圧延加工された低炭素鋼の疲労過程中的の転位組織*

上 村 正 雄** 川 辺 秀 昭*** 山 田 朝 治****

Dislocation Structures during Fatigue Deformation of Rolled Low Carbon Steel

by

Masao UEMURA, Hideaki KAWABE and Tomoharu YAMADA

(Faculty of Engineering, Osaka University, Suita)

It is known that fatigue induced dislocations structures in iron and low carbon steel are cell structure at high stress amplitude, and band structure at low stress amplitude.

The authors made fatigue testing of low carbon steel specimens, which had been rolled beforehand to give cell structures, at low stress amplitude, and examined the dislocation structures of these specimens, comparing with those of the annealed specimen by the transmission electron microscope.

The results obtained are as follows :

(1) Two types of subboundaries have been recognized in the fatigue process of the rolled specimen at low stress amplitude. The one has larger misorientation between the neighboring subgrains, and the other has almost no misorientation. The former is characteristic of the rolled specimen, and can be imagined to be made well defined by the recovery during the fatigue deformation. The latter is similar to the subboundary recognized in the annealed specimen for the low amplitude fatigue.

(2) The cell size and dislocation density both in the annealed and rolled specimens become similar just before the fatigue failure. These results are similar to those observed in high stress fatigue.

(3) The annihilation of dislocations occurs in the rolled specimens, perhaps by abnormally high vacancy concentration produced during the fatigue process.

(4) The consumption of vacancy by the climb motion of the edge dislocation, or the annihilation of edge dislocation, seems to delay the generation of pores on the surface in the rolled specimen, and thus the fatigue strength of the rolled specimen seems to increase.

(Received Sep. 24, 1970)

1 緒 言

著者らは、前報において、低炭素鋼の焼なまし材、¹⁾ 圧延材の高応力における疲労過程中的の転位組織変化を観察し、両者の疲労変形機構について考察を行なった。²⁾ しかし、面心立方金属における転位組織と同様に、体心立方金属である鉄および低炭素鋼においても、疲労寿命 $N_f=10^5$ 程度を境として、高応力疲労と低応力疲労に分けられる。そして、それに応じて内部組織は、高応力疲労においては cell 組織が形成され繰返し応力が低下するとともに、cell 組織を構成する個々の副

結晶粒は大きくなってゆき、⁴⁾ 低応力疲労においては、転位は band 組織に配列している。⁵⁾ しかしこの場合、転位密度は高応力疲労と低応力疲労とであまり差がなく、 $7 \times 10^9 \text{cm}^{-2}$ 程度を示している。³⁾⁵⁾

このような、内部組織の差が、低応力疲労における著しい疲労寿命の伸びと関連しているものと考えられ、このような点から、転位密度が高く、かつ cell が存在する圧延材を、焼なまし材において cell 組織が観察されていない低応力にて疲労試験を行なうことは、疲労破壊機構ならびに圧延材の疲労強度上昇機構を研究する上で非常に興味深いものと考えられる。よって本報においては、圧延材、焼なまし材の低応力疲労試験を行ない、両者の転位組織変化の差を明らかにするとともに、圧延材の疲労変形機構について考察した。

* 原稿受理 昭和45年9月24日

** 学生会員 大阪大学大学院 吹田市字山田上

*** 大阪大学工学部 吹田市字山田上

**** 正 会 員 大阪大学工学部 吹田市字山田上

2 実験方法

本実験に用いた, 供試材料および実験方法は, 前報と同じである. すなわち, 厚さ 150μ の 0.05% C 低炭素鋼を $950^{\circ}\text{C} \times 10\text{ hr}$ 真空中完全焼なましを行ない, その後エメリー紙研摩により, 100μ と 125μ の厚さにし, この時のひずみを取り除くため, $750^{\circ}\text{C} \times 20\text{ hr}$ のひずみ取り焼なましを行ない, 100μ のものはそのまま焼なまし材試料とし, 125μ のものは, 100μ に圧延加工を行ない, 圧延材試料とした. この時の平均結晶粒径は, 350μ であった. これらの試験片を高張力鋼にて作製した平面曲げ疲労試験片の, 平行部分の表裏に, シアノボンドにて張り付け, シェンク型平面曲げ疲労試験機 (1800 cycles/min) にて, 疲労試験を行なった.

この時, 加えた応力は 20 kg/mm^2 である. この応力では, 焼なまし材, 圧延材試験片はそれぞれ, $1.5 \times 10^6\text{ cycles}$, $4 \times 10^6\text{ cycles}$ にて破断した. よって低応力疲労と考えられる. このような試験片より, 前報に示した方法で, 薄膜試料を作成し, 電子顕微鏡観察 (加速電圧 100 kV) を行なった. 平均転位密度は, Ham⁶⁾の方法を用いて求めた. この際, 薄膜の厚さはすべて $1600\text{ \AA}$ を用いた.

なお, コントラストの消えている転位に対する補正や, 薄膜作製時に生じると考えられる転位の再配列等については考慮していないので, 実際の転位密度よりいくぶん低めの値になっているものと考えられる.

3 実験結果および考察

3・1 焼なまし材の疲労変形挙動

Fig. 1 に焼なまし材の疲労変形中の転位組織の代表

Fig. 1. Changes of dislocation arrangement of annealed specimens during fatigue deformation process at a stress of 20 kg/mm^2 .

的なものを示す. Fig. 1 (a)は応力繰返し数 $N=5 \times 10^3$ のもので, 転位は一様に分布しており, 平均転位密度も, 焼なまし状態の 10^8 cm^{-2} 程度より少し増加しており, $5 \times 10^8\text{ cm}^{-2}$ 程度となっている. 疲労寿命の 10% 程度の, $N=2 \times 10^5$ では, 転位は互いに tangle し始め, 転位密度の高い場所と, それらの間の転位密度の低い場所とに別れ始める. Fig. 1 (b)は, この段階における比較的転位が密に tangle した副境界を示す. そして疲労寿命の約 50% 程度においては, 結晶粒内では, まだ副結晶粒組織は発達していないが, Fig. 1 (c)のように, 粒界近傍においては, 副結晶粒が形成されている. これは, $4 \sim 5\mu$ 程度である. 破断時 $N=1.5 \times 10^6$ では, Fig. 1 (d)のように結晶内部においては, 未発達な, band 組織に近い cell 組織が形成されている. この時の副結晶粒の大きさは, $3 \sim 10\mu$ 程度であり転位密度は, $3 \times 10^9\text{ cm}^{-2}$ 程度である. このように低応力においては, 高応力より, 副結晶粒の大きさは増し転位密度は減少している.

このような副結晶粒界は, square cross grid や hexagonal network あるいは, tilt boundary より成っている. しかし, cell 内と cell boundary との間の転位密度の差はあまりなく, 疲労初期にみられるような転位が一様に分布している場所や, tangle した所なども多く観察された.

このように, 低応力においては, 結晶内部においては, 明確な cell 組織は形成されず, Lukáš⁵⁾の結果と, ほぼ同様なものとなっているが, 結晶粒界近傍においては, 比較的発達した副結晶粒が観察された. これは粒界における応力集中効果のためと考えられ, 粒界近傍からき裂が発生する表面観察結果と一致する.

3・2 圧延材の疲労変形挙動

Fig. 2 に圧延状態の転位組織を示す. このように, 圧延材においては不明確な cell 組織を成しており, 副結晶粒内の転位密度は, $1 \sim 4 \times 10^{10}\text{ cm}^{-2}$ 程度となっている. このようなものに, $2 \times 10^6\text{ cycles}$ の繰返し応力を与えたものを Fig. 3 (a), (b), (c)に示す. このように転位組織は, (a)ほとんど圧延状態のままの組織の場所, (b)再配列途上と思われる転位が密ではあるが, 一様に分布した場所, および, 非常に局部的ではあるが, 焼なまし材とほぼ同じような疲労組織を成した(c)のような場所が観察される. このように高応力疲労の場合とほぼ同じような経過をたどり

Fig. 3. Dislocation arrangement of rolled specimens after cycling; $N=2 \times 10^6$ at a stress of 20 kg/mm^2 .

Fig. 2. Dislocation arrangement of rolled specimen.

Fig. 4. Dislocation arrangement of rolled specimen after cycling; $N=4 \times 10^6$ at a stress of 20 kg/mm^2 .

疲労変形が進行しているが、変形はより局所的になっている。そして破断寸前の $N=4 \times 10^6$ においては、Fig. 4 のようによく発達した cell 組織が観察され、副結晶粒の大きさも $2 \sim 8 \mu$ 、転位密度も疲労変形が充分進んだと思われる場所の副結晶粒内では $5 \sim 8 \times 10^9 \text{ cm}^{-2}$ と焼なまし材とほぼ同じような状態になっている。しかし、副結晶粒界は、焼なまし材とはかなり異なったものが観察される。すなわち、疲労変形後の圧延材における副結晶粒は、Fig. 4 に矢印 A で示されたような、隣接する副結晶粒間の方位差の非常に大きいものと、矢印 B で示されたような、ほとんど方位差の存在しないものの二種類から形成されている。A のような副結晶粒界は、本実験における焼なまし材低炭素鋼の低応力疲労においては観察されなかったもので、圧延材の低応力疲労特有の組織と考えられる。これは、圧延加工によって形成された大きな方位差を有する副結晶粒界が、疲労過程中的回復によって明確になったものと思われる。B は hexagonal network あるいは tilt boundary と思われる転位組織からなっており、

焼なまし材において観察された副結晶粒界と似ている。よって B は、疲労過程に新たに形成されたものと思われる。以上のように、圧延材においては、低応力疲労においても明確な cell 組織が形成され副結晶粒の大きさ、転位密度に関しては、焼なまし材とあまり差は認められなかったが、副結晶粒界にはかなりの差が存在していた。

3・3 原子空孔の拡散について

圧延材と焼なまし材の疲労変形前後の転位密度をまとめると Table I のようになる。これからも、圧延材においては転位の消滅が起こっていることは明らかである。ところで、常温において引張変形された鉄においては、ラセン転位とともに多くの刃状転位が存在し cell 組織を形成している。圧延加工の場合にも Fig. 2 のように cell 組織となっており刃状転位は多く存在するものと考えられる。このような刃状転位は、点欠陥の吸収による上昇運動により消滅するものと考えられる。

Table I. Average dislocation density of subgrain in heavily deformed regions in annealed and rolled specimens.

	Annealed specimen	Rolled specimen
$N=0$	10^8	$1 \sim 4 \times 10^{10}$
Just before fracture	3×10^9	$5 \sim 8 \times 10^9$

このような、低炭素鋼の常温における疲労過程中的点欠陥（主として空孔と考えられる）の拡散の可能性に関して、Derrick Jones¹¹⁾ らによる、疲労変形中の拡散実験は注目に値する。それによると、疲労変形中の銅内の銀の拡散は、試料を疲労変形期間中に 300°C に加熱したものと等しくなっており、かれらはこの現象は、疲労変形中に形成された非常に高濃度の原子空孔のためだと考えている。同じく、冷間加工された銅においては、 293°K における疲労試験では、焼なまし材の疲労材とほぼ同じ程度に軟化するが、 90°K においてはほとんど軟化していない。および疲労変形を受けた試料表面に pore が現われていることにより、本実験に用いたような低炭素鋼においても、常温におけ

る疲労変形中に、かなりの、原子空孔の拡散が生じているものと考えられる。

3・4 焼なまし材および圧延材の疲労変形機構

以上の結果および表面観察結果より、焼なまし材、圧延材の疲労変形挙動を考えてみると、まず、き裂発生機構は、焼なまし材、圧延材ともにすべりの集中した場所に形成された extrusion-intrusion による応力集中により、疲労過程の中期ごろ表面に現われてくる pore が連なり、微き裂になるのが一般的であるように思われる。これらの pore は、焼なまし材では、最初は Fig. 5 (a) のように一様に分布した形で現われ、後期には Fig. 5 (b) のように、副結晶粒を連想させるような現われ方をする場合が多い、一方もとから cell 組織の存在する圧延材においては、最初から、副結晶粒を連想させる形で現われることが多い。このようなすべりの集中した場所の下部組織として、アルミニウム¹³⁾、銅などについて、副結晶粒組織あるいは ladder 組織¹⁴⁾、および転位が密に、かつ一様に分布する組織が観察されており低炭素鋼の場合にもこのような場所が存在し、それぞれ、Fig. 5 (b), (a) が、対応しているのではないと思われる。

(a) After cycling; $N=2 \times 10^4$ (b) After cycling; $N=7 \times 10^4$
Fig. 5. Surface observation of annealed specimen during fatigue deformation process at a stress of 29 kg/mm².

このような結果より、疲労過程に形成された過剰な原子空孔が、副結晶粒界を形成する転位や、一様に分布する転位上を拡散していき、結晶表面に現われて pore となったものと考えられる。

よって、焼なまし材では、応力の繰返しとともに、転位密度および原子空孔密度の増加→原子空孔が、転位線上を、拡散していき、結晶表面に出てきて pore となる→pore の増加によりき裂発生、というような経過をたどり疲労変形が進行していくものと考えられる。一方、圧延材においては、圧延加工により形成された点欠陥および疲労過程に形成された空孔が、圧延材の幅広い cell 境界を拡散していく場合、内部の微視的、巨視的残留応力を緩和するため、刃状転位が、空孔吸収による上昇運動を起こし、内部組織が繰

返し応力に対して安定になるにつれ、(すなわち、転位の上昇運動、それによる消滅を充分起こし、転位密度が焼なまし材と同程度になり、明確な cell 組織が形成されるにつれ) 表面に pore が現われたと考えられる。そのため、焼なまし材より pore の発生が遅れ、その後もゆるやかに増加するであろう。そして、このことは、圧延材の疲労強度上昇の一因となるものと考えられる。

3・5 Cell 組織について

鉄のような、交差すべりを起こしやすく、副結晶粒を形成しやすい材料については、隣接する副結晶粒間の方位差の大きさ⁴⁾より、疲労破壊を統一的に説明しようとする試みもあるが、本実験においては、疲労強度の高い圧延材にのみ、方位差の大きい副結晶粒界が存在している。これより、副結晶粒間の方位差の大小が、疲労破壊の主因ではないように思われる。しかし、この点に関しては、残留応力、および疲労により新たに形成された副結晶粒界と、疲労変形中の回復作用によって明確になった副結晶粒界との差などに関する、より詳細な研究が必要と思われる。

4 総括

0.05% C 低炭素鋼焼なまし材、および圧延材の疲労過程中的転位組織観察の結果をまとめると、次のようになる。

(1) 焼なまし材においては、結晶粒内は不明確な、cell 組織となっていたが、粒界近傍においては、比較的発達した副結晶粒組織が観察された。

(2) 圧延材における副結晶粒界には、焼なまし材と同様の方位差が小さいものと、著しい方位差をもつものが観察された。

(3) 焼なまし材、圧延材の、疲労破断寸前の組織は、副結晶粒界の方位差では異なっていたが、副結晶粒の大きさ、転位密度は、ほぼ同じ程度となっており、高応力疲労の場合より、副結晶粒は大きくなり、転位密度は低くなっていた。

(4) 圧延材においては、疲労過程に回復が起こり、圧延加工によって導入された、ラセン、刃状転位の消滅が起こっているのが観察された。疲労き裂発生に重要な役割を果たすと考えられる pore は、刃状転位の空孔吸収により発生が遅れるものと考えられ、これは、圧延材の疲労強度上昇の重要な因子と考えられる。

(5) 副結晶粒間の方位差の大きさと、疲労き裂発生との間の関連性に関する結果は得られず、むしろ無関係と思われた。

終わりに、この研究を進めるにあたって、有益なご助言をいただいた、大阪大学 高村正治助教授、および低炭素鋼を提供くださった住友金属中央研究所に、また本研究に協力していただいた小林茂樹君に厚く感謝いたします。

(昭和45年5月20日 日本材料学会第19期通常総会学術講演会にて講演)

参考文献

- 1) 吉田 彰, 上村正雄, 川辺秀昭, 山田朝治, 材料, **18**, 1106 (1969).
- 2) Feltner, C. E., and C. Laird, Trans. AIME, **242**, 1253 (1968).
- 3) Lukáš, P., M. Klesnil, und P. Ryš, Z. Metallkunde, **56**, 109 (1965).
- 4) Lawrence, F. V., Jr. and R. C. Jones, Metal. Trans., **1**, 367 (1970).
- 5) Lukáš, P., and M. Klesnil, Czech. J. Phys., **14**, 600 (1964).
- 6) Ham, R. K., Phil. Mag., **6**, 1183 (1961).
- 7) Vingsbo, O., Y. Bergström, and G. Lagerberg, Phil. Mag., **20**, 1271 (1969).
- 8) Williams, H. D., and G. C. Smith, Phil. Mag., **13**, 835 (1966).
- 9) 吉田 彰, 川辺秀昭, 山田朝治, 材料, **19**, 295 (1970).
- 10) Ikeda, S., J. Phys. Soc. Japan, **27**, 1564 (1969).
- 11) Derrick Jones, W. J., and W. D. Dover, Nature, **209**, 704 (1966).
- 12) Broom, T., and R. K. Ham, Proc. Roy. Soc., **A 242**, 166 (1957).
- 13) Forsyth, P. J. E., Acta Met., **11**, 703 (1963).
- 14) Laufer, E. E., and W. N. Roberts, Phil. Mag., **10**, 883 (1964).
- 15) 小倉次夫, 辛島誠一, 金属学会誌, **34**, 746 (1970).