

© 1992 ISIJ

論文

TiAl 金属間化合物の低サイクル疲労強度特性

山口 弘二*・下平 益夫*²・西島 敏*³

Low-cycle Fatigue Properties of TiAl Intermetallic Compounds

Koji YAMAGUCHI, Masuo SHIMODAIRA and Satoshi NISHIJIMA

Synopsis:

Axial strain-controlled fatigue tests were carried out for an annealed Ti-34.7Al-1.74 V (wt%) intermetallic compound at RT and 800°C. It showed cyclic strain hardening behaviors at both temperatures. The fatigue strength at 800°C was higher than that at RT.

The fracture surface tested at RT was a mixture of three modes: (1) crystallographic fracture with linear steps, (2) intergranular fracture with smooth facets of grain boundaries and (3) transgranular cleavage fracture with river patterns. The fatigue cracks were found to be initiated by several mechanisms including slip-off steps or cracking under stress concentrations due to coarse slip or double slip lines.

The fracture mode at 800°C also consisted of the same three types, but the initiation was found to be controlled by grain boundary cracking, with striped patterns on the facets, under stress concentrations due to large twin-deformations across a grain.

Key words: TiAl intermetallic compounds; low-cycle fatigue; slip lines; twin deformation.

1. 緒 言

金属間化合物は室温で脆いという常識がボロンを添加した Ni₃Al の研究¹⁾ から覆された。金属間化合物の優れた高温特性を生かして、耐熱材料として開発が進められている。その中で TiAl 金属間化合物は、軽量耐熱構造用新素材として注目されている²⁾。問題となる室温の低延性は、V や Mn などの第3元素の添加³⁾⁴⁾ や、一方凝固による層状組織制御⁵⁾、あるいは Ti, Al の組成比調整⁶⁾ や、高純度化⁷⁾ などにより克服されつつある。さらに、自動車のターボチャージャーローターへの実用化なども期待されている⁸⁾。

TiAl が実用新素材として基盤を確立していくためには、引張りや圧縮の変形特性⁹⁾、破壊特性¹⁰⁾¹¹⁾ ばかりでなく、クリープや疲労などの材料特性や破壊特性を把握しておく必要がある。クリープ特性¹²⁾¹³⁾ や室温疲労¹⁴⁾、熱疲労¹⁵⁾ 特性に関するデータも最近報告され始めたが、高温疲労に関しては LIPSITT らの荷重制御下のデータ¹⁶⁾ があるにすぎない。

本研究の目的は、700°C 以上の引張荷重下でぜい性のから延性的な破壊形態に急激に遷移するといわれてい

る TiAl 金属間化合物¹⁰⁾ について、室温と 800°C における軸ひずみ制御下の疲労強度特性を明らかにするとともに、温度の違いによる疲労破壊の相違を検討することである。TiAl の疲労強度の特徴を明確にするため、将来 TiAl の競合材料となるであろう超合金の1種である Fe 基超合金 NCF 800 (アロイ 800) の低サイクル疲労試験結果¹⁷⁾ が延性高温材料の典型的特性と考えて、それと比較しながら検討を進めることとする。

2. 実験方法

供試材は、消耗電極式真空アークで溶解、鑄造された重量 30 kg のインゴットから切り出した。化学成分は Table 1 のように、1.74 wt% の V が添加されている。このインゴットから、Fig. 1 に示す直径 4 mm の小型平滑丸棒疲労試験片に機械加工した。その後、熱処理を加工ひずみ除去焼鈍として 1200°C で 0.5 h、均質化焼鈍

Table 1. Chemical composition of TiAl compound used in this study.

Al	V	O	N	C	Fe
34.7 wt%	1.74 wt%	300 ppm	40 ppm	150 ppm	750 ppm

平成3年3月11日受付 (Received Mar. 11, 1991)

* 金属材料技術研究所 工博 (National Research Institute for Metals, 2-3-12 Nakameguro Meguro-ku, Tokyo 153)

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

*³ 金属材料技術研究所 理博 (National Research Institute for Metals)

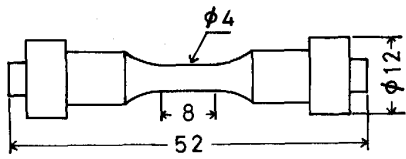


Fig. 1. Profile of fatigue specimen (mm).

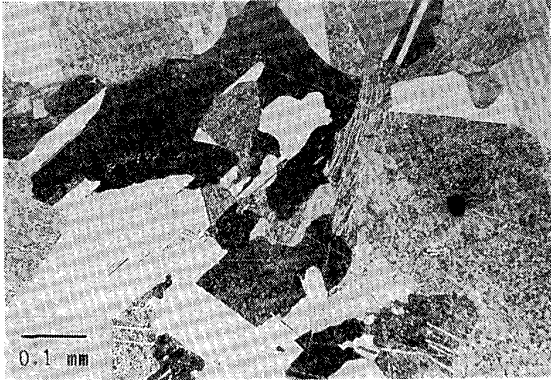


Photo. 1. Microstructure of TiAl-V after heat treatments.

として 1000°C で 8 d, それぞれ真空中で行った。

熱処理後の金属組織は, Photo. 1 のように TiAl (γ 相) の単相結晶粒が大部分を占め, γ 相と Ti_3Al (α_2 相) が筋状に共存している領域が一部である。

疲労試験機は, 電気抵抗炉を備えた小型油圧サーボ式で, 荷重容量は $\pm 1\text{t}$ である。試験片のひずみは, 押当て式伸び計を用いて, 平行部のゲージ長さ 7 mm から直接検出した。ひずみ波形は, 0.5 Hz のサイン波を用いた。全ひずみ幅は, 約 0.9 から 0.3% の範囲で試験し, 長寿命となる実験条件では, 応力幅の変化がほぼ飽和した後, 1 Hz サイン波の荷重制御に切り換えた。

疲労試験片の平行部は, 疲労試験後の表面観察のため電解研磨¹⁸⁾で約 30 μm 落として, 最終表面仕上げとした。試験片の硬さは $\text{HV}=232$, ヤング率は室温, 800°C それぞれ 180, 160 MN/m^2 , 0.2% 引張耐力は室温, 800°C それぞれ 262, 294 MN/m^2 である。

3. 試験結果

3.1 疲労試験の結果

本供試材は, 均質化焼鈍状態であるため繰返し加工硬化特性を示した。繰返し数に伴う応力幅の変化で示すと Fig. 2 のようになる。室温の方が繰返し加工硬化がわずかに大きい。応力幅のひずみ幅依存性は両温度でそれほど変わらない。ただし, 最終破断は, 室温の場合最終サイクル直前まで応力幅の減少がほとんどなく, 突然に

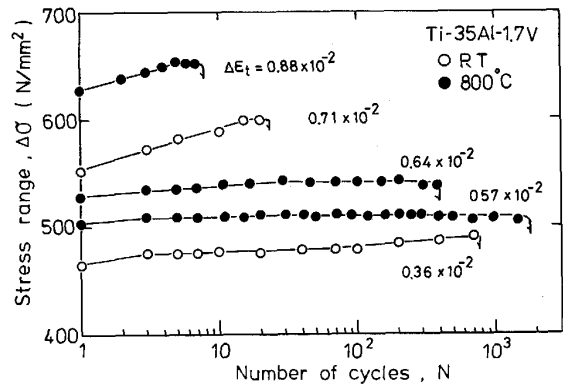


Fig. 2. Change in stress ranges during axial strain-controlled fatigue tests.

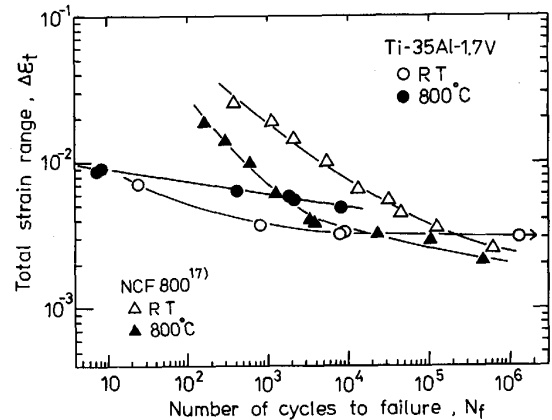
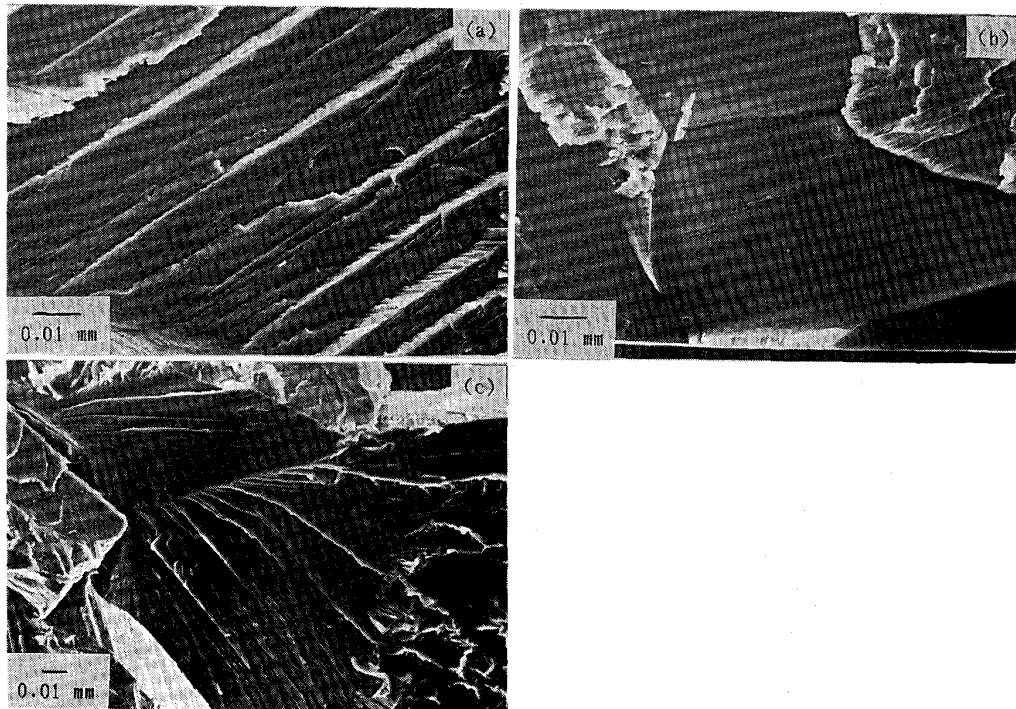


Fig. 3. Relationship between total strain range and cycles to failure.

起こったが, 800°C の場合は, 最終サイクル直前の数から数十サイクルに応力幅の減少があり, 疲労き裂のマクロな成長過程の存在を示した。

室温と 800°C における全ひずみ幅と破断繰返し数 N_f の関係を Fig. 3 に示す。TiAl-V 材の破断繰返し数は, 800°C の方が室温より長くなり, NCF 800 のような実用材料とは逆の温度依存性が明瞭に認められる。また, Fig. 3 において TiAl-V 材の曲線の傾きは, NCF 800 のものに比べ非常にゆるやかであることが特徴で, 室温では疲労限的挙動がはやくも 10^4 サイクル以降に現れている。そのため, 低ひずみレベルでは破断繰返し数は TiAl-V 材の方が NCF 800 より長くなっている。

全ひずみ幅制御疲労試験の結果を $N_f/2$ サイクル目の応力幅 $\Delta\sigma$ と破断繰返し数の関係で表したものが Fig. 4 である。この結果からも, TiAl-V 材は NCF 800 のような温度上昇に伴う疲労強度の著しい低下がまったくないどころか, 逆にわずかに強度増加を示すという極めて優れた高温疲労強度を示すことがわかる。これは, 繰



(a) Crystallographic fracture with linear steps
 (b) Intergranular fracture with smooth facets of grain boundaries
 (c) Transgranular cleavage fracture with river patterns

Photo. 2. Fracture surface of TiAl-V fatigued at room temperature and $\Delta\epsilon_f = 0.36\%$.

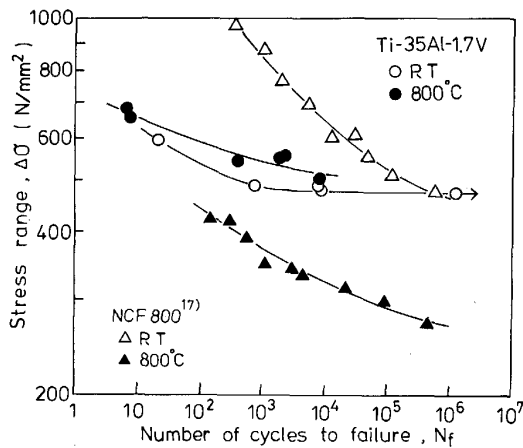


Fig. 4. Relationship between saturated stress range and cycles to failure.

返し変形応力が室温と 800°C でほぼ同程度であるためである。

3.2 疲労破面の特徴

TiAl-V 材の疲労破面には、NCF 800 を含め通常高温金属材料で繰返しひずみ速度が比較的速い場合に現れる疲労特有のストライエーション模様の粒内破壊¹⁹⁾は認められなかった。ただし、三つの特徴的な破壊形態があった。Photo. 2 は、室温の場合の破面写真である。三つの特徴とは、(a)の直線的な凹凸の激しい結晶学的な粒

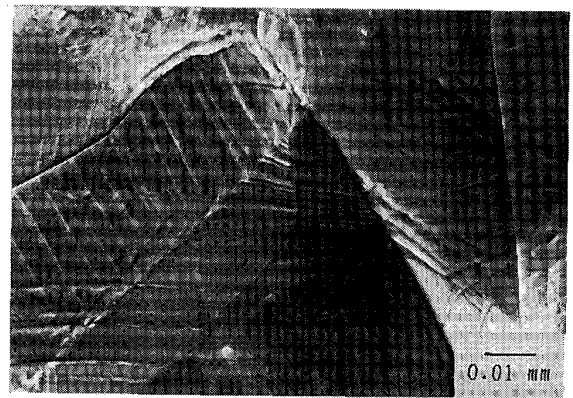


Photo. 3. Intergranular fracture with striped patterns on the facets for TiAl-V fatigued at 800°C and $\Delta\epsilon_f = 0.64\%$.

内破壊、(b)の粒界ファセットが明瞭な粒界破壊、ならびに(c)の急速破壊に対応したリバーパターン模様の粒内ぜい性破壊である。この特徴は TiAl 多結晶体の曲げ変形破壊¹⁹⁾と類似していた。破面全体から見ると、(c)のぜい性破面が 90% 以上を占める。(a)と(b)の結晶学的粒内破壊と粒界破壊の領域は試験片の表面付近のみ存在しており、これらが疲労破壊の領域と考えられる。

一方、800°C の疲労破面においても、このような三つの特徴が混在しており、室温の場合とほぼ同じであった。

ただし, Photo. 3 に示すように粒界破壊の領域では粒界ファセットに明瞭な線状の模様があるものが多く, 室温のような滑らかな粒界ファセットはあまり観察されないこと, 及び粒界破壊の領域が若干多くなることが室温と異なる特徴である.

3.3 試験片表面のすべり模様と疲労き裂

室温疲労試験後の試験片表面を微視観察すると, 結晶粒内に粗大すべり線模様や2重すべり線模様が明瞭に認められた. Photo. 4 (a) には, 粒界にぶつかる粗大すべり線模様の SEM 写真, (b) には2重すべり線模様の光顕写真を示した. また, 試験片表面き裂として, Photo.

5 (a) のように粗大すべり線が粒界にぶつかったところにある粒界き裂, (b) のように表面と破面の同一視野観察からわかる粗大すべり線に沿ってすべり面分離している粒内破壊形態, (c) のような2重すべり線の交点近傍に横たわる粒内き裂などが観察された.

800°C の場合は, Photo. 6 (a) のように結晶粒全体にわたるすべり模様が現れていたが, この線には若干の幅があり, レンズ状の形をしていた. 試験片表面き裂は, (b) のように粒界から発生していた.

TiAl の高温引張りや高温疲労変形では双晶変形¹⁰⁾¹⁶⁾が現れると言われている. 確認のため, 実際に両温度の

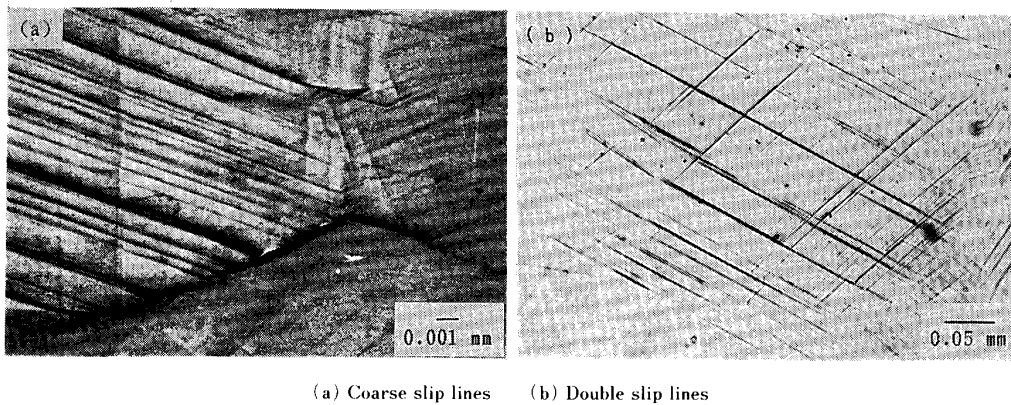


Photo. 4. Slip modes fatigued at room temperature and $\Delta\epsilon_t = 0.36\%$.

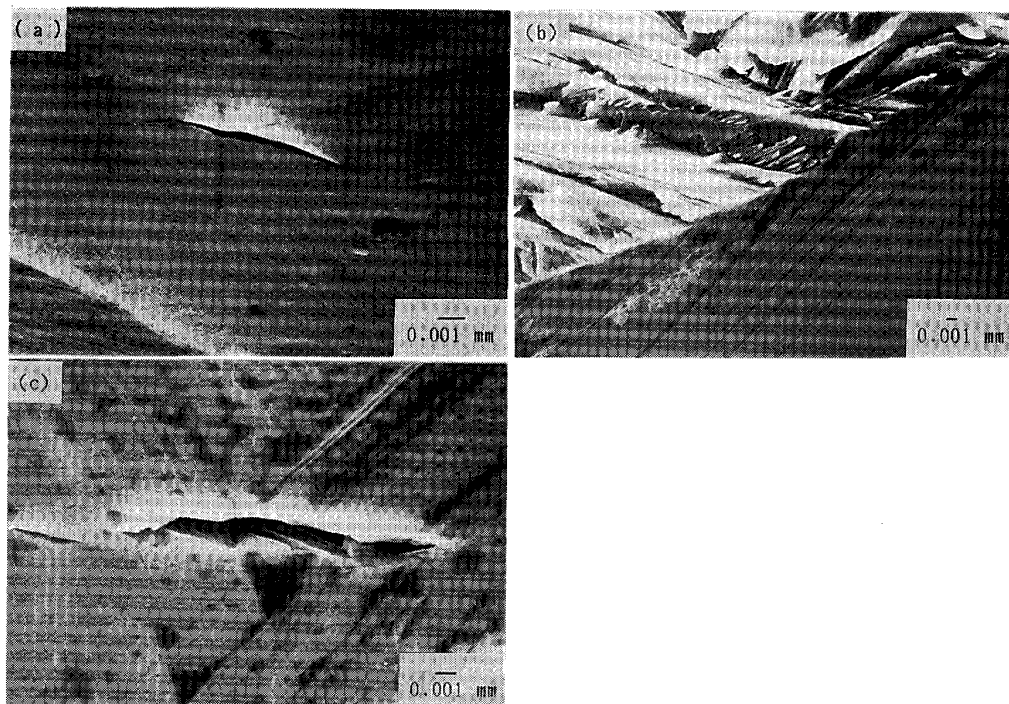
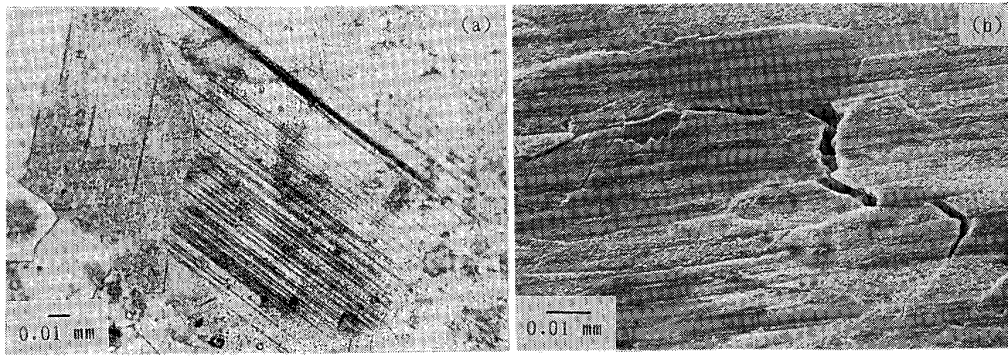


Photo. 5. Surface cracks fatigued at room temperature and $\Delta\epsilon_t = 0.36\%$.



(a) Twin deformations (b) Microcracks along grain boundary
 Photo. 6. Specimen surface fatigued at 800°C and $\Delta\epsilon_f = 0.64\%$.

疲労試験片の表面をバフ研磨で鏡面仕上げした後、エッチングして、再び光顕観察した。室温の場合はすべり線模様が消滅するが、800°C の場合は双晶変形組織は再び現れた。このことから、室温疲労ではすべり変形、800°C では双晶変形が主な変形様式と考えられた。

4. 考 察

4.1 破断繰返し数と引張破断ひずみの関係

疲労破壊は、繰返し応力により塑性変形が繰り返されることによって生じる。特に低サイクル疲労領域においては、塑性ひずみ幅 $\Delta\epsilon_p$ が重要な因子で、破断繰返し数との間には

$$\Delta\epsilon_p N_f^\alpha = C \dots\dots\dots (1)$$

なる実験式、いわゆる Manson-Coffin 式が成り立つ。式(1)において、指数 α は多くの金属材料で 0.5 となり、また $N=1/4$ の時、すなわち引張試験の場合には、塑性ひずみ幅が引張破断ひずみ ϵ_f であると考え、 $\Delta\epsilon_p = \epsilon_f$ と置くと式(1)は

$$\Delta\epsilon_p N_f^{0.5} = \epsilon_f / 2 \dots\dots\dots (2)$$

となる²⁰⁾。ここで ϵ_f は引張試験の破断絞り RA% の値を用いて $\ln(100/(100-RA))$ から求まる。

式(2)を用いた疲労寿命予測線図と疲労データを図示すると、Fig. 5 のようになる。TiAl-V 材の ϵ_f は不明であるため、この図には、宮下らの Ti-34.7Al の室温の ϵ_f と疲労データ¹⁴⁾、Ti-34Al の室温と 800°C の ϵ_f と疲労データ²¹⁾、NCF 800 の室温と 800°C の ϵ_f と疲労データ¹⁷⁾、および今回の TiAl-V 材の室温と 800°C の疲労データを示した。BLACKBURN らの TiAl-V 材の ϵ_f のデータ³⁾や橋本らの TiAl-Mn 材の破断伸びデータ⁴⁾などを考慮しても今回の TiAl-V 材の ϵ_f は、Fig. 5 に示した 2 種類の TiAl の ϵ_f と大差はないと考えられる。

Fig. 5 において、(2)式は寿命予測に対して万能とはいえないが、TiAl-V 材などの疲労寿命の逆温度依存

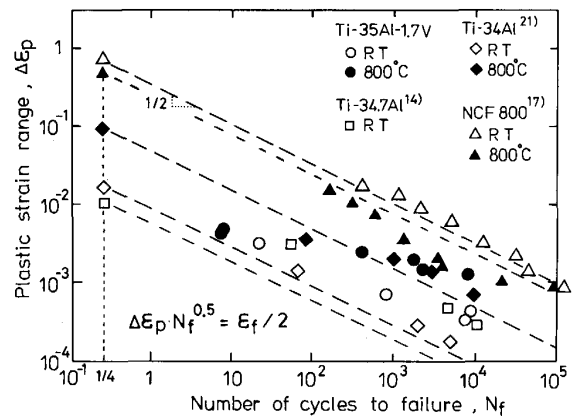


Fig. 5. Relationships between plastic strain range and number of cycles to failure.

性は引張破断ひずみの大きさの逆温度依存性から定性的に説明することが可能であろう。しかし、TiAl-V 材など TiAl 金属間化合物の疲労データを式(1)で表示すると、傾きは 0.5 よりもかなり小さくなる。NCF 800 のように全ひずみ幅に対して塑性ひずみ幅の占める割合が大きい低サイクル疲労領域では式(1)の傾きは一般に 0.5 程度になる。しかし、TiAl 金属間化合物では、高強度でかつヤング率が低いため、全ひずみ幅に対して塑性ひずみ幅の占める割合が小さく、弾性ひずみ幅が大部分を占める。そのため、破断繰返し数は低サイクルであるが、疲労挙動としては疲労限近傍の高サイクル疲労的であるため、式(1)の傾きは低くなると考えられる。

4.2 TiAl-V 材の疲労き裂発生機構

室温における TiAl-V 材の疲労き裂は、Photo. 5 に示したように三つの形態が観察されたが、粒界き裂であれ粒内き裂であれ粗大すべり線や 2 重すべり線が関与していることが示唆された。すなわち、粗大すべり線が粒界とぶつかりあったところや、2 重すべりの交点近傍はすべりが阻止されて応力集中がおり、微小き裂が形成

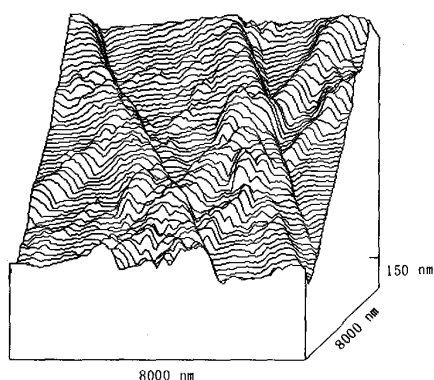


Fig. 6. Specimen surface observed by STM, fatigued at room temperature and $\Delta\epsilon_f = 0.71\%$.

されると考えられる。また、すべり面分離による破壊は、金属疲労のき裂発生機構の一つとして知られている²²⁾もので、粗大すべり線に沿ってき裂が発生すると考えられる。

TiAl について 2 重すべりの交点近傍からのき裂発生機構については、川畑が解析している²³⁾。実際に、疲労試験後の試験片表面の 2 重すべり線模様を拡大鏡で確認しながら、2 重すべり線の交点近傍の表面凹凸をトンネル顕微鏡²⁴⁾で観察すれば、Fig. 6 のようにすべり線の交点で異常な盛り上がり認められ、応力集中が生じていることを示唆している。

一方 800°C で試験片表面には、一つの結晶粒を横断する双晶変形が多く認められた。800°C の疲労破面には明瞭な縞模様のある粒界ファセットが観察された。このことから、800°C では双晶変形によって室温より延性的になる¹⁰⁾が、粒内を横断するせん断的な双晶変形は粒界にぶつかったところで応力集中を発生させ、粒界き裂を誘発させたと思われる。粒界ファセットの縞模様は、このような双晶変形が粒界に現れた跡であろうと想像される。

5. 結 論

均質化焼鈍された Ti-34.7Al-1.74V (wt%) について、室温と 800°C で軸ひずみ制御疲労試験を行い、疲労強度特性の温度依存性、並びに試験温度の違いによる疲労破壊の変化を検討した。得られた結論は、以下のとおりである。

(1) 本供試材は、両温度とも繰返し加工硬化特性を示した。また、繰返し応力幅の大きさは、両温度でほぼ同程度であった。

(2) 本供試材は、通常金属材料のような温度上昇に伴う疲労強度の著しい低下がまったくないどころか、逆

にわずかに強度増加を示すという極めて優れた高温疲労強度特性を示した。

(3) 疲労寿命の逆温度依存性は、塑性ひずみ幅で整理すれば引張破断ひずみの逆温度依存性から定性的に説明することが可能であった。

(4) 室温の疲労では、発達した粗大すべり線が粒界にぶつかったところからの粒界き裂の発生や、粗大すべり線に沿ったすべり面分離によるき裂の発生、および 2 重すべり交点近傍からの微小き裂の発生が観察された。その破面は、粒界ファセットであったり、直線的な凹凸のはげしい結晶学的粒内破壊の様相を呈した。

(5) 800°C の疲労破面は、室温の場合のそれとほぼ同じであった。しかし、800°C では、粒内を横断する双晶変形が生じていた。そのため、破面上の粒界ファセットには双晶変形が粒界とぶつかった跡と思われる明瞭な縞模様が認められた。

なお、本供試材は(株)神戸製鋼所において製造されたものであるが、入手に際しては金材技研の橋本健紀博士に、またトンネル顕微鏡の使用に当たっては松岡三郎博士らに御協力をいただいたことを記して、感謝の意を表します。

文 献

- 1) 青木 清, 和泉 修: 日本金属学会誌, **43** (1979), p. 1190
- 2) 和泉 修: 日本金属学会会報, **28** (1989), p. 371
- 3) M. J. BLACKBURN and M. P. SMITH: U. S. Patent No. 4294645 (1981 年 10 月 13 日)
- 4) 橋本健紀, 土肥春夫, 中野 理, 辻本得蔵: 日本金属学会誌, **54** (1990), p. 539
- 5) 藤原徹男, 中村 敦, 西谷滋人, 山口正治: 日本金属学会講演概要春期大会 (1989), p. 335
- 6) 野田俊治, 飯久保知人, 磯部 普: 日本金属学会講演概要秋期大会 (1988), p. 498
- 7) T. KAWABATA, M. TADANO and O. IZUMI: Scripta Metall., **22** (1988), p. 1725
- 8) Y. NISHIYAMA, T. MIYASHITA, T. NAKAMURA, H. HIRO, S. ISOBE and T. NODA: 1987 TOKYO International Gas Turbine Congress (1987), p. III-263
- 9) D. SHECHTMAN, M. J. BLACKBURN and H. A. LIPSITT: Metall. Trans., **5** (1974), p. 1373
- 10) H. A. LIPSITT, D. SHECHTMAN and R. E. SCHAFRIK: Metall. Trans. A, **6** (1975), p. 1991
- 11) T. KAWABATA, T. KANAI and O. IZUMI: Acta Metall., **33** (1985), p. 1355
- 12) 高橋 徹, 永井 走, 及川 洪: 日本金属学会誌, **53** (1989), p. 471
- 13) 具 明会, 松尾 孝, 菊池 実: 学振第 123 委員会報告, **31** (1990), p. 169
- 14) 宮下卓也, 日野春樹, 藤岡順三, 南方俊一: 学振第 123 委員会報告, **31** (1990), p. 183
- 15) 野田俊治, 飯久保知人, 磯部 普: 学振第 123 委員会報告, **31** (1990), p. 195
- 16) S. M. L. SASTRY and H. A. LIPSITT: Metall. Trans. A, **8**

- (1977), p. 299
- 17) NRIIM Fatigue Data Sheets (金属材料技術研究所編)
(1983), p. 36
- 18) 橋本健紀, 中野 理, 土肥春夫, 辻本得蔵: 日本金属学会誌, **48** (1984), p. 489
- 19) 山口弘二, 鈴木直之, 井島 清, 金澤健二: 鉄と鋼, **71** (1985), p. 1526
- 20) L. F. COFFIN, Jr.: Fatigue at Elevated Temperatures, ASTM STP 620, ed. by A. E. CARDN, A. J. MACÉVILY and C. H. WELLS (1973), p. 5 [ASTM]
- 21) 下平益夫, 山口弘二: 日本材料学会第 40 期学術講演会前刷 (1991), p. 119
- 22) 小寺沢良一: 材料強度学要論 (1988), p. 120 [マグロウヒルブック]
- 23) 川畑 武: 日本金属学会会報, **28** (1989), p. 402
- 24) 松岡三郎: 鉄と鋼, **75** (1989), p. 1943
-