

## 疲労で形成された70/30黄銅, 85/15黄銅, 純銅のひずみ集中域の 転位組織とき裂発生\*

兼城 英夫\*<sup>1</sup>, 片桐 一宗\*<sup>2</sup>, 屋富祖 建樹\*<sup>1</sup>  
真壁 朝敏\*<sup>3</sup>, 小林 弘夫\*<sup>4</sup>

### Dislocation Structure of Strain Localized Region and Fatigue Crack Initiation in 70/30 Brass, 85/15 Brass and Pure Copper

Hideo KANESHIRO, Kazumune KATAGIRI, Tateki YAFUSO,  
Chobin MAKABE, and Hiro-o KOBAYASHI

Although a number of models for the formation of extrusions and intrusions have been proposed, most of them are not considered to be sufficient. It is not yet clear whether or not the same mechanism may be responsible for the formation of extrusions in 70/30 brass, 85/15 brass and pure copper with different capability of cross slip. In this paper, investigations on dislocation structures of strain localized regions and fatigue crack initiation in these metals subjected to a long term stress cycling in vacuum were carried out by means of transmission electron microscopy. The strain localized regions bounded by two adjacent active glide layers were observed in the favorably oriented grains. Such strain localized regions were in close association with the formation of extrusion and transcrystalline cracking. At the intersections of the strain localized regions and the grain boundaries, extrusion-type deformations were sometimes formed due to the restraints of slip motions by the neighbouring grains.

**Key Words:** Dislocation Structure, Fatigue Crack Initiation, Extrusion, Strain Localized Region, Grain Boundary Cracking

#### 1. 緒 言

金属材料の疲労破壊は応力繰返し中における結晶粒内および結晶粒界でのき裂の発生により始まる。一般に、結晶粒内で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と密接に関連し、そのため固執すべり帯についてはこれまで数多くの研究がなされ<sup>(1)-(4)</sup>、また突き出しや入り込みの形成機構についても多くのモデルが提唱されてきた<sup>(5)-(9)</sup>。しかしながら、これらのモデルの多くはその有効性について疑問があると考えられている。特に、転位組織的観点から言えば、純銅については固執すべり帯と関連した組織として梯子状組織が観察され、疲労き裂がこの特殊な組織と関連して発生・成長することが報告されているが、き裂発生の立場からは梯子状組織を構成するウォールを含む帯中央部が重要なのか、梯子状組織とマトリックスの界面が重要な役割を演じるのかまだ十分に明らかになっていない。また、70/30黄銅については、突き

出しや入り込みと密接に関連した転位組織が存在する  
のか、そして存在するならばその転位組織的特性はどの  
ようなものであるのか明らかにされていない。また、  
最近、高サイクル疲労においても粒界でのき裂発生が  
重要視され始めている<sup>(10)-(12)</sup>が、これについての転位  
組織的研究は数少ないようである。著者らは先に、疲  
勞で形成されるひずみ集中域の研究に長期の応力繰返  
し効果が有効であることを報告<sup>(13)</sup>した。本報では、こ  
のような観点から、70/30黄銅, 85/15黄銅, 純銅試験  
片に真空中で長期の応力繰返しを与えて形成されたひ  
ずみ集中域の転位組織を観察することにより、これら  
の材料のひずみ集中域の共通の特性、ひずみ集中域と  
突き出しの形成ならびにき裂発生の直接的関係、ひず  
み集中域と粒界との相互作用等について研究を行い、  
突き出しの形成機構や粒界でのき裂発生機構について  
検討した。

#### 2. 使用材料ならびに実験方法

直径 15 mm の丸棒引抜材から図 1 に示す形状・寸  
法に機械加工した試験片は、600°C で 1 h の真空焼な  
ましを行った後、電解研磨で表面層を約 30 μm 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。長期の応力繰返しを与えるために、

\* 平成元年 11 月 8 日 材料力学講演会において講演。原稿受  
付 平成元年 2 月 20 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、大阪大学産業科学研究所 (〒567 茨木市美徳ヶ丘 8-1)。

<sup>3</sup> 正員、琉球大学短期大学部

<sup>4</sup> 学生員、琉球大学大学院。

本研究では真空中 ( $1.334 \times 10^{-3}$  Pa) で引張り-圧縮の両振り疲労試験を行い, 70/30 黄銅, 85/15 黄銅, 純銅について, 各々の大気中での寿命の約 150 倍, 25 倍, 7 倍の長期の応力繰返しを与えた試料中の転位組織を観察した。このような長期の応力繰返しを受けた試料中には, 通常の大気中での短い応力繰返しを受けたものと比べてひずみ集中域の組織が発達し, ひずみ集中域に関する詳細な知見が得られるようになる。図 2 は各材料の大気中および真空中での S-N 曲線で, 図中の破線は, 組織観察を行った試験片に加えた応力振幅を示す。電子線の透過が可能で, 試験片長手および半径両方向を含む薄膜試料の作製は前報<sup>(1)</sup>に詳述したので, ここでは省略する。得られた薄膜試料は JEM 200 CX 透過形電子顕微鏡を用い, 200 kV の加速電圧下で観察した。

### 3. 実験結果

**3-1 70/30 黄銅, 85/15 黄銅, 純銅のひずみ集中域の転位組織** 一般に, 焼なました金属材料が繰返し応力を受けると徐々に加工硬化し, やがて一定の飽和値に近づく。加工硬化の途中は金属固有の転位組織が発達する段階であり, 繰返しひずみエネルギーは各結晶粒内の転位の増殖運動や相互作用に費やされるが, 加工飽和後は主としてひずみ集中域での転位の繰返し運動に費やされると考えられる。そのため材料に長期

の応力繰返しを与えればひずみ集中域での長期のすべり運動に由来するすべり面のなんらかの損傷が観察可能な程度まで累積していくことが予想される。図 3, 4, 5 は真空中で長期の応力繰返しを受けた各材料のひずみ集中域の代表的な転位組織である。これまでに疲労を受けた 70/30 黄銅の代表的な転位組織として [101] 方向に平面的に整列した組織が報告されている<sup>(2)</sup>が, このような組織中にもひずみ集中域が存在し, それがどのような形態的特徴を有するのかは明らかでなかった。図 3 は大気中での寿命の約 150 倍の応力繰返しを受けた試料中に観察された組織で, (a) において約  $0.2 \mu\text{m}$  の幅をもつ 2 本の平行な転位組織からなるひずみ集中域が 2 組発達しているのが見られる。(b) はこのようなひずみ集中域が数個互いに接し合って発達したもので, このような例もたびたび観察された。図 4 は大気中での寿命の約 25 倍の長期の応力繰返しを受けた 85/15 黄銅の代表的なひずみ集中域の転位組織である。Lukášら<sup>(3)</sup>によれば 85/15 黄銅の転位組織は 70/30 黄銅タイプと純銅タイプの二つの組織から構成される。図 4 と Lukášらの純銅タイプの組織とを比較しての顕著な差異は, 図 4 ではウォールの両側に L 11, L 12 で示された 2 本の平行な組織が見られることである。このような 2 本の活性なすべり層の組織は常に対をなして形成されていた。図 5 はよく知られた代表的な純銅のひずみ集中域の転位組織で, (a) ではほぼ等間隔に配列したウォールからなる, いわゆる梯子状組織が 3 組形成され, (b) では不明瞭なウォールをした梯子状組織が互いに接し合って発達しているのが見られる。後者は転位のすべり運動に着目すれば図 3 の (b) と類似な組織と考えられる。

表 1 使用材料の化学成分 (wt %)

	Cu	Pb	O <sub>2</sub>	S	Fe	Zn
Copper	>99.99	<10ppm	<10ppm	<18ppm	—	—
85/15 Brass	85.14	Tr	—	—	0.01	Bal
70/30 Brass	69.12	Tr	—	—	0.01	Bal

表 2 使用材料の機械的性質

	Proof strength MPa	Tensile strength MPa	Elongation %	Reduction of area %
Copper	37.2	217.6	42.8	91.8
85/15 Brass	84.3	261.7	45.5	86.2
70/30 Brass	68.6	309.7	70.1	83.3

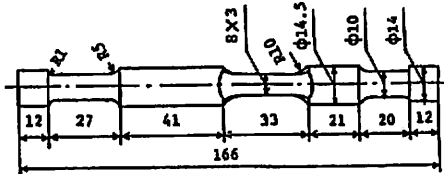


図 1 試験片の形状・寸法 (mm)

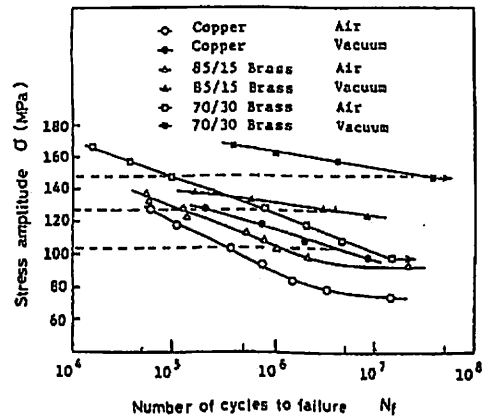


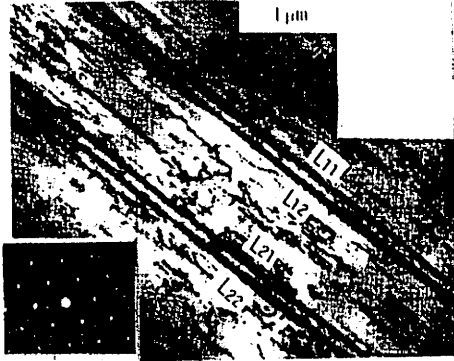
図 2 使用材料の S-N 曲線

3・2 ひずみ集中域と突き出しおよびき裂発生

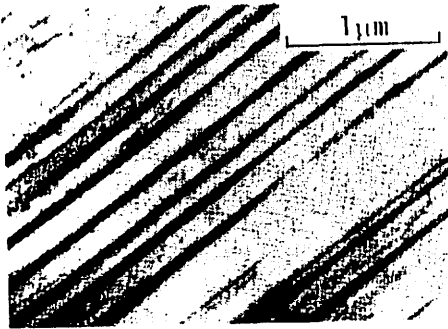
一般に, 高サイクル疲労下では, 疲労き裂は突き出しや入り込みを伴う残存すべり帯に沿って発生すると語られている。Lukášら<sup>(2)</sup>は残存すべり帯と梯子状組織

の関係について, また著者らは<sup>(4)</sup>は疲労き裂の発生・成長と梯子状組織の関係について報告している。図6から明らかなように, 二つの活性なすべり層L11, L12からなるひずみ集中域の根元には突き出しが形成され, またき裂はこれら活性なすべり層の一つに沿って発生・成長している。前報と同様に, 本研究においても入り込みは観察されなかった。これについてはさらに研究を進めていく必要がある。また, き裂前方にポイドは観察されず(直接倍率14000倍), 観察した数多くの活性なすべり層中にもポイドは全く観察されなかった。

3・3 ひずみ集中域と粒界との相互作用 疲労き裂は, 低サイクル疲労下では主として結晶粒界で発生するが, 高サイクル疲労下でもたびたび粒界で発生する。しかしながら, 粒界でのき裂発生についての転位組織的観点からの研究は少ないようである。前述のように, 使用した銅および銅合金では2本の平行で近接したすべり層からなるひずみ集中域が形成され, それ突き出しやき裂の発生と密接に関連しているがわかった。このようなひずみ集中域は多結晶材では粒界と交差し, その際そこになんらかの変化をもたらすことが予想される。図7に結晶粒界をはさむ二つの結晶粒にまたがって転位組織が連続して形成された例を示



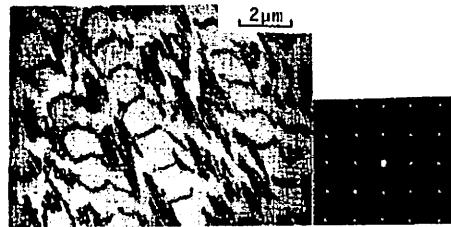
(a)



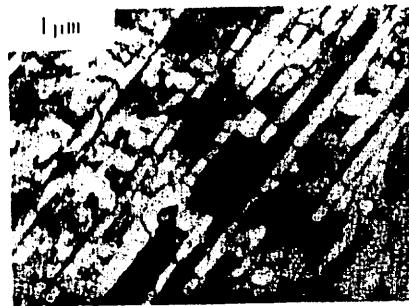
(b)

( $\sigma_a = 147 \text{ MPa}$ ,  $N_f = 1.5 \times 10^7 \text{ cycles}$ )

図3 70/30黄銅のひずみ集中域の転位組織



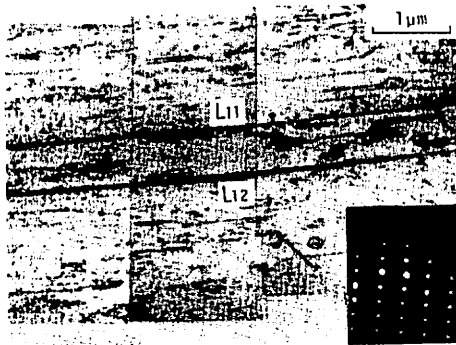
(a)



(b)

( $\sigma_a = 103 \text{ MPa}$ ,  $N_f = 2.45 \times 10^6 \text{ cycles}$ )

図5 純銅のひずみ集中域の転位組織

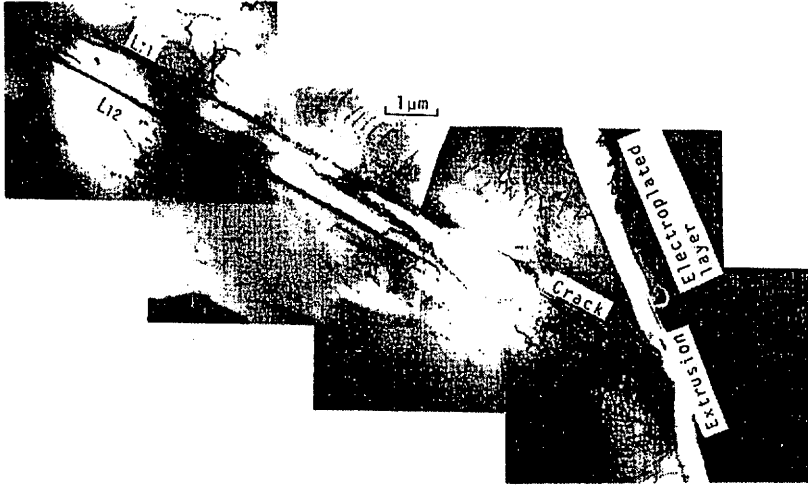


( $\sigma_a = 127 \text{ MPa}$ ,  $N_f = 2.8 \times 10^6 \text{ cycles}$ )

図4 85/15黄銅のひずみ集中域の転位組織

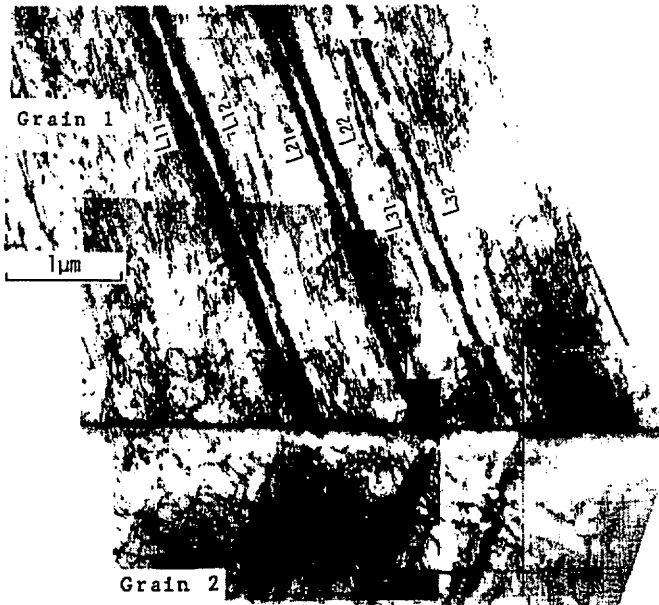
す。図7の結晶粒1には3組のひずみ集中域が形成されており、それらは結晶粒2の内部へと連続して発達している。本研究での限られた観察においては、このようなすべりが二つの結晶粒にまたがって連続して起こっている場合はほとんど結晶粒界に変化がみられな

かった。これに対して、図8は、すべりが隣接する二つの結晶粒間に連続して起こっていない場合を示し、結晶粒1に発達した2組のひずみ集中域は粒界との交点に突き出し状の粒界変形を起こさせている (Grain 2の転位は Bragg 条件からはずれているためコントラ



( $\sigma_a \approx 127$  MPa,  $N_f = 2.8 \times 10^6$  cycles)

図6 85/15黄銅のひずみ集中域と突き出しおよびき裂発生



(70/30黄銅,  $\sigma_a \approx 147$  MPa,  $N_f = 1.5 \times 10^7$  cycles)

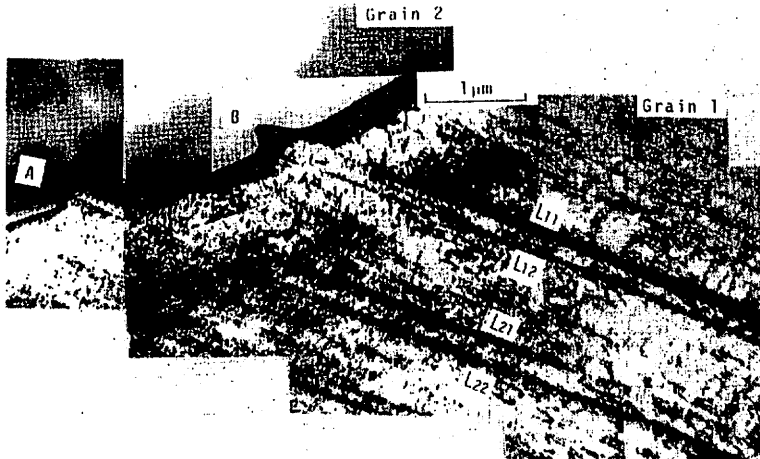
図7 隣接する二つの結晶粒に連続して発達したひずみ集中域の転位組織

ストが消滅している), 銅においても同様な粒界の変形が Winter ら<sup>(15)</sup>によって観察されている. このような変形は後述のように粒界でのき裂発生の要因になると思われるので注目に値する. このほか, き裂発生と関係のあると思われるものに, 図9に示すように双晶境界あるいは粒界に沿って発達したひずみ集中域がある.

#### 4. 考 察

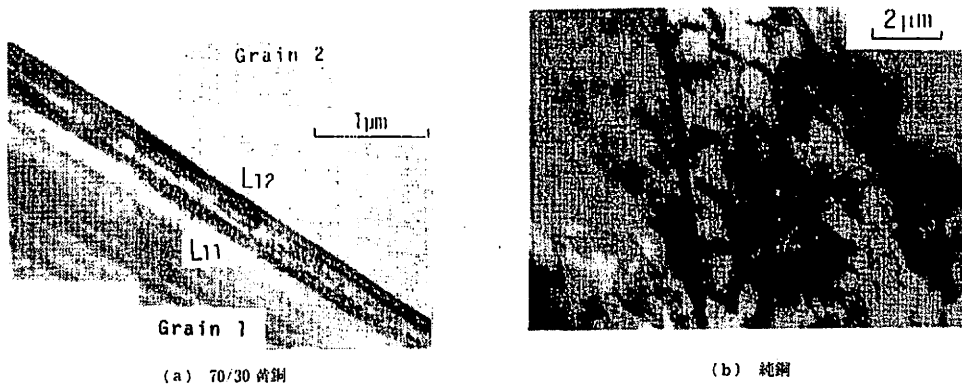
高サイクル疲労下での疲労き裂の発生・成長と密接な関係をもつ突き出しや入り込みの形成機構については Cottrell - Hull のモデル<sup>(6)</sup>, Mott のモデル<sup>(7)</sup>, Wood のモデル<sup>(8)</sup>, Kennedy のモデル<sup>(9)</sup>, Kuhlmann-Wilsdorf のモデル<sup>(10)</sup>など数多く提唱されてきた. しか

しながら, これらのモデルの多くは定量的あるいは定性的に不適當であると言われている. 最近, Essmann ら<sup>(10)(11)</sup>によって現実的と考えられる興味あるモデルが提案された. Band 内での多数の転位の連けい的な運動と双極転位の消滅から成るこのモデルはいずれも二つの平行で近接した界面転位層を形成している. 本研究において, 積層欠陥エネルギー, したがって転位の交差すべりの容易さの異なる材料中にこのような活性化二つのすべり層からなるひずみ集中域の存在が確認され, また近接した二つのすべり層と突き出しの形成とが密接に関連していることがわかった. これより, Essmann らのモデルは, 少なくとも銅と銅合金については現実的に有効であると考えられる. これと関連して粒内での疲労き裂の発生機構については,



(70/30 黄銅,  $\sigma_a = 147 \text{ MPa}$ ,  $N_f = 1.5 \times 10^7$  cycles)

図8 ひずみ集中域と粒界の相互作用による粒界の変形



(a) 70/30 黄銅

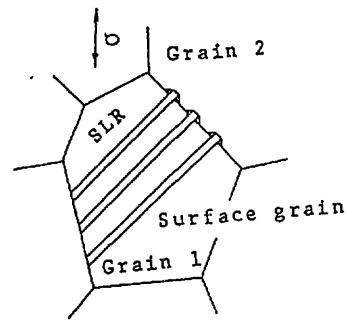
(b) 純銅

図9 結晶粒界に沿って発達したひずみ集中域

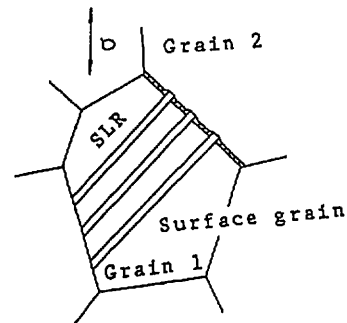
Essmann らのモデルでは, PSB を構成する二つのすべり層と試料表面との交点 (type I stress raiser) と突き出し部に形成される Notch-like valley (type II stress raiser) の二つが考えられている。また, 同様に二つの活性なすべり層を想定している Tanaka ら<sup>(12)</sup>のモデルでは, 入り込みで二つの近接したすべり層の一つに沿って表面から内部に向かって発生・成長するか, 突き出しを形成する PSB と試料内部の粒界との交点から発生したき裂が表面に向かって成長することになっている。本研究では, 突き出しの形成機構に関与した二つのすべり層のうち試料表面と鋭角に交差するすべり層に沿って, き裂の発生・成長しているのが認められた。また, 著者ら<sup>(4)</sup>は, 純銅について, 梯子状組織とマトリックスの界面に沿って発生・成長したき裂と梯子状組織の中央部で発生・成長したき裂の観察にも成功している。これらのことより, 少なくともき裂発生に関する両者のモデルの一部は現実的であると思われる。

次に, 結晶粒界での疲労き裂の発生・成長について考えてみる。Kim ら<sup>(16)</sup>は, 純銅について低サイクル疲労下でのき裂発生を光干渉計を用いて研究を行い, 繰返しひずみ下で形成される粒界の段が応力上昇源になってそこにき裂が発生すると報告している。また, 西谷ら<sup>(17)</sup>は, 銅と 70/30 黄銅について, 試料表面に描いた細線の変形から, 低サイクル疲労下での粒界でのき裂発生を詳細に研究し, 銅では粒界に沿わずれにより, また 70/30 黄銅では粒界に累積した不整合により, き裂が発生することを報告している。低サイクル疲労と高サイクル疲労では, き裂発生の機構が異なると思われるので, ここでは高サイクル疲労下での粒界き裂の発生について述べる。高サイクル疲労下での粒界でのき裂発生について, 田中ら<sup>(18)(19)</sup>はエッチピット解析により, また北川ら<sup>(20)</sup>は表面に形成されたすべり線の観察により, 粒界による結晶粒内のすべり変形の阻止を粒界でのき裂発生の条件にあげている。Essmann ら<sup>(10)(11)</sup>は, PSB と粒界の交点において, pile up した界面転位列による応力集中に起因して突き出し状の変形あるいは粒界の変形を想定した粒界でのき裂発生モデルを報告している。一方, Tanaka ら<sup>(12)</sup>は, 粒界の変形を考慮しないで, 同様な PSB と粒界の交点からのき裂の発生・成長機構を提案している。本研究での限られた観察によれば, 二つの隣接した結晶粒間ですべりが連続して起こるときは, 粒界になんの変形も認められないが, すべり運動が隣接結晶粒によって阻止されるときにはたびたび突き出し状の粒界変形が認められた。これは田中らや北川らの実験結果とも一致す

る。本研究結果と Essmann らおよび Tanaka らのモデルを参考にした粒界でのき裂の発生・成長機構を図 10, 11 に示す。図 10 は, 突き出し状の粒界変形部に発生したき裂(a)が, その後の繰返し中に合体し成長すること(b)を示す。図 11 は, 最大せん断応力方向に近い方位をした結晶粒界に沿って形成されたひずみ集中域に沿って, き裂がすべり分離により発生・成長する



(a) き裂発生



(b) き裂成長

図 10 ひずみ集中域と粒界の相互作用による粒界でのき裂発生・成長

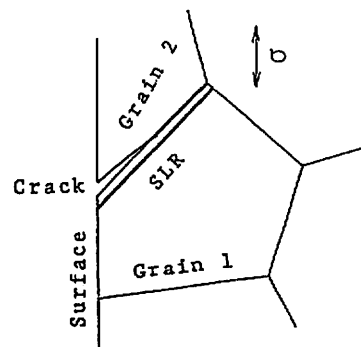


図 11 すべり分離による粒界でのき裂発生・成長

ことを示す。この種のき裂は、ひずみ集中の有無は不明であるが、純鉄において観察されている<sup>(21)</sup>。

今後、上述のようなひずみ集中域を考慮した粒内および粒界でのき裂発生の機構が、他の金属特に b. c. c 金属に対してもどの程度適用可能かさらに研究を進める必要がある。

## 5. 結 言

真空中で長期の比較的低い応力繰返しを受けた 70/30 黄銅, 85/15 黄銅, 純銅バルク試験片の転位組織を観察することにより、以下のことが明らかになった。

- (1) これらの材料のいずれの場合も適当な方位をした結晶粒中には二つ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が存在する。
- (2) このようなひずみ集中域と試料表面との交差する箇所には疲労き裂の発生と密接な関連を有する突き出しが形成される。疲労き裂はひずみ集中域を構成する活性なすべり層の一つに沿って発生・成長する。
- (3) ひずみ集中域と粒界とが交差する箇所には、すべり運動が阻止される場合には、突き出し状の粒界変形が起こる。このような変形は粒界でのき裂発生の要因になると考えられる。

## 討 論

〔質問〕 幡中憲治〔山口大学工学部〕

疲労によるひずみ集中に関する貴重な観察結果と存じる。次の点につきご教示いただきたい。

- (1) 二つの活性なすべり層が常に対になって形成される理由はなにか。また、すべり層間の間隔は何に依存するのか。
- (2) 粒内でのき裂の発生位置は対になって形成される二つのすべり層そのものなのか、あるいはそれら二つのすべり層の間の部分なのか。
- (3) 図 11 の“すべり分離”とはどういうことなのか。
- (4) ひずみ集中域と粒界が交差することにより、粒界に突き出しが形成される場合とこれが形成されない場合はなぜ生じるのか。また、後者の場合は粒界はき裂発生源とならないのか。
- (5) 試験片表面と転位のパーガスベクトルとの成す角度とき裂発生(粒内、粒界とも)との関連につきご見解があればお教示願いたい。

〔回答〕 (1) ひずみ集中域を構成する二つの活性なすべり層は突き出しの形成と密接な関係を有す

## 文 献

- (1) Forsyth, P. J. E., *Proc. R. Soc.*, 242(1957), 198.
- (2) Lukáš, P., ほか 2 名, *Phys. Stat. Sol.*, 27(1968), 545.
- (3) Lukáš, P. and Klesnil, M., *Phys. Stat. Sol.*, 37(1970), 833.
- (4) Katagiri, K., ほか 5 名, *Metall. Trans.*, A, 8A(1977), 1769.
- (5) Wood, W. A., *Fatigue in Aircraft Structures*, (1956), 1, Academic Press Inc.
- (6) Cottrell, A. H. and Hull, D., 文献(1)の 211 ページ。
- (7) Mott, N. F., *Acta Met.*, 6(1958), 195.
- (8) Kennedy, A. J., *Process of creep and Fatigue in Metals*, (1963), 331, John Wiley and Sons, Inc., New York.
- (9) Kuhlmann-Wilsdorf, D. and Laird, C., *Mat. Sci. Eng.*, 27(1977), 137.
- (10) Essmann, U., ほか 2 名, *Philos. Mag.*, 44(1981), 405.
- (11) Mughrabi, H., ほか 3 名, *ASTM STP*, 811(1983), 5.
- (12) Tanaka, K. and Mura, T., *ASME*, 48(1981), 97.
- (13) Kaneshiro, H., ほか 4 名, *Metall. Trans.*, A, 19A(1988), 1257.
- (14) 兼城・ほか 2 名, 機論, 52-475, A(1986), 593.
- (15) Winter, A. T., ほか 2 名, *Acta Met.*, 29(1981), 735.
- (16) Kim, W. H. and Laird, C., *Acta Met.*, 26(1978), 777.
- (17) 西谷・陳, 機論, 51-465, A(1985), 1281.
- (18) 田中・小林, 材料, 32-360(1983), 1031.
- (19) 田中・小林, 材料, 33-369(1984), 659.
- (20) 北川・中津, 材料, 23-251(1974), 626.
- (21) Katagiri, K., ほか 4 名, *ASTM STP*, 675(1979), 106.

る。突き出しにはカーテン状やブロック状等が観察されているが、非常に薄いにしろある厚さを有する。本論文での二つの活性なすべり層間の幅はこのような突き出しの厚みと関連している。したがって、活性なすべり層は常に対になって形成されると考えられる。また、著者らのこれまでの研究によればその幅は純銅, 85/15 黄銅, 70/30 黄銅の順に大きく、積層欠陥エネルギーの大小に依存すると思われる。

(2) き裂は二つの活性なすべり層のうちのどちらかに沿って優先的に発生するが、応力繰返しに伴って突き出し部にいわゆる notch-like valley が形成される場合には、そこ(すなわちすべり層間)にも発生することがありうると考えられる。

(3) Kaplan-Laird は第 1 段階のき裂進展機構として“plastic blunting process”と“unslipping mechanism”を提唱しているが、本論文での“すべり分離”は unslipping に相当する語句である。

(4) ひずみ集中域と粒界の相互作用は隣接結晶粒間の相対的なすべり運動と密接に関連すると考えられ、ある特定の条件を満足する場合に粒界部に突き出

し状の変形が形成されると思われる。このような条件については今後研究を進める必要がある。次に、粒界でき裂が発生するには、粒界部になんらかのずれや段や不整合が前駆的に発生することが必要と思われるので、後者の場合にはき裂発生源になりにくいと考えられる。

(5) 著者らのこれまでの実験結果では突き出しや

入り込みを伴うひずみ集中域(梯子状組織を含む)は試料表面とほぼ  $40^{\circ}$ ~ $45^{\circ}$  の範囲内で形成され、また得られた回折写真の解析によればひずみ集中域の形成方向はほぼ結晶学的なすべり方向と一致していた。これらのことからき裂の発生方向と試料表面ならびに各結晶粒のバーガスベクトルとの間には密接な関係があると思われる。