EBSD (電子線後方散乱回折) 法を用いた 鉄膜材における疲労き裂周辺の結晶方位計測†

清水 憲一* 鳥居 太始之* 越智 宏臣**

Measurement of Crystal Orientation around the Fatigue Crack in Iron Films Using EBSD Method

by

Kenichi SHIMIZU*, Tashiyuki TORII* and Hirotaka OCHI**

Using a fatigue testing method by which fatigue cracks can be initiated and propagated in a film adhered to cover an circular through-hole in a base plate subjected to pull-pull cyclic loads, annealed rolled commercially-pure iron films of 100 μ m thickness were fatigued under constant stress amplitudes with a stress ratio of $R = 0$. In order to discuss correlation between fatigue crack propagation and change of crystal orientation, crystal orientation on the surface of the film materials was measured before and after fatigue testing. The crystallographic information of these films was analyzed using the Electron Back-scatter Diffraction (EBSD) system. As a result, the fatigue crack propagated not only along the boundary of crystal grains but also in a crystal grain and it was found that the scatter of crystal orientation around the fatigue crack on the films became larger after the crack initiation and propagation than before fatigue testing.

Key words : Fatigue, Crack, Iron film, Crystal orientation, EBSD method

1 緒 言

近年、工業製品、特に電子部品において、技術の進歩や低コスト化の面から小型化、軽量化が進められている。それに伴い、これらの部品や材料も膜状態で使用されることが数多くみられる。¹⁾例えば、マイクロマシン、IC パッケージ部品、プリント回路基盤やコーティング強化材などの使用例がある。ところが、膜材は厚さに対する結晶粒数が少ないために、個々の結晶粒の変形が生じやすことが考えられ、膜表面に生じたすべりなどの疲労損傷がその疲労破壊特性に及ぼす影響も、バルク材に比べて増加することが予想される。同様に、結晶方位や結晶粒界などのマイクロ組織の影響も増大することが考えられる。このため同一材料であっても、膜材はバルク材とは異なった性質を示す可能性がある。特に疲労破壊は機能の損失や性能の低下に直接関係するため、膜材の疲労試験を行い、その疲労破壊特性を知ることが製品の安全性や信頼性を高める上で重要である。また、その際結晶方位や結晶粒界などのマイクロ組織が、疲労き裂の発生や伝ばに及ぼす影響を明らかにするとともに、疲労に伴うマイクロ組織の変化について検討する必要がある。

著者らは、チャック可能な板状のバルク材に貫通穴を開けたものを試験片母材として用い、この貫通穴を覆うように膜材を接着して、母材に繰返し応力を負荷する疲労試験法を提案し、鉄膜材や銅膜材の疲労特性に関して報告を行っている。^{2)~6)}本研究では、膜厚 $t_f = 100\mu\text{m}$ の冷間圧延された工業用純鉄を焼なました鉄膜材を作製し、一

定応力振幅、一軸負荷応力の下で疲労試験を行った。そして、電子線後方散乱回折(EBSD: Electron Back-Scatter Diffraction) 法⁷⁾を用いて疲労き裂周辺の結晶方位解析を行い、結晶方位や結晶粒界などのマイクロ組織について検討した。また、疲労試験前後の同一箇所における結晶方位の変化や、き裂先端近傍の局所的領域における結晶配向性の変化について検討した。さらには、疲労限以下の繰返し応力負荷後の結晶方位測定を行うことにより、き裂発生以前の結晶方位の変化についても検討した。

2 実験 方 法

2・1 試験片

膜材として、膜厚 $t_f = 100\mu\text{m}$ の冷間圧延された工業用純鉄、膜材を接着する試験片母材には中炭素鋼 (S45C) を用いた。Table I にこれらの化学成分を示す。膜材は長手方向が圧延方向となるように Fig. 1 の寸法に切り出した後、エメリーペーパーとアルミナ粉を使用して鏡面研磨し、き裂発生場所を限定するために膜中央部に直径 0.5mm の切欠き穴をドリルで開け、切欠き穴を再度アルミナで研磨した。その後、1173K-1.5h 保持真空焼なましを行った。このとき、マイクロビッカース硬度計 (松沢精機製, DMH-1) を用いて測定した膜材の硬度は約 $H_v = 110$ であった。母材は厚さ $t_b = 5.3\text{mm}$ の板材から Fig. 1 に示した外形寸法に切り出した後、1123K-1h 保持真空焼なましを行い、中央に直径 10mm の貫通穴をあけ、機械加工の影響を取り除くために再び 873K-1h 保持真空焼なましを行った。以上の方法で作製した母材と膜材を、母

† 原稿受理 平成 16 年 1 月 21 日 Received Jan. 21, 2004

* 正 会 員 岡山大学大学院自然科学研究科 〒700-8530 岡山市津島中, Dept. of Mech. Eng., Okayama Univ., Tsushima-naka, Okayama, 700-8530

** 京楽産業(株) 〒468-0065 名古屋市天白区中砂町, Kyoraku Sangyo Co. Ltd., Tenpaku-ku, Nagoya, 468-0065

材の貫通穴と膜材の切欠き穴の中心が一致するようにシアノアクリレート系接着剤（アロンアルファ）を用いて接着した後、接着層厚さを均一にするために治具で挟んだ状態で24時間固定し、完全に乾燥させたものを試験片として用いた。

2・2 疲労試験

疲労試験は、電気油圧式疲労試験機サーボパルサー EHF10 型（島津製）を用いた。試験条件として、繰返し速度 20Hz、応力比 $R = 0$ の正弦波の条件下で、母材に一定の応力振幅 $(\sigma_a)_b = 30, 25, 22.5\text{MPa}$ の一軸応力を負荷した。なお $(\sigma_a)_b$ は貫通穴を考慮しない母材の断面応力である。このとき母材貫通穴縁の変位が接着層を介して膜材に繰返し変形を与えるので、膜単体の疲労試験が可能となる。また、膜内応力は Eshelby のだ円体介在物理論より一様となり、膜材には母材の負荷応力振幅 $(\sigma_a)_b$ の約 3.1 倍の一様応力が負荷されることがわかっている。⁸⁾ き裂長さの測定および観察は、マイクロメーターを取り付けた移動式光学顕微鏡を用い、き裂半長が約 $a = 2.0\text{mm}$ になるまで繰返し数 $1 \times 10^4\text{cycles}$ ごとに試験機を止めて行った。

2・3 結晶方位測定

結晶方位測定は走査型電子顕微鏡（SEM：Scanning Electron Microscope, HITACHI 製, S-3500N）に取り付けた結晶方位解析装置 Link Opal（Oxford 製）を用いて、EBSD 法により行った。結晶方位の測定範囲は $128 \times 168\mu\text{m}$ 、測定点数は $100 \times 128 = 12800$ 点とした。

3 実験結果

3・1 疲労き裂伝ば挙動

切欠きを含む片側き裂長さが約 $a = 2.0\text{mm}$ に達するまでの疲労き裂伝ば曲線を Fig. 2 に示す。き裂伝ば曲線は、それぞれの応力振幅で、切欠き穴の右側に発生したき裂と左側に発生したき裂の二本の結果を示している。ただし $(\sigma_a)_b = 22.5\text{MPa}$ の場合、 $N = 1.0 \times 10^7\text{cycles}$ に達するまで疲労試験を行ったが、円孔の両側の切欠き底で長さ約 $100\mu\text{m}$ のすべり線が複数観察されたものの、き裂の発生は確認できなかった。これに対して $(\sigma_a)_b = 30$,

25MPa の場合、き裂は最初の繰返し負荷 $1 \times 10^4\text{cycles}$ で発生した後、 $a = 0.5\text{mm}$ 程度までは一時的な停留を伴いながら伝ばしている。その後、一時的な停留はほとんど見られずき裂は加速しながら伝ばするが、 $a = 1.0\text{mm}$ 以上では、いずれの場合もき裂伝ば曲線の傾きはほぼ一定であり、一定速度でき裂が伝ばしていることがわかる。これは Fig. 1 に示したように、本研究の膜疲労試験法では、貫通穴の変形を介して膜材に繰返し変形が与えられることから、変位制御に近い試験方法であるためである。またそれぞれの応力振幅で、切欠きの左右から発生したき裂は、同様に伝ばしていることがわかる。なお、疲労試験はそれぞれの負荷応力振幅で試験片一本ずつについて行っているが、膜材の場合、厚さ方向の結晶粒数が少ないことから、切欠き底に存在する結晶粒の方位や粒径によって、同一の負荷応力振幅でもき裂発生寿命がばらつくことが予想される。

Fig. 3, 4 に、 $(\sigma_a)_b = 30, 25\text{MPa}$ で得られた疲労試験終了後の右側のき裂の SEM 写真を示す。なお、このときの繰返し数およびき裂長さは、 $(\sigma_a)_b = 30\text{MPa}$ で $a = 1.97\text{mm}$, $N = 1.03 \times 10^6\text{cycles}$, $(\sigma_a)_b = 25\text{MPa}$ で $a = 1.87\text{mm}$, $N = 1.57 \times 10^6\text{cycles}$ である。いずれの場合も、き裂はすべりを伴いながら屈曲して伝ばしているが、応力振幅の違いによって、伝ばの形態に顕著な差は見られない。またいずれの応力振幅の場合も、Fig. 2 において一時的に停留しながらき裂が伝ばしていた $a = 0.5\text{mm}$ 以下（切欠き底からは 0.25mm ）では、比較的すべりの発生が少ないことがわかる。

$(\sigma_a)_b = 30\text{MPa}$ の膜材について、疲労試験後に膜材を破断させ、SEM による破面観察を行った。Fig. 3 に示した領域“A”および“B”の拡大図およびそれぞれに対応する箇所の破面を Fig. 5 および Fig. 6 に示す。なお Fig. 6 中の上向きの矢印は Fig. 5 の観察面を示している。Fig. 5 より領域“A”よりも領域“B”の方が、き裂周辺で観察されるすべり線が少ない。Fig. 6 で領域“A”と“B”の破面を比較すると、領域“B”では観察面側に平坦な箇所が見られる。後述の結晶方位測定結果より、領域“A”で

Table I. Chemical composition.

	(mass %)					
	C	Si	Mn	P	S	Fe
Pure iron (Film of $t_f=100\mu\text{m}$)	0.007	0.01	0.35	0.013	0.008	balance
S45C (Base)	0.45	0.18	0.78	0.012	0.006	balance

Fig. 1. Dimensions of the film and the base specimen.

Fig. 2. Fatigue crack propagation curves of iron films.

Fig. 3. SEM micrograph of fatigue crack in the film . ($(\sigma_a)_b = 30\text{MPa}$, $a = 1.97\text{mm}$, $N = 1.03 \times 10^6$ cycles)

Fig. 4. SEM micrograph of fatigue crack in the film . ($(\sigma_a)_b = 25\text{MPa}$, $a = 1.87\text{mm}$, $N = 1.57 \times 10^6$ cycles)

(a) Region "A" in Fig. 3.

(b) Region "B" in Fig. 3.

Fig. 5. Magnification of region "A" and "B" in the fatigue crack shown in Fig. 3.

(a) Region "A" in Fig. 3
(Transgranular crack).

(b) Region "B" in Fig. 3
(Intergranular crack).

Fig. 6. SEM micrographs of fracture surfaces.

はき裂は結晶粒内, 領域 "B" では結晶粒界を伝ばしていたことから, 凹凸の大きな破面は粒内き裂, 平坦な破面は粒界き裂を示していると考えられる. き裂全長に渡って破面観察を行った結果, き裂は粒内を伝ばするが多いが, 一部粒界を伝ばしていたことがわかった.

3・2 疲労試験前後における結晶方位の変化

Fig. 5 に示した領域 "A" および領域 "B" の疲労試験後の結晶方位を, 濃度で図示した COM (Crystal Orientation Map) 図を Fig. 7 に示す. 一般に COM 図を用いて結晶方位を表す場合, 一つの測定領域について試料法線方向 (Normal direction) に対する配向性と圧延方向 (Rolling direction) に対する配向性, 圧延方向と直交方向 (Transverse direction) に対する配向性の三種類の COM 図が用いられるが, 圧延方向に対する配向性のみを示した. また疲労試験後は, 膜表面に発生したすべりや酸化膜の影響によって, 結晶方位測定の際に得られる回折図形 (Kikuchi pattern) が不明瞭になり, 測定精度が低下する機会が多いことから, 表面層を電解研磨により数 μm 除去した後に測定を行った.

Fig. 7 において, 同一濃度で表された箇所は結晶粒に対応していることから, 結晶粒径は $30 \sim 150\mu\text{m}$ とばらつきが大きいことがわかる. また領域 "A" では, き裂は主に破線で示す結晶粒 "I" 内を伝ばし, 領域 "B" では結晶粒 "II" と "III" の粒界を伝ばしている. 図中の黒矢印は, き裂周辺の一つの結晶粒内で濃度が異なる箇所を示しており, き裂周辺で結晶方位が変化したことを表している.

Fig. 8 は, Fig. 7 に示した領域中をき裂が伝ばしたと

Fig. 7. Crystal orientation map obtained from regions "A" and "B" in Fig. 3. $((\sigma_a)_b = 30\text{MPa})$

Fig. 8. Relationship between stress cycles and crack length. $((\sigma_a)_b = 30\text{MPa})$

きの繰返し数とき裂長さの関係を示している。図中の①, ②, ③はき裂の一時的な停留を示しており, それぞれに対応する点を Fig. 7 にも示した。①は, き裂が結晶粒界で一時的に停留したことを示している。これに対して②, ③は結晶粒内であり, ②から③ではき裂は高速に伝ばしている。ただし Fig. 6 (b) に示したように, 領域 "B" の観察面側では, き裂は結晶粒界を伝ばし, 裏側では結晶粒内を伝ばしていたことから, 単純に粒内き裂および粒界き裂の伝ば速度を比較することは出来ない。なお領域 "B" の粒界き裂を挟んだ二つの結晶粒 "II" と "III" の方位のずれ角 (傾角) は約 40° であり, 他の結晶粒のずれ角 (最大で約 50°) と比較して特に大きいものではない。き裂が粒界を伝ばする微視組織的な要因に関しては今後の検討課題である。

領域 "A" の疲労試験前後の結晶方位の変化を, Fig. 9 に示す逆極点図 (ステレオ三角形) を用いて検討した。COM 図と同様に, 逆極点図も試料法線方向に対する配向性と圧延方向に対する配向性, 圧延方向と直交方向に対する配向性の三種類が用いられるが, 試料法線方向に対する配向性のみを示した。(a) は疲労試験前, (b) が

Fig. 9. Change of inverse pole figure of normal direction with fatigue testing. $((\sigma_a)_b = 30\text{MPa}$, region "A" in Fig. 3, transgranular crack)

疲労試験後の結果である。逆極点図上のデータ点は測定領域内の 12800 箇所の結晶方位を表していることから, データ点の固まりは一つの結晶粒に対応していると考えられる。例えば, 結晶粒 "I" の方位は, 逆極点図中の丸印で示されたデータ点の固まりに対応する。疲労試験前後の逆極点図を比較すると, 疲労試験後はそれぞれのデータ点の固まりが大きくなっているように見える。これは疲労き裂周辺の塑性変形によって結晶方位が変化したことを示していると考えられる。同様に領域 "B" の疲労試験前後の結晶方位の変化を, 逆極点図を用いて比較した結果を Fig. 10 に示す。なお逆極点図中に丸印で示したデータ点の固まり "II" と "III" は, それぞれ領域 "B" 中の結晶粒 "II" と "III" に対応している。領域 "A" における場合と同様に, 疲労試験後はそれぞれのデータ点の固まりが大きくなっているように見えるが, き裂が結晶粒内を伝ばした領域 "A" に比べると, 粒界を伝ばした領域 "B" の場合, 増大の程度が小さい。これらのことから, き裂先端前方に存在する結晶粒の方位によって結晶方位の変化の大きさが異なり, 方位の変化が大きい場合にはき裂は粒内を伝ばし, 小さい場合には粒界を伝ばすると予想されるが, 前述のように, き裂伝ば経路に及ぼす微視組織の影響については, 今後さらに詳細な検討が必要である。

3・3 き裂先端近傍の結晶方位測定

Fig. 4 に示したき裂先端の領域 "C" について結晶方位測定を行った。き裂先端の領域 "C" の SEM 写真と圧延方向に対する配向性を示した COM 図を Fig. 11 に示

Fig. 10. Change of inverse pole figure of normal direction with fatigue testing. $((\sigma_a)_b = 30\text{MPa}$, region "B" in Fig. 3, intergranular crack)

Fig. 11. SEM micrograph and crystal orientation map obtained from region "C" in Fig. 4. ($(\sigma_a)_b = 25\text{MPa}$, near the crack tip.)

す。き裂先端は、粗大化した一つの結晶粒内にあることがわかる。ここでき裂先端と同一結晶粒内にある微小な領域 "a", "b", "c" について結晶方位を測定し、逆極点図を用いて結晶配向性を表した結果を Fig. 12 に示す。このときの測定領域および測定点数は $19 \times 20\mu\text{m}$, $30 \times 30 = 900$ 点である。き裂先端に近い領域 "a" はき裂先端から離れた領域 "b" より結晶方位のばらつきが大きい

Fig. 12. Inverse pole figures obtained from region "C" in Fig. 4. ($(\sigma_a)_b = 25\text{MPa}$, near the crack tip)

いことがわかる。さらにき裂から離れた領域 "c" は領域 "a", "b" よりもばらつきが小さいことがわかる。これは、き裂近傍ほど繰返し塑性変形量が多いことに対応していると考えられる。

3・4 疲労限以下の繰返し応力負荷時の結晶方位測定

Fig. 13 に $N = 1.0 \times 10^7$ cycles でき裂が発生しなかった応力振幅 $(\sigma_a)_b = 22.5\text{MPa}$ の試験片の切欠き底付近の SEM 写真を示す。(a) は疲労試験前、(b) は疲労試験直後の様子である。写真左側が切欠き底であり、すべりは切欠き底の約 $200\mu\text{m}$ の領域に渡って発生し、最大約 $100\mu\text{m}$ の長さまで成長していた。疲労に伴う切欠き底の COM 図の変化を Fig. 14 に示す。ただし Fig. 14 は、圧延方向に対する配向性の結果である。なお疲労試験後の結晶方位は、表面層から約 $5\mu\text{m}$ 電解研磨を行って、すべりを除去した後に測定した。疲労試験前と試験後の COM 図を比較すると、電解研磨を行ったにも拘らず、疲労試験後には結晶方位が測定不能である黒い箇所が若干増加している。疲労試験前後における切欠き底の結晶方位の変化を、Fig. 15 に示す逆極点図を用いて検討した。ただし Fig. 15 は、試料法線方向に対する配向性の結果のみを示している。疲労試験前と試験後の逆極点図を比較すると、電解研磨を行ったにも拘らず、疲労試験前の逆極点図より結晶方位のばらつきが大きくなっていることがわかる。このことから、膜表面ですべり線が観察された場合、結晶方位の変化は表面だけでなく内部に

Fig. 13. SEM micrographs of the notch root. ($(\sigma_a)_b = 22.5\text{MPa}$, without crack initiation)

Fig. 14. Crystal orientation maps obtained from the notch root. ($(\sigma_a)_b = 22.5\text{MPa}$, without crack initiation)

も生じていると予想される。これらのことより、疲労に伴う切欠き底の結晶方位の変化は、切欠き底のミクロ組織構造の変化に対応していると考えられる。

4 結晶方位の変化に関する定量的考察

逆極点図におけるデータ点のばらつきを定量的に評価するために、EBSD 法によって得られる結晶方位に関する数値データ（オイラー角と方位行列）を用いて、次のような考察を行った。

試料軸に対する結晶の絶対方位は、方位行列を用いて記述される。Fig. 16 に示すように、試料の圧延方向、圧延方向と直交方向および法線方向をそれぞれ X 軸、Y 軸、Z 軸としたときに、立方晶の [100] 方位とそれぞれの軸がなす角度を $\alpha_1, \beta_1, \gamma_1$ とする。同様に [010] 方位とそれぞれの軸がなす角度を $\alpha_2, \beta_2, \gamma_2$ 、[001] 方位とそれぞれの軸がなす角度を $\alpha_3, \beta_3, \gamma_3$ とすると、方位行列は以下のように表され、これらの値は EBSD 法によって得られる。

$$\begin{pmatrix} \cos \alpha_1 & \cos \beta_1 & \cos \gamma_1 \\ \cos \alpha_2 & \cos \beta_2 & \cos \gamma_2 \\ \cos \alpha_3 & \cos \beta_3 & \cos \gamma_3 \end{pmatrix}$$

このとき、ベクトル $z = (\cos \gamma_1, \cos \gamma_2, \cos \gamma_3)$ は試料法線方向に対する優先方位となる。同様に、圧延方向に対する優先方位は $x = (\cos \alpha_1, \cos \alpha_2, \cos \alpha_3)$ 、圧延方向と直交方向に対する優先方位は $y = (\cos \beta_1, \cos \beta_2, \cos \beta_3)$ で表される。

例えば前述の Fig. 12 (a) では、試料法線方向に対して $z_1, z_2, \dots, z_{900}$ 、圧延方向に対して $x_1, x_2, \dots, x_{900}$ 、圧延方向と直交方向に対して $y_1, y_2, \dots, y_{900}$ が優先方位として逆極点図中に示されている。このとき試料法線方向に対する平均的な優先方位 z_{mean} が、 $z_1, z_2, \dots, z_{900}$ のそれぞれの成分の平均値を計算して得られる。同様に、

圧延方向および圧延方向と直交方向に対しても、平均的な優先方位 $x_{\text{mean}}, y_{\text{mean}}$ が得られる。これらをまとめた結果が Table II である。

また、 $z_1, z_2, \dots, z_{900}$ が z_{mean} となす角度が計算によって求められるので、これらを $\psi_1, \psi_2, \dots, \psi_{900}$ とすると、その平均値 ψ_{mean} と最大値 ψ_{max} が得られる。同様に、圧延方向および圧延方向と直交方向に対して θ_{mean} と θ_{max} 、 ϕ_{mean} と ϕ_{max} を求めてまとめた結果が Table III である。

Table II よりいずれの方向についても、領域“a”から“b”、“c”と連続的に優先方位が変化していることがわかる。すなわち領域“c”は、ほぼ疲労前の優先方位を示しているのに対して、領域“a”は、き裂先端の応力集中によって優先方位が変化したことを示していると考えられる。そこで、領域“a”の試料法線方向の優先方位 $(-0.50, -0.87, 0.03)$ と、“c”の優先方位 $(-0.55, -0.83, 0.10)$ がなす角度を求めると 5.25° が得られた。圧延方向、圧延方向と直交方向についても同様に求めると、それぞれ $5.85^\circ, 3.06^\circ$ となり、圧延方向（負荷方向に一致）の優先方位の回転が最も大きく、圧延方向と直交方向が最も小さいことがわかった。

次に Table III より、領域“a”では、いずれの方向についてもずれ角の平均値、最大値ともに領域“b”、“c”よりもはるかに大きい。これに対して領域“b”、“c”のずれ角の平均値はほぼ同様の値を示すが、き裂先端に近い領域“b”の方が、ずれ角の最大値は大きい。また領域“a”、“b”、“c”いずれの箇所においても、圧延方向に対するずれ角が最も大きく、圧延方向と直交方向のずれ角が最も小さい。前述のように、優先方位の回転も圧延方向が最も大きく、圧延方向と直交方向が最も小さかったことから、き裂先端の優先方位の変化が大きい箇所ほど、方位のばらつきも大きくなることがわかる。

Fig. 15. Change of inverse pole figure of normal direction with fatigue testing. $((\sigma_a)_b = 22.5\text{MPa}$, without crack initiation)

Fig. 16. Definition of specimen axes and crystal axes.

Table II. Preferred orientation to each direction.

	Normal direction	Rolling direction	Transverse direction
	z_{mean}	x_{mean}	y_{mean}
Region “a”	$(-0.50, -0.87, 0.03)$	$(0.43, -0.28, -0.86)$	$(0.75, -0.41, 0.51)$
Region “b”	$(-0.51, -0.86, 0.06)$	$(0.40, -0.30, -0.87)$	$(0.76, -0.42, 0.49)$
Region “c”	$(-0.55, -0.83, 0.10)$	$(0.35, -0.33, -0.88)$	$(0.76, -0.45, 0.47)$

Table III. The average values and max values of misorientation to each direction.

	Normal direction	Rolling direction	Transverse direction
	$\phi_{\text{mean}}, \phi_{\text{max}}$	$\theta_{\text{mean}}, \theta_{\text{max}}$	$\phi_{\text{mean}}, \phi_{\text{max}}$
Region “a”	0.92° (max. 3.15°)	1.03° (max. 3.30°)	0.79° (max. 2.76°)
Region “b”	0.28° (max. 1.27°)	0.30° (max. 1.60°)	0.28° (max. 1.40°)
Region “c”	0.32° (max. 0.85°)	0.34° (max. 1.00°)	0.27° (max. 0.78°)

以上のような結晶方位の変化の原因としては、切欠き底やき裂周辺の繰返し塑性変形とともに、sub-structure（副結晶組織または下部組織）の発達も考えられる。⁹⁾今後、より高精度の結晶方位測定を行い、方位の変化を定量的に評価する方法が確立されれば、疲労に伴う結晶方位の変化に対応する現象の解明につながることを期待される。なお厚さに対して結晶粒数が少ない膜材の疲労き裂発生や伝ば挙動は、バルク材に比べて結晶方位などの微視組織の影響を受け易く、特に切欠き底のような局所的な領域における疲労挙動の解明には微小領域の観察が必要不可欠であると考えられる。微小領域の結晶方位を測定できるEBSD法は、結晶粒ごとの結晶方位とその変化を測定できるので、膜材の疲労に伴う微視組織の変化を観察するために有効な手法である。

5 結 言

本研究では、冷間圧延された膜厚 $t_f = 100\mu\text{m}$ の工業用純鉄に、1173Kの温度で焼なましを施した鉄膜材を作製し、疲労試験を行った。そして、膜材表面の結晶方位を測定できるEBSD法を用いて疲労試験前後の同一箇所における結晶方位の変化、さらにはき裂周辺の局所的領域における結晶配向性の変化について検討した。

(1) 疲労試験前後の同一箇所におけるき裂周辺の結晶方位を逆極点図を用いて検討した結果、応力振幅によらず、き裂発生後にはき裂周辺の結晶方位が変化し、疲労試験前よりも同一結晶粒内で結晶方位のばらつきが増加することがわかった。

(2) き裂周辺の結晶方位の変化が大きい箇所では、き裂は主に結晶粒内を伝ばし、小さい箇所では主に結晶粒界を伝ばしていた。

(3) 同一結晶粒内のき裂先端前方の結晶配向性を測定した結果、き裂から離れた領域よりもき裂に近い箇所の方が、結晶方位の変化が大きくばらつきも増大するこ

とがわかった。このとき結晶方位の変化を定量的に評価した結果、負荷方向と同一である圧延方向に対して結晶方位が最も大きく変化しており、試料法線方向、圧延方向と直交方向の順に小さくなっていた。

(4) $(\sigma_a)_b = 22.5\text{MPa}$ の場合、 $N = 1.0 \times 10^7$ cycles に達するまで疲労試験を行ったが、すべりが観察されたものの、き裂の発生は確認できなかった。この時、電解研磨によってすべりを除去しても結晶方位が変化していることがわかった。

終わりに、実験上援助いただいた当時文部科学技官・徳田勝氏、および当時学生石原申介君に謝意を表する。また、本研究は平成14・15年度文部科学省科学研究費補助金（若手研究（B）, 課題番号：14750067）の援助を受けた。記して謝意を表する。

参 考 文 献

- 1) 河合末男, 材料学会講演会講演論文集, No.910-71, 94 (1991).
- 2) 鳥居太始之, 本田和男, 松葉 朗, 谷田 睦, 日本機械学会論文集, A-59, 1575 (1993).
- 3) 鳥居太始之, 伊場田晶, 本田和男, 材料, 44, 637 (1995).
- 4) 鳥居太始之, 清水憲一, 中村明英, 日本機械学会論文集, A-65, 461 (1999).
- 5) 清水憲一, 鳥居太始之, 山本文彦, 日本機械学会論文集, A-67, 740 (2001).
- 6) 清水憲一, 鳥居太始之, 日本機械学会論文集, A-69, 654 (2003).
- 7) V. Randle, “Microtexture Determination and its application”, p. 18 (1992) The Institute of Materials.
- 8) 村外志夫, 森 勉, “マイクロメカニックス”, p.29 (1976) 培風館.
- 9) 平 修二, 林 健吉, 日本機械学会論文集, 33, 245 (1967).