亜鉛多結晶の熱サイクルによる劈開割れの形成*

川崎 正之** 市山 正**

Masayuki Kawasaki and Tadashi Ichiyama: Formation of the Cleavage Cracks by Thermal Cycles in Polycrystalline Zinc. Observations were made on the cleavage cracks produced in polycrystalline zinc by thermal cycles between room temperature and -196° . Cleavages are apt to begin in the vicinity of the grain boundaries. The cracks cannot continue to propagate on a cleavage plane, but jump from one cleavage plane into the adjacent one after propagating for a small distance. Therefore, the cracks are composed of small cracks in a row. These small cracks are linked up by cleavages on $(10\bar{1}0)$ planes. The cracks propagate across grains and grain boundaries. Thus, polycrystalline zinc may fracture by thermal cycles. The dislocation model of cleavage crack formation involving the concept of piled-up groups of dislocations is considered, and the decrease of fracture strength of polycrystalline zinc with temperature is explained by this model.

(Received November 20, 1956)

I. 緒 言

結晶の破壊に関する Griffith の理論は、この理論から予想される大いさのクラックが金属結晶内に先在するとは想像されないし、また実際に観察されてもいないので、そのまゝの形式では金属の破壊には適用されない。さらに金属結晶は脆性破壊の場合でも必ず塑性変形が先行する。これらの事実から最近転位論に基いたクラック発生の模型およ

び破壊条件が提出されている^{(1)~(7)}。その中、純金属多結晶体の破壊の場合には、粒界が転位の移動に対して障害物となり、そのために二り帯の終端に転位が累積し、この累積転位群の先端に応力が集中して、この集中応力が理想的破

- (1) 鈴木, 本誌, **16**(1952), 19.
- (2) N. F. Mott, Proc. Roy. Soc., A **220**(1953), 1.
- (3) A. N. Stroh, Proc. Roy. Soc., A **223**(1954), 404.
- (4) A. Kochendörfer, Arch. Eisenhütt., **25**(1954), 351.
- (5) E. Orowan, *Dislocations in Metals*, AIME, (1954), 69.
- (6) 藤田, 金属物理, **1**(1955), 31.
- (7) 横堀, 材料強度学, (1955, 技報堂発行).

** 東北大学工学部金属工学科

* 1956年10月本会第2分科会シムポジウム“強度と疲労”に発表

壊強度にまで達してクラックが発生、発達して破壊を来すという考えがある。これによつて $\text{Fe}^{(8)}$, $\text{Zn}^{(9)}$, $\text{Mg}^{(10)}$ の多結晶の引張脆性破壊に関する実験結果をかなりよく説明することが出来た。しかしながらこれらの実験結果の中、注目されなければならない点は、 Zn 多結晶の脆性破壊強度は温度上昇と共に増加する事実である⁽⁹⁾。この現象は累積転位が迂り面から抜け去ることと、応力緩和が原因であると説明されている。もしそうならば、他の金属においても同様な結果が得られねばならない。しかしながら Mg 多結晶の最近の研究⁽¹⁰⁾によると、その脆性破壊強度は温度に依存しないことを示している。かくして Zn 多結晶の脆性破壊強度の温度依存性が一つの問題点になる。さらにいま一つこゝで問題になる点は、 Zn 多結晶の -196° における実測強度は結晶粒を横断する大いさの Griffith クラックを仮定して概算される強度に大体比較し得る程度のものであり、従つて -196° では大体 Griffith の理論で間に合うということである。さて Zn 結晶の熱膨張は著しく異方性⁽¹¹⁾であるために、その多結晶は加熱および冷却の操作のみによつても容易に塑性変形し、低温に冷却する場合には、劈開割れを発生する⁽¹²⁾。しかして Mg 結晶は熱膨張の異方性が小さい⁽¹¹⁾から、その多結晶は数回の熱サイクルによつても塑性変形を殆んど起さない⁽¹³⁾。かくして Zn 多結晶は試験温度までの冷却または加熱、特に低温に冷却する場合には、試験前にすでに累積転位群⁽¹⁴⁾ あるいは Griffith クラックに類似したものが形成されていると考えることは妥当と思われる。この考えによれば上述の問題点を説明することが出来る。また Stroh⁽³⁾ の解析によれば、累積転位群の先端に生ずる集中応力の迂り面に対する垂直成分は零である。従つてクラック発生⁽¹⁴⁾の臨界垂直応力則が正しいものと仮定すれば、迂り面と劈開面が一致している Zn^+ においてはクラックは累積転位群を生じている結晶粒に隣接した粒内に生ずるであろう。この場合、累積転位群による集中応力は粒界のために著しく減衰するであろうから、この点を考慮して転位模型を与えることが必要と思われる。本研究では Zn 多結晶の低温熱サイクルによる劈開

割れの形成を詳細に観察して、上述の見解の妥当性を確認しさらにクラック形成の転位模型を与えようと試みた。

II. 劈開割れの発生と発達の観察

Zn 多結晶の低温熱サイクル（温度区間は室温と -196° との間）で現われる劈開割れについて観察した結果は次の如く要約される。なお、試料（純度 99.999%）の調整および実験方法は以前に報告した⁽¹²⁾通りである。

1 1 サイクルまたは数サイクル後観察されるクラックの発生位置

累積転位理論から、また後述の転位模型からも期待される如く、クラックの大多数は Photo. 1 に見られる如く粒界または粒界近傍に発生し、粒内へ伸びている。これは 1 cycle 後すでに若干の結晶粒において観察されるもので、cycle 数が増加すればクラックを発生する結晶粒は増加する。粒内にクラックが発生している場合もわずかなではあるが観察される。しかしこのクラックが粒内で完全に弧立し

×200
Photo. 1 Cleavage cracks initiated in the vicinity of grain boundary after one cycle. (Repolished after thermal cycle)

a) After 2 cycles b) After 3 cycles
c) After 4 cycles
Photo. 2 Cleavage crack produced along a clear slip band. ×360

(8) N. J. Petch, J. Iron & Steel Inst., **174**(1953), 25.

(9) G. W. Greenwood & A. G. Quarrell, J. Inst. Metals, **82**(1953/54), 551.

(10) F. E. Hauser, P. R. Landon & J. E. Dorn, J. Metals, **8**(1956), 589.

(11) W. Boas & J. K. Mackenzie, Progr. in Metal Physics, **3**(1950), 90.

† Zn 結晶には 2 種の劈開面、すなわち (0001) と (10 $\bar{1}$ 0) とがあるけれども、劈開の臨界垂直応力は前者が後者より桁違いに小さい⁽¹⁴⁾。そして多結晶で普通観察されるクラックは迂り面に沿う (0001) 上のクラックで (10 $\bar{1}$ 0) 上のクラックは後述する如く、近接した (0001) 上のクラックを連結する場合に起る。そして破壊は (0001) 上のクラックの開始で起るから、現在の論議では劈開面は (0001) の一つであると考えてよい。

(12) 市山、永井、本誌, **20**(1956), No. 7, 388.

(13) 川崎、市山、近く報告予定、

(14) C. S. Barrett, *Structure of Metals*, (1952).

ているものか、或いは粒界から発達したものかは判らない。クラックはまた **Photo. 2** の矢印で示す如く明瞭な迂り帯すなわち顕微鏡下に巾の広い迂り帯に沿って発生し発達する傾向がある。この **Photo. 2** は熱サイクルと共に迂り帯がクラックになる過程を示す。1 cycle 後すでに若干の結晶粒にクラックの発生が認められるということは注目されねばならない。

2. 数サイクルまたは多数サイクル後観察されるクラックの発達

発生したクラックがすべて発達するわけではない。そしてまた発達が途中で中断して以後全然発達しない場合もある。発達するクラックは次のような過程をとる。クラックは同一劈開面上を発達することではなく、**Photo. 3** から判る

a) Small crack produced at the tip of propagating crack after one cycle.
b) Propagation of the small crack by re-cycle.

Photo. 3 Jumping of propagating crack into adjacent cleavage plane.

如く途中で停止して、そのクラックの先端において近接した別の劈開面上に微小クラックが発生し、それが一方方向へ発達する。このような過程で微小クラックが連鎖的に次ぎ次ぎに発生、発達して結晶を横断する。従つて結晶粒を横断しているかまたは粒内へ発達しているクラックは数個或いはそれ以上の微小クラックが **Photo. 4 a*** に示す如く、直線状に配列して構成されている。これらの微小クラックの先端は劈開面を異にするからわずかに喰い違っている。これまでがクラック発達の第1段階である。これらの

a) After 2 cycles
b) Small cracks linked up after 4 cycles

Photo. 4 A number of small cracks in a row.

* この図には微小クラックに沿って微小双晶が見られるが、微小クラックは微小双晶から発生したものではない。これについては引続き別に報告する⁽¹⁶⁾。

微小クラックは **Photo. 5** に示す如く、喰い違いを生じている部分において第2の劈開面 ($10\bar{1}0$) の劈開によつて相互に連結して **Photo. 4 b** の如く完全に1個の巨大なクラックとなる。この過程が第2段階である。すなわちこの発達はまず一連となつて結晶粒を横断する (0001) 上の微

a) After 1 cycle b) After 3 cycles
c) After 5 cycles

Photo. 5 Linking of two cracks on (0001) planes by cleavage on ($10\bar{1}0$) plane.

小クラックが形成され、次いでそれらの各この微小クラックが ($10\bar{1}0$) 上の微小クラックによつて連結される過程からなる。1 cycle 後すでに第1段階に相当する一連の微小クラックが観察される場合がある。稀にはあるが、**Photo. 6** に示す如く、(0001) 上の微小クラックと ($10\bar{1}0$) 上の微小クラックを形成しながら階段状に粒界から粒内へ発達するクラックもある。この発達は (0001) 上の微小クラックの先端に、まず別の (0001) 上の微小クラックが発生し、次いでこれら2個の (0001) 上の微小クラックが ($10\bar{1}0$) 上の微小クラックによつて連結されるという過程の繰返しによつて起り、(0001) 上の微小クラックの先端に ($10\bar{1}0$) 上の微小クラックがまず発生し、次いでその ($10\bar{1}0$) 上の微小クラックの先端に別の (0001) 上の微小クラックを発生するという過程の繰返しによつて起るもので

a) After 5 cycles b) After 11 cycles

Photo. 6 Stepped propagation of crack by cleavages on (0001) and ($10\bar{1}0$) planes.

はない。このことは Photo. 6 と Photo. 5 の比較によつて (0001) 上の微小クラックと (10 $\bar{1}0$) 上の微小クラックの連結状態が、両者で同じであることから知られる。従つてこの発達に前述の発達と本質的には同じといえよう。いづれにしても熱サイクルで発達するクラックは同一劈開面上を発達しない、ある距離発達すると別の近接した劈開面上に跳び移る。このようにして結晶粒を横断する。これらの発達するクラックは熱サイクルと共にその割目の巾を漸次一方向へのみ増大する。これは Photo. 5 において矢印で示す細いクラックが熱サイクル中殆んど変化しないので、これを基準にすれば割目の巾は上方にのみ広がることから判るであろう。また Photo. 7 から知られる如く、これらのクラックは粒界を横断する場合がある。かくして Zn 多結晶は低温熱サイクルのみで破壊に至るであろうことも予想される。

Photo. 7 Crack propagated across grain and grain boundary. After 5 cycles.

III. 実験結果の考察

前述した如く Zn においては累積転位群による集中応力場は、その累積転位群を持つ粒内ではなくて、その隣接粒内へクラックを発生し得ると考えられる。Stroh⁽⁹⁾によつて σ なる剪断応力下で累積転位群の最先端の転位から r なる距離にある点を含む結晶面に作用する最大引張垂直応力 $\sigma_{\max}$ は次式で与えられる。 $\sigma_{\max} = \frac{2}{\sqrt{3}} \sigma \cdot \sqrt{\frac{L_0}{r}}$ 、ここに L_0 は累積転位群によつて占有される迂り面の長さ。いま Greenwood および Quarrell⁽⁹⁾ の Zn 多結晶のデータから $L_0 = 10^{-2}$ cm (結晶粒の平均直径)、 $\sigma = 10^9$ dynes/cm² (破壊時における剪断応力) と取り、粒界を考慮して $r =$ 数原子間距離 ~ 10 原子間距離と取るならば $\sigma_{\max} \approx 10^{11}$ dynes/cm² となる。この値は粒界における応力の減衰効果を全然考慮しない場合の値である。累積転位群によつて隣接粒内に生ずる応力は粒界によつて相当に減衰するであろうから、この値よりかなり低くなるであろう。一方 Orowan⁽⁹⁾によつて理想的破壊強度 σ_{th} は次の如く与えられる。 $\sigma_{th} = \sqrt{2\rho E/a}$ 、ここに ρ は表面エネルギー、 E は弾性定数、 a は原子面間距離。いま E の値として (0001) 面に垂直方向の値 3.56×10^5 kg/cm² を、 a の値として 2.5×10^{-8} cm

と取り、 ρ の値は融点において大体 800 ergs/cm²⁽¹⁵⁾ であるから、Greenwood および Quarrell⁽⁹⁾ が外挿によつて得た値 10^3 ergs/cm² を妥当な値と考え、これを ρ の値として σ_{th} を計算すると 10^{11} dynes/cm² となる。以上から粒界における応力の減衰効果を全然考慮しない場合に $\sigma_{\max} = \sigma_{th}$ となるから、この減衰効果を補償する空隙または超微視的クラックを粒界近傍に考えることは意味があると思われる。

Fig. 1 は Micro-kink 帯の最下端における空隙形成の転位模型を示す。この図においては紙面は迂り方向 $[2\bar{1}10]$ を含み基底面 (0001) に垂直な断面に相当する。Fig. 1(a) は Micro-kink 帯の断面の転位模型である。この図のような転位壁は転位の移動に対する障壁物となるから、Micro-kink 帯の左右両側にはそれぞれ正負の転位が累積する。い

Fig. 1 Dislocation model of formation of void at edge of micro-kink band.

ま Micro-kink 帯の右側にある Frank-Read 源から多重形成される負転位が左側にある。それから多重形成される正転位数より多いと仮定すれば、Fig. 1 (b) において、Micro-kink 帯の最下端における迂り面 A に累積せる正転位群と、それに隣接する迂り面 B において正負両転位の中和後過剰となつた負転位とによつて図に示す如く、Micro-kink 帯の最下端に左方へ空隙を生ずる。このような空隙は正負転位の流入によつて成長しても、潰れることなく安定に存在し得る。何故ならばこの空隙の上方にある累積転位群によつて引張応力が作用するからである。さらにこの引張応力のみによつて、この空隙の左端に微視的なクラックが発生するかもしれない。この Micro-kink 帯は以前に報告⁽¹²⁾せる如く室温以上の熱サイクルでも形成されるが、熱サイクルの温度範囲が低温側に拡大されるほど顕著に起り、室温と -190° との間を 1 cycle させると殆んどすべての結晶粒に現われる。特に粒界近傍に形成され易い。従つて上述の模型によれば、温度が降下するほど、粒界近傍には多数の空隙が形成される。そしてこれら粒界近傍の空隙は累積転位群による集中応力場の作用で容易にクラックを発生するであろう。一方温度が降下すると内部応力によつて迂り変形が進行するから、転位の累積も温度降下と共に顕著に起る。かくして破壊強度は温度降下と共に減少する。1 cycle 後若干の粒内にクラックの発生

(15) J. W. Taylor, Metallurgia, 50(1954), 161.

(16) 川崎, 市山, 本誌, 21(1957), No. 6 掲載予定.

がすでに起つているから、 -196° に温度が下れば、その間に多数の粒内には充分な累積転位群が形成されていると考えることは妥当である。かくして応力集中に関しては累積転位群は Griffith クラックと同等であることを考慮すれば -196° における実測強度が、結晶粒を横断する大いさの Griffith クラックの先在を仮定して得た理論強度に概略比較し得る程度のものであることが理解される。

Micro-kink 帯は熱サイクルと共に増加し、結晶粒全面をおうに至る⁽¹²⁾から、Fig. 1 に示すような空隙は熱サイクルと共に結晶内に多数存在するようになる。かくして粒界近傍の空隙からその累積転位群の集中応力場の作用でクラックが発生し発達すれば、その附近には常に Fig. 1 で示すような空隙が存在しているであろうから、いまこのクラックが kink 帯または他の障碍によつて発達が妨害されるような場合には、自らその障碍を突破するより、そのクラックの先端に近い空隙から新しいクラックが集中応力場の作用で発生するであろう。熱サイクルで起るクラックの発生および発達の初期段階はこのようにして起るものと考えられる。

IV. 総 括

Zn 多結晶体の室温と -196° との間の熱サイクルで現われる劈開割れを観察して次の結果を得た。

(1) クラックは粒界またはその近傍に発生して粒内へ発達する。1 cycle 後すでに若干の粒内にクラックが認められる。

(2) クラックの発達には二つの形式がある。その一つは発生したクラックはある距離発達すると停止して、そのクラックの先端において近接した別の劈開面上にクラックが発生し、それが元のクラックと同じ方向へ発達する。この過程の繰返しによつて劈開面を異にする一連の数個またはそれ以上の微小クラックが次ぎ次ぎに形成されて結晶粒を横断する。これらの微小クラックはすべて (0001) 上のクラックで、(10 $\bar{1}0$) 上のクラックによつて連結されて完全に 1 個の巨大なクラックになる。その二は、(0001) 上の微小クラックと (10 $\bar{1}0$) 上の微小クラックを形成しながら階段状に粒界から粒内へ発達する。前者が最も多く観察されるクラックの発達形式である。

(3) クラックは粒界を横断して発達し得る。従つて低温熱サイクルのみで破壊に至ることも予想される。

これらの観察から累積転位理論を背景として劈開割れ形成の転位模型を与えた。そして Zn 多結晶体の脆性破壊強度が温度降下と共に減少し、 -196° では実測強度が、結晶粒を横断する大いさの Griffith クラックの先在を仮定した理論強度に、概略比較し得るものになることに説明を与えた。