



Title	18-8オーステナイト鋼の疲労挙動に関する基礎的研究
Author(s)	幡中, 憲治
Citation	大阪大学, 1970, 博士論文
Version Type	VoR
URL	https://hdl.handle.net/11094/781
rights	
Note	

The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA

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

The University of Osaka

18-8 オーステナイト鋼の疲労挙動 に関する基礎的研究

昭和44年12月

幡 中 憲 治

18-8 オーステナイト鋼の疲労挙動 に関する基礎的研究

昭和44年12月

幡 中 憲 治

目 次

緒 論	1
第 1 編 18-8 オーステナイト鋼の巨視的疲労挙動	3
第 1-1 章 緒 言	4
第 1-2 章 疲労過程中的変形と温度上昇について	6
1-2-1 試験方法	6
1-2-2 一定応力振幅疲労試験	8
1-2-3 二段二重重複疲労試験における累積繰返し数比	12
1-2-4 二段二重重複疲労における試験片のたわみ，表面温度の変化と疲労寿命との関連性について	14
1-2-5 小 括	20
第 1-3 章 疲労き裂の伝播挙動	22
1-3-1 試験方法	22
1-3-2 一定応力振幅疲労試験中のき裂進展曲線	23
1-3-3 二段二重重複疲労試験におけるき裂進展曲線と累積被害	26
1-3-4 破面の電子顕微鏡観察	30
1-3-5 室温と高温試験における <i>Fractography</i> の相違に対する検討	34
1-3-6 累積被害の疲労き裂進展過程からの検討	37
1-3-7 小 括	39
第 1-4 章 結 論	41

第 2 編	疲労き裂の発生と伝播の微視的挙動	44
第 2-1 章	緒 言	45
第 2-2 章	疲労き裂発生過程の微視的観察	48
2-2-1	試験方法	48
2-2-2	光学顕微鏡および細束 X 線による結晶変形の観察	51
2-2-3	レプリカ法電子顕微鏡観察	57
2-2-4	考 察	63
2-2-5	小 括	67
第 2-3 章	疲労き裂近傍の結晶変形の観察	69
2-3-1	試験方法	69
2-3-2	S-N 曲線および疲労き裂進展曲線	71
2-3-3	細束 X 線法による疲労き裂近傍の下部組織の 観察	73
2-3-4	電子顕微鏡レプリカ法による疲労き裂近傍の 結晶変形の観察	81
2-3-5	破面の電子顕微鏡観察	93
2-3-6	考 察	94
2-3-7	小 括	100
第 2-4 章	高温疲労における結晶変形の観察	102
2-4-1	試験方法	102
2-4-2	試験装置	103
2-4-3	高温試験におけるすべり線の形態	106
2-4-4	考 察	118
2-4-5	小 括	125
第 2-5 章	結 論	127

第 3 編	疲労過程中的の転位の挙動	134
第 3-1 章	緒 言	135
第 3-2 章	転位組織の観察	137
3-2-1	試験方法	137
3-2-2	実物薄膜作製法	139
3-2-3	応力繰返し数に伴う転位組織の変化	143
3-2-4	マイクロクラック先端のマルテンサイトと 転位組織	178
3-2-5	考 察	186
3-2-6	小 括	193
第 3-3 章	18-8 オーステナイト鋼の疲労機構に関する 2, 3 の考察	195
3-3-1	疲労硬化とき裂の発生	195
3-3-2	疲労き裂の伝播	198
3-3-3	二段二重重複疲労における疲労変形組織	202
3-3-4	小 括	205
第 3-4 章	結 論	207
総 括		213
謝 辞		217

極限設計の思想に基ずく機械構造物の高速化という最近の設計理念において、金属材料の機械的性質の中でも疲労強度が占める重要性はますます増大するものと思われる。しかるに疲労現象は対象とする材料の金属組織学的因子、外的な力学的要因の他に環境による物理化学的因子などに敏感に影響されるため非常に複雑である。したがって、これらの因子を有機的に結合して、一般的に疲労現象を説明出来る理論の確立が強く望まれている。

現在、この目的に沿つて、主として二つの立場、すなわち、疲労現象を材料の力学的挙動から解明しようとする立場と、それを金属組織学的にとらえようとする立場の両方から研究が推し進められている。しかしながらこの両者はそれぞれ単独になされているがゆえに、その間には大きな *Gap* が生じているのが実情である。

この解決策としては、両者を結びつけるような中間的領域の研究が望まれるとともに、力学的立場に属する研究もいわゆる材料の破断点を問題とするのではなく破壊に至るまでの材料の疲労挙動を詳細に検討することが必要であろう。

疲労現象を疲労過程中的転位の挙動から微視的に究明しようとする試みが多数なされてきた。この結果、交差すべりの容易な材料の、この方面の知識については、ほぼ固定化した評価が可能になつた。しかし交差すべりが疲労破壊に決定的な役割を果すことが知られていることとの関連において、これの困難な材料についての転位挙動に関する情報は十分得られていないのが現状である。さらに、このように疲労過程に形成される転位組織をただ定性的に提示するにとどまっている現在のこの方面の範疇を越えて、最も重要な、転位組織と疲労破壊との関連性を、直接実験的に明らかにすることが、疲労破

壊の本質を検討するための急務と考えられる。

本研究は上に述べた諸点に留意して 18-8 オーステナイト鋼の疲労破壊機構に詳細な検討を加えることを目的とする。18-8 オーステナイト鋼は実用金属材料のうちでは最も積層欠陥エネルギーが低い材料に属するということの他に、変形による $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態という特殊性を有する。この特殊性を考慮して 18-8 オーステナイト鋼の疲労現象を徹底的に追求した研究は皆無といつてよい。そこで本研究では、まず最初にこの材料の疲労過程中的力学的挙動を明らかにするとともに、疲労変形を、表面組織と転位組織の観察から徹底的に検討し、さらにき裂先端部分の直接観察を通じて、疲労き裂進展とマルテンサイトとの関係を論じた。さらに 18-8 オーステナイト鋼の耐熱材料としての重要性にかんがみその高温疲労変形を主として表面組織の観察より明らかにした。

本論文は 3 編より成り立っている。第 1 編では 18-8 オーステナイト鋼の力学的疲労挙動を疲労過程中的たわみ変化と試験片表面温度の変化から明らかにするとともに、疲労き裂進展曲線を求めることによりその疲労き裂伝播挙動を論じた。第 2 編においてはその疲労変形を、表面組織を徹底的に観察することにより追求すると同時に特に疲労き裂先端近傍の変形組織を X 線的、電子顕微鏡的に詳細に検討した。さらに高温疲労変形が常温疲労変形に比較して非常に特徴的であることを明らかにした。第 3 編は転位組織の観察からの疲労変形の検討である。疲労過程中、応力繰返し数の増加につれて転位組織がいかに変化するかを低応力疲労と高応力疲労の両方について明らかにするとともに、マイクロクラック先端部分の直接観察から疲労き裂はその先端にマルテンサイトを生じつつ進行してゆくことを確認し、最後に 18-8 オーステナイト鋼の疲労機構に検討を加えた。

第 1 編

1 8 - 8 オーステナイト鋼の巨視的疲労挙動

第 1 — 1 章 緒 言

18-8 オーステナイト鋼は耐蝕、耐熱用材料として最も一般的に使用されており、したがって実用的見地からその疲労強度を検討した研究は数多い。

しかるに、疲労破壊の本質を検討するためには破壊という最終結果のみならず、破壊に至る過程における材料の力学的挙動を知ることがより一層重要なことと思われる。

従来この種の研究としては疲労過程中的の曲げモーメントの変化を測定したもの、1) ~ 4) 塑性ひずみおよび硬度の変化を測定したもの、5) 応力-ひずみの履歴曲線から得られる塑性仕事の変化から疲労挙動を論じたもの、6), 7) それに疲労き裂進展曲線を求めたもの^{8) ~ 10)} 等が主なものであろう。

18-8 オーステナイト鋼は非常に靱性に富み、また熱伝導率がごく低いという特徴を有する。それがゆえに疲労過程中に著るしい発熱を生ずることは以前から見出されていた^{11), 12)} が、この点についての詳細な検討は未だに十分でない。そこで上記の応力-ひずみの履歴曲線の面積に相当する塑性仕事を受けることにより生ずると考えられる疲労過程中的の熱的挙動を明らかにすることは18-8 オーステナイト鋼の力学的疲労挙動解明の有効な手段となるものと思われる。

疲労き裂の伝播挙動については寿命の大部分がき裂の伝播に費やされる切欠き材について調べるのが都合が良い。従来から疲労き裂進展速度を求める試みは種々なされているが、それがおそいと想像される低積層欠陥エネルギーを有する18-8 オーステナイト鋼の場合についての研究はなされていない。特にこの材料には先述したように平滑材においては疲労過程中に著るしい発熱を伴う特殊性がある。一方切欠き材では疲労変形による塑性域が切欠

き底のごく狭い領域に制限され、発生した熱がすぐ周囲に発散してしまう状態にあるのでこの試験片についてき裂の伝播挙動を調べることは、発熱が疲労強度に及ぼす影響を明らかにする上でも重要である。

近年、実際の設計上の要請から疲労による前履歴が材料のその後の疲労挙動にいかに関与を及ぼすかという問題が盛んに論議されている。最終的には実働荷重下にある構造物の疲労強度を知ることを目的としているが、それのみならずより基礎的な材料強度学的知見を得るためにも前履歴の効果を論ずるのは重要なことである。18-8オーステナイト鋼は著るしいCoaxing効果を有することが知られている。¹³⁾したがってこの材料の疲労特性は前履歴に特に敏感に影響を受けることが予想される。

本編では上記の観点に立ち、平滑試験片については疲労過程中的試験片のたわみ変化と試験片表面の温度変化を測定することによりその力学的挙動を明らかにするとともに疲労変形による前履歴の影響を詳細に論じた。^{14), 15)}また切欠き試験片については疲労き裂進展曲線を求めることにより18-8オーステナイト鋼の疲労き裂伝播挙動を明らかにするとともに一次応力によって受けたき裂先端部分の前履歴がその後のき裂進展挙動にいかに関与するかを論じた。^{14), 16)}

第 1 - 2 章 疲労過程中的の変形と温度上昇について

1- 2 - 1 試験方法

試験に用いた材料は S U S 表 1-2-1 供試材料の化学成分 (SUS 27) (%)

27 B の 18-8 ステンレ

ス鋼でその化学成分を

C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr
0.06	0.76	1.66	0.028	0.011	0.09	9.35	18.80

表 1-2-1 に示す。

これに 1100℃ 30 分間加熱後、水冷の溶体化処理を施し、その後機械加工により図 1-2-1 に示す試験片に仕上げた。疲労試験に際してはさらに試験片表面を 05 井のエメリーペーパーで研磨して使用した。

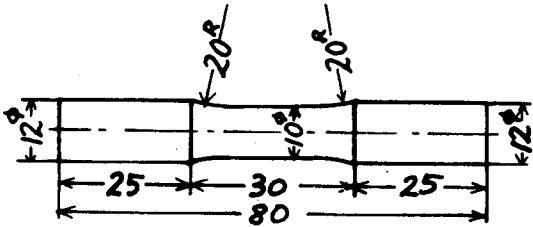


図 1-2-1 平滑試験片の形状と寸法

表 1-2-2 はこの材料の溶体化処理後の室温における静機械的性質である。

表 1-2-2 供試材料の室温における静機械的性質 (1100℃ から水冷)

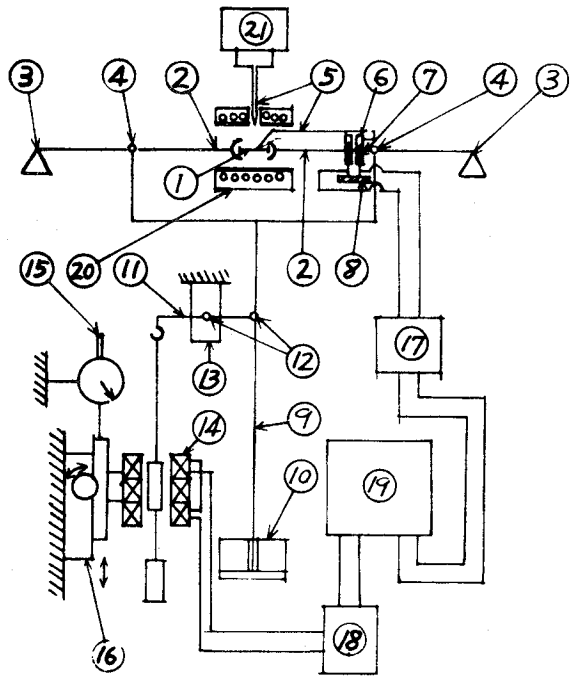
引張強さ (kg/mm^2)	伸び (%)	絞り (%)	ビツカース かたさ (100g)
58	65	68	141

使用した疲労試験装置の概略を図 1-2-2 に示す。すなわ

ち、上述の試験中の試験片の表面温度やたわみの連続測定が出来るように、疲労試験機としては高温用小野式回転曲げ疲労試験機 (回転速度は 3600 r.p.m.) を図のように改造して使用した。高温疲労試験温度の制御は試験片

の発生熱による炉内温度の変化を避けるため電気炉⑳の炉壁で行なった。また、疲労試験中の試験片の表面温度は試験片中央部に0.3φのアルメル・クロメル熱電対をしぼりつけ（その上を石綿にておおってある）、その出力をスリツプリング⑥に導き、温度測定用コンバーター（または増幅器）㉑を経て、記録計㉒にて検出した。測定にあたつてはシンクロスコープにて、回転時におけるスリツプリング⑥とカーボンブラシ⑦との接触状態が正常であることを確認した。疲労試験中の試験

片のたわみは荷重棒⑨の垂直変位を測定することによって求めた。本試験においてはこの荷重棒は負荷用ボールベアリング④に連絡されているから、荷重棒の変位の測定はこの荷重用ボールベアリングの位置の垂直変位



- | | |
|---------------|------------|
| ① 試験片 | ⑫ ボールベアリング |
| ② チヤッキングロッド | ⑬ レバー支持台 |
| ③ 支 点 | ⑭ 差動変圧器 |
| ④ 荷重用ボールベアリング | ⑮ ダイアルゲージ |
| ⑤ 熱電対 | ⑯ 微動調節装置 |
| ⑥ スリツプリング | ⑰ 増幅器 |
| ⑦ カーボンブラシ | ⑱ 変位計 |
| ⑧ 絶縁体 | ⑲ 記録計 |
| ⑨ 荷重棒 | ⑳ 電気炉 |
| ⑩ 重 錘 | ㉑ 温度制御器 |
| ⑪ レバー | |

図 1-2-2 疲労試験装置の概略図

を測定していることになる。この負荷用ボールベアリングは疲労試験機の回転軸の左・右支点③よりそれぞれ 200 mm のところに位置し、負荷用ボールベアリング間の距離は 550 mm である。試験中の連続的なたわみ測定は上記荷重棒⑨にレバー⑪を取り付け、これに連結されている差動変圧器の出力は変位計⑬を経て、二連電子管式自動平衡記録計⑭に連続記録させた。

疲労試験は室温、400℃、500℃、600℃の各温度にて行なつた。あらかじめ疲労変形を受けたことによる前履歴の影響を検討するために二段二重重複疲労試験を行ない、その時一次応力繰返し数比 n_2/N_1 は 0.25、0.50、0.75 の3種類、一次応力 σ_1 、二次応力 σ_2 の疲労限 σ_w に対する応力比は 1.05、1.10、1.15 の2～3種類を選んだ。

1-2-2 一定応力振幅疲労試験

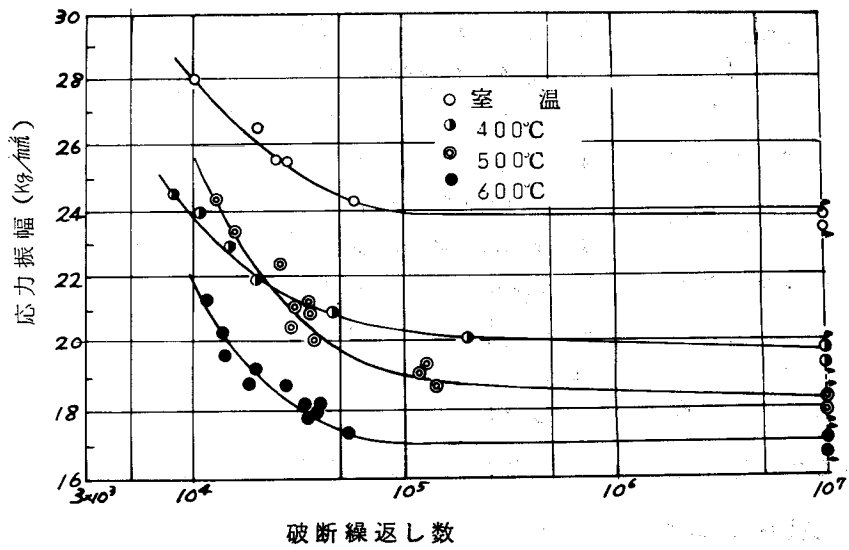


図1-2-3 平滑試験片のS-N曲線

室温， 400° ， 500° ， 600°C の各温度にて，一定応力振幅疲労試験を行ない，求めたS—N曲線を図1—2—3に示す。各温度における疲労限は図1—2—3より，それぞれ，23.8，19.9，18.3，17.1 kg/mm^2 とした。時間強度域についてはいずれの温度においてもS—N曲線がかなり短寿命側にかたより，約 2×10^5 の繰返し数にて破断しないものは，以後 10^7 以上の繰返し数に耐えることが出来，このことは炭素鋼等の高温疲労におけるS—N曲線と比較してきわめて特徴的である。

応力繰返し中の試験片の変形挙動を明らかにするため， 500°C の温度で疲労進行過程中的たわみ変化を測定した。

図1—2—4は段階的に増加する繰返し応力を短時間ずつ与えてゆく漸増応力疲労試験の結果求めた応力—たわみ曲線を示す。図は 500°C における試験結果で各応力繰返しを10秒間ずつ与えて段階的に応力を増したときのたわみの変化である。これよりわかるように供試材の

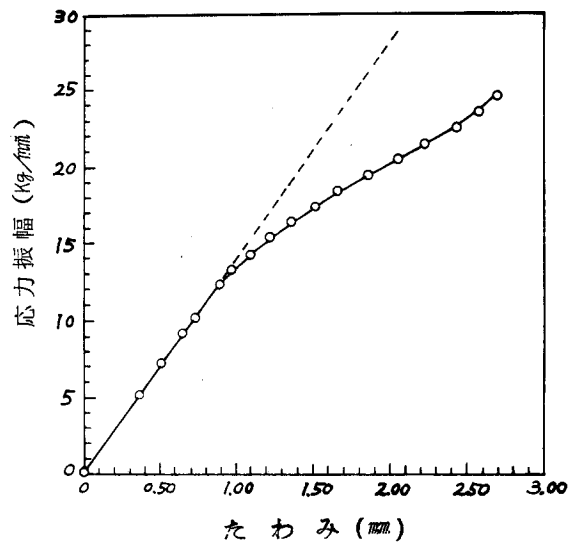


図1—2—4 漸増応力疲労試験における応力振幅とたわみの関係

500°C における疲労限18.3 kg/mm^2 の応力では応力—たわみ

曲線はすでに弾性線とはかなりずれたところに位置しており，18—8オーステナイト鋼では疲労限は降伏点より大きいことが認められる。¹³⁾

図 1-2-5 は 500℃ においてそれぞれ 19.2, 20.1, 21.0 kg/mm² (疲労限の 1.05, 1.10, 1.15 倍の応力) の繰返し応力を与えた場合の試験片のたわみ変化を求めたものである。縦軸は前に述べたように疲労試験機荷重棒の垂直変位を、横軸は破断繰返し数に対する測定時の繰返し数の比、すなわち繰返し数比を示したものである。また、これ等の 3 応力は当然塑性域応力であると考えられるが、いずれの応

力においても応力を加えた直後、たわみは急激な増加を示し、その後極大値を経て、繰返し数の増大とともに減少し、ある平衡極小値に達し定常状態を続けるが、破断直前にまた急激な増加をする。そして、この途中減少の程度は応力が低い程著るしい。

一方、18-8 オーステナイト鋼の溶体化処理材の応力繰返し中の発熱状態を知る目的で求めた試験片表面温度の測定結果を図 1-2-5, 図 1-2-6 に示す。図 1-2-5 は、500℃ における結果をたわみ測定の結果と同

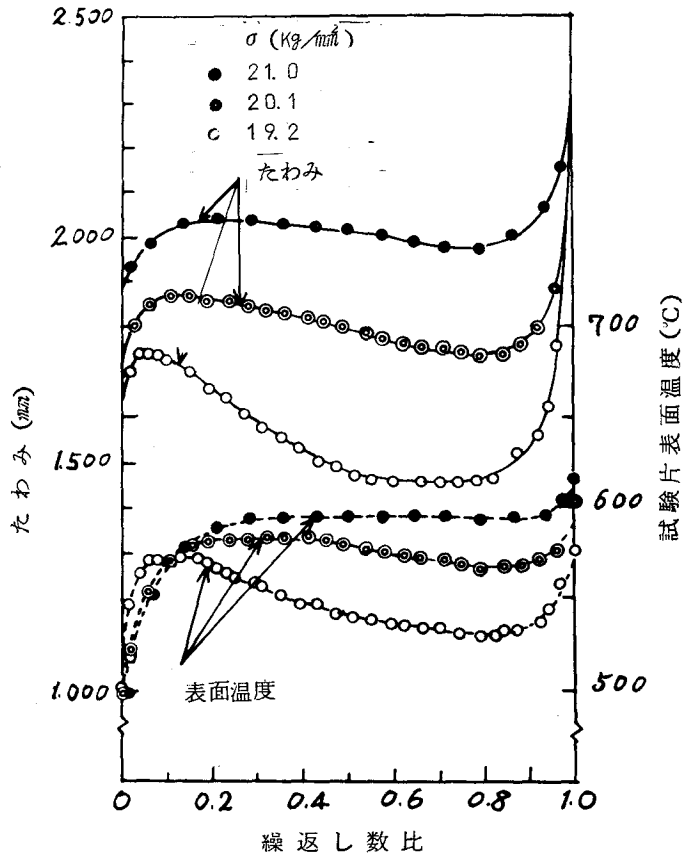


図 1-2-5 一定応力振幅疲労過程中的試験片のたわみと表面温度の変化

時に示したものであり、図 1-2-6 は各温度における温度測定の結果のみを示したものである。室温における結果を除く $400^{\circ} \sim 600^{\circ}\text{C}$ の温度においては、いずれも応力がわずかに疲労限の 1.15 倍までの比較的低い応力にもかかわらず図のように非常に大きい発熱を伴う。

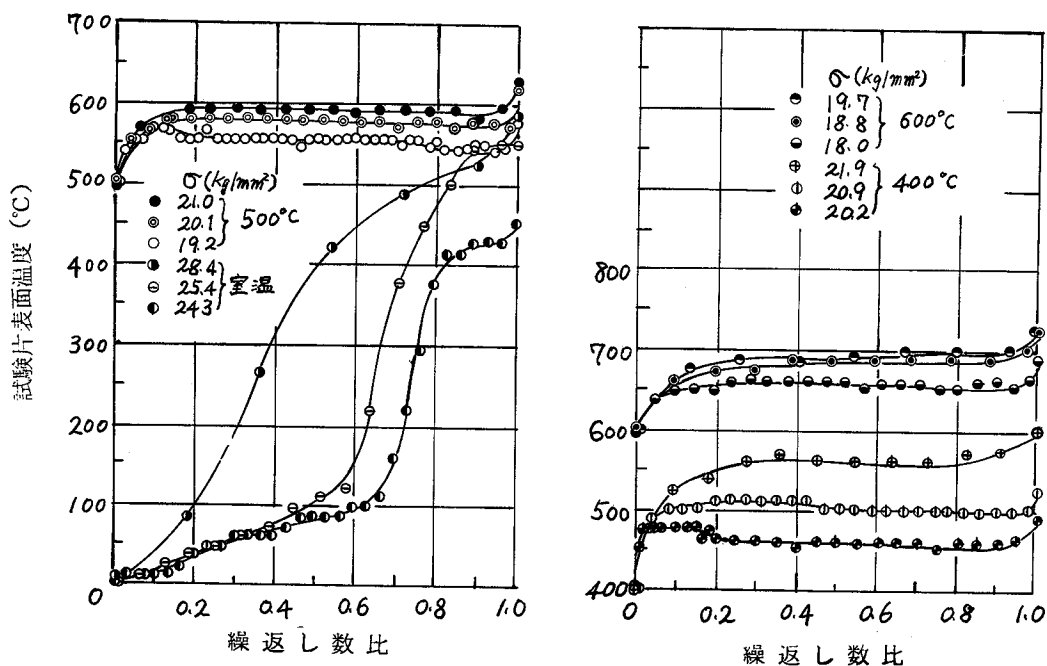


図 1-2-6 一定応力振幅疲労過程中的試験片表面温度の変化

これは上にも述べたように、この応力にてすでに塑性域に達していること、18-8 オーステナイト鋼の熱伝導率が非常に小さいこと等に起因しているものと考えられる。

一方、疲労限に対応する応力では、この温度上昇はわずか 20°C ぐらいで疲労試験中はほぼ一定である。すでに塑性域応力に達していると考えられるこの応力でさほど著るしい発熱を生じないのは 18-8 オーステナイト鋼の繰返し応力過程中的激しい加工硬化、ひずみ時効による材料の強化が原因する

ものと思われる。

室温を除く $400^{\circ}\sim 600^{\circ}\text{C}$ の温度の場合は負荷後生じた塑性ひずみ，そしてそれに伴つて生ずる発熱は 18—8 オーステナイト鋼の激しい時効硬化のために応力繰返しの増加とともに減少して，ある平衡値に達し，その後破断前に急激に増加する。そして高応力の場合にはほとんど減少を示さずそのまま破断に至る。

室温の場合はこれと全く異なった経過を示し，負荷直後の急激な温度上昇はなく，応力をかけたときからある応力繰返し数までは比較的小さい一定の勾配をもつて温度上昇し，その後急激に上昇して破断に至る。室温と高温におけるこの挙動の差はオーステナイト鋼の室温における疲労耐久限は降伏点よりも低いか，かりに高くてもごくわずかであると報告されている¹⁷⁾ ことに原因すると思われる。

1—2—3 二段二重重複疲労試験における累積繰返し数比

室温， 400° ，
 500° ， 600°C の各温度にて行なつた二段二重重複繰返し応力による疲労試験結果を図 1—2—7(a)，(b)，(c)，(d) に示す。これ等の図は，この場合の疲労寿命の評価基準として，累積繰返し数比 $\Sigma n/N$

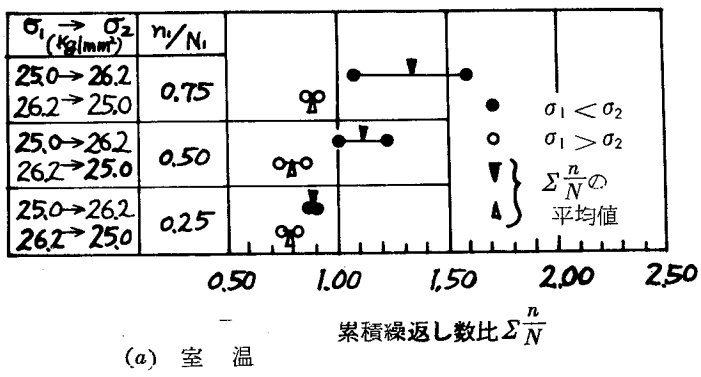


図 1—2—7 二段二重重複疲労試験における累積繰返し数比

を一次応力繰返し数比

n_1/N_1 について整理

したものである。いず

れの温度においても、

一次応力繰返し数比

$n_1/N_1 = 0.25$ のとき

は $\sum n/N$ の値は負荷

順序にあまり関係しな

いが、若干応力増加

($\sigma_1 < \sigma_2$) のときの方

が応力減少 ($\sigma_1 > \sigma_2$)

の場合より大なる傾向

にある。すなわち、

$\sigma_1 < \sigma_2$ では約 $\sum n/N = 1$ 、

$\sigma_1 > \sigma_2$ のときは約 $\sum n/N$

$= 0.8 \sim 0.9$ である。

$n_1/N_1 = 0.50, 0.75$ の

ときは、温度が 600°C

の場合を除いて累積繰

返し数比 $\sum n/N$ は負荷

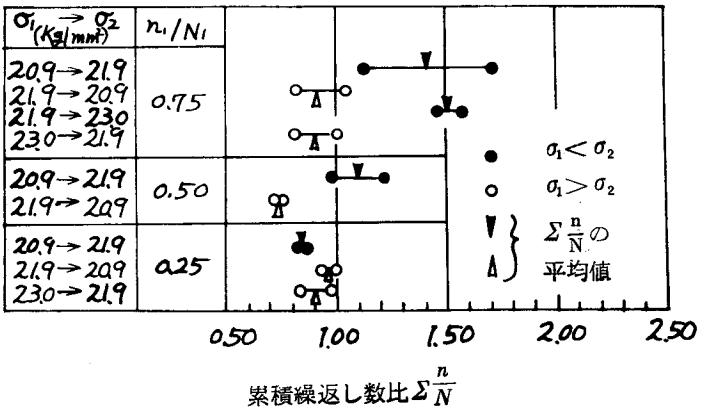
順序に大きく影響を受

け、 $\sigma_1 < \sigma_2$ では 1 より

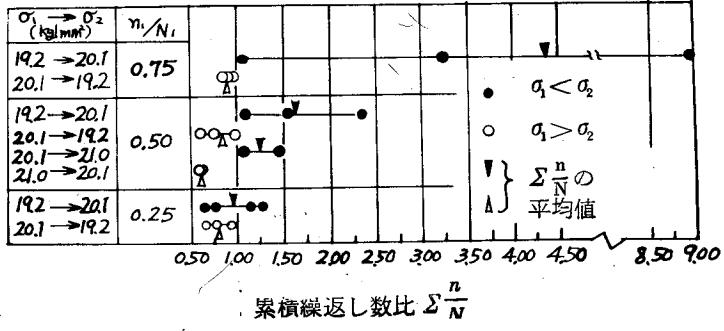
大、 $\sigma_1 > \sigma_2$ では 1 より小となる。そしてこの差は $\sigma_1 < \sigma_2$ のときの寿命増大

に起因し、 $n_1/N_1 = 0.75$ のときは 0.50 の場合に比較しこの傾向はさらに

顕著である。特に温度が 500°C の場合は $\sigma_1 < \sigma_2$ のときの寿命が極端に大き



(b) 400°C



(c) 500°C

図 1-2-7 二段二重重複疲労試験における累積繰返し数比

いものがある。

温度が600℃

のときは、 $\Sigma n/N$

はだいたいにお

いて負荷順序に

影響を受けず約

$\Sigma n/N=1$ と考え

られる。18—

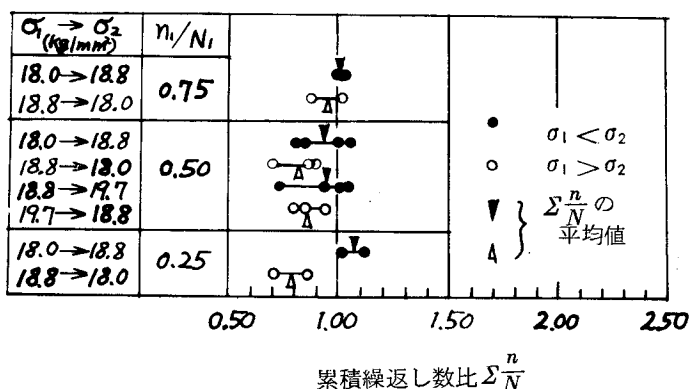
8 オーステナイ

ト鋼のように、

高温における時

効硬化の著るし

い材料では疲労寿命は温度によって大きく影響を受け、累積繰返し数比の温度による変化もこの時効の量の多少に起因すると思われる。



(d) 600℃

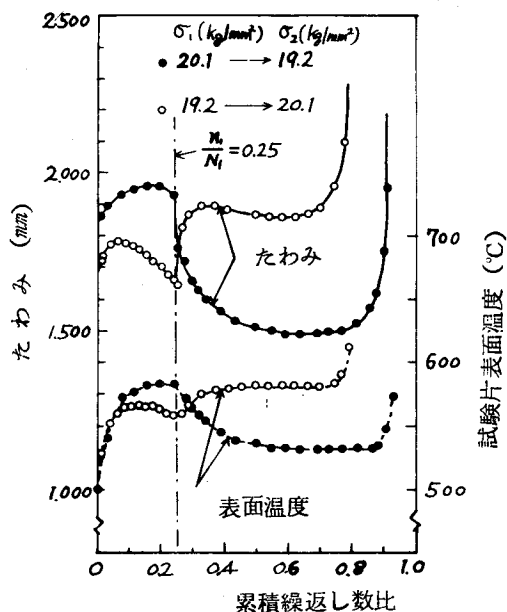
図1-2-7 二段二重重複疲労試験における累積繰返し数比

1-2-4 二段二重重複疲労における試験片のたわみ、表面温度の変化と疲労寿命との関連性について

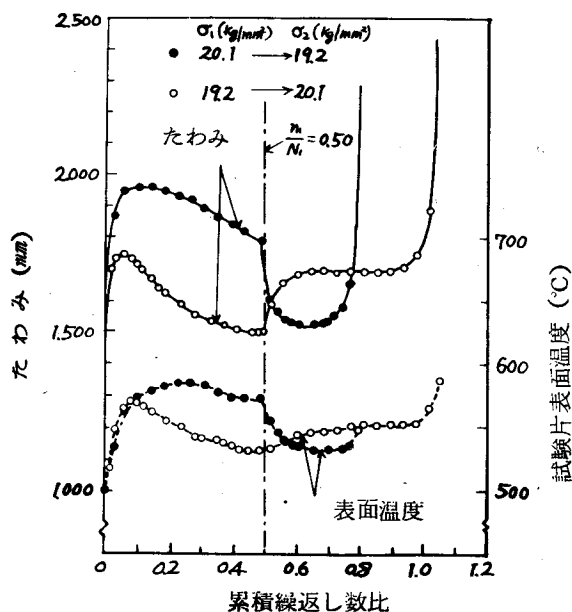
二段二重重複疲労試験中のたわみ変化を、温度が500℃、 $n_1/N_1=0.25$ 、0.50、0.75の場合につき測定した結果を図1-2-8(a)、(b)、(c)、に示す。なお、たわみ変化と同時に、試験片表面温度を測定した結果も同時に示す。また、温度が室温、400°、500°、600℃の各場合について、 $n_1/N_1=0.25$ 、0.50、0.75のときの試験片表面温度の変化曲線を、図1-2-9(a)、(b)、(c)、に示す。以上図1-2-8、図1-2-9はいずれも、横軸は応力を σ_1 から σ_2 に切り換えるまでは一次応力による破断繰返し数 N_1 に対する測定時の繰返し数 n の比、 n/N_1 であり、応力切り換え後は一

次応力繰返し数比 n_1/N_1 と二次応力による破断繰返し数 N_2 に対する二次応力に切り換えた後の測定時における二次応力の繰返し数 n' の比, n'/N_2 の和, すなわち, $(n_1/N_1 + n'/N_2)$ で, これを累積繰返し数比として示す。まず図 1-2-8

(a) (500°C , $n_1/N_1 = 0.25$ の場合) より, 応力切り換え後の二次応力によるたわみ変化および試料表面温度は, 応力切り換え前のそれと同じ一次応力によるたわみおよび試料表面温度のほぼ延長的变化をすることがわかる。このことは図 1-2-9 (a) に示す通り, 温度が室温, 400° , 500° , 600°C の各場合につき $n_1/N_1 = 0.25$ の条件で二段二重重複疲労試験を行なった時の試験片表面温度についても言える。すなわち,

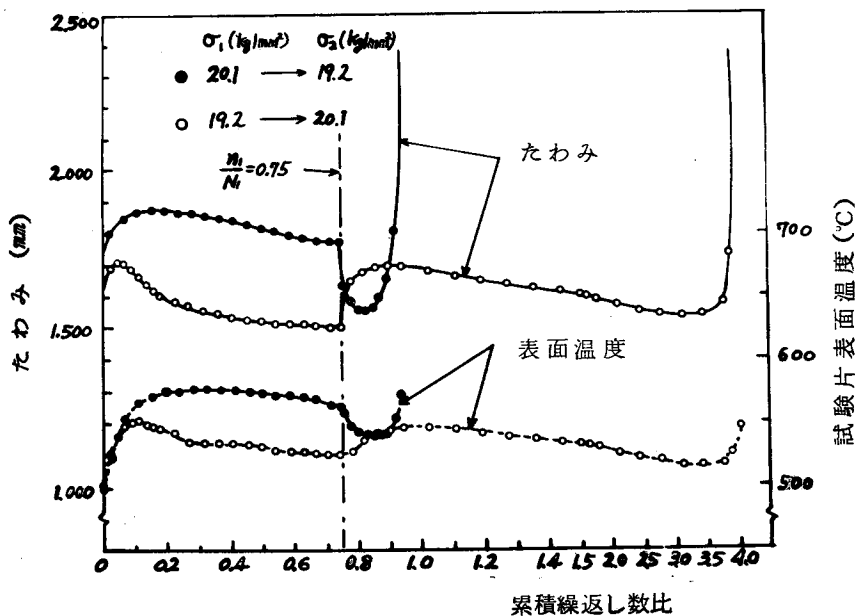


(a) $n_1/N_1 = 0.25$



(b) $n_1/N_1 = 0.50$

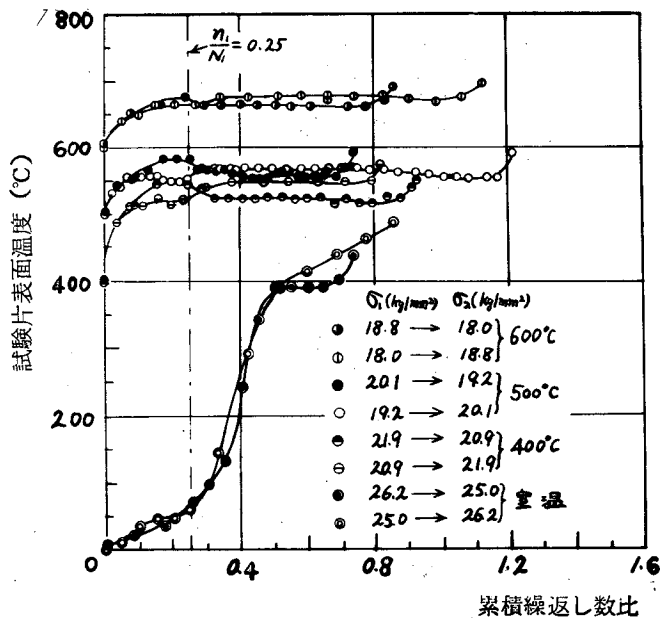
図 1-2-8 500°C における二段二重重複繰返し応力疲労過程中的試験片のたわみおよび表面温度の変化



(c) $n_1 / N_1 = 0.75$

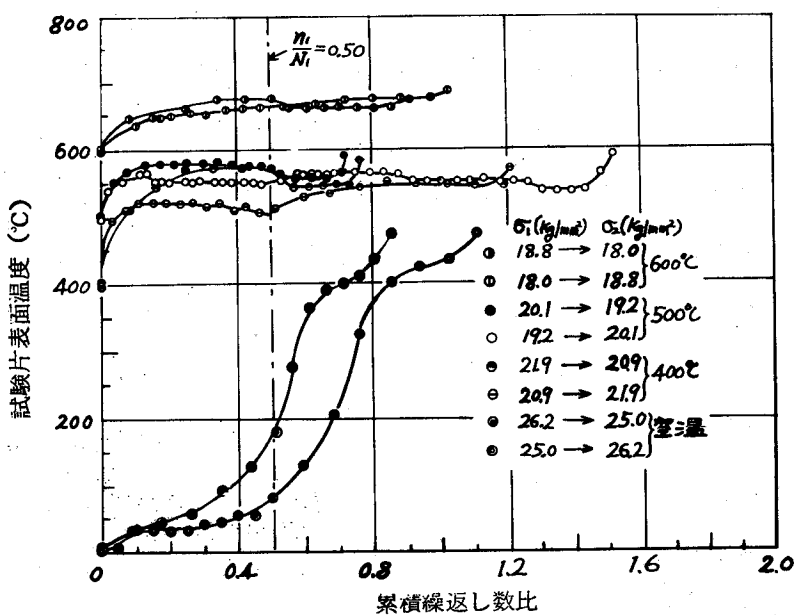
図 1-2-8 500°Cにおける二段二重重複繰返し応力疲労過程中的試験片のたわみおよび表面温度の変化

$\sigma_1 = 1.05 \sigma_w$,
 $\sigma_2 = 1.10 \sigma_w$ と ,
 $\sigma_1 = 1.10 \sigma_w$,
 $\sigma_2 = 1.05 \sigma_w$ の場合試験片表面温度は、応力切り換え直後それぞれ上昇、あるいは減少するが、その後の挙動は一定応力振幅 $\sigma_1 = 1.10 \sigma_w$,
 $\sigma_1 = 1.05 \sigma_w$ のと

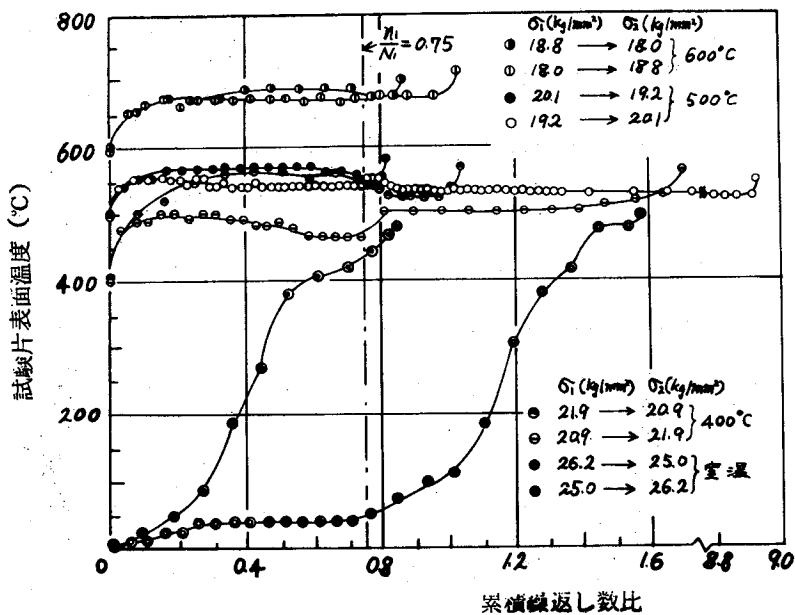


(a) $n_1 / N_1 = 0.25$

図 1-2-9 二段二重重複繰返し応力疲労過程中的試験片表面温度の変化



(b) $n_1 / N_1 = 0.50$



(c) $n_1 / N_1 = 0.75$

図1-2-9 二段二重複繰返し応力疲労過程中的試験片表面温度の変化

きの温度変化とほぼ同じである。このことは一次応力として $n_1/N_1=0.25$ に相当する一次応力繰返し数を受けたことの前履歴が材料に与える材料学的効果は、 $\sigma_1 = 1.05 \sigma_w$ のときと $\sigma_1 = 1.10 \sigma_w$ のときとではほとんど差がないことを示すものと思われる。したがって、これは $n_1/N_1 = 0.25$ のときの各温度において、 $\sigma_1 > \sigma_2$ のときと $\sigma_1 < \sigma_2$ のときとでは $\Sigma n/N$ の値に顕著な差がみられなかったことを説明する。図 1-2-8(b), (c) の結果は以上の結果と対照的で、 $\sigma_1 = 1.05 \sigma_w$, $\sigma_2 = 1.10 \sigma_w$ のとき、応力切り換え後当然、たわみの増加と、試験片表面温度の上昇がみられるが、その後のたわみと表面温度の変化は、一定応力 $\sigma = 1.10 \sigma_w$ のときのたわみ変化あるいは温度変化より相当小さな値となる。逆に $\sigma_1 = 1.10 \sigma_w$, $\sigma_2 = 1.05 \sigma_w$ のときは、応力切り換え後、たわみの減少と試験片表面温度の減少がみられるが、その後のたわみと表面温度の変化は一定応力 $\sigma = 1.05 \sigma_w$ のときのたわみ変化、試験片表面温度変化より大きな値を示す傾向にある。この傾向は図 1-2-9(b), (c) に示した結果についても言える。特に $\sigma_1 < \sigma_2$ と $\sigma_1 > \sigma_2$ とで $\Sigma n/N$ の値に非常に大きい差のある 500°C の温度で $n_1/N_1 = 0.50, 0.75$ の場合、それに 400°C の温度で $n_1/N_1 = 0.50, 0.75$ の場合はこの傾向が非常に顕著である。このことは一次応力の $\sigma_1 = 1.10 \sigma_w$ を $n_1/N_1 = 0.50, 0.75$ に相当する繰返し数だけ繰返したものより $\sigma_1 = 1.05 \sigma_w$ を同じ一次応力繰返し数比に相当する繰返し数だけ繰返したもののほうが、応力-ひずみ曲線のヒステリシスループの面積減少に及ぼす効果の大きいこと、すなわち、後者の方が材料に及ぼす強化作用の大なることを示す。温度が 600°C , $n_1/N_1 = 0.50, 0.75$ のときは、負荷順序により $\Sigma n/N$ の値に顕著な差が見られなかったが、このことは図 1-2-9(b), (c) において応力切り換え後の試験片表面温度変化が終局的には、 $\sigma_1 < \sigma_2$, $\sigma_1 > \sigma_2$ の場合ともそれぞれ $\sigma_1 = 1.10 \sigma_w$, $\sigma_1 = 1.05 \sigma_w$ のときの試験片表面温度のほぼ延長的変化

をすることから説明できると思われる。温度が室温の場合については、
 40° , 50° , 60°C の場合のように、試験片表面温度変化が定常状態
 を示さないちがいはあるが、応力変換後の試験片表面温度変化が $\sigma_1 < \sigma_2$ のと
 きのほうが、 $\sigma_1 > \sigma_2$ のときに比較して、かなり小さな値となり、このことより
 $\sigma_1 < \sigma_2$ の場合のほうが寿命が大きくなることが説明できる。

以上の結果を模式的に表わすと図1-2-10のようになる。すなわちこ
 れは二段二重重複疲労試験において一般的に累積繰返し数比が1より大とな
 る $\sigma_1 < \sigma_2$ の場合の試験片のたわみおよび試験片表面温度と、累積繰返し数比
 が1より小となる $\sigma_1 > \sigma_2$ の場合のその代表的変化のようすを示したもので
 ある。

上に各場合について、
 累積繰返し数比と二段二
 重重複疲労試験における
 試験片のたわみ変化、試
 験片表面温度変化の關係
 を述べたが、このような
 二段二重重複疲労試験に
 おける累積繰返し数比が
 負荷順序に大きく影響を
 受け、しかもこれは試験

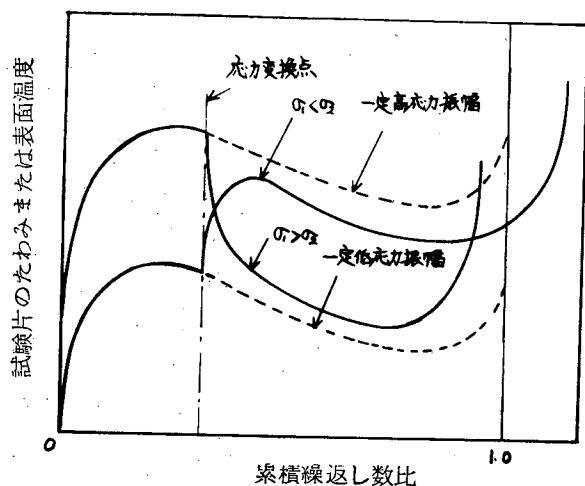


図1-2-10 二段二重重複疲労試験中の試験
 片のたわみおよび表面温度変化

中の試験片のたわみ挙動または塑性ひずみ挙動で説明できることは炭素鋼の
 常温試験においてすでに河本ら¹⁸⁾ また塑性疲労について河本ら¹⁹⁾ 中川ら²⁰⁾
 により報告されている。負荷順序により、二段二重重複疲労試験中の試験片
 のたわみ挙動、試験片表面温度挙動になぜ差が現われるかについては今後さ
 らに詳細な検討が必要である。

1-2-5 小 括

18-8 オーステナイト鋼，SUS27B を用いて室温，400°，500°，600℃ の温度における一定応力振幅疲労試験，二段二重重複疲労試験を行ない次の結論を得た。

- (1) 18-8 オーステナイト鋼の溶体化処理材は比較的低応力においても疲労試験中著るしい発熱を生ずる。一般に，高温においては試験片表面温度は負荷直後急激に上昇し，その後，繰返し数比約20%付近から著るしい時効硬化，加工硬化のために逆に温度は減少する。そして平衡温度に達し，さらに破断直前でまた上昇する。試験中の試験片のたわみも，この表面温度変化と全く同じ傾向の変化をする。室温では，ある応力繰返し数比のところまでは温度は一定の勾配をもって上昇し，その後急上昇して破断に至る。
- (2) 二段二重重複疲労試験における累積繰返し数比は，600℃の場合を除いて， $n_1/N_1 = 0.50, 0.75$ のとき， $\sigma_1 < \sigma_2$ では1より大， $\sigma_1 > \sigma_2$ では1より小である。この負荷順序による差は温度が500℃の場合特に顕著である。600℃ではほとんど負荷順序の影響がみられず，ほぼ $\sum n/N \simeq 1$ である。また， $n_1/N_1 = 0.25$ のときいずれの温度においても負荷順序の影響がほとんどみられない。
- (3) 二段二重重複疲労試験における累積繰返し数比が負荷順序により異なることは二段二重重複疲労試験中の試験片のたわみ挙動と試験片表面温度の変化から説明できる。すなわち， $\sigma_1 < \sigma_2$ のときは，応力切り換え後の試験片のたわみ，および試験片表面温度は σ_2 に等しい応力についての一定応力振幅疲労試験におけるそれより小で， $\sigma_1 > \sigma_2$ の場合は，応力切り換え後の試験片のたわみ，および試験片表面温度は σ_2 に等しい一定応力振幅疲労試験におけるそれより大なる傾向がある。

- (4) 負荷順序により，累積繰返し数比にあまり差のみられない温度 600°C ，それに $n_1/N_1 = 0.25$ のときの応力切り換え後の試験片表面温度，およびたわみは，処女材に等しい応力を負荷したときのそれにほぼ等しい傾向がある。

第 1 - 3 章 疲労き裂の伝播挙動

1 - 3 - 1 試験方法

本研究に用いた 18-8 オーステナイト鋼の化学成分と室温における静機械的性質は表 1-2-1, 1-2-2 に示したものと同一である。素材は 1100℃, 30 分間加熱後水冷の溶体化処理を行ない, これより機械加工によつて試験片を製作した。試験片

の機械加工層 (厚さ約 120 μ , 図 1-3-2) は, 化学研磨, 電解研磨にて除去した。

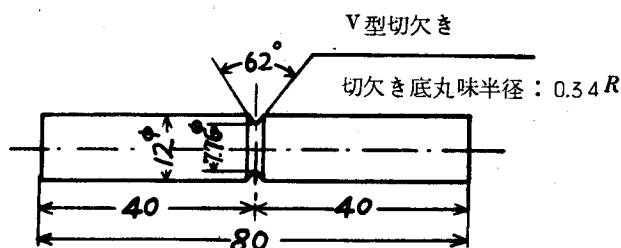


図 1-3-1 試験の形状と寸法

図 1-3-1 は電解研磨後の試験片の形状および寸法を示したものである。

なお図 1-3-2 は機械加工のままの試験片切欠き底における硬度変化を示したものでこれより本試験片における機械加工層の厚さをほぼ 120 μ と判定した。

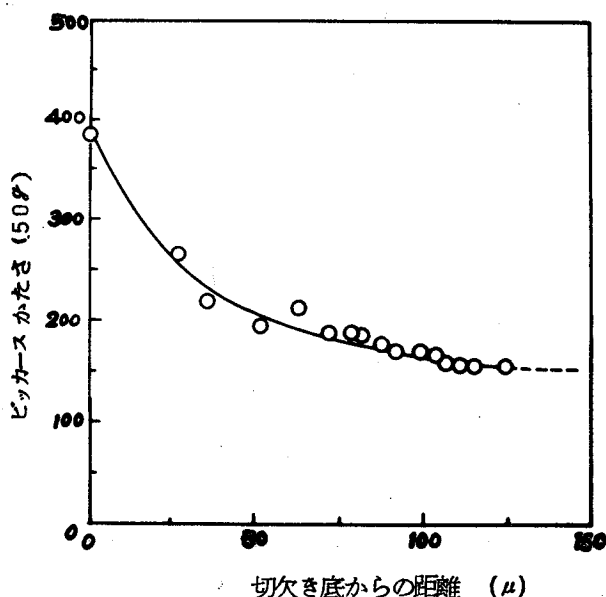


図 1-3-2 切欠き底部の硬度変化

使用試験機は高温小野式回転曲げ疲労試験機 (3600

r, p, m) で、疲労き裂長さは疲労試験中の試験片のたわみ変化を、1—2—1に示したと同様に、差動変圧器で精密に測定することにより推定した。すなわち、あらかじめ各応力段階で、き裂長さとたわみとの関係曲線を求めておき、これより、たわみを測定してき裂長さを連続的に知った。なおこの関係曲線を求める際のき裂長さの測定は、ある所要のたわみ量に達したところで除荷し、空転のまま600℃で2時間加熱し、その後常温で再負荷して疲労破断させ、そのとき破面に観察される酸化着色部分を顕微鏡により読みとるという方法を採用した。

疲労試験は室温、500℃、および600℃の各温度で行なつた。一定応力振幅疲労試験および二段二重重複疲労試験における疲労き裂進展挙動は特に室温、および600℃で検討を行なつた。

なお、疲労破面の電子顕微鏡用試料の作製はクロムとカーボンの蒸着による二段レプリカ法で行ない、また破面のX線回折による検討は、疲労破壊による部分を確実に照射する意味で細束X線を使用した。この場合の照射面積は約300 μ^2 の円であり、X線はCr K α の特性X線である。

1—3—2 一定応力振幅疲労試験中のき裂進展曲線

室温、500℃、および600℃における一定応力振幅疲労試験のS—N曲線を図1—3—3に示す。室温においては、 $N = 10^7$ 付近でもS—N曲線が水平にならないので疲労限が決定できなかつたが、500℃および600℃においては $N = 10^7$ 付近でS—N曲線は水平となり、疲労限(10^7)はそれぞれ約14.0, 11.3 kg/mm²と決定できた。

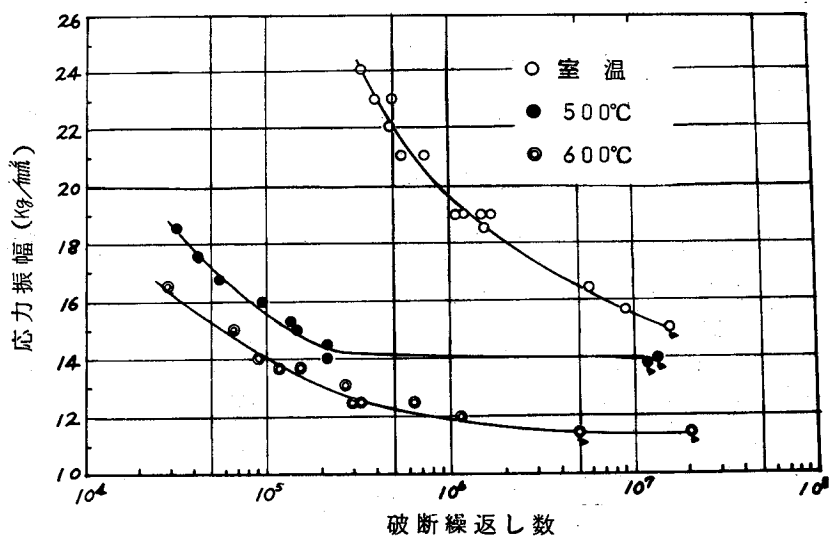


図 1-3-3 切欠き試験片の S-N 曲線

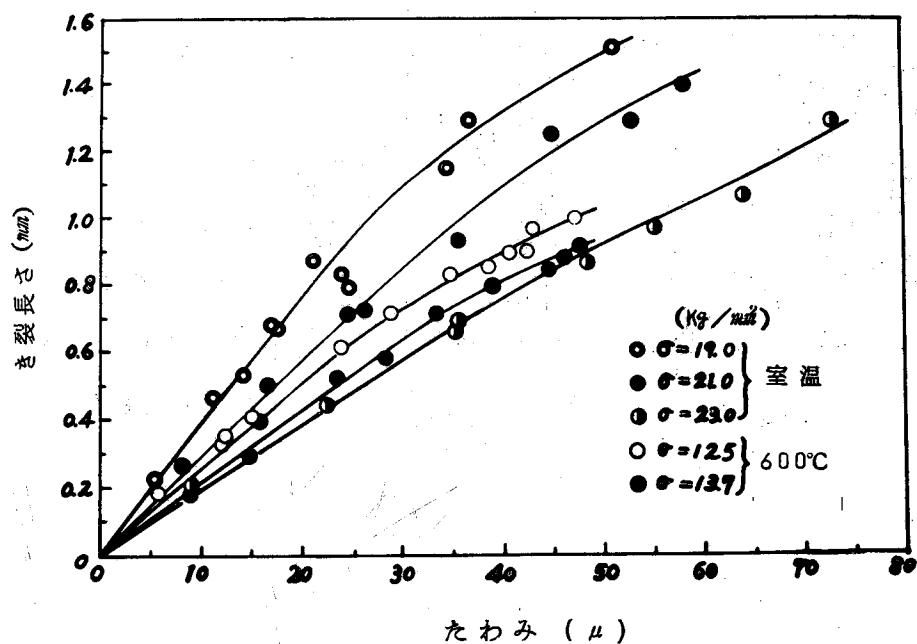


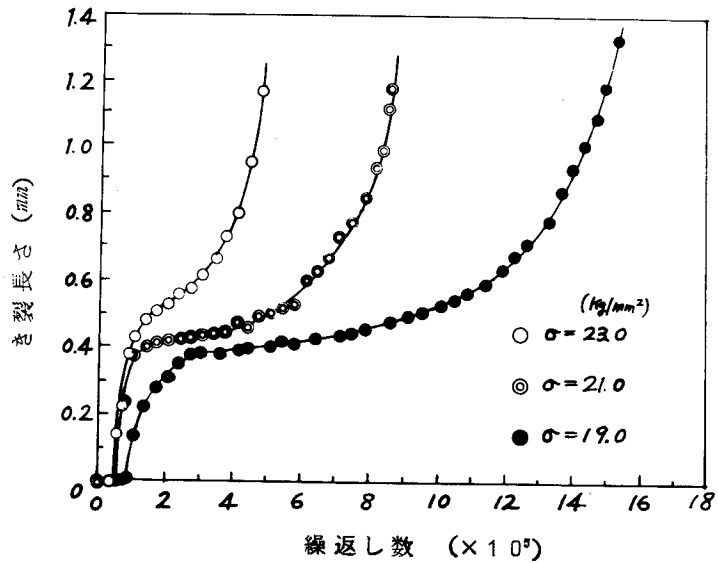
図 1-3-4 き裂長さ-たわみ曲線

図1-3-4に室温および、600℃において求めたき裂長さ-たわみ曲線を示す。き裂長さとたわみの関係はいずれの温度および応力においても、き裂長さが比較的短い期間では、ほぼ直線近似が成り立つが、それを越えるとしだいにたわみの増加に対するき裂長さの増加が小さくなり、直線からずれる傾向にある。

なおいずれの温度においても、応力が高くなるほど、たわみの増加に対するき裂長さの増加の割合は小さくなる。

図1-3-5

(a), (b)は図1-3-4のき裂長さとたわみの関係曲線より求めた、室温および600℃における一定応力振幅疲労試験中の疲労き裂進展曲線である。室温においては、従来言われているように、21) 疲



(a) 室温

図1-3-5 一定応力振幅疲労過程中的き裂進展曲線

勞き裂進展過程は、初期のき裂進展速度の大きい期間、続いて比較的速度の小さい定常状態の期間および破断直前のき裂の急速進展期間の三期に分けられるのに対し、600℃では、き裂は最初から比較的単調に進展する。室温で求めた定常状態における疲労き裂進展速度は応力 $\sigma = 19.0, 21.0$,

2 3.9 kg/mm² の

場合、それぞれ

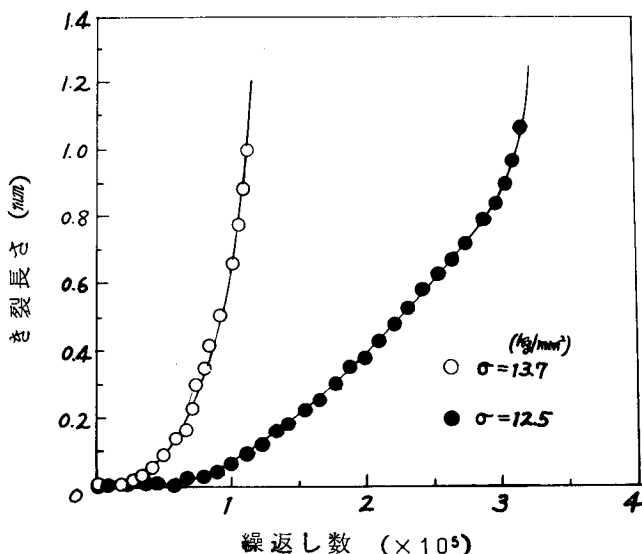
1.1×10^{-7} ,

1.9×10^{-7} ,

7.8×10^{-7} ,

mm / Cycle

である。

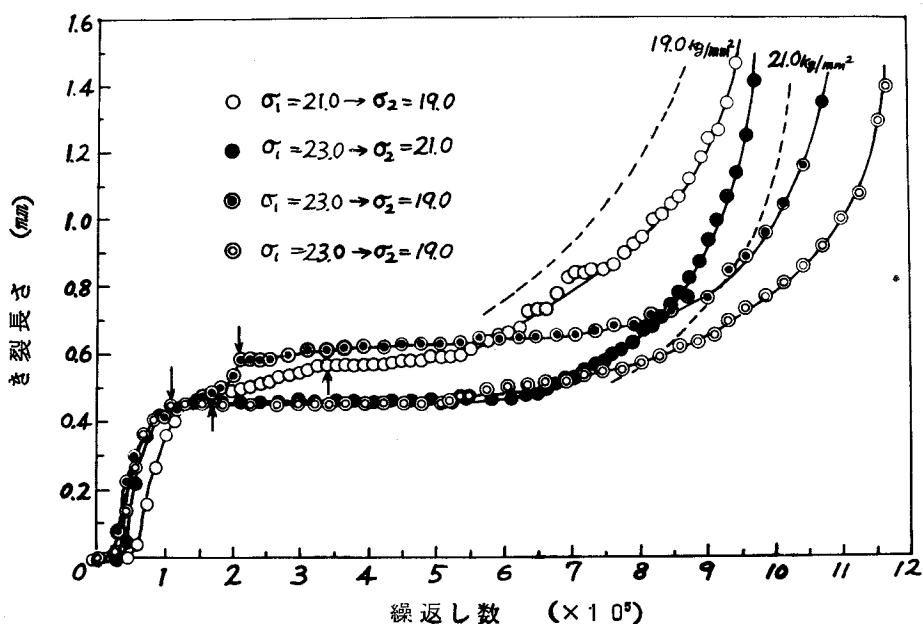


(b) 600°C

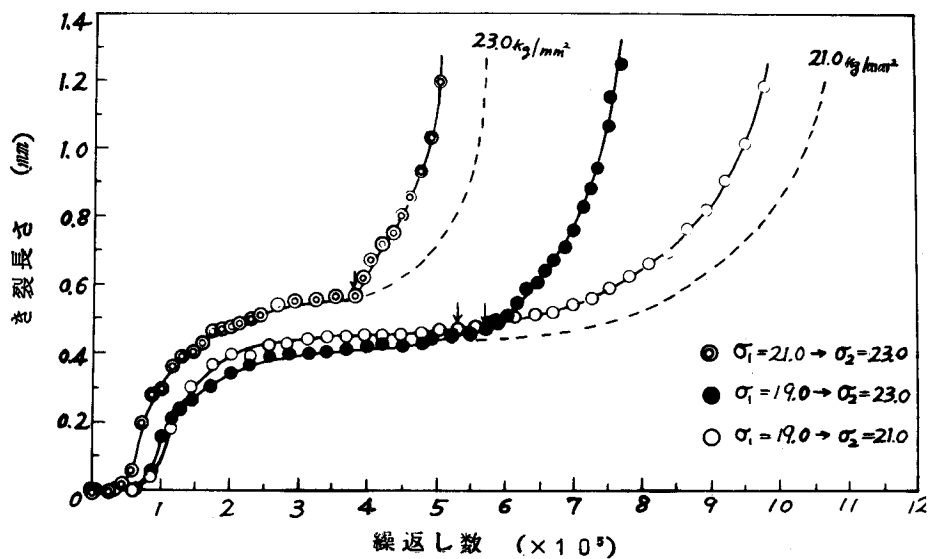
図1-3-5 一定応力振幅疲労過程中的き裂進展曲線

1-3-3 二段二重重複疲労試験におけるき裂進展曲線と累積被害

室温における二段二重重複疲労試験中の疲労き裂進展曲線を図1-3-6 (a), (b) に示す。いずれも三種の応力, $\sigma = 19.0, 21.0$, および 23.0 kg/mm² の間で応力を変動させたもので, 図1-3-6(a)は, 一次応力 σ_1 が二次応力 σ_2 より大なる場合, 図1-3-6 (b)は $\sigma_1 < \sigma_2$ の場合の疲労き裂進展曲線である。 $\sigma_1 > \sigma_2$ の場合 (図1-3-6(a)) はいずれも疲労き裂進展曲線上に, 応力切換え後共通して, き裂進展の停留期間が認められる。この現象は, すでにアルミニウム合金,^{22), 23)} 炭素鋼²⁴⁾ などで見出されていたが, 図1-3-6(a)より18-8オーステナイト鋼も同様な挙動を示すことが認められる。なお, 停留期間終了後の疲労き裂進展速度は同図に示してある同応力の一定応力振幅疲労き裂進展曲線と比較して明らかな様に,



(a) $\sigma_1 > \sigma_2$ の場合



(b) $\sigma_1 < \sigma_2$ の場合

図 1-3-6 室温における二段二重重複疲労過程中的き裂進展曲線・点線は一定応力振幅疲労過程中的き裂進展曲線を、矢印は応力変換点を示す。

ほぼ一定応力振幅疲労のものに等しい。 $\sigma_1 < \sigma_2$ の場合 (図 1-3-6(b)) は応力切換え後の疲労き裂進展速度は一定応力振幅疲労におけるそれより、若干速い傾向にある。

図 1-3-7

は 600℃ における二段二重重複疲労試験中の疲労き裂進展曲線で $\sigma_1 > \sigma_2$ と $\sigma_1 < \sigma_2$ の場合を同時に示したものである。

$\sigma_1 > \sigma_2$ の場合、室温試験においては応力切換え後き裂進展の停留期間が認めら

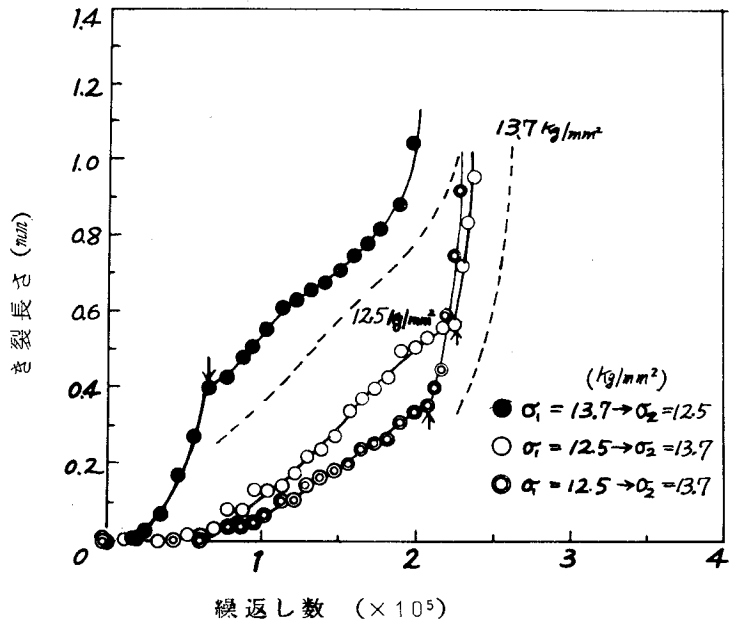


図 1-3-7 600℃における二段二重重複疲労過程中的き裂進展曲線

れたが、600

℃の場合は、二次応力に等しい一定応力振幅疲労のき裂進展とほぼ同じ挙動をする。 $\sigma_1 < \sigma_2$ の場合は図 1-3-7 より室温試験の場合と同じく、応力切換え後のき裂進展速度は、一定応力振幅疲労におけるそれより若干大きいようである。

図 1-3-8 は室温および 600℃ における二段二重重複疲労試験結果、および二段多重重複疲労試験結果、また室温における三段三重重複疲労試験結果を累積繰返し数比 $\Sigma n/N$ で整理したものである。

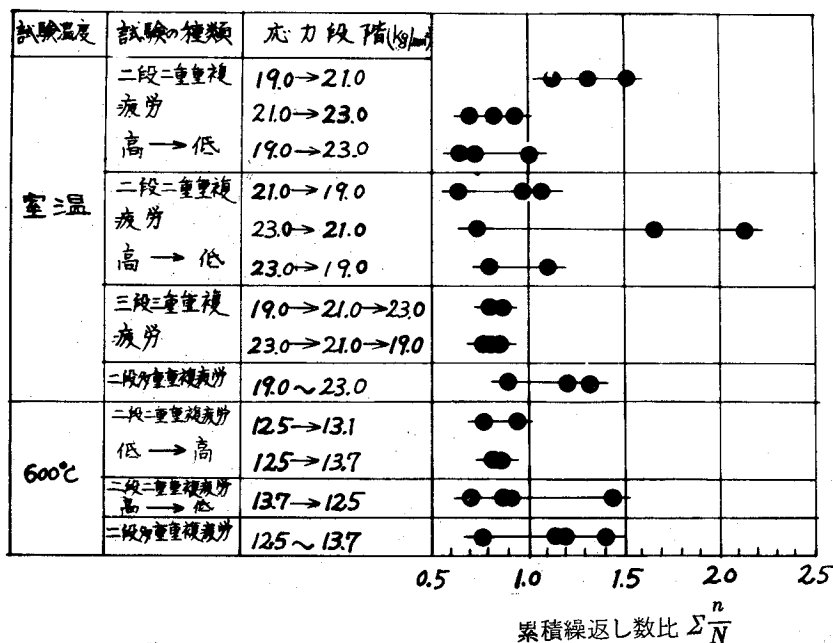


図 1-3-8 切欠き試験片の累積繰返し数比

この図から切欠き材においては、第 1-2 章に述べた平滑材¹⁴⁾の場合と違って累積繰返し数比は応力負荷順序にあまり影響を受けないことが判る。

すなわち室温試験における $\sigma_1 = 19.0 \rightarrow \sigma_2 = 21.0 \text{ kg/mm}^2$ の場合を除き他の応力における $\sigma_1 < \sigma_2$ 試験および三段の漸増応力試験においては累積繰返し数比 $\Sigma n/N \approx 0.7 \sim 1.0$ である。 $\sigma_1 > \sigma_2$ 試験において $\sigma_1 = 23.0 \rightarrow \sigma_2 = 21.0 \text{ kg/mm}^2$ のとき $\Sigma n/N \approx 0.7 \sim 2.1$ となる結果もあるが、他の $\sigma_1 > \sigma_2$ 試験および三段の漸減応力試験では $\Sigma n/N \approx 0.7 \sim 1.1$ でほぼ直線被害則が成立すると考えられる。600℃の高温試験においても、 $\Sigma n/N \approx 0.7 \sim 1.4$ で応力負荷順序による特別な影響は認められない。二段二重重複疲労試験の結果は、室温の場合 $\Sigma n/N \approx 0.9 \sim 1.3$ 、600℃試験では $\Sigma n/N \approx 0.8 \sim 1.4$ で両者とも大体 $\Sigma n/N \approx 1.0$ と考えてさしつかえない。

以上、累積繰返し数比を個々の場合について検討してきたが、いずれの場合もばらつきがあり、さらに詳細な検討が必要と思われる。しかし大体の傾向として本試験の結果から、累積繰返し数比は、応力負荷順序によらずほぼ 1.0 で直線被害法則が成立するものと推定される。

1-3-4 破面の電子顕微鏡観察

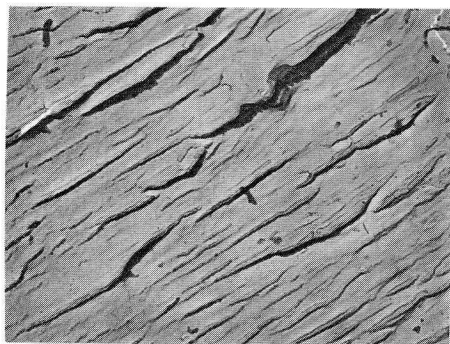
図 1-3-9 は室温、500℃ および 600℃ における疲労破面のレプリカ電子顕微鏡写真の一例を示したものである。500℃、600℃ の疲労破面には、疲労破壊に特有とされている細い *Striation* が観察されるのに対し、室温のそれには同図(a)に示すように *Striation* は観察されず高温のものとは全く異なった様相を呈するのが一般的である。室温におけるこの独特な疲労破面は、後述するように、おそらく疲労破壊に伴って生ずる 18-8 鋼の $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態により形成されるものと思われる。なお、同図(b)は室温試験の破面に観察された *Striation* の唯一の例である。

二段二重重複疲労試験で破断した試験片の破面を電子顕微鏡レプリカ法で詳細に観察し、応力切換え時における疲労き裂の位置状況を検討した。疲労破面における応力切換え時の位置をレプリカ法で確実に判定することは困難であるが、本研究では、疲労破面における *Striation* の幅が不連続的に変化している位置が応力切換え時に相当すると推定した。なお、この応力切換え時の推定に当つては、その不連続点の周辺を比較的広い範囲にわたつて観察し、これが局所的な現象ではないことを確かめた。

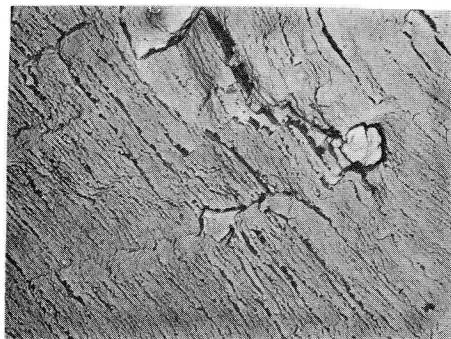
室温における二段二重重複繰返し応力による疲労破面は図 1-3-9 (a) において示したものと全く同様で *Striation* は観察されず、また破面における不連続変化部分も見出すことはできなかつた。従がつて $\sigma_1 > \sigma_2$ の場合のき裂の停留点に関する詳細な検討は不可能である。



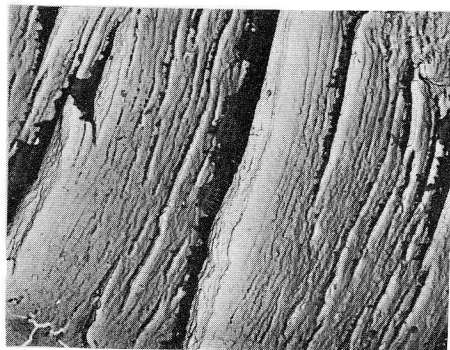
(a) $T = \text{室温}$
 $\sigma = 2.1 \text{ kg/mm}^2$



(b) $T = \text{室温}$
 $\sigma = 2.1 \text{ kg/mm}^2$



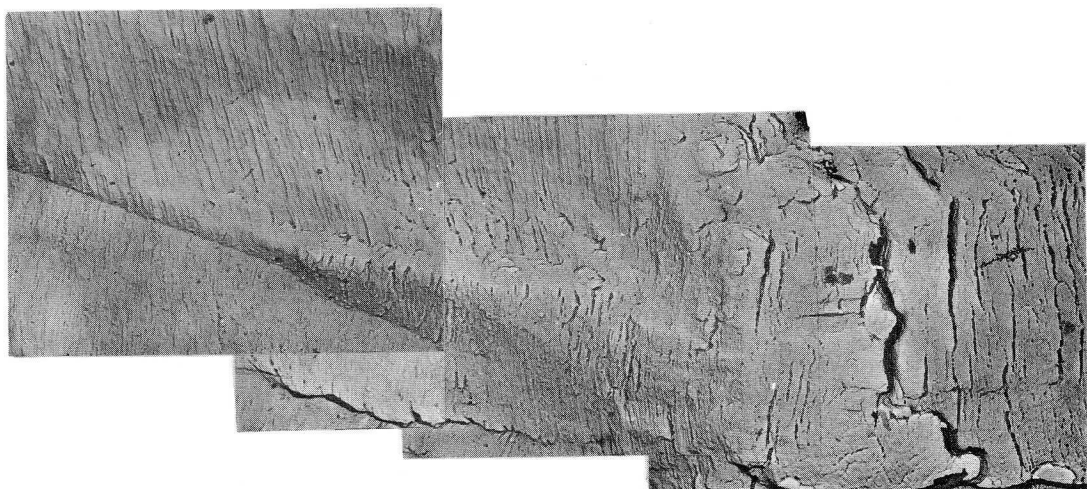
(c) $T = 500^\circ\text{C}$
 $\sigma = 16.7 \text{ kg/mm}^2$



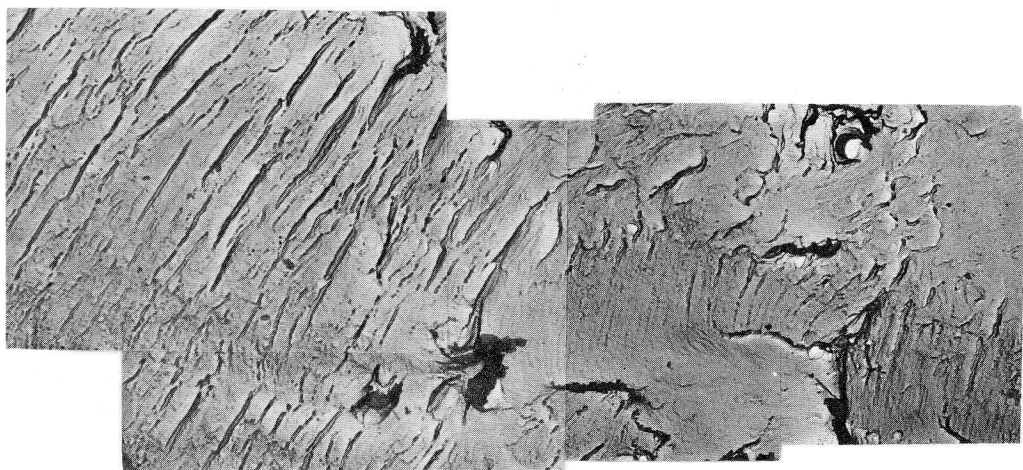
(d) $T = 600^\circ\text{C}$
 $\sigma = 13.7 \text{ kg/mm}^2$

3 μ

図 1-3-9 疲労破面の電子顕微鏡観察

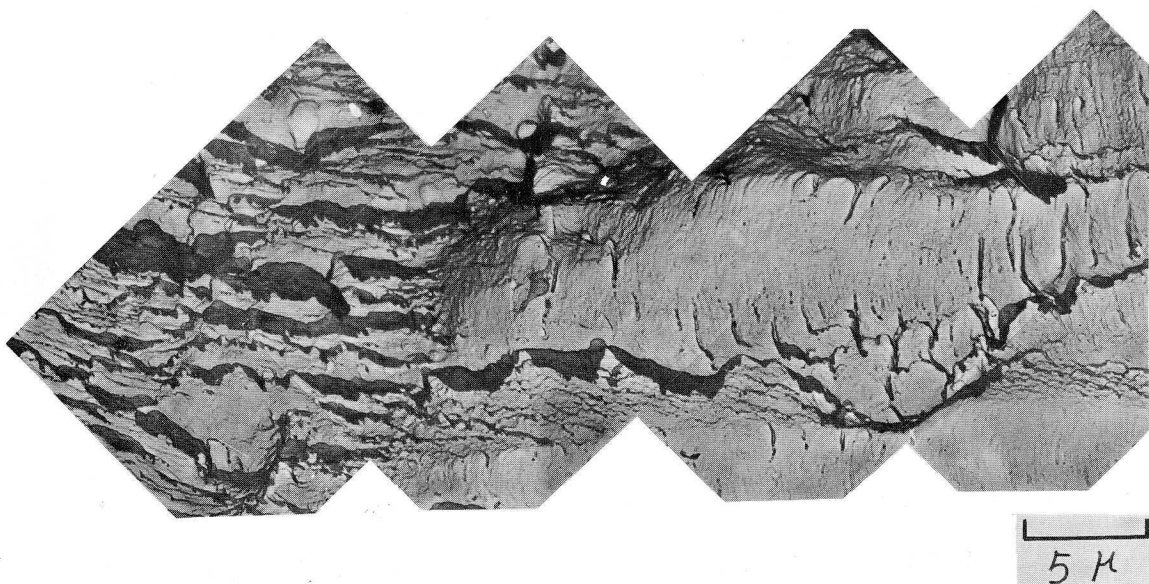


(a) 500°C , $\sigma_1 = 16.7 \rightarrow \sigma_2 = 15.3 \text{ kg/mm}^2$



(b) 600°C , $\sigma_1 = 12.5 \rightarrow \sigma_2 = 13.7 \text{ kg/mm}^2$

図 1-3-10 高温における二段二重重複疲労試験の結果形成された破面の *Striation*



(c) 600°C , $\sigma_1 = 12.5 \rightarrow \sigma_2 = 13.7 \text{ kg/mm}^2$

図1-3-10 高温における二段二重重複疲労試験の結果形成された破面の *Striation*

図1-3-10 (a) は 500°C で $\sigma_1 = 16.7 \rightarrow \sigma_2 = 15.3 \text{ kg/mm}^2$ の応力切換え時のき裂先端位置に相当すると推定される部分の電子顕微鏡写真で、低応力への切換え後 *Striation* はそれ以前のものと比較して非常に細くなっているのが判る。図1-3-10 (b) (c) はいずれも 600°C , $\sigma_1 = 12.5 \rightarrow \sigma_2 = 13.7 \text{ kg/mm}^2$ の応力変換を行なった場合の電子顕微鏡写真である。同図 (c) は特に応力切換え時のき裂先端位置と思われる点で、疲労き裂進行の方向が交叉している例で、巨視的には切欠き底表面から試験片の中心に向かって進行してゆくと思われる疲労き裂は微視的には、このように、枝分れして複雑な径路をとるものと思われる。図1-3-10 (a) (b) においてはいずれも応力切換え時のき裂先端位置と思われる不連続点には特別な現象は認められず応力切換え後は直ぐ、それぞれの応力に相当する大き

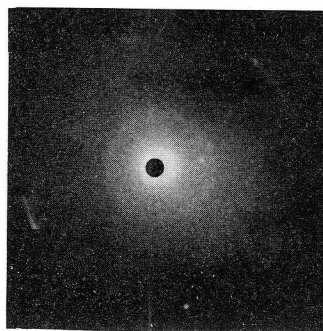
さの *Striation* を残しながら疲労き裂は進行してゆく。これは 600°C における二段二重重複疲労試験中のき裂が応力切換え後、一時き裂進展の停留を示すことなく、直ぐ二次応力に相当するき裂進展速度で進行してゆくのに対応するものと思われる。

1-3-5 室温と高温試験における *Fractography* の相違に対する検討

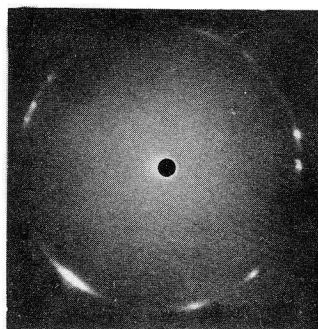
破面の電子顕微鏡観察で示したように、18-8 オーステナイト鋼の疲労破面は常温と高温とではようすを異にする。この相違は18-8 オーステナイト鋼の *Strain induced martensitic transformation* を考えることによつて理解できる。従来から18-8 オーステナイト鋼は冷間加工により、マルテンサイト変態を生ずることは良く知られているが、疲労き裂進行過程において、マルテンサイトが生ずるという報告はないように思う。図1-3-11 (a) (b) (c) は、室温、 500°C および 600°C において疲労破断した試験片の破面からのX線回折写真である。いずれも、切欠き底から試験片の中心方向に 400μ 入った位置における細束X線による回折像である。同図 (a) における外側のリングは $\text{CrK}\alpha$ 線によるオーステナイトの $\{220\}$ 面からの回折像であるが、内側のリングはオーステナイトからの回折像としては理解できず、体心立方晶の α 相 $\{211\}$ 面からの回折像として理解できる。一方、同図 (b), (c) の 500°C と 600°C の高温試験における破断面からは、(a) において見られた様な α 相 $\{211\}$ 面からの回折像は認められない。以上のことから18-8 オーステナイト鋼の切欠き材は、室温においては、疲労き裂進行過程にマルテンサイトを生ずることが判る。それが、疲労過程の何時、どのようにして生ずるかについては、疲労き裂先端部分の詳しい観察を行なうことにより検討する必要がある、これにつ

いては第2編において述べる。なお高温試験において、このマルテンサイトが認められないのは、マルテンサイト変態における M_d 点がほぼ 100°C 前後と報告されている²⁵⁾ことから説明できる。室温における疲労破面の電子顕微鏡観察でみられた大きな凹凸はマルテンサイトを示しているものと思われる。

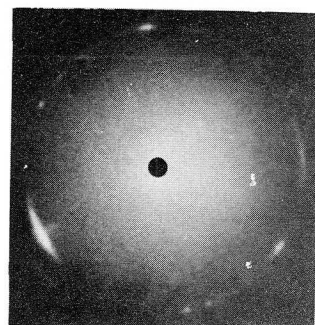
同じ室温における疲労試験でも平滑材の場合は全くようすが異なる。1—2章で述べた通り、平滑材の場合は、室温試験といえども破断時には試験片の表面温度は $500^{\circ}\text{C}\sim 600^{\circ}\text{C}$ に達する。^{14), 15)}したがって疲労き裂発生前の比較的初期の疲労変形により、仮りにマルテンサイトが生じても、それは疲労き裂の進展期間を含むその後の疲労過程において、逆に $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態する可能性があるので破面にはマルテンサイトは認められない。



(a) $T = \text{室温}$
 $\sigma = 21 \text{ kg/mm}^2$

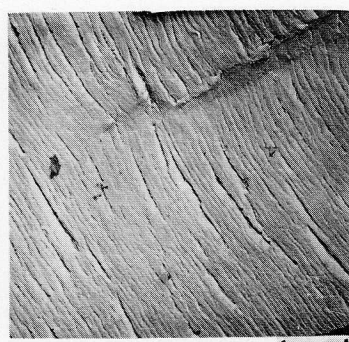
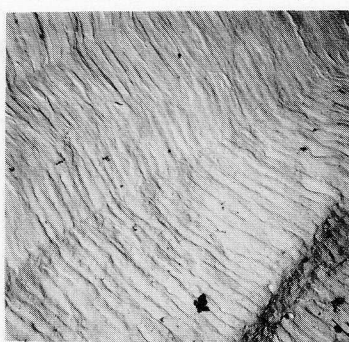
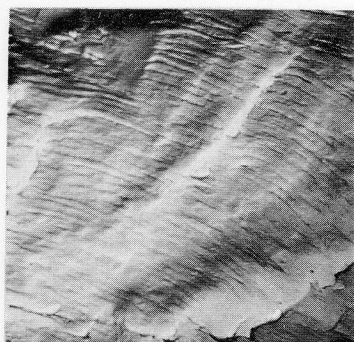


(b) $T = 500^{\circ}\text{C}$
 $\sigma = 16.7 \text{ kg/mm}^2$



(c) $T = 600^{\circ}\text{C}$
 $\sigma = 13.7 \text{ kg/mm}^2$

図1—3—11 破面から得られた $\text{CrK}\alpha$ 特性X線回折写真



3μ

(a) T = 室温

$\sigma = 21 \text{ kg/mm}^2$

(b) T = 500°C

$\sigma = 16.7 \text{ kg/mm}^2$

(c) T = 600°C

$\sigma = 13.7 \text{ kg/mm}^2$

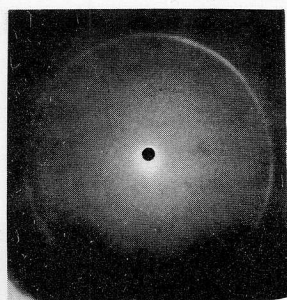


図1-3-12 平滑試験片の *Fractography* と室温試験の破面から得られたX線回折写真

(d) 室温

$\sigma = 21 \text{ kg/mm}^2$

図1-3-12に各種温度における平滑材の破面の *Fractography* とその室温試験における破面から得られたX線回折写真を示す。切欠き材の高温試験において認められたと同じ *Striation* が高温試験の破面にはもちろんのこと、室温試験のそれにも観察される。また切欠き材の室温試験で認められたマルテンサイトは平滑試験片の破面には、形成されていないことがX線回折写真よりわかる。

一方、切欠き材においては、平滑材と異なり疲労変形によつて生ずる塑性

域は、切欠き底および疲労き裂先端のごく限られた部分に存在するに過ぎないため、仮りに局部的な発熱があつても、ただちに周囲に発散して消滅し、したがつて $r \rightarrow \alpha$ 変態が可能となり、 α 相の組織が破面に残ることになる。

次に *Striation* の形成と温度との関係を検討してみよう。一般に高温になるに従つて、交差すべりが容易になることが知られている。²⁶⁾ 一方、*Forsyth* ²⁷⁾ はアルミニウム合金の疲労破面に観察された独特の *Striation* の生成機構を比較的低応力のもとでおこる主すべり面内の容易すべりと、比較的困難ならせん転位の交差すべりとして説明している。このことから積層欠陥エネルギーが非常に小さく、従がつて常温では交差すべりが極めて困難な 18-8 オーステナイト鋼も高温では交差すべりが比較的容易になり、その結果、レプリカ電子顕微鏡観察でみられたように、積層欠陥エネルギーの高いアルミニウム合金と類似した *Striation* を示すものと思われる。このように交差すべりの難易という観点から 18-8 オーステナイト鋼の疲労機構は、室温と高温とでは、かなりようすが異なっていることが想像され、この点については第 2 編において詳細に検討する。

1-3-6 累積被害の疲労き裂進展過程からの検討

室温における二段二重重複疲労試験において $\sigma_1 > \sigma_2$ のとき応力切換え後、一時、疲労き裂進展に停留期間が認められることについては従来から、炭素鋼²²⁾ アルミニウム合金^{23), 24)} 等について知られている。そしてその原因は、疲労き裂先端に一次応力による大きい圧縮の残留応力が生じ、これが二次応力における疲労き裂進展を一時停止させると考えられている。^{28), 29)} 本研究における 18-8 オーステナイト鋼の場合には、この残留応力の他に疲労過程中に形成されるマルテンサイトの効果を考慮に入れなければならない。これについては第 3 編において検討する。

600℃の疲労試験においてはき裂進展の停留が認められなかったが、これは一次応力によるき裂先端部分における圧縮の残留応力が高温のため解放されるのが主な原因と思われる。

次に室温における $\sigma_1 > \sigma_2$ 試験のときの累積繰返し数比と応力切換え直後の一時的き裂進展の停留期間との関連性について検討する。一般的にはき裂進展の停留期間が存在する $\sigma_1 > \sigma_2$ 試験の場合の方が、それが存在しない $\sigma_1 < \sigma_2$ 試験の場合よりも、累積繰返し数比が大きくなることが予想されるが、実際には図1-3-8に示したように累積繰返し数比は応力負荷順序の影響をほとんど受けない。このことについては、次のように考えることができる。

図1-3-13は、室温における疲労き裂長さとの関係を示したもので、ある一定の繰返し数比に対するき裂長さは、本研究における応力切換え点の繰返し数比の範囲内においては、応力が高くなる程大きい。従がつて、ある一定のき裂長さに達するまでに費やされる寿命比は、応力が小さい程大きいことになる。この観点のみから考えると、 $\sigma_1 < \sigma_2$ 試験の場合は

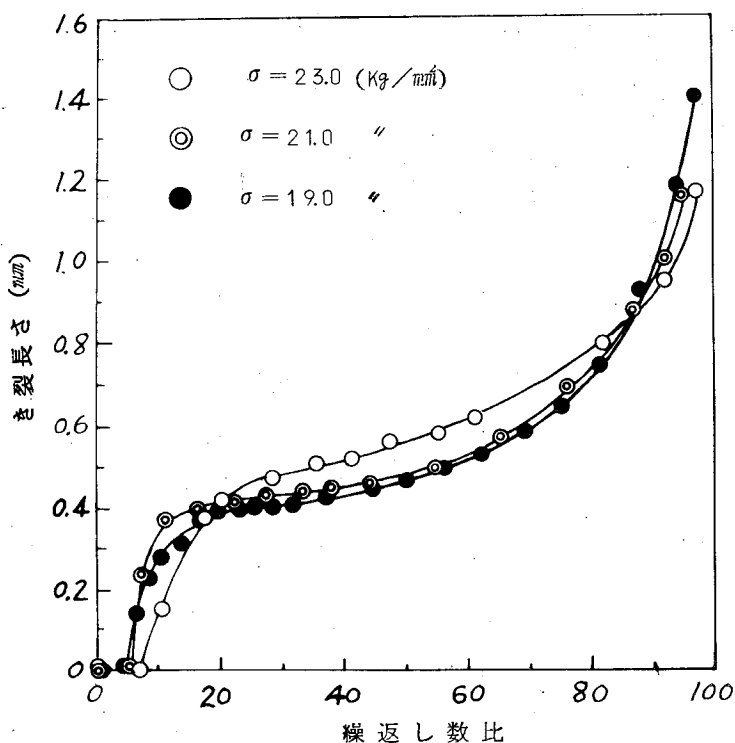


図1-3-13 き裂長さとの関係

$\sigma_1 > \sigma_2$ 試験の場合よりも、累積繰返し数比は大きくなるはずであるが、実際にはき裂先端部分における残留応力や、金属組織学的要因が作用するのでそのようにはならない。 $\sigma_1 > \sigma_2$ 試験においてき裂の停留が認められるのにもかかわらず累積繰返し数比が大きくないのは、これによる正の効果が、上記の応力が異なることによる疲労き裂伝播過程の差による負の効果と相殺されるのが一つの原因と考えられる。

なお、 $\sigma_1 < \sigma_2$ 試験の場合については、逆に後者の正の効果が、応力切換え後のき裂進展速度が処女材より若干早くなるという効果に打ち消され、結果的に累積繰返し数比は応力負荷順序に影響を受けないことになるものと考えられる。上記のように $\Sigma n/N \simeq 1$ となつて直線被害法則が成立するのはあくまで結果論であつて、実際には疲労による被害は一層複雑な挙動をすることが判る。Manson²⁹⁾ は応力負荷順序による疲労寿命の差を、図 1-3-13 と同じようなき裂長さと繰返し数比との関係から説明している。ここでは平滑材と切欠き材とでは、その挙動があたかも相反するような傾向をもつことが示されているが、これ等についてはさらに詳細な検討が必要であらう。

1-3-7 小 括

18-8 オーステナイト鋼の切欠き材について室温および高温における一定応力振幅疲労試験および二段二重重複疲労試験を行ない、その疲労き裂進展挙動を主として疲労き裂進展曲線と破面の電子顕微鏡および X 線による観察とから検討した。その主な結果をまとめると次のようになる。

- (1) 疲労き裂の進展過程は室温においては、初期のき裂進展速度の大きい過程、次に比較的その小さい定常過程、破断直前の急速進展過程に分けられるのに対し、600℃ではき裂は最初から比較的単調な進展過程をと

る。

- (2) 電子顕微鏡による疲労破面の観察によると 500°C 、 600°C での疲労破面にはアルミニウム合金、炭素鋼等で確かめられている疲労破面に特有な *Striation* が形成されているのに対し、室温のそれにはこれが観察されず、高温試験の場合と全く異なつた独特な様相を呈する。そして疲労破面の X 線による観察により、室温のそれには α -マルテンサイトが生じていることが判明した。なお高温試験のそれに $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態が生ずる可能性が考えられず、破面に観察されたきれいな *Striation* は積層欠陥エネルギーが極く低い 18-8 オーステナイト鋼が高温のために交差すべりが容易になり、その結果形成されたものと考えられる。
- (3) 室温における二段二重重複繰返し応力による $\sigma_1 < \sigma_2$ 試験では応力切換え直後一時き裂進展の停留期間が認められるのに対し、 600°C においてはこれが観察されなかった。 600°C においては高温のため、き裂先端の残留応力が解放されるのが原因すると思われる。
- (4) 累積繰返し数比は応力負荷順序にほとんど影響を受けない。このことについては、き裂先端における残留応力、金属組織学的要因の他に応力が異なることによる疲労き裂伝播過程の差を合わせて考えなければならない。

第 1 - 4 章 結 論

本編では、疲労現象を最終破断点のみから評価するだけでなく材料の疲労過程中的の力学的挙動を明らかにすることの重要性にかんがみ、18-8 オーステナイト鋼の疲労過程中的の疲労変形挙動と疲労き裂伝播挙動を明らかにした。

18-8 オーステナイト鋼の平滑材は疲労過程中、著るしく発熱を生ずるのでこの現象を試験片の表面温度を連続的に測定することにより検討し、この挙動が疲労過程中的の試験片のたわみ挙動と一致することを明らかにした。さらにこれらの挙動は、疲労変形による前履歴を受けた試験片ではその後の疲労過程において、前履歴を受けなかつた場合と異なつた傾向を示し、この結果から二段二重重複疲労における $\sigma_1 < \sigma_2$, $\sigma_1 > \sigma_2$ 試験で両者の間に疲労寿命の差がある事実を説明できる。

疲労き裂伝播過程の検討に用いた切欠き試験片では、疲労変形によって生ずる塑性域が切欠き底部のごく狭い部分に限られるため、疲労過程中的の著るしい発熱は生じない。疲労き裂の進展曲線は、室温試験と高温試験では異なつた形態を示し、また、破面の *Fractography* も高温試験の疲労破面には特有の規則正しい *Striation* が観察されたのに対し、室温試験の破面はそれと全く異なつた不規則な凹凸のある組織を示した。細束 X 線による検討から、それは 18-8 オーステナイト鋼の $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態により生じた α 相であることが判明した。一方、二段二重重複疲労試験における疲労寿命を疲労き裂の進展曲線と疲労き裂長さ一繰返し数比曲線から論じた。

18-8 オーステナイト鋼の疲労破壊に重大な影響を及ぼすことが予想される α 相については、本編の破面の観察結果のみからでは不十分で以後において疲労き裂先端付近の変形組織を詳細に観察することにより、 α 相が疲労

過程中のいつどのようにして形成されるかを明らかにしよう。

参 考 文 献

- 1) W. A. Wood, *J. Inst. Metals*, 91 (1962~63) 225.
- 2) W. A. Wood and R. L. Segall, *Proc. Roy. Soc.*, A242
(1957) 180.
- 3) M. L. Ebner and W. A. Backofen, *Trans. AIME*, 215
(1959) 510.
- 4) T. H. Alden and W. A. Backofen, *Acta Met.*, 9 (1961)
352.
- 5) R. B. Davies, J. Y. Mann and D. S. Kemsley, *Proc. Intern.
Congr. Fatigue of Metals* (1956) 551.
- 6) N. J. Wadworth, *Dislocation and Mechanical Properties of
Crystals*, Wiley, New York, 1957, P. 479.
- 7) 郡利矩, 佐々木茂美, 日本機械学会論文集, 29 (1963) 681.
- 8) N. E. Frost and D. S. Dugdale, *J. Mech. Phys. Solids*, 6
(1958) 92.
- 9) H. W. Liu, *Trans. ASME, Ser. D*, 83 (1961) 23.
- 10) W. Weibull, *Acta Met.*, 11 (1963) 745.
- 11) H. Wiegand und H. Speckhardt, *Metalloberfläche*, 20 (1966)
165.
- 12) 柿内正昭, 姫路工業大学研究報告, 15 (1965) 157.
- 13) 篠田軍治, 桜井忠一, 佐野忠雄, 川崎正, 泉久司, 日本金属学会誌,
24 (1960) 645.

- 14) 田中政夫, 幡中憲治, 材料, 17 (1968) 1009.
- 15) K. Hatanaka, H. Kawabe and M. Tanaka, *Technol. Rept. Osaka Univ.*, 19 (1969) 619.
- 16) 幡中憲治, 川辺秀昭, 田中政夫, 材料, 掲載予定
- 17) B. J. Cina, *J. Iron and Steel Inst.*, 190 (1958) 144.
- 18) 河本実, 田中道七, 柴田俊忍, 唐橋芳徳, 瀬戸達雄, 日本機械学会論文
文集 29 (1963) 40.
- 19) 河本実, 中川隆夫, 材料, 14 (1965) 176.
- 20) 中川隆夫, 辻正幸, 材料, 17 (1968) 24.
- 21) 平修二, 林建吉, 日本機械学会論文集, 33 (1967) 1.
- 22) 遠藤吉郎, 駒井謙一郎, 大西一男, 材料, 17 (1968) 78.
- 23) C. M. Hudson and H. F. Hardrath, *NASA TN.*, D-960
(1961).
- 24) R. Plunkett and N. Viswanathan, *Trans. AMSE, Ser. D*,
89 (1967) 55.
- 25) T. Angel, *J. Iron and Steel Inst.*, 177 (1954) 165.
- 26) L. M. Clarebrough and M. E. Hargreaves, *Progr. Metal
Phys.*, 8 (1959) 1.
- 27) P. J. E. Forsyth, *Acta. Met.*, 11 (1963) 703.
- 28) J. Schijve and D. Broek, *Aircraft Engineering*, 34 (1962)
314.
- 29) S. S. Manson, *Exp. Mech.*, 5 (1965) 193.

第 2 編

疲労き裂の発生と伝播の微視的挙動

第 2 - 1 章 緒 言

疲労き裂の発生と伝播の区別は難しい。すなわち、疲労き裂の伝播は、き裂の先端にき裂が発生することによっておこるのであるから、疲労き裂の伝播には、表面にき裂が発生する機構が直ちに応用されるように思われる。しかし、き裂はその幅が著るしく狭いため、その先端に起る応力、ひずみの集中が非常に大きいので、たとえ高サイクル疲労でのき裂でも、き裂の先端には低サイクル疲労の性質が強く現われ、表面におけるき裂の発生とは別途に取り扱われているのが普通である。1)

疲労過程中に材料に生ずる種々の力学的、物理的性質の変化はき裂発生前に結晶のすべりによつて生じた結晶変形と密接な関係があることが知られている。一方結晶体の疲労き裂は、応力繰返しによつて生じた局部的な塑性変形の繰返しが表面に、いわゆる *Extrusion*, *Intrusion* を形成し、2) ~ 7) これが応力集中源となって発生すると考えられている。したがつて疲労き裂発生前に材料が示す力学的挙動の原因を論じ、さらにそれに続いて起る疲労き裂発生機構を論ずるには、結晶表面の塑性変形の状態、すなわちすべり線と結晶ひずみの形態を詳細に観察検討するのが欠くことのできない研究の一側面であるといえる。

疲労き裂伝播機構の解明には疲労き裂先端に生ずる塑性域の性状の究明がまず第一である。現在この目的でなされている研究は主として細束 X 線を用いたものであるが、8) ~ 11) 最終的にはき裂近傍の転位の直接観察が 12), 13) 最も有効な手段として望まれるところである。後者においては薄膜作製上の困難さが伴うため、十分な結果が得られているとは思えないが、現在では疲労き裂先端にはいわゆる *Subgrain* が形成され、その *Subgrain boundary* が疲労き裂伝播のための優先的径路となり、14), 15) しかもその *Subgrain*

の発達程度は、積層欠陥エネルギーが大なるほど大である。8), 15) ということが一般的に認められている。

しかしこれは主に交差すべりが可能な体心立方晶である鉄系金属材料と、面心立方晶でも比較的積層欠陥エネルギーが大きいアルミニウム、銅等に関する結果であつて、積層欠陥エネルギーが極めて小さく、したがつて交差すべりが非常に困難な材料に関してはこれ等の結果の該当性が疑問視されている¹⁴⁾。

18-8 オーステナイト鋼は積層欠陥エネルギーが最も低い金属材料の一つである。実用的にも耐食、高温用材料として極めて重要な材料とされている。したがつて18-8 オーステナイト鋼の疲労機構を究明することは低積層欠陥エネルギーの金属材料の疲れ機構を解明することであり、学問的にも実際的にも非常に興味深い。

高温になるに従がい交差すべりは次第に容易になることが知られている。¹⁶⁾したがつて高温における疲労機構は室温におけるものよりかなり様子が異なることが想像されるにもかかわらず、この方面の微視的研究はほとんど見当らない。特に高温用材料としての18-8 オーステナイト鋼の場合、高温疲労機構の解明は一層重要なことと思われる。

さらに18-8 オーステナイト鋼には、他の材料に比較して特殊な、疲労過程における $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態の可能性に関する問題がある。疲労き裂発生前の疲労過程における α 相生成に関する報告¹⁷⁾はあるが、これとて十分なものはなく、ましてや疲労き裂近傍においてこれを検討した研究はない。

本編は以上三つの観点から18-8 オーステナイト鋼の疲労き裂発生と伝播の機構を解明せんとしたものである。すなわち、微視的立場からは電子顕微鏡レプリカ法を、またやや巨視的な意味では光学顕微鏡法を、そして両者の中間的な領域には細束X線法をそれぞれ使用することにより、18-8 オーステナイト鋼の疲労破壊現象を、表面の場所的、および結晶構造的な変形

の様相から追跡することを試みた。

第 2 - 2 章 疲労き裂発生過程の微視的観察

2 - 2 - 1 試験方法

本研究に用いた 18 - 8 オーステナイト鋼の化学成分と室温における静機械的性質は表 1 - 2 - 1, 1 - 2 - 2 に示したものと同一である。

素材は 1100℃, 30 分間加熱後水冷の溶体化処理を行ない, これより

機械加工によって,

試験片を作製した。

試験片の機械加工

層は, 化学研磨,

電解研磨により完

全に除去した。電

解研磨後の試験片

の形状, および寸

法を図 2 - 2 - 1

に示す。

疲労試験機は高温

用小野式回転曲げ

疲労試験機 (3600 r. p. m.) を用い, 疲労過程中的細束 X 線写真の撮影およびレプリカ電子顕微鏡用試料の作製は, 所要の繰返し数で疲労試験を中止, そのつど試験機から試験片を取りはずし, その切欠き底から行なつた。

電子顕微鏡観察用の試料はレプリカ膜にセルロースアセトブチラートを使用し, クロムを 45° 方向からシャドウイングすることによる二段カーボンレプリカ法にて作製した。使用した電子顕微鏡は日本電子製 *Super Scope* (加速電圧 30 KV) である。

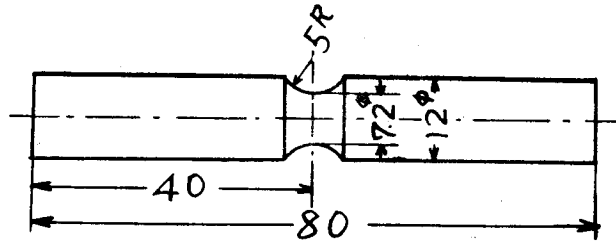


図 2-2-1 環状切欠き試験片の形状と寸法

細束 X 線法により，同一結晶粒について，その変形の程度の応力繰返し数依存性を検討した。実験に用いた X 線発生装置は理学電機製 4001 型である。背面反射マイクロラウエカメラは図 2-2-2 に示すような機構によって，予め定めた試料の任意の点に精度よく（セッティング精度 $\pm 10 \mu$ ）細束 X 線を照射することが出来る。実験に用いた特性 X 線とその回折条件およびマイクロラウエカメラの諸元は，表 2-2-1 のとおりである。なおフィルターには，バナジウムの

薄膜を用いた。また発散角はコリメータ $100 \mu\phi$ のとき， $9 \times 10^{-8} \text{ rad.}$ である。

細束 X 線法に関する理論は，Hirsch^{18), 20)}により開発され，その後 Gay,²¹⁾ Kelly²²⁾により種々の金属材料の研究に応用されてきた。

平ら¹⁰⁾は，この Hirsch の理論をもとに，これを變形して全方位差： β ，格子ひずみ： $\Delta d/d$ について次式を導いている。

$$\beta = \frac{|\cos 2\theta|}{2 \sin \theta} \cdot \frac{\Delta S_T}{R_o} \quad (2-2-1)$$

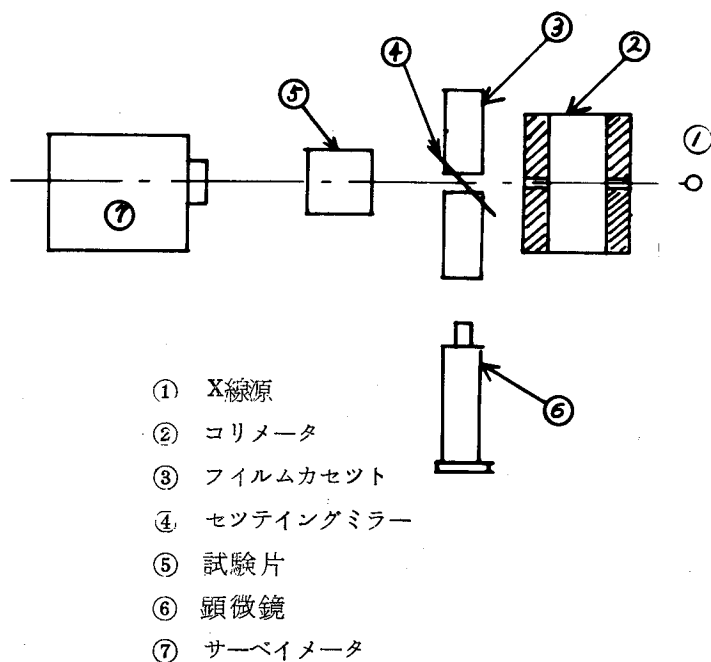


図 2-2-2 マイクロラウエカメラの配置図

表2-2-1 X線回折条件およびマイクロラウエカメラの諸元

	特性 X 線	CrK α
使用特性 X 線	回 折 面	(2 2 0)
と回折条件	ブラッグ角	65°
	多重度因子	12
背面反射マイ	コリメータ	100 $\mu\phi$ ダブルピンホール
クロカメラの	フィルム-試料間距離	7 mm
諸元	分 解 能	約 2 μ

$$\frac{\Delta d}{d} = \frac{\cos^2 2\theta}{\tan \theta} \cdot \frac{\Delta S_R}{2R_0} \quad (2-2-2)$$

ここで $\Delta S_T = S_T - S_{T_0}$

$\Delta S_R = S_R - S_{R_0}$

S_T : はん点の接線方向のひろがり

S_{T_0} : S_T の初期値, すなわち無ひずみ状態のはん点の接線方向のひろがり

S_R : はん点の半径方向のひろがり

S_{R_0} : S_R の初期値, すなわち無ひずみ状態のはん点の半径方向のひろがり

θ : ブラッグ角

R_0 : フィルム-試料間距離

本研究における全方位差: β , 格子ひずみ: $\Delta d/d$ の解析はそれぞれ (2-2-1), (2-2-2) 式によつた。

疲労試験温度は室温に加えて, マルテンサイトの生成を考えなくてよい

200℃で行ない、両者を比較検討した。

2-2-2 光学顕微鏡および細束X線による結晶変形の観察

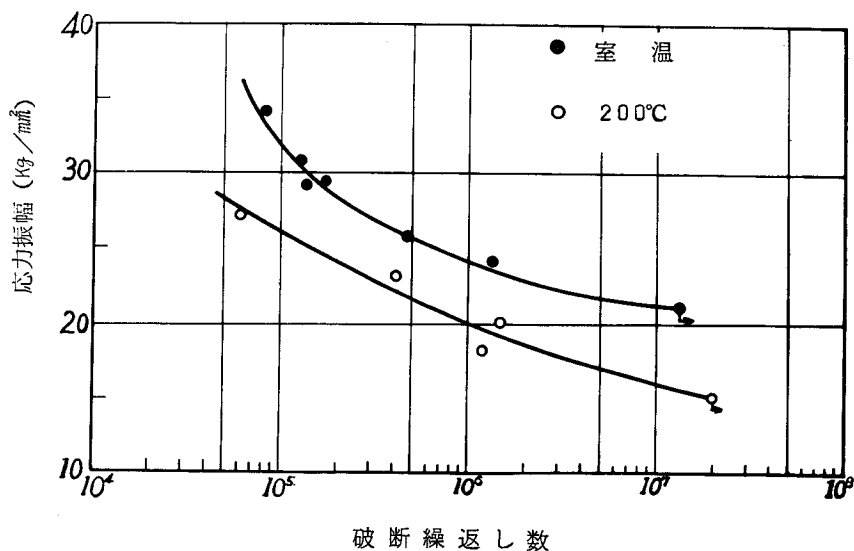


図2-2-3 環状切欠き試験片のS-N曲線

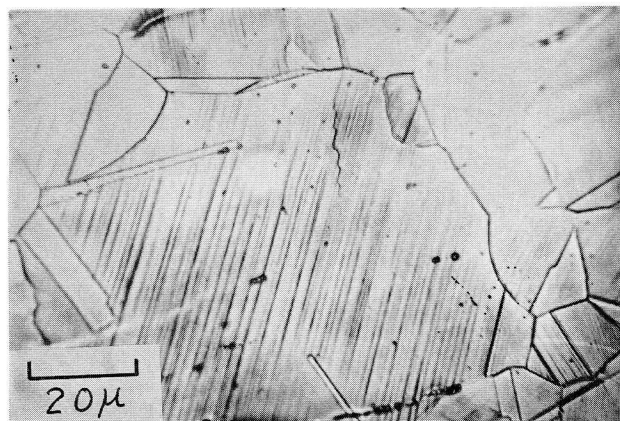
図2-2-3は5^Rの環状切欠き試験片の室温、200℃におけるS-N曲線である。室温におけるS-N曲線は平滑試験片のそれに比較して、時間強度域についてはむしろ長寿命側に位置する。これは環状切欠きのため疲労変形によつて生ずる塑性変形体積が平滑試験片の場合に比較すると、狭い領域に制限されるため巨視的な発熱の影響が極く少ないためであろう。

図 2-2-4 (a) は室温試験の $\sigma = 29 \text{ kg/mm}^2$, $N = 1.3 \times 10^5$ で、き裂が発生した直後における光学顕微鏡写真と、その同じ位置から得られた細束 X 線写真である。この位置における無ひずみ状態の回折はん点をも同図に示す。この光学顕微鏡写真から、疲労き裂は、まず、結晶粒内の結晶粒界近傍に *Primary slip line* に沿って発生し、その成長の過程においてすべり線をジグザグに横切りつつ、ほぼ最大引張、圧縮応力方向と直角方向に進展してゆくのがわかる。このき裂発生時の結晶変形状態には、細束 X 線回折像からわかるように、*Subgrain* の形成は認められない。

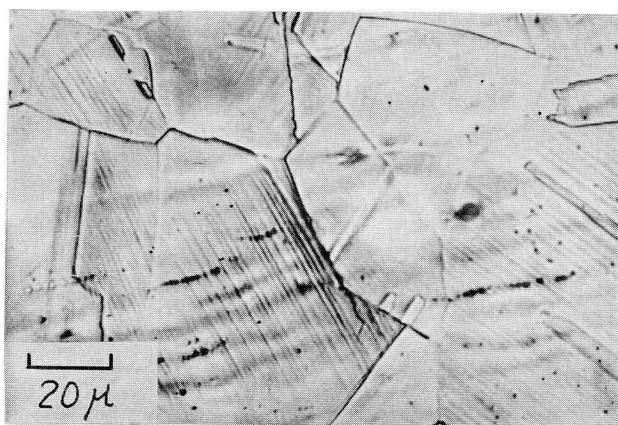
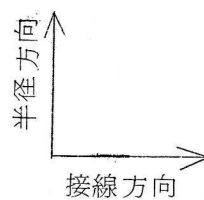
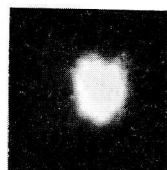
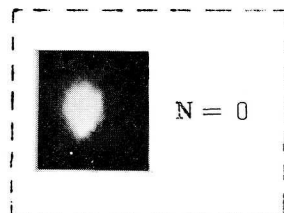
同図 (b) は結晶粒界に近接して疲労き裂が発生した例である。なお、この様な小さなき裂が環状切欠き底の周囲にわたって多数発生し、繰返し数と共に各々のき裂が成長し、互いに連絡することにより疲労破壊に至る。

図 2-2-5 は室温における $\sigma = 30 \text{ kg/mm}^2$ の回転曲げ疲労試験で、表面組織と結晶変形状態が、応力繰返しと共にいかに変わるかを示した光学顕微鏡写真と、細束 X 線写真である。光学顕微鏡写真より、疲労過程の比較的初期 ($N = 10^4$) に細いすべり線が多数生じ応力繰返し数の増加につれて、これが次第に太く鮮明になるが、その数はあまり変化しないことがわかる。このことから、応力繰返し過程における変形は、容易にすべることの出来る *Primary slip plane* 内でのすべりの繰返しにより生ずることが示唆される。そして X 線的な結晶変形状態もほぼすべり線の形態と一致し、応力繰返し初期のすべり線の発生と同時に大きい格子わん曲を示すが、以後の同一面内でのすべりの繰返し過程においては、それは顕著な変化を示さない。

図 2-2-6 は、全方位差 β と格子ひずみ $\Delta d/d$ の変化を繰返し数比を横軸にとつて示したものである。両方共、初期の急増期、それに続く平衡期、それからき裂発生時における急増期の三期に分けられる。繰返し数比 80% 付近の急増期は環状切欠き底の周囲に多数の微小き裂が発生し始める時期に



(a)



(b)

図2-2-4 疲労き裂発生時における光学顕微鏡写真とX線回折写真

$$\sigma = 29 \text{ kg/mm}^2, \quad N = 1.3 \times 10^5$$

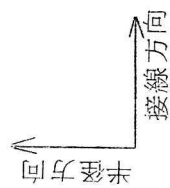
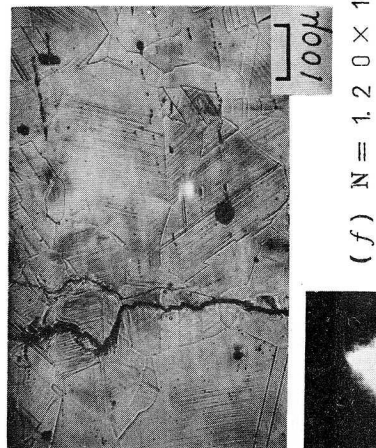
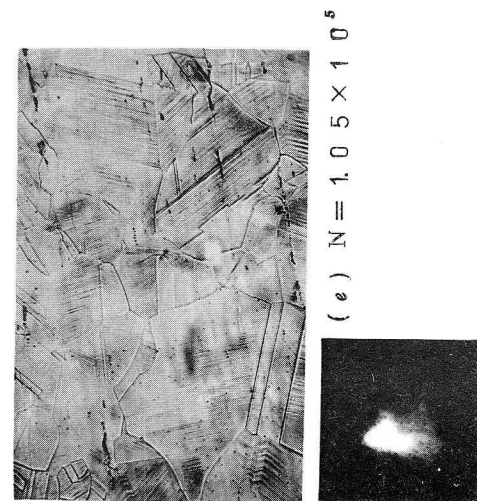
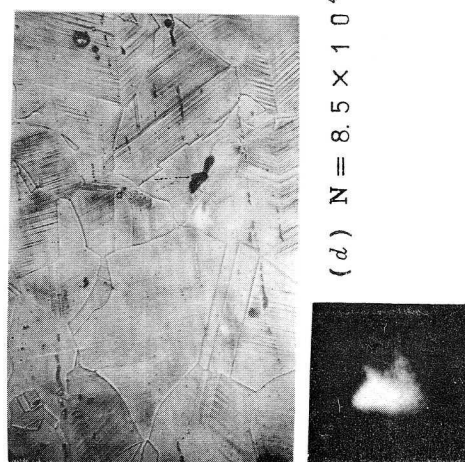
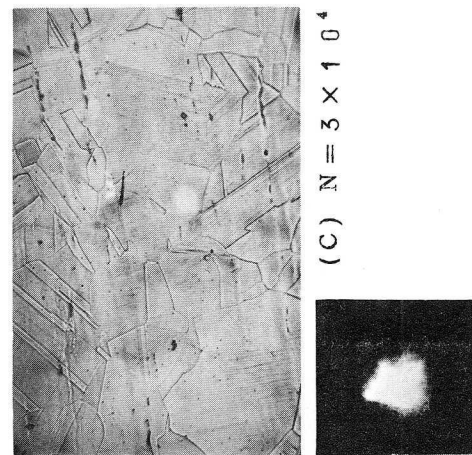
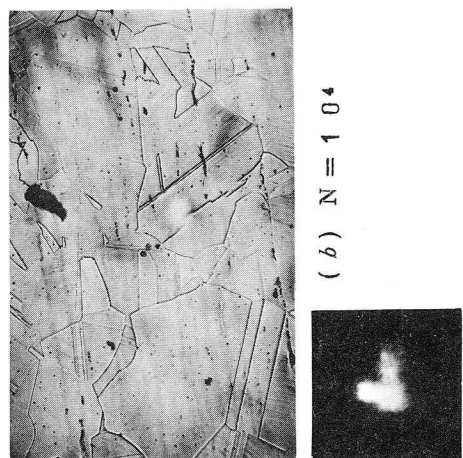
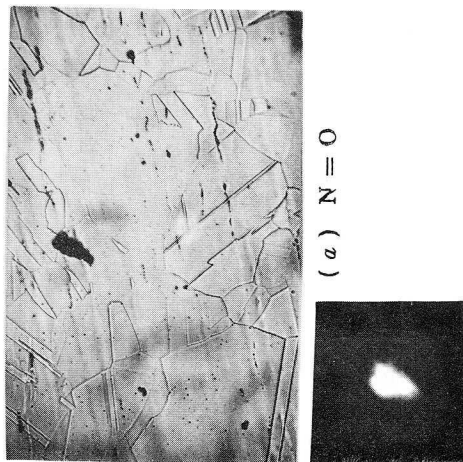


図 2-2-5 疲労過程における表面組織と X 線回折像の変化

$T = \text{室温}$, $\sigma = 30 \text{ kg/mm}^2$

相当する。なお注目すべきことは、 β の値が炭素鋼の場合に比較して1桁小さいことである。すなわち18-8オーステナイト鋼の場合は、疲労変形によるX線回折はん点の接線方向のひろがり小さい特徴を有する。

図2-2-7は200℃、 $\sigma = 25 \text{ kg/mm}^2$ において、光学顕微鏡組織と細束X線の回折はん点が応力繰返し数と共に変化するようすを示す。繰返し数によるすべり線の変化は、室温試験の場合と同じであるが、すべり線の形態は著しく異なる。すなわち、室温の細い直線的なすべり線に対して、200℃では太い粗いすべり線が支配的である。詳細は、後の電子顕微鏡による観察結果の項で述べるが、太いすべり線の中にはWavyなものが含まれている。

X線回折はん点は、室温の場合と比較して顕著な差はみられず、そのBroadeningが応力負荷直後急増、続いて平衡状態に達する。そして、接線方向のひろがり小さいのも、室温の場合と同じである。

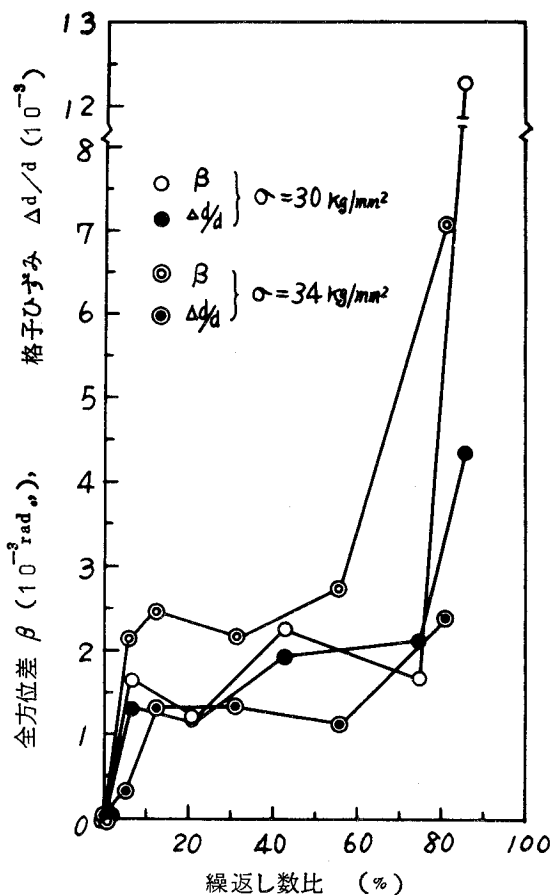
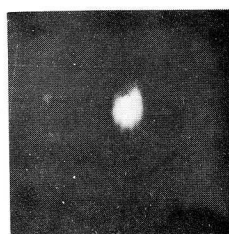
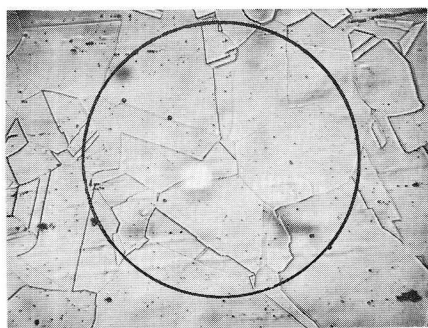
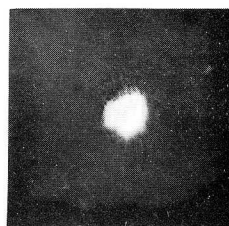
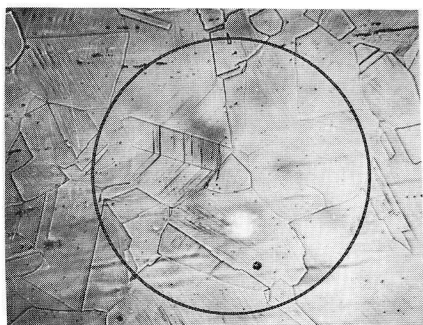


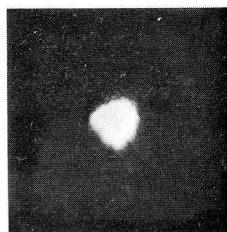
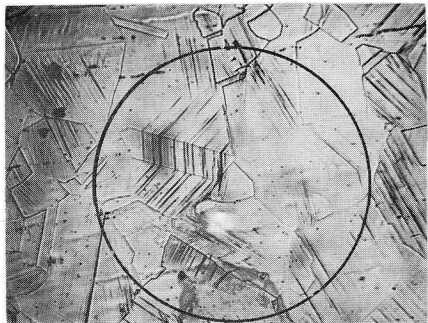
図2-2-6 疲労過程中的全方位差 (β) と格子ひずみ ($\Delta d/d$) の変化



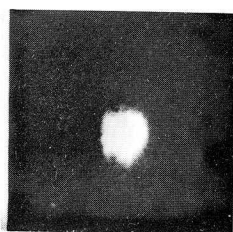
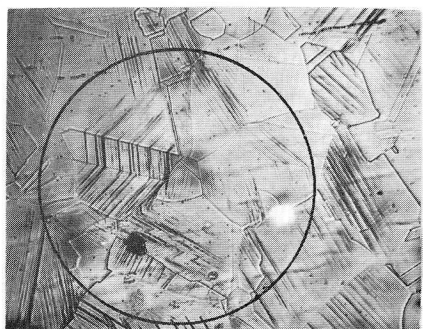
(a) $N = 0$



(b) $N = 10^4$



(c) $N = 4 \times 10^4$



(d) $N = 9 \times 10^4$

100 μ

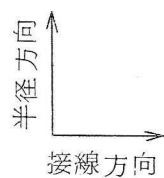


図2-2-7 疲労過程における表面組織とX線回折像の変化

$T = 200^{\circ}\text{C}$,

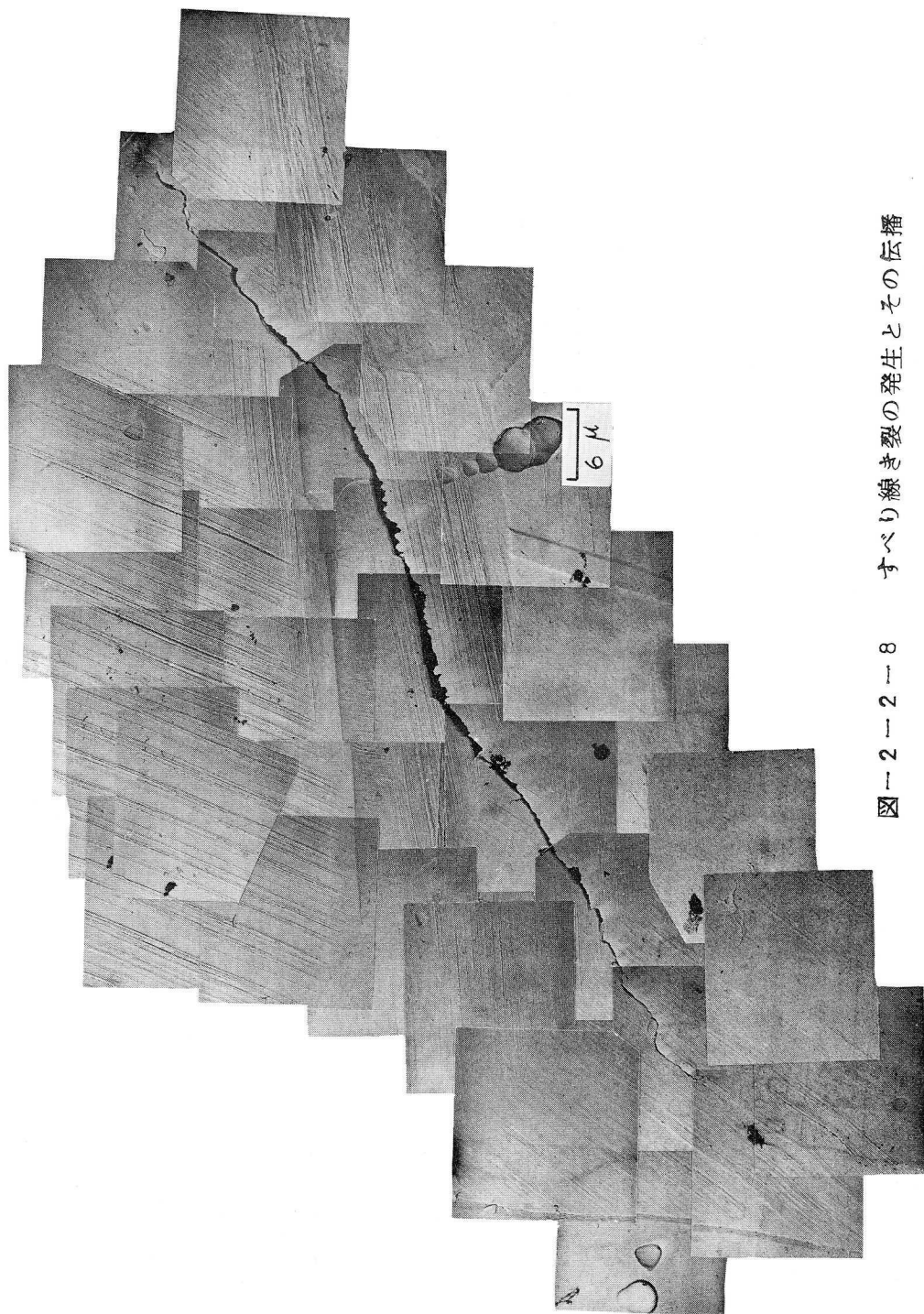
$\sigma = 25\text{kg/mm}^2$

2-2-3 レプリカ法電子顕微鏡観察

図2-2-8は、 $\sigma = 29 \text{ kg/mm}^2$ の室温試験において、疲労き裂の成長の極く初期 ($N = 1.5 \times 10^5$) における疲労き裂近傍の電子顕微鏡写真である。光学顕微鏡観察より疲労き裂の発生は、すべり線き裂の形態をとることが明らかにされたが、この図より、そのことを一層詳細に確かめることが出来る。また疲労き裂が結晶粒界を横切るときのき裂進展の径路は、明らかに二つの結晶粒の相互の方位関係に密接に依存していることがわかる。すなわち結晶粒の主すべり線の方に成長してきた疲労き裂は、結晶粒界近傍で隣りの主すべり線の方に近づくように、主すべり線をジグザグに切つて向きを換えて結晶粒界を横切り、最終的に隣の結晶粒の主すべり線の方に進行する。結晶粒界近傍で二重すべりが生じている時は、その方向転換は第二次のすべり線方向に沿つてなされる傾向がある。この図に示すように、き裂成長の極く初期においては、そのき裂先端部分には何ら複雑な変形は見られない。

図2-2-9は、 $\sigma = 25 \text{ kg/mm}^2$ の200℃試験におけるき裂先端部分の電子顕微鏡写真で、疲労き裂は主すべり線を時々横切りつつも、結局は主すべり線の方に進行することを示す。以上の観察結果から、疲労き裂の発生と、極く初期におけるその伝播の径路は、主すべり線の影響を強く受け、従がつて多結晶体においては各結晶軸方位に強く依存することが明らかになった。

図2-2-10は、室温および200℃試験における結晶粒界近傍の変形状態を示す電子顕微鏡写真である。室温試験におけるすべり線が細く直線的であるのに対し、200℃のそれは太く、Wavyであるのが、光学顕微鏡による観察結果より一層明瞭に示されている。結晶粒内においては比較的単純な *Single Slip* が支配的であるのに対し、粒界近傍で二重すべり、交差すべりを含む複雑な変形挙動を示すことは両方の場合に共通している。疲労



すべり線き裂の発生とその伝播

$T = \text{室温}, \sigma = 29 \text{ kg/mm}^2, N = 1.5 \times 10^5$

図一2一2一8

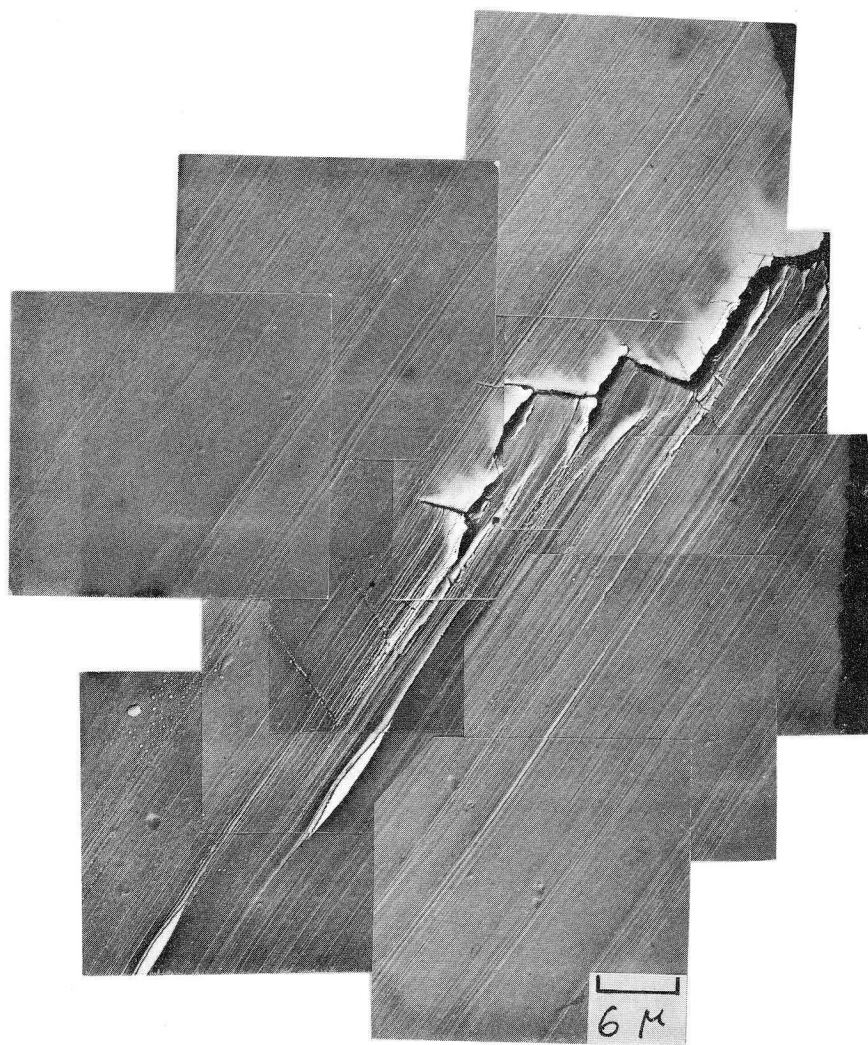
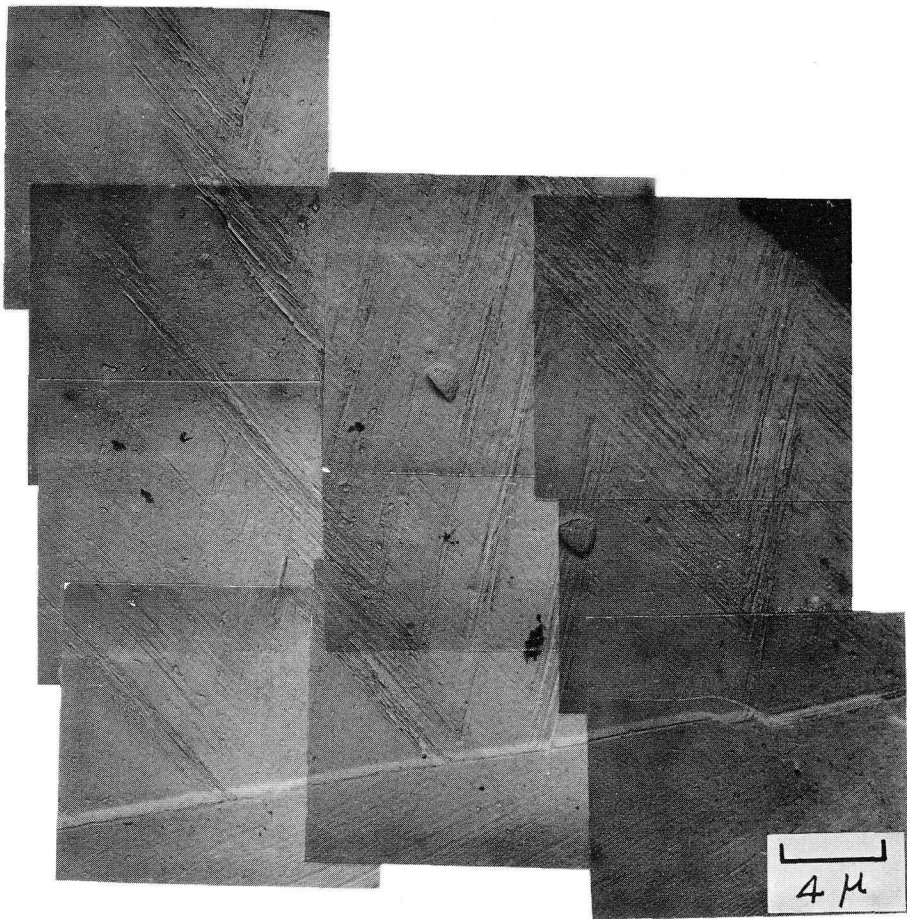


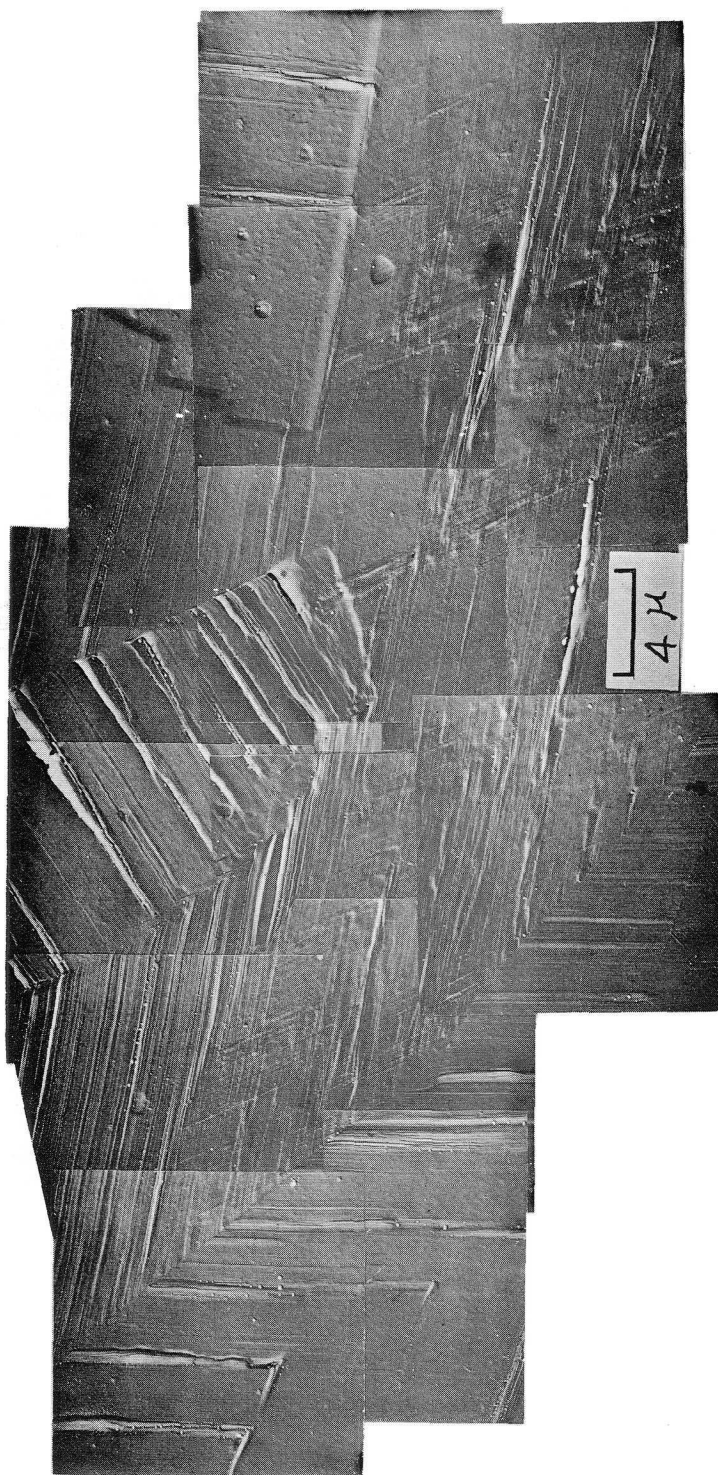
図 2-2-9 き裂先端部の変形組織

$T = 200^{\circ}\text{C}$, $\sigma = 25 \text{ kg/mm}^2$, $N = 9 \times 10^4$



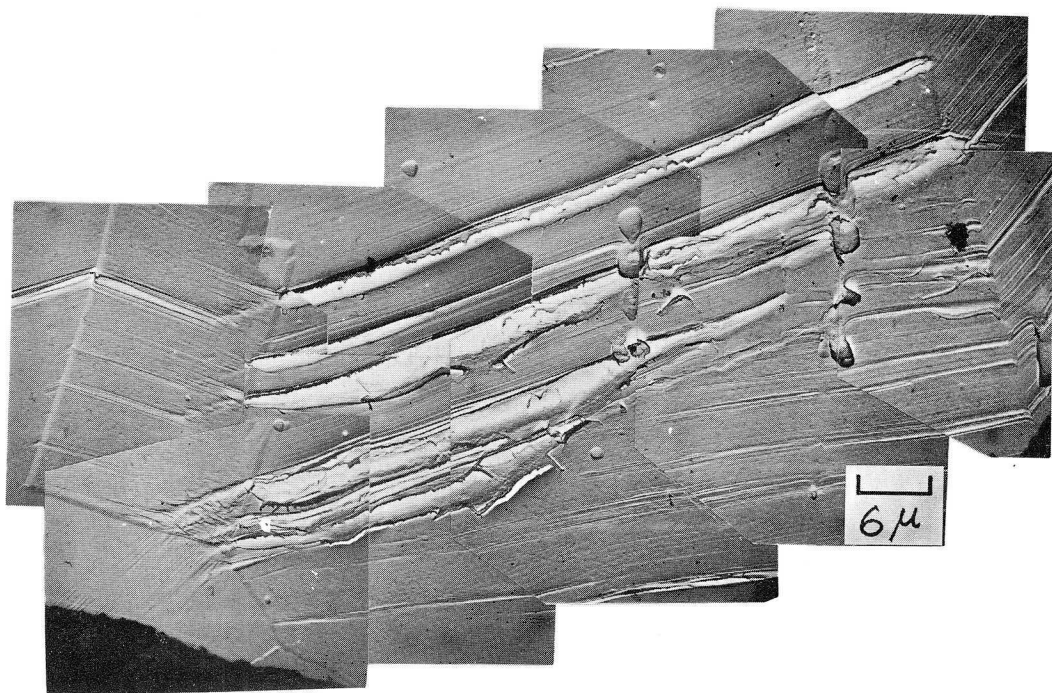
(a) $T = \text{室温}$, $\sigma = 29 \text{ kg/mm}^2$, $N = 1.5 \times 10^5$

図2-2-10 結晶粒界近傍におけるすべり線の形態



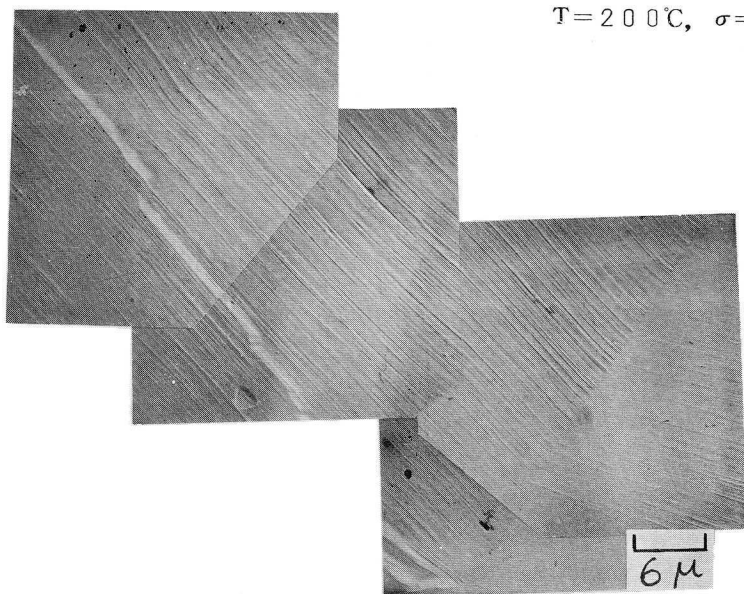
(b) $T = 200^{\circ}\text{C}$, $\sigma = 24\text{ kg/mm}^2$, $N = 9 \times 10^4$

図2-2-10 結晶粒界近傍におけるすべり線の形態



(a) Coarse slip line

$T=200^{\circ}\text{C}$, $\sigma=25\text{ kg/mm}^2$, $N=9 \times 10^4$



(b) Fine slip line

$T=\text{室温}$, $\sigma=29\text{ kg/mm}^2$, $N=1.5 \times 10^5$

図2-2-11 すべり線の形態

き裂は粒界近傍に発生することが多いことから、その発生源は、二重すべり、交差すべりによつて促進された、いわゆる *Notch and peak topography* による応力集中であると考えるのが妥当と思われる。

図 2-2-11 (a) は、200℃試験において観察された典型的な *Coarse slip bands* である。これはよく発達した *Extrusion*, *Intrusion* と思われ、最早、微視的き裂とみなして良い。同図 (b) は、室温試験における典型的なすべり線の例である。

2-2-4 考 察

積層欠陥エネルギーが疲労破壊機構に及ぼす影響については、これまでに二、三研究が行なわれており、*McGrath* ²³⁾ は種々の積層欠陥エネルギーを有する *Cu* および *Cu-Zn* 合金について、主にすべり線の形態から疲労変形を論じ、高積層欠陥エネルギーを有する純銅の場合は、すべり線は太く、*Striation* が著るしく発達し、隣のすべり線と互いに *Overlap* するのが観察されるのに対し、低積層欠陥エネルギーの 65-35 *Cu-Zn* 合金では、細い、狭いすべり線が代表的であると述べている。後者の細い、幅の狭い、しかも直線的なすべり線が低積層欠陥エネルギーを有する面心立方金属の特徴と思われ、²⁴⁾ 18-8 オーステナイト鋼の場合も、これがそのまま当てはまる (2-2-11(b))。なお、200℃試験の場合のすべり線が太く、しかもかなり *Wavy* であるのは、高温の影響で交差すべりがかなり容易になつた結果、^{16), 25)} 転位源が直ぐ近接したすべり面上においても活動することが可能になつたのが原因すると思われる。高温でのすべり線の形態についての詳しい考察は第 2-4 章において行なう。

細束 X 線により疲労変形を観察した図 2-2-4、図 2-2-5 と図 2-2-7 で回折斑点が *Subgrain* の形成を示さず、しかも接線方向の広がり

が小さく、従がつて結晶の変形による方位差が、積層欠陥エネルギーが大きいアルミニウムや銅等の面心立方晶系の金属や体心立方晶である鉄系金属材料のそれと様子が異なっているのも、このすべり線の形態と密接に関係している。

Honeycombe^{26), 27)} はカドミウムとアルミニウムの単結晶の引張試を行ない稠密六方晶金属である前者は、100%のひずみを与えてもX線的にアステリズムを示さないのに対し、アルミニウムの場合は、4%のひずみで顕著なアステリズムを示すことを報告している。そしてアステリズムは、変形帯と密接な関係があることを明らかにした。同様な結果は、西村、高村ら²⁸⁾ によっても報告されている。要するに、アステリズムには結晶格子の彎曲が必要条件である。カドミウムの様に単なる主すべり面内でのすべりのみでは、アステリズムは現われない。塑性変形中、すべり面内で活動している転位がロッキングされ、そこに生ずる応力集中によって起るすべり面の局部的な彎曲がアステリズムの形成には必要である。^{29), 30)} 18-8 オーステナイト鋼は、粒界近傍において複雑な変形状態を示す場合(図2-2-10)もあるが、一般的には図2-2-11(b)に示す単純な直線的なすべり線の形態を特徴とする。き裂発生時における変形組織を示す図2-2-4がその良い例で、このすべり線の形態は先述のカドミウムのそれと大きな類似点を有している。従がつて、18-8 オーステナイト鋼においては、そのX線のアステリズムが比較的小さいということは十分に予想されるところである。

次に疲労き裂発生前における疲労過程中の18-8 オーステナイト鋼の $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態の可能性について考える。 $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態が生ずることが良く知られている冷間加工^{31) ~ 33)} による変形の場合と疲労変形の場合との相違は、塑性変形の程度が後者においては比較的小さいこと、それに後者においては

応力繰返しに伴って生ずる局所的な発熱があることの二点が主なものであろう。塑性変形の程度は α 変態を生ずるのに必要なエネルギー量に、そして発熱は M_d 点に関係する。前者については、Cina³²⁾ が 18-8 ステンレス鋼は室温で 5% の塑性ひずみを与えたとき 5% 以下の α 量を、15% の伸びでは 5~10% の α 量が r 中に生ずることを報告している。

疲労変形の場合、き裂発生前といえども、局所的には α 変態を生ずるに十分なひずみの集中は十分予想される。後者の発熱に関しては、第 1-2 章で述べた平滑試験片の場合と異なり、本研究において用いた環状切欠き試験片では、疲労試験中切欠き底表面温度は応力 $\sigma = 30 \text{ kg/mm}^2$ で約 35°C であり、この点に関する α 変態に対する条件も満足されていることになる。ただこの表面温度は、切欠き底表面の平均的なものであり、応力繰返し中、局部的に激しいひずみの集中を受けたところでは、瞬間的にはかなり大きい発熱を生ずる可能性は十分考えられる。

疲労過程中的 $r \rightarrow \alpha$ 変態についての報告の内、浦池ら¹⁷⁾ は 18-8 ステンレス鋼の平面曲げ試験で α 変態が生じていることを示しているが、正木ら³⁴⁾、小切間ら³⁵⁾ は、それぞれ回転曲げ、平面曲げ疲労試験でそれが生じないことを報告している。筆者の平面曲げ疲労試験においても、疲労き裂発生前の 18-8 オーステナイト鋼の薄膜の電子顕微鏡観察では、 α 相は認められなかった。何れにしても、 M_d 点以下の温度においては、 $r \rightarrow \alpha$ 変態が生ずるか否かは塑性変形の程度と温度との相関関係によつて決まる。同じ疲労過程中的といえども、疲労き裂が発生した状態では、そのき裂先端部分には局所的に非常に大きい塑性変形が生じ、この場合にはまた $r \rightarrow \alpha$ 変態の可能性が考えられることになる。この様な極めて局所的な問題は、本章の観察手段では確かめることができないので、後述の第 3 編の薄膜の電子顕微鏡観察で詳細に検討することにする。

最後に 18-8 オーステナイト鋼の疲労き裂発生機構について考えてみよう。18-8 オーステナイト鋼の疲労き裂がすべり線に沿って発生することは、図 2-2-4 と図 2-2-8 において示した通りである。低積層欠陥エネルギーを有する 18-8 オーステナイト鋼は、室温試験においては、発達した *Extrusion*, *Intrusion* を示さないのが普通である。(図 2-2-11 (b))。ただ結晶粒界においてすべりが制限され、その近傍に局部的に大きい応力が生ずるため、交差すべりが非常に困難な材料といえども、粒界近傍においては、交差すべりを含む複雑な変形形態を示す³⁶⁾ (図 2-2-10)。一方疲労き裂は主として粒界近傍に選択的に発生することを示した (図 2-2-4) が、この事実は粒界近傍の変形状態と密接な関係を有すると思われる。

応力繰返しの比較的初期に活動したすべり面内において続く応力繰返しに應じてすべりが繰返され、その結果すべり線は次第にその強度を増す^{37) ~40)} (図 2-2-5, 図 2-2-7)。特に結晶粒界近傍においては、室温においても、*Extrusion*, *Intrusion* が形成され (図 2-2-10 (a))、そこにき裂が発生することになる。このように交差すべりが非常に困難な 18-8 オーステナイト鋼の場合も、疲労き裂発生の機構は表面組織観察から判断すると、積層欠陥エネルギーが比較的高い他の面心立方晶系金属であるアルミニウム、⁴¹⁾ 銅、^{3), 7), 42) ~44)} α 黄銅^{44), 45)} 等の場合と最終的には同じと考えられる。しかしこれについては、後で内部組織の観察からさらに詳しく検討する。なお図 2-2-8 において、疲労き裂近傍のすべり線内に小孔が観察されることは注目に値する。これはらせん転位の切合いの結果出来た *Jog* の運動や、又正負の刃状転位の相互作用の結果出来た *Vacancy* が疲労過程中表面に拡散して生じたものと思われ、低積層欠陥エネルギーを有する 18-8 オーステナイト鋼もすべり線内の極く

局部的には、アルミニウム²⁾ や黄銅等^{4 4)} と類似の挙動をすることを示す。なお200℃試験では、交差すべりが比較的容易になつた結果、*Extrusion*, *Intrusion* が良く発達し、その疲労破壊機構が銅等のそれにますます近付くことは十分予想されるところである。ただ室温試験、200℃試験の両方の場合において、疲労き裂発生時において、鉄、アルミニウム等でX線的に観察される *Subgrain* の形成は認められない。この事実は主としてき裂発生点近傍における疲労変形下部組織域の量に起因するものと思われる。すなわち、アルミニウム、鉄等では疲労き裂近傍には比較的広い面積にわたって下部組織が発達しているのに対し、18-8オーステナイト鋼の場合は、図2-2-8に示すようにき裂の極く近傍においてすら単純なすべり変形を示すに過ぎない。したがって、この様な位置に200 $\mu\phi$ の細束X線を照射しても、疲労き裂発生点そのものの正確な情報は得ることが出来ない。これをなすためには、5 $\mu\phi$ 程度の極く限られた領域からの情報のみを検出できる方法を用いる必要があり、これには現在では薄膜の電子顕微鏡による直接観察の他に方法はない。これについては第3編において述べる。

2-2-5 小 括

18-8オーステナイト鋼の疲労き裂発生過程を検討するため、環状切欠き試験片について、室温と200℃の温度で回転曲げ疲労試験を行ない、切欠き底表面を光学顕微鏡、細束X線、電子顕微鏡レプリカ法で観察し、次の結果を得た。

- 1) 細いすべり線が応力繰返しの極く初期に発生し、その後の応力繰返しはそのすべり線の強度を次第に強めることに寄与し、新しいすべり線を発生させない。
- 2) 室温におけるすべり線は細い直線的な低積層欠陥エネルギーの金属材料

料の特徴的形態を示す。200℃では、交差すべりが比較的容易になった結果、太い、かなり *Wavy* なすべり線を生ずる。なお、両方の場合共、結晶粒界近傍において、二重すべり、交差すべりを含む特に複雑な変形が観察され、この領域で *Extrusion*, *Intrusion* を生ずることがある。

- 3) 細束X線により、疲労過程中的結晶の全方位差と格子ひずみを検討した結果、両方共、その変化の形態が初期の急増期、それに続く平衡期、それからき裂発生時における急増期の三期に分けられることがわかった。なお全方位差は鉄、アルミニウム等と比較すると一桁小さい特徴を示した。
- 4) 疲労き裂は粒界近傍において発達した *Extrusion*, *Intrusion* から発生するものと思われ、すべり線に沿って発生する。そして発生直後のき裂成長の極く初期には、時々すべり線を横切りつつも主としてすべり線に沿って伝播し、結晶粒界近傍では隣の結晶粒との方位関係に依存した進展径路をとる。
- 5) 疲労き裂発生領域約 200 $\mu\phi$ からの細束X線による情報では、*Sub-grain* の形成は認められなかった。しかし18-8オーステナイト鋼の場合は、鉄、アルミニウムの場合と異なり、疲労き裂近傍のいわゆる下部組織域が非常に狭いので、この部分の詳細な検討を行なうには、さらに局所的な領域のみから情報を得る必要がある。
- 6) レプリカ電子顕微鏡観察によれば、室温試験において、疲労き裂発生前には α 相は認められない。しかし微小き裂が発生した時点におけるその先端部分の観察など詳細は電子顕微鏡透過法による検討が必要である。

第 2 - 3 章 疲労き裂近傍の結晶変形の観察

2-3-1 試験方法

本試験に使用した 18-8 オーステナイト鋼は厚さ 3 mm の板材でその化学成分、納入状態における機械的性質を、それぞれ表 2-3-1, 表 2-3-2 に示す。

表 2-3-1 供試材料の化学成分 (%)

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr
0.06	0.69	1.65	0.032	0.008	9.21	18.32

表2-3-2 供試材料の静機械的性質

引張強さ kg/mm ²	伸 び %	硬 度 Hv (100g)
58.3	62.2	156

この板材を 60° の V 型切り欠きに機械加工後、アルゴンガス中で、 1200°C 、2 時間加熱後、水冷の溶体化処理を施した。

その後エメリーペーパーで酸化膜を除去し、さらにエメリーペーパーによる加工層を化学研磨、電解研磨により溶去し、最後に電解腐蝕を施した。

用いた試験片の最終寸法を図2

表 3-1 に示す。なお、この時の平均結晶粒径は約 180μ である。

疲労試験はシェンク式平面曲げ疲労試験機で行ない、結晶変

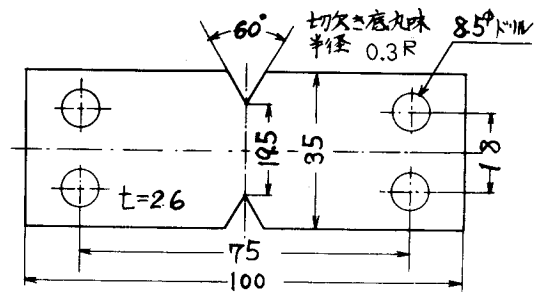


図 2-3-1 試験片の形状および寸法

形の観察は、必要に応じて疲労試験を中止し、そのときの疲労き裂近傍の変形を、光学顕微鏡法、細束 X 線ラウエ法、電子顕微鏡レプリカ法で調べることにより行なった。電子顕微鏡レプリカ法は、2-2-1 で述べたものと同じである。細束 X 線法は、X 線発生装置として理学電機製回転対陰極 X 線発生装置、ロータユニット R U-3 型、細束 X 線カメラは東芝製直視型マイクロカメラ C U-072 型を使用することにより行なった。

図 2-3-2 には直視型マイクロビームカメラの構造図を示した。同図において X 線焦点 F より発生した X 線束は、反射対物レンズの光軸と同軸上にお

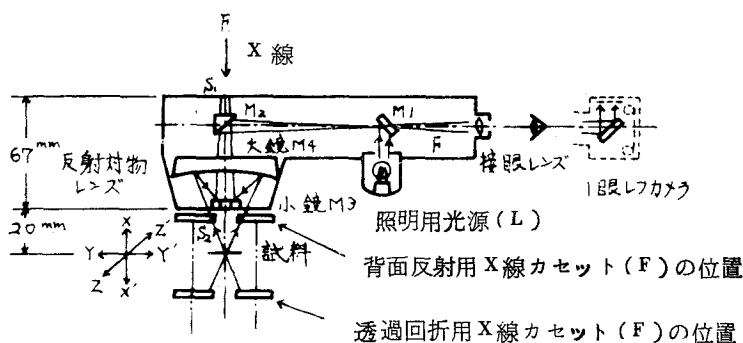


図 2-3-2 直視型マイクロビームカメラ構造図

かれた、2つのコリメータ S_1 , S_2 を通つて $50\ \mu\phi$ の細束に絞られ、試料面に照射される。したがつて本装置を使用することにより、試料の極小部分に X 線を投射し、その部分よりの X 線回折像を撮影すると同時に、試料を全く動かさずに同一部分の光学顕微鏡像を観察、記録することができる。表 2-3-3 に細束 X 線背面反射ラウエ写真、ディバイ写真を撮影したときの回折条件を示す。

試験応力は主として $\sigma = 28\ \text{kg/mm}^2$, $\sigma = 33\ \text{kg/mm}^2$ の二種類について行

なつた。

表2-3-3 X線回折条件

ターゲツト	Cr	露出時間	5 hr
管電圧	40 KV	有効焦点	130 $\mu\phi$
管電流	70 mA	スリット	50 $\mu\phi \times 67 mm$
試料-フィルム 間の距離	14 mm	*回折面	(220)

*特性X線の場合

2-3-2 S-N曲線および疲労き裂進展曲線

本試験において得られたS-N曲線を図2-3-3に示す。図2-3-4には応力 $\sigma = 28 \text{ kg/mm}^2$, $\sigma = 33 \text{ kg/mm}^2$ のときの疲労き裂進展曲線を示す。破断繰返し数はそれぞれ 8.1×10^5 , 1.5×10^5 である。一般に疲労き裂進展曲線は初期のき裂進展速度の大きい部分, それから比較的その小さい定常状態, および破断直前の急速進展期間の三段階に分けられるが図2-3-4からもこの傾向は明らかである。これと同じ結果はすでに18 $\Rightarrow$ 8 オーステナイト鋼の回転曲げ疲労試験中の疲労き裂進展曲線で得られている。(46), (47) なお $\sigma = 28 \text{ kg/mm}^2$, $\sigma = 33 \text{ kg/mm}^2$ の定常状態における疲労き裂進展速度は, 図2-3-4からそれぞれ $4.8 \times 10^{-6} \text{ mm/cycle}$, $4.9 \times 10^{-5} \text{ mm/cycle}$ である。

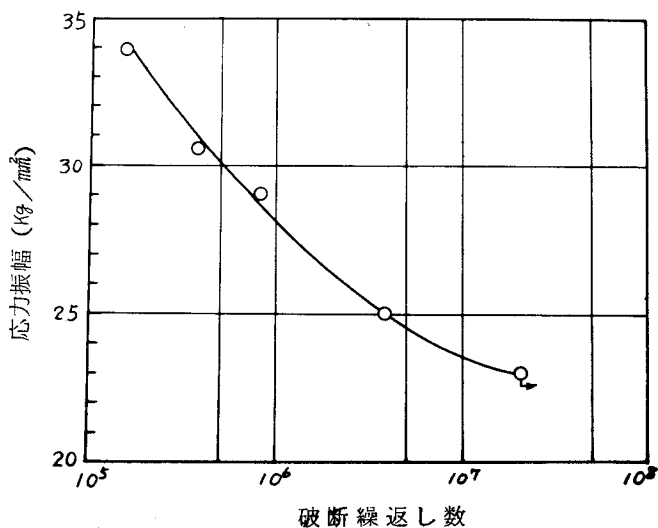


図2-3-3 平面曲げ疲労試験における切欠き試験片のS-N曲線

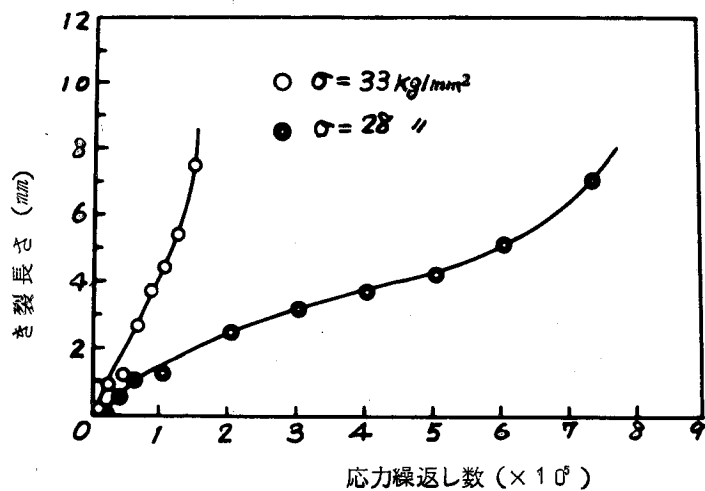


図2-3-4 切欠き試験片の平面曲げ疲労におけるき裂進展曲線

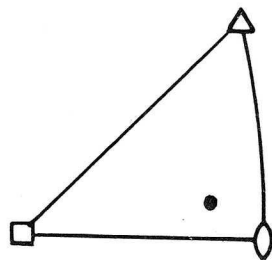
2-3-3 細束X線法による疲労き裂近傍の下部組織の観察

細束X線デバイ法では、かりに疲労き裂上にX線を照射しても、そのき裂が入っている結晶粒からの情報が得られるとは限らない。一方、第2-2章において18-8オーステナイト鋼の疲労き裂発生時の結晶変形を観察したとき、疲労き裂近傍のいわゆる下部組織域が非常に狭いことを指摘した。したがって18-8オーステナイト鋼の疲労機構解明には、疲労き裂を含む結晶粒そのものの変形状態を詳細に検討することが必要かと思われる。この目的で本研究では主として細束X線ラウエ法を採用した。

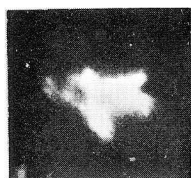
図2-3-5 (a) (b) (c)と図2-3-6 (a) (b) (c)はそれぞれ $\sigma = 28 \text{ kg/mm}^2$ で $N = 2 \times 10^4$, $N = 6.5 \times 10^4$ のときの光学顕微鏡写真と、き裂を含む結晶粒からのラウエ斑点である。丸印はX線照射位置を示す。図2-3-5 (d)にはその結晶粒の軸方位を示している。まず2-3-5において同一結晶粒内の異った位置からの回折斑点を比較してみよう。(A)のき裂上からの回折斑点には、特に $\{311\}$, $\{110\}$ 面において激しい変形が観察されるのに対し、この位置から 150μ 離れた(B)からのものにはほとんどアステリズムは認められない。そしてき裂上からの斑点は、この部分においてSubgrainが形成されていることを示している。しかしこの斑点の分離の状態は鉄とかアルミニウムのそれのときSharpな分離のようすと異な^なって、かなり不明瞭である。このことは、18-8オーステナイト鋼の場合は鉄、アルミニウムに比較してSubgrainの形成が不完全であることを示す。一方(B)からの回折斑点には何ら斑点の分離は認められない。このように、表面組織的には一様に二重すべりを生じている同一結晶粒内において著るしい不均一変形が観察されることは非常に興味深いことであり、この点からも下部組織の詳細な検討には、一つの結晶粒の平均的情報ではなく、き裂近傍のごく局所的な情報を検出する必要がある。図2-3-6はき



(a) 光学顕微鏡による表面組織の観察



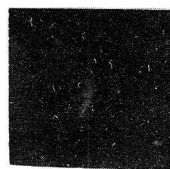
(d) 結晶1の軸方位



$\{311\}$

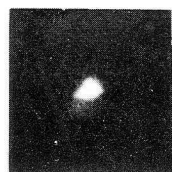


$\{110\}$



$\{111\}$

(b) 位置Aからの回折像



$\{311\}$



$\{110\}$

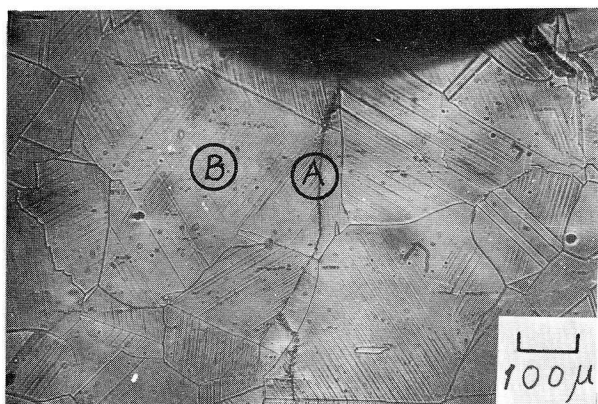


$\{111\}$

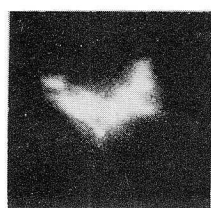
(c) 位置Bからの回折像

図2-3-5 疲労き裂を含む結晶粒内の不均一変形

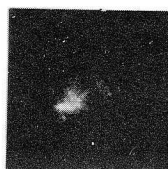
$$\sigma = 28 \text{ kg/mm}^2, \quad N = 2 \times 10^4$$



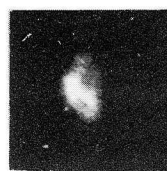
(a) 光学顕微鏡による表面組織の観察



{ 3 1 1 }



{ 1 1 0 }

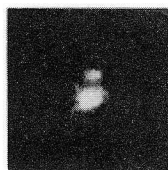


{ 1 1 1 }

(b) 位置Aからの回折像



{ 3 1 1 }



{ 1 1 0 }



{ 1 1 1 }

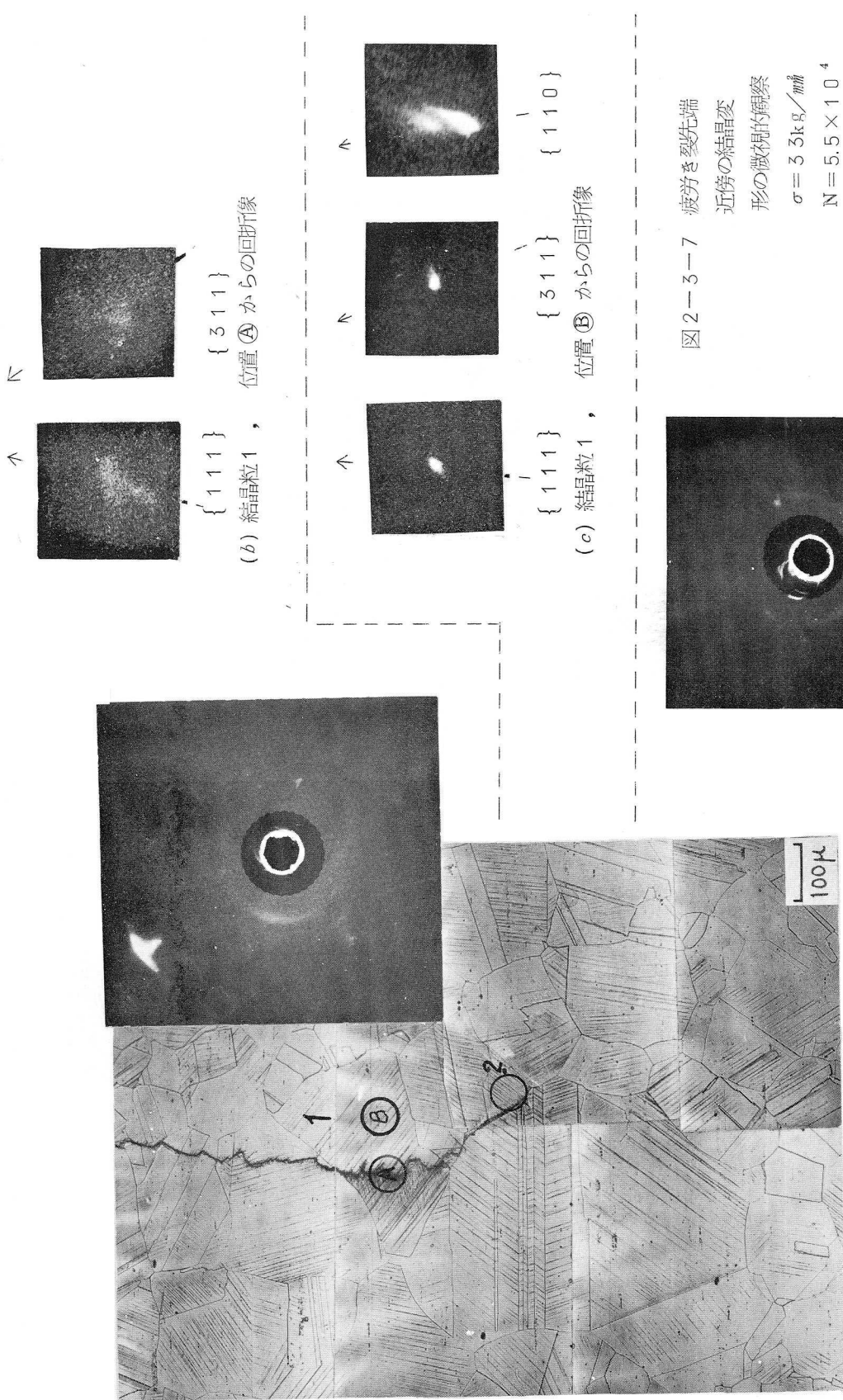
(c) 位置Bからの回折像

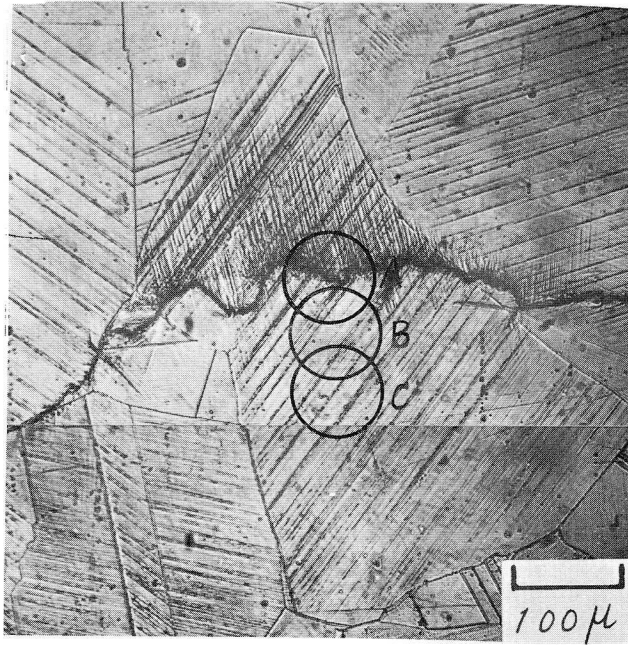
図2-3-6 疲労き裂を含む結晶粒内の不均一変形

$$\sigma = 28 \text{ kg/mm}^2, \quad N = 6.5 \times 10^4$$

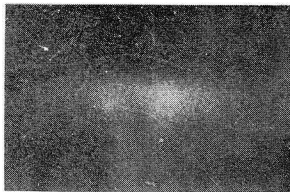
裂がその結晶粒を通過して、き裂長さが $l = 1.06 \text{ mm}$ になつた場合の、図 2-3-5 と同一結晶粒、同位置からの回折班点を示し、応力繰返し数による結晶粒の変形状態の変化を示す。

図 2-3-7 (a) は $\sigma = 33 \text{ kg/mm}^2$ 、応力繰返し数 $N = 5.5 \times 10^4$ 、き裂長さ $l = 2.54 \text{ mm}$ のときの疲労き裂先端およびその近傍の光学顕微鏡写真である。数字は結晶粒の番号であり、丸印は X 線照射位置を示す。き裂進展径路は図 2-3-5 (a)、図 2-3-6 (a) においても示されているようにほとんど貫粒型で、この写真でき裂先端付近で粒界を通過しているのはむしろ例外に属する。図 2-3-7 (b) (c) は光学顕微鏡写真で激しい多重すべりが観察される、疲労き裂が通過後の結晶粒からの回折写真である。図 2-3-7 (b) において連続的なディバイ環が観察されることは注目し得る。これは一つの結晶粒からの回折像である。したがってその回折像が連続的なリングをなすことは、その照射位置において多結晶が形成されていることを意味する。一方、この位置におけるディバイ環は、Cr の特性 X 線によるオーステナイトからの回折像としては解釈することができない。ここで 18-8 オーステナイト鋼の $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態に注目しなければならない。そしてこの回折環は α 相の (211) 面からの Cr-K α 線による回折像として理解できた。以上の結果から 18-8 オーステナイト鋼の切り欠き材の常温における疲労過程に、その疲労き裂近傍にはマルテンサイトの多結晶体が生じていることが判明した。また同図において、地であるオーステナイト相の激しい変形が観察されるのに対して図 2-3-7 (c) においては、そのアステリズムは小さく、図 2-3-5、図 2-3-6 と同じように、同一結晶粒内における不均一変形が観察される。図 2-3-7 (d) は、き裂先端がその結晶粒界を進行している結晶粒からの回折像である。この場合にも同図 (b) で観察されたと同じように、マルテンサイトからの回折像と考

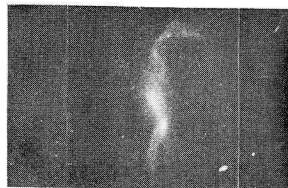




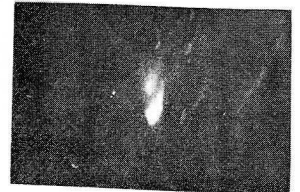
(a) 光学顕微鏡写真



(A)



(B)



(C)

(b) デイバイ班点

図 2-3-8 疲労き裂をふくむ結晶粒内における不均一変形
 $\sigma = 3.3 \text{ kg/mm}^2$, $N = 5.5 \times 10^4$

えられる連続リングが見られるとともに、オーステナイト相からの回折斑点は、激しい変形のために非常に不鮮明になつている。

次に結晶粒内の場所的な不均一変形を、特性X線 $Cr-K\alpha$ を用いて追跡した結果を図2-3-8に示す。同図(a)は図2-3-7(a)の結晶粒1の拡大光学顕微鏡写真で、X線回折写真撮影位置を明示するものである。同図(b)は、図(a)から得られたディバイ斑点で(A)(B)(C)はそれぞれ図(a)中のA, B, Cの各領域に対応することを示している。この写真から疲労き裂の場所から遠ざかる程、ディバイ斑点の広がり小さく、変形の程度が少なくなることがわかる。(A)(B)では図2-3-5, 図2-3-6においてみられたと類似の不明瞭なSubgrainの形成が認められるが、(c)においてはそれはほとんど認められない。図

2-3-9はこの結果から第2-2章(2-2-1)式を用いて全方位差 β を計算し、それをき裂からの距離に対してプロットしたものである。これによるとき裂近傍のX線的結晶変形はき裂から約

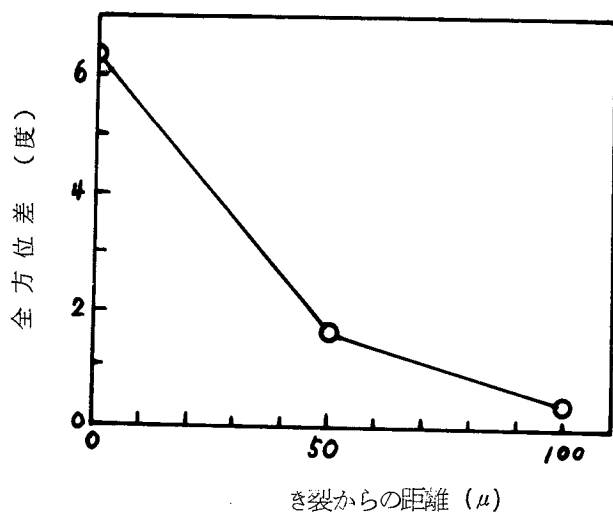
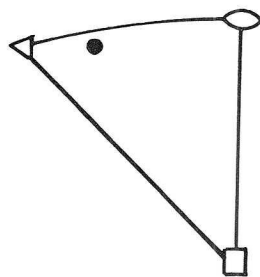


図2-3-9 1結晶粒内における不均一変形

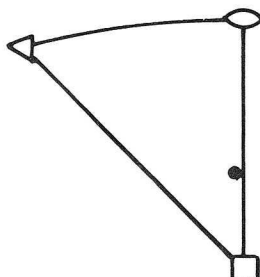
50 μ で急激に減少し、100 μ ではほとんどなくなつている。

図2-3-10は疲労き裂先端部分から得られた細束X線ラウエ写真である。各結晶粒の軸方位を同時に示す。いずれも非常に激しい変形のため、斑点はかなり不鮮明になつている。1の形晶粒の $\{111\}$ 面においてわずか



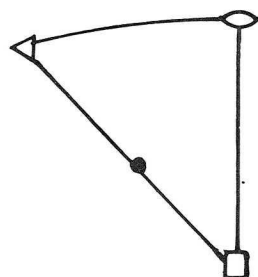
I

$$\sigma = 33.3 \text{ kg/mm}^2 \quad N = 10^4$$



II
80

$$\sigma = 33.3 \text{ kg/mm}^2 \quad N = 2 \times 10^4$$

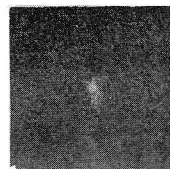


III

$$\sigma = 28.8 \text{ kg/mm}^2 \quad N = 3.3 \times 10^5$$



{110}



{210}



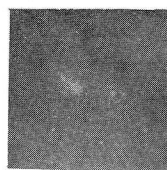
{211}



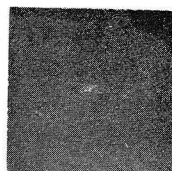
{111}



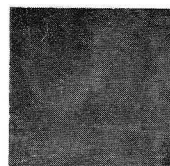
{110}



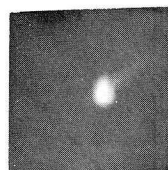
{210}



{211}



{111}



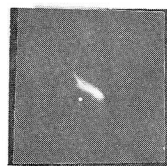
{110}



{210}



{211}



{111}

図 2-3-10 疲労き裂先端部分から得られたX線回折象

に *Subgrain* の形成が認められるが、他の回折像にはこれが認められない。

これは低積層欠陥エネルギーを有する材料の特征的様相と思われる。しかしこの結果をもって疲労き裂先端に *Subgrain* が形成されないと判断するのは早計である。これは X 線的には *Subgrain* が明瞭に検出できなかったことであって、これをさらに正確に確かめるためには疲労き裂先端部分のごく局部的な変形組織の検討が必要であろう。これについては第 3 編の電子顕微鏡透過法の項で検討が加えられるであろう。

2-3-4 電子顕微鏡レプリカ法による疲労き裂近傍の結晶変形の観察

図 2-3-11, 図 2-3-12 は 18-8 オーステナイト鋼の典型的な疲労き裂、およびその近傍の変形状態を示す電子顕微鏡写真である。それぞれ $\sigma = 28 \text{ kg/mm}^2$, $\sigma = 33 \text{ kg/mm}^2$ の応力の繰返しの結果観察されたものであるが、両図において認められるき裂部分の盛り上っている部分が細束 X 線で確かめられた α -マルテンサイトに相当するものと思われる。この盛り上がりの両側が地であるオーステナイト相であり、そこでは激しくしかも直線的に二重すべりを生じているのが観察される。それに対し、マルテンサイトと考えられる部分にはすべり線は全く観察されず、両側のオーステナイト相とは全く異質な様相を呈している。しかもこの部分からオーステナイト相への移行は全く不連続である。このマルテンサイトと思われる部分の幅は応力が高い程大きくなり、応力 $\sigma = 28 \text{ kg/mm}^2$, $\sigma = 33 \text{ kg/mm}^2$ の場合についてそれぞれ 8μ , 14μ 程度である。き裂の両側のオーステナイト相部分の変形状態は、二重すべりを含む直線的なすべり線が認められる程度で、きわめて単純である。体心立方晶である鉄系金属材料、それに面心立方晶でも、積層欠陥エネルギーの高いアルミニウム等で観察されているき裂近傍の副結

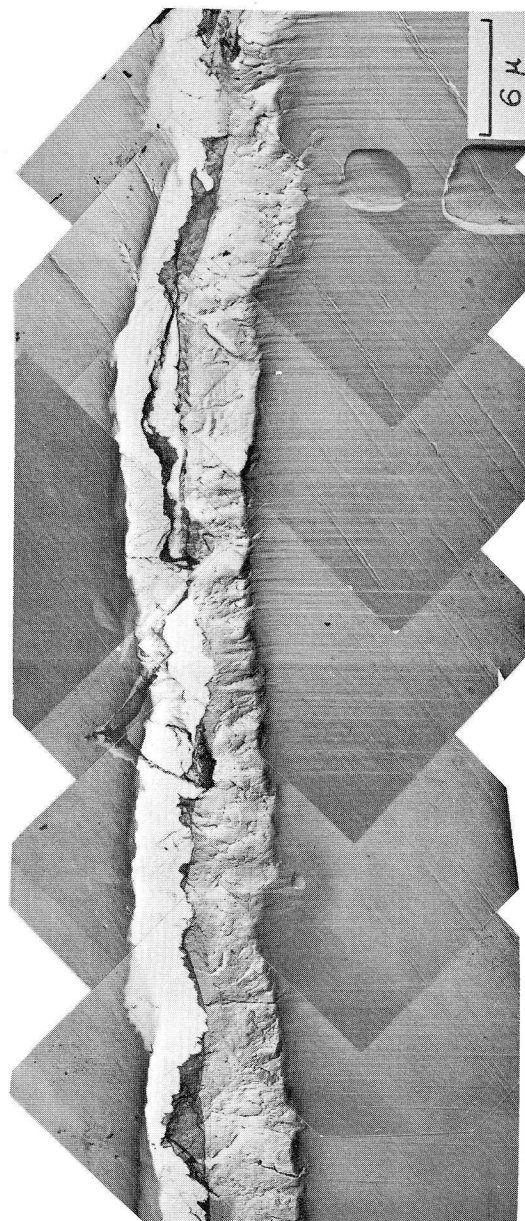


図 2-3-11 疲労き裂およびその近傍の変形組織

$\sigma = 28 \text{ kg/mm}^2$, $N = 3.3 \times 10^5$



図 2-3-12 疲労き裂およびその近傍の変形組織

$$\sigma = 33 \text{ kg/mm}^2, \quad N = 10^4$$

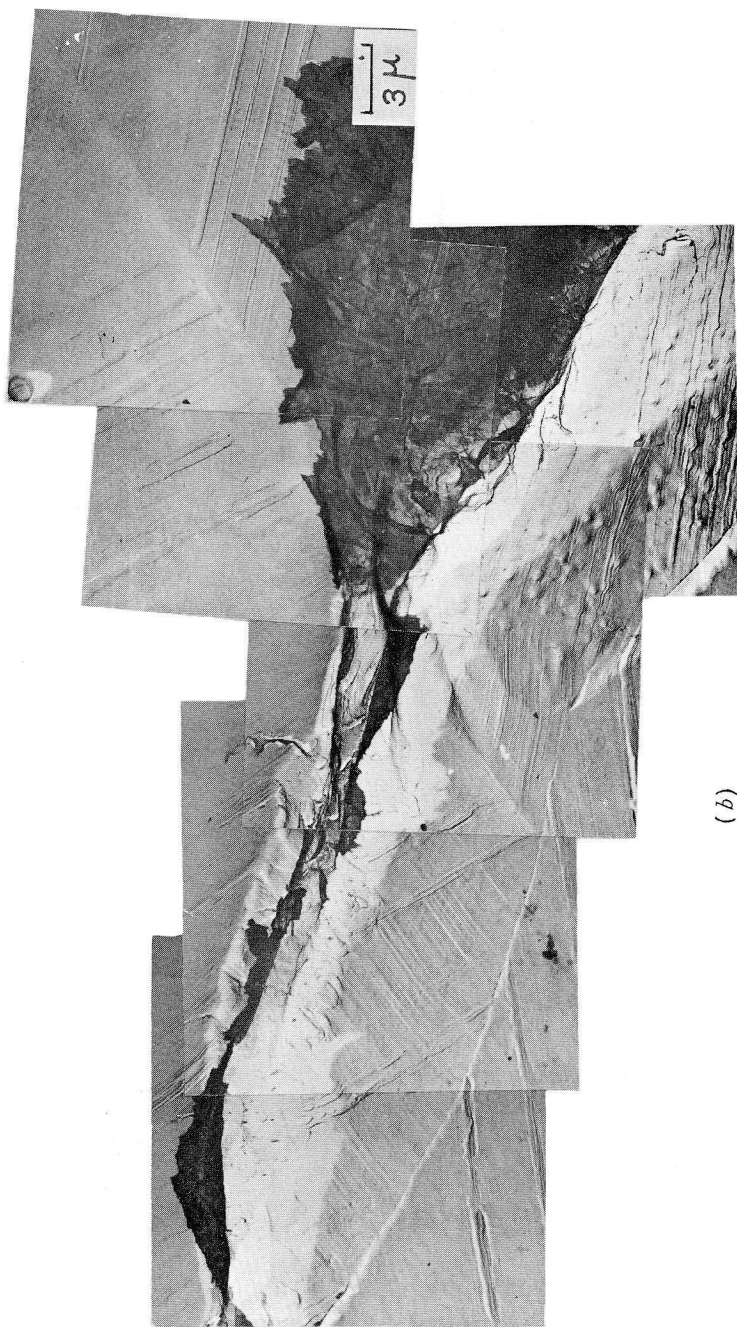
晶粒形成などの複雑な変形と比較すると、この単純な変形はクロススリップが困難な、積層欠陥エネルギーがごく低い金属の特徴を示しているものと思われる。

18-8 オーステナイト鋼の疲労き裂進展径路は貫粒型である。図 2-3-13 (a) (b) に結晶粒界を通過する疲労き裂およびその近傍の変形状態を示す。疲労き裂伝播過程においても、き裂発生直後の微少き裂の場合と同様、疲労き裂は結晶粒界付近で複雑な挙動を示す。図 (a) は粒界近傍において疲労き裂進行径路が複雑に変化している例で、これは第 2-2 章で述べた粒界近傍における複雑な変形形態とも関連し、結晶粒界がき裂の進展に対して強い抵抗を示すものと思われる。しかしこの場合、全体としてはき裂は粒界において不連続的にその進行方向を変えることなくほぼ直線的に進んでいる。図 (b) は粒界に達したところでき裂がその進行方向を変えている例である。完全に疲労き裂伝播過程に入ると、き裂は発生過程においてみられるような *Crystallographic* な挙動を示すことがなくなり、すべり線の方角にもまた結晶の方角にもほぼ無関係に進行する傾向がある。したがって結晶粒界がき裂進展方向に及ぼす影響は非常に複雑である。結晶粒界近傍において特に複雑な変形形態が観察されるのはき裂伝播過程においても同様である。図 2-3-14 (a) (b) は粒界近傍において観察された、激しい二重すべりの例であり、図 2-3-15 (a) (b) は典型的な交差すべりの例である。また図 2-3-16 は疲労き裂近傍に生じた交差すべりを示す。18-8 オーステナイト鋼といえども、このように局部的には交差すべりを起すがしかし、これが原因で鉄とかアルミニウム等でみられるような *Rumple* な変形形態を示すことはない。

図 2-3-17 (a) (b) (c) は疲労き裂先端部分の微視的変形組織を示す。結晶粒界近傍において変形が特に複雑であるということは、これま



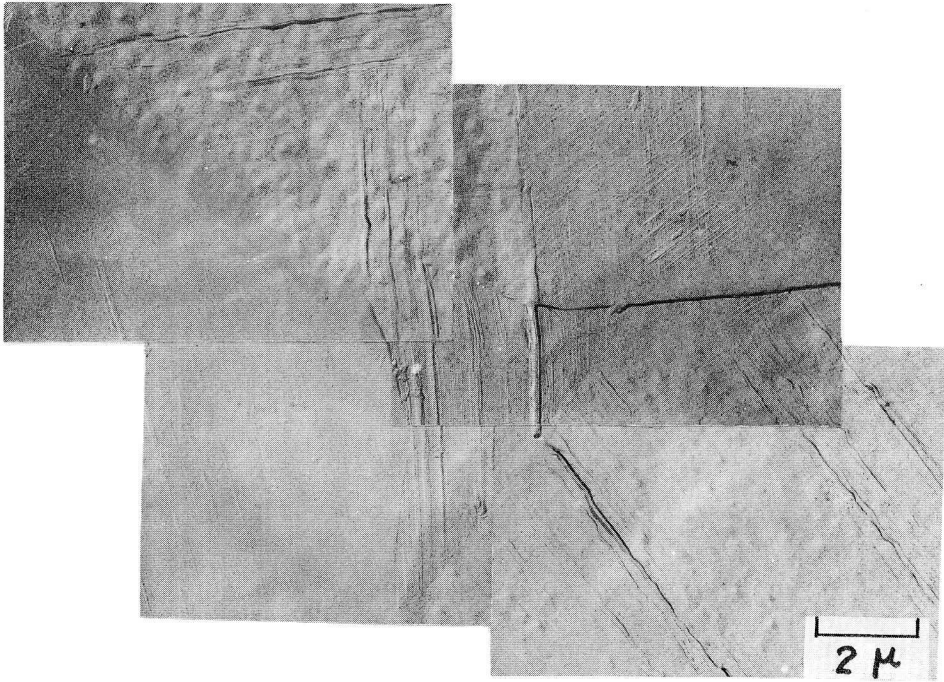
(a)
 図 2-3-13 結晶粒界をつらぬく疲労き裂近傍の変形組織
 $\sigma = 28 \text{ kg/mm}^2$, $N = 3.3 \times 10^5$



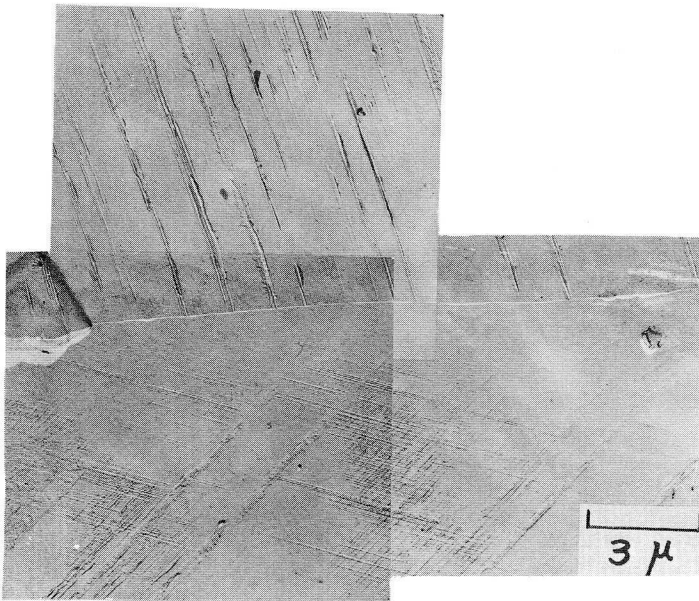
(b)

図 2-3-13 結晶粒界をつらぬく疲労き裂近傍の變形組織

$\sigma = 28 \text{ kg/mm}^2$, $N = 3.3 \times 10^5$



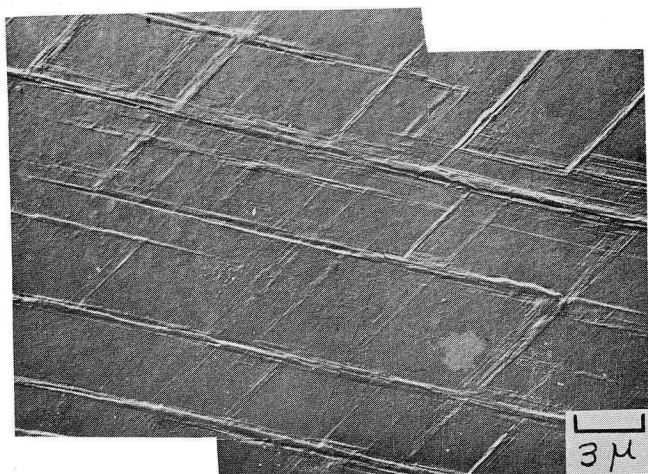
(a)



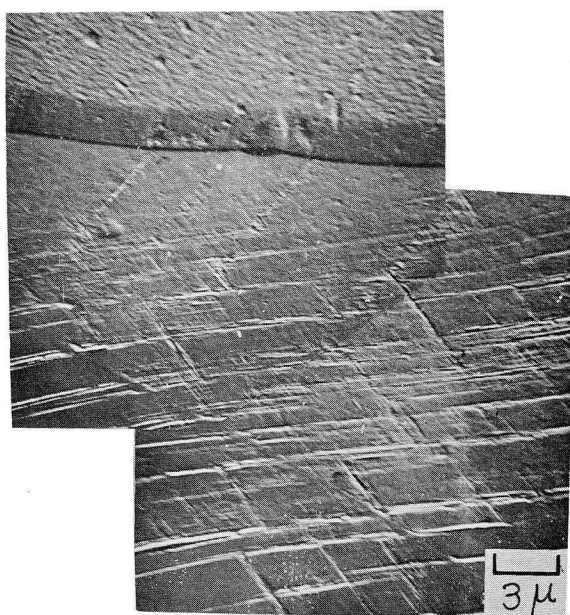
(b)

図 2-3-14 結晶粒界近傍の変形組織

$$\sigma = 28 \text{ kg/mm}^2, \quad N = 6.5 \times 10^4$$



(a)



(b)

図 2-3-15 疲労き裂近傍に観察された交差すべり

$$\sigma = 2.8 \text{ kg/mm}^2, \quad N = 10^5$$

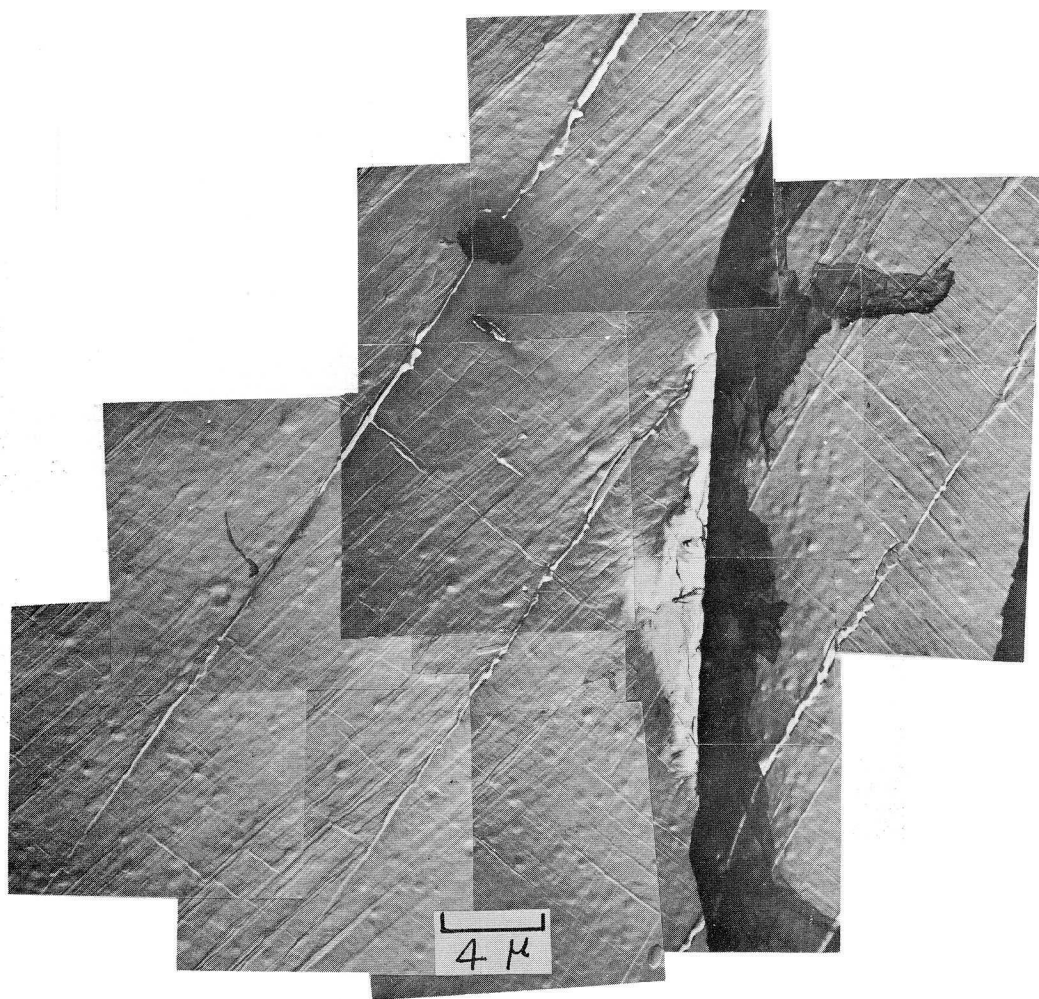
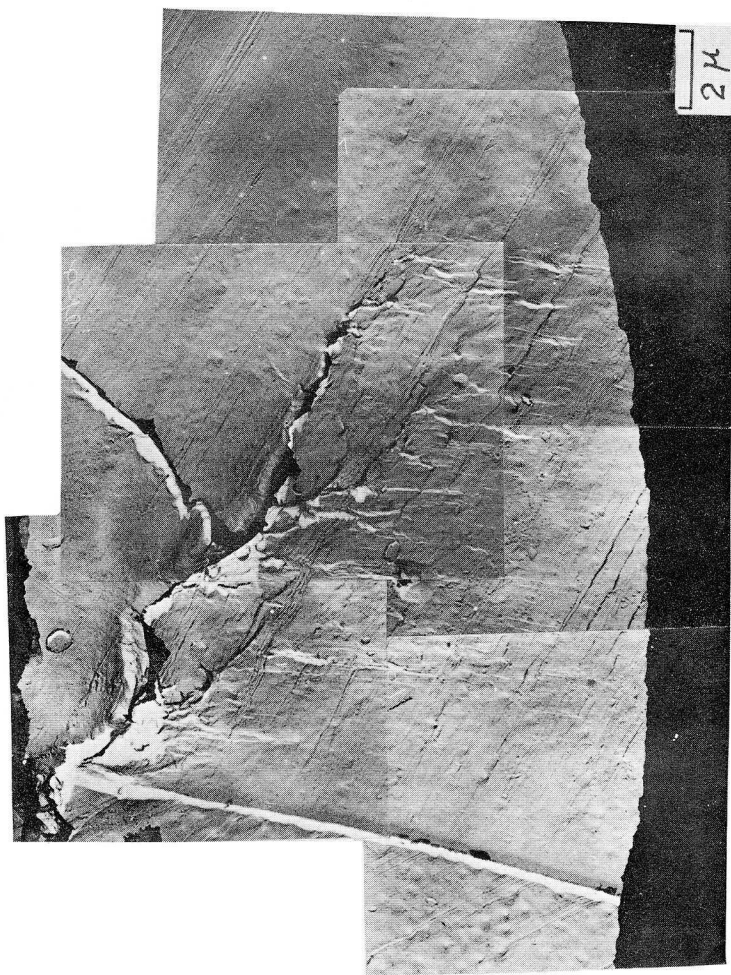
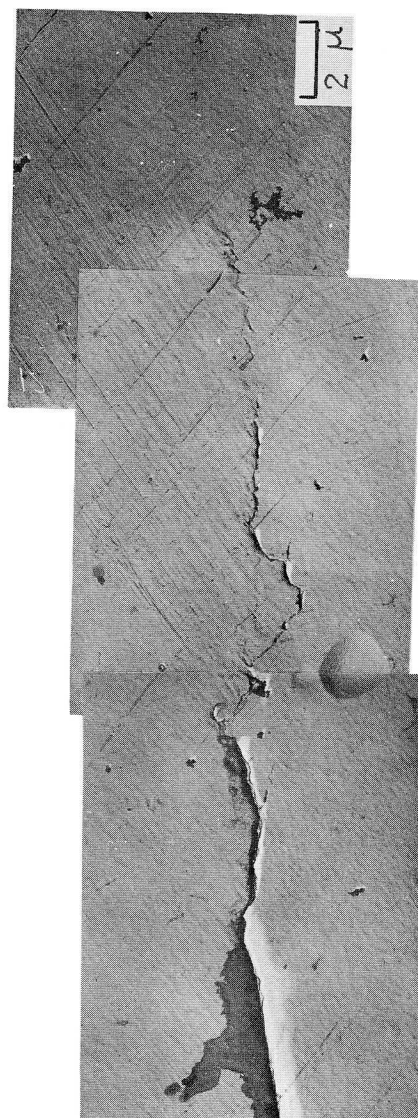


図2-3-16 疲労き裂近傍における交差すべり
 $\sigma = 22 \text{ kg/mm}^2$, $N = 10^5$



(a) $\sigma = 28 \text{ kg/mm}^2$
 $N = 10^5$

図 2-3-17 疲労き裂先端部部分の変形組織



(b) $\sigma = 28 \text{ kg/mm}^2$
 $N = 2 \times 10^4$

図 2-3-17 疲労き裂先端部分の変形組織



(c) $\sigma = 33 \text{ kg/mm}^2$
 $N = 5.5 \times 10^4$

図 2-3-17 疲労き裂先端部分の変形組織

でに再三強調しているところであるが、図 (a) は、その粒界近傍にき裂先端が位置している例で、ここでは交差すべりを含むかなり *Rumple* な様相が認められる。一方、図 (b) (c) はいずれもき裂先端が結晶粒内に位置している場合の例で、図 (a) と様子が全く異なっている。すなわち図 (b) においてはその先端付近で多重すべりを生じているものの、変形は直線的でかなり単純である。そして疲労き裂は、そのすべり線の方に無関係に進行している。図 (c) は激しい二重すべりの中にマルテンサイトと思われる盛り上りが観察される例である。いずれにしても 18-8 オーステナイト鋼ではき裂先端部分には電子顕微鏡的にみて、鉄などで見られる *Subgrain* の形成はみられず、変形の様式が極めて単純な特徴を有する。そして疲労き裂はその先端が連続的に成長するのではなく、き裂先端部分において不連続に発生した微小き裂が除々に連結して進展してゆくことがこれらの観察結果よりわかる。

2-3-5 破面の電子顕微鏡観察

破断後の試料破面から得られた *Fractography* を図 2-3-18(a)(b) に、またその破面からの Cr の白色 X 線による細束 X 線写真を同図 (c) に示す。破面は規則正しい *Striation* を示さず、第 1-3 章で述べた切り欠き材の回転曲げ疲労による破断面と類似の不規則な凹凸の激しい様相を呈する。また X 線写真に観察される一番内側の連続リングは先述の α 相 {211} 面からの回折像である。この様に室温における切り欠きを有する板材の平面曲げ疲労試験においても破面に α -マルテンサイトが生じていることがわかる。図 2-3-11, 図 2-3-12 で観察されたき裂部分のマルテンサイトが破面に認められたものと思われる。

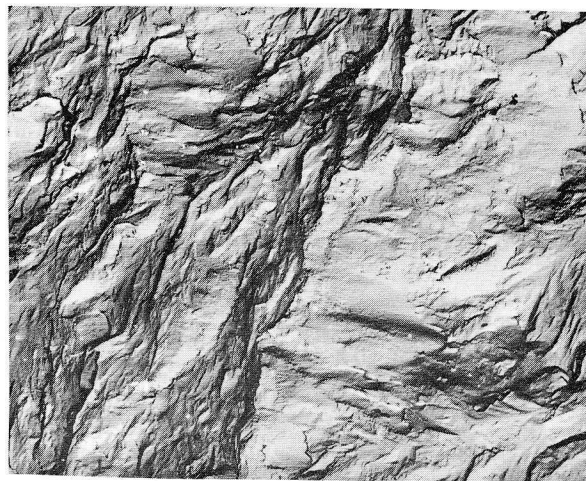
図 2-3-19 は第 2-2 章の環状切り欠き材の回転曲げ疲労試験の結果得られた *Fractography* で、(a) (b) はそれぞれ室温試験、200℃試

験の破面に相当する。(a)では図2-3-18(a)(b)と類似な不規則な組織を示すが、(b)では規則正しい*Striation*が観察される。環状切り欠き材の室温試験では試験片の温度上昇はほとんど認められないことは第2-2章で述べた。一方200℃試験の場合、雰囲気温度が明らかに M_d 点以上であるから、この場合は $r \rightarrow \alpha$ 変態の可能性は考えられない。このような破面の形態と $r \rightarrow \alpha$ 変態との間の密接な関連性は第1-3章で述べたのと同じである。

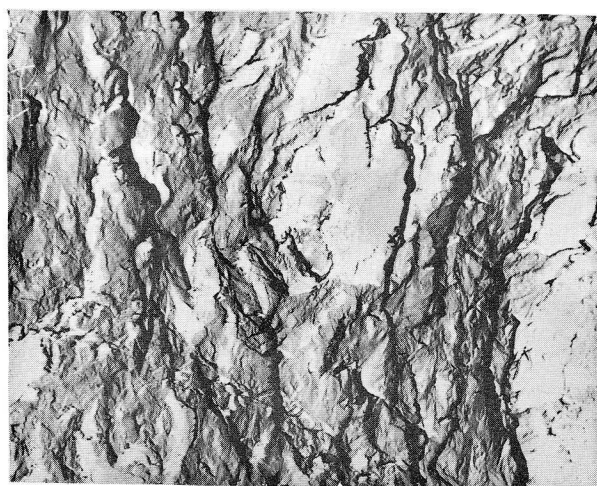
2-3-6 考 察

従来の疲労き裂伝播に関する研究としては、き裂の伝播速度と負荷応力の関係を取り扱った巨視的な研究^{48)~51)}および伝播機構をモデル化して解析した理論的な研究が多い。^{52)~54)}しかし、疲労破壊の本質を極めるためには、疲労き裂先端およびその近傍の変形組織を微視的、結晶組織学的に明らかにすることがより一層の急務であろう。

疲労き裂伝播過程は微視的には二段階に分けられることが知られている。⁵⁵⁾ *Stage 1*は疲労き裂発生過程の延長とみなされるもので、疲労き裂が発生直後、それがすべり線に沿って伝播する段階であつて、これは本論文の場合、前章の図2-2-8に示された状態に相当する。*Stage 2*はき裂がある程度成長して (*Holden*⁹⁾によると疲労限付近の応力で約50μ程変) その応力集中でき裂先端部分に形成された*Subgrain boundary*に沿って進行する段階で、その進行方向はすべり線の方に依存せず、ほぼ最大引張応力方向に直角である。この過程中に破面に疲労破壊特有の*Striation*が形成されることになる。前者については前章における疲労き裂発生過程⁵⁶⁾で論じたもので、本章で述べるのは18-8オーステナイト鋼における後者の伝播過程に関するものである。き裂先端における*Subgrain*

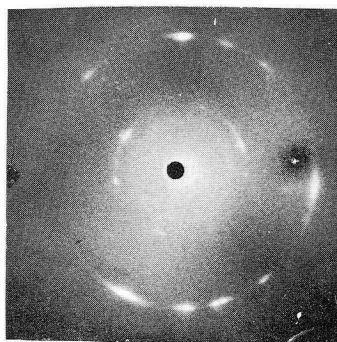


(a)



(b)

3 μ



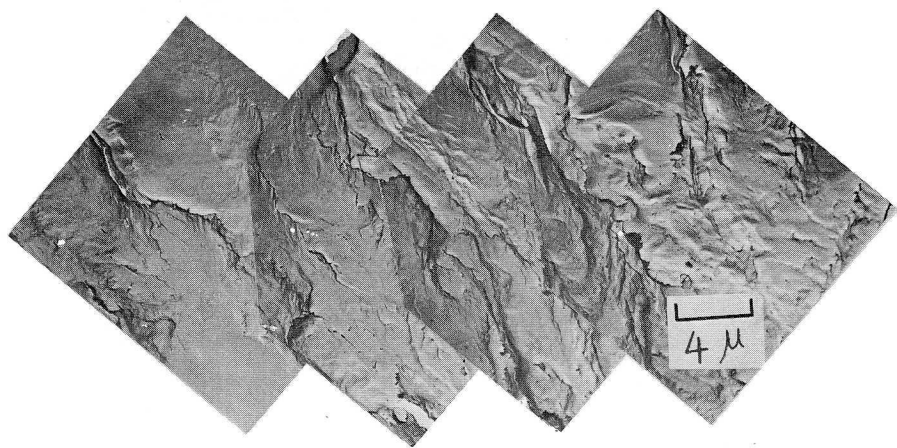
(c)

図2-3-18 疲労破面の
微視的観察

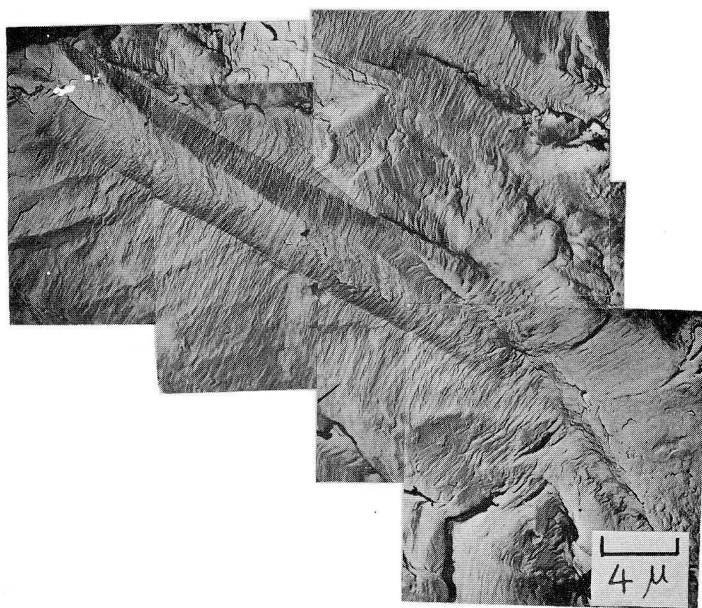
$$\sigma = 28 \text{ kg/mm}^2$$

(a), (b) *Fractography*

(c) X線回折写真



(a) $T = \text{室温}$, $\sigma = 29.0 \text{ kg/mm}^2$



(b) $T = 200^\circ\text{C}$, $\sigma = 23.0 \text{ kg/mm}^2$

図2-3-19 環状切り欠き試験片のFractography

の形成の難易は、積層欠陥エネルギーの大小に大きく依存することが一般に知られている。^{8), 12)} したがって、疲労き裂伝播速度も積層欠陥エネルギーが支配的因子となる。^{15), 57)} たとえば、McEvily⁵⁷⁾ 等は種々の銅合金について積層欠陥エネルギーとき裂伝播速度との関係を論じ、Cu-7.3Al合金(積層欠陥エネルギー $r=5$)が α 黄銅($r=16$)より、引張強さは前者の方が後者より弱いにもかかわらず、疲労き裂伝播速度が小さいことを報告している。

ここで問題になるのは極く低い積層欠陥エネルギーを有する材料における疲労き裂先端の変形組織である。Grosskreutzら⁴⁾は非常に積層欠陥エネルギーが低い材料ではき裂先端においてさえSubgrainは形成されず、アルミニウム等とは異なつた疲労破壊機構をとる可能性があることを示唆している。このような材料ではき裂先端においてSubgrainが形成されるに十分な応力集中が生ずる以前にすべり面に沿う脆性破壊が起る可能性があるからである。

鉄鋼材料の内では最も積層欠陥エネルギーが低い材料の一つである18-8オーステナイト鋼の場合、疲労き裂部分に不完全なSubgrainが形成されていることがX線的に確かめられた(図2-3-5, 図2-3-6)。低積層欠陥エネルギーの材料においてもき裂近傍において必ずしもSubgrainが形成されないわけではないということである。したがってGrosskreutzらの推論は必ずしもあてはまらない。ただ18-8オーステナイト鋼の場合、Subgrainとき裂伝播の機構の関係を論ずる前に図2-3-7(b)(d)図2-3-11, それに図2-3-12に示されているき裂部分のマルテンサイトに言及しなければならない。

次に疲労き裂先端部分のマルテンサイトについて検討してみよう。X線的には図2-3-7(d)において、き裂先端部の結晶粒からマルテ

ンサイトが検出されている。図 2-3-17 (a) (b) (c) のき裂先端部分の電子顕微鏡観察によると、図 (a) の場合、特に激しい *Rumpling* が観察され、 α 相の生成を示唆する。すなわち、き裂先端部分において細長い盛り上りがすべり線と交わっているところすべり線のずれが観察される。この事実はこの盛り上がりがマルテンサイトであることを示す。また図 (c) では不連続的に発生した微小き裂の間にそれが認められる。また第 3 編で詳述するが、疲労によって生じた微小き裂先端の透過電子顕微鏡観察において α 相の生成を確認していることと合わせてき裂先端部分にあらかじめマルテンサイトが生じていることは確実である。大手ら⁵⁸⁾ は 18-8 オーステナイト鋼の切り欠き材の室温における回転曲げ疲労試験で、切り欠き底の塑性域部分にマルテンサイトが生ずるが、成長した疲労き裂先端部分にはそれが生じないことを報告している。しかしこれは光学顕微鏡による観察結果であつて、き裂先端の約 10μ 程度の極く局所的な現象をとらえているとはいひ難い。X 線的に検出された *Subgrain* はこのマルテンサイトの外側に形成され则认为られる。き裂近傍およびその先端近傍の電子顕微鏡観察で *Subgrain* が認められないのは、表面組織と内部組織が必ずしも一致しないことを示している。これについては第 3 編における転位の観察から詳細に検討を加えるつもりである。このように 18-8 オーステナイト鋼の室温における疲労破壊機構は、き裂先端部にマルテンサイトが形成されるという特殊性から、他の金属のそれと根本的に異なることが示唆される。疲労き裂はマルテンサイトの脆性破壊の繰返し過程で進行する。図 2-3-18 の *Fractography* で示された不規則な α -マルテンサイトの凹凸は、その脆性破壊の痕跡を示していることになる。マルテンサイトと *Subgrain* の結晶学的な関係、それにマルテンサイトの破壊が検討されなければならない。詳しいことは第 3 編において述べるが、き裂の進展径路とマルテンサイトの

破壊との間には密接な関係があるように思われる。Stage 2 の伝播過程においてはき裂はすべり線の方にほとんど無関係である。マルテンサイトが多分に *Noncrystallographic* な破壊形態をとることから、^{59), 60)} このことは定性的には説明できると思われる。

一方、疲労き裂近傍の塑性域はそのき裂が存在する一結晶粒内の局所的な部分のみに限られ、他の金属に比較して非常に小さい。

図 2-3-19 (b) の 200℃ 試験の破面は規則正しい *Striation* を示したが、この事実は零囲気温度が M_d 点以上の 200℃ では 18-8 オーステナイト鋼も他の高積層欠陥エネルギーの金属と同様の疲労破壊様式をとることを示しているものと思われる。すなわち、室温においてさえ、18-8 オーステナイト鋼の疲労き裂近傍に、不完全ながらも *Subgrain* が認められたので、200℃ では室温の場合にくらべて交差すべりが容易になる結果、当然 *Subgrain* の形成は可能である。図のきれいな *Striation* は、疲労き裂が *Subgrain boundary* に沿って進行した跡を示しているものと思われる。

この *Striation* の形成機構につき二三の報告がなされている。^{55), 57), 61)} *Laird*⁶¹⁾ は、き裂の進行はき裂底がき裂を開く方向に変形する際、大きい塑性変形を起して破断し、破断した部分は引張りに続く圧縮過程により再び押し縮められ、1 回の引張によって進展した長さごとに溝状の痕跡を残しつつなされることを示している。これに対して *Forsyth*⁵⁵⁾ はらせん転位の交差すべりを主体としたモデルを提案している。第 1-3 章における、高温における切り欠き材の *Fractography* に温度依存性が認められたことから判断しても *Striation* は前者の、いわば幾何学的な過程によって形成され则认为るよりもやはり後者の機構で形成され则认为た方が良いように思われる。一つの *Striation* が応力繰返しの 1 サイクルに対応することが主にアルミニウム合金について確認され、^{36), 55), 62)} これがき裂伝播過程の解析に実

用されているが、18-8 オーステナイト鋼の場合、図 1-3-5 (b) のき裂伝播曲線と、図 1-3-9 (d) の破面の電子顕微鏡写真との比較から 1 つの *Striation* の形成には少なくとも 1 回以上の応力繰返しが必要であることがわかる。*Valluri*⁶³⁾ は、き裂進展に潜伏期が存在することを指摘しており、18-8 オーステナイト鋼の場合もこれがあてはまるものと思われる。

2-3-7 小 括

18-8 オーステナイト鋼の *Stage 2* の疲労き裂伝播過程を、主として疲労き裂近傍の変形組織を詳細に観察することにより検討した。その主な結果を列挙すれば次のようになる。

- 1) 18-8 オーステナイト鋼は非常に積層欠陥エネルギーの小さい材料であるにもかかわらず、疲労き裂の近傍に *Subgrain* が形成される。しかしこれは高積層欠陥エネルギーを有する他の面心立方晶系金属、鉄などにみられるように、X 線的にはっきり分離した点としては見分けられず、かなり不完全な *Subgrain* であるという特徴を有する。また、レプリカ電子顕微鏡観察ではこの *Subgrain* の存在は認められず、このことは表面組織と、内部組織とが必ずしも一致しないことを示す。
- 2) X 線的に検出される疲労き裂近傍の塑性域は、そのき裂が存在する 1 結晶粒内の局部的な部分のみに限られ、他の金属に比較して非常に小さい。したがってその検討には細束 X 線デバイ法よりも、その結晶のみから正確に情報が得られるラウエ法の方が適した方法と言える。
- 3) 疲労き裂およびその先端部分に α -マルテンサイトが形成されている。このことは X 線的にも、電子顕微鏡的にも確かめられた。したがって疲労き裂はその先端にマルテンサイトを形成しつつ進行してゆくことになる。

このことから18-8オーステナイト鋼の疲労破壊機構は他の金属のそれと全く異なっていることが予想される。

- 4) 破面の電子顕微鏡および細束X線による観察から、室温試験のそれは、*Striation* のない、不規則な凹凸の激しい様相を呈し、これが疲労き裂部分から検出されたと同じ α -マルテンサイトであることがわかった。一方、200℃試験のそれには規則的な*Striation* が観察された。18-8オーステナイト鋼の高温試験における1つの*Striation* は必ずしも1回分の応力繰り返しに対応せず、1つの*Striation* の形成には1回以上の応力繰り返しが必要である。
- 5) 室温試験における疲労き裂近傍で、しかも特に結晶粒界近傍において明りょうな交差すべりが観察された。

第 2 - 4 章 高温疲労における結晶変形の観察

2 - 4 - 1 試験方法

真空中で 18 - 8 オーステナイト鋼および純度 99.99% のアルミニウムの高温疲労試験を行なった。試験に供した 18 - 8 オーステナイト鋼の化学成分および納入時における室温における静機械的性質を、表 2 - 4 - 1、表 2 - 4 - 2 に示す。

表 2 - 4 - 1 供試材料の化学成分 (SUS 27) (%)

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr
0.06	0.80	1.82	0.035	0.008	9.10	18.29

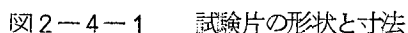
表 2 - 4 - 2 供試材料の静機械的性質

引張強さ kg/mm ²	伸 び %	硬 度 Hv (100g)
62.2	61.8	156

試験片の成形はプレスによる打抜きと切欠き部のシーバー加工により行なった。18 - 8 オーステナイト鋼は 1080°C で 15 分間加熱後油冷の溶体化処理、アルミニウムは空气中で 300°C、10 分間加熱後炉冷の完全焼鈍を施した。18 - 8 オーステナイト鋼の溶体化処理時の酸化膜はエメリーペーパーにより除去し、それによる加工層は化学研磨により完全に除去した。いずれの試料についても電解研磨後、電解腐食を施したので疲労過程中的組織変化の観察が可能である。電解腐食後の試験片の最終寸法を図 2 - 4 - 1 に示す。

表面組織の観察は主として電子顕微鏡レプリカ法によった。その仕様は第 2 - 2 章で述べたものと同じである。注意は主としてき裂先端部分の詳細な

機についての詳細は次の



- 103 -

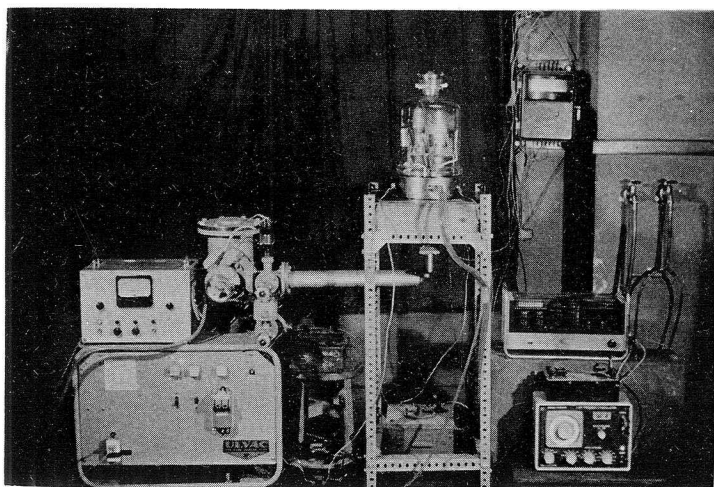


図 2-4-2 真空中高温疲労試験機の外観

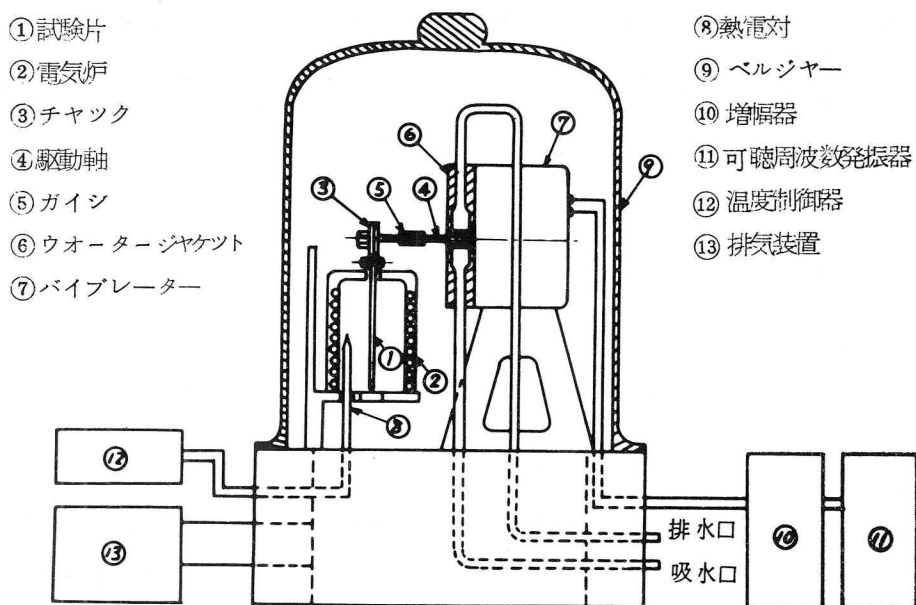


図 2-4-3 真空中高温用疲労試験機の概略図

ー ジャケット⑥を設け、これに循環水を流すとともに試験機の駆動軸④は熱伝導率の低いガイシ⑤で間接的に接合されている。真空中試験は試験機全体にベルジャー⑨をかぶせ、この中を排気ポンプ⑬で排気することにより行なった。500℃加熱時の真空度は 3×10^{-4} Torrであった。500℃における20分間程度の試験では試験片表面の酸化を防ぐにはこの真空度で十分であった。図2-4-4に本試験で繰返し曲げ応力を与えるために採用した振動型を示した。切欠き部で最大振幅となるような二次の振動型である。

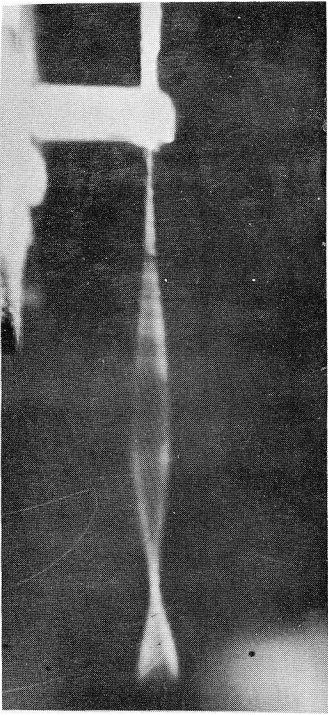


図2-4-4 振動型

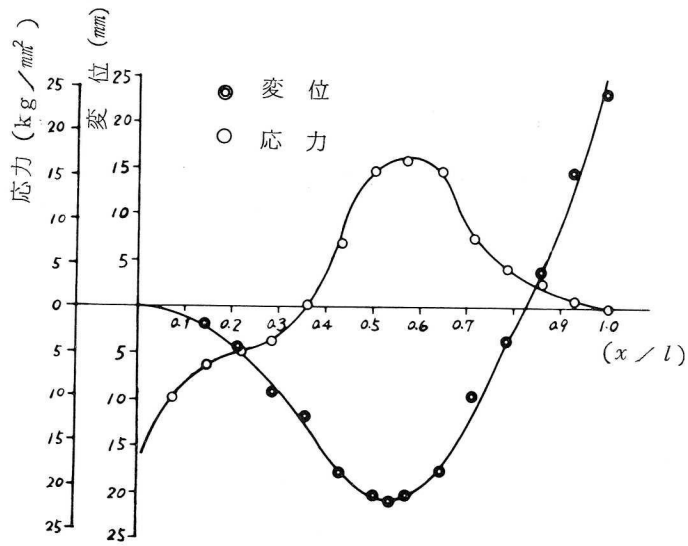


図2-4-5 軸方向の変位および応力分布

試験片にこのような振動を与えたときの試験片の軸方向の変位分布および応力分布を求めた例を図2-4-5に示した。

一般に、一端固定の片持はりに横振動を与えたときの試験片の変位は次式のように求められる。

$$y = \frac{A}{\cos m + \cosh m} \left\{ (\cos m + \cosh m) \left(\cos \frac{mx}{l} - \cosh \frac{mx}{l} \right) + (\sin m - \sinh m) \left(\sin \frac{mx}{l} - \sinh \frac{mx}{l} \right) \right\} \quad (2-4-1)$$

ここに, y : 固定端から x の距離にある位置での変位

A : 定 数

l : 試験片の長さ

m : 振動型に依存する定数

また, 固定端から x の距離にある部分の表面における最大引張応力 σ_x は (2-4-1) 式の二次微分として次式により算出することができる。

$$\sigma_x = \frac{Et}{2} \cdot \frac{\partial^2 y}{\partial x^2} \quad (2-4-2)$$

ここに, t : 試験片の厚さ

E : 縦弾性係数

2-4-3 高温試験におけるすべり線の形態

図 2-4-6 に 300℃ における典型的なすべり変形の様子を示す。第 2-2 章に示した室温試験および 200℃ 試験の場合のすべり線と比較して一層強度の強い *Extrusion*, *Intrusion* を生じている。高温になるにしたがってこのように太いすべり線が非常に密に発生するようになる。そしてこの激しい *Extrusion*, *Intrusion* が疲労き裂の発生源となる。図 2-4-7 はこの例を示したもので *Intrusion* 内において発生したき裂が結晶粒界を横切って隣の結晶粒へ成長してゆくのがわかる。

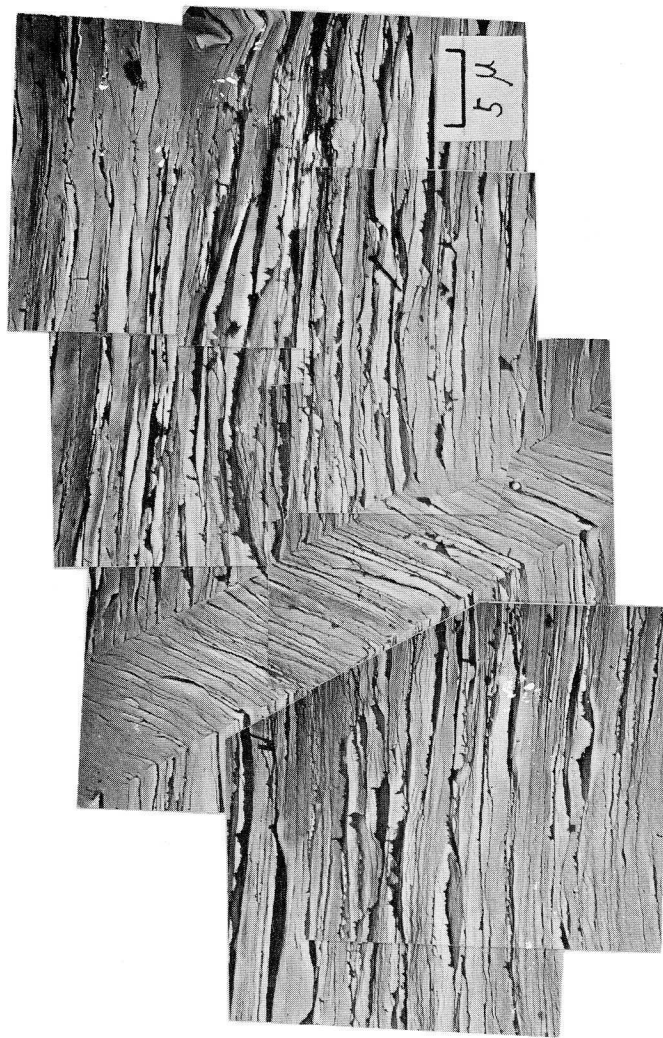


図2-4-6 発達した *Extrusion* と *Intrusion*

$T = 300^{\circ}\text{C}$, $\sigma = 24 \text{ kg/mm}^2$, $N = 9.8 \times 10^5$

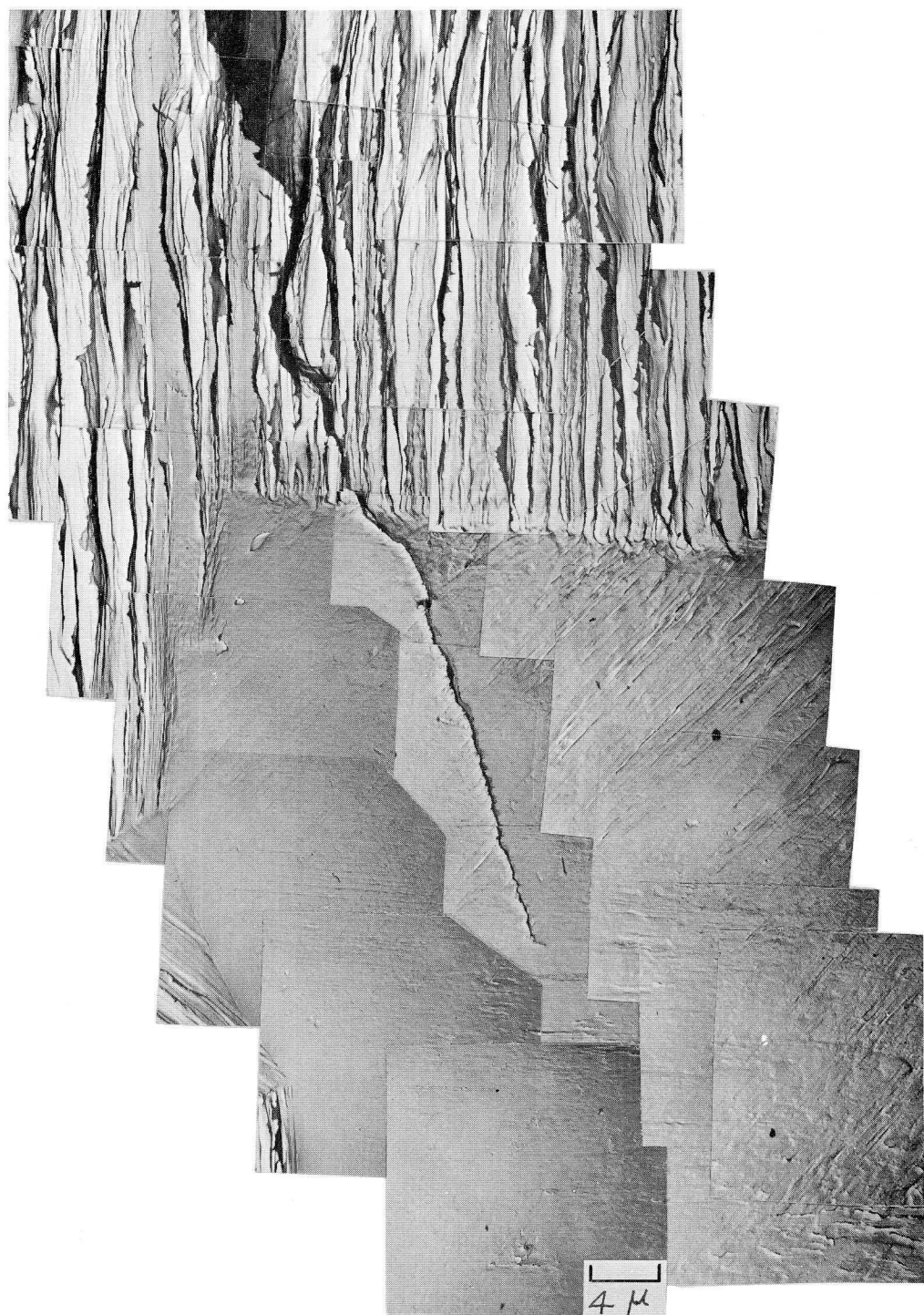


図2-4-7 *Intrusion* における疲労き裂の発生

$T=300^{\circ}\text{C}$, $\sigma=24\text{kg/mm}^2$, $N=9.8\times 10^5$

この隣の結晶粒はその結晶軸方位がおそらく二重すべり発生向きであると思われる、強度の強いすべりを示さずむしろ二重すべりを含む *Rumple* な様相を呈しており、従って粒内における疲労き裂はすべり線の向きに無関係に進展している。図 2-4-8 は明瞭な交差すべりが観察された例である。高温になると交差すべりが容易になることは第 2-2 章で述べたとおりであるが、この写真はそのことを明瞭に裏付けている。そして交差すべりを含む太いすべり帯内にかなり明瞭な結晶の微細化構造が認められる。(同図矢印)。こうした微細化構造の形成は特に結晶粒界近傍において顕著である。これは室温試験において粒界近傍において特に複雑な変形形態が観察されたと同じ理由によるものと思われる。図 2-4-9 は結晶粒界に極く近接してき裂が発生した例である。この場合、粒界近傍に認められるすべり線の交叉によって微細化組織が形成され、そこに疲労き裂が発生したものと考えられる。例えば同図において粒界近傍の口部においてすべり線が著しく交叉し、そこに激しい結晶のみだれが観察されるが、疲労き裂はこのような場所に優先的に発生するものと考えられる。なお、この図で結晶粒界そのものにも不連続的にき裂が発生しているのが認められる。しかし 300°C 試験の場合このような粒界き裂は支配的ではない。図 2-4-10 (a) (b) は疲労き裂近傍の変形組織を示し、疲労過程中試験片の同位置から得られたレプリカ電子顕微鏡写真である。すなわち応力 $\sigma = 24 \text{ kg/mm}^2$ で (a) は応力繰返し数 $N = 6.4 \times 10^5$, (b) は $N = 9.8 \times 10^5$ のときの変形組織である。すでにき裂が通過した後の写真なのでき裂先端付近の疲労過程中的変化のようすはわからないが、その近傍の変形の繰返し数依存性が明瞭に認められる。すなわち *Primary slip plane* によるものと思われる右下から左上方向に斜めに走っているすべり線は応力繰返し数によってその太さと波状性を増している。このすべり線の数増加は顕著ではない。 *Secondary slip plane* による



図 2-4-8 結晶粒界近傍に生じた交差すべり

$T = 300^{\circ}\text{C}$, $\sigma = 24 \text{ kg/mm}^2$, $N = 6.4 \times 10^5$

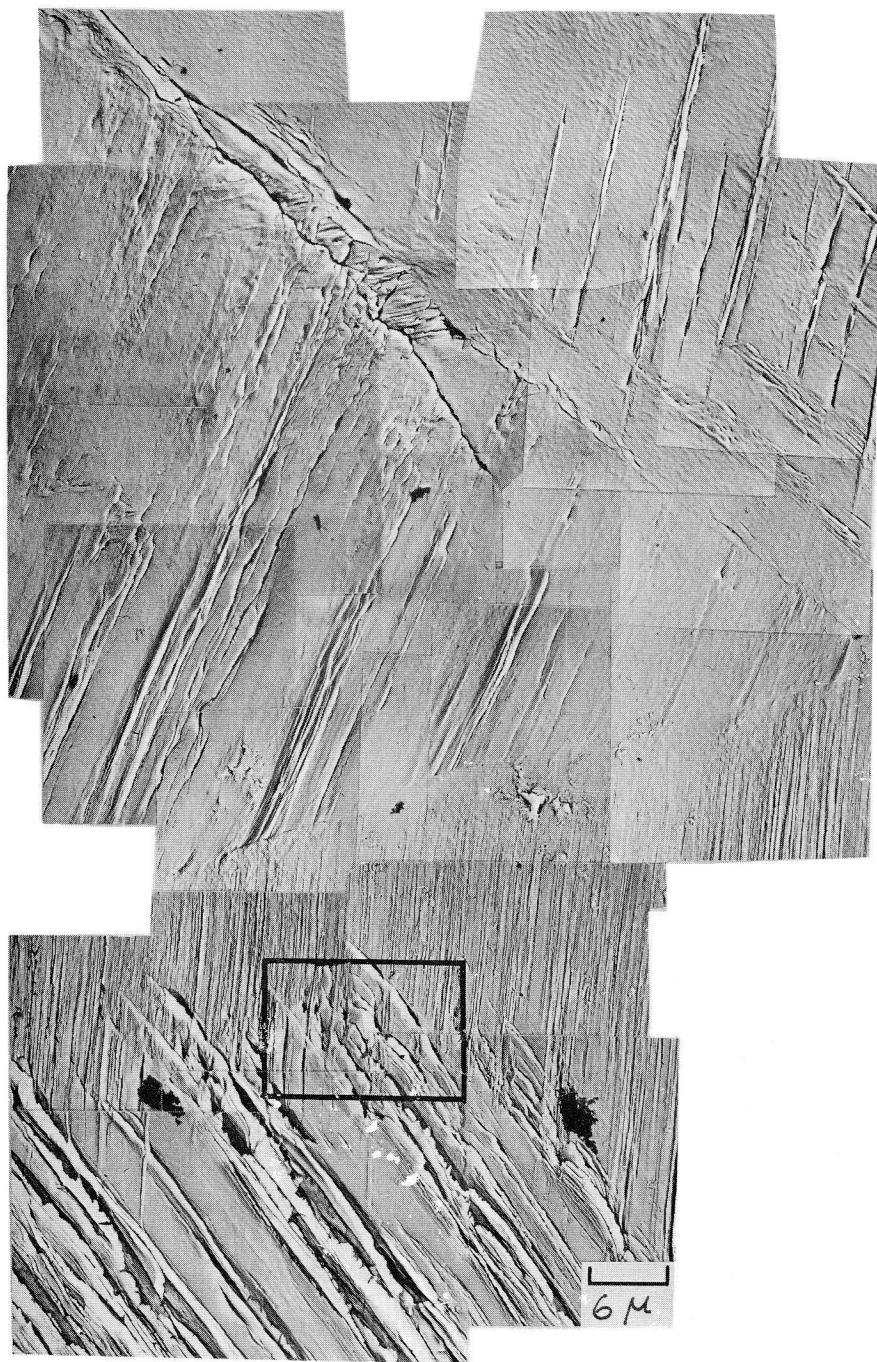
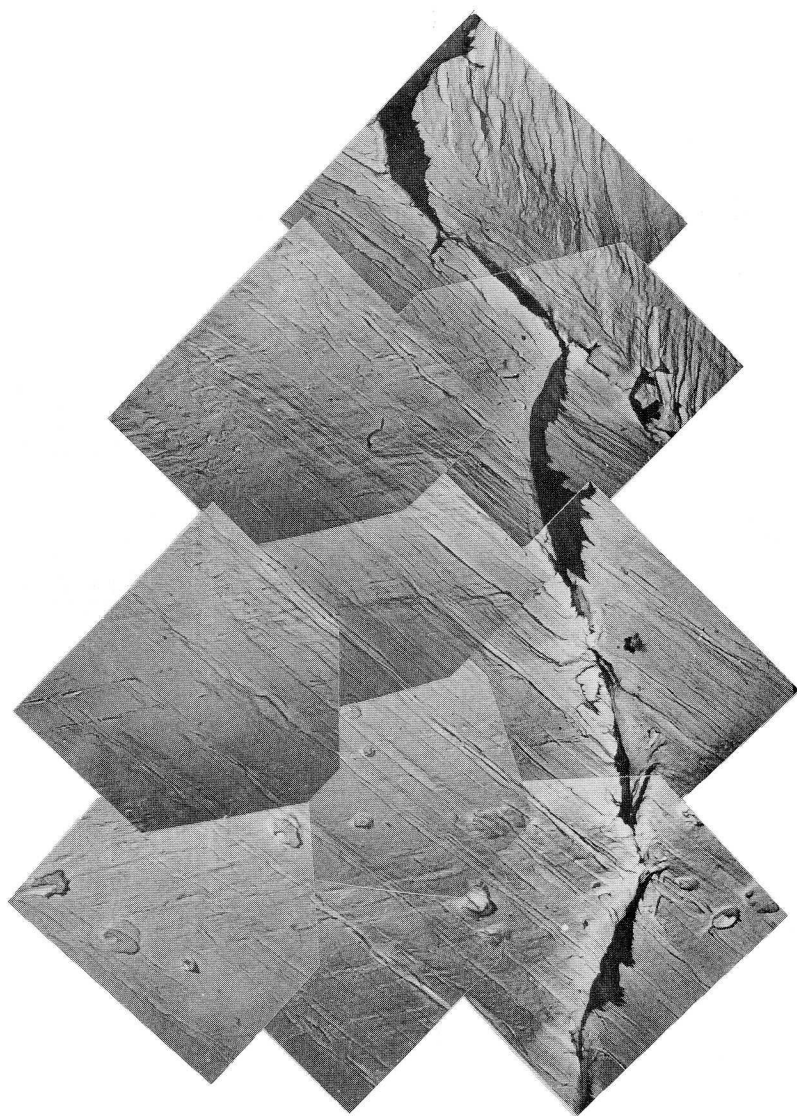


図2-4-9 結晶粒界近傍におけるき裂の発生

$T=300^{\circ}\text{C}$, $\sigma=24\text{kg/mm}^2$, $N=6.4 \times 10^5$



(a) $N = 6.4 \times 10^5$

図 2-4-10 疲労き裂近傍の変形組織
 $T = 300^\circ\text{C}$, $\sigma = 24 \text{ kg/mm}^2$



(b) $N = 9.8 \times 10^5$

図2-4-10 疲労き裂近傍の変形組織

$T = 300^\circ\text{C}$, $\sigma = 24 \text{ kg/mm}^2$

すべり線は、その数、強度ともに著るしく増大し、これが一次すべり線と相互作用して全般的に *Rumpling* な変形組織を示す原因となつている。き裂部そのものには顕著な変化は認められないが、ただき裂が進行した瞬間に形成されると思われるその左右の盛り上がりの部分にその後の変形により生じたすべり線が認められる。これは第2—3章で述べた室温試験のどきのき裂のマルテンサイト部分には認められなかった現象である。なお *Branching crack* は繰返し数の増加により何の変化も示さず、それが停留性のき裂であることを示している。き裂は一部、結晶粒界の極く近傍をそれに沿つて進行する傾向が強く認められるが、粒界そのものを伝播することはなくき裂進展径路としては貫粒型である。そしてその進行方向はすべり線の向きに沿う傾向は認められるがそれに強く制限されることはない。

図2—4—11は500℃試験で粒界に沿つてき裂が発生した例である。300℃までではき裂は粒界近傍においてすべり線が複雑に交叉したところに発生することが多いが、500℃になると粒界が優先的なき裂の発生地点となる。500℃における疲労き裂近傍およびその先端の変形組織を図2—4—12に示す。そこには複雑な結晶の微細化構造が認められ、この温度では18—8オーステナイト鋼のき裂伝播機構は鉄、アルミニウムなどのそれとかなり近づいていることが予想される。すべり線の形態そのものは300℃の場合と大差がない。き裂伝播径路は貫粒型と粒界型の混合である。18—8オーステナイト鋼の500℃試験では疲労過程中的時効硬化が考えられる。これはCr炭化物の析出によるもので、この例を図2—4—13に示す。同図においてすべり線や結晶粒界に球形の析出物が観察される。このような析出物がすべり変形に対する強い抵抗となり時効硬化の原因となる。図2—4—14 (a) (b) はそれぞれ300°、500℃試験により発生したき裂先端部分から得られた細束X線による回折写真である。班点の分離は

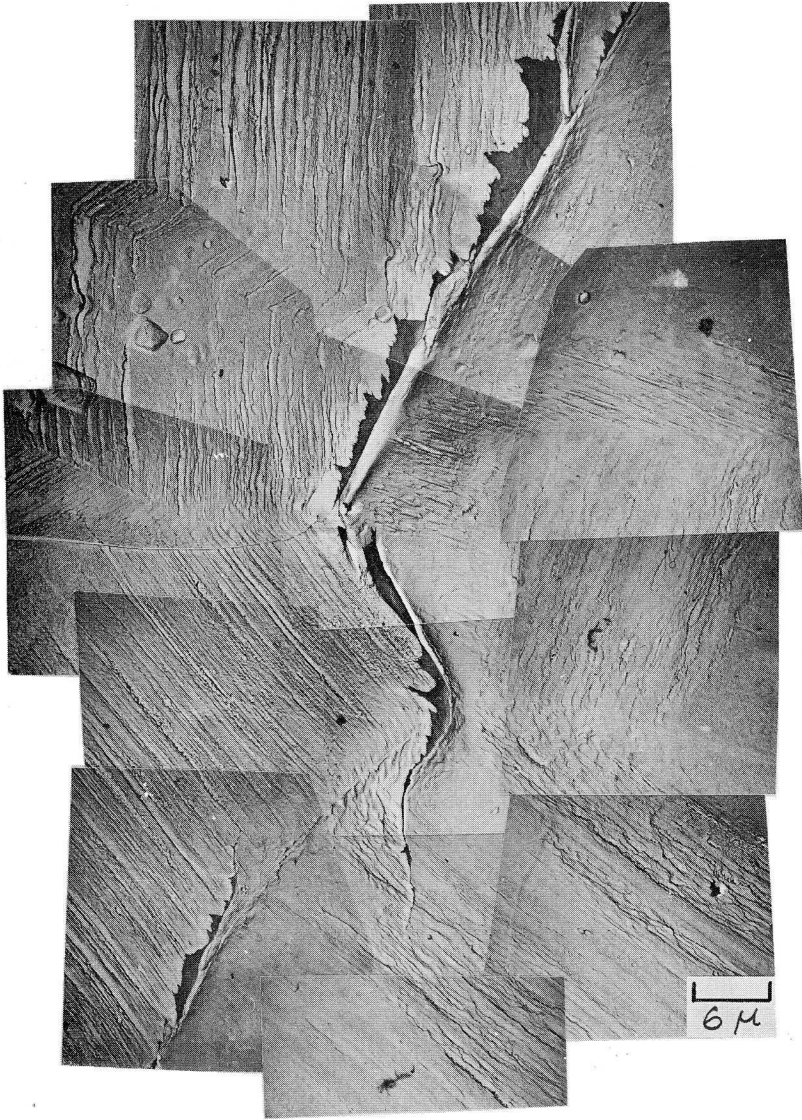


図2-4-11 結晶粒界におけるき裂の発生

$T=500^{\circ}\text{C}$, $\sigma=20\text{kg/mm}^2$, $N=1.0\times 10^6$



図2-4-12 疲労き裂先端およびその近傍の変形組織

$T=500^{\circ}\text{C}$, $\sigma=20\text{kg/mm}^2$, $N=1.0\times 10^6$

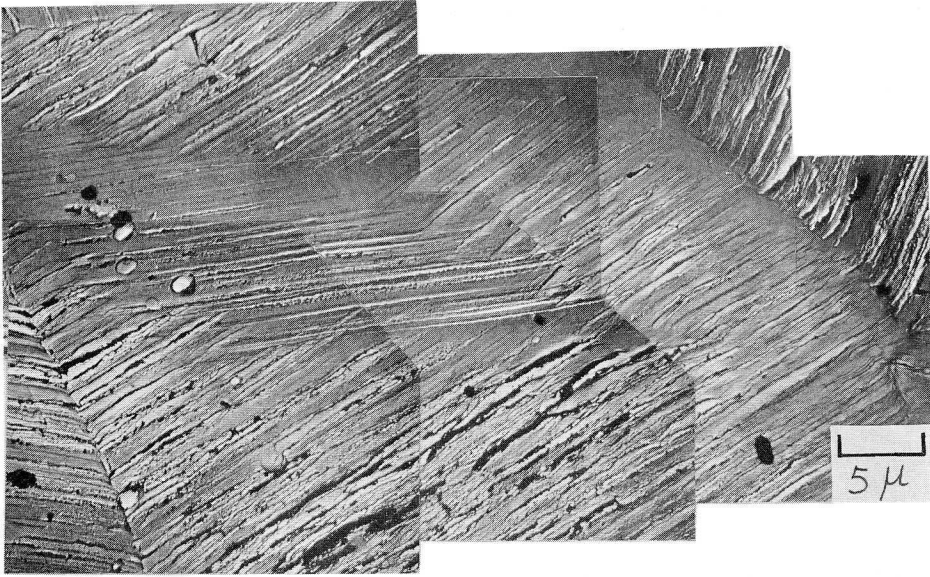
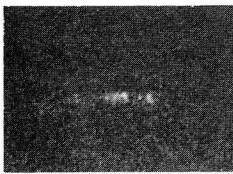


図2-4-13 すべり線中の析出物

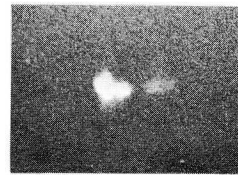
$T = 500^{\circ}\text{C}$, $\sigma = 20 \text{ kg/mm}^2$, $N = 1.0 \times 10^6$



(a) $T = 300^{\circ}\text{C}$

$\sigma = 24 \text{ kg/mm}^2$

$N = 9.8 \times 10^5$



(b) $T = 500^{\circ}\text{C}$

$\sigma = 20 \text{ kg/mm}^2$

$N = 1.0 \times 10^6$

図2-4-14 疲労き裂先端部から得られたX線回折写真

Subgrain の形成を示唆しこれは例えば図 2-4-12 の表面観察で認められたき裂近傍およびその先端近傍の結晶の微細化構造に対応していると思われる。

2-4-4 考 察

Ronay⁶⁴⁾ は 70/30 α 黄銅について、また Stegman ら⁶⁵⁾ はニッケルについて室温および高温疲労試験を行ない、主として表面の光学顕微鏡組織観察からすべり線の形態およびき裂発生位置の温度依存性をかなり詳しく検討している。そして高温における疲労変形が室温のそれに比較してすべり線が波状性に富み、しかもその間隔が狭いのを特徴とすること、そして高温になる程き裂発生位置は粒内から粒界へ移行することを明らかにしている。

18-8 オーステナイト鋼は上記二種類の金属のいずれよりも積層欠陥エネルギーが小さく、したがって室温試験における変形は強く主すべり面のみに制限され微細なそして直線的なすべり線の形態を示すことは第 2-2 章で述べた。高温におけるすべり変形がその強度と波状性を増すことは Ronay ら、Stegman らの報告と一致している。この原因は高温のために交差すべりが容易になつた結果と考えるのが良い。300°C で容易に交差すべりが生ずることは例えば図 2-4-8 で確かめられており、応力繰返しによりこのような交差すべりがすべり面内において生ずれば例えば Mott⁴⁾ の機構により *Extrusion*, *Intrusion* を形成すると同時に図 2-4-6, 図 2-4-7 に示すようにすべり線は太くなり、その結果すべり線間の間隔も狭くなる。そしてこのようにして発達した *Intrusion* からき裂が発生している事実は 18-8 オーステナイト鋼も高温では他の高積層欠陥エネルギーを有する金属にその疲労変形機構が似てくることを示している。き裂伝播過程についても同様なことが言える。例えば図 2-4-12 に示した疲労き裂近傍の微細化構造は低積層欠陥エネルギーの材料の室温試験では認められない。

Ormerod⁶⁶⁾ はアルミニウム、銅、ニッケルについて高温ねじり試験を行ない、高温では形成される *Subgrain* の大きさは大きくなり、しかも *Subgrain boundary* が明瞭になることを報告している。図 2-4-12 の微細化構造は、18-8 オーステナイト鋼についてこのことを裏付けたものと思われる。高温疲労ではき裂発生と伝播が結晶粒界型になることが知られている。^{64), 65), 67)} また、クリープ試験で高温では粒界破断が支配的であることが知られ、高温ふん囲気中では一般に結晶粒界が弱くなることが認められている。⁶⁸⁾ 高温での粒界の強さは変形速度に大きく依存するので変形速度が遅いクリープの場合と高速変形である疲労の場合とは直接比較にならないが、高温になるにしたがい結晶粒界が疲労被害を受け易くなることは十分予想される。18-8 オーステナイト鋼の場合、き裂の発生は 500°C で粒界において優先的となるがき裂の伝播は必ずしも粒界型でない。これは高温による粒界の弱化を打消す粒界へのクローム炭化物^{析出}による時効硬化が強く影響していると思われる。例えば平滑材の 600°C 疲労試験において疲労過程中試験片はその発熱により約 700°C になつているにも拘らず破壊は粒内破断であつた^{47), 69)}。ニッケル⁶⁵⁾ は 550°C すなわち $T/T_m \approx 0.48$ で完全な粒界破断を示すという報告と比較すると 18-8 オーステナイト鋼は融点に対する粒内→粒界破断の遷移温度が高いことがわかる。

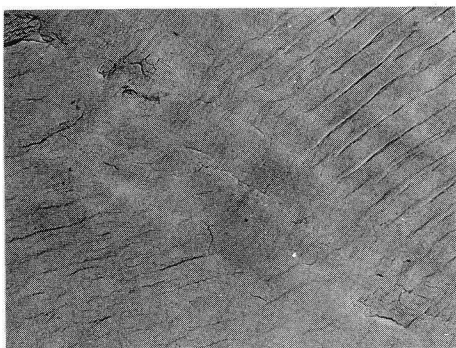
18-8 オーステナイト鋼は面心立方晶金属のうちで最も積層欠陥エネルギーが低い金属に属することは再三強調していることであるが、この金属における高温疲労変形は常温試験のそれに比較して *Rumpling* およびすべり線の波状性を増すものの、依然として主すべり面におけるすべりの優位性を示すすべり線の方向性が明瞭に認められた。高温における疲労変形をさらに明らかにするために、18-8 オーステナイト鋼とは逆に最も積層欠陥エネルギーが高い金属材料の一つであるアルミニウムの室温および高温疲労変形を

主としてすべり線の形態から検討した。図 2-4-15 (a), (b), (c) はそれぞれ室温試験で認められた変形帯，マイクロクラックそれに典型的なすべり線を示す。図 2-4-16 は疲労き裂およびその近傍の変形組織を示す。同じ面心立方晶金属でもアルミニウムは 18-8 オーステナイト鋼と全く異なり，室温試験の場合でもその変形組織はかなり大きい *Rumpling* を示すと同時にすべり線も *Wavy* である。そして図 2-4-16 からわかるように疲労き裂近傍にはかなり明瞭な微細化構造が認められる。これらは全て高積層欠陥エネルギーを有する金属材料の特徴的様相である。130℃における疲労き裂先端およびその近傍の変形状態を図 2-4-17 (a), (b) (c) に示す。この温度は $T/T_m = 0.43$ で 18-8 オーステナイト鋼の 500℃に相当する。同図 (a) のき裂近傍には，アルミニウムの高温疲労変形の典型的な様相が観察される。面心立方晶金属としてのすべり系が不明瞭な程の激しい波状の変形形態はむしろ体心立方晶金属のそれに似ている。同図 (b), (c) は疲労き裂先端に形成された明瞭な下部組織を示す。その一つの大きさは約 $1.5 \sim 3 \mu$ であり，これは常温におけるアルミニウムの *Subgrain* の大きさが約 $2 \mu^{70)}$ であるという報告と一致している。したがってその微細化構造の一つ一つがそれぞれ *Subgrain* に相当しているものと考えられる。疲労き裂はその *Subgrain boundary* を縫って進行してゆく様子が明瞭に示されている。

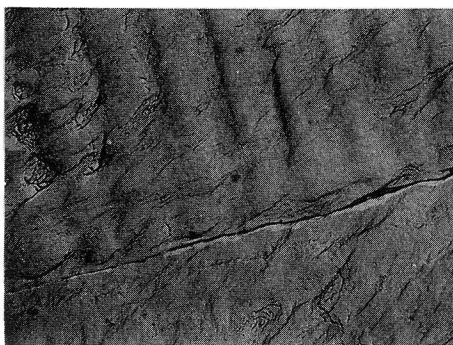
以上のアルミニウムの室温および高温における疲労変形の観察からアルミニウムの疲労変形の温度依存性は 18-8 オーステナイト鋼の場合と全く同じであることがわかる。ただアルミニウムはもともと高積層欠陥エネルギーを有する材料であるがためにその高温における変形形態は体心立方晶のそれに近づく。そして疲労き裂伝播過程がいわゆる従来の *Subgrain* の形成，それから *Subgrain boundary* に沿うき裂進展という機構に良く一致するこ

とがわかる。要するに高温疲労においては高温ゆえに交差すべり、転位のシヨグの *Climb* が容易になり、またシヨグの切り合いによって生ずる空孔の移動が容易になることによって疲労変形が室温の場合とかなり異なっていることは注意を要する。

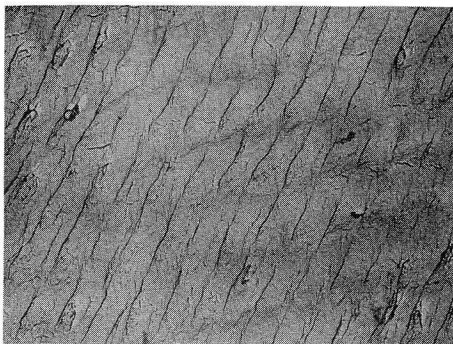
18-8 オーステナイト鋼では高温と室温における疲労き裂伝播機構が根本的に異なっていることが予想される。すなわち、高温疲労においてはき裂先端近傍におけるマルテンサイトの形成が全く考えられない。この場合き裂はいわゆる *Subgrain boundary cracking* のごく普通の進展機構により伝播していき、これに対し室温疲労ではマルテンサイトの脆性的破壊によりき裂は進展してゆくものと思われる。



(a) 変形帯



(b) 微視的き裂の発生



(c) すべり線

3μ

図2-4-15 アルミニウムの疲労変形組織
T=室温, $N=1.8 \times 10^6$

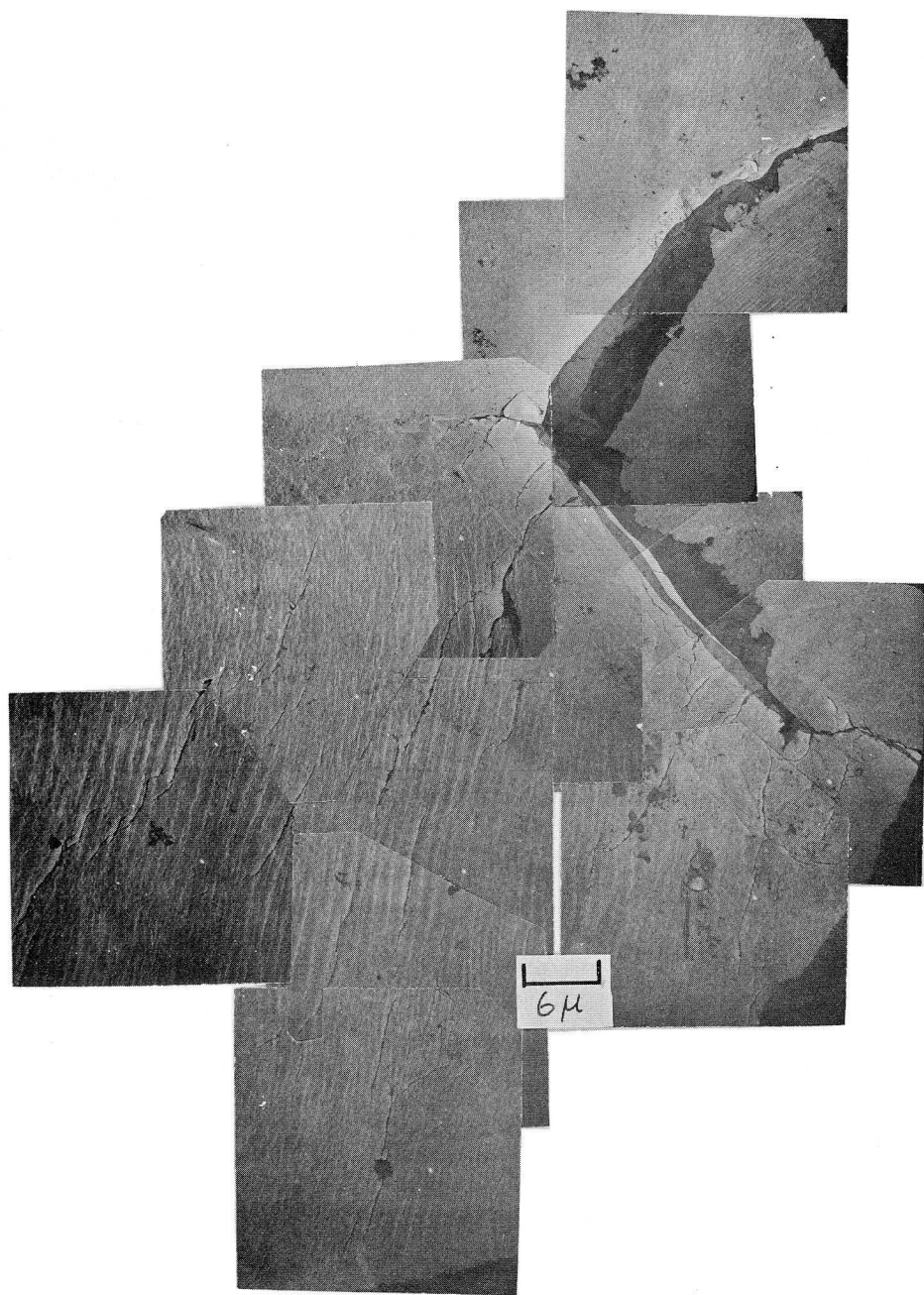
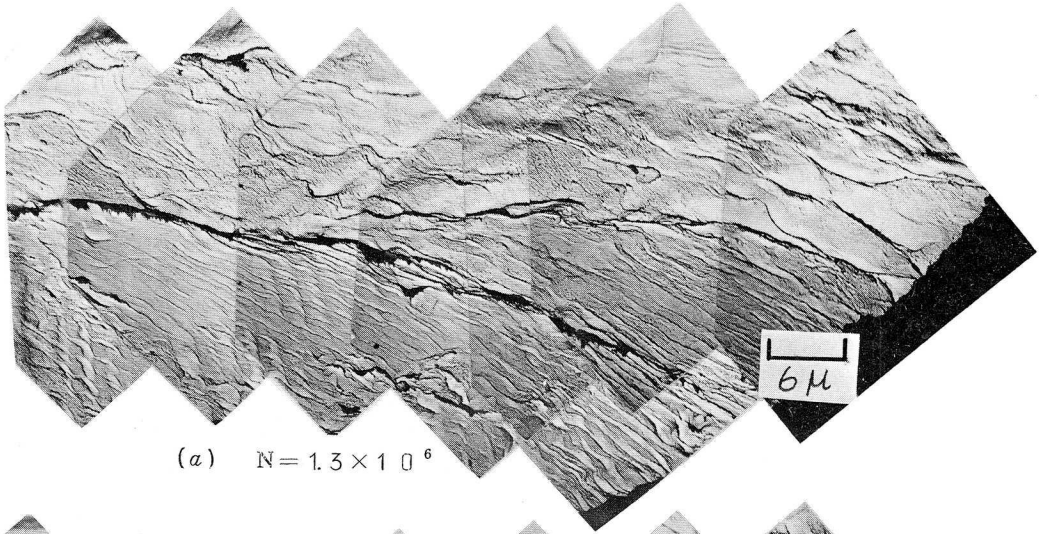
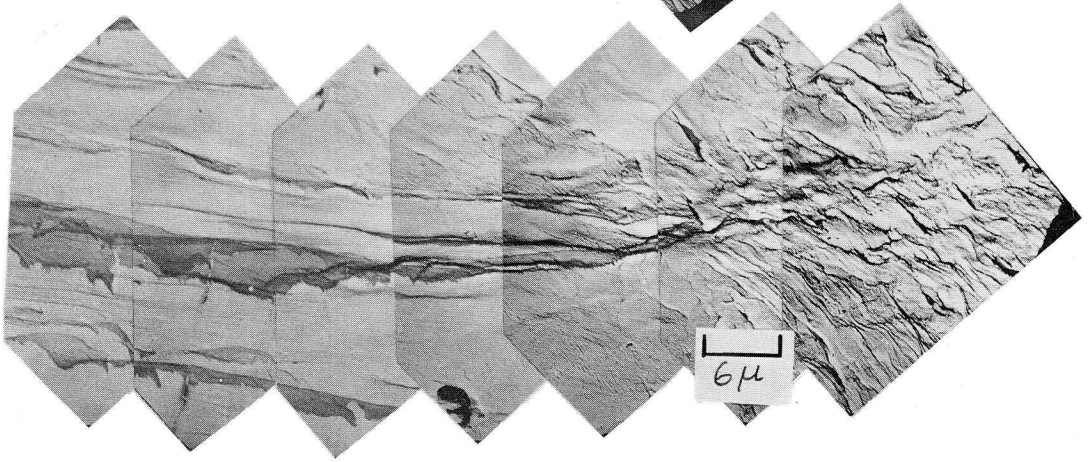


図 2-4-16 アルミニウムの疲労き裂近傍の変形組織

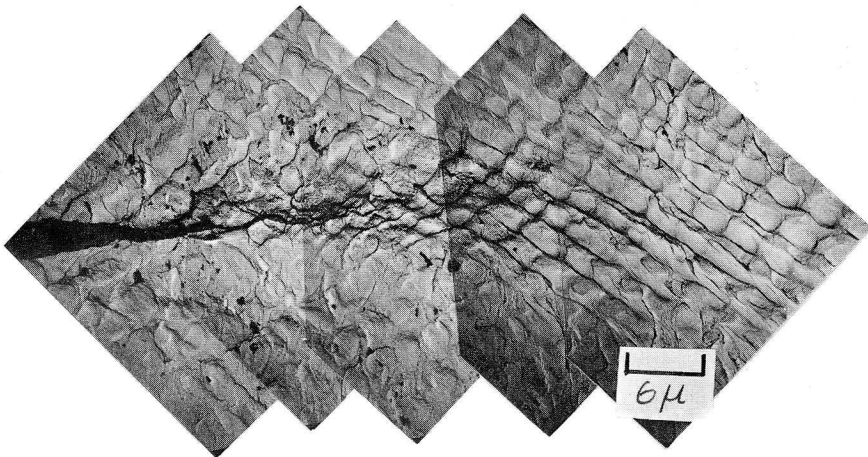
T=室温, $N=4.1 \times 10^6$



(a) $N = 1.3 \times 10^6$



(b) $N = 1.3 \times 10^6$



(c) $N = 2.0 \times 10^6$

図2-4-17 アルミニウムの疲労き裂先端およびその近傍の変形組織
 $T = 130^\circ\text{C}$

2-4-5 小 括

真空中で18-8オーステナイト鋼、それに純アルミニウムの高温疲労試験を行ない、主としてすべり線の形態からそれらの高温疲労変形を検討した。試験温度は前者については300°, 500°C, 後者については室温および130°Cである。得られた結果をまとめると次の様になる。

- 1) 18-8オーステナイト鋼、アルミニウムの両方とも高温では室温と比較してすべり線の形態は著るしく異なる。すなわち低積層欠陥エネルギーを有する前者は室温では主すべり面のすべりにより形成された直線的な間隔の広い、細いすべり線を示すのに対し、高温では太い、*Wavy* なすべり線が支配的となる。また特に、疲労き裂近傍、結晶粒界近傍には *Rumple* な変形形態が観察される。一方、高積層欠陥エネルギーを有する後者の高温疲労では主すべり面の活動によるすべり方向が不明瞭になる程その波状性が増しむしろ体心立方晶金属に近い変形形態を示す。高温疲労変形の形態も積層欠陥エネルギーに大きく依存している。
- 2) 18-8オーステナイト鋼の高温疲労によるき裂近傍にはかなり発達した微細化構造が観察され、18-8オーステナイト鋼はいわゆる *Subgrain boundary cracking* のき裂伝播機構によりき裂が進展してゆくものと思われる。アルミニウムの高温疲労で *Subgrain boundary* に沿つてき裂が進展してゆく過程が明瞭に観察された。
- 3) 18-8オーステナイト鋼の500°C試験では疲労き裂は結晶粒界に優先的に発生することが明らかになった。300°C試験の場合は粒界近傍において交差すべりを含むすべり線が複雑に干渉し合った場所になんり明瞭な微細化構造が形成されそこにき裂は発生する。
- 4) 18-8オーステナイト鋼の高温における疲労き裂伝播機構は室温の場合のそれと全く異なっていることが予想される。

すなわち高温ではき裂先端においてマルテンサイトは形成されない。

第 2 - 5 章 結 論

本編では 18-8 オーステナイト鋼の疲労変形、それに疲労き裂の発生と伝播の機構に、表面組織を、主としてレプリカ電子顕微鏡と細束 X 線で詳細に観察することにより、検討を加えることを目的としている。

18-8 オーステナイト鋼の疲労変形は低積層欠陥エネルギー材料としての特徴を示し、直線的ないわゆる *Planar slip line* が支配的である。しかし高温疲労では、交差すべりが容易になるため多分に *Wavy* な形態を示す。そして *Extrusion*, *Intrusion* が著るしく発達する。室温疲労、高温疲労のいずれの場合も結晶粒界は変形に対する強い抵抗体として作用しその近傍では特に複雑な変形状態が観察される。なお X 線の変形については、格子ひずみ、全方位差は疲労過程のごく初期に急増した後平衡状態を経て疲労き裂発生前に再び急増する傾向を示す。

疲労き裂は複雑な変形形態を示す結晶粒界近傍において *Slip band crack* として発生する。その後き裂伝播はすべり線に沿ういわゆる *stage 1* 型の伝播過程を経てすべり線の方角にほとんど無関係に進行する *stage 2* に移行する。この段階においては、疲労き裂およびその先端部分からレプリカ電子顕微鏡的にも細束 X 線的にも α -マルテンサイトが検出された。疲労破面の *Fractography* と細束 X 線観察から検出されたマルテンサイトもこれと同じものであった。したがって 18-8 オーステナイト鋼の室温試験における疲労破壊機構は他の金属のそれと全く異なっていることが示唆される。従来からいわれている疲労き裂近傍の *Subgrain* については、18-8 オーステナイト鋼の場合、レプリカ電子顕微鏡観察では、それは認められないが、細束 X 線的には不明りような回折はん点の分離が認められることから、内部組織には不完全な *Subgrain* が形成されていることが予想できる。高温疲労

試験では室温試験の場合と全く異なり、疲労き裂部分におけるマルテンサイトの形成は認められず、また疲労き裂近傍からは電子顕微鏡的にもX線的にも *Subgrain* の形成が認められたことからこの場合の疲労破壊機構は高積層欠陥エネルギー材料のそれとほぼ同じであることが予想される。高温疲労変形の特徴は高温のため交差すべりが容易になることに起因するが、このことが高積層欠陥エネルギーを有する純アルミニウムについても確かめられた。すなわちアルミニウムの高温疲労変形はほとんど体心立方晶系金属である鉄の疲労変形に近い形態を示したが、これは高温においてますます交差すべりが容易になったことを示すものである。

参 考 文 献

- 1) 石橋正, 材料, 13 (1964) 577.
- 2) P. J. E. Forsyth, *Proc. Roy. Soc.*, A242 (1957) 198.
- 3) A. H. Cottrell and D. Hull, *Proc. Roy. Soc.*, A242 (1957) 211.
- 4) N. F. Mott, *Acta Met.*, 6 (1958) 195.
- 5) A. J. McEvily and E. S. Machlin, *Fracture*, Tech. Press of MIT and John Wiley and Sons, New York, 1959, P. 450.
- 6) P. J. E. Forsyth, *Nature, Lond.*, 171 (1953) 172.
- 7) D. Hull, *J. Inst. Metals*, 86 (1957) 425.
- 8) 辛島誠一, 及川洪, 小倉次夫, 日本金属学会誌, 31 (1967) 669.
- 9) J. Holden, *Phil. Mag.*, 6 (1961) 547
- 10) 平修二, 林建吉, 日本機械学会論文集, 32 (1966) 389.
- 11) 平修二, 林建吉, 日本機械学会論文集, 33 (1967) 1.
- 12) 辛島誠一, 及川洪, 小倉次夫, 日本金属学会誌, 31 (1967) 674.
- 13) L. E. Murr and P. J. Smith, *Trans. AIME*, 233 (1965) 755.
- 14) J. C. Grosskreutz and P. Waldow, *Acta Met.*, 11 (1963) 717.
- 15) D. H. Avery and W. A. Backofen, *Fracture of Solids*, Interscience, 1962, P. 339.
- 16) L. M. Clarebrough and M. E. Hargreaves, *Progr. Metal*

Phys., 8 (1959) 1.

- 17) 蒲池一義, 平戸義人, 前田太郎, 星野和夫, 第7回 X線材料強度に関するシンポジウム前刷 (1968) 116.
- 18) *P. B. Hirsch and J. N. Kellar, Acta Cryst.*, 5 (1952) 162.
- 19) *P. B. Hirsch, Acta Cryst.*, 5 (1952) 168.
- 20) *P. Gay, P. B. Hirsch and A. Kelly, Acta Met.*, 1 (1953) 315.
- 21) *P. Gay, and A. Kelly, Acta Cryst.*, 6 (1953) 165.
- 22) *P. Gay and A. Kelly, Acta Cryst.*, 6 (1953) 172.
- 23) *J. T. McGrath and R. C. A. Thurston, Trans. AIME*, 227 (1963) 645.
- 24) *D. H. Avery and W. A. Backofen, Acta Met.*, 11 (1963) 653.
- 25) *P. R. Swann and J. Nutting, J. Inst. Metals*, 90 (1961~62) 133.
- 26) *R. W. K. Honeycombe, J. Inst. Metals*, 80 (1951~52) 45.
- 27) *P. Gay and R. W. K. Honeycombe, Proc. Phys. Soc.*, A64 (1951) 844.
- 28) *H. Nishimura and J. Takamura, J. Tech. Rep. Engg. Res.*, *Kyoto Univ.*, 2 (1952) 139.
- 29) *K. Yamaguchi, Sci. Papers Inst. phys. Chem. Research*, 11 (1929) 223.
- 30) *J. M. Burgurs, Rroc. Phys. Soc.*, 52 (1940) 23.

- 3 1) *B. Cina, J. Iron and Steel Inst., 177 (1954) 406.*
- 3 2) *B. Cina, J. Iron and Steel Inst., 179 (1955) 230.*
- 3 3) *T. Angel, J. Iron and Steel Inst., 177 (1954) 165.*
- 3 4) 正木順一, 北本俊雄, 桜井忠一, 材料, 17 (1968) 34.
- 3 5) 小切間正彦, 平山俊成, 日本金属学会昭和44年度秋期大会講演前刷,
(1969) 163.
- 3 6) *J. C. Grosskreutz, Fatigue — An Interdisciplinary Approach, Syracuse Univ. Press, 1964, P. 27.*
- 3 7) *G. C. Smith, Proc. Roy. Soc., A242 (1957) 145.*
- 3 8) *T. H. Alden and W. A. Backofen, Acta Met., 9 (1961) 352.*
- 3 9) *W. A. Wood, Fatigue in Aircraft Structures, Academic Press, New York, 1956, P. 1.*
- 4 0) *N. Thompson, N. J. Wadsworth and N. Louat, Phil. Mag., 1 (1956) 113.*
- 4 1) *P. J. E. Forsyth, J. Inst. Metals, 82 (1953) 449.*
- 4 2) *D. Hull, J. Inst. Metals, 84 (1955) 527.*
- 4 3) *E. E. Laufer and W. N. Roberts, Phil. Mag., 14 (1966) 65.*
- 4 4) *W. A. Wood, S. McK. Cousland and K. R. Sargant, Acta Met., 11 (1963) 643.*
- 4 5) *W. A. Wood, Fracture, Wiley, New York, 1959, P. 412.*
- 4 6) 幡中憲治, 川辺秀昭, 田中政夫, 材料, 掲載予定.
- 4 7) *K. Hatanaka, H. Kawabe and M. Tanaka, Technol. Rept. Osaka Univ., 19 (1969) 619*

- 4 8) *N. E. Frost and D. S. Dugdale, J. Mech. Phys. Solids*,
6 (1958) 92.
- 4 9) *P. C. Paris and F. Erdogan, Trans. ASME, Ser. D*, 85
(1963) 528.
- 5 0) *A. J. Brothers and S. Yukawa, Trans. ASME, Ser. D*, 89
(1967) 19.
- 5 1) *N. E. Frost, International Conference on Fracture*,
Sendai, (1965) 1433.
- 5 2) *A. K. Head, Phil. Mag.*, 44 (1953) 925.
- 5 3) *J. Weertman, International Conference on Fracture*,
Sendai, (1965) 153.
- 5 4) *B. Tomkins, Phil. Mag.*, 18 (1968) 1041.
- 5 5) *P. J. E. Forsyth, Acta Met.*, 11 (1963) 703.
- 5 6) 幡中憲治, 川辺秀昭, 山田朝治, 第13回材料研究連合講演会前刷
(1969) 19.
- 5 7) *A. J. McEvily and R. C. Boettner, Acta Met.*,
11 (1963) 725.
- 5 8) 大手敏, 村松正光, 石田昭夫, 材料, 18 (1969) 62.
- 5 9) *U. H. Lindborg and B. L. Averbach, Acta Met.*, 14
(1966) 1.
- 6 0) *U. H. Lindborg, Acta Met.*, 16 (1968) 889.
- 6 1) *C. Laird and G. C. Smith, Phil. Mag.*, 7 (1962) 847.
- 6 2) *P. J. E. Forsyth and D. A. Ryder, Aircraft Engineering*,
32 (1960) 96.
- 6 3) *S. R. Valluri, Acta Met.*, 11 (1963) 759.

- 64) *M. Ronay, W. H. Reimann and W. A. Wood, Trans. AIME, 233 (1965) 298.*
- 65) *R. L. Stegman and M. R. Achter, Trans. AIME, 239 (1967) 742.*
- 66) *H. Ormerood and W. J. McG. Tegart, J. Inst. Metals, 92 (1963~64) 297.*
- 67) *M. J. May and R. W. K. Honeycombe, J. Inst. Metals, 92 (1963~64) 41.*
- 68) *H. Conrad, Mechanical Behavior of Material at Elevated Temperature, (1961) P. 218*
- 69) 田中政夫, 幡中憲治, 材料, 17 (1968) 1009.
- 70) *J. C. Grosskreutz, J. Appl. Phys., 34 (1963) 372.*

第 3 編

疲 勞 過 程 中 の 転 位 の 挙 動

第 3 - 1 章 緒 言

透過電子顕微鏡による金属の内部構造に関する研究は、1956年に *Bollmann*¹⁾ が電解研摩法により実物薄膜を作製し、転位像を観察することに成功して以来、金属材料の変形と破壊の機構解明に多大な寄与を成してきた。1959年、*Hirsch* ら²⁾ により、これが金属材料の疲労過程中的転位の挙動の観察に応用されて以来疲労のこの分野に関する研究は非常に多数報告されてきた。それによると疲労変形を受けた金属材料の内部組織は *Dislocation dipole* や *Dislocation loop* からなる *Dislocation cluster*,^{3) ~7)} それに明確な *Cell structure*^{8) ~14)} の形成を特徴とするとされている。そして *Cell structure* の形成は応力 (ひずみ) 振幅³⁾ の大きさと面心立方晶系金属では積層欠陥エネルギー^{8), 15), 16)} に依存することが知られている。体心立方晶系金属の場合は面心立方晶系金属よりすべり系が多い関係上、疲労過程中的 *Cell structure* の形成はより一般的である。^{9) ~13)} このように疲労変形に特有な転位組織に関する情報はかなり豊富になったが、ただそれを提示するにとどまっているのが現状である。さらに一步進んで転位組織と疲労破壊との関連性を実験的に追求することこそ最も重要なことと思われる。

前編で、積層欠陥エネルギーが非常に低い金属材料としての 18-8 オーステナイト鋼の疲労変形を表面の微視的すべり線の形態から検討した。従来、表面組織と内部組織の対応性については必ずしも明りような結論は得られておらず²⁾、したがって低積層欠陥エネルギーの材料という観点から 18-8 オーステナイト鋼の疲労過程中的転位の挙動を検討することは、金属材料の疲労破壊機構の解明の上からも重大なことと思われる。これまでにこの方面の研究はほんの数編報告されているにすぎない。すなわち *Hirsch* ら²⁾

は 10^7 以上の寿命を有する低応力疲労においては *Dislocation loop* は形成されず積層欠陥の *patch* からなる *Band* がすべり帯の中に観察されたことを報告し、また Segall⁷⁾ は 5×10^4 の疲労寿命を有する比較的高応力域で他の高積層欠陥エネルギーを有する金属材料に類似した *Elongated dislocation loop* を観察した。一方 Vingsbo¹⁷⁾ は高応力疲労における 9×10^4 の応力繰返し数で *Dislocation dipole*, *Dislocation loop* とともに、明確な *Cell structure* を観察した。

以上のように、同じ高応力疲労においても低積層欠陥エネルギーを有するオーステナイト系ステンレス鋼の疲労過程中的転位の挙動に関しては必ずしも一致した見解は得られていない。そこで、本編では、18-8 オーステナイト鋼の疲労過程中的転位の挙動を低応力疲労と高応力疲労の両方の場合について詳細に検討する。また、巨視的疲労き裂発生直前に多数発生するマイクロクラック先端近傍の転位組織を詳細に観察することにより、転位組織と疲労破壊との関連性を追求するとともに、その先端部分に形成されているマルテンサイトと疲労き裂伝播挙動との関係を論ずる。

第 3 - 2 章 転位組織の観察

3 - 2 - 1 試験方法

主として室温における疲労過程中的の転位組織の観察を行なった。

表 3-2-1 供試材料の化学成分 (SUS 27) (%)

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr
0.06	0.80	1.67	0.034	0.010	9.42	18.58

表 3-2-2 供試材料の静機械的性質

引張強さ kg/mm^2	伸 び %	硬 度 $H_v (100g)$
63.5	57.1	152

疲労試験に使用した材料は SUS 27 の厚さ 1 mm の板材でその化学成分、それに納入状態における機械的性質をそれぞれ表 3-2-1, 表 3-2-2 に示す。試験片は図 3-2-1 の形状寸法に機械加工後、アルゴンガス中

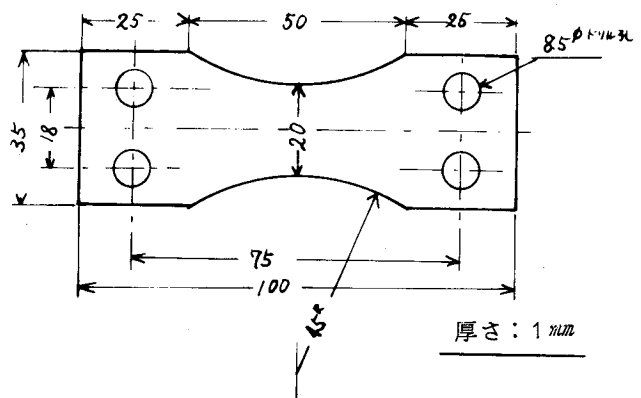


図 3-2-1 試験片の形状と寸法

で 1100℃、30 分間加熱後油冷の溶体化処理を施した。その後エメリーペーパーで酸化膜を除去し、さらにエメリーペーパーによる加工層を片面のみについて化学研磨、電解研磨により溶去し、最後に電解腐食を施した。電解腐食後の試験片の厚さは約 850 μ である。このときの平均結晶粒径は約

1000 μ である。

使用した試験機はシエンク式平面曲げ疲労試験機（1800 C. P. m.）で対象にした応力段階は24, 36 kg/mm²で、この応力における疲労寿命はそれぞれ 1.3×10^6 , 1.2×10^5 である。前者が低応力疲労、後者が高応力疲労に相当すると考えてよい。S-N曲線の大略を図3-2-2に示す。転位組織の観察は低応力疲労については、応力繰返し数、 $N = 10^4$, 10^5 , 2×10^5 , 4×10^5 , 7×10^5 , 10^6 , 高応力疲労については $N = 5 \times 10^3$, 10^4 , 2×10^4 , 4×10^4 , 10^5 のところで疲労試験を中止し、それぞれ

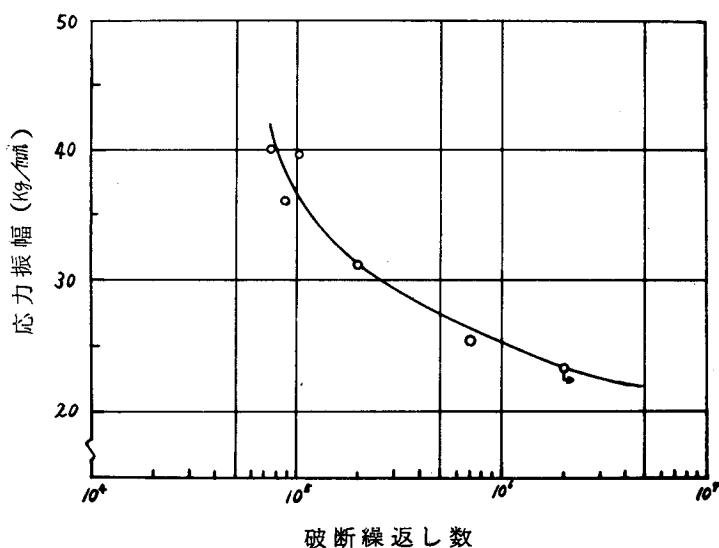


図3-2-2 S-N 曲線

れの試験片について行ない疲労進行過程中的転位の挙動を明らかにした。このうち特に低応力疲労における 10^6 , 高応力疲労における 10^5 の応力繰返し数を受けた試験片には長さ約200 μ 程度のマイクロクラックが多数発生

しており、これよりマイクロクラック先端近傍の転位組織の観察が可能であった。またその他に長さ7 mm程度の巨視的き裂が成長した試験片の先端付近からの薄膜観察を、低応力、 $\sigma = 30 \text{ kg/mm}^2$ の中応力、それに高応力について行ない疲労破壊直前の転位組織を検討した。

また一部引張破断後の試験片から薄膜を作製し内部組織の直接観察を行ない、これと疲労変形によるそれとを比較検討した。

使用した電子顕微鏡は加速電圧100KVの日本電子製JEM6A型である。

3-2-2 実物薄膜作製法

薄膜の電子顕微鏡観察は一に良好な薄膜の製作にかかっている。

加速電圧100KVの電子顕微鏡で鉄系材料の内部組織を観察する場合厚さ約2000 Å以下の薄膜が必要とされている。本試験の場合、素材が850 μと相当厚いので良好な薄膜を得るために次の三段階の手順をふんだ。

所要の応力繰返し数を負荷した試験片はそのチャック部の片方を図3-2-3の形状にマイクロカッターで注意深く切断後、電解腐食を施した面のみを、ビニールテープをはりつけることにより厳重に保護する。そしてまず第1段階としてその反対側の面に化学研磨を

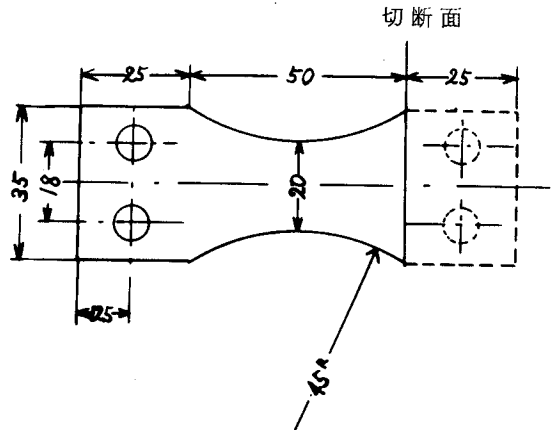


図3-2-3 切断後の試験片の形状と寸法

施し板厚を200～300 μにする。その後ビニールテープをアセントにて溶法するが、その時ビニールテープは化学研磨液の電解腐食面への浸入を完

表3-2-3 化学研摩条件

化学研摩液	H_2O_2	60cc	液 温	約20℃
	HCl	35cc		
	HF	10cc		
	H_2O	10cc		

全に防いでいることが確認された。この時の化学研摩条件を表3-2-3に示す。第2段階としての予備研摩には図3-2-4に示すジェット式電解研摩法を用いた。

図において陰極は5mmφのガラス製ノズルの中を通された0.4mmφの白金線であり、陽極はステンレス製ピンセットで間接的に固定された試験片である。すなわち試験片とピンセットは電氣的に絶縁されており、陽極に通ずる白金線が細いポリ塩化ビニル管の中を通してピンセットの片足に取り付けられ、試験片はこの

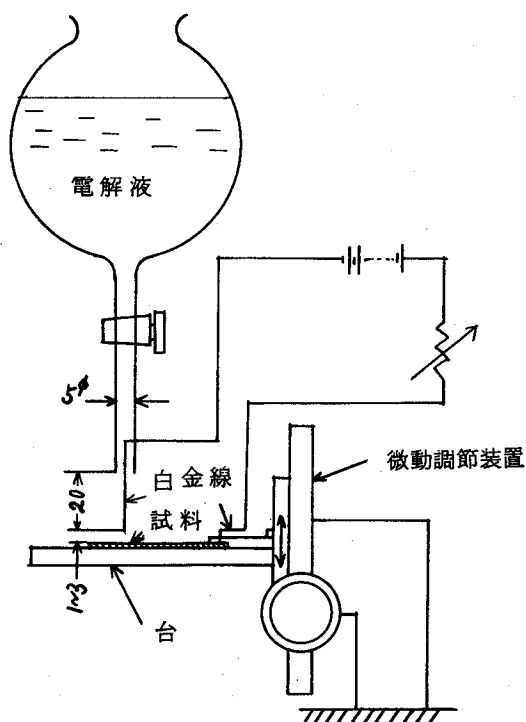


図 3-2-4 ジェット式電解研摩法

白金線の先端と絶縁物で覆われたピンセットの他の片足とではさまれている。電解研磨はなるべく一様な厚さの膜になる様、電流密度、電圧、白金陰極線と試料との間隔、電解液流量などを注意深く調節しつつ、化学研磨を施した面のみについて行なう。このときの試験片の電解研磨部は凹型形状となり、予備研磨後の試験片の凹部の厚さは 50μ 以下である。なお試料は上下、左右任意の位置に移動調節出来るようになっている。予備研磨における最適電解研磨条件を表 3-2-4 に示す。

表 3-2-4 予備研磨条件

電 解 液	HClO ₄	1 容	電 圧	40V
	C ₂ H ₅ OH	1 容	電 流	1A/cm ²
	液 温	室 温		

最終段階の仕上げ研磨には *Bollmann* 法を採用した。この装置の概略を図 3-2-5 に示す。陰極としては 18-8 ステンレス鋼板を図のようにピーカーの底に沈め陽極としての試験片は予備研磨のとき用いたと同じピンセットではさんで陰極とほぼ垂直になるように固定する。このときピンセットのつかみ部は電解液の外に位置している。仕上げ研磨は予備研磨にて成形した凹部に微細な孔が生ずる瞬間を以て終了する。この瞬間は試験片を介して目の反対側に位置した *Lamp* の光がその小孔を通じて肉眼に認められることにより判断する。この小孔の周囲が電子顕微鏡観察可能領域である。仕上げ研磨の電解速度は約 $1.4\mu/min$ であり、研磨開始後約 2~20 分間で小孔が認められることから判断して、この薄膜は試験片表面から約 25μ 以内の位置から採取されたものと考えられる。疲労試験時の試験片厚さが約 850μ であるからこの薄膜観察からは最大応力が作用した領域からの情報が得られるものと考えられる。このときの電解研磨条件を表 3-2-5 に示す。

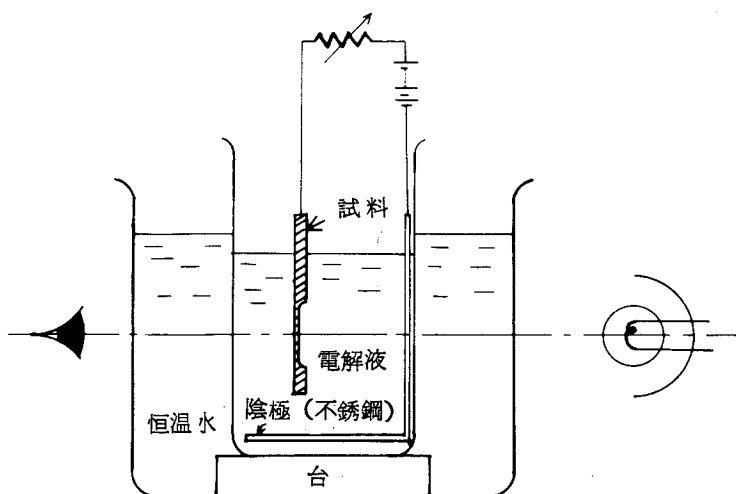


図 3-2-5 仕上げ研摩法

表3-2-5 仕上げ研摩条件

電 解 液	HClO_4	60 cc	電 圧	2.5 V
	CH_3COOH	440 cc	電 流	0.1 A/cm ²
			液 温	10 °C

薄膜の切り出しは次のようにして行なう。すなわち仕上げ研摩後の薄膜部分の両面をパラフィンで覆い、その後片面のみについて小孔を中心にして直径約3mmφの円周にわたって針でパラフィンを除去する。この状態の試験片を化学研摩液中に浸せば、その円周部分のみが溶去され、その結果円形の薄膜が試験片から切り出されることになる。この操作の略図を図3-2-6に、またこの時の化学研摩条件を表3-2-6に示す。

切り出された薄膜は最後にパラフィンやその他の付着物除去のため洗浄さ

れる。すなわち 80℃ のリグロイン中で 2 回、さらに 75℃ のエチルアルコール中で 1 回の洗浄を行なうことによりこの目的を完全に達することが出来る。この薄膜試料を銅製 *Double grid* (50 × 100 mesh) にはさんで電子顕微鏡の検鏡用試料とする。

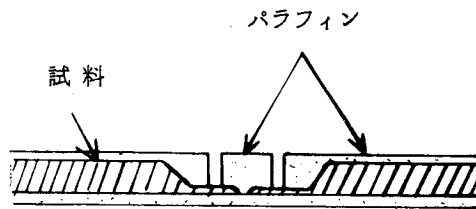


図3-2-6 薄膜試料の切出し

表3-2-6 薄膜切出し時における化学研磨条件

化学研磨液	H ₂ O ₂	30 cc
	HCl	17.5 cc
	HF	5 cc
	H ₂ O	42.5 cc
液 温	約 20℃	

3-2-3 応力繰返し数に伴う転位組織の変化

従来から高応力疲労と低応力疲労ではその疲労変形機構が異なると言われている。¹⁸⁾ 第2編における18-8オーステナイト鋼の電子顕微鏡レプリカ法、それに細束X線法による結晶変形の観察からこれらの間にはほとんど差がないことが認められたが、本試験ではさらに厳密を期するため主として上記の二つの応力段階について疲労過程中的転位の挙動を詳細に検討した。

溶体化処理後の疲労試験前の試験片から得られた18-8オーステナイト

鋼の標準オーステナイト組織を図 3-2-7 (a) (b) (c) に示す。

(a) (c) においては転位は全く認められない。(b) では積層欠陥のフリッジが観察されるとともに結晶粒界にごくわずかの転位がからんでいるのが認められる。これらの結果より本試験における溶体化処理は十分初期の目的を達していることがわかる。

図 3-2-8 (a) (b) (c) は $\sigma = 2.4 \text{ kg/mm}^2$, $N = 10^4$ の疲労過程でごく初期の転位組織である。(a) は積層欠陥 *Bundle* を示す。低積層欠陥エネルギーを有する 18-8 オーステナイト鋼はすでによく知られているように、変形により容易に完全転位が例えば次式に示すようにショックレーの部分転位に分解してその間に積層欠陥を生ずる。

$$\frac{a}{2} [10\bar{1}] \rightarrow \frac{a}{6} [2\bar{1}\bar{1}] + \frac{a}{6} [11\bar{2}] \quad (3-2-1)$$

疲労変形が進行するにつれてこのような積層欠陥はますます発達してくる。同図 (b) (c) は疲労過程初期の典型的な転位組織である。この直線的転位配列はいわゆる $\{111\}$ 面の単純なすべり変形に対応しているものと思われる。このように疲労初期においては転位密度は低く、しかもその転位は一方向直線的に配列するのが特徴である。そして *Dislocation loop* の形成は認められない。

図 3-2-9 (a) (b) (c) (d) は $\sigma = 2.4 \text{ kg/mm}^2$, $N = 10^5$ の応力を繰返したときに生じた転位組織である。

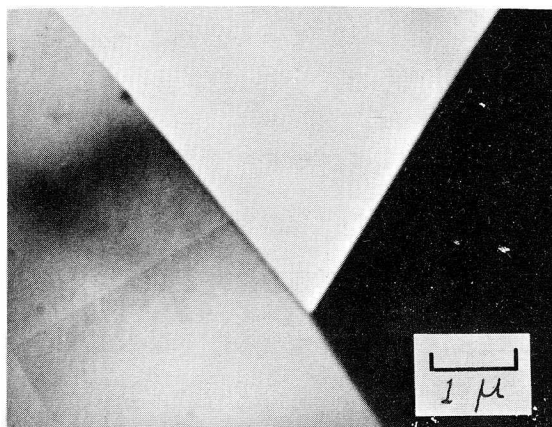
図 (a) は *Foil* 面 (110) を観察したもので積層欠陥のフリッジ、それに *Tangle* した転位が $[1\bar{1}0]$ 方向に配列しているのがわかる。この場合 (111) 面又は $(\bar{1}\bar{1}1)$ 面のすべり面が活動した結果を示しているものと思われるが、図 3-2-8 (a) の観察結果と比較してこの場合は積層欠陥近傍において転位密度の増加が観察されるのが特徴である。同図 (b)

は、結晶粒界近傍の転位組織でここではすでに *Dislocation loop* の形成が認められる。低応力疲労の初期段階における直線的、一方向性の転位配列は表面におけるすべり線の形態と比較的よく対応する。このことは *Hirsch*²⁾らの観察結果と一致する。しかし粒界近傍においてはこのことが必ずしも当てはまらず、同図 (b) においてみられるように転位配列はかなりその規則性を欠く。これは粒界近傍において特に複雑な変形が観察されたレプリカ電子顕微鏡観察結果に対応するものと思われる。同図 (c) では積層欠陥に複雑にからんだ転位が観察されるとともにそれに転位が *Pile up* している様子を示す。このように一度形成された積層欠陥は他の転位の運動を強く制限する傾向が強い。同図 (d) はいわゆる転位の *Band structure* である。Band 内には *Dislocation loop* が多数認められる。図 3-2-10 (a) (b) (c) は $\sigma = 24 \text{ kg/mm}^2$, $N = 4 \times 10^5$ の場合の転位組織である。この段階では転位密度もかなり上昇し同図 (a) においては *Tilt boundary* の形成が認められる。この組織は *Cell* 形成の途中の状態を示しているものと思われる。同図 (b) は $[111]$ 方向に方向性をもつて配列した *Band structure* である。図 3-2-9 (a) に示した組織よりさらに積層欠陥にからむ転位の数が増大しているのが観察される。同図 (c) は疲労過程に形成された *Hexagonal dislocation network* である。次に $\sigma = 24 \text{ kg/mm}^2$, $N = 7 \times 10^5$ における転位組織を示す。この段階は力学的にはすでに疲労硬化が飽和状態に達し、しかもかなりその終盤に達した頃に相当するものと思われる。図 3-2-11 (a) (b) は典型的な *Band structure* である。同図 (a) には (111) 面か $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ 面のどちらかのすべり面の活動により形成されたと思われる *Trace* が観察される。そしてこれにほぼ平行に成長した *Hexagonal network* が認められる。そして *Band structure* の一部はこれら *Hexagonal network* にからんだ転位

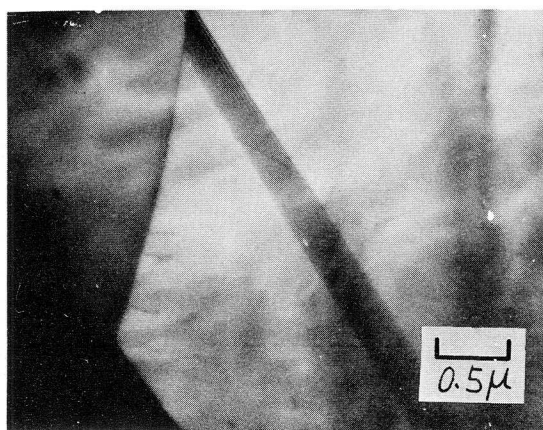
から形成されている。そして *Band structure* は必ずしも一方向でなくわずかの角度をなした三方向の配列から成っている。この転位組織は *Cell Structure* への移行期にあるものと思われる。図 (b) の *Band* は明らかに $[110]$ 方向に並んでいる。(a), (b) 図ともその *Band structure* 内に多数の *Elongated dislocation loop* が観察される。図 3-2-12 (a) は積層欠陥に *Pile up* した転位群を示す。図 3-2-9 (c) でも観察されたように積層欠陥はこのように他の転位の運動を強く阻み、その結果同図 (b) に示されるような積層欠陥にからんだ転位群がしばしば観察される。図 3-2-13 (a), (b) は粒界近傍の転位組織を示す。図 (a) では粒界を隔てて二本のすべり線が観察され、これには明らかにレプリカ電子顕微鏡観察による表面組織との対応が認められる。図 (b) は (110) 面の観察結果で $[\bar{1}10]$ 方向の *Trace* が観察されるとともに $[\bar{1}\bar{1}2]$, $[1\bar{1}2]$ 方向の *Dislocation band* が認められ、これは表面観察における多重すべりに対応している。また粒界にごく近接した領域に *Square cross grid* およびその *Hexagonal network* への成長途上の状態、それに完全な *Hexagonal network* が連続的に配列しているのがわかる。表面組織観察において、結晶粒界近傍が特に複雑な変形形態を示すことは再三強調したことであり、これらは転位組織と良い対応を示す。図 3-2-14 (a)(b) はいずれも *Cell structure* 形成の途中と思われる転位組織である。いずれにも *Dislocation loop* から成る発達した *Dislocation patch* が認められる。また特に同図 (a) においては *Dislocation dipole*, またそれから形成されたと思われる *Elongated dislocation loop array* が観察される。図 3-2-15 は (211) 面上 $[0\bar{1}1]$ 方向に明瞭に配列した転位組織である。そしてその方向は多分表面のすべり線のそれに一致しているものと思われる。転位は *Large ang-*

the tilt boundary に pile up している。図 3-2-16 から図 3-2-18 は $\sigma = 2.4 \text{ kg/mm}^2$, $N = 10^6$ のときの転位組織である。この段階では試験片表面の多くの場所にすでにマイクロクラックの形成が認められる。図 3-2-16 は薄膜にした後に Foil 面と傾いた面に形成された Network とその Dislocation network が移動した後に形成された積層欠陥を示す。このようなフリンジは Ruffra¹⁹⁾ により報告されており、この場合疲労変形組織とは直接関係ない。しかしこのフリンジの向きから転位の配列方向を知ることが出来る。図 3-2-17 (a)(b) には $\sigma = 2.4 \text{ kg/mm}^2$ における疲労過程中最も転位密度が高い状態に属する転位組織を示す。複雑に Tangle した転位とともに、かなり Cell に近い Dislocation patch が観察される。この応力段階ではマトリックスにおいては不明瞭な Cell structure を形成する。この状態を疲労過程中の最終的転位組織と考えてよい。粒界近傍において発達した Band structure が図 3-2-18 に見られる。また同図には Dislocation dipole およびそれが Pinching off して形成されたと思われる Elongated dislocation loop が認められるが、これは図 3-2-14 (a) の場合と同様、良く知られている Johnston, Gilman²⁰⁾ の機構により形成されたものであろう。Band の中には Dislocation loop からなる Dislocation patch が認められる。

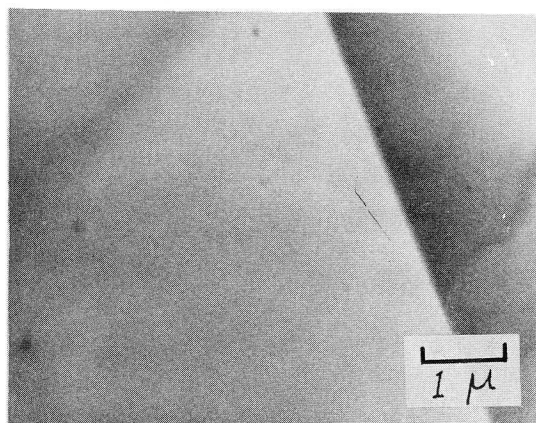
以上破断繰返し数が約 1.3×10^6 と予想される低応力 $\sigma = 2.4 \text{ kg/mm}^2$ の疲労過程中的転位組織を詳細に観察してきた。その結果をここでまとめておこう。繰返し応力に伴う転位組織の変化は次のようになる。初期における Dislocation bundle (図 3-2-8 (b)) は次に Fragmentation²¹⁾ を起し次第に Band structure を形成するようになる。



(a)



(b)

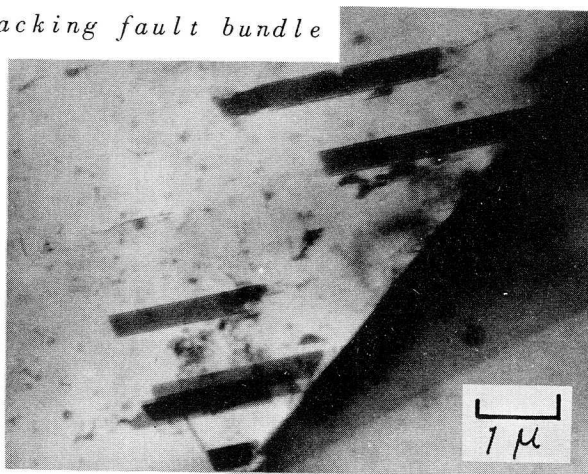


(c)

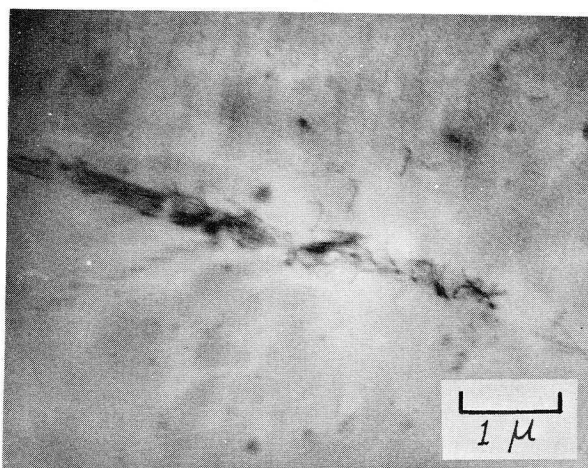
図 3-2-7 疲労試験前の内部組織

Stacking fault bundle

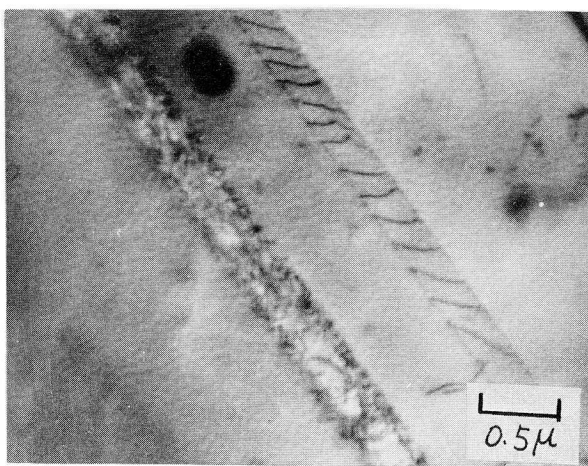
Grain boundary



(a)

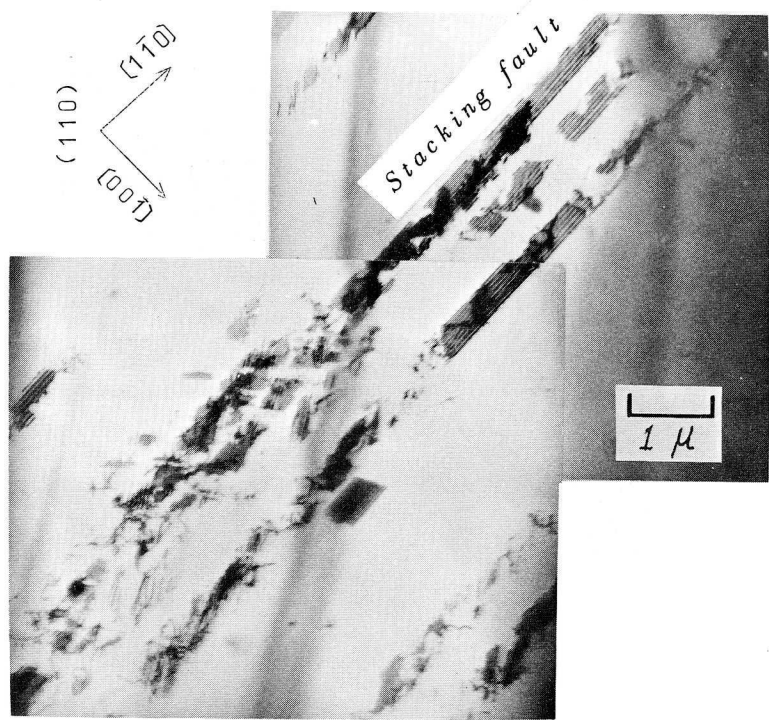


(b)

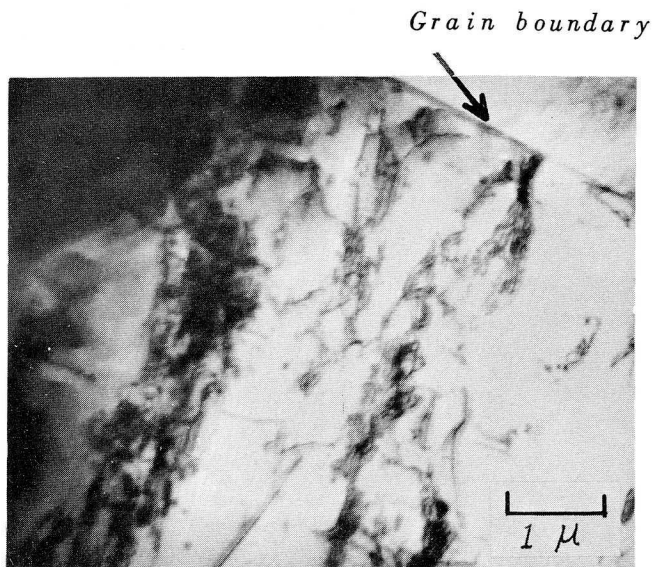


(c)

図3-2-8 低応力疲労過程中的転位組織, $\sigma = 24 \text{ kg/mm}^2$, $N = 10^4$

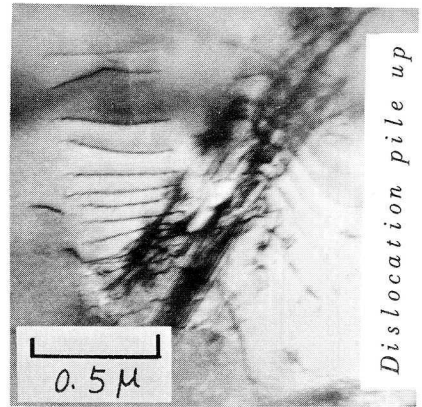


(a)

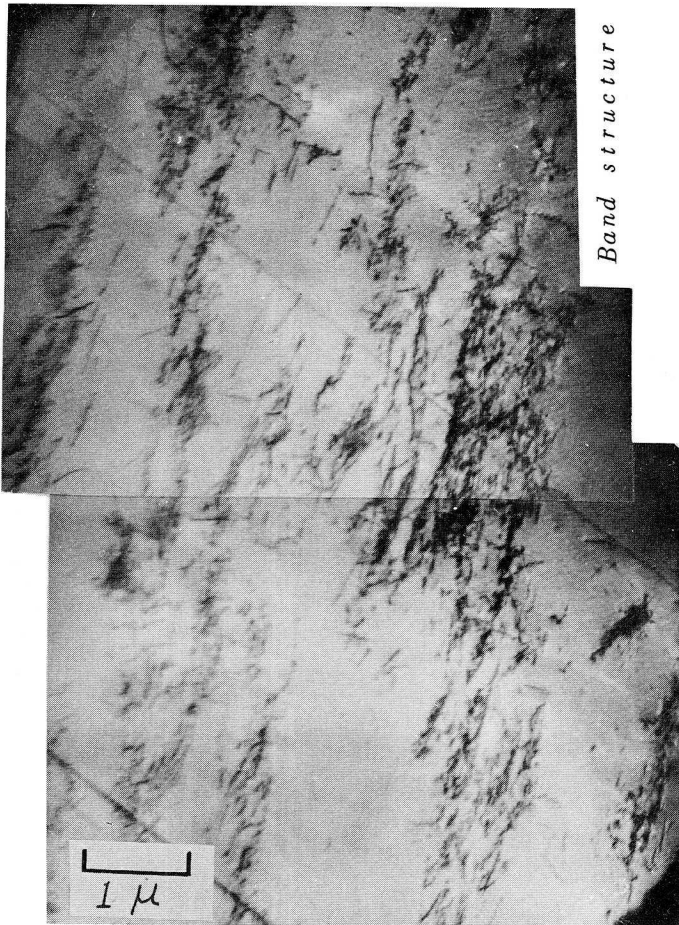


(b)

図3-2-9 低応力疲労過程中的転位
組織 $\sigma = 24 \text{ kg/mm}^2$, $N = 10^5$



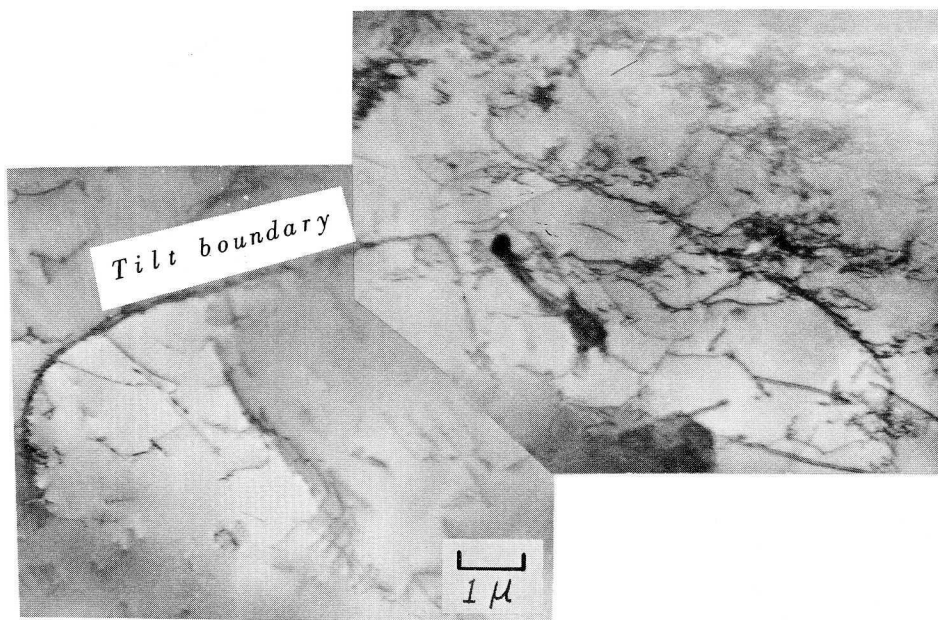
(C)



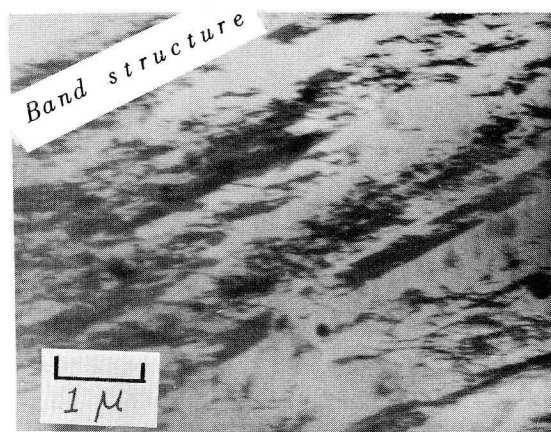
(d)

図3-2-9 低応力疲労過程中的転位組織

$$\sigma = 24 \text{ kg/mm}^2, \quad N = 10^5$$



(a)



$[111]$
(b)

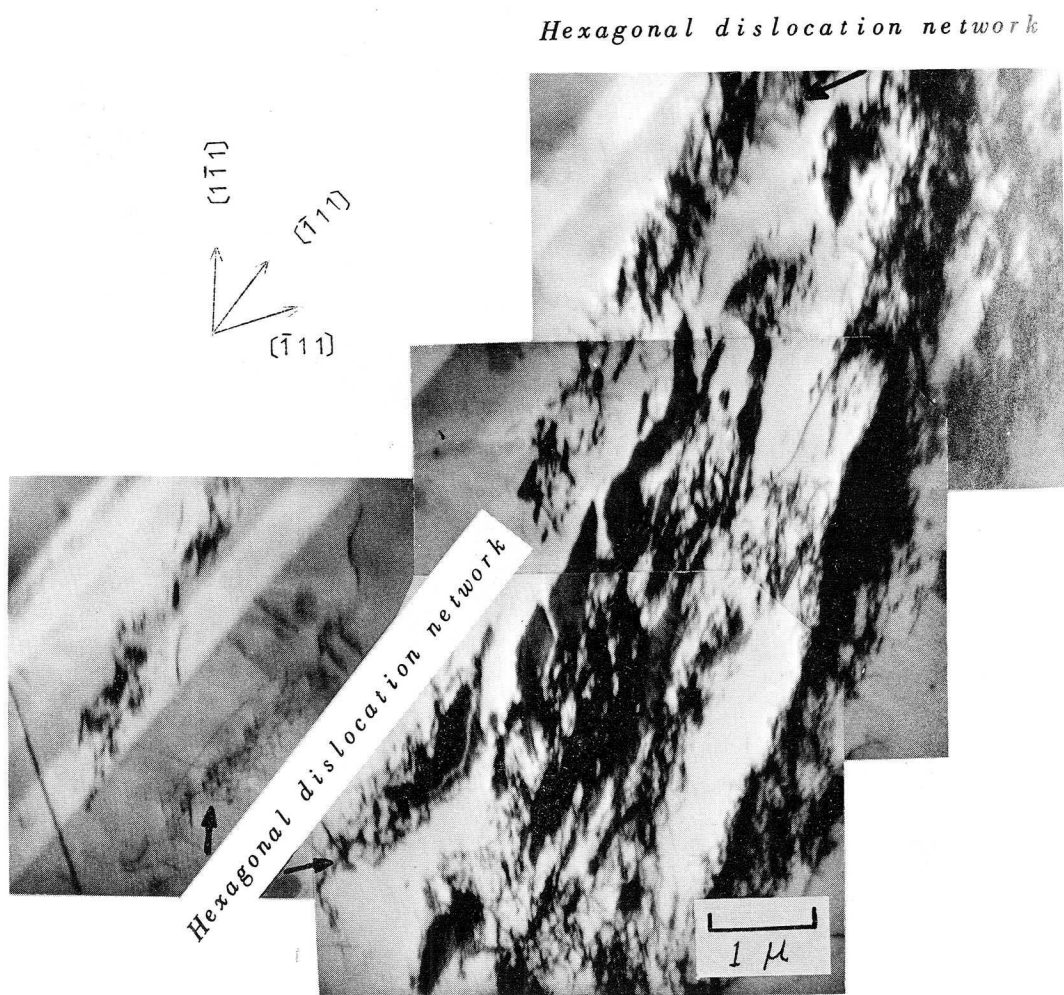
Hexagonal dislocation network



(c)

図3-2-10 低応力疲労過程中的転位組織

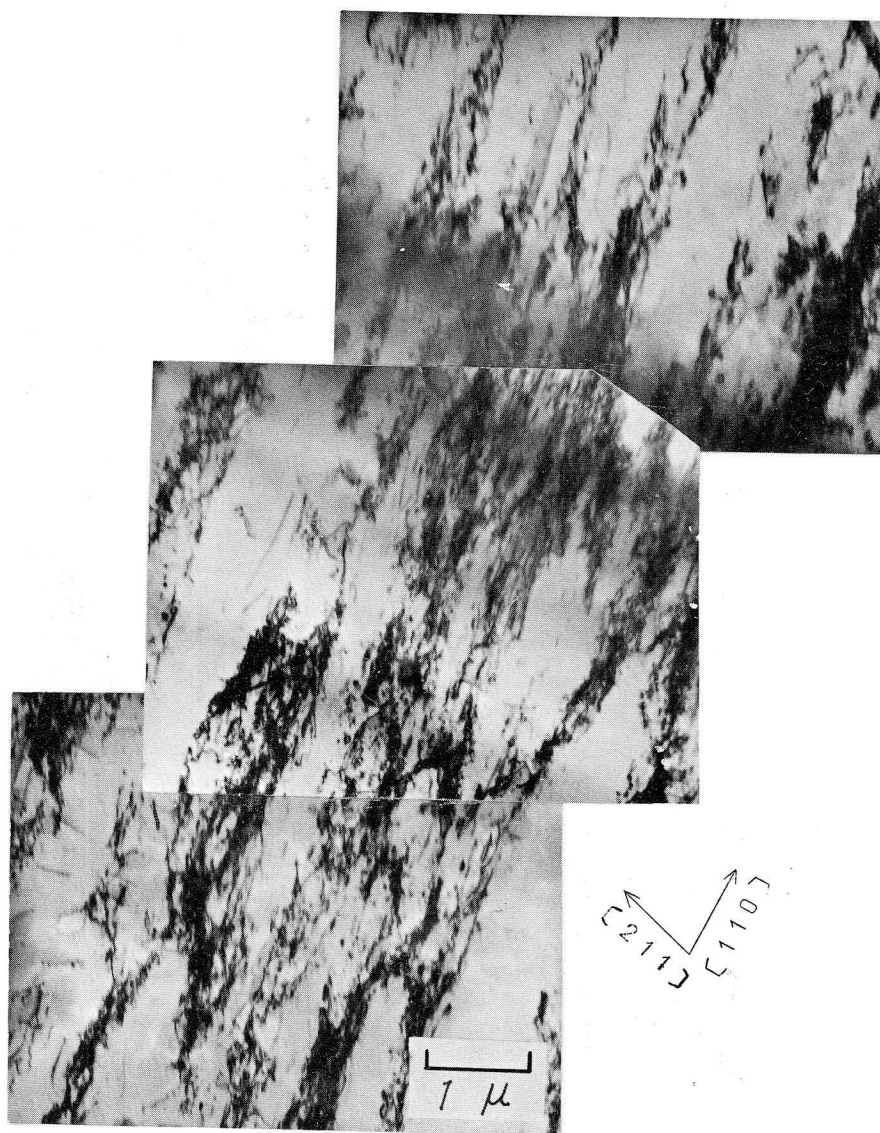
$$\sigma = 2.4 \text{ kg/mm}^2, N = 4 \times 10^5$$



(a)

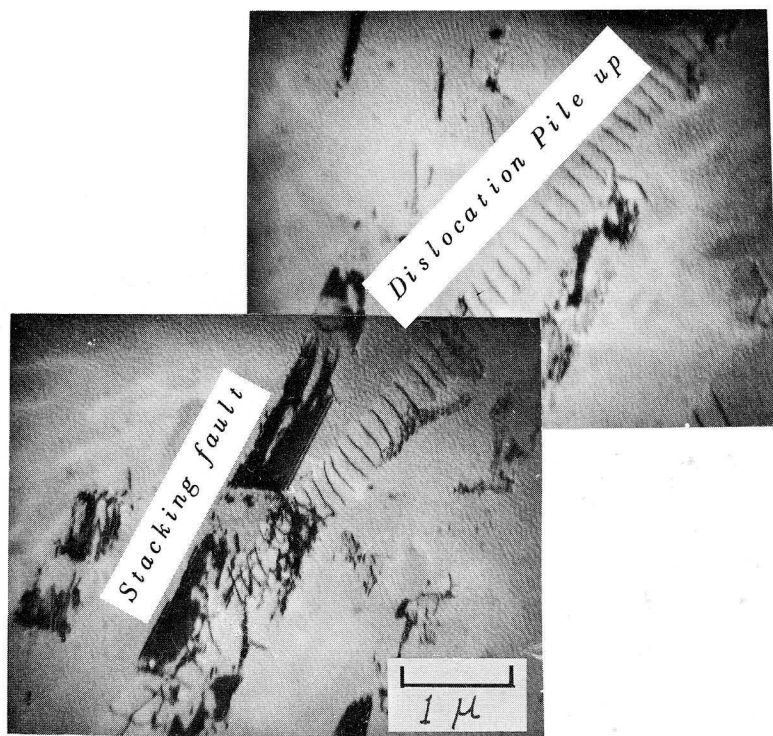
図 3-2-11 低応力疲労過程に形成された *Band structure*

$$\sigma = 24 \text{ kg/mm}^2, \quad N = 7 \times 10^5$$

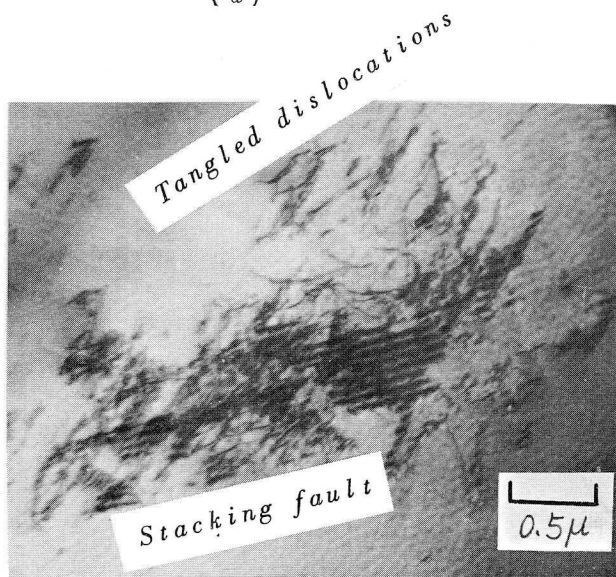


(b)

図 3-2-11 低応力疲労過程中に形成された Band structure
 $\sigma = 24 \text{ kg/mm}^2$, $N = 7 \times 10^5$

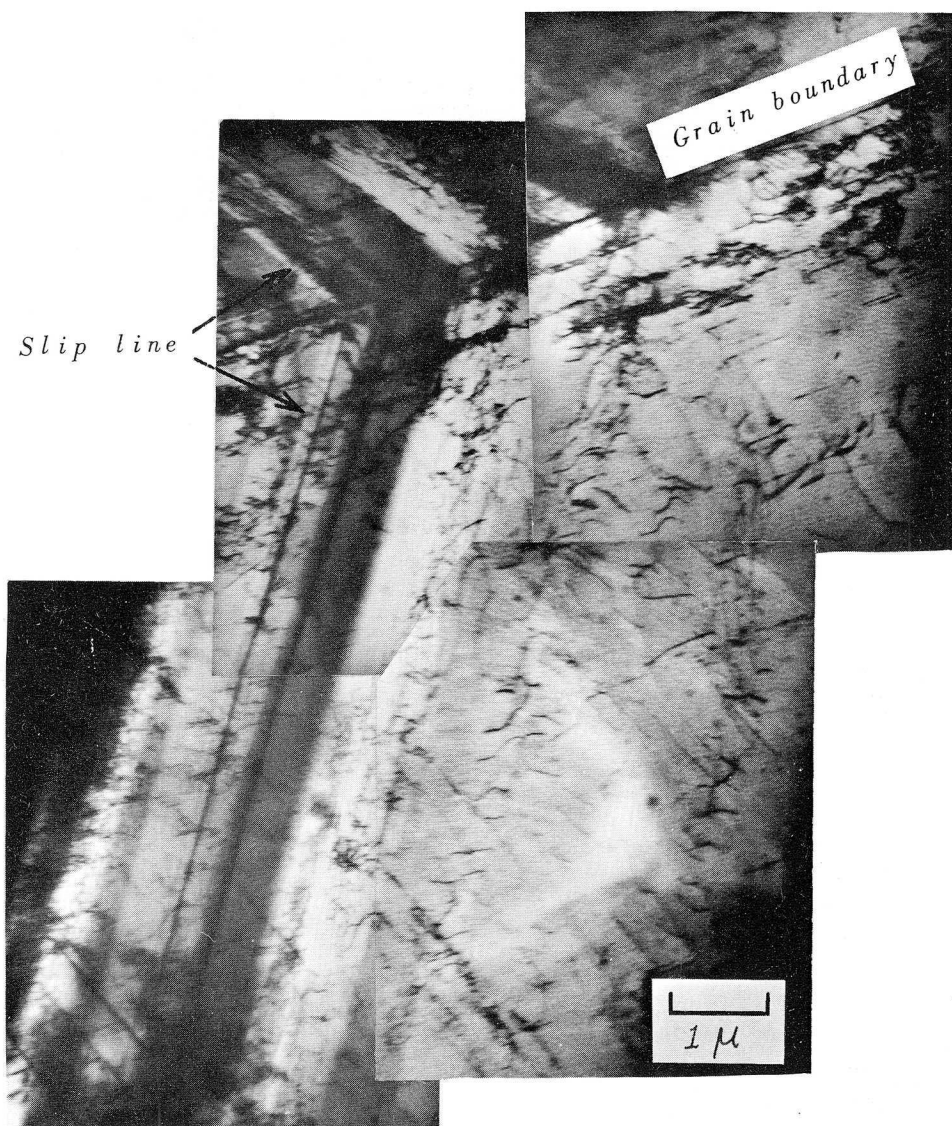


(a)



(b)

図3-2-12 低応力疲労過程に形成された積層欠陥とそれにかさんだ転位群
 $\sigma = 2.4 \text{ kg/mm}^2$, $N = 7 \times 10^5$



(a)

図 3-2-13 低応力疲労過程中における結晶粒界近傍の転位組織

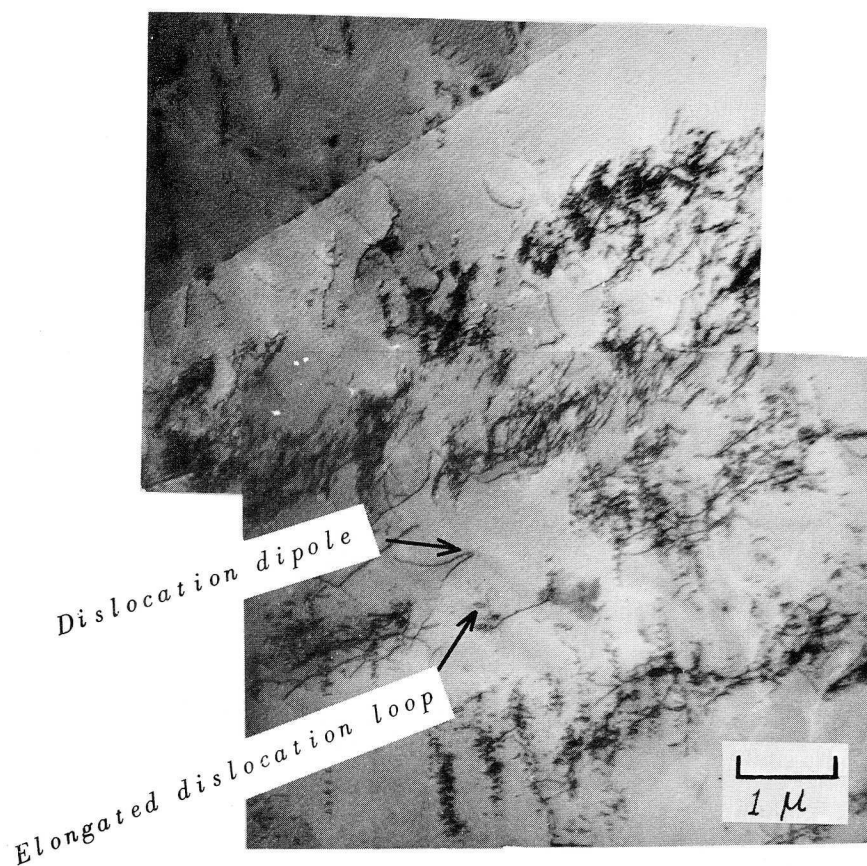
$$\sigma = 24 \text{ kg/mm}^2, \quad N = 7 \times 10^5$$



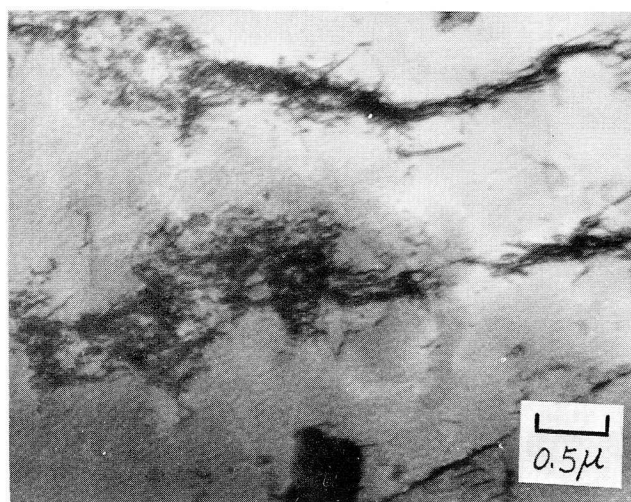
(b)

図 3-2-13 低応力疲労過程における結晶粒界近傍の転位組織

$$\sigma = 24 \text{ kg/mm}^2, N = 7 \times 10^5$$



(a)



(b)

図 3-2-14

低応力疲労過程中的転位組織

$$\sigma = 2.4 \text{ kg/mm}^2, \quad N = 7 \times 10^5$$

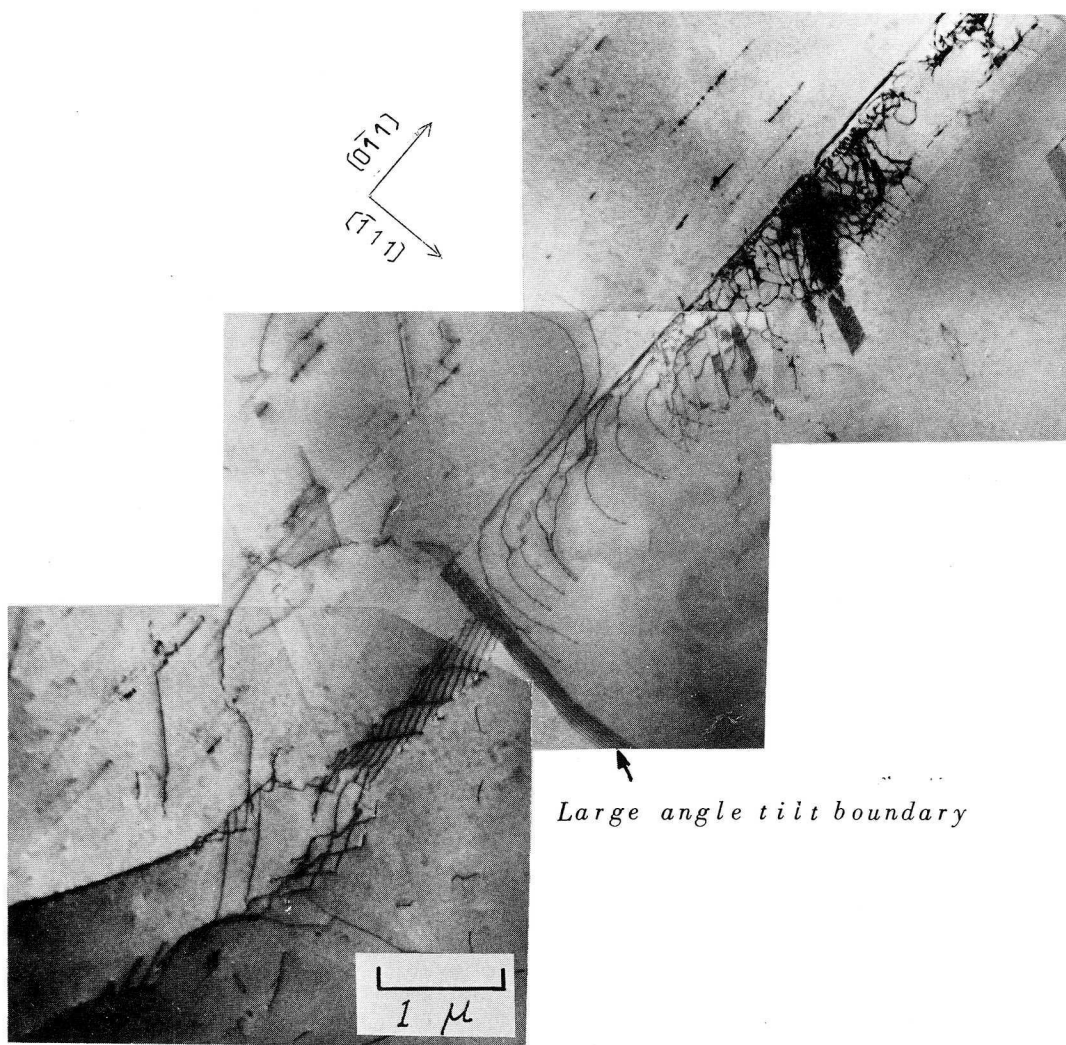


図 3-2-15 低応力疲労過程中的転位組織

$$\sigma = 2.4 \text{ kg/mm}^2, N = 7 \times 10^5$$

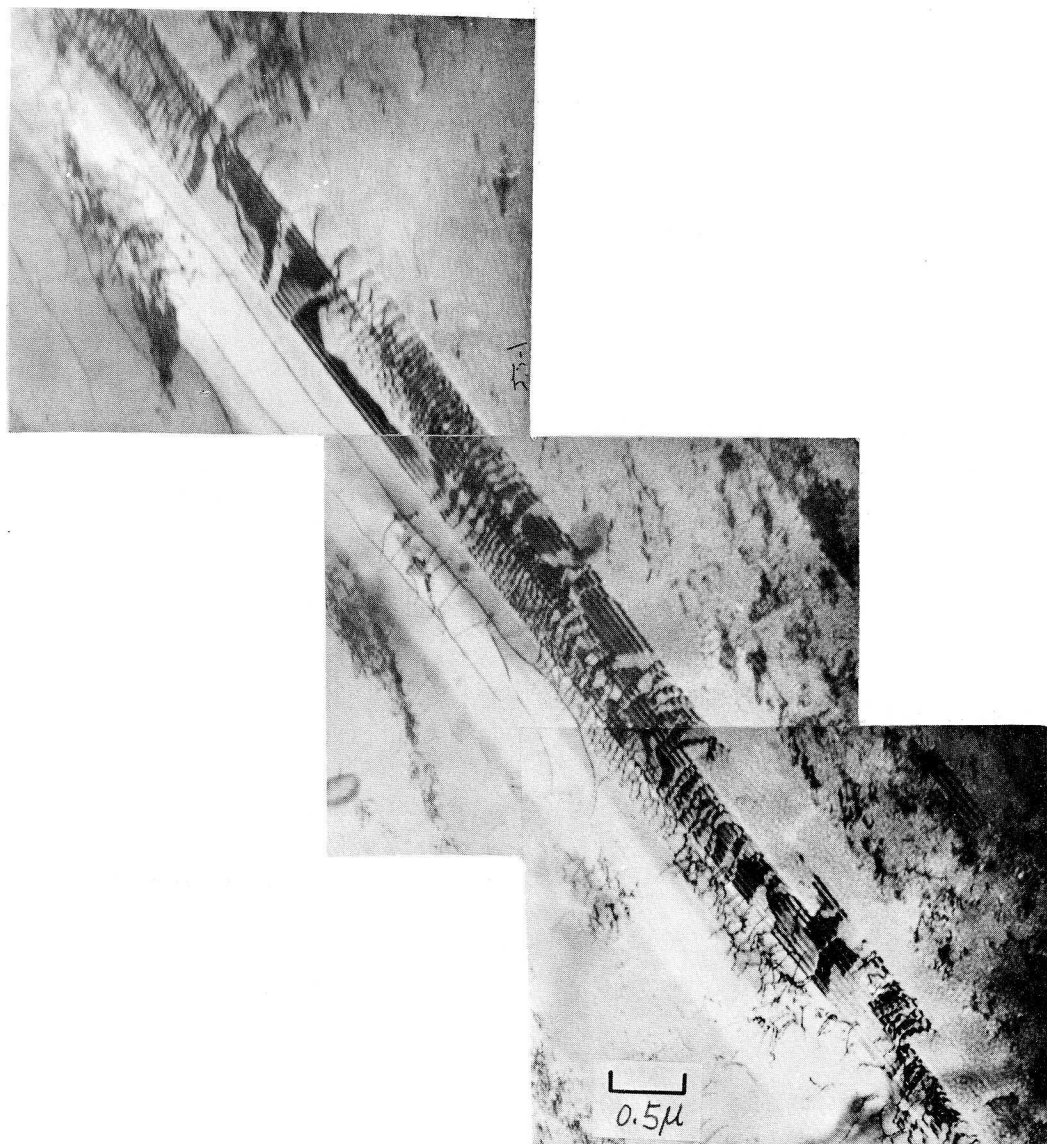
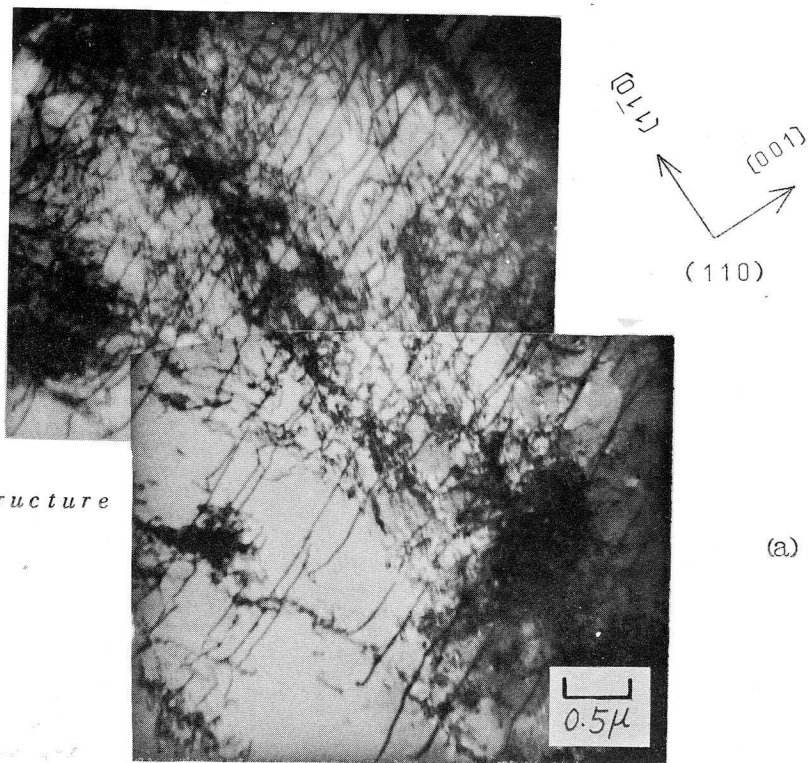
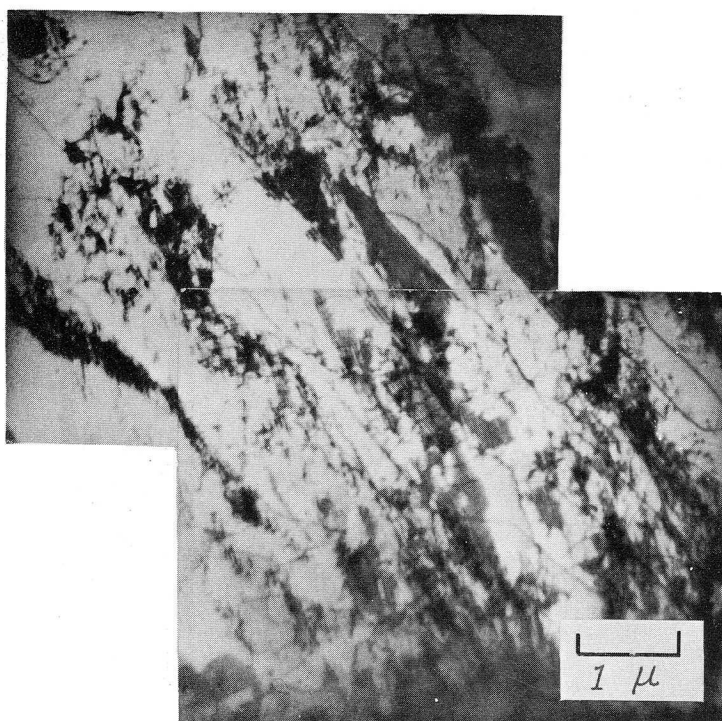


図3-2-16 低応力疲労過程中的転位組織
 $\sigma = 2.4 \text{ kg/mm}^2$, $N = 10^6$

Cell structure



(a)



(b)

図 3-2-17 低応力疲労過程中的転位組織
 $\sigma = 2.4 \text{ kg/mm}^2$, $N = 10^6$



図 3-2-18 低応力疲労過程中に形成された, 発達した

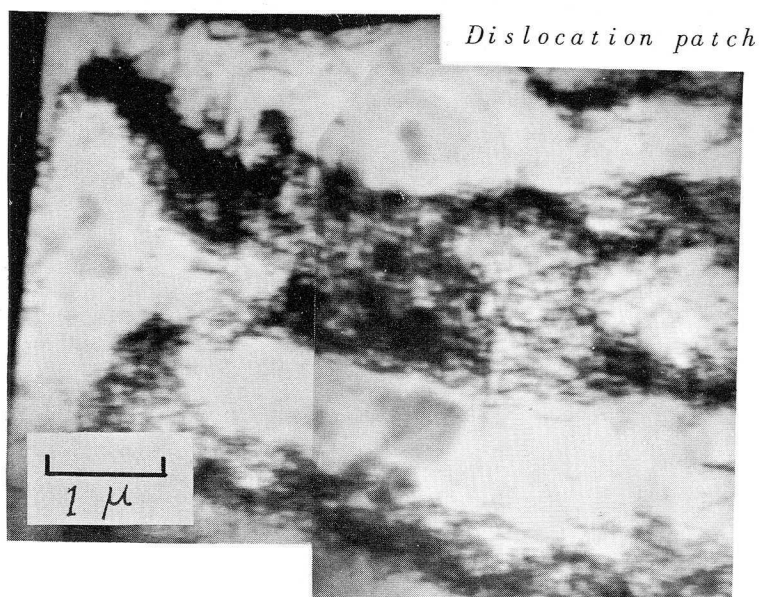
Band structure

$$\sigma = 2.4 \text{ kg/mm}^2, N = 10^6$$

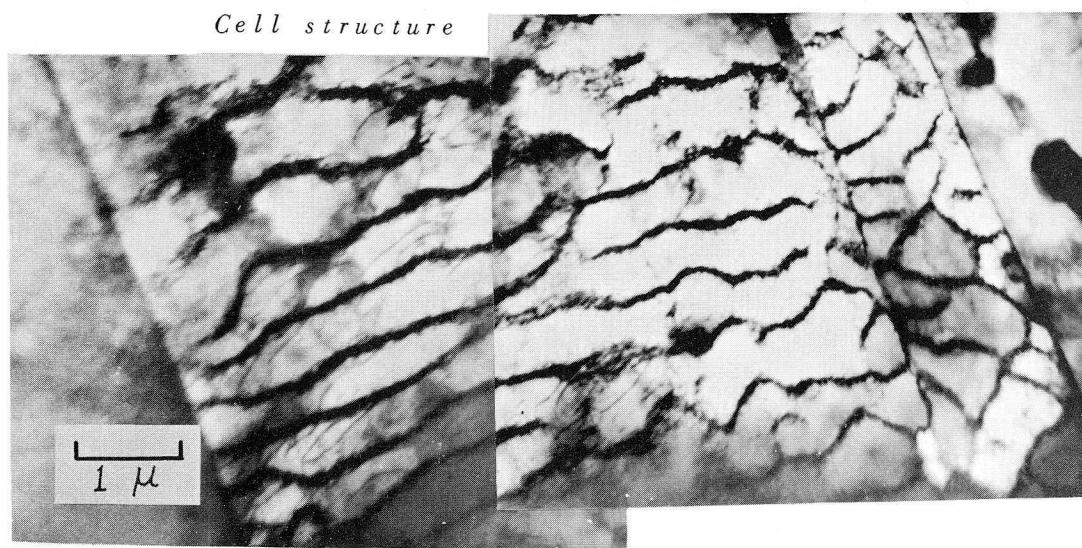
これは特に繰返し変形の初期に積層欠陥を生じた場合はこれにもつれるような形で成長する (図 2-3-9(a))。そしてその方向は主すべり面である $\{111\}$ 面の *Trace* の方向に一致する。 $N = 10^5$ ですでにこの *Band* 内には *Elongated dislocation loop* が認められる。(図 3-2-9(b)(d))。その後の疲労過程はこの *Band structure* の発達に費やされている。すなわち *Band* を構成するジョグやキンクを含む複雑に *Tangle* した転位は次第にその転位密度を増し、また *Dislocation loop* の数も増加する (図 3-2-11(a), (b), 図 3-2-18)。またこの過程で *Dislocation dipole* がしばしば観察される (図 3-2-14(a), 図 3-2-18)。 $N = 10^6$ になるとこの *Band* の方向性がかなり乱れその形状はかなり *Cell* に近くなる (図 3-2-17(a), (b))。試験片の多くの場所にすでにマイクロクラックが発生しているこの最終的状态においては $\sigma = 24 \text{ kg/mm}^2$ におけるマトリックスにおける転位組織は不明瞭ながらも *Cell structure* を示す。

次に $\sigma = 36 \text{ kg/mm}^2$, $N_f \approx 1.3 \times 10^5$ の高応力疲労過程中的の転位組織を示そう。この場合は 5×10^3 というきわめて初期で非常に発達した *Band Structure* (図 3-2-19(a)) が認められ、それは主として多数の *Dislocation loop* から構成されている。またレプリカ電子顕微鏡観察から複雑な変形形態が確かめられた双晶境界近傍ではすでに明瞭な *Elongated subgrain* が観察される (同図(b))。なお結晶粒内においては同図(a)の組織が代表的である。高応力疲労の初期における *Band structure* は低応力疲労の初期におけるそれが明らかな一次元的な方向性を持つのに比較するとかなり二次元的である。図 3-2-20~図 3-2-22 は $N = 10^4$ における転位組織を示す。図 3-2-20 は *Dislocation loop* の *Patch* である。*Band structure* から *Cell* への移行期にある組織かと思われる。

図3-2-21は疲労変形により生じた *Stacking fault bundle*^{22), 23)} である。粒界近傍に形成された不完全な *Subgrain* を図3-2-22(a)(b)に示す。隣同志の *Band structure* が互に *Link up* して *Elongated subgrain* を形成しつつある。図3-2-23(a)(b)は $N = 2 \times 10^4$ のときの粒界近傍の *Subgrain* を示す。同図(b)はその一部の拡大写真で、これより *Cell wall* は非常に細い *Dislocation loop* の集合体であることがわかる。図3-2-22における *Cell wall* にかんがりの *Dislocation tangle* が観察されたことからすると *Cell wall* は応力繰返し数とともに *Loop* で構成される割合が増すものと考えられる。*Cell wall* の配列方向は $\{100\}$, $\{110\}$, $\{111\}$ 面といった低次の面にそう傾向が強いことが報告されている。²³⁾ この場合 *Foil* 面は (110) 面で、*Cell wall* は主として $[1\bar{1}0]$, $[11\bar{2}]$ 方向に沿っていることはこのことを裏付けるものである。 $N = 4 \times 10^4$ における転位組織を図3-2-24(a)(b), 図3-2-25に示す。図3-2-24は粒界近傍における組織であるが、*Subgrain* はますます明瞭な形を整えてくること認められる。そして *Cell wall* が細い *Dislocation loop* から成っているのは図3-2-23の場合と同じである。一方結晶粒内における転位組織が図3-2-25に示されている。粒内における組織は粒界近傍におけるそれとかなり異なり *Subgrain* は形成されていない。*Band structure* から *Cell structure* への過渡期にあり *Dislocation loop* に混ってかなりの *Dislocation tangle* が認められる。図3-2-26, 図3-2-27は $N = 10^5$ における転位組織である。この段階においては試験片に多数のマイクロクラックが発生しており、その転位組織には粒界(図3-2-26)のみならず粒内においてもかなり明瞭な *Cell structure* が認められる(図3-2-27(a)(b))。



(a)



(b)

図3-2-19 高応力疲労過程に形成された転位組織. $\sigma = 3.6 \text{ kg/mm}^2$, $N = 5 \times 10^3$

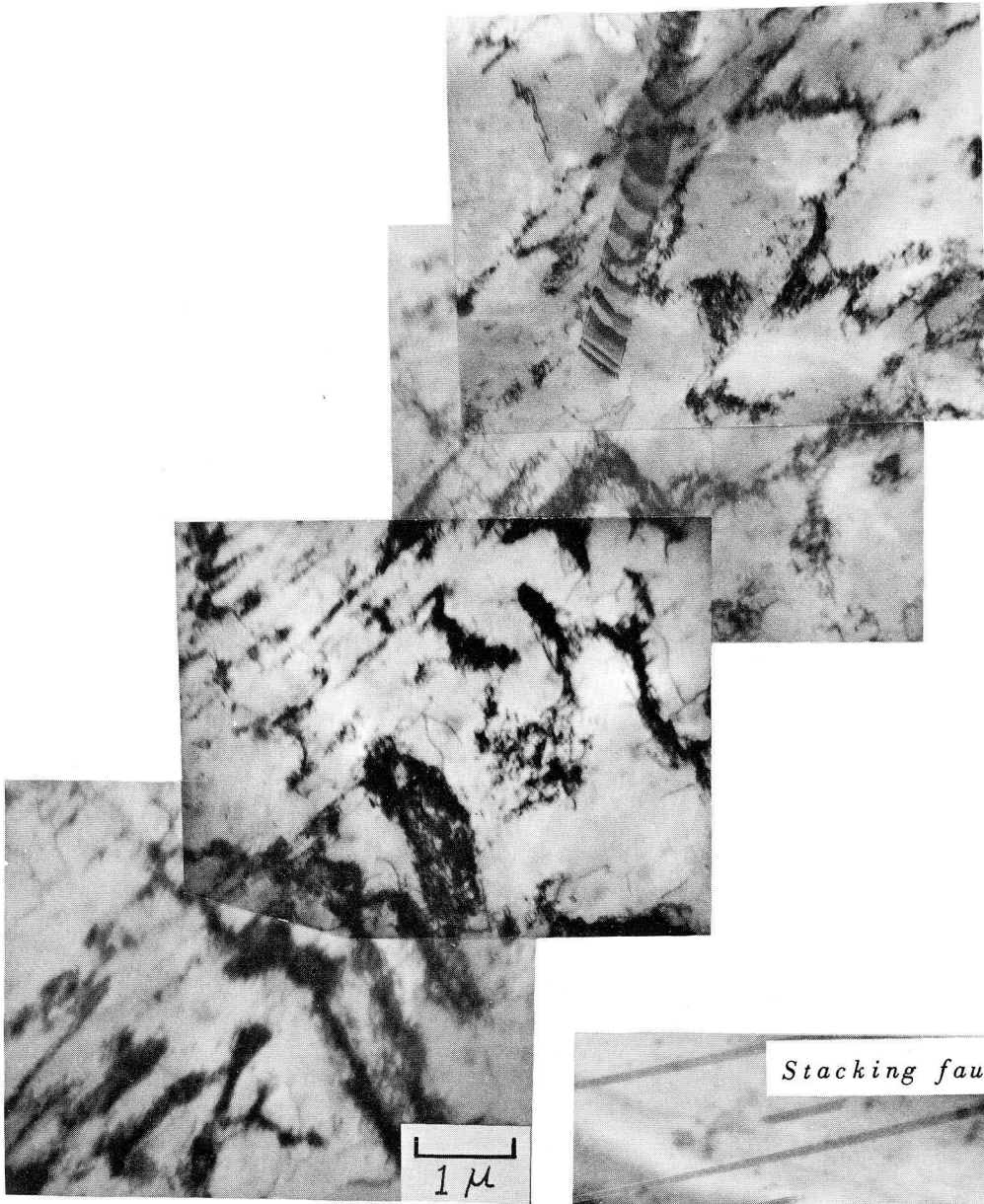


図 3-2-20 高応力疲労過程中的転位組織

$\sigma = 3.6 \text{ kg/mm}^2$

$N = 10^4$

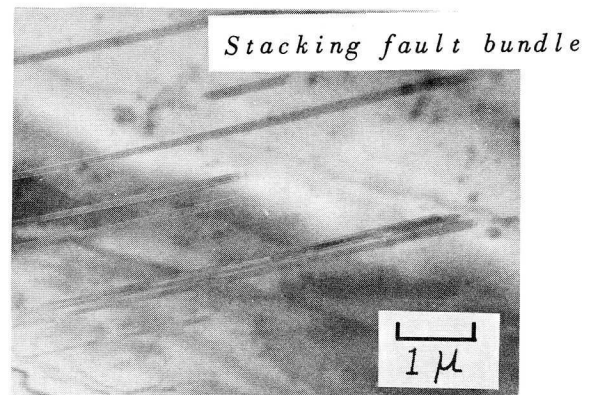
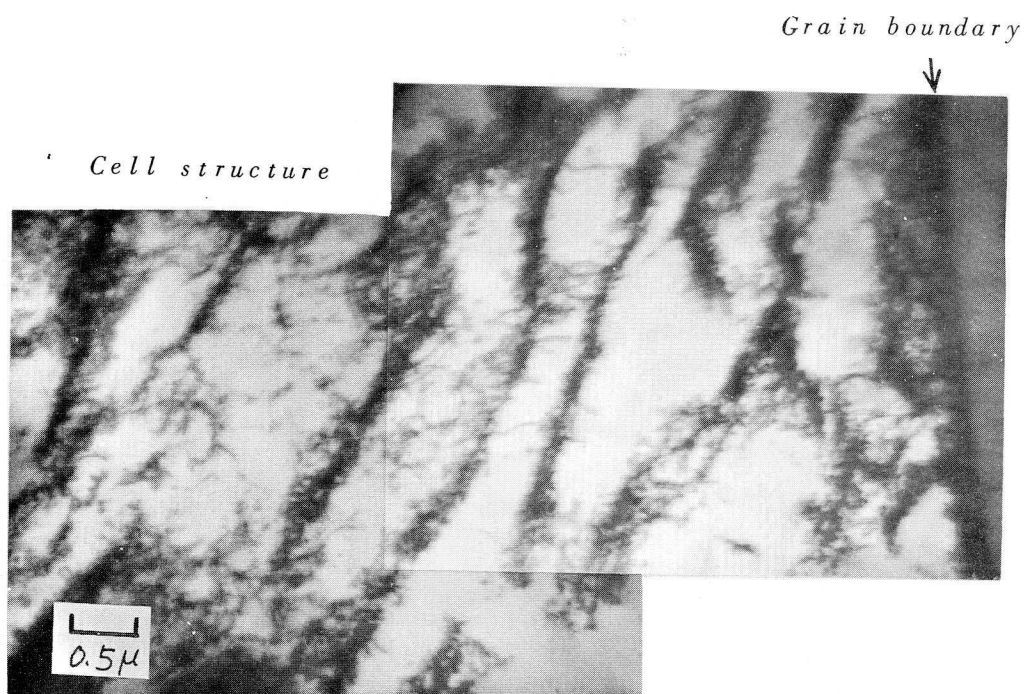


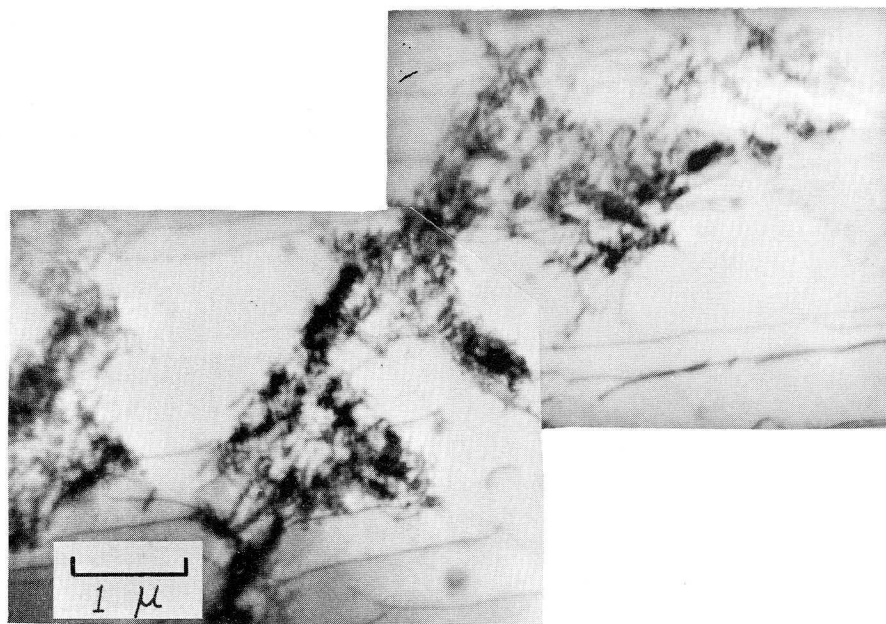
図 3-2-21 高応力疲労過程中的転位組織

$\sigma = 3.6 \text{ kg/mm}^2$

$N = 10^4$



(a)



(b)

図3-2-22 高応力疲労過程中的転位組織
 $\sigma = 36 \text{ kg/mm}^2$, $N = 10^4$

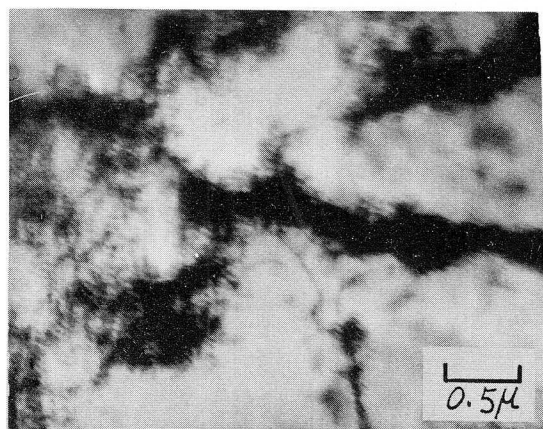
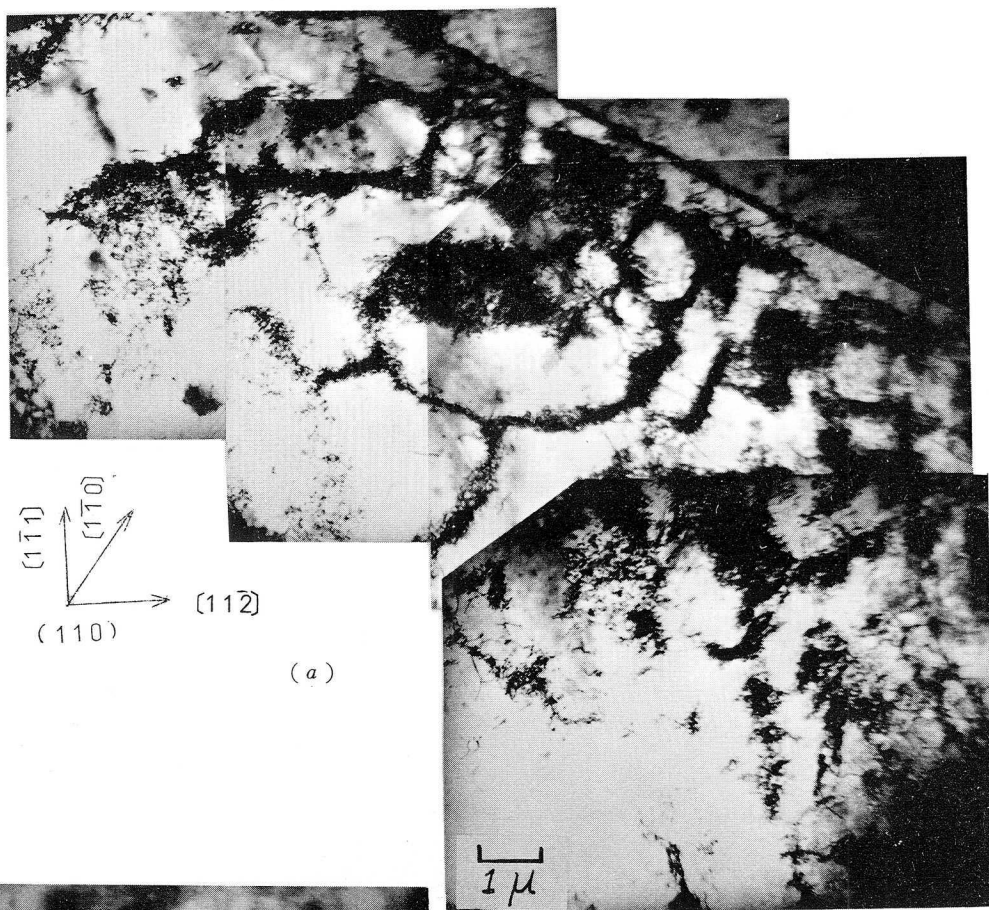
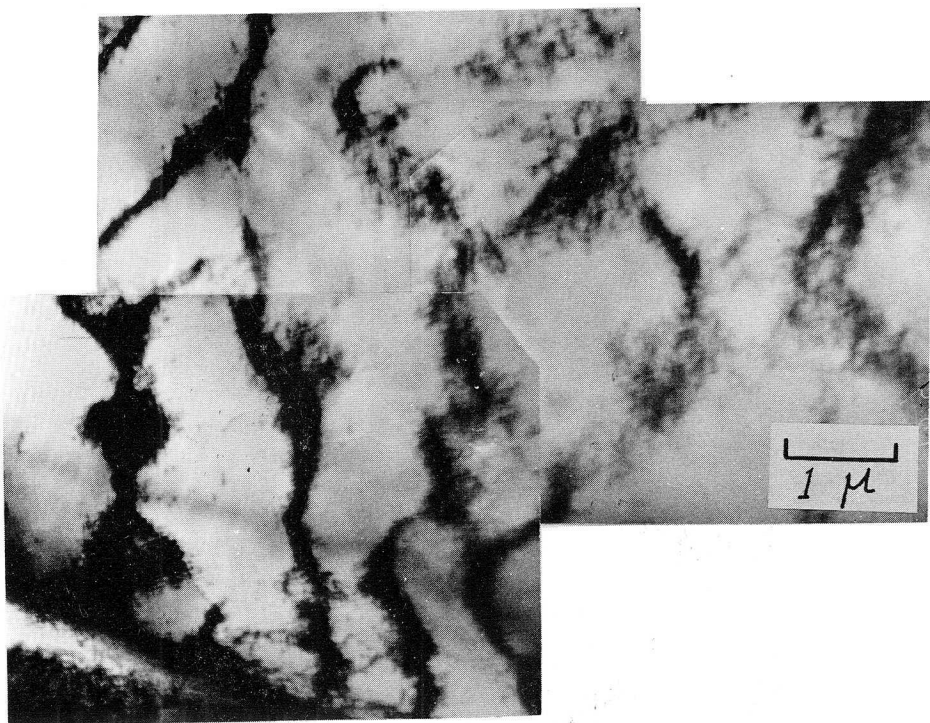
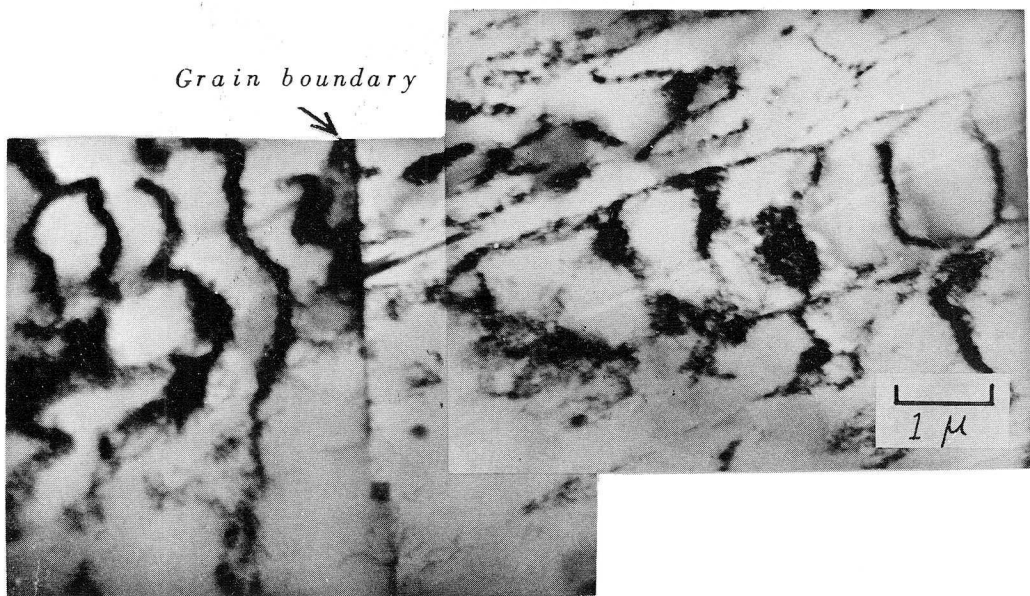


図 3-2-23 高応力疲労過程中に形成された結晶粒界近傍
の cell structure
 $\sigma = 36 \text{ kg/mm}^2$, $N = 2 \times 10^4$



(a)



(b)

図3-2-24 高応力疲労過程に形成された Cell structure
 $\sigma = 3.6 \text{ kg/mm}^2$, $N = 4 \times 10^4$



図 3-2-25 高応力疲労過程中的転位組織

$$\sigma = 36 \text{ kg/mm}^2, N = 4 \times 10^4$$

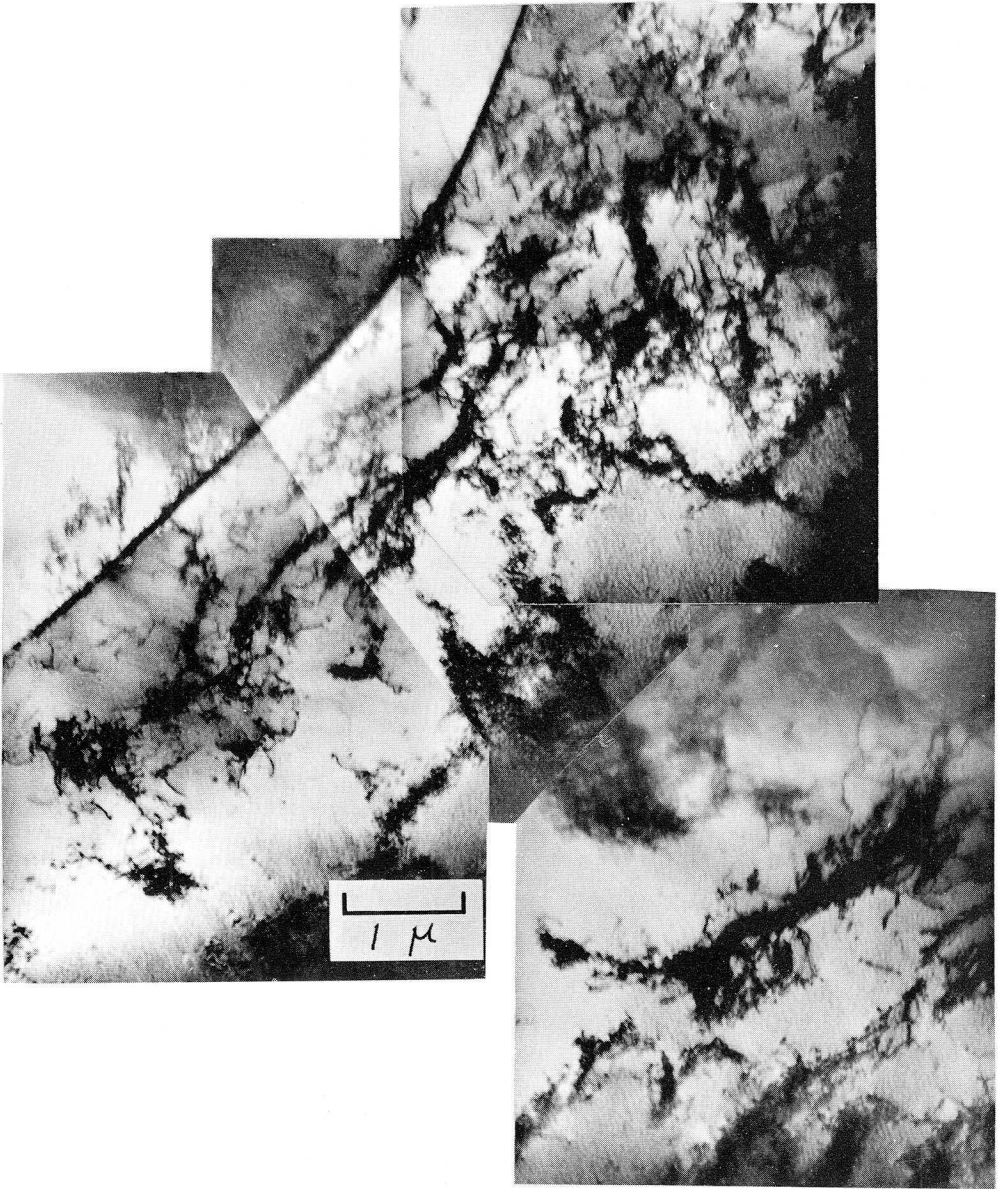


図 3-2-26 高応力疲労過程中，結晶粒界近傍に形成された
 Cell structure
 $\sigma = 36 \text{ kg/mm}^2$, $N = 10^5$

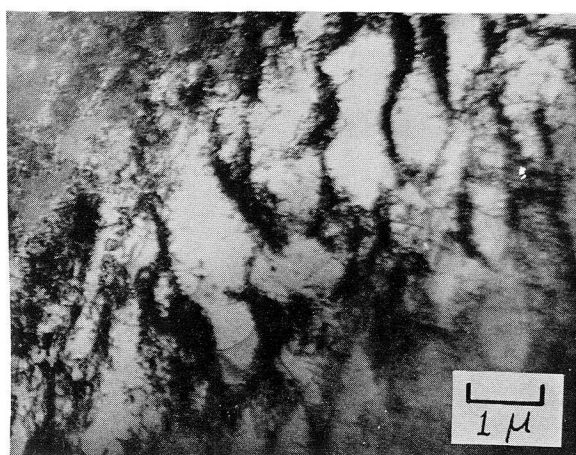
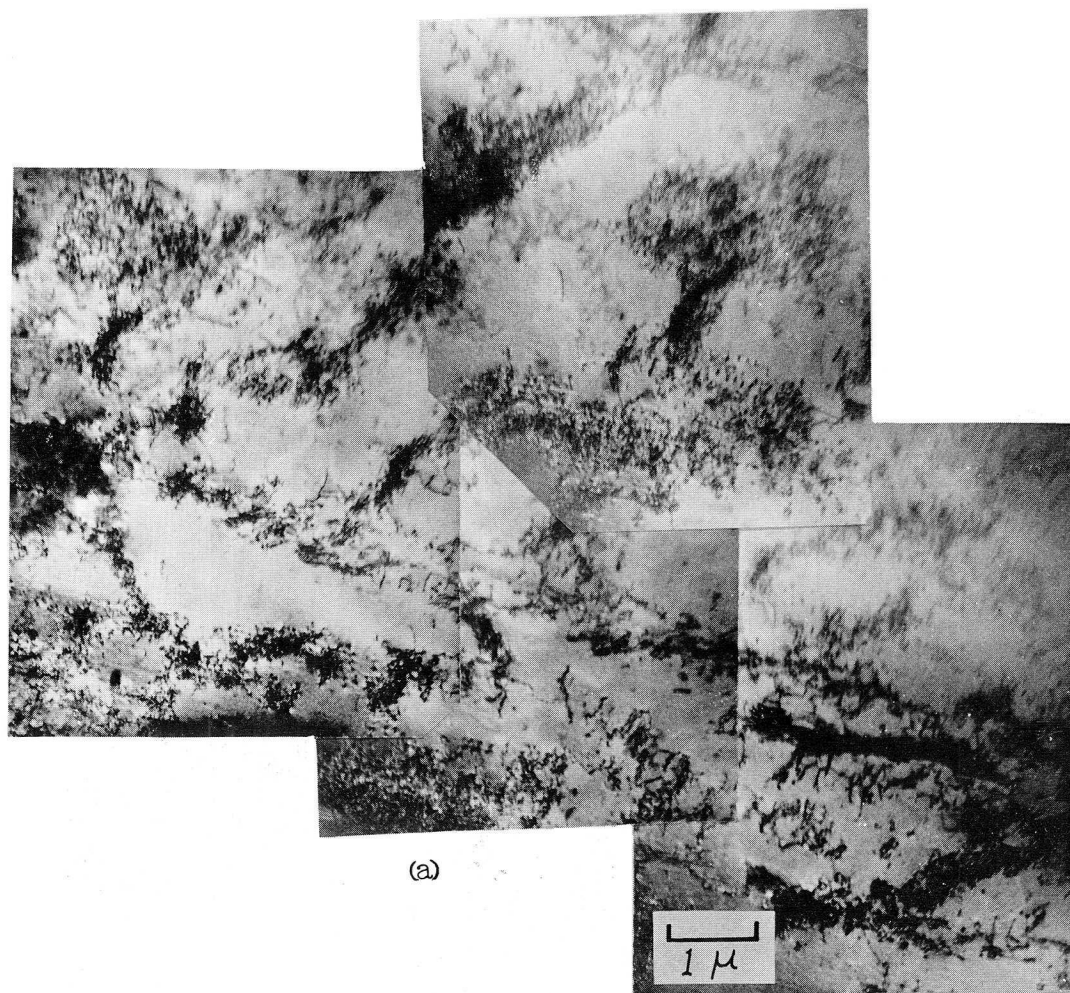
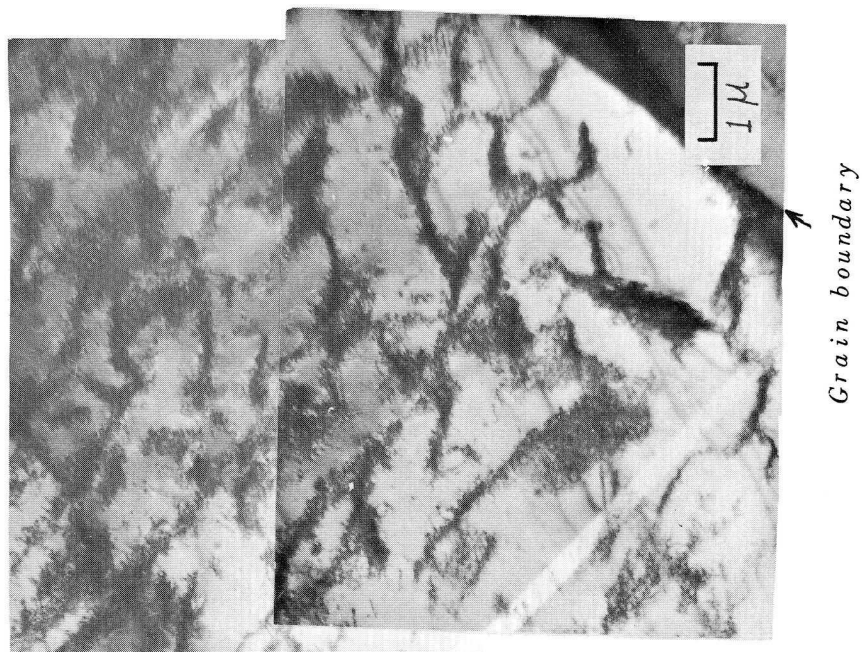


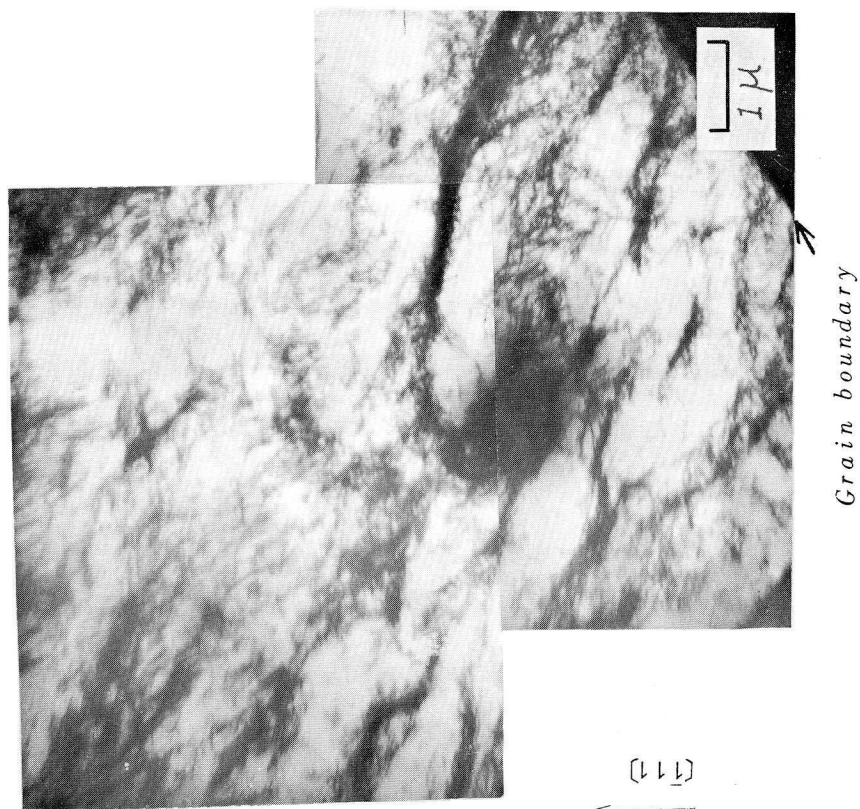
図 3-2-27 高応力疲労過程中，結晶粒内に形成された Cell structure
 $\sigma = 3.6 \text{ kg/mm}^2$ ， $N = 10^5$

以上高応力における疲労過程中的転位組織を通観してきたが、その結果をまとめると次のようになる。高応力疲労の場合は低応力疲労の場合と異なり $N = 10^3$ の極めて初期のうちに結晶粒界近傍に *Elongated cell structure* が形成される (図3-2-19(b))。しかし結晶粒内では主として *Dislocation loop* から成る発達した *Band structure* が支配的である。応力繰返し数の増加とともに結晶粒界近傍の *Cell structure* は明確な形をとるようになるとともに *Cell wall* における *Dislocation loop* の割合が増加する (図3-2-24(a)(b), 図3-2-26)。そして粒内の転位組織は *Band structure* から次第に *Cell structure* へ移行する形態を示し、多数のマイクロラックが観察される $N = 10^5$ では *Dislocation loop* から成るかなり明瞭な *Cell* を形成する (図3-2-27(a)(b))。以上のようにマトリックスにおける転位組織は、主として *Dislocation tangle* から成る *Band structure* を主体とする低応力疲労に比較して、高応力疲労では *Dislocation loop* から成る *Cell structure* が支配的であり両者の間にはかなりの差が認められる。

次に中心応力段階として $\sigma = 3.0 \text{ kg/mm}^2$ で $N_f \approx 3.6 \times 10^5$ と予想される条件で疲労試験を行ない、 $N = 3.1 \times 10^5$ のところで巨視的き裂が7mmに成長した試験片についてそのき裂の前方から採取された試料の観察結果について述べよう。図3-2-28(a)(b)は結晶粒界近傍の転位組織である。同図(a)においては *Dislocation loop* から成るかなり明瞭な *Cell structure* が認められるが(b)では *Joggy dislocation tangle* が多数認められ、*Band structure* から *Cell structure* への過渡期の組織と解釈すべきである。同図(a)における *Cell wall* が $[\bar{1}10]$ 、 $[001]$ 方向に沿う傾向が強いのはこの *Cell* が $[\bar{1}10]$ 方向に沿った *Band structure* から成長してきたことを示唆する。図3-2-29(a)(b)(c)は結晶粒内

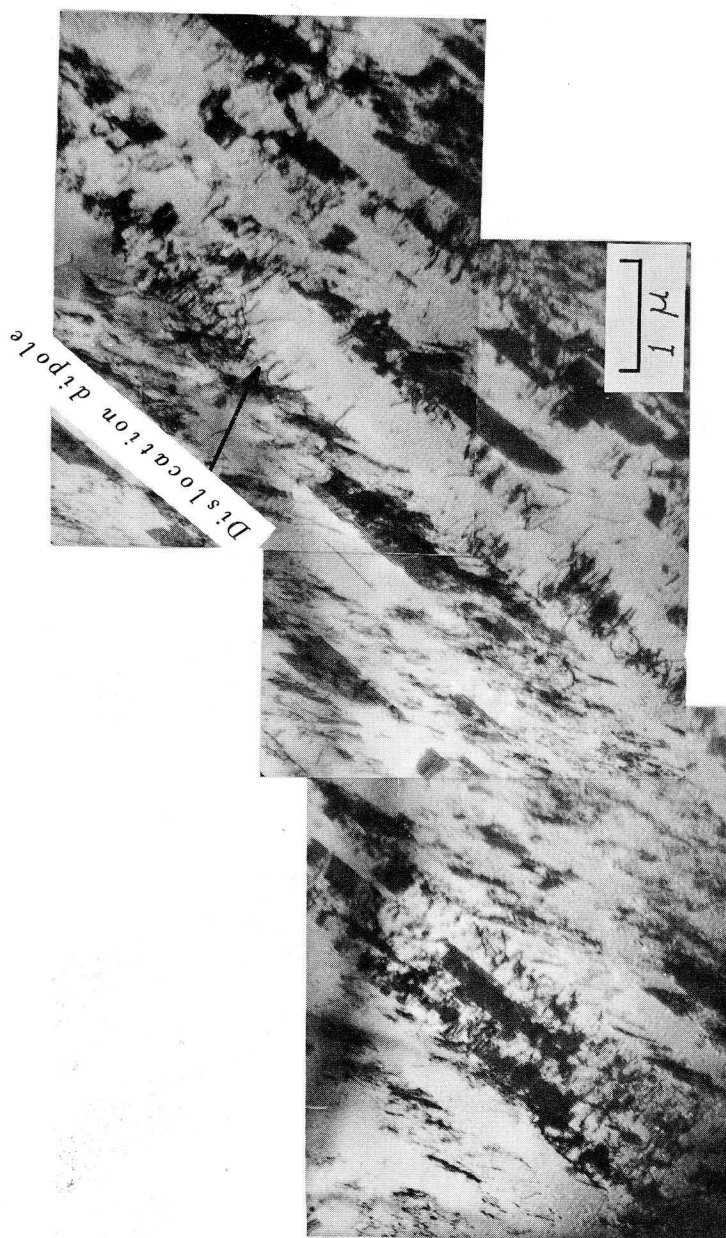


(a)



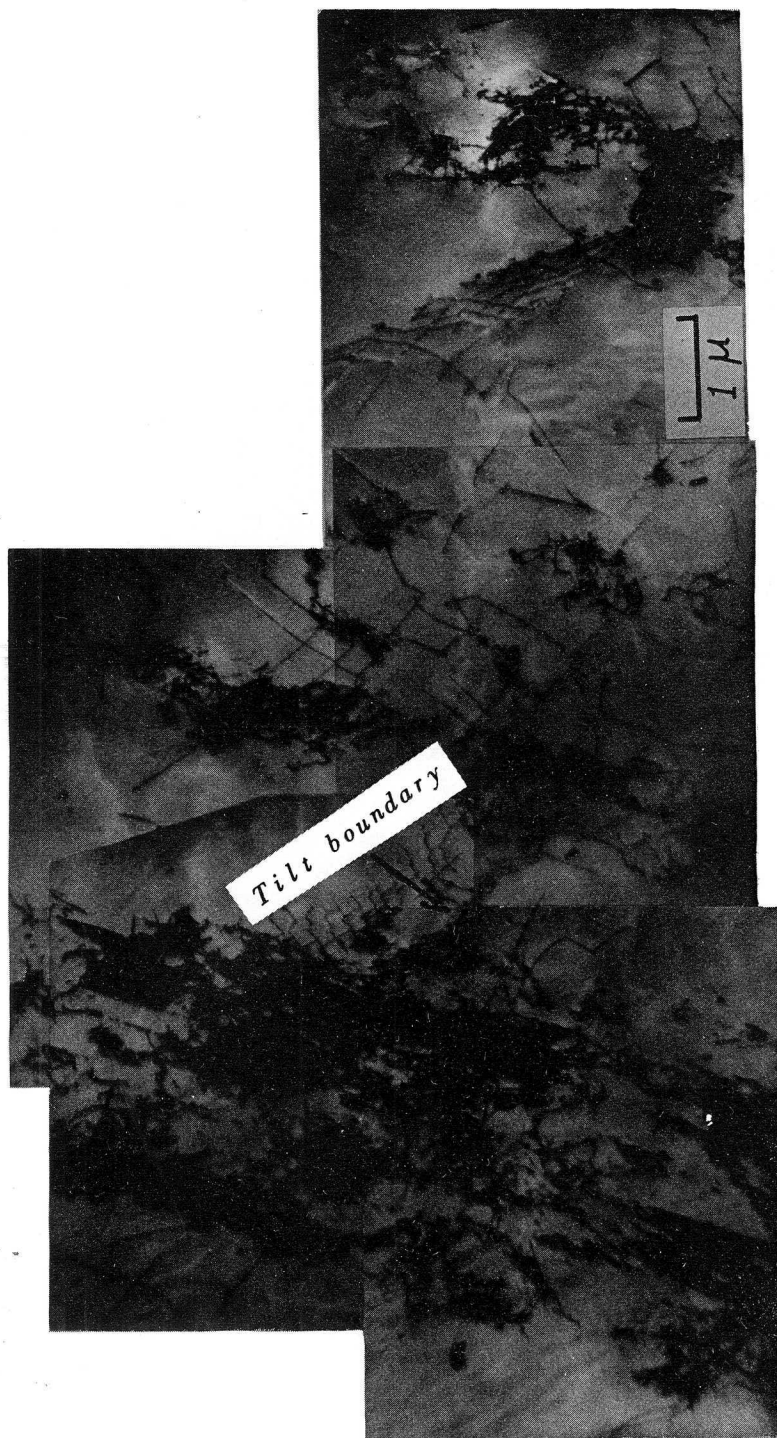
(b)

図 3-2-28 中心力段増疲勞過程中，結晶粒界近傍に形成された Cell structure
 $\sigma = 30 \text{ kg/mm}^2$, $N = 3.1 \times 10^5$



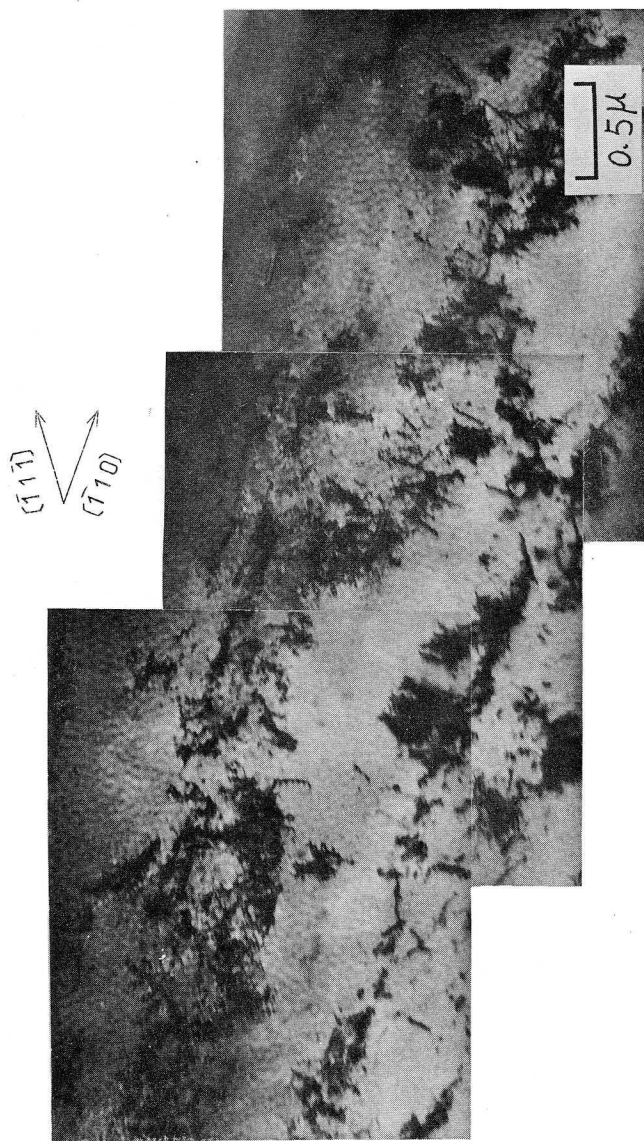
(a)

図 3 - 2 - 29 中応力段階疲労過程中的転位組織
 $\sigma = 30 \text{ kg/mm}^2$, $N = 3.1 \times 10^5$



(b)

図 3-2-29 中応力段階疲労過程中の転位組織
 $\sigma = 30 \text{ kg/mm}^2$, $N = 3.1 \times 10^5$



(c)

図 3-2-29 中心力段皆疲労過程中的転位組織
 $\sigma = 30 \text{ kg/mm}^2$, $N = 3.1 \times 10^5$

における *Band structure* である。図(a)では積層欠陥にからんだ転位が観察されるとともに *Band* の方向に対して直角方向にのびた *Dipole* およびその *Dipole* が *Pinching off* して形成されたと思われる *Elongated dislocation loop* が観察される。同図(b)は低応力疲労における図3-2-11(a)に示した転位組織と良く似ている。*Tilt boundary* や *Twist boundary* (23), (24) が認められるが、これは後の過程において *Cell structure* を形成するとき重要な役割を果すのであろう。このように図(a)(b)の転位組織は低応力型に似ていることがわかる。それに対して同図(c)は *Dislocation loop* の数が多いこと、それに *Band* の方向性がかなり不明瞭になり *Cell structure* への移行期にあると思われることなどから例えば図3-2-20の組織との類似性が認められ、むしろ高応力型に属する。

以上の中応力段階における結晶粒界近傍、および結晶粒内における転位組織観察結果から、中応力段階では転位組織も低応力型と高応力型の両方の性質を合わせ持つことが判明した。

3-2-4 マイクロクラック先端のマルテンサイトと転位組織

疲労き裂先端部分のレプリカ電子顕微鏡観察からその部分にマルテンサイトと思われる盛り上がりが確かめられた。これを更に詳細に検討するために疲労き裂先端部分の電子顕微鏡直接観察を試みた。なお、いわゆる巨視的き裂先端の直接観察はその部分の薄膜の製作が技術的に困難であるため事実上不可能である。そこで本試験においてはマイクロクラック先端近傍の転位組織を観察し、その結果から巨視的き裂先端部分の変形組織を類推する方法を採用した。また、この結果から疲労き裂発生過程における変形組織が詳細に検討出来るのはもちろんのことである。まず始めにその観察結果について述

べよう。

$\sigma = 38 \text{ kg/mm}^2$ の高応力疲労におけるマイクロクラック先端近傍の転位組織とその部分の制限視野電子回折写真を図 3-2-30 に示す。同図 (a) でき裂先端約 2μ にわたって *Needle structure* (25), (26) が観察される。これは明らかなマルテンサイト組織で疲労変形の結果生じたマイクロクラック先端において $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態が生じていることがわかる。図 (b) における電子回折写真には γ 相と α 相の両方の回折斑点が認められる。この解析に用いた α 相の格子定数は $a_0^\alpha = 2.866 \text{ \AA}$ (27) であり、これは前編における細束 X 線回折像の解析に用いたものと同じである。き裂の向きは (110) の *Foil* 面で $[\bar{1}10]$ 方向であり $\{111\}$ 面の *Trace* の向きに一致している。これは 3-2-3 において観察した *Band structure* の向きと同じである。さらにこの事実は前編のき裂発生は *Slip band crack* の形態をとるというレプリカ電子顕微鏡観察結果を確認するものである。図 3-2-31, 図 3-2-32 にはそれぞれ $\sigma = 30, 24 \text{ kg/mm}^2$ におけるき裂先端付近の変形組織と電子回折写真を示す。この両者においては明瞭な *Needle structure* は認められないが、電子回折写真には明らかに α 相からの回折斑点が認められる。一般には 18-8 オーステナイト鋼の変態の結果生じたマルテンサイトには双晶欠陥は存在しないとされており、(25), (26), (28) 図 3-2-31, 図 3-2-32 の例はマルテンサイトが多数の転位から構成されている例と思われる。

次にき裂近傍の転位組織を観察しよう。図 3-2-33 は $\sigma = 36 \text{ kg/mm}^2$ におけるマイクロクラック近傍の転位組織である。明瞭な *Elongated subgrain* が形成されている。3-2-3 で観察した結晶粒界近傍のマトリックスにおける *Cell structure* に比較して *Cell wall* が細く明確であると共に *Cell* 内にはほとんど転位は認められず、すでに完全な *Subgrain* とし

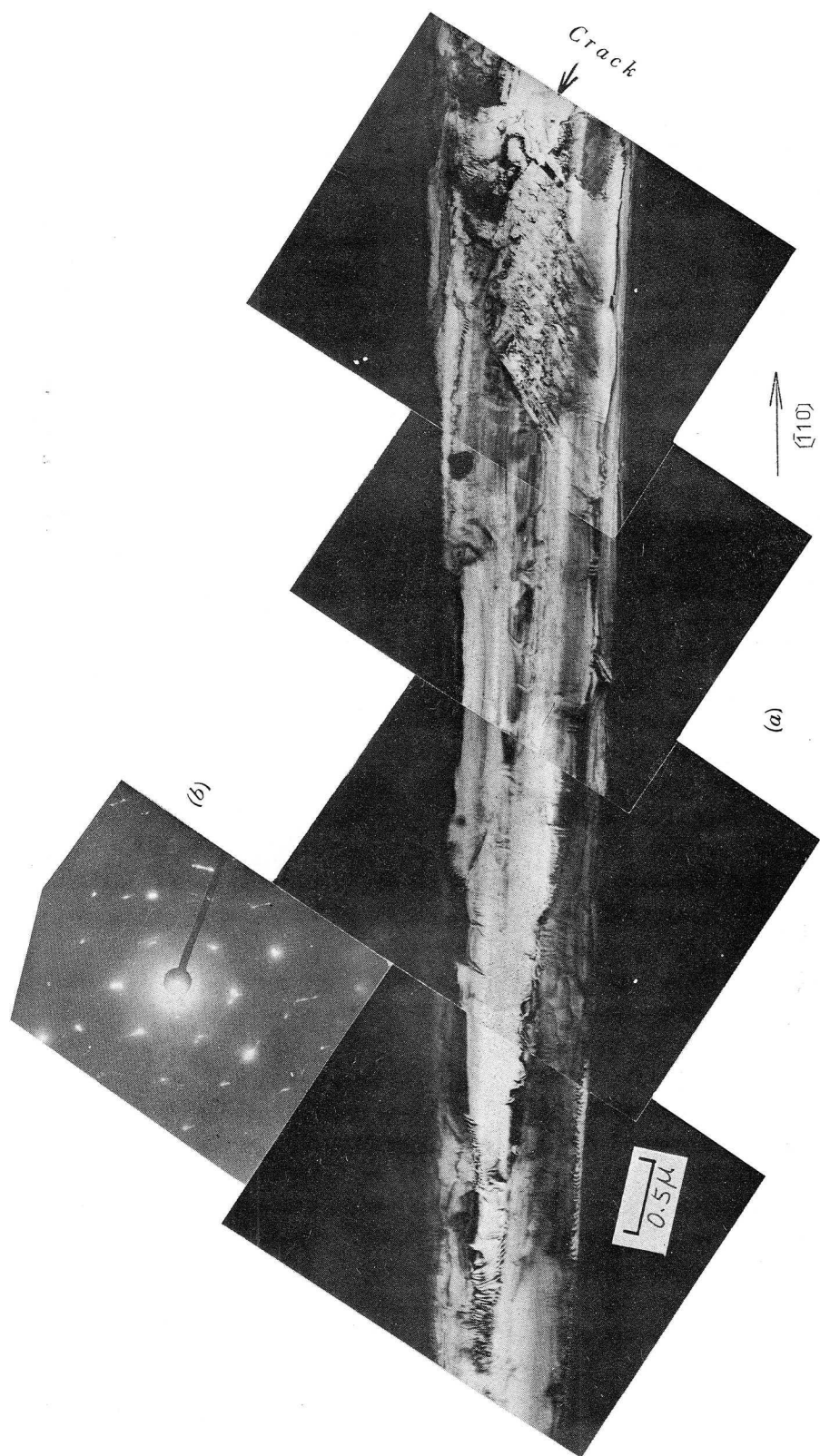
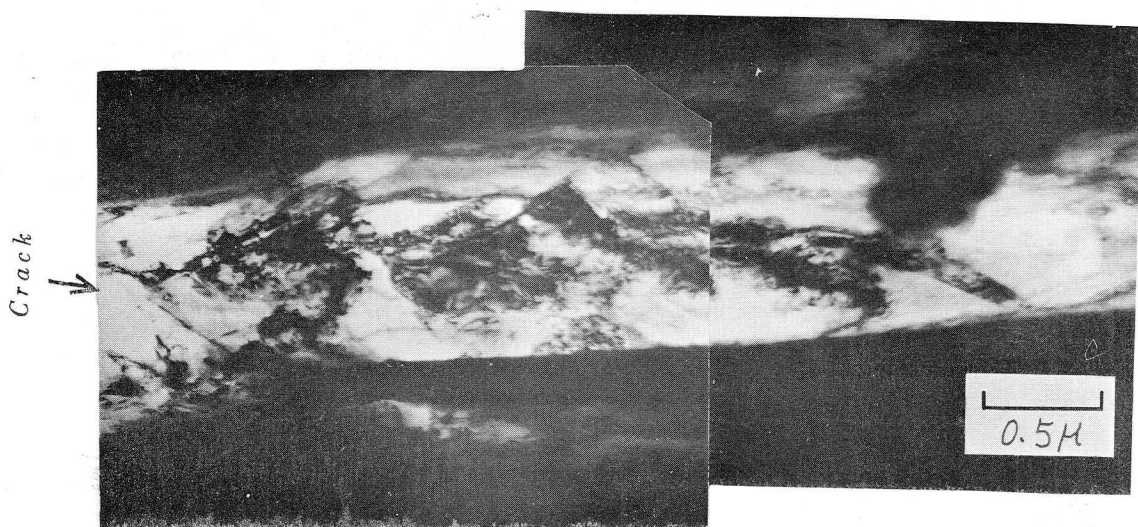
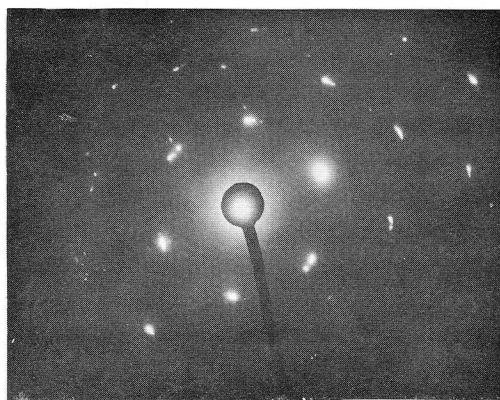


図3-2-30 マイクロクラック先端の内部組織とその部分から得られた制限視野電子回折写真。
 $\sigma = 36 \text{ kg/mm}^2$, $N = 10^5$



(a)



(b)

図3-2-31 マイクロクラック先端の内部組織と制限視野電子回折写真
 $\sigma = 30 \text{ kg/mm}^2$, $N = 3.1 \times 10^5$

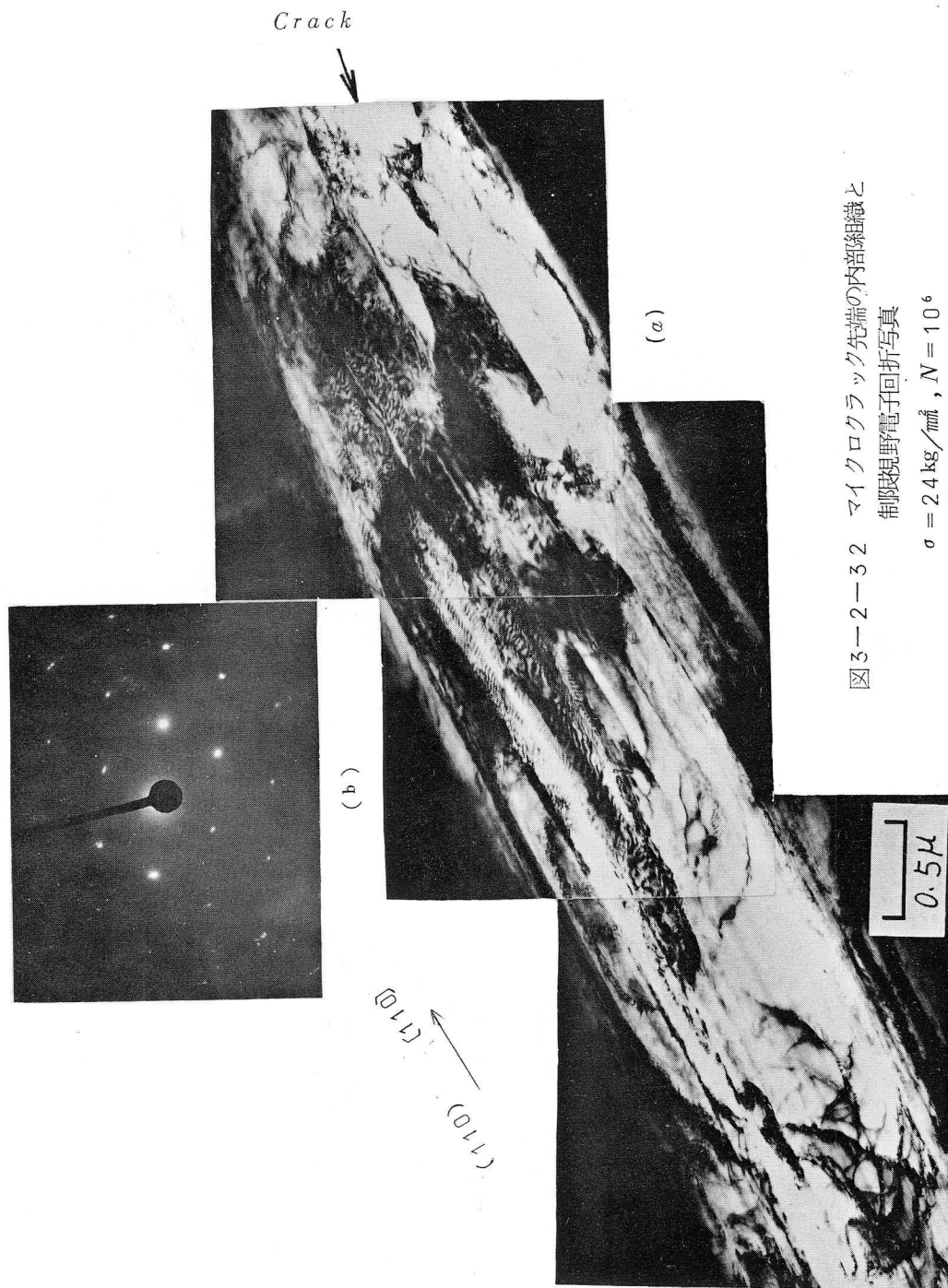


図3-2-32 マイクロクラック先端の内部組織と
制限視野電子回折写真
 $\sigma = 24 \text{ kg/mm}^2$, $N = 10^6$

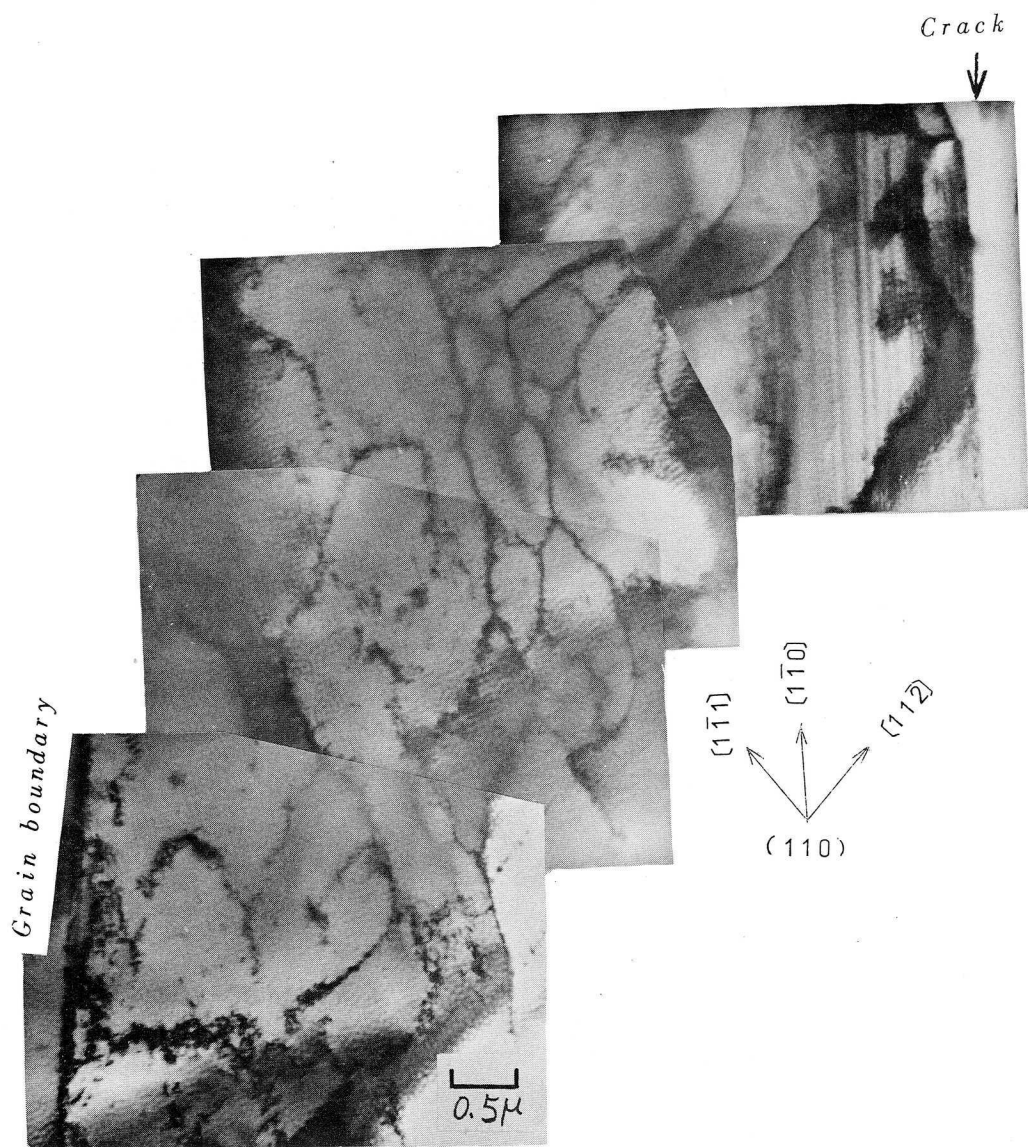
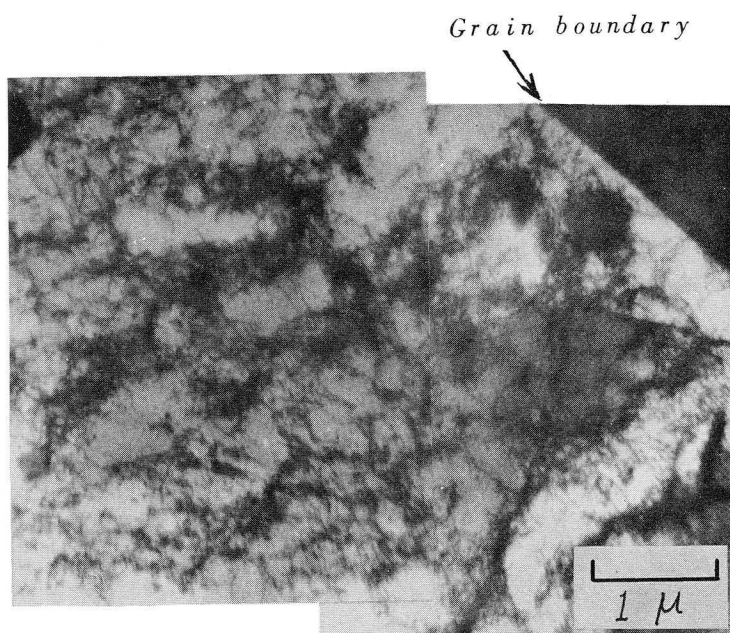
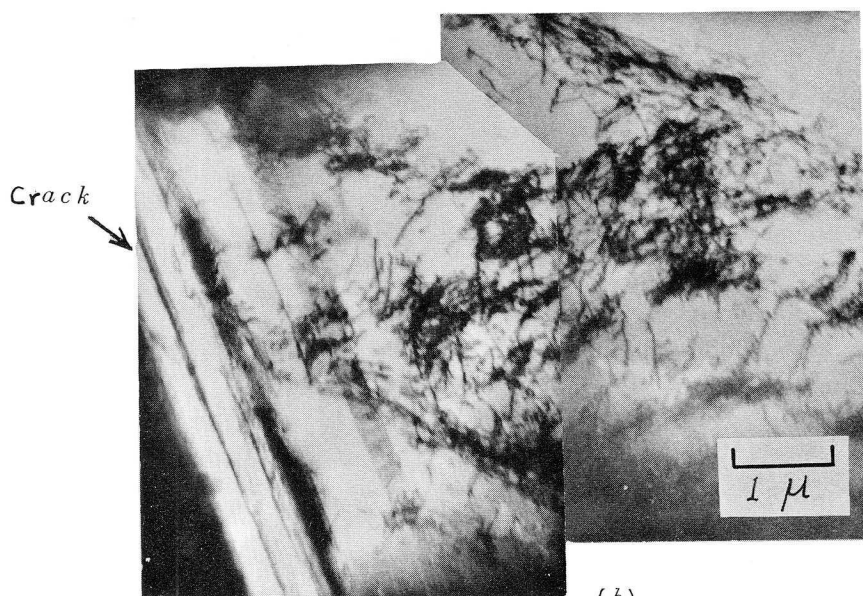


図3-2-33 マイクロクラック 近傍のCell structure
 $\sigma = 36 \text{ kg/mm}^2$, $N = 10^5$



(a)



(b)

図 3-2-34

マイクロクラック近傍の転位組織

$\sigma = 30 \text{ kg/mm}^2$, $N = 3.1 \times 10^5$

$(\bar{1}11)$ (110)
 (110)

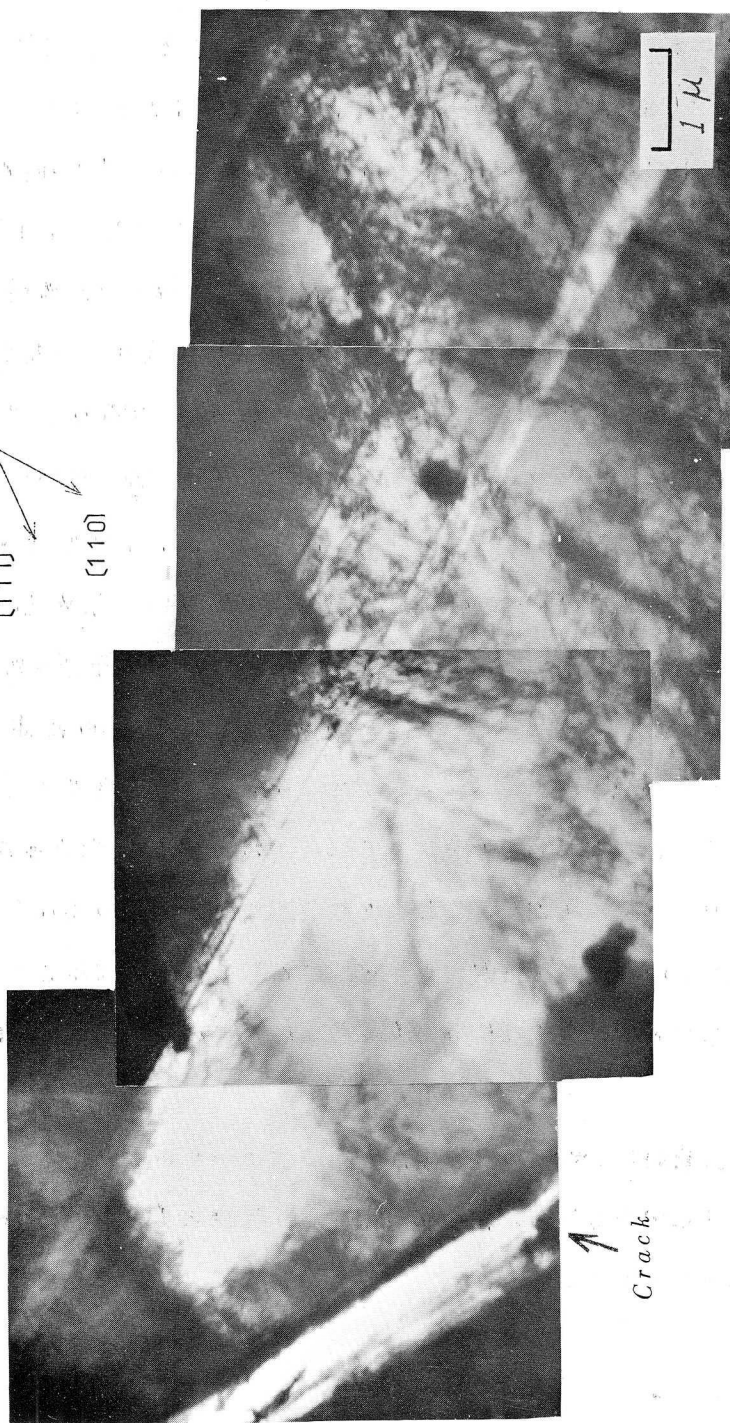


図 3-2-35 マイクロラック近傍のCell structure
 $\sigma = 24 \text{ kg/mm}^2$, $N = 10^6$

ての形態を示している。Subgrain boundary の両側においてあまり明瞭な Contrast が認められないのは Subgrain 間にほとんど方位差がないことを示す。³⁰⁾ またこの場合の Subgrain size は約 2μ でマトリックスにおけるそれより小さくなっている。これは疲労過程における Subgrain の Fragmentation³¹⁾ を示唆するものであろう。き裂は $[1\bar{1}0]$ 方向にほぼ直線的に進行しており、必ずしも Subgrain boundary に沿う傾向はみられない。しかし Elongated subgrain の長軸方向はその向きに一致している。この場合もき裂は Grain boundary の近くで発生していることに注意しなければならない。 $\sigma = 30 \text{ kg/mm}^2$ の場合のき裂近傍の組織を図 3-2-34 (a) (b) に示す。同図 (a) (b) においては図 3-2-33 のもの程明瞭な Subgrain は形成されていない。しかし Cell structure が観察される。また図 (b) において明らかなようにこの場合もき裂は $\{111\}$ 面 Trace と思われる方向に直線的に走っている。図 3-2-35 は低応力疲労 $\sigma = 24 \text{ kg/mm}^2$ のときのき裂近傍の転位組織である。ここにおいてもやはり Cell structure が認められる。3-2-3 のマトリックスにおける観察では低応力疲労の場合 Cell structure はかなり不明瞭であったが、き裂先端の高応力集中域にはこのように高応力疲労の場合と同じような明確な Cell structure が形成されることがわかる。

以上の観察結果よりマイクロクラック 先端には α -マルテンサイトが形成されること、そしてその近傍の転位組織はかなり明瞭な Cell structure から成っていることが判明した。

3-2-5 考 案

面心立方金属の変形による転位組織が積層欠陥エネルギーに依存すること

は多くの研究者により明らかにされている。4), 5), 7), 15), 23), 24), 32), 33) それによると低積層欠陥エネルギーを有する金属は変形によりいわゆる *Cell structure* を形成し難く、転位は $\{111\}$ 面 *Trace* の方向性をもって配列する傾向が強い。そして変形による転位密度の増加は低積層欠陥エネルギーを有する金属の方が大きい 5)。一方、疲労破壊は *Cell structure* と密接な関係を有していることが多くの人により強調されている。16), 31)

18-8 オーステナイト鋼は *Whelan* 34) によれば積層欠陥エネルギー； $r = 1.3 \text{ ergs/cm}$ で面心立方晶系金属のうちでは非常に低い部類に属することは再三強調していることである。したがって疲労変形により *Cell structure* は非常に形成され難い金属材料ということになる。著者は第2編において18-8 オーステナイト鋼の室温試験における表面組織の電子顕微鏡観察からすべり線の形態は低積層欠陥エネルギー金属材料に特有ないわゆる *Planar slip band* 32), 33), 35) を示すこと、またき裂近傍においても鉄、アルミニウム等で観察される *Subgrain* などがみられず比較的単純な変形組織を示すことを明らかにした。一方き裂を含む結晶粒の細束 X 線ラウエ法による観察結果から、き裂の極く近傍には明瞭な方位差を有しない不完全な *Subgrain* が形成されていることを確かめた。そしてき裂近傍における表面組織と内部組織が必ずしも一致しないことが確かめられた。き裂のごく近傍における変形組織については後で検討することにして、ここでは疲労過程におけるマトリックスにおける転位組織と積層欠陥エネルギー、それに表面組織との関連性について述べよう。

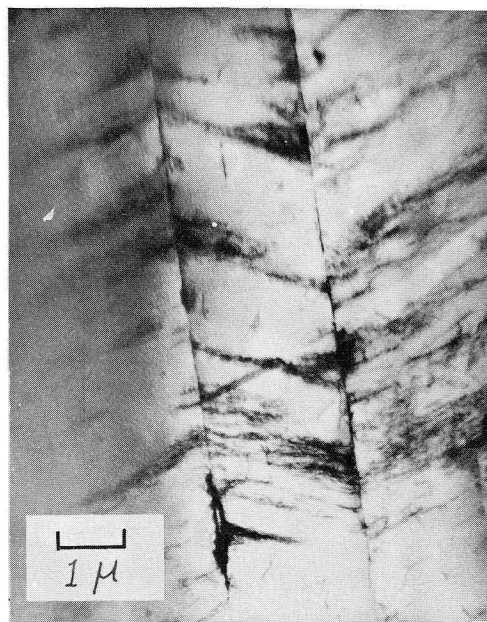
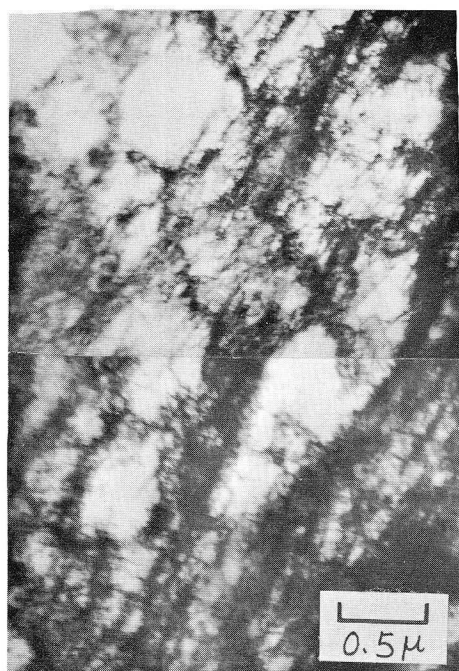
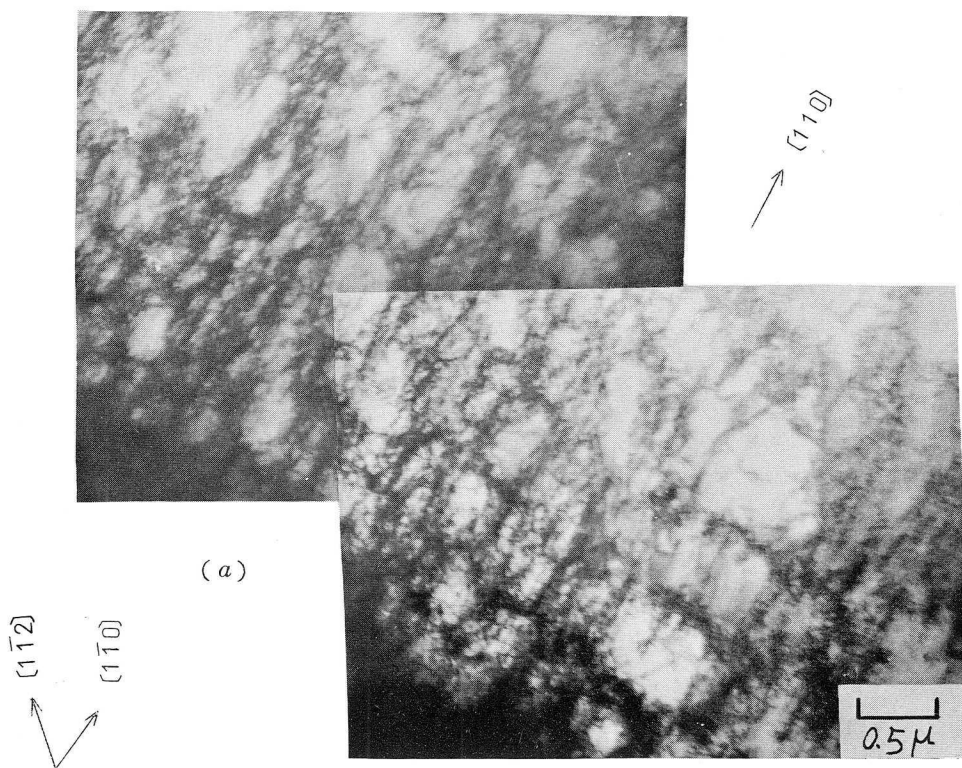
一般に疲労変形により *Cell structure* が形成されるか否かは上記の積層欠陥エネルギーの他に応力振幅に大きく依存する。例えば高積層欠陥エネルギーを有するアルミニウム ($r = 200 \text{ ergs/cm}$) においてさえ、低応力疲労に属する $N = 1.8 \times 10^6$ で破壊した試験片においては *Cell structure*

re は形成されないことが報告されている。³⁾ 一方 $r \approx 1.5 \text{ ergs/cm}$ 程度と思われる Cu-7.5 pct Al では、ひずみ振幅 $\Delta \epsilon_p = 0.05$, $N_f = 10^6$ の Low cycle fatigue においてさえ Cell structure は形成されない³²⁾。Cu-7.5 pct Al よりわずかに積層欠陥エネルギーが大きいオーステナイト系ステンレス鋼については、ごく低応力疲労では Dislocation loop さえ認められず²⁾ 高応力疲労においてこれが形成され⁷⁾、さらに Cell structure も観察された。¹⁷⁾ また $\Delta \epsilon_p \approx 0.02$, $N_f = 10^6$ 程度の低応力振幅に属する 78°K , 300°K 試験では積層欠陥を非常に多く含む組織が認められた。³⁶⁾

疲労変形による転位組織を論ずるにあたってはその観察場所に考慮が払われなければならない。例えばアルミニウムより積層欠陥エネルギーが低い Al-1pct Mg 合金³⁷⁾ および銅³⁸⁾ の低応力試験においていわゆる Persistent slip band 内には明瞭な Cell structure が形成される。この場合マトリックスにおいては低応力疲労に特有な Band structure が観察されているのに対し、Persistent band 内の Cell structure は応力繰返しによりここに局所的な応力集中が働き、そのために高応力疲労型の転位組織が形成されたものと解釈することが出来る。本試験における 18-8 オーステナイト鋼の低応力疲労の場合、マトリックスにおいては不完全な Cell structure が形成されたが、き裂先端付近のいわゆる高応力集中域にはさらに明確な Cell structure が生ずることが十分予想される。これについては後に述べることにしよう。高応力疲労の場合は結晶粒界近傍において疲労過程の極めて初期のうちに Cell structure が形成されるのは結晶粒界が Stress raiser¹⁴⁾ の役割を果たすからであろう。このことは第2編で疲労き裂は結晶粒界近傍において発生することが確かめられたことと密接に関係している。高応力疲労過程の初期に Cell structure が形成され

ることは McGrath ら³⁷⁾ が *Al-1 pct Mg* 合金で疲労寿命の約 10% に相当する応力繰返し数のところで *Cell structure* を観察した事実と一致する。

次に疲労変形により形成された *Cell structure* と引張変形によるそれとを比較してみよう。図 3-2-36 (a) (b) は引張破断後の試験片から得られた転位組織である。両者の *Cell structure* に三つの大きい相違点が認められる。まず第 1 に *Cell* の大きさが前者の方が後者より大きいことが認められる。すなわち前者の場合約 2μ であるのに対し後者では 0.5μ 程度である。一般に *Cell size* は応力と温度に依存し、応力が低い程また温度が高い程それは大きくなる。³²⁾ このことと、疲労変形は引張変形に比較して X 線によるアステリズムの広がり小さい特徴を有すること³⁹⁾ を合わせて考えれば第 1 の相違点は理解される。第 2 に *Cell structure* の形態が前者において明確である。これは例えば圧延加工により形成された *Rough Cell structure* がその後の応力繰返しによる転位の再配列のため次第に明確な *Cell structure* の形を整えてくること³²⁾ から、引張変形の場合に比較して *Cell* 内において転位密度の小さい *Cell structure* が 18-8 オーステナイト鋼の疲労変形により形成されることは理解されよう。なおここで注意すべきことは 18-8 オーステナイト鋼の疲労変形による *Cell structure* は鉄や高積層欠陥エネルギー材料であるアルミニウムなどのそれに比較すると *Cell wall* の幅が大きく、*Subgrain* 内にもかなりの転位が認められる不完全 *Cell structure* である特徴を有することが電子顕微鏡観察からわかる。これは前編の細束 X 線観察の回折班点の分離が不完全であるという結果と一致する。この相違は交差すべりの難易の差から説明出来る。第 3 点は *Cell wall* を構成する転位の相違である。引張変形による *Cell wall* が主として *Joggy tangled dislocation* から成っているのに対し



(b)

図 3-2-36 引張変形によって生じた
Cell structure

図 3-2-37 双晶における転位組織
 $\sigma = 30 \text{ kg/mm}^2$
 $N = 3.1 \times 10^5$

疲労変形の場合はそれは主として *Dislocation loop* から成っている。これは疲労変形においては応力繰返しのため転位の切り合いの頻度が引張変形に比べて大きく、*Jog*, *Dipole* それに *Loop* の形成が容易であるためと考えられる。例えば疲労過程の初期の *Tangled dislocation* が応力繰返し数の増加とともにしだいに *Dislocation loop* に変化する傾向があるのも同じ理由によるものと考えられる。なお、18-8オーステナイト鋼の低応力疲労では *Dislocation loop* が形成されないという報告²⁾があるが、本試験における $N_f \approx 10^6$ 程度の低応力疲労では発達した *Dislocation loop* が形成されることがわかる。

次に表面組織と内部組織との関連性について述べる。表面組織の形態と内部組織が対応するためには18-8オーステナイト鋼の転位組織は直線的な形態を示さなければならない。このような転位組織は主として低応力疲労の場合に多く認められ、これがすべり線に対応したことは前述のとおりである。図3-2-37は双晶付近の転位組織で、これなど明らかにすべり線の形態に一致している。高応力疲労における *Cell structure* は必ずしも表面組織に対応しない。McGrathら³⁷⁾やLauferら³⁸⁾の報告のように発達した *Slip band* 内のみ *Cell structure* が形成されるということではなく、それはむしろ粒界近傍の多重すべり域に形成される。

疲労過程にマトリックスにおいてはマルテンサイトの形成は認められなかった。前編の細束X線により検出された α -マルテンサイト⁴⁰⁾は疲労き裂部分、およびそれから10 μ 以内の極めて限られた領域からのものであった。18-8オーステナイト鋼の疲労過程においては疲労き裂発生直前までマルテンサイトは考慮に入れなくて良いと思われる。

き裂の発生および伝播過程の *Stage 1* では *Active slip plane* に沿う *Slip band crack type* が支配的であるとされている。^{41), 42)}

18-8 オーステナイト鋼は低積層欠陥エネルギー材料であるためすべり系は強く制限され、したがって転位組織も $\{111\}$ 面 *Trace* のみに配列する傾向が非常に強いことが明らかにされたが、このような転位の配列は *Slip band crack type* のき裂発生をますます促進することになる。この事実はレプリカ電子顕微鏡観察⁴³⁾、それにマイクロクラック近傍の電子顕微鏡観察により実際に確かめられた。き裂の発生位置 (*Stage I* のき裂伝播の径路を含む) と *Subgrain boundary* との間には直接的な関係は認められなかつた。すなわち図3-2-33, 図3-2-35で明らかに観察されたようにき裂は *Subgrain boundary* に沿って進行することはない。一方、疲労き裂伝播過程の *Stage 2* では疲労き裂は *Subgrain boundary* に沿って進行するのであることが示唆されている。^{8), 15)} 疲労破面に観察される *Striation* はその結果形成されたものである。しかし18-8 オーステナイト鋼の室温試験の破面にはマルテンサイトの不規則な凹凸の激しい組織が観察された。⁴⁴⁾ このことはマイクロクラック先端に認められた α -マルテンサイトを考慮すれば理解出来る。すなわち疲労き裂はその先端にマルテンサイトを生じつつ進展してゆくことになる。これは第2編におけるレプリカ電子顕微鏡観察結果をさらに確認するものである。したがって18-8 オーステナイト鋼のき裂先端部分に形成されているのであろう *Subgrain* は *Stage 2* の段階においてもき裂進展に直接寄与しないものと考えられる。ただ低積層欠陥エネルギー材料であるのにもかかわらず室温試験において *Subgrain* が形成されたということは高温試験の場合ももちろんそれが形成されるということであり、したがって M_d 点以上の温度での18-8 オーステナイト鋼の疲労き裂伝播機構は他の高積層欠陥エネルギーを有する材料のそれと同じであることを示唆するものであろう。

3-2-6 小 括

18-8 オーステナイト鋼の疲労過程中的な転位の挙動を明らかにするため、低応力、高応力段階の両方について種々の応力繰返し数を加えた試験片の電子顕微鏡直接観察を行なうとともに、巨視的き裂が発生する直前の試験片から薄膜を作ることによりマイクロクラック先端近傍の転位組織の観察を行ない次の結果を得た。

- (1) 低応力疲労過程中的な転位組織はまず、初期の $\{111\}$ 面 *Trace* の方向性を有する *Dislocation bundle* の形成に始まり応力繰返し数の増加とともにそれが *Dislocation loop* から成る *Band structure* に変化する。き裂発生直前においてはその *Band structure* の $\{111\}$ 面 *Trace* の方向性がかなり不明瞭になると同時に *Band* 間を *Link up* する転位が観察され、不完全ながらも *Cell structure* が形成される。なお *Band structure* は疲労変形により生じた積層欠陥に転位がしだいに *Pile up*, *Tangle* して成長する場合が多い。
- (2) 高応力疲労では繰返し数比 10% 以内の疲労過程初期に結晶粒界近傍において *Cell structure* が形成され、繰返し数の増加に対してはそれは外観上明確な変化を示さない。しかし *Cell wall* を構成する転位は *Joggy tangled dislocation* からしだいに *Dislocation loop* に変化してゆく傾向がある。一方、結晶粒内では初期に *Dislocation loop* を主体とする発達した多数の *Band structure* が形成され、疲労過程 中それらはしだいに *Link up* しつつ疲労き裂発生直前においてはかなり明瞭な *Cell structure* に発達する。
- (3) 破断繰返し数 $N_f \approx 3.5 \times 10^5$ と予想される中応力段階で疲労き裂が発生した試験片からは観察場所によって低応力型と高応力型の両方の転位

組織が観察された, すなわち *Cell structure* が観察されると同時に *Joggy tangled dislocation* の比率の多い *Band structure* も形成される。

- (4) 疲労過程中 *Band structure* の *Band* 間が *Tilt boundary* や *Twist boundary* により *Link up* され, それが次第に発達して *Cell structure* に変化してゆく傾向が認められた。
- (5) 疲労過程中たくさんの *Dipole* が形成され, それが *Pinching off* して *Elongated dislocation loop* が形成される様子がしばしば観察された。これは *Johnston - Gilman* の *Dislocation loop* 形成機構を支持するものである。
- (6) マイクロクラック先端部には α -マルテンサイトが形成されていることが判明した。前編におけるき裂先端部分の細束 X 線観察, レプリカ電子顕微鏡観察結果を合わせて考えれば, 疲労き裂はその先端においても $r \rightarrow \alpha$ 変態を誘起しつつ進行してゆくものと思われる。
- (7) 高応力疲労ではもちろんのこと, 低応力疲労の場合でも疲労き裂先端近傍では *Cell structure* が形成されていることが判明した。
- (8) 表面組織と内部組織は低応力疲労の $\{111\}$ 面 *Trace* を持つ比較的直線的な転位配列を持つ場合に対応性が認められた。しかし高応力疲労の *Cell structure* とすべり線の形態は必ずしも一致しない。
- (9) 引張変形により形成された *Cell structure* と疲労変形によるそれとの間には次のような相違点が認められる。すなわち後者は前者に比較して *Cell size* は大きく, *Cell wall* の転位構成は *Joggy tangled dislocation* より *Dislocation loop* の割合が大きく, さらに *Cell* 内の転位密度が小さく, *Cell structure* としての形態がより明確である。

第 3 - 3 章 1 8 - 8 オーステナイト鋼の疲労機構に関する 2.3 の考察

3 - 3 - 1 疲労硬化とき裂の発生

疲労き裂は疲労硬化が飽和したところで発生する。したがって疲労き裂発生は疲労硬化と密接に関係している。ここではレプリカ電子顕微鏡観察、細束 X 線観察それに透過電子顕微鏡観察の結果をもとにして、1 8 - 8 オーステナイト鋼の疲労硬化過程を検討するとともに疲労き裂の発生について考えてみよう。

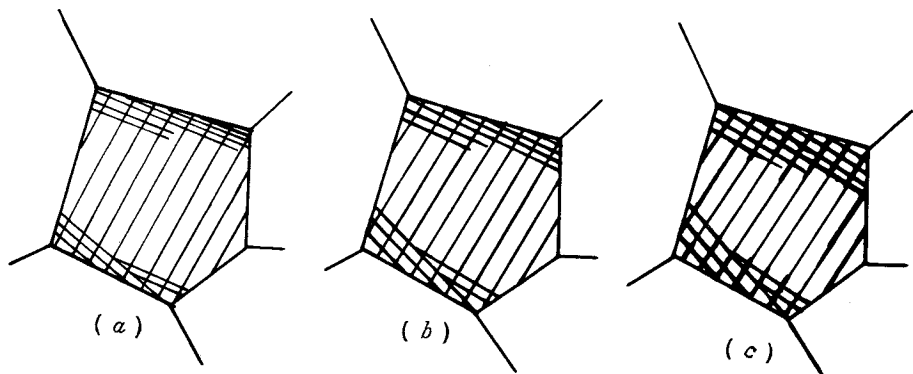


図 3 - 3 - 1 疲労過程中的表面組織の変化

図 3 - 3 - 1 は疲労過程中的のすべり線の形態の変化を図式的に示したものである。応力繰返しのごく初期に細い強度の弱い直線的なすべり線が急に発生する。この時結晶粒界はすべり変形に対して強い抵抗を示すため、この近傍領域には多重すべりが観察される(図(a))。

応力繰返し数の増加と共に各々のすべり線は太くなり、それにつれてその強度を増す。このとき結晶粒内の他の場所に新らしくすべり線が発生するということはない。このことはすべり変形は応力の繰返しに応じて同じすべり面内で行なわれていることを意味する。そしてすべり線の強度の増加は、すべり線内において *Mott type*^{45), 46)} のクロススリップそれに *Random walk type*¹⁶⁾ のすべりが繰り返された結果であろう (図(b))。き裂発生直前ではこのすべり線はますます発達するとともに、いわゆる *Extrusion*, *Intrusion* の形態を示す。またこの時すべり線内にたくさんの小孔が観察される。疲労き裂はこの *Intrusion* 部において発生する (図(c))。これは *Intrusion* の *Notch effect* と解釈して良い。すべり線内に発生した小孔は鉄系材料で観察されたものよりかなり小さく、これが直接き裂発生の因となるとは思われないが、発生直後のき裂はこれらを連ねる形で成長してゆく。上述の図3-3-1(a)(b)(c)の状態を今かりに *Stage 1, 2, 3* と呼ぶことにしよう。

転位組織的には *Stage 1* は *Dislocation bundle* の形成時期に相当する。ここでは、転位同志の相互作用は考えなくて良く、転位は $\{111\}$ 面 *Trace* に沿って配列している。X線の的にはこのような転位の発生のため格子ひずみ、全方位差が急増する (図2-2-6)。 *Dislocation dipole*, *Dislocation loop* の形成は *Stage 2* に当ると思われる。すなわちこの時期では *Dislocation bundle* は *Band structure* に発達し、しかもその *Band* の構成転位は、 *Joggy tangled dislocation* からしだいに *Dislocation dipole* と *Elongated dislocation loop* の割合が増す。一方低応力振幅における疲労硬化の原因を *Dislocation loop*, *Vacancy* それに *Vacancy cluster* のような比較的小さな格子欠陥による *Friction stress* だとする考え方は多数の研究者により報告されている^{3), 16), 32), 35), 39), 47)}。上記のような18-8オーステナイト鋼の *Stage 2* における転位の挙動はこれを裏付けるものであろう。この段階までは転位の運動

はほとんど主すべり面のみに限られていると思われ、X線的には回折班点の形は Stage 1 の場合とあまり差がみられない一種の平衡状態を示す。たぐさんの *Band structure* の Band 間を Link up させるようなすべり系を活動させるような非常に高い応力状態にあるのが Stage 3 に相当すると思われる。再三強調するように非常に積層欠陥エネルギーの低い 18-8 オーステナイト鋼の場合、交差すべりが非常に困難なため *Cell structure* を形成するよう転位が活動するためには非常に高い応力が必要とされるため、このような応力状態になる以前に主すべり面における *Cleavage crack* の発生による応力の緩和が十分に予想された。しかし実際には非常に高い応力集中部には明確な *Subgrain* が形成されていた。X線的に測定した格子ひずみ、全方位差はこの段階で急上昇する。

疲労き裂の発生と *Subgrain boundary* の関係については不明な点が多い。本試験における疲労き裂（マイクロクラック）近傍の転位組織の観察結果によると、き裂部分に明確な *Subgrain* が形成されているにもかかわらずき裂はその粒界に沿ってはいない。この場合厳密にはき裂の発生位置ではなく、き裂の伝播径路を観察していることになるが、マイクロクラックでしかも伝播過程といえどもその Stage 1 に属していることからこれはき裂発生過程の観察であると考えてよいと思われる。一般にき裂伝播過程の Stage 2 ではき裂は *Subgrain boundary* に沿って進行するとされている。このことからすると *Subgrain boundary* はき裂発生に対しても優先的场所となることが予想される。¹⁸⁾ このき裂発生位置の矛盾に対する解答は持ち合わせていない。しかし 18-8 オーステナイト鋼に関する限り、き裂が { 111 } 面 Trace に沿って発生していたことから *Subgrain boundary* の強さよりも主すべり面の *Cleavage crack* に対する強度の方が弱かったと判断すべきであろう。Stage 2 型のき裂伝播径路についてもそれが Sub-

grain boundary であるといった確実な実験的根拠がないのが現状である。これに関する現在の *Speculation* を実際に確かめるためにもまず疲労き裂発生と *Subgrain boundary* との関係を正確に実験的に究明することこそ急務と思われる。なぜならこれに対しては現在では薄膜の電子顕微鏡直接観察が唯一の手段であり、そのための薄膜の製作上、き裂伝播より、き裂発生に関する実験がより容易と思われるからである。

次にいわゆる低応力疲労と高応力疲労の疲労機構が全く異なるという¹⁸⁾ ことに対し、本試験の転位組織観察結果をもとに考察する。高応力における疲労変形ではいわゆる発達した *Subgrain* が形成され疲労き裂は *Subgrain boundary* に発生するのに対し、低応力疲労では *Dislocation loop* を含む *Band Structure* が発達し、また表面組織的には *Notch and peak topography* による *Slip band crack* が主体であるといわれている。18-8 オーステナイト鋼の両応力段階における疲労過程中的転位組織を詳細に観察した結果、疲労き裂発生直前の段階では両者の転位組織にほとんど差が認められないことが判明した。そこにいたる過程においては両者の転位の挙動にかなり差があることは前述のとおりであるが、巨視的疲労き裂発生直前においては前者において明確、後者では不明確という差はあるにしても、いずれの場合も *Cell structure* が形成されていた。そして疲労き裂の発生も、両方とも $\{111\}$ 面 *Trace* に沿う *Slip band crack* であった。このように18-8 オーステナイト鋼の場合は従来いわれている両者における疲労き裂発生機構の差は考えなくて良いと思われる。

3-3-2 疲労き裂の伝播

疲労き裂伝播過程を *Stage 1* と *Stage 2* とに分けて考えよう。図 3-3-2 は *Stage 1* におけるき裂伝播過程の観察結果を模式的に示したもので

ある。 *Slip band crack* として発生したき裂が結晶粒界を横切って隣の結晶粒に進むときのき裂の進展径路に注意する必要がある。粒内を主すべり面におけるすべりによって生じたすべり線に沿って進行してきたき裂は結晶粒界近傍において向きをかえ、そこに発生した二次すべり面によるすべり線を径由して隣の結晶粒にいたり、以後はこの結晶粒における主すべり線に沿って成長する。このように 18-8 オーステナイト鋼の場合、 *Stage 1* におけるき裂進展はすべり線に沿って進む傾向が特に強い。転位組織的にも転位は $\{111\}$ 面 *Trace* 内に強く制限される傾向が認められたが、これはき裂の進展状態と密接に関係があり、低積層欠陥エネルギー材料の特徴を示すものであろう。この過程においてもき裂の進展径路と *Subgrain boundary* との間には何らの直接的関係はないと思われる。電子顕微鏡観察で認められたようにき裂に先行して $\{111\}$ 面 *Trace* に沿ってマルテンサイトが形成されるので、き裂はこの中を進行していくことになる。なおこの場合き裂の長さが短かく、したがってその先端における応力集中は比較的小さいのでマルテンサイトの形成はき裂の進行面である $\{111\}$ 面のみに制限されるから、き裂進行径路もこの面のみに限られることになると思われる。

き裂伝播過程 *Stage 2* になると事情が非常に異なってくると思われる。この段階におけるき裂先端部分の電子顕微鏡直接観察は事実上不可能であるのでこの部分の転位組織に関する正確な知識は得られていない。本研究の場合、 *Stage 1* におけるき裂先端の転位組織の観察結果から *Stage 2* におけるき裂先端部分のそれを類推することにする。この段階における疲労き裂伝播径路はすべり線、双晶境界それに結晶粒界にほとんど無関係であるのが特徴である。これは *Stage 2* におけるき裂が長いためこの先端部分における応力集中が *Stage 1* のき裂先端のそれに比較して大きく、したがってその

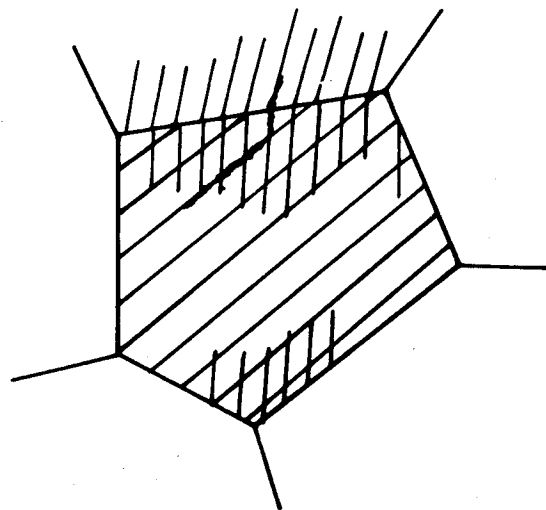


図 3-3-2 Stage 1 型き裂の伝播

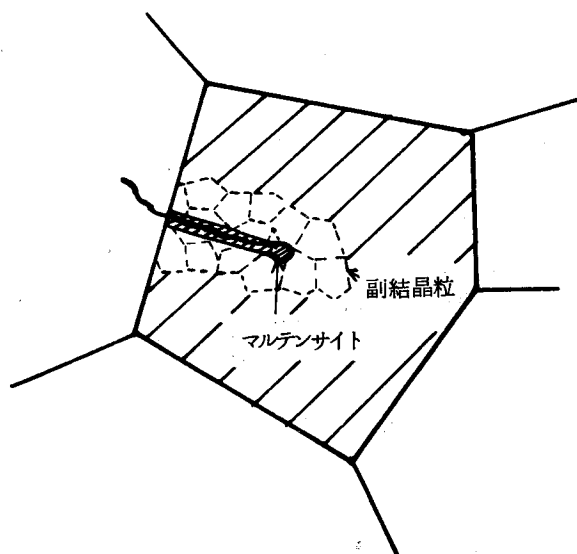


図 3-3-3 Stage 2 型き裂の伝播

先端における塑性域はかなり大きくなっていることが予想される。これは Stage 1 におけるき裂先端部分の電子顕微鏡観察結果 (図 2-2-8) と Stage 2 におけるそれ (図 2-3-17(a)) とを比較してみれば明らかであろう。図 3-3-3 は Stage 2 におけるき裂先端部分の変形組織を模式的に示したものである。き裂先端部には Stage 1 において認められたより、広い領域にわたってマルテンサイトが形成されているだろうし (図 2-3-17(a))、またその外周には明りような Subgrain が形されている。このようにマルテンサイトが一つのすべり線の範囲を越えた領域にわたっているので、き裂進展経路は非常に複雑になってくる。これを論ずるにはマルテンサイトの破壊について検討を行なう必要がある。

Lindborg らは 0.3% C を含む炭素鋼⁴⁸⁾とオーステナイト系ステンレス鋼⁴⁹⁾についてマルテンサイトの破壊を結晶学的に研究した。そして前者の焼入れにより生じたマルテンサイトも後者における Strain induced martensite も Martensite needle を横切る貫粒型でき裂は進行し、その破壊は特定の面によるものではなくむしろ Non-crystallographic な形態を示すことを明らかにした。そして 18Cr11Ni 鋼^{*}は変形により 600 ~ 1000 Å、またときには 1 μm 程の粒度を有するマルテンサイトを生じ、破壊はき裂部において α 変態が完全に終了した後におこることを確かめた。すなわち α 変態は破断時におこるのではなく破壊に先行してき裂先端の塑性域部分に形成されるのである。18-8 オーステナイト鋼の疲労き裂先端部分はこれと同じ状態になっているものと思われる。また Low⁵⁰⁾はマルテンサイトの破断面

* 積層欠陥エネルギーは Ni 含有量とともに増加する。したがって本試験に使用した 18-8 オーステナイト鋼は 18Cr11Ni 鋼より積層欠陥エネルギーは低く変形による $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態を起こしやすい。

を電子顕微鏡で観察しているが、図 1-3-9 (a)それに 2-3-18(a),(b)に示した疲労破面はこの結果によく似ている。以上の結果から 18-8 オーステナイト鋼の疲労き裂伝播径路はマルテンサイトの *Non-crystallographic* な破壊形式に大きく依存していることが予想される。

次にマルテンサイトとその周囲に存在する *Subgrain* の関係が吟味されなければならない。*Breedis*⁵¹⁾ はやはりオーステナイト系ステンレス鋼について種々の転位組織がマルテンサイト変態におよぼす影響を検討し、変形後-196℃に焼入れることによつては *Cell structure* を有するものは α 変態量がむしろ少ないことを報告している。疲労過程においては連続変形過程における変態なので、これと事情は異なると思うけれども、き裂先端において *Subgrain* 組織がどのようにしてマルテンサイトに変態するのか、またマルテンサイトの外側の *Subgrain boundary* はマルテンサイトの破壊に先立つて微小き裂の優先的発生場所となり得ないかどうかなどの詳しい検討が今後さらに必要であろう。

変形によるマルテンサイトの変態量は温度の上昇とともに減少する。*Angel*⁵²⁾ は 18-8 オーステナイト鋼の *Bulk* 材で 100℃ 以上における変形ではマルテンサイトは発生しなかったとしている。しかるに彼の理論的計算によればオーステナイトとマルテンサイトの熱力学的平衡温度は約 370℃ であり、この温度まではき裂の先端など局部的に非常に激しい変形を受けている場所ではマルテンサイトは十分に生じ得ることになる。

3-3-3 二段二重重複疲労における疲労変形組織

第 1 編の平滑試験片の二段二重重複疲労試験の疲労変形挙動について金属組織学的に考えてみよう。疲労過程中的転位組織を観察した結果では、高応力疲労では疲労過程中的ごく初期から *Cell structure* が形成されるのに

対し、低応力疲労ではマイクロクラックの発生という最終段階までそれは形成されなかった。疲労き裂の発生に対しては *Cell structure* は直接関係しないことが判明したが、低応力疲労の場合、この組織の形成をもつて疲労き裂発生直前の状態であることの一応のめやすとすることができる。そして平滑試験片の場合、マイクロクラックが発生すると試験片はすぐ破断に至るから、その寿命を論ずるにはき裂発生前の転位の挙動のみを考えればよいことになる。さてこの転位の挙動から $\sigma_1 < \sigma_2$ の場合が $\sigma_1 > \sigma_2$ の場合より疲労寿命が大きいことを定性的に説明できる。図3-3-4で縦軸は疲労過程中的転位組織の変化状態を示す。

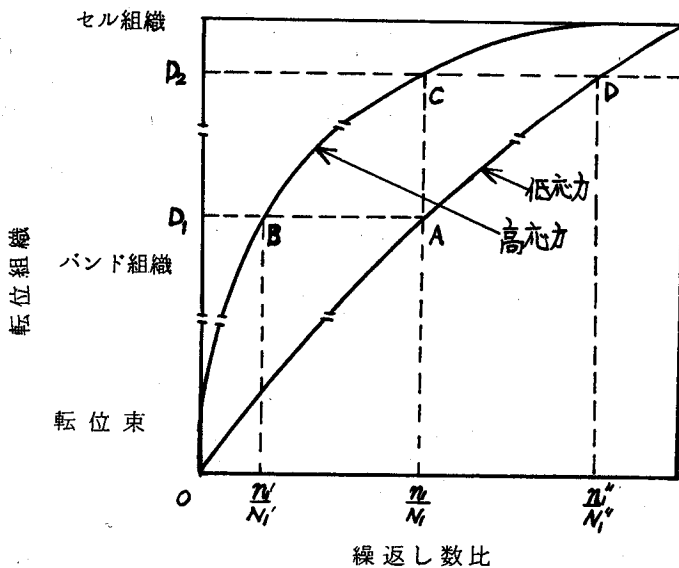


図3-3-4 疲労過程中的転位組織変化の応力依存性

すなわち焼鈍状態における転位がほとんど観察されない状態からしだいに *Dislocation bundle*, *Dislocation band structure* へと発達し、マイクロクラックの発生時に相当する *Cell structure* の形成で疲労寿命

が終ると仮定している。まず $\sigma_1 < \sigma_2$ の場合を考えよう。今かりに一次応力繰返し数比 n_1/N_1 で応力を σ_2 に切換えるとしよう。このとき試験片には D_1 という転位組織が形成されており、この組織は高応力では一次応力繰返し数比 n'_1/N'_1 のところで形成される転位組織と同じである。このときもちろん $n_1/N_1 > n'_1/N'_1$ である。、応力切換え後この試験片は $1 - n'_1/N'_1$ の疲労寿命を有することになる。逆に $\sigma_1 > \sigma_2$ の場合、高応力疲労における n_1/N_1 では D_2 という転位組織が形成され、この組織は低応力疲労では繰返し数比 n''_1/N''_1 のところで形成されるものと同じである。そしてこの試験片は後に $1 - n''_1/N''_1$ の疲労寿命を残していることになる。このとき $n''_1/N''_1 > n_1/N_1 > n'_1/N'_1$ である。したがって前者の場合の累積繰返し数比 $n_1/N_1 + (1 - n'_1/N'_1)$ は後者の場合の累積繰返し数比 $n_1/N_1 + (1 - n''_1/N''_1)$ より大きくなる。以上疲労過程中的転位組織観察のみから二段二重重複疲労試験の疲労寿命を論じたが、実際には試験片自体が発熱のため高温になっているため炭化物析出による時効効果が大きく影響すると思われる。疲労過程中的転位と炭化物の相互作用については今後の課題としたい。

Wood¹⁸⁾ は 70-30 黄銅について応力変動がき裂の発生におよぼす影響を表面組織的に研究した。そして $\sigma_1 < \sigma_2$ のとき、応力切換え後、低応力で成長したマイクロクラックは急激に成長し、そして速く破断に至り $\sigma_1 < \sigma_2$ の場合の方が $\sigma_1 > \sigma_2$ のときより疲労寿命は短くなることを示唆した。しかしこの結果はすでにマイクロクラックが発生した後の試験片を問題にしており、これをもって平滑試験片の累積繰返し^比数^を論ずるのは不適当かと思われる。なぜなら前述のとおり平滑試験片ではき裂発生後の寿命は全寿命のほんの数%にすぎず、この場合疲労き裂発生前の試験片の疲労変形状態が問題にされなければならないからである。

切欠き試験片の $\sigma_1 > \sigma_2$ 試験における応力切換え直後のき裂の停留につ

いては、従来き裂先端部分における圧縮の残留応力がその原因であるといわれてきた。18-8 オーステナイト鋼の場合もこのことが当てはまると思われるが、この場合き裂先端に生ずるマルテンサイトのため、この効果はさらに強調されると思われる。すなわちき裂先端における $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態のとき生ずる体積増加のため、マルテンサイトは周囲の γ 相から強い圧縮方向の拘束を受けることになる。したがってき裂先端部分に大きい圧縮の残留応力が生ずることになる。このように一次の高応力でき裂先端に発生する圧縮の残留応力の効果は他種金属の場合より大きいであろう。

3-3-4 小 括

これまでの詳細な疲労変形の観察結果をまとめる意味でこれを模式的に表現し、これと転位組織との関係を検討するとともに今後の指針についても述べた。主な結果は次のようになる。

- 1) X線的に観察される格子ひずみと全方位差の疲労過程初期における急増期は *Dislocation bundle* から *Band structure* への移行期に、そしてそれらの平衡期および微視的き裂発生時の急増期はそれぞれ *Band structure* の発達期と *Cell structure* の形成期に相当する。
- 2) 18-8 オーステナイト鋼の場合、*Subgrain boundary* はき裂の優先的発生場所ではなく、き裂は $\{111\}$ 面 *Trace* の方向に走っていることから、これは主すべり面における *Cleavage crack* の形で発生するものと思われる。なお今後、他の高積層欠陥エネルギーを有する材料について疲労き裂発生と *Subgrain boundary* との関連性を詳細に検討してゆく必要があると思われる。
- 3) 18-8 オーステナイト鋼では高応力疲労においても低応力疲労においても疲労き裂発生直前の転位組織はほぼ同じ状態と考えてよい。従来

からいわれている両者の場合の疲労き裂発生機構の違いを考えるのは不必要と思われる。

- 4) 疲労き裂の伝播機構は次のようになる。すなわち *stage 1* ではき裂は $\{111\}$ 面 *Trace* に沿い、その面内にマルテンサイトを形成しつつ進行する。*Stage 2* におけるき裂は、その先端に生ずる応力集中が *Stage 1* のき裂のそれに比較して大きいためマルテンサイトの形成領域も広いと思われる。き裂はマルテンサイトに対して *Non-crystallographic* に貫粒型で進行すると思われる。
- 5) 平滑試験片の二段二重重複疲労試験の疲労寿命を転位組織の挙動から定性的に説明できた。切欠き試験片における $\sigma_1 > \sigma_2$ 試験の応力切換え直後のき裂の停留はき裂先端のマルテンサイト形成による圧縮残留応力の増加により説明できると思われる。なお応力が変動する場合の微視的疲労挙動の究明は今後に残された大きな課題の一つであろう。

第 3 - 4 章 結 論

本編では、18-8 オーステナイト鋼の疲労過程中的の転位組織とマイクロクラック先端部分の変形組織を直接観察するとともに、この結果と第2編における疲労変形表面組織の観察結果とを合わせ考えることによって18-8 オーステナイト鋼の疲労き裂発生と伝播の機構に検討を加えた。また一部、第1編の応力変動を伴う場合の疲労挙動に対しても金属組織学的な面から考察を加えることを試みた。

疲労過程中的の転位の挙動には低応力疲労と高応力疲労の場合とでかなりの差がみられた。すなわち前者では疲労過程のごく初期に *Dislocation bundle* が形成され、これが応力繰返し数とともに次第に *Dislocation dipole*, *Elongated dislocation loop* から成る *Band structure*, さらに *Cell structure* に変化していくのに対し、高応力疲労ではかなり初期に発達した *Band structure* が形成されるとともに、特に結晶粒界近傍では *Cell structure* が認められる。これらは疲労過程の進行とともに、次第に *Dislocation loop* から成る明りょうな *Cell structure* に発達する。そしてマイクロクラック発生時には両者共にほぼ同じ *Cell structure* を示す。き裂はこのような *Cell structure* 中で発生するが、*Cell wall* が必ずしも優先的発生場所とならず、むしろき裂は主すべり面における *Cleavage crack* の形で発生する。これは低積層欠陥エネルギー材料の特徴を示しているものと思われる。一方、そのき裂先端部分にはマルテンサイトが認められることから、き裂はその先端にマルテンサイトを生じつつ進行してゆくことになる。Stage 1 では、レプリカ電子顕微鏡観察で確かめられたように $\{111\}$ 面 *Trace* に沿う *Slip band crack* 型の進行形態を示すが Stage 2 においては、き裂先端部分における高い応力集中のためマル

テンサイトの形成は一つの $\{111\}$ 面のみにとどまらずその形成領域が広がるため、その進展径路はすべり線の方に無関係な複雑な形態を示す。いずれの場合も、き裂は、マルテンサイトの *Non-crystallographic* な貫粒破壊を通じて進行してゆくと思われる。この結果、疲労破面には凹凸の激しい不規則なマルテンサイトの組織が認められることになる。

応力変動を伴う場合の疲労挙動が、疲労過程中的転位挙動とき裂先端におけるマルテンサイトの形成から定性的に説明できたが、これに関してはさらに詳細な検討が望まれる。

参考文献

- 1) W. Bollmann, *Phys. Rev.*, 103 (1956) 1588.
- 2) P. B. Hirsch, P. G. Partridge and R. L. Segall, *Phil. Mag.*, 4 (1959) 721.
- 3) R. L. Segall and P. G. Partridge, *Phil. Mag.*, 4 (1959) 912.
- 4) R. L. Segall, *Electron Microscopy and Strength of Crystals*, Wiley, 1963. P. 515
- 5) G. W. J. Waldron, *Acta Met.*, 13 (1965) 897.
- 6) C. E. Feltner, *Phil. Mag.*, 8 (1963) 2121.
- 7) R. L. Segall, P. G. Partridge and P. B. Hirsch, *Phil. Mag.*, 6 (1961) 1493.
- 8) J. C. Grosskreutz and P. Waldow, *Acta Met.*, 11 (1963) 717.
- 9) J. T. McGrath and W. J. Bratina, *Phil. Mag.*, 12 (1965) 1293.
- 10) M. Klesnil and P. Lukáš^v, *J. Iron and Steel Inst.*, 203 (1965) 1043.
- 11) P. Lukáš^v and M. Klesnil, *Czech. J. Phys.*, 14 (1964) 600.
- 12) P. Lukáš^v, M. Klesnil und P. Ryš^k, *Z. Metallkunde*, 135 (1956) 109.
- 13) M. Klesnil, M. Holzmann, P. Lukáš^v and P. Ryš^k. *J. Iron and Steel Inst.*, 203 (1965) 47.
- 14) S. Weissmann, A. Shrier and V. Greenhut, *Trans. ASM*,

59 (1966) 709.

15) 辛島誠一, 及川洪, 小倉次夫, 日本金属学会誌, 31 (1967)

669.

16) D. H. Avery and W. A. Backofen, *Fracture of Solids*,
Interscience, 1962, P. 339.

17) O. Vingsbo, *Phil. Mag.*, 17 (1968) 441.

18) 例えば W. A. Wood, S. McK. Cousland and K. R. Sargant, *Acta Met.*, 11 (1963) 643.

19) A. W. Ruff and H. G. F. Wilsdorf, *Acta Met.*, 13 (1965)
694.

20) W. G. Johnston and J. J. Gilman, *J. Appl. Phys.*, 31
(1960) 632.

21) J. R. Hancock and J. C. Grosskreutz, *Acta Met.*, 17
(1969) 77.

22) M. J. Whelan, P. B. Hirsch and R. W. Horne, *Proc. Roy. Soc.*,
A240 (1957) 524.

23) P. R. Swann, *Electron Microscopy and Strength of Crystals*,
Wiley, 1963, P. 131.

24) P. B. Hirsch, *Internal Stresses and Fatigue in Metals*,
Elsevier, New York, 1958. P. 139.

25) P. M. Kelly and J. Nutting, *J. Iron and Steel Inst.*, 199
(1961) 199.

26) P. M. Kelly, *Electron Microscopy and Strength of Crystals*,
Wiley, 1963. P. 917.

27) H. M. Otte, *Acta Met.*, 5 (1957) 614.

- 28) 西山善次, 清水謙一, 日本金属学会誌, 27 (1963) 497.
- 29) 西山善次, 清水謙一, 鉄と鋼, 50 (1964) 2215.
- 30) S. J. Basinski, Z. S. Basinski and A. Howie, *Phil. Mag.*, 19 (1969) 899.
- 31) 例えば J. C. Grosskreutz, *J. Appl. Phys.*, 34 (1963) 372.
Fatigue -An Interdisciplinary Approach, Syracuse Univ. Press, 1964. P. 27.
- 32) C. E. Feltner and C. Laird, *Acta Met.*, 15 (1967) 1633.
- 33) C. E. Feltner and C. Laird, *Trans. AIME*, 242 (1968) 1253.
- 34) M. J. Whelan, *Proc. Roy. Soc.*, A249 (1959) 114.
- 35) D. H. Avery and W. A. Backofen, *Acta Met.*, 11 (1963) 653.
- 36) L. E. Murr and P. J. Smith, *Trans. AIME*, 233 (1965) 755.
- 37) J. T. McGrath and G. W. J. Waldron, *Phil. Mag.*, 9 (1964) 249.
- 38) E. E. Laufer and W. N. Roberts, *Phil. Mag.*, 14 (1966) 65.
- 39) W. A. Wood and R. L. Segall, *Proc. Roy. Soc.*, A242 (1957) 180.
- 40) 幡中憲治, 中川紀寿, 川辺秀昭, 山田朝治, 日本材料学会第18期総会学術講演会前刷, (1969) 87.
- 41) A. J. McEvily and R. G. Boettner, *Acta Met.*, 11 (1963) 725.

- 42) P. J. E. Forsyth, *Acta Met.*, 11 (1963) 703
- 43) 幡中憲治, 川辺秀昭, 山田朝治, 第13回材料研究連合講演会前刷,
(1969) 19.
- 44) 幡中憲治, 川辺秀昭, 田中政夫, 材料, 掲載予定.
- 45) N. F. Mott, *Acta Met.*, 6 (1958) 195.
- 46) A. J. McEvily and E. S. Machlin, *Fracture, Technology Press and Wiley, New York*, (1959). P. 450.
- 47) R. K. Ham and T. Broom, *Proc. Roy. Soc.*, A251 (1959)
186.
- 48) U. H. Lindborg and B. L. Averbach, *Acta Met.*, 14 (1966)
1583.
- 49) U. H. Lindborg, *Acta Met.*, 16 (1968) 889.
- 50) J. R. Low, *Fracture, Technology Press and Wiley, New York*, 1959, P. 68
- 51) J. F. Breedis, *Acta Met.*, 13 (1965) 239.
- 52) T. Angel, *J. Iron and Steel Inst.*, 177 (1954) 165.

本論文は実用金属材料のうちでは最も積層欠陥エネルギーが低く、しかも変形による $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態という特殊性を有する 18-8 オーステナイト鋼の疲労挙動を微視的に追求することにより、その疲労破壊機構を明らかにするとともに低積層欠陥エネルギーを有する材料の疲労機構に示唆を与えようとしたものである。

本研究の結果明らかになつた事柄は、各編、各章の小括にまとめたので、ここではそれらを通観し、概要を記して総括とする。

第 1 編 18-8 オーステナイト鋼の巨視的疲労挙動

第 1-1 章では、疲労現象を最終破断点のみから評価するだけでなく、材料の疲労過程中的力学的挙動を明らかにすることの重要性を述べ本編における研究の意義と目的に²いて述べた。

第 1-2 章では、平滑試験片の疲労過程中的発熱現象を明らかにするとともに、その疲労挙動を、疲労過程中的試験片表面温度の変化それに試験片のたわみ変化を測定することにより追求した。そして二段二重重複疲労試験における疲労寿命が試験中における試験片表面温度、それにたわみ挙動からよく説明できることを示した。

第 1-3 章では、切欠き材の疲労き裂伝播挙動を主として疲労き裂の進展曲線と破面の電子顕微鏡および細束 X 線による観察とから検討した。疲労き裂の進展曲線は、室温試験と高温試験では異なつた形態を示し、また破面の *Fractography* も高温試験のそれには疲労破面特有の規則正しい *striation* が観察されたのに対し室温試験の破面には不規則な凹凸のあるマルテンサイトの組織が観察された。一方、二段二重重複疲労試験における疲労寿命

を疲労き裂進展曲線と疲労き裂^{長さ}繰返し数比曲線とから論じた。

第1—4章は本編の結論で18—8オーステナイト鋼の疲労過程中的特殊な力学的挙動について述べるとともに疲労過程に形成されるマルテンサイトの重大性を示唆した。

第2編 疲労き裂の発生と伝播の微視的挙動

第2—1章は本編の緒言で18—8オーステナイト鋼の疲労挙動を明らかにし前編において検出されたマルテンサイトを正しく評価するためには、疲労き裂発生前および発生後の疲労変形組織を微視的に観察、検討することが必要であることを述べた。

第2—2章では主として疲労き裂発生過程を、電子顕微鏡レプリカ法、細束X線法により検討した。それによると、室温試験におけるすべり線は低積層欠陥エネルギー材料の特徴である *Planar slip line* を示すのに対し200℃試験では交差すべりが比較的容易になつた結果 *Wavy* なすべり線形態を示す。そしていずれの場合も結晶粒界近傍で二重すべり、交差すべりを含む特に複雑な変形が観察され、疲労き裂はこの場所において *Slip band crack* として発生する。X線的にはこの段階で格子ひずみ、全方位差が急増する。

第2—3章では疲労き裂およびその先端部の変形組織を微視的に観察した結果その部分には α -マルテンサイトが形成されており、またそれとともに不完全ながらも *Subgrain* が形成されていることを明らかにした。これより疲労き裂はその先端にマルテンサイトを生じつつ進展してゆくことが示唆された。

第2—4章では18—8オーステナイト鋼の高温疲労変形を微視的に追求するとともに比較の意味で純アルミニウムの高温疲労変形を検討した。18—

8 オーステナイト鋼は低積層欠陥エネルギー材料であるにもかかわらず高温ではきわめて発達した *Extrusion, Intrusion* を形成し、疲労き裂部分にも明りょうな *Subgrain* が認められることから高温では他の高積層欠陥エネルギーを有する材料とほぼ同じ疲労挙動を示すことを明らかにするとともに、アルミニウムは高温では体心立方晶系金属に似た変形組織を示すことを確かめた。

第2—5章は結論であり、18—8 オーステナイト鋼の疲労機構の特異性について述べるとともに疲労き裂の発生と伝播の関連性をいっそう明確にした。

第3編 疲労過程中的転位の挙動

第3—1章は緒言であり前編までの表面組織の検討に加えて、疲労変形によつて生じた内部組織の微視的観察の必要性を説くとともに疲労き裂の発生と内部組織との関係を直接実験的に確かめることの重要性を論じた。

第3—2章では18—8 オーステナイト鋼の疲労過程中的転位組織とマイクロクラック先端部分の変形組織を直接観察することによってそのき裂発生と伝播の機構に検討を加えた。すなわち疲労過程中的転位の挙動は、低応力疲労と高応力疲労の場合とでかなりの差がみられ前者では疲労過程のごく初期に *Dislocation bundle* が形成されこれが応力繰返し数とともに *Dislocation dipole*, *Elongated dislocation loop* からなる *Band structure*, さらに *Cell structure* に変化してゆくのに対し、高応力疲労では、かなり初期に発達した *Band structure* が形成されるとともに特に結晶粒界近傍においては *Cell structure* が認められた。そしてマイクロクラック発生時には両者ともほぼ同じ *Cell structure* を示した。き裂はこのような *Cell structure* 内で発生するが *Cell wall* が必ずしもその

優先的発生場所とならず、むしろき裂は主すべり面における *Cleavage crack* の形で発生することが明らかになった。一方、そのき裂先端部分にはマルテンサイトが形成されていることを直接確かめた。

第3-3章では、これまでの疲労変形の微視的観察結果をまとめる意味でこれらを模式的に表現してさらに詳細な検討を加えることによって18-8オーステナイト鋼の疲労破壊機構を明らかにするとともに今後解決すべき問題点についても言及した。

第3-4章は結論で18-8オーステナイト鋼の疲労き裂はすべり面の *Cleavage crack* として発生しその後はマルテンサイトの破壊を通じて成長してゆくことを確認した。

謝

辞

終りに、本研究実施に当り終始御懇篤な御指導と御鞭撻をいただいた恩師、山田朝治教授に対して心より謝意を表すとともに、しばしば有益な御教示を賜わつた副島吉雄教授、田中義信教授、築添正教授、津和秀夫教授、菊川真教授、栗谷丈夫教授、藤田広志教授、田中政夫教授、高村正治助教授、川辺秀昭助教授、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、実験を行なう際に種々御教示いただいた芳井熊安氏をはじめ山田研究室の方々に厚くお礼申し上げます。

さらに貴重なる実験材料の提供をいただきました日本冶金工業株式会社に對し厚く謝意を表します。