

解 説

UDC 548.73 : 539.375 : 620.179.119.669.14

X線回折法による破面解析*

(故)平 修 二**・田 中 啓 介**

Fracture Surface Analysis by X-Ray Diffraction Techniques

Shuji TAIRA and Keisuke TANAKA

1. はじめに

機械構造物の破損事故の原因究明の手段として、破面形態の目視や光学顕微鏡および電子顕微鏡による調査いわゆるフラクトグラフィーの手法が広く利用され成果を納めている。この手法は、破面に現出している凹凸の形態をもとに破壊様式あるいは破面形成時の力学的条件の評価や破壊機構に関する知見を得ようとするものである。そのため破面極表面におけるスケールの付着や摩耗などのため凹凸の原型が保存されていないとき、あるいは類似破面または無特徴破面の出現などで形態分類ができないときなど従来のフラクトグラフィー手法では必ずしも定量的解析が成功するとは限らない。

X線回折法は結晶質材料の巨視および微視構造を敏感に検出する一手法として、変形や破壊の機構解析ばかりでなく広く材質評価の実際の技術として工業的にも応用されてきた¹⁾。この手法を破面の観察に使用すると、破面近傍の変形量、限性域あるいは残留応力など材料の内部構造に関する情報を与えるため新しい手法としての価値を有し、従来のフラクトグラフィーとおぎない合う技術としての発展が期待される。

さて、破面観察にX線回折法を応用した歴史は古く破壊力学のれい明期にさかのぼる。このうち OROWAN²⁾が Griffith のエネルギー的考察にもとづいたぜい性破壊理論の一般化の過程で、塑性破壊仕事をへき開破面近傍の塑性変形量のX線観察より推定したことは有名である。それ以来 CHANG³⁾、石橋⁴⁾らによりぜい性破面の、HOLDEN⁵⁾、平ら⁶⁾⁷⁾により疲労破面のX線観察が行われてきた。しかしこれらの研究は概して機構解明の一手法として用いられたものであり、破壊の力学的条件との関連において定性的であることはいなめない。

近年の破壊力学の発展は破壊の力学的条件の解析に大きな変革をもたらした。この発展に刺激され破面のX線観察においても、X線回折法で測定されるパラメーターと破壊力学パラメーターとの対応が求められ他の手法にはないいくつかの成功を納めている。X線回折法による

破面観察が、実際の工業的技術として発展定着するためにはさらに多くの研究が行なわれるべきであるが、他の分野における研究との相補的発展を望むため、本解説では研究の歴史と現状および今後の問題点を述べる。ここでX線回折法を用いた破面解析法はX線フラクトグラフィー(X-ray fractography)と呼称されているが⁸⁾⁹⁾、これはフラクトグラフィーなる術語を破面近傍の材料内部構造を含めた形態記述学という広い意味で解釈している。

2. X線フラクトグラフィーの基礎

2.1 X線回折の手法

破面観察のためのX線回折法として背面反射デバイ法が最も多く用いられている。その他単結晶、粗大結晶破面の面方位決定のため背面反射ラウエ法が使用される¹⁰⁾。破面にX線を照射して得られる回折像は破面近傍極表面の結晶構造に関する平均的情報で、内部方向への分布状態にX線吸収を考慮した重み付き平均である。一般に電子あるいは中性子の回折原理と応用した観察手段に比較して侵入深さが大きく、例えばエレクトロンチャンネリング像が得られない破面においても常にX線回折像を得ることが可能である。したがって、破面の形成による格子欠陥の再配列の後にも、破壊様式に関係した結晶構造の残存する十分内部の情報を捕える。

従来のX線フラクトグラフィー研究の大部分は比較的侵入深さの浅い特性X線 CrK α 線を使用し、侵入深さ内では結晶構造に分布がないものとして取扱われてきた。X線回折の手法は、1~2mm直径のX線束を用いた通常の広束X線回折法と30~200 μ 直径のX線束を用いた細束X線回折法に分けられる。前者の手法では、X線回折プロファイルのピーク位置の移動から求まる残留応力、およびひずみの不均一性や微結晶粒径に関係するプロファイルの半価幅といったX線パラメーターが計測される。一方、後者では分解能が高く、回折はん点の形状分布より過剰転位密度や副結晶粒径および微視的格子ひずみといったパラメーターが求まる¹⁾。また変形誘起変態相の定量測定あるいはラウエ法やコッセル法なども有効

* 昭和 53 年 7 月 19 日受付 (Received July 19, 1978) (依頼解説)

** 京都大学工学部 工博 (Faculty of Engineering, Kyoto University, Yoshidahonmachi Sakyoku, Kyoto 606)

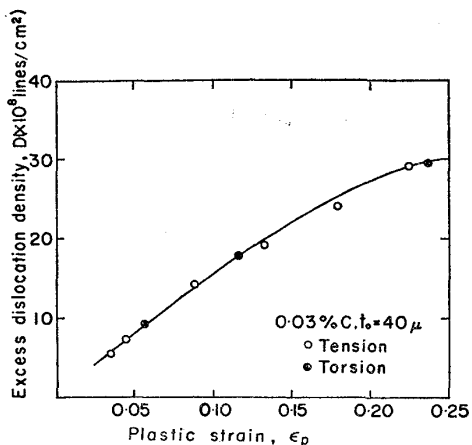


Fig. 1(a). Excess dislocation density related to plastic strain. (Annealed 0.03% C steel)¹¹⁾.

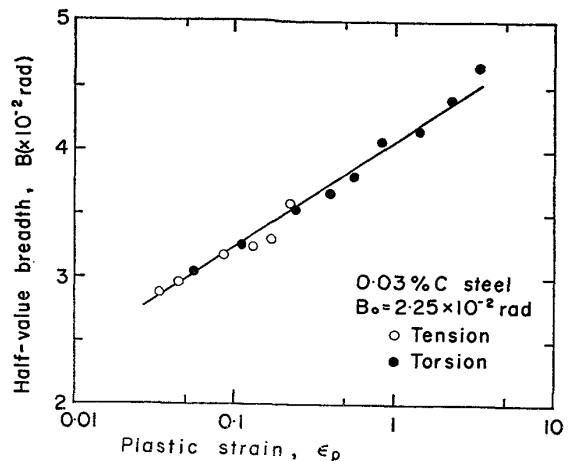


Fig. 2(a). Half-value breadth related to plastic strain. (Annealed 0.03% C steel)¹²⁾.

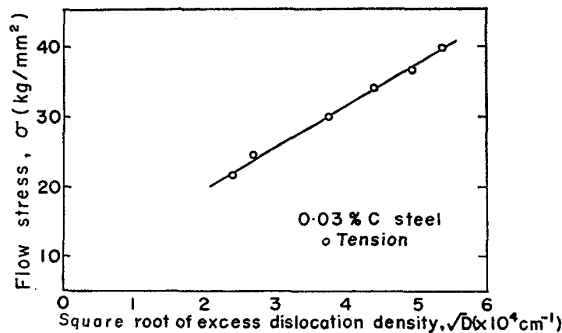


Fig. 1(b). Flow stress related to square root of excess dislocation density. (Annealed 0.03% C steel)¹¹⁾.

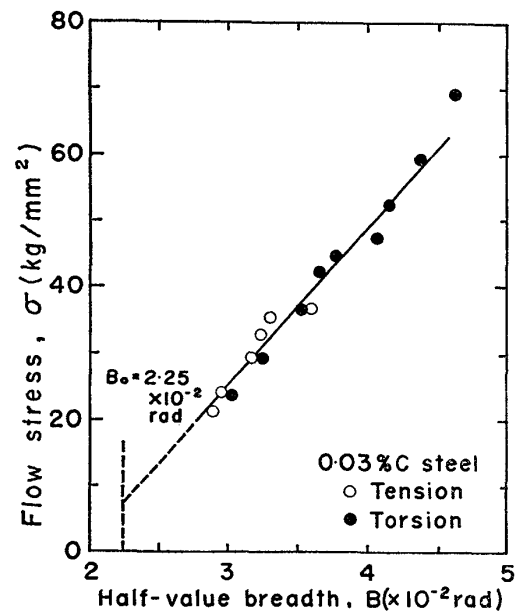


Fig. 2(b). Flow stress to half-value breadth. (Annealed 0.03% C steel)¹²⁾.

な破面観察手段になるものと期待されるが、破壊力学的観点からの研究はあまりなされていない。

2.2 X線パラメーターと変形パラメーターの相関

破面観察で得られるX線パラメーターより破壊の力学的条件を論ずる場合、これらと塑性変形パラメーターとの相関を得ておきこれをもとに応力あるいは塑性ひずみに変換すると、より進んだ定量的解析が可能となる。両パラメーターの相関は、測定対象材料の引張あるいはねじり変形に対して得られる。X線パラメーターとして細束X線回折法で求まる過剰転位密度 D を用いた場合の例⁽¹⁾を Fig. 1 に掲げる。ここで横軸には相当塑性ひずみ ϵ_p をとつた。 D と ϵ_p の関係はひずみの小さい領域で

$$\epsilon_p = C_1 \cdot D \quad \dots \dots \dots (1)$$

となる。また相当応力 σ は (b) に示すごとく D の平方板に対して線型的に増大する。

$$\sigma = \sigma_{fr} + C_2 \sqrt{D} \quad \dots \dots \dots (2)$$

ここで σ_{fr} は転位の運動に対する摩擦力である。変形を大きく受けた材料からのX線回折像は連続環となる。このとき回折強度曲線の2分の1の高さでの幅つまり半価幅 B が有効なパラメーターとなる。細束X線回折の静止状態で撮影した回折像がはん点状になっているひずみの

小さい範囲でも、写真撮影中フィルムおよび試料を微小角度範囲揺動する方法を用いれば連続環が得られそれより半価幅が測定される。Fig. 2 には B と ϵ_p および σ との関係を示す¹²⁾。ここでこれらの間には測定した広いひずみ範囲にわたつて次の関係が成立する。

$$B - B_1 = C_3 \log \epsilon_p \quad \dots \dots \dots (3)$$

$$B - B_0 = C_4 (\sigma - \sigma_{fr}) \quad \dots \dots \dots (4)$$

半価幅測定に通常の広束X線平行ビーム法を用いた場合にも同様な関係を得る¹²⁾¹³⁾。上述式(1)~(4)は焼なまし材に関して一般的に成立するとみなされ、実験では少なくとも2点のひずみ量に関して測定点があれば各定数が決定され、 D および B より ϵ_p や σ への変換曲線が求められる。

さて式(2)の関係は D 値が全転位密度 ρ 比例するとすると、変形応力 σ が $\sqrt{\rho}$ に対して線型的に増大すると

いう転位論に基づいた加工硬化理論¹⁴⁾と一致する。一方、半価幅は微結晶粒径 p と微視的ひずみ $\langle \epsilon \rangle$ の関数であるが、回折強度分布がコーギー型であるとき次の HALL の関係式¹⁵⁾が成立する。

$$\beta \cos \theta / \lambda = 1/p + \langle \epsilon \rangle \sin \theta / \lambda \dots\dots\dots (6)$$

ここで、 $\beta = B - B_0$, θ はブラッグ角, λ は特性 X 線の波長である。WILLIAMSON ら¹⁶⁾ による塑性変形を受けた材料中の転位分布モデルによると、 $1/p$ および $\langle \epsilon \rangle$ とともに p の平方根に比例し、結局式(4)の関係も σ が \sqrt{p} に対して線型であることを意味し前述と一致する。ところで数理塑性学における加工硬化則として

$$\sigma = k \epsilon_p^n \dots\dots\dots (6)$$

なる n 垂則が使用される場合が多い。これに対して式(1)(2)および式(3)(4)からは次式を得る。

$$\sigma = \sigma_{fr} + C_5 \sqrt{\epsilon_q} \dots\dots\dots (7)$$

$$\sigma = C_6 + C_7 \log \epsilon_p \dots\dots\dots (8)$$

実際の加工硬化則は材料に依存するが、式(6)で表示すると n 値はひずみの小さい範囲で 0.5 で、ひずみが大きい範囲で小さくなる。あるひずみ範囲で式(6)で加工硬化則が与えられた場合、 $B - B_0$ が σ に比例することより $B - B_0$ が ϵ の n 乗に比例することになる¹⁷⁾が、広い範囲では式(3)の関係の方がよい近似式となる¹²⁾。

低強度の焼なまし材の一方方向限性変形に関して一般に式(1)~(4)の関係が成立するのに対して、焼入焼もどし処理した高強度材料に関しては、加工硬化した場合にも B が減少することがあり、上述のような一価関係が成立しない場合がある¹⁸⁾。また変形が一方方向か繰返されるかによつてもこれらの関係は異なる。塑性疲労材に関して除荷時の半価幅は 1 サイクルの応力範囲と式(4)と同じ型の関係を有する¹⁹⁾。さらに高温クリープ変形に関して、一定荷重下および変動荷重下によらず D とクリープひずみ量との間には式(1)型の関係が成立する²⁰⁾。このように焼なまし材でも変形条件により X 線パラメーターと変形パラメーターの関係は異なるが、現状では一方方向変形で得られた関係式を用いてパラメーターの変換を行なう場合が多い。

2.3 X線パラメーターと破壊力学パラメーターとの相関

破壊力学は実在き裂からの破壊の進行を取扱うものであり、き裂先端近傍でまさに破壊が生じている領域いわゆる破壊域 (fracture process zone) での物理的破壊過程を規定する巨視力学量でもつて破壊の力学的条件を論ずる²¹⁾。破壊域を包む応力ひずみ分布を定める破壊力学パラメーターとして、先端近傍の局所力学量であるき裂先端開口変位 ϕ_t や塑性域の大きさ、また総体的力学量である応力拡大係数 K あるいは J 積分値 J が使用される^{21)~23)}。Fig. 3 に弾塑性状態におけるき裂先端近傍の変形状態を模式的に示す。単調変形の場合 (a) および繰返荷重の場合 (b) のいずれにおいても、先端の破壊域、そ

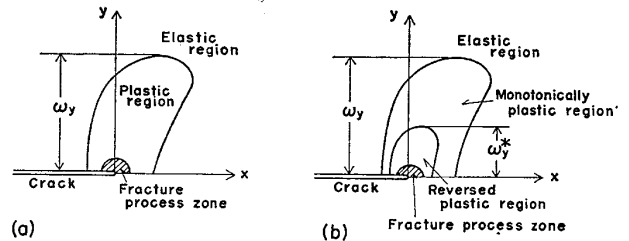


Fig. 3. Schematic illustration of near-tip deformation field; (a) Monotonic loading, (b) Cyclic loading.

の周囲の塑性域、そしてこれらを包む弾性域に分けられる。また後者では塑性域中に一方方向降伏域と逆降伏域とが存在する²⁴⁾。一方、エネルギー基準に基づく破壊理論では、き裂進展によるエネルギー解放率と進展に対する材料の抵抗つまり塑性破壊仕事 (Plastic fracture work) との大小関係より進展が論じられる²¹⁾²³⁾。

X線回折法による破面観察で得られる X 線パラメーターは次のようにして破壊力学パラメーターないしは破壊の力学的条件と関係付けられる。破面の X 線回折像から過剰転位密度 D あるいは半価幅 B を計測すると、前項に述べた塑性変形パラメーターとの相関関係を使つて破面塑性ひずみ ϵ_f あるいは破断応力 σ_f が求まる。また破面薄層を電解研磨により逐次除去し、新生面の X 線観察より D あるいは B を測定すると同様にひずみ分布が求まる。この D あるいは B 値が材料の初期状態での値と一致する領域をもつて破面からの塑性域深さとする。なお塑性域の測定は塑性変形により変化する他の X 線パラメーター例えば残留応力分布からも測定可能である。さらに X 線パラメーターの分布型をもとに、塑性域中の強変形域や逆降伏域が測定される。一方、塑性破壊仕事 W_p は次のようにして破面下のひずみ分布より応力ひずみ関係を使つて評価される。塑性ひずみ ϵ_p まで変形するのに費やされた塑性仕事 w_p は単調変形に対して

$$w_p = \int_0^{\epsilon_p} \sigma d\epsilon_p \dots\dots\dots (10)$$

となる。したがつて単位破面を形成するに費やされた w_p は W_p を破面から塑性域深さにわたつて積分することより求められる。

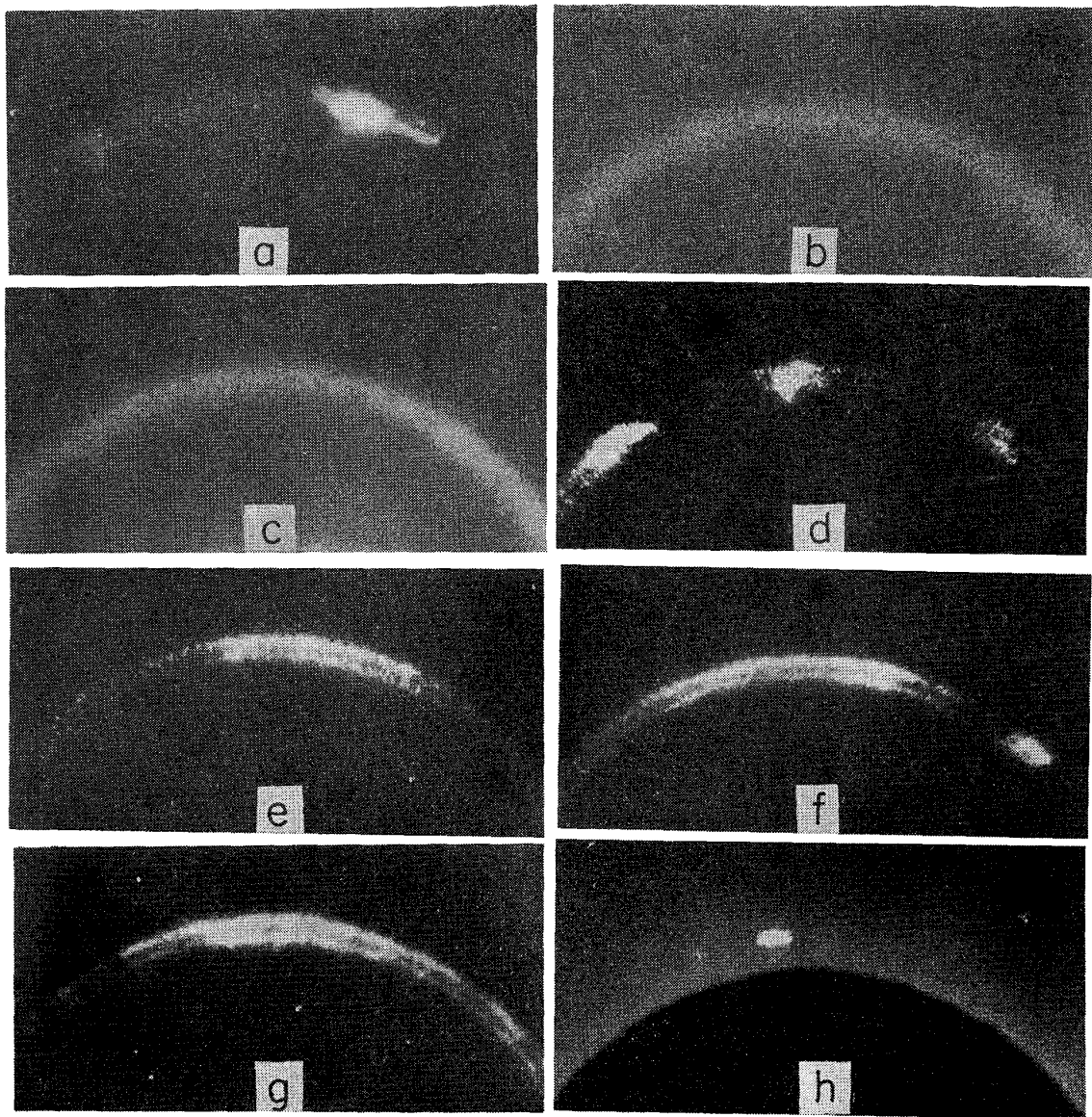
破壊力学パラメーターである ϕ_t , K あるいは J と上述の X 線パラメーターの相関は、理論的に次のように予想される。材料が式(6)の n 乗加工硬化則に従うとき、き裂先端近傍のある位置でのひずみ ϵ_p と ϕ_t , J との間には次の比例関係が成立する²¹⁾²²⁾。

$$\epsilon_p \propto \phi_t \propto J^{1/(1+n)} \dots\dots\dots (10)$$

また完全弾塑性体 $n=0$ に対して小規模降伏の範囲で

$$\phi_t = \alpha (K^2 / E \sigma_0), \quad w_y = \beta (K / \sigma_0)^2 \dots\dots\dots (11)$$

となる。ここで E はヤング率, σ_0 は降伏応力, w_y は塑性域深さ, α, β は比例定数で LEVY ら²⁵⁾の平面ひずみ有



(a) Charpy impact fracture surface at -196°C . (Annealed 0.01% C steel)⁷⁾
 (b) Ductile fracture surface of smooth specimen fractured at ambient temperature. (Annealed RM41B)¹²⁾
 (c) Ductile fracture surface of compact tension specimen fractured at ambient temperature. (Annealed SM41B)¹²⁾
 (d) Fatigue fracture surface; $da/dN=7.9 \times 10^{-7} \text{ mm/cycle}$, $\Delta K=25.2 \text{ kg/mm}^{3/2}$, $R=-1$. (Annealed 0.03% C steel)²⁹⁾
 (e) Fatigue fracture surface; $da/dN=2.0 \times 10^{-5} \text{ mm/cycle}$, $\Delta K=47.0 \text{ kg/mm}^{3/2}$, $R=-1$. (Annealed 0.03% C steel)²⁹⁾
 (f) Fatigue fracture surface; $da/dN=2.1 \times 10^{-6} \text{ mm/cycle}$, $\Delta K=60.8 \text{ kg/mm}^{3/2}$, $R=-1$. (Annealed 0.03% C steel)²⁹⁾
 (g) Creep rupture surface; $\sigma=8.0 \text{ kg/mm}^2$, $T=450^{\circ}\text{C}$, $t_f=1120 \text{ h}$, $\epsilon_f=7.8\%$. (0.01% C steel)⁷⁾
 (h) Stress corrosion fracture surface of 7~3 brass in ammoniacal atmosphere³⁶⁾.

Photo. 1. X-ray microbeam diffraction patterns obtained from various fracture surfaces.

限要素法解析では $\alpha=0.43$, $\beta=0.15$ である。また繰返変形に関して、一方向降伏域深さ ω_y , 逆降伏域深さ ω_y^* は

$$\omega_y = \beta (K_{\max}/\sigma_0)^2, \quad \omega_y^* = \beta (\Delta K/2\sigma_0)^2 \dots\dots\dots (12)$$

で与えられ、 K_{\max} は最大応力拡大係数、 ΔK は応力拡大係数範囲である。なお、上述の破壊力学関係式 (10), (11) (12) は静止き裂 (stationary crack) に対して得られた関係であり、破面近傍に残されたひずみや塑性域がこれらの関係式で表わされるかどうか実証を必要とする。以下に述べる実験結果は主として鋼に応用された例である。

3. 切欠ぜい性破面疲労破面

炭素鋼の低温切欠ぜい性破面は金属組織学的にはへき開破壊である。へき開破面から得られた細束X線回折像を Photo. 1 (a) に示す⁷⁾。ここで薄いバックグラウンド上に濃い回折弧が認められるが、薄いバックグラウンドは変形の大きい破面極表層からの回折で、弧は変形の小さい少し内部からのものとみなされる。一方、ディンプル状の破面形態をもつ平滑丸棒試験片延性破面中央からの回折像 (b) は連続環である。また同種材料の破壊靱性試験の常温破面の回折像 (c) も連続環であるが半径方

向の幅ひろがりは小さく試験片形状による破断ひずみの相異を予想させる²⁾。

へき開破面の細束X線写真撮影中、前述の揺動法を用いた連続環写真に関して、半径方向にマイクロフォートメーターで強度曲線を得て半幅幅 B を測定すると、前述のようにして B とひずみの関係より破面ひずみ ϵ_p が求まる。各種形状の切欠試験片のへき開破面の ϵ_f の温度に対する変化を求めた平、田中ら²⁶⁾の結果を Fig. 4 に示す。破面形態はすべてへき開破面であるが、 ϵ_f には温度による相違が認められる。き裂発生点破面がへき開型からディンプル型に遷移する温度を T_d とし、温度差 $\Delta T = T - T_d$ を横軸にとると ϵ_f と ΔT との関係は一本の曲線となり、 $\Delta T = 0$ では一定のひずみ量 ϵ_{ff} となる。ここで T_d 試験片形状や荷重速度により異なる。

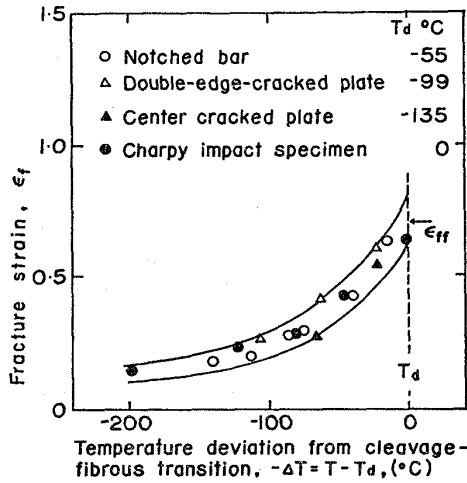


Fig. 4. Variation of fracture surface strain as a function of temperature deviation from cleavage-fibrous transition. (Annealed 0.03% C steel)²⁷⁾.

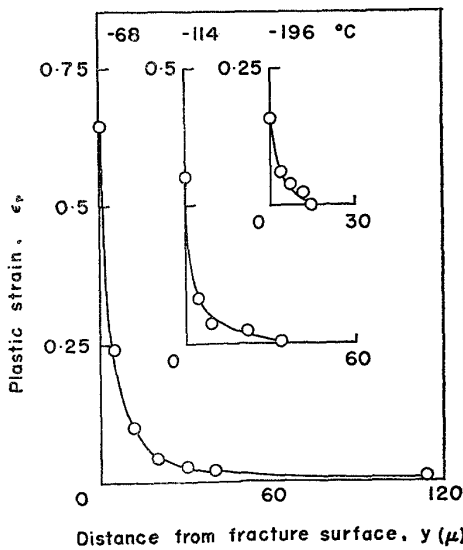


Fig. 5. Distribution of plastic strain from fracture surface in low temperature fracture of notched bar. (Annealed 0.03% C steel)²⁶⁾.

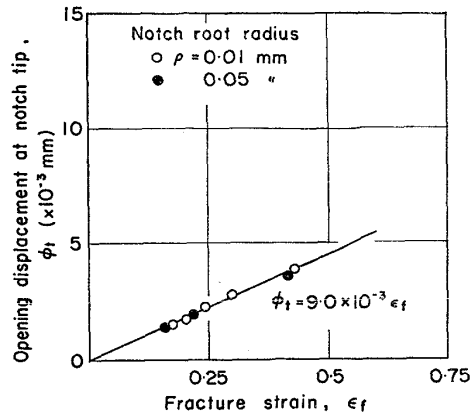


Fig. 6. Relation between crack tip opening displacement and fracture surface strain. (Annealed 0.03% C steel)²⁶⁾.

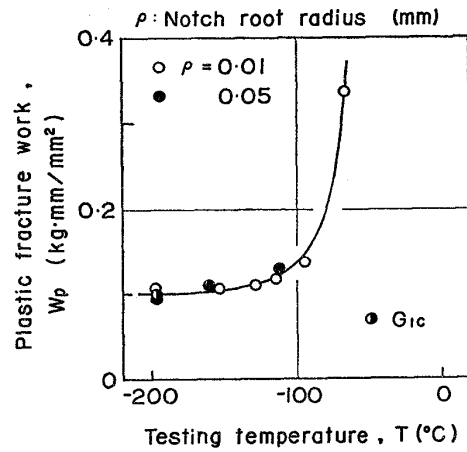


Fig. 7. Variation of plastic fracture work with temperature. (Annealed 0.03% C steel)²⁶⁾.

破面を逐次電解研磨し内部方向のひずみ分布を測定した結果を Fig. 5 に示す。温度の上昇とともに塑性域深さは大きくなる。なお、材料の加工硬化指数を n とすると破壊力学理論²¹⁾²²⁾ではひずみ分布は $1/(n+1)$ なるべき乗で先端からのきょりとともに減少することが予想されるが、図に示したひずみ分布も破面極近傍を除いて、深さ y に対して同種の関係が得られている²⁷⁾。次に開口変位 ϕ_f を

$$\phi_f = 2 \int_0^{\omega y} \epsilon_p(y) dy \dots \dots \dots (13)$$

で求めると、 ϕ_f と ϵ_f は Fig. 6 にみられるように比例する。また塑性破壊仕事 W_p を前述のごとく求め、その温度に対する変化を Fig. 7 に示す。図中半黒丸は有効な平面ひずみ破壊靱性値 K_{IC} より求まるエネルギー解放率 G_{IC} であるが、 W_p と一致している。

焼入焼もどし処理した高強度鋼や軸受鋼では前述のごとくひずみに対する半幅幅変化は複雑で、この場合残留応力測定が有力な武器となる。Fig. 8 は室ら²⁸⁾による軸受鋼 (SUJ 3) の3点曲げき裂材破壊性試験における、予き裂底から約 2 mm の位置でき裂進行方向の残留

応力分布を測定した結果である。残留応力は破面近傍で引張である。引張残留応力変化が認められる領域を塑性域深さとみると、焼もどし温度が高いほどまた試験温度が高いほど塑性域のひろがりは大きく、かつ破面上での引張残留応力は大きい。破面引張残留応力値 σ_r と破壊靱性値 K_{IC} との間には Fig. 9 に示される関係が成立する。なお図において一次元き裂は一次的に進行するもので、二次元き裂は二次元的に進行するものを意味するが、両者において K_{IC} と σ_r との関係に相異はない。この関係を用いて実物の破壊破面の靱性値評価がなされている²⁸⁾。

4. 疲労破面

疲労破面から得られた細束X線回折像は、一般に回折弧の接線方向の広がり小さくかつ微小はん点に分離している^{5)~7)29)}。Photo 1 (b)~(f) に3種の伝ば速度 da/dN ないしは応力拡大係数範囲 ΔK で得られた回折像の例を示す。 da/dN や ΔK が大きほど、回折弧の接線方向の広がり大きくかつ微小はん点の数が増える。(f)

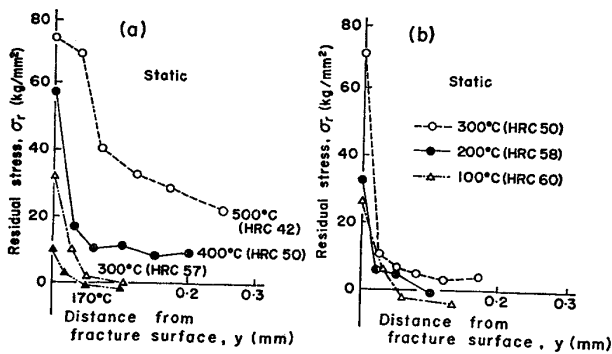


Fig. 8. Residual stress distribution near fracture surface in toughness tests of SUJ 3 bearing steel²⁸⁾; (a) K_{IC} specimens, quenched normally and tempered at various temperatures, (b) K_{IC} test specimens, fractured at high temperatures.

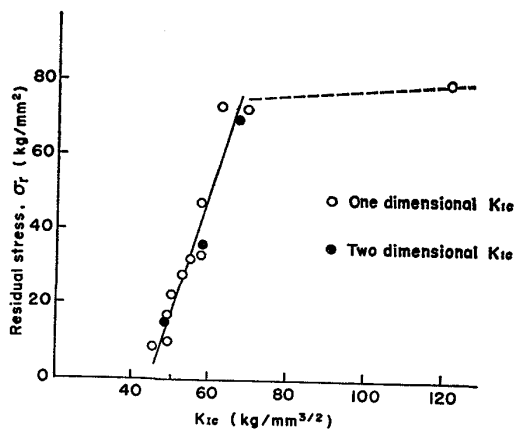
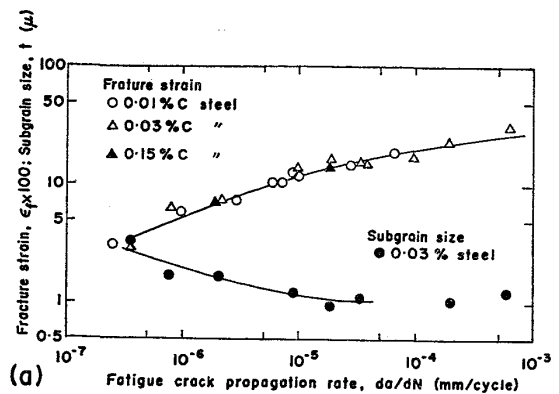
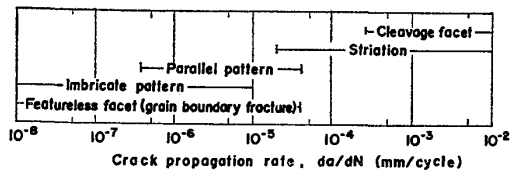


Fig. 9. Relation between residual stress on fracture surface and K_{IC} in one dimensional and two dimensional crack propagation²⁸⁾.



(a)



(b)

Fig. 10(a). Relation between crack propagation rate and plastic strain or subgrain size on fatigue fracture surface; (Annealed carbon steel, stress ratio $R = -129$), (b) Fractography map of 0.03% C steel²⁹⁾.

では微小はん点は少しぼけるが、これは副結晶粒径が分解能以下に小さくなったことに起因する。疲労破面において微小はん点に明瞭に分離することは材料微視構造が発達した下部構造を形成していることに対応する⁶⁾⁷⁾。

Fig. 10(a) には平・田中²⁹⁾による焼なまし炭素鋼の疲労破面の細束X線観察で得た過剰転位密度 D から換算したひずみ ϵ_f および副結晶粒径 t と da/dN との関係を示す。 ϵ_f は da/dN とともに材料の含有炭素量によらず一価関数的に増大する。一方、電顕レプリカ法で観察した破面形態を(b)に示すが伝ば速度により異なる。破面観察に使用するX線束が細束でなくても分離した回折像が得られるとき、回折弧の接線方向の幅 S_T を測定するとこれは伝ば速度と一定の関係にある。後藤ら³¹⁾によるインコネル X-750 の 538°C での疲労破面の S_T と da/dN との関係を Fig. 11 に示す。なお破面形態は低伝ば速度域で凝へき開高伝ば速度域でストリーション状である。一般に通常のフラクチャーで伝ば速度が推定出来るのがストリーションの場合だけであることを考えると、広い伝ば速度の範囲で成立する一価関係は速度推定上意義深い。

破面近傍のひずみ分布の測定例を Fig. 12²⁷⁾ と 13³¹⁾ に示す。Fig. 12 のひずみ分布において、各 K に対して全体的には(a)にみられるように破面からの ϵ_y に対して指数関数的に減少するが、ひずみを両対数線図上にプロットした(b)では破面近傍を除いて傾き -1 の直線関係が成立する。Fig. 13 において、塑性域深さ ω_y は疲

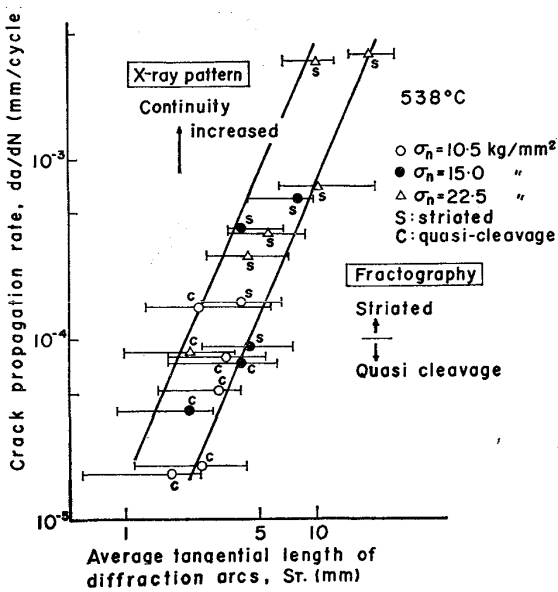


Fig. 11. Relation between crack propagation rate and tangential length of diffraction arcs on fatigue fracture surface. (Inconel X-750, test temperature 538°C, stress ratio $R=0$)³¹).

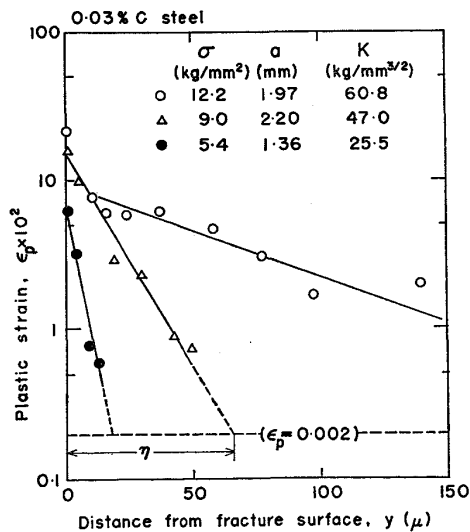


Fig. 12(a). Semi-log diagram of distribution of plastic strain near fatigue fracture surface. (Annealed 0.03% C steel, stress ratio $R=-1$)²⁹).

労前の回折弧の接線方向の幅 S_T^0 との交点に対応する深さで与えられる³¹⁾. Fig. 14 に S35C の焼ならし材の常温³⁷⁾およびインコネル X-750 の 583°C³¹⁾ での応力比 $R=0$ の疲労破面での、 ω_y と $K_{max} = \Delta K$ との関係を示す. 両材料に関して式(12)の関係が確認される. 応力比 R を種々に変え場合に関する吉岡ら³²⁾ の実験結果では、同様にして求めた ω_y は ΔK よりも K_{max} の 2 乗に比例しこの ω_y は Fig. 3 (b) に示す一方向降伏域深さに対応する. なお、北川ら⁸⁾ は塑性域深さの測定を半価幅によって行なっている.

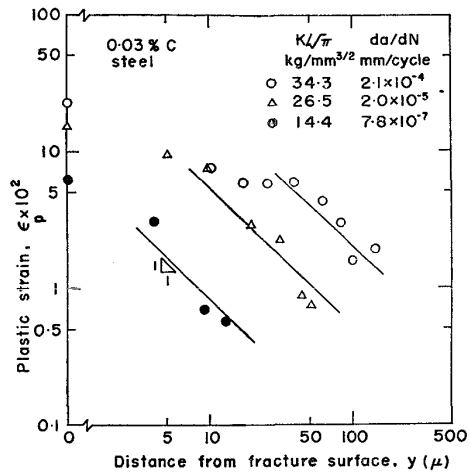


Fig. 12(b). Log-log diagram of distribution of plastic strain near fatigue fracture surface. (Annealed 0.03% C steel, stress ratio $R=-1$)²⁹).

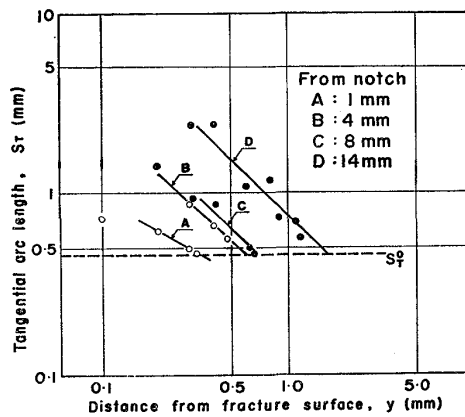


Fig. 13. Log-log plotting of diffraction arc length against depth from fatigue fracture surface. (Normalized S35C steel, stress ratio $R=0$, WOL specimen, $\Delta\sigma_n=9.7$ kg/mm²)³¹).

高強度鋼の疲労破面の X 線観察では残留応力がパラメーターとなる. Fig. 15 には中西ら³³⁾ の SAE 4161 鋼の種々の R で疲労試験した、破面残留応力と K_{max} の関係を示す. 残留応力は引張りで K_{max} に対して放物線型に増大する傾向にある. 破面からの残留応力分布を SNCM 8 鋼に関して Fig. 16 に示す³⁴⁾. 破面上での測定点を除いて、内部に入るにしたがって増大極大をとった後減少する. ここで極大点までの深さを ω_y^* , 残留応力が測定される深さを ω_y とし, K_{max} および ΔK との関係を求めた結果を Fig. 17 に示す. これらの関係は式(12)と同型であり, ω_y^* を逆降伏域深さと考えてさしつかえないであろう. 一般に高強度鋼のフラクトグラフィで観察した破面形態は無特徴な様相で伝ば速度を推定することは困難であるのに対して, X 線観察では ω_y と ω_y^* とが分離して測定され破面形成時の K_{max} と ΔK 値が分離して評価出来る有利さがある.

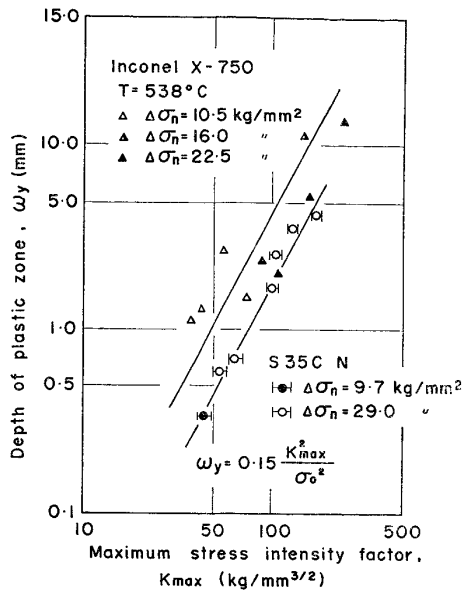


Fig. 14. Relation between plastic zone size and maximum stress intensity factor in fatigue fracture of Inconel X-750 ($\sigma_0=65$ kg/mm²) and S35C steel ($\sigma_0=36.6$ kg/mm²) under $R=0.37$.

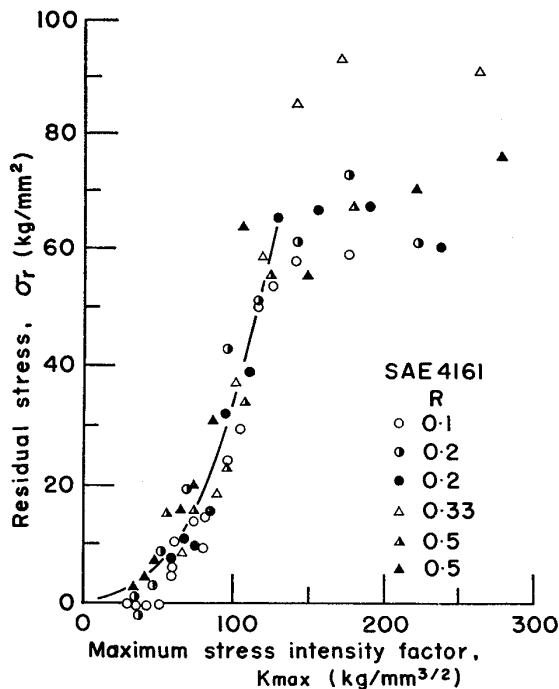


Fig. 15. Relation between residual stress on fatigue fracture surface and maximum stress intensity factor (SAE 4161 steel quenched and tempered at 200°C)³³⁾.

5. その他の破面および比較

低炭素鋼クリープ破面から得られた細束X線回折像をPhoto. 1(g)に示す。回折像は連続環とならず分離した回折弧で内部に微小はん点を多く含む。高温クリープ変

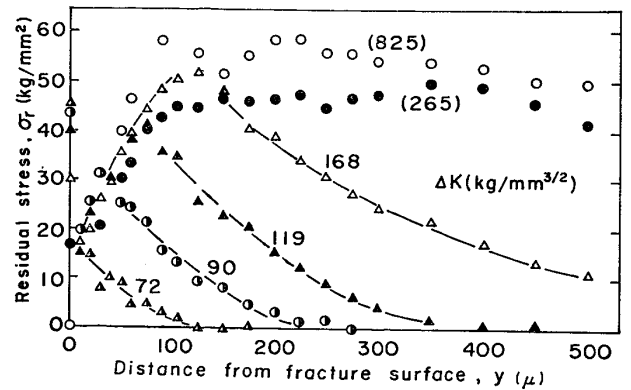


Fig. 16. Distribution of residual stress near fatigue fracture surface (SNCM8 steel quenched and tempered at 600°C, $R=0.125$)³⁴⁾.

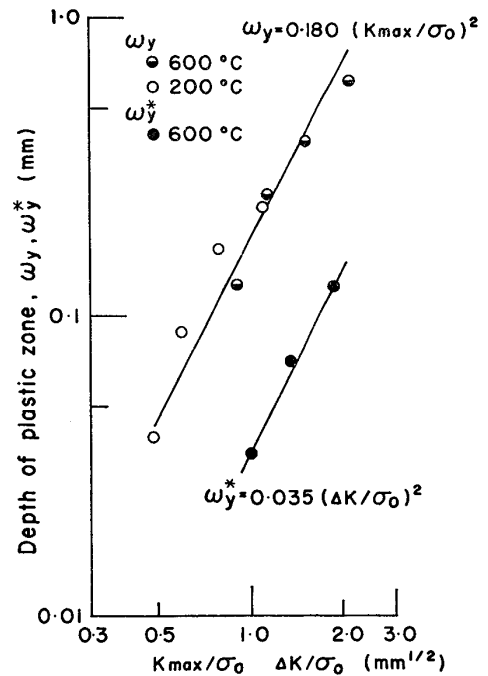


Fig. 17. Relation between plastic zone size and stress intensity factor in fatigue fracture. (SNCM8 steel quenched and tempered at 200°C or 600°C, $R=0.125$)³⁴⁾.

形においても回折弧の接線方向の幅はクリープひずみに対応することが報告されており²⁰⁾³⁵⁾、したがって回折像も破断ひずみ関係しているものと予想される。また半幅幅をパラメーターとした場合、同一破断ひずみの場合でも温度が高いほど回復のため半幅幅は小さくなるであろう³⁵⁾。高温破面のX線観察は、通常のフラクトグラフィでは酸化層の付着などのため困難であるのに対してX線回折法では酸化層がごく薄い場合破面から回折像が得られることを考えると将来の有力な手段として期待される。

応力腐食割れあるいは腐食疲労による破面観察においても上記と同一の理由によりX線回折法が有望である。

Table 1. Characteristics of X-ray diffraction pattern obtained from fracture surfaces of steels. (HVB : half-value breadth)

Fracture mode	Brittle fracture	Fatigue fracture	Ductile fracture	Creep fracture
Half-value breadth (Ordinary-beam method)	HVB is small at very low temperature and increases with higher temperature	HVB is small at very low rate of crack growth and increases with higher growth rate	HVB is large and decreases with higher temperature	HVB is small and decreases with lower stress and higher temperature
Characteristics of diffraction pattern (Microbeam method)	Diffuse arcs on continuous ring	Sharp arcs containing subdivided small spots	Continuous diffuse ring	Uniformly distributed spots

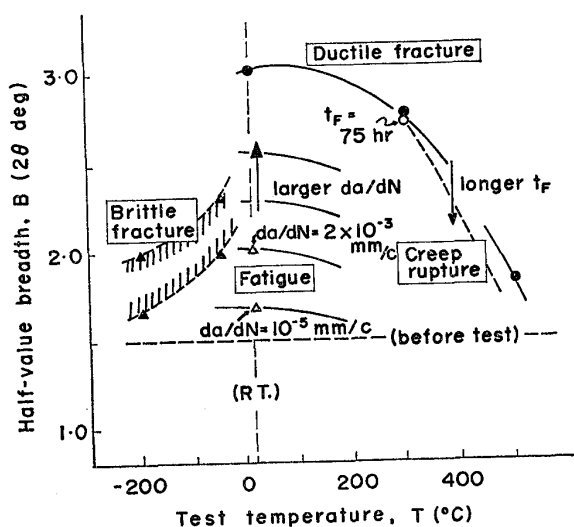
Fig. 18. General trend of half-value breadth change due to various modes of fracture. (Normalized S35C steel)¹³⁾.

Photo. 1(h)は7-3黄銅のアンモニアガス雰囲気中の応力腐食割れ破面からの細束X線回折像である。回折像に関して微小はん点への分離はほとんどなく、かつ回折弧の接線方向への広がりも破面においても変形量が非常に小さいことが特徴的である。

焼ならしたS35C鋼に関する各種破壊様式で形成された破面の半価幅の試験温度に対する変化傾向をまとめた後藤³⁷⁾の結果をFig. 18に示す。これらをまとめると次のようになる。単調荷重下での破壊ではぜい性破面から延性破面になるにしたがつて半価幅は増大し、延性破面では試験温度の上昇に伴って減少する。同一温度においては疲労破面の半価幅は引張破面に比較して小さく、かつ伝ば速度ないしは応力拡大係数の高いほど大きい。さらにクリーブ破面は同一温度での引張破面より小さい。次にTable 1には半価幅と、破面の細束X線回折像の特徴をまとめた。これらの特徴をもとに定性的にはなるが、破壊様式のある程度の推定が可能であろう。

6. 討論およびまとめ

以上X線回折法を用いた破面解析のうち、破壊の力学

的条件ないしは破壊力学パラメーターとの関連が比較的明らかな結果について述べた。このX線フラクトグラフィーの手法が、通常のフラクトグラフィーでは得られない情報を与えその相補的役割をにない得ることは明らかであるが、破壊機構との関連および実際の破壊原因調査への応用に関連して今後に残された問題は多い。ここではそれらの問題について述べる。

低強度材料の単調荷重下での破壊破面のX線観察より求まる破面ひずみ ϵ_f は、材料の破壊過程で力学的不安定に達するまでのひずみ ϵ_f' と不安定後の破面分離までのひずみ ϵ_f'' との和と考えられる。例えば、丸棒の引張試験で破断前のネッキング部をX線回折法で測定したひずみは断面収縮率より計算される値に一致するが、破断後破面で測定したひずみは絞りから計算される破断ひずみより非常に大きい³⁸⁾。このことは破壊靱性試験における予き裂近傍の破面に関する成立つと考えられ¹²⁾、一般に破面ひずみと力学的破断ひずみとは等価でない。しかし破壊条件をエネルギー条件で論ずる場合問題なく前述のごとくX線回折法で測定した限性破壊仕事 W_p はエネルギー解放率 G_{Ic} と一致する。またX線回折法による破面解析では照射域中の平均情報をもとにしているため、予き裂先端での破壊域と安定ないしは不安定成長による破面の平均的情報に対応するとみなされる。したがって直接的にき裂進展条件を決める破壊力学パラメーターである限界き裂開口変位、限界応力拡大係数 K_{Ic} や限界J積分 J_{Ic} と ϵ_f との対応がつけにくい危険があるが、実際的な破面解析の立場からは両者の一価関係が成立すれば ϵ_f をもとにして破壊の力学的条件の評価が出来る。さらに W_p がX線観察で測定できることは今後の安定ないしは不安定成長き裂の力学解析に有効であろう³⁹⁾。さて高強度材料の破面に存在する引張残留応力は局所的な材料の引きさき破断によるものと考えられ、その絶対値は破断ひずみの大きさと塑性域のひろがりに関係する。残留応力値はFig. 9や15にみられるようにそのときの応力拡大係数の一乗ないしは2乗に比例して増大するようであるが理論的根拠は不明である。

疲労破面に関して半価幅および過剰転位密度より求まるひずみは等価な引張ひずみであり、繰返変形と単調変

形の相異による格子欠陥の配列の相違は考慮していない。したがって測定したひずみもこの意味で解釈されるべきであるが、少なくとも Fig. 10(a)に示すように破面ひずみが伝ば速度ないしは応力係数によって相異なることは、伝ば理論で一定の破断ひずみを仮定することに対して否定的である。一方、X線回折法で測定した塑性域深さは、破壊力学の理論と一致した型で K_{max} の関数である。しかし理論式(12)の比例定数は材料によりやや異なるようである。このことは降伏応力が繰返変形と単調変形とで異なる程度が材料に依存するためと考えられ、逆に疲労き裂先端近傍の変形応力を評価することに利用出来るであろう。一方全面降伏状態での疲労き裂伝ばでは上述の限性域深さの測定は意味をもたないが、ひずみ分布を求めあるひずみ量以上の強度変形域のみに注目すれば、 J 積分範囲あるいは開口変位範囲⁴⁰⁾との相関が得られるものと考えられ今後の研究が望まれる。高強度材料に関して破面近傍の残留応力分布をもつて塑性域深さの測定可能であるが、ここで一方降伏域の分離が出来ることは重要である。この破面近傍の残留応力分布は、き裂の進展による引張残留応力とき裂の閉口による表面圧縮変形が重量されたものであるが、今後の研究が望まれる。

X線フラクトグラフィーが工業的技術として発展定着するためには、上述の破壊機構との関連を明確にすることのほか、実験技術の発展ならびに破面観察の応用範囲を材料および破壊様式に関して積極的に拡充していくことが必要である。実験技術に関しては現在発展段階にあるといえる。例えば長尾ら⁹⁾によつて提案されたマクロX線フラクトグラフィーは、現場用迅速測定のための一手法である。これは例えばボルトといつた一定の多量製品に関して、伝ば速度が種々異なる破面の広い領域にX線を照射しその平均的情報より負荷応力範囲を推定するものである。Fig. 19はステンレスボルトへの適用例

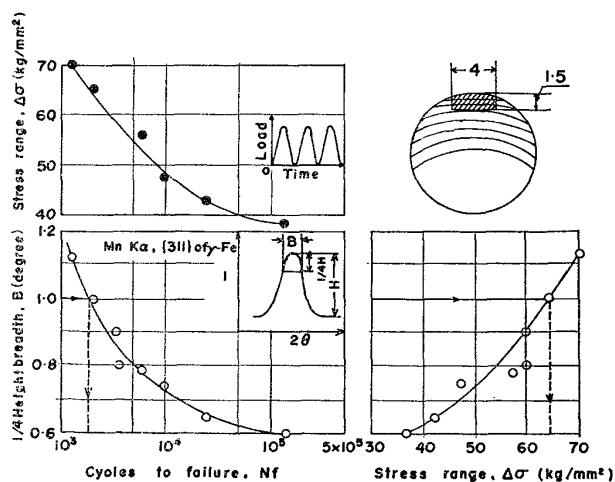


Fig. 19. X-ray macro-fractography for fractured bolts due to fatigue. (SUS 304, M12 bolts)⁹⁾.

で、各応力レベルで破断したボルトの疲労破面の起点近傍から得た回折線の4分の1高さの幅と破断繰返数 N_f あるいは応力範囲 $\Delta\sigma$ との関係をあらかじめ標準試験で求めておき、実験現場で破壊したボルトの破面の4分の1高さの幅測定より N_f ないしは $\Delta\sigma$ を推定しようとするものである。さらに半価幅および残留応力の破面内部方向への分布の測定では、従来逐次電解研磨する手法を用いられてきたわけであるが、侵入深さの深いX線を用いると破面からの観察で非破壊的に内部方向の分布測定が可能となつてきつつある¹²⁾⁴¹⁾。

終りに、材料の破壊解析に携わる広範囲の研究者技術者のX線フラクトグラフィーへの理解を望むとともに、この分野の研究が発展することを希望する。

文 献

- 1) 日本材料学会編：X線材料強度学，基礎編，実験法編（1973）[養賢堂]
- 2) E. OROWAN: Fatigue and Fracture of Metals, ed. by W. M. Murray, (1952), p. 139 [MIT Press]
- 3) L. CHANG: J. Mech. Phys. Solids, 3 (1955), p. 212
- 4) 石橋 正: 日本機械学会論文集, 21(1955), p. 212
- 5) J. HOLDEN: Phil. Mag., 6 (1961), p. 547
- 6) S. TAIRA and K. HAYASHI: Trans. ISIJ, 8 (1968), p. 220
- 7) 平 修二, 田中啓介: 材料, 18(1969), p. 620
- 8) 北川英夫, 松本年男: 日本機械学会論文集, 41 (1975), p. 22
- 9) 長尾真人, 楠本 詔, 伊藤吉保: 材料, 26(1977) p. 630
- 10) E. P. KLIEV: Trans. ASM, 43(1951), p. 935
- 11) 平 修二, 田中啓介: 材料, 17(1969), p. 18
- 12) 平 修二, 田中啓介, 藤山一成: 未発表
- 13) T. GOTO: Proc. 1973 Symp. Mech. Beh. Mat., Kyoto, (1973), p. 265
- 14) P. B. HIRSCH: 金属の物理, 格子欠陥, 堂山昌男訳, (1976), p. 161[丸善]
- 15) W. H. HALL: J. Inst. Metals, 75(1949), p. 1127
- 16) G. K. WILLIAMSON and R. E. SMALLMAN: Phil. Mag., 1 (1956), p. 34
- 17) 武智 弘, 白田松男, 川崎宏一: 日本材料学会第14回X線材料強度討論会 (1977), p. 58
- 18) 平 修二, 白砂洋志夫: 材料, 25(1976), p. 27
- 19) 平 修二, 後藤 徹, 三原 豊: 材料, 18 (1969), p. 1093
- 20) 中西英介: 京都大学学位論文 (1970)
- 21) J. R. RICE: Fracture, ed. by H. LIEBOWITZ, Vol. 2 (1968), p. 192 [Academic Press]
- 22) F. A. McCLINTOK: Fracture, ed. by H. LIEBOWITZ, Vol. 3 (1971), p. 48 [Academic Press]
- 23) 岡村弘之: 線型破壊力学入門 (1975) [培風館]

- 24) *J. R. RICE*: ASTM Special Publ., 415 (1967), p. 247
- 25) *N. LEVY, P. V. MARCAL, W. J. OSTERGREN,* and *J. R. RICE*: Int. J. Frac. Mech., 7 (1971) p. 143
- 26) *S. TAIRA, J. G. RYU, H. TAMAIWA,* and *K. TANAKA*: Proc. 16th Japan Cong. Mat. Res., (1973), p. 77
- 27) *S. TAIRA, K. TANAKA,* and *J. G. RYU*: Mech. Res. Comm., 1 (1974), p. 161
- 28) *N. TSUSHIMA, H. NAKASHIMA,* and *H. MURO*: 日本材料強度学会誌, 10 (1975), p. 91
- 29) *S. TAIRA* and *K. TANAKA*: Proc. 1974 Symp. Mech. Beh. Mat., Kyoto, 1 (1974) p. 237
- 30) 平 修二, 田中啓介: 材料, 21 (1972), p. 97
- 31) 後藤 徹, 岩本圭司: 日本材料学会第 12 回材料強度に関するシンポジウム (1975), p. 64
- 32) 吉岡靖夫, 寺沢正男, 泉山昭政: 日本材料学会第 14 回材料強度シンポジウム (1977), p. 53
- 33) 小峰厚友, 中西英介, 小峰克郎: 材料, 27 (1978), p. 245
- 34) 小峰厚友, 植田秀夫, 中西英介, 荒木昭太郎: 日本材料学会第 27 期学術講演会 (1978), p. 99
- 35) 砂本大造, 後藤 徹, 山内崇賢, 小西 隆: 三菱重工技報, 14 (1977) 1, p. 19
- 36) 平 修二, 田中啓介, 河波保雄, 砂川 克: 材料 22 (1973), p. 830
- 37) 後藤 徹: 三菱重工技報, 11 (1974) 3
- 38) 平 修二, 田中啓介, 藤山一成, 中川幸長: 日本材料学会第 14 回材料強度シンポジウム, (1977), p. 144
- 39) 岩本 貢, 河野忠雄: 日本材料学会第 8 回 X 線材料強度シンポジウム, (1969), p. 110
- 40) 平 修二, 田中啓介, 小川 茂: 材料, 26 (1977), p. 93
- 41) 長尾真人, 楠本 詔: 材料, 62 (1977), p. 576