



Title	冷間圧延材の疲労機構に関する研究
Author(s)	上村, 正雄
Citation	大阪大学, 1973, 博士論文
Version Type	VoR
URL	https://hdl.handle.net/11094/2312
rights	
Note	

The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA

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

The University of Osaka

冷間圧延材の疲労機構に関する研究

昭和47年12月

上 村 正 雄

冷間圧延材の疲労機構に関する研究

昭和47年12月

上村正雄

目 次

第 1 章	序 章	1
第 2 章	転位組織観察より見た冷間圧延材の疲労挙動	3
1.	緒言	3
2.	実験方法	3
2-1	供試材料および疲労試験	
2-2	透過電子顕微鏡観察用薄膜試料の作製	
3.	焼鈍材の疲労過程中的転位組織変化	7
4.	冷間圧延材の疲労過程中的転位組織変化	12
5.	冷間圧延材の疲労機構についての検討	16
5-1	原子空孔の拡散について	
5-2	焼鈍材および冷間圧延材の疲労変形挙動	
5-3	セル組織について	
6.	結 論	19
第 3 章	冷間圧延材の疲労き裂伝ば挙動	20
1.	緒言	20
2.	実験方法	21
2-1	試験片および疲労試験	
2-2	表面層の転位組織観察	
3.	焼鈍材の疲労き裂	24
4.	冷間圧延材の疲労き裂	29
5.	透過電子顕微鏡観察	36
6.	結 論	42
第 4 章	粗大すべり帯およびすべり帯き裂の形成挙動	42
1.	緒言	42
2.	供試材料および疲労試験方法	43
3.	粗大すべり帯形成過程	45
3-1	レプリカ法電子顕微鏡による観察	

3-2	転位組織との関連性	
4.	すべり帯き裂の観察	54
5.	結論	56
第 5 章	純鉄冷間圧延材の疲労挙動異方性	57
1.	緒言	57
2.	供試材料および疲労試験方法	58
3.	S-N曲線	59
4.	平滑試験片の疲労寿命について	62
5.	すべり帯の観察	64
6.	疲労挙動異方性を支配する要因についての検討	72
6-1	供試材料および疲労試験片作製法	
6-2	たわみ振幅の影響	
6-3	結晶粒径の影響	
7.	結論	79
第 6 章	銅冷間圧延材の疲労挙動異方性	80
1.	緒言	80
2.	実験方法	81
2-1	供試材料および疲労試験	
2-2	透過電子顕微鏡観察用薄膜試料の作製	
2-3	圧延集合組織の決定	
3.	S-N曲線	84
4.	高応力振幅領域での疲労挙動	85
4-1	表面組織	
4-2	透過電子顕微鏡観察	
4-3	圧延集合組織との関係	
5.	低応力振幅領域での疲労挙動	99
5-1	焼鈍材の高応力振幅領域での疲労変形組織	
5-2	表面組織	
5-3	透過電子顕微鏡観察	
5-4	再結晶集合組織との関係	

6. 結論	110
第 7 章 圧延集合組織を有する材料の疲労機構	111
1. 緒言	111
2. 圧延加工によって導入された転位組織と 粗大すべり帯	111
3. 低応力振幅領域での再結晶	113
4. 圧延集合組織と疲労挙動異方性	114
5. 交差圧延材の疲労挙動異方性	115
5-1 試験片作製方法	
5-2 S-N 曲線および応力振幅-たわみ振幅曲線	
5-3 圧延集合組織と粗大すべり帯	
6. 結論	119
第 8 章 総 括	120

第 1 章 序 章

今日、金属の疲労に関する知識は著しく進歩し豊富になっているにもかかわらず、なお部材の破壊の 80% 以上が疲労によって起こると言われており、疲労機構については、なお不明な点が多い。実用に供される部材の多くは、何らかの形の加工を受けているにもかかわらず、従来の金属材料の疲労機構を探る微視的な研究は、主として焼鈍状態の材料に限られており、実用上重要な予加工材の疲労機構の解明が望まれる。

焼鈍状態の試料の疲労に関する研究結果によると、疲労初期に物理的、機械的性質が急速に変化し、その後変化の割合は緩慢となり、ついに飽和状態となる。¹⁾ この段階では、内部組織変化も飽和しており、形成される内部組織は、応力振幅、試験温度、および積層欠陥エネルギーによって一義的に決定される。^{2~5)} そして、この時期に試料表面では persistent slip band と呼ばれるすべり帯が形成され、これが疲労破壊と結び付いている。⁶⁾ そこで、疲労硬化と persistent slip band との関係、あるいは persistent slip band と疲労き裂発生過程との関係が主として研究され、最近では、persistent slip band の形成機構を明らかにするため、これらの立体的な透過電子顕微鏡観察も行なわれている。⁷⁾

一方予加工材においては、一般に疲労初期に軟化を起こした後、機械的性質等が飽和する。^{8~9)} そして、鉄、アルミニウム、銅など比較的交差すべりの容易な材料においては、この飽和時の機械的性質ならびに内部の転位組織は、材料の前加工の状態によらず応力振幅、あるいはひずみ振幅のみに依存したものとなっている。^{10~15)} 従って疲労き裂も焼鈍材の場合とほぼ同じ機構で発生することが報告されているが、^{16, 17)} 詳細に関しては不明な点が多い。¹⁸⁾

本研究は、冷間圧延材の疲労現象を、疲労変形以前にすでに下部組織を有す

る材料の疲労現象であるという観点でとらえ、焼鈍材の疲労変形挙動と冷間圧延材の疲労変形挙動との比較検討を行なうとともに、冷間圧延材特有の疲労現象である疲労挙動異方性を手掛かりとして、冷間圧延材の疲労機構を明らかにしようとするものである。

^{23~26)}
まず第2章では、低炭素鋼の焼鈍材ならびに冷間圧延材の疲労過程中的転位組織変化を明らかにするとともに、冷間圧延材の疲労変形機構ならびにこれに対するセル組織および原子空孔の役割について検討を加えている。

²⁷⁾
第3章では、低炭素鋼の焼鈍材ならびに冷間圧延材の疲労き裂伝ば過程の詳細な表面観察を行ない、これらを比較検討することにより、冷間圧延材のき裂伝ば挙動の特徴を明らかにしている。

²⁸⁾
第4章では、冷間圧延材特有の疲労現象である粗大すべり帯ならびにすべり帯き裂の発生に着目、強圧延加工により、方向性のある強固なセル組織を導入した純鉄試料に、圧延方向に平行ならびに垂直に応力を負荷し、粗大すべり帯の形成におよぼすセル組織の方向性の影響を検討するとともに、粗大すべり帯の形成過程の詳細な観察を行ない、粗大すべり帯およびすべり帯き裂形成機構の検討を行なっている。

³⁰⁾
第5章では、純鉄冷間圧延材の疲労挙動異方性におよぼす残留応力、介在物の方位配列、Stage I き裂の発生伝ば挙動等の影響を検討することにより、純鉄冷間圧延材の疲労挙動異方性を支配する要因を明らかにしている。

²⁹⁾
第6章では、前章との比較の意味で面心立方金属である銅の冷間圧延材を用い、この試料の疲労変形挙動、ならびに Stage I き裂の発生、伝ば挙動を明らかにするとともに、これと $\{111\}$ 極点図とを関連づけることにより、銅冷間圧延材の疲労挙動異方性を支配する要因を明らかにしている。

^{25, 28~31)}
第7章では、純鉄冷間圧延材および、銅冷間圧延材の疲労機構の系統的な検

討を試みるとともに、これより予測される交差圧延材の疲労挙動と実験結果とを比較検討している。

第 2 章 転位組織観察より見た冷間圧延材の疲労挙動^{23~26)}

1. 緒 言

近年、疲労過程中的の転位組織変化が主として、f.c.c. 金属であるアルミニウ^{32~34)}ム、銅など^{35~37)}に関して、数多く観察されており、これと疲労硬化（軟化）、saturation hardening、き裂発生、伝ぱとを結びつけて、疲労機構を明らかにしよう³⁾と試みられている。ところで、本研究で用いた低炭素鋼のような b.c.c. 金属の場合も、f.c.c. 金属の場合と同様、疲労寿命 $N_f = 10^5$ 程度を境として、高応力疲労と低応力疲労とでは異なった転位組織が形成される。すなわち、高応力疲労においては、セル組織^{2, 38)}が形成され、繰返し応力が低下するとともに、セル径は大きくなっていき、低応力疲労においては、band 組織³⁾が形成されている。しかし、転位密度は高応力疲労と低応力疲労とでは、あまり差はなく、いずれの場合にも $7 \times 10^9 \text{ cm}^{-2}$ 程度^{2, 3)}となっている。

このような内部組織の差が、低応力疲労での疲労寿命の著しい伸びと関連しているものと考えられ、このような点から転位密度が高く、かつセル組織の存在する冷間圧延材の疲労は、疲労変形機構を研究する上で非常に興味深いものと考えられる。よって、本章においては、焼鈍材および冷間圧延材の高応力疲労、ならびに低応力疲労過程中的の転位組織観察を行ない、両者を比較検討することにより、冷間圧延材の疲労機構を明らかにしようとしている。

2. 実験方法

2-1 供試材料および疲労試験

用いた試料は、表 2-1 に示すような化学成分を持つ、真空溶解された低炭素鋼である。

表 2-1 供試材料の化学成分 (%)

C	Mn	Si	P	S	Cu	N	Al	O ₂
0.05	0.01	0.01	0.002	0.004	0.01	0.0008	0.002	0.005

また、疲労試験片は図 2-1 に示す形状のもので、これの作製にあたっては、

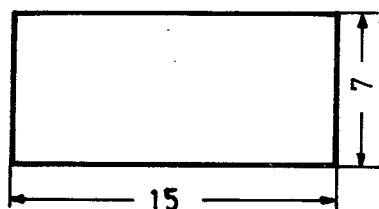


図 2-1 試験片の形状と寸法

まず、厚さ 5 mm の真空溶解材を約 150 μm に圧延する。そして、これを 15 × 7 mm² の寸法に切断し、

950℃ × 10hr の真空焼鈍を行なった。

その後、エメリー紙研磨により、厚さ 100 μm および 125 μm の、厚さの異なる 2 組のものを作製し、さらに 750℃ × 20hr のひずみ取り焼鈍を行なった。この結果、得られた試料の平均結晶粒径は 350 μm である。厚さ 100 μm のものは、表 2-3 に示す条件で電解研磨を行なった後、焼鈍材試験片とし、厚さ 125 μm のものは、さらに長手方向に厚さ 100 μm まで圧延し、電解研磨を行なった後冷間圧延材試験片とした。なお、焼鈍材および冷間圧延材のビッカースかたさ（荷重 50 g）はそれぞれ 76 および 112 であった。

疲労試験は図 2-2 に示す様に、高張力鋼製の平面曲げ疲労試験片の平行部分の表裏に、薄板状の試験片を CN 接着剤あるいは、シアノボンドで張り付け、シェンク型平面曲げ疲労試験機（1800 cycles/min.）で行なった。用いた応力振幅は 29 Kg/mm² および 20 Kg/mm² である。この場合の疲労寿命は焼鈍材でそれぞれ 10⁵ および 1.5 × 10⁶ で、冷間圧延材ではそれぞれ 2 × 10⁵ および 4 × 10⁶ であった。

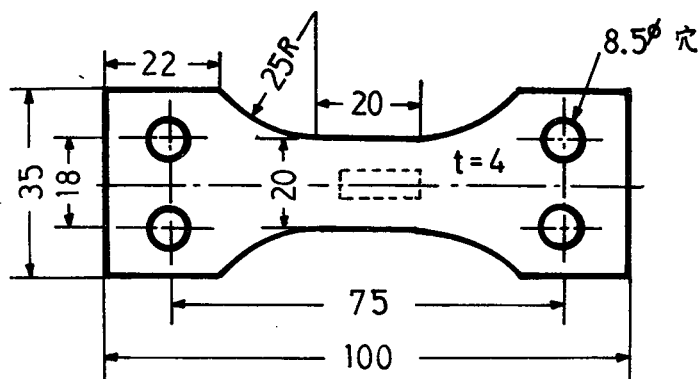


図2-2 疲労試験方法

2-2 透過電子顕微鏡観察用薄膜試料の作製

透過電子顕微鏡観察を行なうためには、まず疲労試験を行なった試験片より、厚さ 0.1μ 以下の薄膜試料を作製しなければならない。以下作製法を示すと、まず図2-3に示すような装置により、試験片の片面より、表2-2に示す条件で予備研磨を行ない、 20μ 程度の厚さにする。

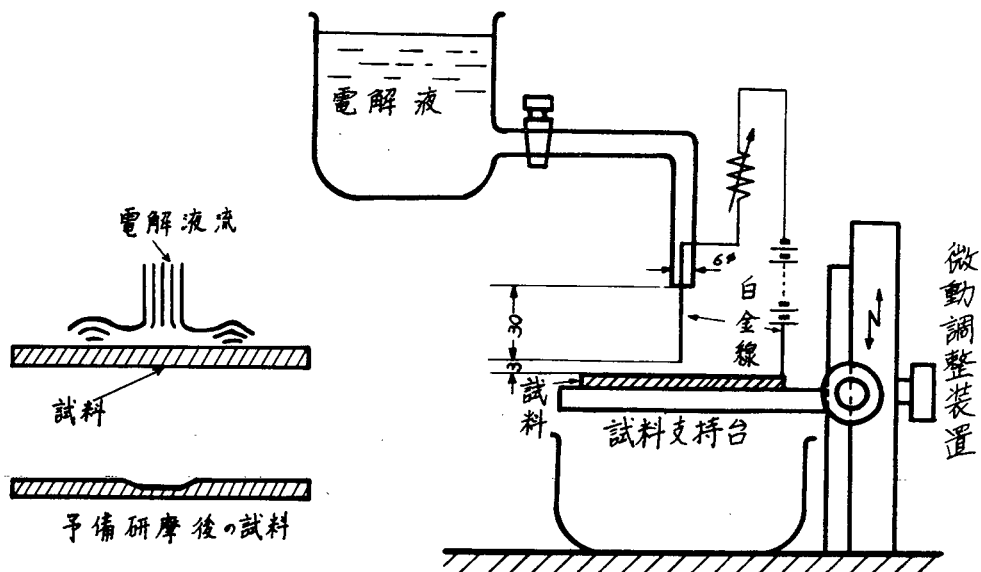


図2-3 ジェット式研磨装置

表 2-2 予 備 研 摩 条 件

電 解 液	HClO ₄ 1 溶	電 圧	40 ~ 50 V
	C ₂ H ₅ OH 4 溶	電 流	0.3 ~ 0.5 A
液 温	室 温		

この時、広い領域にわたって均一な厚さにするため、噴射流形が図 2-3 に示すような形になるように、電解液流量を調節している。この試料を図 2-4 に示す仕上研摩装置により、表 2-3 に示す条件で仕上研摩を行ない、試料に小孔があく瞬間をもって研摩を終了した。

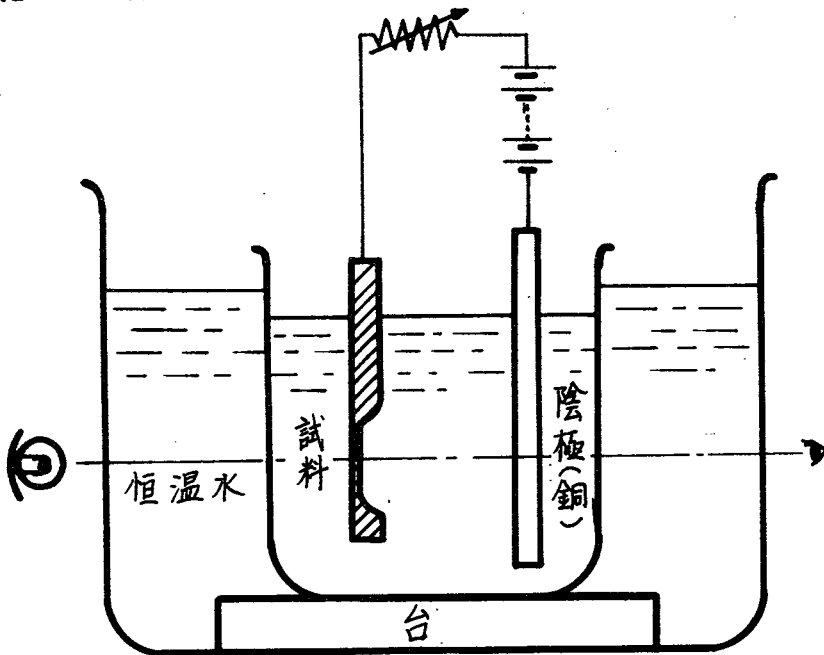


図 2-4 仕 上 研 摩 装 置

表 2-3 仕 上 研 摩 条 件

電 解 液	HClO ₄ 1 溶	電 圧	25 ~ 35 V
	CH ₃ COOH 9 溶	電 流	0.3 ~ 0.4 A
液 温	10°C		

したがって、表面下約 10μ の場所の転位組織を観察していることになる。
最後に、電子顕微鏡内の試料支持台に保持できる程度の大きさ ($3\text{mm}\phi$) に切り出すため、試料中央部の小孔の周辺を図 2-5 に示すようにパラフィン

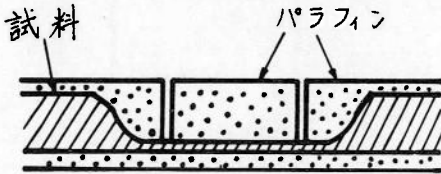


図 2-5 薄膜試料の切り出し

で覆い、化学研摩液 (HF 3 容、 H_2O_2 80 容、 H_2O 17 容) に浸漬し、無びずみに切り出した。この試料をリグロイン ($70\sim 80^\circ\text{C}$) に浸し、パラフィンを完全に

溶解し、さらにエチルアルコール ($70\sim 80^\circ\text{C}$) で洗浄した後、透過電子顕微鏡観察用試料とした。電子顕微鏡観察は日本電子製 6AS 型により、加速電圧 100KV で行なった。また平均転位密度は Ham³⁹⁾ の方法を用いて求めている。この際の薄膜試料の厚さはすべて $1600\text{\AA}$ としている。⁴⁰⁾ なおコントラストの消えている転位に対する補正や、薄膜作製時に生じると考えられる転位の再配列等については考慮しておらず、実際の転位密度よりはいくぶん低めの値となっているものと考えられる。

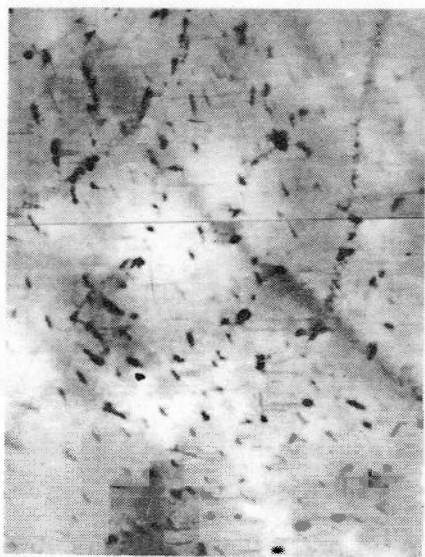
3. 焼鈍材の疲労過程中的転位組織変化

焼鈍状態の試料では転位密度が低いため、図 2-6 に示すように、粒界近傍でもほとんど転位は観察されない。



図 2-6 焼鈍材の転位組織

このような焼鈍材を高応力 ($\sigma = 29\text{ Kg/mm}^2$) で、疲労試験を行なった場合の転位組織変化を図 2-7~図 2-9 に示す。図 2-7 は応力繰返し数 5×10^3 での、(a) 粒内および (b) 粒界三重点近傍の転位組織を示したもので、(a) に示す



(a) 粒 内

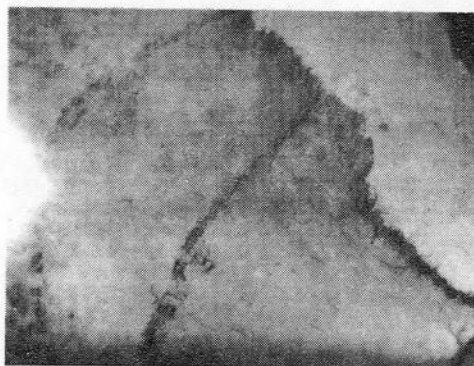
2 μ



(b) 粒界近傍

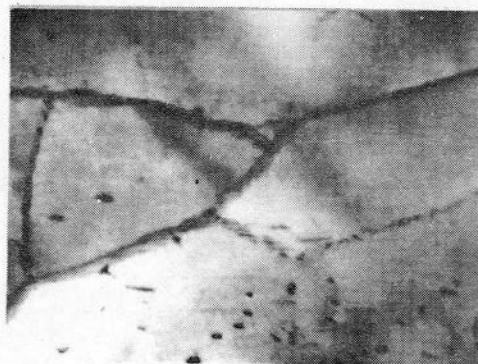
2 μ

図 2-7 焼鈍材の疲労過程中的の転位組織
 $\sigma = 29 \text{ Kg/mm}^2$, $N = 5 \times 10^3$



(a)

2 μ



(b)

2 μ

図 2-8 焼鈍材の疲労過程中的の転位組織
 $\sigma = 29 \text{ Kg/mm}^2$, $N = 2 \times 10^4$

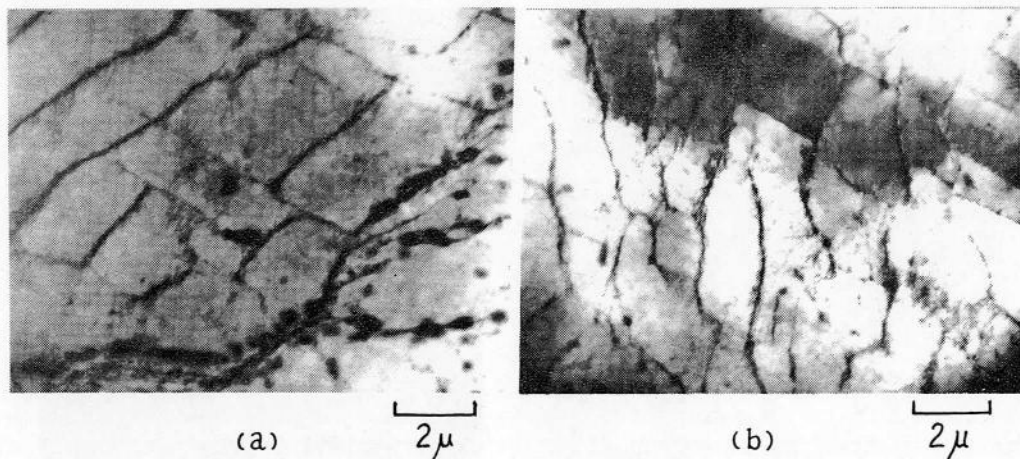


図2-9 焼鈍材の疲労過程中的転位組織
 $\sigma = 29 \text{ Kg/mm}^2$, $N = 8 \times 10^4$

粒内では、転位は比較的一様に分布しており、所々に square cross grid
 あるいは hexagonal dislocation network などから成る副結晶粒界があり、
 これが一方向に伸びている。一方、粒界近傍では、この時期にはすでに、副結
 晶粒が形成され始めており、図2-7(b)では結晶粒界に近いほど明確な副結晶
 粒が形成され、かつ副結晶粒内の転位密度も低くなっており、副結晶粒の発達
 過程を明確に知ることができる。図2-8は応力繰返し数 2×10^4 すなわち疲
 労寿命の約20%における転位組織を示したもので、変形の激しい結晶粒にお
 いては、粒内にもこのように、明確な副結晶粒が形成されている。これらの副
 結晶粒径は $4 \sim 7 \mu$ であり、 $N = 5 \times 10^3$ の場合の粒界近傍の副結晶粒径とは
 ほぼ同じであるが、副結晶粒界はより密に転位がからみ合ったものとなっている。
 図2-9は疲労寿命の約80%の応力繰返し数 8×10^4 での転位組織を示した
 もので、副結晶粒径は $2 \sim 4 \mu$ で、 $N = 2 \times 10^4$ の場合より小さくなっており、
 疲労の進行とともに副結晶粒は fragmentation をおこしているものと考えられ
 る。またこの段階では、図2-9(a)のような等軸の副結晶粒から成る領域と、(b)

のように細長い副結晶粒から成る領域が観察される。このような現象は銅単結晶の高応力疲労の場合にも観察され、それぞれ untidy および tidy 領域と名づけられ³⁶⁾ている。このように高応力疲労の場合、ほぼ 10% の応力繰返し数によって副結晶粒が形成され、ほぼ内部組織変化が飽和し、その後は徐々にセル組織が明確に、かつ細かくなっていく。次に低応力 ($\sigma = 20 \text{ Kg/mm}^2$) で疲労試験を行なった場合の結果を図 2-10 ~ 図 2-13 に示す。

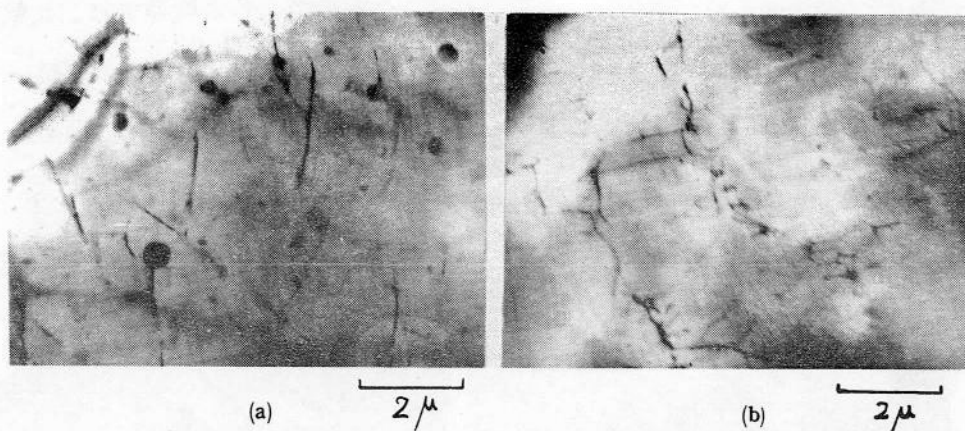


図 2-10 焼鈍材の疲労過程中的転位組織
 $\sigma = 20 \text{ Kg/mm}^2$, $N = 5 \times 10^3$

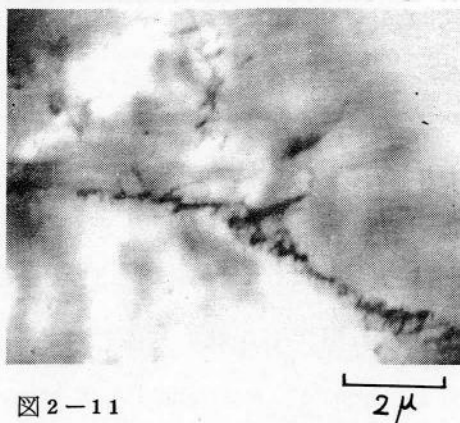


図 2-11

焼鈍材の疲労過程中的転位組織
 $\sigma = 20 \text{ Kg/mm}^2$, $N = 2 \times 10^5$

図 2-10 は応力繰返し数 5×10^3 における転位組織の代表的なもので、高応力疲労の場合と同じ応力繰返し数での組織、図 2-7 と比較すると、転位は少なく、図 2-10 (a) に示すように結晶粒内に一様に分布している。そして比較的変形が進んでいると考えられる (b) に示す

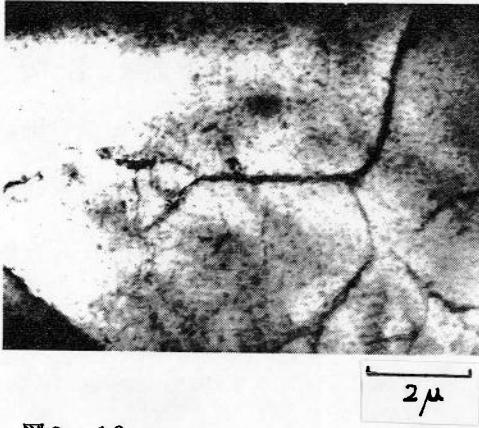
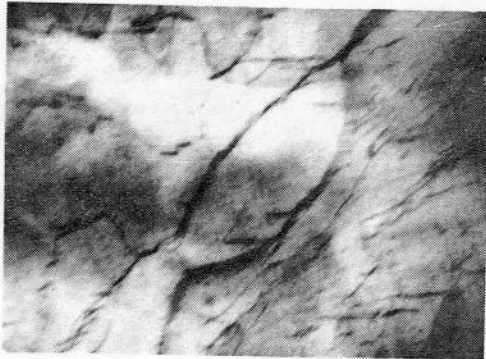


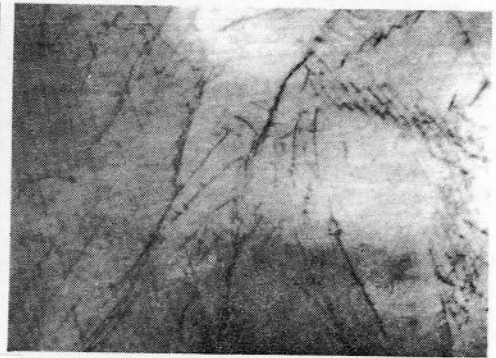
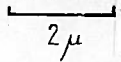
図 2-12

焼鈍材の疲労過程中的転位組織
 $\sigma = 20 \text{ Kg/mm}^2$, $N = 8 \times 10^5$

ような領域においても少しからみ合った転位が観察されるのみで、変形は高応力疲労の場合より、ゆるやかに進んでいる。図 2-11 は疲労寿命の 10% 程度の、 $N = 2 \times 10^5$ での転位組織を示したもので、この時期では、比較的発達した副境界が観察される。そして疲労寿命の 50% 程度の $N = 8 \times 10^5$



(a)



(b)

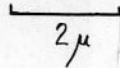


図 2-13 焼鈍材の疲労過程中的転位組織

$\sigma = 20 \text{ Kg/mm}^2$, $N = 1.5 \times 10^6$

では、結晶粒内にはまだ、副結晶粒は観察されないが、図 2-12 に示すように、粒界近傍では比較的発達した副結晶粒が形成されている。図 2-13 は破断時の試料の転位組織を示したもので、この段階でも、高応力疲労で観察されたような発達したセル組織は観察されず、square cross. grid や hexagonal network あるいは tilt boundary で囲まれた未発達の転位組織が形成され

ている。そして、セル内とセル境界との転位密度の差はあまりなく、疲労初期に見られるような転位が一様に分布している場所や tangle した所なども多く観察された。この時の副結晶粒の大きさは、 $3 \sim 10 \mu$ と高応力疲労の場合と比較して大きくなっている。このように、高応力疲労においては明確なセル組織が結晶粒全体に形成されるが、低応力疲労では、結晶粒内部には明確なセル組織は形成されず、^{2,3)} Lukas^{2,3)}らの結果とはほぼ同様なものとなっているが、結晶粒界近傍には、比較的発達した副結晶粒が観察された。これは粒界での応力集中⁴¹⁾効果のためと考えられ、粒界近傍からき裂が発生する表面観察結果と一致して²²⁾いる。

4. 冷間圧延材の疲労過程中的転位組織変化

冷間圧延状態では、図2-14(a)(b)に示すように転位密度は高く、不明確な

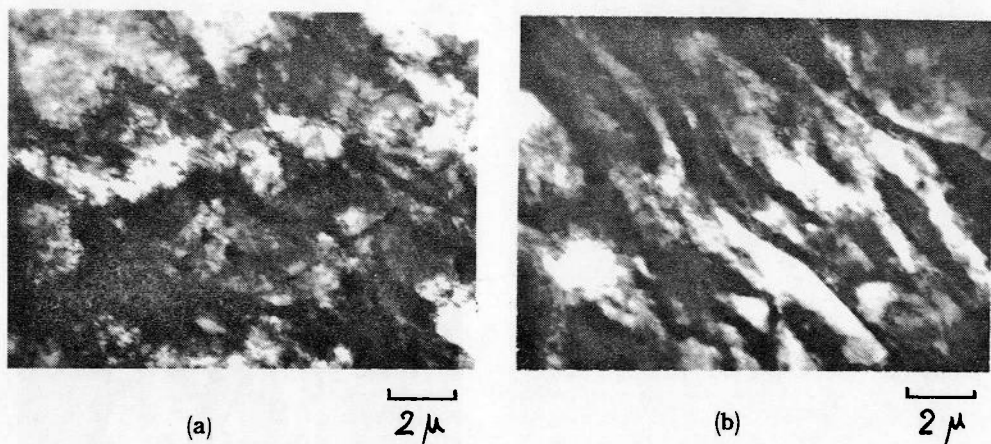


図2-14 冷間圧延状態の試料の転位組織

セル組織が形成されている。そして(a)に示すように比較的一様に転位が分布する領域と、(b)に示すように細長く伸びたセル組織からなる領域とが観察される。このような冷間圧延材を高応力 ($\sigma = 29 \text{ Kg/mm}^2$) で疲労した場合の結果を図2-15～図2-16に示す。

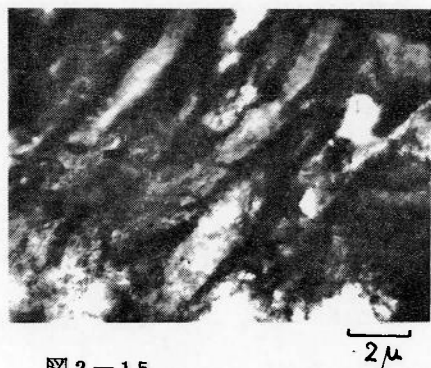


図 2-15
冷間圧延材の疲労過程中的転位組織
 $\sigma = 29 \text{ Kg/mm}^2$, $N = 10^3$

図 2-15 は $N = 10^3$ での転位組織を示したもので、圧延状態とほとんど変わっていない。そして、さらに疲労変形が進むと、局部的に焼鈍材に観察されるような転位組織が形成されていき、疲労寿命の約 80 % の $N = 1.5 \times 10^5$ においては、

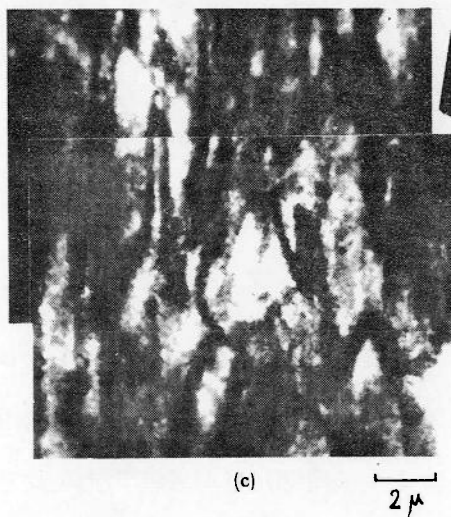
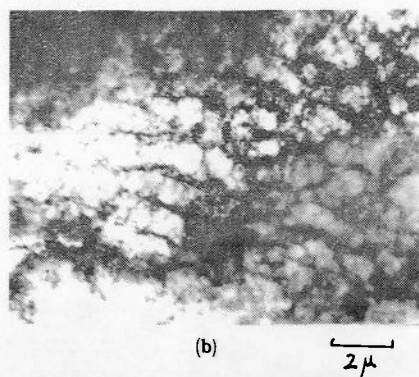
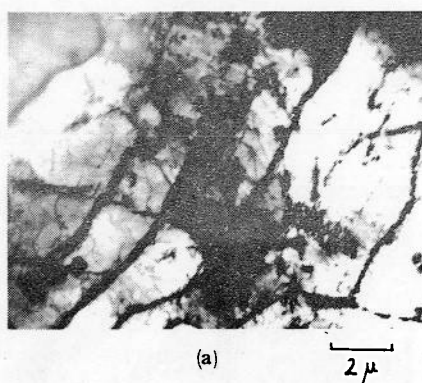


図 2-16 冷間圧延材の疲労過程中的転位組織
 $\sigma = 29 \text{ Kg/mm}^2$, $N = 1.5 \times 10^5$

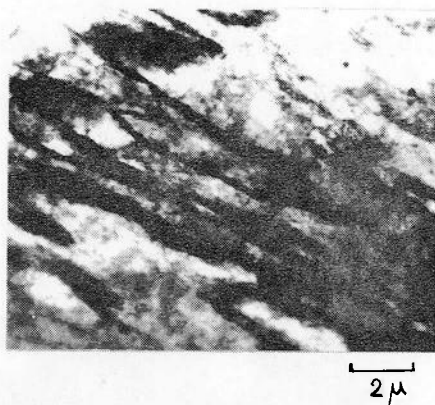


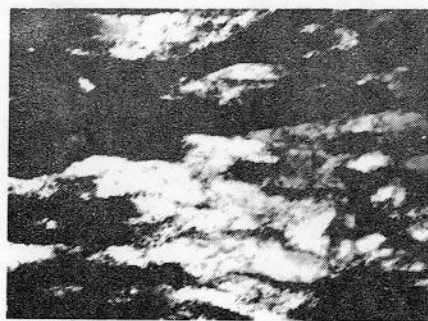
図 2-17

冷間圧延材の疲労過程中的転位組織

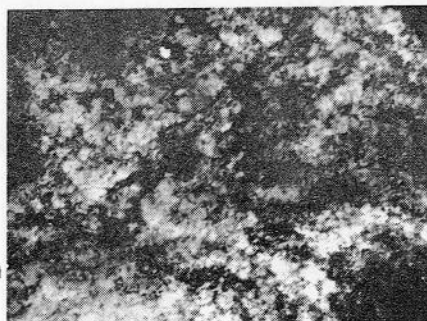
$$\sigma = 20 \text{ Kg/mm}^2, N = 5 \times 10^3$$

く、疲労変形は局部的に進んでいる。次に、低応力疲労 ($\sigma = 20 \text{ Kg/mm}^2$) の場合について図 2-17 ~ 図 2-19 に示す。図 2-17 は $N = 5 \times 10^3$ のもの

図 2-16(a) に示すように、大きさ、形ともほぼ焼鈍材の疲労破断直前に観察されるような組織が形成される。ところが、場所によっては、(b) に示すように非常に小さいセルから成る、再配列途上と考えられる組織や、(c) に示すように、まったく再配列を起していない、圧延状態のままの場所が存在し、表面観察結果と同じ



(a)



(b)



(c)

図 2-18

冷間圧延材の疲労過程中的転位組織

$$\sigma = 20 \text{ Kg/mm}^2, N = 2 \times 10^6$$

を示したもので、ほとんど圧延状態のままの組織となっている。図 2-18 (a) (b) (c) は $N = 2 \times 10^6$ のもので、低応力疲労の場合にも、(a) に示すようにほとんど圧延状態のままの組織、(b) に示すように再配列途上と思われる組織、および非常に局部的ではあるが、焼鈍材の場合とはほぼ同じような組織となった、(c) に示すような領域が観察される。このように、低応力疲労の場合も高応力疲労の

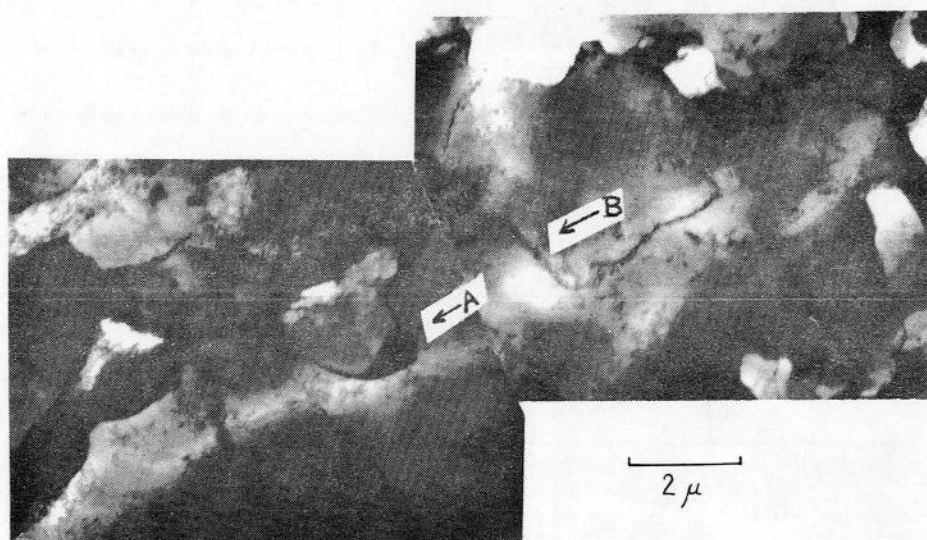


図 2-19 冷間圧延材の疲労過程中的転位組織

$$\sigma = 20 \text{ Kg/mm}^2, N = 4 \times 10^6$$

場合とはほぼ同じ経過をたどり、疲労変形が進行しているが、変形は、より局部的になっている。そして破断寸前の $N = 4 \times 10^6$ では、図 2-19 に示すように、よく発達したセル組織が観察され、副結晶粒の大きさも $2 \sim 8 \mu$ となっている。しかし、セル間の方位差のほとんどない矢印 B で示すような副結晶粒界とともに、矢印 A で示すような方位差の大きい焼鈍材とはかなり異なった副結晶粒界も観察される。

5. 冷間圧延材の疲労機構についての検討

5-1 原子空孔の拡散について

焼鈍材と冷間圧延材の低応力での疲労変形前後の転位密度をまとめると表 2-4 のようになる。

表 2-4 低応力疲労での焼鈍材と冷間圧延材の
変形の激しい領域の平均転位密度 (cm^{-2})

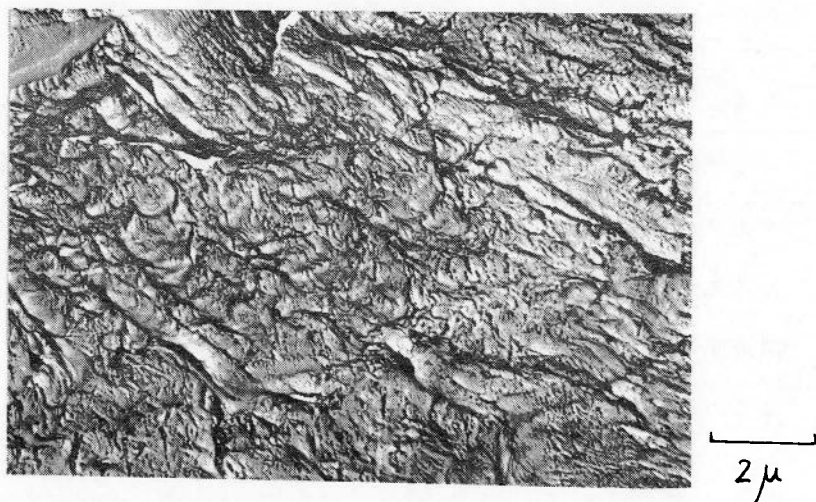
	焼 鈍 材	圧 延 材
N = 0	10^8	$1 \sim 4 \times 10^{10}$
破 断 直 前	3×10^9	$5 \sim 8 \times 10^9$

これからも、冷間圧延材においては転位の消滅が起っていることは明らかである。ところで、常温で引張変形した純鉄試料内には、ラセン転位とともに多くの刃状転位が存在し、セル組織を形成している。⁴²⁾ 圧延加工の場合にも、図 2-14 に示したようにセル組織となっており、刃状転位は多く存在するものと考えられる。このような刃状転位は、点欠陥の吸収による上昇運動により消滅するものと考えられる。

このような、低炭素鋼の常温における疲労過程中的点欠陥（主として空孔と考えられる）の拡散の可能性に関して、⁴³⁾ Derrick Jones らによる、疲労変形中の拡散実験は注目に値する。それによると、疲労変形中の銅内の銀の拡散は、試料を疲労変形期間中、 300°C に加熱したものと等しくなっており、彼らはこの現象は、疲労変形中に形成された非常に高濃度の原子空孔のためと考えている。同じく、冷間加工された銅の 293°K における疲労試験では、焼鈍材の疲労材とほぼ同じ程度に軟化するが、 90°K においては、ほとんど



(a) $\sigma = 29 \text{ Kg/mm}^2$, $N = 2 \times 10^4$



(b) $\sigma = 29 \text{ Kg/mm}^2$, $N = 7 \times 10^4$

図 2-20 焼鈍材の疲労過程中的表面のレプリカ電子顕微鏡写真

軟化していない。⁴⁴⁾以上の結果および疲労変形を受けた試料表面に pore が現われていることにより、本実験に用いたような低炭素鋼においても、常温における疲労変形中に、かなりの、原子空孔の拡散が生じているものと考えられる。

5-2 焼鈍材および冷間圧延材の疲労変形挙動

以上の結果および表面観察結果より、²²⁾焼鈍材、冷間圧延材の疲労変形挙動を考えると、まず、き裂発生機構は、焼鈍材、冷間圧延材ともにすべりの集中した場所に形成された、突き出しや入り込みによる応力集中により、疲労過程の中期ごろ、表面に現われてくる pore が連なり、微き裂になるのが一般的であるように思われる。これらの pore は、焼鈍材では、最初は図 2-20(a)のように一様に分布した形で現われ、後期には、図 2-20(b)のように、副結晶粒を連想させるような現われ方をする場合が多い。一方もともとセル組織の存在する冷間圧延材においては、最初から、副結晶粒を連想させる形で現われることが多い。

このような結果より、疲労過程中に形成された過剰な原子空孔が、副結晶粒界を形成する転位や、一様に分布する転位上を拡散していき、結晶表面に現われて pore となったものと考えられる。

よって、焼鈍材では、応力の繰返しとともに、転位密度および原子空孔密度の増加が起こり、その原子空孔が転位線上を拡散していき、結晶表面に出てきて pore となり、その結果 pore の増加によるき裂発生、というような経過をたどり疲労変形が進行していくものと考えられる。一方、冷間圧延材においては、圧延加工により形成された点欠陥および疲労過程中に形成された空孔が、冷間圧延材の幅広いセル境界を拡散していく場合、内部の微視的、巨視的残留応力を緩和するため、刃状転位が、空孔を吸収して上昇運動を起

こし、内部組織が繰返し応力に対して安定になるにつれ、（すなわち、転位の上昇運動、それによる消滅を充分起こし、転位密度が焼鈍材と同じ程度になり、明確なセル組織が形成されるにつれ）表面に pore が現われだすと考えられる。そのため、焼鈍材より pore の発生が遅れ、その後もゆるやかに増加するであろう。²²⁾そして、このことは、冷間圧延材の疲労強度上昇の一因となるものと考えられる。

5-3 セル組織について

鉄のような、交差すべりを起こしやすく、副結晶粒を形成しやすい材料については、隣接する副結晶粒間の方位差から、疲労破壊を統一的に説明しようとする試みもあるが、本実験においては、疲労強度の高い冷間圧延材にのみ、方位差の大きい副結晶粒界が存在しているので、これより、副結晶粒間の方位差の大小が、疲労破壊の主因の一つになるものではないように思われる。しかし、この点に関しては、残留応力、および疲労により新たに形成された副結晶粒界と、疲労変形中の回復作用によって明確になった副結晶粒界との差、および疲労き裂発生機構等に関する、より詳細な研究が必要と思われる。

6. 結 論

0.05% C 低炭素鋼を供試材料とし、これの焼鈍材および 25% 冷間圧延材の疲労過程中的転位組織変化を観察した結果、次の事柄が明らかとなった。

- (i) 高応力疲労、低応力疲労ともに疲労破断直前では、焼鈍材と冷間圧延材の転位組織は、セル間の方位差の違いを除けば、セル径、転位密度に関してはほぼ同じ程度となっており、かつ高応力疲労の場合は、低応力疲労の場合と比べて転位密度は高く、セル径は小さくなっている。
- (ii) 冷間圧延材に形成されたセル境界には、疲労変形によって形成されたと考

えられる方位差のほとんどないものと、圧延加工によって導入された転位組織が再配列して形成されたと考えられる大きな方位差を有するものの二種類が観察された。そして疲労限度の高い冷間圧延材にのみ、このような方位差の大きいセル境界が観察されることより、セル境界の方位差は疲労破壊を支配する主因ではないと考えられる。

- (iii) 冷間圧延材の疲労変形は、疲労変形によって形成された原子空孔が冷間圧延加工によって導入された幅広いセル境界を拡散していく際、内部の微視的、巨視的残留応力を緩和するため、刃状転位が空孔を吸収し、上昇運動を起こし、内部組織が繰返し応力に対し、安定になった後、表面に pore が発生し、これを連ねて疲労き裂が発生するという過程で進行するものと考えられる。

第 3 章 冷間圧延材の疲労き裂伝ば挙動²⁷⁾

1. 緒 言

一般に、疲労硬化（軟化）および疲労き裂の発生は、疲労過程のきわめて初期に終了し、寿命の大部分は疲労き裂伝ばのために費やされる。従って、疲労き裂伝ば挙動を明らかにすることは重要な問題と考えられ、従来からこの方面の研究報告は多い。

これらによると、焼鈍材のき裂先端近傍には、 $100 \sim 200 \mu$ の塑性域が存在し、この内部は、 10° 以上の方位差を持つ副結晶粒から成っている。^{45, 46)} そしてき裂のごく近傍には、ひずみ集中域が存在する。また、き裂伝ば速度が速くなるにつれ、塑性域はより大きく、より発達したものとなっている。⁴⁹⁾ そしてき裂伝ばに対するこの塑性域の役割としては、

- (i) 副結晶粒の方位差がある臨界値に達すると、微き裂が発生し、これらの微

き裂が連結してき裂が伝ばする。^{38, 50)}

(ii) Plastic blunting 過程によりき裂が伝ばする。⁵¹⁾

(iii) き裂近傍のひずみ集中域で、空孔の凝集により空洞が形成され、それを連ねてき裂が伝ばする。⁴⁸⁾

などが考えられている。

一方冷間圧延材のこの方面の研究によると、き裂先端近傍では、圧延加工によって導入された転位⁵²⁾は、再配列し、よく発達した組織となる。そして、焼鈍材の場合と同様、この下部組織の発達の程度とき裂伝ば速度とはよく対応しており、表面観察でも、き裂先端近傍の組織は、焼鈍材のき裂先端と同じような微細化した組織となっており、この領域で表面の突き出し-入り込みによる応力集中によって、pore を連結して生じた微き裂を連ねて、き裂が伝ばしている。²²⁾しかしき裂先端近傍には、2種類のすべり帯が発生するという報告⁴⁹⁾もあり、詳細については不明な点が多い。そこで本研究においては、試料として低炭素鋼焼鈍材および冷間圧延材を用い、両者の疲労き裂伝ば挙動を詳細に観察、これを比較検討することにより、冷間圧延材の疲労き裂伝ば機構を明らかにしようとしている。

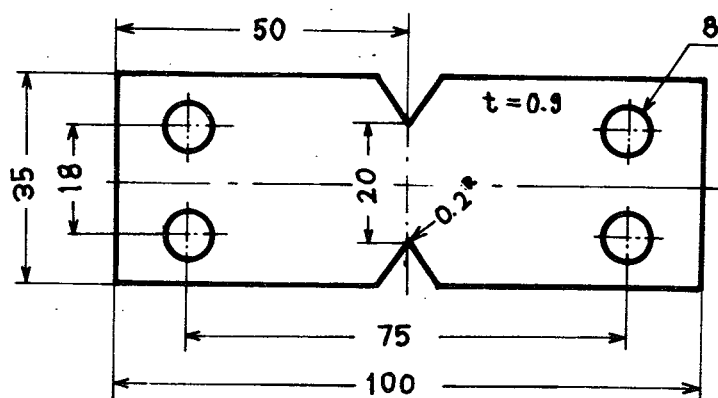
2. 実験方法

2-1 試験片および疲労試験

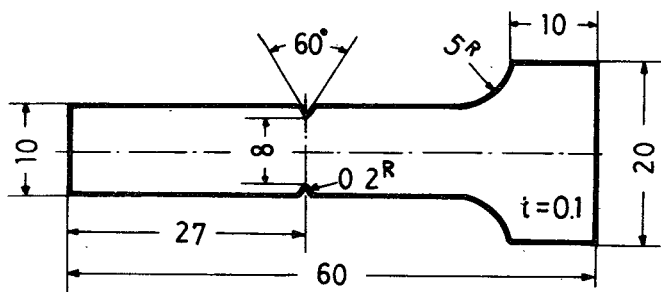
供試材料は、前章と同じ0.05% C 低炭素鋼であり、疲労試験片は、2種類用意し、表面観察用には図3-1(a)に示す形状のものを、また透過電子顕微鏡観察用には図3-1(b)に示す形状のものをを用いている。

表面観察用の試験片の作製方法を示すと、まず厚さ5 mmの母材を圧延し厚さ1 mmおよび1.3 mmの2種類の圧延板を作製し、厚さ1 mmの圧延板より図3-1(a)に示す形状の試験片を切り出し、この試験片と、厚さ1.3 mmの圧延板

とを、ともに $950^{\circ}\text{C} \times 8 \text{ hr}$ の真空焼鈍を行なった。この試料の表面をエメリ



(a) シェンク式疲労試験機用



(b) 共振式疲労試験機用

図3-1 試験片の形状と寸法

一紙により研磨した後、さらに $750^{\circ}\text{C} \times 20 \text{ hr}$ のひずみ取り焼鈍を行ない、厚さ 1 mm の試験片は、表面を表2-3の条件で電解研磨を行ない、約 100μ 除去した後、焼鈍材試験片として用いた。一方厚さ 1.3 mm の試料は、さらに厚さ 1 mm まで約 25% の圧延加工を行なった

後、図3-1(a)に示す形状に切り出し、上記の電解研磨を行ない、同じく表面層を約 100μ 除去した後、冷間圧延材試験片としている。透過電子顕微鏡観察用試験片は、同じく厚さ 5 mm の母材を圧延し厚さ 110μ および 140μ の2種類の圧延板を作成し厚さ 110μ の圧延板は図3-1(b)の形状に切り出した後、厚さ 140μ の圧延板とともに上記の熱処理およびエメリ一紙研磨を行ない、厚さ 110μ の試験片は電解研磨により表面層を約 10μ 除去し、焼鈍材

試験片とした。厚さ 140μ の試料は、さらに厚さ 110μ まで圧延加工を行なった後、図 3-1 (b) の形状に切り出し、電解研磨を行ない、同じく表面層約 10μ を除去した後、冷間圧延材試験片とした。以上の熱処理により得られた試料の平均結晶粒径は、 350μ であった。

図 3-1 (a) の試験片は、シェンク式平面曲げ疲労試験機 (1800cycles/min) により、疲労試験を行なっている。用いた応力振幅は 15Kg/mm^2 で、焼鈍材および冷間圧延材の破断までの応力繰返し数はそれぞれ、 1.1×10^5 および、 2×10^5 であった。透過電子顕微鏡観察用試験片の疲労試験は、図 3-2 に

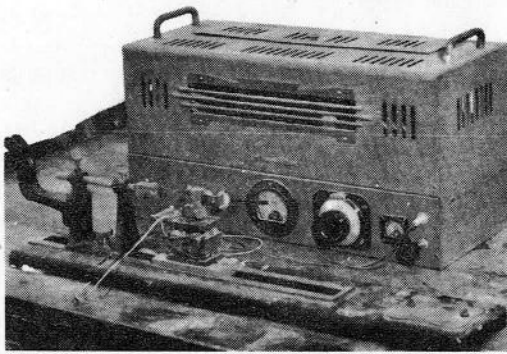


図 3-2 共振式疲労試験機の外観

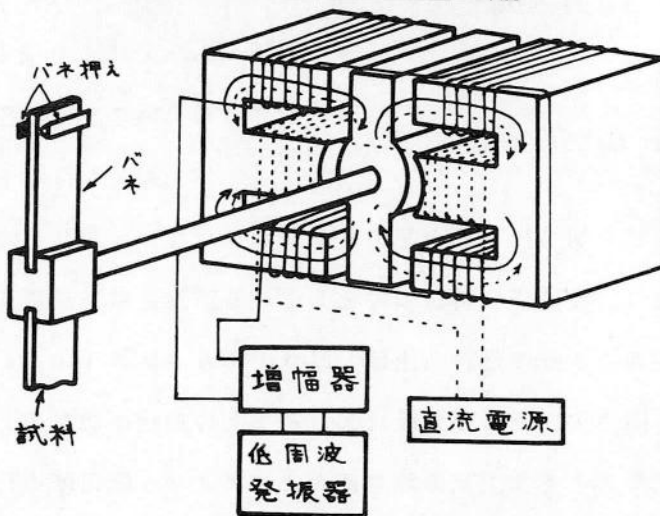


図 3-3 共振式疲労試験機の作動原理図

示すような共振式平面曲げ疲労試験機⁵⁴⁾を用いて行なった。この疲労試験機は図 3-3 に示すように、効率を高めるため、直流電源を付加したものである。また、1 次の振動を利用して疲労試験を行なうため、試験片の切欠部に最大応力を負荷することができる。

2-2 表面層の転位組織観察

本実験では試験片の表面層の転位組織を観察するため試験片の片面のみより電解研磨を行ない、透過電子顕微鏡観察用薄膜試料を作製している。作製手順を示すと、まず試験片の片面をワセリンで覆い、もう一方の面のみから、前章の図2-3に示す方法で予備研磨を行ない、適当な厚さにした後、図2-4に示す方法で仕上研磨を行ない、リグロイン(70~80℃)によりワセリンを除去した後、前章に示したのと同じ手順で薄膜試料を作製している。

また表面下3 μ を観察する場合には、予備研磨後ワセリンを除去し、30秒間両面より仕上研磨を行ない、再びもとの片面をワセリンで覆った後仕上研磨を続け、薄膜試料を作製している。

3. 焼鈍材の疲労き裂

冷間圧延材の疲労き裂伝ば挙動を明らかにする上で、焼鈍材の疲労き裂伝ば挙動を詳細に観察し、これと比較検討することは有効な手段と考えられる。そこでまず焼鈍材の疲労き裂伝ば挙動を観察した。図3-4は、 $N=2 \times 10^4$ における主き裂先端を示したもので2~3 μ の細かい副結晶粒の存在を連想させる組織が形成されており、き裂は副結晶粒界と考えられる場所を縫うように伝播しており吉田らの結果²²⁾あるいは、アルミニウムの高温疲労の結果⁵⁵⁾とよく一致している。図3-5は主き裂前方に形成された微き裂の成長過程を連続観察したもので、(a)、(b)はそれぞれ $N=8 \times 10^3$ における圧縮過程と引張過程を示している。このような観察方法では、銅などの疲労過程に観察されているような、⁵⁶⁾引張過程と圧縮過程の差は認められなかった。図3-5(c)は、 $N=2 \times 10^4$ において同じ場所を観察したもので、表面の変形はより激しくなっており、(a)、(b)では観察されなかった pore が無数に観察される。微き裂の先端では、矢印Aで示すように pore は連なるように配列しており、pore を連ねて微き裂が

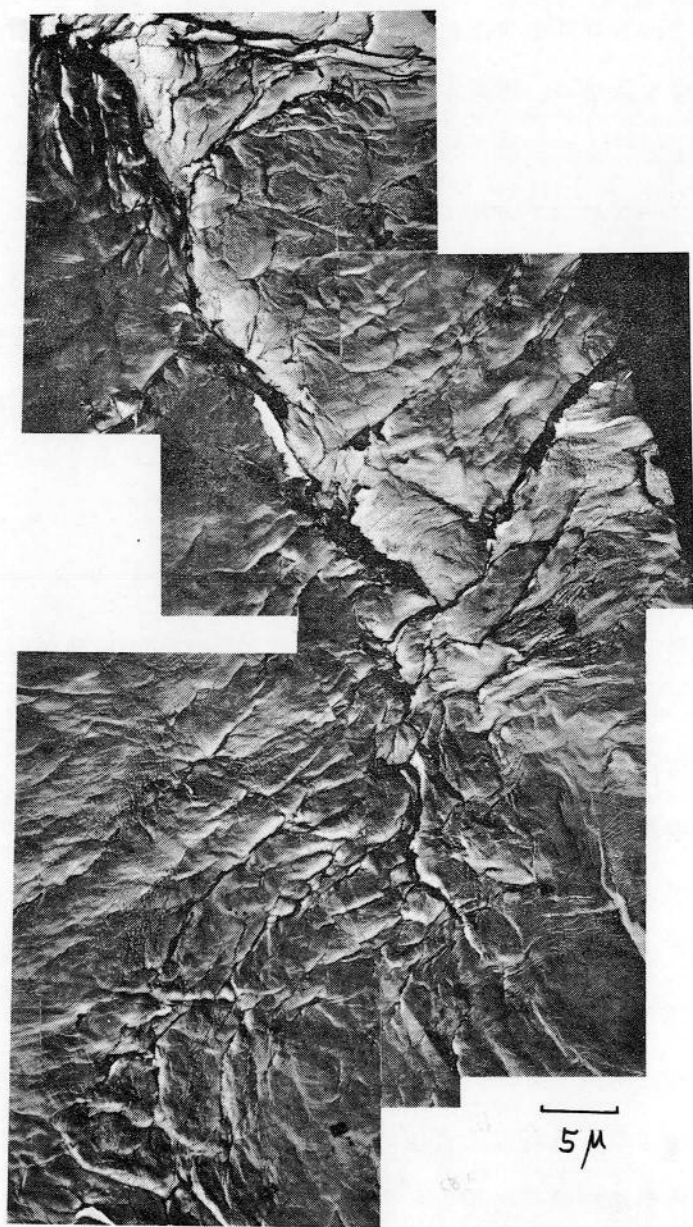


図 3-4 焼鈍材の主き裂先端のレプリカ電子顕微鏡写真 $N = 2 \times 10^4$

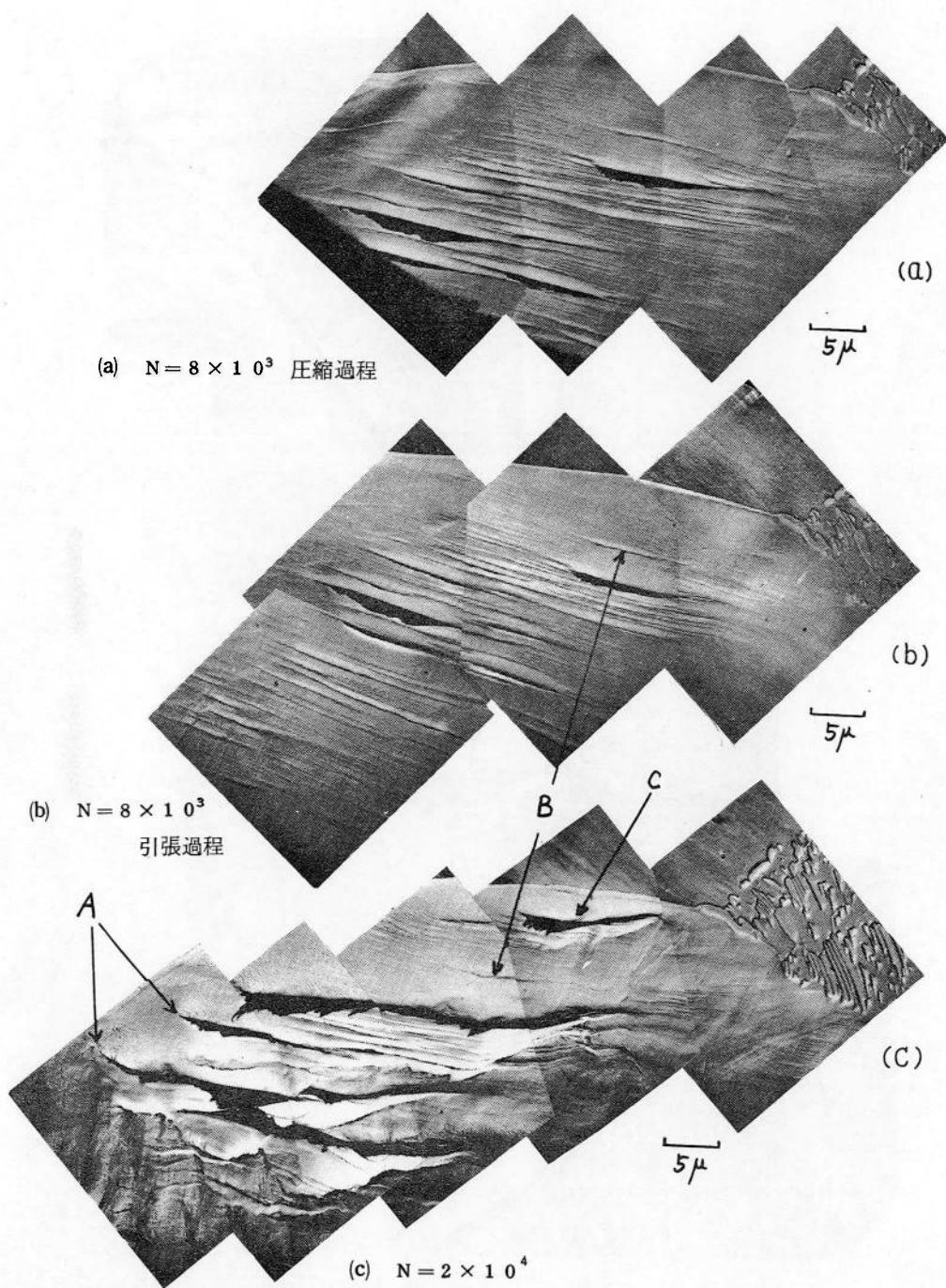


図 3-5 焼鈍材の微き裂の連続観察

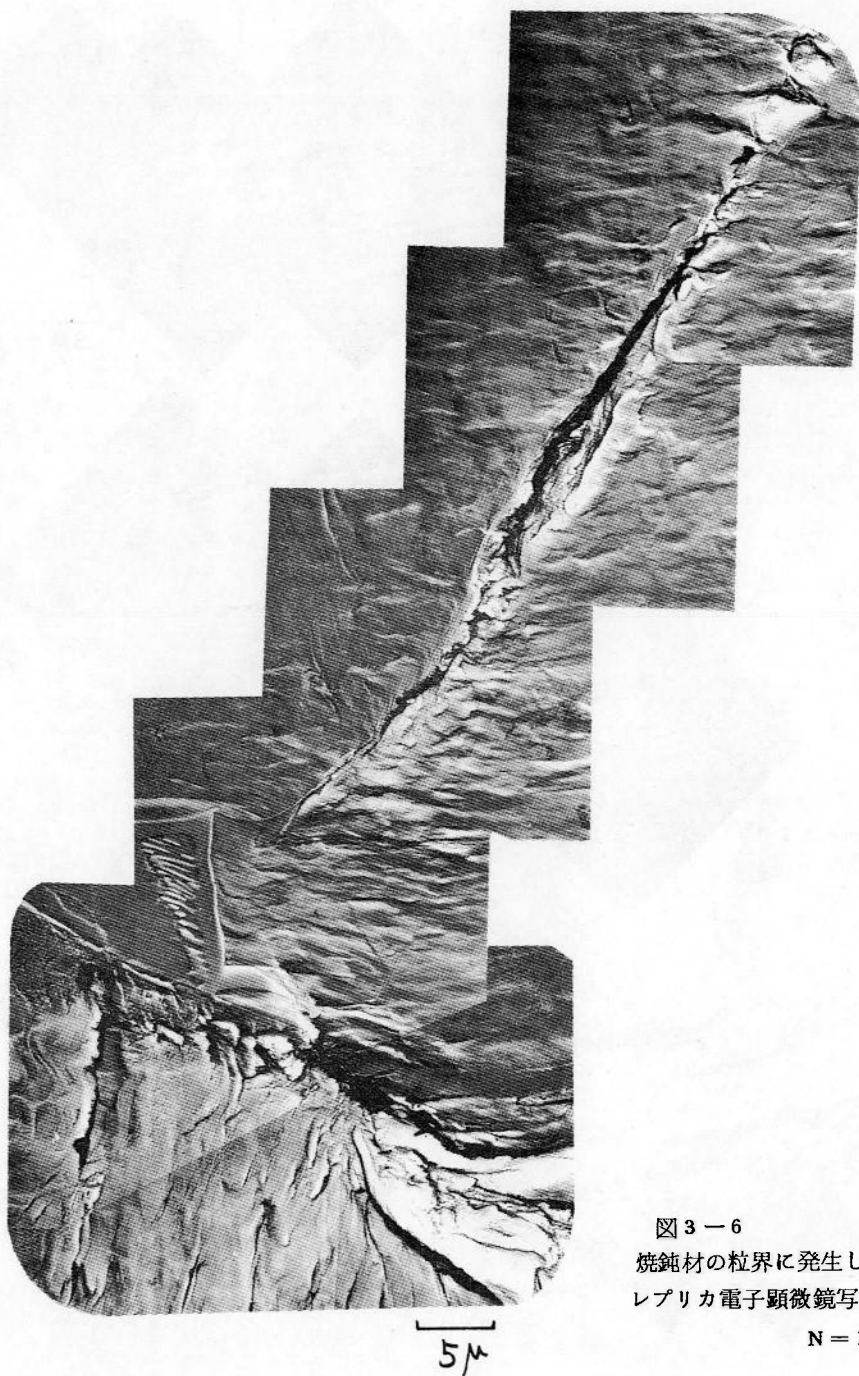


図 3-6
焼鈍材の粒界に発生した微き裂の
レプリカ電子顕微鏡写真

$N = 1.5 \times 10^4$

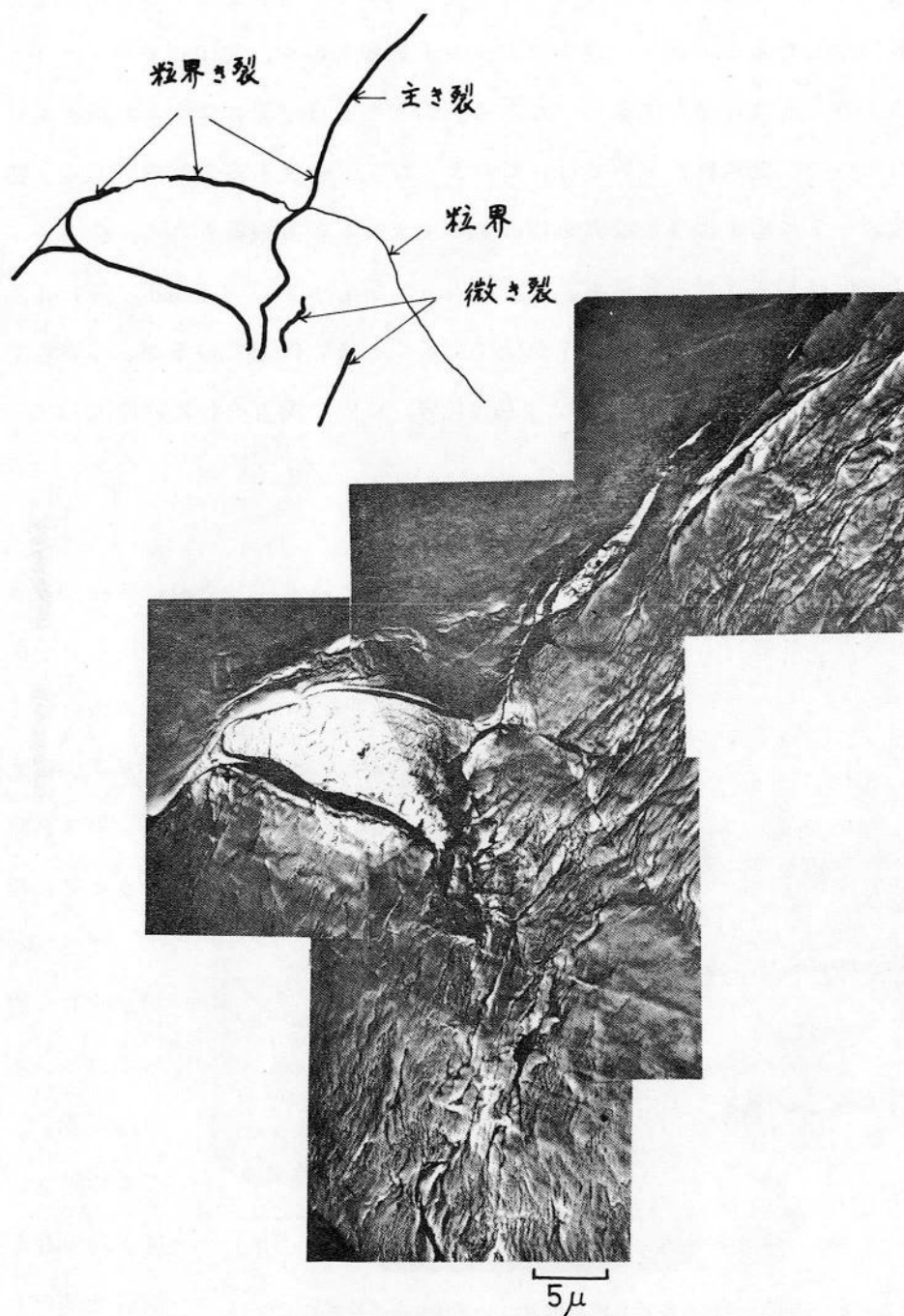


図 3-7 焼鈍材の粒界を通る主き裂のレプリカ電子顕微鏡写真 $N = 5 \times 10^4$

成長するという結果を支持しているものと考えられる。またすべり帯にも、矢印Bで示したもののよう中途で成長の止まるものや、矢印Cで示したすべり帯のように新たに発生するものがある。図3-6は粒界に発生した微き裂を示したもので、焼鈍材においては、このような粒界き裂も多数観察される。従って図3-7に示すように粒界を伝ばする主き裂も多数観察される。図3-7は粒界を伝ばしてきた主き裂が、粒界へ入った所を示す。Golland⁵⁷⁾等によると純鉄の疲労き裂は主として粒界を伝ばすることを報告しているが、本実験で用いたような低炭素鋼においては、き裂は粒界、粒内の両方を伝ば経路としているのが観察された。

4. 冷間圧延材の疲労き裂

冷間圧延材の疲労き裂先端の組織は、焼鈍材とほぼ同じ組織になっていることが報告されている。²²⁾しかしこれは、冷間圧延材の疲労き裂伝ば現象の一面を

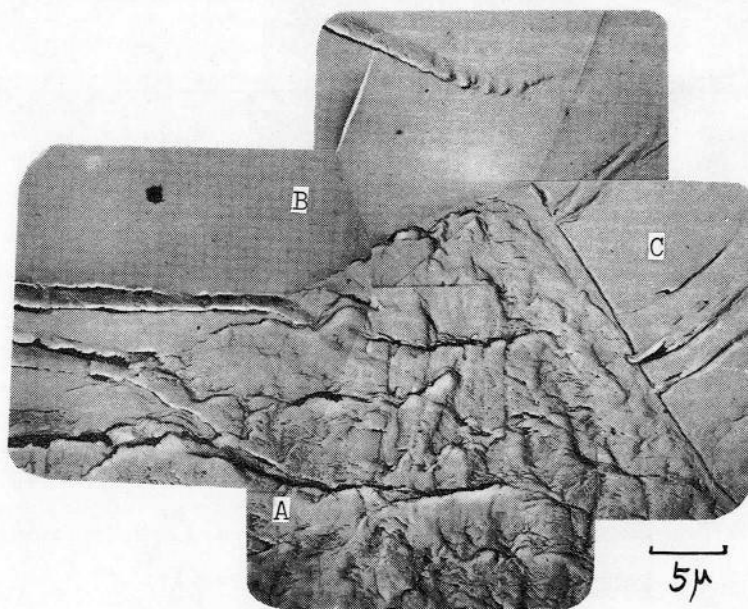


図3-8 冷間圧延材の粒界3重点付近のレプリカ電子顕微鏡写真
 $N = 8 \times 10^4$

とらえているにすぎず、例えば図3-8に示すように結晶粒によって変形の様相が著しく異なり、不明な点が多い。そこで疲労き裂伝ば挙動の詳細な観察を試みた。図3-8では結

晶粒 A では焼鈍材とほぼ同じような変形をして、微き裂が形成されているが、結晶粒 B、C においては、結晶粒の大部分にすべり帯が観察されないにもかかわらず、局部的に冷間圧延材に特有の粗大すべり帯が発生し、それに沿ってすでにすべり帯き裂が発生しており、B の結晶粒内のき裂が、粒界を越えて A の結晶粒内へと伝ばしている。図 3-9 はパーライト粒より発生した、比較的焼鈍材のき裂と似たき裂を連続観察したもので、(a)、(b) はそれぞれ、 $N = 8 \times 10^3$ での圧縮過程と引張過程を示す。この場合にも焼鈍材の結果と同様引張過程と圧縮過程との差はほとんど観察されなかった。図 3-9 (c) は、 $N = 2.1 \times 10^4$ での同じき裂を示したもので、後の応力繰返しにより、矢印 A で示した場所に前後の微き裂をつなぐ新しいき裂が発生しているのが観察され、また、矢印 B で示したき裂先端は、少し成長している。そしてき裂は $2 \sim 3 \mu$ 程度の、副結晶粒と思われる組織を縫うように伝ばしており、その近傍に pore の発生も見られ、吉田らが指摘したように、焼鈍材の場合とほぼ同じような過程でき裂が伝ばしている。しかしながら、図 3-8 から明らかなように、粗大すべり帯が発生し、それに沿ってすべり帯き裂として発生する微き裂も数多く存在する。このようなすべり帯き裂は、方向性を持っているため、粒界を通過する場合大きな抵抗を受ける。図 3-10 は、疲労き裂が粒界を横切る場合の様相の代表的なものを示したもので、(a) では、A の結晶粒内を粗大すべり帯に沿って伝ばしてきたき裂が、粒界によっていったん止められ、B の結晶粒を焼鈍材の場合と同じような組織に変形しながら粒界を越えて B の結晶粒内へ成長している。図 3-10 (b) では、粒界をはさむ両側の結晶粒が、共に粗大すべり帯を発生させる方位のため、両方の粗大すべり帯を結ぶ新しい粗大すべり帯を形成し、それに沿ってすべり帯き裂が伝ばしている。また図 3-10 (c) の場合のように、粒界をはさむ両側の結晶粒の粗大すべり帯の方向が似ている時には、両方のすべり帯に沿って比

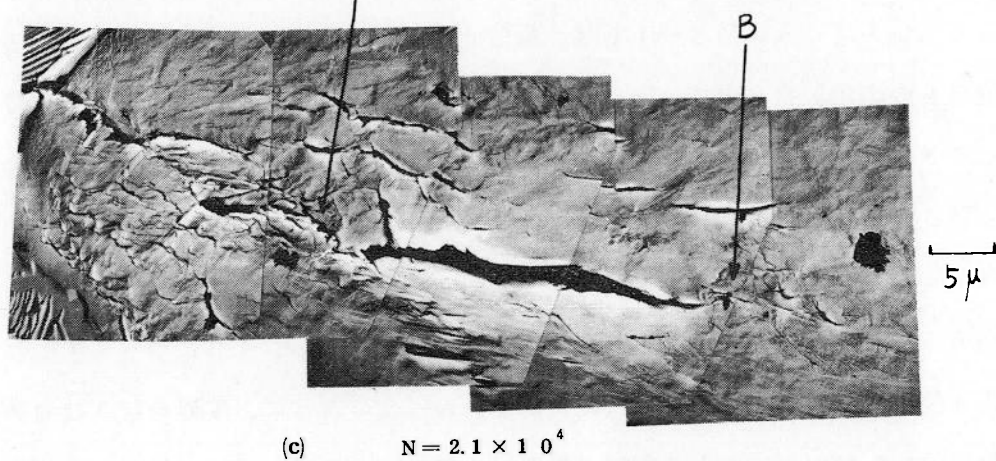
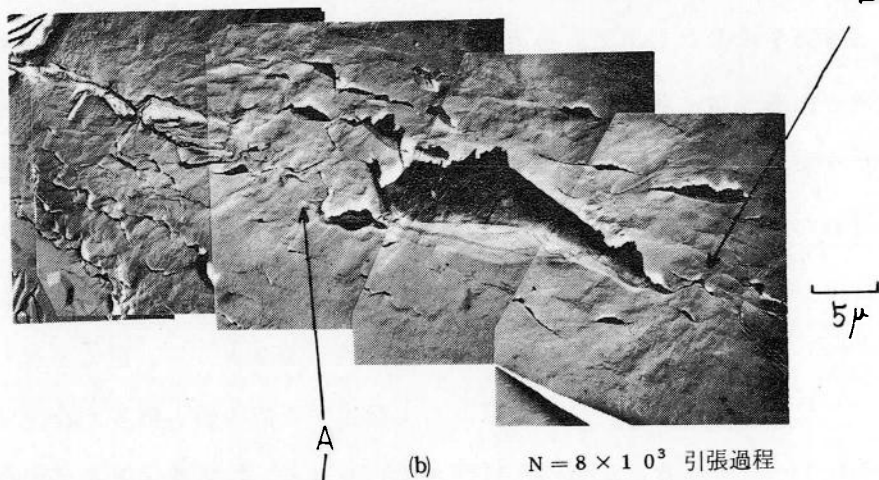
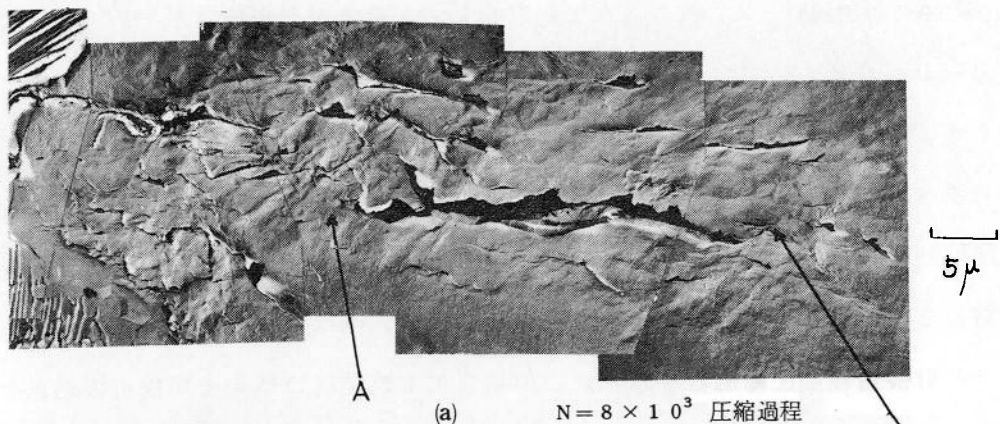


図3-9 冷間圧延材の疲労き裂の連続観察

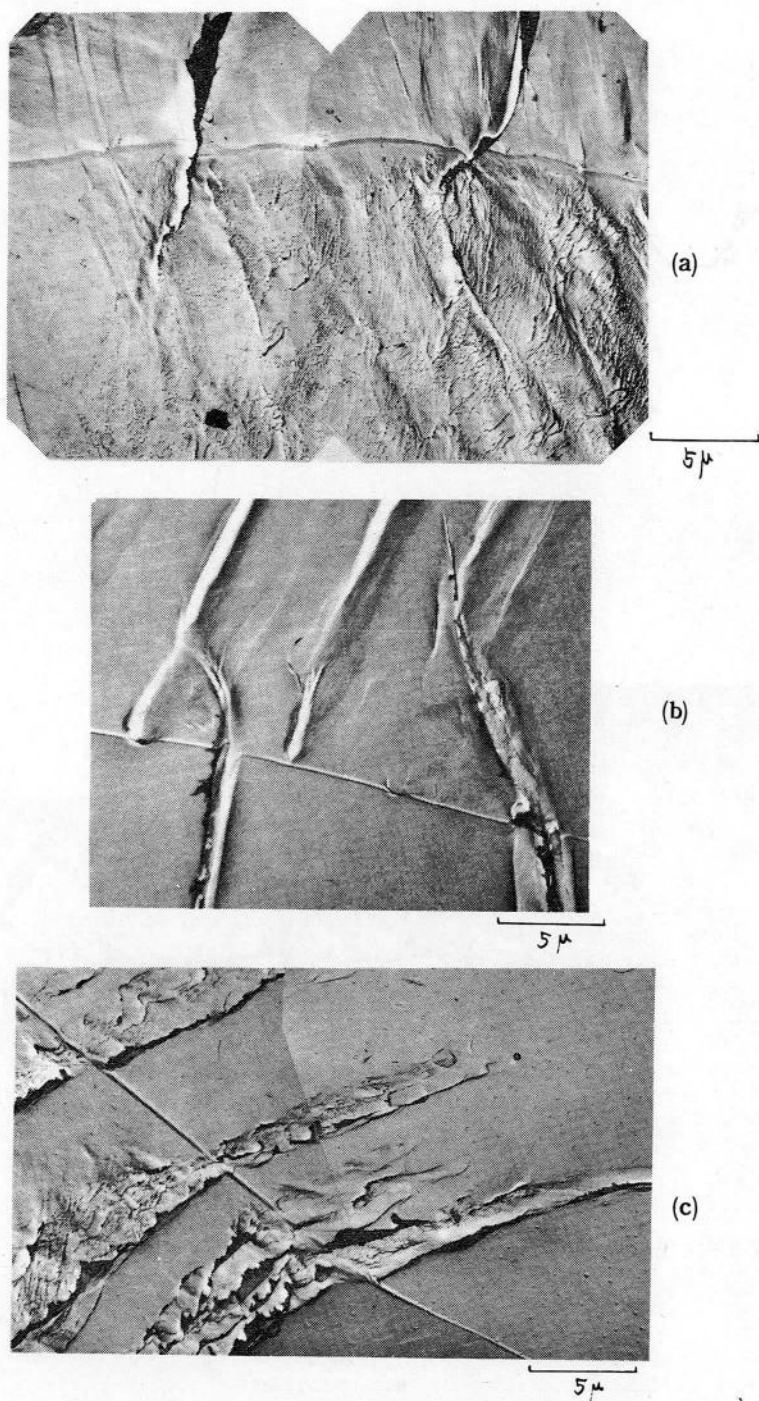
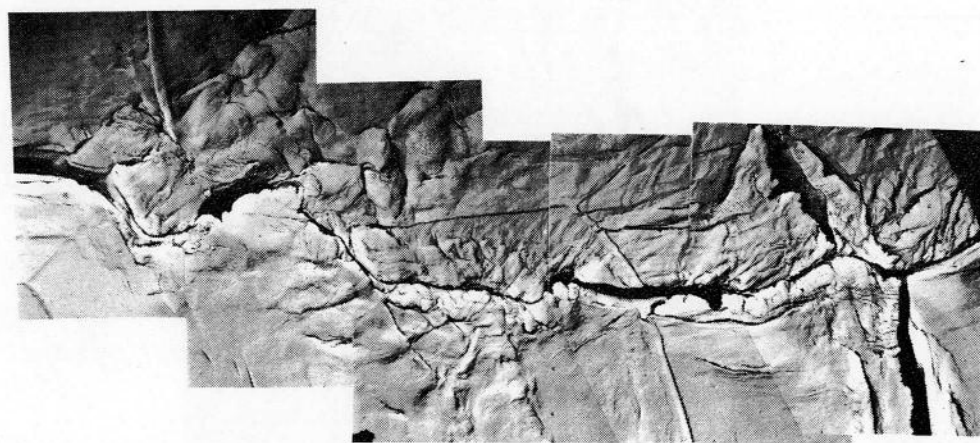
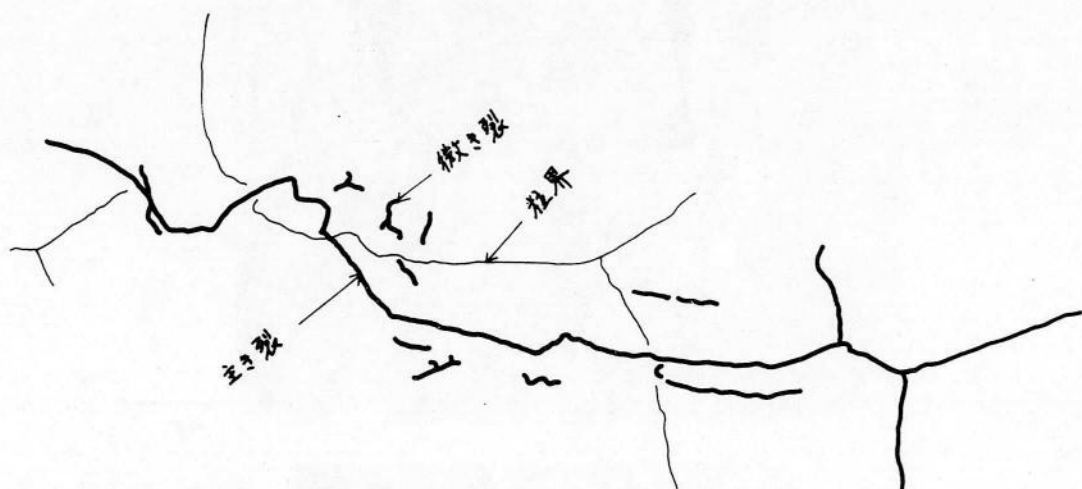


図 3-10 冷間圧延材の粒界近傍のレプリカ電子顕微鏡写真 $N = 8 \times 10^4$



5μ

図 3-11 冷間圧延材の粒界近傍を通る主き裂の
レプリカ電子顕微鏡写真 $N = 8 \times 10^4$

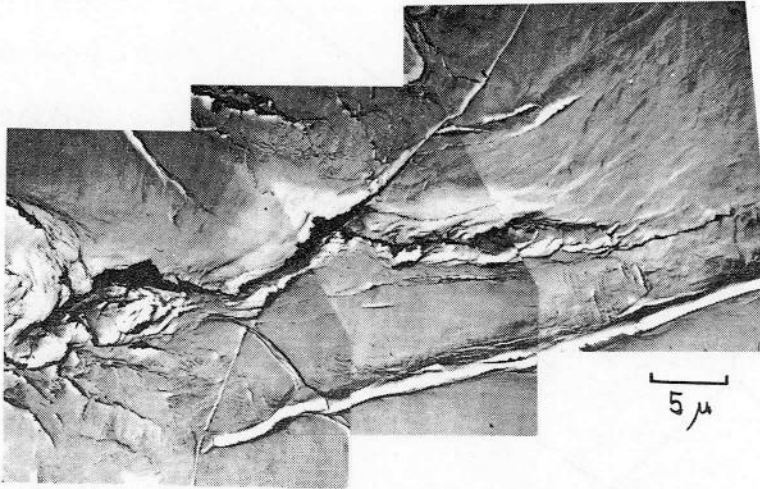


図3-12 冷間圧延材の粒界を通る主き裂のレプリカ電子顕微鏡写真 $N=8 \times 10^4$

較的容易にき裂が伝ばするようである。そしてこのようなき裂は、大部分結晶粒内を伝ばし、光学顕微鏡観察において報告されているような粒界でのき裂発生および伝ばはほとんど観察されず、図3-11に示すように、粒界とき裂伝ば方向が一致している場合でも、詳細に観察すると、き裂は粒界とは無関係に伝ばしている。図3-12は、本実験で観察された唯一の粒界を通るき裂であるが、焼鈍材の場合に観察されるような粒界き裂とは異なり、き裂伝ば途上たまたま粒界を通過しているにすぎない。すなわち、焼鈍材では、疲労き裂は主として粒界あるいは副結晶粒界を伝ばしていたが、冷間圧延材では、すべり帯き裂あるいは副結晶粒界を伝ばしており、同じ副結晶粒界を伝ばするき裂を観察した場合、焼鈍材と同じ組織となったものと考えられる²²⁾。このように、冷間圧延材においては、結晶粒界は、疲労き裂の発生場所にもまた伝ば経路にもならず、逆にき裂伝ばを阻止する効果が非常に大きいものと考えられ、従って図3-13に示すようなロスが多いき裂伝ば様式をとる。このような疲労き裂伝ば様式の相異は他の要因によっても引き起こされ、例えば再結晶温度以上の高温

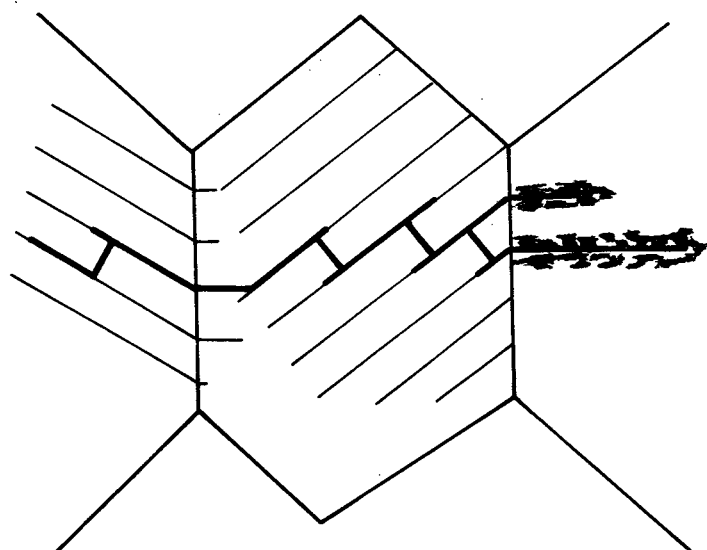


図3-13 疲労き裂伝ば様式

疲労の場合、発生する⁵⁸⁾き裂は粒界き裂である。従って単結晶金属の高温での低応力疲労では、多結晶の場合と比較して疲労寿命が著しく延びるが、副結晶粒が形成されるような高応力疲労ではその差は少なくなる。一方シリコン

鉄を疲労試験した場合、シリコン含有量が増えるにつれて、純鉄の wavy なすべり帯は、粗大すべり帯へと変化していき、それに応じて疲労き裂は粒界き裂からすべり帯き裂に変わることが報告されている。^{57, 59)}

冷間圧延材をも含めて、一連のこのような事実は、次のように説明されるものと考えられる。

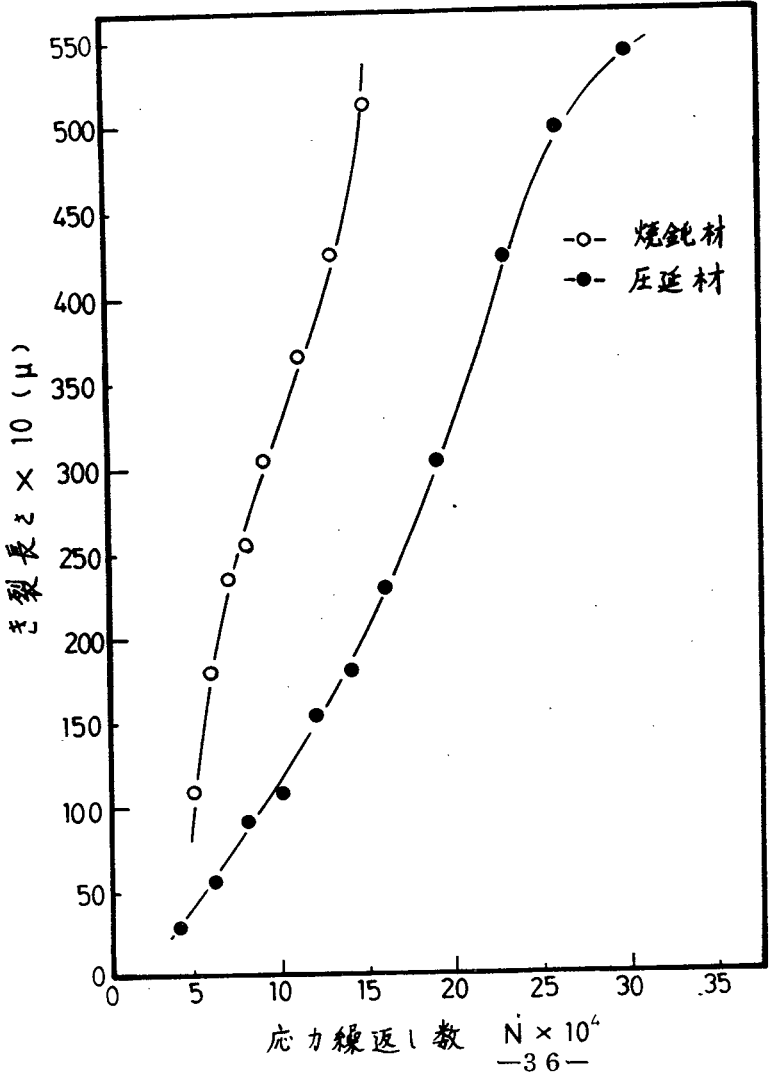
まずすべり帯に着目すると、何らかの方法で硬化された材料（例えば、冷間加工、⁶⁰⁾固溶体、^{57, 59)}中性子照射⁶¹⁾）を疲労変形した場合には、粗大すべり帯が発生し、これに沿ってすべり帯き裂が形成されるため、結晶粒内にき裂が発生する。一方軟化された材料（例えば高温疲労⁵⁸⁾）では、試料の全面を覆うような細かいなだらかなすべり帯が形成されるためすべり帯の切欠効果が少なくなり、すべり帯き裂が発生しなくなる。従って原子空孔の優先的な拡散経路となる粒界あるいは副結晶粒界に void が形成され、それを連らねて、き裂が発生する。同様の現象は、軟化された材料以外にも、何らかの方法で表面の切欠効果を除去した材料（例えば繰返し表面除去による内部き裂の発生⁶²⁾）の場合にも当てはまる

ものと考えられる。

以上の結果から、冷間圧延材の疲労き裂は、粗大すべり帯が発生する結晶粒においてはすべり帯き裂となり、焼鈍材と同じような表面組織となる結晶粒においては、圧延加工による副結晶粒が前章に示したように最初から存在するため、この副結晶粒界に沿ってき裂が発生し、粒界き裂が観察されなかったものと考えられる。

5. 透過電子顕微鏡観察

3、4節で示した焼鈍材と冷間圧延材との疲労き裂伝ば挙動の相異を引き起



こす原因を明らかにするため、疲労き裂近傍の透過電子顕微鏡観察を行なった。用いた試験片は、図3-1(b)に示す形状のものであり、厚さが 100μ と非常に薄いため、一般のbulk材と異なった疲労挙動を示す可能性がある。そこで、まず疲労き裂伝ば曲線を求めた。その結果は、図3-14に示すように、bulk材の疲

勞き裂伝ば挙動とよく一致しており、試験片の厚さの影響は無視し得るものと考えられている。

薄膜試料はき裂先端から $0.2 \sim 0.5 \text{ mm}$ の領域より作製している。まず焼鈍材の場合についての結果を図 3-15、図 3-16 に示す。

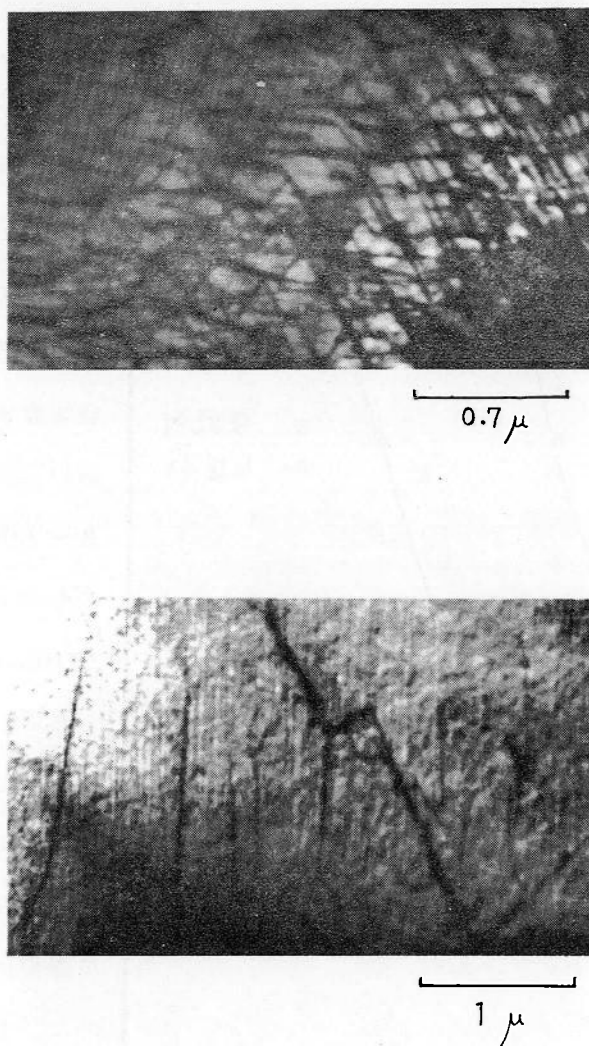


図 3-15 焼鈍材の表面の転位組織 $N = 5 \times 10^4$

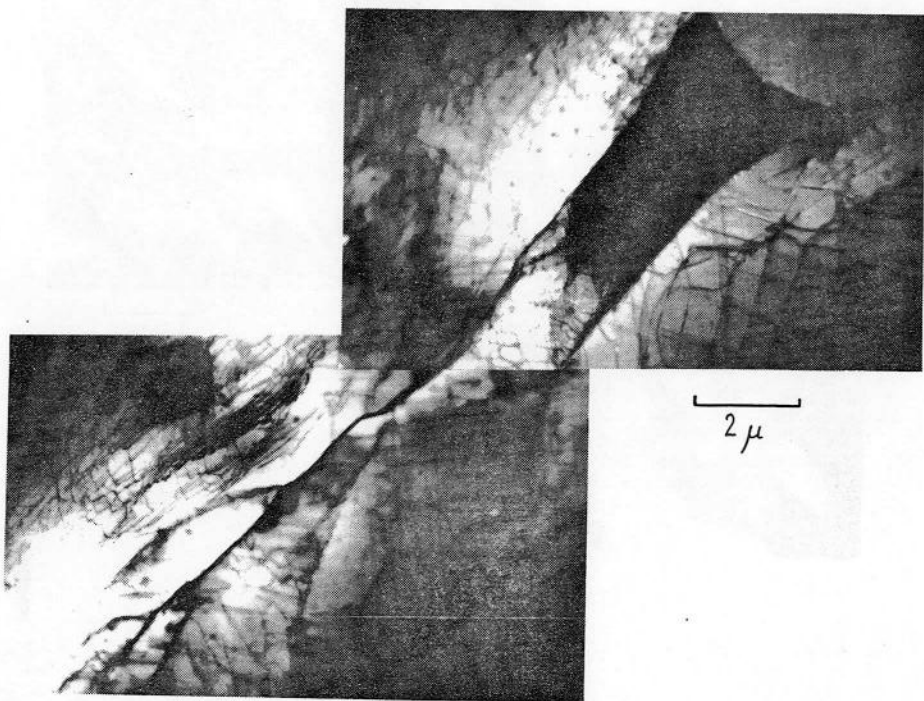
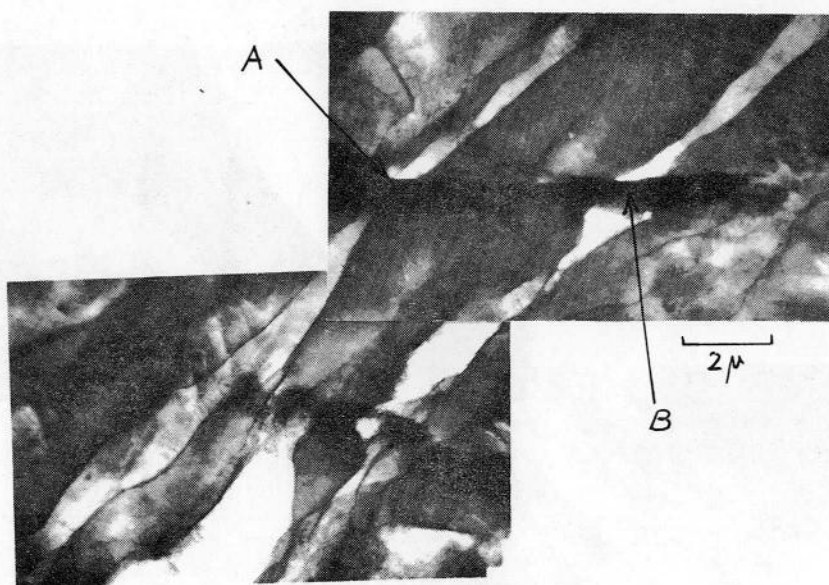


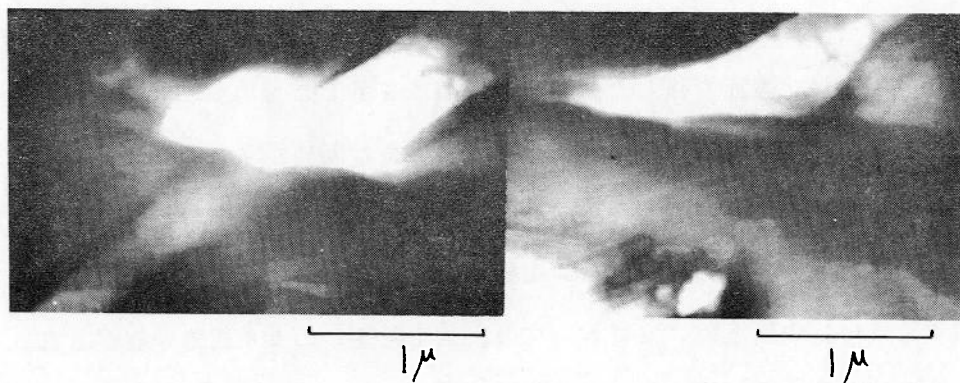
図3-16 焼鈍材の表面下約3 μ の転位組織 $N = 5 \times 10^4$

図3-15は、表面を残した試料の転位組織を示したもので、(a)に示すように幾何学的な方向性を持つ転位が多数存在し、また(b)に示すように表面には直線的な slip trace が多数存在する。このように、焼鈍材試料の表面には、銅¹⁶⁾やアルミニウム⁶³⁾の結果と同様セル組織は観察されない。しかし、図3-16に示すように、表面下約3 μ においては、よく発達したセル組織が観察され、セル内にも多数の network を組む転位が観察される。これは、b.c.c. 金属においては、ラセン転位が動きにくいいため、表面近傍の刃状転位が表面に抜け出て、ラセン転位が残ったためと考えられる。

次に冷間圧延材の結果を図3-17、3-18に示す。図3-17は、表面層の転位組織を示したもので、細長いセル組織が形成されており、これと約45°



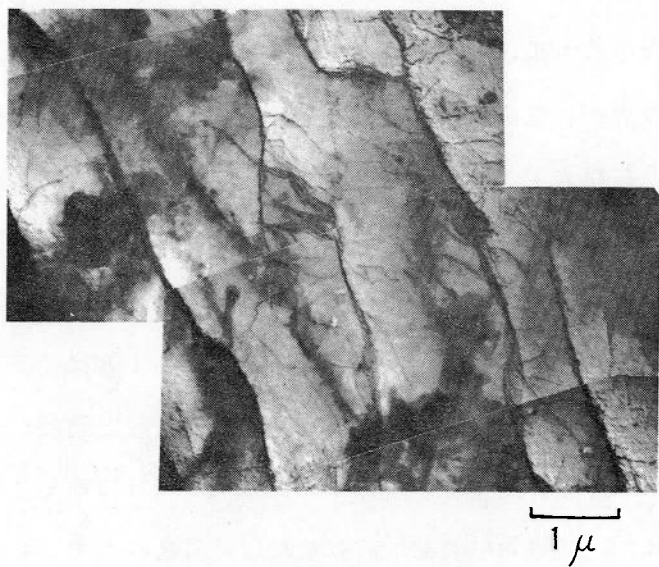
(a)



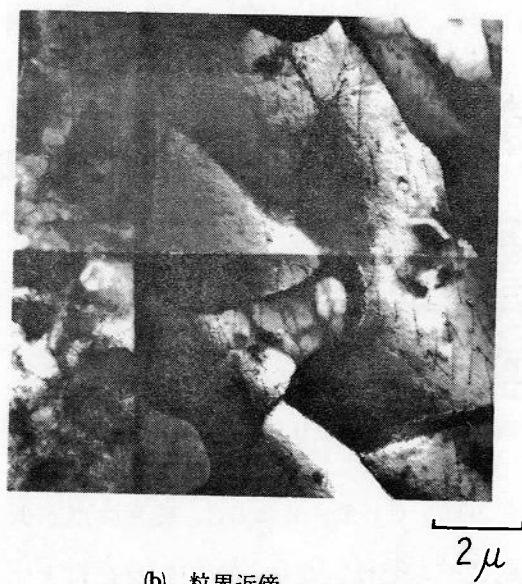
(b) 部分 A の拡大

(c) 部分 B の拡大

図 3-17 冷間圧延材の表面の転位組織 $N = 10^5$



(a) 粒 内



(b) 粒界近傍

図 3-18 冷間圧延材の表面下 3 μ の転位組織 $N = 10^5$

の角度をなして、黒いコントラストの粗大すべり帯が交わっている。(b)、(c)は、それぞれ(a)の粗大すべり帯のB、Cの部分拡大したもので、不明りょうではあるが、副結晶粒界が、粗大すべり帯下を通り抜けて続いており、銅などで報告されているような粗大すべり帯と副結晶粒との対応は観察されない。^{9, 16, 64)}

また、表面には、まったく slip trace は観察されず粗大すべり帯は、多くのジョグを有する刃状転位、あるいは、交差すべりを重ねたラセン転位が集中的に活動して形成されたものと考えられる。図3-18は表面下約 3μ の転位組織を示したもので、(a)に示す結晶粒内では、表面層と同様、一方向に伸びたセル組織が観察され、(b)のような粒界近傍ではセルは等軸となりかつ小さくなっている。また、反対側の結晶粒内はまだ圧延組織のままであり、結晶粒により変形の程度は著しく異なっている。冷間圧延材においてセル組織と粗大すべり帯とは対応していなかったが、本実験の場合、圧延方向と応力負荷方向とは、同じであり、従って最大せん断応力が働く面は図3-19の斜線部

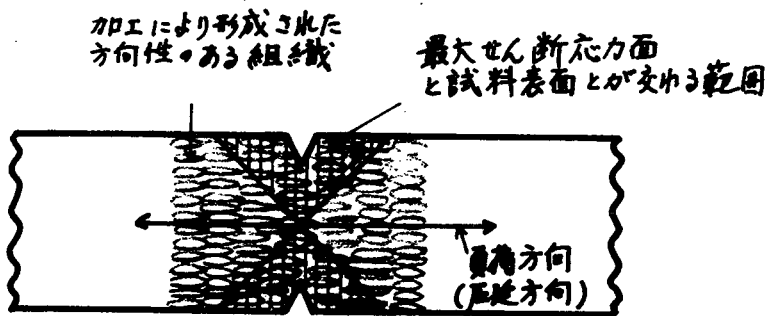


図3-19 最大せん断応力面と圧延方向との関係

内にあり、これに近いすべり面の1つですべるため、このような結果となったものと考えられる。よってすべ

り帯の形成方向と圧延方向とを一致させた場合、疲労強度が低下することが予測される。また本実験結果からでは、なぜ冷間圧延材に粗大すべり帯が形成されるかは明らかではなかったが、図3-18に示したように、粗大すべり帯を形成する転位は、発達したセル組織内を動かねばならず、このことは冷間圧延材

の疲労強度を上昇させる一因となっているものと考えられる。

6. 結 論

冷間圧延材の疲労き裂伝ば挙動を明らかにするため、焼鈍材および冷間圧延材の疲労き裂先端および先端近傍をレプリカ法電子顕微鏡ならびに透過電子顕微鏡により詳細に観察し、これらを比較検討した結果、次の事柄が明らかになった。

- (i) 焼鈍材のき裂は、結晶粒界と副結晶粒界の両方を伝ば経路とするが、冷間圧延材のき裂は結晶粒界をほとんど伝ばせず、結晶粒内を副結晶粒界あるいはすべり帯き裂に沿って伝ばする。従って焼鈍材の副結晶粒界を伝ばするき裂先端と、冷間圧延材の副結晶粒界を伝ばするき裂先端とは似た組織となる。
- (ii) き裂先端の連続観察によると、焼鈍材、冷間圧延材とも、微き裂を連ねてき裂が伝ばしており、従来の観察結果と一致している。
- (iii) き裂先端 $0.2 \sim 0.5 \text{ mm}$ での転位組織観察によると、焼鈍材では、転位密度が増加し、冷間圧延材では減少し、第2章で示したのと同様の現象が起こっている。また、冷間圧延材の場合には、焼鈍材の場合とは異なり表面層にもセル組織が観察される。

第 4 章 粗大すべり帯およびすべり帯き裂の形成挙動²⁸⁾

1. 緒 言

一般に、金属とくに面心立方金属の低応力疲労では、疲労変形が飽和した後、表面のすべり帯内に突き出し、あるいは入り込みが発生し、疲労き裂はこれに関連して発生する場合が多い。^{8,9)} そのため、すべり帯内に発生する突き出しあるいは入り込み形成機構を明らかにすることは、疲労破壊現象の研究上非常に重要な問題と考えられ、近年この目的のために、表面に発生するすべり帯と下部

の疲労変形により形成された転位組織との間の直接的な相関関係を得ようとする試みが、主として面心立方金属について数多く行なわれている。^{9, 16, 17, 63~66)}
しかしながら金属の種類により異なった結果が報告されており、詳細については不明な点が多い。

ところで、冷間圧延加工をした低炭素鋼の場合、前章の結果より、疲労のごく初期から、表面のすべり線は粗大すべり帯として発生すること、およびこれに沿ってすべり帯き裂が形成されることが明らかとなった。また粗大すべり帯は突き出しとして形成され、しかも、これは圧延加工によって導入された内部の転位組織の影響を受けていること、および、焼鈍材の場合と異なり、表面に転位密度の低い領域が存在しないため、通常の透過電子顕微鏡により、粗大すべり帯と内部のセル組織の両方を同時に観察できることも明らかとなった。

そこで本章では、70%の強圧延加工を行ない、内部に方向性のある強固なセル組織を導入した純鉄冷間圧延材を用い、この試料に、圧延方向に対し平行ならびに垂直に応力を負荷することにより、方向性のある転位組織に対する粗大すべり帯の発生方向を変え、その場合の両者の相関関係、粗大すべり帯の性質、および粗大すべり帯内の転位組織を明らかにし、粗大すべり帯およびすべり帯き裂の形成機構を明らかにしようとするものである。

2. 供試材料および疲労試験方法

使用した試料は、表4-1に示すような化学成分を有する厚さ1mmの真空溶

解材である。この試料を500μに圧延した後、950℃×1hrの真空焼鈍、さら

表4-1 供試材料の化学成分(%)					
C	Si	Mn	P	S	Cu
0.018	0.13	0.081	0.005	0.011	0.011

に適当な結晶粒径を得るための 850℃ × 8 hr の真空焼鈍を行なった後、150μ
まで 70 % の冷間圧延加工を行なった。この圧延板から、図 4 - 1 に示す形状

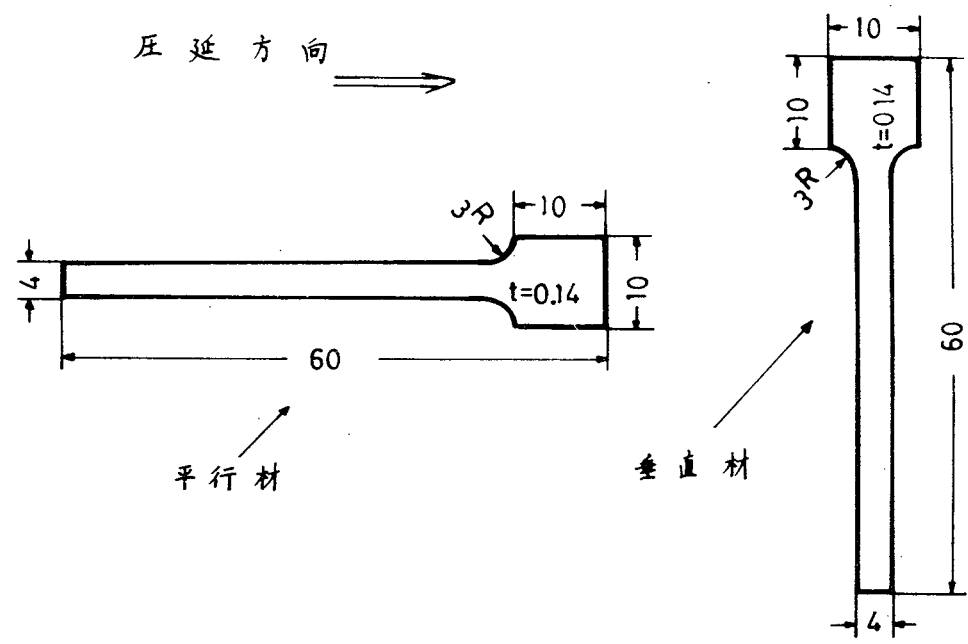


図 4 - 1 試験片の形状と寸法

の試験片を圧延方向に対し平行ならびに垂直に切り出した（以後、それぞれ平行材および垂直材と呼ぶ）。この試験片を表 2 - 2 に示す条件で電解研磨し、表面層約 10 μ を除去した後疲労試験片とした。焼鈍状態の試料の平均結晶粒径は 400 μ であり、焼鈍状態および冷間圧延状態の試料は表 4 - 2 に示すよう

表 4 - 2 供試材料の機械的性質

焼 鈍 状 態			圧 延 状 態	
降伏強さ	引張強さ	伸 び	引 張 強 さ	
			圧延方向	圧延方向に垂直
9.0 Kg/mm ²	21 Kg/mm ²	27 %	51 Kg/mm ²	43 Kg/mm ²

な機械的性

質を示す。

疲労試験は

図 3 - 2 に

示した共振

式平面曲げ疲労試験機を用いて行っており、平行材および垂直材の共振周波数はそれぞれ 220Hz および 200Hz であった。用いた応力振幅はすべて 20 Kg/mm^2 であり、平行材および垂直材の疲労寿命はそれぞれ 5.3×10^5 および 1.2×10^5 であった。これらの疲労試験片より、透過電子顕微鏡観察用薄膜試料を、第 3 章に示したような片面のみからの研磨法によって作製した。

3. 粗大すべり帯形成過程

3-1 レプリカ法電子顕微鏡による観察

図 4-2 (a)、(b) は、それぞれ $N = 6 \times 10^3$ における平行材および垂直材の粗大すべり帯を示したもので、(a) の平行材においては、粗大すべり帯は凹凸の激しいわん曲したものであるが、(b) の垂直材においては、長く直線的なものとなっている。図 4-3 (a)、(b) は、平行材の粒界を横切る粗大すべり帯を示したもので、(a) で示すように、粒界は粗大すべり帯のところでもほとんど乱れておらず、一方向にのみわん曲している。(b) では、粒界は粗大すべり帯上にほとんどもとのまま直線状に横たわっている。この場合は、粗大すべり帯を形成する物質が粒界に対しほぼ直角に突出してきたことを示しているものと考えられる。このような例は数多く観察され、また同図(c)に示すように、低炭素鋼冷間圧延材の場合にも同様の例が観察され、一般的な傾向であることがわかった。また図 4-3 (b)、(c) より明らかなように、粗大すべり帯をはさむ両側の粒界にずれは観察されず、冷間圧延材の粗大すべり帯はシリコン鉄単結晶の疲労の場合に観察されているものと同様、材料の局所的な一方向のみへの流れによって形成されることが明らかになった。⁵⁹⁾

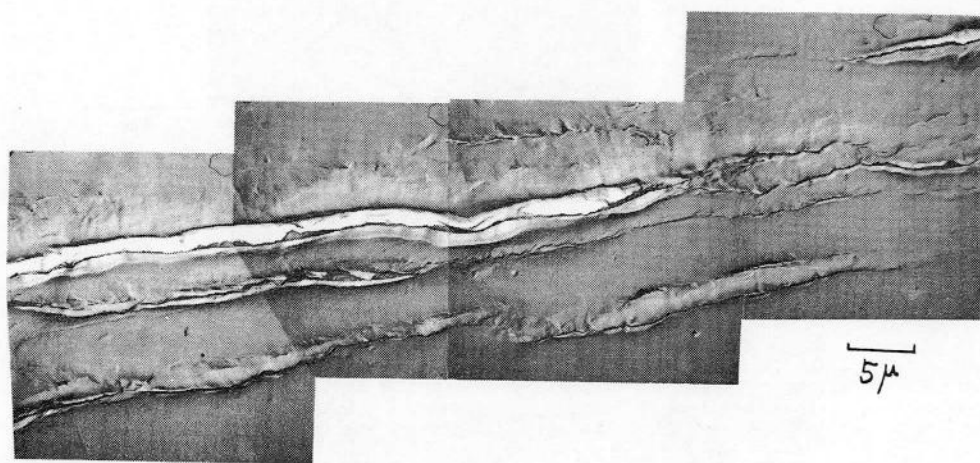
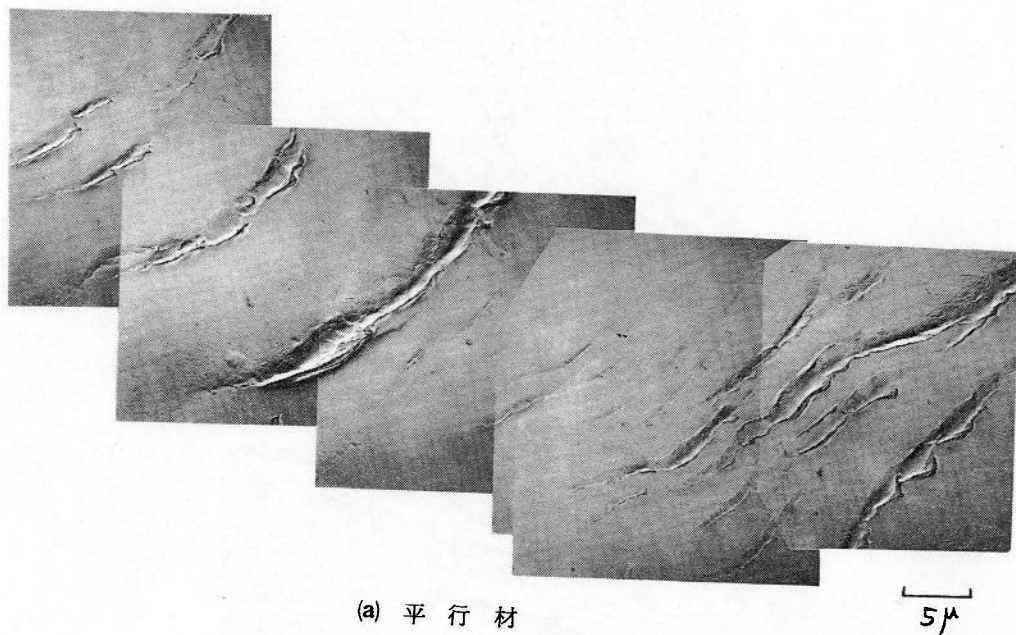
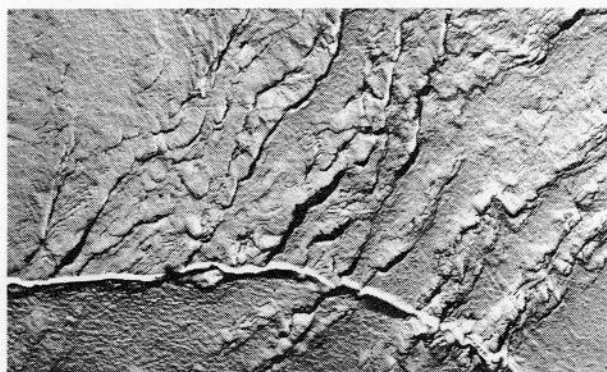
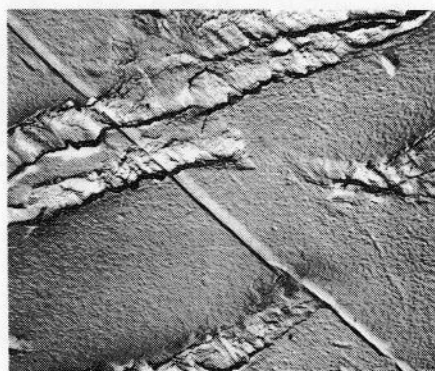


図 4-2 粗大すべり帯のレプリカ電子顕微鏡写真 $N = 6 \times 10^3$



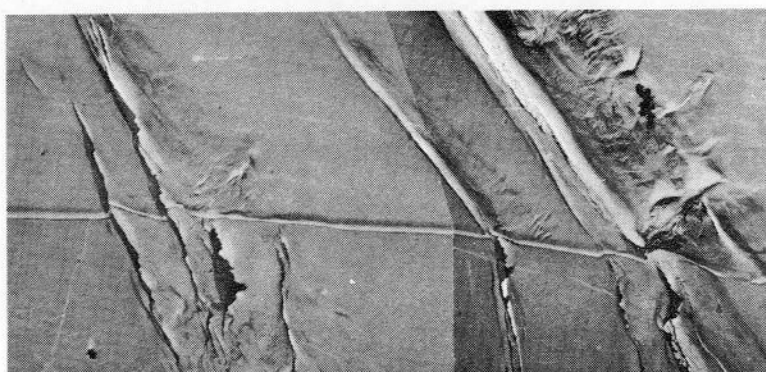
(a) 平行材 $N = 2 \times 10^5$

5 μ



(b) 平行材 $N = 2 \times 10^5$

5 μ



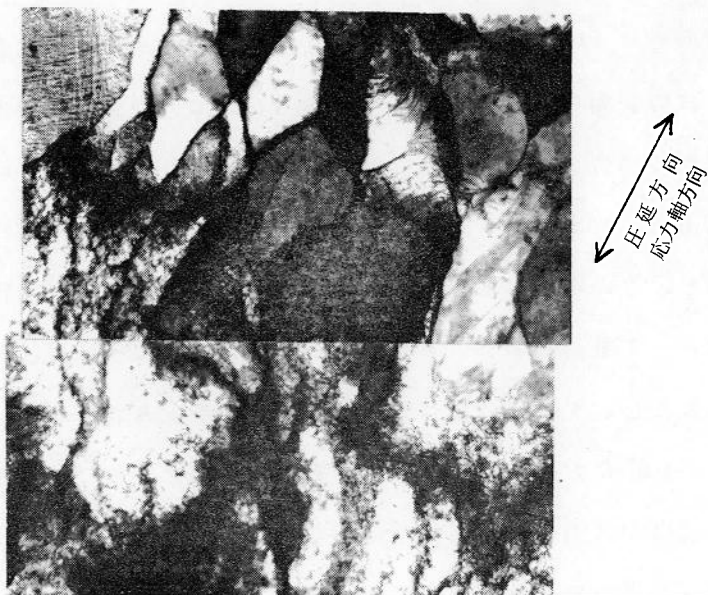
(c) 切欠材 $N = 8 \times 10^4$

5 μ

図 4-3 粒界近傍での粗大すべり帯の様相

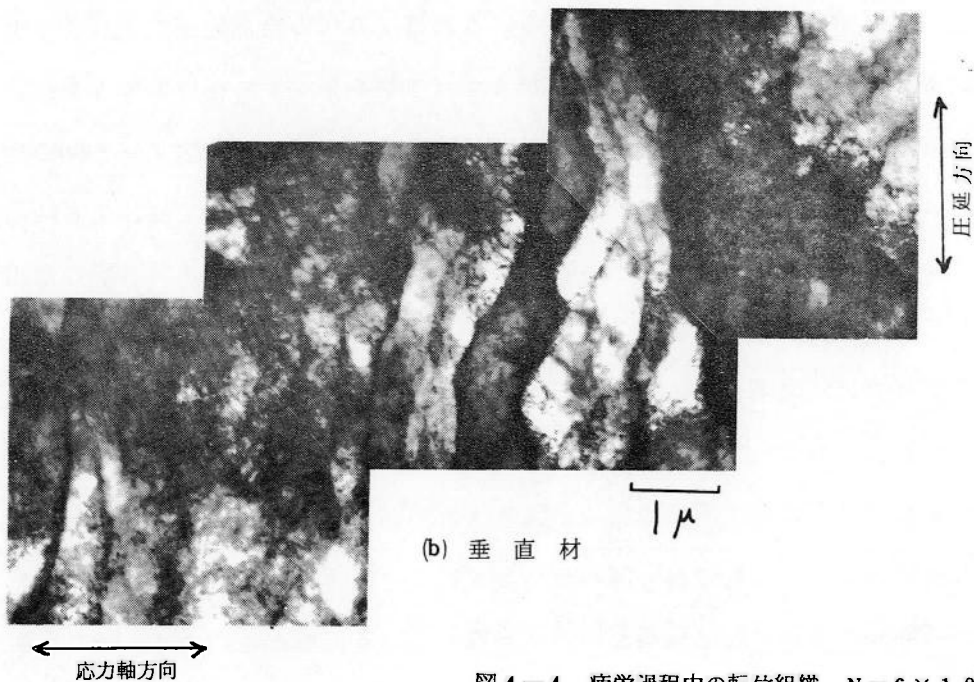
3-2 転位組織との関連性

図4-4は $N = 6 \times 10^3$ における表面層の転位組織を透過電子顕微鏡で観察したもので、試料表面にはまだすべり帯があらわれていない領域を示している。(a)は平行材の場合を示したもので、圧延加工により形成された転位組織の中に、圧延方向に対しほぼ 65° の角度で細長く帯状に再配列をした領域があらわれており、この中では $1 \sim 2 \mu$ の疲労変形特有の明確なセル組織が形成されている。一方垂直材においても図4-4(b)に示すように帯状の再配列領域が観察されるが、平行材に比べて細長いセルが形成されている。図4-5は $N = 2.5 \times 10^4$ における平行材の転位組織を示したもので、(a)では、帯状の再配列領域の中に図4-2(a)に示したものと同様な、幅 $1 \sim 2 \mu$ の細長い粗大すべり帯が発生している。また、セル境界は前章の図3-16の場合と同様、粗大すべり帯の下を通り抜けており、粗大すべり帯にはセル径とほぼ同じ間隔の凹凸がみられる。これは70%の冷間圧延加工により形成されたセル境界が強固なため、粗大すべり帯を形成する転位の動きを妨げた結果と考えられる。このことは、結晶粒界近傍を観察した図4-5(b)の結果より明らかである。すなわち、セル組織の発達した結晶粒では、より凹凸の激しい粗大すべり帯が形成されている。したがって、粗大すべり帯の形成される方向と、冷間圧延加工により伸びたセルの長軸方向とが一致している。垂直材では、図4-6に示すように粗大すべり帯には周期の長い凹凸が形成される。このような粗大すべり帯下部には、多くの場合図3-16(b)のようにたがいに交わる二種類の転位が観察されるが、図4-6(b)に示した例では一種類の直線的な転位が一様に分布している。粗大すべり帯と、圧延加工によって導入された転位組織がそのまま残っている領域との間には、(c)に示すように多くのジョグをもつ平行な転位が観察される。



(a) 平行材

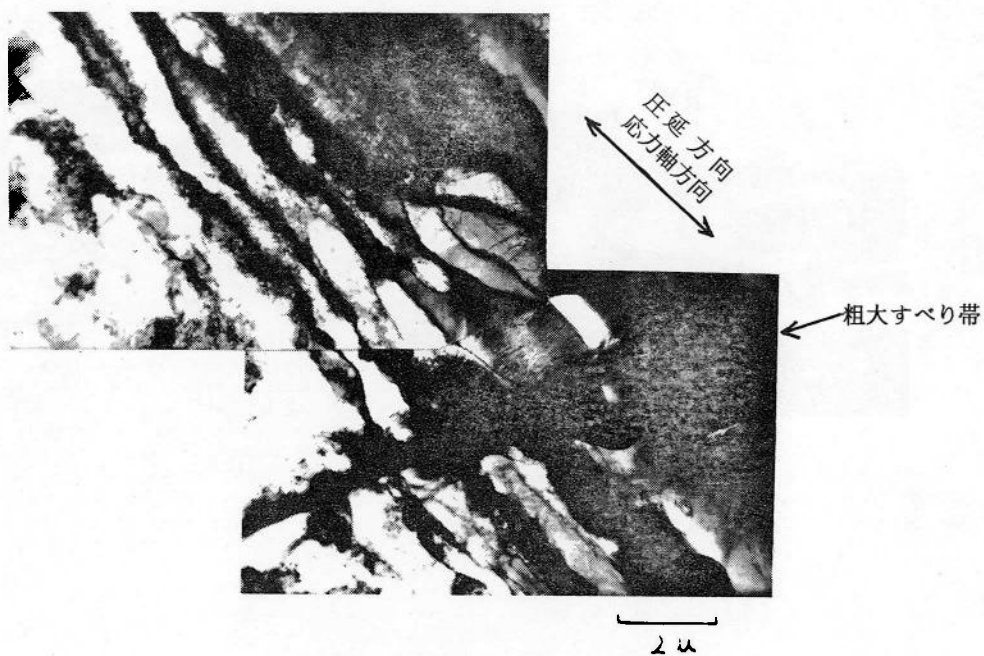
1 μ



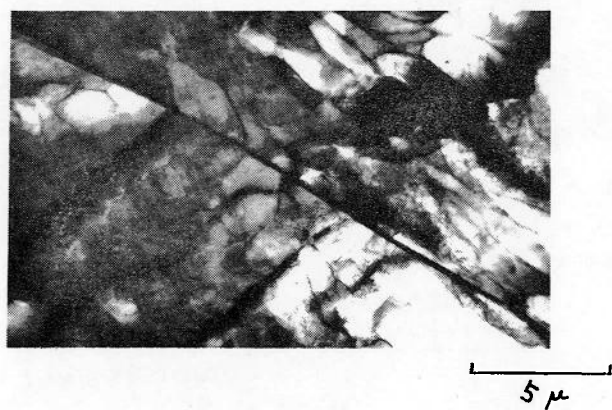
(b) 垂直材

1 μ

図 4-4 疲労過程中的転位組織 $N = 6 \times 10^3$

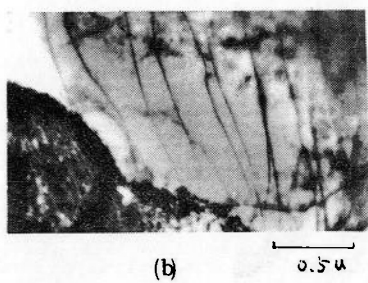
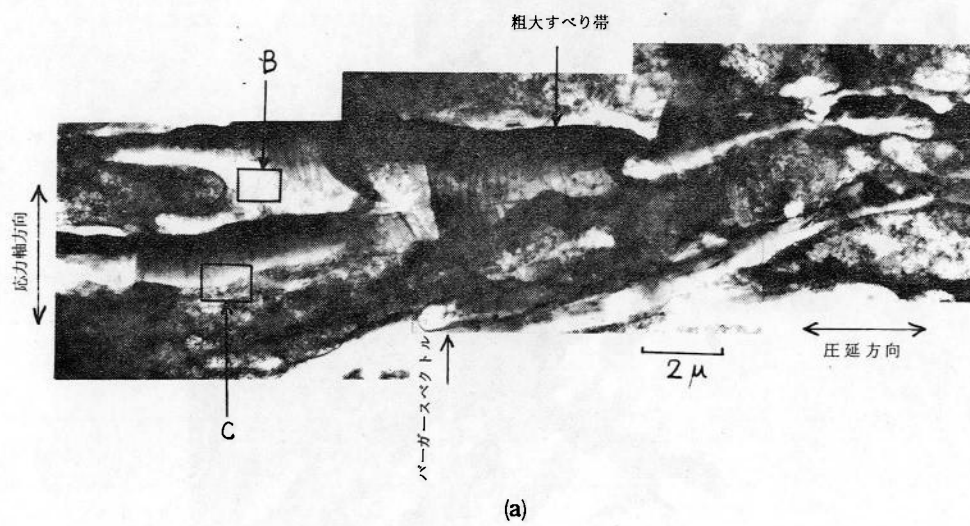


(a) 粒 内

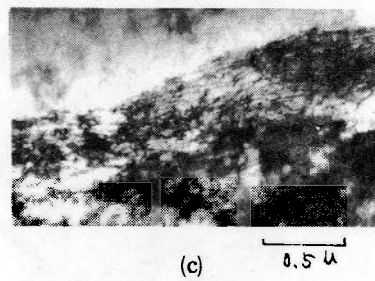


(b) 粒 界

図 4-5 平行材の疲労過程中的転位組織 $N = 2.5 \times 10^4$



(a)のB部を拡大したもの



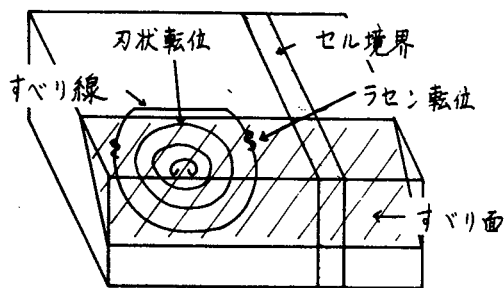
(a)のC部を拡大したもの

図4-6 垂直材の疲労過程中的転位組織

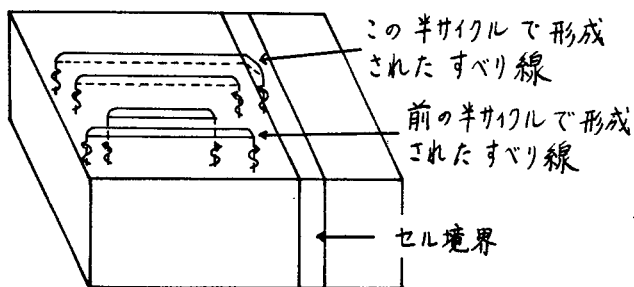
これらの転位のバーガースベクトルの方向は粗大すべり帯の突き出している方向と考えられ、しかも、純鉄単結晶を引張変形した場合の転位分布の観察例から⁴²⁾考えて、(b)はラセン転位、(c)は刃状転位であると考えられる。b.c.c.金属である純鉄の場合、刃状転位は非常に動きやすく、⁶⁷⁾たがいに tangle したものの以外は、通常の方法ではあまり観察されないが、非常に多くのジョグをもち、しかも圧延組織から相互作用を受けているためこの場合は観察にかかったものと考えられる。また、疲労初期に観察された粗大すべり帯はすべて突き出しであり、入り込みは観察されなかった。これは銅単結晶あるいは¹⁶⁾シリコン鉄ではほとんど入り込みが観察されないという結果と一致しており、⁵⁹⁾粗大すべり帯は対をなす正負の転位が表面にぬけることによって形成されることを意味するものと考えられる。この結果をまとめると、

- (1) 粗大すべり帯は材料の局所的な一方向への移動によって形成される。
- (2) 粗大すべり帯の発生前に、あらかじめ圧延組織が帯状に再配列し、その中に粗大すべり帯がすべて突出しとして形成される。
- (3) 圧延度の低い試料に発生する粗大すべり帯は比較的なだらかであるが、圧延度が高くなり内部に強固なセル組織が形成されると、これに対応した凹凸を持つようになる。
- (4) したがって、セル径が大きくなるとそれに応じて凹凸の周期も長くなる。
- (5) 粗大すべり帯下の転位はラセン転位、その近傍の転位は刃状転位と考えられる。

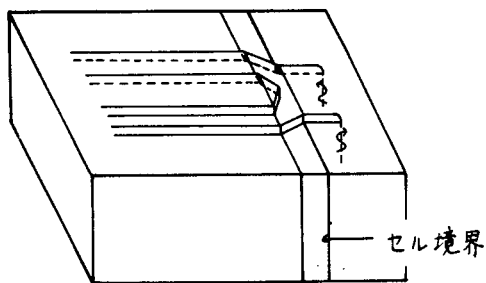
すなわち粗大すべり帯は正負の、対をなすラセン転位により形成されるものと考えられる。そこで、粗大すべり帯形成過程としては、⁶⁸⁾Mott の機構を修正した図 4-7 に示すようなものが考えられる。まず、疲労の初期では転位密度が非常に高いため、転位は動きにくく、引張、圧縮の応力の繰り返し



(a)



(b)



(c)

図 4-7 粗大すべり帯形成過程の模式図

により短距離の動きを繰り返すものと考えられる。そして、この転位の動きによる、ラセン転位の connecting cross slip による消滅、あるいは点欠陥の吸収による刃状転位の消滅が起こり、しだいに転位密度の低い明確なセル組織へと再配列していく。それにつれて転位の動く距離も徐々に長くなり、ある半サイクルで図 4-7 (a) に示すように、適当な転位源より発生した転位が、表面に抜けると、酸化膜の影響などにより、逆方向へのすべりが阻止され、続く

半サイクルでは、同じすべり系の、別のすべり面で突き出しを形成する反対符号の転位が図 4-7 (b) に示すように動くものと考えられる。このような転位の動きの繰り返しのにより粗大すべり帯が形成されていくものと考えられる。

そしてこの正負のラセン転位がセル境界を交差すべりを起こしながら通過する⁶⁹⁾場合、図4-7(c)に示すように転位間の引力によって消滅するラセン転位があると考えられる。多くのセル内でこのような現象が起こり、凹凸を持つ粗大すべり帯が形成されていくものと考えられる。

4. すべり帯き裂の観察

図4-8(a)、(b)はそれぞれ平行材および垂直材の破断直前の表面組織をレプ

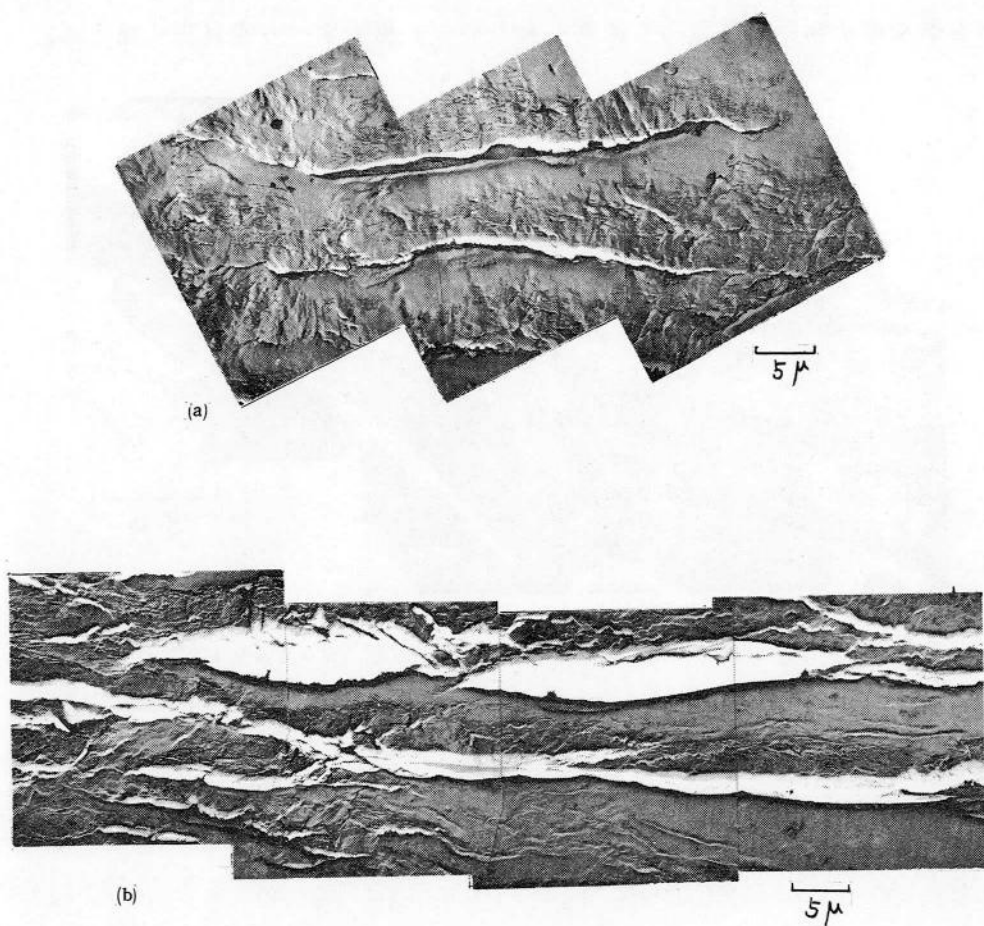


図4-8 すべり帯き裂のレプリカ電子顕微鏡写真 $N = 10^5$

リカ法電子顕微鏡で観察したもので、疲労き裂は、両方の試料ともすべり帯き裂として形成されている。そして平行材においては、粗大すべり帯の間に焼鈍材の場合に観察されるような細かいすべり帯が発生している。一般的傾向として、このような細かいすべり帯は、垂直材より平行材の方に発生しやすい。これは図4-5に示したように、平行材では粗大すべり帯を形成する転位と圧延組織との相互作用が大きいいため点欠陥の形成確率が高く、これが圧延組織を再配列させるためと考えられる。図4-9は垂直材の疲労初期のすべり帯き裂近傍を透過電子顕微鏡によって観察したもので、粗大すべり帯は黒く見える。

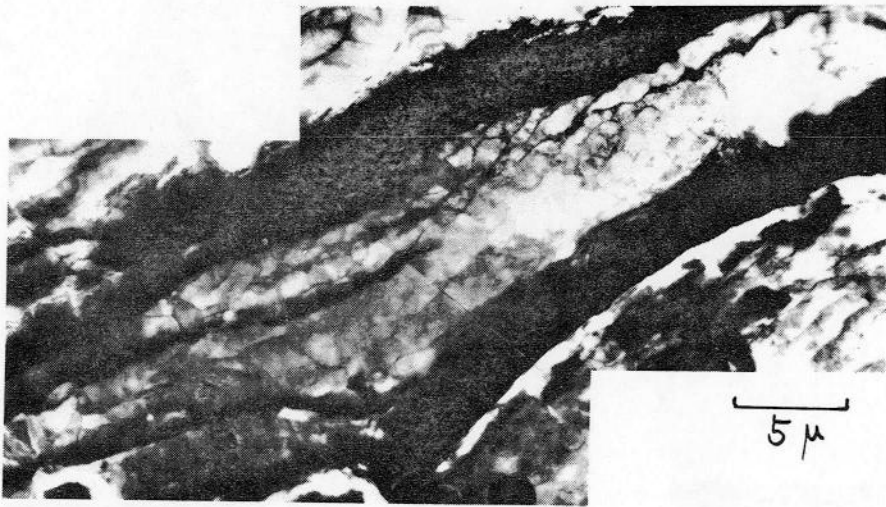
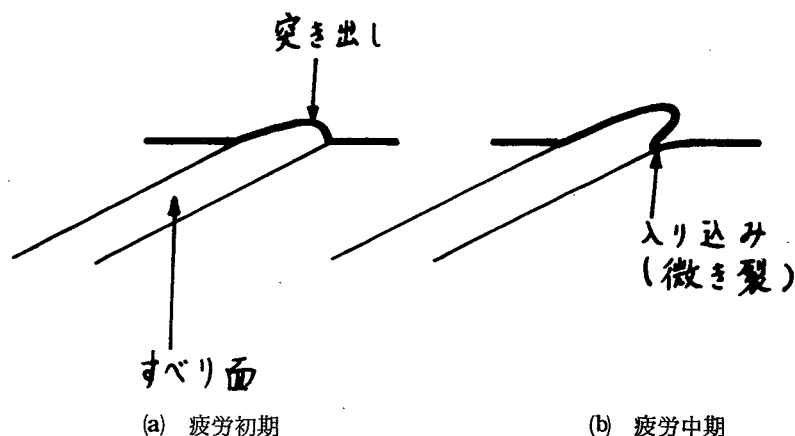


図4-9 垂直材のすべり帯き裂の透過電子顕微鏡写真 $N = 2.5 \times 10^4$

そしてこれに沿ってすべり帯き裂が白く見えている。粗大すべり帯の間には細かいすべり帯が観察され、その下部には、 $1 \sim 2 \mu$ のセルが形成されている。すなわちすべり帯き裂発生過程は、図4-10に示すようなものとなる。まず、図4-10(a)に示すように疲労変形の進行とともに粗大すべり帯が突き出し始め、突き出し量が増えるにつれて内部に原子空孔型の欠陥の濃度が増加していき、これが図4-10(b)

に示すような応力集中の高い場所にあらわれ、表面に入り込みが形成されていくものと



考えられる。

そしてこれが
疲労変形の進
行とともに深
くなり、すべ
り帶き裂とな
っていく。

図 4-10 すべり帶き裂の模式図

5. 結 論

粗大すべり帶およびこれに沿って発生するすべり帶き裂の形成機構を明らかにするため、純鉄 70% 冷間圧延材を用い、粗大すべり帶の性質ならびに粗大すべり帶の形成に対する圧延加工により形成された方向性のある転位組織の役割について研究した結果、次の事柄が明らかになった。

- (i) 疲労変形の進行とともに、試料の内部では、圧延加工により形成された転位組織の中に帶狀に再配列した領域があらわれる。この中は疲労変形特有のセル組織となっており、その後の応力繰返しにより、この領域に粗大すべり帶が材料の一方方向のみへの移動によって形成される。そして材料の移動方向は常に突き出しが形成される方向であり、入り込みは観察されなかった。
- (ii) 粗大すべり帶は内部のセル径に応じた凹凸を持っており、内部のセル境界は粗大すべり帶を形成する転位に対して大きな抵抗をもつものと考えられる。そして、試料の応力負荷方向を変え、内部組織に対する粗大すべり帶の方向を変えた場合、それに応じて粗大すべり帶の凹凸の周期も変化する。

- (Ⅱ) 粗大すべり帯内にはラセン転位が、その近傍には刃状転位が観察され、ラセン転位の動きから粗大すべり帯の形成過程が説明できる。
- (Ⅲ) 疲労変形が進むにつれ、粗大すべり帯の突き出し量が増加すると、粗大すべり帯に沿って入り込みが発生し、これが徐々に深くなり、すべり帯き裂となっている。

第 5 章 純鉄冷間圧延材の疲労挙動異方性³⁰⁾

1. 緒 言

冷間圧延加工を行なった金属材料においては、材料の特定方向への流れによって、集合組織が形成されており、これらが静的機械的性質の異方性の原因になっていることはよく知られている⁷⁰⁾。ところで、このような冷間圧延材は、疲労強度にも異方性を持っていることが知られているが、熱間圧延材⁷¹⁾あるいは冷間圧延材を低温焼鈍した試料⁷²⁾にも、疲労強度異方性が観察されることから、主として介在物の伸びの方向と疲労き裂の発生および伝ば方向との相対関係によって疲労強度異方性が説明されている。しかしながら介在物の少ない純鉄冷間圧延材⁷³⁾にもやはり疲労強度に異方性があることが報告されており、また前章に示した結果から、粗大すべり帯およびすべり帯き裂の発生挙動にも、著しい異方性が見られる。すなわち、冷間圧延材の疲労挙動異方性は圧延集合組織の形成によってかなり影響されているものと考えられる。

そこで、本章においては、91%の冷間圧延加工を行なった純鉄試料を用い、焼鈍条件を変えた試料の疲労試験を行なうことにより残留応力および介在物の方位配列の影響、疲労き裂の発生および Stage I き裂伝ば挙動、疲労過程中的塑性変形挙動の異方性ならびに疲労寿命におよぼす結晶粒径の影響を明ら

かにし、これらの各因子を比較検討することによって、純鉄冷間圧延材の疲労挙動異方性を支配する要因を明らかにしようとしている。

2. 供試材料および疲労試験方法

使用した試料は、表 5－1 に示すような化学成分を有する、厚さ 10 mm の真

表 5－1 供試材料の化学成分 (%)

C	O	N	S	Mn
< 0.003	0.047	0.0017	0.006	0.001

空溶解材である。疲労試験片作製方法を示すと、まず

950℃×2 hr の真空焼鈍を行なった後、厚さ 0.9 mm まで、91% の冷間圧延加工を行ない、この圧延板より図 5－1 に示す形状の試験片を圧延方向に平行ならびに垂直に切り出

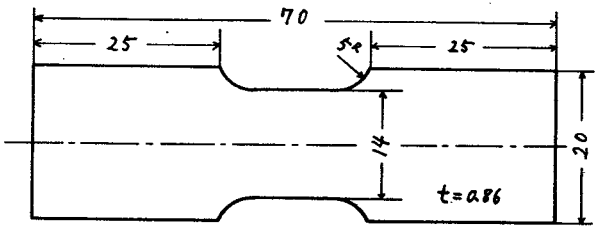


図 5－1 試験片の形状と寸法

した。これらの試験片は、圧延加工のまま、および 350℃×3 hr あるいは 800℃×2 hr の真空焼鈍を行なった後、化学研摩（研摩液 HF

5 容、H₂O₂85 容、H₂O10 容）を行ない、表面層約 20 μ を除去し、疲労試験片とした。このような試料の機械的性質および残留応力値を表 5－2 に示す。この表から明らかなように、パーライトや介在物の少ない純鉄においては、引張強度に異方性はほとんど存在しない。また圧延方向に平行な方向には残留応力はほとんどなく、垂直方向には引張の残留応力が少し残っているが、350℃の焼鈍により消滅している。なお、950℃で焼鈍を行なった時の試料の平均結晶粒径は 540 μ であった。疲労試験は島津製 UF-15 型万能疲れ試験機(1800 cycle⁵/_{min})により均一曲げ装置を用いて行なっている。

表 5-2 供試材料の機械的性質

		引張強さ(%)	残留応力(%)
圧延材	平行材	61.3	2
	垂直材	60.7	9
350°C 3時間 焼鈍材	平行材	48.9	2
	垂直材	51.8	0
		引張強さ(%)	降伏強さ(%)
800°C 2時間 焼鈍材	平行材	24.0	18.1
	垂直材	23.9	16.5

3. S-N 曲線

冷間圧延のまま、および 350°C と 800°C で焼鈍した試料の平行材と垂直材の疲労試験の結果得られた S-N 曲線を図 5-2 に示す。(a)に示すように、引張強さにほとんど異方性のない純鉄の場合でも、疲労強度は顕著な異方性を示し、低炭素鋼の結果と同様平行材の疲労強度の方が垂直材より高い。この異方性は、図 5-2 (b)に示すように、350°C で焼鈍を行なって、残留応力を解放した試料においても、時間強度には依然として残っている。しかし垂直材の疲労強度は少し、上昇しており、一般に言われているように、冷間圧延状態で存在する、引張の残留応力は、垂直材の疲労限度を下けているものと考えられる。一方、圧延組織は完全に再結晶していると考えられるような温度、800°C で焼鈍した試料では、全領域にわたりほとんど疲労挙動に異方性は見られず、介在物の方位配列の影響はほとんど存在しない。図 5-3 (a)(b)(c)は、熱処理を行なった試料の疲労過程中的表面のすべり帯を観察したものである。(a)の冷間圧延材のす

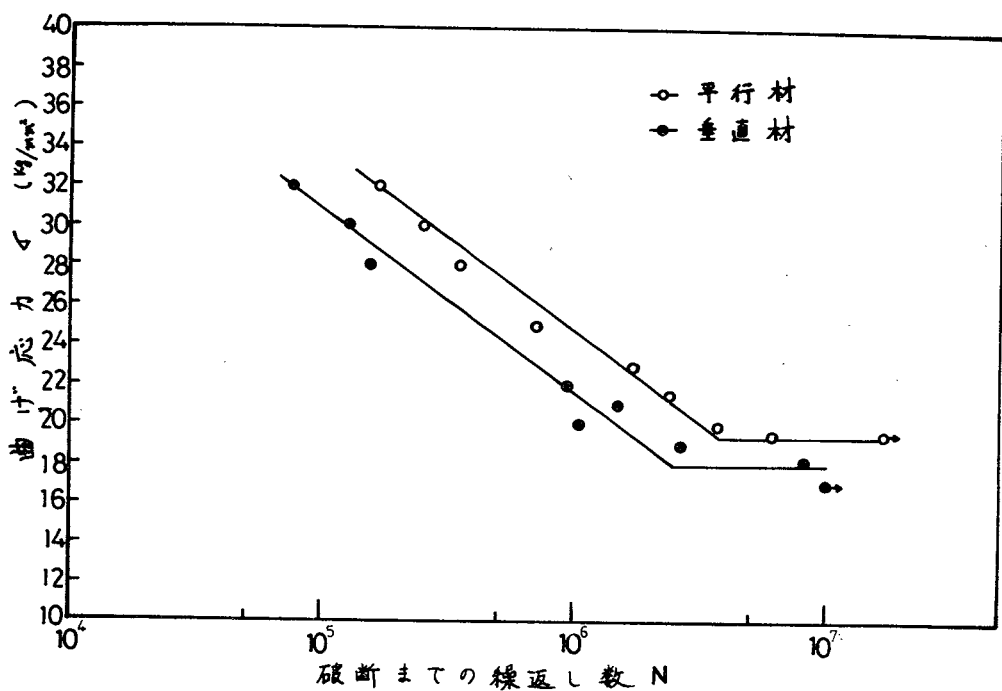


図5-2(a) 冷間圧延材のS-N曲線

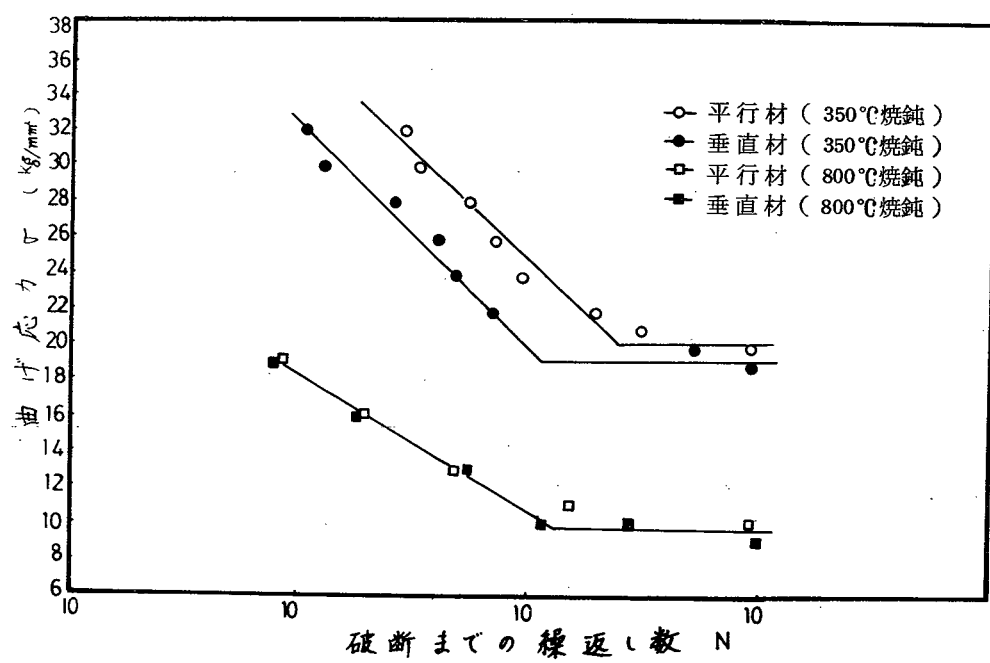
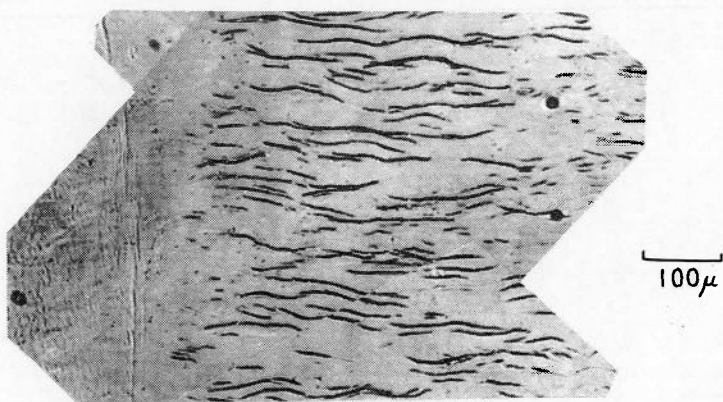
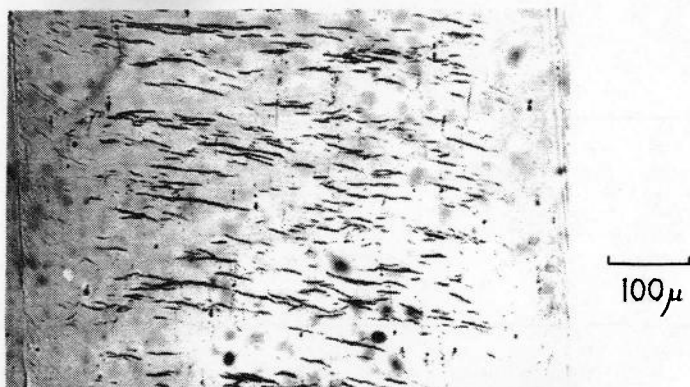


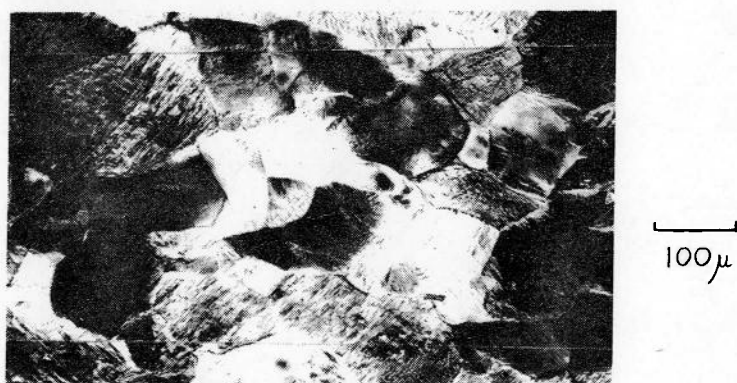
図5-2(b) 350°Cおよび800°C焼鈍材のS-N曲線



(a) 冷間圧延材 $\sigma = 29 \text{ Kg/mm}^2$ $N = 10^3$



(b) 350 °C 焼鈍材 $\sigma = 29 \text{ Kg/mm}^2$ $N = 5 \times 10^3$



(c) 800 °C 焼鈍材 $\sigma = 13 \text{ Kg/mm}^2$ $N = 5 \times 10^5$

図 5-3 熱処理による平行材のすべり帯の変化

べり帯と(b) 350°C 焼鈍材のすべり帯はまったく同じであり、350°Cでの焼鈍では残留応力だけが解放されたこと、および(c)の800°Cで焼鈍された試験片のすべり帯は、一般に観察される焼鈍材のすべり帯とほぼ同じであることより、800°Cでの焼鈍で試料が完全に再結晶したことが明らかである。

以上の結果から、純鉄のような介在物の少ない、比較的やわらかい材料の冷間圧延材の疲労強度異方性は、介在物の方位配列や、残留応力の影響は少なく、主として圧延加工による材料の組織変化によることが明らかとなった。

4. 平滑試験片の疲労寿命について

強度の冷間圧延加工を受けた試料では、疲労き裂は、第4章で示したように、表面で粗大すべり帯に沿ったすべり帯き裂として発生し、疲労寿命はこのよう

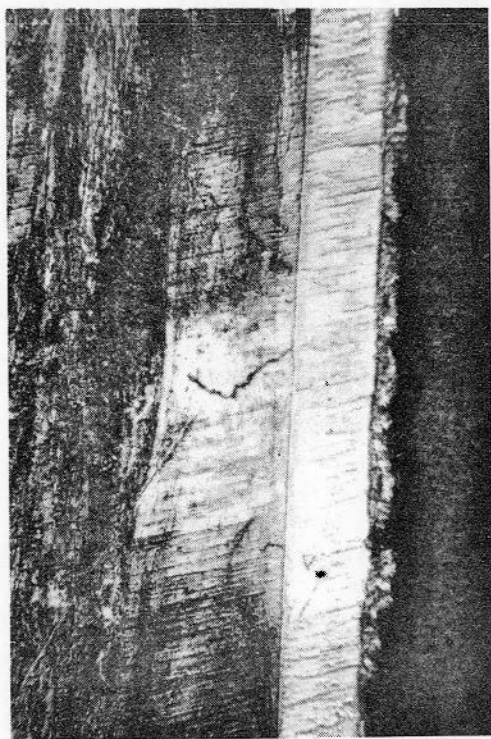


図5-4 Stage I き裂の伝ば挙動

100 μ

なき裂の発生および伝ばによって決定される。このような疲労き裂は、試験片の断面から観察すると図5-4に示すように2段階の伝ば過程をとり試験片内部へ進行して行くことがわかる。すなわち第1段階ではすべり面に沿って進行し、第2段階では応力軸に対し垂直に進んでいる。これらはそれぞれ Stage I き裂および Stage II き裂と呼ばれて⁷⁴⁾いる。図5-5は Stage I き裂と Stage II き裂との関係を図示したものでA点で粗大す

べり帯に沿って発生した Stage I き裂は微視的には、すべり帯に沿って伝ば

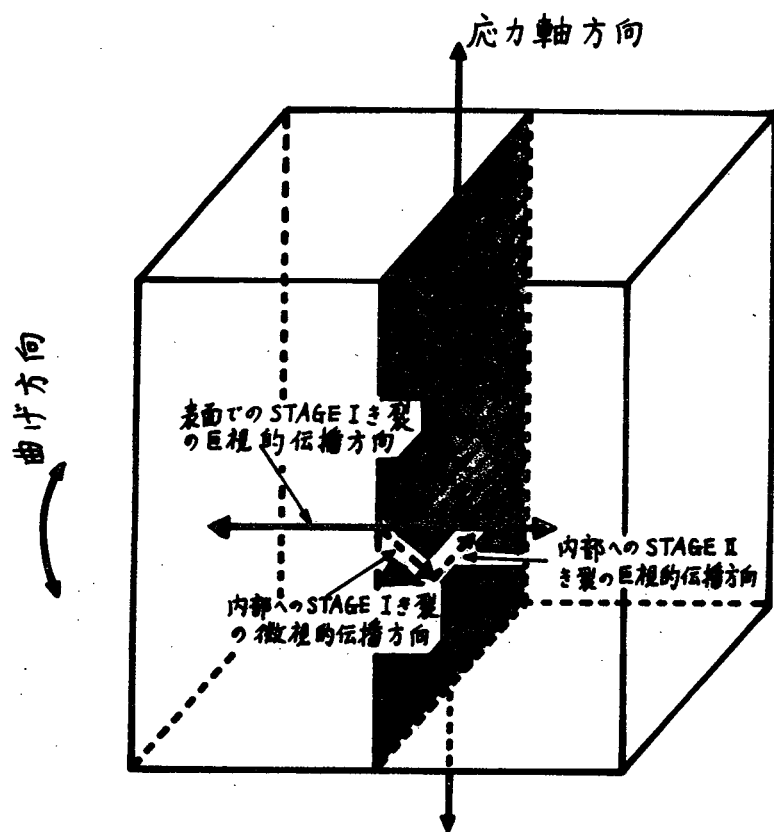


図 5-5 巨視的なき裂伝ば方向と応力軸との関係

して行くが、
表面では巨視的に応力軸に対し直角に伝ばして行く。

75)
Laird らは銅の焼鈍材および冷間加工材の平滑試験片について、

Stage II き裂の伝ば過程が、全疲労寿命に対して占める割合を求

め図 5-6 の結果を得ている。これによると、疲労寿命が $10^3 \sim 10^4$ cycles 以下の低サイクル疲労の場合を除き、試料の前処理状態に関係なく、Stage II き裂伝ば過程が全疲労寿命に対して占める割合は、非常に小さく無視することができる。すなわち、本実験で用いたような薄板平滑試験片では、疲労寿命は Stage I き裂の発生および伝ばによって決定され则认为られる。

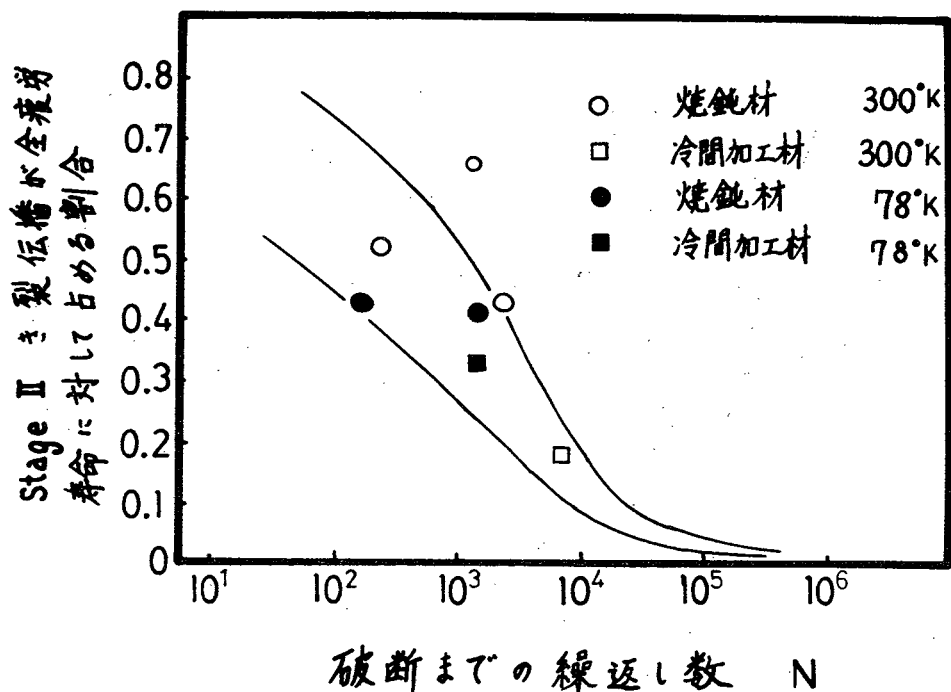
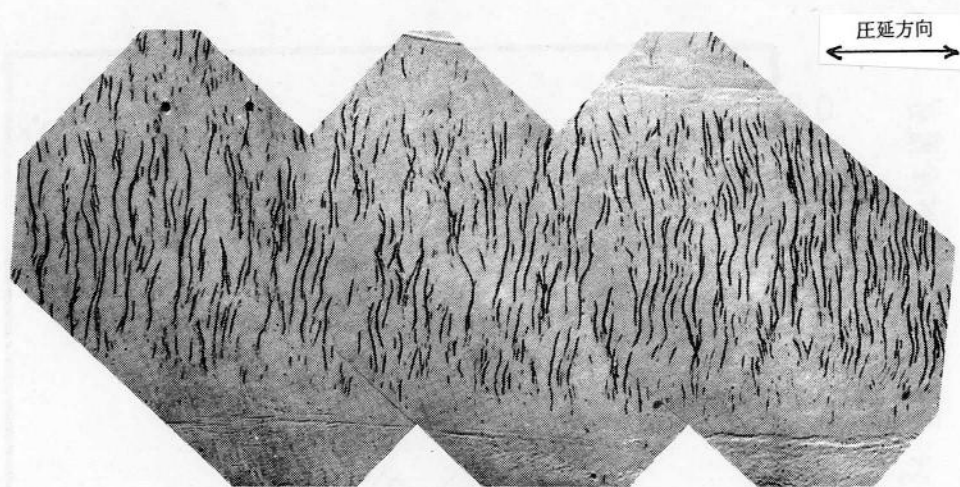


図5-6 Stage IIき裂の伝ばが全疲労寿命に対して占める割合

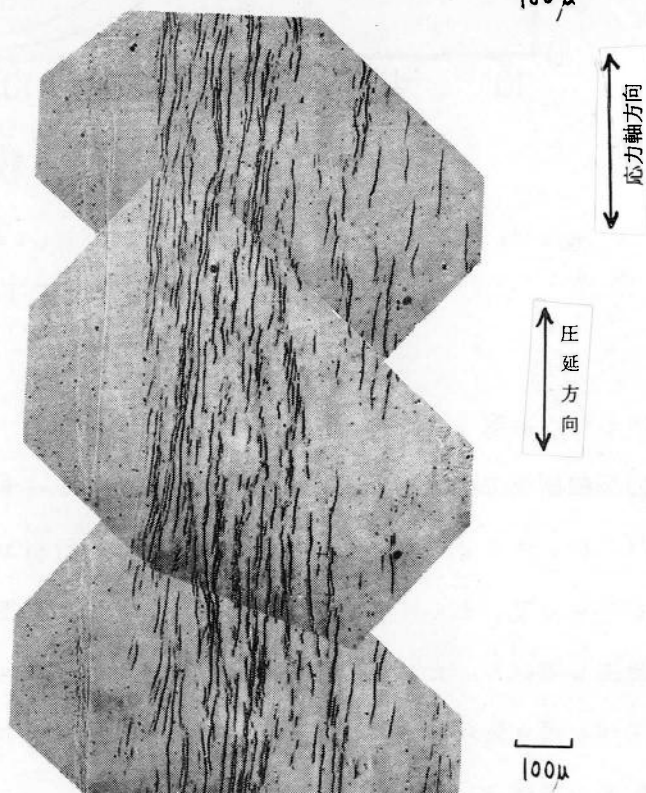
(C. Laird and C.F. Feltner;
Trans. AIME, 239 (1967), 1074.)

5. すべり帯の観察

高応力振幅領域で発生したすべり帯を図5-7、5-8に示す。図5-7(a)、(b)はそれぞれ、 $\sigma = 29 \text{ Kg/mm}^2$ 、 $N = 10^3$ における平行材および垂直材のすべり帯を示したもので、ともに冷間圧延材特有の粗大すべり帯が応力軸に対しほぼ直角に発生している。そして疲労変形が進むにつれ、これらの粗大すべり帯に沿ってすべり帯き裂が発生し、図5-8に示すようにこのき裂が隣接する結晶粒内へ伝ばして行き、破断に至る。



(a) 平行材



(b) 垂直材

図5-7 高応力振幅領域での粗大すべり帯
 $\sigma = 29 \text{ Kg/mm}^2$, $N = 10^3$

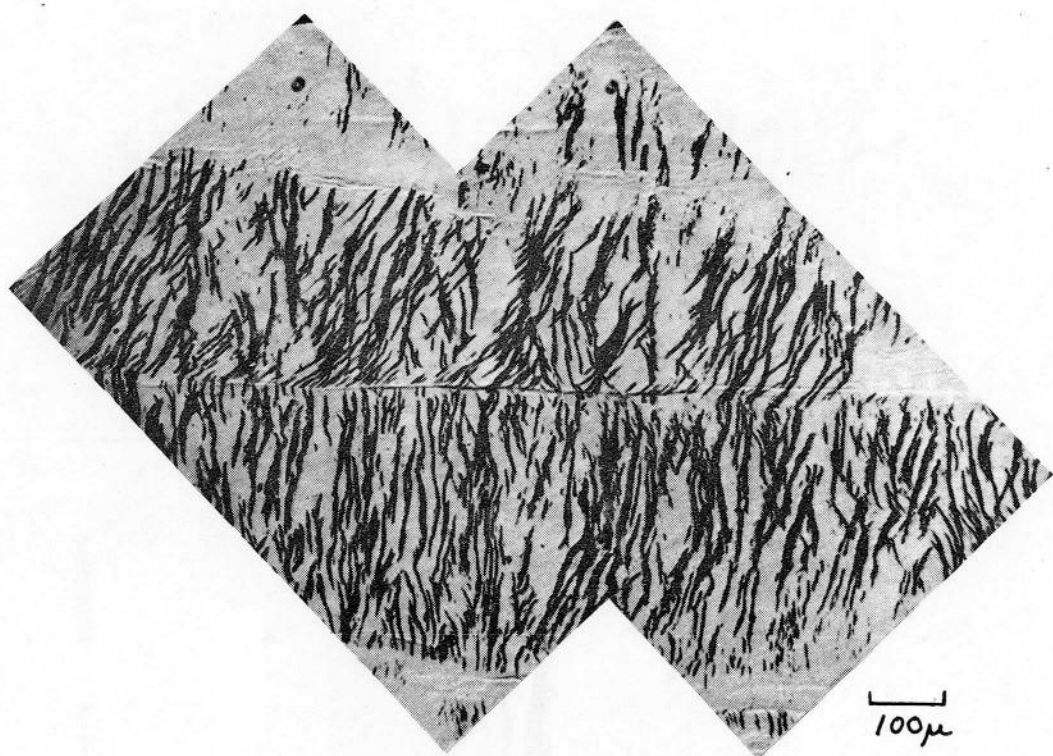
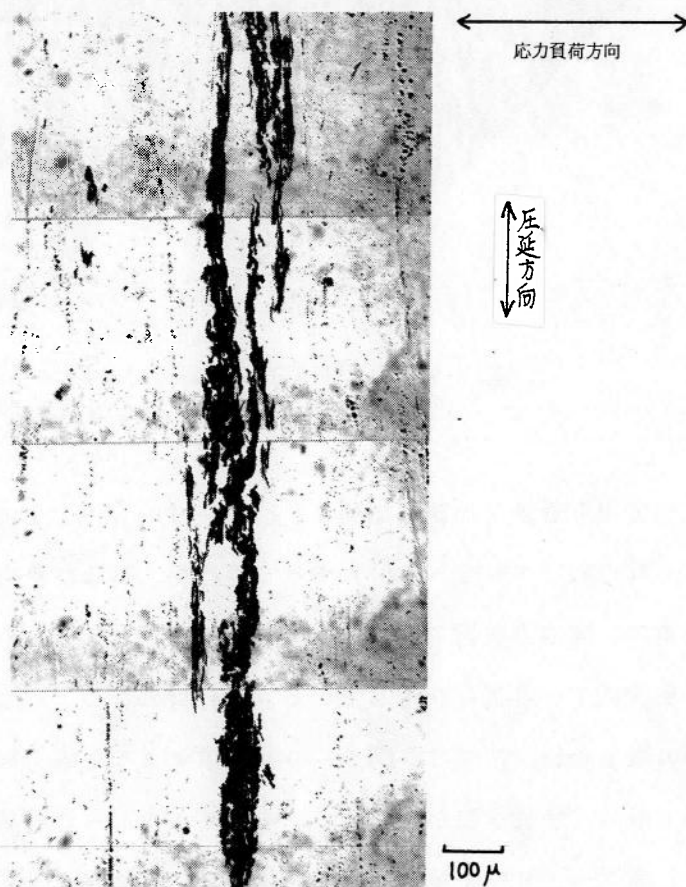


図5-8 高応力振幅領域での平行材のすべり帯き裂
 $\sigma = 29 \text{ Kg/mm}^2, N = 10^4$

次に疲労限度近傍での観察結果を、図5-9～5-11に示す。図5-9(a)、(b)はそれぞれ、 $N = 2 \times 10^6$ における平行材、および垂直材のすべり帯を示したもので、高応力振幅で疲労した場合観察されたような粗大すべり帯は現われず、島状のすべり帯が発生している。平行材のこのような島状のすべり帯は、変形の激しい結晶粒では、図5-9(a)に示すように応力軸に対し直角に並び、これに沿って疲労き裂が発生する。そしてこのような結晶粒内から発生したき裂が、図5-10(a)に示すように隣接する結晶粒内へと伝ばして行く。また、変形しにくい結晶粒では図5-10(b)に示すように島状のすべり帯が、点在して発生するのが見られた。一方垂直材においては、疲労初期に、高応力振幅領

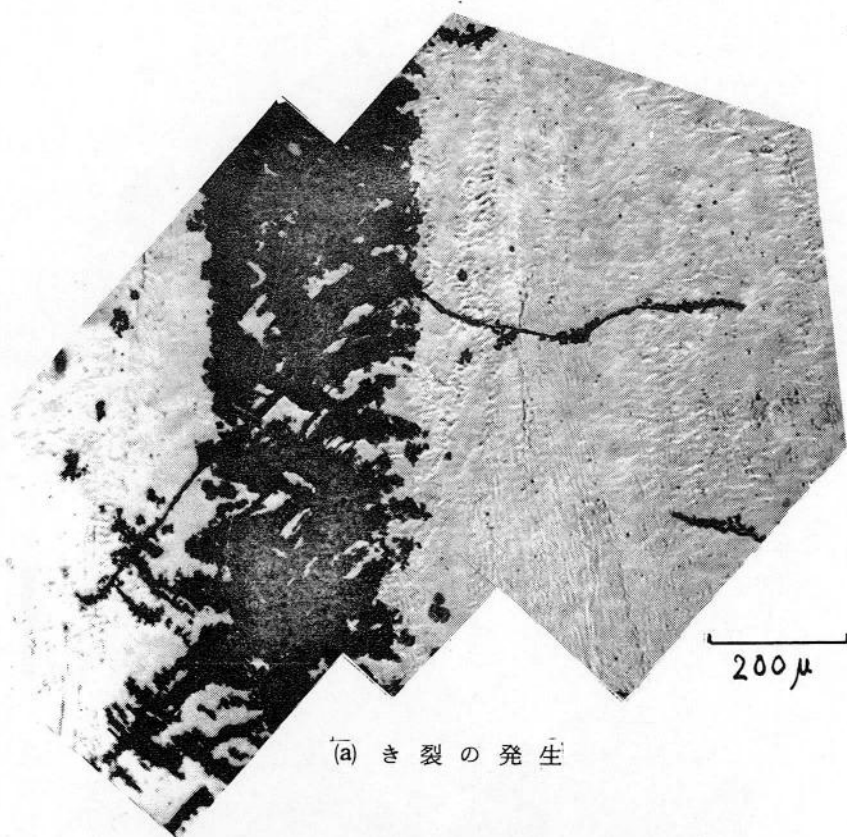


(a) 平行材 $\sigma = 19.5 \text{ Kg/mm}^2$, $N = 2 \times 10^6$

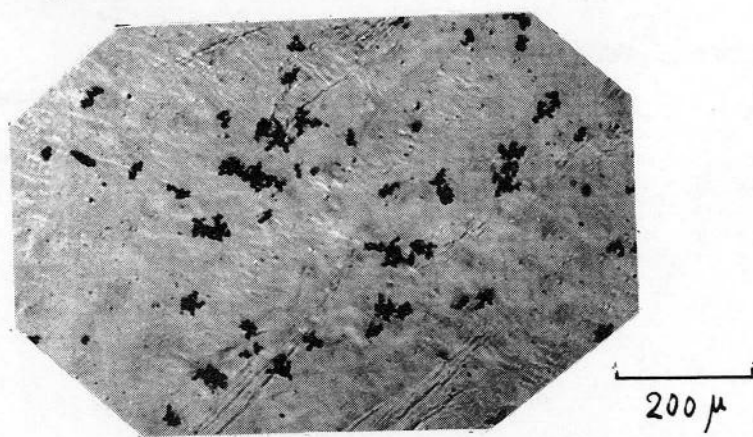


(b) 垂直材 $\sigma = 19.0 \text{ Kg/mm}^2$, $N = 2 \times 10^6$

図 5-9 低応力振幅領域でのすべり帯

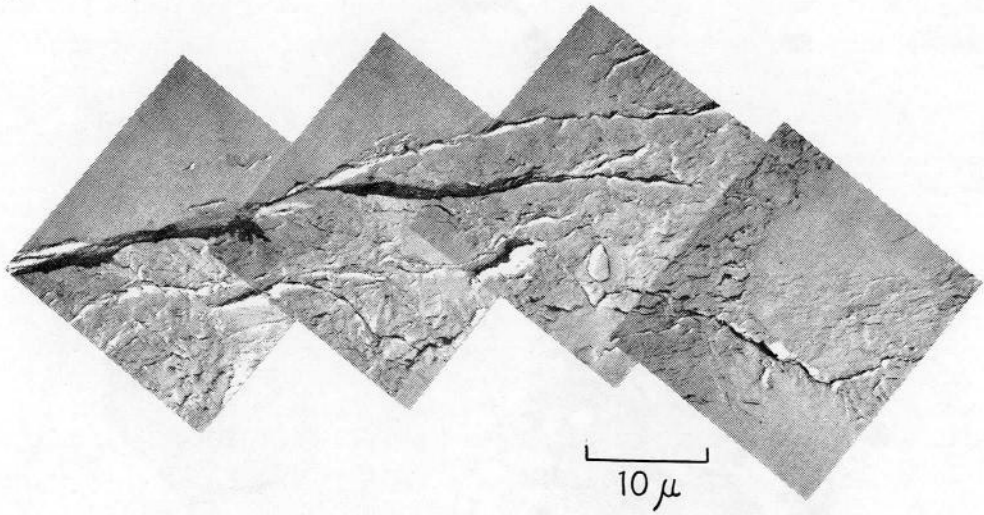


(a) き裂の発生

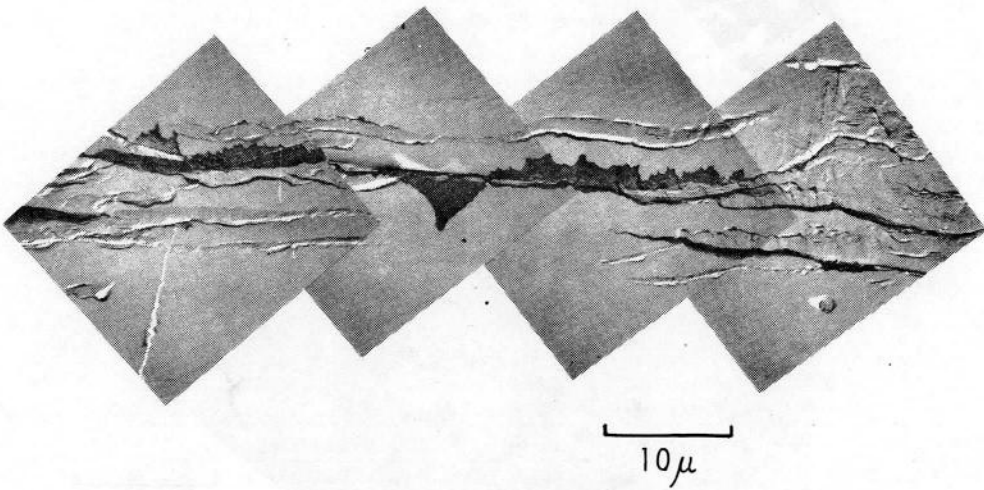


(b) 島状のすべり帯

図5-10 平行材の低応力振幅領域でのすべり帯
 $\sigma = 21.5 \text{ Kg/mm}^2$ $N = 2.0 \times 10^6$



(a) 平行材 $\sigma = 19.5 \text{ Kg/mm}^2, N = 2 \times 10^6$



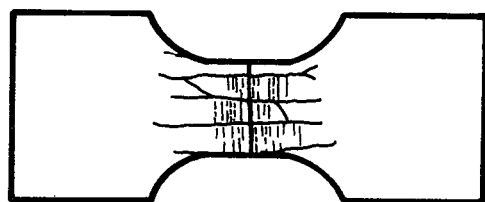
(b) 垂直材 $\sigma = 19.5 \text{ Kg/mm}^2, N = 2 \times 10^6$

図5-11 低応力振幅領域での島状すべり帯のレプリカ電子顕微鏡観察

域で観察されるような粗大すべり帯が現われ、疲労変形が進むにつれ、図 5—9 (b) に示すように粗大すべり帯の幅が広くなり、平行材と似た組織となってくる。図 5—11 はこれらの島状のすべり帯をレプリカ法電子顕微鏡により観察したもので、(a) に示す平行材では、島状のすべり帯は、焼鈍材を疲労変形した場合とほぼ同じ組織となっており、疲労過程中に回復を起こしたものと考えられる。またき裂も、焼鈍材で観察されたように、副結晶粒界に沿って発生している。一方垂直材では、図 5—11 (b) に示すように、島状のすべり帯の間に、すべり帯き裂も発生しているのが観察される。このように垂直材では、回復が起こりにくく、粗大すべり帯が出やすいのは、第 4 章で示したように垂直材の場合、粗大すべり帯の方向と、圧延加工によって形成された転位組織の伸びた方向とが一致しているため、粗大すべり帯を形成する転位と、圧延加工によって形成された転位との相互作用が少なく、粗大すべり帯形成がたやすいためと考えられる。また、同様の理由により、点欠陥濃度も低く回復も起こりにくいものと考えられる。このように疲労き裂は、高応力振幅領域では、粗大すべり帯に沿ってすべり帯き裂として発生し、疲労限度近傍では、回復を起こし、焼鈍材の場合とほぼ同様な疲労き裂発生挙動を示す。従って、第 3 章で観察された 2 種類の疲労き裂発生挙動は、応力振幅に依存することが明らかとなった。以上の結果を図示したのが図 5—12、5—13 である。

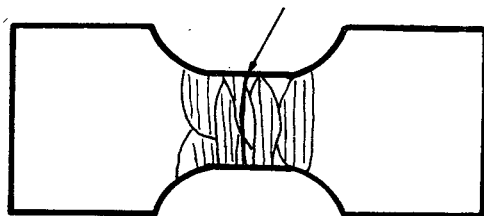
図 5—12 は、高応力振幅領域での平行材および垂直材の粗大すべり帯の発生状態を示したもので、ともに応力軸に対し直角に現われている。すべり帯き裂は、この粗大すべり帯に沿って形成されるため、図 5—5 に示した巨視的な

Stage I き裂の伝ば方向と結晶粒の伸びた方向とが一致している垂直材の疲労寿命が短くなったものと考えられる。図 5—13 は、疲労限度近傍でのすべり帯発生状態を図示したもので、回復を起こした領域に発生した島状の



平行材

き裂

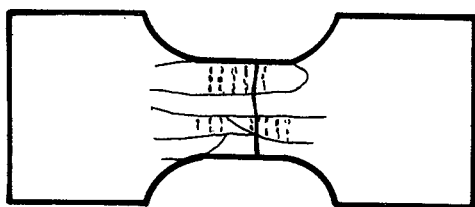


垂直材

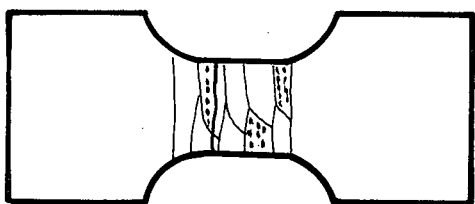
図5-12 高応力振幅領域の表面組織の模式図

すべり帯内では、平行材、垂直材ともに同じような機構で疲労き裂が形成されていること、さらに、垂直材では、すべり帯を形成する転位に対する抵抗が小さいため、すべり帯き裂も発生しやすいことから、やはり

Stage I き裂の巨視的な伝ば方向と、結晶粒の伸びた方向とが一致した垂直材の疲労限度が低下したものと考えられる。



平行材



垂直材

図5-13 低応力振幅領域の表面組織の模式図

6. 疲労挙動異方性を支配する要因についての検討

6-1 供試材料および疲労試験片作製法

用いた試料は表 5-3 に示す化学成分を有する厚さ 7 mm の純鉄真空溶解材

表 5-3 供試材料の化学成分 (%)

C	S	N	O
0.003	0.006	0.0025	0.0064

である。異なった結晶粒径の

試験を得るため 800℃×3 hr

(試料 A)、900℃×3 hr (試

料 B)、950℃×3 hr (試料 C)

および 950℃×20 hr (試料 D) の各条件で真空焼鈍を行なった後、各試料を厚さ 0.9 mm まで 87 % の冷間圧延加工を行なった。たわみ振幅の影響を求める実験では、試料 C の圧延板から圧延方向に 対し、0°(平行)、25°、45°、65°、 および 90° (垂直) 方向に図 5-1 に示す形状の試験片を切り出し、化学研摩したものを疲労試験片とし、結晶粒径の影響を求める実験では、試料 A、B、C および D の圧延板より、図 5-1 に示す形状の試験片を、圧延方向に平行に切り出し、化学研摩したものを疲労試験片としている。この時の各試料の引張強さを表 5-4、5-5 に示す。試料の平均結晶粒径は、圧延後の試料について、圧延方向に対し 90° 方向の値の平均値を求めている。

表 5-4 供試材料の引張強さ

	引張強さ (kg/mm ²)
A	67.3
B	65.9
C	64.5
D	64.3

表 5-5 試料 C の引張強さの異方性

	引張強さ (kg/mm ²)
平行材	64.4
25° 材	62.4
45° 材	60.0
65° 材	63.4
90° 材	65.7

疲労試験は島津製 UF-15 型万能疲れ試験機で、均一曲げ装置を用いて行なっている。

6-2 たわみ振幅の影響

第 5 節では、表面に発生するすべり帯観察の結果から、疲労挙動の異方性に関する定性的な考察を行なったが、図 5-14 に示すように、力学的挙動

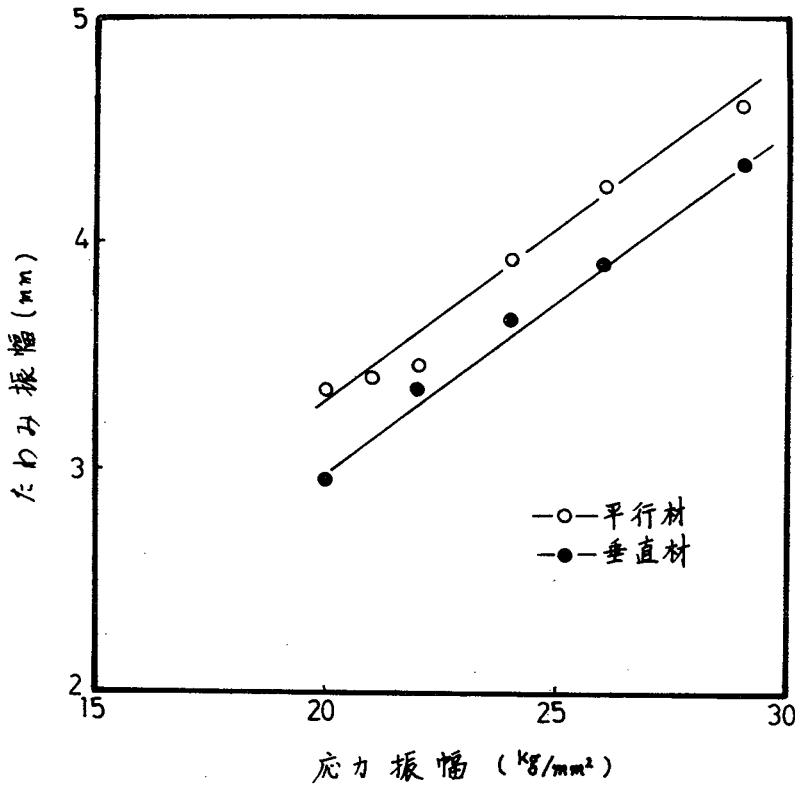


図 5-14 疲労過程中的応力振幅とたわみ振幅との関係

にも異方性
が存在して
いるので定
量的な検討
が必要と考
えられる。
図 5-14
は、図 5-
2 (a) を求め
た時に得ら
れた疲労過
程中の応力
振幅とたわ
み振幅との
関係を示し
たもので、疲労寿命の短い垂直材のたわみ振幅の方が、平行材のたわみ振幅よりも小さくなっている。この場合の、平行材の応力振幅 (σ) とたわみ振幅 (δ) との間の関係は次式で与えられる。

$$\delta = 0.152\sigma + 0.26 \quad (5-1)$$

図 5-15 は、応力振幅 $\sigma = 30 \text{ Kg/mm}^2$ の場合について試験片切り出し方向

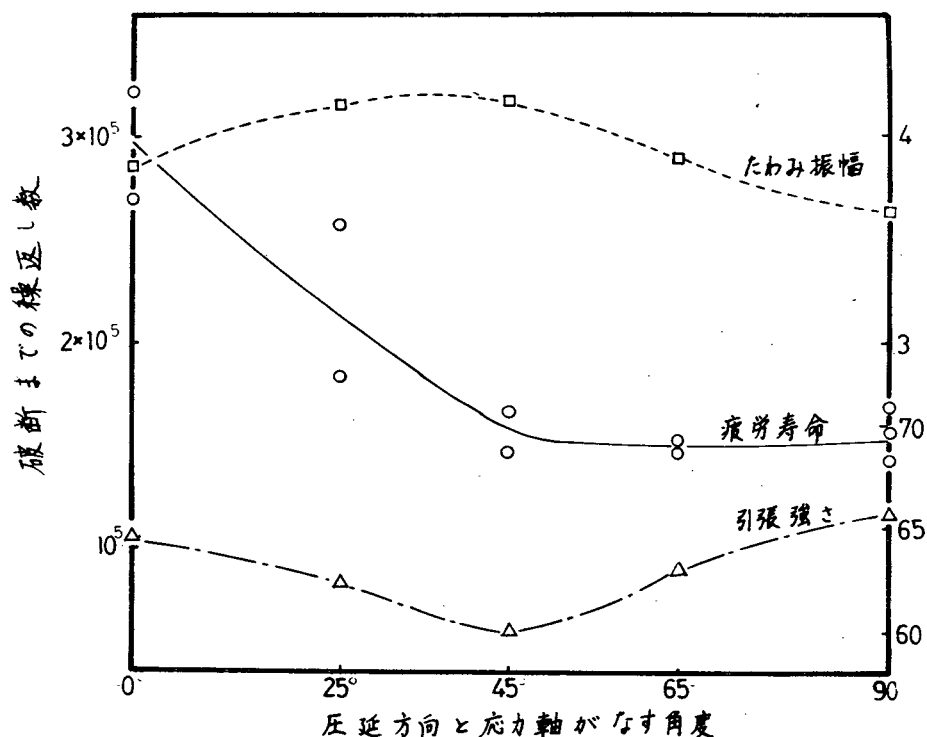


図 5-15 疲労挙動異方性 ($\sigma = 30 \text{ Kg/mm}^2$)

に対する疲労寿命、たわみ振幅および引張強さを示している。これによると引張強さとたわみ振幅とは非常によく対応している。しかしながらこれらと疲労寿命との間には全く対応が見られず、このことは、引張強さが高く、変形しにくい材料の疲労寿命が必ずしも長くないことを示している。

図 5-16 は、平行材を基準にした場合のたわみ振幅より予測される疲労寿命を示したもので、垂直材の場合、材料自体の強さより疲労寿命がはるかに短くなっていることが明らかである。

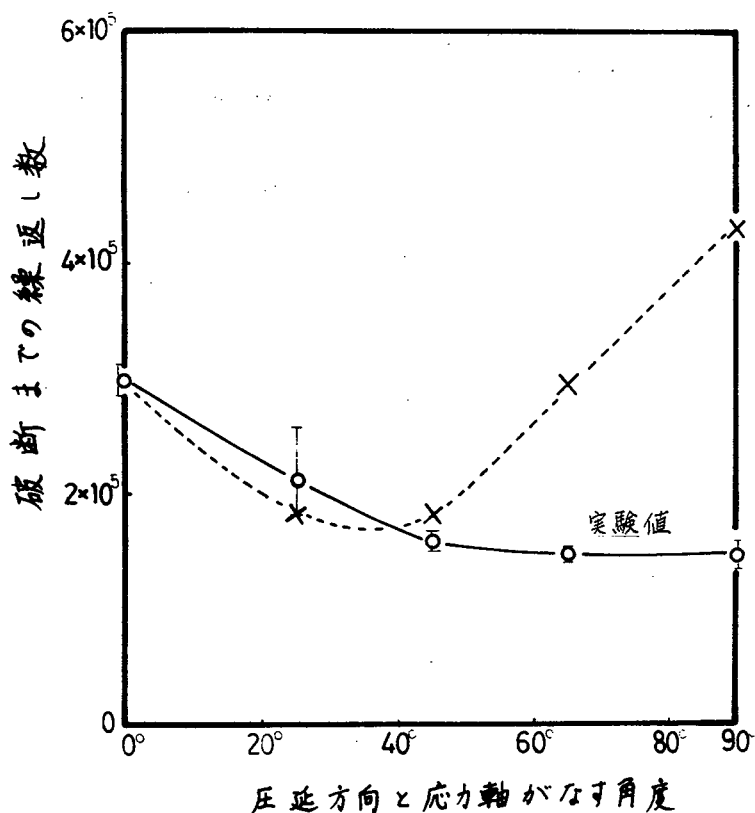


図 5-1-6 たわみ振幅より予測される疲労寿命異方性

6-3 結晶粒径の影響

図 5-1-6 に示した結果から、垂直材の場合、第 5 節で考察したように、結晶粒の伸びた方向すなわち Stage I き裂の長さによる影響が非常に大きいものと考えられる。そこで Stage I き裂の長さと疲労寿命との関係を求めため、試料 A～D を用い疲労寿命におよぼす結晶粒径の影響を求めた。

図 5-1-7 はその結果で、冷間圧延材においても、焼鈍材の場合と同様、疲労寿命は著しい結晶粒径依存性を示している。しかし、結晶粒径の大きい試料では変形抵抗も小さくなり、図 5-1-7 には Stage I き裂の長さおよび形成速度の両方の効果が含まれているものと考えられる。そこで式 (5-1)

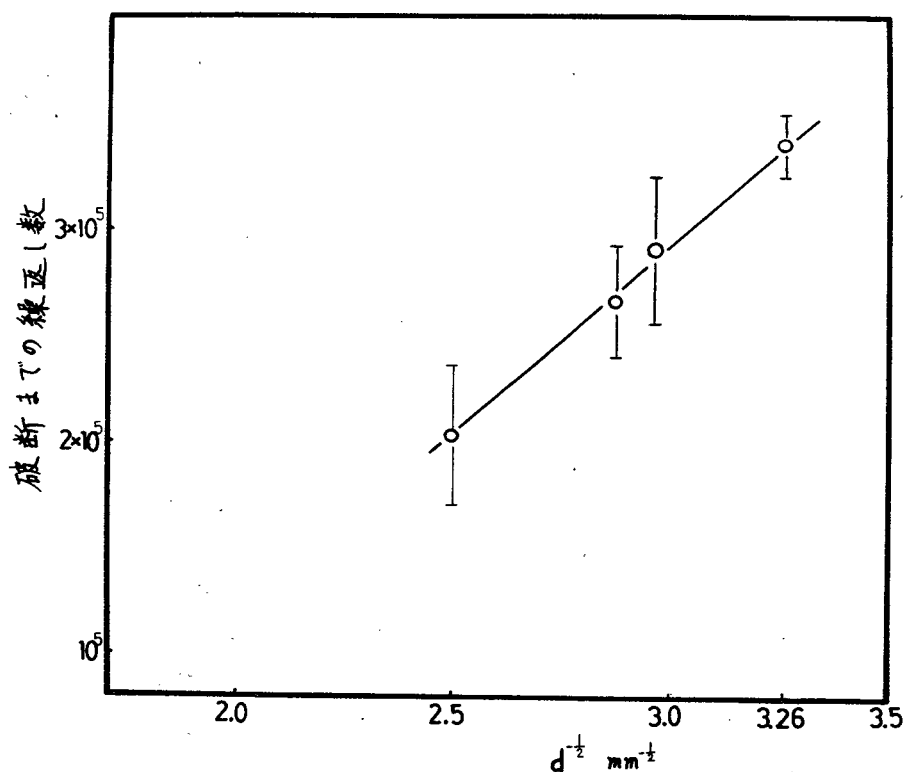


図 5-17 疲労寿命の結晶粒径依存性 ($\sigma = 30 \text{ Kg/mm}^2$)

を用いて、たわみ振幅の大きさを試料 C にそろえると、図 5-18 に示すような結果となり、結晶粒径 (d) と疲労寿命 (N) との関係は次式となる。

$$N = 0.94 \times \bar{d}^{-1/2} \quad (5-2)$$

圧延方向に対して、試験片切り出し方向を変えることは、有効な Stage I き裂の長さを変えることに相当すると考えられる。そこで式 (5-2) を用いて疲労寿命の異方性を有効な Stage I き裂の長さから検討した結果を図 5-19 に示す。この結果より、垂直材の疲労寿命は、有効な Stage I き裂の長さより推測される疲労寿命より長くなっていることが明らかである。そこでこの結果に式 (5-1) を用いて、たわみ振幅の影響すなわち Stage I

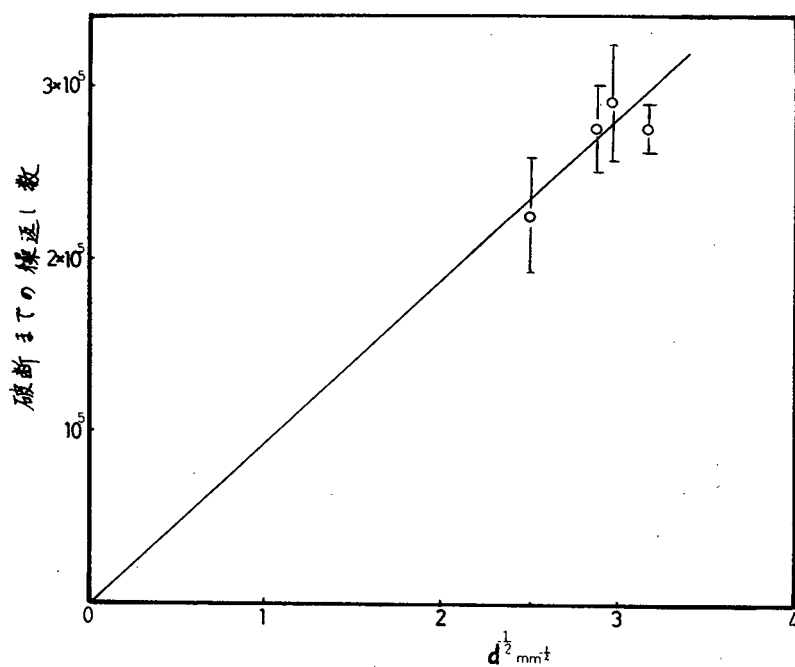


図 5-18 たわみ振幅一定 (3.9 mm) の場合の疲労寿命の結晶粒径依存性

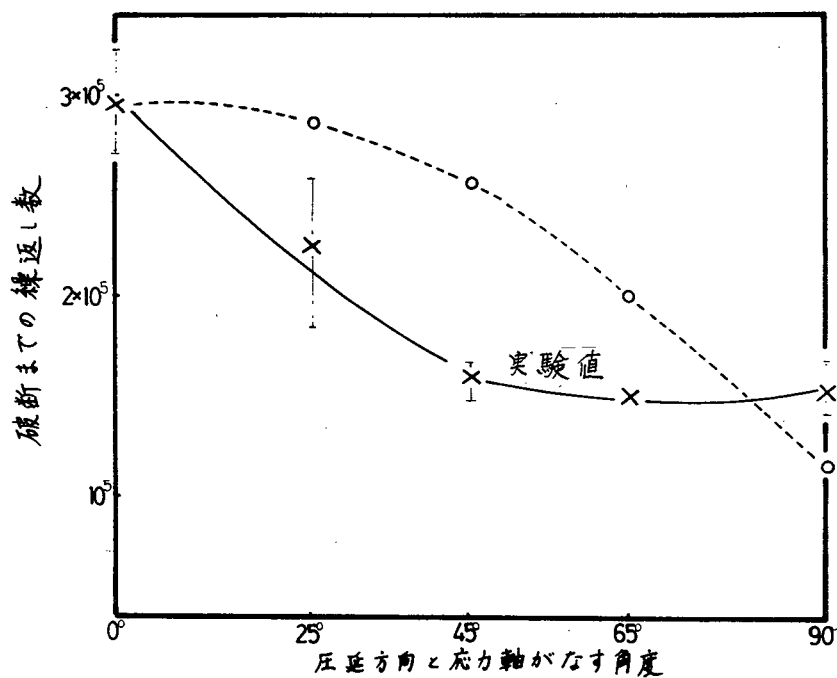


図 5-19 すべり帯き裂の長さを考慮した場合の疲労寿命異方性 ($\sigma = 3.0 \text{ Kg/mm}^2$)

き裂の形成速度の効果を入れると図 5-20 に示すものとなる。図 5-20

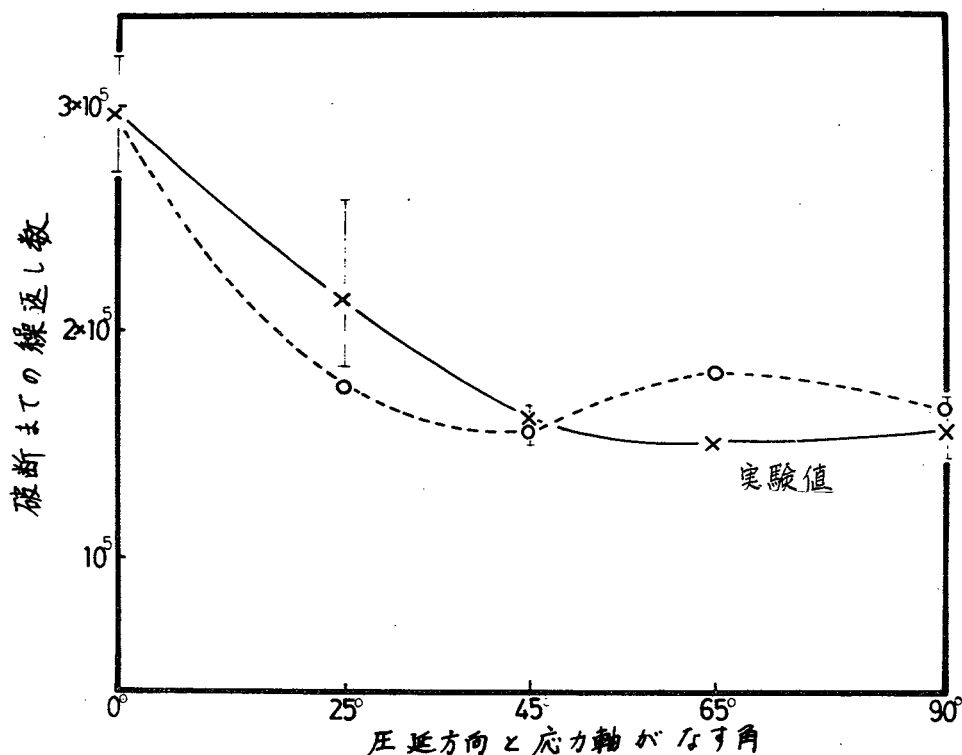


図 5-20 たわみ振幅の影響とすべり帯のき裂の長さを考慮した場合の疲労寿命の異方性 ($\sigma = 30 \text{ Kg/mm}^2$)

では、45°材および垂直材の疲労寿命が推定値と、誤差範囲できわめてよく一致しているが、25°材および65°材では、実験値と推定値とは明らかに有意差があり、推定値より25°材は長く、65°材では短くなっている。これは、すべての試験片で Stage I き裂は応力軸に対して直角に形成されると仮定したことによる。そこで表面に現われたすべり帯き裂を観察すると、図 5-21 に示すように、実験値と推定値とがよく合う平行材、垂直材および45°材はほぼ応力軸に対し直角にすべり帯き裂が発生している。しかし25°材では最大の傾角は50°で、き裂の巨視的な伝ば方向と一致しておらず疲労

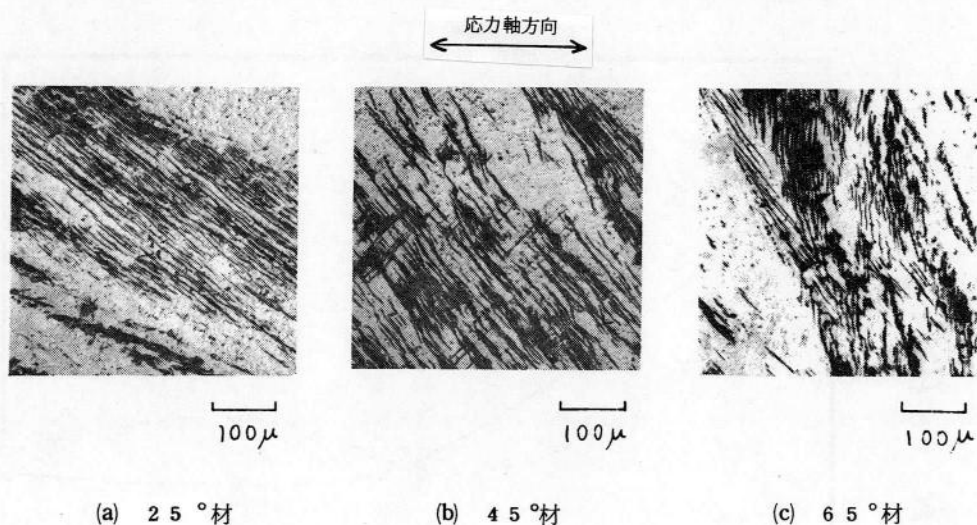


図 5-21 疲労過程中的すべり帯き裂 $\sigma = 30 \text{ Kg/mm}^2$ $N = 10^5$

寿命が長くなったものと考えられる。また 65°材では、Stage I き裂は応力軸に対し 80°前後に現われ、Stage I き裂はこの方向に伝ばし破断に至っている。このため、推定した Stage I き裂の長さより長い Stage I き裂が発生し、疲労寿命が短くなったものと考えられる。

以上の結果から純鉄冷間圧延材の疲労挙動異方性は、圧延加工による結晶粒の伸び、および圧延集合組織による塑性変形挙動の異方性より生じることが明らかとなった。すなわち、垂直材は塑性変形を起こしにくいが有効な

Stage I き裂が長いため疲労寿命が短くなっている。

7. 結 論

純鉄冷間圧延材の疲労挙動異方性を支配する要因を明らかにするため、熱処理条件、および切り出し方向の異なる試験片を作製し、疲労試験を行ない、疲労挙動ならびに表面のすべり帯を観察した結果、次の事柄が明らかとなった。

- (i) 純鉄冷間圧延材の疲労挙動異方性は、介在物の方位配列や残留応力にはほとんど支配されず、主として圧延加工による材料の組織変化により生じている。
- (ii) 高応力振幅領域では、圧延方向に対して平行ならびに垂直に応力が負荷された試料の両方の場合にすべり帯き裂は、応力軸に直角に発生する。一方、疲労限度近傍では、圧延組織は疲労過程に局部的に回復し、この領域に焼鈍材と同じような機構で疲労き裂が発生する。
従って疲労き裂発生過程には、異方性はなく、Stage I き裂の巨視的な伝ば方向と圧延加工によって結晶粒が伸びた方向とが一致する垂直材の疲労寿命が短くなる。
- (iii) このように疲労き裂発生挙動に異方性のない場合、冷間圧延材の疲労寿命の結晶粒径依存性およびたわみ振幅異方性の二つを考慮し、求めた疲労寿命の異方性は、実験結果とよく一致している。

第 6 章 銅冷間圧延材の疲労挙動異方性²⁹⁾

1. 緒 言

前章の結果より、純鉄冷間圧延材の疲労挙動異方性は圧延加工による組織変化に基づいて発生していることが明らかとなった。このような疲労挙動の異方性は、面心立方金属である銅、アルミニウム、アルミニウム-マグネシウム合金の場合にも存在することが報告されているが、その結果によると、純鉄冷間⁷⁶⁾圧延材の場合とは逆に、圧延方向に平行に切り出した試験片の疲労寿命の方が短くなっている。⁷⁶⁾ Mayらは、Stage I き裂の発生ならびに伝ば挙動には異方性はなく、Stage II き裂の伝ばに対する抵抗に異方性があり、それによ

って疲労挙動の異方性が現われるとしている。しかしながら、前章で示したように、⁷⁵⁾ Laird らにより、銅試料の平滑試験片では、試料の初期条件には関係なく、疲労寿命の大部分は、Stage I き裂の発生および伝ばに費やされることが報告されている。この両者の矛盾は、疲労挙動の異方性ならびに、Stage I き裂の発生および伝ば挙動をより明確に把握することにより解決されうるものと考えられる。しかしながら、面心立方金属の加工材に関するこの方面の研究は少なく、銅冷間加工材について、疲労過程に回復が起こり、焼鈍材を疲労変形した場合と同じような転位組織になった後に破壊すること、¹⁹⁾ また、疲労き裂は焼鈍材試料の低サイクル疲労の場合と同様、²¹⁾ void を連ねて発生すること、およびアルミニウム冷間圧延材については、疲労過程に再結晶が起きること⁷⁷⁾ が報告されているのみである。

そこで本章においては、タフピッチ銅 90% 冷間圧延材を用い、疲労変形挙動ならびに疲労き裂発生、伝ば挙動を明らかにし、これと面心立方金属のすべり面の密度分布を示す、{111} 極点図とを関連づけることにより、銅冷間圧延材の疲労寿命異方性を、圧延集合組織に基づいて説明しようとしている。

2. 実験方法

2-1 供試材料および疲労試験

使用した材料は、表 6-1 に示す化学成分を有するタフピッチ銅 P₁ で、厚

表 6-1 供試材料の化学成分(%)

	Cu	As	Bi	Sb	Pb	S	Fe	Ni	Au+Ag	O ₂
タフピッチ銅	99.94	0.0012	0.0027	0.0003	0.0012	0.0012	0.0025	0.0010	0.0012	0.035

さ 1.0 mm のものである。これを 850℃ × 3 hr の真空焼鈍を行なった後、厚さ 1 mm まで、90% の冷間圧延加工を行なった。この圧延板より、図 6-1 に

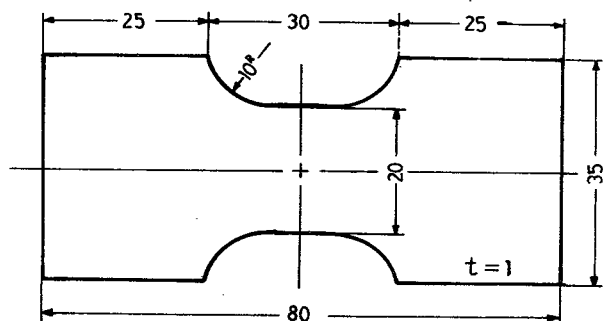


図 6-1 試験片の形状と寸法
(S-N 曲線決定用)

示す形状の試験片を圧延方向に平行、垂直ならびに 45° に切り出し、表面層約 30μ を濃硝酸によって化学研磨することにより、除去した後、表 6-4 に示す条件で電解研磨を行ない、疲労試験片とした。

焼鈍材試験片は、上記の試験

片を 850°C で 3 時間焼鈍した後、化学研磨ならびに電解研磨を行ない作製している。このような試料の機械的性質を表 6-2 に示す。疲労試験は、島津

表 6-2 供試材料の機械的性質

		引張強度($\frac{\text{kg}}{\text{mm}^2}$)	伸び(%)
圧延材	平行材	41.5	7.8
	垂直材	42.9	7.3
焼鈍材		17.6	46.7

製 UF-15 型万能疲れ試験機により、均一曲げ装置を用いて行なった。

2-2 透過電子顕微鏡観察用薄膜試料の作製

高応力振幅領域の透過電子顕微鏡観察用薄膜試料は、85% 冷間圧延され

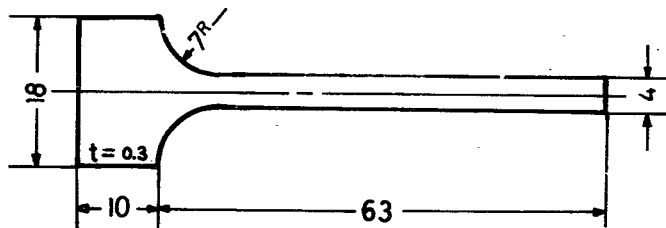


図 6-2 試験片の形状と寸法
(透過電顕観察用)

た、図 6-2 に示す形状の試験片を、図 3-2 に示した疲労試験機で、疲労試験を行なったものから、また低応力振幅領域

での透過電子顕微鏡観察用薄膜試料は、図 6-1 に示す形状の試験片を疲労試験したものから作製している。

用いた電子顕微鏡は、加速電圧 100KV の日本電子製 6AS 型 および加速電圧 500KV の日立製作所製 HU-500 型である。次に疲労試験を行なった試験片から薄膜試料を作製する方法を簡単に示すと、まず試験片の片面をワセリンで覆い、これを透明な薄板の上にのせ、わずかに熱を加えて密着させる。これをまず図 2-3 の装置を用い、表 6-3 に示す電解研磨条件で、約 40 μ の厚さになるまで予備研磨を行ない、その後、表 6-4 に示す条件で、図

表 6-3 予 備 研 磨 条 件

電解液	HNO ₃ 10%	電 圧 電 流 液 温	20~25 V
	CH ₃ OH 5%		50 mA/cm ²
	H ₂ O 85%		室 温

表 6-4 仕 上 研 磨 条 件

電解液	H ₃ PO ₄ 30	電 圧 電 流 液 温	12 V
	C ₂ H ₄ OH 30		0.2 A/cm ²
	H ₂ O 40		5 °C

2-4 の装置を用いて仕上研磨を行ない、試料の薄部に小孔があく瞬間をもって研磨を終了した。そして最後に、図 2-5 に示したのと同じように小孔をワセリンで覆い、25%希硝酸により切り出し、約 50 °C のリグロインおよびエチルアルコールで洗浄し、透過電子顕微鏡観察用試料とした。よって表面に発生したすべり帯とともに内部の転位組織も同時に観察できる。

2-3 圧延集合組織の決定

圧延集合組織は、圧延条件や母材の板厚により微妙に変化し、かつ、圧延板の表面層と中心部では異なった組織になることが知られている。そこで本実験では、疲労試験片と同じく表面層約 30μ を化学研摩で除去し、その後電解研摩を行ない約 15μ 除去した試料の $\{111\}$ 極点図を、透過および反射法によって作製している。用いた X 線は銅 $K\alpha$ 線であり、回折角は 21.6° である。写真撮影は、試料を入射 X 線に対し圧延軸のまわりに、 0° 、 15° 、 30° 、 40° 、 50° 、 60° 、 70° 、 80° および圧延横軸のまわりに 10° 回転させることによって、行なっている。そしてマイクロフォトメータを用い、X 線写真の回折環のまわりを 5° 間隔で、圧延方向に対し $\pm 90^\circ$ の範囲の濃度測定を行ない、最大強度を 4 等分することにより、強度を 4 段階に分け、極点図を作製した。

3. S-N 曲線

銅冷間圧延材の平行材、 45° 材、垂直材および焼鈍材の疲労試験の結果得られた S-N 曲線を図 6-3 に示す。銅冷間圧延材の場合も、疲労挙動に異方性を示すが、いずれの場合にも焼鈍材より強くなっている。そして高応力振幅領域では、前章に示した純鉄冷間圧延材の場合と異なり、垂直材の疲労寿命の方が長くなり、 45° 材の疲労寿命が一番短くなっている。しかしながら、疲労寿命約 10^6 程度を境として低応力振幅側では、May⁷⁶⁾らの結果と異なり、平行材と垂直材の疲労寿命が逆転し、わずかに平行材の疲労寿命の方が長くなっている。しかも、このあたりを境として S-N 曲線の傾きにも変化が見られ、純鉄冷間圧延材の場合と同様、両者の疲労変形機構は異なっているものと考えられる。そこで疲労寿命が 10^6 以下を高応力振幅領域、それ以上を低応力振幅領域と呼び、それぞれの領域について表面観察ならびに透過電子顕微鏡観察を行

なった。

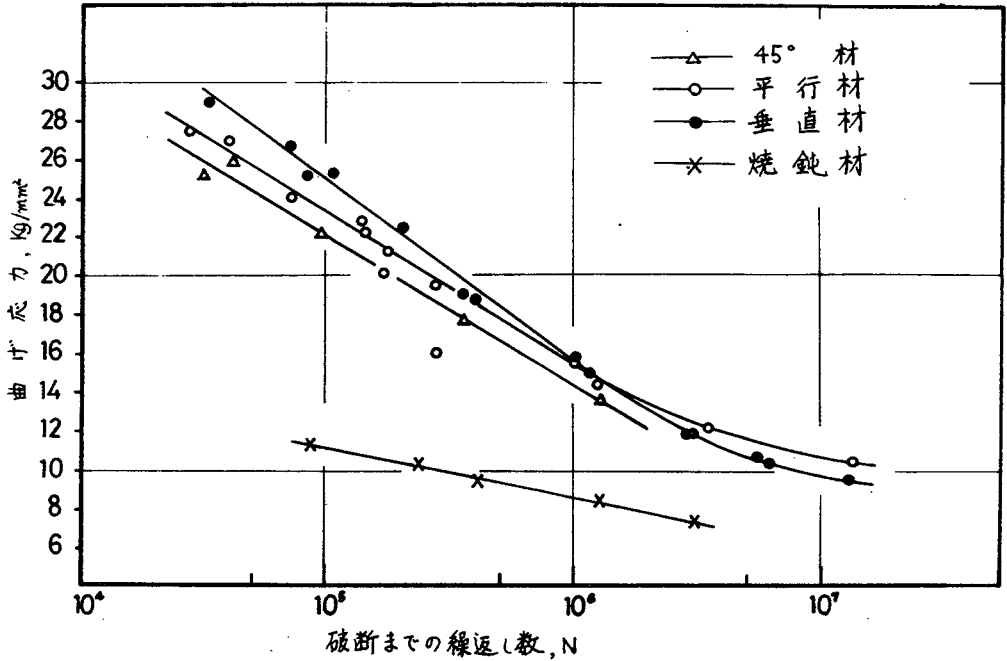


図6-3 銅冷間圧延材のS-N曲線

4. 高応力振幅領域での疲労挙動

4-1 表面組織

純鉄冷間圧延材の場合には、平行材、垂直材ともに、応力軸に対しほぼ直角に粗大すべり帯が発生していた。しかし、銅冷間圧延材の場合には、図6-4、6-5に示すように、平行材と垂直材とで粗大すべり帯の方向が異なっている。図6-4は $\sigma = 23 \text{ Kg/mm}^2$ 、 $N = 5 \times 10^4$ での表面組織を示したもので、(a)の平行材では純鉄の場合と同様、応力軸に対してほぼ直角に破線状の粗大すべり帯が発生しているのに対し、(b)の垂直材においては応力軸に対し $55^\circ \sim 60^\circ$ 方向に発生している。図6-5は、破断した試料に観察された粗大すべり帯およびすべり帯き裂を示したもので、破線状の粗大すべり帯

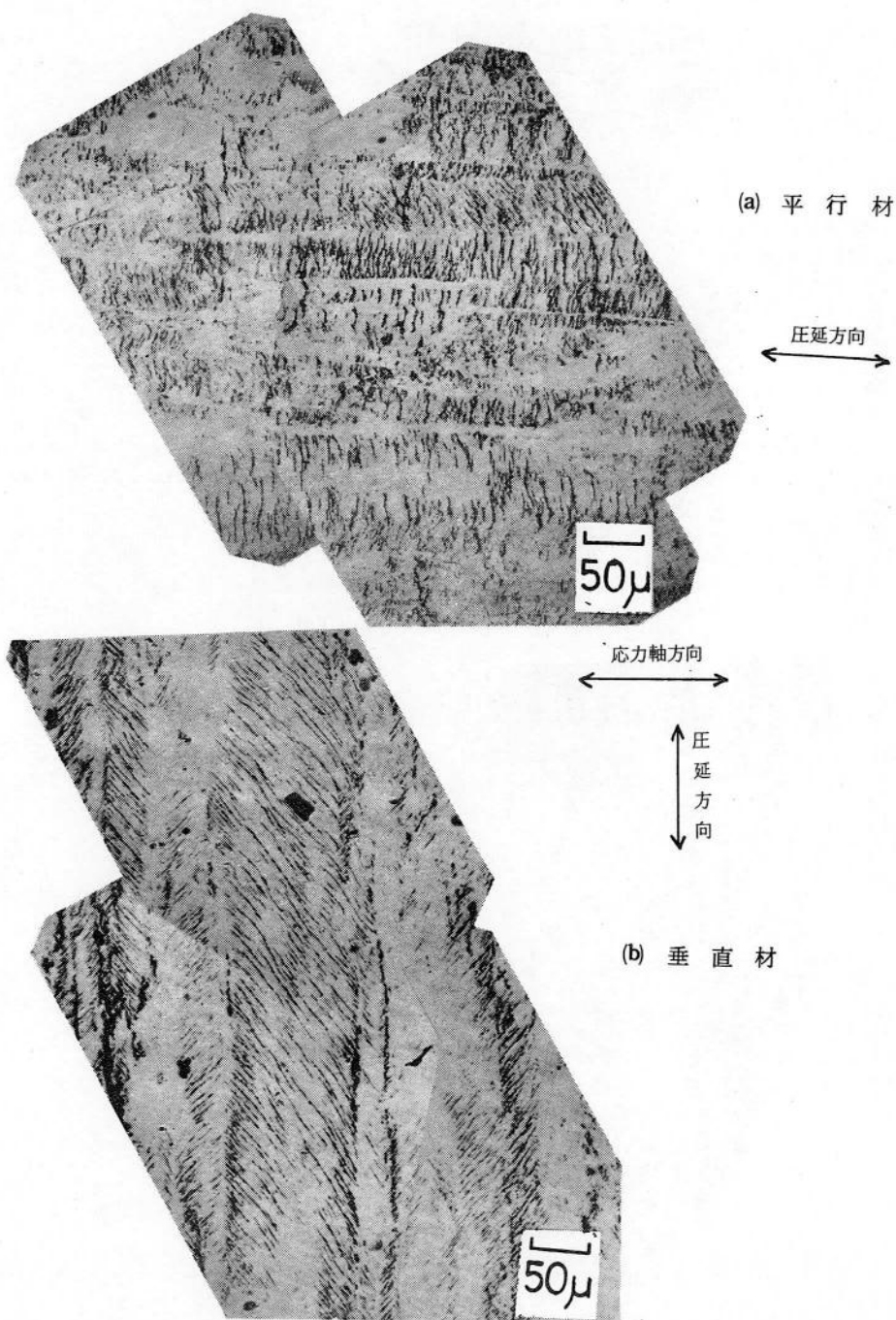
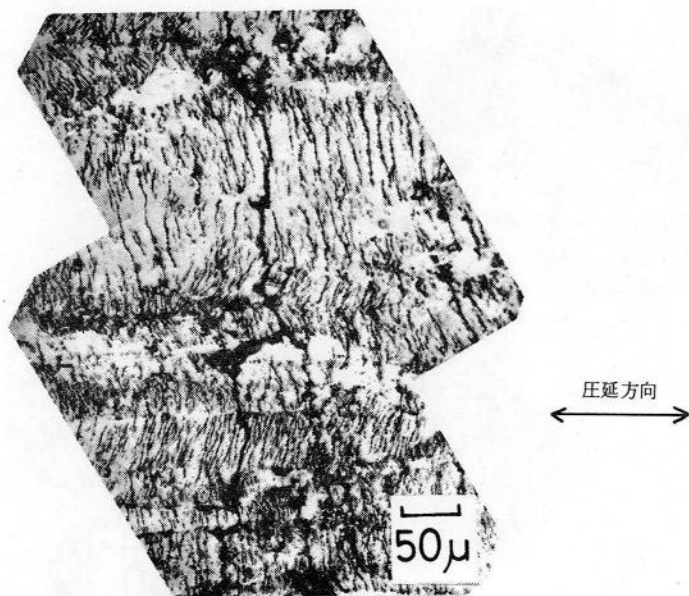
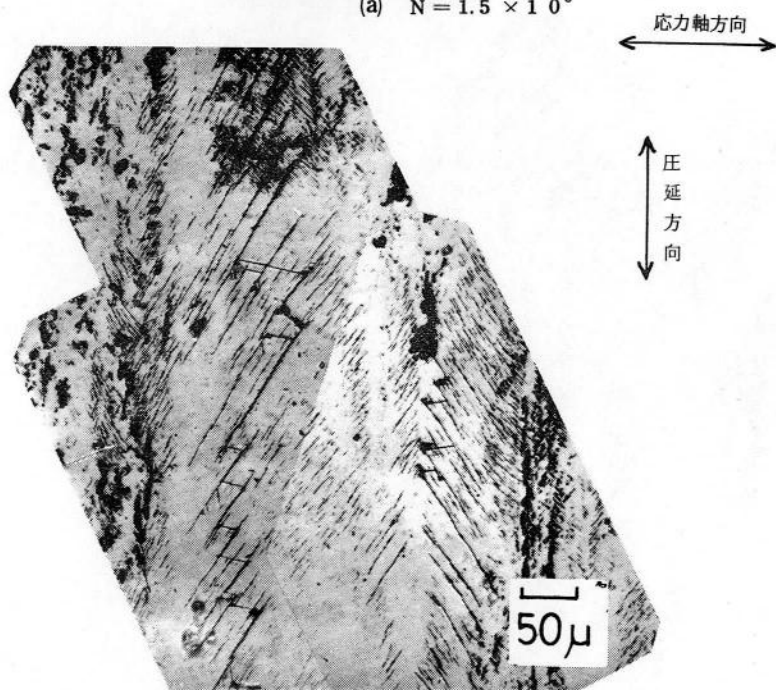


図 6-4 粗大すべり帯の光学顕微鏡写真 $\sigma = 2.3 \text{ Kg/mm}^2$, $N = 5 \times 10^4$

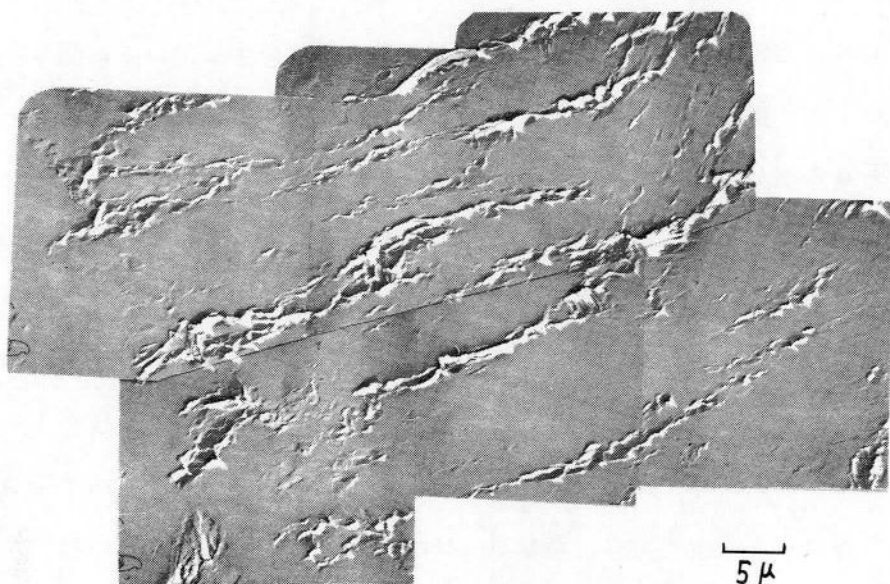


(a) $N = 1.5 \times 10^5$

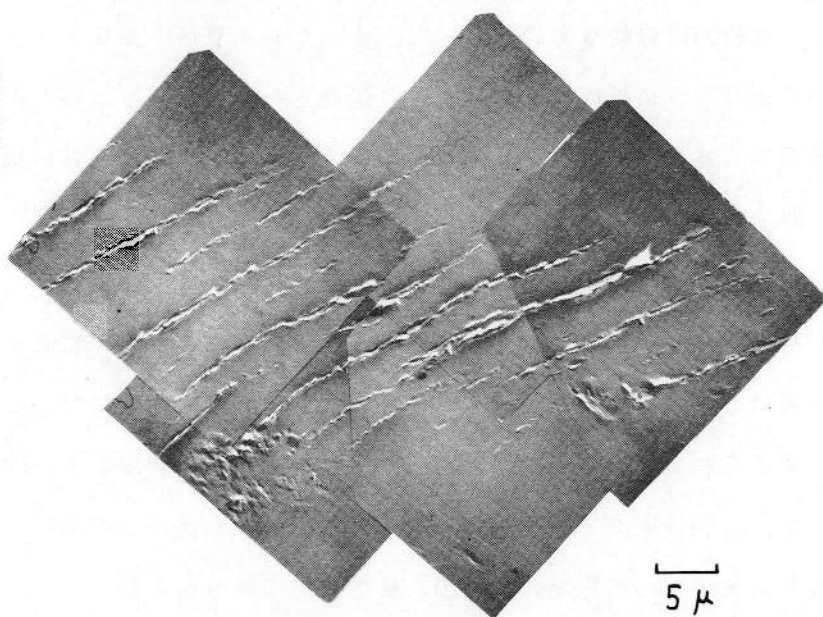


(b) $N = 2.0 \times 10^5$

図6-5 すべり帯き裂の光学顕微鏡写真 $\sigma = 2.3 \text{ Kg/mm}^2$



(a) 平行材



(b) 垂直材

図6-6 高応力振幅領域でのレプリカ
電子顕微鏡写真 $\sigma = 23 \text{ Kg/mm}^2$
 $N = 5 \times 10^4$

は、応力の繰返しとともに、一本の粗大すべり帯に発達していき、それともなって粗大すべり帯に沿ってすべり帯き裂が発生している。図6-5(a)に示すように平行材のすべり帯き裂は応力軸に対し直角に発生するため、図5-4に示した Stage I き裂の巨視的な伝ば方向と一致している。そこで、巨視的なき裂はこれらのすべり帯き裂を連ねて伝ばしているが、同図(b)に示す垂直材では、すべり帯き裂が応力軸に対して $55^{\circ} \sim 60^{\circ}$ に発生するため、巨視的なき裂は粗大すべり帯の間に新しいき裂を形成し、ジグザグに進んでいる。図6-6は、図6-4と同じ試料をレプリカ法電子顕微鏡により観察したもので、(a)の平行材の粗大すべり帯は 1μ 程度の小さいすべり帯が連なったものから成っており、かなり wavy であるが、(b)の垂直材の粗大すべり帯は、平行材より少し大きい 1.5μ 程度のすべり帯が連なったものから成っており、比較的直線的なものとなっている。このような小さなすべり帯の大きさの相違ならびに破線状の粗大すべり帯から一本の連なった粗大すべり帯への成長等の特徴は純鉄冷間圧延材の場合と同様内部組織との対応関係から説明されるものと考えられる。

4-2 透過電子顕微鏡観察

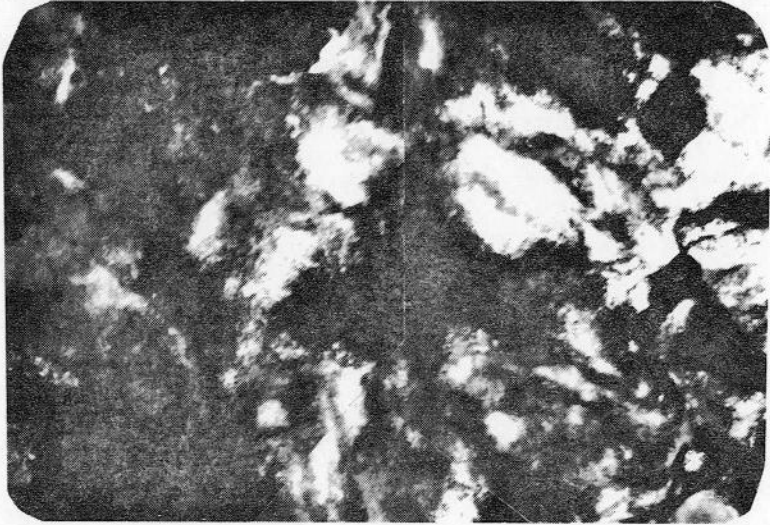
平行材と垂直材の表面に発生する粗大すべり帯には明らかに相違があり、この相違は、圧延加工によって導入された転位組織と対応して発生しているものと考えられる。そこで、粗大すべり帯の透過電子顕微鏡観察を行なった。薄膜試料は、図6-2に示す形状の試験片を疲労したものから作製している。用いた応力振幅は 16 Kg/mm^2 であり、破断までの繰返し数は、平行材が $N = 8.0 \times 10^5$ 、垂直材が $N = 8.5 \times 10^5$ であった。これらの試料の表面組織は図6-4に示した高応力振幅領域の特徴を明確に示している。

まず冷間圧延状態の試料の転位組織を図6-7(a)(b)に示す。この状態の試

料では(a)に示すように、転位密度の非常に高いセル組織が形成されているが、純鉄冷間圧延材の場合のような著しい方向性は見られない。また、局部的に、(b)に示すように、⁷⁸⁾ Cairns らが報告している、回復していると考えられる領域も観察されたが、再結晶している領域は観察されなかった。

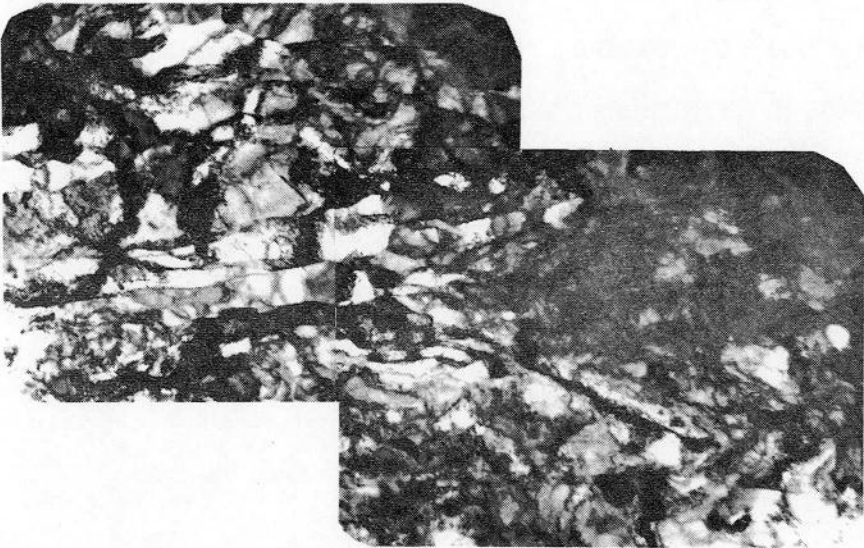
次に疲労過程中的の転位組織を図6-8～6-10に示す。図6-8は平行材の1.5%寿命時の転位組織を示したもので、粗大すべり帯は純鉄冷間圧延材の場合と同様、圧延組織が明確なセル組織に再配列した領域に形成され、粗大すべり帯の間には圧延状態のままの転位組織が残っている。そして、粗大すべり帯は小さい突き出しによって形成されており、各突き出しは下部の各セルとはほぼ対応しているのが観察される。図6-9は、同じ条件での垂直材の結果を示したもので、図6-6(b)に示した表面観察の結果と一致して、比較的直線的な粗大すべり帯が発生しており、各突き出しの長さも平行材の場合より長くなっているが、やはり内部のセル組織と対応している。この結果および図6-6で示した垂直材の粗大すべり帯内の小さいすべり帯の長さが平行材の約1.5倍であった事実は、転位組織観察的にはあまり顕著でなかった圧延組織の方向性は、粗大すべり帯を形成する転位の動きに対しては、かなり影響を持つことを示しているものと考えられる。そこで、圧延方向と $30^{\circ}\sim 35^{\circ}$ の角度を成して形成される垂直材の粗大すべり帯内の小さなすべり帯の長さが、圧延方向と 90° に形成される平行材の小さなすべり帯の約1.5倍となったものと考えられる。

このようなセル組織とすべり帯との1対1の対応は、銅焼鈍材の観察結果と一致するものであり、面心立方金属のセル境界はかなり強固なものと考えられる。そしてさらに変形が進んだ、疲労寿命の約4.5%の時点では、破線状の粗大すべり帯は図6-10に示すように、平行材、垂直材ともに純鉄冷



(a)

1 μ



(b)

1 μ

図 6-7 圧延状態の試料の転位組織

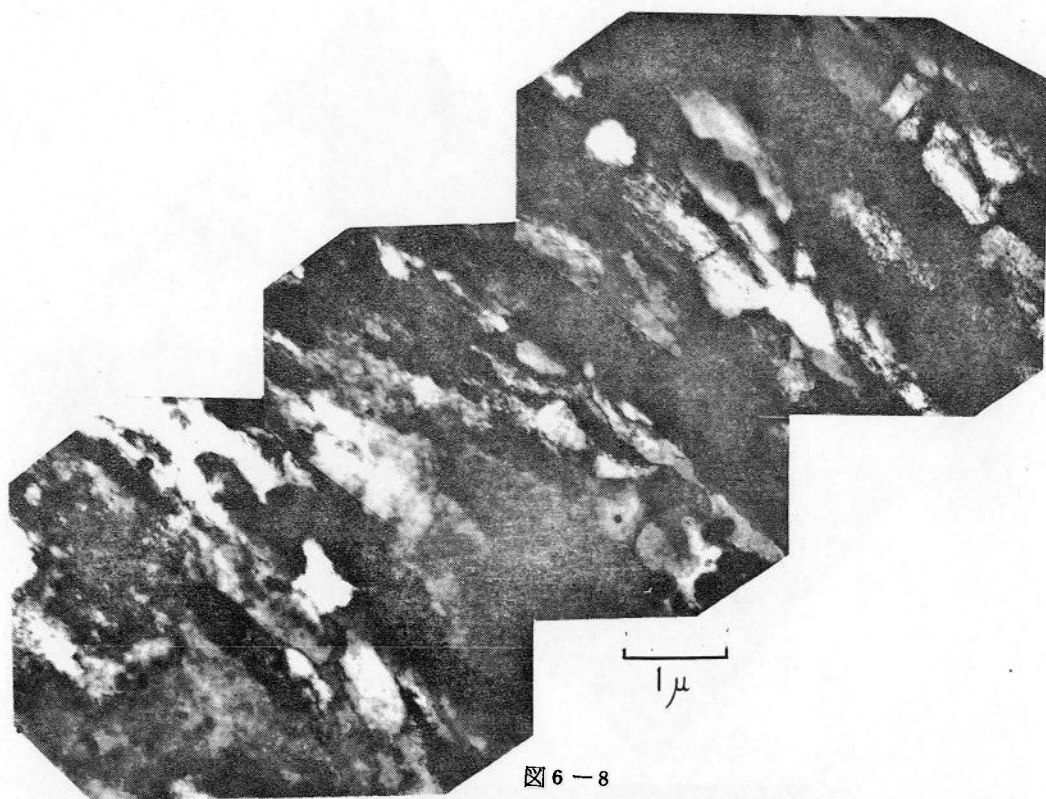


図 6-8
 平行材の高応力振幅領域での疲労過程中的転位組織
 $\sigma = 16 \text{ Kg/mm}^2$, 1.5% 寿命時

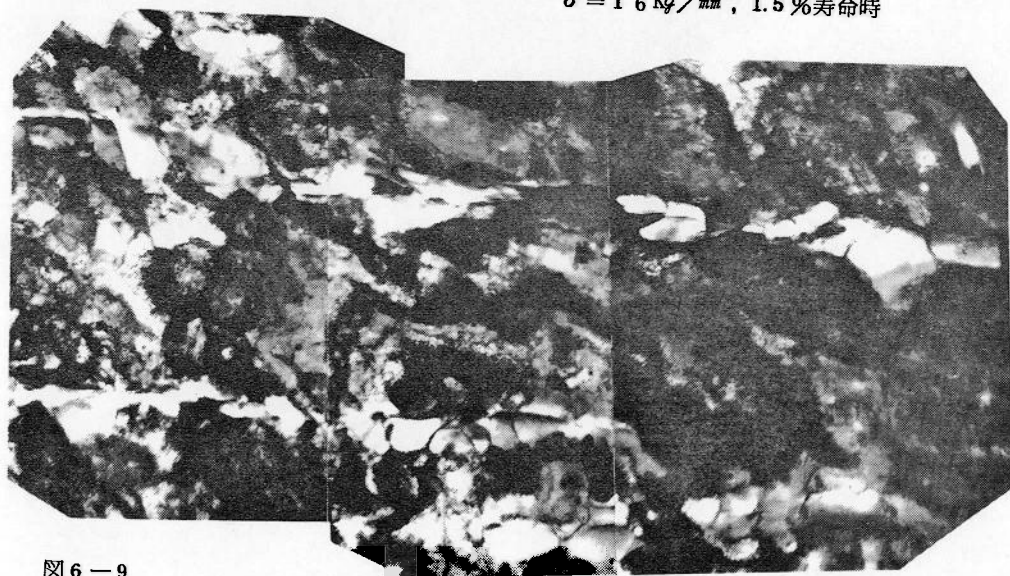
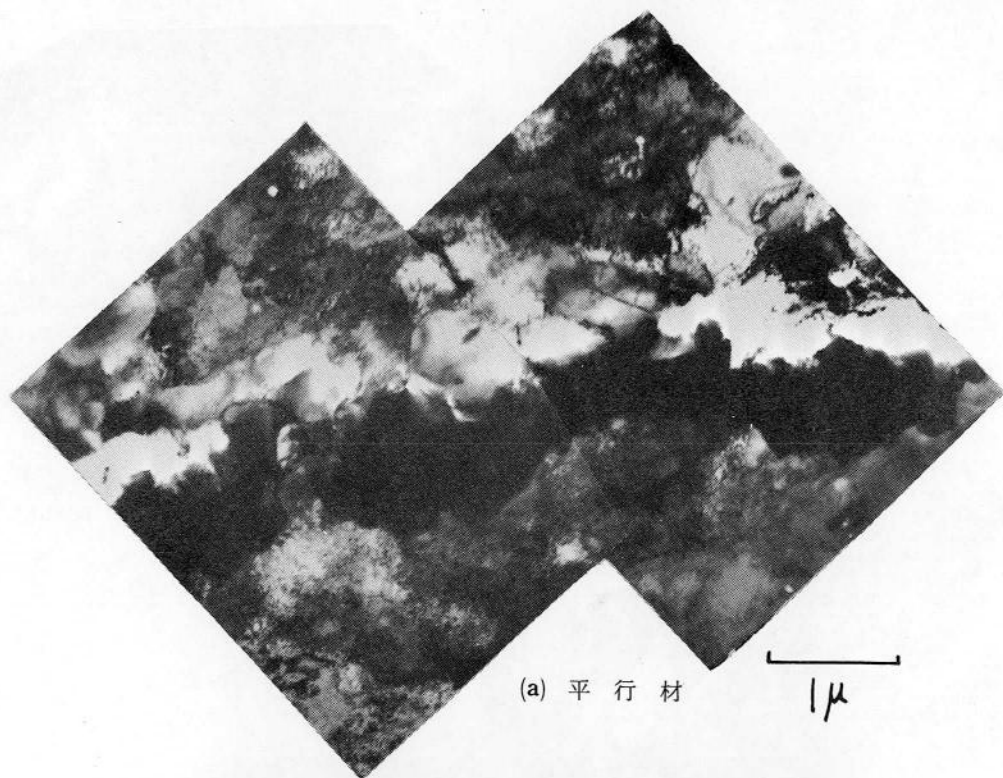
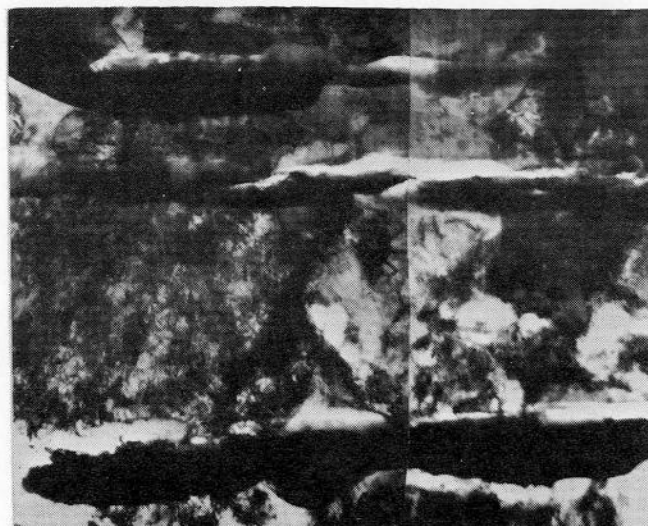


図 6-9
 垂直材の高応力振幅領域での疲労過程中的転位組織
 $\sigma = 16 \text{ Kg/mm}^2$, 1.5% 寿命時



(a) 平行材



(b) 垂直材

図6-10 高応力振幅領域での疲労過程中的転位組織

$\sigma = 16 \text{ Kg/mm}^2$, 4.5%寿命時

間圧延材の場合と同様、長く連なった粗大すべり帯へと成長して行くが、すべり帯の間には、圧延のままの組織が残ったままとなっている。ところで垂直材の場合には、図 6-5 (b) に示したように、この領域に新しいき裂を形成しなければ巨視的な疲労き裂とならないわけであるが、このような転位組織から考えて、き裂形成に対する抵抗はかなり大きいものと考えられる。

4-3 圧延集合組織との関係

面心立方金属のすべり面は $\{111\}$ 面であり、Stage I き裂もこれに沿って発生、伝ばするものと考えられる。そこで $\{111\}$ 極点図を作製し、疲労挙動の異方性との関連性を検討した。図 6-11 は、平行材と垂直材について、 $\{111\}$ 極点図と最大せん断応力面との関係を示したもので、圧延集合組織の

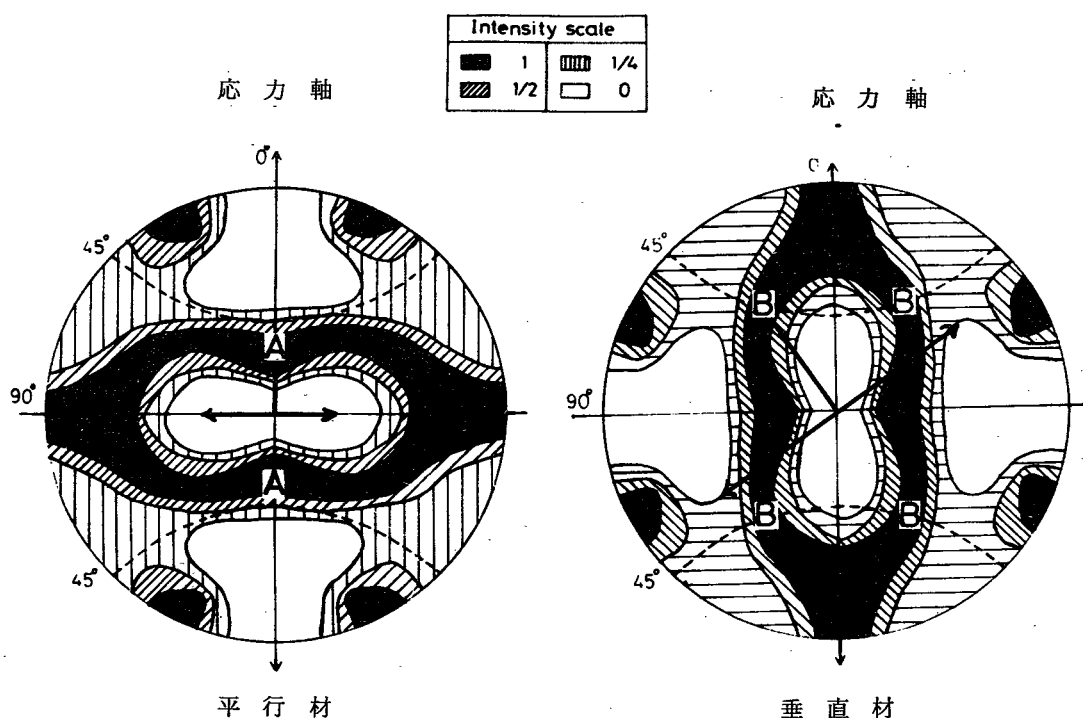


図 6-11 $\{111\}$ 極点図と最大せん断応力面との関係

主方位は、 $\{123\} \langle \bar{1}21 \rangle$ あるいは $\{110\} \langle 112 \rangle$ に近く、一般に試料の中心層で観察されたものと一致している。図中破線で示したものが最大せん断応力面で、(a)の平行材においては、A点近傍の $\{111\}$ 面が最大せん断応力面に最も近く、この近傍の $\{111\}$ 面上ですべりが生じるものと考えられる。この場合、粗大すべり帯は矢印で示したように応力軸と直角方向に形成されることになり、図6-4(a)に示した観察結果と一致している。一方、垂直材の場合には、図6-11(b)に示したように、B点近傍の $\{111\}$ 面上ですべりが生じるため、粗大すべり帯の向きは矢印で示すように応力軸に対し $55^\circ \sim 60^\circ$ 方向となり、この場合も図6-4(b)に示した観察結果とよく一致している。従って、高応力振幅領域で発生する粗大すべり帯は圧延集合組織に基づいて発生していることが明らかとなった。図6-12は垂直材の場合について、

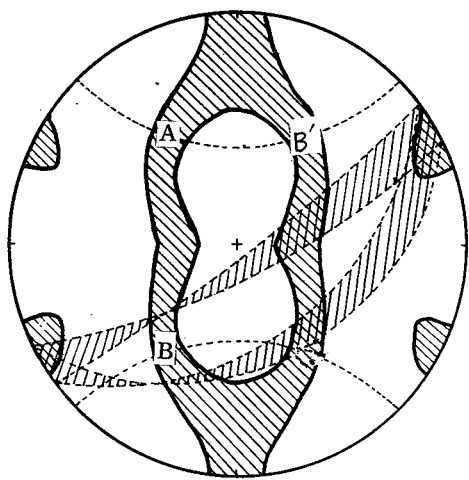


図6-12 垂直材のすべり面の相対関係

$\{111\}$ 面の最大密度の領域と最大せん断応力面との関係を示したもので、今、一つの結晶粒内で、Aで示した最大せん断応力面近傍の $\{111\}$ 面ですべりが起きた場合、その結晶粒内の他の $\{111\}$ 面は図中で帯状に示した範囲内になければならない。この帯状の領域が、B, B'からはなれた所を通っていることは、A点近傍の $\{111\}$ 面ですべりを起こした結晶粒

では、B, B'点近傍の $\{111\}$ 面でのすべりが起きにくいことを意味しているものと考えられる。すなわち、図6-13に示したように方位関係を決定した場合、シュミット因子は表6-5に示したようになり、Bで示す $\{111\}$ 面

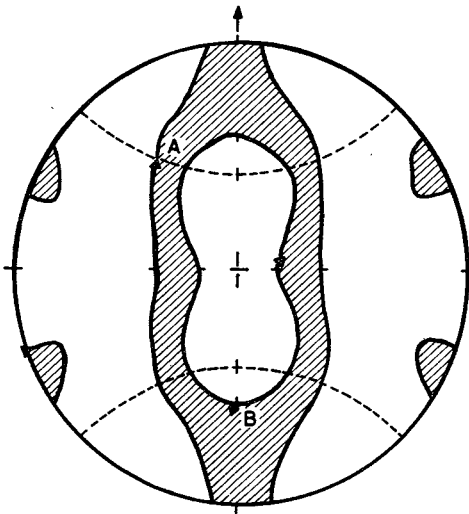


図 6-13 (a) 垂直材のすべり面の決定

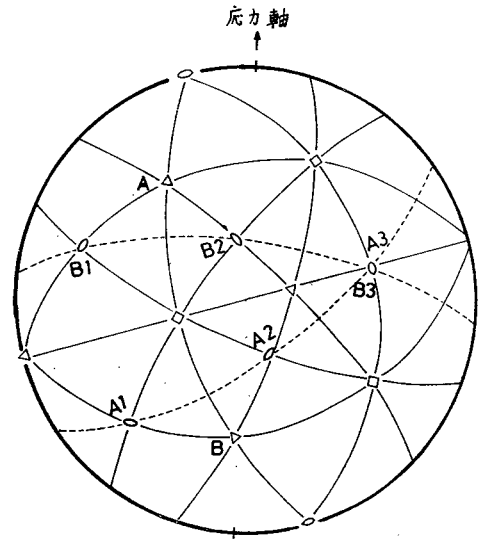


図 6-13 (b) (a) の場合のすべり系

表 6-5

図 6-13 に示すすべり系のシュミット因子

すべり系	シュミット因子
A 1	0.490
A 2	0.299
A 3	0.183
B 1	0.213
B 2	0.385
B 3	0.228

上のシュミット因子は、Aで示す $\{111\}$ 面上の値よりはるかに小さく、このような方位の結晶粒では二重すべりを起こすことが非常に困難であると考えられる。しかも、図 6-9 に示した転位組織観察結果より、粗大すべり帯の間には圧延組織がそのまま残っているため、図 6-5 (b) に示したようなすべり帯き裂をつなぐき裂の発生に対する抵抗は非常に大きいものと考えられる。

図 6-14 は $\{111\}$ 極点図と粗大すべり帯との関係を 45° 材に適用したものであり、表面観察結果が図 6-15 である。 45° 材では図 6-14 の C 点近傍の $\{111\}$ 面ですべりが起こるため、応力軸に対して約 45° および約 90° の

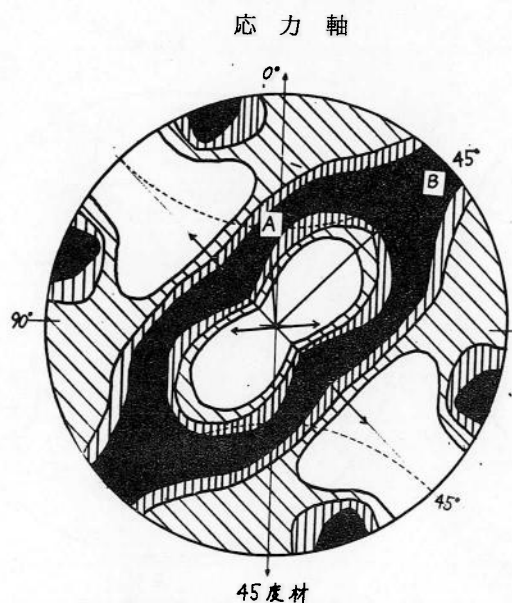


図6-14 45°材の場合の {111} 極点図と最大せん断応力面との関係

角度をなす粗大すべり帯の発生が予想される。これは、図6-15で観察される方向ときわめてよく一致しており、{111}極点図と粗大すべり帯とを結びつけた上記の考え方の正しいことが確認される。以上の結果を図示したのが図6-16である。すなわち高応力振幅領域においては、図6-16に示すように、平行材では、すべり帯き裂は Stage I き裂の巨視的な

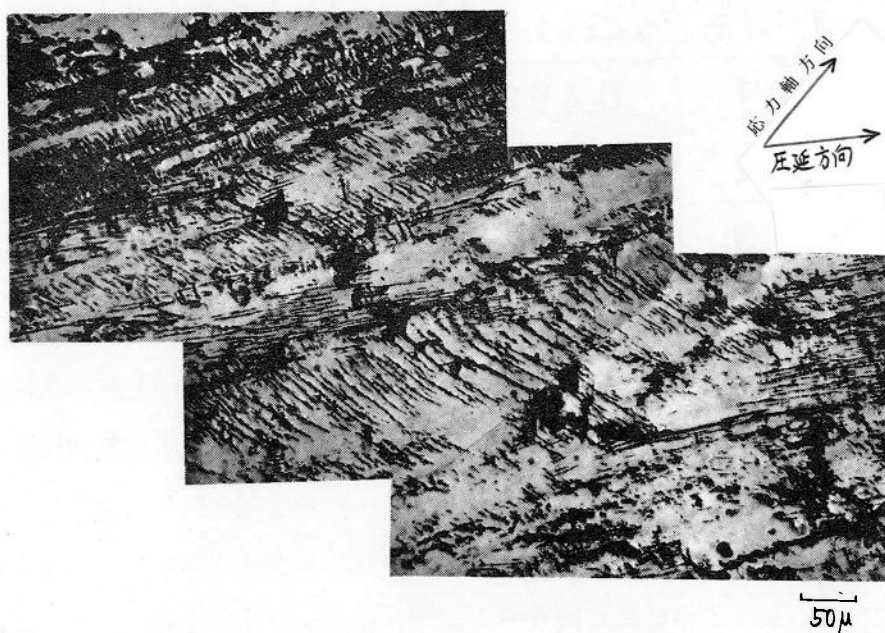
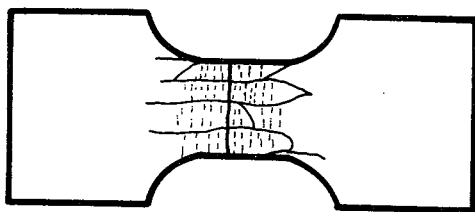
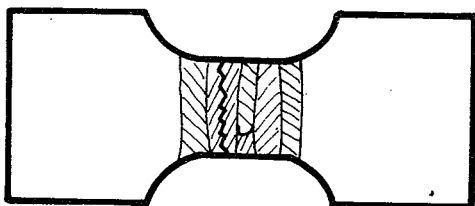


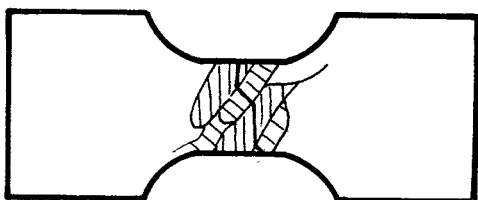
図6-15 45°材のすべり帯き裂の光学顕微鏡写真
 $\sigma = 2.2 \text{ Kg/mm}^2$, $N = 9.3 \times 10^4$



平行材



垂直材



45° 材

伝ば方向に形成されるが、垂直材では、すべり帯き裂の向きと

Stage I き裂の巨視的な伝ば方向とが一致しない。そこで粗大すべり帯の間に新しいき裂を形成しなければならず、そのため疲労寿命が長くなったものと考えられる。一方、45°材では、図6-16(c)に示すように、粗大すべり帯は応力軸に対し45°および90°の角度をなして形成されるため、平行材よりも長いすべり帯き裂が形成され、かつ、Stage I き裂もすべり帯き裂に沿って伝ばできるため疲労寿命が最も短くなったものと考えられる。

図6-16 高応力振幅領域での表面組織の模式図

5. 低応力振幅領域の疲労挙動

5-1 焼鈍材の高応力振幅領域での疲労変形組織

冷間圧延材の低応力振幅領域での負荷応力は、焼鈍材の高応力振幅領域での負荷応力に匹敵する。そこで、冷間圧延材の低応力振幅領域での疲労挙動との比較の意味で、まず焼鈍材を高応力振幅で疲労した場合の疲労変形組織の観察を行なった。図6-17、6-18は応力振幅 $\sigma = 11 \text{ Kg/mm}^2$ で疲労変形した試料の、 $N = 5 \times 10^4$ すなわち50%寿命時の結果を示したものである。表面では、図6-17に示すように、結晶粒のほぼ全面にわたりすべ



図6-17 焼鈍材の疲労過程中の光学顕微鏡写真

$$\sigma = 11 \text{ Kg/mm}^2, N = 5 \times 10^4$$

50 μ

り帯が密に発生している。透過電子顕微鏡観察によると内部には、図6-18に示すように、銅単結晶の高応力疲労の場合に観察されているような、細長いセルから成る tidy 領域や、等軸のセルから成る untidy 領域が形成されており、細長いセル内には多くの free dislocation が

観察される。

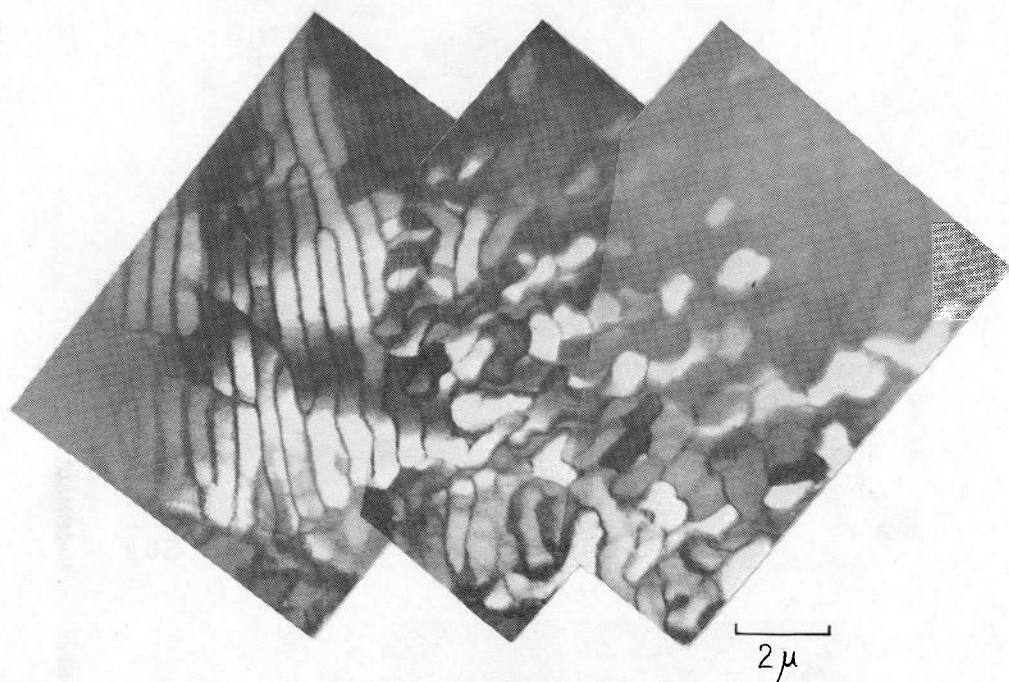
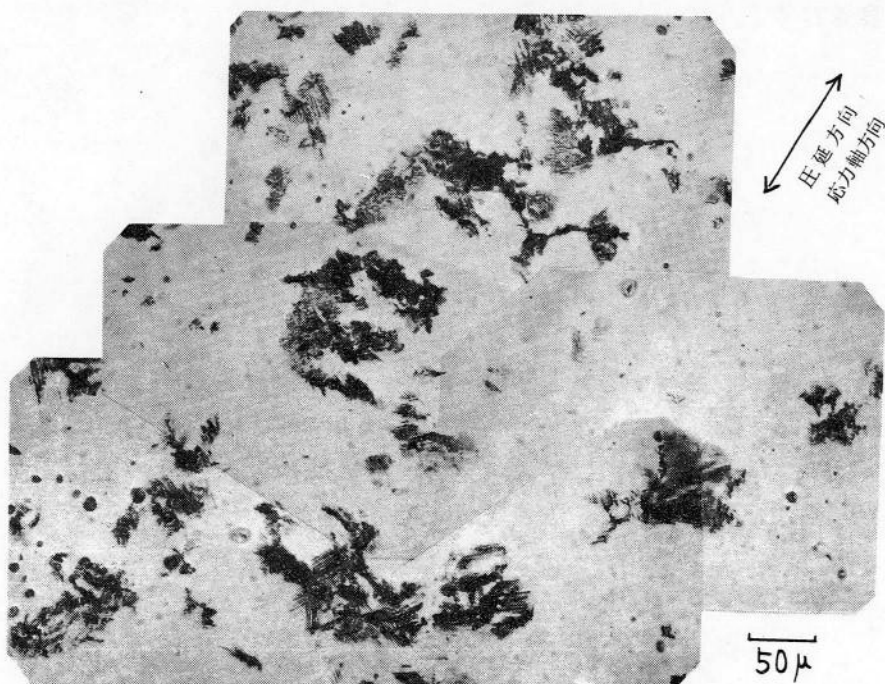


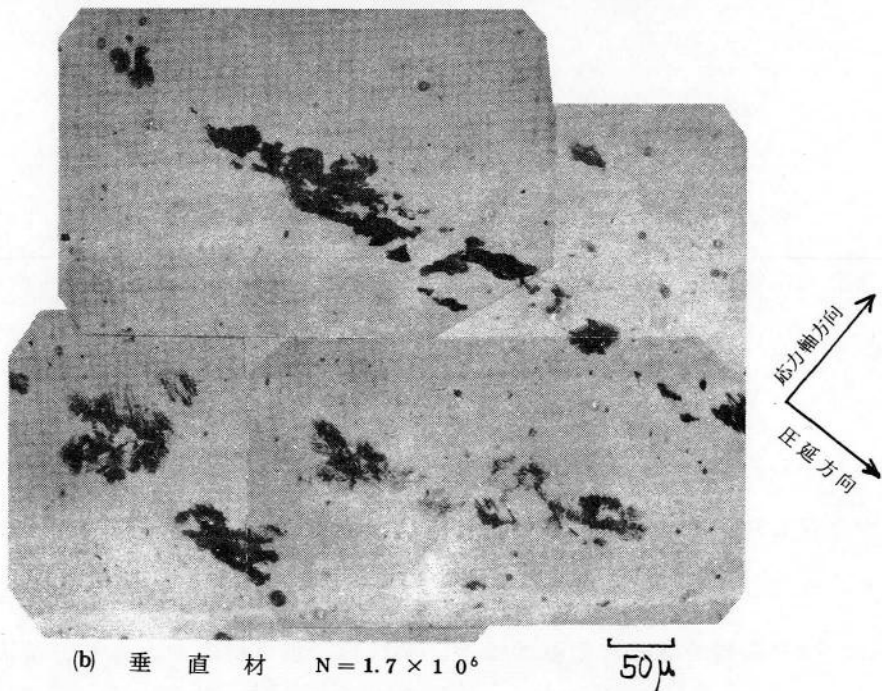
図 6-18 焼鈍材の高応力振幅領域での疲労過程中的転位組織
 $\sigma = 11 \text{ Kg/mm}^2$, $N = 5 \times 10^4$

5-2 表面組織

低応力振幅領域での表面観察は、主として $\sigma = 12 \text{ Kg/mm}^2$ の場合について行なった。この時の平行材および垂直材の疲労寿命は、それぞれ $N = 3.6 \times 10^6$ および $N = 2.8 \times 10^6$ であった。この応力振幅では、平行材、垂直材ともに、疲労寿命の約 20% 程度まですべり帯は観察されない。そして、その後の応力繰返しにより、圧延加工によって伸びた結晶粒に沿って、図 6-19 に示すような島状のすべり帯が平行材、垂直材の両方に現われてくる。この島状のすべり帯内を詳細に観察すると、平行材、垂直材の両方とも、島状のすべり帯は応力軸に対しほぼ 55° 方向の細かいすべり帯から成っていること

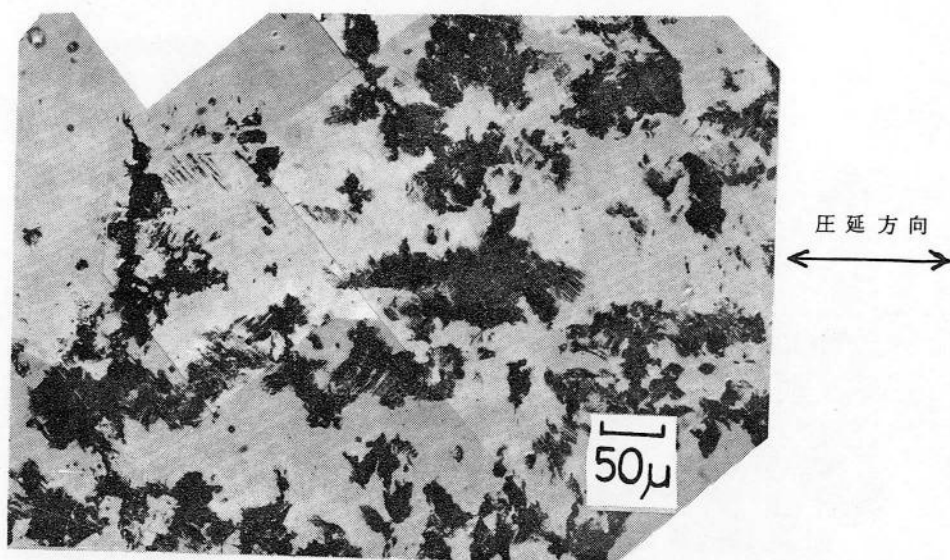


(a) 平行材 $N = 2.2 \times 10^6$

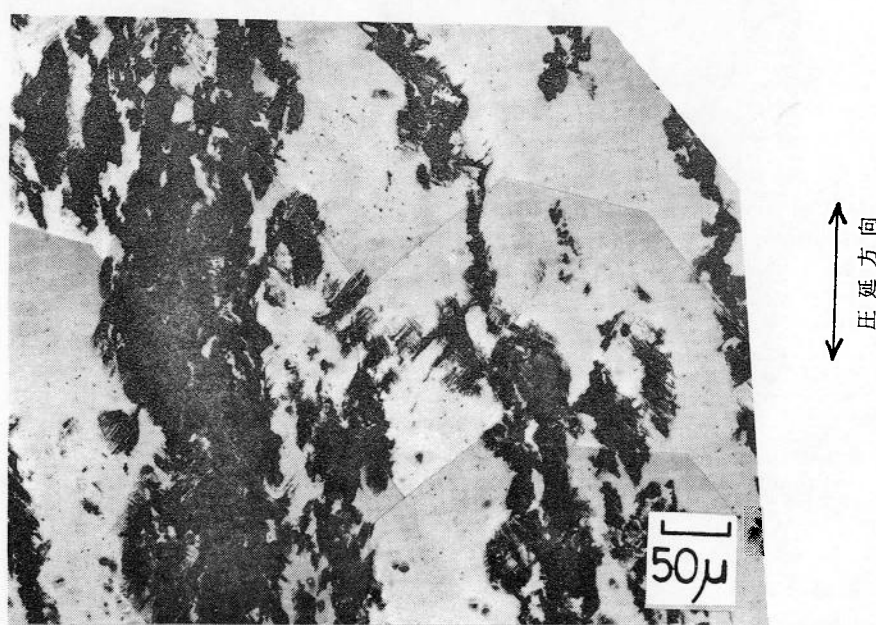


(b) 垂直材 $N = 1.7 \times 10^6$

図 6-19 低応力振幅領域のすべり帯 $\sigma = 1.2 \text{ Kg/mm}^2$



(a) 平行材 $N = 3.6 \times 10^6$



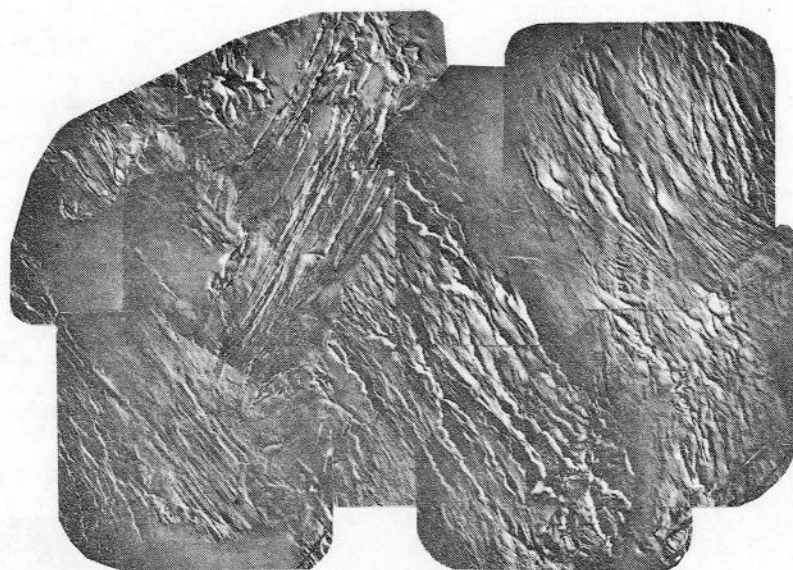
(b) 垂直材 $N = 2.8 \times 10^6$

図 6-20 低応力振幅領域での疲労き裂の光学顕微鏡写真 $\sigma = 1.2 \text{ Kg/mm}^2$



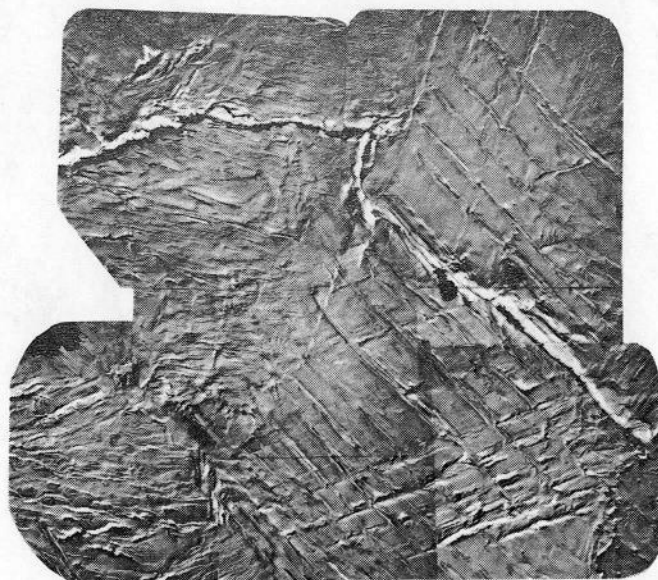
図 6-21 平行材の低応力振幅領域での疲労過程中のレプリカ電子顕微鏡写真
 $\sigma = 10 \text{ Kg/mm}^2$, $N = 1.3 \times 10^7$

が認められる。そして図 6-20 に示すように、このような島状のすべり帯内から疲労き裂が発生し、それがすべり帯の発生していない領域へと伝ばし、疲労破壊に至っている。図 6-21、6-22 はそれぞれ平行材および垂直材の島状のすべり帯内をレプリカ法電子顕微鏡により観察したもので、島状



(a)

5 μ



(b)

5 μ

図 6-22 垂直材の低応力振幅領域での疲労過程中的レプリカ電子顕微鏡写真
 $\sigma = 10 \text{ Kg/mm}^2$, $N = 6.2 \times 10^6$

のすべり帯内は、平行材、垂直材ともにほぼ同じ組織となっており、互いに約 60° を成す2種類のすべり帯より形成されている。そして変形の激しい場所では、焼鈍材に観察される pore も多く観察され、図 6-22(b) に示すような2重すべりを起こしている場所も多数観察される。

5-3 透過電子顕微鏡観察

透過電子顕微鏡観察結果は、5-2 節の表面観察結果から予測されるように、平行材と垂直材との差はほとんどなかった。そこで以下、平行材の場合についての結果のみを示す。図 6-23 は、 $\sigma = 12 \text{ Kg/mm}^2$ 、 $N = 2.2 \times 10^6$ における転位組織を示したもので、圧延組織の中に非常に大きな副結晶粒が

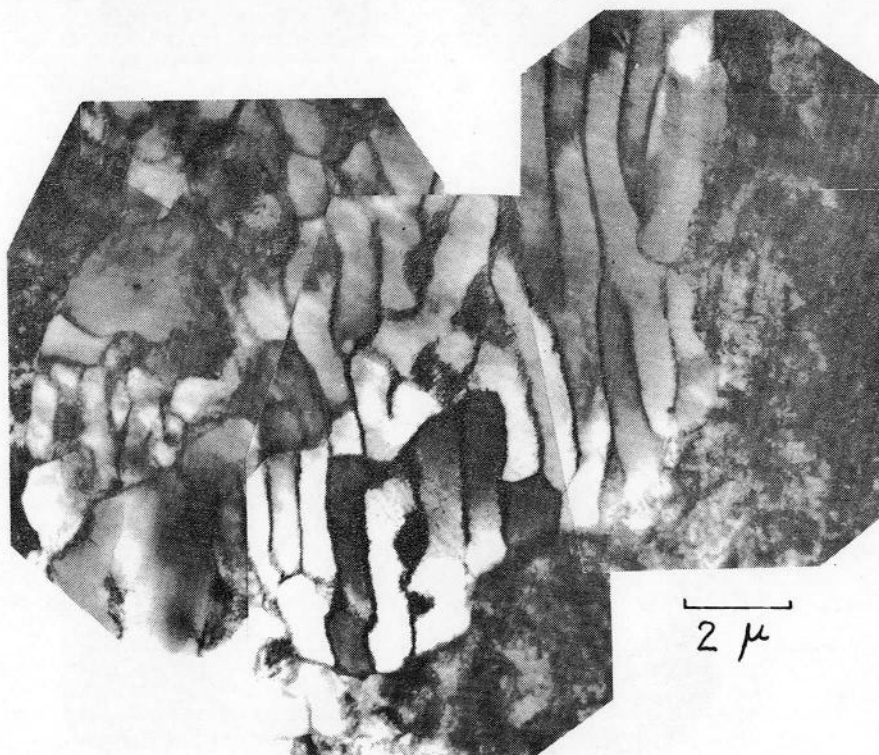


図 6-23 平行材の低応力振幅領域での疲労過程中的転位組織
 $\sigma = 12 \text{ Kg/mm}^2$, $N = 2.2 \times 10^6$

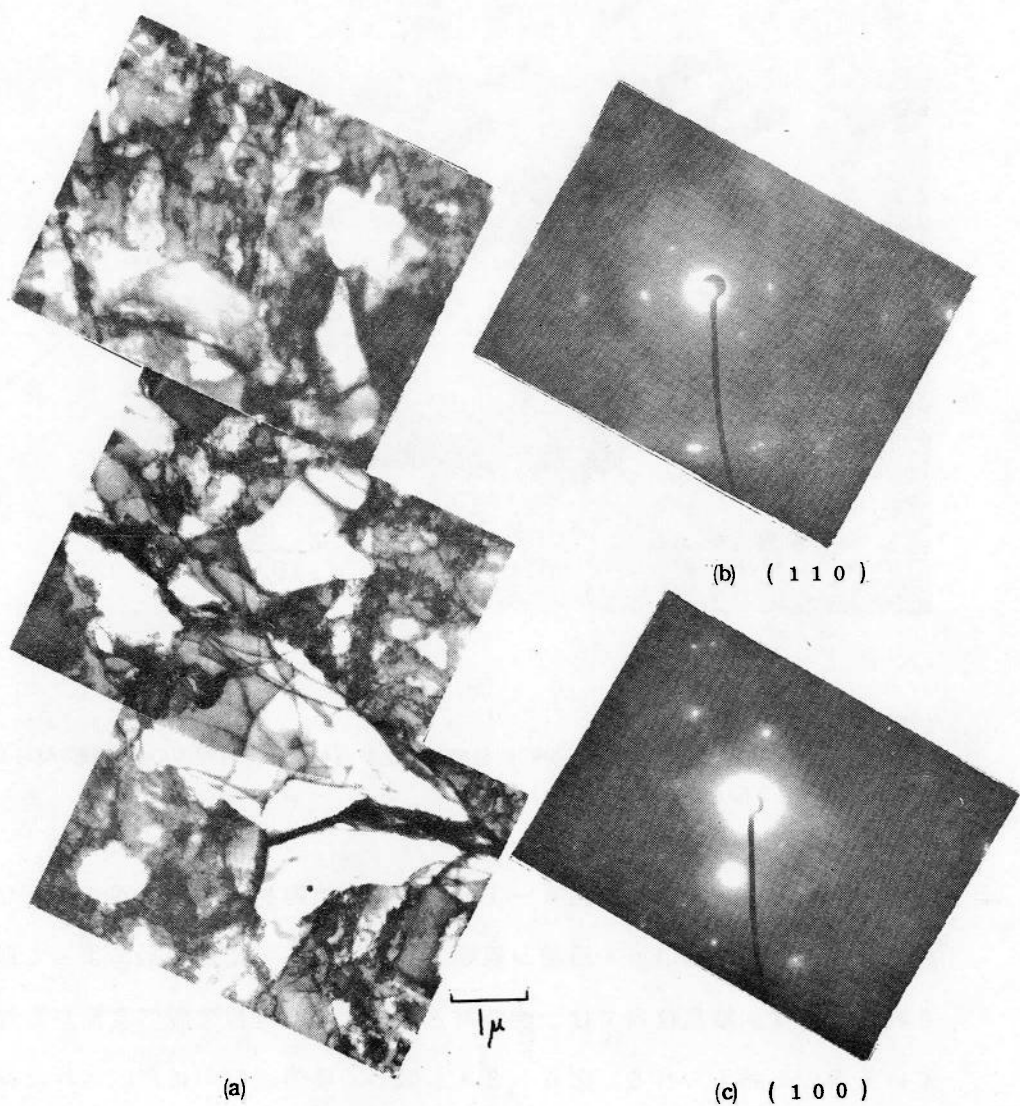


図6-24 平行材の低応力振幅領域での疲労過程中的転位組織
 (a) 内部組織 (b), (c) 制限視野回折写真
 $\sigma = 1.2 \text{ Kg/mm}^2$, $N = 2.2 \times 10^6$

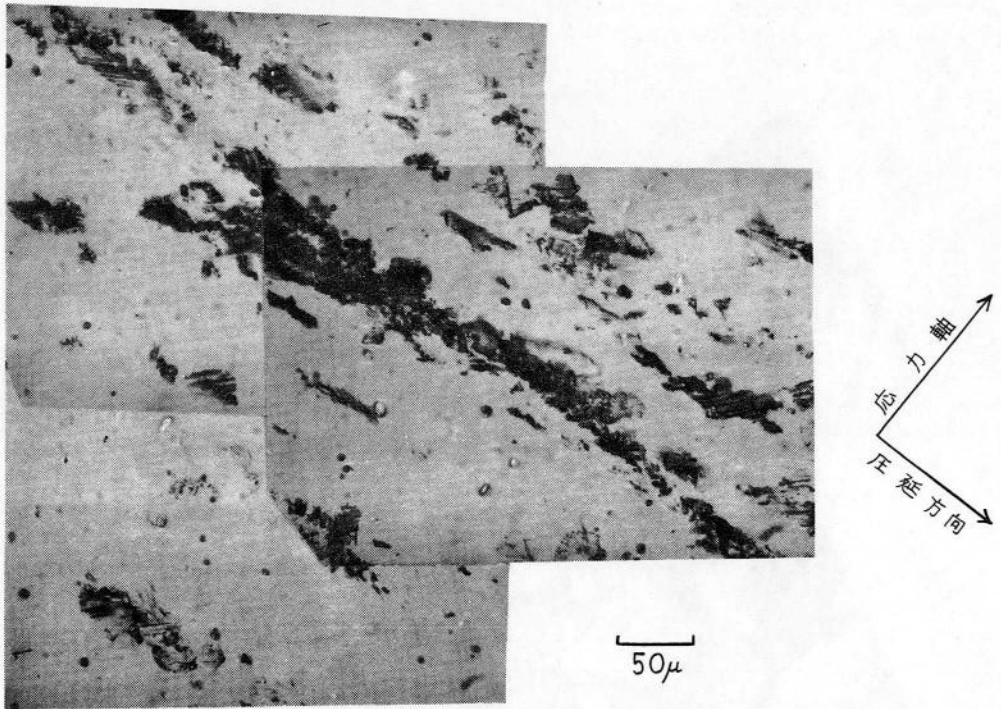


図 6-25

90%冷間圧延後、200°Cで5分間低温焼鈍した垂直材の疲労過程中的光学顕微鏡写真
 $\sigma = 1.2 \text{ Kg/mm}^2$, $N = 3.0 \times 10^5$

形成されており、その中に図 6-18 に示した焼鈍材の場合と同じような細長いセル組織や等軸のセル組織が観察される。従って疲労変形によって形成された大きな副結晶粒内では、焼鈍材と同じような過程で疲労変形が進行しているものと考えられる。図 6-24 も同じく疲労過程の中に形成された副結晶粒を示したものであり、同図(b)(c)は制限視野回折写真を示している。(a)に示す、圧延組織が残っている領域の制限視野回折によると、foil 面はほぼ $\{110\}$ 面に一致しており、圧延集合組織が残っていることを示している。一方(c)に示す、副結晶粒内の制限視野回折によると foil 面はほぼ $\{100\}$ 面に一致しており、再結

晶集合組織と一致している。すなわち、銅冷間圧延材では応力繰返し数が 10^6 を越えるような場合、疲労過程中には通常の回復あるいは転位組織の再配列のみならず再結晶をも起こしていることが明らかとなった。この場合、疲労過程中的温度上昇はほとんど観察されず、pore の発生と合わせて考えると、疲労過程に形成された過剰の原子空孔により再結晶したものと考えられる。そこで、冷間圧延材を 200°C の油中で5分間低温焼鈍し、これを疲労試験したところ、図6-25に示すようなすべり帯が疲労のごく初期から観察される。これは、図6-19に示した低応力振幅領域で観察されるすべり帯とはほぼ同様であり、 10^6 以上の応力の繰返しにより、試験片は少なくとも 200°C の温度上昇に匹敵する原子空孔濃度を持ったものと考えられる。

5-4 再結晶集合組織との関係

5-3節の結果から、低応力振幅領域では試験片は再結晶していることが明らかとなった。したがって、5-2節で示した島状のすべり帯内の細かいすべり帯は、再結晶集合組織に基づいて発生しているものと予測される。

この関係を検討したのが図6-26である。図6-26は May⁷⁶⁾らによって

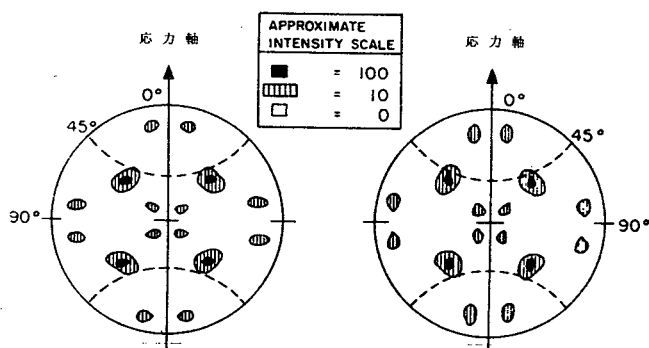
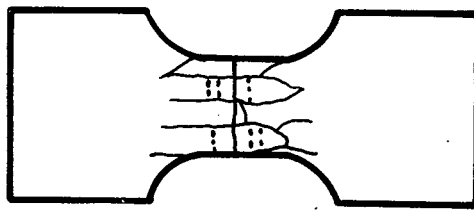


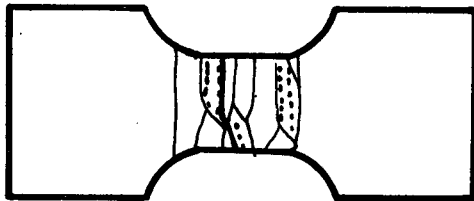
図6-26 立方体組織を有する材料の $\{111\}$ 極点図と最大せん断応力面との関係

(I. Le. May and K.D. Nair:
Trans. ASME, D92 (1970), 115.)

得られた再結晶集合組織の $\{111\}$ 極点図であり、図中の破線は最大せん断応力面を示す。この図から、平行材、垂直材とも2種類のすべり帯が応力軸に対し $55^{\circ}\sim 60^{\circ}$ 方向に発生すること、およびこの2つのすべり帯が互いに $50^{\circ}\sim 60^{\circ}$ の角をなすことが予測されるが、これらは図6-19~6-22に示した表面組織の観察結果とまさしく一致している。すなわち、低応力振幅領域においては疲労過程中にまず局部的に再結晶が起こり、この再結晶した領域にすべり帯が発生するため、平行材と垂直材の疲労き裂発生機構はまったく同じとなり、疲労寿命は圧延加工による結晶粒の伸びにのみ依存する。したがって図6-27に示すように、結晶粒の伸びた方向と巨視的な疲労き裂伝ば方向とが一致する垂直材の方の疲労寿命が短くなったものと考えられる。



平行材



垂直材

図6-27 低応力振幅領域での表面組織の模式図

6. 結 論

タフピッチ銅の90%冷間圧延材の疲労挙動異方性を、疲労過程中的の表面組織および転位組織変化、ならびに圧延集合組織に基づいて研究した結果、次の事柄が明らかとなった。

- (1) 銅冷間圧延材では、純鉄冷間圧延材の場合とは異なり高応力振幅領域では、垂直材の疲労寿命の方が長くなる。しかしながら、疲労寿命 10^6 近傍を境として、低応力振幅側では、逆に平行材の疲労寿命の方が長くなっている。
- (2) 高応力振幅側では、粗大すべり帯は、圧延集合組織に基づいて発生しており、平行材では、応力軸に対しほぼ直角にすべり帯き裂が形成されるのに対し、垂直材では応力軸に対し $55^\circ \sim 60^\circ$ となり、巨視的な Stage I き裂の伝ば方向とは一致していない。しかも垂直材のすべり帯き裂をつなぐき裂は、内部組織およびシュミット因子から見て発生しにくいため、垂直材の疲労寿命が長くなったものと考えられる。
- (3) 低応力振幅側では、冷間圧延加工によって導入された転位組織は、疲労過程に局部的に再結晶し、その領域に再結晶集合組織に基づいたすべり帯が現われ、その場所で焼鈍材の場合とほぼ同じような機構で疲労き裂が形成される。従って、疲労き裂発生挙動には方向性がなく、結晶粒の伸びた方向と、Stage I き裂の伝ば方向とが異なる平行材の疲労寿命の方が長くなる。
- (4) 粗大すべり帯は、疲労初期には、突き出しとして形成され、その凹凸は、内部のセル組織と一対一の対応をしている。そして粗大すべり帯を形成する転位の動きに対するセル壁の抵抗は、純鉄冷間圧延材の場合より大きい。

第 7 章 圧延集合組織を有する材料の疲労機構^{25, 28~31)}

1. 緒 言

第 2～6 章の結果より、冷間圧延材の疲労挙動の特徴としては、高応力振幅領域では、圧延集合組織に基づいて、粗大すべり帯およびすべり帯き裂が発生すること、また、低応力振幅領域では、材料が回復あるいは再結晶した後、すべり帯が発生し、そこに焼鈍材と同様の機構で、き裂が発生すること等が明らかとなった。しかしながら、透過電子顕微鏡観察結果より、高応力振幅領域においても、粗大すべり帯の下部では、回復を起こしていることが明らかである。すなわち、高応力振幅領域での粗大すべり帯の発生と、低応力振幅領域での回復あるいは再結晶とは、まったく同じ現象であり、ただ高応力振幅領域では、圧延組織内で、転位の増殖が容易に起こるのに対して、低応力振幅領域では、材料が十分軟化しなければ、転位の増殖が起こらないために、このような相異が生じたものと考えられる。

そこで、本章においては、高応力振幅領域での粗大すべり帯の挙動、低応力振幅領域での再結晶、および圧延集合組織の形成と疲労挙動異方性に関する若干の考察を行なうとともに、その結果をもとに、交差圧延材の疲労挙動異方性を予測し、それと実験結果とを比較検討している。

2. 圧延加工によって導入された転位組織と粗大すべり帯

冷間圧延材の高応力振幅領域での疲労挙動の特徴としては、粗大すべり帯の発生が挙げられる。これは、下部のセル組織と対応した凹凸を持つ突き出しであることが明らかとなったが、純鉄冷間圧延材の場合には、疲労のごく初期から線状に発生するのに対し、銅冷間圧延材では、まず点線状に突き出しが発生し、疲労変形の進行とともに各突き出しが連なって一本の線となる。このようなすべり帯の様相の相異は、アルミニウムと銅の焼鈍状態の試料を疲労した場

合にも観察される。すなわち、アルミニウムの焼鈍状態の試料を疲労した場合、内部に明確なセル組織が形成された後、発生するすべり帯は、下部のセル組織とは対応せず、直線的なものとなっているが、銅の場合に発生するすべり帯は、下部のセル組織と一対一に対応している。^{63, 66)} ^{9, 16, 17)} このように、交差すべりを起こしやすい鉄あるいはアルミニウムの場合に、線状のすべり帯が形成され、銅のように積層欠陥エネルギーが比較的低く、交差すべりを起こしにくい材料で、粗大すべり帯が点線状になるという、一見矛盾した結果となっている。

ところで、アルミニウムを電子顕微鏡内で引張試験した場合、ラセン転位は交差すべりを繰返すことにより、容易にセル境界を通過することが報告されている。⁶⁹⁾ 同様の過程は、疲労の場合にも起こっているものと考えられる。すなわち、図4-7に示したように、正負の対をなすラセン転位がセル境界を通過する場合、純鉄あるいはアルミニウムのラセン転位は交差すべりを繰返しなが

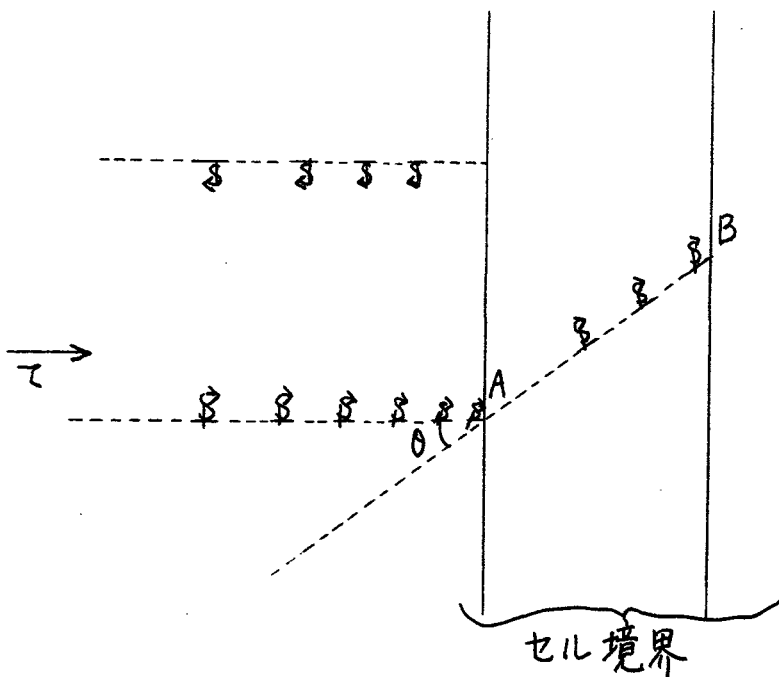


図7-1 セル境界でのラセン転位の交差すべり

通り抜けることができるが、銅のラセン転位は、交差すべりが比較的困難なため、セル境界に集積するものと考えられる。すなわち、図7-1に示すように、転位源にせん断応力 τ が働いて、

セル境界の A 点に n_A 個の転位が集積した場合、A 点には約 $n_A \tau$ の力が作用することになる。この時、交差すべりを起こす条件は次式で与えられると考えられる。

$$n_A \tau > \tau_s$$

τ_s : 拡張転位を収縮させるのに必要な応力

そして、A 点で交差すべりが起こり、次に B 点に n_B 個の転位が集積した場合、B 点の拡張した転位を収縮させるのに必要な、A 点への転位の集積数を n_A とすると、次式が成り立つ。

$$n_A \tau \cos^2 \theta + n_B \tau \cos^2 \theta > \tau_s$$

ゆえに

$$n_A > \frac{\tau_s}{\tau \cos^2 \theta} - n_B$$

となる。よって、B 点で交差すべりを起こすためには、A 点には新たに次式で示される個数の転位が集積しなければならない。

$$n = \frac{\tau_s}{\tau \cos^2 \theta} - \frac{\tau_s}{\tau} - n_B$$

ゆえに

$$n = \frac{\tau_s}{\tau} \left(\frac{1}{\cos^2 \theta} - 1 \right) - n_B$$

となる。ところで、セル境界には転位が密につまっているために、 n_B は小さいと考えられ、 $n > 0$ と考えられる。すなわち、銅のような積層欠陥エネルギーの低い材料では、 τ_s が大きいため、 n は大きくなり、A 点に $n\tau$ だけ大きい力がかかる。したがって、B 点で交差すべりを起こす前に A 点近傍で交差すべりが起こり、図 4-7 に示したような過程で消滅するため、点線上の突き出しが発生するものと考えられる。

3. 低応力振幅領域での再結晶

低応力振幅領域では材料が十分軟化した後でなければ、転位はほとんど動け

ず、疲労初期では転位は短距離の動きを繰返しているものと考えられる。その間、ラセン転位は connecting cross slip により、刃状転位は原子空孔の吸収により消滅していくものと考えられる。

そこで、疲労過程に形成される空孔濃度に着目してみると、冷間加工された銅では、塑性ひずみ振幅 $\pm 0.01\%$ で疲労試験を行なった場合、約 10^6 で破断している。本実験の場合のように疲労寿命の約 20% で島状のすべり帯が現われるとすると、それまでの全塑性ひずみ量 ε_T は

$$\varepsilon_T = (0.01 \times 2) \times 10^6 \times 0.2 = 4 \times 10^3$$

となる。ところで、ひずみに対する空孔濃度は一般に

$$C = \eta \varepsilon_T^n \quad (67)$$

で与えられ、ひずみ条件により、 $\eta = 10^{-4} \sim 10^{-2}$ 、 $n = 1 \sim 2$ の値が報告されている。すなわち、最低の場合でも原子空孔濃度は

$$C_{\min} = 10^{-4} \varepsilon_T^1 = 10^{-4} \times 4 \times \frac{10^3}{100} = 4 \times 10^{-3}$$

となり、これは金属の融点における空孔濃度 $10^{-3} \sim 10^{-4}$ よりもはるかに多く、このため銅あるいはアルミニウムの冷間圧延材では、疲労過程に再結晶が起こったものと考えられる。

4. 圧延集合組織と疲労挙動異方性

第5、6章の結果より、冷間圧延材の疲労挙動異方性は2つの要素から成り立っていることが明らかである。すなわち、1つは圧延加工による結晶粒の伸びであり、State I き裂の伝ば方向と結晶粒の伸びた方向が一致した場合、疲労寿命が短くなる。今1つは圧延集合組織に基づくすべり帯き裂の方向性であり、すべり帯き裂の方向と Stage I き裂の伝ば方向とが一致している場合は、疲労寿命が短くなる。

したがって、純鉄冷間圧延材の高応力振幅領域、低応力振幅領域および銅冷

間圧延材の低応力振幅領域では、き裂形成状態に異方性がないため、圧延加工による結晶粒の伸びに依存して疲労寿命に異方性が現われている。一方、銅冷間圧延材の高応力振幅領域では、すべり帯き裂の方向性に基づいて疲労寿命の異方性が現われている。

したがって、図7-2に示すような集合組織を持つ交差圧延材の場合には、⁸⁰⁾

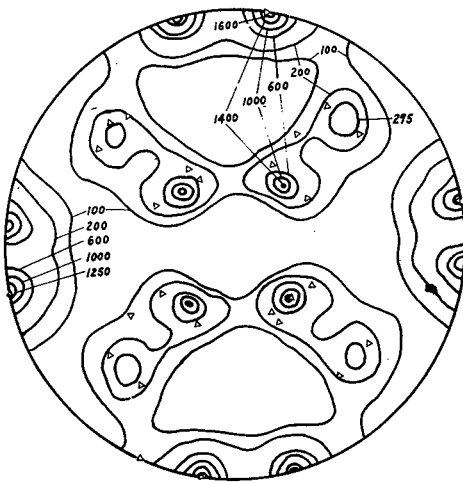


図7-2 交差圧延材の{111}極点図

(A. Merlini and P.A. Beck:
Acta Met., 1 (1953), 598.)

結晶粒は等軸であるため、すべり帯き裂の方向によって疲労寿命の異方性が現われるものと考えられる。高応力振幅領域では平行材の粗大すべり帯およびすべり帯き裂は応力軸に対し $46^{\circ} \sim 55^{\circ}$ の角度範囲に現われ、 45° 材の粗大すべり帯およびすべり帯き裂は応力軸に対して 90° および 45° 方向に現われることが予測される。したがって、高応力振幅領域では平行材の疲労寿命の方が 45° 材より長く、

低応力振幅領域では再結晶するため、両者の差がなくなるものと考えられる。

5. 交差圧延材の疲労挙動異方性

5-1 試験片の作製法

供試材料は前章と同じ厚さ 1.0 mm のタフピッチ銅で、これを $850^{\circ}\text{C} \times 3\text{ hr}$ の真空焼鈍を行なった後、交差圧延加工を行ない、厚さ 1 mm の圧延材とした。この試料の引張強さを表7-1に示す。この圧延板より図6-1に示した形状の試験片を圧延方向に平行、ならびに 45° 方向に切り出し、前章に示

表7-1 供試材料の引張強さ

	引張強さ (kg/mm ²)
平行材	37.2
45°材	36.7

したものと同じ方法で化学研磨、
ならびに電解研磨を行なった後、
疲労試験片とした。疲労試験は
島津製UF-15型万能疲れ試験
機で、均一曲げ装置を用いて行

なった。

5-2 S-N曲線および応力振幅-たわみ振幅曲線

交差圧延材の平行材および45°材の疲労試験の結果得られたS-N曲線お
よび応力振幅-たわみ振幅曲線を図7-3、図7-4に示す。図7-3より
明らかなように、予測結果と一致して、高応力振幅領域では平行材の疲労寿

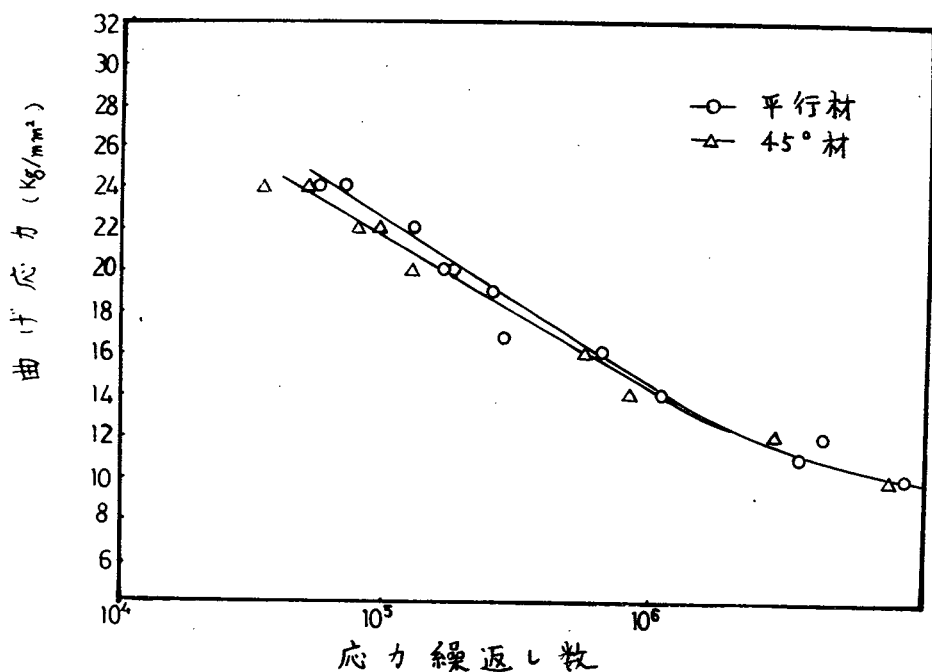


図7-3 交差圧延材のS-N曲線

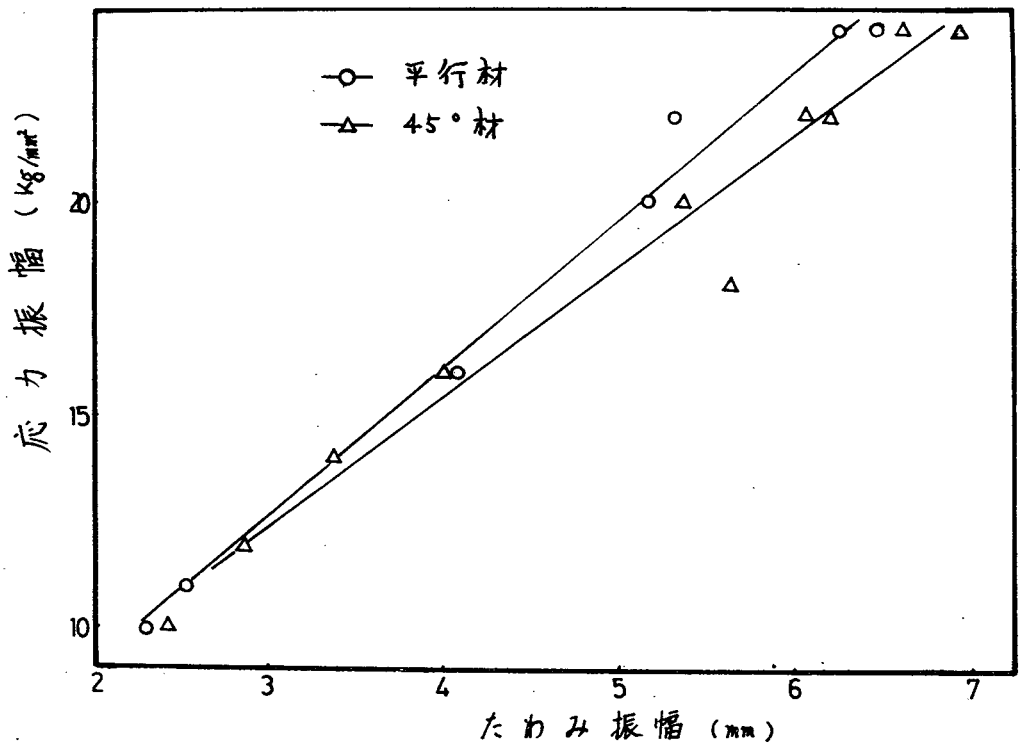


図7-4 応力振幅—たわみ振幅曲線

命の方が45°材より長くなっており、低応力振幅領域では両者の疲労寿命の差はなくなっている。図7-4は応力振幅—たわみ振幅曲線を示したもので、高応力振幅側では疲労寿命の短い45°材のたわみ振幅が大きく、低応力振幅側では平行材と45°材のたわみ振幅は、ほぼ同じであり、S—N曲線と同じ傾向を持っている。

5-3 圧延集合組織と粗大すべり帯

図7-5は 交差圧延材の{111}極点図と最大せん断応力面との関係を示したもので、平行材では粗大すべり帯は応力軸に対し46°～55°、45°材では90°あるいは45°に発生すると考えられる。

図7-6は発生した粗大すべり帯を示したもので、平行材では粗大すべり

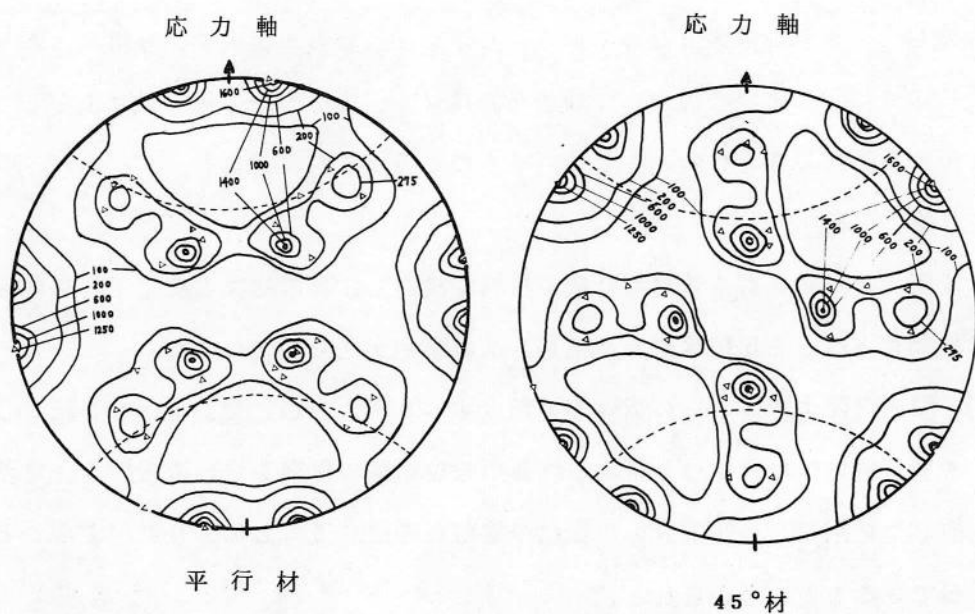


図7-5 交差圧延材の $\{111\}$ 極点図と最大せん断応力面との関係

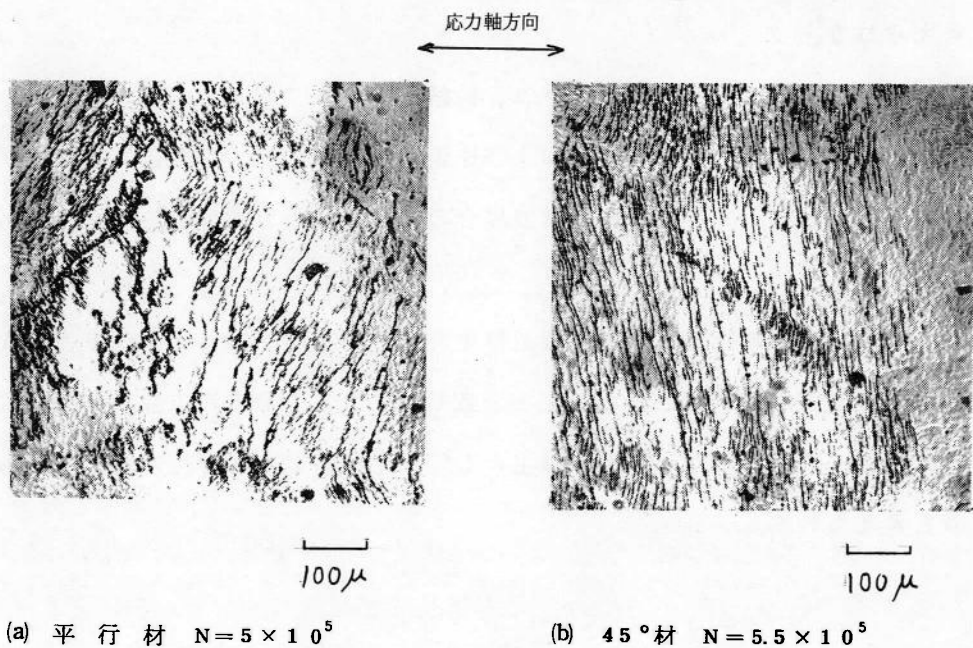


図7-6 交差圧延材の粗大すべり帯 $\sigma = 16 \text{ Kg/mm}^2$

帯は応力軸に対し $50^{\circ}\sim 60^{\circ}$ 、 45° 材では $80^{\circ}\sim 90^{\circ}$ を成しており、ほぼ予測したとおりの結果となっている。しかし、これらの粗大すべり帯には図6-16に示した場合のような顕著な差はなく、疲労寿命の異方性は主としてたわみ振幅の異方性から生じているものと考えられる。

6. 結 論

圧延集合組織を有する材料の疲労機構を検討し、その結果と交差圧延材の疲労挙動異方性とを比較検討した結果、次の事柄が明らかとなった。

- (i) 積層欠陥エネルギーの低い銅の粗大すべり帯の方が、交差すべりを起こしやすい純鉄の粗大すべり帯より内部の転位組織の影響を受けるという一見矛盾した結果は、セル境界への転位の集積を考慮することにより説明することができるものと考えられる。
- (ii) 疲労過程中には試料を再結晶させるに十分な原子空孔が形成されていると考えられる。
- (iii) 冷間圧延材の疲労挙動の異方性は、純鉄およびタフピッチ銅の両方について圧延加工による結晶粒の伸びおよび圧延集合組織の二つを考慮すれば説明できる。したがって、交差圧延材の場合の疲労挙動異方性の予測も可能である。
- (iv) タフピッチ銅の交差圧延材の疲労挙動異方性の実験を行なった結果、粗大すべり帯の方向は予測されたものと一致した。疲労寿命の異方性も予測されたものと一致していたが、これは主として力学的挙動の異方性に起因するものと考えられる。

第 8 章 総 括

金属材料の疲労機構に関する微視的な研究は主として、焼鈍状態の材料について行なわれており、予加工材に関するものは少ない。しかしながら、実用に供せられる部材の多くは、何らかの形の加工を受けている場合が多く、予加工材の疲労機構の解明が望まれている。

そこで、本研究では予加工材として、冷間圧延材を用い、疲労機構の詳細な検討を行なっている。

本研究の結果、明らかになった事項を通観してその概要を述べると次のようになる。

- (1) 第 1 章では、疲労機構に関する従来の研究結果を略述するとともに、本研究の目的と意義について述べた。
- (2) 第 2 章では、0.05% C 低炭素鋼を供試材料とし、これの焼鈍材および 2.5% 冷間圧延材の疲労過程中的の転位組織変化を観察した。その結果、次の事柄が明らかになった。
 - (i) 高応力疲労、低応力疲労ともに疲労破断直前では、焼鈍材と冷間圧延材の転位組織はセル間の方位差の違いを除けば、セル径、転位密度に関してほぼ同じ程度となっており、かつ高応力疲労の場合は、低応力疲労の場合と比べて、転位密度は高くセル径は小さくなっている。
 - (ii) 冷間圧延材に形成されたセル境界には、疲労変形によって形成されたと考えられる方位差のほとんどないものと、圧延加工によって導入された転位組織が再配列して明確になったと考えられる大きな方位差を有するものの二種類が観察された。そして疲労強度の高い冷間圧延材にのみ、このような方位差の大きいセル境界が観察されることにより、セル境界の方位差は疲労破壊を支配する主因ではないと考えられる。

Ⅲ) 冷間圧延材では疲労変形によって形成された原子空孔が冷間圧延加工によって導入された幅広いセル境界を拡散していく際、内部の微視的、巨視的残留応力を緩和するため、刃状転位が空孔を吸収し、上昇運動を起こし、内部組織が繰返し応力に対し、安定になった後、表面に pore が発生し、これを連ねて疲労き裂が発生するという過程で疲労変形が進行するものと考えられる。

(3) 第3章では、0.05% C 低炭素鋼を供試材料とし、これの焼鈍材および25%冷間圧延材の疲労き裂伝ば挙動を表面観察によって明らかにした。その結果を示すと、

(i) 焼鈍材のき裂は、結晶粒界と副結晶粒界の両方を伝ば経路とするが、冷間圧延材のき裂は結晶粒界をほとんど伝ばせず、結晶粒内を副結晶粒界あるいは粗大すべり帯に沿って伝ばする。従って焼鈍材の副結晶粒界を伝ばするき裂先端と、冷間圧延材の副結晶粒界を伝ばするき裂先端とは似た組織となる。

(ii) き裂先端の連続観察によると、焼鈍材、冷間圧延材とも、微き裂を連ねてき裂が伝ばしており、従来の観察結果と一致している。

(iii) き裂先端から0.2～0.5 mmの領域での転位組織観察によると、焼鈍材では転位密度が増加し、冷間圧延材では減少し第2章で示したのと同様の現象が起っている。また、冷間圧延材の場合には、焼鈍材の場合とは異なり、表面層にもセル組織が観察される。

(4) 第4章では、冷間圧延材特有の疲労現象である粗大すべり帯の発生、ならびにこれに沿って形成されるすべり帯き裂の形成機構を明らかにするため、70%の強圧延加工を行なった純鉄冷間圧延材を用い、粗大すべり帯の性質、ならびに圧延加工によって形成された方向性のある転位組織が

粗大すべり帯の形成におよぼす影響を研究した結果、次の事柄が明らかとなった。

- (i) 疲労変形の進行とともに、試料の内部では圧延加工により形成された転位組織の中に帯状に再配列した領域が現われる。この中は疲労変形特有のセル組織となっており、その後の応力繰返しによりこの領域に粗大すべり帯が、材料の一方向のみへの移動によって形成される。そして、材料の移動方向は常に突き出しが形成される方向であり、入り込みは観察されなかった。
 - (ii) 粗大すべり帯は、内部のセル径に応じた凹凸を持っており、内部のセル境界は、粗大すべり帯を形成する転位の動きに対して大きな抵抗を持つものと考えられる。そして試料の応力負荷方向を変えることにより、粗大すべり帯を横切るセルの大きさを変えた場合、それに応じて粗大すべり帯の凹凸の周期も変化する。
 - (iii) 粗大すべり帯内にはラセン転位が、その近傍には刃状転位が観察され、ラセン転位の動きより、粗大すべり帯の形成過程が説明できる。
 - (iv) 疲労変形が進むにつれ、粗大すべり帯の突き出し量が増加すると、粗大すべり帯に沿って入り込みが発生し、これが徐々に深くなり、すべり帯き裂となっている。
- (5) 第5章では、純鉄91%冷間圧延材を用い、冷間圧延材特有の疲労強度異方性を支配する要因を明らかにしている。
- その結果によると、
- (i) 純鉄冷間圧延材の疲労挙動異方性は、介在物の方位配列や残留応力にはほとんど支配されず、主として圧延加工による材料の組織変化に起因している。

- (ii) 高応力振幅領域では、圧延方向に対して平行ならびに垂直に応力が負荷された試料の両方の場合にすべり帯き裂は、応力軸に直角に発生する。一方、疲労限度近傍では圧延組織は疲労過程中に局部的に回復し、この領域に焼鈍材と同じような機構で疲労き裂が発生する。

従って疲労き裂発生過程には、異方性はなく、Stage I き裂の巨視的な伝ば方向と圧延加工によって結晶粒が伸びた方向とが一致する垂直材の疲労寿命が短くなる。

- (iii) このように疲労き裂発生挙動に異方性のない場合、冷間圧延材の疲労寿命の異方性は疲労寿命の結晶粒径依存性および、たわみ振幅の異方性の二つを考慮すれば求められる。

- (6) 第6章では、b. c. c. 金属である純鉄冷間圧延材の結果との比較の意味で、f. c. c. 金属であるタフピッチ銅冷間圧延材の疲労挙動異方性を研究した結果、次の事柄が明らかになった。

- (i) 銅冷間圧延材では、純鉄冷間圧延材の場合とは異なり、高応力振幅領域では、垂直材の疲労寿命の方が長い。しかしながら、疲労寿命 10^6 近傍を境として、低応力振幅側では平行材の疲労寿命の方が長くなっている。

- (ii) 高応力振幅側では、粗大すべり帯は圧延集合組織に基づいて発生しており、平行材では応力軸に対してほぼ直角にすべり帯き裂が形成されるのに対し、垂直材では応力軸に対し $55^\circ \sim 60^\circ$ となり、巨視的な Stage I き裂の伝ば方向と一致していない。しかも、垂直材のすべり帯き裂をつなぐき裂は、内部組織およびシュミット因子から見て発生しにくい。そこで、垂直材の疲労寿命が長くなったものと考えられる。

- (iii) 低応力振幅側では、冷間圧延加工によって導入された転位組織は、疲

労過程中に局部的に再結晶し、その領域に再結晶集合組織に基づいたすべり帯が現われ、そこで焼鈍材の場合とはほぼ同様な機構で疲労き裂が形成される。従って疲労き裂発生挙動に異方性がないため、結晶粒の伸びた方向と、Stage I き裂の伝ば方向とが異なる平行材の疲労寿命の方が長くなる。

Ⅲ 粗大すべり帯は、疲労初期には突き出しとして形成されており、その凹凸は内部のセルと一対一の対応をしている。そして、粗大すべり帯を形成する転位の動きに対するセル壁の抵抗は、純鉄冷間圧延材の場合より大きい。

(7) 第7章では、第2～第6章の結果をまとめ、圧延集合組織を有する材料の疲労機構の系統的な説明を試みるとともに、その結果より交差圧延材の疲労挙動異方性を予測し、これと実験結果とを比較検討している。

その結果、次の事柄が明らかとなった。

(i) 積層欠陥エネルギーの低い銅の粗大すべり帯の方が、交差すべりを起こしやすい純鉄の粗大すべり帯より内部の転位組織の影響を受けるといふ一見矛盾した結果は、セル境界への転位の集積を考慮することにより説明できるものと考えられる。

(ii) 疲労過程中には試料を再結晶させるに十分な原子空孔が形成されていると考えられる。

Ⅲ 冷間圧延材の疲労挙動の異方性は、純鉄およびタフピッチ銅の両方について圧延加工による結晶粒の伸び、および圧延集合組織の二つを考慮すれば説明できる。従って交差圧延材の場合の疲労挙動異方性の予測も可能である。

Ⅳ タフピッチ銅の交差圧延材の疲労挙動異方性の実験を行なった結果、

粗大すべり帯の方向は予測されたものと一致した。疲労寿命の異方性も予測されたものと一致していたが、これは主として力学的挙動の異方性に起因するものと考えられる。

参 考 文 献

- 1) 石橋 正：金属の疲労と破壊の防止，養賢堂，(1967).
- 2) P. Lukáš, M. Klesnil und P. Rys: Z. Metallk., **56** (1965), 109.
- 3) P. Lukáš and M. Klesnil: Czech. J. Phys., **14** (1964), 600.
- 4) C.E. Feltner and C. Laird: Acta Met., **15** (1967), 1621.
- 5) M.H. Raymond and L.F. Coffin, Jr.: Acta Met., **11** (1963), 801.
- 6) C.E. Feltner and C. Laird: Trans. AIME, **242** (1968), 1253.
- 7) N. Thompson, N.J. Wadsworth and N. Lout: Phil. Mag., **1** (1956), 113.
- 8) P.O. Kettunen: Acta Met., **15** (1967), 1275.
- 9) P. Lukáš, M. Klesnil, J. Krejčí and P. Rys: phys. stat. sol., **15** (1966), 71.
- 10) D. Hull: J. Inst. Metals, **86** (1957 - 58), 425.
- 11) P. Neumann: Z. Metallk., **59** (1968), 927.
- 12) T.H. Alden and W.A. Backofen: Acta Met., **9** (1961), 352.
- 13) A.E. King and D.G. Teer: Metal Sci. J., **3** (1969), 121.
- 14) D.H. Avery and W.A. Backofen: Fracture of Solids, Interscience Pub., (1962), p.339.
- 15) H.D. Nine: J. Appl. Phys., **38** (1967), 1678.
- 16) P. Lukáš, M. Klesnil and J. Krejčí: phys. stat. sol., **27** (1968), 545.
- 17) P. Lukáš and M. Klesnil: phys. stat. sol., **37** (1970), 833.
- 18) R.K. Ham and T. Broom: Phil. Mag., **7** (1962), 95.
- 19) C.E. Feltner and C. Laird: Acta Met., **15** (1967), 1633.
- 20) H. Abdel - Raouf and A. Plumtree: Metall. Trans., **2** (1971), 1251.
- 21) K.D. Nair and I. Le May: Nature, **217** (1968), 634.
- 22) 吉田 彰，川辺秀昭，山田朝治：材料，**19** (1970), 295.
- 23) 吉田 彰，上村正雄，川辺秀昭，山田朝治：材料，**18** (1969), 1106.
- 24) A. Yoshida, M. Uemura, H. Kawabe and T. Yamada: Proc. 13th Jap. Cong. Met. Res., (1970), p. 58.
- 25) 上村正雄，川辺秀昭，山田朝治：材料，**20** (1971), 839.
- 26) M. Uemura, H. Kawabe and T. Yamada: Technol. Repts. Osaka Univ., **21** (1971), 225.
- 27) 上村正雄，小林茂樹，川辺秀昭，山田朝治：金属学会昭和 46 年度春期大会講演概要，p. 75.
- 28) M. Uemura, A. Yoshida, H. Kawabe and T. Yamada: Proc. International Conf. on Mech. Behavior of Materials, **2** (1971), 24.

- 29) 上村正雄, 木川 泓, 川辺秀昭, 山田朝治 : 金属学会
昭和 47 年度春期大会講演概要, p. 126.
- 30) 上村正雄, 川辺秀昭, 山田朝治 : 日本材料学会
第 21 期学術講演会前刷, (1972), p. 21.
- 31) 上村正雄, 川辺秀昭, 山田朝治 : 第 10 回 X 線材料強度
に関するシンポジウム前刷集, (1972), p. 89.
- 32) K.U. Snowden: *Acta Met.*, **11** (1963), 675.
- 33) J.C. Grosskreutz and P. Waldow: *Acta Met.*, **11** (1963), 717.
- 34) C.E. Feltner: *Acta Met.*, **11** (1963), 817.
- 35) J.R. Hancock and J.C. Grosskreutz: *Acta Met.*, **17** (1969), 77.
- 36) S.J. Basinski, Z.S. Basinski and A. Howie: *Phil. Mag.*, **19** (1969), 899.
- 37) H.D. Nine and D. Kuhlmann - Wilsdorf: *Canad. J. Phys.*, **45** (1967), 865.
- 38) F.V. Lawrence, Jr. and R.C. Jones: *Metal. Trans.*, **1** (1970), 367.
- 39) R.K. Ham: *Phil. Mag.*, **6** (1961), 1183.
- 40) O. Vingsbo, Y. Bergström and G. Lagerberg: *Phil. Mag.*, **20** (1969), 1271.
- 41) H.D. Williams and G.C. Smith: *Phil. Mag.*, **13** (1966), 835.
- 42) S. Ikeda: *J. Phys. Soc. Japan*, **27** (1969), 1564.
- 43) W.J. Derrick Jones and W.D. Dover: *Nature*, **209** (1966), 704.
- 44) T. Broom and R.K. Ham: *Proc. Roy. Soc.*, **A242** (1957), 166.
- 45) M. Klesnil and P. Lukáš: *Phil. Mag.*, **17** (1968), 1295.
- 46) P. Lukáš, M. Klesnil and R. Fiedler: *Phil. Mag.*, **18** (1969), 799.
- 47) S. Karashima, H. Oikawa and T. Ogura: *Trans. JIM*, **9** (1968), 205.
- 48) T. Ogura and S. Karashima: *Trans. JIM*, **10** (1969), 292.
- 49) 平 修二, 田中啓介 : 材料, **18** (1969), 620.
- 50) W.A. Wood, S. Mck. Cousland and K.R. Sargent: *Acta Met.*, **11** (1963), 639.
- 51) C. Laird and G.C. Smith: *Phil. Mag.*, **7** (1962), 847.
- 52) 平 修二, 林 建吉, 田中啓介 : 材料, **15** (1966), 879.
- 53) 平 修二, 田中啓介 : 材料, **18** (1969), 1126.
- 54) S. Karashima and M. Takamura: *Technol. Repts. Tohoku Univ.*, **18** (1962), 85.
- 55) 幡中憲治, 中川紀寿, 川辺秀昭, 山田朝治 : 材料 **19** (1970), 1105.
- 56) D.F. Watt, J.D. Embury and R.K. Ham: *Phil. Mag.*, **17** (1968), 199.
- 57) D.I. Golland and P.L. James: *Metal Sci. J.*, **4** (1970), 113.
- 58) M. Ronay, W.H. Reiman and W.A. Wood: *Trans. AIME*, **233** (1965), 298.
- 59) R.C. Boettner and A.J. McEvily, Jr.: *Acta Met.*, **13** (1965), 937.
- 60) G. Oates and D.V. Wilson: *Acta Met.*, **12** (1964), 21.
- 61) R.B. Adamson: *Phil. Mag.*, **17** (1968), 681.

- 62) 菊川 真, 大路清嗣, 大久保肖義, 横井玉雄, 森川 隆 :
日本機械学会論文集, 38 (1972), 305.
- 63) A.B. Mitchell and D.G. Teer: *Phil. Mag.*, 19 (1969), 609.
- 64) E.E. Laufer and W.N. Roberts: *Phil. Mag.*, 14 (1966), 65.
- 65) E.E. Laufer and W.N. Roberts: *Phil. Mag.*, 10 (1964), 883.
- 66) A.B. Mitchell and D.G. Teer: *Phil. Mag.*, 22 (1970), 399.
- 67) 日本金属学会編: 格子欠陥と金属の機械的性質, 丸善, (1967).
- 68) N.F. Mott: *Acta Met.*, 6 (1958), 195.
- 69) H. Fujita: *J. Phys. Soc. Japan*, 23 (1967), 1349.
- 70) 長島晋一: 集合組織, 日本金属学会, (1966).
- 71) P. Beardmore and C. Feltner: *Met. Trans.*, 1 (1970), 1472.
- 72) 西谷弘信, 鹿毛正治: 日本機械学会誌, 74 (1971), 1069.
- 73) J.T. Ranson: *Trans. ASM*, 46 (1954), 1254.
- 74) P.J.E. Forsyth: *Acta Met.*, 11 (1963), 703.
- 75) C. Laird and C.E. Feltner: *Trans. AIME*, 239 (1967), 1074.
- 76) I. Le May and K.D. Nair: *Trans. ASME*, D92 (1970), 115.
- 77) P.J.E. Forsyth: *Fatigue in Aircraft Structures*, Academic Press, (1956), p. 20.
- 78) J.H. Cairns, J. Clough, M.P. Dewey and J. Nutting: *J. Inst. Metals*, 991 (1971), 93.
- 79) C.R. Gostelow: *Metal Sci. J.*, 5 (1971), 177.
- 80) A. Merlini and P.A. Beck: *Acta Met.*, 1 (1953), 598.

結 言

本研究を行なうに当り、終始御指導と御鞭撻をいただきました恩師、山田朝治教授に対して心より謝意を表わすとともに、しばしば有益なる御教示を賜わりました、川辺秀昭教授、津和秀夫教授、築添正教授、井川直哉教授、牧之内三郎教授、中川憲治教授、高村正治助教授、岡山大学吉田彰助教授ならびに精密工学科の諸先生方に対して厚く感謝の意を表します。

また、芳井熊安氏、川上隆司氏を始め山田研究室の方々、ならびに実験に協力していただいた木川泓氏、小林茂樹氏、新免尊範氏、藤本克幸氏、大松幹彦氏、岡本耕一氏、落合政信氏に厚く感謝する次第です。

また、貴重な実験試料を提供していただいた住友金属工業株式会社ならびに新日本製鉄株式会社に厚く謝意を表わします。

論文目録

大阪大学

報告号 甲第1547号

上村正雄

主論文 冷間圧延材の疲労機構に関する研究

(主論文のうち印刷公表したもの)

1. 焼なまし材および圧延材低炭素鋼の転位観察による疲労変形機構

材料 18巻 195号

昭和44年12月15日

2. Fatigue Deformation Mechanisms of the Annealed and the Rolled Low Carbon Steel

(低炭素鋼の焼鈍材と圧延材の疲労変形機構)

Proceedings of the Japan

Congress on Materials Research

昭和45年

3. Dislocation Structures during Fatigue Deformation of Annealed and Rolled Low Carbon Steels

(低炭素鋼の焼鈍材と圧延材の疲労過程中的転位組織)

大阪大学工学報告21巻 989号

昭和46年3月

4. 圧延加工された低炭素鋼の疲労過程中的の転位組織
材料 20巻 214号

昭和46年7月15日

5. Dislocation Substructure in Fatigue Deformed Surface
Layer of Rolled Low Carbon Steels

(疲労変形を受けた低炭素鋼圧延材の表面層の転位組織)

Proceedings of the 1971 International
Conference on Mechanical Behavior
of Materials 2巻

昭和48年

(主論文のうち未公表のもの)

1. 純鉄冷間圧延材の疲労挙動異方性

材料 執筆中

2. 銅冷間圧延材の疲労挙動異方性

日本金属学会誌 執筆中

