



Title	金属材料の疲れ損傷に関する微視的研究
Author(s)	白石, 哲郎
Citation	大阪大学, 1976, 博士論文
Version Type	VoR
URL	https://hdl.handle.net/11094/1153
rights	
Note	

The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

The University of Osaka

金属材料の疲れ損傷に関する微視的研究

昭和50年12月

白石哲郎

目 次

第 1 章 緒 論	1
第 2 章 疲れき裂先端近傍の転位組織の観察	9
2.1 緒 言	9
2.2 初期き裂先端近傍における転位組織 (銅)	10
2.2.1 試験片および疲れ試験機	10
2.2.2 薄膜作製法	11
2.2.3 実験結果	13
2.2.4 考 察	16
2.3 巨視的 (第 2 段階) き裂先端近傍における転位組織 (鉄およびステンレス鋼)	19
2.3.1 試験片および疲れ試験機	19
2.3.2 薄膜作製法	22
2.3.3 実験結果	27
(i) 鉄の場合	28
(ii) ステンレス鋼の場合	38
2.3.4 考 察	44
2.4 結 言	48
第 3 章 微視的き裂の挙動および転位組織から見た 平滑材の耐久限度 (銅)	55
3.1 緒 言	55
3.2 超音波疲れ試験機	56
3.3 試験片作製	58

3.4	薄膜作製法	60
3.5	実験方法	63
3.6	銅焼なまし材の場合	64
3.6.1	S-N曲線	64
3.6.2	すべり帯および内部組織の形成	65
3.6.3	微視的き裂とその挙動	71
3.6.4	熱処理による硬さおよび内部組織の回復	76
3.6.5	考察	81
	(i) 銅(焼なまし材)の耐久限度	81
	(ii) 微視的停留き裂の形成機構	82
	(iii) 超音波疲れと通常の疲れとの比較	84
3.7	銅予加工材の場合	86
3.7.1	S-N曲線およびすべり帯の観察	86
3.7.2	微視的き裂の発生とその進展挙動	87
3.7.3	繰返し応力による内部組織の変化	88
3.7.4	考察	93
3.8	結言	95
第4章	鋭い切欠き材に現われる停留き裂(熱処理効果)	99
4.1	緒言	99
4.2	試験片および疲れ試験機	100
4.3	実験方法	102
4.4	実験結果	103
4.4.1	S-N曲線および停留するまでのき裂の進展	103
4.4.2	熱処理による硬さの変化	106
4.4.3	熱処理後の繰返し応力によるき裂の進展	109

4.4.4	転位組織の観察	110
4.4.5	停留き裂に及ぼす温度の影響	115
4.5	考 察	115
(i)	停留き裂に及ぼす切欠きの鋭さの影響	115
(ii)	熱処理によって回復する他の因子の影響	121
4.6	結 言	121
第5章	停留き裂に関連したステンレス鋼の疲れ特性	125
5.1	緒 言	125
5.2	試験片および疲れ試験機	125
5.3	実験方法	127
5.4	実験結果	128
5.4.1	S-N 曲線	128
5.4.2	停留き裂の有無	129
5.4.3	硬さおよび内部組織の変化	133
5.4.4	歪誘起マルテンサイト組織の有無	138
5.5	考 察	139
5.6	結 言	142
第6章	結 論	145
	謝 辞	149

第 1 章 緒 論

金属材料の疲れ破壊に関しては、これまで数多くの研究が報告されているにもかかわらず、現象がきわめて複雑であるため、現在でもなお多くの点で不明な部分が残されている。これらのうちで最も未解決のまま残されている点は疲れ破壊の微視的機構に関するものであろう。

通常 of 疲れにおいては、応力繰返しの初期段階で、焼なまし材では硬化が、加工材では軟化が起こり、それと同時に表面層になんらかの疲れ損傷 (fatigue damage) が生ずる。これが応力の繰返しと共にき裂に進展し、遂に破断に至ると言われている。初期の疲れ損傷は、具体的には、すべり線、入り込み (intrusion)、突き出し (extrusion)、固執すべり帯 (persistent slip band) などのき裂発生までの過程である。その後のいわゆる疲れき裂は第 1 段階 (stage I) と第 2 段階 (stage II) に分けられている。⁽¹⁾ 第 1 段階は初期における表面層の損傷からの連続過程とみなされ*、き裂はすべり帯に沿って、きわめて低い速度 (数 Å/cycle)⁽²⁾ で、結晶粒径程度の深さまで進展する。その過程での破面は、最大せん断応力面に一致するようなファセット (無特徴で平坦な破面) を呈するのが特徴とされている。⁽¹⁾⁽³⁾ その後、第 2 段階になると、き裂は巨視的には最大引張応力に垂直な面に沿って進展し、破面には、通常、1 サイクル毎の進展に対応したストライエーション (striation) が形成される。き裂がさらに進展すると、試料の有効断面の減少のため、通常 of 引張破壊と類似な破壊形式で試料が破壊する。この段階での破面には多くのディンプル (dimple) の観察されるのが特徴である。

このような疲れき裂の進展に関しては、古くから、表面観察、断面観察、

* とくに固執すべり帯と第 1 段階のき裂との分離はきわめて困難であるので、ここでは前者をも含めて第 1 段階のき裂と考えることにする。

また最近では、破面観察（フラクトグラフィ）などが行なわれており、その挙動が次第に明らかになってきた。しかし、その微視的機構についてはまだ十分究明されていないのが現状である。

ここで、まず、表面層の損傷およびき裂の進展機構に関する過去の研究を概観してみる。

表面層に起こる初期の疲れ損傷である入り込みや突き出しに関しては、二つの転位モデルがよく知られている。⁽⁴⁾⁽⁵⁾ これらはらせん転位の回転運動によるものと、二組のすべり面上の転位の交叉運動によるものである。これら二つについてはまだ十分な実証はないが、一応現象をよく説明しているように思われる。

一方、固執すべり帯については、その下部組織はかなりよく観察され、銅⁽⁶⁾⁽⁷⁾をはじめ多くの材料⁽⁸⁾⁽⁹⁾で、いわゆる梯子状組織（ladder-like structure）の形成が明らかにされている。しかし、これらの組織と初期き裂の発生および進展が如何に結びついているかは明確でない。続いて起こるき裂（第1段階）の進展については、これまでに、(1)すべり分離説⁽¹⁾、(2)ボイド説⁽¹⁰⁾⁽¹¹⁾ などがあるがこのうち最も一般的なのはすべり分離説である。しかし、これらの諸説を実証するような確実な実験結果は得られていないようである。

第2段階のき裂進展機構についても、多くのモデルが提案されている。そのうち最も代表的なのは、LairdとSmith⁽¹²⁾⁽¹³⁾のいわゆる“plastic blunting process”である。この説は疲れ破面上で観察される延性ストライエーションの形成をうまく説明できるため、現在では、この段階のき裂進展機構として最も有力視されているが、その原子的機構の詳細については十分明確でない。⁽¹⁴⁾ なお、このモデルに類似なものとして、McEvilyら⁽⁵⁾ Tomkins⁽¹⁶⁾、Ishiiら⁽¹⁷⁾のもの、また結晶学的影響を考慮したPelloux⁽¹⁸⁾およびBowlesら⁽¹⁹⁾のもの、さらにNeuman⁽²⁰⁾のcoarse slipモ

デルなどがある。これに対し、疲れ過程中に形成されるセル境界を優先的に進展するという説⁽²¹⁾あるいは、微小先行き裂⁽²²⁾やポイドの連結⁽²³⁾によるとする説なども提案されている。

一方、これらのモデルを金属組織学的に実証するため、この段階の疲れき裂先端近傍における転位組織を直接観察しようとする試みもなされている。Grosskreutzら⁽²⁴⁾、Lukášら⁽²⁵⁾さらにWilkinsら⁽²⁶⁾は、疲れき裂側面で明瞭なセル組織を観察し、これがき裂進展時の著しい塑性変形を示唆しているという観点から、上述の“plastic blunting process”を支持している。これに対し、辛島ら⁽¹¹⁾⁽²³⁾は、薄膜試料に発生した疲れき裂近傍組織を観察し、き裂近傍に多数のポイドが形成されていることを明らかにしている。しかし、ポイドの形成に否定的な報告⁽²⁶⁾もあり、また、表面層と内部での疲れき裂進展挙動の違い⁽²⁷⁾などを考えると、この結果を、そのままバルク材の場合に適用するのは多少問題があるように思われる。これらについては後章(2.3.4節)で詳しく述べるが、第2段階のき裂進展についても、その微視的機構は十分解明されていないのが現状であり、その究明には、とくにバルク材に発生する疲れき裂先端部の転位組織を十分正確に把握することが必要であろう。

以上は、進行性の疲れき裂を対象とした過去の研究概要であったが、金属材料の疲れにおいては、き裂が発生しても、ある段階でその進行が停止し、その後の応力繰返しによっても全く進展しないという興味深い現象がある。このようなき裂は停留き裂と呼ばれ、微視的なものと巨視的なものがある。前者は平滑材の耐久限度あるいはそれ以下の繰返し応力で発生するものであり、後者は鋭い切欠き材にのみ現われるいわゆるマクロ的な停留き裂のことである。このようなき裂の停留機構を究明することは、き裂の進展機構を考える上で重要な示唆を与えるものと考えられる。そこで、次に、これら微視的および巨視的停留き裂の形成機構に関連した過去の研究を概観してみる。

平滑材の場合、耐久限度以下の繰返し応力によっても微小き裂の形成されている場合が多く⁽²⁸⁾⁽²⁹⁾、耐久限度はき裂発生限界応力ではなく、発生した微小き裂の進展に必要な限界応力であると考えられている。また、平滑材の耐久限度で発生する微小き裂の停留原因を究明しようという試みも行なわれており、耐久限度の明瞭に現われる鉄鋼材については、ひずみ時効説⁽³⁰⁾あるいはパーライト説⁽³¹⁾などが提案されている。これに対し、銅などの非鉄金属では、耐久限度の存在自体も確認されておらず、従って、耐久限度と微小き裂との関係についてもほとんど明らかにされていない。わずかに、 α 黄銅については、微視的停留き裂の進展を阻止している因子として結晶粒界が考えられている。⁽²⁹⁾ 以上のように、微小き裂の停留原因として種々の因子が挙げられているが、そのほか、繰返し応力による加工硬化なども何らかの形でき裂進展を阻止する要因となり得ることが予想される。

切欠き材の場合、切欠きが鋭くなると、いわゆる巨視的な停留き裂が発生するのが特徴である。この種の停留き裂の形成機構については多くの説が提案されているが、それらは、コーキング効果などを考慮した材質強化説⁽³²⁾などを除いて、ほとんどは力学的説明、つまり、切欠き底付近の応力分布説⁽³³⁾、片振り説⁽³⁴⁾、き裂先端の鈍化説⁽³⁵⁾などである。また最近では、大路・小倉ら⁽³⁶⁾⁽³⁷⁾による有限要素法を用いた解析的説明や小倉・大路⁽³⁸⁾による有効応力拡大係数(ΔK_{eff})を用いた破壊力学的説明もなされている。これに対し、Wilkinsら⁽³⁹⁾は、Al-Mg合金の鋭い切欠き材に形成された停留き裂は、適当な熱処理後の繰返し応力によつて著しく進展することを見出し、この材料に現われる停留き裂の発生原因として、繰返し応力によるひずみ硬化を考えている。以上のことから考えて、通常の鉄鋼材の鋭い切欠き底に発生する停留き裂の形成にも、切欠きに関連した力学的因子と、金属組織学的因子の二つの要因が寄与しているものと考えられる。

本研究では、進展き裂先端部に形成される転位組織を直接観察することや、

微視的および巨視的停留き裂に対する金属組織学的実験を行なうことによつて、き裂進展の微視的機構解明の手掛りを得ようとしている。

本論文は6章から成っている。第1章は緒論であり、第2章では、疲れき裂を含む薄膜試料を作製し、銅の初期き裂先端部ならびに鉄およびステンレス鋼の巨視的き裂先端部に形成される転位組織を超高電圧電子顕微鏡(2000 kv)によつて直接観察した結果を述べ、それらの結果から、初期き裂(第1段階)および巨視的き裂(第2段階)の進展機構について考察を行なっている。第3章では、銅平滑材(焼なまし材および予加工材)の耐久限度近傍で形成される微視的き裂の挙動を詳細に調べ、さらに硬さ測定、内部組織観察の結果を述べ、微小き裂の停留および進展機構を明らかにしている。第4章では、鉄の鋭い切欠き材に現われる巨視的停留き裂に及ぼす熱処理の影響を調べ、内部組織の観察結果から、停留き裂の形成に疲れ組織が寄与していることを明らかにしている。また切欠き底に発生したき裂先端の応力に及ぼす切欠きの鋭さの影響について若干の考察を行ない、停留き裂の形成機構に関する推論を述べている。さらに第5章では、ステンレス鋼の鋭い切欠き材の疲れ試験を行なうことにより、この材料に停留き裂が形成され難いことを示し、硬さ測定や内部組織観察などの結果を述べ、停留き裂の形成と材料の硬化速度との関係について若干の考察を行なっている。第6章はこれらに対する結論である。

文 献

- (1) P.J.E.Forsyth, *Acta Met.*, 11(1963), 703.
- (2) H.I.Kaplan and C.Laird, *Trans. Met. Soc. AIME*, 239
(1967), 1017.
- (3) 小林, 中沢, 小峰, 機械学会論文集, 41-341(昭50-1), 9.
- (4) A.H.Cottrell and D.Hull, *Proc. Roy. Soc.*, A242(1957), 211.
- (5) N.F.Mott, *Acta Met.*, 6(1958), 195.
- (6) E.E.Laufer and W.N.Roberts, *Phil.Mag.*, 10(1964), 883.
- (7) P.Lukáš, M.Klesnil, J.Krejčí and P.Rys, *Phys.Stat.Sol.*,
15(1966), 71.
- (8) J.T.McGrath and G.W.J.Waldron, *Phil.Mag.*, 9(1964), 249.
- (9) P.Lukáš and M.Klesnil, *Phys.Stat.Sol.*, 37(1970), 833.
- (10) W.A.Wood, ほか2名, *Acta Met.*, 11(1963), 643.
- (11) 小倉、辛島、*金属学会誌*, 34(1970), 746.
- (12) C.Laird and G.C.Smith, *Phil.Mag.*, 7(1962), 847.
- (13) C.Laird, *Fatigue Crack Propagation*, ASTM STP 415,(1967),
139.
- (14) 小倉, 辛島, *金属学会報*, 7(1970), 423.
- (15) A.J.McEvily and R.C.Boettner, *Acta Met.*, 11(1963), 725.
- (16) B.Tomkins, *Phil. Mag.*, 18(1968), 1041.
- (17) H.Ishii and J.Weertman, *Met. Trans.*, 2(1971), 3441.
- (18) R.M.N. Pelloux, *Trans. ASM*, 62(1969), 281.
- (19) C.Q.Bowles and D.Broek, *Int.J.Frac.Mech.*, 8(1972), 75.
- (20) P.Neuman, *Acta Met.*, 17(1969), 1219.
- (21) 例えば J.C.Grosskreutz, *J.Appl.Phys.*, 33(1962), 1787.
- (22) J.Holden, *Phil.Mag.*, 6(1961), 547.

- (23) T.Ogura and S.Karashima, Trans.JIM, 10(1969), 292.
- (24) J.C.Grosskreutz and G.G.Shaw, Fatigue Crack Propagation, ASTM STP415, (1967), 226.
- (25) P.Lukáš, M.Klesnil and R.Fiedler, Phil.Mag., 20(1969), 799.
- (26) M.A.Wilkins and G.C.Smith, Acta Met., 18(1970), 1035.
- (27) R.Koterazawa, Inter.Conf.Mech.Behavior of Materials (Kyoto), 2(1971), 209.
- (28) N.J.Wadsworth, Phil.Mag., 6-63(1961), 397.
- (29) P.G.Forrest and A.E.L.Tate, J.Inst.Metals, 93-12(1965), 438.
- (30) 西谷, 西田, 機械学会論文集, 39-321(昭48-5), 1385.
- (31) 大久保, 機械の研究, 23(1971), 33.
- (32) 河本, 木村, 機械学会論文集, 25-155(昭34-7), 552.
- (33) 例えば N.E.Frost, The Engineer, 200(1955), 464.
- (34) 例えば石橋, 材料試験, 7-58(昭33-7), 361.
- (35) A.J.McEvily and W.Illg, NASA TN, D-208(1959)
- (36) K.Ohji, K.Ogura and Y.Ohkubo, Int.J.of Fract., 9(1973), 324.
- (37) 大路, 小倉, 大久保, 滝井, 機械学会論文集, 40-337(昭49-9), 2505.
- (38) 小倉, 大路, 機械の研究, 26(1974), 1492.
- (39) M.A.Wilkins and G.C.Smith, J.Mater.Science, 5(1970), 418.

第 2 章 疲れき裂先端近傍の転位組織の観察

2.1 緒 言

疲れき裂の進展機構を究明するためには、き裂先端近傍に形成される転位組織を明らかにすることが重要と考えられる。このような見地から、近年、細束 X 線法⁽¹⁾、あるいは透過型電子顕微鏡法などによつて、疲れき裂先端近傍の組織観察に多くの努力が払われている。このうち、最も有力な手段は透過型電子顕微鏡による転位組織の直接観察であろう。しかしこの場合、技術的に困難な点がある。それは実物大試料（バルク材）から、き裂を保有し、しかも電子線の透過可能な薄膜試料を無ひずみ的に作製しようとする場合、通常の電解研磨法では疲れき裂近傍が優先的に研磨されてしまうからである。

これまで、疲れき裂先端近傍の組織観察には多くの試みがなされてきたけれども、それらは最初から薄膜試料を用いるなどにより、何らかの方法で上記の操作を回避している。⁽²⁾⁽³⁾⁽⁴⁾ そのためか、これらの観察から得られた結果は必ずしも他の実験結果と一致しない点があるように思われる。また、例は少ないが、実物大試料から作製した薄膜について観察したものもあるが、⁽⁵⁾⁽⁶⁾ 観察写真の不鮮明のため、それらからはまだ十分な知見は得られていないようである。

このたび、筆者らの研究室において、き裂の部分をそれほど侵すことなく、かつ、試料をかなりの程度まで薄く出来る電解研磨条件のあることが明らかになった。

そこで本章では、従来ほとんど情報の得られていなかった実物大試料に形成される疲れき裂先端近傍の転位組織の直接観察を試みた。観察は、初期き裂（第 1 段階）および巨視的き裂（第 2 段階）に分けて行なうことにした。初期き裂については、これまでに固執すべり帯の下部組織（てい状組織）が比較的明確にされている銅を用い、主としてこの組織と初期き裂の発生およ

び進展との関係に着目して観察し、その結果を検討した。また巨視的き裂については、純鉄および18-8ステンレス鋼を用い、き裂の先端部および側面における転位組織を観察し、さらにステンレス鋼については、加工マルテンサイト組織についても調べ、これらの結果から、この段階のき裂進展機構を考察した。*

なお、本実験で用いた薄膜作製法によつて得られた試料は数 μ 程度のかなり厚いものであり、通常の100 kvの電子顕微鏡では観察が不可能であつた。そこで、ここでは、超高電圧電子顕微鏡(2000 kv)を用いて観察を行なつた。

2.2 初期き裂先端近傍における転位組織(銅)

2.2.1 試験片および疲れ試験機

使用した材料は市販の無酸素銅(99.99%)である。まず素材(板状、厚さ3 mm程度)から図2.1に示すような形状の試験片を加工し、表面を研摩紙で#700まで仕上げしてから真空中で850 $^{\circ}$ C, 2時間の完全焼なましを

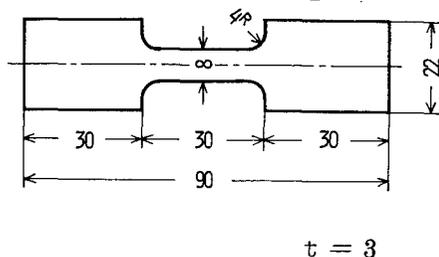


図 2.1 試験片の形状・寸法

* この研究では、第1段階のき裂および第2段階のき裂の観察に対して同一材料を使用出来なかった。それは、これら両者に対する薄膜試料の作製法が異っており、材料によつてその難易に著しい差があったためである。

行なつた。その後、電解研磨^{*}によつて表面層を数 μ 程度取り除いてから実験に供した。なお、このような試料の結晶粒径は100~200 μ 程度であつた。

実験は、島津UF15万能疲れ試験機(平面曲げ、33C/S)を使用し、平均応力零のもとで行なつた。

2.2.2 薄膜作製法

ここでは試料内部へ向かつて進展している初期き裂の先端近傍における転位組織を観察するため、試料表面に垂直な薄膜試料を作製した。

実際に薄膜試料を作製するには次のような要領で行なつた。まず疲れ材に2mm程度の厚さの銅メッキを施す。^{**}表2.1はこの時のメッキ液およびメッキ条件である。メッキされた試験片からフライス盤によつて1700 μ 程度の厚さの平板を縦方向に切り出す。1本の試験片から4枚の平板を切り出すことができる〔図2.2(a)参照〕。このような平板を研磨紙で800 μ の厚さまで研磨し、さらに電解研磨で400 μ の厚さまで仕上げる。この厚さの平板上で目的とする場所(き裂先端部)を、通常のジェット研磨法^{***}によつて、片側から180 μ 程度研磨する〔図2.2(b)参照〕。この時、仕上げ研磨によつてあけられる小孔がうまくき裂近傍にくるように注意しなければならない。このようにして予備研磨された試料を通常の方法で仕上げ研磨^{****}する。研磨量は片側約110 μ で、研磨時間はほぼ1時間である。^{*****}仕上げ研磨は小孔があいた瞬間をもつて終了する。最後に電子顕微鏡内の試料保持具(トレーガ、直径約3mm)の寸法に合わせるため、研磨部を切り出す必要がある。それには図2.3に示すように研磨部周辺をメルコートで被覆した後、電解研

* 電解研磨液は通常のリン酸系のものである。研磨条件など詳細については、3.3節参照。

** ここでは、メッキの容易さから、メッキを施す前に表面を数 μ 電解研磨している。

*** 3.4節参照。

**** 3.4節参照。

***** 初期き裂はこの程度の仕上げ研磨を行なってもそれほど侵されなかつた。

摩によつて無ひずみ的に切り出した。その後アセトン（約50℃）中でメルコート完全に溶解し、さらにエチルアルコールで充分洗浄した後これを電子顕微鏡用試料とした。

なお、観察は2000 kvの超高電圧電子顕微鏡を用いて行なつた。

表 2.1 メッキ液およびメッキ条件

成 分	分量	電 圧	電 流	液 温	時 間
硫 酸 銅	250 g	0.6 V	0.76 A	20℃	94 hr
硫 酸	50 g				
チ オ 尿 素	0.005 g				
2.6ナフタリンジスルホン酸ニナトリウム	0.5 g				
蒸 留 水	1 l				

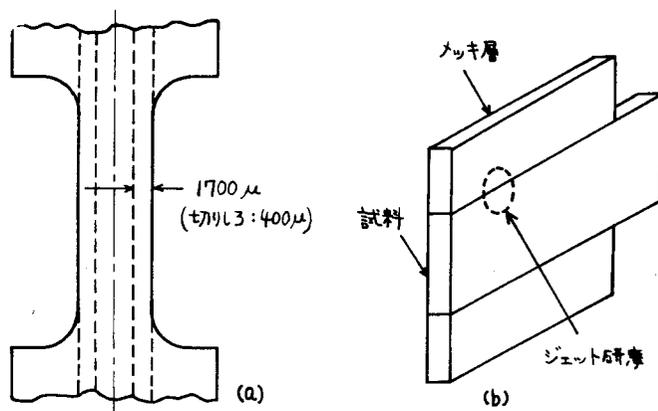


図 2.2 薄膜作製法

2.2.3 実験結果

観察は、応力振幅 $\sigma = 11 \text{ Kg}/\text{mm}^2$ (寿命 $N_f \cong 1.03 \times 10^6$ サイクル)のもとで寿命の約78% ($N \cong 8 \times 10^5$ サイクル)の段階まで疲れ試験を施した試験片について行なった。

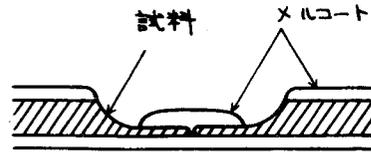


図 2.3 薄膜試料の切り出し法

このような試料には表面から内部へ向かった初期き裂(すべり帯き裂)が多数見られ、それらのき裂先端部にはほとんど例外なく明瞭なてい状組織が観察された。また、き裂の発生していない所においてもてい状組織が観察され、この組織はき裂発生に先行して形成されているように見えた。

図 2.4 はその代表的な一例である。ここでは二つの明瞭なてい状組織が形成されており、一方の組織に沿って微小き裂が進展しているが、他方ではき裂の発生は認められない。

図 2.5 も同様な例であるが、き裂と組織の関係をより詳細に示しているものと思われる。つまり、これを見ると、き裂の進展に寄与しているのはこの組織内のセル境界よりもむしろ転位密度の低いセル内部であろうことが推察される。^{*}

また、本実験中、試料内部へ進展している初期き裂の先端近傍においては、ポイドと思われる組織は全く観察されなかつた。

* 図 2.5 に示す初期き裂は試料表面より少し内部から発生しているように見えるけれども、このき裂が表面より発生していることは光学顕微鏡写真からも明らかに観察される。このような現象が現われるのは、メッキを施した試料を電解研摩する際の微妙な研摩速度の相違によるものである。(研摩条件によっては、メッキ層が速かに研摩される場合もあれば、逆の場合もあった。)

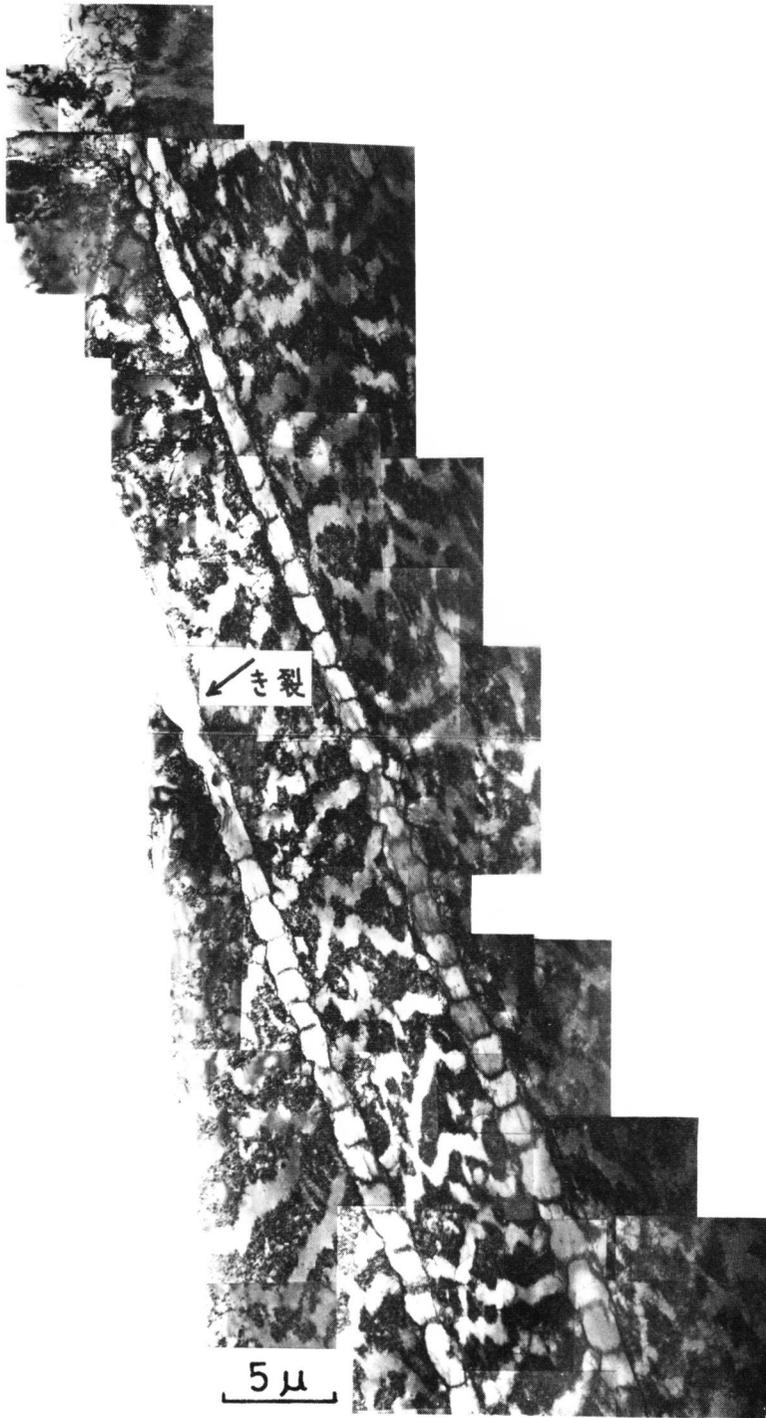


図 2.4 初期き裂とてい状組織

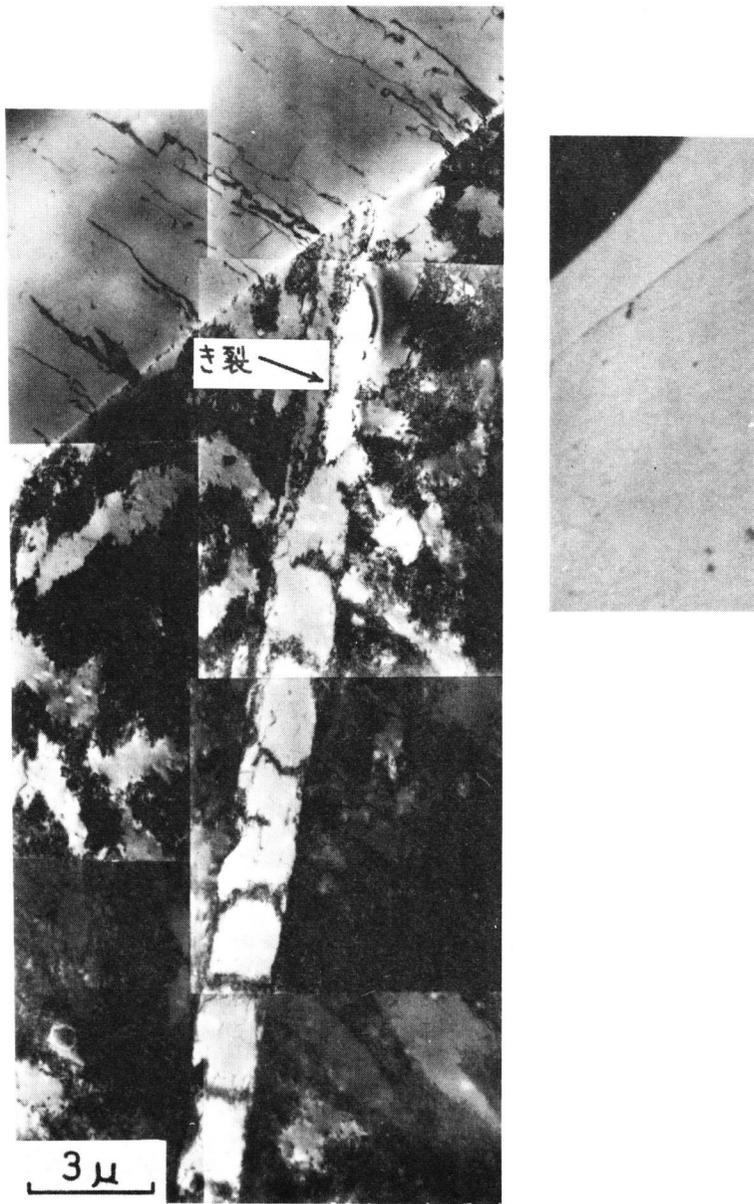


図 2.5 初期き裂とてい状組織

2.2.4 考 察

金属材料に繰返し応力を加えた場合、表面硬化層などがなければ、まず試料表面にすべり線が形成される。これらは応力の繰返しと共に発達して、入り込み (intrusion) および突き出し (extrusion) を伴った固執すべり帯 (persistent slip band) となり、通常疲れき裂はこの固執すべり帯中で発生する。その後、これらのき裂は、すべり面に沿ったせん断型の初期き裂 (すべり帯き裂) として、少しずつ (数 Å/cycle)⁽⁷⁾ 内部へ向かって進展し、それは結晶粒径程度の深さまで続く。普通、き裂の発生からこの段階までのき裂進展過程は連続したものととらえられ、これを第1段階 (stage I) のき裂進展過程と呼んでいる。⁽⁸⁾

ここでは、まず、このような第1段階のき裂進展機構に関する過去の研究を概観してみよう。

この段階のき裂進展過程については、古くから、表面観察あるいは断面観察が数多く行なわれており、さらに最近では破面観察 (フラクトグラフィー) による検討もなされている。その結果、これまでに種々の進展機構が提案されているが、それらは大別して、(1)すべり分離による機構、(2)ポイドの形成および連結による機構に分けられる。

すべり分離による進展機構は概念的な考え方であるが、最近では、転位論的な模型 (ラチェット機構) も数多く提案されている。⁽⁹⁾ またフラクトグラフィー観察によると、初期き裂の破面には最大せん断応力面に一致するようなフラセット (無特徴で平坦な破面) が形成されており⁽⁸⁾、⁽¹⁰⁾ すべり分離による進展を示唆している。しかしその転位論的機構を実証するような観察結果はまだ見出されておらず、従つて上記の種々のラチェット機構も現在のところ、いずれも仮説の域を出ないようである。

これに対してポイド説は、応力の繰返しによつて固執すべり帯中に発生した原子空孔 (vacancy) が凝縮してポイドを形成し、この連結によつてき裂

が発生および進展するという機構である。Woodら⁽¹¹⁾⁽¹²⁾⁽¹³⁾は斜め切断法 (taper sectioning technique) によつて、低応力疲れ (繰返しねじり) の場合、*このような機構でき裂が発生・成長することを観察している。しかし、その実験結果に対する問題点を指摘した報告⁽¹⁴⁾もなされており、その解釈には多少疑問が残るように思われる。また小倉・辛島⁽¹⁵⁾⁽¹⁶⁾はアルミニウム薄膜の疲れ試験 (平面曲げ) を行ない、固執すべり帯と思われる領域にポイドおよびそれを連結しながら進展している微小き裂を直接観察している。しかし、これは、バルク材内部のき裂進展挙動と表面層におけるそれとの相違から判断して、薄膜特有の現象ではないかという懸念もあり、この結果がそのまま通常のバルク材の疲れにも適用されるかどうか疑問視されている。

このほか、KlesnilとLukáš⁽¹⁷⁾は銅単結晶のせん断型き裂の破面下にも第2段階のき裂の場合と同様に微細なセル組織が形成されていることを明らかにし、この段階のき裂進展に対してもLairdら⁽¹⁸⁾の“plastic blunting process”**が適用されるとしているが、一般には認められていないようである。⁽¹⁹⁾

一方、第1段階のき裂の前駆的段階で発生する固執すべり帯については、その下部組織の直接観察に多くの努力が払われている。Lauferら⁽¹⁴⁾⁽²⁰⁾およびLukášら⁽²¹⁾⁽²²⁾は銅における固執すべり帯中にてい状組織 (ladder-like structure) を観察し、同様の組織がアルミニウム [Levinら⁽²³⁾、Mitchellら⁽²⁴⁾]、Al-Mg合金 [McGrathら⁽²⁵⁾]、15%Zn黄銅 [Lukášら⁽²⁶⁾]、低炭素鋼 [Klesnilら⁽²⁷⁾]などで観察されている。Lukášら⁽²¹⁾およびFinneyら⁽²⁸⁾は固執すべり帯に現われる凹凸は、転位密度の低いてい状組織が転位の通路 (channel) になり、多く

* Woodら⁽¹³⁾によると、高応力疲れの場合は、セル境界にポイドが集まり、その連結によつてき裂が発生・成長するとしている。

** 2.3.4節参照。

の転位の移動によるものであると考えている。また、Lukášら⁽²¹⁾⁽²²⁾ および Woods⁽²⁹⁾ はてい状組織の立体観察にも成功し、その三次元的モデルも二・三提案されている。⁽²¹⁾⁽²²⁾⁽²⁹⁾

以上のように、てい状組織そのものについての情報はかなり豊富になり、その形成機構なども次第に明らかにされつつある。しかし、この組織と初期き裂の発生および進展との直接的な関係については必ずしも明確でない。そこで、次に、本実験で得られた観察結果をもとに、初期き裂とてい状組織の関係について考察し、さらに初期き裂の発生および進展機構に関する推論を述べる。

従来の結果から、てい状組織が初期き裂の発生および進展に何らかの形で寄与しているであろうことは当然予想されるが、しかし、これを否定するような報告もいくつかなされている。Lukášら⁽²⁶⁾ は α 黄銅(31%Zn)の固執すべり帯にはてい状組織が形成されないという観察結果を示し、このような組織がき裂発生にとって必ずしも必要でない⁽²⁶⁾と推論している。また Helge-land⁽³⁰⁾ も、この組織とき裂発生とは無関係であると報告している。しかし本実験によると、この材料の疲れにおいては、試料表面から内部へ向かうてい状組織が数多く観察され、そのうちいくつかの組織内で初期き裂の発生が認められた。そして、それらの微小き裂の先端部にはさらに内部へ伸びたてい状組織が観察され、あたかも、き裂進展に先行してこのような組織が形成されてゆくように見えた。このような観察結果から判断して、少なくとも銅の場合は、* 応力の繰返しによつて試料表面層にまず固執すべり帯と共にてい状組織が形成され、その後このような組織に沿つて初期き裂が発生しさらに進展してゆくものと思われる。

またこのような微小き裂先端近傍にはポイドと思われる組織は全く観察さ

* 積層欠陥エネルギーの低い材料(例えば α 黄銅)についての観察は行なっていないので、本実験結果がこのような材料にそのまま適用されるかどうかは判らない。

れなかつたことから判断して、従来薄膜試料などと言われているポイドによる機構ではバルク材の内部へ向かう初期き裂の進展を説明することができない。従つてこの場合の進展機構としては次のように解釈することができる。

すなわち、栗谷ら⁽³¹⁾は銅についての研摩と熱処理の繰返しによる実験結果に基づいて、第1段階での疲れき裂の進展にはセルの境界自身よりもむしろこれを形成するためにできた転位密度の低い領域が寄与しているだろうという推論を得ている。つまりこのような転位密度の低い領域ではき裂の進展に寄与すると思われる空孔形双極子のような転位⁽³²⁾の運動が容易になり、*これが試料内部からき裂先端に向かって移動することによつてき裂の進展が起こるといふ機構である。本観察結果に対しても上記のような考え方で一応説明を与えることができるように思われる。すなわち、疲れの初期段階で、き裂の発生に先だつてまず試料表面層に固執すべり帯とそれに対応したてい状組織が形成され、このような組織内の転位密度の低い領域(セル内部)をき裂に寄与する転位が試料表面に移動することによつて微小き裂(入り込みのようなもの)が発生し、さらにその後の応力繰返しによつて同様な過程が繰返され、き裂はてい状組織に沿つて徐々に進展するものと考えられる。

2.3 巨視的(第2段階)き裂先端近傍における転位組織(鉄およびステンレス鋼)

2.3.1 試験片および疲れ試験機

材料には、電磁用純鉄および18-8ステンレス鋼(SUS304)の2種類の金属を用いた。*純鉄は、パーライトのようなき裂の進展に大きな障害とな

* 双極子が移動することについては多少疑問に思われるが、試料内部の弾性応力場によつて、これの可能なことを Kroupa は理論的に明らかにしている。(33)

** ここで用いる薄膜作製法では、銅、アルミニウムなどの軟金属の場合、研摩条件が不適当、あるいは研摩速度が速すぎるなどの困難さがあるため、ここでは、このような軟金属は用いなかった。

る組織の影響をさげ、また薄膜作製の容易さから比較的純度の高いものを選んだ。表 2.2 (a)および(b)にそれぞれの化学成分を示す。

本実験で用いる薄膜作製法は、栗谷ら⁽³⁴⁾がさきに報告したようなバルク材の無ひずみ切断法を併用すれば、一応任意の形状の実物大試験片にも適用されると考えられるが、最初から平板状の試験片を使用する方が薄膜作製の成功率は高いと思われた。(しかし、この場合でも成功率は10%程度であった。)そこで、図 2.6 に示すような平板の上端部に深さ 0.5 mm、曲率半径 0.2 mm の切欠きを入れた平板試験片を用いることにした。

純鉄は、直径が 12 mm の丸棒素材に 950 °C、1 時間の焼なましを行なった後、冷間圧延によって、厚さが 0.25 mm および 0.30 mm の板状にし、それから、図 2.6 の形状に機械加工した。その後、900 °C、1 時間の真空中熱処理によって加工ひずみを除去してから試験に供した。このような試料の平均結晶粒径は約 60 μ であった。

一方、ステンレス鋼は素材として熱間圧延ステンレス鋼板 (SUS 304、厚さ 0.25 mm) を用い、図 2.6 のような形状に機械加工した後、加工ひずみを取り除く目的で、アルゴン雰囲気中で、1100 °C、1 時間の加熱・水冷却の溶体化処理を施し、さらに、熱処理によって生じた酸化膜を除去するため試料表面を軽く化学研磨 (研磨液: 塩酸 50%、硝酸 10%、リン酸 5%、蒸留水 35%) してから試験に供した。このような試料の平均結晶粒径は約 60 μ であったが、粒内には多くの双晶が形成されていた。

表 2.2 試料の化学成分 (%)

(a)		C	Si	Mn	Cu	P	S	
	鉄	0.01	0.01	0.28	0.02	0.009	0.01	
(b)		C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr
	ステンレス鋼	0.06	0.66	1.52	0.03	0.02	8.89	18.5

疲れ試験には、すでに報告されている自由振動型の平板曲げ疲れ試験機⁽³⁵⁾⁽³⁶⁾を用いた。図 2.7 にその概観を示す。実験は毎秒の繰返し数が、それぞれ、大体 120 C/S (純鉄) および 90 C/S (ステンレス鋼) 程度であり、観察は主に切欠き底から 1.5~2.0 mm まで進展した疲れき裂の先端近傍について行なった。

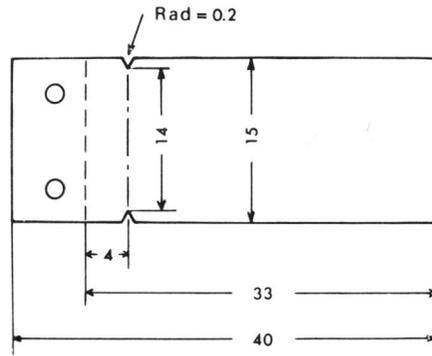


図 2.6 試験片の形状・寸法

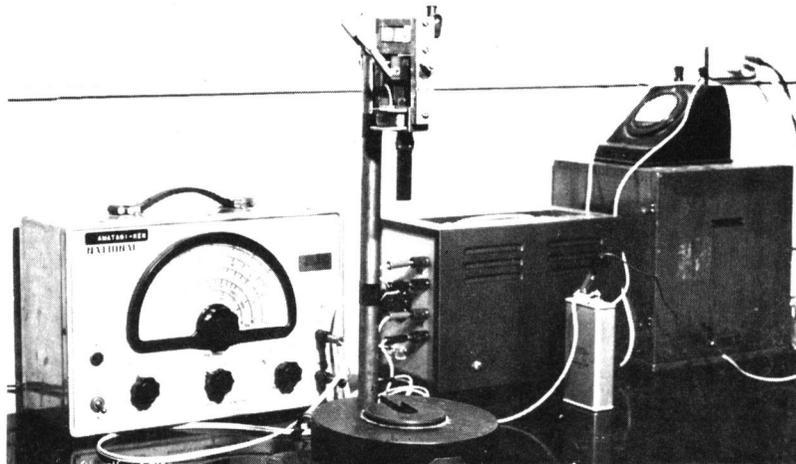


図 2.7 平板曲げ疲れ試験機

2.3.2 薄膜作製法

疲れき裂が第2段階まで成長すると、通常の電解研磨ではき裂近傍が優先的に研磨されるため、き裂を含む薄膜試料の作製は技術的にほとんど不可能とされている。そこで上記のような困難さを回避するため、従来から種々の特殊な方法が考案されている。例えば、Lukášら⁽³⁷⁾はメッキ法を、またMurrら⁽²⁾、辛島ら⁽³⁾および上村ら⁽⁴⁾はあらかじめ作製した電子線の透過可能な程度の薄膜試料を用いる方法を、さらにGrosskreutzら⁽⁶⁾はion-milling法を採用して、疲れき裂近傍組織の直接観察に一応成功している。しかし、それらは実物大試料(バルク材)内部における第2段階のき裂先端部の転位組織を十分正確に観察したものとは思われない。^{*}

本実験では、バルク材に形成された第2段階のき裂の場合でも、ジェット式の電解研磨で研磨速度をある程度速くすると、き裂はそれほど侵されることなく試料全体は数 μ 程度まで薄くなることを見出した。^{**} これは、研磨速度が速く、電解研磨液がき裂の内部深くへ侵入する余裕がないためではないかと思われるが、詳細なことは明らかでない。このような条件での研磨量と時間の関係の一例を図2.8に示す。

実際に疲れき裂先端部から薄膜試料を作製するには、次のような要領で行なった。上向きにしたジェット・ノズルを金属顕微鏡試料台の下に、その光軸と一致するように組込む。試験片の乗っている顕微鏡試料台を移動して目的とする場所(き裂の先端)を、研磨によつてあけられる小孔の予想位置の近くに置く。このような状態で試験片の裏面から適当な深さまで研磨した時、操作を中断する。そこで、試料を蒸留水、エチルアルコールで充分洗浄した

* Lukášら⁽³⁷⁾およびGrosskreutzら⁽⁶⁾はバルク材を用いているが、観察は主にき裂側面近傍について行なったものであり、き裂先端部の観察は十分とは言えないように思える。

** Unwinら⁽³⁸⁾も、疲れき裂を含む薄膜作製に著者らと異なる方式のジェット研磨を利用しているが、き裂先端部の転位組織の観察には至っていない。

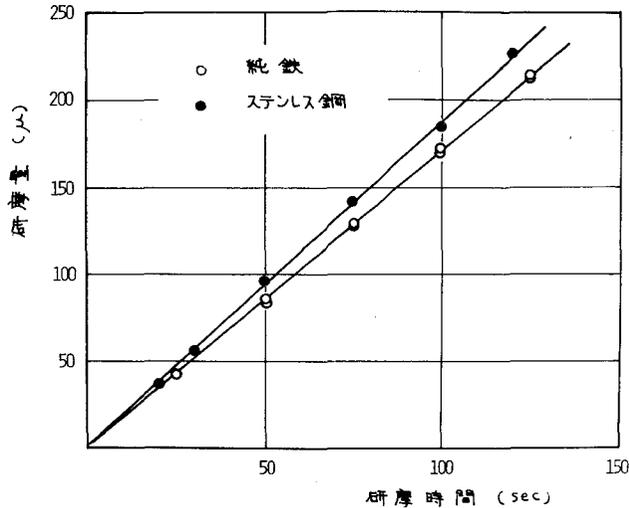
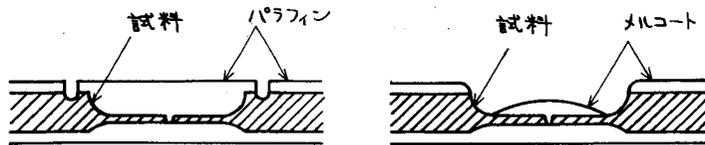


図 2.8 研磨量と時間の関係

後、研磨した面をメルコートで被覆する。次に、メルコートが乾燥してから試験片を裏返し再び研磨を行なう。後段の研磨においては、絶えず顕微鏡観察を行ない、所定の位置に小孔があき、これが成長して、その周辺がき裂の先端に近づいた瞬間をとらえ、研磨操作を終了する。そして、蒸留水、エチルアルコールで充分洗浄した後、50 °C前後のアセトン中でメルコートを完全に溶去する。*

最後に、試料の大きさを電子顕微鏡内の試料保持具(トレーガ)の寸法に合わせるため、研磨部分を直径 3 mm 程度に切り出す必要があつた。それには鉄の場合は、図 2.9(a)に示すように研磨部周辺をパラフィン(融点 50 °C)で被覆し、化学研磨液(35%硝酸水溶液)によつて無ひずみ的に切り出し、

* メルコートのため、き裂先端近傍で表面に多少のうねりが残ることがある。その場合は、両材料とも、化学研磨液(塩酸 50%、硝酸 10%、リン酸 5%、蒸留水 35%)によつて、さらに表面をわずかに研磨して仕上げた。



(a) 鉄の場合

(b) ステンレス鋼の場合

図 2.9 薄膜試料の切り出し法

その後、70°C前後のリグロイン中でパラフィンを完全に溶去し、さらにエチルアルコールで充分洗浄した後、これを薄膜試料とした。ステンレス鋼の場合は、* 同図(b)に示すように研磨部周辺をメルコートで被覆した後、電解研磨（研磨液は、過塩素酸；1，エチルアルコール；4）によつて無ひずみ的に切り出した。その後、アセトン（50°C）中でメルコートを完全に溶解し、さらにエチルアルコールで充分洗浄した後、これを薄膜試料とした。なお、ステンレス鋼の場合は、薄膜試料が非常に小さく（直径2 mm程度）なつたので、これを銅製double gridにはさんで観察に供した。

以上のような操作によつて、試験片表面より任意の深さの場所からき裂を含む薄膜試料を作製することができた。研磨の良否は種々の因子（電圧、電流、電解速度、温度、極板間隔など）に支配される。ここで使用したこれら条件の一例を電解研磨液と共に表 2.3 に示す。図 2.10 (a)はこの装置の説明図であり、また同図(b)はその概観図である。** さらに、図 2.11 は試験片表面より40 μの場所から作製した薄膜試料の一例で、き裂とその先端近傍に

* ステンレス鋼の場合、パラフィンを用いる切り出し法では、研磨液が仕上げ面に侵入する場合があったので、この方法を採用した。

** 予備薄膜の作製（通常、仕上げ研磨操作の前段階で行なわれる）に、これと類似な方法が菅野によって採用されている。(39)

あけられた小孔を示している。

前述のように、これら薄膜の厚さは大体数 μ 程度のものである。そのため、通常の電子顕微鏡(100 kv)では転位組織を観察することが出来ない。そこで、本観察では、超高電圧電子顕微鏡(公称電圧3000 kv、測定電圧2000 kv)を利用した。

表 2.3 ジェット研磨液および研磨条件

成分	体積比	電圧 V	電流密度 A/cm^2	液温 $^{\circ}C$	試料ノズル間距離 mm
過塩素酸	20	70~80	5~6	20	1.5
エチルアルコール	80				

- A 光学顕微鏡
- B 試料
- C クロス・ステージ
- D ジェットノズル
- E 電解研磨液
- F じょうど

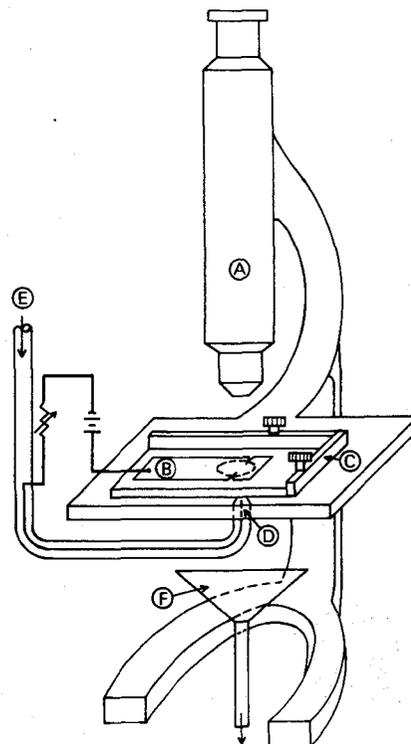


図 2.10 (a) ジェット式研磨装置の概略図

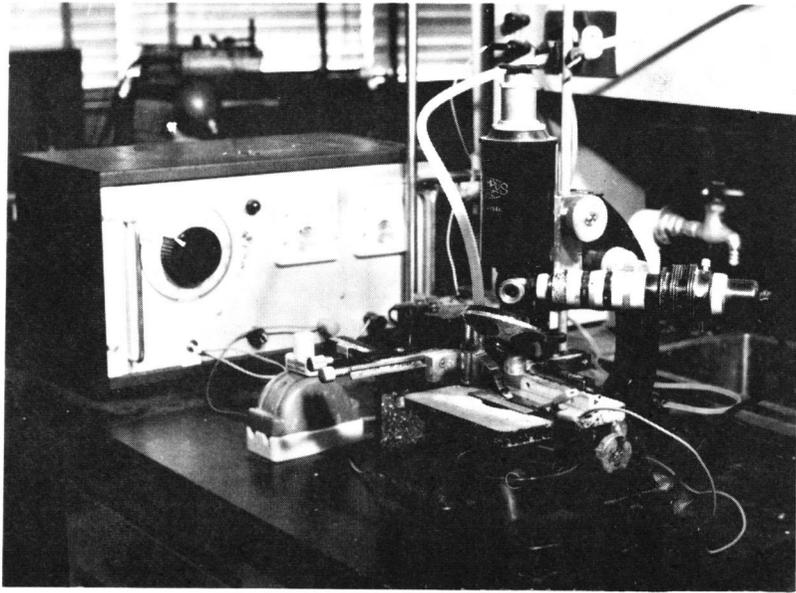
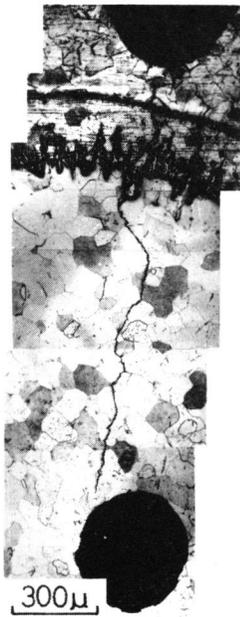
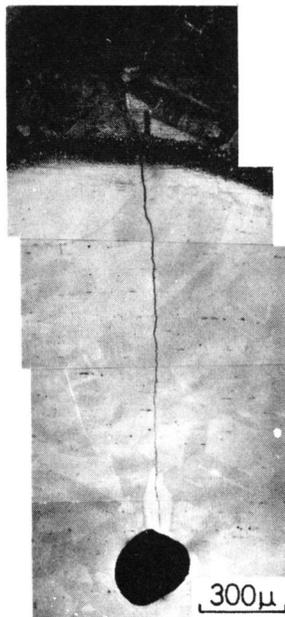


図 2.1 0 (b) ジェット式研摩装置



(a) 鉄の場合



(b) ステンレス鋼の場合

図 2.1 1 ジェット研摩後のき裂の様相

2.3.3 実験結果

まず、参考のため、切欠き底に発生した疲れき裂の進展速度を調べた。それには、疲れ試験の途中、適当な繰返し数ごとに試験を中断し、試験片は試験機に取り付けたまま、バーニア付き顕微鏡によつて、表面における切欠き底からのき裂長さを実測して、まずき裂進展曲線を求め、き裂の進展速度はその勾配から求めた。図 2.1 2 は、本実験で得られた鉄およびステンレス鋼のき裂進展曲線の一例である。これらは従来の結果⁽⁴⁰⁾とほぼ同様な傾向を示し、最初き裂は比較的低い速度で進展するが、き裂が長くなるに従つて加速度的に進展する様子がよく判る。そして、き裂長さが 2 mm の時の進展速度として、 $0.010 \mu/\text{cycle}$ (鉄) および $0.014 \mu/\text{cycle}$ (ステンレス鋼) が得られた。これは第 2 段階のき裂進展過程のうちでもかなり低速度の領域

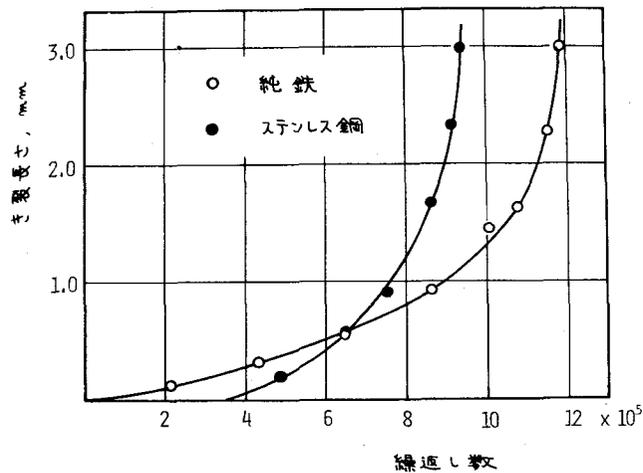


図 2.1 2 き裂進展曲線

に属する。*

また、これらのき裂進展曲線を見ると、ステンレス鋼では鉄の場合に比べてき裂発生までに要する繰返し数が多くなっていることが判る。これは、両材料についてのいわゆる被害曲線 (damage line)⁽⁴¹⁾ の違いと傾向がよく似ている。

前述したように、本観察は、主として切欠き底から約 2 mm 程度入ったき裂についてのものであるが、小寺沢⁽⁴²⁾ は板状試験片の疲れにおけるフラクトグラフィー観察によつて、試料表面からほぼ 30 μ までの表面層における疲れき裂の進展挙動は、それより内部におけるものと著しく異なることを明らかにしている。そこで、ここでは一応、試料内部を代表し得るものとして、表面から約 40 μ の深さの場所における疲れき裂先端近傍の組織を観察することにした。(この実験では、表面から観察予定層までの深さを 3 μ 程度の精度以内で調整することが可能である。)

以下、鉄およびステンレス鋼についての観察結果を述べる。

(i) 鉄の場合⁽⁴⁴⁾

まず、試験前の熱処理効果を確かめるためと、薄膜作製過程中に余分なひずみが加わっていないかを確認するため、処女材 (900 °C、1 時間の真空中焼なましを行なったもの) の内部組織を、ここで用いた方法によつて作製した薄膜について観察した。図 2.13 はその一例であり、熱処理によつてほとんどの転位は消滅し、また、薄膜作製時のひずみも生じていないことが判る。

次に、疲れき裂側面に形成される転位組織を示す。図 2.14 (a), (b) および

* 巨視的き裂進展速度とストライエーション間隔が良い一致を示すのは、進展速度がほぼ 0.1 ~ 1 μ /cycle の範囲である。⁽⁴³⁾ 本実験ではこのような高速度領域における進展き裂についての観察は行なっていない。それは、このようなき裂では、今の薄膜作製法でもき裂近傍がやや侵され過ぎたためである。

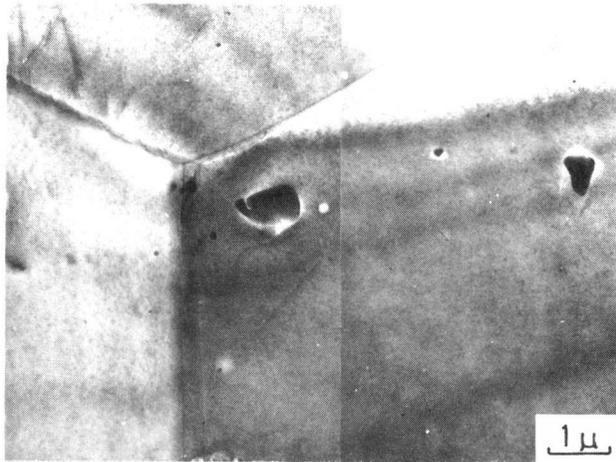
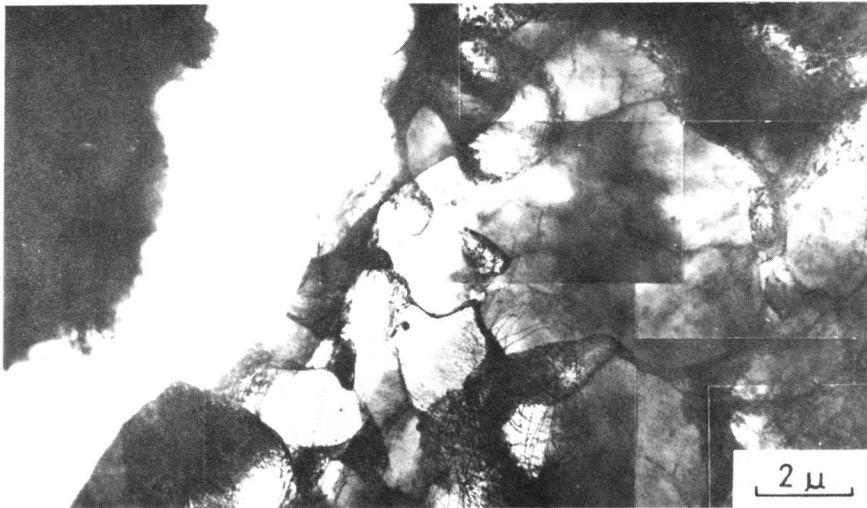


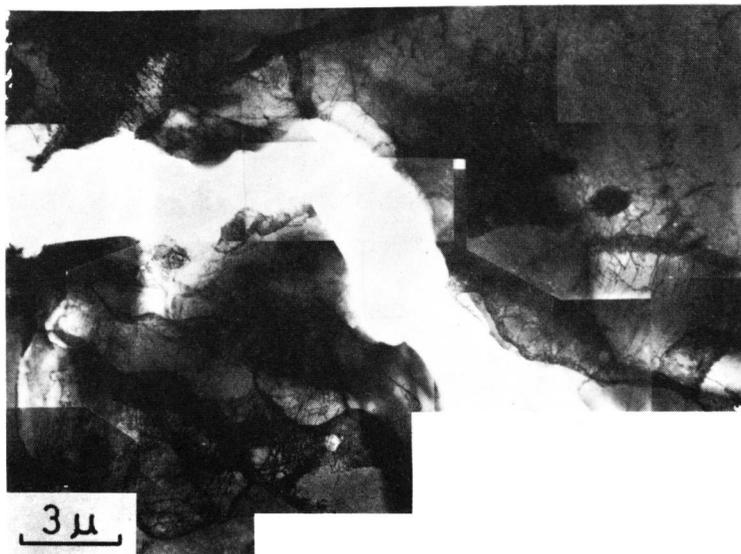
図 2.1 3 試験前の内部組織（鉄）

(c)はその代表的な例であり、いずれも、き裂の側面には非常に発達した明瞭なセル組織が形成されている。これらの中には、かなりの転位を含んだセルもあるが、概して、セル内部の見掛上の転位密度は比較的低いようである。このような転位密度の低下は、き裂形成によつて起こるひずみ緩和のためと考えられる。また、セルの寸法は、き裂側面近傍では小さく、それから離れるに従つて次第に大きくなつていくように思われる。き裂の側面に形成される組織のこのような特徴は、銅について観察した Klesnil と Lukáš⁽¹⁷⁾⁽³⁷⁾ および Purcell と Weertman⁽⁴⁵⁾ らの結果や Al-Mg 合金についての Wilkins と Smith⁽⁵⁾ のものと類似している。

一方、図 2.1 5 (a), (b) および (c) は、疲れき裂先端近傍に形成された転位組織の代表的な例である。き裂側面で明瞭なセル組織が観察されたのに対し、き裂先端近傍にはきわめて密度の高いからみ合った転位からなる組織が形成されていることが判る。(a)では、き裂先端からある程度離れた領域においてはかなり明瞭なセル組織が見られるけれども、き裂のごく先端部約数 μ の範

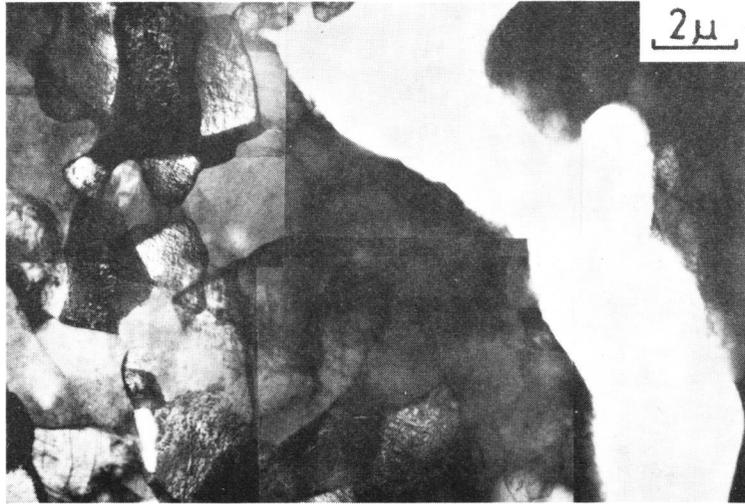


(a) よく発達したセル組織



(b) よく発達したセル組織

図 2.1 4 鉄の疲れき裂側面に形成された転位組織

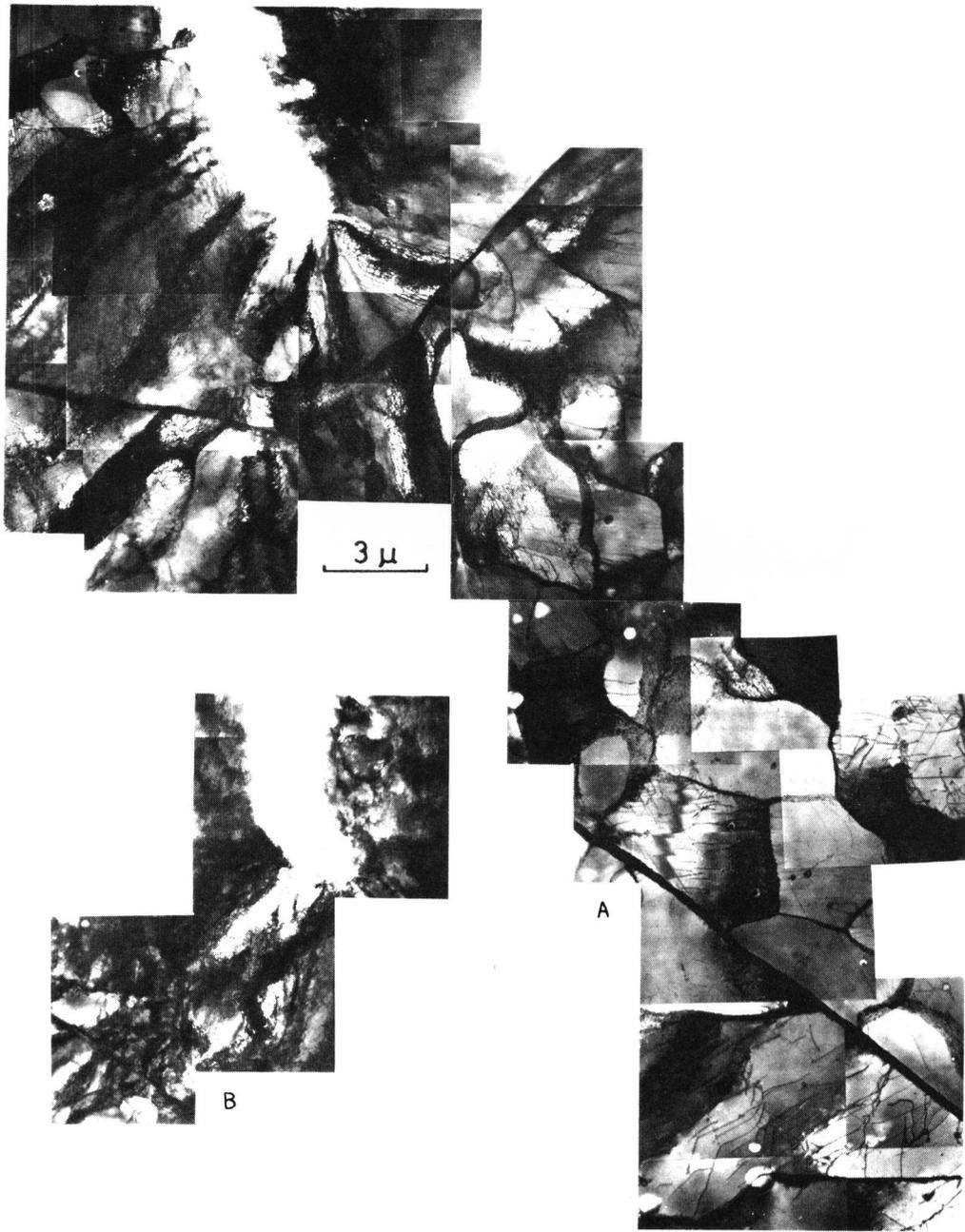


(c) よく発達したセル組織

図 2.1 4 鉄の疲れき裂側面に形成された転位組織

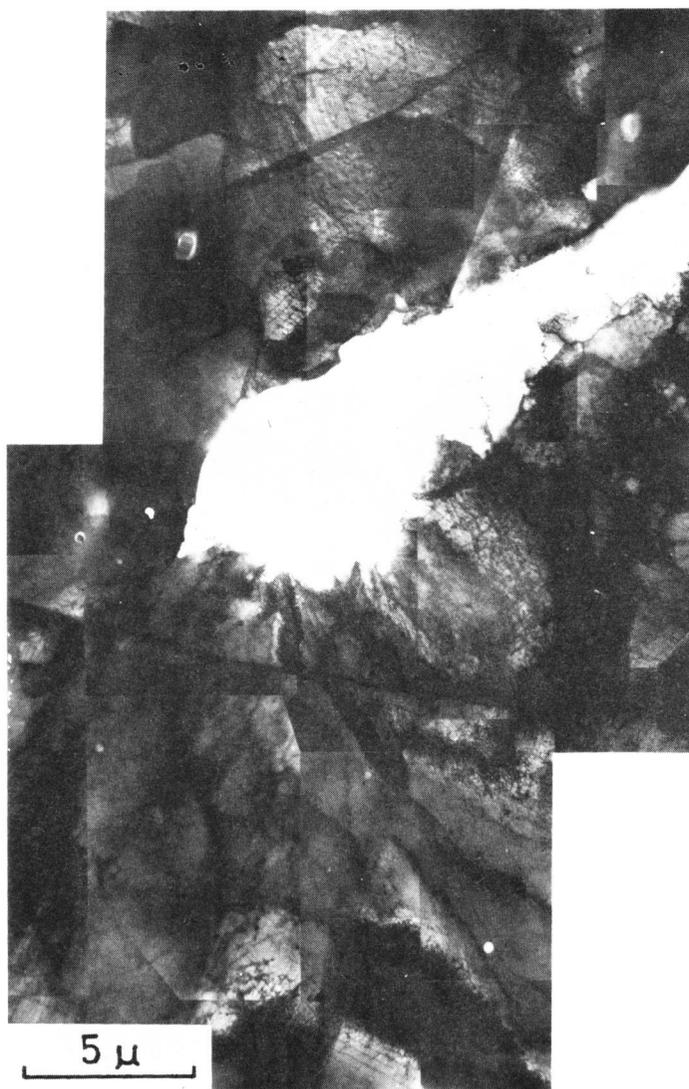
囲内では高密度の転位からなる組織が形成され、セル組織はこれらの転位組織によつてマスクされたように見える。電子顕微鏡観察ではコンター*のところで転位線は最も強いコントラストを示す。⁽⁴⁶⁾ (a)において、からみ合った転位は集まってバンド状に形成されているように見えるのはこのためである。しかし、試料を傾斜して観察することにより、このような転位組織がき裂先端近傍に一様に分布していることを確認することが出来た。[(a)のB参照] 従つて、き裂先端部は、これらの組織のため、非常に強い加工硬化を受けていることが想像される。(b)では電解研磨の際にき裂がやや侵され過ぎて太くなり、また、き裂先端部もコンターなどのため少し不鮮明になっている

* 一種の干渉縞であり、厚さの変化による thickness contour とひずみ(曲げ)による bend contourがあるが、図2.15に現われているのは bend contour である。



(a)

図 2.1 5 鉄の疲れき裂先端部に形成された転位組織



(b)

図 2.1 5 鉄の疲れき裂先端部に形成された転位組織



(c)

図 2.1 5 鉄の疲れき裂先端部に形成された転位組織

が、大体(a)と同じ傾向を示しているように思われる。(c)はほとんどコンターが入らなかつたため、疲れき裂先端部の組織が非常に明瞭である。つまり、き裂のごく先端部では高密度の転位からなる組織が、また、その外側ではよく発達したセル組織が観察され、(a)や(b)と同様の傾向を示した。

図 2.1 6 は、この実験中、たまたま結晶粒界において著しく進行方向を変えられたき裂の先端近傍における組織である。このようなき裂は応力軸に対して直角ではなく、従ってき裂に作用する垂直応力も小さくなっているものと思われる。もちろん、これは例外的なものであつたが、き裂先端の組織が転位のからみ合いを始める初期段階は、おそらくこのようなものであろうと推定された。

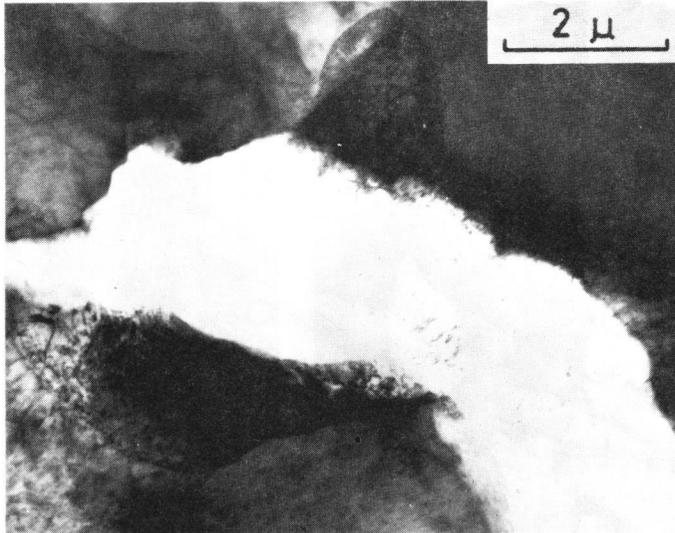
疲れき裂はセル境界に沿つて進行するという説があるが、⁽⁴⁷⁾⁽⁴⁸⁾⁽⁴⁹⁾本観察中にはこのようなき裂はほとんど見当らなかつた。むしろ、セル組織を分割しながら進行しているものが多く観察された。図 2.1 7 (a), (b)および(c)にその代表的な例を示す。このうち(c)では、き裂の途中でき裂が一見中断しているように思われるが、試料を傾斜して観察してみると、き裂自体が試料表面に対して同右図に示したような関係にあることが判つた。^{*} このき裂は電解研磨の際にも余り侵されずに残つていたため、疲れき裂がセルを分割しながら進展してゆくことや、分割されたセル内部は転位密度が比較的低いということなどがよく判る。しかしながら、これらの観察結果は、前述のき裂側面の観察結果と共に、き裂とその通過後に回復した内部組織との関係を示していることになるので、これらからは、疲れき裂の進展機構についての十分な知見は得難いように思われる。

また、本実験では、試験片表面からほぼ 30 μ 以上内部での疲れき裂（第 2 段階）の先端近傍には、微小先行き裂やポイドは観察されなかつた。試料

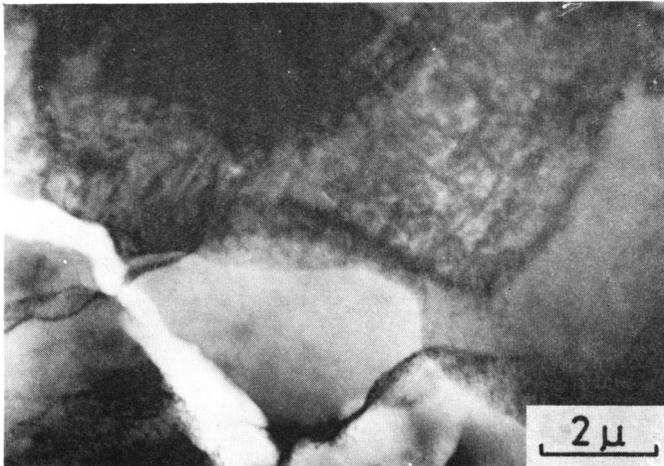
* 本観察では、試料がかなり厚いため、ときどきこのようなき裂が見られた。



図 2.16 結晶粒界で著しく進展方向を変えられた
き裂の先端近傍組織(鉄)

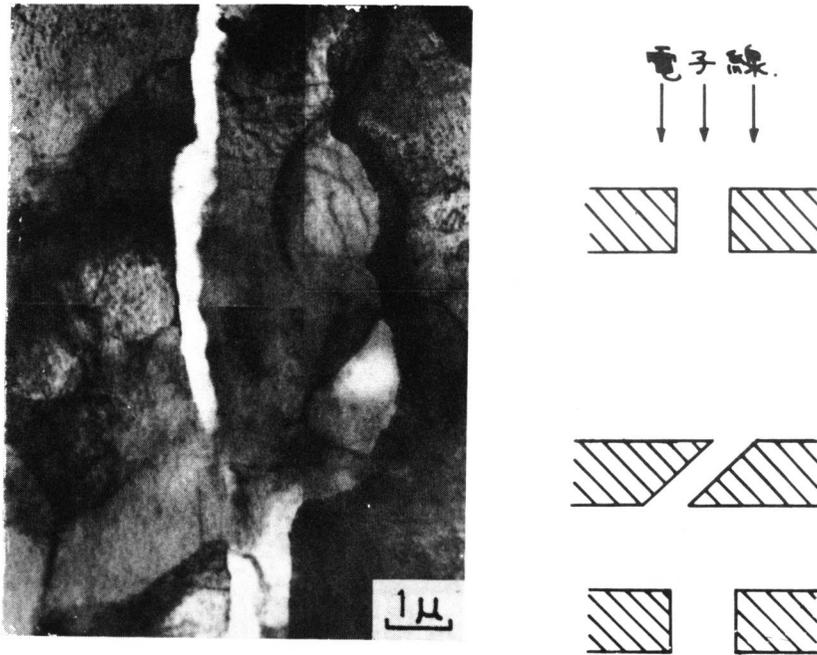


(a)



(b)

図 2.17 セル組織を分割しながら進展している疲れき裂(鉄)



(c)

図 2.17 セル組織を分割しながら進展している疲れき裂(鉄)

表面⁽⁵⁰⁾や薄膜試料⁽¹⁵⁾⁽¹⁶⁾⁽⁵¹⁾⁽⁵²⁾に発生した疲れき裂先端において、これらを観察した報告もあるが、おそらくそれは表面層あるいは薄膜に特有な現象であろうと思われる。

(ii) ステンレス鋼の場合

まず、鉄の場合と同様に、参考のため、処女材(試験片作製後1100°C、1時間の加熱・水冷却の溶体化処理を施したもの)の内部組織を観察した。図2.18にその結果の一例を示すが、熱処理によつて、転位はほとんど消失していることが判る。

次に、疲れき裂側面に形成される転位組織の代表的なものを図2.19(a)および(b)に示す。鉄の場合、き裂側面にはかなり広い領域にわたつて明瞭なセル組織が形成されていたが、ステンレス鋼の場合は、セル組織よりもむしろ

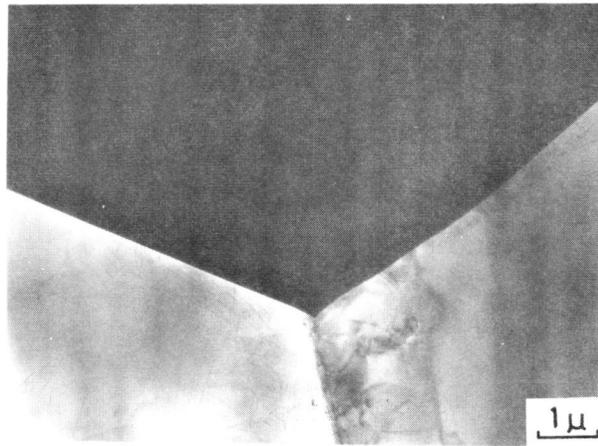


図 2.18 試験前の内部組織
(ステンレス鋼)

高密度の転位からなる組織が多く観察された。もちろん、セル組織の観察されることもあつたが、その場合でもき裂側面のごく近傍にかぎられており、これが代表的な組織とは思われなかつた。き裂側面に形成される組織のこのような傾向は、ステンレス鋼の積層欠陥エネルギーの低いことから容易に理解される。

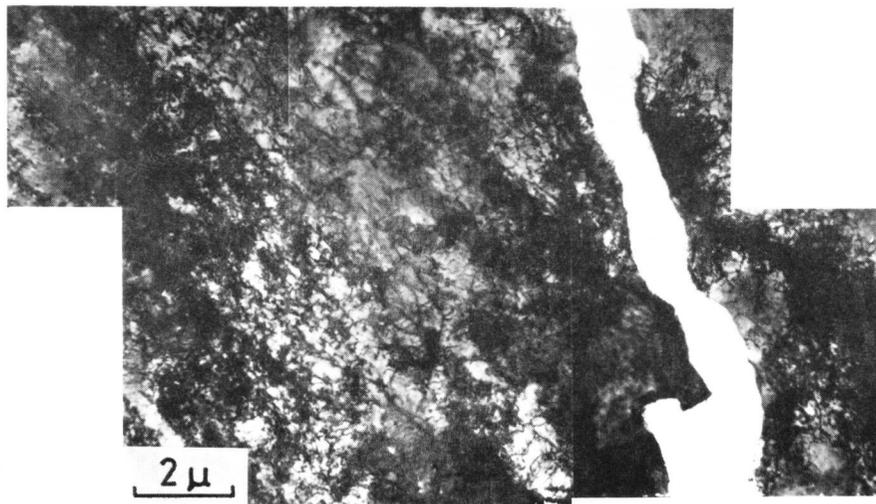
次に、疲れき裂先端近傍に形成される転位組織の観察結果について述べる。ステンレス鋼の場合、今の薄膜作製法では、試料切り出し過程などで生ずるわずかのひずみによつてもき裂先端部に割れや bend (bend コンターの原因になる) が入った。^{*} このため、この材料ではき裂先端部の組織観察が一層困難となり、その成功率は鉄の場合に比べてさらに悪くなつた。図 2.20 (a) はこのような著しい bend コンターを含んだき裂先端近傍における組織観察

* これは、積層欠陥エネルギーが非常に低いため、交差すべりを起こし難く、わずかのひずみでもき裂先端部に著しく集中するためと考えられる。

の一例である。これを見ると、き裂先端近傍には一様に分布した高密度の転位からなる組織が形成されているようであるが、強いコントラストのため、転位組織を完全に把握することは困難なように思われた。

図 2.2 0 (b) は幸い bend の入らなかつた試料について行なつた代表的な観察結果である。これを見ても判るように、疲れき裂先端部では高密度の転位からなる組織が形成されており、また、この領域の外側では不完全なセル組織が観察される。これは鉄の場合とほとんど同じ傾向を示しているが、ただ鉄の場合に比べて、き裂先端部での転位のからみ合いの程度が少なく、また外側の領域で形成されているセル組織が不明瞭であつた。このような傾向もこの材料の積層欠陥エネルギーの低いことから理解される。

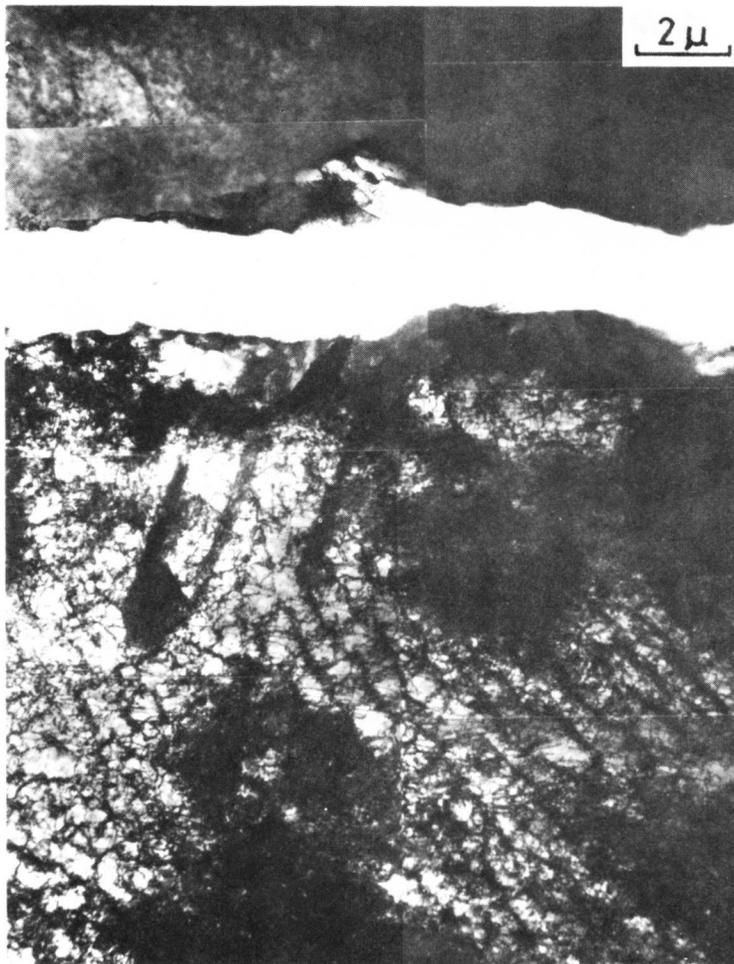
以上は転位組織についての観察結果であるが、この材料ではそのほかに加工マルテンサイト組織の生ずる可能性もある。しかし、き裂近傍における電子回折像〔図 2.2 0 (b) の電子回折像参照〕から判断して、き裂側面において



(a) かなり密度の高い転位からなる組織

図 2.1 9 ステンレス鋼の疲れき裂側面に形成された転位組織

も、またき裂先端部においてもマルテンサイト組織は認められなかった。ステンレス鋼における疲れき裂近傍でこの組織を観察したという報告⁽⁵³⁾⁽⁵⁴⁾もあるが、これは、この材料の成分の僅かな違いによるものか、あるいはまた、使用した応力振幅の違いによるものかもしれない。



(b)

図 2.19 ステンレス鋼の疲れき裂側面に形成された転位組織



(a) 強いコンターを含んだき裂先端部

図 2.20 ステンレス鋼の疲れき裂先端部に形成された転位組織



(b)

図 2.20 ステンレス鋼の疲れき裂先端部に形成された転位組織

2.3.4 考 察

疲れき裂がすべり面に沿ったせん断型の進展段階（第1段階）を過ぎると、いわゆる第2段階に入る。この段階では、き裂は引張方向に垂直に進展し、通常、破面には応力サイクルに対応したストライエーション(striation)^{*}が形成される。この段階のき裂進展過程は、従来、結晶学的影響をほとんど受けないと言われている^{**}ため、破壊力学による定量的取り扱い（巨視的研究）も多くなされており、き裂進展速度と応力拡大係数（K値）の関係など、多くの成果を収めている。

第2段階のき裂進展の機構に対しては、モデル的な提案や、内部組織の観察をもとにした転位論的な説明もある。ここでは、まず、これらの研究をふり返ってみよう。

上述のように、この段階の疲れ破面にはストライエーションが形成されることから、それに基づいたき裂進展機構が考えられている。LairdとSmith⁽¹⁸⁾⁽⁵⁵⁾は、応力繰返しの引張過程におけるき裂先端の塑性変形による鈍化、および圧縮過程における再鋭化によるき裂進展模型、いわゆる“plastic blunting process”を提案し^{***}、それによつて延性ストライエーションの形成をうまく説明しているため、現在では広く一般に受け入れられている。

Grosskreutzら⁽⁶⁰⁾はアルミニウムの疲れ破面数 μ 下部においてセル組織を、またLukáňら⁽³⁷⁾は銅単結晶の破面直下にきわめて微細なセル組織

-
- * ストライエーションには延性のもつとぜい性のもつがある。普通観察されるのは前者であり、後者はアルミ合金の腐食性ふん囲気中での疲れなどで現われると言われている。(8)
 - ** しかしBirkbeck⁽⁵⁶⁾は、この段階も、結晶学的影響を受ける段階(stage II_a)とそうでない段階(stage II_b)に分けるべきだと提案している。事実、最近、stage II_aに着目した研究も多くなされている。(57)(58)(59)
 - *** この説は、ストライエーション間隔が10 μ 以上という、非常にき裂進展速度の高い範囲での観察結果に基づいたものである。

(寸法約 0.1μ) を観察している。* さらに、Wilkins ら⁽⁵⁾ は $Al-1/2\% Mg$ 合金について、き裂のごく先端とその側面約 6μ 程度の領域で、回復組織と思われる明瞭なセル組織を観察している。これらの観察結果から、上記の研究者らはすべて、“plastic blunting process” を支持しているが、その原子的機構は必ずしも十分明確ではない。⁽⁶¹⁾

なお、Laird らの模型に類似のものとして、その後、これを単純化した McEvily ら⁽⁶²⁾ のモデル、すべり分離をモデル化して理論解析した Tomkins⁽⁶³⁾ のモデル、また、結晶学的影響を受けるような低伝播領域に対する Pelloux⁽⁵⁷⁾⁽⁵⁸⁾、あるいは Bowles ら⁽⁵⁹⁾ のモデル、さらに、疲れき裂進展に対する交差すべりの重要性を考慮した Ishii ら⁽⁶⁴⁾ のモデルなどが提案されている。また、最近、Neuman⁽⁶⁵⁾⁽⁶⁶⁾ は、銅単結晶の応力繰返し中に生ずる strain burst に基づいて、き裂先端の鈍化を伴わないすべり分離の機構 (coarse slip モデル) を提案しているが、その疲れき裂進展機構への適用に対しては否定的な文献が多い。⁽⁶¹⁾⁽⁶⁹⁾

これに対し、繰返し応力によつて疲れき裂先端部に形成される転位組織 (その中でもとくにセル組織) がき裂進展に重要な役割を演じていると考える研究者も多い。** Grosskreutz ら⁽⁴⁷⁾⁽⁴⁸⁾ は、アルミニウムについての実験結果から、疲れき裂はセル境界を優先的に進むことを示し、その理由として、この境界が母地 (マトリックス) に比べてひずみエネルギーが高いこと、き裂進展に寄与する転位の供給源になつていることなどを挙げている。同様の説が Avery ら⁽⁴⁹⁾ によつても提案され、また McEvily ら⁽⁶²⁾ は、き裂はセル境界と母地との境目を進展するだろうと考えている。さらに、Holden⁽⁵⁰⁾

* Lukáčik らはストライエーションと対応させた観察例も示している。⁽⁶⁷⁾ ストライエーションに対応した組織は、そのほか、Bowles ら⁽⁶⁸⁾ も破面に平行な薄膜試料を用いて観察している。

** これに対し、疲れき裂先端部に生ずる転位組織は、き裂進展の支配的因子ではなく、単なる結果にすぎないと考える研究者⁽⁵⁹⁾⁽⁶⁹⁾ もいる。

は、セル境界に沿って形成された微小き裂が主き裂と連結することによつてき裂進展が起こるといふ考えを表面観察の結果から提案している。しかし、これらの説については確実な実験的証拠も十分でなく、*むしろそれを否定する報告⁽⁵⁾もなされている。

また一方、応力繰返しによるポイドの形成とその連結によるき裂進展機構も提案されている。辛島らは、板状試験片の一部にあらかじめ電子線の透過可能な薄膜部を作り、これに繰返し曲げ応力を加え、薄膜部に発生した疲れき裂近傍の転位組織を観察している。⁽³⁾⁽¹⁵⁾⁽¹⁶⁾⁽⁵¹⁾⁽⁷⁰⁾彼らはまず100 kvの電子顕微鏡によつて、銅、 α 黄銅およびアルミニウムについて観察を行ない、⁽³⁾⁽⁷⁰⁾アルミニウムについては、さらに詳細な知見を得るため、500 kvの観察⁽¹⁵⁾⁽¹⁶⁾⁽⁵¹⁾も行なっている。その結果、疲れき裂のごく近傍には、セル組織などの転位組織のほか、ひずみ集中域が存在し、⁽³⁾⁽¹⁵⁾⁽⁷⁰⁾さらにアルミニウムについては、それらのひずみ集中域の中に多数のポイドの形成されていることを示している。^{(15)(51)**}そして、疲れき裂はこれらのポイドが互いに連結することによつて進展するだろうと考え、⁽¹⁵⁾⁽⁵¹⁾セル境界が空孔(vacancy)拡散の優先経路になり得ると考えている。⁽¹⁵⁾しかし、辛島らの観察結果は薄膜部あるいは表面層特有の現象ではないかという懸念があり、これらの結果をそのままバルク材に適用し得るか否かは疑問に思われる。事実、疲れ過程でのポイドの発生に否定的な報告⁽⁵⁾⁽⁷¹⁾もあり、また小寺⁽⁴²⁾は、バルク材では内部と表面層でき裂の進展機構が著しく異なることを指摘している。

なお、このほかに、小林・中沢⁽⁷²⁾は、セル境界にポイドが形成され、それが成長して微小き裂となり、主き裂と連結することによつてき裂進展が起

* 辛島ら⁽³⁾⁽¹⁵⁾⁽⁷⁰⁾のアルミニウムについての観察によると、セル境界に沿っていると
思われる疲れき裂の例が示されている。

** 小倉ら⁽⁵²⁾は、鉄についても、同様な実験によってポイドを観察している。

こるといふモデルを提案しているが、実験的裏付けに乏しいようである。

以上のように、第2段階のき裂進展機構については、これまでに多くの考え方が提案されているにもかかわらず、まだ十分解明されていないのが現状のようである。

次に、鉄およびステンレス鋼のバルク材に発生した疲れき裂(第2段階)先端近傍における転位組織を直接観察した本実験結果から、この段階のき裂進展機構について考察を行なう。

本実験中、セル境界に沿って進展していると思われる疲れき裂はほとんど観察されず、むしろ、セルを分割しているき裂が多かつた。このことから、セル境界はき裂進展の優先経路ではないことが判る。また、試験片表面から30 μ 程度以上内部では、き裂先端近傍にマイクロき裂やポイドが観察されなかつたことを考えると、Holdenや辛島らの結果はおそらく表面層および薄膜に特有な現象であり、試料内部でのき裂進展には寄与しないであろうことが推察される。

さて、本観察から、鉄の場合の内部における疲れき裂進展に関して次のことが判る。(1)き裂の先端近傍は、高密度のからみ合つた転位からなる組織のために、非常に強い加工硬化を受けている。(2)き裂が通過すると、これらの転位組織のある部分は消失し、またある部分はセル境界に集まり、かなりの数の転位の移動が起こる。これらのことから、1サイクル中のき裂の進展過程を次のように考えることができる。

高度の加工硬化のため、1サイクル中でのき裂の進展に先だつてその先端部に新たに起こる塑性変形の量はきわめて僅かなものであろう。しかし、き裂の進展に従つて転位の消失や再配列が行なわれ、これはかなりの塑性緩和を伴うことになる。もし、これが起これば、き裂先端を鈍化し(その応力集中を低下し)、合わせて、作用応力の変動(減少)と相まつて、き裂の進展は停止するであろう。1サイクル中の疲れき裂の進展過程についてのこのよ

うな考え方は、Laird と Smith⁽¹⁸⁾⁽⁵⁵⁾ の提案した、いわゆる “plastic blunting process” と大体よく似たものになる。

次に、ステンレス鋼の場合については、疲れき裂の側面近傍では、鉄の場合のような明瞭なセル組織よりも、むしろ、かなり密度の高い転位からなる組織が多く観察された。このことは、この材料では、き裂が通過しても、鉄のように多くの転位の消失と再配列が起こらず、従って、塑性緩和の程度も小さいものと予想される。しかし、ステンレス鋼の疲れ破面にもストライエーションが観察されている例⁽⁷³⁾ から考えて、この材料でもある程度の塑性緩和が起こっていることは確かであろう。また、き裂先端部では、鉄の場合と同様に、高密度の転位からなる組織が形成されていることを考えると、この材料における 1 サイクル中のき裂進展過程は、き裂通過の際の塑性緩和量の違いを除いて、本質的には、おそらく鉄の場合とほとんど同様であろうと思われる。

2.4 結 言

以上、ジェット研磨と仕上げ研磨を併用した方法により銅バルク材の表面から内部に進展する初期き裂先端近傍組織を、また、ジェット式電解研磨法により鉄およびステンレス鋼（バルク材）に発生した巨視的き裂（第 2 段階）の先端近傍組織を、いずれも 2000 kv の超高電圧電子顕微鏡によって直接観察した。得られた結果ならびにそれから推論される事柄は次のようである。

初期き裂（第 1 段階）

- (1) 銅の初期微小き裂先端部にはほとんど例外なく、てい状組織が観察され、また、き裂の発生していない所でも表面から内部へ向かうてい状組織が多数観察された。
- (2) このことから考えて、銅に繰返し応力が作用した場合、まず試料表面から内部へ向かうてい状組織が形成され、初期き裂はこれらの組織に沿

つて発生および進展するものと思われる。

- (3) 本実験においては初期き裂先端近傍にボイドは観察されなかつた。従つて、それはバルク材におけるき裂の発生およびその後の内部への進展には寄与しないように思われた。
- (4) 以上の観察結果から、銅バルク材における初期き裂（第1段階）の進展は、てい状組織中のセル内部を、き裂進展に寄与する転位がき裂に向かつて移動することによつて起こるのではないかと考えられる。

巨視的き裂（第2段階）

- (5) 鉄の場合、疲れき裂の側面に近い領域では明瞭なセル組織が形成され、それらのセル内の見掛上の転位密度はかなり低い。一方、ステンレス鋼のき裂側面ではセル組織よりもむしろ一様に分布した高密度の転位からなる組織が多く観察された。
- (6) これに対し、き裂の先端部では、両材料とも、非常に密度の高いからみ合った転位からなる組織が形成され、セル組織はむしろ不明瞭になっている。ただ、ステンレス鋼の場合の方が、鉄の場合に比べて、転位の間からみ合いの程度が少ないようである。
- (7) 鉄の場合、上述の観察結果から考えて、き裂が通過すれば、これらき裂先端部の転位は消失するか、あるいは明瞭なセル境界を形成するように再配列するものと考えられる。一方、ステンレス鋼では、このような転位の消失や再配列が多少起こり難いものと思われる。
- (8) 両材料とも、試験片表面より30 μ 程度以上内部では、き裂の先端近傍にマイクロき裂やボイドは観察されなかつた。従つて、これらは試料内部におけるき裂進展には寄与しないものと思われる。
- (9) 鉄の場合、セル境界に沿って進展する疲れき裂はほとんどなく、むしろ、セルを分割しながら進展するものが多い。
- (10) ステンレス鋼の場合、疲れき裂の側面および先端部における電子回折

の結果、マルテンサイト組織は認められなかった。

- (11) 鉄の場合、き裂先端近傍は高密度の転位からなる組織のため非常に硬化されているものと思われる。従って、1サイクル中のき裂進展に先だって起こる塑性変形量はかなり小さいものと推定される。しかし、き裂が進展し始めると、転位の消失あるいは再配列が起こり、その結果、かなりの塑性緩和の生ずる可能性がある。このことは、第2段階のき裂進展に関するモデル、いわゆる“plastic blunting process”を支持している。一方、ステンレス鋼では、き裂進展に伴う転位の消失あるいは再配列の程度は少ないが、本質的には、鉄の場合と大体同じ機構でき裂は進展しているものと推定される。

文 献

- (1) 例えば、辛島，及川，小倉，金属学会誌，31（1967），669.
- (2) L.E.Murr and P.J.Smith, Trans.AIME, 233（1965），755.
- (3) 辛島，及川，小倉，金属学会誌，31（1967），674.
- (4) 上村，落合，川辺，山田，材料，24—256（昭50—1），66.
- (5) M.A.Wilkins and G.C.Smith, Acta Met., 18（1970），1035.
- (6) J.C.Grosskreutz and G.G.Shaw, Acta Met., 20（1972），523.
- (7) H.I.Kaplan and C.Laird, Trans.Met.Soc.AIME, 239（1967），1017.
- (8) P.J.E.Forsyth, Acta Met., 11（1963），703.
- (9) 例えば小林，中沢，機械の研究，25—2（1973），307.
- (10) 小林，中沢，小峰，機械学会論文集，41—341（昭50—1），9.
- (11) W.A.Wood, Phil.Mag., 3（1958），692.
- (12) W.A.Wood, ほか2名，J.Inst.Metals, 91（1962—63），304.
- (13) W.A.Wood, ほか2名，Acta Met., 11（1963），643.

- (14) E.E.Laufer and W.N.Roberts, Phil.Mag., 14(1966), 65.
- (15) 小倉, 辛島, 金属学会誌, 34(1970), 746.
- (16) T.Ogura and S.Karashima, Trans.JIM, 15(1974), 324.
- (17) M.Klesnil and P.Lukáš, Phil.Mag., 17(1968), 1295.
- (18) C.Laird and G.C.Smith, Phil.Mag., 7(1962), 847.
- (19) 小林, 中沢, 機械の研究, 25-10(1973), 1323.
- (20) E.E.Laufer and W.N.Roberts, Phil.Mag., 10(1964), 883.
- (21) P.Lukáš, M.Klesnil, J.Krejčí and P.Ryš, Phys.Stat.Sol.,
15(1966), 71.
- (22) P.Lukáš, M.Klesnil and J.Krejčí Phys.stat.sol., 27
(1968), 545.
- (23) E.Levine and S.Weissman, Trans.ASM Quart., 61(1968),
128.
- (24) A.B.Mitchell and D.G.Teer, Phil.Mag., 19(1969), 609.
- (25) J.T.McGrath and G.W.J.Waldron, Phil.Mag., 9(1964), 249.
- (26) P.Lukáš and M.Klesnil, Phys.stat.sol., 37(1970), 833.
- (27) M.Klesnil and P.Lukáš, J.Iron Steel Inst., 203(1965),
1043.
- (28) J.M.Finney and C.Laird, Phil.Mag., 31(1975), 339.
- (29) P.J.Woods, Phil.Mag., 28(1973), 155.
- (30) O.Helgeland, J.Inst.Metals, 93(1964-65), 570.
- (31) 栗谷、ほか3名、機械学会論文集, 38-312(昭47-8), 1932.
- (32) 栗谷, 福田, 機械学会論文集, 36-288(昭45-8), 1231.
- (33) F.Kroupa, Phil.Mag., 7(1962), 783.
- (34) 栗谷, 片桐, 是枝, 機械学会論文集, 35-269(昭44-1), 1.
- (35) S.Karashima and M.Takamura, Tech.Rep.Tohoku Univ.,

26 (1962), 85.

- (36) 粟谷，是枝，機械学会論文集，33—250 (昭42—6)，843.
- (37) P.Lukáš, M.Klesnil and R.Fiedler, Phil.Mag., 20 (1969), 799.
- (38) P.N.T.Unwin and M.A.Wilkins, J.Scient.Instrum., 2 (1969), 736.
- (39) 菅野，学位論文 (大阪大学)，昭42。
- (40) 小林，中沢，機械の研究，20—4 (1968), 603.
- (41) 横堀，材料強度学，(昭33)，172, 技報堂。
- (42) R.Koterazawa, Inter.Conf.Mech.Behavior of Materials (Kyoto), 2 (1971), 209.
- (43) フラクトグラフィ分科会，機械学会誌，76—658 (昭48—9)，1203.
- (44) 粟谷，片桐，白石，材料，掲載予定
- (45) A.H.Purcell and J.Weertman, Met.Trans., 14 (1973), 349.
- (46) G.Thomas, Transmission Electron Microscopy of Metals, (1964), 234, John Wiley & Sons, Inc.
- (47) J.C.Grosskreutz, J.Appl.Phys., 33 (1962), 1787.
- (48) J.C.Grosskreutz and P.Waldow, Acta Met., 11 (1963), 717.
- (49) D.H.Avery and W.A.Backofen, Fracture of Solids, (1962), 339, Interscience Pub.
- (50) J.Holden, Phil.Mag., 6 (1961), 547.
- (51) T.Ogura and S.Karashima, Trans.JIM, 10 (1969), 292.
- (52) T.Ogura and Y.Imai, Inter.Conf.Mech.Behavior of Materials Abstracts (Kyoto), 1 (1971), 372.
- (53) 幡中，川辺，田中，山田，材料，20—219 (昭46—12)，1278.
- (54) K.Hatanaka, H.Kawabe and T.Yamada, Inter.Conf.Mech. Behavior of Materials (Kyoto), 2 (1971), 1.

- (55) C.Laird, Fatigue Crack Propagation, ASTM STP 415, (1967) 139.
- (56) G.Birkbeck, A.E.Inckle and G.W.J.Waldron, J.Mater. Science, 6-4 (1971), 319.
- (57) R.M.N.Pelloux, Proc. 2nd Int. Conf. Fracture, (1969), 731.
- (58) R.M.N.Pelloux, Trans. ASM, 62 (1969), 281.
- (59) C.Q.Bowles and D.Broek, Int. J. Frac. Mech., 8 (1972), 75.
- (60) J.C.Grosskreutz and G.G.Shaw, Fatigue Crack Propagation, ASTM STP 415, (1967), 226.
- (61) 小倉, 辛島, 金属学会報, 7 (1970), 423.
- (62) A.J.McEvily and R.C.Boettner, Acta Met., 11 (1963), 725.
- (63) B.Tomkins, Phil. Mag., 18 (1968), 1041.
- (64) H.Ishii and J.Weertman, Met. Trans., 2 (1971), 3441.
- (65) P.Neuman, Acta Met., 17 (1969), 1219.
- (66) P.Neuman, Acta Met., 22 (1974), 1155.
- (67) M.Klesnil and P.Lukáš, Proc. 2nd Int. Conf. Fracture, (1969), 725.
- (68) C.Q.Bowles and D.Broek, Int. J. Fracture Mech., 5 (1969), 350.
- (69) 横堀, 材料強度学第2版, (昭49), 289, 岩波.
- (70) S.Karashima, H.Oikawa and T.Ogura, Trans. JIM, 9 (1968), 205.
- (71) 小寺沢, 志茂, 機械学会論文集, 36-286 (昭45-6), 904.
- (72) 小林, 中沢, 機械学会論文集, 36-291 (昭45-11), 1789.
- (73) G.Henry and J.Plateau, Microfractography, (1966), Editions Métaux.

第 3 章 微視的き裂の挙動および転位組織から見た平滑材の耐久限度（銅）

3.1 緒 言

金属材料の疲れにおいて、無限の繰返しに耐え得る最大の応力振幅値を耐久限度あるいは疲れ限度と呼んでいる。^{*} 鉄鋼材料では、通常の場合、 $10^6 \sim 10^7$ サイクルの繰返しで S-N 曲線が鋭い折れ曲り (knee) を伴って水平になるため、耐久限度の存在は明確である。

ところが一般の非鉄金属では、S-N 曲線が 10^7 サイクルを越えてもなおなだらかに低下し、折れ曲りが現われないため、従来このような材料に耐久限度が存在するかどうか明らかでない。f.c.c 系の Ni および Ni-Fe 合金に対して耐久限度の存在を認めた報告⁽¹⁾もあるが、むしろその存在を否定する文献が多い。⁽²⁾

ところで、耐久限度以下の応力繰返しによっても微小き裂の発生していることが多くの材料について観察されている。⁽³⁾⁽⁴⁾ 従って、耐久限度はき裂発生 of 限界応力ではなく、発生した微小き裂の進展に必要な限界応力であるという提案⁽⁴⁾や、またき裂が第 1 段階から第 2 段階へ成長するか否かの限界であろうという提案⁽⁵⁾もある。また別に、平滑材の耐久限度あるいはそれ以下の繰返し応力によって発生した微視的停留き裂の形成機構を究明しようとする試みもなされている。この種の研究は、当然、耐久限度の明瞭に現われる鉄鋼材について多く行なわれ、その結果、鉄鋼材に対しては、ひずみ時効説⁽⁹⁾や、パーライト説⁽¹⁰⁾などが提案されている。

一方、f.c.c 系金属に関するものは数少ないが、Forrest ら⁽⁴⁾によれ

* 疲れ限度と耐久限度を区別している研究者も多い。⁽⁶⁾⁽⁷⁾⁽⁸⁾つまり、鋭い折れ曲りの現われるものに対して前者を用い、その現われないものに対しては、ある繰返し数（例えば 10^8 サイクル）に対応した破断応力値をもって後者を用いている。

ば、 α 黄銅の場合、このような微小き裂の進展を阻止している因子として結晶粒界を挙げている。

しかし、f.c.c系金属の中でも、 α 黄銅に比べて積層欠陥エネルギーのかなり高い、銅のような材料の疲れ特性と α 黄銅のそれとは差異のあることが予想される。また銅の場合、完全焼なまし材では繰返し応力による加工硬化の割合が高く、一方予加工材では繰返し加工軟化を起こすことが知られており、従って、このような硬化・軟化現象が微小き裂の進展となんらかの関連があるのではないかと想像される。

そこで、本章では、銅焼なまし材および予加工材について、それぞれの耐久限度近傍で発生する微小き裂の挙動を詳細に調べ、特に材料の硬化あるいは軟化現象との関係に着目して、初期微小き裂進展の機構を明らかにしようとしている。

3.2 超音波疲れ試験機⁽¹¹⁾⁽¹²⁾

本実験では、試験片表面の電解研磨や熱処理を含むため、試験の途中で、試料を試験機から数回取りはずさねばならない。また、電解研磨によって直径の減少した試験片に、同じ値の繰返し応力を加える必要もある。さらに、この材料に耐久限度が現われるとしても、それに対応する応力の繰返し数は非常に大きいことが予想される。これらのことから起こる操作の繁雑さを軽減し、また、試験時間を短縮するため、ここでは、

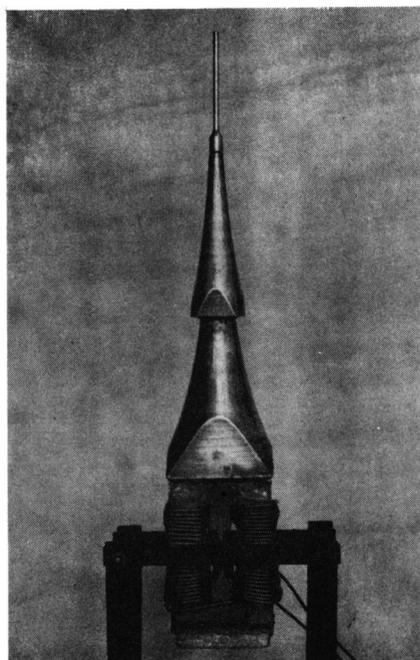


図 3.1 超音波疲れ試験機

超音波疲れ試験機を用いて実験を行なった。

図 3.1 に本実験で使用した超音波疲れ試験機（繰返し速度；17.7 kc/s）を示す。本試験機は常に共振状態で駆動されるよう自動追尾方法が採用されており、荷重方式は引張圧縮（平均応力零）である。試験片は図示のような 2 段ホーンの先端にネジによって取り付けられており、取り付け取りはずしが容易にできる。試験片に誘起する応力分布は、この試験片と同一共振周波数をもつ単純円柱棒のものにほとんど等しいことが実験的に知られている。従って応力振幅の最大値は試験片のほぼ中央で生じ、

$$\sigma_{\max} = \frac{\pi E K_0}{l} \quad (2.1)$$

で与えられ、その値は試験片直径には依存しない。

ここに、 σ_{\max} ；試験片に生ずる最大応力

E ；縦弾性係数（銅，12500 Kg/m²）

K_0 ；自由端での変位振幅

l ；等価単純円柱棒の長さ、 $l = c / 2f$

c ；試験片を伝わる縦波の速度（銅、3500 m/sec）

f ；共振周波数

従って、実際には、顕微鏡で読み取った自由端の全振幅 $2K_0$ と E および l を用いて、(2.1) 式から算出できる。

なお、高い繰返し速度のため、試験片の温度はヒステリシス損失によってかなり上昇する。これを避けるため、試験片には循環冷却水を一定の割合（2ℓ/min）でノズルより噴射し、また試験機本体も発熱に備えて冷却水中に浸されている。循環冷却水には水道水を浄水装置（オルガノ K.K. オルベット）で浄過したものを使い、冷却器によって常に 10°C 前後に保たれている。

3.3 試験片作製

用いた材料は、市販の直径10mmの電気銅(99.9%)である。これから、焼なまし材および引張予加工材の2種類の試験片を作製した。

まず、焼なまし材は、図3.2(a)のような形状に機械加工した後、表面を研摩紙で#700まで仕上げ、それから、真空炉中で完全焼なまし(850°C, 1時間)を行なった。その後さらに表面層を50μ程度電解研摩によって取り除いてから実験に供した。表3.1はこの際の電解研摩液および研摩条件である。このような試験片の結晶粒径は100~300μ程度であった。表3.2にこの試験片の機械的性質を示す。

次に、予加工材は、まず図3.2(b)に示す形状に加工し、表面を研摩紙で#700まで仕上げしてから850°C、1時間の真空完全焼なましを行ない、その後、このような試験片を10%および15%の伸びまで引張った後、その一端を切り落とし、図3.2(c)のような形状の予加工材を作製した。その際、引張加工によって試料表面に多少のうねりが出来たので、これを除くと共に表

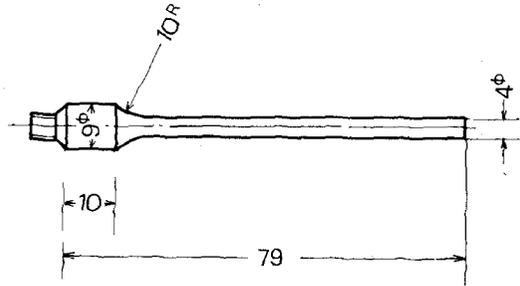
表 3.1 電解研摩液および研摩条件

成 分	体積比	電 圧	電 流	液 温
正 リ ン 酸	4	1.5 V	0.16 A	20°C
エチルアルコール	3			
蒸 留 水	3			

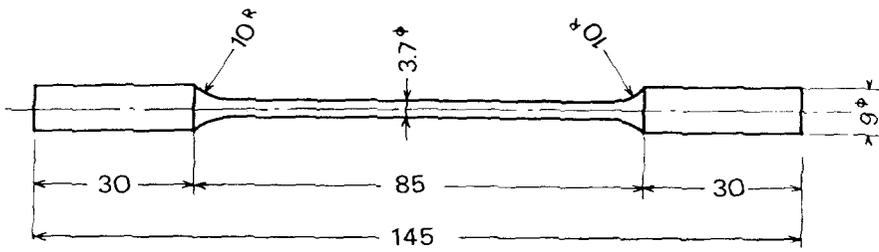
試料陰極間距離 2.6 cm

面の残留応力の影響を軽減する目的で、表面層を軽く研摩紙で除去し、さらに150μ程度電解研摩してから実験に供した。図3.3は、引張加工の際の塑性伸びと硬さの関係である。本実験では、予加工材として、伸び10%および15%のものを採用したが、その硬さは、10%予加工材では約75*

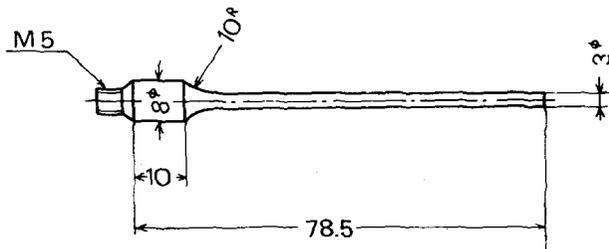
* これは、後述するように、焼なまし材に発生した微小き裂先端部の平均硬さに相当している



(a) 銅焼なまし材



(b) 引張試験片



(c) 銅予加工材

図 3.2 試験片の形状・寸法

(ピッカース硬さ)、15%予加工材では約82で、焼なまし材の硬さ(約43)に比べてかなり上昇している。

表 3.2 焼なまし後の機械的性質

耐力 (0.2%) Kg/mm^2	引張強さ Kg/mm^2	伸 び %	絞 り %
2.3	24.1	28.7	67.0

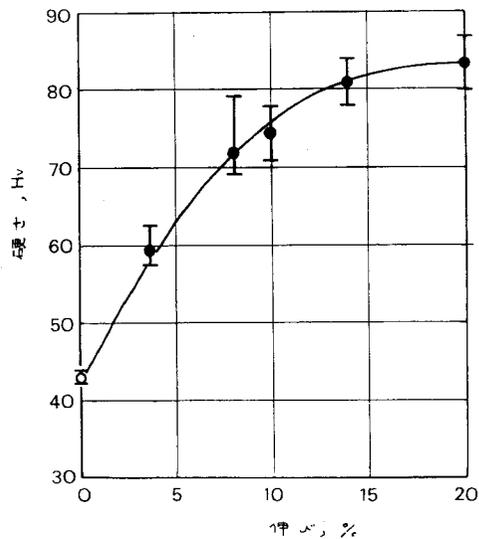


図 3.3 塑性伸びと硬さの関係

3.4 薄膜作製法⁽¹³⁾

加速電圧 100 kv の電子顕微鏡で内部組織を観察するためには、実物試料から数千 Å の厚さの薄膜試料を作製しなければならない。本実験では、直径が 3 ~ 4 mm の棒状試験片を用いているので、まず、この試験片から試料を無

ひずみ的に切り出す必要がある。以下、簡単に薄膜試料作製法を説明する。

まず、図 3.4 に示すような無ひずみ切断装置によって試験片のうちで呼称応力（最大応力）の 95% 以上の応力が加わった部分から、厚さ約 1 mm の試料を無ひずみ的に切り出す。切断は回転円盤外縁の電解液（硝酸 1、蒸留水 1）を介して電解研磨によって行なわれる。

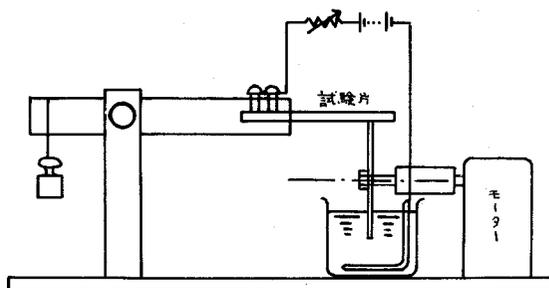


図 3.4 無ひずみ切断装置

次に、図 3.5 に示すようなジェット式電解研磨装置によって、仕上げ研磨に適するような形状（凹レンズ状）になるまで予備研磨を行なう。表 3.3 にこの時の研磨液および研磨条件を示す。

最後に、図 3.6 に示すような仕上げ研磨装置によって仕上げ研磨を行なう。この際、試料と白金線との接触部周辺をポリスチレンとトリクロロエチレン溶液で注意深くぬり、充分乾燥してから研磨を行なった。表 3.4 に仕上げ研

表 3.3 ジェット研磨液および研磨条件

成 分	体積比	試料陰極間距離	電 圧	電 流	液温
過 塩 素 酸	1	5 ~ 10 mm	50 ~ 90 V	0.05 ~ 0.2 A	室温
エチルアルコール	4				

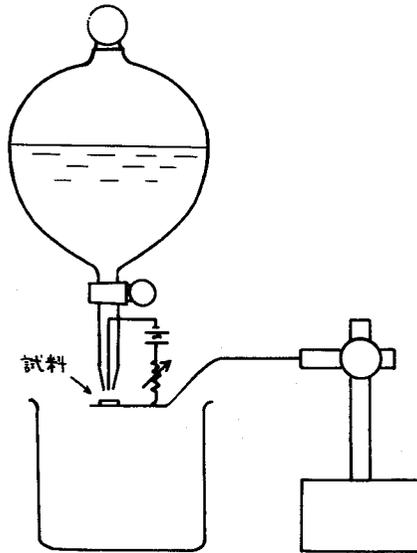


図 3.5 ジェット式電解研磨装置

摩液および研磨条件を示す。仕上げ研磨は試料に小孔があく瞬間をもって終了する。なお、仕上げ研磨された試料は、蒸留水、エチルアルコールで充分洗浄した後、トリクロルエチレンによってポリスチレン被覆を溶去し、これを観察用試料とした。

表 3.4 仕上げ研磨液および研磨条件

成 分	体積比	電 圧	電 流	液 温
正 リ ン 酸	4	1.5 V	7 mA	20°C
エチルアルコール	3			
蒸 留 水	3			

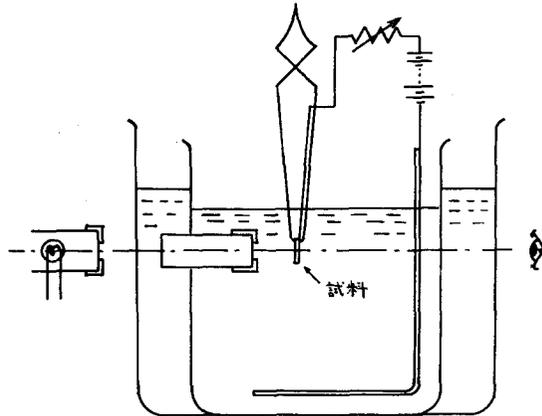


図 3.6 仕上げ研磨装置

3.5 実験方法

銅に耐久限度が存在するかどうかについてはこれまで必ずしも明らかにされていない。そこで、本実験では、特に次の二点に着目してその存在を調べることにした。つまり、(1) $S-N$ 曲線に水平部が現われるかどうか、(2) その場合、表面損傷（すべり帯および微小き裂など）ならびに内部組織が飽和状態になっているかどうか、ということである。

次に、 $S-N$ 曲線から判断して大体耐久限度と思われる応力の繰返しによって形成される微小き裂の挙動を詳細に観察し、さらにそれに関連する内部組織観察や硬さの測定を行なった。

表面でのすべり帯および微小き裂の観察には光学顕微鏡を用いたが、特に試験片の同一場所を繰返し観察することが必要であったので、次のような工夫をした。つまり、試験片にジグとネジ付きのキャップを取り付け、試験片

の回転はキャップの回転位置から定め、試験片の長手方向の位置は載物台上に取り付けてある目盛で目的とする位置を容易に見出すようにした。

内部組織の観察は、試験片のうちで、応力値が最大値のほぼ95%以上を占める部分（応力は試料軸に対してsine分布をなしている）から作製した薄膜試料について行ない、できるだけ広い領域から代表的と思われる組織を100kVの電子顕微鏡（日立製HU-11型）によって直接観察した。

3.6 銅焼なまし材の場合⁽¹⁴⁾⁽¹⁵⁾

3.6.1 S-N曲線

図3.7に本実験で得られた銅焼なまし材のS-N曲線を示す。従来、銅のような非鉄金属には耐久限度が存在するかどうか明らかでなかったが、 10^{10} サイクル以上の繰返し試験から得られた本実験結果を見ると、S-N曲線は、大体 10^{10} サイクル付近でほぼ水平になる。このことから、銅焼なまし材（結晶粒径 $100\sim 300\mu$ ）に対し、繰返し速度 17.7 kc/s で疲れ試験を行なっ

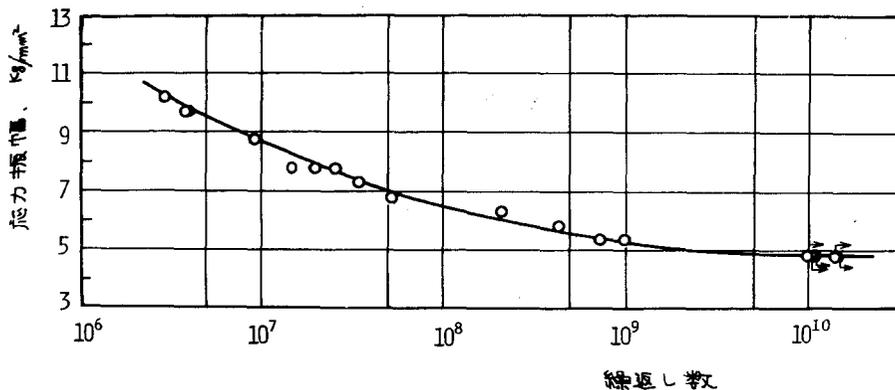


図 3.7 銅焼なまし材のS-N曲線

た場合の事実上の耐久限度*として、ここでは一応 $\sigma = 4.9 \text{ Kg/mm}^2$ ($N_0 = 10^{10}$ サイクル)の値を採用することにした。

3.6.2 すべり帯および内部組織の形成

S-N曲線の形から得られた耐久限度の存在を確認するため、まず最初に、耐久限度として採用した応力 (4.9 Kg/mm^2) を加えたとき、繰返し数と共に試験片表面にすべり帯がいかにか形成されてゆくかを光学顕微鏡によって観察した。図 3.8 はその一例であるが、これを見て判るように、この応力振幅では、すべり線は大体 3×10^7 サイクルで発生し始め、それらは応力軸に対しほぼ 45° 方向の結晶粒界あるいは双晶境界で生じている場合が多い。その後、 2×10^8 、 2×10^9 サイクルと繰返し数が増加するに従い、すべり帯はその幅と長さを増加しながらすべり領域を拡大してゆくが、 $2 \times 10^9 \sim 9 \times 10^9$ サイクルまでの間にほぼ飽和に達し、 9×10^9 サイクル以上になるとほとんど変化しなくなる。

次に、上記のすべり帯の変化に対応して形成される試験片内部の転位組織を観察した。これらはすべり帯直下の組織ではなく、内部のできるだけ広い領域の観察から得られた代表的なものである。

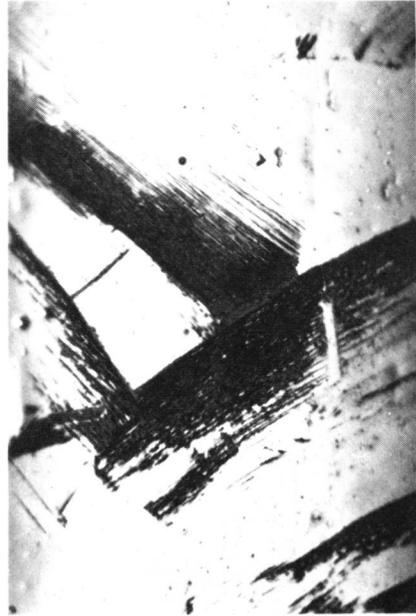
まず、熱処理効果を確認するため、処女材 (850°C 、1時間の真空焼なましを行なったもの)の内部組織を観察した。図 3.9 はその一例であるが、同図では明確な3本の結晶粒界によって3つの領域に区分されており、各領域内には転位がほとんど見られない。このことから、加工ひずみは熱処理によってほとんど完全に除かれているものと思われる。

図 3.10 は 4.9 Kg/mm^2 の応力を 3×10^7 回繰返した時に形成された転位組織の代表的なものである。すなわち、図 3.8 (a) に示したようなすべり帯が表面に形成される段階では、内部には $\langle 112 \rangle$ 方向に伸びた転位双極子の列が形

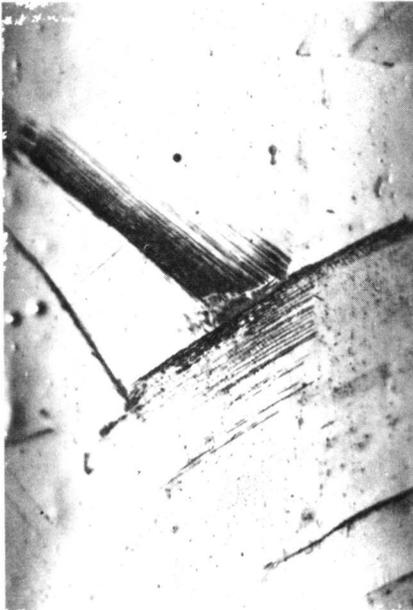
* この場合の耐久限度は通常の鉄鋼材にみられるような明瞭な折れ曲りを伴ったものではないが、一応事実上の耐久限度と考えることにする。



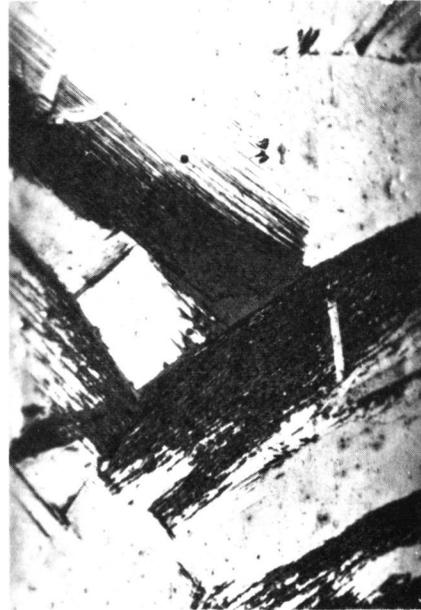
(a) 3×10^7 サイクル後



(c) 2×10^9 サイクル後



(b) 2×10^8 サイクル後



(d) 9×10^9 サイクル以上

図 3.8 繰返し応力によるすべり帯の形成 ($\sigma = 4.9 \text{ Kg/mm}^2$)

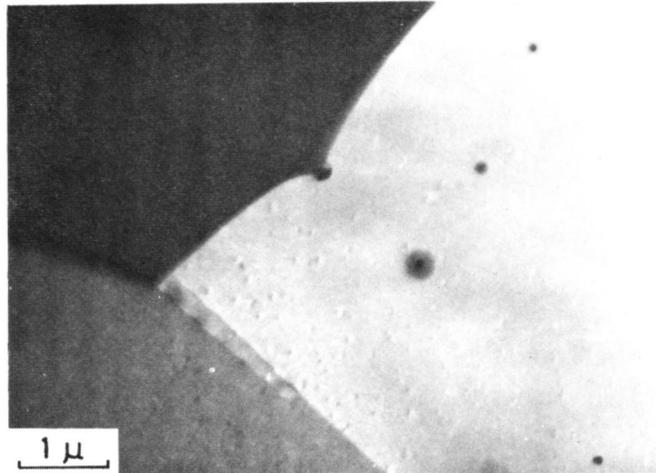


図 3.9 試験前の内部組織（銅焼なまし材）

成されることを示している。

図 3.11 は 2×10^8 サイクル後に観察された代表的な組織である。これらは、双極子のピンチ・オフ (pinch-off) から形成された多数の転位ループが帯状になった、いわゆる、バンド組織 [同図(a)] や、転位線がもつれ合った転位パッチ [同図(b)および(c)] であり、通常の低速繰返しによる低応力疲れの場合に形成される組織と類似であった。この段階では、表面のすべり帯はまだ飽和状態に達していないが [図 3.8 (b)]、内部における高い転位密度から考えて、かなりの硬さの上昇が予想される。

さらに繰返し数が 2×10^9 サイクル以上になると、バンド組織や転位パッチのほかに、多数のセル組織が観察された。多結晶金属の場合、とくに低応力疲れにおいては、内部組織の形成は応力軸とその結晶との方位関係に著しく影響されるであろう。しかし、試料全面にわたってセル組織が非常に高いひん度で観察されたため、これはこの段階での試料内部の代表的な組織であ

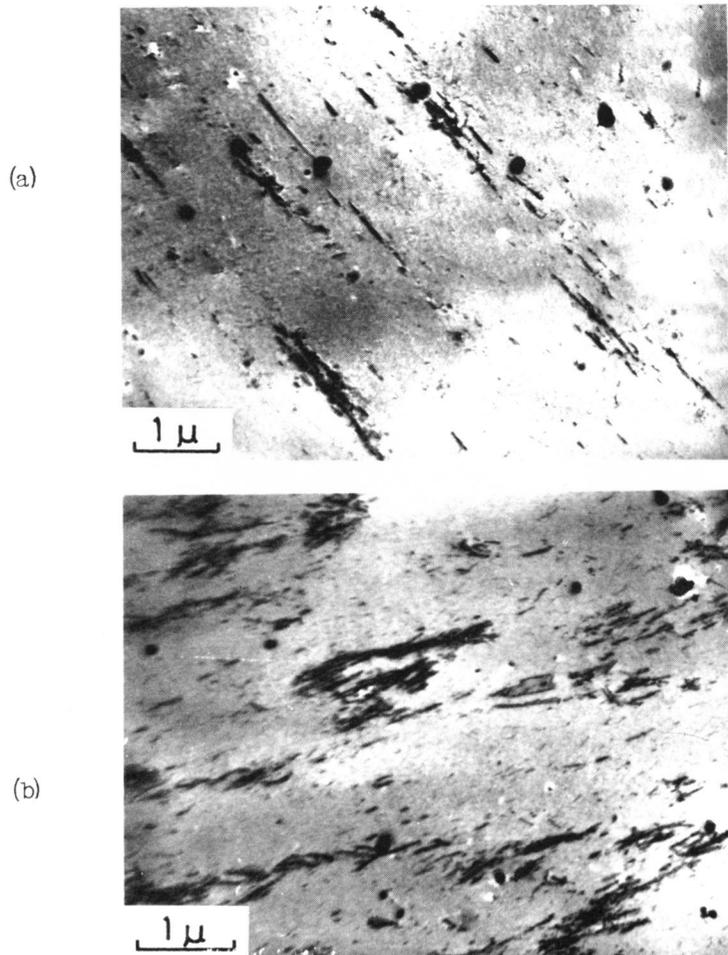
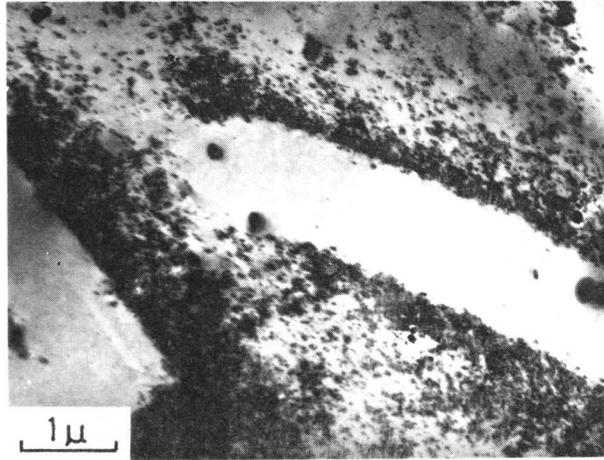


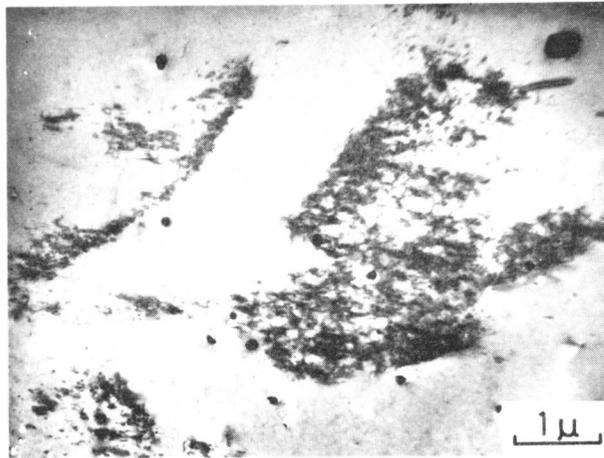
図 3.10 3×10^7 サイクル後の内部組織 ($\sigma = 4.9 \text{ Kg/mm}^2$)

ると思われた。図 3.1 2 はその代表例であるが、これらのセル寸法は $1 \sim 5 \mu$ であり、多くの場合、セル内部にはかなり密度の高い転位パッチが含まれ

(a) バンド組織



(b) 転位パッチ



(c) 転位パッチ

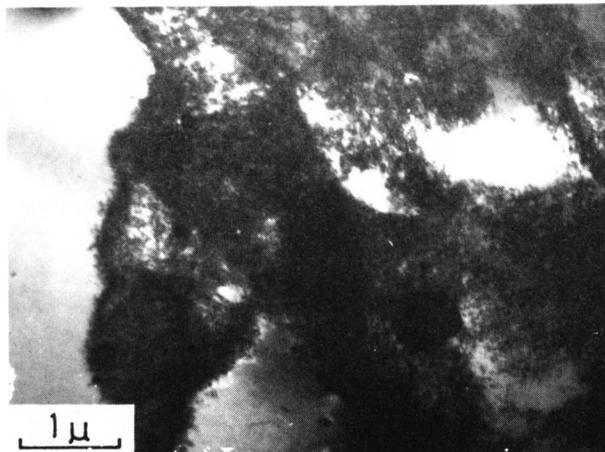
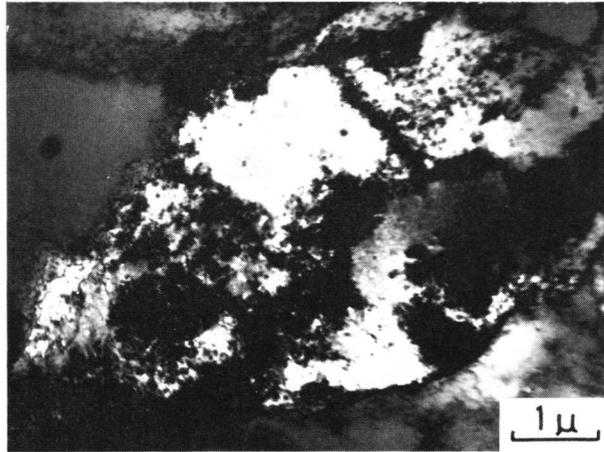
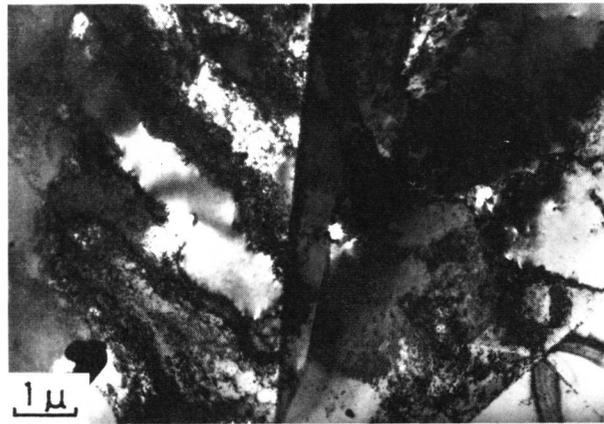


図 3.1 1 2×10^8 サイクル後の内部組織 ($\sigma = 4.9 \text{ Kg/mm}^2$)

(a) 不完全なセル組織



(b) 不完全なセル組織



(c) かなり明瞭なセル組織

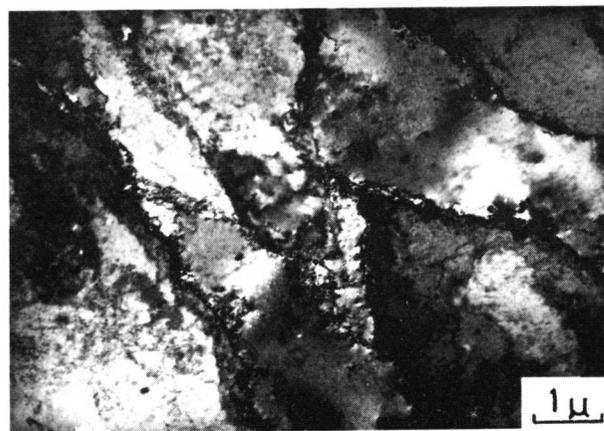


図 3.1 2 2×10^9 サイクル以上の繰返し後の内部組織 ($\sigma = 4.9 \text{ Kg/mm}^2$)

ていた〔同図(a)および(b)〕。しかし、まれに内部の転位密度が比較的低いものも観察された〔同図(c)〕。最近、飽和応力振幅 (saturation stress amplitude) * が、形成されるセル寸法に逆比例するということから、繰返し加工硬化とセル組織の関係が問題になっているが、(16)~(18) 従来、低応力疲れの場合は、銅などの積層欠陥エネルギーの高い材料においても、セル組織は観察されないと言われてきた。(19)(20) また、Grosskreutzら(21)も疲れによって形成される究極のセル寸法 (limiting cell size) はひずみ振幅のみに依存し、これが小さければ、形成されるセルの寸法はもとの結晶粒より大きくなり、従ってセルは観察されないと述べている。しかし、本実験では、耐久限度のような低い応力振幅の時でも、十分な繰返しを行なうとセル組織の形成されることが明らかになった。**このことは、形成されるセルの寸法はひずみ振幅のほか繰返し総数にも大きく左右されることを意味し、従来低応力疲れでこれが観察されなかったのは、究極セル寸法に達するまでの総繰返し数が予想外に大きいためであろうと思われる。

3.6.3 微視的き裂とその挙動

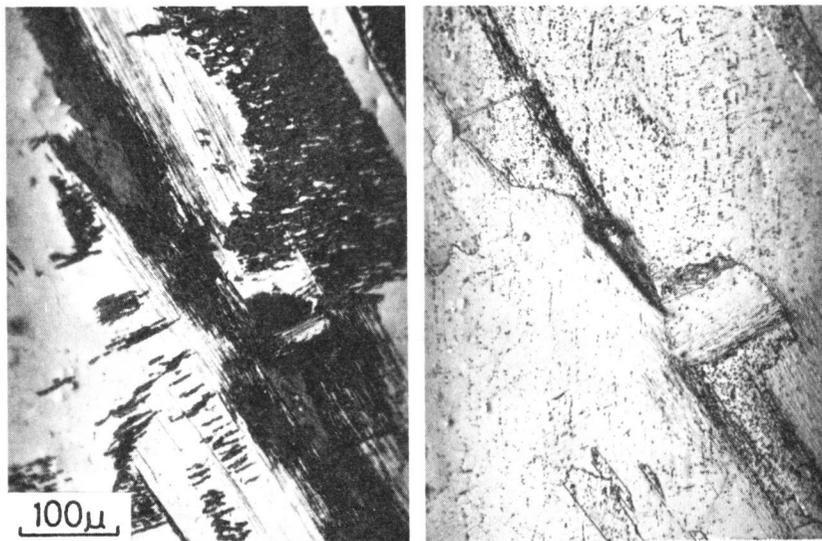
耐久限度と思われる応力 (4.9 Kg/mm^2) を $N \cong 10^{10}$ サイクル (S-N 曲線にはほぼ水平部が現われるところ) まで繰返すと、試験片表面には少なくとも数個の微視的き裂が形成された。これらは表面層をわずかに電解研磨してすべり線を取り去ることによって確認することができた。き裂は著しく発達したすべり帯の中にも形成されていたが、むしろ応力軸とほぼ 45° の角をなす双晶境界あるいは結晶粒界で発生している場合が多かった。このような粒界き裂の一例を図 3.13(a) に示す。通常、銅の低応力疲れにおいては粒界き裂

* ひずみ振幅一定の疲れ試験において繰返し加工硬化が完了した段階での応力振幅

** 応力振幅が小さくても、平均応力が存在すればセル組織が形成されるという報告(22)もあるが、ここでは単純引張圧縮型の疲れ試験であるので、セルの形成は平均応力のためであるとは考えられない。

よりも粒内き裂の方が多いと言われているが、⁽²³⁾ 本実験ではこれと対照的な結果を示した。^{*} これは本実験で用いた試料の結晶粒径が非常に大きいため、粒界や双晶界への応力集中が顕著となり⁽²⁴⁾ また方位の好都合な粒界や双晶界にはすべりが集中して、⁽²⁵⁾ き裂が発生しやすくなるためではないかと思われる。また、表面でのき裂長さは100~400 μ 程度であり、結晶粒径とほぼ同じ大きさであることを考えると、これらの微小き裂はおそらく第1段階のき裂であろうと思われた。^{**}

このような微視的き裂の中には、Forrestら⁽⁴⁾の言うように粒界で進行



10¹⁰ サイクル後

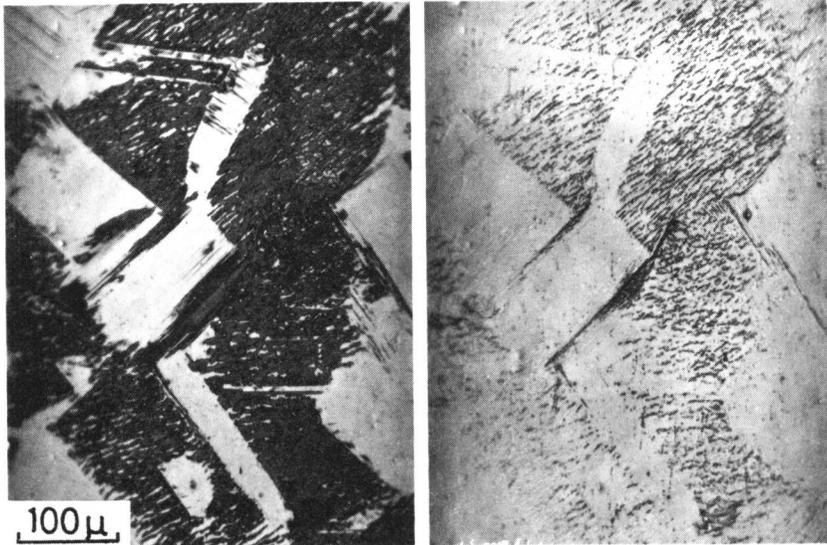
電解研摩後

(a) 粒界停留き裂(すべり線の著しく発達した粒界で発生している)

図 3.1.3 10¹⁰ サイクル後に観察された微視的き裂 ($\sigma = 4.9 \text{ Kg/mm}^2$)

* これは低炭素鋼についての中沢ら⁽²⁶⁾の結果とは一致している。

** 微小粒界き裂を第1段階き裂と見なすには異論⁽²⁷⁾も報告されているが、ここでは、小林ら⁽²⁸⁾が提案しているように、このようなき裂もすべりに起因する疲れき裂と見なし、一応第1段階き裂と考える。



10¹⁰ サイクル後

電解研磨後

(b) 双晶境界で発生し一端が粒内に入って停留しているき裂

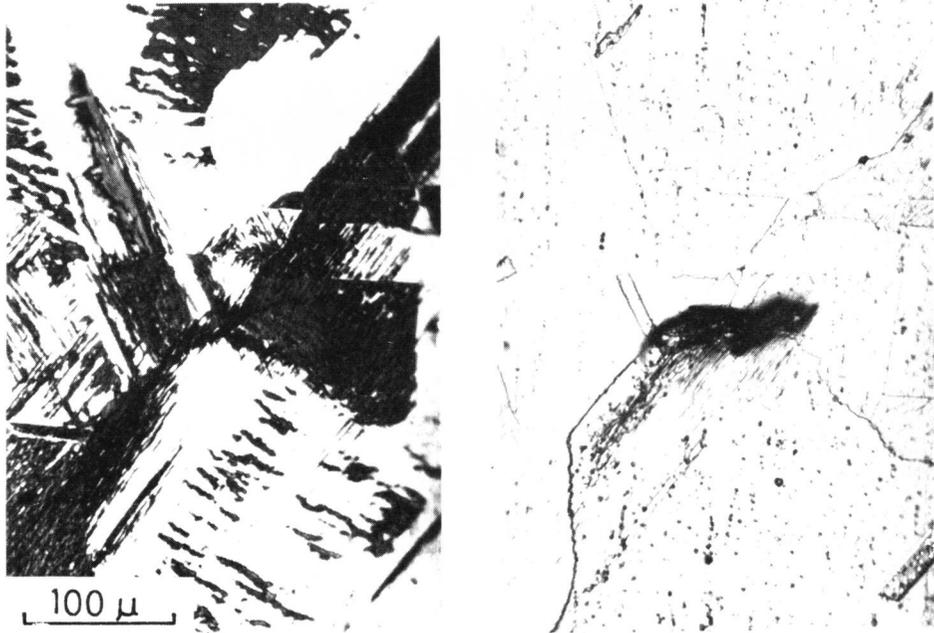
図 3.1 3 10¹⁰ サイクル後に観察された微視的き裂 ($\sigma = 4.9 \text{ Kg/mm}^2$)

を阻止されているものもあったが、粒界を貫いて、あるいはまた、粒界からはずれて隣の粒内で停留しているようなき裂もまた観察された。図 3.1 3 (b) はその一例であり、一方のき裂は粒界で進行が阻止されているにもかかわらず、もう一方のき裂は粒界を貫いて次の粒内で停止している。このようなき裂は最も進展する可能性が強く、従って、この材料に耐久限度が存在するとなればそれに対して支配的な役割をなすことが予想された。

次に、上記のような粒内微小停留き裂に着目して、その進行を阻止する因子を究明するため、以下の実験を行なった。^{*} 図 3.1 4 (a) はこの種のき裂をすべり帯と共に示したもので、(b) はその表面層を数 μ 電解研磨してから腐食

^{*} 表面にはかなりのマイクロき裂やポイドと思われる損傷が観察される。ここではこれら表面でのマイクロき裂のうち主き裂に成長すると思われるものを追跡して観察した。

によって粒界を現わしたものである。この図から判断して、このき裂はまず粒界で発生し、一端は粒界と双晶界との交点で停止しているが、他端は粒界を越えて隣の粒内にとどまっていることが判る。そこで、このき裂が果たして停留しているかどうかを確認するために、さらに 3.2×10^9 サイクル ($N \cong N_0/3$) の繰返し応力を加えてみた。^{*} (c)を見て判るように、このき裂は全く進展せず、また、この操作の間に発生したすべり線の数は、最初の試験の時のこれと同じ繰返し数までに発生したすべり線の数に比べてはるかに少

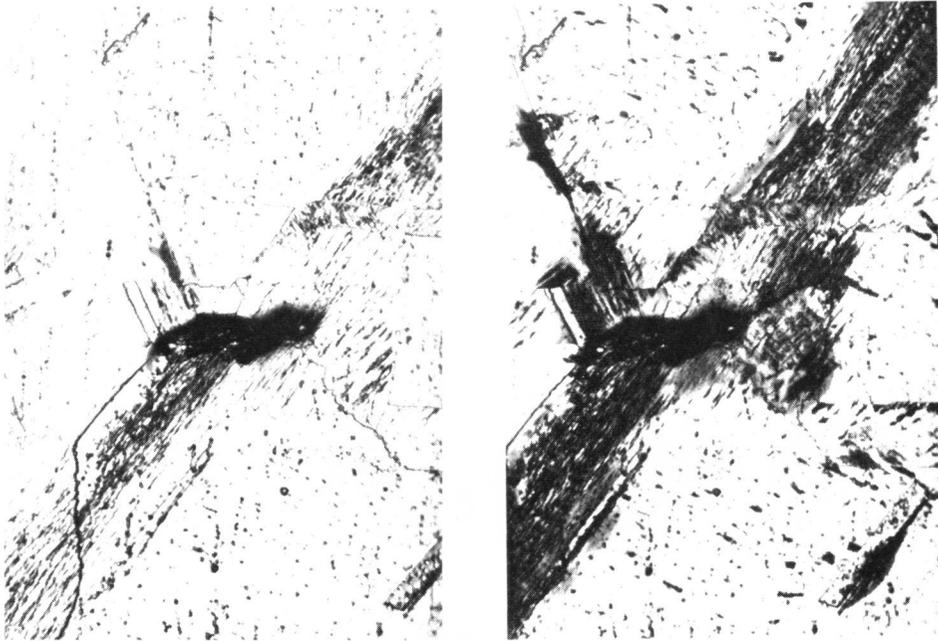


(a) 10^{10} サイクル後

(b) 電解研磨後

図 3.1 4 粒界で発生し、一端が粒内で停留する微視的き裂の挙動

* この段階でき裂が真に停留しているかどうかを確認するためにはより多くの繰返し数が必要と思われるが、事実上実験が不可能であるため、ここでは一応上記の繰返し数を採用した。



(c) さらに 3.2×10^9 サイクル後 (d) 熱処理後さらに 1.6×10^9 回の繰返し後

図 3.14 粒界で発生し、一端が粒内で停留する微視的き裂の挙動

なかった。さらにこの操作の間に新たな微視的き裂の発生もなく、また他のどのき裂も全く進展しなかった。

そこで、この試験片に 600°C 、1時間の真空熱処理を行なってから、さらに 1.6×10^9 サイクル ($N \cong N_0/6$) の繰返し応力を加えてみた。その結果、(d)のように、このき裂の粒内で停止していた先端はかなりの進展を示し、また同時に多数のすべり線も発生した。表面をわずかに電解研磨すると、確かに進展していることが判る〔同図(e)〕。なお他のき裂(粒界で阻止されているき裂および粒界に沿って停留しているき裂)は、この操作によっても全く進展せず、また新たなき裂の発生もなかった。

図 3.15 は、本実験 ($\sigma = 4.9 \text{ Kg/mm}^2$ 、 $N \cong 10^{10}$ サイクル) 中に発生した最大の粒界き裂で、わずかではあるが、その一端が粒内に入り停留している。大久保ら⁽²⁹⁾は、き裂の先端が丸みを帯びるとそのき裂は容易に進展しなくなると報告している。そこで、ここでは特に電解研磨量を少なくし、き裂の先端を出来るだけ損わないように注意して、前と同様の実験を行なった。この場合にも、粒内に停留していたき裂の一端は熱処理後の繰返し応力によってかなり進展しているが、粒界で阻止されていた他端は進展せず、図 3.14 と



(e) (d)を軽く電解研磨した後

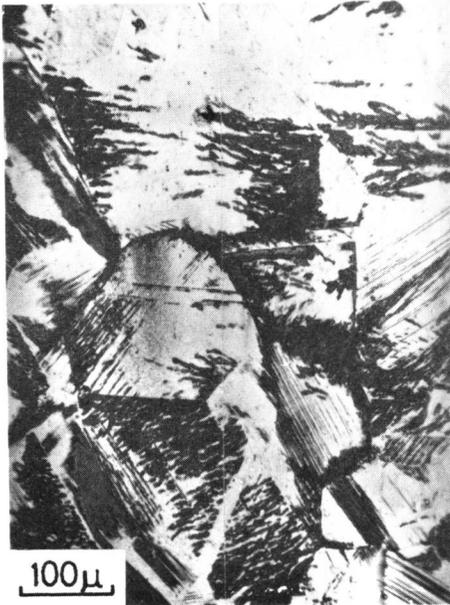
図 3.14 粒界で発生し、一端が粒内で停留する微視的き裂の挙動

同じ結果を示している。以上のことは、他のき裂よりも粒内に停留するき裂のほうが進展しやすいことを示唆しており、従ってこの種のき裂の挙動が耐久限度の存在に対して支配的役割を演ずるものと思われる。

3.6.4 熱処理による硬さおよび内部組織の回復

前述のように、事実上の耐久限度と見なした応力繰返しで粒内に停留していたき裂は、 600°C 、1時間の真空熱処理後の繰返し応力によって再び進展を開始した。このことは、この種の微視的停留き裂には繰返し応力による加工硬化が密接に関係しているのではないかと予想される。

そこでまず、硬さが熱処理温度によっていかに変化するかを、マイクロピ



(a) 10^{10} サイクル後



(c) さらに 3.2×10^9 サイクル後



(b) 電解研摩後



(d) 熱処理後さらに 3.2×10^9 回の繰返し後

図 3.15 粒界で発生し、一端が粒内で停留する微視的き裂の挙動

ツカース硬さ計（荷重 25 g、保持時間 30 秒）を用いて調べてみた。図 3.16 は 10 個所の硬さ測定の結果であり、縦線はばらつきの範囲を示している。図中○印は疲れ試験前、すなわち処女材の平均値を、●印は耐久限度の応力（ 4.9 Kg/mm^2 ）を 10^{10} 回繰返した試験片表面上のすべり帯発生部分の平均値を表わしている。図からも判るように、応力の繰返しは銅の硬さを著しく上昇させ、その割合は処女材に比較して約 66% も高くなっている。この測定値は、Davies ら⁽³⁰⁾ の値（約 80%）や粟谷ら⁽¹²⁾ が報告したもの（67~82%）よりやや低くなっているが、これは本実験の応力振幅が低いためであろうと推定される。^{*} この硬さは、550°C までは熱処理温度と共

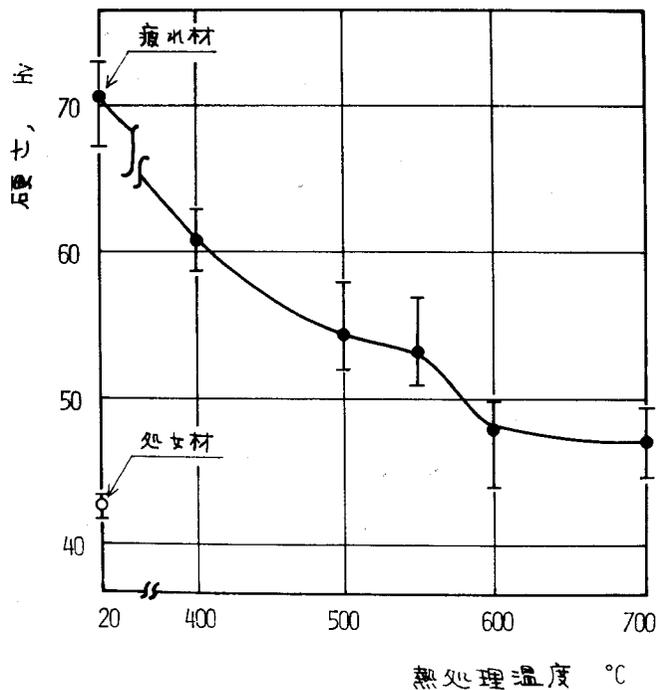


図 3.16 熱処理温度による硬さ変化

* 西谷ら⁽⁹⁾の実験では、15%しか上昇していないが、これは、上述の諸実験が完全焼なまし材を用いていることに起因しているのではないと思われる。

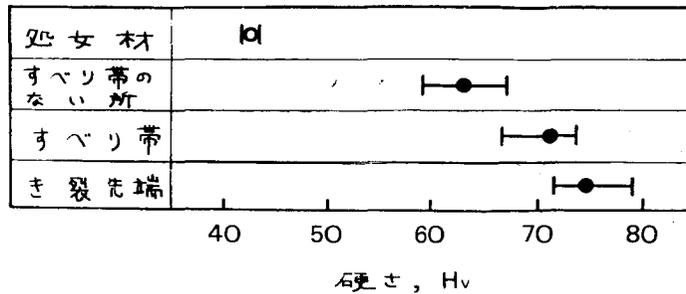
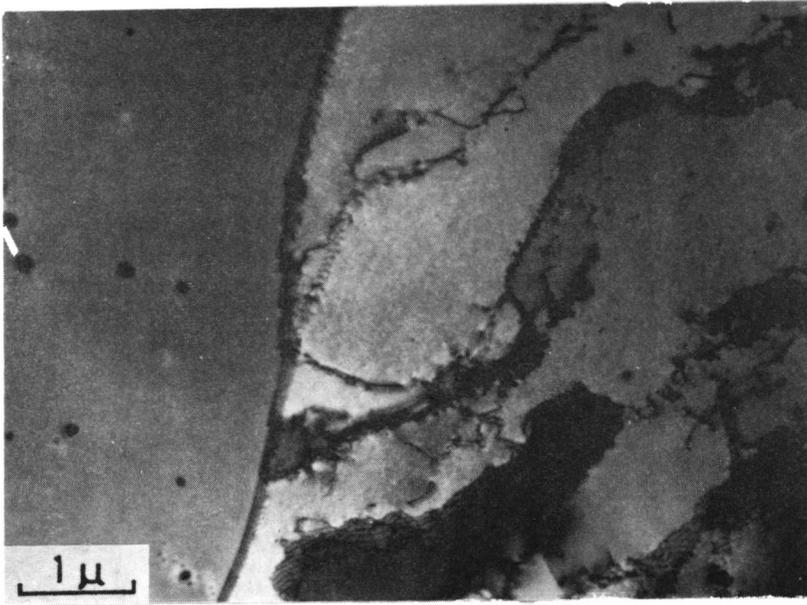


図 3.1 7 試料各部の硬さ

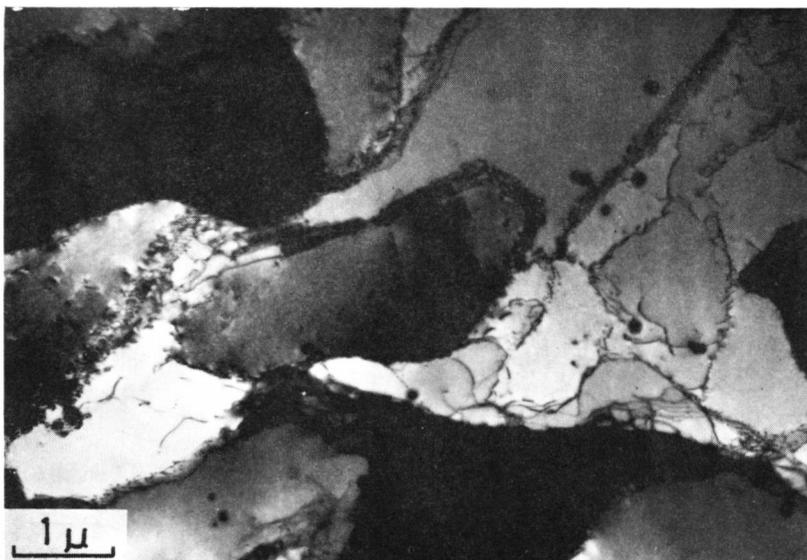
に単調に下がり、550°Cと600°Cの温度範囲で急激に低下する。しかし600°Cを越えても硬さは処女材のそれよりもなお13%高い。

なお、参考のためにすべり帯の発生していない部分と、微視的き裂の先端近傍の硬さをも測定した。図3.17は、それらの結果をまとめたものである。き裂先端の硬さがすべり帯部分のそれよりも高いことは西谷ら⁽⁹⁾によって報告され、本測定結果もそれと同じ傾向を示している。しかし、すべり帯の発生していない部分では発生している部分よりもかえって高い硬さを示すという Helgeland⁽³¹⁾の結果とは対照的であった。

以上の硬さ測定の結果から判断して、粒内での停留き裂の存在は繰返し加工硬化に起因していることが推定されるが、さらに硬さと密接な関係をもつ内部組織を知ることによってき裂の進展と内部の転位構造との間に何らかの関係が得られるのではないかと考え、熱処理後の試験片の内部組織を観察した。図3.18は耐久限度の応力を 10^{10} 回繰返した後600°C、1時間の熱処理を施した試料の内部組織を示したものである。これを見て判るように、繰返し応力によって形成されていた転位パッチやバンド組織はほとんど完全に消失しているが、副結晶粒はなお残存している。またこれらの内部の転位密



(a) パッチの消滅と副結晶粒の残存を示す



(b) パッチの消滅と副結晶粒の残存を示す

図 3.18 10^{10} 回の繰返し応力 (4.9 Kg/mm^2) を与えた後、 600°C 、1 時間の熱処理を施した試料の内部組織

度は熱処理前に比べて非常に低くなっており、副結晶粒界は熱的に安定なねじれ境界に移行していることが判る。550°Cと600°Cの温度範囲で硬さが急激に低下したのはおそらく転位パッチやバンド組織の消滅のためであり、600°Cを超えても処女材より硬いのはこのような副結晶粒の残存のためであろうと思われる。以上のことから、前述の微小き裂の停留にはパッチのような転位組織が寄与しているものと思われた。

3.6.5 考 察

(i) 銅（焼なまし材）の耐久限度

金属材料の疲れにおけるS-N曲線は通常次の三つの型に大別される。⁽⁶⁾すなわち図3.19に示しているように、(A)鋭い折れ曲り点が存在するもの、(B)なだらかに低下するがしだいに勾配が減少していくもの、(C)かなりの勾配で低下し続けるもの、の三つの型である。

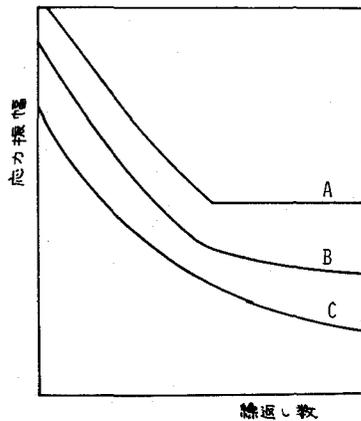


図 3.19 S-N 曲線
(Thompsonら⁽⁶⁾による)

(A)に属する代表的なものは鉄鋼材で、通常 $10^6 \sim 10^7$ 回の繰返しで明瞭な折れ曲りが現われるため耐久限度の存在は明確である。このような折れ曲りを伴った耐久限度は、そのほか、b.c.c.系ではNb⁽³²⁾、Mo⁽³²⁾、W⁽³²⁾、Ta⁽³²⁾⁽³³⁾、Fe-Ni合金⁽¹⁾、h.c.p.系ではTi⁽³⁴⁾、またf.c.c.系では18-8ステンレス鋼、Al-Mg-Mn合金⁽⁶⁾などで認められている。

(B)に属するのは銅などの非鉄金属で、曲線は 10^7 サイクル以上でもなおなだらかに低下しているので、耐久限度の存在が明確でない。f.c.c.系のNiおよびNi-Fe合金⁽¹⁾あるいは α 黄銅⁽⁴⁾に対して 10^8 サイクルまでの疲れ試験によって耐久限度の存在を認めたという報告*もあるが、むしろ一般

* その場合も鋭い折れ曲り点は現われていない。

にはその存在は認められていない。(2)

(0)に属するのはある種の時効合金で、応力繰返しと共に曲線はかなりの勾配で低下し続け、耐久限度は存在しないとされている。

本実験で用いた銅のS-N曲線はいうまでもなく(B)に属する。これまで銅のS-N曲線を最も高繰返し数まで求めているのはおそらくThompsonら⁽³⁵⁾の 5×10^8 サイクル程度までの結果であろう。その後、この材料のS-N曲線に着目した研究はいくつか報告^{(36)~(38)}されているが、いずれも耐久限度の存在にまでは言及していない。それは、その存在を確認するためには、おそらく従来の繰返し数より1桁か2桁多い繰返し数を必要とするためであろう。

本研究では、このような観点に立って、超音波疲れ試験機を用いて銅焼なまし材の疲れ試験を行ない、 10^{10} サイクル以上までのS-N曲線を求めた結果、大体 10^{10} サイクルでほぼ水平部が現われ、一応この材料にも耐久限度の存在する可能性があることを示しているように思われた。この確認のために、 10^{10} サイクル以上の試験に対しては5本の試験片を用いたが、いずれも 9×10^9 サイクル以上では表面のすべり帯の様相がほとんど変化せず、また、その中の2本については、さらに 3.2×10^9 サイクル($\cong N_0/g$)の繰返し応力を追加したけれども、その間に微視的き裂は全く進展しないばかりでなく、すべり線の数もほとんど増加しなかった。また内部の転位組織も 2×10^9 サイクルを過ぎるとほぼ飽和状態に達しているものと思われた。これらのことから判断して、銅焼なまし材(結晶粒径 $100 \sim 300 \mu$)の超音波疲れ(17.7 Kc/sec)においては事実上の耐久限度と考えられる応力の存在することが判った。

(ii) 微視的停留き裂の形成機構

緒言でも述べたように、平滑材の耐久限度で発生する微視的停留き裂の形成機構に関しては、これまで、鉄鋼材、 α 黄銅などについて、いくつかの説

が提案されている。西谷ら⁽⁹⁾は、低炭素鋼および銅の耐久限度近傍で発生した微小き裂先端部の硬さ測定などを行ない、前者に対しては、加工硬化およびそれに伴うひずみ時効による強化を考え、耐久限度の存在を説明している。後者に対しては耐久限度の存在しないものとして、加工硬化の少ないことを挙げている。また大久保⁽¹⁰⁾は、鉄鋼材においては、フェライト中で生じたき裂はパーライト組織によって進行を阻止され、次第にその先端の曲率半径を増すために停留してしまおうと考えている。* さらに Forrest ら⁽⁴⁾は α 黄銅についての実験を行ない、耐久限度以下の繰返し応力によって発生した微小き裂は結晶粒界でその進展が阻止されることを明らかにしている。

ここでは、本実験で得られた結果に基づいて、銅（焼なまし材）に発生する微視的停留き裂の形成機構について考察を行なう。

本実験によると、銅（焼なまし材）の超音波疲れにおいて、事実上の耐久限度と見なした繰返し応力によって形成された微視的停留き裂の中には、Forrest らの言うような結晶粒界で進展を阻止されたものもあったが、粒界を越えて隣の粒内で停留しているものも数多く観察された。そして、後者のき裂は適当な熱処理（600 °C、1時間、真空中）を施した後、同じ応力を繰返すことによってかなりの進展を示した。また、この熱処理前後の硬さ測定によると、応力の繰返しによって上昇していた硬さは、この熱処理によって著しく低下することが判った。さらに内部組織の直接観察によると、耐久限度の応力を 10^{10} 回繰返した試料の内部では、転位パッチやそれらを内部に含んだセル組織が観察される。ところで、上記の熱処理によってこれらの組織中セル組織はねじれ境界となり安定に残存するけれども転位パッチなどはほとんど完全に消失し、またこれらセル内部の転位密度は熱処理前に比べて非常に低くなっていることなどが判った。これらの結果から判断して、

* このほか低炭素鋼の高周波焼入れ材については、き裂の進展を阻止する因子として、周囲マルテンサイト組織が考えられている。(39)

粒内で形成された微視的停留き裂の進展を阻止していたのは、おそらく転位パッチのような組織に基づく繰返し加工硬化であろうと思われる。また、このようなき裂が熱処理後の繰返し応力によって著しく進展したのは、熱処理によって転位密度の低くなった副結晶粒内を、き裂に寄与する転位が比較的自由に移動⁽⁴⁰⁾⁽⁴¹⁾したためであろう。

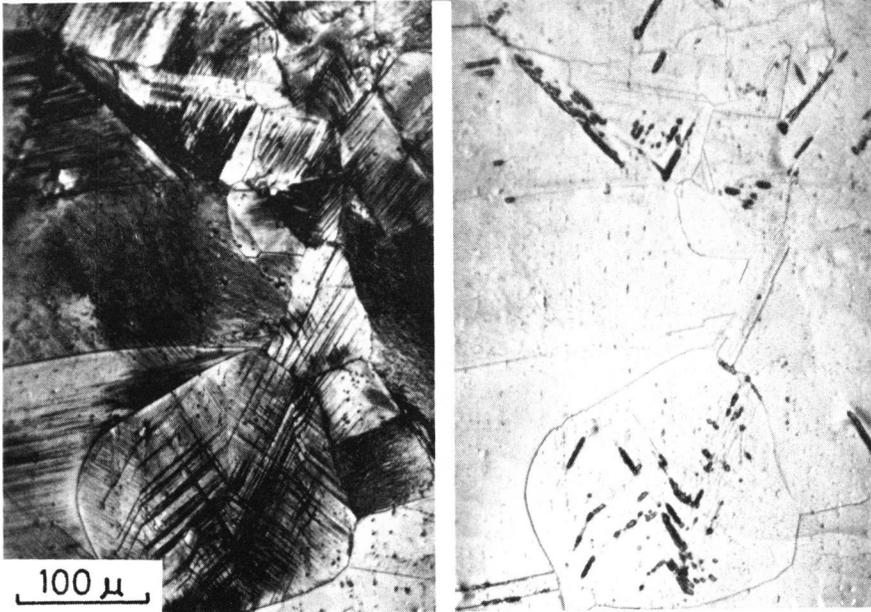
(iii) 超音波疲れと通常の疲れとの比較

次に、以上のような超音波疲れの結果が通常の低速疲れの場合にも適用できるかどうかについて若干の考察を行なう。

栗谷ら⁽¹²⁾⁽⁴²⁾の超音波疲れに関する研究によれば、銅の場合、* 超音波疲れにおいても通常の低速疲れの場合と同様に多数のすべり帯の発生が認められ、また加工硬化も低速疲れによるものとほとんど等しいことが認められている。⁽¹²⁾ さらに内部組織についても、転位パッチやセル組織など、超音波疲れを受けたものと低速疲れのそれとの間にはほとんど差異が認められていない。⁽⁴²⁾

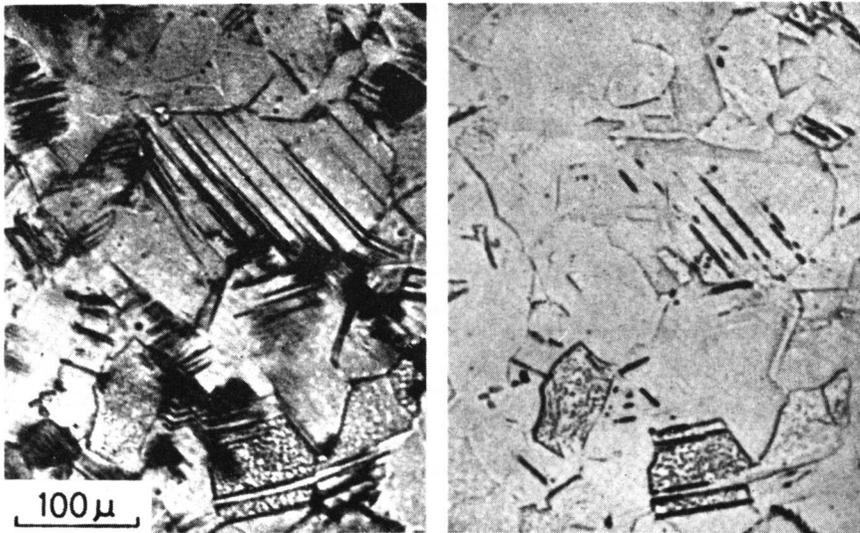
ここでは、さらに疲れの初期段階で発生する固執すべり帯の様相を両疲れについて比較した。図 3.20 および図 3.21 は、それぞれ、寿命が $10^6 \sim 10^7$ サイクルに対応する応力振幅での超音波疲れ ($\sigma = 9.7 \text{ Kg/mm}^2$) と通常の疲れ (引張圧縮型) を受けた場合の固執すべり帯を示したものである。(図 3.21 は Thompson ら⁽³⁵⁾ の観察結果で Smith⁽⁴³⁾ の論文から引用したものである。) これを見て判るように、固執すべり帯の様相についても両者に顕著な差異は認められない。このように両疲れを受けた試験片のすべり帯、初期き裂 (固執すべり帯) ならびに内部の転位構造など疲れ機構に関連する諸現

* 鉄鋼材の場合は、超音波疲れ材にはすべり線の数が非常に少なく、また内部組織もほとんど形成されず、通常の疲れの場合と著しく異なる様相を示す。⁽¹²⁾⁽⁴²⁾ また、 α 黄銅についても、両疲れの間で異なった疲れ特性を示すことが報告されている。⁽⁴⁴⁾



(a) 試験後 (b) 電解研磨後

図 3.20 超音波疲れをうけた試料の表面損傷



(a) 試験後 (b) 電解研磨後

図 3.21 通常の疲れをうけた試料の表面損傷 (Thompson ら⁽³⁵⁾による)

象がきわめて類似していることから判断して、銅の通常の低速疲れ試験においても、超音波疲れ試験の場合と同様に事実上の耐久限度と見なされる応力の存在することが期待される。

3.7 銅予加工材の場合⁽¹⁵⁾

3.7.1 S-N 曲線およびすべり帯の観察

本実験で得られた銅予加工材の S-N 曲線を図 3.2 2 に示す。図には、参考のため、前述の銅焼なまし材の S-N 曲線も付け加えてある。これを見て判るように、加工度が進むに従って疲れ強さも増大し、同時に S-N 曲線の勾配がゆるやかになる。従って、耐久限度を示す正確な繰返し数を決めることが多少困難になるが、これらの S-N 曲線の形から判断すると、あたかも加工材にも耐久限度が存在するように思われた。そこで、 $N=10^{10}$ サイクルにおいてもなお破断しなかった応力値を以って、一応耐久限度と見なし、その値として、10%加工材では $\sigma = 6.7 \text{ Kg/mm}^2$ 、15%加工材では $\sigma = 7.7 \text{ Kg/mm}^2$ を採用した。

これらの値は焼なまし材の場合 (4.9 Kg/mm^2) のそれぞれ 1.4 および 1.6 倍

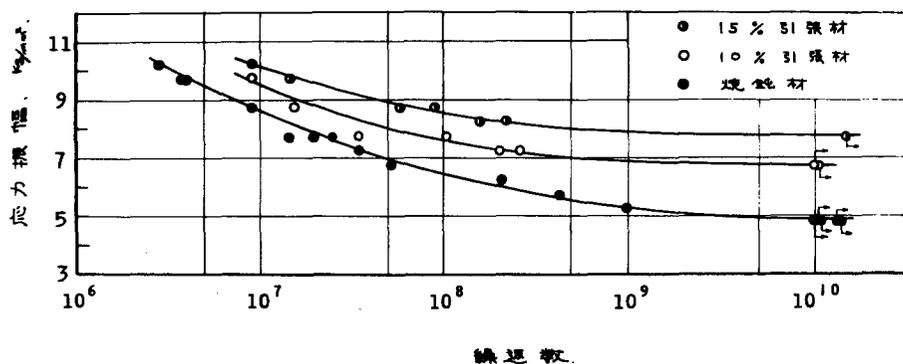
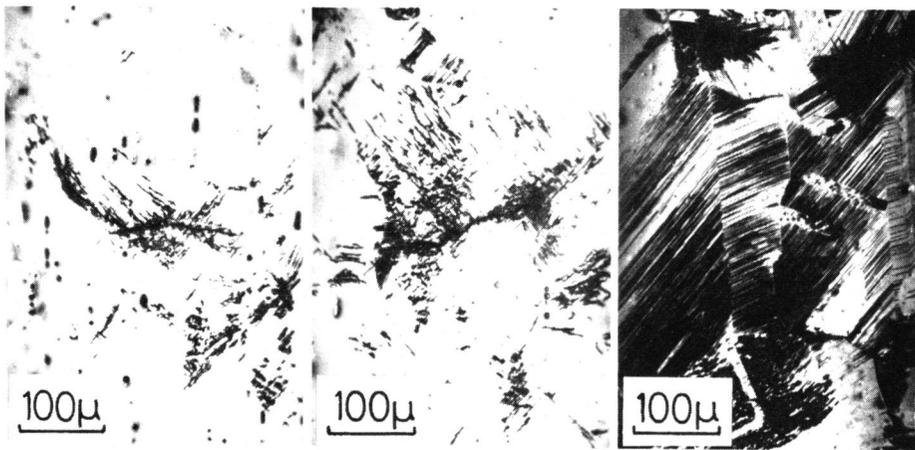


図 3.2 2 銅予加工材の S-N 曲線

になっているにもかかわらず、すべり線の数は焼なまし材の場合に比べて非常に少なく、且、一部分に集中するような傾向を示した。図 3.23 (a), (b) および (c) は、それぞれ、15%、10% 加工材および焼なまし材の $N \cong 10^{10}$ サイクル後における代表的なすべり帯を示している。しかし、これらの様相は、加工材が引張予加工によってかなりの加工硬化を受けているため転位の動きがきわめて困難になっていることを考えると容易に理解される。



(a) 15% 加工材 ($\sigma = 7.7 \text{ Kg/mm}^2$) (b) 10% 加工材 ($\sigma = 6.7 \text{ Kg/mm}^2$) (c) 焼なまし材 ($\sigma = 4.9 \text{ Kg/mm}^2$)

図 3.23 耐久限度と思われる応力を 10^{10} 回繰返した後のすべり帯

3.7.2 微視的き裂の発生とその進展挙動

前節では加工材の耐久限度を $S-N$ 曲線から推定した。ここでは、この推定値が妥当なものであるかどうかを、試料表面に発生する微視的き裂の進展挙動から検討している。

焼なまし材の場合と異なり、加工材では耐久限度と思われる応力の十分な繰返しの後でさえ新たなき裂がつぎつぎと発生し続けた。つまり、焼なまし材では 10^{10} サイクル以上の繰返し領域では新たな微視的き裂の発生は全く

観察されなかったけれども、加工材ではこのような繰返しの多い領域でさえ新たなき裂の発生がしばしば観察され、従って、き裂の数は繰返し数と共にしだいに増加した。例えば15%加工材の場合、 3.3×10^9 サイクルでは数個であった微小き裂の数が、 10^{10} サイクル後にはほぼ10個になり、さらに 1.5×10^{10} サイクル後には10数個にもなっており、なお増加する傾向を示していた。(新たなき裂発生の有無は、適当な繰返し数ごとに試験片を試験機から取りはずし、試験片表面を詳細に観察することによって確認できた。) 図3.24はこのようなき裂の代表例であり、(a)は $N = 3.3 \times 10^9 \sim 9 \times 10^9$ サイクルの間に発生した微小き裂を、また(b)は $N = 9 \times 10^9 \sim 1.2 \times 10^{10}$ サイクルの間に発生した微小き裂を示している。

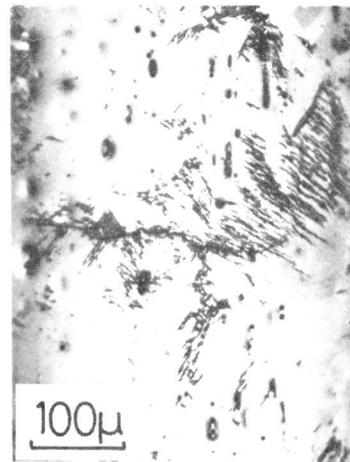
次に、微視的き裂の進展挙動に関しては、焼なまし材の場合はほぼ 10^{10} サイクルになるとき裂の進展は認められなかったけれども、加工材においては、粒界からはずれて粒内に入った微小き裂は 10^{10} サイクル以上になっても徐々にではあるが進展を続けた。図3.25は15%加工材におけるこのような微小き裂の進展の様相を示したものである。

図中(a)~(c)は耐久限度と思われる応力($\sigma = 7.7 \text{ Kg/mm}^2$)をそれぞれ 8.7×10^9 、 1.3×10^{10} および 1.5×10^{10} サイクル加えた時の微小き裂の進展挙動をすべり帯と共に示している。このように、加工材の場合には 10^{10} サイクル以上になってもなお進展を続けているき裂が数多く観察され、事実上実験は不可能かもしれないが、さらに多くの繰返しを与えるならば、それらはさらに進展して遂に試料を破断にまで導く可能性も十分考えられる。

以上の観察から、加工材ではそのS-N曲線から推定される耐久限度の値は真の耐久限度を示していないものと思われた。

3.7.3 繰返し応力による内部組織の変化

以上観察された現象は、引張加工によって形成された組織が応力の繰返しと共に少しずつ疲れ組織へ移行し、硬度的には軟化の傾向をたどるためと考



(a) $N = 3.3 \times 10^9 \sim 9 \times 10^9$
 サイクルの間に発生した
 微小き裂

(b) $N = 9 \times 10^9 \sim 1.2 \times 10^{10}$
 サイクルの間に発生した
 微小き裂

図 3. 24 高繰返し数領域で発生した微小き裂
 (15%加工材、 $\sigma = 7.7 \text{ Kg/mm}^2$)

(a) 8.7×10^9
 サイクル後

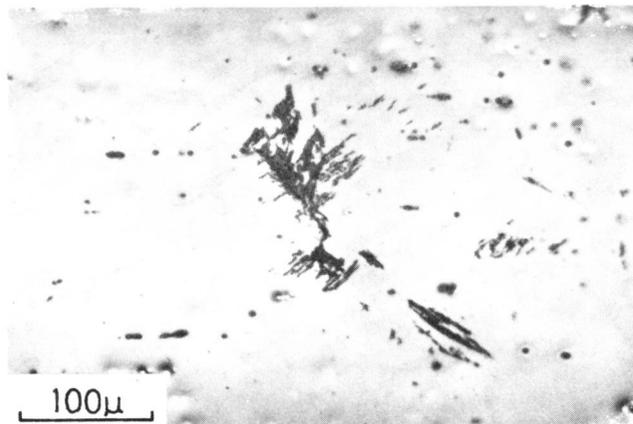
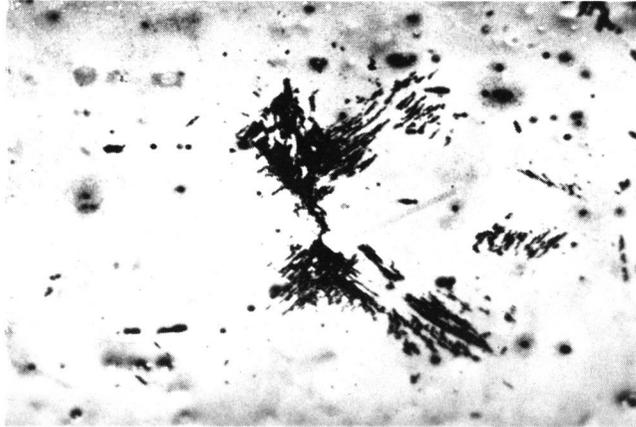


図 3. 25 15%加工材に発生した微小き裂の進展挙動 ($\sigma = 7.7 \text{ Kg/mm}^2$)

(b) 1.3×10^{10}
サイクル後



(c) 1.5×10^{10}
サイクル後

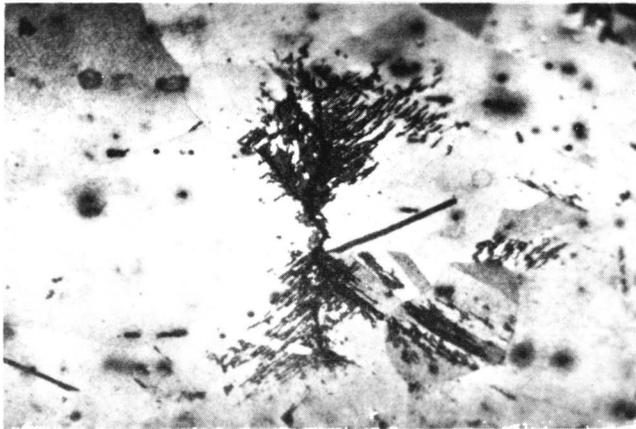


図 3. 25 15%加工材に発生した微小き裂の進展挙動 ($\sigma = 7.7 \text{ Kg/mm}^2$)

えられる。この点を確認するため、加工材およびそれに耐久限度と思われる応力を繰返したものの内部組織を観察した。これらは、前述の焼なまし材の場合と同様、すべり帯あるいは微小き裂近傍の組織ではなく、試験片内部のできるだけ広い領域の観察から得られた代表例である。

図 3. 26 は 15% の引張加工によって形成された代表的な内部組織である。このように引張組織特有のもつれ合った転位を含むセル組織が試料内部のほぼ全領域にわたって観察された。

図 3. 27 は、15% 引張加工材に耐久限度と思われる応力 (7.7 Kg/mm^2) を 10^{10} 回繰返した後の内部組織を示したものである。この場合には、同図(a) のような引張組織の残存した領域もかなり認められたけれども、ある領域では同図(b)および(c)のように疲れ組織へ移行した部分も観察された。(b)および(c)を見ると、副結晶粒の寸法は 1μ 程度であり、15% 引張加工組織のセル寸法とほとんど変わらないが、もつれ合った転位はほとんど副結晶粒界へ移行し、これらの内部の転位密度は非常に低くなっていることが判る。このような組織は、Feltner⁽⁴⁵⁾ が銅予加工材の高応力疲れで観察した、繰返し加工軟化に対応した組織と類似であり、この領域ではおそらく軟化が起きているものと考えられる。

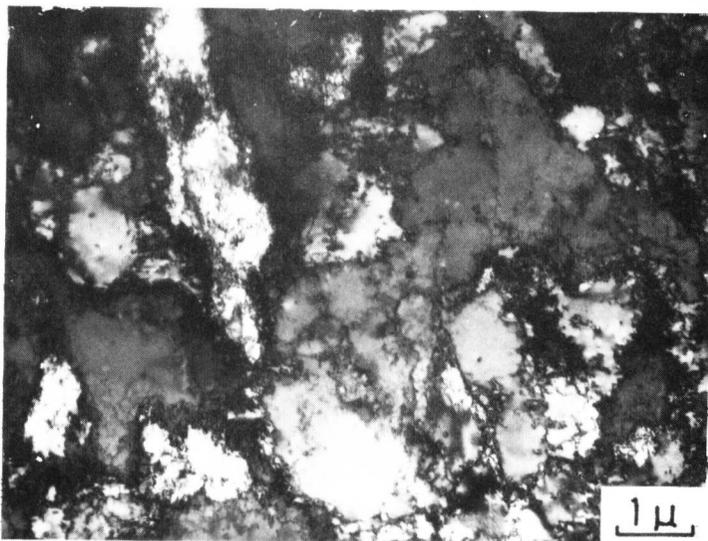
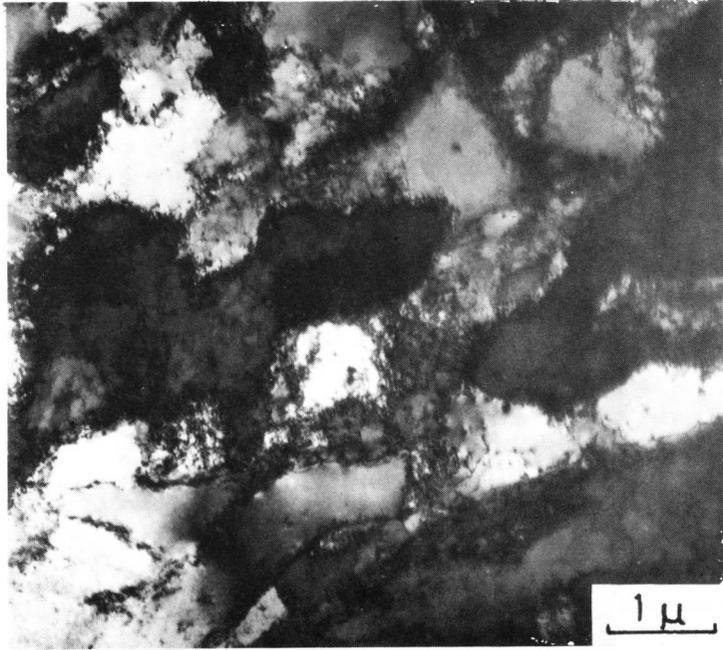
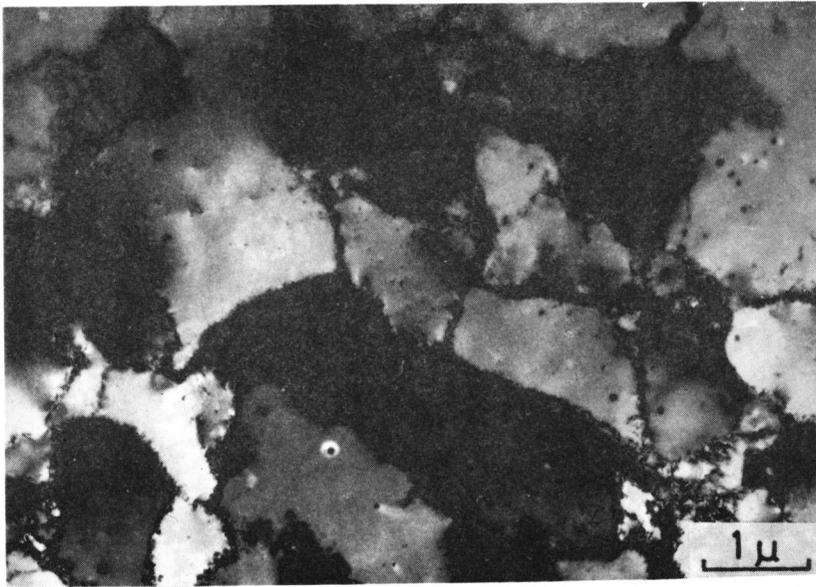


図 3. 26 15% の引張加工によって形成された内部組織

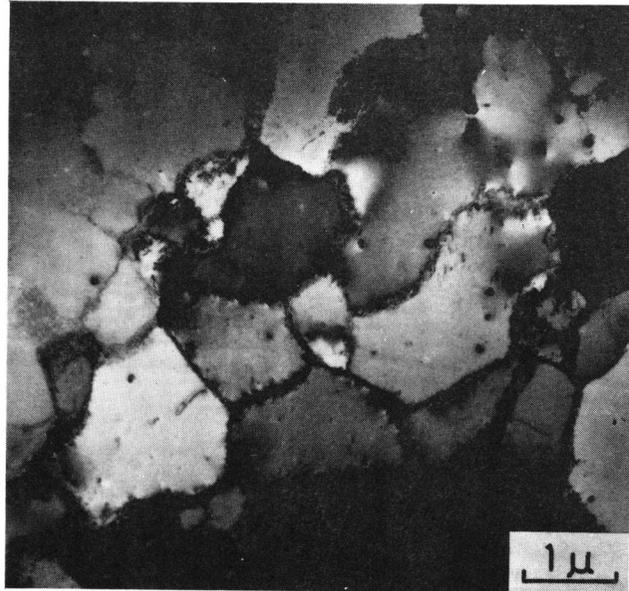


(a) 不完全なセル組織（引張組織の残存と思われる）



(b) 明瞭な副結晶粒

図 3. 27 7.7 Kg/mm^2 の応力を 10^{10} 回繰返した後の内部組織（15%加工材）



(c) 明瞭な副結晶粒

図 3. 27 7.7 Kg/mm^2 の応力を 10^{10} 回繰返した後の内部組織 (1.5%加工材)

3.7.4 考 察

銅予加工材の場合、S-N 曲線の形の上では確かに水平部が現われ、一見それが耐久限度のように見える。しかし試験片表面における微小き裂の発生やその後の進展挙動を調べた結果、 10^{10} サイクルを越えてもなお疲れ損傷は明らかに進行しており、さらに多くの繰返しを続けると、それらのき裂は徐々に進展を続け、遂に試験片を破断にまで導く可能性は十分考えられる。従って、この値が真の耐久限度を表わしているとは思われない。加工材の耐久限度を決めるには 10^{11} サイクルまたはそれ以上に多くの繰返し数が必要であろうと考えられた。

銅予加工材に見られた上記のような現象は、加工材に特有な繰返し応力による軟化傾向に起因しているものと思われる。一般に予加工材では最初から

材料内部に転位組織をもっており、それらの加工組織は応力の繰返しと共に
しだいに疲れ組織へ移行し、硬度的には軟化の傾向をたどることが知られて
いる。⁽⁴⁵⁾これは焼なまし材が繰返し加工硬化を示すのと対照的であり、実用
的にも重要な意味を含んでいるため、これに着目した研究はかなり報告され
ている。それらによると、このような軟化を起こすためには両振りの塑性ひ
ずみを繰返すことが必要であり、⁽⁴⁵⁾またこの現象は交差すべりと密接に関係
し、f.c.c金属の場合、積層欠陥エネルギーの高い材料ほど軟化の程度が著
しいとされている。⁽⁴⁵⁾また、このような軟化は高応力疲れ、とくに寿命が
 $10^4 \sim 3 \times 10^4$ サイクルの場合に最も著しく、低応力疲れにおいてはほとん
ど認められないと言う報告もある。⁽⁴⁵⁾しかし本実験における内部組織の観察
によれば、15%予加工材の場合、耐久限度と思われる応力を 10^{10} 回繰返
した後に、部分的にはあるが、引張組織から軟化に対応した疲れ組織への
移行が認められ、内部の転位密度の非常に低い副結晶粒が観察された。この
ような組織の内部では、転位の比較的自由的な運動が可能になると考えられ、
微小き裂の発生や進展には好都合な組織⁽⁴¹⁾であろうと思われる。もちろん
これは微小き裂先端部を観察したものではないので多少問題はあるが、き裂
先端部でも同様な現象が起こっているとすれば、この材料における微小き裂
の進展挙動も一応理解できる。

以上のことから、銅予加工材では、耐久限度のような低い応力振幅の場合
でも、十分な繰返しを与えると、引張組織が少しずつこのような疲れ組織へ
移行し、* そのために、高繰返し数領域でも新たな微小き裂が発生したり、
それらが進展し続けたのだらうと推定された。**

* 軟化に要する時間は硬化の場合に比べてより長いといわれている。⁽⁴⁵⁾

** なお、硬さ測定によれば、15%加工材に耐久限度と思われる応力を 10^{10} 回繰返した
後の硬さの平均値は疲れ試験前のそれとほとんど同じであった。これは低応力振幅のた
め軟化がごく一部だけで起こっているためと思われる。

3.8 結 言

以上超音波疲れ試験機を用いて、銅焼なまし材および予加工材の疲れ試験を行ない、耐久限度近傍で形成される微小き裂の挙動およびそれに関連すると思われる内部組織や硬さの変化などを調べた。得られた結果とそれから得られる推論は次のようである。

銅焼なまし材の場合

- (1) 10^{10} サイクル以上の繰返し試験から得られた S-N 曲線の形、表面損傷および内部組織の観察結果から判断して、この材料の超音波疲れにおいて事実上の耐久限度と考えられる応力の存在することが認められた。疲れ特性（すべり線、初期き裂および転位構造）の類似性から考えて、通常の低速疲れにおいても、この材料の S-N 曲線に水平部の現われることが期待される。
- (2) 耐久限度と思われる応力を 10^{10} 回繰返した試験片表面には、結晶粒界で進展を阻止されているき裂のほか、粒内で停留している微小き裂が存在し、後者のき裂は、適当な熱処理後の繰返し応力によってかなりの進展を示した。
- (3) 熱処理前後における内部組織および硬さの変化を調べた結果、耐久限度の存在と関連のあると思われるこの種のき裂の停留には、繰返し加工硬化（とくに転位パッチのような組織による硬化）が重要な役割をしているものと推定された。
- (4) 従来低応力疲れの場合にはセル組織が形成されないと言われていたけれども、耐久限度と思われるような低い応力振幅でも十分な繰返しを行なうことにより、この組織の形成されることが判明した。このことは、疲れ過程で形成されるセルの寸法は応力振幅のほか繰返し総数にも大きく依存し、低応力振幅に対応した“究極のセル寸法”を確認するためには、予想外に多い繰返し数を必要とすることを示唆している。

- (5) 銅焼なまし材の繰返し応力による加工硬化の割合は非常に大きい。そして、熱処理による硬さの回復(すなわち内部組織の回復)は、まずかなり低い温度で転位パッチのような組織の消滅から始まる。しかし、セル境界は熱的に安定なねじれ境界に移行して残留するため、疲れ材の硬さの完全な回復には、十分高い熱処理温度が必要である。

銅予加工材の場合

- (6) 銅予加工材では、S-N曲線の形の上ではあたかも耐久限度が存在するように見えるが、そこで発生した微小き裂は、 10^{10} サイクルを越えても徐々にではあるが、進展を続けた。従って、この材料の真の耐久限度を確認するためにはさらに多くの繰返し数が必要であろうと思われる。
- (7) 銅予加工材に見られる上記のような現象は、材料内部の繰返し加工軟化(cyclic strain softening)に起因しているものと考えられる。このような低い応力振幅では軟化はほとんど起こらないと言われているけれども、 10^{10} サイクルのような十分な繰返しを行なうと、部分的にはあるが、軟化に対応した疲れ組織が観察された。

文 献

- (1) A.Ferro and G.Mantalenti, Phil.Mag., 10 (1964), 1043
- (2) 横堀, 材料強度学, (昭33), 151, 技報堂.
- (3) N.J.Wadsworth, Phil.Mag., 6-63 (1961), 397.
- (4) P.G.Forrest and A.E.L.Tate, J.Inst.Metals, 93-12 (1965), 438.
- (5) 小林, 中沢, 機械学会論文集, 36-291 (昭45-11), 1789.
- (6) N.Thompson and N.J.Wadsworth, Advanc.Phys., 7 (1958), 72.
- (7) J.C.Levy and S.L.Kanitkar, J.Iron Steel Inst., 197 (1961), 296.

- (8) P.Kettunen, J.Iron Steel Inst., 202(1964), 209.
- (9) 西谷、西田, 機械学会論文集, 39-321(昭48-5), 1385.
- (10) 大久保, 機械の研究, 23(1971), 33.
- (11) 栗谷, 宮本, 機械学会論文集, 24-143(昭33-7), 480.
- (12) 栗谷, 片桐, 機械学会論文集, 34-261(昭43-5), 833.
- (13) 栗谷, 片桐, 是枝, 機械学会論文集, 35-269(昭44-1), 1.
- (14) 栗谷, 片桐, 大村, 白石, 機械学会論文集, 40-337.(昭49-9),
2453.
- (15) J.Awatani, K.Katagiri, A.Omura and T.Shiraishi, Met.
Trans., A, 6(1975), 1029.
- (16) J.E.Pratt, J.Materials, 1(1966), 77.
- (17) J.E.Pratt, Acta Met., 15(1967), 319.
- (18) J.C.Grosskreutz, Phys.Stat.Sol.(b), 47(1971), 11.
- (19) C.E.Feltner and C.Laird, Trans.AIME, 242(1968), 1253.
- (20) P.O.Kettunen, Acta Met., 15(1967), 1275.
- (21) J.C.Grosskreutz and P.Waldow, Acta Met., 11(1963), 717.
- (22) J.C.Grosskreutz, J.Appl. Phys., 34(1963), 372.
- (23) D.S.Kemsley, J.Inst.Met., 85(1956), 420.
- (24) 大久保ほか, 機械学会論文集, 32-234(昭41-2), 209.
- (25) R.C.Boettner, A.J.McEvily, Jr.and Y.C.Liu, Phil.Mag.,
10(1964), 95.
- (26) 中沢、ほか5名, 機械学会論文集, 40-329(昭49-1), 9.
- (27) Y.Nakano and B.I.Sandor, Proc.Symp.Mech.Behavior of
Materials (Kyoto), (1973), 187.
- (28) 小林, 中沢, 機械の研究, 25-1(1973), 65.
- (29) 大久保, ほか2名, 機械学会論文集, 34-264(昭43-8), 1349.

- (30) R.B.Davies, ほか 2 名, Proc. Int. Conf. Fatigue of Metals, (1956), 551.
- (31) O.Helgeland, J.Inst. Metals, 93 (1964-65), 570.
- (32) A. Ferro, P. Mazzetti and G. Montalenti, Phil. Mag., 12 (1965), 867.
- (33) D.Y.Wang and S.M.Marco, Proc. ASTM, 64 (1964), 595.
- (34) H.A.Lipsitt and D.Y.Wang, Trans. Met. Soc. AIME, 221 (1961), 918.
- (35) N.Thompson, N.Wadsworth and N.Louat, Phil. Mag., 1 (1956), 113.
- (36) J.Porter and J.G.Levy, 89 (1960), 86.
- (37) H.D.Nine and H.M.Bendler, Acta Met., 12 (1964), 895.
- (38) P.Kettunen, Phil. Mag., 14 (1966), 421.
- (39) 山田, ほか 3 名, 機械学会論文集, 34-258 (昭43-2), 237.
- (40) 栗谷, 福田, 機械学会論文集, 36-288 (昭45-8), 1231.
- (41) 栗谷, ほか 3 名, 機械学会論文集, 38-312 (昭47-8), 1932.
- (42) 栗谷, 片桐, 是枝, 機械学会論文集, 36-284 (昭45-4), 519.
- (43) G.C.Smith, Proc. Roy. Soc. Lond., Ser. A, 242 (1957), 189.
- (44) W.P.Mason and W.A.Wood, J.Appl. Phys., 39 (1968), 5581.
- (45) C.E.Feltner and C.Laird, Acta Met., 15 (1967), 1621.
および 15 (1967), 1633.

第 4 章 鋭い切欠き材に現われる停留き裂 (熱処理効果)

4.1 緒 言

構造材料に起こる疲れ破壊は通常切欠き部に発生するため、切欠き材の疲れ強さは実用上重要な問題になっている。この場合、切欠き底にはいわゆるマクロ的な停留き裂が発生するのがよく知られている。この現象は1950年代初期に Lessells⁽¹⁾、石橋⁽²⁾、Fenner⁽³⁾らによって発見され、それ以来これに関する数多くの研究が報告されてきた。⁽⁴⁾ このうち、停留き裂の発生機構についても多くの説が提案されており、それらは大別して、(1)力学的因子による説明、(2)材質強化による説明、に分けられる。

力学的説明としては、切欠き底付近の応力分布説⁽⁵⁾⁽⁶⁾⁽⁷⁾⁽⁸⁾、片振り説⁽⁹⁾⁽¹⁰⁾⁽¹¹⁾⁽¹²⁾、き裂先端の鈍化説⁽¹³⁾などがあり、また最近、大路・小倉ら⁽¹⁴⁾⁽¹⁵⁾は有限要素法による解析的説明を、さらに、小倉・大路⁽¹⁶⁾および西谷ら⁽¹⁷⁾⁽¹⁸⁾はき裂閉口現象⁽¹⁹⁾に基づく有効応力拡大係数(ΔK_{eff})による説明を報告している。

一方、材質強化説としては、コーキシング効果などを考慮した河本ら⁽²⁰⁾の説がある。

前章では、銅平滑材(焼なまし材)の耐久限度における微視的停留き裂の発生には、疲れ過程で形成されるある種の内部組織に基づく繰返し加工硬化が原因していることを明らかにした。本章で取扱う停留き裂は切欠きの底に現われる巨視的なものであるが、このような巨視的停留き裂の発生に対しても上記のような疲れ組織による硬化が何らかの役割を演じているのではないかと思われる。事実、最近、Wilkinsら⁽²¹⁾は停留き裂を有するAl-Mg合金の切欠き試験片に2回の熱処理と応力の繰返しを行ない、き裂の進展状況を調べた結果、停留していたき裂は熱処理後の応力繰返しごとに段階的に進展することを見出し、この材料における停留き裂の発生は繰返し応力によ

るひずみ硬化のためであろうと説明している。

しかし一方、このような停留き裂は鋭い切欠き材にのみ現われる現象であるから、当然切欠きの応力場に関係した力学的因子に影響されるはずである。

以上のことから判断して、鋭い切欠き材に現われる巨視的停留き裂の発生機構は、疲れ組織などによる硬化と切欠きに関連した応力場との二つの影響を考慮した上ではじめて理解されるべきものでありと考えられる。

本章では、これらのことを明らかにするため、まず、停留き裂をもつ鉄の切欠き試験片に熱処理を施した後、前と同じ応力を繰返した時、このき裂が如何なる挙動を示すかを調べ、次に熱処理前後におけるき裂先端近傍の疲れ組織の変化を観察し、停留き裂の形成に及ぼすそれら組織の影響を調べた。さらに、McEvily ら⁽¹³⁾の方法を用いて切欠き底に発生したき裂先端の応力を推定し、これに及ぼす切欠きの鋭さの影響を調べ、これらのことから、き裂の停留機構に関する一つの推論を得ようとした。

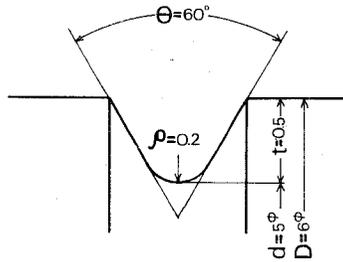
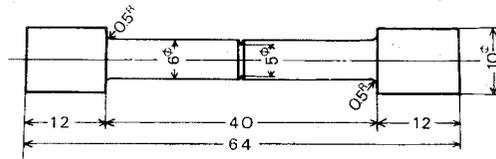
4.2 試験片および疲れ試験機

通常停留き裂の研究には鋼材が多く用いられているが、ここでは、疲れ組織観察に用いる薄膜試料作製の容易さから、比較的純度の高い電磁用純鉄を使用した。表 4.1 にその化学成分を示す。

西谷⁽²²⁾は、停留き裂形成の難易は切欠きの形状係数より、むしろ、切欠き底曲率半径 (ρ_n) に依存し、 $\rho_n \leq 0.5mm$ のような鋭い切欠きに発生することを実験的に確かめている。そこで本実験では、素材 (15 ϕ) に 950 $^{\circ}C$ 1 時間の焼なましを行なってから、図 4.1 に示すような $\rho_n = 0.2mm$ の切欠き試験片および参考のため使用した平滑試験片を加工した。次に、この機械加工による加工ひずみ (残留応力) を除去する目的で 600 $^{\circ}C$ 、1 時間の真空中焼なましを行ない、さらに電解研磨により表面層を 40~50 μ 程度取り除いた。表 4.2 はこの時の電解研磨液および研磨条件である。このような

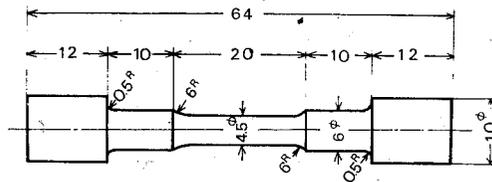
表 4.1 試料の化学成分 (%)

C	Si	Mn	S	Al
0.013	0.06	0.10	0.01	0.30



切欠き部詳細

(a) 切欠き試験片



(b) 平滑試験片

図 4.1 試験片の形状・寸法

試験片の結晶粒径は50~100 μ であった。最後に、切欠きの仕上げ寸法が、深さ、半径および角度において、それぞれ(0.5 \pm 0.02) mm 、(0.2 \pm 0.01) mm および(60 $^{\circ}$ \pm 4 $^{\circ}$)の範囲内にあるかどうかを万能投影器で確かめてから試験に供した。なおNeuberの三角則から求めた形状係数は $\alpha = 3.1$ であった。表4.3はこのようにして作製した試験片の機械的性質を示している。

実験は、繰返し速度1000 rpmの島津万能疲れ試験機(引張圧縮型)を使用し、平均応力零のもとで行なった。

表 4.2 電解研磨液および研磨条件

成 分	体積比	電 圧	電 流	液 温
正 リ ソ 酸	65	0.7 V	0.15~0.2 A	20 $^{\circ}$ C
エチルアルコール	35			
蒸 留 水	35			

試料陰極間距離 2.5cm

表 4.3 試料の機械的性質

上降伏点 Kg/mm ²	下降伏点 Kg/mm ²	引張強さ Kg/mm ²	伸 び %	絞 り %	ピッカース硬さ (25 ϕ)
19.7	17.3	30.2	38.8	85.5	78

4.3 実験方法

停留き裂が熱処理後の繰返し応力によって進展するか否かを調べる場合、熱処理前のき裂が果たして本当に停留しているのかどうかを確かめておく必要がある。そこでまず最初に、耐久限度よりわずかに低い応力振幅のもとでき裂進展曲線を求めた。この場合、き裂は試料内部へ進展するため、試験片を縦割りにしてき裂深さを測定した。測定は 5×10^5 、 10^6 、 2×10^6 、 4×10^6 、 8×10^6 、 10^7 および 2×10^7 サイクル後に行ない、また同時に、切

欠き底の表面観察を行なうことによって、すべり線とき裂の変化も調べた。

次に、熱処理温度を決定するため、熱処理温度と硬さ変化の関係を調べた。硬さ測定は後で詳述する方法によって、切欠き底近傍について行なった。熱処理温度としては、400°C、500°C、600°C、700°C および 800°C を選び、いずれも1時間の真空中焼なましである。なおこの際、再結晶やき裂の状態の変化についても調べた。

次に、停留き裂をもつ試験片に適当な熱処理を行ない、その後、前と同じ応力を繰返し、き裂の進展挙動を調べた。この場合、試験片が破断すれば当然き裂の進展を意味しているが、破断しないものについては縦割りによるき裂深さの測定を行なった。

さらに、停留き裂と転位組織の関係を明らかにする目的で、き裂先端近傍における組織観察を行なった。それには平板状試験片を用い、観察は、超高電圧電子顕微鏡(2000 kv)によって行なった。

4.4 実験結果

4.4.1 S-N 曲線および停留するまでのき裂の進展

図 4.2 は本実験で得られた純鉄の切欠き試験片および平滑試験片の S-N 曲線である。両曲線とも鋭い折れ曲りが現われるため耐久限度の存在は明確であり、切欠き材の破断に対する耐久限度として $\sigma_{\omega 2} = 8.0 \text{ Kg/mm}^2$ 、また平滑材に対するものとして $\sigma_{\omega 0} = 13.0 \text{ Kg/mm}^2$ が得られた。

以下の実験はすべて、上で求めた $\sigma_{\omega 2}$ よりわずかに低い応力振幅 ($\sigma = 7.5 \text{ Kg/mm}^2$) のもとで行なった。

まず、この切欠き試験片における停留き裂の形成を確認するため、切欠き底に発生したき裂が応力の繰返しと共に如何に進展するかを調べた。図 4.3 はその結果であるが、すでに報告されている小林・中沢⁽²³⁾ のものと大体同じ傾向を示している。き裂深さの測定には、通常の縦割り断面法を採用

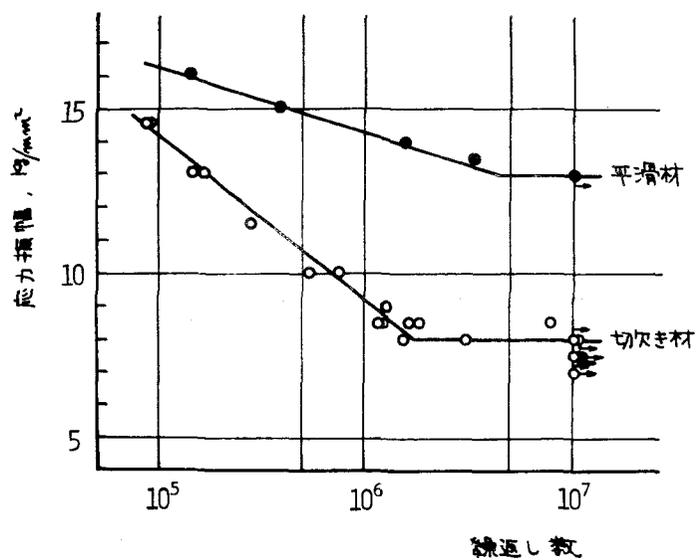


図 4.2 切欠きおよび平滑試験片の S-N 曲線

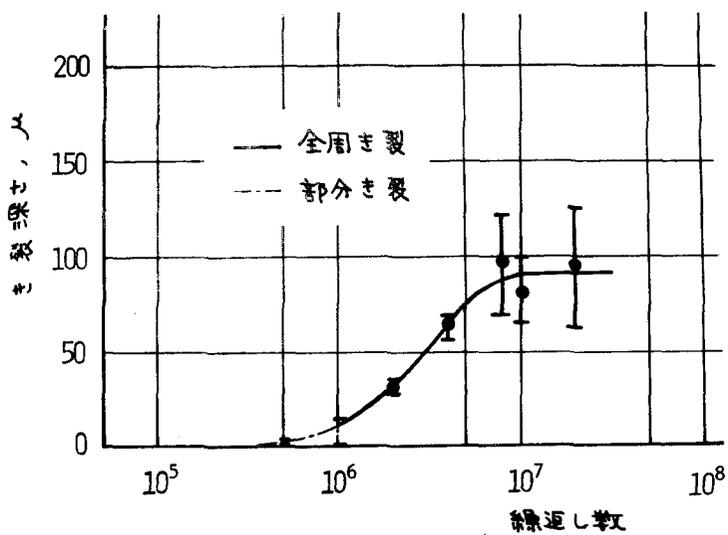
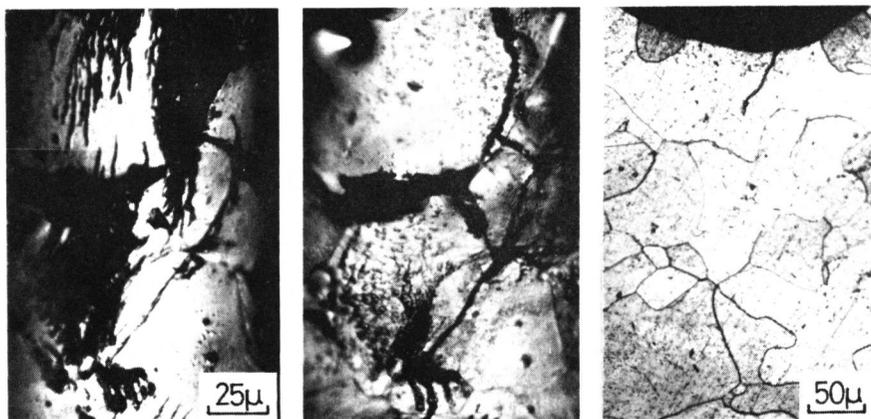


図 4.3 切欠き底に発生したき裂の進展曲線

した。つまり、試験片を縦割りにし、その断面をペーパー研磨後、パフ研磨まで仕上げ、最後にナイトル液（硝酸3%、エチルアルコール97%、腐食時間90秒）で腐食してき裂を明確に現わし、光学顕微鏡によって観察した。ここでは1本の試験片について、切欠き底円周上の3点で実測したが、測定値はかなり大きいばらつきを示した。そこで、それぞれの測定点に対して4本の試験片を用いて同一条件の実験を行ない、その平均値を採用した。図4.3の縦線はこのようにして求めたき裂深さに対する12の測定値のばらつきの範囲を示している。また、図中、 $N=10^6$ サイクルまでを示した一点鎖線は、き裂が全円周にまで発達しなかった部分き裂を示している。なお部分き裂のき裂深さは、切欠き底表面で見たき裂長さの $\frac{1}{4}$ とした。この図を見て判るように、き裂は大体 8×10^6 サイクル付近でその進展を停止し、いわゆる停留き裂の様相を示した。そしてその時のき裂深さは約 90μ であった。

図4.4は、参考のため、停留き裂に達するまでの途中の段階（ $N=4 \times 10^6$ サイクル）におけるき裂の様相を示したものである。図中(a)は切欠き底にお



(a) 切欠き底のすべり帯 (b) (a)を軽く電解研磨した後 (c) (b)の上方部におけるき裂の深さ

図4.4 4×10^6 サイクル（ $\sigma = 7.5 \text{ Kg/mm}^2$ ）後のき裂の様相

けるき裂をすべり帯と共に示し、(b)は表面層を数 μ 電解研磨して(a)と同一場所のき裂を明確に現わしたものである。さらに(c)はこれを縦割りにし、(b)と同じ場所と思われる所のき裂の深さを示している。

4.4.2 熱処理による硬さの変化

疲れ材の硬さは、その内部組織（転位構造）と密接に関連し、共に熱処理によって回復する。本実験では、熱処理によって内部組織つまり硬さをできるだけ回復させることが必要であるため、まず、疲れ材（ $\sigma = 7.5 \text{ Kg/mm}^2$ 、 $N = 10^7$ サイクル）を真空中で焼なましした時に、硬さが焼なまし温度によって如何に変化するかを調べた。図 4.5 はその測定結果である。ここでは、切欠き部から約 2 mm 離れた所で試験片を切断し、その断面にペーパー研磨、つづいて電解研磨（約 400μ ）を行なうことにより、切欠き底での試料断面を無ひずみ的に露出し、その周辺から $100 \sim 150 \mu$ の範囲における硬さを測定した。図中●印は 10箇所での測定の平均値であり、○印は疲れ試験前の処女材の硬さの平均値である。また縦線はばらつきの範囲を示している。なお、硬さ計にはマイクロ・ピッカース硬さ計（荷重 25 g ，保持時間 30 秒）を使用した。

図から判るように、硬さは熱処理温度の上昇と共に漸次低下するが、 650°C 付近からほぼ一定値になり、 800°C に達してもなお処女材の硬さ（ 78 Vhn ）にまでは完全に回復しない。これは、後述の内部組織の観察からも判るように、セル境界が熱的に安定なねじれ境界に移行して高温度まで残存しているためであろうと思われる。しかし、 650°C 以上の温度では硬さ（従って内部組織）もかなり回復していると考えられるので、以下の実験では一応 700°C を熱処理温度として採用した。

なお、この際、この熱処理によって、(i)結晶成長が起こるのではないか、(ii)停留き裂の様相が変化するのではないかという点が懸念された。そこでこの点を確認するため、縦割りにより停留き裂を現わした試料にこの熱処理

(700°C、1時間、真空中焼なまし)を施し、その前後における組織の変化を調べてみた。図4.6はその結果であるが、これから判るように、き裂先端においても強加工材に見られるような結晶成長は起こらず、また、光学顕微鏡の観察範囲内では、き裂の様相(き裂先端の曲率半径など)に何の変化も認められなかった。

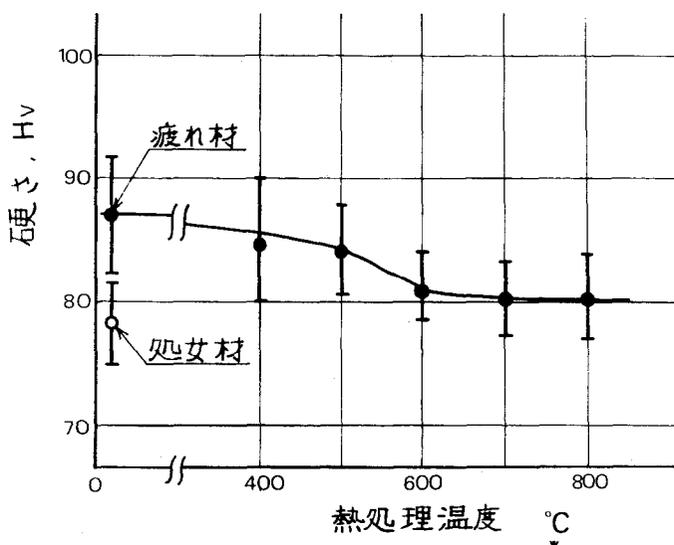
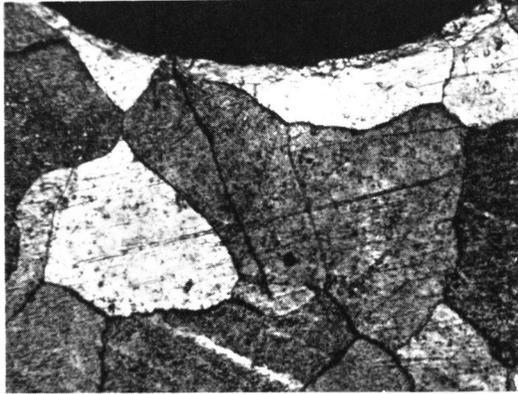
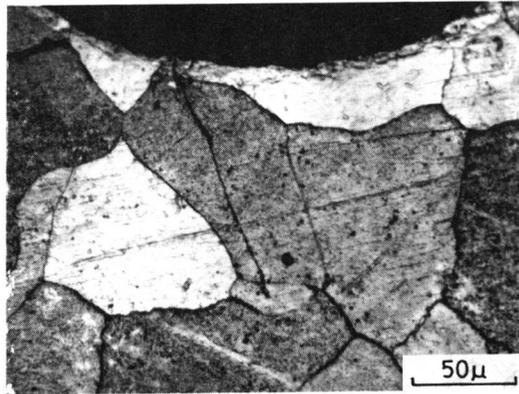


図 4.5 種々の熱処理による疲れ材
($\sigma = 7.5 \text{ Kg/mm}^2$ 、 10^7 サイクル)
の硬さの回復



(a) 熱処理前



(b) 熱処理後

図 4.6 熱処理前後における停留き裂の様相

4.4.3 熱処理後の繰返し応力によるき裂の進展

ここでは、まず切欠き試験片に 7.5 Kg/mm^2 の応力を 10^7 回繰返し、深さが 90μ 程度の停留き裂を形成させ、次に、このような停留き裂を有する試料に前記の熱処理（真空中、 700°C 、1時間）を施し、つづいて前と同じ応力振幅（ 7.5 Kg/mm^2 ）で疲れ試験を行ない、き裂が進展するか否かを調べた。図 4.7 の実線は、この場合のき裂の進展挙動を示したものである。なお図中破線は、熱処理を行なわなかった場合（図 4.3）のき裂の進展曲線である。

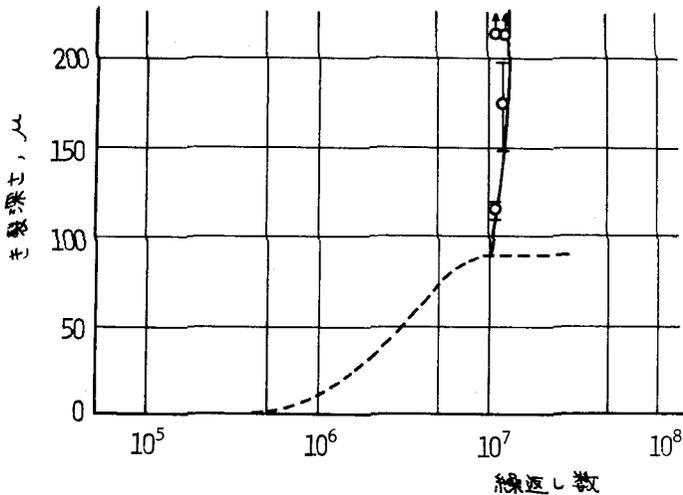


図 4.7 熱処理後の繰返し応力によるき裂の進展
（破線は熱処理を行なわなかった場合）

この実験には 4 本の試験片を用いたが、最初の 2 本は熱処理後 2.5×10^6 サイクルまでに破断した。（図中 \circ 印を以って示してある。）そこで残りの 2 本については、熱処理後 2×10^6 サイクルの繰返しで試験を中断し、き裂の進展状態を観察してみた。図 4.8 はその時の縦割り断面である。これを見

て判るように、このような試料には、 250μ 程度のき裂が存在し、停留していたき裂が熱処理後の繰返し応力によって著しく進展したことを示している。

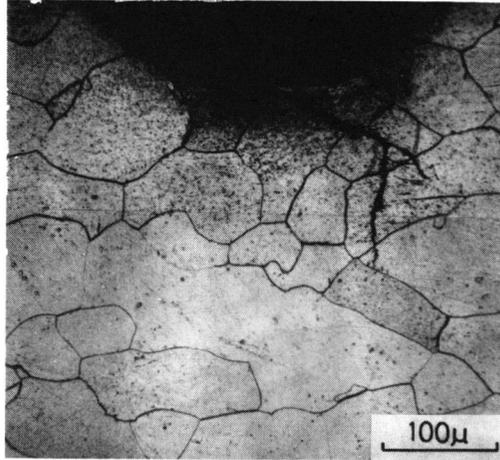


図 4.8 10^7 サイクル後熱処理を施し、さらに 2×10^6 回の応力繰返しを加えた時のき裂の様相

4.4.4 転位組織の観察

き裂の停留に転位組織が関与しているとすれば、それはおそらくき裂先端部における組織であろう。しかし、今のような試験片の場合、き裂の部分から薄膜試料を作製することが非常に困難である。そこで本実験では、次善の方法として、第2章で述べた平板切欠き試験片に形成された停留き裂*の先

* ここで用いた平板曲げ疲れ試験機では、き裂が進展するに従って共振周波数が低下し、その結果、応力振幅も低下する。従って低応力疲れの場合には、応力がある限界値まで低下すると、き裂の進展が停止することがある。ここでは、このような停留き裂の先端近傍に形成された組織が通常の環状切欠き材に現われる停留き裂のそれと類似しているだろうと推定した。

端部における組織を観察することにした。観察は、第2章と同様、試料表面下40 μ 程度の深さにおけるき裂先端部から薄膜試料を作製し、超高電圧電子顕微鏡(2000 kv)で観察した。(薄膜作製の詳細については、2.3.2節を参照されたい。)

図4.9は、参考のために観察した処女材(950 $^{\circ}$ C、1時間の焼なまし後、試験片に加工し、さらに600 $^{\circ}$ C、1時間の真空焼なましを行なったもの)の内部組織である。図中には3本の結晶粒界が現われているが、粒内にはほとんど転位線は見られない。

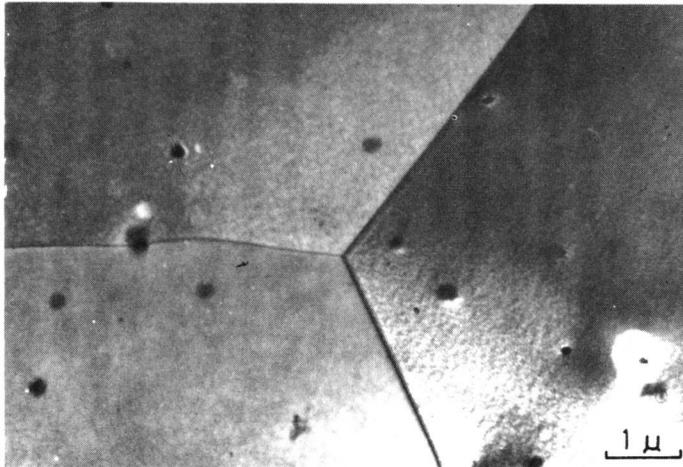


図 4.9 試験前の内部組織

図4.10は、上記の停留き裂先端近傍に形成された転位組織の代表的な一例である。これを見て判るように、このようなき裂先端部には、非常に高密度のもつれあった転位からなる組織が形成されており、高応力疲れをうけた試料内部で観察されるようなセル組織がむしろマスクされたように見える。*

* これは第2章で述べた進行き裂先端近傍の組織と大きな差異は認められないが、ただ進行き裂の場合は、このような領域の外側で多数のセル組織が形成されていた。

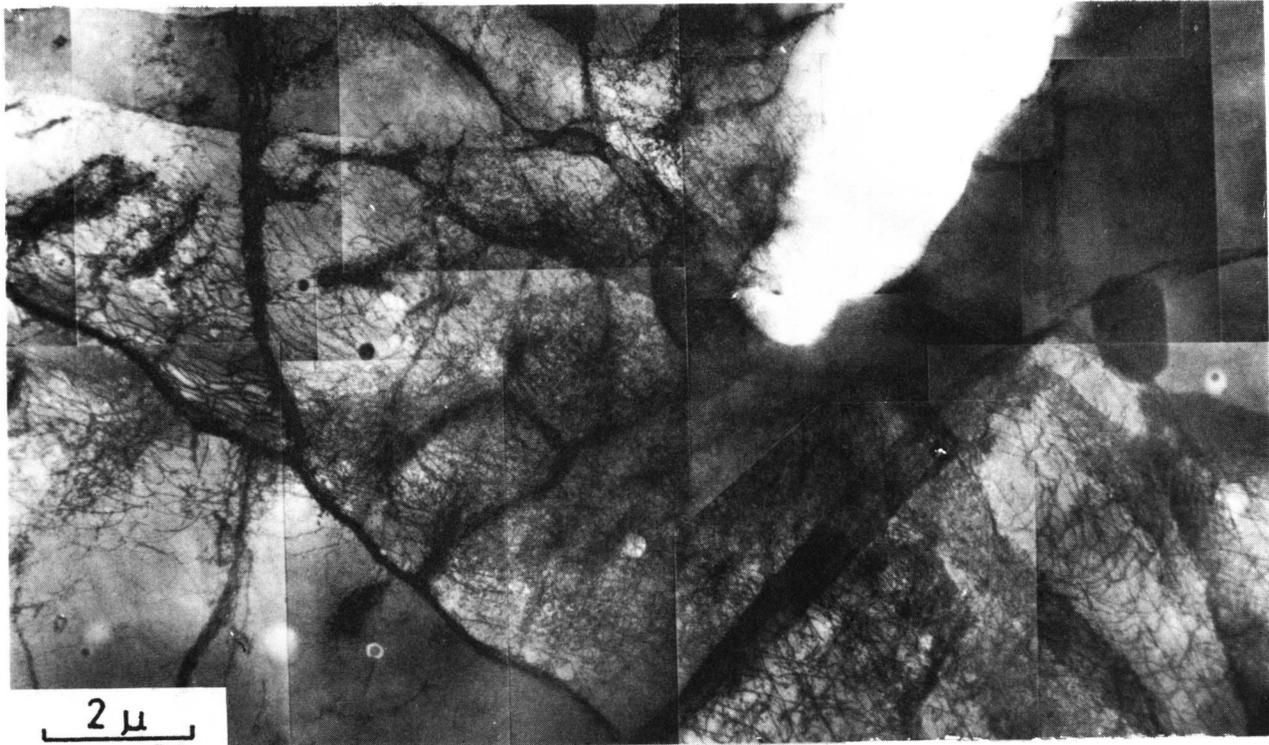
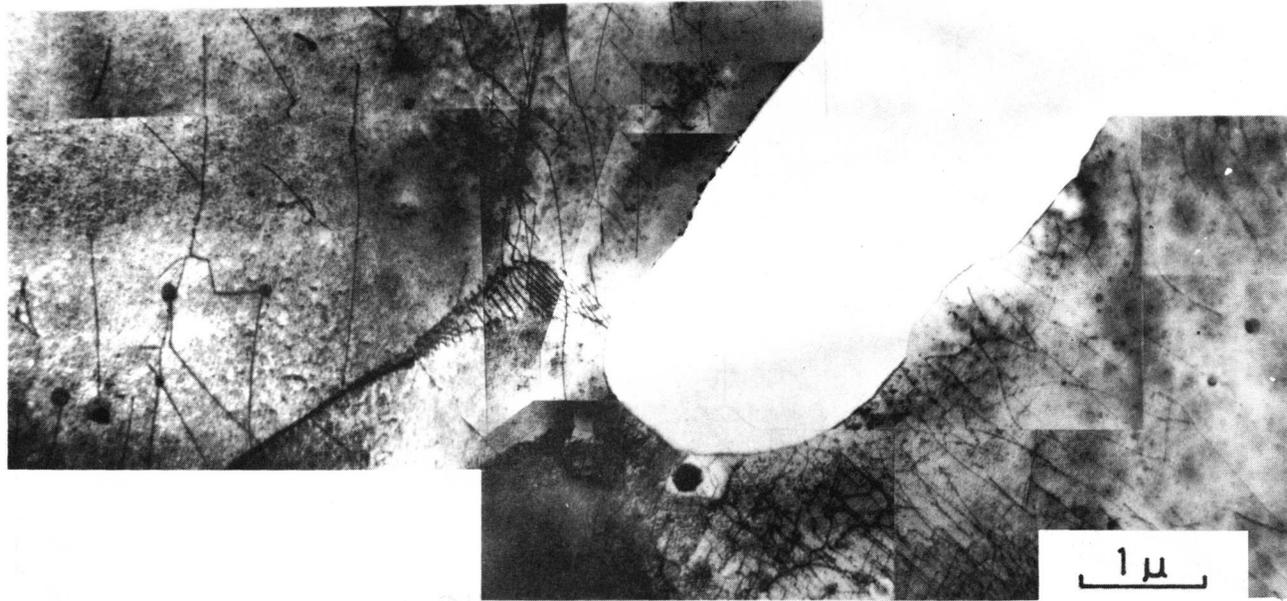


図 4. 10 停留き裂先端近傍に形成された転位組織



(a)

図 4. 11 熱処理後の停滞き裂先端近傍における転位組織

ところが、このような停留き裂を有する試験片に700°C、1時間の真空中焼なましを施すと、図4.11(a)および(b)に示すように、き裂先端部の転位密度は著しく低下し、わずかの自由転位とねじれ境界のみが見られるだけである。これは停留き裂先端部に形成されていた高密度の転位が、熱処理によって消滅したり、あるいはねじれ境界へ移行したためであろうと思われる。



(b)

図4.11 熱処理後の停留き裂先端近傍における転位組織

4.4.5 停留き裂に及ぼす温度の影響

以上のき裂進展並びに停留き裂の長さの観察は、すべて夏季（6月中旬から10月上旬の間）に行なわれたものであったが、冬季における同じ実験では停留き裂の深さがかなり小さくなるという現象が起こった。図4.12(a)はこの場合の停留き裂（ $\sigma = 7.5 \text{ Kg/mm}^2$ 、 $N = 10^7$ サイクル）の一例で、その深さは夏季に観察されたもののほぼ半分位になっており、明らかに測定の間隔を越えている。耐久限度が温度の低下と共に上昇することはよく知られているが、⁽²⁴⁾ わずか 20°C 程度の差で停留き裂の深さにこのような大きい違いの現われることは全く予想外であった。

この場合も前と同じように熱処理（ 700°C 、1時間、真空中）を行ない、さらに繰返し応力（ 7.5 Kg/mm^2 ）を加えてみたが、 3×10^6 サイクルに至っても破断は起こらなかった。しかし、き裂はかなりの進展を示し、同図(b)に見られるように 150μ 以上程度の深さに達していることが判った。従って、この場合も、本質的には、夏季観察の結果と同じ熱処理効果を示しているものと思われる。

4.5 考 察

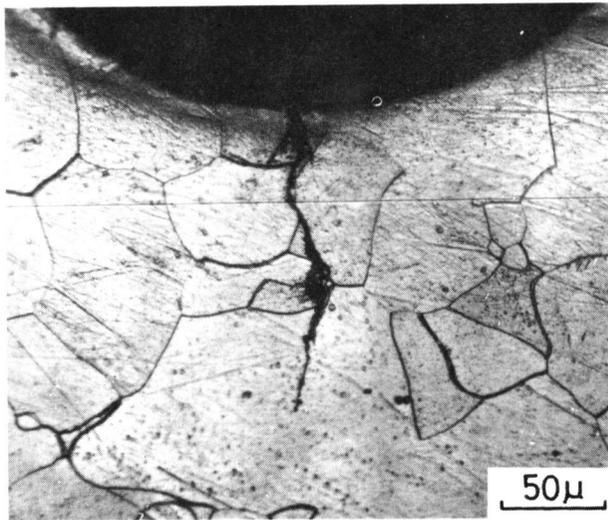
(i) 停留き裂に及ぼす切欠きの鋭さの影響

以上、本研究結果は高密度のからみ合った転位からなる組織による加工硬化が停留き裂の形成に大きな役割を演じていることを示している。しかしながら、このことだけでは、停留き裂は鈍い切欠き材には現われず、何故鋭い切欠き材にのみ発生するかという点を説明することは出来ない。これは切欠きの鋭さに関連した応力場の影響もまた停留き裂の形成に対して密接に関係していることを物語っているので以下この点について考察する。

き裂の進展は如何なる因子に支配されるかは重要な問題で、従来(1)き裂先端に作用する最大引張応力、⁽²⁵⁾ (2)き裂先端から微小距離入った位置におけ



(a) 10^7 サイクル後



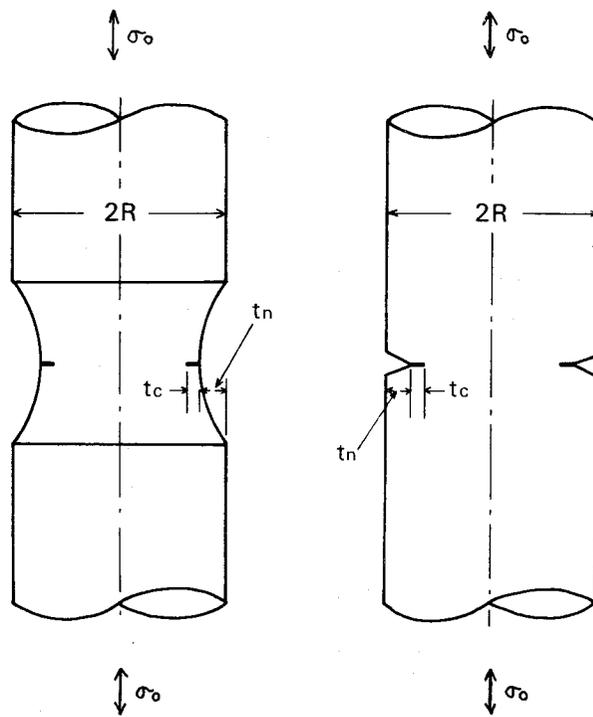
(b) 10^7 サイクル後熱処理を行ない、さらに
 3×10^6 回応力を繰返した場合

図 4. 12 冬季に観察された停留き裂 ($\sigma = 7.5 \text{ Kg/mm}^2$)

るひずみレンジ、⁽¹⁵⁾ (3)有効応力拡大係数、⁽¹⁶⁾⁽¹⁸⁾などがあげられる。ここでは一応(1)の因子からこの問題を取り扱ってみる。

疲れ組織の形成による硬化のため、“き裂進展に必要な応力”が上昇するであろうが、しかし一方き裂の進展と同時に“き裂先端に作用する応力”もまた増加するだろう。そこでこれら二応力の釣合いを考える。

いま、曲率半径の極端に大きい切欠きと、き裂に相当するよう小さい曲率半径をもつ切欠きの二つの場合を考えてみる。図 4. 13 はこれらの切欠きの底にき裂が発生した場合を、これから使用する記号と共に示したものである。



(a) 鈍い切欠き

(b) 鋭い切欠き

図 4. 13 切欠き底に発生したき裂

ρ_n の非常に大きい鈍い切欠きの場合は、それによる応力場は比較的一様で、かつ応力勾配は非常に小さい。従ってこのような切欠き底に発生した微小き裂は、あたかも、公称応力が $\sigma_0 \left\{ \frac{R}{R-t_n} \right\}^2$ の平滑材に発生した微小き裂に類似なものと考えられよう。き裂が発生すれば、その先端部では塑性変形を起し、実際の形状係数は低下するだろう。McEvilyら⁽¹³⁾はこの時の有効形状係数 (α'_c) に対して、Neuber の材料定数 (Material constant) をき裂の有効曲率半径 (ρ_e) に等しいと仮定して次式を導いている。

$$\alpha'_c = 1 + \sqrt{t_c / \rho_e} \quad (1)$$

従って、き裂発生前の切欠き底およびき裂発生後のき裂先端に作用する応力はそれぞれ次のように表わされる。

$$\begin{aligned} \sigma_{\text{notch root}} &= \sigma_0 \left(\frac{R}{R-t_n} \right)^2 && ; \text{き裂発生前} \\ \sigma_{\text{crack tip}} &= \left(1 + \sqrt{t_c / \rho_e} \right) \sigma_0 \left(\frac{R}{R-t_n} \right)^2 && ; \text{き裂発生後} \end{aligned} \quad (2)$$

従って、き裂の深さがその有効曲率半径に等しいような非常に微小なき裂に対しても、 $\alpha'_c = 2$ となるので、それよりも大きいき裂では、

$$\frac{\sigma_{\text{crack tip}}}{\sigma_{\text{notch root}}} \geq 2.0 \quad (3)$$

のようになるだろう。このことは、き裂発生前の切欠き底での真応力に比べて、き裂発生後のき裂先端部でのそれが著しく大きくなっていることを示している。

ρ_n の非常に小さい鋭い切欠きの場合は、その曲率半径は近似的にき裂のそれに等しいと仮定する。^{*} 引張圧縮の場合、このような鋭い切欠き底の真

* 人工的切欠きと疲れき裂は本質的に異なるとする説⁽¹⁹⁾⁽²⁶⁾もあるが、ここでは ρ_n が極端に小さくなった場合、 $\rho_n \cong \rho_c$ として問題を取扱うことにする。

応力は次のようにして求められる。すなわち、このような場合の形状係数 (α'_n) に対しては、上述のような塑性変形のため、Neuber の三角則で得られる値 (α_n) を修正する必要がある。McEvily ら⁽¹³⁾ は、(1)式を導いたのと同じ考えから、次のような式を導いている。

$$\alpha'_n = 1 + \frac{\alpha_n - 1}{2} \quad (4)$$

今の場合、 α_n は 1 に対してかなり大きいから、この式は近似的に

$$\alpha'_n \cong \frac{\alpha_n}{2} \quad (5)$$

のように書ける。ここで、幾何学的形状係数は

$\alpha_n = 1 + (\alpha_{fk} - 1)(\alpha_{tk} - 1) / \sqrt{(\alpha_{fk} - 1)^2 + (\alpha_{tk} - 1)^2}$ によって与えられ、この式中、 α_{fk} は $\alpha_{fk} \cong 1 + 2\sqrt{t_n/\rho_e}$ であり、また α_{tk} は Neuber の図表(引張圧縮)において、 $\sqrt{(R-t_n)/\rho_e} > 2.5$ の範囲を直線で近似すると、

$$\alpha_{tk} \cong \frac{1}{4} + \sqrt{\frac{R-t_n}{\rho_e}} \quad (6)$$

のようになる。いま、 $t_n/\rho_e \gg 1$ 、 $(R-t_n)/\rho_e \gg 1$ と仮定すれば、上の諸式より、

$$\alpha'_n = \frac{\alpha_n}{2} \cong \sqrt{\frac{t_n(R-t_n)}{\rho_e(R+3t_n)}} \quad (7)$$

が得られる。従って、切欠き底における応力は次のように表わされる。

$$\sigma_{\text{notch root}} \cong \sigma_0 \left(\frac{R}{R-t_n} \right)^2 \sqrt{\frac{t_n(R-t_n)}{\rho_e(R+3t_n)}} \quad (8)$$

この切欠き底に微小き裂が形成されたとすれば、その先端の応力は(8)式と同様に、

$$\sigma_{\text{crack tip}} \cong \sigma_0 \left(\frac{R}{R-t_n-t_c} \right)^2 \sqrt{\frac{(t_n+t_c)(R-t_n-t_c)}{\rho_e \{R+3(t_n+t_c)\}}} \quad (9)$$

となる。従って、 $\sigma_{\text{crack tip}}$ と $\sigma_{\text{notch root}}$ の比は次式のようになる。

$$\frac{\sigma_{\text{crack tip}}}{\sigma_{\text{notch root}}} = \left(\frac{R - t_n}{R - t_n - t_c} \right)^{3/2} \sqrt{\frac{(t_n + t_c)(R + 3t_n)}{t_n \{ R + 3(t_n + t_c) \}}} \quad (10)$$

ここでも、鈍い切欠きの場合と同様に、 $t_c = \rho_e$ のような微小き裂を考えると、通常の実験では、 $R \gg t_n \gg t_c$ であるから、(10) 式の値はほとんど 1 に近くなる。例えば、 $R = 10 t_n$ 、 $t_n = 5 t_c$ とすると、

$$\frac{\sigma_{\text{crack tip}}}{\sigma_{\text{notch root}}} = 1.11 \quad (11)$$

となる。この値は、 R 、 t_n および t_c の値がかなり広い範囲で変化しても、大体 1.05 ~ 1.25 の範囲に入り、それほど大きくはならない。

以上のように、非常に鈍い切欠きの場合には、一旦き裂が入れば、その先端の応力はき裂発生前の切欠き底での応力に比べてかなり高い値となる [(3) 式] のに対し、非常に鋭い切欠きの場合は、き裂が入ってもその先端での応力はそれほど上らない [(11) 式]。これら二つの極端な場合から考えて、切欠きの曲率半径が小さくなるに従って、そこに発生したき裂による応力の上昇率も小さくなることが予想される。しかるに、き裂先端近傍には図 4. 10 に示したような高密度の転位からなる疲れ組織が形成され、“き裂進展に必要な応力”が上昇しているものと推定される。従って、鋭い切欠きの場合、そこに発生したき裂が進展していくに従って、“き裂進展に必要な応力”がかなり上昇するのに対して、“き裂先端に作用する応力”はそれほど大きくならないため、き裂はある深さに達すると、* もはや進展することが出来なくなるであろう。これに対し、鈍い切欠きでは、き裂が発生すると、“き裂進展に必要な応力”も上昇するが、“き裂先端に作用する応力”の方が著し

* もちろん、ここでは鉄の場合のように、十分な疲れ組織の形成以前に、切欠き底に微小き裂が発生していると考えている。この仮定が成立しなければ、次章で述べるステンレス鋼の場合のように停留き裂は形成されないだろう。

く大きくなるため、き裂は停留することなく進展を続けるものと考えられる。このことが鋭い切欠き材にのみ停留き裂が形成される理由であろうと思われる。

この種の問題は破壊力学によって取り扱われるべきものと思われる。しかし、上述のような簡単な方法でも、停留き裂形成の本質的なものが直接に理解されるように思われた。

(ii) 熱処理によって回復する他の因子の影響

熱処理によって回復する因子としては、上述のような転位組織のほか、残留応力やひずみ時効も考えられる。

残留応力については、最近、き裂の進展に伴って発生する圧縮の残留応力に基づくき裂の開閉挙動が問題となり、小倉・大路⁽¹⁶⁾はこれを考慮した有効応力拡大係数による停留き裂の形成機構を報告している。それによると、前述のような熱処理後のき裂の進展は、この種の残留応力の解放のためと解釈することもできる。

鉄鋼材の場合、繰返し応力による材質の強化の原因にはひずみ硬化とひずみ時効の二つが考えられる。これら二つの因子を厳密に分離することはできず、ともに熱処理によって回復する。従って、ひずみ時効の回復も当然熱処理後のき裂の進展に寄与しているものと思われる。

以上のことから、停留き裂の形成に対し、種々の因子が考えられるが、本研究では、それらのうち、疲れ組織に基づく加工硬化の影響について考察したものである。

4.6 結 言

以上、電磁用純鉄の鋭い切欠き材に現われる停留き裂の機構を調べる目的で、熱処理を含んだ若干の実験と転位組織の直接観察を行なった。得られた結論を要約すると次のようになる。

- (1) 鉄の鋭い切欠き材に形成された停留き裂は、適当な熱処理を行ない、その後、前と同じ応力を繰返すと著しく進展する。
- (2) 停留き裂先端近傍には高密度のからみ合った転位からなる疲れ組織が形成される。
- (3) このような組織は熱処理によって大部分が消滅するが、一部はねじれ境界を形成し、安定に存在する。
- (4) これらのことから、鉄における停留き裂の形成には、疲れ組織（とくに高密度の転位からなる組織）に基づく硬化による“き裂進展に必要な応力”の増加が原因の一つであろうと思われる。
- (5) 鈍い切欠きの底にき裂が発生すると、“き裂先端の応力”は、き裂発生前の切欠き底に作用する応力に比べてかなり高くなるが、鋭い切欠きの場合はそれほど上昇しない。
- (6) 鋭い切欠き材における停留き裂の発生は、疲れ組織による“き裂進展に必要な応力”の増加と、き裂進展に基づく“き裂先端の応力”の上昇の兼ね合いを考えるとより比較的容易に理解できる。

文 献

- (1) J.M.Lessells and H.E.Jacques, Weld.J., 29 (1950), 74S.
- (2) T. Isibasi, Memo. Fac. Engng. Kyushu Univ., 12 (1951), 281.
- (3) A.J.Fenner, N.B.Owen and C.E.Phillips, Engng.,
171 (1951), 637.
- (4) 中沢, 小林, 機械の研究, 20 (1968), 1635および 21 (1969), 49.
- (5) N.E.Frost, The Engineer, 200 (1955), 464.
- (6) C.E.Phillips, Fatigue in Aircraft Structures, (1956),
104, Academic Press.
- (7) 中村, 甘柏, 機械学会論文集, 26-161 (昭35-1), 95.
- (8) J.A.Pope, Metal Fatigue, (1959), 69, Chapman & Hall.
- (9) 石橋, 材料試験, 7-58 (昭33-7), 361.
- (10) L.F.Coffin, Proc. ASTM, 58 (1958), 570.
- (11) 竹中, 航空宇宙技術研究所報告, TR-28 (昭37), 1.
- (12) 福原, 機械学会論文集, 38-311 (昭47-7), 1647.
- (13) A.J.McEvily and W.Illg, NASA TN, D-208 (1959).
- (14) K.Ohji, K.Ogura and Y.Ohkubo, Int.J.of Fract.,
9 (1973), 324.
- (15) 大路, 小倉, 大久保, 滝井, 機械学会論文集, 40-337 (昭49-9),
2505.
- (16) 小倉, 大路, 機械の研究, 26 (1974), 1492.
- (17) 西谷, 高尾, 材料, 23-244 (昭49-1), 69.
- (18) 西谷, 高尾, 機械学会論文集, 40-338 (昭49-10), 2725.
- (19) W.Elber, Eng. Fract. Mech., 2 (1970), 37.
- (20) 河本, 木村, 機械学会論文集, 25-155 (昭34-7), 552.
- (21) M.A.Wilkins and G.C.Smith, J.Mater.Science, 5 (1970), 418.

- (22) 西谷，機械学会論文集，31-221(昭40-1)，48．および
34-259(昭43-3)，371．
- (23) 小林，山本，中沢，機械学会論文集，35-274(昭44-6)，1199．
- (24) 横堀，材料強度学，(昭33)，208，技報堂．
- (25) N.E.Frost and D.S.Dugdale, J.Mech.& Phys.Solids,
5(1957),182．
- (26) 石橋，金属の疲労と破壊の防止，(昭42)，138，養賢堂．

第 5 章 停留き裂に関連したステンレス鋼の疲れ特性

5.1 緒 言

前章では、鉄の鋭い切欠き試験片に形成された停留き裂は、適当な熱処理後の繰返し応力によって著しく進展することを示し、鉄における停留き裂の発生には、疲れ過程で形成されるある種の転位組織に基づく繰返し加工硬化が原因の一つになっていることを明らかにした。

ステンレス鋼では、著しい加工硬化特性から考えて、応力の繰返し過程において疲れ組織が十分形成されるものと思われる。それにもかかわらず、この材料に停留き裂が形成され難いというのが定説になっている。(1)~(5)

この原因として、(i)繰返し応力による熱の発生、(ii)加工マルテンサイト組織の形成される可能性、(iii)すぐれた加工硬化特性のため、機械加工したままの試験片*では、加工ひずみが疲れ特性に微妙な影響を及ぼす恐れがあること、などが考えられる。

そこで、本章では、これらの問題点をふまえて、試験片作製後溶体化処理を施したステンレス鋼の鋭い切欠き試験片について疲れ試験を行ない、この材料に停留き裂が存在するか否かを確かめ、さらに、この材料の疲れ組織や損傷の変化が鉄鋼材の場合と如何に異なるかを調べ、これらのことから停留き裂の形成に関する知見を得ようとした。

5.2 試験片および疲れ試験機

使用した材料は市販の直径 1.5 mm の 18-8 ステンレス鋼 (SUS 304) で、その化学的成分を表 5.1 に、また溶体化処理後の機械的性質を表 5.2 に示す。

* 従来の研究では、機械加工後の熱処理 (溶体化処理) を行っていない。

停留き裂は切欠き底半径が小さくなるほど発生しやすいことを考慮して、ここでは、切欠き底半径として $\rho_n = 0.2$ および 0.1 mm を採用した。^{*} 他の寸法は図 5.1 に示すようなものである。また、参考のために平滑試験片をも使用した。これらの試験片では、機械加工による残留ひずみを取り除く目的で、アルゴン雰囲気中で 1100°C 、1 時間の加熱・水冷却の溶体化処理を施し、その後、熱処理による酸化膜を除去するため、表面層を数 μ 程度電解研磨している。この時の電解研磨液および研磨条件を表 5.3 に示す。このような試料の平均粒径は約 120μ であったが、各結晶粒内にはかなりの双晶が含まれていた。最後に、前章の鉄の場合と同様に、切欠きの仕上げ寸法を万能投影器によって確認してから試験に供した。なお Neuber の三角則から求めた切欠きの形状係数はそれぞれ 3.1 ($\rho_n = 0.2 \text{ mm}$) および 4.05 ($\rho_n = 0.1 \text{ mm}$) であった。

実験は、前章と同じ島津万能疲れ試験機（引張圧縮型，繰返し速度 1000 rpm ）を用い、平均応力零のもとで行なった。

表 5.1 試料の化学成分（%）

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr
0.06	0.66	1.52	0.03	0.02	8.89	18.5

表 5.2 試料の機械的性質

降伏点 (0.2%) Kg/mm^2	引張強さ Kg/mm^2	伸 び %	絞 り %	硬 さ V h n
26.7	66.1	62.9	74.0	165

* 前述のように、通常の鉄鋼材では、 $\rho_n \leq 0.5 \text{ mm}$ の切欠き試験片で停留き裂の発生が認められている。⁽⁶⁾

表 5.3 電解研摩液および研摩条件

成分	分量	電流	電圧	液温
寒天	200g	2 A	7 V	室温
正リン酸	1000 cc			

試料陰極間距離 2.5 cm

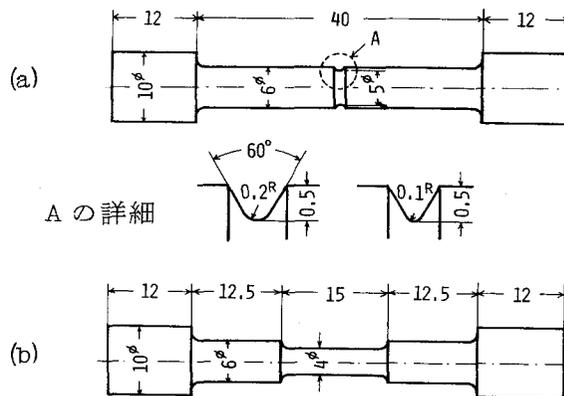


図 5.1 試験片の形状・寸法

5.3 実験方法

従来のステンレス鋼の停留き裂に関する研究では、試験片はすべて機械加工後熱処理を施していないものを用いており、従って、この材料の加工硬化特性から考えて、それらの実験結果に対しては、加工ひずみの影響がかなり入っているものと考えられる。

そこで、本実験では、まず機械加工後溶体化処理を施した試料に果たして停留き裂が発生するかどうかを確かめる必要がある。それには、できるだけ鋭い切欠き材 ($\rho_n = 0.2 \text{ mm}$ および $\rho_n = 0.1 \text{ mm}$) を使用し、停留き裂の有無の判定には、切欠き底表面の光学顕微鏡による観察および縦割り断面の観

察を採用した。

次に、この材料の著しい加工硬化特性に着目し、まず、疲れ試験の初期段階（寿命の10%までの段階）で、硬さが応力の繰返しと共に如何に上昇するかを測定し、次に、硬さと密接な関係にある内部組織の変化を電子顕微鏡によって直接観察した。なお、ここでは、停留き裂の形成が認められている純鉄についても同様な硬さ測定および内部組織観察を行ない、ステンレス鋼の場合と比較検討した。

さらに、この材料に特有な加工マルテンサイト組織が切欠き底近傍に形成されるか否かを、細束X線法によって調べた。

5.4 実験結果⁽⁷⁾

5.4.1 S-N 曲線

停留き裂は、言うまでもなく、耐久限度あるいはそれ以下の繰返し応力によって形成される現象であるから、まず耐久限度を正確に求める必要があった。図5.2は本実験で得られたステンレス鋼の切欠き試験片および平滑試験片のS-N曲線である。^{*}（試験温度は20°C前後に調節してある。）S-N曲線を見て判るように、ステンレス鋼にも鉄鋼材と同じように、鋭い折れ曲りが存在し、耐久限度として、 $\sigma_{\omega 2} = 13.5 \text{ Kg/mm}^2$ （切欠き材、 $\rho_n = 0.2 \text{ mm}$ ）および 12.5 Kg/mm^2 （切欠き材、 $\rho_n = 0.1 \text{ mm}$ ）、また $\sigma_{\omega 0} = 18.5 \text{ Kg/mm}^2$ （平滑材）が得られた。

この材料では、切欠き係数 β が1より小さくなる、すなわち、切欠きを付けたため耐久限度がかえって上昇するという報告⁽⁴⁾⁽⁸⁾⁽⁹⁾もあるが、本実験では

* 平滑材の耐久限度より高い応力振幅においては、切欠き材の疲れ強さの方が平滑材のそれより高くなっている。これは幡中ら⁽¹¹⁾の結果とも一致しており、おそらく両試験片の間の繰返し応力による温度上昇の違いによるものであろう。

β は 1.37 ($\rho_n = 0.2 \text{ mm}$) および 1.48 ($\rho_n = 0.1 \text{ mm}$) となり明らかに 1 より大きくなっている。これは、従来の研究では機械加工後そのまま試験しているのに対し、本実験では試験片作製後溶体化処理を施し、加工による硬化層を取り除いているためであろうと推定される。*

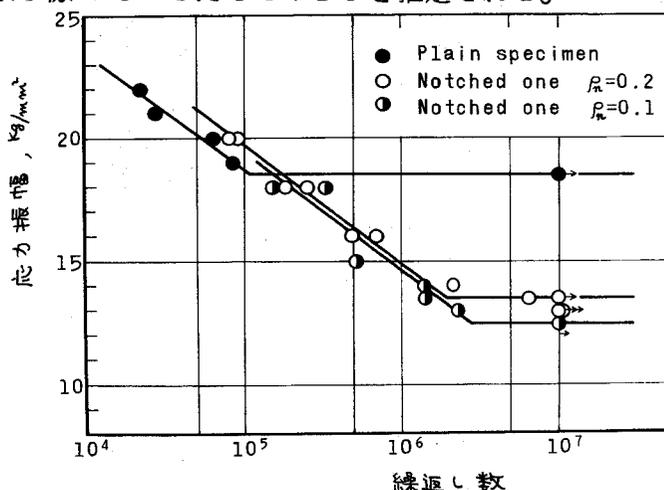


図 5.2 切欠きおよび平滑試験片の S-N 曲線

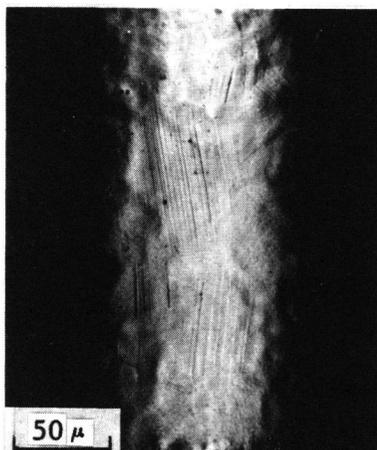
5.4.2 停留き裂の有無

停留き裂が形成されるか否かについては、それぞれの切欠き材の耐久限度より 0.5 Kg/mm^2 低い応力振幅値 ($\rho_n = 0.2 \text{ mm}$ 材; 13.0 Kg/mm^2 , $\rho_n = 0.1 \text{ mm}$ 材; 12.0 Kg/mm^2) で疲れ試験した試料について調べた。

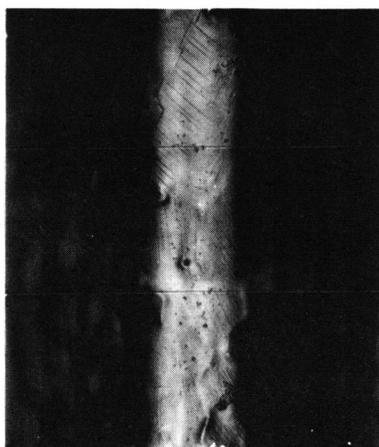
S-N 曲線の折れ曲り点は、いずれも大体 2×10^6 サイクルに現われているが、念のため 10^7 サイクルの繰返しを与えた後、まず切欠き底に発生したすべり帯の様相を光学顕微鏡で観察した。図 5.3 (a) および (b) は、それぞれ、 $\rho_n = 0.2 \text{ mm}$ および $\rho_n = 0.1 \text{ mm}$ の切欠き材についての結果であり、(c) は参考のために示した停留き裂の発生している純鉄 ($\rho_n = 0.2 \text{ mm}$) の場合のすべり帯である。これを見て判るように、ステンレス鋼では、いずれの切欠き底に

* なお菊川・大路ら⁽¹⁰⁾は、機械加工後熱処理を行っていない場合でも、化学研磨、電解研磨によって硬化層を取り除くと $\beta > 1$ となることを明らかにしている。

- (a) ステンレス鋼
 ($\rho_n = 0.2 \text{ mm}$)
 ($\sigma = 13.0 \text{ Kg/mm}^2$)



- (b) ステンレス鋼
 ($\rho_n = 0.1 \text{ mm}$)
 ($\sigma = 12.0 \text{ Kg/mm}^2$)



- (c) 鉄
 ($\rho_n = 0.2 \text{ mm}$)
 ($\sigma = 7.5 \text{ Kg/mm}^2$)



図 5.3 耐久限度よりわずかに低い応力を 10^7 回繰返した後の切欠き底におけるすべり帯の様相

おいても、すべり線は直線的で、かつその数はきわめて少なく、もちろんき裂は発生していないように見えた。このようにすべり線が直線的であるのは積層欠陥エネルギーの低い金属に特有のものである。一方、鉄の場合は結晶構造上、交差すべりを起こしやすいため、すべり線は波状であり、しかも非常によく発達している。

次に、通常行なわれているように、縦割りにした試料断面をペーパー研磨、バフ研磨、および電解腐食*することによって、切欠き底におけるき裂の有無を調べた。図 5.4 (a) および (b) にその時の縦割り断面を示す。停留き裂の発生している純鉄の場合 [(c) 参照] との比較からも判るように、ステンレス鋼では、 $\rho_n = 0.2 \text{ mm}$ および $\rho_n = 0.1 \text{ mm}$ の何れの切欠き底にも停留き裂は見出されなかった。なお、これらは、耐久限度より 0.5 Kg/mm^2 低い応力振幅についての観察結果であったが、切欠き底における光学顕微鏡観察から判断して、耐久限度の応力振幅を繰返した場合でも、停留き裂は発生しているとは思われなかった。

通常の鉄鋼材では、停留き裂は形状係数(α)が大体 3.0 より大きい切欠き底に形成され、 α が大きくなるにしたがって発生し易くなると言われている。**従って、本実験で用いたステンレス鋼 (溶体化処理材) では、 $\alpha = 4.05$ ($\rho_n = 0.1 \text{ mm}$) の切欠きまでには停留き裂が形成されないことを示している。

* 電解腐食液および腐食条件は次の通りである。

成分	体積比	電圧	電流	液温	時間
シュウ酸	10	10V	2A	室温	60秒
蒸留水	90				

** 厳密には、停留き裂の発生は α よりも ρ_n に依存しているようであるが、(6) 従来の文献には ρ_n の不明なものもあるので、ここでは一応停留き裂の発生の難易を α で表現した。

- (a) ステンレス鋼
 ($\rho_n = 0.2 \text{ mm}$)
 ($\sigma = 13.0 \text{ Kg/mm}^2$)



- (b) ステンレス鋼
 ($\rho_n = 0.1 \text{ mm}$)
 ($\sigma = 12.0 \text{ Kg/mm}^2$)



- (c) 鉄
 ($\rho_n = 0.2 \text{ mm}$)
 ($\sigma = 7.5 \text{ Kg/mm}^2$)

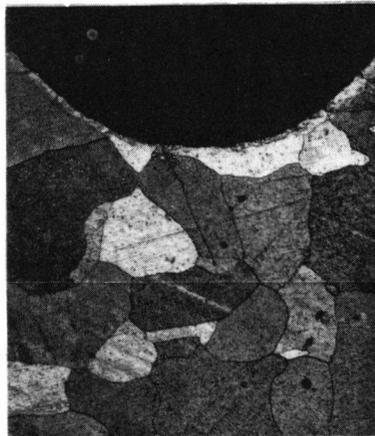


図 5.4 耐久限度よりわずかに低い応力を 10^7 回繰返した後の切欠き底の縦割り断面

5.4.3 硬さおよび内部組織の変化

第4章では、鉄の切欠き材に発生した巨視的き裂の進展は、繰返し過程で生じた高密度のもつれ合った転位からなる組織により阻止され、このことが停留き裂の形成に寄与しているだろうという推論を得た。ステンレス鋼の場合は、加工硬化特性の著しいことから考えて、当然このような組織*が形成されているものと思われるにもかかわらず、前述の観察結果のように停留き裂は観察されない。このことは上述の考えとは矛盾するように思われたので、この理由を明らかにするため、まず硬さの上昇ならびに内部組織の変化を、とくに疲れの初期段階に着目して調べてみた。

今の試験片の場合、切欠きが非常に鋭いため、切欠き底の硬さを直接測定することは幾何学的に困難であった。そこで、硬さ測定には平滑試験片を用いることにした。この場合の繰返し応力としては、実際の切欠き底に作用する真応力に出来るだけ近い値として 24.0 Kg/mm^2 （寿命； $N_f \cong 10^4$ サイクル）採用した。**なお、硬さ測定にはマイクロビッカース硬さ計（荷重25g、保持時間30秒）を用いた。図5.5は、この応力振幅のもとで、繰返し数と共に硬さが如何に上昇するかを示したものである。図中●印は、すべり帯の発生している部分について行なった10箇所の硬さ測定の平均値である。なお、図には応力振幅 18.5 Kg/mm^2 （寿命； $N_f \cong 10^4$ サイクル）で試験した鉄の場合の硬さ変化をも比較のために○印をもって付記した。これを見て判るように、鉄の場合は寿命の10%を経過した段階でも、なお硬さ上昇の傾向が認められるのに対し、ステンレス鋼では寿命の2%程度で硬さはほぼ

* もつれ合った転位パッチのような組織は交差すべりを起こすことによって形成されると考えられる。ステンレス鋼では交差すべりを起こし難いので、このような組織は形成されにくいと思われるが、幡中ら(12)(13)の実験によると、応力振幅の高い時には十分形成されている。

** 切欠き底での実応力はこれよりもかなり高いけれども、試験中に起こる試料の伸びなどのため、平滑材では、この程度の応力振幅が、本実験で採用し得るほぼ最高のものであった。

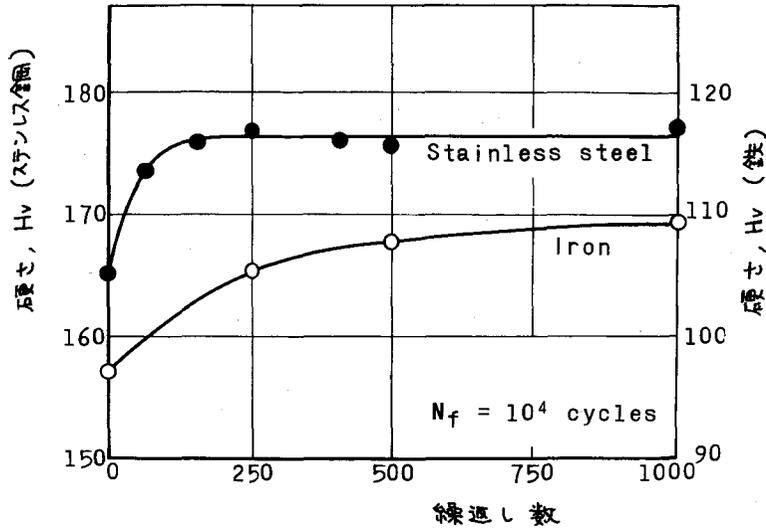
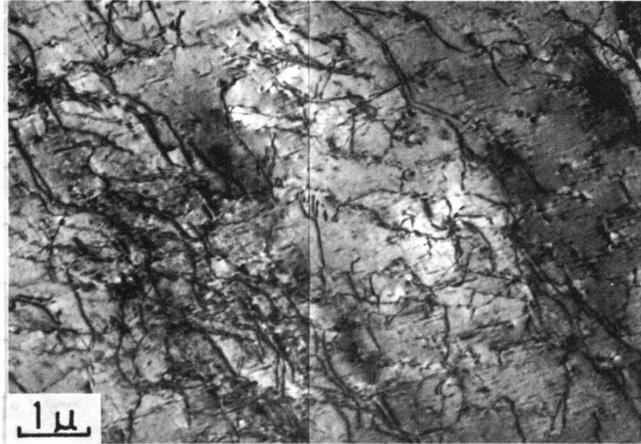


図 5.5 繰返し応力による硬さの上昇

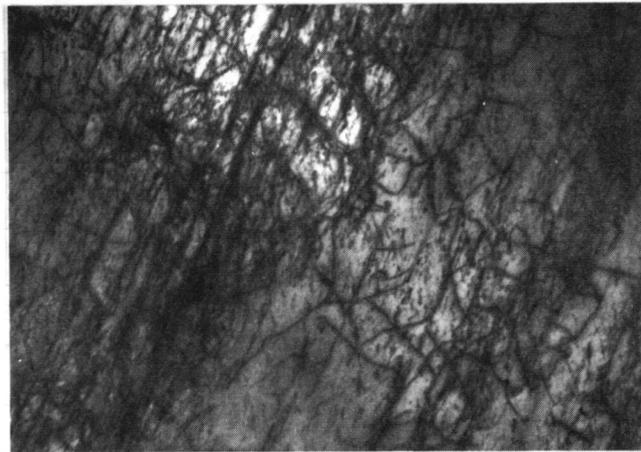
飽和値に達している。なお、この段階で試験片表面層にマルテンサイト組織は認められなかったため、硬さ上昇の大部分は転位組織の形成によるものと考えられる。

次に、硬さ測定の場合と同じ応力振幅のもとで疲れ試験した平滑材の試料内部に形成される転位組織の変化を超高電圧電子顕微鏡 (2000 kV) によって観察した。この場合の薄膜試料の作製法は、仕上げ研磨条件を除いて、3.4 節で述べた方法とほぼ同じである。表 5.4 に鉄およびステンレス鋼の仕上げ研磨液ならびに研磨条件を示す。図 5.6 および図 5.7 は、それぞれ、ステンレス鋼および鉄が寿命の 1%、2% および 10% の段階まで応力を繰返された時に観察される内部組織の代表的なものである。硬さ測定の結果からも推定されるように、鉄の場合、転位密度は繰返しの初期段階で非常に低く、繰返しと共に徐々に増加する。[図 5.7 (a)(b) 参照]、そして寿命の 10% の段階になると、ほとんど全領域にわたって明瞭なセル組織が形成される。このような傾向は、Chopra ら⁽¹⁴⁾ による α -鉄の高応力疲れについての観察結果とも一致している。これに対し、ステンレス鋼では寿命の 1% の段階ですでにかなり密度の高い転位からなる組織が形成される。その後、応力の繰

(a) $N = 0.01 N_f$



(b) $N = 0.02 N_f$



(c) $N = 0.1 N_f$

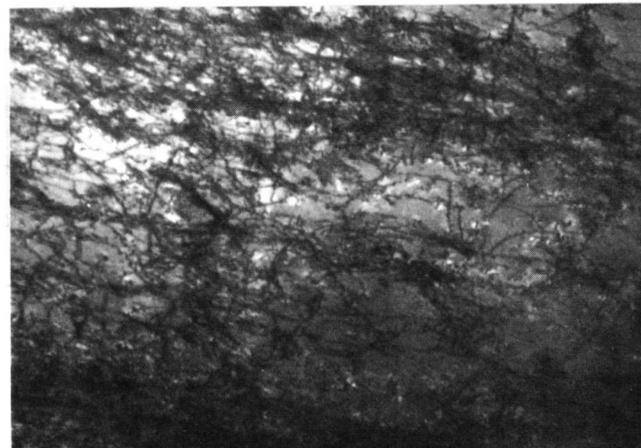
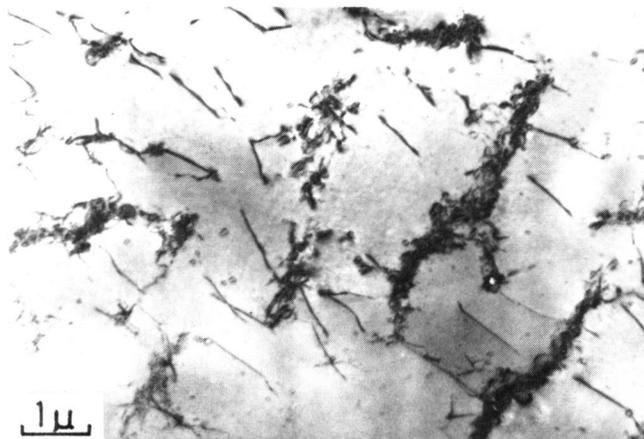
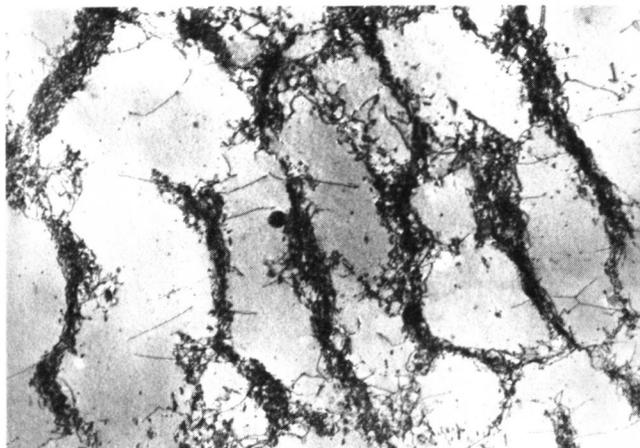


図 5.6 繰返し応力による内部組織の形成
(ステンレス鋼、 $\sigma = 24.0 \text{ Kg/mm}^2$ 、 $N_f = 10^4$ サイクル)

(a) $N = 0.01 N_f$



(b) $N = 0.02 N_f$



(c) $N = 0.1 N_f$

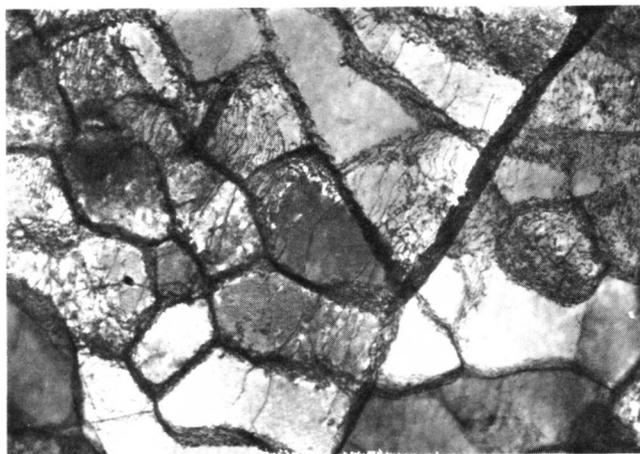


図 5.7 繰返し応力による内部組織の形成
(鉄、 $\sigma = 18.5 \text{ Kg/mm}^2$ 、 $N_f = 10^4$ サイクル)

表 5.4 薄膜作製時の仕上げ研磨液および研磨条件

成分	体 積 比		電 圧	電 流	液 温
無水酢酸	90	ステンレス鋼	22~23 V	50~70 mA	10 °C
過塩素酸	10	鉄	24~27 V	60~90 mA	10 °C

返しと共に転位密度もさらに増加し、寿命の2%程度でほとんど飽和に達しているように思われた。そして寿命の10%になっても、転位密度に大きな変化はなく、また鉄の場合のような明瞭なセル組織は観察されなかった。なお、ステンレス鋼でも寿命の10%の段階で、まれに、図5.8のような不明瞭なセル組織(rough cell structure)が観察されたけれども、この段階での内部組織の代表的なものとは思われなかった。鉄とステンレス鋼の両材料に現われるセル組織形成の難易は積層欠陥エネルギーの相違から当然予想されるところであるが、ここで停留き裂の発生の有無に関連して注目すべき点

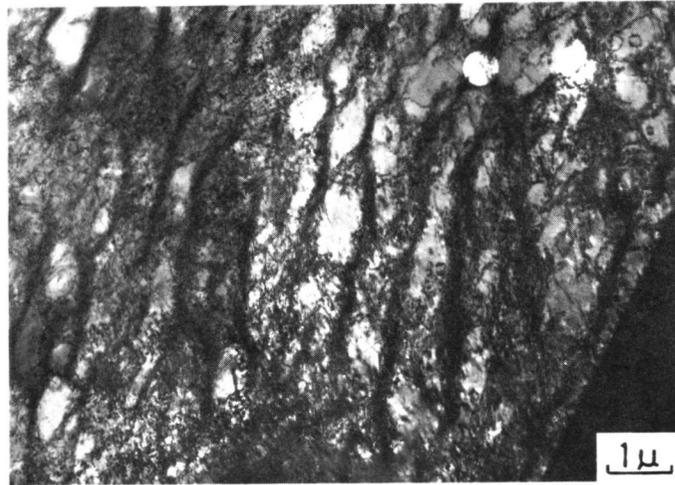


図 5.8 まれに観察された不完全なセル組織
(ステンレス鋼、 $\sigma = 24.0 \text{ Kg/mm}^2$ 、 $N_f = 10^4$ サイクル、 $N = 0.1 N_f$)

は、ステンレス鋼では疲れ試験のきわめて初期の段階において、すでに高密度の転位林が形成されているということである。

以上観察したステンレス鋼の疲れ硬化特性や転位組織の停留き裂形成への影響については、後の考察のところで述べる。

5.4.4 歪誘起マルテンサイト組織の有無

この材料には、加工によって、前述のような転位組織のほか、マルテンサイト組織の形成される可能性もある。これら二つの組織は、加工中の温度上昇も組合わさって、ステンレス鋼の機械的性質を複雑にしているように思われる。すでに述べたように、平滑材では寿命の10%まで繰返し応力を加えた試料にマルテンサイト組織は認められなかったけれども、切欠き試験片の切欠き底にはこの組織の形成される可能性は十分考えられる。それは、この部分のひずみ振幅は高いけれども、発熱部分は狭く、温度もMd点以上には上昇しないと考えられるからである。^{*} ここでは、疲れ試験の初期段階でこの組織が形成されるかどうかを調べてみた。加工マルテンサイト組織の検出には、従来から細束X線法、透過電子顕微鏡法、腐食法などが採用されているが、本実験では、細束X線法を用いた。観察は、 $\rho_n=0.2mm$ の切欠き試験片について行ない、直接切欠き底にX線を照射する方法と、縦割り断面上の切欠き底近傍に照射する方法の二つの方法を採用した。表5.5は、この時のX線回折条件である。図5.9は、 $13.0\text{ Kg}/m^2$ の応力を 10^4 回繰返した試験

* 18-8ステンレス鋼は 1100°C から急冷するとオーステナイト組織となる。しかしこの組織は準安定オーステナイト組織であり、ひずみを与えたり、ある温度以下に冷却すると体心立方晶あるいは稠密六方晶のマルテンサイト組織に変態する。(15)(16)このような歪誘起マルテンサイト変態はある温度範囲に限られており、その上限がMd点、下限がMs点である。これらの温度は組成の違いにより多少変化するが、大体Ms点は -100°C 前後、Md点は 100°C 前後である。(17)(18)(19)

また従来の研究によると、平滑材の表面温度は $500^\circ\text{C}\sim 600^\circ\text{C}$ (20)となり、一方切欠き材では切欠き底の表面温度で約 35°C (11)と報告されている。従って、平滑材にはマルテンサイト変態は起こり得ず、切欠き材には起こる可能性のあることを示唆している。

片の切欠き底および縦割り断面上の切欠き底近傍から得られたX線回折写真の一例である。これからも判るように、いずれの場合も、マルテンサイト組織の形成は認められなかった。大手ら⁽⁴⁾は、耐久限度の応力を 10^7 回繰返し、切欠き底に、かなり広い範囲にわたって加工マルテンサイト組織を検出している。しかし、大手らの実験は、機械加工したままの試験片についてのものであり、また、検出方法（腐食法を用いている）を考えると、その結果には多少疑問が持たれる。

表 5.5 X線回折条件

ターゲット	Cr K α
管電圧	45 Kv
管電流	50 mA
試料フィルム 間の距離	17 mm
露出時間	24時間
スリット	50 $\mu\phi$ \times 67 mm

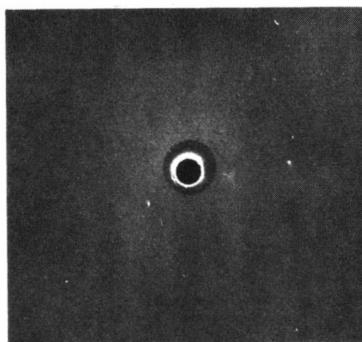


図 5.9 切欠き底におけるX線回折写真

5.5 考 察

一般に停留き裂は切欠きが鋭くなるほど、すなわち曲率半径 (ρ_n) が小さくなるほど（あるいは形状係数が大きくなるほど）発生し易いと言われている。ステンレス鋼における停留き裂の研究はそれほど多くはなく、この材料に停留き裂が形成されるかどうかについては定説がない。石橋⁽¹⁾は、環状切欠き材の回転曲げ疲れにおいて、形状係数 $\alpha = 4$ まで停留き裂は観察されなかったと報告している。また、大内田ら⁽²⁾は、環状切欠き材の引張圧縮および回転曲げ疲れ試験を行ない、いずれの場合も $\alpha = 6$ までの切欠き底に停

留き裂を認めておらず、桜井ら⁽³⁾も環状切欠き材の片持回転曲げ疲れ試験で $\alpha = 3.2$ までそれを観察していない。これに対し、大手ら⁽⁴⁾は、環状切欠き材の回転曲げ疲れ試験で、 $\alpha = 4.9$ ($\rho_n = 0.1mm$) になって初めて停留き裂が発生することを見出し、西谷⁽⁵⁾も切欠き試験片にその存在を報告している。このようにステンレス鋼の停留き裂に関する従来の実験結果は必ずしも一致していない。その理由としては、(i)この材料では成分のわずかな違いによって加工マルテンサイト変態の容易さが変化すること⁽¹⁸⁾⁽²¹⁾、(ii)従来の実験では試験片作製後の熱処理を行っていないこと、などが挙げられる。ステンレス鋼は、著しい加工硬化特性から考えて、試験片作製後溶体化処理を施したものと、これと逆の操作を受けた試験片とでは、機械的性質にかなりの相違があると思われる。従って、この材料の疲れ特性を正確に把握するには、溶体化処理を施した試験片について実験を行なう必要があると考えられる。本実験では以上のことをふまえて、試験片作製後溶体化処理を施してから実験を行なったが、 $\rho_n = 0.1mm$ ($\alpha = 4.05$) になっても停留き裂は観察されなかった。このように著者により観察結果は必ずしも同じではないが、いずれもステンレス鋼には停留き裂の発生がきわめて困難であるという点では一致している。

さて、ステンレス鋼に停留き裂が発生し難い理由については、これまでに二、三の説明が試みられている。石橋⁽¹⁾は、この材料の熱伝導度が低いことにより切欠き底に大きな温度勾配が生じ、そのためき裂先端に圧縮熱応力が発生して両振りとなるため停留き裂が発生し難いのではないかと推定している。また大内田ら⁽²⁾は、切欠き底が加工硬化を受け見掛け上の形状係数ほど応力が集中しないためだろうと考え、さらに大手ら⁽⁴⁾は、切欠き底付近に加工マルテンサイト組織が発生していることを観察し、このマルテンサイト変態による硬化によってき裂発生応力が進展応力よりも大きくなり、分岐点が大きいか方へ移行するため、停留き裂が発生し難くなるのであろうと説明して

いる。このうち、石橋および大内田らの説は実験的裏付けに乏しく、また大手らの実験も機械加工したままの試験片について行なったものであり、その結果をそのまま溶体化処理を施した試験片に適用するには多少問題があるように思われる。

そこで、ここでは、鉄の場合と比較しながら、ステンレス鋼に停留き裂が発生し難い理由を考えてみる。

ステンレス鋼のいわゆる被害曲線 (French damage line) は、その $S-N$ 曲線にきわめて接近している。⁽²²⁾ 換言すれば、表面層の疲れ損傷 (超微視的き裂) は、応力の繰返しが充分行なわれた後に発生する。一方、切欠き底では、繰返しのきわめて初期段階で、高密度の転位からなる組織が形成され、硬さの上昇もほぼ飽和に達する。これらのことから判断して、この材料の切欠き底は、疲れき裂発生以前に、すでに疲れ組織 (高密度の転位からなる組織) によって相当強化され、“き裂発生に必要な応力”が高くなっているものと推定される。これに対し、通常の鉄鋼材では、表面層の超微視的き裂は疲れ試験のきわめて初期に発生し、⁽²²⁾ 一方、転位組織は繰返しと共に徐々に形成され、硬さも、ステンレス鋼の場合に比べると、飽和値に達するまでの期間が長い。つまり、鉄鋼材の場合は、十分な疲れ組織が形成される以前に、すでに微小き裂が発生しているものと考えられる。これらのことをいわゆる、 $\sigma_w - \alpha$ 線図で表わすと図 5. 10 のようになる。

すなわち、普通の鉄鋼材におけるように、十分な疲れ組織が形成される以前の段階での“き裂発生応力”を σ_{w1} で示すと、ステンレス鋼の場合は、図示のように、 σ'_{w1} あるいは σ''_{w1} のように高くなっていることが予想される。もし、 σ''_{w1} のように、これが“き裂進展応力” σ_{w2} より上にくれば、停留き裂は発生しないことになる。また、これが σ'_{w1} のように σ_{w2} と交われば、分岐点は右方に移行し、停留き裂の発生にはより鋭い切欠きが必要になる。以上のことが、ステンレス鋼に停留き裂が発生し難い理由であろうと思われる。

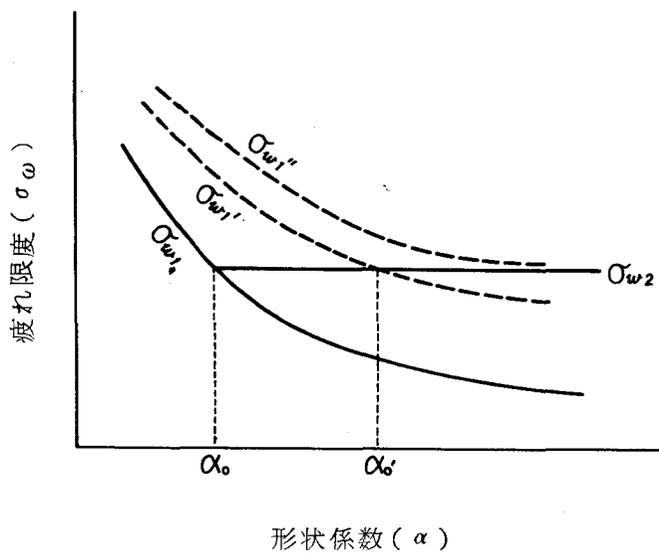


図 5. 10 $\sigma_{\omega} - \alpha$ 線図

る。なお、 $\sigma_{\omega 1}$ の上昇は試験片の成分や処理法に微妙に関連し、従来の観察結果の違いとなって現われているものと考えられる。

5.6 結 言

以上、停留き裂の発生機構に関する研究の一環として、機械加工後完全に溶体化処理を施した 18-8 ステンレス鋼の鋭い切欠き試験片について疲れ試験を行ない、その疲れ特性とそれに伴う組織変化を調べた。得られた結果を要約すると次の様になる。

- (1) 通常の鉄鋼材では、停留き裂は大体 $\rho_n \leq 0.5\text{mm}$ の切欠き底で形成されるのに対し、ステンレス鋼の場合は、 $\rho_n = 0.1\text{mm}$ のような非常に鋭い切欠き底でも停留き裂の発生が認められない。
- (2) この材料では、疲れ試験のきわめて初期段階で非常に高密度の転位からなる組織が形成され、硬さもほぼ飽和値に達する。

- (3) X線解析によると、耐久限度よりわずかに低い応力を繰返した切欠き底近傍には、加工マルテンサイト組織の形成は認められなかった。
- (4) この材料では、き裂発生以前に、上記の疲れ組織（高密度の転位からなる組織）によって切欠き底近傍が著しく強化され、き裂発生応力がきわめて高くなっているため、停留き裂が発生し難いのだろうと思われる。
- (5) この材料では、 $\beta < 1$ 、すなわち、切欠きをつけることによりかえって疲れ強さが増加するという報告が多いが、本実験のように試験片作製後溶体化処理を施したものでは $\beta > 1$ となった。

文 献

- (1) T.Isibasi, Proc. 3rd Japan Congr. Test. Mat., (1960), 25.
- (2) 大内田, 安藤, 機械学会論文集, 30-209(昭39-1), 52.
- (3) 桜井, 正木, 北本, 材料, 13-131(昭39-8), 625.
- (4) 大手, 村松, 石田, 材料, 18-188(昭44-5), 62.
- (5) 西谷, 機械学会講演論文集, No. 73(昭37), 65.
- (6) 西谷, 機械学会論文集, 31-221(昭40-1), 48. および
34-259(昭43-3), 371.
- (7) 粟谷, 片桐, 白石, 松山, 材料, 掲載予定
- (8) H.W.Russell and W.A.Welcker, Proc. ASTM, 36(II)(1936), 118.
- (9) T.T.Oberg and J.B.Johnson, Proc. ASTM, 37(II)(1937), 195.
- (10) 菊川, 大路, 安井, 機械学会論文集, 32-236(昭41-4), 601.
- (11) 幡中, 川辺, 山田, 材料, 20-211(昭46-4), 481.
- (12) 幡中, 中川, 川辺, 山田, 材料, 19-207(昭45-12), 1105.
- (13) 幡中, 木川, 川辺, 山田, 金属学会誌, 36(1972), 995.
- (14) O.K.Chopra and C.V.B.Gowda, Phil. Mag., 30(1974), 583.
- (15) H.M.Otte, Acta Met., 5(1957), 614.
- (16) B.Cina, Acta Met., 6(1958), 748.
- (17) T.Angel, J. Iron Steel Inst., 177(1954), 165.
- (18) H.C.Fiedler, ほか2名, Trans. ASM, 47(1955), 267.
- (19) 田村, ほか3名, 金属学会誌, 33(1969), 1383.
- (20) 田中, 幡中, 材料, 17-182(昭43-11), 1009.
- (21) 平山, 小切間, 金属学会誌, 34(1970), 507.
- (22) 横堀, 材料強度学, (昭33), 172, 技報堂.

第 6 章 結 論

本研究は、金属材料の疲れ損傷に関する微視的研究として、まず、進行き裂の初期段階（第 1 段階）およびその後の巨視的な進展段階（第 2 段階）でのき裂先端近傍の転位組織の観察からき裂進展機構を究明しようとし、つづいて、微視的および巨視的停留き裂についての金属組織学的な実験から疲れき裂の停留する機構を明らかにしようとしている。

得られた結果ならびに推論をまとめると以下のようになる。

1. 初期（第 1 段階）き裂先端近傍における転位組織の観察結果

- (1) 銅（バルク材）の疲れにおいては、試料の表面層にてい状組織が形成され、この組織内の転位密度は非常に低く、初期き裂はこれらの組織内のみを観察される。そして初期き裂はてい状組織内を進行している。
- (2) これらてい状組織の中には微視的き裂を含まないものもあるので、これらの組織はき裂発生に先行して形成されるものと思われる。
- (3) き裂先端近傍でポイドは観察されなかった。従ってポイドは初期き裂の進展には寄与しないものと思われた。
- (4) 初期き裂の進展は、き裂に寄与する転位が、転位密度の低いてい状組織内を移動することによって起こるものと考えられる。

2. 巨視的（第 2 段階）き裂先端近傍における転位組織の観察結果

- (5) 疲れき裂側面では、鉄の場合は微細なセル組織（セル内の転位密度は比較的低い）が観察され、ステンレス鋼の場合はセル組織よりもむしろかなり密度の高い転位からなる組織が観察される。
- (6) 疲れき裂先端部では、両材料とも、高密度のからみ合った転位からなる組織が観察され、その部分は著しく加工硬化されているものと思われる。
- (7) これらの結果から、鉄の場合は、き裂の通過する時、転位の消失ある

いは再配列によりかなりの塑性緩和が起こるものと考えられる。ステンレス鋼ではこのような塑性緩和は鉄よりも少ないものと推定された。

- (8) 鉄の場合、セル境界に沿って進行しているき裂はほとんどなく、むしろセルを分割したものが多く観察された。
- (9) 両材料とも、試料内部のき裂先端部ではマイクロき裂やポイドは観察されなかった。従って、これらは試料内部でのき裂進展には寄与しないものと思われた。
- (10) ステンレス鋼の疲れき裂側面および先端部における電子回折の結果、疲れにより形成されると思われるマルテンサイト組織は認められなかった。
- (11) 疲れき裂はその先端部で著しい硬化と塑性緩和を伴いながら進展していることが推定された。

3. 平滑材の耐久限度近傍における微視的き裂についての観察結果

銅焼なまし材の場合

- (12) 10^{10} サイクル以上に及ぶ疲れ試験、表面損傷および内部組織の観察結果から、この材料にも事実上の耐久限度と考えられる応力の存在することが確認された。
- (13) 耐久限度と思われる応力の繰返しによって結晶粒内で形成された微視的停留き裂は、適当な熱処理後の繰返し応力によってかなり進展することが判った。
- (14) 耐久限度と思われる応力を 10^{10} 回繰返した試料内部には、転位パッチを含んだセル組織が多く観察された。そして上記の熱処理を施すと、ほとんどの転位パッチは消失し、副結晶粒のみが残存した。
- (15) 以上の結果から、銅における微視的き裂の停留には、パッチのような転位組織に基づく加工硬化が大きく寄与しているものと推定された。

銅予加工材の場合

- (16) 銅予加工材の場合、S-N曲線の形から推定される耐久限度の応力でも、繰返しを続けるに従って微視的き裂は徐々に進展を続けた。従ってこの材料の真の耐久限度の確認には 10^{11} サイクルまたはそれ以上の繰返し試験が必要であろうと思われた。
- (17) 内部組織の観察結果から判断して、銅予加工材に現われる上記の現象(16)は、繰返し加工軟化(引張組織から明瞭な副結晶粒への移行)に起因しているものと推定された。

4. 鉄の鋭い切欠き材に現われる停留き裂に関する実験結果

- (18) 鉄の鋭い切欠き材に形成された停留き裂は、適当な熱処理後の繰返し応力によって著しく進展する。
- (19) 停留き裂先端近傍には高密度のからみ合った転位からなる組織が形成される。そして、それらは熱処理によって大部分が消失するが、一部分は安定なねじれ境界へ移行して残存する。
- (20) これらのことから、高密度の転位からなる組織によってき裂先端部が硬化され、“き裂進展に必要な応力”が増加し、これが停留き裂の発生と密接に関連しているように思われた。
- (21) 切欠きが鋭いほど、そこに発生したき裂先端の応力の上昇率が小さくなることが判った。
- (22) 疲れ組織による“き裂進展に必要な応力”の増加と、き裂進展に伴う“き裂先端の応力”の上昇を考えることにより、鉄の鋭い切欠き材に現われる停留き裂の形成機構を理解することができた。

5. ステンレス鋼の停留き裂に関する実験結果

- (23) ステンレス鋼では、きわめて鋭い切欠き材でも停留き裂の形成が認められなかった。
- (24) この材料では、応力繰返しのきわめて初期段階で高密度の転位からな

る組織が形成され、硬さもほぼ飽和値に達する。

- (25) この材料では、き裂発生以前に、疲れ組織（高密度の転位からなる組織）によって切欠き底が充分強化され、き裂発生応力が著しく高くなる
ことが停留き裂の発生を困難にしているものと推定された。

謝

辞

終りにのぞみ、本研究に対して終始御懇篤な御指導と御鞭撻を賜った恩師、大阪大学 粟谷丈夫教授に対して心より謝意を表します。

また、御校閲をいただいた 大阪大学 大路清嗣教授，藤田広志教授ならびに、しばしば有益な御教示を賜った大阪大学 菊川真教授，浜田実教授，山田朝治教授に対して厚く感謝の意を表します。

さらに、たえず多大な御助力をいただいた大阪大学 片桐一宗助手，大村彰技官はじめ粟谷研究室の方々、ならびに、実験に協力していただいた 渋谷清氏，松山正氏，松波康二氏に厚く御礼申し上げます。