

β型Ti-15Mo-5Zr-3Al合金における 微小疲労き裂成長特性の組織依存性

戸梶 恵郎*・塩田 祐久*・大西 将晴*²

Microstructure Dependence of Small Fatigue Crack Growth in Beta Ti-15Mo-5Zr-3Al Alloy

Keiro TOKAJI, Hirohisa SHIOTA and Masaharu OHNISHI

Synopsis : Growth behaviour of small fatigue cracks has been investigated on three materials with different microstructures of a beta Ti-15Mo-5Zr-3Al alloy which were solution treated at 735°C, 850°C and 1000°C, followed by aged at 500°C (STA735, STA850 and STA1000) at a stress ratio of -1 under axial loading in laboratory air. The $da/dN-K_{max}$ relationships for STA735 and STA850 were almost the same as the $da/dN-\Delta K$ relationships for large cracks, while STA1000 showed initially lower growth rates than large cracks, and then the growth rates rapidly increased and became faster at an intermediate K_{max} regime than those of large cracks. After allowing crack closure, STA850 and STA1000 still exhibited enhanced growth rates, which was found to be attributed to the crystallographic nature of small crack growth based on a close examination of the fracture surfaces. The trace of the crack front remained on the fracture surfaces of STA850 and STA1000 represented the transition from the microstructurally small crack to the mechanically small crack, which has occurred at $a/d=2.6\sim 3.9$ for STA850 and $a/d=1.6\sim 2.1$ for STA1000, where a and d were the crack depth and the beta grain size, respectively. Of three materials, STA1000 showed the lowest growth resistance of small cracks at intermediate K_{max} and ΔK_{eff} regimes. Furthermore, it was found that all the materials of the beta alloy exhibited lower growth rates at low K_{max} regime than an annealed Ti-6Al-4V alloy, but the difference disappeared in terms of ΔK_{eff} , indicating that crack closure was responsible for the difference in growth behaviour between both alloys.

Key words : small fatigue crack ; crack growth ; beta titanium alloy ; solution treatment temperature ; microstructure ; beta grain size ; crack closure.

1. 緒言

著者らはこれまでに、異なる温度で溶体化処理されたβ型Ti-15Mo-5Zr-3Al合金について、回転曲げ荷重下の疲労強度¹⁾および破壊力学的試験片を用いた大きき裂進展特性²⁾に及ぼす組織の影響について検討してきた。その結果、前者の研究においては、溶体化処理温度(T_s)がβtransus以下の組織が最も疲労強度に優れ、それはその組織の有する高きき裂発生抵抗に起因していることを明らかにした。また後者の研究では、β結晶粒径が最も大きい場合を除いて大きき裂進展挙動に及ぼす組織の影響はほとんど認められないことを指摘した。さらに、0.2%耐力が1200MPa前後ときわめて高く、かつ破壊じん性値が $21\sim 48\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ と比較的低いことなどに起因して、

- ・き裂進展の全領域において組織の痕跡を反映した破壊様相を呈する、
- ・応力拡大係数範囲(ΔK)の増加に伴い静的破壊機構が介在する、

・き裂閉口が小さい

などの興味ある様相や挙動が認められた。

ところで、き裂発生と大きき裂進展の中間の領域である寸法の小さいき裂、いわゆる微小き裂の成長は疲労寿命の評価に重要であるばかりでなく、大きき裂よりも速く、かつ大きき裂の下限界応力拡大係数範囲(ΔK_{th})以下でも成長することから、これまでに多くの材料について研究が行われてきた³⁻⁵⁾。β型Ti-15Mo-5Zr-3Al合金の疲労特性における最適組織を把握するために、微小き裂成長特性の評価は不可欠であり、加えて大きき裂進展特性において明らかになった上記の3点を考慮するとき、それらに注目して微小き裂成長挙動を検討することはきわめて興味があると考えられる。

以上の観点から、本研究では前報^{1,2)}に引き続いて、 T_s を変えることによって得られたTi-15Mo-5Zr-3Al合金の3種類の組織材について微小き裂成長特性の評価を行うとともに、き裂閉口の測定結果およびき裂経路や破面の詳細な観察結果などに基づいて、微小き裂成長挙動に及ぼす組織の影響について検討した。また、代表的なチタン合金であ

平成8年11月25日受付 平成9年3月7日受理 (Received on Nov. 25, 1996; Accepted on Mar. 7, 1997)

* 岐阜大学工学部 (Faculty of Engineering, Gifu University, 1-1 Yanagido Gifu 501-11)

* 2 岐阜大学工学部大学院生 (Graduate Student, Faculty of Engineering, Gifu University)

る($\alpha + \beta$)型Ti-6Al-4V合金の結果とも比較, 検討した。

2. 材料および実験方法

2.1 材料, 組織および機械的性質

用いた材料は前報²⁾と同様の板厚11mmの β 型チタン合金Ti-15Mo-5Zr-3Al熱間圧延板で, その化学成分(wt.%)はMo:15.1, Zr:5.0, Al:2.9, Fe:0.02, O:0.11, N:0.006, H:0.004, Ti:bal.である。納入材に735°C, 850°Cおよび1000°Cの温度で溶体化処理を施したのち, 500°C・1000minの時効を行い, 3種類の異なる組織材を準備した。以後, それぞれSTA735, STA850およびSTA1000と称する。STA735は T_s が β transus(785°C)以下であるので, その組織には初析 α 相を含んでいる。STA850およびSTA1000では, β transus以上の溶体化処理によって β 単相となり, T_s が高いほど β 粒径は大きくなっている。

時効後の各材料の機械的性質および結晶粒径(d)をTable 1に示す。機械的性質は前報²⁾と同様であるが, d が異なっている。これは d にややばらつきが認められたので, サンプルサイズを大きくして再測定を行ったためであり, STA850では77 μ m, STA1000では194 μ mであった。

比較のために用いた($\alpha + \beta$)型Ti-6Al-4V合金の化学成分(wt.%)はAl:6.19, V:4.25, Fe:0.20, O:0.106, N:0.0051, C:0.0065, H:0.0044, Ti:bal.であり, 705°C・2時間保持後空冷の熱処理を施し, 実験に用いた。機械的性質は耐力($\sigma_{0.2}$):1023MPa, 引張強さ(σ_B):1117MPaである。

2.2 実験方法

試験片は幅8mm, 板厚4mmの板状試験片であるが, き裂発生箇所を限定するために試験部の両面にR40の切欠きを付し, 最小板厚を3.2mmとしている。応力集中係数は小さいので, ほぼ平滑試験片とみなせるものである。溶体化処理を行ったのち形状寸法に機械加工し, 続いて時効処理を行った。その後, 試験片表面をエメリー紙で研磨し, さらに電解研磨を施して実験に用いた。なお, 試験片の長手方向が圧延方向である。

用いた試験機は, 容量49kNコンピュータ制御電気油圧式疲労試験機であり, 室温大気中で軸荷重下, 応力比 $R = -1$, 荷重制御, 繰返し速度10Hzで実験を行った。き裂発生および成長挙動の観察は, 所定の繰返し数で試験機を一時停止

し, アセチルセルロースフィルムを用いて試験片表面のレプリカを採取する方法によった。また, レーザーを光源とする干渉変位計を用いてき裂開閉口挙動を測定した。この場合, き裂中央の上下にビッカース圧痕を付し, その間の変位を測定し, 荷重-変位関係からき裂開口荷重を除荷弾性コンプライアンス法により求めた。

き裂経路および破面の観察には, それぞれ光学顕微鏡および走査型電子顕微鏡(SEM)を用いた。

3. 実験結果

3.1 疲労強度

疲労試験を行った結果, 疲労強度はSTA735が最も高く, 次いでSTA850, STA1000であり, T_s の増加, すなわち d の増加に伴って疲労強度は低下する傾向があった。このような傾向は著者らが回転曲げ荷重下で得た結果と同様であり, その研究では時間強度がホール・ペッチの関係に従うことを明らかにしている¹⁾。なお, 最も疲労強度に優れるSTA735の結果は, Ti-6Al-4V合金焼なまし材の結果よりもやや高い疲労強度を示した。

3.2 き裂成長速度(da/dN)と最大応力拡大係数(K_{max})の関係

各材料の微小き裂成長特性を大きき裂進展特性と比較してFig. 1に示す。ここで, 応力拡大係数はアスペクト比 $a/c = 1$ (a :き裂深さ, c :表面き裂半長)を仮定して, Newman-Rajuの式⁶⁾を用いて求めた。図中の応力(σ)は応力振幅である。微小き裂の実験は $R = -1$ で行われているので, K_{max} に対して da/dN をプロットしている(白抜きの記号)。黒塗りの記号で表されたデータはき裂閉口を考慮したあとの結果であり, これについては後述する。

STA735の場合(Fig. 1(a)), 微小き裂の $da/dN-K_{max}$ 関係に応力依存性は認められず, 大きき裂の $da/dN-\Delta K$ 関係とほぼ一致, またはわずかに高速側に位置している。一般に, 低 K_{max} 領域, すなわちき裂発生に続く微小き裂の成長は大きき裂よりも加速することが知られているが, そのような傾向は認められない。STA850(Fig. 1(b))においても $da/dN-K_{max}$ 関係の応力依存性は見られず, ほぼ大きき裂の $da/dN-\Delta K$ 関係と一致し, 低 K_{max} 領域ではむしろ遅い da/dN を示す傾向がある。STA735およびSTA850とは対照的に, STA1000の微小き裂成長特性には応力依存性が見られ, いずれの応力においても初期は低い da/dN を示すが, K_{max} の増加に伴って急速に da/dN も増加し, 大きき裂よりも加速した後, 大きき裂の結果に漸近, 一致する傾向を示している(Fig. 1(c))。

3.3 き裂開閉口挙動と有効応力拡大係数範囲(ΔK_{eff})による整理

き裂開閉口の測定結果をき裂開口応力拡大係数(K_{op})と $2c$ の関係としてFig. 2に示す。比較のために, Ti-6Al-4V

Table 1. Mechanical properties.

Material code	0.2% proof stress	Tensile strength	Elongation	Reduction of area	Beta grain size	Fracture toughness
	$\sigma_{0.2}$ MPa	σ_B MPa	ϕ %	ψ %	d μ m	K_{IC} MPa \sqrt{m}
STA735	1237	1248	5.6	35.3	-	30.0
STA850	1189	1208	0.5	0.5	77	42.7
STA1000	1184	1188	0.2	0.4	194	47.9

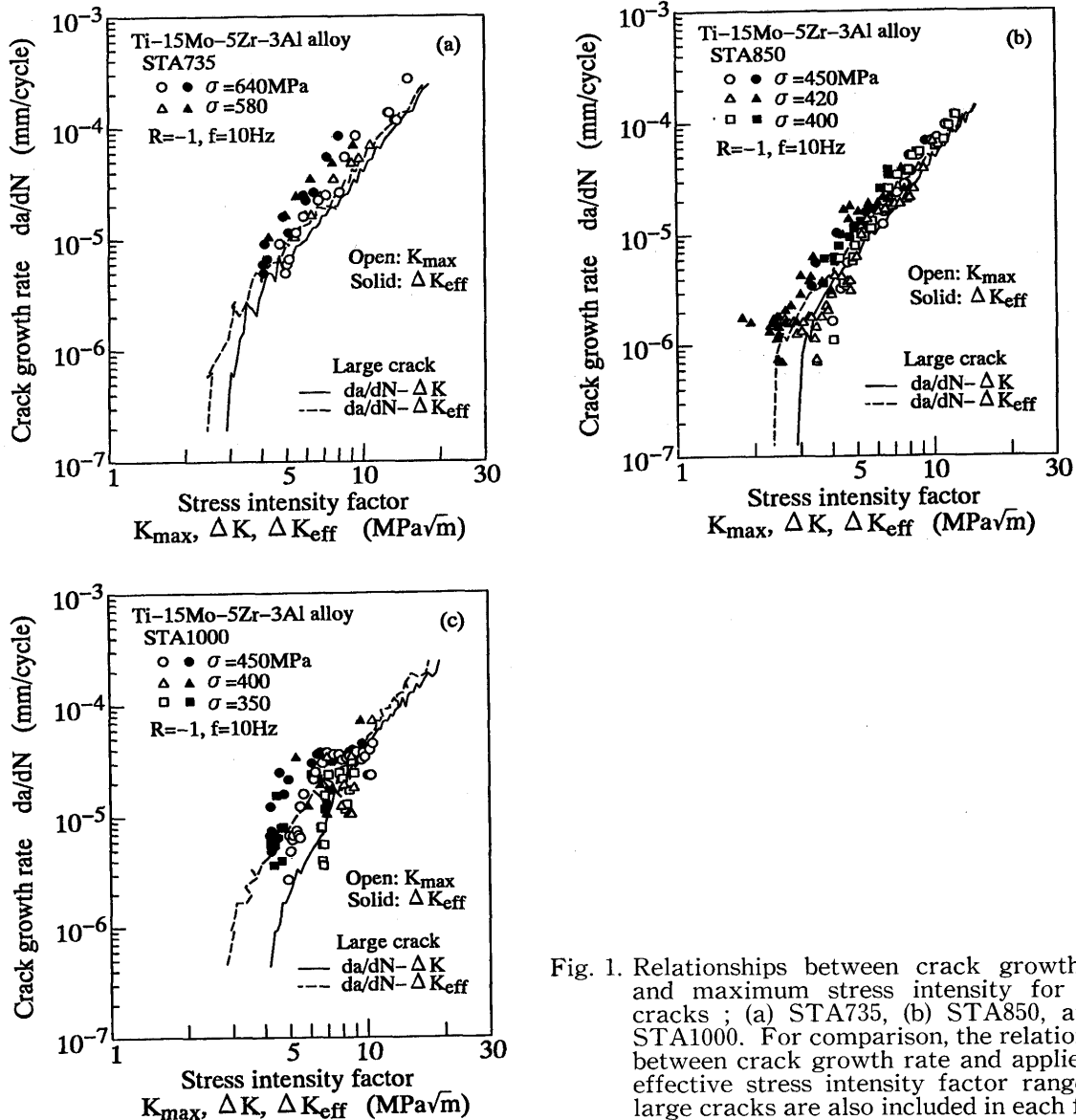


Fig. 1. Relationships between crack growth rate and maximum stress intensity for small cracks ; (a) STA735, (b) STA850, and (c) STA1000. For comparison, the relationships between crack growth rate and applied and effective stress intensity factor ranges for large cracks are also included in each figure.

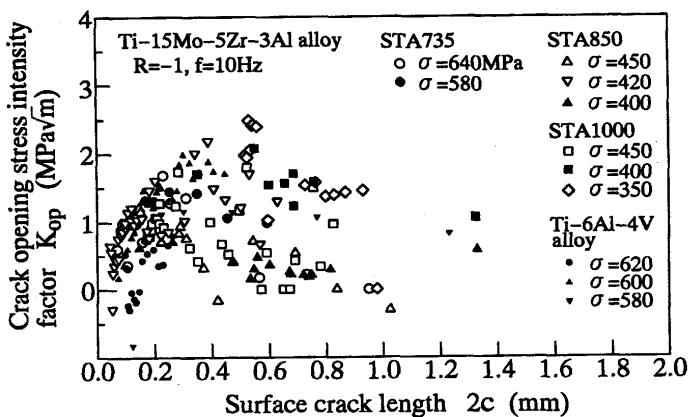


Fig. 2. Crack opening stress intensity factor for small cracks as a function of surface crack length.

合金の結果も併記した。測定結果のばらつきがやや大きい
 が、組織や合金の種類にかかわらず、 K_{op} は初期は低く、き
 裂寸法の増加に伴って上昇し、極大を示した後低下してほ
 ぼ一定となる傾向を示す。微小き裂ではき裂面が小さいた

め初期は K_{op} は低く、き裂成長に伴って塑性誘起き裂閉口や
 破面粗さ誘起き裂閉口に起因して徐々に上昇し、その後大
 き裂の挙動と一致すると考えられ、極大を示す理由は必ず
 しも明らかではない。応力が異なるので比較には注意が必
 要であるが、図に見られるようにSTA735とSTA850はほぼ
 同程度の K_{op} を示し、STA1000はこれらよりも高い K_{op} を
 示す傾向にある。大きき裂の場合にも、STA1000は粗大な結
 晶粒に起因した破面粗さ誘起き裂閉口に基ついて他の組織材
 よりも顕著なき裂閉口を示した²⁾。Ti-6Al-4V合金と比較す
 ると、発生に続くき裂長さの短い領域では本合金のいづれ
 の組織材もTi-6Al-4V合金よりも高い K_{op} を示すが、き裂長
 さが長くなると逆転し、本合金のほうが低い K_{op} を示す。大
 きき裂においても、本合金のいづれの組織材もTi-6Al-4V合
 金よりも低いき裂閉口レベルを示した²⁾。

き裂閉口の測定結果を用いて、 da/dN を ΔK_{eff} で整理
 した結果を前掲のFig. 1に示した。STA735の場合(Fig. 1
 (a))、微小き裂の $da/dN-\Delta K_{eff}$ 関係は大きき裂の関係よりも

やや加速側にあるが、後述するようにSEMによる破面観察の結果、両者の破面様相(破壊機構)に相違が認められなかったことから、微小き裂の成長挙動は大き裂と同様であると考えられる。一方、STA850およびSTA1000の微小き裂は、それぞれ $\Delta K_{eff} \leq 5 \sim 6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (Fig. 1 (b))および $\Delta K_{eff} \leq 8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (Fig. 1 (c))で大き裂よりも加速しており、き裂開閉以外の因子がこの挙動の原因であることが

示唆される。

3・4 フラクトグラフィ

STA735の破面は、いずれの応力レベルの場合も破面接触によって生じたと考えられる摩耗痕跡で被われていた。したがって、厳密な破面解析は困難であったが、破面の所々に残された凹部の様相は大き裂の破面と同様であり、顕著な破壊機構の相違は認められなかった。Fig. 3およびFig. 4

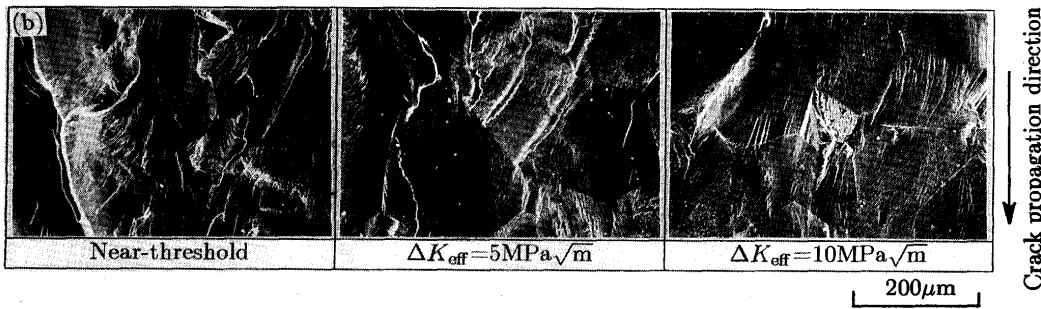
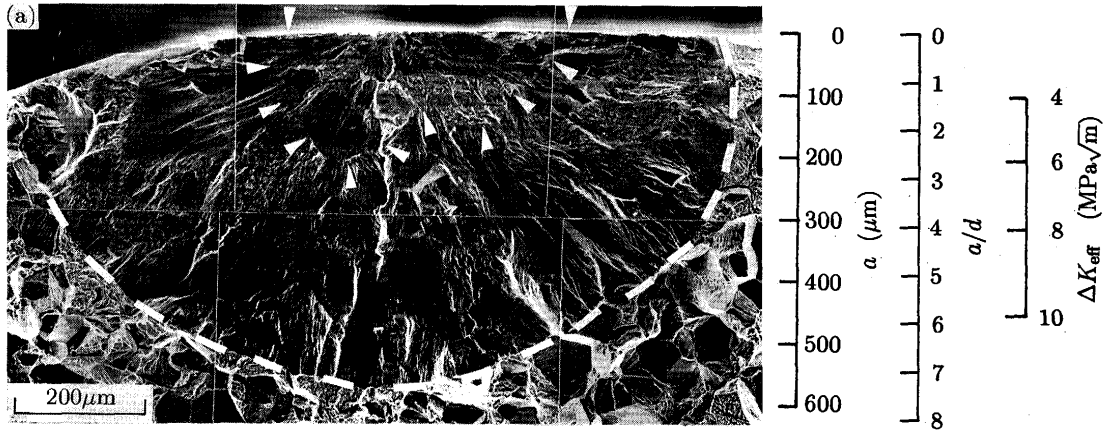


Fig. 3. SEM micrographs of fracture surfaces for STA850 ; (a) overall fracture surface of small cracks ($\sigma=400\text{MPa}$) and (b) fracture surface appearance of large cracks.

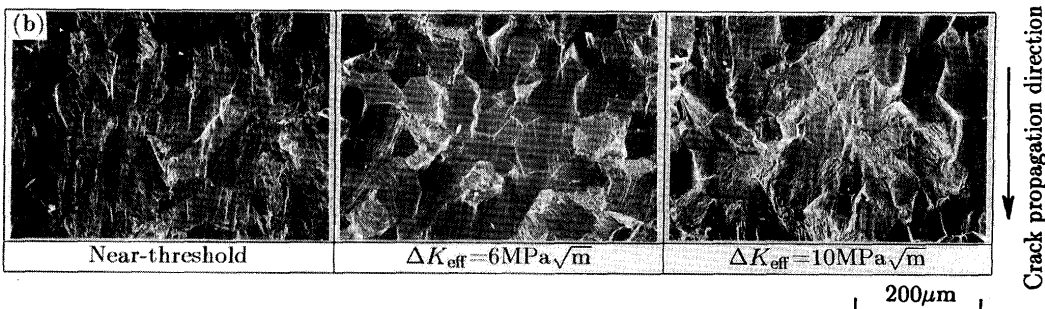
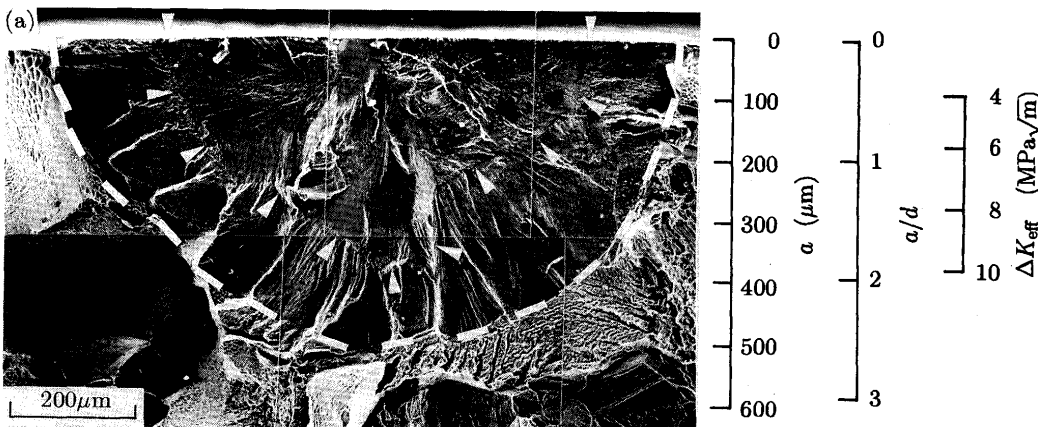


Fig. 4. SEM micrographs of fracture surfaces for STA1000 ; (a) overall fracture surface of small cracks ($\sigma=450\text{MPa}$) and (b) fracture surface appearance of large cracks. Note a clear mark of the crack front in Fig.(a) which represents the transition from the microstructurally small crack to the mechanically small crack.

にそれぞれSTA850およびSTA1000について微小き裂と大きき裂の破面様相を比較した一例を示す。微小き裂の場合、実験終了後ぜい性破壊させたのちSEM観察を行い、大きき裂と同一倍率で破面全体を示した。なお、疲労によりき裂が成長した破面とぜい性破壊により生じた破面の境界を図中に破線で示した。また、破面写真の右側には a 、 a/d および a に対応する ΔK_{eff} を示してある。き裂寸法、すなわち ΔK_{eff} にかかわらず、破面は全体的に粒内破壊を呈しているが、各結晶粒の輪郭が認められ、結晶粒ごとに破面様相が異なっていることがわかる。また、き裂寸法の増加に伴って結晶粒の輪郭がより明瞭となる様相に遷移している。このような破面様相は大きき裂でも同様に観察されており²⁾、微小き裂に特有ではない。すなわち、基本的には微小き裂と大きき裂の破面様相に顕著な相違はないと考えられる。しかし、注目すべき事実がある。それはSTA1000の微小き裂の破面上に明瞭に残されているき裂前縁の痕跡(図中矢印)である(Fig. 4 (a))。この領域の破面は比較的平坦であり、個々の結晶粒の性質を強く反映した結晶学的な破面と考えられる。Fig. 3 (a)のSTA850ではSTA1000の場合ほど明瞭な痕跡は見られないが、破面様相から図中矢印で示す領域と判断される。

4. 考察

4.1 微視組織的微小き裂から力学的微小き裂への遷移

微小き裂は、発生に続くき裂寸法の小さい領域で成長機構の相違に起因して大きき裂より加速する微視組織的微小き裂(MSSC)と、それに続いてき裂開閉口の相違によって大きき裂よりも加速する力学的微小き裂(MSC)に分類される。著者らはこれまでに広範囲の材料について微小き裂成長挙動を調べ、その結果複雑な組織から成る材料を除いて、MSSC長さ $2c_m$ と d の間には $2c_m = 8d$ の関係があることを指摘した⁷⁾。さらに、 $2c_m$ の範囲においてはき裂は個々の結晶粒のすべり面に沿って成長する結晶学的な成長機構であることも明らかにした⁸⁾。

3・4で示したようにSTA850およびSTA1000の場合、破面に残されたき裂前縁の痕跡の位置、すなわち強い結晶学的成長を示す領域が識別できた。この領域の深さは、微小き裂の成長特性が大きき裂の成長特性と一致する ΔK_{eff} にほぼ対応していることがわかった。したがって、このき裂前縁の痕跡は、いわゆるMSSCからMSCへの遷移を反映していると考えられる。このような領域はSTA850およびSTA1000のすべての応力レベルの破面において明瞭に残されていたわけではないが、破面様相からその領域の深さ(a_m)を求めた。その結果、 a_m の応力レベル依存性は不明確であり、STA850では $a_m = 200 \sim 300 \mu\text{m}$ 、STA1000では $a_m = 300 \sim 400 \mu\text{m}$ であった。 d に対する相対的深さは、それぞれ $a_m/d = 2.6 \sim 3.9$ 、 $a_m/d = 1.6 \sim 2.1$ であり、STA850とSTA1000で

異なっているが、この領域に含まれる結晶粒の数は少なく、個々の結晶粒の性質を強く反映した結晶学的成長、すなわち成長機構の相違に起因して大きき裂よりも速く成長したものと考えられる。 $a/c = 1$ を仮定すればSTA850では $2c_m = (5.2 \sim 7.8)d$ 、STA1000では $2c_m = (3.2 \sim 4.2)d$ となり、前述の $2c_m = 8d$ の関数に完全には従わないが、これまで議論してきたように遷移が力学的因子ではなく、組織的因子に支配されている点で一致している。き裂寸法が a_m すなわち $2c_m$ に達すると、き裂成長に関与するき裂前縁の結晶粒数が増加するので、これらの結晶粒の平均的な性質に従ってき裂成長が生ずる。

4.2 微小き裂成長の組織依存性

Fig. 5にすべての組織材の $da/dN - K_{\text{max}}$ 関係と $da/dN - \Delta K_{\text{eff}}$ 関係をTi-6Al-4V合金と比較して示す。Fig. 5 (a)から明らかなように、STA1000の初期の da/dN は他の組織材に比べてやや遅く、中間の K_{max} 領域で逆に速い傾向があるが、全体的に微小き裂成長特性の組織依存性は小さい。また、き裂寸法の小さい、すなわち低 K_{max} 領域において本合金のいずれの組織材の結果もTi-6Al-4V合金の結果よりも低速側にあり、 K_{max} に基づく比較では本合金の微小き裂成長抵抗がTi-6Al-4V合金よりも優れている。き裂閉口を考慮して ΔK_{eff} で整理すると(Fig. 5 (b))、STA850およびSTA1000の一部の結果が中間の ΔK_{eff} 領域でやや加速側にあることを除くと、3種類の組織材間の相違および低 K_{max} 領域で見られたTi-6Al-4V合金との相違はほぼ消失する。このことから、Fig. 5 (a)で見られた成長特性における相違の大部分は、き裂開閉口挙動の相違に起因していたことが理解される。

ところで、大きき裂の進展特性において²⁾は、STA1000を除いて組織依存性は認められず、STA1000は他の組織材よりも遅い da/dN を示した。 ΔK_{eff} で整理するとこの差異はほぼ消失したから、他の組織材よりも優れるSTA1000の進展抵抗は粗大な結晶粒によって誘起された破面粗き裂閉口によるものであった。ところが、微小き裂成長においては、上述したようにき裂閉口を考慮しても依然としてSTA1000の da/dN は速い。すなわち、微小き裂成長抵抗は劣る。この理由はすでに述べたとおり、結晶学的な成長によるものであるが、この範囲は d に対する相対的き裂寸法によって規定されるから、 d の大きいSTA850やSTA1000の場合、比較的高い K_{max} 、または ΔK_{eff} までその挙動が現れることになる。以上のことから、一般的に d の増加に伴って、大きき裂の進展抵抗は向上するが、微小き裂成長抵抗は逆に低下することになる。

4.3 疲労特性における最適組織

著者らのこれまでの研究から得られた結果^{1,2)}と本研究の微小き裂成長特性に関する結果を総合すると、本合金の疲労特性における最適組織が提案できるように思われる。疲労特性における重要な結果を要約すると、

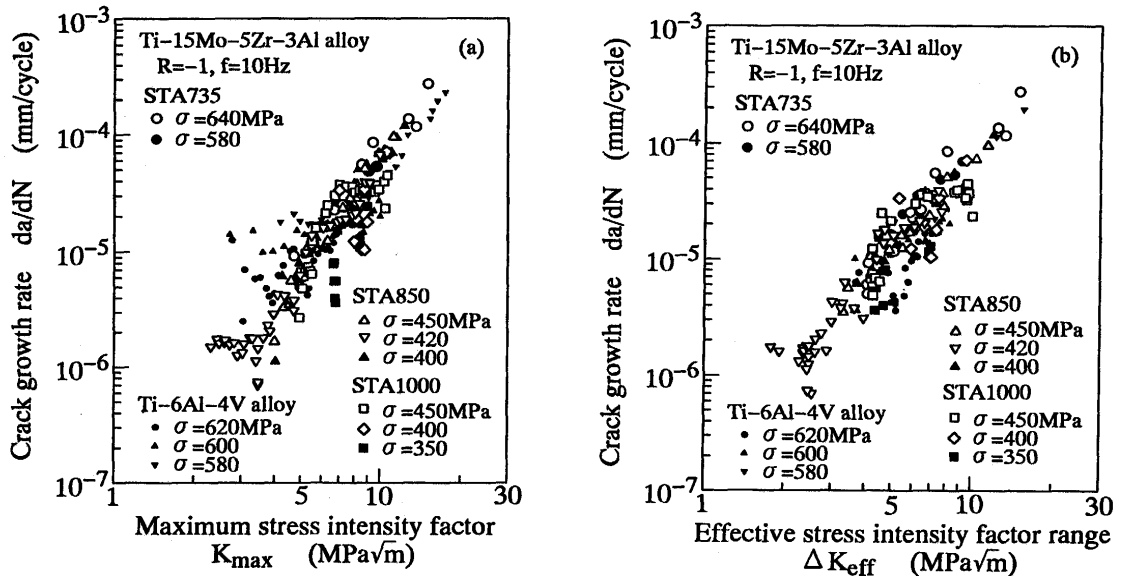


Fig. 5. Effect of microstructure on small crack growth ; (a) relationship between crack growth rate and maximum stress intensity factor, and (b) relationship between crack growth rate and effective stress intensity factor range. The results of annealed Ti-6Al-4V alloy are also included in each figure.

・回転曲げおよび軸荷重下ともに、STA735の疲労強度は最も高い。これはこの組織の有する高いき裂発生抵抗に起因する¹⁾。

・STA1000の大きき裂進展抵抗は、高いき裂閉口レベルに起因して他の組織材よりも優れる²⁾。

・STA850およびSTA1000の微小き裂成長抵抗はSTA735より劣る。

以上の疲労特性において見出された事実に加えて、Table 1に示した静的強度と延性のバランスを考慮すれば、破壊じん性値が他の組織よりもやや低い欠点はあるものの、STA735、すなわち β transus以下の温度で溶体化処理された組織が本合金における最も優れた組織として推奨できる。

5. 結論

(1) 735°Cで溶体化処理された組織材(STA735)の疲労強度が最も高く、 β transus以上の850°Cおよび1000°Cで溶体化処理された場合(STA850, STA1000)には、溶体化処理温度の上昇、すなわち β 粒径の増加に伴って疲労強度は低下する。

(2) STA735およびSTA850では微小き裂の da/dN - K_{max} 関係は大きき裂の da/dN - ΔK 関係とほぼ一致するが、STA1000では初期は成長速度は大きき裂より遅く、 K_{max} の増加に伴って急速に増加したのち、中間の K_{max} において大きき裂より加速する。

(3) き裂閉口を考慮した ΔK_{eff} を用いると、STA850では $\Delta K_{eff} \leq 5 \sim 6$ MPa \sqrt{m} 、STA1000では $\Delta K_{eff} \leq 8$ MPa \sqrt{m} で微小き裂は大きき裂よりも加速する。

(4) 破面上に残されたき裂前縁の痕跡は微視組織的微小

き裂から力学的微小き裂への遷移を表しており、その深さはSTA850では $a_m = 200 \sim 300 \mu m$ 、STA1000では $a_m = 300 \sim 400 \mu m$ である。また、結晶粒径 d に対する相対的深さは、それぞれ $a_m/d = 2.6 \sim 3.9$ 、 $a_m/d = 1.6 \sim 2.1$ である。この領域は結論(3)の領域とほぼ一致しており、強い結晶学的成長に起因して大きき裂よりも加速する。

(5) 中間の K_{max} や ΔK_{eff} においてSTA850やSTA1000はやや高い成長速度を示すが、微小き裂成長の組織依存性は小さい。

(6) K_{max} に基づいて微小き裂成長を $(\alpha + \beta)$ 型Ti-6Al-4V合金の焼なまし材の結果と比較すると、本合金のいずれの組織材も低 K_{max} 領域で低い成長速度を示す。 ΔK_{eff} を用いればこの差異は消失することから、両合金における相違はき裂閉口挙動の相違に起因する。

最後に、供試材のTi-15Mo-5Zr-3Al合金をご提供いただいた(株)神戸製鋼所に謝意を表す。また、本研究の実験に協力された八橋哲也君に感謝する。

文 献

- 1) 下 建春, 戸梶恵郎, 中島正貴, 小川武史: 材料, 44 (1995) 502, 933.
- 2) 戸梶恵郎, 下 建春, 塩田祐久: 鉄と鋼, 81 (1995), 930.
- 3) Small Fatigue Cracks, ed. by R.O.Ritchie and J.Lankford, AIME, (1986).
- 4) The Behaviour of Short Fatigue Cracks, ed. by K.J.Miller and E.R. de los Rios, MEP, (1986).
- 5) Short Fatigue Cracks, ed. by K.J.Miller and E.R. de los Rios, MEP, (1992).
- 6) J.C.Newman Jr.: ASTM STP687, (1979), 16.
- 7) K.Tokaji and T.Ogawa: Short Fatigue Cracks ed. by K.J. Miller and E.R.de los Rios, MEP, (1992), 85.
- 8) 戸梶恵郎, 小川武史, 大迫修二: 日本機械学会論文集A, 54 (1988), 884.