

MAR. 1972

RIIS-RR-20-4

UDC 539.43 : 620.187

産業安全研究所研究報告

RESEARCH REPORT OF
THE RESEARCH INSTITUTE OF INDUSTRIAL SAFETY

RR-20-4

金属の損傷原因に関する電子顕微鏡的研究

(第2報)

—高力アルミ合金の疲れ破面に観察
される striation の解明—

秋山英司・近藤太二・橋内良雄

労働省産業安全研究所

MINISTRY OF LABOUR
THE RESEARCH INSTITUTE OF INDUSTRIAL SAFETY

金属の損傷原因に関する電子顕微鏡的研究

(第2報)

—高力アルミ合金の疲れ破面に観察される
striation の解明*—

秋山英司**・近藤太二**・橘内良雄**

Electron Fractographical Study on the Causes of Metals Failure

(2nd Report)

Analysis of the fatigue striations in the high strength aluminum alloy

Eiji AKIYAMA**・Taiji KONDO**・Yoshio KITSUNAI**

Fractographical features of the high strength aluminum alloy, and especially the nature of the fatigue striation formed during Stage II crack growth, were examined quantitatively, to apply the fractographical technique for the analysis of the failure causes and to clear the fatigue fracture mechanism.

Mechanical properties and chemical composition of the test material are shown in Tables 1 and 2. The shape of the fatigue test specimen is illustrated in Fig. 1. Fatigue tests were carried out under tension and compression by means of Vibrophor. Macroscopic crack growth rate on both surfaces of the specimen was measured by two optical microscopes with low magnification ($\times 20$).

Specimens for the electron microscope observation were made by the two stage carbon replica method. Those replicas were shadowed with chromium at 45° to the macroscopic crack growth direction.

Measurements on transmissivity for analysis of striations were carried out by the micro photometer. Transmissivity curves of the film were automatically recorded by the pen-deflection recorder. As illustrated in Fig. 6, one cycle in the transmissivity curves coincided with a striation spacing.

Striation spacing was measured for each location and stress amplitude applied during the test. Distribution of striation spacing was shown with histograms in Fig. 7. Moreover, mean value, standard deviation and coefficient of variation of the striation spacing were recorded in Fig. 7 and Table 3.

The relation between macroscopic growth rate and striation spacing is exhibited in Fig. 9. Striation spacing was plotted against the stress intensity factor range ΔK computed from Eq. (2). The correlation of striation spacing to ΔK is shown in Fig. 10.

Assuming that transmissivity curves are similar to shapes of the striation, shapes of the striation and fluctuation of the striation spacing were examined. Fourier analysis of the transmissivity curves was attempted to show the shape of the striation. Typical examples of the result are shown in Eqs. (6) and (7). Auto correlation function of the transmissivity curves were also calculated to exhibit the fluctuation of the striation spacing (Figs. 11, 12 and 13).

The main results may be summarized as follows.

- (1) Stress amplitude, crack length, crack growth rate, tear line, inclusions and other particles have influence on the formation of the striation.
- (2) Striation spacing tends to increase in proportion to crack length and stress amplitude, therefore, striation spacing depends on the stress intensity factor range ΔK .
- (3) Compared with each coefficient in the results of the Fourier analysis on the transmissivity curves, the shapes of the striation may be estimated in micro-range.
- (4) Fluctuations of the striation spacing are indicated by the auto correlation function of the transmissivity curves.

For (3) and (4), however, correlations between the absolute value of the shapes on the fracture surfaces and the transmissivity curves obtained from the electron micrograph are necessary to make study still more.

* 第2回安全工学国内シンポジウム (May 1971), 第3回機械学会シンポジウム (Jun. 1971) において一部発表.

* 機械研究部.

** Mechanical Division

1. 緒 言

従来の Fractography に関する多くの研究は、定性的に扱われてきたが、最近、破面から定量的な情報を得ようとする努力が一部で払われており、それらの結果と破壊力学との関係について討論が始められつつあるのが現況であり、かなりの問題点が残されている。

著者は、前報¹⁾ですでに明らかにされているいくつかの結果をもとに、破壊様式と破面形態との対応および Fractography を用いて機械や構造物の破壊事故の原因究明を行ない、その有用性を示した。しかし、さらに破面から定量的な情報が得られるならば、破壊事故の調査に Fractography がいっそう有効に活用できると同時に、材料の破壊機構を解明するための一助になるものと思われる。そこで本報では、破面から定量的な関係を得てその結果を破壊事故の調査に適用するために、最初に破面形態の特徴が比較的明確に現われる高力アルミ合金を用いて疲れ試験を行ない、それらの破面に観察された striation について定量的な検討を行なった。

疲れ破面の特徴である striation は、き裂の伝ば過程で形成されるので、striation を解明することは材料の破壊機構を解析する重要な手がかりにすることができるものと思われる。

2. 材料および実験方法

実験に用いた材料は、厚さ 10mm の高力アルミニウム合金 (A3P2-T4) で、その機械的性質および化学成分を Table 1, 2 に示す。供試材の圧延方向から中央に直径 4mm の円孔を有する厚さ 8mm の試験片 (Fig. 1) を作成し、電磁共振型万能疲れ試験機 Vibrophor を用いて、繰返し速度が約 105c/s で試験を実施した。

試験後、これらの破面をアセチルセルロースフィルムで複写した一段レプリカに、巨視的き裂伝ば方向に沿って 45° 方向からクロムをシャドウイング後、カーボンを補強した二段レプリカを作成して検鏡試料とし、JEM 7 型電子顕微鏡を用いておもに 5,000 倍で観察を行なった。

観察位置の決定に際しては、最初にレプリカを巨視的き裂長さ方向に直角に約 1mm 間隔に針で線を入れ

Table 1 Mechanical properties of the test material.
試験材の機械的性質

Tensile strength (kg/mm ²)	Elongation (%)	Reduction of area (%)
44.7	28.6	10.4

Table 2 Chemical composition of the test material.
試験材の化学成分 (%)

Cu	Si	Fe	Mn	Mg	Al
3.95	0.23	0.50	0.64	0.54	remainder

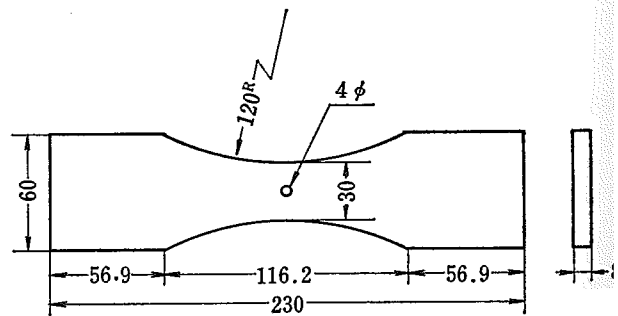


Fig. 1 Shape of fatigue test specimen.
疲れ試験片の形状

たのち、これらの間隔を光学顕微鏡で読み取ってレプリカを約幅 1.5mm × 長さ 1mm に切断し、さらにこれらの面積中の位置は、電顕の stage から読み取った。

striation の解析には、写真像を通信系と対応させるために、マイクロフォトメータを用いて striation を撮影したフィルムの透過率を測定し、それらの光量変化をペン書き記録計によって自記させる方法を用いた。

透過率は、スリットによって透過光を完全にさえぎった状態を 0 とし、電子顕微鏡 (加速電圧 80kV, 試料無しの状態) でフィルム (富士 FG タイプ) を 1 秒露出し、そのとき得られたフィルム濃度の透過率を便宜上 100 と定めた。

マイクロフォトメータの使用条件は、スクリーン上走査面積が幅 0.2mm × 長さ 10mm であり、striation 間隔を求める場合には走査速度 0.5mm/min, 記録計紙送り速度 10mm/min で、透過率曲線の Fourier 解析および自己相関関数を求める場合には走査速度 1mm/min, 紙送り速度 40mm/min で、き裂伝ば方向から striation に直角になるように走査を行なっ

た。

フィルムの透過率は蒸着膜厚，電子流密度，現像条件，測定機の感度および光源の変動などの影響を受けるので，これらの条件をできるだけ一定に押えるように留意した。

表面き裂伝ば速度の測定は，試験片表面の両側に20倍の顕微鏡を取り付けて，試験機運転状態でき裂長さの変化を連続撮影し写真計測を行なった。

結果の解明にあたっては，統計的手法を用い，striation 間隔については平均値，標準偏差および変動係数を求め，これらの間隔を表面き裂伝ば速度および応力拡大係数との関係について検討した。また，striation の形状は周期関数で，変動状態は自己相関関数によって示した。

3. 実験結果

Fig.2 に疲れ試験の結果を示す。

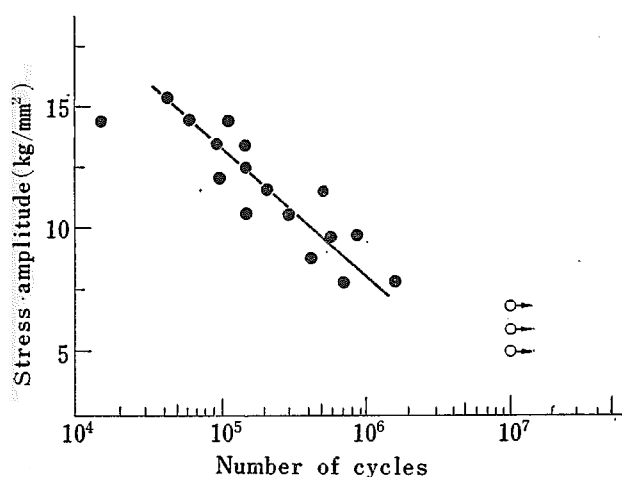


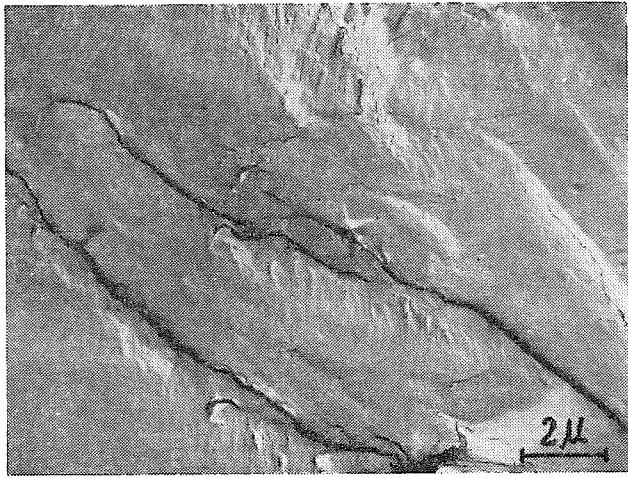
Fig.2 S-N curve
S-N 曲線

3-1 疲れ破面の観察

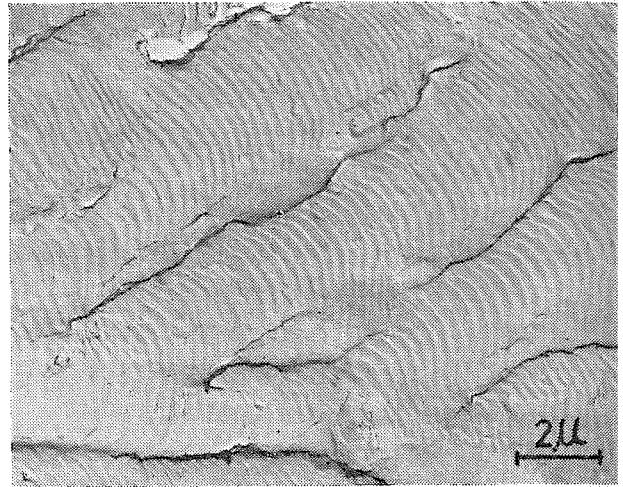
striation の挙動を定量的に解明するにあたり，初めにそれらの形成に影響を及ぼす因子について破面の観察から検討する。き裂進入部すなわち切欠き部の近傍約 100 μ 以内では，不明瞭な dimple に似た形態が観察され，100~200 μ の間では，ある角度を持つ面と面の間わずかに striation に似た形態やすべり線のような微細な多数の線が観察される場合があるが，一般に形態そのものは不明確である。しかし，約 200 μ 内部に入った位置から最終破断部近くまでの間

では，明確さや形状が異なるが striation が観察される。Fig.3 に切欠き部からの距離（き裂長さ）の相違による striation の変化の状態を示す。これらの striation は，tear-line と tear-line の間の面上に観察され，微視的き裂伝ば方向に直角に形成されている。切欠き部近傍では，tear-line 同志の距離が短いために，striation の長さおよび間隔も小さいが，き裂長さの増加とともに tear-line 同志の距離も大きくなって，その間に存在する striation の長さおよび間隔が粗大化する。そして，striation 間隔が 0.8 μ 以上になると，striation 間に微細な数本の線が観察されるようになる場合が多い (Fig.3(d))。このため tear-line 間隔は striation の形成に影響を及ぼし，tear-line の近傍で striation は湾曲している場合が多いので，tear-line は，き裂の微視的伝ばに対して阻止効果を持つものと考えられる。

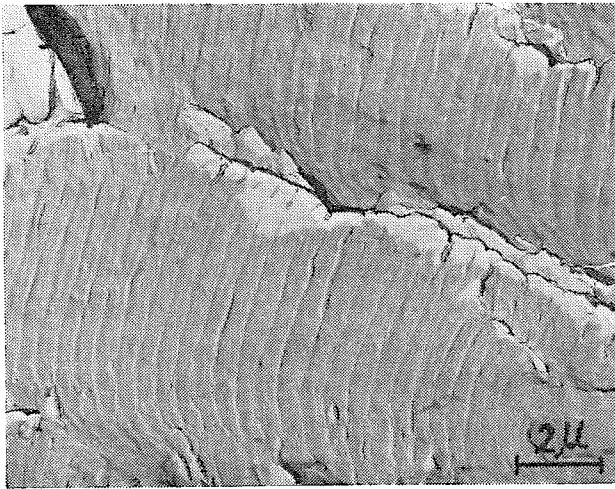
striation の形成に影響する因子としては，tear-line のほかに介在物が上げられる。すなわち，き裂が介在物を通過する際に影響を受けて striation 間隔やその形状が変動する場合が多く，また，介在物やくぼみ（介在物が脱落した跡とも思われるが判然としない）から striation が発生している場合も観察される。Fig.4(a) は主き裂が介在物に達する以前に介在物から微少き裂が発生して striation が形成され，やがてこの副き裂に主き裂が追従しようとしてき裂伝ばが促進されるので，介在物周辺での striation 間隔は局部的に増大するが，副および主き裂が合体後は，striation 間隔が等しくなっていく状態を示す。この場合，介在物はき裂伝ばに対して局部的に促進効果を持ったことになる。Fig.4(b), 4(c) も同様に促進効果の例である。すなわち，介在物によってき裂伝ば面が分岐したために tear-line が発生しており，き裂が介在物を通過後形成された striation はその間隔が増大している。このような介在物または他の粒子からの tear-line の発生は，主き裂と副き裂とが同時に進行していないことを示すものと思われる。このため，介在物からの tear-line の発生が常にき裂の微視的伝ばを促進するとは限らず，阻止している場合も認められる。Fig.4(d) は介在物近傍で striation 間隔が曲げられて狭くなっており，介在物が阻止効果を持った例である。また Fig.4(e) は，介在物から1本の tear-line が発生し，その近傍で介在物方向に striation が曲げられている状態を示す。阻止効果を持つ他



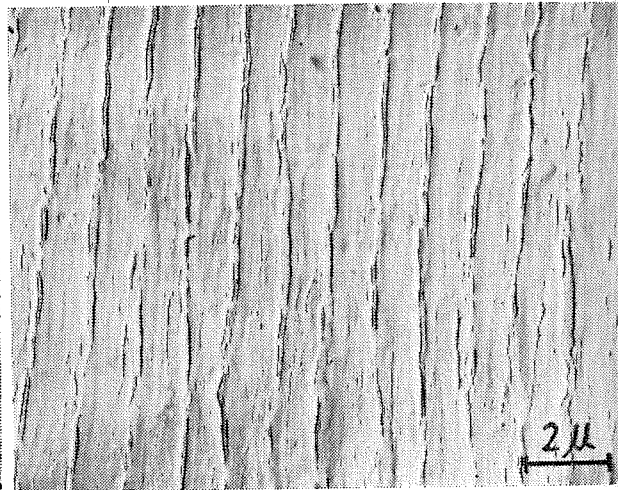
3(a) 220 μ



3(b) 532 μ

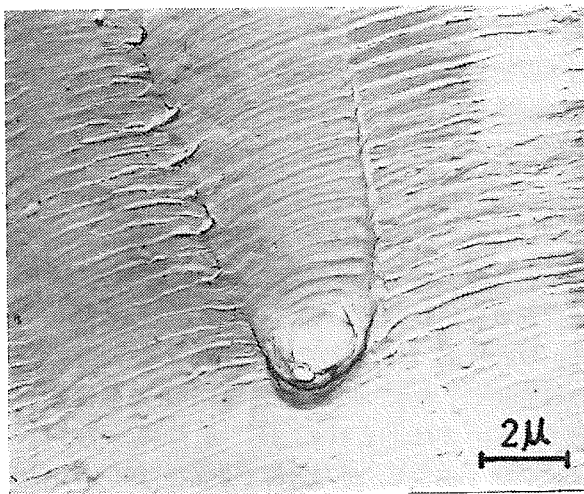


3(c) 4,328 μ

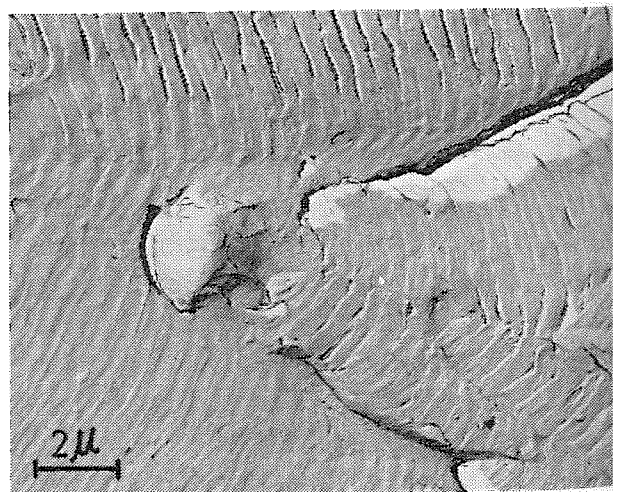


3(d) 7,680 μ

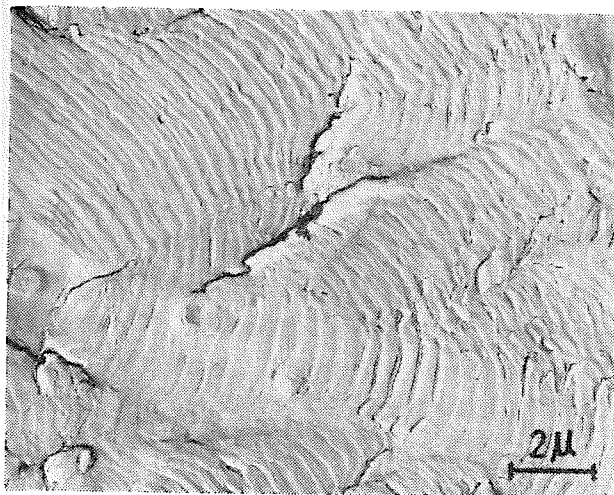
Fig.3 Changing in shapes of striations associated with distance from notch.
切欠きからの距離による striation の形状の変化



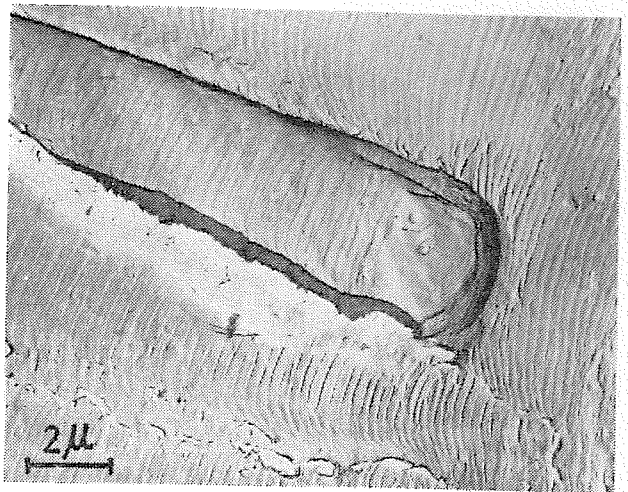
4(a)



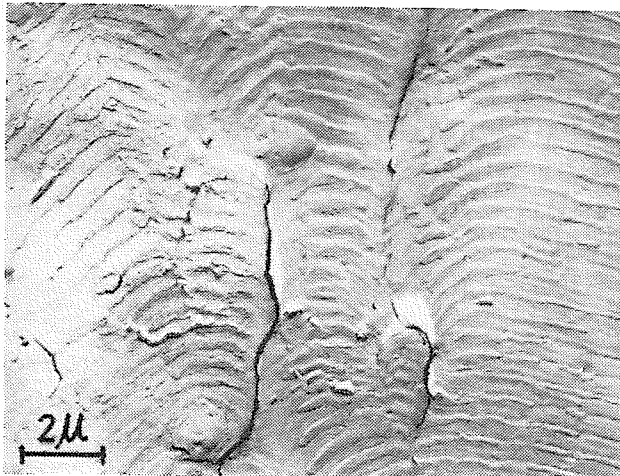
4(b)



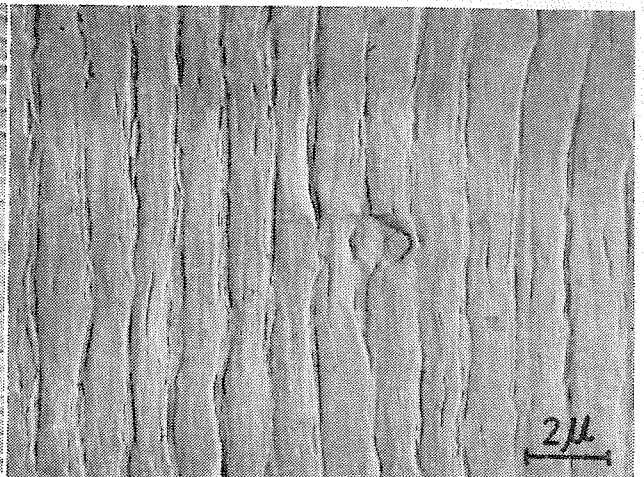
4(c)



4(d)



4(e)



4(f)



4(g)

Fig.4 Some examples of the disorder of striations arounds inclusions.

4 (a), 4 (b) and 4 (c) : Inclusions will accelerate crack propagation.

4 (d), 4 (e), 4 (f) and 4 (g) : Inclusions will arrest crack propagation.

介在物近傍の striation の変化

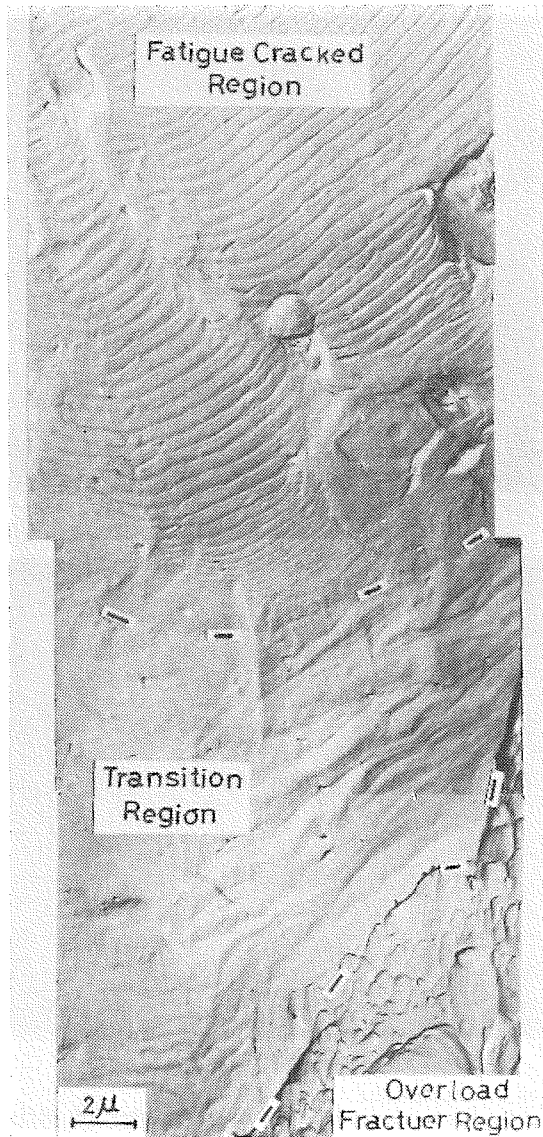


Fig.5 Transition region between fatigue cracked and overload fracture region. Serpentine glide may be seen in the transition region.
 疲れ破壊から静的破壊への遷移

の例としてき裂が介在物を通過する以前に形成された striation はほぼ等間隔に形成されているが、通過時においてそれらの間隔が乱されて狭くなり、通過後はしだいに間隔が一定になっていく状態を Fig.4(f), 4(g) に示す。

striation は疲れき裂伝ば過程で形成される破面形態の特徴であるが、最終破断部（静的破壊）では dimple が観察される。そして、疲れ破面から最終破断部への遷移領域には曲がりくねったすべり模様

(Fig.5) が形成されており、Bates ら²⁾はこの領域を stretched zone と呼んでいる。

3-2 striation 間隔の分布

疲れき裂が進化する際、必ずしも切欠きから内部に向かってき裂が進入するとは限らない。すなわち、き裂が試験片表面の片側または両側から発生した場合には、き裂は内部方向すなわち試験片の幅方向に伝ばすると同時に一方の表面から他方の表面（厚さ方向）にも伝ばし、いわゆる二次元的な状態で伝ばする。しかし、ある程度き裂長さが増したのちは、一様に内部に向かって進行していく場合が多い。したがって、破面の各位置、すなわち切欠きからの距離が一定であってもき裂が同時にその位置を通過したとは限らないので、striation 間隔も変化していることが予想される。そこで、切欠きからの距離が等しい破面上の各位置で striation 間隔がどのように変動しているかを知るため、各領域 {(き裂長さ) 1mm × (試験片厚さ) 8mm} から10枚以上の写真撮影を行ない、さらに各写真から15個以上の striation 間隔を求めて統計量によって示した。

striation は、観察位置や析出物などの影響を受けて明確に観察されない場合もあり、このようなときノギスなどを用いて striation 間隔を測定したのでは、読取り誤差が生じやすい。そこで本実験では、striation の撮影されたフィルムをマイクロフォトメータを用いて走査した結果、それらの透過率曲線のピーク間隔は striation 間隔とよく一致していた (Fig.6) の

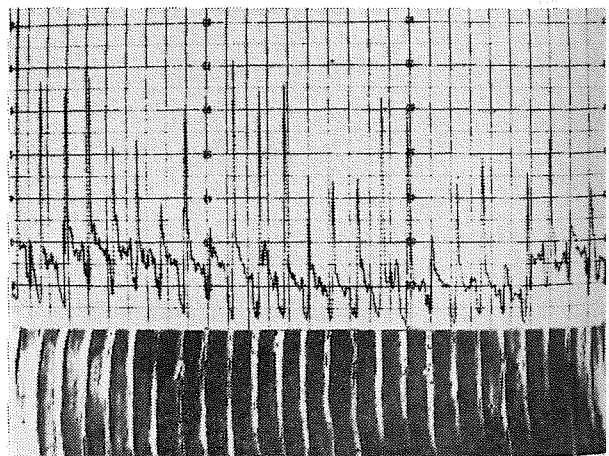


Fig.6 Relationship between striation spacing and transmissivity curve.
 striation 間隔と透過率曲線の関係

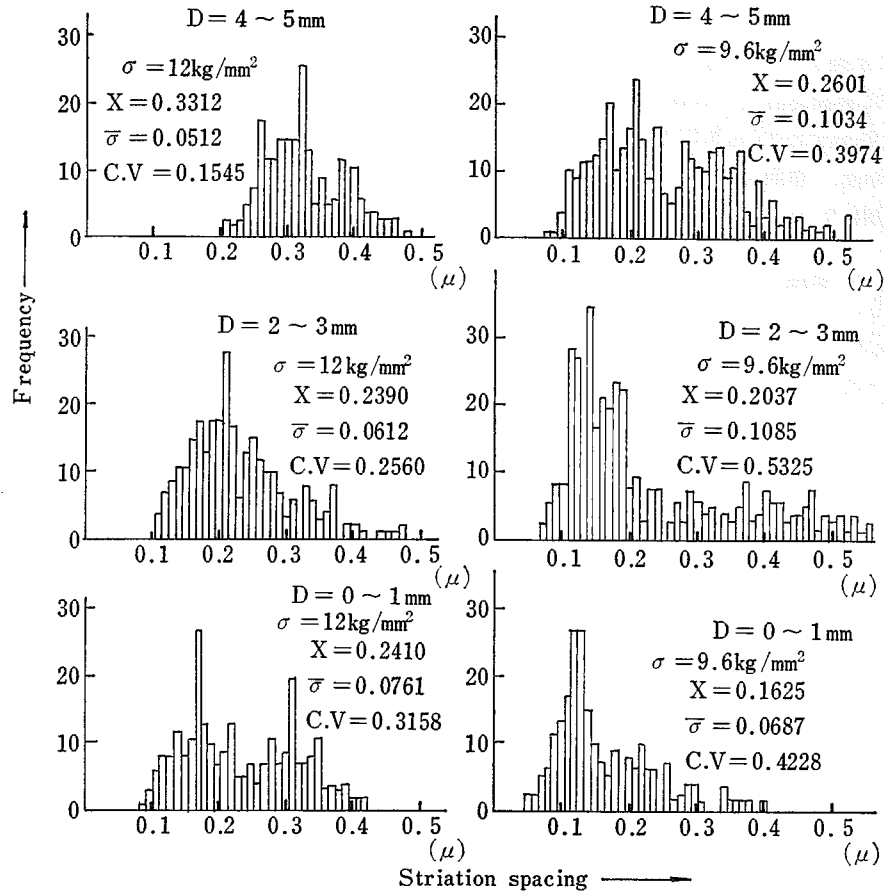


Fig.7 Histograms of striation spacing.
D : Distance from notch.
 σ : Stress amplitude.
X : Mean value.
 $\bar{\sigma}$: Standard deviation.
C. V. : Coefficient of fluctuation.
 striation 間隔のヒストグラム

で、この1サイクルを striation 間隔と定めた。なお、走査は striation に直角になる範囲に限定して行なったが、striation が複雑に湾曲している場合には1~2サイクルだけを走査し、合わせて15個以上の間隔を求めた。

上記の方法により striation 間隔を求めてヒストグラムを作成した結果を **Fig.7** に示す。Fig.7 中の *D* は切欠き部からの距離*、*X* は striation 間隔の平均値、 $\bar{\sigma}$ は標準偏差、*C. V.* は変動係数を示す。

この結果から最大頻度を示す striation 間隔は、応力振幅およびき裂長さの増加とともに、大きくなる傾向が認められる。しかし、それらの間隔はかなりのば

Table 3 Distribution of striation spacing for each electron-micrograph.
 Stress amplitude 9.6kg/mm², number of cycles 617×10³, distance from notch 2~3mm.

各電顕写真中の striation 間隔の分布

No.	1	2	3	4	5	6
<i>X</i>	0.434	0.1061	0.2129	0.1384	0.1272	0.1446
$\bar{\sigma}$	0.0631	0.0203	0.0574	0.0541	0.0279	0.0412
<i>C. V.</i>	0.1456	0.1914	0.2698	0.3915	0.2194	0.2847

らつが認められるが、これは切欠き部からの距離が一定であっても試験片表面からの位置が異なれば striation 間隔もある程度異なることを示しており、疲れき裂が必ずしも一様に伝ばしていないことを意味する

* 脚注：たとえば *D*=4~5mm とは、切欠き部からの距離が4mmから5mmまでの間の領域に存在する striation 間隔を集計したことを示す。

ものである。

Fig.7 の結果はき裂長さ方向 1mm×試験片厚さ 8mm の範囲ごとに観察された striation 間隔の分布であるが、微視的領域すなわち各写真中における striation 間隔の平均値、標準偏差、変動係数を求めた結果の一例を Table 3 に示す。

3-3 striation 間隔と表面き裂伝ば速度

striation の形成機構については、種々のモデル³⁻⁷⁾が提唱されて説明づけられているが、必ずしも細部にわたって明らかにされているわけではない。しかし一般には、striation はき裂先端に交差すべりが起こり、引張過程でき裂先端が鈍化し圧縮過程で鈍化部がつぶされて鋭くなって条痕が作られ、その結果鈍化部が striation になるという機構が支持されている。そのため、1個の striation が1回の応力サイクルに対応して作られることになり、1個の striation 間隔は1サイクルあたりのき裂伝ば速度を示すことになる。そこで、試験片表面のき裂伝ば速度（巨視的速度）が、試験片内部に作られる striation 間隔（微視的速度）といかなる関係にあるかを検討した。き裂伝ば速度は、一方の表面き裂長さと同側の表面き裂長さとの平均値を求めてき裂長さ—繰返し数線図（Fig. 8）を描き、これらの接線の勾配から求めた。なお、striation 間隔は、1枚の写真に観察されたそれらの間隔の平均値を用いて示した。表面き裂伝ば速度と striation 間隔とをき裂長さに対して、プロットした結果を Fig.

9 (a)および Fig. 9 (b) に示す。これらの結果から応力振幅が小さいときには、striation 間隔は表面き裂伝ば速度よりも大きく、応力振幅が大きくなると striation 間隔とき裂伝ば速度はほぼ一致する傾向が認められる。

3-4 striation 間隔と応力拡大係数との関係

§3-2 の Fig. 7 から明らかなように、striation 間隔は応力振幅およびき裂長さの変化によって著しく影響を受ける。そこで、応力と形状すなわちき裂長さとの効果を単一のパラメータとして表わした応力拡大係数と striation 間隔との関係について検討した。

Paris ら⁸⁾は、無限板の中央に円孔のある場合の応力拡大係数を次式によって示している。

$$K = \sigma \sqrt{\pi l} F(l/r) \quad (1)$$

ただし、 σ : 応力、 l : き裂長さ、 r : 円孔の半径
本実験では、引張圧縮疲れ試験を行なったので、圧縮過程においてはき裂の伝ばが起こらないものと仮定し、(1)式の σ の代わりに応力振幅 σ_m を用いこれに対する応力拡大係数 K の振幅を ΔK とすると

$$\Delta K = \sigma_m \sqrt{\pi l} F(l/r) \quad (2)$$

ただし、 l は切欠きから striation を観察した位置までの距離

$F(l/r)$ は Paris ら⁸⁾によって代表的な値が示されているが、示めされていない場合には内挿法⁹⁾により求め ΔK を得た。

ΔK に対して striation 間隔を両対数目盛上にプロ

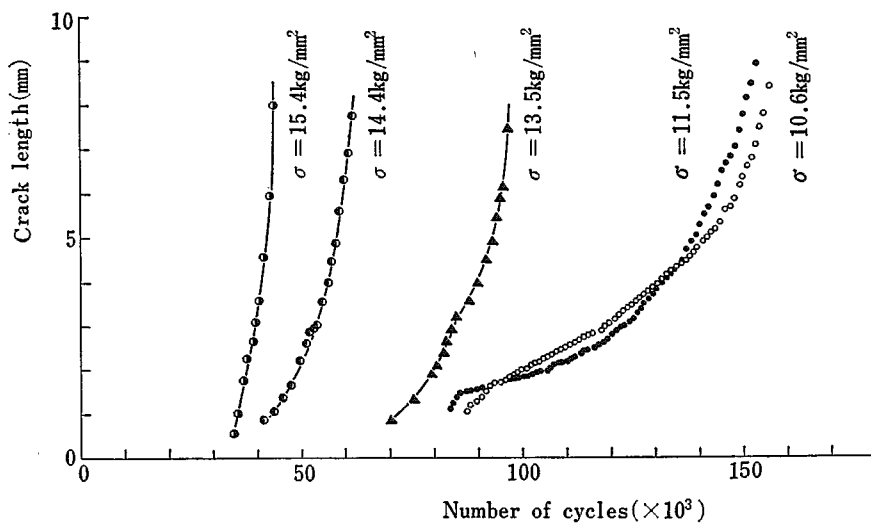
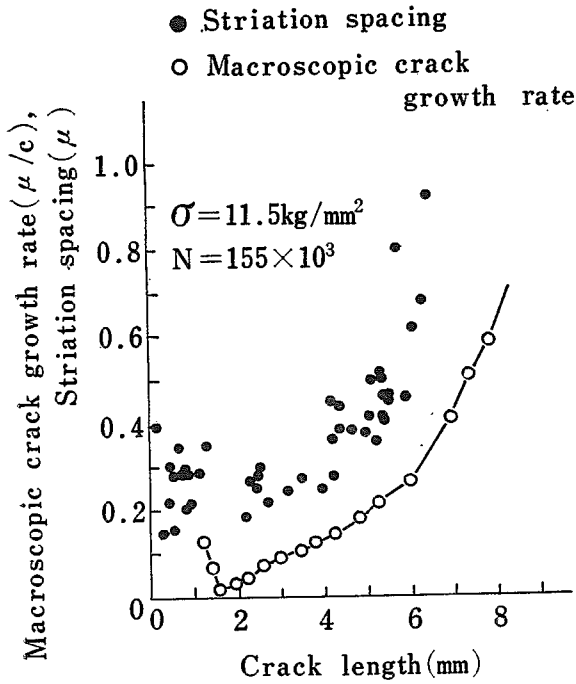
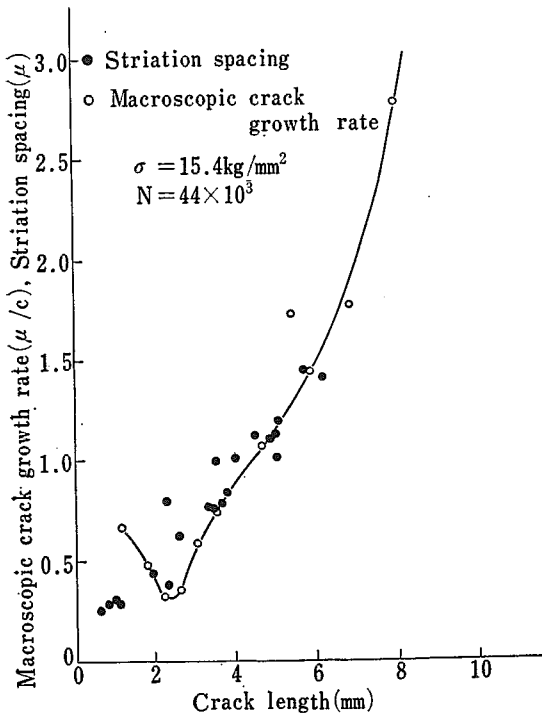


Fig.8 Crack length—number of cycles diagram.
き裂長さ—繰返し数線図



9(a)



9(b)

Fig.9 Comparison of macroscopic growth rate and striation spacing.

9(a) Stress amplitude 11.5 kg/mm².

9(b) Stress amplitude 15.4 kg/mm².

巨視的き裂伝ば速度と striation 間隔の比較

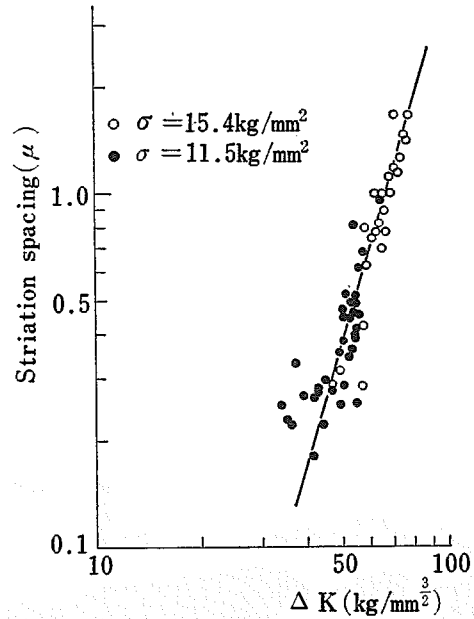


Fig.10 Relationship of striation spacing to stress intensity factor range ΔK .

ΔK と striation 間隔との関係

ットした結果を Fig.10 に示す。この結果、切欠き部近傍以外で観察される striation の間隔を ΔK によって整理すれば、両者の間には指数関数的な関係が成立する。

3-5 striation の自己相関関数

striation は、繰返し数と対応したき裂の停止線と考えられており、局部的にはほぼ等間隔に形成されている場合が多い。しかし、striation は介在物や tear-line の近傍において、その間隔や形状が変動する。そこで、striation の変動状態を定量的に示すために、透過率曲線を striation の形状と仮定してその自己相関関係を求めて示した。

自己相関関数は、次式で表わされる。

$$R(\tau) = \lim_{T \rightarrow \infty} \frac{1}{2T} \int_{-T}^T x(t)x(t+\tau) dt \quad (3)$$

しかし本報では、便宜上 0.01 μ ごとに透過率を読み取り、離散的なデータとして自己相関関数を (4) 式¹⁰⁾で求め、さらに、(4)式の $\Delta\tau=0$ のときの値で除して自己相関関数の比較値とした。

$$R(k\Delta\tau) = \frac{1}{N-k} \sum_{i=1}^{N-k} x_i x_{i+k} \quad (4)$$

Fig.11(a) は応力振幅 12.0 kg/mm²、破断までの繰返し数 105 $\times 10^3$ 回の破面 (観察位置は切欠きから 1,705 μ 、表面から 4,100 μ 付近) における striation

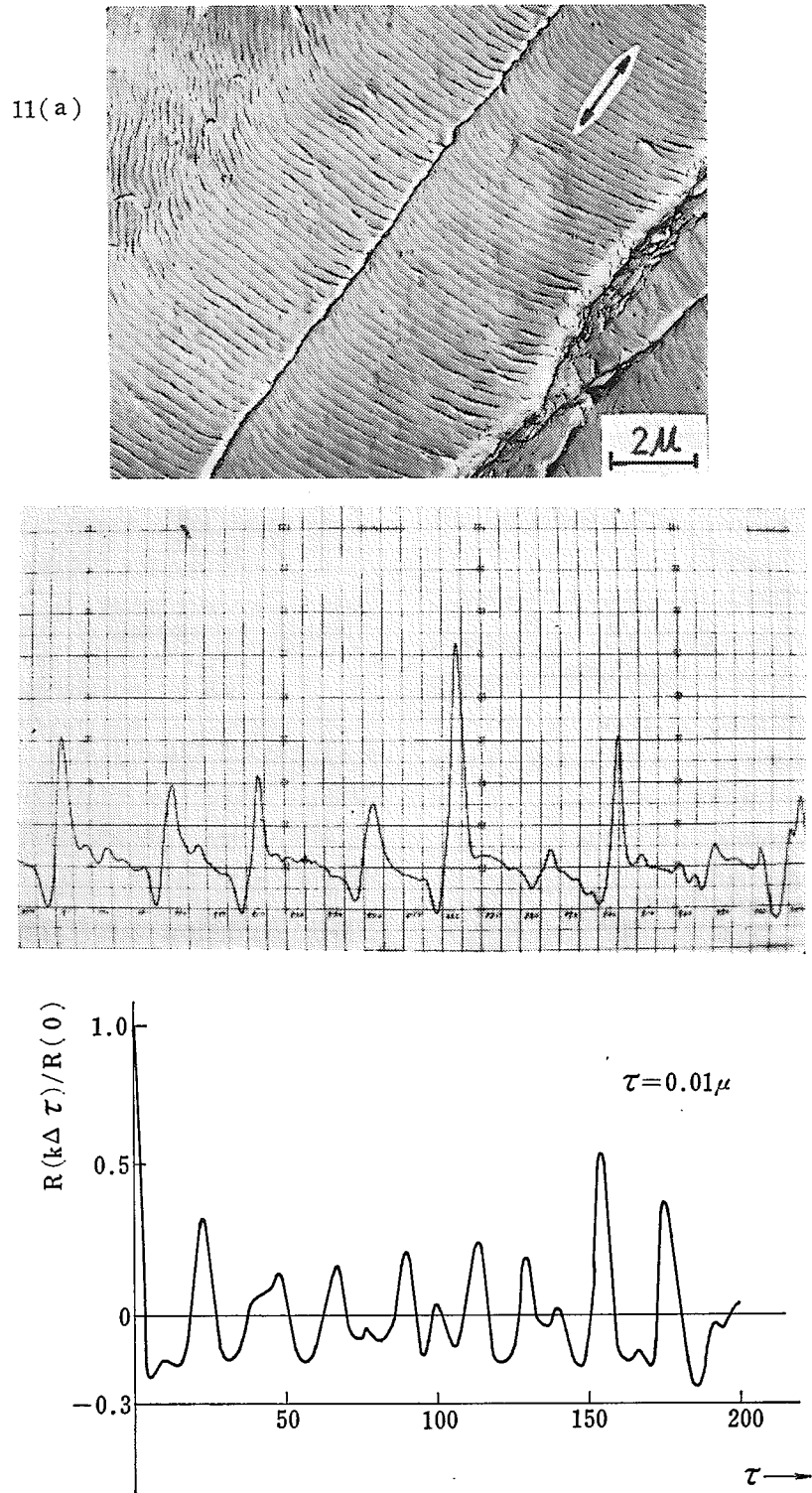


Fig.11 An example of auto correlation function of transmissivity curves.
11(a) Fatigue striation in a high strength Al alloy, stress amplitude 12.0kg/mm^2 , 1.05×10^5 cycles to failure.
11(b) A part of transmissivity curves obtained between the allow.
11(c) Auto correlation function, correlation distance 2μ .

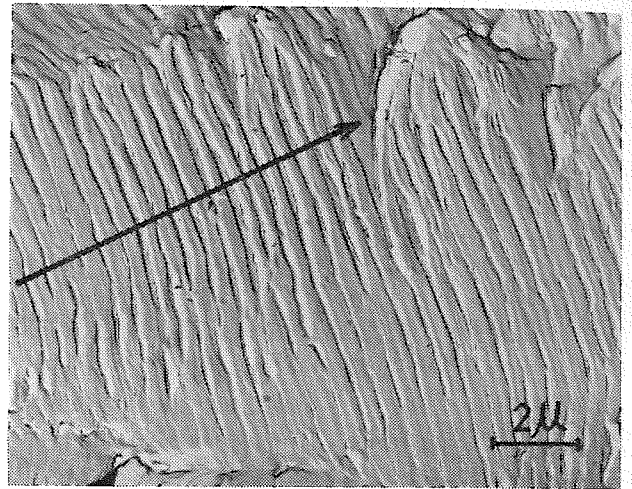
透過率曲線の自己相関関数の一例

を示したものであり、Fig.11(a)中の矢印間における透過率曲線の一部をFig.11(b)に、その自己相関関数をFig.11(c)に示す。

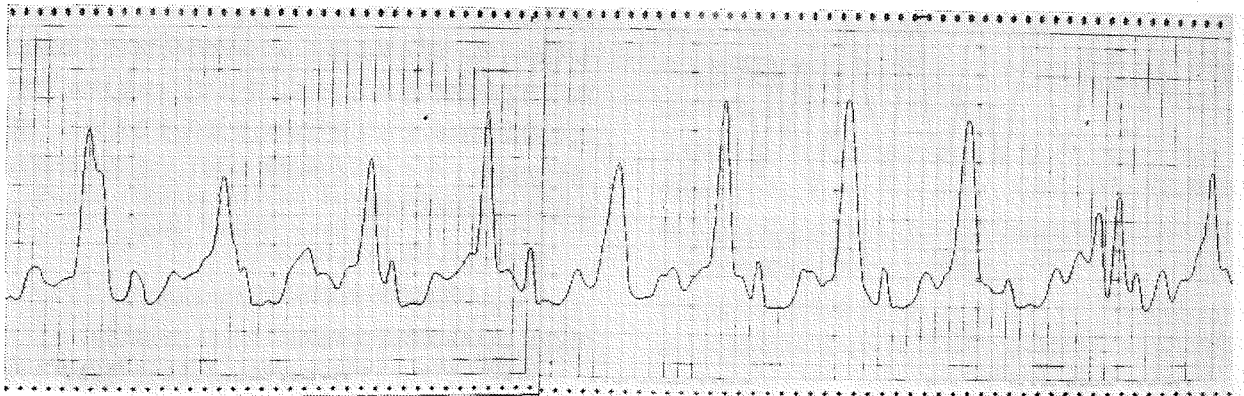
Fig.11は 2μ 中のstriationの変動状態を示したものであるが、さらに相関距離が増加した場合(8μ)の結果を以下に示す。Fig.12(a)は応力振幅 11.54 kg/mm^2 、破断までの繰返し数 155×10^3 回の破面(観察位置は切欠き部から $5,800\mu$ 、表面から 495μ 付近)におけるstriationを、Fig.12(a)中の矢印間における透過率曲線の一部をFig.12(b)に、その自己相関関数をFig.12(c)に示す。

Fig.11およびFig.12は、striationが介在物やtear-lineなどの影響を受けていない場合の例であるが、受けている場合の例を以下に示す。Fig.13(a)は介在物によってstriationが変動している状態を示したものであり、矢印はマイクロフォトメータの走査位置および方向を示す。Fig.13(b)はき裂が介在物を通

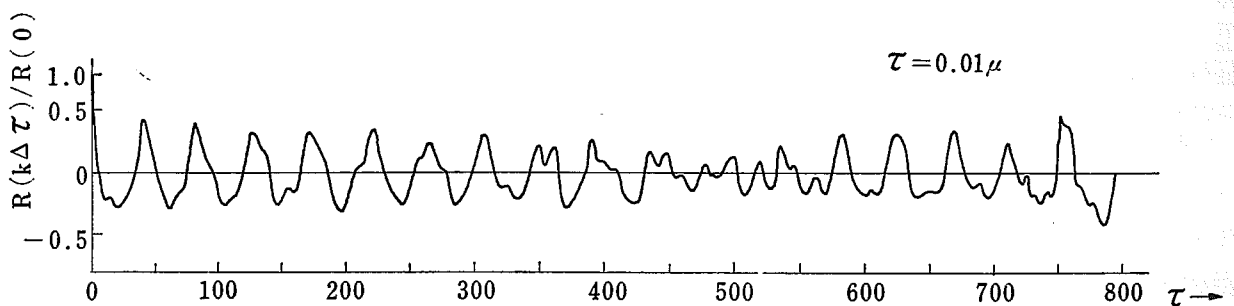
過する以前に作られたstriationの透過率曲線の自己相関関数を示したものであり、Fig.12(c)はき裂が介在物を通過後形成されたstriationの変動状態を、



12(a)



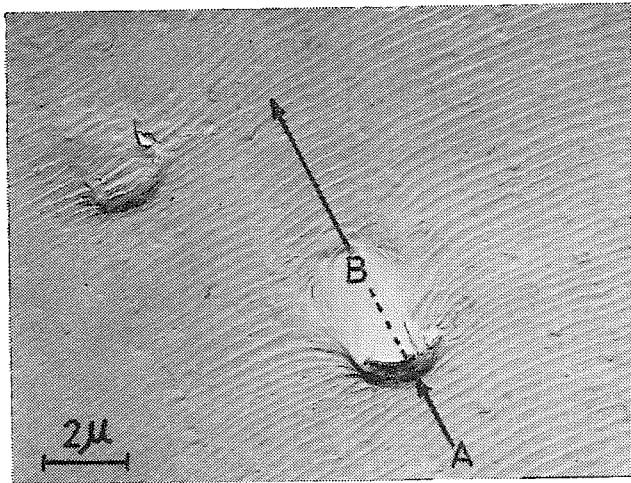
12(b)



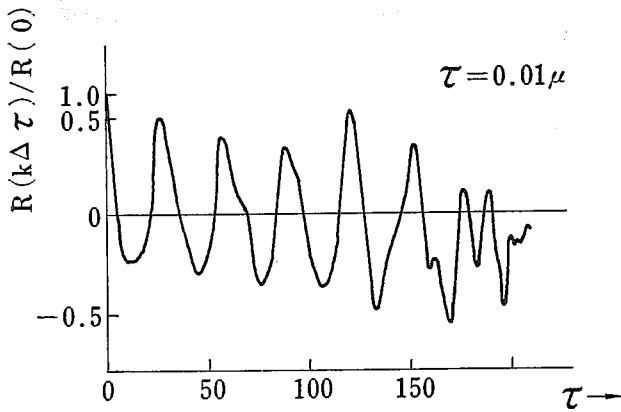
12(c)

Fig.12 An example of auto correlation function of transmissivity curves.
 12(a) Fatigue striations in a high strength Al alloy, stress amplitude 11.5 kg/mm^2 , 155×10^3 cycles to failure.
 12(b) A part of transmissivity curves obtained between the allow.
 12(c) Auto correlation function, correlation distance 2μ .

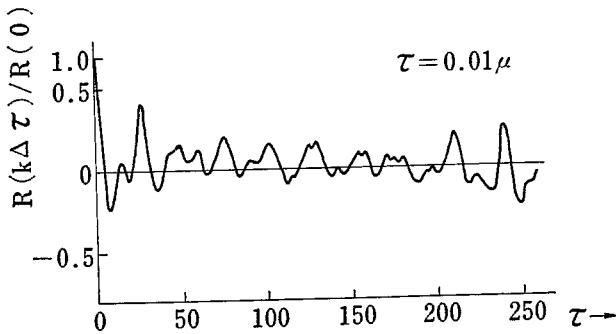
透過率曲線の自己相関関数の一例



13(a)



13(b)



13(c)

Fig.13 An example of auto correlation function of transmissivity curves.

- 13(a) Fatigue striation and inclusions.
- 13(b) Auto correlation function of transmissivity curves obtained the A allow in Fig.13 (a).
- 13(c) Auto correlation function of transmissivity curves obtained the B allow in Fig.13 (a).

透過率曲線の自己相関関数の一例

自己相関関数によって示したものである。

上記の方法によって striation の周波数や位相を知ることができるとともに、striation の形状をも含んだ変動状態を統計的分布によって示すことが可能である。

3-6 striation の形状の数量化

striation は、前記したように介在物の近傍等で形状や明確さが異なる場合が多い。そこで、striation の形状とその透過率曲線との関係について考察し、便宜的に striation の数量化を試みた。

透過率の変化は、おもに striation 面とシャドウィング方向とのなす角度に依存しているものと考えられる。すなわち、striation 面がシャドウィング方向に対して垂直に形成されている場合には、透過率は最高値を示し、その前後では減少する。さらに、透過率曲線のピークはシャドウィングされた striation 面とされない面との境界を示しており、ピーク間隔は Fig.6 に示したように striation 間隔とよく一致している。したがって、透過率曲線と striation の形状との間には、ある相関が認められる。そこで、striation の形状を周期関数によって便宜的に数量化するために、透過率曲線の 1 サイクルを 24 個に分割して透過率の偏差を求め Fourier 級数

$$y = a_0 + a_1 \cos x + a_2 \cos 2x + \dots + b_1 \sin x + b_2 \sin 2x + \dots \quad (5)$$

で近似し、各係数を求めた。

一例として Fig.13 中でき裂が介在物を通過する以前に作られた striation の透過率曲線の 1 サイクルを解析した結果を (6) 式に、通過後の結果を (7) 式に示す。なお、解析に用いた透過率曲線の形状を Fig.14(a) および Fig.14(b) に示す。

$$y = -1.07 - 7.86 \cos x + 1.15 \cos 2x + 2.51 \cos 3x + 1.75 \cos 4x - 1.55 \cos 5x - 0.66 \cos 6x + 0.85 \cos 7x + 1.13 \cos 8x + 0.39 \cos 9x - 0.11 \cos 10x + 0.38 \cos 11x + 0.74 \cos 12x + 1.65 \sin x + 6.24 \sin 2x + 3.98 \sin 3x - 1.04 \sin 4x - 0.54 \sin 5x + 2.01 \sin 6x + 1.40 \sin 7x - 0.12 \sin 8x + 0.12 \sin 9x - 0.18 \sin 10x + 1.03 \sin 11x \quad (6)$$

$$y = -3.21 - 5.91 \cos x - 6.54 \cos 2x - 1.65 \cos 3x + 0.44 \cos 4x - 0.40 \cos 5x - 0.45 \cos 6x - 0.85 \cos 7x + 0.08 \cos 8x + 0.37 \cos 9x - 0.27 \cos 10x - 0.20 \cos 11x - 0.12 \cos 12x$$

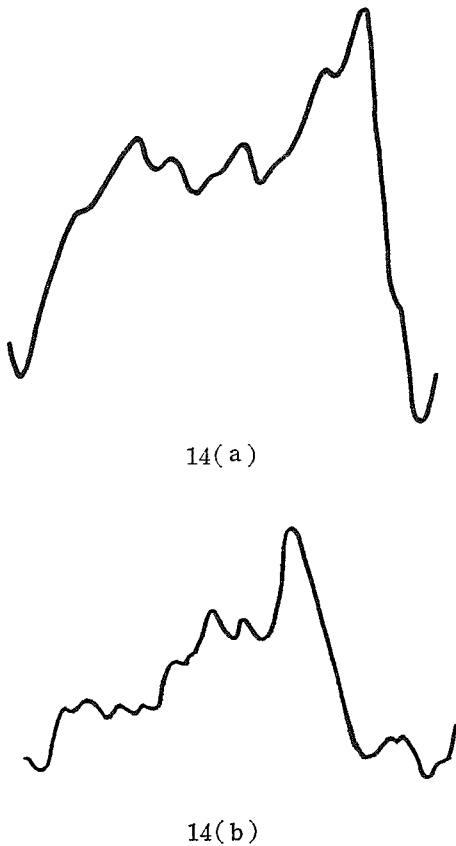


Fig.14 Shapes of the transmissivity curve used Fourier analysis.

$$\begin{aligned}
 & -2.64 \sin x + 1.79 \sin 2x + 2.34 \sin 3x \\
 & + 0.40 \sin 4x + 0.36 \sin 5x - 0.29 \sin 6x \\
 & + 0.54 \sin 7x + 0.13 \sin 8x + 0.05 \sin 9x \\
 & + 0.06 \sin 10x + 0.48 \sin 11x \quad (7)
 \end{aligned}$$

上記の結果は, striation の形状を周期関数によって便宜的に数式化したものであり, 形状の絶対量を示しているものではない。しかし, Fourier 展開した結果の各係数を比較することによって, 微視的領域(同一写真中の形態)での形状の相違を知ることができる。

4. 考 察

4-1 striation 形態の変化

striation は, Fig.3(a)~Fig.3(d) に示したように, き裂長さによってその形態が異なるので, 最初にそれらの特徴について検討する。

疲れ破壊はき裂の発生とその伝ば過程に分けられ,

き裂の発生は剪断応力に, 伝ば過程では引張応力によって支配される^{5,11)}。このため, 剪断応力の作用する領域すなわち stage I では, 疲れき裂は最大引張力に対して 45° に近い角度を持つすべり帯内に発生して {111} 面に沿って <110> 方向に成長し, 破面形態は lamellae 型になるか平面型になることが示されている¹²⁾。

本実験では, 4mm の円孔切欠きを有する試験片を用いたので, stage I 領域は小さく, その特徴を知ることが困難であったが, いわゆる lamellae 型の形態はほとんど見られず, むしろ dimple の変形または不明瞭な dimple 模様が観察された。

stage I から stage II への遷移領域(切欠きより約 100μ から 200μ の間), すなわち, 割れの発生から伝ばへの移項領域についても破面観察からではその特徴が判然としない。しかし, き裂の巨視的伝ば方向に対してある角度を持った striation 模様が観察される。このため, この領域においては巨視的き裂伝ば方向と微視的方向とは一致せず, かなり複雑にき裂の伝ばが起こることを示している。

stage II のき裂の伝ば過程においては, 巨視的き裂伝ば方向に直角に形成された明確な striation が観察される場合が多い。しかし, stage II の前期と後期とはき裂伝ば速度に差異が生じるため, striation の形態も異なる場合がある。すなわち, Fig.3(c) に示した形態が stage II における striation の代表的な形態であるが, stage II の後期のいわゆる伝ば速度の大きい領域では, Fig.3(d) に示したように粗大化した striation 中に微細な線が見られることがある。これらの線は鋼などにおいても観察されており¹³⁾, すべり線に対応するものではないかと思われるが, 結晶のすべり方位とは直接関係がなく striation に平行になっている。

Pelloux¹⁴⁾ は stage II のき裂伝ばと結晶方位について破面上にエッチピットを作り考察を行ない, き裂伝ば速度の小さい領域 (1μ/c 以下) では, striation は <110> 方向に平行で破面は (100) 面になり, 1μ/c 以上の場合では striation は <110> 方向に平行であるが, き裂面の方位はランダムになることを示している。

Fig.3(d) に示した微細な線は, き裂伝ば速度の大きい領域で観察されるが, されない場合もある。このため, 観察される場合には Pelloux の結果からき裂

方向が [110], き裂面が (001) で, かつ, すべり面が (111) のとき, striation 間に微線な線が現われるものと思われる。しかし, これらの関係については striation の形成機構ともあわせて今後の検討が必要である。

疲れ破面から最終破断部への遷移領域には, Fig.5 に示した stretched zone が観察されるが, Bates ら^{2,15)} はこれら幅が材料の相対靱性すなわち降伏強さに対する臨界応力強度との比に, 関係することを明らかにしている。

本報では主として striation について検討を行なったので, stretched zone の定量的な説明は行っていないが, この領域は観察位置によってもその幅が多少変動している場合が多い。しかし, Bates らの関係が得られるならば, Fractography により stretched zone を求めることによって, その材料中に存在する鋭いき裂が不安定伝ばを起こすのに必要な臨界応力を知ることが可能である。

4-2 striation と介在物の関係

striation は, 応力サイクルと対応したき裂伝ばの停止線を表わしていると考えられているので, 介在物などが微視的き裂伝ばに及ぼす影響は, 介在物周辺の striation 間隔の変動状態から考察することが可能であると思われる。

介在物による striation の乱れの状態は, Fig.4(a) から Fig.4(g) に示したが, これらを整理して図示すると Fig.15 に示したように大別される。このうち

Fig.15(a), (b) は介在物がき裂伝ばを阻止している例であり, Fig.15(c) は促進している場合である。

介在物がき裂伝ばに及ぼす影響について, Piper ら¹⁶⁾や Pelloux¹⁷⁾ は促進効果を重視し, 志村ら¹⁸⁾ はき裂成長の後期に促進効果を認めている。また Brock¹⁹⁾ は, き裂伝ば速度が小さいときはあまり影響しないが, 伝ば速度の大きい場合には介在物がき裂伝ばを促進するとしている。

一方角田ら²⁰⁾の鋼を用いた結果では, 介在物は局部的には微視的き裂伝ばを阻止するが, 巨視的にはそれほど影響を及ぼさないと報告している。

本実験でき裂伝ばを阻止している場合が多く観察されているが, 促進効果を持つ場合も認められる。このため, それらの相互作用によって角田らの結果のように, 巨視的にはそれほど影響が顕著に現われないのではないと思われる。しかし, いかなる場合に促進効果や阻止効果を持つかを定量的に解明するには, すでに明らかにされている結果とともに, 今後の組織的な研究が必要である。

4-3 striation 間隔

striation 間隔はおもに応力振幅およびき裂長さに依存しており, 応力振幅の昇に伴ってき裂成長速度も増加し striation の粗大化が起こる。このため, Fig.10 に示したように striation 間隔は応力振幅とき裂長とを一つのパラメータとした応力拡大係数の振幅 ΔK によってほぼ整理できるが, これらの結果は他の報告^{2,15,21)}とも一致している。しかし本報では, 切

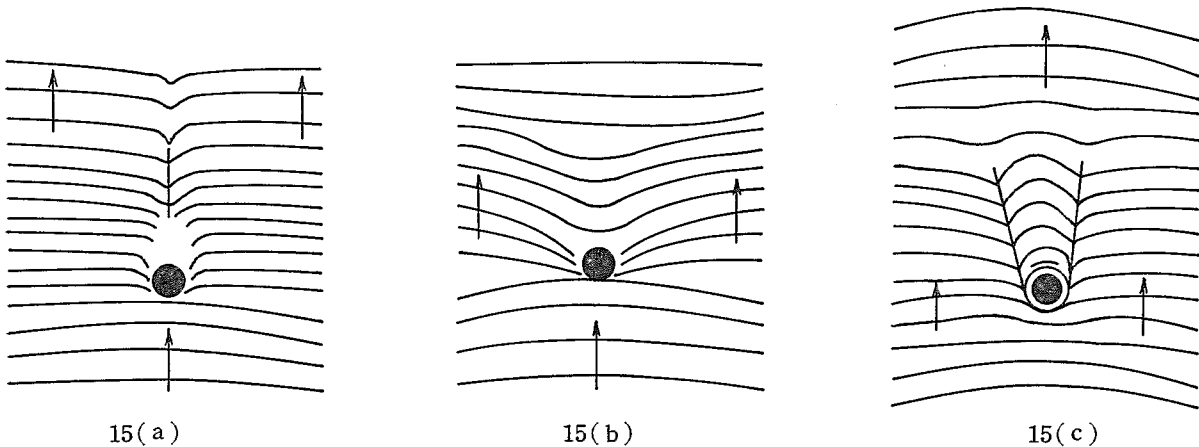


Fig.15 Schematic illustrations of disorder of striations by inclusions.

15(a) and (b) : Inclusions will arrest crack propagation.

15(c) : Inclusion will accelerate crack propagation.

介在物による striation の乱れの図解

欠き部近傍における striation 間隔と ΔK との相関は少ないようである。この原因として、切欠き部近傍ではき裂が非常に小さいためにき裂と同時に切欠きによる応力集中の影響が考えられる。このため、 ΔK をそのまま適用するには問題があるが、本報ではすべて ΔK に対して striation 間隔をプロットしたために、切欠き部近傍のいわゆる ΔK の小さい領域でばらつきが生じたものと思われる。なお、切欠き部近傍以外において弾性理論から求めた応力拡大係数と striation 間隔との間に相関があることは、き裂近傍の弾性応力が、き裂先端の塑性変性および破壊をかなり支配していることを示すものと考えられる。

巨視的き裂伝ば速度と striation 間隔から求めた微視的伝ば速度との関係については、すでにいくつかの報告^{2, 22-24)}が示されており、き裂伝ば速度の大きい領域では striation 間隔の方が小さく、き裂伝ばの小さい領域では striation 間隔の方が大きくなる傾向が示されている。この原因として dimple の存在が重視されている²⁾。

本報では、応力振幅が 11.5 kg/mm^2 でき裂伝ば速度が 10^{-5} mm/c 程度のときは striation 間隔の方が大きく、応力振幅が 15.4 kg/mm^2 で速度が 10^{-4} mm/c 程度の場合ではそれらはほぼよく一致している。

巨視的き裂伝ば速度と striation 間隔との相異については、いくつかの要因が考えられる。すなわち、(1) 破面には striation だけが形成されているわけではなく、Dimple や tear-line その他の不明瞭な形態も一部で観察されるが、本報では

(1) 他の形態を無視して striation 間隔だけを測定したこと

(2) 巨視的き裂伝ば方向がき裂進入時においては、かなり複雑でき裂が試験片の厚さ方向へ伝ばしたのちその幅方向へ伝ばしていく場合があること

(3) 試験片内部では破壊は平面歪状態で起こるが、き裂がある程度進展すると試験片表面付近は平面応力状態が支配的になるので、内部と表面とでは破壊機構が一致しなくなることなどが上げられる。しかし、応力振幅が大きい場合には表面き裂伝ば速度と striation 間隔とはほぼ一致している結果から考えると、応力振幅が大きいときには striation の形成が応力振幅に強く依存するようになり、巨視的伝ば速度と微視的伝ば速度とは一致するようになるものと思われる。

一方、一致しない場合においても dimple の含まれ

ている割合に差異はほとんど認められないので、き裂伝ば速度と striation 間隔の相違を dimple の有無によって説明することは不適當と思われる。

Fractography から得られた結果（とくに striation 間隔）と破壊力学との関係については不明な点が多い。しかし Fig.9 や Fig.10 に示した結果は、稼動中に疲れ破壊を起こした機械部品の破面から striation 間隔を求めることにより、破壊時の応力やき裂伝ば速度を推定することが可能であるという事実を示唆するものであるが、さらに striation の形成機構の解明とともに板厚や平均応力などの影響についても組織的な検討が必要である。

4-4 ミクロフォトメータによる striation 間隔の測定

striation は二次元的な広がりを持って分布しており、これらの間隔をノギスや定規を用いて電顕写真から直接測定する場合にはかなりの読み取り誤差が含まれ、さらに再現性も問題になる場合が多い。そのため、本報では striation の透過率曲線のピーク間隔から striation 間隔を求めたが、この方法によって個人差による読み取り値の相違や再現性等の問題を解決した。

一方、ミクロフォトメータによる striation 間隔の測定法（機械的測定法）は、次の点が問題になる。すなわち、striation が途中で切れていたり不明瞭な場合に、それらの部分がミクロフォトメータの走査スリット長さよりも大きいときには、透過率曲線に小さなピークしか現われず、striation 間隔を誤認する可能性がある。このため、常にスクリーン上の像を見ながら走査する必要がある。

4-5 レプリカの作成条件と電子顕微鏡像

一般にレプリカは、シャドウイングによって生じた蒸着膜の厚さの差異によるコントラストによって、立体的な形や大きさを識別することが可能である。そのため、本報では電顕写真の透過率曲線から得られた情報をもとに striation の解析を行なったので、まずレプリカと電顕写真の関係について検討し、次に透過率曲線について考察する。

破面形態の電子顕微鏡像は、電子線がレプリカを通過する際の散乱の程度によって作られた濃淡によって、その特徴が識別できる。この散乱の程度は電子がレ

プリカを通過するとき出会う原子の数、すなわちレプリカの厚さ、電子線とレプリカのなす角度および加速電圧に依存することが明らかにされている²⁵⁾。したがって、像自身の性質はレプリカすなわち検鏡試料の作成条件によって影響を受ける。

Beachem²⁶⁾ はレプリカによる検鏡の問題点として、レプリカの保障度、シャドウイングの影響、凹凸の関係、レプリカ作成時に生じた人工像などについて詳細な検討を行なっている。それらの結果からレプリカの保障度は 40~50 Å 以上、50 μ 以下の範囲での形態を識別するのに適しており、それ以外の範囲では破面形態をそのまま表わしているわけではないことを明らかにしている。

本実験で観察された形態は、0.05 μ から 20 μ 程度の大きさであるので、破面自身に対するレプリカの保障は満足できるものと思われる。なお、レプリカの解像度については多くの人々によって実測されており、とび出した四角形では約 100 Å、くぼんでいる部分では約 160 Å が通常認められている程度²⁷⁾と思われる。

シャドウイング角度と像の鮮明度との間には関係があり、影の長さはその形態の高さおよび影が落ちる面の位置と高さ依存している²⁶⁾。

破面の電頭写真上での明るさの変化は、いくつかの形態がシャドウイング方向に対して異なった方位を持つ場合には各面ごとに明るさが異なるが、各面に対するシャドウイング角度および電子線の入射角度が等しい場合には各面は同じ明るさになる。したがって、破面形態に対する電頭像（特に像の明暗）を解釈する場合には、十分な考慮が必要であると思われる。

4-7 透過率曲線

透過率はおもにレプリカの蒸着膜厚、電子線密度、フィルムの特性、測定機の感度および光源の変動などの影響を受ける。

蒸着膜厚は蒸着物質の密度、蒸着角度、蒸発源から試料面までの距離、蒸着質量、真空度などによって影響を受ける。このうち蒸着質量以外の条件を一定に保つことはそれほど困難ではなく、また蒸着質量についてもベルジャー内でシャッターを使用し、蒸発時間とそのときの電流値に注意すれば、蒸着膜厚をほぼ一定にすることができる。

写真撮影時には電子顕微鏡に内蔵されている露出計を用いているので、電子線強度の変化による露光量の

変動や各検鏡試料の膜厚の差異がフィルムの平均露光量に及ぼす影響は少ない。写真撮影後これらのフィルム（富士 FG タイプ）を指定条件（コピナール、20°C、4 min）で現象を行ない、液のかく拌回数や液の老化等を考慮しているが、フィルムの平均濃度は多少変化している場合がある。

一方、電頭写真の濃淡の差が大きい場合には、写真濃度 D と露光量 E とはフィルムの特性曲線 (D -log E) の非直線領域に入る。このような場合には、濃度と露光量とは比例関係が成立しないので、透過率曲線をそのまま striation の形状と仮定することはできない。

なお、写真濃度と透過率の関係は

$$D = \log(I_0/I) \quad (8)$$

I_0 : 入射光強度 I : 透過光強度

透過率は透過光強度 I を百分率で表わしたものである。

透過率はマイクロフォトメータの光源にも影響を受け電圧の低下や光源ランプの劣化とともに入射光強度が減少する。そこで透過率を測定する前に、基準となる電頭写真（2. 実験方法に記述）を用いて校正後、測定を行なった。

透過率曲線と破面形態との関係は 4-5、4-6 で述べた問題点が含まれており、すべての条件を一定にすることは困難であるが、微少領域すなわち同一写真内における形態はほぼ同条件で作成されたものと考えられるので、これらの領域内でそれぞれの形状を比較することは可能であると考えられる。したがって、本報で示した透過率曲線の自己相関関数や Fourier 解析等の結果は、写真像を通信系と対応させて striation の変動状態やそれらの形状を便宜的に表示したものであり、形状の絶対量を示すものではない。このため、破面全体の数値解析等に透過率曲線から得られた情報を直接使用するには、ステレオ写真による計測²⁸⁾等と合わせてさらに検討が必要である。

5. 結 論

疲れ破面から定量的な関係を得てそれらの結果を機械・構造物の破壊事故調査に適用するために、最初にアルミ合金の疲れ破面に観察される striation について、検討を行なった結果次の結論を得た。

(1) striation はおもに応力振幅、き裂長さ、介

在物, tear-line 等の影響を受け, かつ, その間隔はばらつきを呈するが, 最大頻度を示す striation 間隔は応力振幅およびき裂長さの増加とともに大きくなる。

(2) striation 間隔を応力拡大係数 AK によって整理すると, 対数目盛上で直線で表わすことができる。

(3) 微視的範囲内での striation の変動状態を, その透過率曲線の自己相関関数によって評価することが可能である。

(4) striation の形状をその透過率曲線の周期関数によつて便宜的に数量化できる。

文 献

- 1) 秋山, 近藤, 橋内: 産業安全研究所研究報告, RIIS-RR-19-3 (1970)
- 2) R. C. Bates, W. G. Clark, Jr., D. A. Moon: ASTM, STP 453, 192 (1969)
- 3) P. J. E. Forsyth, D. A. Ryder: Metallurgia, 63, 117 (1961)
- 4) C. Laird, G. C. Smith: Phil. Mag., 7, 847 (1962)
- 5) P. J. E. Forsyth: Acta Metallurgica, 11, 703 (1963)
- 6) A. J. McEvily, Jr., R. C. Boettner: Acta Metallurgica, 11, 725 (1963)
- 7) J. Schijve: ASTM, STP 415, 415 (1967)
- 8) P. C. Paris, G. C. Sih: ASTM, STP 381, 30 (1965)
- 9) 浅野 “実験値計算法” 日刊工業新聞社, 101 (昭40)
- 10) 堀川 “ランダム変動の解析” 共立出版, 142 (昭44)
- 11) 横堀 “材料強度学” 技報堂, 158 (昭42)
- 12) 志村, 大日方: 軽金属, 19, 60 (1969)
- 13) 横堀, 川崎, 中西, 小川原: 第15回材料強度と破壊国内総合シンポジウム論文集, 39 (1970)
- 14) R. M. N. Pelloux: Trans. ASM, 62, 281 (1969)
- 15) R. C. Bates, W. G. Clark, Jr., : Trans. ASM, 62, 380 (1969)
- 16) D. E. Piper, W. E. Quist, W. E. Anderson: AIME, 85 (1966)
- 17) R. M. N. Pelloux: Boeing Report DI-82-0169-RI, Dec. (1963)
- 18) 志村, 大日方: 軽金属, 19, 85 (1969)
- 19) D. Broek: Proc. 2nd Inter. Conf. Fracture, 754 (1969)
- 20) 角田, 内山, 荒木: 鉄と鋼, 57, 100 (1971)
- 21) 松井, 小寺沢: 日本機械学会関西支部第46期講演論文集, 714-2, 102 (昭46)
- 22) E. P. Dahlberg: Trans. ASM, 58, 46 (1965)
- 23) R. W. Herzberg, P. C. Paris: Proc. 1st Inter. Conf. Fracture, 459 (1966)
- 24) C. M. Carman, M. F. Schuler: J. Iron & Steel Inst., May, 463 (1970)
- 25) C. F. Hall “Introduction to Electron Microscopy” McGraw-Hill, N. Y., 246 (1953)
- 26) C. D. Beachem: *Microscopic fracture Processes*, “Fracture” ed by H. Liebowitz, Academic Press, N. Y., 1, 243 (1969)
- 27) たとえば, 電子顕微鏡学会編 “電子顕微鏡の理論と応用 I” 丸善 (昭39)
- 28) 紀本, 菅沼, 大島: 写真測量, 8, 8 (1969)

(昭和47年2月15日受理)

715
E-
715
108

産業安全研究所研究報告 RIIS-RR-20-4

昭和47年4月1日 発行

発行所 労働省産業安全研究所

東京都港区芝5丁目35番1号

電話 453-8441 (代)

印刷所 新日本印刷株式会社

郵便番号 108

UDC 539.43 : 620.187

金属の損傷原因に関する電子顕微鏡的研究——(第2報)——高力アルミ合金の疲れ破面に観察される striation の解明——

秋山英司, 近藤太二, 橋内良雄

産業安全研究所研究報告 RIIS-RR-20-4, 1~17 (1972)

破面から応力状態を定量的に知ることが可能な解析方法を求めると共に, 疲れ破壊のメカニズムを明らかにするために, 高力アルミ合金の疲れ破面に観察される striation について定量的な検討を行なった。

striation の解明にはマイクロフォトメータを用い, striation 間隔と巨視的き裂伝ば速度および striation 間隔と応力拡大係数レンジ ΔK の関係などについて明らかにした。また透過率曲線を striation の形状と仮定して, striation の形状をフーリエ解析で, striation 間隔の変動を自己相関関数によって示した。

(表3, 図15, 参28)



UDC 539.43 : 620.187

Electron Fractographical Study on the Causes of Metals Failure
(2nd Report)

Analysis of the fatigue striations in the high strength aluminum alloy.

E. AKIYAMA, T. KONDO, Y. KITSUNAI

Research Report of the Research Institute of Industrial Safety.

RIIS-RR-20-4, 1~17 (1972)

Striations observed on the fatigue fracture surfaces in the high strength aluminum alloy were discussed quantitatively, in order to obtain failure analysis techniques capable of quantitatively evaluating the stress condition from fracture surfaces and to clear the mechanism of fatigue failure.

The measurement on analysis of the striation was used by a micro-photometer.

Relation between striation spacing and macroscopic crack growth rate, and striation spacing against stress intensity factor range ΔK were examined.

Assuming that transmissivity curves are similar to shapes of the striation, shapes of the striation and fluctuation of the striation spacing were shown with Fourier analysis and auto correlation function.

(3 Tables, 15 Figures, 28 References)

