ショットピーニングおよびアノダイズによる 高強度アルミニウム合金 7050 の疲労特性への影響

井上 明子^{a,*}, 田川 哲哉^b, 石川 孝司^b

^a 三菱重工業(株) 技術統括本部 (〒455-8515 愛知県名古屋市港区大江町 10)

^b 名古屋大学 大学院工学研究科 (〒464-8603 愛知県名古屋市千種区不老町)

Influence of Shot Peening and Anodizing on Fatigue Property of High Strength Aluminum Alloy 7050

Akiko INOUE^{a,*}, Tetsuya TAGAWA^b and Takashi ISHIKAWA^b

^a Technology and Innovation Headquarters, Mitsubishi Heavy Industries(10, Oe-cho, Minato-ku, Nagoya-shi, Aichi 455-8515)

^b Department of Materials Science and Engineering, Nagoya University(Furo-cho, Chigusa-ku, Nagoya-shi, Aichi 464-8603)

Aeronautic structural components made of high strength aluminum alloys are often shot peened in order to improve the fatigue property and then anodized to prevent corrosion. However, anodic coating on high strength aluminum alloy surface possibly spoils fatigue life. In the present study, the fatigue life of high strength aluminum alloy, 7050-T7451 under the combined influence of shot peening and anodizing was investigated. Two levels of shot peening intensity, 0.08mmA (SP 8A) and 0.15mmA (SP 15A) were respectively applied to the specimen surface, and then, they were coated with a chromic acid anodizing (CAA), the thickness of which was between 1 and 3 μm . Uni-axial cyclic loading of R ratio equal to 0.1 was applied to the flat coupon specimen, and fatigue lives were evaluated. The peening effect on the fatigue lives from both as-machined condition and anodized one was investigated. Despite the fatigue trigger morphologies were different in two levels of shot peened specimens with CAA coating, the fatigue properties of them resulted in almost the same. The fatigue crack in SP 8A + CAA were initiated from the bottom of anodized pit. In SP 15A + CAA coupons, either of anodized pits larger than 0.1mm or just a surface cracks was found. The activated fatigue triggers morphology and the fatigue lives improvements by the different shot peening levels were discussed with the stress intensity factors taking account of the residual stress induced by shot peening.

Keywords : Fatigue, Shot Peen, Anodizing, Aluminum Alloy, 7050

1. 緒 言

航空機の構造設計には、機体の耐用年数に対応した荷重の繰返し数をもとに疲労寿命が設定され、部材の形状や残存強度を決定する安全保証設計が行われている。今後、航空機の機体重量の軽量化と信頼性向上を図るためには、さらなる部材の疲労寿命向上が求められる。

応力振幅や応力集中がそれほど高くない金属部材における高サイクルでの疲労寿命は、疲労き裂生成過程が全疲労寿命の大半を占めるとされている。また部材内部に欠陥がなく均一なマイクロ組織を有する部材の疲労破壊では、部材表面からき裂が発生することが知られている。表面からき裂が発生するまでの寿命は表面粗さや表面近傍のマイクロ組織等、部材の表層状態に強く支配されており、これらは素材自体のマイクロ組織だけでなく部材の加工方法に大きく依存するため、部材ごとに疲労寿命が大きく変動する。部材ごとに疲労寿命がばらつくと、機体の安全管理上の問題にもなり得る。表面粗さや組織に依存しない安定的な疲労寿命を得るためには、表面

粗さの均一化や圧縮残留応力の付与が効果的である。そのため、航空機構造部材では、疲労損傷が想定される部位にはショットピーニング(Shot Peening: 以下、SP と呼ぶ。)が広く行われている。

航空機構造部材に多く使用される Al-Cu-Mg-Zn 系の 7000 系アルミニウム合金は、優れた強度を有する反面、高強度化をもたらす時効析出物の周辺における腐食による耐食性の低さが問題となる。そのため、防食表面処理後に塗装をして防食機能を付与した上で使用されることが多い。代表的な防食表面処理の一つである陽極酸化処理(以下、アノダイズと呼ぶ。)は、基材表面に Al_2O_3 皮膜を形成し、そのバリアー効果により基材の耐食性を向上させると同時に、皮膜自体が有する微細な孔のアンカー効果により塗装の密着性を向上させる効果が期待される。そのため、塗装の下地処理としても広く利用されている。しかしながら、近年、高強度アルミニウム合金に対するアノダイズ処理は基材の耐食性を向上させる一方で、疲労寿命を損なう場合があることが明らかになった^{1)~3)}。著者らは前報¹⁾においてアノダイズ処理後の高強度アルミニウム合金の疲労寿命の変化を調査するため、クロム酸アノダイズ(Chromic Acid Anodizing: 以下、CAA と呼ぶ。)

* E-mail : akiko_inoue@mhi.co.jp

と硫酸アノダイズ(Sulfuric Acid Anodizing: 以下, SAA と呼ぶ)を行ったアルミニウム合金 7050-T7451 の疲労特性を評価した。いずれのアノダイズ処理材も未処理材と比べて 30 ~ 70% もの疲労寿命の低下がもたらされること、疲労試験後の破面観察によりアノダイズ後の基材表面に発生するピット状の表面欠陥や繰り返し荷重の負荷により生じたアノダイズ皮膜の割れにより疲労き裂発生寿命が低下することが示唆された。

航空機構造部品の製造においては、部材の疲労寿命の向上を目的として SP 処理を行った後に、アノダイズ処理を併用し耐食性の付与することが多い。各々のプロセスが疲労破壊挙動に及ぼす影響に関してはこれまでいくつかの報告事例がある^{1),4)}。ただし、両者を組み合わせた場合の相互作用を調査した事例は少ない。Camargo ら^{2),3)}は SP 後に CAA および硬質 SAA を行ったアルミニウム合金 7050 の疲労試験を行い、アノダイズの種類によって疲労寿命に差異がみられることを報告しているが、その要因については詳細に検討されていない。航空宇宙機器に使用する構造部材の製造においては、個々の部材の耐食性と疲労特性の両方の要求を同時に満足する条件を設定することが必要であるが、SP 後にアノダイズを行ったアルミニウム合金の疲労破壊挙動を、表面き裂の発生状況と初期き裂からの進展挙動の変化に着目して調査した報告例はない。

本研究では強さの異なる 2 水準の SP 処理について、アノダイズ処理後の疲労寿命と SP 条件の関係を比較するとともに、き裂発生挙動および進展挙動におよぼす SP 処理条件の影響を調査し、アノダイズ処理後の疲労寿命に対して最適な SP 処理条件を把握することを目的とする。

2. 方 法

2. 1 供試材および試験片

試験に用いた高強度アルミニウム合金 7050-T7451 は、化学組成が(Cu: 2.23, Si: 0.037, Fe: 0.049, Zr: 0.11, Mg: 2.07, Zn: 6.18, Ti: 0.03, Al: 89.3 (mass%))、機械的特性は引張強さ 531 MPa, 0.2% 耐力 468 MPa, 伸び 11.8% であった。疲労試験片は図 1 に示すような幅 10 mm, 板厚 5 mm, 平行部の長さが 20 mm となる平板試験片を、圧延方向(L 方向)に垂直な方向(T 方向)が試験片の長手方向となるように採取した。疲労試験片の荷重負荷方向は、L 方向の場合に比べてより疲労寿命が短い T 方向が試験片の長手方向になるようなものとした。疲労試験片の表面仕上げは、加工後の算術平均粗さ Ra が 1.2 μm 以下で、最終仕上げ方向が試験片の長手方

Fig. 1 Dimension of fatigue specimen.

向と平行になるように機械加工を行った。

2. 2 ショットピーニング条件および評価試験

SP の強さは航空宇宙機器の製造に使用される材料及び製造プロセスの標準を定めた航空宇宙材料規格 AMS2430 の定義に従い、標準試験片に生じる“そり”量を用いたインテンシティと呼ばれる指標で表わす。本試験ではショットピーニングの強さの違いによる疲労寿命の差異を比較するため、インテンシティ 0.08 mmA (以降, SP 8A と呼ぶ。)と 0.15 mmA (以降, SP 15A と呼ぶ。)の強さの異なる 2 種類の供試体を作製した。SP 8A は、直径 0.1~0.21 mm の球状粒子を圧縮空気により加速して投射し、インテンシティが 0.08 mmA となる条件を設定した。SP 15A は直径 0.35~0.5 mm の球状粒子を圧縮空気にて加速して投射し、インテンシティが 0.15 mmA となる条件を設定した。SP 8A と SP 15A の表面粗さはそれぞれ算術平均粗さ 1.4 μm および 5.6 μm であった。

疲労試験片は、基材表面に付着した油分や汚染を除去するとともに、表面を活性化させることを目的として硫酸溶液中で 10 分間保持した。その後 SP を行った試験片のみ、基材表面に残留した被投射粒子の残渣を除去するためにフッ酸、硝酸、硫酸の混合液に 20 分間浸漬し、基材のアルミニウム合金とともに表層 3~5 μm をエッチングにより除去した。洗浄後の試験片はすべて、クロム酸 Cr_2O_3 溶液中で、電流 0.5 A/dm², 電圧 35 V を 25 分間印加し、アノダイズ処理を行った。アノダイズ処理の結果として、試験片表面には膜厚 1~3 μm の多孔質なアルミナ皮膜が形成された。アノダイズ処理後の供試体は、最後に多孔質なアノダイズ皮膜の孔を埋めるための封孔処理としてクロメートシールを行った。

SP 後の試験片の残留応力は、X 線残留応力測定法により計測した。計測には Cr-K α 線を用いて、(222) 回折について $\sin^2\psi$ 法により残留応力を算出した。残留応力の算出の際に必要な X 線の応力定数は、7050 合金のボアソン比 0.33 とヤング率 68 GPa を代入して求めた。表面から内部に至る残留応力分布は、表面をエッチングにより逐次除去しながら同一箇所を繰り返し測定することで、残留応力の深さプロファイルを評価した。エッチングによる表層の除去量は、エッチング前後の板厚をマイクロメータにて測定し、その差分から求めた。

疲労試験には容量 100 kN の電気油圧サーボ式疲労試験機を用い、荷重制御とし、応力比 0.1 の sin 波を試験片に繰り返し負荷した。周波数は 8~15 Hz とした。試験片破断後、破面の起点部近傍を走査型電子顕微鏡(SEM)により観察し、疲労破壊の起点部周辺の成分を調べるため、破面上の起点部周辺を電子プローブマイクロアナライザー(EPMA)により組成分析を行った。また、CAA 後の疲労試験片の破面に近い位置を最大主応力方向に切り出し、基材の表面形状を断面から光学顕微鏡にて観察し、基材表面の欠陥形状を計測した。

3. 結 果

3. 1 供試材断面観察と疲労試験結果

SP 後に CAA 処理を行った試験片の断面のミクロ組織を図 2 に示す。図 2 (a-1), 図 2 (b-1) はそれぞれ SP 8A + CAA, SP 15A + CAA の疲労試験片を最大主応力方向に切断したと

きの断面ミクロ組織観察写真で、図 2 (a-2)、図 2 (b-2) はそれぞれ図 2 (a-1) および図 2 (b-1) の一部を拡大したものである。写真の垂直方向が L 方向、水平方向が L 方向と垂直な方向で板厚方向 (ST 方向) を示す。表面の一部には CAA 処理により形成されたと思われるピット状の表面欠陥が認められ、内部では平均粒径 $100\ \mu\text{m}$ 以下の粗大な結晶粒と、平均粒径およそ $10\ \mu\text{m}$ 前後以下の微細な組織が混在している。SP 処理後の 7050 合金の CAA 被膜下における基材表面の形状を観察するため、SP 8A と SP 15A の表面を SEM 観察した。SP 8A および SP 15A の表面 SEM 写真を図 3 (a-1)、図 3 (b-1) に、またそれらの拡大写真を図 3 (a-2) および図 3 (b-2) に示す。いずれも表面には球状粒子の衝突による打痕が形成されており、また表面の一部にはショットの打痕同士がラップした部分が認められる。

図 4 に各供試材の S-N 線を示す。いずれの図においても縦軸に外部負荷した応力振幅 σ_a を、横軸に破断までの繰り返数を用いて整理している。航空機構造部材の設計において一般的な疲労評定部で想定される繰り返数は $10^4 \sim 10^5$ サイクルである。安全率を考慮しても想定すべき繰り返数は 10^6 サイ

クル以下であることから、疲労試験では 10^6 サイクルを超えても未破断のままである場合に試験を停止することとした。ただし、一部の試験片では疲労破壊の起点を確認するため、 10^6 サイクルを超えても 10^7 サイクル未満で破断するまで試験を行ったものもある。図 4 の図中では、 10^6 サイクル以上で未破断であったため試験を中断したデータを、試験を中断したサイクル数でプロットするとともに矢印で識別する。図 4 (a) は機械加工材 (As machined : 以降、AM と呼ぶ。)、および AM に SP 8A および SP 15A のショットピーニングを施した試験片の結果を、図 4 (b) は AM、SP 8A、SP 15A にさらにアノダイズ処理 CAA を施した試験片の結果 (以降、AM

Fig. 2 Microstructure on cross section of SP 8A + CAA and SP 15A + CAA fatigue specimens. Arrows indicate the Longitudinal (L) and Short Transverse-Longitudinal (ST) direction of the raw material.

Fig. 3 SEM images of SP 8A and SP 15A surfaces.

Fig. 4 S-N curves of AM, SP 8A, SP 15A comparing the results of AM + CAA, SP 8A + CAA and SP 15A + CAA.

+CAA, SP 8A+CAA, SP 15A+CAA と呼ぶ。)をそれぞれ示している。図 4 (a)では, SP 8A, および SP 15A は $\sigma_a=200 \sim 300$ MPa の範囲で AM に比較して長寿命化しており, SP による疲労寿命の改善効果が現れている。その差は, $\sigma_a=248$ MPa の繰返負荷では AM の疲労寿命に対して SP は 300% 長寿命化する。ただし, インテンシティの異なる SP 8A と SP 15A の疲労寿命の差はばらつきの範囲内であり, インテンシティを増加させても疲労寿命にはほとんど変化が見られない。AM や SP 後にさらに CAA を施した図 4 (b)の結果においても同様の傾向が見られ, AM+CAA と比較して SP+CAA は長寿命化しているものの, SP 8A+CAA と SP 15A+CAA の疲労寿命の差異は顕著ではない。また AM と SP の S-N 関係とは異なり, AM+CAA と SP+CAA の S-N 関係の差は低応力高寿命側で増大し, AM+CAA の疲労寿命が $\sigma_a=186$ MPa でおおよそ $N_f=1.1 \times 10^5$ サイクルなのに対して SP+CAA の疲労寿命は $\sigma_a=248$ MPa でも 10^6 を超える結果となった。

AM および SP 各条件において, CAA の有無による S-N 関係の変化を比較するため, 図 4 (a)と図 4 (b)の結果を重ねたものが図 4 (c)である。AM+CAA の疲労寿命は AM よりも 30% 程度低下しており, アノダイズによる寿命低下が顕著である。一方, SP 8A, SP 15A は CAA の有無による疲労寿命変化がほとんどなく, $\sigma_a < 250$ MPa の低応力では SP+CAA の方が SP よりもむしろ長寿命化する試験片もあった。

Fig. 5 SEM image on a SP 8A + CAA fracture surface, which was fractured at 7.1×10^4 cycles under $\sigma_a=279$ MPa. EPMA mappings of Al and Cr at the white frame in the SEM image.

3. 2 疲労き裂発生点の破面調査結果

著者らは高強度アルミニウム合金 7050 の疲労破壊に及ぼす CAA 処理の影響に関して検討を行い, CAA 処理後の疲労寿命は処理前と比べて低下し, それがアノダイズ皮膜下の基材表面に発生したピット状表面欠陥を起点として疲労き裂が進展するためであることを明らかにした¹⁾。本研究では SP 後にこの CAA を施した場合の疲労寿命を評価の対象としており, 本試験片においても疲労破壊の起点位置における CAA によるピットの有無を確認しておく必要がある。そのため, 前報と同様に疲労破面起点部の様相を SEM により観察し, 初期き裂の形態を検討した。

SP+CAA 試験片の代表的な疲労起点部破面の SEM 観察写真を図 5~図 8 に示す。著者らは, AM+CAA の疲労破壊はアノダイズ皮膜が基材内部に入り込んだピット状表面欠陥を起点としていることを報告した¹⁾。それに対して SP+CAA の疲労起点部の形態は, 大きく 3 種類に分類できた。第一に図 5 の SEM 写真の白破線で囲んだピット状表面欠陥を起点とする場合, 第二に図 6 の SEM 写真中に矢印で示すようなショット球の衝突により表面に生じた圧痕のラップ部や図 7 の SEM 写真中に白破線で示すファセット状破面などのピット以外の基材表面に起因した欠陥を起点とする場合, そして第三に図 8 に示すような内部起点となる場合である。疲労破壊のき裂の起点が表面にある場合, その起点が図 5 に示した CAA 処理によるピット状表面欠陥に起因したものであるか, あるいは図 6 に示したようなピットではない表面に起因した欠陥を起点としたものであるかを判別するため, 起

Fig. 7 SEM image of the fracture surface of SP 8A + CAA and EPMA mappings of Al and Cr of black frame in SEM image. The specimen fractured at $N_f=6.7 \times 10^5$ cycles under $\sigma_a=311$ MPa.

Fig. 6 SEM image of the fracture surface of SP 15A + CAA and EPMA mappings of Al and Cr in SEM image. The specimen fractured at $N_f=2.7 \times 10^5$ cycles under $\sigma_a=248$ MPa.

Fig. 8 SEM images of crack initiation site on fracture surface in SP 8A + CAA specimen. $\sigma_a = 266$ MPa and $N_f = 2.3 \times 10^6$ cycles.

Table 1 Initial crack dimension observed on the fracture surfaces

Condition	Stress amplitude σ_a /MPa	Type of initial crack	Pit dimension of initial cracks			Number of cycles, N_f /cycles	Corresponding images of fracture surfaces
			Depth, $a_0/\mu\text{m}$	Half of width, $c_0/\mu\text{m}$	Aspect ratio, a_0/c_0		
AM+CAA	311	CAA pit	36	48	0.8	23481	-
	311	CAA pit	32	45	0.71	24053	-
	248	CAA pit	26	31	0.8	46226	-
	248	CAA pit	22	34	0.7	44591	-
	186	CAA pit	29	34	0.9	119346	-
SP 8A+CAA	373	Surface defect	-	-	-	29066	-
	373	CAA pit	83	21	4.0	24395	-
	311	CAA pit	19	13	1.5	64906	-
	311	Surface defect	-	-	-	66509	Fig.7
	311	CAA pit	11	14	0.8	72795	-
	311	CAA pit	48	17	2.9	58076	-
	279	CAA pit	121	15	8.0	60173	-
	279	CAA pit	97	33	2.9	70172	Fig.5
	279	CAA pit	23	11	2.1	130961	-
	266	Sub-surface	-	-	-	2301135	Fig.8
	248	CAA pit	103	19	5.3	150234	-
	248	Sub-surface	-	-	-	3454903	-
	248	Sub-surface	-	-	-	4289663	-
SP 15A+CAA	373	Surface defect	-	-	-	23291	-
	311	CAA pit	94	10	9.5	64380	-
	311	Surface defect	-	-	-	105143	-
	248	Surface defect	-	-	-	272584	Fig.6
	248	CAA pit	15	18	0.8	181399	-

点部の欠陥の化学組成を EPMA によりマッピング分析し、CAA 皮膜に含まれる Cr や母材の Al の分布を調べた。図 5～図 7 には各試験片破面の起点部周辺を EPMA でマッピング分析した結果を破面写真に対応させて示している。図 5～図 7 に示した Al と Cr のマッピング像から分かる通り、図 5 の起点部には初期き裂となった欠陥の形状に沿って基材から Al が欠落し、Cr が侵入していることが分かる。この Cr はアノダイズ皮膜に含まれる成分である。すなわち、SP+CAA の場合も AM+CAA の場合と同じく、図 5 に示すような CAA 皮膜が基材内部に入り込んだピット状表面欠陥が疲労破壊の起点となることが示される。図 7 の表面には一部図 5 で見られたような Cr が侵入したピットと思われる欠陥が認められたものの、疲労破壊の初期き裂は図 6、図 7 のようなファセットやショット球の圧痕がオーバーラップした部分が起点となっており、ともに疲労破面の起点位置には Cr が入り込んだピット状表面欠陥の存在は認められなかった。同様の観察を他の試験片に対しても行い、破面の起点部にアノダイズによるピット状表面欠陥が見られた場合、この欠陥の形状として基材表面から最深部までの直線距離と、欠陥の表面

投影幅を計測した。表 1 に疲労試験片の破面に見られた起点の種類と試験片の疲労寿命の関係をまとめる。EPMA のマッピングにより起点部にピット状表面欠陥が認められた場合は、その形状をあわせて示す。図 9 に AM+CAA および SP+CAA の S-N 関係を疲労破壊起点の種類別にプロットした。内部起点であった疲労試験片は SP 8A+CAA の低応力高寿命側の 3 点のみで、その他はピット状表面欠陥または表面に起因した起点となっていた。ピット状表面欠陥が疲労起点となった頻度は、インテンシティの大きい SP 15A+CAA の方が SP 8A+CAA よりも少なかった。しかしながら、ピット状表面欠陥が疲労起点となるのは、ある特定の応力範囲あるいは寿命範囲の疲労試験条件に限定されるわけではなく、同一応力で疲労試験を行った試験片であっても、ピット状表面欠陥ではない表面に起因した欠陥の 2 種類が混在していた。

3. 3 CAA 後の表面ピット分布と疲労破壊の初期き裂

CAA 処理後の 7050 合金の疲労寿命は、ピット状欠陥の存在とその形状に強く依存することを報告したが¹⁾、SP 後に CAA を行った場合の疲労破壊の起点位置には必ずしもピット状表面欠陥が認められなかった。また、同じピット状表面

Fig. 9 The relationship between the fatigue life and the type of initial crack of AM + CAA, SP 8A + CAA and SP 15A + CAA.

欠陥を起点とする場合でも、AM + CAA と SP + CAA では起点位置のピット状表面欠陥の形状に異なる特徴が見られた。疲労寿命に占めるき裂発生および初期のき裂進展の寿命の割合は大きく、起点位置における初期き裂の形状を詳細に評価することは、CAA の有無による SP 試験片の疲労寿命を評価する上で重要な意味を持つ。すなわち、AM + CAA と SP + CAA の疲労破壊の初期き裂に違いが見られた要因を調べるためには、SP + CAA 試験片の疲労破壊の初期き裂の形状と、疲労破壊の起点部以外の CAA 後の表面に存在するピット状表面欠陥の関係をすることが有効である。

疲労試験片の表面に存在するピット状表面欠陥は、破断後の疲労試験片の破面近傍を最大主応力方向に切断し、断面観察により測定した。各ピット状表面欠陥の形状測定は、表面から最深部までの直線距離を深さ a_0 、表面投影幅を幅 $2c_0$ とした。同様の計測を複数の疲労試験片に対して行い、断面観察からピット状表面欠陥の形状測定を繰り返し行った。得られた結果を図 10 に示す。図 10 では個々のピット状表面欠陥の深さ a_0 と幅 c_0 のアスペクト比 a_0/c_0 を深さ a_0 に対してプロットしている。白抜きの点は任意断面の観察で計測したピット状表面欠陥の形状を、黒塗りの点は比較のため表 1 に示す疲労破面で観察された起点部のピット状表面欠陥の形状を示す。図 10 の白抜きの点で示す任意断面観察で計測したピット状表面欠陥は、ばらつきは大きいものの、アスペクト比 a_0/c_0 と深さ a_0 の関係は、ほぼ $c_0 = 2.5 \sim 25 \mu\text{m}$ の 2 直線で表される領域内にある。疲労起点となった破面のピット状表面欠陥である図 10 の黒塗りの点を任意断面の観察により計測した結果である白抜きの点と比較すると、AM + CAA, SP + CAA とともに同一深さの断面のピット状表面欠陥の中でも a_0/c_0 が小さい $c_0 = 25 \mu\text{m}$ 前後のピット状表面欠陥、すなわち表面幅の大きなピット状表面欠陥が疲労破壊の起点となったことが分かる。

図 10 に白抜きで示した任意断面のピット状表面欠陥の形状を AM + CAA と SP + CAA で比較すると、AM + CAA よりも SP + CAA の方が a_0 、 a_0/c_0 とともに大きくなっている。AM + CAA と SP + CAA とでは供試体製造時に行う表面処理プロセスが異なっており、SP + CAA 試験片は SP 後に表面に

Fig. 10 Distributions of pits observed on cross-sections and fracture surfaces in AM + CAA, SP 8A + CAA and SP 15A + CAA fatigue coupons.

付着したショット球の残渣除去を目的として酸性溶液によるエッチングを行っている。7050 合金のような析出強化型の高強度アルミニウム合金は、強酸の酸性溶液でエッチングを行うと結晶粒界の析出物や化合物が選択的に腐食される⁵⁾。本試験で使用した 7050 合金は、図 2 の断面写真に見られるように圧延方向である L 方向に結晶粒が伸長している。このようなマイクロ組織を有する場合の粒界析出物や化合物は結晶粒の伸長方向と平行に生成する。すなわち、SP + CAA で発生するピット状表面欠陥の深さ a_0 、アスペクト比 a_0/c_0 がともに AM + CAA よりも大きくなったのは、結晶粒界や析出物が表面から内部に伸長しているため、酸性溶液中のエッチング中に生じる腐食の成長速度が幅方向への成長速度よりも深さ方向への成長速度が速いことによるものである。

3. 4 SP 後の残留応力

インテンシティの異なる SP 8A と SP 15A で形成される基材表面近傍の残留応力の分布を測定した。測定には X 線残留応力測定法を用い、表層部をエッチングにて逐次除去しながら表面からの測定を繰り返すことで内部方向への分布を調査した。得られた結果を図 11 に示す。比較のため図 11 には AM の残留応力分布も示している。

図 11 に示す SP 8A, SP 15A の残留応力の分布はいずれも表面から一定の深さまで徐々に圧縮残留応力が增大し、ある位置でピークをもったのち引張側へと推移し、AM 材の残留応力に近づく。SP 材の残留応力を、圧縮残留応力の最大となるピーク位置を境に表面側と内部側でそれぞれの領域について Robertson の式⁶⁾を用いて計測結果の近似式を最小二乗近似により算出した。得られた近似曲線を図 11 に実線または破線で示す。

SP 15A と SP 8A を比較すると、圧縮残留応力のピーク値は同程度であるが、ピーク位置と圧縮残留応力から引張応力に転じる深さに違いが見られた。SP 8A と SP 15A のピーク位置はそれぞれ、40 μm 前後と 160 μm 前後で、圧縮側から引張側に移る位置はそれぞれ 100 μm と 300 μm である。

Fig. 11 Residual stress distribution from surface to the depth direction of AM+CAA, SP 8A+CAA and SP 15A+CAA specimens.

すなわち、SP 8Aの方がSP 15Aよりも圧縮残留応力の存在する領域の深さが1/3程度小さい。ただし、表面層の圧縮残留応力の計測結果はインテンシティの大きいSP 15Aの方が小さい。このように、異なるインテンシティでSP処理を施した表面近傍の圧縮残留応力は、インテンシティの増加とともに圧縮残留応力のピーク値は一定のままピーク位置と圧縮残留応力の存在領域が深化する傾向にある。

4. 考 察

4. 1 アノダイズ後の疲労破壊の起点

AM+CAA試験片の疲労起点となったピット状表面欠陥は、深さが20~30 μm前後でアスペクト比が $a_0/c_0 < 1$ となる浅く扁平な形状のものが支配的であった。SP+CAA試験片でもAM+CAA試験片と同様にピット状表面欠陥を起点としているものも見られたが、SP+CAA疲労試験片で起点となったピット状表面欠陥の形状には異なる特徴が見られ、特にSP 8A+CAAでは深さ a_0 が大きくアスペクト比も $a_0/c_0 > 1$ と細長い欠陥を起点としたものが多く見られた。AM+CAA試験片とSP+CAA試験片の違いは、3.3項で比較した表面処理プロセスの違いに伴うピット状表面欠陥の存在頻度やその形状の違いと、表面の圧縮残留応力の有無にある。そこで圧縮残留応力場の異なる条件下で種々の形状のピット状表面欠陥をき裂と見なした場合のき裂前縁の応力拡大係数幅を破壊力学に基づき算出し、AM+CAAとSP+CAA試験片の疲労起点の形状の違いが見られた要因について検討する。

村上ら^{7),8)}は表面の微小なき裂を起点とした疲労き裂の進展の有無を議論する場合に、表面のき裂または欠陥を最大主応力方向に投影した投影面積の平方根 $\sqrt{area}$ を用いて評価する手法が有効であることを報告している。図10に示すような形状の分布を持った疲労試験片の表面に存在する微小な欠陥を、図12に示すような表面に半だ円形状とみなすと、外部応力 σ_0 が表面微小欠陥の前縁における応力拡大係数 K_I の最大値 $K_{I,max}$ が次式によって表される^{7),9)}。

$$K_{I,max} = 0.650\sigma_0\sqrt{\pi\sqrt{area}} \quad (1)$$

ここで、表面半だ円き裂の投影面積の平方根 $\sqrt{area}$ は図12の模式図に示す深さ a_0 、幅 $2c_0$ を用いて、次式で求められる。

Fig. 12 Schematic model of semi-elliptical crack in residual stress field adopted in the calculation of the stress intensity factor, K .

$$\sqrt{area} = \sqrt{a_0 c_0 \pi / 2} \quad (2)$$

有効応力拡大係数範囲 ΔK_{eff} は、残留応力場による応力拡大係数 K_R と $K_{I,max}$ から重ね合わせの理論により次式で表される¹⁰⁾。

$$\Delta K_{eff} = K_{I,max} + K_R \quad (3)$$

式(2)の $\sqrt{area}$ の算出では、図10の黒塗りの点で示す疲労破壊の起点となったピット状表面欠陥の幅より、 $c_0 = 25 \mu m$ を用いた。 K_R は次式で表される任意応力場中における半だ円表面き裂の応力拡大係数の解¹¹⁾を用いて算出した。

$$K_R = \sigma_R \sqrt{\frac{\pi a}{Q}} \cdot F_s(a/c, a/t, c/w, \phi) \quad (4)$$

ここで S_I は残留応力、 a_0 は表面き裂最深部の深さ、 c は表面き裂の表面における幅、 t は板厚、 ϕ は深部からの角度、 w は平板の幅、 Q および F_s は形状因子を表す。式(4)の S_I は、図11に示す残留応力の近似式を用いた。初期き裂となる表面欠陥の形状は、図10の関係から、最大幅となる $c_0 = 25 \mu m$ で一定とした。深さ a_0 が異なる表面欠陥に対して、外部から $\sigma_a = 311 \text{ MPa}$ となる一様荷重が負荷された場合の ΔK_{eff} を、式(1)および式(4)から $K_{I,max}$ と K_R をそれぞれ算出し、式(3)に代入することで求めた。図13に ΔK_{eff} と a_0 の関係

Fig. 13 The relationship of effective stress intensity factor range ΔK_{eff} of SP 8A+CAA and SP 15A+CAA and initial crack depth, a_0 .

を示す。本試験で使用した供試材の ΔK_{th} は計測していないが、同種材料の ΔK_{th} が $2.04 \text{ MPa m}^{1/2}$ であること^{12),13)}を用いて図13の灰色破線で示した。

図13の KI_{max} は初期き裂となる表面欠陥の深さ a_0 が $17 \mu\text{m}$ 以上で ΔK_{th} を上回り、 a_0 が大きくなるほど増加する。SP 8A+CAAとSP 15A+CAAの K_R は図12に示す残留応力の分布に対応して a_0 が大きくなるほど低減し、 $a_0 < 110 \mu\text{m}$ の欠陥については、SP 15A+CAAよりもSP 8A+CAAの K_R の方が小さい。 ΔK_{eff} も K_R と a_0 の関係と対応して $a_0 < 110 \mu\text{m}$ の範囲においてはSP 15A+CAAよりもSP 8A+CAAの方が小さく、SP 15A+CAAの ΔK_{eff} は a_0 が $50 \mu\text{m}$ 前後で ΔK_{th} を超えてき裂の進展が可能となるのに対して、SP 8A+CAAの ΔK_{eff} は a_0 が $120 \mu\text{m}$ 以下の場合には ΔK_{th} よりも小さく、き裂の進展が抑制される。実際の疲労試験片では、表1に示すようにSP 15A+CAAの疲労破壊における初期き裂はCAAによる表面ピット状欠陥に起因しない表面欠陥を起点とする場合が多いのに対して、SP 8A+CAAは深い表面ピット状欠陥を起点としたものが多く見られたことと対応する。

ここでの解析は、図12に示したように非常に簡略化したモデルであり定量的な判断はできないが、SP 8A+CAA、SP 15A+CAAの疲労寿命がいずれもAM+CAAよりも長寿命となったのは、表層の圧縮残留応力がき裂前縁の ΔK 値の低減に寄与したためと考えられる。一般に疲労破壊における初期き裂の発生および初期の進展寿命が占める割合は大きく、初期き裂からのき裂進展の有無が疲労寿命に大きな影響を及ぼす。すなわち、本試験で使用したCAA後の7050合金のように表面に欠陥を有する場合、欠陥からの進展の有無が重要となる。 a_0 が $100 \mu\text{m}$ 前後以下の表面欠陥に対しては、SP 15A+CAA、SP 8A+CAAともに残留応力の効果によりAM+CAAよりも K 値が小さく、表面欠陥を起点としたき裂進展が抑制されるため、SP 8A+CAAとSP 15A+CAAの疲労寿命がAM+CAAと比べて向上したものと推定される。またアスペクト比が $a_0/c_0 > 1$ の表面半円き裂前縁では、最深部a点よりも表面部c点の方が ΔK 値が大きくなり、c点での K 値には欠陥の幾何学形状の影響に加えて表層の残留応力が影響し易い。そのため、残留応力のピーク位置が表面に近いSP 8A+CAAの方が、SP 15A+CAAよりも a_0/c_0 が大きなピットの場合にき裂の進展抑制効果が大きいことが示唆される。

4. 2 アノダイズ後の表面形状

前項での検討結果から、SP後にCAAを施した7050合金の疲労寿命は、基材表面のピット状欠陥の有無およびその形状によって大きく異なることが明らかになった。すなわち、7050合金のSP+CAA後の疲労寿命を評価する上で、CAA後の基材表面に発生するピット状表面欠陥形状を把握することが重要となる。CAA処理の工程の中で行うエッチングやCAAの皮膜形成過程において発生する局部腐食である。金属部材の表面に発生する孔食や隙間腐食などの局部腐食に対して、小面積の推定区間内の孔食の存在確率から大面積の構造物等に存在する孔食の最大サイズを推定する手法として、極値統計の有効性が広く知られている^{14),15)}。極値統計を用いた各条件の供試体表面に存在するピット状表面欠陥の最大

サイズの推定を行うため、以下の試験を行った。

まず図10のピットの形状測定を行った試験片の断面と同一の試験片を用いて、観察した断面ごとに最大値 a_{0max} を決定し、各最大値の区間毎の度数 f_i を求める。各条件の評価面の総数 n はAM+CAAが12点、SP 8A+CAAが52点、SP 15A+CAAが18点であった。AM+CAA、SP 8A+CAA、SP 15A+CAAの条件ごとに最大値 a_{0max} の区間別の発生頻度 f_i/n をプロットしたのが図14のヒストグラムである。SP 15A+CAAはグラフの左端側に最頻度を持ち、 a_{0max} が大きくなるほど指数関数的に減少していく。AM+CAAとSP 8A+CAAは最頻値に対して対称な正規分布的な分布であった。このような正規分布や指数関数的な分布をもつ場合、最大値 a_{0max} の分布はGumbel分布に従うことが報告されている¹⁵⁾。このときの累積分布関数 $F_I(a_{0max})$ は、次式の2重指数分布(Gumbel分布)で与えられる¹⁵⁾。

$$F_I(a_{0max}) = \exp[-\exp\{-(a_{0max} - \lambda)/\alpha\}] \quad \text{..... (5)}$$

λ は尺度パラメータ、 α は位置パラメータである。式(5)の2回対数をとると、次式のように書き換えられる。

$$-\ln\{-\ln F_I(a_{0max})\} = (a_{0max} - \lambda)/\alpha \quad \text{..... (6)}$$

ここで、 $y = -\ln\{-\ln F_I(x)\}$ とおくと、式(6)は次式のようにあらわされる。

$$y = a_{0max}/\alpha - \lambda/\alpha \quad \text{..... (7)}$$

AM+CAA、SP 8A+CAA、SP 15A+CAAのそれぞれについて y と最大値 a_{0max} の関係を求め、2重指数関数確率紙にプロットすると、図15に示すようにいずれも直線性の高い相関関係が認められた。よって、この近似直線の切片と傾きから式(6)を用いて $F_I(a_{0max})$ を得ることができる。

小面積の推定区間の $F_I(a_{0max})$ が分かると、その関係と再帰期間 T を用いて実際の疲労試験片に存在するピットの最大サイズを推定することができる¹⁵⁾。再帰期間 T と $F_I(a_{0max})$ との関係は以下の式で表せる。

$$F_I(y) = 1 - 1/T \quad \text{..... (8)}$$

また T が大きいと、式(7)は次式で表される。

$$y = \ln(T) \quad \text{..... (9)}$$

式(7)と式(9)から、 a_{0max} は次式のように書き換えられる。

$$a_{0max} = \lambda + \alpha \cdot \ln(T) \quad \text{..... (10)}$$

再帰期間 T は対象面積 S と測定面積 s の比 S/s として求められるが、本試験では断面観察でピットサイズを測定してい

Fig. 14 Histogram of surface pits observed on cross-sections in AM+CAA and SP+CAA fatigue coupons.

Fig. 15 Double exponential probability plot for all the depth included in Fig. 14.

るため、測定面積を算出することができない。そこで測定面積 s をピットの形状測定を行った断面の観察面端部の長さから算出した。すなわち、断面観察では観察した面をさらに $1\ \mu\text{m}$ 程度研磨除去して再度観察しても元の観察面とピットの存在状態にほとんど変化が見られなかったため、ピットの形状測定を行った断面の観察面端部の長さと同領域とみなすことで、 $s = 0.005\ \text{mm}^2$ とおける。疲労試験片の評定部の面積が $S = 600\ \text{mm}^2$ であったことから、 $T = 600/0.005 = 120000$ が得られる。式(10)より、実際の疲労試験片に存在し得る最大サイズのピット状表面欠陥のサイズは AM+CAA が $43.0\ \mu\text{m}$ 、SP 8A+CAA が $106.6\ \mu\text{m}$ 、SP 15A+CAA が $93.4\ \mu\text{m}$ となった。表 1 および図 10 に示す疲労破壊の起点となったピット状表面欠陥の形状と比較すると、各条件の疲労破壊の起点となったピット状表面欠陥の深さの最大値はそれぞれ AM+CAA が $36\ \mu\text{m}$ 、SP 8A+CAA が $121\ \mu\text{m}$ 、SP 15A+CAA が $94\ \mu\text{m}$ であった。推定されたピット状表面欠陥のサイズは断面観察の結果から類推したものであるが、実際のピット状表面欠陥は 3 次元的な形状であるため、多少の差異は見られるものの、疲労破壊の起点となったピット状欠陥のサイズと、断面観察から推定したピット状表面欠陥の最大サイズには比較的良好な対応が見られた。

5. 結 論

CAA 処理後の 7050 合金の疲労寿命に及ぼす SP の有無および強さの違いによる影響を調査し、その要因を破壊力学に基づき解析した。得られた結果を以下にまとめる。

- (1) AM は CAA により疲労寿命が低下するのに対して、SP 8A と SP 15A、およびそれらに CAA を行った SP 8A+CAA と SP 15A+CAA の疲労寿命の差は十分に小さく、インテンシティの差異や CAA の有無による疲労寿命の差異は無視しうる程度である。

- (2) SP+CAA の疲労起点には深さ $50\ \mu\text{m}$ 以上で深さと幅のアスペクト比 $a_0/c_0 > 1$ で深く深いピット状表面欠陥と、深さ $10\ \mu\text{m}$ 以下で $a_0/c_0 < 1$ の浅く扁平な欠陥やファセットなどの表面近傍の欠陥、および応力振幅 σ_a が $266\ \text{MPa}$ 以下の低応力で見られた内部起点の 3 種類が混在していた。
- (3) CAA 後の 7050 合金のように表面欠陥を有する場合の疲労破壊では、SP のインテンシティが小さな SP 8A+CAA の方が SP 15A+CAA よりも最表面での圧縮残留応力が大きいこと、深さ a_0 が $100\ \mu\text{m}$ 前後以下の表面欠陥における ΔK_{eff} が小さく、表面欠陥を初期き裂としたき裂の発生およびき裂進展の初期段階における進展抑制効果は大きい。
- (4) SP+CAA の疲労破壊がピット状表面欠陥を起点とする場合、初期き裂となったピット状表面欠陥の深さは、表面に存在し得る最大深さのピットに相当する。
- (5) 7050 合金に CAA を行う場合に、素材と同等以上の疲労寿命を得るためには、インテンシティ $0.08\ \text{mmA}$ から $0.15\ \text{mmA}$ 前後までの範囲ではインテンシティを増加させても疲労寿命の向上効果に差異はない。

(Received December 9, 2013 ; Accepted February 18, 2014)

文 献

- 1) A. Inoue, T. Tagawa, T. Ishikawa ; *J. Japan Inst. Metals*, **74**, 307 (2012).
- 2) A. Camargo, H. Voorwald ; *Fatigue Fract Engng Mater Struct.*, **30**, 993 (2007).
- 3) A. Camargo, H.J. Cornelis, V.M.O.H. Cioffi, M. Yoshikawa, P. Costa ; *Surface & Coatings Technology*, **201**, 9448 (2007).
- 4) M. Chaussumier, M. Shahzad, C. Mabru, R. Chieragatti, F. Rezaï-Aria ; *Proce. Eng.*, **2**, 995 (2010).
- 5) P. A. Shweitzer ; *Corrosion Engineering Handbook*, p. 99 (CRC Press Inc., 1996).
- 6) G. T. Robertson ; *Shot Peener*, **11**, 46 (1997).
- 7) Y. Murakami, K. Matsuda ; *Trans. Jpn. Soc. Mech. Eng. A*, **53**, 871 (1987).
- 8) Y. Murakami ; *Eng. Fract. Mech.*, **22-1**, 101 (1985).
- 9) Y. Murakami, M. Endo ; *J. Soc. Mater. Sci., Japan*, **35**, 911 (1986).
- 10) A. Todoroki, H. Kobayashi ; *Trans. Jpn. Soc. Mech. Eng. A*, **54**, 30 (1987).
- 11) J. C. Newman Jr, E.P. Phillips, M.H. Swain ; *Int. J. Fatigue*, **21**, 109 (1999).
- 12) J.J. Schutte ; *Eng. Fract. Mech.*, **76**, 1037 (2009).
- 13) P. White, S.A. Barter, L. Molent ; *Int. J. Fatigue*, **30**, 1267 (2008).
- 14) Y. Ishikawa, T. Ozaki ; *J. Japan Inst. Metals*, **21**, 133 (1982).
- 15) T. Shibata ; *Boushoku-Gijutsu (presently Zairyo-to-Kankyo)*, **37**, 768 (1988).