

ベータ型チタン合金の微視破壊挙動の観察

森 久史*・岸 輝雄*

Observation of Microfracture Behaviour of the Beta Titanium Alloy

Hisashi MORI and Teruo KISHI

Synopsis : The purpose of this paper is to investigate the microfracture behavior of beta titanium alloy which is important for its toughening. The initiation and propagation of microfracture were observed by optical microscope, scanning electron microscope and transmission electron microscope. The microfracture propagation were prompted by the microcracks and also the coalescence of microcracks of nanovoids in a ductile fashion. It was observed that microcracks of the beta titanium alloy were occurred by the links of nanocracks. By the observation of microfracture behavior, it could be concluded that the alpha phase played more important role for the microfracture initiation and that the nanocrack initiation were influenced by the crystallographic orientation of alpha phase.

Key words: beta titanium alloy; crack propagation; microcrack; nanocrack; microcrack coalescence; alpha phase; crystallographic orientation.

1. 緒言

ベータ型チタン合金は、強度-延性バランスに優れ、冷間加工性を有する。本系合金は、破壊靱性レベルが、アルファ+ベータ型であるTi-6Al-4V合金のそれに比べて低いものの、熱処理により幅広く制御可能などところに利点がある。熱処理により破壊靱性が変化する理由の一つとして、析出相であるアルファ相が変化することが挙げられる。

ベータ型チタン合金で変化するアルファ相は針状並びに等軸状組織でとして見られ、その形態はアルファ+ベータ型チタン合金と同一である。その他に影響する組織因子としては、ベータ粒径や、ベータ粒内に析出するアルファ相の体積率がある¹⁻³⁾。そのためにベータ型チタン合金の破壊靱性は組織依存性が強いと結論される。Terlinde¹⁾によると、ベータ型チタン合金の破壊靱性は析出する α 相組織に強く影響することを示している。したがって、微細組織の調質によって破壊靱性を向上させるためには、アルファ相が微視破壊機構に及ぼす影響を理解することが必要である。

増野ら⁴⁾はベータ相内に針状ならびに等軸アルファ相材の破壊靱性試験にアコースティックエミッション(AE)法を適用して、微視破壊機構に及ぼすアルファ相の影響を評価した。それによると、針状アルファ相材の微視破壊機構が等軸組織材よりも複雑になるために破壊靱性が向上したと報告しており、マイクロクラックの生成並びにその合体に破壊が支配されることが示されている。このことから、アルファ相の形状は微視破壊機構に影響を及ぼしていることが示唆される。このような微視破壊機構は、マイクロク

ラックタフニングとして知られているが、そのほかに、2次亀裂の生成、亀裂先端の鈍化、及び亀裂の偏向が有効であることを新家ら³⁾が示している。さらに亀裂の偏向が破壊靱性に及ぼす影響が大きいことがFroesら⁵⁾によって結論されている。

いずれの微視破壊機構も、析出アルファ相により影響されるが、微視破壊機構とアルファ相の関係について明らかにした報告は少ない。

本研究では、微視破壊を透過型電子顕微鏡(TEM)を含めて観察して、微視破壊挙動のモデル化を行うことにより、微視破壊機構に及ぼすアルファ相の影響を明らかにすることを目的とした。

2. 実験方法

用いたベータ合金は、Nearベータ型チタン合金のTi-10V-2Fe-3Al合金である。

本合金は素粉末混合法により作成されたものであり、新日本製鉄(株)から供されたものである。試験片の光学顕微鏡組織をFig. 1に示す。微細組織は、ベータ粒内にアルファ相が針状で析出したアルファ相とベータ相の2相混合である。観察される針状アルファ相はバスケットウエーブ型としてベータ相内に析出しており、アルファ相の析出形態はラス状を呈している。

観察に用いた試験片は、JIS-14号破壊靱性試験片基準に基づいて作成された10mm²×55mmの3点曲げ破壊靱性試験片に亀裂を導入したものである。

観察した亀裂は、予亀裂導入後に、負荷により進展した

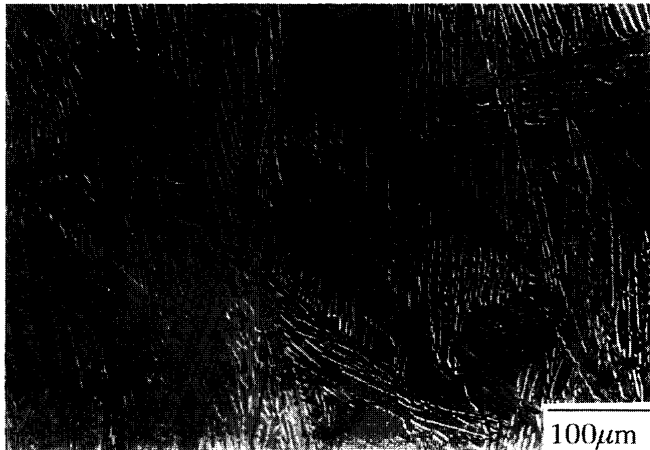


Fig. 1. Optical micrograph of microstructure of Ti-10V-2Fe-3Al alloy.

進展亀裂について行った。予亀裂は亀裂長さ／試験片幅 (a/w) が 0.5 を満たすように導入した。亀裂導入の際の負荷は室温、大気中において、ASTM E-399 に準じた破壊靱性試験で行い、応力拡大係数／破壊靱性 (K/K_{IC}) が 0.5 及び 0.8 を満たす荷重で直ちに除荷して行った。亀裂の観察は、亀裂導入材を氷水中に保持後、除荷材を精密切断機によって切断し、機械並びに湿式研磨による鏡面仕上後、10%HF 水溶液 + HNO_3 で腐食して行った。観察は、光学顕微鏡、走査型電子顕微鏡 (SEM) を用いて行い、SEM による観察の加速電圧は 25 kV である。TEM による亀裂の観察も行った。TEM 観察は、亀裂導入試験材から精密切断機によって 1 mm 厚に切り出した薄板状試験片を機械研磨によって板厚約 0.2 mm に加工し、イオンミリングにより加工した薄膜を用いた。イオンミリングの条件は電圧 4 kV であり、通電電流は 50 mA である。TEM 観察は、加速電圧は 200 kV で行い、明視野観察並びに制限視野電子線回折を行った。亀裂近傍では薄膜作成中に脱落やだれが生じた。また、亀裂近傍から約 20 nm の観察視野においては、非晶質相が存在した。

3. 観察結果

3.1 亀裂進展のマクロ観察

透過型電子顕微鏡によって、アルファ相はベータ相に対して、古原ら⁶⁾が示すような Burgece の関係にあった。また、アルファ／ベータ界面には FCC 構造を有する中間相⁷⁾は生成していなかった。そのために、観察された第 2 相はアルファ相である。Fig. 2(a), (b) に K/K_{IC} 比がそれぞれ、0.8 及び 0.5 の時の亀裂進展挙動の光学顕微鏡組織を示す。(a) において、主亀裂は偏向しながら進展している様子が観察される。特徴的な挙動として、進展主亀裂内にマイクロボイドや主亀裂内に平坦な亀裂進展箇所が見られるところがある。 K/K_{IC} が 0.5 の時に見られる主亀裂の先端約

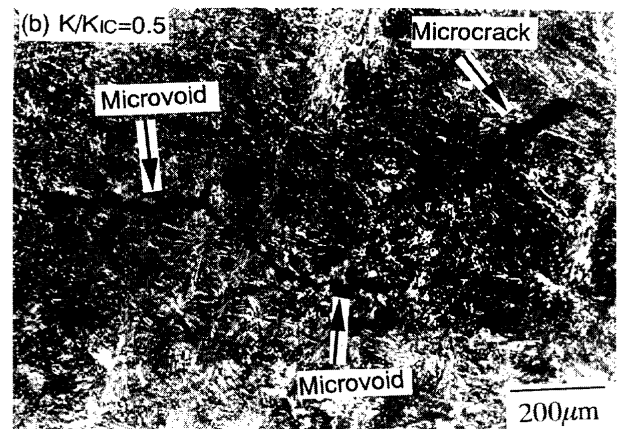
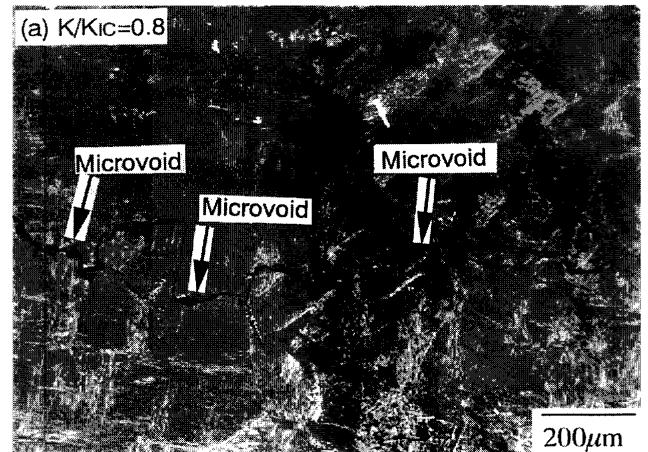


Fig. 2. Optical micrograph of propagated crack morphology on the unloaded specimen (a) $K_I/K_{IC}=0.8$, (b) $K_I/K_{IC}=0.5$.

200 μ m 内に形成された塑性域内にマイクロクラックやマイクロボイドが観察される。このような亀裂前縁における組織は、 K_I/K_{IC} が 0.5 並びに 0.8 の時においても、同様であった。ここで、主亀裂はアルファ相 Lath 内で偏向している挙動や、アルファ相内を破壊しながら進展した挙動が観察された。

亀裂先端の SEM 組織を Fig. 3 に示す。主亀裂内にマイクロボイドの連結部のような延性亀裂進展の箇所が見られる (a)。また、主亀裂は鈍化し (b)、亀裂前方にマイクロクラックが生成している。亀裂先端で生じたマイクロクラックは、長さ約 2~10 μ m のマイクロボイドの合体により生じているのがわかり、マイクロクラックが凹凸に形成されている様子も観察される。主亀裂進展がマイクロクラックの連結により成長するとするならば、主亀裂の進展が見かけ上、偏向して進展した可能性が高い。進展した主亀裂途中の SEM による組織を Fig. 4 に示す。観察した亀裂は、 K_I/K_{IC} が 0.8 であり、導入した予亀裂に対して約 5% 以上亀裂が進展が生じている状況にある。主亀裂内には Fig. 3 で示したような、マイクロボイドの連結部のような延性亀裂

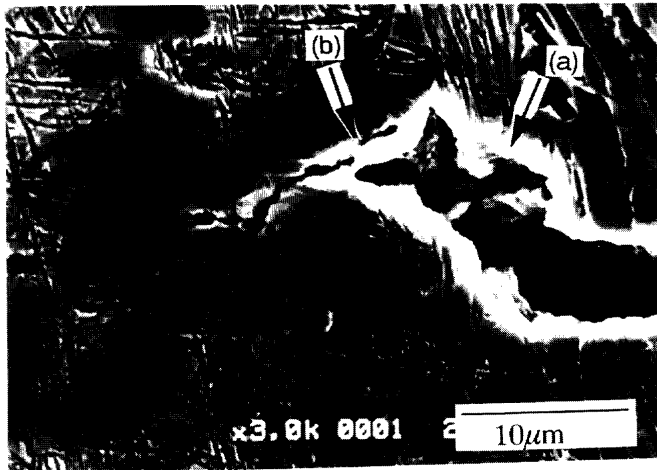


Fig. 3. SEM image of microstructure at the crack tip on the unloaded specimen.

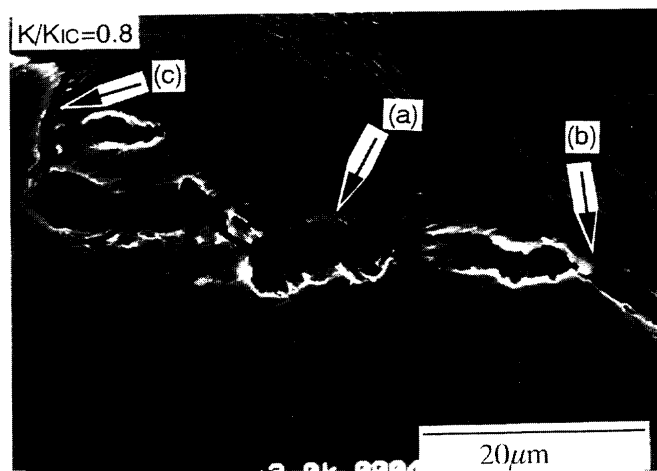


Fig. 4. SEM micrograph of propagated crack on the unloaded specimen, $K_I/K_{IC}=0.8$.

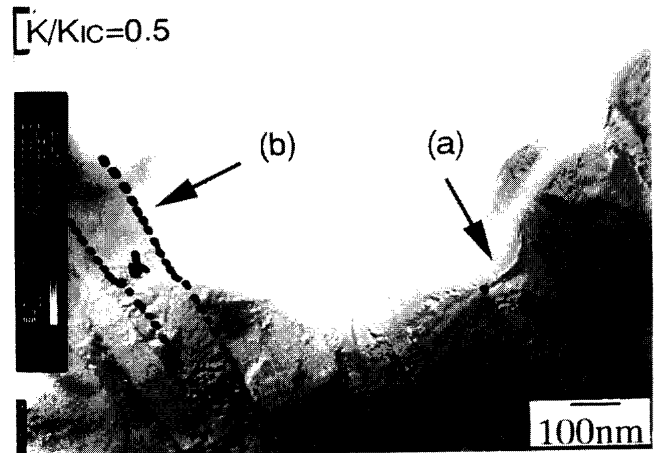


Fig. 5. TEM bright image micrograph of structure around the microcracks, $K_I/K_{IC}=0.5$.

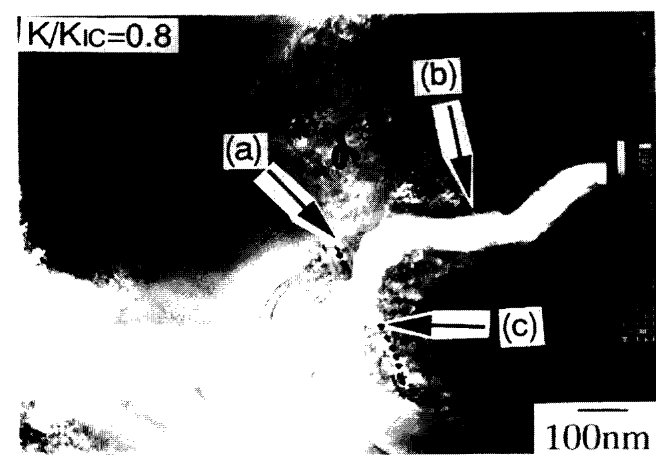


Fig. 6. TEM bright image micrograph of fractured structure at alpha phase, $K_I/K_{IC}=0.8$.

進展が見られ(a), その長さは約 $15 \mu\text{m}$ 以上に成長している。さらに、発生した延性亀裂進展部(b)および(c)が互いに連結して主亀裂が進展していることが観察される。このような主亀裂の連結部は低角度に生じる場合(b)および高角度で生じる場合(c)に大別され、亀裂偏向が微視破壊の連結により生じている可能性がある。

3.2 マイクロクラックの観察

Fig. 5にマイクロクラックのTEMの明視野観察像を K_I/K_{IC} が0.5の時について示す。マイクロクラックはLathアルファ相内を進展(a)するものと、特定のアルファ相で偏向を受けている挙動(b)が観察された。(a)および(b)の明視野像で観察されたアルファ相にコントラストの差異が見られた。TEM像において、コントラストが見られる理由としては材料の電子線に対する結晶学的な影響や変形による構造変化が挙げられる⁸⁾。本研究では、同一視野において観察されたアルファ相にコントラスト差が高いことから、両者が相互的に作用したためにアルファ相の変形挙動を含めた結晶学的な影響があるものと判断した。マイクロクラ

ックは、Fig. 5の矢印(b)で示したように、アルファ相の界面近傍で生じるほかにアルファ相内で生じる挙動も観察された。Fig. 6には K_I/K_{IC} が0.8で観察されたアルファ相内で生じるマイクロクラックの明視野観察像を示した。マイクロクラックは、アルファ/ベータ界面近傍(a)並びにアルファ相内(b)で生じているのがわかる。また、界面においてナノサイズの微視破壊(c)が生じているのも同時に観察された。

さらに、 K_I/K_{IC} が0.8の時の亀裂偏向とアルファ相の関係を Fig. 7に示した。 K_I/K_{IC} の増加に伴い、 K_I/K_{IC} が0.5の時と同様に、アルファ相内で亀裂が偏向する挙動が観察された。亀裂はアルファ/ベータ界面で偏向することが調べられていたが、アルファ相内においても偏向する挙動が観察された。

3.3 マイクロクラック及び組織挙動

Fig. 8に K_I/K_{IC} が0.5の時のマイクロクラックのTEM明視野観察像を示す。マイクロクラックがアルファ相を容易に進展する挙動を示しているが、アルファ相の破壊後、アル

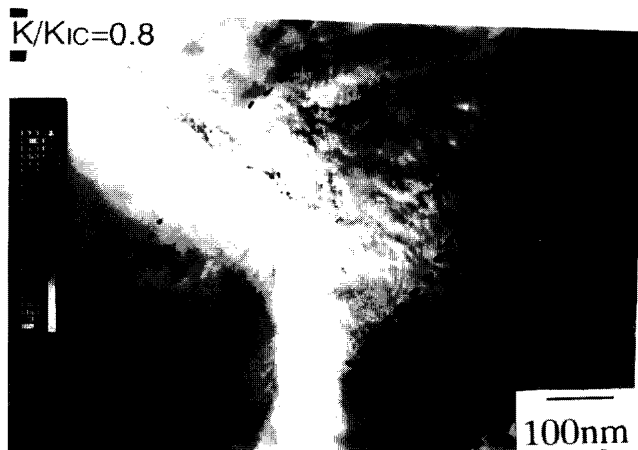


Fig. 7. TEM bright image micrograph of deflected crack due to alpha phase, $K_I/K_{IC}=0.8$.

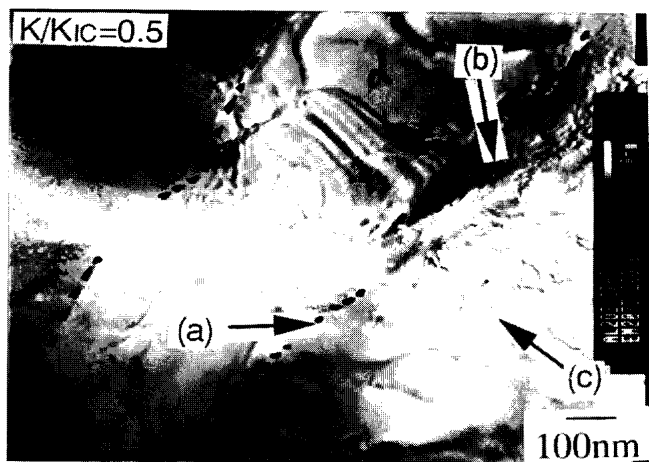


Fig. 8. TEM bright image micrograph of structure on the nucleated microcracks, $K_I/K_{IC}=0.5$.

ファ/ベータ界面で偏向している(a)。この際に、アルファ相は強い変形を伴いながら、せん断型で破壊しているのが特徴的である。さらに、マイクロクラック前方角度45度にせん断変形帯(b)および局所変形部(c)が形成されていた。 K_I/K_{IC} が0.8で見られたマイクロクラック先端のTEM明視野像をFig. 9に示す。さらなる負荷に伴って、マイクロクラック先端の亀裂開口変位は高まり、 K_I/K_{IC} が0.5で観察されたFig. 8に示す開口変位の約2倍の $80\mu\text{m}$ であった。さらにマイクロクラック先端は鈍化している様子が観察された。 K_I/K_{IC} が0.8では、マイクロクラックの鈍化のほかに、マイクロクラック先端にナノサイズのクラックが生成していた(a)。本観察材においても、アルファ相はせん断で破壊しており、変形が生じている可能性は高かった。このことは、マイクロクラックの開口変位が増加していることから明らかである。このような塑性変形に伴って生じる組織変化は、大規模に強い変形帯の生成(b)が見られるようになるところであった。

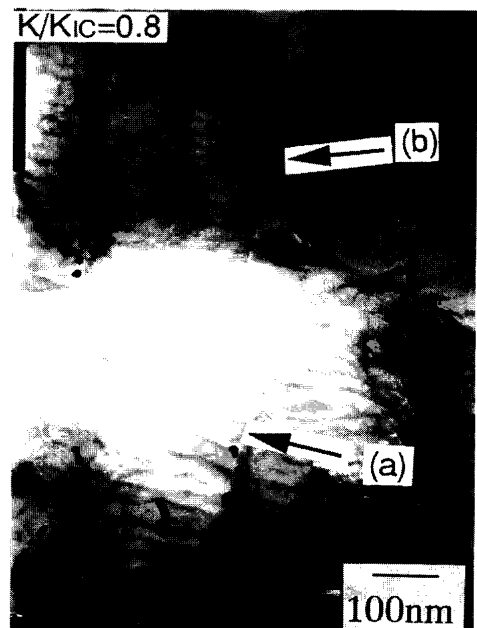


Fig. 9. TEM bright image micrograph of crack tip structure in the unloaded specimen, $K_I/K_{IC}=0.8$.

4. 考察

4.1 微視破壊の進展に及ぼすアルファ相の影響

チタン合金の高靱性化機構としてはマイクロクラックタフニング、2次亀裂生成、亀裂鈍化並びに亀裂の偏向が独立的に取扱われることが多い³⁾。本研究においては、亀裂先端に微視破壊が生じているほか、亀裂の鈍化並びに亀裂の偏向も観察されており、2次亀裂生成を除く重要な機構が確認されている。

針状アルファ相は、亀裂をアルファ/ベータ界面において偏向させることが示されているが⁵⁾、本研究ではFig. 5に示したように、偏向されず、アルファ相内を容易に通過している亀裂も見られている。このことからすると、針状アルファ相が直接に亀裂偏向に影響しているとは考えられない。

Fig. 3並びにFig. 6によると、亀裂先端で微視的破壊が生じており、亀裂の進展がこのような微視破壊の連結によると仮定すると、Fig. 4で示したような亀裂の偏向が考えられる。また、微視破壊が亀裂先端で生じ、主亀裂と完全に連結しない微視破壊が主亀裂と連結しているとする、2次亀裂生成の可能性も考えられる。亀裂進展機構を模式的にまとめてFig.10にまとめて示した。

亀裂先端の塑性変形(a)が、亀裂の鈍化(b)を経てナノクラックの形成(c)に費やされる。さらなる負荷に伴って、ナノクラックの成長によるマイクロクラックへの生成(d)、または、ポイド生成およびその延性進展によるポイド成長部の形成(e)が生じる。したがって、観察された主亀裂進展は、発生した延性微視破壊と連結するモデルで説明することができると考えられる。主亀裂が生成微視破壊部並び

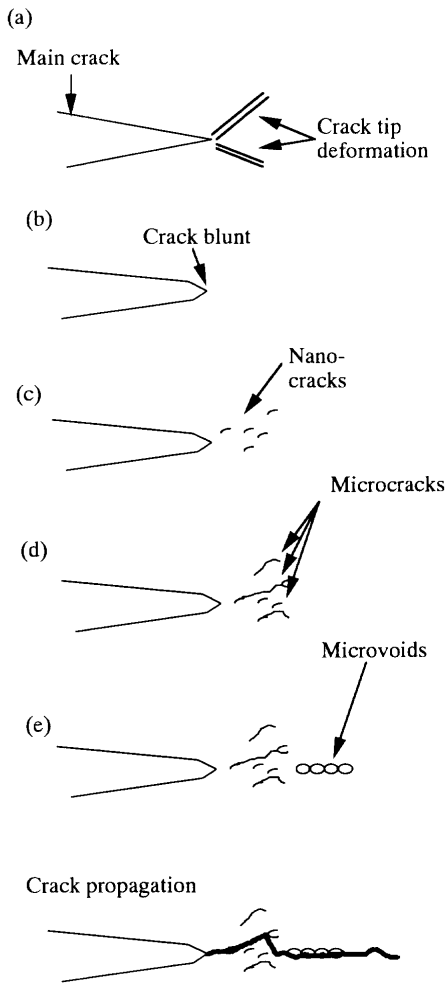


Fig. 10. Schematic illustration of the model on crack propagation behaviour.

にその主亀裂との連結により進展するとした場合、未破壊部を強制的に破壊させる必要がある。このような微視破壊機構の一つがマイクロクラックタフニングであり、ベータ型合金並びにアルファ+ベータ型合金のAEを用いた微視破壊機構の評価^{4,9)}で考えられている高靱化機構の一つである。そのために、マイクロクラックタフニングが生じるとすると、微視破壊の連結による亀裂の偏向が生じることになる。さらに、このような機構で微視破壊部が破壊するると、Fig. 4で示したようなスリップバンド方位45度以上⁷⁾の角度で亀裂の進展が生じることが説明される。したがって、このような微視破壊機構により破壊するるとすれば、亀裂の進展にはアルファ相の影響はほとんど関与しなくなることが考えられる。このことは、亀裂進展に対して、Lathアルファ相を破壊するものと、アルファ/ベータ界面近傍における亀裂の偏向が見られることから説明されるものと考えられる。

4.2 微視破壊の生成に及ぼすアルファ相の影響

マイクロクラック近傍には、高い変形帯の生成と同時にナノサイズのクラック生成が見られる。さらに、アルファ相内でマイクロクラックが偏向する挙動も見られる。この

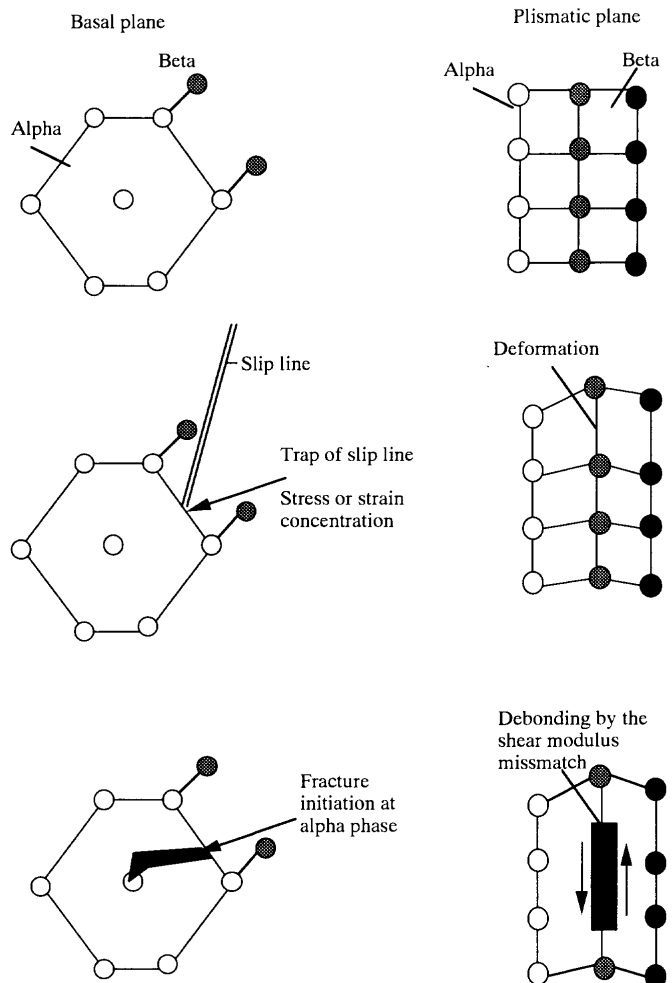


Fig. 11. Schematic illustration of microfracture model.

ことからすると、マイクロクラックの生成は、ナノクラックの連結により生じたものと考えられる。このようなナノサイズのクラック生成はFig. 6およびFig. 7からすると析出アルファ相の結晶学的な影響が大きいものと考えられる。以降ナノサイズのクラックなどを微視破壊と称して、その結晶学的な影響について説明する。

ベータ型チタン合金で析出するアルファ相は、Burgerceの関係にあるType Iと結晶学的な対応のないType IIの2種類の挙動を有しているが¹¹⁾、本研究で用いたアルファ相は、Burgerceの関係にあることから、同一の結晶学的特徴をもつ析出相として考えられる。ベータ型チタン合金で見られるアルファ相は稠密六方構造を有しているが、マグネシウム合金などとは積層構造が異なり、柱面におけるすべり(1100)が優先面^{10,12)}となる。このような結晶学的な検討を行うにあたり、すべり面からの微視破壊挙動のモデルを検討した。Fig.11に底面すべり(0001)と柱面すべりを仮定した際の微視破壊モデルを模式的に示す。底面はBurgerceの関係にあるために、ベータ相に対して整合的である⁶⁾。そのために、変形が生じた際、アルファ/ベータ界面境界が優先的に変形すると同時に変形帯がアルファ相において

トラップされる。すべり線のトラップが生じる際に歪並びに応力集中が高まることが知られており、同様の挙動がチタン合金でも観察されている¹³⁾。このような応力集中並びに歪集中はアルファ相内に微視破壊を形成するようになる(a)。これに対して、柱面すべりが活性の場合、すべりは容易に起きることから、ずれせん断によりアルファ/ベータ界面の弾性並びに剛性率の差異が強度差をもたらせることによって、界面微視破壊が生じやすくなる(b)。アルファ相の変形構造が複雑であるために、変形挙動並びに結晶学的な詳細な解析が困難であるが、本モデルにより微視破壊のアルファ相の影響についての説明ができるものと考えられる。

5. 結論

Nearベータ型チタン合金の微視破壊挙動をTEM観察を含めた解析を行うことによって以下の結論を得た。

(1) 亀裂進展は、亀裂先端に生じたマイクロクラックと主亀裂との合体により行われる可能性が高い。そのために、亀裂の偏向はアルファ相の形状には強く依存しないことが明らかにできた。

(2) 微視破壊すなわち、ナノクラックを含めたマイクロクラックの生成は、ナノクラックの連結並びに合体によることが多い。見られる微視破壊の生成は、アルファ相に強く影響することが明らかにできた。したがって、破壊靱性に及ぼすアルファ相の影響は、微視破壊生成に強く影響

していると考えられた。

(3) アルファ相における微視破壊の生成には、アルファ相の結晶学的影響が強いことが明らかになった。ここで、アルファ相の柱面すべりが破壊を支配しているときには α/β 界面剥離の生成の可能性が強い。一方、底面すべりが支配的となる微視破壊は、アルファ相の割れ生成の可能性が強い。

本研究は、英国Birmingham大学材料応用学際研究センターで行い、御示唆いただきました、Prof. Paul Bowenに心より感謝いたします。

文 献

- 1) G.T.Terlinde, T.W.Duerig and J.C.Williams: Metall. Trans. A, **14A** (1983), 2101.
- 2) 河辺義邦: チタニウム・ジルコニウム, **38** (1966), 67.
- 3) 新家光雄, 小林俊郎, イゴール・アレクセービッチ・アクモリン: 軽金属, **42** (1992), 605.
- 4) 増野茂美, 堀谷貴雄, 岸 輝雄: 日本金属学会誌, **59** (1995), 1199.
- 5) F.H.Froes, J.C.Chesnut, C.G.Rhodes and J.C.Williams: Toughness and fracture behavior of Titanium, ASTM-STP651, (1977), 115.
- 6) 古原 忠, 牧 正志: 日本金属学会誌, **56** (1992), 1020.
- 7) K.S.Chan, C.C.Wojcik and D.A.Koss: Metall. Trans. A, **12A** (1981), 1899.
- 8) M.H.Loretto: Electron Beam Analysis of Materials, 2nd ed., Chapman & Hall, London, (1994), 142.
- 9) 岸 輝雄, 大山英人, 金 教漢: 鉄と鋼, **72** (1986), 123.
- 10) M.H.Yoo: Met. Trans. A, **12A** (1981), 409.
- 11) C.G.Rhodes and J.C.Williams: Metall. Trans. A, **6A** (1975), 2103.
- 12) D.R.Thornburg and H.R.Pichler: Metall. Trans. A, **6A** (1975), 1511.
- 13) D.M.Boden and E.A.Starke, Jr: Metall. Trans. A, **15A** (1984), 1687.