Al-4%Cu 合金の疲労挙動に及ぼす時効組織の影響*

鈴木 寿**・菅野 幹宏**

坪田 基司**・林 宏爾**

The effect of aged structures on the fatigue behavior of Al-4%Cu alloy*

UDC 669.715'3. : 539.43 : 621.785.7

SUZUKI Hisashi**, KANNO Motohiro**, TSUBOTA Motoji** and HAYASHI Koji**

The fatigue behavior of the Al-4%Cu alloy having various aged structures was studied at room temperature. Different aged structures result in different shapes of S-N curves: the alloy containing G. P. zones (or θ'') is superior in the fatigue strength in the region of lower fatigue life to that containing θ' . This relation tends to be inverse in the region of higher fatigue life. This is attributed to the difference in the mode of crack initiation and propagation between those alloys. A cyclic softening in stress response curves is found only in the alloy containing G.P. zones (or θ''). Hardening in Hv-N curves is accompanied in this case. Neither re-resolution nor overaging is found in deformation bands formed in the alloys.

(Received June 3, 1977)

1. 緒 言

時効硬化型アルミニウム合金の疲労比, すなわち (10^7 - 8 サイクル における 疲労強さ) / (引張り強さ) の比は, 固溶体硬化合金などのそれに比べ, かなり低いことが古くから知られている¹⁾。また, 定歪疲労試験結果によると, G. P. ゾーン (G. P. (I) ゾーン, θ'') などの微細析出相を含む場合は, 疲労の進行と共に応力が増加し, やがて破断直前に応力が低下するという, いわゆる疲労軟化現象が知られている。この現象は試験中に析出相が過時効になるとか復元再固溶するために生じるとされ, 疲労比が低いのはこのような析出相の不安定性に基づくと考えられてきた^{2), 3), 4)}。しかし, 異論がないわけではなく, また, 従来の実験結果は研究者ごとに合金系や試験方法が異なっているためか, 互いによい一致を示しているとは限らない。したがって本系アルミニウム合金の疲労挙動については, なお検討が必要と考えられるが, 疲労挙動に及ぼす時効組織の影響についてはとくにその必要があると思われる。よってここではこの点を, 時効組織が比較的明らかになっている Al-4% Cu 合金を対象に詳しくしらべた。

2. 試料および実験方法

Al-4% Cu 合金を溶製後, 熱延, 冷延を行ない, Fig. 1 に示す形状の各試片を作製した。次いで試片表面をバ

ス研磨後, 溶体化処理 ($520^\circ\text{C} \times 2 \text{ hr}$) し, その後 Table 1 に示す各種の時効処理を行ない, 時効組織を異にする 5 種の試料を得た。各試料の機械的性質は併示のとおりであり, このうち引張強さ (σ_B) は JIS 6 号試片相当のもの ($w \times t = 5 \times 1 \text{ mm}^2$, 標点間距離 30 mm) を用いて求めた。

これら各試料につき, まず Schenck 式疲労試験機 (両振り曲げ式, 繰返し数は 1000 c. p. m., Fig. 1(a) の試片使用) を用いて, 定応力試験 (応力振幅 S; $\pm 7 \sim \pm 25 \text{ kg/mm}^2$) および定歪試験 (歪振幅 ϵ ; $\pm 0.75, \pm 0.30 \%$) を行なった。次に, 後述する理由により, Fig. 2 に

Fig. 1 The shape and dimension of specimens for fatigue tests. (a), for Schenck type fatigue testing machine; (b), for cantilever type fatigue testing machine.

* 軽金属学会第52回春期大会 (52-5) にて発表した。

** 東京大学工学部 (東京都). Faculty of Engineering, University of Tokyo (Tokyo).

Table 1 Aging conditions, decomposition-products and mechanical properties of specimens used.

specimen	Aging condition ($^{\circ}\text{C} \times \text{min}$)	decomposition-products	H_v (Load, 500 g)	σ_B (kg/mm^2)
(A)	100 $\times$ 1000	G.P. (1)	88	27.4
(B)	150 $\times$ 1000	θ''	98	26.8
(C)	175 $\times$ 1000	$\theta'' + \theta'$	108	28.1
(D)	200 $\times$ 1000	θ'	86	28.2
(E)	300 $\times$ 1000	θ'	57	22.8

Fig. 2 Schematic drawing of cantilever type fatigue testing machine, produced by way of experiment.

模式的に示す試作試験機（片持ちり両振り曲げ式，1450 c. p. m.，Fig. 1(b)の試片使用）を用いて各種の ϵ （試片支持部における最大 ϵ は $\pm 0.2 \sim \pm 1.0\%$ ）の下で定歪試験を行ない，疲労破壊に至るまでの試片の表面硬さおよび表面組織の変化をそれぞれ H_v 硬度計（荷重，500g）および光顕により調べた。次いで，疲労破面を走査電顕により観察し，また時効組織が疲労過程において変化するかどうかについては透過電顕により調べた。透過電顕用薄膜は最大応力を生じる試片表面近傍部から採取する必要があるため，しかるべく試片の片側から注意深くジェット研磨して作った（薄膜寸法，3 mm ϕ ）。

さて本研究において，試作試験機を用いて定歪試験した試片を対象に， H_v ，組織などの測定・観察を行なったのは，第1に操作が簡便であること，第2に最大歪を生じる箇所が試片支持部近傍に限定され，上記の測定・観察が容易になると考えたからである。また，疲労軟化現象はもとより定歪試験において認められていること^{5),6)}，定応力試験ではき裂の伝播速度が速く，その発生と伝播の状況がとらえにくいなどの理由も考慮した。さらにこれら定歪試験における測定・観察の結果は，定応力試験結果における疲労強度と時効組織との関係を考察するのに有用と思われたからである。

3. 実験結果

まず **Fig. 3** には Schenck 式試験機を用いて各種の応力振幅下で求めた S-N 曲線を示す。試料 (A~C) については，複雑をさけるため測定点のプロットを略した。さて図によれば試料 (A) $\rightarrow$ (E) と析出段階が進み，時効組

Fig. 3 S-N curves for five sorts of specimens under the condition of each specified stress amplitude. **Fig. 4** Applied stress vs. number of cycles curves for five sorts of specimens at a fixed strain amplitude of $\epsilon = \pm 0.75\%$. Cyclic hardening followed by softening is observed in specimens (A) to (C).

織が G. P. (1)ゾーンから θ' へと変化するにつれて曲線の傾斜が平均してゆるやかになる傾向にあることがわかる。すなわち低寿命側では試料 (A, B, C) は (D, E) よりも高強度であるが，高寿命側 ($N \geq 5 \times 10^5$) すなわち低応力下では，とくに (A, B) 曲線は (D) と交差し，(E) 曲線とも交差する傾向を示す。このことは極めて高寿命側の

疲労強度は試料(D, E)の方が他の3試料よりすぐれることを示唆する。換言すると、高寿命側(低応力下)ではG. P. (1)ゾーンまたは θ'' によって硬化した試料よりも θ' を含む試料の方が安定で強度がすぐれる傾向にあることが注目された。

Fig. 4 は同じく Schenck 式試験機を用いて、 ϵ を $\pm 0.75\%$ とした場合の破断までの応力変化の例である。ここに、N が小の範囲は手動により応力変化を求めたので破線で示した。さて、試料(A, B)では応力はNと共に著しく上昇し、 $N \approx 300$ で極大を示し、その後減少してほぼ初期の値にまで低下すると試片は破断した。このような応力低下がいわゆる“疲労軟化現象”である。試料(C)にも同様な傾向が見られるが、極大値はより小さく、かつ、より高N側で生じた。試料(D, E)では応力増加がほとんどなく、後期の応力低下は破断直前に多少観察された。なお、図を略すが、 ϵ が $\pm 0.30\%$ と小さい場合も上記とほぼ同様に、G. P. (1)ゾーン、 θ'' を含む試料(A~C)は明瞭な“疲労軟化現象”を示した。Abel⁷⁾らは析出相が非整合の場合にのみこの現象が見られるとしているが、本研究では Laird⁸⁾、Fine⁹⁾らの結果と同様、逆に整合の場合にのみ見られた。

次に試作試験機を用い、 ϵ 一定下で求めた ϵ -N 曲線を **Fig. 5** に示す。ここには試料(A, B, D)についての結果を示したが、3試料ともほぼ一本の曲線で表わされ、この傾向は Kommers⁸⁾や Low⁹⁾の結果と一致した。試料(C, E)の結果も同じ曲線にのることを確かめた。以下、この曲線の高 ϵ ($\pm 0.83\%$) と低 ϵ ($\pm 0.36\%$) の下で各N値まで疲労させた試片について諸量の測定・観察を行なった。

Fig. 5 Strain amplitude vs. number of cycles curve for specimens (A), (B) and (D) under the condition of each specified strain amplitude.

まずNの増加に伴う、試片支持部のごく近傍におけるHv変化をしらべ、 $\epsilon = \pm 0.83\%$ および 0.36% の場合をそれぞれ**Fig. 6**および**7**に示した。これより、 ϵ の大小によらずいずれの試料においても、Nの増加と共に硬化することがわかる。この現象は試片のどの位置においても程度の差はあれ同様に認められた。

Photo 1 は $\epsilon = \pm 0.83\%$ の場合、試料(A, D)について支持部の表面組織変化を示す。まず試料(A)であるが、疲労のごく初期から結晶粒内に多数の迂り帯を生じ、 $N \approx 500$ では迂り帯に沿う微視き裂が現われ、その後はこのき裂が成長すると共に $N \approx 2000$ あたりからは異なる結晶粒内に生じたき裂が相互に連結し、 $N \approx 2500$ で試片は破壊した。これより初期き裂は寿命の約1/5とかなり早期に生じることがわかる。以上の傾向は試料(B)についても同様であつた。試料(D)の場合は、初期の迂り帯が試料(A, B)よりも鋭くなく、迂り帯に沿うき裂を生じない。そして $N \approx 1500$ で隣接結晶粒間に段差を生じ、次に粒界き裂を発生し、それらが互いに連結して破断するのが特徴的であつた。**Photo 2** は試料(A, D)以外の(B, C, E)について $N = 2000$ におけるき裂の発生状況を示す。これより試料(C)は迂り帯および粒界のいずれにもき裂を生

Fig. 6 Hv vs. number of cycles for five sorts of specimens at $\epsilon = \pm 0.83\%$.

Fig. 7 Hv vs. number of cycles for five sorts of specimens at $\epsilon = \pm 0.36\%$.

Photo 1 Surface structures of specimen (A) and (D) after cycling of $N=500, 1500, 2000$ at $\varepsilon = \pm 0.83\%$, showing that cracks are initiated in specimen (A) and (D) along the slip band and grain boundary, respectively.

Photo 2 Surface structures of specimen (B), (C) and (E) after cycling of $N = 2000$ at $\varepsilon = \pm 0.83\%$.

じ、(A, B)と(D)との中間の挙動を示すことがわかった。試料(E)ではひり帯の幅が極めて狭くなり、もちろんひり帯に沿うき裂を生じない。そして(D)よりも粒間の段差が大きくなり、粒界割れが助長された。

低 ε ($\pm 0.36\%$)の場合も同様にしらべた。破断直前まで疲労させた試片の表面き裂状況を各試料について **Photo 3** に示す。低 ε では高 ε の場合に比べ、当然のことながら、試料(A, B)においてひり帯の幅が減じ、これに沿うき裂の発生に必要な N は大となった。そしてひり帯に沿うき裂の発生時期は寿命($N \approx 10^6$)の約 $1/3$ となり、高 ε の場合よりも遅れることがわかった。試料(C)ではひり帯および粒界に沿ってき裂を生じること、(D, E)では粒界き裂を生じること、および粒界き裂はひり帯に沿うき裂よりも発生時期が遅れることなどはすべて高 ε の場合と同様であった。

次に高 ε および低 ε 下で疲労試験した試片の破面を観察した。低倍率での結果例を **Photo 4** に示す。試料(A, B)ではいずれの ε の場合も試片表面直下に平滑領域が多く見られるが、これは既述の表面き裂の観察結果から明らかのようにひり帯に沿って生じた破面である。高 ε の場合は、高倍率での観察による平滑領域に次いで、ストライエーションを含む領域(いわゆる疲労の第Ⅱ段階)¹⁰⁾を生じ、中央部には凹凸のはげしい最終破断面(疲労破

Photo 3 Surface structures of specimens cycled at $\varepsilon = \pm 0.3\%$. Number of cycles, indicated.

壊の第Ⅲ段階)が見られた。低歪の場合は平滑領域がより深部まで生じ、最終破断面が狭くなっている。また試料(C)では、表面直下で迂り帯に基づく破面と粒界に基づく破面とが観察された。迂り帯に基づく破面(平滑領域)を判りやすく高倍率で示すと**Photo 5(a)**のようであり、その領域は表面からおよそ $20 \sim 30 \mu$ に及んでいる。試料(D, E)では、粒界に生じたき裂が試片内部で粒界または粒内を伝播して破壊した。**Photo 5(b)**には粒界割れに続いて粒内割れを生じた例を示した。要するに以上の破面観察結果から、疲労破壊の様式が時効組織に強く依存することが明らかである。

次に時効組織が疲労の進行に伴って変化するかどうかを調べた。**Photo 6**には試料(A)において疲労過程で生じた変形帯を低倍率で示す。また**Photo 7(a)~(c)**には同じく試料(A)について、疲労前の組織と疲労後の変形帯を含む組織とを高倍率で示した。ここで(c)は(b)と同じ視野を数度傾けて撮ったものであるが、(b)と(c)とを比較すると変形帯中にはG.P.ゾーンが存在し、その寸法・分布が疲労前とほとんど変わらないのがわかる。ゾーンがやや不鮮明に見えるのは試料中に生じた歪によると思われる。同様な結果は試料(B, C)についても認められ、これらをそれぞれ**Photo 8, 9**に示した。

以上の結果によると、変形帯内部のG.P.(1)または θ'' が過時効あるいは再固溶するために疲労軟化を生じるとする従来の説^{2), 3), 4)}が疑問になる。付言すると、Laird

ら⁵⁾の結果は、変形帯中で θ'' が再固溶しないとする数少ない結果の一つであるが、本結果は彼の結果と一致する。

Photo 10, 11は試料(D, E)の疲労前後の組織である。この場合は疲労後に、明瞭な変形帯は見られず、 θ' の周囲に転位がからみついているのが観察された。この組織は θ' と転位との相互作用が小さいので、変形が局在せずにはほぼ均一に行なわれたことを示す。以上、 $\varepsilon = \pm 0.83\%$ の場合について示したが、 $\varepsilon = \pm 0.36\%$ の場合もほぼ同様な結果となった。

4. 考 察

以上の諸結果のうち、①き裂の発生・伝播が時効組織に影響され(Photo 1~5)、②S-N曲線が時効組織に依存し(Fig. 3)、③疲労前後において析出相の分布、形態などがとくに変化しなかつた(Photo 7~11)ことなどが重要と思われるので、以下これらについて考察する。

まずき裂の発生・伝播の結果については、析出相と転位との相互作用の程度が時効組織に依存するためであり、予期される結果といえよう。すなわち試料(A, B)のような場合はゾーン組織と転位との相互作用が大きく、したがって鋭い迂り帯を生じるので、これに沿って速やかにき裂が形成される。試料(D, E)では鋭い迂り帯を生ぜず、ほぼ均一な変形がなされるが、**Photo 12**に示すように粒界上に粗大 θ 相を析出し、またこの場合は

Photo 4 Scanning electron micrographs of fracture surfaces for five sorts of specimens.

Photo 5 SEM micrographs near the surface. (a), along slip band in specimen (C); (b), along grain boundary in specimen (D).

Photo 6 Transmission electron micrograph of deformation band appearing in specimen (A). $\epsilon = \pm 0.83\%$, $N = 2000$.

Photo 7 Transmission electron micrographs of specimen (A). (a): Aged state having G.P. (1) zones; (b): an appearance of deformation band after cycling of $N = 2000$ at $\epsilon = \pm 0.83\%$; (c): the same area as (b) with a few degree tilting, showing that G.P. (1) zones are present in the band.

P.F.Z.を生じる。したがって粒界に沿う強度が低下すると共に θ 相が応力集中源となつて粒界割れを起こすと思われる。このように考えると①の現象は説明できる。低歪の場合、応力が低くなるため、き裂先端の塑性域が減少（疲労破壊の第Ⅱ段階が生じにくい）すると共に、一方では最終破断面を減少させる必要があることから、

平滑域が増加したと考える。

次に S-N 曲線の結果であるが、試料 (A, B) のように G.P. ゾーンを含む場合は、第Ⅰ段階のき裂が迂り帯に沿つて生じるため、低応力でもその成長は容易と思われる。この点試料 (A, B) とほぼ同一強度の (C) では θ' の存在により迂り帯が生じにくくなりき裂発生が抑えられる。それゆえ (A~C) は σ_B が同程度であるが、とりわけ (C) の寿命がやや長くなったと思われる。他方、試料 (D, E) では、き裂の発生・伝播に対し粒界における応力集中と粒界強度が強く関与し、高応力下では (A~C) よりも寿命が短くなるが、低応力下では粒界き裂の発生・伝播が抑えられ、ゾーン組織をもつそれら試料よりも寿命が長くなったと思われる。しかしこの場合、長寿命側での強度が低いことは問題となろう。要するに、粒内に局在する迂り帯を生ぜず、しかも粒界上に析出相を生じない時効組織であれば興味ある疲労挙動を示すと思われるが、そのような組織の実現には今後とも検討が必要である。試料 (D, E) で結晶粒間に段差を生じた現象についても、今後さらに詳しく調べたい。

さて、硬度測定結果によると、どの試料も N と共に疲労硬化した。また組織観察の結果によると、 ϵ の大小によらず析出相の消滅または粗大化は認められなかった。すなわちこのような結果から判断すると、Fig. 4 に示した疲労軟化（応力低下）の現象は一見理解しにくくなる。き裂を含まない試料部分は本質的に硬化するにもかかわらず、試片全体に微視き裂を生じるために疲労初期に主き裂が成長する時、応力緩和がなされる（応力が低下）とすれば、その現象は説明しやすい。現に微視き裂を多発した試料 (A, B) においては疲労軟化が著しかった。この点について、例えば Laird ら⁵⁾ は引張—圧縮の疲労試験で、軟化開始時に試片表面を蝕刻除去しても、その応力レベルは変化せず、したがって軟化現象は微視き裂と関係しないとしている。しかし、彼の試験は引張—圧縮試験であるので、試料内部に微視き裂が存在しなかったという保証はない。要するに、疲労軟化現象は微視き裂に基づく見かけの現象なのか、それとも疲労初期に主き裂が伝播する時、その先端部における応力状態が本質的に変化するために生じる現象なのかが問題となる。本研究では、疲労現象に対し、時効組織の変化がどの程度に影響するかをまず見きわめることを目的としたので、この点については今後調べることにし、これ以上は追求しなかった。

5. 結 論

Al-4% Cu合金の疲労挙動を時効組織との関連で調べ、以下の諸結果を得た。

1) S-N曲線の形状は時効組織の相違によつて変化した

Photo 8 Electron micrographs of specimen (B). (a): Aged state having θ'' phases. (b): θ'' phases in deformation band, where $\epsilon = \pm 0.83\%$ and $N = 2000$ cycles.

Photo 9 Electron micrographs of specimen (C). (a): θ'' and θ' structure observed prior to cycling; (b): θ'' phases in deformation band, where $\epsilon = \pm 0.83\%$ and $N = 2000$ cycles.

Photo 10 Electron micrographs of specimen (D). (a): θ' structure observed prior to cycling; (b): dislocation tangling around θ' observed after cycling of $N = 2000$ at $\epsilon = \pm 0.83\%$.

Photo 11 Electron micrographs of specimen (E). (a): θ' structure observed prior to cycling; (b): dislocation tangling around θ' observed after cycling of $N = 2000$ at $\epsilon = \pm 0.83\%$.

Photo 12 P.F.Z. and θ phases near and on the grain boundary, respectively, in specimen (D).

た。すなわち短寿命側では G.P.(1)ゾーンあるいは θ'' を含む試料は θ' を含む試料よりも高強度となるが、長寿命側ではこの傾向が逆となる。これはき裂の発生・伝播が時効組織に依存して変化するためと考えられた。つまり、G.P.(1)ゾーンや θ'' を含む場合は、初期き裂が通り帯に沿って生じるので、低応力下でもその成長が容易であるが、 θ' を含む試料では通り帯を生じにくくき裂は粒界から発生することに関係していると考えられた。

2) 表面硬さは繰り返し数の増加と共に増加した。透

過電顕による組織観察の結果によると疲労の前後においてゾーン組織は変化せず、少なくとも再固溶の形跡はなかった。ゆえに定歪疲労試験に見られるいわゆる疲労軟化現象は、なお検討の余地があると思われた。

参 考 文 献

- 1) ASM Metals Handbook, (1948), 810.
- 2) T. Broom: J. Inst. Metals, **85** (1956), 351.
- 3) C. A. Stubbington: Acta Met., **12** (1964), 931.
- 4) J. B. Clark and A. J. McEvily: Acta Met., **12** (1964), 1359.
- 5) C. Calabrese and C. Laird: Mat. Sci. Eng., **13** (1974), 141.
- 6) J. S. Santner and M. E. Fine: Scri. Met., **9** (1975), 1239.
- 7) A. Abel and R. K. Ham: Acta Met., **14** (1966), 1489.
- 8) J. B. Kammers: Int. Ass. for Testing Materials VIth Congress (1912).
- 9) A. C. Low: Int. Conference on Fatigue of Metals, Inst. of Mech. Eng., (1956)
- 10) P. J. E. Forsyth: Acta Met., **11** (1963), 703.