

Ti-13V-11Cr-3Al 合金の変形・破壊過程の SEM 内その場観察

丹 羽 直 毅*

In-situ SEM Observation of Tensile Fracture in Ti-13V-11Cr-3Al Alloy

Naotake NIWA

Synopsis :

The deformation and fracture behavior of the aged microstructure of Ti-13V-11Cr-3Al alloy was studied by SEM *in-situ* observation. Comparing with beta matrix, the areas where alpha phase precipitates i.e. alpha colonies and the neighborhoods of grain boundaries show higher resistance to deformation. Thus, strength becomes higher by increase of alpha precipitates with aging. In the fracture of this alloy, a main crack propagates with forming microcracks within alpha colonies and along grain boundaries ahead of the main crack and joining them. The crack propagation along grain boundaries is faster and less ductile than the transgranular crack propagation following microcracks in alpha colonies. With development of aging, the grain boundary cracking becomes prevailing as a fracture mechanism, hence, ductility reduces notably. Alpha precipitates play an important role not in strengthening but also in fracture of this alloy.

Key words : Ti alloy; *in-situ* observation; SEM; fracture mechanism; crack propagation; alpha precipitates; microcrack; grain boundary cracking.

1. 緒 言

β 型チタン合金は、溶体化状態での優れた冷間加工性と時効処理を加えることによって高い強度が得られることを特徴としている。時効処理による高強度化は、通常 β 母相に α 相を析出させることにより達成され、その機械的性質は、析出 α 相に強く依存していることが知られている^{1)~3)}。しかし、 β 型チタン合金の時効組織の微視的な変形・破壊挙動に関する研究は多くはなく、特に析出 α 相の変形・破壊機構に果たす役割に関しては十分解明されているとはいえない。

本研究では、SEM内変形装置を用い、時効処理を施した β 型チタン合金 Ti-13V-11Cr-3Al (以後 Ti-13-11-3 と略記)の変形・破壊過程を連続的に観察し、変形・破壊機構と析出 α 相の対応関係を解明することを目的とした。

2. 実験方法

供試材は、Ti-13-11-3 合金熱間鍛造材で、組成を Table 1 に示す。観察の際に、き裂進展経路を特定しや

すくするため、供試材をアルゴンガス中で 1473 K、3.6 ks 保持、1073 K まで炉冷 1.8 ks 保持後空冷して溶体化し、平均粒径 2.2 mm の粗大粒を得た。さらに、773 K、873 K で時効して試料とした。試験片は、Fig. 1 に示す片側切欠を持つ試験片と辺の長さが 1 mm の正

Table 1. Chemical composition of the alloy used (mass%).

V	Cr	Al	O	N	C	Fe	H	Ti
13.7	10.6	3.03	0.166	0.011	0.013	0.17	0.002	Bal.

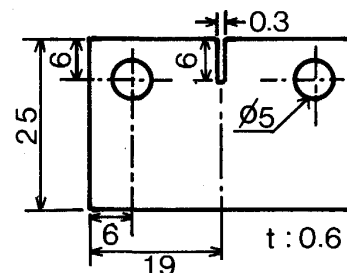


Fig. 1. Configuration and a size of a specimen used (mm).

平成 3 年 7 月 30 日受付 (Received July 30, 1991)

* 東京大学工学部 工博 (Faculty of Engineering, The University of Tokyo, 7-3-1 Hongo Bunkyo-ku, Tokyo 113)

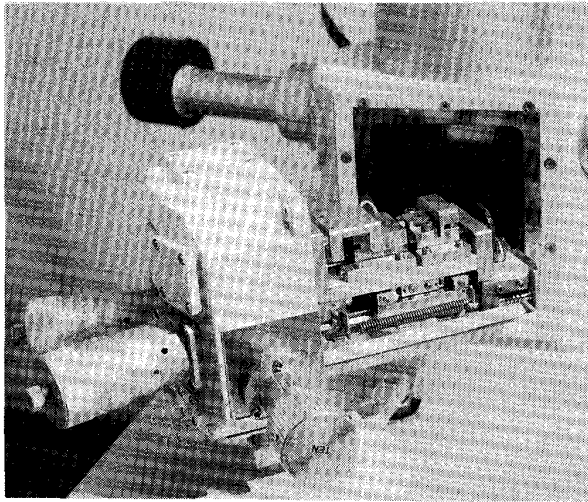


Photo. 1. Loading stage attached to SEM.

方形断面をもつ平行部長さ 5 mm の平滑試験片を用いた。SEM 内その場観察は、すべてこの粗大粒試験片を用いておこなった。さらに、比較のため冷間加工後 1073 K で 1.8 ks 保持後空冷の溶体化をした平均粒径 35 μm の試料に関して 773 K で時効し、平行部直径 5 mm 平行部長さ 15 mm の丸棒試験片を用いて引張試験をおこなった。時効に及ぼす機械加工の影響を除去するため、試験片は時効後切り出し、鏡面研磨・腐食をして SEM 内で変形させ観察をおこなった。Photo. 1 に、SEM 内変形装置を示す。SEM 内変形装置の許容最大負荷は 2.0 kN、最大変形ストロークは 5 mm で、駆動は手動である。変形速度は、 2×10^{-6} m/s を目標としたが、適宜変形を停止し観察をおこなった。観察は、2 次電子像を写真撮影したほか、ビデオテープに記録し解析をおこなった。

破壊は、材料内部を起点として進行することが多いため、一般に破壊機構の解明は容易ではなく、解明には破面観察、断面観察などが用いられるが、き裂の動的な進展をとらえることは困難である。本実験で用いた SEM 内その場観察は、変形・破壊過程を連続的に観察し、変形・破壊機構と析出相の対応関係を観察により直接解明できる点を特徴とする。しかし、表面での観察結果と内部での破壊機構との対応関係を検討する必要があり、その場観察に加えて、破面腐食や α コロニー間隔とディンプル径の測定もおこなった。

3. 結果と考察

Fig. 2 に、平滑試験片の時効にともなう強度・断面減少率の変化を示す。溶体化状態で、断面減少率が 62%、引張強度が 0.78 GPa である。873 K の時効で

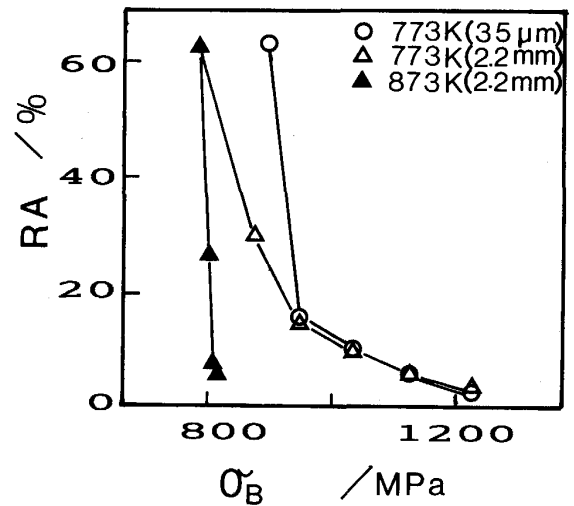
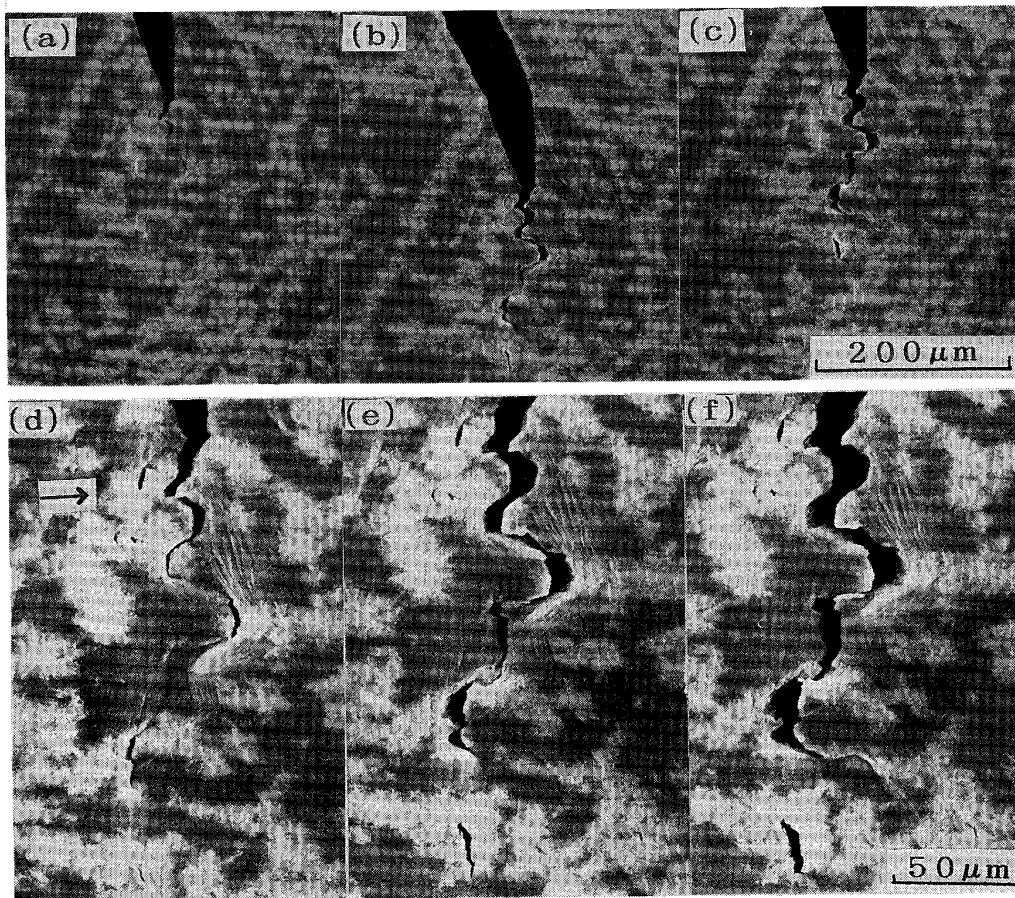


Fig. 2. Variation of relation between ultimate tensile strength (σ_B) and reduction of area (RA) with aging for 0~360 ks. Effects of aging temperatures (873 K and 773 K) and average grain sizes (35 μm and 2.2 mm) are also shown.

は、時効時間の増加にともない断面減少率が低下しているが、強度はあまり上昇しない。773 K では、360 ks の時効で 1.23 GPa と引張強度は増加するが、断面減少率は、約 4% と著しく低下している。また、冷間加工後溶体化した試料では、溶体化状態で引張強度 0.89 GPa、断面減少率 63% と粗大粒の試料と比較して、強度がわずかに高いが、時効が進行するにしたがいその差は、ほとんどみられなくなる。また、時効組織も β 粒が大きいことを除いて特に差は認められなかった。したがって、0.95 GPa 以上の高強度側では粗大粒としたことにより平均粒径 35 μm の細粒の試料と変形・破壊機構が大きくは変化していないものと思われる。

Photo. 2 は、773 K で 198 ks 時効した試料を SEM 内で変形させ、き裂進展を連続的に観察した結果である。負荷方向は、写真中に示したように紙面の左右方向である。(a), (b), (c) と、き裂が進展しており、(d), (e), (f) は、それぞれ(a), (b), (c)の、き裂先端部のより高倍の観察結果である。Ti-13-11-3 合金によくみられるように、 α 相の粒界への優先的な析出が観察されるが、粒内にもコロニー状に α 相が析出している⁴⁾。(d) から (e), (e) から (f) へと、主き裂が進展する際に、主き裂前方の α コロニー内に微視き裂が形成され、主き裂の進展にともない成長し、主き裂との連結が観察された。しかし、主き裂が進展する際に、 α コロニー内に形成された微視き裂がすべて主き裂と連結するわけではなく、き裂進展経路からはずれて主き裂近傍に取り残されるものも観察された。これは、 α コロ



← Loading axis →

Photo. 2. Sequential aspects of transgranular crack propagation of the specimen aged at 773 K for 198 ks. Average beta grain size of the specimen is 2.2 μm. (d), (e) and (f) show high magnification photographs of each crack tip in (a), (b) and (c). Main crack forms microcracks in alpha colonies ahead of the main crack tip, accelerates the growth of the microcracks and propagates by joining them (Loading axis horizontal).

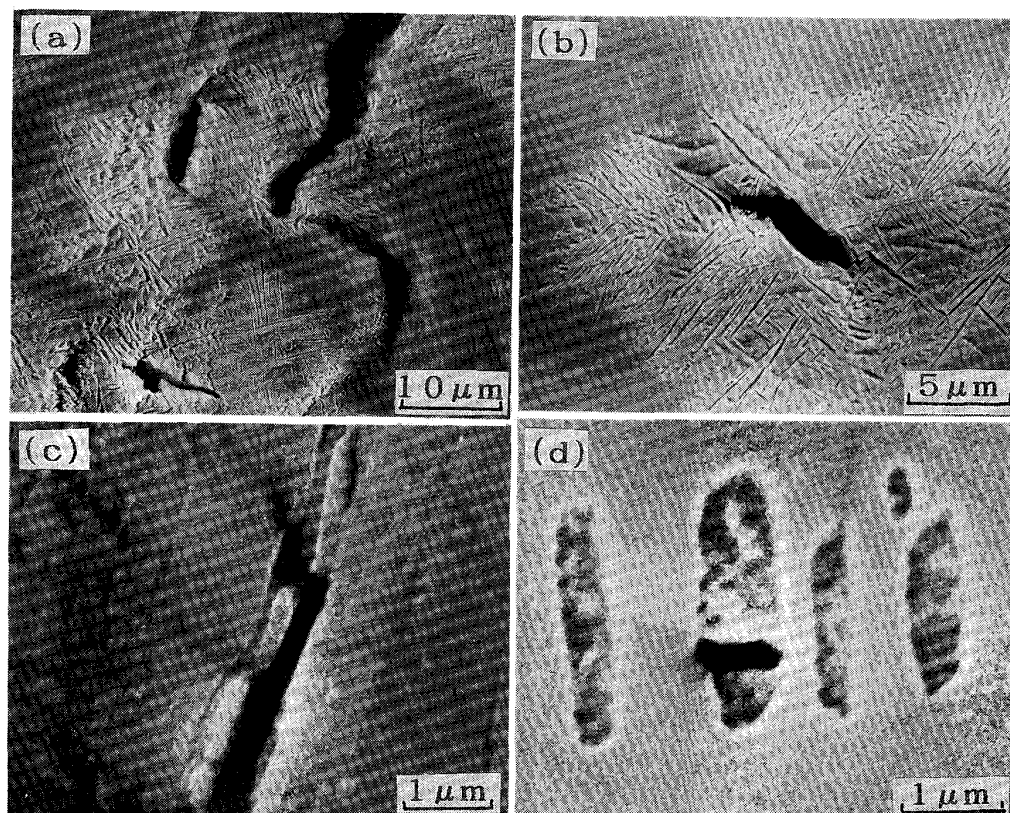
ニ一内に微視き裂が形成されることにより、主き裂先端近傍の応力状態が変化することに起因するものと思われる。また、 α コロニー内の微視き裂をたどって主き裂が進展するため、進展経路はジグザグであり、進展に際し主き裂近傍に塑性変形が生じているのが観察される。

Photo. 3 は、 α コロニー内に形成された微視き裂を示している。(a)は、Photo. 2 に示した試料で、主き裂が Photo. 2 (a) まで進展する以前に形成された主き裂近傍の微視き裂である。これらの微視き裂は、Photo. 2 (d) 中に矢印で示したように、主き裂の進展から取り残されている。(b) に示したように、 α コロニー内の微視き裂は、コロニー内部で形成され、その後成長する例が多く観察された。(c) は、き裂進展にともなう変形集中によりせん断された α コロニー内の針状 α 相である。 α 相がくびれを生じて破断しているのが観察され

る。また、(d) は、873 K で時効し、SEM 内で変形させた試料の主き裂近傍で観察された粗大 α 相の破壊である。(c)、(d) の例などにみられるように、 α 相の破壊は延性的であった。

Photo. 4 は、主き裂前方の粒界における微視き裂の形成と主き裂の進展にともなう成長の例を示している。負荷方向は、写真中に示したように紙面の左右方向である。試料の時効条件は、Photo. 2 の試料と同一である。また、(c) は、(a) の粒界微視き裂先端部の高倍の様相を示している。(c) に示されているように、微視き裂は、隣あった β 粒のおのおのの粒界に沿って析出した α 相の間に形成されている。

これらの観察により、主き裂は、その前方の α コロニー内や粒界に微視き裂を形成し、それらと連結することによって進展することが明らかとなった。この中で粒



(a) Microcracks in alpha colonies left behind main crack propagation as shown in Photo. 2 (b) Microcrack in an alpha colony formed mostly in the central area of the alpha colony and grew (c) Necking in the fracture of an alpha precipitate (d) Void formation in a coarse alpha precipitate
 Photo. 3. Fracture of alpha precipitates ((a), (b) and (c) of the specimen aged at 773 K and (d) of the specimen aged at 873 K).

界に生じた微視き裂は、 α コロニー内の微視き裂に比較し、割れの単位が大きく、粒界を主き裂が進展する速度も速いため、この過程を写真撮影することは困難であった。

Photo. 5 (a), (b) は、773 K で時効した試料における粒界のき裂近傍の試料表面および 873 K で時効し変形させた試料表面の観察例を示す。これら表面にみられるすべり帯は、その領域に生じた変形に起因し、(a) では α 相の析出が比較的少ない領域で著しく、粒内および粒界近傍の α 相が析出した領域では顕著ではない。これは、 α 相の析出している領域が、より高い変形抵抗を持っていることを示唆しているものと考えられる。また、(b) に示したように、873 K 時効材の粗大な α 相のコロニーでも、その周辺の β 母相に比較してみると、すべり帯は顕著ではない。 α 相が粗大で、析出してもバルクとしては強度の上昇があまりみられない 873 K の時効材においても、 α 相は変形抵抗を高めていることを示していると考えられる。(a), (b) は、表面における観察結果であるが、5%の変形を加えた後に TEM 観察をした例でも、析出した α 相の周辺に転位の集積が

観察された (c)。

破壊は、材料の内部を起点とすることが多いため、表面を観察することによって破壊機構を解明する際には、表面での観察結果が実際の破壊機構と対応しているかどうかを検討する必要がある。

Photo. 6 は、773 K 100 ks の時効材の相対する破面上の粒内破壊の領域に存在する相対するディンプル (a) と (b) を、左右対称に示している。なお、破面は弗硝酸水溶液にて腐食後観察をおこなった。腐食前のディンプルでは、 α 相の存在が明確でなかったが、腐食後には、ディンプルの底に α 相が観察される。しかも、相対するディンプルのどちらの底にも観察されるということは、 α コロニーがポイド形成の核となっていることを示唆するものと考えられる。すなわち Photo. 2 で観察されたように、 α コロニー内での微視き裂の形成を発端とする破壊機構と対応しているものと考えられる。

Fig. 3 に、時効にともなう α コロニー間隔とディンプルサイズの変化を示した。 α コロニー間隔は、 α コロニーの中心間距離の平均値を表している。ただし、360

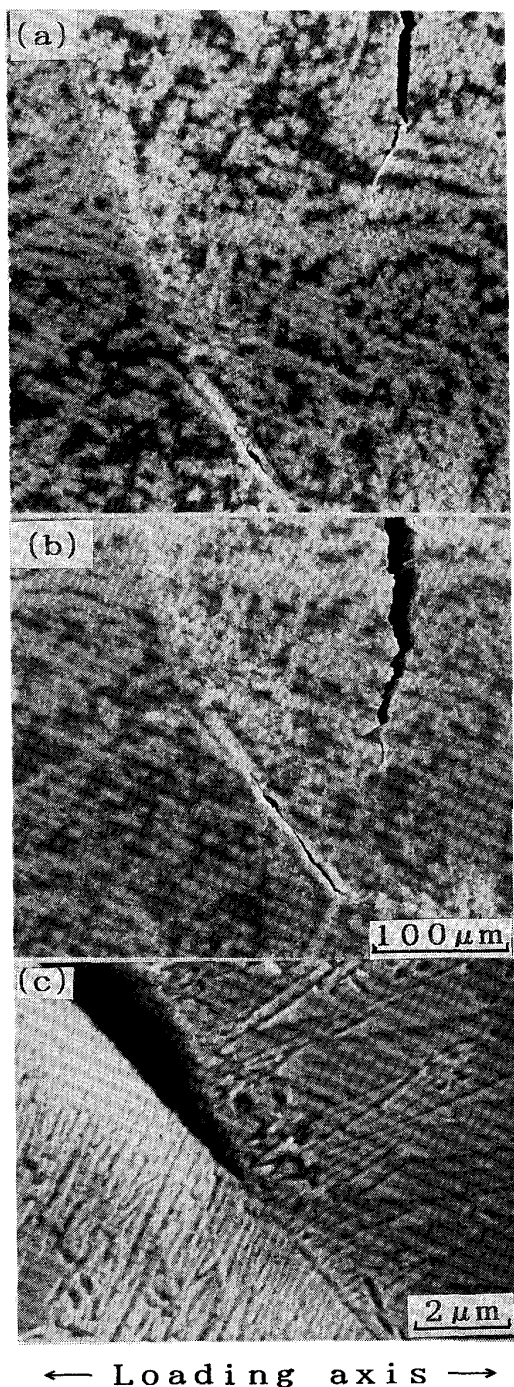


Photo. 4. Microcrack at a grain boundary ahead of a main crack tip. Microcrack formation (a) and growth (b) with the propagation of the main crack. (c) : Tip of the microcrack shown in (a). (Loading axis horizontal).

ks の時効をした試料に関しては、 α 相の析出が進み測定が困難であった。ディンプルサイズは、ディンプルを同一面積の円で近似したときの直径の平均値を表し、測定はディンプル破面に対してだけおこなった。両者の値

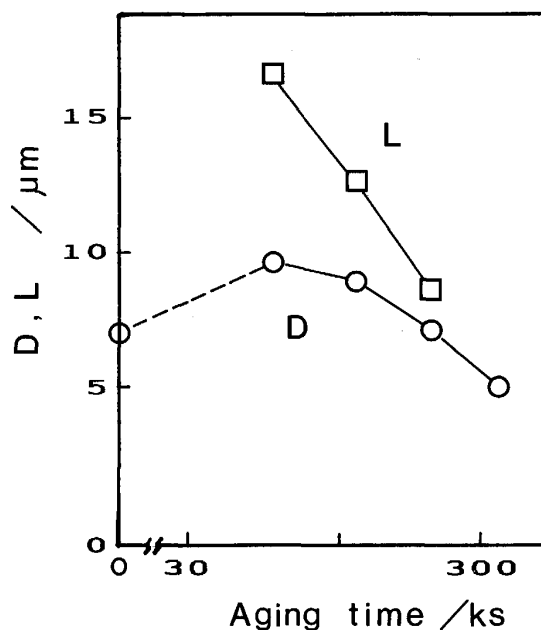
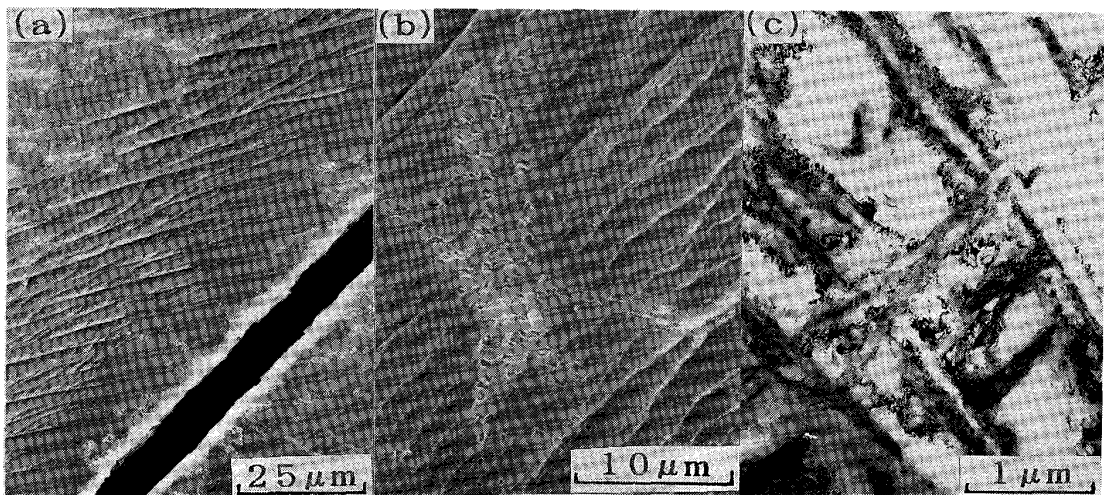


Fig. 3. Variation of average distance between alpha colonies (L) and average dimple size (D) represented as the average of diameters of every circle which has the the same area as every dimple with aging at 773 K.

は、ほぼ同じオーダーであり、その値およびその差は、時効にともない減少している。このことは、Photo. 6 の例とともに、ディンプル破面を生じた領域に対しては、 α コロニーでの微視き裂の形成に基づく破壊機構が、時効の進行とともに支配的になることを示唆しているものと考えられる。溶体化状態すなわち β 単相の試料の破面は、全面ディンプルで覆われ、その平均直径は、 $7\mu\text{m}$ 程度である。また、破面上には析出物はもちろん介在物も観察されなかった。 α コロニー間隔に比較しディンプルサイズが常に小さいのは、時効の進行により α コロニーが生じて、 β 母相に対応する破面にはこのディンプルが存在し、これらのディンプルの大きさは概して小さいためと考えられる。特に時効初期には、 α コロニーに基づくディンプル形成の割合が低いために、両者のずれが大きいものと思われる。

Photo. 7 は、873 K で 198 ks 時効した試料の、相対する破面の相対する平滑な部分を左右対称に示している。この破面は、今までの結果から粒界破壊により形成されたと考えられる。この写真に示されているように、破面上の凹部と凸部がおおの対称していることから、粒界破壊でよくみられるディンプル破面ではなく、あまり塑性変形をとまわずに界面が剥離することにより破壊が生じたものと考えられる。これは、Photo. 4 (c) に示した粒界の微視き裂の形成過程にみられたように、



(a) Around an intergranular crack of the specimen aged at 773 K (b) Around coarse alpha precipitates of the specimen aged at 873 K (c) TEM observation of dislocations around alpha precipitates of the specimen deformed with 5% elongation after aged at 773 K

Photo. 5. Increase in resistance to deformation by alpha precipitation. Deformation marks on the surface of specimens are less noticeable in the areas having alpha precipitates than beta matrix.

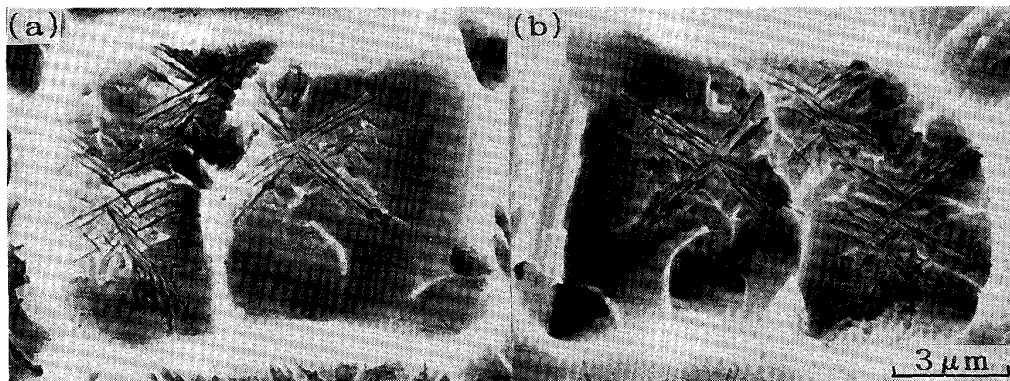


Photo. 6. Alpha precipitates at the bottoms of dimples opposite each other on the opposite fracture surfaces of the specimen aged at 773 K.

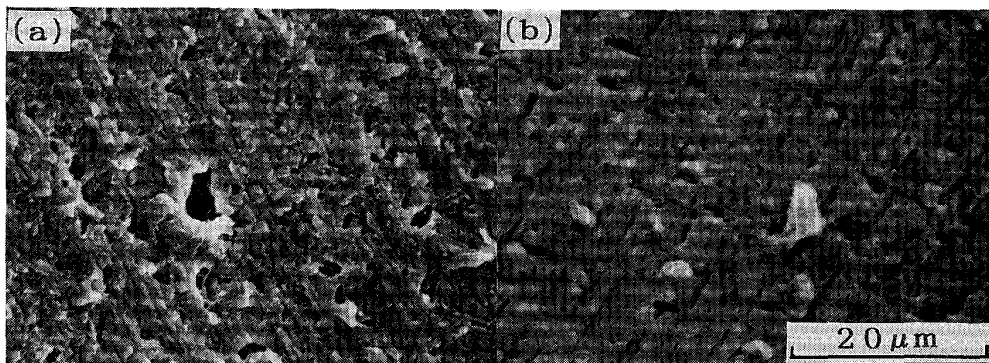


Photo. 7. Flat facets opposite each other on the opposite fracture surfaces of the specimen aged at 873 K indicates that intergranular cracking in this alloy is caused by coming off of neighboring grains.

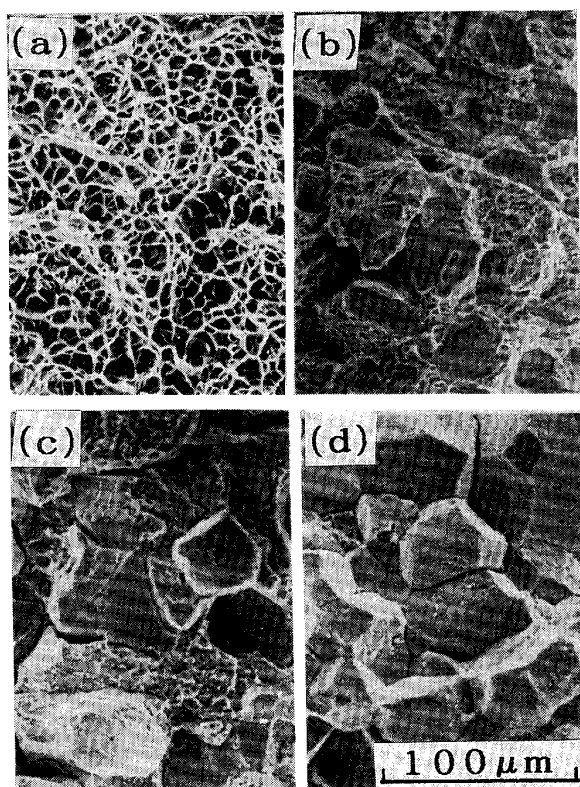


Photo. 8. Increase of intergranular fracture surfaces of round bar specimens with aging at 773 K: (a) as solution-treated, (b) for 200 ks, (c) 360 ks and (d) for 3.6 Ms.

き裂が粒間を進行していく観察結果とも対応している。

Photo. 8 は、平均粒径 $35\ \mu\text{m}$ の丸棒引張試験片の時効にともなう破面の変化を示した。時効温度は $773\ \text{K}$ である。溶体化後時効をしていない試料では、破面全体がディンプル破面である。時効の進展にともない平滑な破面の割合が増し、 $360\ \text{ks}$ の時効では、一部ディンプル破面が存在するものの、 $3.6\ \text{Ms}$ の時効後は、全面が平滑な破面となる。この平滑な破面は、粒界破壊により生じ、Fig. 2 にみられる $773\ \text{K}$ 時効材の時効にともなう断面減少率の急速な低下には、破壊機構として粒界破壊が支配的になっていくことが大きく影響しているものと思われる。

本合金の時効による強度の上昇は、析出する α 相に基づくものであるが、一方、破壊も、 α コロニーや粒界の α 相が析出した領域での、微視き裂の形成・成長、連結によって進行することが明らかとなった。時効の進行につれ、粒内・粒界ともに析出 α 相の量が增大し、

強度が上昇する。反面、粒内および粒界での変形能が減少し、粒界での応力集中の度合を高めていくことにより粒界での破壊の割合が増大するものと考えられる。粒界破壊は、Photo. 2 に示した粒内のき裂進展がジグザグで周囲に塑性変形をともなうのに比較し、割れのユニットも結晶粒の単位も大きく、その進展はより脆性的であることから、粒界破壊の増加が、本合金の時効にともなう延性の著しい低下の主な原因となっているものと考えられる。

4. 結 言

実用 β 型チタン合金 Ti-13-11-3 について、SEM 内変形装置を用い、変形・破壊過程を連続的に観察し、析出 α 相と変形・破壊機構の対応関係を検討した結果次の結論を得た。

1. α コロニーや粒界近傍の α 相が析出した領域は、 β 母相に比較し高い変形抵抗を持ち、時効が進み α 相の析出量が増すことにより強度が上昇する。

2. 破壊は、主き裂前方の α コロニー内や粒界での微視き裂の形成・成長、主き裂との連結によって進行する。この内、粒界でのき裂進展は、 α コロニー内の微視き裂をたどる粒内のき裂進展に比較し、速くまた脆性的である。

3. 時効の進行とともに粒界破壊が支配的になることが、延性の著しい低下の主因である。

終わりに、実験を進めるにあたりご助言をいただいた東京大学工学部の岸 輝雄教授、伊藤邦夫助教授、また、本論文をまとめるに際しご討論をいただいた Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris の Andre PINEAU Au 教授に感謝いたします。なお、本研究は、一部昭和 59 年度、60 年度文部省科学研究費補助金（一般研究 C59550432）の助成によりおこわれた。

文 献

- 1) 津森芳勝, 松本年男, 見山佑二: 鉄と鋼, **72** (1986), p. 203
- 2) 岡田 稔, 西川富雄: 日本金属学会誌, **50** (1986), p. 555
- 3) 丹羽直毅, 出村泰三, 伊藤邦夫: 鉄と鋼, **76** (1990), p. 910
- 4) G. H. NARAYANAN and T. F. ARCHBOLD: Electron Microscopy and Structure of Materials (1972), p. 657 [University of California Press, Berkeley]