

Fe-Si合金における繰り返し平面曲げ疲労中の 転位下部組織の発達と疲労破壊挙動

潮田 浩作*・後藤 正治*²・小松 芳成*³・星野 明紀*⁴・竹林 重人*⁵

Evolution of Dislocation Structure and Fatigue Crack Behavior in Fe-Si Alloys during Cyclic Bending Test

Kohsaku USHIODA, Shoji GOTO, Yoshinari KOMATSU, Akinori HOSHINO and Shigeto TAKEBAYASHI

Synopsis : The evolution of dislocation structures was investigated by TEM in Fe-Si alloys with 0, 0.5 and 1.0 mass% Si during a cyclic bending test in conjunction with fatigue crack behavior. The addition of Si increased the fatigue strength. The evolution of dislocation structures was significantly influenced by the Si addition. Namely, in the steel without Si the dislocation cell structure develops, whereas in the steel with 1 mass% Si the vein structure develops which is considered to lead to increased fatigue strength. The dislocation cell structure observed in the steel without Si is postulated to be caused by the easy cross slip of dislocations during cyclic deformation, whereas the vein structure developed in the steels with Si is inferred to be caused by the difficulty in cross slip due to the decrease in stacking fault energy. Furthermore, the Si added steel shows a characteristic structure in a manner such that the dislocations are free in approximately 0.5 μm zones along grain boundaries. The examinations of the fatigue fracture surface revealed that the transgranular fracture takes place in steel without Si, whereas in steel with 1 mass% Si many intergranular cracks were observed just beneath the top surface. The intergranular cracks in the 1 mass% Si steel were thought to be caused by the fact that a) strains are dispersed within grains owing to the vein structure and b) micro cracks are initiated and propagated along grain boundaries due to the dislocation free zones.

Keywords : Fe-Si alloy; fatigue; fracture; dislocation structure; cell; vein; ladder; labyrinth; grain boundary; stacking fault.

1. 緒言

自動車や船舶などの構造体には、軽量化による効率向上と安全の両立が求められる。鋼材の高強度化はこれらを両立する有用な手段である^{1,2)}。高強度化による疲労特性の向上に関しては従来から多くの取り組みがなされている³⁻⁵⁾。例えば乗用車のホイールディスクにおいては、590 MPa級の二相(Dual Phase)組織からなる高強度鋼板が使用されている⁵⁾。Dual Phase鋼板は、Siで固溶体強化されたフェライトと硬質第二相であるマルテンサイトからなる組織を有するが、フェライトが繰り返し硬化することすなわち微細な転位セル組織が発達することおよび硬質相が疲労クラックの迂回効果をもつことが、疲労特性向上の原因と考えられている⁵⁾。一般的に、鋼材の強化機構と疲労挙動との関係は極めて重要であるが、実用鋼の場合には二つ以上の強化機構が混在するため、機構については必ずしも明確でない。また、機構を解明するにあたっては、素過程である転位下部組織の発達の観点から疲労破壊挙動を論じることが重要である。

そこで、本研究においては、固溶体強化元素として多用されるSiに注目し、極低炭素鋼およびTi添加極低炭素鋼にSiを含有させたFe-Si 2元合金を用いて、平面曲げ疲労試験を行い、転位下部組織の発達と破壊挙動との関係を基礎的に研究した。従来の研究においては、Fe中のSiは積層欠陥エネルギーを低下させるので交差すべりが難しくなり^{6,8-10)}、疲労試験時の転位下部組織は転位がplanarな配列をした飽和組織を形成すると言われている⁹⁾。しかし、転位挙動に関する多くの研究は引張試験をベースにしており、繰り返し疲労試験時の挙動については報告例が少ない。一方、BCC金属の疲労亀裂先端での転位挙動に関しては1960年代に多くの力学的な見地からの研究があり、疲労限は本質的にらせん転位の挙動と関係が深いと言われている¹¹⁾。最近では、Fe-Si合金の疲労亀裂が粒界と相互作用し分枝するモデル¹²⁾や純鉄をベースにした低温での疲労試験において亀裂の発生に及ぼす侵入型固溶元素、初期組織や温度の影響を転位挙動から考察する研究例¹³⁾があるが、多くはないように思われる。このような中、Fe-Si単結晶を使い、繰り返し変形中の転位構造の発達を結晶学的に詳

平成20年2月21日受付 平成20年4月3日受理 (Received on Feb. 21, 2008; Accepted on Apr. 3, 2008)

* 新日本製鐵(株)技術開発本部 (Technical Development Bureau, Nippon Steel Corp., 20-1 Shintomi Futtsu 293-8511)

* 2 秋田大学大学院工学資源研究科 (現: 秋田大学名誉教授, 秋田大学付属鉱業博物館研究員) (Graduate School of Engineering and Resource Science, now Professor Emeritus, Akita University)

* 3 秋田大学大学院工学資源研究科 (Graduate School of Engineering and Resource Science)

* 4 秋田大学大学院工学資源研究科 (現: (株)フルヤ金属) (Graduate School of Engineering and Resource Science, now Furuya Metal Co., Ltd.)

* 5 新日本製鐵(株)鉄鋼研究所 (Steel Research Labs, Nippon Steel Corp.)

細に検討した例がある^{14,15)}。しかし、転位下部組織の発達と疲労破壊挙動とを関連付けて論じた研究は低炭素鋼について詳しい報告があるが³⁾、本研究のようにSi量や応力レベルを系統的に変化させて論じた研究は少ないようである。

そこで本研究では、単純な多結晶Fe-Si 2元合金を用いて疲労試験を行い、転位下部組織の発達を透過型電子顕微鏡により系統的かつ詳細に追跡することに注力した。さらに、下部組織の発達と疲労破壊挙動との関係を明確にすることを試みた。

2. 実験方法

疲労試験に供した試料は、Table 1に示す化学組成から成るFe-Si 2元合金である。高純度極低炭素鋼(ULCと略称)およびTi添加極低炭素鋼(Ti-IF)をベースにSiを無添加、0.5 mass% (以下%と略記)添加および1.0%添加した実験室真空溶解鋼を出発材として、熱間圧延、冷間圧延そして焼鈍の工程により試料を作製した。熱間圧延は、厚さ40 mmから4.5 mmまでオーステナイト域で圧延し、950°Cで仕上げた後700°Cの炉に1時間保定後試料を取り出し室温まで空冷した。両面を研削し4.0 mm厚とした後、1.0 mm厚まで冷間圧延した。焼鈍はソルトバスによる800°C-60 sの熱処理を基本としており、再結晶組織が得られる。Ti-IFでは侵入型固溶元素はTi·(C,N)として固定されておりInterstitial Freeであるが、ULCでは炭素は固定されておらず固溶炭素が残存する。また、Ti-IFではTi·(C,N)が結晶粒の細粒化効果をもつ。すなわち、ULCの場合にはSi無添加材(ULC1)の平均結晶粒径が47 μm、0.5% Si材(ULC2)

で44 μm、1% Si材(ULC3)で34 μmであったのに対し、Ti-IFは細粒でありSi量に依存せず、Si無添加材で24 μm (Ti-IF1)、0.5% Si材で20 μm (Ti-IF2)、1% Si添加材で21 μm (Ti-IF3)であった。

厚さ1 mmの焼鈍した試験片を軽酸洗した後、疲労試験に供した。疲労試験機は、振幅一定型平面曲げ疲労試験機(振幅: 0~±4 mm)である。動的歪計を用いて曲げモーメント(M)を実測し、 $\sigma=6M/(b \cdot t^2)$ の関係から公称応力(σ)を求めた。ここで、 b : 板幅(mm)、 t : 板厚(mm)である。試験片に加わる付加応力の周波数は7 Hzである。本研究では負荷応力は試料の降伏応力以上で、かつ塑性変形を経て破断にいたるまでの応力域をとることとし、応力比 $R=-1$ で応力振幅を160~380 MPaの範囲で制御した。また、 $1 \times 10^3 \sim 1 \times 10^7$ のサイクル領域で曲げモーメントが飽和値から50%低下したところを破断と定義し試験を終了した。引張試験および平面曲げ疲労試験に供した試験片形状をFig. 1に示す。また、破断した試験片から光学顕微鏡やTEMによる組織観察に供する試料を作製した。本研究においては、疲労試験時の転位下部組織の発達をTEMにより詳細に調査することを特徴とした。用いたTEMはJEM-2010 (加速電圧200 kV)である。TEMによる転位下部組織の観察においては、場所による組織の不均一性に十分注意を払った。特に、下部組織に及ぼすSi量の影響のみならず初期結晶粒界や観察粒の結晶方位あるいは析出物の影響にも留意しながら多くの視野を観察し、客観的事実を引き出すようにした。

疲労破壊した試験片の破面をSEMで観察した。観察用試料には、曲げモーメントが飽和値から50%低下した時点で疲労試験を停止し、大気中で引張破断させたものを使用した。その際、疲労破面の板厚中央部には引張による延性破面が見られる場合があるので、これに注意して観察した。また、疲労クラックの発生・伝播挙動を、試験片表面から入ったクラック長を表面からの深さを変数にSEMを用いて測定することにより評価した。

3. 実験結果

3.1 引張試験結果

供試材の代表的な公称応力-公称歪曲線をFig. 2に示す。降伏強度(YS)については、降伏点伸びが発生した材料で

Table 1. Chemical compositions of steels used for fatigue test (mass%).

Steels	C	Si	Mn	P	S	Al	Ti	N
ULC1	0.0024	<0.001	<0.001	<0.001	0.0002	0.0360	-	0.0015
ULC2	0.0014	0.4900	0.0045	<0.002	0.0001	0.0460	-	0.0011
ULC3	0.0027	0.9900	0.0049	<0.002	0.0001	0.0450	-	0.0009
Ti-IF1	0.0025	0.0021	<0.001	0.0013	0.0005	0.0460	0.0360	0.0007
Ti-IF2	0.0023	0.4800	<0.001	0.008	0.0005	0.0460	0.0360	0.0006
Ti-IF3	0.0032	0.9600	<0.001	0.0009	0.0005	0.0440	0.0360	0.0008

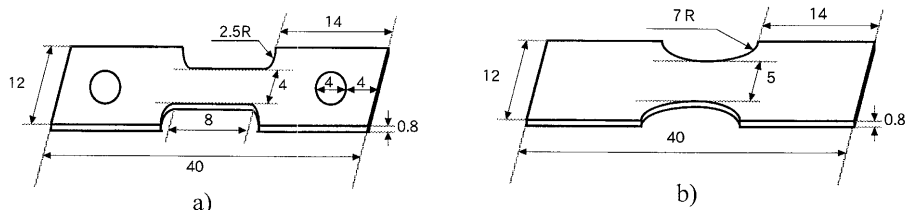


Fig. 1. Shapes and dimensions of the specimens used for (a) tensile and (b) fatigue test (mm).

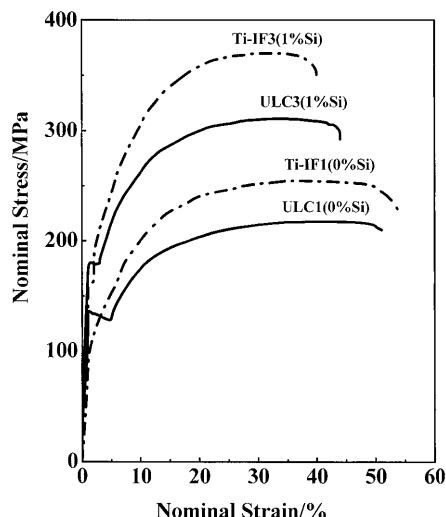


Fig. 2. Stress-strain curves of the specimens of ULC and Ti-IF with and without Si addition.

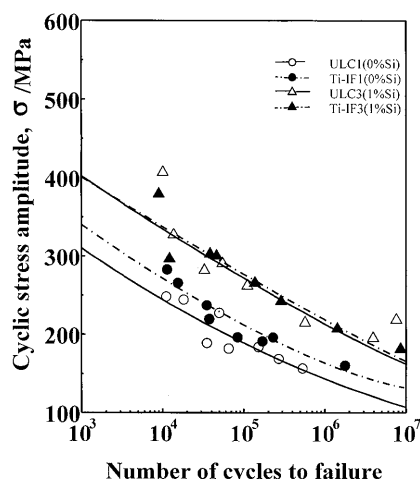


Fig. 3. Influence of Si and Ti addition on S-N curves.

は下降伏点強度，発生しなかった材料では0.2%耐力と定義した。各種材料の降伏強度/引張強度(MPa)は次の通りである。ULC1:127/218，ULC3:178/311，Ti-IF1:90/254，Ti-IF3:159/370である。Ti添加の有無によらず，Si添加によりYSもTSも上昇するが，特にTSの上昇が著しい特徴がある(Fig. 2)。すなわち，Si添加は加工硬化率を著しく上昇させていることが示唆される。

3・2 疲労試験結果

疲労試験結果の例として，S-N曲線をFig. 3に示した。疲労強度は両鋼種に共通してSi添加とともに著しく向上することが明らかである。向上代は，ULC鋼のほうが大きい。すなわち，Si無添加材では，結晶粒が微細なTi-IF1方がULC1より高疲労強度である。一方，1% Si添加材では，Ti-IF3とULC3の疲労強度はほぼ同程度であった。この場合には両鋼において結晶粒径の差が縮まり，一方では固溶炭素がULC3のみに存在することが原因として推察される。

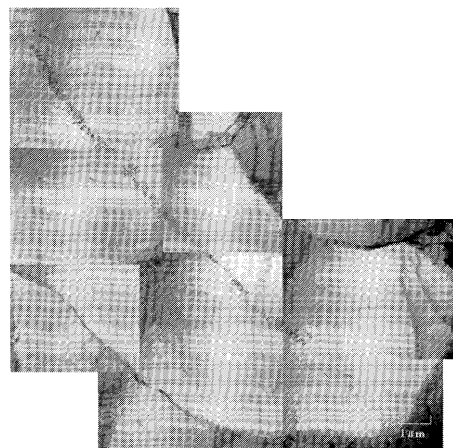


Fig. 4. TEM micrograph of Ti-IF1 (0% Si) tested under a low stress amplitude showing the stage of cell structure formation with a relatively large size of 5~10 μm near the top surface ($\sigma=162.8\text{ MPa}$, $N=1,673,800$).

いずれにしても，固溶Siは加工硬化を通してTSを著しく上昇させたが，同時に疲労強度も次節で述べるように転位下部組織の変化を通して向上させたものと予想される。

3・3 転位下部組織の発達

3・3・1 0% Si鋼の場合

(1) 低応力疲労

低応力レベルで疲労試験した材料の転位下部組織をTEMで注意深く観察した。Ti-IF1に応力振幅163 MPaを1,673,800回繰り返した後の転位下部組織をFig. 4に示す。転位下部組織は均一ではなく，5~10 μm の比較的大きなセル構造を呈した。写真中央は，セルが形成されはじめている所を示す。また，セル内にはほとんど転位が無い。同一試料の別視野では，上記と比較して微細なセルが観察されるところもあり，セル組織は不均一であった。また，Ti添加により結晶粒は微細化したが，転位下部組織に明確な差は認められなかった。

(2) 中応力疲労

応力レベルが223 MPaと上昇すると，セル組織が明確になり，セルサイズが小さくなった。Fig. 5a)は，セル幅が4~5 μm の細長いセルを示す。また，Fig. 5b)は，セル境界の形成途上段階と推察される状況を示す。この場合にも，Ti添加の有無による下部組織の差は認められなかった。

(3) 高応力疲労

応力レベルをさらに増加させ268 MPaとした場合には，セル構造が更に発達し，また微細な3~4 μm のセル組織となった。一つの結晶粒においてセル壁を越えてそれぞれのセル内の方位を測定してもほとんど変化しないことを確認した。したがって，セル壁は方位差の小さい境界と考えられる。Fig. 6a)~e)は，観察視野を広げ，種々の板面方位を持つ結晶粒に形成されたセル構造を示す。結晶方位によって，方位差の小さいセル壁の幅が異なる箇所も見られたが，セル組織が大きく異なることはなかった。単結晶を用いた

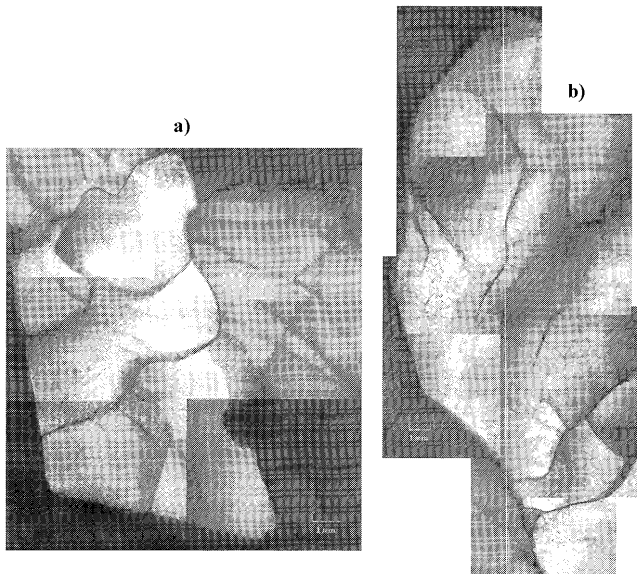


Fig. 5. TEM micrographs of Ti-IF1 (0% Si) tested under a middle stress amplitude showing dislocation structures near the top surface ($\sigma=222.7$ MPa, $N=36,300$). (a) The cell structure with a reduced size of $4\sim5\ \mu\text{m}$, (b) the stage of forming cell walls.

過去の研究では方位により下部組織が異なることは良く知られており、多結晶による本実験では方位の影響が転位セル組織には反映されなかったものと考えられる。Fig. 7に粒界3重点を含む各結晶粒におけるセル構造を示す。この場合には、転位コントラスト条件が結晶粒でほぼ同じであることから、たまたまIF鋼の特徴として認められているように板面方位が同じであった可能性がある。図から、セル構造は初期結晶粒界を境に不連続になっていることが明らかである。すなわち、結晶粒ごとに独自にセルが形成され、セルは結晶粒界でブロックされているものと推察される。この場合にも、Ti添加の有無による下部組織の明確な差は認められなかった。

3・3・2 0.5% Si鋼の場合

Ti添加の有無で下部組織に有意な差は認められなかったため、この場合にはULC2 (0.5% Si)の観察結果を代表として以下に示す。

(1) 低応力疲労

ULC2に低応力振幅189 MPaを498,000回繰り返した後のTEM観察結果を、Fig. 8に示す。この場合には、0% Si材

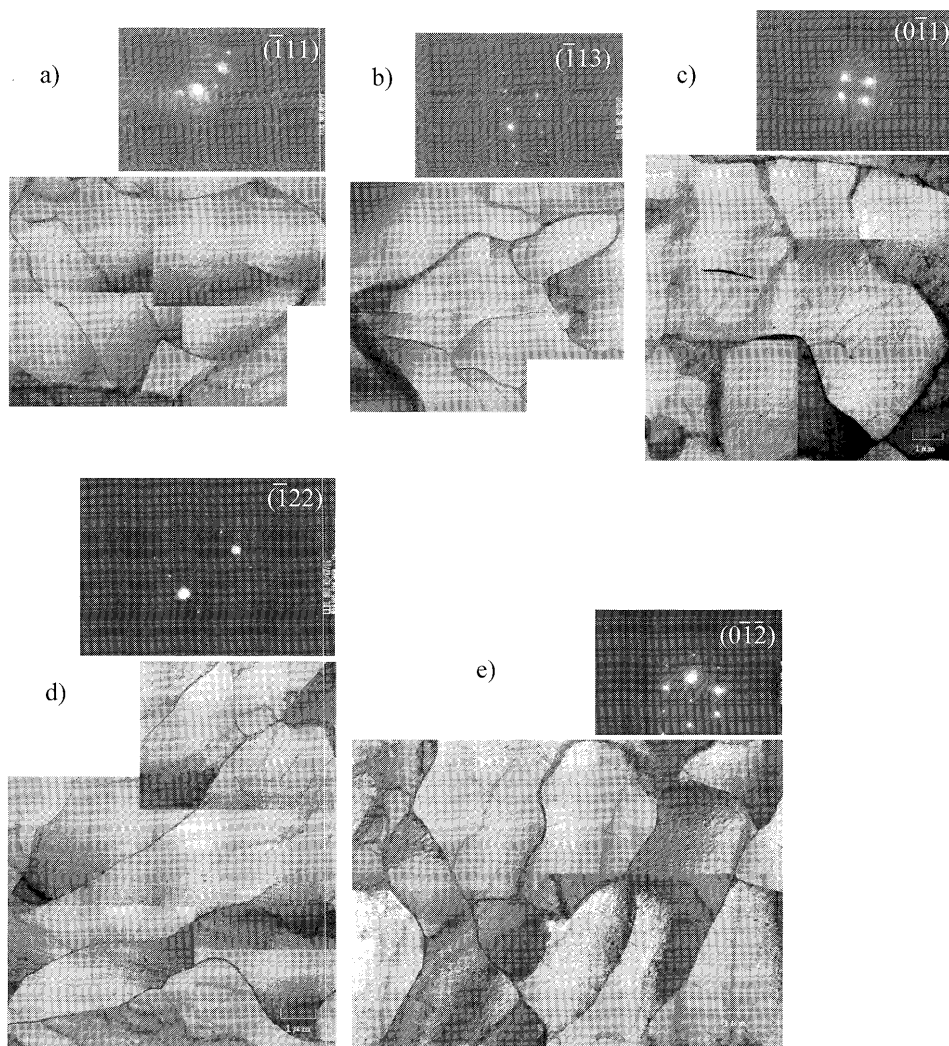


Fig. 6. TEM micrographs of Ti-IF1 (0% Si) tested under a high stress amplitude showing $3\sim4\ \mu\text{m}$ relatively fine cell structures developed in grains with various orientations near the top surface ($\sigma=267.8$ MPa, $N=15,100$).

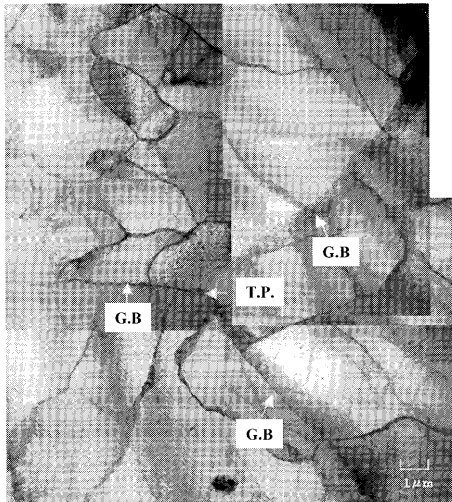


Fig. 7. TEM micrograph of Ti-IF1 (0% Si) tested under a high stress amplitude showing the cell structures developed in the vicinity of grain boundaries (G.B.) and triple point (T.P.) ($\sigma=267.8$ MPa, $N=15,100$).



Fig. 8. TEM micrographs of ULC2 (0.5% Si) tested under a low stress amplitude showing dislocation bundles near the top surface ($\sigma=189.3$ MPa, $N=498,000$).

と比較しセル境界が不明確となり、結晶粒内の所々に転位が束状に寄せ集まってできた転位の集合体が認められ始める特徴があった。

(2) 中応力疲労

ULC2に中応力振幅222 MPaを41,300回繰り返した後のTEM観察結果をFig. 9に示す。この場合には、約6~10 μmの比較的大きめのセル構造を示す領域が存在する一方、Fig. 9に示すように約1.5 μm間隔に並んだ転位の束状集合体（ベイン (vein) 構造）からなる領域と厚さ約0.1 μm程度の転位壁が約2 μmほどの間隔を保ちながら周期的に配列する領域とが混在しているのが認められた。後者については後に議論するが、転位のラダー構造^{7,16)}とラビリンス

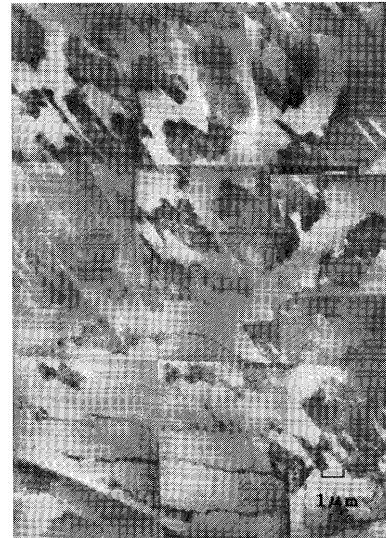


Fig. 9. TEM micrographs of ULC2 (0.5% Si) tested under a middle stress amplitude showing the vein structure and the periodically arranged dislocation wall structure near the top surface ($\sigma=221.8$ MPa, $N=41,300$).

(labyrinth) 構造^{14,17-21)}の可能性がある。

(3) 高応力疲労

ULC2に高応力振幅251 MPaを39,700回繰り返した後のTEM観察結果をFig.10に示す。この場合には、a)に示すようなセルが発達したように見える構造（約1 μm）をもつ領域とb)に示すようなベイン構造（約1 μm間隔）と周期的に転位壁が配列した構造（約1 μm間隔）とが混在する領域が認められた。周期的転位壁構造の境界付近には束状転位のベイン構造が見られた。また、ベイン構造が発達した結晶粒内に、周期的転位壁構造が多く観察された。

3・3・3 1% Si鋼の場合

この場合にもTi添加の有無で下部組織に有意な差は認められなかったので、Ti-IF3 (1% Si)の観察結果を代表例として以下に示す。

(1) 低応力疲労

Siが1%添加されると、転位下部組織に大きな変化が認められた。Ti-IF3に応力振幅210 MPaを1,353,200回繰り返した後の転位下部組織をFig.11に示す。この場合には、直線的な転位がほぼ均一に分散し、所々で絡み合っている様子がうかがえる。

(2) 中応力疲労

Ti-IF3において、応力レベルを268 MPaに増加して129,600回繰り返した後の転位下部組織をFig.12に示す。低応力の場合に均一に分散した転位は応力の増加に伴い寄せ集まり、0.5% Si鋼においても見られたような束状転位からなるベイン構造を形成する。束状転位領域と転位が存在しない領域（約0.3~1 μm幅のチャンネル）が混在した組織を形成し、その間隔は約1 μmであった。転位セル構造は見られない。また、初期結晶粒界に沿った約0.5 μm

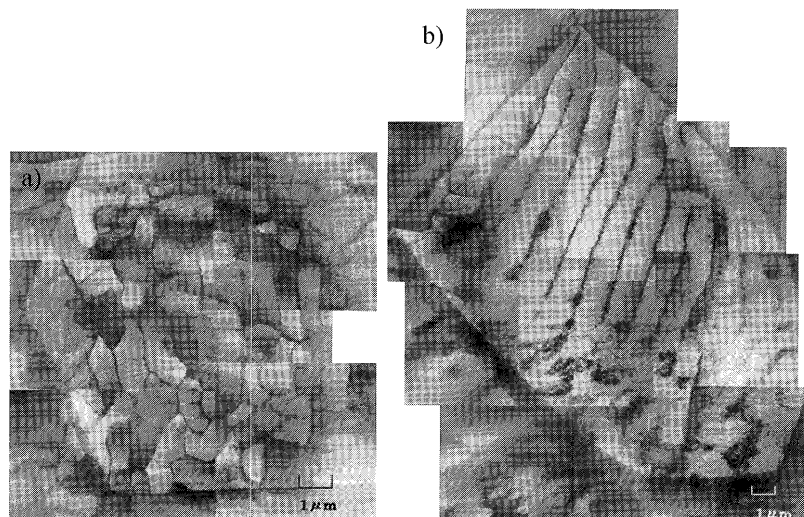


Fig. 10. TEM micrographs of ULC2 (0.5% Si) tested under a high stress amplitude showing (a) the well developed cell-like structure and (b) the periodically arranged dislocation wall structure coexisting with the vein structure near the top surface ($\sigma=251.4$ MPa, $N=39,700$).

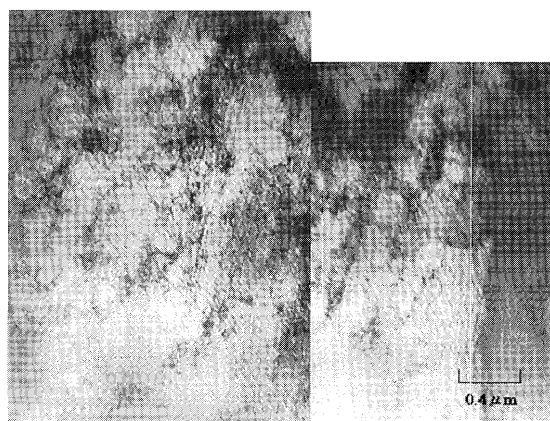


Fig. 11. TEM micrographs of Ti-IF3 (1% Si) tested under a low stress amplitude showing planar dislocation structures near the top surface ($\sigma=210.0$ MPa, $N=1,353,200$).

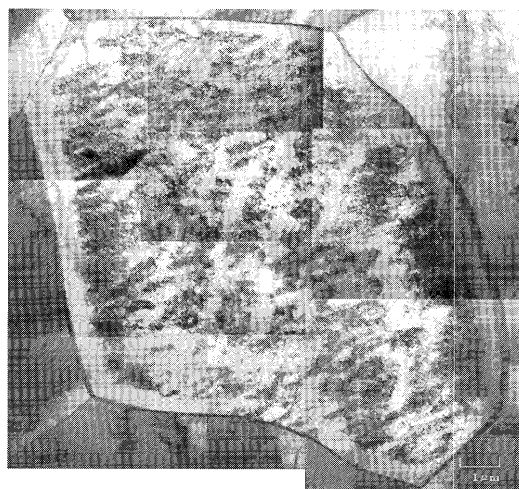


Fig. 12. TEM micrographs of Ti-IF3 (1% Si) tested under a middle stress amplitude showing development of the vein structure near the top surface ($\sigma=267.8$ MPa, $N=129,600$).

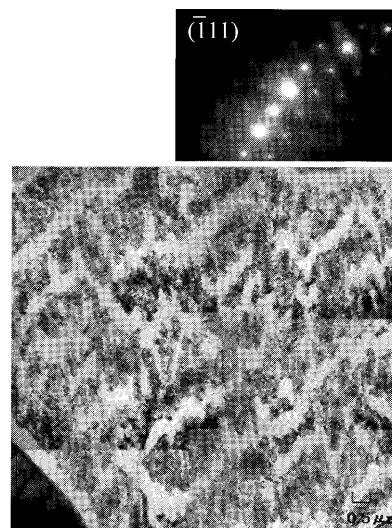


Fig. 13. TEM micrographs of Ti-IF3 (1% Si) tested under a high stress amplitude showing development of the vein structure near the top surface ($\sigma=305.3$ MPa, $N=35,600$).

の近傍領域においては転位が存在しない特徴的な組織が認められた。また、Fig.12の中心の結晶粒においては、隣接する全ての粒界近傍においてこのような組織が観察されたことは注目される。

(3) 高応力疲労

応力レベルをさらに増加させ305 MPaで35,600回繰り返した後のTi-IF3の転位下部組織をFig.13に示す。典型的なベイン構造を呈し、束状転位は伸びて隣接する束状転位とお互い結びつきながら約0.5~1.0 μmの一定間隔で横並びした。転位が存在しないチャンネル幅は約0.5 μmである。この場合にも、粒界近傍に転位が存在しない領域が認められた。Ti-IF3を応力振幅381 MPaで8500回繰り返した後は、Fig.14に示したような転位壁が周期的に配列した構造

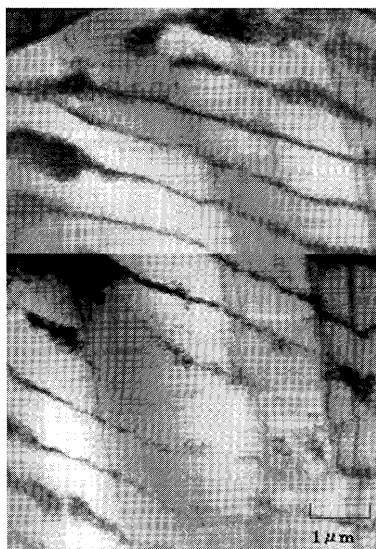


Fig. 14. TEM micrographs of Ti-IF3 (1% Si) tested under a high stress amplitude showing development of the periodically arranged dislocation wall structure near the top surface ($\sigma=380.9$ MPa, $N=8,500$).

もベイン構造の中に見られた。転位壁の厚さは $0.1\mu\text{m}$ であり、約 $1\mu\text{m}$ の間隔をもって配置する。1% Si 鋼においては、0% Si 鋼や 0.5% Si 鋼において一部の結晶粒で見られたセル構造は、全く見られなかった。高応力疲労においては、転位下部組織の場所的ばらつきが低応力の場合と比較すると小さくなる傾向を確認した。

3・4 疲労破面の観察

表面から疲労破壊した破面を SEM で観察した。試料は、0% Si 鋼および 1% Si 鋼であり、応力レベルは低および高応力の 2 水準である。観察結果を Fig.15 に示す。ここで、Ti 添加の有無により定性的に破面が異なることは無かったので、Ti 添加鋼について述べる。Ti-IF1 (0% Si) においては、Fig.15a) および b) に示すように、応力レベルによらずに破面に筋状組織が数多く観察された。これらは主亀裂の拡大方向に対して垂直に並んだ筋状組織と見られ、結晶粒内で亀裂が進行したことによって形成されたと思われる。一方 1% Si 鋼においては、Fig.15d) に示したように高応力下で疲労試験に供すると最表面付近において多くの明確な粒界割れが確認された。

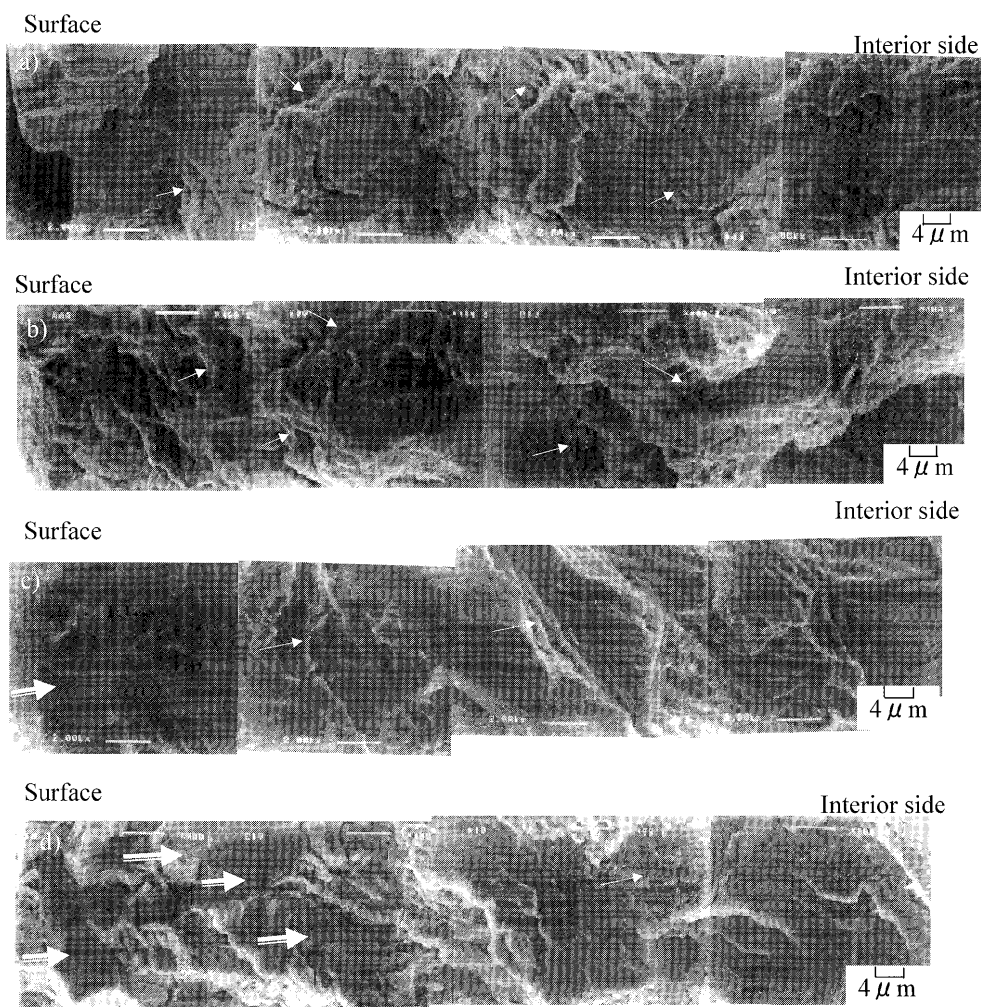


Fig. 15. SEM images showing the fatigue fractured surfaces in the specimens tested in (a) Ti-IF1 (0% Si) under a lower stress amplitude (174.1 MPa), (b) Ti-IF1 under a high stress amplitude (267.8 MPa), (c) Ti-IF3 (1% Si) under a lower stress amplitude (242.2 MPa), (d) Ti-IF3 under a high stress amplitude (364.2 MPa). Single arrows ($\rightarrow$) show striations on fractured surfaces and double arrows ($\Rightarrow$) in (c) and (d) show the grain boundary fractured surface.

4. 考察

4.1 下部組織の発達と鋼中Siについて

繰返し平面曲げ疲労試験中の最表層における転位下部組織の発達はSi添加の影響を著しく受け、Fig.16に示した高応力レベル下での転位組織の3次元表示に代表されるように、Si無添加鋼の場合には方位差の小さい境界からなる転位セル構造を持つのに対し、1% Si添加鋼では束状転位からなるペイン構造を呈する。特に、すべり面 $\{011\}$ 上の転位が最も拡がっているのが確認できる。また、厚さ約 $0.1\mu\text{m}$ の転位壁が約 $1\mu\text{m}$ 間隔で周期的に配列する構造も別視野において確認された。

繰返し疲労中の転位組織の発達は、全繰返し中の数%の間につくりあげられてしまい、繰返し数の増加とともに、飽和組織に近づくと言われている⁶⁾。飽和組織は、本研究でも明らかなように、繰返し応力の振幅や材料パラメータに依存する。本研究においては、材料パラメータの中でも特にSi添加の影響が著しく大きかった。

交差すべりの難易度は、積層欠陥エネルギーにより支配され、鋼へのSi添加は積層欠陥エネルギーを低下させ、交差すべりが困難となることが知られている^{6,8-10)}。すなわち、Si無添加鋼はほぼ純鉄組成であり積層欠陥エネルギーが比較的高く、転位は繰返し応力下で交差すべりを行い安定な転位セル構造を形成し、セル壁に配列して方位差の小さい境界を作ると考えられる。一方、Siを添加すると積層欠陥エネルギーが低下するので、交差すべりが困難となる。その結果、転位は主すべり面から離れることができず、転位が束状となったvein構造を中心とした組織を形成したものと推察される。また、本研究において、0.5% Si鋼および1% Si鋼の中～高応力振幅疲労試験で観察されたペイン構造の中に見られる転位壁が周期的に配列する組織は特筆に価する。このような転位構造は、Cu単結晶で確

認された主すべり系のみ活動により形成されるラダー組織と類似しているが^{7,16)}、Fe-3%Si合金¹⁴⁾やFe-25%Cr合金¹⁷⁾あるいはCu¹⁸⁻²⁰⁾においても報告されている二つ以上のすべり系が同時に活動して形成されるラビリンス組織の可能性も高い。Turenneら²¹⁾は各種金属に見られるラビリンス組織について2つのすべり系が活動して形成されるモデルを提案し、実験結果を説明している。本研究においても、例えばFig.10に示したように同一試料内に転位壁が周期的に配列した組織とセル状の組織が混在して見られた。Cuにおいても同様の報告例^{18,20)}があり、本質的にラビリンス組織の可能性がある。また、Fig.13に示した転位組織は転位壁が必ずしも明瞭ではないが、ラビリンス組織に良く見られるお互い直交した転位壁から成っているようにも見える^{19,20)}。本研究においては、転位組織の判別や形成機構を解明する上で必須となるすべり面やすべり方向と転位壁との結晶学的関係を明らかにしておらず、今後の課題とした。

転位下部組織の発達と初期結晶粒界との関係については、以下のことが確認された。1) Si無添加鋼では、初期結晶粒界によってセル構造はシャープにブロックされている。2) 一方、Si添加鋼においては、隣接する全ての初期結晶粒界に沿って約 $0.5\mu\text{m}$ 近傍に低転位密度領域が存在する。Si添加鋼では、交差すべりが許されず単一すべり面上に沿って移動する転位は結晶粒界と相互作用し消滅した結果、転位密度が低下したものと推察した。加工に伴う初期結晶粒界近傍での局所的な軟化は、純鉄を冷間圧延した後においても報告されているが²²⁾、転位と結晶粒界との相互作用機構の解明には今後の更なる研究が必要である。

転位飽和組織は、繰返し応力レベルによっても変化することが本研究によって明らかとなった。Fig.17に示すようにセル構造の場合にはセル幅が、ペイン構造の場合には

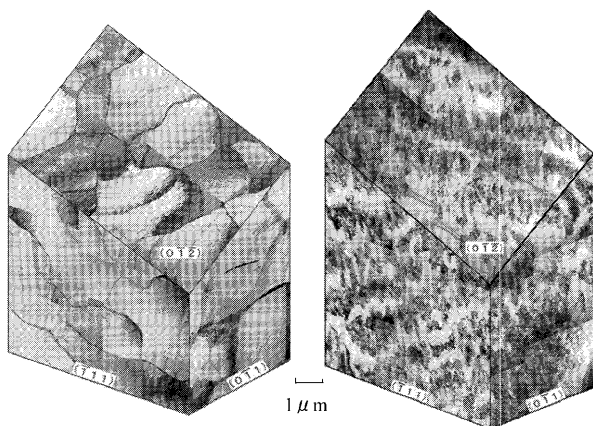


Fig. 16. Three dimensional representation of dislocation structures of specimens tested under a high stress amplitude of (a) Ti-IF1 (0% Si) ($\sigma=267.8\text{ MPa}$, $N=15,100$) and b) Ti-IF3 (1% Si) ($\sigma=305.3\text{ MPa}$, $N=35,600$).

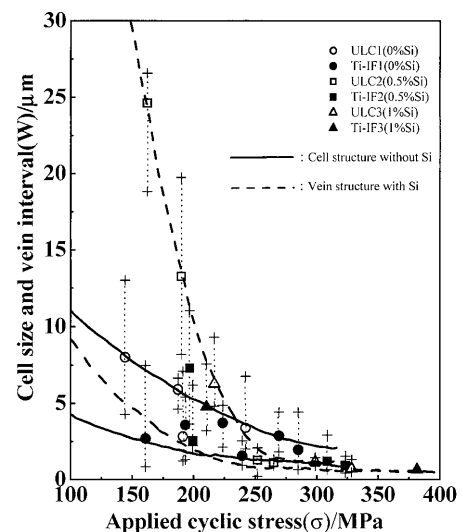


Fig. 17. Influence of Si addition on the cell size and vein interval in dislocations structures as a function of applied cyclic stress.

ベイン幅が応力とともに変化した。すなわち、セル幅は、低応力から中応力にかけてばらつきはあるが $5\sim 8\mu\text{m}$ と比較的大きく、高応力になると明確なセル組織が発達しその大きさも $2\sim 3\mu\text{m}$ ほどの比較的均一微細なものとなった。一方、ベイン幅は、低応力において大きくばらつくが、中応力になると転位の束状化が始まり、高応力になると均一な $0.5\sim 1\mu\text{m}$ ほどのベイン幅に収束した。また、チャンネル幅も約 $0.5\mu\text{m}$ 程度となった。繰返し変形中の転位組織の発達と応力との関係については、実験と理論の両面からCuを中心に多くの検討がなされている²³⁻²⁵⁾。周期的な転位壁組織を持つ材料の繰返し変形応力(τ)は、チャンネルに転位が張り出すに必要な応力(τ_{bowing})とチャンネル内のらせん転位ダイポール間の相互作用力(τ_{dip})の和で示される。ここで、 $\tau_{\text{bowing}} \approx Gb/d_c$ 、および $\tau_{\text{dip}} \approx Gb/4\pi h$ であり、 G :せん断剛性率、 b :バーガースベクトル、 d_c :チャンネル幅、 h :相互作用を持つらせん転位間のすべり面間隔、である。上に述べた式より応力振幅を増すと転位下部組織が微細化することがわかる(Fig.17)。一方、実験的に得られた d_c (Fig.13)から見積もられた τ_{bowing} は実際の応力より低く、 τ_{dip} の寄与の重要性が示唆される。現実的な τ_{dip} を得るには h は $\sim 50b$ と推定されるが、これはCuやNiの場合に実験的あるいは理論的に求められている値($4\sim 7\text{nm}$)と大よそ一致する²⁴⁾。

4・2 疲労亀裂の進行と鋼中Siについて

疲労破面のSEM観察から明らかなように、Ti添加の有無に関わらずSi無添加鋼においては板厚表層から内部にかけて結晶粒内に複数の細長い筋状組織が見られた。一方、1% Si鋼においては、Ti添加の有無に関わらず、特に高応力負荷の場合に表面直下において結晶粒界割れが観察された。これは、疲労亀裂の長さを試料表面からの深さを変数に調査した結果とも一致する。すなわち、Fig.18に示すように、単位面積当たりの疲労亀裂の長さは最表面で最も長く、かつ結晶粒界に沿った割れが主である。このような1% Si鋼の最表層における粒界に沿った割れの実態をFig.19に示す。これらの結果は、Fig.15に示したSEM破面観察結果を支持するものと考えられる。

試料表面直下の転位下部組織とSi添加の関係を考慮すると、疲労亀裂の発生と進行は模式的にFig.20のように記述できる。すなわち、0% Si鋼では表面直下では明確な転位セル構造が形成されまずセル境界に微小亀裂が発生し、その後そのセル境界に沿って亀裂が進行し試料表面から一気に破断にいたると推察される。この場合には、破面は筋状組織となる。一方、1% Si添加鋼では転位下部組織はベイン構造となるため粒内での歪の集中は分散され、結果的に粒界に歪が集中する。これに加えて、初期結晶粒界近傍の約 $0.5\mu\text{m}$ 領域は極めて低転位密度であることを考慮すると、試料表面に導入される繰返し疲労に伴う歪は結晶粒界近傍の軟化領域へ集中し微小亀裂がまず発生し、低転

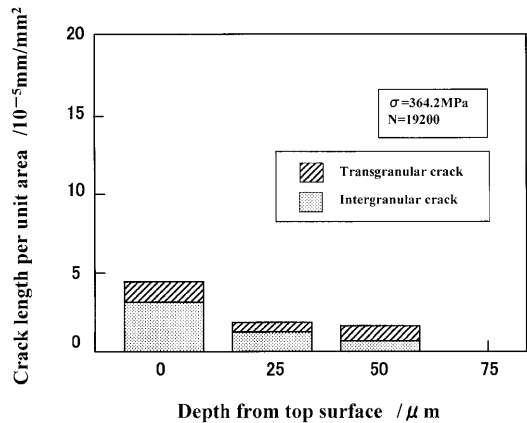


Fig. 18. Crack length per unit area as a function of depth from the top surface of the specimen tested under a high stress amplitude of Ti-IF3 (1% Si) ($\sigma=364.2\text{ MPa}$, $N=19,200$).

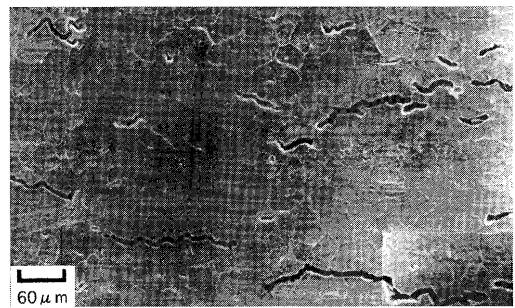


Fig. 19. SEM image of intergranular cracks observed just beneath the top surface of Ti-IF3 (1% Si) tested under a high stress amplitude ($\sigma=364.2\text{ MPa}$, $N=19,200$).

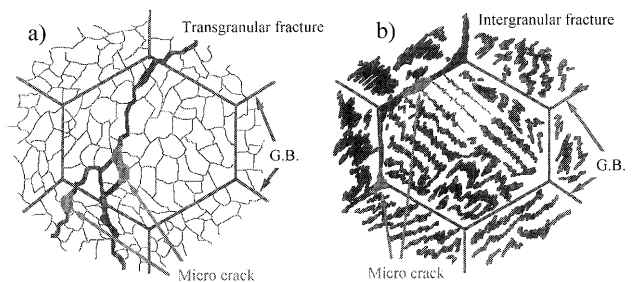


Fig. 20. Schematic representations of the fatigue crack behavior in terms of dislocation arrangements in the specimens having (a) the cell structure without Si and (b) the vein structures with Si.

位密度の粒界近傍領域に沿って亀裂が進行したものと推察した。

5. 結論

極低炭素鋼をベースとしたFe-Si二元合金を用いて、平面曲げ疲労試験中の転位下部組織の発達をTEMにて詳細に観察し、疲労破壊挙動との関係について検討した。得られた結果は以下の通りである。

(1) Si添加は、降伏強度および引張強度とともに上昇

させるが、引張強度の増加すなわち加工硬化の上昇が著しい。また、Si添加は疲労強度も向上させる。

(2) 繰り返し平面曲げ疲労試験中の転位下部組織の発達には、Si添加の影響を著しく受ける。0% Si鋼の場合には方位差の小さい境界からなる転位セル構造が発達する。一方、1% Si鋼においては転位が束状になったベイン構造を呈する。Si添加による疲労強度の向上は、基本的にはこのような下部組織と関連すると考えた。

(3) Si無添加鋼では交差すべりが容易なためセル構造が発達し、一方Si添加鋼では積層欠陥エネルギーが低下し交差すべりが困難となりベイン構造を形成したと推察した。また、ベイン構造中に転位壁が周期的に配列した組織が局在することも確認した。Si添加鋼においては粒界近傍の約0.5 μm に低転位密度の特徴的な領域が形成されることも見出した。

(4) 疲労破面や疲労亀裂の発生伝播挙動の観察より、0% Si鋼においては粒内破壊が、一方1% Si鋼においては高応力負荷の場合に表面直下に多くの粒界割れが観察された。0% Si鋼ではセル境界に微小亀裂が発生しその後そのセル境界に沿って亀裂が進展するため粒内割れを引き起こしたと考えた。一方、1% Si添加鋼ではベイン構造が発達するため粒内での歪の集中は分散され粒界に歪が集中し、かつ粒界近傍に低転位密度の領域が存在するため粒界近傍に亀裂が発生し粒界に沿って伝播したと考えた。

本研究を遂行するにあたり菅野隆之氏（現、(株)長谷川鋳工所）には疲労亀裂の観察においてお世話になりました。また、京都大学（現、新日本製鐵（株）顧問）牧正志名誉教授、九州大学東田賢二教授、横浜国立大学梅澤修教授ならびにSwerea KIMAB W. B. Hutchinson教授には、貴重など意見と励ましをいただきました。ここに、皆様に衷心

より感謝申し上げます。

文 献

- 1) K.Ushioda and M.Takahashi: *Bull. Iron Steel Inst. Jpn.*, **11** (2006), 779.
- 2) 吉江敦彦：第191・192回西山記念技術講座，日本鉄鋼協会編，東京，(2007)，129.
- 3) H.J.Roven and E.Nes: *Acta Metal. Mater.*, **39** (1991), 1719, 1735.
- 4) T.Abe, T.Sanpei, H.Osuzu and I.Kozasu: *Tetsu-to-Hagané*, **70** (1984), 1459.
- 5) M.Mizui and M.Takahashi: Proc. of Mechanical Working and Steel Processing (MWSP) Conf., ISS, St. Lois, (1991), 31.
- 6) M.Klesnil and P.Lukáš: *Fatigue of Metallic Materials*, Elsevier Scientific Publishing Company, (1980), 30.
- 7) 奥田重雄：材料強度の原子論（編集責任者 木村宏），日本金属学会，(1985)，275.
- 8) S.Takeuchi: *Materia Jpn.*, **7** (1968), 14.
- 9) D.Griffiths and J.N.Riley: *Acta Metall.*, **14** (1966), 755.
- 10) J.L.Walter and E.F.Koch: *Trans. Metall. Soc. AIME*, **233** (1965), 1209.
- 11) H.Mughrabi, K.Hertz and X.Stark: *Int. J. Fract.*, **17** (1981), 193.
- 12) S.S.Chakravarthula and Y. Qiao: *Int. J. Fatigue*, **27** (2005), 1210.
- 13) O.Umezawa and T.Okamura: *CAMP-ISIJ*, **18** (2005), 1452.
- 14) H.Mori, M.Tokuwame and T. Miyazaki: *Philos. Mag. A*, **40** (1979), 409.
- 15) B.Šesták, V.Novak and S.Libovicky: *Philos. Mag. A*, **57** (1988), 353.
- 16) T.Tabata, H.Fujita, M.Hiraoka and K.Onishi: *Philos. Mag. A*, **47** (1983), 841.
- 17) S.E.Fielding and W.M.Stobbs: *J. Microsc.*, **130** (1983), 279.
- 18) K.V.Rasmussen and O.B.Pedersen: *Acta Metall.*, **28** (1980), 1467.
- 19) F.Ackermann, L.P.Kubin, J.Lepinnoux and H.Mughrabi: *Acta Metall.*, **32** (1984), 715.
- 20) N.Y.Jin and A.T.Winter: *Acta Metall.*, **32** (1984), 1173.
- 21) S.Turenne, G.L'esperance and J.I.Dickson: *Acta Metall.*, **36** (1988), 459.
- 22) M.Abe, K.Kokabu, M.Hayashi and S.Hayami: *Trans. JIM*, **23** (1983), 718.
- 23) O.B.Pedersen: *Philos. Mag. A*, **73** (1996), 829.
- 24) L.M.Brown: *Philos. Mag.*, **84** (2004), 2501.
- 25) H.Mughrabi and F.Pschennitzka: *Philos. Mag.*, **85** (2005), 3029.