

高強度 Al 合金の疲労特性に及ぼす
大気湿度の影響に関する研究

**Study on Effect of Air Humidity on Fatigue Properties
of High Strength Al Alloy**

2012年3月

仮屋孝二

目 次

	頁
第 1 章 緒論	
1.1 研究の背景	1
1.2 研究の目的	4
1.3 論文の構成	5
参考文献	6
第 2 章 疲労特性に及ぼす大気湿度の影響	
2.1 緒言	11
2.2 材料および実験方法	12
2.3 実験結果および考察	16
2.3.1 湿度一定下における疲労特性	16
2.3.2 疲労き裂の発生と伝ぱ特性に及ぼす湿度の影響	20
2.3.3 き裂伝ぱ挙動に及ぼす湿度変化の影響	26
2.3.4 き裂伝ぱ挙動に及ぼす過大応力の影響	37
2.3.5 疲労特性に及ぼす繰返し速度の影響	39
2.3.6 高湿度下におけるき裂伝ぱ機構	43
2.4 結言	58
参考文献	60
第 3 章 高湿度下における疲労特性に及ぼす時効組織の影響	
3.1 緒言	65
3.2 材料および実験方法	66
3.3 実験結果および考察	68
3.3.1 疲労強度に及ぼす時効組織と湿度の影響	68
3.3.2 き裂の発生と伝ぱ特性に及ぼす時効組織と湿度の影響	68
3.3.3 考察	78
3.4 結言	81
参考文献	82

第4章 超音波疲労特性に及ぼす大気湿度の影響	
4.1 緒言	84
4.2 材料および実験方法	85
4.3 実験結果および考察	88
4.3.1 疲労強度に及ぼす大気湿度の影響	88
4.3.2 き裂の発生と伝ば特性に及ぼす湿度の影響	90
4.3.3 考察	96
4.4 結言	99
参考文献	100
第5章 結論	
	103
謝 辞	106

第1章 緒論

1.1 研究の背景

環境負荷低減を目的に、機器材料の軽量化、リサイクル化など多くの対策がとられている。このような背景から、近年高強度金属材料の適用が増加している。中でも、高強度 Al 合金は上記観点に加え、耐食性の点でも優れているため、多くの機器や構造物の材料として使用が拡大している。しかし高強度金属材料は、静強度が高い割に疲労強度は低いことが問題である。例えば、Garwood が明らかにしたように、硬さが 400HV 程度以下であれば疲労限度は静強度の上昇に比例して増加するが、それ以上の硬さになると疲労限度は飽和もしくは低下する。¹⁾ これは、高強度になると切欠きや環境に敏感になることが主な理由である。前者に対しては欠陥の少ない材料の開発²⁾ や設計上の指針³⁾ など研究・開発が進んでいるが、後者については不明な点が多く、現象が非常に複雑で、しかも応力依存だけでなく時間依存の損傷も考慮する必要があり、その対策には限界がある。

これらのことは高強度 Al 合金であっても同様である。さらに高強度 Al 合金は多種で、その特性も多様である。例えば、機器の安全性確保において重要な疲労特性は、化学成分、熱処理、加工法等の影響だけでなく、大気環境の影響も大きく異なるなど影響因子は多い。また環境への負荷を低減するには機器の長期使用も有効である。その際、機器の長期安全性を確保する上で、長寿命域の疲労特性の把握は必須の条件である。特に Al 合金は明確な疲労限度を示さないという点からも長寿命域の疲労特性の把握は重要である。

長寿命域における疲労特性については、従来の 10^7 回程度までの研究と特に区別してギガサイクル疲労あるいは超長寿命疲労と呼ばれ、最近、高強度材を中心に各種材料の超長寿命域の疲労特性に関する研究が数多く行われてきた。^{4) ~ 8)} そして破断繰返し数が $10^6 \sim 10^7$ 程度までの疲労では、

破壊の起点は材料表面であるのに対し、それ以上の長寿命域になると材料内部の介在物や粒界などの欠陥を起点に破壊が生じること、それに関連して疲労強度の低下、疲労限度の消失、さらに $S-N$ 曲線が二段折れ曲がり呈することなどが報告され、従来の 10^7 回程度までの疲労特性を基本とした設計基準の見直しが必要とされるなど重要なことが明らかにされてきた。また、高強度材の場合に長寿命域になると内部破壊、いわゆるフィッシュアイ破壊が生じることはいずれにも報告されていたが、⁹⁾ そのメカニズムなど詳細については不明であった。このことに関する最近の研究でいくつかのメカニズム、例えば、水素の関与、³⁾ 結晶の微細化、¹⁰⁾ 炭化物の関与¹¹⁾ など提案され、その力学的評価法についても明らかにされつつあるが、いずれも確定的に受け入れられているわけではない。

一方、長寿命域の疲労特性を、通常行われる数十 Hz 程度の繰返し速度の疲労試験で調べるとすれば長時間が必要である。これに対し、超音波疲労試験は試験時間を大幅に短縮できる。^{12) ~ 15)} 例えば、ギガサイクル疲労において、 10^9 回の試験を 30 Hz 程度の通常の繰返し速度で実施すれば約 1 年要するのに対し、超音波疲労では 10 時間程度で結果が得られる。しかし、超音波と通常の繰返し速度の両試験間での疲労特性の関係については十分明らかにされたとは言い難い。このことについて検討したこれまでの研究では、繰返し速度の影響はないとするもの^{7), 16)} や、逆に影響があるとする結果^{17) ~ 19)} も報告されている。このような異なる結果が生じる理由には、対象とする材種の違いに起因していることが多いが、それに加えて、繰返し速度が大きくなると降伏応力が上昇することによる強化や、試験片の温度上昇や時間依存の損傷である腐食による弱化など、疲労に対する相反する影響因子があることも関係しており、その詳細については必ずしも明らかではない。さらに、疲労強度を考える場合、き裂発生と伝ば過程に分けて考えることの重要性はこれまで多くの研究で指摘されてきた²⁰⁾ が、超音波疲労の研究においてはそのような立場で検討されたものはほ

とんど見られない。このような状況を考慮し、皮籠石らは、Ni 合金や高強度 Al 合金の超音波疲労特性を試験片表面観察および破面観察を通じて調べ、超音波疲労強度は通常試験される程度の繰返し速度での疲労強度より高く、破壊機構も異なることを明らかにしている。^{21), 22)}

ところで、時効硬化 Al 合金押し材の疲労において、切欠き材でのカップアンドコーン形破壊、また平滑材でも巨視的なせん断形破壊が生じること、それに関係して *S-N* 曲線は複雑な形状を示すことがこれまで多くの研究で報告されている。^{23) ~28)} せん断形破壊の理由として、ある特定の応力レベルで生じるという力学的条件の存在や、集合組織、残留応力の影響²³⁾ さらに不活性ガス中や油中で発生するなどの環境条件の関与^{26) ~28)} などが指摘されているが、その詳細は明らかではない。皮籠石らは、時効硬化 Al 合金の 7075-T6, 2017-T4 および 6061-T6 の押し材を用いて、窒素ガス中や湿度を制御した環境中で超音波疲労試験^{29), 30)} および回転曲げ疲労試験³¹⁾ を行い、このようなせん断形破壊は、押し加工のような強度の加工により生じた集合組織の存在が主な原因であり、それに加えて力学的条件や環境の影響が複雑に関与していること、せん断形破壊による破面にはすべり面やボイドが観察され、延性破壊であることを指摘した。そして、水分の影響が極めて小さい環境下と、逆に水分が多い環境下で生じる同じせん断形破壊は、巨視的には類似していても微視的には異なる機構が存在することを指摘しているが、データも不十分で具体的な機構を説明するまでには至っていない。

また、前述したように、高強度材の疲労特性は腐食環境に敏感であることはよく知られており、古くから多くの研究が行われてきた。特に高強度材はマイルドとされる大気中でもその影響を受けることがあるため、大気湿度による疲労特性の研究も数多く行われてきた。しかし、その多くは破断寿命や破面解析についての研究がほとんどで、疲労過程を詳細に調べたものはほとんどない。疲労特性に及ぼす湿度の影響を調べたこれまでの研

究では、アノード溶解によるピット形成とき裂発生の関係、^{32), 33)} さらにき裂伝ばにおける水素関与のぜい性割れによる加速、³⁴⁾ 腐食生成物に起因したくさび効果による減速³⁵⁾ などが明らかにされている。さらに環境負荷低減に向けた水素エネルギー利用に関する研究の中でも、水素環境下での材料強度の把握は必須の課題であり、応力腐食割れ、さらには疲労特性に及ぼす水素の影響が研究されている。それらの研究によると水素の関与はぜい化とは逆に塑性変形を助長するとする研究^{36) ~41)} もあるが、その報告は鉄鋼材料に限られており、メカニズムも含め、水素の関与した疲労研究は緒についたばかりの状況である。

1.2 本研究の目的

以上述べたように、高強度 Al 合金はマイルドな大気環境であっても疲労強度は低下する場合があります、その程度や破壊機構は材料の組織に大きく依存する。

そこで本研究では、時効硬化形の高強度 Al 合金 7075-T6 の疲労特性に及ぼす大気湿度の影響、さらにそれに及ぼす組織、過大応力および繰返し速度の影響を、試験片表面の連続観察と破面観察を通じて詳細に調べ、き裂伝ば機構を明らかにすることを目的に以下の研究を行った。

- (1) 疲労強度に及ぼす湿度の影響
- (2) 高湿度下における疲労き裂の発生と伝ば特性およびそれに及ぼす組織の影響
- (3) き裂伝ば挙動に及ぼす湿度変化、過大応力および繰返し速度の影響
- (4) 高湿度下におけるき裂伝ば機構
- (5) 超音波疲労特性に及ぼす大気湿度の影響

1.3 論文の構成

本論文は5章から構成されている。

第1章は緒論であり，研究の背景と本研究の目的について述べている。

第2章では，疲労強度の湿度依存性，高湿度中におけるき裂伝ば特性，さらにき裂伝ば特性に及ぼす湿度変化，過大応力，繰返し速度の影響を調べ，それらの結果に基づき高湿度中におけるき裂伝ば機構についてまとめている。

第3章では，完全時効(T6)材は，静強度は高いものの応力腐食割れ(SCC)特性に劣るため，その改善に過時効(T73)処理や復元再時効(RRA)処理が有効とされることに注目し，腐食疲労である高湿度中における疲労特性に及ぼす時効組織の影響について検討している。

第4章は，超音波疲労における環境の影響をまとめたものであり，長時間を要する長寿命域の疲労特性の評価に対する加速試験としての超音波疲労試験の有効性について検討している。

第5章は結論であり，本研究で得られた主な結果をまとめている。

参 考 文 献

- 1) M. F. Garwood, H. H. Zurburg and M. A. Ericson, Interpretation of tests and correlation with service, “Correlation of laboratory tests and service performance”, American Society for Metals, pp.1-77(1951).
- 2) T. Tanji, M. Wakita, S. Miura, A. Ueno, S. Kikuchi and T. Sakai ,“A study on very high cycle fatigue properties of high cleanliness spring steel (SWOSC-V)in rotating bending”, Proceedings of The Second China-Japan Joint Symposium on Fatigue of Engineering Materials and Structures, pp.77-80(2011).
- 3) Y. Murakami, Metal Fatigue: “Effects of small Defects and Nonmetallic Inclusions”, Oxford: Elsevier,280-285(2002).
- 4) K. Shiozawa, L. Lu and S. Ishihara, “Subsurface Fatigue Crack Initiation Behavior and S-N Curve Characteristics in High Carbon-Chromium Bearing Steel”, Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol.48, No.10, pp.1095-1100 (1999).
- 5) Y. Murakami, T. Ueda, T. Nomoto and Y. Murakami, “Mechanism of Superlong Fatigue Failure in the Regime of $N > 10^7$ Cycles and Fractography of the Fracture Surface”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.66, No.642, pp.311-319(2000).
- 6) T. Sakai, M. Takeda, N. Tanaka, M. Kanemitsu, N. Oguma and K. Shiozawa, “S-N Property and Fractography of High Carbon Chromium Bearing Steel over Ultra Wide Life Region under Rotating Bending”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.67, No.663, pp.1805-1812(2001).
- 7) Y. Furuya, S. Matsuoka, T. Abe and K. Yamaguchi, “ Effect of Frequency on Giga-Cycle Fatigue Properties for Low-Temperature-Tempered SNCM439 Steel, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers”, Series A, Vol.68, No.667, pp.477-483(2002).
- 8) QY. Wang, C. Bathias, N. Kawagoishi and Q. Chen, “ Effect of Inclusion on Subsurface Crack Initiation and Gigacycle Fatigue Strength”, International Journal of Fatigue, Vol.24, pp.1269-1274(2002).

- 9) C. Masuda, S. Nishijima and Y. Tanaka, "Relationship between fatigue strength and hardness for high strength steels", Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.52, No.476, pp.847-852(1986).
- 10) T. Sakai, "Review and prospects for current studies on very high cycle fatigue of metallic materials for machine structural use", In: Allison JE, Jones JW, Larsen Ritchie RO, editors. Proceedings very high cycle fatigue 4. Warrendale, PA: The Minerals, Metals and Materials Society, pp.3-12(2007).
- 11) K. Shiozawa, Y. Morii, S. Nishino and L. Lu, "Subsurface crack initiation and propagation mechanism in high-strength steel in a very high cycle fatigue regime", Int J Fatigue 28, pp.1520-1532(2006).
- 12) C. Bathias, "There is no Infinite Fatigue Life in Metallic Materials", Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, Vol.22, pp.559-565(1999).
- 13) I. Marines, G. Dominguez, B. Baudry, J. F. Vittori, S. Rathery, J. P. Douset and C. Bathias, "Ultrasonic Fatigue Tests on Bearing Steel AISI-SAE 52100 at Frequency of 20 and 30 kHz", International Journal of Fatigue, Vol.25, Nos. 9-11, pp.1037 -1046(2003).
- 14) S. E. Stanzl-Tschegg, H. Mayer, "Fatigue and Fatigue Crack Propagation of Aluminum Alloys at Very High Number of Cycles", International Journal of Fatigue, Vol.23, No.4, pp.s231 -s237(2001).
- 15) E. Takeuchi, Y. Furuya, N. Nagashima, K. Miyahara and S. Matsuoka, "Effect of Frequency on Giga-Cycle Fatigue Properties for Ti-6Al-4V Alloy", Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.70, No.696, pp.1124-1130(2004).
- 16) Y. Akiniwa, K. Tanaka and A. Nakatsu, "Evaluation of fatigue strength in very-life regime of SNCM439 steels", Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.70, No.696, pp.1036-1041(2004).
- 17) M. Kikukawa, K. Ohji and K. Ogura, "Push-push fatigue strength of mild steel at very high frequencies of stress up to 100 kc/s", Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Vol.32, No.235, pp.362-370(1966).

- 18) J. Awatani and K. Katagiri, “Macroscopic study of metals fatigued at ultrasonic frequency”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers,, Vol.34, No.261, pp.833-841(1966).
- 19) Q. Chen, N. Kawagoishi, H. Nisitani, K. Ohtsubo, QY. Wang and E. Kondo, “Ultrasonic Fatigue Properties of Ni-Base Superalloy”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.69, No.679, pp.626-632(2003).
- 20) H. Nisitani and K. Takao, “Successive observation of fatigue process in carbon steel, 7:3 brass and Al alloy by electron microscope”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.40, No.340, pp.3254-632(2003).
- 21) N. Kawagoishi, J. Ogawa, Q. Chen, M. Goto and K. Morino, “Effect of Loading Frequency on Fatigue Strength of Ni-Based Super Alloy”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.72, No.722, pp.1542-1549 (2006).
- 22) N. Kawagoishi, Q. Chen, N. Yan, Q. Wang and M. Goto, “Ultrasonic Fatigue Properties of an Age-Hardened Al Alloy 6061-T6”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.70, No.696, pp.1139-1145(2004).
- 23) J. M. Finney, “Notched and unnotched fatigue characteristics of an aluminum-zinc-magnesium alloy of unusual strength”, Journal of the Institute of Metals, Vol.92, pp.30-31(1963-64).
- 24) K. Takeuchi, E. Tanaka and T. Fukui, “Notched fatigue strength of Al-Zn-Mg alloys –studies on fatigue strengths of aluminum alloys for welded construction (3rd report)-“, Journal of Japan Institute of Light Metals, Vol.18, No.4, pp.199-204(1968).
- 25) R. Koterazawa and D. Shimo, “An electron fractographic observation of the cup and cone fatigue fracture,” Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol.27, No.295, pp.327-328(1978).
- 26) T. Okada, Y. Iwai and S. Sayama, “Cup and cone fracture and environmental fatigue strength of high tensile-strength aluminum alloys”, Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol.31, No.343, pp.383-389(1982).

- 27) N. Kawagoishi and H. Nisitani, "Relation between fatigue strength and crack morphology of age-hardened Al alloy in an oil environment", *Transaction of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.55, No.512, pp.703-709 (1989)*.
- 28) N. Kawagoishi, S. Yamada, N. Miyagi, S. Tanaka and K. Kitamura, "Effect of oil environment on fatigue crack growth of Al alloy specimens with a small blind hole under torsional loading", *Transaction of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.59, No.566, pp.2265-2270(1993)*.
- 29) N. Kawagoishi, T. Fukudome, Y. Nakamura, Y. Ohzono and M. Goto, "Propagation of shear mode crack in age-hardened and extruded Al alloy under ultrasonic loading", *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.76, No.767, pp.938-947(2010)*.
- 30) T. Fukudome, N. Kawagoishi, Y. Nu, Y. Ohzono and M. Goto, "Effect of humidity on fatigue strength of age-hardened Al alloy under ultrasonic loading", *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.76, No.767, pp.947-954(2010)*.
- 31) N. Kawagoishi, T. Fukudome, K. Kariya, Q. Chen and M. Goto, "Fatigue strength of age-hardened & extruded Al alloy under high humidity (rotating bending and ultrasonic loading)", submitted to *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.76, No.772, pp.1651-1658(2010)*.
- 32) Y. Kimura, T. Yagasaki and T. Kunio, "On the corrosion fatigue crack initiation process of ferritic stainless steel", *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.50, No.449, pp.33-40(1984)*.
- 33) M. Goto, S. Fukushima, H. Nisitani and A. Miura, "Fatigue process of a heat treated 0.45% C steel in 3% NaCl solution", *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.57, No.542, pp.2314-2320(1991)*.
- 34) Haftirman, S. Hattori and T. Okada, "Fatigue strength of aluminum alloys in high-humidity environment", *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.62, No.597, pp.1140-1145(1996)*.

- 35) K. Endo, K. Komai and K. Ohnishi, "Effects of strain history and corrosive environment on fatigue crack propagation", *Journal of the Society of Materials Science, Japan*, Vol.17, No.173, pp.160-168(1968).
- 36) P. J. Ferreira, I. M. Robertson and H. K. Birnbaum, "Hydrogen effects on the interaction between dislocations", *Acta materialia*, Vol.46, No.5, pp.1749-1757(1997).
- 37) Y. Oda and H. Noguchi, "Observation of hydrogen effects on fatigue crack growth behavior in an 18Cr-8Ni austenitic steel", *International Journal of Fracture*, Vol.132, pp.99-113(2005).
- 38) H. Uyama, Y. Mine, Y. Murakami, M. Nakashima and T. Morishige, "Effects of hydrogen charge on cyclic stress-strain properties and fatigue behavior of carbon steel", *Journal of the Society of Materials and Science*, Vol.54, No.12, pp.1225-1230(2005).
- 39) H. Tanaka, S. Honma, S. Matsuoka and Y. Murakami, "Effect of hydrogen and frequency on fatigue behavior of SCM435 steel for storage cylinder of hydrogen station", *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A*, Vol.73, No.736, pp.1358-1365(2007).
- 40) T. Matsuo, N. Honma, S. Matsuoka and Y. Murakami, "Effect of hydrogen and prestrain on tensile properties of carbon steel SGP (0.078C- 0.012Si- .35Mn, mass %) for 0.1MPa hydrogen pipelines", *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A*, Vol.74, No.744, pp.1164-1173(2008).
- 41) S. Matsuoka, N. Tsutsumi and Y. Murakami, "Effect of hydrogen on fatigue crack growth and stretch zone of 0.08 mass % C low carbon steel pipe", *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A*, Vol.74, No.748, pp.1528-1537(2008).

第2章 疲労特性に及ぼす大気湿度の影響

2.1 緒言

一般に高強度材の疲労における特徴として、疲労限度比が低く、切欠感度が高いこと^{1)~3)}や腐食環境に敏感であること^{4)~6)}が挙げられる。特に環境の影響としては、低・中強度材の疲労強度の場合、影響は小さいとされる大気中であっても、強度レベルが高くなるとその影響は無視できない。そのため高強度材の疲労強度に及ぼす環境の影響についてはこれまでも多数の研究が行われてきた。たとえば、高強度 Al 合金は、耐食性は高いものの腐食疲労強度は低く、その主な理由として、高湿度の場合には、き裂発生過程では応力繰返しによる不動態被膜の割れとそれに起因したアノード溶解、き裂伝ば過程ではぜい性割れが生じそのメカニズムとして、水素の影響が指摘されている。^{7)~10)}しかし、近年の研究により、水素はぜい化を誘起する場合^{11), 12)}とは逆にすべりを助長する塑性変形による破壊も指摘されている。^{13)~15)}このような湿度による影響やその程度は化学成分や熱処理法に加え、結晶粒径や押出し、引抜きなどの加工履歴によっても異なるものと考えられる。また実際の湿度環境は変化するので、その影響についても検討しておく必要がある。しかし、これらについての系統的研究は少なく、特に疲労き裂の発生と伝ば特性について表面観察を通じて検討した例は見当たらない。

そこで本研究では、実用に供される Al 合金の中で最も静強度が高く、腐食環境下の疲労強度低下が顕著な時効硬化 Al 合金 7075-T6 の押出し材を用いて、相対湿度を変えた環境下で回転曲げ疲労試験を行い、疲労強度に及ぼす湿度の影響を、さらにそれに及ぼす湿度変化、過大応力および繰返し速度の影響を、疲労過程における試験片表面の連続観察と破面観察を通じて検討した。ここで押出し材を試験の対象にしたのは、強加工のため顕著な集合組織を有し、そのことが破壊機構に影響すると予想されたからであ

る。 ^{16), 17)}

2.2 材料および実験方法

用いた材料は、市販の時効硬化 Al 合金 7075-T6 の押出し材（直径 22mm の丸棒）である。その化学成分を Table 2-1 に示す。素材は、T6 の条件により時効処理された状態で納入されたもの（平均結晶粒径は約 8 μm ）であるが、素材にさらに 460 $^{\circ}\text{C}$ 、3h の溶体化処理とその後 T6（120 $^{\circ}\text{C}$ 、24h）の時効処理したもの（平均結晶粒径は約 13 μm ）を用いた。なお緒言で述べたように、素材は強度の押出し加工を受けたため、納入状態だけでなく再溶体化処理した後もその断面が（111）面となる顕著な集合組織を有している（詳細については後述）。

Table 2-2 に供試材の機械的性質を示す。

疲労試験は、Fig.2-1 に示す平滑材とみなせる鈍い円周切欠き材（応力集中係数：約 1.04）（図(a)）と、円周切欠きの中央部に小穴（図(b)）を加工した試験片の 2 種類を用いて回転曲げ荷重下で行った。試験片表面は、エメリーペーパーによる研磨の後、電解研磨で約 20 μm 除去し最終仕上げとした。用いた試験機は小野式回転曲げ疲労試験機である。疲労試験は、繰返し速度 50 Hz を基本に実施したが、繰返し速度の影響を調べるため 6 Hz でも試験した。

試験環境は、窒素ガス（ N_2 ; 99.995%以上, O_2 ; 5ppm 以下, H_2O ; 10ppm 以下）中、相対湿度（RH）を 25, 50, 75, 85%に制御した環境中および蒸留水中の 6 種類である。湿度の制御は、除湿器および加湿器を用いて行い、その際の精度は $\text{RH} \pm 5\%$ であった。また試験温度は大気温度で、制御はしなかったが、全試験を通じ 25 $^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ であった。蒸留水中の場合水温を 30 $\pm 3^{\circ}\text{C}$ とし、毎分約 250cc の蒸留水を試験片表面に滴下する方式で行った。表面のき裂長さはレプリカ法を用いて光学顕微鏡で測定し、引張形、せん断形のいずれのき裂伝ばでも試験片表面に沿う円周方向長さとして定義し

たが、小穴材の場合小穴径を含む長さとした。

なお、窒素ガス中の実験でもレプリカは大気中で採取したが、その際試験片を一時的に大気にさらすことになる。しかし、レプリカ採取を行った場合と窒素ガス中で連続試験した場合とで疲労寿命と破壊の特徴に大きな差異は認められなかったので、き裂伝ばにおいても大気中でのレプリカ採取の影響は小さいと判断した。

Table.2-1 Chemical composition. (wt.%)

Si	Cu	Fe	Mn	Mg	Cr	Zn	Zr+Ti	Ti
0.09	1.47	0.25	0.03	2.56	0.19	5.46	0.03	0.03

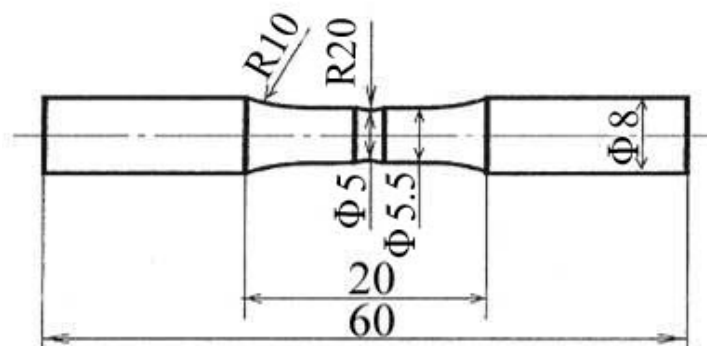
Table.2-2 Mechanical properties.

Grain size (μm)	E (GPa)	$\sigma_{0.2}$ (MPa)	σ_B (MPa)	σ_T (MPa)	ϕ (%)
13	72.2	527	673	712	11.3

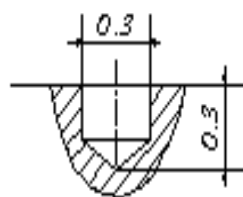
E : Young's modulus, $\sigma_{0.2}$: 0.2% proof stress

σ_B : Tensile strength, σ_T : True breaking stress

ϕ : Reduction of area



(a) Plain specimen



(b) Detail of small blind hole

Fig.2-1 Shape and dimensions of specimen.

2.3 実験結果および考察

2.3.1 湿度一定下における疲労特性

Fig.2-2 に窒素ガス中，相対湿度（RH）を 25，50，75，85%に制御した環境中および蒸留水中の各環境下における $S-N$ 曲線を示す．疲労強度は，高湿度になるほど低くなるが，その傾向は湿度の増加に伴う単調低下ではない．

Fig.2-3 は，巨視的き裂形態の環境およびその応力依存性を示したものである．ここでは，水分をほとんど含まない窒素ガス中と，水分の多い場合として蒸留水中，そして中程度の湿度として 50%中と，3 種類の環境下における結果を示している．窒素ガス中と湿度 50%中の場合，応力に関係なく実験した範囲においてはすべて巨視的には引張形である．しかし窒素ガス中の場合は後で詳述するように，引張形伝ばは表面のみで内部方向へはせん断形で伝ばし破壊しており，き裂伝ばの多くが表面と内部のいずれの方向へも引張形となる湿度 50%中の場合とは異なった．一方，蒸留水中の場合は高応力域ではき裂伝ばの多くがせん断形であるが，低応力になるとほとんどが引張形伝ばで破壊している．

Fig.2-4 は，Fig.2-2 と Fig.2-3 に示した結果に基づき，破壊が窒素ガス中と高湿度中でせん断形となる応力域として $N=10^5$ 回と，窒素ガス中以外のすべての環境で引張形となる応力域として $N=10^7$ 回における時間強度の湿度依存性を示したものである．いずれの応力域でも，疲労強度は湿度が 50%程度まではほとんど変化せず，60~70%程度以上になると大幅に低下している．

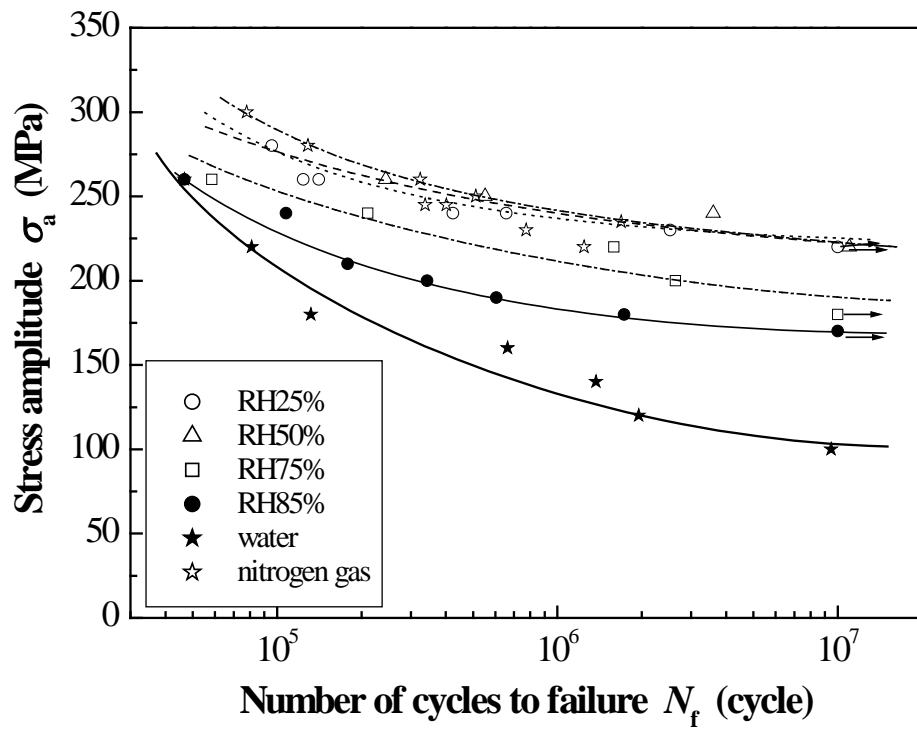
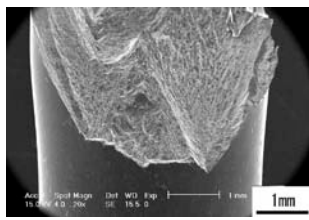
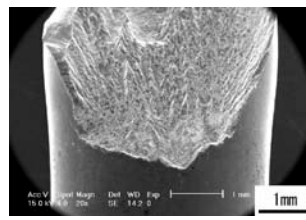


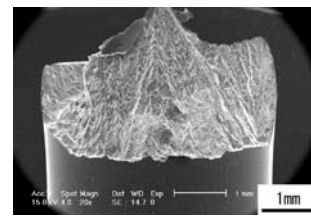
Fig.2-2 S-N curves.



(a-1) $\sigma_a=280\text{MPa}$

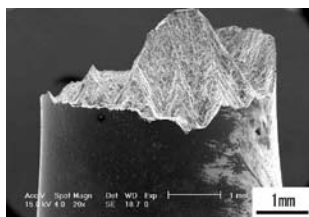


(a-2) $\sigma_a=245\text{MPa}$

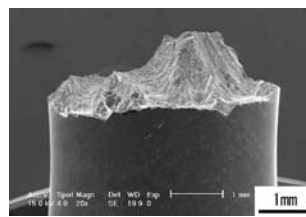


(a-3) $\sigma_a=235\text{MPa}$

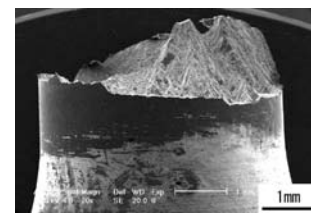
(a) In nitrogen gas



(b-1) $\sigma_a=260\text{MPa}$

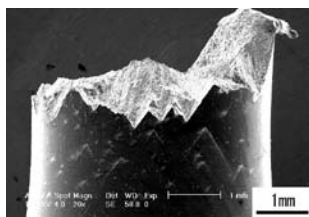


(b-2) $\sigma_a=250\text{MPa}$

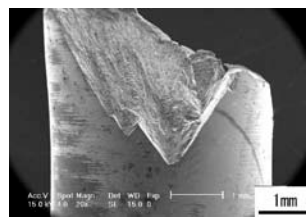


(b-3) $\sigma_a=240\text{MPa}$

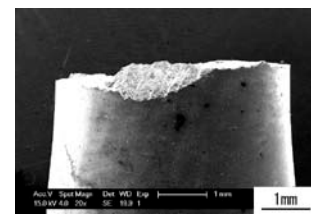
(b) In RH50%



(c-1) $\sigma_a=260\text{MPa}$



(c-2) $\sigma_a=180\text{MPa}$



(c-3) $\sigma_a=100\text{MPa}$

(c) In water

Fig.2-3 Environmental and stress level dependence on morphology of crack.

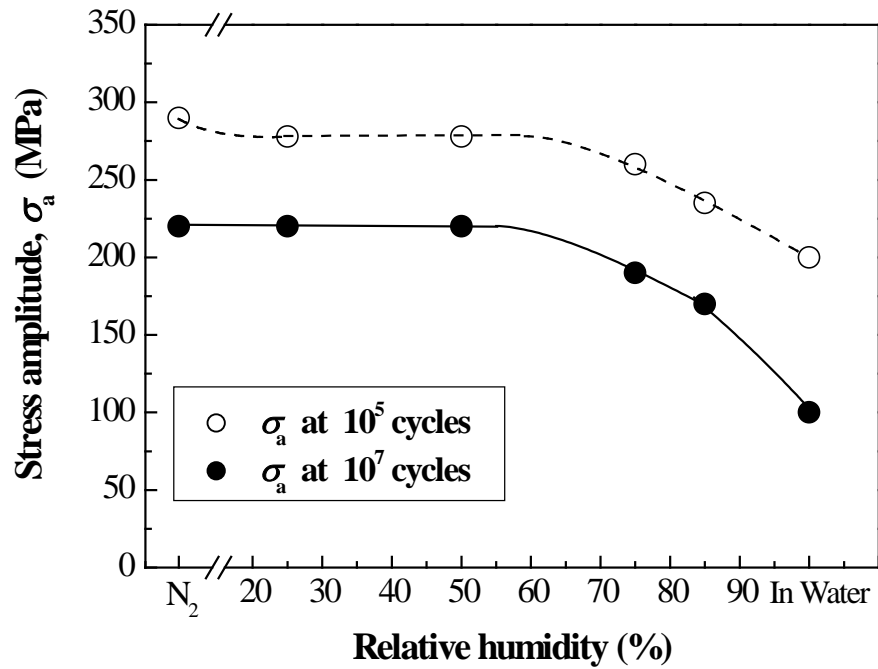


Fig.2-4 Environmental effect on fatigue strengths at 10^5 and 10^7 cycles.

2.3.2 疲労き裂の発生と伝ば特性に及ぼす湿度の影響

前述のように、湿度により疲労強度は大きく影響されるだけでなく、き裂伝ば形態も変化した。そこで、湿度による疲労強度及びき裂形態が大きく異なる相対湿度 25% と 85% 中における疲労き裂の発生と伝ば挙動を調べた。

Fig.2-5 は、同一応力下 ($\sigma_a=240\text{MPa}$) で比較した両湿度下におけるき裂伝ば曲線である。これまでの多くの研究で明らかにされた結果と同様に、高湿度になるとき裂の発生と伝ばのいずれもが速くなる。

Fig.2-6 は、Fig.2-5 に示したき裂伝ば曲線を求めた試験片で観察した、試験片表面の疲労被害を示すレプリカ写真である。湿度に関係なくき裂は試験片の表面仕上げのための電解研磨時に生じた析出物溶出による微小孔から発生し、高湿度で一般に観察される疲労過程に生じる腐食ピットからの発生^{7), 18), 19)}は、Fig.2-6 の例に限らず確認されなかった。

しかし、長寿命域になると腐食による損傷は発生した。その例を Fig.2-7 に示す。この例は非破断部の試験片表面で観察したものである。図中矢印で示した白い部分がはく離しピットを形成するものと考えられることから、さらに長寿命になるとそこがき裂の起点になる可能性がある。このことから、き裂発生に腐食溶解の影響が示唆される。

また、き裂は湿度 25% 中の場合、微視的にせん断形で発生した後巨視的に引張形で伝ばする。これに対し湿度 85% 中の場合、発生後のせん断形き裂はそのまま巨視的にもせん断方向へ伝ばするが、低応力になるとせん断形の他に引張形で伝ばする場合もあった。

Fig.2-8 は、同一試験片で観察された引張形き裂とせん断形き裂のレプリカ写真を示している。この応力では、図に示した以外にも多数のき裂が発生し伝ばしたが、破断に導いたき裂は引張形であった。このことから、この応力レベルが、き裂伝ばモードの引張-せん断遷移領域になるものと推定される。

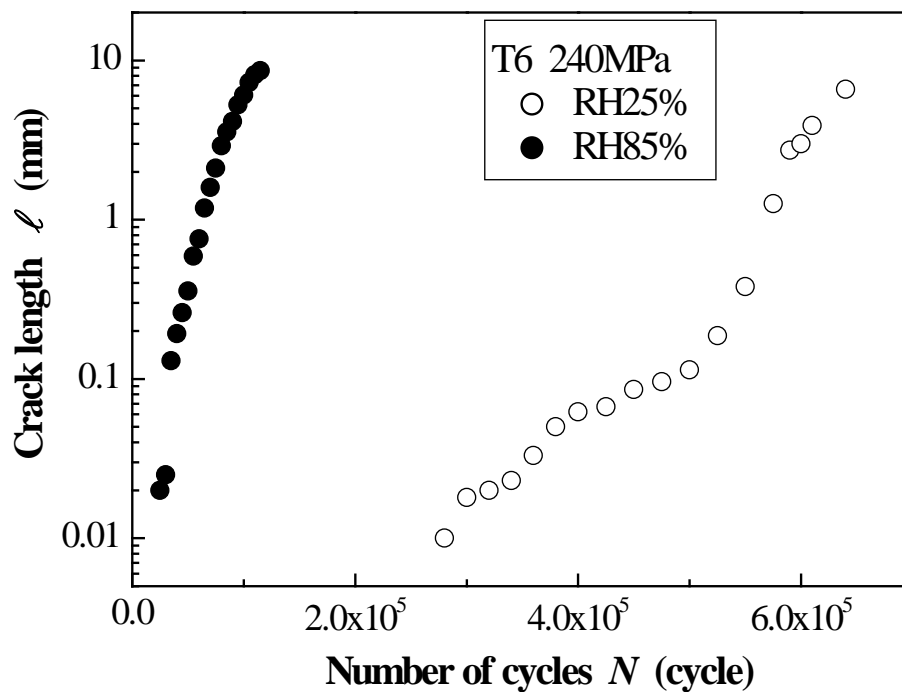
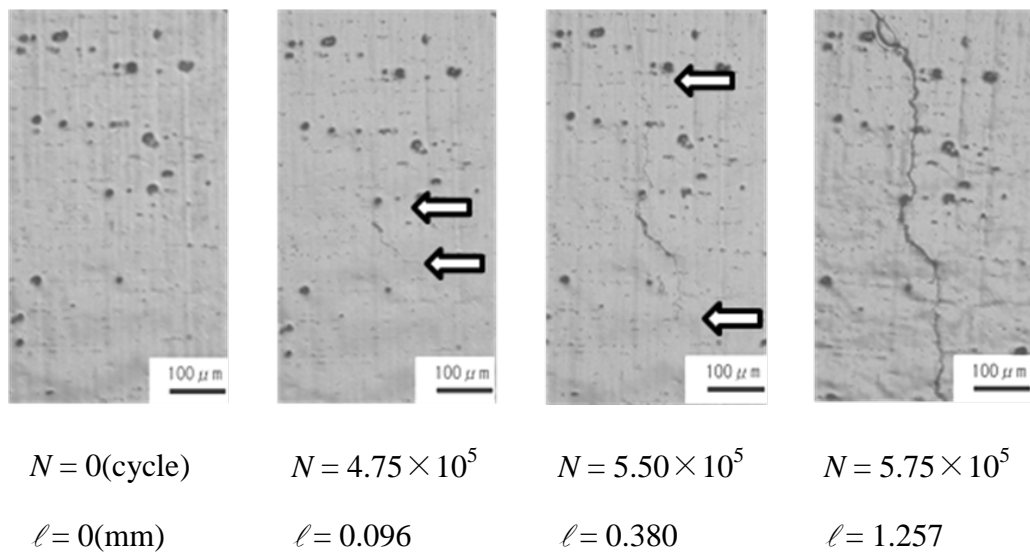
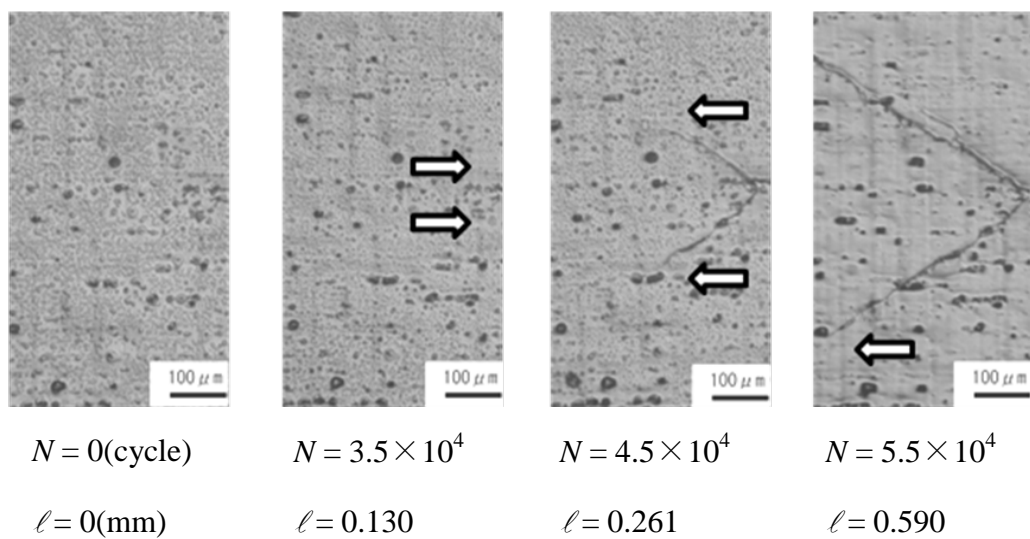


Fig.2-5 Crack growth curves ($\sigma_a=240\text{MPa}$).



(a) In RH25%

(tensile mode crack, $N_f = 6.57 \times 10^5$ cycles)



(b) In RH85%

(shear mode crack, $N_f = 1.20 \times 10^5$ cycles)

Fig.2-6 Change in surface state of specimen due to stress repetitions ($\sigma_a = 240 \text{MPa}$, \Rightarrow : crack tip).

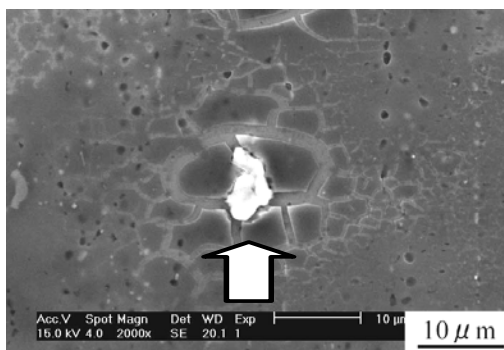
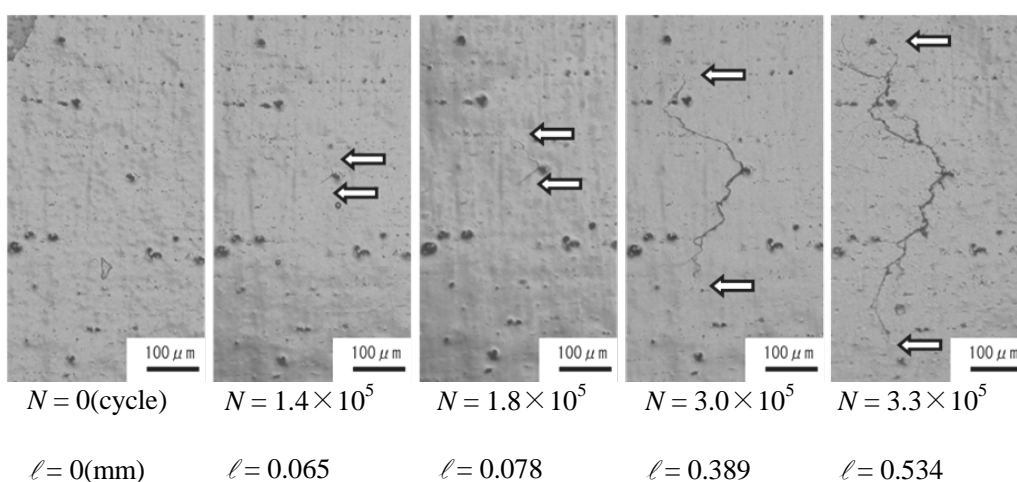
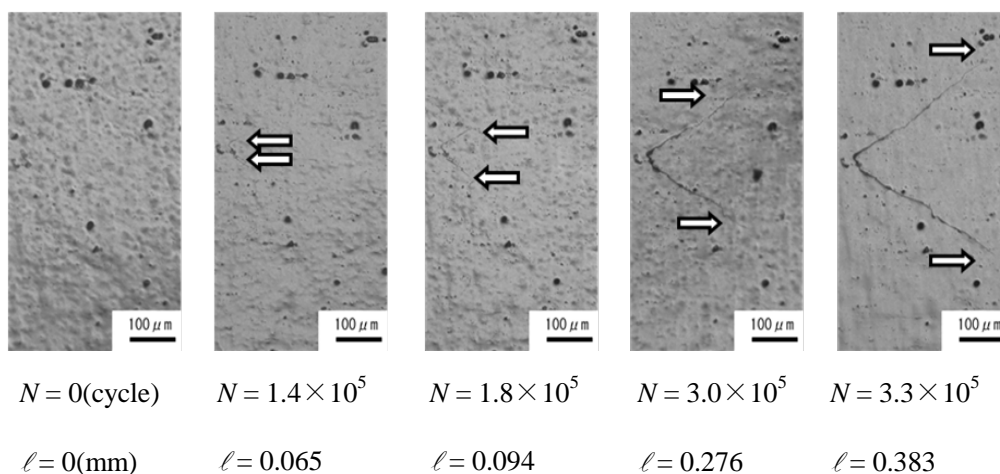


Fig.2-7 Surface damage by corrosion

(In RH85%, $\sigma_a=190\text{MPa}$, \uparrow : corrosion debris).



(a) Tensile mode crack



(b) Shear mode crack

Fig.2-8 Tensile mode crack and shear mode crack in RH85%

($\sigma_a=220\text{MPa}$, $N_f=4.10 \times 10^5$ cycles, \Rightarrow : crack tip).

Fig.2-9 は、両環境下における巨視的き裂伝ぱ形態を示す SEM 写真である。図中の矢印はき裂の発生箇所を示している。Figs.2-6 & 2-8 でも示されたように、湿度 25% 中の場合引張形で破壊するのに対し、湿度 85% 中の場合応力の広い範囲でせん断形伝ぱとなったが、応力の低下に伴い引張形伝ぱとなる傾向がある。

Fig.2-10 は、両環境下における破面の SEM 写真である。一般に高湿度の場合、破壊は巨視的に引張形で生じ、その破面にはぜい性割れが観察され、それが高湿度下でき裂伝ぱが加速される理由とされている。^{20) ~ 22)} しかし、本結果では高湿度中では多くの場合がせん断形伝ぱとなり、破面はすべり破面とボイドで占められた (Fig.2-10(b-2)) (最終破断部も巨視的にはせん断形となるが、その場合微視的にはディンプル破面であり、疲労き裂によるせん断形き裂の伝ぱとは明らかに異なる)。また、低応力になると引張形も生じ、その場合、Fig.2-10(c-2)に示すように、ストライエーションに加えぜい性割れも観察される。なお、湿度 25% 中の場合は、一般に観察されるように破面はストライエーションで占められた (Fig.2-10(a-2))。

以上述べたように、高湿度によりき裂伝ぱは加速されるが、その際の破壊はぜい化によるものではなく、延性破壊であることは注目すべきことである。

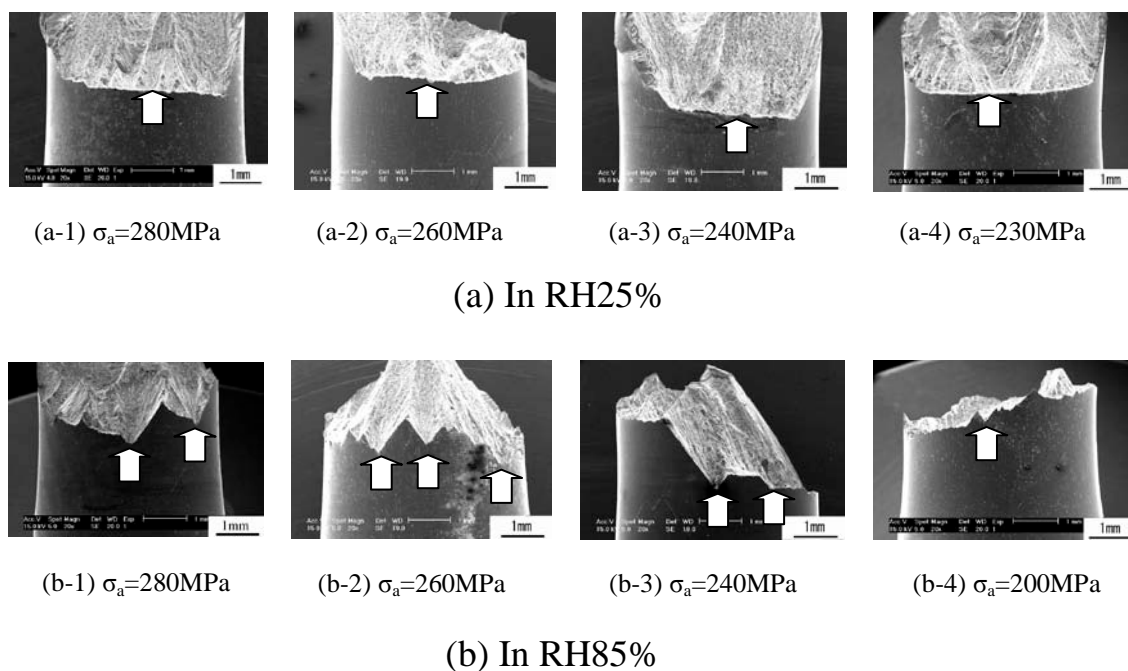


Fig.2-9 Stress dependence of crack morphology (: crack initiation site).

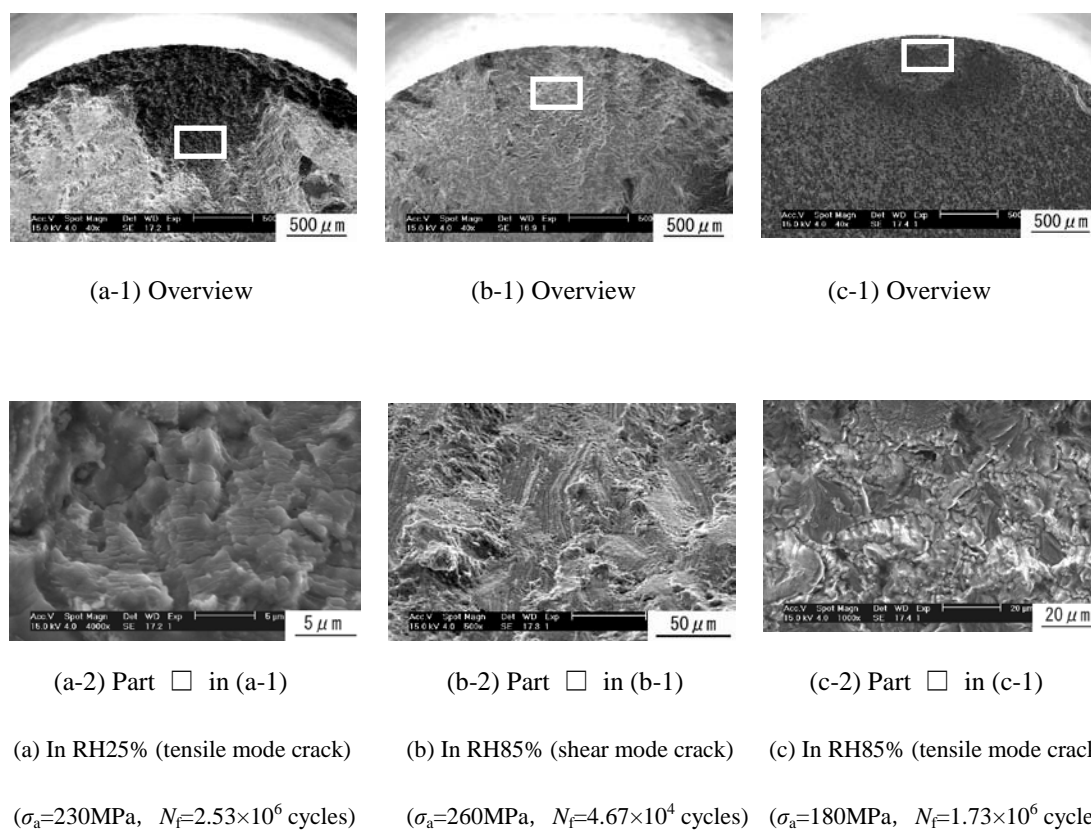


Fig.2-10 Fracture surfaces.

2.3.3 き裂伝ば挙動に及ぼす湿度変化の影響

湿度変化の試験は、日常起こりうる湿度でしかもそれによる疲労強度の差が大きく、破壊機構に相違が生じる相対湿度 (RH) 25% 中と 85% 中とし、一定応力下で行ったが、その際の負荷応力はこれまでの研究を参考に、²⁾²⁾ ~ ²⁾⁵⁾ 両湿度中でき裂伝ば形態に明瞭な相違が生じる応力として、 $\sigma_a=260\text{MPa}$ を選んだ。以下では、50Hz 高湿度中でせん断形き裂となる応力レベルを高応力レベル、引張形き裂となる応力レベルを低応力レベルと表す。湿度を変化させる場合、一段目の湿度中で所定の応力繰返し後、二段目の湿度に変えたが、その際二段目の湿度に達してから一定時間（特に断らない限り 30min で、一部 15h とした）経過してから、試験を開始した。

Fig.2-11 は、低湿度中と高湿度中のそれぞれにおける $\sigma_a=240\text{MPa}$ および 260MPa 下でのき裂伝ば曲線であり、Fig.2-12 は、Fig.2-11 における応力繰返し数を破断寿命で基準化したものである。

Fig.2-13 には高湿度中、高応力レベルで生じるせん断形伝ばの典型的なき裂と、低湿度中で生じる引張形き裂を共に示す。

これらの図からわかるように、いずれの湿度中でも疲労き裂の発生は応力繰返しの極初期であり、疲労寿命のほとんどがき裂伝ば過程で占められる。このことから、疲労強度に及ぼす湿度の影響はき裂伝ばに及ぼす湿度の影響と考えて良い。また高湿度中の巨視的なき裂形態はせん断形伝ばであり、低湿度中のき裂のようなこれまで一般的に報告されている引張形伝ばとは明確に異なる。そしてき裂伝ば速度は高湿度により加速されている。このようなき裂形態と伝ば速度の変化は湿度 75% 中でも同様に認められ、⁽²⁾⁴⁾ 日常一般的に生じる湿度の範囲であっても顕著な変化が生じることは注目すべきことである。

また Fig.2-12 からわかるように、同じ寿命比でみたときのき裂長さは、高湿度中の方が長い。これは、Fig.2-11 と Fig.2-13 に示した両湿度におけるき裂伝ば曲線とき裂形態からも推測できるように、高湿度中で生じるせん

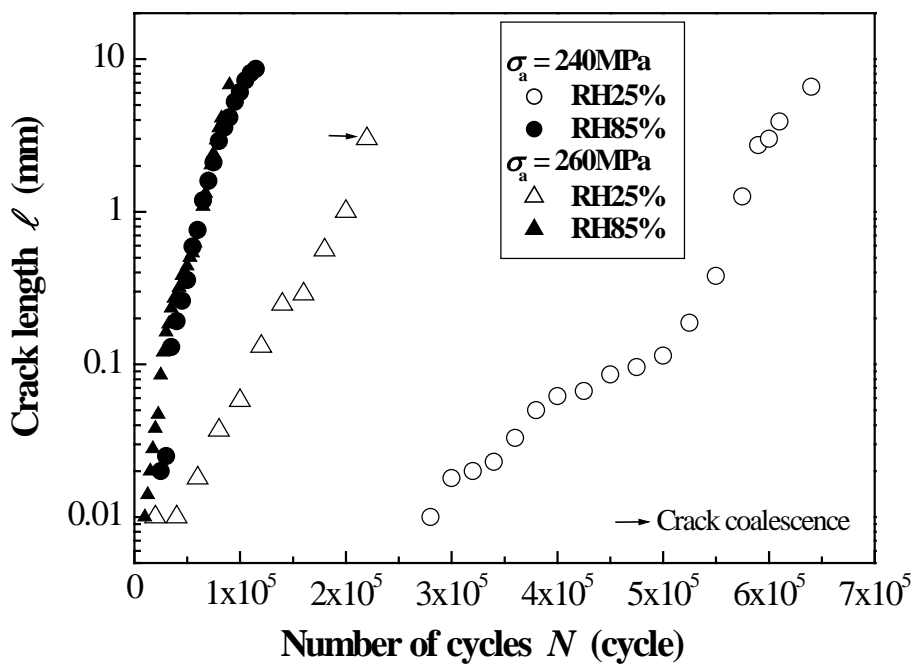


Fig.2-11 Crack growth curves ($\sigma_a=240,260\text{MPa}$).

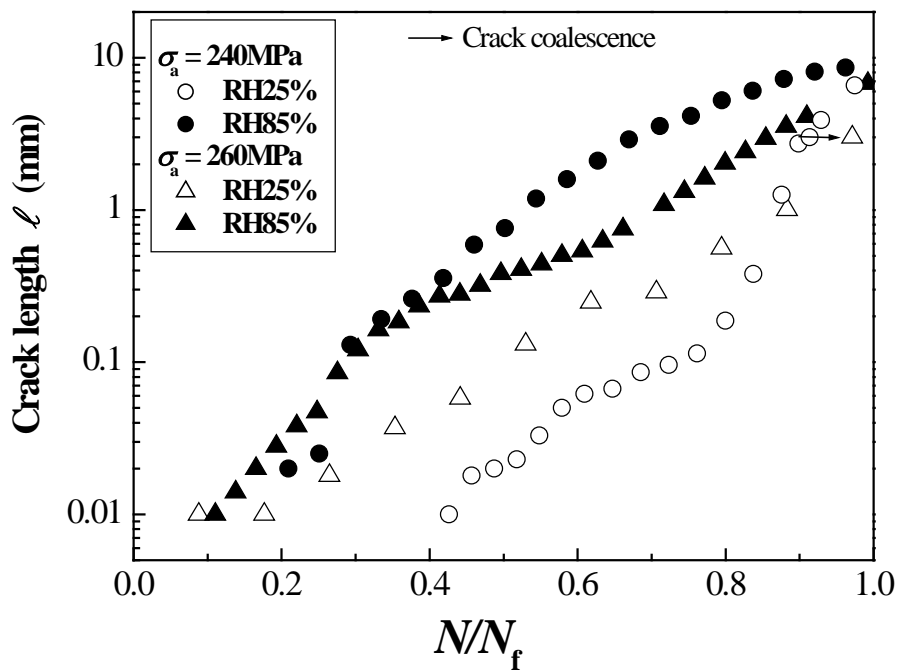


Fig.2-12 $\ell - N/N_f$ curves in RH25% and RH85%.

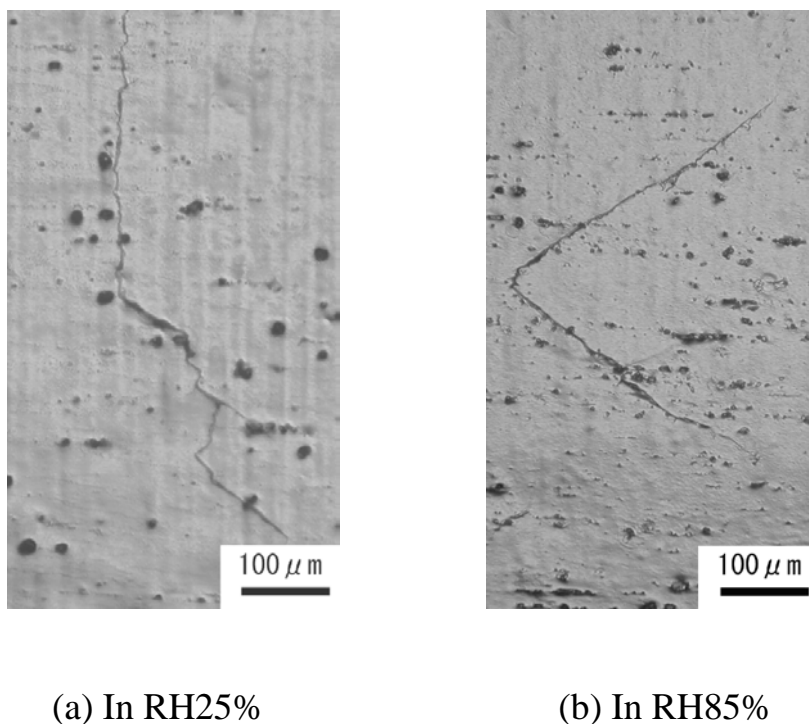


Fig.2-13 Crack morphology ($\sigma_a=260\text{MPa}$, \longleftrightarrow : axial direction).

断形伝ばは低湿度中における引張形伝ばより速いが、き裂長さの増加に伴い、曲げ荷重という負荷形式に起因してき裂面による荷重負担が増加するため、その分き裂伝ばの速度増加が小さくなることが関係していると考えられる。

Fig. 2-14 に、高応力レベルで、低湿度から高湿度 (RH25%→RH85%)、また逆に高湿度から低湿度 (RH85%→RH25%) に変化させた場合におけるき裂伝ば曲線を、湿度一定下の結果と共に示す。図中太い矢印は、湿度を変化させた時期を示している。この試験は、平滑試験片を用いて調べているので、主き裂以外にも複数のき裂が発生し、特に高湿度中では多くのき裂が発生、伝ばした。同図には高湿度中において主き裂に加え、2 次き裂の結果も示した。いずれの湿度変化でも、湿度の変化によりき裂伝ば速度も変化する。そしてき裂伝ば速度を表すき裂長さの対数と繰返し速度の関係の傾きの比較からわかるように、湿度変化後の伝ば速度は一定湿度における速度にほぼ等しい。

Fig.2-15 は、Fig.2-14 に示したき裂の伝ば形態を示すレプリカ写真である。湿度変化によるき裂伝ば速度の変化と同様に、き裂伝ば形態も湿度を変化させるとそのほぼ直後から変化後の一定湿度に対応するき裂形態に変化している。このような湿度によるき裂形態の変化は、例示した主き裂だけでなく、その後発生、伝ばした他のき裂においても同様であった。

以上のように、湿度を変化させると、低湿度から高湿度、逆に高湿度から低湿度のいずれへの変化であっても、変化後のき裂伝ば挙動は一定湿度のそれに変化した。しかもこれらの変化には、湿度変化前の湿度の影響が残り過渡的な状態が予想され、特にき裂の開口が小さいせん断形き裂の場合その影響が大きいことが推測されたが、実際には湿度変化によるき裂伝ば挙動の変化は、湿度変化のほぼ直後であった。

このことを改めて確認するため、湿度変化後から次の湿度での試験開始までの保持時間を変えて試験した。その例として、湿度変化前の影響が残

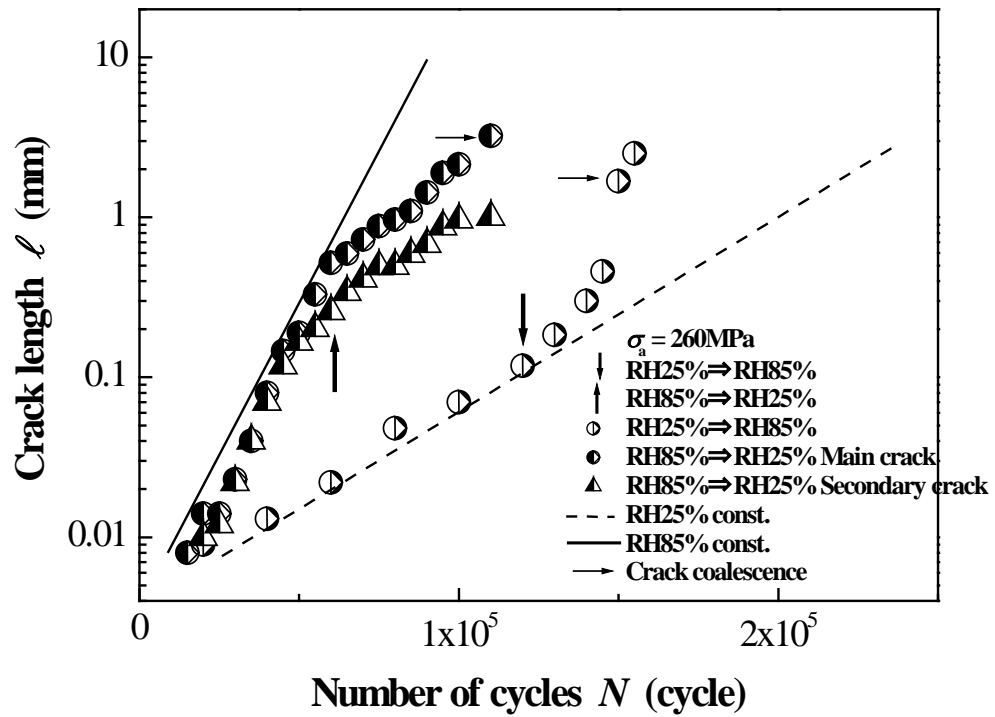
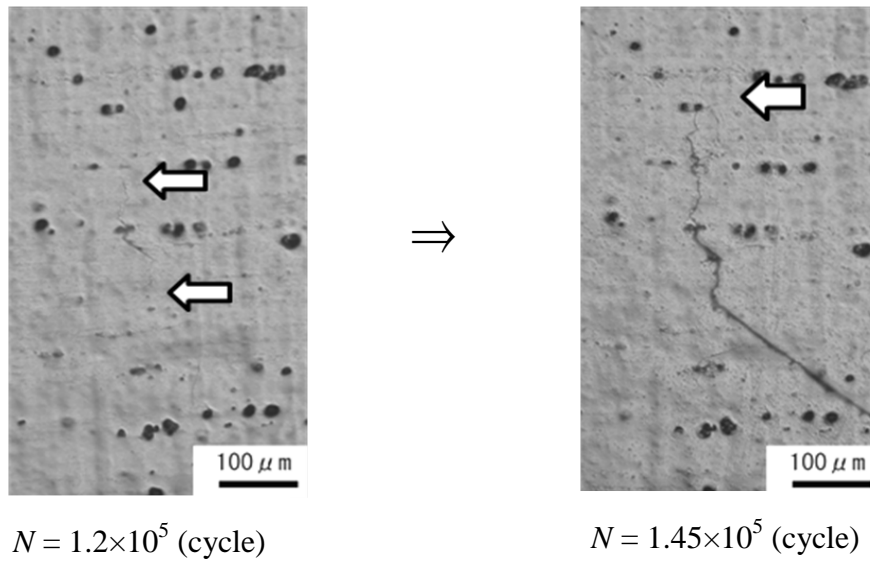
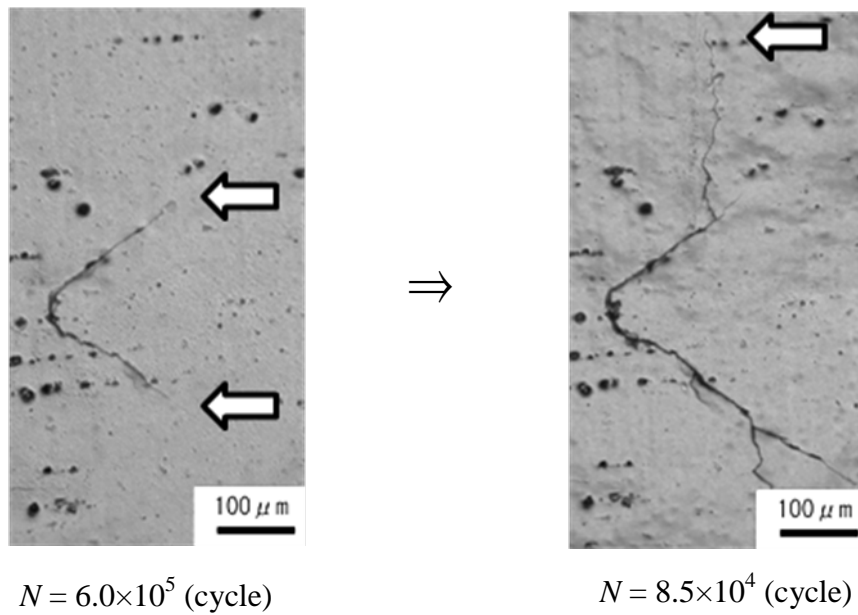


Fig.2-14 Effect of humidity change on crack growth behavior.



(a-1) Before humidity change (RH25%) (a-2) After humidity change (RH85%)

(a) RH25% \Rightarrow RH85%



(b-1) Before humidity change (RH85%) (b-2) After humidity change (RH25%)

(b) RH85% \Rightarrow RH25%

Fig.2-15 Effect of humidity change on crack morphology
 $(\sigma_a=260 \text{ MPa}, \Rightarrow$: crack tip, \leftarrow : axial direction).

りやすいと考えられる，せん断形き裂が生じる高湿度から低湿度へ変化する場合において，湿度変化後から低湿度の試験開始までの低湿度での保持時間を15hに延ばし，乾燥させてから試験した結果をFig.2-16に示す．結果は，Fig.2-14に示した30minの場合とほぼ同様な伝ば挙動であり，変化前の影響は認められない．このことはき裂形態でも同様であった．

以上述べた湿度変化後のき裂伝ば挙動が，湿度変化のほぼ直後から湿度一定中の挙動に変化するという事は，湿度が変化するような環境中での疲労寿命は，一定湿度中での疲労寿命からある程度予測できることを示唆している．

Fig.2-17は，任意の応力繰返し後に湿度を変化させた時の疲労寿命を，一段目の湿度での寿命比 N_1/N_{f1} に対する二段目の湿度での寿命比 N_2/N_{f2} の関係として示したものであり，それぞれの比の和 $\Sigma(N_i/N_{fi})$ （ただし $i=1,2$ ）を表したもので，変動応力下におけるマイナー則にならった整理である．ここで，応力 $\sigma_a=260\text{MPa}$ 一定下での疲労寿命は，各湿度で3本の試験片を用いて求め，その平均値（低湿度，高湿度それぞれで， $N_f=1.71\times 10^5$ cyclesと $N_f=8.81\times 10^4$ cycles）を使用した．データは少ないが，低湿度中から高湿度中，高湿度中から低湿度中のいずれに変化させても， $\Sigma(N/N_f)$ の値はほぼ1であり，上述したき裂伝ば挙動に対する湿度変化の結果と対応している．なお，上述のFig.2-14からFig.2-17に示した結果は， $\sigma_a=260\text{MPa}$ と比較的高い応力のため，疲労寿命のほとんどがき裂伝ば寿命で占められる場合であるが，Fig.2-12からも推定されたように，応力低下に伴いき裂発生寿命の割合が高くなった場合や，き裂伝ばモードが変化した場合，そのことも考慮する必要がある．

ところで，両湿度中のき裂を詳細に比較したFig.2-18をみると，湿度による相違として，引張形とせん断形の巨視的形態の違いだけでなく，低湿度中で伝ばしたき裂に比べ，高湿度中で伝ばしたき裂は直線的で，き裂周囲の変形も局所化されていることがわかる．また，その特徴はFig.2-19に

示す様に、発生したき裂すべてにおいて同じ特徴を示している。

すなわち、ここで使用したような時効硬化材は本来繰返し軟化特性を有し、平面すべりを反映したき裂形態を呈するが、^{26) ~ 28)}この特徴は高湿度でさらに顕著になることがわかる。

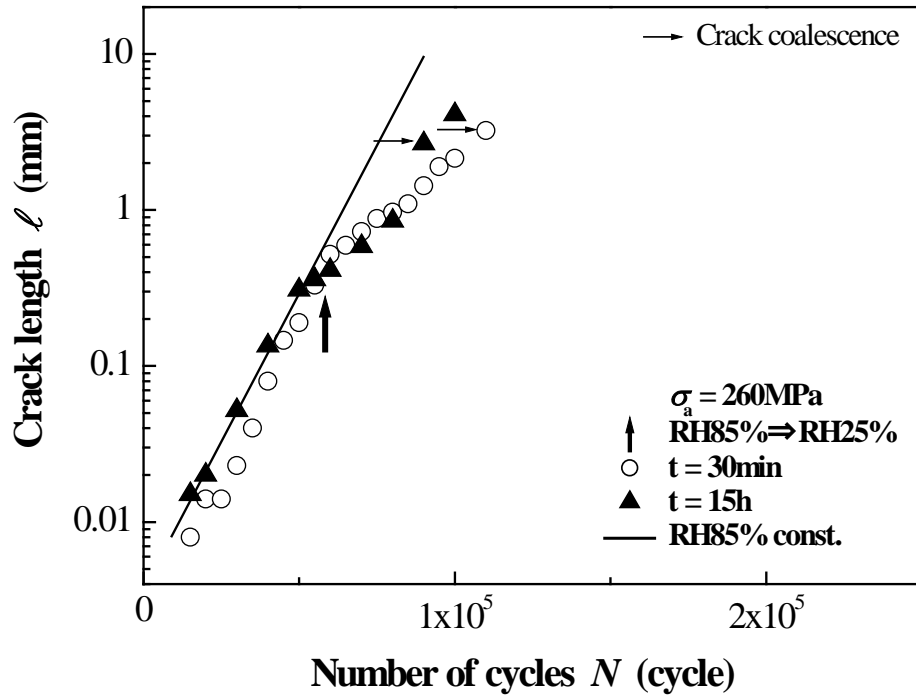
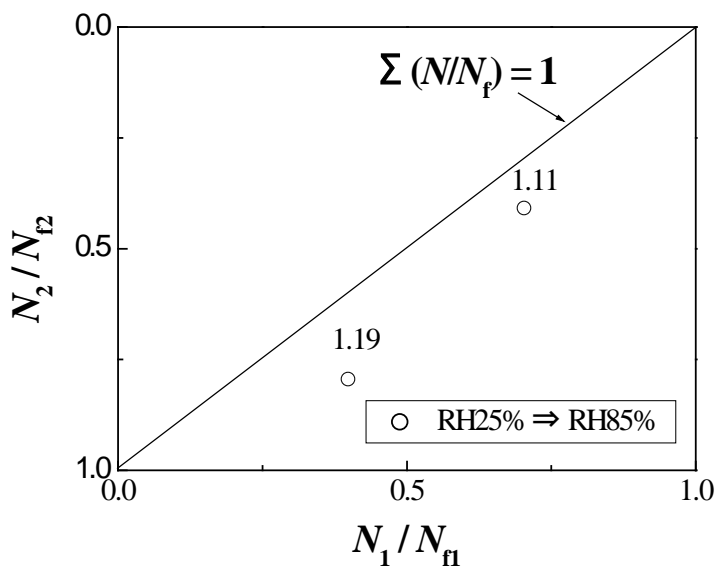
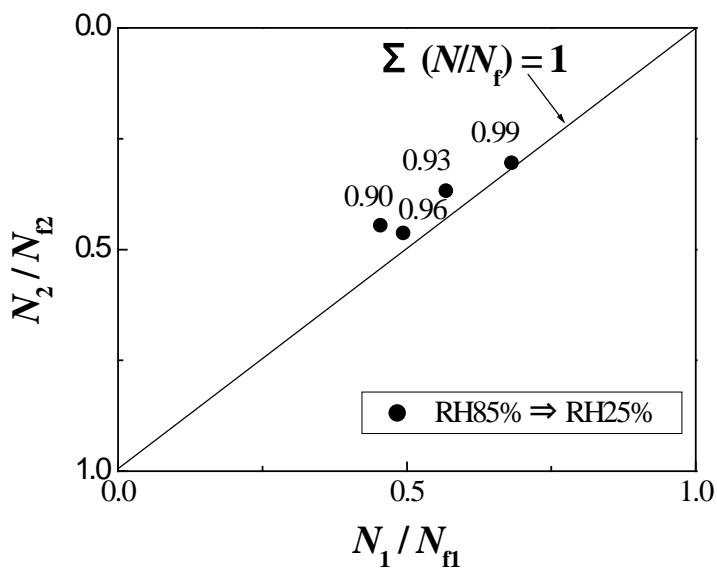


Fig.2-16 Effect of holding time after humidity change on crack growth rate
(holding time ,t:30min,t: 15h, RH85%→25%, $\sigma_a=260\text{MPa}$).



(a) RH25% \Rightarrow RH85%



(b) RH85% \Rightarrow RH25%

Fig.2-17 Value of cumulative cycle ratio.

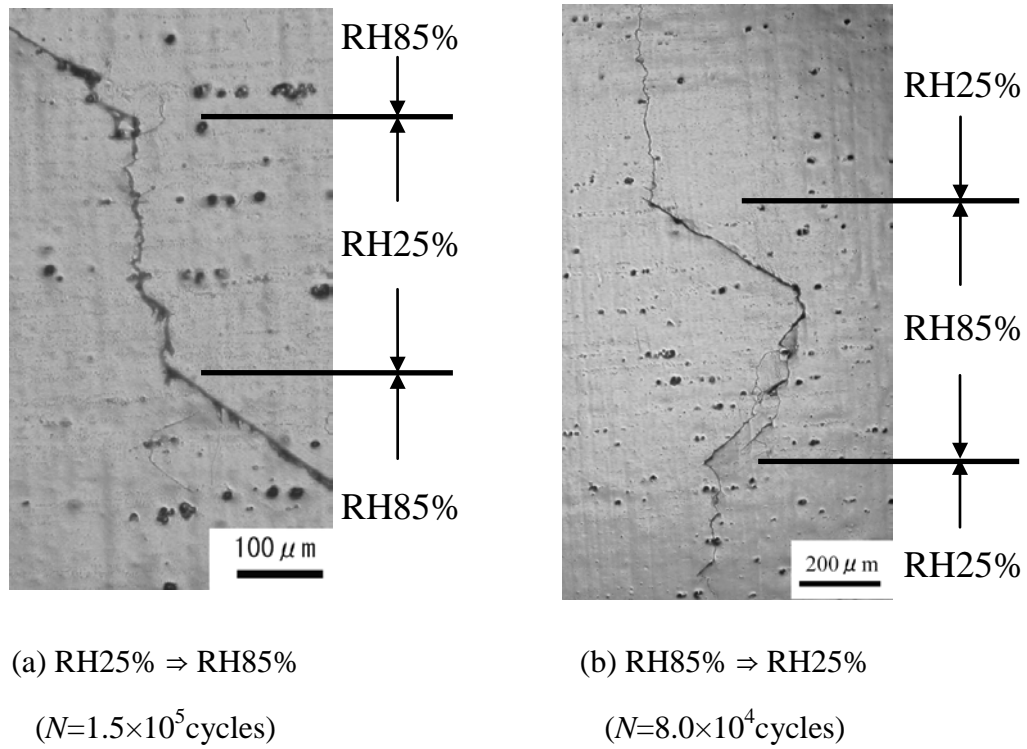


Fig.2-18 Appearances of cracks ($\sigma_a=260\text{MPa}$, RH25% and RH85%).

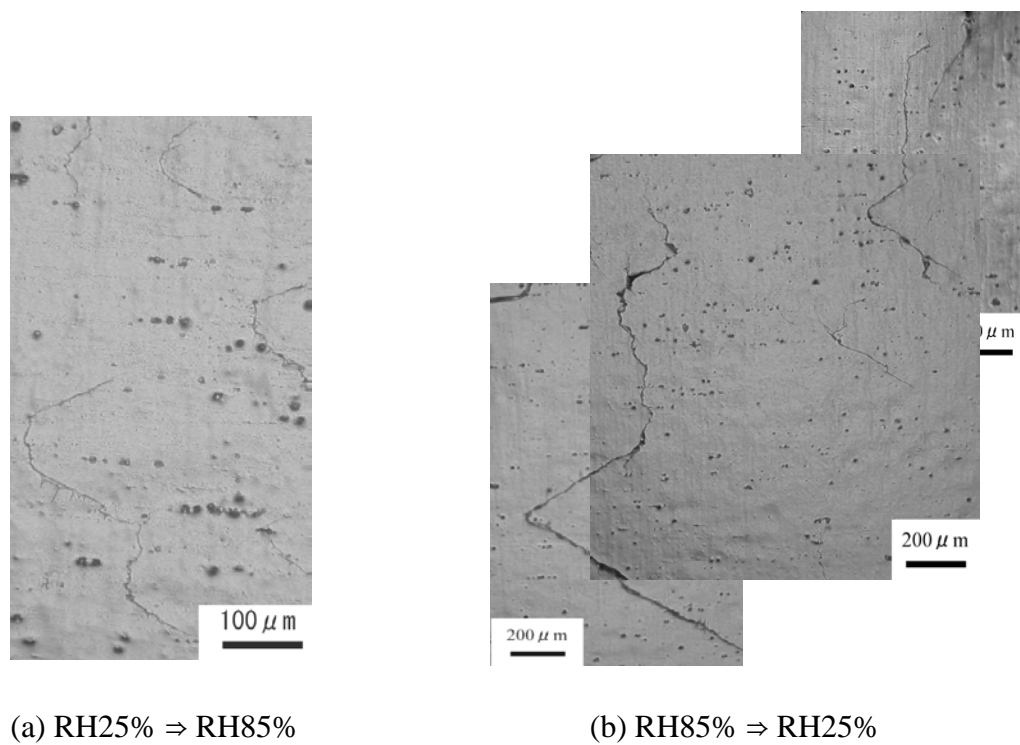


Fig.2-19 Appearances of multiple cracks ($\sigma_a=260\text{MPa}$).

2.3.4 き裂伝ば挙動に及ぼす過大応力の影響

過大応力の影響を調べる試験では、小穴材を用いて低湿度中、高応力レベルである $\sigma_a=240\text{MPa}$ 下で引張形き裂を所定の長さまで伝ばさせてから、過大応力を負荷した。そして過大応力の影響は、過大応力負荷時の湿度だけでなく、過大応力、き裂長さ、き裂伝ばモード等の違いにも関係すると考えられるが、ここでは、過大応力を $\sigma_{os}=360\text{MPa}$ ($\sigma_{os}/\sigma_a=1.5$, σ_{os} : 過大応力)、予き裂の長さを約 0.5mm とし、き裂伝ばモードは引張形き裂についてのみ試験した。その際上述の引張形予き裂を作ってから過大応力を一定繰返し数 10 回負荷し、その後一定応力に戻して、低湿度および高湿度中で破断するまで伝ば挙動を調べた。ここで、過大応力負荷における応力繰返しは手動で行った（繰返し速度、約 1Hz ）。なお過大応力の大きさと繰返し数は、き裂先端の塑性変形の程度を変えることを目的に決めており、その数値には明確な根拠はない。

Fig.2-20 は、低湿度中で一定応力 $\sigma_a=240\text{MPa}$ を負荷し引張形き裂を伝ばさせた後、過大応力 $\sigma_{os}=360\text{MPa}$ を 10 回負荷し、一定応力に戻してから、低湿度中および高湿度中で試験したときのき裂伝ば曲線である。図中矢印は、過大応力負荷時の繰返し時期を示しており、過大応力を負荷しない場合の結果も曲線のみで示してある。過大応力を負荷した後の伝ば速度は、低湿度中ではほとんど影響を受けていないが、高湿度中の場合ではき裂伝ば速度の明らかな加速が認められる。

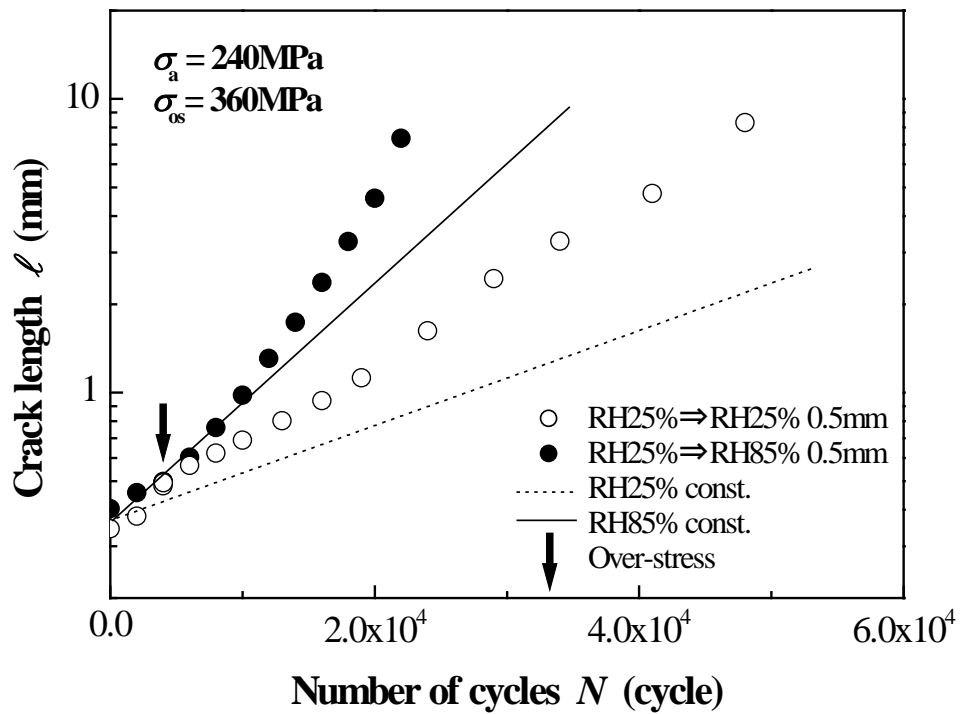


Fig.2-20 Crack growth curves showing effect of over-stress in RH25% and RH85% ($\sigma_a=240\text{MPa}$, $\sigma_{os}=360\text{MPa}$).

2.3.5 疲労特性に及ぼす繰返し速度の影響

以上述べたように、繰返し速度 50Hz で高湿度中における巨視的き裂形態は、高応力レベルではせん断形き裂となるのに対し、低応力レベルでは引張形となり、破壊機構も前者ではすべり面とボイド形成、後者ではストライエーションとぜい性割れによるものと応力レベルによる相違がみられた。^{25), 29)} このような応力依存性の理由として、応力レベルが低くなるにつれき裂伝ば速度は遅くなり、その結果高湿度に曝される時間が長くなること、すなわち応力に依存した現象ではなく時間が関係した可能性がある。そこで、せん断形き裂となる応力レベルが大凡 10^5 回以下、引張形き裂となる応力レベルが大凡 10^6 回以上と、寿命で考えると約 10 倍異なるので、繰返し速度を約十分の一となる 6 Hz で試験をした。

Fig.2-21 は、6 Hz での低湿度および高湿度中における *S-N* 曲線である。同図には 50 Hz での結果も曲線のみで示してある。低湿度中の場合、よく知られているように、³⁰⁾ この程度の繰返し速度の差は疲労寿命に影響していない。ところが、高湿度中の場合、疲労寿命は 50 Hz の場合より 6 Hz の方が長く、時間依存形損傷である腐食の観点からは逆の結果である。実際高湿度になると、き裂発生およびその初期伝ばの加速が生じる²⁹⁾ にも拘わらず、低湿度中のそれともほとんど差異はない。このことは、高湿度のき裂伝ば速度は逆に遅いと言うことを意味している。

Fig.2-22 に 6 Hz の下、高応力レベルである 260MPa におけるき裂伝ば曲線を、また Fig.2-23 にその時のき裂形態を表す高湿度中でのレプリカ写真を示す。Fig.2-22 には、比較として 50 Hz の結果も曲線のみで示してある。低湿度中の場合のき裂伝ば速度には繰返し速度の差は影響していない。一方高湿度中の場合、き裂の発生と初期伝ばは 50 Hz に比べ 6 Hz の場合加速されるのに対し、き裂伝ば速度は遅く、低湿度中のそれとほぼ等しくなり、繰返し速度による明確な差異がみられる。しかもここで試験した応力は 50Hz、高湿度中ではせん断形き裂となる応力であるが、き裂形態は発生

初期でせん断形となるものの、き裂が長くなると低湿度中だけでなく、高湿度中でも引張形である。

Fig.2-24 に 6 Hz の高湿度中高応力下における破面写真を示す。50 Hz の高湿度中低応力下で観察された結果 (Fig.2-10(c)) と同様に、破面の多くはストライエーションで占められたが、その中にぜい性ファセットが観察された。

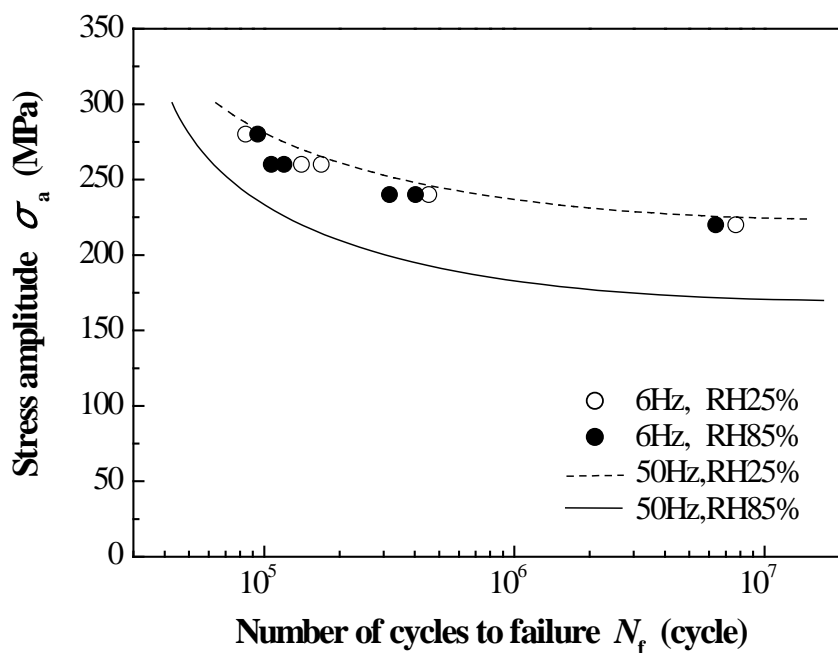


Fig.2-21 S-N curves showing effect of loading frequency.

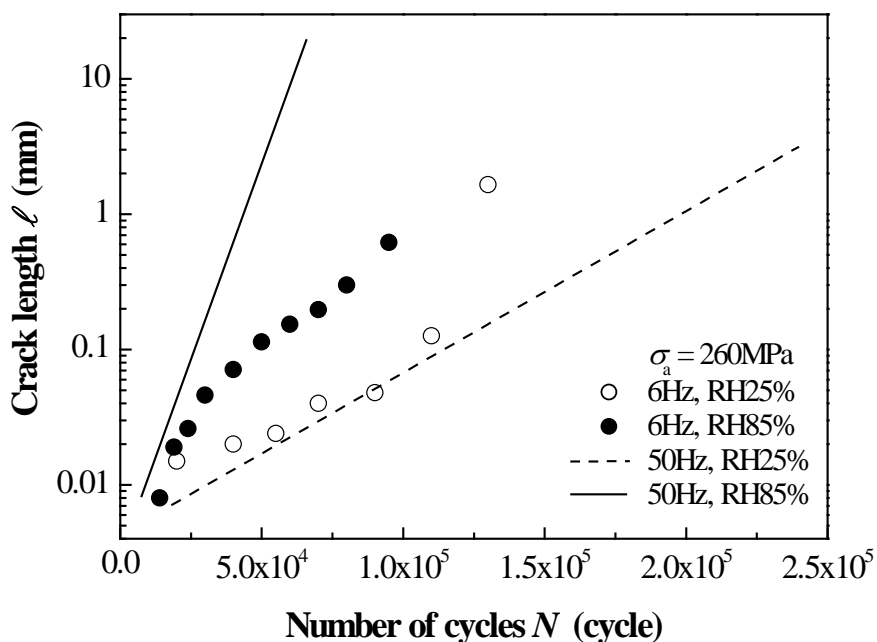


Fig.2-22 Crack growth curves ($\sigma_a=260$ MPa) .

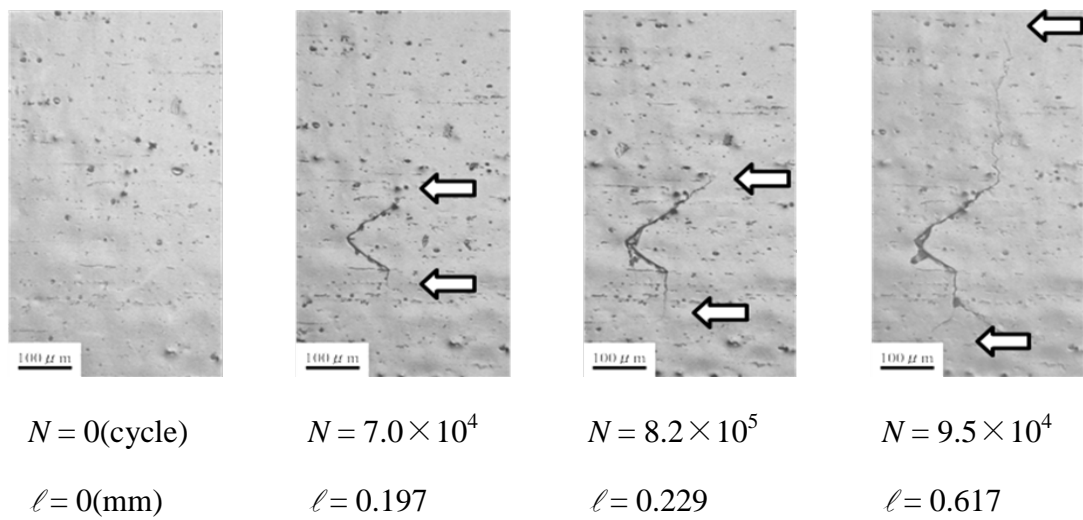


Fig.2-23 Crack morphology in RH85% at 6Hz
 ($\sigma_a=260\text{MPa}$, $N_f=1.07 \times 10^5$ cycles, \Rightarrow : crack tip).

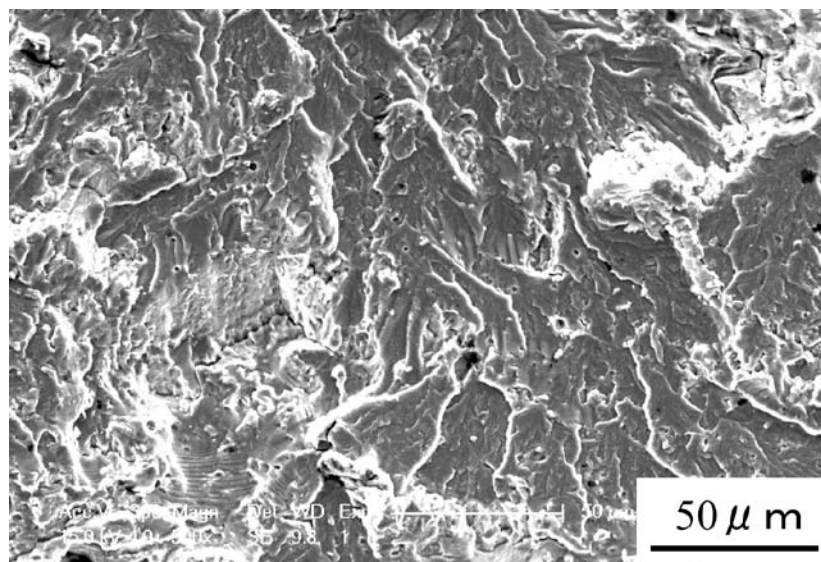


Fig.2-24 Fracture surfaces in RH85% at 6 Hz
 ($\sigma_a=280\text{MPa}$, $N_f=9.4 \times 10^4$ cycles).

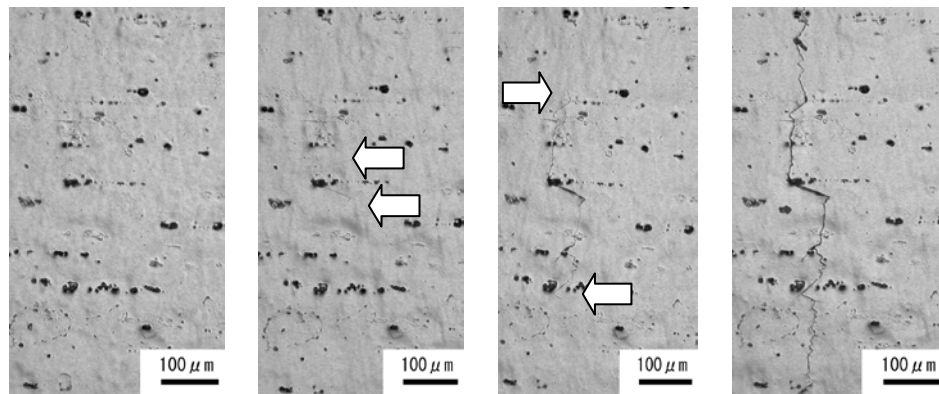
2.3.6 高湿度下におけるき裂伝ば機構

上述のように、湿度が60~70%以下と比較的低い大気環境では引張形でき裂は伝ばする。ところが、水分がほとんどない窒素ガス中だけでなく、逆に水分が多い高湿度中でもせん断形伝ばとなった。これらのことは、高湿度中でのせん断形き裂の伝ばに湿度が関係していることを意味し、窒素ガス中でのせん断形伝ばとは異なる伝ば機構の存在を示唆している。そこで、巨視的には同じせん断形伝ばとなる窒素ガス中と高湿度中での破面を詳細に調べ、せん断形き裂の伝ば機構について検討する。

Fig.2-25 は、窒素ガス中で観察した応力繰返しに伴う試験片表面のレプリカ写真である。同図には比較のため前に示した湿度85%中のき裂の特徴も示している。窒素ガス中の場合、Fig.2-3 に示した巨視的き裂形態で述べたように、表面を引張形で伝ばしているが、湿度85%中ではき裂の発生初期からすべてせん断形で伝ばし、破壊した。

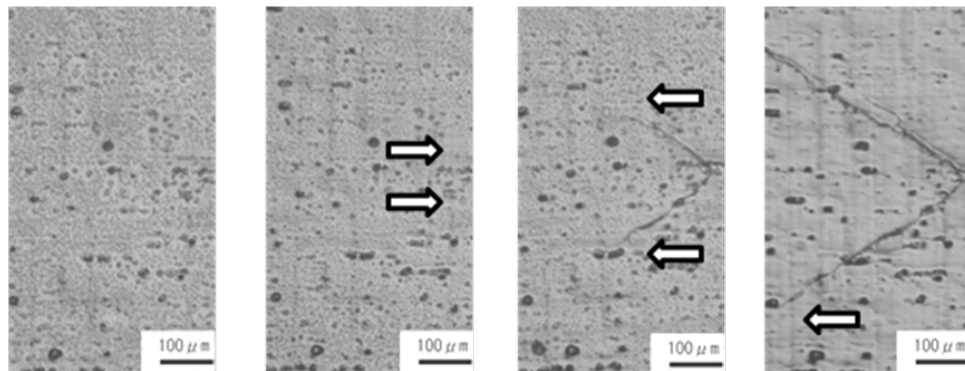
Fig.2-26 は、窒素ガス中で試験した場合における巨視的破面写真 (Fig.2-25(a)に示した試験片) であり、Fig.2-27 は、窒素ガス中で破壊した場合の破壊形態の応力依存性を示している。湿度85%中の場合、前述のように、試験片表面だけでなく、内部方向へもせん断形で伝ばした。これに対し、窒素ガス中の場合、表面は浅い部分だけ引張形で伝ばしており、内部方向へはせん断形で伝ば、破壊し、両環境で相違がみられる。しかし、せん断形き裂の伝ば方向は、Fig.2-28 に示すせん断形き裂の伝ば方向 θ (θ の定義は図中に示す) の応力依存性からもわかるように、窒素ガス中、湿度85%中と蒸留水中さらに応力レベルに関係なく、いずれも試験片軸に対し約 35° である。

また、窒素ガス中でのせん断形破面をエッチピット法で調べた結果を、湿度85%中の結果と共に示した Fig.2-29 から分かるように、その破面は(100)面、伝ば方向は $\langle 110 \rangle$ 方向である。これらのことからき裂がせん断方向に伝ばしたのは、いずれの環境でも本材の顕著な集合組織に起因して



$N = 0(\text{cycle})$ $N = 1.0 \times 10^5$ $N = 1.8 \times 10^5$ $N = 2.6 \times 10^5$
 $\ell = 0(\text{mm})$ $\ell = 0.070$ $\ell = 0.345$ $\ell = 1.108$

(a) In nitrogen gas ($\sigma_a=260\text{MPa}$)



$N = 0(\text{cycle})$ $N = 3.5 \times 10^5$ $N = 4.5 \times 10^5$ $N = 5.5 \times 10^5$
 $\ell = 0(\text{mm})$ $\ell = 0.130$ $\ell = 0.261$ $\ell = 0.590$

(b) In RH85% ($\sigma_a=240\text{MPa}$)

Fig.2-25 Change in surface state of specimen due to stress repetitions (\Rightarrow : crack tip, \leftrightarrow : axial direction).

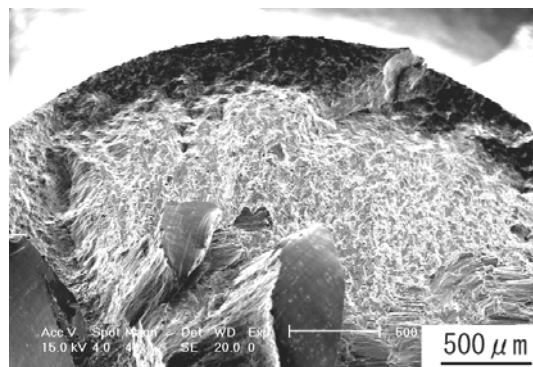


Fig. 2-26 Fracture surface in nitrogen gas ($\sigma_a=260\text{MPa}$).

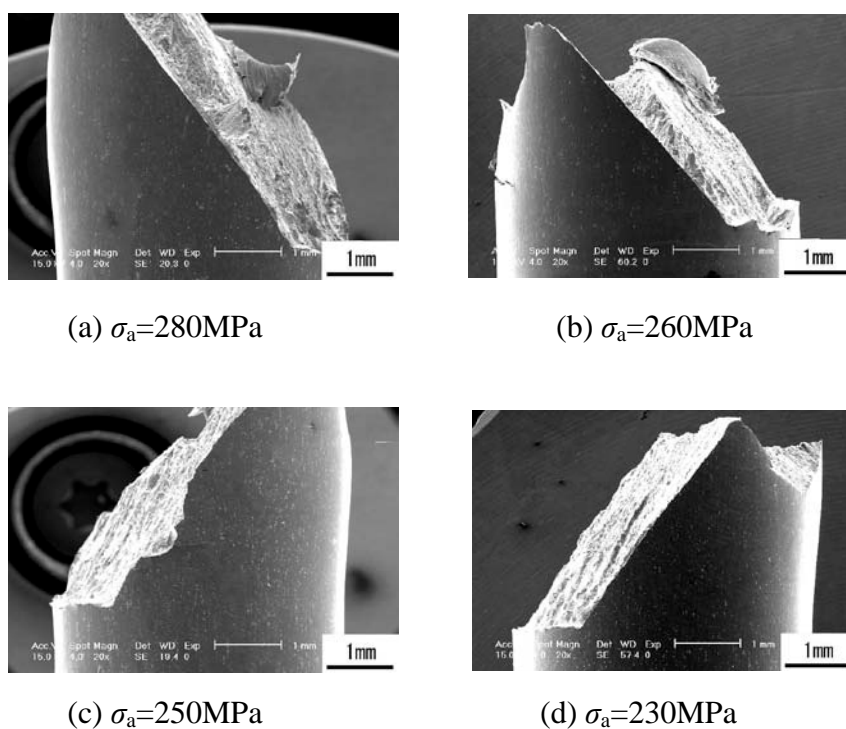


Fig.2-27 Morphologies of cracks in nitrogen gas.

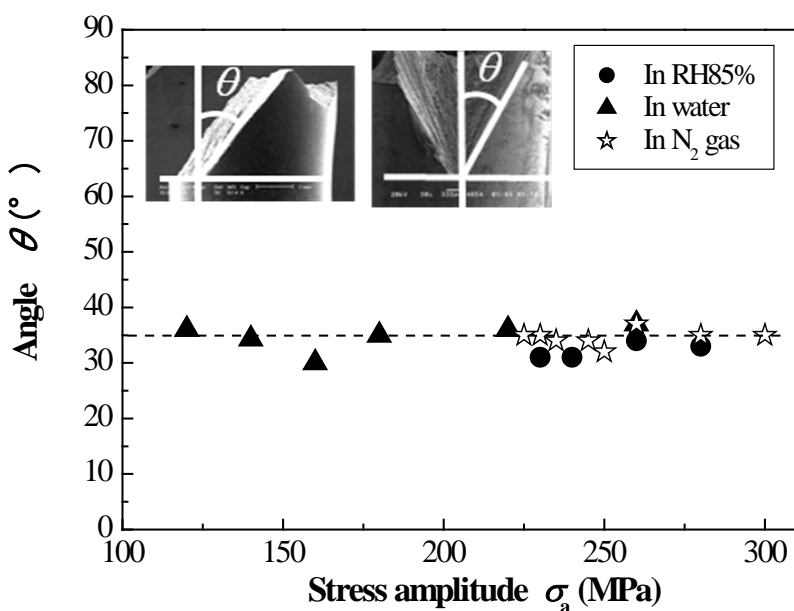
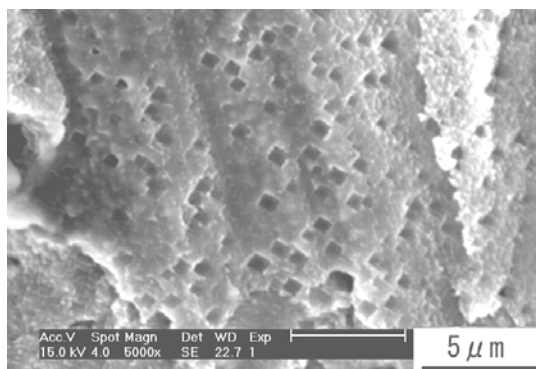
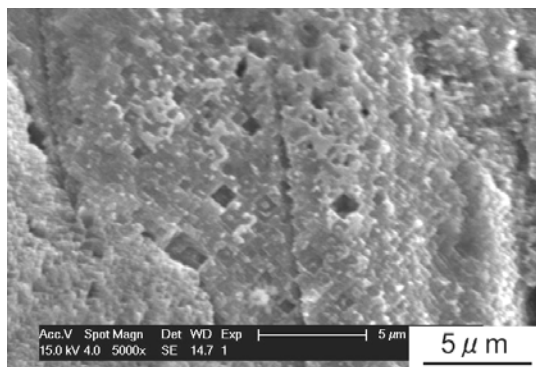


Fig.2-28 Growth direction of shear mode crack (RH85% , N₂ gas and distilled water).



(a) In nitrogen gas



(b) In RH85%

Fig.2-29 Etch pits observed at fracture surface by shear mode crack.

いることが確認される。

Fig.2-30 は、窒素ガス中のき裂伝ば曲線を湿度 85% 中の結果と比較したものである。同図にはまた、引張形のき裂伝ばとなった湿度 25% 中の結果も示してある。窒素ガス中に比べ湿度 85% 中の場合、き裂伝ばは大きく加速されている。なお、き裂の発生は、窒素ガス中、湿度 25% 中に比べ湿度 85% 中の方が早い。この一因として、水分が関与したアノード溶解がき裂発生を早めたものと推定される。しかしこれらの環境間におけるき裂発生寿命の差は小さい。これは負荷応力が高いため環境の影響は小さく、繰返しの早期にき裂が発生することによるものと考えられる。

Fig.2-31 は、窒素ガス中と湿度 85% 中に加え、蒸留水中でき裂がせん断形で伝ばした領域における破面写真であり、き裂伝ばの初期段階から最終の不安定破壊に至る過程の詳細を示したものである。いずれの環境中でも基本的な破面は、すべり面とボイドで占められるが、詳細には両環境間で大きな相違が確認される。すなわち窒素ガス中の場合、せん断形き裂の伝ば過程のほぼ全域で、多くのすべり面に加えその間にボイドが存在し、さらにすべり面上にもボイドが観察される。これに対し、湿度 85% 中と蒸留水中の場合、き裂が短い領域では破面のほとんどがボイドで占められている。そして、き裂が長くなるに伴いボイドの割合は減少し、徐々に窒素ガス中の様相に近付いている。なおこれらの破面には、腐食環境で多く観察されるぜい性破面あるいはアノード溶解の痕跡は認められない。

Fig.2-32 は、窒素ガス中、湿度 85% 中および蒸留水中に加え、湿度 25%、50%、75% 中とすべての環境中での最終破断部で観察されるディンプル破面を比較したものである。ディンプルの形状等の特徴に、窒素ガス中と高湿度中だけでなくすべての環境間で相違は確認できず、環境の影響はほとんどないものと考えられる。

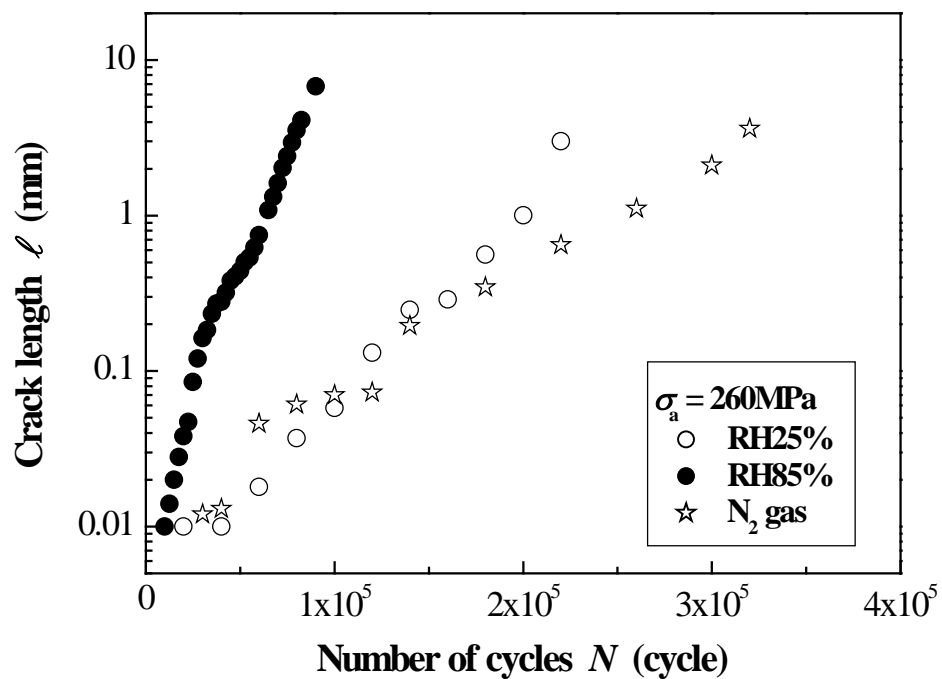
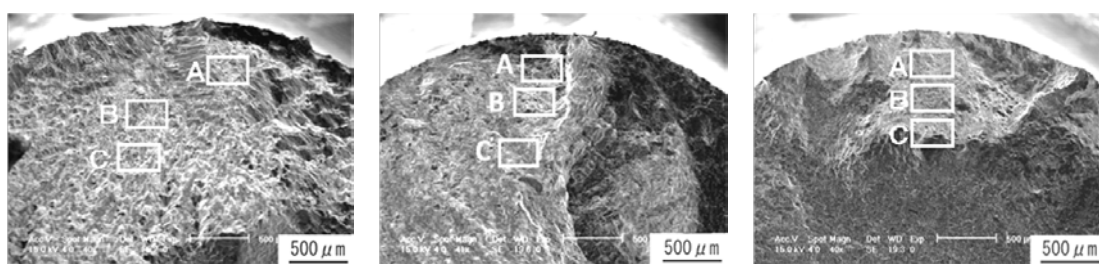


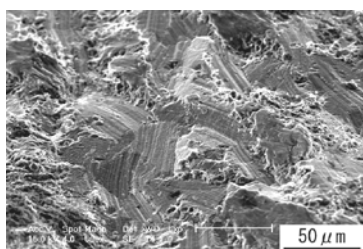
Fig.2-30 Crack growth curves in nitrogen gas and in RH85%.



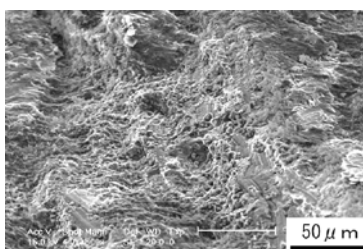
(a-1) Over view

(b-1) Over view

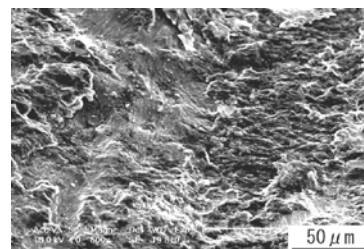
(c-1) Over view



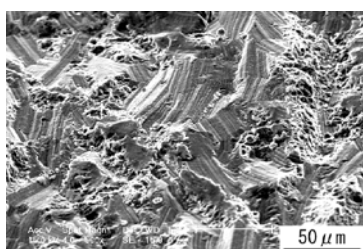
(a-2) Part A in (a-1)



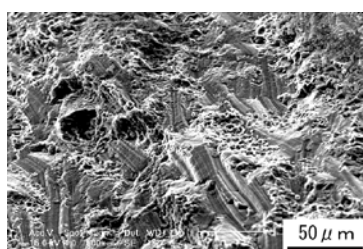
(b-2) Part A in (b-1)



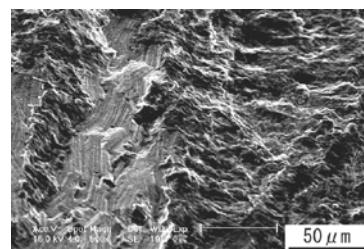
(c-2) Part A in (c-1)



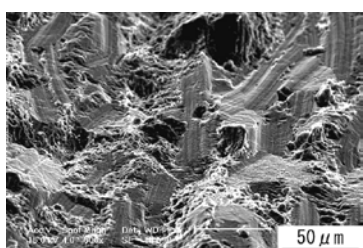
(a-3) Part B in (a-1)



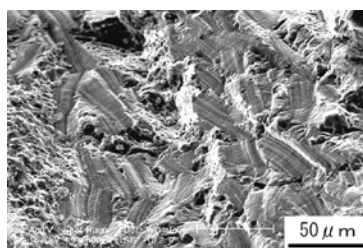
(b-3) Part B in (b-1)



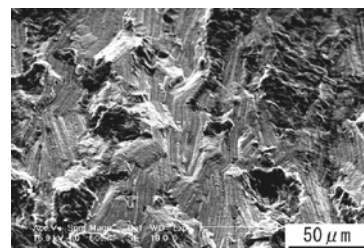
(c-3) Part B in (c-1)



(a-4) Part C in (a-1)



(b-4) Part C in (b-1)



(c-4) Part C in (c-1)

(a) In nitrogen gas

($\sigma_a=280\text{MPa}$, $N_f=1.29\times 10^5$
cycles)

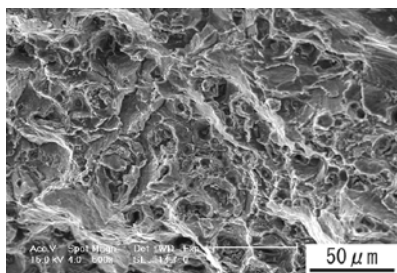
(b) In RH85%

($\sigma_a=260\text{MPa}$, $N_f=9.07\times 10^4$
cycles)

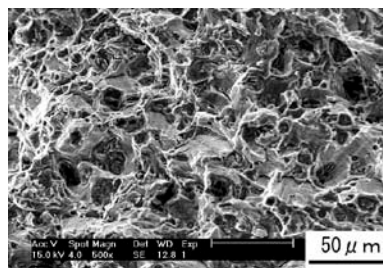
(c) In distilled water

($\sigma_a=260\text{MPa}$, $N_f=4.67\times 10^4$
cycles)

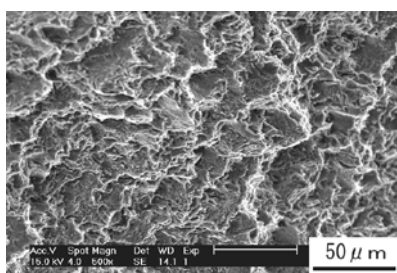
Fig.2-31 Fracture surfaces.



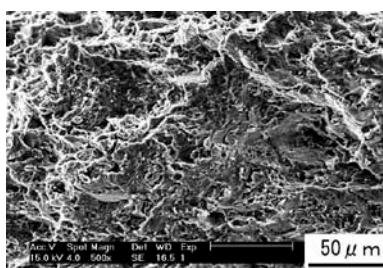
(a) In nitrogen gas



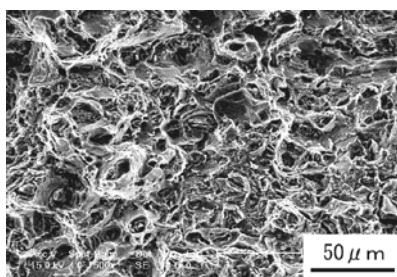
(b) In RH25%



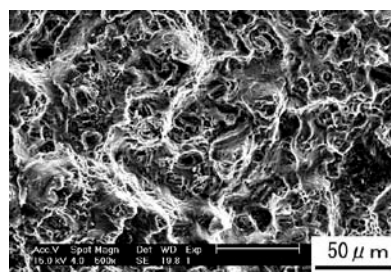
(c) In RH50%



(d) In RH75%



(e) In RH85%



(f) In distilled water

Fig.2-32 Fracture surfaces (dimple).

Fig.2-33 は、窒素ガス中と湿度 85% 中および蒸留水中で、応力を $\sigma_a=260\text{MPa}$ と揃えた場合の破面におけるボイドの分布傾向に及ぼす湿度の影響をより明確に示したものである。図ではボイドの分布を、せん断形き裂の伝ぱによる破面に占めるボイドの割合（ボイドの観察面積は約 0.04mm^2 ）として示している。Fig.2-31 でも推測されたように、窒素ガス中の場合、観察場所に関係なくボイド数はほぼ一定であるが、高湿度中の場合、いずれの環境でもき裂発生箇所から内部へいくほどボイド数は減少し、窒素ガス中のボイド数に漸近している。そして、多くのボイドが分布する領域は湿度 85% 中より蒸留水中の方が深い。図には、 $\sigma_a=260\text{MPa}$ の結果のみを例示したが、他の応力でもこの傾向は同じであった（前述のように高湿度中の場合、低応力になると引張形破壊となることから分かるようにボイド率の応力依存性はある）。

Fig.2-34 は、窒素ガス中と湿度 85% 中の間で破面の特徴が大きく異なったせん断形き裂の初期伝ぱにおけるボイドの拡大写真である。両環境中ともに、ボイド中に粒子が存在するもの（例：図中(b-2)）や粒子が引抜かれる途中と考えられるもの（例：図中(a-2)）が確認されるが、湿度 85% 中の場合、ボイド中に粒子を確認できないものも多い。またボイドの大きさは、せん断形伝ぱに多数のボイドが関与する高湿度中の方が窒素ガス中より小さい傾向がみられる。なお、湿度 85% 中と蒸留水中の初期伝ぱでみられるボイドの形態は、せん断によりボイド同士が合体した特徴を示しており、その形成における力学的状態は、不安定破壊時に生じる伸長型ディンプルの形成機構と類似しているものと考えられる（ただ後述するように、高湿度中でのボイド形成、合体には水素の関与が予想されるのに対し、窒素ガス中でのボイド形成や最終破断時のディンプル形成ではそれはないと考えられる）。

以上の観察結果に基づき、窒素ガス中と高湿度中でき裂がせん断形で伝ぱした理由と、両環境間におけるき裂伝ぱの機構の相違について考察する。

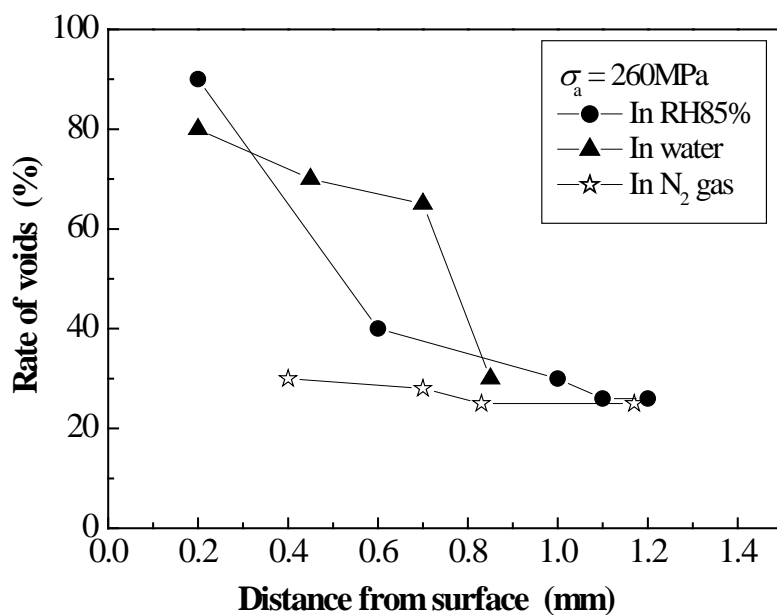


Fig.2-33 Fraction of void in fracture surface.

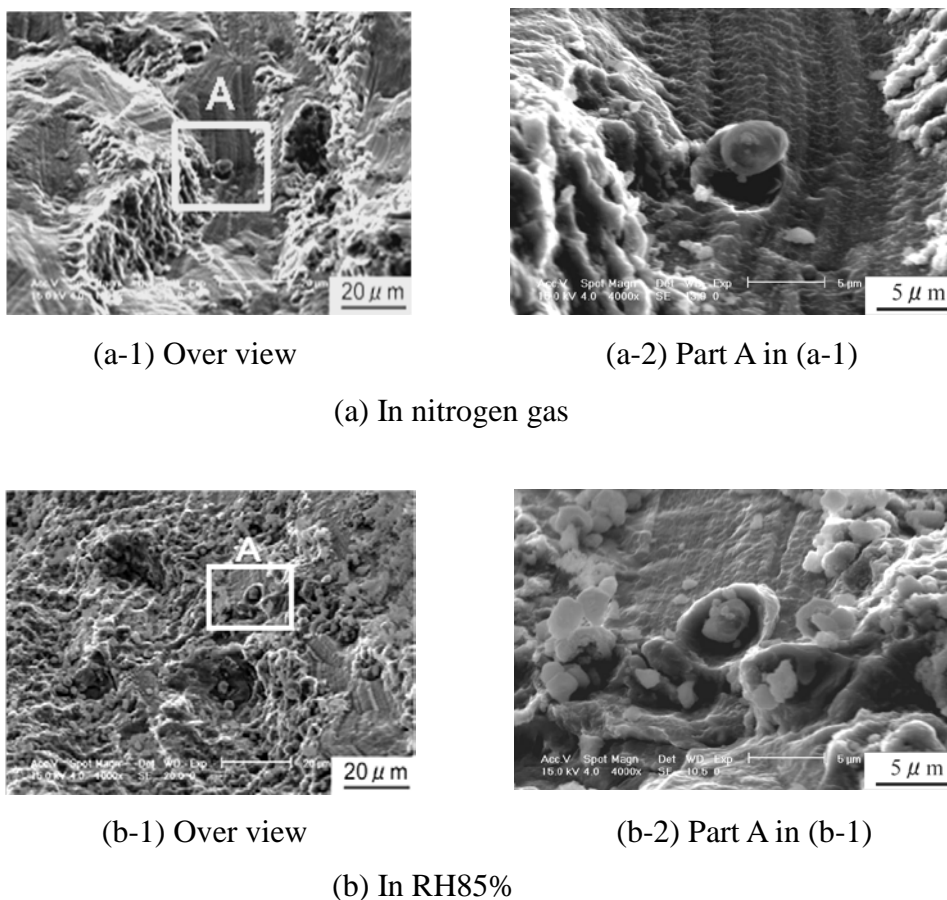


Fig.2-34 Feature of voids ($\sigma_a=260\text{MPa}$).

まず、窒素ガス中でせん断形伝ぱとなる理由について検討する。窒素ガス中ではき裂新生面への酸素や水分の吸着がほとんどないため、真空中の場合^{3 1)}と同様に逆すべりが生じやすく、引張方向への伝ぱ抑制が働く一方で、集合組織をもつ本材では一方向のみに、すなわち1つのすべり面(100)面に沿う $\langle 110 \rangle$ 方向のき裂伝ぱへの傾向が強いため、巨視的にもせん断形伝ぱとなったものと考えられる。またせん断形破面に観察されたボイドは、すべり面に析出した^{3 2)}比較的大きな析出物が、き裂が成長する際に引き抜かれた結果形成されるものや、すべり面とすべり面の間がせん断破壊する際に生じたものと理解される。なお窒素ガス中でのき裂先端での環境は、本材の超音波疲労において、環境に関係なくせん断形き裂の伝ぱが生じ、その理由として超音波疲労の場合き裂伝ぱは高速で、酸素や水分の吸着速度より速くなり、真空中でのき裂伝ぱと同様になったことと同様の状態である(詳細は第4章で述べる)。^{1 7), 3 3)}

これに対し、窒素ガス中とは異なり、酸素が多い低湿度中では引張形であり、一般に報告されているストライエーション形成による伝ぱである。ところが、酸素に加え水分が多い高湿度、蒸留水中になると、再び窒素ガス中と同様のせん断形となる。しかし両環境中における破面のボイド分布状態の相違(Figs.2-31, 2-33)から、高湿度中におけるせん断形き裂の伝ぱと窒素ガス中の場合とは異なる機構を考えるべきであり、その場合、同じ塑性変形による破壊でも水分の有無が関与していることに注目する必要がある。そしてその機構に、水素の関与が推測される。すなわち、材料表面に吸着した水分と Al との反応の結果生成した原子状水素が材料内部に侵入するが、^{3 4)}特にアノード溶解により発生したき裂先端近傍に分布する析出物周囲にも集積する。この場合、窒素ガス中ではほとんど関与しなかったような微細な析出物周囲にも集積する。材料内に侵入した水素の強度への影響として、前述のように疲労過程で水素が関与する場合、ぜい化する場合と逆に塑性変形を助長する場合があります。その機構として、水素が

転位の運動を容易にし、すべりは助長されること（水素助長局所塑性変形（HELP）機構）が指摘されている。^{35)~37)} この機構は、水素雰囲気中における転位と固溶炭素の相互作用を2次元モデルで計算し、水素の存在により転位間の相互作用は弱まることを明らかにしたもので³⁸⁾、その後、応力腐食割れや疲労においても同様なことが確認されている。緒言で述べたように、高強度Al合金の疲労の場合は、水素がぜい性破壊を引き起こすとする報告がほとんどであるが、今回の結果は明らかにボイドを形成し、せん断破壊する延性破壊であり、ぜい性破面は観察されなかった。ここでこの結果における材料内の水素は、応力負荷の下、析出物を核にボイドの形成、成長を促進させる。さらに成長したボイドは応力繰返しに伴い、連結を繰返しながらかき裂として成長するが、この過程でも水素の関与が推定される。このような水素に影響されたボイドの形成、成長、連結の過程、さらにはすべりにおいても、水素が転位の移動を助長している^{35)~37)}ものと考えられ、松岡らの水素チャージさせた炭素鋼SGPの引張荷重下で生じるディンプルの形成、成長、連結過程³⁹⁾および疲労き裂の伝ぱの加速⁴⁰⁾における水素の作用と類似の機構が推定される。そして析出物はすべり面上に多く分布する³²⁾ことを考慮すると、このようなボイドの形成、成長そして連結の過程は、水素供給量が多いき裂先端近傍ほど生じやすく、またすべり面が揃っている本材の場合、1つの結晶で生じたすべりは隣の結晶へと広がりやすいため、特定の面と方向を有するき裂伝ぱとなり、結果としてき裂は巨視的にもせん断方向へ成長することになる。換言すれば、材料中に侵入した水素は析出物周囲に集積されるだけでなく、粒界にも集積されるが、方位が揃っているため、水素の多くは隣の結晶へ輸送されやすいと考えられ、粒界における集積水素量は少なく、結果として水素ぜい化は起きなかったものと考えられる。上述した損傷過程における水素の関与を、本研究で実際に観察できてはいないが上のように推論することで、き裂伝ぱに伴いボイドの割合が減少し、窒素ガス中の破面の特徴に近づい

たことも、き裂伝ばの加速に伴い水素の供給が減少、すなわち水分の影響が減少し、相対的に力学的因子の影響が増大することから説明できる。また、水素により助長されたボイドの形成、成長そして連結は、き裂伝ば速度の加速要因となることを意味しており、Fig.2-30 に示したき裂伝ば曲線の結果と対応している。

さらに高湿度下におけるき裂周囲の変形が局所化されたことや、湿度変化と過大応力の影響についても同機構で矛盾なく説明できる。すなわち、き裂伝ば速度の加速については、上で説明した通りであり、実際に上記の機構で多く確認されていることである。また巨視的なせん断形伝ばについては、その伝ば方向が試験片軸方向に約 35° であることと、素材が軸断面で (111) 面となる顕著な集合組織を有し、それに起因した一方向に揃ったすべり面との関係から説明された。さらに、せん断形き裂の変形が局所化されたことについても、これまでいくつかの鉄鋼材料で明らかにされている水素による変形の局所化と同様である。また、湿度変化後早期にき裂伝ば速度およびき裂形態が、変化後のそれらに変化したことについては、湿度の影響はき裂先端の極近傍に限られ、湿度変化前の湿度の影響はほとんどないことを意味し、Al 合金は水素の拡散係数が小さい（例えば、bcc 構造に比べ fcc 構造における水素の拡散速度は非常に遅く、Al 合金 7075 の水素の拡散係数は、室温で $4.4 \times 10^{-12} \text{m}^2/\text{s}$ が報告されている⁴¹⁾）ので、水素の移動は転位による輸送、すなわち応力負荷が必要であることを示している。

き裂伝ばに及ぼす過大応力の影響については、低湿度中では過大応力の影響はほとんど認められないので、ここで負荷した程度の過大応力の条件では、き裂先端における力学的な影響はほとんど生じないことになり、高湿度で生じた過大応力によるき裂伝ばは水分すなわち、水素の影響とみて良いことを示している。

そして、水素の拡散係数が小さい本合金では、材料内への水素拡散が問題になるが、これについても水素助長局所塑性変形機構を考慮した場合、

本結果における水素は転位により輸送されることになる。このことに関し、純 Al 中に温度 90°C、湿度 90%の環境中で水素を拡散させた後、昇温脱離法を用いて行われた水素の拡散係数の測定では、転位と水素の結合エネルギーは、27.3kJ/mol (=0.28eV) であることが報告されている。^{4,2)} このことにより格子中の水素原子は転位にトラップされやすいと考えられ、応力繰返し下でき裂先端に多くの転位が導入されると、高湿度の場合は高密度の転位によるトラップで多量の水素輸送が可能になり、き裂伝ぱは加速されることも合理的に説明される。

以上のように、疲労過程における水素の塑性変形助長作用に関する結果は、これまでオーステナイト系ステンレス鋼を始めとして、各種合金鋼を中心に最近数多く報告されている。しかし、純 Al や Al 合金の場合、静的荷重下において、水素により塑性変形が促進されることは既に報告されているものの、^{1,4), 3,4)} 疲労過程でのこの機構による破壊に関する報告例は見られない。今回確認された高湿度中におけるせん断形疲労き裂の伝ぱが、これまでに合金鋼で報告された水素により助長された延性き裂の伝ぱとは、ボイド形成という点で異なる破面を呈しているものの、本質的には水素による塑性変形促進作用による可能性が示唆される。しかし、このことを確認するには、析出物周りの水素の存在やその状態を観察するなどさらに微視的検討が必要であり、引き続き検討中である。

一方、応力が低く、長寿命になるとぜい性破面も生じるようになる。これは、き裂伝ぱ速度の低下によりき裂先端への水素供給量が増加し、粒界への水素量も増加するためであると考えられる。これについては、6 Hz における結果から次のように説明される。すなわち低湿度中の疲労寿命は 50 Hz の場合と同程度であるが、高湿度中の疲労寿命は 50 Hz の場合より長く、低湿度中の疲労寿命とほぼ同じである。これは高湿度によりき裂の発生と初期伝ぱが加速される一方、き裂伝ぱは抑制されるためである。さらに 50 Hz ではせん断形き裂が生じる高応力レベルであっても、6 Hz の場合、破

壊は引張形であり、50 Hz における低応力レベルの結果と同様に破面にはストライエーションとぜい性ファセットが観察された。これらの結果は、50 Hz における水素によるき裂伝ばへの弱化作用では説明できず、むしろ逆に強化作用を考える必要がある。このことに関しても、前述したHELP機構を導いた計算モデル³⁸⁾において、炭素原子の位置や転位の運動方向によっては固着力を強める場合があること、また別の計算¹⁴⁾で多量の水素が転位の運動を抑制することも報告されている。そして疲労に関しても、村上らはステンレス鋼に異なる水素量をチャージさせてき裂伝ばを測定し、少ない水素量の場合き裂伝ば速度は加速されるのに対し、水素量が多くなると逆に水素による転位の固着が生じ、き裂伝ばは減速することを明らかにしている。上述した高湿度中6 Hzでの結果でも、応力繰返し下で長時間高湿度にさらされたことにより、水素量が増加した可能性が考えられ、それによりき裂伝ばは減速したことが推察される。

そして引張形き裂の伝ばとなった理由としては、50 Hzでは一方向すべりが生じたが6 Hzでは水素によるすべり変形が抑制されることにより、多重すべりが生じ、その結果巨視的に引張形き裂の伝ばになったものと考えられる。

2.4 結言

平均結晶粒径約 $13\ \mu\text{m}$ の時効硬化 Al 合金 7075-T6 押出し材を用いて、窒素ガス中、相対湿度を 25, 50, 75, 85% に制御した環境中および蒸留水中の 6 種類の環境下で回転曲げ疲労試験を行い、疲労強度に及ぼす大気湿度の影響、高湿度中におけるき裂発生と伝ば特性、さらにき裂伝ば挙動に及ぼす湿度変化、過大応力および繰返し速度の影響を調べ、高湿度下における疲労き裂の伝ば機構を、き裂の伝ば形態と破面観察を通じて検討した。

主な結果をまとめると以下のようなになる。

(1) 疲労強度は、相対湿度 60% 程度以下の低湿度であれば、湿度による影響はほとんどないが、それ以上の高湿度になれば大きく低下し、例えば相対湿度 85% 中の 10^7 回における時間強度は、25% 中における時間強度の約 7 割に低下する。

(2) 高湿度、高応力レベルでの巨視的き裂伝ばは引張応力に対し約 35° 傾斜したせん断形であり、通常観察される引張形と異なる。

(3) 高湿度中であっても応力が低く、長寿命域になると引張形で伝ばする。

(4) き裂伝ば速度は低湿度中の引張形より高湿度中のせん断形の方が速く、しかも引張形き裂よりせん断形き裂の方が変形は局所化され、直線的である。

(5) 湿度が変化する場合、低湿度から高湿度あるいは逆の場合でも、き裂の伝ば速度および形態は、湿度変化後早期に、変化後の湿度に対応したそれらに変化する。

(6) 過大応力の影響は、低湿度中ではほとんど認められないのに対し、高湿度中の場合ではき裂伝ば速度は加速される。

(7) 低湿度中の疲労寿命は、通常試験される繰返し速度の範囲 (数 Hz ~ 数十 Hz) であれば、繰返し速度の影響はほとんどないが、高湿度中の疲労寿命は高 Hz の場合より低 Hz の方が長く、低湿度中の疲労強度とほぼ同

じである。また高 Hz の場合、せん断形伝ぱが生じる高応力レベルであっても、低 Hz では高 Hz 低応力レベルと同様な引張形伝ぱである。

(8) 窒素ガス中の場合、き裂は表面をわずかに引張形で伝ぱするが、内部方向へはせん断形伝ぱに変化した。このときのき裂の伝ぱ方向は高湿度中の高応力域で生じるそれと同様に、集合組織に影響されたものである。

(9) 同じせん断形のき裂伝ぱであっても、き裂伝ぱ速度は窒素ガス中より高湿度中の方が大きい。

(10) 引張形伝ぱでの破面は高湿度中でぜい性破面が混在するものの基本的にはストライエーション支配であるのに対し、せん断形伝ぱでの破面はすべり面とボイドで占められ、高湿度中であっても延性破壊である。

(11) せん断形き裂により伝ぱした破面は、窒素ガス中の場合、広範囲に渡ってすべり面の中にボイドが散在する形態であり、高湿度中の場合と異なる。

(12) 高湿度中、高応力域で生じるせん断形き裂の伝ぱ速度の加速と伝ぱ機構の変化は、水素助長局所塑性変形機構と素材の有する集合組織から説明できる。

(13) 高湿度中、低応力域で生じる引張形き裂の伝ぱは、高湿度中に長時間曝された結果水素量が増加し、転位が水素により固着されたことで説明される。

(14) 以上の結果は、大気中での疲労機構を考える上だけでなく、実用的にも機器の設計や保守基準を見直すべきことを示す重要な結果である。

参 考 文 献

- (1) M. F. Garwood, H. H. Zurburg and M. A. Ericson, Interpretation of tests and correlation with service, “Correlation of laboratory tests and service performance”, American Society for Metals, pp.1-77(1951).
- (2) H. Nisitani and I. Chishiro, “Non-propagating micro-cracks of plain specimens and fatigue notch sensitivity in annealed or heat-treated 0.5% C steel”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Vol.40, No.329, pp.41-52(1974).
- (3) Y. Murakami, M. Abe and T. Kiyota, “Effects of small defects and inclusions on fatigue strength of maraging steel”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, A, Vol.53, No.492, pp.1482-1491(1987).
- (4) K. Endo, K. Komai, T. Fujimoto and Y. Matsuda, “Fatigue crack growth under stress corrosion of a high strength steel”, Transactions of Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol45, No.398, pp.1152-1159(1979).
- (5) K. Asami and H. Emura, “The influence of moisture in air on fatigue crack propagation characteristics of high-strength steels”, Journal of the Society of Materials and Science, Vol.39, pp.425-431(1990).
- (6) N. Kawagoishi, M. Miyazono, T. Nagano and M. Moriyama, “Effect of humidity on fatigue strength of maraging steel with different hardness”, Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol.58, No.9, pp.787-792(2009).
- (7) K. Endo, K. Komai, and N. Imashiro, “Environmental effects on initiation and propagation of fatigue cracks in high strength steel”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.42, No.361, pp.2652-2660(1976).
- (8) R. E. Ricker and D. J. Duquette, “The role of hydrogen in corrosion fatigue of high purity Al-Zn-Mg exposed to water vapor”, Metallurgical Transaction A, Vol.19A, pp.1775-1783(1988).
- (9) Haftirman, S. Hattori and T. Okada, “Fatigue strength of structural steels in high-humidity environment”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers,

- Series A, Vol.61, No.586, pp.1179-1184(1995).
- (10) N. Kawagoishi, T. Nagano, M. Moriyama, Y. Ohzono and T. Ura, “Effect of humidity on fatigue strength of maraging steel”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.71, No.704, pp.600-606(2005).
- (11) A. R. Troiano, “The role of hydrogen and other interstitials in the mechanical behavior of metals”, Transaction of ASM, Vol.52, pp.54-80(1960)
- (12) W. W. Gerberich, R. A. Oriani, M. J. Li, X. Chen and T. Foecke, “The necessity of both plasticity and brittleness in the fracture thresholds of iron”, Philosophical Magazine, Vol63, pp.363-376(1991).
- (13) C. D. Beachem, “A new model for hydrogen-assisted cracking (hydrogen embrittlement)”, Metallurgical Transactions, Vol.3, pp.437-451(1972).
- (14) P. J. Ferreira, I. M. Robertson and H. K. Birnbaum, “Hydrogen effects on the interaction between dislocations”, Acta Materialia, Vol.46, pp.1749-1757(1998).
- (15) I. M. Robertson, “The effect of hydrogen on dislocation dynamics”, Engineering Fracture Mechanics, Vol.68, pp.671-692(2001).
- (16) N. Kawagoishi, M. Oki, M. Goto, Q. Chen and QY. Wang, “Crack growth behavior of Al alloy 7075-T6 under ultrasonic fatigue”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.72, No.721, pp.1356-1363(2006).
- (17) N. Kawagoishi, T. Fukudome, Y. Nakamura, Y. Ohzono and M. Goto, “Propagation of shear mode crack in age-hardened and extruded Al alloy under ultrasonic loading”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.76, No.767, pp.947-954(2010).
- (18) Y. Kimura, T. Yagasaki and T. Kunio, “On the corrosion fatigue crack initiation process of ferritic stainless steel, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.50, No.449, pp.33-40(1984).
- (19) M. Goto, S. Fukushima, H. Nisitani and A. Miura, “Fatigue process of a heat treated 0.45% C steel in 3% NaCl solution”, Transactions of the Japan Society of Mechanical

- Engineers, Series A, Vol.57, No.542, pp.2314-2320(1991).
- (20) T. Broom and A. Nicholson, "Atmosphere corrosion-fatigue of age-hardened aluminum alloys", Journal of Institute Metals, 89, pp.183-190(1961).
- (21) K. Komai, K. Yamaji and K. Endo, "Effect of atmosphere on fatigue crack propagation of aluminum alloy", Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol.29, No.317, pp.162-167(1980).
- (22) Haftirman, S. Hattori and T. Okada, "Fatigue strength of aluminum alloys in high-humidity environment", Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.62, No.597, pp.1140-1145(1996).
- (23) K. Kariya, N. Kawagoishi, T. Fukudome, Y. Nakamura and E. Kondo, "Effect of Humidity on Fatigue Strength of Extruded and Age-hardened Al Alloy under Rotating Bending", Journal of the Society of Materials and Science, Vol.60, No.4, pp.339-344(2011).
- (24) N. Kawagoishi, T. Fukudome, K. Kariya, Q. Chen and M. Goto, "Fatigue Strength of Age-hardened & Extruded Al Alloy under High Humidity (Rotating Bending and Ultrasonic Loading)", Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.76, No.772, pp.1651-1658(2010).
- (25) N. Kawagoishi, K. Kariya, Q. Chen, M. Goto and Y. Nakamura, "Growth mechanism of shear mode fatigue crack of age-hardened Al alloy", Journal of the Society of Materials Science, Japan Vol.60, No.10, pp.890-897(2011).
- (26) H. Nisitani and K. Takao, "Successive observations of fatigue process in carbon steel, 7:3 brass and Al-alloy electron microscope", Transactions of Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol40, No.340, pp.3254-3266(1974).
- (27) H. Nisitani and N. Kawagoishi, "Characteristics of surface crack growth in rotating bending tests of age-hardened or annealed Al alloy," Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.50, No.455, pp.1334-1340(1984).
- (28) H. Nisitani, N. Kawagoishi and M. Wakahara, "Comparison of characteristics of crack

- growth in three age-hardened Al alloy,” Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Vol.51, No.464, pp.1017-1025(1985).
- (29) A. Higashi, N. Kawagoishi, M. Goto and QY. Wang, “Effect of microstructure on fatigue properties of age-hardened Al alloy under high humidity”, Proc. of Mechanical Engineering Congress, No.11-1, CD-ROM(2011).
- (30) M. Kikukawa, K. Ohji and K. Ogura, “Push-pull fatigue strength of mild steel at very high frequencies of stress up to 100ks/c”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.32, No.235, pp.362-370(1966).
- (31) R. M. N. Pelloux, “Mechanisms of formation of ductile fatigue striations”, Transaction of ASM, Vol.62, pp.281-285(1969).
- (32) The Japan Society of Light Metals ed., Microstructures and properties of aluminums (in Japanese), p.302(1991).
- (33) T. Fukudome, N. Kawagoishi, Y. Nu, Y. Ohzono and M. Goto, “Effect of humidity on fatigue strength of age-hardened Al alloy under ultrasonic loading”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.76, No.767, pp.947-954(2010).
- (34) S. Osaki, J. Ikeda, K. Kinoshita and Y. Sasaki, “Hydrogen embrittlement properties of 7075-T6 and 6061-T6 aluminum alloys in humid air”, Journal of Japan Institute of Light Metals, Vol.56, No.12, pp.721-727(2006).
- (35) Y. Oda and H. Noguchi, “Observation of hydrogen effects on fatigue crack growth behavior in an 18Cr-8Ni austenitic steel”, International Journal of Fracture, Vol.132, pp.99-113(2005).
- (36) H. Uyama, Y. Mine, Y. Murakami, M. Nakashima and T. Morishige, “Effects of hydrogen charge on cyclic stress-strain properties and fatigue behavior of carbon steel”, Journal of the Society of Materials and Science, Vol.54, No.12, pp.1225-1230(2005).
- (37) H. Tanaka, S. Honma, S. Matsuoka and Y. Murakami, “Effect of hydrogen and frequency on fatigue behavior of SCM435 steel for storage cylinder of hydrogen station”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.73, No.736,

pp.1358-1365(2007).

- (38) P. Sofronis and H. K. Birnbaum, "Mechanics of the hydrogen-dislocation-impurity interaction:Part1-increasing shear modulus," *Journal of Mechanics and Physics of Solids*, Vol.43, No.11, pp.49-90(1995).
- (39) T. Matsuo, N. Honma, S. Matsuoka and Y. Murakami, "Effect of hydrogen and prestrain on tensile properties of carbon steel SGP (0.078C- 0.012Si- .35Mn, mass %) for 0.1MPa hydrogen pipelines", *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A*, Vol.74, No.744, pp.1164-1173(2008).
- (40) S. Matsuoka, N. Tsutsumi and Y. Murakami, "Effect of hydrogen on fatigue crack growth and stretch zone of 0.08 mass % C low carbon steel pipe", *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A*, Vol.74, No.748, pp.1528-1537(2008).
- (41) N. Takano, "Hydrogen diffusion and embrittlement in 7075 aluminum alloy" *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 483-484, pp. 336-339(2008).
- (42) G.A. Young and J. R. Scully, "The diffusion and trapping of hydrogen in high purity aluminum", *Acta Materials*, Vol.46, No.18, pp.6337-6349(1998).

第3章 高湿度下における疲労特性に及ぼす時効組織の影響

3.1 緒言

高強度金属材料は、応力腐食割れ (SCC) に敏感なため、その機構解明と耐 SCC 改善法に関する研究が数多く行われてきた。たとえば時効硬化 Al 合金の SCC においては、き裂発生過程は応力負荷による不動態被膜の破壊とそこのアノード溶解という機構が一般的であるが、¹⁾ き裂伝ばの場合、第2章でも述べたように、水素によるぜい性割れ^{2)~5)}とそれとは逆に水素が転位の移動を助長するという延性破壊^{6)~8)}が考えられているが、十分明らかにはされていない。このような状況は腐食疲労においても同様である。

耐 SCC 改善法として T73 処理が有効であることはよく知られており、その理由として過時効により粒界における析出物の粗大化とそれに伴う粒界被覆率の減少や、^{9), 10)} 転位密度の低下^{11), 12)}が指摘されている。しかし T73 処理の場合、過時効状態となることによる静強度の低下が問題である。これに対し、時効過程で生じる粒内析出物の粗大化を抑制する一方、粒界での析出物は粗大化させ、また高転位密度も低下させることにより、時効処理による強化と SCC 特性の向上を両立させる方法として、復元再時効 (RRA) 処理が提案され、¹²⁾ 静強度の低下を抑制した耐 SCC 材料として評価されている。^{13)~15)} しかし T73 処理や RAA 処理した材料の疲労特性を調べた研究は少なく、特にき裂の発生と伝ば特性を調べた研究はまったくみられない。

そこで本章では、第2章で明らかにした腐食環境下の疲労強度低下が顕著な時効硬化 Al 合金 7075-T6 の押出し材を基準材として T73 処理材と RRA 処理材を用いて、相対湿度を変えた環境下で回転曲げ疲労試験を行い、疲労特性に及ぼす時効組織および湿度の影響を、疲労過程における試験片表

面の連続観察と破面観察を通じて検討した。

3.2 材料および実験方法

用いた材料は第2章と同様、市販の時効硬化 Al 合金 7075-T6 (直径 22mm の丸棒) の押出し材である。ここでは供試材料として、素材に 460°C で 3h の溶体化処理を行い、次いで 120°C で 24h の時効処理 (T6)、110°C、7h その後 180°C、6h の時効処理 (T73) および T6 時効処理の後 200°C、5min の復元処理を行ってから再び 120°C、48h の時効処理 (RRA) した 3 種類の時効処理を行った材料を用いた。以下では各材を、それぞれ T6 材、T73 材および RRA 材と呼ぶ。丸棒の横断面で観察した平均結晶粒径はすべての材料で約 13 μ m である。

Table 3-1 に、各材の機械的性質を示す。引張強さは、T6 材に比べ T73 材はこれまで報告されているように過時効により低下し、RRA 材の場合はほぼ等しい。

試験片は、第2章で用いた平滑材であり、その加工法、表面処理も同様である。

またき裂の発生および伝ばの状況、き裂の形態および破面の観察法も同様であり、疲労試験についても小野式回転曲げ疲労試験機を用いて行った。

試験環境は、相対湿度 RH25% および 85% である。ここで、湿度として RH25% と RH85% を選んだ理由は、第2章で明らかにしたように、疲労強度は RH60~70% 付近を境に、それ以下では湿度の影響ほとんどないが、それ以上になると大きく低下することを考慮したためである。

Table.3-1 Mechanical properties.

	$\sigma_{0.2}$ (MPa)	σ_B (MPa)	σ_T (MPa)	ϕ (%)	HV
T6	527	673	712	11.3	188
T73	485	649	769	15.5	174
RRA	541	674	838	28.9	192

$\sigma_{0.2}$: 0.2% proof stress, σ_B : Tensile strength

σ_T : True breaking stress, ϕ : Reduction of area

3.3 実験結果および考察

3.3.1 疲労強度に及ぼす時効組織と湿度の影響

Fig.3-1 に、T73 材と RRA 材の両環境下における $S-N$ 曲線を示す。図中には、第2章で示した T6 材の結果を比較として曲線のみで示してある（太い実線：T6-RH25%，太い破線：T6-RH85%）。湿度 25% 中の場合、疲労強度は静強度が高い順に高い。一方湿度 85% の場合、T6 材に比べ T73 材はわずかに高く、RRA 材は逆に低い。すなわち湿度に対する感度は RRA 材が最も高い。この傾向は静強度はもちろん、T6 材に対して T73 材や RRA 材の耐 SCC 特性が優れているということとは必ずしも対応していない。このことはまた、SCC と腐食疲労では時効組織の影響が異なることを示唆している。

そこで以下では、各材における疲労強度に及ぼす湿度の影響が、時効組織によりどのように異なるかについて、き裂の発生と伝ば過程に分けて検討する。

3.3.2 き裂の発生と伝ばに及ぼす時効組織と湿度の影響

Fig.3-2 は、T73 材と RRA 材の両環境下におけるき裂形態の巨視的写真であり、湿度と応力の影響を示している。湿度 25% 中の場合、両材とも応力に関係なく引張形で伝ばしているのに対し、湿度 85% 中の場合、T73 材は低応力では湿度 25% 中と同様に引張形伝ばであるが、高応力では発生初期のせん断形き裂が引張形へ遷移することなく、そのまま巨視的にもせん断方向へ伝ばしている。そして、せん断形き裂の伝ば方向は、試験片軸方向に対し約 35 度であり、これらの結果はすべて先に示した T6 材と同様である。また RRA 材の場合も高応力ではせん断形を呈しているが ((b-2-1) の⇒印部分、詳細は Fig.3-3 (b-2)を参照)、その傾向は小さい。そして低応力になると T73 材と同様に引張形伝ばである。

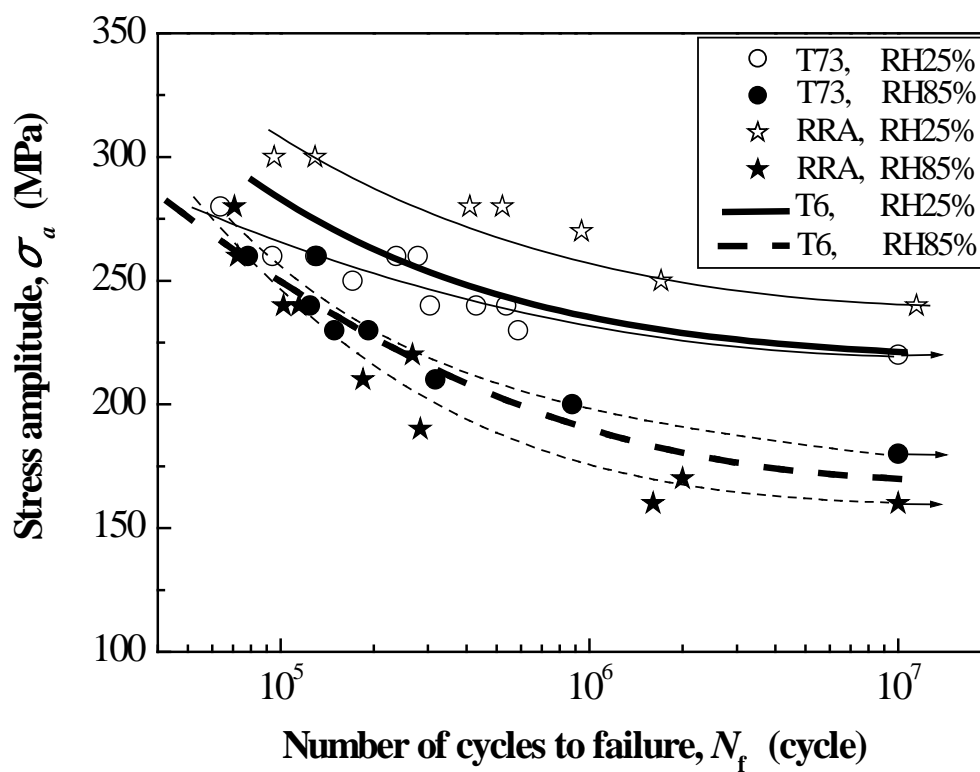
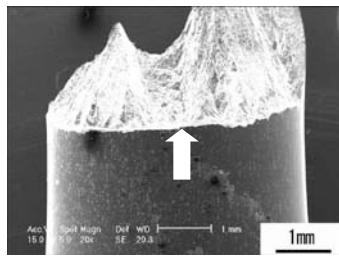
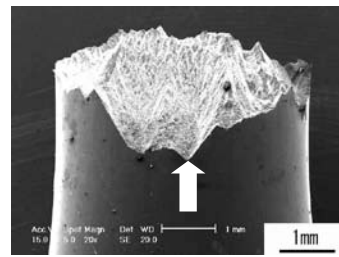


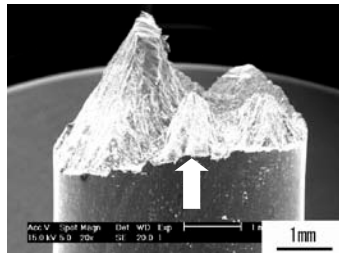
Fig.3-1 S-N curves.



(a-1-1) $\sigma_a=260\text{MPa}$

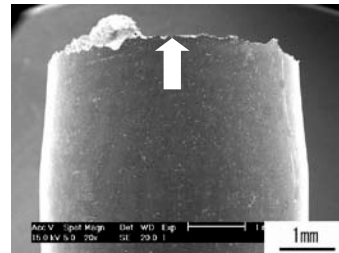


(a-2-1) $\sigma_a=240\text{MPa}$



(a-2-1) $\sigma_a=240\text{MPa}$

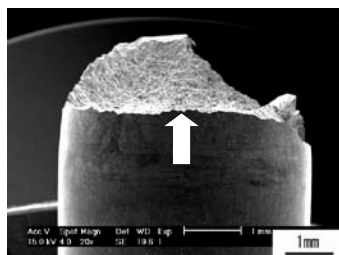
(a-1) In RH25%



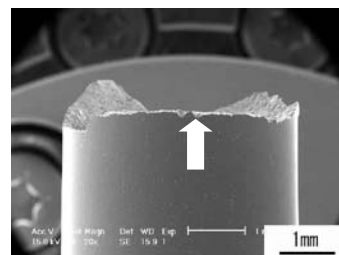
(a-2-2) $\sigma_a=200\text{MPa}$

(a-2) In RH85%

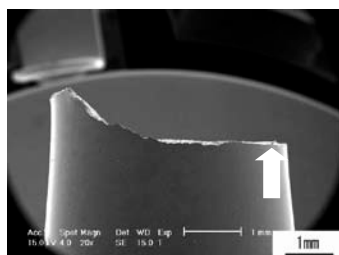
(a) T73 treated alloy



(b-1-1) $\sigma_a=300\text{MPa}$

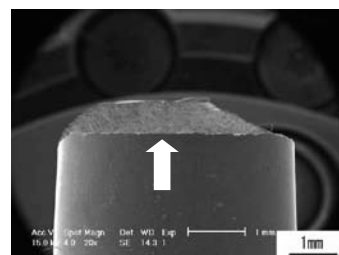


(b-2-1) $\sigma_a=280\text{MPa}$



(b-1-2) $\sigma_a=270\text{MPa}$

(b-1) In RH25%



(b-2-2) $\sigma_a=170\text{MPa}$

(b-1) In RH85%

(b) RRA treated alloy

Fig.3-2 Morphology of crack (\uparrow : crack initiation site).

Fig.3-3 は、Fig.3-2 の結果を参照し、T73 材と RRA 材の引張形伝ばである湿度 25% 中の場合とせん断形伝ばとなる湿度 85% 中、高応力下の場合におけるき裂の特徴をより詳細に示した試験片表面で観察したレプリカ写真である。Fig.3-2 でも確認されたように、湿度 25% 中では両材料とも、き裂は試験片軸方向に垂直に引張形で伝ばしているのに対し、湿度 85% 中では、せん断形伝ばで、特に T73 材の場合き裂発生の初期から破断までせん断方向へ伝ばした。一方 RRA 材の場合、数百 μm 程度まではせん断形であるがそれ以上になると引張形伝ばになり破断に至った。また、T73 材と RRA 材の引張形き裂を比較すると、RRA 材の方が T73 材より非常に細く、直線的なことが特徴である。

Fig.3-4 は、T6 材、T73 材および RRA 材の試験片断面において EBSD 法により求めた逆極点図である。程度に多少の差はあるが、素材と同様すべての材料で、(111) 面に集合組織を有していることが確認される。このことから、両材における高湿度、高応力下でのせん断形伝ばは T6 材と同様に、集合組織に関係したものといえる。しかし、同じ集合組織を有する RRA 材の場合、前述のように、せん断形伝ばの傾向は小さいが、この理由は現在のところ不明である。

Fig.3-5 に、T6 材、T73 材および RRA 材のき裂伝ば曲線を示す。Fig.3-1 に示したように、湿度 25% 中の疲労強度は 3 種の材料で大きく異なるので、同図では材料間の比較を容易にするため応力を揃えた比較として、T6 材を基準に(a)T6 材と T73 材の比較、(b)T6 材と RRA 材の比較と分けて示してある。また T6 材と T73 材では高湿度でき裂がせん断形で伝ばする場合もあるので、引張形で伝ばする場合 ($\sigma_a=220\text{MPa}$) に加え、せん断形で伝ばする場合 ($\sigma_a=240\text{MPa}$) の結果も示してある。まず時効組織の影響を湿度 25% 中の結果でみると、き裂発生は T73 材が最も早く、次いで T6 材そして RRA 材の順である。

また発生したき裂は、T6 材では応力繰返しに伴いほぼ単調に伝ばする

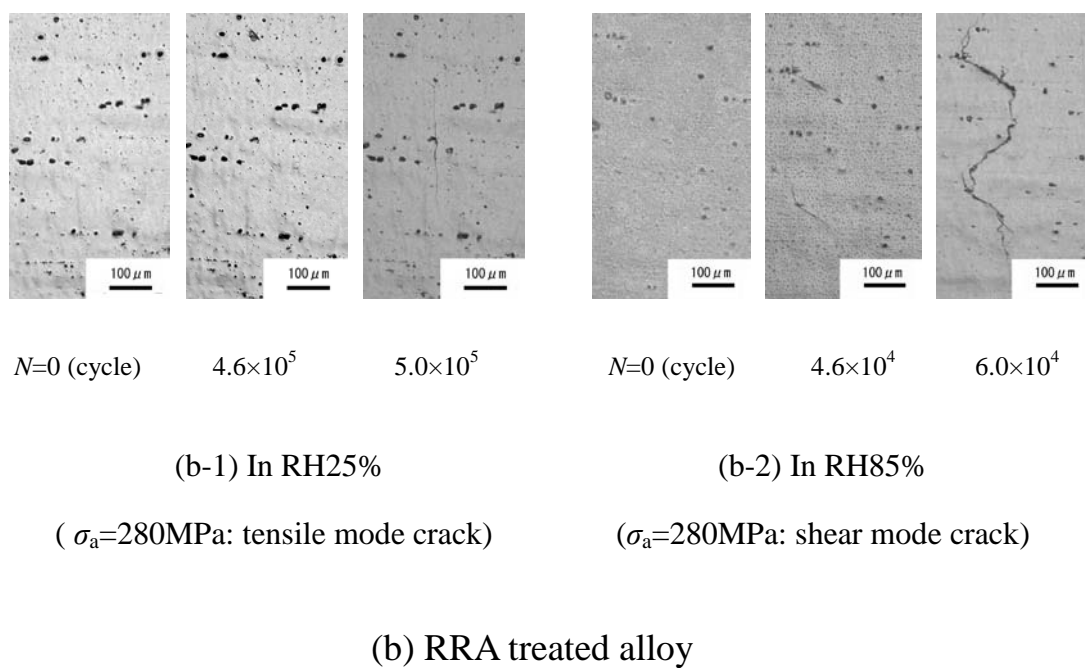
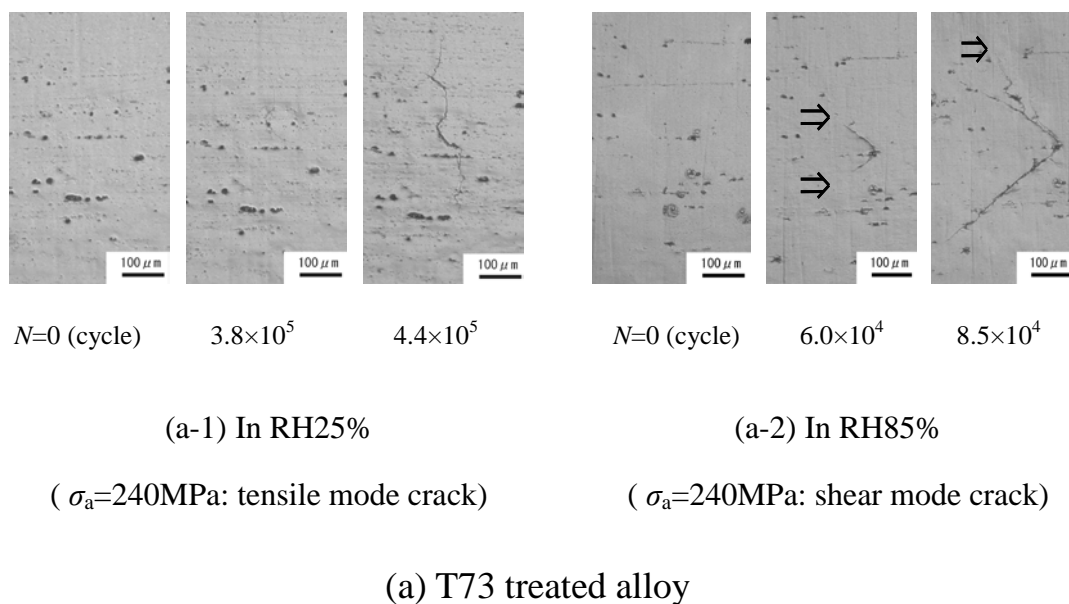


Fig.3-3 Change in surface state of specimen due to stress repetitions
 (\longleftrightarrow Axial direction, \Rightarrow crack tip).

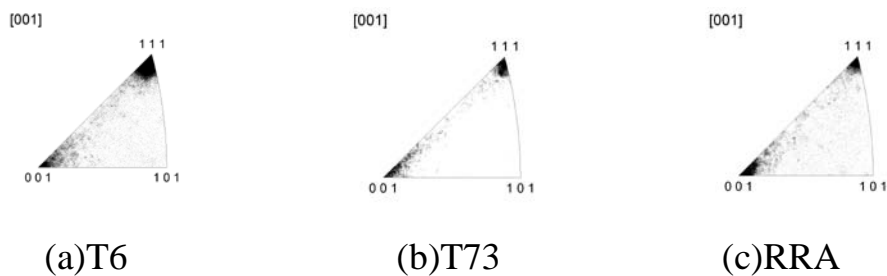
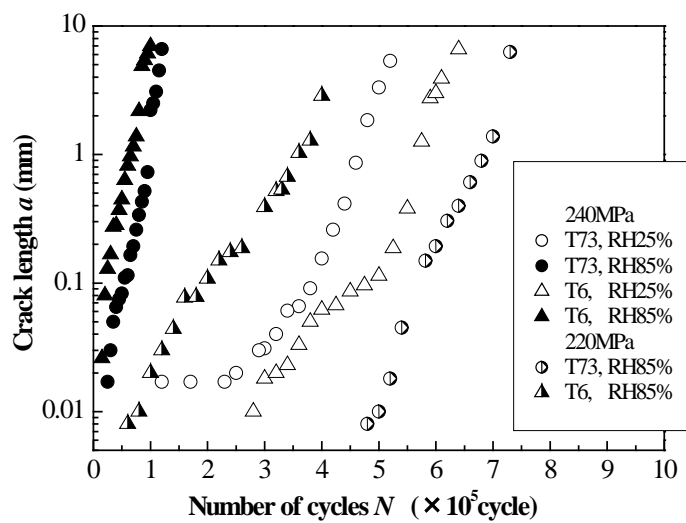
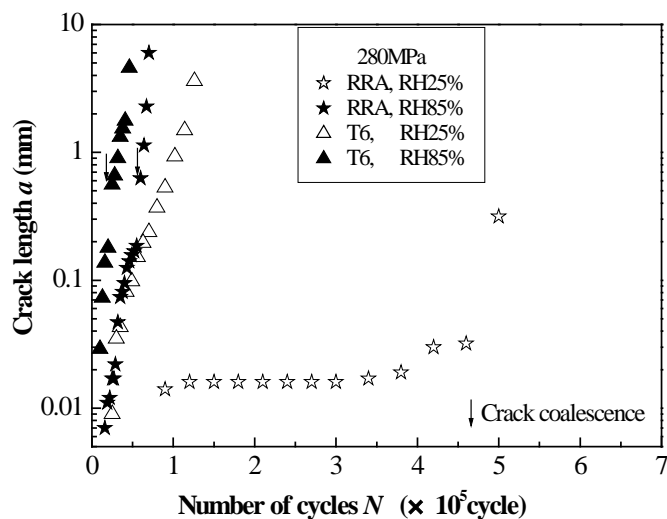


Fig.3-4 Inverse pole figure.



(a) T73 & T6 treated alloys



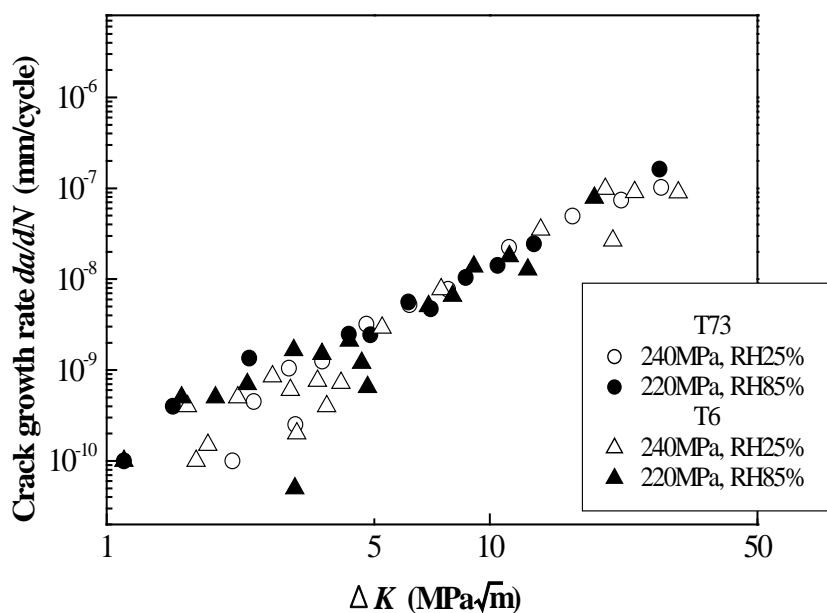
(b) RRA & T6 treated alloys

Fig.3-5 Crack growth curves.

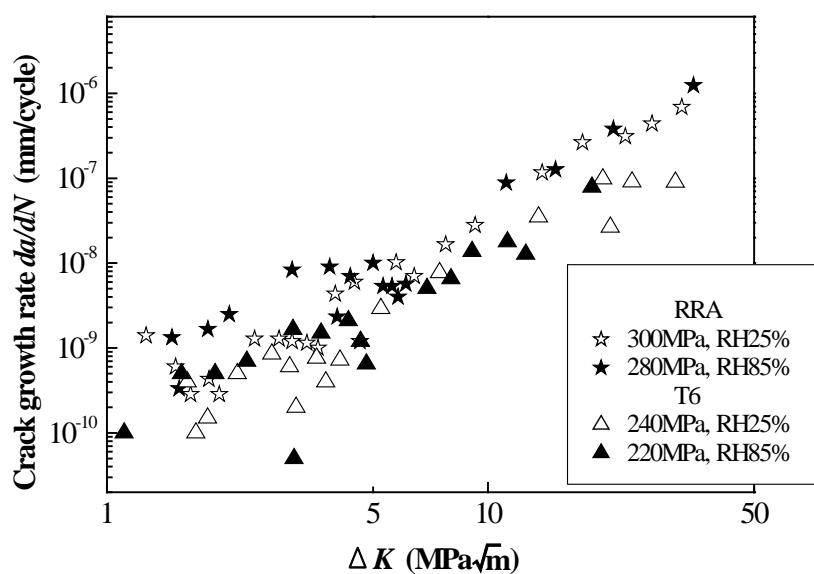
が、T73材とRRA材の場合発生後しばらく伝ぱの停滞期間が認められる。そしてき裂伝ぱは、結晶粒程度以上になると単調増加となる。これに対し湿度の影響は85%中の結果との比較からわかるように、すべての材料でき裂発生は早くなるとともに、湿度25%中のT73材とRRA材でみられた短いき裂の伝ぱ停滞は消失している。

Fig.3-6は、両湿度中のすべての材料において、き裂が引張形で伝ぱした場合のき裂伝ぱ速度 da/dN と応力拡大係数幅 $\Delta K[(2/\pi)\Delta\sigma\sqrt{\pi a}$ で近似]の関係である。図中(a)はT73材、(b)はRRA材の結果であり、これらの図でもFig.3-5と同様に、T6材の結果も示してある。前述のように、T73材、RRA材共にき裂が短い領域に相当する低 ΔK 域では、高湿度によりき裂伝ぱ速度は加速しているが、 $\Delta K \approx 5\text{MPa}\sqrt{m}$ 以上になると湿度の影響は非常に小さい。さらにその時のき裂伝ぱ速度に対する時効組織の影響をみると、T73材とT6材ではほぼ等しく、RRA材で速い。一方高湿度中、高応力下で明確なせん断形き裂となる場合、T73材とT6材のき裂伝ぱ曲線 (Fig.3-5) の傾き (き裂伝ぱ速度) からわかるように、き裂伝ぱ速度に及ぼす時効組織の影響は小さい。なおせん断形き裂の場合、き裂面の形状が複雑であるためき裂伝ぱ速度を簡単なパラメーターで比較するのは難しい。

Fig.3-7とFig.3-8に、T73材とRRA材の破面写真をそれぞれ示す。湿度25%中の場合、両材ともに破面はストライエーションで占められる。これに対し高湿度になると、T73材の高応力域のせん断形で伝ぱした領域では、き裂発生初期ではほとんどがボイドで占められ、き裂の成長に伴い、それは減少し、ボイドとすべり破面の混在した様相を呈する。ここで観察されたボイドは、蛇行すべりに類似しているが、それらは微小なボイドがつぶれた形状であることから、ボイドがせん断応力により変形した結果として形成されたものと考えられる。これに対し低応力域ではストライエーションが支配的で、その中に一部平坦な特徴を有するぜい性的破面 (Fig.3-7(b-2-3)中⇒印)が確認される。

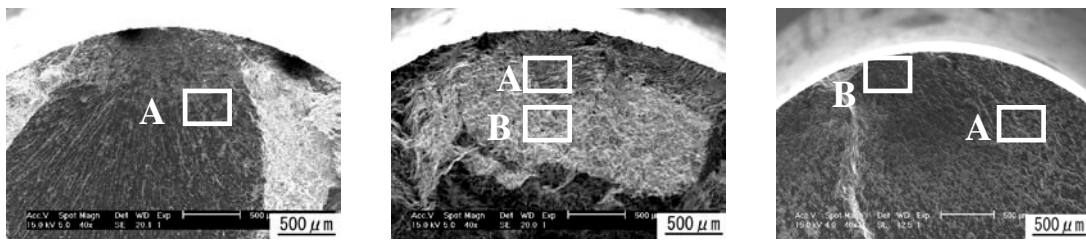


(a) T73 & T6 treated alloys



(b) RRA& T6 treated alloys

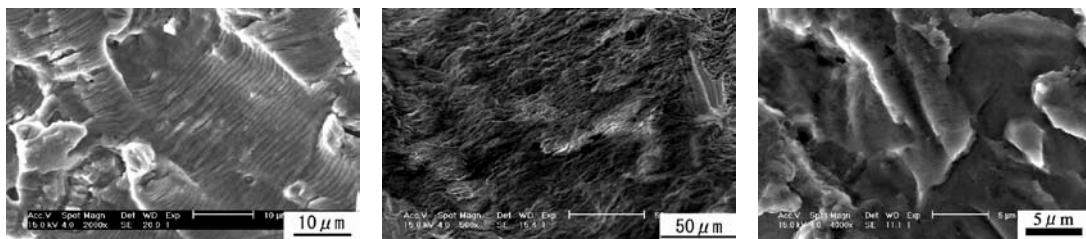
Fig.3-6 Crack growth rate against to stress intensity factor range (tensile mode crack).



(a-1) Overview

(b-1-1) Overview

(b-2-1) Overview

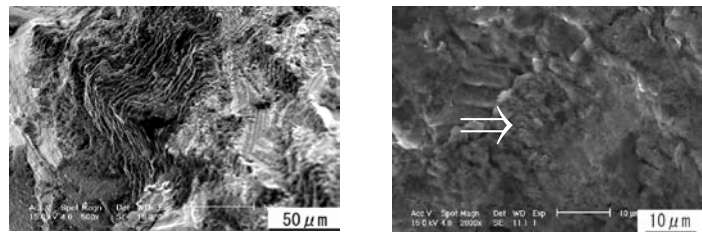


(a-2) Part A in (a-1)

(b-1-2) Part A in (b-1-1)

(b-2-2) Part A in (b-2-1)

(a) In RH25% (tensile mode crack, $\sigma_a=240\text{MPa}$)



(b-1-3) Part B in (b-1-1)

(b-2-3) Part B in (b-2-1)

(\Rightarrow brittle facet)

(b-1) Shear mode crack

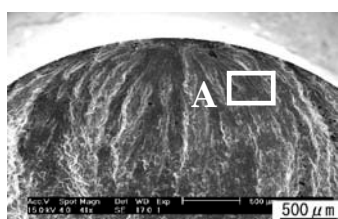
(b-2) Tensile mode crack

($\sigma_a=240\text{MPa}$)

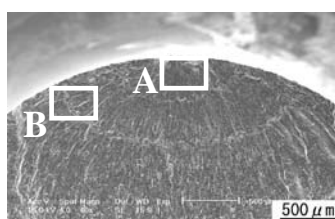
($\sigma_a=200\text{MPa}$)

(b) In RH85%

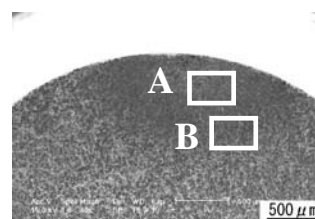
Fig.3-7 Fracture surfaces (T73 treated alloy).



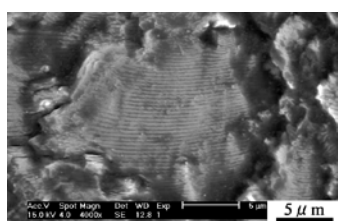
(a-1) Overview



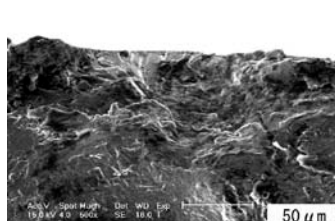
(b-1-1) Overview



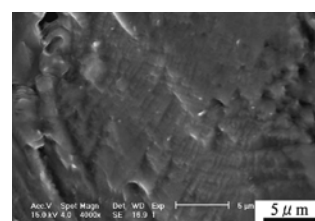
(b-2-1) Overview



(a-2) Part A in (a-1)

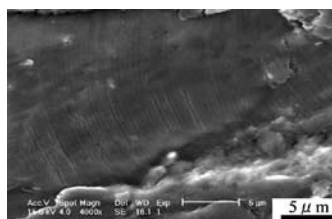


(b-1-2) Part A in (b-1-1)

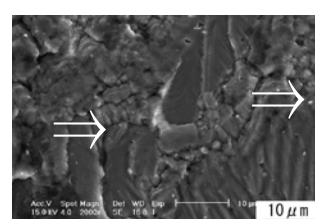


(b-2-2) Part A in (b-2-1)

(a) In RH25% (tensile mode crack, $\sigma_a=300\text{MPa}$)



(b-1-3) Part B in (b-1-1)



(b-2-3) Part B in (b-2-1)

(b-1) Shear mode crack

(b-2) Tensile mode crack

($\sigma_a=280\text{MPa}$)

($\sigma_a=170\text{MPa}$)

(b) In RH85% (\Rightarrow brittle facet)

Fig.3-8 Fracture surfaces (RRA treated alloy).

一方、RRA 材の場合、高応力域のせん断形伝ぱとなるき裂発生後の極初期に T73 材と同様のボイドが観察され、その後の引張形伝ぱとなる内部はストライエーションの中に一部ぜい性的破面 (Fig.3-8(b-1-3)および(b-2-3)中⇒印) が観察された。また引張形き裂の伝ぱとなる低応力域では T73 材と同様に、ストライエーションが支配的で、その中にも一部ぜい性的破面 (Fig.3-8(b-2-3)中⇒印) が確認される。なお、図は省略するが、T73 材のせん断形伝ぱにおける破面をエッチピット法で観察した結果、(100) 面であることが確認された。すなわち、T73 材のせん断形き裂の伝ぱにおける巨視的および微視的破面さらにその結晶学的特徴は、第 2 章で示した T6 材の結果と同様である。

3.3.3 考察

以上示したように、時効組織の影響はき裂の発生とその後の初期伝ぱにおいて顕著で、それに加えてき裂が結晶粒径程度以上の長さになるとき裂伝ぱ速度は T73 材と T6 材ではほぼ等しく、RRA 材で大きい。また湿度の影響は各材共に、高湿度によるき裂の発生とその初期伝ぱの加速として生じるのみで、安定成長過程でのき裂伝ぱ速度への影響は非常に小さい。

以下では、これらの結果を時効組織と湿度の影響に分けて検討する。

(1) き裂発生と伝ぱに及ぼす時効組織の影響

Al-Zn-Mg-Cu 系のアルミニウム合金の時効過程は、整合な G.P ゾーンの形成から η' 中間相を経て非整合な $\eta(\text{MgZn}_2)$ 安定相の形成に変化することが明らかにされており、¹⁷⁾ 時効硬化の主たる要因は、G.P ゾーンの形成と η' 中間相の析出であり、 η 相になると軟化する。すなわち過時効状態である T73 材の組織は、粒内、粒界共に析出物は T6 材より粗大化する。このことが強度低下の理由の一つであるが、逆に粒界析出物の粗大化に伴う析出物の粒界被覆率の低下が耐 SCC 特性の改善に寄与すると考えられている。¹⁰⁾ 一方 RRA 材の場合、粒内析出物は T6 材並に微細で、粒界析出物

は T73 材並に粗大化したもので、T6 材と T73 材の優れた特性を併せ持つ組織となっている。¹⁴⁾

このような組織の相違を考慮して、疲労き裂の発生と初期伝ばに及ぼす組織の影響を推定すると、粒内強度が低い順にき裂は発生することになり、T73 材が最も早くき裂は発生する。しかし、結晶粒程度の小さいき裂の伝ばにおいては、T6 材の母相と整合な析出相は転位により容易にせん断されるのに対し、非整合な安定相を有する T73 材では析出物のせん断が困難になるので、その分き裂伝ばへの抵抗が大きく、結果として粒界近傍での伝ば停滞が生じる。また過時効によるすべりの分散、すなわち応力集中の緩和もき裂伝ば抵抗の増加に寄与するものと考えられる。一方、RRA 材の場合、T6 材並の粒内抵抗に加え、粒界は T73 材と同様の抵抗をもつことから、き裂の発生と初期伝ばのいずれにおいても高い抵抗を持つことになる。このような解釈のもとに、Fig.3-5 のき裂伝ば曲線をみると、RH25% 中の場合、上記推定に対応して、T73 材のき裂発生は T6 材のそれより早い、き裂発生後、結晶粒径程度の短いき裂の伝ば過程で伝ばの停滞現象が確認される。また RRA 材の場合、き裂の発生時期は T6 材と同程度であり、さらにき裂の発生初期は T73 材と同様なき裂の停滞現象が生じることも理解される。しかしある程度長くなった後のき裂伝ば速度は T73 材や T6 材より大きい。これについては、Fig.3-3 からわかるように、RRA 材のき裂は T73 材のそれより直線的であることから、き裂閉口効果が小さいことに関係しているものと考えられるが、直線的になる理由も含め析出物との関係でさらなる検討を要する。

(2) き裂発生と伝ばに及ぼす湿度の影響

各材料のき裂発生と初期伝ばにおける湿度の影響も組織の違いから次のように説明できる。まず、すべての材料のき裂の発生と初期伝ばは、高湿度により促進され、とくに T73 材と RRA 材の湿度 25% 中で認められたき裂伝ばの停滞現象は消失した。これらは、長寿命になるほど試験片表面に

腐食生成物が明瞭に観察され、しかもそれは増加する⁹⁾ことから、マトリックスと析出物等間の電位差に基づくアノード溶解に起因したものと理解され、とくに Al 中で卑な電位となる η 相 (MgZn_2)¹⁸⁾ の溶解が大きく影響しているものと考えられる。一方、結晶粒径以上のある程度長いき裂の伝ばにおいては、引張形伝ばの場合 Fig.3-6 に示したように、すべての材料でき裂伝ば速度に及ぼす湿度の影響は非常に小さい。これは高湿度、低応力の場合、すべての材料でストライエーションの中にぜい性的割れが混在する破面が観察されたが、それらの破面に占める割合は非常に少なく高湿度による加速の原因としては小さいことが理由である。また高湿度下の T73 材や T6 材で顕著に生じたせん断形き裂の伝ばでも低湿度の引張形伝ばよりき裂伝ば速度は大きくなるものの、き裂発生と初期伝ばの加速に比べればその程度は小さく (Fig.3-5)、寿命低下の主因は引張形伝ばの場合と同様である。

以上、本研究の結果より、SCC で認められる時効組織の影響は腐食疲労では非常に小さいことが明らかになった。これは、SCC における時効組織の影響は主としてき裂伝ば過程で大きいことが、今回の高湿度下の疲労では、アノード溶解に起因してき裂発生と初期伝ばの加速として生じ、数結晶粒以上のき裂伝ば過程でのき裂伝ば速度への影響は非常に小さいことが関係している。そしてそれには両損傷における応力状態 (SCC の場合単調引張負荷であるのに対し、疲労の場合繰返し応力である)、負荷速度、き裂伝ば速度等が異なることに起因しているものと考えられる。いずれにしろ、本研究の結果は、少なくとも SCC における過時効組織の有効性を、高湿度下における疲労の場合にそのまま期待することはできないことに注意すべきである。

3.4 結言

Al-Zn-Mg-Cu 系の Al 合金 7075 の疲労特性に及ぼす時効組織と湿度の影響を検討するため、T73 処理材と RRA 処理材を用いて、相対湿度を 25% と 85% に変えた環境下で回転曲げ疲労試験を行った。そして第 2 章で示した T6 処理材の結果も含め、疲労き裂の発生と伝ばさらに破壊機構について検討した。

得られた主な結論は以下の通りである。

(1) 湿度 25% 中の場合、疲労強度は RRA 材が最も高く、T6 材、T73 材の順に低くなり、静強度の高い順に対応していた。これに対し、湿度 85% の場合、T6 材に比べ T73 材はわずかに高く、RRA 材は逆に低い。すなわち高湿度に対する感度は RRA 材が最も高い。

(2) 湿度 25% 中の場合、すべての材料が引張形で伝ばした。これに対し、湿度 85% 中の場合、T73 材、RRA 材共に T6 材と同様に高応力ではせん断形、低応力で引張形であった。しかし RRA 材におけるせん断形き裂の伝ば傾向は非常に小さい。

(3) 時効組織と湿度の影響は、き裂の発生と初期伝ばにおいて顕著であった。

(4) 安定成長するき裂の伝ば過程におけるき裂伝ば速度は、T73 材と T6 材でほぼ等しく、RRA 材で速い。また、その時のき裂伝ば速度に及ぼす湿度の影響は各材ともほとんど認められない。

(5) 湿度 25% 中の場合、すべての材料の破面はストライエーションで占められた。これに対し高湿度の場合、T73 材の高応力域のせん断形で伝ばした領域では T6 材と同様にボイドとすべり破面、低応力域の引張形伝ば部ではストライエーションの中に一部ぜい性的割れが認められた。また RRA 材では、高応力域でせん断形により伝ばするき裂発生初期ではボイドが認められたが、その後の引張形による伝ば領域はストライエーションとわずかなぜい性的破面が、そして完全に引張形伝ばとなる低応力域では同

じくストライエーションの中に一部ぜい性的割れが混在する破面であった。

参 考 文 献

- 1) Y. Murakami, "Stress-corrosion cracking of aluminum alloys", Journal of Japan Institute of Light Metals, Vol.31, No.11, pp.748-757(1981).
- 2) M. O. Speidel, "Stress corrosion cracking of aluminum alloys, Metallurgical Transactions A, Vol.68, pp.631-650(1975).
- 3) G. A. Young, Jr. and J. R. Scully, "The effects of test temperature, temper, and alloyed copper on the hydrogen controlled crack growth rate of an Al-Zn-Mg-(Cu) alloy", Materials Transactions, Vol.33, No.1, pp.101-115(2002).
- 4) T. Ohnishi and Y. Nakatani, "Effects of some factors on stress corrosion susceptibility of Al-Mg alloys, Journal of Japan Institute of Light Metals, Vol.26, No.1, pp.18- 28(1976).
- 5) S. Kuramoto, M-H, Hsieh and M. Kanno, "Environmental embrittlement of Al-Mg-Si base alloys deformed at low strain rates in laboratory air", Journal of Japan Institute of Light Metals, Vol.52, No.6, pp.250-255(2002).
- 6) C. D. Beachem, "A new model for hydrogen-assisted cracking (hydrogen embrittlement)", Metallurgical Transactions Vol.3, pp.437-451(1972).
- 7) P. J. Ferreira, I. M. Robertson and H. K. Birnbaum, "Hydrogen effects on the interaction between dislocations", Acta Materialia, Vol.46, pp.1749-1757(1998).
- 8) I. M. Robertson, "The effect of hydrogen on dislocation dynamics", Engineering Fracture Mechanics, Vol.68, pp. 671-692(2001).
- 9) J. K. Park, "Influence of retrogression and reaging treatments on the strength and stress corrosion resistance of aluminum alloy 7075-T6", Materials Science and Engineering, A103, pp.223-231(1988).
- 10) T. Ohnishi, Y. Nakatani and H. Sakamoto, "Effect of microstructure on stress corrosion susceptibility of Al-Mg alloy, Journal of Japan Institute of Light Metals, Vol.26, No.1, pp.8-17(1976).

- 11) A. J. Jacobs, “The role of dislocation in the stress corrosion cracking of 7075 aluminum alloy”, Transactions of the ASM, Vol.58, pp.579-600(1965).
- 12) M. N. Tarianker and B. Cina, “Retrogression and re-aging and the role of dislocation in the stress corrosion of 7000 type aluminum alloys”, Metallurgical Transaction, A, Vol.20A, pp.2087-2092(1989).
- 13) X. J. Wu, M. D. Raizenne, R. T. Holt, C. Poon and W. Wallace, “Thirty years of retrogression and re-aging (RRA)”, Canadian Aeronautical and Space Journal, Vol.47, No.3, pp.131-138(2001).
- 14) O. S. Es-Said, W. E. Frazier and E. W. Lee, “The effect of retrogression and reaging on the properties of the 7249 aluminum alloy”, The Minerals, Metals & Materials Society (TMS), JOM, Vol.55, pp.45-48(2003).
- 15) T. Ohnishi and H. Kume, “Scattering in stress corrosion resistance of RRA-treated 7475 aluminum alloy, Journal of Japan Institute of Light Metals, Vol.41, No.9, pp.582-589(1991).
- 16) N. Kawagoishi, T. Fukudome, Y. Nakamura, Y. Ohzono and M. Goto, “Propagation of shear mode crack in age- hardened and extruded Al alloy under ultrasonic loading”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.76, No.767, pp.938-947(2010).
- 17) The Japan Society of Light Metals ed., Microstructures and properties of aluminums (in Japanese), p.302(1991).
- 18) Japan Society of Corrosion Engineering ed., Bousyoku gijyutu binnran (in Japanese), p.426(1986).

第4章 超音波疲労特性に及ぼす大気湿度の影響

4.1 緒言

環境負荷低減が緊急の課題である現状では、機器の軽量化やリサイクル化を図ることに加え、長期間使用することも重要である。その際、機器の長期安全性を確保する上で、長寿命域の疲労特性の把握は必須の条件である。このような背景から、これまでも高強度材を中心に各種材料の長寿命域における疲労特性に関する研究は数多く行われてきた。^{1)~4)}そして高強度材の場合、破壊が低寿命域における表面起点形から長寿命域における内部起点形に変化すること、疲労限度の存在は明確でないこと、等疲労特性は複雑である。また、これらの結果はこれまでの 10^7 回程度までの疲労特性を基準にした強度設計の見直しを必要としており、疲労信頼性を確保する上でもさらなる検討が必要である。ところが、長寿命域の疲労特性を、通常行われる数十Hz程度の繰返し速度の疲労試験で調べるとすれば長時間が必要である。これに対し、超音波疲労試験は試験時間を大幅に短縮できる。^{5)~8)}しかし超音波と通常の繰返し速度の両試験間での疲労特性の関係については十分明らかにされたとは言い難い。

皮籠石らはこれまで、比強度が高くリサイクル性に優れている時効硬化Al合金の疲労特性に及ぼす繰返し速度の影響を調べるため、大気中で超音波疲労試験と回転曲げ疲労試験を実施し、疲労過程における試験片表面の連続観察と破断後の破面観察を行った。その結果、両試験間で疲労強度だけでなく破壊機構も異なり、超音波疲労による結果を通常の試験での評価に適用できないことがあることを明らかにした。^{9)~12)}しかし、超音波疲労試験は繰返し速度が大きいため環境の影響、例えば時間依存形損傷である腐食が問題となるような環境の場合、通常の繰返し速度下の試験とは異なる影響があるものと考えられる。すなわち、腐食環境下の疲労特性評価における繰返し速度の影響は、長時間を要する腐食疲労特性の評価に超音

波疲労試験を加速試験として適用する際は別な問題が推測される。このことについても、皮籠石らはまず、超音波疲労強度に及ぼす大気湿度の影響を調べ、高繰返し速度に起因した超音波疲労特有と考えられるき裂伝ぱに及ぼす湿度依存性を明らかにした。¹³⁾

本章は湿度を変えた環境下で回転曲げ疲労試験を行い、その結果とすでに報告された超音波疲労の結果に、新たな結果を加えそれらを比較し、通常の繰返し速度下と超音波疲労下での疲労強度に及ぼす湿度の影響の相違について検討した。

なおここでの検討内容は、通常の繰返し速度下での疲労特性評価に超音波疲労試験の結果を適用する際の問題を検討することが目的であり、腐食環境下での疲労強度に及ぼす繰返し速度の影響の検討を目的としたものではない。

4.2 材料および実験方法

用いた材料は、前章までに用いたものと同じ、市販の時効硬化 Al 合金 7075-T6 押出し材（直径 22mm の丸棒）である。ここでは、T6 の条件により時効処理された状態で納入されたままのものを用い、前章までのものとは異なる。平均結晶粒径は約 8 μ m である。Table 4-1 に素材の機械的性質を示す。

Fig.4-1 に、各試験に用いた試験片の形状、寸法を示す。試験片表面は、エメリーペーパーによる研磨の後、電解研磨で約 20 μ m 除去し最終仕上げとした。用いた試験機は小野式回転曲げ疲労試験機（繰返し速度 50Hz）と超音波疲労試験機（繰返し速度 19.5kHz）であり、応力比はいずれの試験でも $R=-1$ である。なお、超音波疲労の場合、高速での繰返しによる発熱を防ぐため、負荷時間 1s、停止時間 5s の間欠負荷試験とした。このときの表面における温度上昇は 3 $^{\circ}$ C 以下であった。

試験環境は、窒素ガス（N₂；99.995%以上、O₂；5ppm 以下、H₂O；10ppm

以下) 中, 酸素ガス (O_2 :99.5%以上, N_2 :0.5%以下) 中, 相対湿度を 25, 50, 70, 85%に制御した環境中および蒸留水中の 7 種類である. 湿度の制御は, 除湿器, シリカゲルおよび加湿器を用いて行い, その際の精度は回転曲げ疲労の場合 $RH \pm 5\%$, 超音波疲労の場合 $RH \pm 3\%$ であった (RH :相対湿度). また気体中の温度はすべて室温 ($25^\circ\text{C} \sim 30^\circ\text{C}$) であり, 蒸留水中の場合 $30 \pm 3^\circ\text{C}$ とした. なお, 蒸留水中の試験は毎分 250cc の水を試験片表面に滴下する方式で行った. 表面のき裂長さ l は, レプリカ法を用いて測定し, 試験片表面に沿う円周方向長さとして定義した.

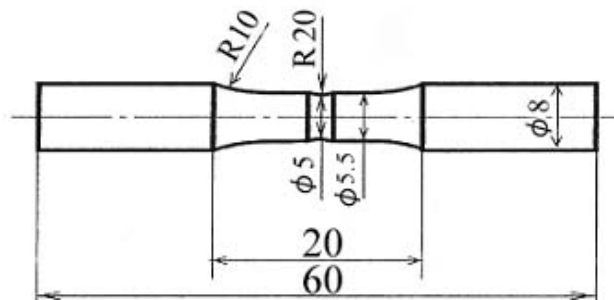
Table.4-1 Mechanical properties

	E (GPa)	$\sigma_{0.2}$ (MPa)	σ_B (MPa)	σ_T (MPa)	ϕ (%)
Al7075-T6	72.0	630	691	764	9.5

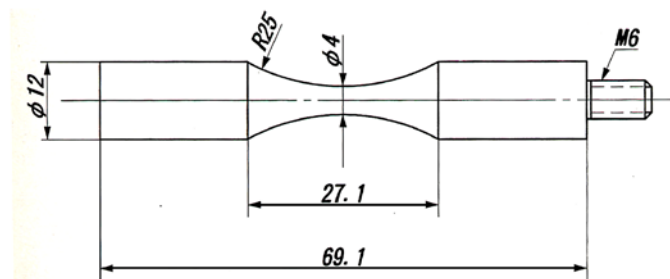
E : Young's modulus, $\sigma_{0.2}$: 0.2% proof stress

σ_B : Tensile strength, σ_T : True breaking stress

ϕ : Reduction of area



(a) Rotating bending fatigue test



(b) Ultrasonic fatigue test

Fig.4-1 Shape and dimensions of specimens.

4.3 実験結果および考察

4.3.1 疲労強度に及ぼす大気湿度の影響

Fig.4-2 は、回転曲げ疲労に対し、各種環境中で求めた平滑材の S-N 曲線である。同図には超音波疲労の結果¹³⁾も破線で示してある。超音波疲労の場合と同様に回転曲げ疲労でも、疲労強度は窒素ガス中が最も高く、高湿度になると大幅に低下するが、その傾向は湿度の増加に伴う単調低下ではなく、疲労強度に対する湿度の影響が三つの環境グループに分けられる。

Fig.4-3 は、疲労強度の環境依存性をみるため、回転曲げ疲労と超音波疲労の場合の各環境下における 10^7 回での時間強度を比較したもので、Fig.4-2 の結果の傾向をわかりやすく整理し直したものである。いずれの試験でも湿度上昇による疲労強度の低下傾向は湿度 60%~70%程度を境に大きく変化している。すなわち、湿度が 60%~70%程度より低い場合疲労強度の低下は非常に小さく、それを越えると急に低下するが、湿度 70%付近を越えると再び強度低下の程度は小さくなる。そして、高湿度による疲労強度の低下を、湿度 25%と 85%中の 10^7 回の時間強度で比較した場合、回転曲げ疲労では約 70%に、超音波疲労では約 45%に低下し、低下の割合は超音波疲労の方が大きい。このことは腐食の観点で考えた場合、試験時間の長い回転曲げ疲労の方が強度低下は大きいと考えられ、逆の傾向である（本実験法では、 10^7 回の場合、回転曲げ疲労では約 55h、超音波疲労では約 50min である）。このことについては後で検討する。

以上のような疲労強度に及ぼす湿度の影響が、ある値を境に大きく変化するという傾向は、Al 合金や鉄鋼材料の通常の繰返し速度下でも報告されている。¹⁴⁾ このように、通常の繰返し速度である回転曲げ疲労だけでなく、繰返し速度が大きく異なる超音波疲労においても疲労強度の低下が 60%~70%付近の湿度を境に大きく異なるということは注目すべきことであり、しかもこの程度の湿度の変動は日常的に起こるので、実用上考慮しておく必要がある。

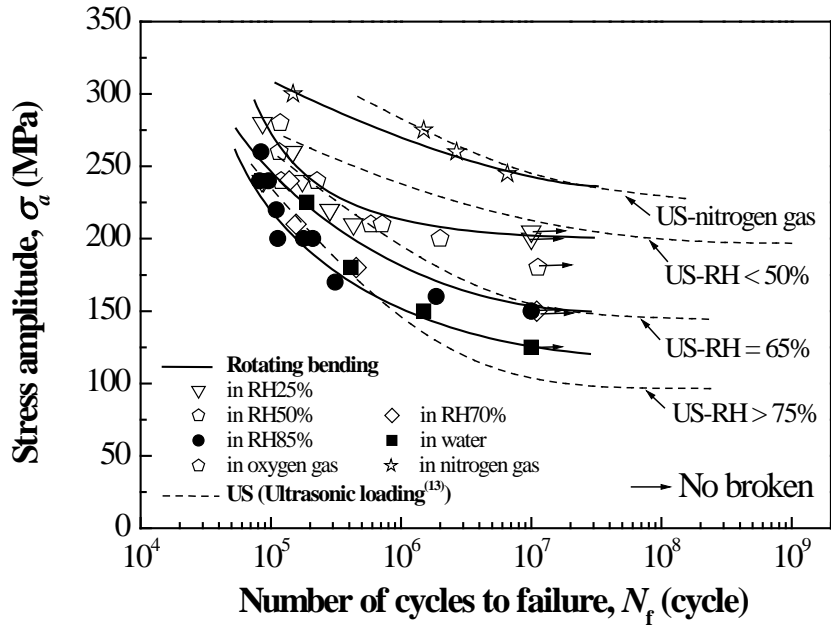


Fig.4-2 $S-N$ curves of plain specimens under rotating bending.

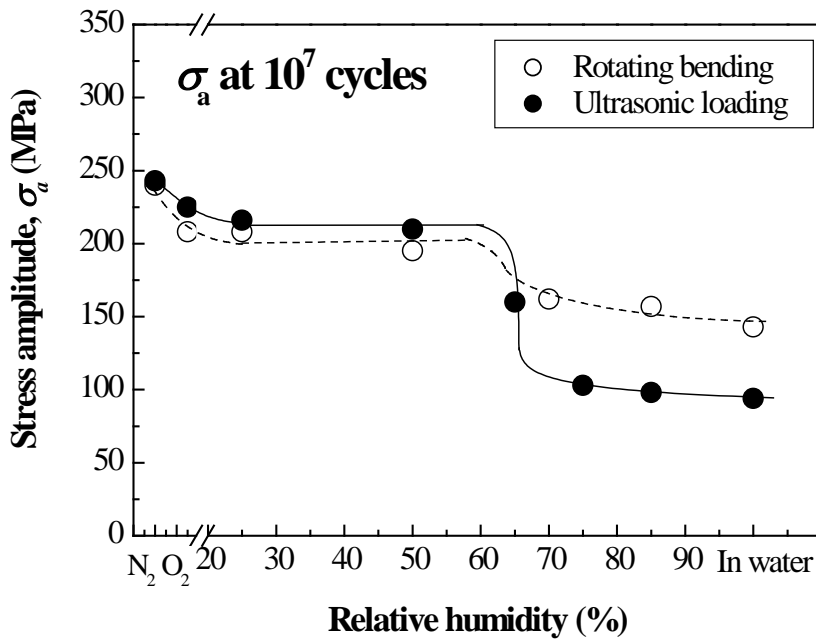


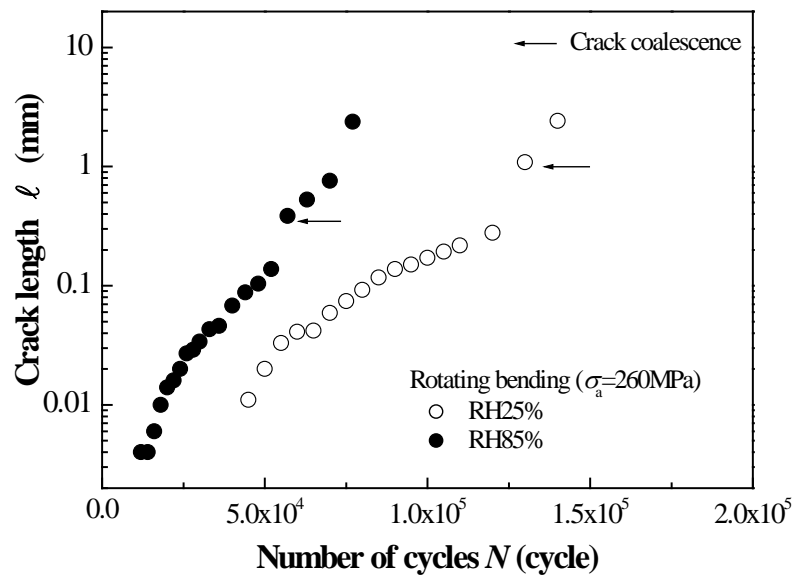
Fig.4-3 Environmental dependence of fatigue strength at 10^7 cycles.

以下では、疲労強度に及ぼす湿度の影響が、回転曲げ疲労と超音波疲労の間で異なる理由を、両試験におけるき裂の発生と伝ばさらに破壊機構を通して検討する。

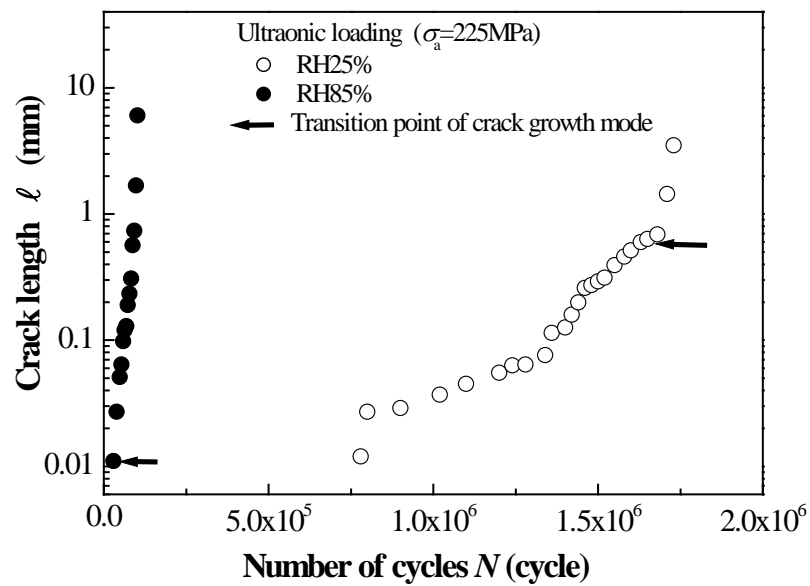
4.3.2 疲労き裂の発生と伝ば特性に及ぼす湿度の影響

Fig.4-4 は、疲労強度に対する湿度の影響が小さい湿度 25%中とそれが大きい 85%中での回転曲げ疲労と超音波疲労¹⁾³⁾におけるき裂伝ば曲線である。湿度 25%中に対し、湿度 85%中の場合のき裂は早期に発生し、伝ば速度も速い。このことは超音波疲労でも同様である。

Fig.4-5 は、回転曲げ疲労と超音波疲労下で観察した応力繰返しに伴う試験片表面状態の変化を示すレプリカ写真である。図中の矢印 ↑はき裂先端を示している。き裂は、回転曲げ疲労と超音波疲労共に、湿度 25%中だけでなく湿度 85%中でも電解研磨時にマトリックスと析出物界面の溶解で生じたと考えられる粒内のピットから発生する 경우가ほとんどであったが、粒内すべりから発生する場合も一部認められた。そしていずれの試験でも、また湿度でも、き裂が短い間は組織の影響によりせん断形で伝ばするが、き裂が長くなると巨視的には、回転曲げ疲労の場合両湿度とも試験片軸に対し直角方向に引張形で伝ばする（湿度 85%の場合せん断形伝ばの傾向もみられるが、巨視的には引張形である。Fig.4-5(a-2)および Fig.4-6(f)参照）。しかし、超音波疲労の場合、湿度 25%中では、発生したき裂は引張形で伝ばした後、せん断方向に伝ば方向を変えている (Fig.4-5(b-1)および Fig.4-7(a)参照)。そして、湿度 85%中では引張形伝ばはほとんど確認できない (Fig.4-5(b-2)および Fig.4-7(c)参照)。

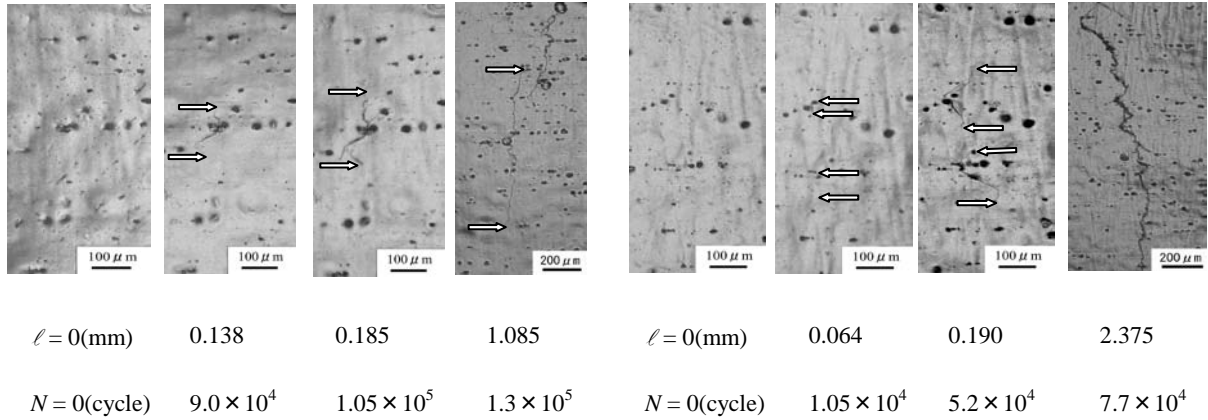


(a) Rotating bending ($\sigma_a=260\text{MPa}$)



(b) Ultrasonic loading ($\sigma_a=225\text{MPa}$)

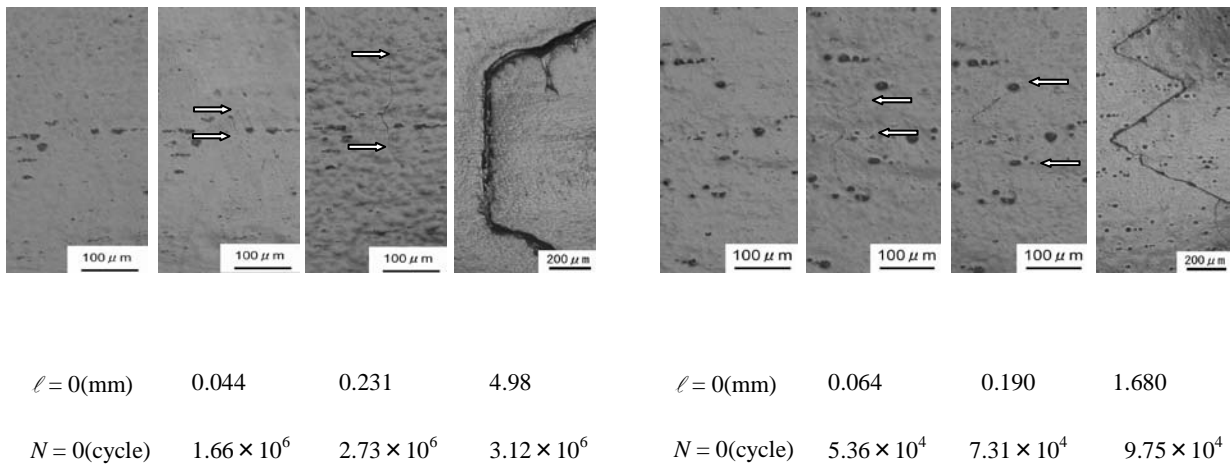
Fig.4-4 Crack growth curves .



(a-1) In RH25%

(a-2) In RH85%

(a) Rotating bending ($\sigma_a=260\text{MPa}$)



(b-1) In RH25%

(b-2) In RH85%

(b) Ultrasonic loading ($\sigma_a=225\text{MPa}$)

Fig.4-5 Change in surface state of plain specimen due to stress repetitions

(\Rightarrow :crack tip, \longleftrightarrow :axial direction).

Fig.4-6 は、各環境下で破壊した回転曲げ疲労の場合の試験片で観察したき裂の巨視的形態を示す写真である(図中の矢印 ↑は破壊の起点を示している)。また Fig.4-7 は比較を容易にするため、超音波疲労の代表的な条件での結果^{1,3)}も引用した。超音波疲労の場合、これまでの報告で明らかにしたように、き裂は環境に関係なくせん断形伝ばを経て破壊する^{9)~13)}のに対し、回転曲げ疲労の場合、窒素ガス中ではせん断形となるが、その他の湿度環境中ではすべて引張形である(酸素ガス中ではわずかにせん断形伝ばも生じる^{1,2)})。そして、せん断形で伝ばしたすべての場合のき裂伝ば方向は、試験片軸に対し 35° 前後の傾きでほぼ一定である。このようなせん断形き裂の伝ば方向が応力や環境に関係なくほぼ一定となるのは、本材が顕著な集合組織を有しているためである^{1,2)}。

Fig.4-8 は、回転曲げ疲労において引張形破壊となった湿度 25% 中、85% 中および蒸留水中で破壊した試験片の破面写真である。すべての破面でストライエーションが観察されたが、湿度 85% 中と蒸留水中ではこれまでも多くの研究で報告されているように^{1,4)~1,6)} ぜい性破面とアノード溶解を示唆する腐食粉も含まれていた。そしてぜい性破面の割合は蒸留水中の方が大きい。

Fig.4-9 は、せん断形破壊となった回転曲げ疲労の窒素ガス中と超音波疲労の窒素ガス中での破面写真である。いずれの試験でもすべり破面と規則的に並んだボイドが観察され、せん断形破面の特徴には両試験間の相違はみられない。

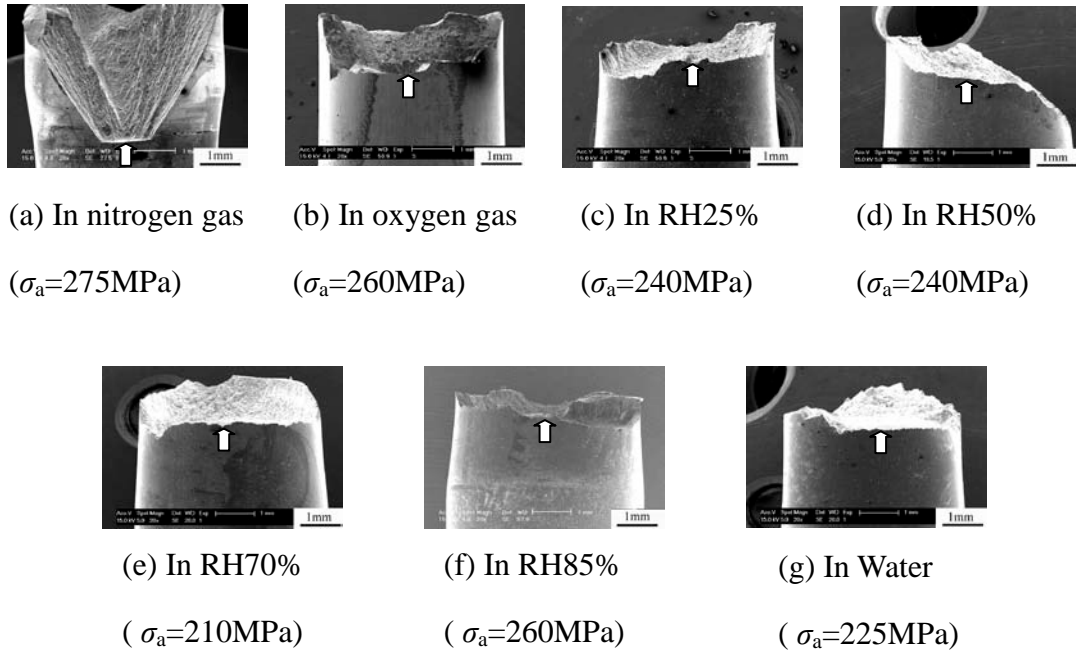


Fig.4-6 Morphologies of cracks in plain specimens under rotating bending (\square :crack initiation site).

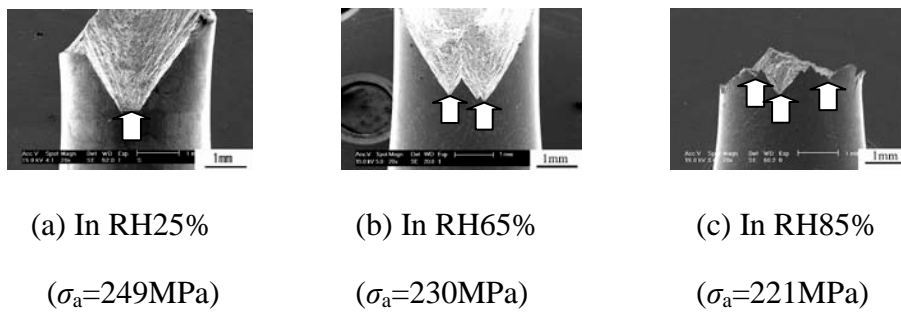


Fig.4-7 Morphologies of cracks in plain specimens under ultrasonic loading (\square :crack initiation site).

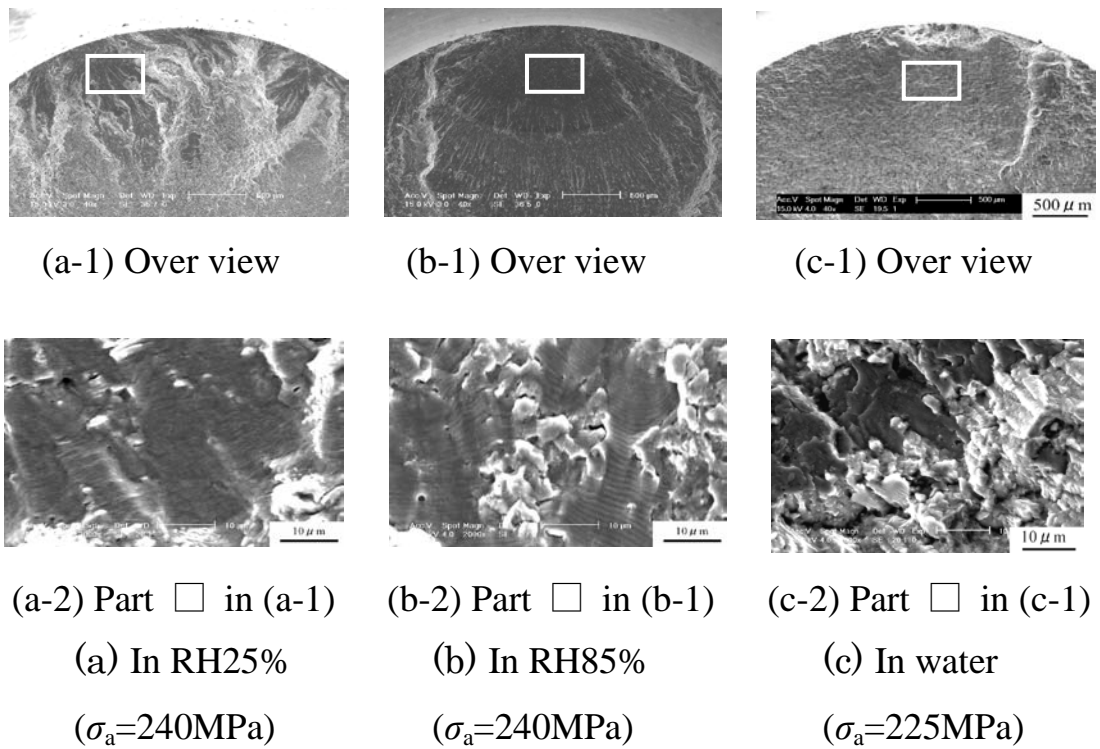


Fig.4-8 Fracture surfaces under rotating bending (tensile mode).

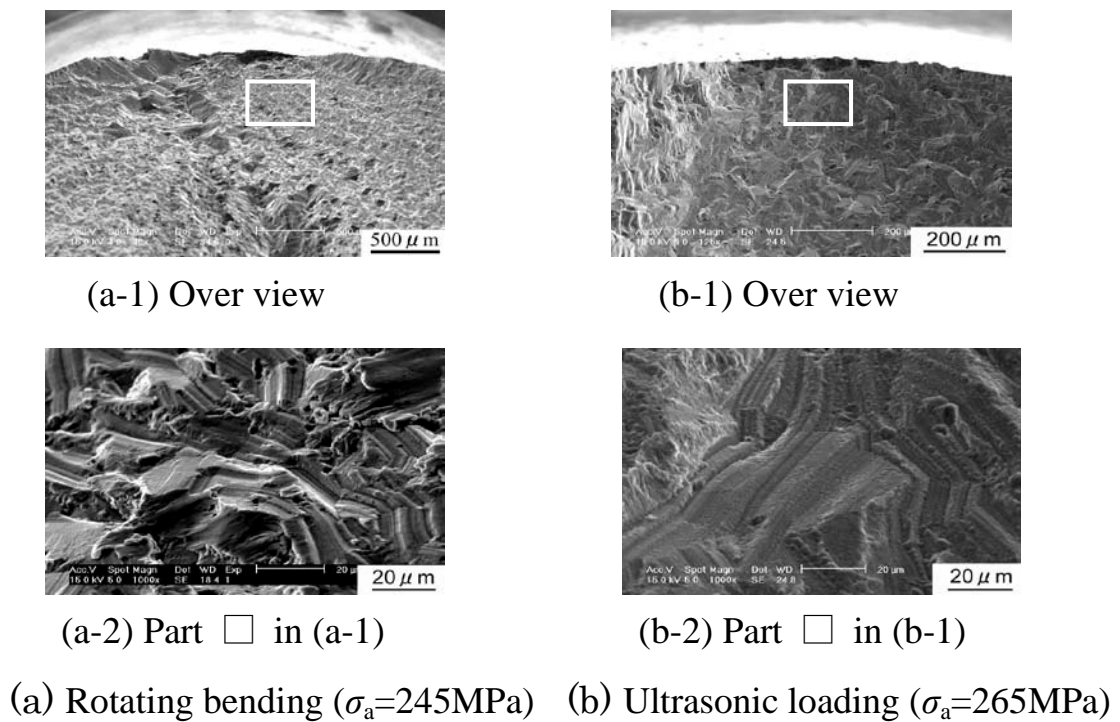


Fig.4-9 Fracture surfaces in nitrogen gas (shear mode).

4.3.3 考察

以上述べたように、超音波疲労の場合のき裂伝ばは、引張形とせん断形があり、特に高湿度中と蒸留水中ではき裂伝ばのすべてがせん断形であった。これに対し、回転曲げ疲労の場合、窒素ガス中でのみせん断形が生じ、その他の湿度環境中ではすべて引張形であった。これらのことを、回転曲げ疲労と超音波疲労におけるき裂伝ばモードの湿度依存性として模式的に示すと Fig.4-10 のようになる。なお、き裂伝ばモードが引張形からせん断形に遷移する時の破面率の湿度依存性の詳細は明らかではないので、図の縦軸のスケールは示していない。すなわち、0%と100%以外の領域は、引張形とせん断形き裂伝ばの両モードが混在していることを示している。

Fig.4-11 は、Fig.4-3 に示した疲労強度の湿度依存性を、Fig.4-10 のき裂伝ば機構と関連させて疲労寿命の湿度依存性として示したものである。回転曲げ疲労と超音波疲労のいずれも高湿度により疲労強度は低下するが、その理由は両試験で異なる。すなわち、き裂発生に対する湿度の影響は、腐食環境にさらされる時間が長い回転曲げ疲労の方が大きいと考えられる反面、超音波疲労の場合流動応力の上昇で環境感度は上昇することも考えられるなど複雑である。

しかし、回転曲げ疲労と超音波疲労のいずれにおいても、疲労寿命の多くはき裂伝ば過程で占められる (Fig.4-4 と文献 13)参照)。このことは高湿度中で特に顕著である。従って、両試験間における高湿度による疲労強度低下の相違は主としてき裂伝ば過程にあることになる。

そして、高湿度下でのき裂伝ば過程では、回転曲げ疲労ではぜい性割れの発生と腐食溶解が、超音波疲労ではせん断形き裂伝ばへの変化が生じ、これらの破壊機構の変化が疲労強度低下を招く。もし回転曲げ疲労におけるき裂伝ばのすべてでぜい性割れが生じるなら、超音波疲労における塑性変形を伴うせん断形破壊より強度低下は大きくなるはずだが、Fig.4-8 に示したように、高湿度下であっても破面の多くはストライエーションで占め

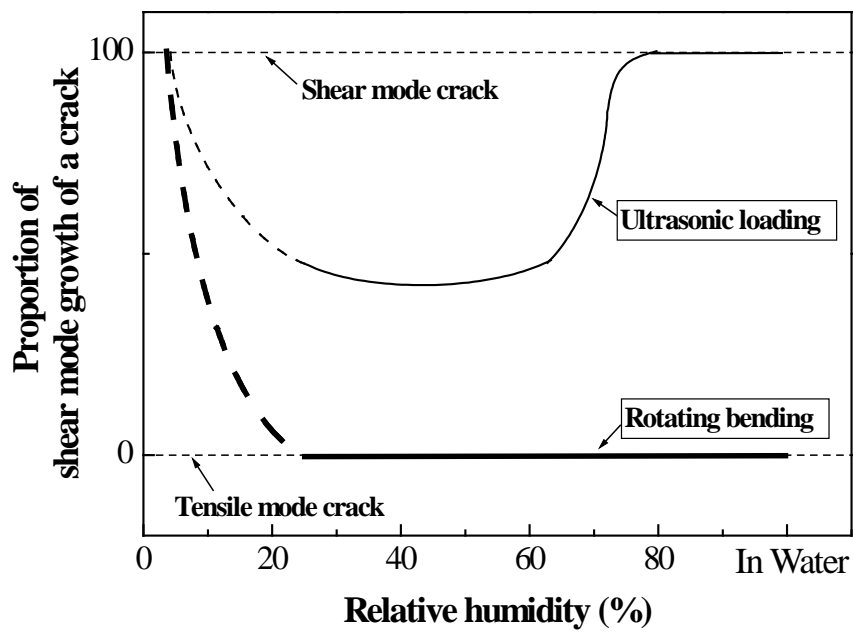


Fig.4-10 Schematic illustration of effect of humidity on crack growth mode.

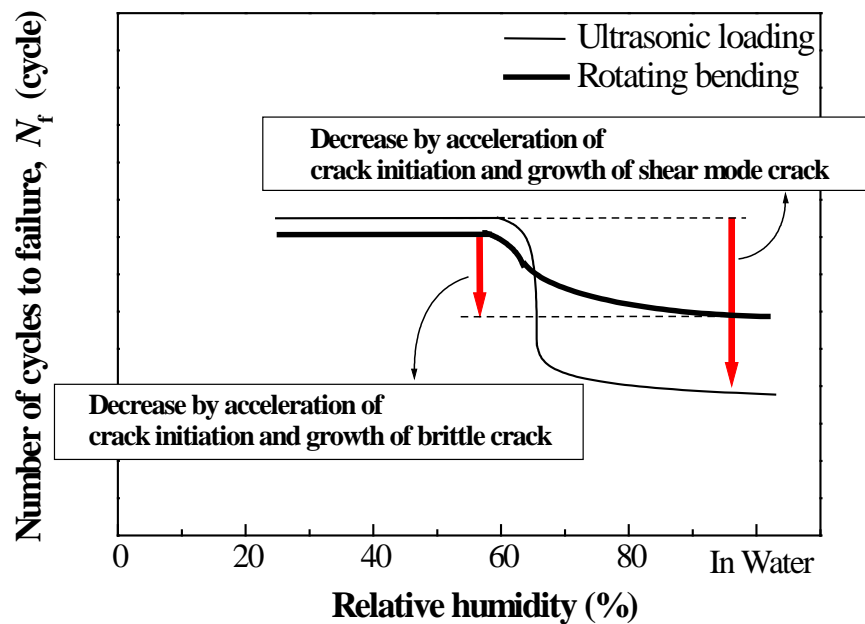


Fig.4-11 Schematic illustration of effect of humidity on fatigue strength.

られ、その中にぜい性割れが混在しているため、結果としてぜい性割れによる加速は小さい。このことは、湿度 85%中に比べぜい性割れの多い蒸留水中の方が疲労強度の低下が大きいことからわかる。また、上述したき裂伝ばに及ぼす破壊機構の相違は、高湿度による疲労強度低下の程度が超音波疲労と回転曲げ疲労で異なる理由の一つでもある（曲げ荷重と軸荷重間で生じる応力勾配の相違による疲労強度への影響は主としてき裂発生過程で大きい、本材のき裂は点発生的に生じることから、¹⁷⁾ その影響は小さいものと考えられる）。

ところで、窒素ガス中では超音波疲労と同様に回転曲げ疲労でもせん断形破壊した。これは第2章で明らかにしたように、不活性ガスである窒素ガス中では超音波疲労におけるき裂伝ば過程と同様の環境になる（超音波疲労におけるき裂伝ばは高速のため、き裂先端への水分や空気等の試験環境の影響が及びにくい）ためである。¹³⁾ このようにき裂伝ば速度が高速になる程環境の影響が減少することは、破壊機構が変化する今回の材料に限らず、他の金属材料でも同様に生じると考えるべきであり、超音波疲労における特徴であると考えられる。換言すれば、表面起点型破壊においては、程度の差はあれ、超音波荷重下での疲労強度は通常の繰返し速度下でのそれと異なることを意味している。

以上本章では、緒言で述べたように、超音波疲労試験を長寿命域における疲労特性評価の加速試験として適用する場合の問題点に着目して検討した。しかし腐食疲労の場合、第2章で示したように超音波疲労という高速下に限らず、数+Hzよりさらに遅い繰返し速度での影響も大きく、¹⁸⁾ またき裂伝ば機構も異なることに注意する必要がある。

4.4 結言

平均結晶粒径が $8\mu\text{m}$ の時効硬化 Al 合金 7075-T6 押出し材を用いて、超音波疲労と通常の繰返し速度である回転曲げ疲労の間における疲労特性に及ぼす湿度の影響の相違を調べた。試験環境は、窒素ガス中、酸素ガス中、相対湿度を 25, 50, 70, 85% に制御した環境中および蒸留水中である。

得られた主な結論は以下の通りである。

(1) 回転曲げ疲労と超音波疲労のいずれでも、疲労強度は高湿度により大きく低下した。低下の程度を、湿度 25% と 85% 中の 10^7 回における時間強度の割合で比較すると、回転曲げ疲労で約 70%、超音波疲労で約 45% と超音波疲労の方が低下量は大きい。

(2) 回転曲げ疲労と超音波疲労のいずれでも、疲労強度に及ぼす湿度の影響は、湿度が 60%~70% 程度を境に大きく変化し、それ以下およびそれ以上での変化は小さい。

(3) 回転曲げ疲労と超音波疲労のいずれでも、高湿度により、き裂発生は促進されるとともにき裂伝ば速度も大きくなる。

(4) 回転曲げ疲労における巨視的き裂伝ば形態は、窒素ガス中では引張形からせん断形に変化するのに対し、その他の湿度環境中ではすべて引張形である。すなわち、巨視的き裂伝ば形態に及ぼす湿度の影響は、すべての環境下でせん断形伝ばが生じる超音波疲労とは異なる。

(5) 回転曲げ疲労における破面には、窒素ガス中ではすべり破面とボイド、低湿度中ではストライエーション、そして高湿度中と蒸留水中ではストライエーションに加えぜい性割れが観察された。従って、回転曲げ疲労において高湿度中の疲労強度が低下した理由は、ぜい性割れによるき裂伝ばの加速が一因であり、すべり破壊への遷移が主な加速要因である超音波疲労とは異なる。このことが、回転曲げ疲労と超音波疲労の間で、高湿度による疲労強度低下の程度が異なった主な理由である。

(6) 以上の結論から、通常の繰返し速度下での疲労特性評価の加速試験

として、超音波疲労試験を適用する場合は注意を要するといえる。

参 考 文 献

- 1) K. Shiozawa, L. Lu and S. Ishihara, “Subsurface Fatigue Crack Initiation Behavior and S-N Curve Characteristics in High Carbon-Chromium Bearing Steel”, Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol.48, No.10, pp.1095-1100(1999).
- 2) Y. Murakami, T. Ueda, T. Nomoto and Y. Murakami, “Mechanism of Superlong Fatigue Failure in the Regime of $N > 10^7$ Cycles and Fractography of the Fracture Surface”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.66, No.642, pp.311-319(2000).
- 3) T. Sakai, M. Takeda, N. Tanaka, M. Kanemitsu, N. Oguma and K. Shiozawa, “S-N Property and Fractography of High Carbon Chromium Bearing Steel over Ultra Wide Life Region under Rotating Bending”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.67, No.663, pp.1805-1812(2001).
- 4) QY. Wang, C. Bathias, N. Kawagoishi and Q. Chen, “Effect of Inclusion on Subsurface Crack Initiation and Gigacycle Fatigue Strength”, International Journal of Fatigue, Vol.24, pp.1269-1274(2002).
- 5) M. Kikukawa, K. Ohji and K. Ogura, “Push-push fatigue strength of mild steel at very high frequencies of stress up to 100 kc/s”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Vol.32, No.235, pp.362-370(1966).
- 6) J. Awatani and K. Katagiri, “Macroscopic study of metals fatigued at ultrasonic frequency”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Vol.34, No.261, pp.833-841(1966).
- 7) Q. Chen, N. Kawagoishi, H. Nisitani, K. Ohtsubo, QY. Wang and E. Kondo, “Ultrasonic Fatigue Properties of Ni-Base Superalloy”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.69, No.679, pp.626-632(2003).
- 8) N. Kawagoishi, E. Maemura, Q. Chen, M. Goto and K. Morino, “Effect of grain size on

- fatigue properties of Ni-base super alloy Inconel 718”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.74 No.743, pp.1000-1005(2008).
- 9) N. Kawagoishi, Q. Chen, N. Yan, QY. Wang and E. Kondo, “Ultrasonic Fatigue Properties of a High Strength Extruded Al Alloy”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.69, No.688, pp.1672-1677(2003).
 - 10) N. Kawagoishi, Q. Chen, N. Yan, QY. Wang and M. Goto, “Ultrasonic fatigue properties of an age-hardened Al alloy 6061-T6”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.70, No.696, pp.1139-1145(2004).
 - 11) N. Kawagoishi, M. Oki, M. Goto, Q. Chen and QY. Wang, “Crack growth behavior of Al Alloy 7075-T6 under Ultrasonic Fatigue”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.72, No.721, pp.1356-1363(2006).
 - 12) N. Kawagoishi, T. Fukudome, Y. Nakamura, Y. Ohzono and M. Goto, “Propagation of Shear Mode Crack in Age-hardened and Extruded Al Alloy under Ultrasonic Loading”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.76, No.767, pp.938-947(2010).
 - 13) T. Fukudome, N. Kawagoishi, N. Yan, Y. Ohzono and M. Goto, “Effect of Humidity on Fatigue Strength of Age-hardened Al Alloy under Ultrasonic Loading”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.76, No.767, pp.947-954(2010).
 - 14) Haftirman, S. Hattori and T. Okada, “Fatigue Strength of Aluminum Alloys in High-Humidity Environment”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.62, No.597, pp.1140-1145(1996).
 - 15) T. Broom and A. Nicholson, “Atmosphere corrosion-fatigue of age-hardened aluminum alloys”, Journal of Institute Metals, 89, pp.183-190(1961).
 - 16) K. Komai, K. Yamaji and K. Endo, “Effect of atmosphere on fatigue crack propagation of aluminum alloy”, Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol.29, No.317, pp.162-167(1980).
 - 17) H. Nisitani, N. Kawagoishi and M. Wakahara, “Comparison of Characteristics of Crack

Growth in three Age-Hardened Al Alloys”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.51, No.464, pp.1017-1024(1985).

- 18) K. Endo, K. Komai and K. Matsuda, “Mechanical Effects of Corrosion Products on Corrosion Fatigue Crack Growth in a Steel”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.46, No.412, pp.1337-1343(1980).

第5章 結論

本論文は、実用に供されている Al 合金の中で、最も高強度である Al-Zn-Mg-Cu 系時効硬化 Al 合金 7075-T6 押出し材の疲労特性に及ぼす大気湿度の影響についてまとめたものである。

第1章は、緒論であり、高強度材料、特に高強度 Al 合金の疲労特性に関する従来の研究を概説し、本研究の背景と目的そして論文の構成についてまとめている。

第2章では、まず疲労強度に及ぼす湿度の影響を調べ、次に疲労強度を考える場合き裂伝ば特性を把握することが重要であることを指摘した上で、高湿度中におけるき裂伝ば特性、さらにき裂伝ば特性に及ぼす湿度変化、過大応力、繰返し速度の影響を調べ、それらの結果に基づき高湿度中におけるき裂伝ば機構について検討した。

主な結果は以下の通りである。

(1) 疲労強度は、相対湿度 60%程度以下の低湿度であれば、湿度による影響はほとんどないが、それ以上の高湿度になれば大きく低下し、例えば、湿度 85%中の 10^7 回における時間強度は、25%中における時間強度の約7割に低下する。

(2) 高湿度、高応力レベルでの巨視的き裂伝ばは引張応力に対し約 35° 傾斜したせん断形であり、通常観察される引張形と異なる。

(3) き裂伝ば速度は低湿度中の引張形より高湿度中のせん断形の方が速い。

(4) 引張形き裂よりせん断形き裂の方が変形は局所化され、直線的であること、高湿度中であっても応力が低く、長寿命域になると引張形で伝ばする。

(5) 引張形伝ばでの破面は高湿度中でぜい性破面が混在するものの基本的にはストライエーション支配であるのに対し、せん断形伝ばで

の破面は、すべり面とボイドで占められ、高湿度中であっても延性破壊である。

(6) 湿度が変化する場合、低湿度から高湿度あるいは逆の場合でも、き裂の伝ば速度および形態は、湿度変化後早期に、変化後の湿度に対応したそれらに変化する。

(7) 過大応力の影響は、低湿度中ではほとんど認められないのに対し、高湿度中の場合はき裂伝ば速度は加速される。

(8) 低湿度中の疲労寿命は、通常試験される繰返し速度の範囲（数 Hz～数十 Hz）であれば、繰返し速度の影響はほとんどないが、高湿度中の疲労寿命は、高 Hz の場合より低 Hz の方が長く、低湿度中の疲労寿命とほぼ同じである。また高 Hz の場合、せん断形伝ばが生じる高応力レベルであっても、低 Hz では高 Hz 低応力レベルと同様な引張形伝ばである。

(9) 高湿度中で生じるせん断形き裂の伝ば速度の加速と伝ば機構の変化は、水素助長局所塑性変形機構と素材の有する集合組織から説明できる。

(10) 以上の結果は、大気中での疲労機構を考える上だけでなく、実用的にも機器の設計や保守基準を見直すべきことを示す重要な結果であることを指摘した。

第3章では、完全時効 (T6) 材は、静強度は高いものの応力腐食割れ (SCC) 特性に劣るため、その改善に過時効 (T73) 処理や復元再時効 (RRA) 処理が有効とされることに注目し、腐食疲労である高湿度中における疲労特性に及ぼす時効組織の影響について検討した。

主な結果は以下の通りである。

(1) 低湿度中の場合、疲労強度は RRA 材が最も高く、T6 材、T73 材の順に低くなり、静強度の高い順に対応しているが、高湿度中の場合、T6 材に比べ T73 材はわずかに高く、RRA 材は逆に低い。すなわち

高湿度に対し RRA 材は最も敏感である。

(2) 過時効処理は耐 SCC 特性改善に有効であっても、腐食疲労特性は必ずしも改善されない。

第4章は、超音波疲労における環境の影響をまとめたものであり、長時間を要する長寿命域の疲労特性の評価に対する加速試験としての超音波疲労試験の有効性について検討した。

主な結果は以下の通りである。

(1) 超音波疲労でも、回転曲げ疲労と同様、湿度が 60%程度以上になると、疲労強度は大きく低下するが、超音波疲労の場合、湿度に関係なくせん断形伝ばが生じ、しかもその破面は回転曲げ疲労における高湿度中のそれとは異なる。

(2) 結論(1)の理由として超音波疲労の高い繰返し速度に起因したき裂先端の環境の相違が関係していることを明らかにした。

(3) 通常の高繰返し速度下での疲労特性評価の加速試験として、超音波疲労試験を適用する場合は注意を要する。

第5章は結論であり、各章を総括した。

謝 辞

本研究を遂行するにあたり，終始御指導とご鞭撻を賜りました鹿児島大学大学院理工学研究科 皮籠石紀雄教授に心から感謝申し上げます。

本論文の内容に関して多くの有益なご教授を賜りました鹿児島大学大学院理工学研究科 近藤英二教授，上谷俊平准教授，中村祐三准教授に厚くお礼申し上げます。

また，本研究の当初から絶えず有益なご助言とご鞭撻を賜りました，第一工業大学工学部機械システム工学科 宮城雅夫教授に深く感謝申し上げます。

さらに，本研究の遂行にあたり，御協力を頂きました鹿児島大学フロンティアサイエンス研究推進センター機器分析施設スタッフの皆様，鹿児島大学理工学研究科加工強度学研究室の学生諸氏をはじめ御支援を頂きました多くの方々に心よりお礼を申し上げます。