

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 27 年 6 月 18 日現在

機関番号：24402

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2012～2014

課題番号：24656091

研究課題名(和文) 転位構造の ECCI 観察を利用した新しい疲労破壊解析法

研究課題名(英文) Analysis of Fatigue Fracture by Dislocation Structure Observation using ECCI Method

研究代表者

兼子 佳久 (Kaneko, Yoshihisa)

大阪市立大学・大学院工学研究科・教授

研究者番号：40283098

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,000,000円

研究成果の概要(和文)：疲労き裂先端では変形が局在化するために、破面近傍には自己組織化した転位や格子回転が痕跡として残されると期待される。本課題では、破面近傍に形成された転位構造や格子回転を調査し、破面直下の微視的構造解析から破壊過程を推定する手法の可能性を検討した。異なる結晶方位を有する銅単結晶を用いた実験では、セルやペインなどの転位構造が破面からの距離、KI値、および結晶方位に依存して同心円状の分布となることを確認した。EBSD法を用いた銅多結晶の破面近傍の格子回転の解析では、格子回転の程度がKI値に依存することを確認した。これらの成果は破面近傍の組織解析から破壊過程を推定できることを示唆するものである。

研究成果の概要(英文)：Because cyclic deformation is localized around a tip of fatigue crack, self-organized dislocation structure and lattice distortion are produced below a fracture surface, as signatures of fatigue process. In the present study, we investigate the dislocation structure and the lattice rotation with the ECCI and EBSD techniques. In the experiments employing copper single crystals, we observed the concentric distributions of the vein and the cell dislocations structures, which were affected by the distance from fracture surface, the stress intensity factor range and the crystallographic orientation. In polycrystalline copper, the EBSD analyses revealed that the local lattice rotation near the fracture surface depended on the stress intensity factor range. These results suggest a possibility that a fracture process can be estimated by the microstructural observation near the fracture surface.

研究分野：材料工学

キーワード：疲労 走査型電子顕微鏡 転位 EBSD 格子回転

1. 研究開始当初の背景

金属結晶に疲労負荷を与えると、様々な形態に自己組織化することが種々の金属で確認されている。疲労により形成される転位構造は、応力振幅やひずみ振幅に依存することが知られている。例えば銅では、低いひずみ振幅ではベイン、高いひずみ振幅ではセルと呼ばれる転位構造がそれぞれ形成される。き裂周辺ではき裂先端からの距離に依存して応力振幅が変化する。よって、異なる転位構造が同心円状に分布し、その分布は応力集中の大きさに依存するはずである。しかし、従来の透過型電子顕微鏡では広い範囲の観察が不可能なので、そのような分布は実際にはほとんど観察されていない。

疲労破断した材料の破面近傍にも、き裂伝ぱにもなって形成された転位組織の痕跡が残されるはずである。応力集中の大きさと転位構造分布との関係が明らかにされ、かつ破面近傍に痕跡として残される転位構造を容易に観察できる技術があれば、破壊過程の解析に非常に有用な情報が得ることができると期待される。

2. 研究の目的

疲労により形成される転位構造は結晶方位によって変化する。例えば荷重軸が $\langle 100 \rangle$ の銅単結晶ではラピルス構造、 $\langle 111 \rangle$ では波状転位構造がそれぞれ形成される。このような組織には多重すべり活動が多重すべり活動が関与しており、転位同士の反応の種類によって形成される転位構造が変化する。疲労き裂周辺に形成される微視的組織も活動する転位の組み合わせに依存する可能性がある。本課題ではまず、異なる荷重軸や切欠き方向を有する銅単結晶を用い、き裂近傍に形成される転位構造を Electron Channelling Contrast Imaging (ECCI) 法で調査した。特に転位セルの形態とそれらのき裂長さや結晶方位に対する変化に着目した。

疲労き裂には応力が集中するため、塑性ひずみ振幅が非常に大きくなり、先端から転位が放出されたり、近傍の転位源が活動したりする。増殖した転位は自己組織化したり、ひずみの不均一性を引き起こしたりすると期待され、疲労破面近傍には特徴的な微視的構造が形成されることが予想される。このような疲労破面近傍の微視的構造の観察は破壊過程の理解に役立つと考えられる。変形の微視的な不均一性は、SEM を用いた Electron Backscatter Diffraction (EBSD) で解析することが可能である。本課題では、疲労き裂伝ぱ試験によって破壊させた多結晶銅試料の破面近傍の微視的構造を ECCI 法と EBSD 法とを組み合わせで調査した。特に転位構造の形態と格子回転の応力拡大係数幅の依存性を調査した。

3. 研究の方法

疲労き裂周辺の微視的組織の結晶方位依

存性の調査には方位の異なる銅単結晶を用いた。純度 99.99% の純銅板材を用いて、種付けブリッジマン法によって銅単結晶を育成した。銅単結晶はワイヤー放電加工機によって、 $100 \times 20 \times 3 \text{ mm}^3$ の形状の板状試験片に成形した。単結晶には、疲労き裂伝ぱ試験前に予疲労変形を与え、加工硬化を生じさせた。硬化させた銅単結晶は放電加工機を用いて中央切欠き (CCT) 試験片へと加工した。用意した銅単結晶は荷重軸が $\langle 100 \rangle$ または $\langle 110 \rangle$ 、表面方位が $\{001\}$ または $\{011\}$ である異なる方位を有する 4 種類である。線形破壊力学にもとづいて活動するすべり系の組み合わせを検討した結果、単結晶の方位に依存して、共役すべり系、臨界すべり系、共面すべり系の二重すべりが活動すると予測された。疲労き裂伝ぱ試験は荷重比 0.1 の条件で、室温・大気中で実施した。周波数は 10Hz である。疲労き裂伝ぱ試験は試料が破断するまで続けた。試験後、破面近傍の表面を光学顕微鏡で観察し、活動したすべり面を同定した。破断面を銅めっきで保護した後、試験片表面に機械研磨と電解研磨を施した。研磨後、破断面近傍に形成された微視的組織を、ECCI 法と EBSD 法で調査した。

破面近傍の微視的組織や格子回転の応力拡大係数幅依存性の調査には、銅多結晶を用いた。純度 99.99% の多結晶無酸素銅を真空中で 573K、24h の条件で焼鈍した。正弦波の荷重波形、応力振幅 60MPa、周波数 10Hz、荷重比 $R = -1$ の条件で 10^6 サイクルの繰返し負荷を与え、試料を加工硬化させた。その後、放電加工機により CCT 試験片に整形した。疲労き裂伝ぱ試験は試料が破断するまで行った。荷重波形は正弦波、周波数は 10Hz、荷重比は $R = 0.1$ 、応力振幅は 27MPa とした。

破面に対して深さ方向の微視的構造や格子回転の調査には、破断した試料の破面周辺を放電加工機で切り出し、破面を電気めっきにより厚さ 1mm 程度の銅をコーティングし、表面を研磨した。研磨面を ECCI 観察および EBSD 解析した。

破面に沿った微視的構造や格子回転の調査は、破面の約 $10 \mu\text{m}$ 程度の領域を集束イオンビーム装置 (FIB) で加工することで実施した。加工箇所は、応力拡大係数幅が異なる 7 箇所である。

ECCI 観察と EBSD 分析には電界放出形走査電子顕微鏡 (JEOL JSM-6500F) を用いた。

4. 研究成果

(1) 微視的構造の結晶方位依存性

疲労試験後に試験片の表面を再研磨後、破面近傍の微視的組織を ECCI 法で観察した。破面近傍の微視的組織の一例を Fig.1 に示す。破面近傍には基本的にはセル構造が発達していたが、セルには複数の形態があることが確認された。

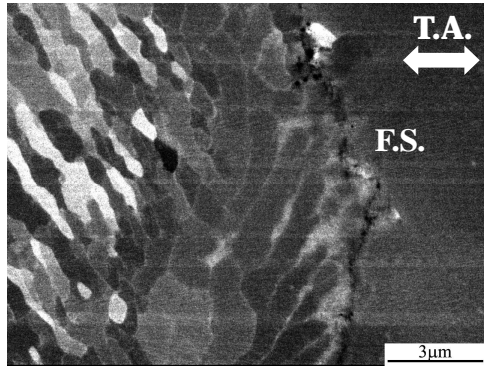


Fig.1 An ECC image of the cell structure observed in the vicinity of the fracture surface. Feature of cells changes with increase of distance from the fracture surface.

Fig.2 に ECCI 法で観察された形態の異なるセル組織を示す。セル組織は基本的に3つの型に分類することができた。まず、セルの形態は等軸状と一方向に伸びたものに分けることができた。また、セルの ECC 像の明るさに差があるものとないものに分けることができた。等軸状で明るさに差があるものを Type 1、差がないものを Type 2 とそれぞれ定義する。一方向に伸びたセルは Type 3 とした。また Type 3 は、明るさがセルごとに頻りに変化するもの (Type 3a) と明るさが徐々に変化するもの (Type 3b) に分類することができた。

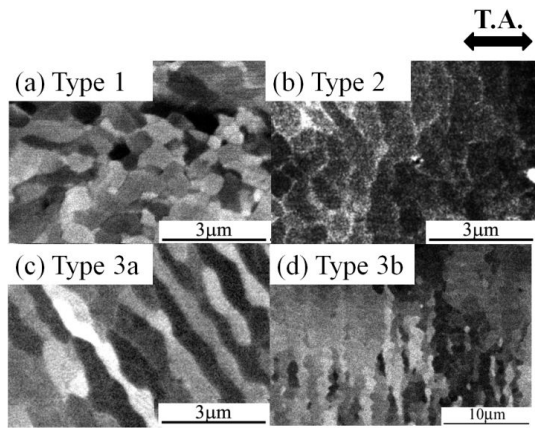


Fig.2 ECC images of cell structures observed in the vicinity of fracture surfaces. Types 1 and 2 had equiaxed shapes. Type 3a and Type 3b had elongated cell shapes.

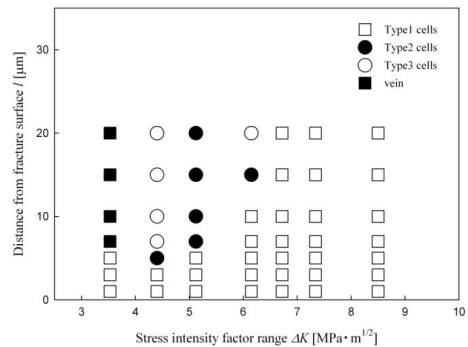
Fig.3 に異なる結晶方位を有する銅単結晶の破面近傍で観察されたセル組織の分布を示す。同一の試料内では、上記のセル構造の形成は ΔK_I 値に依存した。 ΔK_I 値が増加するにつれて、Type 3、Type 2、Type 1 が順に支配的になった。また、同一の ΔK_I 値で比較すると、破面から遠ざかるにつれて Type 1、Type 2、Type 3 が順に支配的になった。すなわち、大きな疲労変形では Type 1、低い疲労変形では Type 3 がそれぞれ形成されると言える。

Type 1 と Type 2 のセル構造はどの結晶方位でも観察されたが、荷重軸 $\langle 100 \rangle$ で表面

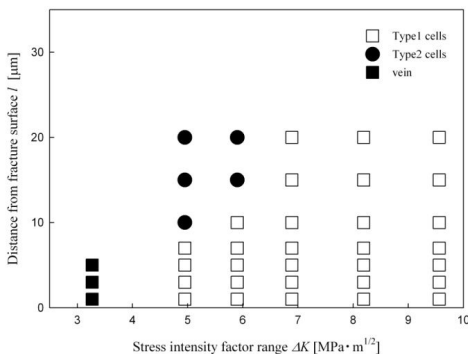
$\{011\}$ ($\langle 100 \rangle \{011\}$ と表記) の方位では他のものに比べて Type 1 のセルが形成される領域が狭かった。その代わりに、 $\langle 110 \rangle \{001\}$ では Type 2 のセルが広い領域で観察された。また Type 3 のセルは $\langle 100 \rangle \{011\}$ の方位では観察されなかった。

破面の直下や応力拡大係数が大きな領域で Type 1 のセル構造が形成されたことは、塑性ひずみ振幅が高い条件で等軸状のセル構造が形成されるという従来の結果と一致する。方位差のある等軸状セル構造は転位密度が高く、大きな塑性ひずみを緩和可能な組織であると言える。Type 2 と Type 3 を比較すると、Type 2 は方位差がないので単一すべり、Type 3 は方位差があるので多重すべりが生じていると予想される。本課題で使用した全ての試験片は結晶の多重軸に対する対称性が高く、幾何学的には二重すべりを起こしやすい。Type 3 はそのような二重すべりの結果、ひずみ振幅が低い領域でも形成されたと考えられる。試験片の結晶方位自体は二重すべり方位にも関わらず単一すべりで形成されるような微視的組織 (Type 2) が観察されたことから、少なくとも二重すべりのうちの一方の活動が抑制された可能性がある。多重すべりは加工硬化しやすく変形しにくいのに対して、単一すべりでは変形しやすい。Type 3 よりもひずみ振幅が高い領域で Type 2 が形成された理由の詳細は不明であるが、単一すべりが優先的に生じることでき裂周辺の塑性ひずみを緩和していると考えられる。

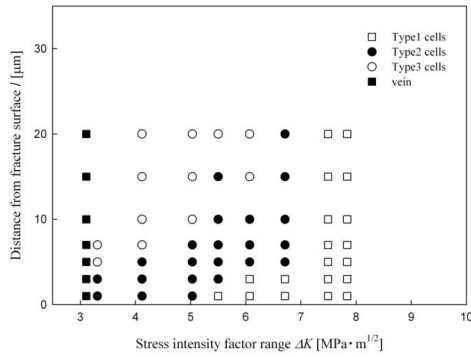
(a) $\langle 100 \rangle \{001\}$



(b) $\langle 100 \rangle \{011\}$



(c) <011>{001}



(d) <011>{011}

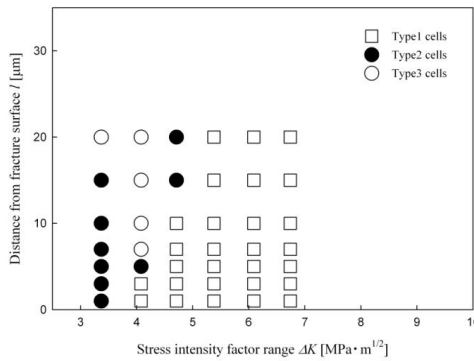


Fig.3 Distributions of the cell structures near fracture surface of the single crystals having the various orientations.

(2) 破面近傍の格子回転

銅多結晶に対し疲労き裂伝ば試験を実施した後、破面近傍の表面をECCI法で観察し、破面に隣接するセルの大きさを測定した。Fig.4は破面近傍に個々のセルの大きさと ΔK_I 値との関係であり、セルの大きさは ΔK_I 値が増加すると減少することが確認できる。このことから、破面近傍のセルの大きさを測定すれば、 ΔK_I 値を推定できる可能性が示唆される。

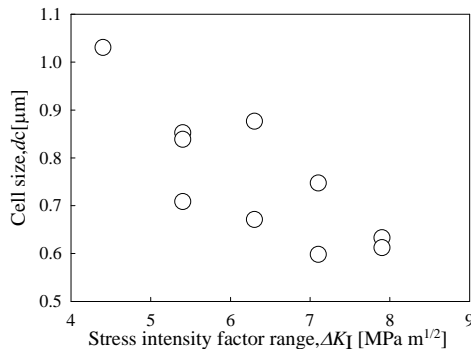


Fig.4 Relationship between the cell size and the stress intensity factor range ΔK_I .

き裂周りの格子回転を調査するため、破面に隣接する結晶粒の破面との隣接点を基準点とし、y軸方向(試料深さ方向)に沿ってx,y,z軸回りの格子回転角を計算した。代表的な格子回転角の変化の例をFig.5に示す。

x軸(き裂伝ば方向), y軸(荷重軸方向)回りに比べてz軸(試料表面方向)回りの回転角は大きく、正の方向に単調に回転していることが確認できる。この結果から、Fig.6にモデルとして示すように、き裂に隣接する結晶粒は、き裂先端から同符号の刃状転位が放出された結果、z軸回りに回転したと考えられる。本研究では、き裂は左から右方向に伝ばしているため、モデルの方向に刃状転位が放出されると考えられる。き裂にある結晶格子を基準とし、深さ方向にz軸回りでは正の方向に回転することになり、実験結果と一致する。していくことが理解できる。

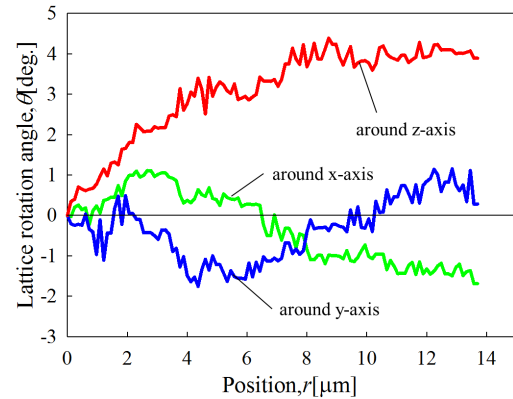


Fig.5 Typical rotation angles around x, y and z-axis from a reference point in the grain adjoining fracture surface.

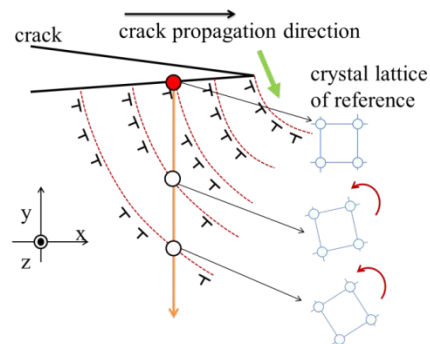


Fig.6 Model of edge dislocations emitted from fatigue crack tip and resultant lattice rotation around z-axis.

格子回転に及ぼす粒界の影響を調査するため、破面からの距離がほぼ同じ位置にある格子回転角をそれぞれ算出した(Fig.7)。破面に接する結晶の格子回転は大きく、一方に回転していた。一方、破面との間に粒界を挟む結晶内部では、回転角が小さく、回転方向が変化する特徴があった。Fig.8に転位の運動に及ぼす粒界の影響のモデルを示す。破面に隣接する結晶粒では、き裂先端から放出された同符号の転位が導入され、結晶格子が一方に回転すると理解できる。一方、破面との間に粒界を挟む結晶粒では、き裂から放出された転位の影響は受けず、粒内の転位源から放出された異符号の転位により格子回転が生じると考えられる。そして、正負の転位はそれぞれの領域で分布するために、結晶粒内で格子回転の方向に変化が生じたと考えられる。

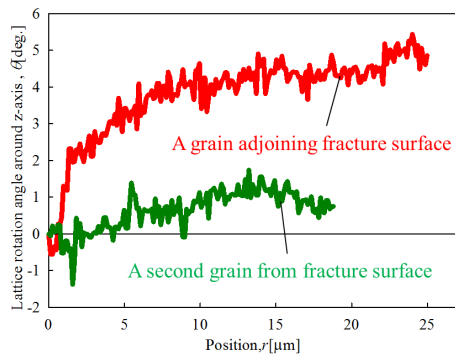


Fig.7 Typical rotation angles around z-axis in a grain adjoining and not adjoining fracture surface.

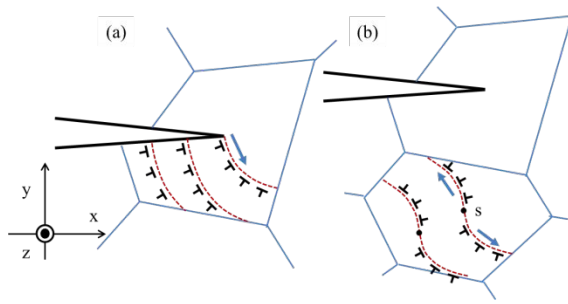


Fig.8 Model of lattice rotation by dislocation motion in the in the grain (a) adjoining fracture surface and (b) distant from fracture surface.

次に、破面直下の転位構造を調査するためにFIBで加工した破面直下の組織を観察した。FIB加工面の方位マップ像をFig.9に示す。 ΔK_I 値が低い破面では加工面内の結晶方位に大きな変化はないのに対し、 ΔK_I 値が高い破面では、結晶方位が徐々に変化していることがわかる。Fig.10はz軸まわりの格子回転角を破面からの深さに対してプロットしたものである。この格子回転解析には結晶方位の影響を取り入れており、解析はき裂伝ばに対して理想的なすべり面と表面との交線に垂直な向きに沿って行っている。低 ΔK_I 値では回転がほとんどないのに対して、高 ΔK_I 値では大きな回転がみられる。格子回転の大きさを評価するため、回転角 θ を対数関数 $\theta = A \ln l + C$ で近似した。格子回転の勾配に相当する係数Aを ΔK_I 値に対してプロットしたものをFig.11にしめす。 ΔK_I 値が増加すれば、回転角の勾配が大きくなっていく傾向が確認できた。この結果から、破面近傍の微視的組織のEBSD解析からも ΔK_I 値が推定できることが示唆される。

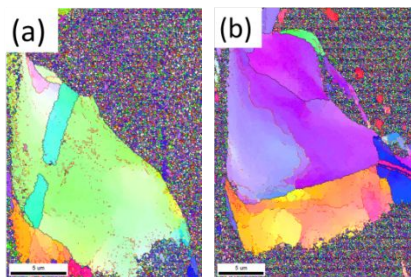


Fig.9 IPF maps of FIB-milled fracture surfaces at (a) $\Delta K_I = 6.0 \text{ MPam}^{1/2}$, and (b) $\Delta K_I = 6.3 \text{ MPam}^{1/2}$.

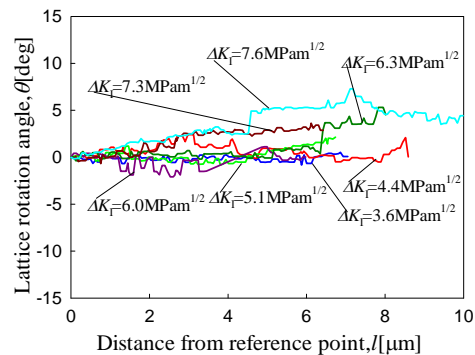


Fig.10 Lattice rotation angle around z-axis, plotted against stress intensity factor range.

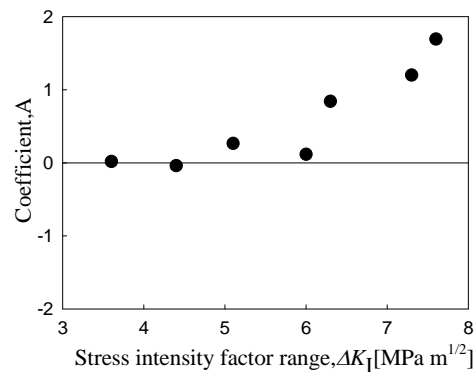


Fig.11 Relationship between coefficient A of the logarithmic function fitting and the stress intensity factor range.

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計4件)

Y. Kaneko, M. Nishii, "Lattice Rotation in Fe-20%Cr Alloy Single Crystals Subjected to Sliding Wear", 材料, 査読有, 64巻, 2015, 281-286, <https://www.jstage.jst.go.jp/browse/jsms/-char/ja>.

Y. Kaneko, R. Tomita and A. Vinogradov, Low-Cycle Fatigue of Fe-20%Cr Alloy Processed by Equal-Channel Angular Pressing, IOP Conf. Series: Mater.Sci.Eng., 査読有, Vol.63, 2014, 012160, doi:10.1088/1757-899X/63/1/012160.

Y. Kaneko and T. Sugimoto, EBSD Analysis of Microstructure Evolution of Pure Iron Subjected to Sliding Wear and Related Change in Vickers Microhardness, Mater.Trans., 査読有, Vol.55, 2014, 1612-1618, doi:10.2320/matertrans.MA201301

Y. Kaneko, S. Hayashi and A. Vinogradov, Cyclic Response of SUS316L Stainless Steel Processed by ECAP, Mater.Trans., 査読有, Vol.54, 2013, 1612-1618, doi:10.2320/matertrans.MH201308

〔学会発表〕(計15件)

兼子佳久, 吉岡黎, 内田真, EBSD法を援用した疲労転位構造可視化の試み, 日本顕微鏡学会第71回学術講演会, 2015年5月13~15日, 国立京都国際会館(京都府京都市)

兼子佳久, SEMを用いた転位観察法とその最近の研究結果, 日本顕微鏡学会SEM物理学分科会H26年度討論会, 2014年10月11~12日, ラフォーレ琵琶湖(滋賀県守山市)

吉岡黎, 内田真, 兼子佳久, 疲労き裂周辺のEBSD法による格子回転の解析とECCI観察, 2014年日本金属学会秋季講演大会, 2014年9月24~26日, 名古屋大学(愛知県名古屋市)

富田竜史, 兼子佳久, A.Vinogradov, M.Rifai, 宮本博之, ECAP加工したフェライト系ステンレス鋼の低サイクル疲労特性の加工履歴依存性, 日本機械学会M&M2014材料力学部門講演会, 2014年7月18~21日, 福島大学(福島県福島市)

兼子佳久, 神部宏典, 銅単結晶の疲労破面近傍に形成された転位組織の分布, 日本顕微鏡学会第71回記念学術講演会, 2014年5月11~13日, 幕張メッセ(千葉県千葉市)

吉岡黎, 兼子佳久, 疲労破面近傍における転位構造および格子回転, 日本機械学会関西支部第89期定時総会講演会, 2014年3月18~19日, 大阪府立大学(大阪府堺市)

兼子佳久, SEMを用いた疲労転位構造の観察とその応用, 日本学術振興会将来加工技術第136委員会第6回研究会, 2014年1月31日, 立命館大学(滋賀県草津市)

吉岡黎, 兼子佳久, FIB加工を利用した破面直下の微視的組織解析, 日本機械学会M&M2013材料力学部門講演会, 2013年9月21~24日, 岐阜大学(岐阜県岐阜市)

兼子佳久, 神部宏典, 銅単結晶の疲労破面近傍に形成される転位組織の結晶方位依存性, 日本機械学会M&M2013材料力学部門講演会, 2013年9月21~24日, 岐阜大学(岐阜県岐阜市)

Y.Kaneko, T.K.Watanabe, S.Hashimoto, Fatigue Crack Growth in Fe-20%Cr Alloy Bicrystal CT Specimens Having a Grain Boundary Parallel to Surface, The XIV International conference on Intergranular and Interphase Boundaries in Materials, 2013年6月23~28日, Athena Pallas Village Hotel in Sithonia Peninsula, Greece

兼子佳久, SEMを用いた疲労破面近傍の転位構造観察, 平成25年度日本金属学会, 日本鉄鋼協会, 軽金属学会九州支部合同学術講演会, 2013年6月8日, くまもと県民交流館パレア(熊本県熊本市)

兼子佳久, 渡邊隆志, Fe-20%Cr合金双結晶の疲労き裂伝ば経路に及ぼす結晶方位の影響, 日本機械学会関西支部第88期定時総会講演会, 2013年3月16~17日, 大阪工業大学(大阪府大阪市)

神部宏典, 本田恭英, 吉岡黎, 兼子佳久,

疲労き裂周辺の微視的構造のECCI観察およびEBSD解析, 日本機械学会関西支部第88期定時総会講演会, 2013年3月16~17日, 大阪工業大学(大阪府大阪市)

兼子佳久, 疲労による転位の自己組織化とそのSEM観察, 日本顕微鏡学会SEMの物理科学研究部会講演会, 2012年11月29日, 常翔学園大阪センター(大阪府大阪市)

兼子佳久, 富山亮, 宮本博之, 橋本敏, 破壊様式が異なるCu-10%Zn合金の破面近傍の微視的組織, 日本機械学会M&M2012材料力学部門講演会, 2012年9月22~24日, 愛媛大学(愛媛県松山市)

6. 研究組織

(1) 研究代表者

兼子佳久(KANEKO YOSHIHISA)
大阪市立大学・大学院工学研究科・教授
研究者番号: 40283098

(2) 研究分担者

橋本敏(HASHIMOTO SATOSHI)
大阪市立大学・大学院工学研究科・名誉教授
研究者番号: 50127122