

博 士 学 位 論 文

内 容 の 要 旨

及 び

審 査 の 結 果 の 要 旨

第 20 号

平成 30 年 3 月

足 利 工 業 大 学

— は し が き —

本号は学位規則（昭和28年4月1日文部省令第9号）第8条による公表を目的として、平成30年3月期に本学において博士の学位を授与した者の論文内容の要旨及び論文審査結果の要旨をここに公表する。

目 次

学位の種類	学位記番号	氏 名	論 文 題 目	頁
博士(工学)	博甲第15号	YANG WEITAO	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	………… 1

氏 名 (本 籍)	ヤン ウェイタオ (中国) YANG WEITAO
学 位 の 種 類	博 士 (工 学)
学 位 の 番 号	甲 第 15 号
学位授与の要件	学位規則第4条第1項該当
学位授与の日付	平成30年3月19日
学 位 論 文 題 目	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

学位論文審査委員	主 査	足利工業大学教授	齋 藤 榮
	副 査	足利工業大学教授	小 林 重 昭
	副 査	足利工業大学教授	安 藤 康 高
	副 査	足利工業大学教授	莊 司 和 男

論 文 内 容 の 要 旨

フェライト系ステンレス鋼は、鉄－クロム系のステンレス鋼であり、鉄－クロム－ニッケル系のオーステナイト系ステンレス鋼に比べて加工性と耐食性に劣るが、ニッケルを含まないことから安価であり、耐酸化、耐食材料として一般家庭用から化学プラントに至るまでの機械・構造物に幅広く用いられている。本材料の疲労破壊および腐食の抑制は、機械・構造物の長寿命化と健全性向上の観点から重要な問題となっている。最近、積層欠陥エネルギーの低い面心立方金属材料の疲労寿命と耐食性の向上に対して、疲労破壊抵抗と耐食性に優れる対応粒界と呼ばれる粒界原子構造の周期性が高い粒界を材料に高頻度に導入する粒界制御プロセスの有効性が示されている。このような材料プロセスは粒界工学として国内外で研究が進められている。しかし、フェライト系ステンレス鋼のような体心立方金属材料に対する粒界制御プロセスについては、その基本的な指針も示されていない状況にある。

本論文は、フェライト系ステンレス鋼の疲労破壊の抑制に有効な粒界微細組織を明らかにし、さらに粒界制御プロセスの基本指針を得ることを目的としている。本論文は、以下の6章で構成される。

第1章では、本研究の背景、従来の研究、本研究の目的と論文構成について述べた。

第2章では、試料の選定、粒界の分類方法、粒界の評価方法およびフラクタル解析などの本研究の内容全体に関わる実験方法について述べた。

第3章では、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調べた結果を示した。高サイクル疲労き裂の形成と進展に関する研究は、これまでにすべり系が比較的単純な面心立方金属材料を中心に進められてきた。一方、SUS430鋼のような体心立方金属、とくに多結晶試料に対してはこれまでに詳細な研究はほとんど行われてきていない。本章において得られた主な結果は以下の通りである。高サイクル疲労破壊に及ぼす粒界の影響は、応力振幅が低い条件になるほど顕著に現れることを明らかにした。応力振幅が低い条件の場合、疲労き裂は、粒界構造の周期性の低いランダム粒界において、粒界の応力軸方向および隣接する結晶粒内のすべり面との幾何学的配置に関係なく優先的に発生することを明らかにした。粒界相対方位差角が 15° 以下の低角粒界および対応粒界は、疲労き裂の発生に高い抵抗を示すことを明らかにした。第3章で得られた知見を基に、フェライト系ステンレス鋼における粒界疲労き裂形成抑制のための粒界微細組織を提案した。

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、き裂との幾何学的関係、および粒界三重点に焦点を当てて調べた結果を示した。本章では以下の結果が得られた。応力拡大係数範囲が小さい条件ほど、全き裂経路に占める粒界破壊の比率は高くなり、粒界破壊の頻度は最大で約60%に達した。粒界破壊はランダム粒界に沿って進展すること、そのときのき裂進展速度は局所的に増加することを明らかにした。低角粒界および対応粒界を疲労き裂が横切るとき、き裂進展速度は局所的に低下することを示した。ランダム粒界に沿った疲労き裂の進展が対応粒界によって抑止されると、き裂の分枝が生じ、その間のき裂進展速度は低下することを明らかにした。粒界を経路とし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することを明らかにした。第4章において得られた知見を基に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提案した。

第5章では、SUS430鋼の高サイクル疲労破壊と粒界腐食の抑制に有効な粒界微細組織を得るための加工熱処理による粒界制御プロセスの基本指針を検討した。試料表面において結晶粒が特定の方位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得る方法を示した。圧下率95%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た実験により、表面方位がランダムに分布した受入材に比べ、2倍以上の対応粒界を導入できる粒界制御プロセスを明らかにした。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した。ランダム粒界の空間幾何学的分布はフラクタルであることを明らかにした。そのフラクタル次元は、ランダム粒界の存在頻度を低下させ、結晶粒径を粗大化することにより低下可能であることを示した。

第6章では、本研究で得られた主な知見をまとめて述べ、今後の展望と課題について述べた。

YANG WEITAO

Summary

Ferritic stainless steels, namely iron (Fe) – chromium (Cr) alloys have been extensively applied as oxidation- and corrosion-resistant structural materials. The reliability and lifetime of structural materials is dominated by the fatigue fracture and the corrosion. Recently, the grain boundary engineering for control of fatigue fracture and intergranular corrosion in the face centered cubic (fcc) metallic materials with low stacking fault energy, such as austenitic stainless steels and nickel based superalloy has been achieved by introducing high fraction of coincidence site lattice (CSL) boundaries which show superior resistance for fatigue fracture and intergranular corrosion. However, even the fundamental guideline for the grain boundary control in body centered cubic (bcc) metallic materials has not been obtained yet.

This thesis aims to clarify grain boundary microstructure effective for suppressing fatigue fracture and to obtain guidelines for grain boundary control process in ferritic stainless steel.

This thesis consists of six chapters as follows.

In chapter 1, the background, the related prior researches, the objectives and the contents of this thesis are shown.

In chapter 2, the experimental procedures which related to the whole contents of this study, such as the selection of specimen, the classification of grain boundaries, the evaluation method of grain boundaries and the fractal analysis, are shown.

In chapter 3, the effect of grain boundary character and grain boundary geometrical configuration on nucleation of intergranular fatigue crack in SUS430 ferritic stainless steel was quantitatively investigated to reveal the elementary process of high cycle fatigue fracture. The grain boundary microstructure in the pre- and post-fatigued specimen was evaluated by scanning electron microscopy/ electron backscatter diffraction (SEM/EBSD) technique. Fatigue crack nucleation occurred mainly at grain boundaries at the low stress amplitude level. On the other hand, nucleated fatigue cracks were propagated immediately to perpendicular to the stress direction at the high stress amplitude level, regardless of the microstructure. In the case of low stress amplitude level, intergranular fatigue cracks preferentially nucleated at high-angle random boundaries, although the fatigue cracks never nucleated at low-angle boundaries. Fatigue cracks nucleated at low- Σ

coincidence site lattice (CSL) boundaries only when the trace of grain boundaries on the specimen surface was parallel to persistent slip bands (PSBs). Fatigue crack nucleation was hardly affected by the geometrical arrangements between the trace of grain boundary on the specimen surface and the stress axis. The grain boundary engineering for control of intergranular fatigue cracking was discussed on the basis of the results of the grain boundary character-dependent intergranular fatigue crack nucleation.

In chapter 4, the 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 MPa m^{1/2}. 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 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 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.

In chapter 5, the grain boundary engineering for precise control of the fatigue fracture and the intergranular corrosion in SUS430 ferritic stainless steel was investigated based on fractal analysis of the spatial distribution of corrosion-susceptive random boundaries. The SUS430 specimens subjected to cold rolling to 95 % in the reduction ratio and subsequent annealing at 1073 K possessed the {111} and {112} recrystallization texture. The fraction of random boundaries was decreased by development of {111} and {112} recrystallization texture, owing to introduction of high fraction of low-angle boundaries. The spatial distribution of random boundaries was in fractal nature and their fractal dimensions were ranged from 1.25 to 1.36, depending on the fraction of random boundaries and the average grain size.

In chapter 6, the findings in this study were summarized and the prospects and the problems in the future were suggested.

論文審査結果の要旨

1. 本論文の内容と評価

フェライト系ステンレス鋼は、自動車の排気系部材、化学プラント用構造材料などとして幅広く用いられている。本材料の疲労破壊および腐食の抑制は、機械構造物の長寿命化と健全性向上の観点から重要である。最近、低積層欠陥エネルギーの面心立方金属材料の疲労寿命と耐食性の向上に対して、対応粒界と呼ばれる粒界原子構造の周期性が高い粒界を材料に高頻度に導入する粒界制御プロセスの有効性が示されている。このような粒界制御に基づく材料特性の向上に関する研究は、現在、粒界工学として注目を集めている。しかし、フェライト系ステンレス鋼のような体心立方金属材料に対する粒界制御プロセスについては、その基本的な指針も示されていない現状にある。

本論文は、フェライト系ステンレス鋼の疲労破壊の抑制に有効な粒界微細組織を明らかにし、粒界制御プロセスの基本指針を得ることを目的としている。本論文は、以下の6章で構成されている。

第1章では、本研究の背景、従来の研究、本研究の目的と論文構成について示している。

第2章では、試料の選定、粒界の分類方法、粒界の同定方法およびフラクタル解析などの本研究の内容全体に関わる実験方法について述べている。

第3章では、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あてて示している。応力振幅が低い条件の場合、疲労き裂は、粒界原子構造の周期性の低いランダム粒界において優先的に発生することを明らかにしている。一方、粒界相対方位差角が 15° 以下の低角粒界、および対応粒界は、疲労き裂の発生に高い抵抗を示すことを明らかにしている。得られた知見を基に、フェライト系ステンレス鋼における粒界疲労き裂形成抑制のための粒界微細組織を提案している。

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、粒界とき裂との幾何学的関係、および粒界三重点に焦点をあてて調べた結果を示している。疲労による粒界破壊はランダム粒界に沿って進展すること、そのときのき裂進展速度は局所的に増加することを明らかにしている。低角粒界および対応粒界を疲労き裂が横切るとき、き裂進展速度は局所的に低下することを明らかにしている。さらに、ランダム粒界に沿った疲労き裂の進展が対応粒界によって抑止されると、き裂の分枝が生じ、その間のき裂進展速度は低下することを明らかにしている。粒界を経路として進展するき裂が粒界三重点に到達すると、き裂進展は停滞することを明らかにしている。得られた知見を基に、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提案している。

第5章では、SUS430鋼の高サイクル疲労破壊と粒界腐食の抑制に有効な粒界微細組織を得るための加工熱処理による粒界制御プロセスの基本指針を検討している。試料表面において結晶粒が特定の方位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が得られることを示している。破壊と腐食の経路となるランダム粒界の空間幾何学的な分布状態をフラクタル解析により定量化する新しい手法を提案している。

第6章では、本研究で得られた主な知見をまとめて述べ、今後の展望と課題について述べている。

以上のように本研究は、鉄系金属材料の高サイクル疲労におけるき裂の形成・進展のメカニズムを解明するため数多くの粒界に対して緻密な観察を行っている。さらに、それらの観察結果に基づき高サイクル疲労特性を向上するための粒界制御プロセスの検討までをも行った研究であり、当該研究領域に対する学術的貢献が大きく、工学的実用性も高いものと評価することができる。

2. 論文審査の結論

本学位申請論文に対し、情報・生産工学専攻による平成29年10月31日の予備審査、平成30年1月9日の審査委員会による本審査（最終審査）を経て、平成30年2月7日に公聴会を実施し、十分審議され、かつ検討された。

公聴会終了後に審査委員会を開催して審議した結果、本論文は独創性に富み、学術的に価値があり、工学の面から見て十分に有用性があると認められた。よって、本論文は博士（工学）の学位論文として十分な価値を有するものと認められ、審査委員会全員一致で合格と判断した。

