高サイクル疲労下の双晶境界近傍におけるすべり帯発生*

澄 川 貴 志^{*1}, 北 村 隆 行^{*2}Nucleation of Slip Bands near Twin Boundary
in High-Cycle FatigueTakashi SUMIGAWA^{*3} and Takayuki KITAMURA^{*3} Kyoto University Graduate School of Engineering,
Yoshidahonmachi, Sakyo-ku, Kyoto-shi, Kyoto, 606-8501 Japan

In order to investigate the criterion for the nucleation of persistent slip bands (PSBs) near a $\Sigma 3(111)$ coherent twin boundary, where is a preferential site for formation of PSBs, a high-cycle fatigue test is carried out at room temperature using a copper bicrystal specimen with the twin boundary. PSBs are observed near the boundary in the connection with the evolution of extrusion/intrusion on the specimen surface. The slip behavior is different from that predicted by the Schmid factor. A finite element method (FEM) analysis is conducted for the bicrystal, and it reveals that the increase of resolved shear stress on the specific slip system due to the constraint of deformation between the crystals is the main cause for promoting the nucleation of PSBs near the twin boundary. By taking into account the interaction between the primary and the secondary slip systems, it is possible to specify the nucleation behavior of PSBs near the twin boundary.

Key Words: Fatigue, Stress Concentration, Finite Element Method, $\Sigma 3(111)$ Twin Boundary, Persistent Slip Band, Bicrystal, Constraint

1. 緒 言

金属の疲労初期段階においてとくに重要な現象は、疲労き裂の発生原因となる PSBs (Persistent slip bands; 固執すべり帯) の形成⁽¹⁾⁽²⁾であり、多結晶金属では結晶粒界の存在が PSBs の形成に対して大きな影響を及ぼす^{(3)~(6)}。中でも高サイクル疲労下における面心立方金属では、整合双晶境界である $\Sigma 3(111)$ 粒界の近傍において PSBs が優先的に形成され、疲労き裂の発生起点となることが知られている^{(7)~(11)}。このため、応力腐食割れ⁽¹²⁾や液体金属中での粒界脆化⁽¹³⁾などに対して優れた強度を示す双晶境界は、高サイクル疲労下では疲労損傷を受け易い粒界とされている。

本研究においては、双晶境界近傍の PSB 形成条件について検討するため、双晶境界を有する双結晶試験片を用いて高サイクル疲労試験と FEM 解析を行った。

2. 実 験 方 法

2.1 双結晶試験片の作製 平均結晶粒径約 9mm の 99.999% 銅多結晶に対して、方位像顕微鏡

(Orientation imaging microscope) を用いてすべての結晶の方位を同定した。その中から、 $\Sigma 3(111)$ 粒界(双晶境界)となる結晶を特定し、放電加工機を用いて双晶境界が試験片長手方向に対して斜めとなる角柱試験片を切り出した。試験片には二結晶のみが含まれるように配慮した。試験片表面を機械研磨した後、均質化のために 973K0.5h+1073K0.5h の繰り返し焼鈍を真空中で 48 時間行った。さらに、バフ研磨によって鏡面に仕上げ、表面加工層を除去するためにリン酸-エタノール混合液を用いて電解研磨を施した。図 1 に試験片の形状・寸法と構成結晶粒のステレオ投影図を示す。双晶面は試験片長手方向に対して 54.6° 傾いている。図中に示すように、試験片の一方の側面を Obverse surface, その裏面を Reverse surface とし、これらを観察面とした。また、上方に位置する結晶粒を Crystal 1, 下方に位置する結晶粒を Crystal 2 とした。

2.2 試験片の結晶学的特徴 両結晶粒の結晶方位は双晶面である (111) 面に対して鏡面对称となっており、 $[\bar{1}01]$ 方向が図 1 中の矢印と平行になるよう配置されている。ステレオ投影図中では、各結晶粒の四つのすべり面を A~D, 六つのすべり方向を 1~6 で表す Schmid と Boas の表記法を用いてある。この表記法の

* 原稿受付 2001 年 10 月 19 日。

^{*1} 正員, 京都大学大学院 (〒606-8501 京都市左京区吉田本町)。^{*2} 正員, 京都大学大学院。

E-mail: sumigawa@cyber.kues.kyoto-u.ac.jp

Fig. 1 Shape and size of bicrystal specimen, and stereographic projections of the component crystals. (T.B. : Twin boundary)

Fig. 2 Schmid factors of 12 slip systems in the component crystals.

下では、主すべり系はB4として表される。両結晶粒における12すべり系のシュミット因子を図2に示す。Crystal 1ではB4とC1が、Crystal 2ではB4, B5, A3, A6がほぼ等しく、最大値となっている。シュミット因子は、複数のすべり系が同時に活動することを示唆しているが、同方位の単結晶では、変形初期の転位反応により一つのすべり系が優先的に活動してPSBsを形成することが報告されている⁽¹⁴⁾⁽¹⁵⁾。

2.3 高サイクル疲労試験 引張圧縮繰り返し変形試験は、電気油圧サーボ式疲労試験機を用いて行った。試験機に試験片を取り付ける際の初期ひずみを極力避けるために、試験片は上部の治具に取り付けた後、試験片下部をwood metal（低融点金属）を溶かしたポットに挿入し冷却して固定した。実験は、室温・大

Fig. 3(a) FEM mesh for stress analysis in the bicrystal.

気中・三角波・周波数1Hzで行い、試験開始後微小な応力振幅を与え、ヒステリシスループ形状によって十分加工硬化したことを確認しながら、応力を段階的に上昇させていった。実験中はノマルスキー微分干渉顕微鏡を用いてObverse surfaceとReverse surfaceに対してその場観察を行い、試験片表面にPSBの発生を確認した時点で実験を打ち切った。試験終了後、ノマルスキー微分干渉顕微鏡と走査型電子顕微鏡（SEM : Scanning electron microscope）を用いて試験片表面の詳細な観察を行った。

3. 解析方法

FEM解析には、MSC/NASTRAN for Windows (Version 4.6)を用いた。解析に用いたメッシュ分割図を図3(a)に示す。解析モデルのアスペクト比は実験に用いた試験片と同様に2.2:2.5:12とした。36450個の六面体要素を用い、応力集中が予想される双晶境界近傍と試験片角部近傍においては正確な応力分布を求めるためメッシュを細かくした。双晶境界に隣接する最小の要素の幅は約0.1μmである。立方晶は、結晶構造の対称性からその弾性的性質は直交異方性を有し、応力-ひずみ関係は結晶基準軸方位に対する三つの弾性定数 C_{11} , C_{12} , C_{44} を用いて表される。そこで、弾性定数は銅単結晶の結晶基準軸方位に対する値⁽¹⁶⁾ ($C_{11}=168.4\text{GPa}$, $C_{12}=75.4\text{GPa}$, $C_{44}=121.4\text{GPa}$)を両結晶粒の結晶軸に対応するよう座標変換して用いた。上下端に一樣な応力 σ_0 を負荷

Fig. 3(b) Stereographic projections of rotated Crystal 2.

Fig. 4 Photographs of slip patterns near the twin boundary. ($N=1.28 \times 10^5$ cycles, $\Delta\sigma/2 = 44\text{MPa}$)

した。

また、実験に用いた試験片と同一結晶方位を有するモデルに加え、Crystal 2 の結晶方位を x 軸に対して回転させた双結晶（試験片形状は同じ）に対しても解析を行った。[101] 方向は二回対称軸であるため、 180° 回転させると元の結晶方位と一致する。本解析では、 0° （双晶境界）、 30° 、 60° 、 90° 、 120° 、 150° 回転させた計 6 つのモデルを作製した（図 3(b)）。

4. 結果および考察

4.1 表面観察 試験開始後応力振幅 35MPa (100000cycles) では試験片表面に大きな変化は見られなかった。応力振幅 44MPa (128000cycles) において、Reverse surface の双晶境界近傍に太く濃いすべり帯の発生を確認したためその時点で実験を打ち切った。Crystal 1 におけるシュミット因子の最大値は 0.454 (B4,C1)，Crystal 2 では 0.41 (B4,B5,A3,A6) である。これらの値と最大公称応力振幅 $\Delta\sigma/2=44\text{MPa}$ 用いて最大せん断応力振幅を算出すると、Crystal 1 では $\Delta\sigma/2 \cdot 0.454 \approx 20\text{MPa}$ ，Crystal 2 では $\Delta\sigma/2 \cdot 0.41 \approx 18.0\text{MPa}$ である。

試験終了後の試験片両側面における双晶境界周辺部の光学顕微鏡写真を図 4 に示す。双晶境界において濃密なすべり帯が発生しているが、双晶境界から離れた領域では発生していない。詳細な SEM 観察はこのすべり帯が PSB に特有な突き出しを有していることを示しており、双晶境界近傍では優先的に PSB が形成されるという報告⁽⁷⁾もあることから、このすべり帯が PSB であると判断した。Obverse surface では PSBs は発生していない。Reverse surface においては、PSBs が双晶境界に沿って発生している。ただし、PSBs の幅は一樣ではなく、試験片角部（図中矢印）に近づくにつれて太くなっている。また、両構成結晶粒の結晶方位から、Crystal 1 では A 面，Crystal 2 では B 面の活動によって PSB が形成されていることがわかる。

4.2 すべり系に働くせん断応力 Obverse surface と Reverse surface の双晶境界中央部に隣接した要素（図 3(a)×印）における各すべり系のせん断応力 τ を公称応力 σ_0 で無次元化した τ/σ_0 を図 5 に示す。図中には各結晶粒のシュミット因子も併せて示した。シュミット因子は結晶方位と荷重方向で決定されるため、側面にはよらず各結晶粒内で等しい値となる。また、シュミット因子は双晶境界の影響を受けない離れた領域での無次元化せん断応力を示すものであ

Fig. 5(a) Schmid factors (SFs) and magnitudes of τ/σ_0 on the 12 slip systems near the twin boundary on Obverse surface.

Fig. 5(b) Schmid factors (SFs) and magnitudes of τ/σ_0 on the 12 slip systems near the twin boundary on Reverse surface.

Fig. 6 SEM photographs of PSB morphology near the twin boundary on Reverse surface (a) near the specimen edge and (b) at the center. ($N=1.28 \times 10^5$ cycles, $\Delta\sigma/2 = 44\text{MPa}$)

るのに対して、 τ/σ_0 値は双晶境界近傍のそれを代表している。

Obverse surface (図5(a)) では、両結晶粒ともにすべてのすべり系の τ/σ_0 は低い値となっている。これは、Obverse surface の双晶境界近傍では各すべり系に働く分解せん断応力が低下してすべりの活動が抑制されることを示しており、このため PSBs が発生しなかったものと考えられる。

Reverse surface (図5(b)) では Crystal 1 において A3 と A2, Crystal 2 では B4 と B5 の τ/σ_0 値が最大

を示し、その値はシュミット因子の最大値よりも大きい。Crystal 1 の A 面, Crystal 2 の B 面は双晶面と平行なすべり面である。Reverse surface の双晶境界に沿って発生した PSBs は、双晶面と平行なすべり系に働くせん断応力が上昇した結果である。

4.3 PSBs の形成条件

4.3.1 角部の影響 試験終了後の光学顕微鏡観察 (図 4) では、Reverse surface において突き出しの活動量は試験片角部に近づくにつれて大きくなっていた。ここで、Reverse surface の中央部を原点とし、双晶境界に沿った x' 軸を定義する。双晶境界端部 ($x'=1.05\text{mm}$) と中央部 ($x'=0\text{mm}$) の SEM 観察写真を図 6 に示す。端部 (図 6(a)) では、双晶境界から Crystal 1 側に約 $5.5\mu\text{m}$, Crystal 2 側に約 $10\mu\text{m}$ の領域で双晶境界に平行な突き出しが発生しており、双晶境界に近づくにつれてその活動は活発になっている。双晶境界中央部 (図 6(b)) では、双晶境界上に幅約 $1\mu\text{m}$ の範囲で微細な突き出しが発生している。これらの PSBs は、Crystal 1 では A3 もしくは A2, Crystal 2 では B4 もしくは B5 の活動により発生している⁽¹⁷⁾。

図 7 に Reverse surface の双晶境界に沿って隣接した要素における τ/σ_0 値を示す。図中に SEM 観察写真に相当する領域 ($x'=0\text{mm}$, $x'=1.05\text{mm}$) を破線で示した。

Crystal 1 の双晶境界近傍では、双晶面と平行な A2 と A3 の τ/σ_0 値が大きい。ただし、中央より左側では A2 が最大値を示し、右側では A3 が最大となる。中央付近では A3 と A2 の τ/σ_0 値はほぼ等しく、同一すべり面上の二つのすべり系が同時に活動する共面すべりとなっている。

Crystal 2 の粒界近傍では、双晶面と平行な B4 と B5 の τ/σ_0 値が大きい。中央より左側では B5 が最大であるが、右側では B4 が最大となっている。中央付近では、B4 と B5 の τ/σ_0 値は等しく、共面すべりとなっている。

4.3.2 双晶境界端部 PSB 形成に伴う転位構造の変化には二次すべり系の活動が大きな影響を与えるため、試験片角部と観察面中央部における突き出し発生幅の相異は両領域の応力状態が異なっていることが原因であると考えられる。そこで、双晶境界端部 ($x'=1.05\text{mm}$) に隣接した要素に注目し、双晶境界から Crystal 1 方向に x_1 軸 (x'_1 軸), Crystal 2 方向に x_2 軸 (x'_2 軸) をとり (図 8 参照), τ/σ_0 値の双晶境界からの距離に対する変化を図 9 に示す。図中では双晶境界の位置に注意されたい。両結晶粒共に双晶境界

Fig. 7 Distribution of τ/σ_0 along the twin boundary on Reverse surface.

Fig. 8 Elements where τ/σ_0 is extracted.

から離れた領域では、 τ/σ_0 値はそれぞれのすべり系のシュミット因子とほぼ等しく、双晶境界に近づくにつれて上昇している。

Crystal 1 (図 9(a)) では、 τ/σ_0 値は双晶境界から約 $400\mu\text{m}$ 以内の領域で増加しており、A3 が最大となって

Fig. 9 Change in τ/σ_0 from the twin boundary near the specimen edge. Fig. 10 Change in τ/σ_0 from the twin boundary at the center.

いる。突き出しが発生し始めた地点 ($x'_1=5.5\mu\text{m}$) の応力が、PSBs が形成される限界条件と考えられる。この地点における A3 の τ/σ_0 値は、0.68 である。本実験の最大公称応力振幅は $\Delta\sigma/2 = 44\text{MPa}$ であることから、PSBs が形成される分解せん断応力振幅は $\Delta\sigma/2 \cdot 0.68 \approx 29.9\text{MPa}$ となる。この値は、単一すべり方位を有する銅単結晶を用いた疲労試験によって得られている PSB の形成応力 $28\text{MPa}^{(18)}$ とほぼ一致する。

Crystal 2 (図 9(b)) では、双晶境界から約 $300\mu\text{m}$ 以内の領域で τ/σ_0 値は増加しており、B4 の値が最大となっている。突き出しが発生し始めた地点 ($x'_2=10\mu\text{m}$) では B4 の τ/σ_0 値は約 0.68 である。この地点での分解せん断応力振幅は $\Delta\sigma/2 \cdot 0.68 \approx 29.9\text{MPa}$ となり、Crystal 1 と同様に単結晶における PSBs の生成応力と一致する。

以上から、単一すべりによる双晶境界近傍における PSBs の形成は、単一すべり方位を有する銅単結晶の PSBs 形成応力によって規定されていることがわかる。

4.3.3 双晶境界中央部 図 10 に観察面中央部 ($x'=0\text{mm}$) における τ/σ_0 値の双晶境界からの距離に対する変化 (図 8 参照) を示す。双晶境界から離れた領域では、 τ/σ_0 値はシュミット因子とほぼ等しい値となっている。

Crystal 1 (図 10(a)) では、A3 と A2 の τ/σ_0 値は等しく、双晶境界近傍に近づくにつれて増加している。表面観察では双晶境界上に幅約 $1\mu\text{m}$ の範囲で突き出しが発生していた。両結晶に対する突き出しの発生幅を $x_1=x_2=0.5\mu\text{m}$ とすると、 $x_1=0.5\mu\text{m}$ における A3(A2) の τ/σ_0 値は 0.79 であり分解せん断応力は $\Delta\sigma/2 \cdot 0.79=34.8\text{MPa}$ となる。

Crystal 2 (図 10(b)) においても B4, B5 の τ/σ_0 値は等しく、双晶境界近傍で上昇している。突き出しの発生地点 ($x_2=0.5\mu\text{m}$) における B4(B5) の τ/σ_0 値は 0.8 であり、分解せん断応力は $\Delta\sigma/2 \cdot 0.8=35.2\text{MPa}$ である。

Crystal 1 と 2 の結果より、共面すべりを行う双晶境界近傍での突き出し形成応力は約 35MPa 程度であ

Fig. 11(a) Effect of rotated Crystal 2 on Obverse surface.

Fig. 11(b) Effect of rotated Crystal 2 on Reverse surface.

る。この値は、単一すべり方位を有する銅単結晶より求められている PSBs 形成応力 ($\approx 28\text{MPa}$) よりも大きい。共面すべりを行う結晶方位を有する銅単結晶では、繰り返し数の増加に伴い活動すべり面上の転位は cell 壁を形成し、試料表面では微細な突き出しが発生する⁽¹⁴⁾。このときの突き出しの形成応力は明らかにされていないが、突き出し形成に伴うすべりの局在化に関連してピーク応力の飽和が起こっていることから、飽和応力と突き出しの形成応力との間には密接な関係があるものと考えられる。このときの飽和応力は $\tau_{sat.} = 36\text{MPa}$ ⁽¹⁴⁾であり、本解析より得られた結果とほぼ一致する。

以上の結果から、高サイクル疲労下における双晶境界近傍に特有な PSBs の形成は、隣接結晶粒の変形拘束に起因した局所応力場に支配されている。また、分解せん断応力の大きさにより定まる活動すべり系の転位相互作用を考慮に入れることで PSBs 形成挙動を記述することが出来る。

4.4 粒界近傍のせん断応力に及ぼす結晶方位の影響 観察面中央の双晶境界に隣接した要素における 12 すべり系の τ/σ_0 に注目し、Crystal 2 を x 軸回り

に 30° ずつ回転させた場合における τ/σ_0 を図 11 に示す。

Obverse surface ではいずれの ϕ においても τ/σ_0 の値は低く、それらの値は 0.39 以下である。

Reverse surface では $\phi=0^\circ$, $\phi=120^\circ$ において 0.8 を越える大きな τ/σ_0 値を示すすべり系が存在する。双晶境界はその一つのピークとなっている。 τ/σ_0 値は、隣接結晶方位 (粒界構造) のみならず、結晶粒の形状や負荷方向にも依存するため、本解析のみから断定できないが、すべり面が双晶面 (拘束面) と平行であるためせん断応力が上昇することが PSBs 優先発生の原因の一つであると考えられる。

5. 結 言

双晶境界を荷重方向に対して斜めに配置した双結晶試験片を用いて高サイクル疲労試験を行い、詳細な表面観察から以下の結果を得た。

- 1 双晶境界近傍において双晶境界に平行な PSBs が発生した。
- 2 双晶境界の場所によって PSBs の発生状況は異なる。

- 3 双晶境界近傍におけるすべり挙動はシュミット因子から予想されるものとは異なる。
- また、FEM を用いて双晶境界近傍の応力解析を行い、以下の結果を得た。
- 4 隣接結晶粒の変形拘束により、表面と双晶境界の会合部近傍では局所的な応力集中が発生する。
- 5 PSBs は高 τ/σ_0 値のすべり系の活動により発生している。
- 6 双晶境界近傍での PSBs の発生挙動は分解せん断応力により求まるすべり系間の転位相互作用を考慮に入れることで記述できる。
- 7 双晶境界近傍における特有な PSB の形成は、単結晶で求められている形成応力によって規定されている。
- 8 双晶境界の近傍では本研究で解析を行った他の粒界に比べて大きなせん断応力が働くすべり系が存在する。

文 献

- (1) N. Thompson, N. Wadsworth and N. Louat, *Phil. Mag.*, **1**, (1956), 113-126.
- (2) U. Essmann, U. Gösele and H. Mughrabi, *Phil. Mag. A*, **44**, No.2, (1981), 405-426.
- (3) P. Šittner, V. Novák, and J. Bráidler, *Scri. Metall. Mater.*, **27**, (1992), 705-710.
- (4) 澄川 貴志, 和田 大志, 橋本 敏, 北村 隆行, *機論*, **67**-656, (2001), 732-739.
- (5) 北村 隆行, 澄川 貴志, 大石 和義, *機論*, **67**-663, (2001), 1819-1824.
- (6) 北村 隆行, 澄川 貴志, 和田 大志, 橋本 敏, *機論*, **68**-669, (2002), 807-813.
- (7) L. Lanes and C. Laird, *Mat. Sci. Eng.*, **A157**, (1992), 21-27.
- (8) A. Heintz and P. Neumann, *Acta Metall.*, **38**, No. 10, (1990), 1933-1940.
- (9) R. C. Boettner, A. J. McEvily, Jr. and Y. C. Liu, *Phil. Mag.*, **3**, (1964), 95-106.
- (10) A. W. Thompson, *Acta Metall.*, **20**, (1972), 1085-1094.
- (11) L. C. Lim, Y. K. Tay and H. S. Fong, *Acta Metall.*, **38**, No. 4, (1990), 595-601.
- (12) M. Yamashita, T. Mimaki, S. Hashimoto, and S. Miura, *Phil. Mag.*, **63**, (1991), 707-726.
- (13) J. A. Kargol and D. L. Albright, *Metall. Trans. A*, **8**, (1977), 27-34.
- (14) N. Y. Jin and A. T. Winter, *Acta Metall.*, **32**, No. 7, (1984), 989-995.
- (15) X. W. Li, Z. G. Wang, G. Y. Li, S. D. Wu and X. Li, *Acta Mater.*, **46**, No. 13, (1998), 4497-4505.
- (16) 飯田修一他, 新版物理定数表, 朝倉書店, (1992).
- (17) K. Obrtlík and J. Man and J. Polák, *Mater. Sci. Eng. A*, (1997), 727-730.
- (18) D. Melisova, B. Weiss and R. Stickler, *Scri. Mater.*, **36**, No. 9, (1997), 1061-1066.