

琉球大学学術リポジトリ

70/30黄銅の低サイクル疲労における粒界き裂の発生と転位組織

メタデータ	言語: 出版者: 日本機械学会 公開日: 2007-03-04 キーワード (Ja): キーワード (En): Low Cycle Fatigue, Dislocation, Nonferrous Metal, Strain Localized Region, Grain Boundary Deformation, Grain Boundary Crack Initiation 作成者: 兼城, 英夫, 真壁, 朝敏, 片桐, 一宗 メールアドレス: 所属:
URL	http://hdl.handle.net/20.500.12000/227

70/30 黄銅の低サイクル疲労における
粒界き裂の発生と転位組織*兼城英夫*¹, 真壁朝敏**², 片桐一宗*³Dislocation Structures and Grain Boundary Cracking
in Low-Cycle Fatigued 70/30 Brass

Hideo KANESHIRO, Chobin MAKABE and Kazumune KATAGIRI

The mechanism of grain boundary (GB) crack initiation in low-cycle fatigued 70/30 brass is investigated on the basis of the observation of dislocation structures and surface topography by means of transmission and scanning electron microscopy. The dislocation structures are almost the same as those observed in a high-cycle fatigue test. Although typical dislocation structures are not indicative of strain localized regions (SLRs), the SLRs are recognized in the favorably oriented grains. At the intersections of such SLRs with the GB, extrusion-type GB deformations are frequently observed. These GB deformations are considered to be responsible for GB cracking. Based on the observations, the possible mechanism for the GB cracking in low-cycle fatigued 70/30 brass is discussed.

Key Words: Low Cycle Fatigue, Dislocation, Nonferrous Metal, Strain Localized Region, Grain Boundary Deformation, Grain Boundary Crack Initiation

1. 緒 言

疲労破壊は応力繰返しに伴うき裂の発生と成長により起こる。一般に、多結晶金属材料の疲労き裂の発生は、突き出しや入り込みを伴う固執すべり帯で起こるか結晶粒界と自由表面の交差する箇所で行われる。このため、固執すべり帯や粒界でのき裂の発生については、これまで数多くの研究が行われ、き裂発生機構も多く提案されている^{(1)~(10)}。しかしながら、特に、転位組織の観点から言えば、固執すべり帯については、銅および銅合金を中心に多くの研究が行われ^{(11)~(16)}、種々の成果が得られているが、粒界でのき裂発生については表面観察に視点を置いた研究が大部分であり、疲労過程で形成された転位組織と粒界との相互作用について研究し、これに基づいて粒界き裂の発生機構を検討した研究は少ないようである。著者らは、前報⁽¹⁴⁾で、銅および銅合金の高サイクル疲労で形成されたひずみ集中域について研究し、これらの材料のひずみ集中域の

転位組織的特性について、また粒内のひずみ集中域と突き出しあるいは疲労き裂発生との直接的関係について報告し、さらにひずみ集中域と粒界との交差部に生じた粒界の突き出し形状変形の観察より、高サイクル疲労下での粒界き裂の発生機構を提案した⁽¹⁵⁾⁽¹⁶⁾。同様の機構が、繰返し塑性ひずみが大きくすべり運動が活発な低サイクル疲労にも適用できるかどうか、あるいは低サイクル疲労下では他の機構が作動しているのか興味をもたれる。このような観点から、本報では、低サイクル疲労で形成された70/30黄銅の粒界き裂について、表面観察と転位組織の観察を行い、これに基づいて低サイクル疲労下での70/30黄銅の粒界き裂の発生機構を検討した。

2. 使用材料ならびに実験方法

直径15mmの70/30黄銅引抜材を図1に示す形状・寸法に機械加工し、600°Cで1時間の真空焼なましを行った後、表面層を約30μm除去し実験に供した。表1、2に供試材の化学成分と機械的性質を示す。図2は、電気油圧サーボ式疲労試験機を用いて、引張圧縮の両振り塑性ひずみ幅 $\Delta\epsilon_p$ を一定にして得られた供試材の低サイクル領域のS-N曲線で、表面観察と転位組織の観察は、図2中の破線で示す塑性ひずみ

* 平成4年9月2日 材料力学講演会において講演、原稿受付平成4年9月16日。

¹ 正員、琉球大学工学部(☎903-01 沖縄県中頭郡西原町字千原1)。

² 正員、琉球大学短期大学部(☎903-01 沖縄県中頭郡西原町字千原1)。

³ 正員、岩手大学工学部(☎020 盛岡市上田4-3-5)。

幅 $\Delta\epsilon_p = 0.03$ のもとで 10^3 回のひずみ繰返しを与えた試験片について行った。走査形電子顕微鏡を用いて、表面に形成されたすべり帯と粒界き裂との関係を調べた後、図3に示す手順で薄膜試料を作製した。まず、放電加工機で試験片表面に平行に表面を含む厚さ 0.5 mm の薄板を切り出した後、この薄板から直径 4 mm の円板を切り出した。次に、この円板をエメリー紙で表面と反対の試料内側から厚さ 0.2 mm まで仕上げ、これについて、図3に示すように、ジェット電解研磨、仕上げ電解研磨、イオンシンニングの工程を経て、電子線の透過可能な薄膜試料を作製した。得られた薄膜は表面下約 20 μm の深さに相当するもので、薄膜試料中の転位組織は、透過型電子顕微鏡を用い 200 kV の加速電圧のもとで観察した。

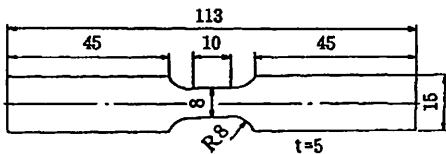


図1 試験片の形状・寸法(mm)

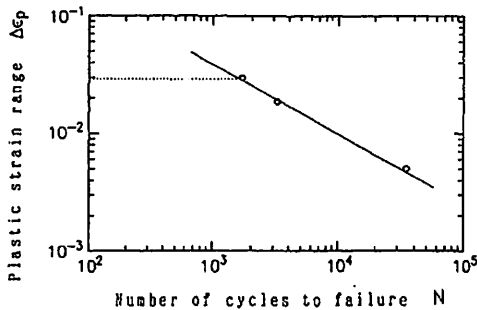


図2 70/30黄銅のS-N曲線

3. 実験結果および考察

疲労を受けた 70/30 黄銅の代表的な転位組織として、高サイクル疲労の場合は、 $\langle 101 \rangle$ 方向に平面的に配列した組織が報告されている¹²⁾。本研究での低サイクル疲労で形成された組織は、繰返し塑性ひずみが大きく転位運動が活発なことから、二重すべりを示す互いに交差した組織や部分的に絡み合った組織が多く観察され、また引き伸ばされたセル状組織も見られた。図4に代表的な転位組織を示す。図4の組織も局部的に絡み合っているが、全体的には $\langle 101 \rangle$ 方向に配列した様相を呈している。この図4で注目すべき点は、図4中の A, B の位置に形成された粒界の異常変形である。通常、焼なまされた状態での粒界の形状は、銅および銅合金では、極めて直線的であり、不自然な形状は見られない。したがって、図4中の結晶粒1からの突起は、繰返し変形中に形成されたもので、後述のひずみ集中域と粒界との相互作用によって形成されたものと考えられる。両突起の幅は約 0.6 μm 、突起間の間隔は約 4 μm であり、これらの値はこのような突起形成と固執すべり帯との関係を思わせる。図5もこのような粒界の異常変形の例で、結晶粒1内にはほぼ $\langle 101 \rangle$ 方向に配列した組織の発達が見られると同時に、結晶粒1と2の粒界部Aには図4と同様の異常変形

表1 70/30黄銅の化学成分(wt%)

Cu	Fe	Pb	Zn
69.12	0.01	Tr	Bal

表2 70/30黄銅の機械的性質

Proof strength (MPa)	Tensile strength (MPa)	Elongation (%)	Reduction of area (%)
68.6	309.7	70.1	83.3

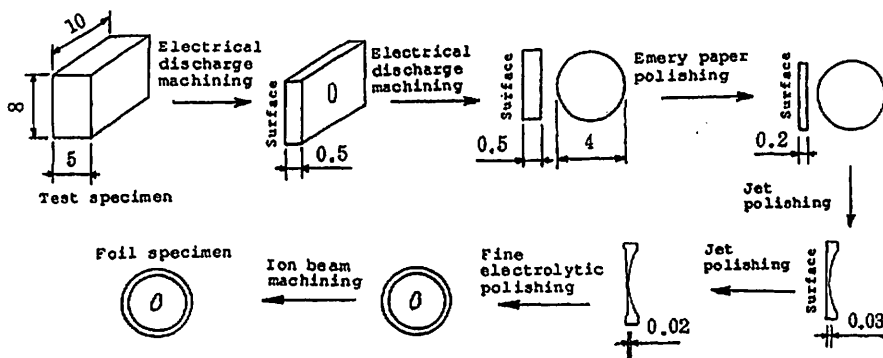


図3 薄膜作製のフローチャート(mm)

が見られる。その幅は約 $0.5 \mu\text{m}$ で、図 4 のものと同程度の大きさである。図 5 中の結晶粒界には疲労き裂の形成が見られないことや同様な他のいくつかの観察結果から判断すると、このような粒界の突き出し状変形は粒界き裂の発生前に形成されることがわかった。図 6 には三つの突き出し状変形の形成が見られる。転位組織の形態は、前述の二つと比較してはっきりせず、方向性も不明りょうである（左半分の組織は幾らか $\langle 101 \rangle$ 方向に配列した様相を示している）。A、B、C 点に形成された突起の幅はそれぞれ 0.8 、 0.4 、 $0.5 \mu\text{m}$ で、A 点の突起の幅は他の二つの約 2 倍になっている。A と B、B と C の突起間の間隔は約 $1 \mu\text{m}$ で、図 4 のものと比較してかなり小さい。このように、本研究で行われた低サイクル疲労では、通常の高サイクル疲労の場合と同様に、二つの活性なすべり層からなるひずみ集中域の形成は、転位組織からは、明りょうには

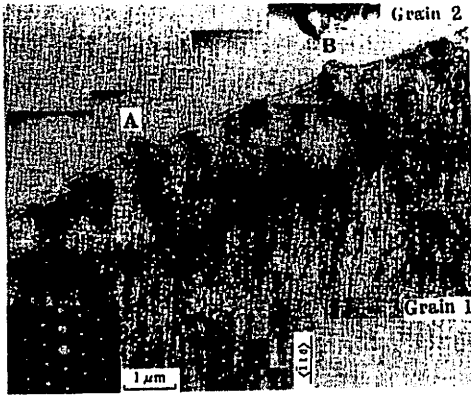


図 4 低サイクル疲労で形成された転位組織と粒界変形

観察されなかった。その理由は、ひずみの繰返しが必要ないからであり、前報⁽¹⁵⁾⁽¹⁶⁾に述べたように、ひずみ集中域を露頭させるには、真空環境下で長期の繰返し変形を与えればよい。

疲労過程で形成される粒界変形については、これまであまり注目されず、報告例も極めて少ない。Winter⁽¹⁷⁾は、高サイクル疲労下で形成された純銅の転位組織を観察し、その中で梯子状組織と粒界との交差点での粒界の曲り (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粒界き裂の発生と結びつけて論じてはいないようである。著者らは、前報⁽¹⁵⁾⁽¹⁶⁾において、図 7 および図 8 に示すように、長期の応力繰返し（同一応力振幅下での大気中での寿命の約 150 倍）を与えた 70/30 黄銅の試料中

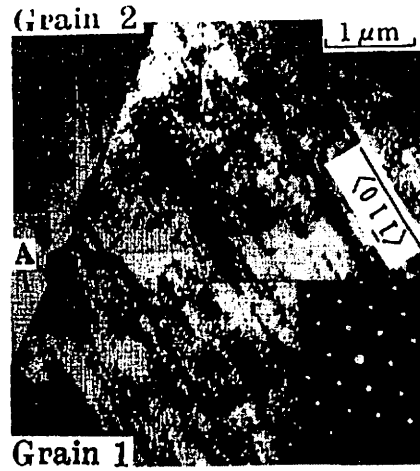


図 5 低サイクル疲労で形成された転位組織と粒界変形

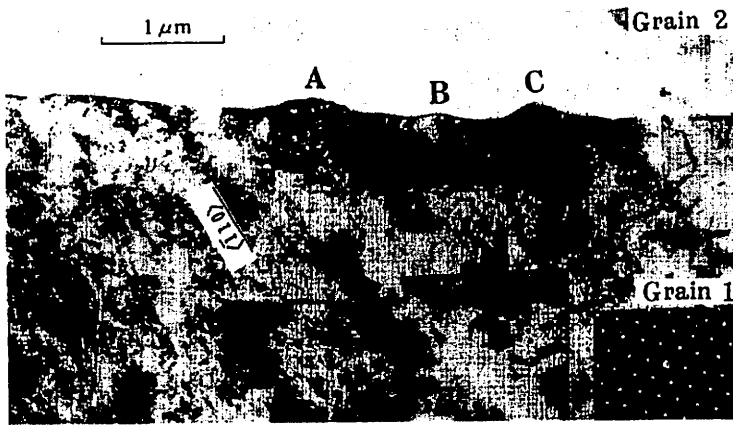


図 6 低サイクル疲労で形成された転位組織と粒界変形

には、通常の平面的な転位組織内に2本の平行で近接した活性なすべり層からなるひずみ集中域（図7には L_{11} , L_{12} と L_{21} , L_{22} のすべり層から構成されたひずみ集中域が二組見られる）の形成が見られること、またこのようなひずみ集中域と粒界との交差点には突き出し状変形（図8のA点の突起）が形成されることを報告した。この高サイクル疲労で形成された突起の幅は約 $0.2\mu\text{m}$ で、前述の低サイクル疲労のもの半以下の大きさである。

次に、本研究で内部組織の観察に用いた試料表面の走査形電子顕微鏡写真を図9に示す。粒界に沿ってき裂が発生・成長し、図9中のA, B, …, における箇所には、突き出し状の突起の形成が見られる。これらの突起には、例えば、A部の突起には、 L_{11} , L_{12} の二つの平行なすべり層からなるひずみ集中域が対応しているのがわかる。これらの突起の幅は $0.5\mu\text{m}$ 程度で、前述の内部組織で見られた粒界突起の幅と同程度であり、両者の同一性が理解される。

以上の低サイクル疲労における転位組織の観察と表面観察ならびに高サイクル疲労における転位組織の観察結果から総合的に判断すると、高サイクル疲労と同様低サイクル疲労においても、都合の良い方位の結晶

粒中には応力繰返しに伴って二つあるいは多数の近接した活性なすべり層からなるひずみ集中域が形成され、またこのようなひずみ集中域が粒界と交差すると突き出し状の粒界変形が形成されると考えられる。しかしながら、ひずみ集中域の幅は、低サイクル疲労のものは高サイクル疲労のもの2倍以上の大きさがある。一般に、ひずみ集中域の幅は積層欠陥エネルギーと密接な関係があるようで、純銅で $1\sim 1.5\mu\text{m}$ ⁽¹³⁾⁽¹⁸⁾であるのに対して、70/30黄銅では $0.2\sim 0.3\mu\text{m}$ ⁽¹⁵⁾⁽¹⁶⁾の値を示し、積層欠陥エネルギーが低くなるにつれてひずみ集中域の幅は小さくなる傾向がある。高応力下では、積層欠陥エネルギーの高い場合と同様に、転位の交差すべりが頻繁に生じるので、幅の広いひずみ集中域が形成されると考えられる。

二つの近接したすべり層から構成されたひずみ集中域の概念を最初に転位論に導入したのはLinら⁽¹⁹⁾であり、Mughrabiら⁽⁴⁾やTanakaら⁽⁹⁾がこれをさらに発展させた。Mughrabiらは、このようなひずみ集中域を想定して、突き出しの形成のシミュレーションに成功しており、またひずみ集中域と粒界との相互作用による粒界のねじれ変形を考へ出している。しかしながら、本研究での限られた範囲内では、このような粒界のねじれ変形は観察されなかった。また、Tanakaらは、二つの近接したすべり層からなるひずみ集中域の仮定のもとに、塑性ひずみ幅とき裂発生寿命の関係がCoffin-Manson則に従うことや結晶粒径と疲労強度との関係がPetchの式に一致することを解析すると同時に、ひずみ集中域と粒界との相互作用も検討して粒界でのき裂の発生機構も提案している。しかしながら、彼らのモデルでは、粒界そのものの変形は考慮されていない。

一方、表面観察を通して、低サイクル領域での粒界き裂の発生機構を検討した研究は多い。Kimら⁽¹⁾は、



図7 高サイクル疲労で形成された70/30黄銅のひずみ集中域 ($\sigma_a=147\text{MPa}$, $N=1.5\times 10^7$ cycles)

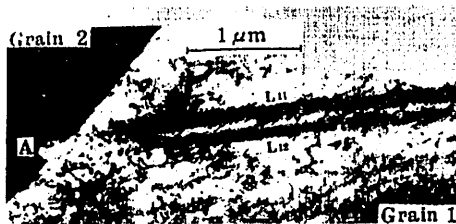


図8 高サイクル疲労で形成された70/30黄銅のひずみ集中域と粒界変形

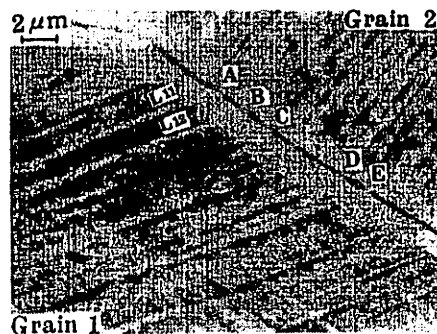


図9 突き出し状変形と粒界き裂

光干渉法による純銅の表面観察から、結晶粒界に形成された高さ 1.5 μm の段 (step) による応力集中によって、粒界でき裂が発生・成長するという機構を提案している。また、Lim⁽²⁾ は、ニッケル粗大結晶粒の低サイクル疲労において、大気中では粒界と衝突するすべり帯によって粒界き裂の発生が誘起され、真空中では、試料表面に形成されたしわが粒界き裂発生の原因であると報告している。Kemsley⁽⁷⁾ も、純銅について、低応力下ではき裂は粒内で発生するが、高応力下では粒界で発生するようになり、表面のしわが原因で粒界に谷 (valley) が形成され、その応力集中により粒界にき裂が発生すると報告している。コバルトバナジウム合金に関する Feltner ら⁽⁸⁾ の研究によれば、粒界に衝突するすべり帯における offset shear が粒界を横切って高応力をもたらす。その値が粒界の結合力よりも大きくなると粒界でのき裂の発生が起こる。また、西谷ら⁽⁹⁾ は、試料表面に粗さ計のダイヤモンド針で細線を描き、その連続観察の結果から、純銅では粒界に沿うずれにより、70/30 黄銅では粒界に沿うずれと粒界に

累積する不整合により、粒界にき裂が発生することを報告している。結局、これらの説によれば、次の三つが原因で粒界にき裂が発生する。すなわち、(i) 粒界に形成された段などの応力集中源、(ii) すべり帯と粒界との衝突による不整合かまたは推積転位による応力集中、(iii) 粒界に沿うずれ。(i) と (iii) については、本研究では確認されず、別の適切な研究が必要と思われる。(ii) は、高サイクル疲労下での粒界き裂の発生機構として知られているすべり帯衝突機構 (slip band impingement mechanism)⁽²⁾⁽⁶⁾⁽¹⁰⁾ に相当し、独立した一つのすべり面上を運動する転位が粒界によって阻止され、Zener⁽²⁰⁾ や Stroh⁽²¹⁾ の考えに立脚した推積転位による応力集中により、粒界にき裂が発生するしくみになっている。しかしながら、この機構では、一つ一つのすべり面は独立して存在しており、また粒界そのものの変形を考慮していないなどの問題がある。前報^{(14)~(16)} と本研究の結果から判断すると、金属材料の疲労き裂の発生機構については、少なくとも銅および



図 10 高サイクル疲労で形成された 70/30 黄銅の互いに接し合っただけで発達したひずみ集中域

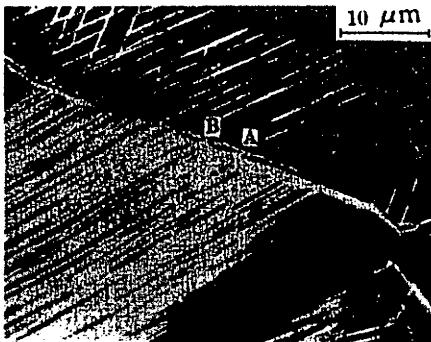


図 11 多数のひずみ集中域による粒界変形と粒界き裂

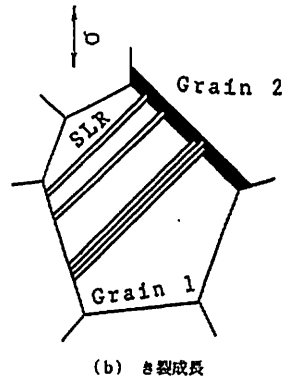
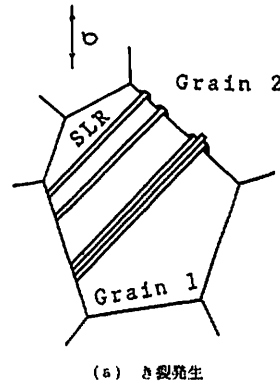


図 12 ひずみ集中域と粒界との相互作用による粒界き裂の発生・成長

銅合金については、一つ一つの独立したすべり面ではなく、二つの平行で近接した活性なすべり面から構成されたひずみ集中域を基本要素として設定しなければならないと思われる。通常、このようなひずみ集中域は、都合の良い方位をした結晶粒中にある間隔において発達するが多いが、図 10 に示すように、複数個のひずみ集中域が互いに接し合って発達する場合もある。特に、繰返しひずみ振幅が大きくすべり運動が活発な低サイクル疲労下では、このようなひずみ集中域の集合形成が促進されるものと考えられる。図 11 の A と B 部には、複数個のひずみ集中域が協力して作動したと思われる幅の広い粒界突起の形成がみられる。

上記の観察結果に基づいて、低サイクル疲労下での粒界き裂の発生機構を図 12 に示す。一つ一つのひずみ集中域あるいは集合化したひずみ集中域と粒界との交差点に粒界突起が形成され、そこにき裂が発生し (a)、その後の応力繰返しに伴って、それらは互いに合体して粒界き裂へと成長していく (b)。このようなき裂の発生には、前に述べた粒界でのすべりの不整合、推積転位による応力集中のほかに、形成された突起部での粒界に沿うすべりによるはく離も寄与するものと考えられる。これは、図 13 に示すように、粒界三重点においても低い頻度であるがき裂の発生が観察されることから推測できる。

4. 結 言

低サイクル疲労を受けた 70/30 黄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。

(1) 高サイクル疲労と同様低サイクル疲労においても、適当な方位の結晶粒中には、幅の広い (数千 Å) ひずみ集中域が形成されるが、これに対応する特殊な転位組織は形成されない。

(2) このようなひずみ集中域と粒界との交差する箇所には、extrusion タイプの突起やそれらの集合体が形成される。

(3) 大部分の粒界き裂は、このような粒界変形部に発生したき裂がその後の応力繰返しに伴って合体し

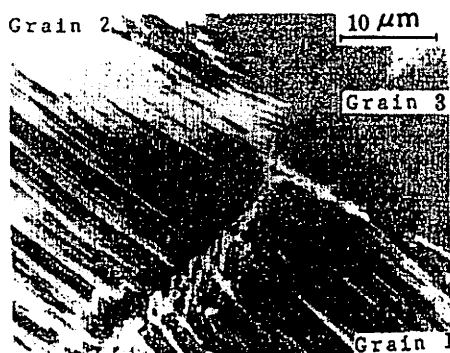


図 13 粒界三重点でのき裂の発生・成長

て成長したものであると考えられる。

文 献

- (1) Kim, W. H. and Laird, C., *Acta Met.*, 26 (1978), 777.
- (2) Thompson, A. W., *Acta Met.*, 20 (1972), 1085.
- (3) Lim, L. C., *Acta Met.*, 35 (1987), 1653.
- (4) Maghrabi, H., ほか 3 名, *ASTM STP*, 811 (1983), 5.
- (5) Tanaka, K. and Mura, T., *ASME*, 48 (1981), 97.
- (6) Nakano, Y. and Sandor, B. I., *Proc. 1973 Symp. Mech. Behav. Maters.*, (1974), 1897, Kyoto.
- (7) Kemsley, D. S., *J. Inst. Metals*, 85 (1957), 420.
- (8) Feltner, C. E. and Beardmore, P., *ASTM STP*, 467 (1970), 77.
- (9) 西谷・陳, 機論, 51-465, A (1985), 1281.
- (10) 北川・中峠, 材料, 23-251 (1974), 626.
- (11) Lukas, P., ほか 2 名, *Phys. Stat. Sol.*, 27 (1968), 545.
- (12) Lukas, P. and Klesnil, M., *Phys. Stat. Sol.*, 37 (1970), 833.
- (13) Katagiri, K., ほか 5 名, *Metall. Trans.*, A, 8 (1977), 1769.
- (14) Kaneshiro, H., ほか 4 名, *Metall. Trans.*, A, 19 (1988), 1257.
- (15) Kaneshiro, H., ほか 4 名, *Metall. Trans.*, A, 21 (1990), 667.
- (16) 兼城・ほか 4 名, 機論, 56-524, A (1990), 51.
- (17) Winter, A. T., ほか 2 名, *Acta Met.*, 29 (1981), 735.
- (18) 兼城・昭富根, 機論, 52-475, A (1986), 593.
- (19) Lin, T. H. and Ito, Y. H., *J. Mech. Phys. Solids*, 17 (1965), 511.
- (20) Zener, C., *Trans. ASM*, 40 (1948), 3.
- (21) Stroh, A. N., *Advances in Physics*, 6 (1957), 418.