

# TiAl系金属間化合物の疲労特性

中野 貴由・安田 弘行・馬越 佑吉／大阪大学工学部

## はじめに

構造材としての新材料の創製ならびに実用化のためには、引張、圧縮といった通常変形挙動、動的・静的破壊、クリープ変形、疲労変形挙動といった力学特性から、酸化・腐食挙動に到るまで、その材料の使用法、用途に応じて、様々な因子ならびに要求条件を満足する必要がある。今、材料の信頼性という立場から見れば、繰り返し交番応力下における変形、すなわち疲労特性の解明が重要な研究課題の一つである。そのため、疲労挙動を単なる変形の繰り返し、および重ね合わせとして通常変形の延長線上にとらえるのではなく、転位の可逆・不可逆運動、ならびにその際の反応過程を含めた異種現象として理解する必要がある。

本稿では新軽量耐熱構造材料として期待されるTiAl系金属間化合物の力学特性のうち、今までほとんど知られることのなかった低サイクル疲労特性に対する組織ならびに結晶方位の影響を明らかにするため、転位の往復運動に注目したミクロな立場と、疲労硬化、破壊といったマクロな立場の両面からのアプローチを行った結果について、通常変形挙動と対比しつつ以下に紹介する。

## 通常変形挙動

新構造材として注目されているTiAlは、化学量論組成から数%Ti側で良好な力学特性を示し、鑄造状態では、 $\gamma$ 母相(L1<sub>0</sub>型構造)と少量の $\alpha_2$ 相(D0<sub>19</sub>型構造)からなる層状組織を形成する<sup>1)~3)</sup>。この特異な層状組織は、 $\alpha$ 相から $\gamma$ 相への固相変態時に両者の結晶学的類似性から、(111) $\gamma$ //(0001) $\alpha_2$ 、 $\langle 1\bar{1}0 \rangle_\gamma // \langle 11\bar{2}0 \rangle_{\alpha_2}$ の整合関係を満足することによって生じる。その結果、 $\gamma$ 相には $\alpha_2$ 相に対し6種類の方位関係を持つバリエーションが存在する<sup>4)5)</sup>。

鑄造法、粉末法等の通常のプロセスにおいて、この化合物を作成した場合には、層状組織は個々の結晶粒においてランダムに整列する。それゆえに、このような試料を用いる限り、層状組織の果たす変形ならびに力学特性への役割を明瞭に取り出すことは困難である。しかしながら、FZ法(光学式浮遊帯域溶融法)を用いて一方向にゆっくりと結晶を育成することで、層状組織を一方向に制御したTiAl結晶(以下、TiAl-PST結晶と呼ぶ<sup>6)</sup>)の作成が可能となり、この結晶を用いることで、層状組織と通常変形挙動との相関が明らかになりつつある<sup>4)~13)</sup>。

TiAl-PST結晶は、最初に山口らによって作成され、その

変形挙動は層界面と荷重軸とのなす角度(以下、 $\phi$ とする)に強く依存することが示された<sup>6)</sup>。例えば、荷重軸が層界面に対し、垂直( $\phi=90^\circ$ )もしくは平行( $\phi=0^\circ$ )となる場合、層界面を横切るような方位関係を持つ $\gamma$ 相の{111}において変形が起こる。この時、層界面が転位運動の有効な障害として働き、高い降伏応力を示す。一方、 $\phi=31^\circ, 45^\circ, 51^\circ$ 等の中間角度範囲においては、変形は層界面に平行な $\gamma$ 相中の(111)のみで進行するため、低い強度と良好な加工性を示す。一般に脆いと考えられていたTiAlも、PST結晶における $\gamma$ 相の変形モードを制御すれば必ずしも脆くはなく、20%以上の伸びが得られ、50%程度の圧延加工も可能となる<sup>7)8)</sup>。さらに、馬越らはAl濃度および結晶成長速度を変化させることで、TiAl-PST結晶における層間隔、 $\gamma$ ドメインサイズ、 $\alpha_2$ 相の体積率や分布を制御することに成功し、変形挙動におよぼす微細組織の役割について明らかにした<sup>9)~11)</sup>。例えば、降伏応力は、 $\phi=0^\circ, 45^\circ, 90^\circ$ 何れの方位においても層間隔や $\gamma$ ドメイン径に対しホールペッチと類似の直線関係を満足する。この時、転位運動の障害としての界面の効果を知るための一つの指標となる傾きKy値は、 $\phi=90^\circ, 0^\circ$ そして $45^\circ$ の順に小さくなる。特に、 $\phi=90^\circ$ と $0^\circ$ における降伏応力ならびにKy値の相違は、体積率としては僅かである $\alpha_2$ 相の変形モードの異方性によるものである。このように、通常変形特性の改善には、層間隔、 $\gamma$ ドメイン径、 $\alpha_2$ 相の体積率、分布等微細組織の制御とともに $\alpha_2$ 相の変形モードに注意を払う必要がある<sup>12)13)</sup>。

## 疲労変形挙動

疲労変形は、転位の往復運動の所産としての微小な塑性変形の繰り返し・蓄積過程であり、前述の通常変形とは著しく異なった挙動を示す。ここでは、層状TiAlの疲労現象を理解し、その特性改善策を探索するために、TiAl-PST結晶を用いた低サイクル疲労特性について調べた。

PST結晶はTi-49.1at%Al母合金より結晶成長速度2.5 mm/hにてFZ法を用いて育成した。この結晶から $\gamma$ ドメインの結晶方位に留意しつつ、層界面と荷重軸とのなす角度が $0^\circ, 45^\circ$ となるようにゲージ部2mm×2mm×5mmの微小平板試験片を作成した。疲労試験は室温大気中にて、ひずみ制御または応力制御により、引張-圧縮の繰り返し荷重下で行った(詳しくは、文献13)、14)を参照)。

Fig. 1にTiAl-PST結晶を $\Delta\epsilon=0.3\%$ の全ひずみ制御による定振幅にて、交番応力を加えた際の1サイクル目のヒステリシスループを示す。この図において、応力軸とひずみ軸

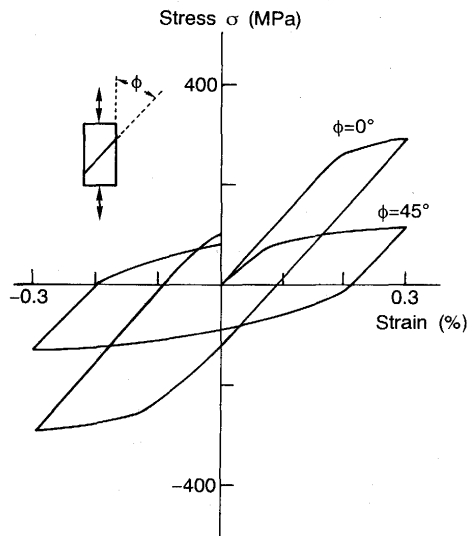


Fig. 1. Stress-strain behaviour during cyclic deformation of Ti-49.1at%Al PST crystals at 1st cycle.

のプラス側が引張変形を、マイナス側が圧縮変形を示している。ループ形状は通常変形の場合と同様に、層界面と荷重軸とのなす角度( $\phi$ )に強く依存する。例えば、荷重軸が層界面に対し平行な場合( $\phi=0^\circ$ )、降伏応力は高く、降伏後の加工硬化は顕著である。なぜなら、層界面ならびに $\alpha_2$ 相が転位運動の障害として強く作用するためである。一方、 $\phi=45^\circ$ においては、層界面および $\alpha_2$ 相の影響は全く受けず、層界面に平行な $\gamma$ 相の(111)のみで主に変形が進行するため、低い降伏応力を示す。また、2回目以降の降伏現象は、材料内部に堆積した転位の応力場に起因するバウシinger効果によって非常に低い負荷応力にて始まる。したがって、 $\phi=45^\circ$ におけるループ形状は、 $\phi=0^\circ$ の場合と比較して横長であり、一サイクルで蓄積される塑性ひずみ量も大きい。この様な結晶方位異方性は繰り返しサイクル数の増加ともなう疲労硬化過程においてさらに顕著となる。

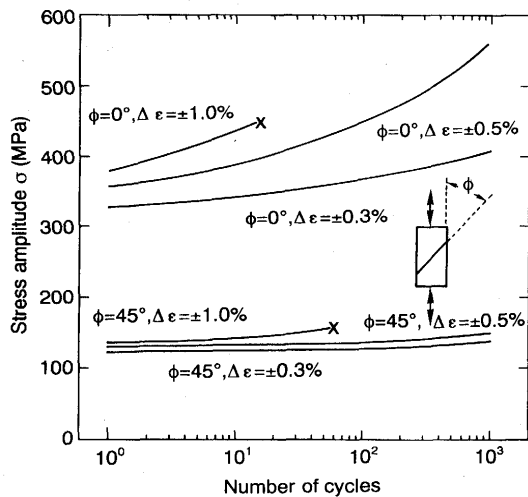


Fig. 2. Cyclic hardening curves for Ti-49.1at%Al PST crystals with  $\phi=0^\circ$  and  $45^\circ$  at various strain amplitude ( $\Delta\epsilon$ ).

Fig. 2 に  $\phi=0^\circ$ ならびに $45^\circ$ におけるサイクル数の増加ともなう最大応力の変化、いわゆる疲労硬化曲線を示す。 $\phi=45^\circ$ にて繰り返し荷重を加えた場合には、ひずみ振幅の変化( $\Delta\epsilon=0.3\sim 1.0\%$ )によらずほとんど疲労硬化は見られない。この方位では初期段階にて転位が十分に増殖するが、すべり面上に平面的に配置することで、硬化をともなうことなく材料全体に与えられる塑性ひずみを担うことができるためである。

一方、 $\phi=0^\circ$ の場合には、サイクル数の増加とともに双晶ならびに転位の多重すべりに起因する顕著な疲労硬化が現れる。最大応力の変化は、ひずみ振幅に強く依存し、振幅の増加とともに $\alpha_2$ 相中には $\{10\bar{1}0\}\langle 1\bar{2}10\rangle$ タイプの柱面すべりの活性化が認められるようになる。したがって、この方位におけるTiAl-PST結晶の疲労特性は、6つのバリエーションを持つ $\gamma$ 相と $\alpha_2$ 相からなる複合金としての立場から考える必要があり、応力制御疲労試験の場合、その効果はより顕著となる。

Fig. 3 には、 $\phi=0^\circ$ 方向にて応力制御による疲労試験を行った際の1サイクル中に試験片に与えられるエネルギーの応力振幅依存性を示す。このエネルギーは、ヒステリシスループ内の面積であり、一サイクル中での材料内部における転位の増殖、運動等により消費されるエネルギーに対応する。通常の金属では、この吸収エネルギーは応力の増加とともに単調に増加する。しかしながら、TiAl-PST結晶では、Fig. 3 に示すように $\Delta\sigma=430\text{MPa}$ 付近で大きなエネルギー吸収帯を有する特異性を示し、このことは応力振幅の増加ともなう $\alpha_2$ 相中での柱面すべりの発現、ならびに $\gamma$ ドメインにおける変形モードの変化に起因している<sup>16)</sup>。さらに、この特異性は疲労寿命や表面組織とも良い相関を示し、微小亀裂の形成サイトをも変化させる。 $\Delta\sigma=500\text{MPa}$ 近傍の高応力域においては数100サイクル前後の低い寿命を示し、

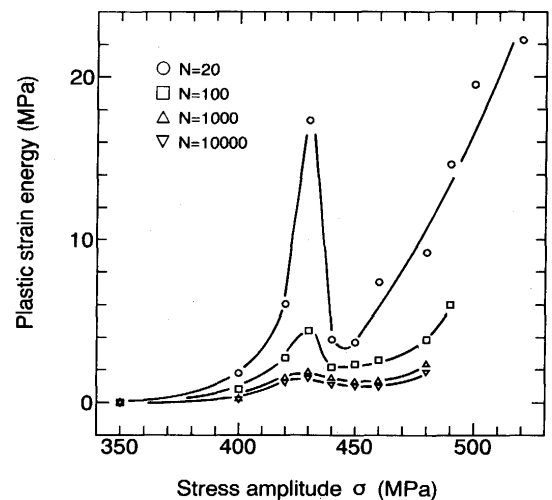


Fig. 3. Variation of plastic strain energy with stress amplitude during stress-controlled cyclic test of Ti-49.1at%Al PST crystals with  $\phi=45^\circ$ .



Fig. 4. Deformation substructure of Ti-49.1at%Al PST crystal cyclically deformed ( $\phi=0^\circ$ ,  $\Delta\sigma=430\text{MPa}$ ,  $N=10^5$ ,  $f=1\text{Hz}$ ).

クラックは変形初期において、通常変形の場合と同様に $\alpha_2$ 相内にて形成される。ところが、特異点以下の低応力域( $\Delta\sigma=400\sim 430\text{MPa}$ )では、試料表面の $\gamma$ 相内に発達したバンド状の表面起伏が生じる。この表面起伏は、特定の $\gamma$ ドメインにおいてのみ観察され、レーザー顕微鏡ならびに原子間力顕微鏡観察により、 $60\sim 150\text{nm}$ の段差を有する突き出し(extrusion)であることが判明した。この表面段差は、局所的な応力集中ならびに微小亀裂の発生、破壊につながるため、低応力振幅域においては $\alpha_2$ 相よりもむしろ $\gamma$ 相内での変形ならびに微細組織の変化に注目する必要がある。

Fig. 4に表面起伏が生じる条件での変形微細組織を示す。 $\gamma$ ドメインは微細組織の形態ならびに荷重軸方向と各ドメインの方位関係により2つのタイプ(I, II)に分類できる。 $\langle 1\bar{2}1 \rangle$ が荷重軸に平行となるドメイン(Iタイプ)では、多数の $1/2\langle 1\bar{1}0 \rangle$ 普通転位と変形双晶が絡み合った疲労特有の複雑な変形組織の発達が見られる。さらに、普通転位は他の(111)上へ容易に交差すべりすることによりジヨグやループを形成する。その結果、全 $\gamma$ 相の内の3分の2は高い転位密度を有するIタイプのドメインによって占められる。また、このタイプのドメインの存在が $\phi=0^\circ$ で疲労変形を行った際の著しい疲労硬化の原因である。一方、 $\langle 11\bar{2} \rangle$ が荷重軸に対し平行であるIIタイプの $\gamma$ ドメインにおいては、層界面を横切る方向に多数の変形双晶の発達が認められる。バンド状の表面起伏はこのIIタイプのドメイン部分に生じ、変形双晶および双晶面に対して平行に運動する転位が突き出しの主たる原因であると考えられる。このことは $\gamma$ 相における特

定の変形双晶が、銅単結晶の疲労変形時にみられるPSBと類似の働きをすることを示唆している。したがって、 $\gamma$ 相における変形双晶の制御が応力集中による疲労クラックの発生を抑制し、疲労特性の改善に繋がるものと思われる。

## おわりに

以上TiAl-PST結晶における低サイクル疲労挙動について、近年我々の研究室において得られた結果について紹介した。本研究からも明らかのように、層状TiAlの疲労特性が転位運動の不可逆性に立脚したミクロな組織変化と密接に関連していることは疑う余地はない。したがって、今後、疲労破壊に到るまでの複雑な過程を、ミクロ・マクロ両面からとらえ、疲労現象の本質を理解することにより、TiAlの実用化に向けてその特性改善が図れるものと確信している。

## 文 献

- 1) J.B.McAndrew and H.D.Kessler: J.Metals, 8 (1956), p.1348
- 2) H.A.Lipsitt, D.Schechtman and R.E.Schfrik: Met. Trans., A, 6 (1975), p.1991
- 3) S.M.L.Sastry and H.A.Lipsitt: Met.Trans. A, 8 (1977), p.299
- 4) M.Yamaguchi: ISIJ Inter., 31 (1991), p.1127
- 5) H.Inui, M.H.Oh, A. Nakamura and M.Yamaguchi: Phil. Mag. A, 4 (1992), p.539
- 6) T.Fujiwara, A.Nakamura, H.Hosomi, S.R.Nishitani, Y.Shirai and M.Yamaguchi: Phil. Mag. A, 66 (1990), p.557
- 7) H.Inui, A.Nakamura, M.H.Oh and M.Yamaguchi: Acta. Metall. Mater., 40 (1992), p.3095
- 8) M.H.Oh, H. Inui, A. Nakamura and M.Yamaguchi: Acta. Metall. Mater., 40 (1992), p.167
- 9) Y.Umakoshi, T.Nakano and T.Yamane: Scripta Met. et Mater., 25 (1991), p.1525
- 10) Y.Umakoshi, T.Nakano and T.Yamane: Mater. Sci. and Engn. A, 152 (1992), p.81
- 11) Y.Umakoshi and T.Nakano: Acta. Metall. Mater., 41 (1993), p.1155
- 12) T.Nakano, A.Yokoyama and Y.Umakoshi: Scripta Met. et Mater., 27 (1992), p.1253
- 13) Y.Umakoshi and T.Nakano: ISIJ Inter., 32 (1992), p.1339
- 14) Y.Umakoshi, H.Y. Yasuda and T.Nakano: Proc. 3rd Japan Inter. SAMPE Sympo. ed. by T.Kishi, N.Takeda and Y. Kagawa, Dec. (1993), p.1329
- 15) H.Y.Yasuda, T.Nakano and Y.Umakoshi: Phil. Mag., in press.
- 16) 中野貴由, 東田中延幸, 安田弘行, 馬越佑吉: 日本鉄鋼協会春期大会講演概要, (1994), p.643

(平成6年3月23日受付)