研究論文

7475合金の疲労および腐食疲労特性に及ぼす 試料採取方位の影響

大西 忠一*・吉村 公一**

Effects of orientation of specimen on fatigue and
corrosion fatigue properties in 7475 aluminum alloy

Tadakazu OHNISHI* and Koichi YOSHIMURA**

Fatigue tests in dried air and in aerated 3.5% NaCl aqueous solution were conducted on 7475-T651 specimens extracted in LS, TL and ST directions. Fatigue properties in air are anisotropic and superior in the order of LS, TL and SL directions. Fatigue properties in NaCl are further inferior in failure life, fatigue limit and crack propagation rate to those in air. The specimens tested in NaCl have similar but intensified anisotropy to those tested in air. The anisotropy is attributed to the grain orientation aligned in the manufacturing process and is significant in cracking. The corrosive NaCl atmosphere facilitates initiation and propagation of cracks particularly at low stress amplitude and deteriorates fatigue properties. Deterioration of fatigue properties is attributed to localized hydrogen embrittlement to some extents.

Keywords: 7475 aluminum alloy, fatigue, corrosion fatigue, orientation, environmental effect

(Received July 21, 1986)

1. 緒 言

Al-Zn-Mg-Cu 系の高力アルミニウム合金は高い強度を有する反面、破壊靱性や環境強度特性にやや劣る欠点もある。そこで従来から数多くの研究が行れ、種々の改良が加えられてきている。環境強度問題の一つである腐食疲労現象についても同様であるが、アルミニウム合金の疲労やそれに及ぼす環境の影響についての研究例は力学的取扱いや機構解析に関するものが比較的多く、合金組織等の材料学的因子との関係についての検討は必ずしも十分とはいえない。

実用合金などではその製造工程からくる組織異方性をもつ場合が多く、この組織異方性と応力の負荷方向との関係から機械的性質に若干の差異の出る場合が多い。特に、厚肉圧延材等の板厚面内で破壊を生じるような場合には他の方位に比べてかなり特性の劣ることはよく知られている。疲労や腐食疲労についても同様と考えられるが、この点についての研究例は少ない。そこで本報では、

7475アルミニウム合金の厚板について疲労および腐食疲労特性に及ぼす試料採取方位の影響を検討した。

2. 実験方法

供試材は市販の実用7475合金 60 mm 厚圧延材で、その化学組成は Zn 5.45%, Mg 2.34%, Cu 1.40%, Si 0.052%, Fe 0.092%, Mn 0.009%, Cr 0.20%, Ti 0.039%, 残 Al である。この合金の結晶粒組織は Fig. 1 に示すように圧延方向に伸びたいわゆるパンケーキ状の組織を呈している。これより Fig. 1 に示したような形状のノッチ付き試験片をき裂伝ば方向が異なる 3 方向から切り出し、供試材とした。調質は T651 とし、470°C×2 hr の溶体化処理後、残留ひずみ除去のために 5% の冷間圧延を施し、120°C×24 hr 時効処理した。この調質での引張性質および破壊靱性測定結果は Table 1 に示す。引張性質はゲージ寸法 $\phi 6 \times 20$ mm の試験片を室温、0.05 cm/min の引張速度で試験した結果であり、また、破壊靱性値は供試材に約 5 mm 長さの疲労予き裂を導入後 3 点曲

* 大阪府立大学工学部 (堺市)。Faculty of Engineering, University of Osaka Prefecture (Sakai).

** 大阪府立大学大学院 (堺市)。Graduate Student, University of Osaka Prefecture (Sakai).

Fig. 1 The grain structure of the sample and specimens dimensions.

げによつて破断させ、予き裂前方に形成されたストレッチ・ゾーン高さより臨界き裂先端開口変位 $CTOD_c$ を求めた。Table 1 にはこの $CTOD_c$ 値と、 $K_{IC}^2 = 2E\sigma_{ys} \cdot CTOD_c / (1-\nu^2)$ なる関係⁽¹⁾ によつて換算した破壊靱性値 K_{IC} とを示している (E : ヤング率, σ_{ys} : 降伏強さ, ν : ポアソン比)。

疲労試験は定モーメント型平面曲げ試験機を用い、応力比 $R=0$ 、繰返し周波数 $f=29$ Hz で、室温の乾燥空気中と空気飽和 3.5% NaCl 水溶液中にて試験した。き裂長さの測定には除荷弾性コンプライアンス法⁽²⁾ を応用した。すなわち、試料裏面に貼付したひずみゲージ (Fig. 1 参照) の出力とロード・セル出力との差から試料のコンプライアンス変化を求め、予め検定したき裂長さとコンプライアンス変化との関係より平均き裂長さを算出した。結果は負荷応力拡大係数範囲 ΔK とき裂伝ば速度 da/dN の関係として整理した。また、 $S-N$ 特性としては応力振幅 S に対する破断までの総繰返し数 N_f とともに、き裂発生までの繰返し数 N_c (実際の測定は 0.1 mm 長さのき裂が入るまでとした) およびき裂伝ば期間の繰返し数 $N_p (=N_f - N_c)$ の変化をも併せて求めた。

3. 実験結果および考察

3.1 乾燥空気中での疲労特性

空気中で疲労破壊させたときの $S-N_f$ 特性を Fig. 2 に示す。試料の採取方位によつて $S-N_f$ 特性は異なり、LS 試験片が最も良好な特性を示していて、 $LS > TL > SL$ の順になっている。最も優れた LS と最も劣る SL との間の N_f の差異は約 7~8 倍で、疲労寿命 N_f はき裂伝ば方向によつてかなり異なることが分かる。また、いずれの方位でも明瞭な疲労限は認められなかったが、一応の目安として $N_f=10^7$ での疲労強度を採ると LS で約 7.9 kg/mm², TL で約 7.4 kg/mm² そして SL では約 6.8 kg/mm² 程度であり、 $LS > TL > SL$ の順ではあるが、比較的接近している。

き裂伝ば特性 $da/dN-\Delta K$ 曲線は Fig. 3 に示している。本実験の範囲では両対数表示でいずれも良好な直線関係となっていた。き裂伝ば特性も $LS > TL > SL$ の順で良いが、その差異は比較的小さく、特に高 ΔK 域ほど差異は小さかった。

各方位試験片の代表的な破面例は Fig. 4 に示す。破

Fig. 2 $S-N_f$ curves of 7475-T651 specimens at $R=0$ in dried air.

Table 1 Mechanical properties of 7475-T651 specimens

specimens direction	tensile properties ^{(*)1}			fracture toughness		grain size (μm)
	σ_B (kg/mm ²)	$\sigma_{0.2}$ (kg/mm ²)	δ (%)	$CTOD_c^{(*)2}$ (μm)	$K_{IC}^{(*)3}$ (kg/mm ^{3/2})	
L	57.0	50.3	16.3	26.8	147.6	380
T	57.7	51.3	15.1	18.8	124.8	89
S	55.4	50.1	8.9	15.2	111.0	27

^{(*)1} measured from the specimen with a gauge size of $\phi 6 \times 20$ mm.

^{(*)2} measured from the stretched zone of the three point bending pieces.

^{(*)3} converted from the $CTOD_c$ value.

Fig. 3 da/dN - ΔK curves of 7475-T651 specimens at $R=0$ in dried air.

面の様相は Fig. 1 に示したようなパンケーキ状結晶粒組織の異方性を反映したものになっていた。すなわち、LS 試験片 (Fig. 4(a)~(c)) では偏平な結晶粒界がき裂伝ば面と直交しているため、伝ば方向に流れた微細な縞模様とともにき裂が結晶粒界を横切る際に生じたと考えられるき裂伝ば方向に垂直な延性こん跡の認められるのが特徴となつている。TL 試験片 (Fig. 4(d)~(f)) では圧延方向に伸びた結晶粒界面がき裂伝ば面と直交しているものの方向としては一致しているため、き裂伝ば方向に平行した帯状の模様からなる破面様相を呈している。一方、SL 試験片 (Fig. 4(g)~(i)) の破面は他の方位に比べてより平坦で比較的自由特徴である。これはき裂がパンケーキ状の偏平な結晶粒界に沿う方向に進展するため、他の方位に比べて粒界等の組織要因の影響を受け難いためと考えられる。しかし、高倍で観察すればこうした平坦な破面上にも著しい延性こん跡が認められ (Fig. 4(h)), 粒内延性疲労破面であることに変わりはない。なお、SL 試験片の高 ΔK 域では一部に Fig. 4(i) に示したような粒界部をき裂が通過した際の段差とみられるこん跡や粒界破面的様相も観察されたが、これらは極く局部的であつた。

以上のように、乾燥空気中での疲労特性は試料採取方位により異なり、疲労寿命 N_f は $LS > TL > SL$ の順でかなりの差異を生じる。疲労限やき裂伝ば速度についても同様であるが、これらの方位による差異は比較的小さい。破面様相はき裂の伝ば面と結晶粒組織との関係で粒界部に相当すると思われる延性模様の出方が異なり、それぞれの方位で特徴的な破面となる。

3.2 空気飽和 3.5%NaCl 水溶液中での腐食疲労特性

NaCl 水溶液中で腐食疲労試験したときの S - N_f 特性を Fig. 5 に示す。空気中での特性 (Fig. 5 中の破線) に比べて各方位ともに寿命は著しく低下し、特に低応力振幅側での低下が大きい。疲労限も大きく低下し、 $N_f=10^7$ での疲労強度は LS で 3.8 kg/mm^2 , TL で 3.2 kg/mm^2 そして SL で 2.6 kg/mm^2 程度である。しかし、方位による差異はやはりそれほど大きいものではない。試料採取方位による寿命の差異は空気中での特性に比べてやや大きく現われ、LS と SL で約 10~15 倍程度の違いがある。腐食環境の存在は寿命、疲労限の低下を導くとともに、組織による異方性をより強く現わすようである。

き裂の伝ば特性は Fig. 6 に示す。いずれの方位でも空気中の特性 (Fig. 6 中の破線) より伝ば速度がかなり速く、かつ、方位による差異もかなり大きくなっている。この傾向はやはり低 ΔK 域ほど大きい。また、本実験ではき裂進展の下限条件 ΔK_{th} を明確に求めることはできなかったが、Fig. 3 と Fig. 6 を比較すれば分かるように、NaCl 中では明らかにより低い ΔK でもき裂進展を生じ、 ΔK_{th} がかなり低下してこの点でも腐食疲労特性の劣ることが分かる。

代表的な破面例は Fig. 7 に示す。破面模様の現われ方は空気中の疲労破面と類似しているが、全般的に平坦度が高く、一見してより脆性的な破面となつている。LS 試験片 (Fig. 7(a)~(c)) にはやはりき裂伝ば方向に平行な模様と垂直な模様とが観察されるが、これらの模様は比較的浅くて平坦度が高く、かつ、垂直方向の模様は多数の二次き裂を伴っている (Fig. 7(c))。これは空気中での疲労破面には認められない特徴である。TL 試験片 (Fig. 7(d)~(f)) でも破面の平坦度が増すとともに、この場合には伝ば方向に平行な二次き裂が多数形成されており (Fig. 7(e)), 大きな破面的特徴をなしている。LS や TL 試験片に現われるこうした二次き裂は、既に報告^{3)~5)}したように、腐食環境の影響によつて生じるき裂先端での局部的脆化が、三軸応力場の形成と結晶粒組織との相乗効果の下で、偏平な結晶粒界に沿った粒界割れを発生させたものと考えられる。この際、パンケーキ状結晶粒組織の最も偏平な粒界面は LS 試験片では疲労き裂面と完全に直交しているため、き裂伝ば方向と垂直な二次き裂を形成することになり、一方、TL 試験片では面としては直交しているものの方向が一致しているので、伝ば方向に平行ないわゆる層状割れとして発現するものと考えられる。このような偏平な粒界面は SL 試験片では主き裂面と一致している。したがって、SL 試験片では空気中においてさえ他の方位よりもより平坦な破面を形成するが (Fig. 4(g)~(i)), NaCl 中ではよ

Fig. 4 Typical fracture surfaces fatigue-tested in dried air. (a) (b) (c); LS specimens feature (a) and its details (b) (c). (d) (e) (f); TL specimens feature (d) and its details (e) (f). (g) (h) (i); SL specimens feature (g) and its details (h) (i). Crack propagation direction is left to right.

り顕著で Fig. 7(g)～(i)にみるような非常に平坦で無特徴な破面となる。この破面は高倍での観察 (Fig. 7(h) (i)) より分かるように粒界部の段差によって区別されるファセットより主としてなる。ファセット上には微細な延性模様が認められるので完全な粒界面ではないが、全般にかなり粒界割れに近い形態となつている。

以上のように、NaCl 中での腐食疲労特性は空気中の疲労特性に比べて著しい寿命の短縮を生じるとともに、疲労限は大きく低下し、き裂伝ば速度は増加する。試料採取方位による異方性は空気中と同じ傾向を有するが、

より強く現われる。破面の様相は全般により平坦で脆性的傾向が強く、環境の影響による局部脆化と三軸応力場の形成、およびバンケーキ状結晶粒組織との相乗作用の結果として LS や TL 試験片では多数の二次き裂が発生し、SL 試験片では粒界割れ様の平坦な破面を呈する。

3.3 異方性に対する結晶粒組織の影響

7475 合金厚肉圧延材の疲労および腐食疲労には上述のごとく試料採取方位による異方性が認められ、偏平な結晶粒に直交してき裂伝ばする場合 (LS) に比べて平行している場合 (SL) にはかなり特性が劣る。これは加

Fig. 5 S- N_f curves of 7475-T651 specimens at $R=0$ in aerated 3.5% NaCl aqueous solution.

Fig. 6 da/dN - ΔK curves of 7475-T651 specimens at $R=0$ in aerated 3.5% NaCl aqueous solution.

工材の種々特性において認められている異方性と同じ傾向であり、製造工程よりもたらされる結晶粒組織の異方性に起因したものと考えられる⁹⁾。

異方性の様相を最も良好なS-N特性を示したLS試験片を基準に百分率で示すとFig. 8のようになる。ここには破断までの総繰返し数 N_f とともに、き裂発生までの繰返し数 N_e およびき裂伝ば期間の繰返し数 $N_p=N_f-N_e$ も示している。空气中およびNaCl中ともにTLおよびSLの寿命 N_f はLSに比べて大きく低下しているが、その程度はNaCl中の方が大きく、異方性は腐食環境中の方がより大きく現われることが分かる。また、 N_f の比率は本実験の範囲では応力振幅Sによらずほぼ一定の値となっており、異方性の現われ方には応力振幅が

あまり影響していない。しかし、 N_f を N_e と N_p とに分離すると N_e の比率低下の方がより著しく、しかも、高S側ほど大きくなっている。これは両環境中とも、また、TL、SL試験片とも同じである。したがって、き裂伝ば方向の違いはき裂の発生に対してより強く影響するものと考えられる。

N_f に占める N_e と N_p の割合についての例はTable 2に $S=10 \text{ kg/mm}^2$ の場合を示す。LS試験片では両環境中ともに N_e は N_f の約23%程度であるのに対し、TLやSL試験片では13~17%程度まで下っている。 N_p の絶対値はいずれの場合も $LS>TL>SL$ であるので、方位の影響はき裂発生のみでなくき裂伝ばにも影響していることは明らかであるが、その程度は発生に対する方が大きいといえる。

3.4 異方性に対する腐食環境の影響

空気中での特性を基準に腐食環境(NaCl)の影響をみるとFig. 9のようである。環境の影響はLSよりもTL、さらにはSL試験片の方がより大きく現われ、しかも、応力振幅の影響を強く受けて低S側ほど著しい。Fig. 9においても N_f とともに N_e 、 N_p の変化を示しているが、いずれの方位でも3者の変化はほぼ同じになっている。このことは環境の影響がき裂の発生と伝ばに対してほぼ同等に及んでいることを示しており、腐食環境下ではき裂発生が容易になるとともに伝ば速度も加速され、その相乗として大きな特性劣化を生じるものと考えられる。これらは従来の結果^{7)~9)}と一致している。

3.5 水素脆性の関与

最後に、腐食環境中で大きな特性劣化を生じる原因として以前より腐食環境から侵入した水素による局所的な水素脆性の影響が指摘されており^{10),11)}、筆者らも水素脆性の影響が存在することを既に認めた³⁾。この根拠は腐食疲労き裂先端での局部脆化の発生と、その再熱処理による回復挙動からえられる。一例をFig. 10に示す。これはTL試験片についての試験を途中で中断し、残部を3点曲げによつて破断させ、き裂先端に形成されたストレッチ・ゾーンからその部位での局所的な脆性値(測定したCTOD_cと換算K_{IC})を示している)を測定したものである。乾燥空気中で疲労試験し中断した直後での測定値は、当然ながらこの材料本来の破壊靱性値(Table 1)に匹敵する値を示している。中断後再熱処理(470°C×2 hr+120°C×24 hr)した場合にも、熱処理を繰返したことによるわずかな変化は生じるもののやはり高い破壊靱性を保っている。これに対し、NaCl中で腐食疲労した場合には、中断直後の破壊靱性は非常に低く、腐食疲労き裂先端では著しい脆化の生じていることが分かる。この試験片を再熱処理後に破断させると空气中で試験したものにほぼ匹敵する破壊靱性値がえられ、き裂先端で

Fig. 7 Typical fracture surfaces corrosion-fatigue-tested in aerated 3.5% NaCl aqueous solution. (a) (b) (c); LS specimens feature (a) and its details (b) (c). (d) (e) (f); TL specimens feature (d) and its details (e) (f). (g) (h) (i); SL specimens feature (g) and its details (h) (i). Crack propagation direction is left to right.

Table 2 Numbers of cycles and ratios of N_e and N_p to N_f of specimens tested at $S=10 \text{ kg/mm}^2$

specimen's orientation		total cycles to failure; N_f	cycles to crack* initiation; N_e	cycles to crack* propagation; N_p
LS	in air	1.11×10^6	2.50×10^5 (22.5%)	8.60×10^5 (77.5%)
	in NaCl	1.93×10^5	4.60×10^4 (23.8%)	1.47×10^5 (76.2%)
TL	in air	3.75×10^5	5.70×10^4 (15.2%)	3.18×10^5 (84.8%)
	in NaCl	5.32×10^4	7.70×10^3 (14.5%)	4.55×10^4 (85.5%)
SL	in air	1.34×10^5	1.80×10^4 (13.4%)	1.16×10^5 (86.6%)
	in NaCl	1.75×10^4	3.00×10^3 (17.1%)	1.45×10^4 (82.9%)

* % in parenthese represented of the ratio to the total cycles.

Fig. 8 Effects of orientation of specimen on S-N properties. On the abscissa are shown total cycles to failure (N_f), cycles to crack initiation (N_c) and cycles of crack propagation period ($N_p = N_f - N_c$) of TL and SL specimens, as a percentage to those of LS specimens which are taken as 100% for the reference.

Fig. 9 Effects of the corrosion atmosphere (3.5% NaCl) on S-N properties. The values of N_f , N_c and N_p for aerated 3.5% NaCl aqueous solution are shown as a percentage to those for dried air which are taken as 100% on the abscissa for the reference.

の脆性の回復が認められる。このような熱処理のみによつて回復する脆化原因としては水素脆性が考えられ、腐食疲労特性の劣化原因には腐食環境中より侵入した水素によるき裂先端での局部的脆化が関与しているものと考えられる。

Fig. 10 Changes of $CTOD_c$ (and converted K_{IC}) measured from the stretched zone at the fatigue and the corrosion fatigue crack tip. The test condition "A" represents the state immediately after the interruption of the test, and "B" does the state after the re-heat-treatment followed on the interruption.

4. 結 論

7475-T651 材の乾燥空気中および空気飽和 3.5% NaCl 水溶液中での疲労および腐食疲労特性に及ぼす試料採取方位の影響について検討した。結果を要約すれば以下のようである。

(1) 空気中での疲労特性にはパンケーキ状の結晶粒組織とき裂伝ば方向との関係によつて異方性が存在し、き裂が扁平な結晶粒を横断する方位に比べて平行に進展する場合の特性は劣る。本実験の範囲では $LS > TL > SL$ の順に優れていた。

(2) NaCl 中での腐食疲労特性は空気中での疲労特性に比べて著しく寿命が短縮するとともに、疲労限が大きく下がり、き裂伝ば速度も加速される。試料採取方位による異方性もより強く現われる。

(3) 破面様相は方位によつて延性模様の出方が異なり、それぞれの方位で特徴的な形態を示すが、空気中での疲労破面はいずれも基本的には粒内延性疲労破面であつた。NaCl 中での腐食疲労破面は全般に平坦度が高く、LS や TL 試験片では多数の粒界二次き裂が発生し、SL 試験片では粒界割れ様となつて脆性的様相が強くなる。

(4) 試験片採取方位による異方性は材料の結晶粒組織の異方性と関連しており、き裂の伝ばよりも発生に対してより強く影響している。 N_f でみた異方性の程度に応力振幅はあまり影響していないが、 N_c は応力振幅の影響を受け、高 S 側ほど短縮の程度が大きい。

(5) 腐食環境としての NaCl の影響は著しく、き裂の発生と伝ばをともに容易として大きな特性劣化を導く。

応力振幅も影響し、低S側ほど劣化は著しい。こうした腐食疲労特性の劣化には環境中より侵入した水素による局部脆化が寄与しているものと考えられる。

おわりに、本研究の一部は(財)軽金属奨学会の御援助によつたものであることを記し、謝意を表します。

参 考 文 献

- 1) A. A. Wells: *Crack Propagation Sym. Proc., Cranfield College of Aeronautics*, Vol. 1, (1961), 210.
- 2) 菊川 真, 城野政弘, 田中健一, 高谷 勝: 材料, **25** (1976), 899.
- 3) 大西忠一, 吉村公一: 軽金属, **37** (1987), 127.
- 4) 大西忠一, 小島裕之, 世古暢哉, 東 健司: 軽金属, **35** (1985), 344.
- 5) 大西忠一: 軽金属学会研究部会報告書, No. **13**, (1985), 100.
- 6) J. A. Nock, Jr.: *Aluminum*, Vol. 1, ed. K. R. Van Horn, *ASM* (1967), 333.
- 7) H. P. Chu and J. G. Macco: *Corrosion-Fatigue Technology, ASTM STP 642*, (1978), 223.
- 8) T. Broom and A. Nicholson: *J. Inst. Metals*, **89** (1960), 183.
- 9) G. C. George: *Corrosion Fatigue; Chemistry, Mechanics and Microstructure*, NACE-2, (1972), 459.
- 10) R. P. Wei, P. S. Pao, R. G. Hart, T. W. Weir and G. W. Simmons: *Met. Trans. A*, **11A** (1980), 151.
- 11) K. J. Nix and H. M. Flower: *Acta Met.*, **30** (1982), 1549.