純鉄の低温低サイクル疲労破壊機構*
(結晶学的考察)夏 徳 勝^{*1}, 小 茂 鳥 潤^{*2}, 清水 真佐男^{*2}A Crystallographic Examination of Fracture Mechanism
in Low Cycle Fatigue of Pure Iron at Low Temperature

Desheng XIA, Jun KOMOTORI and Masao SHIMIZU

Low-cycle fatigue tests were performed at -140°C using commercial grade pure iron having average ferrite grain size of $400\ \mu\text{m}$. A crystallographic examination of deformation twins around the fracture origination site has been carried out based on detailed observation of fracture surface using scanning electron microscope. The following two conclusions have been obtained. (1) For all the observed internal fracture modes in which internal cracks initiate at (i) the intersection of a deformation twin and a grain boundary (T-B type), (ii) the intersection of deformation twins (T-T type) and (iii) the intersection of a deformation twin and an inclusion (T-I type), the deformation twins which result in the final fracture of specimens belong to the $\{112\}$ twinning group defined in this paper. (2) In the case of T-T type, an intersection of definite kinds of deformation twins among the $\{112\}$ twinning group intersecting along $\langle 021 \rangle$ direction causes a cleavage fracture on $\{001\}$ plane.

Key Words: Fatigue, Low-cycle fatigue, Deformation twin, Fracture Mechanism, Low temperature, Pure iron

1. 緒 言

著者ら^{(1), (2)}は材料の組織と疲労破壊機構に関する研究の一環として、これまで工業用純鉄の低サイクル疲労挙動の温度依存性を調べてきたが、その結果、(i)延性-脆性遷移温度範囲の試験温度域(-140°C)では、塑性ひずみ幅の増大につれて破壊モードが表面き裂型破壊から内部き裂型破壊へと遷移すること、(ii)それにともない、疲労寿命曲線の短寿命側への明確な折れ曲がりが生じること(図1参照)、(iii)内部破壊の生じた高塑性ひずみ幅領域では、疲労破壊の発生に変形双晶が関与しており、かかる領域での内部き裂型破壊への変形双晶の具体的な関わり方については、図2の模式図に示すように、(a)一つの結晶粒内に複数の変形双晶が形成され、それらが交差する箇所を起点として発生する場合(図2(a), 以下T-T typeと呼ぶ)、(b)変形双晶の成長が介在物によって阻止され、そこを起点として発生する場合(図2(b), T-I type)、および(c)変形双晶と粒界とが交差し、そこを起点として発生する場合(図2(c), T-B type)、の3通りの形態が認められること等を報告してきた。

変形双晶の交差によるき裂生成機構としては、従

来、単軸引張応力下でのbcc鉄の低温脆性破壊の機構の一つとして提唱されたHondaモデル^{(3), (4)}(図3参照)がよく知られているが、本研究の如き、工業用純鉄の低温極低サイクル疲労破壊においても、同様な機構が働くのか否かについては明らかでない。

そこで本研究では、純鉄の低温極低サイクル疲労域でのき裂生成をもたらす変形双晶の役割を調べることを目的として、まず、内部き裂の起点部近傍における変形双晶の結晶学的特徴に注目した、SEMおよびレーザー顕微鏡による破壊起点部の詳細な観察を行った。さらにその結果に基づき、変形双晶の交

Fig.1 Effect of fracture mode transition on low cycle fatigue life properties

* 原稿受付 1997年8月26日.

^{*1} 学生員, 慶應義塾大学大学院(☎ 223-8522 横浜市港北区日吉3-14-1).

^{*2} 正員, 慶應義塾大学理工学部.

Fig.2 Schematic diagram illustrating three types of internal fracture modes seen on fracture surfaces

Fig.3 Honda's model illustrating $\langle 110 \rangle$ type twin intersection seen on $(1\bar{1}0)$ plane

差形態とき裂形成との関係，ならびに，Hondaモデルの適用性等について検討・考察を行った．

2. 実験方法

破面解析用の試料としては，前報⁽¹⁾において -140°C で塑性ひずみ幅制御の低サイクル疲労試験を行い，内部き裂型破壊モードにより破断した試験片を用いた．まず，走査電子顕微鏡 (SEM) による破面観察を行い，リバーパターンの流れをさかのぼることにより，疲労破壊起点部の特定を行った^{(1), (2)}．次に，破面のへき開ファセット上に認められる変形双晶のパターンから，破壊を誘起した変形双晶の結晶学的特徴について考察した．なお，試験片は平均粒径約 $400\mu\text{m}$ のフェライト単相組織を有しており， -140°C で低サイクル疲労試験を行うと繰返し極初期段階で多数の変形双晶が形成されることが明らかになっている⁽¹⁾．

Fig.4 Typical feature of fracture origination site of T-B type (-140°C , $\Delta\epsilon_p=0.05$, $N_f=10$)

Table 1 Etchant and etching time

Etchant A			Etchant B		
Reagent	Time		Reagent	Time	
HCl	0.05~0.1cc	10~50s	$\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	20cc	<50s
H_2O_2	2~4cc		H_2O	100cc	
H_2O	100cc		HNO_3	10cc	

3. 結果および考察

3.1 破壊の起因となった変形双晶の結晶学的特徴

図4に，T-B typeの一例として，疲労破壊起点部近傍の様相を示す．図中のAは，破面のリバーパターンの流れの観察結果に基づき，特定した破壊起点部である．この場合の内部き裂は，変形双晶T1と粒界Bとが交差する箇所を起点として発生したものと考えられる^{(1), (2)}．ここで注目すべきポイントは，破壊を誘起した変形双晶T1とその近傍の変形双晶T2とが，破面のへき開ファセット上で垂直に交差していることである．変形双晶が破面上このように基盤の目状に垂直に交わっていることは，T-B, T-T, T-I typeで破断した全ての試験片の破壊起点部に観察されており，この特徴に注目して，変形双晶の結晶学的特徴について検討を加える．

まず，破壊起点部近傍のへき開ファセットを，表1に示す腐食液Aで10~50秒腐食後，腐食液Bで50秒程度腐食し⁽⁵⁾，へき開ファセットのミラー指数を調べた．その結果，T-T, T-I, T-B typeで破断した全ての試験片の破壊起点部のへき開ファセットは $\{001\}$ 面であることが明らかになった．図5に，図4に示した破面を腐食して現出したエッチピットの観察例を示す．かかるエッチピットの周辺のプロファイルをレーザー顕微鏡により調べ，図中正方形に見えるエッチピット底面 ($\{001\}$ 結晶面⁽⁵⁾) と破面とが平行になっていることを確認した．

次に，bcc金属の双晶系の特徴について考察を加える．図6に，bcc金属における12の双晶系

Fig.5 SEM photograph showing etch-pits on fracture surface in Fig.4

Fig.6 The Schmid-Boas convention for identifying twinning systems in bcc crystals

を全て示す⁽⁶⁾。本研究では、これらの双晶系を、対称性を考慮して、(i) $\{112\}$ twinning group (図中●印)，(ii) $\{121\}$ twinning group (図中△印)，および (iii) $\{211\}$ twinning group (図中▲印) に分類した。図7は、これらの双晶系が各々 $\{001\}$ 面とどのように交差するかを図示したものである。同図から、 $\{001\}$ 面上で垂直に交わる双晶は、 $\{112\}$ twinning groupにのみ属することがわかる (図中太い実線)。したがって、T-B typeの場合、破壊を誘起した変形双晶は、図4に示した通り $\{001\}$ ファセット上で他の変形双晶と垂直に交差していることから、 $\{112\}$ twinning groupに属する変形双晶であるものと考えられる。

図8, 9には、それぞれT-I, T-T typeで破壊が生じた試験片破壊起点部近傍の代表的な破面様相を示す^{(1),(2)}。T-B typeと同様に、破壊を誘起した変形双晶 (図8中T, 図9中A, B, C) は、破面上で他の変形双晶と垂直に交わることから、同様に $\{112\}$ twinning groupに属する変形双晶であることがわかる。

以上の考察結果から、工業用純鉄の低温低サイクル疲労において、内部き裂型破壊を誘起した変形双

Fig.7 Schematic diagram illustrating 12 twinning systems seen on $\{001\}$ plane

Fig.8 Typical feature of fracture origination site of T-I type (-140°C , $\Delta\epsilon_p=0.05$, $N_f=6$)

Fig.9 Typical feature of fracture origination site of T-T type (-140°C , $\Delta\epsilon_p=0.06$, $N_f=7$)

晶は、T-T, T-I, T-Bいずれのタイプにおいても $\{112\}$ twinning groupに属する変形双晶であることが明らかになった。

Table 2 Shear stress in $\{112\}$ twinning systems

Twinning systems	$\{112\}$ twinning group	$\{121\}$ twinning group	$\{211\}$ twinning group
Shear stress τ	0.472σ	0.236σ	0.236σ

この理由について検討を加えるために、まず、破壊起点部のファセットの方位を調べたところ、その法線は荷重軸方向とほぼ一致していることが明らかになった。そこで次に、b c c 結晶構造の $\{001\}$ 方向に引張応力 σ を負荷した場合の、双晶面上の変形方向に作用するせん断応力の値を計算した(表2)。同表から、双晶面上に作用するせん断応力の値はgroupごとに異なり、とくに $\{112\}$ twinning groupの場合他と比較してその値は2倍となっていることがわかる。このため、本研究では $\{112\}$ twinning groupの変形双晶が他と比較して優先的に形成され易く、その結果、垂直に交わる変形双晶がへき開ファセット上に多数観察されたものと考えられる。

3.2 Hondaによるへき開破壊モデル⁽³⁾との比較

図3は、Honda⁽³⁾により提案されている鉄単結晶の引張へき開破壊機構を $(1\bar{1}0)$ 面上で観察される変形双晶の交差状況として表したものである。このモデルでは、 $\langle 110 \rangle$ 型の双晶の交差(交差線が $\langle 110 \rangle$ 方向をとる)によって $\{001\}$ 面上でへき開破壊が生じるとしている。このことは、図7に示す (112) と $(\bar{1}\bar{1}2)$ 双晶の交差(交差線は $[1\bar{1}0]$)或いは $(\bar{1}12)$ と $(1\bar{1}2)$ 双晶の交差(交差線は $[110]$)によりへき開破壊が生じることを意味しており、この場合破壊起点部の $\{001\}$ ファセット上では双晶は、1本或いは2本の平行線として観察されることになる。

しかしながら、図9に示したように、本研究で内部破壊に関与した変形双晶は、へき開ファセット上で垂直に交差していることから、図7に示す $\{112\}$ twinning groupの中で、直交関係にある変形双晶(例

えば、 $(\bar{1}12)$ と $(1\bar{1}2)$ 双晶)が交差した箇所(交差線が $[021]$ 方向をとる、以下 $\langle 021 \rangle$ 型の双晶の交差と呼ぶ)で応力集中が生じ、そこが起点となって $\{001\}$ ファセット上でへき開破壊が生じたものと考えられる。

以上の結果は、工業用純鉄の低温低サイクル疲労において、変形双晶に誘起される内部き裂型破壊機構(T-T type)が、b c c 結晶の低温脆性破壊に関してHondaにより提案されているモデルでは説明できないことを示している。

4. 結論

工業用純鉄を供試材として、 -140°C で低サイクル疲労試験を行い、変形双晶の交差形態に注目して、内部き裂型破壊モードで破断した試験片の破壊起点部近傍を走査型電子顕微鏡により詳細に観察し、その結果に基づき、破壊を誘起した変形双晶の結晶学的特徴について、検討・考察を加えた。得られた結論を以下に示す。

(1) 試験片内部で変形双晶同士の交差(T-T type)、変形双晶と介在物との交差(T-I type)、または変形双晶と粒界との交差(T-B type)、などによって疲労破壊に至った場合、破壊を誘起した変形双晶は本論文で分類した $\{112\}$ twinning groupに属する変形双晶と考えられる。

(2) かかるT-T typeの場合、疲労破壊は、 $\{112\}$ twinning groupの内交差線が $\langle 021 \rangle$ 方向となる特定の組合せの変形双晶同士の交差($\langle 021 \rangle$ 型の双晶の交差)によってもたらされる応力集中が原因となって $\{001\}$ ファセット上でへき開破壊が生じたものと考えられる。

文献

- (1) 夏・ほか3名, 機論, 62-600, A(1996), 1800.
- (2) 夏・ほか2名, 機論, 63-608, A(1997), 665.
- (3) HONDA, R., J. Phy. Soc. Japan, 16, (1961), 1309.
- (4) HULL, D., Acta Met., 8, (1960), 11.
- (5) 田岡・ほか3名, 日本金属学会誌, 30, (1966), 820.
- (6) REID, C. N., Met. Trans., 12A, (1981), 371.