

機関番号：13201  
 研究種目：基盤研究（C）  
 研究期間：2008 ～ 2010  
 課題番号：20560069  
 研究課題名（和文）表面改質によるマグネシウム合金の耐腐食疲労性能向上に関する研究  
 研究課題名（英文）Study on improvement of corrosion fatigue strength of Mg alloy due to surface modification method  
 研究代表者 石原 外美（ISHIHARA SOTOMI）  
 富山大学・大学院理工学研究部（工学）・教授  
 研究者番号：60019221

(1)研究成果の概要（和文）：Mg合金に電解Niメッキ処理を施すことによって、腐食疲労強度の改善が認められた。また、陽極酸化処理(AD膜)単独ではMg合金の腐食疲労寿命を改善できないが、AD膜とP膜(塗装処理)のハイブリッド処理材によって、腐食疲労強度は改善できた。

研究成果の概要（英文）：It was clarified that corrosion fatigue strength of Mg alloy was significantly improved by electro-Ni plating on the specimen surface. In addition, anodizing of the Mg alloy is not expected to improve the corrosion fatigue strength. However hybrid treatment, i.e., anodizing and painting treatments is effective to improve the corrosion fatigue strength.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2008年度	1,300,000	390,000	1,690,000
2009年度	900,000	270,000	1,170,000
2010年度	900,000	270,000	1,170,000
年度			
年度			
総計	3,100,000	930,000	4,030,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：機械工学・機械材料・材料力学

キーワード：疲労，腐食疲労

### 1. 研究開始当初の背景

マグネシウム合金は実用金属中で最も軽量の金属であり、切削性、比強度、寸法安定性に優れるなど多くの長所を有している。さらにリサイクル性もよく、省エネルギー効果も期待できる。しかしながら、マグネシウム合金は耐食性に乏しいという欠点を有しており、湿気など腐食性雰囲気における耐食性は非常に悪く、腐食疲労について十分に考慮しなければならない。

### 2. 研究の目的

本研究では、マグネシウム合金 AZ31 押出材に電解 Ni メッキ処理を施したメッキ材、並びに膜厚を変化させた陽極酸化処理と、塗装処理を施した試験片を用いて、同材料の腐食疲労強度改善を目ざした。また、大気中並びに腐食環境において疲労試験を行い、上記試験片の疲労破壊メカニズムについても考察した。

### 3. 研究の方法

(1)供試材は Mg 合金 AZ31 押出材である。試験片形状は、掴み部直径 12mm，最小断面部直径 5.6mm の砂時計型丸棒試験片である。

(2)電解 Ni メッキ処理, 陽極酸化処理, 塗装処理は機械加工後の試験片にそれぞれ施した。

(3)疲労試験に用いた試験機は片持ち回転曲げ疲労試験機である。腐食疲労試験は, 定量ポンプを用いて腐食液を試験片に一定量滴下しながら, 実験を行った。腐食液はイオン交換水(純水)を媒介とする 3%NaCl 水溶液である。

(4)破断した試験片の破面を低真空 SEM により観察。また, レプリカ法を用いてき裂進展挙動を, 静的腐食特性を調査するために電気化学分極測定を行った。

#### 4. 研究成果

##### Ⅰ 電解 Ni メッキ処理材

(1)図 1 は電解 Ni メッキ処理材の大気中並びに腐食環境下の S-N 曲線を示したものである。図より電解 Ni メッキ処理材では, 大気中並びに腐食環境中における疲労寿命, 並びに疲労強度に大きな差異は認められない。従って, 電解 Ni メッキ処理による腐食疲労強度の改善が認められた。

(2)図 2[A]は, 大気中の疲労過程におけるメッキ材表面の連続観察結果を示したものである。図 2[A]-(a)の疲労負荷前の  $N=0$  では, メッキ処理によってできた半球状の窪み (Depression) が観察される。これらの窪みはメッキ表面に大小無数に存在している。図 2[A]-(b)の  $N=6000$  cycles ( $N/N_f = 15\%$ ) では, 矢印で示すように, 窪みの底よりき裂が発生している。

図 2[B]はメッキ材の腐食疲労過程の連続観察結果を示したものである。図 2[B]-(a), (b) 及び(c)中の破線は, 試験片表面に存在する楕円状の瘤 (Bump) を示したものである。破面観察で明らかになったが, この瘤はメッキ膜と基材の界面に生成した不規則な形状を有する窪みに起因すると推察される。図 2[B]-(a), 並びに(b)では, 試験片表面から見る限り, 窪み部にはき裂が発生していない。しかし, 図 2[B]-(c)の  $N=3000$  cycles では, 長さが  $300\mu\text{m}$  以上のき裂が突然発生, 進展している。このき裂は, 試験片表面からではなく, メッキ膜と基材の界面に存在する不規則形状の窪みから発生, 進展していた。以上すべての疲労試験結果から, メッキ材の大気中, 並びに腐食疲労過程では, 環境に関係なくメッキ膜表面に生成した半球状窪み, あるいはメッキ膜と基材の界面に生成した不規則な形状を有する窪み部からき裂が発生した。

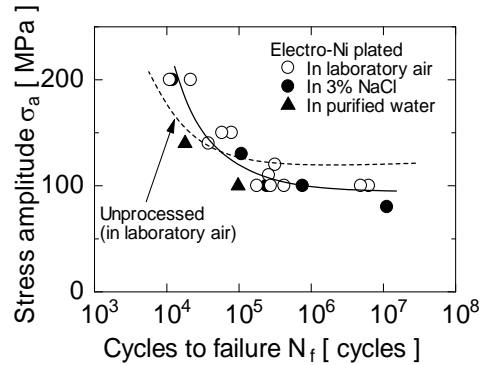


Fig. 1 Effect of corrosive environment on S-N curves in electro-Ni plated specimen.

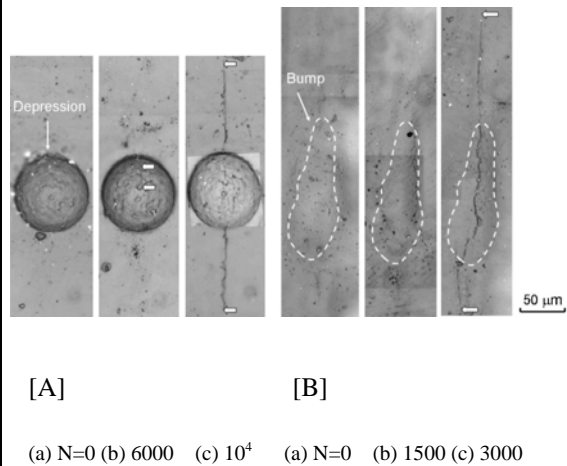


Fig. 2 Successive observations of the electro-Ni plated surface during the fatigue process in [A] laboratory air and [B] in purified water, at a stress amplitude of 140 MPa.

##### Ⅱ 陽極酸化処理(AD)並びに塗装処理(P)の影響

(1)図 3 は腐食環境下における S-N 線図を示したものである。陽極酸化処理(AD)のみを施した  $AD_{10}P_0$ ,  $AD_{30}P_0$  試験片の腐食疲労寿命は裸材(Unprocessed)と等しく, AD 膜による腐食疲労寿命の改善は認められない。一方, 塗装処理(P)のみを施した  $AD_0P_{20}$  試験片の腐食疲労寿命は, 図中破線の大気中における裸材と同程度であり, P 膜(塗装処理)による腐食疲労寿命の大きな改善が確認できる。同様に  $AD_{10}P_{20}$  試験片においても, 裸材よりも腐食疲労寿命が長くなっていることから, 腐食疲

疲労寿命の改善が確認される。以上、陽極酸化処理(AD 膜)単独では腐食疲労寿命を改善できないが、AD 膜と P 膜(塗装処理)のハイブリッド処理材は、腐食疲労寿命を改善することができる。しかし、ハイブリッド処理材でも、AD 膜を厚くするに従って、耐腐食疲労性能の改善効果が減少する。AD 膜を 30 $\mu\text{m}$  としたハイブリッド処理材の AD<sub>30</sub>P<sub>20</sub> 試験片では、裸材と同程度の腐食疲労強度まで低減することから、塗装処理 (P 膜) による改善効果は消失した。

(2)FEM 解析ソフト ANSYS を用いて、荷重を負荷した際に、AD 膜厚さならびにその粗さに起因して P 膜に発生する弾性ひずみを定量的に求めた。AD 膜、及び P 膜のヤング率は、それぞれ 70, 0.07GPa, ポアソン比 0.3 とし、100MPa の応力が作用しているとして解析を行った。ANSYS 解析結果より得られた粗さ R[ $\mu\text{m}$ ]と、P 膜における弾性ひずみ $\epsilon_x$ [%]の関係を図 4 に示す。図より AD 膜の粗さが大きくなるに伴い、P 膜のひずみ値も増加することがわかる。

(3)AD<sub>0</sub>P<sub>20</sub>, AD<sub>10</sub>P<sub>20</sub>, AD<sub>30</sub>P<sub>20</sub> の 3 種類の試験片を用いて、ANSYS における解析と同様に 100MPa の曲げ応力を負荷した場合の電気化学分極曲線を測定した。無負荷の状態では、これらの試験片の分極挙動は観察されなかった。応力負荷実験の結果、AD 膜の厚い AD<sub>30</sub>P<sub>20</sub> 試験片のみ、分極挙動が観察できた。AD 膜の薄い AD<sub>10</sub>P<sub>20</sub> 試験片、あるいは AD 膜が存在しない AD<sub>0</sub>P<sub>20</sub> 試験片では、応力を負荷しても、分極挙動は観察されなかった。無負荷では、分極しなかった AD<sub>30</sub>P<sub>20</sub> 試験片が 100MPa の応力負荷により分極した原因は、AD 膜の粗さと厚さに起因して、P 膜に大きなひずみが発生し、P 膜の、液に対する浸透性が増加したためであると考えられる。その結果、腐食液が P 膜と AD 膜の界面まで侵入し、さらに AD 膜の多孔性により腐食液は母材表面まで達することにより、腐食ピットを生成すると考えられる。図 5 は、AD<sub>30</sub>P<sub>20</sub> 試験片の腐食疲労で破断した破面の SEM 写真である。応力振幅 $\sigma_a = 50\text{MPa}$ 、疲労寿命は  $N_f = 1.4 \times 10^6 \text{cycles}$  であった。図より、き裂発起点には腐食生成物並びに腐食ピットの形成が確認され、上述の推測と対応している。一方、AD<sub>0</sub>P<sub>20</sub>, AD<sub>10</sub>P<sub>20</sub> の両試験片では、応力の有無に依らず耐食性を維持できるのは、応力負荷によっても、P 膜に大きなひずみが発生せず、P 膜の、液の浸透性に変化が生じないためと考えられる。

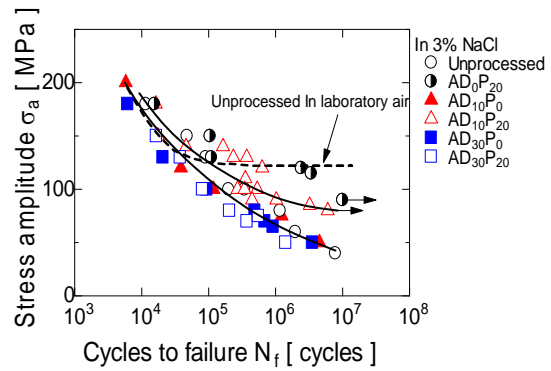


Fig. 3 S-N curves for the specimens tested in 3% NaCl solution.

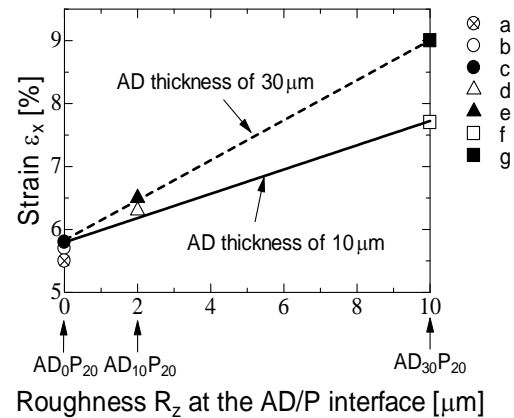


Fig. 4 Relationship between anodized roughness  $R_z$  and strain  $\epsilon_x$  induced in the paint film.

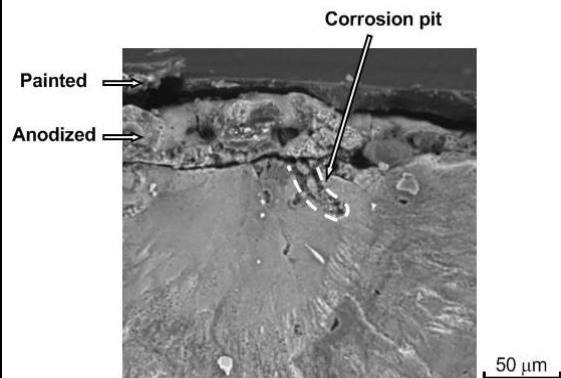


Fig. 5 Fracture surface of the AD<sub>30</sub>P<sub>20</sub> specimen in 3% salt water. Stress amplitude = 50 MPa,  $N_f = 1.4 \times 10^6 \text{cycles}$ .

## 5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 2 件)

- ① S. Ishihara, A. J. McEvily et al., Effect of load ratio on fatigue lives and crack propagation behavior of the extruded magnesium alloy, 学術誌 International Journal of Fatigue, 31 巻, 2009, pp.1788-1794.
- ② S. Ishihara, T. Namito, H. Notoya, A. Okada, Corrosion fatigue resistance of an electrolytically-plated magnesium alloy, 学術誌 International Journal of Fatigue, 32 巻, 8 号, 2010, pp.1299-1305.

[学会発表] (計 6 件)

- ① K. Taniguchi, S. Ishihara et al., Effect of texture on fatigue behavior of magnesium alloy, Proc. of the Asian Conf. on Mechanics of Functional Materials and Structures, 2008, pp.245-248.
- ② 2009 年 9 月, 日本機械学会 2009 年度年次大会, 「メッキ処理を施したマグネシウム合金におけるメッキ欠陥からの疲労き裂発生と進展挙動に関する研究」
- ③ 2010 年 3 月, 日本機械学会北陸信越支部第 47 期総会・講演会, 「陽極酸化処理を施した Mg 合金 AZ31 の腐食疲労挙動に関する研究」
- ④ 2010 年 9 月, 日本機械学会 2010 年度年次大会, 「陽極酸化処理を施した Mg 合金の腐食疲労特性に及ぼす陽極酸化膜厚さの影響」
- ⑤ 2010 年 10 月, 日本機械学会 M&M2010 材料力学カンファレンス, 「Mg 合金メッキ材の静的腐食抵抗と腐食疲労特性に関する研究」
- ⑥ 2011 年 3 月, 日本機械学会北陸信越支部第 48 期総会・講演会, 「陽極酸化並びに塗装処理による Mg 合金表面改質材の腐食疲労強度の改善と破壊機構に関する研究」

[図書] (計 1 件)

- ① Magnesium Alloys, (Corrosion and Surface Treatments), edited by Frank Czerwinsky, Chapter 12, Improvement in Corrosion Fatigue Resistance of Mg Alloy due to Plating, Sotomi Ishihara, Hisakimi Notoya, Tomonori Namito, pp.237-260, InTech, 2011.

## 6. 研究組織

(1) 研究代表者

石原 外美 (ISHIHARA SOTOMI)  
富山大学・大学院理工学研究部 (工学)・教授

研究者番号 : 60019221