

## 講 議

## マイクロフラクトグラフィーの実際的应用について\*

## Practical Application of Microfractography

G. HENRY\*\* · L. ROESCH\*\*

## 1. 概 説

破断面の解析は常にはつきりした興味の対象となるものをわれわれにあたえる。つまり、種々異なる破断面の様相、種々異なる形式の破壊の機構とそれらの原因などをわれわれにあたえる。作業中に破断した材料の破断面の詳細な形態学的解析を行なった H. de LEIRIS<sup>1)</sup> によると、この破断面の形態から、非常に多くの場合、破壊の発生に関する物理的原因ならびに、これらが発生した条件についての決定を下すことができることがわかる。逆にいうならば、組織状態が既知で、外的条件が既知な場合には、破断した試験片の破断面の研究は、非常に有益だともいうことができよう。(既知の外的条件とは、外力の種類、破断時の応力の大きさ、破断以前における変形量、試験温度などを指している。)従来の機械的な試験方法を用いて得られるこれらの結果は、実際に稼動している間に生じた破断の原因の解明を容易にし、これらの破断の諸原因についてまで、より正確にさかのぼってつきとめることができ、非常に最適な条件下においては、破断を招来した応力の種類と大きさについても解析することができる。いずれの場合においても、どこで、どのようにしてクラックが発生し、どういうふうにして金属中をこのクラックが伝播していつたかを知ることは非常に大切なことであることは、今らさいうまでもない。

この破壊面の観察のおもな装置として、拡大鏡が長い間使用されてきた。光学顕微鏡がこの種の試験用にはうまく用いることができなかつた原因についてはすでによく知られているとおりである。つまり試験片上面までの距離ならびに焦点深度が非常に小さいのに対し、破断面の大部分はそり反つたり不規則な面を形成しているためである。しかしこのような条件にもかかわらず、光学顕微鏡を用いて正確な事実を与えるような研究ももちろん行なわれており、とくに ZAPPE とその協力者<sup>2)</sup> によつて正確な研究が発表されているのであるが、しかしこの研究の場合には、その破断面のかなりの広さのところは平面であるような特別な場合についてしか行なわれてい

ない。

これにくらべると電子顕微鏡のほうが、破断面の研究のためにはずつと適している。実際上この場合には、試料上面までの距りにしても、焦点深さにしても何らの拘束条件も存在しない。その分解能は、もちろん回折現象およびレンズの収差による制限はあるにしても、約  $10\text{\AA}$  に達しその時の焦点深度は約  $2\ \mu$ 、つまり光学顕微鏡の場合にくらべると約 300 倍も大きいことがわかる。電子顕微鏡でのむずかしさは、むしろ別の原因によるものであつて、従来の電子顕微鏡は、透過型の観察方法を用いており、したがつて、電子線は対象物を通してなければならないことにある。したがつてこの場合には破断面の直接観察を行なうことはできない。このために観察は、レプリカを用いて行なわれることになる。現在われわれは比較できないほどの忠実性をもつた表面のミクロな幾何学的形状をうつしとることができるレプリカの作成技術をいろいろな方法によつて達成することができるようになってきている。もちろんこのような方法によらざるを得ないことは、われわれに一つの拘束条件を与えることにはなるが、これによつて破断面の試験に対する電子顕微鏡の重要性が何ら限定されることにはならない。すでに 1956 年以来、J. PLATEAU, G. HENRY, C. CRUSSARD<sup>3)</sup> は、この種の研究方法に Microfractographie という名称を冠したのであるが、それ以来、現在まで、この方法はすべての冶金研究室においていちじるしい進展をとげていることは、すでにご存知のとおりである。

この方法は破壊の種々の異なつた機構の解明の上に大きな寄与をしたのである<sup>4,5,6,7)</sup>。

ごく最近になつて走査型電子顕微鏡が使用されるようになり、破断面の精密かつ便利な観察のために新しい手

\* 1968年 5月 Saint Etienne における特殊鋼第 7 回会議にて発表  
45年 8月 12日 受付

\*\* IRSID 金属組織および物理研究部  
翻訳：舟久保熙康 (東京大学工学部精密機械工学科)

段が提供されるようになった。この装置はマグネティックレンズを用い金属表面に焦点をもつように絞られた電子線束によつて作られる微細な電子流が表面上を点から点へと掃引し、この照射によつて、異なる信号を発することを利用したものでその主要原理は次のようなものである。

- 入射電子とほぼ等しいエネルギーをもつ反跳電子。
- 一次電子と金属電子との間の衝突によつてターゲットから発する弱いエネルギーをもつ2次電子。
- 試料と試験装置との間で生ずる電流。

これまで普通に使われているシンチレーター、光電増倍管、ブラウン管を介して、発生した電子流を順次とらえることによつて像が結ばれることになる。

放出能は電子線束の入射角により非常に異なる。したがつて像のコントラストは形状性をはつきりと示すことができる。このコントラストは実験に用いた試料の化学組成に関連した2次電子放出の局部変動にもよるものであろう。

この装置の焦点深度は透過型電子顕微鏡と同程度である。またその分解能は約  $200\text{\AA}$  で、これは将来さらに改良されることが期待される。

この走査型電子顕微鏡は破断面の直接観察に非常によく適しており、従来の光学顕微鏡と透過型電子顕微鏡の間を埋めるものといえよう。これによつて破断面は大きな倍率範囲にわたつて連続的に倍率変化をしたり、種々の角度からの観察を実施することができる。またこれにより破断面とそうでない部分とを同時に比較観察することができ破断面の形状輪郭と金属組織の間の関係を同時に観察することが写真1に示すように可能となつた。

この新しい技術に対し、従来のマイクロフラクトグラフィは、分解能が高いということのほか、次のような大きな利点が認められる。

- 立体視的な断面を得ることができ、これは試料の三次元観察ができることを意味し、観察面の深さを非常に正確にごく簡単に測定することができる\*。
- 抽出レプリカを用いることにより、電子線回折とマイクロアナライザーによつて、破断面に含まれている微細な介在物と析出物の結晶学的性質、化学組成について、多くの場合有効な知見をうることができる。

走査型電子顕微鏡とマイクロフラクトグラフィの2つの技術は別に競合することではなく、互いに補い合い、むしろ両者を併用することにより、破壊の機構の解明に役立つものであると考えられる<sup>2)</sup>。“探査方法”としてマイクロフラクトグラフィがいかに有効であるかをのべる前に、これによつて金属の組織にいかなる知見をもたらさうか<sup>3)</sup>などについて考慮するために必要とされ



写真1 走査型電顕写真  $-196^{\circ}\text{C}$  で破壊した Fe-Si 単結晶  $\times 100 (4/5)$

るレプリカの作製法、ならびに主な破壊面の形状について一通りのべてみることにする。

## 2. レプリカの作製技術

これに使われるレプリカは一般にカーボンレプリカで、直接試料面あるいは間接的にまずつくられたプラスチックレプリカ面に真空蒸着することにより得られる。このレプリカ作成については、各研究室により多少作業上の相異はあるけれども、作成条件についてはすでに知られているとおり基本的にはほとんど変わりはないので、ここでは詳述するまでもないことと考える。この作製のための簡単かつ迅速な手法についても現在すでによく知られており、種々の方法の中からそれぞれの場合に適切な条件を撰択して用いることだけが必要とされるにすぎない。直接レプリカ法は、間接法よりも実際の破壊面をより忠実に再現し、かつ離型作業もかんたんなので、このほうが有利であるといえよう。この場合下地の金属を陽極溶解法または化学的溶解法でとちしてレプリカをとり出すことができる。析出物や不純物の抽出を行なう必要がある場合には、この抽出法は金属の母地との接触条件による電解または化学溶解速度に影響する種々の複雑な因子により変動が生ずる。抽出のむずかしい場合、あるいは撰択抽出を行なわねばならないときには、電子管式電位差計により電解の最適条件を決定することができる。また析出物には影響なく母地金属だけを溶解させるような化学反応材は多数存在する。ふつう常温、または常温以下の温度では臭素のアルコール溶解液を使用しているが、多くの場合、非常によい結果がえられている。

抽出した析出物中のカーボンの存在を見分けようというときには、カーボンレプリカの代わりに Si のモノオキサイドが用いられる。これは  $700\sim 800^{\circ}\text{C}$  の真空加熱をタンタルのつぼ中で数分行なうことにより蒸気にして蒸着する。この剝離はカーボンと同じ条件で行なわれる。試料の表面は溶解液中につけると、溶けて、面の形状がくずれてしまう。この点が直接レプリカ法の難点で、

\* 顕微鏡の軸に対し試料が対称な傾角をもっている場合は、光軸に平行に測定した、試料上の2点の高さの差は、明視位置におかれた2枚の立体写真上での2点を分離する距離の変化に比例している。この精度は大きく拡大した写真を用いることで非常に高精度になる。

このために 2 段式レプリカ作製法を専ら用いる人もいる。これはプラスチック材により、まず破断面のかなり厚い型を作り、これを表面から機械的に剝離したのち適当なレプリカ膜でプラスチックによる型面を覆い、ついで適宜の溶剤中でプラスチック材を溶解する方法からなっており、これはあらかじめ破壊面を清浄にしておく必要があるが、使用状態にある各種の部品の破壊の研究用としてとくに有効に使用される。さらにまたこのような間接法は、直接レプリカ法ではレプリカ膜の剝離がむずかしいような条件の場合にも大変役に立つ方法であるといえよう。

### 3. 破壊面のおもな形状

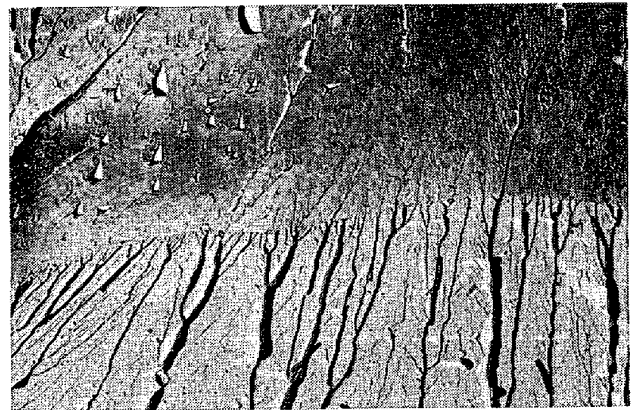
おもな破壊面の形状は、電子顕微鏡観察によつて容易に判別される。これは破壊の伝播様式に関連した少数の種類のもの組み合わせからなっており、巨視的なパターンから考えられるものよりははずつと特性的であるといえよう。破壊には、粒内破壊と粒界破壊があり、このおのおのが脆性または延性の破壊パターンを呈する。これらについて以下順次のべることにしたい。

#### 3.1 粒内破壊

##### 3.1.1 劈開による脆性破壊

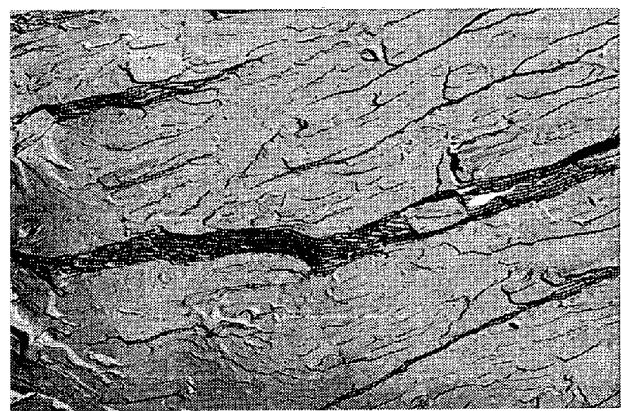
ガラスのようなブリITTLEな材料では、一度破断が発生すると、クラックの周辺部分に何らの変形を生ずることなしに分離によつて破断が進行する。これは脆性破壊の場合にみられるものと同じ種類のものである。金属においては、劈開がこれと比較しうる破壊の種類に相当するといえよう。しかしながら劈開による破壊においては、かなりの量の塑性変形が先行し、かつ破壊にも伴つて発生する。クラックは結晶構造の欠陥ならびにその金属の不均質度に原因して生ずる。したがつてガラスの場合には脆性破面は大して顕著な模様などを示さないが、金属の劈開の場合には非常に特性的な微細模様を生じ、かつこれから破断にいたるまでの諸現象を導き出すことができる。劈開による破壊においてはとくに本質的にこれがある一定の方位をもつた結晶面上に生ずるということに特長がある。とくに、体心立方構造ならびに六方構造の金属においては劈開がしばしばみとめられる。(それぞれの場合の劈開面は、おのおの  $\{100\}$ ,  $\{0001\}$  である。) 面心立方構造のものでは、劈開破断が生ずるのはごくまれで、応力腐食下にあるオーステナイト系不銹鋼や、高マンガンオーステナイト鋼の場合にときにみられる程度にすぎない<sup>10)</sup>。

劈開による破壊面でもつともふつうに観察されるパターンは、いわゆるリバーパターン(写真2)といわれ、水流の流れ模様にも多少相似した線模様からなっている。1つの結晶粒中で、ある一定の方向に平行な劈開面は、分離に対する抵抗の強さがどれも同一で、破壊は、お互いに多少離れた距離にあるこれらの劈開面を伝わつて生



×7000 (4/5)

写真2 アームコ鉄。-196°C 衝撃破壊。劈開、リバーパターンは垂粒界から発生している。



×6000 (4/5)

写真3 0.9% C 鋼、焼鈍、-196°C 衝撃破壊、劈開面はパーライト中を伝播している。

じる。したがつてこれらのリバーパターンは、これらの幾つもの劈開面の間を分離する間隔の大きさをあらわしているものともいえよう。またこれらのリバーパターンは、場合によつては 2 次劈開面、体心立方構造の金属の場合  $\langle 100 \rangle$  方向に沿つた破断による場合もある。多くの場合、劈開に関係した塑性変形がかなり大きいようなときには、近接する平行な 2 つのクラックを分離するような破壊は、引き裂きによつて生じ、この場合に認められるステップは結晶学的な方向とは関係がない。この種の例は写真3に示してある。この例は焼鈍した共析鋼であつて、破断はパーライト中を進行し、ラメラ状のセメントイトは観察した限りでは劈開の進行をさまたげているようには思われない。これに対して、リバーパターンの輪郭はくねくねしていて、この材料の組織に原因することを示しており、これからかなりの変形が生じていることがわかる。また、いくつかのリバーパターンは  $\langle 110 \rangle$  方向に平行となつており、これはマトリックス双晶界面に沿つた 2 次破断が発生していることを示している。これらのリバーパターンは収斂していることが観察されるが、この収斂の方向は局所的な伝播方向を示しているものである。これは、このようなリバーパターンを

作るステップの形成には、ある程度の余計なエネルギーの消費が必要とされ、したがって伝播の進行速度に制限をかけられるために、局所的な伝播方向の違いが生じるのである。このことから、リバーパターンの仔細な観察によつて、破壊の発生する点（またはいくつかの発生点）を求めることができる。

これらのリバーパターンのいくつかは、GILMAN<sup>11)</sup>によると、劈開面とらせん転位の交叉によつて生じた最小単位のステップ、つまりそのステップの高さがバーガースペクトル程度の大きさのものがいくつか寄せ集まったものからできているものとされている。これらの原因によるステップは、符号の反対のものが結合した場合には消失し逆に同一符号の場合には大きなステップが生ずることになる。

FRIEDELはこの機構によつて形成されるリバーパターンに沿ったステップの高さ変化の計算式を提唱し<sup>12)</sup>、実験的に実証した<sup>13)</sup>。これによると、リバーパターンのステップの高さは、上記最小単位のステップをもつリバーパターンの形成に寄与する転位の数の平方根、つまりもしこれらの転位が供給される領域の幅が一定であるとすると、転位源からの転位の移動した距離の平方根に比例して増加する。この方法から求められる転位密度は非常に高いことがみとめられ、これから金属中での劈開破壊の伝播に伴う塑性変形量はかなり大きいことが確かめられる。

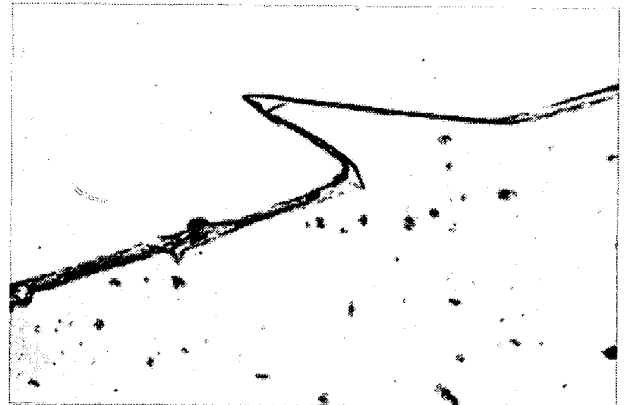
一般に、傾角の小さな2つの結晶粒の間の粒界または副粒界を破壊面が通過することは多数のリバーパターンの発生によつて確かめられる(写真2)。このことは劈開面と多数のらせん転位の交叉にもとづくものとして説明される。この結晶粒間の方位差が大きい場合には、破壊は不連続的に進行する。つまり破壊面は、粒界を乗り越えて進行することはもはやできなくなり、粒界でせき止められ、クラックはこれに近接した結晶粒中からふたたび発生する過程をとる。引張り試験の試験片の破断面上に互いに独立した多数のクラックの発生点がみとめられることは、われわれがしばしば観察しているとおりである。このことは、フェライト粒子が細かいほど破壊の伝播がより困難になることを示している。種々異なる結晶粒内から発生したクラックの集合、ならびに近接粒内の劈開面の間の方位差が再結合して一つの方向になるためには、かなりステップの高さの大きな多数のリバーパターンが形成されることが必要とされ、したがって、破壊がこのようにして伝播するためには必要なエネルギーが著しく増加せねばならないことになる。

粒界のような場所ではまた、機械的雙晶の発生に伴う障壁効果により、破壊の伝播は著しく乱され、相つぐクラックの再発によつて雙晶を乗り越えた劈開が生ずることとなる。第2相を形成する介在物やその他の粒子もまた、劈開による破壊条件をみだす組織上の要因として考



×6000 (4/5)

写真4 極軟鋼, -196°C 衝撃破壊, 劈開: “舌状”



×15000 (4/5)

写真5 アームコ鉄, -196°C 衝撃破壊, 舌の輪郭を示すニッケルメッキ断面, 電顕

えられる。とくに介在物については、これが劈開の発生(第2相粒子の割れ、その近傍におけるクラック発生点の形成)や、破壊の伝播(リバーパターンの変動、クラック先端の進行の遅れなど)に種々の影響を及ぼすことが、観察された<sup>14)</sup>。

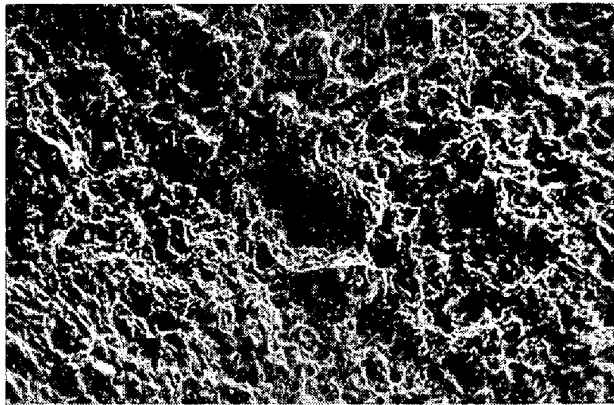
劈開破面は、またミクロ的に特殊の表面形状をもつ特徴的なパターンを示すことがみとめられる。この形状は“舌状”のパターンを呈する領域で、これは局部的に劈開面とは多少違った結晶面中にクラックが伝播することを示すものである(写真4)。体心立方構造の金属においては、この面は双晶面 $\langle 112 \rangle$ に相当し、これらの舌部はいずれの場合においても、破壊の進行中に形成された小さな双晶とマトリクスとの間の界面に沿った分離現象によつて構成されている。これらの機械的雙晶は、破壊先端部の前方に、この部分の応力が増加することにより形成され、低温ほど数が多い。つまり劈開が高速で伝播することができる条件程雙晶の発生数が多いといえる。またこれらの雙晶は材料が破壊前にあらかじめ変形してしまっているような部分では消滅する。写真5は断面の電子顕微鏡写真においてこの舌部の輪郭を示したものである。

これらのリバーパターンが非常に微細なときには、WALLNER<sup>15)</sup>によつて発表されたいわゆる Wallner 線と



×10 000 (4/5)

写真6 1.4% C, 2.5% Cr 鋼, 1100°Cより炉冷. セメントナイト, Wallner 線を示す破面.



×140 (4/5)

写真7 走査型電顕, 延性破壊



×6 000 (4/5)

写真8 軟鋼, 20°C引張試験による延性破壊

混同されるおそれがある。たとえばガラス棒の破面上にこれらの Wallner 線を肉眼でも観察できる。これらの線はお互いに交さした網目模様を呈している。これについては, PELLOUX<sup>16)</sup>, RYDER<sup>17)</sup>, de LEIRIS, et al.<sup>18)</sup>により種々の材料について研究されている。これらの各研究者により認められたところによると, これらの線は, 破壊が材料中の何らかの欠陥にぶつかつたときに生ずる超音波の先端と脆性クラックの先端の間に起こる交差現象にもとづくものである。立体的観察上, リバーパター

ンを呈することがはつきりと観察されるこれらの線は, Si, Mo, W, 金属間化合物, 炭化物(写真6)……のように非常に脆性な材料の破断面に, ひんぱんに観察されるもので, 脆性な材料に生ずるといふ点ではなほだ興味がある。

### 3.1.2 延性破壊

100% 近い絞りの後で発生するような塑性破壊と, 繊維状破壊つまり応力の最大となる方向に垂直に生ずるものと, 剪断破壊とを区別する場合もある。実際上破面を非常に神経質に議論するならば非常に沢山の種類の破壊様式が共存しているわけで, この点ごく一般的に“延性”という表現をしておいた方がむしろ適当ではないかと考える。走査型電子顕微鏡ならびにマイクロフラクトグラフィによる観察結果によると, 完全に絞りきられていない延性破壊の破断面は, 向い合つた両側の破面上に並列した凹み (cupules) つまりディンプルパターンがならんだものからなつている。(写真7, 8) こういう破壊パターンはごく一般的にみられるもので, 種々の金属について観察される。このような形状は, かなりの塑性変形を伴い, かつ破壊の進行がかなりゆつくりの場合に生ずるが, 時には巨視的にみてほとんど変形が認められず, かつ伝播速度がかなり早い場合にも生ずる。このような延性破面を呈する破壊の脆性パターンは, 特に高抗張力合金においてしばしば認められる。

このディンプルパターンの底部には析出物または介在物がみとめられることが多い。したがつてこのような形状の形成の原因は, これらの粒子によるものであることがわかる。延性クラックの増大は変形過程中に次のような経過が順次に生ずることによるものと思われる。

- この金属中に存在する上記の粒子からのマイクロクラックの発生。これは析出物とマトリックスとの界面の分離または粒子自体の割れにより生ずる。
- こうして発生したクラックから変形方向に伸びていく孔の拡大。
- これらの孔をへだてている金属母材部分の, 絞りまたは剪断による破壊。

これらの孔の形状は, 破壊の伝播様式が多少異なるとそれに応じて異なる。粒子のまわりに存在する孔が発達して集合するのには, 実際上いくつかの方式が存する。

- 分離は, 加わる荷重の方向に直角に生ずる。したがつてこれらの孔はいずれも等軸的である。(図1a)
- その他の例では, 破壊は局部的な剪断領域に発生する。孔は伸びて, 破断した向かい合う両面についてその伸びる方向は逆となる。(図1b)
- 破壊の伝播を伴う巨視的な変形量が大いの場合—引き裂き破壊—にも, 伸びた孔状のものが生ずるが, この場合には, 孔の伸びる方向は向い合う両破面について同じである。(図1c)<sup>19)</sup>

したがつて介在物と析出物は延性破壊機構に本質的な

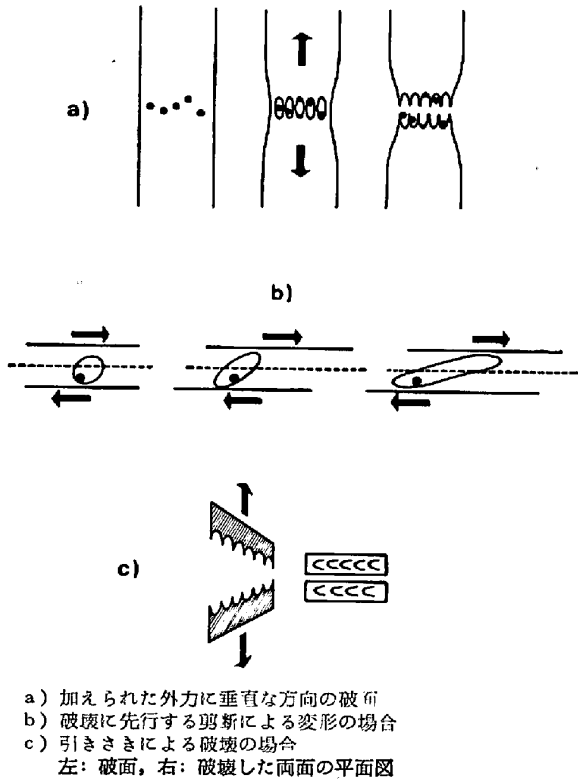


図 1 延性破面におけるディンプルパターンの形成のモデル図



写真 9 18Cr-10Ni-Mo オーステナイト系ステンレス鋼，溶体化処理，20°C 引張破断

役割を果たしていることがわかる。これらの存在は孔の発生に不可欠な要素であり，クラックはこれらの粒子を伝わって拡がりやすく，これらの介在物または析出物の数と寸法は，孔の数ならびにその大きさに影響を与えるといえる。これらの孔の形が介在物の形状に密接に近似していることも比較的多く観察される。たとえば写真 9 の例では，オーステナイト鋼の巨視的な脆性パターンを呈する“腐木状”の破断面を示したもので，図にみるようにこの破面の一部は長く伸びた形の介在物によつて発生した円筒孔の半部から構成されている。

これらのことから金属の延性と金属中に含まれる介在



×5000 (4/5)

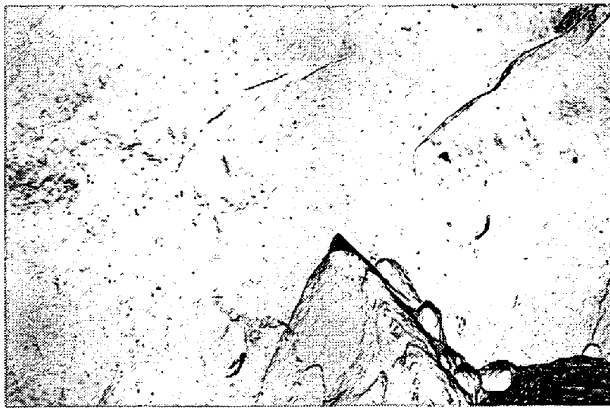
写真 10 475°C 600hr 焼き戻したマルエージング鋼，-196°C 引張破断

物の間には非常に密接な関係があることが推定される。事実含有される粒子の数が多きほど，したがつて変形過程で形成される金属内部の孔の数が多いほど絞りは少ないといえることができる。化学組成は同一でも，大気中溶解，または真空溶解を行なつた軟鋼試料について行なつた実験<sup>20)</sup>の結果によると，最も介在物の少ない清浄な試料ほど延性がすぐれていることがみとめられる。GURLAND と PLATEAU<sup>21)</sup> の簡単な理論的モデルによる計算の結果によると，金属の延性はとくに，析出物による占有体積の占有割合の逆数に比例しているといえる。

いま，かなり大きな非塑性介在物は，延性なマトリックス中では常に孔を発生しうる状態にあると明らかにいえると考えられる場合，小寸法粒子でも，同様の効果を持つものと考えてよいかが問題となる。この問題のため，マルエージング型の 18%Ni 鋼の熱処理による組織変化と延性破壊の破面についての研究を行なつた。その結果<sup>22)</sup>によると，硬化性の析出物はその析出がかなり促進された状態においては，孔を形成し，したがつて延性破壊に直接の影響を与えることが認められた(写真) 10。このことから，ある限界寸法以上の寸法の粒子だけがこのような孔の形成に寄与しているものと考えられる。このような限界寸法は，これらの孔の形成がマトリックスの変形機構ならびに破壊の伝播条件によつて変動することを考えると，実験温度に依存しているといえることができる(破壊の伝播条件とは垂直破断か剪断破断，か伝播速度等をいう)。いずれにせよこの限界寸法は非常に小さく，数 100Å である。上に記した種々の因子，さらにはそのほか考えられる効果を考慮することにより，種々の温度で破壊した試験片の孔の寸法の差異，あるいはまた同一破面中での種々の領域中における孔(中心軸と等軸方向の孔，剪断の縁部に生ずる寸法の異なる伸びた孔)の寸法の差異を説明することができると思われる。

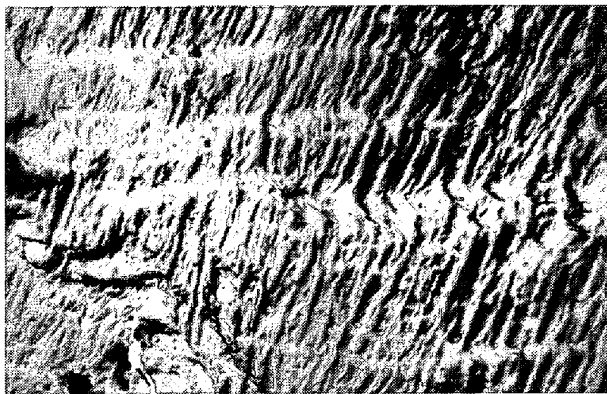
さらに延性破壊においてはこれらの孔のほかに，時に波状の破面とは別にかかなり大きく，顕著な凹凸がみとめられないような平面状の破面部が生ずることがある





×6000 (4/5)

写真11 18Cr-14Ni 低炭素オーステナイト系ステンレス鋼，溶体化処理，引張破断



×3000 (4/5)

写真12 平炉軟鋼， $12 \pm 19 \text{ kg/mm}^2$  で 642 000 cycle 後の繰り返し引張破断



×100 (4/5)

写真13 走査型電顕，粒界破断

(写真11)。そしてこのような平面状の分離破面と孔の壁部の間には連続性が存する。孔の発生に寄与する粒子の数が非常に少ないような条件下で、これらの平面状の破面領域を仔細に観察すると、このようなパターンを生ずるには先行する塑性変形量がかなり大きく、かつ試験片の分離は原則として剪断によつて行なわれていることがわかる。この大量な変形はあるいくつかの迂り面に沿つた金属の結合力を低下させ、このような加工硬化しな

い領域での分離に当たつては何ら特別な表面模様を生じない。いわゆる破壊の伝播を伴つた局所的な変形は、この場合には孔の形成を生ずる場合にくらべるとずっと少ないことがわかる。

### 3.1.3 疲労破壊

ある材料が破壊するまでに、大した変性を伴わないような繰り返し応力または歪みをうける場合に生ずる粒内破壊的性格をもつた破壊をふつうに疲労破壊と称する。この破壊の特色は、しばしば、一残念ながら常にというわけではないが一、伝播の先端の1サイクルごとの位置をあらわすストリエーションの存在により示される(写真12)。

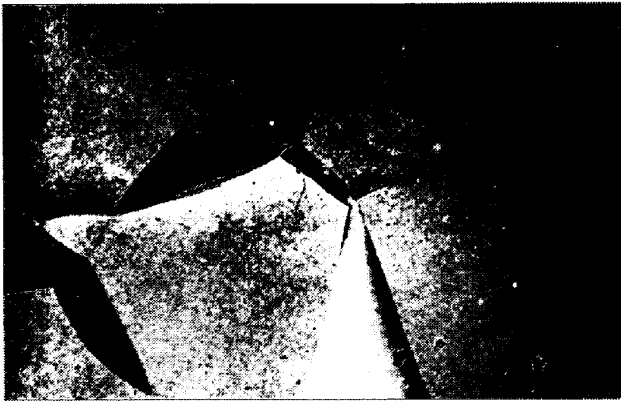
アルミニウムやアルミ合金などではこのストリエーション現象は非常にはつきりしている。これに対し、たとえばマルテンサイト鋼の場合にはほとんど観察できない。これらのストリエーションの数とピッチは繰り返される外部サイクルの数と振幅に関連している。最近の研究の進歩に伴つて、ストリエーションの形成機構ならびに疲労クラックの伝播機構(たとえば雰囲気的重要性など)についてもずいぶん細かくわかるようにはなつてきているが、まだすべての様相が解き明されたというまでにはいたっていない。さらにまた、破壊面のストリエーション、変形帯、変形に伴う転位の構造、突出し、入り込みの形成などの間の関係もまだ明らかではない。PELLOUX, FORSYTH, BEACHEM, RYDER, JACOBY, LAIRD, SMITH を始め多くの研究者が、これらの現象を手がかりに研究を行なつている。

一方、またあらゆる疲労破面に多数認められるほとんど平滑な面をもつた領域は、いわゆるつや消し平面とまぎらわしいが、これとは区別されるべきもので、これはおそらく繰り返しの応力または歪みによつて加工硬化されなかつた迂り面に沿つた分離現象によるものと思われる。

### 3.1.4 粒界破壊

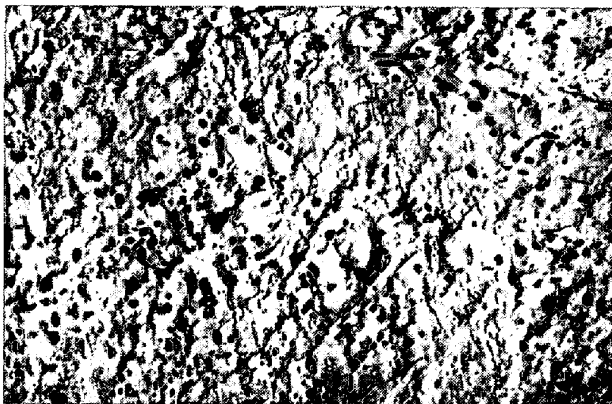
同じ相の中の結晶粒を分離するような界面、または性質の異なる相の結晶粒の間を分離するような界面に沿つて伝播する破壊を粒界破壊と称する(写真13)。これは等価結合温度以上の熱間で生ずる変形の場合のふつうの分離様式である。冷間で発生する粒界破壊は、界面の結合度が小さい場合—この際には粒界にある外来元素の存在をみつけ出すことは不可能である(写真14)—、または第2相に脆性な作用がある場合に発生する。

鋼の焼き戻し脆性はこの最初の場合に相当する。自硬性の Ni-Cr 鋼は、ソルバイト組織においては焼き戻し後の徐冷によつて脆性が促進される。粒界表面に観察されるソルバイトの炭化物(写真15)は、その性質、形状、分布状態が焼き戻し後の冷却速度によつて変化しないことからみて、これが粒界の結合度が小さいことの原因とはならない。焼き戻し脆性は、古いオーステナイト粒界



×5000 (4/5)

写真14 0.018%O を含有する Fe. -196°C 衝撃破壊



×6000 (4/5)

写真15 500°C 3 hr 脆化した自硬性 Ni-Cr 鋼, 20°C 衝撃破壊による粒界破壊



×10000 (4/5)

写真16 工業用純 Ni, 650°C 長時間保持による脆化. 20°C 引張による粒界破壊

の脆性によつて生ずるものである。この脆性はリパーシブルな現象で純度の高い合金中には発生しない。この機構はまだ完全には解明されていないのであるが、粒界偏析によるという仮定がおそらく正しいのではないかとと思われる。これについての今後の研究によつて、さらにこの仮定が確かめられていくものと考えられる<sup>24)</sup>。

析出を伴わないその他多くの粒界脆性の場合について

も多くの研究が行なわれている。これらの多くは同様に粒界偏析によるものと考えられ、これは粒界の形状が変化した場合についての研究から間違いのないと思われる場合も認められる。平衡状態の偏析の形成は界面エネルギーの減少をもたらす、これはとくにある特定の粒界方位において著しい。もし原子の再配列がでさうる程度に温度が高くなつてい場合には、粒界はある特定の方位をもつことになる。これはストレイションの形成ならびに粒界面における結晶学的破面の形成によつて明らかにされる (写真 16)<sup>24)</sup>。

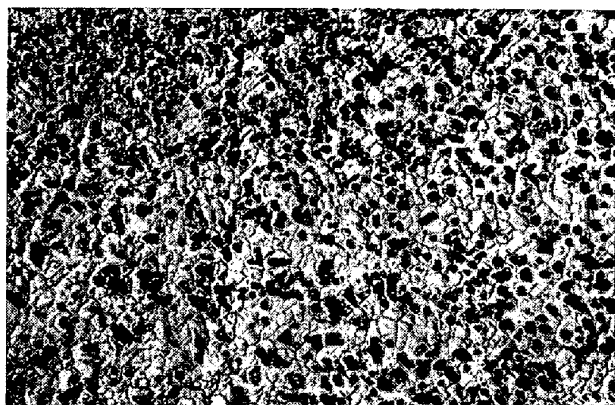
脆性の第 2 の場合はもつと簡単な場合である。つまり粒界析出物を含んだ金属または合金が変形をうけた場合、マトリックス材よりも硬い析出物が主として機械的な役割を演じる。それはそれ自体こわれるかあるいははがれることなしにはマトリックス材の変形に対応することはできないわけで、したがつてクラックの伝播を促進するような破壊の端緒が形成されることになる。このような破壊のパターンは延性破壊の場合に対比されるもので、ただしこの場合、析出物は粒内に分散せず、粒界に局在している状態に当たる。これらの析出物は、延性破壊の場合と同様の役割をし、破壊の伝播も延性破壊の際と似たような機構によつて界面を進行する。破面のパターン写真 17, 18 は、粒界の析出物の寸法と分布によつて異なる。析出粒子の寸法の増加に伴つて、つまり、これら析出粒子の占める面積の粒界表面積に対する割合がかなりになる場合、粒界は段々脆性となる。破壊の外的拘束条件、ならびに析出を伴い、かつマトリックスの塑性々質を変えるような組成の変化とは、共に粒界脆性に影響を及ぼす別の因子として考えることができる。

### 3.2 結論

まずマイクロフラクトグラフィは、これにより大部分の場合破壊様式を同定することができる。これらの破面は少し慣れれば何ら不確実性なしに破壊の種類を判別できるような特性的パターンを有している。さらにまたこのマイクロフラクトグラフィによつて劈開破壊の伝播方向を局部的に決定することができる。これによつて破壊の発生点を局限することができ、さらに伝播の経過を観察し、この伝播に影響を与える構造欠陥や析出等の研究を行なうことができる。

延性破壊の場合においては、金属中に含まれる粒子をマイクロフラクトグラフィによつて明らかにすることができ、さらにこれらのデンプルパターンの形状から、延性の原因についてのヒントを得ることができる。一般的にいつて、いくつかの破面を観察することによつて、実用中の金属がうけた熱処理条件 (過時効、脆性を招来するような熱サイクル)、あるいは破壊が生ずる温度、さらにはまた破壊にいたるような外力の種類などについての情報を得ることができる。また間接的には、マイクロフラクトグラフィは時に、転位密度、積層欠陥エネルギー





×6000 (4/5)

写真17 18Cr-10Ni-0.07C オーステナイト系ステンレス鋼. 溶体化処理後 750°C 1 hr 時効. -196°C 引張破壊



×6000 (4/5)

写真19 Ti で安定化処理したオーステナイト系ステンレス鋼, -196°C 衝撃破壊, フェライトの劈開, オーステナイトの延性破壊



×12000 (4/5)

写真18 18Cr-10Ni オーステナイト系ステンレス鋼, 溶体化処理, 750°C 24hr 時効. -196°C 衝撃破壊

ギ, 粒界構造などのほか種々のパラメータについての指針を与えることもある。

この技術は, とくに破壊の基本的な種類のものについての機構について十分な知識を与えるものである。これらのあるものについては, さらに深く研究する余地があり (たとえば疲労破壊のように), またほぼ解決されるにいたっているものもある (水素脆性, 応力腐食のように) が, これらを含め各種の研究が現在多くの研究所で実施されている段階にあるといえよう。

マイクロフラクトグラフィーは破面の形態学的な解析のための精密な技法であるから, これを探索手段として使用することができ, このことから冶金学的な諸問題の解決にも寄与するものがあるといえよう。以下このような観点から検討してみたい。

#### 4. “探索法”としてのマイクロフラクトグラフィーとその応用

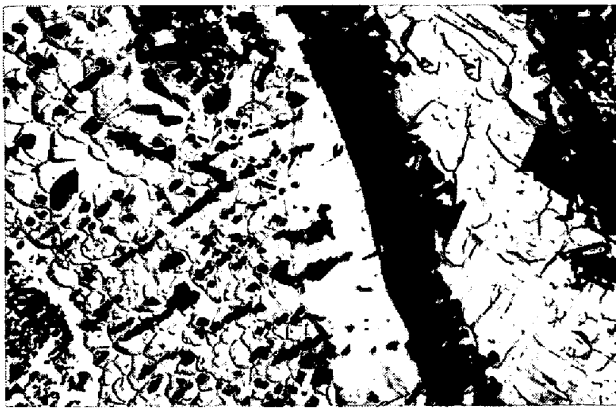
##### 4.1 相の同定

ある合金の構造のかなりの比率がいくつかの相によつ

て占められるようなものからなっている場合, これらの各相はそれぞれに特有な機構によつて破壊する。もし破壊の条件が適切に選ばれるならば, その組織を構成する諸相は異なる破面を有し, マイクロフラクトグラフィーによつてこれらの判別を行なうことができる。鋼そのほかいくつかの合金においてはこの方法は非常に有用である。この手法はまた何ら冶金学的な準備を必要としないという利点がある。試料を磨くことに比べれば, こわすことのほうがずっと簡単で, とくに, ある種の相におけるようにその分量がごくわずかしかなく従来の方法でははつきりと試験できないような場合にははなはだ有用である。

##### 4.1.1 フェライト, オーステナイト, マルテンサイト, または金属間化合物の同定

われわれはすでにみたとおり体心立方構造金属の低温におけるふつうの分離様式である劈開破壊は実際上面心立方構造の金属には絶対に認められないことがわかつた。このことを用いて冷間で破壊した鋼中でのこれら2つの構造を容易に弁別することができる。写真19の顕微鏡写真に示したオーステナイト鋼においては, フェライトの島をその特性的な外観から容易に判定できる。この試料の破壊は液体窒素温度での衝撃によつて得られたもので, フェライトは, 劈開しているが, オーステナイトは延性のままの状態に破壊している。第2の例は, 18Cr-10Ni-Moのオーステナイトフェライト系ステンレス鋼の場合であつて, 溶体化焼入後の焼戻しによりフェライトの島 $\delta$ 相の, オーステナイトとクロムカーバイドへの分解を生じる。900°Cで長時間保持することにより, 破面の顕微鏡的観察から, 各島の中央に変態していない領域の存在していることがわかる。これはおそらくフェライトであると思われるが, この確証はむずかしい。-196°Cでの破壊は,  $M_{23}C_6$ 型クロムカーバイドの粒界析出による脆性因子の存在にもとづきオーステナイ



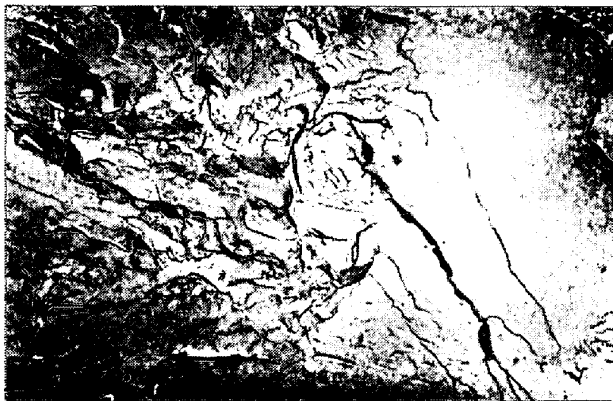
×6000 (4/5)

写真20 オーステナイト-フェライト系ステンレス鋼, (18Cr-10Ni-2.5Mo), 変態していないフェライト領域の劈開による破壊



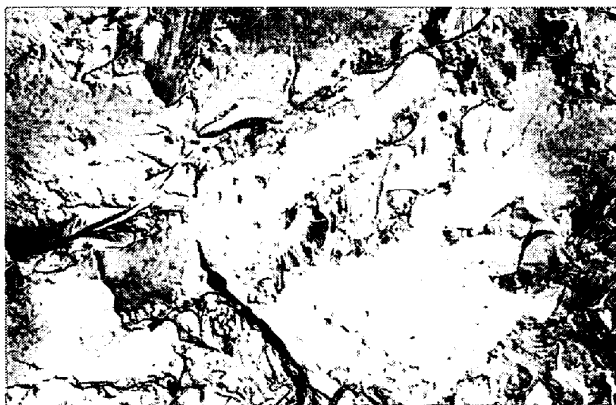
×6000 (4/5)

写真22 0.035%C, 1.52%Mn 含有の軟鋼, 700°C 24hr(水冷), -196°C 衝撃破壊, フェライトマトリックス中にマルテンサイト島がみえる.



×6000 (4/5)

a) 850°C/650°C, 10min 水焼入れ



×6000 (4/5)

b) 850°C/350°C, 5min, 水焼入れ, -196°C 衝撃破壊, マルテンサイト領域を容易に同定できる.

写真21 35CD4 鋼, 等温変態の研究(TTT曲線)

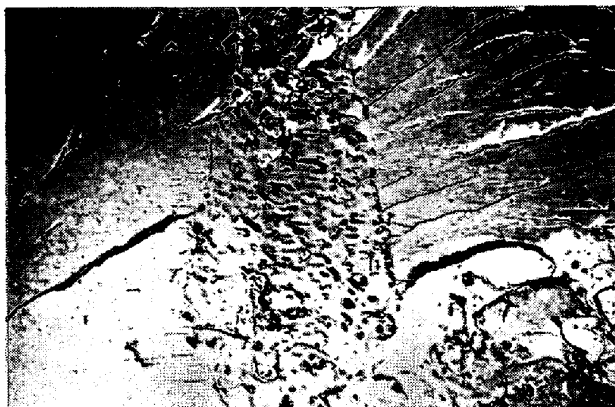
ト粒界, ならびに島の中で同時に進行する. 島の中央部に劈開領域が存在することは, 変態していないフェライトがあることを確認するものである (写真20).

フェライト系鋼および合金中での劈開のパターンはいずれの場合も似たようなものである. これに反してマルテンサイト中では, 針状の寸法が小さいことならびにマルテンサイト変態によつて生じた応力により, リバーパ

ターンはねじれた不規則な形状をし, この特色のある面の形状から焼入れ組織を知ることができる. 写真22は35CD4鋼の恒温変態の研究に用いた試料の破面を示したものである. これから変態しないオーステナイトの焼入によつて生ずるマルテンサイトとオーステナイトの分解領域とを容易に判別できる. これから,  $M_s$  点よりごくわずかに上の温度で形成された非常に微細なベイナイトとマルテンサイトを判別する場合, とくに変態比率をかなりくわしく求めるための方法が得られることになる.

次に示す例は, 0.035%C, 1.5%Mn を含み, 700°C 24hr 加熱水焼き入れした軟鋼についてのものである.  $\alpha$  領域での熱処理により, フェライト組織は均一でなければならないはずだが, 実際に顕微鏡の断面写真をみると, 非常に微細に分散した第2相がフェライト中に存在していることが認められる. この鋼の衝撃破壊によつて生じた破面はフェライトとマルテンサイトに関係した2種類の劈開からなつていていることがわかる (写真22). この第2相が実際にマルテンサイトからなつていていることを立証するために, 試料に 650°C での焼き戻し処理を施した. これによる破壊面から, 予期したように, この第2相領域に局在するマルテンサイトの焼き戻しカーバイドが認められた (写真23). マイクロプローブアナライザによる検査から, この部分が異常に Mn リッチになつていていることが認められた. このことは局所的な  $\alpha+\gamma$  の混合領域の存在が求められることを示している.

$\sigma$  相は, いくつかのステンレス鋼でみとめられるが, これも単独の破壊破面を呈し, これを同定することができる. 写真24は, ラメラ面に沿つたラメラの劈開が存在すること, ついでクラックの伝播に先行しあるいはこれに伴つた変形過程においてこれらのラメラが多数の部分に破壊されることを示している. この破面上に, Wallner 線ならびに相をいくつかの短冊状に分離する溝線が同時にみとめられることにより, この  $\sigma$  相を見分けることができる. したがつて Ti 安定元素を用いた



×10 000 (4/5)

写真23 Fig. 23 と同じ試験片, 600°C 30 min 焼きもどし後



×10 000 (4/5)

写真24 25%Cr-18%Ni-0.09%C ステンレス鋼, 溶体化処理(水), 750°C.830hr 時効,  $\sigma$ 相の板状析出

オーステナイト系ステンレス鋼の溶接ビード中に発生する,  $\delta$  フェライトの島と時に関連して生ずる  $\sigma$  相の析出をみわけることができる (写真25 a, b).

#### 4.1.2 介在物と析出物

すでにみたとおり, 粒界の介在物と析出物は, 延性破壊, 粒界破壊の場合の破壊機構に重要な役割を演じている. 破面の表面にこれらの粒子を露出されることによつて, 容易にその抽出, 同定, 分析を行なえる. この種の応用は, 耐熱鋼ならびに合金, Fe-Cr, Fe-Ni-Cr ステンレス鋼の焼き戻しにより形成される粒界析出物の研究に非常に有効に役立つ. これはまた製造上の諸問題の解決にも容易に利用できる. ある種の脆性, 特に鍛造鋼の場合, 有害な元素の同定をすることは, 脆性の抑止上かなり重要な問題である.

われわれは, この種のものについて多数の問題を処理する機会がえられたが, 以下にのべる例は製鋼工場の研究室で行なわれたものである. 写真 26 は, 铸造し放しの添加物を含んだ, または含まない 18-10ステンレス鋼についてのもので, 各種の形式の硫化物の粒界析出を示



a)  $\sigma$  相の板状析出

×6 000 (4/5)



b)  $\sigma$  相と $\delta$ フェライト相

×6 000 (4/5)

写真25 18Cr-10Ni-Ti オーステナイトステンレス鋼, 溶接ビード

したものである: CrS 形の硫化物で, Mn を  $[Mn/Cr]_{at}=0.009$ , あるいは  $T_1$  を  $[Ti/Cr]_{at}=4.7 \times 10^{-3}$  含んでいるものや,  $Ti_2S$  形の硫化物で, 多少の Cr を含んでいるもの. 写真 27 は, アルミキルド中における窒化アルミニウムの析出による粒界脆性領域を示したもので, 最後の例は铸造のままの 3.5%Ni 鋼の, 650°C 焼き戻し後の柱状晶状の破壊を示すものである (写真28). マイクロフラクトグラフィによると, 凝固時の粒界中のアルミナの大量な析出物がこの材料の脆性の直接的原因であることがわかる.

#### 4.1.3 加工によつてみいだされた表面層の構造

ある種の機械加工, とくに研削加工においては, これがまずい条件で行なわれた場合には, 非常に早い熱サイクルによりかなりのひずみを伴うことがある. これは金属表面に複雑な構造からなる表面層を形成することになる. この層はきわめて硬く, 化学的な反応剤でなかなかエッチングしにくく, よりエッチしやすいこれに近接した下層とくらべるとエッチによつて白っぽくなる. マイクロフラクトグラフィによりこの層を非常に仔細に解析することができる. しかもこのために試験表面をあらかじめ何らかの予備処理をしておく必要が全然ない. これはたとえば研摩によつて試験層近傍がだれることを防ぐこともでき, また存在している種々の層を正確に判別す

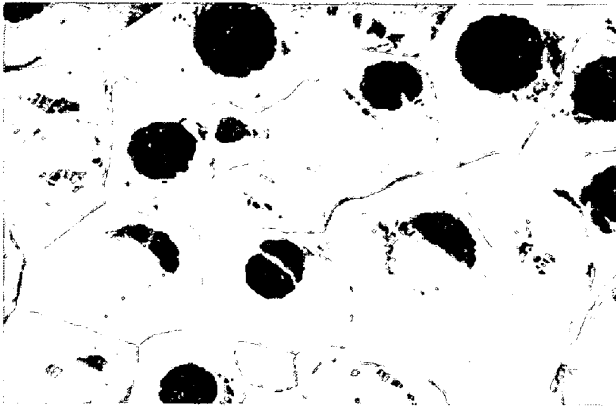


写真26(a) クローム硫化物 ( $\text{CrS}_{1.17}$ )  
(Mn/Cr) at = 0.009

×6500 (4/5)



写真26(b) クロームの硫化物 ( $\text{CrS}_{1.17}$ ) に Ti が置換  
形で加わったもの. (Ti/Cr) at  
=  $15.9 \times 10^{-3}$

×6500 (4/5)



写真26(c) チタンの硫化物 ( $\text{Ti}_2\text{S}$ ) とクロームが置  
換形で加わったもの (Ti/Cr) at =  $4 \times 4.7$   
 $\times 10^{-3}$

×6500 (4/5)

ることができる。この問題に対する非常に完全な研究は、C. SAUVAIRE<sup>26)27)</sup>により行なわれた。ここではこの方法を用いるためのごく特性的な例をあげるに止める。この試料は焼鈍ならびに焼入れ状態の 0.8% C 鋼で、研削加工をエメリーで行なったものである。試料は加工面に垂直に切断し、ついで、 $-196^\circ\text{C}$  で衝撃による破壊を

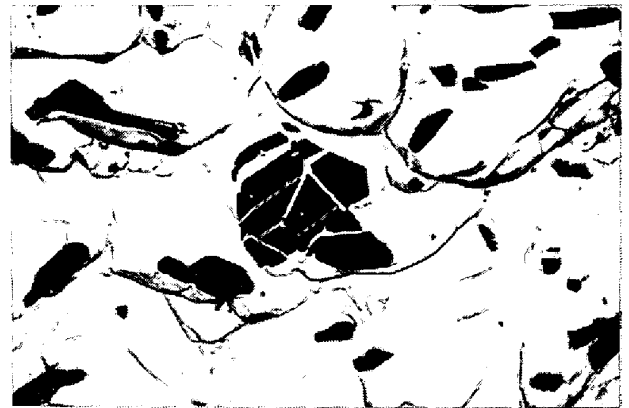


写真27(a) 軟鋼, 凝固粒界に析出した窒化アルミニウム

×4000 (4/5)

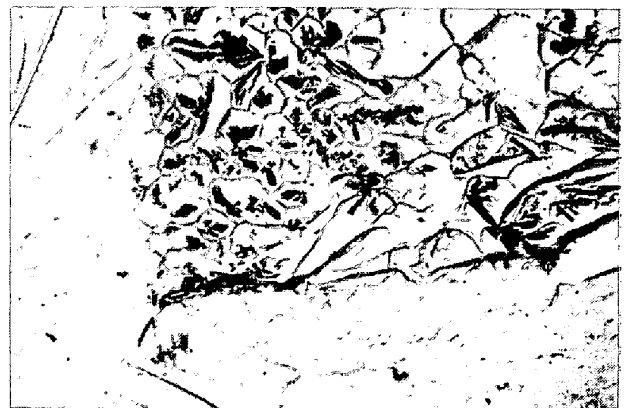


写真27(b) 軟鋼, 窒化アルミニウムのデンドライト  
析出物の存在による粒界脆性領域

×4000 (4/5)

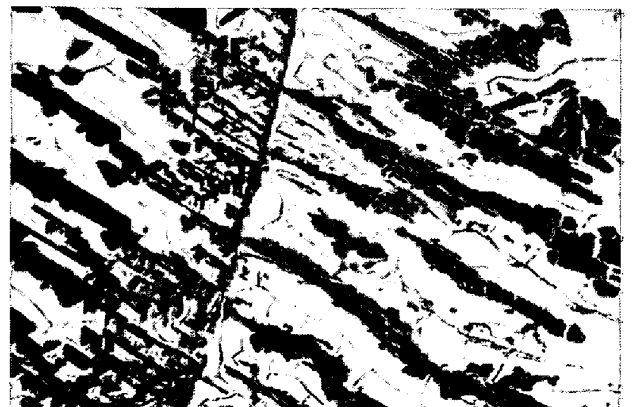
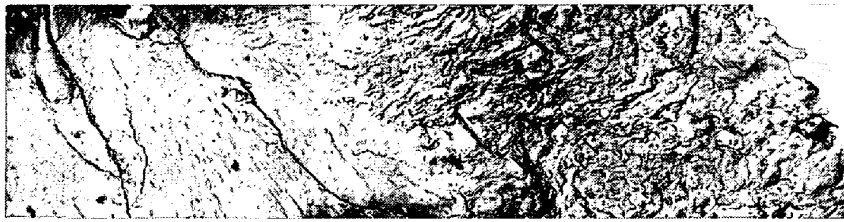


写真28 3.5%Ni 鋼, 铸造のまま, アルミナの粒界析出  
行なつた。得られた結果は次のとおりである。

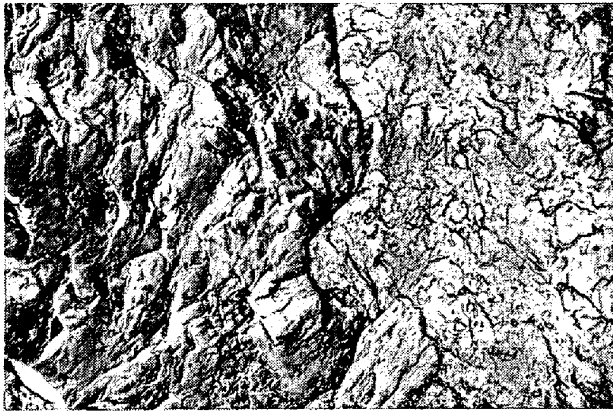
×5000 (4/5)

焼鈍状態 ( $820^\circ\text{C}$  30 min 保持, 炉冷) パーライト組織。表面層は、マルテンサイト組織の破断面の特徴を示す。この破面は明らかに、この下部に存在するパーライトの破断面とは明確に異なっている(写真29)。時には、ふつうごく狭い幅に限られているが、球状析出物を含んだ遷移領域が観察される。サーマルフラッシュのときに、加工表面に近いパーライト組織の変態が生ずる。研



×4000 (4/5)

写真29 0.8% C 鋼, 焼鈍, 表面層の破壊面



×6000 (4/5)

写真30 0.8% C 鋼, 焼入れ状態, 表面層の破壊面

削条件に応じて異なるがこの変態の領域の厚さは割合と大きい。表面において、加工による温度は鋼の変態点以上に達する。一方機械的効果はセメントタイトラメラの分化を促進する。したがって、カーボンの再固溶と、マルテンサイト層の急速冷却の際の、カーボンの析出とが生じる。研削面より多少離れた領域中では、温度は表面層ほどは上らない。したがってカーボンは再固溶せず、単にパーライト状セメントタイトの凝集だけが生ずる。もし冷却条件があまり急激でない場合には、研削によつて再度オーステナイトに変態した領域は、微細パーライト層または種々の形状のベイナイト層を発生させる。

焼入れ状態 (850°C, 30 min 保持, 水焼入れ) マルテンサイト組織。

この試料の破壊面上に、加工時に形成された微細なマルテンサイト組織からなる外縁部と、より粗大なマルテンサイトからなる中央部の2つの破面を観察することができる(写真30)。研削条件が多少異なっている場合、焼き戻しマルテンサイトに相当する遷移層が発生することがある。上にのべた機構が、この場合の変態でもやはり主要な原因となつているものと考えられる。

上にのべた結果は非常に厳格な条件下で、かなり試験片の加工を行なつた場合に得られたものであつて、したがつて乱れた層の厚さは数 10 μ に達している。しかし多数の実験によると、この厚さは同じ方法で加工した場合で数 μ 程度である。したがつて、機械的、物理的、化学的または熱的処理(切断、研摩、窒化、炭化、脱炭など)を金属表面に施すと、金属組織が変化するおそれがある。

あり、破面の解析法によつて、表面層の性質を精密に検討することができるのである。

#### 4.2 金属の内部欠陥の試験

金属中に存在するすべての巨視的欠陥は、クラックの伝播を促進させる脆弱な領域に相当し、これらの欠陥は破面上にも認めることができる。マイクロフラクトグラフィによれば、これらの欠陥をとりまくマトリックス材が冷間で脆性を呈する場合においても、とくに前もつて冶金学的な何らかの前処理を行なうことなしに、したがつてこれらの欠陥の形態を変化させることなしに、これらの欠陥の状態を観察することができる。

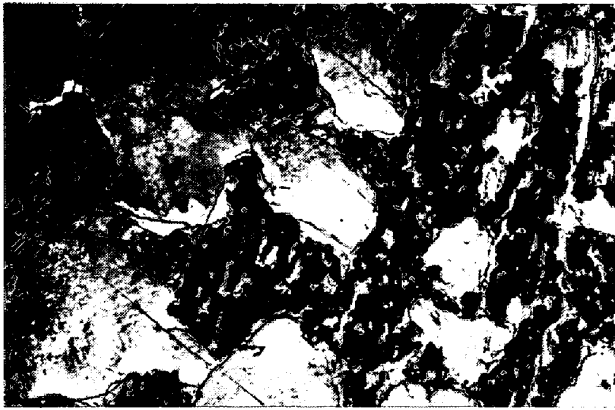
この場合、次のようなものを明らかにすることができる。

- 鑄造, 溶接, 拡散, 焼結, 熱間握り, クリープなどの諸種の作業により熱間で形成されたクラック, 穴, キャビティ
- 水素に原因する欠陥
- ガスの気泡
- 凝固, 鑄造時の収縮, ひび割れ
- 焼割れなど

以下にかかげる例は、それぞれさらに詳細な研究を行なうに適した研究テーマとも考えられる。以下簡単な解説をつけて列挙するに止めることにし、マイクロフラクトグラフィの有用性に対し関心をもたれることができればと考える。

##### 4.2.1 熱間で形成されたキャビティ

これらのキャビティは、ふつう金属表面にまでは抜けない。これは常にストリエーションで覆われ、その様相は、酸素分圧が低い場合に高温酸化のごく初期に金属の研摩面上に生ずる幾何学的模様とよく似ている。J. BENARD, J. MOREAU<sup>28)</sup>によると、金属の表面には化学的に吸着された酸素層が形成され、これは表面エネルギー特に低指数のある結晶面方向ではいちじるしく表面エネルギーを減少させるとしている。表面拡散に関与する機構により、表面の再配列が生じ、これによつてより低いエネルギー層の形成が行なわれ、この際上に述べたある種の結晶面方向ではとくにこのような低エネルギー層が形成されやすいことになる。このような表面の吸着現象がおそらく熱間で形成されるキャビティの舌部にあらわれるストリエーションの形成の原因であろうと考えられる。このようなストリエーションを生じる破面の原因と考えら



×5000 (4/5)

写真31 77%Ni, 19%Cr, 0.03%Cオーステナイト合金 16 kg/mm<sup>2</sup>・750°C 480hr クリープ後, -196°C で衝撃により再破壊したもの



×5000 (4/5)

写真32 Fig. 32 と同じ試料

れる穴が増加するような場合において、空孔機構がこの穴の増加の原因と考えることはあまり可能性がないのではないと思われる。

クリープの場合、高温で生じた破壊の解析は、試験中の雰囲気による表面の変化、さらにはクラックの進展に要する時間が長い場合かなり大きいと思われる表面拡散現象などの原因から、きわめてむずかしい。熱間変形したものの低温での破壊破面の観察によつて、クリープの第3期に形成された粒界のキャビティの初期の発達過程(写真31)ならびにその集合した状態(写真31, 32)を調べることができる。キャビテーション現象ならびにキャビティの形成、増大を制御する因子についてはあまりよく知られていない。マイクロフラクトグラフィによつて、これらのキャビティの形状、寸法、分布、数とクリープ試験の諸因子(荷重、温度、ライフ、クリープ速度)とを結びつけることができるが、特にクリープした鋼の微細組織(とくに粒界、析出物)とを結びつけることができる。3次元的观察によつてこれらの孔の3次元方向の大きさを求められることは、無視できない強みである。

カーケンダル効果が生じている拡散試料中では、空孔群が非常にゆつくりと他方の相中に拡散していく。この

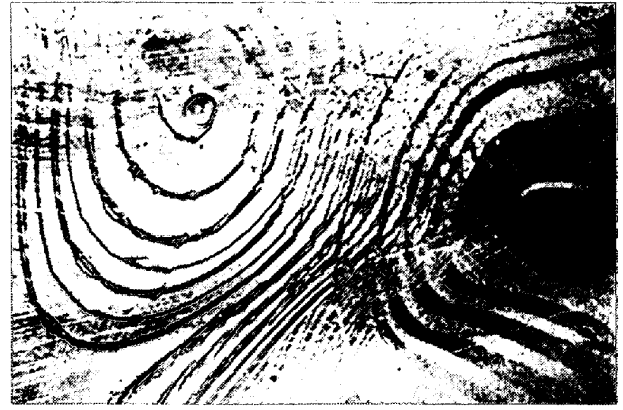


写真33 Cu-Ni の拡散試料, Cu リッチ面に発達したキャビティの状態

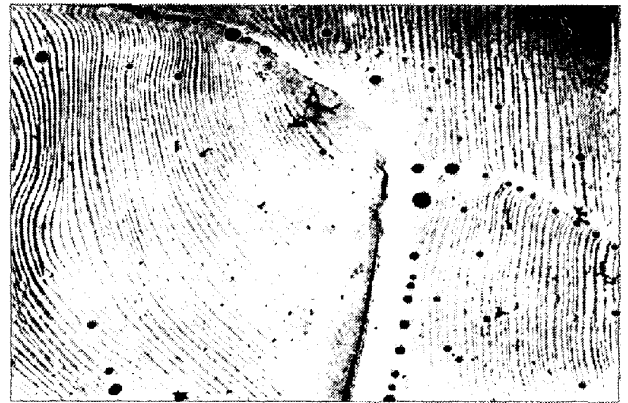


写真34 純鉄インゴット中のキャビティの状態. Fe のオキサイド粒子

空孔群は非常に迅速にかなり大きなキャビティを形成することがしばしばある。この現象は多くの研究者の関心を引いたのであるが、この機構についてはまだはつきりとしていない。このような試料の破壊はキャビティを含んだ弱くなつた領域を通ることになり、このキャビティの構造は破面について研究することが便利である。写真33は1000°C 144hr 焼鈍したCu-Ni合金試料についてのものである。これではポイドはCuリッチなほうに発達していることがわかる<sup>20)</sup>。キャビティはどれも皆似た形状をしているが、このほかにこれらキャビティの壁面に、われわれの用いた鋼の場合ではFeのオキサイドからなる多数の粒子がみとめられた(写真34)。

#### 4.2.2 溶接欠陥, 凝固割れ, 焼割れ

溶接ビード中または溶接の熱影響部における不均質性、さらにこれより大きな問題である焼割れもその破面上にみとめることができる。この場合もまたストリエーションが生じており、その状態は熱間で形成されたポイドの存在する場合によく似ている。写真35に示した顕微鏡組織は、溶接管についてのもので、抽出した介在物は溶接に用いたフラックス材と同じ性質のものである。その成分は主として、アルミン酸塩と珪酸塩とからなっている。これらの焼割れの様相は割れ形成にあずかる主要因子が冶金的またはより単純に機械的なものである場





×4000 (4/5)

写真35 平炉軟鋼製管の溶接部中のわれ



×6000 (4/5)

写真36 Ni-Cr 自硬性鋼, 850°C 水焼入れ, 焼われの粒界破面

合には詳しく解析することはむずかしいが、凝固によるひび割れは、CASTRO, GUEUSSIER<sup>30)</sup> の発表にみるように、凝固温度における熱応力の効果によつて発生することが解析できる。この種のひび割れの縁部には、デンドライトの間の部分に凝集した不純物が結晶化した多数の粒子がみとめられる(偏析物)。この部分は最後に凝固するところで、ここに生ずる収縮はひび割れ性の原因となるかなり大きな応力を生ずる。これと似たような現象は、連続鑄造の柱状インゴット中にも生ずるが、この場合には、デンドライト晶の凝固先端に破壊を発生するのは、柱状塊に作用する外力である。この場合に観察される破面は 写真35 の場合に相似している。

焼割れについてはあまり多くの実験観察を行なわなかつた\*。Ni-Cr の自硬性鋼においては割れは粒界割れの経路をたどる(写真36)。

#### 4.2.3 水素による欠陥

水素の存在は鋼中に種々の欠陥を発生する。特に、水素のプロトンが格子の不完全部分に集合すると、かなりの内部歪みを生じクラックの形成を促進する。高強度の機械的性質を有する鋼中に特に生じる種々の破壊現象は、水素と加えられた応力の相乗作用によつて発生する。これに関するマイクロフラクトグラフィによる研究は P. BASTIEN ならびにその共同者 P. AZOU, 同夫人<sup>31)</sup> ならびに E. MENCARELLI<sup>32)</sup> により行なわれている。これらの研究者により認められた点にはいくつかの類似点がある：極軟鋼では破壊は一般にデインプルパターンの延性破壊であるが、リバーパターンに多少似たような線からなるひだのついた領域が観察される。高抗張力鋼においては、もつとも典型的な破面はくねくねした線と不規則なステップからなる系からなっている。われわれの実験では種々の鋼について、房状の相似したパターンが認められた。これらの欠陥の起源は水素ガスの溶解度が

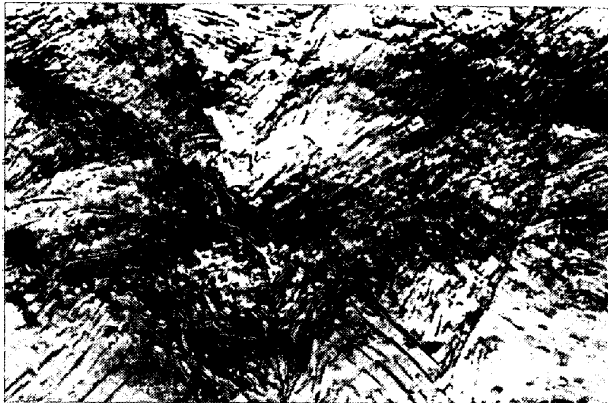


×6000 (4/5)

写真37 0.55%C 鋼, 連鑄ビレット中の欠陥

最も大きいオーステナイト状態からの冷却過程で発生する水素の局所的な過飽和状態によつているものと考えられることができる。もしもこれと同時に内部応力が存在する場合には、過飽和状態はクラックの発生を導くことになる、つまり房状の破面を生ずることになる。0.55%C 鋼の連続鑄造ビレットでは急速に冷却したものにだけクラックが生じ、徐冷したものではクラックは発生しない。これらの房状のクラック破面は破面上に非常に局部的、かつごくわずかのつや消しの小さな破面領域を呈するという特色をもっている。マイクロフラクトグラフィ(写真37)によるとこの領域は平滑な面からなりこれらの面と面の間にはステップがあり、このステップ上に時に吸着のストリエーションがみとめられる。一方またこれらの領域は常にフェライト-パーライト界面の分離を伴っており(写真38)、したがって通常の破壊状態では劈開破壊だともいえる。ほかの鋼の場合にも、結晶学的破面を含んだ互いに非常に相似した破面状態が認められるが、これらの結晶学的破面についての検討は行なわなかつた(写真39)。最後に、ときたま旧々の粒界に非常に細かい吸着のストリエーションで覆われた巨視的にいつて均質な平面からなる滑らかで光沢のある欠陥がみとめられ

\* 同様に砥石研削の際のひび割れも存在する。これは研削面に生ずるクラックで残留引張応力がこの金属の破断応力を上廻つたために生じたものである。これはいつも直視できるとは限らず、浸出法または磁気探傷法によつて見いだされる。



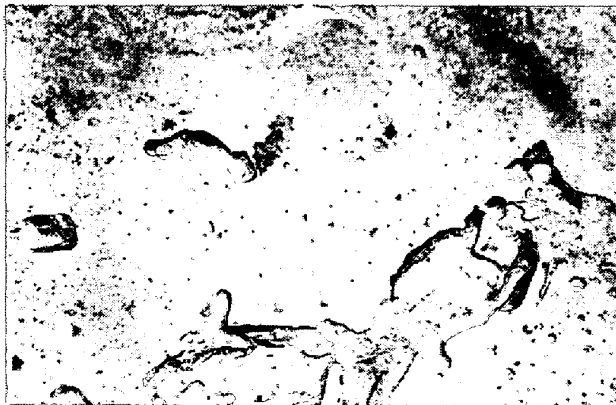
×6000 (4/5)

写真38 Fig. 38 と同じ試料，欠陥に近接した領域，パーライト-フェライト界面



×15000 (4/5)

写真39 廃品レールから採取した試料，欠陥の様相



×6000 (4/5)

写真40 0.03% Pb, Te を含有した 0.3% C 鋼，シェーパーチップの分離面の様相

る。これは房状ひび割れ状態にあることが認められる。一般に房状の破面とほかの欠陥とを区別することは容易ではない。

#### 4.2.4 特別な機構の研究

鉛とテルルの添加によつて一般に鋼の被削性が改良されることはよく知られているとおりである。これらの元素の作用機構を理解するために、シェーパーによつて直

接得られるチップの破壊面を、0.03% の Pb と Te を含んだ 0.3% C 鋼について検討した。この破面は（写真40）フェライト粒界に沿った粒界分離に相当している。この部分に無数の介在物と時に吸着のストリエーションが認められた。

これに対し、高抗張力試験片あるいは切削チップの常温曲げ破壊から得られた破面は、粒界脆性領域を伴わない劈開ならびにディンプルパターンからなる従来の破壊パターンを示している。

これから、粒界分離は切削加工時のチップの破壊に大きな役割を演じていることがいえる。一方また同様の形の脆性が 0.2% Te を含んだ合金鋼中にも認められた。これから Te の被削性に対する作用はこの脆性に関係しているのではないかと考えられる。この脆性はおそらく破壊が熱間で行なわれかつ、かなりのひずみが生じたあとでなければ発生しない。つまり、このような条件は被削時のチップの破壊条件と合致しているということに注意を要しよう。

以上は、マイクロフラクトグラフィによつて説明を与えることができると思われるものについての簡単な説明である。

#### 4.3 結論

以上簡単に列挙し、かつ解説を与えたものは、特に研究者、現場技術者にマイクロフラクトグラフィによる探査の可能性について指摘しその関心を喚起することを目的としたものである。以上のべてきた方法にさらに便宜的な種々の方法を付加し利用することによりさらにいくつかの冶金学上の問題の解決が促進されよう。H. de LEIRIS はその造船単科大学における講義で Charles de FREMINVILLE の次のような節を引用している。“破面というのはこの破面を生じた現象を登録した記録である。”これにさらにつけ加えるならば、破面というのはまた、破壊面が伝播する過程でよこぎつた種々の異なる構成相が、きさにその相であることに相違ないことを記した経歴書のようなものである、ということができよう。

#### 文 献

- 1) H. de LEIRIS: "L'analyse morphologique des cassures". Cours à l'Ecole du Génie Maritime (1956)
- 2) C. A. ZAPFFE et C. E. SIMS: Metals Technology, (1941) 8, TP 1307
- 3) J. PLATEAU, G. HENRY, et C. CRUSSARD: Rev. Univ. Mines 12, (1956) 10, p. 543
- 4) J. PLATEAU, G. HENRY, et C. CRUSSARD: Rev. Mét. 54 (1957) 3, p. 201
- 5) J. PLATEAU, G. HENRY, et C. CRUSSARD: Métaux, Corrosion, Industries, 33 (1958) 392, p. 141
- 6) J. PLATEAU, C. CRUSSARD, J. FAGUET, G. HENRY, M. WEISZ, G. SERTOUR, et R. ESQUERRE: Rev. Mét., 55 (1958) 7, p. 679

- 7) G. HENRY, L. ROESCH, et J. PLATEAU: "La microfractographie", Editions Métaux, St-Germain-en-Laye
- 8) L. MENY, M. CHAMPIGNY, G. HENRY, R. TIXIER, et J. PHILIBERT: Communication au Colloque de la SFME, Lausanne (mai 1969)
- 9) G. HENRY et J. PLATEAU: Colloque de la SFME, Strasbourg (1964)
- 10) J. DEMESTRE, R. LEVEQUE et A. MERCIER: Communication aux Journées du Manganèse, Paris (Juin 1969)
- 11) J. J. GILMAN: J. Metals (1955) 7, p. 1252
- 12) J. FRIEDEL: Fracture, Proceedings of the Swamscott Conference, Wiley, New York (1959) p. 498
- 13) J. PLATEAU, G. HENRY, et J. FRIEDEL: Proceedings of the First International Conference on Fracture. Sendai, vol. 2 (1965) p. 597
- 14) L. ROESCH, G. HENRY et J. PLATEAU: Mém. Scient. Rev. Mét., 63 (1966) 11, p. 941
- 15) WALLNER. Z. Physik., (1939) 114, p. 368
- 16) M. N. PELLOUX: Boeing Research Laboratories, Report D 1-82-0169-RI (1963)
- 17) D. A. RYDER: Acta Met., 9 (1961) 1, p. 73
- 18) E. MENGARELLI, H. de LEIRIS, et J. C. NOMINE: Mém. Scient. Rev. Mét., 63 (1966) 5, p. 407
- 19) C. D. BEACHEM: Trans. Quarterly ASM, (1963), 56, p. 318
- 20) L. COLOMBIER: Communication privée, (1960)
- 21) J. PLATEAU et J. GURLAND: C. R. Acad. Sci., (1963) 256, p. 1109
- 22) L. ROESCH et G. HENRY: C. R. Acad. Sci., (1968) 266, C, p. 183
- 23) "Temper Embrittlement in Steel"-ASTM, STP, 407 (1967)
- 24) G. HENRY, J. PLATEAU, X. WACHE, M. GERBER, I. BEHAR et C. CRUSSARD Mém. Scient. Rev. Mét., 56 (1959) 4, p. 417
- 25) P. POYET et R. LEVEQUE: Rev. Mét., (1967) juillet-août, p. 653
- 26) C. SAUVAIRE, C. WACHE, G. HENRY et J. J. TRILLAT: C. R. Sixth International Congress for Electron Microscopy, Kyoto, (1966) p.477
- 27) C. SAUVAIRE: Thèse, Paris (1968)
- 28) J. MOREAU et J. BENARD: J. Inst. Met., (1954) 83, p. 87
- 29) J. LEVASSEUR et J. PHILIBERT: C. R. Acad. Sci., (1967) 264, C, p. 277
- 30) A. GUEUSSIER et R. CASTRO: Rev. Mét., 57 (1960) 2, p. 117
- 31) P. BASTIEN: 8ème Colloque de Métallurgie, Cadarache (1964). Presse Universitaires de France, p. 1
- 32) E. MENGARELLI: Association Technique Maritime et Aéronautique, session de mai 1964