疲労き裂先端近傍の転位組織の直接観察（鉄）*

栗谷 丈 夫** 片 桐 一 宗** 白 石 哲 郎***

Direct Observations of Substructures Induced near Fatigue Crack Tips in Bulk Specimens of Iron

by

Jobu AWATANI, Kazumune KATAGIRI
and Tetsuro SHIRAISHI

(Institute of Scientific and Industrial Research, Osaka University, Suita)

In this paper, the method of jet-electropolishing is described, by which few-microns thick foil specimens containing a considerably sharp crack can be prepared from bulk fatigued-specimens of iron, and the substructures in the vicinity of the cracks observed through a 2 000 kV electron microscope are shown. They are; (1) a fine cell structure formed in the areas near the crack sides, and (2) dislocation tangles of extremely high density developed around the crack tips, where the cell structure is indistinguishable. In the present study, many cracks were observed crossing cells, but few propagated along cell-boundaries. Neither microcracks nor voids were observed ahead of the tips of the cracks inside bulk specimens.

The results obtained here suggest that, as a crack passes, the tangled dislocations ahead of the crack tip disappear or are rearranged to form the boundaries of cells, and, therefore, the propagation of fatigue cracks (Stage II) occurs in a work-hardened area, accompanied by plastic relaxation.

(Received June 11, 1975)

1 緒 言

疲労き裂の伝ば機構を明らかにするためには、き裂先端近傍に形成された転位組織の情報を知ることが重要な事柄の一つと考えられる。これまでにき裂先端近傍の組織観察には多くの努力が払われ、かなりの成果があげられた。しかし、それらは薄膜の疲労現象を取り扱ったものであり、バルク材についてのこの方面の研究はきわめて少なく、まだ充分な知見は得られていないようである。これは、通常内部組織の観察は電解研磨で作られた薄膜試料に対して行なわれているが、バルク材からき裂をそのまま保有した薄膜の作製は技術的にほとんど不可能とされていたためであろうと思われる。このたび筆者らの研究室においてジェット式電解研磨で、き裂の部分をそれほど侵さない研磨条件のあることがわかった。この方法で作製した薄膜は数ミクロンのかなり厚いものであったけれども、超高電圧

電子顕微鏡（2 000 kV）により、その内部組織を充分観察することができた。

本文は、これらジェット式電解研磨法の概略およびき裂先端近傍の組織観察の結果について述べたものである。

2 実 験

2・1 試験片

材料には Table I に示した化学成分の鉄を用いた。まず、12φの丸棒素材を冷間圧延により板状にし、それから Fig.1 に示すような形状の試験片を作った。これらは0.25および0.30 mmの厚さであったが、900℃、1 hrの真空焼なまし後の平均粒径は約60μであったので、この程度の厚さでも充分バルク材と見なし

Table I. Chemical composition of iron used (wt%).

Fe	C	Si	Mn	Cu	P	S
99.66	0.01	0.01	0.28	0.02	0.009	0.01

* 原稿受理 昭和50年6月11日

** 正 会 員 大阪大学産業科学研究所 吹田市山田上

*** 学生会員 大阪大学産業科学研究所 吹田市山田上

Fig. 1. Fatigue specimen.

うるものと思われた。試験片はすでに報告した自由振動型の平面曲げ疲労試験⁵⁾によって行ない、観察は主に切欠き底から 1.5~2.0 mm まで成長したき裂の先端近傍について行なった。この試験方法では、試験片に作用する公称応力の正確な算定は困難であるが、試料表面のき裂の長さから、き裂進展速度を知ることができる。試験片の振動振幅を一定に保ったとき、上記のき裂長さにおける進展速度は $0.010 \sim 0.015 \mu/\text{cycle}$ 程度であった。また、試験中、共振周波数を調節しなければ、き裂の進展とともに振幅は次第に低下し、き裂は進展しなくなる。このような停留き裂についても観察を行なった。

2・2 薄膜作製

通常の電解研磨法ではき裂近傍が優先的に研磨されるので、鋭いき裂を含む薄膜試料の作製は技術的にはほとんど不可能とされてきた。しかし、ジェット式電解研磨において研磨速度をある程度速くすると、き裂はそれほど侵されずに、試料は数ミクロン程度まで薄くなることがわかった。この現象の詳細なことは明らかでないが、研磨速度が速く、電解液がき裂内部深くへ侵入する余裕がないためでないかと思われる。このような条件での研磨量と時間の関係を Fig. 2 に示した。

実際に必要な薄膜の作製は次のような要領で行なった。上向きにしたジェット・ノズルを金属顕微鏡試料台の下に、その光軸と一致するように組み込む。試験

Fig. 2. The relation between removed amount and polishing time.

片の乗っている顕微鏡試料台を移動して目的とする場所（き裂の先端）を、研磨によってあけられる小孔の予想位置近くに置く。このような状態で試験片の裏面から適当な深さまで研磨したのち、試験片を裏返し、まえと反対面の研磨を行なう。後段の研磨においては絶えず顕微鏡観察を行ない、所定の位置に小孔があき、これが成長してその周辺がき裂の先端に近づいた瞬間をとらえて研磨操作を中止する。このような方法により試料表面より任意の深さの場所からき裂を含む薄膜を作ることができる。

研磨の良否を左右する種々の条件の中、電流密度の影響が最も大きいように思われたが、ここで使用した他の条件とともにその一例を Table II に示した。Fig. 3 はこの装置の説明図であり、Fig. 4 は試験片表面より 40 μ の場所から作製した薄膜試料の、き裂とその先端近傍にあげられた小孔を示している。

前述のように、これら薄膜試料の厚さは数ミクロン程度のものが多く、通常の 100 kV 電子顕微鏡では、その内部組織を観察することはできなかった。超

Table II. Conditions of electropolishing.

Electrolyte	Voltage (V)	Current density (A/cm ²)	Temperature (°C)	Distance bet. nozzle and specimen (mm)
20% perchloric acid 80% ethanol	70—80	4.5	20	1.5

Fig. 3. Schematic diagram of jet-electropolishing apparatus combined with microscope: A, tube of microscope; B, fatigue specimen; C, cross stage; D, nozzle of jet; E, inlet of electrolyte; F, funnel.

Fig. 4. The appearance of crack tip, the vicinity of which is perforated by jet-electropolishing.

高電圧電子顕微鏡 (公称電圧 3 000 kV, 測定電圧 2 000 kV) を使用した。

3 観察結果と考察

小寺沢は試験片表面から約30 μmまでの層における疲労き裂の挙動は、それより内部におけるものと著しく異なることを明らかにしている⁶⁾ので、以下の観察はそれよりも内部 (試料表面より40 μmにおける層) でのき裂について行なった。

Fig. 5 (a)および(b)はき裂側面に形成された転位組織の代表的なもので、明りょうなセル構造を示している。セル内部の見掛け上の転位密度は比較的低く、セルの寸法はき裂の側面からの距離とともに次第に大きくなっているように思われる。き裂の側面に形成される組織のこのような特長は、銅について観察した Klesnil と Lukas および Purcell と Weertman らのものとよく似ている。

これに対し、き裂先端近傍には Fig. 6 (a)および(b)に示すような転位組織が観察された。き裂先端からか

なり離れた領域では明りょうなセル構造になっているけれども、直接先端近傍には、きわめて密度の高いからみ合った転位林が形成され、セル構造はこれらの転位林によってマスクされたようにみえる。Fig. 6 では、からみ合った転位線は集まってバンド状にみえているが、これはコンターのところで転位線が最も強いコントラストを示すため⁹⁾であろうと思われる。しかし傾斜位置での試料観察から、このような高密度転位林がき裂先端近傍に様に分布していることが確認された。

Fig. 7 (a)は前述の停留き裂先端近傍の組織である。進行き裂と停留き裂とでは、それら先端近傍に形成される組織の特長に大きな差異は認められないが、停留き裂では高密度転位林の形成される領域は進行き裂の場合よりかなり狭いようである。この実験中、たまたま、結晶粒界において著しく進行方向を変えたき裂を観察した。このようなき裂は応力軸に対して直角ではなく、したがってき裂に作用する応力も小さくなっているものと思われる。もちろん、これは例外的のものであったが、そのき裂先端の組織が転位のからみ合いを始める初期段階を暗示し、興味あるものと思われたのでここに示した (Fig. 7 (b))。

疲労き裂はセル壁に沿って進展するという説があるが、この研究ではこのようなき裂はほとんど観察されなかった^{10,11)}。むしろ、セルを分割しながら進行しているものが多く観察された。Fig. 8 (a)および(b)はその例である。しかしながら、このような観察結果はき裂の通路と、その通過後に回復した内部組織 (Figs. 5 と 6 参照) との関係を示していることになるので、これからき裂伝ば機構についての十分な知見は得がたいように思われる。

また、本研究では、試料表面からほぼ30 μm以上内部でのき裂 (Stage II) の先端近傍に微小き裂やポイドは観察されなかった。試料表面近辺にこれらが観察されても、それは表面層に特有な現象であろうと思われた。

以上、これらの観察結果から次のことがわかる。(1) き裂の先端近傍は、高密度のからみ合った転位林のために、非常に強い加工硬化をうけている。そしてこの領域は一サイクル中のき裂の進展距離よりもかなり大きい。(2) き裂が通過するとき、これら転位林の消失または再配列によって、かなりの塑性緩和が起こっている (Figs. 5 および 7 参照)。この実験で観察したき裂はかなり低い進展速度での Stage II cracks であったが、さらに高い進展速度に達したき裂についても、その先端の組織に本質的な違いはないのではないかと考えている。この予想が正しければ、疲労き裂の進展は著しく加工硬化をうけた領域を、塑性緩和を伴いながら¹²⁾進行していく破壊現象であって、Laird と Smith の

Fig. 5. Dislocation structures in the vicinity of crack side.

Fig. 6. Dislocation structures formed ahead of the tip of propagating crack.

提案した, いわゆる Plastic Blunting Process が内部組織的な立場からも理解しうるように思われる.

4 結 論

以上, ある条件でのジェット式電解研磨法により, 疲労した鉄のバルク材から, き裂を含む薄膜試料の作製の可能であることを示し, この試料をもってき裂先端近傍の転位組織を 2 000 kV の超高電圧電子顕微鏡

で観察した. その結果, 次の事実が明らかになった.

- (1) き裂の側面に近い領域では微細なセル組織が形成され, それらセル内の見掛け上の転位密度はかなり低い. また, セルの寸法はき裂の側面からの距離に従って大きくなるようである.
- (2) き裂の先端近傍では非常に高い密度のからみ合った転位林が形成され, このためにセル組織は不明り

Fig. 7. Dislocation structures formed ahead of the tip of nonpropagating crack.

ようになっている。これら転位林により、その領域は著しく加工硬化されているものと思われる。

(3) き裂が通過すれば、き裂先端近傍に形成されていた転位林は消失するか、または、再配列によって明りょうなセル壁を形成する。したがって、き裂の通過には、かなりの塑性緩和を伴うものと思われる。

(4) 試験片の内部では、主き裂の先端にミクロ・クラックやボイドは観察されなかった。したがって、これらは鉄のバルク材の内部におけるき裂の伝ば機構に寄与していないものと思われる。

(5) セル壁に沿って進行せずに、むしろ、セルを分

割しながら進展しているようにみえるき裂が多く観察された。しかし、き裂の通過に当たり転位の再配列が起こるので、このような観察結果からき裂の進展機構について正しい知見は得られないように思われた。

終わりに当たり、大阪大学超高電圧電子顕微鏡の使用に際し、種々の便宜を与えられた同顕微鏡センター長藤田広志教授に厚くお礼を申し上げる。

(昭和50年4月2日 日本機械学会第52期通常総会講演会にて講演)

参 考 文 献

- 1) Murr, L. E., and P. J. Smith, Trans. Metal. Soc.

Fig. 8. The route of fatigue crack which shows propagating across cells.

- AIME, **233**, 755 (1965).
- 2) 辛島誠一, 及川 洪, 小倉次夫, 金属学会誌, **31**, 674 (1967).
 - 3) 上村正雄, 落合政信, 川辺秀昭, 山田朝治, 材料, **24**, 66 (1975).
 - 4) Grosskreutz, J. C., and G. G. Shaw, Acta Met., **20**, 523 (1972).
 - 5) 栗谷丈夫, 是枝淳夫, 機械学会論文集, **33**, 843 (1967).
 - 6) Koterazawa, R., 1971 Inter. Conf. Mech. Behavior of Materials (Kyoto), Vol. 2, p.209.
 - 7) Klesnil, M., and P. Lukas, Phil. Mag., **17**, 1195 (1968).
 - 8) Purcell, A.H., and J. Weertman, Met. Trans., **14**, 349 (1973).
 - 9) Thomas, G., "Transmission Electron Microscopy of Metals", p.234 (1964) John Wiley & Sons, Inc.
 - 10) Grosskreutz, J.C., and P. Waldow, Acta Met., **11**, 717 (1963).
 - 11) Avery, D.H., and W. A. Backofen, "Fracture of Solid", p.339 (1962) Interscience Publ.
 - 12) Laird, C., and G. C. Smith, Phil. Mag., **7**, 847 (1962).