

アルミニウム線材の繰返し曲げ変形における
結晶格子回転と疲労亀裂形成池谷 隼人^{1*}・梅澤 修²・福富 洋志³Journal of The Japan Institute of Light Metals, Vol. 69, No. 6 (2019), 302-308
© 2019 The Japan Institute of Light MetalsCrystal lattice rotation and fatigue crack generation in
aluminum wire under cyclic bending deformationHayato IKEYA^{1*}, Osamu UMEZAWA² and Hiroshi FUKUTOMI³

The relationship between the grain boundary steps on the specimen surface developed by cyclic bending and fatigue crack generation on the grain boundaries inclined at about 45 degree to the principal stress axis has been discussed for 4N-aluminum wire. The crystal lattice rotation near the grain boundary induced by slip bands in a grain resulted in a strain incompatibility with the neighboring grain. Due to the shear deformation along the grain boundary, the individual grain boundary steps coalesce and form a grain boundary microcrack, resulting in the fatigue crack generation and propagation. The strain incompatibility is developed at the grain boundary between the grain accompanied with crystal rotation over 10 degrees in the vicinity of the boundary and the grain with almost no crystal rotation. Based on the approximation that only the primary slip system is operative, the step height due to the crystal slip deformation is estimated from the lattice rotation near the grain boundary.

(Received January 23, 2019 Accepted March 27, 2019)

Keywords: aluminum; cyclic bending; grain boundary step; crystal lattice rotation; fatigue damage

1. 緒 言

我が国で自動車から排出されるCO₂の量は日本国内の総排出量の約17%にあたり、全世界で求められているCO₂排出の削減を実現するために年々自動車の排出ガス規制が強化されてきた¹⁾。自動車業界ではハイテンやアルミニウムを用いて車両の軽量化を進め対応してきた²⁾。自動車の電気系主要部品である自動車用ワイヤーハーネスも例外ではなく、2010年頃よりアルミニウムを用いたワイヤーハーネスが自動車へ搭載されている。

著者らは、ワイヤーハーネスの車両搭載環境に近い条件での繰返し曲げ変形について、アルミニウムとその合金を対象に、微細組織と繰返し曲げ変形および破壊の特徴を実験的に調べてきた。そして、結晶粒界に形成される亀裂を結晶粒界と繰返し曲げ変形の主応力軸とのなす角度に着目して幾何学的に整理した結果、亀裂は繰返し曲げ変形の応力軸とのなす角度が40°から60°の一般大角粒界に優先的に形成することを示した³⁾。

一般に、金属の疲労破壊は繰返し応力を受けた試験片の局所領域にすべりが集中して微小亀裂が形成され、その後亀裂が成長して破壊に至る現象ととらえられている。多結晶金属

材料の亀裂の発生は入込み-突出しを伴う固執すべり帯で生じる^{4)~6)}。低サイクル疲労においては、結晶粒界に亀裂が形成されることが多い^{7)~11)}。これは結晶粒界近傍で不可逆的なすべり変形が粒界に沿って生じて結晶粒界に段差を作り、固執すべり帯と同様の応力集中源を与えると指摘されている^{7),8)}。結晶粒界近傍でのすべり変形の集中が亀裂形成をもたらすとすれば、繰返し変形の過程で結晶粒界近傍の結晶方位が変化すると推測され、結晶粒界の構造、性格や結晶方位などの組織因子は疲労破壊特性に及ぼす影響が大きいと考えられる。しかしながら、結晶方位やその変化に着目した研究例は多くない^{12),13)}。

そこで本研究では、疲労亀裂の発生をもたらす結晶粒界面上での段差や亀裂の形成挙動を結晶粒界近傍の結晶格子回転と関連付けることを目的として、99.99mass%アルミニウム(4N-Al)線材の低サイクル疲労挙動について検討した。

2. 実験方法

2.1 試験片および繰返し曲げ試験

直径25mm、長さ100mmの4N-Alインゴットから引抜き加工によって直径1mmの線材を作製し、その後断面が幅(TD)0.8mm、厚さ(ND)0.6mmの直方体形状の角線材を引抜

¹ 矢崎部品株式会社 (〒410-1107 静岡県裾野市御宿1500) Yazaki Parts Co., Ltd. (1500 Mishuku, Susono-shi, Shizuoka 410-1194)² 横浜国立大学大学院工学研究院 (横浜市) Faculty of Engineering, Yokohama National University (Yokohama-shi, Kanagawa)³ 放送大学神奈川学習センター (横浜市) Kanagawa Study Center, The Open University of Japan (Yokohama-shi, Kanagawa)

* 責任著者 E-mail: hayato.ikeya@jp.yazaki.com

加工により作製した。角線材を引抜き方向 (RD) に長さ 200mm で切断して繰返し曲げ試験片とした。試験片は 573K, 3.6×10^3 s の熱処理を施し, 平均結晶粒径 $80 \mu\text{m}$ の等軸粒組織を有する再結晶材である。60% メタノール, 20% エチレングリコール, 10% 過塩素酸混合液を用い, 298K, 30s の条件で電解研磨を施し, 試験片表面を鏡面にした。繰返し曲げ試験には前報³⁾ と同じくマンドレルを用いた繰返し曲げ変形試験機を使用し (Fig. 1), 室温にて曲げ角度 90° , 曲げ速度 50rpm の疲労試験を行った。最大表面曲げひずみ ϵ_{max} は 0.02 で, 最大 200 回まで繰返し変形を与えた。なお, $\epsilon_{\text{max}}=0.02$ における破断サイクル数は約 1100 回である³⁾。

2.2 表面組織観察

繰返し曲げ変形の進行に伴う組織変化ならびに破壊に至る過程を最大ひずみが生じる試験片上面の Top surface 領域 (Fig. 1) の組織解析により評価した。同一解析領域 ($0.8\text{mm} \times 14.0\text{mm}$) について, 光学顕微鏡および走査型電子顕微鏡 (SEM) を用いた観察および電子線後方散乱回折 (EBSD) 法による結晶方位測定を実施した。繰返し曲げ変形の所定の繰返し数で観察および EBSD 測定を行った。なお, EBSD 測定における STEP 間隔は $1.0 \mu\text{m}$ である。また, 繰返し曲げ変形により発達する転位下部組織を透過電子顕微鏡法 (TEM) により観察した。TEM 試験片は, Fig. 1 に示す下面 (Bottom surface) 側から Top surface に向かって厚さが 0.1mm になるまで機械研磨を施した後, 30% 硝酸-70% メタノール混合液を用いてツイングジェット電解研磨を実施して薄片を得た。

2.3 活動すべり系の特定

繰返し曲げ変形を 100 回与えた後にすべり線観察を行い, 未変形時の結晶方位をもとにすべり面と表面の交線を求め, 一致する $\{111\}$ をすべり面と定めた。そして, 定めた $\{111\}$ をすべり面とするすべり系の中からシュミット因子が最大のすべり系を 1 次すべり系, 次のシュミット因子が大きいす

べり系を 2 次すべり系とした。

3. 実験結果

3.1 結晶粒界段差と結晶粒界亀裂の形成過程

Fig. 2 は, 図の上下方向を引張-圧縮方向として 100 回の繰返し曲げ変形を与えた後の Top surface の SEM 観察像である。多くの結晶粒にすべり帯の発達認められる。また, この段階で一部の結晶粒界に段差あるいは亀裂が確認され, その一例を図中矢印で示した。観察した 100 以上の結晶粒界のうちに, 結晶粒界に亀裂が形成されていたものは 5 つあった。その一例を Fig. 3 に示す。繰返し曲げ変形における主応力軸方向は RD 方向に一致する。Fig. 3(b) は (a) 中の白枠で示した箇所の拡大像である。結晶粒界に段差 (図中 (i), (ii), (iii) に対応) が認められる。Fig. 3(c) では結晶粒界亀裂の形成が確認できる。これらの観察結果は破壊サイクル数の約 9% の時点で亀裂が形成されたことを報告した前報³⁾ と同じである。また, 結晶粒界段差や結晶粒界亀裂が Top surface で主応力軸方向に対し約 45° 傾いた結晶粒界に選択的に形成されることは, 面内せん断変形が最大であることと一致する。Fig. 4 は繰返し変形の主応力軸方向に対して 45° 傾斜した結晶粒界を, 主応力軸を回転軸として TD 方向から約 2° 傾けて観察した結晶粒界段差の一例である。結晶粒界に約 $1.0 \mu\text{m}$ の段差が形成されている。この観察結果は, 繰返し変形によって結晶粒界段差が形成され, それが合体して結晶粒界亀裂へと成長したことを示唆している。

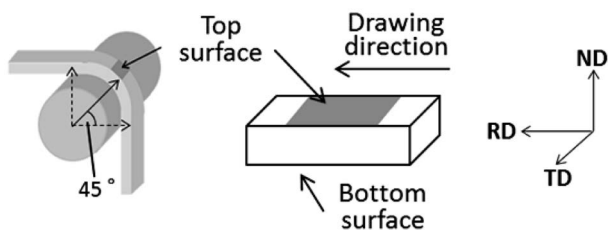


Fig. 1 Schematic illustration of the test specimen indicating the top surface and bottom surface.

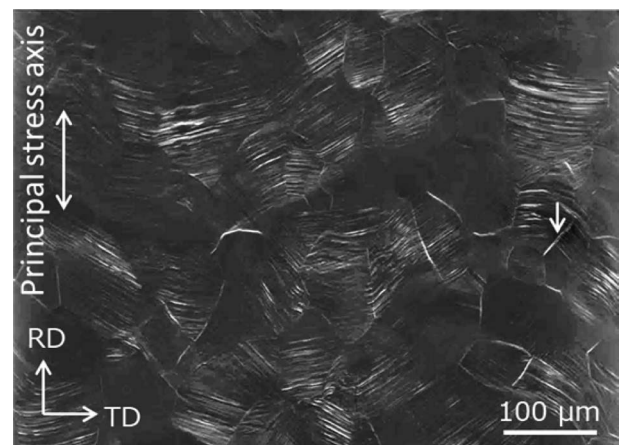


Fig. 2 Secondary electron image of the specimen at the top surface after 100 cycles with $\epsilon_{\text{max}}=0.02$. The grain boundary crack indicated by arrow.

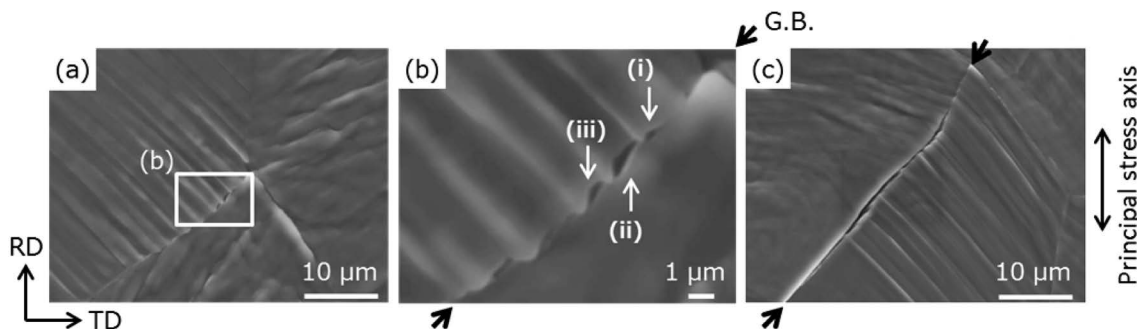


Fig. 3 Slip bands and grain boundaries (G.B.) inclined about 45 degrees to the principal stress axis at the top surface after 100 cycles with $\epsilon_{\text{max}}=0.02$: (a) surface traces of slip bands in the vicinity of G.B., (b) magnified image of the grain boundary steps indicated by arrows (i)-(iii), and (c) grain boundary microcrack.

Fig. 5は200回の繰返し曲げ変形後の転位下部組織の一例である。破壊が1100回の繰返し変形で生じるこの条件において、疲労寿命の20%に満たないこの段階で繰返し曲げ変形の外力応答に対し、局部的応力振幅を最小化する擬安定変形組織である転位セルが形成されていることがわかる。

3.2 疲労亀裂の形成過程

Fig. 6(a)は繰返し曲げ破断した試験片(約1100回)をTD方向から、(b)はRD方向(破断面)から観察したSEM像である。繰返し曲げ変形の特徴である中立軸が確認できる。繰返し曲げ変形により生じる曲げひずみは試験片表面が最大であるため、破壊の起点は主に試験片表面から起こると推測できる。(c)および(d)は(a)中の破断部両側の拡大写真である。TD方向(側面)では、破壊はRDに対して傾斜した

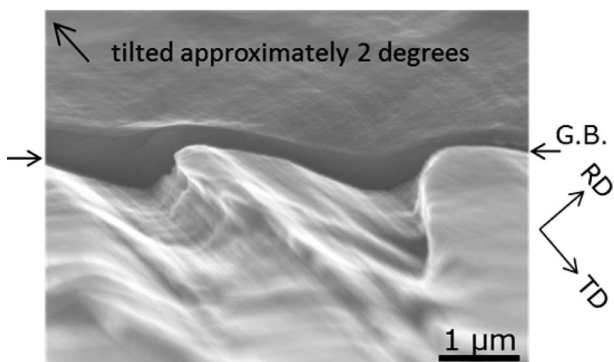


Fig. 4 Grain boundary steps observed by 2 degrees tilting from the TD direction around the principle stress axis (RD).

面で生じている。そして、破面の左側(c)と右側(d)で、破壊前には隣接していた領域で観察されるすべり線は、方向が異なっている。すなわち、疲労破壊は粒界面に沿って開始したことがわかる。

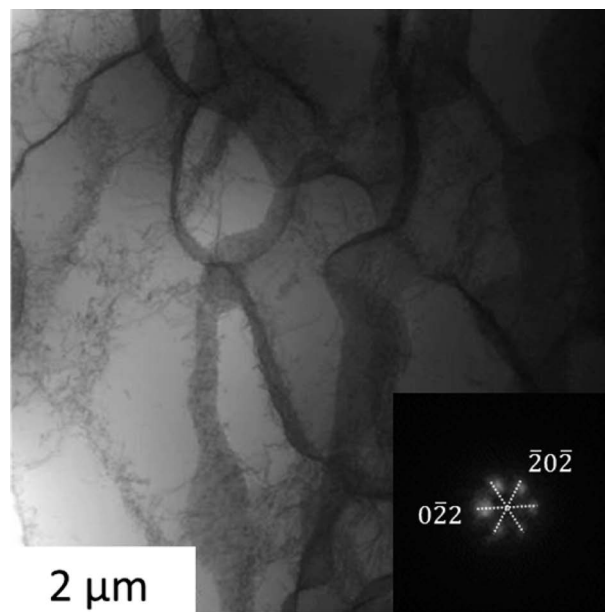


Fig. 5 Dislocation cell structure developed after 200 cycles cyclic deformation with $\epsilon_{\max}=0.02$. Beam direction is $[\bar{1}11]$ zone normal.

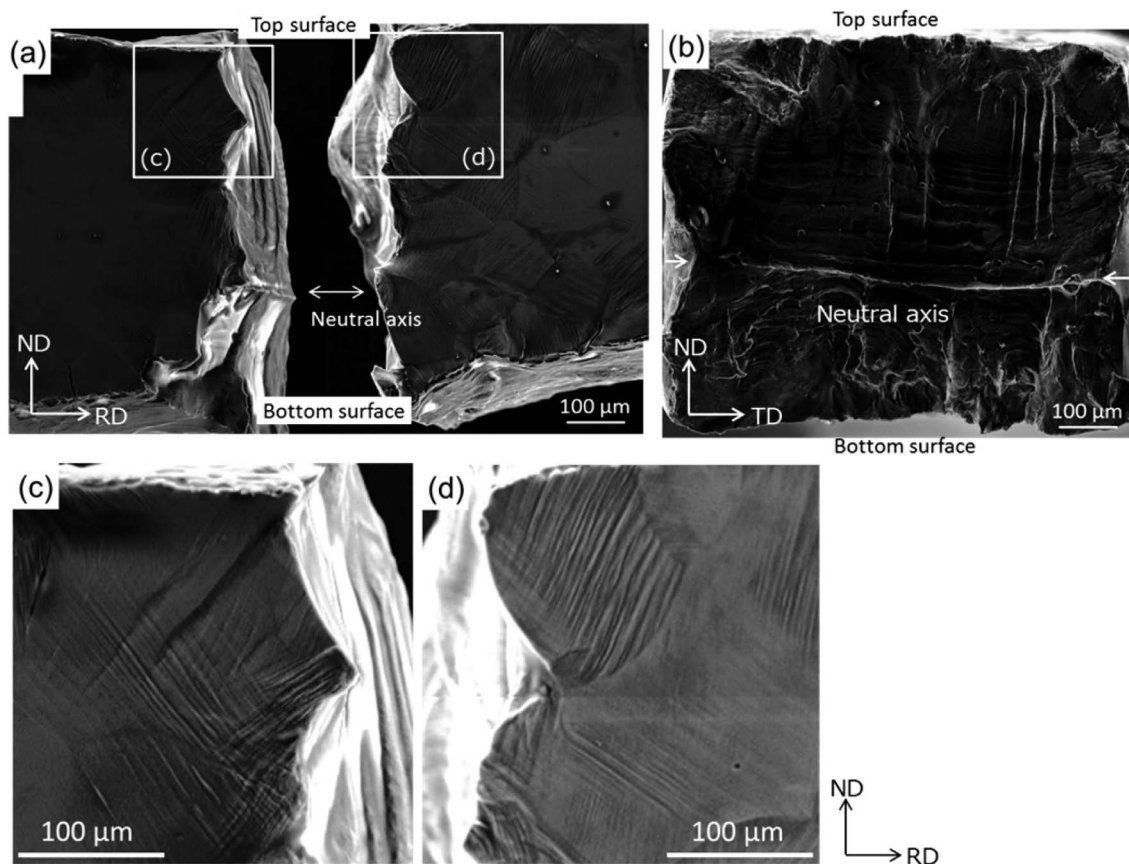


Fig. 6 Secondary electron image (a) shows the matching halves of fractured specimen on the TD plane ($N_f=1100$ cycles, $\epsilon_{\max}=0.02$). Photograph (b) shows the fracture surface of the half in the left side in (a). Arrows in (a) and (b) note the neutral axis. Photographs (c) and (d) magnified in (a) indicate fatigue crack growth along the grain boundary.

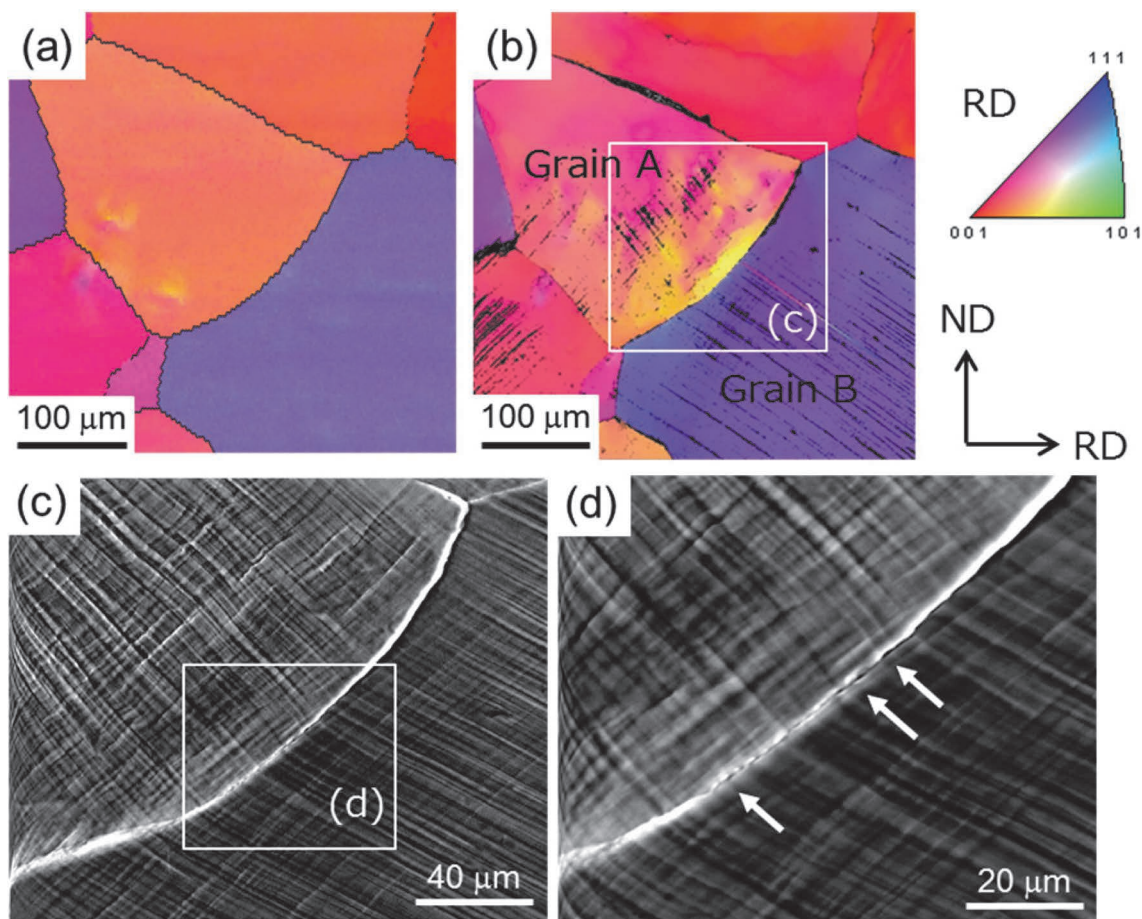


Fig. 7 Orientation distribution of RD observed at top surface after 0 cycle (a) and 100 cycles (b). The colors correspond to the crystal orientations given in the inverse pole figure. Secondary electron image (c) shows the grain boundary area indicated by the white square in (b). Development of slip bands and the formation of microcracks are seen in (c) and the magnified image (d), respectively.

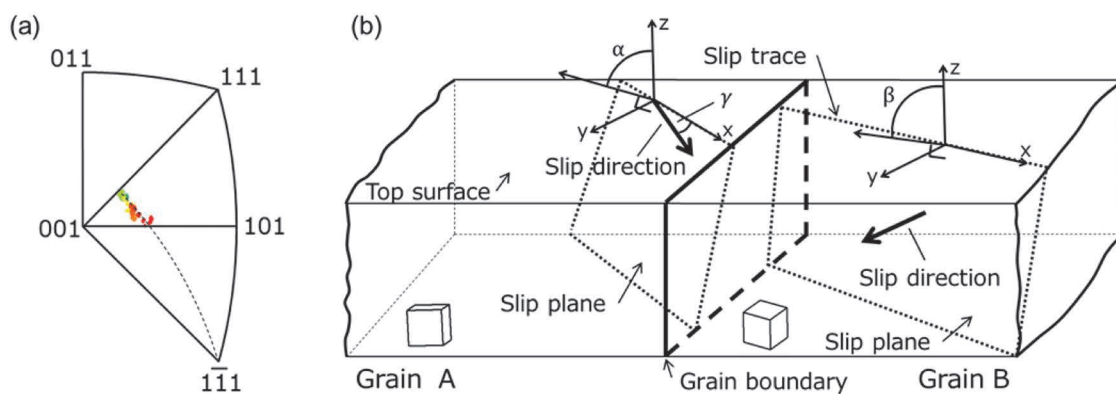


Fig. 9 Crystal rotation (a) along slip band for the primary slip system in Grain A shown in Fig. 8(a); the orientation of RD is given. The broken line in (a) indicates a great circle connecting initial orientation and $1\bar{1}1$. Schematic illustration (b) shows the geometrical arrangements of the primary slip planes and slip directions in the grains A and B. The α , β and γ in (b) denote the angles between the top surface and the slip plane in Grain A, the slip plane in Grain B, and the slip direction in Grain A, respectively.

4. 考 察

4.1 繰返し曲げ変形による疲労破壊

3.1節および3.2節で示した結果から、純アルミニウムの繰返し曲げ変形においては、繰返し変形によってTop surfaceに結晶粒界段差が形成され、それが合体して結晶粒界亀裂へ成長すると考えられる。そして、結晶粒界段差が、いわゆる「入込み-突出し」と同様の効果をもたらして疲労亀裂が生成され、粒界面を板厚方向に進展して破壊に至ったと考えられ

る。すなわち、純アルミニウムの繰返し曲げ変形における破壊は、以下のように進行すると考えられる。

- (1) 試料Top surfaceでのすべり帯形成と結晶粒界近傍での変形による結晶粒界段差の形成。
- (2) 結晶粒界でのせん断変形がもたらす結晶粒界段差の合体による、疲労亀裂発生サイトとなる結晶粒界亀裂の形成。
- (3) 結晶粒界亀裂への繰返し曲げ応力の集中による結晶粒界面での疲労亀裂の成長および伝播。

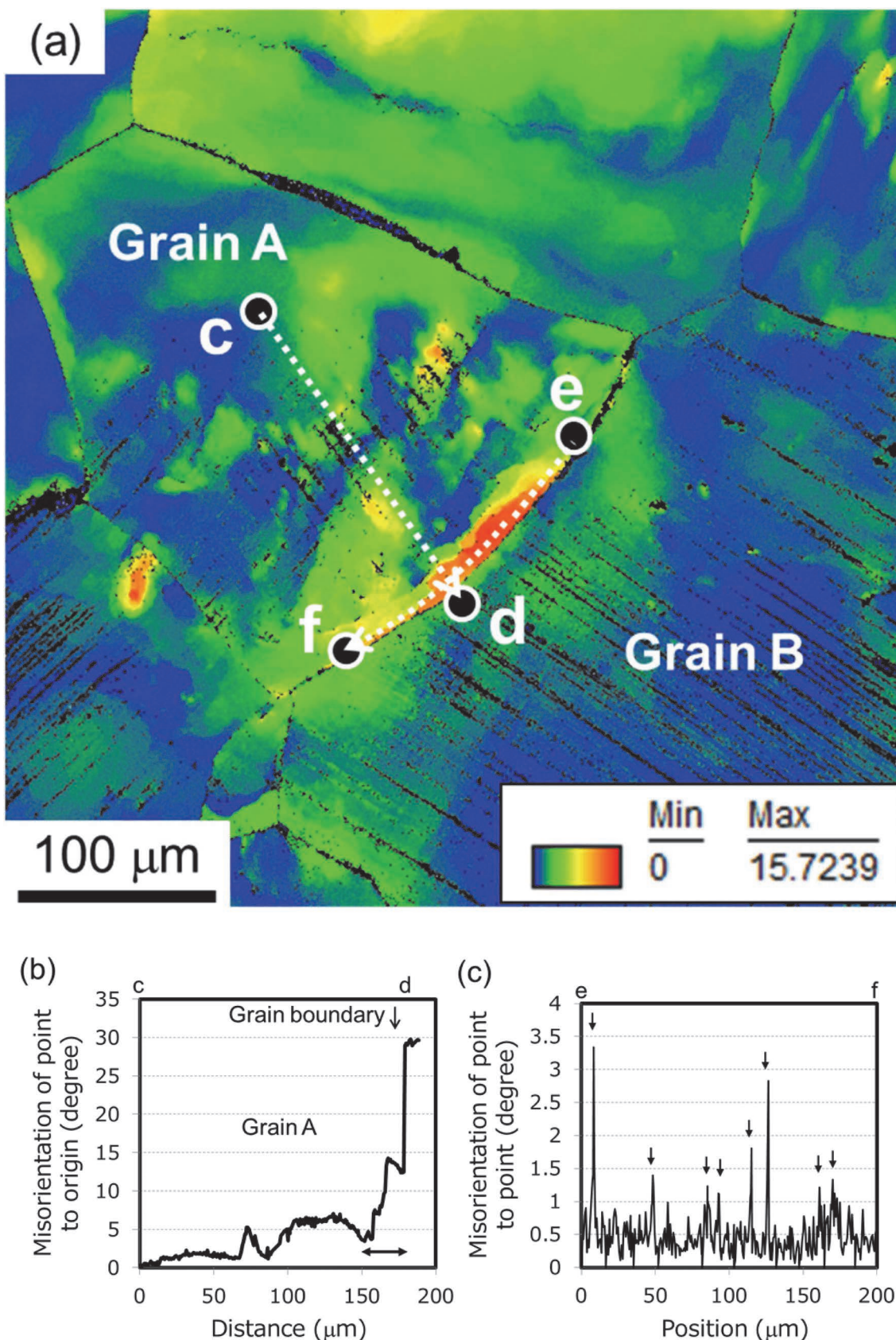


Fig. 8 Crystal rotation in grains shown in Fig. 7(b) by grain reference orientation deviation (GROD): (a) GROD map, (b) misorientations from point c (origin) in Grain A to points by point d in Grain B, and (c) point to point misorientation between point e and point f in Grain A.

4.2 結晶粒界近傍における結晶格子回転

前節で記したように、純アルミニウム線材の繰返し曲げ変形における破壊は、結晶粒界段差が生まれ、それが結晶粒界

亀裂の形成をもたらすことに由来している。それゆえ、結晶粒内の塑性変形に伴う結晶方位の変化は結晶粒界段差の形成と密接にかかわっているはずである。そこで、本研究では

Table 1 Estimated number of active dislocations in the Grain A shown in Fig. 7.

$\Delta\theta$ (°)	φ_0 (°)	λ_0 (°)	φ_1 (°)	λ_1 (°)	ε_t	x_0 (μm)	n
3.3	45.8	44.2	44.5	45.5	0.010	0.043	673
2.2	43.0	47.0	44.2	45.8	0.040	0.020	319
1.3	45.2	44.8	45.9	44.1	0.025	0.002	35
0.4	43.5	46.5	43.4	46.6	0.003	0.015	151

$\Delta\theta$: misorientation of adjacent points, λ : angle between principal stress axis and slip plane normal, φ : angle between principal stress axis and slip direction, ε_t : tensile strain, x_0 : gradient on the grain boundary step between adjacent points, and n : estimated number of active dislocations.

EBSD測定により繰返し曲げ変形による結晶格子回転を解析した。Fig. 7(a), (b) は試料のRD方向の結晶方位について、結晶格子回転を逆極点図により示したものである。(a) は未変形, (b) は100回曲げ後に対応している。(c) は図 (b) に示したGrain AとGrain Bとの粒界近傍のSEM像, (d) はその粒界部の拡大像である。Grain AはRDが(2 6 29) [23 2 2], Grain Bは(4 5 7) [16 3 7] 近傍方位にある。Grain AとGrain Bとの粒界は方位差約31°の大角粒界である。Grain AとGrain Bともに1次すべり系と2次すべり系の活動に対応するすべり線が観察される。しかし, Grain AとGrain Bとの粒界近傍では, Grain A側に大きな結晶格子回転が認められる一方, Grain B側には認められない。そして, この粒界に微小な結晶粒界亀裂 (Fig. 7(d) 白矢印) が形成されており, 粒界部にひずみの不整合が生じていると考えられる。そこで, GROD (Grain Reference Orientation Deviation) を用いてGrain AとGrain Bの結晶格子回転の差異をさらに解析した (Fig. 8)。GRODとは結晶粒ごとに設定される結晶粒内の平均結晶方位と同一結晶粒内の各測定点との結晶方位差を示す値である。Fig. 8(b) は結晶粒内から結晶粒界に向けて結晶格子回転を調べた結果の一例である。Fig. 8(b) は, Fig. 8(a) に示すGrain Aの点cからGrain Bの点dに至る直線上で, 各分析点と点cとの結晶方位差を点cからの距離をパラメータとして示したものである。分析線cdは, Grain Aの1次すべり系のすべり線に平行である。点cを基準として求めた線cd上のGrain A側での結晶格子回転は最大で約14°である。特に, 粒界近傍約30μmにおいては, 点cとの結晶方位差は約7°から14°と顕著に大きくなる。このことは, Grain Aにおいては, 粒界近傍まで大きな結晶格子回転をもたらすすべり変形が生じていることを意味する。一方, Grain B側に顕著な結晶格子回転はなく, Grain AとGrain Bの間で粒界面に沿ってひずみ不整合が生じていると結論できる。

Fig. 8(c) は結晶粒界に沿ってGrain Aの粒界近傍数μmに位置する点eから点fまでの隣接分析点間の結晶方位差 $\Delta\theta$ の変化を調べた結果の一例である。 $\Delta\theta$ には数10μm間隔で最大3.3°の結晶方位差が認められる。すなわち, Grain A内においても, すべり帯間にひずみ不整合 (変形勾配) が生じている。

4.3 結晶格子回転と疲労損傷評価

Fig. 8に示される結晶格子回転は繰返し曲げ変形に伴うすべり変形, すなわち, 転位の運動により生じたものである。同一結晶粒内においてもすべり帯間にひずみ勾配があり, 結晶粒界部へのひずみ蓄積により段差が形成されると推測される。Fig. 9(a) はFig. 8(a) に示すGrain Aの中央位置から1次すべり系のすべり線に平行に結晶粒界近傍まで1μmごとに結晶方位を計測した結果を示す逆極点図の一例である。結晶

格子回転は初期方位と[111]を結ぶ大円上に沿って生じている。このことは, (111)をすべり面とするすべり系の圧縮変形時の活動が塑性変形を主として担っていることを示唆している。結晶粒界近傍では, Fig. 7(d) に示すように隣接粒とのひずみの連続性を保つべく2次すべり系が活動するが, 結晶格子回転では主すべり系の活動が支配的である。他の<001>//RD近傍の結晶粒についても同様の結晶格子回転が生じており, 同様の結果が得られているため, 主すべり系の活動による結晶粒界段差と結晶格子回転の関係についてさらに検討した。

Fig. 9(b) はFig. 7中に示すGrain AおよびGrain Bのすべり面, すべり方向を示す模式図である。2.3節で示す方法ですべり系を特定し, 1次すべりのトレース方向をx, Top surfaceの法線方向をzとした座標を定めた。Top surfaceとGrain A中の(111)およびGrain B中の(111)の1次すべり面とのなす角度を α および β とすると, それぞれ58°と75°である。また, Grain AおよびGrain B中の1次すべり方向は[110]および[011]でありTop surfaceとのなす角度 γ は, それぞれ11°と23°である。その結果, 結晶粒界の最小回転角度は約31°となり, Grain AとGrain Bとの粒界は大角粒界である。

次に, 試料座標系へ変換し主応力軸とすべり面法線とのなす角度を φ , 主応力軸とすべり方向とのなす角度を λ とし, 結晶粒界に沿って隣接する2点の φ および λ をそれぞれ $\varphi_0, \lambda_0, \varphi_1, \lambda_1$ とする。粒界に沿って隣接する2点の結晶方位が同一であれば隣接点間にひずみの違いはないが, 異なる場合には (1)式で表される引張ひずみ ε_t が存在することになる。

$$\varepsilon_t = \frac{\cos\lambda_1}{\cos\varphi_1} - \frac{\cos\lambda_0}{\cos\varphi_0} \tag{1}$$

結晶粒界段差はn本の転位のすべり運動により形成され, バーガスベクトル**b**は試料Top surface表面に対し, ある角度をなして存在している。したがって, 式(1)より算出したひずみ量 ε_t と隣接分析点間距離により隣接箇所における段差の高さ x_0 を算出し, バーガスベクトルの長さ $0.286 \times 10^{-3} \mu\text{m}$ で除して, 活動した転位の本数nを概算した。Table 1に示すように, $\Delta\theta$ が3.3°の場合673本分, 2.2°の場合319本分, 0.4°の場合151本分の相互作用していない転位が隣接点よりも多く結晶粒界に到達したことになる。これらが一定の間隔を隔てた平行なすべり面上 (すべり帯) に局在し, Grain A側の板厚方向の変形により結晶粒界段差を形成すると仮定すると, Grain AとGrain Bの結晶粒界段差の高さXは式(2)によって求めることができる。

$$X = Cnbsin\gamma \tag{2}$$

Cは転位が局在するすべり面の間隔であり, Fig. 8(c) より $\Delta\theta$ が 1° 以上である点(図中矢印)の平均距離を算出し, Cを $23\mu\text{m}$ とした。式(2)から結晶粒界段差の大きさ X は $\Delta\theta$ が 3.3° の場合に約 $0.7\mu\text{m}$ となる。Kimらは結晶粒界段差が亀裂として伝播できる臨界高さを $1.5\mu\text{m}$ としている⁹⁾。Fig. 8に示した結果は, 繰返し曲げ変形における破壊が1100サイクルで生じる試料の100サイクル後, すなわち疲労寿命の十分の一の段階で任意の領域について調べたものである。繰返し曲げの進行とともに結晶格子回転による段差形成や, どのように結晶粒界での段差が成長していくのか, さらなる検討が必要ではあるが, 結晶格子回転量から推定される結晶粒界段差の見積もりが可能であるということは, 結晶方位解析によって疲労損傷度を非破壊で定量化できる可能性を示唆している。

5. 結 言

4N-Al線材の低サイクル繰返し曲げ疲労において, 疲労亀裂の発生をもたらす結晶粒界面上での段差や亀裂の形成と結晶粒界近傍の結晶格子回転との関係について検討し, 以下の結論を得た。

(1) 繰返し曲げ変形により試料Top surfaceにはすべり帯が形成し, 主応力軸方向に対し約 45° 傾いた結晶粒界に段差が形成される。そして, 結晶粒界に生じるせん断変形により結晶粒界段差は合体して結晶粒界亀裂を形成する。この結晶粒

界亀裂が疲労亀裂発生箇所となり, 結晶粒界面での疲労亀裂成長および伝播が開始する。

(2) 結晶粒界段差および結晶粒界亀裂が形成した粒界では, 一方の結晶粒の粒界近傍では最大約 14° の結晶格子回転が生じているのに対し, 隣接結晶粒ではほとんど結晶格子回転は生じていなかった。隣接結晶粒間のひずみ不整合(変形勾配)が結晶粒界段差の要因であると考えられる。

(3) 粒界近傍の結晶格子回転をもとに, 結晶粒界段差を見積もることが可能であった。結晶方位測定により疲労損傷が非破壊的に評価できる可能性がある。

参 考 文 献

- 1) 大聖泰弘: IATTS Review, (2008).
- 2) 近田敏弘: 軽金属, **38** (1988), 118-125.
- 3) 池谷隼人, 梅澤 修, 福富洋志: 軽金属, **68** (2018), 243-249.
- 4) P. J. E. Forsyth: Acta Metall., **11** (1963), 703-715.
- 5) W. A. Wood, S. McK. Cousland and K. R. Sargent: Acta Metall., **11** (1963), 643-652.
- 6) C. Laird: ASM Seminar, (1979), 149-203.
- 7) 北川 茂, 中峠哲朗: 材料, **23** (1974), 626-631.
- 8) C. Zener: Trans. ASM, **40** (1948), 3.
- 9) W. H. Kim and C. Laird: Acta Metall., **26** (1978), 777-787.
- 10) C. Laird and A. R. Krause: Int. J. Fract. Mech., **4** (1968), 219-231.
- 11) 西谷弘信, D.-H.Chen: 日本機械学会論文集(A編), **51** (1985), 1281-1289.
- 12) 佐賀二郎, 三好良夫, 林 真琴: 材料, **24** (1975), 60-65.
- 13) 清水憲一, 鳥居太始之, 森 俊之: 材料, **54** (2005), 1041-1046.