細束X線によって観察したき裂先端の結晶組織変化と き裂伝ば機構について*

林 建 吉** 鳥居太始之***

On the Crack Propagating Mechanism and the Micro-Structural Change at
the Crack Tip Observed by X-Ray Micro-Beam Diffraction Technique

by

Kenkichichi HAYASHI and Tashiyuki TORII

(Nagoya Institute of Technology, Nagoya)

The mechanism of fatigue crack propagation has been investigated from the point of view of micro-structural change at the crack tip. The relation between the crack propagating mechanism and the developed sub-structure is discussed.

(Received Aug. 14, 1968)

1 緒 言

材料が疲労破壊に至る過程は、巨視的なき裂が発生するまでの過程、その後のき裂伝ば過程および破断する過程の3段階に分類される。しかし、これらの3段階において、それぞれ異なった機構に従って破壊が支配されているか否かについては不明の点が多い。き裂が腐食、摩耗等の疲労以外の原因で発生しても、その後、疲労荷重によって伝ばして破断する現象も多い。これらを考えると、き裂伝ば機構の解明が疲労破壊機構の究明にとって重要と思われる。

従来の疲労き裂伝ばの研究は、き裂伝ば速度と応力との関係を主とした巨視的研究が大部分であり、疲労破壊機構の解明に必要なと思われるき裂伝ば速度と結晶組織との関係を主とした微視的研究はほとんどなされていない。

平、林らは、焼なまし低炭素鋼を用いて、き裂伝ば過程におけるき裂先端の結晶組織を観察し、き裂伝ば機構も発生と同様に sub-structure (副結晶組織または下部組織) の発達に度合いと密接な関係があり、sub-boundary (副結晶粒界) における転位密度が、き裂伝ば速度を支配する大きな要因であると考えた。しかし、sub-structure の定量的な値とき裂伝ば速度あるいは伝ば機構との関連は明らかにされていない。き裂伝ば機構とき裂先端における sub-structure の定量的な関係、およびき裂先端での応力分布との関係を知ることとは、疲労破壊機構の解明に対して、重要な手が

かりを得ることができるものと思われる。

Sub-structure の発達は、引張りなどにより塑性変形された試料を、高温に保持することによって生ずる回復の過程において見られることが報告されている³⁾が、き裂先端に生ずる発達した sub-structure と、これら疲労以外の原因によって形成され発達した sub-structure との関係、および発達した sub-structure の形成が、き裂伝ばにとって必要条件であるか否かについては明らかにされていない。

そこで、焼なまし低炭素鋼、および疲労以外の方法で形成され発達した sub-structure を有する試料、すなわち引張塑性変形材、および引張変形後の回復材に疲労き裂を発生させた場合について、き裂伝ば速度とき裂先端の結晶組織変化との関係を観察することによって、疲労き裂伝ば機構に考察を加えた。

2 実験方法

2.1 試験片

使用した材料は、0.098% C の低炭素鋼で、その化学組成および焼なまし状態での機械的性質を Table I に示した。Fig. 1 に示す形状寸法の試験片を 950°C、15 min の真空焼なましした後、電解研磨によって表面を仕上げた。

引張試験は、Fig. 1 (b) に示す形状の試験片を上述と同様の方法で焼なましした後、アムスラー万能引張試験機を用い、各段階に引張変形させその都度細束X線回折写真をとった。さらにき裂伝ばに対しては、12% 引張変形させた試料、および 12% 引張変形後 600°C にて 1 時間回復させた試料の中央に、両側から切欠きをつけ、電解研磨によって表面を 30 μ 以上除去することにより、切欠き加工の影響をなくしたものを試験片として用いた。

* 本報を「低炭素鋼の疲労き裂伝ばに関する研究 (第2報)」
(Study on Fatigue Crack Propagation in Low-Carbon Steel,
II) とする。

原稿受理 昭和43年8月14日

** 正会員 名古屋工業大学 名古屋市昭和区御器所町

*** 学生会員 名古屋工業大学 名古屋市昭和区御器所町

Table I. Chemical composition and mechanical properties.

Chemical composition	C	Si	Mn	P	S	Cr	Cu	
(%)	0.098	<0.01	0.44	0.13	0.27	0.02	0.04	
Yield point (kg/mm²)	True strength (kg/mm²)		Tensile strength (kg/mm²)			Elongation (%)		Reduction of area (%)
23.1	74.4		32.3			45.3		78.2
Fatigue limit of plane specimen (kg/mm²)			Mean diameter of grain (mm)					
12.5			0.035

Fig. 1. Dimension of specimens

疲労試験は、1 000 cpm の繰返し速度で、引張圧縮（平均応力は零）の繰返し応力を加えた。

X線撮影条件は、Table II に示すように有効焦点大きさ $100 \times 110 \mu$ のX線源に対して、 50μ 径のシングルピンホールを使用した。照射面積は約 $150 \mu\phi$ 、分解能は約 0.44μ である。

2・2 細束X線観察

X線回折像の解析には、Hirsch⁴⁾の方法を発展させた測定方法⁵⁾を用いた。その詳細は前報に述べたとおりである。すなわち回折環と半径方向の広がりより結晶粒の微視的格子ひずみ $\Delta d/d$ が、また、接線方向の広がりより結晶粒の全方位差 β 、および回折弧中のはん点の数の測定から subgrain size t が求められる。subboundary の過剰転位密度の最大値 $(D_b)_{\max}$ 、平均値 D'_b 、および最小値 $(D_b)_{\min}$ が β と t を用いて計算される。Subgrain 内についても同様に、回折弧中のは

Table II. X-ray condition.

(a) In the case of annealed specimen

Micro focus X-ray generator	RU-3 H	Slit	50μ single pinhole
Tube current	1 mA	Distance between focus and pinhole	109 mm
Tube voltage	50 kV	Distance between film and specimen	60 mm
Target	Co rotating target	Effective focus size	$100 \times 110 \mu$
Bias voltage	89 V	Divergence	3.26×10^{-4}
Filter	Fe	Resolving power	0.442μ
Diffraction plane	(310)	Radiated area	$150 \mu\phi$

(b) In the case of the other specimens

Micro focus X-ray generator	RU-3 H	Slit	50μ single pinhole
Tube current	4 mA	Distance between focus and pinhole	109 mm
Tube voltage	45 kV	Distance between film and specimen	50 mm
Target	Co rotating target	Effective focus size	$100 \times 110 \mu$
Bias voltage	70 V	Divergence	5.53×10^{-4}
Filter	Fe	Resolving power	0.475μ
Diffraction plane	(310)	Radiated area	$97.1 \mu\phi$

Fig. 2. Several deformation models in a grain and misorientation.

ん点の大きさより subgrain 内の微視的格子ひずみ ($4d/d'$), subgrain 内の方位差 (Disorientation) δ , およびそれから subgrain 内の過剰転位密度 D_s が計算される.

ここで上述の D_b , D_s などの過剰転位密度について説明する必要がある. Hirsch⁴⁾ らの方法によって求めた sub-boundary の過剰転位密度 D_b は, 隣接する subgrain 間の方位差 α および subgrain の大きさ t から次式で計算される.

$$D_b = \frac{\alpha}{bt} \quad (1)$$

ここで, b はパーガースペクトルである. α を高い精度で測定することはむずかしいが, Fig. 2 のように, 結晶粒の変形モデルを仮定することによって, 結晶粒の全方位差 β から, その確率的最大値, 最小値, および平均値を求めることができる. それらは次式によって表わされる.

$$(\alpha)_{\max} = \beta, (\alpha)_{\min} = \frac{\beta t}{t_0}, (\alpha)_{\text{mean}} = \frac{\beta}{3} \quad (2)$$

ここで t_0 は結晶粒径である. したがって, これらの α の値を, (1) 式に代入することによって, sub-boundary における過剰転位密度の最大値, 最小値および平均値が次のように求められる.

$$(D_b)_{\max} = \frac{\beta}{bt}, (D_b)_{\min} = \frac{\beta}{bt_0}, D_b' = \frac{\beta}{3bt} \quad (3)$$

しかしながら, 上のようにして得られた subgrain 間の方位差 α の中には, Fig. 3 (a) に示しているように, sub-boundary における方位差 α_0 と subgrain 内部の方位差 δ を含んでいると考えねばならない. Fig. 3 (b) は細束X線束を照射したとき得られるデバイ環上の弧の一部を図式的に示したものであるが, (a) の α , α_0 および δ はそれぞれ S'_c , S'_s および S'_T に対応す

Fig. 3. Detail of sub-structure.

るものである. Fig. 5 に示す本実験結果の実例において, 引張変形 (a) と焼なまし材の疲労き裂先端 (c) の回折 pattern を比較すると, 疲労き裂先端においては, S'_s が S'_T に比べ著しく大きいことから, δ は無視できるほど小さいが, 一方引張変形においては, S'_s が小さく S'_T が大きいことから, α の中において δ の占める割合は大きくなっている. このように, subgrain 内部の方位差 δ の大きい結晶組織における sub-boundary の過剰転位密度は, δ を含まない sub-boundary における方位差 α_0 から過剰転位密度を考えねばならない. すなわち

$$\frac{\alpha_0}{bt} = \frac{\alpha}{bt} - \frac{\delta}{bt} = D_b - D_s \quad (4)$$

このように, 厳密には (4) 式の $(D_b - D_s)$ が sub-boundary における過剰転位密度を与えることがわかる.

3 実験結果および考察

3.1 引張変形過程における結晶組織変化について

疲労破壊機構の特質を明らかにするために, 基本的な引張りなどの他の破壊と比較することが必要と思われるので, まず引張変形機構における結晶変形について, 細束X線によって観察した. Fig. 4 は, 引張変

Fig. 5. Diffraction patterns of X-ray microbeam.

Fig. 4. Change in micro-structure during stretched process.

形過程において、同一の結晶における微視的組織変化を追跡したものである。引張塑性ひずみが增大するにつれて、結晶粒の微細化が進行し、sub-boundaryの過剰転位密度は、増加していることがわかる。これらの結晶組織変化は、従来 Kelly らによる細束X線観察、あるいは Keh らによる電子顕微鏡などによって観察測定されている結果とまったく同様のものであることがわかる。

次に、引張りによって変形された結晶内の状態を Fig. 5 (a) の回折像より考えると、変形の進行に伴い、回折像は回折環と半径方向および接線方向に広がっており、その中には、塑性ひずみの増加とともに増加する多くの微細なはん点が見られる。これらのはん点の分離は、後に述べる疲労破壊の場合に比較して不明りようで、はん点の間に連続的なバックグランドが存在することから、結晶粒は一方向におおよそ一様に湾曲し、相当の広い幅を持った不明りような境界を持つものと思われる。

3・2 引張変形材の回復過程における結晶組織変化について

Fig. 6 は、引張塑性変形によって導入された高い転位密度と大きな結晶粒内の微視的格子ひずみを有する材料の、回復過程（保時時間1 hr）における結晶組

Fig. 6. Change in sub-structure due to recovery. Subscript 1 and 2 mean the values after and before recovery, respectively.

織変化を示すものである。Subgrain size t 、および sub-boundary の過剰転位密度は回復前後においてほとんど変化なく、結晶粒内の微視的格子ひずみのみが著しく減少している。これは、塑性変形後のエネルギーの高い転位配列から、回復過程に熱エネルギーの授与のもとに、よりエネルギーが低く安定な転位配列への転位の移動、すなわちポリゴンゼーション¹⁰⁾を起こすことによるものであると考えられる。

この引張変形材を回復させた結晶内の変形状態を考えると、Fig. 5 (b) の回折像に見られるように、回復温度の上昇によって、回折環と半径方向の幅は著しく小さくなり、一方接線方向の幅は回復によりほとんど変化せず、はん点の分離は引張変形の場合より明りょうになり、バックグランドは薄くなっている。このことから、回復後の結晶変形状態は、引張変形の場合よりもポリゴン化によって、sub-boundary の幅が狭くなりいくぶん明確になっているものと思われる¹⁰⁾。

3・3 結晶組織の異なった試料のき裂伝ば過程について

上述のような異なった結晶組織を持たせた試験片に

ついて、疲労き裂を発生させその伝ば過程を追究したが、まず、基準となる焼なまし材について述べる。

3・3・1 焼なまし低炭素鋼の場合 Fig. 7 は、焼なまし低炭素鋼におけるき裂伝ば速度とき裂先端の結晶組織との関係を示すものである。伝ば速度の大きいき裂先端には、大きさの小さい subgrain が形成されており、一方、sub-boundary の過剰転位密度 $(D_b)_{\max}$ が著しく大きくなっている。このことから、引張圧縮の繰返し応力においても、き裂伝ば速度とき裂先端に生ずる sub-structure の発達²⁾の度合いとは、密接な関係があることがわかる。

Fig. 7. Relation between micro-structure at the crack tip and crack propagating rate (Annealed specimen).

次に、この場合の結晶変形状態を考えると、Fig. 5 (c) の回折像に見られるように、伝ば速度の大きいき裂先端において、回折環と接線方向および半径方向の幅は大きくなり、引張変形および回復過程の場合に比較してはん点の分離は明瞭であることから、sub-boundary において方位が急変しており、boundary の幅が狭い状態になっているものと思われる。

3・3・2 発達した Sub-Structure を有する試料の場合 Fig. 8 は、あらかじめ12%引張塑性変形を与え

Fig. 8. Relation between micro-structure at the crack tip and crack propagating rate (12% stretched specimen).

ることによって、高い転位密度と大きな結晶粒内の微視的格子ひずみを与えた試験片における、き裂伝ば速度とき裂先端の結晶組織との関係を示すものである。伝ば速度が変わっても、subgrain size t および sub-boundary の過剰転位密度 $(D_b)_{\max}$, D_b' , $(D_b)_{\min}$ は、ほとんど変化なく、伝ば速度の大きいき裂先端において、結晶粒内の微視的格子ひずみ $\Delta d/d$ が急激に減少しているのみである。この結果は、前述した引張変形材の回復過程における結晶組織変化と類似の傾向を示している。このことから考えて、引張変形材のき裂伝ば過程には、sub-boundary において回復過程と同様ポリゴン化が生じていることが考えられる。しかし、Fig. 5 の回折像からわかるように、引張変形材のき裂伝ば過程の場合は、全体的なバックグラ

Fig. 9. Relation between micro-structure at the crack tip and crack propagating rate obtained from recovered specimen.

ドの上にやや大きなはん点が比較的に明瞭に分布しており、はん点の分布状態は回復材のものと異なっている。また Fig. 9 は12%引張変形後 600°C, 1 hr の回復によって、ポリゴン化を起こさせた材料についてのき裂伝ば速度とき裂先端の結晶組織との関係を示すものである。各結晶塑性の値は、伝ば速度によって変化していないことから、き裂先端において、回復によってポリゴン化を生じた状態が存続しているものと思われる。しかし、回復材において伝ば速度の大きいき裂先端の回折像は、Fig. 5 (e) に見るように、バックグラウンドはまったく小さくはん点が明瞭に分離している。これら二つの観察結果から、回復過程に見られるポリゴン化と疲労破壊に見られるポリゴン化は、同一のものではないものと予想される。事実 Fig. 10 に見るように、回復させた材料のき裂伝ば速度は、引張変形材の場合とほぼ等しいが、一方、焼なまし材に比較すれば非常に小さい。このことから、回復過程に見られる結晶組織は、疲労き裂伝ばにとって好都合な組織でないことがわかる。

Fig. 10. Crack propagating curve.

3・4 疲労破壊機構について

疲労き裂先端は、上述したように、ポリゴニゼーションの生じている結晶変形状態に似た組織であると考えられるが、さらに疲労破壊機構の定量的な関係を見いだすためには、伝ば速度がき裂先端に生ずる塑性変形領域と密接に関係していることなどを考えると、き裂先端の変形応力について考察を加えることが必要と思われる。D. H. Warrington¹²⁾によって求められた変形応力 σ_f と subgrain size t との関係式 $\log(\sigma_f - \sigma_0) = k + n \log t$ 、および Keh¹³⁾ らによる変形応力 σ_f と平均転位密度 ρ との関係式 $\sigma_f = \sigma_0 + \alpha b \sqrt{\rho}$ の両式において、文献にでている定数を使用して、本実験に用いた焼なまし低炭素鋼における有効変形応力 $(\sigma_f - \sigma_0)$ の値を、実験結果から求めてみると Fig. 11 のようになる。なお ρ については D_b' を用いた。図から明らかなように、両者の結果はよく一致し、上述の両者のいずれの考え方を用いても、伝ば速度の大きいき裂先端において、有効変形応力の値は増加していることがわかる。このようにき裂先端での変形応力が、伝ば速度の大きいものほど高いということは、き裂先端は塑性変形しにくい、すなわち加工硬化された状態になっており、加工硬化の程度は伝ば速度に依存することを示している。

しかし、前述したように、引張塑性加工させた試料

Fig. 11. Relation between effective flow stress at the crack tip and crack propagating rate.

が同一の応力振幅に対し、焼なまし材よりも小さな伝ば速度の疲労き裂となることは、先端部がより加工硬化しているき裂ほど伝ば速度が大きいという上の結果と見掛け上矛盾する。したがって、その加工硬化状態の結晶組織学的内容がき裂伝ばに重要であり、変形応力以外に別の要因が存在することが考えられる。その要因としては、boundary において転位が増加していることが考えられる。Sub-boundary における転位の増加量と考えられる転位密度の差 $\Delta(D_b - D_s)^{1)}$ を計算してみると Fig. 12 のようになる。試料の前処理によ

Fig. 12. Relation between the amount of increased excess dislocation density in the sub-boundary and crack propagating rate.

って程度の差はあるが、伝ば速度の大きいき裂先端において、その値は大きくなっている。このことは、J. C. Grosskreutz¹⁴⁾ らの電子顕微鏡観察により、き裂が sub-boundary に沿って伝ばしている事実を考えると、この $\Delta(D_b - D_s)$ なる値が、き裂伝ば速度を支配するものと思われる破壊応力に、密接に関係しているものと思われる。

4 結 言

焼なまし低炭素鋼、引張変形材および回復材におけるき裂先端の結晶組織観察に基づき、き裂伝ば機構について次の結果を得た。

(1) 引張塑性変形によって高い転位密度を与えた加工材におけるき裂先端の結晶組織変化と同一の加工材における回復過程の結晶組織変化は類似の傾向を示すことから、き裂先端には回復過程に見られるポリゴン化が生じていることがわかったが、その変化の結晶組織学的内容は異なるものと思われる。

(2) き裂伝ば速度は、き裂先端に生ずる sub-structure の発達の数値と密接な関係があり、特に sub-boundary における転位の増加量 $\Delta(D_b - D_s)$ が、き裂伝ば速度を支配する大きな要因と考えられる。

*1 $\Delta(D_b - D_s) = (D_b - D_s) - (D_b - D_s)_0$ 、ここで符号 0、1 はそれぞれき裂先端部における疲労試験前後の値である。Hirsh⁴⁾ らの求めた D_b は、 $D_b = \alpha/bt$ から計算され、隣接する subgrain 間の方位差 α の中には、sub-boundary における方位差 α_0 と subgrain 内の方位差 δ とが含まれている。したがって、より厳密に考えた sub-boundary における過剰転位の密度は、 $\alpha_0/bt = \alpha/bt - \delta/bt = D_b - D_s$ と考えられる。

終わりに、試料を提供してくださった豊田中央研究所青山威恒氏、実験に協力していただいた本学学生西山為裕君に謝意を表する。

(昭和43年7月19日 第7回X線材料強度に関するシンポジウムにて講演)

参 考 文 献

- 1) Frost, N. E., Proc. I. M. E., **173**, 811 (1959).
- 2) 平 修二, 林 建吉, 日本機械学会論文集, **33**, 245, 1 (1967).
- 3) Cahn, R. W., "Physical Metallurgy", p. 936 (1965) North-Holland.
- 4) Hirsch, P. B., Acta Cryst., **5**, 168 (1952).
- 5) 平 修二, 林 建吉, 田中啓介, 材料, **16**, 32 (1967).
- 6) 林 建吉, 三枝信義, 材料, **17**, 1107 (1968).
- 7) Gay, P., and A. Kelly, Acta Cryst., **6**, 165 (1953).
- 8) Keh, A. S., Phil. Mag., **12**, 9 (1965).
- 9) Gay, P., *et al.*, Acta Cryst., **7**, 41 (1954).
- 10) Cahn, R. W., "Physical Metallurgy", p. 938 (1965) North-Holland.
- 11) 小長哲郎, 本田和男, 材料, **16**, 985 (1967).
- 12) Warrington, D. H., J. Iron Steel Inst, **201**, 1439 (1863).
- 13) Keh, A. S., "Direct Observation of Imperfections in Crystals", p. 213 (1962) Interscience.
- 14) Grosskreutz, J. C., and P. Waldow, Acta Met., **11**, 717 (1963).