

© 1986 ISIJ

# 素粉末混合法 Ti-6Al-4V 合金の組織制御による機械的特性の改善

論 文

萩原 益夫\*・海江田義也\*<sup>2</sup>・河部 義邦\*

## Improvement of Mechanical Properties of Blended Elemental Ti-6Al-4V Alloy Through Microstructural Modification

Masuo HAGIWARA, Yoshinari KAIEDA and Yoshikuni KAWABE

### Synopsis :

Despite the attractiveness of high strength-to-weight ratio of titanium alloys, cost problems limit their use in various industrial applications.

Blended elemental (BE) titanium powder metallurgy, which uses both press and sinter technique and hot isostatic pressing (HIP) for further densification, offers the greatest cost-saving potential, but mechanical properties, particularly fatigue, are inferior to those of prealloyed powder metallurgy and ingot metallurgy materials due to the formation of large alpha-platelet colonies and massive grain boundary alpha phase.

In the present study, an attempt was made to improve mechanical properties of BE Ti-6Al-4V alloy through microstructural modification. The results of investigation show that the beta solution treatment and water quenching prior to HIP'ing in the alpha+beta region have a strong effect on the structure modification. This new BE method results in relatively small prior beta grains and produces finer and lower aspect ratio alpha plate structure without formation of grain boundary alpha phase. The resultant mechanical properties are markedly improved over those for conventional BE material, and fatigue strength is as good as prealloyed material.

### 1. 緒 言

チタン合金は航空・宇宙機器用材料として理想的な特性を有しているが、反面、加工性に難点があり、それに付随したコスト高が用途を極めて限定している。そのため、素材費と加工費の低減を意図して、最終形状に近い形の製品を直接的に製造する、いわゆる Near Net Shape 加工技術が種々試みられている<sup>1)~3)</sup>。

粉末冶金法の一手法である素粉末混合法は、種々な形状の製品を安価に製造できるので、Near Net Shape 加工技術の中でも近年特に注目を集めている。この素粉末混合法によるチタン製品の製造は、従来、構成金属元素の混合粉末を、機械的プレスあるいは冷間静水圧プレス (CIP) を用いて所定の形状に圧粉成型し、ついで真空焼結処理を施して合金化し、最後に熱間静水圧プレス (HIP) を用いて真空焼結後の合金中に存在する残留空隙を除去するものであるが、この製造方法では、真空焼結終了後に通常炉冷あるいは空冷を行うため、粒界には粒界を縁取る形で粒界  $\alpha$  相が形成され、また粒内には粗い層状の  $\alpha$  相が形成されてしまう。このような金属組

織を持つチタン合金においては、疲労き裂の発生が容易に起こり<sup>4)5)</sup>、そのため疲労強度は溶解材の焼鈍材と比較して大幅に低いという欠点を有している<sup>6)7)</sup>。したがって製品を航空機部材等の使用に耐え得るものとするためには、組織制御による疲労特性の改善が強く望まれる。

本研究は、室温近傍において著しく高い疲労強度を有するチタン合金を素粉末混合法を用いて製造すべく、従来の製造方法の欠点を改善しようと試みたものである。その結果、高い疲労強度が付与可能な新製造法を見出したので、その研究の概要をここに報告する。また本研究では比較のために、従来法で製造した場合の機械的特性も調べたので、これらの結果についても報告する。

### 2. 新 製 造 法

チタン合金の粉末冶金には、素粉末混合法の他に、合金粉末法と呼ばれる手法がある<sup>8)</sup>。この手法は、回転電極法により製造した合金粉末を HIP を用いて成型・緻密化するものであり、機械的特性、特に疲労特性の優れた製品が製造可能である<sup>9)8)</sup>。この回転電極法は、高速回転している合金の丸棒(回転電極)の先端をヘリウムプラ

昭和 60 年 4 月・10 月本会講演大会にて発表 昭和 60 年 8 月 7 日受付 (Received Aug. 7, 1985)

\* 金属材料技術研究所筑波支所 工博 (Tsukuba Laboratories, National Research Institute for Metals, 1-2-1 Sengen Sakura-mura Niihari-gun Ibaraki pref. 305)

\*<sup>2</sup> 金属材料技術研究所 工博 (National Research Institute for Metals)

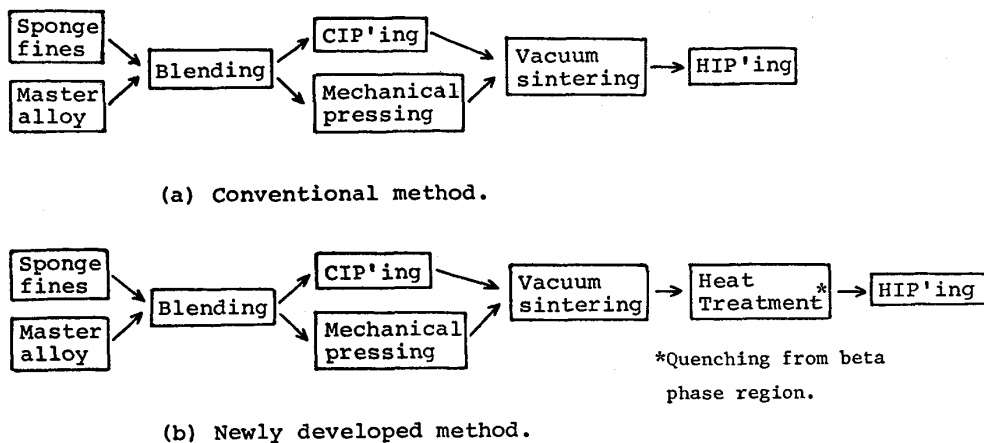


Fig. 1. Processing steps for blended elemental titanium powder metallurgy.

ズマークを熱源として溶解し、容湯を遠心力で飛散させて球状の合金粉末を製造するものであるが、溶滴の凝固速度が速いために、例えば、Ti-6Al-4V 合金では、合金粉末の組織はマルテンサイトとなつている<sup>9)</sup>。ここで合金粉末の組織がマルテンサイトにもかかわらず HIP 処理後には優れた機械的特性が得られるのは興味あることであり、かつ大事な点である。なぜならチタン合金では一般的に、 $\beta$  相域から焼入れてマルテンサイト組織とした場合には、特に延性が著しく劣化し、また熱処理を行つて組織を制御しても特性の改善は余り望めないと言われているからである<sup>9)</sup>。Ti-6Al-4V 合金粉末材が優れた機械的特性を有する理由の一つとして、HIP 処理の際にアスペクト比の小さい  $\alpha$  相が形成されることが指摘されている<sup>10)</sup>。このような合金粉末法における結果は、素粉末混合法においても優れた機械的特性が達成可能な新製造法が存在することを強く示唆しているものである。すなわち、新製造法として、真空焼結、マルテンサイト化のための熱処理、 $\alpha+\beta$  相域での HIP 処理の製造工程を用いれば、合金粉末材と極めて類似した金属組織が得られ、その結果、延性は向上し、また疲労強度も大幅に向上することが期待される。

以上を製造工程図の形でまとめると、Fig. 1 のようになる。真空焼結までの工程は、従来法および新製造法とも全く同じであるが、従来法では、焼結合金を組織調整なしで直接 HIP 処理するのに対し、新製造法では、焼結合金を  $\beta$  相域から焼入れてマルテンサイト組織と

し、そのうち HIP 処理を行うことを最大の特徴とする

### 3. 実験方法

実験に用いた原料粉末は、市販の低塩素チタン粉末 (-100 メッシュ) と、アーク溶解により溶製したポタインゴットを粉砕することにより製造した 60%Al-40%V 母合金粉末 (-100 メッシュ) である。これらの粉末を 9:1 の割合に秤量したのち、V 型混合器を用いて混合し、ついで機械的プレスを用いて密度比 81% の角材に圧粉・成型した。さらにこれら角材を  $10^{-6}$  torr の真空中で  $1300^{\circ}\text{C}$ 、3~4 h の真空焼結を行い、焼結終了後は空冷した。このときの密度比は 95.5% であつた。従来法では、この焼結合金に  $1000 \text{ kgf/cm}^2$ 、 $930^{\circ}\text{C}$ 、3 h の条件で HIP 処理を施した。新製造法では、焼結合金を  $\beta$  相域である  $1050^{\circ}\text{C}$  で 15 min 加熱したのち水中に焼入れ、ついで従来法と同じ条件で HIP 処理を施した。これら焼結合金 (As Pressed and Sintered の状態にあるので、以降 As P & S 材と略す)、従来法合金 (Press and Sinter, HIP の工程を経て製造したので、以降 P & S+HIP 材と略す)、新製造法合金 (Press and Sinter Heat Treatment, HIP の工程を経て製造したので、以降 P & S+HT+HIP 材と略す) から、平滑丸棒引張試験片 (直径 3.5 mm, 平行部 16 mm)、破壊靱性測定用シャルピー試験片、平滑丸棒疲労試験片 (断面積  $10 \text{ mm}^2$ , 平行部 14 mm) を作製した。疲労試験は、電磁共振型疲労試験機を用いて、周波数  $f=80 \text{ Hz}$ 、

Table 1. Chemical analysis (wt%).

	Al	V	Fe	Si	Cl	Mn	N	Mg	C	H	O
Titanium powder											0.17
Al-V powder											0.18
As P&S											0.26
P&S+HIP	6.17	3.53	0.022	0.014	0.020	0.002	0.011	0.001	0.012	1.5 ppm	0.30
P&S+HT+HIP											0.25

応力比  $R=0.1$  の条件で行った。引張試験は、歪み速度  $\dot{\epsilon}=5.2 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$  を用い、また破壊靱性試験は、ASTM E-399 に準拠して行つた。測定は、両試験とも室温および 77 K で行つた。なお各原料粉末、各製造法合金の化学分析値を Table 1 にまとめて示す。

#### 4. 実験結果

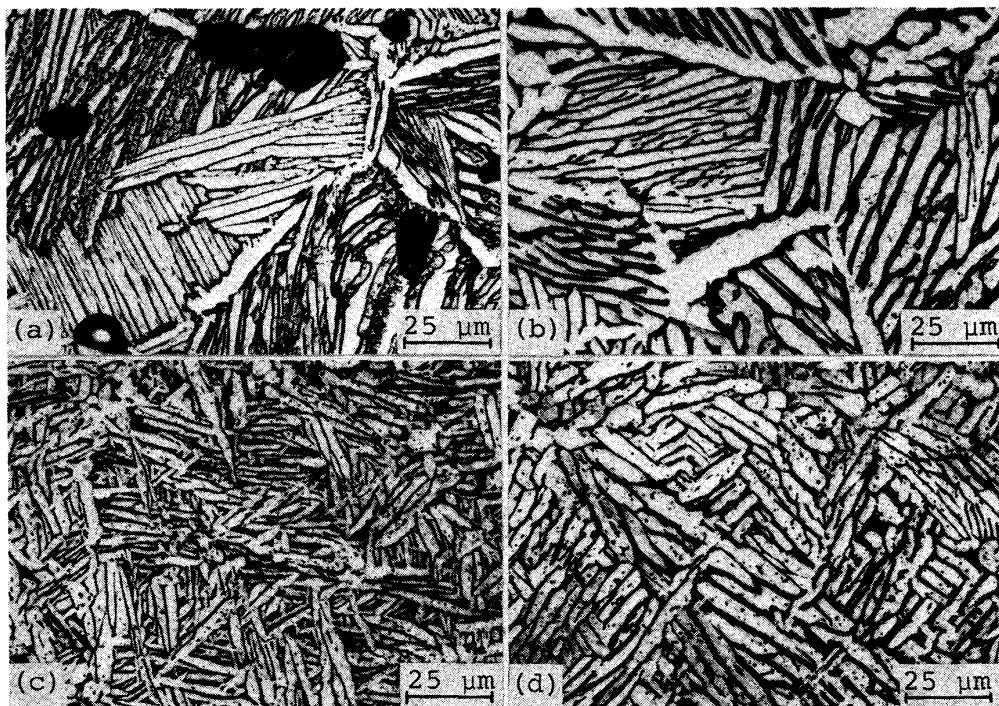
##### 4.1 金属組織

Photo. 1 に As P & S 材、P & S+HIP 材および P & S+HT+HIP 材の金属組織を示す。また比較のために合金粉末材 (Rotating Electrode Process 粉末を HIP 処理したものであるため、以降 REP+HIP 材と略す) の金属組織も合わせて示す。As P & S 材では、直径 10 ~ 30  $\mu\text{m}$  の空隙が多数認められる。これらの空隙は、粒界の移動を阻止する役割を果たしており<sup>11)</sup>、1300°C という高い温度に保持したにもかかわらず結晶粒の粗大

化は起こっていない。また粒界には粒界  $\alpha$  相が存在しており、粒内は Widmanstätten 組織を呈している。このような  $\alpha$  相は高温からの徐冷によつて形成されたものであるため熱的に非常に安定であり、P & S+HIP 材の写真で示されているように、次の工程で HIP 処理を行つても、空隙の消滅と  $\alpha$  相の肥大化が生じるだけで、その金属組織上の形態はほとんど変化を受けていない。P & S+HT+HIP 材の金属組織は、As P & S 材および P & S+HIP 材とは全く様相を異にし、粒界  $\alpha$  相は存在せず、均質かつ微細な  $\alpha+\beta$  2 相組織となつている。また予想どおり、REP+HIP 材と極めて類似した組織となつている。

##### 4.2 引張試験

各製造法合金の引張特性値を Table 2 に示す。As P & S 材では、室温において降伏強さ 80 kgf/mm<sup>2</sup>、引張強さ 89 kgf/mm<sup>2</sup> の値が得られたが、HIP 処理を行うと

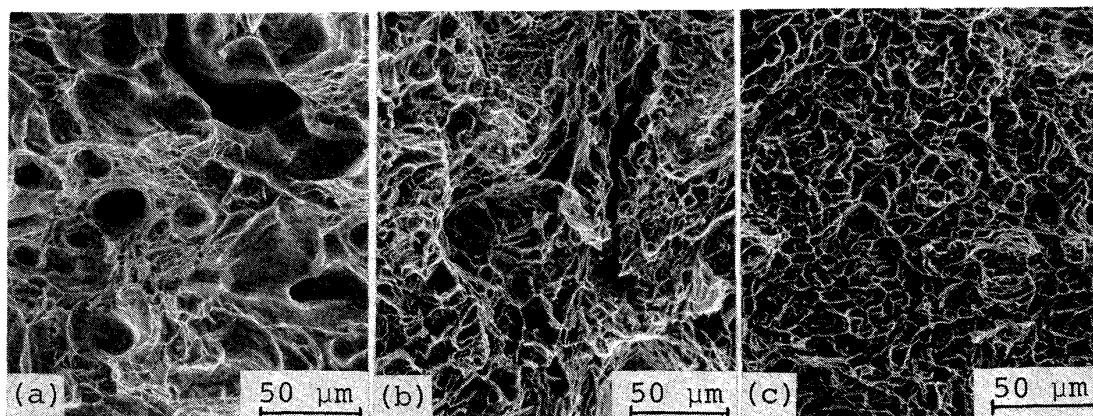


(a) As P & S, (b) P & S+HIP, (c) P & S+HT+HIP, and (d) REP+HIP.

Photo. 1. Microstructures of blended elemental and prealloyed Ti-6Al-4V alloy.

Table 2. A summary of mechanical tests.

	Test temp. (K)	0.2%YS (kgf/mm <sup>2</sup> )	UTS (kgf/mm <sup>2</sup> )	Elong. (%)	RA (%)	$K_{Ic}$ (kgf/mm <sup>3/2</sup> )	$\sigma_f$ at 10 <sup>7</sup> (kgf/mm <sup>2</sup> )
As P & S	293	80	89	10	15	126 ( $K_Q$ )	~20[7]
	77	130	140	5	7	181	
P & S+HIP	293	90	98	17	35	183 ( $K_Q$ )	38
	77	148	157	11	25	165	
P & S+HT+HIP	293	94	102	17	40	210 ( $K_Q$ )	50
	77	150				148	
REP+HIP	293	93	99	16	42	275[19]	50[12]
	77	147	155	13	36		



(a) As P & S, (b) P & S+HIP, (c) P & S+HT+HIP.

Photo. 2. Surface appearances of blended elemental Ti-6Al-4V tensile test specimens tested at 293K.

降伏強さ, 引張強さはともに  $10 \text{ kgf/mm}^2$  ほど増加し, また伸びは 17% に, 絞り は 35% にまで向上する. また 77 K においても, 強度, 延性の向上は著しい. 次に P & S+HT+HIP 材に注目すると, 降伏強さ  $94 \text{ kgf/mm}^2$ , 引張強さ  $102 \text{ kgf/mm}^2$ , 伸び 17%, 絞り 40% が得られ, P & S+HIP 材よりも優れた値となつている. またこれら特性値は REP+HIP 材とほぼ同等であり, この新製造法は, 優れた引張特性を付与可能なことが明らかである.

室温で試験後の破断面観察結果を Photo. 2 に示す. As P & S 材の破断面上には空隙が多数存在しており, 空隙と空隙を連結する形で破断が進行したことが理解できる. P & S+HIP 材の巨視的な破壊形態は cup and cone 型の延性破断であつたが, 破断面は非常に起伏に富み, またディンプル・パターンも細長い形状のものが多し. P & S+HT+HIP 材も cup and cone 型の破断であつたが, その破断面は比較的平坦であり, ディンプル・パターンも等軸様式を呈している. このように両材料では, その金属組織の差が破断面にも明瞭な差となつて表れている.

本実験で用いた各引張試験片の中で, P & S+HT+HIP 材を 77 K で試験した場合には, 用意した試験片 2 本がいずれも最大荷重に達する前に早期に破断してしまつた. 破断面観察を行つたところ, 試験片の表面から内部にまで貫通して存在する空隙の集合体を起点として破断は発生していた. また大きな空隙に基づく破断は, 疲労試験の際にも見出された. これら空隙の中には, 直径が  $200 \mu\text{m}$  にも達するものがあり, Photo. 1a で示した直径  $10\sim 20 \mu\text{m}$  の空隙と比べて格段の差があつた. このような破断事例は, HIP 処理の不完全な試験片が偶発的に存在していたために起きたものであり, 新製造

法に起因した本質的な事項ではない. 今後は, 混合粉末の充填方法などに細心の注意を払う必要がある.

#### 4.3 破壊靱性試験

Fig. 2 に, 各製造法の試験片を室温および 77 K で試験した際の荷重-開口量の関係を示す. またこれらの結果に基づき計算により求めた破壊靱性値を Table 2 に示す. 室温で試験した場合には, いずれの試験片とも荷重と開口量の関係は荷重の増加とともに次第に直線性から外れるようになり, そのずれの程度  $P_{max}/P_Q$  は, As P & S, P & S+HIP, P & S+HT+HIP 材でそれぞれ 1.23, 1.21, 1.10 であつた. またこの値のみならず, 板厚も ASTM の規格を満足しておらず, それゆゑ室温で得られた結果は Table 2 において  $K_Q$  と記した. 77 K では, 平面歪み破壊靱性値  $K_{IC}$  が得られた.

室温における  $K_Q$  値について注目すると, As P & S 材では  $126 \text{ kgf/mm}^{3/2}$  であるが, P & S+HIP 材では  $183 \text{ kgf/mm}^{3/2}$  にまで増加し, HIP 処理の効果が明瞭に認められる. P & S+HT+HIP 材では  $K_Q$  値はさらに増加し  $210 \text{ kgf/mm}^{3/2}$  の値が得られた. 77 K においては室温における変化の傾向とは全く逆で, As P & S 材の  $K_{IC}$  値が最も高い.

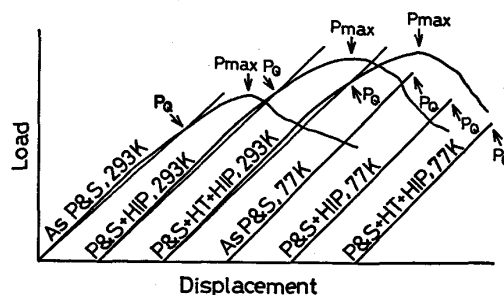
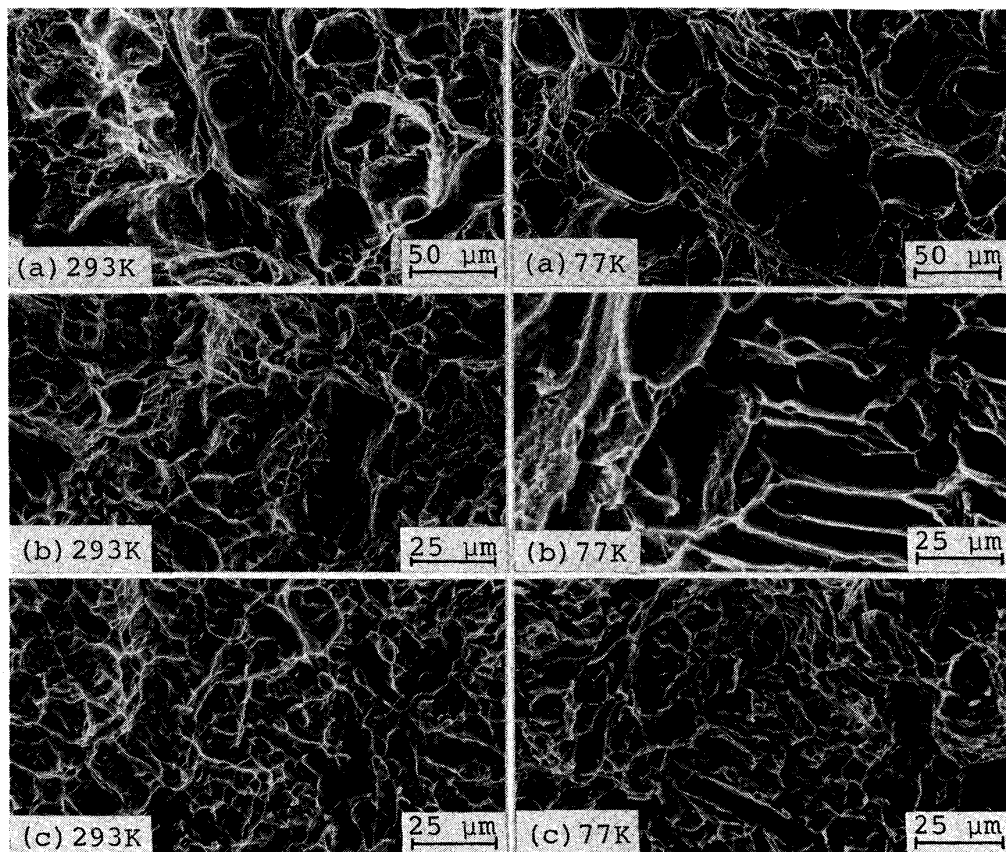


Fig. 2. Load-displacement records at 293 K and 77K for blended elemental Ti-6Al-4V alloy.



(a) As P & S, (b) P & S+HIP, and (c) P & S+HT+HIP.  
In all cases, the crack propagation is running from left to right.

Photo. 3. Fast fracture regions just ahead of precrack front of blended elemental Ti-6Al-4V fracture toughness test specimens tested at 293K and 77K.

Photo. 3 は、疲労予き裂先端近傍の急速破断域の破面を示したものである。As P & S 材では、引張試験片の破断面と同様に空隙が多数認められる。これら空隙は特に 293 K において大幅に変形を受けている。P & S+HIP 材の破面は、両温度ともに非常に凸凹しており、急速破断き裂はき裂進行方向に対して上下に屈曲しながら進展したことがわかる。293 K では、ディンプル部分と特徴のない平らな部分とが混在しているが、77 K では、Widmanstätten 組織を強く反映した破面となっている。P & S+HT+HIP 材の破面の様相は P & S+HIP 材とは大幅に異なり、起伏は少なく比較的平坦な破面となっている。293 K では、破面は主としてディンプルより構成されているが、77 K では延性破断部分は減少し、特徴のない平らな部分が多くなっている。

#### 4.4 疲労試験

P & S+HIP 材および P & S+HT+HIP 材の室温における疲労試験結果を Fig. 3 に示す。またこの図には比較のために、MAHAYAN らによつて得られた REP+HIP 材の結果<sup>12)</sup>も合わせて示す。P & S+HIP 材の

繰返し数  $10^7$  回における疲労強度は  $38 \text{ kgf/mm}^2$  の値が得られ、PARK<sup>7)</sup> らの結果と一致している。一方、P & S+HT+HIP 材の疲労強度は  $50 \text{ kgf/mm}^2$  となり、新製造法は室温において高い疲労強度を付与できることが明らかである。この値は REP+HIP 材のそれと一致しており、両者の金属組織が極めて類似していることに対応している。また低サイクル域においても、P &

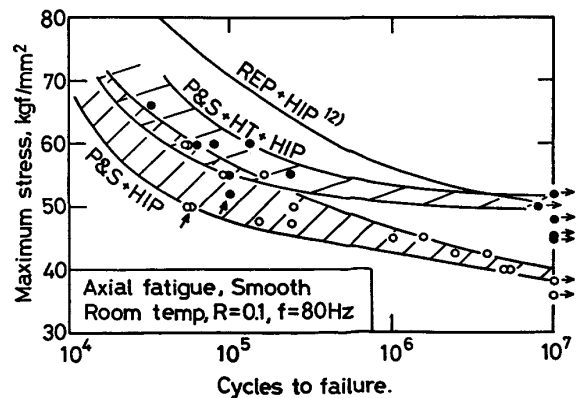
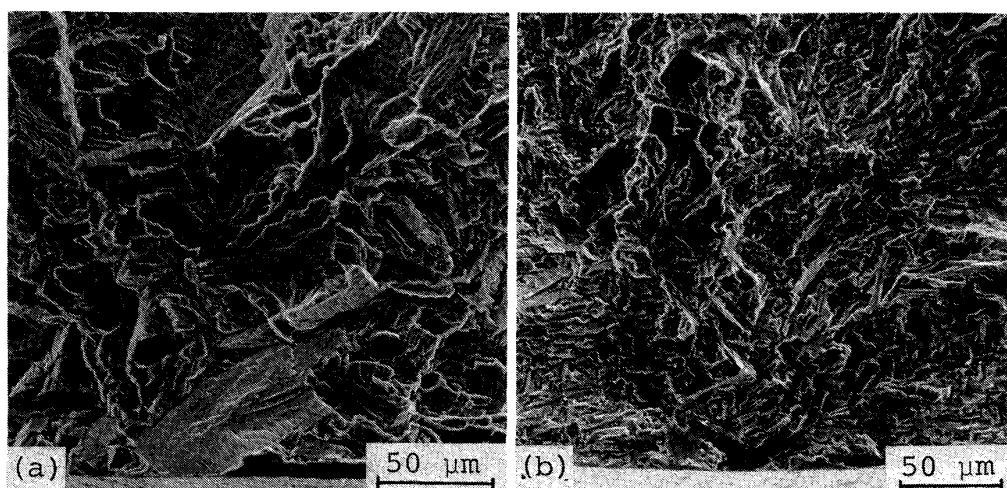


Fig. 3. Smooth fatigue data for blended elemental Ti-6Al-4V alloy.



(a) P & S+HIP, and (b) P & S+HT+HIP.

Photo. 4. Fracture initiation sites of blended elemental Ti-6Al-4V smooth fatigue test specimens.

S+HT+HIP 材は P & S+HIP 材よりも優れた特性を示している。

Photo. 4 は、疲労試験における破断起点の代表例を示したものである。P & S+HIP 材と P & S+HT+HIP 材では起点の様相は明らかに異なり、疲労強度の大小と起点の様相との違いが明瞭に対応している。P & S+HIP 材では、起点部はいくつかの広い平坦な破面から構成されている。これら破面の中でも写真の中央部から上部の領域では、Widmanstätten 組織内の  $\alpha$  相の間隔に対応する白い縞模様が認められ、粒内を横切る剪断型破壊の発生が起点の一成因となつていことが理解できる<sup>4)5)13)</sup>。一方、P & S+HT+HIP 材では、起点部は極めて細かい破面単位より構成されており、Photo. 1 (c) で示した微細な  $\alpha+\beta$  2 相組織において、 $\alpha$  相と  $\beta$  相との界面が疲労き裂の起点であることを示唆している<sup>10)</sup>。なお Fig. 3 において矢印を付けたデータ点は、空隙の集合体を起点として破断したものである。これら空隙は切欠きの役割を果たし、それゆえ短寿命破断をもたらしたと考えられる。

## 5. 考 察

### 5.1 新製造法合金の金属組織学的特徴

この新製造法は、機械的特性を合金粉末法合金の水準にまで上げたのみならず、金属組織学的にも興味ある現象をいくつか明らかにした。まず第 1 は、焼結合金中の残留空隙は結晶粒の粗大化防止に有効な役割を果たす<sup>11)</sup>、という事実である。既に述べたように、1300°C という高い温度で真空焼結を行つても空隙が粒界の移動を阻止するため、結晶粒の粗大化は起こらない。この粒

界移動阻止の効果は、マルテンサイト化の熱処理である 1050°C で 15 min 保持したのち水中に焼入れた場合でも有効に作用し、真空焼結後の粒寸法を維持したままである。溶解材をこの条件で熱処理した場合には、その粒径は数百  $\mu\text{m}$  以上に達してしまい、対照的である。

次に、新製造法では、粒界  $\alpha$  相は形成されない、という興味ある事実が明らかとなつた。ここで粒界  $\alpha$  相の生成を阻止している因子が何であるかを確認するために、焼結合金を 1050°C から焼入れてマルテンサイト組織とし、ついで圧力なしで、930°C、3 h の熱処理を施してみた。そのときの金属組織を Photo. 5(a) に示す。圧力下での熱処理ではないので空隙が存在するのは当然であるが、注目したいのは、粒界  $\alpha$  相が明瞭に存在している事実である。この実験事実より、粒界  $\alpha$  相の形成阻止に有効に作用しているのは、1000 kgf/cm<sup>2</sup> の圧力であることが理解できる。

しかしながら、圧力下で熱処理を行つても、必ずしも微細な 2 相組織になるわけでもなく、溶解材のように前  $\beta$  粒径が大きい場合には、焼入れによつて生成するマルテンサイトの長手方向の寸法にも影響を与え、その結果、マルテンサイトの分解によつて生ずる  $\alpha$  相のアスペクト比にまでも影響を与えることが見出された。すなわち、前  $\beta$  粒径がマルテンサイト葉の長さを律速しており、粒径が大きいほどマルテンサイト葉は細長く、また分解  $\alpha$  相のアスペクト比は大となつていた。具体例を Photo. 5 (b) に示す。これは溶解材を 1050°C で 15 min 加熱後水冷し、ついで 930°C、3 h、1000 kgf/cm<sup>2</sup> の HIP 処理を施したときの組織であるが、アスペクト比の大きい細長い  $\alpha$  相が多数存在しており、

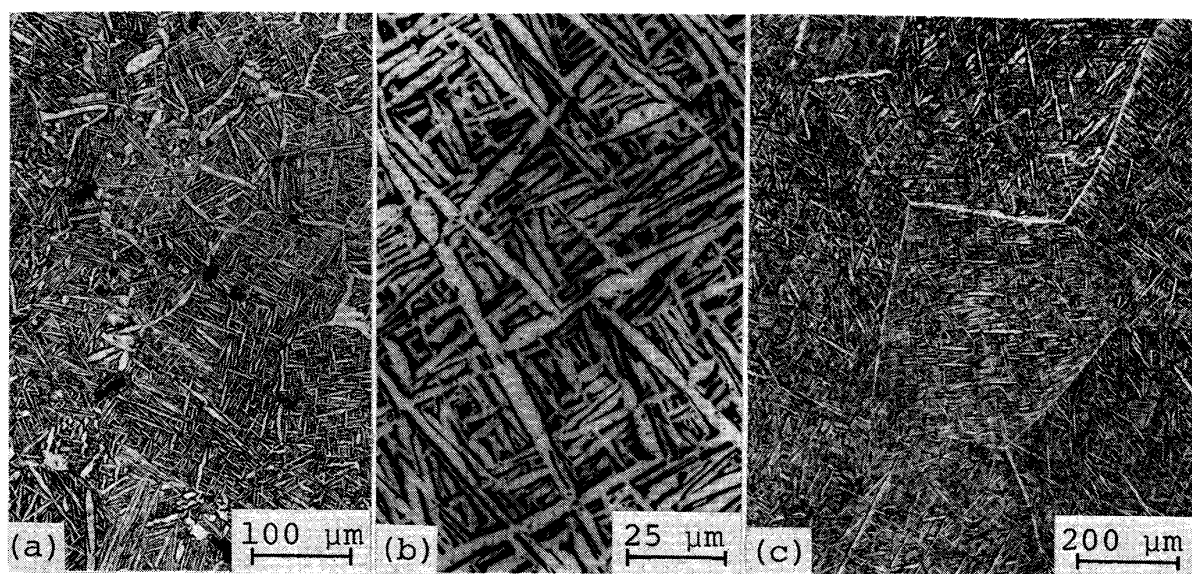


Photo. 5. Microstructural feature of  $\alpha$  phase. (a) Microstructure of As P & S blended elemental Ti-6Al-4V alloy quenched from 1050°C and annealed at 930°C for 3h. (b) High and (c) low magnification of microstructure of wrought Ti-6Al-4V alloy quenched from 1050°C and HIP'ed.

Photo. 1 (c) の新製造法合金の組織と比べて際立つた相違を見せている。また、このように前  $\beta$  粒径が大きく、かつ粗いマルテンサイト組織では、粒界  $\alpha$  相の形成が明瞭に認められた (Photo. 5 (c))。

以上の実験結果から、粒界  $\alpha$  相の存在しない微細な  $\alpha + \beta$  2相組織とするためには、前  $\beta$  粒径がある寸法以下の焼入れ材を、すなわち微細なマルテンサイト組織を有する材料を、圧力下で  $\alpha + \beta$  2相域に保持することが、必要かつ十分な条件となつていることがわかる。

## 5.2 各製造法合金の金属組織と機械的特性の関係

### (1) 引張特性

As P & S 材の低強度、低延性は、空隙が存在するため試験片の単位断面積当たりの負荷荷重が増加すること、および空隙が応力集中源の役割を果たしていることに起因している。伸び、絞りの延性に関しては、密度比が 97% を越えると急激に向上することが報告されている<sup>7)</sup>。

P & S+HIP 材の絞り値は、P & S+HT+HIP 材あるいは REP+HIP 材と比較して低い。これは主として粒界  $\alpha$  相の存在に基づいている。すなわち粒界  $\alpha$  相と隣接する結晶粒との界面では、引張試験の際にポイドが発生しやすく、またこの界面ではポイドの成長、隣のポイドとの連結も容易に起り、その結果、低延性となる<sup>14)15)</sup>。

P & S+HT+HIP 材および REP+HIP 材のような金属組織においては、細長い  $\alpha$  相と周囲の  $\beta$  相との界面がポイドの発生箇所とされている<sup>10)16)</sup>。またこの場

合、 $\alpha/\beta$  界面が直線的でかつその距離が長いほどポイドの成長・連結は容易に起り、延性低下は著しい<sup>16)</sup>。これら製造法合金の金属組織においては、 $\alpha$  相のアスペクト比が小さいがゆえ、その  $\alpha/\beta$  界面はそれほど長くなく、これが良好な延性を付与したと思われる。

### (2) 破壊靱性

金属組織と破壊靱性値の大小とは、室温と 77 K で全く逆の関係を示した。77 K では正確な  $K_{IC}$  値を求めることができたので、まず、77 K における金属組織と  $K_{IC}$  値との関係について考察する。チタン合金では靱性に関しては、Widmanstätten 組織の方が等軸組織よりも優れている。これは針状組織では、き裂はまっすぐには進まず凸凹しながら、また場合によつては分枝しながら進展するからである。このようなき裂の屈曲は、き裂先端の有効応力拡大係数の減少をもたらし、その結果、き裂進展抵抗を増大させ、 $K_{IC}$  値の上昇を招く。き裂の屈曲性は、 $\alpha$  相の形状、粒界  $\alpha$  相の存在、前  $\beta$  粒径の大きさなどの組織因子に大きく依存している<sup>16)</sup>。

Photo. 3 (b) と Photo. 3 (c) を比較して明らかのごとく、P & S+HT+HIP 材の方が P & S+HIP 材よりも屈曲性は小であり、したがってき裂進展の抵抗は小さく、低い  $K_{IC}$  値をとつたものと考えられる。As P & S 材と P & S+HIP 材の屈曲性の大小については、写真からだけでは判断しかねるが、As P & S 材では、空隙と空隙とを結ぶ形でき裂は進行していること、またき裂の先端が空隙と接した場合には、き裂は鈍化するこ

とが予想されること, などから屈曲性は大きく, その結果一番高い  $K_{IC}$  値を示したものと考えられる. 室温における各製造法合金の破面の凹凸の程度は, 77 K におけるそれと十分に対応していることが写真の上から認められるが, この屈曲性の大小と  $K_Q$  値の大小とは対応していない. 室温では Fig. 2 に示したように, 荷重-開口量の関係は直線性からはずれている. 破面上にはシェア・リップは存在しなかつたことから, この開口量の増加は slow crack growth に起因している. 破面を走査電顕を用いて観察したが, 室温および 77 K と, slow crack growth 領域を破面上で識別することは困難であつた. すなわち, slow crack growth 領域の破面は急速破断域の破面と同じであつた. この観察結果より, slow crack growth 領域の凹凸の程度は,  $As\ P \ \& \ S > P \ \& \ S + HIP > P \ \& \ S + HT + HIP$  なる関係を有していると見なせる. それにもかかわらず, 室温では slow crack growth の生成は, 荷重増加には結びつかずに開口量のみを増加される結果となり,  $K_Q$  値を低目にしていく. 試験温度によつてこの違いが生じる理由は不明であり, 室温で正確な  $K_{IC}$  値を求めることも含めて今後の検討課題である.

$P \ \& \ S + HIP$  材および  $P \ \& \ S + HT + HIP$  材の破壊靱性値は,  $REP + HIP$  材と比較してかなり低い. これは, 両材料に含まれる酸素含有量が 0.25~0.30% と極めて多いことに起因したものであろう<sup>17)</sup>.

### (3) 疲労特性

チタン合金の疲労試験では, 全破断寿命の 85~98% が破断き裂の発生のために費やされている<sup>18)</sup>. 破断の起点となる微少ポイドの生成の難易度, 転位を動かすのに必要な応力の大小, などが疲労特性の優劣を支配している.  $P \ \& \ S + HIP$  材のような金属組織においては, 粒界  $\alpha$  相と隣接する結晶粒との界面, コロニー組織を横切るすべり帯などに強い局所的な応力集中が起こり, その結果, ポイドは生成しやすく, 疲労強度は低下する<sup>6)7)</sup>.  $P \ \& \ S + HT + HIP$  材では, このような応力集中源が除去されたので, ほぼ同一の降伏強度水準にもかかわらず,  $P \ \& \ S + HIP$  材よりも優れた疲労強度を示したのであろう. また低サイクル域における疲労特性の向上も, 組織の微細化による局所的塑性歪みの減少に起因したものであろう.

## 6. 結 言

本研究では, 高い疲労強度を有する Ti-6Al-4V 合金を素粉末混合法を用いて製造すべく, 従来の製造法とは異なる新製造法を開発した. 新製造法の概要, 金属組織

上の特徴, 機械的特性は次のとおりである.

(1) 真空焼結までの工程は, 従来法および新製造法とも全く同じであるが, 新製造法では, 焼結合金を  $\beta$  相域から焼入れてマルテンサイト組織とし, そののち HIP 処理を行うものである.

(2) 新製造合金の金属組織は,  $\beta$  粒径が比較的小さい, アスペクト比の小さい  $\alpha$  相よりなる微細な 2 相混合組織である, 粒界  $\alpha$  相が存在しない, という特徴を有し, 従来法合金の組織とは大幅に異なるものである.

(3) このような組織制御により優れた機械的特性が付与され, 特に  $10^7$  回における疲労強度は, 従来法合金が 38 kgf/mm<sup>2</sup> であるのに対し, 新製造法合金では 50 kgf/mm<sup>2</sup> にまで向上した.

## 文 献

- 1) Titanium Net Shape Technology, ed. by F. H. FROES and D. EYLON (1984) [TMS-AIME]
- 2) Advanced Processing Methods for Titanium, ed. by D. F. HASSON and C. H. HAMILTON (1982) [TMS-AIME]
- 3) Powder Metallurgy of Titanium Alloys, ed. by F. H. FROES and J. E. SMUGERESKY (1980) [TMS-AIME]
- 4) D. EYLON: J. Mater. Sci., 14 (1979), p. 1914
- 5) D. EYLON: J. Mater. Sci., 14 (1979), p. 345
- 6) 萩原益夫, 海江田義也, 河部義邦: 鉄と鋼, 71 (1985), S731
- 7) J. PARK, M. W. TOAZ, D. H. RO, and E. N. AQUA: 文献 1), p. 95
- 8) 萩原益夫, 海江田義也, 河部義邦: 日本金属学会誌, 48 (1985), p. 1092
- 9) I. W. HALL and C. HAMMOND: Titanium and Titanium Alloys, ed. by J. C. WILLIAMS and A. F. BELOV (1981), p. 601 [Plenum Press]
- 10) D. EYLON, F. H. FROES, D. G. HEGGIE, D. A. BLENKINSOP and R. W. GARDINER: Metall. Trans., 14A (1983), p. 2497
- 11) Y. MAHAYAN, D. EYLON, R. BACON and F. H. FROES: 文献 3), p. 189
- 12) Y. MAHAYAN, D. EYLON, C. A. KELTO, T. EGERER and F. H. FROES: 文献 1), p. 39
- 13) D. EYLON and J. A. HALL: Metall. Trans., 8A (1977), p. 981
- 14) M. A. GREENFIELD and H. MARGOLIN: Metall. Trans., 3 (1972), p. 981
- 15) D. EYLON, J. A. HALL, C. M. PIERCE and D. L. LUCKEL: Metall. Trans., 7A (1976), p. 1817
- 16) J. B. BORRADAILE and R. H. JEAL: Titanium '80, ed. by H. KIMURA and O. IZUMI (1980), p. 141 [TMS-AIME]
- 17) H. MARGOLIN, J. C. WILLIAMS, J. C. CHESNUTT and G. LUETJERING: Titanium '80, ed. by H. KIMURA and O. IZUMI (1980), p. 169 [TMS-AIME]
- 18) D. EYLON, Y. MAHAYAN, N. R. ONTKO and F. H. FROES: 文献 3), p. 93
- 19) L. PARSONS, J. BRUCE, J. LANE and F. H. FROES: Metal Prog., 126 (1984) No. 4, p. 83