

疲労き裂伝播に与える純Al双結晶粒界の効果

上野, 隆司
九州大学大学院工学系研究科 : 応用力学専攻

福田, 重久
九州大学応用力学研究所 : 助手

松原, 監壮
九州大学応用力学研究所 : 文部技官

肥山, 央
九州大学応用力学研究所 : 助手

他

<https://doi.org/10.15017/4743749>

出版情報 : 應用力學研究所所報. 60, pp.203-225, 1984-09. 九州大学応用力学研究所
バージョン :
権利関係 :



疲労き裂伝播に与える純 Al 双結晶粒界の効果

上野隆司* 福田重久†
 松原監壮‡ 肥山央†
 高雄善裕§ 栖原寿郎||

概 要

疲労き裂伝播に与える結晶粒界の影響を実験的に検討した。純 Al 巨大結晶粒界をほぼ直角に通過する疲労き裂の伝播形態を調べ、大変形に追随可能な新しいひずみ測定法により、き裂が粒界を通過する際のき裂先端塑性域の変化を定量的に求めた。負荷方向の剛性が大きい（一般にすべり易い）結晶から剛性が小さい（一般にすべり難い）結晶へき裂が伝播する場合、き裂先端塑性域の減少・逆の場合の増加現象が結晶粒界を挟む一定領域で認められた。

また、結晶粒界に関する 2 つのモデルを考えて弾塑性有限要素法による数値解析を行い、結晶粒界近傍での塑性域の挙動を説明し、塑性域と結晶粒界の間に干渉が存在する限界を求めた。

Key words: Fatigue, Crack propagation, Pure Al, Bicrystal, Grain boundary, Crack tip, Plastic zone, Strain measurement

1. 序

構造用材料としての金属は通常多結晶体として使用され、結晶中を伝播するき裂は平均的にある一定間隔毎に結晶粒界を通過する。疲労き裂伝播の観察では、き裂が結晶粒界でその伝播方向を変更する例¹⁾²⁾³⁾、比較的大きい幅広の striation（1 サイクルの伝播距離に対応）の間隔が結晶粒界近くで大きくなる：き裂の伝播速度が結晶粒界に近づくとき大きくなる例⁴⁾⁵⁾、き裂が結晶粒界に近づく毎にその伝播が阻止される例⁶⁾が見られる。また結晶粒の大きさが伝播速度に与える影響⁶⁾も求められている。このように結晶粒界は疲労き裂の伝播に関連しているが、他の破壊形態のき裂⁷⁾⁸⁾と比較すると粒界前後での伝播挙動の変化に関する定量的な観察は少ない⁹⁾。文献 9 ではおよそ 2～3 の結晶粒を通過する際の平均的な伝播速度が求められ、これを基に結晶粒界の効果が議論されている。普通の構造材では結晶粒の平均的大きさは数十 μm ⁵⁾、疲労き裂伝播速度は 0～1 $\mu\text{m}/\text{cycle}$ ⁵⁾ であるが、き裂先端の塑性域の大きさは数百 μm 程度¹⁰⁾ である。このように通常き裂の伝播は数個以上の結晶粒の挙動の上に成り立

* 九州大学大学院工学系研究科応用力学専攻

† 九州大学助手，応用力学研究所

‡ 文部技官，九州大学応用力学研究所

§ 九州大学助教授，応用力学研究所

|| 九州大学教授，応用力学研究所

っており、1つの結晶粒界が伝播に与える影響は得られ難い。

よって、本報告では、もっと単純な結晶粒界つまり純 Al の巨大な双結晶を実験に使用し、き裂が結晶粒界を通過する時の伝播挙動・塑性域の変化を $\times 50\sim 100$ の実体顕微鏡で観察する。途中適時、試験片を固定枠ごと走査型電子顕微鏡 (SEM) に移し詳細な検討を行った。

き裂先端の変形・ひずみにおよぼす結晶粒界の影響を知るには、微小な変形の測定が必要となり SEM がよく用いられる¹¹⁾¹²⁾。酸化マグネシウムの微小結晶を試片表面に付着させ目印とし変形を得る方法¹¹⁾、直径 $10\ \mu\text{m}$ 程度の領域の平均的なひずみ量のあるパターン認識により得る electron channeling pattern 法¹³⁾、試片表面に格子を作ってその変形によりひずみ量を得る方法などがある。格子の作り方としては脆い通常のホトレジスト格子以外に、 $2\ \mu\text{m}$ 間隔のものが得られて $20\sim 30\%$ の高ひずみまではく離しない電子ビーム露光によるホトレジスト焼付法¹²⁾、焼付けられたホトレジストを腐食の抵抗として利用し、高温に (高ひずみにも) 耐えるよう直接金属表面に $2\ \mu\text{m}$ 程の段差をもつ凹凸模様を作る方法¹⁴⁾ がある。

今回、容易に極めて高いひずみにまで追従可能な微小格子模様を作成する方法を開発した。これにより、き裂が結晶粒界を通過する際に現れるひずみの変化を 200% まで計測することができた。

静止した場合¹⁰⁾¹⁵⁾¹⁶⁾ と異なり、進行するき裂にはき裂前方だけでなくき裂面にも塑性域が存在し、このためひずみ等の集中の特異は $r^{-1/2}$ ではなく $\ln r^{17)\sim 20)}$ の形をとる。ここで r はき裂先端からの距離である。

疲労負荷の場合、塑性域は存在する場所の違いだけでなく内容の面で更に2つに分けられる。1つは一方向のすべりからなる最大負荷に対応する塑性域であり、これは近似的には静的負荷時の塑性域と等しいと考えられる。もう1つは除荷時の反対方向すべりによって生成される。おおまかに言えば前者では同一符号の転位が配置され、後者では、符号の異なる転位が存在する領域となり、それぞれ monotonic plastic zone, cyclic plastic zone と呼ばれ²¹⁾、 3.5% シリコン鉄の場合に両塑性域はエッチングにより明瞭に区別される²¹⁾。この区別は結晶構造的な差違をエッチングで検出できたために可能であったが、連続力学的な意味でのひずみ量としては区別し難く、解析的扱いは困難である。有限要素法による計算を除けば、静止き裂に一方向負荷を与えた計算結果が代用されている。そこでは、一方向負荷が疲労負荷の振幅で置き換えられている²⁾。疲労の全過程を解析的に super dislocation で取り扱う試み²²⁾ でも両塑性域は区別されていない。しいて言えばき裂両面に残される塑性域を monotonic plastic zone, き裂先端の塑性域を cyclic plastic zone と考えている。

よって、結晶粒界が伝播する疲労き裂に与える影響を考察する場合、計算モデルには、進行している事: $\ln r$ の特異性, monotonic と cyclic の2つの塑性域の形成, grain boundary, この3つの要素が取り込まれている事が望まれる。今回は第一歩として grain boundary のみを考慮する。i) 隣合う結晶の降伏応力に差違を与える, ii) 異方性の弾塑性挙動を示す結晶を考え隣合う結晶の主軸方向を違えるという2つのモデルそれぞれで grain boundary は1本の線として与えられる。解析には弾塑性有限要素法を使用し実験結果との比較検討を行う。

2. 純 Al 双結晶中の疲労き裂伝播実験

2.1. 試験片作成方法

試料 巨大な双結晶を作る事は技術的に困難な点が多いが²³⁾、最も容易に巨大結晶が作れる Al を試料に選んだ。純度 99.9995%，幅 25.4 mm，厚さ 0.508 mm の Material Research Corporation (N. Y., U.S.A.) 製の Al フォイルから縦横それぞれ 12.7 mm，70 mm の試片を切り出した。

ひずみ再結晶法²³⁾ 以下に示す手順²⁴⁾ で巨大結晶粒を作製する。

- i) 試料の応力焼純を 200°C で 15 分間行う。
- ii) 結晶粒度を適当な大きさ (1 粒当り 100 μm 程度) にそろえるために 300°C で 4 時間、続いて 325°C で 2 時間の焼純を行う。
- iii) 長手方向に約 2.0% の引張りひずみを与える。
- iv) 試料を 1×10^{-6} mmHg 真空度のガラス管の中に入れ、最高温度 600°C，最大温度勾配 50°C/cm にセットした電気炉に通す。移動速度は 20 mm/h である。最高温度通過後放冷する。

結晶方位解析 結晶粒界の位置・方向、結晶粒の大きさを判別するため 2.0% のフッ酸でエッチングを行う。結晶粒界が試料中央部で負荷方向 (長手方向) にそって成長し、その結晶粒界を挟む結晶のサイズが 5 mm 以上程度の物を選ぶ。この両結晶を実質的な双結晶にみてる。双結晶の X 線写真を背面反射ラウエ法により得、ステレオ投影法²⁵⁾ でそれぞれの結晶方位を解析する。

圧縮硬化処理 予備的な疲労き裂伝播試験では純 Al の延性のためノッチ先端は開口を続けき裂は進展しなかった。この延性を抑制するため試片の面と垂直な方向に 20% 圧縮する。この加工硬化により硬度は 17.7 Hv から 22.2 Hv へと 25% 上昇した。この処理による結晶方位の乱れが小さい事は背面反射ラウエ法による X 線写真で確認した。

ノッチ入れ 後述の疲労試験機チャックに合わせて縦横の長さをそれぞれ 12 mm，45 mm にした後、結晶粒界から 1 mm 程の所まで片側ノッチを入れる。その際、0.3~0.5 mm 厚の彫金用極細糸鋸を更に刃先を鋭く削って使用した。最終的には曲率半径 50 μm のノッチが得られた。

表面処理 0.2 mm 厚のポリエチレンテレフタレート of 端面を鋭く削り、化学研磨液 (リン酸 100 cc 硫酸 100 cc 硝酸 15 cc シュウ酸 5 g 水 10 cc: 90 \pm 10°C) に浸す。この研磨液のついた鋭いくさびでノッチを撫でばり等の加工層を除去する。次にリン酸 85% 硫酸 15% 60~65°C の液で電解研磨を 3 分間行い表面の仕上げを行う。

微小格子模様 き裂の結晶粒界通過に伴う変形挙動の変化を調べるため、き裂の通過が予想される結晶粒界を中心とした図 1 の斜線で示す領域 (負荷方向に 2 mm，き裂伝播方向に 4 mm) に微小格子模様を以下の手順で作る。格子模様を作る領域を網の目が 10 μm \times 10 μm ，ピッチが 16 μm の Ni メッシュ (大日本スクリーン製造，京都) で被う。これを真空容器に入れ In の蒸着を行う。得られた格子模様を写真 1 に示す。In 蒸着膜の厚みは約 200Å，そのヤング率は Al の 1/7 程で Al の変形に与える In の影響は極めて少ないと思われる。更に In は Al に対する 2 次電子像のコントラストが強い。このことは SEM 像写真 1 から伺える。薄い灰色の四角形が 2 次電子を多く出している 10 μm \times

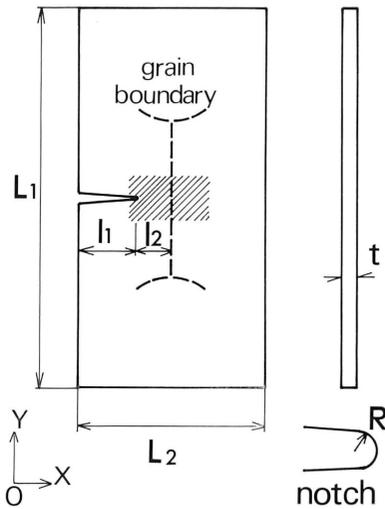


図1 疲労試験片形状

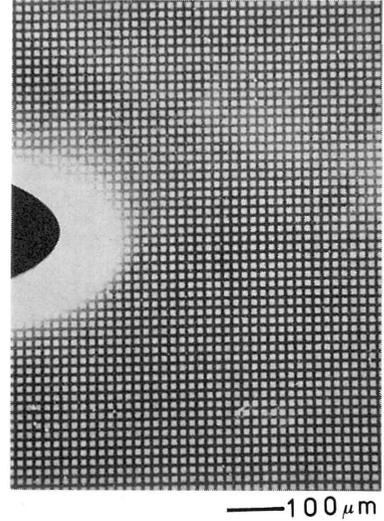


写真1 微小格子模様

10 μm の In 蒸着領域であり、縦横に走る 6 μm 幅の線が Al が表面に出ている領域である。左側の黒い部分がノッチ、その外側の灰色の領域は加工その後の研磨によって丸味のついたエッジである。

2.2. 試験片の寸法と特性

最終的には2種類の試験片で疲労き裂伝播試験を行った。それぞれ今後 Sp 1, Sp 2 と呼ぶ事にする。Sp 1, 2 の図1に示す寸法を表1に示す。ステレオ投影法によって得た結晶方向を標準ステレオ三角形表示で図2に示す。Yは試片の荷重方向(Y方向)を、IとIIはそれぞれノッチ側とノッチのない側を意味する。図2より結晶学的にヤング率と各すべり系のすべり易さに関連した Schmid's factor (0.5に近いすべり系がすべり易い)が求められる²⁵⁾。表2にその結果を示す。

表1 試験片寸法

	L_1	L_2	t	l_1	l_2	R
Sp 1	47.0	10.9	0.311	3.70	1.0	0.05
Sp 2	48.1	11.3	0.325	5.30	0.95	0.05

表2 ヤング率と Schmid's Factor

		Young's Modulus (GN/m ²)	Schmid's Factor			
			Primary	Conjugate	Cross	Cross Conjugate
Sp 1	I	122.5	.464	.452	.263	.270
	II	88.4	.471	.335	.041	.049
Sp 2	I	87.2	.465	.331	.039	.050
	II	137.6	.428	.445	.397	.404

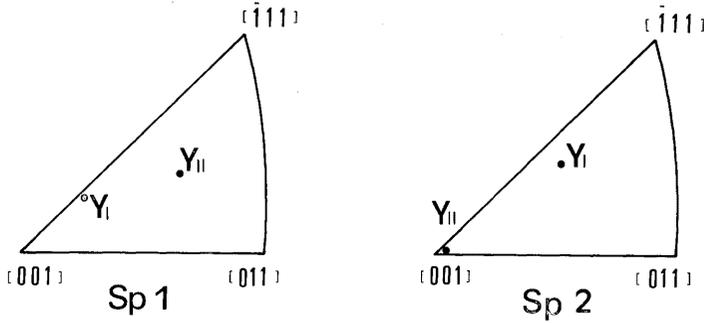


図2 標準ステレオ三角形による結晶方位表示

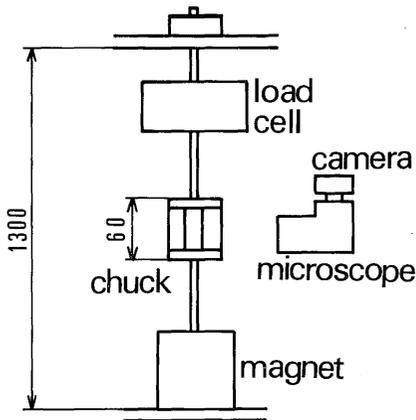


図3 疲労負荷試験装置

2.3. 疲労負荷試験

疲労負荷装置の概略を図3に示す。試験機下部ベッドに取り付けた電磁石により、Sine 波の片振り負荷を 2 Hz で加えた。最大荷重と最小荷重の比 R を 0.22 とし、常時光学顕微鏡でき裂・試験片表面のすべり模様を観察しながらき裂が進展を開始するまで徐々に最大荷重(同時に最小荷重も)を上げた。き裂進展後は徐々に荷重を下げ 100 回の繰り返しでおおよそ $16 \mu\text{m}$ のき裂進展量が得られるよう電磁石の負荷出力を制御した。In 蒸着による微小格子模様

は光学顕微鏡でも認める事ができたが、その $16 \mu\text{m}$ の間隔を伝播量の目安としている。き裂が結晶粒界の $3\sim 400 \mu\text{m}$ 手前まで到達した後は荷重をロードセルにより検出し一定に保持した。図4にチャックを示す。試片は上部を base 1 に下部を base 2 に締板で固定される。base 2 は base 1 に切った溝にそって滑らかにスライドし試験片には負荷方向の変位が一様になるよう負荷が作用する。これによりき裂進展に伴ってき裂側を凸にした試験片の曲げが抑えられる。き裂先端が光学系の視界からずれる事も、曲げによる著しい応力拡大係数の上昇も生じない²⁶⁾。base 1 の裏板に穴をあけ裏側より照明をあてき裂の観察を容易にした。途中適時荷重をほぼ

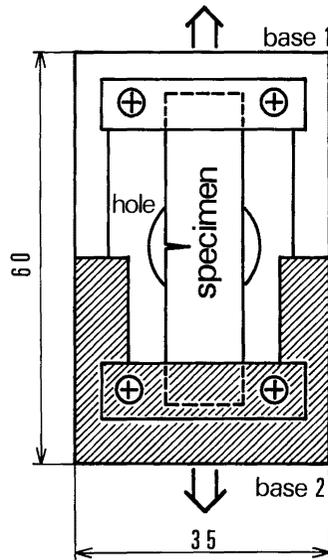


図4 疲労試験片用チャック

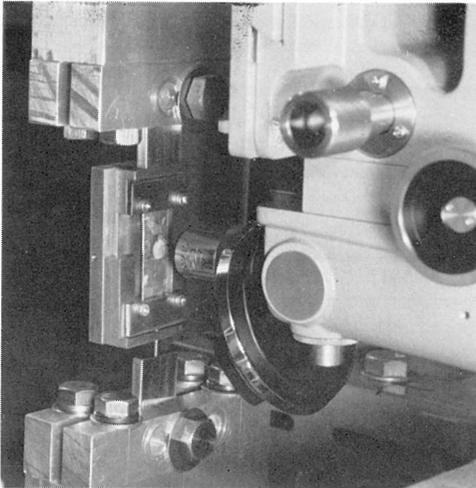


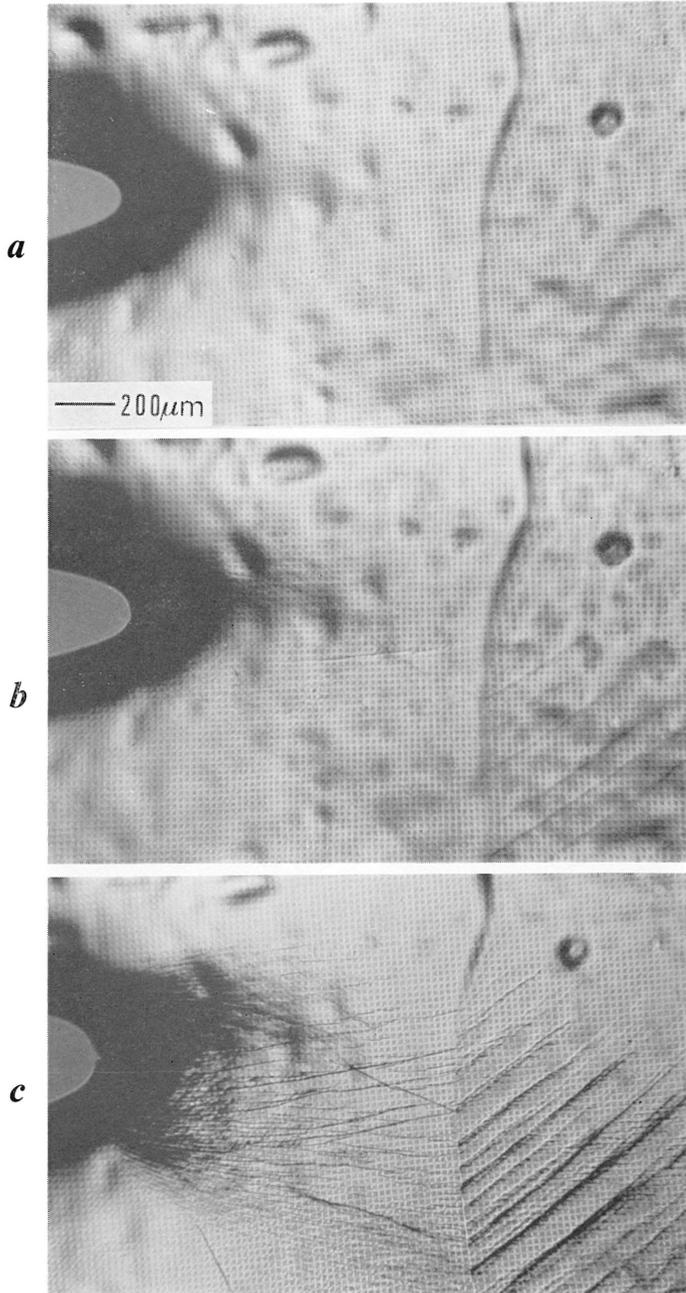
写真2 疲労試験装置

ゼロに落として試片を静止させ光学顕微鏡写真撮影 ($\times 50$, $\times 100$) を行った. また, き裂開始時・き裂が結晶粒界の手前 $3\sim 400\ \mu\text{m}$ に達した時・き裂が結晶粒界に到達した時・き裂が結晶粒界を通過した後にチャック部ごと疲労試験機本体より取りはずし SEM 像写真を撮影した. チャック部を取りはずす際には base 2 を base 1 に固定し試験片に作用する損傷を防いだ. 写真2にチャック部の様子が示されている. 裏板の側端部にネジ穴が見られる. このネジで base どうしを固定する. 図4のチャック部はネジを介して固着された板によって疲労試験機本体のチャック (写真2の左側上下) に接続している. 右側は光学顕微鏡である.

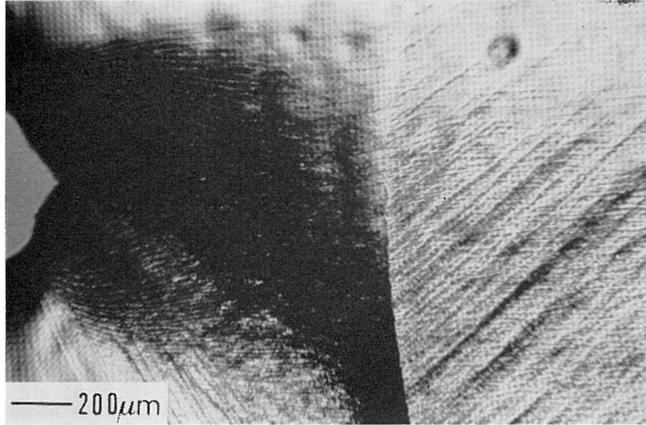
2.4. 実験結果

最初に光学顕微鏡による写真を示す. 負荷方向ヤング率が大きい結晶から小さい結晶にき裂が進む Sp 1 の結果を写真3に示す. 写真1の SEM 像と異なり, In 蒸着部分は Al に比較して黒い灰色となっている. 中央部右側に結晶粒界が見られる. 繰返し数の増大とともに特に (d) で明瞭になっている. (a) は初期状態のものである. 左側の明るい部分が初期き裂でまわりの黒い部分は化学研磨・電解研磨で丸味を帯び光学顕微鏡からの光を反射しなくなった領域である. 表面の所々にくぼみが見られる. (b) では繰返し数 $N \doteq 5 \times 10^3$, ネットの最大応力 $\sigma_N = 27\ \text{GN/m}^2$. 前述の通り負荷をほぼゼロにして写真をとっている. 粒界の右側にすべり線が発生している. ノッチのまわりにも, 見難いがすべり線が発生している. (c) では $N \doteq 10^4$, $\sigma_N = 30\ \text{GN/m}^2$. 粒界の右側に 45° 方向だけでなく水平方向にも短いすべり線が発生する. 左側のすべり線はノッチ先端の高い応力に支配されその密な領域は数値解析で求められる塑性領域¹⁰⁾ に形が似ている. すべり線はノッチ先端からいわば放射状に出てき裂伝播方向にまわり込もうとしている. $10\ \mu\text{m}$ 程の疲労き裂がノッチ先端に認められる. (d) では $N \doteq 2.5 \times 10^4$, $\sigma_N = 37\ \text{GN/m}^2$. 粒界の左側の変形が著しく表面が荒れ光を反射せず黒く見える. き裂は約 100° 程の口を開けている. (e) では $N \doteq 2.8 \times 10^4$, $\sigma_N = 39\ \text{GN/m}^2$. き裂は伝播速度およそ $0.2\ \mu\text{m}/\text{cycle}$ で変形の著しい 45° 方向に進む. き裂先端の開きは 50° 位である. 結晶粒界が左側結晶の変形を抑えているのがわかる. き裂が粒界の手前 $400\ \mu\text{m}$ にまで進展したところで最大荷重 P_{max} を $68\ \text{N}$ に保持した. (f) では $N = 30456$. き裂が結晶粒界に達している. 粒界の左側 $60\ \mu\text{m}$ 程の明るい部分がき裂の先端である. そこから左に $100\ \mu\text{m}$ の間裏からの照明は認められないが, 図5の (c) に示すようなき裂面を形成しているためであろう. き裂の開口角は更に小さくなっている. (g) では $N = 31032$. き裂は結晶粒界で伝播方向を変え右側のすべり変形の著しい領域にそって進む. 写真4は負荷方向ヤング率の小さい結晶から大きい結晶にき裂が進む Sp 2 の場合である. (a) は初期状態の

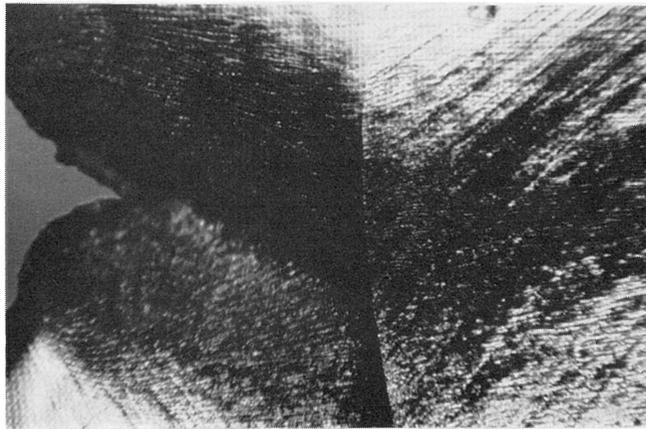
ものであり結晶粒界は見えない。(b)では $N=3700$, $\sigma_N=25 \text{ GN/m}^2$. 中央右側に結晶粒界が浮き出してくる. 右側では主に 45° 方向のすべり線が見られるが, 下部には更に 60° 方向のすべり線も認められる. 左側にはノッチのまわりと右下に向う 45° 方向すべり線が見られる.(c)では $N=11600$,



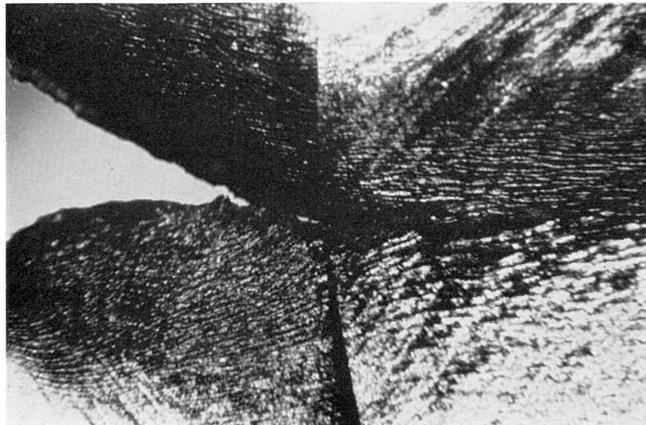
d



e



f



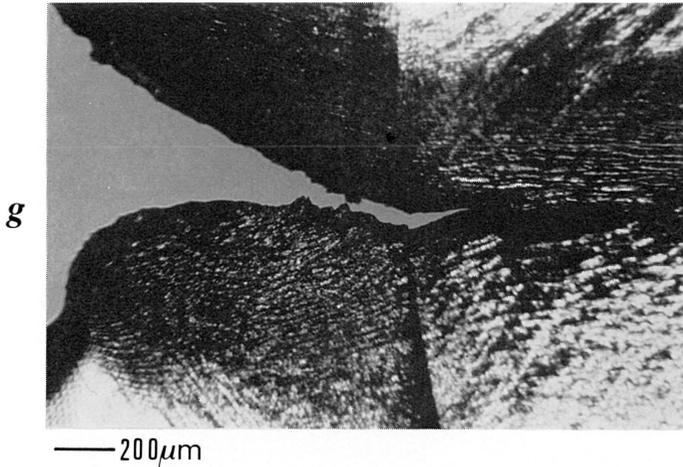


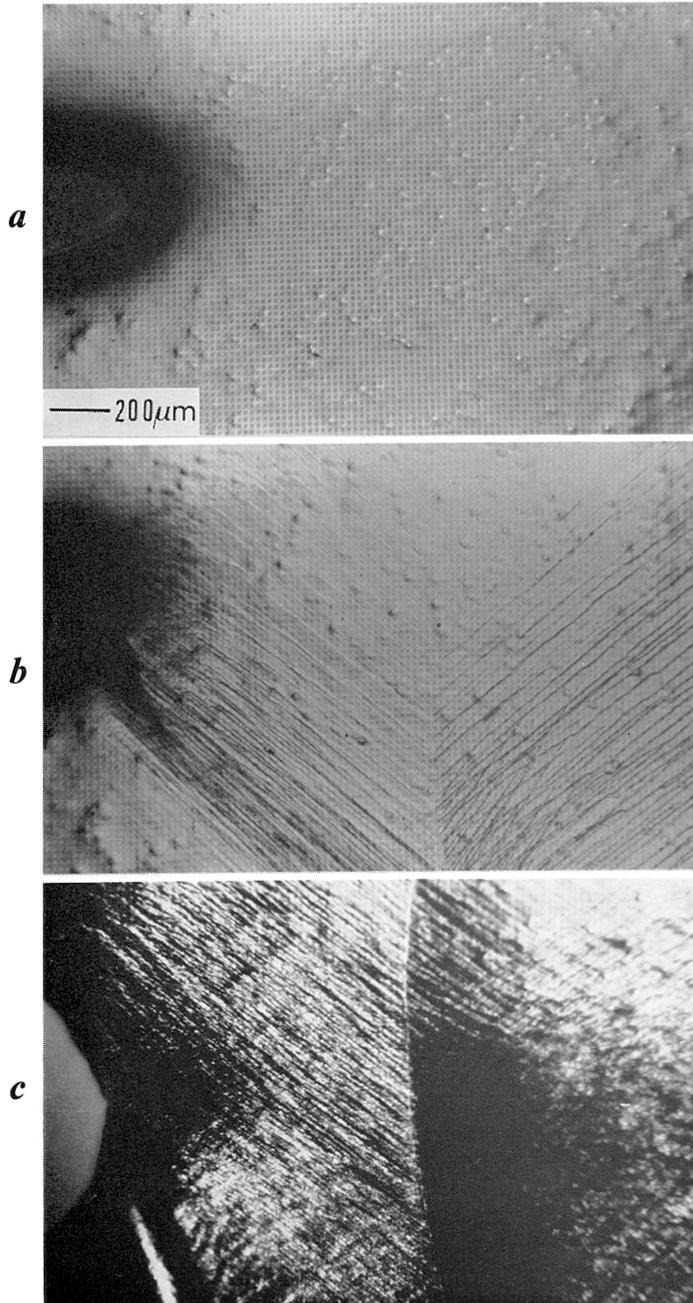
写真3 疲労き裂伝播光学顕微鏡写真-Sp 1;

- a. 初期状態, b. $N \doteq 5 \times 10^3$ で $\sigma_N = 27 \text{ GN/m}^2$, c. $N \doteq 10^4$ で $\sigma_N = 30 \text{ GN/m}^2$,
 d. $N \doteq 2.5 \times 10^4$ で $\sigma_N = 37 \text{ GN/m}^2$, e. $N \doteq 2.8 \times 10^4$ で $\sigma_N = 39 \text{ GN/m}^2$,
 f. $N = 30456$ で $P_{\max} = 68 \text{ N}$, g. $N = 31032$ で $P_{\max} = 68 \text{ N}$,
 $R = 0.22$.

$\sigma_N = 29 \text{ GN/m}^2$. ノッチ先端に $5 \mu\text{m}$ 程のき裂が認められる. 写真3 (c) と比較するとノッチの開きが大きい. ノッチまわりを除けば右側の結晶で変形が著しい. (d) では $N = 12616$, $\sigma_N = 31 \text{ GN/m}^2$. き裂は (b) のすべり系にそい (右下 45° 方向) $0.15 \mu\text{m/cycle}$ の速度で進む. き裂先端の著しい塑性域は右側の著しい塑性域と連結していない. この後 $P_{\max} = 42 \text{ N}$ に固定する. (e) では $N = 14156$. き裂が鋭くなるとき裂先端位置を特定する事は困難であるが, 結晶粒界左側においてき裂上部の動きは下部の動きより小さく, き裂が粒界まで達していると判断した. (f) では $N = 15556$. き裂は結晶粒界通過後に伝播方向をやや右上に変えている.

破断後, 破面の観察を行ったが, Sp 1 のき裂伝播初期: 初期ノッチから $100 \mu\text{m}$ 程の位置にしか striation (図5-(a) のき裂断面形が考えられる) は認められなかった. その後の写真4-(c) の大きな開口には図5-(b) の深い絞り込み, 写真3-(f) および4-(f) に関する議論からは図5-(c) の面外せん断が考えられる.

最後に In を真空蒸着して作った微小格子模様によるひずみ分布の測定について述べる. 写真5は微小格子模様 SEM 像の12枚組写真である. これは, Sp 2 写真4-(d) にほぼ対応している. G.B. は結晶粒界を示す. 光学写真ではすべり線・試験片表面の面外変形の様子は明瞭に観察されるが微小格子模様の判読が困難であるのに対し, SEM 像では逆に多くのすべり線・著しい表面の荒れにもかかわらず微小格子模様が判読できる. $16 \mu\text{m}$ 四方格子 5×5 個の平均的変形から引張方向の伸びひずみ ϵ_y を得た. 図6に Sp 1 の等ひずみ曲線を示す. 図6-(a) は写真4-(e) に図6-(b) は写真3-(g) にそれぞれ対応している. ϵ_y はすべり線にそって進展し結晶粒界通過後もすべり線にそい進行方向を変える. 図中の値は%で表示している. 図7は Sp 2 の結果で, 図7-(a) が写真4-(c) に図7-(b)



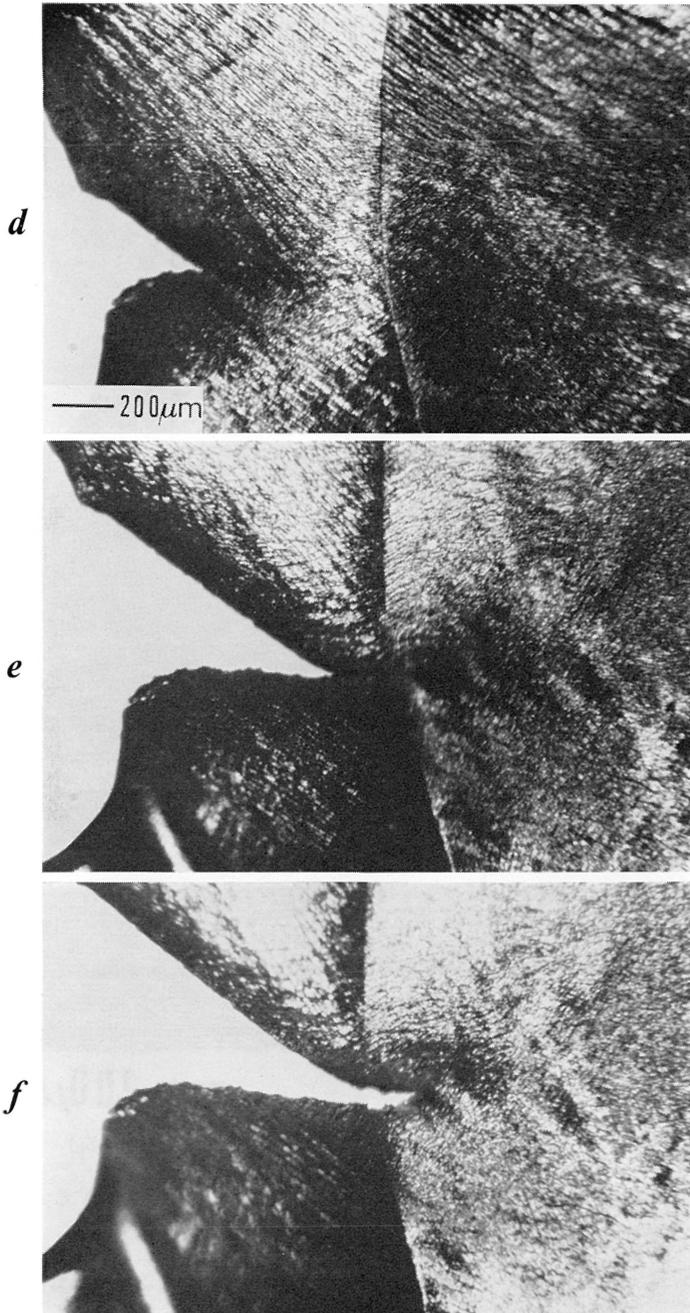


写真4 疲労き裂伝播光学顕微鏡写真-Sp 2;

- a. 初期状態, b. $N=3700$ で $\sigma_N=25 \text{ GN/m}^2$, c. $N=11600$ で $\sigma_N=29 \text{ GN/m}^2$,
 d. $N=12616$ で $\sigma_N=31 \text{ GN/m}^2$, e. $N=14156$ で $P_{\max}=42 \text{ N}$,
 f. $N=15556$ で $P_{\max}=42 \text{ N}$, $R=0.22$.

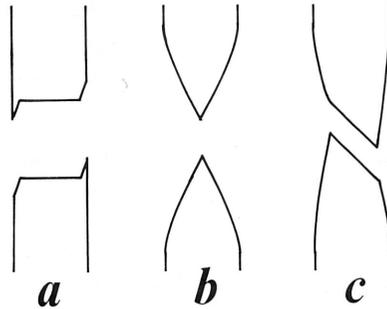


図5 き裂の断面形状

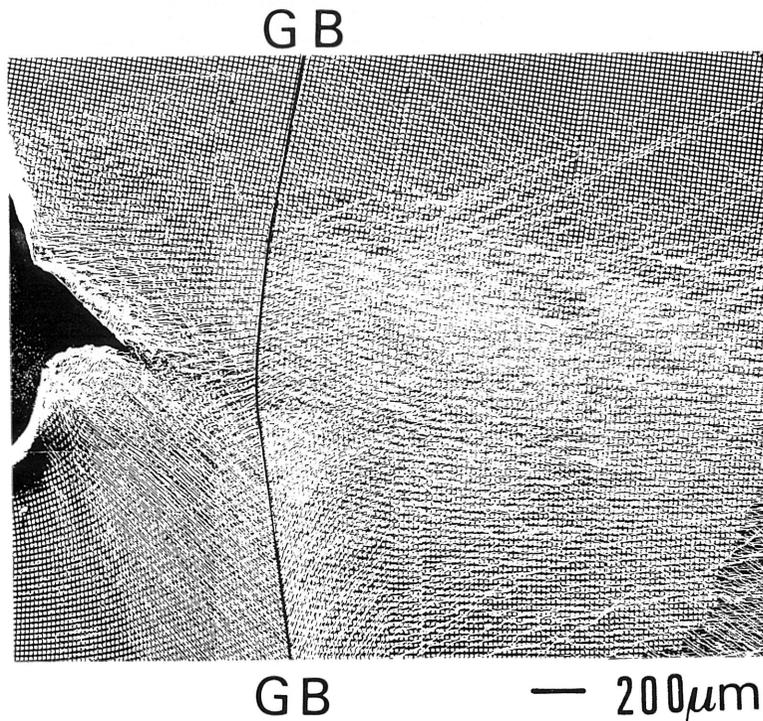


写真5 疲労き裂進展時の微小格子模様の変形 (12枚組写真)

が写真4-(d)にほぼ対応している。ひずみの飛地が形成され、この飛地を吸収するように等ひずみ曲線の進行方向が結晶粒界通過後が変わっていく。

これらをまとめたものを図8 (Sp 1), 9 (Sp 2) に示す。横軸の l_c はき裂先端と結晶粒界の距離、縦軸の l_c はあるひずみ量曲線の代表的長さ：ここではき裂先端とあるひずみ量曲線の最大距離である。

き裂が結晶粒界を通過した後の l_c は負にしている。き裂が結晶粒界に近づく時、き裂先端に形成される塑性域の大きさは減少し、通過後も ε_Y が125%以下の塑性域は減少し続ける。150%以上の塑性域は右側の結晶にはほとんど存在しないようである。結晶粒界通過後 $\varepsilon_Y=50\%$ は-1の勾配を示してお

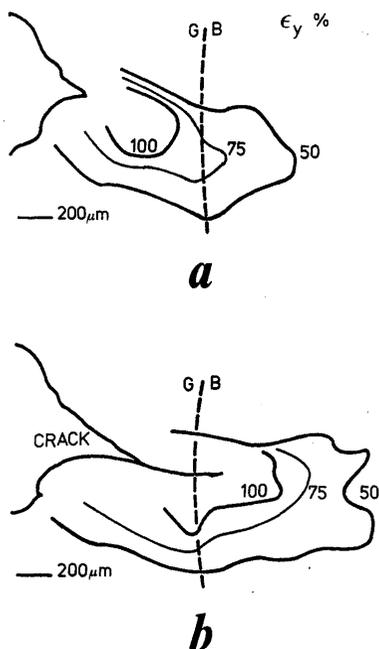


図6 負荷方向伸びひずみ曲線-Sp 1;
 a. $N \doteq 2.8 \times 10^4$ で $\sigma_N = 39 \text{ GN/m}^2$,
 b. $N = 31032$ で $P_{\max} = 68 \text{ N}$,
 $R = 0.22$.

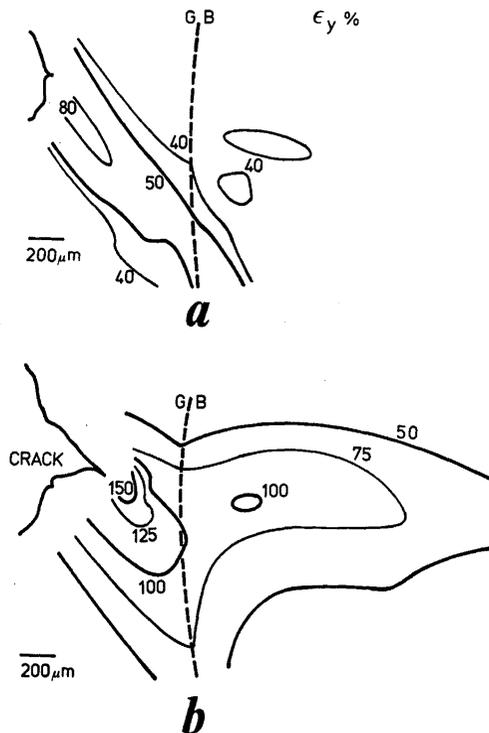


図7 負荷方向伸びひずみ曲線-Sp 2;
 a. $N \doteq 10^4$ で $\sigma_N = 29 \text{ GN/m}^2$,
 b. $N \doteq 12700$ で $\sigma_N = 31 \text{ GN/m}^2$, $R = 0.22$.

り、これはこのレベルの塑性域が全く成長していない事を示す。き裂が左側の結晶にあった時は激しい塑性変形が結晶粒界を通し右側の結晶の広い領域で塑性変形を促したが、右側ではき裂に近い領域が塑性変形を抑えているためと思われる。 $\epsilon_Y = 75\%$ では勾配がゆるやかになる。右側でも $l_c \doteq 0.5 \text{ mm}$ までき裂が進展すれば $\epsilon_Y = 75\%$ の新たな塑性域が古い塑性域の影響下で成長している事を示す。どの位置で結晶粒界の影響が始まりどこで終るかについてはデータが得られていない。図9では逆に結晶粒界にき裂が近づく時塑性域は増大している。高い塑性変形ほど結晶粒界の影響を遅くあるいは緩やかに受ける事がわかる。この例でも影響開始・終了位置に関するデータは得られなかった。

初期の全体的なすべり線(写真3-(b)のSp 1の右下, 写真4-(b)のSp 2)はそれぞれの結晶の負荷方向に対するすべり面・すべり方向の位置関係(表2のSchmid's factor)および局所的な抵抗により形成される。Sp 1の場合はヤング率の低い側に、Sp 2の場合はそれ程の差はないがやはりヤング率の低い側に見られた。しかし、マクロな意味での塑性変形は写真3-(d)と写真4-(c)の違いに明瞭に認められるようにヤング率の高い側に強く発生する。引張負荷方向のヤング率の高い事をすべり易い, 低い事をすべり難いと表現すれば以下のように今回の実験結果はまとめられる。

すべり易い結晶からすべり難い結晶にき裂が進展する時、き裂先端に発生する塑性域は結晶粒界の前

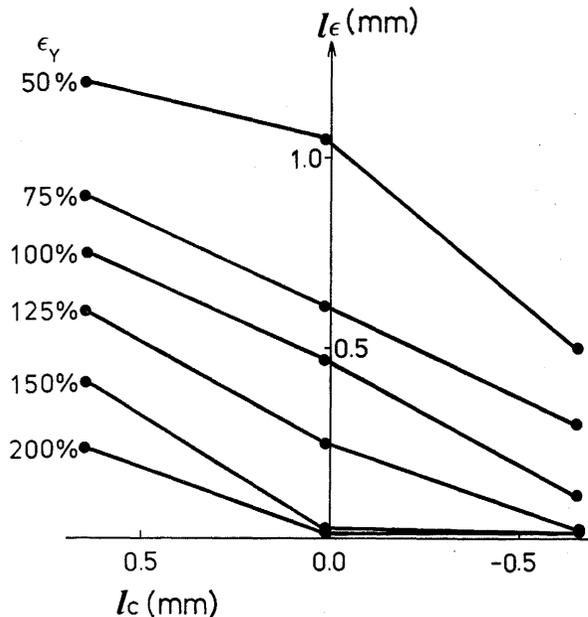


図8 き裂先端塑性域の結晶粒界前後での減少-Sp 1.

後で減少する。逆にすべり難い結晶からすべり易い結晶にき裂が進展する時、き裂の結晶粒界到達前にすべり易い側で塑性変形が進行し図7に示すよう数値の上でも飛地が見られる。またこの場合き裂先端に発生する塑性域は結晶粒界前後で増加する。両側においてき裂は塑性変形の大きい方向に進む。塑性変形は図6, 7に見られるようまず初期のすべり線にそって成長し、結晶粒界通過後は水平方向と初期すべり線方向の間に向かって進む。写真3-(g)では右側にき裂に沿う著しいすべり線が認められ、図5-(c)の破壊モードとき裂の水平方向の伝播を示唆する。

3. 双結晶き裂モデルにおける弾塑性解析

3.1. 計算モデル

結晶粒界を進む疲労き裂伝播に対する解析では、序論で述べたごとく伝播している事(き裂面に塑性域が残る: $\ln r$ の特異性を持つ) 繰返し負荷が作用する事 (cyclic plastic strain が発生する) 結晶粒界が存在する事の3点が重要な要素であるが、今回は結晶粒界のみを考慮する。また結晶粒界を挟む結晶はそれぞれの結晶方位固有の応力~ひずみ関係を持つ²⁷⁾ と一般的には考えられるが、これを2軸あるいは3軸応力が作用し、更にき裂先端領域のひずみ量が大きい今回のような問題には適用できない。実験的に両結晶間には引張方向ヤング率に明らかな差違が認められた。よって、ヤング率を違え降伏応力を等しくとった図10-(a)の応力~ひずみ関係を持つ等方性モデルを考える。この場合降伏応力 σ_Y に対する切欠き側のヤング率(降伏ひずみ) $E_I(\epsilon_{Y,I})$ が反対側のそれ $E_{II}(\epsilon_{Y,II})$ より大きく(小さく) Sp 1 に対応している。Sp 2 はIとIIを置き換えたものとなる。図10-(b)に示す降伏応力

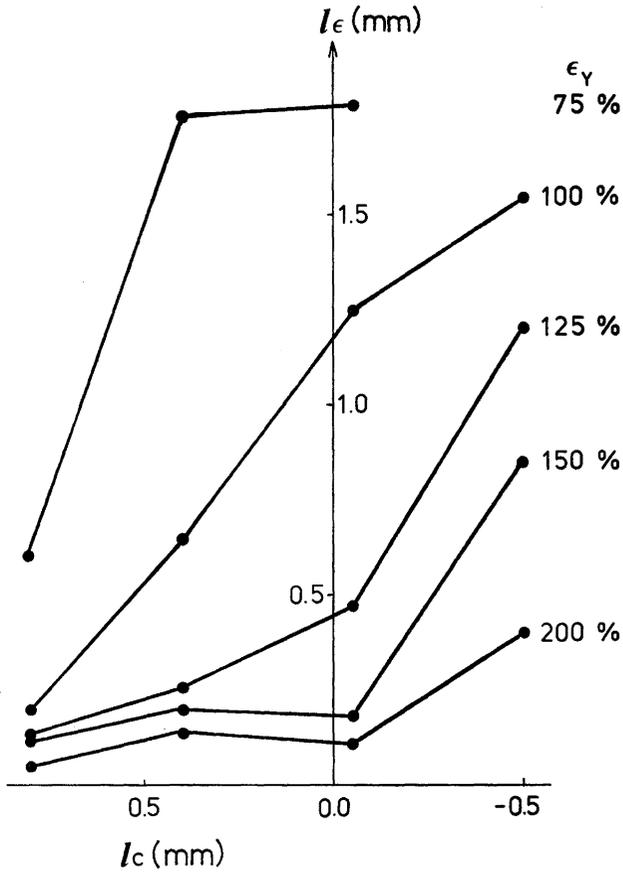


図9 き裂先端塑性域の結晶粒界前後での増加-Sp 2.

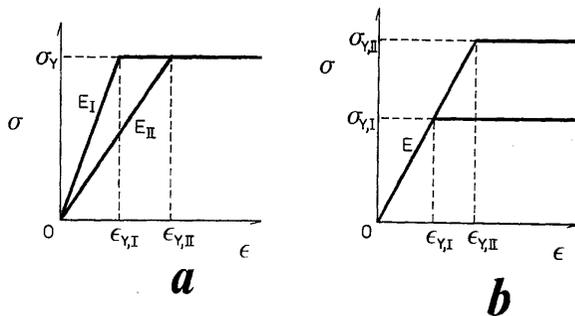


図10 等方性双結晶モデル;

a. ヤング率が異なる場合, b. 降伏応力が異なる場合.

の違いに焦点を置いたモデルも考えられ、若干の弾塑性解析も行ったが、モデル自体の根拠が薄いので本報告では省く。図10-(a)の双結晶に変位一様の引張負荷を与えるとI側が先に降伏し、写真3-

(d), 逆のモデルでは写真 4-(c), とき裂と直接には無関係の降伏が説明できる.

2 次元の近似は平面応力か平面ひずみのいずれかで行われる. 図 5 に示すよう 3 種類の破壊が見られた. Sp 1 と 2 いずれにおいてもとき裂が結晶粒界に近づくと開口角が小さく, 開口の大きいと思われる図 5-(b) の破壊モードは適切でない. また図 5-(a) の破壊モードに関連する striation は初期切欠きに近い領域でしか形成されなかった. 写真 3-(f) のとき裂の形状, 写真 3-(g) のとき裂前方のとき裂にそうすべりは直接図 5-(c) を支持している. この破壊モードでは断面収縮がそれ程強くなく平面ひずみ状態近似が適当と思われる.

変形・とき裂伝播の両方において明らかに異方性が見られる. 異方性に関連した挙動を説明するため Hill の異方性モデルを応力~ひずみ関係に適用した計算²⁸⁾ も行った.

3.2. 計算方法

Hill の直交異方性降伏条件式は平面ひずみの場合

$$f^2 = \frac{3}{2(F+G+H)} [F(\sigma_y - \sigma_z)^2 + G(\sigma_z - \sigma_x)^2 + H(\sigma_x - \sigma_y)^2 + 2N\tau_{xy}^2] = \bar{\sigma}^2 \quad (1)$$

となる. F, G, H, N は異方性パラメータ, $\sigma_x, \sigma_y, \sigma_z$ はそれぞれ x, y, z 方向の垂直応力, τ_{xy} は xy 平面のせん断応力, $\bar{\sigma}$ は相当応力である. f を塑性ポテンシャルとする時, 塑性領域の応力増分 ($d\sigma_x, d\sigma_y, d\tau_{xy}, d\sigma_z$)^t とひずみ増分 ($d\epsilon_x, d\epsilon_y, d\gamma_{xy}, d\epsilon_z$)^t に対する剛性マトリックス $[D^p]$ ²⁸⁾ は

$$[D^p] = [D^e] - \frac{1}{S} \begin{pmatrix} S_1^2 & \text{symmetry} \\ S_1 S_2 & S_2^2 \\ S_1 S_3 & S_2 S_3 & S_3^2 \\ S_1 S_4 & S_2 S_4 & S_3 S_4 & S_4^2 \end{pmatrix} \quad (2)$$

ここでは $[D^e]$ は弾性変形の剛性マトリックス $\{d_{ij}\}$,

$$S = \frac{4}{9} \bar{\sigma}^2 H' + S_1 \sigma'_x + S_2 \sigma'_y + 2S_3 \tau'_{xy} + S_4 \sigma'_z \quad (3)$$

$$\left. \begin{aligned} S_1 &= d_{11} \sigma'_x + d_{21} \sigma'_y + d_{41} \sigma'_z \\ S_2 &= d_{12} \sigma'_x + d_{22} \sigma'_y + d_{42} \sigma'_z \\ S_3 &= 2 d_{33} \tau'_{xy} \\ S_4 &= d_{14} \sigma'_x + d_{24} \sigma'_y + d_{44} \sigma'_z \end{aligned} \right\} \quad (4)$$

$$\left. \begin{aligned} \sigma'_x &= \frac{H(\sigma_x - \sigma_y) + G(\sigma_x - \sigma_z)}{F + G + H} \\ \sigma'_y &= \frac{F(\sigma_y - \sigma_z) + H(\sigma_y - \sigma_x)}{F + G + H} \\ \sigma'_z &= \frac{G(\sigma_z - \sigma_x) + F(\sigma_z - \sigma_y)}{F + G + H} \\ \tau'_{xy} &= \frac{N\tau_{xy}}{F + G + H} \end{aligned} \right\} \quad (5)$$

H' は加工硬化係数で

$$H' = \frac{d\bar{\sigma}}{d\varepsilon_p} \quad (6)$$

降伏判定条件 (1) により塑性になったと判断された要素には式 (2), 弾性状態に留っている要素には $[D^e] = (d_{ij})$ を適用して構造全体の各節点の荷重増分と変位増分に関する剛性マトリックスを形成 (有限要素法) し, 図 11 および 12 に分割された双結晶き裂板の数値解析を行う. 等方性モデルでは異方性パラメータを

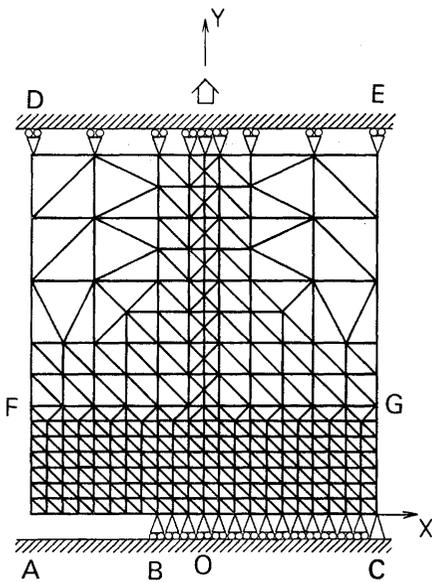


図 11 双結晶き裂板の等方性モデル分割図

$$(F, G, H, N) = (1, 1, 1, 3) \quad (7)$$

にとればよい. なお, 式 (1)~(6) において xyz 座標軸は異方性の主軸にとらねばならない.

図 11 は等方性モデルの分割図である. 結晶粒界は $x=0$ に存在し, 負荷境界 DE には y 方向に一樣変位が作用 (x 方向無拘束) する. AB

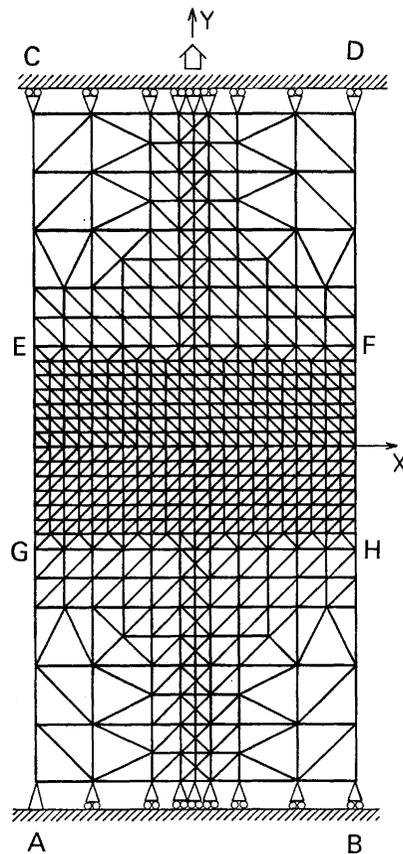


図 12 双結晶き裂板の異方性モデル分割図

はき裂を示す. この図でき裂先端 B は結晶粒界の手前 3 分割の位置にある. B 以外の AB 間では無拘束, C 以外の BC 間では y 方向拘束・ x 方向無拘束, C 点は拘束されている. 塑性変形が $ACFG$ 内の細かな要素に収まるように解析した. 図 12 は異方性モデルの分割図である. 等方性モデルでの挙動と異なり異方性モデルではき裂面上下で対称性が存在しないので, 双結晶き裂板全体を解析しなければならない. y 軸が結晶粒界である. A 点を拘束し, A 点以外の AB では y 方向拘束・ x 方向無拘束, CD には y 方向に一樣変位が作用 (x 方向無拘束) する. x 軸上に左からき裂がはいる. き裂先

端以外のき裂節点で節点をそれぞれ1個増やし自由端とすることでき裂を作った。塑性変形が $EFGH$ 内に収まる範囲で解析した。

3.3. 解析結果

応力~ひずみ関係には弾完全塑性を仮定した。つまり(6)式の $H'=0$ である。表3に材料定数を示す。ヤング率には 130 GN/m^2 と 88 GN/m^2 の2つを選んだ。図13に塑性域の成長の様子と形を示

表3 材料定数

Young's Modulus	E_i (GN/m^2)	130, 88
Poisson's Ratio	ν	0.33
Yield Stress	σ_Y (GN/m^2)	20

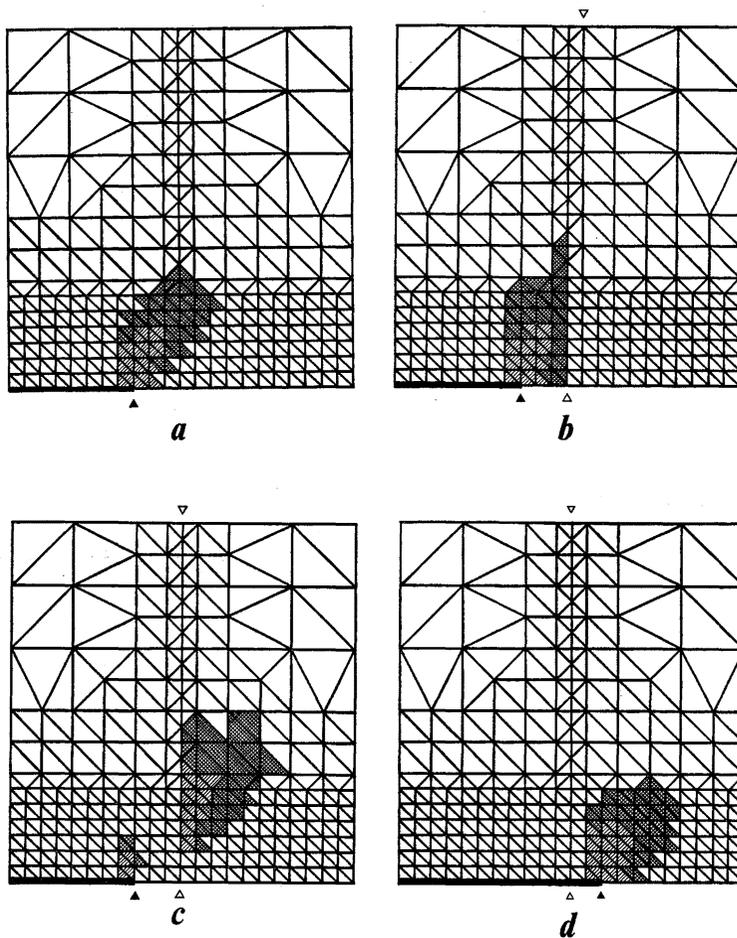


図13 等方性モデルにおける塑性域の成長;

- a. $E_{I(II)}=88$ (88) GN/m^2 で $\delta=3$, b. $E_{I(II)}=130$ (88) GN/m^2 で $\delta=3$,
 c. $E_{I(II)}=88$ (130) GN/m^2 で $\delta=3$, d. $E_{I(II)}=130$ (88) GN/m^2 で $\delta=-2$.

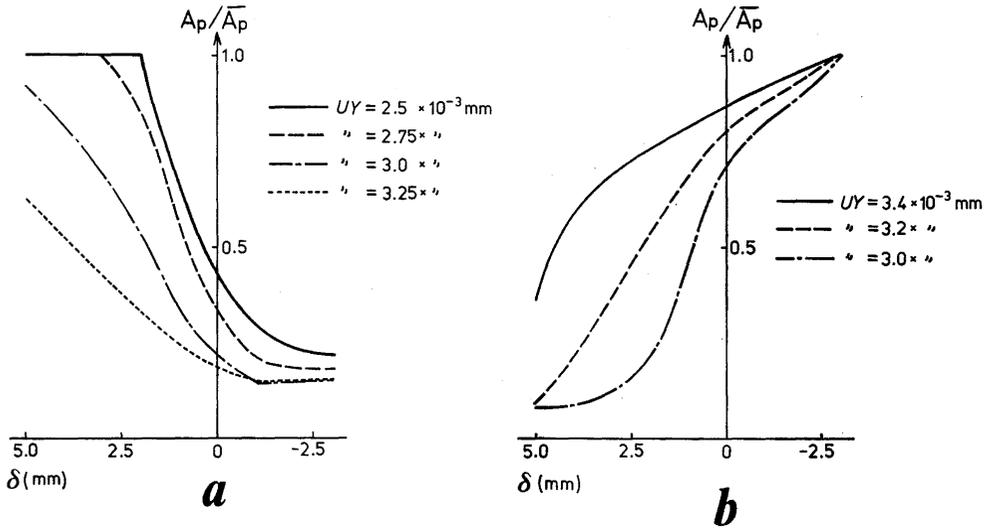


図 14 結晶粒界のき裂先端塑性域への影響；
 a. $E_{IUN}=130$ (88) GN/m², b. $E_{IUN}=88$ (130) GN/m².

す。ここで△印は結晶粒界の位置▲印は片側き裂のき裂先端を示す。負荷の増大とともに塑性域は斜線で示す領域からチェックで示す領域に成長している。図 a では $E_{IUN}=88$ (88) GN/m²、結晶粒界が存在しない場合の塑性域である。 $E_{IUN}=130$ (88) GN/m² の図 b では塑性域が結晶粒界に阻止されている。 $E_{IUN}=88$ (130) GN/m² の図 c では結晶粒界から右斜め 45° 方向に進展する塑性域の飛地が見られる。図 d ではき裂が結晶粒界を $\delta = 2$ (細かな分割の x 軸方向節点間距離を 1 単位とする) 過ぎていている。この図では $E_{IUN}=130$ (88) GN/m² である。図 a に似た形をしており既に粒界の影響を脱したと思われる。それらをまとめたものを図 14 に示す。負荷境界の y 方向一様変位 U_Y をパラメータにとり、塑性域の面積 A_p を \bar{A}_p で無次元化し、結晶粒界までの距離 δ (粒界通過後はマイナスの値をとる) の関数で表現している。図 a の A_p は $E_{IUN}=130$ (88) GN/m² と Sp 1 に対応するもので、塑性域の進展が結晶粒界前後で抑制されている。大きな負荷変位程大きな塑性域が形成され早くから結晶粒界の影響を受けている事が示されている。この U_Y の大きい結果は図 8 の小さな ϵ_Y (大きな塑性領域) に対応している。図 14 の結果はいろいろな大きさの塑性域に対するものであり図 8 の結果は一定のひずみ量を持つ領域に対するものである。また前者 (計算) のひずみ量は後者 (実験) に比べ計算方法・時間の都合上極めて小さい値であり、直接の比較は困難である。図 14-(a) より結晶粒界の影響が始まる位置は負荷に強く依存するが、影響が終る位置は負荷にはそれほど依存しない事がわかる。図 8 の $\epsilon_Y=50\%$ と 75% の結果からは影響の終る位置に違いがある事が示されている。この傾向的な差違の原因として、き裂面に残る過去の塑性変形が計算において無視されている事が考えられる。ここでの \bar{A}_p は $E_{IUN}=130$ (130) GN/m² より求めている。図 14-(b) は $E_{IUN}=88$ (130) GN/m² の結果である。結晶粒界の影響は U_Y の大きいもの (塑性域の大きいもの) ほど早く表れる事が示

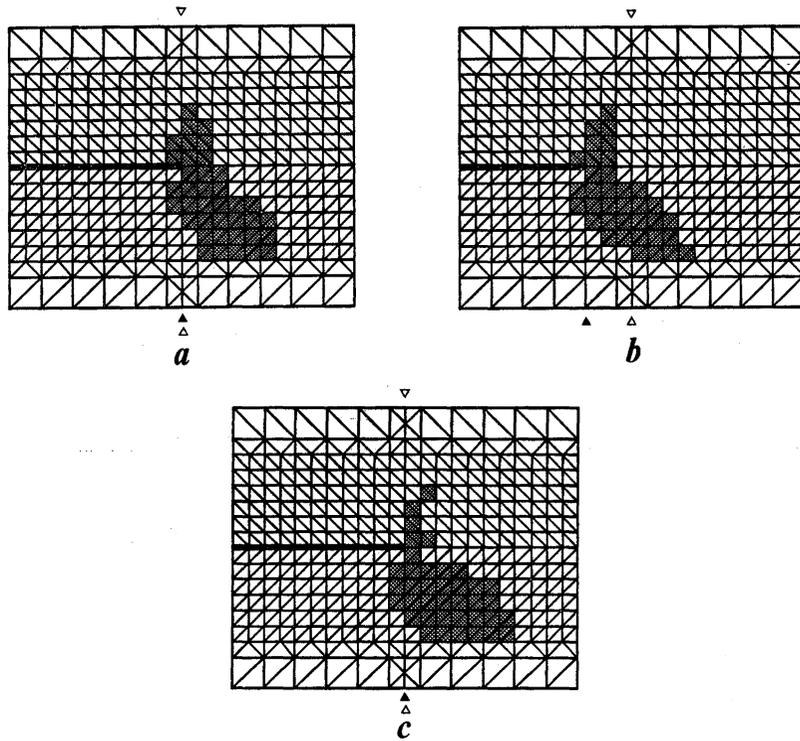


図15 異方性モデルにおける塑性領域の形状；

- a. $(F, G, H, N) = (3, 3, 1, 10)$ で $\delta = 0$, b. $(F, G, H, N) = (3, 3, 1, 10)$ で $\delta = 2$,
 c. $(F, G, H, N) = (3, 3, 1, 25)$ で $\delta = 0$.

され、定性的に図9の結果とよく一致する。影響が終る位置については十分なデータが得られていない。これも \bar{A}_p は $E_{I(II)} = 130$ (130) GN/m² のものである。

図15に異方性モデルの計算結果を示す。弾性域には等方性を仮定し、塑性異方性パラメータの効果を検討した。ヤング率 E を 70 GN/m² とし他の材料定数は表3のものとした。図中の△印は結晶粒界位置、▲印は片側き裂先端位置をそれぞれ示している。左側の結晶の異方性主軸方向 θ_I は x 軸の正方向から計って 120° 、右側の方向 θ_{II} は 60° である。図a, b, cの異方性パラメータはそれぞれ $(F, G, H, N) = (3, 3, 1, 10)$, $(3, 3, 1, 10)$, $(3, 3, 1, 25)$ である。Hillの異方性モデルを双結晶き裂板に適用した場合、マクロな塑性領域の進展には異方性が認められるが、等方性モデルのような結晶粒界の効果は図aとbの比較でもわかる通り得られなかった。異方性パラメータが塑性域の形状を強く支配する事は図aとcの比較より明らかである。この異方性モデルで結晶粒界および定量的な実験との対応を論ずることは今後の課題である。

4. 結 論

- 1) In 真空蒸着によって作成した $16 \mu\text{m}$ ピッチの微小格子模様は大変形にも追従する有効なひずみ

量測定手段である。

- 2) 2種類の純 Al 双結晶板の疲労き裂進展実験より以下の点が明らかになった。
 - (i) 引張負荷方向ヤング率の大きい結晶ほどマクロにはすべり易い。
 - (ii) すべり易い結晶からすべり難い結晶に疲労き裂が向う時、塑性域進展は結晶粒界前後で減速的傾向を示す。
 - (iii) すべり難い結晶からすべり易い結晶に疲労き裂が向う時、塑性域の飛地がき裂進展前に作られ、塑性域進展は結晶粒界前後で加速的傾向を示す。
 - (iv) 塑性変形の著しい領域をき裂は進む。塑性変形は切欠き側では初期すべりにそって進行し、結晶粒界通過後は水平方向と初期すべり方向の中間を進む。
 - (v) き裂の開口角度は結晶粒界に近づくとき小さくなる。
- 3) 等方性および異方性双結晶モデルによる弾塑性解析を有限要素法により行い以下の点が明らかになった。
 - (i) 等方性モデルにより前記(ii)の減速的傾向(iii)の飛地・加速的傾向がマクロな弾塑性論でも証明される安定したものであることが示された。
 - (ii) 等方性モデルにより結晶粒界の影響が始まる位置が塑性域の大きさの関数であることが示された。
 - (iii) Hillの異方性モデルにより塑性変形の非対称な成長をシミュレートできた。

謝 辞

疲労試験にご援助いただいた本研究所応用弾性学部門高橋清教授・小松治男技官、結晶解析をご指導いただいた塑性学部門佃昇助教授・青野泰久助手、数値解析に助力を惜しまなかった弾性学部門古賀洋治技官に深く感謝します。

参 考 文 献

- 1) Gell, M. and Leverant, G. R., "The Characteristics of Stage I Fatigue Fracture in a High-Strength Nickel Alloy," *Acta Metallurgica*, Vol. 16, 1968, pp. 553-561.
- 2) Evans, J. T. and Lü, F. X., "Plastic Deformation and Fatigue Crack Growth in Grain-Oriented Fe-3½% Si," *Acta Metallurgica*, Vol. 30, 1982, pp. 751-762.
- 3) 岡田厚正, 山本恭永, 堀川英彦, "疲労き裂の伝播機構におよぼす結晶粒界の影響—疲労き裂の伝播機構について(第2報)," *鉄と鋼*, Vol. 61, 1975, p. S310.
- 4) 高雄善裕, 河田幸三, "荷重振幅変動後の疲労き裂伝播速度について", *宇宙航空材料シンポジウム*, No. 6, 1975, pp. 5-9.
- 5) Kocanda, S., "Fatigue Failure of Metals," Sijthoff and Noordhoff International Publishers, NDL, 1978.
- 6) Hoepfner, D. W., "The Effect of Grain Size on Fatigue Crack Propagation in Copper," *Fatigue Crack Propagation*, ASTM STP-415, ASTM, 1967, pp. 486-504.

- 7) Lee, J. Y. and Subramanian, K. N., "Fracture of LiF Bicrystals," *J. Materials Science*, Vol. 18, 1983, pp. 1765-1772.
- 8) Liu, J. M. and Sher, B. W., "Crack Propagation across Grain Boundaries in Tungsten-An Application of Crack Speed Measurement Technique," *Scripta Metallurgica*, Vol. 14, 1980, pp. 871-874.
- 9) 横堀武夫, 黒岩正行, 富士彰夫, 庄司一夫, 横堀寿光, "鋼材における疲労き裂成長速度の結晶粒界における変化に関する一実験", *日本材料強度学会誌*, Vol. 14, 1979, pp. 23-30.
- 10) Rice, J. R. and Rosengren, G. F., "Plane Strain Deformation near a Crack Tip in a Power-Law Hardening Material," *J. Mechanics and Physics of Solids*, Vol. 16, 1968, pp. 1-12.
- 11) 菊川 真, 城野政弘, 岩橋 稔, 市川光秋, 上杉暢彦, "電界放射形走査電子顕微鏡内疲労試験装置と疲労き裂進展の直接連続観察", *材料*, Vol. 31, 1982, pp. 669-674.
- 12) 菊川 真, 城野政弘, 安井一雄, 安達正晴, 稲田 裕, "走査電子顕微鏡による疲労損傷についてのミクロな定量的測定", *材料*, Vol. 23, 1974, pp. 708-751.
- 13) Lankford, J., Davidson, D. L., and Cook, T. S., "Fatigue Crack Tip Plasticity," *Cyclic Stress-Strain and Plastic Deformation Aspects of Fatigue Crack Growth*, ASTM STP-673, ASTM, 1977, pp. 36-55.
- 14) 小幡充男, "き裂近傍のひずみ測定", *日本金属学会会報*, Vol. 21, 1982, pp. 433-440.
- 15) Dugdale, D. S., "Yielding of Steel Sheets Containing Slits," *J. Mechanics and Physics of Solids*, Vol. 8, 1960, pp. 100-104.
- 16) Rice, J. R., "A Path Independent Integral and the Approximate Analysis of Strain Concentration by Notches and Cracks," *J. Applied Mechanics*, Vol. 35, 1968, pp. 379-386.
- 17) Rice, J. R., "Mathematical Analysis in the Mechanics of Fracture," *Fracture* (Liebowitz ed.), Academic Press, Vol. 2, 1968, pp. 191-311.
- 18) Rice, J. R. and Sorensen, E. P., "Continuing Crack-Tip Deformation and Fracture for Plane-Strain Crack Growth in Elastic-Plastic Solids," *J. Mechanics and Physics of Solids*, Vol. 26, 1978, pp. 163-186.
- 19) Broberg, K. B., "On Stable Crack Growth," *J. Mechanics and Physics of Solids*, Vol. 23, 1975, pp. 215-237.
- 20) Amazigo, J. C. and Hutchinson, J. W., "Crack-Tip Fields in Steady Crack-Growth with Linear Strain-Hardening," *J. Mechanics and Physics of Solids*, Vol. 25, 1977, pp. 81-97.
- 21) Hahn, G. T., Sarrate, M., and Rosenfield, A. R., "Local Yielding Attending Fatigue Crack Growth," *Metallurgical Transactions*, Vol. 3, 1972, pp. 1189-1202.
- 22) Kanninen, M. F. and Atkinson, C., "Application of an Inclined-Strip-Yield Crack Tip Plasticity Model to Predict Constant Amplitude Fatigue Crack Growth," *Int. J. Fracture*, Vol. 16, 1980, pp. 53-69.
- 23) 山本美喜雄, "単結晶製作法概説", *日本物理学会誌*, Vol. 18, 1963, pp. 438-448.
- 24) 北島一徳, 福田重久, "鉄の塑性変形および脆性破壊に関する基礎的研究V—純鉄および純鉄単結晶の製作", *九州大学応用力学研究所々報*, No. 19, 1962, pp. 118-123.
- 25) 幸田成康, "金属物理学序論", コロナ社, 1966.

- 26) Takao, Y. and Kawata, K., "Mechanical Behaviours of Single-Edge-Crack Rectangular Tensile Plates with Uniform Vertical End Displacement," ISAS Report, Tokyo University, Vol. 44, 1979, pp. 43-55.
- 27) Kitazima, S., "Role of Plastic Bending Plane in Tensile Deformation of Metallic Single Crystals at Room Temperature," 九州大学学位論文, 1960.
- 28) 山田嘉昭, "塑性・粘弾性", コンピュータによる構造工学講座II-2-A, 培風館, 1972.

(昭和59年5月31日 受理)