X線による2段2重ひずみ繰返し塑性疲労に関する研究*

平 修 二**後 藤 徹** 中 野 善 文***

X-Ray Investigation of Two-Step Strain Cycling in Annealed Low Carbon Steel

by

Shuji TAIRA, Toru GOTO and Yoshifumi NAKANO

(Faculty of Engineering, Kyoto University, Kyoto)

The authors have applied X-ray diffraction techniques to the study of low-cycle fatigue in order to discuss its macroscopic behavior from the microscopic point of view. In previous papers, it was reported that the formation and development of subgrain were the main features of microstructural change caused by strain-cycling till its failure. And a good correlation was obtained between the particle size measured by the profile analysis of the X-ray diffraction peaks and the damage fraction in low carbon steel under constant strain-cycling.

Further investigation on microstructural behavior of annealed low-carbon steel under cyclic straining was made by conducting two-step strain-cycling tests, and the following was obtained as the results of this study :

(1) Under a constant strain range, the stress range increased rapidly during the first dozens of cycles and, later, tended gradually to saturate. In the two step strain-cycling, the stress range increased with the increase of strain range and decreased with the decrease of strain range.

(2) During the two-step strain-cycling, the mode of change of integral breadth of X-ray diffraction peak was very similar to that of the stress range. However, a small value of the integral breadth was obtained from the failed specimen.

(3) The abrupt change in the integral breadth consequent on the change of strain range is interpreted by the profile analysis of the diffraction peaks that it was occasioned by the change in the extent of micro strain.

(4) However, little effect was observed of the change of strain range on the particle size.

(5) A fairly straight line was obtained between the stress range and the integral breadth of higher angle diffraction peaks.

(6) The value of integral breadth at failure was generally lower than the value obtained from the above plotting of stress range versus integral breadth. However, the value of integral breadth inside of the failed specimens was higher than that on the surface.

(Received July 16, 1969)

1 緒 言

ここ数十年の塑性疲労に関する研究は、工学的要求に伴って著しい発展を示している。材料の塑性ひずみ繰返し下での力学的挙動自体は、これら数多くの研究によってかなり明確に知りうるようになった¹⁾。

筆者らは、非破壊的にかつ定量的に微視的組織変化を観察しうるX線技術を塑性疲労の研究に採用し、微視的見地にたつて上記力学的挙動に解釈を与えようとすると、X線技術の特長を生かす工学的研究を意図した^{2)~5)}塑性疲労の研究をせんと試みてきた。そこで、まず基

本的と言うべき平均ひずみのない一定全ひずみ範囲繰返し引張り・圧縮塑性疲労試験を、低炭素鋼焼なまし材について行ない、繰返しに伴う試験片表面層の微視的組織変化をX線回折環積分幅によって観察した。その結果(1)積分幅の変化様相は全ひずみ範囲により異なる。全ひずみ範囲が1.5~2.5%では、ひずみ繰返しに伴って初期に急増し、以後漸増するが後半減少するようである。(2)積分幅は、ひずみ範囲が大きい程高い値を示す。

これら塑性疲労過程における積分幅変化様相の特徴は明らかに高繰返し数疲労のそれとは異なっているもので、さらに回折環のプロファイル解析および細束X線技術を用いて塑性疲労過程での組織変化を観察した。そ

* 原稿受理 昭和44年7月16日

** 正 会 員 京都大学工学部 京都市左京区吉田本町

*** 正 会 員 京都大学大学院 京都市左京区吉田本町

の結果, (3)全ひずみ範囲一定繰返しに伴い, particle size は減少飽和していく. 一方, micro strain は初期に急増するが, 以後はほぼ一定の値を示し, 後期においてはむしろ減少するようである.³⁾ (4) Subgrain size の減少および total misorientation の増加で定義づけられる, subgrain の形成および発達が塑性疲労過程で認められた.

これら結果をもとに, 塑性ひずみ繰返し下における力学的挙動を微視的見地より観察することはある程度可能であったけれども, より深い考察を行なうためには, 塑性変形量とその繰返しに伴い蓄積される損傷量を合わせ含んでいる微視的観察測定量の分離が必要であると思われる. そこで, 同一材料を用い, 無平均ひずみ下での 2 段 2 重ひずみ繰返し塑性疲労試験を行なって上述の X 線的観察をし, 力学的挙動の微視的見地をたつ考察を進めてみた.

2 実験方法

2・1 試験片および塑性疲労試験

本研究に用いた試験材料は 0.16% C の低炭素鋼で, 化学成分および焼なまし時の機械的性質を Table I (a) および (b) にそれぞれ示す. 試験片は Fig. 1 に示す形状に機械加工した後, 900°C 1 時間真空焼なまし・炉中冷却した.

塑性疲労試験は島津製作所製 Autograph IS-5000 を用い, 無平均ひずみ下の引張圧縮ひずみ繰返し試験を行なった. 全ひずみ範囲 $\Delta\epsilon$ として 1.5% および 2.5

Table I. Chemical composition and mechanical properties.

(a)								
C	Mn	Si	P	S	Cu	Ni	Cr	Fe
0.16	0.47	0.26	0.018	0.025	0.08	0.02	0.02	Bal.

(b)	
Tensile strength	40.5 (kg/mm ²)
Yield stress	26.8 (kg/mm ²)
Elongation	43.4 (%)
Reduction of area	68.5 (%)

Fig. 1. Low-cycle fatigue test specimen.

%の大小 2 種類を選び, 2 段 2 重ひずみ繰返し試験をした. なお, 適宜応力-ひずみヒステリシス・ループを自動記録した.

2・2 X線測定

破損に至るまでの塑性ひずみ繰返しに伴い生じる微視的組織変化を行なうため, 試験を最大圧縮荷重点より除荷し島津製 VD-1 Cintilation-Counter Diffractometer で X 線回折強度分布曲線を測定した. その際の測定条件は Table II に示すとおりである. なお, 測定は (110) および (220) 回折面について行なった.

Table II. X-ray conditions.

Diffraction plane	(110)	(220)
Characteristic X-ray	Cr-K α	Co-K α
Filter	V	Fe
Tube voltage (kV)	35	35
Tube current (mA)	8	8
Divergence slit breadth (mm)	0.95	1.65
Scatter slit breadth (mm)	1	1
Receiving slit breadth (mm)	0.30	0.30
Scan speed (deg/min)	1/4	1/4
Chart speed (mm/mm)	20	20
Time constant (sec)	5	5
Full scale (cps)	2000	1000

3 実験結果

3・1 2 段 2 重ひずみ繰返し塑性疲労試験

当実験シリーズでの, 試験片番号, 疲労試験条件および疲労寿命結果を Table III にまとめ示す. 同表で, N は破損繰返し数を, N_i は $\Delta\epsilon_i$ 一定での破損繰返し数を, それぞれ示す. なお N_i は, 一定全ひずみ範囲下で行なった実験結果を用いた.

Table III. Test conditions and results of two-steps strain cycling.

Specimen No.	Test conditions			Test results	
	$\Delta\epsilon_1$ (%)	n_1	$\Delta\epsilon_2$ (%)	N	$\Sigma(n_i/N_i)$
Two steps I	1.5	430	2.5	780	0.82
Two steps II	2.5	130	1.5	1505	1.02
Two steps III	1.5	1120	2.5	1230	0.85
Two steps IV	2.5	340	1.5	600	0.70

3・2 ひずみ繰返しに伴う X 線回折環積分幅変化

2 段 2 重ひずみ繰返しに伴う微視的組織変化を X 線的に観察した. Fig. 2~5 に, two steps I, II, III, および IV の各過程における X 線回折環積分幅変化をそれぞれ示す. 積分幅変化は, 繰返し数 $n=0$ での積分幅 B_g に対する比 B_n/B_g で表示した. また, ○ 点は (220) 回折面よりの積分幅比を, ● 点は (110)

Fig. 2. Change in integral breadth ratio during two-steps strain cycling.

回折面よりのそれを示す。両回折面は、次数は異なるが等価な回折面であり、繰返し数に対する変化様相のほぼ相似している事がこれら図より認められよう。

以下、積分幅の変化を考察するに際して、2段2重ひずみ繰返し過程を3期に区分してみる。すなわち、第1段目のひずみ繰返しの期間を第1期、第2段目のひずみ繰返し期間を第2期、そして特に破損近傍の時期を第3期とする。第1期においては、すでに報告した一定全ひずみ範囲繰返し塑性疲労の前半過程と同じ³⁾であって、X線測定を開始した数10サイクルですでに積分幅比はかなり大きい値を示しており、以後繰返し数とともに漸増する事がFig. 2(a)~(d)のいずれの場合においても認められる。また、ひずみ範囲 $\Delta\epsilon=2.5\%$ および 1.5% (以後、前者を大ひずみ範囲、後者を小ひずみ範囲と呼ぶ) の違いが積分幅比の値に認められる。すなわち $\Delta\epsilon$ が大きい程同繰返し数では大きい積分幅値を生じた。次に、第2期への $\Delta\epsilon$ 変化点で、積分幅比は $\Delta\epsilon$ を大より小に変えると顕著な急減を示し、小より大に変えると顕著な急増を示した。比較的繰返し数の少ない時点で第2期に入った場合によく認められるように、その後は2段目ひずみ範囲に応じて積分幅は漸増した。第3期における積分幅変化の特徴は、Fig. 2(a)~(d)のいずれの場合においても認められるように、前測定点における積分幅の値よりも小さい値を示すことである。

低炭素鋼焼なまし材において、一定全ひずみ範囲繰返し試験結果および今回の2段2重ひずみ繰返し試験結果より、塑性ひずみ繰返しに伴う積分幅変化様相の特徴は次のごとく記述しうる。

(1) 積分幅は、同じ繰返し数で比較すると、ひずみ範囲が大きい程大きい値を示す。また、途中のひずみ範囲の増加・減少に伴ってその値が増加・減少する。

(2) 積分幅は、塑性疲労過程前半においては繰返し数とともに増加するが、破損点に近づく³⁾と減少する傾向を示す。ただし、この減少する傾向はひずみ範囲が 1.5% 以上の領域で認められた。

4 考 察

前章で述べたX線回折環積分幅の変化は、ひずみ繰返しを受けた試験片の表面層における微視的組織の変化を示している。当実験で用いられた疲労条件ではき裂が表面層より生じることが認められたので、換言すれば、表面層に損傷が優先的に集中したので、上記微視的組織の変化はひずみ繰返しに伴う塑性変形のみならず損傷累積の両者に起因していると考えねばならない。それゆえ、本章にては、3・2に述べた実験結果をもとに、二、三の検証実験結果を加えて、塑性ひずみ繰返しに伴う塑性変形ならびに損傷をX線的に分離し考察してみた。

Fig. 3 上図に応力-ひずみヒステリシスループを示す。1サイクル中弾性域ひずみおよび塑性域ひずみが

Fig. 3. Stress-strain hysteresis loop and microstructural change during one strain-cycle.

周期的に繰り返されるが、塑性域ひずみのため材料は1サイクル中といえども同一組織状態ではありえないと考えられる。そこで微視的にこの組織変化を観察した。Fig. 3のヒステリシスループにおいて、①点は最大圧縮荷重点より除荷した点で、②点は引張過程で除荷してひずみが0の点、③点は最大引張荷重点より除荷した点、④点は圧縮過程で除荷してひずみが0の点、⑤点は再度①点にもどった点を示す。これら各点において測定された積分幅比をFig. 3の下図に示す。測定は、 $\Delta\epsilon=2.5\%$ 、 $n=130$ サイクルでなされた。Fig. 3よりみて、積分幅は最大荷重点の正負には依存しないようであるが、①③⑤と②④点では差が認められるようである。

繰返し数に伴う組織変化の比較は、それゆえ、ヒステリシスループの同一特異点で測定を行なった結果に基づくかねばならないが、今回の実験では2・2で述べたごとく最大圧縮荷重点より除荷した点を測定点とした。

4・1 ひずみ繰返しに伴う応力範囲と積分幅

Fig. 3上図において認められるように、応力範囲 $\Delta\sigma$ はひずみ範囲 $\Delta\epsilon$ の函数として表示しうるが、 $\Delta\epsilon$ を一定にしても、 $\Delta\sigma$ が繰返し数 n とともに変化することは cyclic strain-hardening あるいは-softening 現象

として良く認められている¹⁾。Fig. 4に、今回の実験で得られた $\Delta\sigma$ の変化を two steps I (○点) および II (●点) を例にとり示す。同図に示されるごとくに、two steps I は430サイクルまで $\Delta\epsilon=1.5\%$ 、以後2.5%でひずみ繰返しを加えた場合で、two steps II は130サイクルで $\Delta\epsilon=2.5\%$ より1.5%に変えた場合である。 $\Delta\sigma$ の変化は、疲労の極く初期で顕著な急増を以後漸増飽和する傾向を示すこと、および $\Delta\epsilon$ の増加・減少に伴って顕著な増加・減少を呈することが認められよう。

Fig. 4. Change in half of stress range during two-steps strain cycling.

Fig. 4とFig. 2(a)および(b)を比較すれば、 $\Delta\sigma$ の繰返し数に伴う変化様相は積分幅のそれに非常によく似ている事が認められよう。そこでFig. 2(a)~(d)に示した(220)回折面積分幅を縦軸に、 $\Delta\sigma/2$ を横軸にとってプロットした。結果はFig. 5に示されるごとくであるが、繰返し述べたごとく積分幅値はFig. 3上図での①点で測定されており、 $\Delta\sigma/2$ は試験片を圧縮試験する際に得られる flow stress に相当する。それゆえ、両者の比較は flow stress と積分幅の対応性を見るものと考えられよう。Fig. 5にみられるごとく、破損点(×印)を除いて、ひずみ範囲および履歴にかかわらず両者の間には良い直線関係が求められた。ただし、同図で○点は初期より $\Delta\epsilon=2.5\%$ で繰返した場合、●点は初期より $\Delta\epsilon=1.5\%$ で繰返した場合、●点は途中でひずみ範囲を2.5%より1.5%に減じてひずみ繰返しを行なった場合、●点は1.5%より2.5%に増加せしめてひずみ繰返しを行なった場合の測定点をそれぞれ示している。

破損点においては、Fig. 5に認められるように、低い積分幅値が測定された。それゆえ、疲労過程後半においては、積分幅値がFig. 5の直線よりも下の領域になると考えられる。しかしながら、 $\Delta\sigma$ は言及するまでもなく試験片断面の平均的材質に基づく巨視的量であり、上述の積分幅は試験片表面層での微視的組織を示すものである事を考えると、厳密に言えば、Fig. 5で $\Delta\sigma/2$ に対して試験片断面での平均の積分幅値をプロット

Fig. 5. Plotting of (220) integral breadth vs. half of stress range.

して両者の比較をしなければならない。そこで、これら観点より two steps II 破損点で試験片内部方向の積分幅分布を測定した。測定方法は、電解研磨によって試験片表面層を順次除去することによって。Fig. 6に、表面より内部方向の積分幅分布を示す。同図より明らかなごとく、(220) 回折面および(110) 回折面とも、積分幅は表面よりも内部で高い値を示すことがわかる。また、内部での平均積分幅値がFig. 5の直線関係より予想される値に近い。なお、比較のためにFig. 7に繰返し数の少ない点での積分幅分布を示した。この場合、積分幅は表面および内部を通じてほぼ一定の値を示すようである。

一般に、X線回折線の幅のひろがりには結晶格子の乱れに起因すると言われている。Fig. 2~7の結果から

Fig. 6. Plotting of integral breadth ratio vs. depth from surface for failed specimen.

Fig. 7. Plotting of integral breadth ratio vs. depth from surface for unfailed specimen.

も推されるが、Fig. 5, 6 および7の結果は、それゆえ、結晶格子の乱れがひずみ繰返しに伴って減少する場合もありうる事および結晶格子の乱れ程度が変形量ではなく塑性変形抵抗量により密接な関係を有することを示しているようである。

Fig. 6で、積分幅がほぼ一定値を示すようになるのは深さ約150μ以上内部であるが、表面で認められるき裂が表面層除去により認められなくなったのも同程度の深さ以上であった。それゆえ、き裂の試験片内部への進展が表面層での積分幅を低下せしめたと考えて妥当であろう。さらに、表面積における積分幅値と内部でのその違いがき裂の状態と充分関連づけられるならば、表面層での積分幅が、Fig. 5のごとく比較的繰返し数の少ない時期で $\Delta\sigma/2$ と表面層積分幅がプロットして得られる直線関係よりはずれた場合、その差を損傷を示す量と定義することも可能となろう。

4.2 ひずみ繰返しに伴う particle size および micro strain の変化

前節では、積分幅を用い塑性疲労における力学的挙動を考察したが、当節ではX線回折環プロフィール解析結果を用いてさらに考察を進めてみる。なお、プロフィール解析はHallの方法によって行なった。

X線回折環の積分幅は、particle size p の減少と micro strain $\langle\epsilon^2\rangle^{1/2}$ の増加に伴って増加するといわれているが、2段階2重ひずみ繰返しに伴う p および $\langle\epsilon^2\rangle^{1/2}$ の変化を、two steps Iを例にとり、Fig. 8に示す。同図に示すごとく、 $n=430$ サイクルまでは $\Delta\epsilon=1.5\%$ で、以後破損点まで $\Delta\epsilon=2.5\%$ で、ひずみ繰返しを行なった。Fig. 8で $\langle\epsilon^2\rangle^{1/2}$ の変化は、 $\Delta\epsilon$ を増加させると顕著な急増を示しており、階段状の変化を呈するようである。一方、 p は繰返し数とともに漸減・飽和していき、430 サイクル近傍の2点を比較してもわかるように、そのひずみ範囲依存性はきわめて少ないようであった。これら p および $\langle\epsilon^2\rangle^{1/2}$ の、繰返し数およびひずみ範囲に対する変化特性は一定ひずみ範囲繰返し塑性疲労結果においても認められた。これら結果より考察すると、 $\Delta\epsilon$ の違いはおもに $\langle\epsilon^2\rangle^{1/2}$

Fig. 8. Changes in particle size and r.m.s. strain during two-steps strain cycling: Two steps III.

の値を左右するようで、ひずみ範囲が大きい程大きい micro strain を生じる様である。一方繰返し数とともに p の値は減少する傾向を示すゆえ、繰返し数に伴う微視的組織の変化は particle size の変化により顕著に表わされると考えられる。

しかしながら、ひずみ範囲変化点を遅らせると、micro strain のひずみ範囲依存性は顕著ではなくなり、またひずみ範囲を小より大に変えるよりも大より小に変える方がひずみ範囲依存性は認めがたい傾向を示した。一方、particle size は、逆に、ひずみ範囲変化点を遅らせるとひずみ範囲変化の効果が認められるようであった。すなわち、繰返し数に伴い減少飽和する particle size が、たとえばひずみ範囲を小さくするとわずかではあるが大きくなって、その点より再度減少した。序言にても述べたごとく、細束X線法により一定全ひずみ範囲繰返し塑性疲労過程を観察した結果、ひずみ繰返しとともに subgrain が形成され発達して破損にいたることが認められたが、2段2重ひずみ繰返し過程においても同様に繰返し初期に subgrain が形成され、以後発達するものと考えられる。それゆえ、疲労初期には転位が random に分布するのに対して、繰返し数とともに、sub-boundary を形成していくような転位の配列化がある。すでに Williamson 等によって指摘されているが、かような転位の配列化が顕著な場合、プロフィール解析より得られる情報を転位密度的に解釈するには存在する転位の配列を考慮する必要があると考えられる。それゆえ、換言すれば、上述のひずみ範囲変化に伴う micro strain および particle size の応答変化がひずみ範囲変化点によって異なることは、ここに述べた転位配列に起因すると解釈すべきかもしれない。

Fig. 7 より認められるごとく、2段2重ひずみ繰返しに伴う応力範囲の変化は、疲労初期を除いて、繰返し数による変化よりもむしろひずみ範囲の変化によるその方が大きい。一方、ひずみ範囲の変化による微視的組織の違いはおもに micro strain の違いとして

生じると考えられるので、Hallのプロットより明らかなごとく、幅の広がりに対して micro strain による効果の大きい高回折角積分幅の方が応力範囲と良い対応を示すであろうと期待されよう。事実、Fig. 5 に示すごとく、(220) 回折面 (Bragg 角は約62.0度) 積分幅は応力範囲と良い相関関係を示した。(110) 回折面 (Bragg 角は約34.4度) 積分幅の場合、Fig. 5 と同じスケールで応力範囲に対してプロットし比較すると、両者の関係はほぼ直線的ではあるが、広い帯状の図として求められた。このデータのばらつきは、しかしながら、測定誤差としてのみ解釈すべきではなく、同じ応力範囲においても、繰返し数あるいは損傷量の違いによって微視的組織に違いのあることを意味すると考えるべきであろう。

5 結 言

0.16%低炭素鋼焼なまし材を用いて2段2重ひずみ繰返し塑性疲労試験を行ない、その過程での微視的組織変化をX線的に観察して次のような結果を得た。ただし、用いたひずみ範囲は1.5%および2.5%である。

(1) X線回折環積分幅の変化は、疲労初期に急増し以後漸増するが、ひずみ範囲を途中で変え、ひずみ範囲を大にすると積分幅は急増してそのひずみ範囲に応じた値を示した。一方、ひずみ範囲を小にすると急減して小ひずみ範囲に応じた積分幅値を示した。ただし、破損点近傍ではいずれの場合も積分幅は減少した。

(2) ひずみ範囲の違いはおもに micro strain の値を左右するようで、ひずみ範囲が大きい程大きい micro strain を生じるようである。一方、繰返し数に伴う微視的組織の変化は particle size の減少で表わしうようである。しかしながら、これら傾向はひずみ範囲変化点が遅れる程認めがたいようであった。

(3) 高次回折面積分幅と応力範囲の間にはひずみ範囲および履歴にかかわらず直線関係が認められるようである。ただし、このプロットを行なう場合、破損点近傍においては、試験片断面での平均積分幅を用いる必要がある。

(4) 塑性疲労に伴う微視的組織変化は、特に破損点近傍において表面層と内部で異なるようである。

参 考 文 献

- 1) Manson, S. S., "Thermal Stress and Low-Cycle Fatigue" (1966) McGraw-Hill
- 2) Taira, S., T. Goto, and Y. Nakano, Proc. 11 th. Jap. Cong. Mat. Res., p. 25 (1968).
- 3) 平 修二, 後藤 徹, 中野善文, 材料, **17**, 1135(1968).
- 4) Taira, S., T. Goto, and Y. Nakano, Pro. 12 th. Jap. Cong. Mat. Res., p. 19 (1969).
- 5) 平 修二, 後藤 徹, 三原 豊, 材料, **18**, 385 (1969).
- 6) Williamson, G. K., and R. E. Smallmann, Proc. Phys. Soc., **68**, 577 (1955).
- 7) Hall, W. H., Proc. Phys. Soc., **A62**, 741 (1949).