Al, Al-7%Mg 合金薄膜の疲労き裂先端近傍の転位組織*

上 村 正 雄** 落 合 政 信***
川 辺 秀 昭****山 田 朝 治**

Dislocation Structures around Fatigue Crack Tip in Thin Foil
of Al and Al-7% Mg Alloy

by

Masao UEMURA

(Faculty of Engineering, Osaka University, Suita)

Masanobu OCHIAI

(Graduate School, Osaka University, Suita)

Hideaki KAWABE and Tomoharu YAMADA

(Faculty of Engineering, Osaka University, Suita)

To clarify the fatigue crack propagation process, thin foils of annealed and 90% rolled, aluminum and aluminum-7% magnesium alloy are fatigued and their dislocation structures near the fatigue cracks are observed by a transmission electron microscope at 2 000 Kv.

Within about $1\sim 2\mu$ from the fatigue crack, fine subgrains less than 1μ are observed. The size of these subgrains in the annealed specimen is similar to that formed in the rolled specimen of the same material, but the average size of these subgrains formed in aluminum specimen is larger than that in aluminum-7% magnesium alloy specimen. In the region more than 2μ away from the fatigue crack, the different structures of subgrains are obviously observed in the annealed and in the rolled specimens, and this region might be responsible for the difference in the mode of fatigue crack propagation of these specimens.

(Received Sep. 2, 1974)

1 緒 言

疲労き裂近傍でどのような内部組織が形成されるかという問題は、疲労き裂伝ば機構を明らかにする上で非常に重要な問題であると考えられる。本実験は冷間圧延材の疲労き裂伝ば機構を明らかにする研究の一環として、まず薄膜試料に発生した疲労き裂近傍の転位組織を観察したものである。疲労き裂近傍の転位組織に関する研究結果としては、従来から主として焼なまし材試料について、かなりの報告がある。それらの結果によると、材料ならびに実験方法によるものと考えられるが、疲労き裂近傍の転位組織としては、非常に欠陥密度の高いひずみ集中域、 $0.1\sim 0.3\mu$ 程度の非常に小さい副結晶粒組織、 1μ 程度の回復した、あるいは回復していない副結晶粒組織等が観察されており、き裂近傍に微細な組織が形成されているという点では一

致しているが、その詳細についてはかなりの差異が認められる。そこで試料として、純金属 (99.99%Al) と合金 (Al-7%Mg) を用い、これらの焼なまし材ならびに90%冷間圧延材の薄膜に発生した疲労き裂を加速電圧 2 000 KV の超高圧電子顕微鏡で観察し、材料および加工状態による疲労き裂近傍の転位組織の差を比較検討することにより、冷間圧延材の疲労き裂伝ば挙動の特徴を明らかにしようとした。

2 実験方法

用いた材料は、99.99%Al および Al-7%Mg 合金であり、母材はいずれも厚さ 2 mm のものである。Al は450℃ 3時間、Al-7%Mg 合金は、480℃ 1時間半の真空焼なましを行なった後、90%の冷間圧延加工を行ない、厚さ 200 μ の圧延板とした。この圧延板より、Fig. 1 (a)(b)に示す形状の試片を切り出し、この試片の両面を電解研磨し、冷間圧延材試験片とした。焼なまし材試験片は、それぞれの試片を再び上記の条件で真空焼なましした後、冷間圧延材試験片と同様の電解研磨を行ない作製した。引張りならびに疲労試験にあ

* 原稿受理 昭和49年9月2日

** 正 会 員 大阪大学工学部 吹田市字山田上

*** 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

Fig. 1. The shape and dimension of specimen.

7) 辛島らと同様、片面からジェット式電解研磨⁸⁾を行ない、これらの試験片の中央部に透過電子顕微鏡観察可能な薄部を作製している。引張試験はインストロン引張試験機で、疲労試験は共振式平面曲げ試験機で行なった。これらの試験で薄部に発生したき裂を加速電圧 2000 KV の超高压電子顕微鏡で観察した。この際、き裂近傍の転位組織の変化を避けるため、薄膜試片の切り出し等はすべて常温ないしそれ以下で行なった。

3 実験結果および考察

3.1 引張き裂

本実験に用いたような薄膜試料においても、疲労き裂が発生することはすでに報告されているが、本実験においても、疲労き裂の特徴を明らかにするため、引張試験によって発生したき裂を観察した。Fig. 2 の(a)(b)はそれぞれAlの焼なまし材ならびに90%冷間圧延材

Fig. 2. Electron micrographs of tensile cracks of Al thin foils.

Fig. 3. Optical micrographs of fatigue cracks of annealed Al-7% Mg specimen.

の結果を示したものである。(a)に示すように、き裂先端には、非常に薄く、転位がほとんど観察されない領域が形成され、その中をフラクチャーティース (fracture teeth)⁹⁾ を形成しながらき裂がジグザグに進んでいる。その周辺は急速に厚くなっており、転位密度も高くなっているが、疲労き裂近傍に観察されているような明確なセル組織は観察されない。そして(b)に示すように、90%冷間圧延材ではフラクチャーティースは小さくなっている。この傾向は合金材についても同様で、以下 Al-7%Mg 合金焼なまし材、同90%冷間圧延材の順にフラクチャーティースは小さくなっていく。冷間圧延材では非常に局部的に収縮が起こるため、その部分のひずみ速度が焼なまし材のそれより大きくなり、局部収縮域により小さい副結晶粒が形成され、その結果フラクチャーティースが小さくなったものと考えられる。¹⁰⁾ しかしながらき裂の伝ば機構には大差はなかった。¹¹⁾

3・2 焼なまし材の疲労き裂

まず、薄膜に発生した疲労き裂を光学顕微鏡で観察すると、Fig. 3 (a)(b)に Al-7%Mg 合金について示したように、大きく分けて2種類のき裂伝ば挙動がある。この相違は結晶の方位によるものと考えられるが、一つは(a)に示したように、あらかじめ結晶粒の表面に二重すべりが起こり表面が激しく変形した後伝ばしてくるき裂であり、今一つは(b)に示したように、変形の比

較的少ない結晶粒内を伝ばしているき裂である。このような領域(a), (b)を透過電子顕微鏡で観察した結果を Fig. 4 (a)(b)に示す。Fig. 4 (a)に示すように、表面の変形の激しいところでは、比較的規則的に配列したセル状の組織が観察される。これらは試料を傾斜させてもコントラストに変化は現われないことより、表面に形成された入り込みと考えられる。そして、入り込みの中には薄膜を貫通しているのも多数あり、それらを連ねる微き裂も観察されるが、Fig. 3 (a)の表面観察結

Fig. 4. Electron micrographs of fatigue cracks of annealed Al-7%Mg specimen. (a) and (b) correspond to (a) and (b) in Fig. 3.

Fig. 5. Electron micrographs of fatigue crack of annealed Al-7%Mg specimen.

果と考え合わせると、これは表面効果の大きい場合の挙動と考えられる。一方、(b)に示したように、表面の変形が少ないところを伝ばするき裂の先端には、 0.5μ 以下の微細な副結晶粒が観察され、他の報告と考え合わせると、このようなき裂の方が、試料の内部を伝ばするき裂の挙動に近いものと考えられる。したがって、以下ではこのようなき裂に着目して内部組織観察を行った。

Fig. 5 (a)は同じく Al-7%Mg 合金の疲労き裂を観察したもので、き裂は、Fig. 4 (b)に示した場合より、かなり厚いところを通っているため、き裂近傍の組織が明確に現われている。このように疲労き裂近傍には、引張試験の場合に現われるような薄部は観察されず、 $0.1\sim 0.5\mu$ 程度の副結晶粒組織内を伝ばしている。この微細な副結晶粒の存在する範囲は、き裂から 1μ 内外であり、Grosskreutz らの結果とほぼ同じオーダーとなっているが、この領域の大きさは負荷応力にも依存しているものと思われるが、本実験結果からでは詳しいことはわからなかった。またき裂から 1μ 以上離れたところでは副結晶粒は急速に大きくなっている。Fig. 5 (b)は(a)を少し傾斜させて観察したものであるが、このようにき裂近傍の副結晶粒内には、疲労変形を受けた試料のマトリックスに観察される副結晶粒とは異なり、内部の転位密度がかなり高くなっている。Fig. 6は Al 焼なまし材の疲労き裂を示したもので、この場

合には破面から 2μ 内外のところに $0.5\sim 1\mu$ 程度の微細な副結晶粒が観察され、副結晶粒径は Al-7%Mg 合金の場合より大きい。このように、き裂のごく近傍に微細な副結晶粒が形成されるのが疲労き裂の特徴と

Fig. 6. Electron micrograph of fatigue crack of annealed Al specimen.

(a) Al-7% Mg specimen

(b) Al specimen

Fig. 7. Optical micrographs of fatigue cracks of rolled specimen.

考えられる。

3・3 冷間圧延材の疲労き裂

Fig. 7 は冷間圧延材の疲労き裂を光学顕微鏡で観察した結果である。冷間圧延材の場合、き裂は電解研磨孔から発生し、応力軸にはほぼ直角に試料の厚いところへ伝ばしていき、Fig. 3 (b)に示した試料の内部を伝ばするき裂に類似していると考えられるき裂と同じような伝ば挙動を示す。また(b)の Al の場合にみられるような先行き裂もよく観察される。このようなところでは、入り込みが試料を貫通しており、直径 $2\sim 3\mu$ の

孔が形成されているが、これも薄膜特有の現象と考えられるため、先行き裂の形成されていないき裂に着目して観察を行なった。Fig. 8 は Al-7%Mg 合金の疲労き裂先端近傍の転位組織を示す。き裂前方には、圧延加工によって形成された転位組織が回復を起し、大きな副結晶粒が形成されている。き裂先端近傍では $0.2\sim 0.5\mu$ 程度の副結晶粒となっており、Al-7%Mg 合金焼なまし材とほぼ同じ大きさである。Fig. 9 はき裂の側縁部を示したもので、き裂近傍に微細な組織が観察され、き裂から離れるにつれて、回復した大きな副結晶粒、圧延状態のままの組織となっており、き裂前方と同じような組織変化を示している。

Fig. 10 は Al 冷間圧延材のき裂を示す。上部のき裂先端では、焼なまし材に観察されるような入り込みとともに、直線的なすべり線も観察されるが、これは疲労過程に再結晶したものと考えられる。¹³⁾したがって、その下のき裂が内部を伝ばするき裂の挙動に近い

Fig. 8. Electron micrograph of fatigue crack tip of rolled Al-7%Mg specimen.

Fig. 10. Electron micrograph of fatigue crack of rolled Al specimen.

Fig. 9. Electron micrograph of the region around fatigue crack of rolled Al-7%Mg specimen.

ものと考えられる。この場合も焼なまし材と同様、き裂から約 1μ の領域に 0.5μ 程度の副結晶粒が観察される。副結晶粒の大きさは、Al-7%Mg 合金冷間圧延材の場合よりも大きく、Al 焼なまし材のき裂近傍に観察される副結晶粒径に似ている。このようにき裂から 1μ 内外に存在する副結晶粒に限れば、冷間圧延加工による影響はほとんど見られず、金属の種類による差の方が大きいようである。さらに Fig. 11 に示したように析出物が存在する場合にはき裂の様相は、全く異なり、き裂先端には微小なき裂が発生し、主き裂は複雑に枝分れしている。

すなわち、き裂先端のみに応力が集中しているのではなく、き裂の前方の広い領域が複雑な応力状態になっているものと考えられる。冷間圧延材と焼なまし材の差は微細な副結晶粒の存在する領域の外側約 10μ の範囲に現われる。すなわち、この領域は焼なまし材

では、疲労変形により副結晶粒が形成された領域であり、冷間圧延材では、圧延加工によって形成された組織が回復を起こした領域である。ところで、低炭素鋼¹⁴⁾¹⁵⁾、Cu-30%Zn 合金¹⁶⁾、あるいは Al, Al-7%Mg 合金等^{*1}で、焼なまし材と冷間圧延材の疲労き裂伝ば速度に差異が認められているが、このような領域が重要な意味をもっているものと考えられる。またき裂の伝ば径路は主として副結晶粒界のようにみえるが、Fig. 12 に示したような副結晶粒を横切っているところも多数観察される。すなわち、き裂は副結晶粒界を連ねるように伝ばしていくが、その途中で副結晶粒がある時はそれを切断して急激に方向を変えることなくなめらかな曲線上を伝ばしている。

Fig. 11. Electron micrograph of non-propagating crack of rolled Al-7%Mg specimen.

Fig. 12. Electron micrograph of fatigue crack of rolled Al-7%Mg specimen propagating across a subgrain.

3・4 バルク材のき裂との比較

以上のようなき裂伝ば挙動は薄膜特有の現象であるという可能性がある。Fig. 13 は比較のため厚さ 200μ の Al-7%Mg 合金冷間圧延材試験片に発生した疲労き裂を片面のみより電解研磨を行ない観察したもので、バルク材の表面層を伝ばするき裂を示す。この場合、破面が電解研磨により侵されていないという保障はないが、この場合にも破面から約 2μ の領域に転位密度の高いところが存在し、その外側は明確なセル組織が観察される。破面のごく近傍にのみ特別な組織が観察されるということは、Grosskreutz²⁾ や Klesnil³⁾ らによっても報告されており、疲労き裂伝ば現象の一般的な性質と考えられる。本実験に用いたような薄膜試料の場合にも同じような組織が観察されたことにより、このような実験手段は疲労き裂近傍に形成される組織の材料による相違を見いだす場合、あるいは他の変形様式で発生したき裂に対する疲労き裂の特徴を見いだす場合には有効であると考えられる。

*1 未発表, 上村正雄, 落合政信, 川辺秀昭, 山田朝治。

Fig. 13. Electron micrograph of fatigue crack of rolled Al-7% Mg specimen which propagates surface region of bulk specimen (specimen thickness is 200 μ).

4 結 論

疲労き裂伝ば挙動を明らかにするため, Al, Al-7% Mg 合金焼なまし材ならびに90%冷間圧延材薄膜の疲労試験を行ない, 加速電圧 2 000 KV の超高压電顕で, き裂先端近傍の転位組織観察を行なったところ, 次のような結果を得た.

(1) すべての試料のき裂近傍 1~2 μ の領域に微細な副結晶粒が観察された. そしてその外側は比較的大きな副結晶粒組織である.

(2) 同一金属の焼なまし材と冷間圧延材との間では, 微細な副結晶粒組織にはほとんど相違は認められず, 金属の種類による差の方が大きかった. Al に形成される平均副結晶粒径は Al-7%Mg 合金のそれより大きい.

(3) 外側の比較的大きな副結晶粒が観察される領域の疲労過程中的組織変化は焼なまし材では転位の増殖であり, 冷間圧延材では回復である. したがって, この領域が両者の疲労き裂伝ば挙動の差をひき起こしているものと考えられる.

(4) 薄膜を用いた実験は, 疲労き裂近傍に形成される転位組織の材料による相違を見いだす場合あるいは, 他の変形様式で発生したき裂に対する疲労き裂の特徴を見いだす場合に有効である.

最後に, 本研究の結果に対して有益な示唆をいただ

いた粟谷丈夫教授 (大阪大学産業科学研究所) ならびに, 実験を手伝っていただいた野津豪人氏 (現在小西六株式会社勤務) に感謝いたしますとともに, 超高压電顕の使用の便宜をはかってくださいました, 超高压電顕センター副センター長, 藤田広志教授をはじめ, 超高压電顕センターの皆様ならびに貴重な試料を提供してくださった, 住友軽金属工業株式会社に厚くお礼申し上げます.

(昭和49年7月20日 第11回材料強度に関するシンポジウムにて講演)

参 考 文 献

- 1) Ogura, T., and S. Karashima, Trans. JIM, **10**, 292 (1969).
- 2) Grosskreutz, J. C., and G. G. Show, Acta Met., **20**, 523 (1972).
- 3) Klesnil, M., and P. Lukáš, Phil. Mag., **17**, 1295 (1968).
- 4) Lukáš, P., M. Klesnil, and R. Fiedler, Phil. Mag., **18**, 1295 (1969).
- 5) Wilkins, M. A., and G. C. Smith, Acta Met., **18**, 1035 (1972).
- 6) Purcell, A. H., and J. Weertman, Met. Trans., **4**, 349 (1973).
- 7) 辛島誠一, 小倉次夫, 金属学会誌, **31**, 674 (1967).
- 8) Unwin, P. N. T., and M. A. Wilkins, J. Scient. Instrum., **2**, 736 (1969).
- 9) Forsyth, P. J. E., and R. N. Wilson, J. Inst. Metals, **92**, 82 (1963-64).
- 10) 作井誠太, 角間 孜, 森 勉, 金属学会誌, **29**, 665 (1965).
- 11) Yoshii, K., H. Kawabe, and T. Yamada, Proc. International Conf. on Mech. Behavior of Materials, **1**, 256 (1972).
- 12) Alic, J. A., and R. M. Asimow, Eng. Fract. Mech., **4**, 915 (1972).
- 13) Forsyth, P. J. E., "Fatigue in Aircraft Structure", 20 (1956) Academic Press
- 14) Taira, S., and K. Tanaka, Proc. International Conf. on Mech. Behavior of Materials, **2**, 48 (1972).
- 15) 平 修二, 田中啓介, 材料, **18**, 620 (1969).
- 16) McEvily, A. J., R. C. Boettner, and A. P. Bond, J. Inst. Metals, **93**, 481 (1964-65).