

## チタン合金の低温における変形, 破壊特性

解 説

長 井 寿\*・石 川 圭 介\*<sup>2</sup>

## Deformation and Fracture Characteristics of Titanium Alloys at Low Temperatures

Kotobu NAGAI and Keisuke ISHIKAWA

## 1. 低温用構造材料としてのチタン材料

チタン (Ti) 合金は代表的な高比強度金属材料としてよく知られているが, 低温用構造材料としても将来性があることは見過ごされているのではないだろうか. またこの合金の低温における変形, 破壊機構も十分には理解されていない段階である. 本稿では高性能, 高信頼性を有する低温用 Ti 材料 (純 Ti および Ti 合金) 開発を究極の目標とする立場から, 明らかにされつつある低温における Ti 材料の変形, 破壊挙動を見つめ直してみたい.

## 1.1 低温用構造材料が満たすべき諸条件

低温用構造材料の具備すべき条件はその用途に大きく依存するが, 低温において要求される一般的な性質としては以下のようなものである.

(a) 高い強度: 脆化しない限り金属材料の強度は低温ほど高くなるので, この条件は低温ほど満たされやすい. しかしながら, 超電導材料の歪み効果抑止, 極限の高比強度要求にはより高強度を必要とする.

(b) 十分な延性・靱性: 延性, 靱性は強度とは逆に一般に低温ほど低下し, 低温ほど厳しい条件となる. 特に脆性破壊は避けなければならない.

すなわち, 一つの主要な関心は高強度-高靱性のバランスをいかに得るかということになる. また,

(c) 十分な疲労特性: 超電導, 極低温技術が交通機関等に実用化されるとなると, 疲労特性は信頼性保証の主要因子となることも考えられる.

(d) 溶接性: 溶接容易性と共に, 溶接材の良好な性質も要求される.

(e) 必要な物理的性質: 非磁性, 低熱伝導率など,

強磁場下, 極低温という特殊環境が要求する性質がある.

## 1.2 Ti 合金の低温における一般的性質

Ti の合金設計性 ( $\alpha$ ,  $\alpha + \beta$ ,  $\beta$  合金), 熱処理性などは既に述べられている<sup>1)</sup> ように多様性に富んでおり, 材料としての将来性を秘めている. しかしながら特に低温用材料としては, 現在規格等<sup>2)~4)</sup> で使用が認められている Ti 材料は非常に限られており, 種々の設計思想に基づく合金開発が期待される.

諸物理的性質をオーステナイト系ステンレス鋼と比較する<sup>5)</sup> と以下ようになる (Table 1). 比重は約 55% で極めて軽い. 熱伝導率は 4K で同程度となるが室温から 77K の範囲では約 1/2 で断熱性でまさっている. 透磁率が極めて低く, また電気比抵抗が 2 倍程度 (純 Ti では逆に 1/2 程度である) もあり, 例えば変動強磁場中では理想的な金属材料の一つとなる. また, 熱膨張が

Table 1 Comparison of various properties between Ti alloy and austenitic stainless steel.

	Austenitic stainless steel	Titanium alloy	Temperature
Yield strength/MPa	300-800	>1400	4 K
Fracture toughness/MPa $\sqrt{m}$	>200	40-100	4 K
Young's modulus/GPa	193	113	RT
Specific gravity/g/cm <sup>3</sup>	8.03	4.46	RT
Electric resistivity/ $\mu\Omega$ cm	70-75	150	RT
Specific heat/cal/g/K	0.12	0.13	0-100°C
Thermal expansion/ $10^{-5}$ m/m	-300	-150	RT to 4 K
Thermal conductivity/W/mK	15.0 8.0 0.3	8.0 4.0 0.4	293 K 77 K 4 K
Magnetic permeability	>1.003	1.00005	RT

昭和 63 年 9 月 7 日受付 (Received Sep. 7, 1988) (依頼解説)

\* 金属材料技術研究所筑波支所第一研究グループ主任研究官 工博 (Tsukuba Laboratories, National Research Institute for Metals, 1-2-1 Sengen Tsukuba 305)

\*<sup>2</sup> 金属材料技術研究所筑波支所第一研究グループ第六サブグループリーダー 工博 (Tsukuba Laboratories, National Research Institute for Metals)

Key words: titanium; titanium alloy; low temperature; fracture toughness; tensile properties; charpy absorbed energy; fatigue property; deformation mode; fracture surface.

Table 2 Mechanical properties of three different type alloys.

	Type	YS (MPa)		$\epsilon$ (%)		CVN (J)		$K_{IC}$ (MPaMPa $\sqrt{m}$ )	
		RT	4 K	RT	4 K	RT	4 K	RT	4 K
Titanium alloy (5Al-2.5 Sn ELI)	hcp	704	1 405	15	10	52	12	148	98
Ferritic Fe-Ni alloy (Fe-13 Ni)	bcc	750	1 330	15	11	250	70	90	110
Austenitic ferrous alloy (JN1*1)	fcc	420	1 400	58	38	400	150	—*2	230

\*1 Fe-25Cr-15Ni-4Mn-0.3N

\*2 Too high to determine

小さいという性質もある。これらの諸性質は極低温用構造材料にとって好ましいものである。

Table 2 は 4K で降伏強さがほぼ同程度となるようなフェライト系<sup>6)</sup>及びオーステナイト系<sup>7)</sup>鉄鋼材料との機械的性質の比較<sup>8)</sup>を行つたものである。これらは現在開発されている極低温用構造材料の中では最高強度を示す部類に属している。Table 1 から明らかなように伸び、破壊靱性値はフェライト鋼と同程度で、オーステナイト鋼に比してそれぞれ 1/3, 1/2 だが、衝撃値はオーステナイト鋼の 1/10, フェライト鋼の 1/5 程度となる。フェライト鋼の衝撃値が、破壊靱性値と同様にオーステナイト鋼の 1/2 程度であるのを見ると、Ti 合金の衝撃値の低さがより際だつ。概観してみると、このように Ti 材料は物理的性質に恵まれ、高強度であるが、靱性が低いという姿が浮かび上がる。

## 2. 低温における塑性変形機構と引張特性

Ti 材料の強度は侵入型固溶元素 (O, C, N など、これらは  $\alpha$  安定化元素)、置換型固溶元素 (Al- $\alpha$  安定化元素, Fe, Cr, Mo, V, Nb など- $\beta$  安定化元素, Sn, Zr-中性的元素) の増量にもなつて増加<sup>19)</sup>し、延性は一般に低下する。構成相中の  $\beta$  相比を増加させるためには一般に高合金化を図るので、強度は純 Ti<sup>10)</sup>,  $\alpha$ <sup>8)</sup>,  $\alpha + \beta$ <sup>11)</sup>,  $\beta$ <sup>12-14)</sup> の順に高くなる傾向にある (Fig. 1 参照)。

$\alpha$ -Ti の結晶構造は h. c. p. であり、主な可能すべり系は柱面、錘面、底面上の  $\langle 1120 \rangle$  すべり<sup>15)</sup>とされている。しかし支配的なすべり系は低温においても柱面すべり<sup>16)</sup>である。低温変形の律速過程は熱活性化による柱面上における転位の侵入型固溶原子乗り越えとされている。したがって、低温では置換型固溶原子は非熱活性化成分としてのみ働き、Fig. 1 に示したような低温での強度の上昇は主として侵入型固溶原子と転位の相互作用による<sup>15)17)</sup>ものである。 $\alpha$ -Ti における変形双晶は、主に  $\{1122\}$  双晶で、低温ほど生じやすい。しかし、軸比  $c/a$  を増加させる合金元素 (Al, Sn, In など) は、双晶を抑制する効果がある<sup>18)</sup>。純 Ti, Ti-5 Al-2.5 Sn, Ti-6 Al-4 V を相対的に比較すると、前者ほど低温で双晶頻度が高い<sup>19)20)</sup>ようである。酸素も変形双晶を抑制するが、同時に転位の形状を波線状から直線状に変化さ

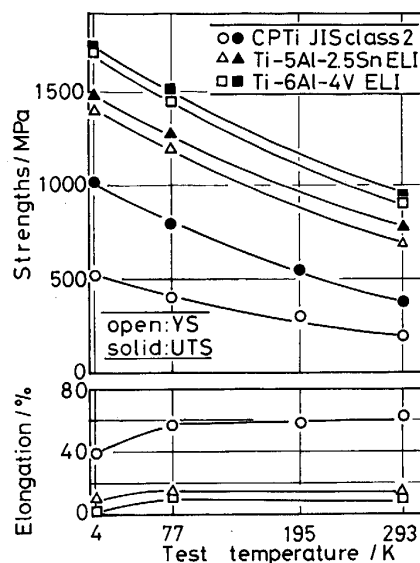


Fig. 1. Low temperature strengths and elongation of unalloyed Ti<sup>10)</sup>, Ti-5 Al-2.5 Sn ELI<sup>8)</sup>, and Ti-6 Al-4 V ELI<sup>11)</sup> as a function of temperature.

せる<sup>21)</sup>。

$\beta$ -Ti の結晶構造は b. c. c. で、通常の b. c. c. 金属のように  $\langle 111 \rangle$  方向すべりが支配的と考えられている<sup>15)</sup>。 $\beta$  合金では相の安定性の変化に伴つて変形機構も変わる。安定度が増すにつれて、室温での変形機構は一般に双晶、直線状転位すべりから波線状と変化するようである<sup>21)</sup>。観察される双晶は Ti-Mo 系では特徴的な  $\{332\} \langle 113 \rangle$  双晶、Ti-V 系では  $\{112\} \langle 111 \rangle$  双晶が主である。温度の低下は、変形機構に対して相の安定度とは逆の変化をもたらすと考えられるが、詳しい研究は少ない。低温での強度の上昇については  $\alpha$ -Ti と同様の機構が考えられている<sup>15)</sup>。 $\beta$ -Ti では時効によつて  $\omega$  相が析出し脆化することがある<sup>21)</sup>が、本稿では詳しくはふれない。

Ti 材料の極低温域までの引張特性を求めた研究は比較的多く<sup>10)~14)19)20)22)~24)</sup>、試験材料も多く合金系に及んでいる。それらによると既述のとおり Fig. 1, 2 のように強度は低温ほど上昇する。伸びは温度の低下の影響をあまり受けないが、Fig. 1 にみるように材料の種類によらず数 10 K 以下で急に低下する場合と、Fig. 2 の

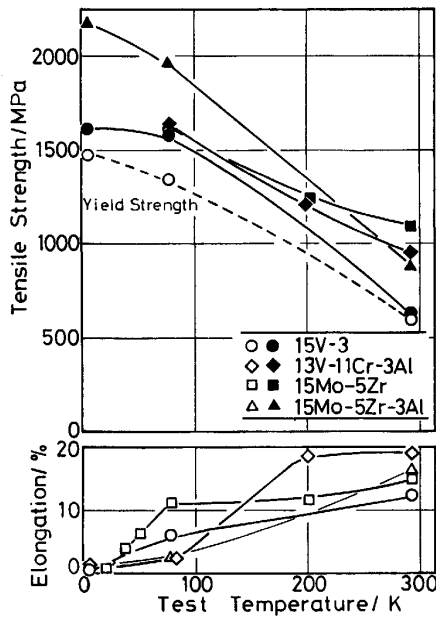


Fig. 2. Low temperature strength and elongation of  $\beta$ -Ti alloys<sup>12)-14)</sup> as a function of temperature.

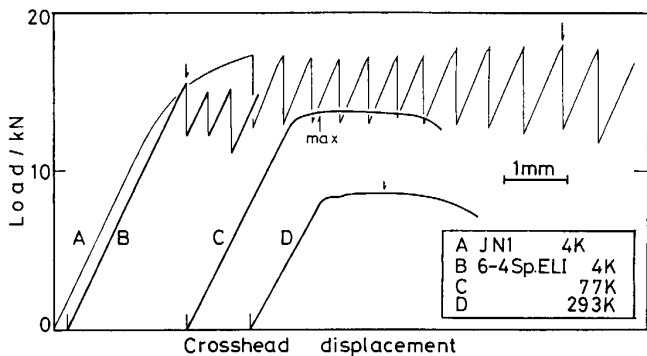


Fig. 3. Load-displacement curves of JN1 and Ti-6Al-4V special ELI alloy<sup>14)</sup>.

ように  $\beta$  合金においてそれより高温で低下する場合の二通りの延性低下が観察される。しかし、延性低下を含む多くの場合、破断は cup-and-cone 型もしくは  $45^\circ$  セン断型で、破面的には主としてディンプル破面が観察されている<sup>13)14)</sup>。 $\beta$  合金における延性低下は、脆性遷移とする立場<sup>12)</sup>と、垂直破断による破面にディンプルが観察されるため低温引張りでは延性-脆性遷移がなく、別の機構とする立場がある<sup>20)21)</sup>。

金属材料では 20 K 前後以下の引張変形において、不連続な荷重降下を伴う「セレーション」(鋸波形)と呼ばれる不均一変形が生じる<sup>11)25)</sup>(Fig. 3)。個々の荷重降下は試験片上では塑性変形による「くびれ」に対応している。オーステナイト鋼などでは変形の進行と共に「くびれ」が試験片平行部全域に重なり合い、ついには破断に至る<sup>25)26)</sup>(Fig. 4, A)。しかし、Ti 合金では「くびれ」が最初に起こった場所のみその後の変形が集中し、そ

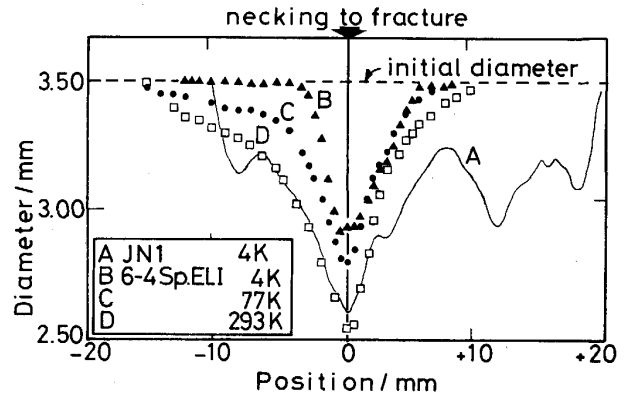


Fig. 4. Diameter profiles of fractured round bar specimens shown in Fig. 3.

の場所で破断に至ることが多い<sup>11)27)</sup>(Fig. 4, B)。Fig. 3 の 4 K での荷重-伸び曲線においてオーステナイト鋼では最高荷重点がかなりの回数の荷重降下後に現れるが、Ti 合金では最初の荷重降下点が高荷重点となる。これは Ti 合金では局在化した塑性変形による歪み硬化が、減断面による応力増加に及ばないことを示している。すなわち、Ti 合金の持つ低歪み硬化率がこのような局在化「くびれ」をもたらすと考えられる。この現象は試験片平行部の一様な変形を抑止するので、破断様式等に変化がなくても、平行部総変形量/平行部長さで評価される伸びは見かけ上低下することになる。このように Ti 材料の数 10 K 以下での延性低下は、極低温特有のセレーション変形をもたらすものと判断される。

加工履歴、組織等の低温変形機構、引張特性に対する影響は重要な点であるが、十分に系統的な検討はない。

### 3. シャルピー衝撃特性

低温靱性を改善する方策は次のように分けて考えなければならない。

- (a) 脆性-延性遷移温度を低下させる。
- (b) 上部棚エネルギーを増加させる。

すなわち、遷移曲線、フラクトグラフィをもとに取るべき方策を検討することになる。

Ti 合金では靱性を保証するために ELI (Extra-Low-Interstitial) 規格<sup>3)</sup>が特別に決めてあるものがある。これは代表的な合金の切欠引張試験等の結果<sup>12)</sup>をもとに、酸素を初めとした侵入型元素濃度及び鉄濃度を減じ、靱性を高めようとしているものである。

#### 3.1 純 Ti のシャルピー衝撃特性

$\alpha$ -Ti である純 Ti において、衝撃特性に及ぼすこれら不純物元素の影響<sup>1)</sup>を明らかにしておくことは意義深い。

Fig. 5 は著者ら<sup>14)</sup>と RÜDINGER ら<sup>28)</sup>の純 Ti のシャルピー衝撃値の温度変化データをまとめてみたものである。RÜDINGER らの値は一般的な値よりかなり高いので

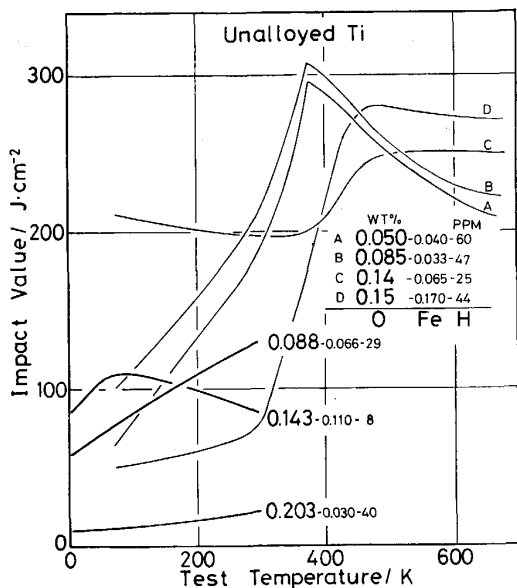


Fig. 5. Charpy impact energy transition curves of unalloyed Ti<sup>14)28)</sup> with various impurity contents.

直接の比較には問題があるかも知れないが、それでも酸素、鉄濃度を減じることが低温衝撃値の改善になっていることはわかる。少なくとも酸素は0.15%以下に、鉄はなるべく低く抑えるべきである。また水素濃度が大きな影響を及ぼしている可能性をFig. 5は示している。

RÜDINGERらは400 K前後の衝撃値低下を水素化物生成によるものとしており、確かに低温での最高値は著者らの結果においても最低水素濃度材で得られている。すなわち水素濃度を30 ppm以下に抑えると水素化物脆性を抑止し、優れた低温衝撃値が得られる可能性がある。彼らの400 K以上の衝撃値は300 J/cm<sup>2</sup>に達することもあり、純Tiが潜在的には極めて高い上部棚エネルギーを有している可能性がある。

著者らの0.203%酸素材は室温以下でへき開状破面を呈すが、0.143%、0.088%酸素材では各温度域でディンプル破面となる。このように低酸素化はへき開破壊脆化を抑える。ここでのへき開破壊については、高酸素材が比較的高強度であり、前述のように転位が直線状となるなどb. c. c.におけるへき開破壊の発生と様相は似ている。しかし、前述の水素化物脆化との関係も検討する必要がある。また変形双晶が引張変形の際のポイド発生起点となつているとする報告<sup>8)27)</sup>もあり、変形双晶の役割も無視できない。

鉄の影響については、単に強度上昇によるものか、Feリッチ相もしくはβ相生成等の影響によるものかは不明である。

### 3.2 Ti合金のシャルピー衝撃特性

Ti合金でも低不純物濃度とすることで衝撃値の改善を得ることができる。また合金の種類によつて、破面の

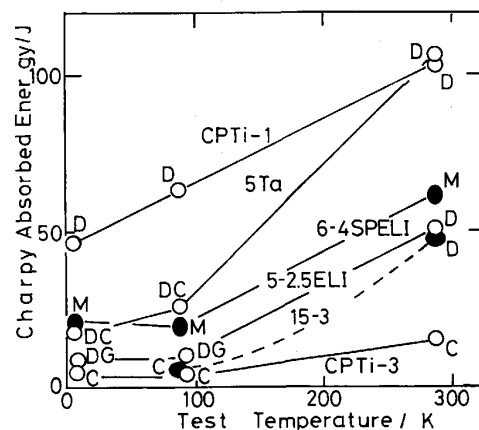


Fig. 6. Charpy absorbed energy transition curves for various Ti materials. Fracture surface modes are shown by D: dimple, DC: dimple + cleavage, DG: dimple + "groove"<sup>8)</sup>, M: microdimple, and C: cleavage.

様相に違いが生じ、おのおのの破壊機構の違いが現れる。

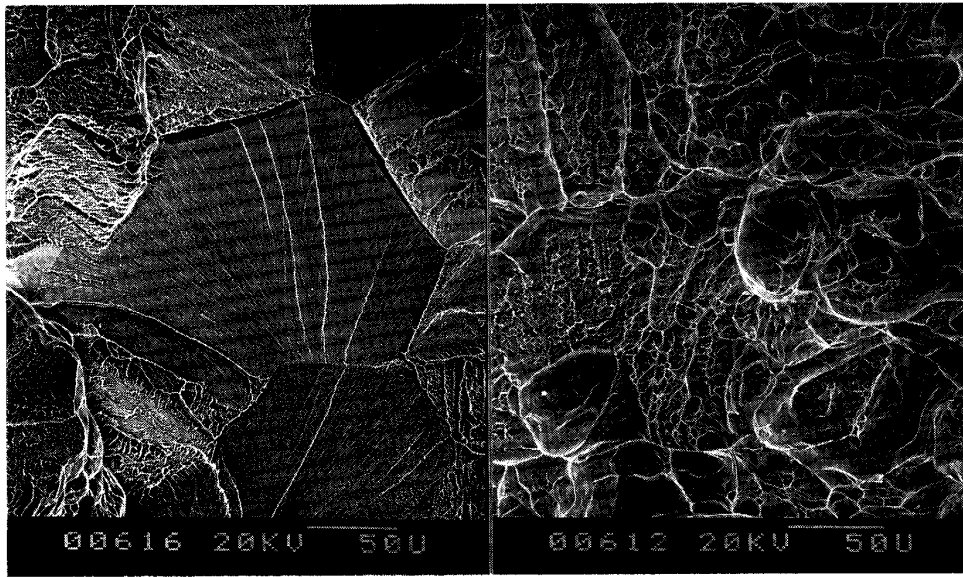
Fig. 6は純Ti<sup>14)</sup>、Ti-5Ta<sup>14)</sup>、Ti-5Al-2.5Sn ELI<sup>8)</sup>、Ti-6Al-4V<sup>11)</sup>、15-3合金<sup>14)</sup>のシャルピー衝撃値遷移曲線を示している。純Tiは前項で述べたものと同じである。

Ti-5Taは室温で等軸ディンプルだが、77 K以下ではへき開状破面が混在する。それに伴つて衝撃値は低下する。

Ti-5Al-2.5Snにおいては室温では等軸ディンプルだが、77 K以下で「溝状破面」<sup>8)</sup>が出現し、衝撃値は低下する。この破面は最初α合金<sup>29)</sup>で観察されたが、α+β合金でも現れ<sup>30)</sup>、α相内における変形双晶、すべり帯などが関与して生成された細長いサブクラックを起点とした延性的な破面と考えられている<sup>29)</sup>。等軸ディンプルより相対的に低い衝撃値をもたらす。

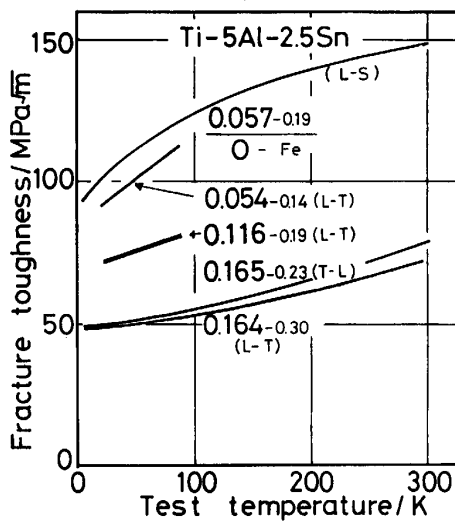
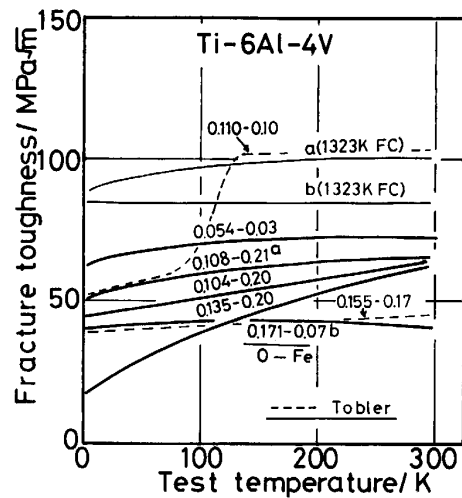
Ti-6Al-4Vにおいては試験温度によらず、微細ディンプルと呼ばれる数μm単位の大きさの破面が観察される。この破面は脆性破面とされていないが、高衝撃値をもたらす例はない。巨視的には極めて平坦であるし、微視的にみると全面に生じた微少なクラックをせん断で連結した破面のようにも見える<sup>30)</sup>。低温では、微細な溝状破面も生じているようである。衝撃値の変化はTi-5Al-2.5Snと同様である。

β合金である15-3合金においてはPhoto. 1に見られるように室温では等軸ディンプルだが、77 Kではへき開状破面となり、破面遷移がみられる。衝撃値は室温では比較的高いが、77 Kで非常に低くなる。β合金はb. c. c.であるが、へき開状破面がβ合金すべてで現れるものなのか、また合金元素、組織などとへき開状破壊の関係については今後検討が必要である。



77 K

RT

Photo. 1. Scanning electron microphotographs of broken surfaces for 15-3 alloy<sup>14)</sup>.Fig. 7. Fracture toughness transition curves for Ti-5Al-2.5Sn alloys<sup>8)14)28)29)</sup> with various impurity contents.Fig. 8. Fracture toughness transition curves for Ti-6Al-4V alloys<sup>11)30)31)</sup> with various impurity contents.

以上、純 Ti では 4 K でも例えば  $100 \text{ J/cm}^2$  以上の衝撃値を示す材料を求めることは比較的容易である<sup>1)28)</sup>と考えられるが、Ti 合金においては現状では難しそうである。しかも、一定以上の強度を前提とした場合、より困難となる。その大きな原因は室温衝撃値自体の低さにある。既存の Ti-5 Al-2.5 Sn, Ti-6 Al-4 V などの合金系では限界があり、全く新しい発想を持つて、合金開発する必要がある。考え得る方法としては (a) 高純度  $\alpha$  合金, (b) 脆性遷移しない高靱性  $\beta$  合金などで、いずれも合金系の選択、特に  $\beta$  合金においては微視組織の調整などの検討が必要になる。なお、 $\alpha$ ,  $\alpha + \beta$

金では熱処理による衝撃値の大きな改善例はない<sup>30)</sup>。

#### 4. 破壊靱性値

低温における破壊靱性値 ( $K_{IC}$ ) に及ぼす諸因子の影響についての研究は少ない。Fig. 7, 8 に純度レベルの異なる Ti-5 Al-2.5 Sn<sup>8)14)29)31)</sup>, Ti-6 Al-4 V<sup>11)30)32)</sup> における破壊靱性値の温度による変化をそれぞれ示した。これらから明らかなように破壊靱性値も酸素濃度の影響を受ける。一般的に言つて、酸素濃度が低いほど高い破壊靱性値が得られ、特に Ti-6 Al-4 V では室温と 4 K との差も減少する傾向にある。これらの中で唯一延性-

脆性遷移を報告している例<sup>32)</sup>があるが、それを除けばこれらの合金では破壊靱性値の低温での急激な低下は認められていない。同程度の酸素濃度では Ti-5 Al-2.5 Sn が Ti-6 Al-4 V より高い値を与えている。しかし、両合金とも低酸素化による靱性値改善はほぼ上限界に達しているように見える。

Fig. 9 は  $\beta$  合金<sup>14)</sup> を含むいくつかの Ti 合金における 4 K の降伏強さと破壊靱性値の関係を示したものである。5 Ta のデータを除いて考えれば、見かけ上 4 K の破壊靱性値は強度レベルに強く依存していることが分かる。ここで、Ti-5 Al-2.5 Sn, Ti-6 Al-4 V における強度の高低はほぼ酸素レベルの違いによるものである。しかし、より多くの合金系でのデータが得られれば、異なつた傾向が現れ材料選択により有益な情報を与える可能性もある。

$\beta$  域熱処理が  $\alpha + \beta$  合金の室温破壊靱性値の改善に有効であること<sup>33)</sup> はよく知られているが、合金の種類によらず低温の破壊靱性値を大幅に改善する<sup>30)</sup>。Ti-6 Al-4 V では徐冷が最適な熱処理である。この熱処理は衝撃値で言えば“上部棚エネルギー”を改善している上に、低温での値の低下も抑えている (Fig. 8 中の a. b)。 $\beta$  域熱処理材では、き裂が同一方位の板状  $\alpha$  からなるポケット内を直線的に進むことにより、巨視的には凹凸の激しい破面を形成することが、現象的に低温における破壊靱性値の改善と対応している<sup>30)</sup>。形成される破面は微視的には室温と異なるが、巨視的には同じで、それが室温の高い値を低温まで維持させていると考えられる。 $\beta$  域処理が衝撃値を改善せず、破壊靱性値の改良だけに有効なのは、破壊靱性試験 (室温でも) ではき裂に先行する多数の微視割れの発生が応力集中を緩和するためと説明されている<sup>33)</sup>。

4 K での破壊靱性値と降伏強さの関係は、Fig. 9 では Ti-5 Al-2.5 Sn, Ti-6 Al-4 V 合金でおおよそ、

$$K_{IC}(4\text{K}) = C - 0.2 \times YS(4\text{K}) : C = 380 \sim 345$$

と整理される。 $\beta$  域熱処理による最大の破壊靱性値は

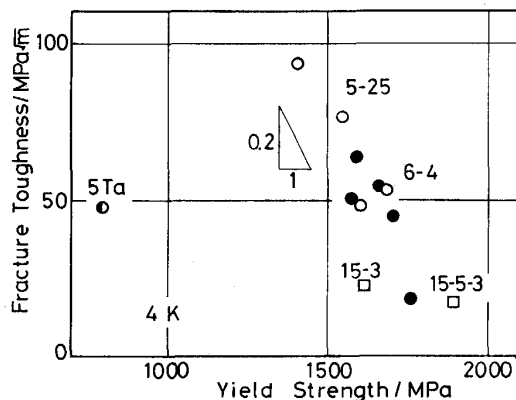


Fig. 9. Fracture toughness and yield strength at 4 K for various Ti alloys.

Ti-6 Al-4 V で約  $90 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  ( $YS = 1500 \text{ MPa}$ ), Ti-5 Al-2.5 Sn で約  $100 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  ( $YS = 1200 \text{ MPa}$ ) であり、ほぼ前式の延長線上にある。すなわち強度低下分だけ破壊靱性値を向上させているとも言え、強度-靱性値のバランスを改善する上では根本的な解決法となっていない。

低温においてより優れた強度-破壊靱性値の組合せを有する Ti 合金を求める方策は高衝撃値合金の開発と本質的には軌を一にするものと考えられる。しかし、室温での高破壊靱性値を低温まで維持させるという意味では、室温で高い破壊靱性値を示す材料の改良も有効な方法の一つとなり得る。

溶接材の破壊靱性値は、熱履歴を考えると  $\beta$  域熱処理材のそれと同等に考えることができる。ただし、溶接の際にガス成分による汚染がある場合には強度上昇、靱性低下になる恐れがある<sup>8)</sup>が、汚染を避けた場合、一般に溶接部の破壊靱性値は向上する<sup>31)</sup>。

## 5. 疲労破壊

### 5.1 高サイクル疲労

薄板材では、Ti-6 Al-4 V, Ti-5 Al-2.5 Sn 合金の 0.1 インチ厚薄板材 (母材, TIG-タングステン・イナート・ガス-溶接材, 20 K まで) の  $10^6$  回前後までのデータが得られている<sup>34)</sup>。4 K および厚肉材の高サイクル疲労 S-N 線図は、著者らの Ti-6 Al-4 V<sup>35)</sup>, Ti-5 Al-2.5 Sn<sup>36)</sup> 合金のものしか知らない。

試験温度の低下と共に概して疲労寿命特性は向上する (Fig. 10)。これは、低温で脆化しないことに対応し、疲労破面上にも脆性的な特徴は観察されない。酸素濃度・鉄濃度の低減は引張強さの低下を伴うが、引張強さで規格化して比較した時、長寿命側で疲労寿命特性を向上させる効果があることが Ti-6 Al-4 V で認められている。室温では  $\beta$  域徐冷材が優れているという結果<sup>37)</sup> もあるが、微視組織と極低温での S-N 線図の関係を調べた研究は見あたらない。

TIG 溶接材の疲労寿命特性は母材に比して若干悪い。Ti-5 Al-2.5 Sn の TIG 溶接材では、溶接欠陥が疲労き

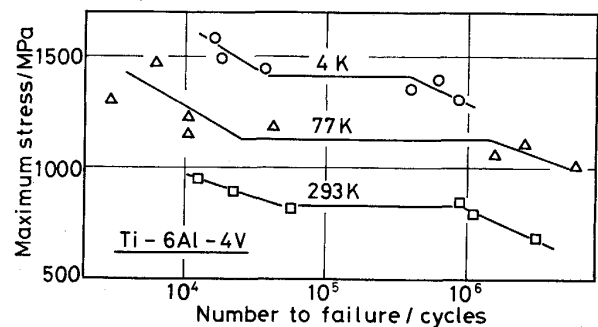
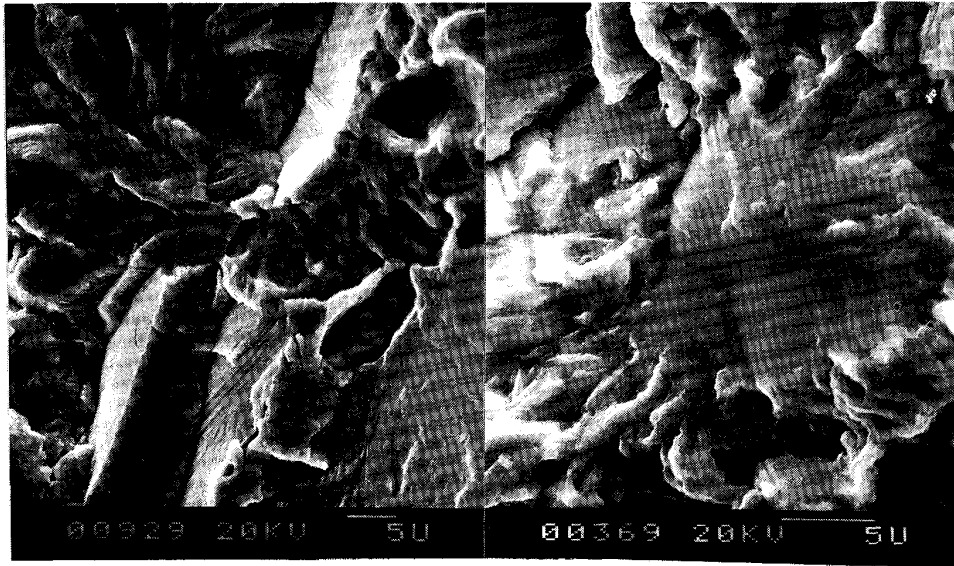


Fig. 10. S-N curves at low temperatures of Ti-6Al-4V alloy.



Ti-5Al-2.5Sn

Ti-6Al-4V

Photo. 2. Scanning electron microphotographs of internal fatigue crack origins for Ti-5Al-2.5Sn and Ti-6Al-4V alloys.

裂起点となり疲労寿命特性を低下させている<sup>36)</sup>。

疲労破面は前述したように脆性を呈さず、温度の影響もあまり受けない。すなわち、き裂起点近傍（低  $\Delta K$  領域）では微視組織に強く依存した疲労破面が観察され、ある程度進展した後から最終破断に至る寸前まで（高  $\Delta K$  領域）ではストライエーション生成機構が支配的となる<sup>36)</sup>。繰返し応力レベルが上がると前者の領域が小さくなることはあつても、全体の変化の様子は変わらない。

疲労き裂起点は高応力側では試験片表面であるが、繰返し応力レベルがある程度低くなると試験片内部となることがある（Photo. 2）。これは  $\alpha + \beta$  型合金である Ti-6 Al-4 V では試験温度によらず現れる<sup>35)</sup> が、 $\alpha$  型合金の Ti-5 Al-2.5 Sn では 4 K でのみ観察される<sup>36)</sup>。破面観察では、き裂の内部起点およびその近傍には、空洞、介在物などは全く認められていない。共通して観察されるのは応力軸に対して一定の角度をもつた数  $\mu\text{m}$  のfacetで、Ti-5 Al-2.5 Sn では Fe リッチな第 2 相を粒界に持つバルク組成より低 Al 濃度の微細粒  $\alpha$  組織の割れ<sup>38)</sup>、Ti-6 Al-4 V では  $\alpha$  粒内のへき開状クラック<sup>38)</sup> に対応するものである。

疲労き裂発生の説明として周知の Extrusion-Intrusion 機構は、比較的長範囲かつ大きい塑性歪み蓄積による試験片表面き裂発生を前提的に認めている。しかし内部き裂による疲労破断は降伏強さの 50% 以下の最大繰返し応力下でも起きる<sup>35)</sup>。そのような低応力で Extrusion-Intrusion 機構が働くとは考えにくい。A. ATRENS ら<sup>40)</sup> は室温において Ti-6 Al-4 V の内部き裂発生が環境因子の違いに左右されることなく現れること

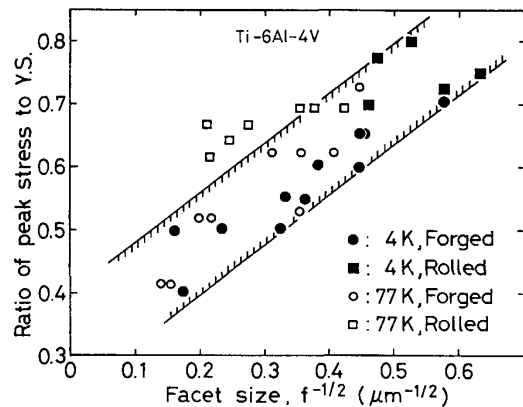


Fig. 11. Interrelationship between facet size of internal fatigue origin and ratio of peak cyclic stress to yield strength for Ti-6Al-4V alloys.

を認めており、例えば水素化物の生成が関与するという見方も成立しにくい<sup>41)</sup>。Ti では活動するすべり系が限られており、局所的な応力集中によつてへき開破壊が生じるとする見方<sup>41)</sup>があり、確かに著者らも Ti-5 Al-2.5 Sn 合金で内部き裂発生応力レベルにおける柱面すべり転位列の  $\alpha$  粒界等への堆積を観察している<sup>38)</sup>。しかしマルテンサイト系ステンレス鋼<sup>40)</sup>、SUS316LN 冷間圧延材<sup>42)</sup> でも同様の内部き裂発生が観察されており、必ずしも Ti 特有の現象とは言えない。むしろ比較的降伏強さレベルが高い材料で、材質的に損傷を受けやすい微視的な「欠陥」を破壊起点とする一般的な疲労破壊の一例とみるべきなのかも知れない<sup>38)</sup>。なお Ti 合金の塑性変形の微視的な不均一性がそれを助長し得るのはいうまでもない。

Fig. 11 は Ti-6 Al-4 V の低温における内部き裂発生点の大きさと繰返しのピーク応力の関係を示したものである<sup>39)</sup>。発生点の大きさは、ファセットを応力軸に垂直なクラックとして投影した際の主き裂進展方向の大きさを評価し、応力は降伏強さで規格化してある。両者には Hall-Petch 型の関係が認められている。すなわち、高応力では小さなファセット、低応力では大きなファセットが相対的に現れることになる。これは、起点ファセットが主き裂として進展するのに足る(ファセット先端で  $\Delta K_{th}$  を超える?) 大きさと成るのが、高応力では小さく、低応力では大きいことを示していると考えると一応説明がつく。

いずれにせよこれらの内部発生は微視的な「欠陥」を起点としているので、「欠陥」の除去、「欠陥」寸法の微細化(Ti-6 Al-4 V では  $\alpha$  粒径の微細化)などの手段で高サイクル疲労特性を改善できると考えられる。

## 5.2 その他

極低温における Ti 合金の低サイクル疲労データはほとんどない<sup>43)</sup>。

Ti-6 Al-4 V, Ti-5 Al-2.5 Sn 合金の 4 K での  $da/dN$  データについては、比較的系統的な研究<sup>32)44)45)</sup>がある。報告されている範囲では、試験温度(4 K~室温)による疲労き裂進展速度に有意差は認められない。しかし、他の金属材料では低温ほど  $da/dN$  が小さくなる例もあり、より詳細な検討が求められる。化学組成、酸素濃度レベル等の  $da/dN$  への影響もごくわずかとなっている。

溶接材についての 20 K 以下のデータは見あたらない。

Ti 合金の極低温における  $\Delta K_{th}$  値の実測はまだ報告例がない。 $\Delta K_{th}$  値の低温での温度依存性は、学問的にも興味深い問題だが、今後の課題とされている。

## 6. おわりに

以上 Ti 材料の低温における変形、破壊機構について概観してみた。感想としては、低温特有の興味深い現象ももちろんあるが、室温領域を含めた Ti 材料学の発展とかけ離れて低温用 Ti 材料の今後の展開はあり得ないという感を強くした。確かに現状では、Ti 材料の極低温使用例は冷媒容器、超電導発電機などに限られている<sup>46)</sup>。しかし、最近の高温超電導体の出現は 77 K 超電導マグネット、さらには室温超電導マグネットの実現を目指した研究開発を未来に展望している。もし将来それらの温度でも  $YS = 1200 \text{ MPa}$ ,  $K_{IC} = 200 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  という基準<sup>47)</sup>が構造材料に要求されるとしたら、現在技術では応えられない。今までの常識を超えた材料の開発が必要になる。だが Ti 合金はこの要求に現状では最も近いところに位置する金属材料のうちの一つである。例えば  $\beta$ -Ti では室温で  $1200 \text{ MPa}$ ,  $100 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  というデータがあるが、オーステナイト鋼ではこのレベルの

ものはない。

高温超電導に関わらず、超電導、宇宙などの先端技術を開発・実用化していくためには極低温技術は不可欠で、そこでは Ti 材料の利用、活用が金属材料使用の重要な鍵となる。よって今後より精力的に極低温データ・ベースを構築していく一方、新しい高強度高靱性低温用 Ti 合金の開発研究の展開も望まれる。

末尾であるが著者らの研究のほとんどは神戸製鋼所との共同研究によるものであることを記し謝辞としたい。また本稿をまとめるに当たって多大な協力をいただいた金材技研第一研究グループ梅澤修氏に感謝を申し上げます。

## 文 献

- 1) 木村啓造: 鉄と鋼, 72 (1986), p. 113
- 2) 通商産業省令, 高圧ガス取締法特定設備検査規則別表 2 (1976)
- 3) ASM Metals Reference Book (1983), p. 385 [American Society for Metals]
- 4) ソ連鉱山技術国家検査管理局高圧容器安全使用規定, 低温材料便覧(ユ. ベ. ソルンツェフ, ゲ. ア. ステパノフ) (1984), p. 261
- 5) 長井 寿, 由利哲美, 石川圭介, 梅澤 修: 低温工学, 22 (1987), p. 347
- 6) 石川圭介, 平賀啓二郎: 日本金属学会会報, 20 (1981), p. 692
- 7) 由利哲美, 長井 寿, 石川圭介: 私信
- 8) K. NAGAI, K. ISHIKAWA, T. MIZOGUCHI and Y. ITO: Cryogenics, 26 (1986), p. 19
- 9) 木村啓造: 日本金属学会会報, 16 (1977), p. 829
- 10) 園井英一, 西垣 実: チタニウム・ジルコニウム, 22 (1974), p. 143
- 11) 長井 寿, 由利哲美, 緒形俊夫, 石川圭介, 伊藤喜昌, 西村 孝: 鉄と鋼, 73 (1987), S1533
- 12) R. G. BROADWELL and R. A. WOOD: Mater. Res. Stand., 4 (1964), p. 549
- 13) T. KAWABATA, S. MORITA and O. IZUMI: Titanium '80, Science and Technology, ed. by H. KIMURA and O. IZUMI, AIME (1980), p. 811
- 14) 長井 寿, 梅澤 修, 由利哲美, 緒形俊夫, 石川圭介, 伊藤喜昌, 西村 孝: 鉄と鋼, 73 (1987), S1520
- 15) K. OKAZAKI and H. CONRAD: Titanium and Titanium Alloys, ed. by J. C. WILLIAMS and A. F. BELOV (1982), p. 429 [Plenum Press]
- 16) F. F. LAVRENTEV, Y. A. POKHIL, and P. P. DUDKO: Cryogenics, 23 (1983), p. 170
- 17) 田上耕司, 岡崎謙二: 日本金属学会誌, 37 (1973), p. 307
- 18) 笹野久興, 木村啓造: 日本金属学会誌, 41 (1977), p. 933
- 19) 森田茂隆, 川畑 武, 和泉 修: 日本金属学会講演大会概要集 (1980. 4.), p. 239
- 20) 川畑 武, 森田茂隆, 和泉 修: 日本金属学会講演大会概要集 (1980. 10.), p. 395
- 21) J. C. WILLIAMS, A. W. THOMPSON, C. G. RHODES and J. C. CHESNUTT: Titanium and Titanium Alloys, ed. by J. C. WILLIAMS and A. F. BELOV (1982), p. 467 [Plenum Press]
- 22) 川畑 武, 末永 裕, 和泉 修: 日本金属学会講演大会概要集 (1982. 4.), p. 236
- 23) 川畑 武, 末永 裕, 和泉 修: 日本金属学会講演大会概要集 (1982. 9.), p. 414
- 24) 川畑 武, 末永 裕, 和泉 修: 日本金属学会講演大会概要集 (1983. 4.), p. 288



- 25) 柴田浩司: 低温工学, **22** (1987), p. 308
- 26) K. NAGAI, T. YURI, Y. NAKASONE, T. OGATA and K. ISHIKAWA: *Adv. Cry. Eng. Mater.*, **32** (1986), p. 313
- 27) T. KAWABATA, S. MORITA and O. IZUMI: *Titanium '80, Science and Technology*, ed. by H. KIMURA and O. IZUMI, AIME (1980), p. 801
- 28) K. RÜDINGER and H. -G. BITTER: *Titanium Science and Technology*, ed. by G. LÜTJERING, U. ZWICKER and W. BUNK: *Deutsche Gesellschaft für Metallkunde E. V.* (1985), p. 1985
- 29) R. H. Van STONE, J. L. SHANNON, Jr., W. S. PIERCE and J. R. LOW, Jr.: *ASTM STP 651* (1978), p. 154
- 30) K. NAGAI, K. HIRAGA, T. OGATA and K. ISHIKAWA: *Trans. JIM*, **26** (1985), p. 405
- 31) 森 誉延, 小沼 昭, 秋葉将央: *材料*, **35** (1985), p. 1277
- 32) R. L. TOBLER: *ASTM STP 601* (1976), p. 346
- 33) 岸 輝雄, 大山英人, 金 教漢: *鉄と鋼*, **72** (1986), p. 123
- 34) F. R. SCHWARTZBERG, *et al.*: *Cryogenic Materials Data Handbook* (1970)
- 35) 長井 寿, 由利哲美, 梅澤 修, 石川圭介, 伊藤喜昌: *材料とプロセス*, **1** (1988), p. 324
- 36) 長井 寿, 緒形俊夫, 由利哲美, 石川圭介, 西村 孝, 溝口孝遠, 伊藤善昌: *鉄と鋼*, **72** (1986), p. 641
- 37) M. A. IMAM and C. M. GILMORE: *Metall. Trans. A*, **14** (1983), p. 233
- 38) 梅澤 修, 長井 寿, 石川圭介: *鉄と鋼*, **75** (1989), p. 159
- 39) 梅澤 修, 長井 寿, 石川圭介: *材料とプロセス*, **1** (1988), p. 1369
- 40) A. ATRENS, W. HOFFELNER, T. W. DUERIG and J. E. ALLISON: *Script. Metall.*, **17** (1983), p. 601
- 41) D. F. NEAL and P. A. BLENKINSOP: *Acta Metall.*, **24** (1976), p. 59
- 42) 由利哲美, 長井 寿, 石川圭介: *材料とプロセス*, **1** (1988), p. 1417
- 43) H. TERADA, E. NAKAI and H. TAKAMATSU: *Titanium '80, Science and Technology*, ed. by H. KIMURA and O. IZUMI, AIME (1980), p. 1607
- 44) C. W. FOWLKES and R. L. TOBLER: *Eng. Frac. Mech.*, **8** (1976), p. 487
- 45) R. L. TOBLER: *Adv. Cryo. Eng. Mater.*, **28** (1981), p. 82
- 46) 草道英武: *鉄と鋼*, **72** (1986), p. 538
- 47) K. YOSHIDA, H. NAKAJIMA, K. KOIZUMI, M. SHIMADA, Y. SANADA, Y. TAKAHASHI, E. TADA, H. TSUJI and S. SHIMAMOTO: *Austenitic Steels at Low Temperatures* (1983), p. 29 [Plenum Press]