アルミニウム多結晶材の疲労過程における 転位組織と疲労硬化の関係*

越 智 保 雄** 佐々木 茂美** 藤 木 誠***

Some Investigations of Fatigue-Induced Dislocation Structures and Fatigue Hardening Behaviors in Polycrystalline Pure Aluminum

by

Yasuo OCHI, Shigemi SASAKI

(University of Electro-Communications, Chofu)

and Makoto FUJIKI

(Graduate School, University of Electro-Communications, Chofu)

Push-pull and plane bending fatigue tests in the high cycle fatigue region were carried out on annealed polycrystalline pure aluminum. The relationship between fatigue-induced dislocation structures and macroscopic hardening (unidirectional and cyclic) was investigated in the whole process of fatigue before the initiation of macro-crack.

The stress amplitude σ_a and the plastic strain range $\Delta\epsilon_p$ tended to saturate at the early stage of fatigue in the both strain control- and stress control-tests. On the other hand, the Vickers hardness H_v , the dislocation bundle width B_w and the dislocation density ρ increased gradually until the initiation of macro-crack. Such behaviors of σ_a and $\Delta\epsilon_p$ can be explained from the dislocation shuttling model for the mobile dislocations, and the behaviors of H_v , B_w and ρ from the increase of the immobile dislocations. Furthermore, it is shown that the relationship between H_v and ρ is expressed as

$$H_v - H_{v0} = C_3(\rho - \rho_0)^h$$

where H_{v0} and ρ_0 are the values of H_v and ρ at the annealed state, respectively, and C_3 and h are the experimental constants.

(Received May 16, 1977)

キー・ワード：疲労硬化挙動，内部組織，可動・不動転位，転位往復モデル，微小かたさ

1 は し が き

金属材料の内部組織の変化を透過型電子顕微鏡（以下，電顕と略称する）によって観察して疲労過程を調べようとする試みがなされている。¹⁾それらによると，疲労をうけた金属材料の内部組織は転位束やセル組織の形成を特徴とすること，ならびにそれらの形成は応力（ひずみ）振幅の大きさや積層欠陥エネルギーの大きさなどに依存することが知られている。²⁾一方，疲労硬化挙動の検討も種々なされている。一般に疲労硬化過程は疲労初期の硬化率の大きい急速硬化段階(RH 型)と中後期の硬化率がほとんど零となり疲労硬化がほぼ飽和する飽和硬化段階(SH 部)とに大別されることが確められている。そして，それらを基礎にして疲労硬化と内部組織の関係を説明する試みも行われている

³⁾るが，依然として不明の点の多いのが現状である。たとえば，(1)疲労すべり帯が次第に増加する疲労の中後期段階においても，内部の転位組織および疲労硬化の飽和特性が存在し得るであろうか。(2)疲労過程における巨視的ならびに微視的な諸挙動の間の相互関係が不明である。

本報では，それらの未解決の問題を解明するために，焼なましした純アルミニウム平滑材を用いて，(a)同一材の同一疲労過程（巨視的裂発生までの全過程）で巨視的および微視的な諸挙動を観察する。(b)試験形式の違いとして，ひずみ制御および応力制御の場合の差異を調べる。

2 試験片および実験方法

用いた材料は99.99%純アルミニウムで，市販の圧延材（厚さ0.6および1.0mm）からFig.1に示した形状寸法の平滑試験片に機械加工した後，真空中620℃，6hrの完全焼なまし処理を施した。熱処理後

* 原稿受理 昭和52年5月16日

** 正 会 員 電気通信大学 調布市調布ヶ丘

*** 電気通信大学大学院 調布市調布ヶ丘

Table I. Heat treatment and mechanical properties of test material.

Material	Heat treatment	Average grain size (mm)	Yield point (0.2% flow stress) (kg/mm ²)	Tensile strength (kg/mm ²)	Elongation (%)
99.99% Al	620°C × 6 hr. Annealed	0.93	0.69	3.04	48.4

Fig. 1. Shape and dimension of specimens.

の機械的性質を Table I に示す。試験片は圧縮による座屈を避けるために、Fig. 1 に示すように 3 枚を重ね合わせてそれぞれの握み部を接着剤で貼付して 1 個の試験片の状態にしてから、疲労試験を行った。そのうちの外側の 1 枚をひずみおよびかたさ測定用に、反対側の 1 枚を電頭による組織観察用に用いた。

疲労試験は、応力振幅 σ_a 一定のクランク機構式引張圧縮疲労（繰返し速度 $f=1\,200$ cpm）およびひずみ振幅 ϵ_a 一定のシェンク式平面曲げ疲労試験機（ $f=3\,000$ cpm）の 2 種を用いて室温の空気中で行った。ひずみおよび応力は試験片の外側の Fig. 1 の位置に貼付した箔ひずみゲージおよび試験機の荷重計に貼付したひずみゲージによりそれぞれ測定した。すなわち、疲労過程の種々の応力繰返し数 n で試験機の回転を止め、手動回転に切り代えてひずみ計を介して応力-ひずみ履歴曲線を測定するとともにそれを X-Y レコーダ上に描かせることにより疲労過程の応力およびひずみの変化を測定した。かたさ測定にはビッカース式微小硬度計を用い、上記の応力-ひずみの測定と併せて荷重 $100\text{ gr} \times 20\text{ sec}$ で 20 点測定した後、かたさをそれらの平均値で表示した。

一方、応力-ひずみ履歴曲線およびかたさを測定したおのおのの繰返し数 n において電頭（日本電子製、JEM 200A, 200 kV）を用いて転位組織の観察を行った。まずはじめに、ひずみを与えないように十分に注

意して切削油で冷却しながら、精密切断機によって試験片の握み部を切り落した。つぎに、水酸化ナトリウム溶液（NaOH, 30 gr + H₂O, 100 cc, 60°C）による化学研磨によって 100~200 μ の厚さにまで試験片を薄くしてから、いわゆる Bollmann 法の電解研磨によって電頭観察用の薄膜試料を作製した。電解研磨液は過塩素酸（HClO₄），1：エチルアルコール（C₂H₅OH），9 で研磨条件は電圧 9~12 V，電流 0.2~0.4 A，液温 20°C，所要時間は 3~5 min であった。

3 応力-ひずみ履歴曲線およびかたさの変化

Fig. 2 (a) は引張圧縮の疲労過程で測定された履歴曲線のループ幅（塑性ひずみ幅） $\Delta\epsilon_p$ と σ_a の変化，Fig. 2 (b) は平面曲げの疲労過程で測定された $\Delta\epsilon_p$ ， σ_a および ϵ_a の変化の一例である。なお図には肉眼で感知できる程度の巨視き裂が試験片に発生したときの線

Fig. 2. Variations of stress amplitude σ_a , plastic strain range $\Delta\epsilon_p$ and strain amplitude ϵ_a during fatigue process.

返し数 N_c を縦線で示してある。図の(a)と(b)を比較すると、疲労硬化は試験形式が異っているために図の(a)においては（ σ_a = 一定のため） $\Delta\epsilon_p$ の減少として、図の(b)においては（ ϵ_a = 一定のため） σ_a の増加として測定されている。しかし、いずれの場合も前述の疲労硬化の飽和特性を示していて、 N_c よりもかなり早い時期に飽和している。

つぎに、試験片表面のかたさ H_V の測定結果の一例を Fig. 3 に示す。図の○印はかたさの平均値、実線で区分した範囲はかたさ測定値のばらつき範囲である。図より、 H_V は試験形式にかかわらずほぼ同一の硬化

Fig. 3. Variations of Vickers-hardness H_V during fatigue process.

傾向を示していることがわかる。前述の Fig. 2 の硬化傾向と比較すると, H_V で表示した場合, 硬化率は徐々に減少してはいるが, N_c に達するまで増加し続けていて飽和することはない。

以上, 巨視的に観測される機械的性質変化をみると, 応力-ひずみ履歴曲線から求められる $\Delta\epsilon_p$ または σ_a の変化のように疲労の初期段階でほぼ飽和する特性を有するものと, H_V 変化のように飽和しない特性を有するものとが同一材の同一疲労過程において存在していることがわかる。これらの関係を微視的な立場から検討するために, 次に材料内部の転位組織の観察を行った。

4 転位組織の観察結果

転位組織の観察には電子回折 (後述の Fig. 6, 8 参照) を併用して, 試料面が (100) あるいはそれに近い面になっているような結晶粒を観察し, その中代表的なものと思われる組織を撮影した。

Fig. 4 は供試材の焼なまし状態における電顕写真の一例である。焼なまし処理では完全に除去し得なかった表面から裏面に直線状に貫通した転位や, 急冷時に生ずるものと類似な転位ループなどがみられる。この

Fig. 4. Electron micrograph of annealed Al specimen.

状態の平均転位密度は $\rho = 1.5 \times 10^7/\text{cm}^2$ であった。引張圧縮疲労試験の疲労過程における転位組織の一例を示したのが Fig. 5~7 である。Fig. 5 は疲労過程の RH 部に相当する繰返し数 $n=50$ の場合であるが, 転位密度が急激に増加していることならびに, 転位のタングルや多数の転位ループが観察される。これらはひずみが割合に少ない場合の通常の一方向引張試験においてみられる組織と類似している⁷⁾。さらに RH 部後期になると, 増殖した転位群は束状に集合した領域 (dislocation bundle) と転位がほとんどない領域とに分離するようになる⁸⁾。その後は, 増殖した転位は転位束の部分に詰め込まれるので, 転位束間の距離は次第に減少するとともに転位束の幅は次第に増加することになる。そして $\Delta\epsilon_p$ が飽和する Fig. 2 (a) の SH になると Fig. 6 ($n=10^4$) のようにほぼ完全な亜結晶粒

Fig. 5. Electron micrograph of push-pull fatigue deformation structure after $n=50$ cycles at $\sigma_a = 0.96 \text{ kg/mm}^2$.

Fig. 6. Electron micrograph of push-pull fatigue deformation structure after $n=1 \times 10^4$ cycles at $\sigma_a = 0.96 \text{ kg/mm}^2$.

Fig. 7. Electron micrograph of push-pull fatigue deformation structure after $n=2 \times 10^5$ cycles at $\sigma_a=0.96 \text{ kg/mm}^2$.

Fig. 8. Electron micrograph of plane bending fatigue deformation structure after $n=4 \times 10^4$ at $\epsilon_a=9.64 \times 10^{-4}$.

の形成がみられるようになる。さらにこの段階で繰返し数が増すと、Fig. 7 ($n=2 \times 10^5$) のように壁の部分では微細なループの密集した組織 (loop patch) と、その部分と同程度の大きさで比較的転位の少ない部分に分かれるようになる。以上は引張圧縮疲労の場合であるが、平面曲げ疲労の場合もほぼ同一の変化をすることがわかった。たとえば、SH 部で繰返し数が増加し

たときには Fig. 8 ($n=4 \times 10^4$) に示すような loop patch 組織がみられるようになる。なお、それらの組織は積層欠陥エネルギーの割合に大きい Cu や Al などに対して割合に低い応力 (ひずみ) で疲労試験を施した場合にみられるものであって、高応力 (高ひずみ) および BCC 金属での疲労過程で一般に観察されているセル組織¹³²⁾は、本報の実験範囲内では観察されなかった。以上の結果から、応力・ひずみ履歴曲線から求まる疲労硬化がほぼ飽和している段階でも、転位組織は次第に変化していることがわかった。

さて、転位束の幅を B_w 、それらの間隔を B_s として、疲労過程における転位束の分布状態を Fig. 9 に示した。図の(a)は引張圧縮疲労、(b)は平面曲げ疲労の場合であって、それぞれの電顕写真から観察されたすべての転位束の大きさを整理のつごう上 0.4μ 間隔にまとめてヒストグラムで示したものである。両図において、 $n=5 \times 10^2$, $n=10^2$ は転位束形成が進行してい

Fig. 9. Distributions of bundle width B_w and bundle spacing B_s .

る状態または RH 部後期に相当しており、 $n=10^5$, $n=4 \times 10^4$ は転位束形成以後の SH 部が十分に進行した状態または疲労過程の後期に相当している。分布状態をみると、転位束形成進行段階においては B_w は小さくまだそのばらつきも小さい。他方、 B_s はその段階ではばらつきが大きくまた B_w に比較して大きさはより大きい。しかし、疲労過程の中後期段階では B_w が増加するとともにそのばらつきも大きくなる。一方、 B_s は減少するとともにそのばらつきはより小さくなる。Fig. 10 は疲労過程における B_w , B_s それぞれの平均値の変化を示したものである。図より B_s は RH 部後期から SH 部にかけて減少した後に約 2μ の大きさに次第に接近する傾向がある。これに反し、 B_w は n の増加とともに次第に増加している。すなわち、

Fig. 10. Variations of bundle width B_W and bundle spacing B_S during fatigue process.

B_S が次第に減少する過程では転位線の切り合いによる転位ループの微細化が進み、その結果として loop patch 組織になるとともに（後述の Fig. 11 からわかるように）ループ密度も次第に増加するといえよう。これらを別の立場からみると、転位束を生じた領域または B_W が増加し続けていることが、ビッカースかたさ H_V が次第に増加し続けることの一因となっていると思われる。

つぎに、転位密度 ρ の変化状況について述べる。Keh⁹⁾ らの表面交切法によって求めた ρ の測定結果を示したのが Fig. 11 である。なお等厚干渉じまの数などから試料の厚さを 0.8μ と算定して ρ の計算に用いた。 ρ の変化を Fig. 11 でみると、試験形式の相違には依存しないで、SH 部に達した後も飽和せずに

Fig. 11. Variations of dislocation density ρ during fatigue process.

(Fig. 3 の H_V と同様その増加率は減少するが) 次第に増加し続けて巨視き裂発生にいたっている。ただし、この場合、Fig. 11 (a)では $n=10^5$ 以後、(b)では $n=4 \times 10^4$ 以後は転位束内の転位密度があまりにも増加したので前述の Keh⁹⁾ らの方法では ρ の測定は不可能であった。以上の諸変化は、 σ_a および $\Delta \varepsilon_p$ の飽和後も B_W および転位束内の転位密度の増加（ループ密度の増加）が次第に進行するためであると思われる。

5 実験結果の検討

焼なまし材平滑試験片の疲労硬化の飽和特性を説明するための提案としては、Watt¹⁰⁾ らによる転位の往復モデル、Feltner¹¹⁾ らのプリズマティック転位ループのトンぼ返り運動および Piqueras¹²⁾ らの点欠陥の役割からの説明などがある。しかし、本報の疲労硬化の飽和特性すなわち、 σ_a —一定のときの $\Delta \varepsilon_p$ および ε_a —一定のときの σ_a の変化挙動は、前述の Watt¹⁰⁾ のモデルによってほぼ説明されるように思われる。たとえば、転位束と転位束の間（距離 B_S ）は極めて転位密度の低い領域なので、繰返しに伴って自由な転位（可動転位）が B_S 間を往復運動するというのがこの往復モデルの要点である。本報の場合、疲労過程が進行して SH 部となり、 B_S が次第に減少すると、増殖した転位のうちの可動転位の運動距離も次第に減少するので、 σ_a 一定の引張圧縮疲労においては $\Delta \varepsilon_p$ が次第に減少し、一方、 ε_a 一定の平面曲げ疲労においてはそのひずみを生じさせるに必要な応力 σ_a が次第に増加することになるといえよう。一般に塑性ひずみ ε_p は、可動転位密度を ρ_m 、転位の運動距離を s 、バーガスベクトルを b とすると

$$\varepsilon_p = b \cdot s \cdot \rho_m \quad (1)$$

の関係がある。本報の場合、 $\Delta \varepsilon_p$ は増殖した可動転位 ρ_m が B_S の間を往復運動する（例えば Fig. 7 を参照）ために生じたものであると仮定すると(1)式は(2)式に書き直すことができる。

$$\Delta \varepsilon_p = \alpha_1 \cdot b \cdot B_S \cdot \rho_m \quad (2)$$

ただし、 α_1 は実験定数である。一方、全転位密度を ρ_t とすると、 ρ_m は

$$\rho_m = f \cdot \rho_t \quad (3)$$

となる。 f は可動転位の割合を示す因子で、 ρ_t が小さいときには割合に大きいが、 ρ_t が大きくなるにつれて次第に小さくなると考えられる。すなわち、疲労の初期にあつては増殖した転位のほとんどが ρ_m になるし、また転位束も形成していないので B_S も充分大である。したがって(2)式の関係により $\Delta \varepsilon_p$ は大きく、 ε_a 一定の場合においてはそのひずみを生じさせるに必要な σ_a は小さい値をとる。疲労が進行してタングルおよび転位束が形成しはじめると、 ρ_t の増加に対して ρ_m の増加はにぶる（ f の値が小さくなる）。そのため ρ_m

の増加に比較して B_S の減少がより大となり、結果的には前述のように $\Delta\epsilon_p$ は減少して σ_a は増加することになる。さらに、疲労の進行に伴って、 $\Delta\epsilon_p$ および σ_a が飽和して SH 部となるのは、 B_S の減少率と ρ_m の増加率がほぼつり合った状態となるためではないだろうか。しかし飽和特性に関係すると考えられる ρ_m は上述からもわかるように全転位 ρ_t のほんの一部にすぎない。したがって、 σ_a および $\Delta\epsilon_p$ による硬化の飽和特性は繰返し疲労硬化挙動のほんの一部を示しているにすぎないことがわかる。

つぎに飽和特性が認められない H_V , B_W , B_S および ρ について検討する。疲労硬化が飽和しないという結果はたとえば Alden¹³⁾ の Al 単結晶, Coffin¹⁴⁾ の 2S Al 多結晶ですでに報告されている。したがってこの場合には後期段階を slow hardening stage と称するのが普通である。これらは応力またはひずみ繰返しに伴う動けない転位の増加、たとえば転位同志のもつれ、転位束壁や粒界での集積などに関係したものであるかと思われる。すなわち、飽和の始まる SH 部に達した後でも ρ_t は次第に増加するために増殖した転位は転位束の部分に詰め込まれて B_W が増加するとともに転位束内の転位の微細化およびループ密度の増加が生じる。さらに、このような転位束を生じている領域も次第にひろがるためにそれに伴って H_V も次第に増加するものと考えられる。

一般に方向引張変形の場合の変形応力 σ_f と平均転位密度 ρ との間には次式が成立している。⁹⁾¹⁵⁾

$$\sigma_f = \sigma_0 + \alpha_2 \cdot G \cdot b \cdot \sqrt{\rho} \quad (4)$$

ここで、 σ_0 は摩擦応力、 G は剛性率および α_2 は実験定数である。さらに、降伏点以上の σ_a で疲労させた α -鉄の σ_a と ρ の飽和値との間にもこれと同一式の成立することが Vingsbo¹⁶⁾ らによって報告されている。

つぎに飽和しない特性の相互関係を検討するために H_V 増加量と ρ 増加量を両対数目盛にプロットして Fig. 12 に示した。図より両者の間には次の実験式がほぼ成立することがわかる。

$$H_V - H_{V_0} = C(\rho - \rho_0)^h \quad (5)$$

ただし、 H_{V_0} , ρ_0 は焼なまし材の H_V , ρ の値で本報の場合、それぞれ $H_{V_0} = 17.0$, $\rho_0 = 1.5 \times 10^7 / \text{cm}^2$, また C , h は実験定数であるが、本実験の場合、試験形式やひずみ振幅にはよらないでほぼ一定値であって、 $C \approx 0.11 (\text{cm}^2)^{1/h}$, $h \approx 0.15$ であった。なお本報の特別の場合として(5)式の h を 0.5 とおくと、

$$H_V - H_{V_0} = C\sqrt{\rho - \rho_0} \quad (6)$$

となる。(6)式は従来からの $H_V \propto \sigma_f$ の関係を介せば(4)式と等価な形であることがわかる。(6)式の関係を確かめるために、本報の材料を用いて通常の方向引張試験を行って検討したところ、引張試験の場合には(6)式

Fig. 12. Relationship between increase in vickers-hardness and increase in dislocation density.

の関係 $H_V \propto \sqrt{\rho}$ がほぼ成立していることがわかった。したがって(5)式の関係は本報の疲労過程でのみ成立していることになる。

6 む す び

以上の検討結果を要約すると次のようになる。

- (1) 疲労硬化の変化挙動のなかには、同一材の同一疲労過程であっても、 σ_a および $\Delta\epsilon_p$ 変化のように繰返しの初期段階で飽和してほぼ一定値となるものと、 H_V , B_W および ρ の変化のように飽和しないで徐々に増加しながら巨視的裂発生にいたるものがある。
- (2) 前者の変化挙動は増殖した可動転位が転位束内を往復運動するという転位の往復モデルによってほぼ説明できる。後者の変化挙動は繰返し応力(ひずみ)によって増殖した動けない転位によって起る挙動であると推定される。
- (3) H_V と ρ との間には、本報の実験範囲内の疲労過程において

$$H_V - H_{V_0} = C(\rho - \rho_0)^h$$

の関係が成立している。ただし、 H_{V_0} , ρ_0 は疲労試験前の H_V , ρ の値、 C , h は実験定数である。

- (4) 以上から、応力-ひずみ履歴曲線の変化で表示した硬化がほぼ飽和している段階でも、材料内部の転位組織は次第に変化していることがわかった。また以上の結果はひずみ制御および応力制御の両試験形式の場合において成立する関係であることがわかった。

終りに有益なご討論をいただいた電気通信大学田中栄教授に感謝申し上げますとともに、実験に協力いただいた当時電気通信大学機械工科学科学生の大熊昭雄、中村美善、市原美幸、増田晃の諸君に感謝申し上げます。

参 考 文 献

- 1) たとえば, Wilson, R. N., and P. J. E. Forsyth, *J. Inst. Metals*, **87**, 336 (1959); Segall, R. L., P. G. Partridge, and P. B. Hirsch, *Phil. Mag.*, **6**, 1493 (1961); Feltner, C. E., *Phil. Mag.*, **8**, 2121 (1963); Grosskreutz, J. C., *J. Appl. Phys.*, **34**, 372 (1963); Klesnil, M., and P. Lukáš, *J. Iron and Steel Inst.*, **203**, 1043 (1965).
- 2) たとえば, Wadsworth, N. J., *Acta. Met.*, **11**, 663 (1963); Morrow, J., *ASTM STP*, **378**, 45 (1965); Feltner, C. E., and C. Laird, *Acta. Met.*, **15**, 1621 (1967); 佐々木茂美, 越智保雄, *日本材料強度学会誌*, **7**, 147 (1972).
- 3) たとえば, Grosskreutz, J. C., *Phys. Stat. Solids*, (b), **47**, 11 (1971); Wood, P. J., *Phil. Mag.*, **28**, 155 (1973); 幡中憲治, *材料*, **23**, 423 (1974).
- 4) 佐々木茂美, *日本材料強度学会誌*, **2**, 3 (1967).
- 5) たとえば, Basinski, S. J., Z. S. Basinski, and A. Howie, *Phil. Mag.*, **19**, 899 (1969); 小倉次夫, 辛島誠一, *日本金属学会会報*, **7**, 423 (1970).
- 6) Bollmann, W., *Phys. Rev.*, **103**, 1588 (1956).
- 7) Waldron, G. W. J., *Acta. Met.*, **13**, 897 (1965).
- 8) Hancock, J. R., and J. C. Grosskreutz, *Acta. Met.*, **17**, 77 (1969).
- 9) Keh, A. S., and S. Weissmann, "Electron Microscopy and Strength of crystals", p. 231 (1963) John Wiley, N. Y.
- 10) Watt, D. F., and P. K. Ham, *Nature*, **211**, 734 (1966).
- 11) Feltner, C. E., and C. Laird, *Acta. Met.*, **15**, 1621 (1967).
- 12) Piqueras, J., J. C. Grosskreutz, and W. Frank, *Phys. Stat. Solids*, (A), **11**, 567 (1972).
- 13) Alden, T. H., and W. A. Backofen, *Acta. Met.*, **9**, 352 (1961).
- 14) Coffin, L. F. Jr., and J. F. Tavernelli, *Trans. of Met. Soc. of AIME*, **215**, 794 (1959).
- 15) Bailey, J. E., and P. B. Hirsch, *Phil. Mag.*, **5**, 485 (1960).
- 16) Vingsbo, O., and Y. Bergström, *Phil. Mag.*, **20**, 1271 (1969).
- 17) Tabor, D., "Hardness of Metals", p. 101 (1951) Oxford