疲労クラック近くにおける下部組織の X 線の観察

辛島 誠一* 及 川 洪* 小倉 次夫**

Seichi Karashima, Hiroshi Oikawa and Tsugio Ogura : Studies on the Substructure Developed around Fatigue Cracks. The substructure formation around fatigue cracks in α -brass, copper and aluminium was studied by means of X-ray microbeam technique, in order to make clear the relation between substructure and fatigue crack propagation.

The results obtained were as follows: (1) There exist plastic zones in the vicinity of fatigue cracks in all the cases. (2) In α -brass subgrains were formed only with in the plastic zone, whereas in copper and aluminium grains were divided into smaller subgrains in the zone than in the matrix. (3) The substructure became pronounced as the stacking fault energy increased. (4) In aluminium, fatigue cracks propagated more quickly in the specimen with a more developed substructure.

From the experimental results, it is concluded that the substructure formation is not only an incidental phenomenon but plays an important role in the mechanism of fatigue crack propagation.

(Received December 16, 1966)

I. 緒 言

疲労機構に関するこれまでの多くの研究によると、疲労クラックは疲労過程のきわめて初期に発生しており、疲労寿命の大部分は疲労クラック伝播のために費やされる⁽¹⁾。したがって疲労クラック伝播の機構を解明することは、疲労の研究における重要な問題の一つと考えられる。この問題に関する組織学的研究は、従来主としてアルミニウムについて行なわれており、疲労変形によつて形成される下部組織と疲労クラック伝播の機構との間に密接な関連があるらしいことが明らかにされている。すなわち、Holden⁽²⁾は副結晶粒界 (sub-boundary) に生じた多数のミクロクラックが連結することによつて疲労クラックが伝播するとしている。また Grosskreutz⁽³⁾, Backofen⁽⁴⁾は副結晶粒界が疲労クラック伝播のための優先的な経路になるとしている。一方 McEvily⁽⁵⁾は副結晶粒界そのものが分離、破壊するのではなく、硬化した副結晶粒界部と柔らかい地との界面に沿つて、破断がおこるだろうとしている。

しかし現在までのところ、疲労クラック伝播の機構と下部組織形成との関係を示す確実な実験の根拠は見出されていない⁽⁶⁾。本実験では、疲労クラック伝播の機構における下部組織の役割についての基礎的な知見を得る目的で、積

層欠陥エネルギーの異なる二三の *fcc* 金属および合金について、その疲労クラック近くの下部組織を X 線的に観察した。ここではその結果について述べる。

II. 実 験 方 法

試料素材は 電 解 銅 地 金 を 真 空 溶 解 し た 銅、電 解 銅 地 金 と、高純度亜鉛地金とを大気中溶製した α -黄銅 (30 wt% Zn), および高純度アルミニウム地金を大気中溶解したアルミニウムである。これらの素材を最終的に 0.2 mm まで冷間圧延し、この圧延板から Fig.1 に示したような試験

Fig.1 Fatigue specimen.
(dimensions in mm)

片を切り出し、完全に焼鈍した後疲労試験を行なつた。なお焼鈍条件は α -黄銅、銅、アルミニウムに対してそれぞれ 450°C 2 時間 (アルゴンガス中), 350°C 3 時間 (真空中) 300°C 5 分 (大気中) である。使用した疲労試験機は自家製の共振型交番曲げ疲労試験機⁽⁷⁾ (共振周波数 300~500 c.p.s.) で、これにより、ゲージ部幅の約 1/2 の長さのクラックを作り、このようなクラックの周辺について X 線的な観察を行なつた。

下部組織の X 線的観察には細束 X 線法^{(8)~(10)}を用いた。これによると、副結晶粒の平均の体積 V は次式から求めら

(7) S. Karashima and M. Takamura : Tech. Rep. Tohoku Univ., **26** (1962), 85.

(8) P. B. Hirsch and J. N. Kellar : Proc. Phys. Soc., **64** (1951), 369.

(9) P. B. Hirsch and J. N. Kellar : Acta cryst., **5** (1952), 162.

(10) P. Gay and A. Kelly : ibid, **6** (1953), 165.

* 東北大学工学部金属材料工学科 (Department of Materials Science, Faculty of Engineering, Tohoku University, Sendai)

** 東北大学大学院 (Graduate Student, Tohoku University, Sendai)

(1) たとえば, E. R. Rarker and D. M. Fegredo : *Internal Stress and Fatigue in Metals*, (Elsevier Publ., 1959), p. 263.

(2) J. Holden : Phil. Mag., **6** (1961), 547.

(3) J. C. Grosskreutz and P. Waldow : Acta Met., **11** (1963), 717.

(4) D. H. Avery and W. A. Backofen : *Fracture of Solids*, (Interscience Publ., 1962), p. 339.

(5) A. J. McEvily Jr. and R. C. Boettner : Acta Met., **11** (1963), 725.

(6) N. E. Frost : *Preprint of International Conference on Fracture*, (1965), DI-3.

れる。

$$\bar{v} = \frac{1}{2} p \left(\frac{V}{N} \right) \cos \theta (d\theta + \Delta) \quad (1)$$

ここに、 p : 多重度因子、 V : X線ビームの試料照射体積、 N : 注目するデバイ環に含まれる微細斑点の総数、 θ : ブラッグ角、 $d\theta$: X線ビームの開き角、 Δ : 副結晶粒のひずみ、大きさ、および特性X線の波長の広がり由来する因子である。ただし本実験で得られた写真の中には、同一のデバイ環内にもとの回折斑点が分裂してできたものと、分裂しない回折斑点とが共存しているものがあつた。この場合これらの斑点は平等には数えられないので、分裂しない斑点も分裂した斑点と同じ割合で分裂していると仮定して、

$$N' = (a+b) \frac{\sum n_j}{b} \quad (2)$$

によつて与えられる N' を(1)式の N の代りに用いた。ここに、 a : 分裂しないデバイ斑点の総数、 b : 分裂したデバイ斑点の総数、 n_j : 分裂したデバイ斑点 j 内に含まれる微細斑点の総数である。

つぎに、疲労変形によつて、結晶粒内に副結晶粒が形成されると、副結晶粒内および副結晶粒界における転位の種類とその分布のしかたなどに応じて、副結晶粒内には格子の彎曲あるいはねじれが生ずる。また副結晶粒界では格子の折れあるいはねじれが生じ、隣接する副結晶粒界に方位差ができる。これらをそれぞれ副結晶粒内の方位差 (misorientation) α 、および副結晶粒界での方位差 (disorientation) β とする。またその結果、もとの結晶粒内にはその中に含まれる副結晶粒による方位差が生ずる。この量を結晶粒内の全方位差 (total misorientation) α_{Total} とする。これら α 、および α_{Total} は、それぞれ微細斑点の接線方向の広がり、および回折斑点の接線方向の広がりから計算することができ、また β は次式によつて計算できる。

$$\beta = \beta' - \alpha \quad (3)$$

ここに、 β' は隣接する副結晶粒界の方位差であり、これは隣接する微細斑点の中心間の距離から計算できる。

本実験では透過法を用い、 $\text{CuK}\alpha_1$ 線による $\{111\}$ 反射のデバイ環について観察を行なつた。X線源の大きさは約 $40 \times 80 \mu^2$ 、 $d\theta \approx 1'$ 、X線ビームの直径は試料面上で約 200μ であつた。試料に対するX線の照射は、X線カメラに附属する顕微鏡によつて、蛍光板上のX線ビームの位置を確認し、ここに試料の望みの部分をもつてくることによつて行なわれた。なお本実験においては、透過法を採用したので、この操作によつて確実に望みの部分にX線が照射されているものと考えられる。使用したX線発生装置は島津分析用X線発生装置 MDX-2 型である。

III. 結果 および 考察

Fig.2 は本実験において得られた α -黄銅、銅、およびアルミニウムの S-N 曲線である。図内に矢印で示したように、それぞれの金属について3本の試料をX線観察に供し

た。ただし、アルミニウムの場合に No.3 の疲労寿命が異常に短いのは、この試料には切欠きをつけて疲労試験を行

Fig.2 S-N curves of annealed α -brass, copper and aluminium specimen.

Photo.1 X-ray microbeam photographs obtained on α -brass.

(a) taken at the tip of main crack.
(b) taken at matrix.

なつたからである。

Photo.1 (a), (b) は α -黄銅の細束X線写真の一部を拡大したものを示す。(a)はクラック先端、(b)はクラック先端から十分離れており、先端からの応力集中の影響が無視できると考えられる領域(以後ここをマトリクスと呼ぶ)から得たものである。これらの写真から明らかなように、ク

ラック先端からの回折斑点の中には接線方向に広がったものがあり、このような斑点はさらに微細な斑点に分裂している。したがって、 α -黄銅の疲労クラック先端には明らかに下部組織が存在することが結論される。その特性は $\sqrt{v} \approx 2.8 \mu$, $\alpha \approx 19'$, $\beta \approx 4'$, $\alpha_{\text{Total}} \approx 1.2^\circ$ である。しかし、マトリックスからは下部組織を検出できなかった。

Fig.3 は α -黄銅の疲労クラック 近くおよびマトリックス

Fig.3 Irradiated spots in α -brass specimen (A_6).

- : spots where substructure was detected.
- : spots where substructure was not detected.

スで X 線ビームの照射を受けた位置と、そこにおける下部組織の有無とを示したものである。この図から明らかなように、疲労変形した α -黄銅における下部組織の存在はクラック近くに限定されていることがわかった。つまり α -黄銅の疲労クラック近くには下部組織が存在するという意味で、いわゆる塑性域⁽¹⁾ (plastic zone) が存在することがわかる。Fig.3 から明らかなように、塑性域の大きさはクラック先端からクラック伝播方向に約 0.3 mm である。しかしクラック破面からの深さは極めて小さく、0.1 mm 以下になつていと予想される。この場合 **Fig.4** (a) に示した

Fig.4 Method of estimating the size of plastic zone.

ように、たとえクラックの真上から 0.2 mm 径の X 線ビームを照射したとしても、X 線ビームは塑性域全体を覆うことができない。そこで本実験では、Fig.4 (b) に示したように、クラックの両破面を多少開き、X 線ビームが塑性域全体を覆うことができるようにした後、X 線的観察を行なってみた。その結果、その前後のデバイ環には明らかな変化があり、たとえば (2) 式における $b/(a+b)$ の値*が著しく

(11) たとえば, N.E. Frost and D.S. Dugdale: J. Mech. Phys. Solids, 6 (1958), 92.

* a は試料の X 線ビーム照射体積中に存在する下部組織を含まない結晶粒の数に対応し, b は下部組織を含む結晶粒の数に対応する。したがって, $b/(a+b)$ は X 線ビーム照射体積中において, 下部組織を含む結晶粒が存在する割合を表わす。

増加するのが認められた。このことから、塑性域のクラック破面からの深さは $< 0.1 \text{ mm}$ であると推定される。

Photo.2 X-ray microbeam photographs obtained on copper.

- (a) taken at the tip of main crack.
- (b) taken at matrix.

Photo.2 (a), (b) は銅の細束 X 線写真の一例である。(a) はクラック先端, (b) はマトリックスから得たデバイ環の一部を拡大したものである。これらの写真から明かなように、銅の場合、下部組織の存在はクラック近くのみに限られない。しかし、クラック近くにおける下部組織の特性の変化をみると、**Fig.5** (a), (b) から明かなように、 $\bar{v}$ は

Fig.5 Change in some characters of substructure with distance. (a) from crack tip and (b) from crack side (copper).

クラック近くのある位置から急激に減少し、これに対応して α_{Total} は急激に増加している。一方、 β および $\alpha(\beta)$ と同

じ程度の値をとるので図には示していない)はほぼ一定である。これから、銅の疲労クラック近くでは副結晶粒が著し

$> D_{\alpha}(\text{Al}) ; \beta(\alpha\text{-brass}) < \beta(\text{Cu}) < \beta(\text{Al}) ; \alpha_{\text{Total}}(\alpha\text{-brass}) < \alpha_{\text{Total}}(\text{Cu}) < \alpha_{\text{Total}}(\text{Al})$; である。これから、下部組織形

Photo.3 X-ray microbeam photographs obtained on aluminium.

(a) taken at the tip of main crack
(b) taken at matrix.

く微細化しており、その結果 α_{Total} が急増していると考えられる。このような意味で、銅の疲労クラック近くにも塑性域が存在すると結論できる。Fig.5(a)に示した α_{Total} または $\bar{v}$ の変化からみて、この場合の塑性域の大きさは、クラック先端からその進行方向に約 0.2 mm と推定される。また、クラック破面からの深さは α -黄銅の場合と同様に Fig.4 に示した方法によつて < 0.1 mm と推定された。

アルミニウムについての同様な結果を Photo.3(a), (b); Fig.6(a), (b)に示す。これからアルミニウムの場合も、クラック先端にもマトリックスにも下部組織が存在しており、しかも、クラック近くにおいて副結晶粒が著しく微細化していることが明らかである。この意味において、アルミニウムの疲労クラック近くにもまた塑性域が存在すると考えられる。

Table 1 は以上のX線の観察結果をまとめたものである。まず、 α -黄銅、銅およびアルミニウムの疲労クラック近くに存在する塑性域(Fig.4)の大きさは、この領域の疲労クラック先端からの長さ l 、およびクラック破面からの深さ l' として示されているが、アルミニウムの場合に塑

Fig.6 Change in some characters of substructure with distance. (a) from crack tip and (b) from crack side (aluminium).

Table 1 The results of X-ray observations at crack tip and in matrix.
(T: crack tip, M: matrix)

		Existence (yes) or nonexistence (no) of substructure		$3\sqrt{\bar{v}} (\mu)$		$\alpha (\text{min})$		$D_{\alpha} (10^8/\text{cm}^2)$		$\beta (\text{min})$		$\alpha_{\text{Total}} (\text{deg})$		Size of plastic zone	
		T	M	T	M	T	M	T	M	T	M	T	M	$l (\text{mm})$	$l' (\text{mm})$
α -brass		yes	no	2.8	—	19	—	7.2	—	4	—	1.2	—	0.3	< 0.1
Copper		yes	yes	1.4	2.5	8	11	6.8	5.0	8	7	4.7	1.3	0.2	< 0.1
Aluminium	No.1	yes	yes	2.5	4.0	8	8	3.3	2.0	20	12	6.3	1.4	0.5	0.1
	No.2	yes	yes	2.6	3.1	9	9	3.5	3.0	15	13	9.3	3.7	1.0	0.2
	No.3	yes	yes	2.6	4.0	8	9	3.2	2.3	18	16	5.1	1.2	0.5	0.2

性域はとくに大きいことがわかる。

つぎに、クラック先端、およびマトリックスにおける下部組織の特性を比較してみると、 $D_{\alpha}(\alpha\text{-brass}) > D_{\alpha}(\text{Cu})$

成の明瞭さは $\text{Al} > \text{Cu} > \alpha\text{-brass}$ の順、つまり積層欠陥エネルギーの大きい順序になっていることがわかる。このように、積層欠陥エネルギーの大きいほど下部組織の発達

が著しいということは、静的変形した *fcc* 金属に関する、これまでの多くの観察⁽¹²⁾と一致している。

Photo. 4 X-ray microbeam photographs taken at matrices of two aluminium specimens.
(a) No.2 and (b) No.3.

Photo. 5 X-ray microbeam photographs obtained on statically deformed α -brass.
(a) taken at the tip of main crack.
(b) taken at matrix.

また、3本のアルミニウム試料のうち、切欠きをつけて疲労試験を行なった結果、とくにクラック伝播速度がゆるやかであつた試料 No.3 と、とくにクラック伝播速度が急速であつた切欠きのない試料 No.2 との、マトリックスにおける下部組織に注目してみる。Photo. 4 (a), (b) はそれぞれ試料 No.2, No.3 のマトリックスにおける細束 X 線写真の一部を示す。この図から明らかなように、下部組織の発達には試料 No.2 における方が大である (Table 1 参照)。

このように、マトリックスにおける下部組織の発達が著しい試料中を、疲労クラックがより速く伝播するということは、下部組織の形成が、疲労クラック伝播の結果の単なる附随現象でないことを示すものであろう。

本実験では比較のため、引張りクラック近くについても、細束 X 線による観察を行なった。Photo. 5 (a), (b); Photo. 6 (a), (b) および Photo. 7 (a), (b) はそれぞれ α -黄銅、銅およびアルミニウムの、(a) 引張りクラック先端、(b) マトリックスにおける細束 X 線写真の一例を示す。こ

れらの写真から明らかなように、 α -黄銅の場合、副結晶粒は引張りクラック先端においてさえも形成されず、銅とア

Photo. 6 X-ray microbeam photographs obtained on statically deformed copper.
(a) taken at the tip of main crack.
(b) taken at matrix.

Photo. 7 X-ray microbeam photographs obtained on statically deformed aluminium.
(a) taken at the tip of main crack.
(b) taken at matrix.

ルミニウムの場合、下部組織形成は疲労クラック近くほど明瞭でない。また、引張りクラック先端とマトリックスとで、下部組織形成の明瞭さにおける差異はない。

以上述べてきたように、疲労クラック近くにおいてとくに明瞭な下部組織の形成されることは、疲労クラック伝播の機構における下部組織形成の重要性を示唆するものである。

IV. 結 論

α -黄銅、銅およびアルミニウムの疲労クラック近くにおける下部組織を X 線的に観察した結果、つぎの事実が明らかになった。

(1) いずれの金属、および合金においても、疲労クラック近くにはマトリックスと異なつた塑性域が存在し、 α -黄銅においては、この塑性域内のみ下部組織が形成され、銅およびアルミニウムにおいては、この塑性域内で副結晶粒の著しい微細化がおこる。

(2) 塑性域の大きさはアルミニウムの場合にとくに大

(12) P. R. Swann: *Electron Microscopy and Strength of Crystals*, (Interscience Publ., 1962), p.131.

きい。

(3) 塑性域内の下部組織の特性は、副結晶粒径についてみると、 α -黄銅の場合約 2.8μ 、銅の場合約 1.4μ 、アルミニウムの場合約 2.6μ である。また、副結晶粒内における方位差 α 、副結晶粒界における方位差 β 、全方位差 α_{Total} などを比較すると、下部組織形成の明瞭さは、アルミニウム、銅、 α -黄銅の順、つまり積層欠陥エネルギーの大きい順序になつている。

(4) アルミニウムにおいては、マトリックスにおける下部組織発達の著しい試料中を疲労クラックがより急速に伝播することが明らかになつた。

(5) 以上の結果から、下部組織形成が疲労クラック伝播に重要な役割りを果たすものと考えられる。

本実験遂行にあたり、御協力を賜つた金材技研、貝沼紀夫氏、昭和電工、関 昇氏に深く感謝致します。