3 % シリコン鉄における微視組織的微小疲労き裂の 成長挙動の結晶学的検討†

戸 梶 恵 郎* 小 川 武 史* 岡 本 龍 三**

A Crystallographic Study on the Growth Behaviour of Microstructurally Small Fatigue Cracks in 3% Silicon Iron

by

Keiro TOKAJI*, Takeshi OGAWA* and Ryuzo OKAMOTO**

A crystallographic study has been performed on the growth behaviour of microstructurally small fatigue cracks using coarse grained materials of 3%Si iron. The orientation of grains around cracks was determined by analyzing etch pits developed on the specimen surface, and the correlations between the crack path or crack growth rate and the crystallographic parameters such as slip plane and slip direction were examined. Macroscopic growth direction of transgranular cracks tends to be consistent with the primary or secondary slip directions, or the resultant direction of both. Furthermore, the angle between the crack growth direction and the intersection of primary slip plane and specimen surface in adjacent grain exerts a significant influence on the growth behaviour. As the angle is larger than approximately 40° , cracks can not grow, or can grow with a marked deflection, into the adjacent grain. With increasing the angle, cracks show deep decrease in crack growth rate and/or temporary arrest at the grain boundary.

Key words : Fatigue, 3%Si iron, Microstructurally small crack, Crack path, Crack growth rate, Slip direction, Slip plane

1 緒 言

著者らは、これまでに種々の材料について微小き裂、とりわけその成長挙動が材料組織の影響を顕著に受ける微視組織的微小き裂に注目して詳細な観察を行ってきた^{1)~6)}。フラクトグラフやエッチピットを用いた観察から、微視組織的微小き裂は第Ⅰ段階き裂に対応しており、結晶学的な成長を示すことが明らかになった。したがって、その結果として、結晶粒界において成長速度の低下や成長経路の屈曲を生ずるものと思われる。しかし、そのような挙動は、き裂を含む結晶粒と隣接する結晶粒との方位関係がいかなる条件のときに出現するのか、すなわち結晶方位などの結晶学的因子との関係については明らかではない。

ところで、き裂の発生や成長挙動に対する結晶学的検討として、これまでに田中らの純鉄を用いた一連の研究^{7)~9)}や、城野らによる3%シリコン鉄を用いた研究^{10), 11)}などがある。しかし、前者の研究においては極めて詳細な結晶学的検討が行われているが、発生に主眼が置かれていること、また後者の研究も走査型電子顕微鏡内における詳細な観察に基づいているが、初期欠陥からのき裂成長に対するものであるため、著者らの対

象とする平滑材に発生、成長する微視組織的微小き裂に関する結晶学的特徴は明らかにされていないのが実状である。

本研究の目的は、微視組織的微小き裂の成長経路や成長速度に及ぼす結晶学的因子の影響を実験的に明らかにすることにある。そこで、本研究では3%シリコン鉄を用いて疲労試験を行い、初期微小き裂成長挙動の観察に加え、き裂周辺の結晶粒の方位をエッチピット法によって決定し、成長挙動とすべり面およびすべり方向との関係について検討した。

2 実験方法

2・1 材料および試験片

供試材料は板厚4mmの3%シリコン鉄であり、その化学成分(wt.%)は、C:0.0017, Si:2.85, Mn:0.17, P:0.015, S:0.002, Al:0.403, N:0.0015, Ti:0.004である。微視組織的微小き裂の観察に際して、微細な組織では種々の観察が容易でないため、熱処理によって組織を粗大化し、結晶粒径に対してき裂長さを小さくした。Table Iに熱処理条件を示す。得られた平均結晶粒径は、それぞれ60 μm (以後F材)、300 μm (C材)および1150 μm (UC材)

† 原稿受理 平成3年1月7日 Received Jan. 7, 1991

* 正 会 員 岐阜大学工学部 岐阜市柳戸, Faculty of Engineering, Gifu University, Yanagido, Gifu

** 愛知製鋼(株) 東海市荒尾町ワノ割, Aichi Steel Works, Ltd., Wanowari, Arao-cho, Tokai.

Table I. Heat treatment of material.

Material	Heat treatment	Grain size d (μm)
F	875°C · 60 min., FC	60
C	850°C · 60 min., FC 1100°C · 120 min., FC	300
UC	875°C · 60 min., FC 1140°C · 180 min., FC×2 times	1150

FC: Furnace cooling.

Table II. Mechanical properties.

Material	0.2% proof stress $\sigma_{0.2}$ MPa	Tensile strength σ_b MPa	Breaking strength on final area σ_r MPa	Elongation ϕ %	Reduction of area ϕ %
F	361	502	872	32	57
C	339	476	707	24	42
UC	347	463	789	21	47

Fig. 1. Specimen configuration.

である。なお、成長挙動およびその結晶学的検討には、C材およびUC材を用いた。Table IIに、これらの材料の機械的性質を示す。

上述の熱処理に続いて、Fig. 1に示す試験片形状寸法に機械加工した。試験片中央に鈍い曲率 ($K_t=1.03$) を設けることによって、き裂発生箇所を試験

Table III. Etchant and etching conditions.

	Reagent		Time
Etchant A	HCl (35%)	0.1 ml	40 sec
	H ₂ O ₂ (35%)	5 ml	
	H ₂ O	100 ml	
Etchant B	Saturated aqueous solution of FeCl ₃ · 6H ₂ O		30 sec
	H ₂ O	40 ml	
	H ₂ O	20 ml	
	C ₂ H ₅ OH (99.5%)	40 ml	

片の中央部近傍に限定した。試験片の中央部表面をエメリー紙で1000番まで研磨したのち、電解研磨を施し、さらに750°C · 0.5 hの真空焼なましを行い、実験に供した。

2.2 実験方法

用いた試験機は容量14.7 kNの電気油圧式サーボ疲労試験機であり、室温大気中、繰返し速度10 Hz、応力比 $R=-1$ の条件で実験を行った。微小き裂成長挙動の観察はレプリカ法によった。疲労試験は、き裂成長速度がき裂長さに伴って単調に増加する時点で中断し、試験片を後述する結晶方位の決定に供した。なお、き裂長さは光学顕微鏡により測定した。

結晶方位の決定は、田岡らの提案した方位性エッチピットを試験片表面に顕出させる方法によった。Table IIIに腐食液および腐食条件を示す。これにより、Fig. 2(a)に模式的に示すように、(100)面と(100)面から成るエッチピットが試験片表面に出現する。Fig. 2(b)に実際に観察されたエッチピットの例を示す。このようなエッチピットの3稜線の角度関係を実測し、田中らの方法を参考に、ステレオ投影の手法により結晶方位を決定した。なお、解析は $\{110\} \langle 111 \rangle$ のすべり系、すなわち12組のすべり系について行った。

Fig. 2. Schematic illustration of etch pit and an example of an etch pit observed on specimen surface.

3 実験結果および考察

3・1 疲労強度

Fig. 3 に S-N 曲線を示す. 疲労強度は F 材で最も高く, 次いで C 材, UC 材の順であり, 結晶粒径の増加に伴って低下する. なお, 疲労限度 σ_w はそれぞれ 240, 210 および 160 MPa である.

本研究で観察されたき裂の総数は 14 本で, エッチピットによって結晶方位が決定された結晶粒数は 67 個, その中で粒内をき裂が成長したものは 31 個である. 以下では代表例を用いて, 成長挙動と結晶学的因子との関係について述べる. なお, () 内の数字は全観察例中において, その文章で記述された事象が生じた割合を示している.

3・2 き裂成長経路と結晶学的因子の関係

3・2・1 き裂成長方向とすべり面 Fig. 4 に C 材, $\sigma=270$ MPa の微小き裂成長挙動を示す. 図には, き裂成長経路を, 表面のき裂成長速度 dc/dN と表面き裂長さ c の関係とともに示してある. ここで, き裂長さは荷重軸に対して垂直な方向への投影長さであり, 図中の黒丸は結晶粒界における成長速度を表している. また, 矢印の大きさと数字は, その結晶粒のすべり方向のシュミット因子であり, 向きはすべり方向を試験片表面に投影したものである. なお, 前述したように 12 組のすべり系があるが, 田中⁸⁾はシュミット因子の大きさが 0.38 以下では, すべり線が観察されないことを指摘しているので, 本研究においては, シュミット因子が 0.3 以下のものはき裂成長挙動への関与は小さいものとして省略した. さらに, 各結晶粒における破線および一点鎖線は, 主すべり面および二次すべり面と試験片表面との交線 (以後, 単にそれぞれ主すべり面および二次すべり面の交線) を示している.

Fig. 4 において, 結晶粒 B, C 間の粒界に発生したき裂の一端は, 結晶粒 A に向かって成長するが, 結晶粒 A に伝ばすることなく, 分岐によって粒界の途中で結晶粒 C に成長している. また, 他の先端は結晶粒 B, C, D の三重点において停留した後, 大きく屈

Fig. 3. S-N diagram.

Fig. 4. Small fatigue crack growth behaviour at $\sigma=270$ MPa in material C.

曲して結晶粒 B, D 間の粒界を成長している. この点に関して, 結晶粒 A および D における主すべり面の交線とき裂成長方向の関係に注目すると, 両者の角度は鋭角側でそれぞれ 83° と 82° である. この例は, き裂成長方向と前方に位置する結晶粒における主すべり面の交線との間の角度が大きい場合には, 成長方向に存在する結晶粒内へき裂が伝ばしないことを示すものであるが, 粒内へ伝ばする場合でも屈曲を示す. その例を Fig. 5 に示す. 図において, 結晶粒 C, D, E の三重点で発生したき裂は, 結晶粒 E に伝ばするが, その際大きく屈曲している. また, 結晶粒 C, D 間の粒界を成長したき裂が, 結晶粒 B に伝ばする際には成長方向を全く変えない. この場合, 結晶粒 E では主すべり面の交線が成長方向に対して大きな角度を有しているが, 結晶粒 B では両者の方向はほぼ一致している. 以上のような成長方向と主すべり面の交線との関係については, 他にもいくつかの観察例があるが, それらも含めて次のことが言える. き裂成長方向とその前方に位置する結晶粒の主すべり面の交線との間の角度が約 40° を越える場合には, その結晶粒に伝ばすることを避ける (8/21) か, あるいは伝ばするとしても屈曲を示す (11/21).

つぎに, 結晶粒内をき裂が成長する場合, 二例を除いて, “巨視的な” 成長方向と主すべり面または二次

Fig. 5. Small fatigue crack growth behaviour at $\sigma=300$ MPa in material C.

すべり面の交線との方向とは一致しない (29/31)。しかし、後述するように、粒内では小さな屈曲を繰り返して成長する場合が多く (22/31)、そのような場合、き裂の“微視的な”き裂成長方向は、主すべり面または二次すべり面の交線のいずれかの方向と一致する場合 (13/22) も観察されている。

3・2・2 き裂成長方向とすべり方向 UC 材, σ

Fig. 6. Small fatigue crack growth behaviour at $\sigma=220$ MPa in material UC.

Fig. 7. Small fatigue crack growth behaviour at $\sigma=280$ MPa in material C.

$\sigma=220$ MPa および C 材, $\sigma=280$ MPa における同様の結果を Fig. 6 および Fig. 7 に示す。Fig. 6 において、粒界より結晶粒 A 内へ伝ばするき裂の成長方向は、結晶粒 A の二次すべり方向とほぼ一致している。このようなき裂成長方向と主すべり方向または二次すべり方向との一致は、全観察例のほぼ 1/3 に認められた (9/31) が、残りは Fig. 7 の結晶粒 C を伝ばするき裂のように、その成長方向は主すべり方向および二次すべり方向のいずれとも一致しなかった (20/31)。しかし、Fig. 6 の結晶粒 C および Fig. 7 の結晶粒 F においてみられるように、微視組織の影響を受ける微小き裂は、一つの結晶粒内においても小さな屈曲を繰り返して成長することがある。その場合、屈曲方向 (“微視的な”き裂成長方向) は前述したように、主すべり面または二次すべり面の交線方向となるか、図にみられるように、ほぼ主すべり方向と二次すべり方向に交互に方向を変えながら成長する (16/22) かのいずれかである。

いま、微視的にはき裂が主すべり方向と二次すべり方向に交互に成長方向を変えながら伝ばすることが支配的であるとすると、Fig. 8 に示すように、“巨視的な”成長方向は主すべり方向と二次すべり方向の合成方向によって表すことができると考えられる。すなわち、き裂はシュミット因子の大きなすべり方向に引っ張られるように、二次すべり方向との間で階段状に成長するであろう。ここで、荷重軸に垂直な方向と巨視的き裂成長方向のなす角度を θ_0 、また合成すべり方向のなす角度を θ_1 として、両者の関係を整理した結果を Table IV に示す。表より、主すべり方向または

Fig. 8. Definition of macroscopic crack growth direction and resultant direction of primary and secondary slip directions.

Table IV. Comparison of macroscopic crack growth direction with resultant direction of primary and secondary slip directions.

No.	θ_0	θ_1	$ \theta_0 - \theta_1 $	No.	θ_0	θ_1	$ \theta_0 - \theta_1 $
1	-11	-18	7	11	0	6	6
2	-30	-22	8	12	-21	11	32
3	-2	-11	9	13	-27	-29	2
4	-15	-20	5	14	-15	3	18
5	30	-32	62	15	-34	15	19
6	2	9	7	16	-42	-34	8
7	24	15	9	17	4	-3	7
8	-39	-43	4	18	9	-14	23
9	40	19	21	19	-8	-53	45
10	7	57	50	20	1	4	3

二次すべり方向のみでは、き裂の巨視的成長方向を表すことができなかった場合について、 $|\theta_0 - \theta_1|$ は多くの場合 10° 以下となり、二つのすべり方向の合成によって巨視的成長方向を説明することができる (12/20)。城野らも成長速度の低い領域において、き裂が一つの作動すべり方向に比較的長い間進展したのち屈曲するが、短期間の間にすべり方向に近い方向に戻り再び長い期間進展を続ける。すなわちき裂経路としてはピッチの長い階段状になることを観察している。上述の方法によって成長方向を特徴づけることは、この結果をも合理的に説明するものと思われる。しかしながら、表から明らかなように依然として例外的な成長方向を示すものがある (8/20)。これは上述の二つのすべり方向以外の関与によるものと思われる。

以上述べてきたように、き裂が粒内または粒界を成長して隣接する結晶粒に成長する場合、成長方向に位置する結晶粒のすべり面の交線と成長方向のなす角度が大きければ、き裂はその結晶粒を避けるか、または屈曲して成長する。また、粒内を成長するときの“巨視的”なき裂成長方向は、すべり方向の表面への投影

方向となるか、または作動しやすい複数のすべり方向の合成となる場合が多い。初期の微小き裂は第I段階き裂であり、結晶学的に成長する。すなわちすべり面をすべり方向に成長するから、その場合、試験片表面で観察される成長方向はすべり面の交線方向と一致しなければならない。しかし、そのような場合は極めて少なかった。こうした不一致の理由として、以下のことが考えられる。

- (i) 解析したすべり系以外のすべり系の作動
- (ii) すべり以外の進展機構の介在

本研究では、実験方法で述べたように $\{110\} \langle 111 \rangle$ すべり系について解析しているが、b. c. c. 金属では $\{112\} \langle 111 \rangle$ すべり系も存在し、田中ら⁷⁾はこのすべり系に沿ってき裂が進展することを確認している。また、破面観察は行っていないので不明であるが、すべり以外の進展機構、例えばへき開が生じているとすれば、へき開面との関係が問題となる。これらの点については、さらに検討が必要である。

3・3 き裂成長速度と結晶学的因子の関係

まず、一般的傾向として、き裂成長速度は結晶粒界や三重点において、低下または一時的な停留を生じる傾向があった (21/31)。

Fig. 9 に UC 材、 $\sigma = 220$ MPa の結果を示す。結晶粒 B において、き裂はしばしば方向を変えて屈曲しながら粒内を成長している。このような屈曲が生じる領域においては、図から明らかなようにき裂成長速度も、それに伴って変動する (17/19)。変動の程度は、屈曲の大小に依存すると考えられるが、前掲の Fig. 5 の結晶粒 E 内の大きな屈曲と Fig. 6 の結晶粒 C 内の屈曲、分岐の比較からもわかるように、むしろ小さく、かつ頻度高く屈曲する方が成長速度の変動が大きいよ

Fig. 9. Small fatigue crack growth behaviour at $\sigma = 220$ MPa in material UC.

うである。

粒内において、き裂の一時的な停留が、数例観察された(3/4)。そこで、Fig. 9 の結晶粒 E に注目すると、停留は結晶粒界に達する前に生じており、粒界までの距離はおよそ 120 μm であった。北條らは、表面においてき裂の進展方向に生じる最大塑性域 ζ_F を最大応力拡大係数 $K_{\max}$ の関数として次式で表し、上述のような結果は塑性域が結晶粒界で阻止されることに起因していることを指摘している。

$$\zeta_F = 0.18(K_{\max}/\sigma_{\text{fr}})^2 \quad (1)$$

ここで、摩擦応力 σ_{fr} として $\sigma_{0.2} = 347 \text{ MPa}$ を用いると $\zeta_F = 113 \mu\text{m}$ ($K_{\max} = 8.7 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$) が得られる。すなわち、停留したき裂の先端から粒界までの距離とほぼ一致する。他の例についても検討した結果、粒内において停留または成長速度の低下が生じたき裂の先端から前方の粒界までの距離は、最大塑性域とほぼ対応していた。以上のことから、結晶粒界による成長速度の低下の一因は、塑性域が粒界によって阻止されることに起因していることが確認され、このことは Tanaka らのすべり帯阻止モデルを支持するものである。しかし、この場合、前方の結晶粒との方位関係が重要であり、例えば Fig. 7 の結晶粒 F を成長するき裂にみられるように、前方に位置する結晶粒の方位がすべりを拘束しなければ(「巨視的」なき裂成長方向と結晶粒 G における主すべり面の交線との方向が一致)、このような停留または速度の低下は生じない。

つぎに、成長速度と主すべり面の交線との関係について考察する。前掲の Fig. 4 において、結晶粒 B、C 間の粒界で発生したき裂は、最初結晶粒 A に向かって成長するが、三重点に達する前に停留する。もし、このき裂が粒界を通して A に伝ばしたとすると、その際の成長方向と主すべり面の交線との間の角度は、前述したように 83° とほぼ直角に近い。表面で粒界をき裂が伝ばする場合でも、内部では粒内を進展するこ

とが多い⁸⁾ので、この場合がそれに該当するとすれば、すべりは前方の結晶粒の主すべり面によって拘束されていることになる。このようなき裂成長方向と主すべり面の交線との関係が Table V に示されている。Table V における角度は、き裂が前方の結晶粒に伝ばする方向と主すべり面の交線がなす角度であり、1 オーダー以上の成長速度の低下を、「成長速度の低下」としている。また、表中の(a)および(b)はそれぞれ粒界から粒内、粒内から粒内への成長を表している。表より、成長方向と交線との間の角度が約 40° 以下の場合は、成長速度の低下が認められず(7/8)、その角度が 40° 以上で、かつ 90° に近づくほど、成長速度の低下が顕著となり、一時的な停留が起こりやすくなる(12/13)傾向が明らかである。

Fig. 5 において、結晶粒 C、D、E の三重点付近で発生したき裂は結晶粒 C、D 間の粒界を成長して結晶粒 B に進展する。この際き裂成長速度は全く低下していない。これと同様な結果が、Fig. 9 において結晶粒 B および A にき裂が進展する際にも観察された。これらの場合には、前方の結晶粒のすべり方向にき裂が成長する場合は、結晶粒界で成長速度が低下しないことを示しているが、このような例は少なかった。したがって、成長速度とすべり方向との間には明確な相関はないようである。

以上述べてきたように、き裂成長速度に関しても、き裂成長方向と前方の結晶粒における主すべり面の交線との角度が重要であり、これが大きいとき裂先端のすべりがその結晶粒によって止められることになり、これが正しく微小き裂成長に対する結晶粒界の阻止効果となっていると思われる。

最後に、本研究では観察の便宜のために、結晶粒を粗大化した。これによって、得られた結果が実用材料の挙動と異なる恐れは否定できない。しかし、き裂成長方向とき裂成長速度のいずれに対しても、両方の結晶粒のすべり面の交線が結晶学的因子として重要な役割を演じるという点では一貫しており、また合理的な結果であると考えられる。

4 結 論

本研究では、初期の微小き裂成長挙動を結晶粒を粗大化させ、き裂を相対的に小さくした 3% シリコン鉄を用いて結晶学的に詳細に観察した。得られた結果をまとめると次のようである。

(1) き裂成長方向と、成長方向に存在する結晶粒の主すべり面と試験片表面との交線のなす角度が約 40° 以上の場合、き裂はその結晶粒を避けるか、屈曲して成長する。

(2) 結晶単位の巨視的き裂成長方向は、シュミット因子の大きいすべり方向、または主すべりと二次すべ

Table V. Effect of angle between crack growth direction and intersection of slip plane and specimen surface on crack growth rate.

Temporary arrest		Decrease of growth rate		Growth	
No.	Angle ($^\circ$)	No.	Angle ($^\circ$)	No.	Angle ($^\circ$)
1	74 (a)	8	75 (a)	14	8 (a)
2	48 (a)	9	64 (b)	15	35 (a)
3	61 (a)	10	35 (a)	16	24 (a)
4	69 (a)	11	77 (b)	17	24 (a)
5	71 (a)	12	85 (b)	18	27 (b)
6	80 (a)	13	55 (a)	19	5 (a)
7	83 (a)			20	33 (a)
				21	42 (a)

(a): growth from grain boundary to the inside of a grain.

(b): growth from the inside of a grain to that of other grain.

り方向の合成方向となる傾向がある。

(3) 結晶粒内の屈曲方向は、主すべり面と表面との交線方向か、またはすべり方向となる。

(4) 結晶粒界または三重点で、き裂は成長速度を減ずるか、または一時的に停留する。結晶粒界で成長速度が低下する場合、き裂先端の塑性域が粒界によって阻止される状態となっている。

(5) (4)のき裂成長の阻止効果は、き裂成長方向と、成長方向に存在する結晶粒の主すべり面と表面の交線のなす角度が、直角に近づく程顕著となる。

最後に、本研究で用いた材料は新日本製鉄(株)八幡製鉄所よりご提供いただいたものである。記して謝意を表す。また、本研究の一部を卒業研究として協力していただいた当時本学学生辻尾 聡、杉山浩之の両君に感謝する。

(平成2年11月15日 第20回疲労シンポジウムにて講演)

参 考 文 献

- 1) 戸梶恵郎, 小川武史, 原田行雄, 安藤善司, 材料, **34**, 1160 (1985).
- 2) 戸梶恵郎, 小川武史, 原田行雄, 材料, **35**, 394 (1986).
- 3) 戸梶恵郎, 小川武史, 大迫修二, 日本機械学会論文集, A-**54**, 884 (1988).
- 4) 戸梶恵郎, 小川武史, 亀山宜克, 材料, **38**, 1019 (1989).
- 5) 戸梶恵郎, 小川武史, 亀山宜克, 加藤容三, 日本機械学会論文集, A-**56**, 543 (1990).
- 6) 戸梶恵郎, 小川武史, 加藤容三, 日本機械学会論文集, A-**56**, 752 (1990).
- 7) 田中道七, 小杉雅彦, 材料, **32**, 1031 (1983).
- 8) 田中道七, 小杉雅彦, 材料, **33**, 659 (1984).
- 9) 田中道七, 村井 豊, 材料, **36**, 355 (1987).
- 10) 城野政弘, 宋 智浩, 後藤邦夫, 日本機械学会論文集, A-**51**, 1453 (1985).
- 11) 城野政弘, 菅田 淳, 山田真治, 材料, **37**, 1204 (1988).
- 12) 田岡忠美, 小笠和男, 古林英一, 竹内 伸, 日本金属学会誌, **30**, 820 (1966).
- 13) 北條正樹, 田中啓介, 中井善一, 材料, **32**, 769 (1983).
- 14) K. Tanaka, Y. Nakai and R. Kawashima, Engng Fract. Mech., **18**, 1011 (1983).