

粒界工学に基づくフェライト系 ステンレス鋼の長寿命化

足利工業大学大学院 博士後期課程

情報・生産工学専攻

平成 30 年 3 月

YANG WEITAO

目 次

第 1 章 緒論	1
1.1 研究の背景	1
1.2 粒界工学に基づく多結晶材料の疲労破壊および粒界腐食抑制に関する従来 の研究	7
1.2.1 粒界疲労き裂形成および進展の抑制	7
1.2.2 粒界腐食の抑制	11
1.3 研究の目的	14
1.4 研究の構成	15
1.4.1 粒界疲労き裂形成に及ぼす粒界性格の影響	15
1.4.2 疲労き裂進展に及ぼす粒界微細組織の影響	15
1.4.3 SUS430 ステンレス鋼の長寿命化のための粒界制御プロセスの検討	16
第 2 章 実験方法	17
2.1 緒言	17
2.2 試料の選定	18
2.3 粒界の分類	20
2.4 FEG-SEM/EBSD 解析による粒界微細組織評価	24
2.5 フラクタル解析に基づく粒界の空間幾何学的分布の評価	27
第 3 章 粒界疲労き裂形成に及ぼす粒界性格の影響	30
3.1 緒言	30
3.2 実験方法	31
3.2.1 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	31
3.2.2 高サイクル疲労試験	33
3.2.3 高サイクル疲労試験後の試験片における粒界性格の同定方法	34
3.3 実験結果および考察	35
3.3.1 SUS430 ステンレス鋼試験片の初期微細組織	35
3.3.2 疲労き裂の形成と進展過程に及ぼす応力振幅の影響	37

3.3.3 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	39
3.3.4 粒界疲労き裂形成に及ぼす粒界の幾何学的配置の影響	42
3.3.5 粒界疲労き裂形成抑制のための粒界微細組織	45
3.4 結言	47
第4章 疲労き裂進展に及ぼす粒界微細組織の影響	48
4.1 緒言	48
4.2 実験方法	49
4.2.1 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	49
4.2.2 疲労き裂進展試験後の粒界微細組織の評価	49
4.2.3 疲労き裂進展のその場観察	51
4.3 実験結果および考察	53
4.3.1 疲労き裂進展経路に及ぼす応力条件の影響	53
4.3.2 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	55
4.3.3 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	58
4.3.4 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	61
4.4 結言	64
第5章 SUS430 鋼の長寿命化のための粒界制御プロセスの検討	65
5.1 緒言	65
5.2 実験方法	66
5.2.1 SUS430 ステンレス鋼試験片の加工熱処理	66
5.2.2 SUS430 ステンレス鋼の冷間圧延組織の X 線回折測定	67
5.2.3 粒界の空間幾何学的分布のフラクタル解析	68
5.3 実験結果および考察	69
5.3.1 SUS430 試験片の冷間圧延組織	69
5.3.2 再結晶熱処理に伴う集合組織の発達	71
5.3.3 再結晶熱処理に伴う粒界微細組織の発達	79
5.3.4 ランダム粒界の空間幾何学的分布のフラクタル解析	86
5.3.5 ランダム粒界の空間幾何学的分布のフラクタル次元の制御因子	89

5.4 結言	91
第6章 結論	92
謝辞	94
参考文献	95

第1章 緒論

1.1 研究の背景

機械構造物の破壊事故は、その約 90%を材料の疲労破壊を原因とし、残りの 10%を腐食、摩耗、衝撃荷重等を原因として発生する。表 1.1 は、疲労破壊に起因して生じた事故のうち、代表的な事例をまとめたものである。疲労が関与したとの記録が残る最も古い事故は、1842 年に起こったヴェルサイユ列車の車軸の疲労破壊による事故にまでさかのぼる。国内では 1985 年の日本航空機の御巣鷹山墜落事故、2007 年の大阪エクスポートのジェットコースター転落事故など極めて重大な事故が疲労破壊によって引き起こされていることがわかる。また、材料の腐食に関わった事故として、原子力発電設備の加圧排水管の粒界腐食および粒界応力腐食割れも深刻な問題である。これらの疲労および腐食に関連して発生した事故はマスコミでも大きく取り上げられたことから、金属材料の健全性向上と長寿命化は社会的にも強い関心をもたれてきた。さらに、金属材料の長寿命化は、資源に乏しい日本においては、特に重要な問題の一つであり、環境負荷の低減に対しても重要な役割を担うものである。

金属材料の疲労に関する研究は 1950 年代から今日に至るまで材料科学・工学および機械工学の分野において、重要研究課題として国内外で活発に研究が進められてきた。疲労破壊の発生メカニズムは、繰り返し荷重が材料に負荷されることによって生じる固執すべり帯 (Persistent slip bands, PSBs) または突出し・入込みと呼ばれる材料表面の凹凸における応力集中とそれに伴うき裂の発生過程である。したがって、疲労破壊の抑制に対しては、材料表面のショットピーニングによる硬質化と平滑化のメンテナンス、結晶粒の微細化による高強度化、および結晶粒方位分布の制御などの対策がとられてきた。

一方、金属材料の耐食性向上に対しては、従来、合金組成の制御、コーティングのような表面処理法、結晶粒微細化による腐食経路の制御、析出形態の制御などの方策がとられてきた。

1980 年代半ばに、東北大学の渡邊教授によって提唱された粒界設計制御による多結晶材料の高性能化・多機能化のための材料プロセスが、近年「粒界工学(Grain boundary engineering, GBE)」として発展し、国内外で研究が進められている[1]。これらの研究

は、粒界腐食や粒界破壊に対する粒界の抵抗が、個々の粒界の性格（粒界を挟んで隣接する 2 つの結晶粒の相対方位関係と粒界面の方位によって決定される）に強く依存することに基づいて、主として特定の粒界の存在頻度（粒界性格分布）を制御することにより行われてきた。粒界の種類については第 2 章で詳述するが、粒界相対方位差が 15° 以下の低角粒界、 15° より大きい高角粒界のうち、粒界の原子構造の周期性が低い一般的なランダム粒界、および周期性の高い対応粒界に分類され、低角粒界および対応粒界はランダム粒界に比べ、粒界腐食や粒界破壊に対して高い抵抗を示すことが明らかにされている。これまでに報告されてきた粒界工学に関する研究の多くは面心立方構造（Face centered cubic, FCC）金属材料に対するものであるが、 Ni_3Al 金属間化合物の脆性制御[2]、アルミニウムのクリープ変形の抑制[3]、図 1.1 に示す鉛蓄電池電極材料の粒界腐食の抑制[4]、ニッケル-鉄合金における粒界酸化の抑制[5]、アルミニウム-リチウム合金の超塑性延びの向上[6]および図 1.2 に示す微細結晶粒組織をもつ電析ニッケルにおける偏析脆性制御[7]など、多結晶金属材料の多くの特性を向上可能であることが示されてきた。図 1.2(a)および(b)のように、最近注目されているナノ結晶材料など微細結晶粒組織を有する材料では、対応粒界の存在頻度を約 10%増加するだけでも靱性が大きく向上することが示されている[7]。最近では、ニッケル基超合金[8]および図 1.3 に示すように SUS304 鋼[9]における、疲労破壊の制御に対しても粒界工学の有効性が示されつつある。粒界工学の手法は、合金元素に頼らない材料の高性能化技術であることから、元素戦略の側面からも重要である。

最近 10 年では、粒界工学の精密化が進められ、パーコレーション理論、フラクタルに基づいて異なる性格をもつ粒界の連結性、幾何学的分布の評価・制御方法に対する検討が行われている[10-14]。これらは、高頻度の焼鈍双晶境界が導入される低積層欠陥エネルギーの FCC 材料に対して行われてきた。Kobayashi ら[14]は、図 1.4 に示すように、SUS316L オーステナイト系ステンレス鋼において最大の連結性をもつランダム粒界のネットワーク（Maximum random boundary connectivity, MRBC）のフラクタル解析を行い、MRBC がフラクタルであること、そのフラクタル次元が低い試験片ほど、優れた耐粒界腐食性を示すことを示している。今後、より広範囲にわたる粒界の空間幾何学的分布の評価・制御方法を確立することが、粒界工学のさらなる精密化にとって重要であると考えられる。さらに、体心立方構造（Body centered cubic, BCC）およびアルミニウムとその合金のような高い積層欠陥エネルギーをもつ材料に対する粒

界制御プロセスに関しては、その基本的指針すらも示されていない現状にある。今後、「第二世代粒界工学」の展開において、BCC 金属材料の粒界制御手法の指針を得ることは極めて重要な課題と言える。

Table 1.1 Past example of accidents and disasters resulted from fatigue of metals.

発生日	名称	現場	死者数
1842 年 5 月 8 日	ヴェルサイユ鉄道事故	フランス・パリ・ムードン	52-200
1953 年 5 月 2 日 1954 年 1 月 10 日 1954 年 4 月 8 日	コメット連続墜落事故 英国海外航空 783 便墜落事故 英国海外航空 781 便墜落事故 南アフリカ航空 201 便墜落事故	インド・カルカッタ郊外 イタリア・エルバ島沖のティレニア海 イタリア・ティレニア海	43 35 21
1980 年 3 月 27 日	「アレクサンダーキーランド」の転覆事故	北海ノルウェー沖	123
1985 年 8 月 12 日	日本航空 123 便墜落事故	日本・群馬県多野郡上野村高天原山の山中	520
1989 年 7 月 19 日	ユナイテッド航空 232 便不時着事故	アメリカ合衆国・スーゲートウェイ空港	111
1992 年 10 月 4 日	エル・アル航空 1862 便墜落事故	オランダ・アムステルダム郊外	43
1994 年 10 月 21 日	韓国聖水大橋崩落事故	韓国・ソウル	32
1998 年 6 月 3 日	エシエデ鉄道事故	ドイツ・ニーダーザクセン・ツェレ・エシエデハノーファーの北	101
2002 年 5 月 25 日	チャイナエアライン 611 便空中分解事故	台湾・澎湖諸島の北	225
2007 年 5 月 5 日	エキスポランド ジェットコースター事故	大阪府吹田市	1

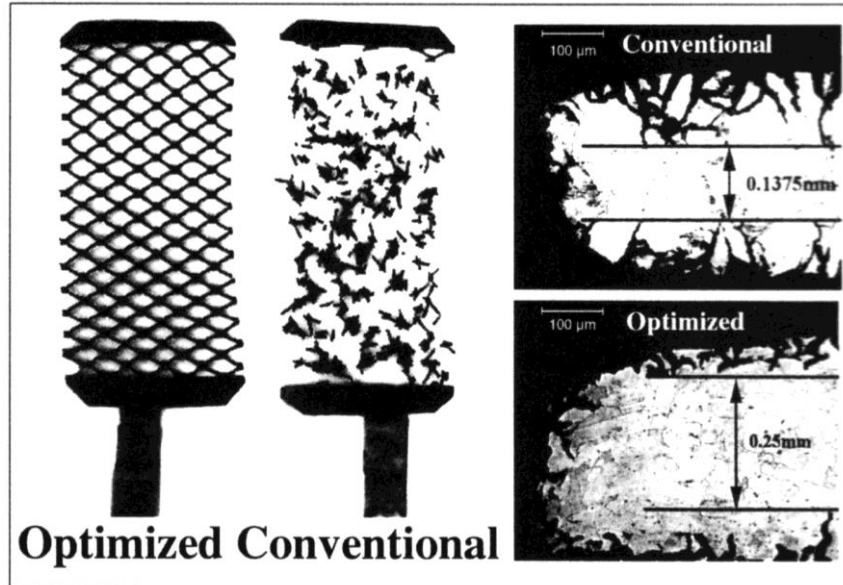


Fig. 1.1 Comparison of corrosion in optimized (GBE) and conventional Pb-Ca-Sn battery grids following 12 days of static polarization in sulfuric acid at 70°C[4].

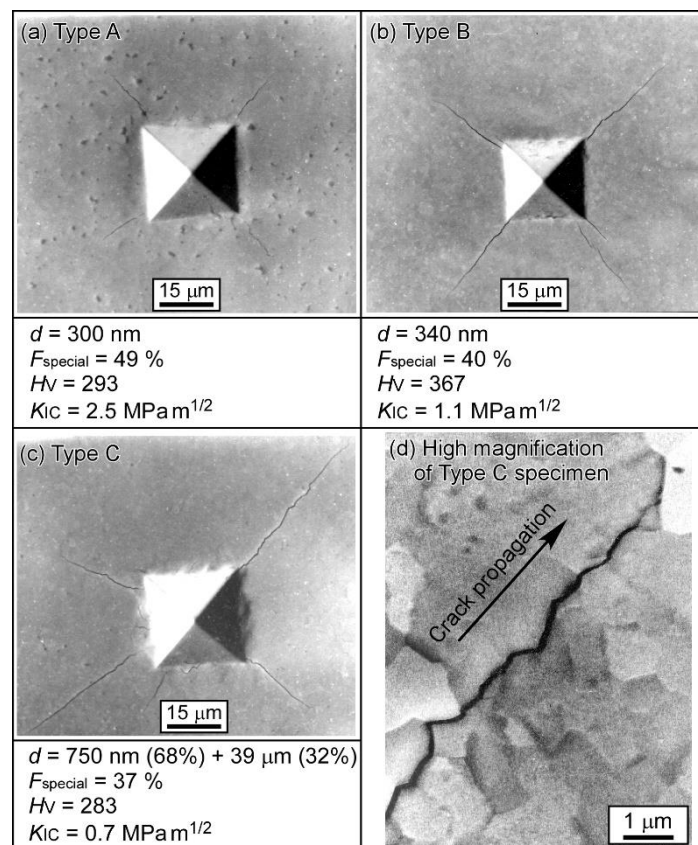


Fig. 1.2 Control of intergranular brittle fracture in fine-grained nickel by grain boundary engineering [7].

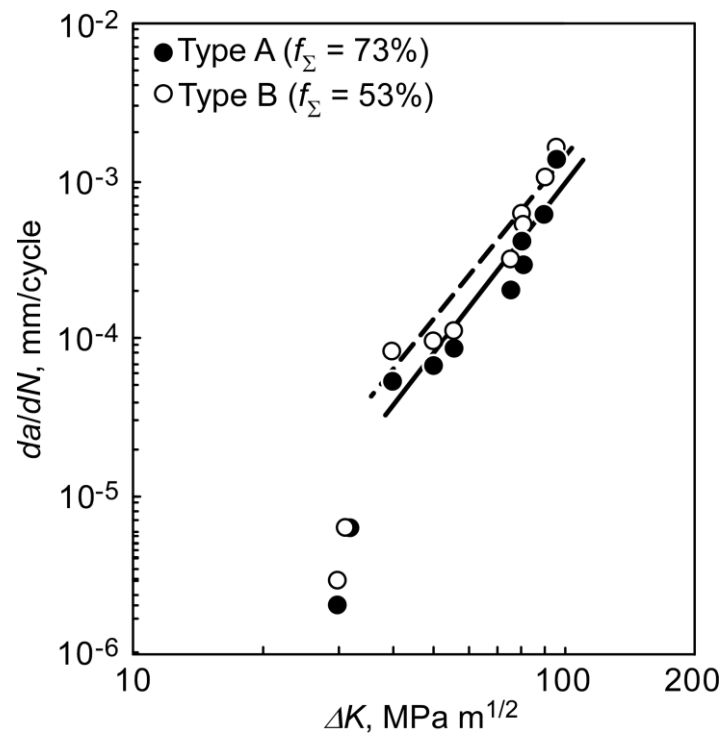


Fig. 1.3 Control of fatigue crack propagation in SUS316L austenitic stainless steel by grain boundary engineering [9].

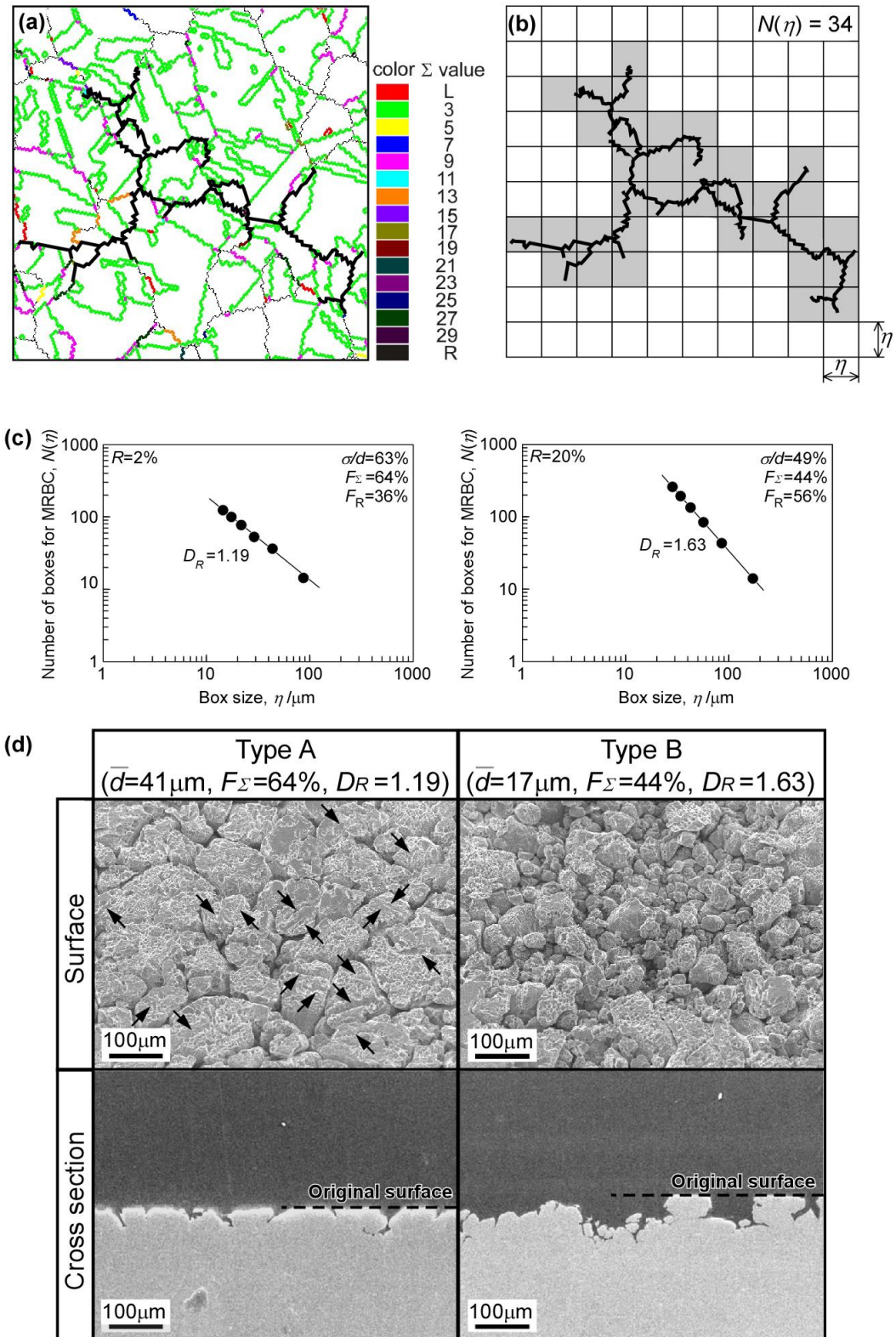


Fig. 1.4 Fractal analysis of maximum random boundary connectivity (MRBC) by box counting method and control of intergranular corrosion in SUS316L stainless steel [14].

1.2 粒界工学に基づく多結晶材料の疲労破壊および粒界腐食抑制に関する従来の研究

1.2.1 粒界疲労き裂形成および進展の抑制

1.1 節で述べたように、疲労変形に伴う PSBs の形成は疲労き裂の発生原因となるが、図 1.5 に示すように、多結晶材料の構造要素である粒界も疲労き裂の発生場所となることが報告されている[15]。1970 年代後半に Mughrabi[16]および Kim と Laird[17]は、銅やオーステナイト系ステンレス鋼のような FCC 金属材料の疲労破壊において、粒界が疲労き裂の優先的な形成場所となることを初めて報告した。最近では、多結晶体を構成する結晶粒界の性格・構造の影響までも考慮に入れた研究が進められている。1990 年に Heinz と Neumann は、オーステナイト系ステンレス鋼の疲労において、 $\{111\}/\Sigma 3$ 粒界で優先的に疲労き裂が形成されることを報告した[18]。面心立方金属の $\{111\}/\Sigma 3$ 粒界は、最も粒界エネルギーが低く、静的な破壊強度に優れる粒界であるにもかかわらず、動的な繰り返し応力下では優先的な破壊の発生場所となる。これは、 $\{111\}/\Sigma 3$ 粒界における転位組織の変化により疲労き裂に敏感となること、 $\{111\}/\Sigma 3$ 粒界における局所的な応力集中が原因とされた。さらに、図 1.6 に示すように、粗大結晶粒組織をもつ Al 多結晶において、粒界疲労き裂がランダム粒界で優先的に形成されるのに対し、低角粒界はすべり変形に伴う転位の堆積が少なく、変形が連続的であるため高い破壊抵抗を示すことが明らかにされた[19]。さらに、対応粒界については、粒界の試験片表面のトレースがすべり線と平行な場合のみ、疲労き裂が形成された[19]。粒界三重点も疲労破壊の優先サイトとなること、特にランダム粒界の連絡性が低い粒界三重点ほど、破壊に高い抵抗を示すことも明らかにされている[19]。これらの知見を基に、FCC 金属および合金に対して、高頻度の低角粒界および対応粒界の導入に基づく疲労破壊制御の研究が最近行われ、図 1.3 のように粒界工学の有効性が示されつつある[9]。しかし、著者の文献調査によれば、粒界工学の手法による疲労破壊制御に関する研究事例は十分得られているとは言えない状況にある。今後、異なる種類のより多くの材料について、疲労破壊制御に対する粒界工学適用の有効性を明らかにする必要があると考えられる。

一方、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[20-23]。Mughrabi と Wüthrich [20]は、低サイクル疲労変形を受ける α -鉄において塑性変形による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、図 1.7 のように鉄-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[21]。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。Mori ら[22]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しは形成されないことを報告した。この結果として、単結晶試料に比べ、整合双晶境界を含む試料では疲労強度が減少することを報告している。Hashimoto ら[23]は、フェライト系ステンレス鋼に対して、引張軸方向に対して異なる粒界面方位をもつ双結晶試験片を作製し、その疲労き裂進展経路を調べた。その結果、同じ性格をもつ粒界であっても疲労き裂進展の経路となる場合と、ならない場合があることを示し、粒界性格だけでなく粒界の幾何学的配置が疲労き裂進展に大きな影響を及ぼすことを明らかにしている。これらの研究は、ランダム粒界についてのみ調べられたものであり、小角粒界や対応粒界についての知見は得られていない。さらに、Hashimoto ら[23]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。

以上のように、BCC 金属材料に対しても、疲労き裂形成・進展における粒界の役割が明らかになりつつあるが、粒界性格の影響など粒界工学に基づく BCC 金属材料の長寿命化に対して、今後明らかにすべき課題が残されている。

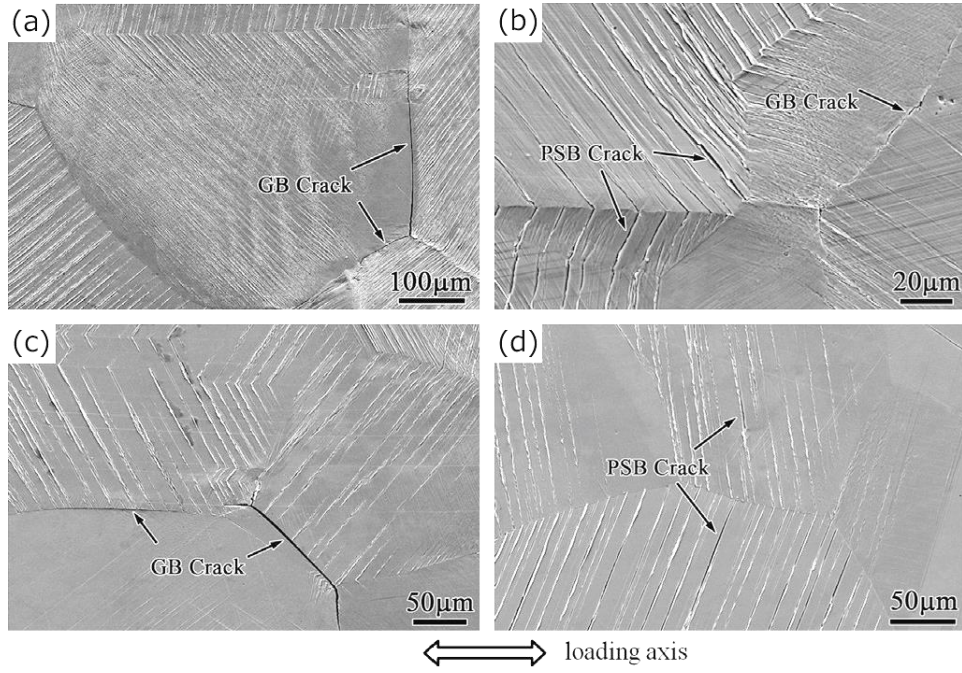


Fig. 1.5 Fatigue crack nucleation along PSBs and grain boundaries in copper polycrystal [15].

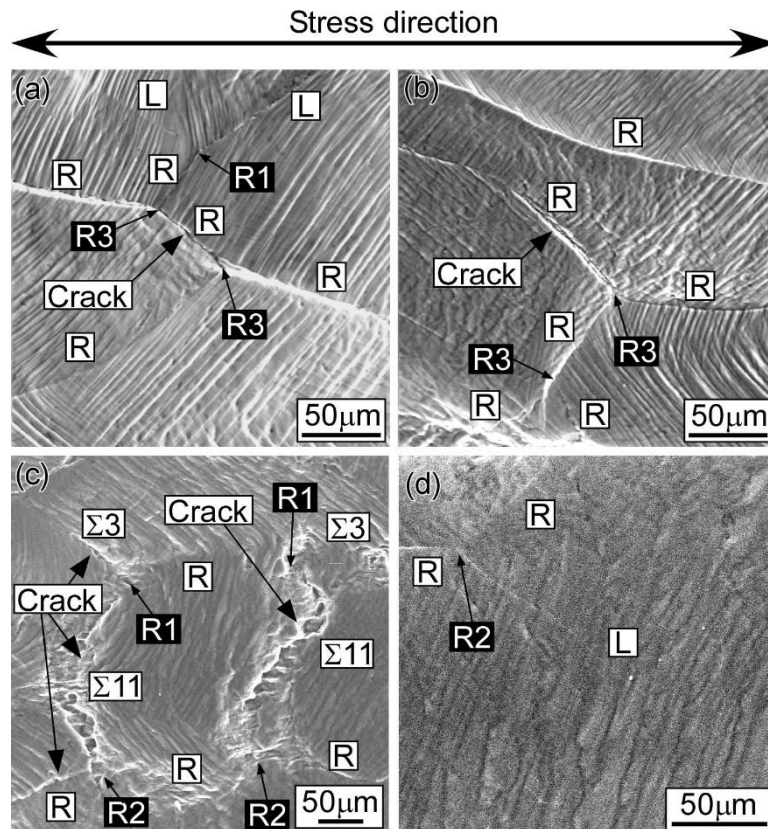


Fig. 1.6 Scanning electron microscopy (SEM) micrographs of intergranular fatigue cracks nucleated and propagated in the coarse-grained aluminum specimens cyclically deformed at $\sigma_a = 15.5$ MPa [19].

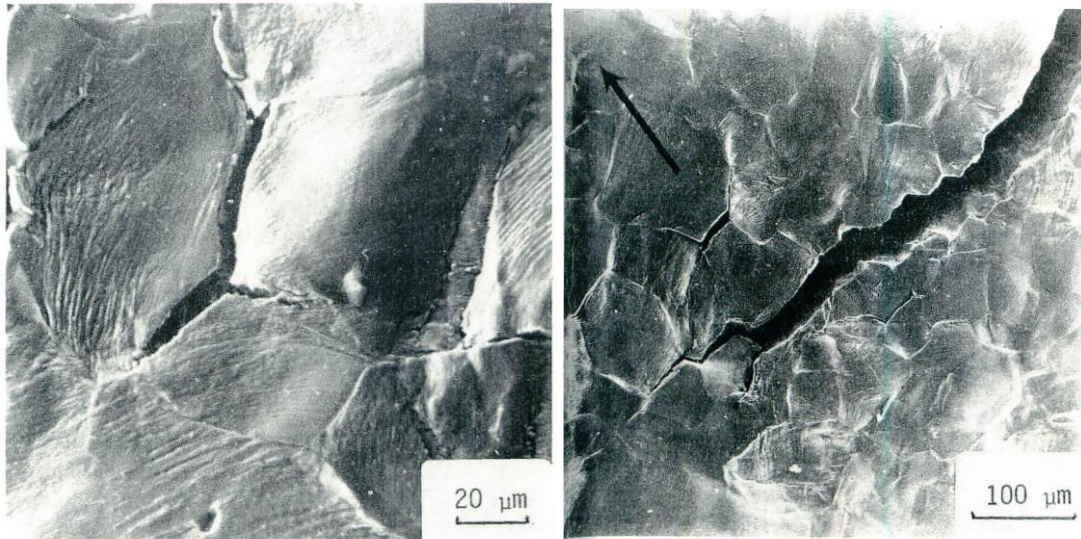


Fig. 1.7 SEM micrographs of surface cracks induced by crystal deformation during low-cycle fatigue [21].

1.2.2 粒界腐食の抑制

1950 年代以降、機械構造材料の実用に際して生じる粒界偏析、粒界腐食、粒界応力腐食割れなどの粒界劣化現象に起因する多結晶材料の粒界脆性の制御は、材料科学工学の最も重要な課題の 1 つである。特に、近年起こった原子力発電所の悲惨な事故を経て、原子力発電所や化学プラントの構造材料として使用されるオーステナイト系ステンレス鋼に対しては、これまで以上に高い安全性と信頼性が強く求められるようになっていく。そのため、粒界工学に基づく粒界腐食および粒界応力腐食割れの抑制に関する研究が進められている。1970 年代には、図 1.8 に示すようにアルミニウム双結晶試料を用いた基礎的研究において、粒界腐食度と粒界相対方位差の関係が詳細に調べられ、 $\Sigma 3$ および $\Sigma 11$ のような対応粒界はランダム粒界に比べ粒界腐食に対して高い抵抗を示すことが明らかにされた[24]。さらに、これらの傾向は、同図上に示した粒界エネルギーと粒界相対方位差の関係[25]に良く対応しており、低エネルギーの粒界ほど耐食性が高くなっていることがわかる。

このような基礎的研究により得られた知見を基に、高頻度の対応粒界の導入による多結晶金属材料の耐粒界腐食性向上に関する研究が進められている。これまで、加工熱処理法により、高頻度の焼鈍双晶境界の形成が報告されている低積層欠陥エネルギーのオーステナイト系ステンレス鋼[11,26-28]、ニッケル合金[28]などに対して、粒界工学の適用により耐食性が大きく向上することが報告されている。これらの研究では焼鈍双晶境界の形成により、低エネルギー粒界である $\{111\}/\Sigma 3$ 対応粒界の存在頻度を 80 % 以上にまで増加させることに成功している。例えば、West と Was は、沸騰水中の SUS316L ステンレス鋼とニッケル基合金 690 の粒界応力腐食割れが、粒界性格分布制御に基づく粒界工学的手法によって大幅に低減されたことを実証した[28]。ごく最近、Saito らは鉛-ビスマス環境に曝される SUS316L オーステナイト系ステンレス鋼の腐食抑制に対する粒界工学の適用の有用性を報告している[29]。

さらに、粒界劣化現象は、多結晶金属材料内でランダム粒界が相互に連結することにより形成されるネットワークに沿ったパーコレーションプロセスとして起こることは周知のことである。したがって、Lim と Watanabe[30]が理論的に示したようにランダム粒界の連結性の最適化によって、パーコレーション過程に支配される粒界腐食をより正確に制御できる可能性がある。Palumbo ら[31]および Schuh ら[10]は理論的に 2 次元および 3 次元の粒界ネットワークにおけるパーコレーション確率について、 Σ -

積則に基づく結晶学的制約を考慮して研究してきた。彼らの結果によれば、パーコレーション抵抗の高い Σ -CSL 粒界、特に $\Sigma 3^n$ ($n=1,2,3$)の Σ 値をもつ対応粒界を 50%~75% 導入することにより、粒界劣化の影響を受けやすいランダム粒界のネットワークを分断することがきできる。最近では、Tsureskawa ら[11]および Michiuchi ら[27]は、オーステナイト系ステンレス鋼のランダム粒界ネットワークによって制御される粒界腐食のパーコレーションについて研究した。これらの研究により、図 1.9 に示されるように、ランダム粒界ネットワークのパーコレーションの閾値となる約 78 %にまで低 Σ 対応粒界の存在頻度を増加（またはランダム粒界の存在頻度を約 22 %まで低下）させることにより、オーステナイト系ステンレス鋼の耐粒界腐食性は大きく向上することが明らかにされた[27]。

最近、多結晶材料のバルク特性の向上に対する粒界面方位を考慮した粒界性格分布の評価・制御の重要性が指摘され、基礎的研究が行われている[32,33]が、まだその制御方法の確立には至っていない。さらに、異なる特性を示す粒界の空間幾何学的分布も、粒界が関わる材料特性に大きな影響を及ぼすことが示唆されているが、その評価方法に関する研究はまだ進められていない。

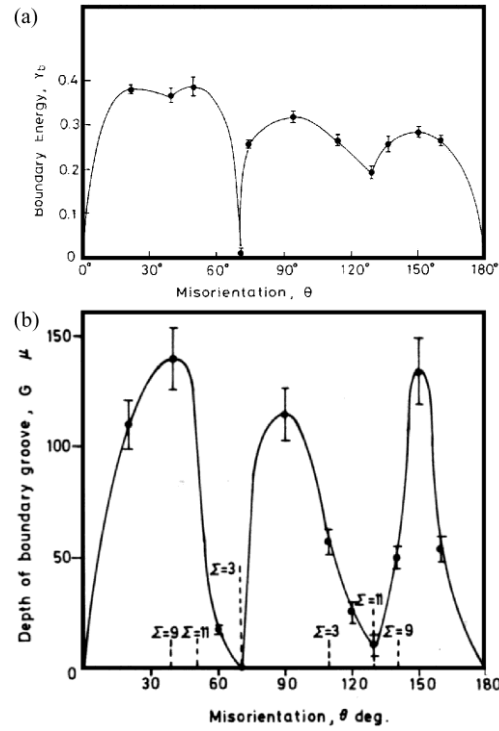


Fig. 1.8 Misorientation dependence of (a) grain boundary energy [25] and (b) intergranular corrosion [24] in aluminum bicrystals with [110] rotation axis.

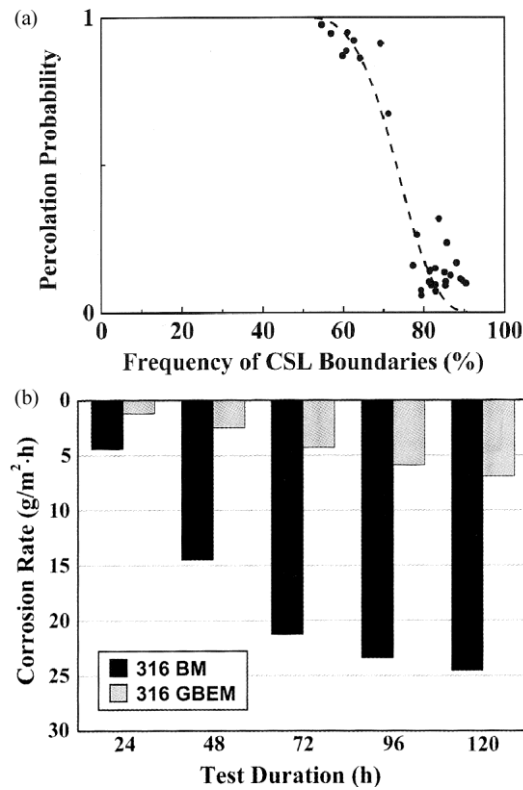


Fig. 1.9 (a) Relationship between percolation probability of random boundaries and frequency of Coincidence site lattice boundaries, and (b) comparison of corrosion rate of SUS316 base material (BM) and grain boundary engineered material (GBEM) during sulfate-sulfuric acid test [27].

1.3 研究の目的

これまで述べてきたように、粒界工学の研究は、低積層欠陥エネルギーのFCC金属材料であるニッケル基合金およびオーステナイト系ステンレス鋼に対して進められてきた。今後、高積層欠陥エネルギー材料に対しても粒界工学に基づく新しい材料設計・開発手法が確立されれば、新しいイノベーションの創成につながるものと期待できる。この目的のために、本研究では、BCC構造の金属材料であるフェライト系ステンレス鋼に注目した。フェライト系ステンレス鋼は、耐食性の観点からはオーステナイト系ステンレス鋼に劣るが、レアメタルとして価格が高騰しているニッケルを含まないことから、価格と元素戦略の観点から大きなメリットがある。最近では、鉄鋼メーカー各社においてもスーパーフェライト系ステンレス鋼の開発が進められている。粒界工学に基づく材料プロセスが確立され、耐食性および疲労特性の向上が達成されれば、本材料の新しい応用の道が開かれるものと期待される。

粒界腐食については、低エネルギーの粒界ほど高い耐食性を示すことが FCC 金属に対して報告されている。BCC 金属においても粒界エネルギーで耐食性を評価できるものと考えられる。一方、疲労破壊は、粒界エネルギーだけでなく、PSBs および応力軸と粒界面の幾何学的関係の影響を強く受けるものと考えられ、特に BCC 金属では働くすべり系も複雑化することから、FCC 金属材料におけるこれまでの知見をそのまま適用することはできない。

そこで本研究では、フェライト系ステンレス鋼の代表鋼種である SUS430 鋼を試料として、はじめに高サイクル疲労き裂の形成と進展に及ぼす粒界微細組織の影響を詳細に調べることを目的とした。次に得られた知見に基づき高サイクル疲労破壊の抑制による長寿命化のための粒界微細組織の設計を行う。さらに、疲労破壊と粒界腐食の抑制に基づく長寿命化のための粒界微細組織制御プロセスに関する基本指針を得る。

1.4 研究の構成

本研究は、フェライト系ステンレス鋼の長寿命化のための粒界工学に基づく材料プロセスに関する指導指針を得ることを目的としている。第1章で本研究の緒論を、第2章において研究全体に関わる実験方法を述べた後、第3章では高サイクル疲労き裂の形成に及ぼす粒界の影響を、第4章では疲労き裂進展における粒界微細組織の役割を詳細に調べ、疲労特性を向上するための粒界微細組織を明らかにする。さらに、第5章では粒界腐食および高サイクル疲労破壊の抑制に有効な粒界微細組織を得るための材料プロセスを検討する。第6章は、本研究で得られた結論である。以下に本研究の具体的な研究内容を示す。

1.4.1 粒界疲労き裂形成に及ぼす粒界性格の影響

第3章では、SUS430 フェライト系ステンレス鋼の高サイクル疲労によるき裂形成過程に及ぼす粒界の役割を、粒界の種類と幾何学的配置に焦点を当てて定量的に明らかにする。市販の SUS430 鋼を溶体化処理した後、種々の応力振幅の条件で高サイクル疲労試験を行い、疲労き裂の形成場所を後方散乱電子線回折 (Electron backscatter diffraction, EBSD) 測定に基づく結晶方位自動解析装置 (Orientation imaging microscopy, OIM) 解析により評価した粒界微細組織と関連付けて明らかにする。次に疲労き裂の形成場所に及ぼす応力レベルの影響について述べる。粒界疲労き裂形成の粒界性格依存性について定量的に調べる。さらに、き裂の形成された粒界の応力軸および PSBs との幾何学的関係について詳細に調べる。得られた知見から、FCC 金属材料における疲労き裂形成の場合との比較を行い、BCC 金属材料の疲労き裂形成における粒界の重要性を考察する。さらに、フェライト系ステンレス鋼における疲労き裂形成抑制のための粒界微細組織を提案する。

1.4.2 疲労き裂進展に及ぼす粒界微細組織の影響

第4章では、SUS430 鋼の疲労き裂進展に及ぼす粒界の影響を、粒界の種類とき裂経路との幾何学的関係および粒界三重点に焦点を当てて明らかにする。ここでは、特注の疲労き裂進展のその場観察システムを使用して、局所的なき裂進展経路および進展速度の変化を OIM 解析により評価した粒界微細組織と関連付けて評価する。はじめに、疲労き裂進展経路に及ぼす応力レベルの影響を調べ、どのような応力条件にお

いて粒界の影響が大きくなるのかを調べる。疲労き裂の進展経路に及ぼす粒界の影響を粒界性格および粒界の幾何学的配置に注目して評価する。局所的な疲労き裂進展速度が、粒界および粒界三重点の影響をどのように受けて変化するのかを詳細に調べる。得られた知見に基づきフェライト系ステンレス鋼の疲労き裂進展速度を低下させ得る微細組織を提案する。

1.4.3 SUS430 ステンレス鋼の長寿命化のための粒界制御プロセスの検討

第5章では、SUS430 鋼の高サイクル疲労と粒界腐食の抑制のための粒界制御プロセスの基本指針を加工熱処理法により探索する。試料表面において結晶粒が特定の方に配向した集合組織を形成させることにより、高頻度の低角粒界および対応粒界を導入する方法を検討する。高圧下率の冷間圧延とその後の再結晶熱処理条件を系統的に変化させることにより得られた試験片について、OIM 解析により粒界微細組織を定量的に評価する。さらに、SUS430 鋼における疲労破壊および粒界腐食においては、ランダム粒界が優先経路となることに着目し、ランダム粒界の空間幾何学的な分布状態を複雑図形の評価に用いられるフラクタル解析により定量化する新しい手法を提案する。

第2章 実験方法

2.1 緒言

本研究は、粒界工学に基づきフェライト系ステンレス鋼の疲労破壊と粒界腐食を抑制することによる長寿命化のプロセスを確立することを目的としている。

本章では、第一に本研究で使用した SUS430 フェライト系ステンレス鋼の特徴および解決すべき問題点から、試料として選定した理由について述べる。第二に、本研究の全体にわたってキーワードとなる粒界の分類方法について詳細に述べる。第三に、粒界工学に関する研究では、それぞれ固有の特性をもった粒界の性格の同定結果を基本データとして遂行される。したがって、粒界の性格決定は本研究における最も重要な実験方法をなす。本研究では、1990 年代に開発された EBSD 測定に基づく OIM 解析装置[34, 35]を用いて粒界の同定を行った。そこで第三に、本装置を用いた粒界性格決定方法、および粒界工学の分野で用いられる微細組織因子について詳細に述べる。最後に、本研究において新たに導入する粒界の空間幾何学的分布の評価に用いるフラクタル解析について、その概要と解析方法について述べる。

2.2 試料の選定

ステンレス鋼は、ISO 規格 (ISO 15510)および日本工業規格 (JIS G 0203)において、炭素を 1.2 mass %以下、クロムを 10.5 mass % 以上含む鉄系合金と定義され、優れた耐食性を示す。ステンレス鋼は、大きく分類するとクロム(Cr)系のフェライト系ステンレス鋼とマルテンサイト系ステンレス鋼、クロム-ニッケル(Cr-Ni)系のオーステナイト系ステンレス鋼と析出硬化系ステンレス鋼の4種類に分類される。耐食性に関しては、クロム-ニッケル系ステンレス鋼は、クロム系ステンレス鋼に比べて優れている。また、溶接性もクロム-ニッケル系ステンレス鋼が優れている。しかしながら、フェライト系ステンレス鋼は、レアメタルであるニッケルを含まないことから、オーステナイト系ステンレス鋼に比べて安価であり、低熱膨張率を有するという特徴もある。また、いくつかの種類のオーステナイト系ステンレス鋼において問題となる応力誘起マルテンサイト変態は、フェライト系ステンレス鋼では生じないことから切削加工性の観点からも有利であると言える。このため、実用範囲のさらなる拡大のために、フェライト系ステンレス鋼の耐食性向上に関する研究が進められている。これまで、フェライト系ステンレス鋼の耐食性向上は、主に合金元素添加により行われてきている[36]。粒界工学に基づく耐食性の向上は、合金元素の添加に寄らない材料開発技術であることから、資源の乏しい日本においては、元素戦略の面からも重要な技術になるものと考えられる。本研究では、フェライト系ステンレス鋼の粒界制御に関する指導指針を得ることを目的として、代表鋼種である SUS430 鋼を試料として用いることとした。SUS430 鋼は、中程度の Cr 含有量（約 17 mass%）をもつフェライト系ステンレス鋼であり、図 2.1 の Fe-Cr 二元系平衡状態図[37]に示されるように、室温から高温までフェライト組織が維持される。したがって、溶体化処理後の急冷によってもフェライト組織を有するステンレス鋼である。建築内装品、家庭用器具および家電部品など幅広い範囲で使用されている。本合金をベースとして多くのフェライト系ステンレス鋼が開発されている。

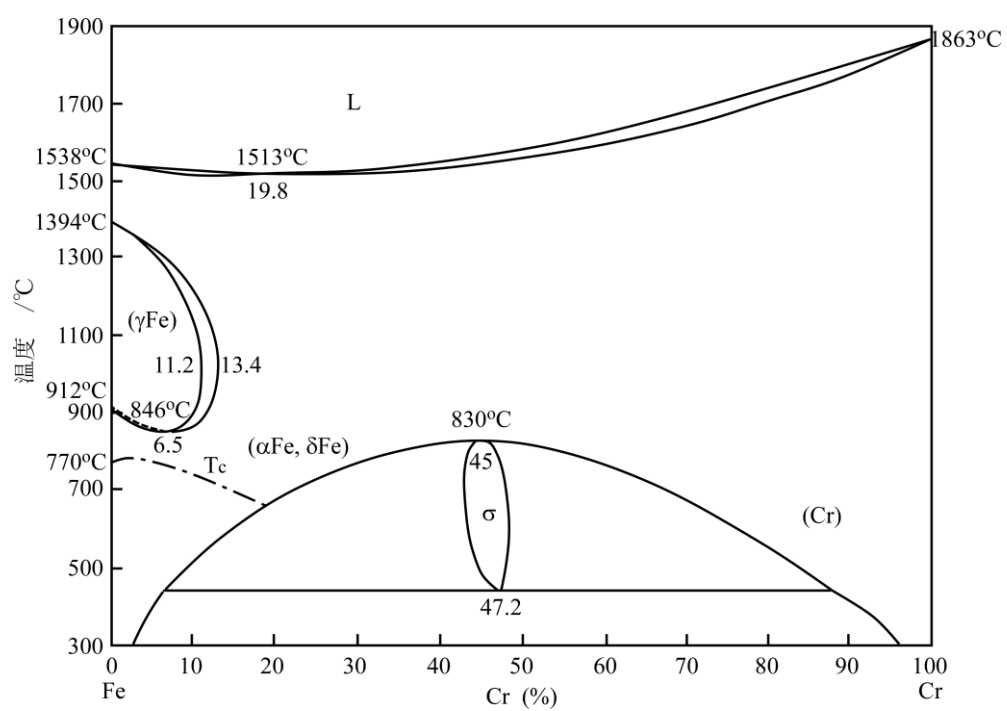


Fig. 2.1 Fe-Cr phase diagram [37].

2.3 粒界の分類

粒界の性格は、図 2.2 に模式的に示したように隣接する二つの結晶粒間の相対方位関係によって大きく分類される。粒界相対方位差角度が 15° 以下の粒界は低角粒界と呼ばれ、一般にエネルギーの低い粒界と考えられる。このような低角粒界は転位論によって、刃状転位の周期配列でその構造が記述される。図 2.3 は、低角粒界の転位モデルの模式図である。粒界方位差角度 θ 、転位のバーガスベクトル \mathbf{b} 、転位の間隔 D の間には次式の関係がある。

$$\theta = \frac{|\mathbf{b}|}{D} \quad (2-1)$$

したがって、バーガスベクトル \mathbf{b} を格子転位の大きさ約 0.25nm 程度、転位芯の重なり合いが生じない限界の間隔を 2~3 原子間隔とすれば転位配列で形成される粒界方位差 θ の上限は約 15° と与えられる。

一方、粒界方位差角度が 15° より大きい粒界は高角粒界と呼ばれる。高角粒界は、粒界の原子配列に周期構造が認められないランダム粒界（図 2.4¹⁾）と呼ばれる高い粒界エネルギーの粒界と、特定の相対方位関係(回転軸および回転角)にあり、周期的な原子配列をもち、粒界エネルギーが低い対応粒界と呼ばれる特殊な粒界に分類される（図 2.5）。対応粒界の構造的な周期性を示す指標として Σ 値という値が用いられる。 Σ 値は、結晶の単位胞に対する対応格子の単位胞の体積比の逆数として定義される。例えば、図 2.5 は $\langle 001 \rangle$ 軸回りに 53.13° 回転して得られる $\Sigma 5$ 対応粒界の模式図である。図において、一つの対応格子の中には原子が 5 個含まれ、そのうちの 1 個が対応している、すなわち、対応周期は $1/5$ であり $\Sigma 5$ 対応粒界と呼ばれる。対応粒界であっても Σ 値が大きくなるとランダム粒界との特性の差が小さくなる。このため、最近では物理的に意味のある Σ 値として $\Sigma 29$ までを対応粒界として取り扱うのが一般的になりつつある[38, 39]。そこで、本研究においても OIM 解析に際して Σ 値の上限を $\Sigma 29$ までと定めて粒界性格の評価を行った。なお、対応格子の現れる方位関係は、 $[hkl]$ を回転軸とする角度 θ の回転の場合、回転角 θ と Σ 値は以下の(2-2)式および(2-3)式で表される。

¹⁾ ランダム粒界は透過電子顕微鏡による原子構造の観察結果がないため、図 2-3 は説明のための想像図である。

$$\theta=2\tan^{-1}(Ry/x) \quad (2-2)$$

$$\Sigma=x^2+R^2y^2 \quad (2-3)$$

ここで、 $R^2=(h^2+k^2+l^2)$ であり、 x および y は整数である。例として<111>回転軸に対して計算された回転角 θ と Σ 値を表 2.1 に示す。

対応粒界としての判定は、正確な対応方位関係から僅かにずれた粒界に対しても、粒界に二次転位が導入されることにより、エネルギー的に安定な対応粒界の周期構造を維持することができる。粒界転位によって補うことのできるずれ角の上限 $\Delta\theta_c$ は、Brandon によって式(2-4)で与えられている[40]。

$$\Delta\theta_c = \frac{15^\circ}{\Sigma^{1/2}} \quad (2-4)$$

Σ 値が小さい場合ほど、粒界転位の導入によって補うことのできる最大のずれ角は大きくなる。一般にランダム粒界と対応粒界の判定は、Kokawa らが提案した対応方位関係からの最大のずれ角 $\Delta\theta_c$ に対するずれ角 $\Delta\theta$ の比($\Delta\theta/\Delta\theta_c$)、いわゆる Brandon 比をもとに行われた[41]。

$$\frac{\Delta\theta}{\Delta\theta_c(\Sigma)} \leq 1 \quad (\text{対応粒界}) \quad (2-5)$$

$$\frac{\Delta\theta}{\Delta\theta_c(\Sigma)} > 1 \quad (\text{ランダム粒界}) \quad (2-6)$$

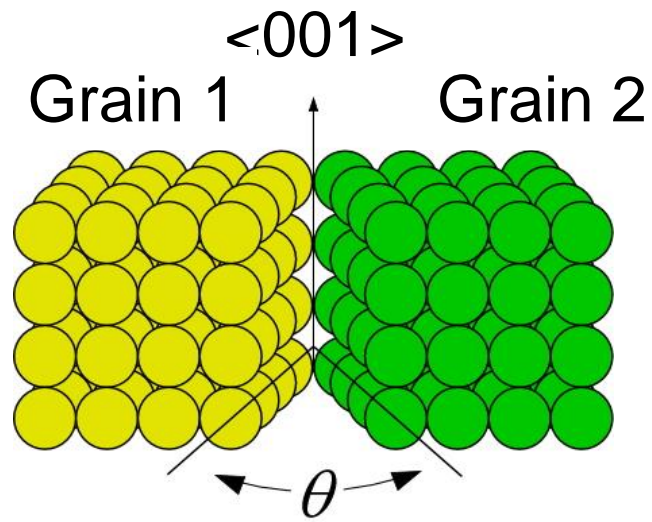


Fig. 2.2 Definition of misorientation angle θ .

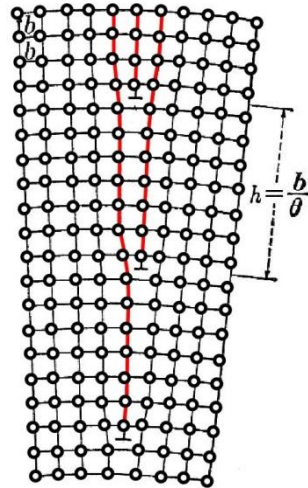


Fig. 2.3 Schematic illustration of atomic model of low-angle tilt boundary.

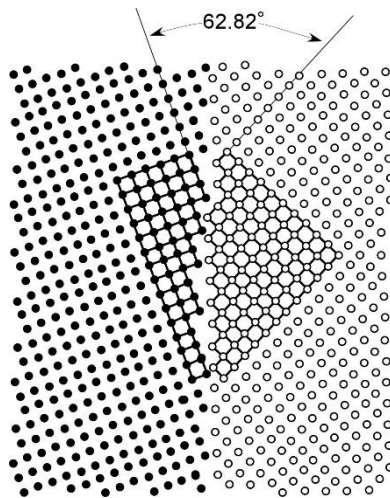


Fig. 2.4 Schematic illustration of atomic model of random boundary.

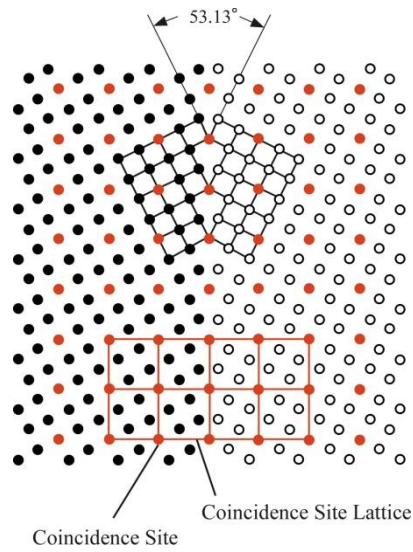


Fig. 2.5 Schematic illustration of atomic model of $\{111\}/\Sigma 5$ CSL boundary.

Table 2.1 Occurrence of CSL boundaries ($\Sigma \leq 21$) for $\langle 111 \rangle$ rotation axis.

$\langle 111 \rangle$			
Σ	θ°	x	y
21	21.79	9	1
13	27.80	7	1
7	38.21	5	1
19	46.83	4	1
3	60.00	3	1
19	73.17	7	3
7	81.79	2	1
13	92.20	5	3
21	98.21	3	2
9	120.00	3	3
21	141.79	3	5
13	147.80	1	2
7	158.21	1	3
19	166.83	1	5

2.4 FEG-SEM/EBSD 解析による粒界微細組織評価

実用材料の大部分は、多くの結晶粒で構成される多結晶材料であり、異なる性格をもった結晶粒界が 3 次元空間で互いに連結している。1984 年に、東北大学の渡邊教授により提唱された粒界設計制御に基づく新しい「粒界工学」の材料開発プロセスでは、特定の性格をもつ結晶粒界の存在頻度(粒界性格分布)の制御を主要な組織制御の目的としてきた[1]。最近では、特定の性格をもつ粒界のつながり方(粒界連結性)のような、より詳細な粒界微細組織の評価がパーコレーション[10,11,42]およびフラクタル[13,14]の解析手法を用いて行われている。このように、粒界工学による材料設計開発においては、粒界微細組織の定量評価が不可欠である。粒界微細組織の定量化においては、はじめに個々の結晶粒の方位解析により、隣接した 2 つの結晶粒の方位関係から粒界性格の決定を行う。バルク試料に対して、定量的に十分な数の粒界の種類を同定する手法として、バルク多結晶試料中の 10 μ m 程度の微小な結晶粒の方位を高精度かつ多数の結晶粒について測定できる走査電子顕微鏡/電子線チャンネルングパターン(Scanning Electron Microscopy/ Electron Channeling Pattern, SEM/ECP)法が 1980 年代に開発された。多結晶材料の粒界性格分布とバルク特性を関連付けた研究、および材料の異常結晶粒成長の原因解明に関する研究等に用いられてきた。しかし、結晶粒径がサブミクロン以下の微細結晶粒組織を解析する場合、および、多数の微細組織の統計的・定量的な評価が必要な場合には、ECP 法での分解能の問題、手作業による解析のための時間的な問題からこれらの要求に対応しきれない状況になってきた。これらの問題を解決する手法として、1990 年代後半に、後方散乱電子線回折法(EBSD)に基づく結晶方位自動解析装置(OIM)が開発された[34,35]。

本研究における結晶粒方位自動解析では、高い分解能を得られる冷陰極電界放出型電子銃を装備した日立製作所製の走査型電子顕微鏡(Field emission gun-scanning electron microscope (FEG-SEM), SU-5000 型)に TSL 社製の OIM と呼ばれる方位解析システムを組み込んだ装置を用いた。FEG-SEM/EBSD/OIM システムの外観を図 2.6 に示す。本装置では、試料表面近傍から得られる EBSD パターンを蛍光スクリーン、低光源カメラを通してコンピュータに取り込むことによって、自動で結晶方位を解析することができる。図 2.7(a)および(b)は BCC 金属のモリブデンから得られた EBSD パターンとそれに指数付けした結果の一例である。EBSD の中心位置が試料の表面方位

に相当する。また、OIM による方位解析精度は約 0.1° である。

本装置では電子線方向制御装置によって、試料表面を予め設定した走査間隔でビームを振らせることにより、連続的に試料表面の結晶方位を解析することができる。その結果、1 走査間隔ごとの結晶方位データを六角形のグリッドで表示することにより、同一方位をもった六角形グリッドが集まる領域を一つの結晶粒として判定することができる。図 2.8 のような結晶方位イメージを再構築することが可能である。本研究では、6 つ以上の測定点から構成される領域を一つの結晶粒として評価し、解析誤差の影響を取り除いた。

これまでの粒界工学の研究において、制御すべき粒界微細組織因子には、異なる性格をもつ粒界の数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）および異なる性格をもつ粒界が互いにどのように連結しているのかを示す粒界連結性（Grain boundary connectivity）および粒界面が応力軸などに対して幾何学的にどのように配置しているかを示す粒界幾何学配置（Grain boundary geometrical distribution）などが提唱されている[1]。これまでの粒界工学においては、このうち GBCD の制御について最も研究が進められ、材料のバルク特性の向上に有効であることも示されてきている。そこで、本研究においても、粒界微細組織の評価因子として一般的な GBCD を評価した。

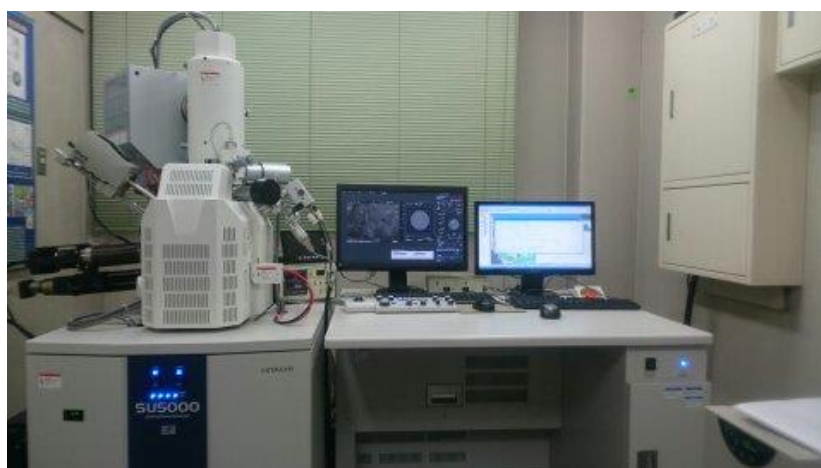


Fig. 2.6 FEG-SEM/EBSD/OIM system.

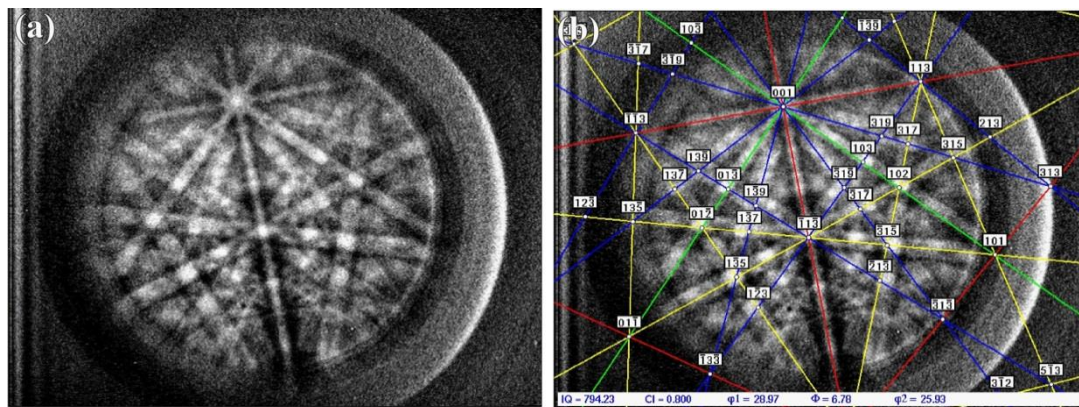


Fig. 2.7 EBSD pattern taken from a grain in bcc polycrystalline material: (a) Captured EBSP and (b) Indexed pattern.

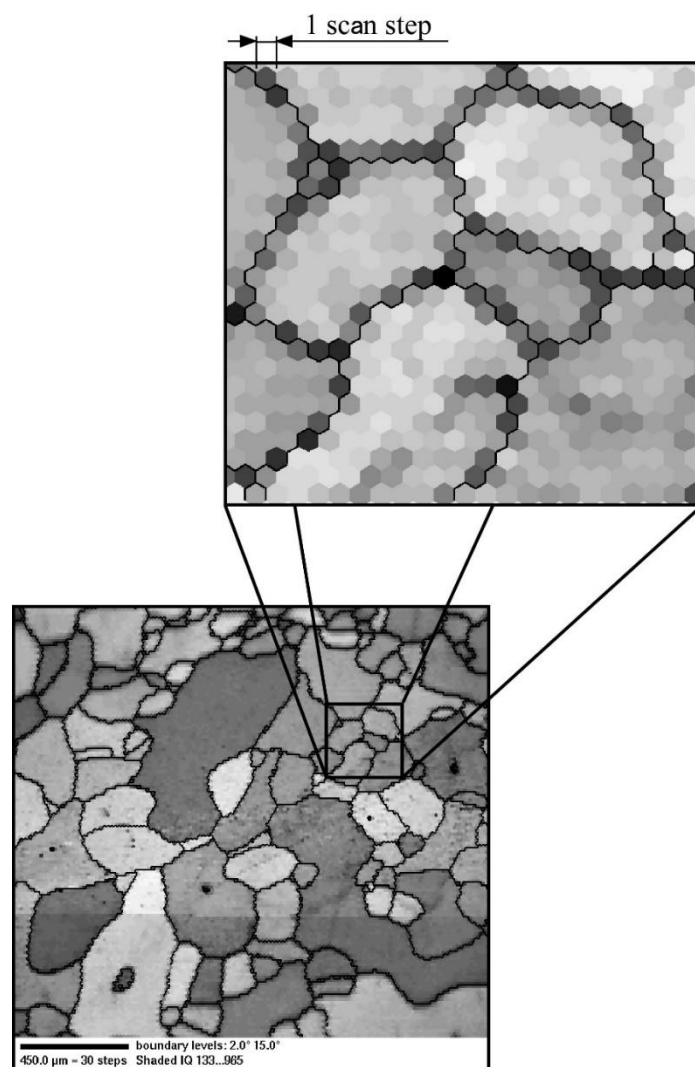


Fig. 2.8 Reconstruction of orientation image of grain structure.

2.5 フラクタル解析に基づく粒界の空間幾何学的分布の評価

材料の組織および破断面の評価に対し、フラクタルの応用が進められている。フラクタルは、1970 年代後半に Mandelbrot によって考えられた幾何学の概念である[43]。雲や木の枝、海岸線など複雑な形状を表現するために提唱されたものであり、自己相似形により特徴づけられる。フラクタルの評価では、フラクタル次元と呼ばれる非整数型の次元で図形を表す。図 2.9 は、コッホ曲線と呼ばれる代表的なフラクタル図形である。このコッホ曲線は、1 本の線分を 3 分の 1 に区分し、その真ん中の部分を削除して、それと同じ長さの線分 2 本で正三角形の斜辺を作るように置き換える作業を繰り返すことにより作られる図形である。この時、区分数 L と分割数 N の間に次の関係があるとき、そのフラクタル次元は(2-7)式で与えられる。

$$D = \log N / \log L \quad (2-7)$$

コッホ曲線では、区分数は 3 であり、分割数は 4 になっているから、

$$D = \log 4 / \log 3 = 1.26$$

となり、1.26 次元の図形であると評価される。

リアス式海岸や樹木の枝分かれなどの形状は、厳密には自己相似性を持っていないが、おおよそ一部と全体とが相似関係にあることから、「統計的に自己相似」の特徴をもつことからフラクタルの概念を拡大して評価することができる。これにより、リアス式海岸のフラクタル次元は、1.10 から 1.30 次元、および樹木の枝分かれは 1.30 から 1.80 次元と見積られている[44]。

フラクタル次元を求める方法には、(1) スケール変換法、(2) カバー法、(3) ボックスカウント法、(4) 視野拡大法、(5) 回転半径法、および (6) 密度相関関数法などがある[45]。このうち、(3) ボックスカウント法は、簡便法の一つであるが、OIM 解析ソフトにより構築される粒界マップデータを画像データとすることにより、直接評価できることから、ボックスカウント法では、与えられた形状を一辺の長さ L のボックスで覆い、その形状を覆うボックスの数 N を調べる。 L の値を変えて繰り返し N

を数え、両者の関係からフラクタル次元を求めるものである。図 2.10 は、多結晶ニッケルにおいて、粒界劣化現象の経路となるランダム粒界がつくる 2 次元ネットワークのうち、最大の連結性をもつもの (Maximum random boundary connectivity, MRBC) について、ボックスカウント法を適用した結果の一例である[46]。 L が小さくなるほど $N(L)$ が大きくなることがわかる。コッホ曲線の場合と同様に、 L と $N(L)$ の間に(2-8)式の関係が成立するとき、MRBC は自己相似性をもつことになる。ここで、 D_R は MRBC のフラクタル次元を与える。したがって、MRBC のフラクタル次元 D_R は、 $\log N(L)$ と $\log L$ の関係における直線の傾きから(2-9)式のように求めることができる。

$$N(L) \propto L^{-D_R} \quad (2-8)$$

$$D_R = -\frac{\log N(L)}{\log L} \quad (2-9)$$

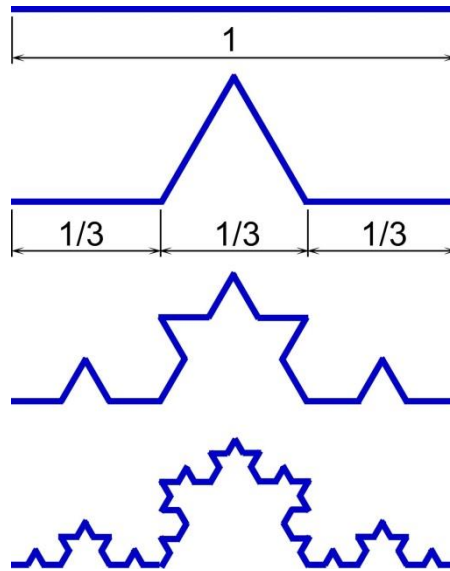


Fig. 2.9 Construction of Koch curve.

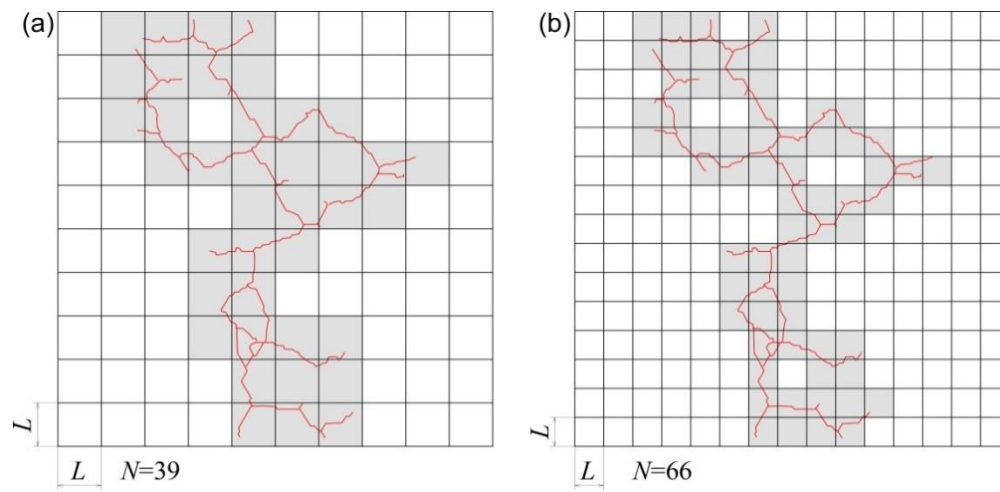


Fig. 2.10 Example of box counting method for fractal analysis of MRBC [46].

第3章 粒界疲労き裂形成に及ぼす粒界性格の影響

3.1 緒言

多結晶金属材料の高サイクル疲労破壊における粒界の役割については、1980年代後半から研究が進められてきた。第1章でも述べたとおり、これらの研究は、すべり系が比較的単純な FCC 金属を中心に行われ、1990年代には Neumann らのグループによって、粒界性格、特に焼鈍双晶境界と疲労き裂形成の関係が示された[18,47]。2000年代には、Kaneko ら[48]、Zhang ら[49-52]のグループにより、疲労破壊に及ぼす粒界性格の影響のより詳細な報告がなされてきた。しかしながら、すべり系が複雑な BCC 金属に対する疲労き裂形成に関する報告はほとんどなく、今後の重要課題と考えられる。BCC 金属の疲労破壊の抑制に対しては、潮田ら[53]による Fe-Si 合金の疲労破壊制御に関する報告があり、合金元素の添加量を変化させて、積層欠陥エネルギーを制御することにより、転位下部組織の形態が変わり、疲労き裂進展が粒界破壊モードから粒内破壊モードに遷移することが示されている。しかしながら、現在までのところ、粒界性格と関連付けた BCC 金属材料の粒界工学に関する研究は、著者の知る限り無い。粒界工学的手法の適用の第一段階として、BCC 金属材料の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、粒界設計・制御プロセスの確立に対して、重要な基礎的知見が得られるもの期待できる。

本研究では、SUS430 鋼の高サイクル疲労試験後の試験片表面の SEM 観察と EBSD 測定により、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を目的とする。次に、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。さらに、FCC 金属と比較した場合の、BCC 金属における粒界の役割の重要性を検討する。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。

3.2 実験方法

3.2.1 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、図 3.1 に示す長さ 160 mm、幅 40 mm、厚さ 3 mm の寸法をもつ 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。SUS430 ステンレス鋼板材の化学組成は表 3.1 の通りである。受入材を等軸結晶粒組織化することを目的として、図 3.2 に示すデンケン製の真空炉（KDF-75 型）を使用し、約 10 Pa に引かれた真空中において、1273K（1000℃）で 64.8ks（18h）の条件で溶体化処理した。熱処理後の試料の表面はエメリー紙（＃100）で研磨し、表面の酸化スケールを除去した。



Fig. 3.1 SUS430 stainless steel sheet used in the present work.

Table 3.1 Chemical composition of SUS430 stainless steel specimen.

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

高サイクル疲労試験片を、図 3.3（a）の図面に示すように、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。図 3.3（b）は加工後の試験片の写真である。

SEM/EBSD/OIM 解析による疲労試験後の試験片表面に対する微細組織評価のため、疲労試験片の表面を粒度＃100 から＃1500 までのエメリー紙を用いて研磨した後、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、図 3.4 のように示す直流電源を用いて、酢酸と過塩素酸の体積比が 3 : 1（酢酸 308 ml、過塩素酸 92 ml）となるように混合した電解液中で、電解液温度 277 K、電流密度 9.2 mA/mm² の条件で 40 s の電解研磨を行った。図 3.3（b）は電解研磨後の試験片の写真である。ここで、電解研磨は組織観察のために、疲労き裂の形成に影響を及ぼさない程度に留めた。



Fig. 3.2 Vacuum furnace (DENKEN, KDF-75 type) for solution treatment of SUS430 stainless steel sheet.

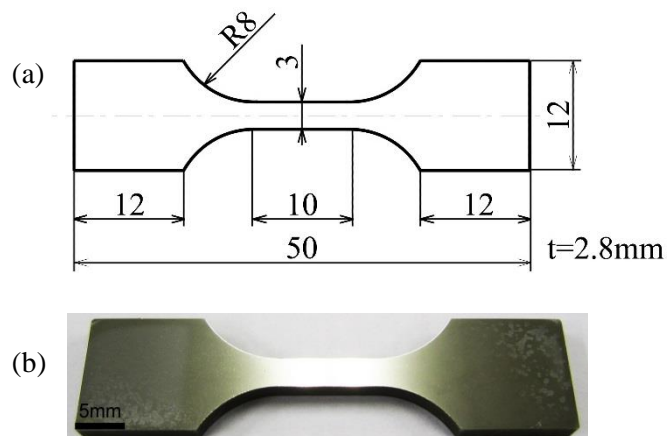


Fig. 3.3 The shape and dimension of the SUS430 specimen for high cycle fatigue test.

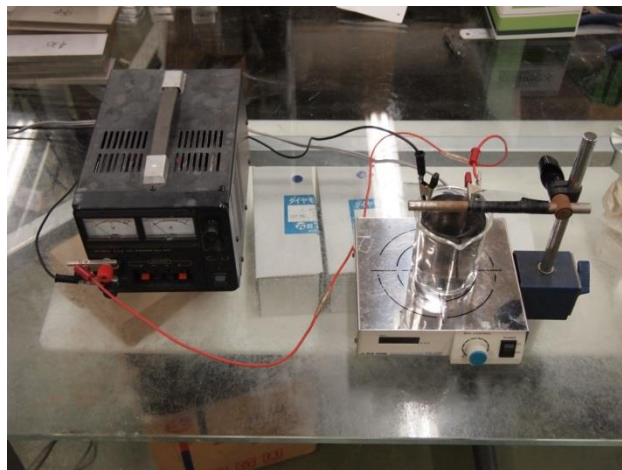


Fig. 3.4 Electrolytic polishing system for microstructure observations.

3.2.2 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により得られた SUS430 鋼試験片の公称応力-公称ひずみ曲線を図 3.5 に示す。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 と見積られた。これらの値に基づき高サイクル疲労試験の応力条件を決定した。

高サイクル疲労試験は、図 3.6 に示す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、最小応力と最大応力の比である応力比を引張-引張の応力条件となるように 0.1 とし、応力振幅を 146 MPa から 188 MPa までの範囲に変化させ、負荷周波数 10Hz として試験を行った。

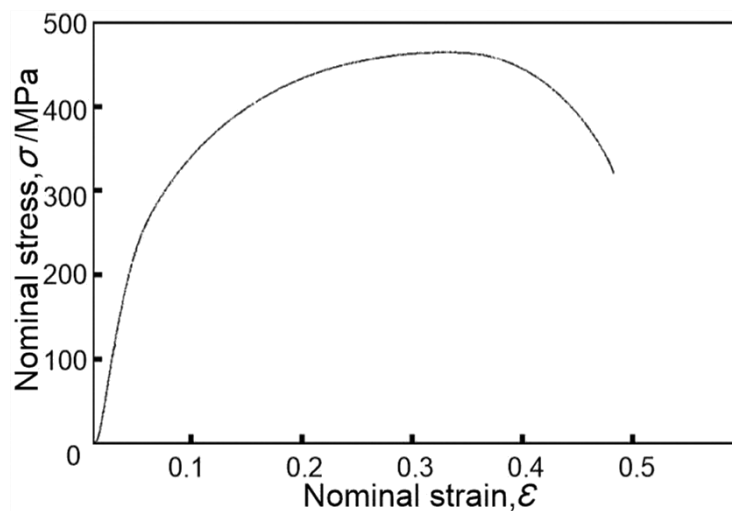


Fig. 3.5 Nominal stress-nominal strain curve of SUS430 stainless steel specimen.



Fig. 3.6 Servo-hydraulic machine (Shimadzu Servopulser, EHF-EB2-10L) employed for high-cycle fatigue tests of SUS430 specimens.

3.2.3 高サイクル疲労試験後の試験片における粒界性格の同定方法

図 3.7 は、高サイクル疲労により破断した試験片の表面の OIM 解析により構築された逆極点図 (Inverse pole figure, IPF) に基づく結晶粒方位 (IPF) マップおよび同定された粒界の種類を示す粒界マップの一例である。IPF マップにおいて、結晶粒につけられた色は、同図右側に示したステレオ三角形の方位に対して付けられた色に対応している。粒界マップにおいて、粒界に付けられた色は、同図右側に示したカラーバーの色に対応した粒界性格を示している。

疲労試験後においても、ほぼすべての結晶粒において、結晶粒内の転位密度の大きさおよび固執すべり帯の形成に伴う表面の凹凸を反映するような局所的な方位の変化は小さく、粒界性格を正確に同定できた。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 パターンの画質の高さを示す Image quality (IQ) 値と方位解析の信頼性の高さを示す Confidence index (CI) 値が高い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。

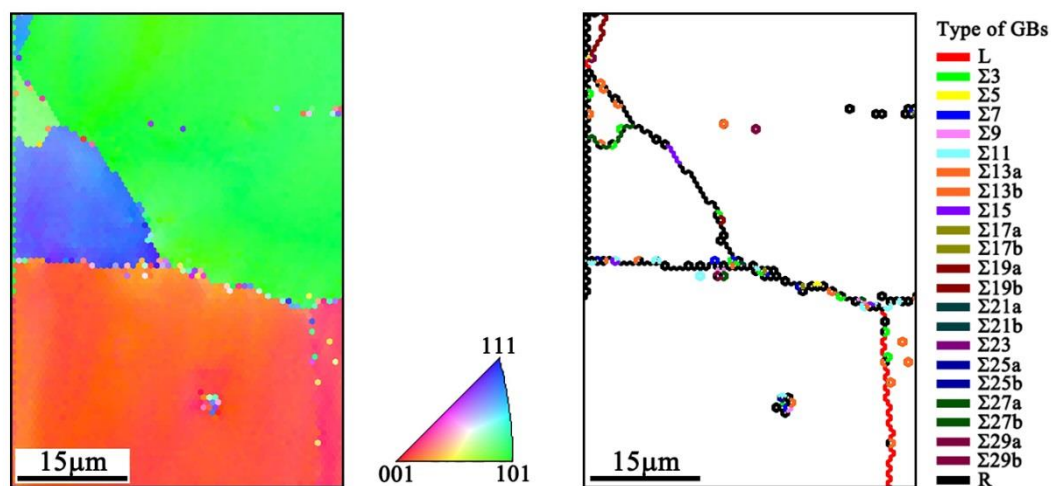


Fig. 3.7 Example of grain orientation micrograph and grain boundary micrograph for fatigued SUS430 specimen.

3.3 実験結果および考察

3.3.1 SUS430 ステンレス鋼試験片の初期微細組織

図 3.8 は、SUS430 ステンレス鋼試験片の(a)光学顕微鏡組織、SEM/EBSD/OIM 解析により得られた(b)粒界マップと逆極点図、粒界マップを基に評価した(c)結晶粒径分布および(d)粒界性格分布を示している。図 3.8 (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る。図 3.8 (b) の粒界マップからも結晶粒がほぼ等軸化されていることが確認できる。また、逆極点図から試験片の表面方位はほぼランダムに分布していることがわかる。図 3.8 (c) の結晶粒径分布から、SUS430 鋼試験片は、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 3.8 (d)の粒界性格分布からわかるように、低角粒界、 $\Sigma 3$ – $\Sigma 29$ までの低 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。試験片の表面方位がほぼランダムに分布していたことから推測できるように、本試験片の粒界性格分布は、理論計算によって求められた値(低角粒界 2.7 %、低 Σ 対応粒界 10.9 %、ランダム粒界 86.4 %) [54]と比べて、低角粒界の頻度は約 2 倍高くなったが、対応粒界と合計した値(11 %)は近い結果となった。

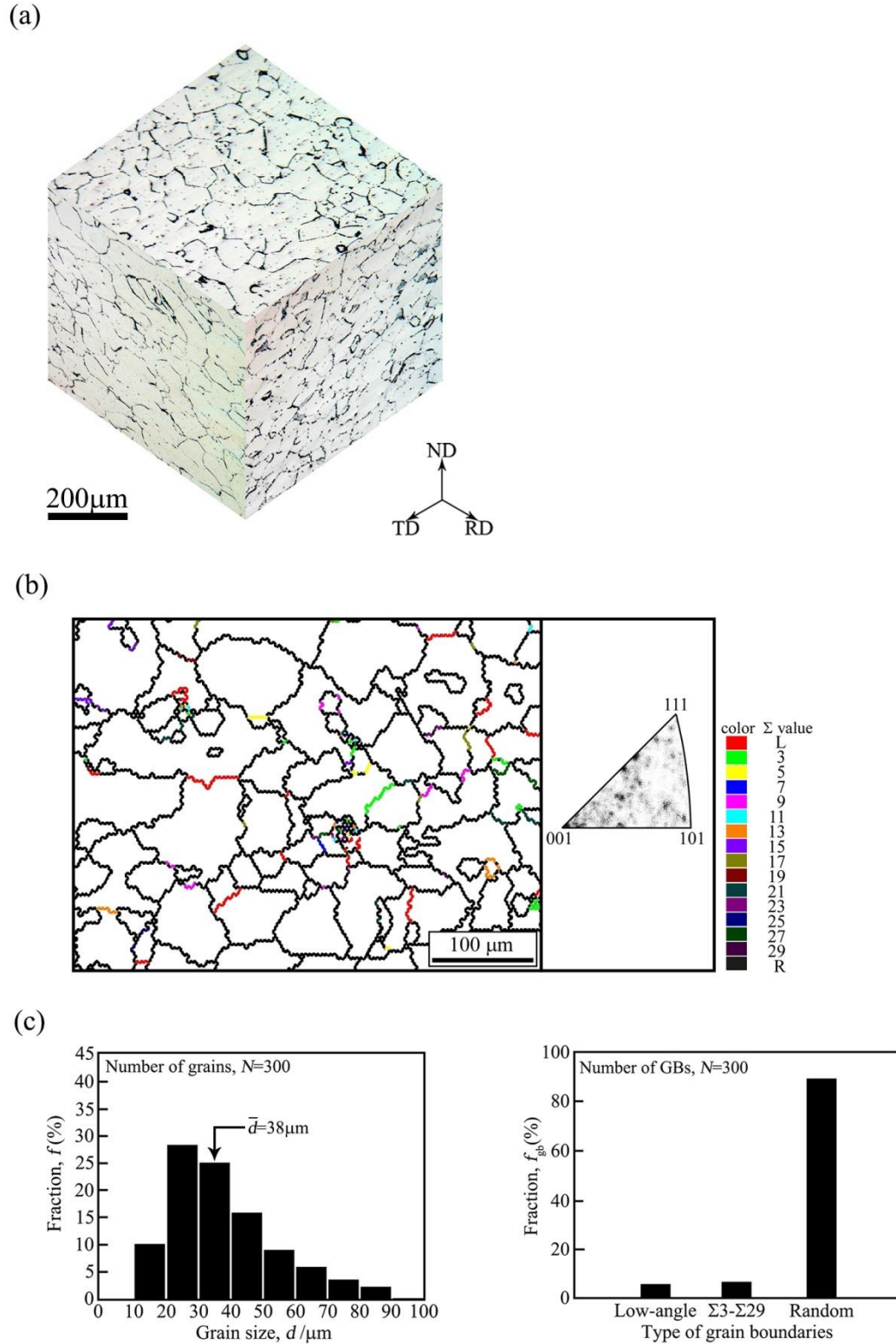


Fig. 3.8 Microstructure of SUS430 stainless steel specimen: (a) optical micrograph, (b) grain boundary micrograph and IPF obtained by OIM analysis, (c) grain size distribution and (d) grain boundary character distribution (GBCD). The SUS430 stainless steel specimen had an equiaxed grain structure with an average grain size of 38 μm and had a high fraction of random boundaries of 89 %.

3.3.2 疲労き裂の形成と進展過程に及ぼす応力振幅の影響

図 3.9 (a) および (b) は、それぞれ SUS430 試験片を高サイクル疲労試験片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 3.9 (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 3.9 (b) の (i)、(ii) および (iii) に示している。図 3.9 (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 3.9 (b) の (ii) および (iii) のように大きい応力振幅 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ず、主き裂のみが成長して破壊に至った。したがって、低応力振幅の範囲において、SUS430 ステンレス鋼の疲労き裂の形成に対する粒界の影響はより大きくなることが明らかになった。

そこで以下では、粒界疲労き裂の発生が認められた応力振幅 $\sigma_a = 157 \text{ MPa}$ 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こととした。

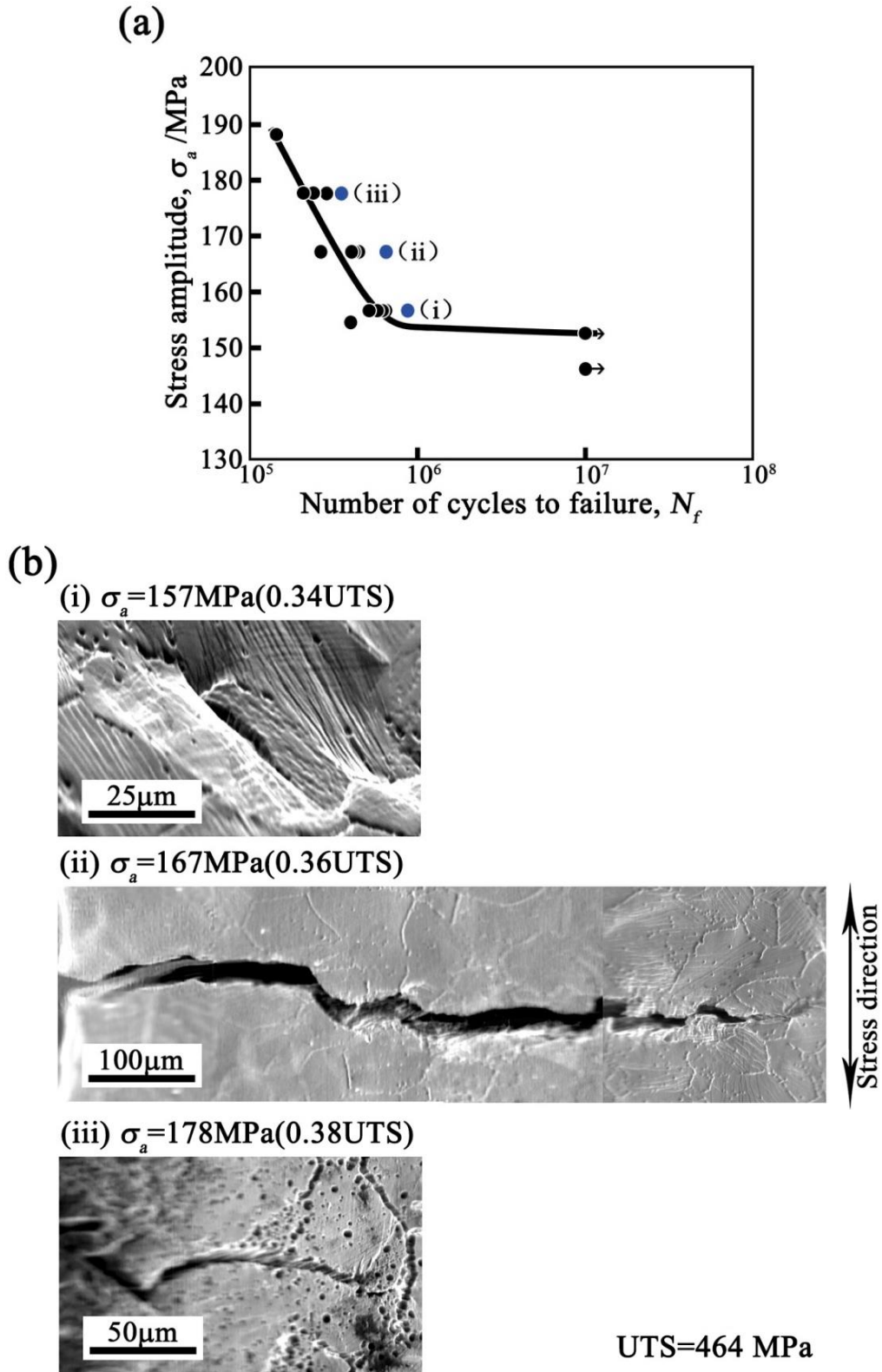


Fig. 3.9 (a) S-N curve of SUS430 stainless steel specimens and (b) SEM micrographs of fatigue cracks observed in the specimen surface fatigued at different stress amplitudes (i) $\sigma_a = 157 \text{ MPa}$, (ii) $\sigma_a = 167 \text{ MPa}$ and (iii) $\sigma_a = 178 \text{ MPa}$. The intergranular fatigue 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.

3.3.3 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 3.10 は、前節において粒界疲労き裂が発生した応力振幅 $\sigma_a = 157 \text{ MPa}$ 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 3.10 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 3.10 (a)、(b)、(c) および (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。一方、低角粒界において、疲労き裂の形成はまったく見られなかった。図 3.10(b)に見られる $\Sigma 3$ 対応粒界においては、き裂の形成が認められた。このとき、 $\Sigma 3$ 対応粒界の試験片表面におけるトレースは固執すべり帯 (Persistent slip bands, PSBs) と平行になっていた。また、一般的に疲労き裂の形成場所として知られる固執すべり帯に沿った結晶粒内での疲労き裂形成も本研究では観察できなかった。図 3.10 (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、疲労き裂の形成された粒界三重点は、ランダム粒界が 2 つ以上連結する粒界三重点であった。Kobayashi ら[55]によれば、ランダム粒界が 2 つ以上連結した粒界三重点は、対応粒界の連結性が高い粒界三重点に比べ応力集中の度合いが高く、静的破壊強度が低い。本研究のような疲労荷重が作用する場合にも同様に破壊抵抗が低くなる可能性が示唆された。

図 3.11 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 3.11 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に比べ高くなった。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。以上のことから、ランダム粒界は粒界疲労き裂の優先的な形成場所であると言える。Kobayashi ら[19]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を示す可能性が示された。

本研究における EBSD 解析範囲内に存在した全ランダム粒界（599 個）のうち、約 5% のランダム粒界（31 個）において粒界疲労き裂が形成された。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、前述のようにこれらの破壊した 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[18]およびアルミニウム[19]においても、粒界面が PSB 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。BCC 金属の対応粒界における疲労き裂形成のメカニズムについては、今後さらなる研究が必要である。一方、SEM/EBSD/OIM 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。小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[49-52]。ランダム粒界では PSBs の転位が粒界に堆積するのに対し、低角粒界では PSB 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[49]。図 3.9 (f) に示されるように、白い破線で示した低角粒界では隣接する結晶粒内の PSB が連続的に粒界を挟んで隣接するもう一方の結晶粒内を通り抜けていることが BCC 金属の SUS430 ステンレス鋼においても確認された。したがって、転位は低角粒界を透過しやすいことが示唆された。

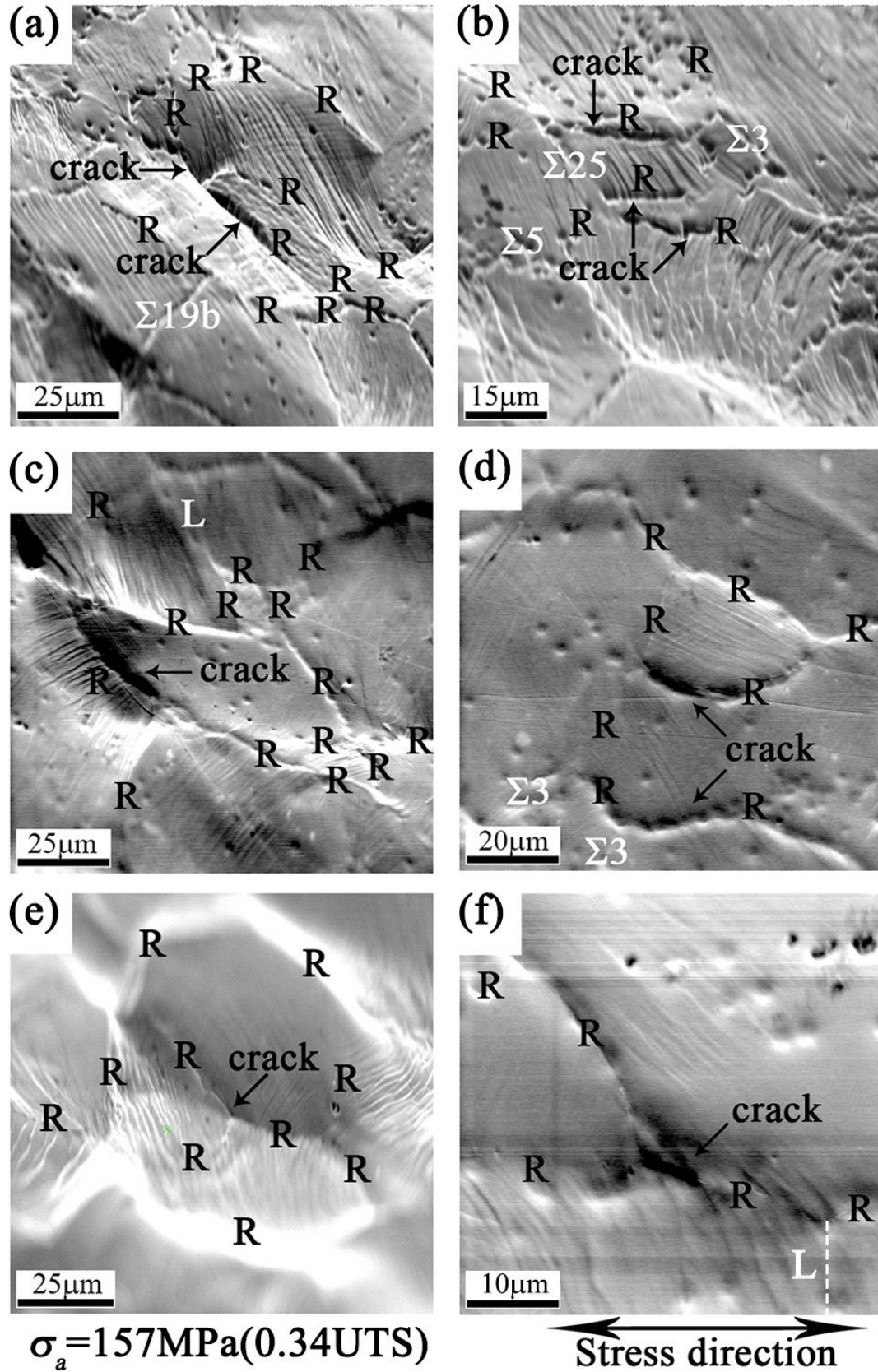


Fig. 3.10 SEM micrographs of intergranular fatigue cracks nucleated and propagated in the specimens cyclically deformed at $\sigma_a = 157 \text{ MPa}$. Intergranular fatigue cracks were preferentially nucleated at random boundaries.

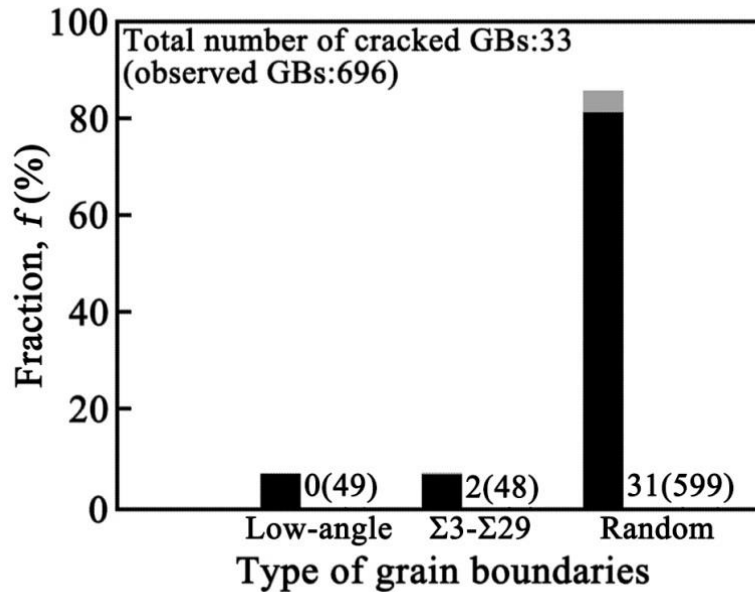


Fig. 3.11 Relationship between the fraction of fatigue crack nucleation and the type of grain boundaries. 94 % of intergranular fatigue cracks were nucleated at random boundaries, while the cracks were never nucleated at low-angle boundaries.

3.3.4 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[19]、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[56-58]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。

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を図 3.12 に示す。図 3.12 (a) は、応力軸方向と試験片表面における粒界のトレースの幾何学的関係を定義した模式図である。応力軸方向と粒界のトレースが平行であるときの角度 θ を 0° 、垂直であるときを 90° と定義した。図 3.12 (b) に示されるように、粒界が応力軸に対していずれの角度に配置する場合

にも破壊が生じたが、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° ~ 90° 、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。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° ~ 90°) が挙げられている[19]が、本研究において得られた結果からは、SUS430 ステンレス鋼では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。本研究で用いた試験片では、疲労き裂形成に対して抵抗の低いランダム粒界が 89% と高頻度に存在していたことから、疲労き裂が粒界の幾何学的配置に関係なくランダム粒界において形成された可能性がある。今後、対応粒界を高頻度に含む試料に対しても、粒界の幾何学的配置がき裂形成に及ぼす影響を明らかにする必要があると考える。

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固執すべり帯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[19]、低 Σ 対応粒界は粒界面と固執すべり帯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[19]。図 3.13 は、BCC 金属材料である SUS430 ステンレス鋼に対し、同図の模式図のように、粒界のトレースとそれを挟んで隣接する 2 つの結晶粒内に観察された PSBs との幾何学的関係が、粒界疲労き裂形成に及ぼす影響を調べた結果である。ここでは、(a) 粒界のトレースと両側の PSBs が平行である場合、(b) 粒界のトレースと片側の PSBs が平行である場合、および (c) 平行でない場合の 3 種類に分類した。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。本試験片では、全粒界の 89% が疲労破壊抵抗の低いランダム粒界であり、これらのランダム粒界は PSBs との幾何学的配置関係に関わらず疲労き裂を生じる。したがって、図 3.13 に示された傾向は、(a) から (c) に分類したランダム粒界と PSBs との幾何学的配置の存在頻度に依存して、き裂形成の頻度が増加した結果であると考えられる。

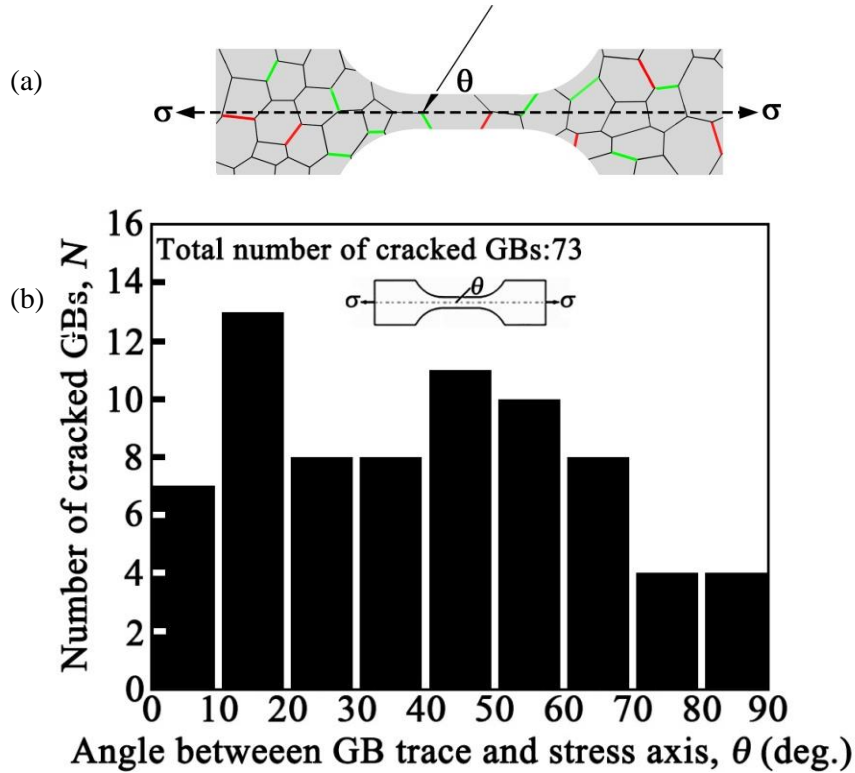


Fig. 3.12 The number of intergranular cracking as a function of the angle between the traces of grain boundaries on the specimen surface and the stress axis. The nucleation of intergranular fatigue cracks is little affected by the geometrical configuration of grain boundary plane to the stress axis in our present observations in SUS430 stainless steel.

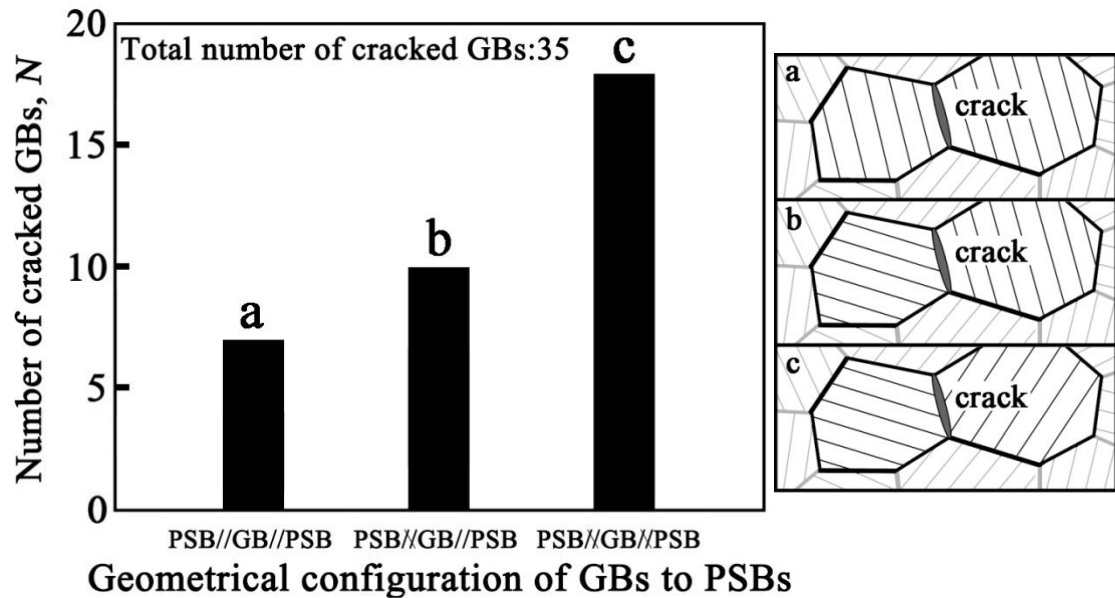


Fig. 3.13 Effect of the angle between the trace of grain boundaries on the specimen surface and the PSBs in the neighboring grains on the intergranular cracking. The fatigue cracks were preferentially nucleated at the grain boundaries with the larger angle to PSBs in the neighboring grains.

3.3.5 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 3.14 (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 3.14 (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 3.14 (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 3.10 および図 3.12 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 3.10 および図 3.13 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 3.14 (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 3.14 (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 3.14 (b) の (i)、(ii)、(iv) および (v) 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 3.14 (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る抜けることから、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[59-62]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。

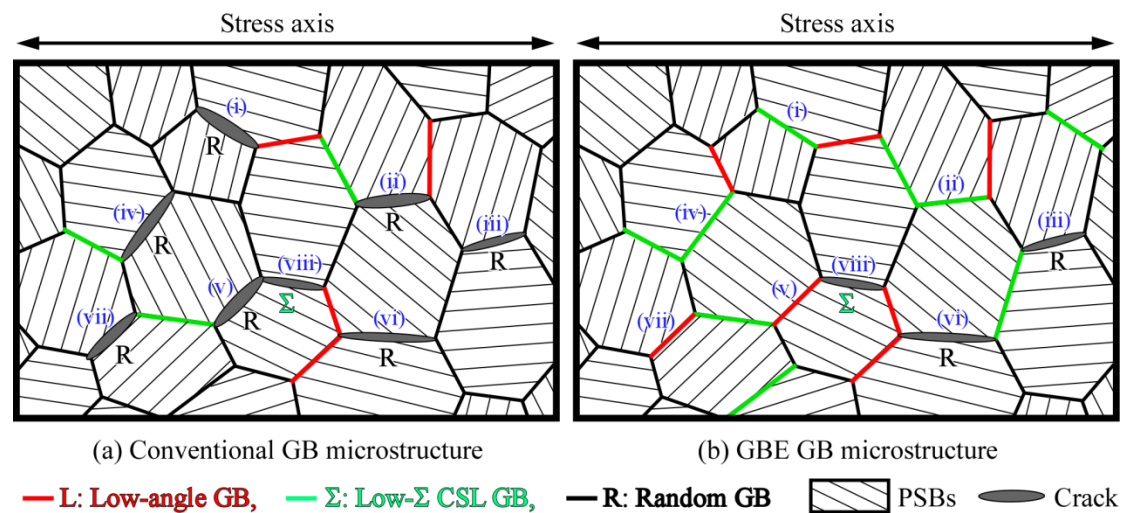


Fig. 3.14 Schematic illustrations of intergranular fatigue crack nucleation in SUS430 stainless steel specimens with (a) conventional GB microstructure and (b) grain boundary engineering (GBE) microstructure.

3.4 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 80%以上となるような大きい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、小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、低角粒界および低 Σ 対応粒界を導入し、通常 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。

第4章 疲労き裂進展に及ぼす粒界微細組織の影響

4.1 緒言

高サイクル疲労によるき裂進展の抑制は、事故防止の観点から実用上重要な課題となっているが、これまでに、BCC 金属における疲労き裂進展過程に及ぼす微細組織の影響は、十分明らかにされているとは言えない状況にある。特に、粒界性性格と関連付けて疲労き裂進展挙動を評価した研究は、Hashimoto らのグループの双結晶試料を用いた基礎的研究[63]を除いてはこれまで報告がない。彼らの研究によれば、疲労き裂ランダム粒界では今後、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、SUS430 フェライト系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 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。

4.2 実験方法

4.2.1 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

第 3 章で述べた結晶粒組織の等軸化のための溶体化処理と同様に、市販の SUS430 ステンレス鋼板材を 1273K で 64.8ks 保持後、空冷した。溶体化処理後の板材から、図 4.1 に示す形状をもつコンパクトテンション (CT) 試験片を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 試験片表面は、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 $2.2\ \text{mA}/\text{mm}^2$ の条件で 40 s まで電解研磨した。電解研磨は、疲労き裂進展のその場観察によるき裂経路と粒界微細組織とを関連付けることを目的に行ったが、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。

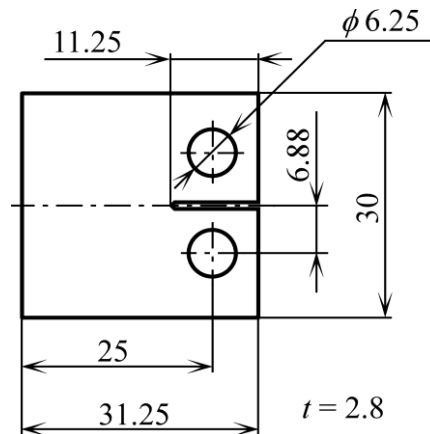


Fig. 4.1 The shape and dimensions of the CT specimen for fatigue crack propagation test.

4.2.2 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サ 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 $35\ \text{MPa}\ \text{m}^{1/2}$ – $55\ \text{MPa}\ \text{m}^{1/2}$ 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、応力拡大係数範囲 $\Delta K = 35$

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 4.2 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。用いた CCD カメラは SONY 製 XCG-5005E 型で、5 百万画素、シャッター速度 2-1/100,000 である。この CCD カメラに、MORITEX 製の長焦点レンズ SOD-10X を取り付けた。レンズの倍率は 10 倍固定で、作動距離 55.2mm、分解能は 1.5mm である。

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。

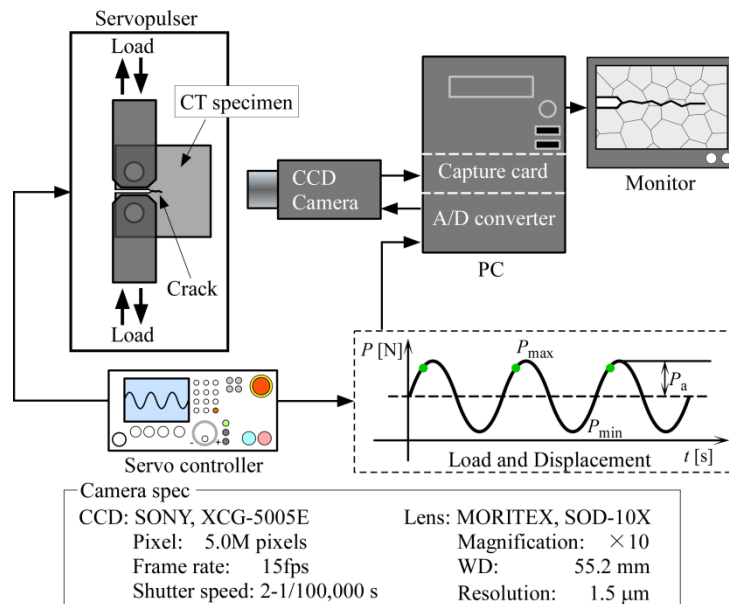


Fig. 4.2 Schematic illustration of the experimental set-up used for in-situ observations of fatigue crack propagation. The in-situ observations of fatigue crack were made using 2D-motion capture system consisting of a CCD camera mounting a high magnification long lens, a computer with an A/D converter and a video capture card, and a monitor.

4.2.3 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 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 4.3 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 (IPF マップ)、(c) 結晶粒内の 2° ~ 15° 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 4.3(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 4.3(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 4.3(a) の IQ マップに見られる黒色の測定点が太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 4.3(c) および図 4.3(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 CT 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 4.3(b)) があることがわかる。このような表面方位の変化は、図 4.3(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。図 4.3 (a) – (c) の画像データを相互に参照し、得られた結晶粒の方位解析データのうち、EBSD パターンの画質の高さを示す IQ 値 (図 4.3(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を示す 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 4.3(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 4.3(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。

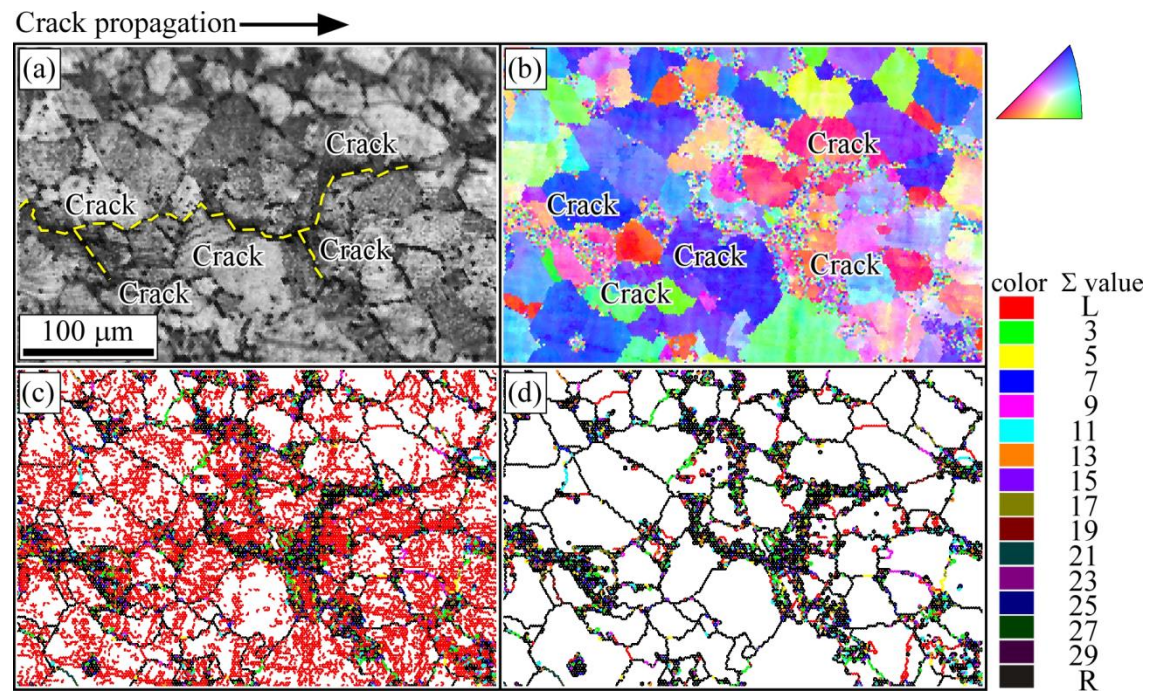


Fig. 4.3 Evaluation method of type of grain boundaries around fatigue crack path in SUS430 stainless steel specimen: (a) image quality micrograph, (b) grain orientation (inverse pole figure, IPF) micrograph, (c) grain boundary micrograph with strain in grain interior and (d) grain boundary micrograph without strain in grain interior. The crack path was indicated by yellow dashed lines in Fig. 4.3 (a).

4.3 実験結果および考察

4.3.1 疲労き裂進展経路に及ぼす応力条件の影響

図 4.4(a)は、図 3.8 に示した微細組織をもつ 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 の両対数の関係である。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 4.4(b)に示す。同図に垂直方向に入れた黒色の破線は、 $\Delta K = 35 \text{ MPa m}^{1/2}$ の条件で導入した予き裂の先端の位置を示している。図 4.4(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結晶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。

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 4.5 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、第 3 章で述べた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。

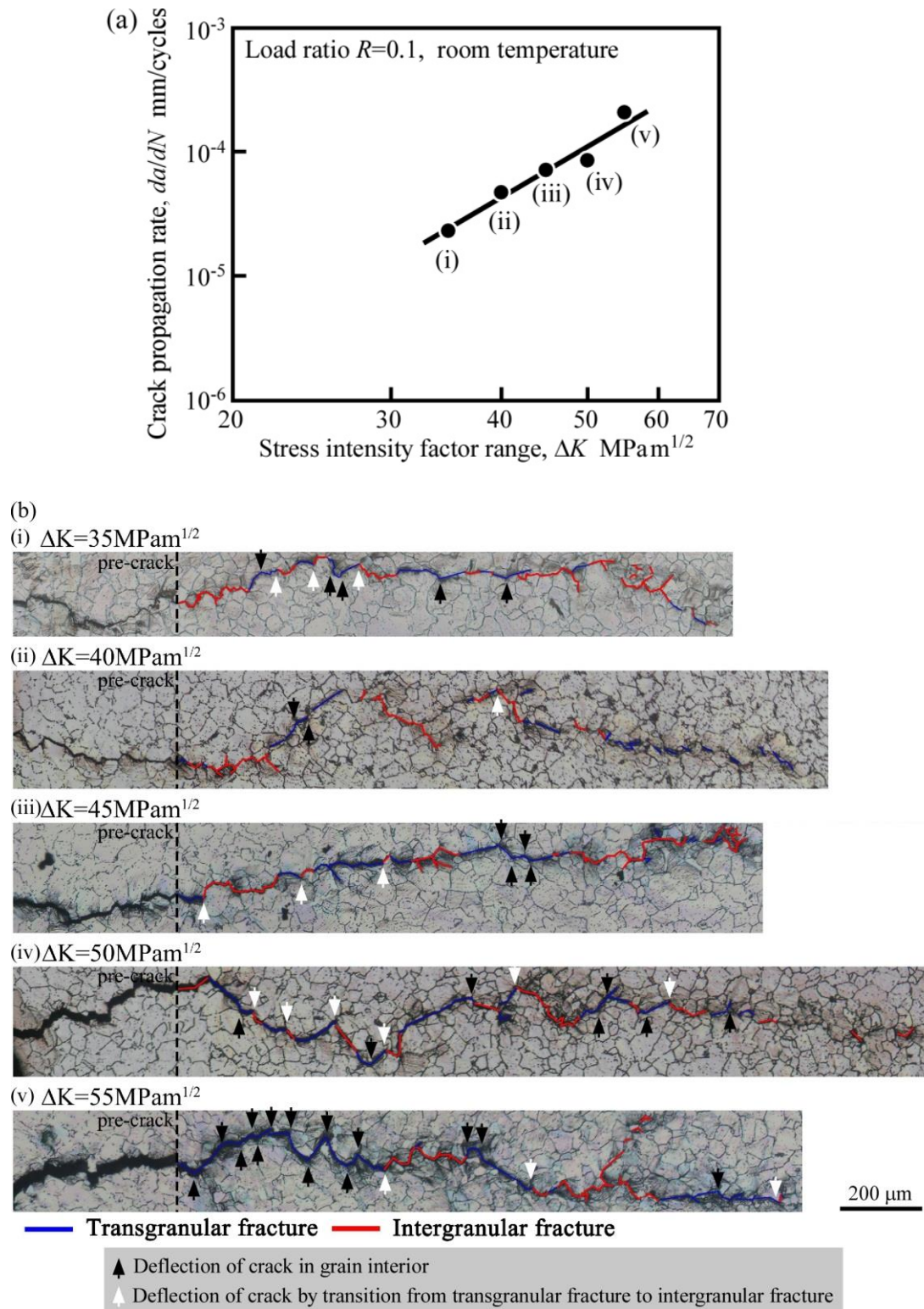


Fig. 4.4 (a) Relationship between the crack propagation rate, da/dN and the stress intensity factor range, ΔK , and (b) optical micrographs of the path of fatigue crack propagation in the SUS430 stainless steel specimens subjected to crack propagation tests at different stress conditions. The ratio of 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.

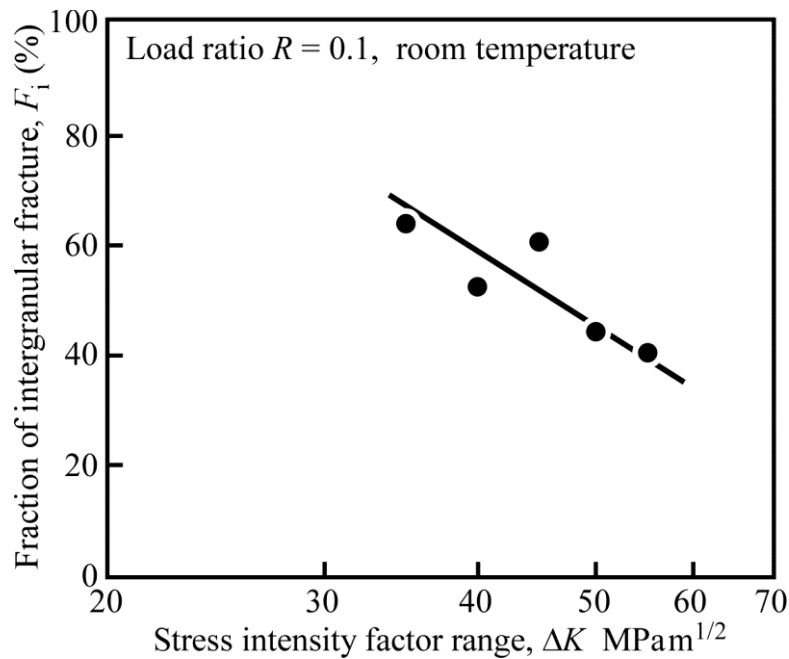


Fig. 4.5 Relationship between the ratio of intergranular fracture path to overall crack path and the stress intensity factor range. The ratio of intergranular fracture path was increased up to 60 % when the stress intensity factor range lowered to less than 40 MPa m^{1/2}.

4.3.2 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 4.6 は、初期の応力拡大係数範囲を 35 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 4.6(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 4.6 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を位置①－⑦において評価した。その結果を以下にまとめる。

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⑰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⑱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[64]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。

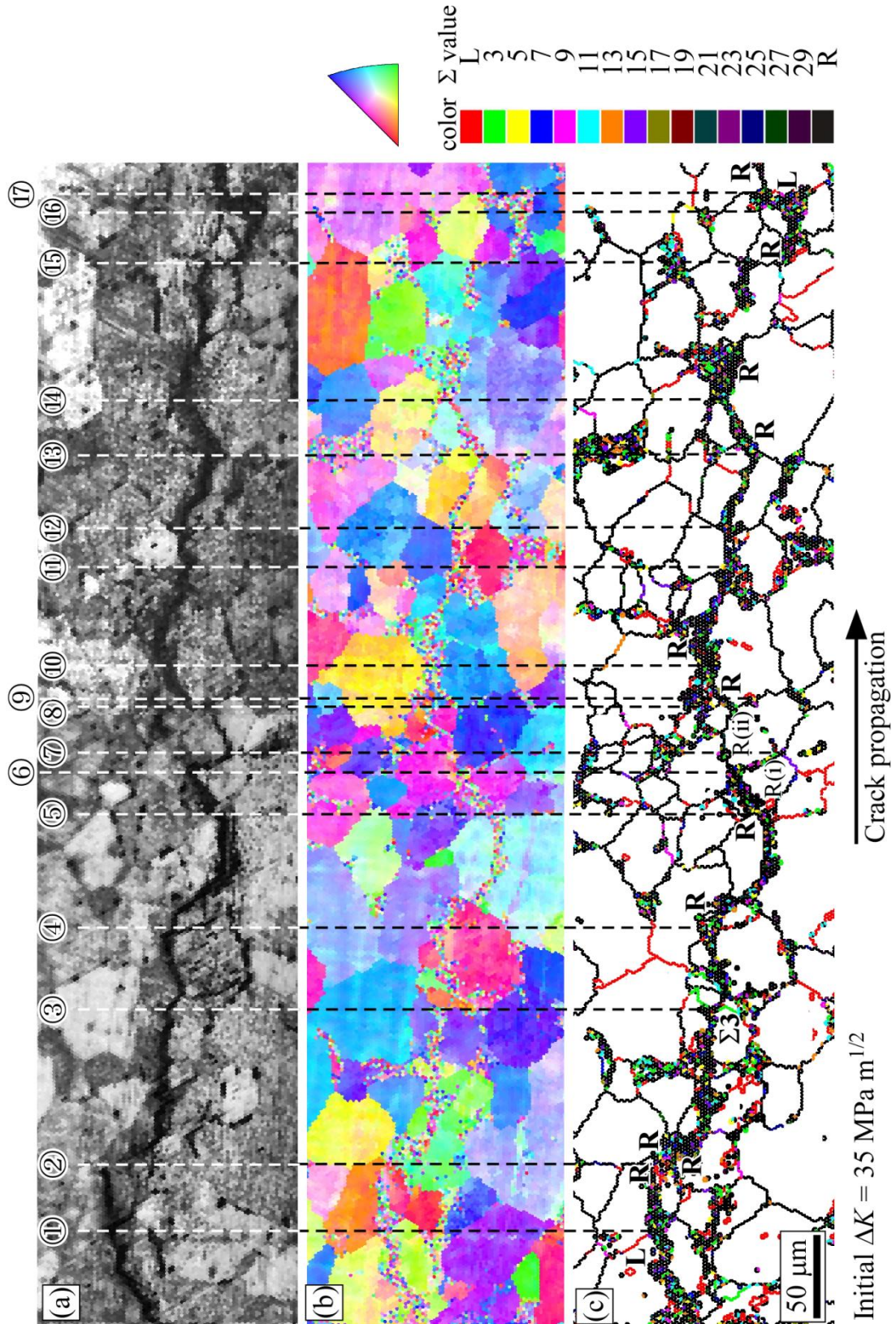


Fig. 4.6 Image quality (IQ) micrograph, inverse pole figure (IPF) micrograph and grain boundary micrograph around the fatigue crack in SUS430 steel. The deflection and branching of fatigue crack was affected by grain boundary depending on their character.

4.3.3 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 4.7 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 4.7 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 4.7(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 4.7(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 4.7(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 4.7(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 4.7(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 $\Sigma 15$ 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。

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 4.8 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 4.8 の観察領域は、図 4.7(a)の右端の続きの位置にあたる。ここでは、図 4.8(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 4.8(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_i および F_t 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 4.8 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[65]によって対応粒界が疲労き裂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[66]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。

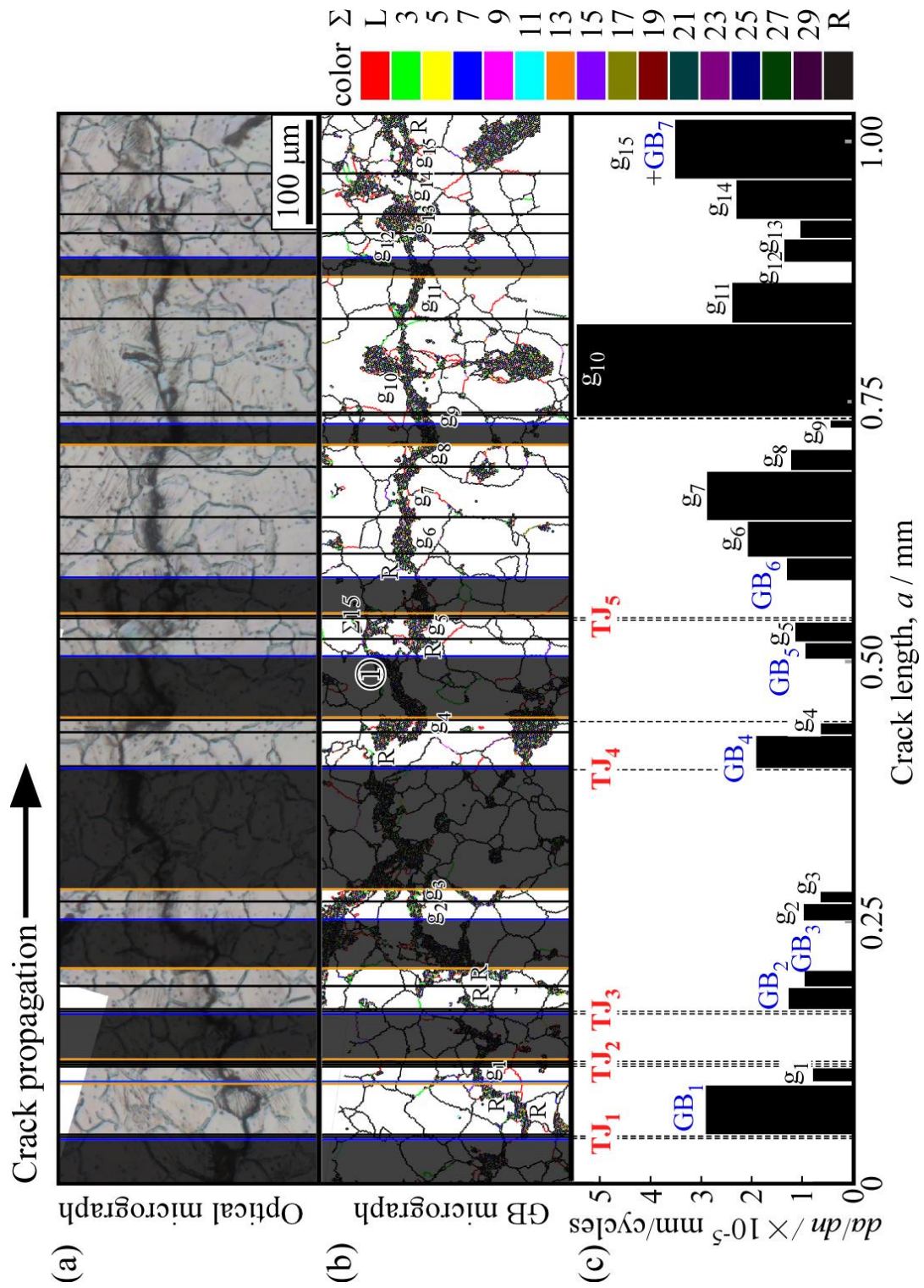


Fig. 4.7 Optical micrograph and GB micrograph around the fatigue crack path and local crack propagation rate in SUS430 stainless steel specimen subjected to fatigue crack propagation test at the stress intensity factor range of $35 \text{ MPa m}^{1/2}$. The fatigue crack propagation was inhibited for 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.

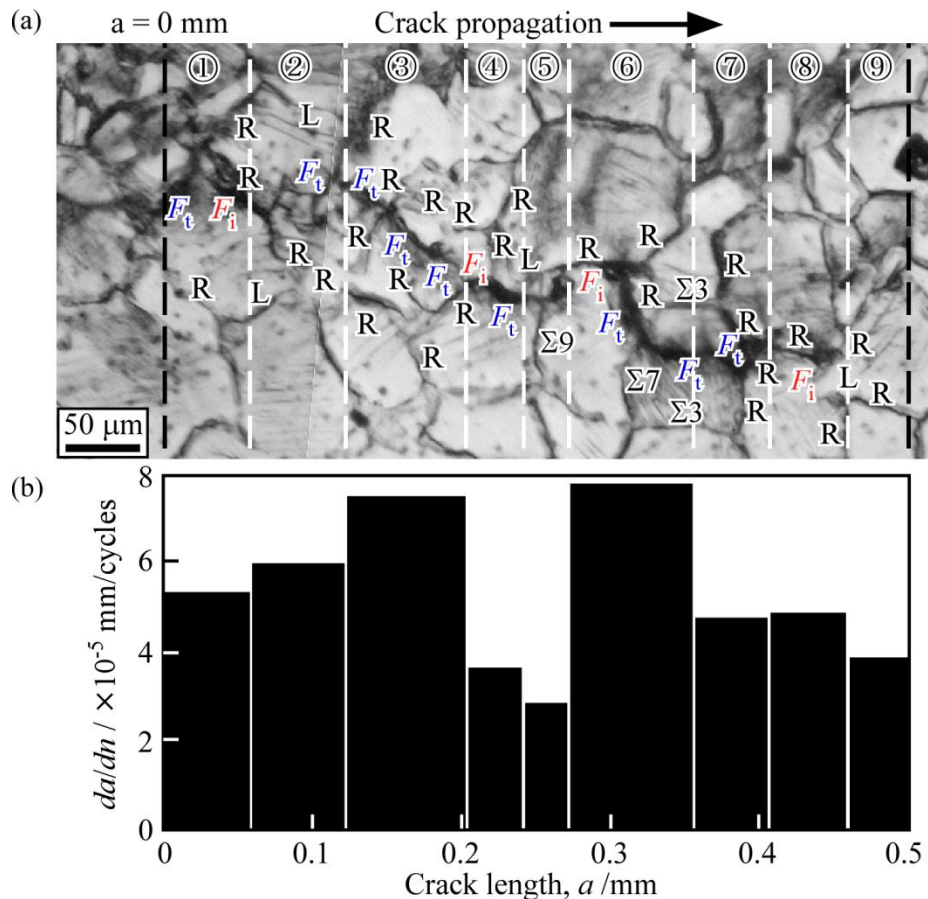


Fig. 4.8 Optical micrograph showing grain boundary character around the fatigue crack path and local crack propagation rate at same region in SUS430 stainless steel specimen subjected to fatigue crack propagation test. The crack propagation was locally inhibited when the crack across $\Sigma 9$ CSL boundaries. The propagation rate of fatigue crack increased when the crack propagated along random boundaries.

4.3.4 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 4.9 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 4.9 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 4.9 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 4.7(b)の粒界三重点①）。図 4.9 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 4.8 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[8,67,68]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。

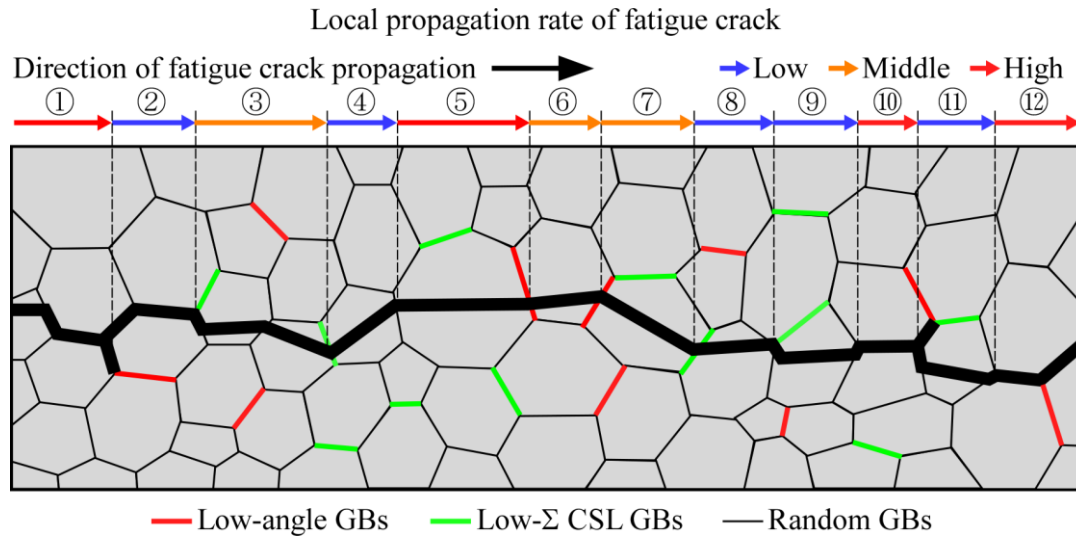


Fig. 4.9 Schematic illustration of effect of grain boundary microstructure on local propagation rate of fatigue crack. Fatigue crack propagation rate is locally inhibited by arrangement of low-angle and low- Σ CSL boundaries and branching of crack path. Triple junctions inhibit the propagation of fatigue crack.

4.4 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。

第 5 章 SUS430 鋼の長寿命化のための粒界制御プロセスの検討

5.1 緒言

第 3 章および第 4 章において示された高サイクル疲労破壊を抑制しうる粒界微細組織制御の基本指針は、疲労き裂形成に対して高い抵抗を示す高頻度の低角粒界および対応粒界を試験片に導入すること、および疲労き裂進展経となるランダム粒界の連結性を低くすることの大きく 2 つである。一方、これまでの FCC 金属材料における粒界腐食の抑制に対する粒界工学の研究において示されてきたように、高頻度の対応粒界の導入、ランダム粒界連結性の抑制は、粒界腐食の制御に対しても有効である。

そこで、本章では BCC 金属の加工熱処理による粒界微細組織制御プロセスについて検討する。これまで、積層欠陥エネルギーの高い BCC 金属材料、特にバルク材料における粒界制御プロセスはほとんど検討されておらず、粒界工学における重要課題の一つである。本研究では、BCC 構造をもつ鉄-シリコン合金の急冷凝固薄帯試料に対して報告[59]された集合組織の形成により特定の種類の対応粒界を高頻度に導入方法を検討する。シャープな集合組織が形成されることによって、粒界を挟んで隣接する 2 つの結晶粒の共通回転軸が集合組織の表面方位に揃うことから、粒界は傾角成分が強い粒界となり、(2-2)式および(2-3)式の対応粒界理論に従って、特定の Σ 値をもつ対応粒界が出現しやすくなる。

さらに、BCC 金属材料である SUS430 ステンレス鋼では、双晶境界導入型の粒界制御が行われる低積層欠陥エネルギーの金属材料のように存在頻度で 80 %を超えるような著しく高い対応粒界の導入は難しいと考えられる。このため、異なる特性をもつ粒界の空間幾何学的な分布を評価・制御することによりバルク材料特性の向上を試みることは、より現実的な手法であるものと考えられる。そこで、本研究では粒界腐食、疲労き裂の優先経路となるランダム粒界の空間幾何学的な分布に着目し、複雑図形の評価に用いられるフラクタルによって定量化するまったく新しい評価方法を提案する。本章で導入したフラクタルによるランダム粒界の空間幾何学分布と従来の粒界工学で用いられてきた粒界性格分布などとの相互関係から支配因子を調べ、その制御方法までを検討する。

5.2 実験方法

5.2.1 SUS430 ステンレス鋼試験片の加工熱処理

長さ 150 mm、幅 50 mm、厚さ 10 mm の寸法をもつ SUS430 フェライト系ステンレス鋼の熱間圧延材を出発材とした。圧下率 95 %まで冷間圧延した。冷間圧延の 1 パスあたりのロールギャップは 0.5 mm ずつ減少させ、試料の状態と圧延荷重を確認し、圧下率約 50 %付近からロールギャップの減少量を 0.2 mm に変更した。圧延後の板厚は約 1 mm であった。冷間圧延した板材から長さ 15 mm×幅 7 mm×厚さ 1 mm の大きさに切出し、図 5.1 に示すように石英ガラス管中に真空封入した。真空は油回転ポンプで引き、ガラス管内の真空度は約 10 Pa であった。これらを 1073 K で、120 s から 86.4 ks まで加熱保持後、空冷することにより微細組織を変化させた。FEG-SEM/EBSD/OIM 解析による粒界微細組織の定量的評価のため、熱処理後の試験片表面を、粒度 #100 から #1500 までのエメリー紙、および平均粒子径 0.5 μm までのダイヤモンドスラリーにより機械的に研磨し、鏡面に仕上げた。さらに、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/mm² の条件で 40 s まで電解研磨した。



Fig. 5.1 The specimen enclosed in a SiO₂ glass tube with 8 mm in the internal diameter and 70 mm in the length in a vacuum of 10 Pa.

5.2.2 SUS430 ステンレス鋼の冷間圧延組織の X 線回折測定

SUS430 鋼の冷間圧延後の組織の方位解析には、図 5.2 に示す X 線ディフラクトメーター (X-ray diffractometer, XRD: RIGAKU 製) を用いた。XRD 測定は管電圧 40 kV、管電流 100 mA で、1mm のコリメーターを用いて行った。試験片表面の結晶粒方位の配向度および配向指数を、それぞれ(5-1)式および(5-2)式に示す Willson の方法により評価した[69]。

$$IF(hkl) = \frac{I(hkl)}{\sum I(hkl)} \quad (5-1)$$

$$X(hkl) = \frac{IF(hkl)}{IFR(hkl)} \quad (5-2)$$

ここで、 IF は特定の(hkl)面の相対強度、 I はその(hkl)面の X 線回折強度(ピーク値)、 X はその(hkl)面の配向指数、 IFR は標準粉末における(hkl)面の相対強度である。この方法では、配向指数 $X(hkl)$ の値が 1 のとき、その試験片の表面はランダムな結晶粒方位分布をもつことになる。この値が 1 よりも大きくなるほど、その方位に表面が強く配向していることを意味する。



Fig. 5.2 X-ray diffractometer employed for evaluation of surface orientation distribution of the cold rolled SUS430 specimens.

5.2.3 粒界の空間幾何学的分布のフラクタル解析

第3章および第4章の結果および従来の粒界腐食制御に関する研究[11,26-29]から、粒界疲労き裂の進展および粒界腐食の優先経路となるランダム粒界の空間幾何学的な分布状態は、巨視的な疲労特性および腐食特性を支配する微細組織因子となる可能性が高い。本研究では、FEG-SEM/EBSD/OIM 解析により得られるランダム粒界の空間幾何学的分布 (Random boundary spatial distribution, RBSD) の画像データから、半自動的にフラクタル解析するための特注ソフト (ディテクト製 Box counter ver.1.0) を用いて評価を行った。以下に、その解析手順を示す。

図 5.3 (a)に示した OIM 解析により得られる粒界マップから、図 5.3(b)のようにランダム粒界 (黒色の線で示されている粒界) のみを抽出し、RBSD を JPEG ファイルとして保存する。図 5.3(c)のように Box counter に画像を展開することにより、RBSD を含むボックスの数を自動的に計数することができる。ボックスの大きさを様々に変化させると、その時の RBSD を含むボックスの数が自動的に表示される。ボックスの大きさと RBSD を含むボックスの数の関係から、2.5 節の(2-9)式で与えられるように、フラクタル次元を求めることができる。

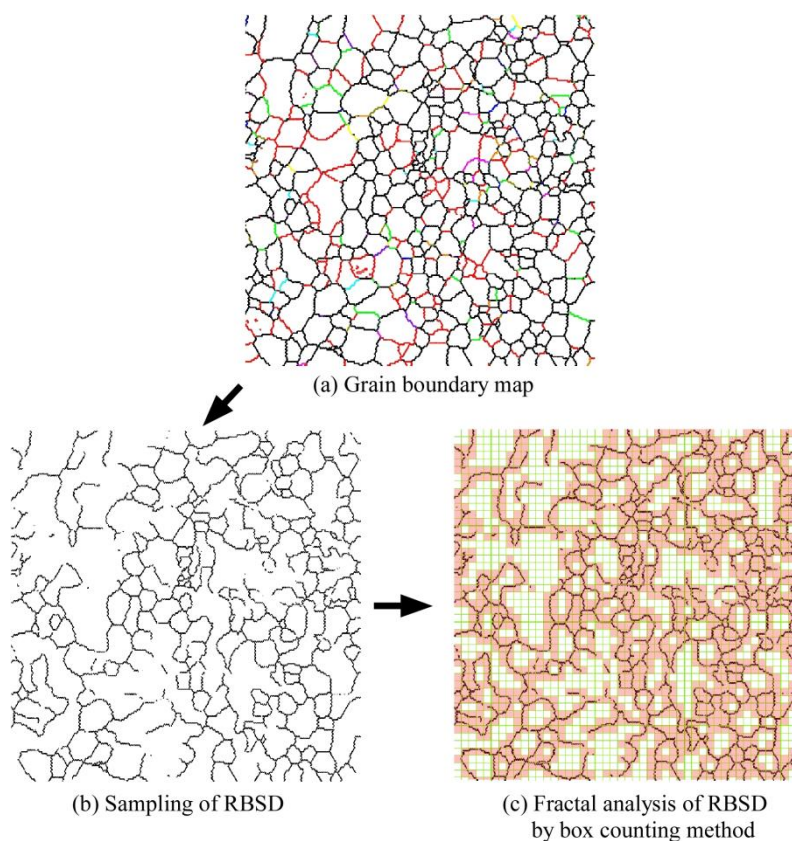


Fig. 5.3 Method of fractal analysis of RBSD

5.3 実験結果および考察

5.3.1 SUS430 試験片の冷間圧延組織

冷間圧延したままの試料を XRD 測定した結果得られた XRD プロファイルを図 5.4 に示す。図 5.4(a)–(d)はそれぞれ(a)圧延前の初期組織、(b)圧下率 80 %、(c)圧下率 90 %、(d)圧下率 95%まで冷間圧延した試験片に対する結果である。初期組織から圧下率 80 %までの圧延により、試験片の表面は、{110}方位から{002}および{112}に向って回転している様子がわかる。その後、圧下率 90 %への上昇とともに{002}および{112}ピークの相対強度が高くなっていくことがわかる。さらに、圧下率 95 %まで圧延後の試料表面では{002}ピークの相対強度が最も高くなっている。{001}圧延集合組織は、BCC 金属材料に対して一般的に報告されている圧延の最終安定方位のひとつ[70]であり、圧下率 80 %、90 %の試料に見られた高い{112}ピークは圧延による結晶回転を考えると理解しやすい結果であると言える。図 5.4(c)に示した圧下率 95 %の冷間圧延の XRD プロファイルより、多結晶の SUS430 鋼において十分な圧延集合組織の形成が可能であることが示された。

図 5.5(a)および(b)は、それぞれ冷間圧延前および冷間圧延後に 473K で 720 ks(100h)保持した試験片の IPF マップと逆極点図である。結晶粒の表面方位は、図 5.5(a)に示されたステレオ基本三角形に示された色の方位に対応しており、例えば、赤色の結晶粒は表面方位が{001}の結晶粒、青色の結晶粒は表面が{111}の結晶粒であることを意味している。図 5.5(a)の圧延前の試験片は、第 3 章および第 4 章で用いた試験片と同じものである。圧延前の試験片表面の法線方向 (ND) は、第 3 章でも述べたようにほぼランダムに分布しているように思われる。平均結晶粒径は 38 μm であるが、100 μm 以上にまで成長した結晶粒も見られた。

圧下率 95 %の冷間圧延後、473K の低温で保持した試験片において、EBSD 測定が可能なまでに転位密度が低下していることがわかる。なお、圧延方向は図の水平方向である。図 5.5(b)から、表面は場所によって大きく異なる 2 つの方位分布をもつことがわかる。すなわち、領域(i)のように赤色で示される{001}が強く表面に現れている領域と、領域(ii)のようにピンク色の{112}近傍の方位が表面に現れている領域である。これらの集合組織が、冷間圧延集合組織を起源にもつことは図 5.4 において確認された。したがって、473 K で熱処理した後の試験片に観察された{001}および{112}集合

組織は、冷間圧延によって形成されたものと考えることができる。

さらに、図 5.5(b)において、表面法線方向に $\{001\}$ および $\{112\}$ をもつ加工組織の境界付近には、 $\{111\}$ に配向した微細な領域が形成されていることがわかる。これらの $\{111\}$ に配向した結晶粒は圧延前の元の組織の圧延方向（図の水平方向）に揃った粒界に沿って形成されていることがわかる。熱処理温度の 473 K は SUS430 鋼の再結晶温度に比べかなり低い温度ではあるが、これらの $\{111\}$ に配向した領域は、再結晶粒である可能性は高い。

次節以降では、これらの表面の配向の異なる 2 つの領域について、それぞれ再結晶熱処理に伴う微細組織変化を評価することとする。

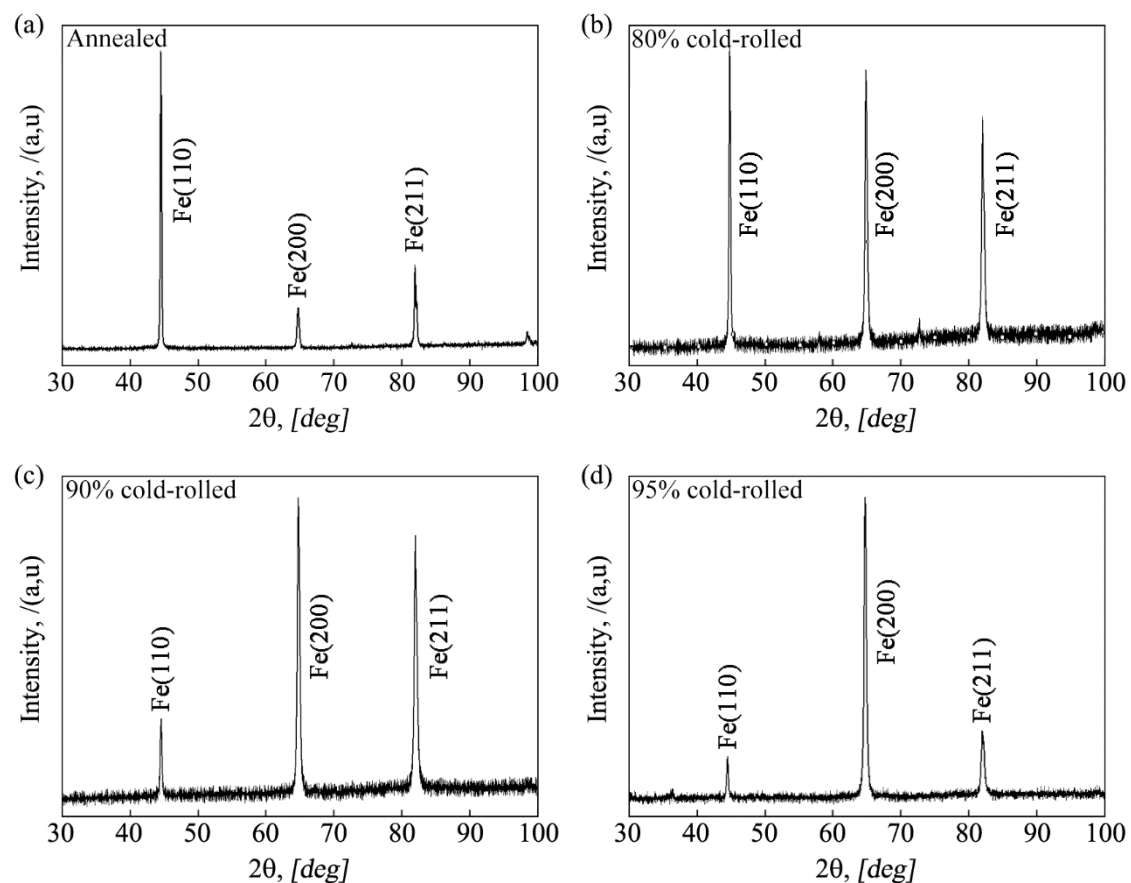
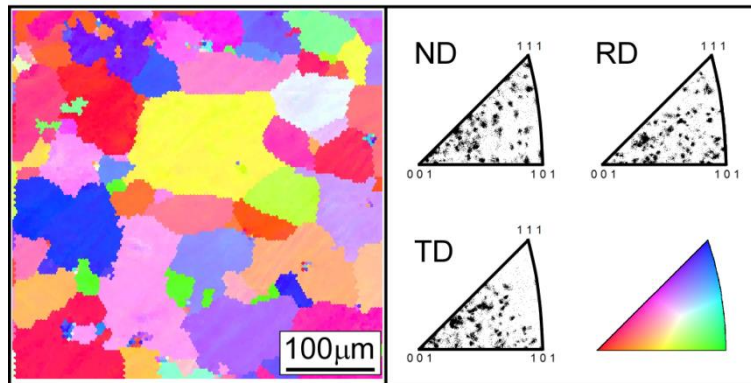


Fig. 5.4 XRD profile of specimen before cold-rolling and cold rolled up to 80 %, 90%, 95%

(a) Initial microstructure (Solution treatment)



(b) Cold rolling: 95 % in reduction ratio
Annealing: $T = 473$ K, $t = 720$ ks (200 h)

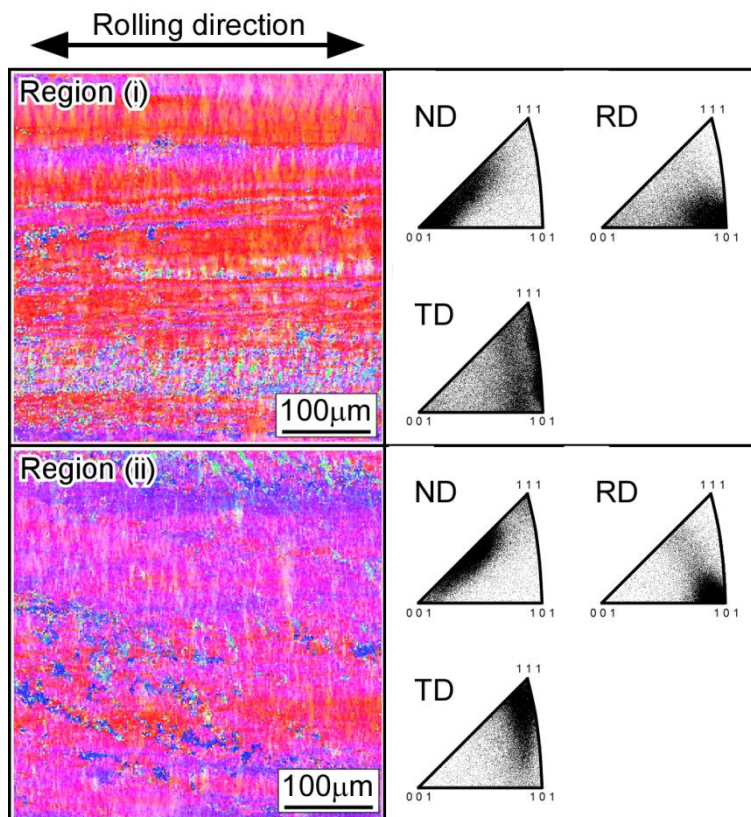


Fig. 5.5 IPF maps and IPFs for (a) initial specimen before cold-rolling and (b) specimen subjected to cold rolling and subsequent annealing at 473 K for 720 ks.

5.3.2 再結晶熱処理に伴う集合組織の発達

図 5.6 および図 5.8 は、それぞれ SUS430 鋼試験片を 95 % まで冷間圧延した後、1073 K で 120 s から 54 ks まで再結晶熱処理することにより得られた試験片の異なる 2 つの

領域に対する IPF マップの変化を示している。結晶粒に付けられた色は、図の右側に示されたステレオ基本三角形に付けられた色の方位に対応している。冷間圧延の方向（RD 方向）は図の上下方向である。また、図 5.7 および図 5.9 は、それぞれ図 5.6 および図 5.8 の IPF マップに対応した逆極点図である。

図 5.6 および図 5.8 からわかるように、SUS430 鋼試験片は、熱処理時間が 120 s と極めて短い時間でも、加工組織は残存しておらず完全に再結晶が完了していることがわかる。前節で述べたように、冷間圧延により $\{001\}$ および $\{112\}$ の 2 つの圧延集合組織が発達したことから、それらの表面方位を反映して 2 種類の再結晶集合組織の発達過程が観察された。図 5.6 および図 5.7 に示されるように、圧延集合組織において $\{001\}$ 面への配向が強かった領域では、 $\{111\}$ 結晶粒が優先成長し、 $\{111\}$ 再結晶集合組織が形成される様子が観察された。この $\{111\}$ 再結晶粒は、図 5.4(b) の圧延後に 473 K で保持された試験片において観察された $\{111\}$ 結晶粒が発達したものである可能性が高い。Kobayashi らによれば、BCC 金属であるモリブデンの単結晶からの単軸圧縮変形とその後の焼なましによる再結晶過程において、 $\{001\}$ 加工集合組織から $\{111\}$ 再結晶集合組織が発達する[62]。本研究の SUS430 鋼もこれと同様の傾向を示した。古くから、再結晶過程において「優先核生成説」と「優先成長説」が議論されてきたが、本研究の結果は、再結晶粒の核形成に優先方位があることを示唆するものと考えられる。

一方、図 5.8 および図 5.9 に示されるように、 $\{112\}$ 圧延集合組織が発達した領域では、大きな表面方位の変化は見られず、 $\{112\}$ 近傍の方位をもつ再結晶粒が集合組織を形成した。図 5.6 および 5.8 の再結晶初期 ($t = 120 \text{ s} - 600 \text{ s}$) において、表面が $\{111\}$ 近傍の再結晶粒が等軸な形状をもつものに対し、 $\{112\}$ 再結晶粒は圧延方向（図 5.8 の上下方向）に伸びた形状をもっていることがわかる。さらに、再結晶粒が核生成して成長したと考えられる $\{111\}$ 結晶粒に比べ、 $\{112\}$ 再結晶粒は数倍程度大きく成長している。これらの結果は、 $\{112\}$ 再結晶粒が、 $\{112\}$ 圧延集合組織から、転位の再配列によるその場再結晶のメカニズムにより発達したものであることを意味しているように思われる。

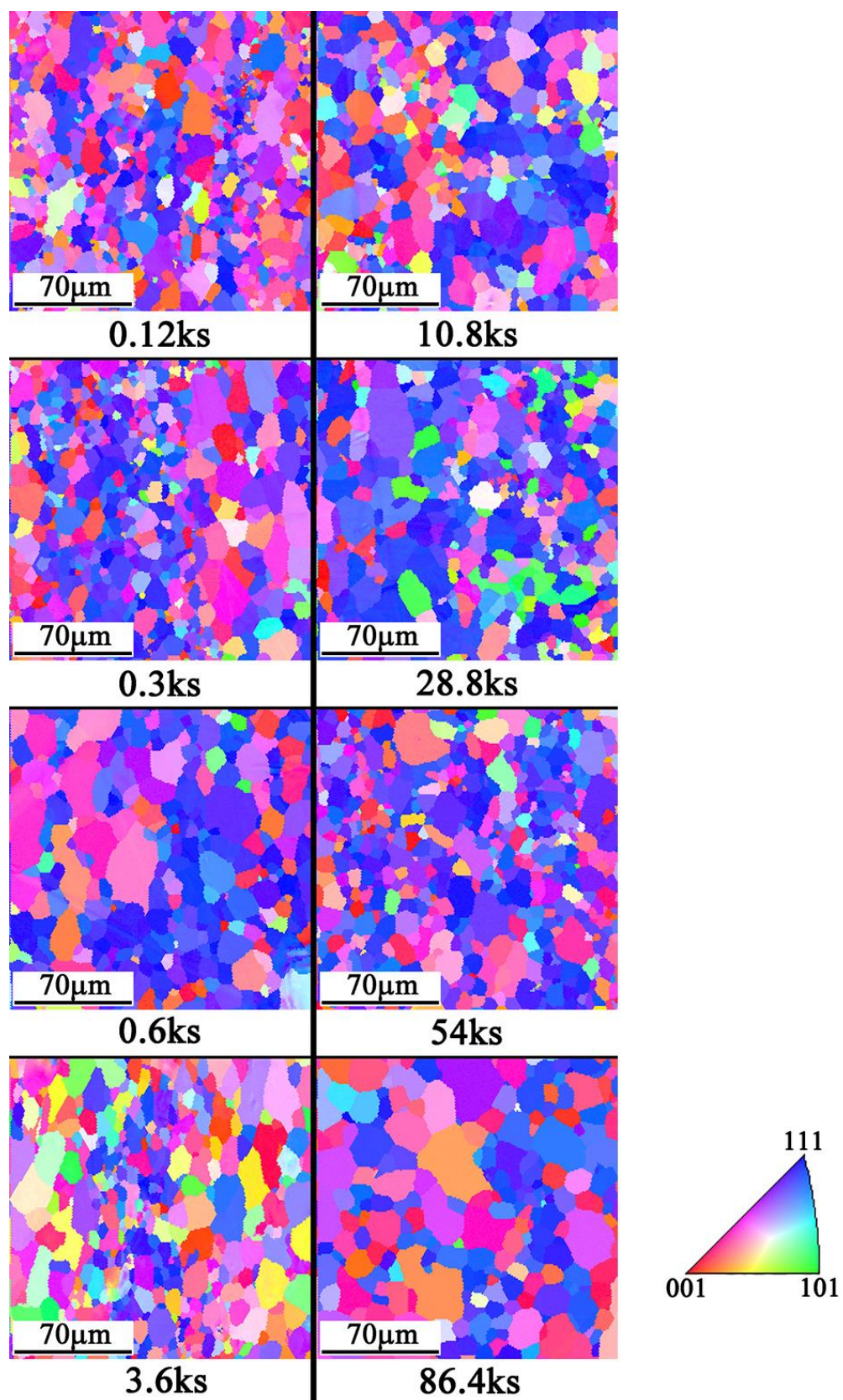


Fig. 5.6 IPF maps of SUS430 specimens subjected to cold rolling to 95 % and subsequent annealing at 1073 K for different times. In these regions, the {111} recrystallization texture developed during annealing.

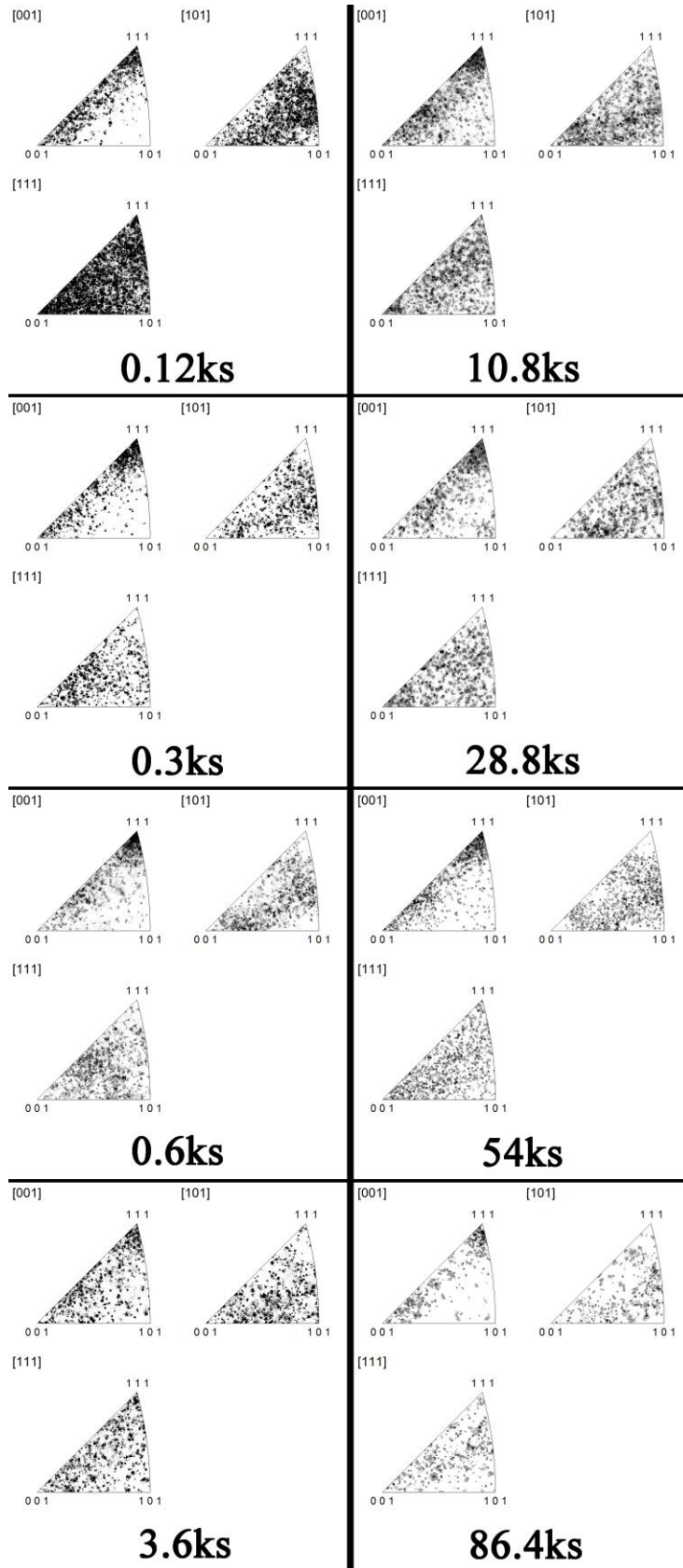


Fig. 5.7 IPFs of SUS430 specimens subjected to cold rolling to 95 % and subsequent annealing at 1073 K for different times. These IPFs correspond to IPF maps shown in Fig. 5.6.

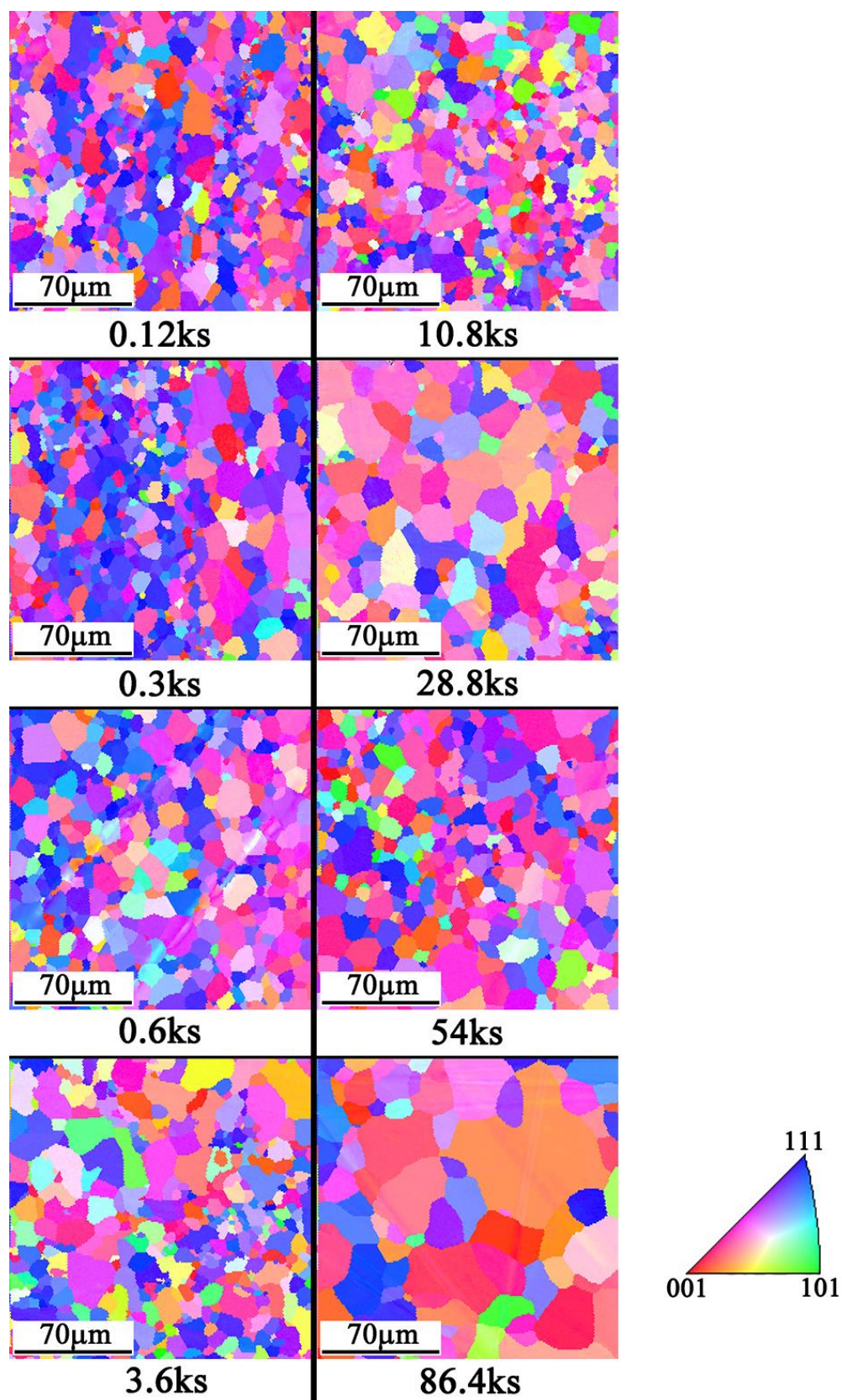


Fig. 5.8 IPF maps of SUS430 specimens subjected to cold rolling to 95 % and subsequent annealing at 1073 K for different times. In these regions, the {112} recrystallization texture developed during annealing.

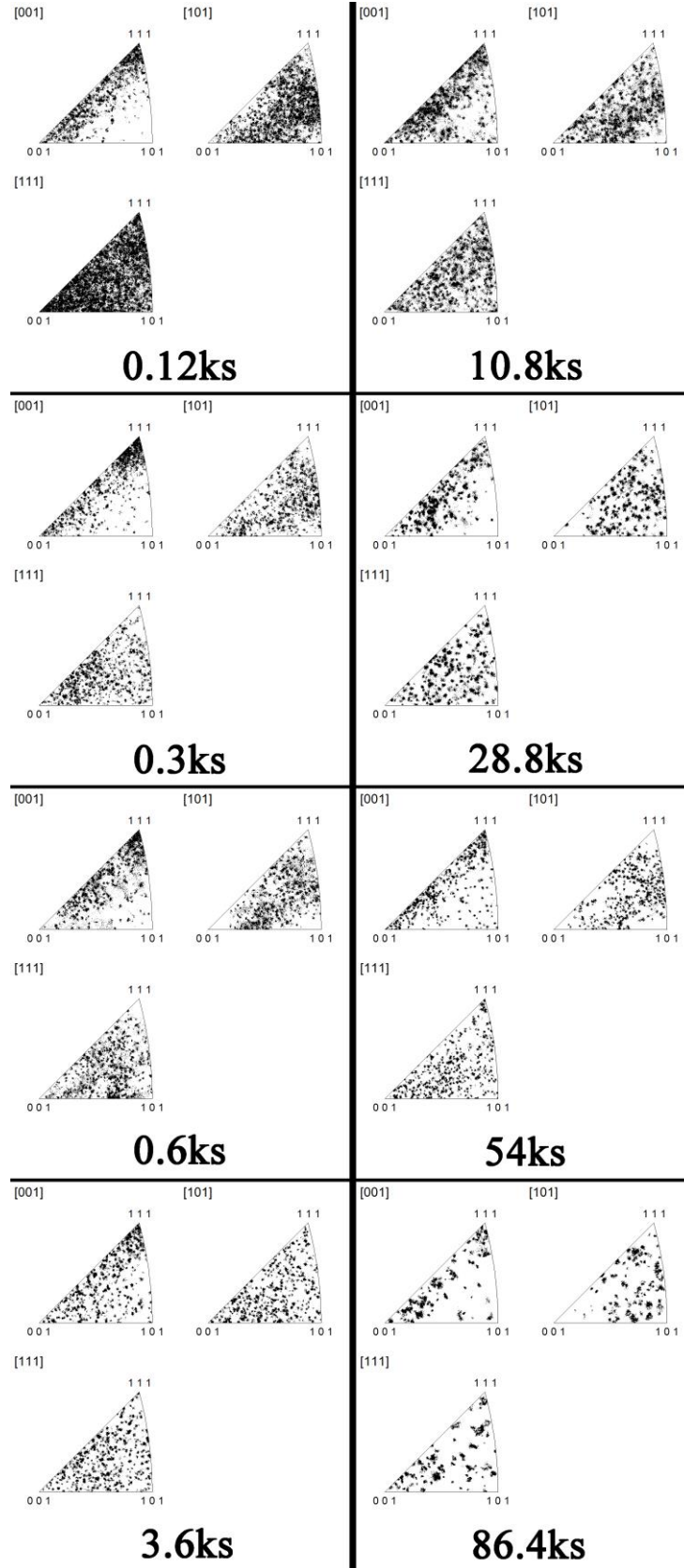


Fig. 5.9 IPFs of SUS430 specimens subjected to cold rolling to 95 % and subsequent annealing at 1073 K for different times. These IPFs correspond to IPF maps shown in Fig. 5.8.

次に、SUS430 鋼の再結晶挙動を明らかにするために、再結晶熱処理に伴う結晶粒径分布の変化を調べた結果を図 5.10 に示す。熱処理時間の異なるすべての試験片において、結晶粒径分布は 1 つのピークをもつ正規分布に近い分布をもっていた。したがって、再結晶集合組織が形成されたものの特定の表面方位をもつ結晶粒 ($\{111\}$ および $\{112\}$) が優先成長するような異常粒成長挙動は見られなかった。しかしながら、図 5.6 および図 5.8 に示されたように、 $\{112\}$ 再結晶粒は $\{111\}$ 再結晶粒に比べ大きい平均結晶粒径をもつことから、今後、再結晶粒の結晶粒径分布を結晶粒の表面方位ごとに分けて詳細に分析することが、本試験片の再結晶挙動および再結晶集合組織の制御プロセスを明らかにするために重要であると考ええる。

図 5.11 は、図 5.10 で評価した各試験片の平均粒径と再結晶熱処理時間との関係を調べた結果である。図の横軸は対数で示している。図 5.11 からわかるように、再結晶熱処理時間が 600 s 付近までに、結晶粒内に蓄えられたひずみの除去を駆動力とする一次再結晶が完了した。その後、試験片の粒界エネルギーを低下させることを駆動力とした二次再結晶に遷移する ($t = 600 \text{ s} - 54 \text{ ks}$) が、この間の平均結晶粒径は小さな増減を繰り返し、大きく変化しなかった。上述のように、本試験片では、比較的微細な結晶粒から成る $\{111\}$ 集合組織と、大きい結晶粒から成る $\{112\}$ 集合組織が形成され、これらが OIM 解析領域に含まれることから、どちらの割合が解析領域に多く含まれるかも平均粒径に大きく影響を及ぼした可能性がある。

さらに、再結晶熱処理時間が $t = 86.4 \text{ ks}$ の試験片では、 $t = 54 \text{ ks}$ であった試験片に比べ、2 倍以上にまで平均結晶粒径が粗大化した。図 5.6 および図 5.8 をみると長時間 ($t = 86.4 \text{ ks}$) の熱処理を行った試験片では $50 \mu\text{m}$ 以上にまで成長した結晶粒も存在していることがわかる。本研究の SUS430 試験片は、板厚が約 1 mm であることから考えると、板厚方向に存在する結晶粒の数は 20 個程度となることから、隣接する結晶粒界の表面エネルギーの差を駆動力として働いた可能性がある。今後、熱処理時間 $t = 54 \text{ s} - 86.4 \text{ ks}$ の間の結晶粒組織の観察が必要である。

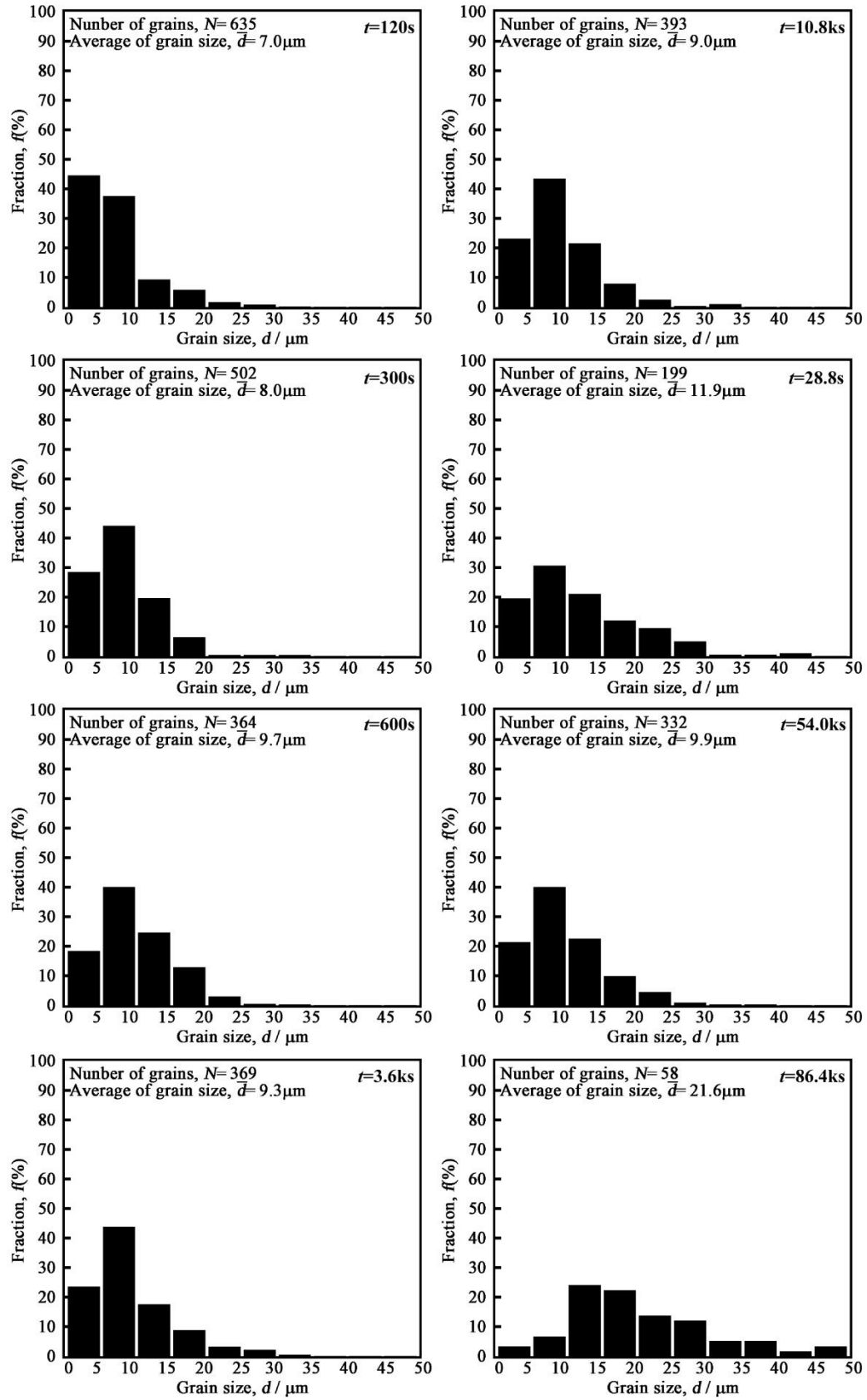


Fig. 5.10 Grain size distribution of SUS430 specimens subjected to cold rolling to 95 % and subsequent annealing at 1073 K for different times.

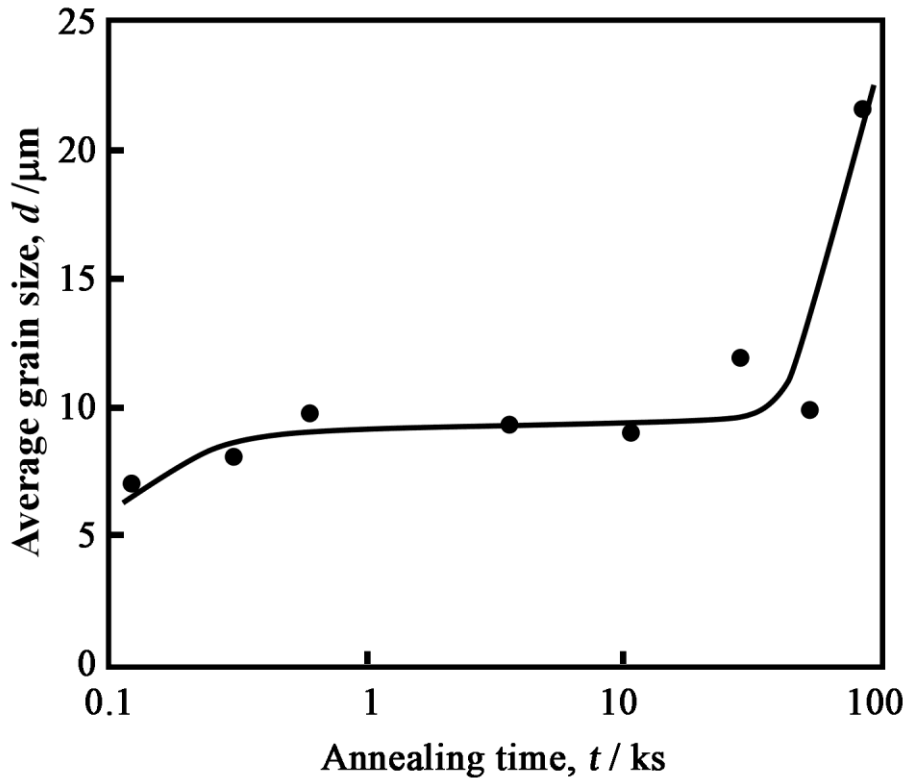


Fig. 5.11 Relationship between average grain size and annealing time in SUS430 specimens annealed at 1073 K.

5.3.3 再結晶熱処理に伴う粒界微細組織の発達

図 5.12 および図 5.13 は、それぞれ図 5.6 および図 5.8 に対応した再結晶熱処理に伴う粒界マップの変化を示したものである。粒界に付けられた色は、粒界の種類を示しており、図の右側に示したカラーバーに示された色に対応している。

図 5.6 および図 5.8 で{111}および{112}再結晶集合組織が発達した領域において、赤色の線で示された低角粒界の存在頻度が高くなっていることがわかる。また、{111}集合組織が強く発達した領域（図 5.6 および図 5.12）では、緑色の線で示された $\Sigma 3$ 対応粒界の存在頻度が高くなっている。{111}集合組織が発達した領域では、隣接する 2 つの結晶粒の共通回転軸が試験片表面の法線方向に対して $\langle 111 \rangle$ に揃うことから粒界は $\langle 111 \rangle$ 傾角粒界となる。したがって、2.3 節で述べたように $\langle 111 \rangle$ 回転軸に対して 60° の相対方位関係をもつときに出現が期待される $\Sigma 3$ 対応粒界の頻度が、ランダムな結晶粒方位分布をもつ場合に比べ高くなったものと考えられる。一方、{112}集合組織内では、低角粒界の存在頻度は高くなったが、特定の Σ 値をもつ対応粒界の存在頻度

が高くなる傾向は認められなかった。低角粒界 ($\Sigma 1$) および $\Sigma 3$ 対応粒界以外にも低 Σ 値をもつ対応粒界の出現が期待されたが、本研究の試験片では認められなかった。BCC 金属における Σ 対応粒界の出現ルールによれば、 $\Sigma^{-1/3}$ に比例して低 Σ 値の対応粒界ほど高頻度に出現する[60]。

図 5.14 は、SUS430 鋼試験片における粒界性格分布 (GBCD) の再結晶熱処理に伴う変化の様子を示したものである。いずれの試験片においても低角粒界および $\Sigma 3$ - $\Sigma 29$ 対応粒界の存在頻度は、それぞれ 10 % - 20 % の範囲であり、熱処理時間による系統的な変化は認められなかった。GBCD の変化の様子をより詳しく調べるために低角粒界、 $\Sigma 3$ - $\Sigma 29$ 対応粒界およびランダム粒界の存在頻度と熱処理時間の関係を調べた結果を図 5.15 に示す。低角粒界の存在頻度は、熱処理時間が 120 s から 600 s の範囲においては熱処理時間と共に約 13 % から 21 % まで増加したが、その後 3.6ks のときに約 10 % にまで低下し、その後再び増加する傾向を示した。図 5.11 の結晶粒成長挙動と合わせて考えると、熱処理時間が 120 s から 600 s の範囲は、一次再結晶の機構により結晶粒成長が生じていたことから、 $\{112\}$ 再結晶粒がその場再結晶により発生する過程を考えると、低角粒界の存在頻度が熱処理時間と共に増加することは理解できる。一方、 $\{111\}$ 再結晶粒の核生成から集合組織として結晶粒発達する過程で、 $\{112\}$ 結晶粒内に成長すると仮定すると、再結晶の初期の段階では形成エネルギーの低い低角粒界が形成されるが、結晶粒成長に伴い転位の吸収により低角粒界が高角度化することにより、熱処理時間が 3.6ks 前後において低角粒界の存在頻度は低下したものと考えられる。さらに熱処理時間が増加し、 $\{111\}$ 再結晶集合組織の配向度が高くなると、再び低角粒界の存在頻度が増加し、 $\Sigma 3$ のような対応粒界の存在頻度も増加したものと考えることができる。

第 3 章で示した冷間圧延前の溶体化処理材のように、結晶粒方位がほぼランダムに分布した材料では、低角粒界および低 Σ 対応粒界の合計の存在頻度は十数%程度となる。Garbacz と Grabski [71] および Zuo ら[54]によって理論的に計算された値でも 13.6 % 程度である。これらの値と比較すると、本研究の加工熱処理後の SUS430 鋼試験片の低角粒界および対応粒界の合計の存在頻度は約 30 % であり、再結晶集合組織の形成により耐食性と疲労破壊に対する抵抗の高い種類の粒界を 2 倍以上にまで増加させることができた。今後、再結晶集合組織の配向度を高めるなど、低角粒界および対応粒界の存在頻度を増加させるための材料プロセスの更なる検討が必要と考

える。また、積層欠陥エネルギーの低い FCC 金属材料に対して報告されているような 80 %を超えるような高頻度の対応粒界の導入は困難であることから、より精密な粒界制御が必要であると考ええる。

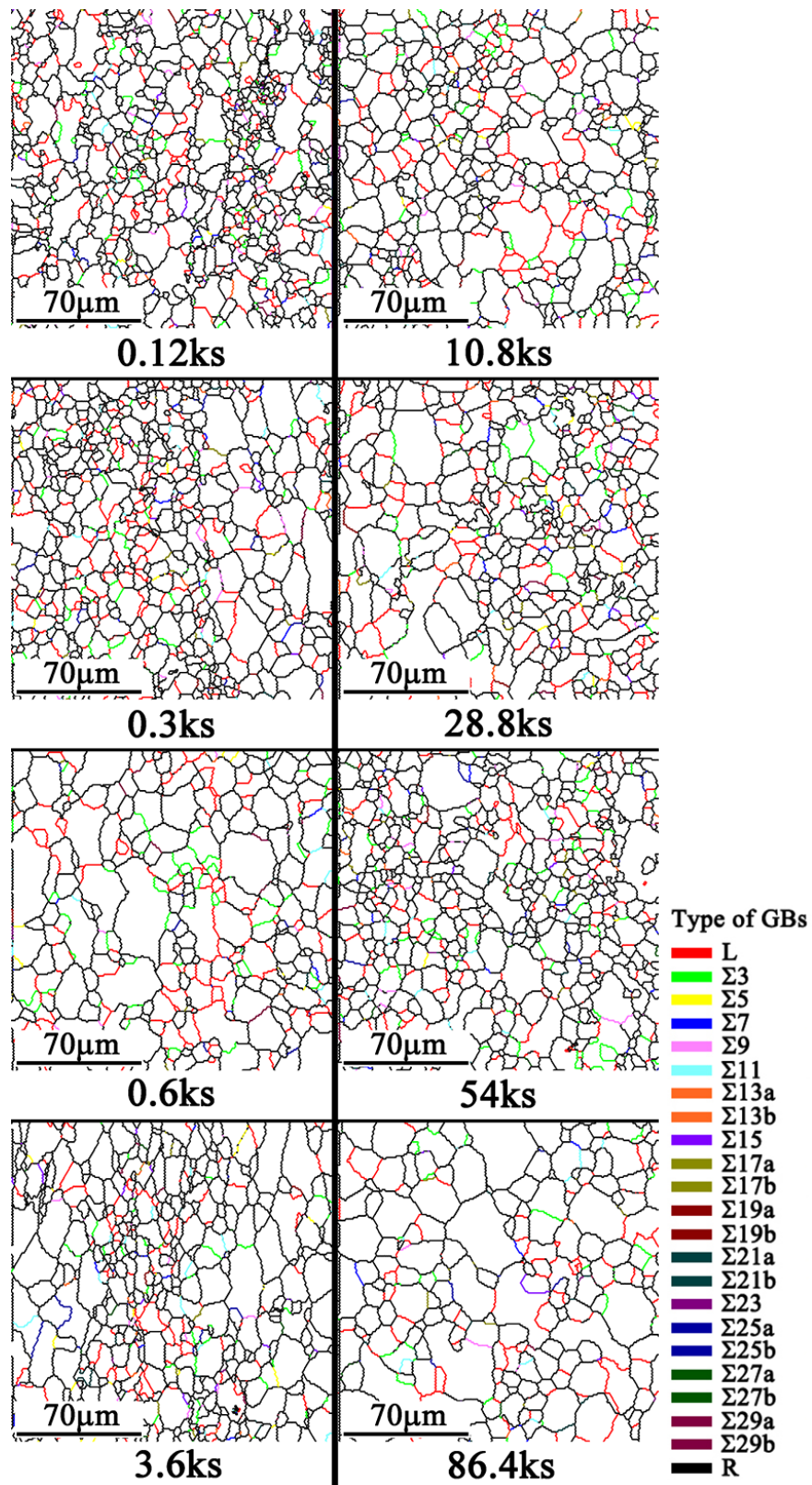


Fig. 5.12 GB maps of SUS430 specimens subjected to cold rolling to 95 % and subsequent annealing at 1073 K for different times. These GB maps correspond to IPF maps shown in Fig. 5.6.

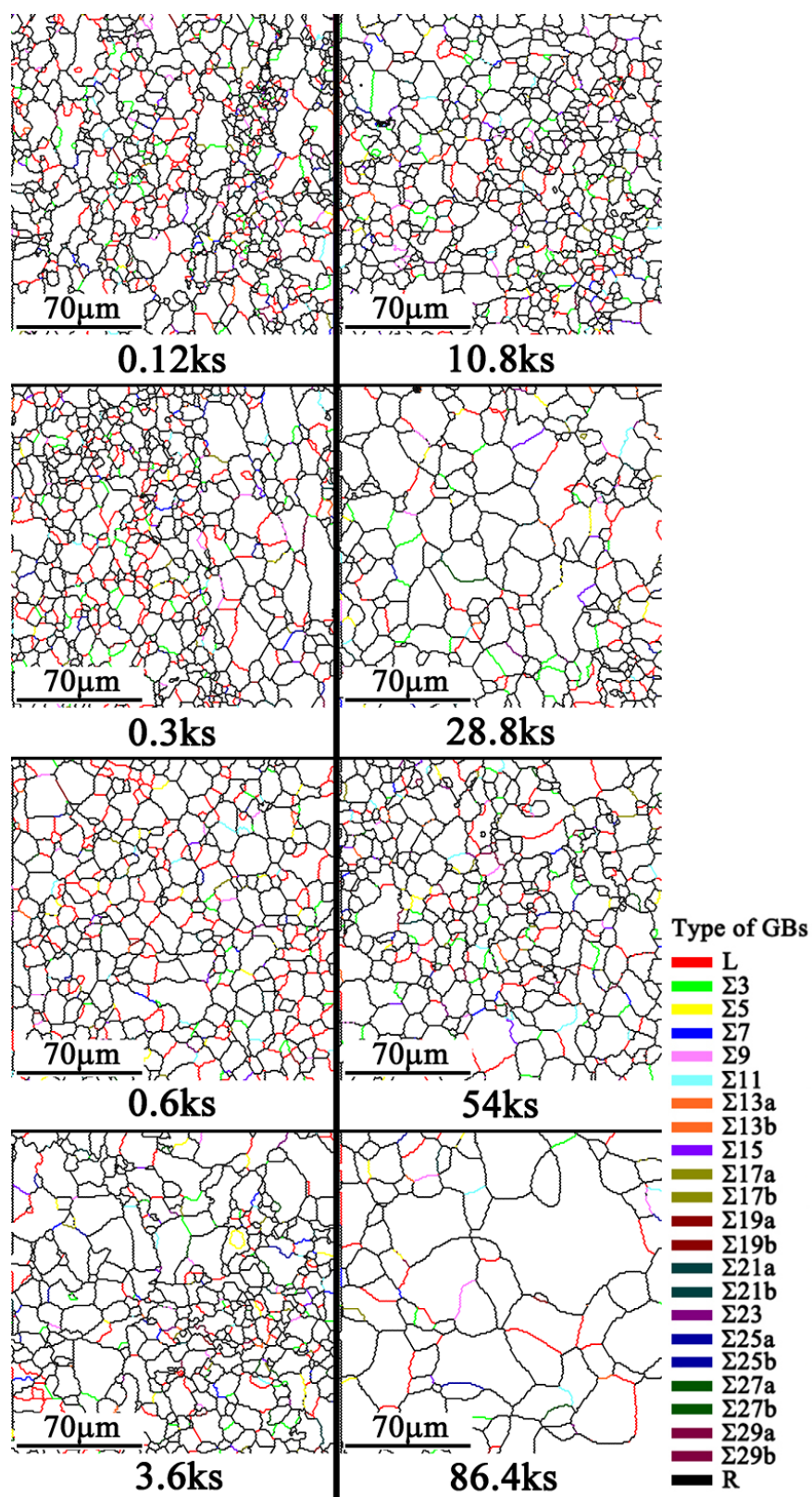


Fig. 5.13 GB maps of SUS430 specimens subjected to cold rolling to 95 % and subsequent annealing at 1073 K for different times. These GB maps correspond to IPF maps shown in Fig. 5.8.

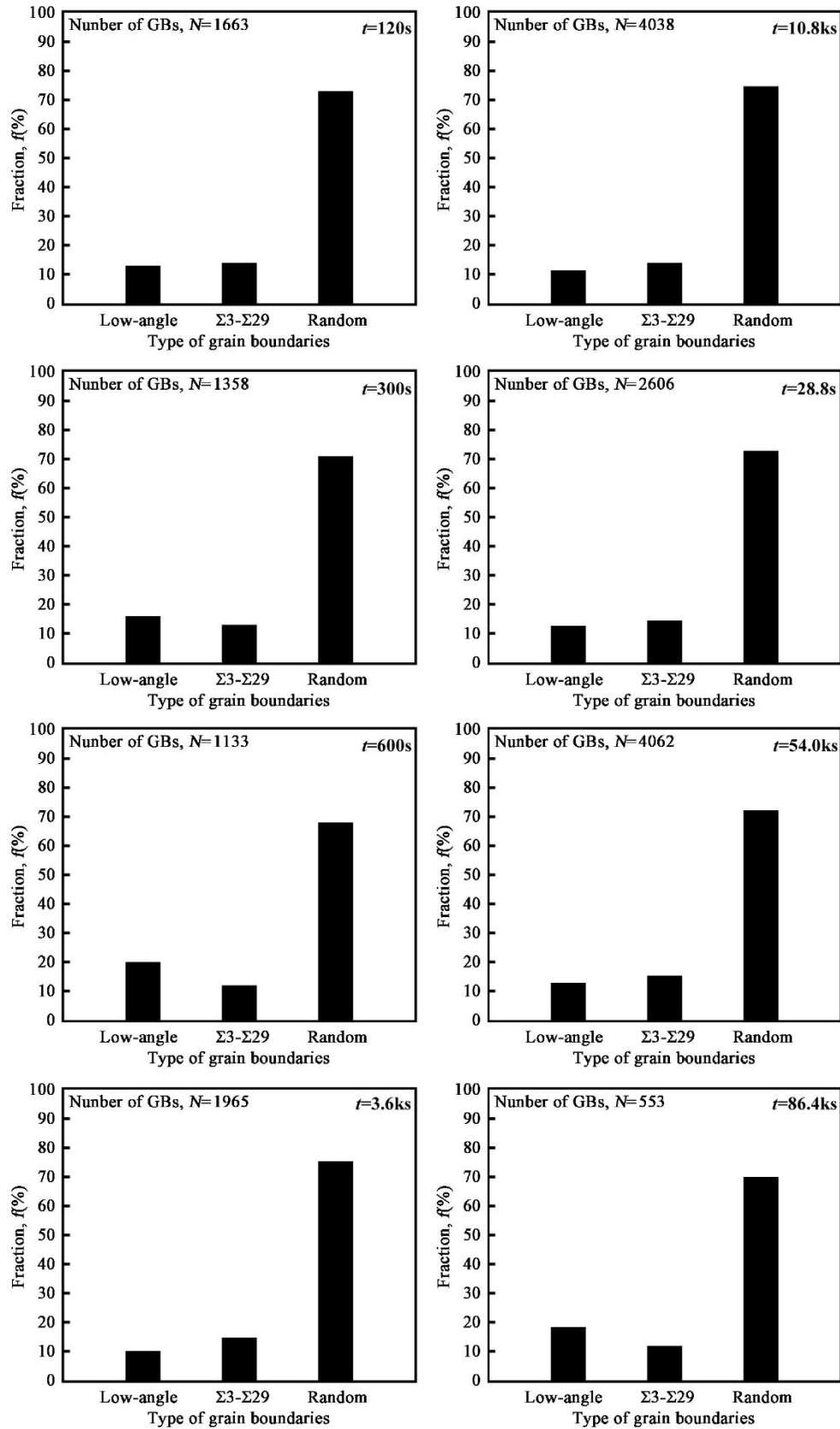


Fig. 5.14 GBCDs of SUS430 specimens subjected to cold rolling to 95 % and subsequent annealing at 1073 K for different times. These results correspond to the results shown in Fig. 5.12 and Fig. 5.13.

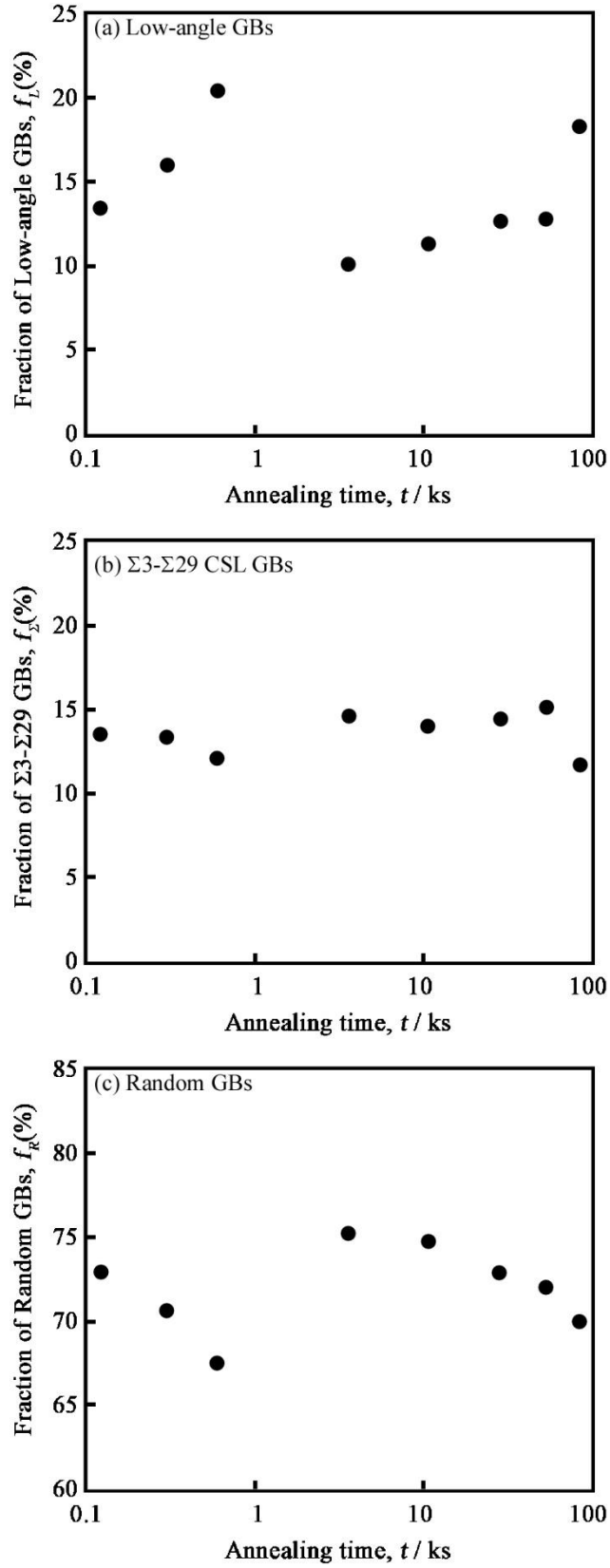


Fig. 5.15 Relationship between fraction of grain boundaries and annealing time in SUS430 stainless steel specimens: (a) low-angle boundaries, (b) $\Sigma 3$ - $\Sigma 29$ CSL boundaries and (c) random boundaries.

5.3.4 ランダム粒界の空間幾何学的分布のフラクタル解析

SUS430 鋼の粒界微細組織の精密制御のため、粒界疲労破壊および粒界腐食の経路となるランダム粒界の空間幾何学的分布を評価する。本節では、フラクタルに基づいてランダム粒界の空間幾何学的分布を定量化可能であるかどうかを検討する。

図 5.16 は、異なる条件で作製した SUS430 鋼試験片の粒界マップから RBSD を抽出した結果である。ここでは、図 5.11 において二次再結晶挙動が観察された熱処理時間が 3.6 ks から 54 ks までの 4 種類の試験片について調べた。この領域では大きな結晶粒成長が生じず平均結晶粒径の差が小さいこと、ランダム粒界の存在頻度に大きな差がないことから、耐食性などバルク特性に対する RBSD の影響のみを明確に評価できることを期待した。

図 5.16 において、低角粒界および対応粒界が局所的に高頻度に分布している領域では、ランダム粒界が相互に連結することにより作られるネットワークが分断されていることがわかる。したがって、局所集合組織の形成による高頻度の低角粒界および対応粒界の分布は、粒界破壊および粒界腐食の抑制に有効であることが期待される。

図 5.17 は、図 5.16 に示した RBSD に対して、ボックスカウント法によるフラクタル解析による評価を行った結果である。フラクタル解析を行った異なる粒界微細組織を有するすべての試験片の RBSD について、RBSD を覆うボックスサイズと RBSD を含むボックスの数の両対数の関係が直線関係にあることがわかる。したがって、(2-7) 式のフラクタルの定義により、RBSD はフラクタル図形であることがわかった。さらに、これらの RBSD のフラクタル次元は 1.25 から 1.31 の範囲に分布した。次節では、RBSD のフラクタル次元の制御方法の基本指針を得るために、他の粒界微細組織との相互関係を調べ、RBSD の支配因子を検討する。

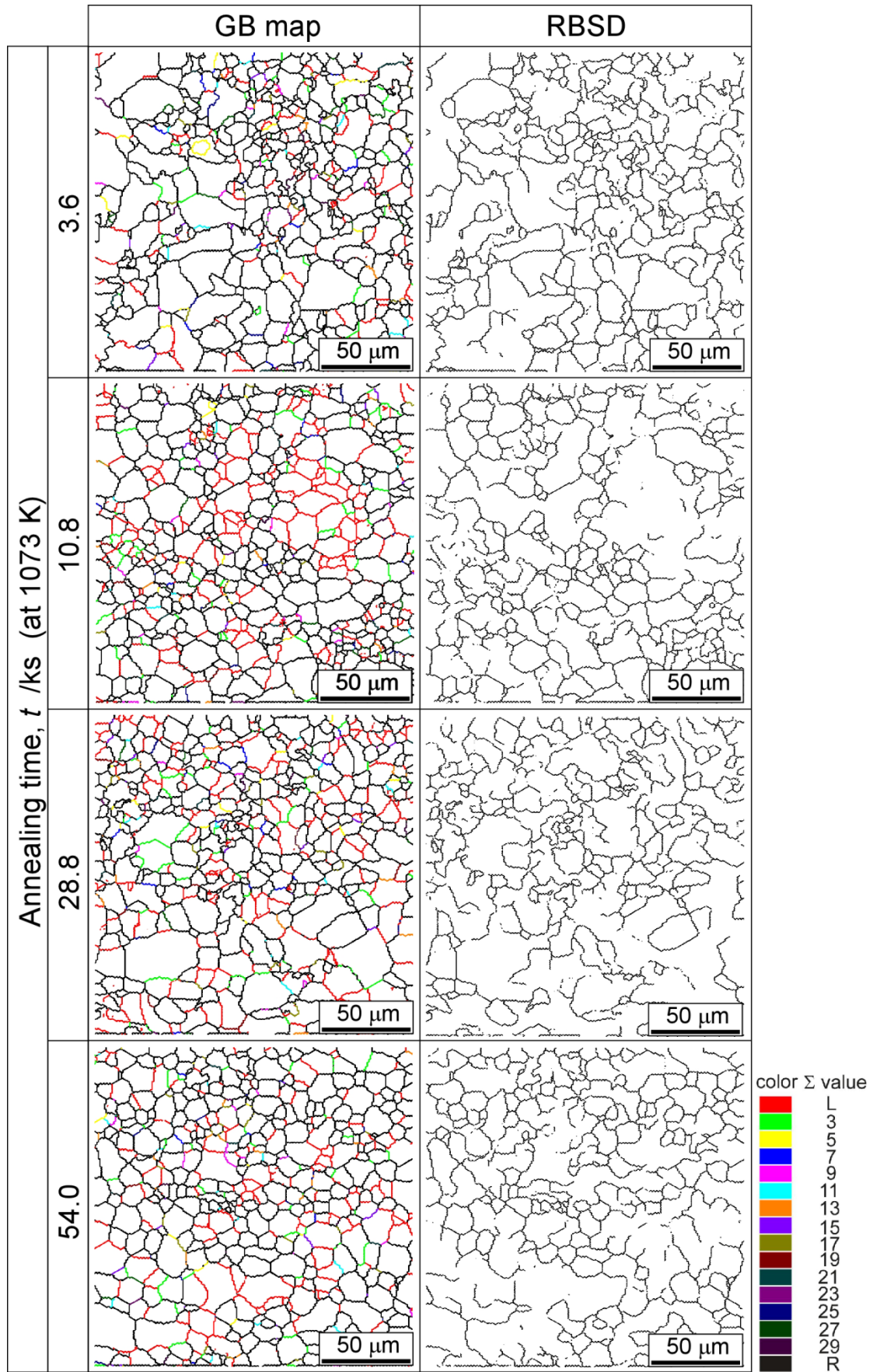


Fig. 5.16 Sampling of RBSDs from grain boundary maps of SUS430 specimens.

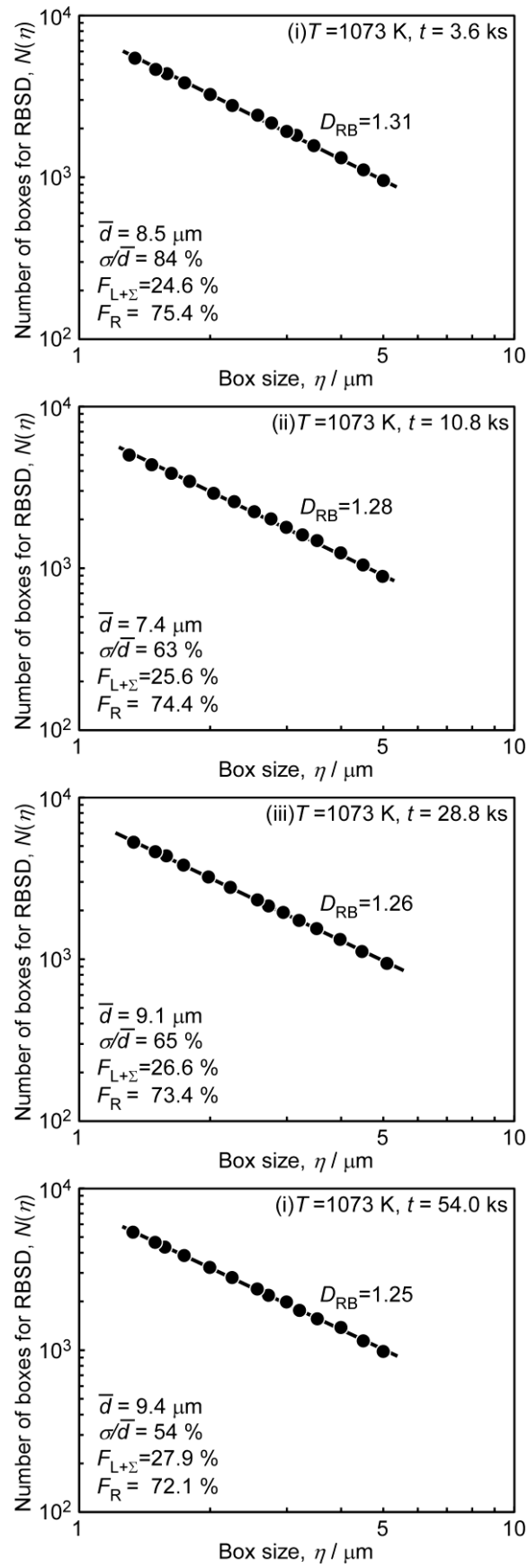


Fig. 5.17 Relationship between the number of boxes $N(\eta)$ for complete coverage of the RBSD and the box size η for the different types of SUS430 specimens.

5.3.5 ランダム粒界の空間幾何学的分布のフラクタル次元の制御因子

本節では、RBSDのフラクタル次元制御のための基本指針を得ることを目的として、RBSDのフラクタル次元と他の微細組織因子との相互関係を明らかにする。

図 5.18 は、RBSD のフラクタル次元とランダム粒界の存在頻度（または低角粒界と対応粒界の合計の存在頻度）との関係を示している。5.3.4 節で示した 4 種類の試験片のランダム粒界の存在頻度は数%の範囲のわずかな増加であったが、RBSD のフラクタル次元は 1.25 から 1.31 まで増加した。この結果は、RBSD のフラクタル次元はランダム粒界の存在頻度のみによって単純に決まる値ではないものと考えられる。

図 5.19 は、RBSD のフラクタル次元とランダム粒界の単位面積あたりに存在する長さ、すなわちランダム粒界密度との関係である。ランダム粒界密度が低い試験片ほど RBSD のフラクタル次元を低下させることができることがわかる。本研究で評価したランダム粒界密度は、ランダム粒界の頻度と結晶粒径分布に依存する値であることから、RBSD は GBCD と結晶粒径分布の制御によって制御可能な粒界微細組織であることが示された。

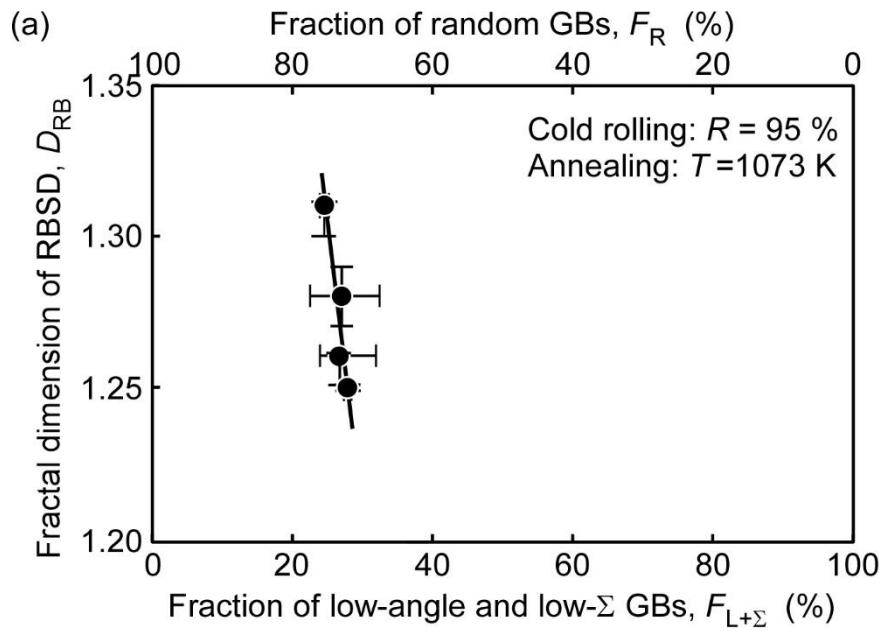


Fig. 5.18 Relationship between fractal dimension of RBSD and fraction of random boundaries or low- Σ CSL boundaries in SUS430 specimens.

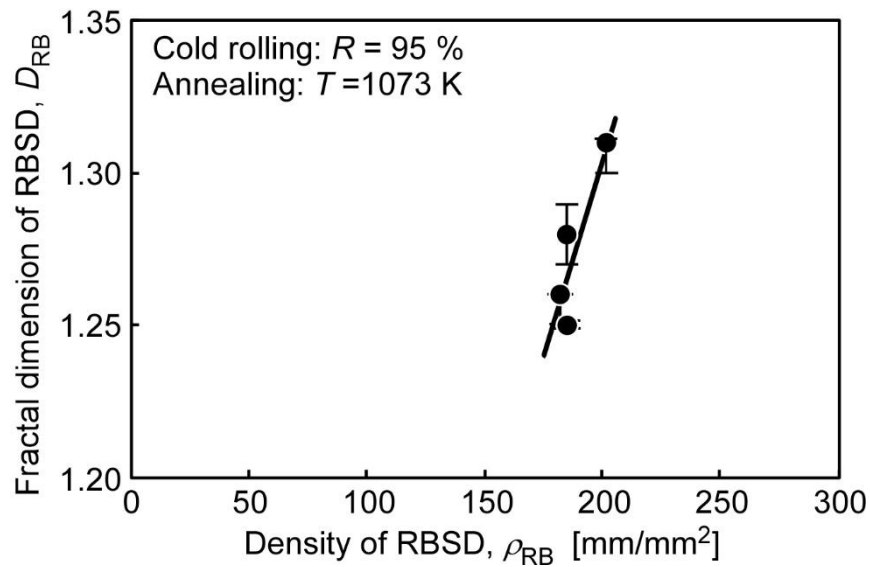


Fig. 5.19 Relationship between fractal dimension of RBSD and density of random boundaries in SUS430 specimens.

5.4 結言

SUS430 フェライト系ステンレス鋼の長寿命化のための粒界制御プロセスを再結晶集合組織の形成と関連付けて検討した。さらに、粒界微細組織の精密評価・制御方法を確立するために、複雑図形の評価に用いられるフラクタル解析を用い粒界空間幾何学的分布を試みた。得られた主な知見を以下に示す。

- (1) SUS430 鋼を 95 %まで冷間圧延することにより、 $\{001\}$ および $\{112\}$ 近傍の表面方位をもつ圧延集合組織が形成され、その後の再結晶熱処理により $\{111\}$ および $\{112\}$ 再結晶集合組織が発達した。
- (2) $\{111\}$ および $\{112\}$ 再結晶集合組織において、高頻度の低角粒界が形成されることが示された。また、 $\{111\}$ 集合組織においては $\Sigma 3$ 対応粒界も高頻度に形成された。 $\langle 111 \rangle$ および $\langle 112 \rangle$ 回転軸に対して出現が予測される $\Sigma 3$ 以外の Σ 値をもつ対応粒界の高頻度の出現は認められなかった。
- (3) ランダム粒界の空間幾何学的配置はフラクタルであることが示され、そのフラクタル次元は約 1.2 から 1.3 の範囲であった。
- (4) ランダム粒界の粒界連結性のフラクタル次元は粒界性格分布と結晶粒径の分布に支配される粒界微細組織因子である可能性が示された。

第 6 章 結論

本研究では、フェライト系ステンレス鋼の疲労破壊制御と耐食性の向上に基づく長寿命化とそれに伴う実用範囲の拡大を目的とした。フェライト系ステンレス鋼の代表鋼種である SUS430 鋼を試料として選定し、その高サイクル疲労に伴うき裂の形成と進展に対する粒界の役割を、粒界性格、粒界の幾何学的配置および粒界連結性と関連付けて詳細に調べた。得られた知見に基づき、材料の長寿命化のための粒界微細組織設計の基本指針を探索した。さらに、SUS430 鋼の高圧下率の冷間圧延とその後の再結晶熱処理からなる一般的な加工熱処理法により粒界制御プロセスの基本指針を探った。高頻度の対応粒界の導入に対する再結晶集合組織の形成の有効性を調べた。粒界疲労破壊および粒界腐食の経路となることが示されたランダム粒界の空間幾何学的分布の評価・制御による粒界工学の精密化を図った。本研究で得られた主な新しい知見を以下に要約する。

1. SUS430 フェライト系ステンレス鋼における高サイクル疲労き裂の発生において、粒界は重要な役割を担うことが明らかにされた。特に、疲労き裂形成は粒界性格に敏感であり、一般的な高角粒界であるランダム粒界は、低角粒界および対応粒界に比べ、優先的な疲労き裂の形成場所となる。また、ランダム粒界は、応力軸方向および隣接する結晶粒内の固執すべり帯との幾何学的関係によらず、著しい疲労破壊の形成場所となることが明らかにされた。一方、低角粒界は疲労き裂形成の発生場所とはならないことを示した。これらの傾向は、これまでに報告されてきた面心立方金属材料の疲労き裂形成における粒界性格依存性に比べ顕著であった。
2. SUS430 フェライト系ステンレス鋼における高サイクル疲労き裂の進展に対しても、粒界は大きな役割を担っていることが明らかにされた。ランダム粒界は、疲労き裂進展の経路となるのに対して、低角粒界および対応粒界に沿ったき裂の進展は生じないことを示した。ランダム粒界に沿って進展する疲労き裂が、進展方向に対応粒界を含む粒界三重点に到達するとき裂進展は停止し、その手前の粒界三重点においてき裂の分枝が生じる疲労き裂進展の新しい機構が明らかにされた。さらに、局所

的に疲労き裂進展速度は、き裂進展方向との粒界の幾何学的配置の影響を受け、き裂が粒界を横切る場合は粒界性格に関係なく、き裂進展速度は低下することがその場観察により実証された。き裂がランダム粒界に沿って進展する場合、き裂進展速度は増加することが明らかにされた。

3. SUS430 鋼の冷間圧延とその後の再結晶熱処理による集合組織の形成は、高頻度の低角粒界および対応粒界の導入に対して有効であることが明らかにされた。さらに、ランダム粒界の空間幾何学的分布はフラクタルにより定量化可能であることが実験的に明らかにされた。この新しいランダム粒界の空間幾何学的分布は、ランダム粒界の頻度と結晶粒径分布を反映したランダム粒界の密度と強い相関がある粒界微細組織因子であることが明らかにされた。

以上の知見から、SUS430 鋼の疲労破壊と粒界腐食の抑制による長寿命化は、粒界の空間幾何学的分布の評価と制御により精密化された粒界工学を土台として可能であると結論付けられる。

謝 辞

本研究を遂行するにあたり、足利工業大学工学部創生工学科の齋藤栄教授には、指導教員・主査として懇切丁寧なご指導を賜りました。また、多くの貴重な御教示と御助言を賜りましたことに心より深く感謝申し上げます。

本研究をまとめるにあたり、副査として貴重な御教示、御助言を賜りました足利工業大学の莊司和男学長・教授、足利工業大学工学部創生工学科の安藤康高教授、ならびに小林重昭教授に深く感謝申し上げます。

足利工業大学工学部創生工学科の山城光雄教授には、大学院情報・生産工学専攻主任として、多くの貴重な御助言を賜りました。ここに深く感謝申し上げます。また、足利工業大学工学部創生工学科の中條祐一教授ならびに桜井康雄教授には、予備審査において多くの貴重な御助言をいただきましたこと感謝申し上げます。

また、小林重昭教授には、本研究の遂行にあたり、研究の進め方から結果のまとめ方まで、終始熱心な御討論と貴重な御助言をいただきました。ここに、心より深く感謝申し上げます。

足利工業大学工学部創生工学科の稲葉文夫准教授には材料の加工の御指導、御助言をいただきました。心より、御礼申し上げます

足利工業大学三田一也教務職員には、各種装置の使用法、実験道具の加工など貴重な技術的御指導をいただきました。心より、御礼申し上げます。

熊本大学大学院工学研究科の連川貞弘教授には、試験片の粒界微細組織評価において、装置の使用に関して多大なるご支援を頂きました。厚く御礼申し上げます。

足利工業大学大学院院生角田紘輔氏には結晶粒径と粒界数の測定ソフトの作製において多大なるご支援をいただきました。心より、御礼申し上げます。

また、本研究を行った3年間の研究生活において、大学生活を共にした足利工業大学工学部創生工学科小林研究室に所属する大学院生ならびに学部生諸氏には、多くの御援助と刺激を頂きました。ここに、改めて御礼申し上げます。

最後に、長きに亘る大学生活を支え、また常に著者の健康を気遣ってくださった両親に心より深く感謝いたします。

参考文献

- [1] T. Watanabe, Res Mechanica, 11 (1984), 47.
- [2] T. Watanabe, T. Hirano, T. Ochiai, H. Oikawa, Materials Science Forum, 157-162 (1994), 1103.
- [3] H. Kokawa, T. Watanabe and S. Karashima, Philosophical Magazine, A44 (1981), 1239.
- [4] G. Palumbo, E.M. Lehigh, P. Lin, JOM 50 (1998) 40
- [5] S. Yamaura, Y. Igarashi, S. Tsunekawa, T. Watanabe, Acta Materialia, 47(1999),1163.
- [6] S. Kobayashi, T. Yoshimura, S. Tsunekawa, T. Watanabe, J.Z. Cui, Materials Transactions, 44 (2003) 1469.
- [7] S. Kobayashi, S. Tsunekawa, T. Watanabe, G. Palumbo, Scripta Materialia, 62 (2010) 294.
- [8] Y. Gao, M. Kumar, R.K. Nalla, R.O. Ritchie, Metallurgical Materials Transactions, A36 (2005), 3325.
- [9] S. Kobayashi, M. Nakamura, S. Tsunekawa, T., Journal of Materials Science, 46 (2011) 4254.
- [10] C.A. Schuh, R.W. Minich and M. Kumar, Philosophical Magazine, 83 (2003) 711.
- [11] S. Tsunekawa, S. Nakamichi, T. Watanabe, Acta Materialia 54 (2006) 3617.
- [12] M. Michiuchi, H. Kokawa, Z.J. Wang, Y.S. Sato, K. Sakai, Acta Materialia 54(2006)5179.
- [13] S. Kobayashi, T. Maruyama, S. Tsunekawa, T. Watanabe, Acta Materialia 60 (2012) 6200.
- [14] S. Kobayashi, R. Kobayashi, T. Watanabe, Acta Materialia 102 (2016) 397.
- [15] L.L. Li, P. Zhang, Z.J. Zhang, Z.F. Zhan, Acta Materialia, 61 (2013) 425.
- [16] H. Mughrabi, R. Wang, K. Differt, U. Essmann, in “Fatigue Mechanisms: Advances in Quantitative Measurement of Physical Damage” edited by J. Lankford, D.L. Davidson, W.L. Morris, R.P. Wei (American Society for Testing and Materials, 1983) p.5.
- [17] W.H. Kim, C. Laird, Acta Metallurgica 26 (1978) 789.
- [18] A. Heinz, P. Neumann, Acta Metallurgica Materialia 38 (1990) 1933.
- [19] S. Kobayashi, T. Inomata, H. Kobayashi, S. Tsunekawa, T. Watanabe, Journal of Materials Science, 43(2008) 3792.

- [20] H. Mughrabi, C.H. Wüthrich, Philosophical Magazine, 33 (1976) 963.
- [21] T. Magnin, J.H. Driver, Materials Science and Engineering, 39 (1979) 175.
- [22] H. Mori, R. Ito, T. Miyazaki, T. Kozakai, Materials Science and Engineering, 50 (1981) 243.
- [23] S. Hashimoto, H. Ikehata, A. Kato, H. Kato and Y. Kaneko, Y., INTERFACE SCIENCE, 7 (1999) 159.
- [24] J.Y. Boos, C. Goux, C. R. Acad. Sci. Paris, 271(1970) 978.
- [25] H. Miura, M. Kato, T. Mori, Colloque de Physique, C1 (1990) 263.
- [26] M. Shimada, H. Kokawa, Z.J. Wang, Y.S. Sato, Acta Mater. 50 (2002) 2331-2341.
- [27] M. Michiuchi, H. Kokawa, Z.J. Wang, Y.S. Sato, K. Sakai, Acta Mater. 54 (2006) 5179.
- [28] E.A. West, G.S. Was, J. Nucl. Mater. 392 (2009) 264.
- [29] S. Saito, K. Kikuchi, D. Hamaguchi, M. Tezuka, M. Miyagi, H. Kokawa, S. Watanabe, J. Nucl. Mater. 431 (2012) 91.
- [30] L.C.Lim and T.Watanabe, Acta Metall. Mater. 38 (1990) 2507.
- [31] G. Palumbo, P.J.King, K.T.Aust, U.Erb, P.C. Lichtenberger, Scripta Metall. Mater. 25 (1991) 1775.
- [32] G.S. Rohrer, V. Randle, C-S Kim, Y. Hu, Acta Mater. 54 (2006) 4489.
- [33] G.S. Rohrer, H. M .Miller, Acta Mater. 58 (2010) 3805.
- [34] B.L. Adams, S.I. Wright and K. Kunze, Metall. Trans. 24A (1993) 819.
- [35] A.J. Schwartz, M. Kumar, B.L. Adams, D.P. Field, (Eds.), Electron Backscatter Diffraction in Materials Science, Second Edition, Springer (2009).
- [36] ステンレス協会編, ステンレス鋼便覧第3版, 第IV編 実用材料 3.フェライト系ステンレス鋼, 日刊工業新聞社, (1995), pp.519-553.
- [37] T.B. Massalski, H. Okamoto, P.R. Subramanian, L. Kacprzak (eds.), Binary Alloy Phase Diagrams, 2nd edition, ASM international (1990), p.1273.
- [38] G. Palumbo, K.T. Aust, Special properties of Σ grain boundaries, in: D. Wolf, S. Yip (Eds.), Materials Interfaces, Chap.5, Chapman & Hall; 1992, pp.190-211.
- [39] T. Watanabe, S. Tsurekawa, Acta Mater 47 (1999) 4171.
- [40] D.G. Brandon, Acta Metall. 14 (1966) 1479-1484.
- [41] H. Kokawa, T. Watanabe and S. Karashima, Scripta metall., 17 (1983), 1155.

- [42] M. Frary and C.A. Schuh, *Philosophical Magazine*, 85 (2005) 1123.
- [43] B. マンデルブロ著, 広中平祐監訳, フラクタル幾何学 上, ちくま学芸文庫, (2011) .
- [44] 高安秀樹、高安美佐子、フラクタルってなんだろう、ダイヤモンド社、(1988)、pp.63-92.
- [45] 松下貢、フラクタルの物理(I)基礎編、裳華房、(2002)、pp.28-61.
- [46] 丸山辰也、平成 24 年度足利工業大学大学院修士論文 (情報・生産工学専攻)
- [47] P. Neumann, and A. Tönnessen, 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.
- [48] Y. Kaneko, K. Kitagawa and S. Hashimoto, *Interface Science*, 7 (1999) 147.
- [49] Z.F. Zhang, and Z.G. Wang, *Materials Science and Engineering*, A284 (2000) 285.
- [50] Z.G. Wang, Z.F. Zhang, X.W. Li, W.P. Jia, S.X. Li, *Materials Science Engineering* A319-321 (2001) 63.
- [51] Z.F. Zhang, Z.G. Wang, *Acta Mater.* 51 (2003) 347.
- [52] Z.F. Zhang, and Z.G. Wang, *Progress in Materials Science*, Vol.53, No.7 (2008), 1025.
- [53] 潮田浩作, 後藤正治, 小松芳成, 星野明紀, 竹林重人, 鉄と鋼, Vol.94, No.8 (2008) 321.
- [54] L. Zuo, T. Watanabe, C. Esling, *Z. Metallkde* 85 (1994) 554.
- [55] S. Kobayashi, S. Tsurekawa, T. Watanabe, *Acta Materialia*, 53 (2005) 1051.
- [56] F. Inoko, K. Atagi, and G. Mima, *Transactions of the Japan Institute of Metals*, 23 (1982) 161.
- [57] H. Mughrabi, R. Wang, K. Differt and U. Essmann, 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), 5.
- [58] W. Liu, M. Bayerlein, H. Mughrabi, A. Day, P. N. Quested, *Acta Metallurgica Materialia*, 40 (1992) 1763.
- [59] T. Watanabe, K.I. Arai, K. Yoshimi and H. Oikawa, *Philosophical Magazine Letter*, 59 (1989) 47.
- [60] T. Watanabe, H. Fujji, H. Oikawa and K.I. Arai, *Acta Metallurgica*, 37 (1989) 941.
- [61] S. Kobayashi, S. Tsurekawa and T. Watanabe, *Ceramic Transaction*, 201 (2008b) 681.
- [62] S. Kobayashi, S. Tsurekawa, T. Watanabe and A. Kobylanski, *Philosophical Magazine*, 88 (2008) 489.

- [63] S. Hashimoto, H. Ikehata, A. Kato, H. Kato, Y. Kaneko, *Interface Science*, 7 (1999) 159.
- [64] S. コサンダ著、横堀武夫監修、石井仁、田中正清訳、金属疲労の解析と応用、第2章、現代工学社、(1981) pp.47-149.
- [65] A. Vinogradov, S. Hashimoto, S. Miura, *Scripta Metallurgica Materialia*, 32 (1995) 427.
- [66] S. Kobayashi, M. Nakamura, S. Tsurekawa, T. Watanabe, *Journal of Materials Science*, Vol.46, No.12 (2011), 4254.
- [67] Y. Gao, J. S. Stölken, M. Kumar and R.O. Ritchie, *Acta Materialia*, 55 (2007) 3155.
- [68] S. Kobayashi, M. Hirata, S. Tsurekawa, T. Watanabe, *Procedia Engineering*, 10 (2011) 112.
- [69] K.S. Willson, J.A. Rogers. *Tech. Proc. Amer. Electroplaters Society*, 51 (1964) 92.
- [70] F.J. Humphreys and M. Hatherly, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, Pergamon Press, (1996) p.51.
- [71] A. Garbacz, M.W. Grabski, *Acta Metallurgica Materialia* 41 (1993), 475.