

## 疲労を受けた純銅の粒界き裂発生と転位組織\*

兼 城 英 夫<sup>\*1</sup>, 片 桐 一 宗<sup>\*2</sup>  
真 壁 朝 敏<sup>\*1</sup>, 糸 村 昌 祐<sup>\*1</sup>Dislocation Structures and Intergranular Crack Initiation  
in Fatigued CopperHideo KANESHIRO, Kazumune KATAGIRI,  
Chobin MAKABE and Shousuke ITOMURA

Although a number of models for the initiation of intergranular cracks under fatigue have been proposed, most of them are not considered to be sufficient qualitatively. In this study, the mechanism of intergranular crack initiation in fatigued copper is investigated on the basis of the observation of dislocation structures and surface topography by means of transmission and scanning electron microscopy. At the intersections of ladder-like structures with the grain boundary, extrusion-type intergranular deformations are frequently observed. It is also found that the ladder-like structures are sometimes formed along the grain and twin boundaries. On the basis of these observations, a mechanism of crack initiation at the grain boundary is proposed.

**Key Words:** Fatigue, Dislocation, Nonferrous Metal, Ladder-like Structure, Intergranular Deformation, Intergranular Crack Initiation

## 1. 緒 言

疲労き裂は、低サイクル領域ではほとんど結晶粒界で発生するが、高サイクル領域でも数は少ないが結晶粒界や双晶境界に沿って発生すると言われている<sup>(1)(2)</sup>。そのため、粒界でのき裂の発生については多くの研究が行われ、また、粒界でのき裂発生機構についてもいくつか提案されている<sup>(3)-(10)</sup>が、まだどの機構が定性的に妥当であるのか明らかになっていないようである。これまでの研究は、主として、光学顕微鏡や走査形電子顕微鏡を用いて試料表面や縦断面を観察することによって行われており、特に疲労過程で形成される転位組織と関連させて行った研究は極めて少ないようである。

著者らは、前報<sup>(11)</sup>において、70/30 黄銅の転位組織と表面の観察から、ひずみ集中域と粒界の交差部に突出した粒界変形が生じることを見出し、これに立脚した粒界き裂の発生機構を提案したが、このような機構が他の金属に対しても適用可能な一般性をもつ

のであるのか興味をもたれる。特に、70/30 黄銅では、ひずみ集中域は真空中で長期の応力繰返しを行わなければ明りょうに現れないが、これに対して純銅でははしご状組織という明りょうなひずみ集中域が形成されるので、純銅はひずみ集中域と粒界との相互作用を研究するには好都合な材料であると思われる。

このような観点から、本報では、70/30 黄銅よりも転位の交差すべりの容易な純銅について高サイクルと低サイクルの疲労試験を行い、形成された転位組織と試料表面を観察することによって、純銅における粒界き裂の発生機構を検討した。

## 2. 使用材料および実験方法

使用した材料は直径 15 mm の OFHC 銅で、図 1 に示す形状・寸法の試験片に機械加工した後、600°C で 1 時間の真空焼なましを行い、さらに電解研磨で表面を 30 μm 程度除去して実験に供した。表 1 と表 2 に供試材の化学成分と機械的性質を示す。疲労試験は電気油圧サーボ式疲労試験機を用いて引張圧縮の両振り応力下で行った。表面観察と転位組織の観察には、応力振幅  $\sigma = 90$  MPa で  $N = 6 \times 10^4$  (寿命  $N_f = 2 \times 10^5$ ) 回繰返した試験片と  $\sigma = 170$  MPa で  $N = 10^3$  (寿命  $N_f = 5 \times 10^3$ ) 回繰返した試験片を用いた。それぞれの試験片は

\* 1995 年 8 月 23 日 材料力学講演会において講演、原稿受付 1995 年 4 月 12 日。

\*<sup>1</sup> 正員、琉球大学工学部 (〒903-01 沖縄県中頭郡西原町字千原 1)。

\*<sup>2</sup> 正員、岩手大学工学部 (〒020 盛岡市上田 4-3-5)。

走査形電子顕微鏡(SEM)による表面観察に用いた後透過形電子顕微鏡(TEM)による転位組織の観察に供した。

低応力の試験片については、表面に平行な薄膜を作製し表面下約20 $\mu\text{m}$ の位置の転位組織を観察したが、高応力のものについては、低応力のものと同様な表面に平行な薄膜試料(Foil P)と縦断面に平行な薄膜試料(Foil L)の2種類の試料について観察を行った。薄膜試料の作製については前報<sup>(17)(18)</sup>で詳述したのでここでは省略する。なお、薄膜試料中の転位組織は200 kVの加速電圧下で観察した。

### 3. 実験結果および考察

十分に良く焼なまされた金属材料が繰返し応力を受けるとその金属固有の転位組織が形成されると言われている。純銅の場合、高サイクル疲労下では、band(あるいはvein)組織が形成され、またband組織内には固執すべり帯や疲労き裂の発生・成長と密接な関係を持つ特殊な組織、いわゆるはしご状組織が形成されると言われている<sup>(19)~(21)</sup>。これまで、はしご状組織は、粒内におけるき裂の発生・成長とだけ関連づけられて研究されてきたが、多結晶材料では、はしご状組織は結晶粒界と交差し、その際、そこになんらかの変化が起ることが予想される。

図2に高サイクル疲労で形成された純銅のband組織と結晶粒界の代表的な形状を示す。この図からわかるように、一般的に、純銅の結晶粒界は直線的な様相

を呈し、また、粒界近傍には自由表面近傍で見られたのと同様な転位密度の低い領域<sup>(20)</sup>が認められた。このような粒界とはしご状組織とが交差した場合どのような変化が現れるのか調べてみた。図3にはしご状組織と粒界が交差する代表的な例を示す。この図に見られるように、一般的には、はしご状組織と粒界の交差部にはほとんど変化が見られなかった。また、はしご状組織によって隣接結晶粒の組織が影響を受けているようにもみえなかった。しかしながら、以下に示すように、数は少ないが、はしご状組織と交差する粒界の交差部の形状が周囲の粒界形状と明らかに異なっていると思われる場合があった。まず、図4において、はしご状組織を形成しているwallは多少不明りょうであるが、はしご状組織と粒界の交差部に突出し状の粒界変形が生じているのがわかる。この粒界突起の高さは約0.3 $\mu\text{m}$ で極めて小さい。同様に図5においてもはしご状組織と粒界の交差部には明りょうな突出し状の粒界変形が見られる。この図にみられる粒界突起の高さは

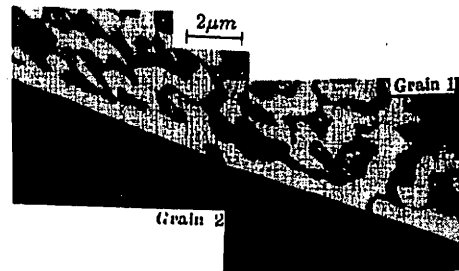


Fig. 2 Band structure and straight grain boundary ( $\sigma=90$  MPa, foil P)



Fig. 3 Ladder-like structure intersecting grain boundary ( $\sigma=90$  MPa, foil P)

Table 1 Chemical compositions [wt. PPM]

Cu	Pb	O <sub>2</sub>	Se	S
Bal.	<10PPM	<10PPM	<10PPM	<18PPM

Table 2 Mechanical properties

Proof strength (MPa)	Tensile strength (MPa)	Elongation (%)	Reduction of area (%)
44.1	204.8	53.3	91.5

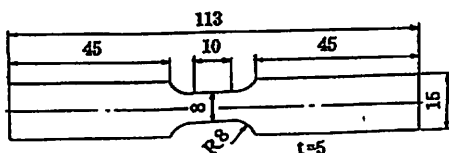
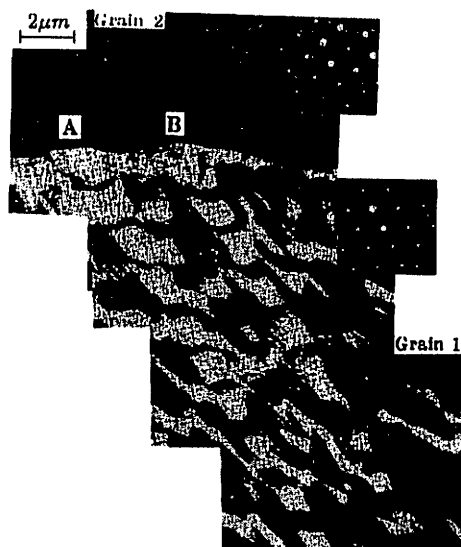


Fig. 1 Shape and dimension of test specimen [mm]

Fig. 4 Ladder-like structure intersecting grain boundary ( $\sigma=90$  MPa, foil P)Fig. 5 Ladder-like structure intersecting grain boundary ( $\sigma=90$  MPa, foil P)

約  $0.6 \mu\text{m}$  で図 4 のものの 2 倍の値になっている。図 6 では、約  $2 \mu\text{m}$  離れた互いに平行な 2 本のはしご状組織の形成が見られると同時に、いずれのはしご状組織の根元にも突出し状の粒界変形が生じているのがわかる。一方、図 7 に、隣接する二つの結晶粒にまたがって連続してはしご状組織が形成されている場合を示すが、このような場合には粒界部にほとんど変化は見られなかった。著者らは同様な観察結果を 70/30 黄銅の場合にも得ている<sup>(22)</sup>。このように、本研究でも明らかにすることはできなかったが、隣接する結晶粒間で集中したすべり運動が連続して起こる場合には交差部に

Fig. 6 Ladder-like structure intersecting grain boundary ( $\sigma=90$  MPa, foil P)

粒界変形が生じないのに対して、すべり運動が粒界で阻止されるような適当な条件が満たされる場合には、はしご状組織を伴うひずみ集中域と粒界の交差部にも突出し状の粒界変形が生ずることがわかった。

疲労過程における結晶粒界の変形については、これまでほとんど注目されず、その報告例も極めて少ないが、Winter ら<sup>(23)</sup> は、疲労過程で形成された純銅の転位組織について報告している中で、はしご状組織と粒界の交点に生じた粒界の曲り(buckling)について報告している。しかしながら、彼らは、このような粒界変形をき裂発生と関連づけてはいないようである。ひずみ集中域と粒界の相互作用について、Mughrabi ら<sup>(4)</sup> は、2 本の近接した活性なすべり層上を運動する正負

の刃状転位を想定して、粒界におけるねじれ変形の機構を提案しているが、本研究での限られた観察では、そのようなねじれ変形を示す証拠は得られなかった。また、Tanaka ら<sup>17)</sup>は Mughrabi らと同様な仮定のもとにひずみ集中域と粒界の相互作用に基づく粒界き裂の発生機構を提案しているが、彼らの機構では粒界の変形は考慮されていないようである。

次に、図 8 では、図中 B で示す位置にはしご状組織が形成されているが、A で示す位置にも幅は細いが粒界に沿ってはしご状組織が形成されているのがわかる。図 9 も粒界に沿うはしご状組織の例である。これらは、粒界近傍が粒内と同様にすべり運動の活発な領域となりうることを示しており、すべり運動による粒界き裂の発生が現実的であることを示している。西谷

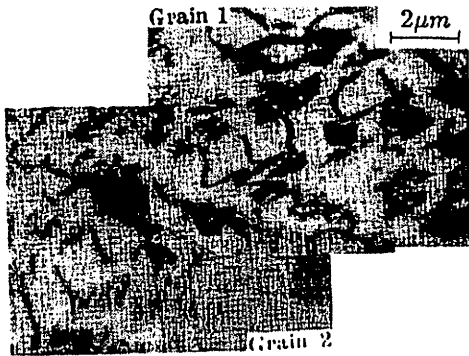


Fig. 7 Ladder-like structures continuing across grain boundary ( $\sigma=90$  MPa, foil P)

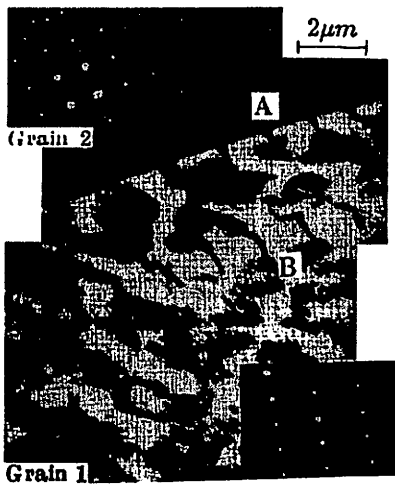


Fig. 8 Ladder-like structure along grain boundary ( $\sigma=90$  MPa, foil P)

ら<sup>11)</sup>は、試験片表面に描いた細線の観察から、純銅では粒界に沿うずれにより粒界き裂が発生することを報告しているが、これは上記の観察結果とも定性的に一致している。また、面心立方金属である銅の疲労き裂は、すべり面 {111} と一致する双晶境界に沿っても発生すると言われているので、はしご状組織と双晶境界の関係も調べてみた。図 10 は、幅が約  $1\mu\text{m}$  の狭い双晶内に形成されたはしご状組織で、また、図 11 は双晶の境界に沿って形成されたはしご状組織である。これより、応力条件が満たされれば双晶境界もすべり運動の活発なすべり集中域の一方または両方の境界面となり、疲労き裂の発生箇所となりうるということが理解される。

次に、図 12~14 に  $\sigma=170$  MPa で形成された転位組織を示す。応力振幅が高いため転位組織はセル組織になっている。図 12 では、メッキ層と母材の境界、す

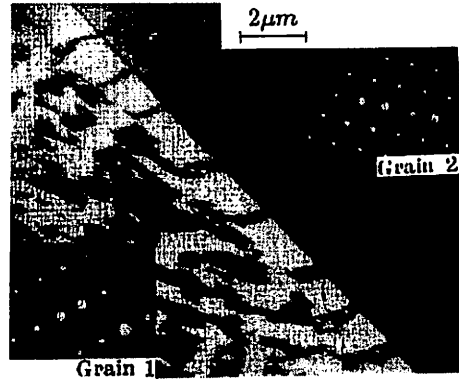


Fig. 9 Ladder-like structure along grain boundary ( $\sigma=90$  MPa, foil P)

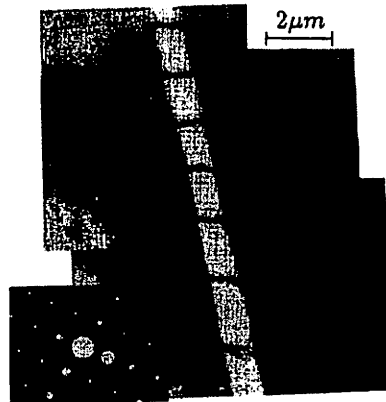


Fig. 10 Ladder-like structure along twin boundary ( $\sigma=90$  MPa, foil P)

なわち表面から粒界に沿って内部へ発生・成長したせん断形と思われるき裂が見られるが、粒界に沿う特殊な組織の形成は見られない。また、図 13 においては、表面から内部に向かって発生・成長したき裂が見られると同時に、図中 A で示す位置に段(step)が形成され

ているのがわかる。Kim ら<sup>(13)</sup>は、光干渉法によって純銅の表面を研究し、結晶粒界に形成された高さ  $1.5\mu\text{m}$  の段による応力上昇によってき裂が粒界に発生するという機構を提案している。Nakano ら<sup>(14)</sup>も、粒界をはさむ片側または両側に山(mound)や谷(valley)が形成され、その応力集中によってき裂が粒界に発生するというモデルを提案している。しかしながら、Kim らも Nakano らも、表面の小さな起伏が応力集中をもたらすという証拠を示してはいない。図 13 A の直下でも転位密度の増加または周囲と比較してセルの寸法の減少などが見られず、き裂発生に段が直接関係したという証拠は認められない。また、図 14 に表面下約  $20\mu\text{m}$  における粒界と粒界近傍の組織を示す。図中 A

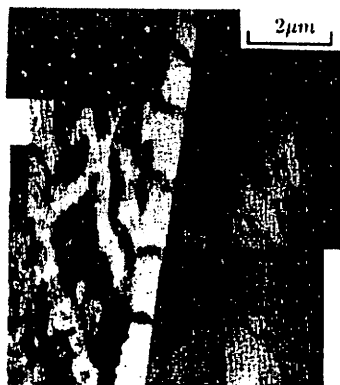


Fig. 11 Ladder-like structure along twin boundary ( $\sigma=90\text{ MPa}$ , foil P)

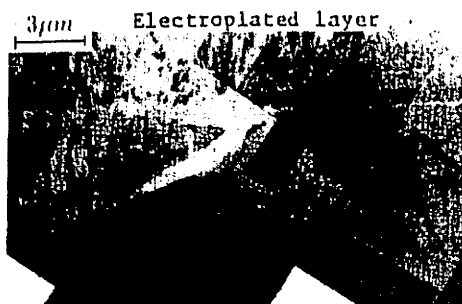


Fig. 12 Intergranular crack and cell structure ( $\sigma=170\text{ MPa}$ , foil L)



Fig. 13 Intergranular crack and cell structure ( $\sigma=170\text{ MPa}$ , foil L)

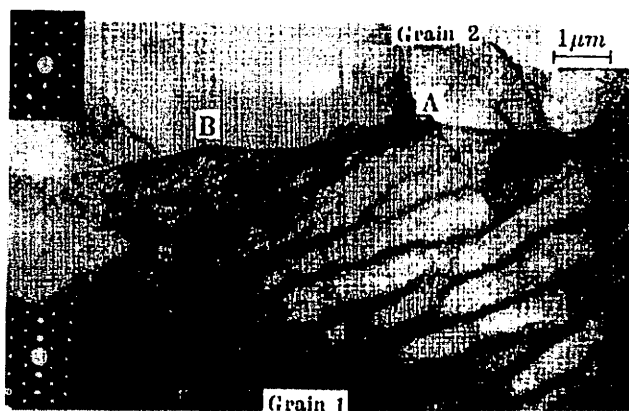


Fig. 14 Cell structure and extrusion-type intergranular deformation ( $\sigma=170\text{ MPa}$ , foil P)

および B で示す位置には比較的小規模な粒界突起の形成が見られるが、これらの突起に対応する特殊な組織の形成は見られない。高応力下では、複数のすべり系が同時に作動するので組織のセル化が進行すると思われるが、これらの突起は前報<sup>17)</sup>の 70/30 黄銅の高応力下の突起の形状と良く似ており、結晶粒 1 では主として、主すべり系に属する転位の運動で形成されたものと思われる。

次に、図 15~17 に内部組織の観察に用いた試料の表面の SEM 写真を示す。図 15 では、粒界き裂の形成が見られるのと同時に、すべり帯 A, B, C と粒界が交差する位置 O, P, Q には突起が形成されているのがわかる。これら突起の幅はそれぞれ約 0.6  $\mu\text{m}$ , 0.7  $\mu\text{m}$ , 1.4  $\mu\text{m}$  で、本実験で観察されたはしご状組織の幅(図 5 のものは 1.8  $\mu\text{m}$  あるが、大部分は 0.9~1.3  $\mu\text{m}$  であった)と同程度であり、突起形成とはしご状組

織との関連性を示している。また、このような突起と粒界でのき裂発生の関係を図 16 に示す。図 16 より、すべり帯 A, B, C と粒界の交差部は突起状となり、これら突起の根元に微小き裂が発生しているのがわかる。したがって、転位組織とこれらの表面観察より、純銅においても 70/30 黄銅と同様に、まずはしご状組織と粒界の交差部に粒界突起が形成され、応力繰返しに伴って突起の根元に微小き裂が発生し、それらが合体して粒界き裂になっていくものと思われる。すべり帯と粒界の衝突に基づく粒界き裂の発生機構はすべり帯衝突機構(slip band impingement mechanism)と呼ばれている。この機構は、すべり面上を運動する転位が粒界によって阻止されて堆積し、その堆積転位による応力集中によって粒界にき裂が発生するしくみになっている。この機構では、粒界そのものの変形が考慮されておらず、本研究ならびに前報<sup>17)</sup>の 70/30 黄銅の結果から判断すると、この機構の一般性には疑問もたれる。次に、図 17 では、粒界き裂とすべり帯はほぼ平行になっており、これは定性的には図 9 と同じものであると思われる。また、図 15~17 は低応力振幅下で形成されたものであるが、高応力振幅下で形成されたものも、すべり線の密度が高くすべり線の発生している結晶粒が多い点を除けば、低応力振幅下のものと顕著な差異はなかった。

#### 4. 結 言

疲労を受けた純銅の表面近傍の転位組織と試料表面を観察することにより、以下のことが明らかになった。

低応力振幅下では、

- (1) はしご状組織と結晶粒界が交差すると、すべり運動が粒界で阻止される等の適当な条件が満たされ

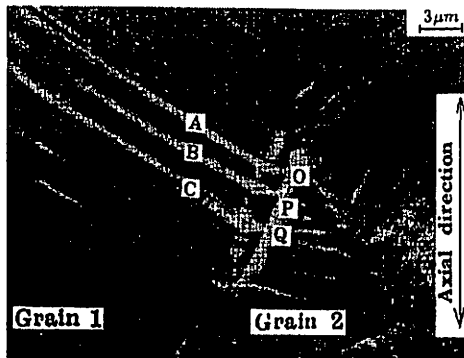


Fig. 15 Extrusion-type intergranular deformation and intergranular crack ( $\sigma=90$  MPa)

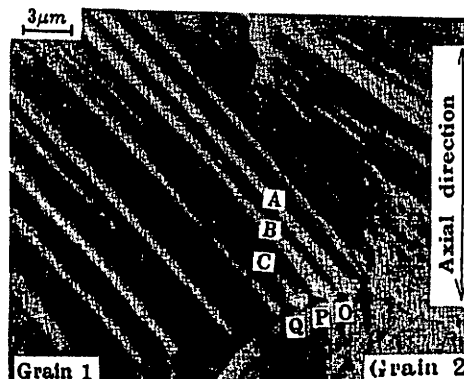


Fig. 16 Extrusion-type intergranular deformation and intergranular crack initiation ( $\sigma=90$  MPa)

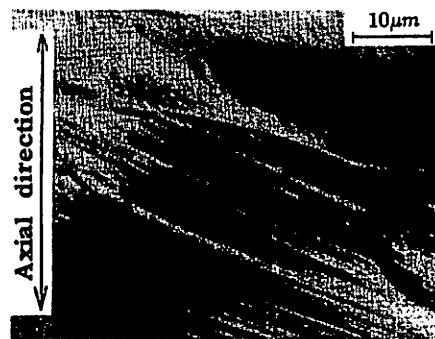


Fig. 17 Slip bands and intergranular crack ( $\sigma=90$  MPa)

る場合には、突出し状の粒界変形が生ずる。

(2) このような粒界変形は粒界におけるき裂発生の要因となり、応力繰返しに伴って微小き裂は合体して粒界き裂と成る。

(3) 結晶粒界や双晶境界に沿ってもしご状組織は形成される。これは、これらの境界が粒内での固執すべり帯におけるき裂発生と同様な機構によるき裂発生の有力な箇所となりうることを示している。

高応力振幅下では、

(4) 発生した粒界き裂と関連のある特殊な転位組織は観察されなかった。しかしながら、粒界に沿って突出し状の粒界突起が観察され、(2)と同様の機構によってき裂は粒界で発生・成長すると考えられる。

## 文 献

- (1) 片桐一宗・ほか4名, 材料, 25-275(1976), 724-730.
- (2) 片桐一宗・ほか4名, 材料, 26-285(1977), 531-537.
- (3) Kim, W. H. and Laird, C., *Acta Met.*, 26(1978), 777-787.
- (4) Thompson, A. W., *Acta Met.*, 20(1972), 1085-1094.
- (5) Lim, L. C., *Acta Met.*, 35(1987), 1653-1662.
- (6) Mughrabi, H., ほか3名, *ASTM STP*, 811(1983), 5-45.
- (7) Tanaka, K. and Mura, T., *ASME*, 48(1981), 97-103.
- (8) Nakano, Y. and Sandor, B., *Proc. 1973 Symp. Mech. Behav. Metals*, (1974), 187-194, Kyoto.
- (9) Kemsley, D. S., *J. Inst. Metals*, 85(1957), 420-421.
- (10) Feltner, C. E. and Beardmore, P., *ASTM STP*, 467(1970), 77-112.
- (11) 西谷弘昭・陳耿明, 機論, 51-465, A(1985), 1281-1289.
- (12) 北川茂・中嶋哲朗, 材料, 23-251(1974), 625-631.
- (13) Zener, C., *Trans. ASM*, 40(1948), 3-31.
- (14) Strohn, A. N., *Advances in Physics*, 6(1957), 418-465.
- (15) Gilman, J. J., *Trans. Metall. Soc. AIME*, 212(1958), 783-791.
- (16) Yokobori, T., *J. Appl. Mech.*, (1957), 77-80.
- (17) 荻城英夫・ほか2名, 機論, 59-560, A(1993), 910-915.
- (18) 荻城英夫・屋富祖建樹, 機論, 52-475, A(1986), 593-600.
- (19) Lukas, P., ほか2名, *Phys. Stat. Sol.*, 27(1968), 545-558.
- (20) Katagiri, K., ほか5名, *Met. Trans.*, A, 8(1977), 1769-1773.
- (21) 荻城英夫・ほか4名, 機論, 56-524, A(1990), 731-738.
- (22) Kaneshiro, H., ほか4名, *Met. Trans.*, A, 21(1990), 667-671.
- (23) Winter, A. T., ほか2名, *Acta Met.*, 29(1981), 735-748.