SUS430 フェライト系ステンレス鋼の粒界疲労き裂形成に及ぼす 粒界性格の影響

楊 蔚涛^{*1}, 小林 重昭^{*2}, 齋藤 栄^{*2}

Effect of grain boundary character on nucleation of intergranular fatigue cracks in SUS430 ferritic stainless steel

Weitao YANG^{*1}, Shigeaki KOBAYASHI^{*2} and Sakae SAITO^{*2}

^{*1} Department of Information Science and Manufacturing Engineering,
Graduate School of Engineering, Ashikaga Institute of Technology
268-1 Omae-cho, Ashikaga-shi, Tochigi 326-8558, Japan

^{*2} Division of Mechanical Engineering, Department of Innovative Engineering,
Ashikaga Institute of Technology
268-1 Omae-cho, Ashikaga-shi, Tochigi 326-8558, Japan

Received: 30 September 2016; Revised: 19 December 2016; Accepted: 30 January 2017

Abstract

The effect of grain boundary character and grain boundary geometrical configuration on nucleation of intergranular fatigue crack in SUS430 ferritic stainless steel was quantitatively investigated to reveal the elementary process of high cycle fatigue fracture. The grain boundary microstructure in the pre- and post-fatigued specimen was evaluated by scanning electron microscopy/ electron backscatter diffraction (SEM/EBSD) technique. Fatigue crack nucleation occurred mainly at grain boundaries at the low stress amplitude level. On the other hand, nucleated fatigue cracks were propagated immediately to perpendicular to the stress direction at the high stress amplitude level, regardless of the grain interior or grain boundaries. In the case of low stress amplitude level, intergranular fatigue cracks preferentially nucleated at high-angle random boundaries, although the fatigue cracks never nucleated at low-angle boundaries. Fatigue cracks nucleated at low- Σ coincidence site lattice (CSL) boundaries only when the trace of grain boundaries on the specimen surface was parallel to persistent slip bands (PSBs), although the fatigue cracking at random boundaries was accelerated even when the trace of grain boundary on the specimen surface was not parallel to PSBs in neighbouring grains. Fatigue crack nucleation was hardly affected by the geometrical arrangements between the trace of grain boundary on the specimen surface and the stress axis. The grain boundary engineering for control of intergranular fatigue cracking was discussed on the basis of the results of the grain boundary character-dependent intergranular fatigue crack nucleation.

Key words : High-cycle fatigue, Fatigue crack nucleation, Grain boundary character, Grain boundary geometrical configuration, Ferritic stainless steel

1. 緒 言

多結晶金属材料の高サイクル疲労によるき裂の形成と進展に対して、結晶粒界（以下、粒界と記す）が大きな影響を及ぼすことが指摘されている(Mughrabi, 1983, Mughrabi et al., 1983). 粒界疲労き裂形成に関しては、1970 年代後半に行われた粗大結晶粒組織をもつ銅試験片を用いた研究(Kim and Laird, 1978)をはじめとして、特に、面心立方 (Face centered cubic, FCC) 構造の金属および合金を中心に多くの研究が行われてきた。FCC 金属材料における微視的な粒界疲労き裂の形成に関する研究は、大別すると、応力軸に対する粒界面の幾何学的配置の影響(Kim

No.16-00460 [DOI:10.1299/transjsme.16-00460], J-STAGE Advance Publication date: 7 February, 2017

^{*1} 正員, 足利工業大学大学院 (〒326-8558 栃木県足利市大前町 268-1)

^{*2} 正員, 足利工業大学工学部

E-mail of corresponding author: skoba@ashitech.ac.jp

and Laird, 1978), 固執すべり帯 (Persistent slip band, PSB) と粒界との相互作用(Mima et al., 1980, Inoko et al., 1982, Zhang and Wang, 2000), および粒界性格・構造の影響(Lim, 1987, Neumann and Tönnessen, 1987, Heinz and Neumann, 1990, Zhang and Wang, 2000, Kobayashi et al., 2008a)の観点から議論されてきた。微視的な粒界疲労き裂形成に対する粒界性格・構造の影響について, Zhang と Wang は, 銅およびアルミニウム双結晶試料を用いた系統的研究を行い, 粒界疲労き裂は粒界面方位および応力軸方向に関係なくランダム粒界において優先的に形成されるのに対し, 低角粒界にはまったく形成されないことを明らかにした(Zhang and Wang, 2000, Zhang and Wang, 2008). さらに, オーステナイト系ステンレス鋼に対して, 静的破壊強度が最も高い粒界の一つである整合双晶境界, すなわち $\{111\}/\Sigma 3$ 対応粒界においても, 疲労応力下ではき裂が形成され得ることが報告されている(Heinz and Neumann, 1990). さらに最近, 著者らは, 粗大結晶粒組織をもった多結晶アルミニウムの高サイクル疲労における粒界疲労き裂の形成頻度と粒界性格の関係を定量的に調べた(Kobayashi et al., 2008a). 粒界疲労き裂は, ランダム粒界において優先形成されるのに対し, 低角粒界にはまったく形成されないことを定量的に示した. 対応粒界における粒界構造の周期性の高さを示す Σ 値が $\Sigma 3 - \Sigma 29$ までの低 Σ 対応粒界では, 試験片表面における粒界のトレースと固執すべり帯のすべり面が一致する場合にのみ疲労き裂が形成されることを明らかにした. さらに, ランダム粒界の連結性が高い粒界三重点も疲労き裂の優先形成場所となることを示した. このように, FCC 金属材料において, 高サイクル疲労による粒界でのき裂形成は, 粒界性格・構造に強く依存することが示されてきた. 異なる性格をもつ粒界の存在頻度を統計的に示した粒界性格分布, およびそれらの粒界の連結性のような粒界微細組織の設計・制御(Watanabe, 1984)によるバルク材料特性向上の手法は, 粒界工学として注目され(Watanabe, 2011), 最近では, 高頻度の対応粒界を導入する粒界制御による高サイクル疲労破壊抑制の試みが行なわれつつある(Gao et al., 2005, Gao et al., 2007, Kobayashi et al., 2011).

一方, 鉄鋼材料をはじめとした体心立方 (Body centered cubic, BCC) 構造を有する金属材料に対しては, 粒界疲労き裂の形成および進展に関する知見が十分に得られているとは言えない現状にある. これまでに, 潮田ら(2008)は, 積層欠陥エネルギーの高い極低炭素鋼では, 繰り返し変形に伴い転位下部組織はセル構造を形成し粒内破壊が優先的に生じるのに対し, シリコンを添加することにより積層欠陥エネルギーが低下すると転位はベイン構造となり, 粒界にき裂が優先形成・進展することを報告している. 粒界疲労き裂形成に及ぼす粒界性格の影響に関して, 変形双晶を予め導入した Fe-3wt% Si 合金の疲労破壊に及ぼす双晶境界の影響が調べられ, 整合双晶境界では塑性変形の局在化により突出しが形成されるのに対し, 非整合双晶境界では突出は形成されないことが報告されている(Mori et al., 1981). さらに, Hashimoto ら(1999)は, フェライト系ステンレス鋼の $\Sigma 3$ (112) 双晶境界の疲労き裂形成に及ぼす粒界面と応力軸との関係を調べ, 応力軸に対して 45° 傾いた双晶境界に沿ってき裂は優先形成されることを明らかにした. 粒界疲労き裂の形成に及ぼす粒界性格の影響を定量的に明らかにすることは, BCC 金属材料の高サイクル疲労破壊を抑制するための粒界微細組織設計・制御に基づく粒界工学の確立に対して不可欠であると言える.

本研究では, フェライト系ステンレス鋼の代表鋼種である SUS430 鋼の粒界疲労き裂形成に及ぼす粒界性格の影響を, 高サイクル疲労試験後の試験片表面の走査電子顕微鏡 (Scanning electron microscope, SEM) 観察と後方散乱電子線回折 (Electron backscatter diffraction, EBSD) 測定により定量的に明らかにすることを目的とする. さらに, 粒界の幾何学的配置と固執すべり帯および応力軸との関連を明らかにする. 得られた知見から, 高サイクル疲労破壊抑制のための粒界微細組織を検討する.

2. 実験方法

2・1 SUS430 ステンレス鋼の等軸結晶粒組織化と疲労試験片の作製

本研究では, 市販の SUS430 フェライト系ステンレス鋼の冷間圧延材を出発材とした. 使用した SUS430 ステンレス鋼の化学組成を表 1 に示す. 高サイクル疲労き裂の形成に及ぼす個々の粒界の影響を明確にするため, 結晶粒組織を粗大化, 等軸結晶粒化することを目的とした熱処理を, 真空中 (10 Pa), 1273 K で 64.8 ks の条件で行った. 加熱保持時間に到達後, 電気炉内をただちに大気開放し, 試料を炉から取り出し空冷した.

高サイクル疲労試験は, 図 1 に示すように, ゲージ部形状が長さ 10 mm, 幅 3 mm および厚さ 2.8 mm となるようにワイヤー放電加工機を用いて切出した.

SEM/EBSD 測定による微細組織評価のため、疲労試験の表面を粒度#100 から#1500 までのエメリー紙を用いて研磨後、粒子径 0.5 μm までのダイヤモンドスラリーを用いてバフ研磨を行い鏡面に仕上げた。さらに、酢酸と過塩素酸の体積比を 3 : 1 となるように混合した電解液を用いて、電解液温度 277 K、電流密度 9.2 mA/mm² の条件で 20 s の電解研磨を行った。

Table 1 Chemical composition of SUS430 stainless steel specimen.

Element	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Fe
(mass %)	0.04	0.23	0.53	0.028	0.002	16.49	0.17	Bal.

Fig. 1 The shape and dimensions of the SUS430 specimen for high cycle fatigue test.

2・2 結晶粒組織および粒界微細組織の評価

高サイクル疲労試験前後の試験片の結晶粒径分布、結晶粒方位分布および粒界性格分布は、日立製作所製 S-4200 型走査型電子顕微鏡 (SEM) に TSL 社製の後方散乱電子線回折 (EBSD) 装置を組み込んだ装置により定量的に評価した。EBSD の測定は、SEM の加速電圧を 20 kV、エミッション電流を 10 mA として行った。走査ステップ間隔は、1.5 μm または 2.0 μm とした。また、本研究では、隣接する EBSD 測定点の相対方位差が 2° 以上の時、その境界を粒界として判定した。対応粒界およびランダム粒界は、式 (1) のブランドン基準 (Brandon, 1966) に従って判定した。

$$\Delta\theta_c = \frac{15^\circ}{\Sigma^{1/2}} \quad (1)$$

ここで、 $\Delta\theta_c$ は各対応粒界の正確な相対方位関係からの最大許容ずれ角、 Σ は対応粒界の原子構造の規則性を示す値である。本研究では、対応粒界の判定に一般的に用いられている $1 \leq \Sigma \leq 29$ の Σ 値をもつ粒界を低 Σ 対応粒界として評価した (Watanabe et al., 1989a, Watanabe et al., 1989b)。粒界エネルギーの大きさは、 Σ 値のみからは完全には予測できないが、 $\Sigma 29$ 以下の Σ 値をもつ対応粒界は、ランダム粒界に比べ粒界破壊、粒界腐食・酸化等に対して高い抵抗を示すことが実験的に示されている (Palumbo and Aust, 1992, Watanabe, 2011)。さらに本研究では、粒界微細組織として、特定の性格をもつ粒界の多結晶体における存在頻度を統計的に示した粒界性格分布を評価した。これまでの粒界工学に関する研究において、低 Σ 対応粒界の存在頻度を高める粒界制御により、バルク多結晶材料のクリープ破壊制御 (Was et al., 1998, Alexandreanu and Was, 2006)、耐食性向上 (Lin et al., 1995, Shimada et al., 2002, Tsunekawa et al., 2006, Michiuchi et al., 2006, Kobayashi et al., 2016) および粒界偏析による脆性破壊の抑制 (Kobayashi et al., 2010, Kobayashi et al., 2012) などが可能であることが実験的に示されている。

高サイクル疲労試験後の試験片表面を SEM 観察および EBSD 測定し、微視的疲労き裂が形成された粒界について粒界性格の同定を行った。図 2 は、高サイクル疲労試験後の試験片の EBSD 測定により得られた結晶粒方位 (逆極点図) マップおよび粒界マップの一例である。疲労試験後においても、ほぼすべての結晶粒内において、転位密度の大きさを反映するような局所的な表面方位の変化は小さく、粒界性格を正確に同定できることがわかる。さらに、局所的にひずみの大きくなった結晶粒に対しては、その結晶粒の方位解析データのうち、EBSD パターンの画質 (IQ 値) と方位解析の信頼性 (CI 値) が高い値を示した粒界近傍の測定点の方位データを用いて、隣接する 2 つの結晶粒間の相対方位関係を個別に求めることにより粒界性格を同定した。本研究では、同一の疲労試験条件に対し、複数の試験片について試験を行うことにより、疲労き裂の発生と粒界性格の関係を定量的に評価した。

Fig. 2 Example of grain orientation micrograph and grain boundary micrograph for fatigued SUS430 specimen.

2・3 高サイクル疲労試験

高サイクル疲労試験に先駆けて行った引張試験の結果、本試験片の降伏応力および最大引張応力は、それぞれ 312 MPa および 464 MPa であった。高サイクル疲労試験は、島津製作所製サーボパルサー（EHF-EB2-10L 型）を用いて、室温、大気中で行った。応力波形を正弦波、応力振幅を 146 MPa から 188 MPa までの範囲に変化させ、応力比 0.1（引張－引張）として負荷周波数 10 Hz の条件で行った。

3. 結果および考察

3・1 SUS430 ステンレス鋼試験片の初期微細組織

図 3 は、SUS430 ステンレス鋼試験片の光学顕微鏡組織と EBSD 測定結果から評価した結晶粒径分布および粒界性格分布を示している。図 3 (a) の光学顕微鏡写真から、SUS430 試験片は、溶体化処理によって、試験片表面の法線方向 (ND)、圧延方向 (RD) および圧延方向に直交する方向 (TD) のいずれにおいても等軸結晶粒組織を有することがわかった。図 3 (b) の結晶粒径分布から、SUS430 試験片は、結晶粒径が 10 μm から 90 μm の範囲にわたって分布した均質な結晶粒組織をもつことが示された。また、平均結晶粒径は 38 μm であった。図 3 (c) の粒界性格分布からわかるように、低角粒界、低 Σ 対応粒界およびランダム粒界の存在頻度は、それぞれ 5 %、6 %および 89 %であった。

Fig. 3 Optical micrograph, grain size distribution and grain boundary character distribution (GBCD) of pre-fatigued SUS430 stainless steel specimen. The SUS430 stainless steel specimen had an equiaxed grain structure with an average grain size of 38 μm and had a high fraction of random boundaries of 89 %.

3・2 疲労き裂の形成と進展過程に及ぼす応力振幅の影響

図 4 (a) および (b) は、それぞれ SUS430 試験片を高サイクル疲労試験することにより得られた応力振幅と破断までの繰返し負荷回数の関係、すなわち S-N 曲線、および異なる応力振幅での高サイクル疲労試験により破断した試験片表面の SEM 像である。図 4 (a) の S-N 曲線において、(i)、(ii) および (iii) の番号で示した試験片の表面で観察された疲労き裂形成・進展の様子を、図 4 (b) の (i)、(ii) および (iii) に示している。図 4 (b) に示されるように、応力振幅が小さい 157 MPa (0.34 UTS; UTS は試験片の最大引張強さ) で繰返し負荷を受けた試験片 (i) では、疲労き裂は主に粒界に沿って発生し、進展した。一方、図 4 (b) の (ii) および (iii) のように大きい応力振幅範囲 167 MPa (0.36 UTS) および 178 MPa (0.38 UTS) で疲労破壊した試験片においては、試験片の角部等で発生したき裂が、粒界および結晶粒内に関係なく、応力軸方向に対してほぼ垂直の方向に急速に進展して破壊の主き裂となった。これらの高応力振幅の条件で破壊した試験片においては、微視的な疲労き裂の形成は認められなかった。したがって、SUS430 ステンレス鋼の疲労き裂形成に及ぼす粒界の影響は、低応力振幅の範囲においてより大きくなることが明らかになった。以下では、粒界疲労き裂が発生した応力振幅 $\sigma_a = 157$ MPa の条件で疲労破壊させた試験片に対して、粒界疲労き裂形成に及ぼす粒界性格の影響を定量的に評価する。

Fig. 4 (a) S-N curve of SUS430 stainless steel specimens and (b) SEM micrographs of fatigue cracks observed in the specimen surface fatigued at different stress amplitudes (i) $\sigma_a = 157$ MPa, (ii) $\sigma_a = 167$ MPa and (iii) $\sigma_a = 178$ MPa. The intergranular fatigue cracks nucleated when the specimen subjected to cyclic deformation at low stress amplitude of 157 MPa. The fatigue cracks were propagated perpendicular to stress direction regardless of microstructure in the range of higher stress amplitude.

3・3 SUS430 ステンレス鋼の疲労き裂形成に及ぼす粒界性格と粒界三重点性格の影響

図 5 は、応力振幅 $\sigma_a = 157$ MPa の条件において疲労破壊させた SUS430 ステンレス鋼試験片の表面の SEM 像である。図 5 において、低角粒界、低 Σ 対応粒界およびランダム粒界は、それぞれ SEM/EBSD/OIM 解析による同定結果に基づき記号 L, Σ および R で示されている。記号 Σ の後の数値は、対応粒界の Σ 値を示している。図 5 (a) – (d) に示されるように、SUS430 ステンレス鋼における高サイクル疲労き裂は、粒界エネルギーの高いランダム粒界において優先的に形成された。図 5 (e) および (f) に示されるように、粒界三重点近傍においても疲労き裂が形成された。特に、疲労き裂が形成された粒界三重点は、ランダム粒界が 2 つ以上連結することにより構成された粒界三重点であった。

図 6 は、粒界疲労き裂形成に及ぼす粒界性格の影響を定量的にまとめた結果である。疲労き裂が形成された粒界の約 94 % をランダム粒界が占めた。図 6 において疲労き裂形成の観察を行ったランダム粒界の存在頻度は全粒界のうちの約 86 % であった。したがって、ランダム粒界での疲労き裂の発生頻度は、これらの粒界の存在頻度と比べて高くなった。さらに、低角粒界において疲労き裂の形成はまったく認められなかった。低 Σ 対応粒界については、存在頻度 7 % に対し、疲労き裂発生に占める頻度は 6 % と僅かではあるが低くなった。以上の結果から、

SUS430 ステンレス鋼の高サイクル疲労による粒界疲労き裂の形成は、ランダム粒界において優先的に生じることが示された。Kobayashi ら(2008a)は、粗大結晶粒組織を有する純アルミニウム試験片において、粒界疲労き裂の 80 %以上がランダム粒界で形成されることを明らかにしている。従来、高サイクル疲労破壊における微視的疲労き裂の形成に対する粒界性格の重要性は FCC 金属材料において指摘されてきたが、BCC 金属材料の SUS430 ステンレス鋼においてもそれ以上の粒界性格依存性が示された。

低 Σ 対応粒界においても粒界疲労き裂の形成が観察されたが、これらの破壊した 2 つの対応粒界では試験片表面における粒界のトレースが、隣接する結晶粒内の PSBs と平行になっていた。FCC 金属材料のオーステナイト系ステンレス鋼(Heinz and Neumann, 1990)およびアルミニウム(Kobayashi et al., 2008a)においても、粒界面が PSBs と平行である場合に疲労き裂が形成されることが報告されている。FCC 金属材料においては、 $\{111\}/\Sigma 3$ の粒界面とすべり面が一致することにより、粒界面におけるひずみの局所化が大きくなるためであることが指摘されている。一方、EBSD 解析範囲内に存在した低角粒界 (49 個) において粒界疲労き裂は観察されなかった。低角粒界が粒界疲労破壊に強い抵抗を示すことは、FCC 金属材料である銅の双結晶試験片の場合と同様の結果である (Zhang and Wang, 2000, Zhang and Wang, 2008)。ランダム粒界では PSBs 内の転位が粒界に堆積するのに対し、低角粒界では PSBs 内の転位が隣接する結晶粒内に連続的に伝播することができるためき裂の形成が生じないとされている (Zhang and Wang, 2000)。図 5 (f) に示されるように、BCC 金属の SUS430 ステンレス鋼においても、白い破線で示した低角粒界を挟んで隣接する 2 つの結晶粒内の PSBs は、低角粒界を連続的に通り抜けていることが確認された。

Fig. 5 SEM micrographs of intergranular fatigue cracks nucleated and propagated in the specimens cyclically deformed at $\sigma_a = 157$ MPa. Intergranular fatigue cracks were preferentially nucleated at random boundaries.

Fig. 6 Relationship between the fraction of fatigue crack nucleation and the type of grain boundaries. 94 % of intergranular fatigue cracks were nucleated at random boundaries, while the cracks were never nucleated at low-angle boundaries.

3・4 粒界疲労き裂形成に及ぼす粒界の幾何学的配置の影響

FCC 金属材料の疲労破壊に関する双結晶および多結晶試験片を用いた従来研究において、試験片の応力軸方向と粒界面の幾何学的配置の関係(Kim and Liard, 1978), および隣接する結晶粒内の PSBs と粒界面の幾何学的配置の関係(Inoko et al., 1982, Mughrabi, 1983, Liu et al., 1992, Zhang and Wang, 2008)が、粒界疲労き裂の形成と進展に対して支配的な役割を担うことが明らかにされてきた。しかしながら、BCC 金属材料における粒界疲労き裂形成に対して、粒界と応力軸、あるいは粒界と PSBs の幾何学的配置の関係がどのような影響を及ぼすかについては十分な知見が得られていない。SUS430 フェライト系ステンレス鋼に対して、粒界疲労き裂形成に及ぼす粒界の幾何学的配置の影響を明らかにすることは、疲労破壊の素過程を理解する上で重要である。

図 7 は、粒界疲労き裂形成に及ぼす試験片表面における粒界のトレースと応力軸方向のなす角度の影響を調べた結果である。図 7 において、 0° および 90° の角度は、それぞれ試験片表面における粒界のトレースが応力軸に対して平行および垂直であることを示している。試験片表面における粒界のトレースが応力軸方向に対して $70^\circ \sim 90^\circ$ 、すなわち垂直に近い方向に配置している場合は、粒界疲労き裂の発生数は僅かに少なくなったが、粒界が応力軸に対していずれの角度に配置する場合にも破壊が生じることがわかる。FCC 構造をもつ銅多結晶試験片における粒界疲労き裂の発生条件として、粒界の試験片表面におけるトレースと応力軸とのなす角が大きいこと ($30^\circ \sim 90^\circ$) が挙げられている(Kim and Liard, 1978)が、本研究において得られた結果からは、SUS430 ステンレス鋼において粒界の応力軸に対する幾何学的配置が粒界き裂の発生に及ぼす影響は小さいように思われる。本研究の試験片においては、疲労き裂形成に対して抵抗の低いランダム粒界が高頻度 (89 %) に存在し、これらのランダム粒界が応力軸との幾何学的配置に関係なく破壊したことを反映した結果であると考えられる。

Fig. 7 The number of intergranular cracking as a function of the angle between the traces of grain boundaries on the specimen surface and the stress axis. The nucleation of intergranular fatigue cracks is little affected by the geometrical configuration of grain boundary plane to the stress axis in our present observations in SUS430 stainless steel.

これまでに FCC 金属材料において、ランダム粒界は粒界面と PSBs との幾何学的関係によらず、優先的な疲労き裂の形成場所となるのに対し(Kobayashi et al., 2008a), 低 Σ 対応粒界は粒界面と PSBs の方向が一致する場合においてのみ疲労き裂の形成場所になることが報告されている(Heinz and Neumann, 1990, Kobayashi et al., 2008a). 図 8 は, BCC 金属材料である SUS430 ステンレス鋼に対し, 粒界を挟んで隣接する 2 つの結晶粒内に観察された PSBs との幾何学的関係を, (i) 粒界を挟んで隣接する 2 つの結晶粒内に形成された PSBs と試験片表面における粒界のトレースが平行である場合, (ii) 1 つの結晶粒内に形成された PSBs が試験片表面における粒界のトレースに平行である場合, および (iii) 2 つの結晶粒内に形成された PSBs が試験片表面における粒界のトレースに平行でない場合の 3 種類に分類し, 粒界疲労き裂形成に及ぼす影響を調べた結果である. 図 8 において評価された 35 個の粒界は, すべてランダム粒界である. 隣接する結晶粒内の PSBs と粒界の幾何学的関係が, 上記分類のいずれの場合であっても, 粒界疲労き裂は形成された. 特に, PSBs が粒界に対して平行でない, すなわち交差する場合に粒界疲労き裂が形成されやすい傾向が示された. 図 8 で評価された粒界はすべて疲労破壊抵抗の低いランダム粒界であったことから, PSBs との幾何学的配置関係に関わらず疲労き裂を生じたものと考えられる. したがって, PSBs との幾何学的配置関係が (iii) に分類されるランダム粒界が最も高頻度に存在したため, (iii) に分類されるランダム粒界における粒界疲労き裂の発生数も高くなったものと考えられる.

Fig. 8 Effect of the angle between the trace of grain boundaries on the specimen surface and the PSBs in the neighboring grains on the intergranular cracking. The fatigue cracks were preferentially nucleated at the grain boundaries with the larger angle to PSBs in the neighboring grains.

3・5 SUS430 ステンレス鋼の粒界疲労き裂形成抑制のための粒界微細組織

本節では, 本研究により得られた知見に基づき, SUS430 フェライト系ステンレス鋼試験片における粒界疲労き裂の形成条件についてまとめるとともに, 高サイクル疲労破壊を抑制するための粒界工学に基づく粒界微細組織を検討する.

図 9 (a) および (b) は, 粒界疲労き裂形成に及ぼす粒界性格および粒界の幾何学的配置の影響に関する本研究の観察結果に基づき, それぞれ粒界疲労き裂の優先的な形成条件および粒界疲労き裂形成を抑制するための粒界微細組織を示した模式図である. 図 9 (a) において, (i) から (viii) の番号を付けた粒界は, 疲労き裂が形成された粒界である. 図 9 (a) の (i) から (vii) の領域のように, 疲労き裂はランダム粒界において優先的に形成された. 図 5 および図 7 に示されたように, 応力軸方向に対する粒界面の幾何学的配置に関係なくランダム粒界には疲労き裂が形成された. また, 図 5 および図 8 に示されたように, ランダム粒界は PSBs との幾何学的関係にも関係なく, 疲労き裂の優先的な形成場所となることが明らかになった. 一方, 低 Σ 対応粒界に疲労き裂が形成されたのは, 図 9 (a) の (viii) の領域のように, 試験片表面における対応粒界のトレースと PSBs が平行である場合のみであった. 本研究において, 低 Σ 対応粒界における粒界疲労き裂形成の観察例は十分ではないが, ランダム粒界に比べ粒界疲労き裂形成に対して高い抵抗を示す粒界である可能性は高い.

以上の観察結果に基づき、図 9 (b) のように、SUS430 ステンレス鋼における粒界疲労き裂の形成を抑制するための粒界微細組織を検討した。図 9 (a) および (b) の (i) から (vii) の領域のように、低角粒界および低 Σ 対応粒界を導入し、通常の SUS430 鋼の溶体化処理材に高頻度に分布するランダム粒界の数を減少させることにより、粒界疲労き裂の発生を抑制できるものと考えられる。また、図 9 (b) の (viii) の領域のように、低 Σ 対応粒界は、粒界の試験片表面におけるトレースと PSBs が一致した場合にき裂の発生場所になったが、応力軸方向および PSBs と粒界との幾何学的配置に関係なく疲労き裂を優先的に生じたランダム粒界の数を減少させることができれば、疲労き裂の発生も抑制できるはずである。また、低角粒界では PSBs が連続的に隣接する結晶粒に通り抜けることから、転位の運動のバリアとしての役割が小さいものと考えられる。したがって、材料の強度を考えた場合には、低角粒界よりも低 Σ 対応粒界の存在頻度を増加させることはより重要であると言える。

これまでに BCC 金属に対する粒界制御プロセスに関する研究は、特殊なプロセスにより得られた材料に関していくつか行われている(Watanabe et al., 1989a, Watanabe et al., 1989b, Kobayashi et al., 2008b, Kobayashi et al., 2008c)が、一般的な多結晶試験片の加工熱処理法による粒界制御プロセスに関する基本指針を得ることが今後の課題である。

Fig. 9 Schematic illustrations of intergranular fatigue crack nucleation in SUS430 stainless steel specimens with (a) conventional GB microstructure and (b) grain boundary engineering (GBE) microstructure.

4. 結 言

本研究では、BCC 構造をもつ SUS430 フェライト系ステンレス鋼の高サイクル疲労破壊抑制のための粒界工学の基本指針を得ることを目的として、粒界疲労き裂形成に及ぼす粒界性格および粒界の幾何学的分布の影響を定量的に調べた。得られた主な知見を以下に示す。

- (1) 最大引張強さの 36 %以上となるような応力振幅の条件では、発生した疲労き裂は結晶粒内および粒界のような微細組織に関わりなく、応力軸方向に対してほぼ垂直の方向に急速に進展する。これに対して、応力振幅が小さい場合、微視的な疲労き裂が粒界に沿って形成される。
- (2) ランダム粒界は、固執すべり帯との幾何学的関係に関係なく疲労き裂の優先的な発生場所となる。これに対して、低角粒界は疲労き裂の形成場所にならない。低 Σ 対応粒界の場合、粒界の試験片表面におけるトレースと隣接する結晶粒内の固執すべり帯の方向が同じ場合にのみ、粒界疲労き裂形成が観察された。
- (3) 疲労き裂形成に及ぼす粒界性格および粒界の幾何学的分布の影響の観察結果に基づき、SUS430 ステンレス鋼の高サイクル疲労破壊を抑制するための粒界微細組織が検討された。

謝 辞

本研究の遂行において、試験片の SEM/EBSD 測定は熊本大学 連川貞弘教授の協力のもと行われた。ここに謝意を表する。また、本研究の一部は、JSPS 科研費 JP26420709 の助成を受けて行われたものである。

文 献

- Alexandrea, B. and Was, G.S., The role of stress in the efficacy of coincidence site lattice boundaries in improving creep and stress corrosion cracking, *Scripta Materialia*, Vol.54, No.6 (2006), pp.1047-1052.
- Brandon, D.G., The structure of high-angle grain boundaries, *Acta Metallurgica*, Vol.14, No.11 (1966), pp.1479-1484.
- Gao, Y., Kumar, M., Nalla, R.K. and Ritchie, R.O., High-cycle fatigue of nickel-based superalloy ME3 at ambient and elevated temperatures: Role of grain-boundary engineering, *Metallurgical and Materials Transactions*, Vol.36A, No.12 (2005), pp.3325-3333.
- Gao, Y., Stölken, J. S., Kumar, M. and Ritchie, R.O., High-cycle fatigue of nickel-base superalloy René 104(ME3): Interaction of microstructurally small cracks with grain boundaries of known character, *Acta Materialia*, Vol.55, No.9 (2007), pp.3155-3167.
- Hashimoto, S., Ikehata, H., Kato, A., Kato, H. and Kaneko, Y., Fatigue crack nucleation at $\Sigma 3(112)$ boundary in a ferritic stainless steel, *INTERFACE SCIENCE*, Vol.7, No.2 (1999), pp.159-171.
- Heinz, A. and Neumann, P., Crack initiation during high cycle fatigue of an austenitic steel, *Acta Metallurgica Materialia*, Vol.38, No.10 (1990), pp.1933-1940.
- Inoko, F., Atagi, K., and Mima, G., Initiation of fatigue cracks along grain boundaries in aluminum bicrystals, *Transactions of the Japan Institute of Metals*, Vol.23, No.4 (1982), pp.161-168.
- Kim, W. H. and Laird, C., Crack nucleation and stage I propagation in high strain fatigue-II. mechanism, *Acta Metallurgica*, Vol.26, No.5 (1978), pp.789-799.
- Kobayashi, S., Inomata, T., Kobayashi, H., Tsurekawa, S. and Watanabe, T., Effects of grain boundary- and triple junction-character on intergranular fatigue crack nucleation in polycrystalline aluminum, *Journal of Materials Science*, Vol.43, No.11 (2008a), pp.3792-3799.
- Kobayashi, S., Kobayashi, R. and Watanabe, T., Control of grain boundary connectivity based on fractal analysis for improvement of intergranular corrosion resistance in SUS316L austenitic stainless steels, *Acta Materialia*, Vol.102, No.1 (2016), pp.397-405.
- Kobayashi, S., Maruyama, T., Tsurekawa, S. and Watanabe, T., Grain boundary engineering based on fractal analysis for control of segregation-induced intergranular brittle fracture in polycrystalline nickel, *Acta Materialia*, Vol.60, No.17 (2012), pp.6200-6212.
- Kobayashi, S., Nakamura, M., Tsurekawa, S. and Watanabe, T., Effect of grain boundary microstructure on fatigue crack propagation in austenitic stainless steel, *Journal of Materials Science*, Vol.46, No.12 (2011), pp.4254-4260.
- Kobayashi, S., Tsurekawa, S. and Watanabe, T., Evolution of grain boundary microstructures in molybdenum by thermomechanical processing from single crystals, *Ceramic Transaction*, Vol.201 (2008b), pp.681-692.
- Kobayashi, S., Tsurekawa, S., Watanabe, T. and Kobylanski, A., Control of grain boundary microstructures in molybdenum polycrystals by thermomechanical processing of single crystals, *Philosophical Magazine*, Vol.88, No.4 (2008c), pp.489-506.
- Kobayashi, S., Tsurekawa, S., Watanabe, T. and Palumbo, G., Grain boundary engineering for control of sulfur segregation-induced embrittlement in ultrafine-grained nickel, *Scripta Materialia*, Vol.62, No.5 (2010), pp. 294-297.
- Lim, L. C., Surface intergranular cracking in large strain fatigue, *Acta Metallurgica*, Vol.35, No.7 (1987), pp.1653-1662.
- Lin, P., Palumbo, G., Erb, U. and Aust, K.T., Influence of grain boundary character distribution on sensitization and intergranular corrosion of alloy 600, *Scripta Metallurgica Materialia*, Vol.33, No.9 (1995), pp.1387-1392.
- Liu, W., Bayerlein, M., Mughrabi, H., Day, A. and Quedstedt, P. N., Crystallographic features of intergranular crack initiation in fatigued copper polycrystals, *Acta Metallurgica Materialia*, Vol.40, No.7 (1992), pp.1763-1771.
- Michiuchi, M., Kokawa, H., Wang, Z.J., Sato, Y.S. and Sakai, K., Twin-induced grain boundary engineering for 316 austenitic stainless steel, *Acta Materialia*, Vol.54, No.19 (2006), pp.5179-5184.
- Mima, G., Inoko, F. and Atagi, K., Effect of crystal boundaries on the initiation of fatigue cracks in aluminum bicrystals, *Transactions of the Japan Institute of Metals*, Vol.21, No.2 (1980), pp.89-98.
- Mori, H., Ito, R., Miyazaki, T. and Kozakai, T., Cyclic deformation of Si-Fe monocrystals containing preintroduced twins,

Materials Science and Engineering, Vol.50, No.2 (1981), pp.243-251.

- Mughrabi, H., Defects, Proceedings of the second international symposium on Defects, fracture and fatigue, Sih, G.C. and Provan, J.W., (Eds.), Martinus Nijhoff Publishers (1983), p.139.
- Mughrabi, H., Wang, R., Differt, K. and Essmann, U., Fatigue crack initiation by cyclic slip irreversibilities in high-cycle fatigue, Fatigue mechanisms: advances in quantitative measurement of fatigue damage, Lankford, J., Davidson, D.L., Morris, W.L. and Wei, R.P., (Eds.), American Society for Testing and Materials (1983), p.5.
- Neumann, P. and Tönnessen, A., Cyclic deformation and crack initiation, Proceedings of the third international conference on fatigue and fatigue thresholds (Fatigue '87), Ritchie, R.O. and Starke, Jr., E.A. (Eds.), Virginia (1987), pp.3-22.
- Palumbo, G. and Aust, K.T., Special properties of grain boundaries, Materials Interfaces, Chap.5, Wolf, D. and Yip, S. (Eds.), Chapman & Hall (1992), pp.190-211.
- Shimada, M., Kokawa, H., Wang, Z.J. and Sato, Y.S., Optimization of grain boundary character distribution for intergranular corrosion resistant 304 stainless steel by twin-induced grain boundary engineering, Acta Materialia, Vol.50, No.9 (2002), pp.2331-2341.
- Tsurekawa, S., Nakamichi, S. and Watanabe, T., Correlation of grain boundary connectivity with grain boundary character distribution in austenitic stainless steel, Acta Materialia, Vol.54, No.13 (2006), pp.3617-3626.
- 潮田浩作, 後藤正治, 小松芳成, 星野明紀, 竹林重人, 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, 鉄と鋼, Vol.94, No.8 (2008), pp.321-330.
- Was, G.S., Thaveerungsriporn, V. and Crawford, D.C., Grain boundary misorientation effects on creep and cracking in Ni-based alloys, JOM, Vol.50, No.2 (1998), pp.44-49.
- Watanabe, T., Approach to grain boundary design for strong and ductile polycrystals, Res Mechanica, Vol.11, No.1 (1984), pp.47-84.
- Watanabe, T., Grain boundary engineering: historical perspective and future prospects, Journal of Materials Science, Vol.46, No.12 (2011), pp.4095-4115.
- Watanabe, T., Arai, K.I., Yoshimi, K. and Oikawa, H., Texture and grain boundary character distribution (GBCD) in rapidly solidified and annealed Fe-6.5mass%Si ribbons, Philosophical Magazine Letter, Vol.59, No.2 (1989a), pp.47-52.
- Watanabe, T., Fujii, H., Oikawa, H. and Arai, K-I., Grain boundaries in rapidly solidified and annealed Fe-6.5 mass% Si polycrystalline ribbons with high ductility, Acta Metallurgica, Vol.37, No.3 (1989b), pp.941-952.
- Zhang, Z.F. and Wang, Z.G., Comparison of fatigue cracking possibility along large- and low-angle grain boundaries, Materials Science and Engineering A, Vol.284, No.1-2 (2000), pp.285-291.
- Zhang, Z.F. and Wang, Z.G., Grain boundary effects on cyclic deformation and fatigue damage, Progress in Materials Science, Vol.53, No.7 (2008), pp.1025-1099.

References

- Alexandeanu, B. and Was, G.S., The role of stress in the efficacy of coincidence site lattice boundaries in improving creep and stress corrosion cracking, Scripta Materialia, Vol.54, No.6 (2006), pp.1047-1052.
- Brandon, D.G., The structure of high-angle grain boundaries, Acta Metallurgica, Vol.14, No.11 (1966), pp.1479-1484.
- Gao, Y., Kumar, M., Nalla, R.K. and Ritchie, R.O., High-cycle fatigue of nickel-based superalloy ME3 at ambient and elevated temperatures: Role of grain-boundary engineering, Metallurgical and Materials Transactions, Vol.36A, No.12 (2005), pp.3325-3333.
- Gao, Y., Stölken, J. S., Kumar, M. and Ritchie, R.O., High-cycle fatigue of nickel-base superalloy René 104(ME3): Interaction of microstructurally small cracks with grain boundaries of known character, Acta Materialia, Vol.55, No.9 (2007), pp.3155-3167.
- Hashimoto, S., Ikehata, H., Kato, A., Kato, H. and Kaneko, Y., Fatigue crack nucleation at $\Sigma 3(112)$ boundary in a ferritic stainless steel, INTERFACE SCIENCE, Vol.7, No.2 (1999), pp.159-171.
- Heinz, A. and Neumann, P., Crack initiation during high cycle fatigue of an austenitic steel, Acta Metallurgica Materialia, Vol.38, No.10 (1990), pp.1933-1940.
- Inoko, F., Atagi, K., and Mima, G., Initiation of fatigue cracks along grain boundaries in aluminum bicrystals, Transactions of the Japan Institute of Metals, Vol.23, No.4 (1982), pp.161-168.
- Kim, W. H. and Laird, C., Crack nucleation and stage I propagation in high strain fatigue-II. mechanism, Acta Metallurgica, Vol.26, No.5 (1978), pp.789-799.

- Kobayashi, S., Inomata, T., Kobayashi, H., Tsurekawa, S. and Watanabe, T., Effects of grain boundary- and triple junction-character on intergranular fatigue crack nucleation in polycrystalline aluminum, *Journal of Materials Science*, Vol.43, No.11 (2008a), pp.3792-3799.
- Kobayashi, S., Kobayashi, R. and Watanabe, T., Control of grain boundary connectivity based on fractal analysis for improvement of intergranular corrosion resistance in SUS316L austenitic stainless steels, *Acta Materialia*, Vol.102, No.1 (2016), pp.397-405.
- Kobayashi, S., Maruyama, T., Tsurekawa, S. and Watanabe, T., Grain boundary engineering based on fractal analysis for control of segregation-induced intergranular brittle fracture in polycrystalline nickel, *Acta Materialia*, Vol.60, No.17 (2012), pp.6200-6212.
- Kobayashi, S., Nakamura, M., Tsurekawa, S. and Watanabe, T., Effect of grain boundary microstructure on fatigue crack propagation in austenitic stainless steel, *Journal of Materials Science*, Vol.46, No.12 (2011), pp.4254-4260.
- Kobayashi, S., Tsurekawa, S. and Watanabe, T., Evolution of grain boundary microstructures in molybdenum by thermomechanical processing from single crystals, *Ceramic Transaction*, Vol.201 (2008b), pp.681-692.
- Kobayashi, S., Tsurekawa, S., Watanabe, T. and Kobylanski, A., Control of grain boundary microstructures in molybdenum polycrystals by thermomechanical processing of single crystals, *Philosophical Magazine*, Vol.88, No.4 (2008c), pp.489-506.
- Kobayashi, S., Tsurekawa, S., Watanabe, T. and Palumbo, G., Grain boundary engineering for control of sulfur segregation-induced embrittlement in ultrafine-grained nickel, *Scripta Materialia*, Vol.62, No.5 (2010), pp. 294-297.
- Lim, L. C., Surface intergranular cracking in large strain fatigue, *Acta Metallurgica*, Vol.35, No.7 (1987), pp.1653-1662.
- Lin, P., Palumbo, G., Erb, U. and Aust, K.T., Influence of grain boundary character distribution on sensitization and intergranular corrosion of alloy 600, *Scripta Metallurgica Materialia*, Vol.33, No.9 (1995), pp.1387-1392.
- Liu, W., Bayerlein, M., Mughrabi, H., Day, A. and Quested, P. N., Crystallographic features of intergranular crack initiation in fatigued copper polycrystals, *Acta Metallurgica Materialia*, Vol.40, No.7 (1992), pp.1763-1771.
- Michiuchi, M., Kokawa, H., Wang, Z.J., Sato, Y.S. and Sakai, K., Twin-induced grain boundary engineering for 316 austenitic stainless steel, *Acta Materialia*, Vol.54, No.19 (2006), pp.5179-5184.
- Mima, G., Inoko, F. and Atagi, K., Effect of crystal boundaries on the initiation of fatigue cracks in aluminum bicrystals, *Transactions of the Japan Institute of Metals*, Vol.21, No.2 (1980), pp.89-98.
- Mori, H., Ito, R., Miyazaki, T. and Kozakai, T., Cyclic deformation of Si-Fe monocrystals containing preintroduced twins, *Materials Science and Engineering*, Vol.50, No.2 (1981), pp.243-251.
- Mughrabi, H., Defects, *Proceedings of the second international symposium on Defects, fracture and fatigue*, Sih, G.C. and Provan, J.W., (Eds.), Martinus Nijhoff Publishers (1983), p.139.
- Mughrabi, H., Wang, R., Differt, K. and Essmann, U., Fatigue crack initiation by cyclic slip irreversibilities in high-cycle fatigue, *Fatigue mechanisms: advances in quantitative measurement of fatigue damage*, Lankford, J., Davidson, D.L., Morris, W.L. and Wei, R.P., (Eds.), American Society for Testing and Materials (1983), p.5.
- Neumann, P. and Tönnessen, A., Cyclic deformation and crack initiation, *Proceedings of the third international conference on fatigue and fatigue thresholds (Fatigue '87)*, Ritchie, R.O. and Starke, Jr., E.A. (Eds.), Virginia (1987), pp.3-22.
- Palumbo, G. and Aust, K.T., Special properties of grain boundaries, *Materials Interfaces*, Chap.5, Wolf, D. and Yip, S. (Eds.), Chapman & Hall (1992), pp.190-211.
- Shimada, M., Kokawa, H., Wang, Z.J. and Sato, Y.S., Optimization of grain boundary character distribution for intergranular corrosion resistant 304 stainless steel by twin-induced grain boundary engineering, *Acta Materialia*, Vol.50, No.9 (2002), pp.2331-2341.
- Tsurekawa, S., Nakamichi, S. and Watanabe, T., Correlation of grain boundary connectivity with grain boundary character distribution in austenitic stainless steel, *Acta Materialia*, Vol.54, No.13 (2006), pp.3617-3626.
- Ushioda, K., Goto, S., Komatsu, Y., Hoshino, A. and Takebayashi, S., Evolution of dislocation structure and fatigue crack behavior in Fe-Si alloys during cyclic bending test, *Tetsu-to-Hagané*, Vol.94, No.8 (2008), pp.321-330 (in Japanese).
- Was, G.S., Thaveerungsripor, V. and Crawford, D.C., Grain boundary misorientation effects on creep and cracking in Ni-based alloys, *JOM*, Vol.50, No.2 (1998), pp.44-49.
- Watanabe, T., Approach to grain boundary design for strong and ductile polycrystals, *Res Mechanica*, Vol.11, No.1 (1984), pp.47-84.
- Watanabe, T., Grain boundary engineering: historical perspective and future prospects, *Journal of Materials Science*, Vol.46, No.12 (2011), pp.4095-4115.

- Watanabe, T., Arai, K.I., Yoshimi, K. and Oikawa, H., Texture and grain boundary character distribution (GBCD) in rapidly solidified and annealed Fe-6.5mass%Si ribbons, Philosophical Magazine Letter, Vol.59, No.2 (1989a), pp.47-52.
- Watanabe, T., Fujii, H., Oikawa, H. and Arai, K-I., Grain boundaries in rapidly solidified and annealed Fe-6.5 mass% Si polycrystalline ribbons with high ductility, Acta Metallurgica, Vol.37, No.3 (1989b) , pp.941-952.
- Zhang, Z.F. and Wang, Z.G., Comparison of fatigue cracking possibility along large- and low-angle grain boundaries, Materials Science and Engineering A, Vol.284, No.1-2 (2000), pp.285-291.
- Zhang, Z.F. and Wang, Z.G., Grain boundary effects on cyclic deformation and fatigue damage, Progress in Materials Science, Vol.53, No.7 (2008), pp.1025-1099.