X線による金属材料の疲労破壊に関する研究*

(回折線半価幅の変化の回折面依存性に対する一解釈について)

平 修 二** 本 田 和 男*** 阿 部 武 治**

X-Ray Investigation on Fatigue Damage of Metals (On an Explanation of the Diffraction Plane Dependence of the Change in Half-Value Breadth)

by

Shuji TAIRA,

(Faculty of Engineering Kyoto University, Kyoto)

Kazuo HONDA

(School of Engineering Okayama University, Okayama)

and Takeji ABE

(Faculty of Engineering Kyoto University, Kyoto)

In the previous papers, the authors have reported on the change in half-value breadth of diffraction line of (200), (310), (211) and (110) atomic planes in fatigue process by using $\text{CoK}\alpha$ radiation. It was found that the change in half-value breadth of diffraction line of (200) atomic plane was the largest, while that of (110) plane was the smallest, although general mode of the change in half-value breadth was quite similar. At the same time we studied the changes in residual stress and microstructure during fatigue process, and we considered qualitatively, on the basis of the experiments, that the change in half-value breadth was correlated to the slip mechanism of crystal in fatigue phenomena.

In this paper, an interpretation is presented on the diffraction plane dependence of the change in half-value breadth, which is based on the idea that each crystal in the polycrystalline aggregates is particularly fitted for slip according to its orientation. In the discussion, it is assumed that the diffraction planes lie in parallel with the specimen surface according to the experimental condition of goniometer and that the X-rays diffracted by severely slipped crystals have large line broadening, while those by unslipped crystals remain as sharp.

The orientation factor μ is given by

$$\mu = \cos \varphi \cos \alpha,$$

where, φ : the angle between slip plane normal and stress axis

α : the angle between slip direction and stress axis

In order to get the mean value of μ of an atomic plane with respect to a slip system, μ is intergrated with respect to λ , where λ is the angle of the direction of the stress axis to the orientation of each crystal, that is,

$$\bar{\mu} = \frac{1}{2\pi} \sum_{i=1}^n \left\{ \int_{\lambda_{i-1}}^{\lambda_i} \mu_i d\lambda \right\},$$

where, $\lambda_0 = 0$, $\lambda_n = 2\pi$

Calculating $\bar{\mu}$ of the atomic planes (200), (310), (211) and (110) with respect to each of the three slip systems {110}, {211} and {321}, and taking the maximum values of $\bar{\mu}$ for each atomic plane, we have 0.482, 0.469, 0.460 and 0.435 for (200), (310), (211) and (110), respectively.

On the other hand, the values of $\bar{\mu}$ have been obtained by the graphical method. The distribution of the orientation factor μ has been determined on stereographic projection by the other author. The geometrical orientation of probable diffraction plane can be determined on the same figure as a trace of orientation. Using this figure, we can determine the distribution of μ along the trace of orientation. From this, we decided the mean value of μ for the aforesaid atomic planes at 0.485, 0.486, 0.484 and 0.436 corresponding to (200), (310), (211) and (110) diffraction planes, respectively. $\bar{\mu}$ values determined by both the methods of calculation and graphical procedure are tabulat-

* 原稿受理 昭和39年9月4日

** 正会員 京都大学工学部 京都市左京区吉田本町

*** 正会員 岡山大学工学部 岡山市津島

ed, and it is found that $\bar{\mu}$ values are very close between both the methods. After all, we see that $\bar{\mu}$ of (200) plane is the largest and that of (110) plane is the smallest. It is expected, therefore, that $\bar{\mu}$ is one of the important factors which affect the diffraction plane dependence of the change in half-value breadth during the fatigue process.

The above discussion is based on the observation of half-value breadth of diffraction lines from atomic planes parallel to the surface. It is probable that, if the above interpretation is right, the diffraction plane dependence for atomic planes not parallel to the surface would be different from the above observation. This has been proved by the experiment. (Received Sep. 4, 1964)

1 ま え が き

著者らは、すでに各種の工業用金属材料の疲労過程におけるX線回折線半価幅の変化について研究し、その結果半価幅の変化は、焼きなまし材においては初期の急増、その後の漸増および破断前の急増の3つの段階にわかれることを示した。これに基づいて筆者らは、疲労破壊の非破壊的予知の可能性を示すとともに、他方同時に疲労過程における残留応力変化の測定、光学および電子顕微鏡による表面の組織観察、あるいはかたさの変化等を求め、これらの変化とも対比して上の半価幅の変化を疲労機構との関連において解釈して来た。すなわち、半価幅の第1段の増加は主として材料の疲労硬化の段階、第2段階はマイクロクラックの生成および成長の段階、第3段階は巨視的クラックの段階であると考えて来た。

さて、これらの研究に引き続いて筆者らは低炭素鋼の疲労過程におけるX線回折線半価幅の変化には回折面依存性のあることを報告した。すなわち、半価幅は Fig. 1 に示されるように、応力繰返しに伴って

Fig. 1. Diffraction plane dependence of half-value breadth.

(200) 面で最大の増加を示し、(110) 面では小さく、その他の面ではその中間の変化を示す。(図の縦軸は半価幅の初期値 B に対する各繰返数における半価幅 b の値の比、横軸は繰返数である。) これらの変化に対して筆者らは疲労特有の現象である extrusion, intrusion の発生およびそれに対する Cottrell および Hull による説明とも比較して一応定性的な説明を行なうとともに、回折面依存性については今後さらに研究を行なう必要があることを指摘して来た。

本報告においては、これらの実験結果に対して、結

晶粒の方位とその応力軸の方向との関係によって定まるその結晶のすべりやすさあるいは方位係数 μ という観点から一つの考察を試みた結果について報告する。なお、半価幅の増加は一つの因子のみで起こるものではなく、いくつもの因子が複雑にからみ合っていると考えられる。そこでまず、X線回折線半価幅の増加について従来知られていることを検討する必要がある。

2 半価幅についての従来知見

金属材料の塑性変形に伴うX線回折線半価幅の増加については、いくつかの総説にも示されているように、古くから Jones⁹⁾ らによって微粒子説、次いで Stokes¹⁰⁾ らによって微小ひずみ説が出された。その後 Warren¹¹⁾ と Averbach¹²⁾ によってこれらの仮説を用いず、回折強度曲線のフーリエ解析による方法が考案され、理論として確立された。またその後、Averbach¹²⁾ らによって回折線半価幅と転位密度を結びつける試みが行なわれている。さらに、格子欠陥の理論の進歩につれて、Hirsch¹³⁾ らにより積欠陥による広がりに対する計算が bcc について行なわれている。一方、最近 Hartmann¹⁴⁾ と Macheranch¹⁵⁾ によって、Warren-Averbach のフーリエ解析の方法を疲労の場合に適用する試みもなされているが、それによれば純ニッケルについて疲労における半価幅の増加には、微小ひずみと微結晶粒 (subgrain) との双方の影響が認められている。しかしながら他方、フーリエ解析による方法の精度上の弱点もまた指摘されている。

さて、これら従来述べられている半価幅の影響に対するいくつかの因子はいずれも単結晶について当てはまるものばかりであった。しかるに、われわれの扱う材料は多結晶であり、そのためこれら単結晶による因子を考える前に、結晶の集合とその応力軸に対する関係がいかなる影響を及ぼすかについて当然考える必要があるものと思われる。

3 結晶粒の方位による因子

多結晶を考える際に、最も大きな影響を与えると考えられるのは、応力軸の方向と回折にあずかる結晶との方位関係による因子であろう。すなわち、金属結晶が塑性変形をする際には必ずすべりを伴うが、すべりは結晶系により、ある特定の面上を特定の方向に生じる。したがって、今回折条件を満たすような方位の

S: Crystal with favorable orientation for slip.
N: Crystals with unfavorable orientation for slip.

Fig. 2. Relation between crystal orientation and change in half-value breadth.

$\sigma = 20.0 \text{ kg/mm}^2$ $\sigma_{90} = 18.5 \text{ kg/mm}^2$ $N = 5 \times 10^5$

Fig. 3. Observation of slip phenomena with electron-microscope.

($\times 4000$)

結晶が応力軸とどのような角度関係を持ち、どのようなすべりやすさを持っているかが重要となる。すなわち、結晶の方位による疲労程度の差から、半価幅の広がりにも差が生じると考えられる。この関係を図式的に Fig. 2 に示す。すなわちすべりやすい方位の結晶 S から来た回折線は結晶 S のすべりの進行とともに半価幅が広がるが、すべりにくい方位の結晶 N からの回折線は広がる程度が少ない。このように、疲労の場合すべりを生じた結晶と全くすべっていない結晶があることは、表面の組織観察によっても認められる。その一例を Fig. 3 に示す。写真に見られるように、中央をななめに走る結晶粒界を境にして右側の結晶には著しいすべりを生じており extrusion, intrusion のごとき様相を示しているが、これに反して左側の結晶にはすべりが見られない。

先に行なった実験においては、実験条件より回折面の法線が試料表面に垂直になっており、この条件のもとに、回折にあずかる結晶のすべりやすさを調べる必要がある。

多結晶体に対するこのような考え方は、すでに単純引張変形の場合の残留格子ひずみ (第2種残留応力) の回折面依存性の説明のため Greenough によって^{17,18)} 1947年に提案され、その後詳しい計算もなされている。他方、最近ではこの Greenough 説に対する疑問もあ

るようである。^{19,20)} これは Greenough 説の基礎となっている Taylor の計算の妥当性にも問題があるものと思われる。しかし、疲労の場合は一様引張りに比べて組織観察でも見られるように変形は単純であり、結晶粒の方位による考え方が一層よく当てはまると考えられる。そこで以下においては、このような考え方を疲労における半価幅変化の説明に用いることを試みた。

なお、Greenough は fcc について結晶の回転も考えて計算しているが、ここでは疲労現象であることも考えて、結晶の回転は考えずにすべりに対する最大せん断応力のみを考え、また bcc 結晶について計算した。

4 計算による方法

引張応力が負荷された場合、すべり面における最大せん断応力は Fig. 4 において、

$$\tau = \sigma \cos \varphi \cos \alpha = \mu \sigma \dots \dots \dots (1)$$

Fig. 4. Relation between stress axis, slip plane normal and slip direction.

で与えられる。²²⁾ ここに、

φ : すべり面法線と応力方向のなす角

α : すべり方向と応力方向のなす角

μ は方位係数と呼ばれ、 μ の大きい結晶ほどすべりやすい方位を向いていることになる。 μ の最大値は $1/2$ である。

実験条件から回折面の方向が試料表面に垂直すなわち応力軸と直角であるという条件がはいるから、結晶が全く任意の方向に一樣に分布していると仮定すると、とり得る応力軸の方向は、直角をなして回折面の方向のまわりに分布している。そこで、回折面の方向を座標軸の一つにとって直角座標で表わすと応力軸 (試料軸) の方向はパラメーター λ で表わされる。(Fig. 5) 一般には、ある λ の値 ($\lambda_{i-1} \leq \lambda \leq \lambda_i$) に対してあるすべり面が最大せん断応力の働く面となり、その面に対する $\mu^{(i)}$ が結晶の方位関係と (1) 式から求まる。したがって、 μ のあらゆる方位の分布に対する平均値は、

$$\bar{\mu} = \frac{1}{2\pi} \sum_{i=1}^n \left\{ \int_{\lambda_{i-1}}^{\lambda_i} \mu^{(i)} d\lambda \right\} \dots \dots \dots (2)$$

ただし、 $\lambda_0 = 0$, $\lambda_n = 2\pi$

Fig. 5. Expression of the direction of stress axis with λ against the orientation of each crystal.

で求めることができる。

α 鉄 (bcc) の場合、3つのすべり系があるが、常温付近での臨界せん断応力の割合は、

$$\{110\} : \{112\} : \{123\} = 100 : 103 : 105$$

であって、ほぼ等しいとみなせるであろう。

具体的に計算を行なう際には、3つのすべり系の中から最大の $\mu^{(i)}$ を選ぶべきであるが、計算が非常に複雑となるため、以下においては各すべり系についておのおの平均値 $\bar{\mu}$ を求め、これら3つの $\bar{\mu}$ の中の最大値をとって求める $\bar{\mu}$ とした、 $\bar{\mu}$ の具体的な計算の1例を付録に示す。このようにして求めた結果を Table I に示す。

Table I. Values of orientation factor μ corresponding to each diffraction plane obtained from calculation (bcc).

Dfract.on plane	$\bar{\mu}'$			$\bar{\mu}$	$\tau = \bar{\mu} \sigma_N$ ($\sigma_N = 20.0 \text{ kg/mm}^2$) (kg/mm^2)
	Slip system				
	{110}	{211}	{321}		
(200)	0.464	0.468	0.482	0.482	9.6
(310)	0.416	0.469	0.358	0.469	9.4
(211)	0.363	0.444	0.460	0.460	9.2
(110)	0.401	0.433	0.435	0.435	8.7

これらの結果には、上に述べたような計算上の仮定から、真の値からはずれている可能性がある。そこでさらに図式的方法によってこれをチェックすることを試みた。

5 ステレオ投影による方法

$\bar{\mu}$ を図式的に求める方法として、ここではステレオ投影^{2), 25)}を利用する。立方晶の(001)標準投影を Fig. 6 に示す。立方晶においては、その対称性からステレオ投影内の基本三角形を考えれば充分であり、Fig. 6 に示した三角形に囲まれた部分を選ぶことにする。

ステレオ投影の性質を利用して、各回折面に対する

Fig. 6. (001) standard stereographic projection of cubic crystal.

Fig. 7. Distribution of stress axis on stereographic projection corresponding to each diffraction plane.

それと直角をなす応力軸方向の分布を求めることができる。それらを Fig. 7 に示す。ここで、結晶粒の方位が Fig. 7 の太線上に一樣に分布していると仮定する。この仮定はステレオ投影の性質上、4. に述べた計算で用いた結晶粒の方位の分布が一樣であるという仮定とは一致しないが、その誤差は3%以下であり、近似的には充分である。

さて、基本三角形内における方位係数 μ の分布は Calnan²⁶⁾ によって求められているが、それを Fig. 8 に示す。Fig. 8 は bcc の3つのすべり系を全部考慮した分布である。Fig. 7 と Fig. 8 を組み合わせることにより、各回折面に対する μ の分布を求め、さらにその平均値 $\bar{\mu}$ を求めることができる。 μ の分布を求めた結果を Fig. 9 に、またその平均値を Table II に示す。

6 理論のまとめ

以上のように、計算によっておよび図式的に求めた $\bar{\mu}$ の値は Table I, Table II にそれぞれ示されているが、この両者の値がかなり良い一致を示しているの

Fig. 10. Relation between the change in half-value breadth and orientation factor corresponding to angle ψ in two stress states.

表中、 $\bar{\mu}$ はすべての方位について μ を平均した値を示す。(なお、これらの値を求めるのは図式的方法によったが、求め方の詳細については後日発表の予定であるので省略する。)

このようにして求めた半価幅変化の一例を Fig. 10 に示す。図のたて軸は曲げ疲労の半価幅比 $(b/B)_{Bn}$ とねじり疲労のそれ $(b/B)_T$ の差であり、横軸は曲げにおけるすべりやすさ $(d/d)_{Bn}$ とねじりにおけるそれ $(d/d)_T$ との比である。なお、疲労試験の負荷応力は、曲げ $\sigma = 10.0 \text{ kg/mm}^2$ 、ねじり $\tau = 5.0 \text{ kg/mm}^2$ で、繰返数はともに $N = 2 \times 10^5$ におけるものである。

図からわかるように、 ψ を減少するほど曲げの方位係数 $(d/d)_{Bn}$ がねじりのそれに比べて大きくなるが、それに比例して曲げの半価幅の増加 $(b/B)_{Bn}$ も大きくなっている。このように ψ を変えて X 線を入射することによって、先に考察したような μ による半価幅の増加の依存性のあることが実証された。実験は銅についてであったが、bcc の鉄についても定性的には同じであると考えられる。つまり、先の回折面依存性について検討したような考察結果が実際に存在していることを、この実験結果は示していると考えられる。

なお、 μ についての種々の問題は今後さらに解明していく予定である。

謝 辞

終りに、本研究に対していろいろ有益なご批判をいただいた東北大学の辛島教授、京都大学の矢根教授をはじめ皆様方に紙上を借りて厚くお礼申し上げます。

付 録

$\bar{\mu}$ の具体的な計算方法を (200) 回折面のとき {110} すべり系について以下に示す。Fig. 11 において、(002) 方向を試料表面に垂直にとり、適当な座標すなわちここでは [200] および [020] をとる。引張軸方向はパラメータ λ を用いて $[\sin \lambda, \cos \lambda, 0]$ と表

Fig. 11. Direction of stress axis λ against crystal orientation corresponding to (002) diffraction.

わされる。{110} 面すべり系の場合はその対称性から (2) 式は $0 \leq \lambda \leq \pi/4$ の区間を考えれば充分である。図のような配置のとき、いくつかのすべり面の中で μ の最大値 $\mu_{\max}$ を与えるのは (011) 面 $\{11\bar{1}\}$ 方向のすべりのときである。二つの方向のなす角がその内積で表わされることから、(1) 式において、

$$\cos \varphi = \frac{1}{\sqrt{2}} \cos \lambda$$

$$\cos \alpha = \frac{1}{\sqrt{3}} (\cos \lambda + \sin \lambda)$$

したがって、

$$\mu_{\max} = \cos \varphi \cos \alpha = \frac{1}{\sqrt{6}} \cos \lambda (\cos \lambda + \sin \lambda)$$

よって、(2) 式より

$$\begin{aligned} \bar{\mu} &= \frac{1}{\pi/4} \int_0^{\pi/4} \mu_{\max} d\lambda \\ &= \frac{1}{\pi/4} \int_0^{\pi/4} \frac{1}{\sqrt{6}} \cos \lambda (\cos \lambda + \sin \lambda) d\lambda \\ &= 0.464 \end{aligned}$$

このようにして $\bar{\mu}$ が求まる。他の回折面あるいは他のすべり系についても計算が複雑となるだけで本質的には同一である。

(昭和39年7月14日 第3回X線応力測定シンポジウムにて講演)

参 考 文 献

- 1) 平修二, 本田和男, 松木健次, 機械学会論文集, **28**, 1335 (1962).
- 2) 平修二, 本田和男, 阿部武治, 材料試験, **11**, 699 (1962).
- 3) Cottrell, A.H., and D. Hull, Proc. Roy. Soc., (London), **A242**, 211 (1957).
- 4) Greenough, G.B., Prog. in Metal Phys., **3**, 176 (1952).
- 5) Warren, B.E., Prog. in Metal Phys., **8**, 147 (1959).
- 6) 仁田編, “X線結晶学(下),” p. 611 (1961) 丸善; 平修二, 機械学会誌, **64**, 7, (1961).
- 7) 阿部秀夫, 井形直弘, “応用金属物理学実験法”, p. 211 (1961) コロナ社.

- 8) Vasilev, D.M., and B.I. Smirnov, *Soviet Phys.*, **4**, 226 (1961).
- 9) Jones, F.W., *Proc. Roy. Soc. (London)*, **A166**, 16 (1938).
- 10) Stokes, A.R., and A.J.C. Wilson, *Proc. Phys. Soc.*, **56**, 174 (1944).
- 11) Warren, B.E., and B.L. Averbach, *Appl. Phys.*, **21**, 595 (1950).
- 12) Hordon, N.J., and B.L. Averbach, *Acta Met.*, **9**, 237 (1961).
- 13) Hrisch, P.B., and H.M. Otte, *Acta Cryst.*, **10**, 447 (1957).
- 14) Hartmann, R., and E. Macheranch, *Z. Metall.*, **54**, 197 (1963).
- 15) Rama Rao, P., and T.R. Anantharaman, *Z. Metall.*, **54**, 658 (1963).
- 16) Greenough, G.B., *Nature, Lond.*, **160**, 258 (1947).
- 17) Reimer, L., *Z. angew. Phys.*, **6**, 489 (1954).
- 18) Hauk, V., *Arch. Eisenhüttenwes.*, **25**, 273 (1954).
- 19) Macheranch, E., *Materialprüf.*, **5**, 14 (1963).
- 20) 平 修二, 有間淳一, *機械学会論文集*, **29**, 645 (1963).
- 21) Taylor, G.J., *J. Inst Metals*, **62**, 307 (1938).
- 22) Barrett, C.S., "Structure of Metals", p. 533 (1952) McGraw-Hill.
- 23) Smoluchowski, C.R., and A.J. Opinski, *Carnegie Inst. of Tech. Conference on Plastic Def. of Crystalline Solids* (1950).
- 24) Cullity, B.D., "X線回折要論", 161 (1961) アグネ社.
- 25) 山本美喜雄, *金属物理*, **6**, 118 (1960).
- 26) Calnan, E.A., and J.B. Clews, *Phil. Mag.*, **42**, 616 (1951).
- 27) Hempel, M., *ASTM, STP* **237**, 52 (1959).
- 28) Grosskreutz, J.C., and P. Waldow, *Acta Met.*, **11**, 717 (1963).
- 29) Koistinen, D.P., and R.E. Marburger, *Trans. ASM*, **51**, 537 (1959).