7075 アルミニウム合金の予疲労誘起延性低下に及ぼす ひずみ速度の影響

山田浩之^{*1}, 鶴留正樹^{*2}, 小笠原永久^{*1}, 堀川敬太郎^{*3}

Effect of Strain Rate on Ductility Loss Induced by Pre-fatigue Deformation in 7075 Aluminum Alloys

Hiroyuki YAMADA^{*3}, Masaki TSURUDOME,
Nagahisa OGASAWARA and Keitaro HORIKAWA

^{*3} National Defense Academy, Dept. of Mechanical Engineering
Hashirimizu 1-10-20, Yokosuka, Kanagawa, 239-8686 Japan

In this study, the tensile properties of the quasi-static and the impact tests for 7075 aluminum alloys subjected to pre-fatigue deformation in a humid environment were investigated. An impact tensile test was performed by means of the Split Hopkinson pressure bar method. The flow stress in both the quasi-static and the impact tests was unaffected by the pre-fatigue deformation. On the other hand, it was clarified that the ductility of the pre-fatigue specimen was slightly lower than that of the non-fatigue specimen. The ductility of the quasi-static test was decreased as compared with the impact test. It is thought that the ductility loss occurred due to changes in the microstructure, such as dislocations caused by the presence of hydrogen in the specimen due to pre-fatigue deformation in a high-humidity environment.

Key Words : Hydrogen, Aluminum alloy, Mass spectrometry, Slow Strain Rate Testing

1. 結 言

水素は金属内部に侵入することで機械的特性に負の影響を与えることから、古くから多くの研究が行われている。近年では、燃料電池自動車の開発に伴い、引張、疲労等の様々な負荷下における水素と機械的特性の関連が評価されている。また、これらの研究は、金属内部における水素拡散が関連するため、ひずみ速度の影響も重要となる。しかし、これらの研究は、水素拡散速度を考慮して、準静的なひずみ速度範囲での研究が多く、高速現象（衝撃変形）での研究はほとんど行われていない。

一方で、予疲労を与えた材料の引張特性に関する研究が行われている。予疲労を与えた衝撃引張試験を行うと、準静的試験に比較して、鉄鋼（4140T）は延性が低下するが、アルミニウム合金（6061-T6 合金）は延性が増加する傾向が報告⁽¹⁾されている。しかし、これらの現象に関するメカニズムは明らかにされていない。

Table 1 Chemical composition of 7075 alloy (mass%)

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Al
0.15	0.28	1.6	<0.01	2.6	0.21	5.5	0.02	Bal.

そこで、本研究では、予疲労、水素、ひずみ速度の関連性に着目し、湿潤環境下で予疲労を与えた 7075 合金の準静的および衝撃引張試験を行った。

2. 試験方法

2・1 試験片 7075 合金の化学組成を表 1 に示す。7075 合金は 493℃で 20 分の溶体化処理の後水冷し、120℃で 24 時間の人工時効を施したものを用いた。これらの試料から、試験片長手方向が圧延方向と垂直方向の板状引張試験片（板厚：1.0mm、平行部長さ：8.0mm、平行部幅：5mm、肩部：R=2mm）を作製した。

2・2 予疲労変形 湿潤大気中で SSRT を行うと、アルミニウム表面の酸化膜が破壊され、次式に示す反応により発生した水素が材料内部に侵入すると報告されている¹⁾。

^{*1} 正員，防衛大学校システム工学群機械工学科
(〒239-8686 神奈川県横浜賀市走水 1-10-20)

^{*2} 防衛大学校理工学研究科大学院生

^{*3} 正員，大阪大学大学院基礎工学研究科機能創成専攻
E-mail: ymda@nda.ac.jp

Fig. 1 Nominal stress-strain curves for 7075 aluminum alloy (a) with pre-fatigue deformation in the quasi-static test, (b) with pre-fatigue deformation in the impact test

そこで、この手法を利用して、予疲労変形時の環境湿度を変化させることで、7075 合金への水素の影響を変化させた。室温 25°C、相対湿度 90%以上の環境下（以下、RH90-PreF と称する）、および比較のために、相対湿度 20%以下の環境下（以下、RH20-PreF と称する）、予疲労無材を用意した。

予疲労変形は、最大応力 300MPa (7075 合金の 0.2% 耐力の 60%)、応力比 0.1、周波数 0.1Hz、繰返し回数 6000 回の弾性片振引張疲労とした。

2・3 引張試験 準静的試験は、インストロン型万能試験機を使用して、初期ひずみ速度 $1.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ で行った。

衝撃試験は、スプリット・ホプキンソン棒 (SHPB) 法を用いて行った。実験方法は既報⁽³⁾の通りである。

3. 応力-ひずみ関係に及ぼす予疲労の影響

図 1 に準静的および衝撃試験で得られた 7075 合金の代表的な公称応力-公称ひずみ曲線を示す。準静的試験および衝撃試験ともに、流動応力は予疲労条件の影響を受けないことがわかった。しかし、両試験ともに RH20-PreF および RH90-PreF は予疲労無材と比べて破断ひずみが低下していることがわかる。

Fig. 2 SEM micrographs of fracture surfaces after the quasi-static and the impact test

4. 延性低下の要因

準静的および衝撃試験後の破面の SEM 像を図 2 に示す。破面形態に差異はほとんど見られなかった。また、予疲労変形後の試験片表面を観察したが、変化は見られなかった。

そこで、材料内部のミクロ組織の着目し、透過型電子顕微鏡 (TEM: 日立製作所, H8000) を用いた組織観察を行った。

4・1 TEM 観察条件 TEM 観察用の薄膜作製のために、放電加工機 (ブラザー工業製, HS-300) を用いて、試験片の平行部の中心から直径 3mm の円柱を切り出した。切り出した試料は、#400 のエメリー紙を用いて厚さ 1mm から 130μm、#800 および #2400 のエメリー紙を用いて厚さ 130μm から 110μm まで研磨した。水素は試験片の表面から放出および侵入するため、試験片の中心に比べて表面近傍の方が水素の影響が大きいと考え、試験片の表面近傍の組織観察を目的として片面研磨を行った。続いて、双ジェット電解研磨機 (フィッシューネ製, Model-110) を用いて、硝酸メタノール溶液 (25%硝酸 (HNO_3) + 75%メタノール (CH_3OH)) による電解研磨にて薄膜を作製した。電解研磨条件は、電圧 17V~18V、温度 -18°C~-16°C である。最終的に、研磨前の試験片表面から深さ約 55μm 付近のミクロ組織の TEM 観察を行った。

4・2 TEM 観察結果 予疲労材のミクロ組織に変化があった場合、それが予疲労に起因した変化であるかを明確にするため、まず予疲労無材の TEM 観察を行った。その結果、 $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ 近傍の結晶粒内の観察を行ったところ、転位は見られなかった。また、 $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ が晶出していない結晶粒内においても同様に転位は見られなかった。

図4にRH20-PreFおよびRH90-PreFのTEM像を示す。表面観察で確認した $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ の大きさと形状から、写真中の黒い相を $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ と判断した。結晶粒内に点在する微細な灰黒色の相は MgZn_2 等の析出相であると考えられる。

RH20-PreFおよびRH90-PreFともに $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ 近傍において転位が観察された。全ての $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ や Mg_2Si と思われる晶出相近傍において観察されたわけではないが、弾性域の予疲労にも関わらず、 $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ 近傍の結晶粒内に塑性変形の痕跡を示す転位が発生することが明らかになった。転位は $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ 近傍の局所領域に堆積しており、この $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ が存在する結晶粒内では他に転位は観察されなかった。

よって、予疲労により $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ 近傍において局所的に転位が堆積した領域（局所転位場）が延性低下を引き起こす要因であることが示唆された。

4・3 予疲労誘起延性低下メカニズム 予疲労によって形成された局所転位場は、塑性変形の進行により発達することで転位密度が局所的に増加する。このような場合は周辺の結晶粒に比べて転位密度が高く、変形が進むことでボイドの生成および成長を促し、延性破壊の起点となり得る。その結果、予疲労を与えない場合と比較して早期に延性破壊が生じる結果を誘起したと考えられる。上記のような高い転位密度場は $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ 近傍といった局所的に存在するため、マクロな強度の変化は生じる必要がない。よって、予疲労材の引張試験において流動応力に変化が現れなかったと言える。

4・4 予疲労誘起延性低下に及ぼすひずみ速度の影響 図1より湿潤環境下で予疲労を与え、準静的試験によって促進されることがわかる。高湿度環境下の予疲労によって形成された局所転位場の大きさは同じであるため、この結果は、引張変形時の水素と転位運動の関係性が影響していることを示唆している。これまでの研究⁽⁴⁾で、本研究における衝撃試験のひずみ速度 $1.4 \times 10^3 \text{ s}^{-1}$ は、転位による水素輸送機構が作用しないひずみ速度であることがわかっている。つまり、衝撃引張変形時に内在している水素は強度および延性にほとんど影響を及ぼさないと考えられる。一方、準静的試験のひずみ速度 $1.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ は、転位の水素輸送機構が作用するため、侵入した水素が変形時の転位運動に対して影響を与え続ける（HELP理論⁽⁵⁾）と考えられる。その結果、既に形成された局所転位場の密度が衝撃試験に比べて早期に増加し、延性低下が進行したと考えられる。

Fig. 3 TEM micrographs of pre-fatigue specimen
(a) RH20-PreF, (b) RH90-PreF

5. 結 言

本研究で見出した7075合金の延性低下現象は、局所転位場が引張変形時に発達することでボイドの生成および成長を促し、延性破壊を誘起したことが原因と考えられる。ひずみ速度が低い場合、転位による水素輸送機構が作用するため、引張変形時の転位運動に水素の効果が現れる。その結果、予疲労によって形成された局所転位場の密度が早期に増加することで、延性低下が進行すると考えられる。

文 献

- (1) Sanchez-Santana, U., et al., Effect of fatigue damage on the dynamic tensile behavior of 6061-T6 aluminum alloy and AISI 4140T steel, *Int. J. Fatigue*, Vol. 31 (2009), pp. 1928-1937.
- (2) Osaki, S., et al., Hydrogen Embrittlement Properties of 7075 and 6061 Alloys in Humid Air, *J. Japan Institute of Light Metals*, Vol. 56, No. 12 (2006), pp. 721-727.
- (3) Hiroyuki, Y. et al., Impact tensile properties of 6061 and 7075 Aluminum Alloys Affected by Environmental Hydrogen, *Trans. Japan Society of Mechanical Engineers Series A*, Vol. 75, No. 759 (2009), pp. 1630-1638.
- (4) Horikawa, K. et al., Effect of strain rate on hydrogen gas evolution behavior during tensile deformation in 6061 and 7075 aluminum alloys, *J. Japan Institute of Light Metals*, Vol. 62, No. 8 (2012), pp. 306-312.
- (5) Birnbaum, H. K. and Sofronis, P., Hydrogen-enhanced localized plasticity—a mechanism for hydrogen-related fracture, *Mater. Sci. Eng.*, A176 (1994), pp. 191-202.