

論文 / 著書情報
Article / Book Information

題目(和文)	電気化学的手法による疲労き裂伝播機構に関する研究
Title(English)	
著者(和文)	下条雅幸
Author(English)	Masayuki SHIMOJO
出典(和文)	学位:博士(工学), 学位授与機関:東京工業大学, 報告番号:甲第2493号, 授与年月日:1992年3月26日, 学位の種別:課程博士, 審査員:
Citation(English)	Degree:Doctor of Engineering, Conferring organization: Tokyo Institute of Technology, Report number:甲第2493号, Conferred date:1992/3/26, Degree Type:Course doctor, Examiner:
学位種別(和文)	博士論文
Type(English)	Doctoral Thesis

電気化学的手法による
疲労き裂伝播機構に関する研究

東京工業大学 総合理工学研究科 材料科学専攻

下条雅幸

目次

第1章 緒論.....	1
本論文の背景.....	1
従来の疲労き裂伝播の研究.....	2
破壊力学的パラメータによるき裂伝播速度の記述について.....	2
き裂進展モデルについて.....	5
従来の疲労き裂伝播研究のまとめ.....	6
ひずみ電極法.....	6
従来のひずみ電極法.....	6
ひずみ電極法の疲労き裂伝播への応用.....	8
本論文の目的と意義.....	8
本論文の構成.....	9
参考文献.....	16
第2章 疲労き裂先端で1サイクルに生成される新生面面積の定量化.....	20
緒言.....	20
実験方法.....	21
定電位き裂伝播試験.....	21
定電位引張試験.....	23
実験結果.....	24
定電位き裂伝播試験.....	24
定電位引張試験.....	24
考察.....	25
空気中および水溶液中でのき裂伝播速度の比較.....	25
分極電流中に含まれる電流成分の検討.....	25
観察された分極電流波形について.....	27

疲労1サイクルに流れた電荷量とき裂伝播速度の関係.....	28
疲労1サイクルに流れた電荷量の周波数依存性.....	28
1サイクルに流れた電荷量と試験片厚さの関係.....	29
疲労1サイクルに生成した新生面面積の定量化.....	29
小括.....	32
参考文献.....	59
第3章 き裂先端で生成する新生面面積に及ぼす応力比の効果.....	62
緒言.....	62
実験方法.....	63
新生面面積測定.....	63
破面観察.....	64
実験結果.....	64
新生面面積測定.....	64
破面観察.....	64
考察.....	65
パリス域における新生面面積.....	65
パリス域における新生面面積の応力比による変化.....	67
小括.....	68
参考文献.....	86
第4章 き裂先端で生成する新生面面積の材料による変化.....	87
緒言.....	87
実験方法.....	87
実験結果.....	88
考察.....	89
き裂進展機構の比較.....	89
き裂伝播速度の材料による変化.....	90

き裂先端での塑性変形の材料による変化.....	91
小括.....	92
参考文献.....	117
第5章 急速進展域における新生面面積.....	118
緒言.....	118
実験方法.....	118
実験結果.....	119
考察.....	120
小括.....	122
参考文献.....	130
第6章 総括.....	131

第1章 緒論

1.1 本論文の背景

金属に繰り返し応力が負荷されると、その応力がマクロな降伏応力よりも小さい場合でも破壊する事があり、これを疲労と呼んでいる。歴史的には1843年に鉄道車軸の破壊について、鋼が使用中に劣化することが報告されており、これがはじめて文献に現われた疲労現象と考えられている[1]。その後、非常に多くの研究が行なわれてきたにもかかわらず、疲労を生じる機構が十分に明かとなったわけではなく、未だに航空機、原子力発電所、各種プラントなど多くの構造物の損傷事故の大きな原因となっている。

ところで、この疲労による破壊の過程は応力負荷の繰り返しに伴い、以下のような経過をたどると考えられている[2]。

- 1.疲労き裂の発生
- 2.疲労き裂の伝播
- 3.最終的な不安定破壊

これらのうちいずれの過程でも、進行を止める、あるいは遅らすことができれば、疲労破壊の防止あるいは疲労寿命の増加につながる。構造物を設計するうえで大きく分けて、safe lifeとfail safeの2つの思想がある。Safe lifeは使用期間中にき裂が発生しないように設計するものであるが、き裂の発生は確率的に広い分布を持つため、安全を保つためにはき裂発生確率を十分低くする必要があり、そのために重量的あるいは経済的に無駄が多い。一方、fail safeは使用期間中に定期点検を行ない、点検の時点でき裂が検出されなかったものが、次の定期点検までは最終的な破壊にいたらないようにする設計であり、安全性を損なわず重量、コストを抑えることができる。この設計では次回の点検までの間に、発生したき裂がどの程度進展するかを見

積る必要があり、疲労き裂伝播に関するデータが不可欠である[3]。

1.2 従来の疲労き裂伝播の研究

Forsyth[4]はき裂伝播過程を次の3つの段階に分類している。

第1段階：結晶学的なすべり面に沿って進展する過程

第2段階：引張応力に垂直に進展する過程

第3段階：引張荷重による最終的な不安定破壊

第2段階は、さらにフラクトグラフィ的様相から、微視的組織の痕跡が残る2a段階、ストライエーション形成機構が支配的な2b段階、ディンプル、へき開、粒界割れなどの静的破壊に類似した特徴が現われる2c段階の3つに分類される。通常2a→2b→2cと遷移するが、材料や試験条件によって2b、2cのいずれかが出現しない場合もある[5-7]。

第2段階の疲労き裂伝播の研究は、大きく2つの方向に分けられる。

- 1.マクロ的なき裂伝播速度を破壊力学的なパラメータで記述しようとするもの。
- 2.ミクロ的なき裂進展モデルを提案しているもの。

Fail safeによる設計を行なう際に、第2段階は、第1段階に比較してき裂伝播速度がかなり速いため、き裂伝播量の見積により厳密さが要求される。したがって、第2段階に関する研究は重要である。そこで、本論文では第2段階の疲労き裂伝播について議論する。

1.2.1 破壊力学的パラメータによるき裂伝播速度の記述について

き裂先端における変形様式として、開口形のモードI、面内せん断型のモードII、面外せん断形のモードIIIの3種類がある。

破壊力学では、き裂が存在する物体に力が加わっている場合、き裂近傍の応力や

変位に対応するパラメータとして応力拡大係数が用いられている。上述の3つのモードに対してそれぞれ K_I , K_{II} , K_{III} が定義されている。通常、第2段階のき裂ではモードIの変形が最も低い荷重で起きるため、最も危険側である。そこで、本論文ではモードIのき裂を扱い、以後断わりのない場合 K_I を考える。

き裂を有する完全弾性体にモードIの荷重を加えた場合、き裂前方の荷重軸方向の応力は、応力拡大係数を K 、き裂先端からの距離を r として、 $K/\sqrt{2\pi r}$ で表わされ、き裂先端では応力は無限大となる。

弾塑性体を考え降伏条件を考慮すると、き裂先端で材料が塑性変形する領域の大きさは、

$$r_p = A \left(\frac{K}{\sigma_{ys}} \right)^2 \quad (1)$$

で表わされる。ここで σ_{ys} は材料の降伏応力、 A は定数である。このとき、き裂先端位置でのき裂開口量をき裂先端開口変位(Crack Tip Opening Displacement, CTOD)と定義し、

$$CTOD = A' \frac{K^2}{E \sigma_{ys}} \quad (2)$$

と求められている。ここで、 A' は定数、 E は材料のヤング率である[8-9]。

疲労き裂の場合、Parisら[10-11]によってき裂伝播速度 da/dN と応力拡大係数の振幅 ΔK の関係が指摘されて以来、 ΔK をパラメータとする表示が一般的となっている。

き裂伝播速度 da/dN を応力拡大係数幅 ΔK の関数として両対数でプロットするとFig. 1-1に模式的に示すようにS字形になり、その傾きの変化からa)下限界進展域、b)定常進展域(パリス域)、c)急速進展域の3つの部分に分類できる[2]。

パリス域ではParis, Erdogan[11]による関係式

$$da/dN = C(\Delta K)^m, \quad C, m: \text{定数} \quad (3)$$

が汎用され、パリス則と呼ばれている。この式に含まれるCやmは実験的に決定される材料定数であり、その物理的意味は不明確である。

これらの定数C, mについて理論的に予測する研究が多数行なわれた。

Head[12]は、塑性域内の各材料要素が引張強さに達すると破壊し、き裂が進展すると考えて、き裂伝播速度を与える式を提案している。Liu[13]は塑性変形により吸収されるエネルギーと次元解析から $m=2$ を予測している。Weertman[14-15], Rice[16]はBilby[17]らの転位モデルを疲労き裂に適用し、累積された塑性変形量がある値になると進展するという理論から、 $m=4$ を導いている。また、Lardner[18], Pookら[19]はCTOD (Crack Tip Opening Displacement, き裂先端開口変位)がき裂進展速度を決定しているという考えから、 $m=2$ と予想している。

以上のように、非常に多くの理論が提案され、その著者が示した材料、条件でのき裂伝播速度と応力拡大係数幅との関係は、そのそれぞれの理論にあっている。しかし、別の理論にはあわないといった矛盾がある。このように、指数 m でさえも統一された見解は示されていないのが現状である[20-21]。

そのうえ、ほとんどの理論では m の値は材料によらない2や4などの定数であるとされており、 m 値が材料により変化する理論は少ない[22-24]。ところが、実際の金属材料では m 値は、材料によって異なった値をとり、通常2~4、なかには6以上にまでなるものも存在する[25-27]。このことは、今までの破壊力学や、転位モデルなどでは疲労き裂伝播速度を正確に記述できないことを示している。

き裂伝播速度に対する応力比の効果については、 K_{max} による材料の静的破壊を考え、Paris域から急速進展域まで適用される式が提案されていた[28-30]。しかし、この式は現在では用いられず、Elber[31]が提案した、塑性域によりき裂閉口がおき、き裂先端にかかる ΔK が減少するという、有効応力拡大係数の考え方が用いられている。

1.2.2 き裂進展モデルについて

フラクトグラフィ的な見地からは、特にパリス域で荷重負荷1サイクルのき裂伝播に対応したストライエーションと呼ばれる縞模様が破面に残ることが知られている。しかし、フラクトグラフィは破壊が起きた後での観察であるため、ストライエーションがどの様にして生成されるか、つまり、き裂先端でどの様な変形が起きているかは明らかでない。

1960年代から様々なき裂伝播モデルが提案されている。Lairdら[32-33]やTomkinsら[34-35]は疲労き裂の断面でストライエーションと対応する耳状の突出部ができるモデル (Fig. 1-2) を提案している。しかし、耳状の突出部がどの様にしてできるかは明らかでない。また、Neumann[36-37], Pelloux[38-39], Bowlesら[40-41]はき裂先端で交差する2つのすべり面が交互に働き、塑性鈍化、再鋭化するモデル (Fig. 1-3) を提案している。

しかし、これもまた統一された見解は示されておらず、またこのようなミクロ的な見地からのモデルでマクロなき裂伝播速度を説明できていないのが現状である。まして、応力比の効果や、材料の違いによる変化を説明することは不可能である。これは、き裂先端という非常に微小な領域を、変動荷重をかけた動的な状態で観察することが困難なことが原因と考えられる。

Neumann[37]や城野[42-45]は走査電子顕微鏡(SEM)内で疲労負荷を行ない、き裂先端の挙動を観察している。しかしこの場合、観察を可能とするためにかなり大きな変形を与えなければならず、しかもあくまでも材料表面からの観察であるため材料内部と異なる応力状態である。したがって、パリス域で平面ひずみ状態のき裂先端を観察、測定した報告はない。

1.2.3 従来の疲労き裂伝播研究のまとめ

以上をまとめると、破壊力学は応力場、塑性域などを与えるが、き裂先端での材料の塑性変形の様相は与えない。様々な理論によっても完全にき裂伝播速度を求めるには至っていない。一方、フラクトグラフィは、破壊に至った後の観察であり、き裂生成に最も重要な塑性変形の過程は全く不明である。直接観察も材料表面からのものであるか、非常に薄い試片の場合であり、実際のき裂とは応力場が異なり、実際のき裂伝播挙動を説明するものではない。

疲労き裂伝播は純粋な弾性変形のみでは起こらず、き裂先端での繰り返しの塑性変形が必要である。さらに、材料の内部で塑性変形が起きてもき裂進展には直接関係するわけではない。実際にき裂伝播に直接寄与するのは、材料内部の塑性変形の結果としてき裂先端に生成する新生面であると考えられる。しかし、このき裂先端で生成する新生面面積を測定した研究はほとんど見あたらない。したがって、この新生面面積を測定することができれば、き裂伝播機構を解明する鍵が得られると考えられる。

1.3 ひずみ電極法

1.3.1 従来のひずみ電極法

き裂先端で生成する新生面面積を測定する方法として、電気化学的手法に着目した。それは、溶液中で疲労き裂を伝播させることにより、き裂先端からの情報を分極電流の変化として得るという手法である。

溶液中で金属にひずみを与え、その時の電気化学的变化を測定する方法はひずみ電極法と呼ばれ古くから研究されている[46-47]。ひずみによる電位の変化は電気二

重層[48]や混成電位の概念により説明されている[49-50]。しかし、電位の変化は一般にあまり大きくなく、感度が低い。そのため、ポテンショスタットの普及にともない、定電位に保ってひずみを与え、その時の分極電流を測定する方法が主流となっている。

ひずみによる分極電流変化には、弾性変形によるものと塑性変形によるものに分けられるが、弾性変形による電流変化は小さいため、ほとんどの測定は塑性ひずみに対する応答である[51-53]。塑性変形による電流変化は、金属表面の皮膜破壊、新生面でのアノード溶解、再不動態化などにより定量的に説明されている[54-62]。また、ひずみ電極による溶解量の大きさや再不動態化の速度が応力腐食割れ感受性と関連があることも報告されている[63-65]。これらのほとんどは単純引張変形によるものである。

Yanらは平滑材の腐食環境中の疲労において、固執すべり帯などで生成するすべりステップは活性が高いために選択的に溶解し、その溶解が分極電流の変動として観察されることを報告している[66-67]。Martinら[68-69]は、溶液中で様々な電位で繰り返し負荷をかけ、分極電流の振幅や位相の変化を観察している。Pyle, Patelら[70-75]およびMagnin[76]は平滑材において疲労サイクルごとの分極電流変化を測定し、疲労負荷1サイクル中のすべりによるアノード溶解の加速を説明した。小野[77-79]は平滑材における分極電流変化の発生原因を明らかにし、腐食疲労初期での環境効果を定量化し、疲労寿命との関係を求めている。

疲労き裂について電気化学的な方法を応用した研究はあまり多くないが、Baxterら[80-82]は、疲労負荷を与えた試験片に溶液中で電位をかけ、その時の分極電流からき裂を検出できることを報告している。Tongら[83]は、軟鋼に食塩水中で電位をかけ、疲労き裂を伝播させ、その時の分極電流を測定し、き裂先端でのアノード溶解による伝播速度の加速との関係を議論している。

以上のように、疲労負荷を与えたときに電気化学的な測定を行なった研究は、腐食疲労における腐食量と対応させたものがほとんどであり、一般の疲労き裂先端の

新生面面積と対応づけた研究はない。

1.3.2 ひずみ電極法の疲労き裂伝播への応用

一般に溶液中では、溶液による腐食のため、き裂伝播速度が変化する。つまり、き裂進展機構が大気中の場合と比較して変化してしまう[84-86]。このひずみ電極法を大気中などの一般的な疲労き裂伝播に適用するためには溶液中でもき裂伝播機構が変化しないことが条件となる。

そこで、TiおよびTi合金に着目した。TiやTi合金は室温のNaCl水溶液中で以下のような特徴がある[87-91]。

- i) 不動態化する速度が非常に速く、溶解量が非常に少ない。
- ii) すき間腐食を起こさない。
- iii) 応力腐食割れをほとんど起こさない。
- iv) 疲労き裂伝播速度が大気中と比較してほとんど変化しない。

したがって、TiおよびTi合金ではNaCl水溶液中でも疲労き裂伝播機構は変化せず、溶液中であるにも関わらず、大気中と同じき裂伝播の状態を測定できると考えられる。

よって、Ti及びTi合金を用いて電気化学的手法を応用することにより、疲労き裂先端で生成する新生面面積を測定できるものと考えられる。

1.4 本論文の目的と意義

1.2節において、疲労き裂伝播速度を記述する式中には、物理的意味が不明確で材料によって決まるといわれている定数が含まれており、その意味を説明しようとする理論が多数提案されているが、見解は統一されていないことを述べた。また、ミクロな見地からも多くのき裂伝播モデルが提案されているが、き裂先端という非常

に微小な領域を観察することが困難なため、未だ確認、統一された結論に達していないことを示した。このように疲労き裂伝播機構については、未解決な問題が残されているが、き裂先端で生成する新生面面積を測定することが可能となれば、疲労き裂伝播機構を統一する鍵が得られると考えられる。

1.3節でひずみ電極法と呼ばれる電気化学的な手法が、腐食疲労における新生面生成と関連されて議論されており、この手法を応用することにより、疲労き裂先端で生成する新生面面積を定量化できる可能性があることを示した。

本論文では、溶液中で急速に不動態化し、溶解量が非常に少ない金属-溶液系を用いて、疲労き裂先端で生成する新生面面積を定量化することを目的とした。さらに、ここで確立された手法を用いて、応力拡大係数幅や応力比の変化による新生面面積の変化、また、材料が異なった場合の新生面面積を測定し、従来の研究結果と対比、検討を行なった。

本論文による手法は、従来からある等方等質としての計算や転位論からの計算、破面観察などによる推定に対して、実験的に検証または反証を与えるものであり、疲労き裂伝播の測定方法に新しい方向を示した。本論文により、新生面面積という物理的に明確な量による検討が行なわれ、諸説の乱立する疲労き裂伝播機構を整理統一する指針を与えたと確信する。

1.5 本論文の構成

本論文は前節で述べたように、電気化学的な手法を用いて疲労き裂先端で生成する新生面面積を定量化し、さらにこの手法を用いて様々な条件での新生面面積の変化を測定、検討を行なうことを目的としている。第2章以下の本論文の構成を以下に示す。

第2章「疲労き裂先端で1サイクルに生成される新生面面積の定量化」では、新生面面積測定に電気化学的手法を応用できる条件、分極電流中に含まれる電流成分

について検討した。それにより、純Tiでは定電位疲労き裂伝播試験中の分極電流を積分した電荷量が、新生面生成速度、試験片厚さ等によらず、新生面面積に対応することを示した。また、同材料による溶液中での定電位引張試験により電荷量と新生面面積との関係を求め、き裂伝播時の新生面面積を定量化する方法を示した。

第3章「き裂先端で生成する新生面面積に及ぼす応力比の効果」では、一般にき裂伝播速度はおもに応力拡大係数幅に依存し、応力比による変化は少ないとされているが、これを第2章で確立した手法を用いて、様々な応力比において疲労1サイクルに生成する新生面面積を求めた。その結果、パリス域では各応力比ともき裂伝播速度と新生面面積は1次の比例関係があり、その比例定数は応力比によらず一定値であった。すなわち、応力比が変化しても、同じき裂伝播速度においてき裂先端では同じ量の新生面が生成しており、有効応力拡大係数の概念を補足するものとなっている。また、測定された面積は、き裂先端が90°の平面である単純なモデルで考えられる値よりもかなり大きな値であることが明かとなり、これを説明するモデルを示した。

第4章「き裂先端で生成する新生面面積の材料による変化」では、疲労き裂伝播速度の材料による変化は従来理論では十分に説明できているとは言えないことから、純Ti以外の材料について新生面面積の測定を行なった。その結果、疲労1サイクルに生成される新生面面積は材料によって異なっていた。このことは、疲労き裂を単位距離進展させるのに必要な塑性変形量が材料により異なり、それによりき裂伝播速度が変化すると考えられた。

第5章「急速進展域における新生面面積」では、従来あまり多くの議論がなされていない疲労き裂伝播の急速進展域について、新生面面積とき裂伝播速度の関係を求めた。その結果、パリス域では比例関係にあった新生面面積とき裂伝播速度との関係は、急速進展域にはいると、き裂伝播速度に対して新生面面積が小さくなる傾向があった。つまり、急速進展域ではき裂先端での変形が、パリス域とは異なっていると考えられ、この伝播機構について考察した。

第6章は以上の結果の総括である。

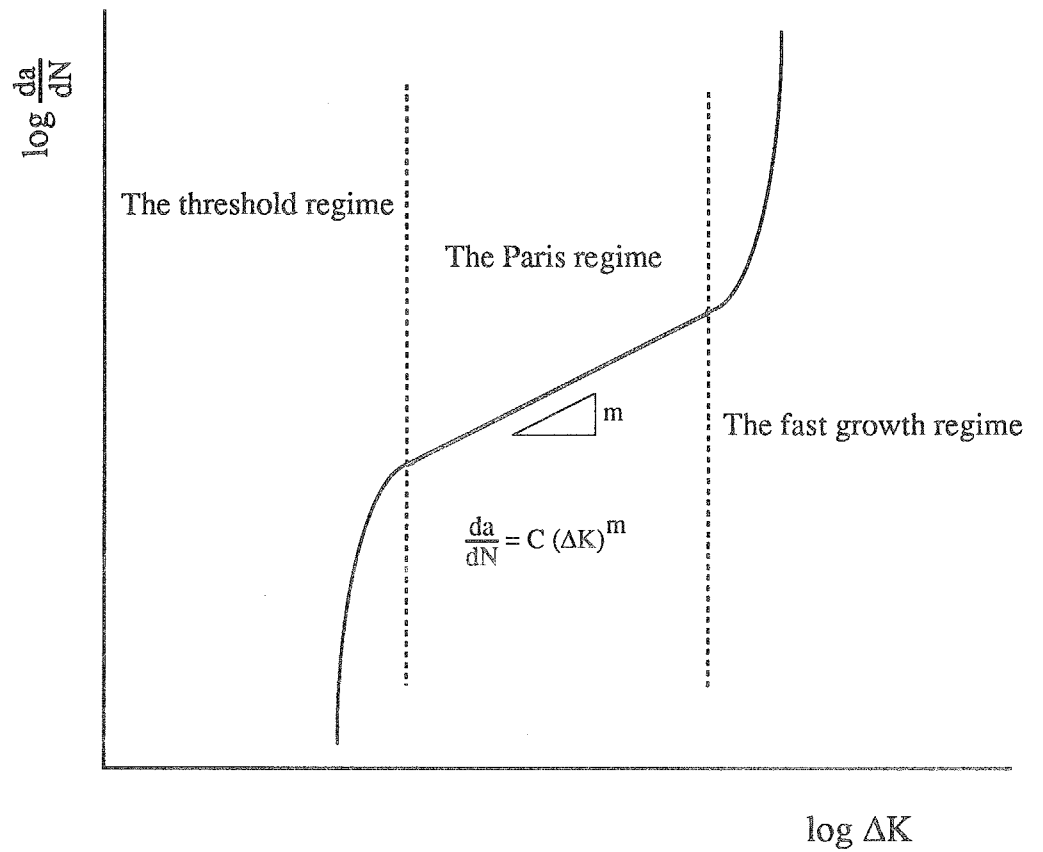


Fig. 1-1 A schematic fatigue crack propagation curve.

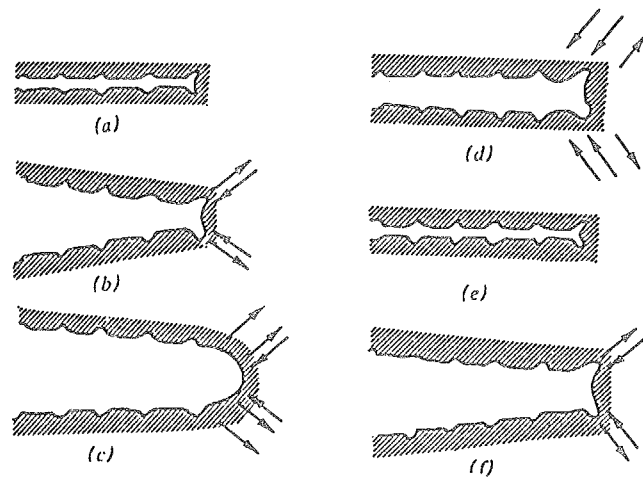


Fig. 1-2 (a) The fatigue crack propagation models proposed by Laird [33].

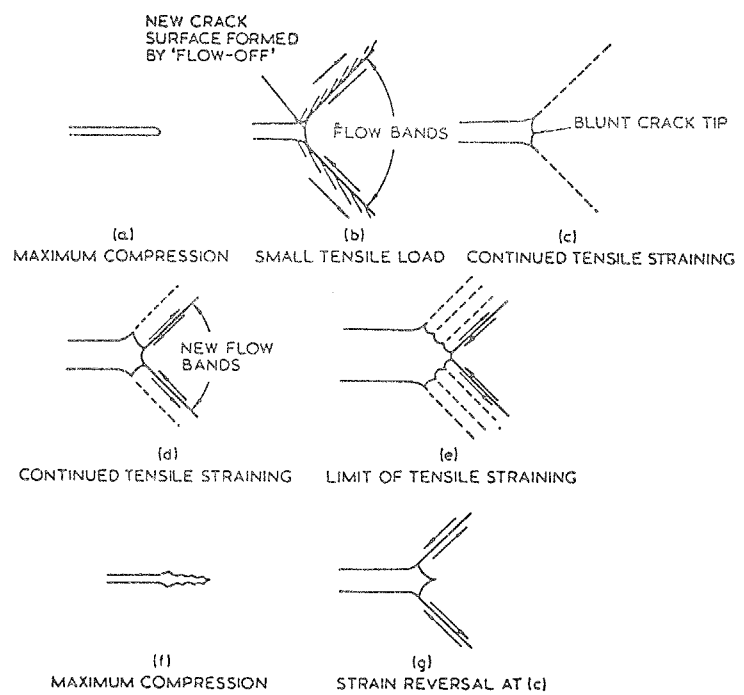


Fig. 1-2(b) The fatigue crack propagation models proposed by Tomkins [34].

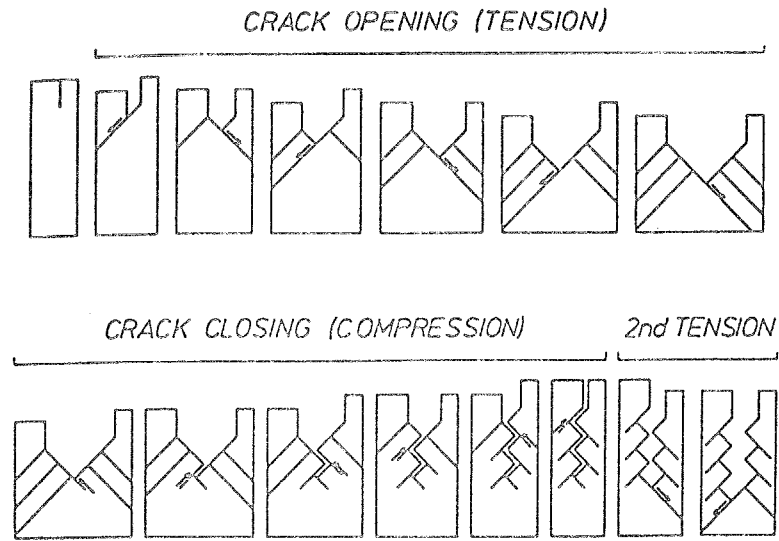


Fig. 1-3(a) The fatigue crack propagation models proposed by Neumann [37].

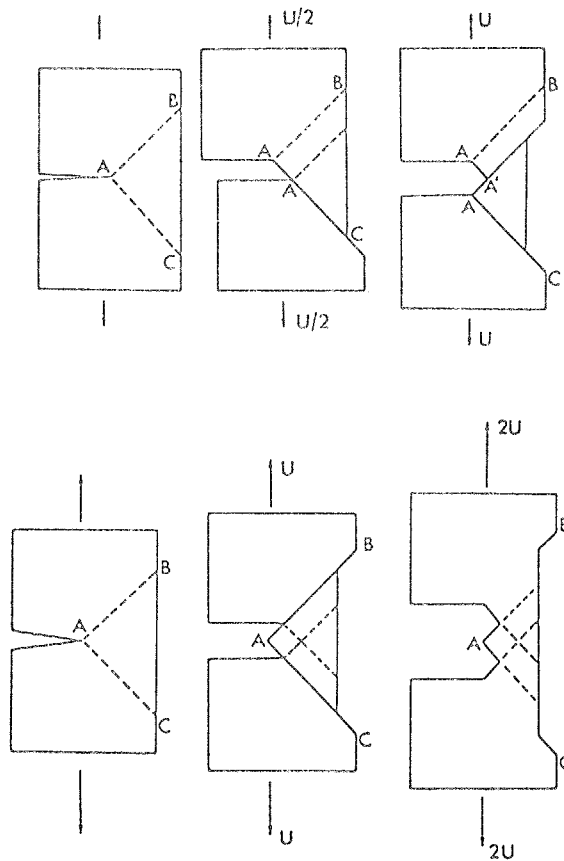


Fig. 1-3(b) The fatigue crack propagation models proposed by Pelloux [38].

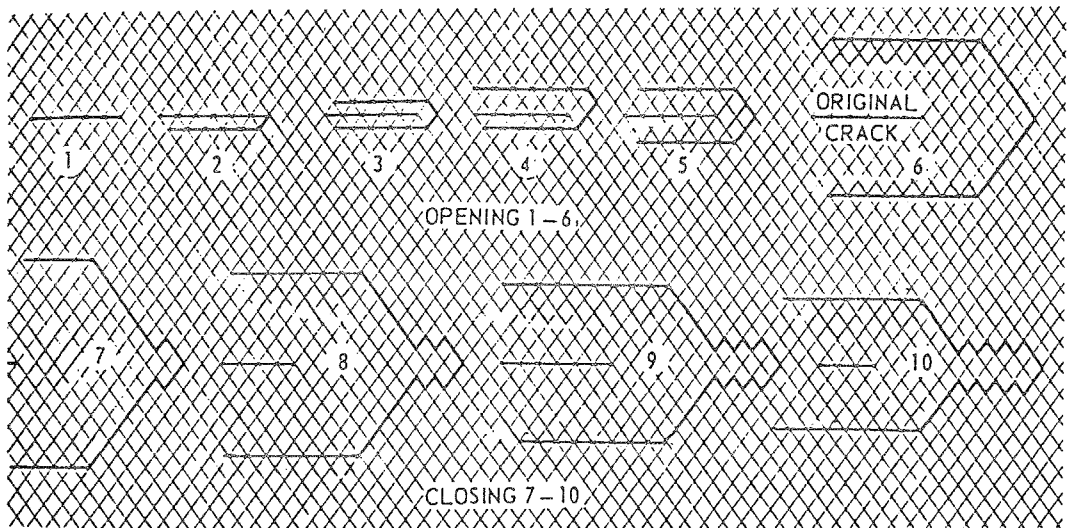


Fig. 1-3(c) The fatigue crack propagation models proposed by Bowles [40].

参考文献

- [1] 中沢一、本間寛臣；"金属の疲労強度"、養賢堂、東京、(1987).
- [2] M.Klesnil, P.Lukas; "Fatigue of Metallic Materials", Elsevier Scientific Publ.Co. Amsterdam, (1980).
- [3] 布村成具; 油空圧, No.4, (1988), 10-15.
- [4] P.J.E.Forsyth; Acta Metall., 11, (1963), 703-715.
- [5] 小林英男; 日本機械学会誌, 80, (1977), 492-497.
- [6] 中沢一、小林英男; 日本機械学会誌, 75, (1972), 1118-1126.
- [7] 小寺沢良一; "フラクトグラフィとその応用"、日刊工業新聞社、東京、(1981).
- [8] 岡村弘之; "線形破壊力学入門"、培風館、東京、(1976).
- [9] 中沢一、小林英男; "固体の強度"、共立出版、東京、(1976).
- [10] P.C.Paris; ASME paper, 62-MET-3, (1962), 1-8.
- [11] P.Paris, F.Erdogan; Trans.ASME, Ser.D, J.Basic Engng.,85,(1963),528-534.
- [12] A.K.Head; Phil.Mag., 44,(1953),925-938.
- [13] H.W.Liu; Trans. ASME, Ser.D, J.Basic Engng., 83,(1961), 23-31.
- [14] J.Weertman; Int.J.Fract.Mech., 2, (1966), 460.
- [15] J.Weertman; Int.J.Fract. 9,(1973),125-131.
- [16] J.R.Rice; ASTM STP 415, (1967), 247-311.
- [17] B.A.Bilby, A.H.Cottrell, K.H.Swinden; Proc.Roy.Soc. A272,(1963),304-314.
- [18] R.W.Lardner; Phil.Mag. 17, (1968), 71-82.
- [19] L.P.Pook, N.E.Frost; Int.J.Frac., 9,(1973),53-61.
- [20] 北川英夫; 材料,21, (1972), 710-719.
- [21] A.J.EcEvily; ASTM STP 811, (1983), 283-312.
- [22] T.Yokobori, M.Yoshida; Int.J.Fract.Mech., 10, (1974), 467-470.
- [23] B.Tomkins; Phil.Mag., 18, (1968), 1041-1066.
- [24] T.Yokobori, M.Ichikawa; Rep.Res.Inst.Strength & Fracture of Materials, Tohoku

- Univ., 4, (1968), 45-53.
- [25] C.Bathias, R.M.Pelloux; Metall.Trans.A, 4A,(1973),1265-1273.
- [26] J.P.Hickerson,Jr, R.W.Hertzberg; Metall.Trans., 3, (1972), 179-189.
- [27] 中沢一、小林英男; 機械の研究, 20, (1968), 603-608.
- [28] R.G.Forman, V.E.Kearney, R.M.Engle; Trans.ASME Ser.D., 89,(1967),459-464.
- [29] S.Pearson; Eng.Fract.Mech., 4,(1972),9-24.
- [30] H.P.Chu; ASTM STP 559, (1974), 245-263.
- [31] W.Elber; ASTM STP 486, (1971), 230-242.
- [32] C.Laird, G.C.Smith; Phil.Mag., 7,(1962), 847-857.
- [33] C.Laird, R.de LaVeaux; Met.Trans.A, 8A,(1977), 657-664.
- [34] B.Tomkins, W.D.Biggs; J.Mater.Sci., 4, (1969), 544-553.
- [35] B.Tomkins; Trans.ASME ser.H, 97, (1975), 289-297.
- [36] P.Neumann; Acta Metall., 17,(1969), 1219-1225.
- [37] P.Neumann; Acta Metall., 22,(1974), 1155-1165.
- [38] R.M.N.Pelloux; Eng.Fract.Mech., 1,(1970), 697-704.
- [39] R.M.N.Pelloux; Trans.ASM, 62, (1969), 281-285.
- [40] C.Q.Bowles, D.Broek; Int.J.Fract.Mech., 8,(1972), 75-85.
- [41] C.Q.Bowles, J.Schijve; ASTM STP 811, (1983), 400-426.
- [42] M.Kikukawa, M.Jono, M.Adachi; ASTM STP 675 (1979), 234-253.
- [43] 菊川真、城野政弘、安達正晴; 材料, 27, (1978), 853-858.
- [44] 菊川真、城野政弘、岩橋稔、市川光秋、上杉暢彦; 材料, 31, (1982), 669-674.
- [45] 城野政弘、宋智浩、後藤邦夫; 日本機械学会論文集 A, A51, (1985),1453-1456.
- [46] 遠藤彦造; 鉄と鋼, 14, (1928), 284-295.
- [47] M.T.Simnad, U.R.Evans; Trans.Faraday Soc., 46, (1950), 175-186.
- [48] K.Nobe, E.Baum, W.F.Seyer; J.Electrochem.Soc., 108, (1961), 97-100.
- [49] M.Clarke; Corros.Sci., 10, (1970), 671-678.

- [50] S.Haruyama, S.Asawa, K.Nagasaki; *Denki Kagaku*, 39, (1971), 564-569.
- [51] 大谷南海男; *鉄と鋼* 65, (1979), 556-567.
- [52] 大谷南海男; "金属の塑性と腐食反応", 産業図書, (1972).
- [53] 村田朋美; *鉄と鋼*, 60, (1974), 580-589.
- [54] A.G.Funk, J.C.Giddings, C.J.Christensen, H.Eyring; *J.Phys.Chem.*, 61,(1957), 1179-1183.
- [55] J.C.Giddings, A.G.Funk, C.J.Christensen, H.Eyring; *J.Electrochem.Soc.*, 106, (1959), 91-95.
- [56] T.P.Hoar, J.M.West; *Nature*, 181, No.4612, (1958), 835.
- [57] A.R.Despic, R.G.Raicheff, J.O'M.Bockris; *J.Chem.Phys.*, 49, (1968), 926-938.
- [58] J.R.Ambrose, J.Kruger; *Corrosion*, 28, (1972), 30-35.
- [59] T.Shibata, R.W.Staehle; *Proc.5th Int. Cong. on Metallic Corrosion*, (1974),487-492.
- [60] S.Fujimoto, T.Shibata; *Corros.Sci.*, 31,(1990), 643-648.
- [61] J.F.Rimbert, J.Pagetti; *Corros.Sci.*, 20, (1980), 189-210.
- [62] X.G.Zhang, J.Vereecken; *NATO ASI Ser.E (NLD)*, 130, (1987), 678-682.
- [63] X.G.Zhang, J.Vereecken; *Corros.Sci.*, 45, (1989), 57-62.
- [64] J.C.Scully; *Corros.Sci.*, 20, (1980), 997-1016.
- [65] 柴田俊夫; 日本材料学会腐食防食委員会研究集会資料, No.13, Mar.20, (1979), 1-15.
- [66] B.Yan, G.C.Farrington, C.Laird; *Acta Metall.*, 33, (1985), 1593-1600.
- [67] B.Yan, G.C.Farrington, C.Laird; *Scripta Metall.*, 18, (1984), 1427-1429.
- [68] J.W.Martin, D.E.J.Talbot; *Nucl.Tech.*, 55, (1981), 499-504.
- [69] D.E.J.Talbot, J.W.Martin, C.Chandler, M.I.Sanderson; *Metals Tech.*, 9, (1982), 130-134.
- [70] T.Pyle, V.Rollins, D.Howard; *J.Electrochem.Soc.*, 122, (1975), 1445-1453.
- [71] V.Rollins, T.Pyle; *Nature*, 254, (1975), 322-323.

- [72] C.Patel; Metall.Trans.A, 11A,(1980), 301-306.
- [73] C.Patel, T.Pyle, V.Rollins; Nature, 266, (1977), 517-518.
- [74] C.Patel, T.Pyle, V.Rollins; Met.Sci., 11, (1977), 185-195.
- [75] V.Rollins, T.Pyle; Nature, 254, (1975), 322-323.
- [76] T.Magnin, L.Coudreuse, J.M.Lardon; Mater.Sci.Forum, 8, (1986), 177-187.
- [77] 小野雅司; 博士論文 (1990) 東京工業大学.
- [78] 小野雅司、下条雅幸、肥後矢吉、布村成具; 鉄と鋼, 75, (1989), 113-120.
- [79] S.Nunomura, Y.Higo, M.Ono, Y.Kayano; Strength of Metals and Alloys (Proc. ICSMA8), (1988), 749-754.
- [80] W.J.Baxter, S.R.Rouze; Metall.Trans.A, 13A, (1982), 1573-1575.
- [81] W.J.Baxter; Metall.Trans.A, 13A, (1982), 1972-1932.
- [82] W.J.Baxter; Metall.Trans.A, 11A, (1980), 1999-2008.
- [83] Z.-S.Tong, B.-X.Feng, M.-Q.Li, Y.Shi; Corrosion, 42, (1986), 669-678.
- [84] 北川英夫; 防食技術, 24, (1975), 35-45.
- [85] 北川英夫; 防食技術, 24, (1975), 91-100.
- [86] 北川英夫; 日本機械学会誌, 77, (1974), 959-965.
- [87] T.W.Crooker, F.D.Bogar, W.R.Cares; ASTM STP 642, (1978), 189-201.
- [88] D.B.Dawson; Metall.Trans.A, 12A, (1981), 791-800.
- [89] T.R.Beck; Electrochim.Acta, 18,(1973), 807-814.
- [90] T.R.Beck; Electrochim.Acta, 18,(1973), 815-827.
- [91] H.H.Uhlig; "腐食反応とその制御", 産業図書、東京、(1968).

第2章 疲労き裂先端で1サイクルに生成される新生面面積の定量化

2.1 緒言

第1章で示したように、Tiのように水溶液中でも大気中と比較してき裂伝播機構が変化しない場合には、水溶液中で定電位に保持してき裂伝播試験を行い、その時流れた分極電流を解析することにより、き裂先端で生じた新生面面積を定量化できる可能性がある。

そこで、本章では実際に流れた分極電流がき裂先端で生成した新生面面積に対応する情報を持っていることを確認し、分極電流から疲労1サイクルに生成する新生面面積を求める方法を示すことを目的とし、以下の事を検討する。

1. 不動態化速度が遅く腐食量が多い場合やすき間腐食、応力腐食割れを起こす金属・溶液系ではき裂伝播機構が変化し、き裂伝播速度が大気中と溶液中で変化してしまう[1-4]。そこで、純Tiにおいて大気中と同じ機構でき裂が伝播していることを示すため、き裂伝播速度が大気中と水溶液中の不動態領域でほとんど変化しないことを確認する。
2. 分極電流中には新生面の再不動態化電流の他にもいろいろな電流が含まれていると考えられる。そこで、分極電流を構成するいろいろな要素についてそれらの大きさを検討し、疲労1サイクルに生成した新生面面積に対応した電荷量を求める。
3. 一般に大気中ではき裂伝播機構は応力周波数に依存しないといわれているので[5-6]、水溶液中でも大気中とき裂伝播機構が同じであるならば、同一のき裂伝播速度で疲労1サイクルに生成する新生面面積は周波数に依存せず、一定でなくてはならない。そこで、応力周波数を変化させて、同一の伝播速度において生成される新生面面積に対応する電荷量が変わらないことを確認する。

4.分極電流が試験片の側面や側面近傍の平面応力状態の部分からの情報のみではなく、内部の平面ひずみ状態の部分からの情報を持っていることを確認するため、試験片厚さを変化させて測定する。

5.き裂先端で生成した新生面面積を求める方法を示す。

5.を行なう際、単位面積の新生面を不動態化させるのに必要な電荷量を求める必要がある。溶液中で金属表面に不動態皮膜が存在しない面を作り、その後の再不動態化挙動を調べる方法としては次のような方法が知られている[7]。

(1)不動態皮膜が生成しないカソード側の電位に保持し、不動態皮膜が生成する電位へ変化させる。

(2)溶液中で不動態皮膜が形成される電位に保ち、金属表面を引っかく（引っかき電極法）[8-10]。

(3)大きな応力集中場をもうけた試験片を溶液中で不動態皮膜が形成される電位に保ち、急速破断させる[11-13]。

(4)溶液中で不動態皮膜が形成される電位に保ち、引っ張りひずみを与える（ひずみ電極法）[14-20]。

Tiの場合、カソード電位で水素が発生すると容易に水素化物となり、それは非常に脆いため、表面に割れが生じてしまう。(2)や(3)では、引っかいた面や、破断した面は一般に平面でなく、新生面の面積を正確に求めることは困難である。したがって、本研究では(4)の方法を用いて、電荷量と新生面面積の関係を求めた。

2.2 実験方法

2.2.1 定電位き裂伝播試験

素材は熱間圧延後焼鈍した多結晶の純Ti板であり、その化学組成、機械的性質をTable 2-1、Table 2-2にそれぞれ示す。この素材を粒径 $1\mu\text{m}$ のダイヤモンドペースト

で鏡面研磨した後、エッチングした組織写真をFig. 2-1に示す。この素材から、Fig. 2-2(a)に示す形状の、厚さ12.5mmのCT試験片をL-T方向（荷重方向がLongitudinal、き裂進展方向がTransverse方向）になるように機械加工した。また、同じ素材から厚さを6mm,25mmのCT試験片も作成した（Fig. 2-2(b),(c)）。

疲労荷重による試験片の振動により、試験片に対する水面位置が変動し、分極電流が変動する可能性がある。そこで、き裂が進展して行く部分（両側で約4cm²）をのぞき、ゴムでコーティングした。試験片のコーティングの様子と水面位置の関係をFig. 2-3に模式的に示す。

試験片、Pt板対極、Ag/AgCl参照電極によりセルを構成した。試験環境としては、室温大気飽和の0.9% NaCl水溶液中で、ポテンシオスタットにより試験片電位を不動態域である0.1V(vs. Ag/AgCl)に保って疲労き裂伝播試験を行なった。純Tiの0.9% NaCl水溶液中での分極曲線をFig. 2-4に示す。浸漬電位は約-100mV (vs. Ag/AgCl)で、測定した電位範囲で活性溶解領域はみられない。

Fig. 2-5に測定系のブロック図を示した。き裂伝播試験は横型の閉ループ・電気油圧サーボ式疲労試験機で行い、荷重の制御には0.3, 1及び3Hzのサイン波を用い、定荷重振幅でき裂を伝播させた。応力比は、き裂閉口の影響がほとんどないと考えられる0.5に設定した[21-23]。

き裂長さの測定は直流電位差法[24]を用いた。すなわち、き裂の進展にともない試験片のリガメント部の断面積が減少し電気抵抗が増加することを利用して、試験片の両端から安定度の高い直流定電流を流し、き裂の両側で発生する電位差を分解能10nVの電位差計で測定し、き裂長さに変換した。電位差法の電流は、分極電流測定に影響を及ぼさないようにき裂長さの測定時のみに10A流した。また測定系の端子や配線部にわずかでも温度差があると熱起電力を生じ、き裂長さ測定に誤差を生じてしまう。そのため、この熱起電力による誤差を打ち消すため、電流の方向を逆転し、測定された電位差を平均してき裂長さに変換した。電位差とき裂長さの関係を示す校正曲線は、別にアナコンペーパーを用いて作成した。

試験片のコーティングが施されていない部分にとどくまで、その後の測定と同じ荷重振幅で、大気中、10Hzで予き裂を導入した。その後、溶液中に浸漬して、所定の電位をかけ、十分に不動態化させた後、試験を開始した。き裂伝播試験中の分極電流及び荷重波形を同時にデジタル的に記録し、マイクロコンピュータに転送した。転送された分極電流を疲労1サイクルについて積分し、1サイクルに流れた電荷量を計算した。なお、外来ノイズの誘導により分極電流測定、及びき裂長さ測定に誤差を生じるのを防ぐため、試験片やセルはファラデーケージ内に置いた。

2.2.2 定電位引張試験

CT試験片によるき裂伝播試験では、疲労1サイクルに流れた電荷量を求めることができるが、それだけでは新生面面積は求められず、その電荷量を新生面面積に変換する必要がある。そこで電荷量と新生面面積の関係を求めるために、同一の素材、同一の環境で単軸引張試験を行なった。

Fig. 2-6に示す形状の引張試験片を、き裂伝播試験と同一の素材から、圧延方向に引張方向が一致するように機械加工した。試験片背面にはひずみゲージを接着し、試験面となる前面を1500番までのエメリー紙で研磨した後、試験面約 0.5cm^2 を残して他の部分をシリコンゴムでコーティングし、Ag/AgCl参照極とPt対極を配置した容器に取り付け、室温大気飽和の0.9% NaCl水溶液を満たした。

定電位引張試験に使用した測定系のブロック図をFig. 2-7に示す。

ポテンショスタットにより電位をき裂伝播試験と同様の 0.1V (vs. Ag/AgCl)に保ち、縦型の電気油圧サーボ式疲労試験機を用いて、約 0.05 s^{-1} の定ひずみ速度で引張ひずみを与え、設定したひずみ量に達したところで保持した。その時流れた分極電流とひずみの変化を同時にデジタル的に記録した。電流が十分に減少し安定するまで待ち、1本の試験片で設定ひずみ量を変えて、この操作を試験片がネッキングする直前まで繰り返した。設定するひずみの増加量を 0.005 から 0.13 まで変化させて10本の

試験片について測定を行なった。

記録したひずみ及び分極電流をマイクロコンピュータに転送し、解析した。

2.3 実験結果

2.3.1 定電位き裂伝播試験

Fig. 2-8に純Tiを0.9% NaCl水溶液中で、電位0.1V(vs. Ag/AgCl)に保ち、応力比0.5で測定したき裂伝播速度と応力拡大係数幅の関係を示す。き裂伝播速度が約 1×10^{-8} から 1×10^{-6} (m/cycle)の範囲がパリヌ域である。

Fig. 2-9に純Tiの応力比 $R=0.5$ 、応力周波数1Hzにおける疲労き裂伝播速度を大気中および0.9% NaCl水溶液中、電位0.1V(vs. Ag/AgCl)で測定したものを示す。急速進展領域付近でやや違いがあるものの、その差は他の金属と比較して小さく、特にパリヌ域ではほぼ等しいき裂伝播速度を示している。

Fig. 2-10に典型的な例として、試験片厚さ12.5mm、応力周波数0.3Hz、き裂伝播速度約 1×10^{-6} m/cycleにおける分極電流の波形とその時の荷重波形を示す。Fig. 2-11には応力周波数1Hzの場合の同伝播速度における分極電流波形と荷重波形を示す。どちらも、荷重が増加しているときに主にアノード電流のピークが観察された。最小荷重時の電流値は1Hzの場合の方が大きくなっている。

2.3.2 定電位引張試験

Fig. 2-12に引張試験時のひずみと分極電流の変化の一例を示す。この図のひずみは全ひずみを示しているが、ひずみ量が非常に大きいので弾性ひずみは無視でき、ひずみは塑性ひずみと考えることができる。分極電流は塑性変形が開始すると急激に増加し、変形を停止すると急激に減少した。

2.4 考察

2.4.1 大気中および水溶液中でのき裂伝播速度の比較

一般の金属や合金では、NaClなどの水溶液中ではき裂伝播速度は大気中と比較して大きく変化する[1-4]。例えば鋼の場合には、アノード電位では金属の溶解が全面で起き、特にき裂先端での溶解がき裂伝播機構を変化させるためと考えられる。また、溶解量が大きいと、き裂内の溶液組成や電位が変化してしまうことも報告されている[25-27]。ステンレス鋼の場合には、試験片表面では不動態化するが、き裂内部ではすき間腐食が起き、き裂伝播機構が変化することが考えられる[28]。

しかし、Tiにおいてはすき間腐食は室温のNaCl水溶液中では起きないことが知られており[28]、また今回の結果からき裂伝播速度もほとんど変化しないことから、き裂伝播機構は大気中の場合とほぼ同じであると考えられる。

2.4.2 分極電流中に含まれる電流成分の検討

分極電流中に含まれるものとして以下の電流成分が考えられる。

- i) 応力に無関係な電流
 - a) 金属表面の溶解電流
 - b) 不動態保持電流
- ii) 応力により変動する電流
 - c) 弾性変形による電気二重層への充放電
 - d) 新生面の電気二重層への充電
 - e) 新生面の溶解
 - f) 新生面の再不動態化

今回用いた金属・環境系では、十分不動態化するためa)は十分小さいと考えられる。

b)の不動態保持電流は応力をかけない状態での分極曲線から求めることができ、本実験で用いた試験片表面積を考えるとおよそ $0.1\mu\text{A}$ のオーダーであり、Fig. 2-10, Fig. 2-11で観察された電流の1%以下である。しかし、き裂伝播速度が小さく、電流値が2桁以上小さくなった場合には無視できなくなる可能性がある。

c)の電流は電極表面の零電荷電位(Potential of zero charge, 以下 PZC)を基準にした過電圧、電気二重層容量および電極の表面積に比例する[29]。PZCはTi合金については小野[30]により求められ、したがってこの電流も定量化されている。これによると電流値も小さく、かつ1サイクルで積分すると0となることから、全く無視できる値である。

d)については、PZCを基準とした過電圧、電気二重層容量及び新生面面積に比例する量である[29]。電気二重層容量は交流インピーダンス法により電気化学的に求められており[31-36]、不動態化している金属では一般に約 $10\mu\text{F}/\text{cm}^2$ 程度の値である。PZCについては、固体電極で測定した例はあまり多くないが[37-41]、Ti合金については小野[30]により求められることが示されている。それによると平滑の引張圧縮試験片に弾性域内の小さな引張圧縮荷重を与え、その時観察される電流の振幅を電位に対してプロットする。振幅が電位に対して直線的に変化してほぼゼロとなり、荷重に対する電流の位相が反転する電位がPZCである。この際、電流振幅がnAオーダーと非常に小さいため、ノイズに対する十分なシールドに加え、荷重に同期した周波数成分のみを取り出す周波数解析が必要となる。この方法により応力振幅±30MPaで求めた純Tiの電流振幅と位相の電位に対する変化をFig. 2-13に示す。これより純Tiの0.9% NaCl水溶液中でのPZCは約-100mV(vs. Ag/AgCl)であった。ここで、1サイクルで生成されうる新生面面積を最大 1mm^2 として概算すると 10^{-8}C のオーダーとなり、十分無視できる大きさである。

e)については、2.4.1における考察から十分小さいと考えることができる。

したがって、観察された電流のほとんどは f) 新生面の再不動態化による電流であると考えることができる。ただし、電流値が 2 桁以上小さくなった場合には b) 不動態保持電流を差し引く必要がある。

ところで、き裂先端で溶解が起き、き裂伝播速度が増加するアクティブパス型の腐食疲労では、き裂内部で拡散が十分に行なわれなため、溶液組成が変化し、溶解が材料表面での溶液に対するものとは異なってしまふことが考えられる。したがって腐食疲労き裂進展機構を知るためには、き裂内部での溶液の変化、溶解の量を知る必要がある。しかし、このような現象を実際のき裂について測定を行なうことは困難であるため、大きな模擬き裂を用いて測定が行なわれている[25-27]。今回は新生面面積を求めるため溶解量が非常に少ない系を用いたが、これを溶解が起きる系で測定すれば、腐食疲労き裂先端での溶解の応力による加速量とそのき裂先端開口変位、ポンピングなどによる効果をその場で測定できることが考えられる。

2.4.3 観察された分極電流波形について

村田[42-44]、柴田[15]らによれば、単位面積の新生面がある時刻 $t=0$ に生成したとすると、その後、時刻 t における電流は近似的に

$$i(t)=i_0 \exp(-kt) \quad (1)$$

で表わされる (Fig. 2-14(a))。ここで、 i_0 は皮膜のない面での電流密度に対応する定数、 k は不動態化速度に対応する定数である。

定ひずみ速度引張試験の場合、単位時間あたり一定面積の新生面が連続的に生成されるので、微少な時間毎に生成した新生面にはそれぞれで式(1)のような電流が流れる。したがって、観察される電流は、それらの畳み込み積分で表わされる。この場合の電流変化を模式的に示したのがFig. 2-14(b)である。

疲労き裂伝播試験の場合は、新生面の生成量が各時刻によって変化していると考

えられるため、観察された波形は複雑である。この場合に各時刻での新生面生成量を知るためには、原波形解析が必要である[15]。しかし、本研究では疲労1サイクルについて積分を行なうことで、1サイクルに流れた電荷量の合計を求め、1サイクルに生成した新生面面積を計算した。

この場合の電荷量は、荷重負荷時のものと除荷時のものを両方含んでいる。しかし、Fig. 2-10, Fig. 2-11を見ると、除荷時の電流増加はわずかであり、大部分は負荷時のものである。これは、負荷時にできた新生面が不動態化され、除荷時には逆方向の塑性変形がすでに不動態化している面で起きるために、不動態皮膜を突き破って新生面として測定される量が小さいものと考えられる。

2.4.4 疲労1サイクルに流れた電荷量とき裂伝播速度の関係

Fig. 2-15に荷重周波数1Hz、試験片厚さ12.5mmでの疲労1サイクルに流れた電荷量とき裂伝播速度との関係を示す。電荷量は、き裂伝播速度、すなわち1サイクルに進展した距離と1次の比例関係がある。つまり、電荷量はき裂進展に対応した量を表わしていると考えられる。

2.4.5 疲労1サイクルに流れた電荷量の周波数依存性

疲労き裂伝播では各サイクルでほぼ同様の現象が起きていることを考えると、たとえ1サイクルの時間内に不動態化が完全に終了せず、あるサイクルで生成した新生面の不動態化電流が次のサイクルにまで流れ続けていたとしても、同様の事が前回のサイクルでも起きており、ほぼ同じ量の電荷量が前のサイクルから持ち越されていると考えられる。したがって、分極電流を1サイクルについて積分したものは、1サイクルに流れた電荷量に対応している。特にTiのように、安定な不動態皮膜を

形成する金属の場合には、新生面上で、最初の数原子層分の皮膜の生成は非常に短時間で終了するが、皮膜の絶縁性が高いためにその後の皮膜の成長は比較的遅くなることが知られている[12]。このような次のサイクルに持ち越される電流は、応力周波数が高いほど大きくなる。よって、Fig. 2-10, Fig. 2-11を比較して、周波数0.3Hzと1Hzでは、最小荷重での電流が1Hzのほうが大きくなっているものと考えられる。しかし、電荷量が新生面面積に対応しているならば、電荷量は周波数には依存しないはずである。

応力周波数0.3, 1, 3Hzで測定した電荷量とき裂伝播速度の関係をFig. 2-16に示す。この結果が示すように、周波数を10倍変化させても同一直線上にのっており、電荷量は周波数には依存していないことが明かとなった。このことは本方法で測定した電荷量には、溶解、拡散など新生面生成速度や時間に依存する項が含まれておらず、純粹に新生面の生成量に対応していることを示すものと考えられる。

2.4.6 1サイクルに流れた電荷量と試験片厚さの関係

Fig. 2-17(a), (b)に厚さ6mmおよび25mmの試験片における電荷量とき裂伝播速度の関係を示す。これを単位厚さあたりの値に変換したものをFig. 2-18に示す。厚さを変化させることは、「表面近傍」と「内部」との割合を変化させることである。厚さを変化させても同一直線上にのっていることは、「試験片表面」や「表面近傍」からの情報は少なく、「内部」の平面ひずみ状態の部分からの電流が大部分を占めていることを示していると考えられる。また、このことは電位がき裂内部まで設定値に保たれていることを示唆するものである。

2.4.7 疲労1サイクルに生成した新生面面積の定量化

以上の考察から、疲労1サイクルに流れた電荷量が、1サイクルに生成した新生

面面積に対応していることが示された。

次に電荷量を新生面面積に変換するため、定電位引張試験の結果を用いる。Fig. 2-12 (a)から塑性ひずみの増加量を求め、Fig. 2-12(b)の分極電流を積分して流れた電荷量を求め、それらの関係をFig. 2-19に示した。図中で同じマークは、同じ試験片による測定値であることを示している。それぞれの試験片については、塑性ひずみの増加量と電荷量は比例関係がある。しかしその絶対値は試験片ごとにばらつきがある。これは、引張試験片を加工する際に圧延方向を長手方向になるように加工したが、試験面の方向を正確に規定することができなかつたために、素材に若干残っていた集合組織による異方性が現われたものと考えられる。Niwaらによれば電荷量はすべり形態にはよらない[45]。また、実際のき裂先端ではあらゆる方向の結晶があると考えられるので平均の電荷量を用いて、塑性ひずみの増加量から以下のように新生面面積を推定した。

すべりが最大せん断面である荷重軸に対して 45° の角度の面で起きると仮定する。もし、すべての結晶が試験面の方向へすべったと仮定すると、Fig. 2-20に模式的に示すように、新生面面積 ΔS は、

$$\Delta S = B \Delta L \sqrt{2} \quad (2)$$

ここで B は試験面の幅、 ΔL は試験片ののびである。試験片ののび ΔL は、

$$\Delta L = L \Delta \epsilon_p \quad (3)$$

である。ここで L は試験面長さ、 $\Delta \epsilon_p$ は試験片の塑性ひずみの増加量である。

しかし、試料は多結晶であるため、各々の結晶粒の方位はランダムに配向していると考えられる。生じるすべりは、応力軸に対して 45° の面であっても、試験面に対してあらゆる方向へ起きると仮定した。例えば、Fig. 2-21に示すように、試験面に垂直にすべった場合には(1)式のようになるが、試験面に平行にすべった場合には新生面は生成しないことになる。試験面に対して角度 θ ですべりが起きた場合に試験面に出るステップ面積は $\Delta S \sin \theta$ であるから、この θ がランダムである場合の平均は

$$\frac{1}{\pi/2} \int_0^{\pi/2} \Delta S \sin\theta \, d\theta = \frac{2}{\pi} \Delta S \quad (4)$$

と考えられるから、試験片に $\Delta \epsilon_p$ の塑性ひずみを与えたときに試験面に生成する新生面面積は

$$\Delta S_t = \frac{2\sqrt{2} B L \Delta \epsilon_p}{\pi} \quad (5)$$

となる。

この式より、Fig. 2-19の横軸の $\Delta \epsilon_p$ を新生面面積に変換した図をFig. 2-22に示す。この平均の傾きから、電荷量と新生面面積の関係は次のようになる。

$$\Delta S_t = 8.3 \times 10^3 \text{ (mm}^2\text{/C)} : 0.1\text{V} \quad (6)$$

この値より皮膜の厚さを概算し、この値の妥当性を検討する。

Mathieuら[46]は、オージェ分析により、過塩素酸、酢酸中で生成するTiの皮膜はTiO₂であることを報告している。Frayretら[47-48]もHCl-NaCl溶液中でTiO₂の皮膜が生成すると報告している。そこで、生成した皮膜は密度が約3.8kg/dm³のTiO₂(anatase)であり[49]、流れた電荷量のすべてが皮膜生成に使われたと仮定する。

$1/(8.3 \times 10^3 \text{ mm}^2\text{/C}) = 1.2 \text{ (C/dm}^2\text{)}$ であるから、TiO₂の分子量79.9を用いて、単位面積当り

$$1.2/(96500 \times 4) \times 79.9 \text{ (g/dm}^2\text{)}$$

のTiO₂が生成したことになる。密度3800(g/dm³)より、皮膜厚さは

$$1.2/(96500 \times 4) \times 79.9 \times (1/3800)$$

$$= 6.5 \times 10^{-8} \text{ (dm)}$$

$$= 6.5 \text{ (nm)}$$

となり、文献[49-51]で述べられている皮膜厚さ数nm～10nm程度と比較してほぼ妥当な値であると考えられる。

このようにして求めたパリス域での新生面面積とき裂伝播速度との関係をFig. 2-23に示す。疲労1サイクルに生成した新生面面積とき裂伝播速度は1次の比例関係があることが明かとなった。さらに、き裂伝播速度の低い部分を見るために、両対数プロットしたのがFig. 2-24である。ただし、き裂伝播速度が 10^{-8} m/cycle程度になると不動態保持電流が無視できなくなるので、あらかじめ測定した値を引いてプロットしてある。このように、パリス域のほぼ全域に渡り、き裂伝播速度と新生面面積は1次の比例関係があることが明かとなった。

2.5 小括

純Tiについて定電位き裂伝播試験中の分極電流と定電位引張試験中の分極電流を測定した。この電流はほとんどが新生面の再不動態化によるものと考えられた。き裂伝播試験時の電流を疲労1サイクルについて積分し、1サイクルに流れた電荷量を求めた。求めた電荷量は応力周波数に依存せず、溶解などの時間依存項が含まれていないことが明かとなった。また電荷量は試験片厚さに単純に比例していた。このことは試験片内部の平面ひずみ状態の部分からの電流が大部分を占めていることを示している。これより、き裂先端で生成した新生面の再不動態化によるものと考えられた。これを引張試験により求めた電荷量と新生面面積の関係を用いて、疲労1サイクルにき裂先端で生成される新生面面積を求める方法を提案した。

Table 2-1 Chemical composition of the titanium (mass%)

Fe	O ₂	N ₂	C	H ₂	Ti
0.072	0.232	0.006	0.005	0.0004	balance

Table 2-2 Mechanical properties of the titanium

$\sigma_{0.2}$ (kgf/mm ²)	σ_B (kgf/mm ²)	Elongation (%)
45.8	58.3	27.0

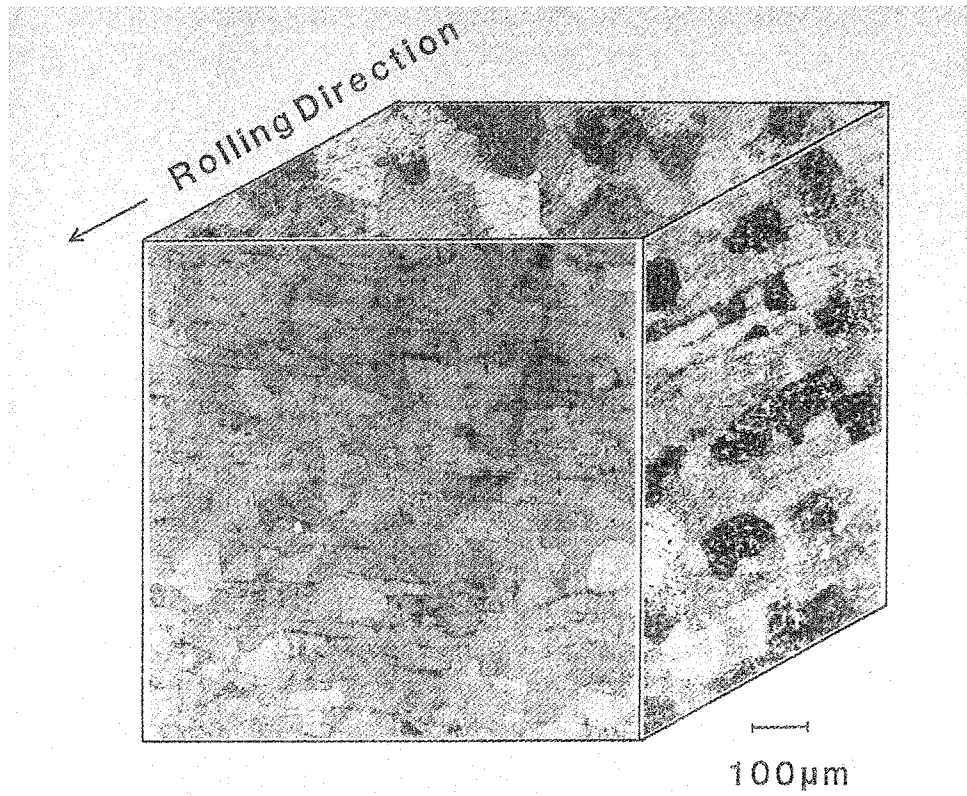


Fig. 2-1 Optical micrograph showing the structure of titanium.

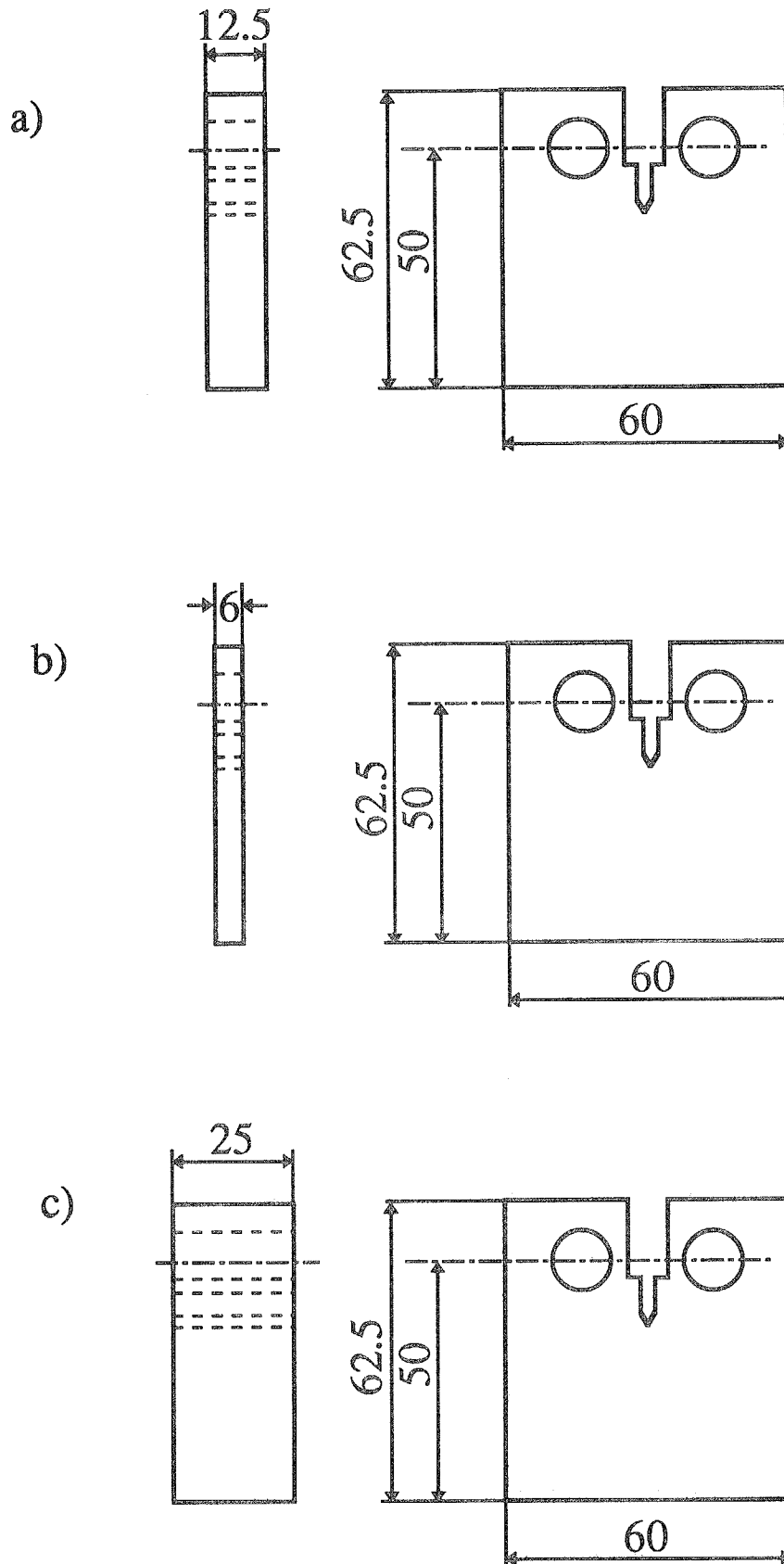


Fig. 2-2 Dimensions of the CT specimens for the crack propagation tests.

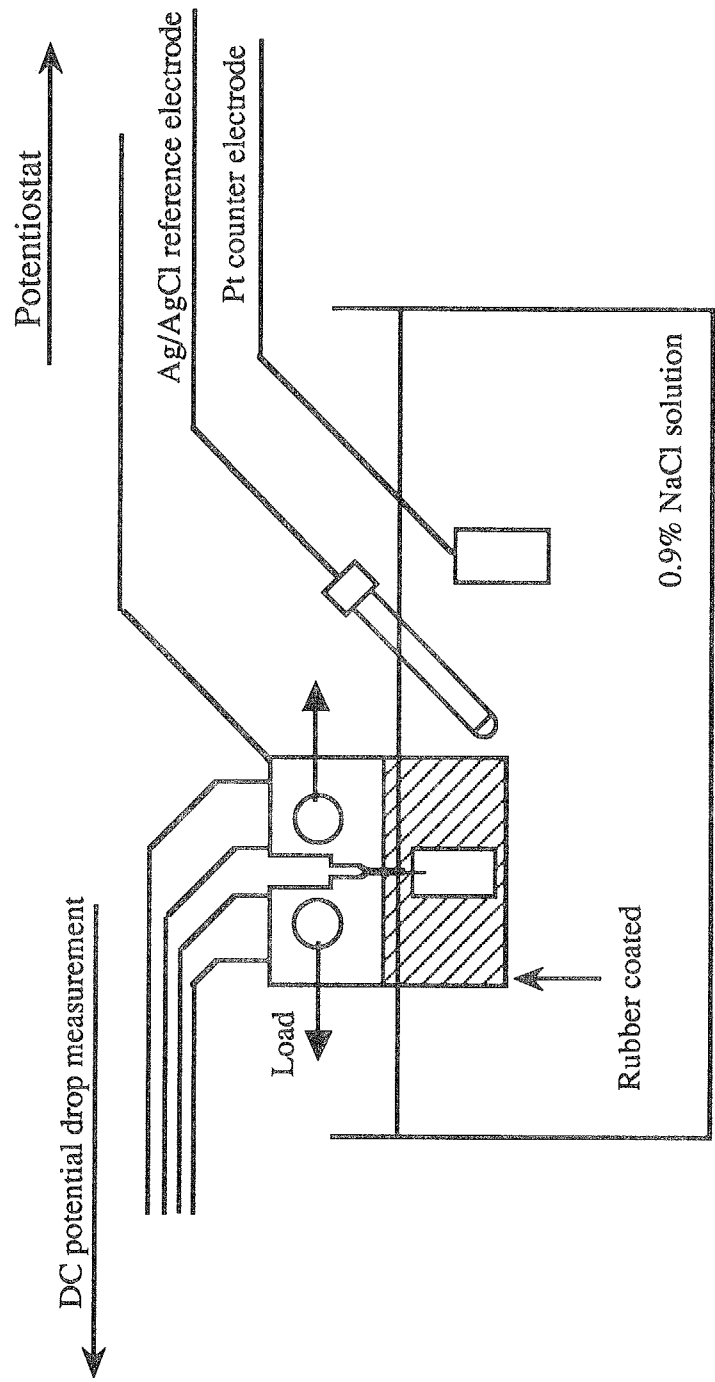


Fig. 2-3 Schematic diagram showing specimen preparation and arrangement of cell.

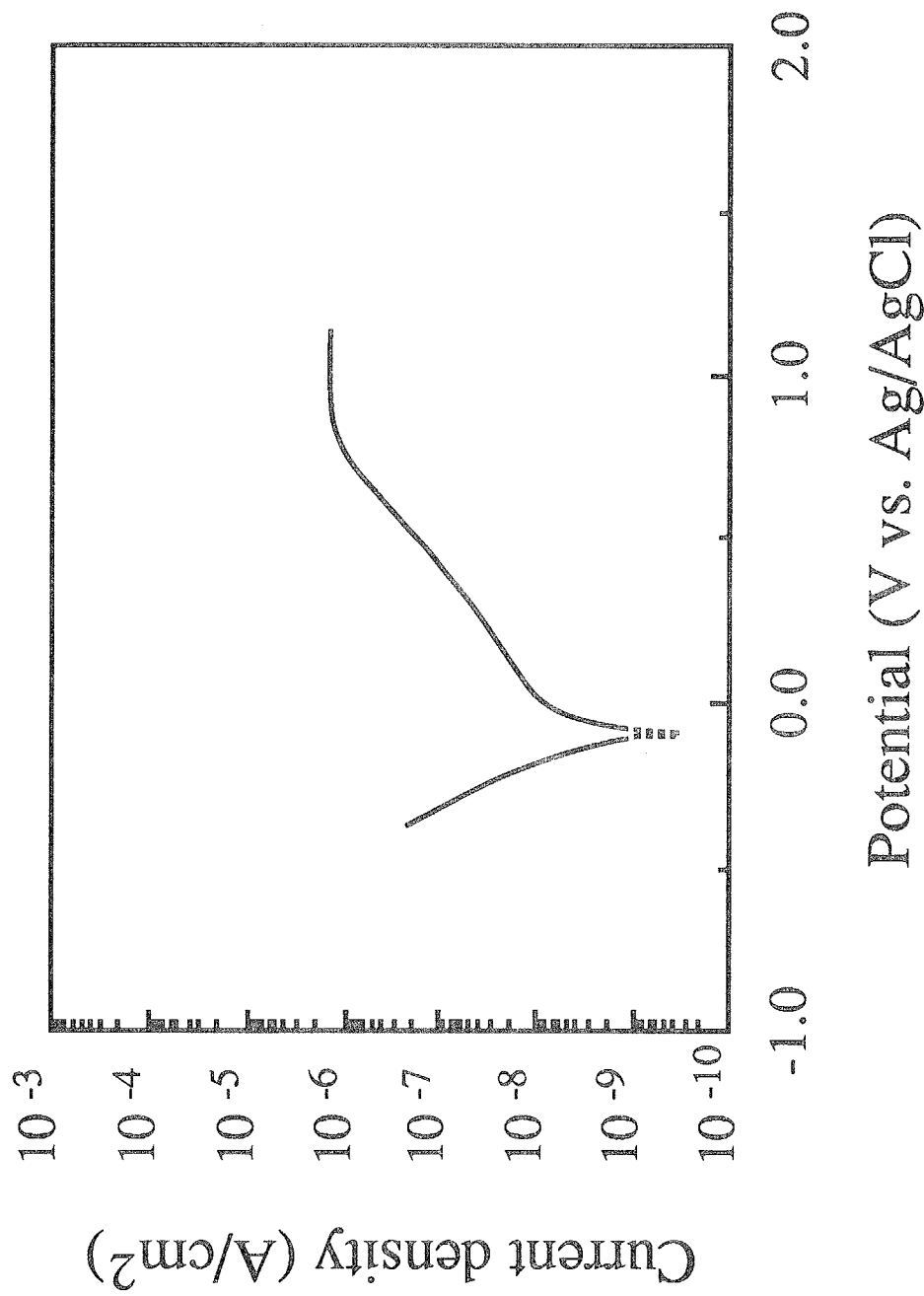


Fig. 2-4 Polarization curve of titanium in 0.9% NaCl solution.

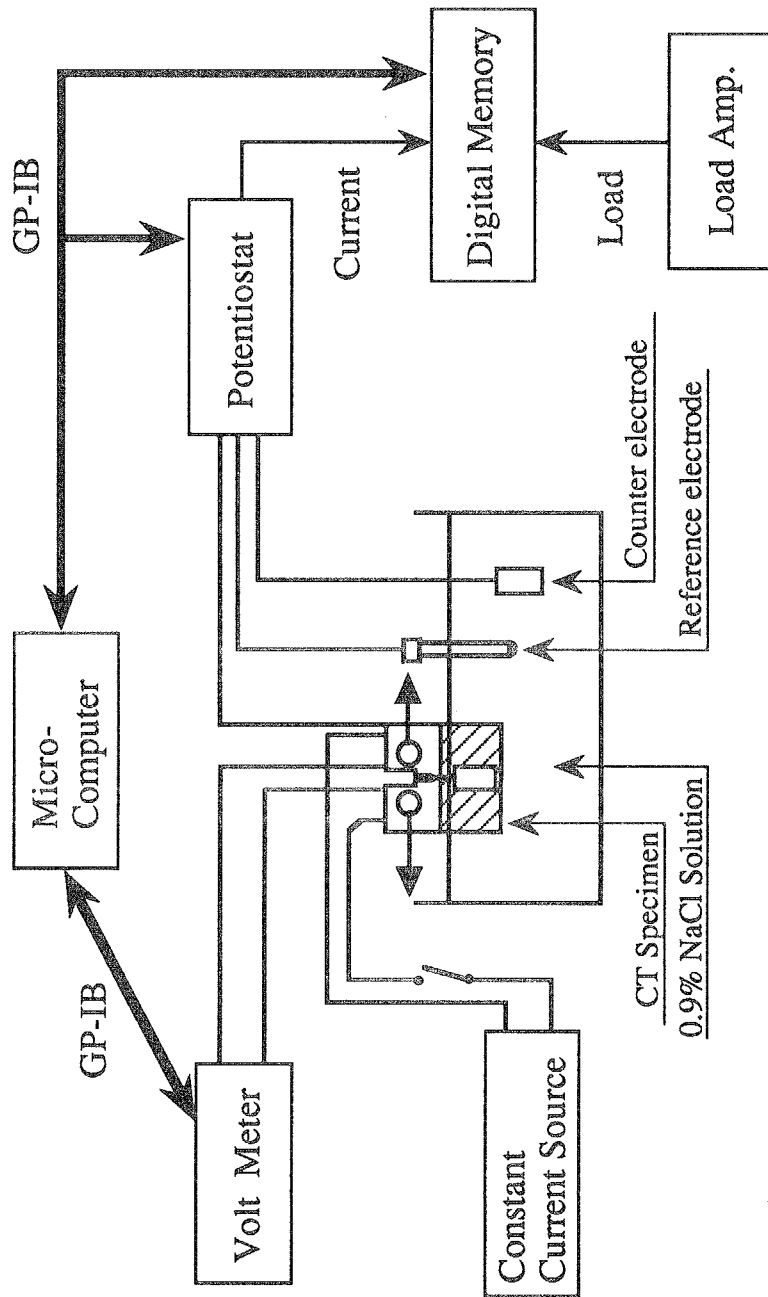


Fig. 2-5 Block diagram of measurement system for the crack propagation tests.

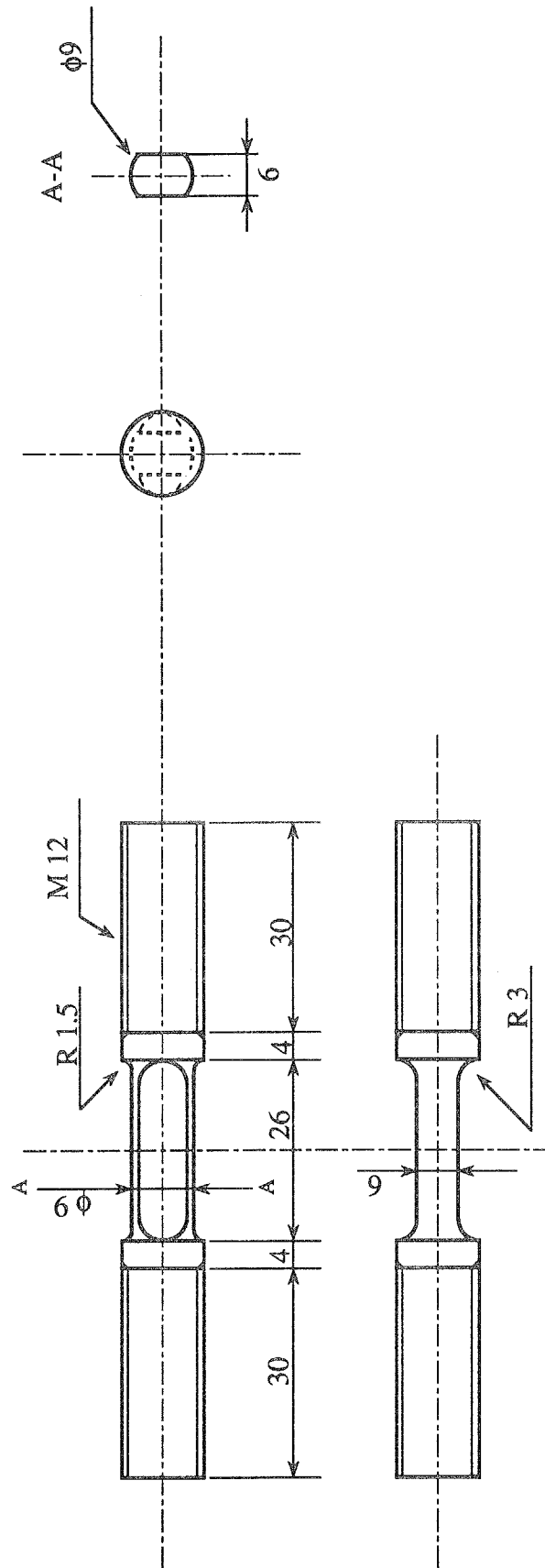


Fig. 2-6 Dimensions of the tensile specimen.

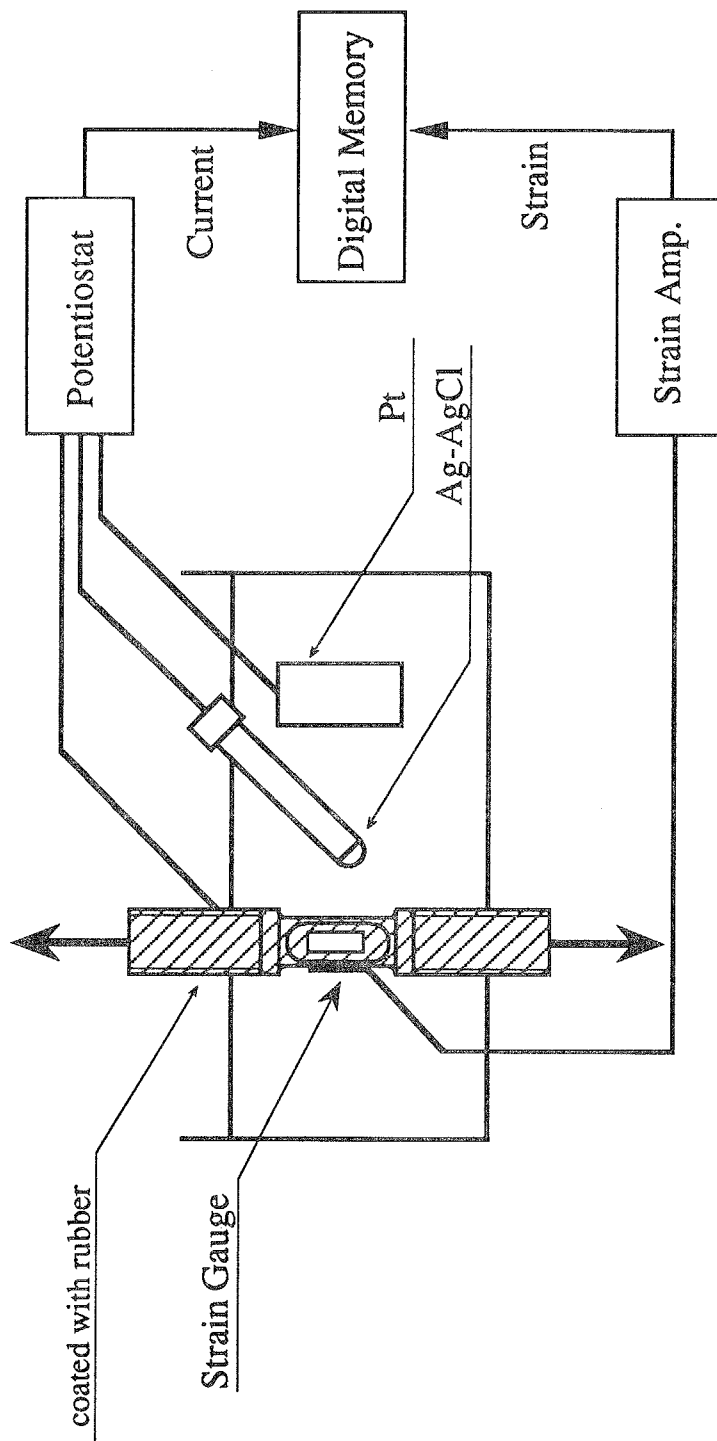


Fig. 2-7 Block diagram of measurement system for the tensile tests.

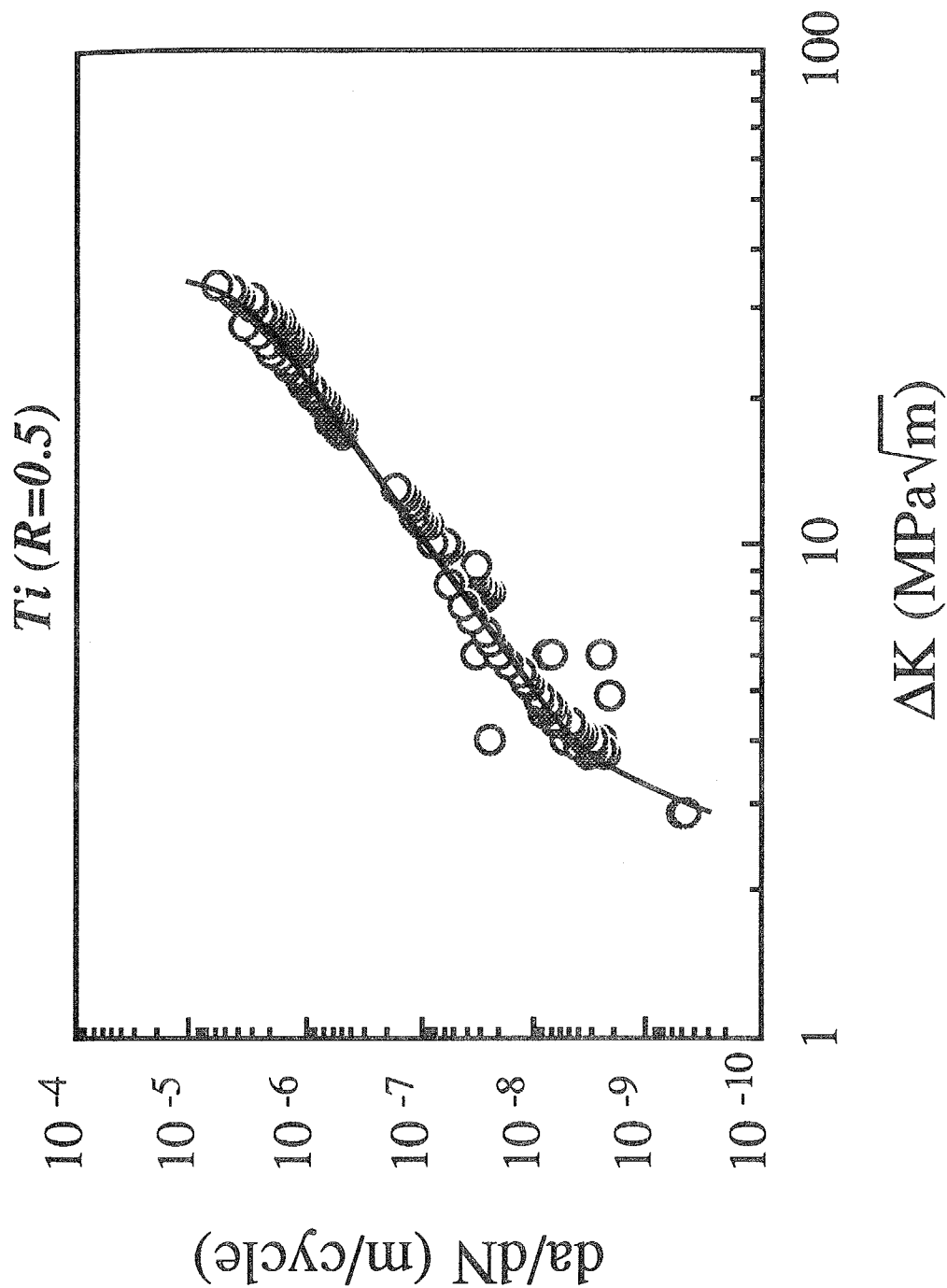


Fig. 2-8 Crack propagation rate of titanium as a function of stress intensity factor range.

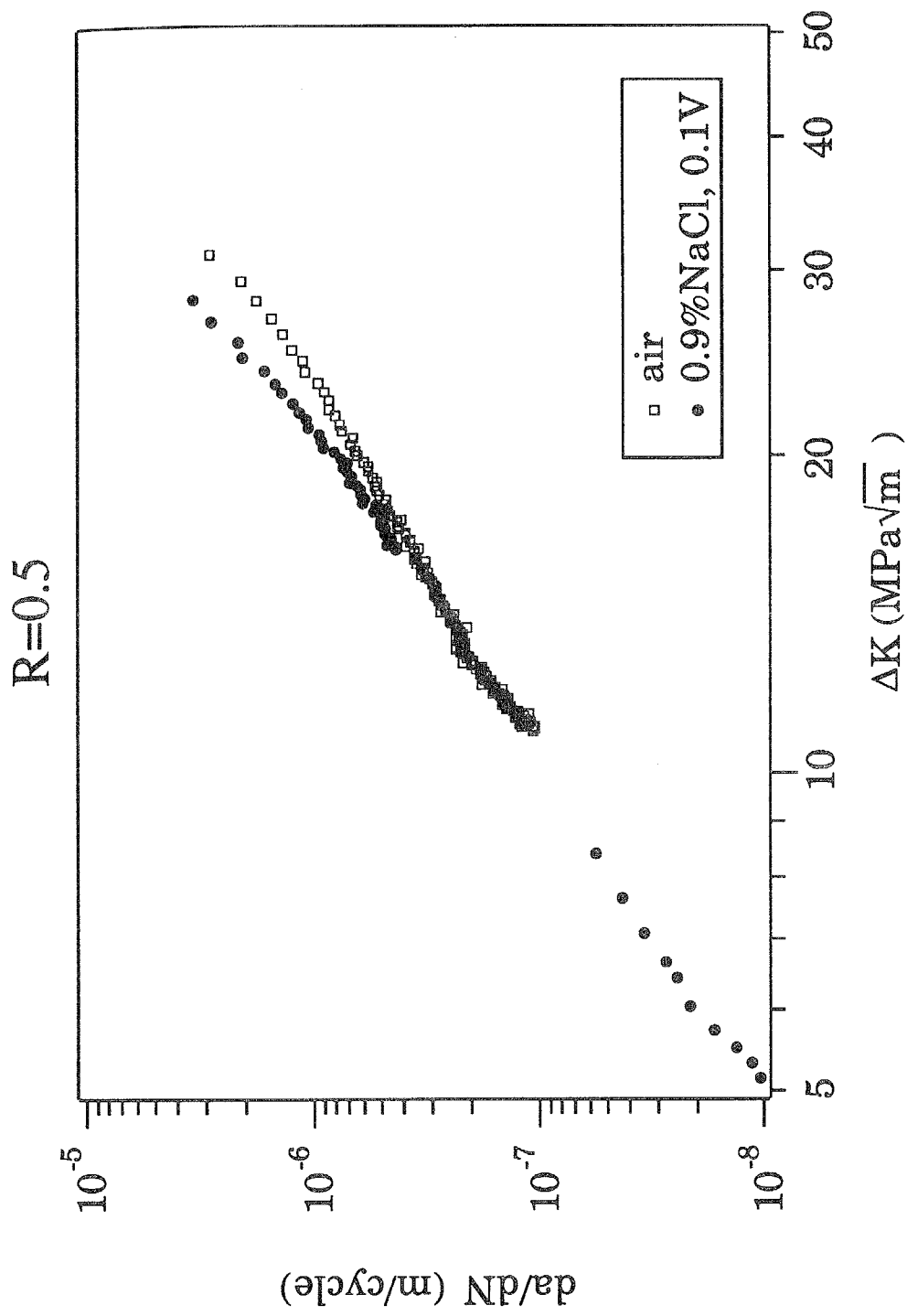


Fig. 2-9 Comparison of the crack propagation rate in 0.9% NaCl solution with that in air.

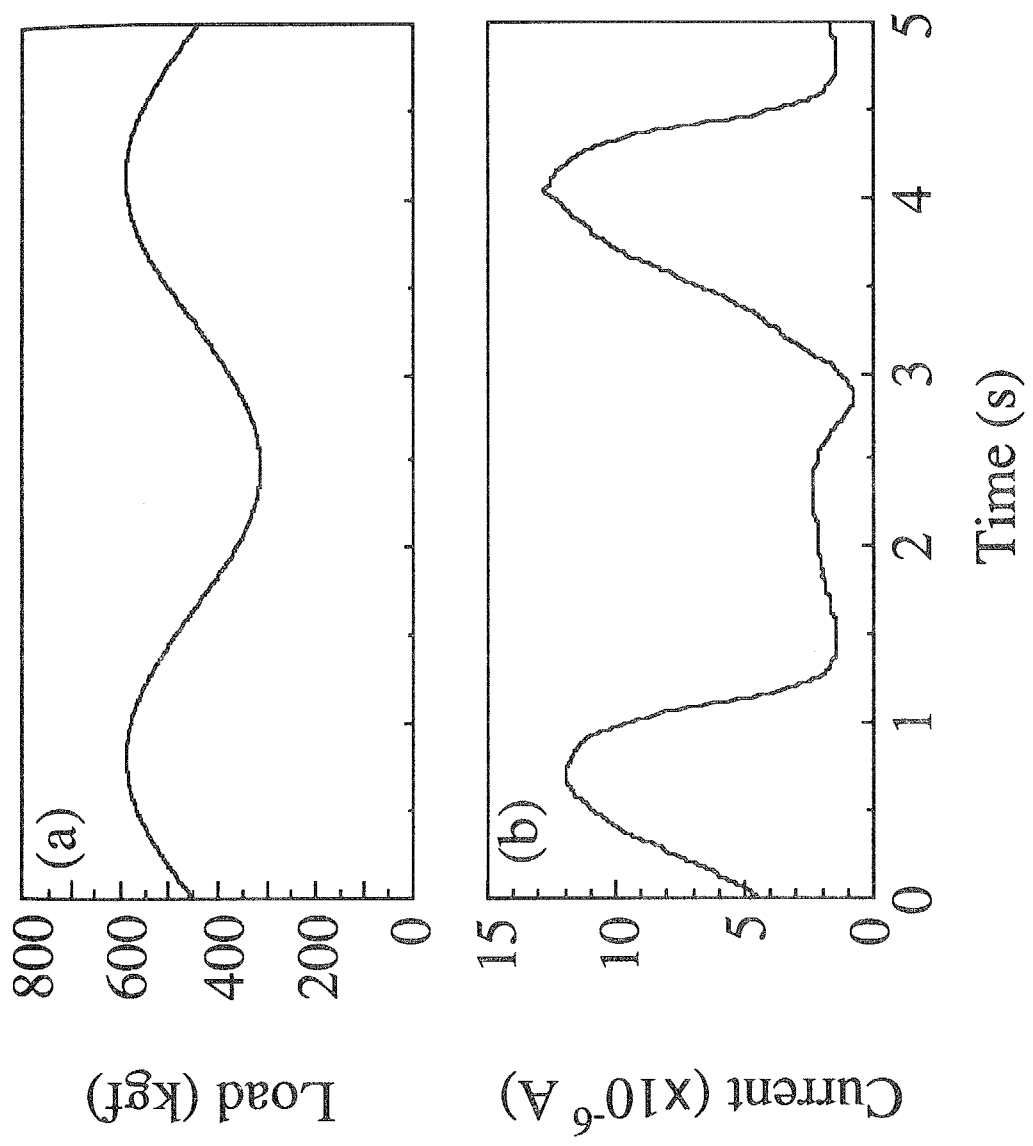


Fig. 2-10 Typical wave forms of the load (a) and the polarization current (b) at $da/dN=1.0 \times 10^{-6}$ m/cycle, $R=0.5$ and loading frequency of 0.3 Hz.

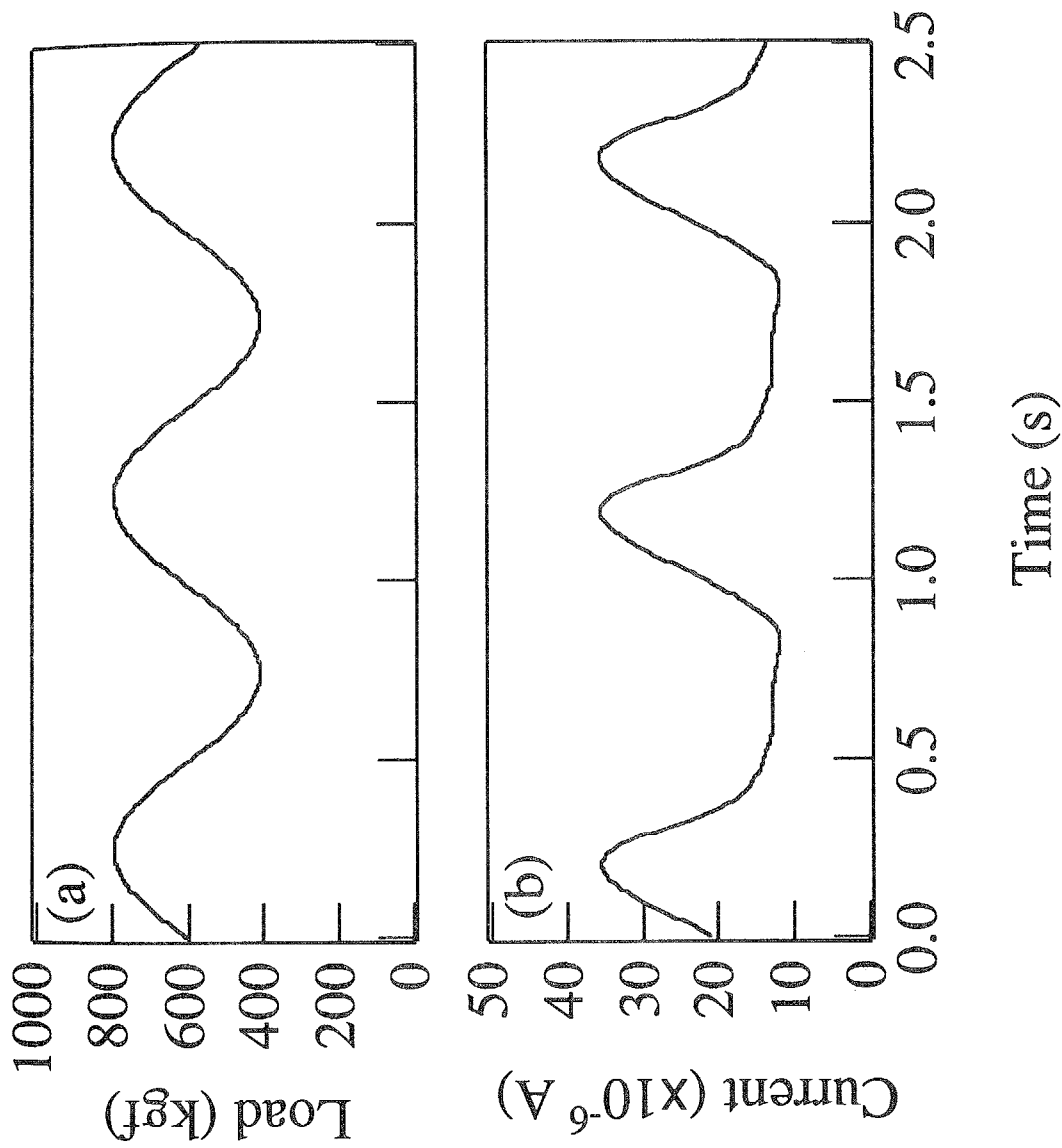


Fig. 2-11 Typical wave forms of the load (a) and the polarization current (b) at $da/dN=1.0 \times 10^{-6} \text{m/cycle}$, $R=0.5$ and loading frequency of 1 Hz.

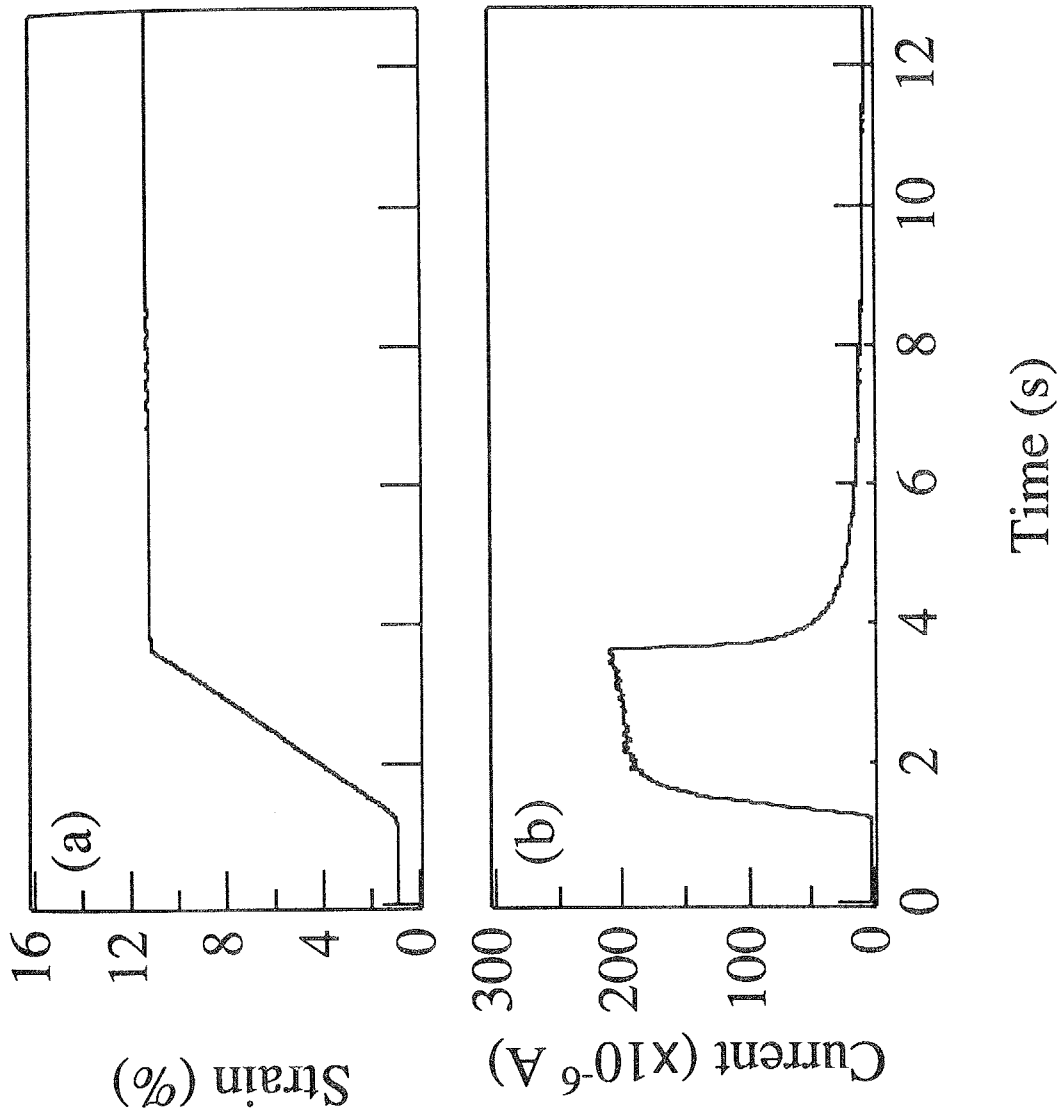


Fig. 2-12 Typical results of the relation between time and tensile strain (a), and also the polarization current (b).

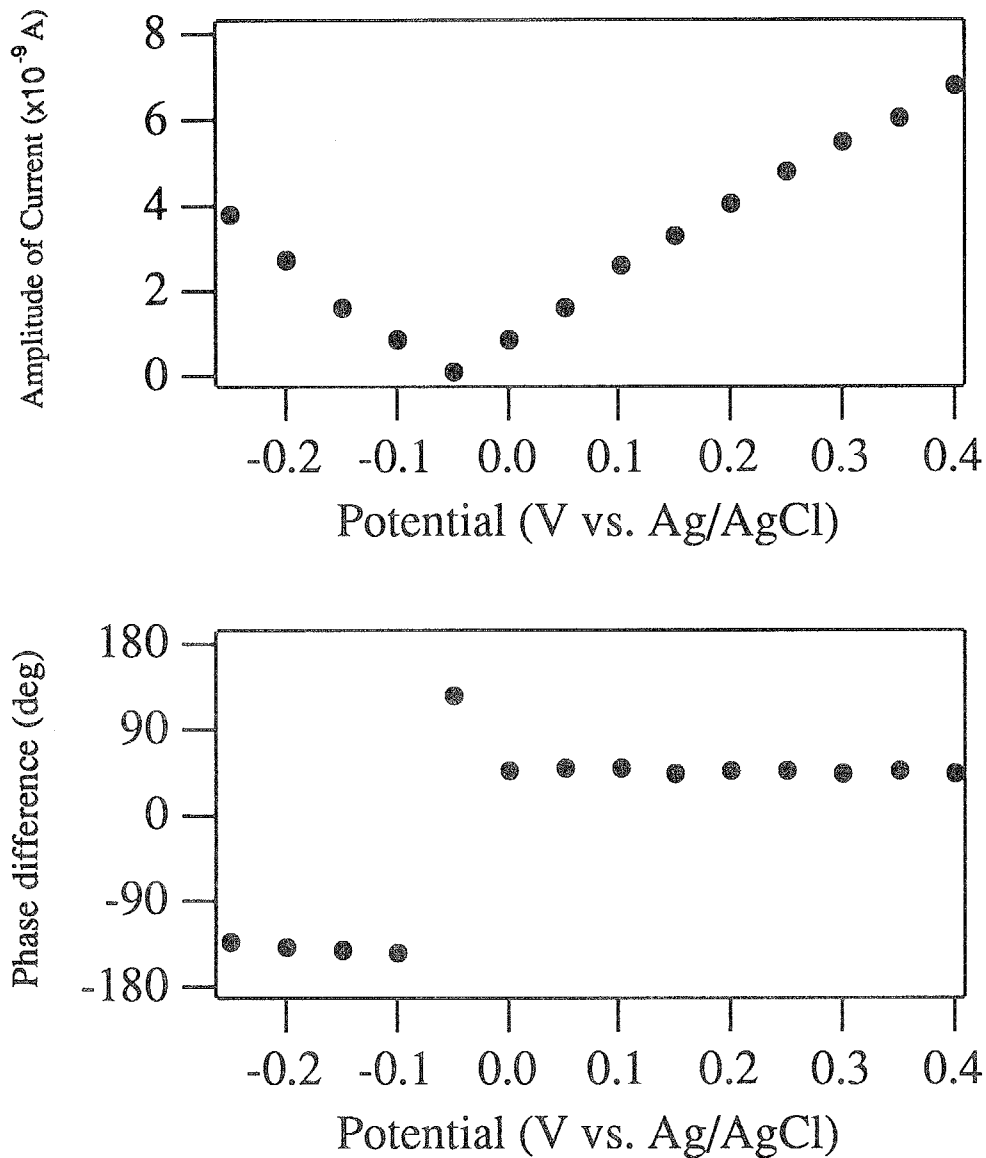


Fig. 2-13 Relationship between the amplitude of polarization current and the potential (a), and phase difference between the current and strain (b) under ± 30 MPa of tension-compression loading.

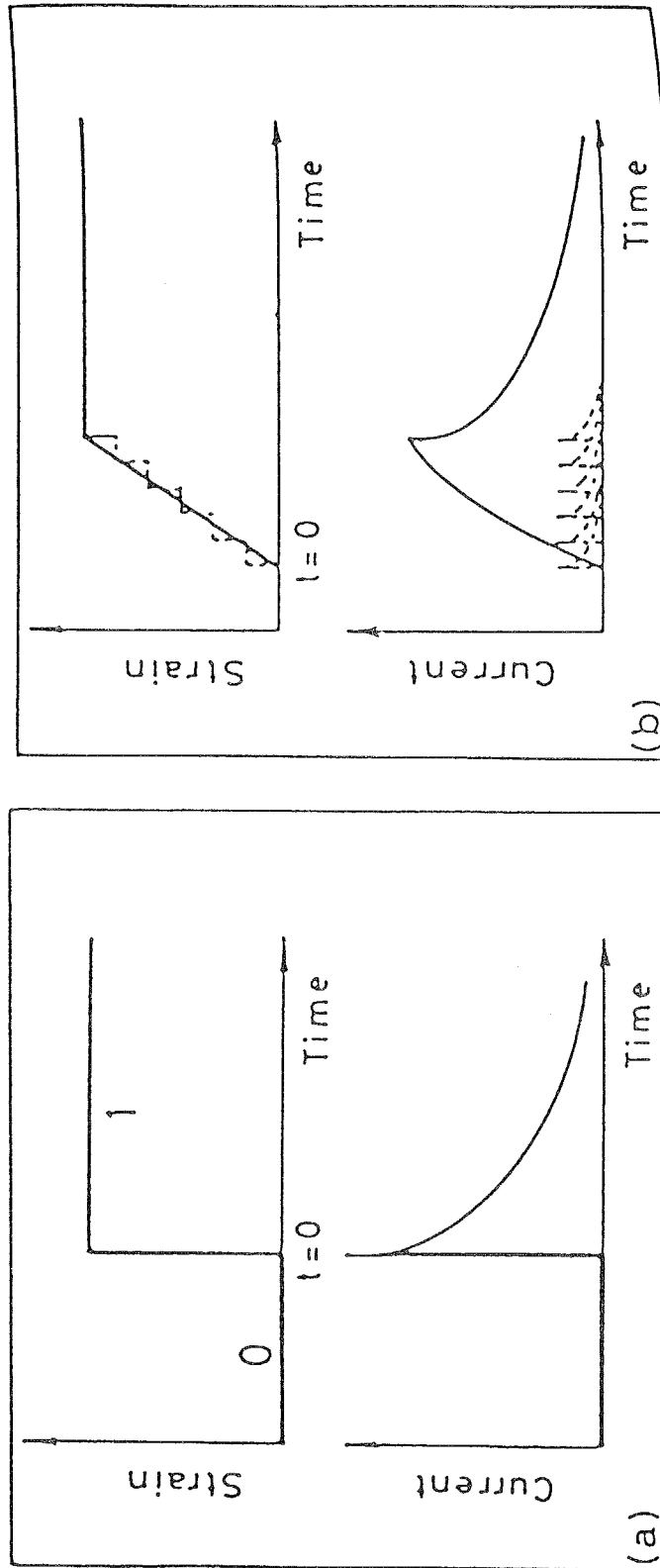


Fig. 2-14 Schematic drawings of polarization current as a response to fresh surface emergence, fresh surface emerged immediately (a) and the case of tensile test (b) [15].

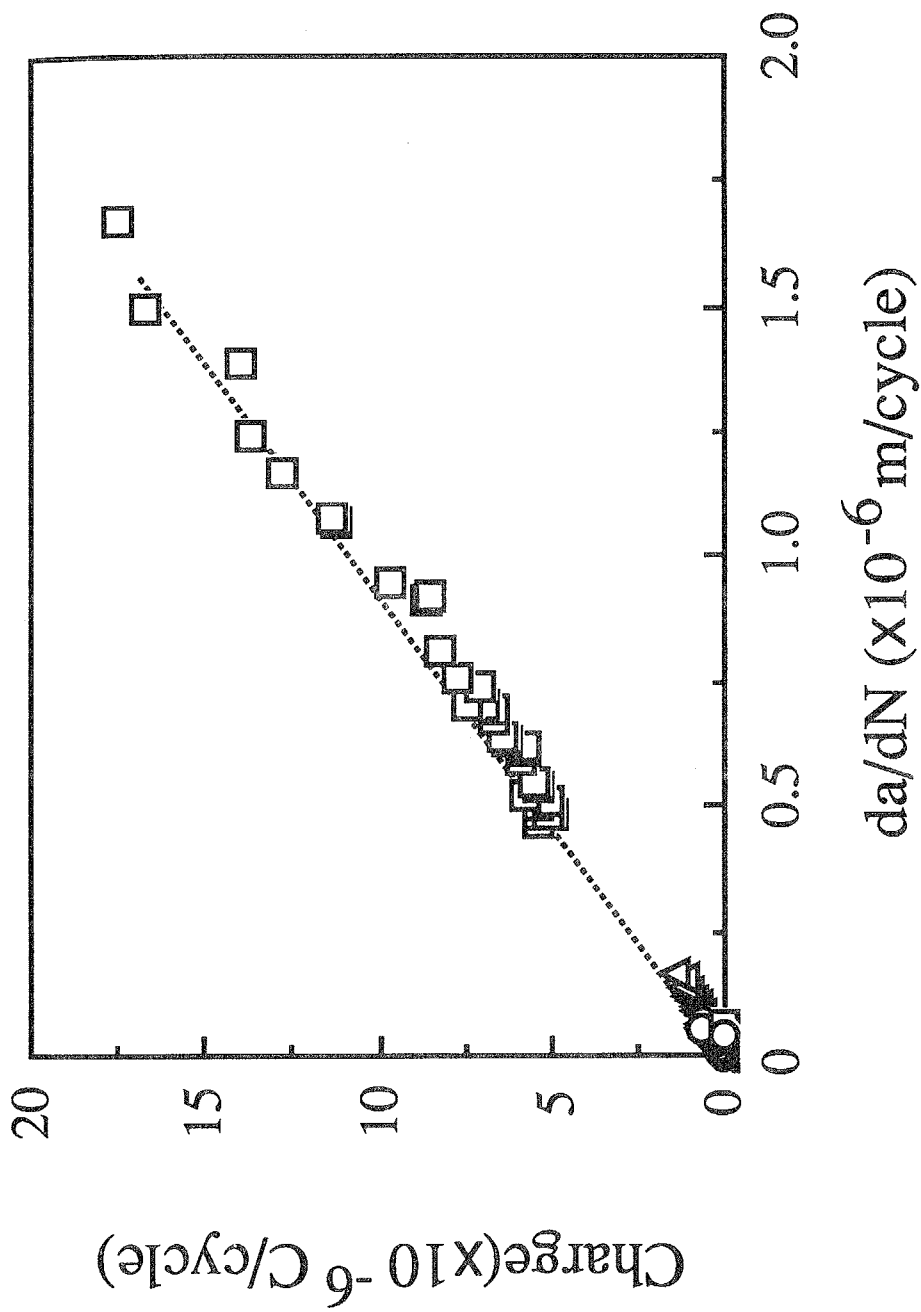


Fig. 2-15 Relation between the electric charge passed in one fatigue cycle and the crack propagation rate (da/dN). Each symbol corresponds to the results measured on different specimen.

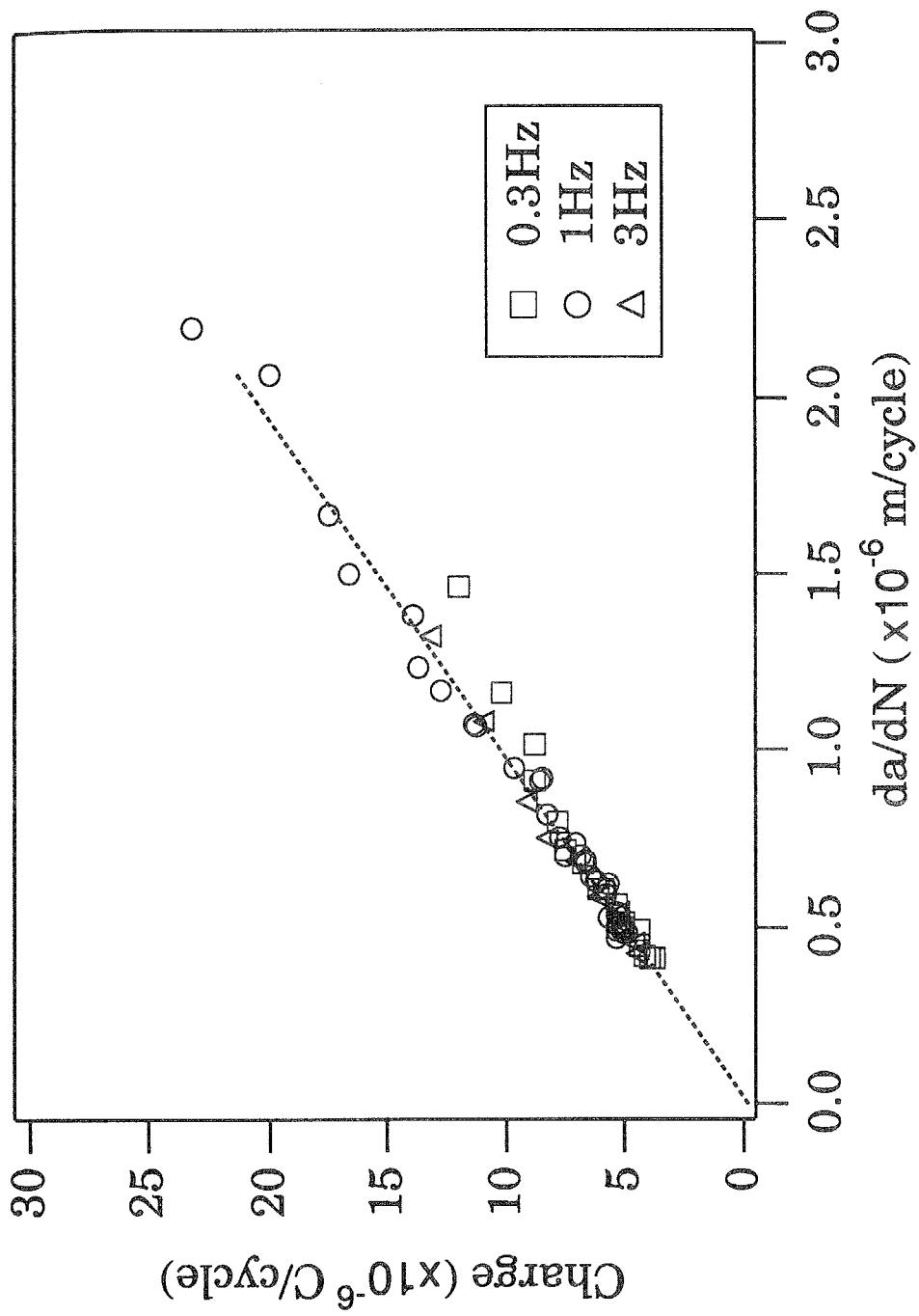


Fig. 2-16 Results of the electric charge passed in one fatigue cycle as a function of the crack propagation rate at different loading frequencies.

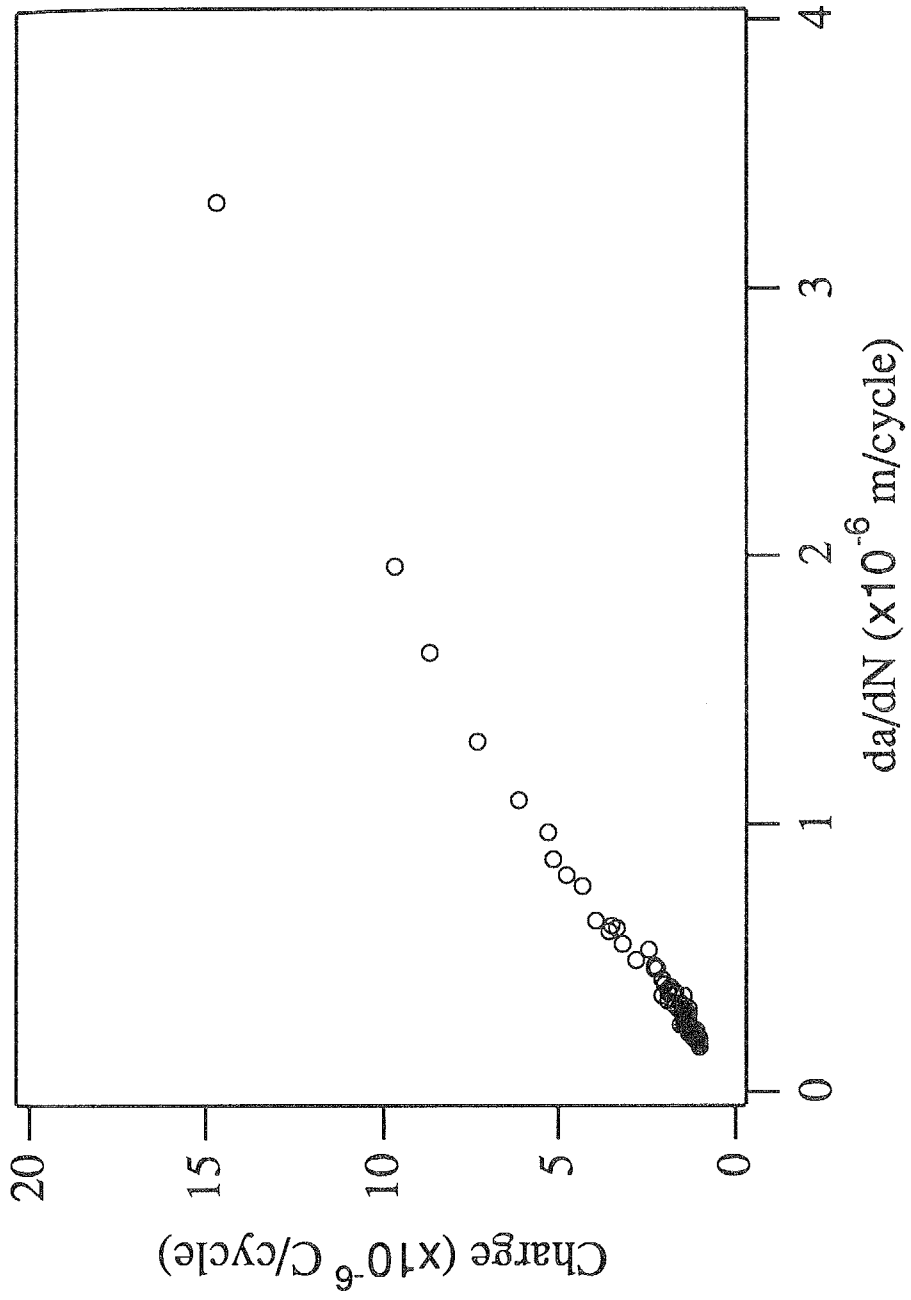


Fig. 2-17 (a) Results of the electric charge vs. crack propagation rate measured with a 6mm tick specimen.

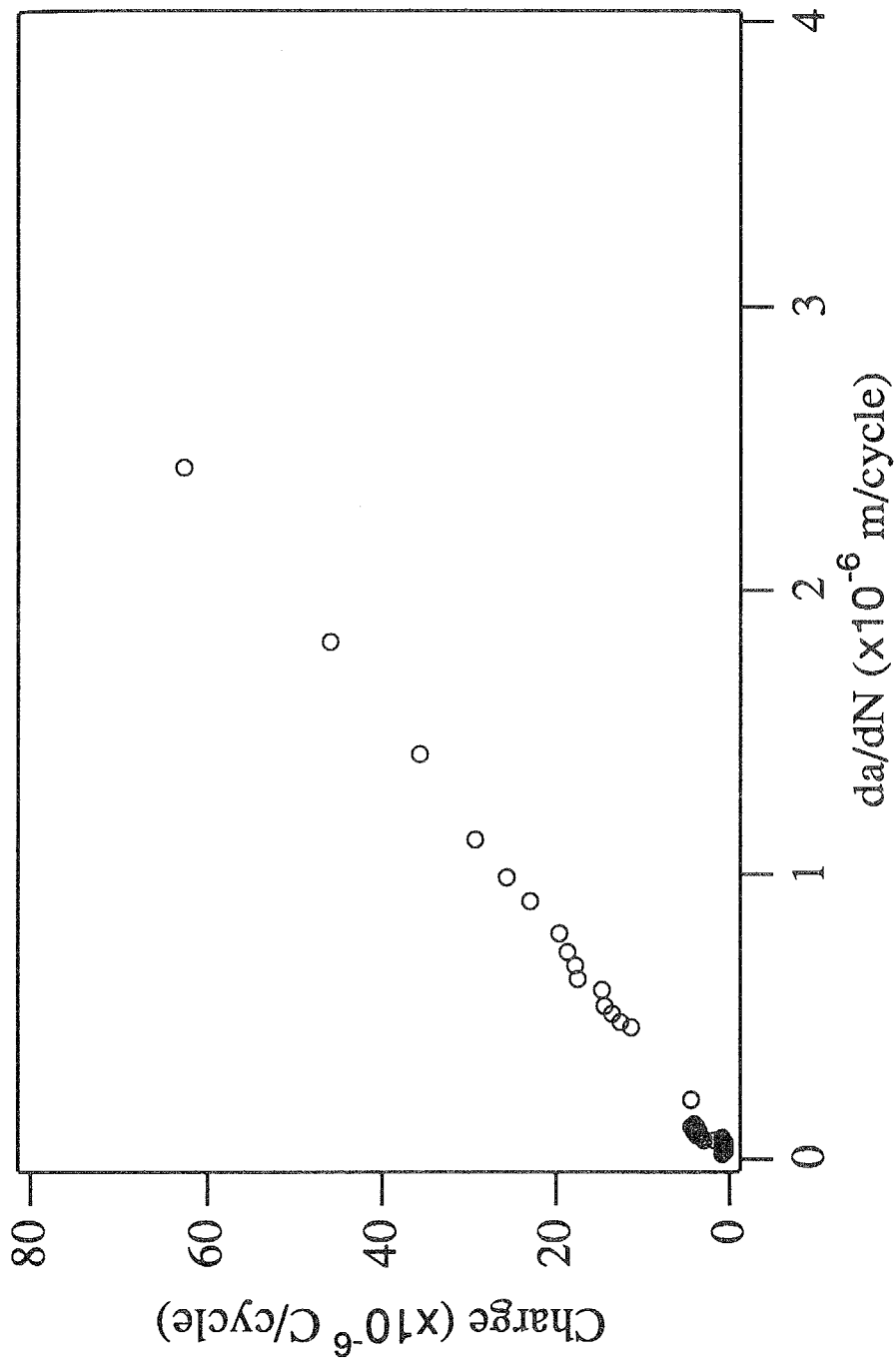


Fig. 2-17 (b) Results of the electric charge vs. crack propagation rate measured with a 25mm thick specimen.

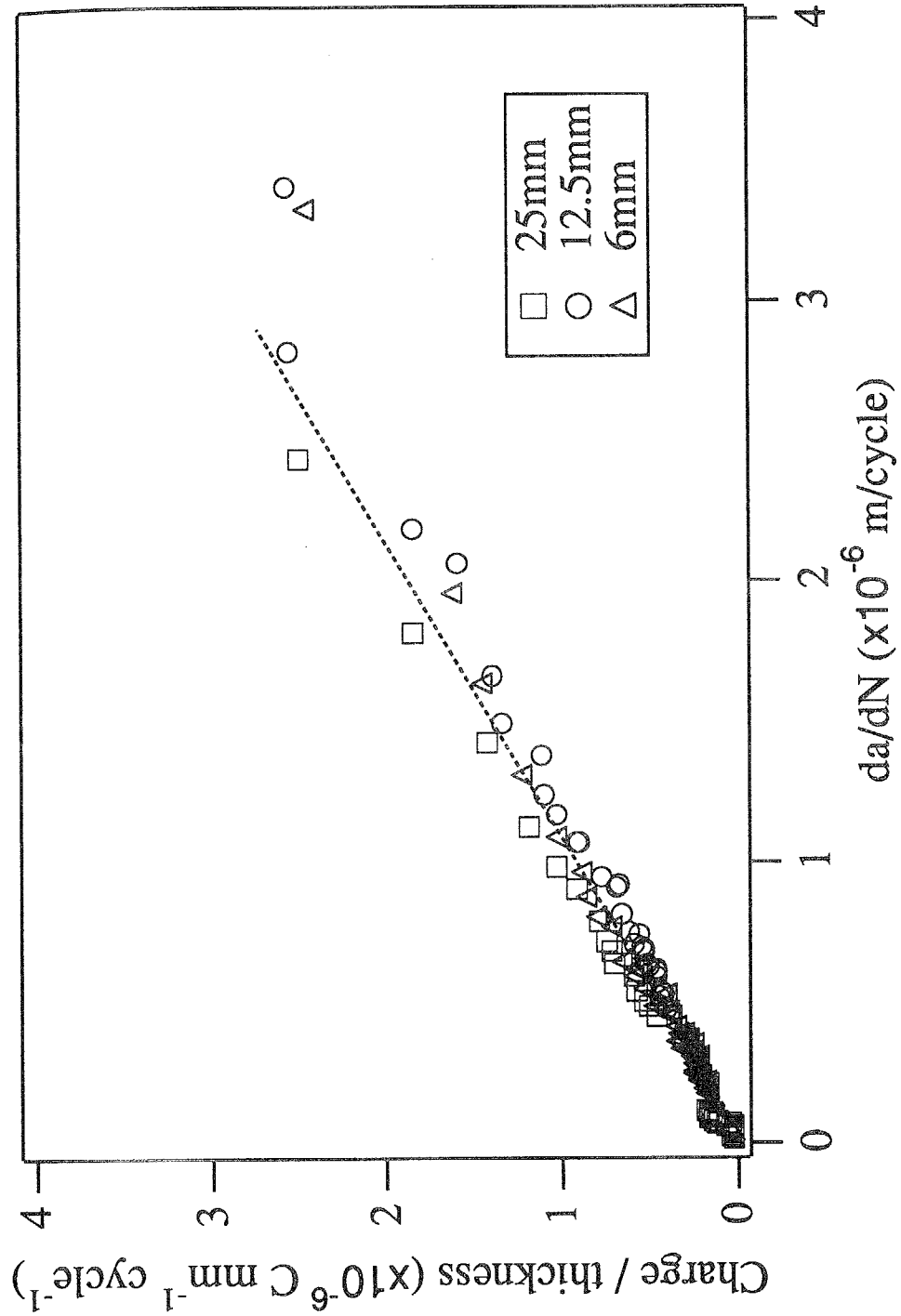


Fig. 2-18 Comparison of specimen thickness with the relation between the electric charge per unit thickness and the crack propagation rate.

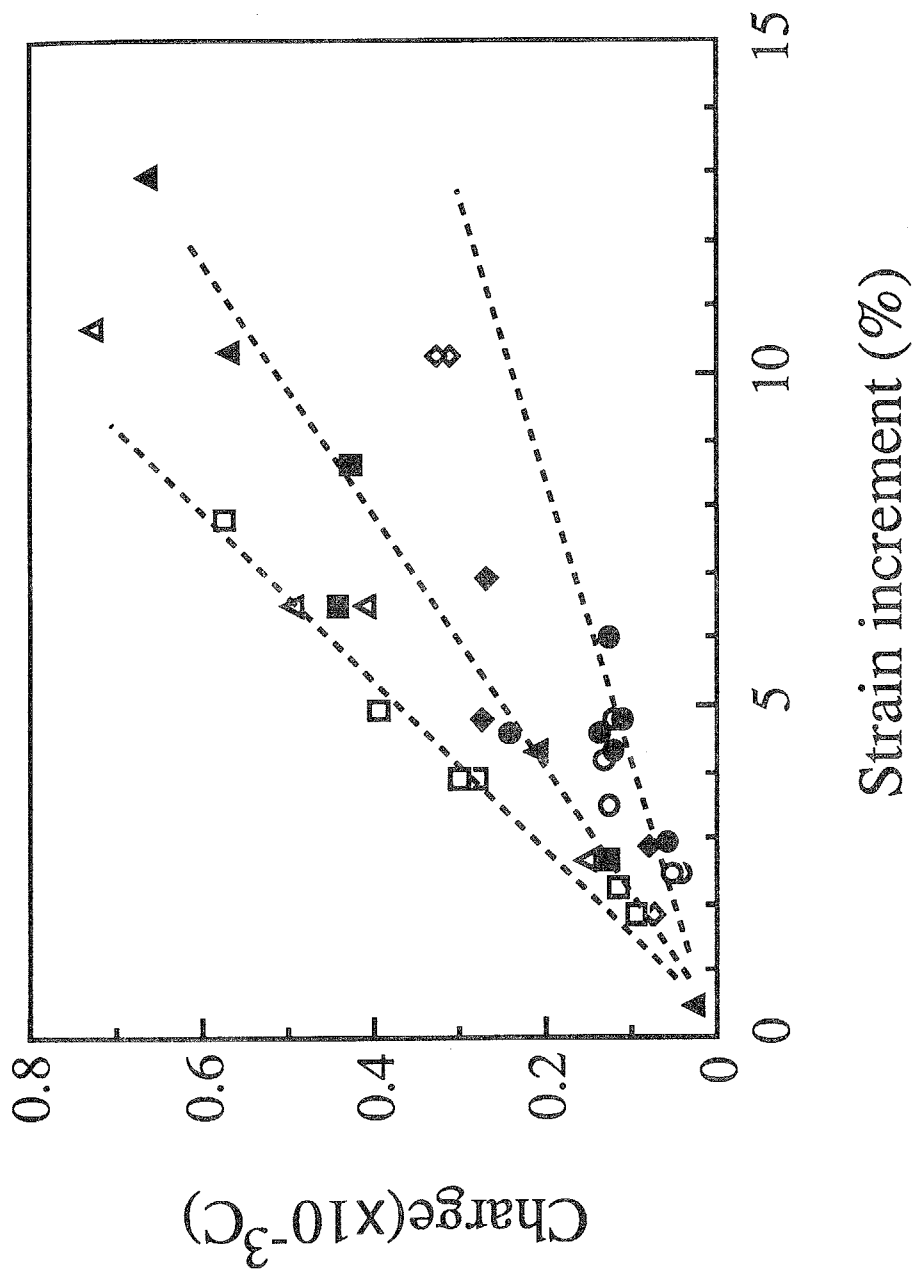


Fig. 2-19 Results of the electric charge as a function of the strain increment. Each symbol corresponds to the results measured on different specimen.

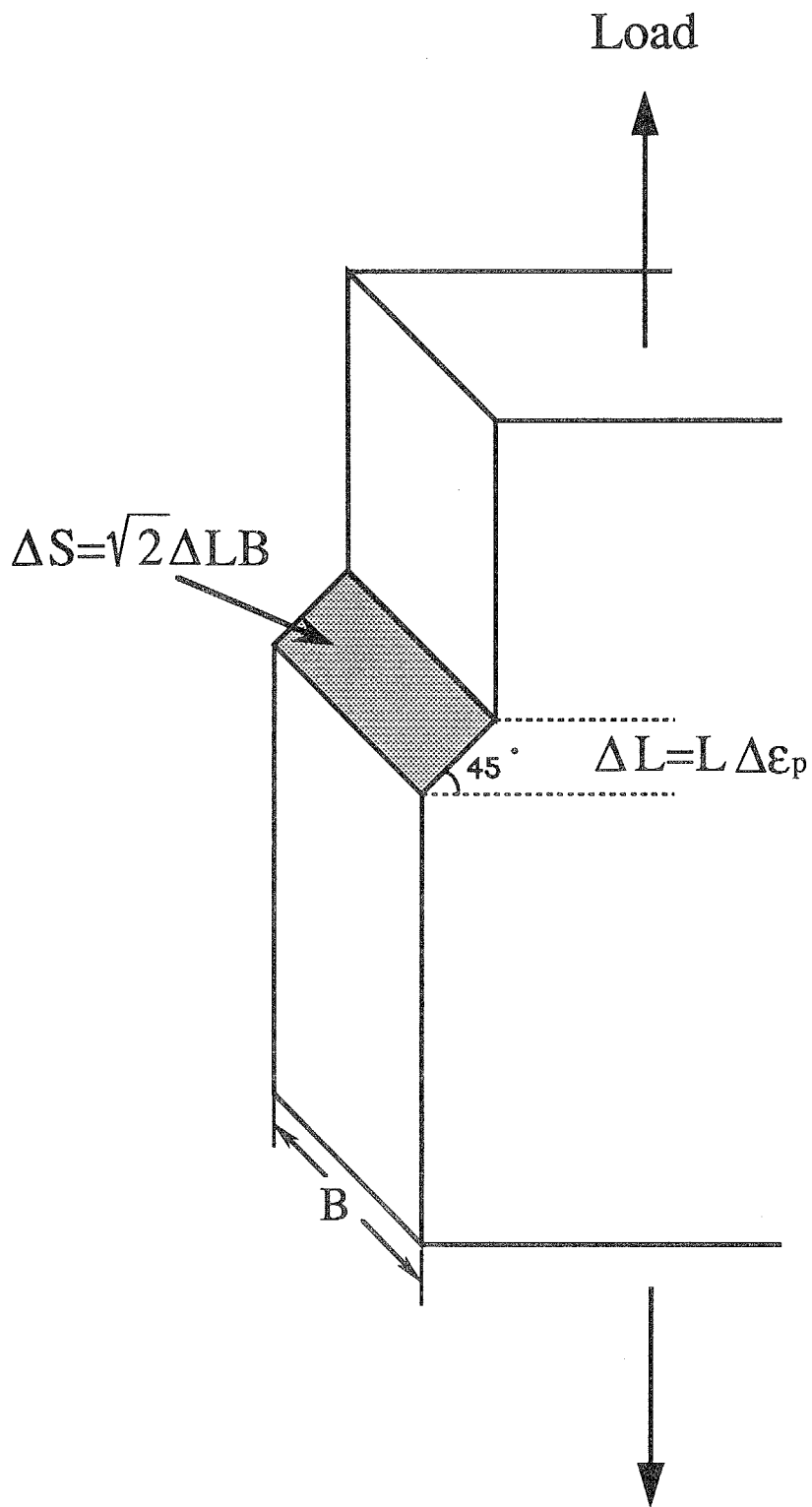


Fig. 2-20 A schematic drawing of the fresh surface area produced by the plastic deformation.

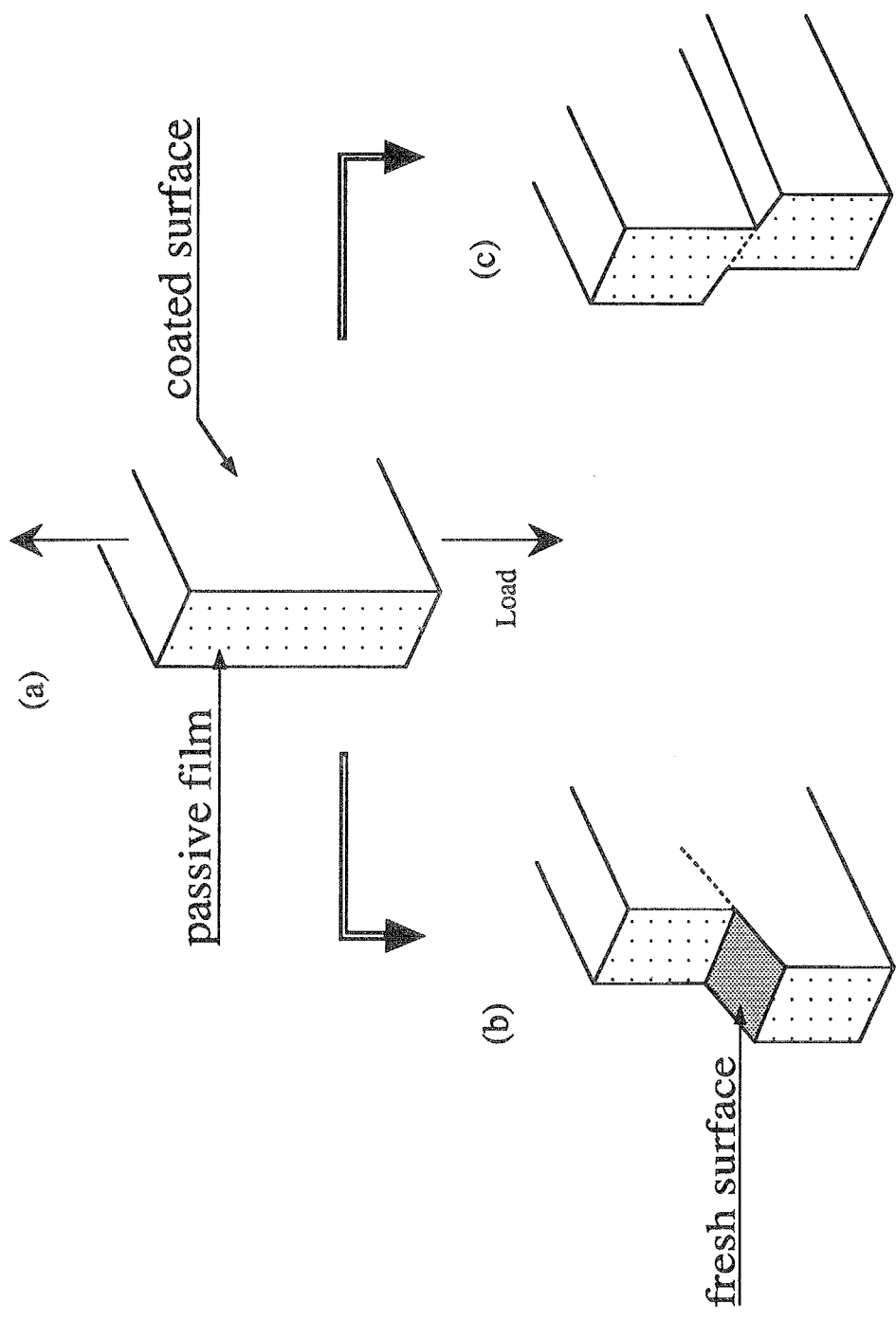


Fig. 2-21 Schematic drawings of the slip steps, showing that slip occurs towards the tested surface (b) and parallel to the tested surface (c) and undeformed specimen (a).

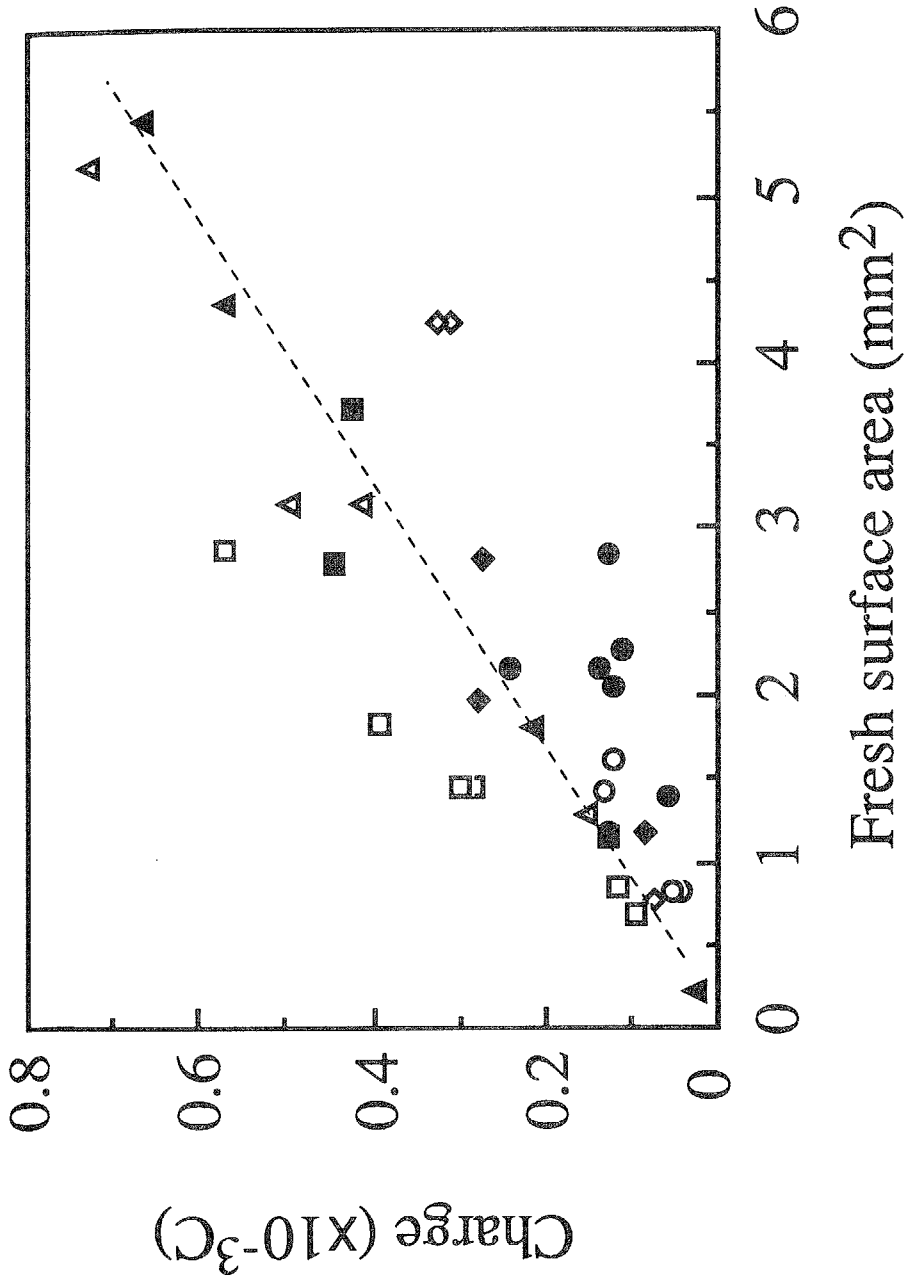


Fig. 2-22 Relation between the electric charge and the calculated fresh surface area.
The dotted line shows the average value.

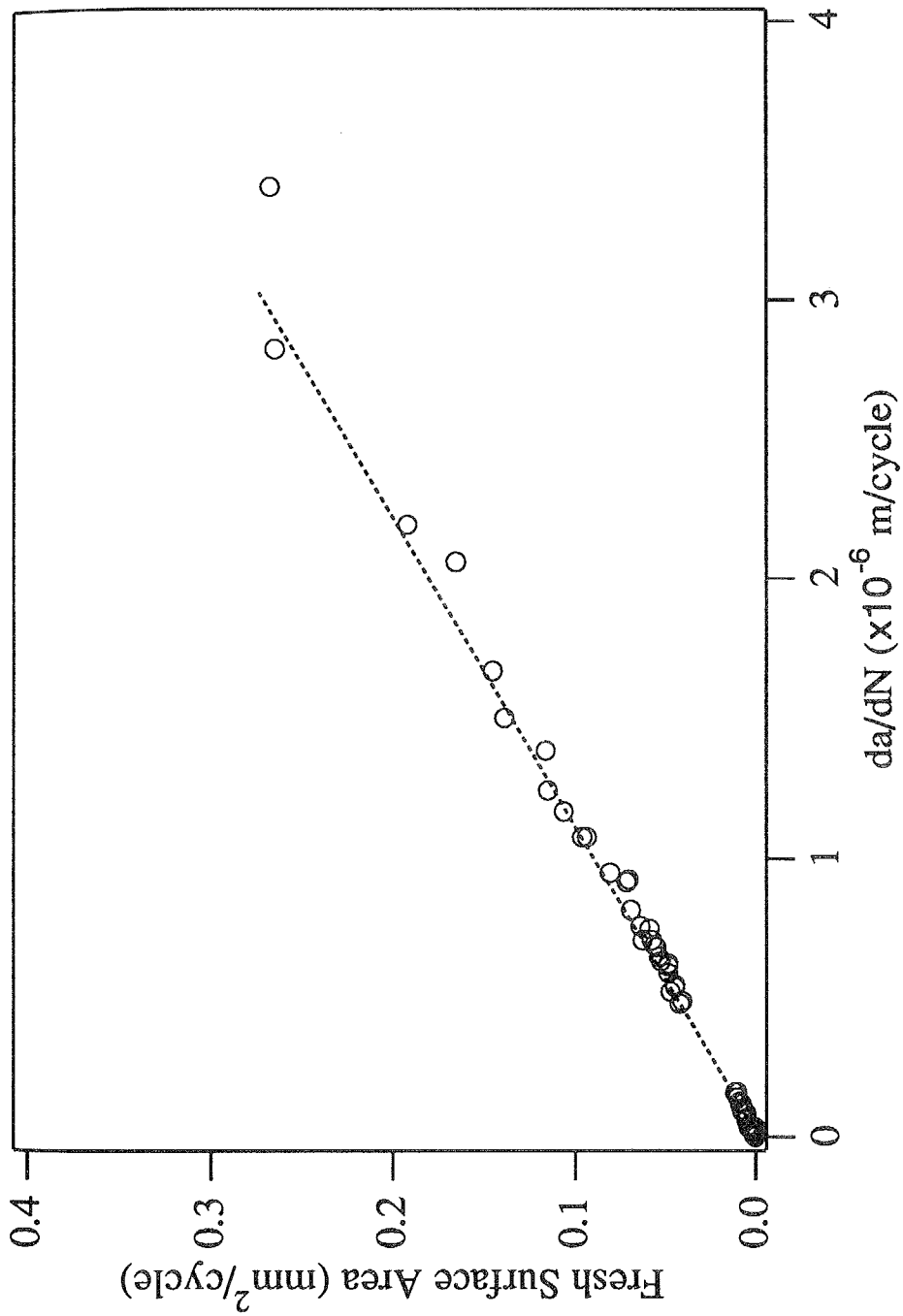


Fig. 2-23 Relation between the fresh surface area and the crack propagation rate.

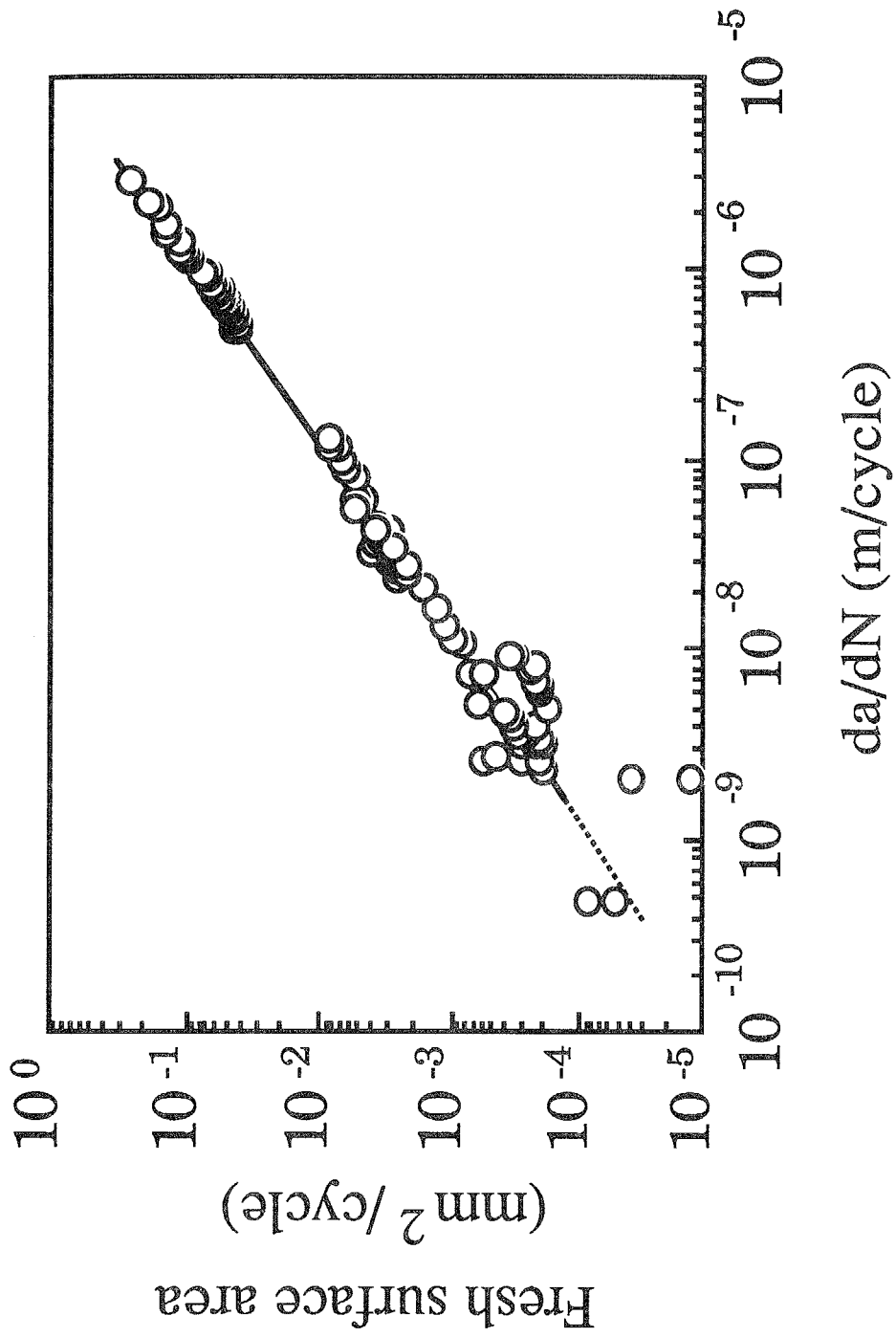


Fig. 2-24 Logarithmic plot of the fresh surface area vs. crack propagation rate.

参考文献

- [1] 北川英夫; 防食技術, 24, (1975), 35-45.
- [2] 北川英夫; 防食技術, 24, (1975), 91-100.
- [3] 北川英夫; 日本機械学会誌, 77, (1974), 959-965.
- [4] 遠藤吉郎、駒井謙治郎; "金属の腐食疲労と強度設計", 養賢堂、東京, (1982).
- [5] R.P.Wei, J.D.Landes; Int.J.Fract.Mech., 5, (1969), 69-71.
- [6] N.E.Frost, K.J.Marsh, L.P.Pook; "Metal Fatigue", Clarendon press, Oxford, (1974).
- [7] 柴田俊夫; 日本材料学会腐食防食部門研究集会資料, No.13, Mar.20, (1979),
1-15.
- [8] T.R.Beck; Electrochim.Acta, 18, (1973), 807-814.
- [9] N.D.Tomashov, L.P.Vershinina; Electrochim.Acta, 15, (1970), 501-517.
- [10] G.T.Burstein, R.C.Newman; Electrochim.Acta, 25, (1980), 1009-1013.
- [11] T.R.Beck; J.Electrochem.Soc., 115, (1968), 890-896.
- [12] T.R.Beck; Electrochim.Acta, 18, (1973), 815-827.
- [13] A.Alavi, C.D.Miller, R.P.Wei; Corrosion, 43, (1987), 204-207.
- [14] T.P.Hoar, R.W.Jones; Corros.Sci., 13,(1973), 725-738.
- [15] S.Fujimoto, T.Shibata; Corros.Sci., 31, (1990), 643-648.
- [16] A.R.Despic, R.G.Raicheff, J.O'M.Bockris; J.Chem.Phys., 49, (1968), 926-938.
- [17] T.Shibata, R.W.Staehle; Proc. 5th Int.Cong.Metallic Corrosion, (1974), 487-492.
- [18] X.G.Zhang, J.Vereecken; NATO ASI Ser.E (NLD), 130, (1987), 678-682.
- [19] X.G.Zhang, J.Vereecken; Corros.Sci., 45, (1989), 57-62.
- [20] M.Keddam, J.Vieira Da Silva; Corros.Sci., 20, (1980), 167-175.
- [21] 高尾健一、松本耕二、西谷弘信; 日本機械学会論文集 A, 51, (1985), 450-454.
- [22] T.T.Shih, R.P.Wei; Engng.Fract.Mech., 6, (1974), 19-32.
- [23] 太田昭彦、佐々木悦男、小管通雄; 日本機械学会論文集, 44, (1978),
3354-3361.

- [24] 國尾武、中沢一、林郁彦、岡村弘之編;"破壊力学実験法", (株) 朝倉書店、中央印刷、東京.
- [25] R.N.Parkins, I.H.Craig, J.Congleton; Corros.Sci., 24, (1984), 709-730.
- [26] E.A.Charles, J.Congleton, R.N.Parkins; Corrosion, 44, (1988), 599-605.
- [27] R.A.Page, A.McMinn, S.J.Hudak,Jr.; Corrosion, 44, (1988), 623-631.
- [28] H.H.Uhlig; "腐食反応とその制御", 産業図書、東京、(1968).
- [29] 田村英雄、松田好春;"現代電気化学", 培風館、東京、(1977).
- [30] 小野雅司; 博士論文、東京工業大学 (1990).
- [31] 水流徹、春山志郎; 防食技術, 27, (1978), 573-579.
- [32] 水流徹; 防錆管理, 30, (1986), 1-7.
- [33] 水流徹、春山志郎; 防食技術, 28, (1979), 134-137.
- [34] 藤島昭、相沢益男、井上徹;"電気化学測定法", 技報堂、(1984).
- [35] 春山志郎; 電気化学, 39, (1971), 536-540.
- [36] F.Mansfeld; Corrosion, 36, (1981), 301-307.
- [37] T.R.Beck; J.Phys.Chem., 73, (1969), 466-468.
- [38] K.F.Lin, T.R.Beck; J.Electrochem.Soc., 123, (1976), 1145-1151.
- [39] 瀬尾真浩、姜 祥春、佐藤教男; 腐食防食予稿集, A-208, (1976), 77-80.
- [40] 瀬尾真浩、姜 祥春、佐藤教男; 日本金属学会春期大会一般講演概要, (1986), 371.
- [41] R.S.Perkins, R.C.Livingston, T.N.Andersen, H.Eyring; J.Phys.Chem., 69, (1965), 3329-3334.
- [42] 村田朋美; 防食技術, 21, (1972), 157-164.
- [43] 村田朋美; 防食技術, 22, (1973), 133-140.
- [44] 村田朋美; 鉄と鋼, 60, (1974), 580-589.
- [45] H.Niwa, S.Asawa, S.Haruyama, T.Mori; Corros.Sci., 23, (1983), 959-968.
- [46] J.B.Mathieu, H.J.Mathieu, D.Landolt; J.Electrochem.Soc., 125,(1978),1039-1043.

- [47] J.P.Frayret, A.Caprani; *Electrochim.Acta.*, 27, (1982), 391-399.
- [48] J.P.Frayret, A.Caprani; *Electrochim.Acta.*, 26, (1981), 1789-1796.
- [49] R.Nishimura, K.Kudo; *Corros.Sci.*, 22, (1982), 637-645.
- [50] T.Ohtsuka, M.Masuda, N.Sato; *J.Electrochem.Soc.*, 132, (1985), 787-792.
- [51] 松田史朗、細谷敬三、杉本克久; *日本金属学会誌*, 50, (1986), 999-1008.

第3章 き裂先端で生成する新生面面積に及ぼす応力比の効果

3.1 緒言

第1章でも述べたように、パリヌ域ではき裂伝播速度は

$$da/dN = C(\Delta K)^m ; C, m \text{は定数} \quad (1)$$

の関係があることが知られている[1]。一般に応力比が大きく変化するとき裂伝播速度、特に定数Cが変化することが知られている[2-3]。

Elber[4]は、変位-荷重曲線の傾きの変化より「繰り返し荷重が片振り引張であっても、き裂が閉口している期間があり、その間は $K_I=0$ である。」と考え、き裂が開口している期間の応力拡大係数の範囲を ΔK_{eff} とし、これでき裂伝播速度を整理すると応力比によらず1本の線上に集まることを示した。その後の同様な研究によって、応力比の効果はき裂閉口のみでは完全には説明できないという議論も存在するが[5-7]、一般に有効応力拡大係数幅 ΔK_{eff} の概念が有効であると考えられている[8-10]。

つまり、ボイドの生成など静的破壊の影響がなく、ストライエーションを形成して伝播する条件では、き裂閉口が起きている場合には ΔK_{eff} 、起きていない場合には $\Delta K (= \Delta K_{\text{eff}})$ を用いれば、き裂伝播速度は応力比に依存しないと考えられている。

破壊力学ではき裂伝播が ΔK に依存することについて以下のように考えられている[11]。

き裂を有する完全弾性体に、応力 σ が加わり、応力拡大係数が K となったとき、Fig. 3-1(a)に示すような、応力場が形成され、

$$r_p = A \left(\frac{K}{\sigma_{ys}} \right)^2 \quad (2)$$

で示される大きさの塑性域ができる。ここで、 A は定数、 σ_{ys} は材料の降伏応力である。

この状態から、 $-\Delta\sigma$ 、 $-\Delta K$ だけ変化を与えると、この材料の圧縮の降伏点を $-\sigma_{ys}$ とすると、応力が $-2\sigma_{ys}$ だけ変化した領域が繰り返し塑性域となる (Fig. 3-1(b))。したがって繰り返し塑性域は

$$r_r = A \left(\frac{\Delta K}{2\sigma_{ys}} \right)^2 \quad (3)$$

であると考えられている。そして、この状態の応力場はFig. 3-1(c)のようになる。

以上のように破壊力学では繰り返し塑性域寸法や繰り返し負荷時のき裂開口変位 ($\Delta CTOD$)が $(\Delta K)^2$ に比例することを、き裂伝播速度が ΔK に依存することの根拠に上げている。しかし、第1章での議論のように、実際のき裂伝播速度が必ずしも $(\Delta K)^2$ に比例するわけではなく、その指数は2から6程度で材料により異なる[12-14]ことから矛盾を生じる。

そこで、応力比が変化した場合にき裂先端でどのような変形が起こっているかを調べるため、様々な応力比について、第2章で示した手法を用いて、き裂先端で生成する新生面面積を測定し、検討を行なった。

3.2 実験方法

3.2.1 新生面面積測定

試験片は2.2.1節に示した厚さ12.5mmのCT試験片を使用し、試験片のコーティング、環境、測定系、予き裂導入については2.2.1節と同様な方法で定電位き裂伝播試験を行なった。

荷重周波数は1Hzとし、応力比を0.1, 0.3, 0.5, 0.6, 0.7, 0.8に設定し、おもにパリ

ス域について、疲労1サイクルに流れた電荷量とき裂伝播速度との関係を求めた。

2.4.7節で求めた電荷量と新生面面積との関係を用いて、それぞれの応力比について荷重サイクル毎にき裂先端で生成した新生面面積を求めた。

3.2.2 破面観察

応力比や K_{max} による破面の違いを見るため、き裂伝播試験の破断後の試料の破面を走査電子顕微鏡(SEM)で観察した。

3.3 実験結果

3.3.1 新生面面積測定

各応力比における典型的な分極電流波形とその時の応力波形をFig. 3-2(a)~Fig. 3-2(f)に示す。

これより求めた各応力比におけるき裂伝播速度と疲労1サイクルに生成した新生面面積の関係をFig. 3-3~Fig. 3-8に、き裂伝播速度(da/dN)と応力拡大係数幅(ΔK)の関係とともに示す。それぞれについて、き裂伝播速度が小さい領域では、き裂伝播速度と新生面面積は1次の比例関係があり、き裂伝播速度が大きくなると直線関係からはずれてくる傾向がある。

3.3.2 破面観察

Fig. 3-9(a)~Fig.3-9(b)に応力比0.3および0.7におけるパリス域での破面写真を示す。どの応力比においても、パリス域では破面のほぼ全域でストライエーションが観察された。

3.4 考察

3.4.1 パリス域における新生面面積

Fig. 3-3～Fig. 3-8から求めたパリス域と急速進展域の境界のき裂伝播速度と、新生面面積が低伝播速度側の直線領域からはずれるき裂伝播速度とTable 3-1に示す。

新生面面積が低き裂伝播速度側の直線からはずれるき裂伝播速度は、パリス域から急速進展域に移行する伝播速度とほぼ一致している。

Fig. 3-7(b)及びFig. 3-8(b)中に示した点線は、他の応力比における直線部分の傾きを示したものであり、応力比0.7及び0.8ではFig. 3-3(a)～Fig. 6(a)と比較しても、今回の測定範囲ではほぼ測定開始時から急速進展域に入っていたと考えられる。

このことより、パリス域においてはき裂先端で疲労1サイクルに生成する新生面面積はき裂伝播速度、すなわち、1サイクルに進展した距離と1次の比例関係があることが明かとなった。このことはき裂先端の形状はパリス域では伝播速度によらず、相似形を保って進展していることを示すものと考えられる。

これらの結果よりき裂先端モデルを考えてみる。ただし、今回測定したものはき裂先端で生成した新生面の面積であるから、き裂の3次元的な形状は決定できない。したがって、いろいろな仮定をおく必要がある。

まず、き裂は、試験片の厚さ方向に対して一定であると仮定し、2次元の問題として考える。一般に試験片厚さが厚い場合には、き裂は試験片表面よりも内部で速く進展し、き裂の前縁は爪状になっている場合がある。しかし、求めているのはき裂の絶対長さではなく、荷重1サイクル毎の新生面面積、すなわち荷重負荷回数で微分した値である。しかも、今回用いた試験片は厚さがそれほど厚くなく、破面観察からも内部と表面でき裂進展速度はそれほど差はなかった。通常、き裂前縁は均

質体で平面ひずみ状態では直線的になるのが最も安定であり、Al合金での観察により局所的な凹凸はみられるが、これらは長く継続したり、拡大することはなく、早急に回復し直線に近づいていくことが知られている[15]。また、たとえき裂前縁が直線でないとしても、たとえばマクロな伝播方向に対して 45° の角度でジグザグしていたとしても、き裂前縁の長さは高々 $\sqrt{2}$ 倍にしかならないので、この仮定は妥当なものと思われる。

き裂先端の新生面がFig. 3-10(a)に模式的に示すように平面（すなわち断面は直線状）である場合、き裂先端の角度 $\theta=90^\circ$ のモデル[16]では新生面面積 ΔS は

$$\Delta S=2\sqrt{2} B_{CT} da/dN \quad (4)$$

となる。ここで B_{CT} は試験片の厚さ（12.5mm）である。

ところが、Fig. 3-3～Fig. 3-6の新生面面積とき裂伝播速度の関係では、

$$\Delta S=6.9 B_{CT} da/dN \quad (5)$$

となっている。

したがって、き裂先端角度 $\theta=90^\circ$ の平面状でき裂伝播速度はき裂先端開口変位(CTOD)の1/2であるというような単純なモデル[16]では、き裂伝播速度と新生面面積の関係を説明できず、このようなモデルの場合よりも、実際の新生面面積はかなり大きいことが明かとなった。

Neumann[17-18]による単結晶での実験では、き裂進展は2種類のすべり系が交互に働くことによって起きると説明されている。また、Kikukawaら[19]はFe-Si合金について、SEM内で疲労負荷を与え、き裂先端を直接観察している。この際に、試料表面に微少な酸化マグネシウムの結晶を分散しておき、その動きから、すべりの方向を求めている。それによると、すべりの方向はマクロなき裂進展方向に対して $\pm 55^\circ$ であるが、これに対して、き裂先端の角度は $130^\circ \sim 140^\circ$ であり、2つのすべり方向の間の角度 110° とは一致していない。これらのことから、き裂先端で2種類のすべり系が働き、1つのすべり面がある量すべると加工硬化により、すべることができなくなり、同じ方向の別のすべり系が多数働き、その結果としてマクロ的

にみたき裂先端の角度がすべり面間の角度よりも大きくなると考えられる。これを模式的に示したのがFig. 3-10(b)である。このように考えると生成した新生面面積が、き裂先端が平面状で $\theta=90^\circ$ であるモデルよりも大きくなることを説明することができる。また、はじめに仮定したように、面積の測定だけでは形状は決まらないので、このモデルは、き裂先端で多数のすべり系が作動するLaird[20-21]やTomkins[22-23]による塑性鈍化モデルと矛盾するわけではない。

3.4.2 パリス域における新生面面積の応力比による変化

Fig. 3-3(b)～Fig. 3-8(b)をすべて重ねたものをFig. 3-11に示す。これを見るとパリス域では新生面面積とき裂伝播速度との関係は応力比によらず1本の直線上にのっている。

すなわちパリス域では、応力比によらずき裂伝播速度と新生面面積は1対1に対応している。したがって、応力比が変化しても同一き裂伝播速度ではき裂先端で同じ量の新生面を生じる、つまり、き裂先端では同じ量の塑性変形が起きているものと考えられる。

新生面面積が応力比によらず ΔK (ΔK_{eff}) に依存することから、 K_{min} 時にはき裂先端は応力比によらず一定の形状になっていると考えられる。それは、もしき裂先端の形状が異なっていれば、その状態から ΔK の負荷を行なったときに応力集中度合が異なり、新生面面積が変化すると考えられるからである。つまりどの応力比においても K_{min} 時にはき裂の最先端は閉口し、その状態から ΔK だけ負荷したときの変形が新生面面積、伝播量に対応すると考えると説明できる。つまり、今回の結果は、Elberの提案したき裂閉口によりき裂先端にかかる有効な応力拡大係数が減少するという考えを補足するものとなっている。

3.5 小括

純Tiについて、第2章で示した手法を用いて、疲労1サイクルに生成した新生面積を応力比を変化させて測定した。パリス域では各応力比とも、き裂伝播速度と新生面積は1次の比例関係があった。このことは、き裂先端の形状は、き裂伝播速度によらず相似形を保って進展していると考えられる。そのき裂先端の面積は、き裂先端が 90° の平面をなすモデルで考えられる値よりもかなり大きな値であることが明かとなった。また、き裂伝播速度と新生面の関係を示す比例定数は応力比によらず、一定値であった。すなわち、応力比が変化しても、同じき裂伝播速度においてき裂先端では同じ量の新生面が生成しており、有効応力拡大係数の概念を補足するものとなっている。

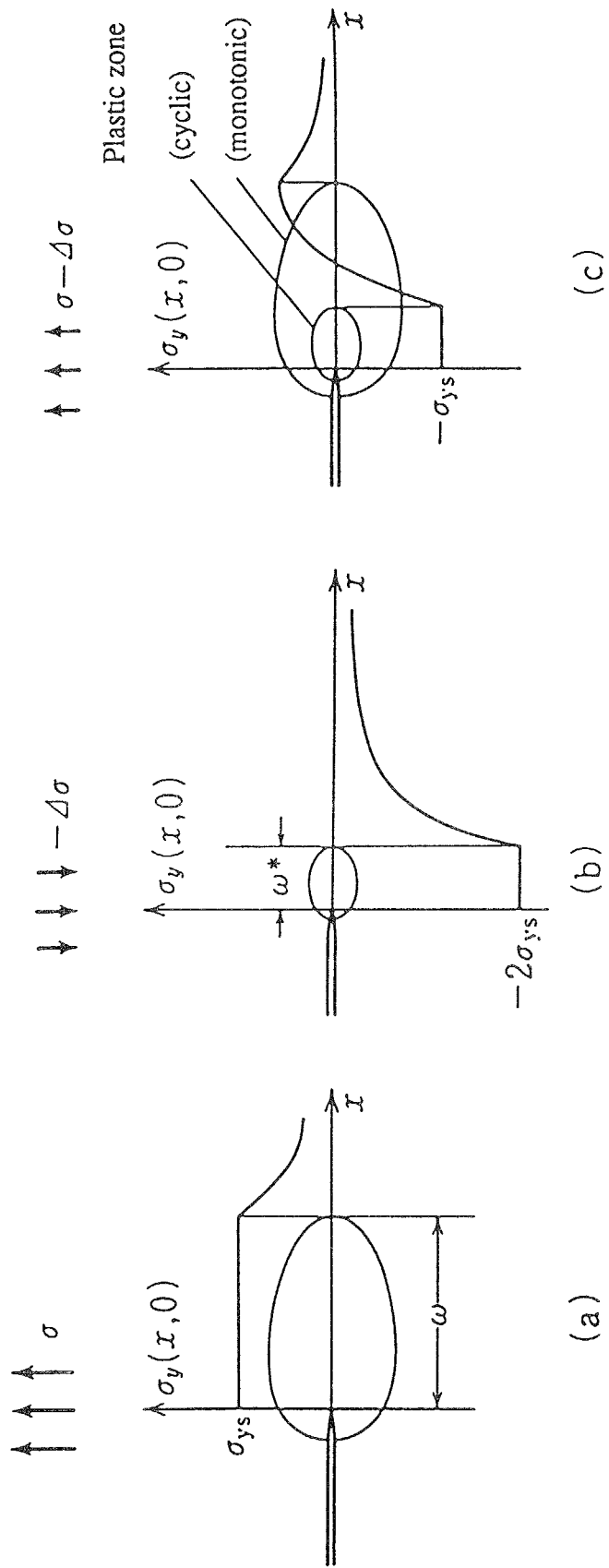


Fig. 3-1 The distribution of stresses at the crack tip under cyclic loading [11].

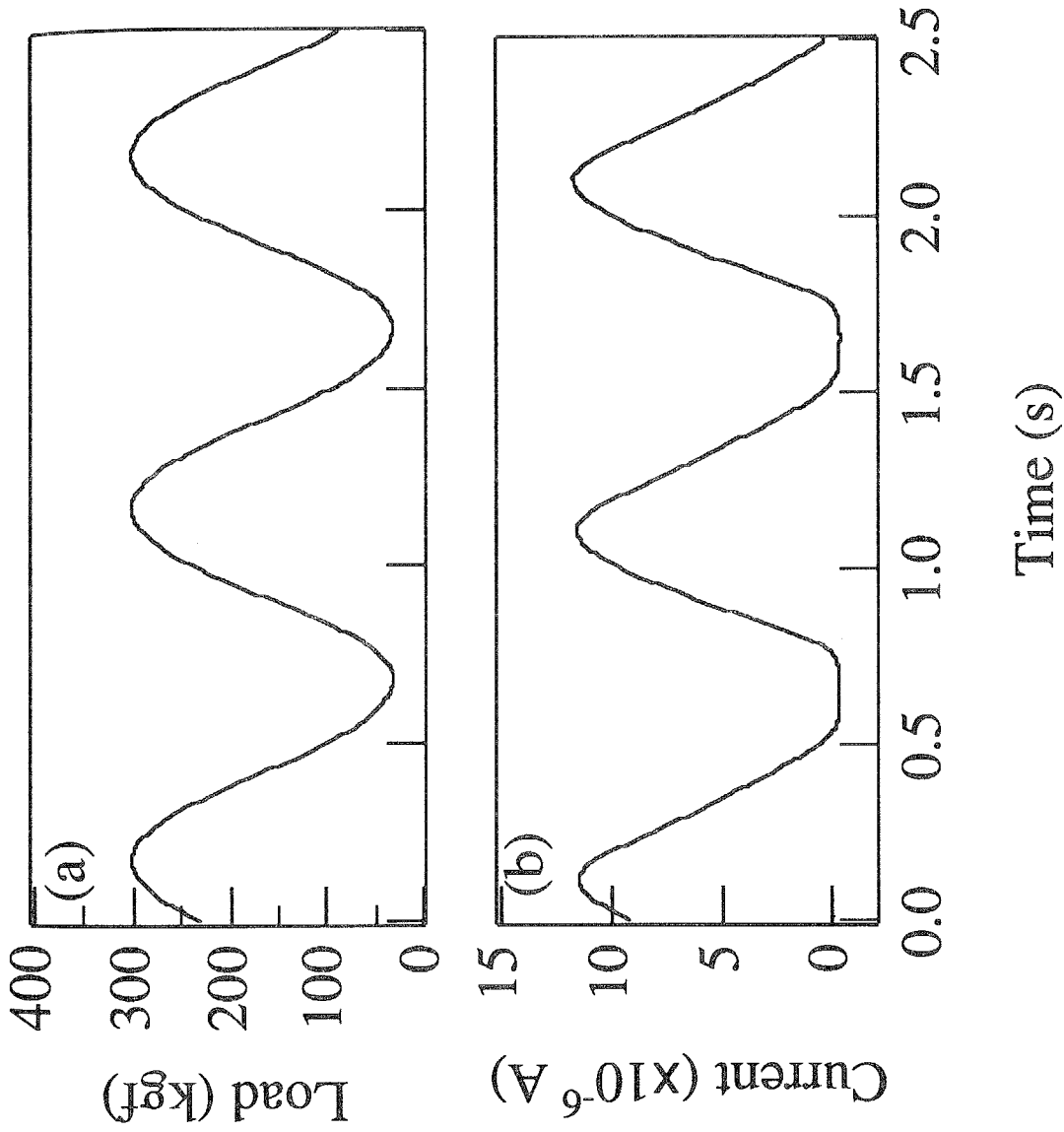


Fig. 3-2(a) Typical wave forms of the load (a) and the polarization current (b) at $da/dN=4 \times 10^{-7}$ m/cycle, $R=0.1$.

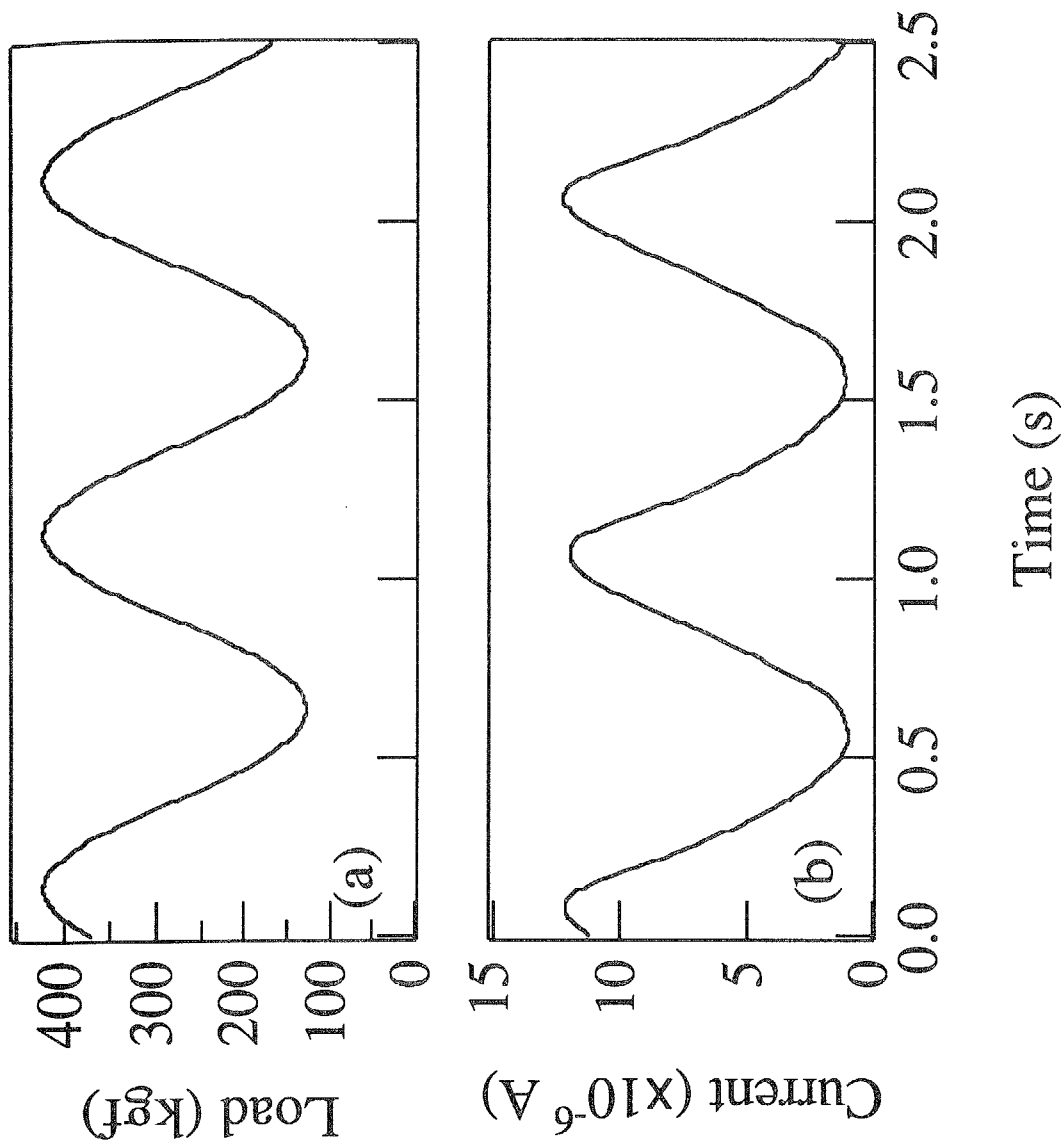


Fig. 3-2(b) Typical wave forms of the load (a) and the polarization current (b) at $da/dN=4 \times 10^{-7}$ m/cycle, $R=0.3$.

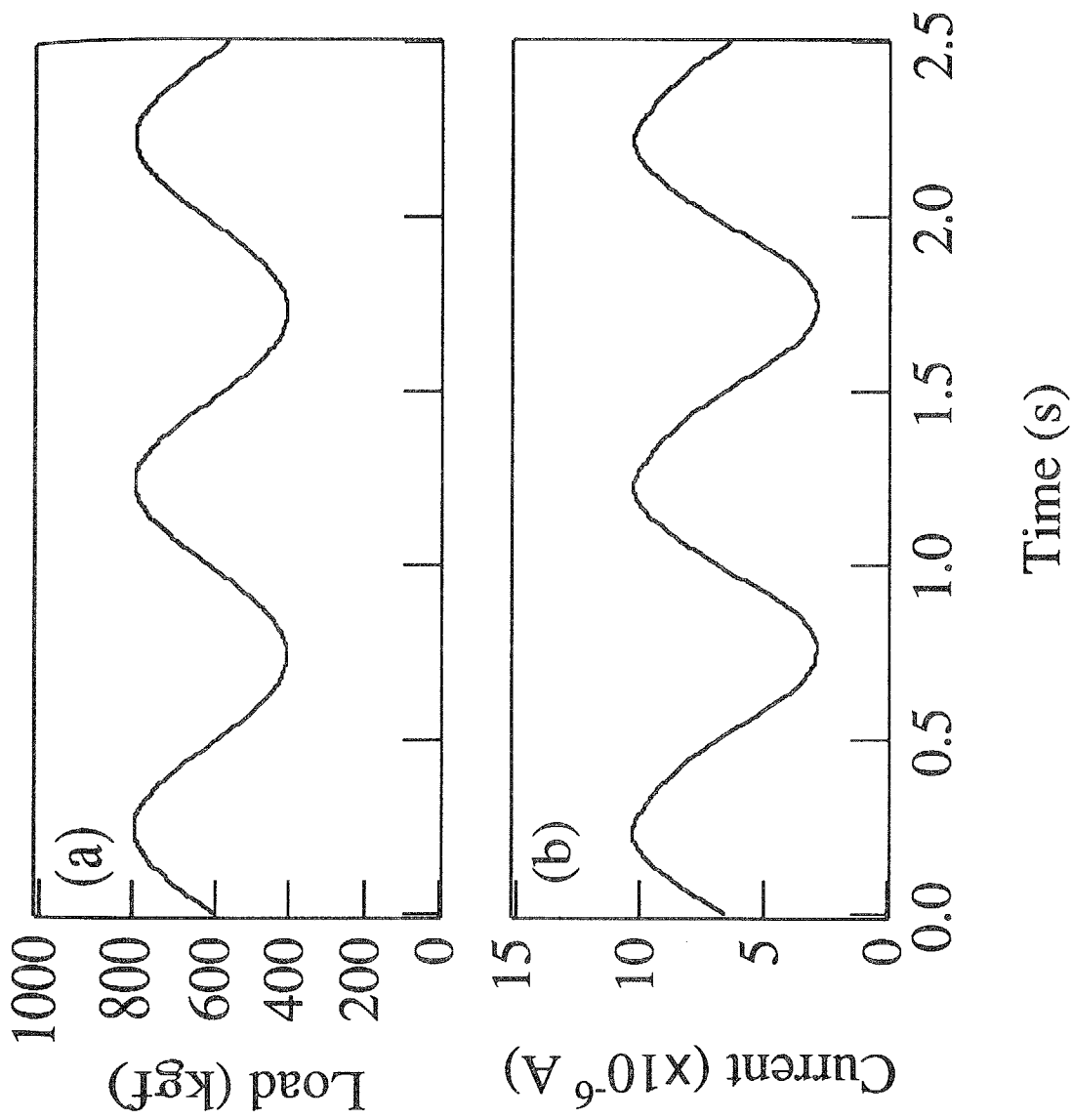


Fig. 3-2(c) Typical wave forms of the load (a) and the polarization current (b) at $da/dN=4 \times 10^{-7}$ m/cycle, $R=0.5$.

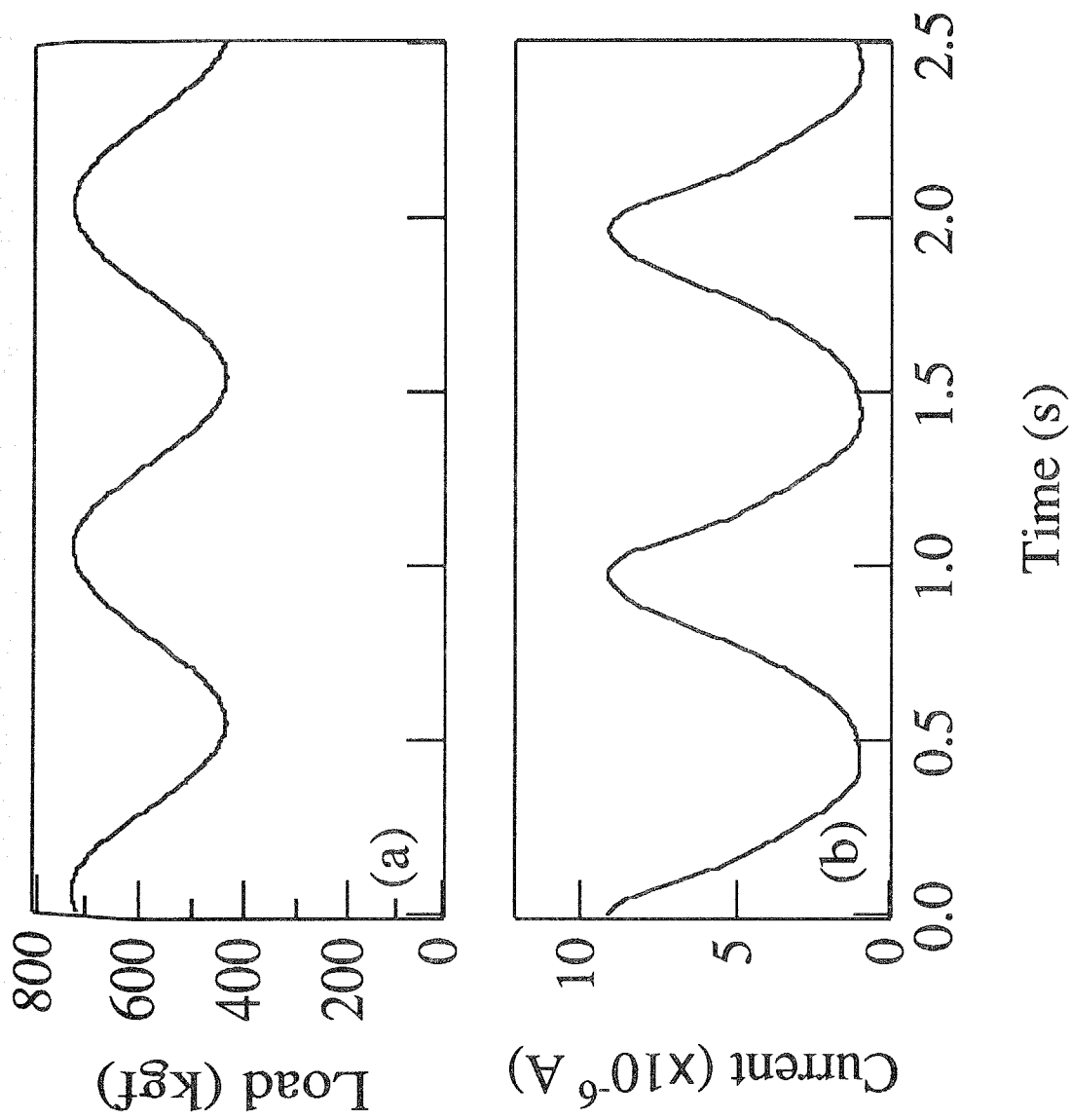


Fig. 3-2(d) Typical wave forms of the load (a) and the polarization current (b) at $da/dN=4 \times 10^{-7}$ m/cycle, $R=0.6$.

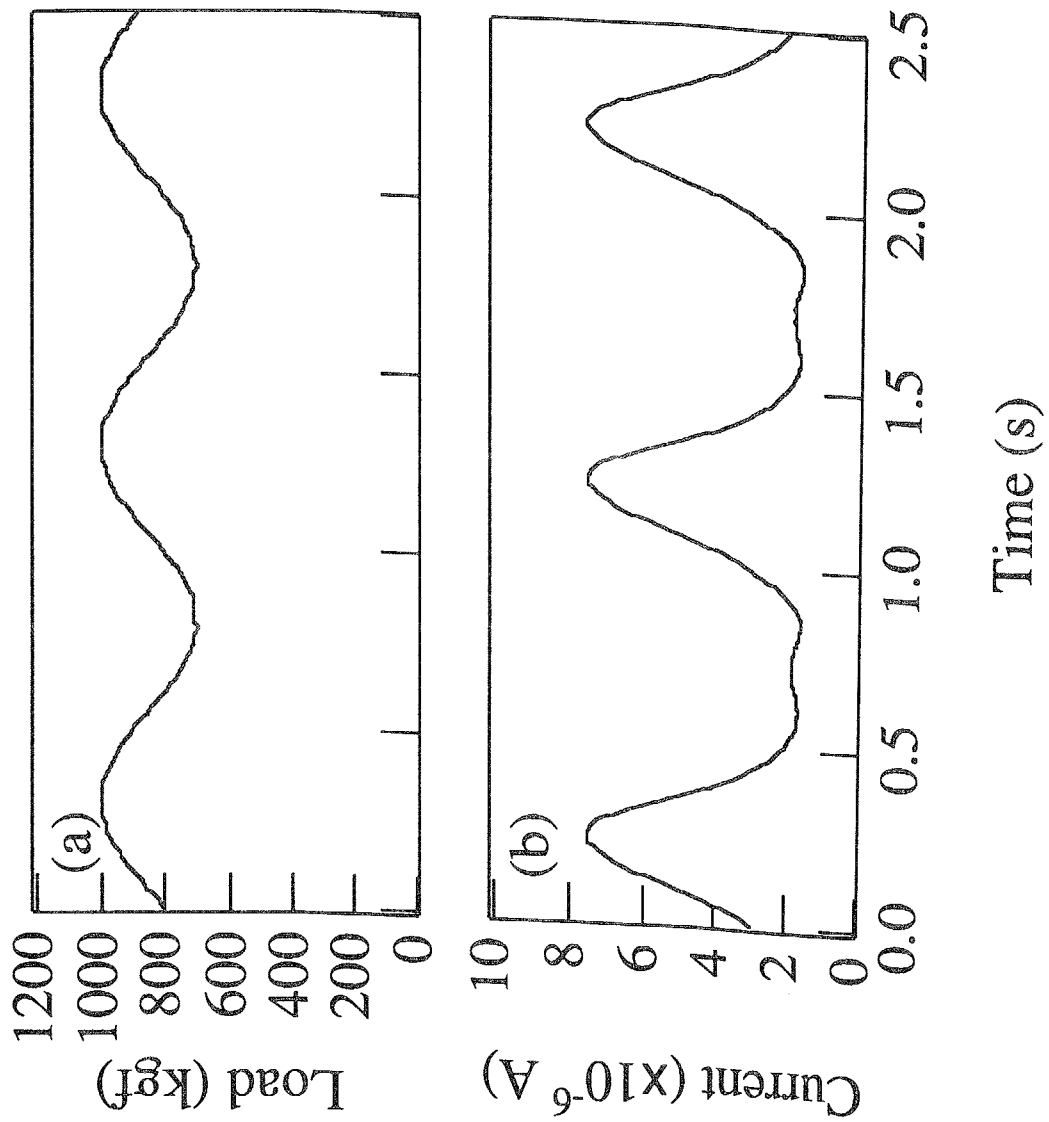


Fig. 3-2(e) Typical wave forms of the load (a) and the polarization current (b) at $da/dN=4 \times 10^{-7}$ m/cycle, $R=0.7$.

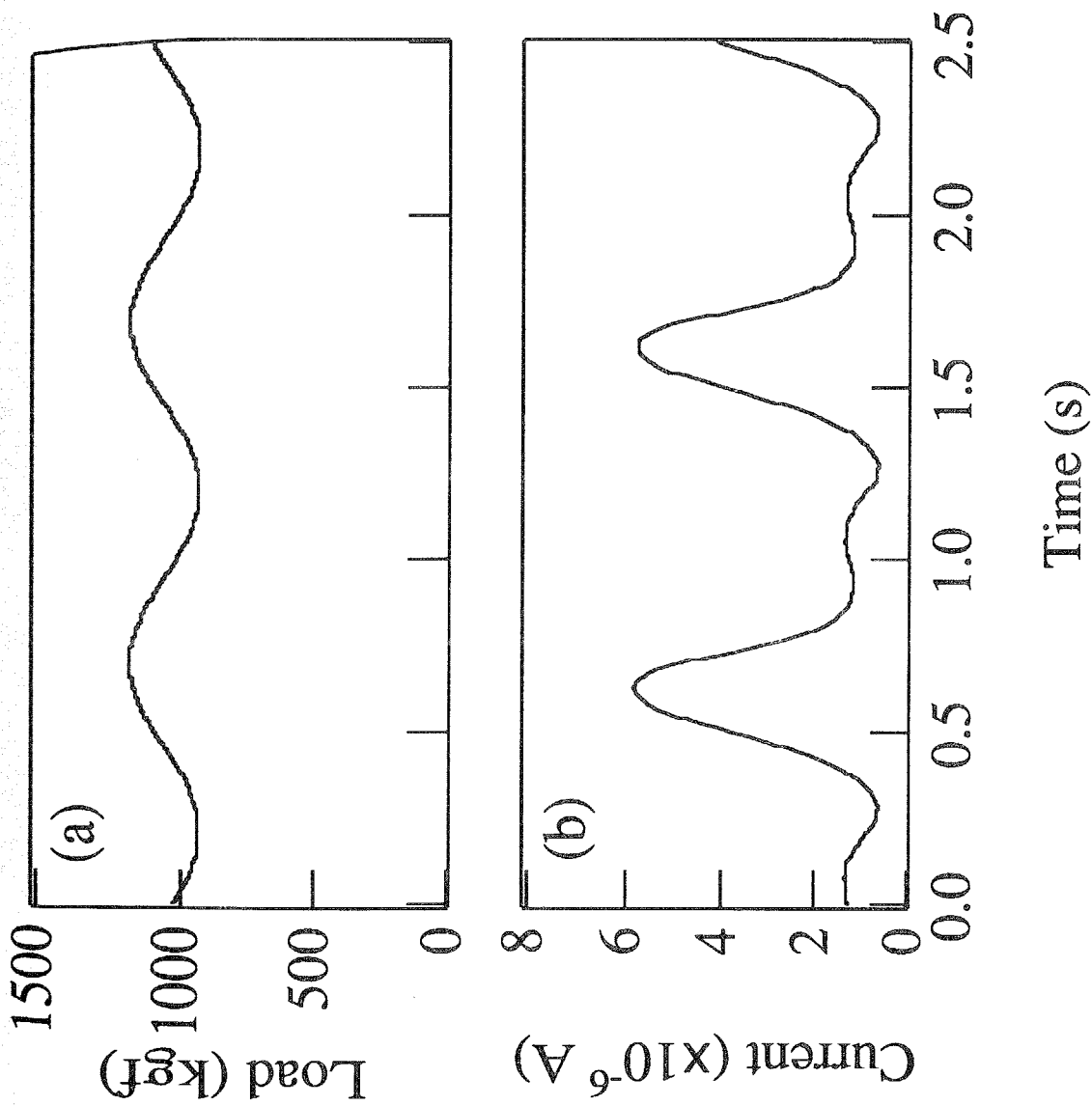


Fig. 3-2(f) Typical wave forms of the load (a) and the polarization current (b) at $da/dN=4 \times 10^{-7}$ m/cycle, $R=0.8$.

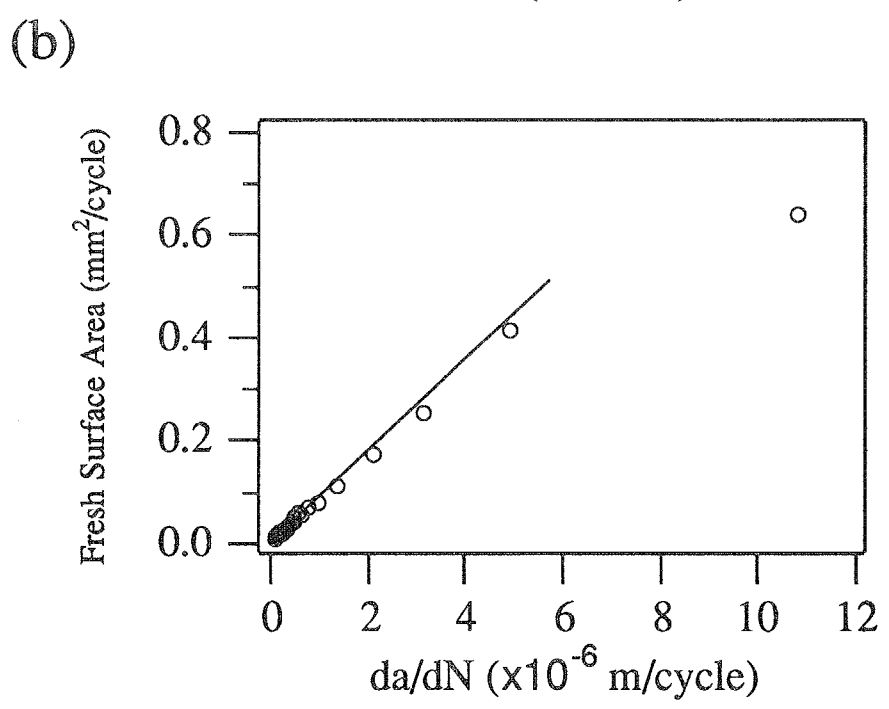
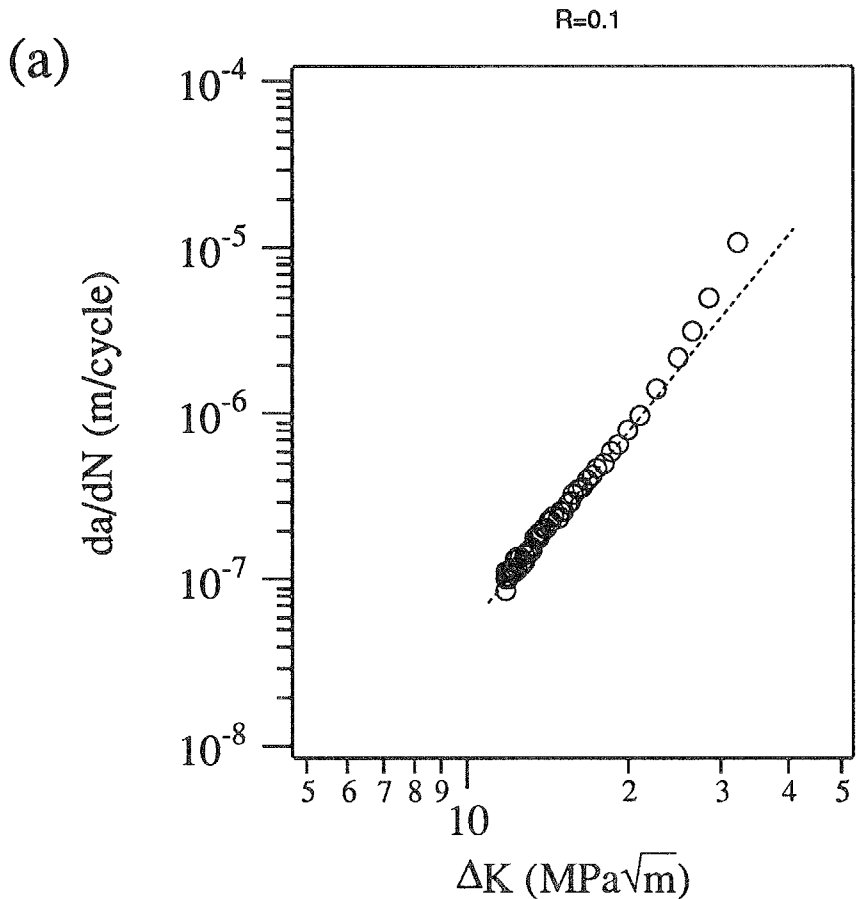


Fig. 3-3 Crack propagation rate as a function of stress intensity factor range (a) and the relation between fresh surface area and the crack propagation rate at R=0.1.

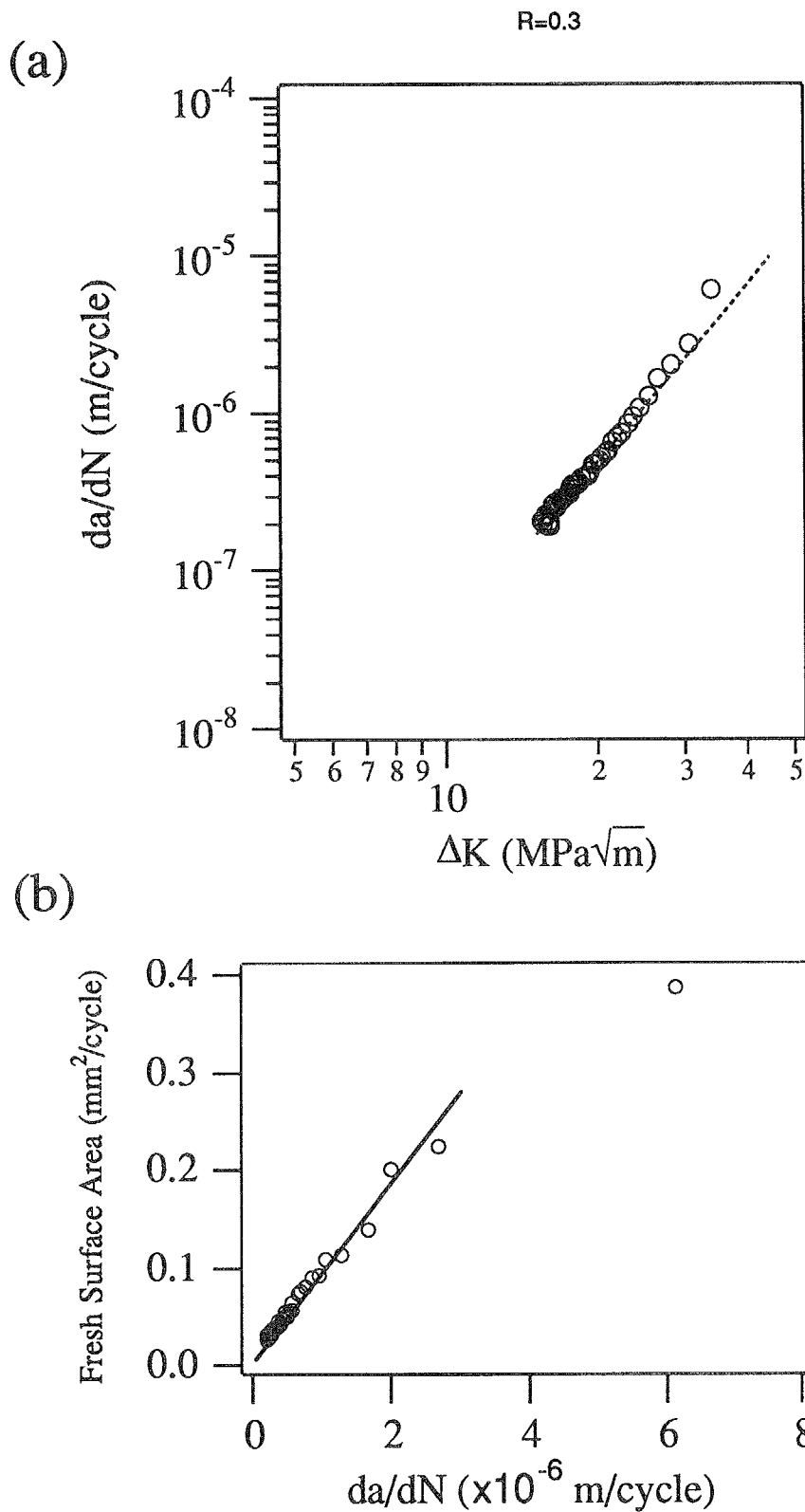


Fig. 3-4 Crack propagation rate as a function of stress intensity factor range (a) and the relation between fresh surface area and the crack propagation rate at R=0.3.

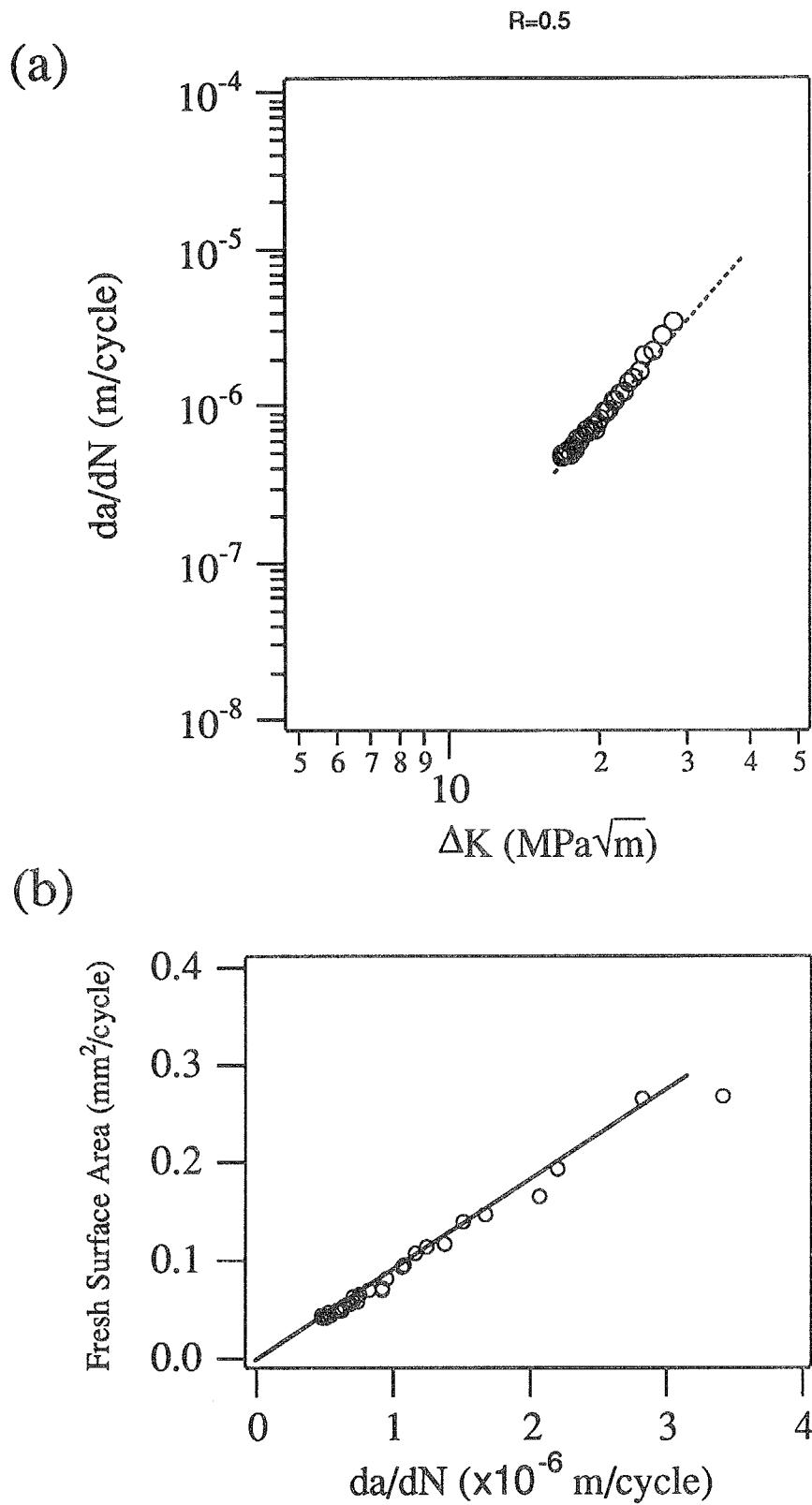


Fig. 3-5 Crack propagation rate as a function of stress intensity factor range (a) and the relation between fresh surface area and the crack propagation rate at R=0.5.

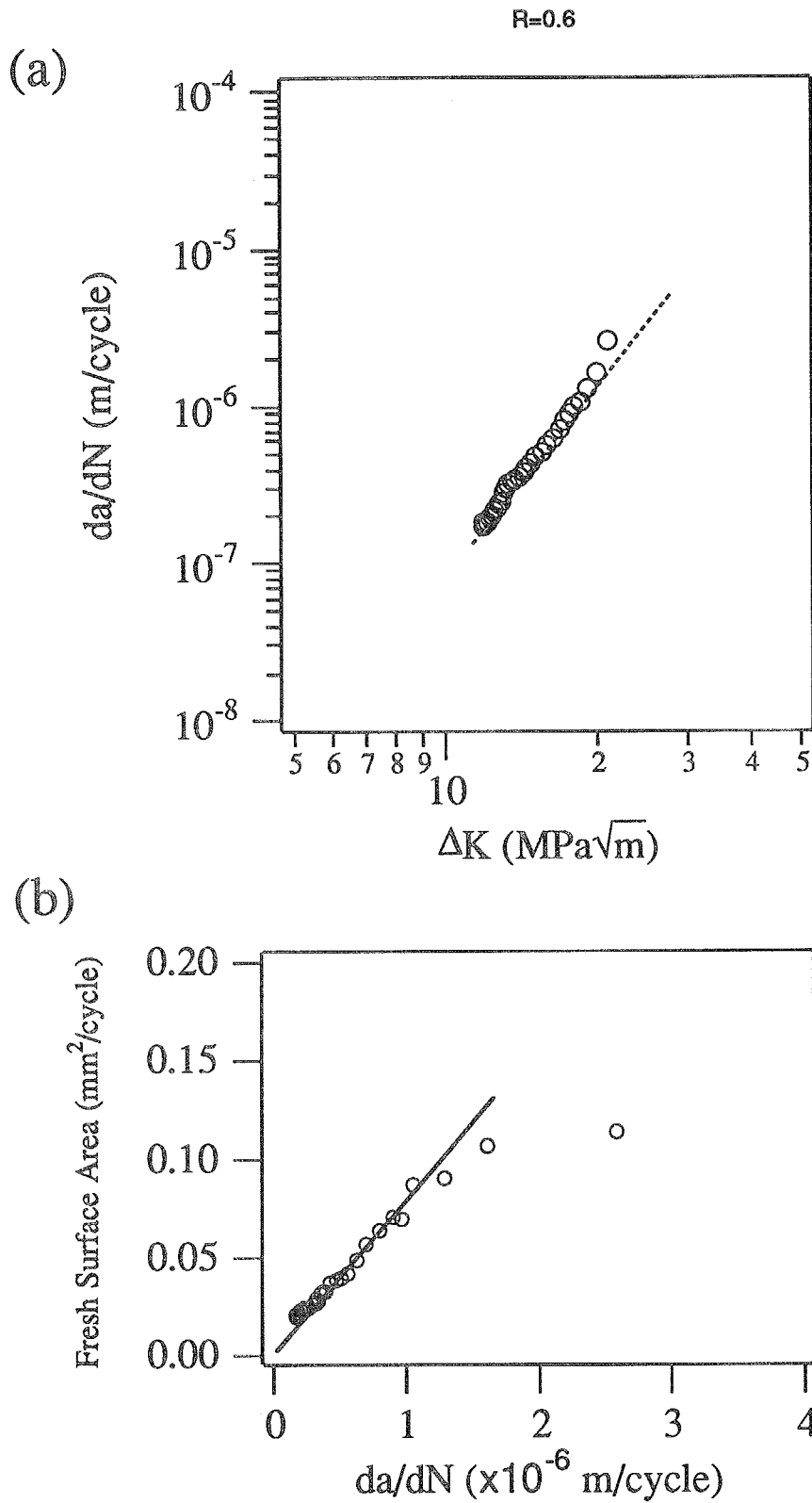


Fig. 3-6 Crack propagation rate as a function of stress intensity factor range (a) and the relation between fresh surface area and the crack propagation rate at R=0.6.

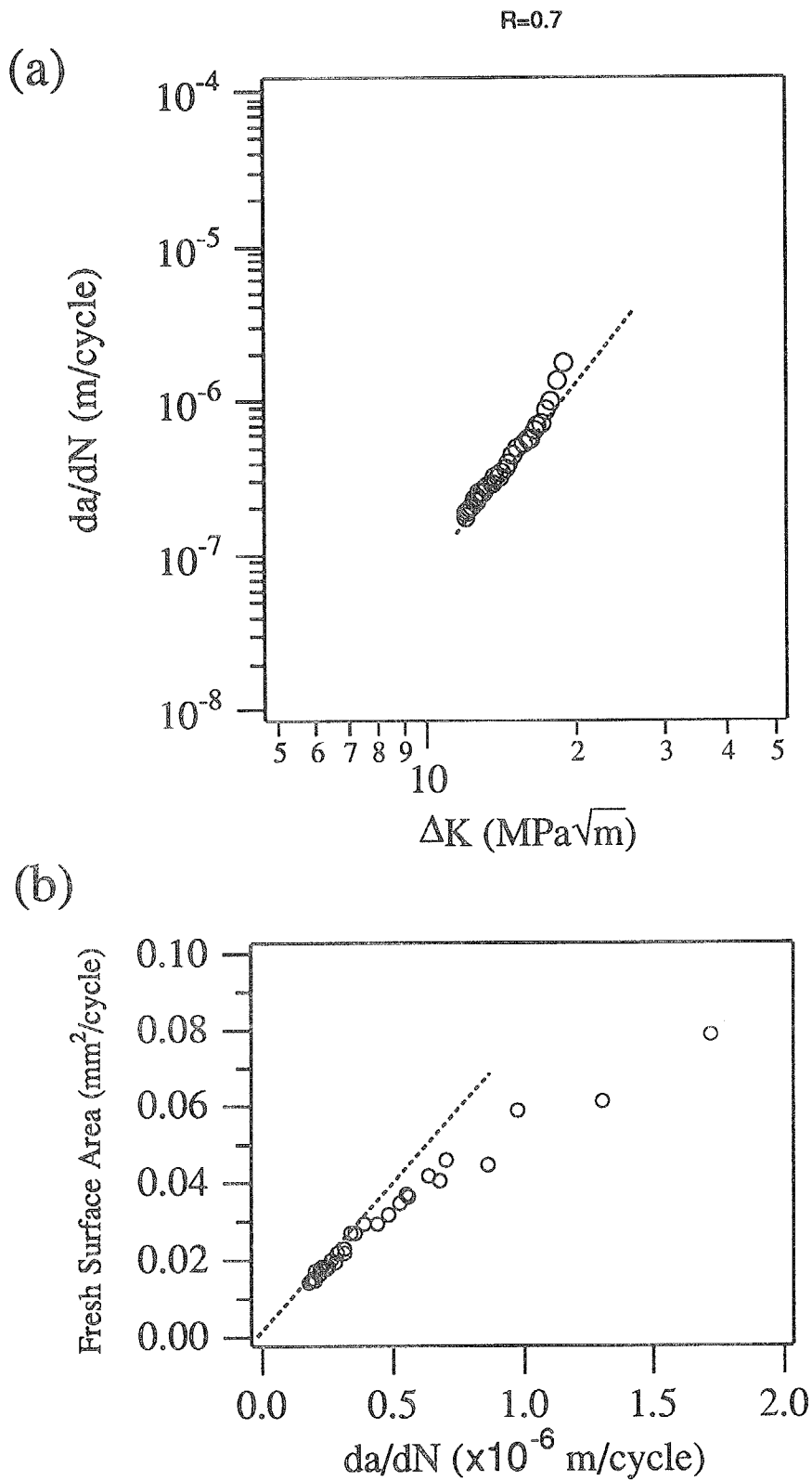


Fig. 3-7 Crack propagation rate as a function of stress intensity factor range (a) and the relation between fresh surface area and the crack propagation rate at R=0.7.

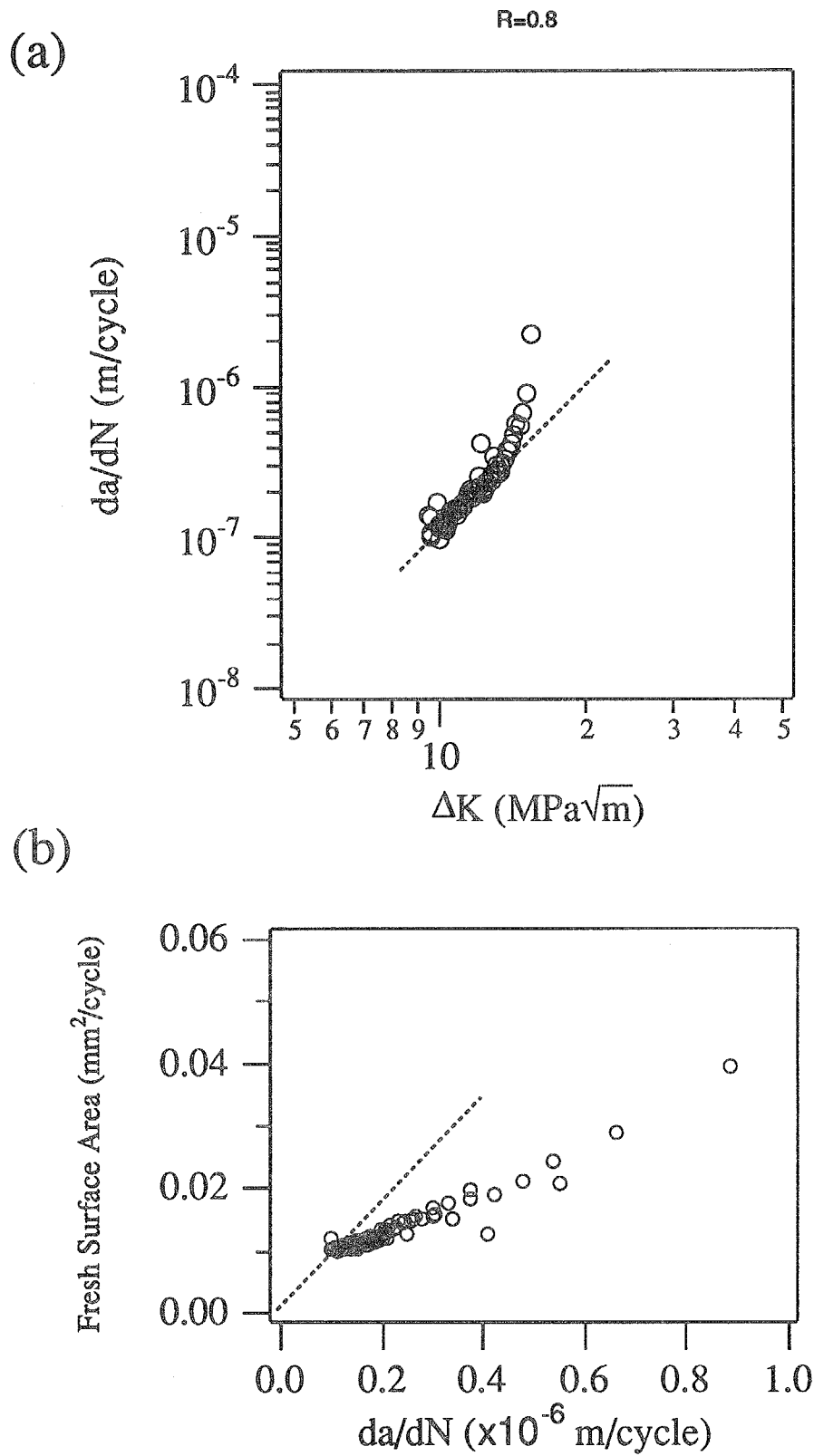
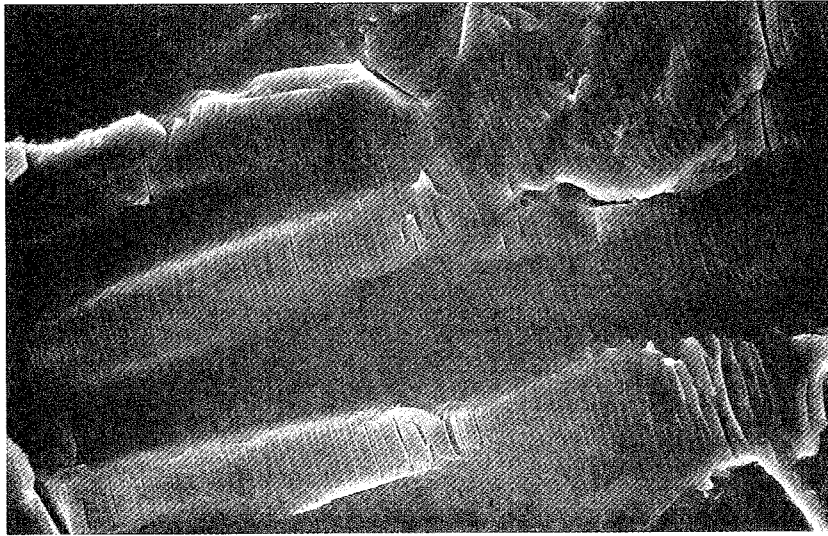


Fig. 3-8 Crack propagation rate as a function of stress intensity factor range (a) and the relation between fresh surface area and the crack propagation rate at R=0.8.

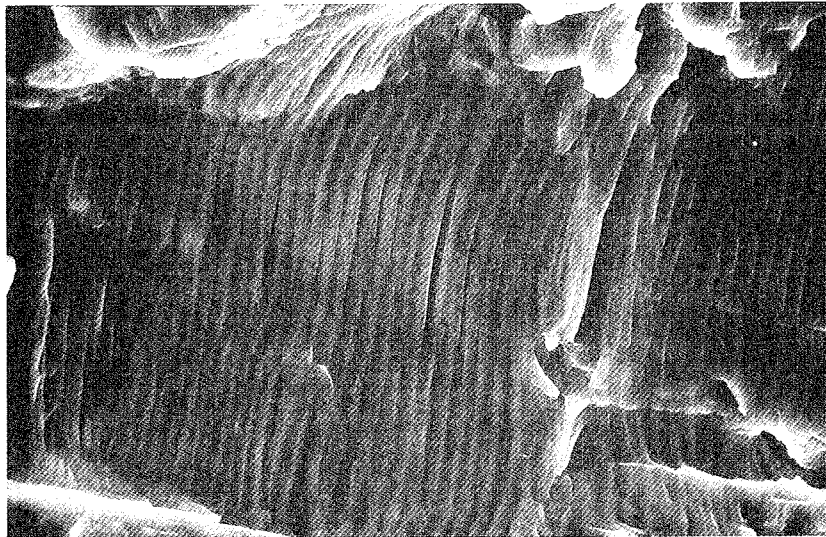
(a)



← Crack propagation direction

← 10μm

(b)



← Crack propagation direction

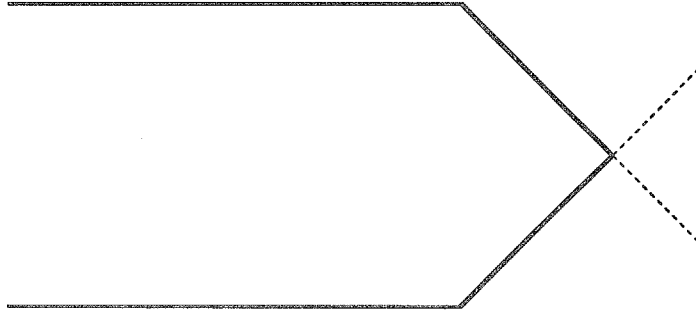
← 10μm

Fig. 3-9 Fracture surfaces showing striation formation in the Paris regime at $da/dN=6 \times 10^{-7}$ m/cycle, $R=0.3$ (a) and $R=0.7$ (b).

Table 3-1 Comparison of the crack propagation rates at the transition between the Paris regime and the fast growth regime, and at changing the slope in the relation between fresh surface area and the crack propagation rate.

Load ratio	Crack propagation rate at the transition between the Paris regime and the fast growth regime (m/cycle)	Crack propagation rate at changing the slope in Fig. 3-3(b) ~ Fig. 8(b) (m/cycle)
0.1	2.0×10^{-6}	4.0×10^{-6}
0.3	3.0×10^{-6}	3.0×10^{-6}
0.5	2.0×10^{-6}	3.0×10^{-6}
0.6	1.0×10^{-6}	1.0×10^{-6}
0.7	7.0×10^{-7}	4.0×10^{-7}
0.8	2.0×10^{-7}	1.0×10^{-7}

(a)



(b)

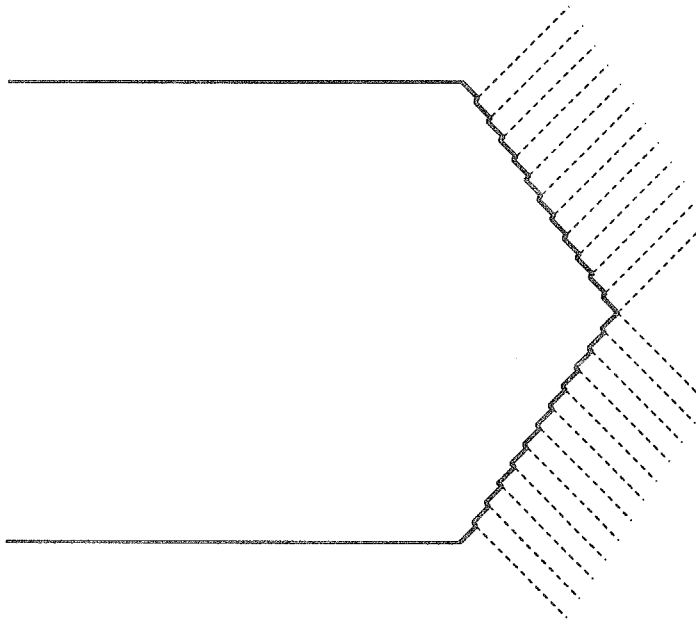


Fig. 3-10 Schematic drawings of crack tip. Slips occur only at the tip (a) and a number of slips occur around the tip (b).

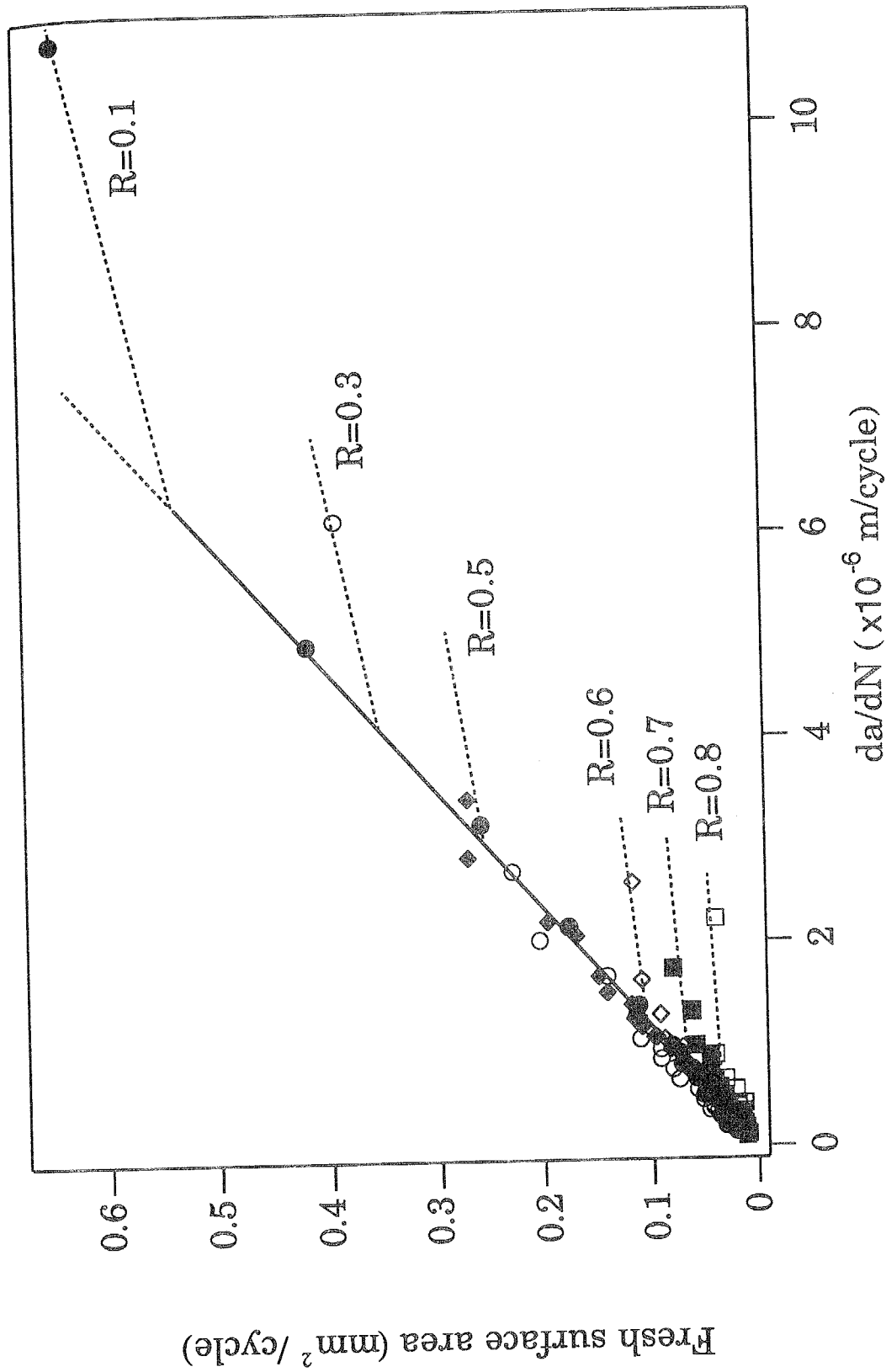


Fig. 3-11 Relation between fresh surface area produced in one fatigue cycle and the crack propagation rate at various load ratios.

参考文献

- [1] P.C.Paris, F.Erdogan; Trans.ASME, Ser.D, 85,(1963),528-534.
- [2] M.Klesnil, P.Lukas; J.Mater.Sci.Engng., 9,(1972), 231-240.
- [3] 太田昭彦、佐々木悦男、小菅通雄; 日本機械学会論文集, 43, (1977), 3179-3191.
- [4] W.Elber; ASTM STP 486, (1971), 230-242.
- [5] T.T.Shih, R.P.Wei; Engng.Fract.Mech., 6, (1974), 19-32.
- [6] 太田昭彦、佐々木悦男、小菅通雄; 日本機械学会論文集, 44, (1978), 3354-3361.
- [7] K.D.Unangst, T.T.Shih, R.P.Wei; Engng.Fract.Mech., 9, (1979), 725-734.
- [8] 高尾健一、松本耕二、西谷弘信; 日本機械学会論文集A, 51, (1985), 450-454.
- [9] M.Katcher, M.Kaplan; ASTM STP 559, (1974), 264-282.
- [10] N.J.I.Adams; Engng.Fract.Mech., 4,(1972), 543-554.
- [11] 岡村弘之; "線形破壊力学入門", 培風館、東京、(1976).
- [12] C.Bathias, R.M.Pelloux; Metall.Trans.A., 4A,(1973), 1256-1273.
- [13] J.P.Hickerson, Jr., R.W.Hertzberg; Metall.Trans., 3, (1972), 179-189.
- [14] 中沢一、小林英男; 機械の研究, 20, (1968), 603-608.
- [15] 布村成具、肥後矢吉; 材料, 32, (1983), 1356-1362.
- [16] F.A.McClintock; ASTM STP 415, (1967), 170-180, Lairdへのdiscussion.
- [17] P.Neumann; Acta Metall., 22, (1974), 1155-1165.
- [18] P.Neumann; Acta Metall., 17, (1969), 1219-1225.
- [19] M.Kikukawa, M.Jono, M.Adachi; ASTM STP 675, (1979), 234-253.
- [20] C.Laird, G.C.Smith; Phil.Mag., 7, (1962), 847-857.
- [21] C.Laird, R.De La Veaux; Metall.Trans.A, 8A, (1977), 657-664.
- [22] B.Tomkins; Trans.ASME ser.H, 97, (1975), 289-297.
- [23] B.Tomkins, W.D.Biggs; J.Mater.Sci., 4, (1969), 544-553.

第4章 き裂先端で生成する新生面面積の材料による変化

4.1 緒言

第1章で述べたように、パリス則など疲労き裂伝播速度を記述する式には、材料によって決まるといわれている物理的意味が不明確な定数が含まれている[1]。また、き裂伝播速度を予想する様々な理論式が提案されている[2-3]。それらには、き裂先端開口変位や塑性域寸法より $(\Delta K)^2$ に比例するというもの[4-5]、または、き裂先端における塑性変形の累積をもとにして $(\Delta K)^4$ に比例するとしているもの[6-8]などがある。しかし、これらの指数部は材料によらない定数になっており、これが材料により変化する理論はあまりない[9-11]。また、破壊力学で用いられている材料定数は主に降伏応力とヤング率であるが[12]、これだけでは疲労き裂伝播の材料による違いを十分に説明できているとは言えない。

そこで、前章までで用いた純Tiとは異なる金属または合金で、同様の測定を行ない、材料によるき裂先端での変形量の違いを求めれば、この問題を解く鍵が得られると考えられる。

ところが、今回用いた手法は1.5節で述べたように、すべての金属、合金に適用できるわけではなく、不動態化速度が十分速く、疲労き裂伝播機構が大気中と溶液中でほとんど変化しない等の条件が必要である。

そこで本章では、電気化学的性質は純Tiとあまり変わらず、結晶構造や機械的性質の異なる2種類のTi合金を使用して、疲労1サイクルでき裂先端に生成する新生面面積を測定し、き裂伝播速度との関係を考察した。

4.2 実験方法

用いた素材は $\alpha + \beta$ 2相のTi-6Al-4V合金（以下 $\alpha + \beta$ Ti）および、 β 相単相の

Ti-15V-3Al-3Cr-3Sn合金（以下 β Ti）の2種類である。それぞれの合金の組織の光学顕微鏡写真をFig. 4-1, Fig. 4-2に示す。どちらの合金も方位による差異は認められない。

それぞれの素材から、2.2節で示したものと同形状の厚さ12.5mmのCT試験片をL-T方向に、また引張試験片を圧延方向が引張方向になるように機械加工した。

Fig. 4-3, Fig. 4-4にそれぞれの合金の0.9% NaCl水溶液中での分極曲線を示す。浸漬電位は $\alpha + \beta$ Tiでは約0mV(vs. Ag/AgCl)、 β Tiでは約-100mV(vs. Ag/AgCl)となっている。どちらの合金も、純Tiの場合と同様に、浸漬電位よりアノード側では活性域は観察されず、不動態域となっている。そこで純Tiの場合と同様、試験片電位を+100mV(vs. Ag/AgCl)で一定に保ち、き裂伝播試験及び引張試験を行なった。

定電位き裂伝播試験は1Hz、サイン波の荷重制御でパリス域について行ない、応力比は0.5に設定した。その他の試験条件、試験片コーティング、予き裂導入及び測定系は2.2.1節で示したものと同様である。

定電位引張試験は、2.2.2節と同様に、 0.05 s^{-1} の定ひずみ速度で行ない、1本の試験片でひずみ増分を変化させて、ネッキングする直前まで繰り返した。この操作を、 $\alpha + \beta$ Ti合金については3本、 β Ti合金については5本の試験片を用いて行なった。

き裂伝播試験後の試料の破面をSEMにより観察した。また、 $\alpha + \beta$ Tiでは、き裂が結晶粒内を進展せず、 α 相と β 相の界面を進展する可能性もあるので、破面のき裂伝播方向に平行な断面を研磨、エッチングし、光学顕微鏡で観察した。

4.3 実験結果

Fig. 4-5, Fig. 4-6に $\alpha + \beta$ Tiおよび β Tiの大気中と0.9% NaCl水溶液中でのき裂伝播速度と応力拡大係数幅（ ΔK ）との関係をそれぞれ示す。どちらの合金とも大気中と0.9% NaCl水溶液中でき裂伝播速度はほとんど差がない。

Fig. 4-7, Fig. 4-8に $\alpha + \beta$ Tiおよび β Tiについてき裂伝播試験時に観察された典型的

な分極電流波形とその時の荷重波形をそれぞれ示す。どちらの場合も、純Tiと同様に、荷重増加時にアノード電流のピークが観察された。

これらの電流波形を疲労1サイクルについて積分し求めた電荷量をき裂伝播速度の関数として、Fig. 4-9, Fig. 4-10にそれぞれ示す。どちらの合金についてもき裂伝播速度と電荷量は1次の比例関係がある。

Fig. 4-11, Fig. 4-12に両合金について引張試験時に観察された典型的な分極電流及びひずみを示す。純Tiの場合と電流の絶対値は異なるが、時間とともにほぼ同傾向の変化が観察された。

これらから、ひずみの増加分と流れた電荷量の関係を示したのがそれぞれFig. 4-13, Fig. 4-14である。そして、2.4.7節で示した方法により、新生面面積と電荷量の関係を示したのがそれぞれFig. 4-15, Fig. 4-16である。この図から、次に示すような新生面面積と電荷量の関係式を求めた。

$$\Delta S_{\beta} = 2.3 \times 10^4 \text{ (mm}^2\text{/C)} \quad (1)$$

$$\Delta S_{\alpha+\beta} = 7.6 \times 10^3 \text{ (mm}^2\text{/C)} \quad (2)$$

これにより、Fig. 4-9, Fig. 4-10の縦軸を新生面面積に変換したのがそれぞれFig. 4-17, Fig. 4-18である。どちらの合金でも、疲労1サイクルに生成した新生面面積はき裂伝播速度と1次の比例関係がある。

4.4 考察

4.4.1 き裂進展機構の比較

両合金について純Ti (α Ti) による結果と比較するためには、どの場合も同じ機構でき裂が進展していることを確認する必要がある。まず、電気化学的には、Fig. 4-11, Fig. 4-12に示した定電位引張試験の結果から、両合金とも引張変形を停止した

後の再不動態化は α Tiと同様に、本研究での繰り返し周波数に対して十分速い速度で起きていると考えられる。また、Fig. 4-5, Fig. 4-6に示したように、大気中と0.9% NaCl水溶液中のき裂伝播速度が、それぞれほとんど変化していないことから、第1章で述べたように、今回の手法を適用できる条件を満足していると考えられる。

次に、疲労き裂伝播経路について検討する。両合金についてパリス域での破面の走査電子顕微鏡写真をFig. 4-19, Fig. 4-20に示す。どちらの合金についても、 α Tiと比較して破面に占めるストライエーションが観察される割合はかなり少なくなっているが、粒界割れは観察されない。 $\alpha + \beta$ Tiについて破面の断面写真をFig. 4-21に示す。特に $\alpha + \beta$ Tiについては α 相と β 相の境界をき裂が進展するという報告もあるが[13-14]、破面観察や破面の断面観察により、今回の結果ではどちらの合金も粒界や2相境界などを伝播しているのではなく、粒内を進展している。したがって、 α Tiの場合と同じ機構でき裂が進展していると考えられる。

4.4.2 き裂伝播速度の材料による変化

α Tiを含めたそれぞれの合金について、パリス域でのパリス則の指数 m と C の値を最小自乗法で求めた結果をTable 4-1に示す。 C の値はあまり変化がないが、 m の値は α 、 $\alpha + \beta$ 、 β の順に小さくなっている。

Ritchieら[15]は低合金鋼について、熱処理を変えることで、様々な破壊じん性を持つ試料を作成し、破壊じん性と m 値との関係を求めた。それによると、破壊じん性の低い材料ほど大きな m 値を示し、その場合には破面にストライエーションに加えてボイドや粒界割れなどの静的破壊モードが観察され、ストライエーション間隔とマクロ的な伝播速度が一致していなかった。また破壊じん性が高い材料では静的破壊モードが起きず、 m 値はほぼ一定になっていた。これらのことより、Ritchieは静的破壊モードが加わることにより m 値が増加すると報告している。同様な結果はTanakaによっても求められている[16]。しかし、静的破壊モードが観察されない場

合の m 値はRitchieらの場合とTanakaの場合とは異なっている。また静的破壊モードは K_{max} に依存すると考えられるので、静的破壊がおきている場合には、き裂伝播速度は応力比の影響を受けると考えられる。しかし、応力比が変化しても ΔK_{eff} で整理するとき裂伝播速度が1本の直線にのる材料では、 K_{max} によって m 値は変化しない。

本実験に使用したTi合金では、介在物はほとんどなく、破面にポイドはほとんど観察されない。以上のことから静的破壊モードがおきない場合でも、 m 値は材料によって異なると考えられる。

4.4.3 き裂先端での塑性変形の材料による変化

いずれの合金でも、き裂伝播速度と疲労1サイクルで生成した新生面面積は比例しているが、その比例定数は材料によって異なっている。つまり、同じ距離の進展に必要な新生面面積は材料によって異なっている。この比例定数の違いとき裂伝播速度の関係について以下で考察する。

疲労1サイクルに生成した新生面面積を3種類の合金についてき裂伝播速度の関数として示したのが、Fig. 4-22である。単位距離のき裂進展に対して、新生面面積は α 、 $\alpha + \beta$ 、 β の順で大きくなっている。

新生面面積の測定だけではき裂先端の形状は決定できないが、第2章で述べたように2次元で考え、例えばFig. 4-23に模式的に示すように、1つのすべり面ですべれる量が材料により異なると考えると、同じ伝播速度に対する新生面面積の変化を説明することができる。すなわち、あるすべり面である応力に対してすべることができる量の限界に達すると、そのすべり面ではすべることができず、その近傍の他のすべり面が働き、結果的にある距離だけき裂が伝播するときに生成する新生面量が変化すると考えられる。

そして、この1つのすべり面ですべることができる量というのは、その材料の加

工硬化に関連しているものと考えられる。特に、進展している疲労き裂の前方では、材料は繰り返し変形を受け、機械的性質の変化が飽和した状態となっていると考えられるので、繰り返し加工硬化と関連があることが予想される。

m値が材料によって変化するという理論はほとんど提案されていないが、Yokobori [9-10]は、転位論的考察からm値が転位の移動速度と繰り返し加工硬化指数との関数であるという理論を提案している。Tomkins[11]も繰り返し加工硬化指数によってm値が決まる理論を提案している。Yokobori[9]とTomkins[11]によると繰り返し加工硬化指数が大きくなるとm値は減少することになる。また、Hickersonら[17]は、いろいろな材料について様々な機械的性質を表わすパラメータとm値との相関を調べた結果、m値と繰り返し加工硬化指数との間に直接の相関はないが、繰り返し加工硬化指数と繰り返し降伏応力の積が大きくなるとm値が減少することを報告している。

これらのことを総合して考えると、単純に繰り返し加工硬化指数だけに依存するわけではないようであるが、繰り返し加工硬化指数が大きくなるとき裂が単位距離進展するときに生成する新生面面積が大きくなり、繰り返し加工硬化指数が小さくなると新生面面積が少なくなる。つまり繰り返し加工硬化指数によってき裂先端の形状が変化し、その結果としてき裂伝播速度が変化すると考えることができる。

4.5 小括

純Tiと電気化学的性質が似ていて、機械的性質や結晶構造が異なる2種類のTi合金を用いて、疲労1サイクルに生成した新生面面積を測定した。パリス域ではいずれの合金とも、き裂伝播速度と新生面面積は1次の比例関係があった。この場合の比例定数は材料により異なっていた。このことは疲労き裂を単位距離進展させるのに必要な新生面量が材料によって異なり、き裂伝播速度、特に、パリス則の指数が

材料により異なると考えられ、この挙動を説明するモデルを提案した。

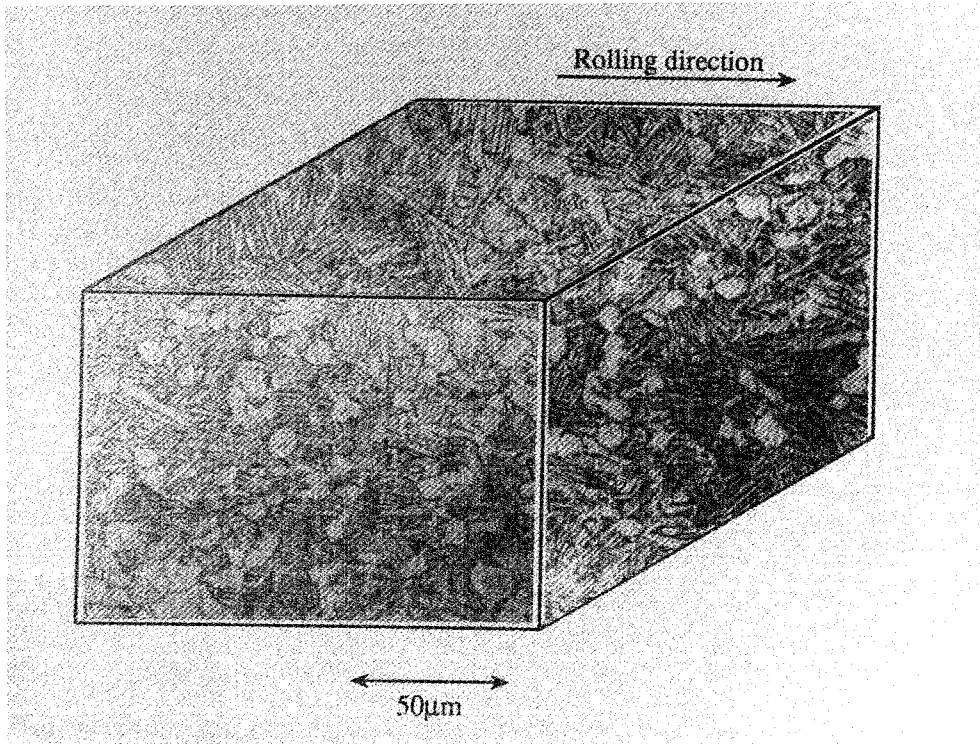


Fig. 4-1 Optical micrograph showing the structure of $\alpha+\beta$ titanium alloy.

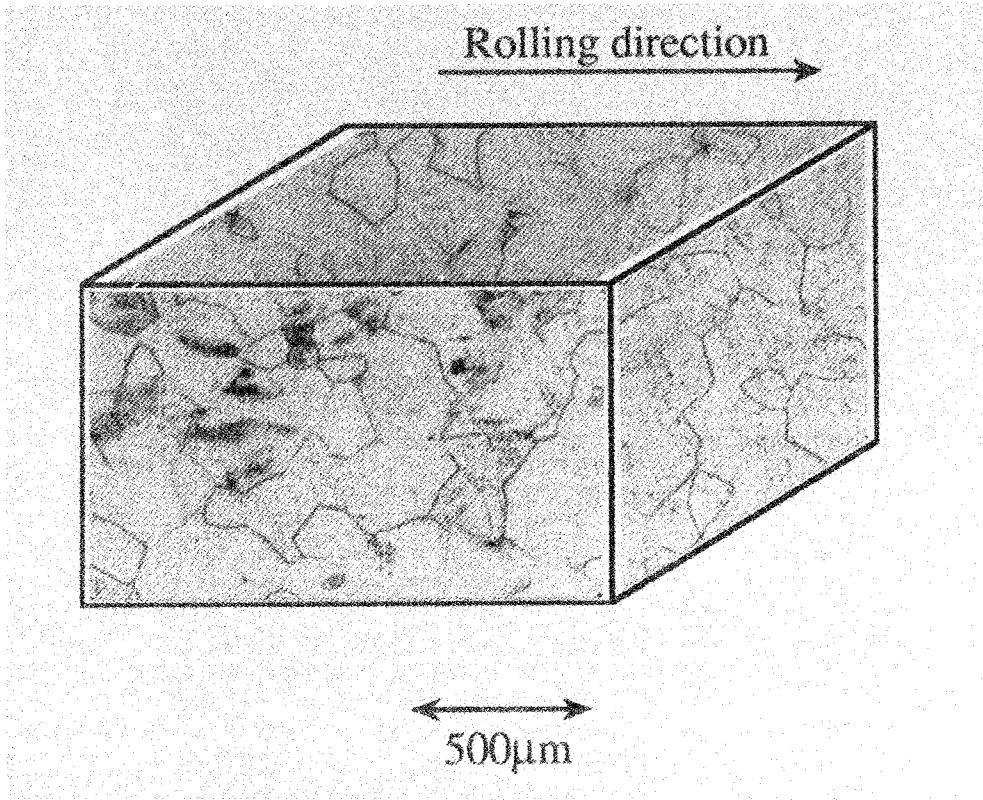


Fig. 4-2 Optical micrograph showing the structure of β titanium alloy.

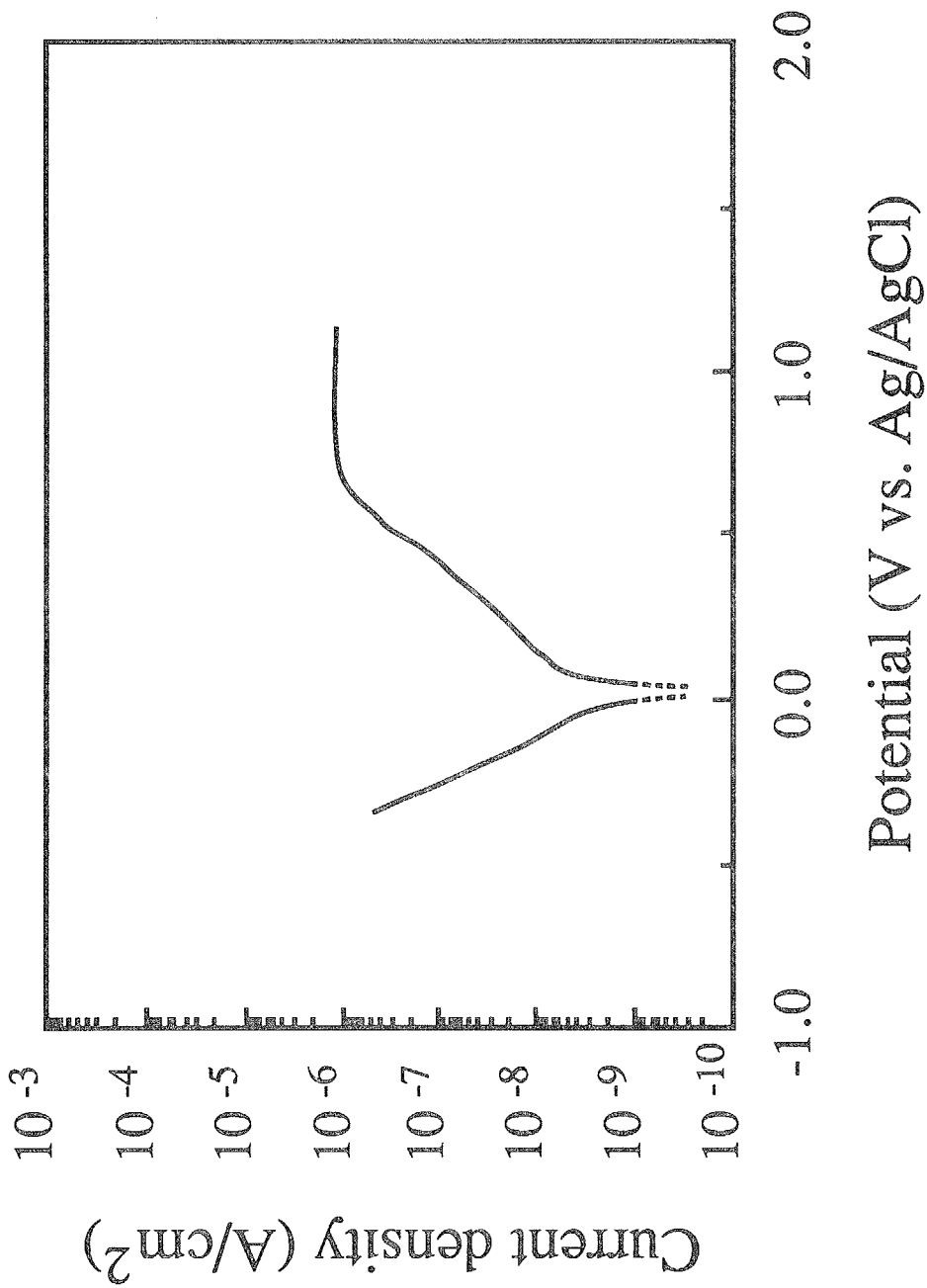


Fig. 4-3 Polarization curve of $\alpha+\beta$ titanium in 0.9% NaCl solution.

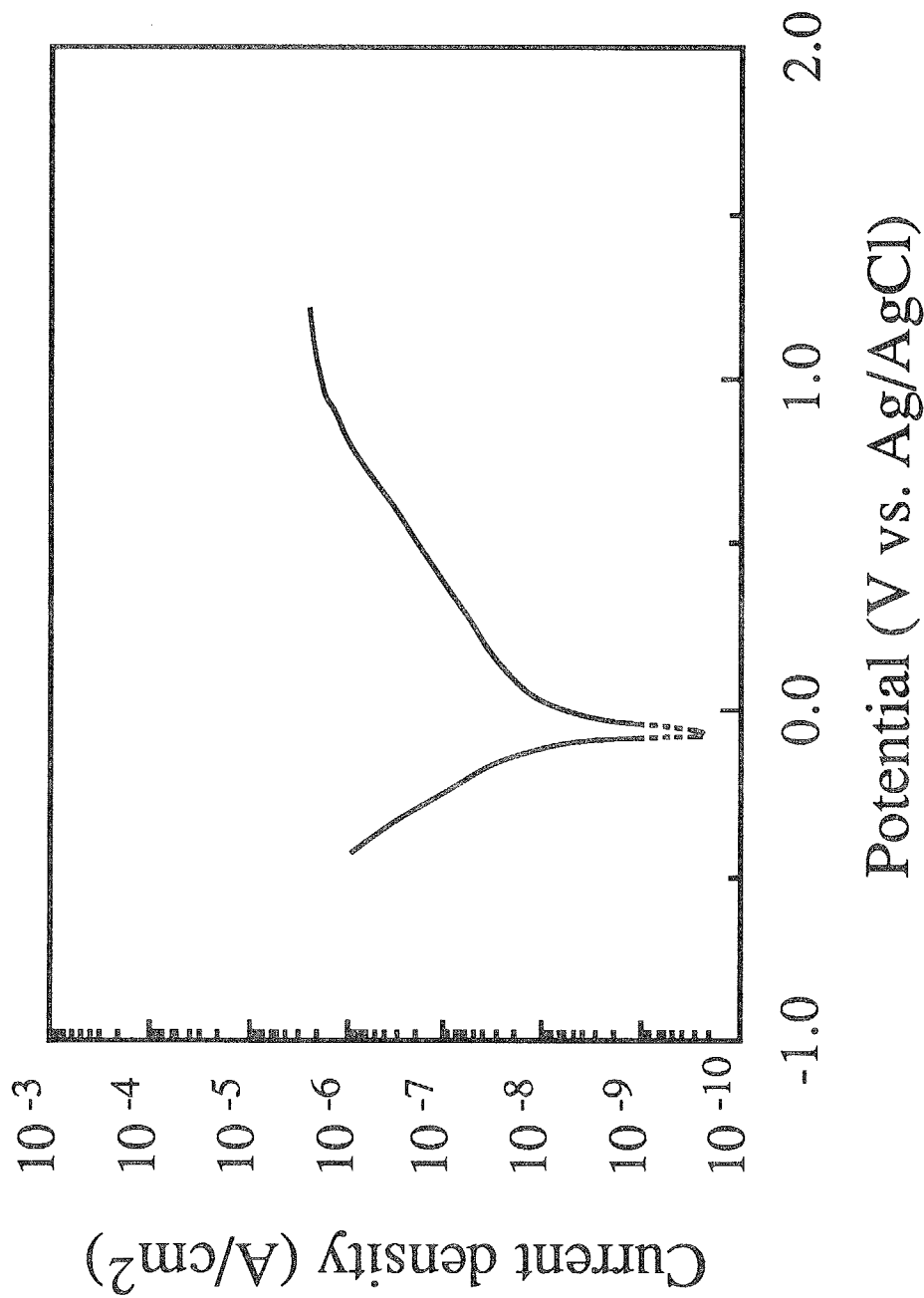


Fig. 4-4 Polarization curve of β titanium in 0.9% NaCl solution.

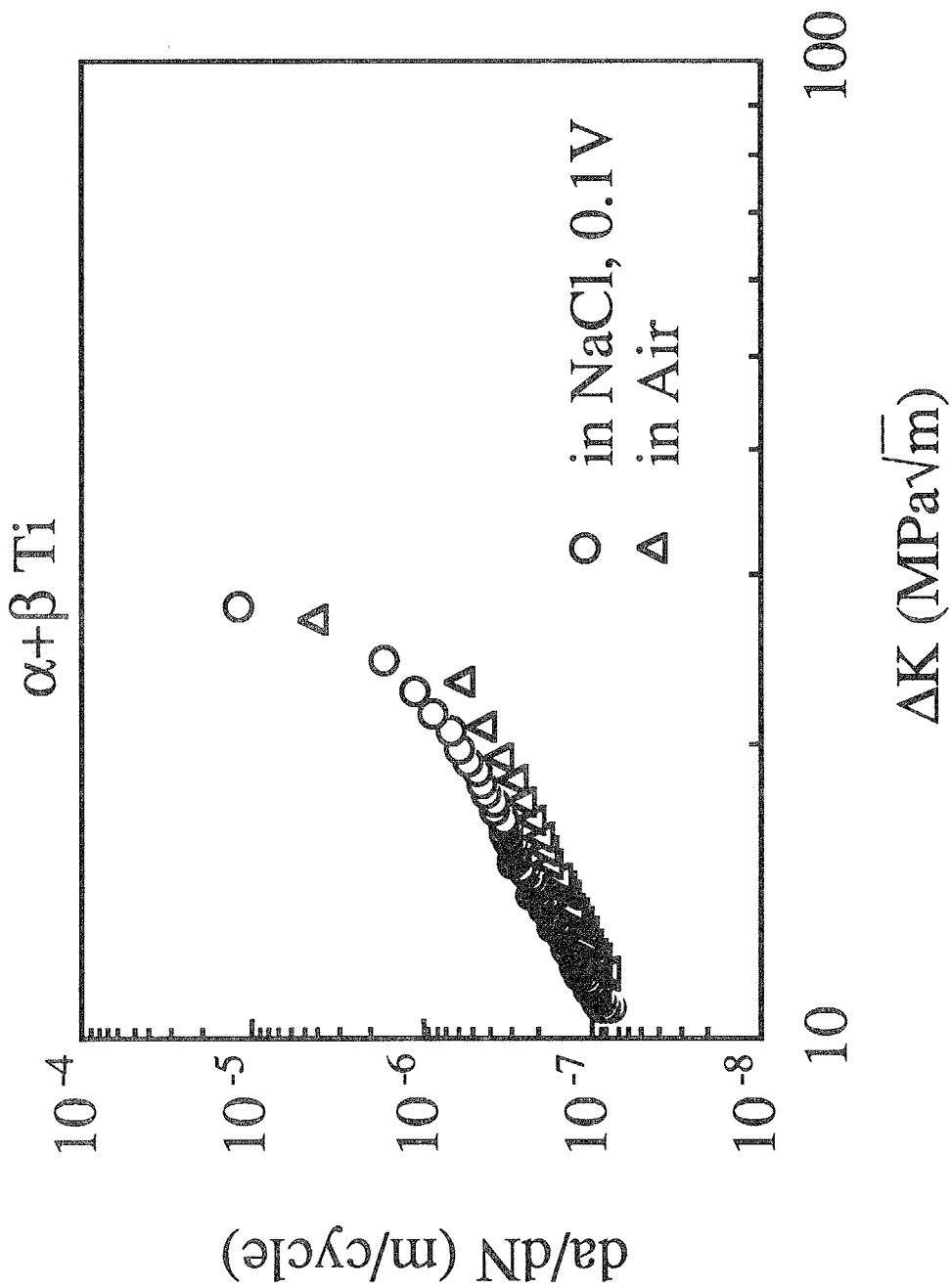


Fig. 4-5 Comparison of the crack propagation rate in 0.9% NaCl solution and in air on $\alpha+\beta$ titanium.

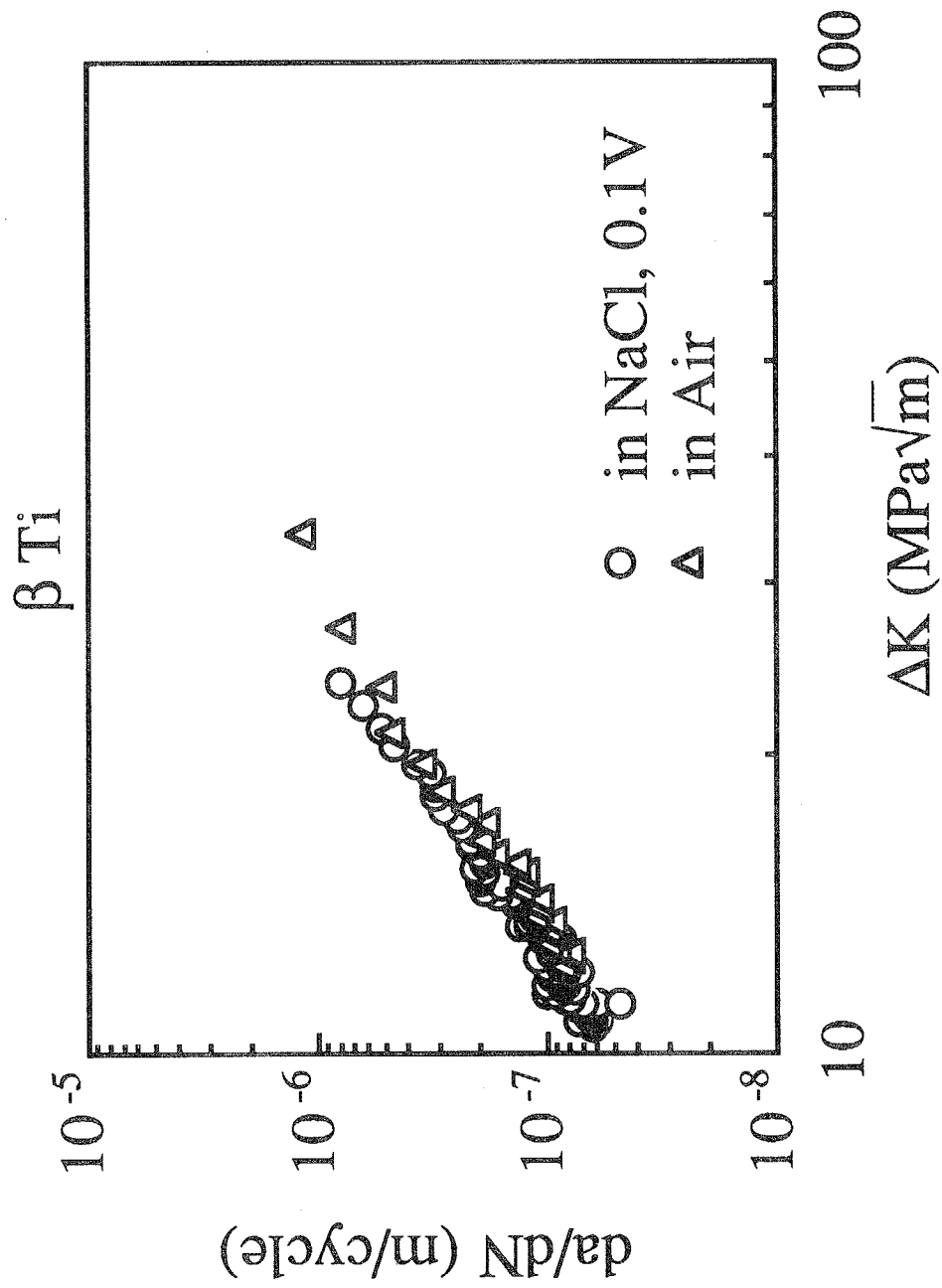


Fig. 4-6 Comparison of the crack propagation rate in 0.9% NaCl solution and in air on β titanium.

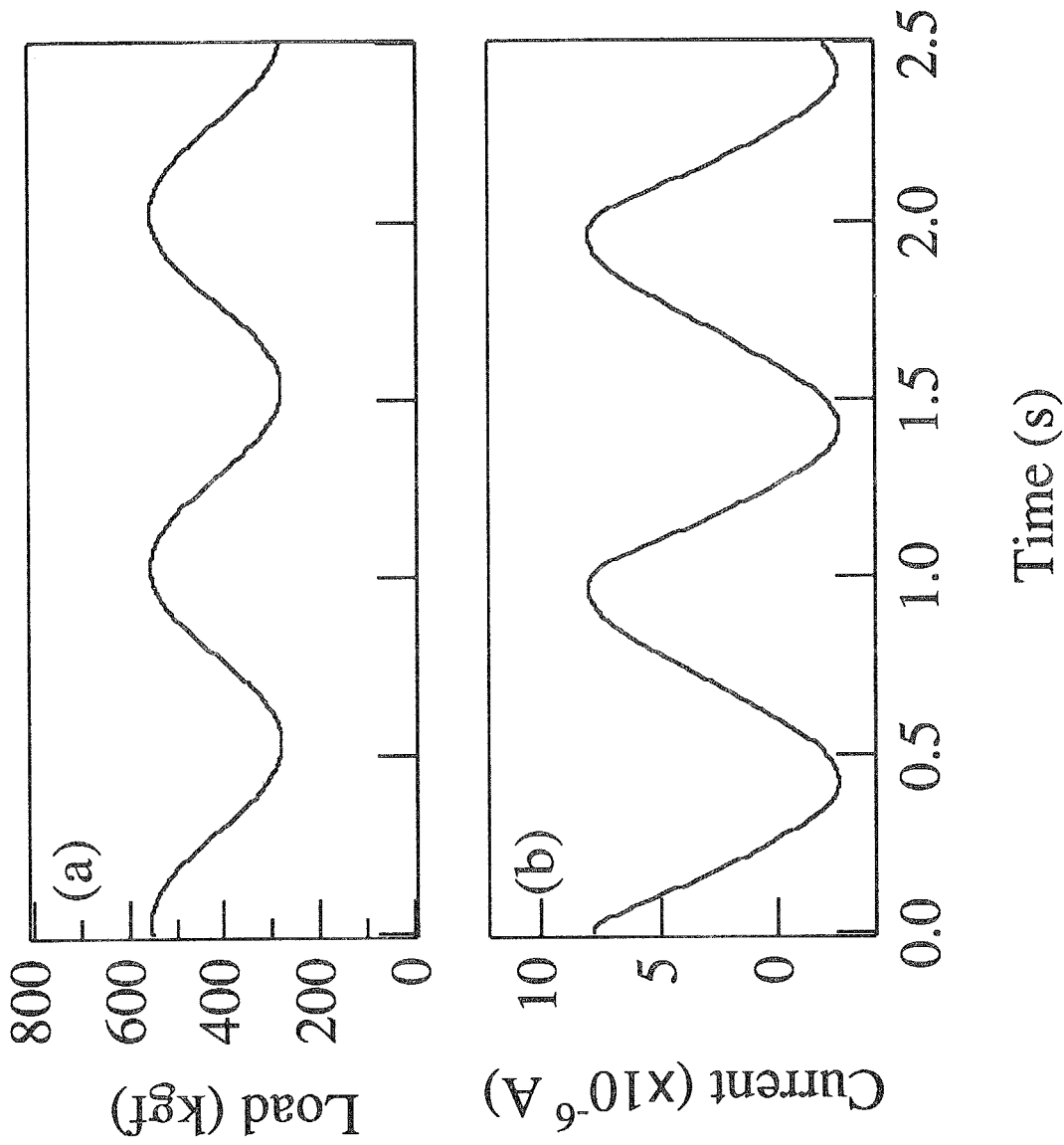


Fig. 4-7 Typical wave forms of the load (a) and the polarization current (b) at $da/dN=4 \times 10^{-7}$ m/cycle on $\alpha+\beta$ titanium.

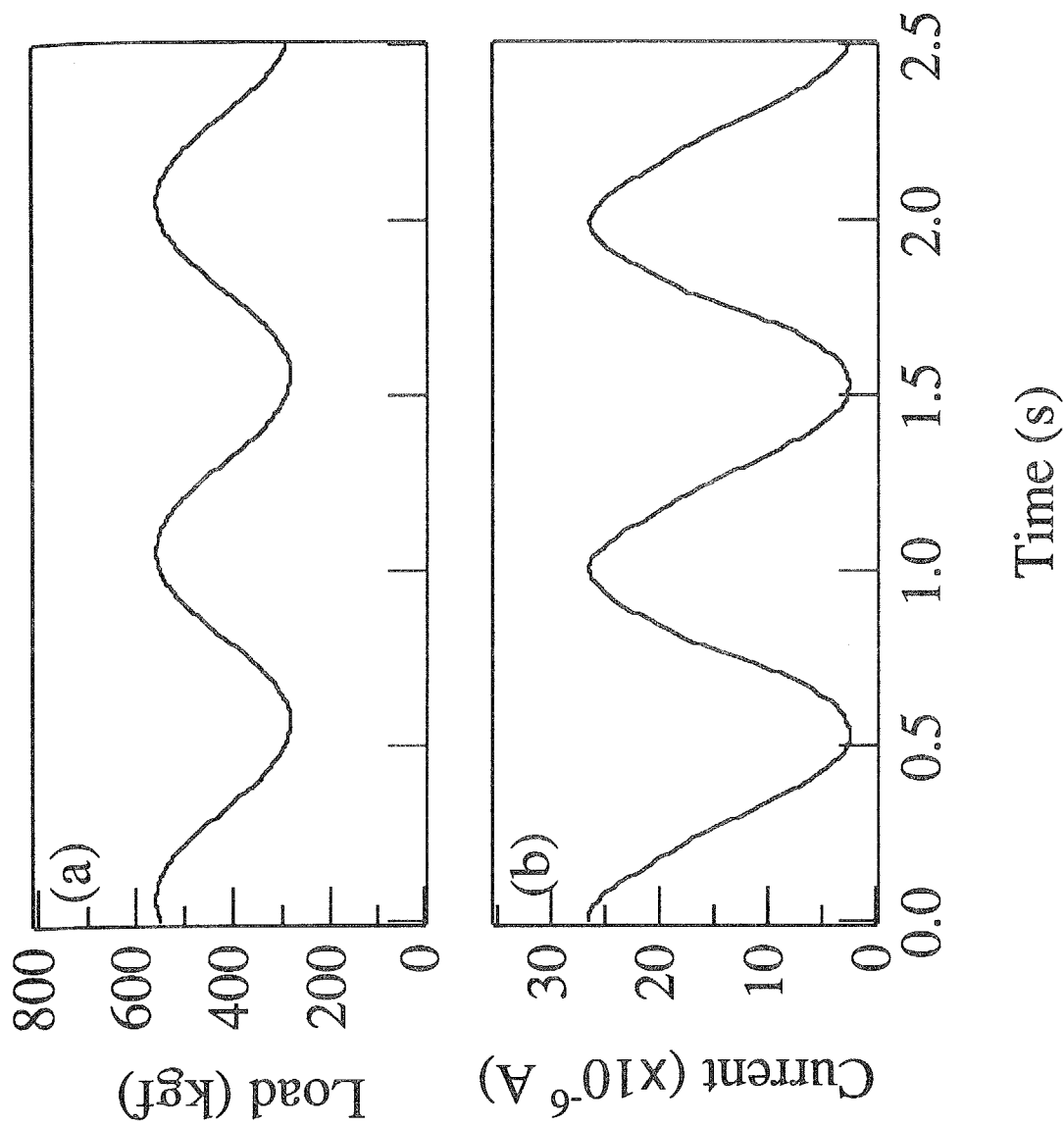


Fig. 4-8 Typical wave forms of the load (a) and the polarization current (b) at $da/dN=4 \times 10^{-7}$ m/cycle on β titanium.

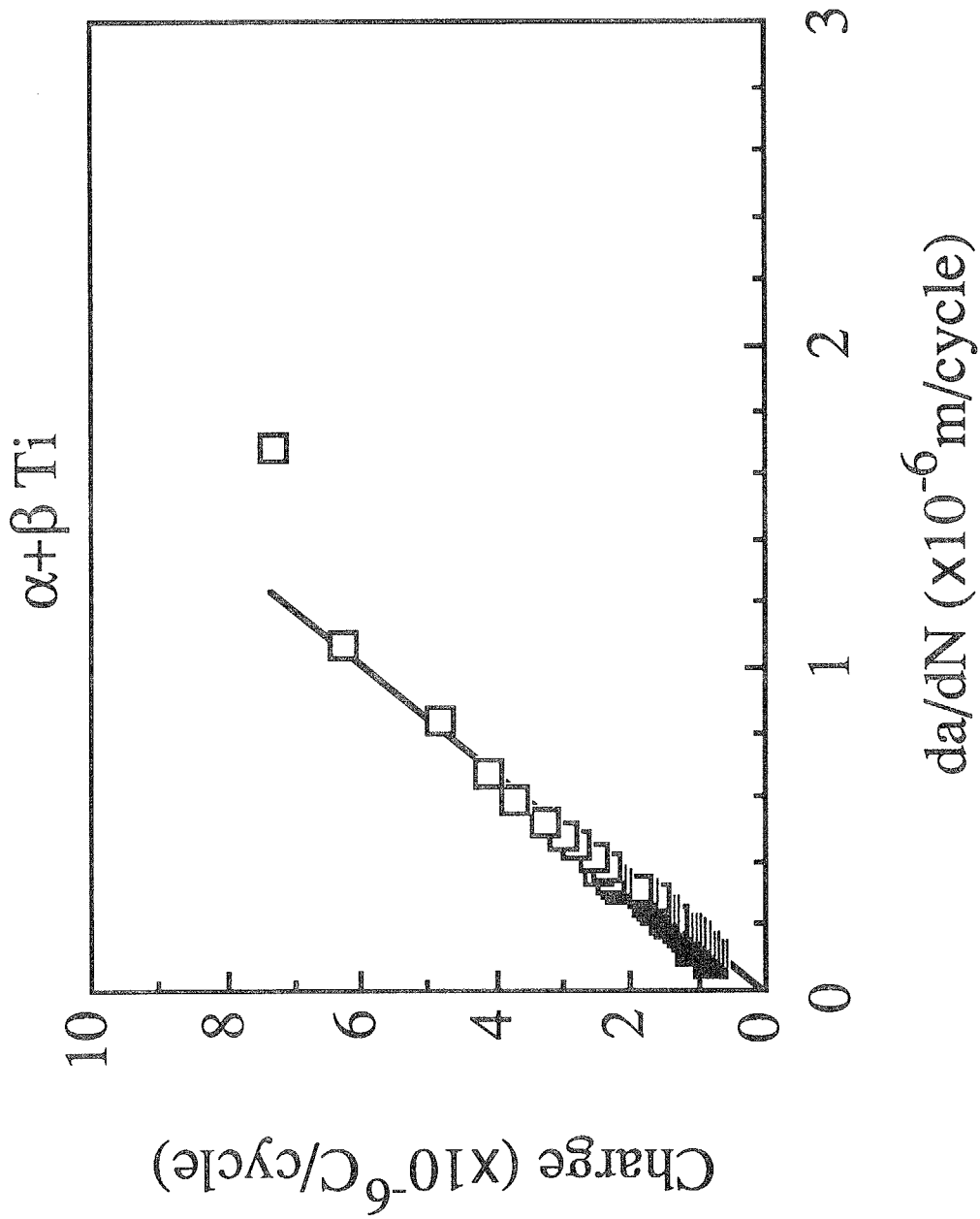
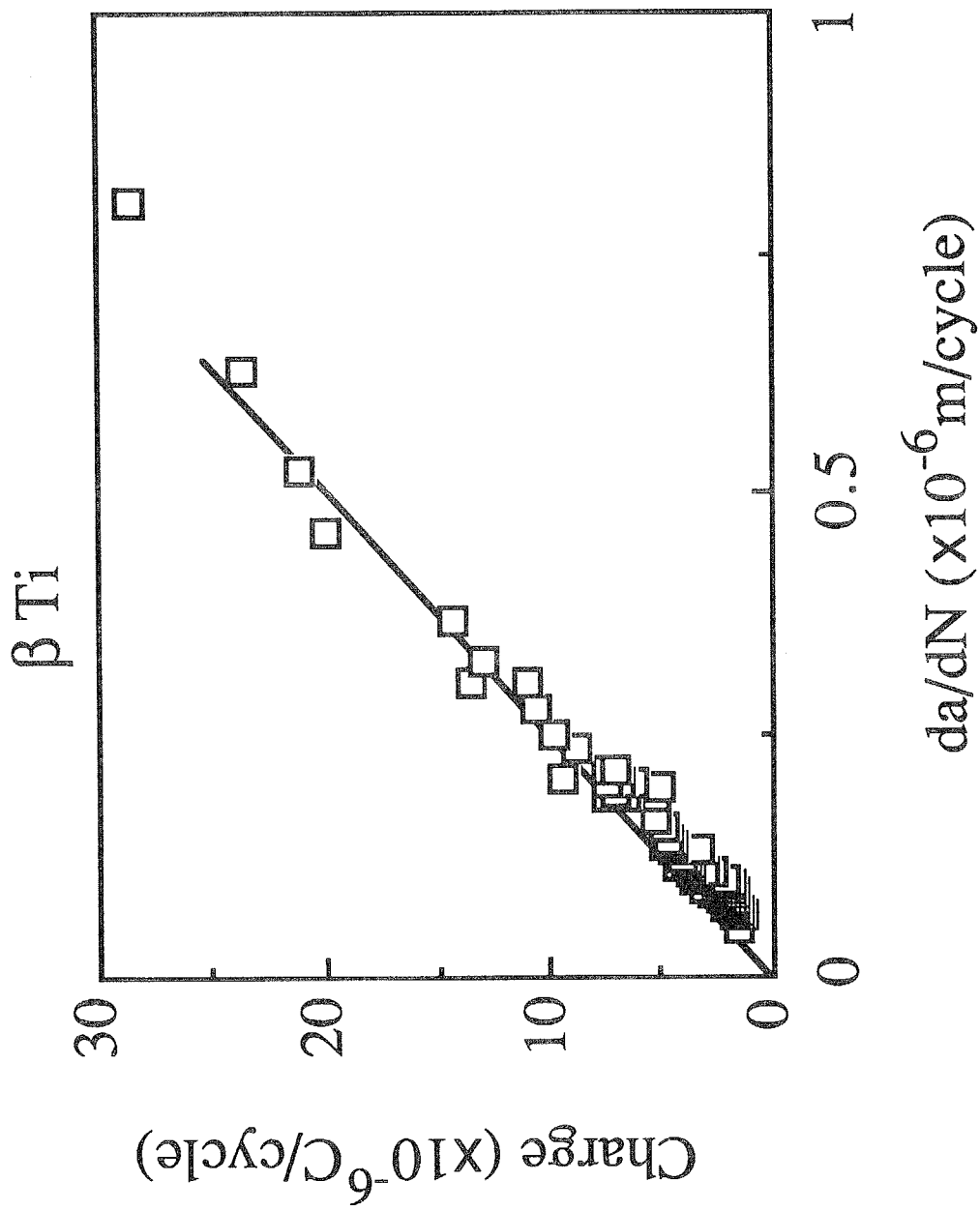


Fig. 4-9 Relation between the electric charge passed in one fatigue cycle and the crack propagation rate on $\alpha+\beta$ titanium.



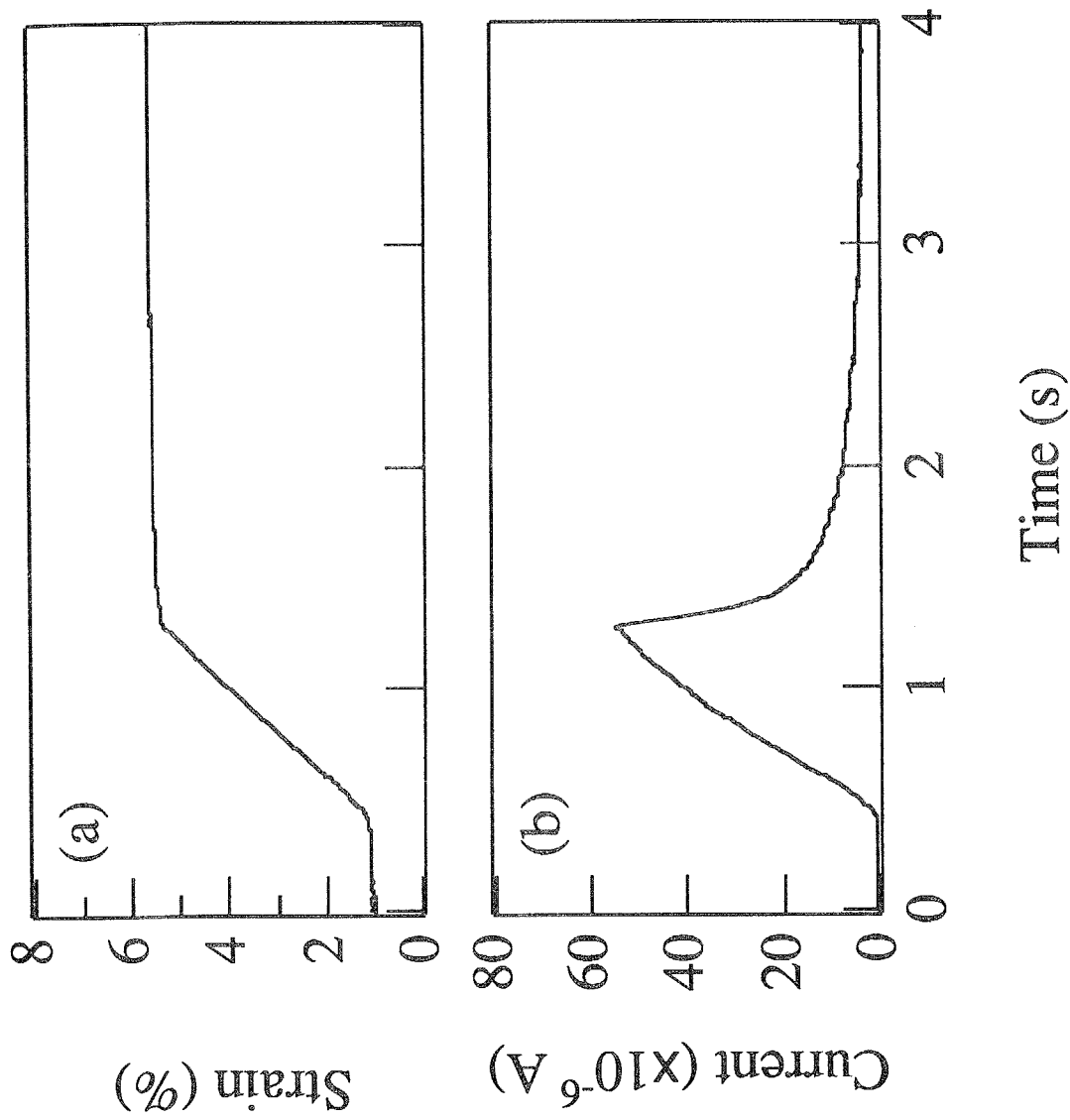


Fig. 4-11 Typical results of the relation between time and tensile strain (a), and also polarization current (b) on $\alpha+\beta$ titanium.

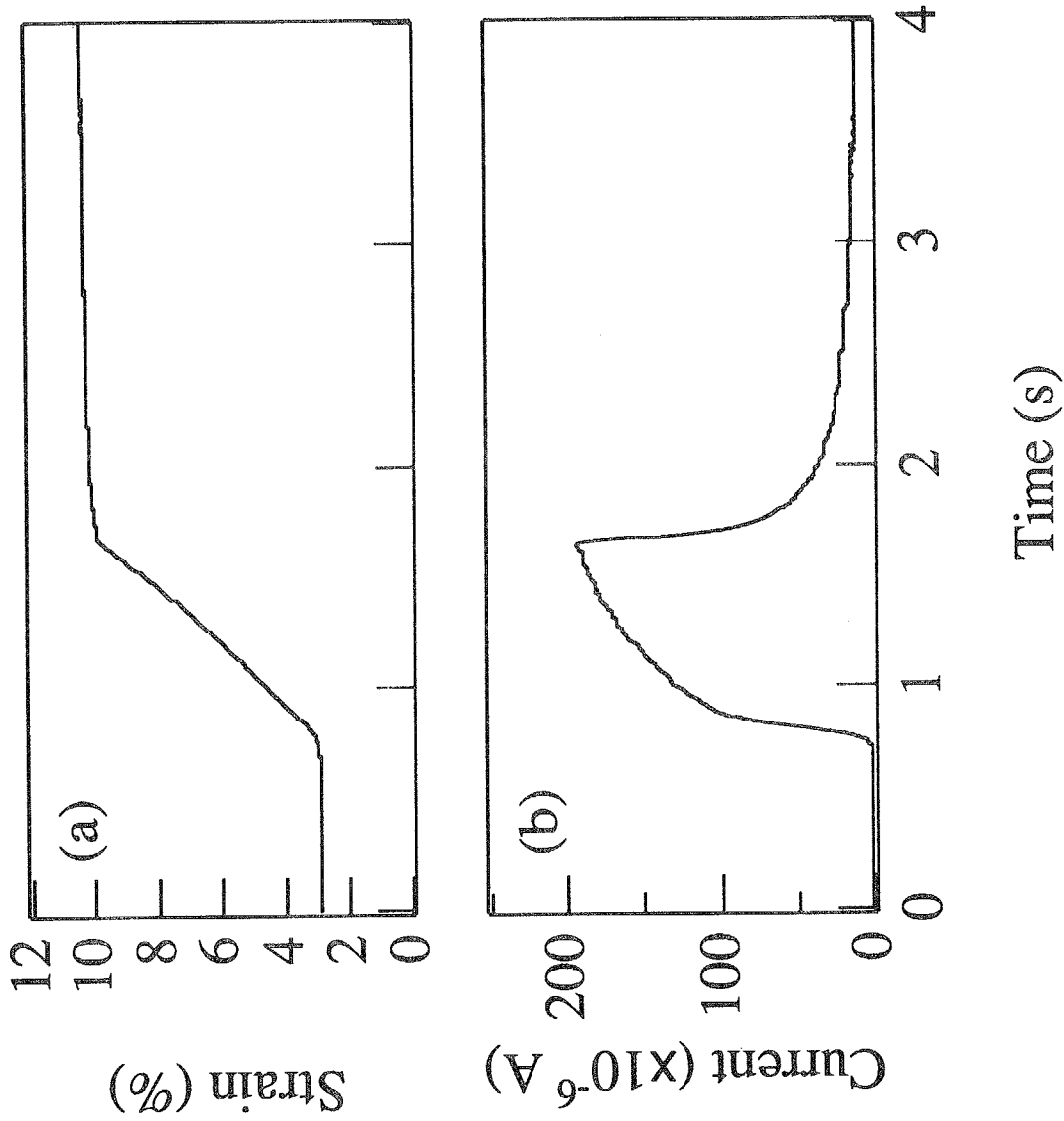


Fig. 4-12 Typical results of the relation between time and tensile strain (a), and also polarization current (b) on β titanium.

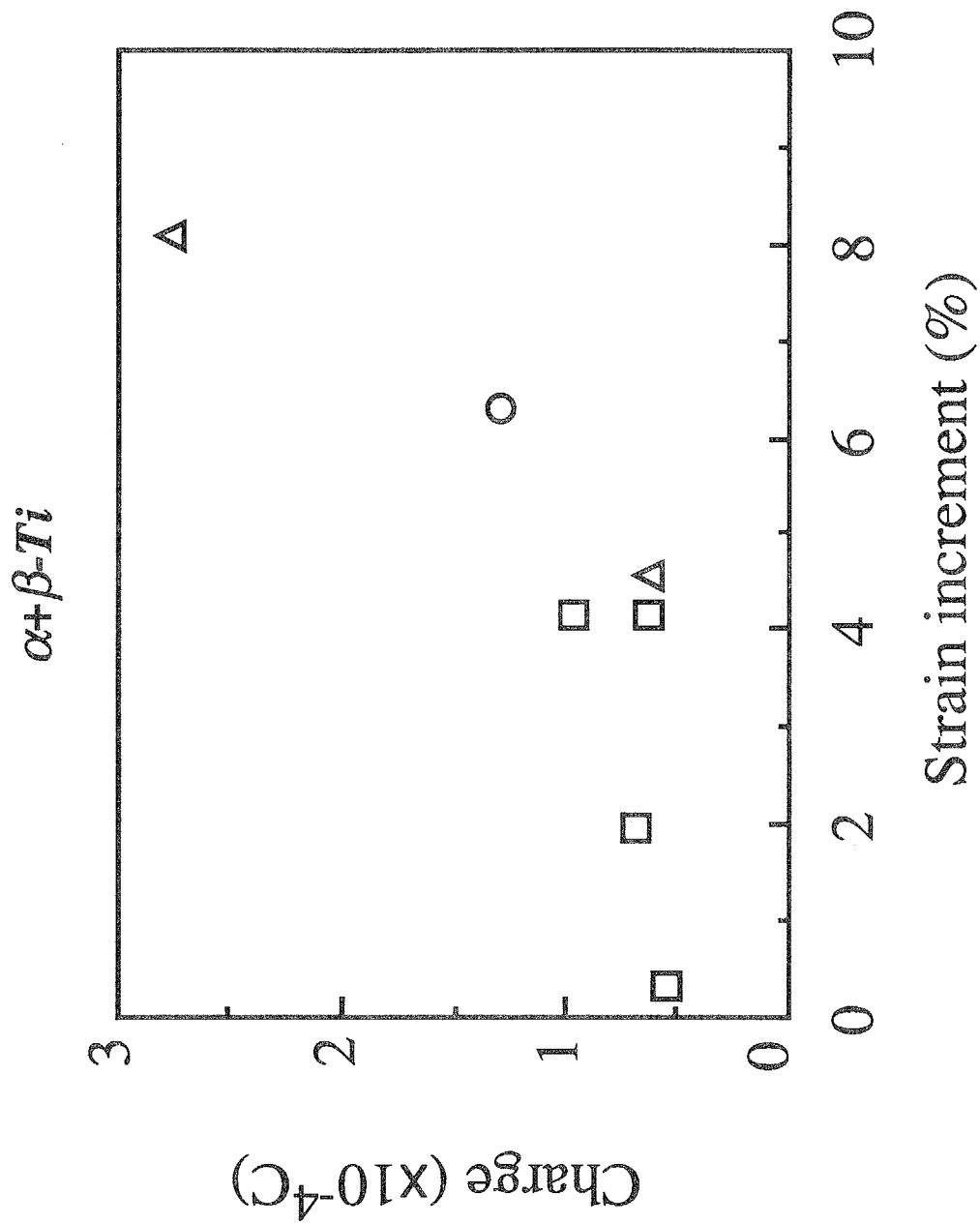


Fig. 4-13 The electric charge as a function of the strain increment on $\alpha+\beta$ titanium. Each symbol corresponds to the results measured on different specimen.

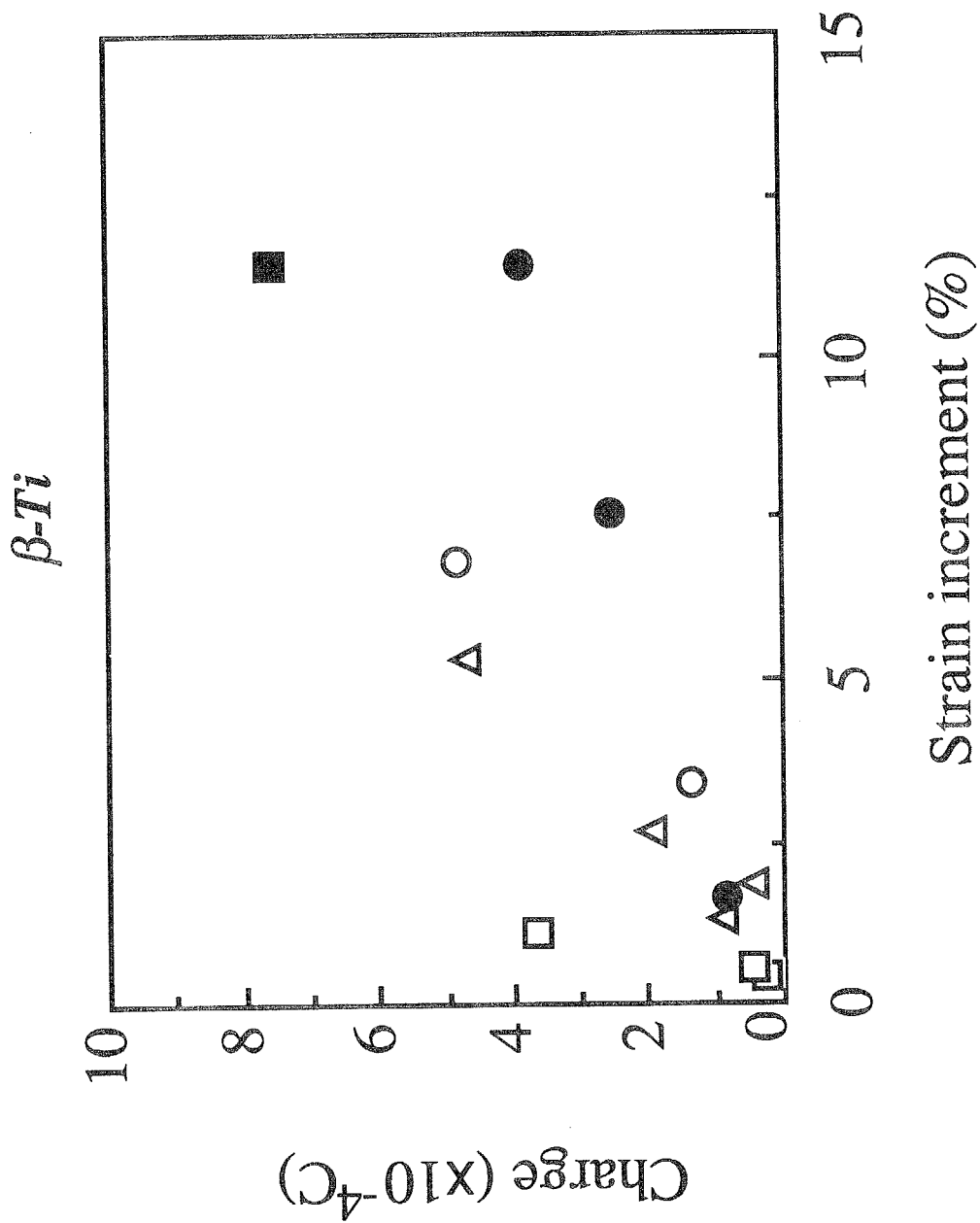


Fig. 4-14 The electric charge as a function of the strain increment on β titanium. Each symbol corresponds to the results measured on different specimen.

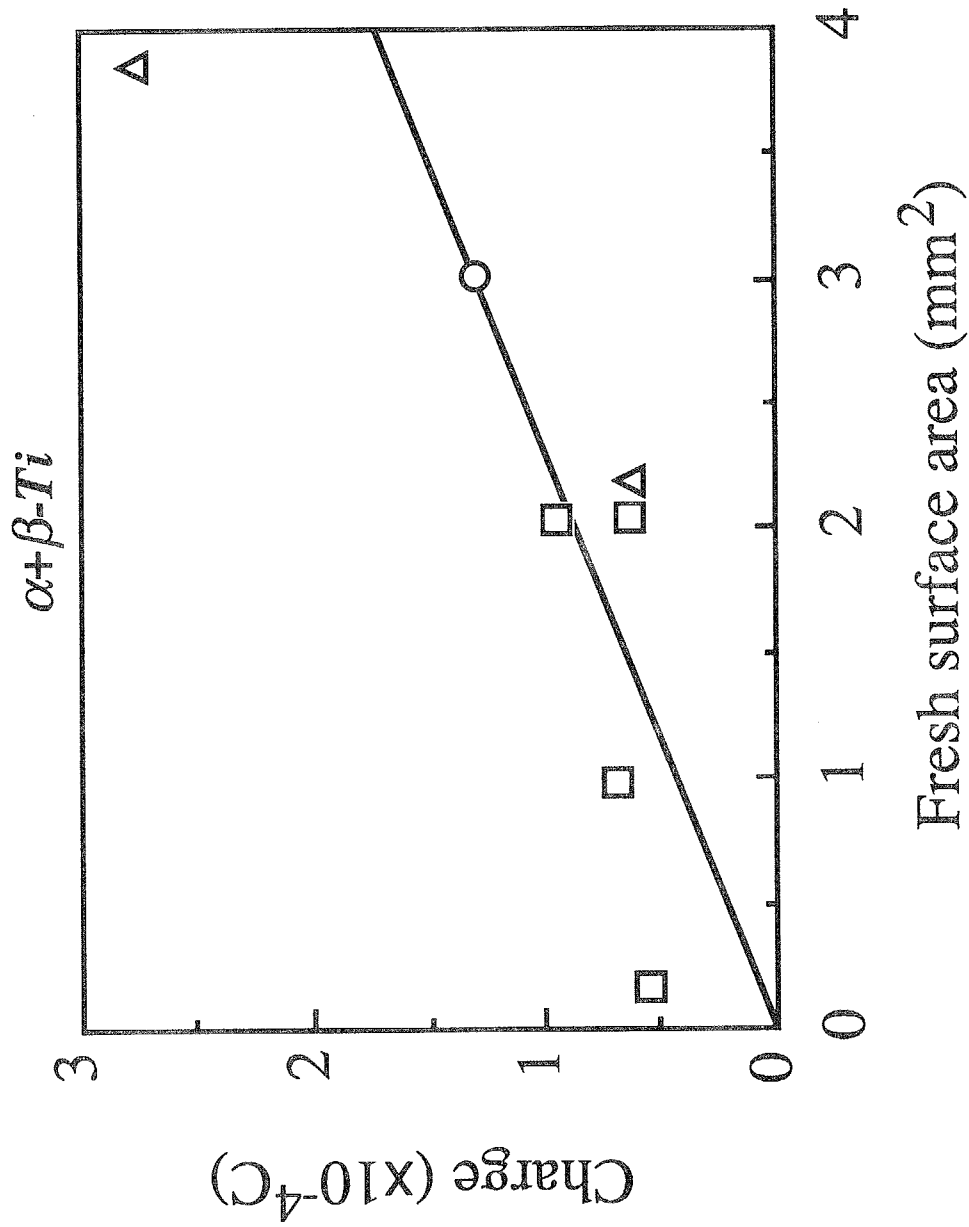


Fig. 4-15 Relation between the electric charge and the calculated fresh surface area on $\alpha+\beta$ titanium.

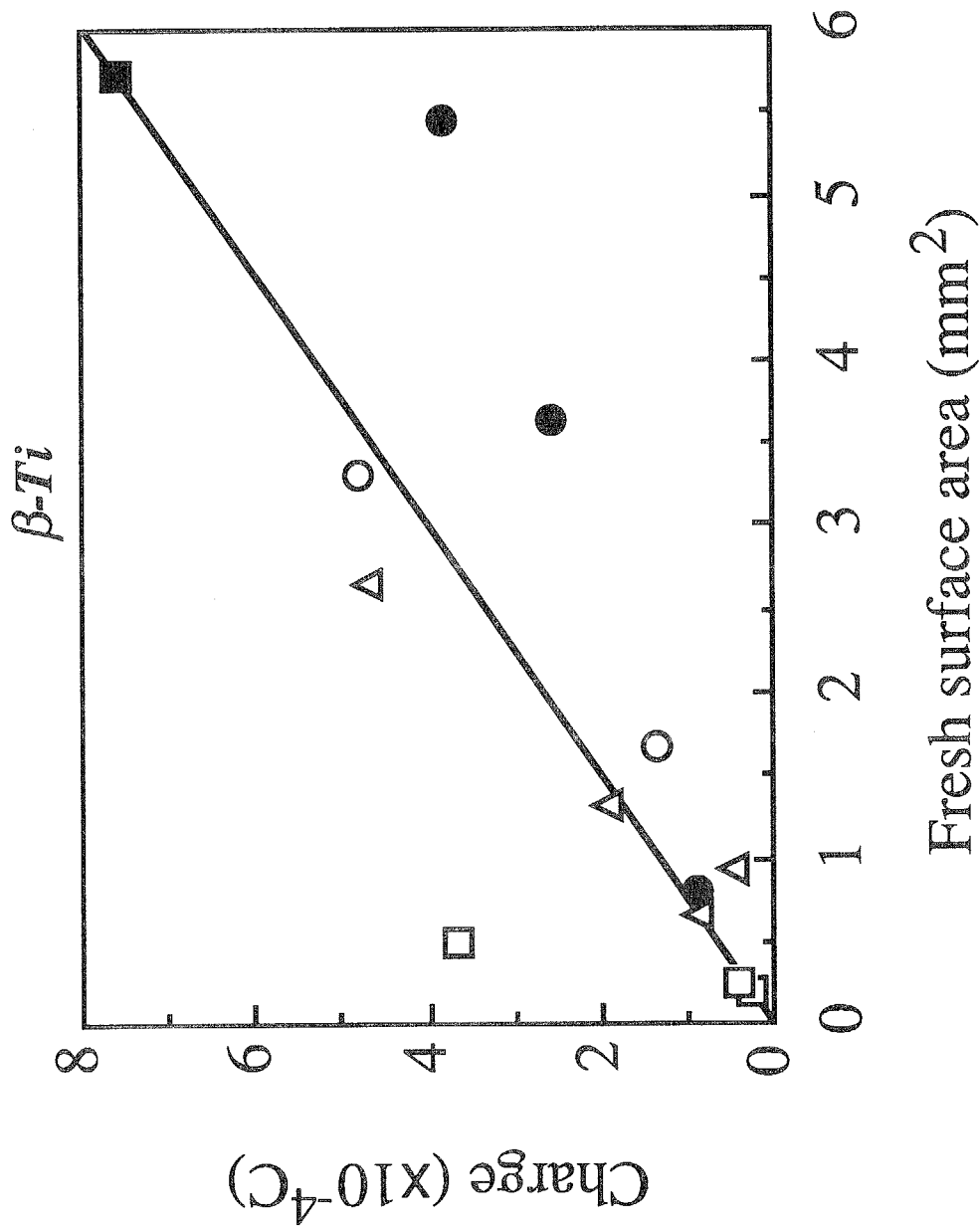


Fig. 4-16 Relation between the electric charge and the calculated fresh surface area on β titanium.

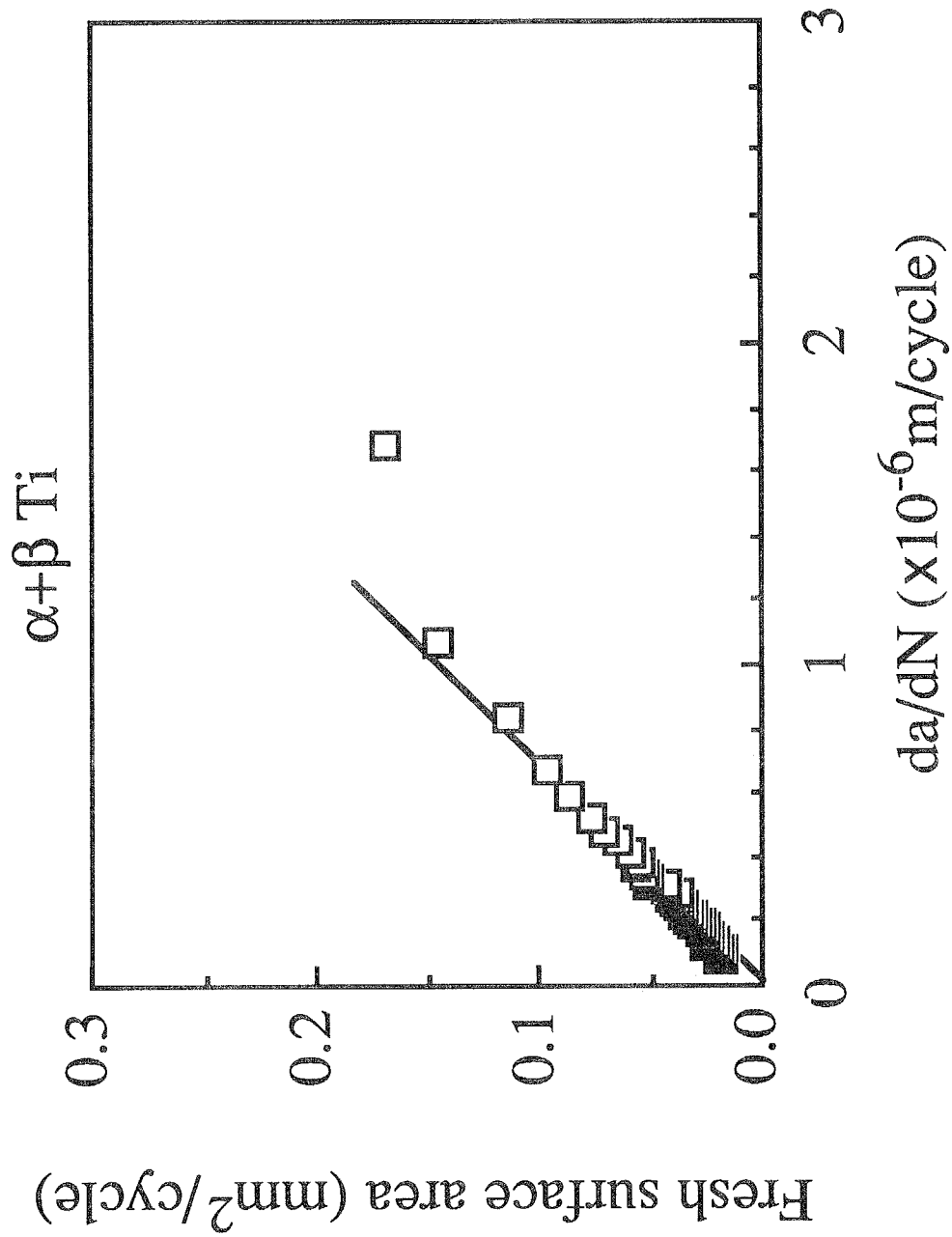


Fig. 4-17 Relation between the fresh surface area and the crack propagation rate on $\alpha+\beta$ titanium.

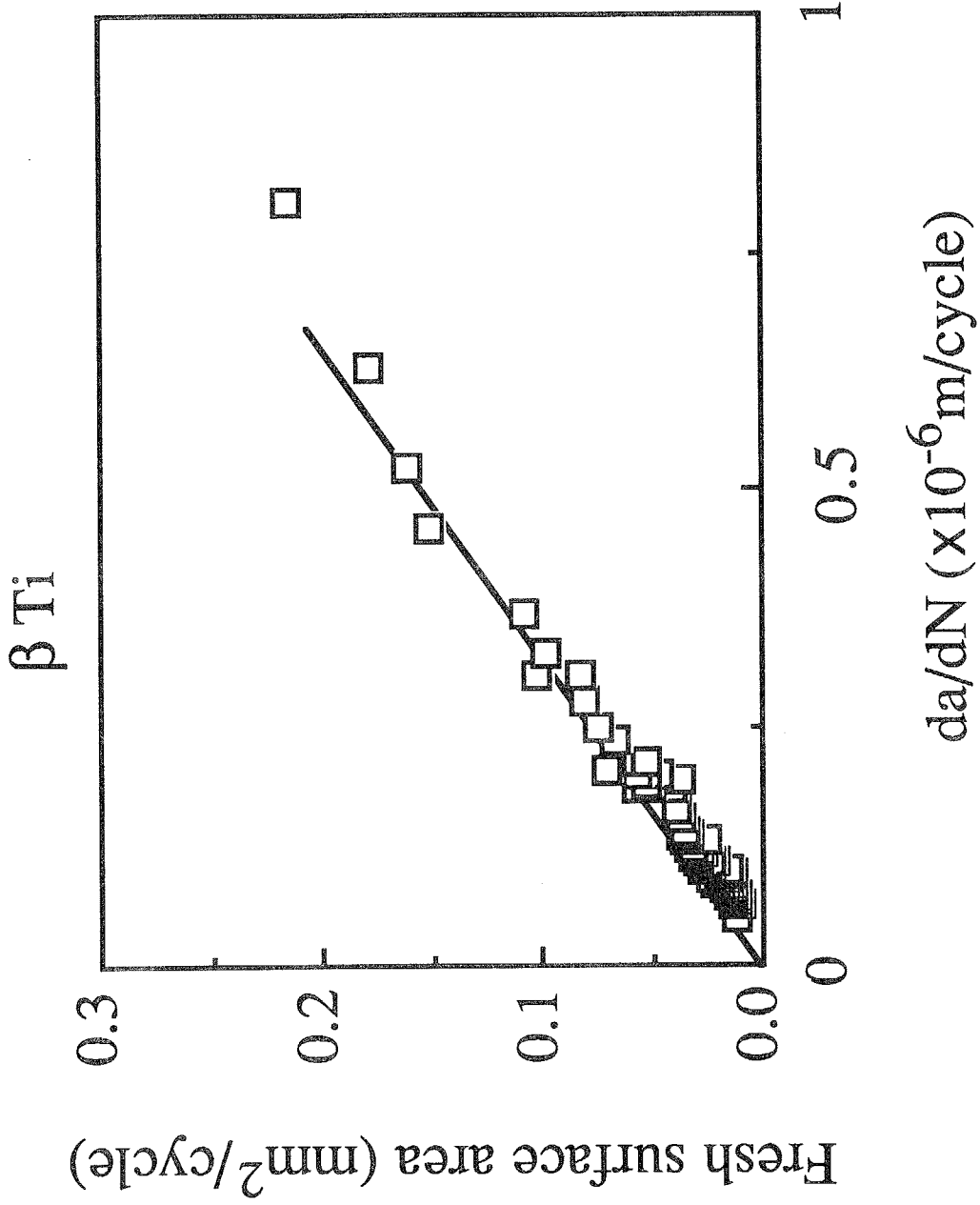
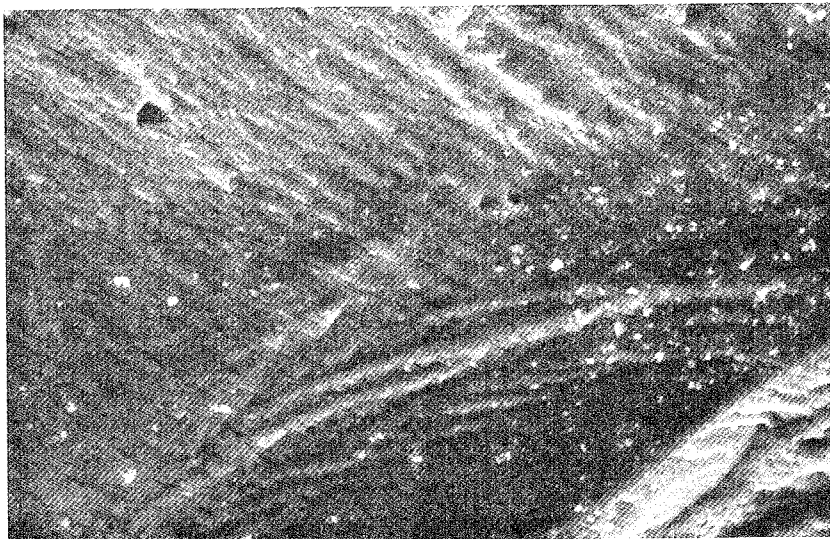


Fig. 4-18 Relation between the fresh surface area and the crack propagation rate on β titanium.



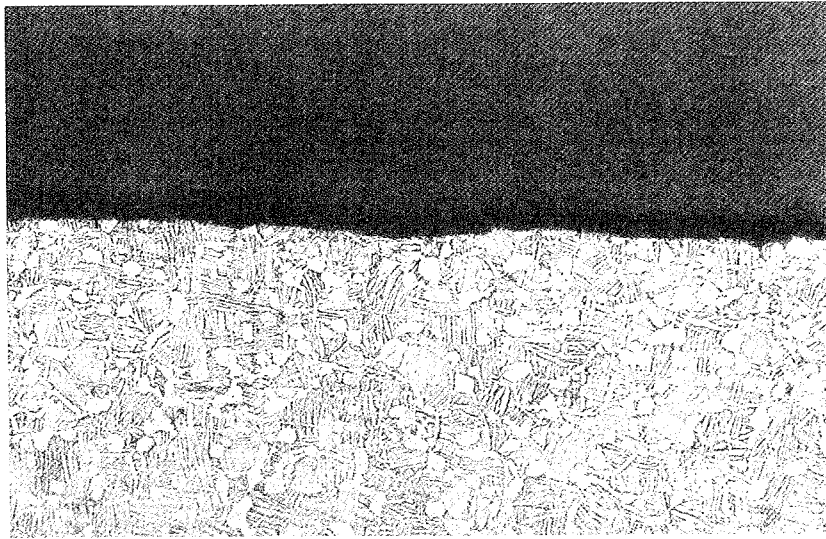
Crack propagation direction \longleftrightarrow 2 μm

Fig. 4-19 Fracture surface of $\alpha+\beta$ titanium in the Paris regime at $da/dN=6 \times 10^{-7} \text{m/cycle}$.



Crack propagation direction \longleftrightarrow 10 μm

Fig. 4-20 Fracture surface of β titanium in the Paris regime at $da/dN=4 \times 10^{-7} \text{m/cycle}$.



→
Crack propagation direction

←→
100μm

Fig. 4-21 A longitudinal section of fractured surface on $\alpha+\beta$ titanium.

Table 4-1 C and m values of the Paris law, $da/dN = C(\Delta K)^m$

	log C	m
α Ti	-10.7	3.5
$\alpha+\beta$ Ti	-10.3	3.2
β Ti	-10.3	3.0

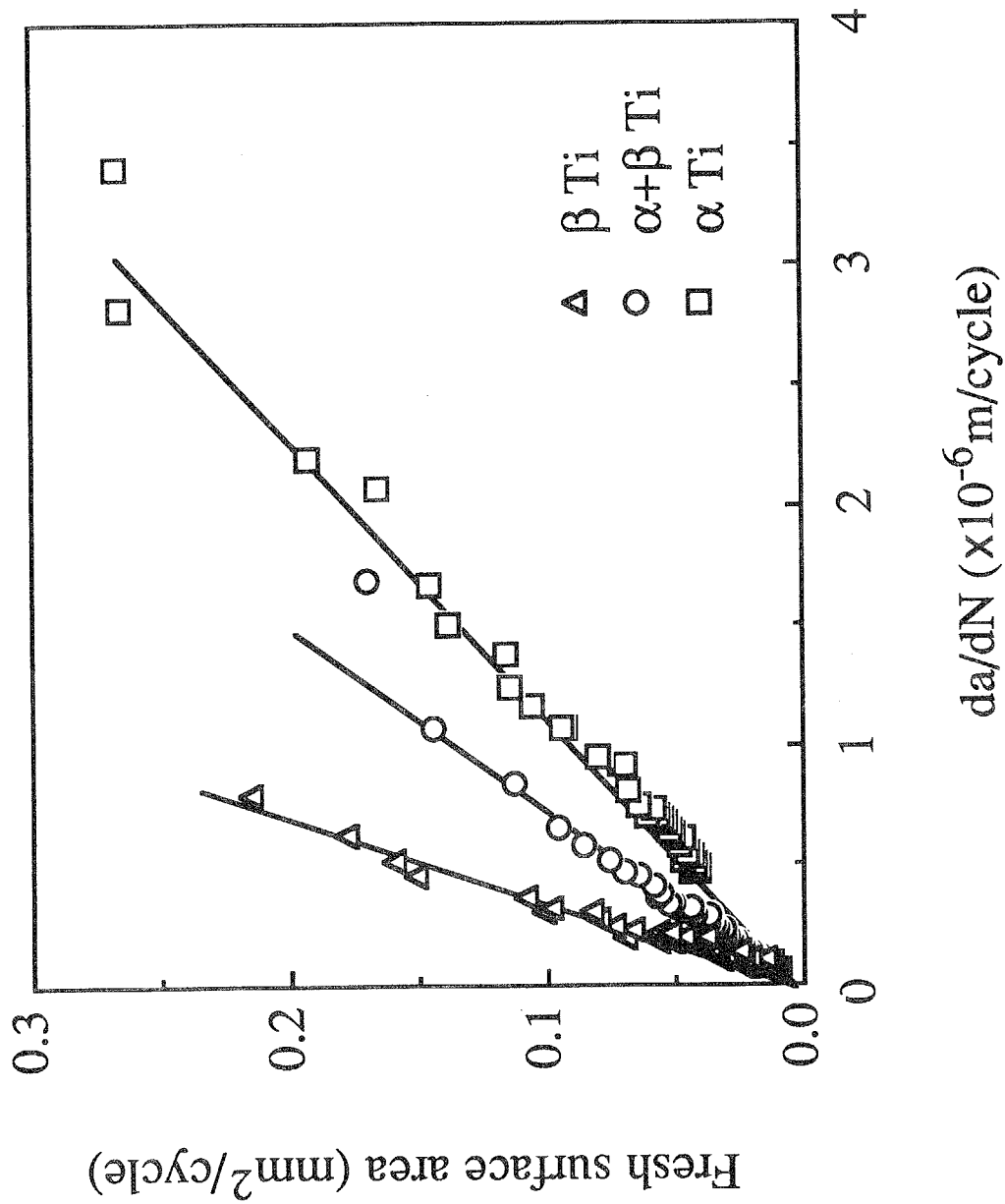


Fig. 4-22 Comparison of the fresh surface area and the crack propagation rate on titanium and titanium alloys.

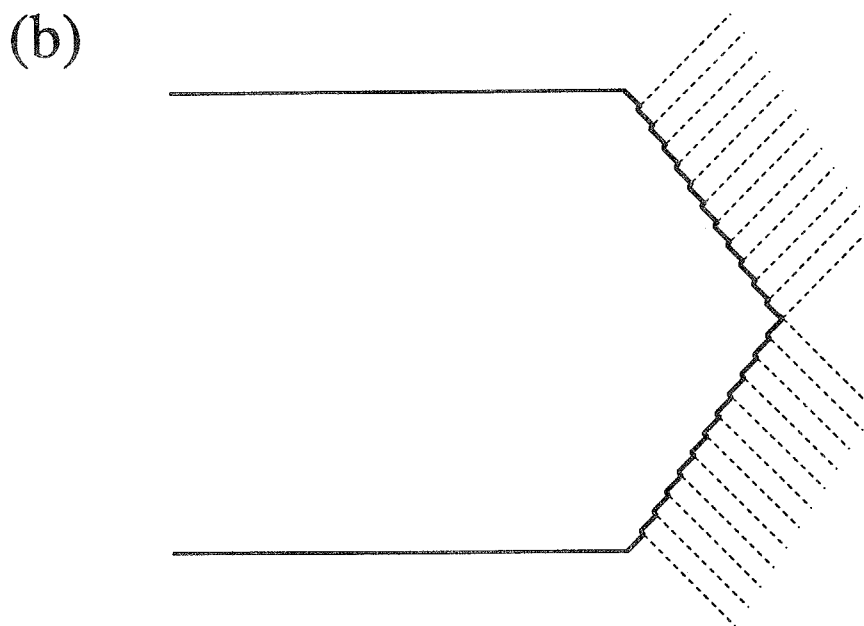
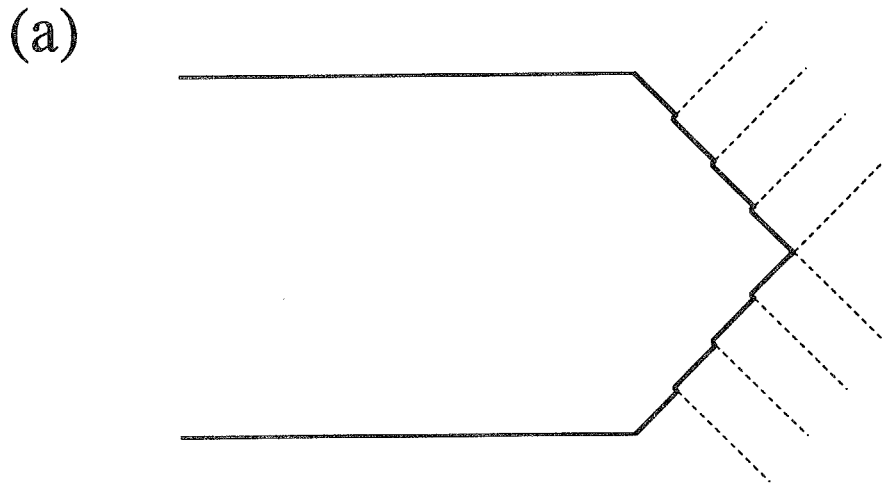


Fig. 4-23 Schematic drawings of the crack tip, showing the effect of slip behavior on the fresh surface area produced at the crack tip.

参考文献

- [1] P.Paris, F.Erdogan; Trans.ASME Ser.D., 85, (1963), 528-534.
- [2] 北川英夫; 材料, 21, (1972), 710-719.
- [3] A.J.McEvily; ASTM 811, (1983), 283-312.
- [4] R.W.Lardner; Phil.Mag., 17, (1968), 71-82.
- [5] L.P.Pook, N.E.Frost; Int.J.Frac., 9, (1973), 53-61.
- [6] J.Weertman; Int.J.Fract.Mech., 2, (1966), 460.
- [7] J.Weertman; Int.J.Frac., 9, (1973), 125-131.
- [8] J.R.Rice; ASTM STP 415, (1967), 247-311.
- [9] T.Yokobori, M.Yoshida; Int.J.Fract.Mech., 10, (1974), 467-470.
- [10] T.Yokobori, M.Ichikawa; Rep.Res.Inst.Strength & Fracture of Materials, Tohoku Univ., 4, (1968), 45-53.
- [11] B.Tomkins; Phil.Mag., 18, (1968), 1041-1066.
- [12] 岡村弘之; "線形破壊力学入門", 培風館, 東京, (1976).
- [13] G.H.Koch, A.J.Bursle, R.Liu, E.N.Pugh; Metall.Trans.A, 12A, (1981), 1833-1843.
- [14] T.Takemoto, K.L.Jing, T.Tsakalacos, S.Weissmann, I.R.Kramer; Metall.Trans.A, 14A, (1983), 127-132.
- [15] R.O.Ritchie, J.F.Knott; Acta Metall., 21, (1973), 639-648.
- [16] K.Tanaka; Int.J.Frac., 15, (1979), 57-68.
- [17] J.P.Hickerson,Jr., R.W.Hertzberg; Metall.Trans., 3, (1972), 179-189.

第5章 急速進展域における新生面面積

5.1 緒言

疲労き裂伝播の急速進展域に入ると、き裂伝播速度と応力拡大係数幅の関係は、パリス域での直線関係からはずれ、き裂伝播速度が増加する。

き裂伝播速度が加速する原因として、へき開やボイドの生成、連結などの機構がストライエーション形成に加わることが考えられている。

また別の扱い方として、線形破壊力学で扱える範囲を越えた場合に急速進展域にはいるという考えも示されている。これはK値に対するき裂伝播速度の変化を議論したものである[1]。

ところで、第3章における結果でパリス域から急速進展域に入ると、き裂伝播速度-新生面面積のグラフの傾きが変化することが示唆された。しかし、急速進展域ではき裂伝播速度が速いため議論に十分なデータ点数がない。そこでパリス域後半から急速進展域について詳しく測定を行なった。また一般に、疲労破面では負荷時に形成されたき裂先端の形状は除荷時の逆塑性変形により変化してしまうため、フラクトグラフィからでは、開口時の疲労き裂先端の形状を完全に求めるのは困難である。しかし、急速進展域は疲労試験と破壊じん性試験の中間的な領域と考えられる。そこで今までに報告されている破壊じん性試験の結果とも対応させて検討を行なった。

5.2 実験方法

試験片は2.2.1節に示した純Tiの厚さ12.5mmのCT試験片を用い、試験片のコーティング、環境、測定系、予き裂導入については2.2.1節と同様の方法で定電位き裂伝播試験を行ない、疲労1サイクルに流れた電荷量とき裂伝播速度との関係を求めた。

この際、試験開始時より ΔK 約 $25\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ に対応する荷重振幅をかけ、パリス域の高 ΔK 側から急速進展域にかけて測定を行なった。応力比は最も広範囲なデータが求められている 0.5 に設定した。荷重周波数は、0.3Hz から 3Hz の範囲では影響がないことが明かとなっているので、測定時間間隔に対してできるだけき裂進展量を小さくし、データ点数を多くするため、0.3Hz とした。2.4.7 節で求めた新生面面積と電荷量の関係を用いて、新生面面積とき裂伝播速度の関係を求めた。

試験後、急速進展域の破面を SEM により観察した。

5.3 実験結果

Fig. 5-1 に定電位き裂伝播試験時の急速進展域における典型的な分極電流波形とその時の荷重波形を示す。分極電流波形はパリス域のものと同様であるが、除荷時の電流がわずかながら増加する傾向がある。

Fig. 5-2 に今回得られたき裂伝播速度と応力拡大係数幅との関係を示す。き裂伝播速度 $2 \times 10^{-6}(\text{m/cycle})$ を境に、高伝播速度側が急速進展域、低伝播速度側がパリス域となっている。

Fig. 5-3 にパリス域のデータと合わせて、応力比 0.5 における、1 サイクルに生成した新生面面積とき裂伝播速度の関係を示す。パリス域での直線からはずれるき裂伝播速度は約 $2.5 \times 10^{-6}(\text{m/cycle})$ と急速進展域にはいる伝播速度と非常によく一致している。

また、3 章で得られたき裂伝播速度と新生面面積の関係のうち、比較的急速進展域のデータが多い、応力比 0.6 以上の結果についても、今回の結果と合わせて Fig. 5-4 に示した。

5.4 考察

3章Table 3-1で示したように、き裂伝播速度-新生面面積の関係を示すグラフで傾きが変化するき裂伝播速度と、き裂伝播速度-応力拡大係数幅の関係を示すグラフで急速進展域にはいるき裂伝播速度はほぼ一致していた。その点よりき裂伝播速度が大きくなった領域が急速進展域と考えられる。

急速進展域がどのようにして発生するのかについては2つのことが一般に考えられている。

一つはボイド、粒界割れ、へき開等の静的破壊モードが加わり m 値が増大する[2-6]というものである。急速進展域のSEM写真を見ると、Fig. 5-5に示すようなファセット状の部分が観察され、この部分は平面的であるためき裂の進展量に対して新生面量を減少させるものと考えられる。しかし、急速進展域においても破面の大部分はストライエーションが形成されており、ファセット生成だけで新生面面積の減少を定量的に説明できるかどうかは明らかでない。つまり、き裂伝播速度からは急速進展域であるが、破面からは2c段階ではなく2b段階の後半と考えることができる。

もう一つは、 K 値を定義するとき小規模降伏という条件があるが、この範囲を越えた場合に起きるといえるものである。これについては J 積分を用いれば急速進展域でも、き裂伝播速度と ΔJ の関係はパリス域と同じ線上にのるといえる報告もある[1]。しかし、本実験の結果では、急速進展域でのデータ点は応力比が0.5の場合を除いてあまり多くないが、応力比0.5の結果から類推すると、 ΔK 値に対する変化だけではなく、き裂伝播速度すなわち1サイクルでの進展距離に対して生成する新生面面積が減少している傾向がある。したがって K 値のみの問題でないことは明らかである。

以上のように、急速進展域が発生する原因として一般に考えられていることだ

けでは説明できないが、き裂進展距離に対して新生面面積が変化することから、き裂先端のすべりの起き方が変化したと考えることができる。例えばFig. 5-6に示すように、1つのすべり面で起きるすべりの量が多くなれば、き裂進展量に対して新生面面積が小さくなることになる。

ところで、一般に疲労破面では、負荷時に形成されたき裂先端の形状は除荷時の逆塑性変形により変化してしまうため、フラクトグラフィからでは、開口時の疲労き裂先端の形状を完全に求めるのは困難である。しかし、 K_{max} が増加してくると、開口時のき裂先端の形状は破壊じん性試験時のストレッチゾーンの形状に近づくと考えられる。破壊じん性試験では、除荷による逆塑性変形が与えられないこと、ストレッチゾーンの大きさは数 $10\mu\text{m}$ から数 $100\mu\text{m}$ と大きいこと、予き裂部分はストライエーションより完全に区別がつくことなどの理由から、疲労の場合よりもかなり正確に形状を求めることが可能であると考えられる。破壊じん性試験時のストレッチゾーンはその幅が破壊じん性 K_{Ic} などに対応することから多くの研究がなされている[7-17]。その中で、橋内[7]は電子顕微鏡像のステレオマッチングを行なうことにより、SCM3鋼について、ストレッチゾーンの形状を求めている。それによるとストレッチゾーンの形状はFig. 5-7に模式的に示すように、急斜面と緩斜面よりなり、最先端部の角度 θ_1 は $60^\circ \sim 70^\circ$ であり、図中の θ は $10^\circ \sim 48^\circ$ 程度の範囲でばらつきがあると報告している。同様な形状が、佐藤ら[18]、及びBroek[19]によっても求められている。どのようにしてこのような形状ができるのかは述べられていないが、このように、先端部分の角度が小さくなると、新生面面積は進展距離に対して小さくなる。

形状を新生面面積の測定から決定するのは困難であるが、このように K_{max} が大きくなるとき裂先端の形状が変化することが考えられる。

5.5 小括

純Tiの急速進展域について、疲労1サイクルに生成した新生面面積を測定した。き裂伝播速度と新生面面積の関係は、パリス域では直線的であったが、急速進展域にはいるとその傾きが変化し、き裂伝播速度に対して新生面面積が小さくなる傾向があった。しかし、今回の場合は破面の大部分がストライエーションであった。これらのことから急速進展域では、き裂先端の変形がパリス域とは異なっていると考えられた。

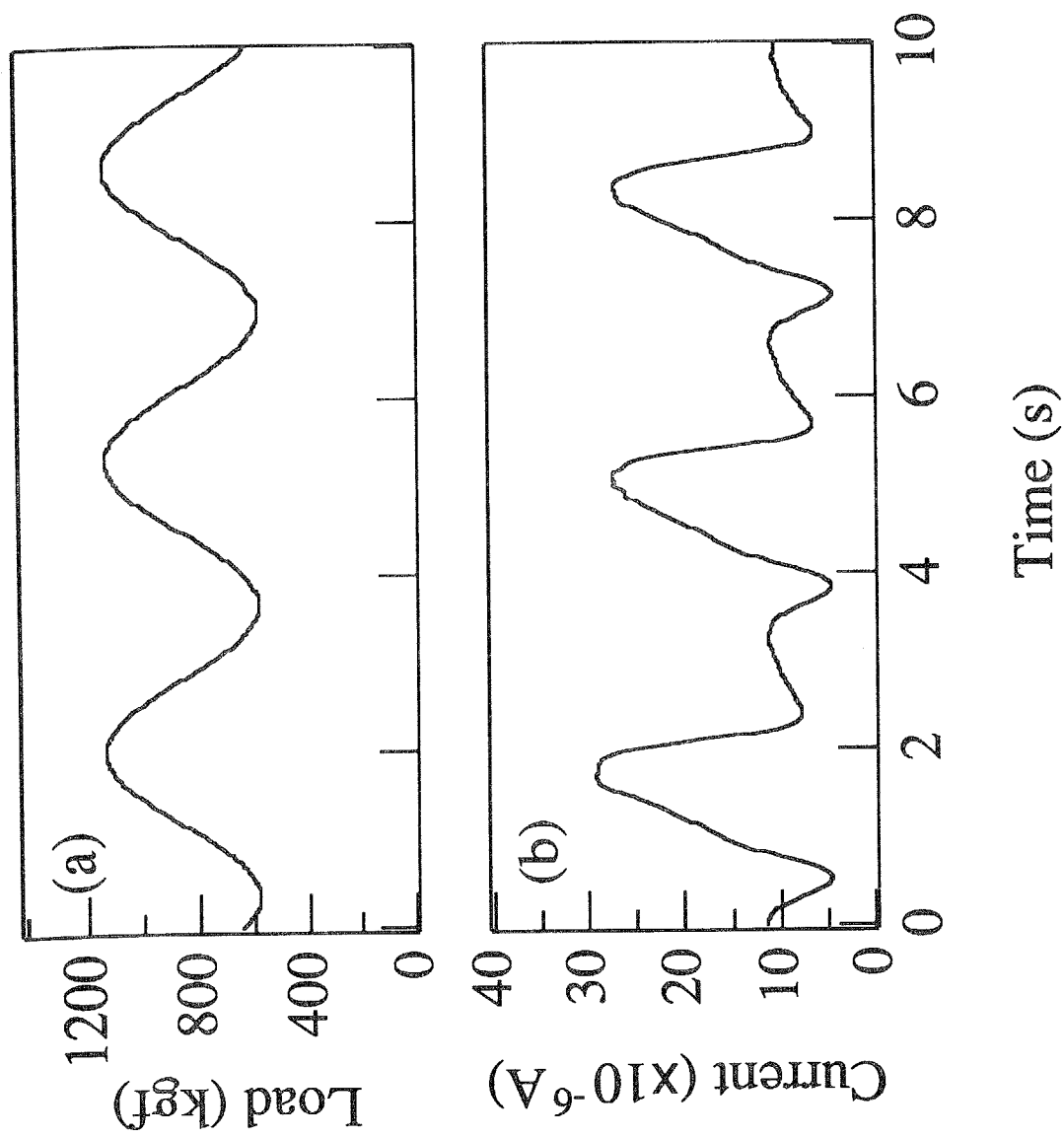


Fig. 5-1 Typical waveforms of the load (a) and the polarization current (b) in the fast growth regime ($da/dN=1.6 \times 10^{-5}$ m/cycle).

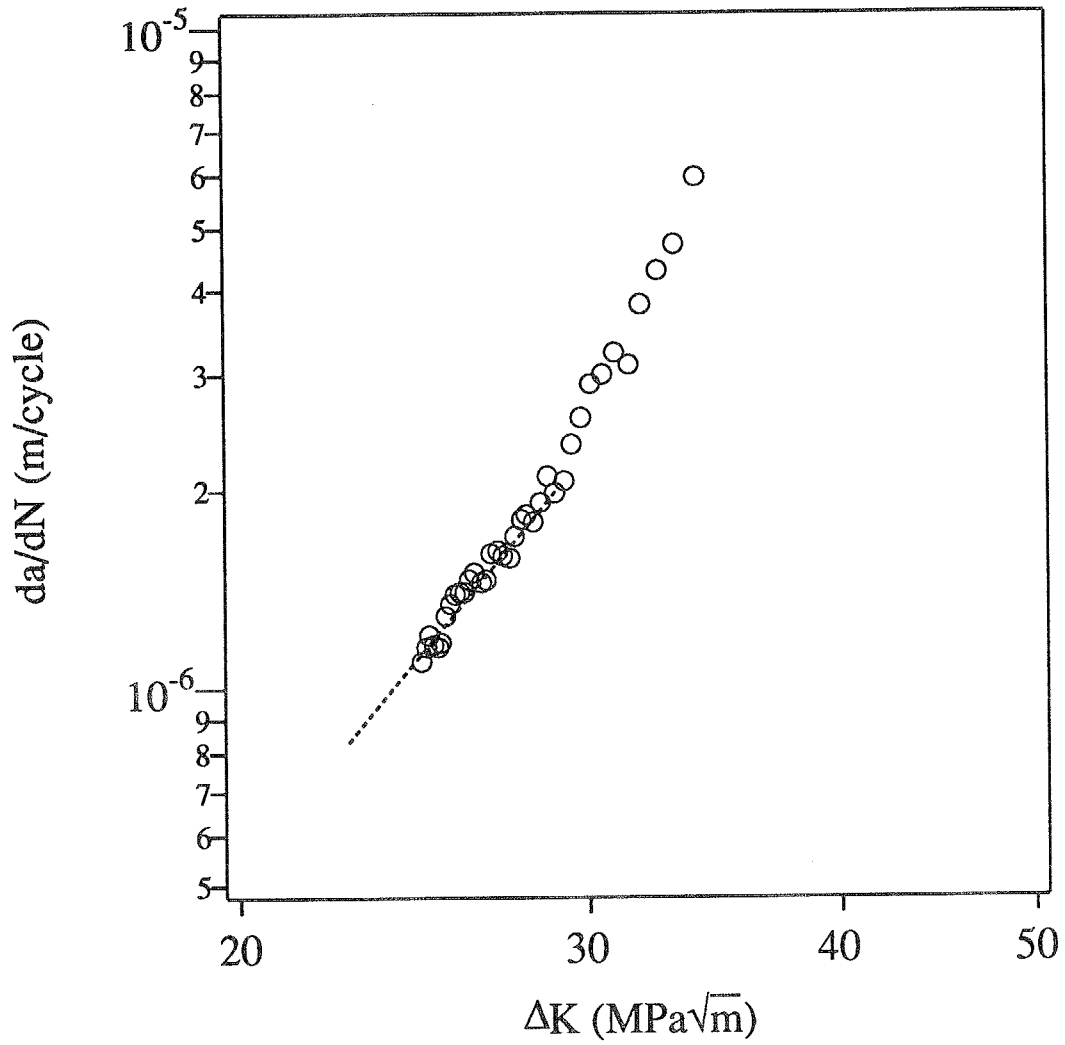


Fig. 5-2 The crack propagation rate as a function of stress intensity factor range in the fast growth regime and in the Paris regime.

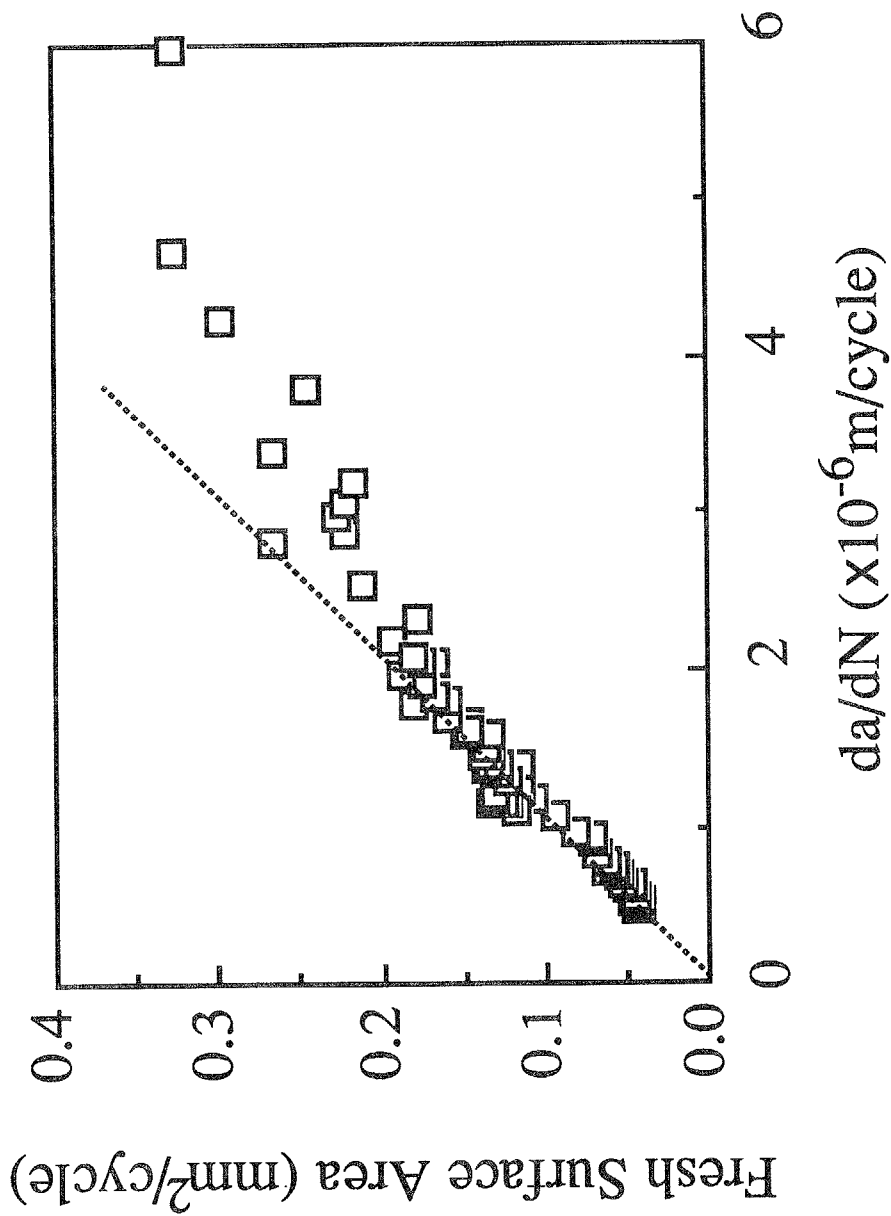


Fig. 5-3 Relation between the fresh surface area and the crack propagation rate in the fast growth regime and in the Paris regime.

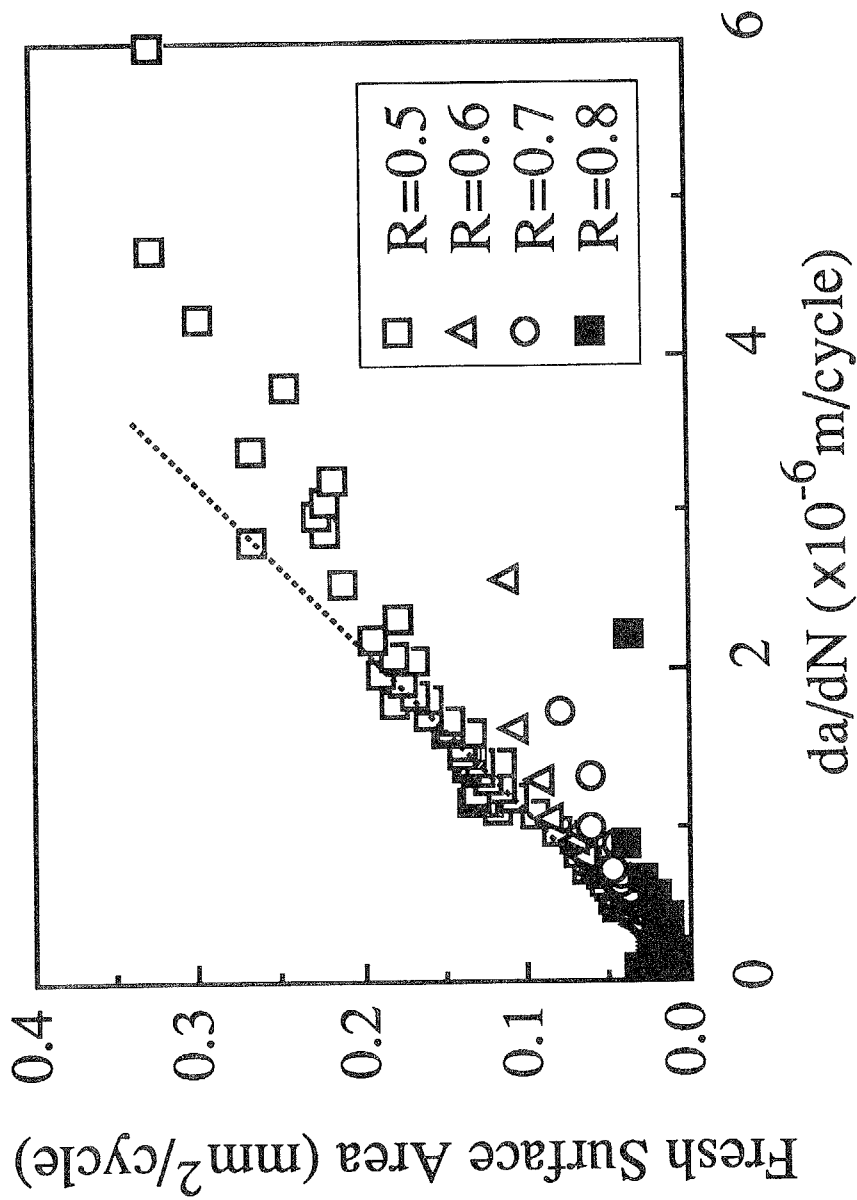
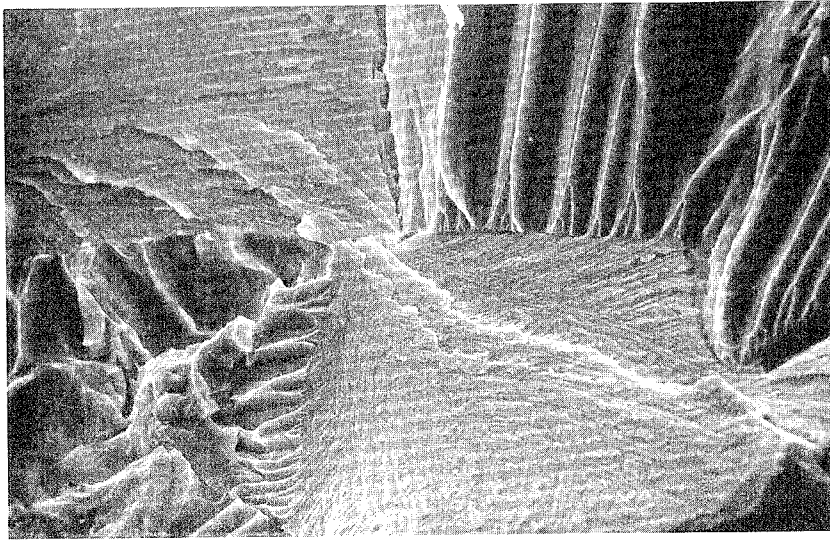


Fig. 5-4 Relation between the fresh surface area and the crack propagation rate at various load ratios in the fast growth regime and in Paris regime.



← Crack propagation direction

↔ 10μm

Fig. 5-5 A view of fracture surface in the fast growth regime.

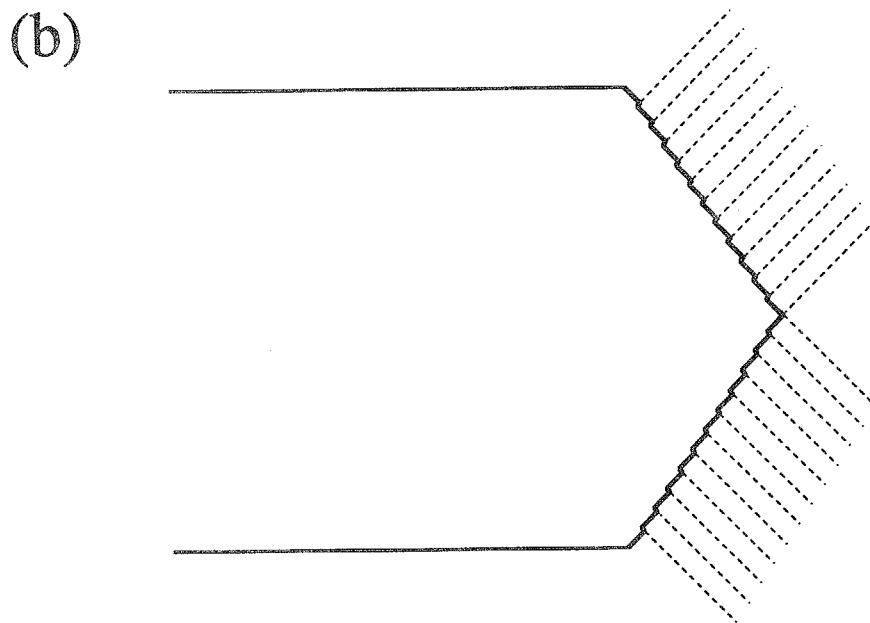
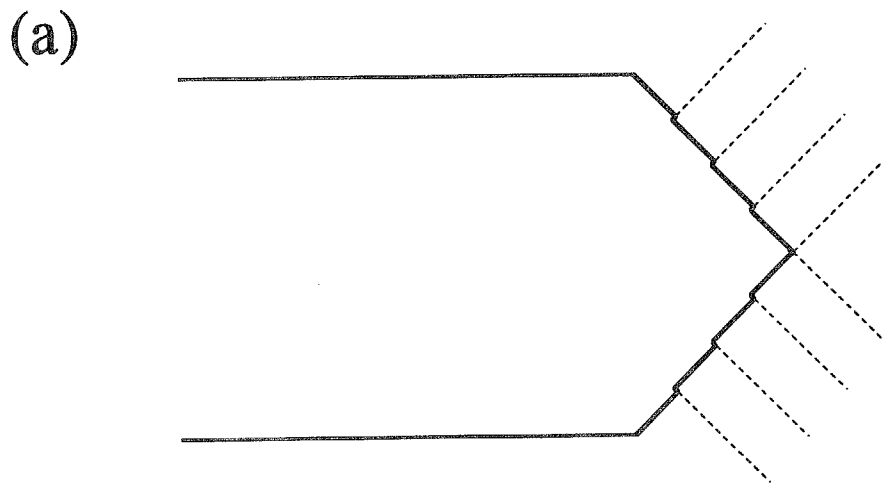


Fig. 5-6 Schematic drawings of the crack tip, showing the effect of slip behavior on the fresh surface area produced at the crack tip.

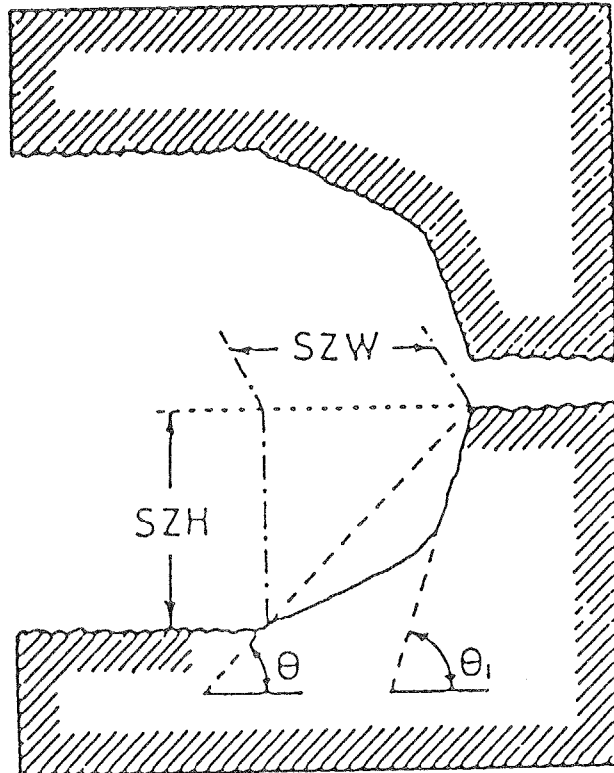


Fig. 5-7 Schematic profile of the stretched zone of the fracture toughness test [7].

参考文献

- [1] 中沢一、本間寛臣; "金属の疲労強度", 養賢堂、東京、(1987).
- [2] J.R.Griffiths, I.L.Mogford, C.E.Richards; Metal Sci.J., 5,(1971),150-154.
- [3] S.M.El-Soudani, R.M.Pelloux; Metall.Trans., 4, (1973), 519-531.
- [4] R.O.Ritchie, J.F.Knott; Mater.Sci.Engng., 14,(1974), 7-14.
- [5] N.E.Frost, L.P.Pook, K.Denton; Engng.Fract.Mech., 3, (1971), 109-126.
- [6] R.O.Ritchie, J.F.Knott; Acta Metall., 21, (1973), 639-648.
- [7] 橋内良雄; 材料, 29, (1980), 562-567.
- [8] 國尾武、中沢一、林郁彦、岡村弘之; "破壊力学実験法", 朝倉書店、東京、
(1984).
- [9] 岡村弘之; "線形破壊力学入門", 培封館、東京、(1976),
- [10] 小寺沢良一; "フラクトグラフィとその応用", 日刊工業新聞社、東京、(1981).
- [11] 小林英男; 材料, 27, (1978),711-720.
- [12] 中村春夫、小林英男、中沢一; 日本機械学会論文集A, 45, (1979), 336-345.
- [13] 武藤睦政、坂本勲、関根守; 材料, 33, (1984), 1160-1165.
- [14] 大路清嗣、小倉敬二、武藤睦政、伊戸川博、内田秀紀、堀木正之; 材料, 27,
(1978), 31-36.
- [15] 大路清嗣、康祥隆、小倉敬二、喜多孝夫、中野祐一、松尾紀吉; 材料, 32,
(1983), 372-377.
- [16] 東健司、平井康、大西忠一; 軽金属, 35,(1985), 353-358.
- [17] 東健司、大西忠一、小松啓治、中谷義三; 軽金属, 31,(1981), 720-725.
- [18] 佐藤邦彦、豊田政男、武藤睦治、西川修史; 日本造船学会論文集, 144, (1978),
303-308.
- [19] D.Broek; Engng.Fract.Mech., 6,(1974), 173-181.

第6章 総括

従来の疲労き裂伝播の研究は大きく分けて、き裂伝播速度を破壊力学的なパラメータで記述しようとするものと、ミクロ的なき裂進展モデルを考察しているものの2つの流れがある。破壊力学的なアプローチは、応力場、塑性域などを与えるが、き裂先端での材料の塑性変形の様相は与えず、多数提案されている理論によってもき裂伝播速度を完全に記述するには至っていない。またフラクトグラフィは、破壊に至った後の観察であり、き裂進展に最も重要な塑性変形の過程は不明である。直接観察も材料表面からのものであるか、非常に薄い試片によるものであり、実際のき裂とは応力場が異なり、実際の疲労き裂伝播挙動を説明するものではない。このような理由により、多数のき裂進展モデルが提案されているにもかかわらず、統一された見解には至っていない。そこでこれらを統一的に解釈するために、き裂先端での塑性変形挙動、特にき裂進展に直接寄与する量を求めることが必要である。

疲労き裂伝播は純粋な弾性変形のみでは起こらず、き裂先端での繰り返し塑性変形が必要である。さらに、材料内部の塑性変形はき裂進展に直接寄与するわけではなく、材料内部の塑性変形の結果としてき裂先端に生成する新生面がき裂進展に直接関連していると考えられる。したがって、疲労き裂先端に生成する新生面面積を測定することができれば、諸説の乱立する疲労き裂伝播機構を整理統一する指針を与えることができると考えられる。

本論文では、電気化学的に疲労き裂先端で生成する新生面面積を定量化する手法を確立し、さらにこの手法を用いて様々な条件下での新生面面積の変化を測定、検討することを目的としている。

第1章「緒論」では、従来の疲労き裂伝播に関する研究を概説し、多数のき裂伝播理論、モデルが提案されているにもかかわらず、統一された見解に至っていないことを示し、問題点を提起した。また、疲労き裂伝播機構を統一する指針を与える

ために、き裂先端で生成する新生面面積を測定することが重要であることを示し、Ti及びTi合金を用いて電気化学的な手法を応用して分極電流を測定することにより、新生面面積を求められる可能性を示した。さらに本論文の目的及び意義を明らかにし、本論文の構成について述べた。

第2章「疲労き裂先端で1サイクルに生成される新生面面積の定量化」では、新生面面積測定に電気化学的手法を適用できる条件について検討した。純Tiは室温の0.9% NaCl水溶液中において不動態化速度が十分速く、すき間腐食や、応力腐食割れを起こさない。また水溶液中で不動態化する電位におけるき裂伝播速度は大気中の場合とほとんど変化しないことから、大気中と同じ機構でき裂が進展していると考えられた。そこで、水溶液中で定電位疲労き裂伝播試験を行ない、その時観察された分極電流を測定した。この電流の大部分は新生面の再不動態化によるものであった。この電流を疲労1サイクルについて積分して1サイクルに流れた電荷量を求めたところ、この電荷量は新生面生成速度、試験片厚さによらず、新生面面積に対応していた。また、同材料、同環境中において定電位引張試験を行ない、電荷量と新生面面積の関係を求めた。この関係を用いて、疲労き裂伝播試験において、疲労き裂先端で疲労1サイクルに生成される新生面面積を定量化する手法を示した。

第3章「き裂先端で生成する新生面面積に及ぼす応力比の効果」では、一般にき裂伝播速度は主に応力拡大係数幅に依存し、応力比による変化は少ないとされており、これはElberの提案したき裂閉口による有効応力拡大係数の概念で説明されているが、これを確認するため第2章で確立した手法を用いて、様々な応力比において疲労1サイクルに生成した新生面面積を測定した。その結果、パリス域では各応力比ともき裂伝播速度と新生面面積は1次の比例関係があり、その比例定数は応力比によらず一定値であった。すなわち、応力比が変化しても、同じき裂伝播速度においてき裂先端では同じ量の新生面が生成しており、有効応力拡大係数の概念を補足

するものとなっている。また、測定された面積は、き裂先端が 90° の平面である単純なモデルで考えられる値よりもかなり大きな値であることが明かとなり、これを説明するモデルを示した。

第4章「き裂先端で生成する新生面面積の材料による変化」では、疲労き裂伝播挙動の材料による変化は従来の理論では十分に説明できていないことから、電気化学的性質は純Tiとあまり変わらず、結晶構造や機械的性質の異なる2種類のTi合金について疲労き裂先端で1サイクルに生成する新生面面積の測定を行った。パリス域ではいずれの合金とも、き裂伝播速度と新生面面積は1次の比例関係があった。しかし、その比例定数は材料によって異なっていた。このことは疲労き裂を単位距離進展させるのに必要な新生面量が材料により異なり、それによりき裂伝播速度、特にパリス則の指数が材料により異なると考えられた。

第5章「急速進展域における新生面面積」では、き裂伝播速度と応力拡大係数幅の関係がパリス域での直線関係からはずれ、き裂伝播速度が増加する領域について測定を行った。パリス域では比例関係にあった新生面面積とき裂伝播速度の関係は、急速進展域に入ると、き裂伝播速度に対して新生面面積が小さくなった。しかし、この場合でもストライエーションが破面の大部分を占めており、一般に言われているボイド生成や粒界割れなどの静的破壊モードによる伝播速度の増加だけでは説明できなかった。このことより急速進展域では、き裂先端の変形がパリス域とは異なっていると考えられた。

第6章は以上の結果の総括である。

謝辞

本研究を遂行するにあたり、懇切なるご指導を賜りました本学精密工学研究所 布村成具教授に心から感謝し、お礼申し上げます。

また同研究所 肥後矢吉助教授には研究の構想、実験遂行にあたり多大なご指導を賜りました。深く感謝の意を表します。

同研究所 熊井真次助手には有益な議論ならびにご助言をいただきました。心からお礼申し上げます。

多大なご指導ならびに先輩としてのご助言をいただきました元同研究所助手、現株式会社テクノ三紫 小野雅司博士に心から感謝致します。

試料をご提供いただきました住友金属工業株式会社 村岡義章氏、ならびに日本鋼管株式会社 大内千秋氏他に深く感謝致します。

最後になりましたが、多大なご協力をいただきました布村・肥後研究室の皆様に深く感謝いたします。