純 α チタンにおける疲労変形と疲労亀裂発生について*

志村 宗昭** 篠原 義広*** 竹内 庸**

Muneaki Shimura, Yoshihiro Shinohara and Yo Takeuchi: On Fatigue Deformation and Fatigue Crack Initiation in Pure α -Titanium. A study by electron-microscopy has been made of the behaviour of deformation and crack initiation in fatigued pure α -titanium. Plastic deformation is intensified at twin interfaces and the twin interfaces become searated: the serrations are accommodated by closely spaced kink boundaries. The pre-existing twins are broken up into smaller irregularly shaped twin fragments. Slip band extrusions occur also, in pure α -titanium. Surface crack topography produced in fatigued pure α -titanium consists of: (1) cracks at the twin interfaces. (2) a large number of cavities spanning the interface between the twin and the parent matrix. (3) cracks at the end of the thin twin. (4) cracks at the intersection of twins. (5) cracks at the grain boundary which is the dead end of the twin. (6) cracks in the twins. (7) formation of the catities in the persistent slip bands and their linkage. (8) cracks at the extrusions and intrusions.

(Received December 20, 1967)

I. 緒 言

高純度チタンの静的荷重による変形に関しては非常に多くの研究がなされてきた^{(1)~(3)}。チタンは他の稠密六方晶

金属に比べて常温で高い延性をもっている。これは他の六方晶金属の主すべり系が底面すべり (0001) $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ であるのに対し、チタンやジルコニウムでは柱面すべり (10 $\bar{1}0$) $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ が主すべり系であり、また (10 $\bar{1}1$) $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 錐面すべり系も活性であること、ならびに塑性変形における変形

** 東北大学金属材料研究所 (The Research Institute for Iron, Steel and Other Metals, Tohoku University, Sendai)

*** 東北大学工学部学生 (Student, Department of Metallurgy, Faculty of Engineering, Tohoku University Sendai)

* 1967 年 10 月本会札幌大会に発表

(1) E.A.Anderson, D.C.Jillson and S.R.Dunbar: J. Metals, **5** (1953), 1191.

(2) E.D.Rosi: J. Metals, **6** (1954), 58.

(3) A.T.Churchman: Acta Met., **3** (1955), 22.

双晶の役割が大きいことなどによるものと考えられている。

一方、チタンの疲労に関する基礎的研究は、きわめて少なく疲労現象の詳細もまだ明らかにされていない。高応力振巾の疲労変形では変形双晶が重要な役割をすることは、Zn, Sb, Bi⁽⁴⁾, Cd⁽⁵⁾, Fe⁽⁶⁾, Mg⁽⁷⁾ および Ti^{(8) (9)} についての研究で明らかにされており、疲労亀裂がしばしば双晶境界で優先的に発生することが知られている。最近、Boettnerら⁽¹⁰⁾ は OFHC 銅の焼鈍双晶境界における疲労亀裂の発生について研究し、1 次すべり面が双晶面に平行であるときにだけ亀裂が形成されることを示し、双晶境界内の step で発生した転位がこの部分での 2 次すべり面の作動に関係するという亀裂発生モデルを提出した。しかし、このモデルは六方晶金属で支配的な (10 $\bar{1}2$) 型双晶境界にはあてはまらない。なぜなら可能なすべり面のうち、(10 $\bar{1}2$) 双晶面に平行なものはないからである。金属の疲労過程にとつてすべり帯の挙動、とくに突き出しと入り込みは問題である。残存すべり帯からリボン状の物質が表面に突き出してくるいわゆる“突き出し”は最初 Al-Cu 合金で発見されたものである⁽¹¹⁾、つづいて多くの面心立方純金属や合金で観察され、いろいろの“突き出し”形成機構が考えられた⁽¹²⁾。これらの機構の大部分はラセン転位のクロス・スリップを基礎に構成されているが、疲労過程でクロス・スリップが容易に起こることは必ずしも突き出し形成の条件とはならない⁽¹³⁾。六方晶金属では、クロス・スリップは困難である^{(14) (15)}といわれており、従来突き出しは観察されなかったが^{(7) (16) (18)}、最近、Cd および Mg では突き出しが形

成されるが Zn では起こらないという報告が Partridge⁽¹³⁾ によつて行なわれた。

本論文では、純 α チタンの疲労における変形双晶の挙動とすべり帯の挙動を中心に検討する。なお、この報告では、研究分野を一応、疲労寿命が $10^5 \sim 10^6$ 程度の低振巾疲労に限定した。その理由は、六方晶金属では変形双晶の生成と成長の応力条件にかなりの差があり^{(19) (21)}、したがつて、疲労変形挙動も歪振巾によつて相当の差異があると考えられるからであり、また、チタンの高振巾疲労では疲労中の試料の発熱を無視することはできないからである。

II. 実 験 方 法

使用した試料は、1 mm 厚の工業用純チタン焼鈍板、FTP-35 (古河チタン板 1 種) である。その化学成分は、水素 < 0.015 、酸素 < 0.20 、窒素 < 0.05 、鉄 < 0.20 、残部がチタンである。結晶粒度は平均 0.05 mm 程度である。これから中央に 0.4 mm の小孔をもつ疲労試験片を切り出し、電解研磨によつて試験片表面を平滑にし、常温で 1500 回/分、歪振巾 $\pm 1.6 \times 10^{-3}$ 前後の繰返し曲げを与えた。その際の疲労寿命は $10^5 \sim 10^7$ 程度であつた。すなわち、実験範囲を低歪振巾疲労に限定した。試験片表面の 2 段階リブリアを作製し、表面における変化を電子顕微鏡で観察した。

III. 実 験 結 果

1. 変 形 双 晶 の 挙 動

振巾および方位に応じて、ある結晶粒は、既存の双晶近傍で顕著な変化を示す。はじめは、Photo. 1 のように双晶境界近傍に変形模様が見られるようになる。この場合、隣接する地にはすべり帯がまだ形成されていない。この変形は片方の双晶境界で著しい場合が多く、しかも双晶境界の局部的不均一移動を伴ない、その結果、双晶界面は鋸歯状になる。この例を Photo. 2 に示す。この他、変形双晶近傍の変化で顕著なのは、双晶境界の一方または両方に密接した調整キンクの帯が形成されることである。Photo. 3 はこれを示す。キンクは双晶境界に大体直角であり、キンク相互の間隔は 0.2 μ 程度である。双晶境界の鋸歯状変化が双晶の中心部へ進行すると、既存の双晶は分断されて、小さい不規則形状の断片双晶となる。Photo. 4 はこの例である。双晶の分断はすべり帯によつても行なわれる。

2. す べ り 帯 の 挙 動

低振巾疲労の初期でも適当な方位をもつ結晶粒では普通のすべり過程が起こり、すべり帯が形成される。そこで変

- (4) H. J. Gough: Proc. ASTM, **33** (1933), 3.
- (5) N. J. Wadsworth: Thesis, University of Bristol, (1955).
- (6) M. Hempel: Proc. Int. Conf. on Fatigue of Metals (London, Institute of Mechanical Engineers), (1956), 153; *Fracture*, N. Y., John Wiley, (1959), 376.
- (7) M. J. May and R. W. K. Honeycombe: J. Inst. Metals, **92** (1963), 41.
- (8) V. I. Gordienko and V. S. Ivanova: Izvestiya Akadmic Nauk, S. S. S. R., Otdelenic Tekhnicheskikh, (1958), (3), 121.
- (9) I. A. Oding, V. S. Ivanova and E. S. Kosyakina: Sov. Phys. Dokl., **9** (1965), (9), 816.
- (10) R. C. Boettner, A. J. McEvily and Y. C. Liu: Phil. Mag., **10** (1964), 95.
- (11) P. J. E. Forsyth: Nature, **171** (1953), 172.
- (12) E. R. Parker and D. M. Fegredo: *Internal Stresses and Fatigue of Metals*, Elsevier, (1959), 263; D. H. Avery and W. A. Backofen: *Fracture of Solids*, Interscience, (1963), 339; A. J. Kennedy: *Creep and Fatigue of Metals*, Oliver and Boyd, London, (1962), 331.
- (13) P. G. Partridge: Acta Met., **13** (1965), 517.
- (14) J. Friedel: *Internal Stresses and Fatigue of Metals*, Elsevier, (1959), 220.
- (15) J. J. Gilman: *Plasticity*, Pergamon, (1960), 43.
- (16) T. H. Alden: Acta Met., **11** (1963), 791.
- (17) T. Broom and J. M. Summerton: Phil. Mag., **8** (1963), 1847.

- (18) R. W. Armstrong and G. T. Horne: J. Inst. Metals, **91** (1963), 311.
- (19) N. Thompson and D. J. Millard: Phil. Mag., **43** (1952), 422.
- (20) R. L. Bell and R. W. Cahn: Proc. Roy. Soc., **A 239** (1957), 494.
- (21) P. B. Price: Proc. Roy. Soc., **A 260** (1961), 251.

形が集中すると、いわゆる“hill and valley”型の表面になる。**Photo.5**がその例である。純 α チタンの場合にも、

り帯が新しい方向をとった双晶の部分で untwinning が起こっていることがわかる。

Photo.1 Surface deformation marking at twin/matrix interface. after 2×10^4 cycles.

Photo.2 Serrated twin boundary. after 2×10^4 cycles.

Photo.3 Accommodation kink boundaries. after $\sim 10^4$ cycles.

Photo.4 Fragmentation of deformation twins. after 5×10^4 cycles.

Photo.5 "Hill and Valley" type surface. after $\sim 10^5$ cycles.

Photo.6 Appearance of extrusions. after $\sim 10^5$ cycles.

すべり帯から突き出し、入り込みが形成される。**Photo.6**はその一例である。**Photo.7**は、すべり帯と双晶との相互作用を示す。左上部の厚い双晶の内側と外側に突き出しと入り込みが形成されている。外側の突き出し、入り込みが形成されている部分は、双晶が untwinning を起こした母相の地である。中央にある薄い双晶とすべり帯との関係を見ると、双晶界面はすべりへの障害物として作用し、すべ

3. 変形双晶の挙動と表面亀裂形成

以上に述べたような双晶近傍の変化は、疲労寿命の最初の 25% 以内で顕著である。これに伴って表面亀裂が発生することが多い。**Photo.8**は、疲労亀裂が双晶境界に発生した例である。他方の双晶境界は鋸歯状になっている。双晶近傍の変形が進むと、その境界近傍に微細な小孔が多数形成され、それが連結して亀裂になることもある。**Photo.9**はその例であるが、一方の双晶界面は鋸歯状になっているのに対し、他方の界面近傍には多数の微細空泡が発生している。双晶が何らかの障害物とめられると、その端部付近で亀裂が発生することがある。**Photo.10**は、双晶が他の双晶でとめられている部分で亀裂が発生している例である。**Photo.11**は、双晶が粒界によつてとめられている部分で、粒界に沿って亀裂が発生している例である。この場合、双晶内部はかなりの変形を示しているのに、母相の地はそれほどでない。**Photo.12**は、薄い双晶の端部で亀裂が発生している例である。双晶端部が介在物でとめられているようであり、また、キンク帯が楔状になっている。**Photo.13**は、疲労亀裂が双晶内部から発生している例である。双晶界面は鋸歯状になり、双晶内部にも変形模様が見られるが、母相の地にはすべり帯はあまり見られない。

4. すべり帯と表面亀裂形成

深い残存すべり帯内に空泡が形成され、それが連結して亀裂になる場合がある。**Photo.14**がこの例である。突き出し、入り込みの形成した部分は、当然、亀裂発生 の優先箇所となる。

IV. 考察

純チタンは繰返し応力をうけて、複雑な変形挙動を示す。応力振巾の大小およびそれとの方位関係に応じて、ある結晶粒は主に双晶近傍において顕著な変化を示すのに対

し、他の結晶粒内では普通のすべり帯が形成される。これらの試料表面に見られる変化、とくに untwining やキン

高振巾の疲労では、新しい双晶が連続的に形成される。この点については別に検討する予定である⁽²²⁾。双晶の形

成には大きい応力が必要である^{(19)~(21)}が、その応力よりも低い振巾の疲労で、既存の双晶界面は鋸歯状となり、境界の長さは増加する。これは、既存の双晶の成長に要する応力が新双晶の生成に必要な応力よりもはるかに小さいという事実^{(20) (23)}と一致する。

Photo.7 Extrusions and intrusions from parent matrix adjacent to partially untwinned twin and from twin matrix after $\sim 10^5$ cycles. T. B.; twin boundary, T; twin matrix, M; parent matrix.

Photo.8 Crack nucleated at twin boundary. after 2×10^4 cycles.

Photo.9 A large number of cavities spanning the interface between twin B and parent matrix A. after $\sim 10^4$ cycles.

Photo.10 Cracks nucleated at the position where twins intersect. after $\sim 10^4$ cycles.

Photo.11 Crack nucleated at the grain boundary, which is the dead end of twin.

Photo.12 Crack nucleated at the end of thin twin. after $\sim 10^4$ cycles.

ク帯の形成などは、試料内部でも起こる現象と考えられるが、自由表面での挙動は微細な点で内部での挙動とは異なる疲労特有の表面現象である。

双晶境界は局部的不均一移動によつて鋸歯状になる。また、双晶境界に沿つてキンクの帯が形成される。このような変化は片方の双晶境界で著しい場合が多い。これは二つの双晶界面の易動性に差異があることによるものと考えられる^{(23) (24)}。双晶界面における歪エネルギーは $(10\bar{1}2)$ 面に平行なときに最小であり、この場合は完全に“coherent”な界面となつている⁽²⁵⁾。これに局部的な応力がかかると、極度に incoherent な双晶境界部分が形成されることが、Zn, Mg について報告されている⁽²³⁾。このような作用による双晶境界の易動性の変化が、チタンの場合にも期待できるのであろう。双晶境界の不均一移動が進むと、はじめから双晶が存在していた場所、または別の場所に不規則形状の断片双晶が形成される。この形状は一方変形の場合に形成される普通のレンズ型とはかなり異なつている^{(25) (26)}。圧縮による変形双晶形

(22) M. Shimura et al : To be published.

(23) P. G. Partridge and E. Roberts : Acta Met., 12 (1964), 1205.

(24) V. I. Bashmakov and V. P. Soldatov : Phys. Met. and Metallog., 16 (1963), (5), 115.

(25) J. Friedel : Les Dislocations, Gauthier-Villars, Paris, (1964), 177.

(26) R. W. Cahn : Adv. Phys., 3 (1954), 363.

に伴って、双晶界面近傍に多数の格子欠陥がつくり出成されることは、イオン結晶⁽²⁷⁾⁽²⁸⁾、体心立方晶⁽²⁹⁾および稠

分における亀裂の発生についても May⁽³⁵⁾ によつて發展させられた Wood⁽³⁴⁾の機構が適用されるであろう。問題は、純

Photo.13 Cracks nucleated in the twin. after $\sim 10^4$ cycles.

Photo.14 Formation of the cavities in the persistent slip band and their linkage. after $\sim 5 \times 10^4$ cycles.

密六方晶⁽¹³⁾⁽³⁰⁾⁽³¹⁾の場合に報告されているが、このような現象は疲労の場合にはとくに顕著であろうと考えられる。双晶境界の不均一移動、キンク帯の形成および双晶分断の機構については、Mgについて Partridge が提出したモデル⁽³²⁾がこの場合にも大体適用できるであろう。すなわち、双晶境界のある部分は母相の地の障害物によつて、他の部分は双晶地の障害物によつて釘付けされているとする。応力サイクルの最初の $\frac{1}{4}$ で、双晶地の障害物で釘付けされていない双晶境界部分が一方に張り出し、そしてこのような双晶界面の局部的移動を調整するようにキンクが形成される⁽¹³⁾⁽³⁰⁾。つぎの逆の $\frac{1}{2}$ サイクルでは、他の双晶境界部分が反対方向に張り出し、それを調整するようにキンクが形成される。応力サイクルが続くと境界移動は激しくなり、双晶境界の coherency が極限まで失われ、損傷をうけていない双晶の地または母相の地内に新しい双晶が形成される。この過程が繰返えされると、はじめの双晶界面から双晶の中心部または外側に断片双晶が形成されるのである。普通の低振幅疲労では、はじめに双晶の存在した部分に形成されることが多い。

つぎに、すべり帯の挙動について考察する。残存すべり帯内での空泡の形成、その連結による亀裂の形成という過程は、面心立方金属の場合と全く同様に考えることができる⁽³³⁾⁽³⁴⁾。また、突き出し、入り込みの形成されている部

α チタンにおける突き出し、入り込みの形成機構である。前に述べたように、従来提出されてきた突き出しの形成機構は、その大部分がラセン転位のクロス・スリップを基礎に構成されており、その根拠は疲労した面心立方金属の転位組織に多くの転位ループと dipole が見られる⁽³⁶⁾⁽³⁷⁾ことであつた。しかし、積層欠陥エネルギーの小さい、したがって、クロス・スリップが困難と思われる合金でも高応力疲労では dipole が観察されている⁽³⁸⁾⁽³⁹⁾。Partridge⁽¹³⁾は疲労した Mg で双晶の一部が双晶でなくなつた母相の地の部分で、

$\langle 10\bar{1}0 \rangle$ 方向の dipole が多量につくりだされ、突き出しがそこで優先的に形成されることを観察し、glissile dipole を中心にした突き出し、入り込みの機構を提出した。この機構では、突き出し形成に多数の interstitial 型転位ループを必要とする。また、vacancy 型転位ループの場合には、疲労亀裂発生機構にもなる。チタンの場合には、Mg の場合に比べて、クロス・スリップが容易であると考えられるが、Photo.7 のように双晶境界近傍で優先的に突き出しが形成される点から考えて、Partridge の機構は参考になるものと考えられる。

双晶近傍の変化は疲労寿命のはじめの 25% 中に著しく、疲労亀裂は、双晶の境界で発生することがある。疲労の初期には双晶境界の易動性は比較的大きいが、疲労が進むと堆積する格子欠陥によつて双晶境界が強く釘付けされるようになり、その結果、双晶境界はすべりに対する障害物ならびに応力集中源となつて、双晶境界に沿つて亀裂が生成されるのである。Photo.9 に示したような双晶境界近傍の微細空泡群の形成もこのことと関係がある。双晶境界近傍に非常に多くの点欠陥が集中し、それが空泡を形成するものと考えられる。なお、高転位密度部分における選択腐食も考慮する必要があるかもしれない⁽⁴⁰⁾。Photo.10 は双晶が他の双晶でとめられている部分、Photo.11 は双晶が

(27) R. I. Garber and E. I. Stepina: Sov. Phys. Solid State, **5** (1964), 1941.

(28) V. I. Startsev: J. Phys. Soc. Japan, **18** (1963), Suppl. III, 16.

(29) I. A. Gardin and V. D. Starodubov: Sov. Phys. Solid State, **2** (1960), 968.

(30) V. M. Kosevich and V. P. Soldatov: Sov. Phys. Cryst., **6** (1961), (3), 347.

(31) P. G. Partridge and E. Roberts: Deformation Twinning, AIME, (1964), 378.

(32) P. G. Partridge: Phil. Mag., **12** (1965), 1043.

(33) P. J. E. Forsyth: Proc. Roy. Soc., **A 242** (1957), 198.

(34) W. A. Wood: Fracture, N. Y., John Wiley, (1959), 412.

(35) A. N. May: Nature, **185** (1960), 303; **188** (1960), 573.

(36) R. N. Wilson and P. J. E. Forsyth: J. Inst. Metals, **87** (1959), 336.

(37) R. L. Segall: Electron Microscopy and Strength of Crystals, Interscience, (1963), 515.

(38) R. L. Segall, P. G. Partridge and P. B. Hirsch: Phil. Mag., **6** (1961), 1493.

(39) R. L. Segall and J. M. Finney: Acta Met., **11** (1963), 685.

(40) N. J. Wadsworth and J. Hutchings: Phil. Mag., **3** (1958), 1154.

粒界でとめられている部分で亀裂が発生している例である。変形双晶による脆性破壊の発生機構には Hull⁽⁴¹⁾, Hornbogen⁽⁴²⁾, Sleeswyk⁽⁴³⁾ らの提出したものがあるが、この場合は本多⁽⁴⁴⁾の機構がそのままではないが適用できるであろう。すなわち、双晶が何らかの障害物によつてとめられると、付随した変位に応じて、一方の双晶境界では圧縮力が、他方では引張力がとめられた双晶の端部付近に生じる。この集中応力の大きさは外力と比べてはるかに大きく、亀裂の発生に十分なほどになる。したがつて、その領域にあるよわい面で亀裂が発生する。Photo.12 も双晶の端部が微小介在物でとめられているようであるが、この効果を大きく考えれば双晶端における応力集中による発生機構が考えられる。しかし楔型キンク帯の端部での転位密度の極度の向上によつて、亀裂が発生したものと考えることもできる^{(9) (45)}。

Photo.11 の双晶内にもかなりの変形が認められるが、Photo.13 は双晶内から発生した微小亀裂を明瞭に示している。これと類似した発生形態は、Hamburg ら⁽⁴⁶⁾によつて Ferrovac E 真空溶解鉄の 5°K での引張破壊の場合に示されており、その場合双晶内亀裂は (100) へき開と一致していた。Photo.13 のような亀裂発生機構は明らかではな

いが、応力緩和が母相の地におけるすべりによつてではなく、双晶内の亀裂発生によつて行なわれたものである。なお、双晶内に発生した亀裂は母相の地へ成長している。双晶境界自体が亀裂伝播の経路になつている例や、双晶近傍で発生した亀裂が停留亀裂になつている例も観察されているが、亀裂伝播については別に検討する予定である。

V. 結 論

純 α チタンの常温の低振幅疲労における試料表面の組織変化を電子顕微鏡で観察した。変形双晶の挙動を見ると、疲労初期に双晶境界の不均一移動が起こり、境界は鋸歯状になる。これと同時に、双晶境界の一方または両方にキンク帯が形成される。繰返し変形がつづくとき、適当な方位をもつ双晶は分断されて、小さい不規則な形状の断片双晶となる。すべり帯の挙動を見ると、通常の “hill and valley” 型の変形、残存すべり帯の形成の他に、突き出し、入り込みの形成が観察された。

- (1) 双晶境界での発生。
- (2) 双晶界面近傍での微細空泡群の形成と連結。
- (3) 薄い双晶端部での発生。
- (4) 双晶と双晶の交叉部分での発生。
- (5) 双晶のとまつた粒界における発生。
- (6) 双晶内部での発生。
- (7) 残存すべり帯内での空泡の形成と連結。
- (8) 突き出し、入り込みに伴う発生。

以上の現象の各々について、その形成機構を考察した。

(41) D. Hull: Acta Met., **8** (1960), 11.

(42) E. Hornbogen: Trans. Met. Soc. AIME, **221** (1961), 771.

(43) A. M. Sleeswyk: Acta Met., **10** (1962), 803.

(44) R. Honda: J. Phys. Soc. Japan, **16** (1961), 1309.

(45) V. S. Ivanova: *Fatigue Rupture of Metals*, Moscow, (1963).

(46) E. Hamburg et al: *Deformation Twinning*, AIME, (1964), 393.