

© 1990 ISIJ

論 文

素粉末混合 Ti-6Al-4V 合金の疲労特性に
及ぼす微視組織の影響萩原益夫*・海江田義也*²・河部義邦*・三浦 伸*³Effect of Microstructure on the Fatigue Behavior of Blended Elemental
P/M Ti-6Al-4V Compacts

Masuo HAGIWARA, Yoshinari KAIEDA, Yoshikuni KAWABE and Shin MIURA

Synopsis :

Several different microstructural conditions were generated through combinations of processing and heat treatment to find out the optimum microstructure and also to investigate the effect of the alpha phase morphology on the high cycle fatigue strength. The best combination of high cycle fatigue strength and ductility was obtained by the new Blended Elemental (BE) method, in which sintered material was water-quenched from the beta phase region prior to HIP'ing. The highest fatigue strength at 10^7 cycles, 72 kgf/mm², was obtained by the STA treatment. Examination of the fatigue crack initiation facets and the underlying microstructures by the precision sectioning method revealed that the fatigue failure initiated from the shear-across-colony facet for conventional BE material and from the shear-across-primary alpha facet for acicular microstructure. These shear facets were inclined at 45° to the tensile axis, which coincide with the maximum shear direction. In the case of the acicular microstructure, the slip direction was oriented almost parallel to the short axis of the elongated primary alpha grain and hence it seemed that there is no dependence of the high cycle fatigue strength on the aspect ratio of the alpha grain, but rather on the width of alpha grain. Based on these initiation analysis, it is concluded that, irrespective of microstructural categories, the high cycle fatigue strength can be described definitively as a function of the length of slip path in the alpha grain, with a colony considered as a single grain.

Key words : Ti-6Al-4V ; powder metallurgy ; new blended elemental method ; extra low chlorine powder ; fatigue strength ; crack initiation facet ; precision sectioning method.

1. 緒 言

素粉末混合法は、原料として純チタン粉末と母合金粉末との混合物を用い、それを圧粉成形、真空焼結、熱間静水圧プレス (HIP) などの工程により合金化する粉末冶金の一手法である、この手法は、原料粉末が比較的安価である、従来の機械プレスによる成形技術が適用できる、などの利点を持つが、反面、製品の動的な機械的特性、特に疲労強度が、溶解法合金と比較して大幅に劣るという欠点を有していた。

このような、従来の素粉末混合法チタン合金の低い疲労強度は、一つは、原料チタン粉末中に含まれる塩素分に起因している。通常の溶解法では、スポンジチタン中に含まれる塩素分は溶解中に散逸し、合金中に残留する

量は、10 ppm 以下と極めてわずかであるが、固相反応だけで合金を製造する本手法では、チタン粉末中の塩素分は塩化物の形で合金中に受け継がれ、疲労き裂の起点となる気孔を形成してしまう。従って、優れた疲労特性を得るためには、塩素含有量が極めて少量のチタン粉末を使用することが必要である^{1)~4)}。

しかしながら、極低塩素チタン粉末を使用して気孔の形成を阻止しても、 10^7 回付近の高サイクル疲労強度は、塩素を多く含むチタン粉末を使用した場合とほぼ同じであり、疲労特性の改善は認められない⁴⁾。これは、本手法で形成される金属組織も、特に高サイクル域での疲労強度に大きな影響を与えるからである。本手法では、真空焼結は β 単相域で行い、焼結終了後は空冷あるいは徐冷するので、焼結合金中には、細長い α 相が結晶学

昭和 63 年 4 月本会講演大会にて発表 平成 2 年 3 月 29 日受付 (Received Mar. 29, 1990)

* 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 Tsukuba 305)

*² 金属材料技術研究所 工博 (National Research Institute for Metals)

*³ 昭和電工(株)秩父研究所 (Chichibu Research Laboratory, Showa Denko K. K.)

的に一方向に揃って配列した、いわゆるコロニー組織と称する粗い金属組織とマッシュな粒界 α 相とが形成されてしまう。このコロニー組織内部では、剪断型の疲労き裂が容易に生成するために、チタン合金に出現する他の金属組織と比較して、合金は大幅に低い疲労強度を示すのである^{5)~7)}。そのため、金属組織を微細化するような組織制御法を適用することも、素粉末混合法チタン合金の疲労特性の向上を図る上で極めて重要なことである。

本研究では、極低塩素チタン粉末を出発原料とし、また種々な組織制御法を適用して、優れた疲労特性を有する素粉末混合法 Ti-6Al-4V 合金の製造を試みた。また特に本研究では、精密切断 (Precision sectioning) の手法を用いて、疲労起点部のファセットと下地の金属組織との同時観察を試み、これらの結果及び疲労試験結果より、高サイクル疲労強度に及ぼす α 相の形態 (α 相のアスペクト比、長手方向の長さ、幅) の影響について考察した。

2. 実験方法

2.1 材料調製及び機械試験

本実験に用いた原料粉末は、いったん溶解した純チタンを水素化-脱水素化処理して製造した極低塩素チタン粉末 (-100 mesh, Cl<10 ppm) とボタンインゴットを粉砕して製造した 60Al-40V 母合金粉末である。これら粉末を 9:1 の割合に秤量したのち、V 型混合器を用いて混合し、次いで $6t/cm^2$ の圧力で機械プレスし、 $10 \times 55 \times 12$ mm の角材に圧粉・成形した。その後、 10^{-6} torr の高真空中で $1300^\circ C$ 、3~4 h の真空焼結を行った。HIP 処理は、1000 atm、 $930^\circ C$ 、3 h の条件を用いた。各組織制御を施した角材から、平滑丸棒引張試験片 (直径 3.5 mm、平行部 16 mm)、平滑丸棒疲労試験片 (断面積 10 mm^2 、平行部 14 mm)、破壊靱性測定用サブサイズシャルピー試験片を作製した。疲労試験は、電磁共振型疲労試験機を用いて、周波数 $f=80$ Hz、応力比 $R=0.1$ の条件で行った。引張試験の際の歪み速度は $\dot{\epsilon}=5.2 \times 10^{-4} s^{-1}$ を用い、また、破壊靱性試験は、ASTM E-399 に準拠して行った。原料チタン粉末、後述の新製造法 Ti-6Al-4V 合金 (Condition 2) 及び比較材として用いた溶解法 (IM)Ti-6Al-4V 合金の酸素含有量は、それぞれ、1800 ppm、2500 ppm、1300 ppm であった。

2.2 精密切断 (Precision sectioning)

疲労起点部のファセットを通り、ファセットに垂直な面の金属組織の観察方法は、KERR らの手法⁸⁾ とほぼ同

じである。まず、試験片をその長軸方向が研磨面と平行となるような向きにして透明樹脂に埋め込み、次に、試験片の表面から疲労超点部のファセットの極近傍までを樹脂とともにベルト研磨機で、あるいは 2 番のエメリー紙で削り落とした。その後、エメリー紙の粒度を 03 番まで順次細かくしながら、研磨面がファセット領域を貫くまで精密に研磨した。バフ研磨後、2HF-8HNO₃ のクロール液で研磨面を腐食した。最後に樹脂から試験片を取り出し、十分に洗浄後、SEM でファセットと金属組織の同時観察を行った。

2.3 組織制御法

本実験で用いた各種組織制御法を Table 1 にまとめて示す。また各金属組織を Photo. 1 に示す。Condition 1 は、混合粉末の圧粉及び真空焼結 (P & S)、HIP という工程を用いる従来の製造法であり、基準材とした。Condition 2 は、筆者らが開発した新製造法^{9)~11)} である。真空焼結までの製造工程は従来法と同じであるが、その後に、真空焼結合金を β 単相域から水冷してマルテンサイト組織にするという熱処理 (HT) 工程を付け加えた。本組織制御法は、 β 粒径が比較的小さい、マッシュな粒界 α 相は存在しない、粒内はアスペクト比の小さい α 相と β 相とから成る微細な 2 相混合組織である、という金属組織学的特徴を持つ。Condition 3 は、等軸化した α 相の形成を意図したもので、Condition 2 の熱処理工程の後に、冷間圧延 (CR) 工程を付け加えた。本研究では、15% 圧延材について機械試験を行った。金属組織は、針状 α 相と直径 20 μm ほどの等軸 α 相とが混在している。Condition 4 は、HIP 処理材を再度 β 単相域から水冷してマルテンサイト組織とし、また Condition 2 と同一条件で再度 HIP 処理したもので、疲労強度に及ぼす前 β 粒径の大きさの影響を Condition 2 の結果と対比させて検討した。本組織では、針状 α 相の幅は Condition 2 と同じであるが、長軸方向は、 β 粒の粗大化に対応して著しく長い。Condition 5 は、BUS (Broken Up Structure) 処理¹²⁾ と称すもので、後熱処理だけで組織の微細化を図ったものである。Condition 4 と同じく、いったん緻密化した材料を β 単相域から水冷するのでアスペクト比の大きい針状 α 相が形成されるが、次の熱処理は $815^\circ C$ と低い温度で行われるので、 α 相の幅は、Condition 2 及び 4 と比較して細い。Condition 6 は、Condition 2 の新製造法合金に溶体化時効 (STA) 熱処理を施したもので、より高強度を目指した。Condition 7 は、溶解法合金に Condition 4 と同一の後熱処理を施したもので、両者の結果を比較することにより疲労特性に及ぼす酸素量の影響を調べた。

Table 1. Microstructure modification parameters and mechanical properties for extra low chlorine blended elemental Ti-6Al-4V.

Condition	Processing steps	Post-HIP Heat Treatment	0.2% YS (kgf/mm ²)	UTS (kgf/mm ²)	EL (%)	RA (%)	σ_f at 10^7 (kgf/mm ²)	σ_f/UTS	K_Q (kgf/mm ^{3/2})
1	P&S+HIP	—	85	94	14	36	42	0.45	183
2	P&S+HT+HIP	—	88	97	15	42	60	0.62	182
3	P&S+HT+CR+HIP	—	93	101	16	47	56	0.55	
4	P&S+HIP	HT+HIP	89	98	11	27	60	0.61	
5	P&S+HIP	HT+815°C/24h/AC	94	102	9	25	66	0.65	
6	P&S+HT+HIP	955°C/1h/WQ+540°C/6h/AC	113	121	10	27	72	0.60	
7	Ingot metallurgy	HT+HIP	88	99	13	24	61	0.62	200

P&S : Pressed and Sintered (1 300°C/3~4h/AC) HIP=930°C/3h/1 000 atm HT=1 050°C/15 min/WQ CR : Cold Rolled 15%

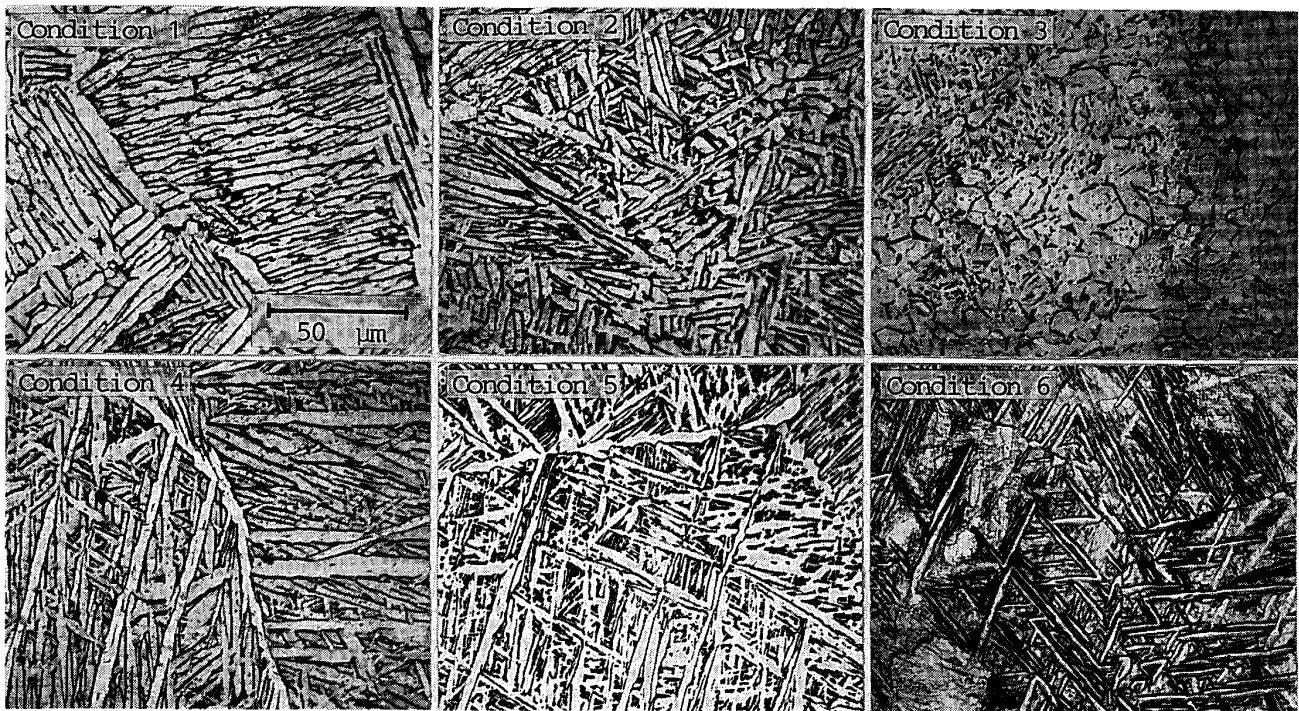


Photo. 1. Microstructures of all seven conditions (Condition 7 was similar to Condition 4).

3. 実験結果

3.1 引張試験, 破壊靱性試験

試験結果を, Table 1 に示す. 各組織制御合金の降伏強さ (0.2% YS), 最大引張強さ (UTS) は, Condition 6 を除き, いずれも Condition 1 の従来法合金と大きな差は無い. 延性は, 前 β 粒径の影響が大きく現れ, Condition 4, 5 及び 7 のように, いったん緻密化した材料を β 相域に持ち越すような組織制御法では, 伸び, 絞り, は, それぞれ 10% 程度, 25% 程度であり, 従来法合金あるいは他の組織制御法合金の伸び約 16%, 絞り約 40% と比較して大幅に低い値を示す. 新製造法合金に STA 処理を行った Condition 6 では, 伸び 10%, 絞り 27% の値を保持して, UTS は 121 kgf/mm^2 と極

めて高い値を示した.

破壊靱性値 (K_Q) は, 従来法及び新製造法とで等しく, またこれら 2 合金と溶解法合金との間でも差はないと言えよう.

3.2 疲労試験

3.2.1 疲労曲線

各合金の疲労試験結果を Fig. 1 に, また, 10^7 回における疲労強度を Table 1 に示す. Fig. 1 には, 比較のために, 溶解法 Ti-6Al-4V の疲労強度のデータ幅¹⁾を記す. どの合金も, 約 10^6 回までのサイクル域では疲労曲線は極めて緩やかな傾斜のカーブを描いているが, それ以上のサイクル域では, 下方に向きを変え下に凸の曲線となり, 低下の程度は金属組織に依存するようになる. Condition 1 の従来法合金では, 特に 10^6 回以

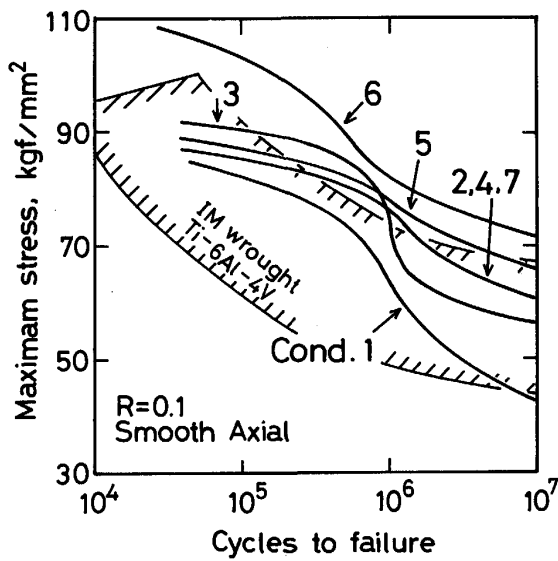


Fig. 1. Fatigue life curves of all seven conditions.

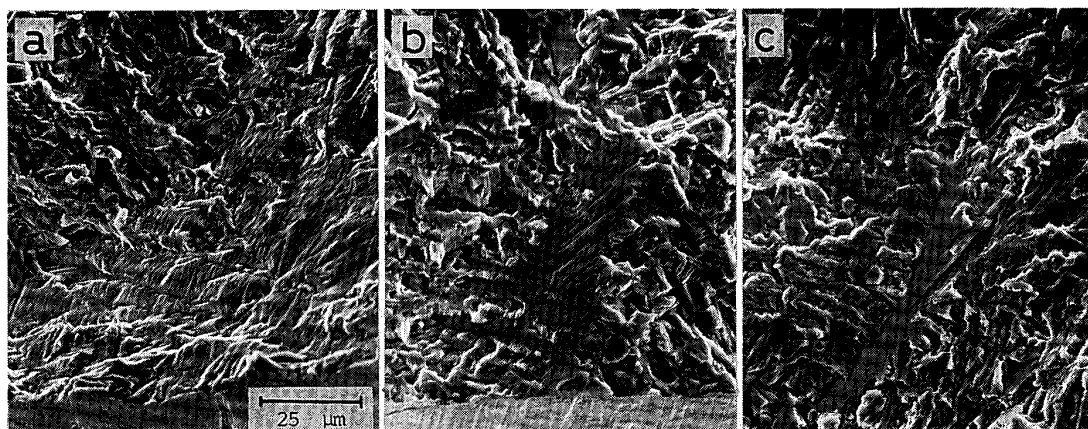
上のサイクル域で疲労強度の低下が著しく、 10^7 回での疲労強度 42 kgf/mm^2 は、IM Ti-6Al-4V のデータ幅の下限値に等しい。各組織制御法とも、このような従来法合金の低疲労強度を改善する上で効果的である。 10^7 回の疲労強度は、Condition 6 の STA 処理材が 72 kgf/mm^2 と最も高く、Condition 4 の BUS 処理材の 66 kgf/mm^2 が続いている。Condition 3 の等軸組織材では、 10^6 回付近を境にして特性改善効果に顕著な差があり、高サイクル側では、各組織制御法合金の中でも疲労強度の改善は最も少なく、一方、低サイクル側では逆に最も優れた疲労特性を示す。同一の後熱処理を行った Condition 4 と Condition 7 (溶解法合金) との疲労曲線は全く重なり合っており、この結果より、本素粉末混合合金中のやや高めの酸素量は、疲労特性に悪影響を

及ぼしていないと考えられる。なお、Table 1 から分かるように、最も優れた高サイクル疲労強度と延性の組合せは Condition 2 の新製造法によって得られた。

Photo. 2 に、代表例として、Condition 2 の新製造法合金の疲労起点を示す。最大応力が 85 kgf/mm^2 以上の高負荷側では (Photo. 2 a), 引張軸に対して 45° の向きに発生した試験片の内部から試料表面にまで及んでいる巨視的な規模での塑性変形が疲労の起点となっている。起点部の表面模様は平坦であり、疲労き裂の発生に関して微視組織が関与したような痕跡は認められない。一方、低負荷側では、疲労き裂は必ず試験片の内部から発生していた (Photo. 2 c)。また起点部のファセットの寸法・形状は、 α 相のそれとよく一致しており、疲労き裂は α 相の内部から発生したことを強く示唆している。疲労曲線が緩やかな傾斜から下向きに変化し始めるような領域 (Condition 2 では最大応力が 80 kgf/mm^2 付近の領域) では、疲労起点は高負荷側と低負荷側のそれぞれの特徴を合わせ持つような様相を呈していた。すなわちこの領域では、ファセット上に残された条痕模様から判断して、疲労の起点はファセットの一部が試験片表面に張り出すような内部発生であり (Photo. 2 b 及び Photo. 3 a, 4 a 参照)、また、ファセットの表面模様には、いくつかの α 相に跨るような大きな塑性変形が生じていたことを示す痕跡が残されていた (Photo. 2 b)。

3.2.2 疲労起点部のファセットと金属組織との対応

Photo. 3 a に、従来法合金 ($\sigma_{max} = 70 \text{ kgf/mm}^2$, $N_f = 7.0 \times 10^5$ 回) の疲労起点部を示す。起点部のファセットは著しく大きく、またその表面模様は極めて平坦である。写真上に引いた線に沿い、破面に対して垂直方向に切断した面の金属組織を Photo. 3 b に示す。この

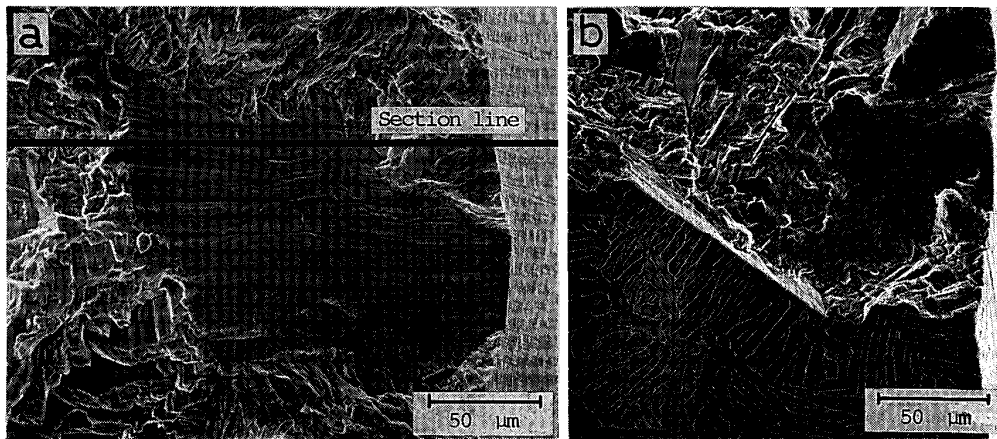


a : $\sigma_f = 85 \text{ kgf/mm}^2$
 $N_f = 5.4 \times 10^4$ cycles

b : $\sigma_f = 80 \text{ kgf/mm}^2$
 $N_f = 6.1 \times 10^5$ cycles

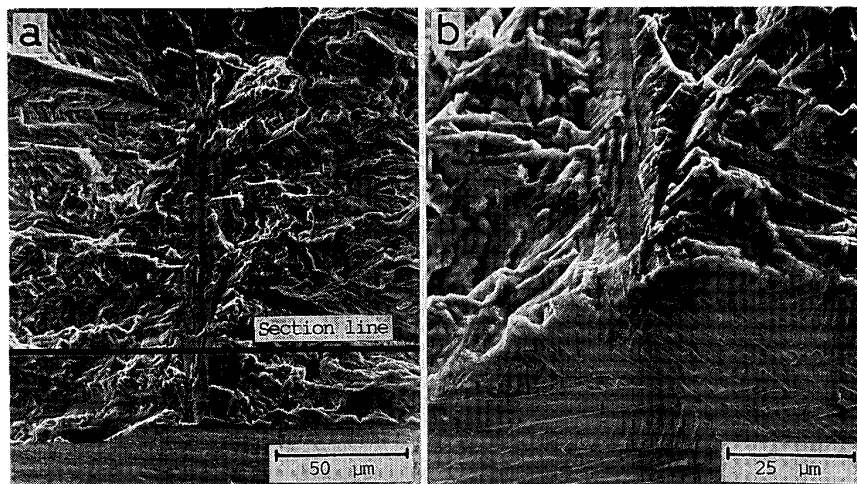
c : $\sigma_f = 64 \text{ kgf/mm}^2$
 $N_f = 3.3 \times 10^6$ cycles

Photo. 2. Typical examples of fatigue crack initiation in blended elemental Ti-6Al-4V (Condition 2).



a : A general view of fatigue crack initiation site and section line.
 b : SEM image of initiation facet and the plane of the metallographic section.
 Maximum stress = 70 kgf/mm² $N_f = 7.0 \times 10^5$ cycles

Photo. 3. Fatigue crack initiation in Condition 1 specimen.



a : A general view of fatigue crack initiation site and section line.
 b : SEM image of initiation facet and the plane of the metallographic section.

Maximum stress = 80 kgf/mm²
 $N_f = 3.9 \times 10^5$ cycles

Photo. 4. Fatigue crack initiation in Condition 7 specimen.

写真から分かるように、このファセットは、疲労き裂が旧 β 粒内の一つのコロニーの端から端までを直線的に貫いたことにより形成されたものであり、ファセットの大きさはコロニーの大きさに対応していることが理解できる。このようなファセットを形成した疲労き裂は、隣接するコロニーとの境界で向きを変え、今度は巨視的には引張軸に直角方向にジグザグに進展している。ファセット自身は、引張軸に対して 45° 傾斜しており、これは、最大剪断応力が作用する面の傾きと一致している。以上のような観察結果から、この大きなファセットが形成された領域は、剪断型の塑性変形開始及びすべり面分離破壊により疲労き裂が発生し成長するという、いわゆる疲労き裂進展の第 1 段階 (Stage 1) に相当していると見させる。なお、ファセットとコロニー内の同一方向に揃って並んだ針状 α 相の長軸とは、直角に交差している。

Photo. 4 a は、 $\sigma_{max} = 80 \text{ kgf/mm}^2$ 、 $N_f = 3.9 \times 10^5$ 回で破断した溶解法合金の破断面を示したもので、疲労起点部には、幅約 $5 \mu\text{m}$ 、長さ約 $100 \mu\text{m}$ の細長いファセットが認められる。ファセットの長軸は引張軸に垂直な面上にある。また、ファセットの表面模様は平坦である。写真中の線に沿って切断した面の金属組織とファセットとの対応写真を Photo. 4 b に示す。細長いファセットの下には、針状 α 相が一つ存在しており、疲労き裂は、この針状 α 相から発生したことは明白である。細長いファセットの短軸方向は、引張軸に対して 45° 傾いており、先の従来法合金の場合と同じく最大剪断応力が作用する面の傾きと一致している。また、針状 α 相の長軸とファセットの短軸とは直角に交差している。さらに、ファセット及び周辺の表面模様から、疲労き裂の発生の原因となったすべりは、 α 相の短軸方向に向いて進行したことが理解できる。

4. 考 察

4.1 微視組織と疲労強度

組織制御法合金の疲労強度の向上は、一つは、組織制御に伴う材料自身の静的強度の増加に、もう一つは、微視組織変化に伴う変形の均一化に起因していると考えられる。まず、疲労強度に対する静的強度の効果を検討するために、Fig. 2 に各合金について 10^7 回における疲労強度を最大引張強さに対して整理してみた。この図より、全体的な傾向としては、材料自身の引張強さが高いほど高サイクル疲労強度も高い値を示すことが理解できる。しかしながら、両者の間には、鉄合金やアルミニウム合金で認められるような明瞭な直線関係は存在していない。特に、Condition 2, 3, 4 及び 5 の 4 合金に関しては、引張強さは Condition 1 とほぼ同一の水準にありながら疲労強度は大きく上昇しており、このような疲労強度の上昇を静的強さの増加の観点から説明することには無理がある。すなわちこれら 4 合金の高サイクル疲労強度の上昇は、主として、組織制御法の適用による微細組織変化に起因したものと考えられる。この組織微細化の効果を定量化するために、各合金について、疲労強度を最大引張強さで規格化した疲労強度比 S を求めてみた。結果を Table 1 に示す。 S 値は、Condition 1 の従来法合金が 0.45 であるのに対し、組織制御法合金では 0.55 から 0.65 まで広範囲に変化しており、疲労強度に対する組織微細化の効果が顕著に表れている。Condition 6 の STA 処理材では S 値は 0.60 であり、Condition 2 及び 4 の値と等しく、組織の微細化による疲労強度の上昇分も認められる。本合金では、この組織微細化の効果

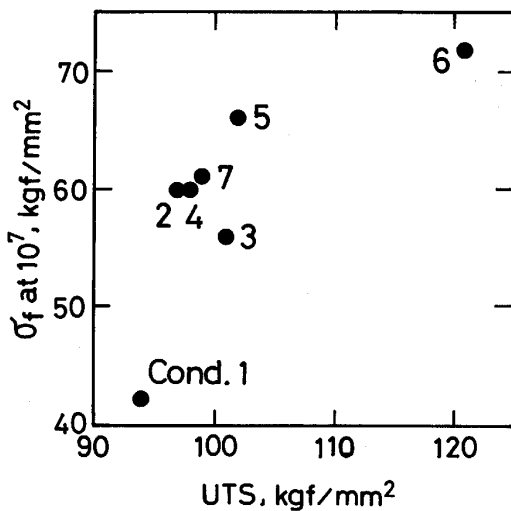


Fig. 2. Fatigue strength at 10^7 cycles (σ_f at 10^7) as a function of Ultimate Tensile Strength (UTS).

と材料自身の静的強度の増加とが重なり合って極めて高い疲労強度を示したと考えられる。

チタン合金の高サイクル疲労においては、材料中の微視的なすべり変形の開始とそれに起因した疲労き裂の発生までに全寿命の大部分が費やされる¹³⁾、と報告されている。すなわち高サイクル疲労強度に及ぼす微視組織の影響は、疲労き裂の発生に及ぼす微視組織の影響のことであり、疲労き裂の発生が容易か否かがその合金の疲労強度を決定していることになる。Photo. 2 に示したように、疲労起点部のファセットの形状・寸法は各金属組織の α 相のそれと一致しており、また Photo. 3, 4 及び 5 で示したように、疲労き裂は実際に α 相内部から発生したことが確認された。そこで、 α 相の形態の観点から、各合金の高サイクル疲労強度を比較してみる。

従来法合金のように、 β 相領域から β 変態点以下の温度にゆっくりと冷却することにより形成されたコロニー組織では、 α 相と β 相との間には

$$(0001)_\alpha // \{110\}_\beta$$

$$\langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha // \langle 111 \rangle_\beta$$

及び

$$\{10\bar{1}0\}_\alpha // \{112\}_\beta$$

$$\langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha // \langle 111 \rangle_\beta$$

という BURGERS の関係¹⁴⁾ が成り立っており、 α 相のすべり面と β 相のすべり面とは同一平面上にある。そのため、 α 相と α 相に挟まれた β 相はすべりに対して障壁とはならず、すべりはコロニーが一つの単結晶であるかのようにコロニーの端から端までを連続的に進行する¹⁵⁾。このようにコロニー組織では、有効すべり長さが極めて長く、すべり線分離も容易に起こり、またこのような長いすべりは粒界において大きな応力集中¹⁵⁾を引き起こすので低い疲労強度となる。

組織制御法合金では、Condition 2 及び 4 が全く同一の疲労曲線と同一の疲労強度比を示している。これより α 相の幅が一定であれば前 β 粒径の大きさが変わっても、すなわち、 α 相の長軸方向の長さが変わり α 相のアスペクト比が異なっても疲労強度は影響を受けずに一定値を取ると理解できる。長軸方向の長さを一定にして α 相の幅を変化させた Condition 4 と 5 の場合であるが、Condition 5 の α 相の幅が狭い方が高い疲労強度比をもたらす。Condition 3 では、高サイクル疲労強度も疲労強度比も他の組織制御法合金と比較して明白に低いが、本合金ではその等軸 α 相の直径は Condition 2 及び 4 の針状 α 相の幅よりも大きかったことに注目したい。以上のような実験事実を総合的に判断すると、高サイクル疲労強度に及ぼす微視組織の影響とは、具体的には、

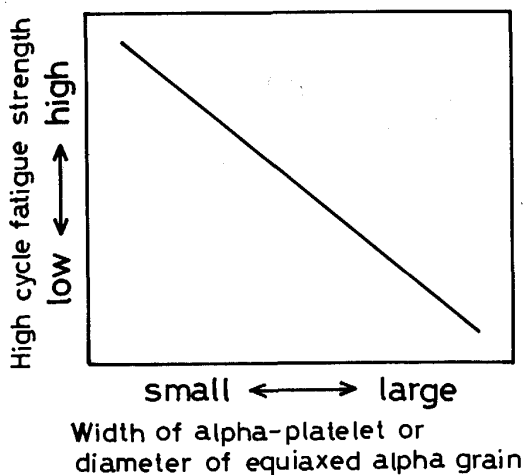


Fig. 3. Schematic showing relationship between high cycle fatigue strength and width of alpha-platelet or diameter of equiaxed alpha grain.

コロニー組織では一つのコロニーの直径のことを、針状組織では α 相の幅のことを、また等軸組織では α 相の直径のことを言うのであり、チタン合金では金属組織に関係なく、これらの寸法の大小が疲労強度比の大小に対応していると考えられる。このような統一的解釈を図示すると Fig. 3 のようになる。

針状組織においては、 α 相の幅のみが疲労強度比の向上に寄与しているという上記結論は、フェセットと金属組織との同時観察によって十分な裏付けがなされたと言えよう。すなわち Photo. 4 に示したように、疲労き裂の発生をもたらしたすべりは針状 α 相の短軸方向に向かっており、すべり線の長さは α 相の幅と一致している。

以上のように、チタン合金の高サイクル疲労では、ある特定の金属組織のみが優れた特性を発揮するわけではなく、すべり線の長さを減少させるような組織制御を行えば、針状組織でもあるいは等軸組織でも高い疲労強度が出現するのである。

次に、低サイクル疲労強度に及ぼす組織因子について検討したい。低サイクル側では、応力は材料の塑性領域に入っているので、材料の巨視的な規模でのすべり変形能が疲労強度を決定しており、それゆえ、延性に富む材料ほど高い疲労強度を示すと考えられる。そこでこのことを例証するために、Fig. 4 に、繰返し数 10^5 回における各合金の疲労強度比 σ_f/UTS を伸びに対して整理してみた。図から明らかなように、 σ_f/UTS と伸びとは明瞭な直線関係を有しており、Condition 4, 5 及び 7 のように β 粒が粗大化し延性が低いような合金では疲労強度比も低い値となっている。このように低サイクル疲

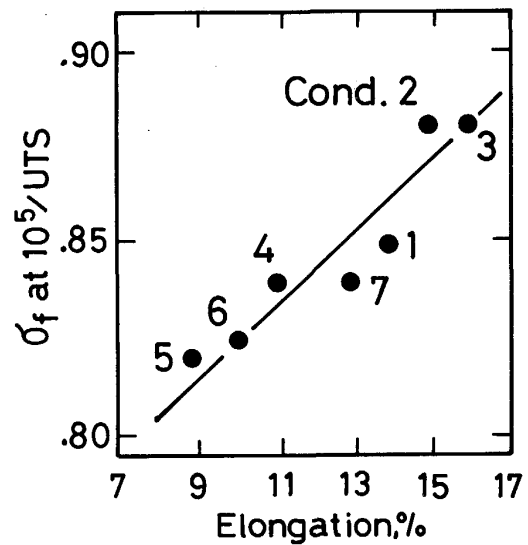


Fig. 4. Ratio of fatigue strength at 10^5 cycles to ultimate tensile strength (σ_f at $10^5/UTS$) as a function of elongation.

労では、延性値に大きな影響を与える因子、例えば前 β 粒径の大きさ、 α 相の長軸方向の長さ、などが疲労強度の大小を支配する重要な組織学的因子である。

4.2 合金中の酸素量の影響

本素粉末混合法合金中の酸素量は0.25%であり、一般的な溶解法チタン合金中の酸素量(0.11~0.18 wt%)と比較して高い値である。酸素量の増加は交叉すべりを抑制し、その結果、 α 相のすべり挙動はWavyな均一変形から歪みの局在化を招くPlanarな変形へと遷移し、また靱性低下の原因となる $\alpha_2(Ti_3Al)$ の析出も促進される、と報告されており¹⁶⁾、本合金中のこのような高めの酸素量は、疲労特性及び破壊靱性に何か悪影響を及ぼしているのではないかと懸念される。しかしながら、同一組織を出現させて素粉末混合法と溶解法とで特性を比較した結果から分かるように、疲労強度も破壊靱性値も両者で差はなく、酸素含有量の差に基づく特性の違いは認められなかった。溶解法Ti-6Al-4V合金中の不純物量を通常品位(O:0.14, Fe:0.17 wt%)とELI品位(O:0.05, Fe:0.07 wt%)の2水準に変化させて破壊靱性を調べた堀谷らの研究¹⁷⁾においても、0°Cの常温付近では、靱性は不純物量よりも主として等軸、針状の微視組織の違いに重大な影響を受けることが報告されている。ただし、-196°Cの低温では、微視組織の差は縮まり、不純物量の差が靱性の差となって現れ、不純物量の少ないELI材ほど、高い靱性を示している。本素粉末混合法合金は、低温あるいは高温で使用することも考えられるので、変形挙動に及ぼす酸素量の影響は

このような温度域においてもいっそう明確にしておく必要がある。

4.3 疲労挙動に及ぼす疲労試験条件の影響

応力比が零より大きい引張り・引張りの負荷条件で疲労試験を行った場合と、応力比が-1の圧縮・引張りの負荷条件で試験を行った場合とでは、疲労曲線の形状、疲労き裂の発生位置などの疲労挙動に明瞭な差が現れる。R \geq 0の場合には、本実験で示したように、10⁶回付近までのサイクル域では極めて緩やかな傾斜の曲線であり、それ以上のサイクル域で下に凸の曲線へと変化するが、R=-1の場合には、緩やかな傾斜の曲線部分は現れず、下に凸のみの曲線となっている¹⁸⁾。また疲労き裂の発生位置も R \geq 0では本実験で観察したように試験片の内部であるが^{19)~22)}、R=-1では主として表面発生である¹⁸⁾。このように負荷条件が変わると異なった疲労挙動を示すようになるが、チタン合金では、特に、疲労強度に及ぼす応力振幅と平均応力の影響については不明確な部分が多く、今後、疲労限線図の作製を含めて体系的な研究を行う必要がある。

5. 結 論

(1)コロニー組織を消滅させ微細な α - β 2相組織へと制御するような組織制御法は、いずれも従来法合金の低い疲労強度を改善する上で効果的である。最も優れた疲労強度と延性の組合せは、真空焼結合金をマルテンサイト組織化したのち HIP 処理を行うという新製造法によって得られた。

(2)どの組織制御法合金とも、10⁶回付近を境にして低サイクル側と高サイクル側とでは疲労特性に及ぼす微視組織の影響が異なる。低サイクル側では、材料自身の延性と疲労強度とは明瞭な相関関係を有していた。一方、高サイクル側の疲労強度は、 α 相の形状・寸法に大きく依存して変化していた。

(3)疲労起点部のフェレットと金属組織との同時観察により、疲労き裂は α 相内部から発生していることが確認された。またき裂の発生は、 α 相内部の最大剪断応力が働く面でのすべり面分離に起因していた。すべり線の長さは、従来法合金のコロニー組織では一つのコロニーの大きさにほぼ等しい。また、針状組織ではすべり方向は、主として、 α 相の短軸方向であり、すべり線長

さは α 相の幅に一致していた。

(4)上記(2)及び(3)の観察結果より、チタン合金では、コロニー組織では一つのコロニーの直径が、針状組織では α 相の幅が、また、等軸組織では α 相の直径が高サイクル疲労強度を決定する重要な組織因子であり、金属組織の区別なく、これらの寸法の大小が高サイクル疲労強度の大小に対応していた。

(5)本粉末冶金合金中のやや高めの酸素量は、疲労特性、破壊靱性に悪影響を及ぼさない。

文 献

- 1) S. ABKOWITS and D. ROWELL: *J. Met.*, **38** (1986) 6, p. 36
- 2) D. EYLON and F. H. FROES: *Prog. Powder Met.*, **42** (1986), p. 625
- 3) M. HAGIWARA, Y. KAIEDA and Y. KAWABE: 6th World Conf. Titanium, ed. by P. LACOMB, R. TRICOT and G. BÉRANGER, **2** (1989), p. 673 [*Société Française de Métallurgie*]
- 4) 萩原益夫, 河部義邦: *鉄と鋼*, **75** (1989), p. 221
- 5) D. EYLON: *J. Mater. Sci.*, **14** (1979), p. 345
- 6) D. EYLON: *J. Mater. Sci.*, **14** (1979), p. 1914
- 7) D. EYLON and J. A. HALL: *Metall. Trans. A*, **8** (1977), p. 981
- 8) W. R. KERR, D. EYLON and J. A. HALL: *Metall. Trans. A*, **7** (1976), p. 1477
- 9) 萩原益夫, 海江田義也, 河部義邦: *鉄と鋼*, **72** (1986), p. 685
- 10) M. HAGIWARA, Y. KAIEDA and Y. KAWABE: *Titanium Products and Applications* (1987), p. 850 [TDA]
- 11) M. HAGIWARA, Y. KAIEDA and Y. KAWABE: *PM Aerospace Materials 87* (1988), p. 20.1 [*Metal Powder Reports*]
- 12) D. EYLON, F. H. FROES and R. W. GARDINER: *J. Met.*, **35** (1983), p. 35
- 13) D. EYLON and C. M. PIERCE: *Metall. Trans. A*, **7** (1976), p. 111
- 14) W. G. BURGERS: *Physica*, **1** (1936), p. 561
- 15) D. M. BOWDEN and E. A. STARKE, Jr.: *Metall. Trans. A*, **15** (1984), p. 1687
- 16) J. C. WILLIAMS and G. LUTJERING: *TITANIUM'80 Science and Technology*, ed. by H. KIMURA and O. IZUMI (1980), p. 671 [TMS-AIME]
- 17) 堀谷貴雄, 鈴木洋夫, 岸 輝雄: *鉄と鋼*, **75** (1989), p. 151
- 18) G. LUTJERING and A. GYSLER: *Titanium Science and Technology*, ed. by G. LUTJERING, U. ZWICHER and E. BUNK (1985), p. 2065 [DGM]
- 19) 皆川邦典: *鉄と鋼*, **75** (1989), p. 1104
- 20) J. RUPPEN, P. BHOWAL, D. EYLON and A. J. MCEVILY: *ASTM STP 675, Fatigue Mechanisms* (1979), p. 47
- 21) S. ADACHI, L. WAGNER and G. LUTJERING: *Titanium Science and Technology*, ed. by G. LUTJERING, U. ZWICHER and E. BUNK (1985), p. 267 [DGM]
- 22) 梅沢 修, 長井 寿, 石川圭介: *鉄と鋼*, **75** (1989), p. 159