

## 転位組織の ECCI 観察と EBSD 解析による新しい疲労破壊解析

大阪市立大学工学研究科機械物理系専攻 兼子 佳久

### 1. はじめに

き裂の先端には大きな応力集中が生じるために、先端からの転位放出をしばしばともなう<sup>1)</sup>。疲労き裂近傍では、先端から放出された転位が自己組織化し、様々な転位構造が形成される。そのようなき裂先端の転位構造は、古くは透過型電子顕微鏡(TEM)を用いて行われてきた<sup>2,3)</sup>。実際、TEMによる破面近傍の転位構造観察によって、転位セル組織やベイン構造のような転位構造が存在することが明らかにされてきた。しかしながら、TEM観察のためには、試料を薄膜に加工する必要がある、また観察可能な領域も狭いという欠点がある。このような背景から、走査型電子顕微鏡(SEM)を用いた微視的構造の観察・解析が注目されている。SEMを用いた結晶方位を広範囲に解析できる後方散乱電子回折(Electron Backscatter Diffraction: EBSD)や転位の観察が可能である電子チャネリングコントラスト像(Electron Channeling Contrast Imaging: ECCI)を利用することで試料をバルクのまま広範囲を観察することができることから微視的構造解析に適していると考えられる。

疲労破壊において、SEMを用いたEBSD法による研究がいくつか報告されている<sup>4-11)</sup>。解析箇所とそれに隣接する解析箇所の方角差の平均値であるKernel Average Misorientation (KAM)値はEBSDの解析ソフトにその計算が組み込まれていることから、しばしば疲労破面近傍の損傷評価に用いられている<sup>10,11)</sup>。ただし、KAM値は隣接する解析点との平均方角差を計算するため、情報が局所的なものに限られていたり、解析のステップサイズに結果が依存したりするので、微視的構造の理解には不十分な点もある。

SEMを用いた微視的構造の解析法に、ECCI法がある<sup>12-19)</sup>。電子線を照射すると、結晶表面からは二次電子に加えて、エネルギーが高い後方散乱電子(Backscattered Electrons: BSE)も放出される。このBSEの強度は、入射電子線と結晶面との角度に依存して変化する。特にBragg角の近傍では急激に変化するので、わずかな方位変化も画像化することができる。結晶表面近傍に転位が存在する場合、転位周辺の格子はひずみが生じる。ECCI法では、転位によるこのひずみを捉えることで、転位の配置を画像化することができる。

本課題では、フェライト系ステンレス鋼であるFe-20wt.%Cr合金を対象とした。Fe-Cr合金は、銅と鉄の中間的な積層欠陥エネルギーを有する。純鉄の疲労変形では転位セル構造が形成される<sup>19)</sup>のに対し、Fe-Cr合金では疲労変形によって銅で見られるような固執すべり帯(Persistent Slip band: PSB)が形成される<sup>20,21)</sup>。

多結晶材料の疲労き裂伝ば過程では、き裂が伝ばしている結晶粒の結晶方位や隣接する結晶粒との間の結晶粒界の影響を受けてしまう。転位の運動は結晶方位や結晶粒界の影響を受けるので、先端からの転位放出が関与する疲労き裂伝ばにもそれらは影響することに

なる。したがって、粒内き裂の疲労き裂伝ばの微視的プロセスを調査するためには、粒界がなくどの位置でも結晶方位が同じである単結晶材料が望ましい。本課題では、Bridgman法で育成した Fe-Cr 単結晶を用いて疲労き裂伝ば試験を実施し、破面周辺の微視的構造の変化を EBSD 法と ECCI 法を用いて調査した。特に、き裂の形態と格子回転との関係に着目した。

## 2. 実験方法

Fe-20wt.%Cr 多結晶の丸棒を SSA-S アルミナ製のモールドに充填し、Bridgman 法によって単結晶を作製した。作製条件は炉の温度が 1813K、炉の引き上げ速度が  $2.3 \times 10^{-6} \text{ m/s}$  とした。炉心管内はおよそ  $10^{-5} \text{ Pa}$  の真空状態に保った。作製した単結晶から、ワイヤー放電加工機で、表面方位が(110)、荷重軸が $[1\bar{1}2]$ の Compact Tension (CT)試験片に切り出した。CT 試験片の形状と結晶方位を Fig.1 に示す。CT 試験片の形状は  $20 \times 20 \times 2 \text{ mm}^3$  である。

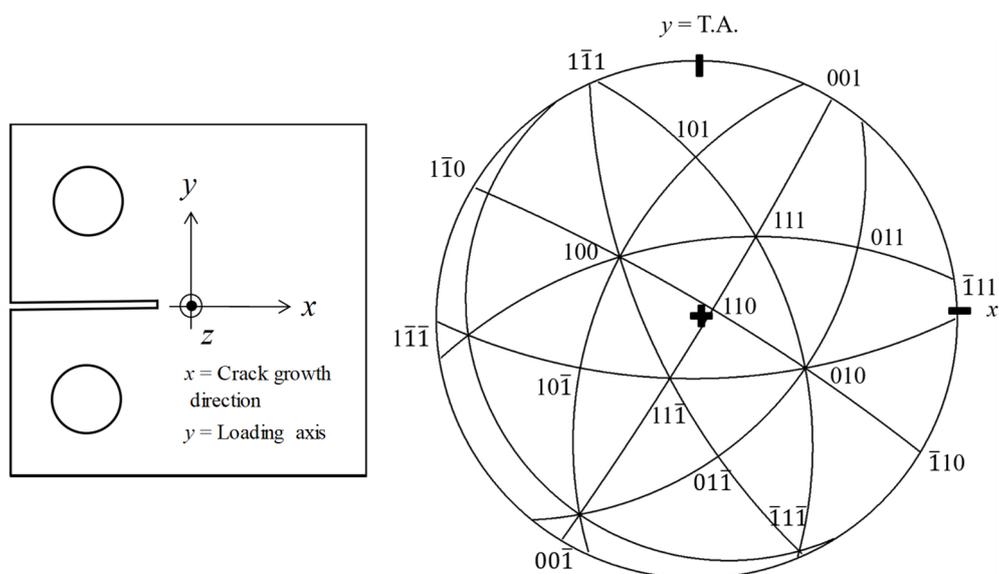


Fig.1 The schematic illustration of the Fe-20wt.%Cr CT specimen and the stereographic projection of the single crystal orientation

加工した単結晶 CT 試験片は、縦型焼鈍炉で 1 時間温度を 1373K に保持し真空焼鈍した後、水中に急冷した。表面を SiC エメリ紙(#220~#1500)およびダイヤモンド砥粒( $1\mu\text{m}$ )による機械研磨を行い、さらに電解研磨を行い鏡面状に仕上げた。電解研磨は電解液( $\text{CH}_3\text{COOH} : \text{HClO}_4 = 9 : 1$ )を液温 293K に保ち、電圧 21 V の条件で 2 分間行った。

本実験では油圧制御型の島津サーボパルサ EHF-FB10KN-4LA を用いて、室温、大気圧中で荷重制御による疲労き裂伝ば試験を行った。荷重波形は正弦波、周波数は 10Hz、荷重比  $R = P_{\min} / P_{\max} = 0.1$  の条件で疲労負荷を行った。荷重振幅  $\Delta P$  は  $\Delta P = 45 \text{ N}$  で開始し、

5000 サイクルごとに 45 N ずつ増加させ、き裂が発生した $\Delta P$ で一定にして実験を続けた。

破面直下の組織を保護するために、電気めっきにより厚さ 1 mm 程度の鉄を試料の破断面にコーティングした。めっき後、余分な鉄めっきを除去し、表面を再び平滑にするために SiC エメリ紙(#220~#1500)とダイヤモンド砥粒(1 $\mu\text{m}$ )による機械研磨および電解研磨を行った。このように加工することによって、破面近傍の微視的構造を EBSD および ECCI で広範囲に観察することができる。SEM(JSM-6500F)に設置した EBSD 解析装置(TSL OIM5.2)を用いて結晶方位の解析を行った。表面の EBSD 解析は単結晶および多結晶において広い領域に対して行った。観察時の加速電圧は 25kV とした。破面近傍については、反射電子検出器を用いた ECCI 法により転位構造を解析した。ECCI 観察時の加速電圧は 15kV とした。Fig.2 左に示すように転位が存在している結晶表面では格子面に歪みが生じている。その周囲を、格子面に対し角度を Bragg 角  $q_B$  に固定させた電子線を SEM 内で照射させると、Bragg 角付近では格子面のわずかな変化によって BSE 強度は大きく変化するので、Fig.2 右に示すように転位の近傍では検出される BSE 強度は大きく変化し、転位の存在を画像化することができる。

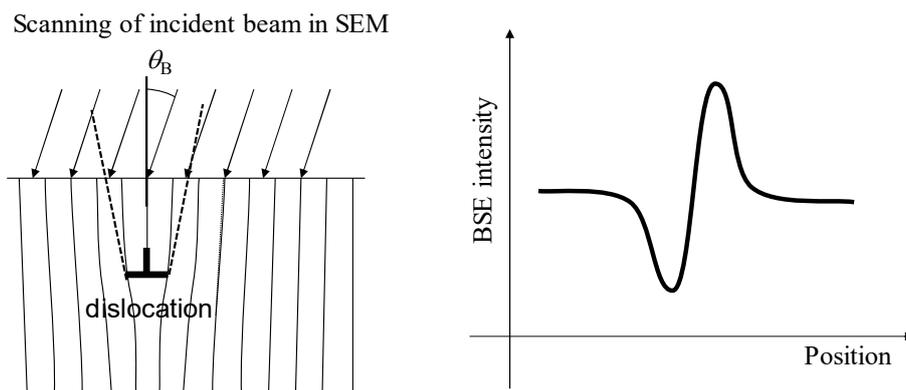


Fig.2 Schematic illustrations of lattice distortion near a dislocation existing at subsurface region and a change in BSE intensity near the dislocation

本課題では、EBSD 解析から得られた各解析点の座標変換行列を用いて、結晶方位の連続的な変化を定量的に解析した。結晶の結晶座標系 $\{x'\}$ と試料座標系 $\{x\}$ との関係は座標変換行列 $[R]$ を用いて次式で表すことができる。

$$\{x'\} = [R]\{x\} \quad (1)$$

2つの結晶の試料座標系への座標変換行列を $[R^1]$ ,  $[R^2]$ とすると、結晶座標系 1 から結晶座標系 2 への座標変換行列 $[R^{12}]$ は $[R^{12}] = [R^2]^{-1}[R^1]$ となる。ここで座標変換行列は 3 $\times$ 3 の行列で表せるため、 $[R^{12}]$ 内の個々の成分を次式で定義する。

$$[R^{12}] = \begin{bmatrix} r_{11} & r_{12} & r_{13} \\ r_{21} & r_{22} & r_{23} \\ r_{31} & r_{32} & r_{33} \end{bmatrix} \quad (2)$$

2つの結晶間の方位差 $\theta$ は式(3)で求めることができる。

$$\theta = \arccos\left(\frac{r_{11} + r_{22} + r_{33} - 1}{2}\right) \quad (3)$$

ただし、立方晶場合はその対称性から等価な座標変換行列が 24 通りの存在する。したがって、方位差 $\theta$ も 24 通り存在することになる。それらの中で最小のものが 2 結晶間の方位差となる。

本課題では、一方を単結晶の座標変換行列、他方を破面近傍の任意の位置の結晶方位として、破面近傍の結晶方位の連続的な変化を調査した。

### 3. 実験結果および考察

#### 3.1 光学顕微鏡による観察

単結晶 CT 試験片に対して、 $R=0.1$  の繰返し負荷を与え、徐々に荷重振幅と増加させた結果、 $\Delta P=855$  N の負荷条件で疲労き裂の発生が認められ、以降はその荷重振幅で疲労試験を継続した。単結晶 CT 試験片は約  $2.5 \times 10^5$  サイクルで破断した。

破断した単結晶試験片を下部と上部に分けて観察した結果を Fig.3 に示す。切欠きから発生した疲労き裂は、 $DKI$  値が低い初期では、ほぼ切欠き方向( $x$  軸方向)に沿って伝ばした。しかしながらその領域では、微視的にはき裂伝ば方向は頻繁に変化していた。一方、 $DKI$  値が高いき裂長さが長い領域では、疲労き裂は切欠きに対して傾斜して進展したが、き裂伝ば方向はほぼ一定であった。本課題では、き裂が頻繁に伝ば方向を変化させながら進展している低 $\Delta K_I$ 域を Type A、き裂が直線的に進展している高 $\Delta K_I$ 域を Type B と分類した。

表面の光学顕微鏡観察からは bcc 結晶に特有な波状のすべり線が多く観察された。 $DKI$  値が低い Type A き裂の下側の破面近傍ではすべり線の形成領域は狭く、 $DKI$  値が高い Type B の破面ではすべり線の形成領域は広がっていることが Fig.3 から分かる。これは単純に  $DKI$  値が高い領域では、応力集中が高く、すべり系の活動が広範囲に及ぶためといえる。ただし、光学顕微鏡の観察からは、そのすべり線がき裂先端から放出された転位によるものか、結晶内の転位源から発生したものかの区別は難しかった。

Fig.3 には低指数のすべり面と理想的な角度をプロットした。ただし、本課題で用いた試験片は  $x$ - $y$  面に対して対称な  $[111]$  と  $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$  の 2 つの等価な主すべり方向を持つため、どちらが活動しているのか判断が難しい。そのため、 $[111]$  に平行なすべり面とそのすべり面に対応する理想的な角度のみを記入した。Type B ではき裂が約  $25^\circ$  傾斜して進展していた。よって、Type B はほぼ  $(\bar{1}2\bar{1})$  のすべり帯に沿ってせん断分離の形式で進展したものと推測される。

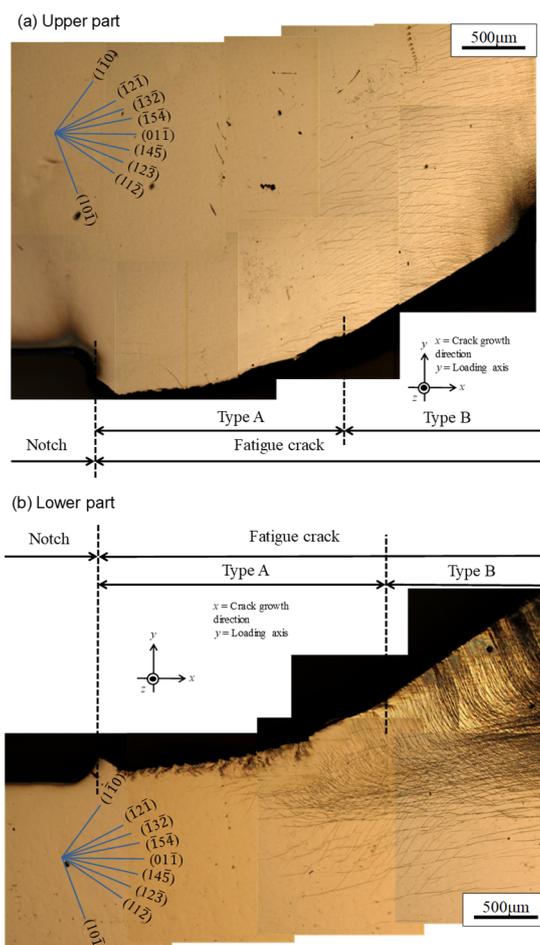


Fig.3 Optical photographs showing (a) upper and (b) lower parts of the fractured Fe-20%Cr alloy single crystal

### 3.2 破面の SEM 観察

SEM で撮影した破断した下側の試験片の破面とその破面に対応する表面を Fig.4 に示す. 一般的な多結晶材料であればき裂進展方向に対し垂直な方向に発達する線状のマーク (ストライエーション) が観察されるのに対し, 単結晶試料では典型的なストライエーションは観察されなかった. 代わりに, Type A に相当する部分の破面では切欠き方向に傾斜した Ridge 状に平行にならんだ起伏が観察された. この傾斜は[111]すべり方向に対応しており, き裂伝ば機構とすべり系との密接な関係が示唆される. 一方, Type B き裂に相当する部分の破面では, 線状痕が見られたが Type A と比べると凹凸の程度は低く, 概して平坦であった.

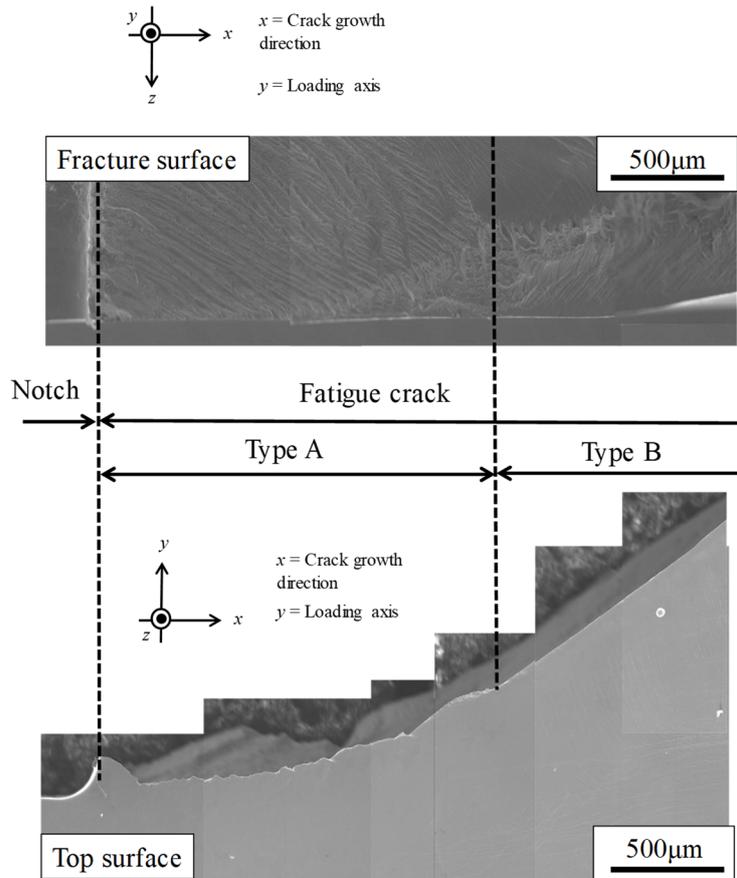


Fig.4 SEM images showing surface and fracture surface of the lower part of the single crystal specimen after the fatigue crack growth test

### 3.3 EBSD 解析 (広域)

疲労き裂伝ば試験により上下に破断した試験片の下部を低倍率で EBSD 解析した。広域の IPF マップを Fig.5, KAM 値のマップを Fig.6 にそれぞれ示す。IPF マップにおいて方位差が  $2\sim 5^\circ$ ,  $5\sim 15^\circ$ , および  $15^\circ$  以上の粒界はそれぞれ赤, 黄, および黒の線で示した。まず, 試験片は単結晶なので, IPF マップではほぼ均一の緑色である(110)面となった。しかしながら, 破面のごく近傍では方位に相当する色の変化が見られ, 小角粒界の形成も確認できた。KAM 値は破面近傍のみ値が高くなっていることが分かる。Type A き裂に相当する領域では, き裂長さが増加する (すなわち  $\Delta K_I$  が増加する) につれて KAM 値の高い範囲は広がった。一方, Type B き裂に相当する部分では  $\Delta K_I$  値が高いにもかかわらず, Type A き裂近傍に比べ, 高い KAM 値の大きさは減少しているように見える。また, Type B き裂に相当する部分では, き裂長さが増加しても KAM 値の高い範囲は広がっておらず,  $\Delta K_I$  値の関数にはなっていない。

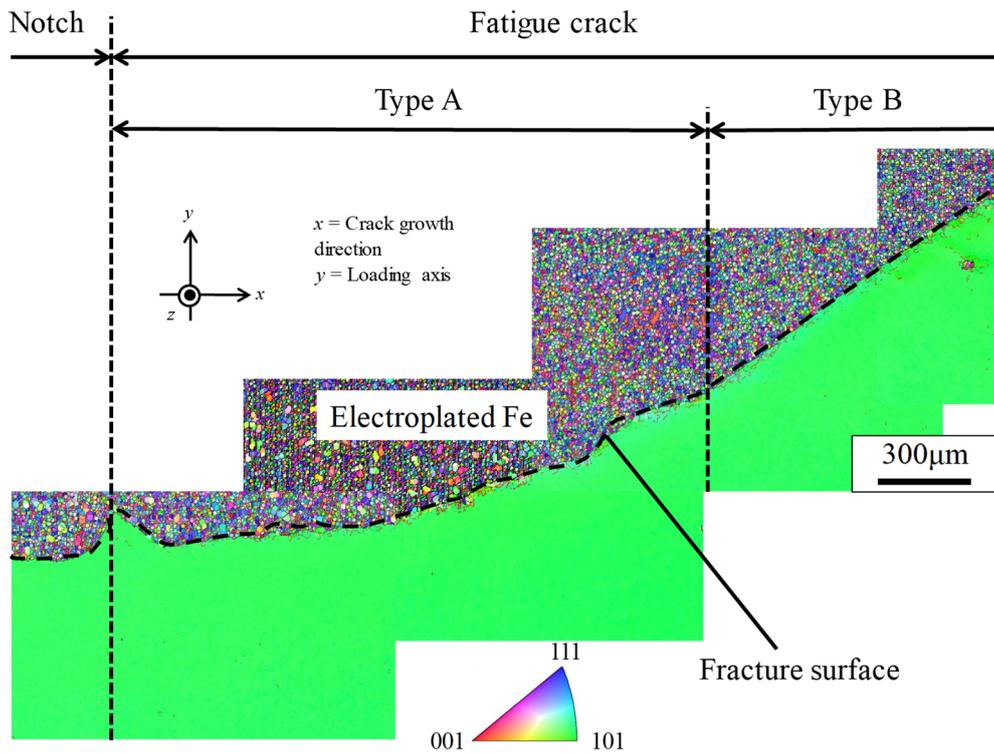


Fig.5 An IPF map of the lower part of single crystal after the fatigue crack growth test

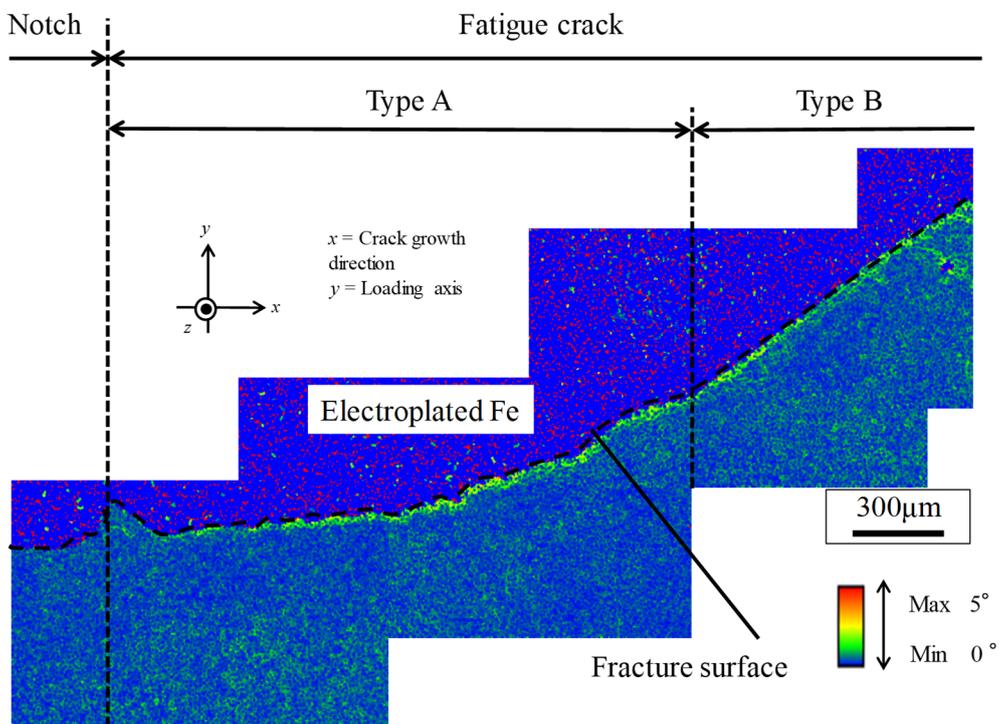


Fig.6 A KAM map of the lower part of single crystal after the fatigue crack growth test

### 3.4 EBSD 解析 (局所)

Fig.5 の広範囲の EBSD 解析では、破面近傍のみ方位差が生じていることが判明した。より詳細な方位変化を調査するために、短いステップ感覚で局所的な EBSD 解析を行った。ステップサイズは広範囲の EBSD 解析では 5 mm であったのに対しここでは 0.5 mm とした。高倍率で解析した Type A と Type B き裂近傍の IPF マップを Fig.7 および Fig.8 にそれぞれ示す。高倍率の EBSD 解析を行った領域は、広域の IPF マップ内に四角形で示した領域である。

Fig.7 に示す Type A き裂では、 $\Delta K_I$  が  $3\text{MPam}^{1/2}$  ずつ異なる複数の位置を解析した。IPF マップから  $\Delta K_I$  が最も低い領域 (a) においては色の変化は見られないが、領域 (b) では破面の近傍で方位変化が認められ、 $\Delta K_I$  が最も高い領域 (c) ではさらに方位変化している領域が拡大していた。

Type A き裂と同様に、Type B き裂においても  $\Delta K_I$  が  $3\text{MPam}^{1/2}$  ずつ異なる領域を高倍率で EBSD 解析した。 $\Delta K_I$  が最も低い領域 (d) においては、表面方位が  $\{111\}$  へと変化している箇所が確認された。領域 (e) でも方位の変化は見られたが、 $\Delta K_I$  値が高くなっているにもかかわらず領域 (d) と比べると方位変化の範囲は狭かった。領域 (f) では、帯状に方位が変化している領域が確認された。この領域では、き裂伝ば方向に沿って結晶方位が正および負の向きに交互に回転していると考えられる。領域 (g) では  $\Delta K_I$  が最も高い表面方位の変化がほとんど見られなかった。このように Type B き裂近傍では局所方位変化と  $\Delta K_I$  値との相関性は低かった。

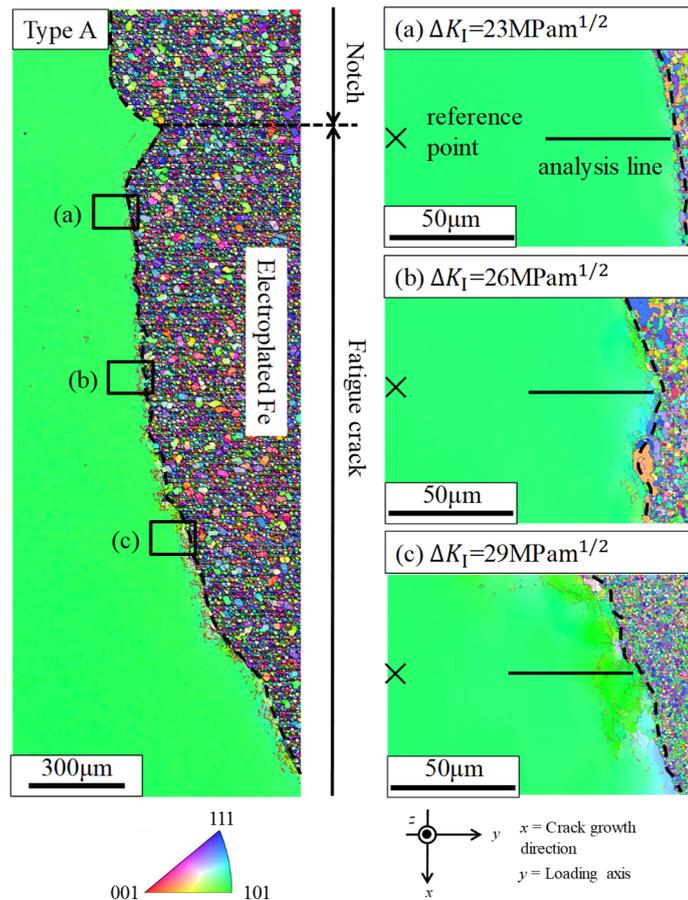


Fig.7 Local IPF maps of Type A at (a)  $\Delta K_I = 23\text{MPam}^{1/2}$ , (b)  $\Delta K_I = 26\text{MPam}^{1/2}$  and (c)  $\Delta K_I = 29\text{MPam}^{1/2}$  after the fatigue crack growth test

### 3.5 格子回転の定量的検討

破面近傍の方位変化を定量的に検討するために、Fig.7の(b)~(d)とFig.8の(d)~(g)に示すy方向に対して平行な線に沿った方位の変化を解析した。方位解析では、図内に「×」でしめした位置を単結晶試料の基準方位とした。この基準位置の結晶方位は疲労き裂伝ばの影響を受けていないと仮定している。この基準点と線上の任意の解析点の方位差を式(3)に基づいて計算した。線上の解析点の位置は、破面を原点( $r=0$ )とした。Type AとType Bき裂近傍の異なる領域(Fig.7の(b)~(d)およびFig.8の(d)~(g))での破面からの距離 $r$ と方位差 $q$ との関係をFig.9とFig.10にそれぞれ示す。

Fig.9に示すType Aき裂における方位差と破面からの距離との関係では、どの $DK_I$ 値においても、破面から十分に離

れた位置では方位差はほぼ0であるが、破面からの距離が減少するにつれて増加していることが分かる。また $\Delta K_I$ 値が増加するにつれて、同じ破面からの距離における方位差が大きくなることが分かった。この結果はFig.7のIPFマップに見られる破面近傍の表面方位の変化の傾向と一致する。

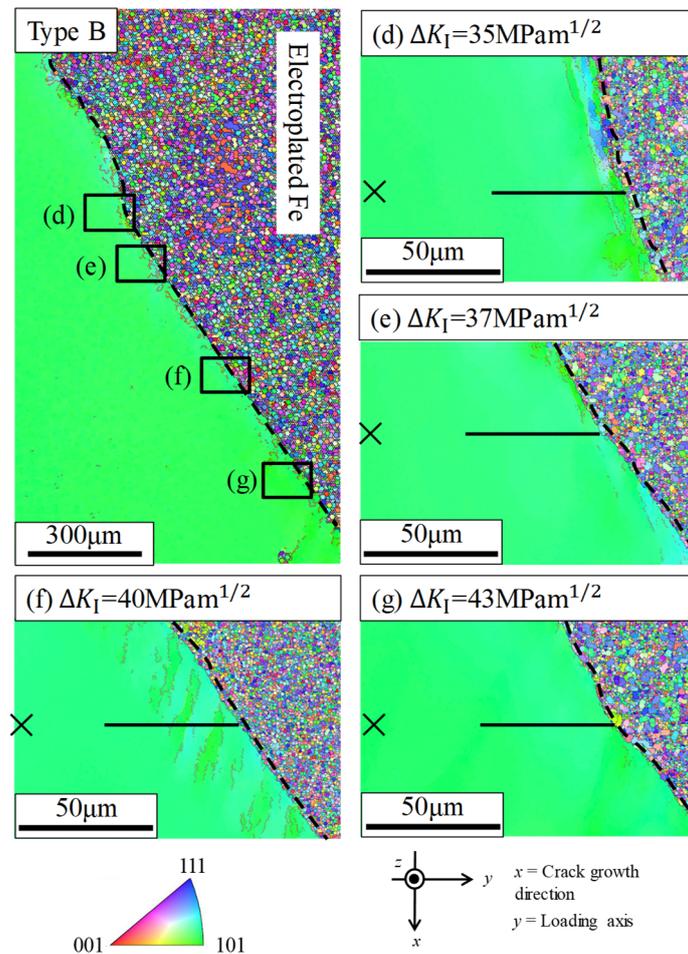


Fig.8 Local IPF maps of Type A at (a)  $\Delta K_I = 23\text{MPam}^{1/2}$ , (b)  $\Delta K_I = 26\text{MPam}^{1/2}$  and (c)  $\Delta K_I = 29\text{MPam}^{1/2}$  after the fatigue crack growth test

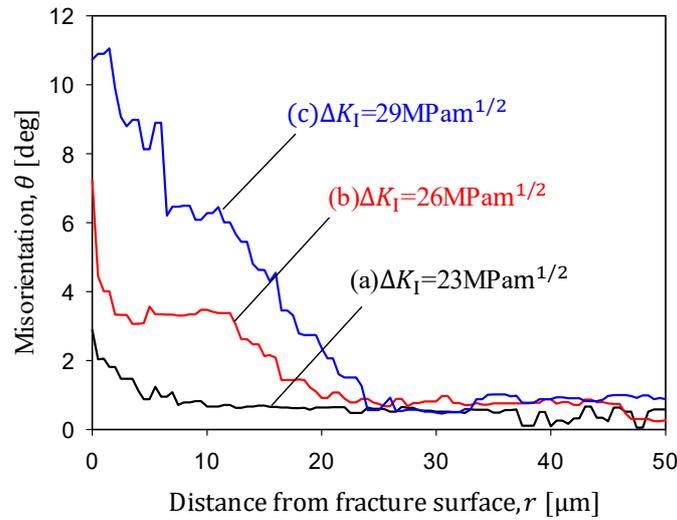


Fig.9 Misorientations from respective reference points plotted against the distance from a fracture surface in Type A crack

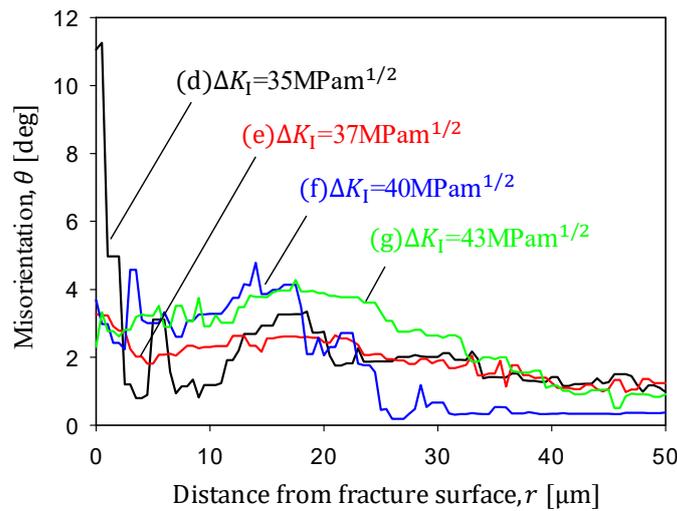


Fig.10 Misorientations from respective reference points plotted against the distance from a fracture surface in Type B crack

Fig.10 に示す Type B き裂の破面近傍における方位差の変化では、Type A き裂の近傍と同じく、破面からの距離が十分離れた位置では方位差はほぼ存在せず、疲労き裂伝ばの影響は見られなかった。DK<sub>I</sub> 値が最も低い領域(d)では、破面のごく近傍の格子回転が非常に大きかったが、格子回転が見られる範囲は約 5 μm に限定されていた。領域(e), (f), および(g)では、破面近傍の方位差は大きくなっているものの、破面からの距離の減少に対して方位差は増減していた。この挙動は、Type A き裂近傍での方位差変化の挙動とは明らかに異なっている。このような方位差の増減挙動は Fig.8(f)で見られるような帯状の方位変化

領域に対応している可能性がある。また、Type A き裂近傍では方位差は  $DKI$  値が増加するにつれて増加したが、Fig.10 に示す Type B き裂近傍ではそのような方位差の  $DKI$  値依存性は見られなかった。Type A き裂近傍の領域(c)では、例えば  $r = 10 \text{ mm}$  の位置では  $DKI=29 \text{ MPa}^{1/2}$  では約  $6^\circ$  に達していたのに対し、Type B き裂の領域(e)~(g)では  $DKI \geq 37 \text{ MPa}^{1/2}$  であるにもかかわらず、方位差は  $r = 10 \text{ mm}$  の位置での方位差は約  $3^\circ$  であった。すなわち、破面近傍の方位差は応力集中の程度だけではなく、き裂伝ばの機構にも影響を受けることが明らかになった。

### 3.6 ECCI 観察

破断した下側の試験片表面の破面近傍を ECCI 法で観察した結果を Fig.11 に示す。ただし、観察位置を示すために、低倍率で撮影した試験片表面の二次電子像も示す。ECCI 観察は Type A き裂近傍で 2箇所、Type B き裂では 1箇所を示している。

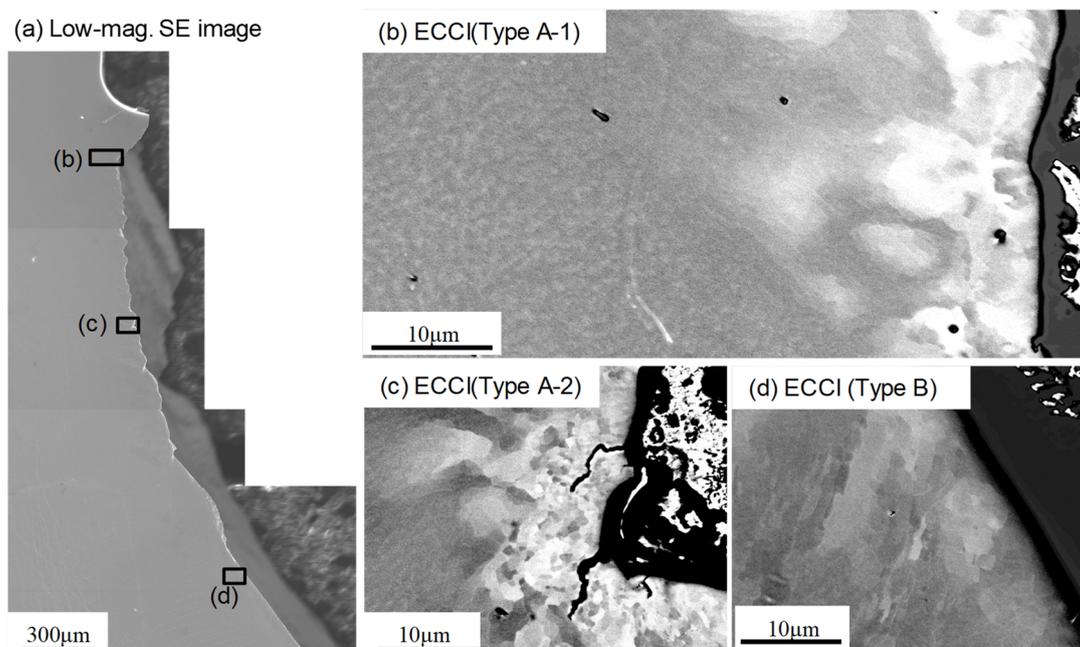


Fig.11 (a) The low-magnification SE image showing the surface of the lower part of the fractured specimen and the ECC images of the local areas of small squares located at (b)(c) Type A crack and (d) Type B crack

Fig.11(b)は、き裂伝ばが開始した直後の Type A き裂近傍における ECC 像である。Fig.11(a)に示すように、切欠きから発生したき裂の伝ば方向が急激に変化した位置に相当する。破面の近傍ではセル状の転位組織が観察される。この位置より少しき裂が進んだ領域ではこのような転位セル組織はあまり見られなかったことから、この位置で観察された転位セルはき裂伝ば方向が急激に変化したことに起因すると考えられる。このようなき裂

伝ば方向の変化にともなう転位セル組織の形成については次節で検討する。また、破面から離れた位置ではパッチ状の明るい組織が観察された。これは疲労変形させた銅などでよく観察されるベイン構造と形状や寸法が類似していることから、刃状転位の多重双極子が束状に自己組織化したベイン組織と推測される。ひずみ振幅を変化させた平滑材の転位構造観察では、低いひずみ振幅ではベイン構造が形成されるのに対し、高いひずみ振幅ではセル構造が形成される<sup>22)</sup>。線形破壊力学にしたがうとき裂先端から距離が短くなると応力が高くなる。破面近傍でセル組織が観察されたのは高い応力集中のためにひずみ振幅が増加したことから理解できる。破面から離れた領域でベイン構造が形成されたことも、破面近傍に比べてひずみ振幅が低下していることが説明できる。

Fig.11(c)は同じ Type A き裂でもき裂が長い(DKI 値が高い)位置で観察した ECC 像である。Fig.11(b)の ECC 像と比較して破面近傍の転位セル構造のコントラストが大きく、また個々のセルの径も小さくなっている。ECC 像でセル間のコントラストが高いことは方位差が大きいことに相当するので、セル壁の転位密度は Fig.11(b)に比べ高くなっていると推測される。セル壁(亜粒界)の間隔も減少していることから、Fig.11(b)に比べ転位密度は高くなっているといえる。

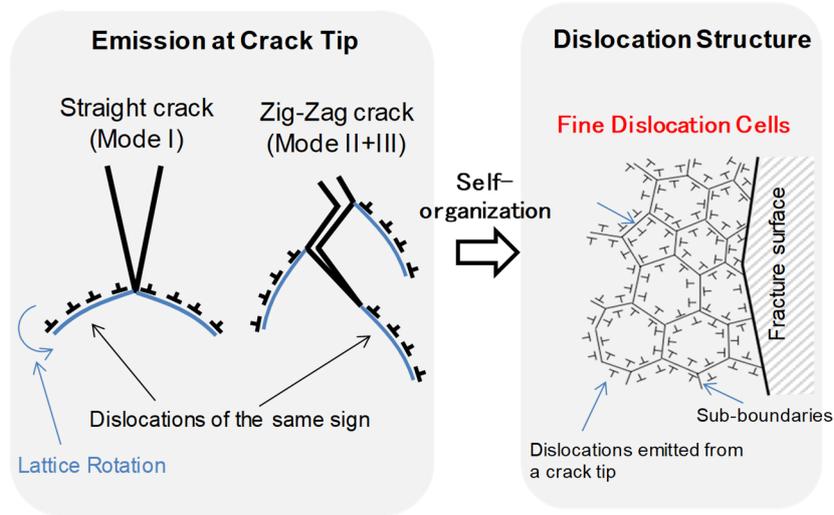
Fig.11(d)は Type B き裂近傍の典型的な ECC 像である。Type-A き裂近傍と異なり、転位セルは破面に対して傾斜した方向に伸びた形状となっている。セル壁(亜粒界)は平行に並んでいるので、単一のすべり系が活動し、それらの転位がポリゴニゼーションしたため、このような一方に伸びたセル構造が形成されたと考えられる。また、セル間の明るさのコントラストも低く、やや不明瞭な転位構造になっていたことから、この領域の転位密度は Fig.11(b)や(c)に比べ低いと推定される。

### 3.7 疲労き裂伝ばの微視的過程モデル

き裂先端から放出される転位の種類や方向はき裂のモードに依存して変化する。Mode I(開口型)のき裂ではき裂面に対し傾斜したすべり面に沿って刃状転位が先端から放出される。一方、Mode II(面内せん断型)および Mode III(面外せん断型)では、き裂面に一致するすべり面に沿って転位が放出される。Mode II および III では、刃状転位とらせん転位がそれぞれ放出されることになる。このような転位放出を考慮した微視的過程モデルを Type A と B のき裂それぞれについて検討した。Fig.12 に提案する転位放出モデルを示す。

Fig.12(a)は Type A き裂の転位放出モデルである。Type A き裂のき裂面は巨視的には荷重方向に対してほぼ垂直なので、直線的な Mode I き裂と見なすことができる。

**(a) Dislocation emission model of Type A crack**



**(b) Dislocation emission model of Type B crack.**

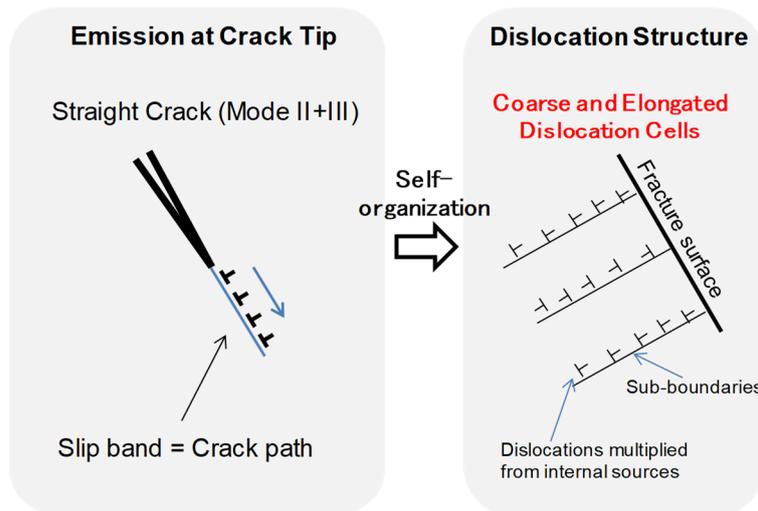


Fig.12 Schematic illustrations of dislocation emission and self-organized dislocation models proposed for Types A and B cracks

ただし、微視的には頻繁にき裂伝ば方向を変化させていたので、複数の Mode II または Mode III き裂が結合した Zig-zag 形状のき裂と考えることもできる。Mode I き裂からはき裂進展方向に対し傾斜した方向に転位が放出される。したがって、疲労によりき裂が連続的に伝ばすると、破面近傍に放出された転位が残留することになる。同符号の転位が破面近傍に分布すると、それらは Geometrically-Necessary (GN) 転位として振る舞うので、せん断ひずみの勾配(格子回転)が生じることになる。上述したように、Mode II もしくは Mode III のき裂先端からは刃状およびらせん転位がき裂面と平行に放出されることになる。Fig.12(a)に示すように、Type A き裂が複数のき裂の連結だと考えると、き裂進展方向が変更された箇所では放出された転位が破面近傍に残留することになる。この場合も、Mode I

モデルと同様にそれらの転位によって格子回転が引き起こされることになる。また、応力集中の程度が増加すると、放出される転位の数も増加することになる。Type A き裂の破面近傍では比較的大きな格子回転が検出されたこと、および  $DKI$  値の増加につれて格子回転は大きくなったこと(Fig.9)はこのモデルから説明することができる。このモデルではき裂先端から数多くの転位が放出され、それが破面近傍に残ることになる。放出された転位も引き続き繰返し負荷を受けることになるので、自己組織化が進展する。き裂伝ば中は破面近傍はき裂先端領域に相当するので、高いひずみ振幅の繰返し変形を受け、その結果 Fig.11(c)のような高密度の転位が自己組織化したと考えられる転位セル組織が形成されたと推測される。

Fig.12(b)は Type B き裂の転位放出モデルである。Type B き裂のき裂面は荷重軸方向に対して傾斜しており、微視的に見ても直線状の破面であったため、Mode II または Mode III (もしくはそれらの混合) ですべり帯のせん断分離によって進展する疲労き裂であると見なすことができる。Mode II および III 型では、転位がき裂面と平行に放出される。すなわち、放出された転位がき裂先端ですべり帯を形成しそれが分離するので、放出された転位が高密度な板状領域は疲労き裂の伝ば経路になる。そのような幾何学的な関係では、放出された転位は破面近傍には残留しない。したがって、Type A き裂とは異なり、き裂先端から放出された転位によって格子回転は引き起こされない。 $DKI$  値が高いにもかかわらず Type B き裂で格子回転の程度が低いことは、このような転位放出モデルから理解することができる。ECCI 観察で伸びたセル構造は、おそらく粒内の転位源から増殖された転位が自己組織化した結果、形成されたと考えることができる。粒内の転位源からの増殖の場合、大きな変形がなければ、正と負の転位の総数は同じになる。Type A き裂では方位差の変化が単調であったのに対し、Type B き裂では破面からの距離に対し方位差が増減していたことは、バーガースベクトルの合計は 0 に近いが、セル壁に含まれる転位の符号に偏りがあると考えることで理解できる。

#### 4. まとめ

フェライト系ステンレス鋼である Fe-20wt.%Cr 合金の単結晶を育成し、その CT 試験片を使って疲労き裂伝ば試験を実施し、破面近傍の微視的構造を EBSD 法や ECCI 法を用いて調査した。疲労き裂の形態は荷重軸に対し垂直方向に進展するもの(Type A)とすべり面に沿って進展するもの(Type B)に分類できた。Type A き裂では破面に近づくにつれて格子回転は単調に増加したが、Type B き裂では破面近傍でも格子回転が大きくなり、破面からの距離が変化すると増加もしくは減少した。Type A では $\Delta K_I$ 値が高くなるにつれて格子回転が大きくなったが、Type B ではそのような依存性はなかった。ECCI 法による転位構造の観察では、破面近傍では転位セル組織、破面から離れた位置ではベイン構造が観察でき、それらの形成はひずみ振幅の大きさの分布から理解できた。このような格子回転および転位構造は、き裂のモードによって変化する転位放出挙動によって説明するこ

とができた.

## 謝辞

本研究は、公益財団法人 JFE21 世紀財団の助成のもと実施されました。研究代表者およびその指導学生は心より感謝の意を表します。

## 参考文献

- 1) S.M. Ohr: *Mater.Sci.Eng.* 72(1985) 1-35.
- 2) J. Awatani, K. Katagiri and T. Shiraishi: *Metall.Mater.Trans.A* 7A(1976) 807-810.
- 3) P. Lukáš and L. Kunz: *Mater.Sci.Eng.* 62(1984) 149-157.
- 4) A.J. Wilkinson and P.B. Hirsch: *Micron* 28(1997) 279-308.
- 5) M. Kamaya: *Fatigue Fract.Eng.Mater.Struct* 33(2010) 94-104.
- 6) M. Kamaya and M. Kuroda: *Mater.Trans.* 52(2011) 1168-1176.
- 7) W. Ludwig, J.Y. Buffiere, S. Savelli and P. Cloetens: *Acta Mater.* 51(2003) 585-598.
- 8) S. Zaefferer, S.I. Wright and D. Raabe: *Metall.Mater.Trans.A* 39(2008) 374-389.
- 9) H.U. Hong, B.S. Rho and S.W. Nam: *Mater.Sci.Eng.A* 318(2001) 285-292.
- 10) H. Miyamoto, D. Saburi and H. Fujiwara: *Eng. Failure Anal.* 26(2012) 108-119.
- 11) M.A. Mohtadi-Bonab, M. Eskandari, K.M.M. Rahman, R. Ouellet and J.A. Szpunar: *Int. J. Hydrogen Energy* 41(2016) 4185-4197.
- 12) P. Morin, M. Pitaval, D. Besnard and G. Fontaine: *Philos. Mag.* 40(1979) 511-524.
- 13) J. T. Czernuszka, N. J. Long, E. D. Boyes and P. B. Hirsch: *Philos.Mag. Lett.* 62(1990) 227-232.
- 14) J. T. Czernuszka, N. J. Long, E. D. Boyes and P. B. Hirsch: *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.* 209(1991) 289-292.
- 15) A. J. Wilkinson, G. R. Anstis, J. T. Czernuszka, N. J. Long and P. B. Hirsch: *Philos. Mag.* A68(1993) 59-80.
- 16) B. A. Simkin and M. A. Crimp: *Ultramicroscopy* 77(1999) 65-75.
- 17) Y. Kaneko, M. Ishikawa and S. Hashimoto: *Mater.Sci.Eng.A* **400-401**(2005) 418-421.
- 18) A. Weidner, D. Amberger, F. Pyczak, B. Schonbauer, S. Stanzl-Tschegg, and H. Mughrabi: *International Journal of Fatigue* 32 (2010) 872-878.
- 19) H. Mughrabi, K. Herz and X. Stark: *Int. J. Fracture* 17(1981) 193-220.
- 20) B. Sestak, Z. Vicherkova, V. Novak, S. Libovicky and J. Bradler: *Phys.Stat.Sol.(a)* 104(1987) 79-93.
- 21) T. Yamasaki, Y. Kaneko, H. Miyamoto, S. Hashimoto and T. Mimaki: *Mater.Sci.Eng.A* **A319-321**(2001) 569-573.
- 22) H. Mughrabi: *Mater.Sci.Eng.* 33(1978) 207-223.