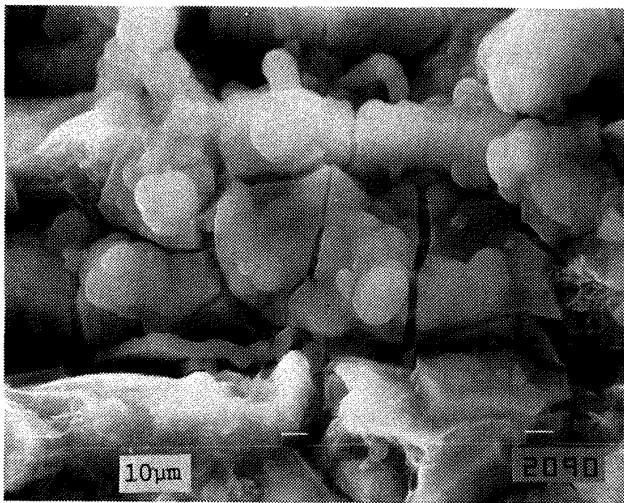
図10 試料を真水に浸漬した場合



(a) × 35, 真水に 29 日間浸漬



(b) × 35, 超音波洗浄を実施



(c) × 5,000, 延性破面

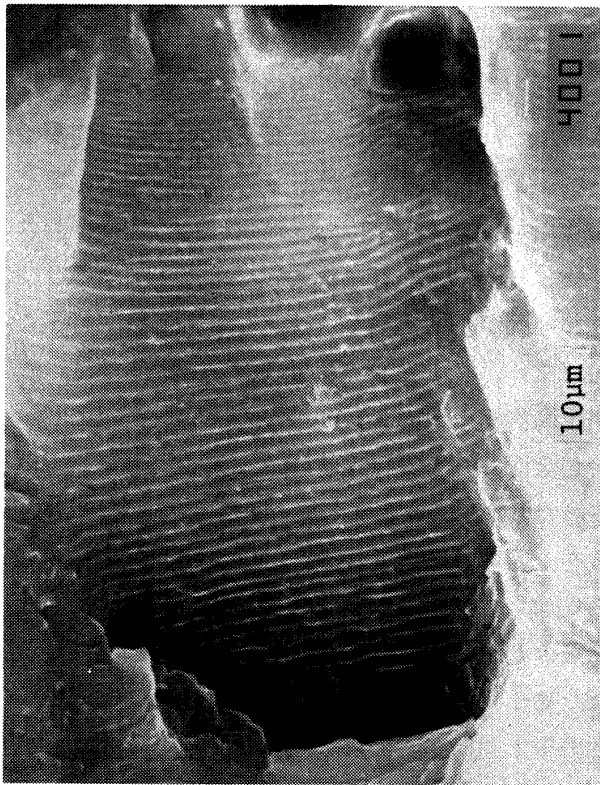
図 11 真水の場合における腐食の例

そこで、この試料を超音波洗浄処理したところ、図 11 (b) に示されるように、腐食生成物の大きな塊を取り除くことができた。だが、この部分を高倍率 (5,000 倍) で観察したところ、図 11 (c) に示されるように依然としてひび割れた被膜状の腐食生成物によって覆われていた。

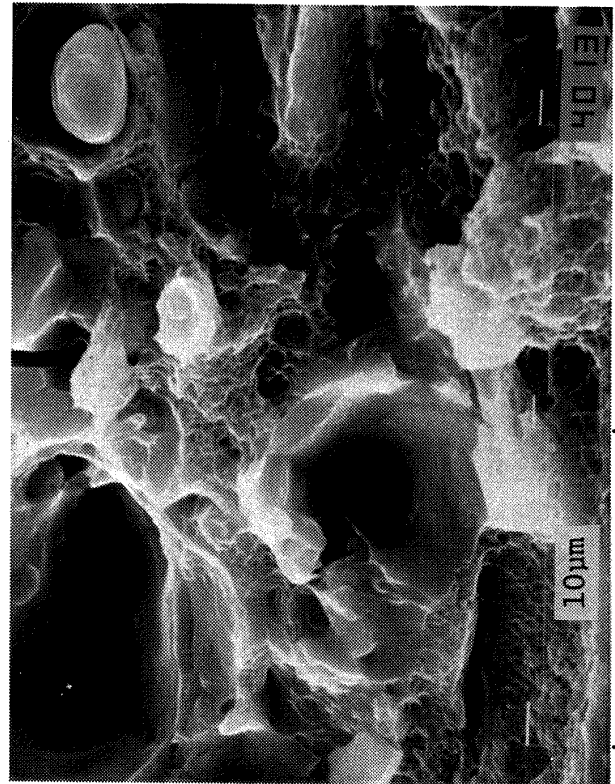
3.2.3 3%食塩水の場合

図 12 は試料を 3% 食塩水に浸漬する前の疲労破面及び延性破面である。図 13 は 3% 食塩水に浸漬してから 4 日後の疲労破面と 9 日後の延性破面を示す。一般に塩素イオンはアルミニウムの酸化被膜を破壊するので、海水中におけるアルミニウム合金を相当激しく腐食し、特に銅や亜鉛などを多く含有す

る 7075-T6 に対して耐食性を劣らせるものと考えられている。⁹⁾ 実際に、海水を模擬した 3% 食塩水中においてもその傾向が示され、疲労破面は浸漬してから 2 日目まで全く変化が認められなかったのが、3 日後に酸化被膜状のひび割れ状態及び局所的に腐食生成物の堆積している様子が認められた。4 日目以降では 3 日目と同じ破面状態であったが、SEM 写真の像がだんだん不鮮明となってきた。これは腐食生成物が徐々に厚みを増してきたことによって、試料表面から発生する二次電子が妨げられるためと考えられる。延性破面では疲労破面と同様に 3 日目からディンプルの上に新たな腐食生成物が発生し、8 日目になるとそれが急激な増加を示している様子

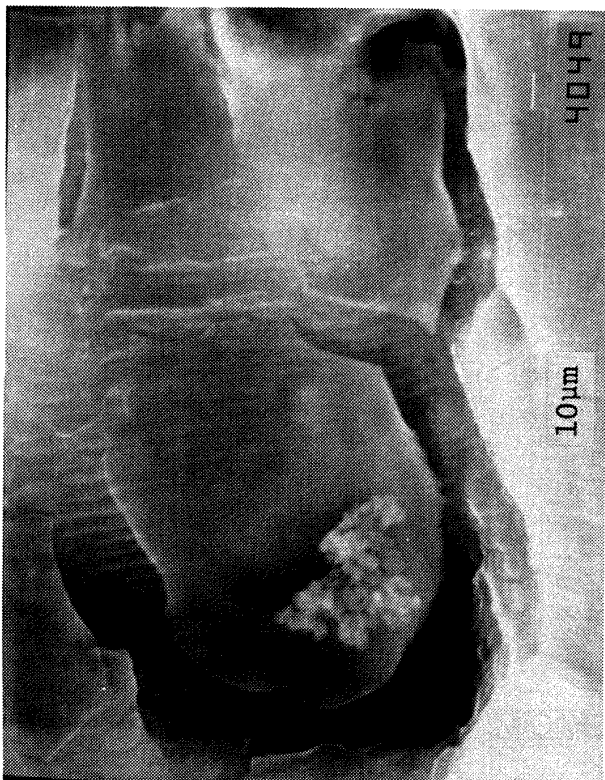


(a) 疲労破面

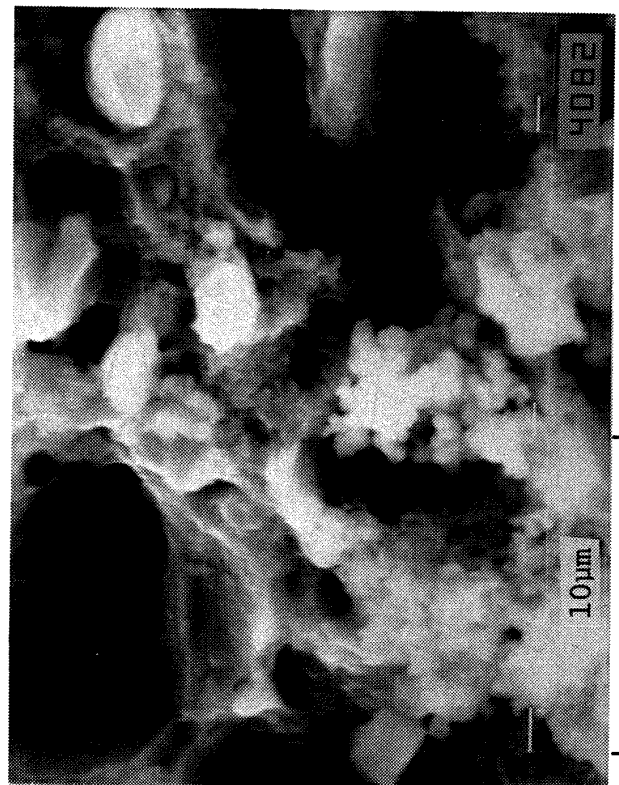


(b) 延性破面

図 12 破断直後の観察試料



(a) 4 日後の疲労破面



(b) 9 日後の延性破面

図 13 試料を 3%食塩水に浸漬した場合

が認められ、9日後にはディンプルの識別が困難となった。疲労破面及び延性破面は真水の場合も同様であるが、腐食生成物が破面上に一樣に発生するのではなく、破面形態や破面の観察位置の場所によっても腐食の進行状態に大きな相違が見られた。

3.2.4 屋外大気の場合

一般にアルミニウム合金は大気中では耐食性が良好であるが、腐食の影響因子として大気環境における温度、湿度、塩分、各工場から排出されるガスなどの公害汚染物質及びその他不純物などをあげることができる。特に我が国では季節によって腐食の状況が変化し、5月以降における気温、湿度などの上昇に伴って腐食量も著しく増加することが認められている⁹⁾。試料を屋外大気中に曝露した期間は7月11日～8月22日までで、その時の気象状況を図14に示すが、晴れ及び曇りの日が約8割を占め、1日の最高・最低の温度のばらつきが5～13℃程度、相対湿度80%以上の日が過半数であり、光化学スモッグの発令日が7日間あった。図15は試料を屋外大

気に曝露する前の疲労破面及び延性破面である。図16は屋外大気に曝露してから36日後に観察したものである。疲労破面は屋外大気に曝露して8日目に真水環境と同じように微小な腐食生成物の点在が認められ、15日、36日と日数が経過するにつれてその腐食領域が広がって、36日目になるとひび割れた酸化被膜で覆われた状態となったが、そのひび割れの間からストライエーション模様を認めることができる。図17は破断直後及び曝露36日後の破面を中間倍率(1,000倍)で観察したものであるが、試料が全面に渡って酸化被膜で覆われている様子が見られた。98日後では腐食生成物が観察していた位置を全面に覆ってしまい、SEM写真が全く得られなくなってしまった。そこで10分間の超音波洗浄を試みたところ、図18(a)に示すように36日後見られた酸化被膜のひび割れ状態が部分的に取り除かれ、若干不鮮明であるがストライエーションの痕跡も認められた。この部分を1,000倍で観察したものが図18(b)である。写真中央部の酸化被膜の一部に

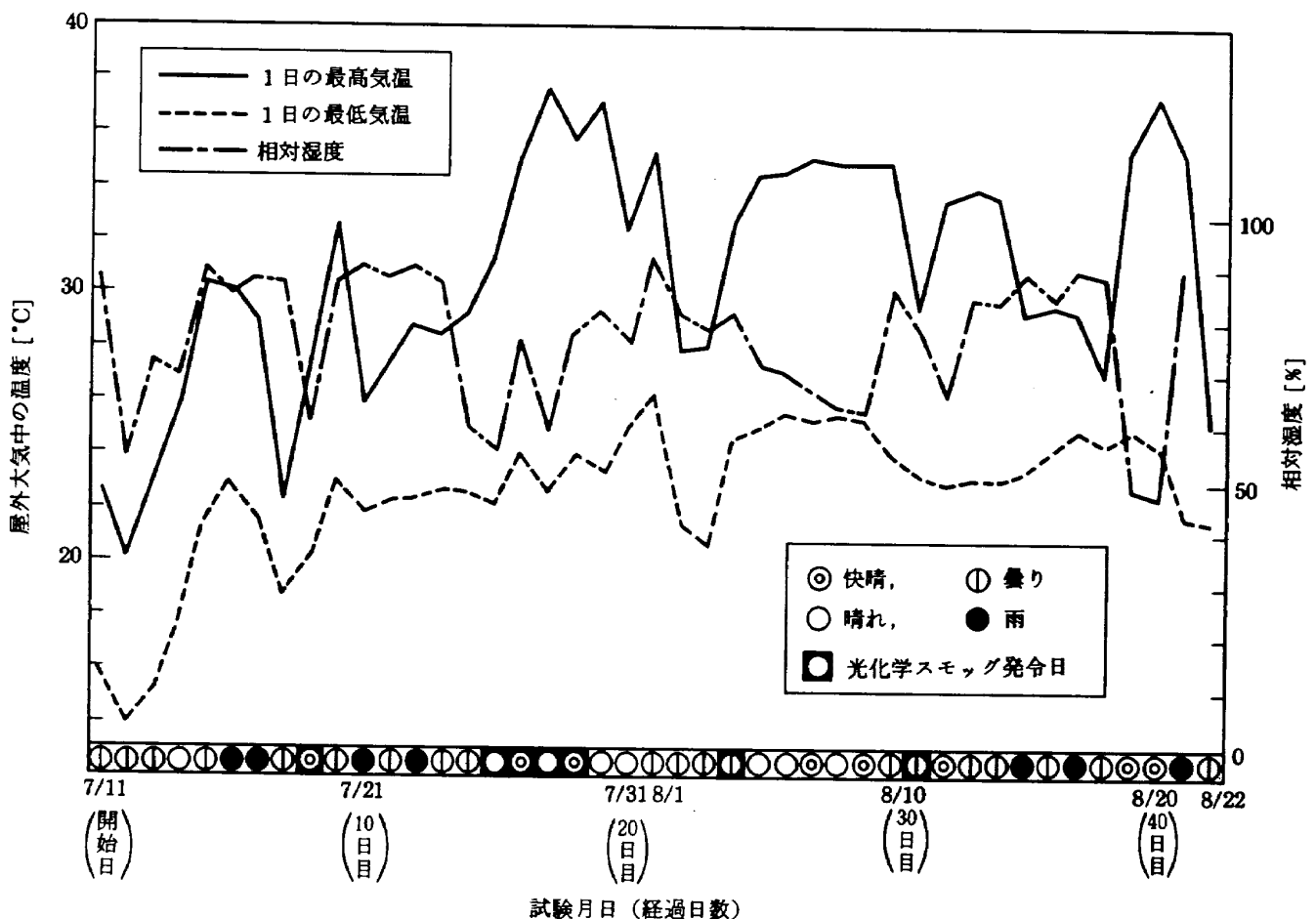
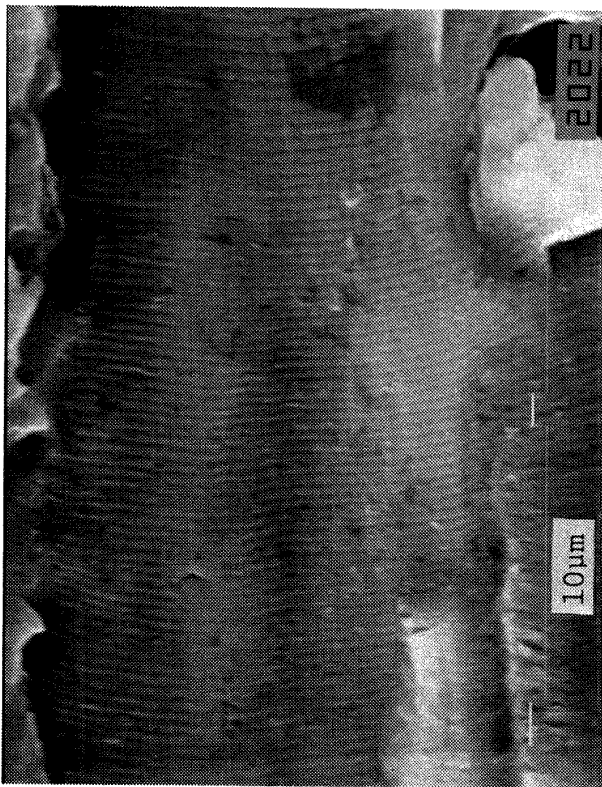
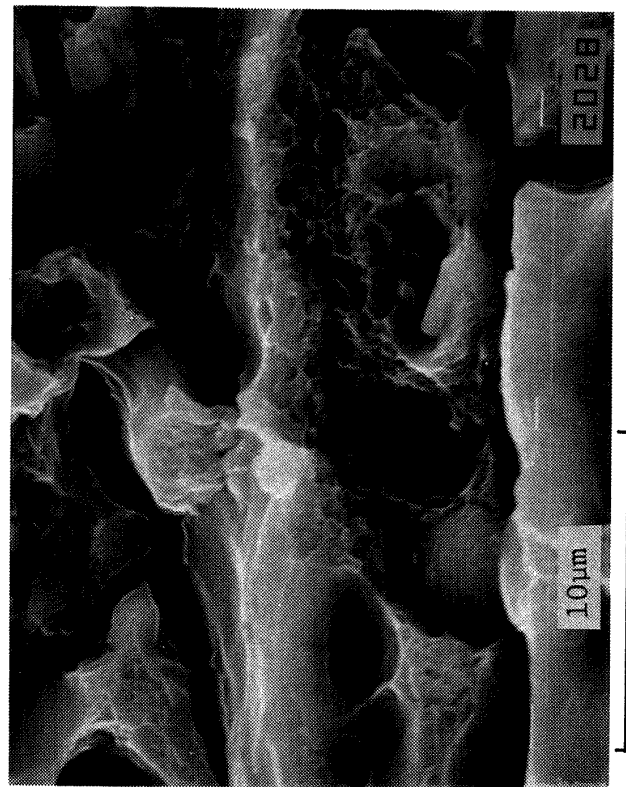


図14 屋外大気に曝露した期間の気象状況

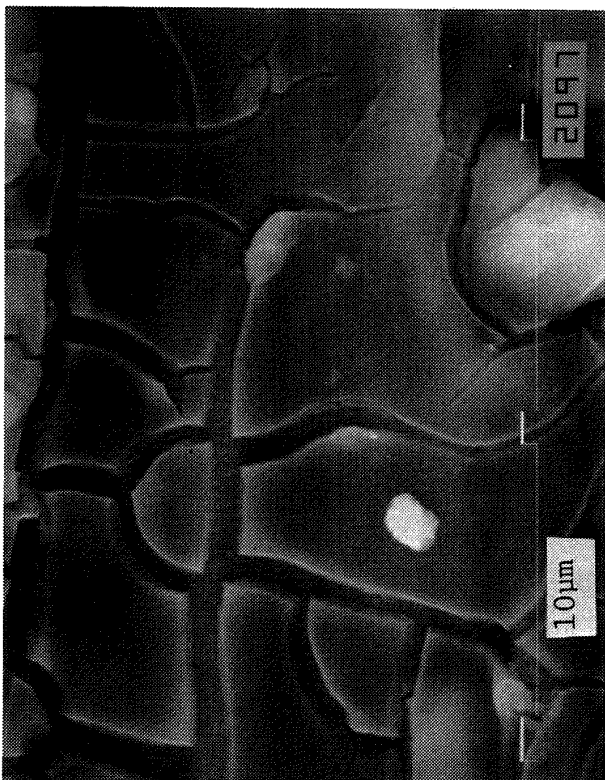


(a) 疲労破面

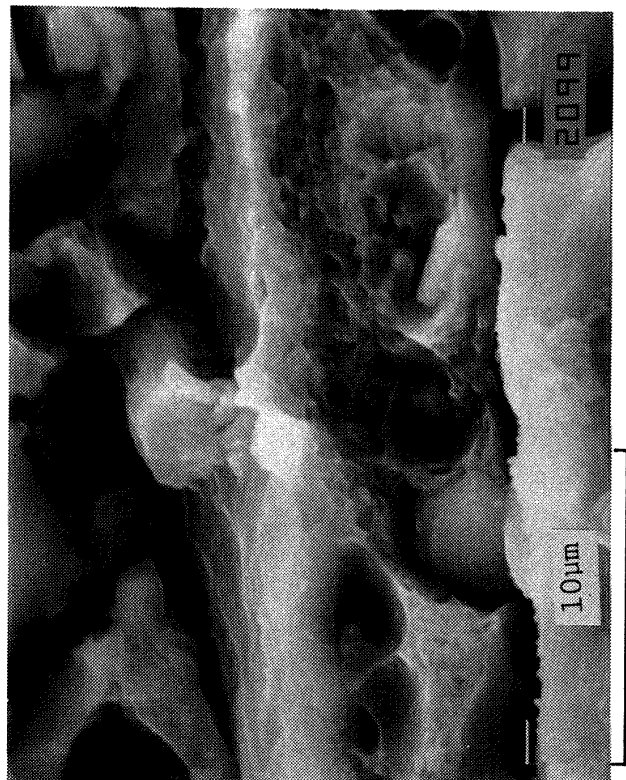


(b) 延性破面

図 15 破断直後の観察試料

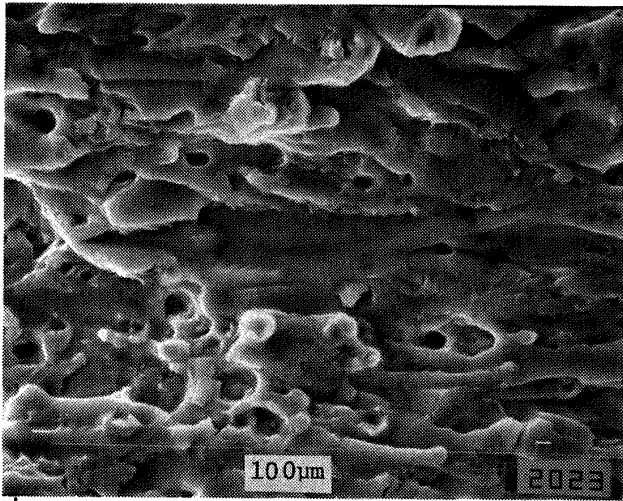


(a) 36 日後の疲労破面

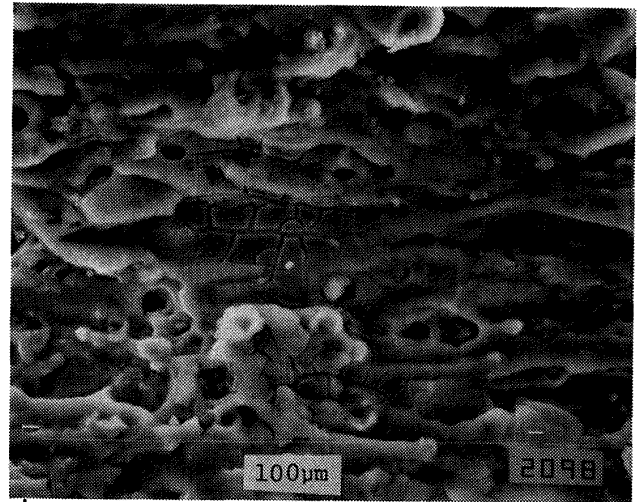


(b) 36 日後の延性破面

図 16 試料を屋外大気中に曝露した場合

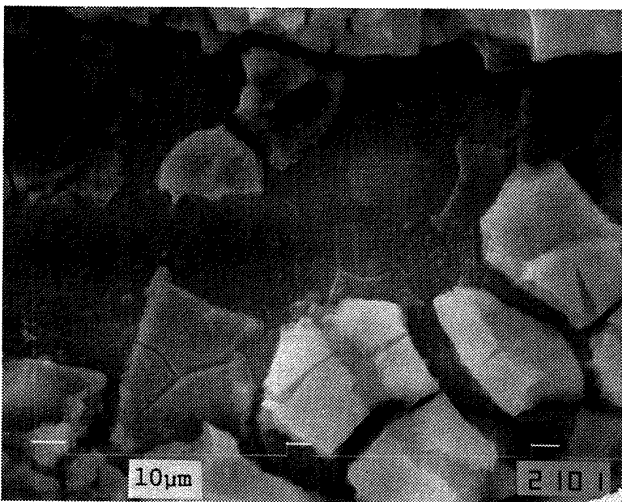


(a) × 1,000, 破断直後の観察試料

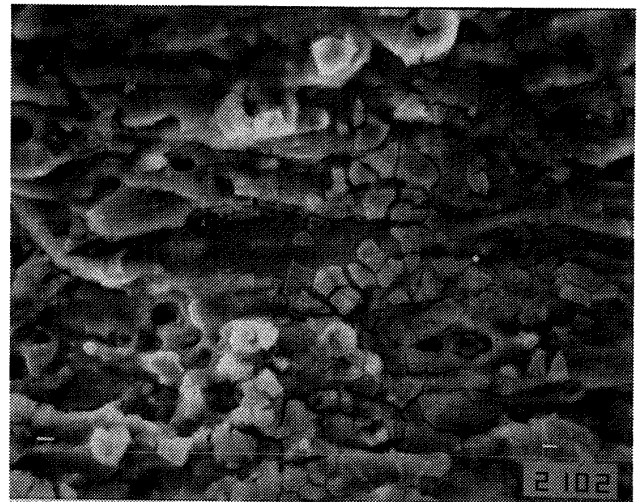


(b) × 1,000, 屋外大気に 36 日間曝露

図 17 屋外大気の場合における腐食の例



(a) × 5,000, 屋外大気に 98 日間曝露



(b) × 1,000, (a)の倍率を落して観察

図 18 超音波洗浄を実施した後の破面

ついて剥離している様子が認められたが、それ以外のところでは酸化被膜のひび割れ状態が依然として見られた。延性破面では図 16 に示すように観察するたびに腐食生成物が局部的に微増する傾向を示し、SEM像も全体的にやや不鮮明となってきたが、36 日間経過してもディンプルの識別が可能であった。98 日後では疲労破面と同様に観察していた位置が腐食生成物に覆われてしまい SEM像を観察できなかった。そこで、超音波洗浄を 30 分間実施したが、その効果は全く認められなかった。

4. ま と め

各種機械・構造物の破壊事故の原因究明に役立つ基礎的な資料を得るため、ここでは航空機構造用アルミニウム合金 7075-T6 板材を用いた疲労試験を実施し、走査型電子顕微鏡による破面解析を行った。また、事故現場等で採集された破面は環境による腐食などの二次的な損傷を受けることも予想されたので、真水、海水、屋外大気などの自然を模擬した環境下で腐食の進行を観察した。本研究で得られた結果を要約すれば以下のとおりである。

(1) 事故破面に疲労破壊の特徴を示すストライエーションが観察できれば、その部材の荷重繰返し履歴を次式によって推定することが可能となる。

$$\frac{da}{dn} = \begin{cases} S & , (S < 6 \times 10^{-4} \text{ mm}) \\ 9.6 \times 10^3 S^{2.23} & , (S > 6 \times 10^{-4} \text{ mm}) \end{cases}$$

(2) (1)の結果を用いて、その部材に作用した負荷荷重を推定することも可能となる。

(3) 破面の腐食進行は疲労破面及び延性破面上に同時かつ一様に発生するのではなく、破面の凹凸形態や環境条件などによって著しい相違が見られた。

(4) 3%食塩水及び屋外大気環境における疲労破面ではひび割れした被膜状の腐食を生じているのに対して、延性破面には腐食生成物の堆積が観察された。

(5) 真水の場合は(4)と逆で、疲労破面に腐食生成物、延性破面にひび割れした被膜状の腐食が観察された。

(6) 腐食の進行は3%食塩水の場合が最も激しく、疲労破面及び延性破面が3日ないし8日間程度でフラクトグラフィ的観察が困難となった。なお、大気密閉保持した場合は148日経過しても破壊時の特徴を鮮明に観察することができた。

疲労試験及び腐食破面のSEM観察には東京電機大学研修生の遠藤修弘、恩田昌一の両君にご協力をいただいた。ここに付記して感謝の意を表します。

参 照 文 献

- 1) 日本機械学会誌；“破壊事故調査と破面解析小特集号”，第76巻，第658号，(48-9)
- 2) 日本高圧力技術協会；“フラクトグラフィと事故解析に関するシンポジウム”，(49-6)
- 3) 坂本 昭；“ミクロ的破面観察による事故解析と実例”，フラクトグラフィによる破壊解析の基礎と応用，(49-7)
- 4) 西島 敏，下平益夫，増田千利；“フラクトグラフィによる重要破壊事故の原因調査”，金属材料技術研究所報告集，(昭和56年度)
- 5) 橋内良雄；“フラクトグラフィによる破損した機械部品の稼働応力振幅の推定”，第3回フラクトグラフィシンポジウム前刷集，(57-6)
- 6) 長尾幸男；“事故解析におけるフラクトグラフィの応用例”，同上
- 7) 吉田 亨；“マクロ観察”，金属材料，第14巻，第12号
- 8) Paris, P.C., F.Erdogan；Trans. ASME, D, 85, 4, P.528 ('74)
- 9) 日本学術振興会；金属防蝕技術便覧 P.101, P.103-P.105, (36-6)

付録 SEM 観察試料の着脱に際して、
同一観察位置を短時間に同定する
方法

疲労試験から得られたSEM観察試料は各種環境条件下に設置し、適当な時間間隔ごとに試料を取り出してSEM観察するという繰返しの作業を行う必要があるが、一般には高倍率のSEM画面に同一の破面を再現するのに多くの時間を費やすことになる。ここではこの問題を解消し短時間で同一破面をCRT画面に得るための方法として、次のような操作方法を考案した。

(1) 最初に試料を装着して、観察倍率を35倍に設定すると共にCRTの画面サイズを付図1の④EXP(焦点や露出合せなどに使用)にする。

(2) 観察試料の基準面の決定は付図2に示したように、試料のX軸及びY軸移動用つまみのマイクロメータを操作して、試料の上端及び右端をEXP画面のそれと一致させ、その時の目盛り値を X_1 及び Y_1 とする。但し、CRT画面では縦軸がX方向、横軸がY方向をそれぞれ示す。なお、CRT上のEXP画面の大きさはマイクロメータで測定したところX方向が1.14mm、Y方向が1.56mmである。

(3) SEM観察の任意の位置を設定した後、付図3に示したように、その位置のX方向及びY方向の各マイクロメータの目盛りを読み取り、その値をそ

れぞれ X_0, Y_0 とする。

(4) 試料の上端及び右端から任意の観察位置までの距離をそれぞれ $\Delta X, \Delta Y$ とすれば、次式のように表示される。

$$\Delta X = X_1 - X_0 \quad (A-1)$$

$$\Delta Y = Y_1 - Y_0 \quad (A-2)$$

(5) ここでは任意の観察位置がEXP画面の中央部にあるため、 X_1 及び Y_1 の値に付図2に示した観察基準面の上端及び右端に対してそれぞれ補正を行う必要がある。すなわち、X方向に0.57mm、Y方向に0.78mmと(2)のEXP画面の大きさの半分をそれぞれの方向に加える。したがって、真の ΔX 及び ΔY は次式のように示される。

$$\Delta X = X_1 - X_0 + 0.57 \quad (A-3)$$

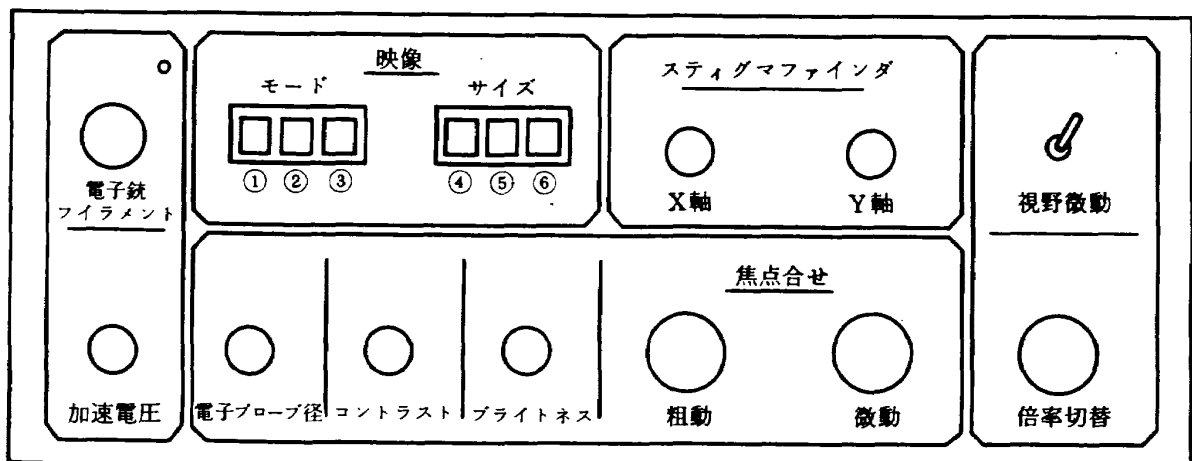
$$\Delta Y = Y_1 - Y_0 + 0.78 \quad (A-4)$$

(6) 試料をSEMから取り出した後に再び同じ破面の高倍率画像を短時間に実現するには次の手順に従う。試料を試料台に取り付けた後、(2)の操作と同じ要領で試料の上端及び右端の値 X_2, Y_2 をそれぞれ求める。試料端部から任意の観察位置までの距離 $\Delta X, \Delta Y$ は(5)においてすでに得られているので、真の観察位置 X_0, Y_0 が次式のように表示される。

$$X_0 = X_2 - \Delta X + 0.57 \quad (A-5)$$

$$Y_0 = Y_2 - \Delta Y + 0.78 \quad (A-6)$$

これらの X_0, Y_0 の値を試料台のマイクロメータで与える。

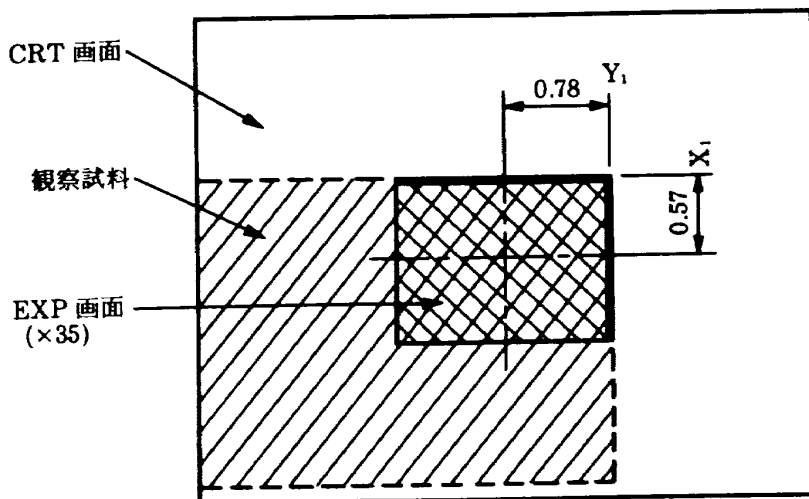


- ① **LSP** 波形観察
- ② **XMD** Y軸変調像
- ③ **PIC** 像観察
- ④ **EXP** 画面サイズ小
- ⑤ **PHOTO** 画面サイズ中
- ⑥ **FULL** フルサイズ

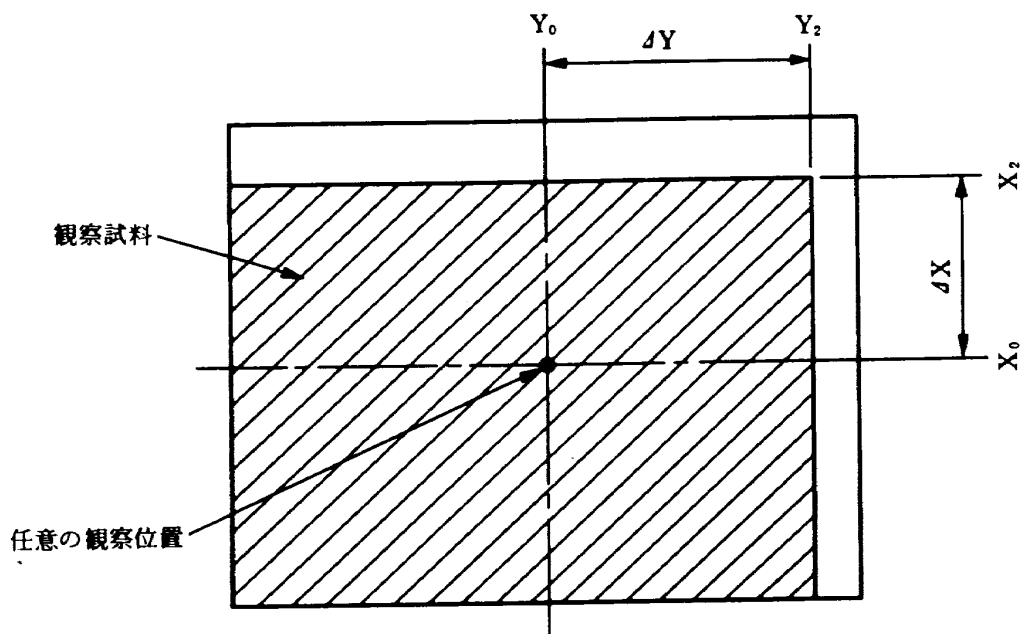
付図1 走査型電子顕微鏡の操作パネル

観察試料の同一破面の位置再現は以上の操作手順によってそれぞれ求められる。また、最初の観察時に 35 倍、1,000 倍及び 5,000 倍と観察倍率の異なる。

った写真を撮影しておき、この破面写真と(6)の操作とを併用すればより早く同一破面を得ることができる。



付図 2 観察基準面の決定



付図 3 EXP 画面の拡大図
(観察基準面から任意の観察位置までの距離)

航空宇宙技術研究所資料544号

昭和60年5月発行

発行所 航空宇宙技術研究所
東京都調布市深大東町7丁目44番地1
電話武蔵野三鷹(0422)47-5911(大代表)〒182

印刷所 株式会社三興印刷
東京都新宿区信濃町12三河ビル
