透過X線回折法による金属の疲労に関する研究 (I)*

北 川 茂**

Study on Fatigue of Metals by Transmission X-Ray Diffraction (I)

by

Shigeru KITAGAWA

(Faculty of Engineering, Fukui University, Fukui)

As one of the X-ray studies of fatigued metals, the author adopted the transmission X-ray diffraction method in this study. Specimens of pure aluminum poly-crystals which were completely annealed were used, and they were fatigued by cyclic tension and compression strainings with a small fatigue test machine which was designed by the author. The test pieces were of the size of about 0.5 mm in thickness, 2~5 mm in length and 6 mm in width at the smallest section. For most of those fatigue tests, the strain amplitudes were considerably large, which could not be measured, then the fatigue lives were about 10^4 cycles. The surface of the fatigued specimen was observed at times with an optical microscope, which could be directed and adjusted in three dimensional bearings. It was noticeable that most of the fatigue cracks occurred at grain boundaries.

In process of the fatigue test, the transmission X-ray diffractions of that specimen were exposed on a Laue camera. The X-ray source was of cobalt target, and the electron beam was 30 kV and 8 mA. A slit of 0.5 mm in diameter was used for the X-ray beam. The asterisms of the diffraction patterns were measured statistically, and it was confirmed that the asterisms increased with increase in the number of strain cycles. It seemed that there were correlations between the asterisms and the fatigue damage, though no clear conclusion could be deduced.

The fatigued specimens were further thinned by electrolytically polishing until about 0.1 mm in thickness. In the transmission X-ray diffraction of the thinned specimen, it was clarified that the diffracted spots were isolated to fine spots which were elongated; and at the same time, the diffraction rings by the characteristic X-ray, $\text{CoK}\alpha$, appeared. Since those diffractions were constructed of groups of many fine spots, it seems that the substructure or poly-crystallization developed in the grains of those specimens.

An experiment was also performed of a specimen which was subjected first to tension of over 10% strain. It was then subjected to cyclic straining of small amplitude in tension and compression. Comparative study was made of the X-ray diffraction patterns (a) as the specimen was cyclically strained and (b) as it was statically strained. It was clarified that the diffractions of the statically strained specimen were completely broadened, and these broadened diffractions decreased as the result of cyclic straining. This phenomenon implies that microplastic strains by the static straining in the grain differ from those by the cyclic straining.

(Received Aug. 5, 1970)

1 緒 言

金属材料の疲労破壊ならびに疲労過程における金属の結晶学的研究の一環として、高純度焼なましアルミニウム多結晶の板状試験片について、疲労過程における透過X線回折ならびに各種観察を行なった。とりわけ、透過X線回折において、疲労過程におけるラウエはん点のアステリズムの統計的測定を行なった。ま

た、同一試料を電解研磨によりさらに薄くすることにより、ラウエはん点は細分化し、同時にディバイはん点が現われ、それが多数のはん点に分かれた。これらのことから結晶の内部構造の多結晶化の傾向を知ることができた。また、静ひずみにおける変形と繰返しひずみ負荷におけるそれとの比較を行なった。それらについて、電子顕微鏡による直接観察および電子線回折、光学顕微鏡による表面観察なども併用し、総合的な考察を加えた。

* 原稿受理 昭和45年8月5日

** 正 会 員 福井大学工学部 福井市文京

本研究は主として疲労き裂の発生までの過程について、加工硬化、substructure の発達、その他き裂発生とすべり帯または変形などとの関係などを究明することを目的とし、上述の手段により総合的に考察をすすめることを目的とするものである。したがって、ここではき裂進展の過程には触れない。

2 実験装置

2・1 疲労試験機

上記目的のために、Fig. 1 に示すような小形の引張圧縮形疲労試験機を試作し、これを使用した。平行運動機構として、図示のような平行板ばねを使用し、また、同図に示すような回転偏心機構により振動を与えた。繰返し荷重速度は 860 rpm である。これに Fig. 2 に示す形状の板状試験片を使用した。試験部厚さおよびその部分の平行部長さは座屈を生じない程度に、かつ、後の X 線回折が可能な程度に適当な値に選んだ。同試験機の写真を Fig. 3 に示す。試験中随時停止して、光学顕微鏡（三次元方向移動可）で表面観察を行なった。

この試験において、試験片が薄過ぎない（0.3 mm 厚さ以上）限り弾性座屈を生じないが、ひずみ振幅がある程度以上大きく、試験片に塑性変形を生ずる場合

Fig. 1. Schema of the tension and compression fatigue test machine.

Fig. 2. Shape of the test piece.

Fig. 3. Photograph of the fatigue test machine.

には、試験片のくぼみ側の方が塑性変形が大きくなるため、わずかに平坦側にふくらむ形状に変形を生ずる。ここでは主として凹み側に注目した。

2・2 X線回折装置

X線発生源は、Co の対陰極に 30 kV で 8 mA の電流を通じ、その特性 X 線 $K\alpha$ 線 (Fe フィルターを使用) および白色 X 線を利用した。0.5 mm ϕ のシングルスリットを使用し、スリットから試料まで 40 mm、試料から透過ラウエカメラまでを 30 mm とした。X 線は平坦側より入射し、凹み側の回折像を得た。X 線の照射時間は試料の厚さおよびはん点のアステリズムの大小により、20~60 分の範囲で適当に選んだ。フィルムは富士医療用を使用した。

試料が多結晶であるため、現段階ではラウエはん点の面方位を決めることは困難である。試料を 100 μ 前後の厚さにすると (111) 面の透過ディバイはん点が現われる。

2・3 電子顕微鏡観察

X 線試料をさらに電解研磨により薄くして、電子顕微鏡直接観察用試料を作成した。これを電子ビーム電圧 100 kV または 200 kV で観察した。

3 試験片

供試材料は Table I に示すような高純度アルミニウム (99.999% 以上) であり、2 mm 厚さに圧延した板から Fig. 2 の形状に切出した。機械加工後 450°C で 1 時間空気中で焼なまし (見かけ上酸化膜は認められなかった)、さらに電解研磨により仕上げた。結晶粒度は焼なましにおいて成長したため、50~300 μ 程度の大きさになっている。ここでは試験部厚さを約 0.4 mm に仕上げた。

Table I. Chemical composition ($\times 10^{-4}$ %).

Si	Fe	Cu	Al
1	2	2	Res.

4 実験結果

4・1 疲労過程におけるアステリズム

試験機のひずみ振幅を正確に測定することができないので、その値は不明であるが、約 10000 回の繰返し

Fig. 4. Optical observations on the surface of fatigued specimen.

Fig. 5. Transmission X-ray diffraction.

で破断する程度の比較的大きいひずみ振幅(0.5%以下である)で疲労を与えた。ひずみ繰返し数が1500回および4000回における試験片の平坦側およびくぼみ側の表面のすべり帯をFig. 4の(a)~(d)に示す。粒界を示す線は変形を生じた結果現われたもので、(a)においてはまた粒界の現われてない部分が認められる。これらの写真から、各結晶粒ごとに、および結晶粒内においても不均一変形を生じていることがわかり、とりわけ粒界において高い応力場を生じているであろうことが推測できる。(d)において粒界からき裂を生じ始めていることがわかる。この程度のひずみ振幅では、くぼみ側において各結晶粒ごとに大きく凹凸を生じ、約70%は粒界からき裂を生じていた。

ひずみ繰返し数の500回、1500回および4000回における透過ラウエはん点をFig. 5の(a)~(c)に示す。500回まではほとんどアステリズムを生じてないが、1500回ではかなり半径方向に広がりを生じ、4000回ではその広がりはかなり大きくなっている。その方向の広がり a と円周方向の幅 b を測り、 a/b の値のひん度分布をFig. 6に示す。それぞれの a/b の値の平

均値を求めると、500回では1.1、1500回では1.7、4000回では5.0となっている。これらの広がりの原因は大部分結晶のわん曲によるといわれており、広がりの大きいものは角度差に換算して $\pm 2.4^\circ$ に達するものもある。次に述べるように個々の結晶のsubgrain

Fig. 6. Asterism ratio distributions.

の総合方位差はさらに大きいものであり、上述の値はアステリズムから得た単なる見積値である。

さて、同上試料をさらに厚さ約 100 ミクロンまで電解研磨した。電極を平坦側において行なったので、平坦側がやや多く溶解している。この薄くした試料の透過回折像を Fig. 7 に示す。ラウエはん点の数はやや減少し、個々のはん点はさらに広がりが増し、かつ細分化している。この細分化はいわゆる結晶の細分化、すなわち、substructure の発達を意味しているものと考えられる。また、細分化した個々のはん点が半径方向（正確にはわん曲している）に伸びていることから、個々の細分化した結晶の中になおひずみを含んでいるものと考えられる。（このような細分化は元の焼なまし材を薄くしても現われない）薄くすることのみである程度上述のように分解能が上がったものと考えられるが、さらに細束 X 線により究明することが必要と思われる。

Fig. 7. Transmission X-ray diffraction of the thinned specimen which was fatigued with 4 000 cycle strainings, and electrolytically polished until about 0.1 mm in thickness.

Fig. 7 に示すように、薄くした試料から透過ディバイ環が現われた。これは、0.3 mm 以上の厚さの試料によってはほとんど現われないが、0.2 mm 以下の厚さで現われ始める。なお、このディバイ環のはん点がいくつかの群をなしていることも、元の結晶が上述のように多結晶化したことを表わしているものと考えられる。なお、この試料の結晶粒が大きいので、回折にあずかる結晶粒は少なく、焼なまし材のディバイはん点は数個以内である。

同様の疲労試験条件（ひずみ振幅および試験停止時期）による試験片の薄膜試料を電子顕微鏡（ビーム電圧 200 kV）により直接観察を行なった。その転位配列模様とこの視野部分の電子線回折像の写真を Fig. 8 に示す。かなり substructure の発達がみられ、回折像のはん点もいくつかに分離して広がりを見せている。このことは、上述の X 線回折における推測、すなわち

(a) With an electron microscope, by 200 kV electron beam

(b) Electron beam diffraction of the same area

Fig. 8. Direct observation of the fatigued specimen.

substructure の発達と結晶内のひずみの残留していることを裏付けしていると考えられる。

4・2 静引張りと繰返しひずみとの比較

初期焼なまし材に 10% あまりの引張変形を与え、その後上述と同程度のひずみ振幅により 2 000 回の繰返しひずみを与えた場合の透過ラウエはん点をそれぞれ Fig. 9 および Fig. 10 に示す。試料の厚さは約 400 ミクロンで Fig. 9 および Fig. 10 の (a) は 1 時間の露出を与えたものである。静ひずみにより完全にぼけた Fig. 9 のはん点は、繰返しひずみを与えることにより Fig. 10 に示すようにぼけは減少し、個々のはん点を区別しうるようになる。Fig. 10 の (b) は同上試料を両面から約 100 ミクロンまで電解研磨により薄くしたものである。Fig. 10 の (b) は結晶の細分化 (Substructure の発達) を明確に示している。これらのことから、静ひずみを与えた場合は結晶のひずみは大きく、多結晶化が明確でない（これは subgrain が小さく、分解能以下であるか、あるいは subgrain 内になお大きなひずみを残

Fig. 9. Transmission X-ray diffraction, statically tensioned over 10% strains.

(a) Cyclic strainings were applied on the statically strained specimen

(b) The same specimen which was furthermore thinned until about 0.1 mm in thickness

Fig. 10. Transmission X-ray diffraction.

しているものと思われる)が、繰返しひずみを与えた場合には substructure がよく発達し、多結晶化も明確になり、しかも subgrain 内のひずみも少ないものになるものと考えられる。これは負荷応力値の相違も考えられるが、静ひずみと繰返しひずみとではその結果生ずる結晶内部組織が相違していることを示していると考えられる。また、背面反射ディバイ環の半価幅において、加工材に疲労を与えると半価幅が減少する傾向と類似しており、繰返しひずみによりいわゆる回復を生じたものと考えられる。

5 考察およびまとめ

疲労過程においては、金属結晶粒内に substructure が発達することについては、すでに細束X線回折法、あるいは電子顕微鏡による直接観察によって多くの人によって確認されている。本実験においても同様の傾向のあることを確認した。しかし、その substructure として生じた subgrain あるいはその subgrain boundary がいかなる機構によって疲労き裂を生ぜしめ、かつそれを伝ばさせるかについては、いまだに充分明らかではない。たとえば、き裂の伝ばに空洞(空孔の集りとして)が寄与するとか、き裂先端に cell structure が発達していることは認められるが、必ずしもき裂がその boundary を伝ばしているとはいえないなどの実験事実もあり、今なお substructure とき裂の関係が充分明らかではないように思われる。ここでもき裂発生と内部組織の関係を明らかにすることを目的としているが、現状ではまったくその手がかりを得ていない。

さて、今回は上述のように透過X線回折法(主として透過ラウエ法)を多結晶金属の疲労に応用して、疲労過程におけるそのはん点の変化傾向を見ることを本実験の目的として行なった。そしてそのはん点のアステリズムの測定を行なった。従来このようなラウエ法

による測定は単結晶について行なわれており、多結晶については塑性変形におけるひずみとアステリズム、あるいは焼なましによる結晶の回復などの関係において用いられているようである。また、疲労については小長、本田らによって背面反射において行なわれているが、透過の場合についてはまだその報告が見あたらない。ラウエ法によると焼なまし状態の良否がかなり明確に判別できるので、逆に疲労の場合のような比較的小さいひずみを検知するのに好適な方法と思われる。今回は単に測定例を示すのみで、疲労度との相関を求めるにはいたらなかったが、今疲労試験機の改良とともに、その点についての実験も計画中である。

他方、このような方法で、とくに薄膜における細束X線回折を使用すると、はん点の微細構造を知ることができ、したがって結晶粒の substructure の発達についても多くの詳細な情報を得ることができる。実験例において示したように、静ひずみによる結晶の内部構造と繰返しひずみによるそれとの間にかなり明確な相違があることが知れる。これらの点についても将来さらに詳細に検討してゆきたい。

今回は電子顕微鏡試料とX線回折に用いた試料とは同一でなかったが、これについても同時に組み合わせた研究をすすめたい。

(昭和45年7月18日 第9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) 小倉次夫, 辛島誠一, 金属学会誌, 34—7, 746 (1970).
- 2) 幡中憲治ほか, 第9回X線材料強度に関するシンポジウム前刷, p. 131 (1970).
- 3) たとえば仁田 勇, X線結晶学上, p. 370 (1959).
- 4) たとえば仁田 勇, X線結晶学下, p. 765 (1961).
- 5) 小長哲郎, 本田和男, 第5回X線材料強度に関するシンポジウム前刷, p. 19 (1966).