

機関番号：32201

研究種目：若手研究 (B)

研究期間：2009～2010

課題番号：21760560

研究課題名 (和文) き裂の形成と進展過程を考慮した粒界制御による面心立方金属材料の疲労特性向上

研究課題名 (英文) Control of grain boundary microstructure for improvement of fatigue property in FCC metallic materials

研究代表者

小林 重昭 (KOBAYASHI SHIGEAKI)

足利工業大学・工学部・准教授

研究者番号：00323931

研究成果の概要 (和文) : 面心立方金属材料の SUS304 ステンレス鋼および 6061 アルミニウム合金に対し、疲労特性向上のための粒界制御に基づく新たな材料プロセスを検討した。その結果、積層欠陥エネルギーの大きく異なる 2 種類の面心立方金属材料に対する粒界制御プロセスの基本指針を得た。疲労き裂形成およびき裂進展に及ぼす粒界性格の影響から、面心立方金属材料における疲労破壊の抑制は、低エネルギー粒界である対応粒界の存在頻度を増加させる粒界制御によって可能であることを明らかにした。

研究成果の概要 (英文) : The new material processing based on the control of grain boundary microstructure for improvement of fatigue property was discussed for SUS304 stainless steel and 6010 aluminum alloy with a face centered cubic (FCC) structure. A clue to control of grain boundary microstructure for these FCC materials with different stacking fault energies was obtained. It was revealed that the fatigue fracture was controlled by introducing higher fraction of coincidence site lattice boundaries with low grain boundary energies.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2009 年度	700,000	210,000	910,000
2010 年度	500,000	150,000	650,000
総計	1,200,000	360,000	1,560,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学 ・ 構造・機能材料

キーワード：疲労破壊、疲労き裂進展、結晶粒界、粒界工学、加工熱処理

1. 研究開始当初の背景

(1) 材料の疲労は、機械・構造物の破壊原因のうち 80%以上を占め、ここ数年内に起きた鉄道車両や遊園地アトラクション等の事故原因として社会的にも注目された。多結晶金属材料の疲労において、結晶粒界（以下、粒界と記す）は固執すべり帯や析出物の周辺と同じように、応力集中とそれに伴うき裂の優先的な形成場所となる。特に面心立方構造をもつ金属材料では、粒界での疲労き裂形成が顕著となることから、粒界疲労き裂の発生原因の解明を目指した研究が国内外で行なわ

れている。さらに、粒界は疲労き裂の進展経路、分枝、あるいは進展の抑止に対しても重要な役割を担うが、個々の粒界とき裂進展との関係を定量的に調べた研究はほとんど行われていない。

(2) 粒界は、隣接する結晶粒の相対方位差と粒界面方位によって記述される「粒界性格」に依存して異なる力学特性を有することが、1960 年代からの双結晶を用いた基礎研究により明らかにされてきた。現在では、粒界性格分布（対応粒界理論に基づいて分類された

粒界の多結晶体における存在頻度を統計的に表したものと粒界連結性（異なる性格の粒界が空間幾何学的に互いにどのように連結しているか）のような粒界微細組織の設計・制御に基づく「粒界工学」が、欧米を中心に材料設計開発の新たな手法として研究が進められ、国内でも研究が広まりつつある。これまでに、低積層欠陥エネルギーの面心立方金属に対して、多重双晶の形成と関連づけられる粒界制御プロセスが報告されており、静的な破壊強度および耐食性等を飛躍的に向上し得ることが示されている。しかし、疲労のような動的応力下での破壊に対する「粒界工学」適用の有効性に関しては、ほとんど報告がない現状にあり、今後、本プロセスの普遍性を確かめる必要がある。

(3) これまでに研究代表者らは、多結晶アルミニウムの疲労き裂形成に及ぼす粒界性格および粒界三重点の影響を明らかにしてきた。その結果、粒界疲労き裂の形成は粒界性格に強く依存し、粒界相対方位差が 15° 以下の小角粒界ではき裂が形成されないこと、一般の大角粒界（ランダム粒界）では優先的にき裂が形成されること、大角粒界でも粒界構造に周期性をもつ対応粒界ではき裂が形成され難いことを明らかにした。さらに、粒界三重点でも疲労き裂が著しく形成され、ランダム粒界が2つ以上連結する粒界三重点で優先的にき裂が形成されることを初めて明らかにした。これらのき裂形成に関する研究成果を土台とし、さらにき裂進展に及ぼす粒界性格の影響を明らかにした上で粒界制御を行うことにより、疲労特性の向上は可能であると考えられる。

2. 研究の目的

(1) 低積層欠陥エネルギー材料の SUS304 オーステナイト系ステンレス鋼と、高積層欠陥エネルギー材料の 6061 アルミニウム合金 (Al-Mg-Si 系合金) の 2 種類の面心立方金属材料に対して、疲労き裂の形成および進展過程に及ぼす粒界性格および粒界三重点性格（粒界三重点における対応粒界の連結性で記述される）の影響を明らかにする。

(2) 上記の粒界疲労き裂の形成および進展過程に及ぼす粒界性格および粒界三重点性格の影響に関する研究で得られた知見を基に、SUS304 ステンレス鋼と 6061 アルミニウム合金の疲労特性の向上に有効な粒界制御プロセスを加工熱処理法により検討する。

(3) SUS304 ステンレス鋼と 6061 アルミニウム合金のそれぞれに対して、粒界微細組織の異なる試験片の高サイクル疲労特性を比較し、疲労特性向上に対する粒界工学的アプ

ローチの有効性を検証する。

3. 研究の方法

(1) 加工熱処理による粒界微細組織制御と試験片作製

SUS304 ステンレス鋼および 6061 アルミニウム合金の両試験片に対し、加工熱処理による粒界微細組織の制御方法を検討する。低積層欠陥エネルギー材料である SUS304 ステンレス鋼の粒界制御に対しては、多重双晶を形成させることによって $\Sigma 3^n$ 対応粒界の存在頻度を高めることを検討した。一方、高積層欠陥エネルギー材料である 6061 合金に対しては、対応粒界の存在頻度が集合組織の方位および配向度に強く依存することから、集合組織を発達させることにより対応粒界の存在頻度を高めることを検討した。具体的な加工熱処理条件は以下の通りである。

① SUS304 ステンレス鋼

市販の SUS304 板材をひずみ取り焼鈍（ 1000°C 、3.6 ks）後、圧下率 5%、10% および 20% まで冷間圧延した。冷間圧延後の試料を 1000°C で 3.6ks 溶体化焼鈍することによって、粒界微細組織制御を行った。切欠き付き試験片（CT 試験片）は、ASTM E-647 に基づいて放電加工により切り出した。試験片の形状は、幅 25 mm、厚さ 3 mm とした。さらに、平板状の疲労試験片を、ゲージ部形状長さ 10mm、幅 4mm、厚さ 3mm に放電加工により作製した。

② 6061 アルミニウム合金

市販の 6061-T651 板材をひずみ取り焼鈍、溶体化処理（ 530°C 、3.6ks）後、圧下率 80% または 95% まで冷間圧延した。これらの冷間圧延した試料を、平板状の疲労試験片（ゲージ部形状：10mm×4mm×1mm）、および同一形状の切欠き付き試験片（切り欠き形状：幅 0.3mm、深さ 0.5mm）に機械加工した。試験片の再結晶熱処理は、 300°C あるいは 320°C で、1.8ks から 86.4ks の範囲で行った。

(2) 粒界微細組織の定量的評価

結晶方位自動解析装置（Field Emission-Scanning Electron Microscopy/ Electron Backscattered Diffraction/ Orientation Imaging Microscopy, FE-SEM/EBSD/OIM）を用いて、疲労試験前後の試験片表面の粒界性格分布、粒界連結性および粒界三重点分布のような粒界微細組織を定量的に評価した。

本研究では、 $1 \leq \Sigma \leq 29$ の Σ 値をもつ粒界を対応粒界として評価した。対応粒界の判定は、ブランドンの基準（ $\Delta\theta_c = 15/\Sigma^{1/2}$ ）に従った。これまでの研究において、29 以下の Σ 値をもつ粒界は、高エネルギーのランダム粒界に比べて優れた静的破壊強度および耐食性などを示すことが知られている。

(3) 疲労き裂進展試験

予め粒界性格を同定した SUS304 および 6061 合金の切欠き付き試験片を用いて、室温、大気中での疲労き裂進展試験を行った。疲労試験は、島津製作所製サーボパルサを用いて行い、室温、大気中で、負荷波形はサイン波、応力比 0.1 (引張-引張) のもと、周波数 5Hz および 10Hz で行った。ディテクト製 2 次元モーションキャプチャーを用いて、き裂進展のその場観察を行った。

き裂の進展過程 (き裂の進展経路、分枝および抑制) における粒界性格の役割を評価した。このとき、き裂の進展方向と粒界面とが互いにどのような幾何学的関係にあるのかも考慮した。

異なる粒界微細組織をもつ平板状試験片の高サイクル疲労試験を、両材料についてそれぞれ行い、疲労特性向上に対する粒界制御の有効性を検討した。

4. 研究成果

(1) SUS304 ステンレス鋼の粒界制御による疲労特性向上

① 加工熱処理による粒界微細組織制御

図 1 は、SUS304 試験片の粒界性格分布と焼鈍前に行った冷間圧延の圧下率の関係である。いずれの条件で加工熱処理を施した試験片においても、対応粒界が高頻度に形成された。特に、焼鈍前に圧下率 5 % の冷間圧延をおこなった試験片において、対応粒界の存在頻度が最も高くなり 73 % に達した。このとき、 $\Sigma 3$ 対応粒界の存在頻度は 56 % であった。焼鈍前の冷間圧延の圧下率が、10 % および 20 % の試験片において、対応粒界の存在頻度は、それぞれ 69 % および 53 % となった。対応粒界の存在頻度は、焼鈍前の冷間圧延の圧下率が増加するのに伴って減少することがわかった。

以上のことから、低積層欠陥エネルギー材料の SUS304 オーステナイト系ステンレス鋼において、高頻度の対応粒界 (特に $\Sigma 3$ 対応粒界) を導入するには、焼鈍前の冷間圧延の圧下率を低くすることが重要であると言える。

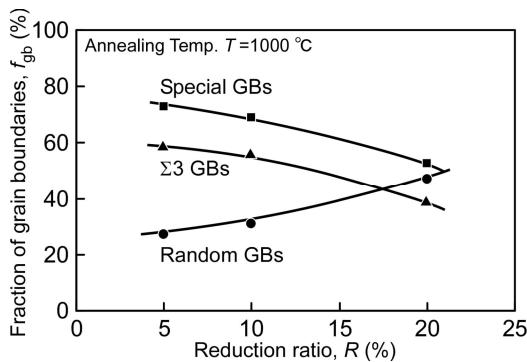


図 1 粒界性格分布と焼鈍前に行なった冷間圧延の圧下率の関係

② SUS304 ステンレス鋼の疲労き裂進展に及ぼす粒界性格分布の影響

対応粒界の存在頻度の差が大きかった焼鈍前の圧下率が 5 % および 20 % の試験片を、それぞれ Type A および Type B 試験片として疲労き裂進展試験を行い、オーステナイト系ステンレス鋼の粒界制御による疲労特性向上の可能性を検討した。

図 2 は、Type A および Type B 試験片のき裂進展速度と応力拡大係数範囲 ΔK の関係である。図中の黒塗りおよび白抜きデータのそれぞれ Type A および Type B 試験片の結果である。き裂進展速度は、粒界性格分布の影響を強く受けることがわかった。き裂進展速度が応力拡大係数範囲 ΔK に比例して増加するパリス則の成り立つ領域において、Type A 試験片のき裂進展速度は、Type B 試験片のき裂進展に比べ低くなることがわかった。すなわち、対応粒界の存在頻度を高めることによって、SUS304 ステンレス鋼の疲労き裂進展を抑制できることが示された。

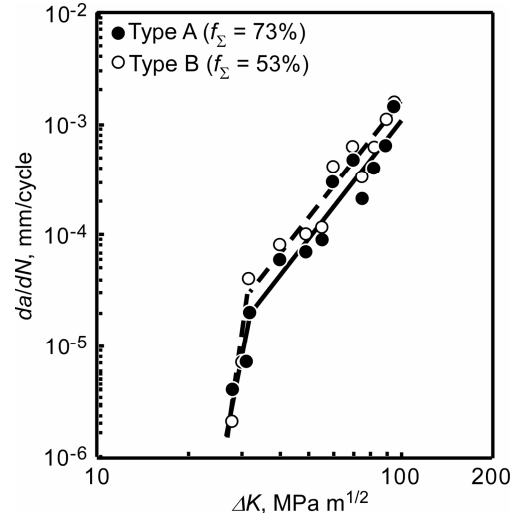


図 2 き裂進展速度と応力拡大係数範囲 ΔK の関係

③ 疲労き裂進展過程における粒界微細組織の役割

②の結果が得られた原因を明らかにするため、疲労き裂進展試験後の試験片表面におけるき裂の進展経路を定量的に評価した。その結果、疲労き裂は主として結晶粒内を進展することが明らかになった。Type A 試験片および Type B 試験片ともに、 ΔK の増加に伴って、粒界破壊の頻度が増加する傾向が見られた。さらに、対応粒界の存在頻度が低かった Type B 試験片では、Type A 試験片に比べて粒界破壊の頻度が高くなった。すなわち、対応粒界の存在頻度を高めることによって、疲労破壊経路における粒界破壊の頻度を低減できることが明らかになった。

さらに、き裂進展速度の局所の変化を粒界微細組織と関連付けて評価した結果を図 3 に

示す。図中の破線および帯線は、それぞれ疲労き裂が粒界を横切って進展および粒界に沿って進展したことを示している。

き裂が粒界を横切って進展する場合、局所的なき裂進展速度は、粒界の種類に関係なく、結晶粒内を進展する場合に比べて遅くなることがわかった。さらに、疲労き裂がランダム粒界に沿って進展する場合、局所的なき裂進展速度は著しく速くなったのに対し、 $\Sigma 3$ 対応粒界に沿って進展する場合には、結晶粒内を進展する場合に比べてき裂進展速度が抑制されることが示された。

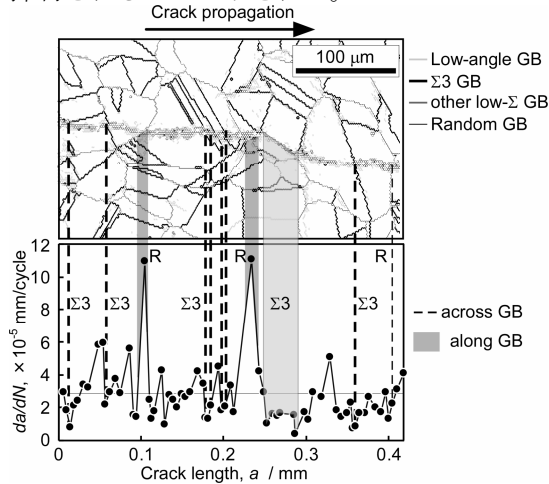


図3 粒界マップとその位置に対応した局所的な疲労き裂進展速度の変化

④ SUS034 ステンレス鋼の高サイクル疲労特性に及ぼす粒界性格分布の影響

Type A および Type B 試験片の高サイクル疲労特性を評価した。その結果、対応粒界(特に、 $\Sigma 3$ 対応粒界)の存在頻度の高い Type A 試験片において、疲労寿命が増加する傾向が認められた。

以上の結果から、低積層欠陥エネルギー材料であるオーステナイト系ステンレス鋼に対しては、 $\Sigma 3$ 対応粒界の存在頻度の存在頻度を高める粒界制御をおこなうことによって、疲労き裂進展抑制の面から、疲労寿命の向上が可能になるものと結論づけられた。

(2) 6061 アルミニウム合金の粒界制御による疲労特性向上

① 加工熱処理による粒界微細組織制御

圧下率を80%および95%に変化させて冷間圧延し、その後の再結晶熱処理を300°Cおよび320°Cで、それぞれ1.8ksから86.4ksの広範囲にわたって変化させることにより、粒界微細組織を大きく変化させることができた。

粒界微細組織制御に関する基本指針を得るためには、結晶粒組織と粒界微細組織の相互関係を定量的に明らかにすることが重要である。そこで、平均結晶粒径、集合組織の種類と配向度および粒界性格分布の相互関

係を加工熱処理条件と関連付けて評価した。

本研究の加工熱処理条件において、試験片表面には、 $\{001\}\langle 100 \rangle$ の立方体方位および $\{123\}\langle 634 \rangle$ のR方位が強く発達したことから、これらの方位をもつ結晶粒の試験片表面における面積率と平均結晶粒径の関係を図4に示すように調べた。ここで集合組織の面積率は、集合組織の種類を表す方位からのずれが15°以内の範囲にあるものを含めて評価した。図4では、95%冷間圧延後300°Cで再結晶熱処理を行うことにより立方体方位とR方位の集合組織が発達した試験片の結果を●で、冷間圧延後320°Cで再結晶熱処理を行い立方体方位のみ発達した試験片の結果を○で示している。また、80%圧延により得られた試験片の結果を△で示した。立方体方位およびR方位をもつ結晶粒の面積率は、データにばらつきはあるものの平均粒径が大きくなるのに伴って減少する傾向を示した。

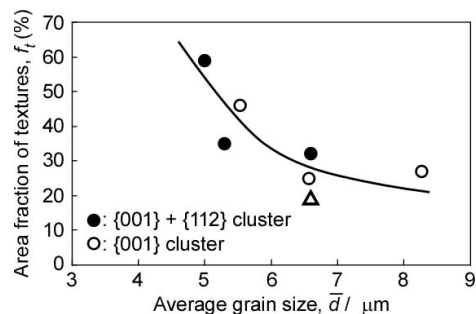


図4 立方体方位およびR方位の試験片表面における面積率と平均粒径の関係

一方、図5は、対応粒界の存在頻度と試験片表面における立方体方位およびR方位の面積率との関係を示している。形成される集合組織の種類に関係なく、集合組織の面積率が増加するのに伴い直線的に対応粒界の存在頻度が増加することがわかった。高積層欠陥エネルギー材料である6061アルミニウム合金においても、集合組織の面積率を約60%まで増加させることにより、対応粒界の存在頻度を53% (ランダム多結晶に対する理論値の約4倍) にまで増加させられることが示された。

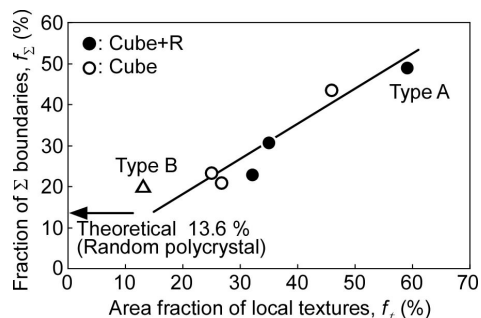


図5 対応粒界の存在頻度と立方体方位およびR方位の面積率の関係

② 6061 アルミニウム合金の疲労特性に及ぼす粒界性格分布の影響

図5に示される、対応粒界の存在頻度が大きく異なった試験片をそれぞれ Type A および Type B 試験片として、高サイクル疲労特性を比較した。図6に示されるように、対応粒界の存在頻度が高い Type A 試験片は、Type B 試験片に比べ高い疲労限を示した。そこで、疲労き裂進展のその場観察を行なった結果、6061 合金における疲労き裂の進展が、主としてランダム粒界に沿って進展することが明らかになった。したがって、高頻度の対応粒界の導入によって、き裂の形成と進展の抑制の2つの面から、6061 合金の疲労特性の向上を図ることができるものと考えられる。

ランダム粒界が、疲労き裂の形成、進展に対して優先的な場所となることから、材料組織におけるランダム粒界のパーコレーションを考えた。その結果、き裂進展の抑制が可能となる対応粒界の存在頻度の閾値は、約60%であることが示された。

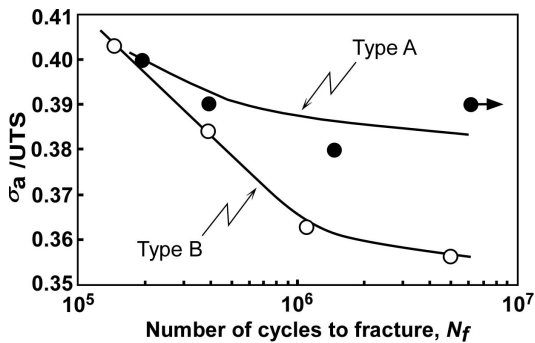


図6 Type A および Type B 試験片の S-N 曲線 (応力振幅は各試験片の引張強さで規格化している)

(3) まとめと今後の展望

本研究は、積層欠陥エネルギーの異なる2種類の面心立方金属材料に対して、疲労き裂の形成と進展過程を粒界微細組織と関連付けて定量的に評価し、さらにその結果に基づいて、疲労特性を向上するための粒界制御プロセスの確立を目指したものであり、これまでに国内外を見ても同様の研究はほとんど行われていない。

本研究で取り組んだ粒界制御プロセスは、圧延と熱処理による一般的な加工熱処理法を応用したものであることから、従来行われてきた表面改質法および結晶粒微細化などの材料プロセスに比べて、設備的、コスト的および製造時間的に有利な手法であると考えられる。

本研究で得られた結果は、今後、実用面心立方金属材料の疲労特性向上に対する新たな材料プロセスの一つとして、幅広い応用が期待できる。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計1件)

- ① S. Kobayashi, M. Nakamura, S. Tsurekawa, T. Watanabe, Effect of Grain Boundary Microstructure on Fatigue Crack Propagation in Austenitic Stainless Steel, Journal of Materials Science, Vol.46, 2011, pp.4254-4260, 査読有.

[学会発表] (計6件)

- ① S. Kobayashi, M. Hirata, S. Tsurekawa, T. Watanabe, Grain Boundary Engineering for Control of Fatigue Crack Propagation in Austenitic Stainless Steel, 11th International Conference on the Mechanical Behavior of Materials, June 6, 2011, Como, Italy.
- ② 小林重昭、平田雅史、連川貞弘、オーステナイト系ステンレス鋼の疲労き裂進展過程における粒界微細組織の役割、日本金属学会、2010年9月26日、北海道大学.
- ③ 阿部弘、小林重昭、齋藤栄、連川貞弘、日本金属学会、粒界工学に基づく6061合金の疲労特性の向上、2010年9月25日、北海道大学.
- ④ 阿部弘、小林重昭、連川貞弘、Al-Mg-Si系合金における疲労き裂の形成・進展と疲労特性向上に対する粒界工学的考察、日本金属学会、2010年3月30日、筑波大学.
- ⑤ 小林重昭、中村学、連川貞弘、粒界工学に基づくオーステナイト系ステンレス鋼の疲労き裂進展の抑制、日本金属学会、2010年3月30日、筑波大学.
- ⑥ 阿部弘、菊池和也、小林重昭、Al-Mg-Si系合金の加工熱処理による粒界微細組織制御、日本金属学会、2009年9月15日、京都大学.

6. 研究組織

(1) 研究代表者

小林 重昭 (KOBAYASHI SHIGEAKI)
足利工業大学・工学部・准教授
研究者番号：00323931