フェライト系ステンレス鋼の疲労き裂進展に及ぼす
粒界微細組織の影響楊 蔚涛^{*1}, 小林 重昭^{*2}, 齋藤 栄^{*2}Effect of grain boundary microstructure on fatigue crack propagation
in ferritic stainless steelWeitao 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: 10 August 2017; Revised: 25 October 2017; Accepted: 25 December 2017

Abstract

Effect of grain boundary microstructure, such as the spatial distribution and the connectivity of grain boundaries with different character, on the process of fatigue crack propagation in SUS430 ferritic stainless steel was investigated using the technique combined in-situ observations of crack propagation with EBSD measurements. The ratio of intergranular fracture to the overall fracture path increased with decreasing stress intensity factor range. Particularly, the ratio of intergranular fracture reached about 60 %, when the stress intensity factor range was less than $40 \text{ MPa m}^{1/2}$. Moreover, the larger deflection of crack propagation occurred by the cyclic deformation at the higher stress intensity factor range more than $50 \text{ MPa m}^{1/2}$, depending on the grain boundary microstructure. The intergranular fatigue cracks mainly propagated along random boundaries, and the deflection of intergranular crack path occurred at grain boundary triple junctions, owing to the further propagation along random boundary ahead. Moreover, when the fatigue crack propagation along random boundaries was inhibited by a triple junction composed of low- Σ CSL boundaries, the branching of fatigue crack occurred at a triple junction behind and the crack subsequently propagated along another random boundary. The propagation of fatigue crack was inhibited for a while by crossing low- Σ CSL boundaries and triple junctions. The possible grain boundary microstructure for control of fatigue crack propagation in SUS430 stainless steel was discussed based on the observed results.

Keywords : Fatigue crack propagation, Grain boundary character, Grain boundary connectivity, Triple junction, Ferritic stainless steel

1. 緒 言

結晶粒界（以下、粒界と記す）は、その性格・構造に依存して異なる特性（Pumphrey, 1976）を示す多結晶金属材料の主要な構成要素（Watanabe, 1993, Watanabe and Tsurekawa, 1999）の一つとして考えられ、高サイクル疲労破壊に対しても大きな影響を及ぼすことが知られている。粒界における疲労き裂の形成に関しては、面心立方（Face centered cubic, FCC）構造をもつ金属および合金を中心として系統的に研究が進められてきた（Kim and Laird, 1978, Neumann and Tönnessen, 1987, Heinz and Neumann, 1990, Zhang and Wang, 2000, Zhang and Wang, 2008, Kobayashi et al., 2008）。高エネルギー粒界であるランダム粒界が疲労き裂の優先的な形成場所になるのに対し、低

エネルギー粒界である低角粒界および低 Σ 対応粒界は疲労き裂の形成に対して高い抵抗を示すことが明らかにされている。さらに、銅およびオーステナイト系ステンレス鋼のような積層欠陥エネルギーが低い FCC 金属・合金において形成される焼鈍双晶境界 ($\{111\}/\Sigma 3$ 対応粒界) のように、隣接する結晶粒内のすべり面と粒界面が一致するような場合には、対応粒界であっても疲労き裂が形成されることが示されている (Neumann and Tönnessen, 1987, Heinz and Neumann, 1990)。

体心立方 (Body centered cubic, BCC) 構造をもつ鉄鋼材料に対しても、粒界が微視的疲労き裂の形成場所となることが報告されている。Mughrabi と Wüthrich (1976) は、低サイクル疲労変形を受ける α -鉄において結晶粒の形状変化が生じ、その結果として粒界破壊が生じることを報告している。さらに、結晶粒形状の変化は、隣接する結晶粒の相対方位差に依存することを指摘している。このような低サイクル疲労に伴う結晶粒形状の変化と粒界における優先的き裂形成は、鉄-シリコン (Fe-Si) 合金、フェライト系ステンレス鋼においても観察されている (Magnin and Driver, 1979)。BCC 金属材料の疲労き裂形成に及ぼす粒界性格の影響も明らかにされつつある。これまでに Mori ら (1981) は、Fe-3wt% Si 合金の疲労破壊に及ぼす双晶境界の影響を調べ、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を報告した。Hashimoto ら (1999) は、フェライト系ステンレス鋼の $\Sigma 3$ (112) 双晶境界における疲労き裂形成について調べ、疲労き裂は応力軸に対して 45° 傾いた双晶境界において優先的に形成されることを明らかにした。前報において、著者ら (楊他, 2017) は、SUS430 フェライト系ステンレス鋼の高サイクル疲労き裂の形成に及ぼす粒界の役割を明らかにした。フェライト系ステンレス鋼では FCC 金属材料に比べて、ランダム粒界における疲労き裂形成がより優先的に生じること、低角粒界では疲労き裂は生じないことを明らかにした。さらに、応力軸および固執すべり帯 (Persistent Slip Bands, PSBs) に対する粒界面の幾何学的配置がき裂形成に及ぼす影響を明らかにした。

一方、粒界は疲労き裂の進展に対しても影響を及ぼすことが指摘されている。Vinogradov ら (1995) は、引張軸方向が $\langle 110 \rangle$ である $\Sigma 9$ 対応粒界およびランダム粒界をそれぞれ含む銅双結晶試料を作製し、疲労き裂進展に及ぼす粒界性格の影響を調べた。その結果、 $\Sigma 9$ 対応粒界を含む双結晶試験片では、結晶粒内を進展した疲労き裂が粒界に到達したとき、き裂は粒界を横切って結晶粒内を進展するのに対し、ランダム粒界をもつ試験片においては、き裂は粒界に沿って進展することを示した。Kaneko ら (1999) は、FCC 金属材料において疲労き裂が発生する $\{111\}/\Sigma 3$ 対応粒界に近い相対方位差をもつ粒界を含んだ銅双結晶における疲労き裂進展過程を調べた。その結果、 $\{111\}/\Sigma 3$ 対応方位関係からのずれ角が 3° 以下の粒界には、疲労き裂はまったく進展しないことを示した。さらに、 $\{111\}/\Sigma 3$ 対応方位関係からのずれ角が $3^\circ \sim 5^\circ$ の範囲にある粒界では、粒界に沿ったき裂進展の頻度が増加することを示した。 9° 以上のずれ角をもつ粒界においても疲労き裂の進展は生じず、き裂は結晶粒内を進展することを示した。以上の結果から、疲労き裂進展の観点から判断すれば、FCC 金属において優先的な疲労き裂の発生場所となる $\{111\}/\Sigma 3$ 対応粒界は、必ずしもき裂経路となるわけではないことが示唆された。一方、鉄鋼材料を初めとした BCC 金属に対しては、疲労き裂進展過程に及ぼす粒界微細組織の影響は、十分明らかにされているとは言えない状況にある。今後、粒界疲労き裂の進展過程における粒界の役割をその性格・構造と関連付けて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工学の確立に対して不可欠である。

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 鋼の高サイクル疲労における疲労き裂の進展経路および局所的なき裂進展速度の変化に対する粒界性格、粒界の空間幾何学的配置および粒界三重点の役割を、疲労き裂進展のその場観察と後方散乱電子線回折 (Electron backscatter diffraction, EBSD) 測定による粒界微細組織の定量的な解析結果とを合わせて明らかにする。さらに、得られた知見から、高サイクル疲労き裂進展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き裂進展試験片の作製

市販の SUS430 フェライト系ステンレス鋼の冷間圧延材を、真空中で 1273K, 64.8ks 溶体化処理後、空冷することにより等軸結晶粒組織をもつ試料を得た (楊他, 2017)。図 1 に示す形状をもつコンパクトテンション (CT) 試験片を、等軸結晶粒組織化した試料からワイヤー放電加工により切出した。CT 試験片のリガメント幅は 20 mm、厚さは 2.8 mm とした。CT 試験片の微細組織評価のため、試験片表面を、粒度 #100 から #1500 までのエメリー

紙, および平均粒子径 $0.5 \mu\text{m}$ までのダイヤモンドスラリーにより機械的に研磨した後, 酢酸と過塩素酸の体積比が $3:1$ となる電解液を用いて, 電解液温度 277 K , 電流密度 2.2 mA/mm^2 の条件で 40 s まで電解研磨した. 疲労き裂進展のその場観察においてき裂経路と粒界微細組織が関連付けられるように, CT 試験片に対して電解研磨を行ったが, 試験片表面の凹凸が疲労き裂進展過程に影響を及ぼさない程度に留めた.

Fig. 1 The shape and dimensions of the CT specimen for fatigue crack propagation test.

2・2 SUS430 試験片の結晶粒組織および粒界微細組織の評価

SUS430 ステンレス鋼試験片の結晶粒組織および粒界微細組織の評価には, TSL 社製の EBSD 測定に基づく結晶方位自動解析装置 (Orientation imaging microscope, OIM) を日立製作所製の電界放出型走査電子顕微鏡 (Field emission gun-scanning electron microscope, FEG-SEM, S4200 型) に組み込んだ装置を用いた. EBSD の測定は, FEG-SEM の加速電圧を 20 kV , エミッション電流を 10 mA とし, 走査ステップ間隔を $1 \mu\text{m}$ として行った. 疲労試験後の試験片表面の凹凸および試験片表面近傍のひずみによって生じる結晶粒内の微小方位差が粒界として誤判定される影響を抑制するため, 本研究では隣接する EBSD 測定点の相対方位差が 2° 以上ある場合にその境界を粒界として判定した. 対応粒界とランダム粒界の判定は, ブランドンの基準 (Brandon, 1966) に従った. また前報 (楊他, 2017) と同様, 対応粒界の原子構造の規則性を示す Σ 値が $1 \leq \Sigma \leq 29$ の範囲にある粒界を低 Σ 対応粒界として評価した. 粒界性格とその特性は, Σ 値だけから評価し得るものではなく, 粒界面方位などの粒界幾何学因子の影響も受けるが, 統計的に評価すれば $\Sigma 29$ 以下の Σ 値をもつ対応粒界は, ランダム粒界に比べ優れた粒界破壊強度および耐粒界腐食性等を示すことが実験的に示されている (Palumbo and Aust, 1992, Watanabe, 2011). 本研究では, Watanabe (1984) によって提唱された異なる性格をもつ粒界の存在頻度を統計的にまとめた粒界性格分布 (Grain boundary character distribution, GBCD) を粒界微細組織の評価因子として評価した.

2・3 疲労き裂進展試験後の粒界微細組織の評価

疲労き裂進展試験後の CT 試験片の表面に対しても EBSD 測定を行い, き裂進展経路近傍の粒界微細組織を評価した. 図 2 は, 疲労き裂進展試験後の CT 試験片表面の EBSD 測定により得られた (a) EBSD パターンのイメージクオリティ (Image quality, IQ) マップ, (b) 逆極点図 (Inverse pole figure, IPF) に基づく結晶粒方位マップ, (c) 結晶粒内の $2^\circ \sim 15^\circ$ の微小方位変化によって現れる境界 (赤色の線) を含む粒界マップおよび (d) 結晶粒内の微小方位変化によって現れる境界を除去した粒界マップの一例である. 図 2(b) の IPF マップにおいて, 結晶粒の色は図の右側に示したステレオ三角形に示された方位の色に対応しており, 図 2(c) および (d) の粒界を示す線の色は, 図の右側に示した粒界の種類を示すカラーバーの色に対応している.

図 2(a) の IQ マップに見られる黒色の測定点が多い線状に集合した領域 (黄色の破線を重ねた領域) は, 疲労き裂経路を示している. 図 2(c) および 図 2(d) において, 黒色の点で示される解析点が集合した領域の大部分は, これらの疲労き裂経路に対応している. 疲労き裂進展試験後の試験片表面においては, き裂経路近傍の結晶粒内において微小な表面方位の変化 (図 2(b)) があることがわかる. このような表面方位の変化は, 図 2(c) に赤色の線で示される境界としても現れている. これらの赤色の線の密度は, 繰り返し変形によって形成される固執すべり帯近傍での微小な表面方位の変化, 試験片表面近傍の転位密度の増加を反映したものである可能性が考えられる.

そこで、得られた結晶粒の方位解析データのうち、EBSD パターンの画質 (Image quality, IQ 値: 図 2(a)において白色に近い測定点ほど IQ 値が高いことを意味する) と方位解析の信頼性 (Confidence index, CI 値) が高い値を示した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. このように、IQ 値および CI 値の高い方位データから同定された個々の粒界の性格と、図 2(d)に示された粒界マップにおける粒界の性格は、完全に一致することを確認した. 本研究では、図 2(d)のように結晶粒内の微小な方位変化を示す赤色の境界線を除去した粒界マップを用いて、き裂の進展経路・進展速度と粒界微細組織の関連を評価することとした.

Fig. 2 Evaluation method of type of grain boundaries around fatigue crack path in SUS430 stainless steel specimen: (a) image quality micrograph, (b) grain orientation (inverse pole figure, IPF) micrograph, (c) grain boundary micrograph with strain in grain interior and (d) grain boundary micrograph without strain in grain interior. The crack path was indicated by yellow dashed lines in Fig.2 (a).

2・4 疲労き裂進展のその場観察

疲労き裂進展試験は、島津製作所製サーボパルス EHF-EB2-10L 型を用い、室温、大気中で行った. 繰り返し荷重は、サイン波形で周波数を 5 Hz として負荷し、荷重比 $R = 0.1$ のもと、応力拡大係数範囲 ΔK を $35 \text{ MPa m}^{1/2} - 55 \text{ MPa m}^{1/2}$ の範囲で変化させて行った. 巨視的な疲労き裂進展速度は、 ΔK の値に応じて 200-4000 サイクル毎に試験を中断し、その間のき裂長さの変化を光学顕微鏡写真から測定することにより求めた. 一度の連続したき裂進展試験における応力拡大係数範囲の増加は 3 %以内であった. なお、各試験片とも、き裂進展試験に先駆け、 $\Delta K = 35 \text{ MPa m}^{1/2}$ の条件で、予き裂を試験片の切欠き部先端から約 0.4 mm の長さまで導入した.

局所的な疲労き裂進展速度の変化を調べるために、疲労き裂進展のその場観察を行った. その場観察は、図 3 に模式的に示すディテクト製の 2-D モーションキャプチャシステム (Motion-Pro) を用いて行った. 本装置は、高倍率の長焦点レンズを搭載した CCD カメラおよび A/D 変換器とビデオキャプチャーカードを含むコンピュータにより構成される. 疲労き裂の画像は、予め設定した値にサイン波荷重が到達したときに、一定サイクル毎に撮影されコンピュータに取り込まれる. このように一定サイクル毎にコンピュータに取り込まれたき裂の長さを測定することにより、疲労き裂の進展過程と局所的な進展速度を評価できる. さらに、疲労き裂進展試験後の試験片の粒界方位マップおよび粒界マップとき裂進展測定結果とを関連付けて評価することにより、疲労き裂進展過程に及ぼす粒界微細組織の影響を調べた.

Fig. 3 Schematic illustration of the experimental set-up used for in-situ observations of fatigue crack propagation. The in-situ observations of fatigue crack were made using 2D-motion capture system consisting of a CCD camera mounting a high magnification long lens, a computer with an A/D converter and a video capture card, and a monitor.

3. 結果および考察

3・1 SUS430 試験片の微細組織

SUS430 ステンレス鋼試験片の EBSD 測定により得られた粒界マップ、平均結晶粒径、逆極点図および粒界性格分布(Grain boundary character distribution, GBCD)を図4に示す。粒界マップにおいて、粒界性格は図右側のカラーバーに示した色に対応しており、例えば、赤線は低角粒界、緑線は $\Sigma 3$ 対応粒界、および黒線はランダム粒界であることを示している。試験片は、ほぼ等軸の形状をもつ結晶粒によって構成され、著者ら(楊他, 2017)が前報で示したように均質な結晶粒組織であることを示す結晶粒径分布を有していた。平均結晶粒径は約 $38 \mu\text{m}$ であった。逆極点図から、試験片表面は $\{001\}$ にわずかではあるが配向しているように見える。

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。なお、本試験片は、前報(楊他, 2017)で示したように圧延方向 (RD) および圧延方向に直交する方向 (TD) においても、試験片表面と同様に等軸形状をもつ結晶粒によって構成された均質な結晶粒組織を有していた。

Fig. 4 Grain boundary micrograph with an average grain size, inverse pole figure and GBCD of SUS430 stainless steel specimen. The specimen had a homogeneous grain structure with an average grain size of $38 \mu\text{m}$. The fractions of low-angle, low- Σ CSL and random boundaries were 5 %, 6 % and 89 %, respectively.

3・2 疲労き裂進展経路に及ぼす応力条件の影響

図 5(a)は, SUS430 フェライト系ステンレス鋼試験片の室温, 大気中での巨視的な疲労き裂進展速度 da/dN と応力拡大係数範囲 ΔK の関係である. データ点にばらつきはあるものの ΔK の増加に伴い da/dN は増加した. この時の異なる ΔK の条件(i)-(v)に対する疲労き裂経路の様子を比較した結果を図 5(b)に示す. 図 5(b)の光学顕微鏡写真に示された疲労き裂進展経路において, 青線で示された経路は結晶粒内をき裂が進展 (粒内破壊) したことを, 赤線で示された経路は粒界に沿ってき裂が進展 (粒界破壊) したことを意味している. また, 疲労き裂が試験片内部を進展することにより, 試験片表面にき裂経路が観察されない領域も一部観察された.

Fig. 5 (a) Relationship between the crack propagation rate, da/dN and the stress intensity factor range, ΔK , and (b) optical micrographs of the path of fatigue crack propagation in the SUS430 stainless steel specimens subjected to crack propagation tests at different stress conditions. The ratio of intergranular fracture to the overall fracture path was increased with decreasing stress intensity factor range. The branching of fatigue crack more frequently occurred at the specimens subjected to fatigue crack propagation tests at lower stress intensity factor range. The width of zigzag path of transgranular cracks were increased with increasing stress intensity factor range.

応力拡大係数範囲が小さい $\Delta K = 35 \text{ MPa m}^{1/2}$ および $40 \text{ MPa m}^{1/2}$ の条件では、疲労き裂経路に占める粒界破壊の割合が高くなったのに対し、応力拡大係数範囲が大きい $\Delta K = 50 \text{ MPa m}^{1/2}$ および $55 \text{ MPa m}^{1/2}$ 条件の場合には、粒内破壊の割合が高くなった。図 6 は、異なる応力拡大係数範囲の条件でき裂進展試験を行った SUS430 試験片に対し、疲労き裂経路全体に対する粒界破壊の比率を調べた結果である。データのばらつきはあるが、応力拡大係数範囲が小さい条件ほど粒界破壊経路の比率は高くなる傾向にあった。低応力条件において、粒界破壊の比率が高くなる傾向は、前報（楊他, 2017）の粒界疲労き裂形成の場合と同様であった。

さらに、応力拡大係数範囲が小さい条件で破壊した試験片では、粒界に沿った疲労き裂進展経路において、き裂の分枝が多数観察された。粒界き裂経路においては、き裂経路の屈曲の頻度も高くなっていることがわかる。一方、応力拡大係数範囲が大きい条件（ $\Delta K = 50 \text{ MPa m}^{1/2}$ 以上）においては、疲労き裂が結晶粒内を進展する場合（黒色の矢印で示された位置）、および結晶粒内から粒界にき裂経路が遷移する場合（白色の矢印で示された位置）に、き裂の屈曲が多数観察され、このときの屈曲のジグザグの幅は大きくなった。疲労き裂進展におけるき裂の分枝および屈曲に対する粒界微細組織の影響については、次節で詳細に議論する。

Fig. 6 Relationship between the ratio of intergranular fracture path to overall crack path and the stress intensity factor range. The ratio of intergranular fracture path was increased up to 60 % when the stress intensity factor range lowered to less than $40 \text{ MPa m}^{1/2}$.

3・3 疲労き裂進展経路に及ぼす粒界および粒界三重点の影響

図 7 は、初期の応力拡大係数範囲を $35 \text{ MPa m}^{1/2}$ として疲労き裂進展試験を行った試験片の表面におけるき裂近傍の(a) IQ マップ、(b) IPF マップおよび(c)粒界マップの一例である。図 7(c)に示した記号 L は低角粒界、 Σ +数値は対応粒界、R はランダム粒界であることを意味する。図 7 における高サイクル疲労き裂の進展過程に対する粒界の影響は、以下の通りである。位置①で低角粒界に到達した疲労き裂は、屈曲をほとんど生じることなく隣接する結晶粒内に直進した。位置②において、ランダム粒界により構成された粒界三重点に到達した疲労き裂は、大きな屈曲を伴って隣接する結晶粒内に進展した。位置③のように、疲労き裂は、 $\Sigma 3$ 対応粒界に到達した場合にも屈曲を伴って進展した。位置④に示されるように、結晶粒内を進展する疲労き裂がランダム粒界に到達すると、き裂経路は粒界破壊に遷移しランダム粒界に沿って進展した。位置⑤では、疲労き裂がランダム粒界に到達した後、大きな屈曲を伴って隣接する結晶粒内に進展した。位置⑥において疲労き裂がランダム粒界に到達したとき、き裂は位置⑥-⑦の経路と位置⑥-⑧の経路の 2 つの経路に分枝した。はじめに疲労き裂は、位置⑥の粒界三重点からランダム粒界(i)に沿って位置⑦の方向に進展した。疲労き裂経路は、位置⑦で粒内破壊に遷移した後、位置⑨のランダム粒界に到達し停止した。このき裂進展の停止後、疲労き裂の分枝が位置⑥で生じた。分枝したき裂は、ランダム粒界(ii)に沿って進展した後、そのランダム粒界の途中から粒内破壊に遷移し、位置⑧から再びランダム粒界に沿って位置⑩まで進展し、粒内破壊に遷移した。位置⑪で粒界三重点に到達した疲労き裂は、ランダム粒界に沿って進展し、位置⑫のランダム粒界において屈曲を生じ、隣接する結晶粒内に進展した。さら

に、位置⑬のランダム粒界に到達したき裂は、屈曲を伴って結晶粒内を進展した後、位置⑭で粒界破壊に遷移し、ランダム粒界に沿って進展した。位置⑮のようにランダム粒界に到達した疲労き裂は、ランダム粒界に沿って進展することで、応力軸方向とほぼ平行に進展する場合のあることも観察された。位置⑯のように、応力軸と平行に配置した低角粒界によって疲労き裂の進展が抑止されることにより、その直前の結晶粒内の位置⑰において分枝を生じ結晶粒内を応力軸とほぼ平行に進展し、その後到達したランダム粒界に沿って進展するような過程も観察された。なお、疲労き裂進展に関する研究において一般的に報告されているように、疲労き裂の屈曲は結晶粒内においても生じた。

以上の高サイクル疲労による試験片表面でのき裂進展観察において、粒界はき裂経路の屈曲、分枝に対して大きな影響を及ぼすことがわかった。特に、疲労き裂が低角粒界を横切る場合、き裂経路は屈曲せず直線的に隣接する結晶粒内に進展するのに対し、対応粒界およびランダム粒界を横切る場合、隣接する結晶粒のすべり系の変化によりき裂経路の屈曲が生じることが示された。さらに、低角粒界および低 Σ 対応粒界のような破壊抵抗の高い粒界の配置によるき裂進展の抑制は、き裂の分枝の起源となることが示された。試験片表面で観察された疲労き裂経路は、試験片内部の組織、特に試験片表面の微細組織と内部で隣接している微細組織の影響を強く受けているものと考えられる。今後、試験片内部の微細組織が疲労き裂経路に及ぼす影響を明らかにすることが課題である。

Fig. 7 Image quality (IQ) micrograph, inverse pole figure (IPF) micrograph and grain boundary (GB) micrograph around the fatigue crack in SUS430 steel. The deflection and branching of fatigue crack was affected by grain boundary depending on their character.

3・4 疲労き裂の局所的進展速度に及ぼす粒界および粒界三重点の影響

本節では、SUS430 ステンレス鋼における疲労き裂進展速度の局所的変化に及ぼす粒界微細組織の影響を明らかにするために、疲労き裂進展のその場観察結果と EBSD 測定により得られた粒界微細組織とを関連付けて評価する。図 8 は、疲労き裂経路近傍の約 1 mm にわたる領域についての光学顕微鏡写真、粒界マップ、およびこれらの観察領域に対応した疲労き裂進展の局所的な速度変化の概観を示した一例である。初期 (図 8 の左端) における応力拡大係数範囲は $\Delta K = 35 \text{ MPa m}^{1/2}$ である。図 8(a) の光学顕微鏡写真では、連続して測定できた疲労き裂進

展のその場観察の始点を青線，負荷繰り返し数が 1,000 サイクル毎の位置を黒線，終点をオレンジ色の線で示している．また，本研究の方法では，CCD カメラと PC モニターの画角により，一度にその場観察できるき裂長さが最大で約 0.15 mm に制限される．このため，き裂が PC モニターからフレームアウトする前に試験の中断が必要となる．き裂進展試験を再開した後，その場観察の位置設定とフォーカスの調整のための準備に数百から数千サイクルを要するため観察ができない領域が生じる．そこで図 8(a)および(b)では，これらの未観察領域のイメージを暗転させて示した．

疲労き裂進展速度は，き裂長さの増加（すなわち応力拡大係数範囲の増大）に伴って，単調に増加するわけではないことがわかる．図 8(c)の経路 TJ₁-TJ₅ のように，主に粒界に沿って進展するき裂が粒界三重点に到達すると，き裂進展は数千サイクルにわたって停滞し，疲労き裂進展速度は局所的に遅くなった．図 8(c)の g₁-g₁₅ は，結晶粒内をき裂が進展した経路である．経路 g₁₀ のような粗大結晶粒内では，き裂進展速度は局所的に増加した．この傾向は，同一条件で行った他の試験片の観察結果においても同様であった．さらに，経路 GB₁-GB₇ では，ランダム粒界を経路として疲労き裂が進展した．経路 GB₁ および GB₄ に示されるように，ランダム粒界に沿って疲労き裂が進展する場合，その近傍の結晶粒内を進展する場合に比べ，進展速度は局所的に増加する場合があった．図 8(b)に示された粒界三重点①から写真上方のランダム粒界に進展したき裂の先端がΣ15 対応粒界を含む粒界三重点に到達し進展が停滞すると，き裂は粒界三重点①から下方のランダム粒界に沿って進展し，き裂が分枝した．その結果，経路 GB₅ では，き裂進展速度が局所的に低下した．

Fig. 8 Optical micrograph and GB micrograph around the fatigue crack path and local crack propagation rate in SUS430 stainless steel specimen subjected to fatigue crack propagation test at the stress intensity factor range of 35 MPa $\text{m}^{1/2}$. The fatigue crack propagation was inhibited for a while by arrangement of triple junctions. The local propagation rate of fatigue crack along random boundaries was larger than that of crack across neighboring grain.

き裂進展に及ぼす粒界の影響をさらに精密に評価するために，図 9 に，より高倍率のき裂経路の観察結果とそれに対応したき裂進展速度の局所的な変化を示した結果の一例を示す．図 9 の観察領域は，図 8(a)の右端の続き

の位置にあたる．ここでは，図 9(a)の左側に示された黒い破線の位置をき裂長さ $a=0$ の位置として再設定している．図 9(a) の光学顕微鏡写真には，500 サイクル毎のき裂進展距離を白い破線で示した．また，L は低角粒界， Σ +数値は対応粒界，R はランダム粒界であることを， F_t および F_i は，それぞれ粒界破壊および粒内破壊によりき裂が進展したことを意味している．

領域③のように，き裂が屈曲を伴わずに粒界を横切って結晶粒内を進展する領域では，き裂進展速度は局所的に増加した．領域①および⑥のように，疲労き裂進展経路の一部にランダム粒界の破壊を含んだ領域では，き裂進展速度は増加した．領域⑤のように，き裂先端が $\Sigma 9$ 対応粒界に到達し横切るとき，き裂は一時的に停滞し，進展速度は低下した．図 9 に示した観察においては，粒界に沿った疲労き裂の進展はランダム粒界においてのみ観察され，領域⑤－⑦のようにき裂経路の近傍に $\Sigma 3$ ， $\Sigma 7$ および $\Sigma 9$ 対応粒界が配置した場合も観察されたが，これらの対応粒界がき裂経路になることはなかった．FCC 金属については，Vinogradov ら(1995)によって対応粒界が疲労き裂進展経路にならないことが示されてきたが，BCC 金属である SUS430 ステンレス鋼においても対応粒界は疲労き裂進展経路にならない可能性が示された．なお，本観察結果は応力拡大係数範囲が $\Delta K = 35 \text{ MPa m}^{1/2}$ の条件下で疲労き裂進展のその場観察を行った 3 つの試験片のうちの 1 つの結果であるが，他の 2 つ試験片においても，疲労き裂進展に及ぼす微細組織の影響は同様の傾向にあった．

また，本研究で得られた局所所的な疲労き裂進展速度に及ぼす粒界の影響については，これまでに報告されてきた FCC 構造の SUS304 鋼に対する結果(Kobayashi et al., 2011a)と同様の傾向にあった．しかし，両材料を比較した場合，より多くのすべり系が働き変形が複雑になる BCC の SUS430 鋼では，粒界をき裂が横切るときの粒界によるき裂進展の抑制効果が SUS304 鋼の場合に比べ小さくなった．さらに，両材料ともランダム粒界に沿った粒界破壊が生じた領域では，粒内破壊の領域に比べてき裂進展速度は局所的に増加したが，その増加率は SUS430 鋼では SUS304 鋼よりも低くなった．

Fig. 9 Optical micrograph showing grain boundary character around the fatigue crack path and local crack propagation rate at same region in SUS430 stainless steel specimen subjected to fatigue crack propagation test. The crack propagation was locally inhibited when the crack across $\Sigma 9$ CSL boundaries. The propagation rate of fatigue crack increased when the crack propagated along random boundaries.

3・5 SUS430 ステンレス鋼の疲労き裂進展抑制のための粒界微細組織

本節では、疲労き裂進展に及ぼす粒界微細組織の影響を試験片表面で観察された結果に基づいてまとめ、フェライト系ステンレス鋼における疲労き裂進展抑制のための粒界微細組織を検討する。

図 10 は、疲労き裂進展速度の局所的な変化を、異なる性格をもつ粒界の空間幾何学的な配置を考慮して示した模式図である。図 10 において、粒界破壊を生じた粒界は、観察結果に基づいてすべてランダム粒界とした。図 10 の領域②および⑪のように、ランダム粒界を経路として進展した疲労き裂の先端が低角粒界または低 Σ 対応粒界に到達して進展が抑止されると、き裂はその直前の粒界三重点（領域②および⑪の始点位置）で分枝を生じる。この過程を経ることにより、疲労き裂の進展速度は局所的に低下する（例えば、図 8(b)の粒界三重点①）。図 10 の領域④および⑧の始点のように、き裂が対応粒界を横切るとき、疲労き裂進展速度は局所的に低下する（図 9 の領域⑤）。領域⑨の始点と終点のように、ランダム粒界を経路とした疲労き裂が粒界三重点に到達すると、き裂進展は数千サイクルにわたって停滞する。

一方、領域①、⑩および⑫のように、疲労き裂がランダム粒界に沿って進展する場合、疲労き裂進展速度は増加する。領域⑤のように、疲労き裂が粗大結晶粒内を直線的に進展する場合、き裂進展速度は局所的に増加する。

以上の結果から、SUS430 ステンレス鋼における疲労き裂進展の抑制に対して、低角粒界および対応粒界の高頻度の導入は第一義的に重要であると言える。すなわち、FCC 金属材料の疲労特性向上に対する粒界工学に関する従来の研究(Gao et al., 2005, Gao et al., 2007, Kobayashi et al., 2011b)において、主要な粒界微細組織因子として用いられてきた粒界性格分布(Watanabe, 1984)の制御は、フェライト系ステンレス鋼の疲労き裂進展の抑制に対しても有効である強い可能性が示された。疲労き裂の進展方向に交差するように配置した低角粒界および対応粒界を疲労き裂が横切るとき、き裂進展速度は低下した。したがって、異なる性格をもつ粒界のき裂進展方向に対する空間幾何学的配置の制御も、疲労き裂進展のより高精度の抑制のために重要であることが示唆された。さらに、粗大結晶粒内を疲労き裂が進展する場合、き裂進展速度は増加した。したがって、結晶粒の微細化は、結晶粒内のき裂進展速度の低下、および疲労き裂進展の停滞を生じさせる粒界三重点密度の増加の観点から、疲労破壊抑制に対して有効であることが示唆された。本研究で得られた知見は、試験片表面での疲労き裂進展挙動の観察に基づくものではあるが、微細組織制御により試験片の両表面のき裂進展を抑制することは、試験片全体のき裂進展の抑制に対しても効果をもつものと考えられる。

Fig. 10 Schematic illustration of effect of grain boundary microstructure on local propagation rate of fatigue crack. Fatigue crack propagation rate is locally inhibited by arrangement of low-angle and low- Σ CSL boundaries and branching of crack path. Triple junctions inhibit the propagation of fatigue crack.

4. 結 言

本研究では、SUS430 フェライト系ステンレス鋼における疲労き裂進展を抑制するための粒界工学の基本指針を得ることを目的として、試験片表面における疲労き裂の進展経路および局所的なき裂進展速度の変化に及ぼす粒界性格および粒界の空間幾何学的配置の影響を調べた。得られた主な知見を以下に示す。

- (1) SUS430 鋼の疲労き裂進展試験において、応力拡大係数範囲が小さい条件ほど、疲労き裂経路における粒界破壊経路の比率は高くなった。
- (2) SUS430 鋼の疲労き裂進展において、粒界破壊はランダム粒界に沿って進展したが、低角粒界および対応粒界はき裂経路にならなかった。疲労き裂がランダム粒界に沿って進展するとき、き裂進展速度はその近傍の粒内破壊の領域に比べて増加した。
- (3) 低角粒界および低 Σ 対応粒界を疲労き裂が横切るとき、き裂進展速度は低下した。
- (4) 粒界に沿ったき裂の進展が、低角粒界および対応粒界によって抑止されると、その直前の粒界三重点においてき裂の分枝が生じ、疲労き裂進展速度は局所的に低下した。
- (5) 粒界を経路として進展したき裂が粒界三重点に到達したとき、疲労き裂進展は数千サイクルにわたって停滞し、き裂進展速度は低下した。

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 および JP17K06820 の助成を受けて行われた。

文 献

- Brandon, D.G., The structure of high-angle grain boundaries, *Acta Metallurgica*, Vol.14, Issue 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, Issue 2 (1999), pp.159-171.
- Heinz, A. and Neumann, P., Crack initiation during high cycle fatigue of an austenitic steel, *Acta Metallurgica et Materialia*, Vol.38, Issue 10 (1990), pp.1933-1940.
- Kaneko, Y., Kitagawa, K. and Hashimoto, S., Fatigue crack propagation in copper bicrystals having the grain boundaries of $\Sigma 3$ vicinal domain, *Interface Science*, *INTERFACE SCIENCE*, Vol.7, Issue 2 (1999), pp.147-158.
- Kim, W. H. and Laird, C., Crack nucleation and stage I propagation in high strain fatigue-II. mechanism, *Acta Metallurgica*, Vol.26, Issue 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, Issue 11 (2008), pp.3792-3799.
- Kobayashi, S., Hirata, M., Tsurekawa, S. and Watanabe, T., Grain boundary engineering for control of fatigue crack propagation in austenitic stainless steel, *Procedia Engineering*, Vol.10 (2011a), pp.112-117.
- 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 (2011b), pp.4254-4260.
- Magnin, T. and Driver, J.H., The influence of strain rate on the low cycle fatigue properties of single crystals and polycrystals of two ferritic alloys, *Materials Science and Engineering*, Vol.39, Issue 2 (1979), pp.175-185.
- 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. and Wüthrich, C.H., Asymmetry of slip and shape changes during cyclic deformation of α -iron single crystals,

Philosophical Magazine, Vol. 33, No. 6 (1976), pp.963-984.

- 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.
- Pumphrey, P.H., Special High Angle Grain Boundaries, Grain Boundary Structure and Properties, Chap.5, Chadwick, G. A., Smith, D. A. (Eds.), Academic Press, (1976), pp.139-200.
- Vinogradov, A., Hashimoto, S. and Miura, S., Crack propagation in <110> oriented copper bicrystals with the $\Sigma 9$ and random boundary, Scripta Metallurgica et Materialia, Vol.32, Issue 3 (1995), pp.427-431.
- 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 design and control for high temperature materials, Materials Science and Engineering, Vol.A166, Issue 1-2 (1993), pp.11-28.
- Watanabe, T. and Tsurekawa, S., The control of brittleness and development of desirable mechanical properties in polycrystalline systems by grain boundary engineering, Acta Materialia, Vol.47, Issue 15 (1999), pp.4171-7185.
- Watanabe, T., Grain boundary engineering: historical perspective and future prospects, Journal of Materials Science, Vol.46, No.12 (2011), pp.4095-4115.
- 楊蔚濤, 小林重昭, 齋藤栄, 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, 日本機械学会論文集, Vol. 83, No.847 (2017), DOI:10.1299/transjsme. 16-00460.
- 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

- Brandon, D.G., The structure of high-angle grain boundaries, Acta Metallurgica, Vol.14, Issue 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, Issue 2 (1999), pp.159-171.
- Heinz, A. and Neumann, P., Crack initiation during high cycle fatigue of an austenitic steel, Acta Metallurgica et Materialia, Vol.38, Issue 10 (1990), pp.1933-1940.
- Kaneko, Y., Kitagawa, K. and Hashimoto, S., Fatigue crack propagation in copper bicrystals having the grain boundaries of $\Sigma 3$ vicinal domain, Interface Science, INTERFACE SCIENCE, Vol.7, Issue 2 (1999), pp.147-158.
- Kim, W. H. and Laird, C., Crack nucleation and stage I propagation in high strain fatigue-II. mechanism, Acta Metallurgica, Vol.26, Issue 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, Issue 11 (2008), pp.3792-3799.
- Kobayashi, S., Hirata, M., Tsurekawa, S. and Watanabe, T., Grain boundary engineering for control of fatigue crack propagation in austenitic stainless steel, Procedia Engineering, Vol.10 (2011a), pp.112-117.
- 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 (2011b), pp.4254-4260.
- Magnin, T. and Driver, J.H., The influence of strain rate on the low cycle fatigue properties of single crystals and polycrystals of two ferritic alloys, Materials Science and Engineering, Vol.39, Issue 2 (1979), pp.175-185.
- 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. and Wüthrich, C.H., Asymmetry of slip and shape changes during cyclic deformation of α -iron single crystals, Philosophical Magazine, Vol. 33, No. 6 (1976), pp.963-984.
- 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.
- Pumphrey, P.H., Special High Angle Grain Boundaries, Grain Boundary Structure and Properties, Chap.5, Chadwick, G. A., Smith, D. A. (Eds), Academic Press, (1976), pp.139-200.
- Vinogradov, A., Hashimoto, S. and Miura, S., Crack propagation in $\langle 110 \rangle$ oriented copper bicrystals with the $\Sigma 9$ and random boundary, Scripta Metallurgica et Materialia, Vol.32, Issue 3 (1995), pp.427-431.
- 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 design and control for high temperature materials, Materials Science and Engineering, Vol.A166, Issue 1-2 (1993), pp.11-28.
- Watanabe, T. and Tsurekawa, S., The control of brittleness and development of desirable mechanical properties in polycrystalline systems by grain boundary engineering, Acta Materialia, Vol.47, Issue 15 (1999), pp.4171-7185.
- Watanabe, T., Grain boundary engineering: historical perspective and future prospects, Journal of Materials Science, Vol.46, No.12 (2011), pp.4095-4115.
- Yang, W.T., Kobayashi, S. and Saito, S., Effect of grain boundary character on nucleation of intergranular fatigue cracks in SUS430 ferritic stainless steel, Transactions of the JSME (in Japanese), Vol.83, No.847 (2017), DOI:10.1299/transjsme.16-00460.
- 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.