

金沢大学大学院 学 ○佐藤宏一郎  
 金沢大学大学院 太田精一  
 金沢大学工学部 正 門前亮一  
 金沢大学工学部 正 北川和夫

1. 諸言

金属材料の疲労き裂は通常表面から発生する。しかし、結晶粒界や介在物を起点とした疲労き裂も観察されている。例えば、双晶境界では疲労き裂が発生しやすい<sup>1)</sup>し、工業純鉄において粒界き裂が観察されている。<sup>2) 3)</sup>こうした粒界き裂が発生するための基本的条件については十分明らかにされていない。

そこで、本研究では粒界での塑性せん断ひずみ成分の適合性が異なる等軸銅双結晶を用いて疲労試験を行い、適合性の疲労挙動への影響について検討することにした。

2. 実験方法

無酸素銅(99.997%以上)を素材として、Bridgman法によって2種類の銅双結晶を製作した。

2種類の双結晶はともに応力軸を<123>方向とする等軸双結晶である。それらの方位関係をFig.1に示す。主すべり系が微量Siだけせん断変形したとして計算によって求めた各成分単結晶の塑性ひずみ成分をTable.1に示す。各成分単結晶の塑性せん断ひずみ成分の差 $\Delta\gamma_{xz}$ は、双結晶B1では0.20Si/2、双結晶B2では0.58Si/2である。したがって、双結晶B2はB1より著しく適合性が悪いことになる。

これらの双結晶母材から、双結晶試験片B1、B2および、それぞれの成分単結晶試験片S1、S2を切りだした。

疲労試験は引張-圧縮のひずみ振幅一定の条件で行い、全せん断ひずみ振幅 $\gamma$ は、主すべり系のせん断ひずみに換算して $\pm 5.0 \times 10^3$ とした。繰り返し速度(周波数)は約1.5Hzとした。試験片表面の観察にはSEMを用いた。

3. 実験結果と考察

3.1 疲労硬化挙動

Fig.2に2種類の双結晶とそれを構成する成分単結晶の疲労硬化曲線を示す。繰り返し数 $N=1$ における最大せん断応力は成分単結晶が4.6MPaであるのに対し、双結晶B1が5.3MPa、双結晶B2が6.1MPaであった。これは粒界の変形拘束効果が最初の1サイクルにそのまま現れた結果であり、双結晶B2においてその効果が大きかったものと推察される。

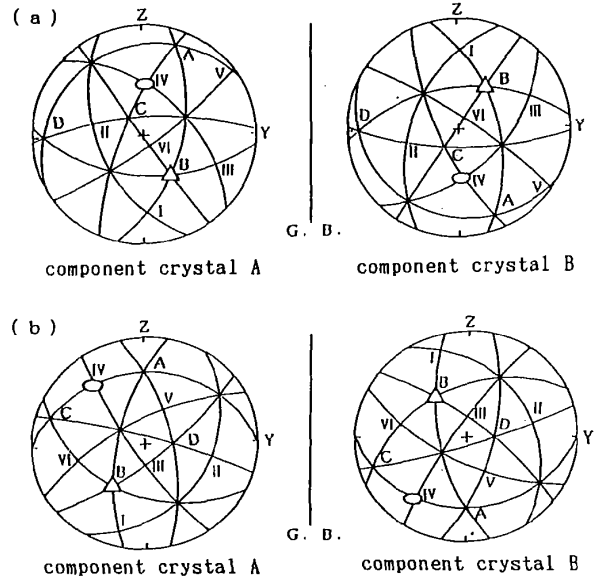


Fig.1 Stereographic projections of (a) bicrystal B1 and (b) bicrystal B2.

Table.1 Plastic strain component of component single crystals when primary slip system is activated.

		$\epsilon_{xx}$	$\epsilon_{zz}$	$\gamma_{xz}$	$\Delta\gamma_{xz}$
Bicrystal B1	A	0.44Si	-0.46Si	0.10Si/2	0.20Si/2
	B	0.44Si	-0.46Si	-0.10Si/2	
Bicrystal B2	A	0.19Si	-0.46Si	0.29Si/2	0.58Si/2
	B	0.19Si	-0.46Si	-0.29Si/2	

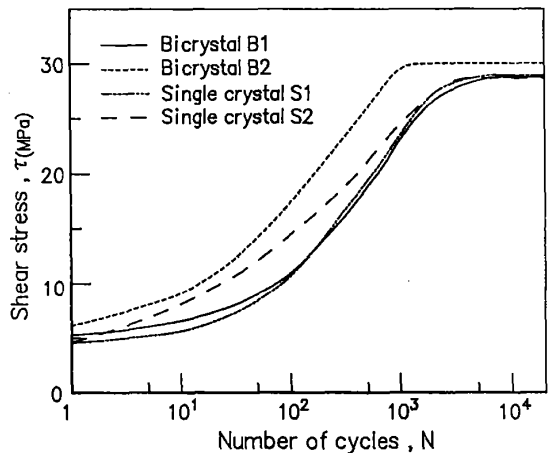


Fig.2 Cyclic hardening curves of bicrystals and component single crystals.

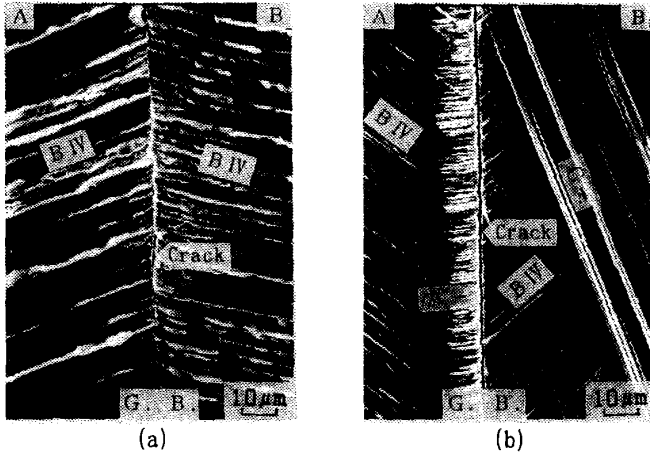


Fig.3 Cracks observed at grain boundaly of (a) bicrystal B1 ( $N=1.2 \times 10^5$ ) and (b) bicrystal B2 ( $N=3.0 \times 10^4$ ).

双結晶 B 1 についてはこの効果が  $N=200$  まで持続し、やがて双結晶と成分単結晶はほぼ同じ硬化傾向を示しながら飽和に達している。双結晶と成分単結晶で飽和応力値にほとんど差はなかった。

双結晶 B 2 においては、繰り返し変形の進行にともない、双結晶と成分単結晶は共に急速に硬化するものの、双結晶の方が常に成分単結晶よりも硬化している。さらに飽和に達する繰り返し数は双結晶の方が早く、飽和応力値も双結晶の方が大きい。したがって、双結晶と成分単結晶の硬化挙動には顕著な差があることは明らかである。これらの結果は、粒界の適合性に起因して疲労硬化挙動に本質的な差が現れることを示唆している。

### 3. 2 粒界き裂の発生

Fig.3 に各双結晶の粒界近傍の表面状態を示す。

双結晶 B 1 では、主すべり系 B IV の活動が顕著であり、固執すべり帯 (Persistent Slip Band: PSB) として観察できる。粒界から離れた領域ではマクロな PSB が形成されているのに対して、粒界近傍ではそれが細かく分散する傾向にあった。また、粒界にそって幅約  $1 \mu m$

m、長さ約  $20 \mu m$  の微少なき裂が認められる。このような粒界き裂は試験片の数カ所で発生していたが、繰り返し数の増加にしたがい、個々のき裂が連結して粒界全体につながることはなかった。

一方、双結晶 B 2 では  $N=3.0 \times 10^4$  という B 1 の場合よりはるかに少ない繰り返し数において、粒界にそって幅約  $1 \mu m$  のき裂が発生している。このき裂は試験片ゲージ部のほぼ全域で認めることができた。さらに  $N=1.6 \times 10^5$  では、粒界き裂は幅約  $10 \mu m$  にまで拡大成長した。

次に粒界き裂発生の原因について考えてみる。Fig. 4 は粒界き裂が発生する前 ( $N \approx 2.0 \times 10^4$ ) における双結晶 B 2 の粒界の写真である。粒界に一边が  $1 \sim 2 \mu m$  程度の三角形の穴が形成されている。この穴は成分結晶 A 側において、強く発達したすべり線と粒界の交点に形成されている。粒界き裂はこれらの穴を起点とし、成長した可能性がある。定性的な推論だが、結晶粒内を移動してきた転位群は粒界でブロックされると、そこに強い応力集中が発生する。さらに、粒界には不適合性に起因する大きな付加的せん断応力も存在して



Fig.4 Microcracks observed at grain boundaly of bicrystal B2. ( $N=2.5 \times 10^4$ )



Fig.5 Fatal crack in bicrystal B1 at (a) component crystal A, (b) grain boundaly and (c) component crystal B. ( $N=1.6 \times 10^5$ )

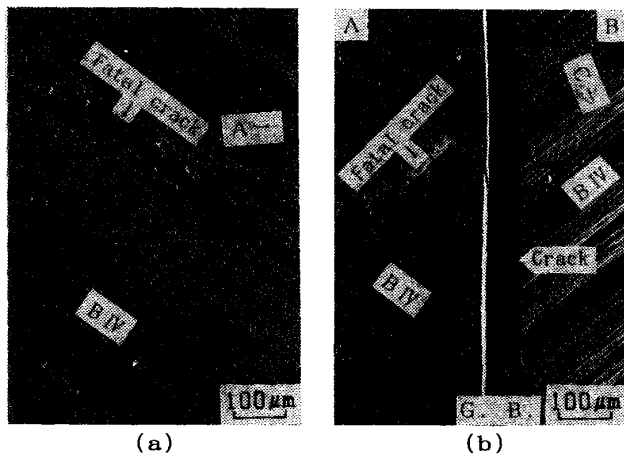


Fig.6 Fatal crack of bicrystal B2 at (a) component crystal A, (b) grain boundary. ( $N=2.3 \times 10^5$ )

いる。これらの応力集中によって粒界に微小な穴が生じると、繰り返し応力によって穴はさらに拡大し、いずれこれらの穴が連結してき裂は粒界全体に拡大成長するものと推察される。

### 3. 3 致命的なき裂の発生と伝播

Fig.5に双結晶B1における致命的なき裂の伝播経路を示す。致命的なき裂は成分結晶Aのedge部から発生し、途中、交差すべり面に乗り換えながら、ほぼ主すべり面に沿って成長している。粒界に到達したき裂は、途中粒界き裂を経由して成分結晶Bに伝播している。成分結晶Bの主すべり面に沿って成長したき裂は、二次すべり面に乗り換えながら進展している。

Fig.6に双結晶B2における致命的なき裂の伝播経路を示す。致命的なき裂は成分結晶Aのedge部から発生し、最初は交差すべり面に乗り換えながら、ほぼ主すべり面に沿って伝播する。しかし、成分結晶の中央部あたりから進路が変わっている。しかし、そのすべり系は特定できない。粒界に到達する直前には再び主すべり面に変わっている。このとき粒界き裂はすでに試料を貫通していたものと推察され、き裂の成長は粒界で終わっている。その後、成分結晶Bのedge部からも致命的なき裂が発生し、成分結晶Aの場合とほぼ同様の形態で伝播して、粒界において成分結晶Aのき裂とは全く別の位置に到達していた。

### 3. 4 疲労寿命

Table.2は双結晶B1、B2および成分単結晶の疲労寿命を示したものである。平均値を比較すると、双結晶B1の疲労寿命は成分単結晶よりも7.5%ほど短い。一方、双結晶B2では成分単結晶よりも約40%疲労寿命が長かった。したがって双結晶B2は明らかに適合性の影響が現れたものと推察される。

アルミニウム双結晶の疲労試験の結果では、粒界における適合性が悪いほど疲労寿命は短くなる可能性が

Table.2 Fatigue life of bicrystals and component single crystals.

Specimen	Cycles to failure, $N_f$	$\bar{N}_f$
Single crystal S1	$1.91 \times 10^5$	$1.87 \times 10^5$
	$1.83 \times 10^5$	
Bicrystal B1	$1.67 \times 10^5$	$1.73 \times 10^5$
	$1.69 \times 10^5$	
	$1.83 \times 10^5$	
Single crystal S2	$1.74 \times 10^5$	$1.86 \times 10^5$
	$1.99 \times 10^5$	
Bicrystal B2	$2.13 \times 10^5$	$2.41 \times 10^5$
	$2.43 \times 10^5$	
	$2.58 \times 10^5$	

あると報告されている。<sup>4)</sup> 本実験においては、双結晶B1は成分単結晶よりもやや疲労寿命が短いので、この結果と一致する。しかし適合性の非常に悪い双結晶B2は成分単結晶よりも疲労寿命が長かった。すべり線観察によると、双結晶B1では粒界近傍で二次すべり線が観察されなかったのに対し、双結晶B2では粒界近傍で二次すべり系が著しく活動している。この二次すべり系は粒界での適合性の悪さに起因して活動したものであり、通常なき裂伝播経路となりうるすべり系とは異なっている。したがって、この二次すべり系の活動は主すべり系の活動を阻害し、主すべり系に沿ったPSBの発達を妨げたものと考えられる。疲労寿命を支配しているのは主すべり系のPSBに沿ったき裂の発生頻度と伝播の容易さにであり、これはPSBの発達に強く依存している。このことから、双結晶B2は主すべり系のPSBの発達を阻止された結果、疲労寿命が伸びたものと推察される。

### 4. 結言

結晶粒界が応力軸に対して平行であり、粒界でせん断ひずみ成分の適合性を考慮した $\langle 123 \rangle$ 等軸銅双結晶の引張-圧縮の疲労試験を行った結果、以下の結言を得た。

1. 疲労硬化挙動は粒界の適合性を反映していた。
2. 粒界き裂の規模は、粒界での適合性に強く依存した。
3. 粒界き裂の発生は疲労寿命に直接関係しないものと推察された。

### 参考文献

- 1) R. C. Boettner, A. J. McEvily, Jr. and Y. C. Liu : Phil. Mag., 10 (1963), 95.
- 2) 田中道七, 小林雅彦 : 材料, 32 (1983), 1031.
- 3) 田中道七, 小林雅彦 : 材料, 33 (1984), 659.
- 4) 安宅 健, 猪子富久治 : 材料, 41 (1992), 55.