焼なまし純アルミニウムの疲労粒界き裂の生成*

北 川 茂** 中 峠 哲 朗**

Initiation of Intergranular Fatigue Cracks in Annealed Pure Aluminum

by

Shigeru KITAGAWA and Tetsuro NAKATAO

(Faculty of Engineering, Fukui University, Fukui)

The observation has been made on the surface cracks initiated on extremely pure aluminum fatigued by tension and compression. Plate specimens, 0.7 mm thick were completely annealed and then electropolished. The resulting grain sizes were from 0.2 to 1 mm diameters. The tests were made with the strain amplitudes of 0.05% and 0.25%. Their surfaces were observed with an optical microscope and a scanning electron microscope.

The slip band patterns observed could be classified in three types: x_1 , long and straight one, x_2 , wavy one, and x_3 , meshlike one. Specimen I subjected to the smaller strain amplitude of 1.7×10^6 cycles revealed the many intergranular cracks when the slip bands were removed by a slight electropolishing. By examining the relation between the slip bands and the cracks, the following facts could be clarified: The slip bands of pattern x_1 which lie in direction of from 40° of 55° to the stress axis were in high angles with the cracks along the grain boundaries. On the specimen II fatigued at the larger strain amplitude, the intergranular cracks could also be observed after 2×10^4 cycles. The cracks propagated along the grain boundaries until about a half of fracture life (1.4×10^5 cycles). The relation between the cracks and the slip bands was the same as that which was observed on the specimen I. The following conclusion may be driven: The glides are impeded at the grain boundary and many dislocations pile up there. The grain boundary should be destroyed. Those microcracks join with each other and grow up into an observable crack.

(Received Mar. 8, 1974)

1 緒 言

金属材料に繰返しひずみを与えると、まずその表面にすべり帯を生じ、ついでそれに沿って疲労き裂を生ずると一般にいわれている。¹⁾²⁾これは表面を詳細に観察すると、すべり帯の発達に伴って、突き出し (extrusion) および入り込み (intrusion) を生じ、その入り込みが発達してき裂になっているからである。

他方、このようなすべり帯き裂の他に、結晶粒界に沿って疲労き裂を生ずることも少なくない。これについての従来の研究は主として高温における粒界すべりによるき裂生成を扱っており、²⁾³⁾鉛など低融点金属の場合を除くと、室温における研究は少ないようである。Al についての Smith³⁾の実験によると、すべり帯き裂とともに粒界き裂を生じ、室温以上では粒界き裂が破壊の主因となるが -73°C 以下の低温では粒界き裂は生じないことが示されている。粒界すべり以外の粒界

き裂の生成として、Cu について双晶境界に生ずる粒内すべりによるき裂が Kemsley, McEvily⁴⁾⁵⁾らによりかなり詳細にしらべられている。また、軟鋼の焼なまし材では粒界き裂を多数生ずるが、予ひずみ材では粒界き裂は減少し、大部分粒内き裂を生ずるという報告もみられる。⁶⁾今回は、焼なまし純アルミニウムの板状試験片に、引張・圧縮の繰返しひずみを与え、それに多数の粒界き裂を生じたので、そのき裂とすべり帯との関係を詳細に観察し、粒界き裂の生成機構について考察する。

2 実 験

供試材料は高純アルミニウム (99.999%) の焼なまし (450°C , 10時間) 材で、結晶粒は $0.3 \sim 1.0$ mm の比較的大きなものである。試験片の仕上げ形状は Fig. 1 に示す板状のもので、表面は電解研磨を施した。自作の引張圧縮疲労試験機を用いてこの試験片に繰返しひずみ (900 rpm) を与えた。⁷⁾この試験中随時付属の光学顕微鏡で表面観察を行なった。また、き裂を生じ

* 原稿受理 昭和49年3月8日

** 正 会 員 福井大学工学部 福井市文京

Fig. 1. Test piece.

と思われる時期に走査型電子顕微鏡によっても表面観察を行なった。

別に、細束X線（線源 $0.1 \times 0.1 \text{ mm}^2$, Cu 対陰極）によりいくつかの結晶粒について変形状態をもしらべた。このX線回折には透過および反射ラウエ法を用い、前者は $0.15 \text{ mm}\phi$ のシングルピンホールを通し、後者には $0.10 \text{ mm}\phi$ のダブルピンホールのスリットを通して局所的な領域の回折写真を得た。

3 観察結果

3.1 すべり帯

試料 I には 0.05% のひずみ振幅を与えた。その繰返し数が 10^6 回のときのすべり帯を Fig. 2 に示す。結晶粒ごとにすべり帯はかなり相違しているが、大略的に次の 3 種類に分類できる。

α_1 : 荷重方向に対し $40^\circ \sim 55^\circ$ をなすすべり帯で、比較的長くかつ直線的に一つの結晶粒をほぼ完全に横断しているものをパターン α_1 と呼ぶ。これは図示の結晶粒 E, H, K, Q などに生じている。繰返し数のかなり少ない時期に現われ、早く発達するがやがて飽和する。この種類のすべり帯を生じた結晶粒の方位は (001) 面が試料面に平行に近い方位をなし、 $[110]$ 方向にすべり帯を生じている。この場合荷重方向と結晶の方位から、板面に沿うすべり帯方向のすべり成分の大きいことが推測される。この種のすべり帯は後述のき裂生成に関係している。

α_2 : 荷重方向に対し $60^\circ \sim 80^\circ$ をなすすべり帯であ

り、上述 α_1 タイプより太く、短く、波状をなしている。これをパターン α_2 と呼ぶ。これは結晶粒 A, B, C, F, I などに生じている。これは α_1 よりやや遅れて発達し、初め結晶粒内で偏在的であるが、やがて全域に広がる。密度は α_1 より高い。これを詳細に観察すると、二つ以上のすべり系によるすべりが混合したもの（たとえば交さすべりのような）であり、方位も結晶粒ごとに異なり、ほとんど系統性がみられない。

α_3 : 一見網目状の細かいすべり帯が結晶粒 J, N, O などに生じている。詳細に観察するとこの網目は互いにほぼ 90° をなすすべり帯からなっており、それぞれは荷重方向に対して 45° をなしている。この種のすべり帯をパターン α_3 と呼ぶ。この種のすべり帯を生じた結晶粒は、両すべり帯がほぼ $[110]$ 方向に一致し、これらが荷重方向に対し 45° をなしていることから、等価な二つのすべり系で同時に同程度に発達したものと考えられる。なお、 α_3 タイプのすべり帯は他の 2 種のものより最も遅れて発達している。これも、初め各粒内で偏在的に生じるが、やがて全域に広がる。

これらの 3 種類のすべり帯は結晶方位に直接関係し

 Fig. 3. Scanning electron microphotograph of slip bands, pattern α_2 and α_3 (Specimen II).

 Fig. 2. Slip bands, $n=1.0 \times 10^6$. (Specimen I)

たものである。他方、各結晶粒界近傍においては、これらとは異なる特異な変形がかなり早い時期に生じている。とくに粒界三重点においてその変形は顕著である。

試料Ⅱには0.25%のひずみ振幅を与えた。2×10⁴回におけるすべり帯を走査型電子顕微鏡で観察した。そのパタン x_2 と x_3 の例をFig. 3に示す。なお、この試料ではパタン x_1 と x_3 が同一結晶粒内に存在する場合がかなり多く認められた。(Fig. 6参照、結晶粒Uの上方はパタン x_1 , 中央は x_3 である)

3・2 き裂

試料Ⅰに1.7×10⁶回の繰返しひずみを与えた段階において、すべり帯中に明りょうに識別できるようなき裂は認められなかった。そこで、電解研磨により表

Fig. 4. Intergranular cracks, $n=1.9 \times 10^6$, electro-polished at $n=1.7 \times 10^6$. (Specimen I)

面のすべり帯を除去したところ、結晶粒内にはき裂は生じていなかったが、粒界には多数のき裂を生じていた。その後さらに2×10⁵回の繰返しひずみを与えてすべり帯を生ぜしめた。その時点の代表的なき裂をFig. 4(a)~(c)に示す。いずれも荷重は上下方向である。図中の記号はそれぞれFig. 2の結晶粒に対応する。なお、最後の2×10⁵回の繰返しひずみによっては、大部分のき裂は進展しなかった。

これらのき裂とその周辺のすべり帯との関係に注目すると次のことがわかる。(i)き裂に接するすべり帯の内の一つは必ずパタン x_1 である。すなわち、Fig. 4に示した(a)では粒H, (b)ではK, (c)ではQのすべり帯がそれである。しかも、そのすべり帯とき裂とは70°~90°の大きい角度で交わっている。(ii)き裂の両側のすべり帯の一つは上記パタン x_1 であるが、他のものは異種類のものであり、両すべり帯はき裂(粒界)において不連続である。つぎにき裂と荷重方向との関係に注目すると、(iii)き裂は必ずしも荷重方向に対して直角をなすものでなく、Fig. 4(c)に示すように荷重方向に対し40°以下のものも少なくない。き裂の伝ばに注目すると(iv)Fig. 4(c)のように介在物がき裂の起点となっている場合にも、初期には粒界を伝ばしている。(v)き裂を生じた粒界の周辺のすべり帯は、ある時期から後はほとんど発達していない。

以上は常時観察していた面のき裂とその周辺の状況であるが、つぎに1.9×10⁶回において裏面も観察し、Fig. 5に示すき裂を見いだした。このき裂は1.7×10⁶回に電解研磨を施した際には認められなかったものであるが、その後の2×10⁵回のひずみ繰返しにおいて多数のすべり帯とともに生じたものである。(取り扱いの不注意から、試験片にわずかに曲げを生じたものと思われる。)このき裂の周辺のすべり帯についても上

Fig. 5. Intergranular crack and asterisms of back reflection Laue's diffraction spots. (Specimen I, reverse side)

述の(i)~(iii)と同様の状況が生じている。すなわち、結晶粒Rはパタン α_1 であり、き裂の下端部に注目すると、RのすべりがSの方へ押し出している状況がわかる。すなわち、その部分(粒界三重点)がき裂の発生源であることがわかる。

試料IIにおいても、上述と同様の粒界き裂を多数生じた。この試料ではひずみ振幅がやや大きいため、そのいくつかは光学顕微鏡で充分き裂であることが識別できるほどに割れを生じたものもあったが、大部分は走査型電子顕微鏡によって始めて確認された。それらの一つをFig. 6に示す。この試料においてもすべて粒界き裂を生じており、そのき裂から枝分れしたもの、または粒内へ進展したもの以外には粒内き裂は認められなかった。

Fig. 6. Intergranular crack, $n=5 \times 10^4$, (Specimen II)

き裂を確認した時点ではすでにかなりき裂が進展していたものが多かったが、その発生の状況は試料Iについて述べたものと同様であることが確かめられた。

この試料についても、ひずみ繰返し数の少ない時期からすべり帯の発達および粒界近傍の異常な変形などに注目して段階的に観察した。その結果、(vi)粒界3重点にかなり早い時期から異常な変形を生じ、後にそれがき裂になっている。多くの粒界き裂はこのような粒界3重点が起点になっていた。

さらに、Fig. 6に示したき裂の上方に注目すると、結晶粒UとVのすべり帯は粒界を越えて連続したすべり帯を生じている。このようにすべり帯が粒界を越えているもの、あるいは粒界において連続しているような場合には、その粒界にき裂を生じてない。すなわち

(ii)において述べたすべり帯の不連続の部分においてのみき裂は生じ、伝ばしている。ここで、き裂が先に生ずれば、すべり帯は必然的に不連続になるが、そのき裂とすべり帯のいずれが先行しているかについては次のX線回折によるひずみの分布測定結果とあわせて後に考察する。

3・3 ラウエ斑点のアステリズム

粒界き裂近傍の結晶の変形状態をしらべるため、いくつかのき裂およびその周辺において、透過および背面反射ラウエ法による回折写真を取り、そのアステリズムの大きさをしらべた。

Fig. 5にき裂周辺の結晶粒R, S, Tの方位と代表的ラウエ斑点(背面反射)を示した。また、き裂発生点と考えられる部分の(粒界三重点のやや下)の回折写真もとった。粒内部ではRが最も大きく、S, Tの順にアステリズムは小さくなっている。しかし、粒界付近ではR, S共に内部よりかなり大きくなっている。

Fig. 6に示したき裂の○印部およびその左右約150 μ 離れた部分の回折写真をとった。透過法によるアステリズムの大きさの値をTable Iに示す。フィルム上の半径方向 $\Delta\theta_a$ と円周方向 $\Delta\theta_b$ の値を測定し、それぞれ回折ビームのひろがり角に換算し、数点の平均値を示した。UV両結晶粒とも、粒界付近で大きくなっている。とりわけ円周方向のひろがり $\Delta\theta_b$ が粒内部のその約2倍となり、粒界付近で複雑な変形を生じていることがわかる。

Table I. Asterism magnitude distribution around the grain boundary of specimen II (Transmission Laue's method).

Grain	Inner part of grain		Grain boundary	
	Radial $\Delta\theta_a$ (rad)	Circumferential $\Delta\theta_b$ (rad)	Radial $\Delta\theta_a$ (rad)	Circumferential $\Delta\theta_b$ (rad)
U	0.11	0.010	0.14	0.024
V	0.11	0.011	0.14	0.018

Fig. 5およびTable Iに示したように、き裂を生じた粒界付近は、他のいくつかの点においても同様に、粒内部よりかなりアステリズムが大きくなる傾向が現われた。

4 考 察

上述のように焼なましアルミニウムにおいて粒界疲労き裂を多数生じたが、これらのき裂生成の機構について以下に考察をすすめる。3・2において、粒界き裂とすべり帯との間に相関性のあることが明らかになった。とりわけ(iii)のように、今回は例外なくパタン α_1 のすべり帯がき裂と接して、しかもそのすべり帯はき裂と大きな角度をなしている点に注目する。すなわち、Fig. 7(A)に示すように、荷重方向とき裂(粒界)との

Fig. 7. Relation between slips and grain boundary.

なす角を γ , すべり帯とのなす角を α とする。観察結果によると γ は $30^\circ \sim 80^\circ$ と広い範囲にわたっており (他の試験片 II では 20° 以下のものも存在している), ほとんど一定の関係は認められないが, パタン x_1 のすべり帯の方向は $3 \cdot 1$ で述べたように, α は $40^\circ \sim 55^\circ$ であり, 最大せん断応力のすべり帯に沿う成分の大きいことがわかる。しかも多くの場合, このすべり帯とき裂とのなす角 β が 90° 前後の大きい角度をなしており, き裂を生じている場合は必ずすべり帯がき裂の点において隣接結晶粒との間に不連続になっている。これらのことから Fig. 7(B) に示すようにすべりがこの粒界で阻止され, すべりによるひずみが粒界近傍に堆積し, いわゆる堆積転位を生ずる。このような堆積転位はその近傍に応力集中を生じ, 微小き裂を生ずるであろう。このようなモデルは最初 Zener⁸⁾ によって考えられ, さらに Mott⁹⁾ や Stroh¹⁰⁾ らにより詳細に検討されている。とりわけ, Stroh の計算によると $\beta \approx 70^\circ$ の方向のき裂先端で最大の引張集中応力を生ずることを示している。上述のき裂とすべり帯との間にはほぼこの条件が満足されていることがわかる。しかも, 各すべり帯ごとに, このような微小き裂を粒界上に多数生ずると, 個々のき裂が成長し, 互いに連結してやがて可視き裂にまで成長するであろう。

上述のき裂生成機構について要約すると, 結晶粒界に向かってのすべりが粒界において阻止され, そこに変形の不連続を生じ, かつ堆積転位による応力集中を生ずる。その堆積転位は微小き裂を生じ, その微小き裂は粒界に沿って多数並ぶ形になるので, やがてそれ

らが連結し, 可視き裂にまで成長するものと推察できる。

つぎに初期き裂伝ば機構について考察しよう。微小き裂で, まだ粒界を徐々に伝ばしているき裂についても, 生成機構と同様の状況が考えられる。たとえば, Fig. 4(c) のき裂のようにき裂の発生点は介在物であるが, 外部からの負荷応力としてはあまり大きくない粒界を伝ばし, 荷重方向に直角に近い方向の粒界には伝ばしていないこと, および, 伝ばした粒界の片側 (結晶粒 Q) においてパタン x_1 のすべり帯を生じている。これと同様な状況は試料 II においてもいくつか認められる。このことから, 少なくとも粒界を伝ばする微小き裂においては, 粒界に微視き裂を創生しながら, それが連結してき裂は成長するものと考えられる。試料 II について観察した結果によると, その期間 (粒界伝ば) は破断寿命の数十%に及んでいる。

つぎにき裂発生時期について考察しよう。後にき裂を生じた点を早い時期にさかのぼってみると (2~3 千回ごとに写真は撮ってある), すべり帯の発達状況や, その粒界付近の変形状態から, 寿命の数%以内にすでに微視き裂 (多分高倍率の電子顕微鏡観察で認めうるであろう) は生じていると考えられる。

ここで, X 線的に測られた変形 (アステリズムの大きさに対応) と, 粒界き裂の生成のいずれが先行したかについて考察する。自由端をもつ結晶粒 (たとえば試験片の側部にある) の自由端付近では, すべり変形は大きく生じるがアステリズムはそれほど大きくはならないという実験事実から, 実験結果として得られた粒界の変形の大きさはき裂を生ずる以前に発達したことによるものと考えられる。

このことから, 上述のき裂生成において, まず粒界付近の変形 (あるいは転位の堆積) を生じ, その結果生じた高い応力場あるいは結晶のゆがみ等が先行していることが推測できる。なお, き裂を生じた後はその付近は応力が解放されるので, その部分の変形はほとんど進行しないと考えられる。(3・2 の(v)を参照)

なお, これまでの観察では粒界すべりに起因すると考えられるものはほとんど見当たらなかった。

5 ま と め

充分焼なましした高純度アルミニウムの疲労において多数の粒界き裂を生じた。すべり帯の観察から, そのき裂に対してはパタン x_1 のすべり帯 (直線的で荷重方向に対して $40^\circ \sim 55^\circ$ をなす) が強く関係している。とくに, そのすべり帯とき裂 (粒界) とは高角度で交わり, すべり帯はその粒界で完全に停止している。他方, ラウエ斑点は, き裂を生じている粒界付近において大きなひろがりを生じている。

そこで, このような粒界き裂の生成機構として次の

ように考えた。結晶粒内のすべり変形が粒界で阻止され、そこにひずみ（転位）が堆積し、粒界が少しずつ壊され、その微小き裂が連結して観察可能なき裂にまで成長したものと考えられる。

（昭和47年5月29日 日本材料学会第21期総会学術講演会にて講演）

参 考 文 献

- 1) たとえば、材料科学講座3, “結晶の強度”, p. 225 (1968) 朝倉書店
- 2) McLean, D., “Mechanical Properties of Metals, p. 354 (1962) John Wiley & Sons, Inc., New York
- 3) Smith, G.C., Proc. Roy. Soc., **A242**, 189 (1957).
- 4) Kemsley, D.S., J. Inst. Metals, **85**, 420 (1956).
- 5) McEvily, A.J. Jr., and R.C. Boettner, “Fracture of Solids”, p.383 (1963) Interscience Publishers, New York; Boettner, R. C., A. J. McEvily, Jr., and Y.C. Lin, Phil. Mag., **10**, 95 (1964).
- 6) 中沢 一, 小林英男, 野口伸雄, 日本機械学会講演論文集, 730-1, 49 (1973).
- 7) 北川 茂, 材料, **19**, 1093 (1970).
- 8) Zener, C., “Fracture of Metals,” p.3 (1948) A.S.M.
- 9) Mott, N.F., Proc. Roy. Soc., **A220**, 1 (1953).
- 10) Stroh, A.N., *ibid.*, **A223**, 404 (1954).