焼なまし材および圧延材低炭素鋼の転位観察 による疲労変形機構*

吉 田 彰** 上 村 正 雄***
川 辺 秀 昭**** 山 田 朝 治*****

The Fatigue Deformation Mechanism of the Annealed and the Rolled Low Carbon Steels through the Observation of Dislocation Structures

by

Akira YOSIHDA,

(Faculty of Engineering, Kyoto University, Kyoto)

Masao UEMURA, Hideaki KAWABE and Tomoharu YAMADA

(Faculty of Engineering, Osaka University, Osaka)

Recently transmission electron microscopy has come to be widely used as efficient means to study the dislocation microstructural changes during the fatigue of f. c. c. metals, but not so widely in the case of b. c. c. metals, because of difficulties in dealing with the thin foil technique in the latter instance. No examination has so far been made of the fatigue behaviors of cold worked b. c. c. metals, such as rolled low carbon steel, by means of transmission electron microscope, in spite of the important practical problems involved therein.

In this paper report is made of the direct observation of dislocation microstructure conducted by means of transmission electron microscope during the fatigue, with a view to clarifying the fatigue deformation mechanism of the annealed and the rolled low carbon steels, with discussion on the strengthening mechanism in the fatigue strength of the rolled material.

The results are summarized as follows:

(1) In the case of the annealed material, the initial stage in fatigue deformation process is characterized by increase in dislocation density, arrays of dislocation loops in parallel rows, dislocations in clusters and tilt boundaries composed of dislocation network. The second stage marks formation of substructure, and the final stage is reached by fragmentation of subgrains. This subgrain size is $2\sim 4\mu$ in diameter.

(2) The rolled material contains, before it is subjected to fatigue test, various lattice defects which cause imperfect substructures in its crystal grains. These imperfect substructures can be divided into two main regions; one is the rough substructure region in which the difference in dislocation density between the sub-boundary and the inside of the subgrain is low, and the dislocation density comparatively low on the whole, and the other is the band structure region which is composed of lamellar distribution of highly tangled dislocation band. This band structure region presents almost no change during the fatigue. In that rough substructure region, there have been, with increase in the number of cycles, interaction of dislocations, annihilation of dislocation, and reversible movement of dislocations toward the positions of lower potential energy, and then there have been formed distinct substructures to a larger number than at the time of rolling process. This subgrain size is $2\sim 6\mu$ in diameter.

(3) The fatigue life of the rolled material is prolonged longer than in the case of the annealed one. This phenomenon is due to the resistance to the mobility of dislocation under the cyclic loading of the small dislocation loops, dislocation network and these tangled dislocations in the rolled material. This fact shows that greater energy is required for the formation of favorable substructures for crack initiation in the rolled material than those in the annealed one.

(Received Aug. 18, 1969)

1 緒 言

一般に金属材料の疲労過程を大別すると(1)疲労き裂発生までの結晶変形過程, (2)疲労き裂発生過程, (3)疲労き裂伝ば過程の3過程に分けることができるが, 疲

* 原稿受理 昭和44年8月18日
** 正 会 員 京都大学工学部 京都市左京区吉田本町
*** 学生会員 大阪大学大学院 大阪市都島区東野田町
**** 大阪大学工学部 大阪市都島区東野田町
***** 正 会 員 大阪大学工学部 大阪市都島区東野田町

劣き裂発生までの過程においては繰返し応力により、磁気感応度、対数減衰率、かたさ、降伏点、衝撃値など材料の物理的、機械的性質が変化することは従来よりよく知られており、これらの挙動は疲労き裂に先行して生じるすべり線や微視的組織変化の挙動と密接に関係があると考えられる。

この疲労過程中的微視的組織変化の観察にあたり、最近透過電子顕微鏡が有力な手段として用いられるようになったが、その対象は今日までおもにアルミニウム¹⁾、銅²⁾などのすべり系の少ない面心立方金属であり、体心立方金属である低炭素鋼あるいは純鉄などは、すべり系の複雑さや薄膜試料作製上の困難さから、この方面の研究はたちおくれ、1964~1965年になってはじめて、Klesnil, McGrath, Wei^{3)~6)}によって研究が行なわれるに至った。しかし、ここで報告する低炭素鋼圧延材のような冷間加工材のこの方面の研究は実用的見地からみて重要であるにもかかわらず今日までまったく行なわれておらず、その報告がないのが現状である。

そこで本報告においては低炭素鋼の焼なまし材および圧延材の疲労変形機構解明にあたり、透過電子顕微鏡にて両者の疲労過程中的転位組織変化を直接観察し、その機構を明らかにするとともに、圧延材の疲労強度上昇機構に関して検討を加えた。

2 実験方法

供試材料は真空溶解された低炭素鋼 (Commercially pure iron) で、その化学成分は Table I に示すものである。疲労試験片は $15 \times 7 \text{ mm}^2$ の薄板で厚さは 100μ とした。試験片作製にあたってはまず真空溶解材を手回し圧延機にて圧延し、厚さを約 150μ にする。そして $15 \times 7 \text{ mm}^2$ の寸法に切り出し、これを $950^\circ\text{C} \times 10 \text{ hr}$ にて真空中完全焼なましする。その後エメリー紙研磨により厚さ 100μ および 125μ にして厚さの異なる2組のものを作製して、さらに $750^\circ\text{C} \times 20 \text{ hr}$ にてひずみ取り焼なましを行なった。この結果得られた試料の結晶粒径は約 350μ である。厚さ 100μ のものは電解研磨することにより焼なまし材試験片とし、厚さ 125μ のものはさらに手回し圧延機にてその長手方向に圧延し、厚さを 100μ として後電解研磨を行なって圧延材試験片とした。なお、焼なまし材および圧延材のビッカースかたさはそれぞれ76および112である。

疲労試験は Fig. 1 に示す高張力鋼にて作製した平

Table I. Chemical composition (%) of specimen.

C	Mn	Si	P	S	Cu	N	Sol Al	O ₂
0.05	0.01	0.01	0.002	0.004	0.01	0.0008	0.002	0.005

Fig. 1. Fatigue testing method.

面曲げ疲労試験片の平行部分の表裏に薄板状本試験片を CN 接着剤にてはりつけることによって行ない、本試験片は所定の繰返し数にて疲労試験機を止めて後、アセトンにて平面曲げ疲労試験片と分離して、透過電子顕微鏡用試料を作製した。なお、用いた疲労試験機はシェンク型平面曲げ疲労試験機 (1800 cycles/min) である。

透過電子顕微鏡観察にあたり、本試験片より実物薄膜の作製は予備研磨法として、Fig. 2 に示すジェット式電解研磨法を用いた。まず疲労試験した試料を、その取り付け部分を除き絶縁物にて被覆された白金線入の不銹鋼製ピンセットに固定し、試料の片側（疲労試験時の接着面側）のみを研磨した。このときの研磨条件は、電解液； HClO_4 1 容、 $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 4 容、電解温度；室温、電解電圧； $40 \sim 50 \text{ V}$ 、電解電流； $0.3 \sim 0.5 \text{ A}$ であり、広い領域にわたって厚さを均一にするため、ノズルは内径 $4 \text{ mm}\phi$ とし、 $0.5 \text{ mm}\phi$ の白金線をノズル先端より約 4 mm 程度出し、噴射流形が Fig. 2 左上に示すようになるよう電解液流量を調節した。こ

Fig. 2. Apparatus for jet polishing

の予備研摩によって得られた試料は Fig. 2 左下に示すような形状となり凹部分の厚さは 20μ 以下である。予備研摩によって得られた試料は Fig. 3 に示す仕上げ研摩装置にて仕上げ研摩を行なった。仕上げ研摩条件は、電解液； HClO_4 1 容， CH_3COOH 9 容，電解温度； 10°C ，電解電圧； $25\sim 35\text{ V}$ ，電解電流； $0.3\sim 0.4\text{ A}$ である。このような仕上げ電解研摩は試料の中央部分に小穴があく瞬間を透過光で捕え、直ちに終了した。その小穴の周辺はかなり広範囲にわたって電子線透過可能な薄膜となった。最後に観察用試料として、電子顕微鏡内の試料支持台に保持できる程度の大きさ ($3\text{ mm}\phi$) に切り出さねばならない。そのため試料中央部の小穴の周辺をパラフィンでおおい、化学研摩液 (HF 3 容， H_2O_2 80 容， H_2O 17 容) に浸漬して無ひずみに切り出した。この薄膜試料をリグロイン液 ($70\sim 80^\circ\text{C}$) に浸してパラフィンを完全に溶解し、さらにアルコール ($70\sim 80^\circ\text{C}$) にて洗浄後、銅製のダブルメッシュにはさんで直接観察用試料とした。なお、使用した電子顕微鏡は加速電圧 100 kV の日本電子製 6AS 型である。

Fig. 3. Apparatus for final polishing.

3 実験結果および考察

疲労試験はおもに応力振幅 29 kg/mm^2 にて行なったが、その結果、疲労寿命は焼なまし材では $N_f=10^5$ であり、圧延材では $N_f=2\times 10^5$ であった。このように圧延材の疲労寿命が伸びるのは初期状態における両者の微視的組織に依在していると考えられる。

3・1 焼なまし材の疲労変形機構

Fig. 4 は疲労過程中的転位組織変化を焼なまし材について観察したもので、焼なまし状態においては Fig. 4 (a) に示すように全般的に転位密度は低く、まれに焼なまし時に生じた原子空孔が消滅してできたと思われる、dislocation loop や薄膜試料作製時の取り扱いの際に形成されたと思われる転位が観察された。

このように転位密度の低い焼なまし材に繰返し応力 29 kg/mm^2 にて 10^3 回疲労させたのが Fig. 4 (b) である。この繰返し数においては転位が平行に配列したところや、これらの転位が格子状に配列し square cross grid を形成しているところ。さらに dislocation network を形成している部分があり、これらはそれぞれフェライト結晶内に小傾角境界あるいは大傾角境界を形成していると考えられる。また平行に配列した dislocation loop が観察されたが、これら dislocation loop の配列は変形帯に沿って生じているものと考えられ、疲労損傷の初期段階を示しているようである。さらに繰返し数が増すと、これらの転位に他の転位がからまり、しだいに sub-boundary を形成していくのであるが、Fig. 4 (c) は繰返し数 $N=5\times 10^3$ の時点で粒界三重点付近において subgrain 形成途上にある組織で sub-boundary は dislocation network に別の転位がからまったほとんど完全な sub-boundary や、平行に配列した転位のみで不完全な sub-boundary などか

Fig. 4. Transmission electron microscopic observation of annealed low carbon steel during fatigue deformation process. Fatigue test was performed under 29 kg/mm^2 of cyclic stress, and number of cycles to failure was 10^5 cycle.

ら成っている。そして subgrain の内部では転位はわずかにしか存在していない。この段階において subgrain size は $4\sim 7\mu$ である。また Fig. 4 (d) は繰返し数 $N=2\times 10^4$ での転位組織で、明確な subgrain の形成がみられ、これらの subgrain size は $4\sim 7\mu$ で $N=5\times 10^3$ の場合とほとんど変わっていない。Fig. 4 (e), (f) は疲労寿命の約 80% の繰返し数 $N=8\times 10^4$ の場合である。Fig. 4 (e) は完全に近い sub-boundary よりなる equiaxed subgrain を示しており、これら subgrain の内側は転位密度は低い¹³⁾がところどころに dislocation loop patch¹¹⁾らしきものがみうけられる。これらの sub-boundary は (110) で代表されるような面指数の低い結晶面に沿う方向に配列していると推論され、subgrain size は $2\sim 4\mu$ であり、 $N=2\times 10^4$ のときより小さくなっており、疲労進行とともに subgrain は fragmentation を起こしているものと考えられる。また、Fig. 4 (f) は elongated subgrain¹³⁾を形成している転位組織を示しており、ここにおいても subgrain size は $2\sim 4\mu$ 程度である。(Wood が銅の表面観察の結果明らかにしている elongated subgrain boundary に沿ったき裂近傍の転位組織においては Fig. 4 (f) のような substructure を呈しているものと思われる。)

このように焼なまし材においては疲労の進行に伴い、まず第一段階において転位密度の上昇とともに dislocation loop¹³⁾あるいは dislocation network などに基づく傾角境界が形成され、第二段階においては substructure が形成される。これら substructure の形成はおもに cross slip mechanism によると考えられる。さらに第三段階では subgrain の fragmentation が起

こり sub-boundary のより明確な substructure が形成される。このような観察結果は Weissmann¹⁴⁾のアルミニウムについての結果とかなりよく一致している。以上の観察結果より考えて、焼なまし材の疲労変形機構は Fig. 5 に示すモデルにて表示することができる。なお、Fig. 5 には本研究とは別に行なった細束 X 線観察の結果をも付記した。すなわち疲労進行とともに、全方位差 $|\Sigma\alpha_i|$ ¹⁵⁾および格子ひずみ $\Delta d/d$ は増大することを示しており、平の結果と一致している。

Fig. 5. Dislocation microstructural change of annealed specimen during fatigue deformation process. $|\Sigma\alpha_i|$ shows total misorientation and $\Delta d/d$ shows micro lattice strain.

3・2 圧延材の疲労変形機構

つぎに圧延材について述べよう。Fig. 6 は疲労過程中的転位組織変化を圧延材についてみたものである。圧延材の疲労以前の初期状態においてはその転位組織

Fig. 6. Transmission electron microscopic observation of rolled low carbon steel during fatigue deformation process. Fatigue test was performed under 29 kg/mm² of cyclic stress except (c). Number of cycles to failure was 2×10^5 cycles.

*1 吉田 彰, 川辺秀昭, 田中政夫, 津和秀夫, 未発表.

は jog, dislocation dipole, dislocation loop, tangled dislocation などから成っていると思われる substructure を形成しているがきわめて不完全なもので、疲労によって形成される substructure とは異なり subboundary は太くぼやけており、細く明確なものではない、これら圧延加工によって生じた転位組織を観察結果より大別すると Fig. 6 (a)に示すように substructure は形成されているが subboundary および subgrain 内部の転位密度の差はあまり著しくなく、比較的一様な転位密度分布をもち、また転位密度も比較的低い rough substructure の部分と、Fig. 6 (b)に示すような subboundary が太く、転位密度の著しく高い層状の dislocation band より成り、これら dislocation band にはさみこまれてやや転位密度の低いところのある band structure の部分とがある。以上のように同じ圧延材においてもその転位組織の様子は場所により異なっているのである。

このような転位組織を有する圧延材を疲労させると、rough substructure の比較的転位密度の低い部分で Fig. 6 (c)に示すように疲労によって生じたと思われる dislocation network が観察され、また Fig. 6 (d)に示すように繰返し応力による転位の運動の相互作用により転位の消滅あるいはエネルギー的に安定な所への移動などの転位の再配列により生じたと思われる比較的明確な substructure を形成する。さらに疲労が進行し、繰返し数 $N=8 \times 10^4$ になると Fig. 6 (e)に示すような substructure となり subboundary はより明確になり、subgrain size は大きくなっている。そして、破断直前の繰返し数 $N=1.5 \times 10^5$ においては Fig. 4 (e)に示した焼なまし材にみられるような完全な substructure が形成され、その subgrain size は $2 \sim 6 \mu$ 程度で焼なまし材の場合とほとんど同じである。このことは Feltner らの面心立方金属¹⁶⁾についての研究結果とよく一致している。かれらはその報告において焼なまし材と冷間加工材の疲労破壊直前の substructure はまったく一致することを推論している。一方、圧延時において Fig. 6 (b)に示したような転位密度の著しく高い dislocation band を subboundary としているような band structure の部分においては疲労過程中ほとんど組織変化は認められなかった。すなわち、圧延材において Fig. 6 (b)に示すような組織の部分では一般の疲労応力においてその負荷応力は著しく加工硬化した層状の dislocation band によってさええられ、そのとき dislocation band は転位の著しいからみのためほとんど変形しないと考えられる。したがってこれら dislocation band によって囲まれた比較的転位密度の低い部分もほとんど変形されず、疲労による転位の再配列が起こりにくいと考えられる。

以上のように圧延材においては転位密度の比較的小さい不完全かつ不安定な substructure が繰返し応力による転位の相互作用により転位が消滅したり、より安定な位置へ移動したりして転位の再配列を行ない疲労により特徴づけられる substructure に変化するのである。Fig. 7は圧延材の疲労変形機構のモデルを示したもので、左側はほとんど組織変化を示さなかった band structure を示している。またこの場合全方位差 $|\Sigma \alpha_i|$ および格子ひずみ $\Delta d/d$ は焼なまし材とは逆¹⁾に疲労進行とともに減少するのである。

Fig. 7. Dislocation microstructural change of rolled specimen during fatigue deformation process. $|\Sigma \alpha_i|$ shows total misorientation and $\Delta d/d$ shows micro lattice strain.

3・3 圧延材の疲労強度上昇機構

ここで、圧延材の疲労強度上昇機構に関して少し述べよう。同一応力振幅において圧延材の方が疲労寿命が長いという圧延材の疲労強度上昇は、圧延状態において存在する転位が疲労き裂発生に都合のよい組織（疲労き裂発生直前にみられる明確な substructure）を形成するための転位の運動に対して大きな抵抗となっているからであると考えられる。圧延材の既存転位には種々のものがあるが、ここで代表的に dislocation loop と dislocation network の疲労によって生じる転位の運動に対する抵抗について考えよう。一般に dislocation loop といっても、その形成機構により大きさはまちまちであるが、圧延材に観察されるような小さなものは疲労過程¹⁸⁾中の可動転位に対して抵抗体として働くと考えられる。すなわち、dislocation loop の存在する領域を通過する転位はすでに jog を形成していることにもよるが、かなり減速され、しかも転位が dislocation loop に出合った箇所は一時的にそこに引っかかって停止すると思われる。また繰返し応力のもとで運動する転位は圧延材のようにすでに存在している dislocation network と交差する場合を Fig. 8に示すように考えてみる。交差の仕方には二とおりあ

Fig. 8. Interaction between dislocation network and intersecting dislocation.

て、交差する転位同志が反発し合う場合 J と引き合う場合 J' とがある。引き合う場合には近寄った転位同志が反応して、たとえば $a/2[\bar{1}11] + a/2[111] \rightarrow a[010]$ のような新しい転位を作る。このような反応はエネルギー的に非常に有利なので、いったん交差してからまた遠ざかっていく場合にはこの接合部をふりほどいていくために余分のエネルギーを必要とする¹⁹⁾ことになる。このように圧延材においてはすでに存在する転位のため繰返し応力により運動する転位に対する抵抗体が焼なまし材の場合より多く、疲労き裂発生に都合のよい組織を形成するためにはより多くのエネルギーが要求され、したがって繰返し応力が同じならば疲労寿命は伸びるのである。

4 総 括

低炭素鋼 (0.05% C) を供試材料としてその焼なまし材および圧延材についてそれぞれの疲労過程中的転位組織の変化を透過電子顕微鏡にて観察し、両者の疲労変形機構を明らかにするとともに、圧延材の疲労強度上昇機構に検討を加えた。それらを要約すると次のようになる。

(1) 焼なまし材の疲労変形機構は Fig. 5 に示すようになる。すなわち、ほとんど転位のない疲労前の組織(1)は疲労が進むにつれて(2)(3)と変化する。(2)においては dislocation loop, dislocation dipole, tangled dislocation あるいはこれらよりなる dislocation cluster さらに dislocation network などに基づく傾角境界が生じ、疲労が進行するにつれて、これらにさらに別の転位がからみ sub-boundary を形成し、しだいに(3)に示すように明確な substructure に発達する。そしてこのようにして形成された subgrain size は $2 \sim 4 \mu$ 程度であった。

(2) 一方圧延材の疲労変形機構は Fig. 7 のようになる。この場合疲労以前においても転位密度は高く種々の欠陥が含まれている。そしてこれらの組織を大別すると非常に転位密度の高い dislocation band が sub-boundary となり、subgrain 内は転位密度が低い層状の dislocation band に基づく band structure (Fig. 7 (1)の左側) と sub-boundary と subgrain 内との転位密度の差はあまりなく、転位密度分布も比較的一様で低い。不完全な substructure を有する rough sub-

structure (Fig. 7 (1)の右側) とにわけられる。これらは疲労進行とともに(2)(3)と変化する。すなわち層状の dislocation band に基づく band structure は疲労過程中ほとんど変化せず、したがってここでは疲労損傷を受けない。しかし、転位密度が比較的低い不完全な substructure を有する rough substructure においては繰返し応力が増すと転位間の相互作用に基づき、転位の消滅や移動などにより転位の再配列が行なわれ、これらの場所に疲労によって生じる dislocation network や sub-boundary を形成し(3)に示すような明確な substructure を形成する。そしてこれらの subgrain size は $2 \sim 6 \mu$ 程度であった。

(3) 圧延材の疲労寿命が伸びるのは圧延材中に既存する small dislocation loop, dislocation network あるいはこれらの tangled dislocation により、繰返し応力による転位の可動性が妨げられ、疲労き裂発生に都合のよい組織に転位が再配列するまでに焼なまし材の場合より多くのエネルギーが要求されるからである。

終わりに本報告をまとめるにあたりご支援を与えられた京都大学工学部山田敏郎教授に感謝の意を表します。

(昭和44年7月18日 第8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) たとえば, Segall, R. L., P. G. Partridge, and P. B. Hirsch, Phil. Mag., **6**, 1493 (1961).
- 2) たとえば, Laufer, E. E., and W. N. Roberts, Phil. Mag., **10**, 883 (1964).
- 3) Lukáš, P., and M. Klesnil, Czech. J. Phys., **14**, 600 (1964).
- 4) Lukáš, P. et al., Z Metallkunde, **135**, 109 (1965).
- 5) Klesnil, M., and P. Lukáš, JISI, **203**, 1043 (1965).
- 6) Klesnil, M., et al., JISI, **203**, 47 (1965).
- 7) McGrath, J. T., and W. J. Bratina, Phil. Mag., **11**, 409 (1965).
- 8) McGrath, J. T., and W. J. Bratina, Phil. Mag., **12**, 1293 (1965).
- 9) Wei, R. P., and A. J. Baker, Phil. Mag., **11**, 1087 (1965).
- 10) Wei, R. P., and A. J. Baker, Phil. Mag., **11**, 1005 (1965).
- 11) Grosskreutz, J. C., "Fatigue-An Interdisciplinary Approach", 27 (1964) Syracuse Univ. Press
- 12) Wood, W. A., et al., Acta Met., **11**, 639 (1963).
- 13) Grosskreutz, J. C., J. Appl. Phys., **34**, 372 (1963).
- 14) Weissmann, S., et al., Trans. ASM, **59**, 709 (1966).
- 15) 平 修二, 林 建吉, 日本機械学会論文集, **32**, 235, 389 (1966).
- 16) Snowden, K. V., Acta Met., **11**, 675 (1963).
- 17) Feltner, C. E., and C. Laird, Acta Met., **15**, 1633 (1967).
- 18) 藤田広志, 第12回材料の強度と疲労総合シンポジウム集, 11 (1967).
- 19) 高村仁一, 軟鋼の塑性, 1 (1965) 日本金属学会