縦界面を有する二相 (α/γ) ステンレス鋼双結晶を用いた
高サイクル疲労条件下におけるすべり挙動解析*北 村 隆 行^{*1}, 澄 川 貴 志^{*2}
和 田 大 志^{*3}, 橋 本 敏^{*4}Analysis of Slip Behavior in Two-Phase (α/γ) Stainless Steel Bicrystal
with Longitudinal Interface in High Cycle FatigueTakayuki KITAMURA^{*5}, Takashi SUMIGAWA,
Taishi WADA and Satoshi HASHIMOTO^{*5} Graduate School of Engineering, Kyoto University,
Yoshidahonmachi, Sakyo-ku Kyoto-shi, Kyoto, 606-8501 Japan

In order to investigate the effect of the constraint of deformation at an interface on the slip behavior, a test is carried out at room temperature in high-cycle fatigue of a two-phase (α/γ) stainless steel bicrystal, which consists of ferritic (Fe30Cr) and austenitic (Fe15Cr15Ni) single crystals, with a longitudinal interface parallel to the load axis. In this bicrystal, the active slip direction intersects the interface. Since the yield stress of α -phase is much higher than that of γ -phase, the slip takes place only in the γ -phase. Not only primary slip lines expected from the crystallographic orientation but also additional slip lines are observed in the γ -phase near the interface. The stress distribution is analyzed by a finite element method (FEM). It shows that the resolved shear stress, τ_{RSS} , on the specific slip system near the interface increases, and the activated slip system corresponds to the additional slip experimentally observed. The region where the additional slip are observed agrees well with the one where the resolved shear stress exceeds the critical stress of the γ -stainless steel single crystal. This signifies that the characteristic slip behavior near the interface is attributed to the increase of τ_{RSS} due to the constraint of deformation.

Key Words: Fatigue, Finite Element Method, Stress Concentration, Interface, Slip Behavior, Two-Phase (α/γ) Stainless Steel, Bicrystal, Constraint

1. 結 言

粒界や相界面は金属材料の強度に大きな影響を与える⁽¹⁾⁽²⁾。とくに塑性変形量が小さい高サイクル疲労では、粒界近傍で構成単結晶の結晶方位から予想されるすべりとは異なる特有なすべりの発生が観察されている^{(3)~(6)}。粒界の性質や隣接結晶粒間の相互作用に関する基礎的情報を得るためには、各結晶粒の諸性質が明確であり、力学的検討が容易である双結晶が用いられる^{(4)~(6)}。著者らは、荷重方向に対して界面を斜めに配置した二相 (α/γ) ステンレス鋼双結晶試験片 (横断界面試験片, 図 1(a)) を用いて高サイクル疲労試験を行い、相界面 (粒界) 近傍で発生する特有なすべり

が、隣接結晶粒の変形拘束に伴う特定すべり系の分解せん断応力の上昇によるものであることを示した⁽⁷⁾。

Fig. 1 Schematic illustrations of bicrystal: (a) with a transverse interface and (b) with a longitudinal interface.

* 原稿受付 2001 年 7 月 3 日。

^{*1} 正員, 京都大学大学院工学研究科(〒606-8501 京都市左京区吉田本町)。^{*2} 正員, 京都大学大学院。^{*3} Department of Mechanical Engineering, University of Washington, Seattle, WA 98195-2600, USA.^{*4} 正員, 大阪市立大学工学部(〒558-8585 大阪市住吉区杉本)。

E-mail: kitamura@kues.kyoto-u.ac.jp

Table 1 Chemical composition of the α - and γ - stainless steels. [mass%]

	C	Si	Mn	P	S	Cu	Al	Cr	Ni	Fe
α	0.005	0.008	0.001	0.003	0.0012	<0.001	<0.001	29.56	— — —	bal.
γ	0.0022	0.012	0.009	0.0014	0.0014	<0.001	0.002	14.59	14.54	bal.

同試験片では、界面端が自由表面となっている。また、 γ 相のすべり面である (111) 面と界面が平行であったために、界面近傍で発生したすべりは界面に対して平行であった。しかし、実用材として用いられる多結晶は多数の結晶粒によって構成されており、個々の結晶粒は周囲を他の結晶粒に囲まれている。つまり、すべり面の延長上には粒界が存在する場合が大半を占める。界面を荷重方向に対して平行に配置（縦界面試験片、図 1(b)）すると、界面に対して角度を持つすべり系を優先的に活動させることが可能であり、界面とそのすべりとの相互作用を詳細に観察することができる。

本研究では、縦界面を有する二相 (α/γ) ステンレス鋼双結晶を用いて引張圧縮繰り返し変形試験を行い、界面近傍のすべり挙動について観察を行った。また、FEM を用いた応力解析を行い、応力場とすべり挙動の関連について検討を行った。

2. 実験方法

表 1 に示す組成を持つ α -ステンレス鋼と γ -ステンレス鋼から、縦型 Bridgman 法を用いて単結晶をそれぞれ作製した。X 線背面反射ラウエ法により各結晶の方位を測定した後、所定の結晶方位で重ね合わせ、固相拡散接合法⁽⁸⁾によって双結晶を作製した。二相 (α/γ) ステンレス鋼では、 γ 相に比べて α 相の降伏応力が大きく、 γ 相だけを塑性変形させることが可能である。つまり、他方 (α 相) の界面に堆積した転位による応力場⁽⁹⁾、および、界面を通過する転位の影響⁽¹⁰⁾を考慮に入れる必要がなく、同相の双結晶に比べると、 γ 相のすべりを発生させる要因を限定することができる。

放電加工機を用いて、この双結晶より図 2 に示す試験片を切り出した。得られた界面は平坦であり、試験片長手方向に対して平行に配置した。試験片のゲージ部は、 $3 \times 1.7 \times 4 \text{ mm}^3$ の直方体である。試験片の表面は、機械研磨及びバフ研磨により鏡面に仕上げ、過塩素酸-酢酸混合溶液を用いて電解研磨を施した。界面を含む側面を観察面とし、片方の側面を Obverse surface、もう一方を Reverse surface と称する。構成単結晶のステレオ投影図を図 3 に示す。 γ 相は面心立方構造であり、12 のすべり系を有している。4 つのすべり面を A (臨界すべり面)、B (主すべり面)、C (共役すべり面)、D (交差すべり面)、6 つのすべり方向を 1~6

Fig. 2 Shape and size of two-phase bicrystal specimen used for fatigue test. Dimensions are in mm.

Fig. 3 Stereographic projections of the α - and γ -phase component crystals and schematic illustration of the primary slip system (B4) in the γ -phase of the bicrystal.

の数字を用いて表す Schmid と Boas の表記法を用いると、試験片長手方向 (y 軸方向) を荷重軸とした場合、すべり面とすべり方向はステレオ投影図中のよう

Fig. 4 Schmid factors of the γ -phase in the bicrystal.

に特定される。 γ 相のシュミット因子（単結晶に引張り応力 σ_0 を負荷した場合の $\tau/\sigma_0 = \cos \phi \cdot \cos \lambda$, τ : すべり系へ分解したせん断応力, ϕ : 荷重軸とすべり面の法線とのなす角, λ : 荷重軸とすべり方向とのなす角）を図4に示す。単結晶の場合、活動するすべり系はシュミット因子の大きさに依存して決定される。 γ 相はB4を主すべり系とする単一すべり方位に配向されており、その主すべり系B4を図3中に模式的に示した。B4のすべり面は界面に対して角度を持っており、すべり方向は観察面方向を向いている。

実験は室温・大気中で電気油圧サーボ式疲労試験機を用いて、全ひずみ振幅 $\Delta \epsilon_{total} = 1.14 \times 10^{-3}$ となるよう試験片長手方向に荷重を負荷した。所定の繰返し数 ($N = 10^5$) を与えた後、試験を終了し、ノマルスキー微分干渉顕微鏡を用いてゲージ部中央領域の γ 相について詳細な観察を行った。

3. 解析方法

解析モデルは、縦界面試験片と同様のアスペクト比（ゲージ部の高さ (h): 幅 (w): 奥行き (t) = 4:3:1.7) とした。メッシュ分割図を図5に示す。要素数は38016個であり、応力の集中が予想される界面近傍において詳細なメッシュ分割を行った。最小のメッシュ幅は実試験片に換算して約 $0.3 \mu\text{m}$ である。 α 相と γ 相の結晶基準軸方位における弾性コンプライアンスは、表2に示す値^{(11) (12)}を用いた。相界面においては、界面をはさんで隣接する要素間の変位と面力が連続となる完全接合条件を課した。

4. 結果

4.1 γ 相内のすべり線観察 試験終了後の試験片ゲージ部におけるゲージ部中央領域の表面観察写真を図6に示す。同図では、界面近傍と γ 相を拡大して示している。各写真の上に矢印で示した界面の位置に

Fig. 5 FEM mesh for the stress analysis in the bicrystal.

Table 2 Elastic compliances of α - and γ -single crystals^{(11) (12)}. [TPa^{-1}]

	α	γ
S_{11}	7.17	9.87
S_{12}	-2.47	-3.76
S_{44}	8.97	7.21

注意されたい。 γ 相のみにすべり線が確認され、降伏応力が高い α 相は塑性変形を起こしていない。

Obverse surfaceにおいては、 γ 相全体に渡って主すべり面の活動によるすべり線が発生している。このすべりは、シュミット因子によって決定される単結晶の場合のすべり挙動と一致している。ただし、シュミット因子は位置に依存しないため、 γ 相全体で均一なすべりの活動が予想される。しかし、観察されたすべり線は界面近傍領域で濃く、密度も高くなっており、その様相は均一ではない。また、界面から約 $400 \mu\text{m}$ 以内の領域においては、主すべりに加えて、異なるすべり面の活動によるすべりが発生している。この付加すべりは、 γ 相の結晶方位から交差すべり面（D面）が活動した結果であることが特定された。

Reverse surfaceにおいても、主すべりの活動が優勢である。しかし、Obverse surfaceに比べるとそのすべり線は細く、さらに、界面に近づくにつれて薄くなっている。界面から約 $500 \mu\text{m}$ の領域では付加すべりが発生している。この付加すべりはObverse surfaceで観察されたD面ではなく、臨界すべり面（A面）によるものであった。

以上のように、 γ 相内では両側面ともに主すべりの活動が優勢であるが、側面や場所によってすべりの活

Fig. 6 Photomicrographs of the slip patterns near the interface: (a) on Obverse surface and (b) on Reverse surface.

動量は異なっており、界面近傍では主すべりに加えて付加すべりが発生している。この特異なすべり挙動は、界面の影響によるものであると考えられる。

4.2 試験片表面の応力場 FEM 解析より得られた試験片表面上における最大せん断応力の分布を図7に示す。最大せん断応力の値は、最大公称応力振幅 $\Delta\sigma/2 \approx 154\text{MPa}$ より算出した。本試験片は界面が荷重方向に対して平行に配置されており、両結晶粒は等変位型の変形を行う。このため、最大せん断応力は界面上で不連続となる。また、 α 相に比べて γ 相のほう

が最大せん断応力の値は高い。
 α -ステンレス鋼単結晶において、すべりを発生させる臨界分解せん断応力 $\tau_{\text{crss}}^{\alpha}$ は、結晶方位やひずみ速度依存性を考慮に入れても $90 \sim 100\text{MPa}$ 程度である。試験片ゲージ部における α 相の最大せん断応力は大部分が 90MPa 以下であり、 $\tau_{\text{crss}}^{\alpha}$ よりも低い。つまり、本実験に用いた負荷条件によって生じる応力場では、 α 相をすべり変形させることは不可能である。事実、 α 相の表面観察において、すべりは観察されていない。

Fig. 7 Distributions of maximum shear stresses in the bicrystal: (a) on Obverse surface and (b) on Reverse surface.

また、試験片肩部において応力の集中が見られるが、ゲージ部中央では肩部の影響は受けておらず、両相共に比較的均一な値となっている。すべり線観察を行ったゲージ部中央領域の γ 相に注目すると、Obverse surface の界面近傍では、界面から離れた場所に比べて 10MPa 程度応力が上昇しているが、Reverse surface では大きな応力の変化は見られない。

5. 考 察

すべりを発生させるための本質的に有効な応力は、すべり面に沿った成分である。そこで、FEM 解析より求められた応力成分を 12 のすべり系に分解したせん断応力 τ を、公称応力 σ_0 で無次元化した値 τ/σ_0 に注目して議論を行う。シュミット因子は界面拘束の影響を考慮に入れていない時、つまり単結晶もしくは界面から離れた場所における分解せん断応力を標準化した値であるのに対して、 τ/σ_0 は界面の影響を考慮に

Fig. 8 Schmid factors (SFs) and magnitudes of τ/σ_0 on the 12 slip systems in the γ -phase near the interface on Obverse surface.

入れた場合の分解せん断応力を標準化した値である。

5.1 Obverse surface

5.1.1 界面近傍のすべり ゲージ部中央の界面に隣接する γ 相側の要素 (図5拡大図×印) における τ/σ_0 値を, シュミット因子と併せて図8に示す。12すべり系における τ/σ_0 値の大小関係は, シュミット因子のそれとは異なっている。横断界面試験片を用いた高サイクル疲労におけるすべり線観察と応力解析⁽⁷⁾から, 界面近傍のすべりの発生条件は単結晶の臨界分解せん断応力 ($\tau_{crss}^\gamma = 32 \sim 37 \text{ MPa}$) に規定されていることがわかっていて。本実験の最大公称応力振幅 ($\Delta\sigma/2 \approx 154 \text{ MPa}$) を考慮に入れて分解せん断応力を算出すると, τ_{crss}^γ を越えているのは, 値の大きい方から B5, B4, D1, C1 である。B4 や B5 は γ 相全域に渡って優先的に発生していた主すべりに関するすべり系であり, D1 は付加すべりと対応している。このように, 界面近傍では, 隣接結晶粒同士の变形拘束により各すべり系に働くせん断応力が変化しており, 高 τ/σ_0 値のすべり系は観察されたすべりと対応している。

5.1.2 τ/σ_0 の分布 図5拡大図に示すように, ゲージ部中央において界面から γ 相側に x 軸をとり, 代表的なすべり系の τ/σ_0 値の変化を図9に示す。同図では左側が界面である。全領域に渡って B4, B5 の値が大きく, B4 はほぼ一定の値となっている。界面に近づくにつれて B5 の値が増加し, 界面から数 μm の位置で B4 の値と逆転している。すなわち, B 面のせん断応力が界面に近づくとともに増加する。実験観察においても, γ 相全体に主すべりが発生し, 界面に近づくにつれてその活動がより活発になっている (図6(a))。これは B 面の τ/σ_0 値が大きい結果と良く対応している。また, 図9より, 界面に近づくとともに C1 の τ/σ_0 値は減少し, D1 は増加する。実験において D 面のすべり線が現れ始めるのは, 界面から約 $400 \mu\text{m}$

Fig. 9 Distribution of τ/σ_0 in the direction normal to the interface on Obverse surface.

の位置であり, この位置が付加すべりを発生させる限界条件を与える場所であると考えられる。 $x = 400 \mu\text{m}$ においては D1 の τ/σ_0 値は 0.22 であるため, 分解せん断応力は $\Delta\sigma/2 \cdot 0.22 \approx 34 \text{ MPa}$ となる。本実験条件では加工硬化がほとんどなく, この値は, γ -ステンレス鋼単結晶の臨界分解せん断応力値 ($\tau_{crss}^\gamma = 34 \text{ MPa}$) と一致しているとみなすことができる。このように B 面と D 面のせん断応力については, 実験結果と対応している。しかし, 比較的大きな値となっている C1 は, 表面観察ではすべり線として確認されていない。主すべり系 B4 が活動した場合, B4 上に存在する転位は, C1 上の転位と転位反応を起こし, 安定なローマー・コットレルの不動転位を形成する⁽¹³⁾。よって B4 が優先的に活動する場では C1 上の転位は活動しにくく, C1 のすべりが観察されなかったものと考えられる。一方, B4 と D1 上に存在する転位同士の相互作用は小さい。

以上のように転位反応について考慮しなくてはならない場合はあるが, 界面近傍の特有なすべり挙動の主要因はせん断応力によるものである。

5.2 Reverse surface

5.2.1 界面近傍のすべり Reverse surface においてゲージ部中央の界面に隣接する γ 相側の要素の τ/σ_0 値とシュミット因子を図10に示す。シュミット因子は結晶方位と荷重方向のみで定まる因子であるから, Reverse surface と Obverse surface のそれは同一値となる。一方, τ/σ_0 値は, 両面において異なっている。また, シュミット因子同様 τ/σ_0 値は B4 が最大となっているが, その値は異なる。 τ_{crss}^γ を越えてい

Fig. 10 Schmid factors (SFs) and magnitudes of τ/σ_0 on the 12 slip systems in the γ -phase near the interface on Reverse surface.

るのは、値の大きい方から B4, A3, B5 である。B4, B5 は γ 相で優先的に活動していた主すべりに関するすべり系であり、A3 は界面近傍で発生していた付加すべりに対応する。

5.2.2 τ/σ_0 の分布 図 11 に、ゲージ部中央の界面からの距離に対する τ/σ_0 値の変化を示す。同図は表面観察写真 (図 6) と対応させるため、右側が界面となっていることに注意されたい。全領域に渡って B4 の値が最大となっているが、Obverse surface における B4 や B5 の値に比べると低い値となっており、界面に近づくにつれてその値は減少している。これは、Reverse surface では、Obverse surface に比べて B 面の活動によるすべり線が細く、界面近くですべりの活動が減少していたことと一致する。界面近傍では、B4 に続いて A3 が大きい値となっている。A 面のすべりが観察されたのは、界面から約 $500\mu\text{m}$ の領域内であった。 $x = 500\mu\text{m}$ における τ/σ_0 値は約 0.24 であることから、A3 が発生する分解せん断応力は $\Delta\sigma/2 \cdot 0.24 \approx 37\text{MPa}$ であり、 $\tau_{\text{crss}}^\gamma$ と一致する。また、C1 は大きな値となっているが、先に述べたように B4 が優先的に活動している場であるため、転位反応により活動しなかったものと考えられる。

以上の結果から、界面に対してすべりが角度を持っている場合においても、隣接結晶粒の変形拘束による局所的な応力集中に起因する特定すべり系の分解せん断応力の上昇と、単結晶の臨界分解せん断応力によって、高サイクル疲労下における界面近傍の特有なすべり挙動を記述することが出来る。

Fig. 11 Distribution of τ/σ_0 in the direction normal to the interface on Reverse surface.

6. 結 言

縦界面を有する二相 (α/γ) ステンレス鋼双結晶試験片を用いて高サイクル疲労試験を行い、以下の結果を得た。

- 1 本実験においては、 α 相にはすべりが発生しなかった。一方、 γ 相では界面に対して角度を持ったすべりが発生した。
- 2 界面近傍において、結晶方位から予想されるものとは異なるすべり挙動を示した。
- 3 側面によって、すべり挙動は異なっていた。

また、FEM を用いて界面近傍の応力解析を行い、以下の結果を得た。

- 4 試験片ゲージ部の α 相では、最大せん断応力が臨界分解せん断応力の値よりも低い。
- 5 界面近傍では、隣接結晶粒の変形拘束に起因して各すべり系の分解せん断応力の値は変化しており、側面や場所によってその値は異なる。
- 6 界面近傍において、観察されたすべり線と高 τ/σ_0 値のすべり系は対応している。
- 7 界面とすべり系が角度を有している場合においても変形拘束はすべり挙動に影響を与え、すべりの発生条件は単結晶の臨界分解せん断応力によって規定されている。

文 献

- (1) J. P. Hirth, Met. Trans., **3** (1972), 3047-3067.
- (2) N. Hansen, Met. Trans. A, **16A** (1985), 2167-2190.

- (3) R. E. Hook and J. P. Hirth, *Acta Met.*, **15**, (1967), 535-551.
- (4) T. Wada, H. Yamada, S. Hashimoto and S. Miura, *Interface Science and Materials Interconnection, Proceedings of JIMIS-8*, (1996), 511-514.
- (5) P. Peralta and C. Laird, *Acta mater.*, **45**, 7, (1997), 3029-3046.
- (6) S. Hashimoto, H. Ikehata, A. Kato, H. Kato and Y. Kaneko, *Interface Science* **7**, (1999), 159-171.
- (7) 澄川 貴志, 和田 大志, 橋本 敏, 北村 隆行, *機論*, **67**-656, (2001), 732-739.
- (8) A. Eberhardt and B. Baudelet, *Scripta Met.*, **9**, (1975), 1231-1237.
- (9) J. D. Livingston and B. Chalmers, *Acta Metall.*, **5**, (1957), 322-327.
- (10) J. J. Bacmann, M. O. Gay and R. de Tournemine, *Scr. Met.*, **16**, (1982), 353-356.
- (11) 増本 量, 菊地紀雄, *日本金属学会誌*, **34**, (1970), 850-855.
- (12) 菊地紀雄, *日本金属学会誌*, **35**, (1971), 518-522.
- (13) J. Weertman and J. R. Weertman, *Elementary Dislocation Theory*(訳:中村正久, 基礎転位論, 丸善株式会社, (1968)).