

電子顕微鏡による疲労破面観察例

林 慎也*・藤井英輔*

Microfractography of Fatigue Fracture Surface

By

Shinya HAYASHI and Eisuke FUJII

Abstract

Various and valuable information have long been known to exist in the fracture surface of materials, and electron fractography has recently become a powerful tool for studying the topographic feature of fatigue fracture surfaces. For the purpose of collecting microfractographic topographies of fatigue fracture surfaces, observation by a transmission or a scanning electron microscopy was carried out on fracture surfaces of wedge-opening loading type specimens, round notched specimens and hour-glass shaped welded joint specimens. As all of the specimens were tested in tension-compression load cycles, the fracture surfaces were observed to be changed almost featureless or flat by rubbing due to compressive load. However, there remained some topographies such as striation, dimple, tire tracks and so on. The amount of the topography were too small to be analyzed them quantitatively, but they presented valuable information for deducing origin of fatigue crack initiation and paths of fatigue crack, and cause of contamination of the surfaces. This paper presents typical topographies of the fatigue fracture with discussion on them.

1. ま え が き

破面にはその材料の受けた履歴が残されているので、古くより事故原因の究明の一つの手段として破面の観察が使われてきた。18世紀の始めに Reaumur によって光学顕微鏡を用いた破面の観察がはじめて行われて以来20世紀半まで微視的破面研究は光学顕微鏡により行われてきた。20世紀半に電子顕微鏡が急速に進歩し光学顕微鏡では行いえなかった微視的様相の詳細にわたる観察が可能になったため、微視的破面解析の分野は急速な進歩をとげた。そして、その応用範囲も事故原因の究明にとどまらず、破壊機構の研究にも広がり微視的様相と破壊靱性パラメータとを関連づける研究も行われている。

従来の破面解析に用いられる顕微鏡の主力は透過型

電子顕微鏡であった。透過型電子顕微鏡による破面観察は通常二段レプリカ法により行われる¹⁾。この方法の利点は、(1)レプリカを観察するので破面を破壊することなく観察ができること。(2)透過型電顕の解像度が高く、また視野深度も大きく高倍率であること、がまず挙げられる。逆に欠点としては、(1)レプリカの作製が技術を要し、時として artifact (虚偽模様)を生ずることがあること。(2)高倍率にしか使用できず、事実上1000倍以下の倍率に使えないため、マクロ的な破面との対応が困難であること、などが挙げられる。その欠点をうめるべく、現在では解像度は多少落ちるが低倍率(×30)から高倍率(数万倍)まで連続的に破面を直接観察できる走査型電子顕微鏡と従来の透過型電子顕微鏡とを併用して破面の観察が行われている。

一般的に疲労破面にみられる微視的様相としてはストライエーション、ディンプル、タイヤトラック、ラ

* 溶接工作部 原稿受付: 昭和49年11月8日

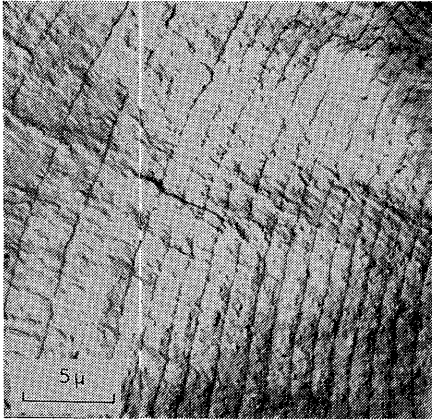


写真-1 ストライエーション (A1 合金) [飯田]¹⁾

ブマークがある。

ストライエーションと呼ばれる模様 (写真-1) は応力繰返し一回につき一本ずつ生成する、樹木の年輪に似た疲労破面特有の微視的様相であり、この様相の生成機構については非常に多くの研究がある²⁾。またストライエーションの間隔が疲労亀裂進展距離を表わしていることから、この間隔と破壊力学パラメータとの関係を調べている研究も比較的多く、破壊機構の解明に非常に有益な微視的模様である。しかしながら、すべり線、ディンプル、パーライトや粒界など、ストライエーションとまぎらわしい様相を示すものも多く充分な注意を要す。

ディンプルと呼ばれる微視的様相 (写真-2) は第二相粒子、介在物あるいは粒界等、母相に比べて変形能が小さいものの存在により負荷時に微小空洞が形成され、それが互いに合体してできる。ディンプルの形状は応力状態により三種類に分けられる³⁾ (図-1)。この

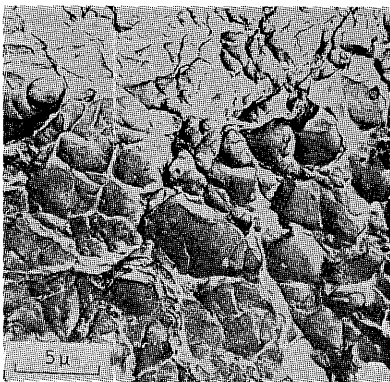


写真-2 ディンプル [飯田]¹⁾

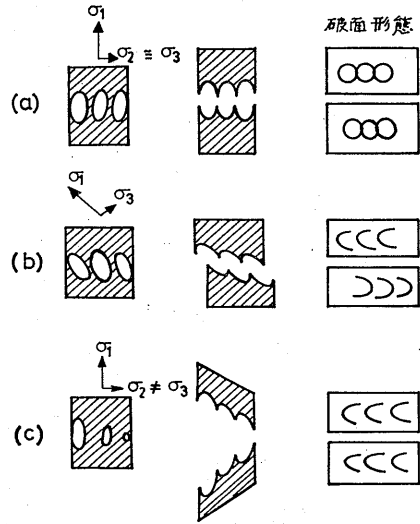


図-1 ディンプル形成機構 (Beachem の分類³⁾)

- (a) 直応力 等軸ディンプル
- (b) せん断応力 伸長型ディンプル
- (c) 引裂き応力 伸長型ディンプル

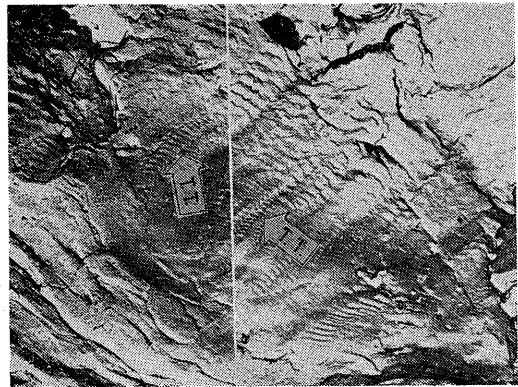


写真-3 タイヤトラック (T.T. 印, HT 60) [飯田]¹⁾

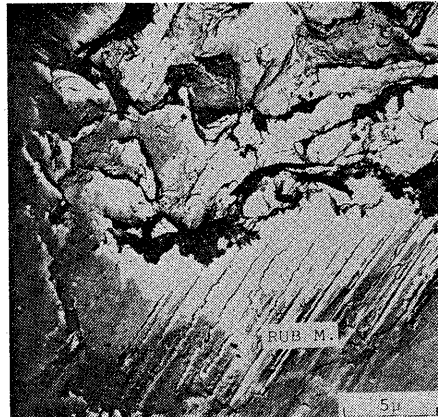


写真-4 ラブマーク (R.M. 印, HT 60) [飯田]¹⁾

ディンプルに関しては破壊力学との関係を調べている研究もいくつかあるが⁴⁾、ディンプルの大きさは局部的な応力状態や介在物の大きさや分布などに左右されるので、一枚の破面写真の中でも大きささまさまのディンプルが観察されるなどの理由でディンプルの定量的な解析は難しい。

ストライエーションやディンプルが破面形成時に形づくられるのに対し、破面形成後の破面間のこすり合いにより生ずる様相としてタイヤトラック (写真-3 T.T. 印) やラブマーク (写真-4, R.M. 印) がある。タイヤトラックの生成機構については圧痕説^{5,6)}と水素説⁷⁾があるが、現在のところ疲労亀裂が進展後、形づくられた面に固い粒子が押しつけられてこの模様が生じるという圧痕説が有力である。

また疲労破壊そのものの微視的様相ではないが、疲労破壊から不安定破壊に遷移する際に現われる様相として引き伸び帯 (ストレッチゾーン) (写真-5, S.Z. 印) がある。これはすべり変形が充分進んで破面が極めて平坦な無特徴な様相になったものである。この引き伸び帯の幅と亀裂開口変位 C.O.D. は密接な関係があるので破壊機構の研究に多く使われている⁸⁾。

本報告では各種の試験条件のもとにおいて、疲労破

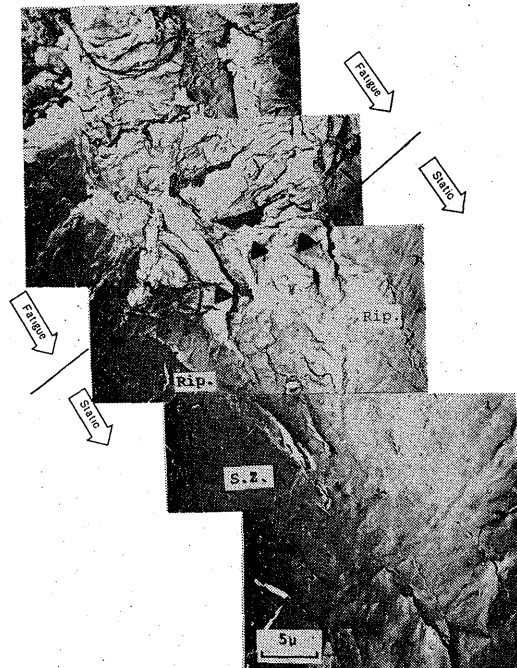


写真-5 ストレッチゾーン (S.Z. 印, 0.15 C材) (飯田)¹⁾

面に現われる微視的破面様相の情報収集を目的として、過去の試験で得た疲労試験片の破面の一部を小型の電子顕微鏡によって定性的に観察した結果について紹介する。破面観察に用いた電子顕微鏡は透過型電子顕微鏡 (日本電子製) スーパースコープ JEM 30C と走査型電子顕微鏡 (日立明石製) ミニセム MSM-4 である。

2. WOL 試験の疲労破壊部の電顕観察

破壊靱性試験として広く使われている WOL 試験では切欠から疲労亀裂を所定の長さまで進展させた状態で試験片を引張試験に供する。ここでは WOL 試験を実施した際⁹⁾、疲労破壊部の一部に温度着色と思われる濃い小麦色や濃い青色が観察されたので、その原因の考察のため電子顕微鏡により観察した例を示す。

2.1 試験方法

用いた材料は60キロ級調質高張力鋼である。その化学成分と機械的性質を 表-1, 表-2 に示す。試験片は

表-1 供試材の化学成分 (WOL 試験片)

化 学 成 分 (%)									
C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Cu	Al
.14	.416	1.31	.02	.023	.03	.34	.005	.10	.027

表-2 供試材の機械的性質 (WOL 試験片)

引 張 試 験			曲げ試験 (曲げ角度 180°)	板 厚 (mm)
σ_y (kg/mm ²)	σ_B (kg/mm ²)	伸び (%)	Good (R=1.0t)	20
52.2	64.7	36.8		

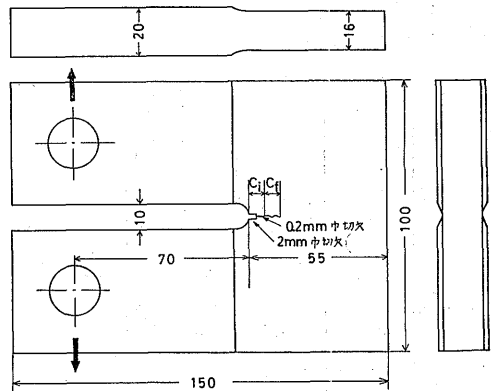


図-2 試験片形状 (WOL 試験片) c_i ; 初期切欠 c_f ; 疲労亀裂

WOL 標準試験片の CT 型に相当し、その試験片形状を 図-2 に示す。この試験片に西原式 5 トン疲労試験機で完全両振り一定変位試験により所定の長さまで疲労亀裂を入れた後、アムスラー型 20 トン試験機で低温引張試験を行った。

2.2 破面観察結果

破面のマクロ写真の一例を 写真-6 に示す。その破

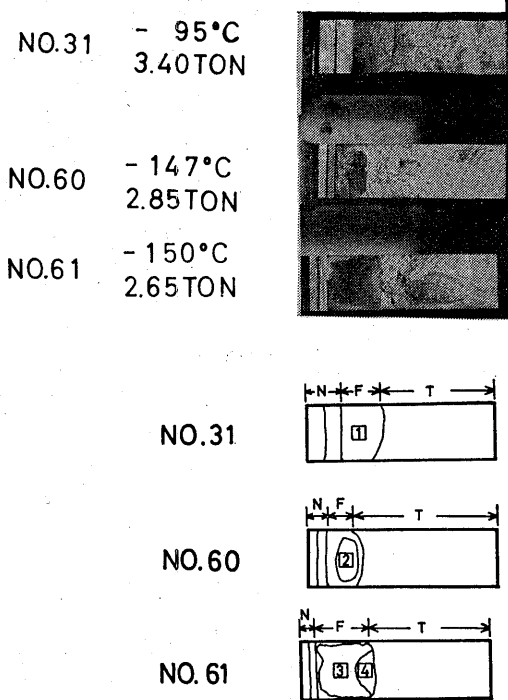


写真-6 WOL 試験片破面とレプリカ採取位置

- 1; 疲労破壊部 2; 疲労破壊部濃い小麦色
- 3; 疲労破壊部濃青色 4; 疲労破壊部
- N; 切欠 F; 疲労破壊部
- T; 低温引張 (脆性破壊)

表-3 試験条件 (WOL 試験片)

初期切欠 c_i (mm)	疲労試験		
	亀裂長 c_f (mm)	繰返し数 N_i	応力拡大係数 K_I $\frac{\text{kg} \sqrt{\text{mm}}}{\text{mm}^2}$ ($N=N_i$ での)
No. 31	10.05	4000	232
No. 60	4.96	5800	312
No. 61	5.45	8000	231

面に対する試験条件を表-3 に示す。No. 31 は得られた WOL 試験片破面のマクロ的に、典型的な疲労破壊模様を示した例であるが、No. 60 および No. 61 の疲労破面の一部はそれぞれ濃い小麦色および濃い青色を呈していた。これら三つの破面を透過型電子顕微鏡により二段レプリカ法で観察した。レプリカ採取位置を同じく 写真-6 に示す。レプリカを採取する際、破面に特別な処理はせず直接採取した。

レプリカ採取位置 1 はこの WOL 試験の疲労破壊部分で、典型的な疲労破壊のマクロ様相を示しており、そのマイクロ写真を 写真-7, 8 に示す。この写真から明

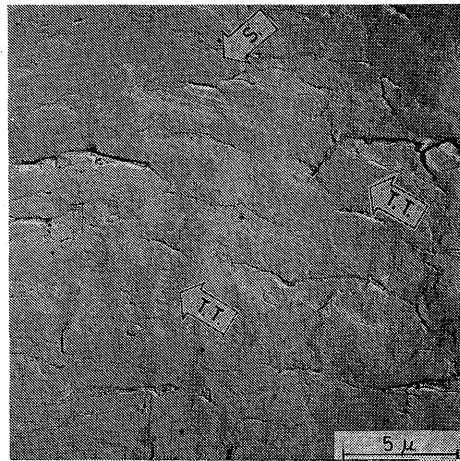


写真-7 WOL 試験片疲労破壊部のマイクロ写真 (レプリカ採取位置 1, 透過型電顕)
S; ストライエーション
T.T.; タイヤトラック

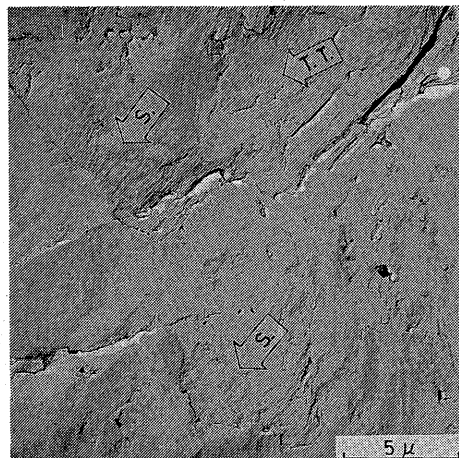


写真-8 WOL 試験片疲労破壊部のマイクロ写真 (レプリカ採取位置 1, 透過型電顕)

らかなように、全体的に押しつぶされたように、平坦で無特徴であるが、写真-7の中央の上部、写真-8の中央左端上部や中央下部のS印で示す箇所に、少し薄い、ストライエーションらしきものが観察される。これとは対照的に破面形成後に破面間のつぶし合いにより生じる、はっきりしたタイヤトラック（写真の中のT.T.印）が観察される。タイヤトラックの形成には破面の間の押しつぶし合いの際の相対的ずれが必要である。すなわち写真-7, 8のようにタイヤトラックがみられるのは破面の形成された後、破面間の押しつぶし合いが起こっている証拠を示し、その結果として破面形成の際に現われていたストライエーションが薄くなったものと思われる。

レプリカ採取位置2および3は着色した疲労破面部である。採取位置2はマクロ的に濃い小麦色を呈している場所である。着色の度合から400°C程度に温度が上昇したテンパーカラーであると思われる。この位置のマイクロ写真を写真-9に示す。写真-7, 8と同じように全体的に平坦な様相であるが、その上を全面にわたって小さい丸い粒状なものが覆っているのが観察される。レプリカ採取位置1と2の比較から、この粒状のものは採取位置1では観察されなかったことから、酸化された跡であると考えられる。発熱の原因としては、亀裂形成あるいは成長時の塑性仕事と破面形成後の破面のこすり合いとが挙げられる。酸化膜が全面にわたって破壊された様子も見られないので酸化膜の形成はこすり合いのあとと考えられ、破面の着色の

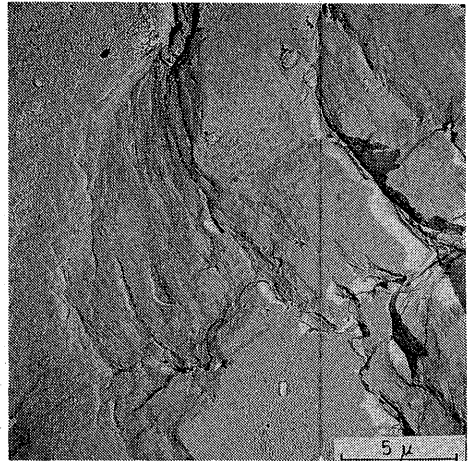


写真-10 WOL 試験片疲労破壊部のマイクロ写真
(レプリカ採取位置3, 透過型電顕)
写真-9と同様酸化の跡

直接の原因となった発熱は破面のこすり合いによるものではないかと考えられる。一方、採取位置3はマクロ的には濃い青色を呈しており、300°C程度まで温度が上昇したものであると思われる。そのマイクロ写真を写真-10に示す。写真-9と同様、小さい粒が全面に存在するのが観察されるが、写真-9に比べてその量は少なく、酸化が起こった時の温度が低かったためと思われる。

採取位置4は採取位置3よりも亀裂が進展した所ではあるが、マクロ的には採取位置3のような着色はし

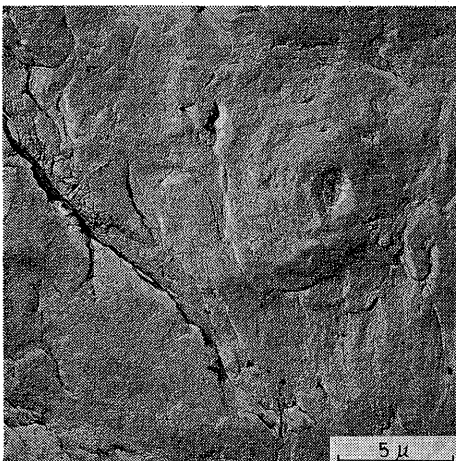


写真-9 WOL 試験片疲労破壊部のマイクロ写真
(レプリカ採取位置2, 透過型電顕)
全体的に酸化の跡(粒状のもの)が観察される

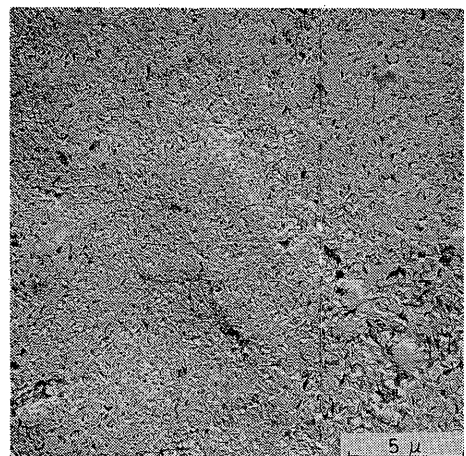


写真-11 WOL 試験片疲労破壊部のマイクロ写真
(レプリカ採取位置4, 透過型電顕)
見なれぬ様相を呈している。原因不明

ておらず、むしろ採取位置1に近い様相を呈している。この場所のマイクロ写真を写真-11に示す。全面にわたって変わった様相を呈しており、その原因については不明である。

3. 環状切欠付丸棒試験片の疲労破面の電顕観察例

疲労強度に及ぼす切欠の影響を調べるために応力集中係数 K_t が三種類 ($K_t=1.96, 2.89, 4.08$) の環状

表-4 供試材の化学成分(環状切欠付丸棒試験片)

化 学 成 分 (%)						
C	Si	Mn	P	S	Ni	Mo
.19	.03	1.39	.016	.014	.55	.50

表-5 供試材の機械的性質(環状切欠付丸棒試験片)

引 張 試 験		
σ_y (kg/mm ²)	σ_u (kg/mm ²)	伸 び (%)
48.35	63.24	28.5

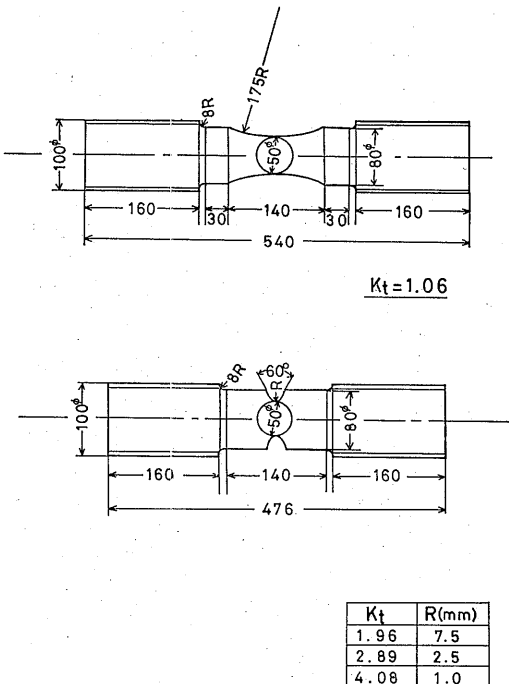


図-3 試験片形状(環状切欠付丸棒試験片) K_t ; 応力集中係数

切欠付丸棒試験片と砂時計型丸棒試験片 ($K_t=1.06$) を用いて実験を行った¹⁰⁾。その試験から得られた破面を透過型電子顕微鏡により観察した。

3.1 試験方法

供試材は原子炉用 Mn-Mo 調質鋼 (ASTM 規格 A5 33B Class 1 に相当) であり、その化学成分と機械的性質を表-4, 5 に示す。また試験片の形状を図-3 に示す。この試験片を使用して電気油圧 ON-OFF 制御 150 トン疲労試験機により完全両振り荷重制御試験を行った。繰返し速度は 8~16 cpm, 荷重波形は鋸歯状である。

3.2 破面観察結果

疲労試験中の肉眼による観察の結果、 K_t が大きいほど、疲労亀裂は早く試験片表面に現われた。また環状切欠付丸棒試験片では疲労亀裂は最小断面部から発生しているが、円周方向には任意の位置数箇所から発生している。そして K_t が 4.08 および 2.89 の試験片ではそれぞれ破断寿命の 20% と 50% の時期に試験片最小断面部の全周に疲労亀裂につながるのが観察された。一方、 K_t が 1.96 の試験片の場合には全周につながる場合は殆んどなく破面のマクロ写真(写真-12)からもわかるように亀裂が 2/3 周ほど進展した時に最終破断するような傾向を示している。写真-12の中で白く見えるのが疲労破面であり、黒く見えるのが引張型破面である。なお、周囲の黒い部分は初期切欠部である。

伝播挙動の詳細な観察を透過型電子顕微鏡により行った。切欠底から内部へ 1mm までの範囲でのマイクロ

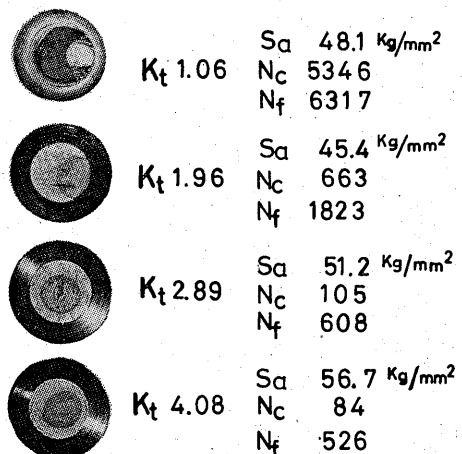


写真-12 環状切欠付丸棒試験片破面 K_t ; 応力集中係数 Sa; 公称応力 N_0 ; 亀裂発生寿命 Nf; 破断寿命

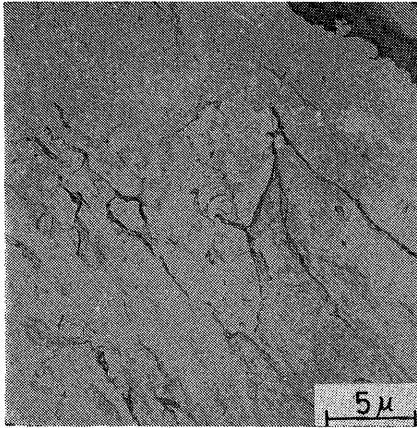


写真-13 切欠付試験片 (K_t : 4.06) の疲労破壊部のマイクロ写真 (切欠先端から 1mm 内部の位置, 透過型電顕)

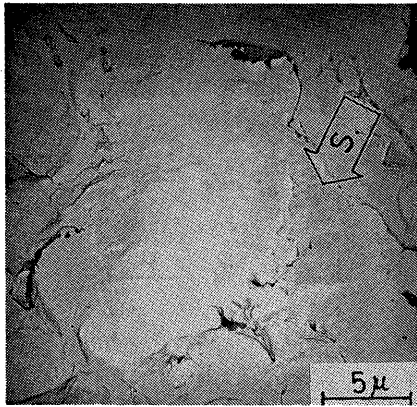


写真-14 切欠付試験片 (K_t : 2.89) の疲労破壊部のマイクロ写真 (切欠先端から 1mm 内部の位置, 透過型電顕) S; ストライエーション

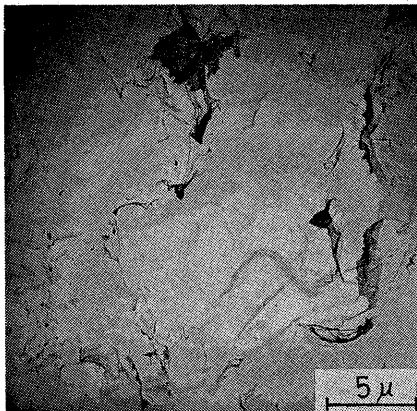


写真-15 切欠付試験片 (K_t : 2.89) の疲労破壊部のマイクロ写真 (切欠先端から 1mm 内部の位置, 透過型電顕)

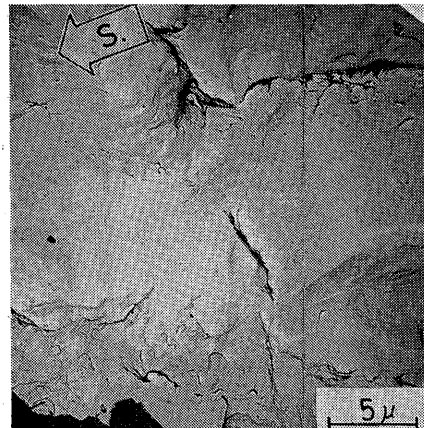


写真-16 切欠付試験片 (K_t : 1.96) の疲労破壊部のマイクロ写真 (切欠先端から 1mm 内部の位置, 透過型電顕) S; ストライエーション

写真を写真-13~16に示す。写真-13は K_t が4.06、写真-14,15は K_t が2.89、写真-16は K_t が1.96の破面から得られたものである。もしも切欠の大きさにより微視的様相に変化があるとすると、この領域に差が出るはずである。写真-13~16で示すように、二、三箇所ToStraieーションらしきもの(写真-14および16のS印)が観察される以外は、すべて同じように平坦で無特徴な様相を呈しており、切欠の影響と破面の特徴の間に、はっきりした関係を見出すことはできなかった。

二段レプリカ法による観察のためマイクロ写真とマクロな位置の対応が正確にはできないが、切欠先端から

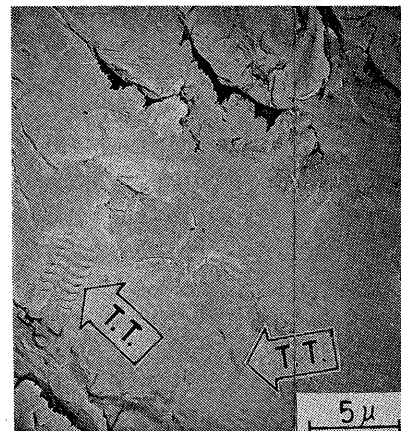


写真-17 切欠付試験片 (K_t : 1.96) の疲労破壊部のマイクロ写真 (切欠先端から 2mm 内部の位置, 透過型電顕) T.T.; タイヤトラック

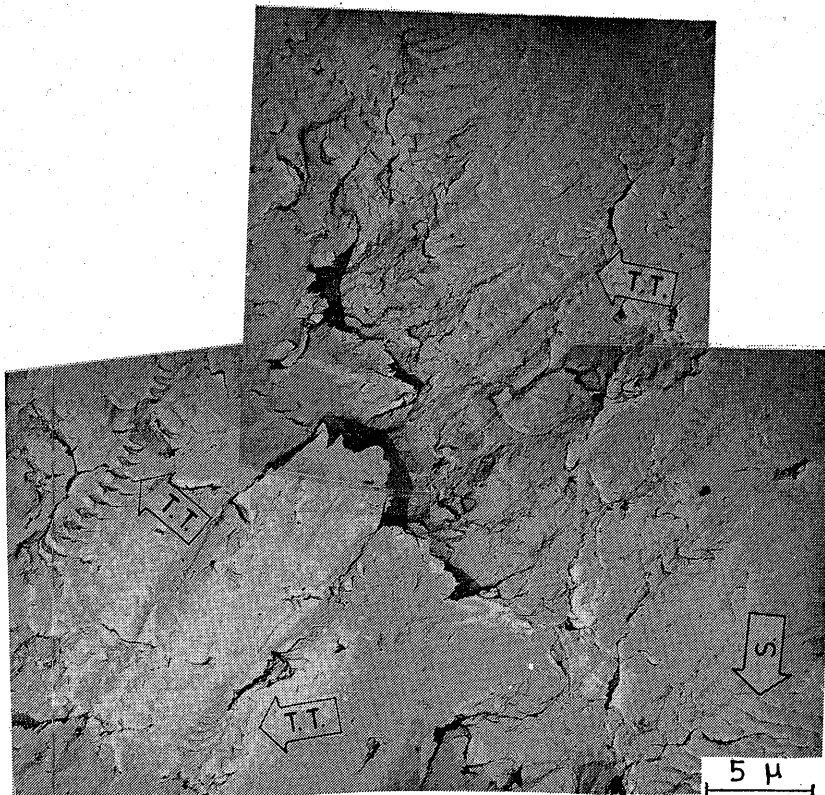


写真-18 切欠付試験片 (K_t 1.96) の疲労破壊部のマイクロ写真 (切欠先端から 2mm 内部の位置, 透過型電顕) S; ストライエーション T.T.; タイヤトラック

内部へ約 2mm 程度入った所のマイクロ写真の一例を写真-17, 18 に示す。この写真は K_t が 1.96 のものから得られた。写真-17 では写真-13~16 と同様、平坦で無特徴な様相を示しているが、その他に写真-13~16 で見られなかったタイヤトラックが観察できる。また写真-18 では全面にわたってタイヤトラックが現われている。

このように切欠底より内部へ約 2mm までの間の領域では圧縮荷重により破面の微視的様相はすべて平坦なものに変化しているのが観察された。特に切欠底から 1mm の範囲ではタイヤトラックが全然存在していなかったが、その理由はよくわからない。

つぎに砂時計型丸棒試験片の試験中の肉眼での観察によると、亀裂は周方向に沿って軸方向位置の異なる数箇所が発生し進展して、そして互いに連結してさらに進展するので破面は軸方向に全体として直角ではない。

砂時計型丸棒試験片の破面の大部分を占める引張り

型破壊を生じた最終破断領域のマイクロ写真を写真-19 に示す。この写真ではディンプルが引き伸ばされた模様 (伸長型ディンプル) が観察される。破面のもう一

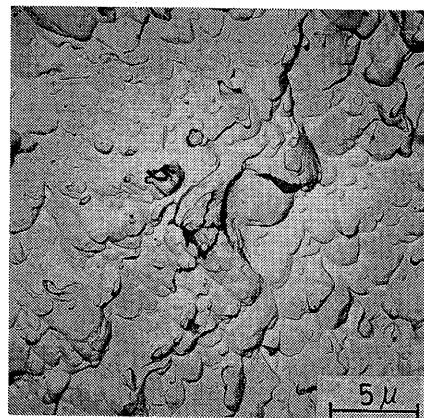


写真-19 砂時計型丸棒試験片の引張型破壊部のマイクロ写真 (透過型電顕) 全面に伸長型ディンプルが観察される

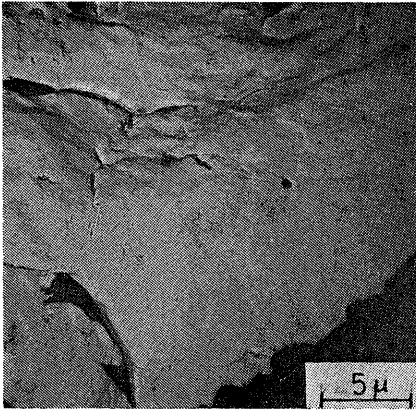


写真-20 砂時計型丸棒試験片の疲労破壊部のマイクロ写真（透過型電顕）

方側の電顕観察によると同様の伸長型ディンプルが写真-19と同じ方向に観察されており、この破面は引裂きにより生じたものと推定される（図-1 参照）。

つぎに疲労型破壊部のマイクロ写真を写真-20~26に示す。観察された様相は大きくわけるとつぎの三種類である。(1) 全体としては無特徴で平坦な様相であり、その上にタイヤトラックが存在、(2) ストライエ

イション、(3) ディンプル。写真-20は全体として無特徴で平坦な様相を呈した例であるが、砂時計型試験片ではこのような場合はまれにしかみられず、写真-21のようにタイヤトラックが観察される場合の方が多い。また写真-21上部にタイヤトラックの一種と考えられる背骨の模様をした Spine Pattern（写真の中の S.P. 印）と呼ばれる形状を観察できる。写真-22, 23ではストライエーションが観察できる。写真-23の右下にはタイヤトラックが観察され、その周辺は平坦無特徴な様相を呈しているが、この場所にも同写真の右上および左下部と同様、破面形成時にはストライエーションが形成されたものと思われる。写真-24の縞模様は写真-22, 23のストライエーションと同じようでまぎらわしいが、周囲の状況からディンプルの変形したものと思われる。写真-25, 26は疲労亀裂の第二段階でみられるディンプルが観察できる。このディンプルが引張力のみ、引張り+縦せん断あるいは引張り+横せん断のいずれの力を受けて形成されたかはこの写真だけでは判断できない。特にディンプルは局部的に大きさや形状が変化するので判断は難しい。観察された三種類の様相は破面の任意の位置に存在しており、マイクロ模様と破面位置の特定の関係はない。

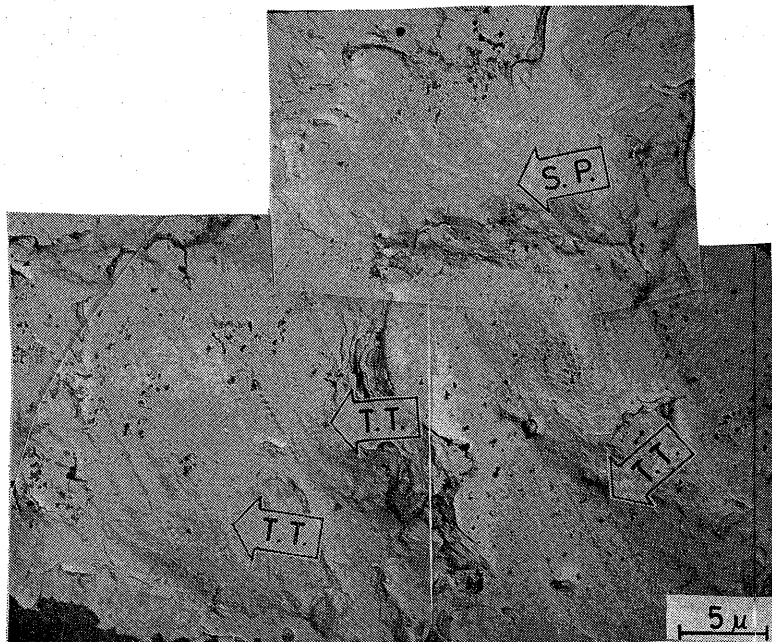


写真-21 砂時計型丸棒試験片の疲労破壊部のマイクロ写真（透過型電顕）
T.T.; タイヤトラック S.P.; spine pattern

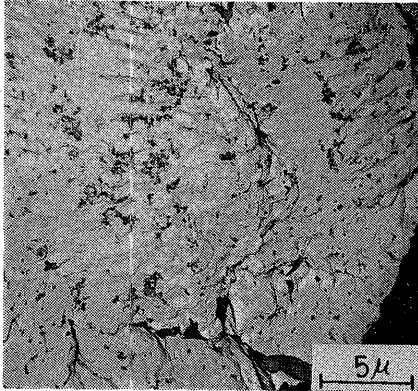


写真-22 砂時計型丸棒試験片の疲労破壊部のミ
クロ写真 (透過型電顕)
全面にストライエーションが観察される

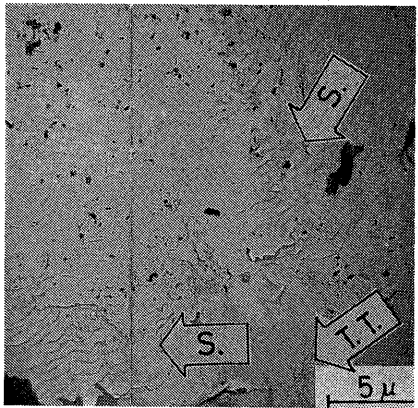


写真-23 砂時計型丸棒試験片の疲労破壊部のミ
クロ写真 (透過型電顕)
S; ストライエーション
T.T.; タイヤトラック

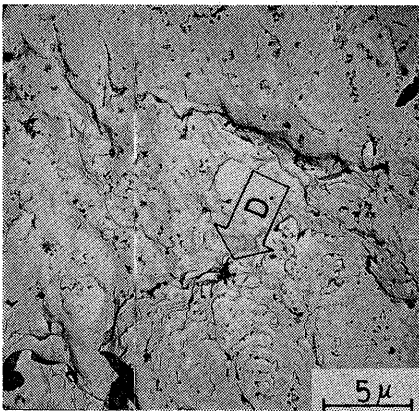


写真-24 砂時計型丸棒試験片の疲労破壊部のミ
クロ写真 (透過型電顕) D; ディンプル
ストライエーションとまぎらわしいがデ
ィンプルと思われる

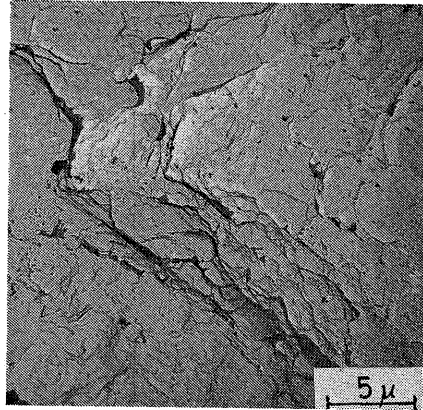


写真-25 砂時計型丸棒試験片の疲労破壊部のミ
クロ写真 (透過型電顕)
第二段階のディンプルが観察される

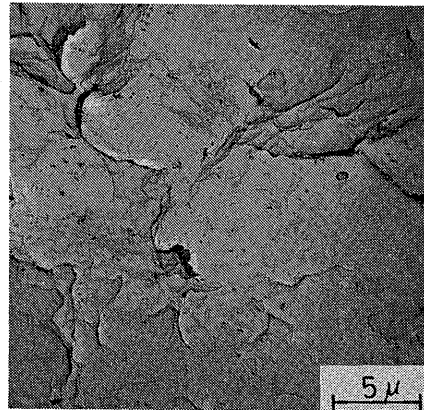


写真-26 砂時計型丸棒試験片の疲労破壊部のミ
クロ写真 (透過型電顕)
写真-25 と同様ディンプルが観察される

4. 並列型溶接継手試験片の疲労破面 の電顕観察

この項でとりあげる破面は HT60 を供試材とし、溶接継手部の低サイクル疲労のもとにおける母材、熱影響部および溶接金属の比強度についての調査のために行った実験から得られたものである。

4.1 試験方法

供試母材は 25 mm 厚の圧延 60 kg 級調質高張力鋼 $K_{ten} 60$ である。その化学成分および機械的性質を表-6, 7 に示す。両面より V 型溝を加工した母材を潜弧自動溶接により肉盛した X 型溶接継手から試験部断面が 図-4 に示すように母材、熱影響部および溶接金属部の組合わせになるように加工した 10φ の砂時計型