Ti-6Al-4V 合金の疲労き裂進展に及ぼす初析 α 相の影響*

野 末 章** 大久保 忠 恒**

J. Japan Inst. Metals, Vol. 52, No. 11 (1988), pp. 1057-1062

Effect of Primary α Phase on Fatigue Crack Growth of Ti-6Al-4V Alloy

Akira Nozue** and Tadatsune Okubo**

The purpose of the present paper is to clarify fatigue crack growth behavior in Ti-6Al-4V alloy consisting of primary α and matrix. The phase ratio of the primary α to the matrix was varied from about 65 to 20% with the solution treatment. The temperature range for this treatment was between 1148 and 1228 K. Fatigue tests were carried out in the ΔK region from the fatigue threshold to the critical fatigue fracture under constant load amplitude with CT specimens of 6 mm thickness. The crack propagated preferentially in the primary α phase compared with the matrix. On the fracture surfaces of the primary α phases, comparatively flat facets were observed in the low ΔK region and the striations were clearly observed in the high ΔK region. In addition, martensite boundary cracks existed in the matrix. It was found that the primary α fraction mainly controlled the fatigue crack growth rate in the region of the stable crack growth.

(Received March 23, 1988)

Keywords: fatigue, crack propagation, microscopic striation, primary alpha phase, facet, fractography, titanium-6% aluminum-4% vanadium alloy

I. 緒 言

Ti-6Al-4V 合金は実用的には溶体化処理-時効処理が施され、使用される場合が多い。その熱処理後の組織は初析 α 相、マルテンサイト α' 相、析出 α 相、析出 β 相を呈し、さらに各熱処理温度により、それらの相の量、分布、結晶構造等が複雑に変化することが知られている⁽¹⁾⁽²⁾。本合金の組織の変化に対する疲労特性に関しては、焼鈍等の比較的単純化された組織において、多くの研究⁽³⁾⁻⁽⁷⁾がなされている。しかし、強度、伸び、破壊じん性等を重要視する場合に比較的多く用いられる溶体化処理、すなわち $(\beta+\alpha)/\beta$ 変態点である βT_f 温度以下、かつ α' 生成開始点である M_s 点以上の温度域における溶体化処理において、基本的組織である初析 α 相について注目した疲労の研究は殆どない。この熱処理において得られる組織は初析 α 相、ならびに α' 相と残留 β 相の微細混合相である母相からなり、強度の異なる初析 α 相と母相の 2 相複合材料と考えられる。従って、比較的長い安定き裂成長領域を有する疲労破壊においては、両者の破壊のクライテリオンとの差異による、相比に依存した破壊挙動が期待される。

そこで本研究では、前述の溶体化処理により、本合金の初析 α 相と母相の量比を変化させ、初析 α 相に注目した疲労き裂進展挙動の検討を行う。

II. 実 験 方 法

1. 材 料

本合金の化学成分は Al: 6.46 mass%, V: 4.28 mass%, Fe: 0.290 mass%, C: 0.004 mass%, N: 0.008 mass%, O: 0.193 mass%, H: 0.003 mass%, Ti: 残である。製造された直径 720 mm のピレットを β 域の温度において、厚さ 160 mm まで熱間鍛造を施し、 $\alpha+\beta$ 域内の温度において、圧下率 77% の熱間クロス圧延後、焼鈍を施した。その後厚さ 12 mm の板材を切り出し、溶体化処理後、板厚 6 mm のコンパクトテンション(CT)試験片を作製した。

2. 熱 処 理

本合金の βT_f が約 1268 K、および α' 相が生成される最低の溶体化処理温度が約 1073 K であることは、すでに確認されている⁽⁸⁾。溶体化処理温度の上限を βT_f 点以下の 1228 K とし、下限の温度としては、 M_s 点以上で、母相

** 上智大学理工学部機械工学科(Department of Mechanical Engineering, Faculty of Science and Technology, Sophia University, Tokyo)

* 1987 年 4 月日本金属学会東京大会に発表

が初析 α 相の周囲に連続的に存在し得るほぼ限界の温度として、1148 K を設定した。さらに中間の温度として、1198 K と 1173 K を設定した。いずれも保持時間 5.4 ks 後、水冷処理を施した。時効処理については、前述したように組織が複雑化すること、ならびに後述するように溶体化処理のみで十分な強度が得られていることから、一部の試料を除き、施されていない。

3. 疲労試験法

試験条件は、荷重制御、sin 波、応力比 0.1、繰返し速度 25 Hz である。約 1.5 mm の疲労予き裂を導入後、約 $\Delta K = 15 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$ から、き裂先端の塑性域の大きさを考慮しながら、荷重を段階的に減少させ、き裂進展速度 da/dN が 10^{-10} m/cycle となった時の ΔK を下限値 ΔK_{th} とした⁽⁹⁾。次に荷重幅を一定として、 ΔK_{th} から破断までのほぼ全領域において、測微鏡とコンプライアンス法⁽¹⁰⁾を併用して da/dN を測定し、その両者の平均値を da/dN とした。 ΔK の測定については、ASTM 規格 E647-86 に準じた。

III. 結果と考察

1. 初析 α 相の量と力学的性質

1148 K, 1173 K, 1198 K, 1228 K の各溶体化処理温度における、初析 α 相の量はそれぞれ約 65%, 50%, 35%, 20% となった。Fig. 1(a), (b) に 1148 K, 1228 K 溶体化処理材の走査電子顕微鏡写真をそれぞれ示す。写真中の a 印が初析 α 相である。溶体化処理温度に対して、初析 α 相の粒径の変化は少なく、主にその数に大きな変化が見られる。

初析 α 相と母相の強度を推定すべく、マイクロビッカース試験機により硬度を測定した。圧痕の大きさが組織内に十分おさまるように、押し込み荷重を 100 N とした。測定結果を Fig. 2 に示す。データは 10 点平均であり、測定誤差範囲は約 ± 20 であった。マイクロビッカース硬度から推定される初析 α 相の強度は母相より低く、溶体化処理温度の上昇に伴い両相の強度は高くなり、かつ両相の強度差は溶体化処理温度の上昇により減少している。前者は母相内での α' 量の変化⁽⁸⁾、および初析 α 相内での Al の固溶量の変化より定性的に理解され得る。

なお、1148 K, 1173 K, 1198 K, 1228 K 各溶体化処理材の引張り強さはそれぞれ約 1010 MPa, 1020 MPa, 1160 MPa, 1300 MPa であり、1228 K-811 K 時効処理材では約 1320 MPa であった。破壊じん性 K_{IC} は 1228 K 溶体化処理材では約 $39 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$ 、1228 K-811 K 時効処理材では約 $40 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$ であった。

ここで、Mahoney と Tetelman⁽¹¹⁾ は Ti-6Al 合金の引張り強さが 630-810 MPa であることを報告しており、本研究において 1273 K 溶体化処理材の母相単相の引張り強さが 1360 MPa であったことから、初析 α 相と母相の

Fig.1 Scanning electron micrographs of microstructures. Mark of a signifies the primary α phase. (a) Specimen solution-treated at 1148 K. (b) Specimen solution-treated at 1228 K.

Fig.2 Microvickers hardness vs. solution treatment temperature for primary α and matrix phases.

引張り強さの差は 40% 程度であることが推測される。

2. き裂進展速度 da/dN と応力拡大係数範囲 ΔK の関係

(1) 初析 α 相の影響

各溶体化処理材の da/dN と ΔK の関係を Fig.3 に示す。溶体化処理温度の低下、すなわち初析 α 相量の増加に伴い、 da/dN は上昇しているように思われる。 ΔK_{th} については、溶体化処理温度の上昇に伴い、約 $7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 、 $9 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 、 $11 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 、 $14 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ となった。

Fig.3 Relation between fatigue crack growth rate and stress intensity factor range for specimens solution-treated at temperatures of 1148–1228 K, and effect of aging on fatigue crack growth rate for specimens solution-treated at 1228 K.

(2) き裂開口比 U の影響

1148 K, 1173 K, 1198 K, 1228 K 各溶体化処理材について、 $\Delta K = 15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ において、コンプライアンスの変化より U を測定した。 U はそれぞれ約 0.65, 0.70, 0.70, 0.75 となった。なお、 ΔK の高い領域において、 U は前述の値と比べて若干変化するが、このような U の大小関係は同じであった。Fig.3 の横軸の ΔK を有効応力拡大係数 $\Delta K_{eff}^{(12)}$ で整理し直すと、各溶体化処理材の da/dN の差は小さくならず、むしろ大きくなった。ゆえに、Fig.3 における各溶体化処理材に対する da/dN の差は、 U による見掛け上の変化ではないと思われる。

(3) 加工誘起マルテンサイト α' の影響

溶体化処理材に残留する β 相が繰返し応力または歪みにより、 α' 相に変態し、この加工誘起 α' の生成により、

疲労き裂進展速度の低下の可能性が考えられる⁽⁷⁾。そこで、1228 K 溶体化処理材に 811 K–14.4 ks の条件で時効処理を施し、溶体化処理材との比較を行った。すなわち、加工誘起 α' の生成の可能性が殆どないと思われる溶体化–時効処理材と、加工誘起 α' の生成の可能性のあると思われる溶体化処理材について、 da/dN の比較を試みた。Fig.3 に■印で溶体化–時効処理材の結果を示す。■印と□印で示される両者には、 da/dN の差は殆ど認められない。従って、Fig.3 に示されたように、残留 β 相の比較的多いと思われる溶体化処理温度の低い材料⁽⁸⁾程、 da/dN が高いことなども考慮に入れると、加工誘起 α' 生成の影響は少ないと思われる。

3. 破壊形態

本合金の破面写真の一例を Fig.4 に示す。1228 K 溶体化処理材で ΔK が約 $15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ の破面である。破面に

Fig.4 Fracture surfaces of the specimen solution-treated at 1228 K. Mark of f signifies the facet.

Fig.5 Fracture surfaces of the specimen solution-treated at 1373 K in the region of $\Delta K = 20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

はf印で示されるファセットが見られ、その周囲は α' 境界割れとディンプル割れを呈していた。このファセットについて、以下検討を行う。なお、き裂進展方向は下から上であり、以下の破面写真はこれに準ずる。

ここで、母相の破壊形態を検討すべく、1373 K 溶体化処理材の $\Delta K \sim 20 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$ における疲労破面を Fig.5 に示す。一部ディンプル割れが見られるものの、主に α' 境界、コロニー境界、パケット境界にそうと思われる割れが多く観察された。

(1) ファセットの同定

ファセットと組織の対応を検討すべく、破断した CT 試験片の破面をほぼ垂直に切断し、切断面の研磨、腐食を行い、組織を現出させた。次に Fig.6 に示すように、組織と破面の対応観察を行った。上部が切断面の組織であり、下部が破面である。用いた試料は 1228 K 溶体化処理材で、 ΔK は約 $20 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$ である。組織の対応が容易になるように、比較的伸長した初析 α 相を有する部分を観察した。Fig.6 に示されるように、ファセットと初析 α 相が良く対応している。各溶体化処理材のファセットの面積分率は溶体化処理温度の上昇に伴い約 63%, 48%, 31%, 18% となり、前述の初析 α 相分率とほぼ一致した。さらに Fig.1 (b) と Fig.4 に見られたように、ファセットと初析 α 相の形状の類似性、ならびに EPMA 法によるファセットの Al と V の定性分析などから、ファセットは初析 α 相が破壊したものと結論される。

Fig.6 Correspondence between microstructures and fracture surfaces of the specimen solution-treated at 1228 K in the region of about $20 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$. The upper and the lower parts show the microstructures and fracture surfaces, respectively.

(2) ΔK の変化によるファセットの形態の遷移

一例として、1148 K 溶体化処理材の ΔK が約 $10 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$ と約 $40 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$ における破面を、それぞれ Fig.7 (a), (b) に示す。母相には大きな変化は見られない。一方、

Fig.7 Variation of fracture surface for the specimens solution-treated at 1148 K in terms of ΔK , (a) $10 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$, (b) $40 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$.

ファセットは ΔK の低い場合、比較的平坦な破面を呈し、 ΔK が高くなるにつれ縞模様が明瞭に観察された。

(3) 微視的なストライエーションの同定

前項で観察された縞模様としては、すべりの痕跡とストライエーション(以下 SE と略記)が考えられる。撮影角度をつけた観察より、線状の黒い部分は比較的深い溝を呈していることが認められた。Fig.8 に 1173 K と 1228 K 溶体化処理材について、 ΔK が約 $30 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$ と約 $40 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$ における縞模様の高倍率写真を示す。主き裂進展方向に対して、上に凸のほぼ等間隔の弧を描き、規則性を有している。さらに、強度が低い場合あるいは ΔK が高い場合において、縞模様の間隔が大きくなっている。以上の特徴から、この縞模様は SE であると思われる。

Al 合金などにおいて観察される典型的な SE は、試験片の板厚全体に均一に生成し、その観察可能な領域は約 $(0.1 \mu\text{m} - 1 \mu\text{m})/\text{cycle}$ であり、SE から求められる da/dN は Fig.3 のように通常求められている da/dN と比較して、小さくなるのが一般的に知られている⁽¹³⁾。そ

Fig.8 Striation variation due to ΔK values and solution treatment temperatures, (a) $\Delta K = 30 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$, at 1173 K, (b) $\Delta K = 40 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$, at 1173 K, (c) $\Delta K = 30 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$, at 1228 K, (d) $\Delta K = 40 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$, at 1228 K.

ここで、初析 α 相だけに観察された微視的な SE の間隔より da/dN を算出し、Fig.3 の巨視的な da/dN の結果と比較を試みた。本研究においても、Fig.9 に示されるように、SE がほぼ同じ領域で観察された。本研究で特徴的なことは、SE から求められた da/dN の方が大きく、両者の da/dN の差は強度の低下と共に大きくなっていることである。さらに SE の形態として、Fig.7(b) に示されたように SE から推定できるき裂進展方向は主き裂進展方向とは必ずしも一致せず、かつ同一の ΔK では SE は強度が低い程明瞭となっている特徴を有している。これらの特徴は母相と比べ強度の低い初析 α 相において、SE が優先的に生成することを示唆するものと考えられる。

なお、板厚全体の均一な SE を本合金で生成するには、強度が比較的低く、組織がほぼ均一化されている β 相域からの焼鈍材が適していると考えられる。事実、 β 相域からの焼鈍材において、板厚全体に均一な SE が観察されている⁽³⁾⁻⁽⁵⁾。

Fig.9 Comparison between da/dN calculated with a conventional method and da/dN estimated with striation spacing length.

4. き裂進展過程

前述までの議論より、安定き裂成長部の ΔK の高い領域では、Fig.2 に示されたように母相より強度の低い初析 α 相内を、SE を呈しながら、優先的にき裂は進展すると考えられる。その途中の過程について検討すべく、1173 K 溶体化処理材をき裂進展途中に除荷を行い、液体窒素雰囲気内で破断し、破面を観察した。その結果を Fig.10 に示す。主き裂の先端遠方に離れて孤立した初析 α 相内において、SE は観察されず、主き裂先端近傍に位置する 1 初析 α 相粒径内において、SE の優先的な進展が見られた。

ΔK の低い領域では、比較的平坦なファセットが見られ、明瞭な SE は見られなかった。しかし、初析 α 相を優先的にき裂が進展することには変わりはないと思われる。すなわち、 ΔK が低く、1 サイクルごとのき裂の進展量と

すべりの量が共に少ないため、破面上に走査電子顕微鏡に識別されるような明瞭な SE が観察されなかったものと推察される。

き裂先端の塑性域内において、比較的強度の低い初析 α 相内にすべりが発生する。そして、繰返し荷重により、き裂は最初に初析 α 相をほぼ 1 粒径以内、高い ΔK では明瞭な SE を、低い ΔK では比較的平坦なファセットをそれぞれ呈しながら進展し、その後リガメントの母相が疲労により主に α' 境界破壊を起こす。この過程を繰り返しながら、不安定破壊に至り、最終破断をすると総括される。従って、き裂の進展は初析 α 相の量に依存したのになり、Fig.3 の結果が理解される。

IV. 結 言

溶体化処理により、初析 α 相の量を変化させた Ti-6Al-4V 合金において、疲労き裂進展挙動の検討を行った。き裂は比較的強度の低い初析 α 相を、高い ΔK では明瞭なストライエーション、低い ΔK では比較的平坦なファセットをそれぞれ呈しながら、主にマルテンサイト境界破壊を呈する母相と比べ優先的に進展し、不安定破壊に至ると考えられる。安定き裂成長部のき裂進展速度は主に初析 α 相の量に依存すると思われる。

貴重な試料を御提供いただいた日本鋁業(株)倉見工場作山秀夫氏、高取英男氏に謝意を表します。実験に協力された本学大学院生の小沢信明氏(現在：本田技研工業)に感謝します。

文 献

- (1) E. W. Collings : The Physical Metallurgy of Titanium, ASM, (1984), 99.
- (2) 村上陽太郎：鉄と鋼，73(1987)，420.
- (3) A. Yuen, S. W. Hopkins, G. R. Leverant and C. A. Rau : Met. Trans., 5(1974), 1833.
- (4) J. C. Chesnutt, C. G. Rhodes and J. C. Williams : ASTM STP600, (1976), 99.
- (5) G. R. Yoder, L. A. Cooley and T. W. Crooker : Met. Trans., 8A(1977), 1737.
- (6) 増田千利，田中紘一，西島 敏：日本機械学会論文集，48(1982)，548.
- (7) M. A. Imam and C. M. Gilmore : Met. Trans., 14A(1983)，233.
- (8) 野末 章，池谷 大，大久保忠恒：日本金属学会誌，51(1987)，730.
- (9) 野末 章，野瀬哲郎，大久保忠恒：日本金属学会誌，50(1986)，1041.
- (10) 岡村弘之：線形破壊力学入門，培風館，(1986)，103.
- (11) M. W. Mahoney and A. S. Tetelman : Met. Trans., 7A(1976)，1549.
- (12) W. Elder : ASTM STP486, (1971)，230.
- (13) フラクトグラフィ分科会報告：日本機械学会誌，76(1973)，1203.

Fig.10 (a) Fracture surfaces of the specimen ruptured in liquid nitrogen after fatigue crack growth.
(b) Schematic diagram of fatigue crack growth.