化学熱処理を施した歯科用 $\alpha + \beta$ 型チタン鑄造合金の ミクロ組織と疲労き裂発生および進展特性^{*1}

赤堀 俊和¹ 新家 光雄¹ 松田 幸一^{1,*2} 鈴木 昭弘²

¹豊橋技術科学大学生産システム工学系

²大同特殊鋼株式会社技術開発研究所

J. Japan Inst. Metals, Vol. 66, No. 11 (2002), pp. 1098–1106

© 2002 The Japan Institute of Metals

Microstructure and Fatigue Crack Initiation and Propagation Characteristics of Cast $\alpha + \beta$ Type Titanium Alloys Conducted with Thermochemical Heat Processing for Dental Applications

Toshikazu Akahori¹, Mitsuo Niinomi¹, Koichi Matsuda^{1,*2} and Akihiro Suzuki²

¹Production Systems Engineering, Toyohashi University of Technology, Toyohashi 441-8580

²R & D Laboratory, Daido Steel Co. Ltd., Nagoya 457-8545

As-HIP'ed cast $\alpha + \beta$ type Ti-6Al-7Nb and Ti-6Al-4V for dental applications were conducted with general thermochemical heat processing (THP) and THP combined with a post heat processing (THPH) to refine their microstructure and improved their fatigue strength without decreasing ductility. Then, the fatigue crack initiation and small fatigue crack propagation behaviors of HIP'ed cast Ti-6Al-7Nb and Ti-6Al-4V were mainly investigated in this study.

Fatigue limits of HIP'ed cast Ti-6Al-7Nb and cast Ti-6Al-4V are improved about 40% by THP and THPH as compared with those of as-HIP'ed ones. Fatigue crack initiation and small fatigue crack propagation resistance of HIP'ed cast Ti-6Al-7Nb and Ti-6Al-4V is improved remarkably by THP and THPH as compared with those of as-HIP'ed ones because the effective slip length under the cyclic stress is decreased due to refined microstructure by THP and THPH, and the slips occur uniformly. Fatigue crack initiation and small fatigue crack propagation life of HIP'ed cast Ti-6Al-7Nb and Ti-6Al-4V conducted with THP and THPH are around 80~90% of the total fatigue life. They increase twice as much as those of as-HIP'ed cast Ti-6Al-7Nb and Ti-6Al-4V (i.e. around 40%).

(Received July 11, 2002; Accepted September 9, 2002)

Keywords: titanium–aluminum–niobium, titanium–aluminum–vanadium, crack initiation, small crack propagation and fatigue properties

1. 緒 言

近年、新しい生体用金属材料として $\alpha + \beta$ 型チタン合金である Ti-6Al-7Nb 合金が研究・開発され、現在 ASTM F-1295¹⁾ に登録されている。代表的な生体用 $\alpha + \beta$ 型チタン合金として Ti-6Al-4V ELI 合金が挙げられるが、Ti-6Al-4V ELI 合金はもともと一般構造用材料として開発された材料であるため、生体親和性を十分に把握できないまま医療分野へ応用されてきたと言える。Ti-6Al-7Nb 合金は、その Ti-6Al-4V ELI 合金中の構成元素である V を同原子濃度 (3.6 at%) の Nb で置換することで、さらなる生体適合性^{2,3)} の向上および高力学的機能化を目的とし、生体用として開発されたチタン合金である。現在、生体用チタン合金は、金パラジウム銅合金に代表される歯科用貴金属合金の代替金属材料として注目されており、歯科精密鑄造された歯科補綴物等

に応用される傾向にある。

難加工材料であるチタン合金では、複雑な形状を有する歯科用金属製品作製において、ニアネットシェイプ加工の応用が有効であると考えられる。また現在、歯科分野において、歯科用金属製品の大部分が鑄造法により作製されている。しかし、鑄造により作製されたチタン合金製品のミクロ組織は粗大化し、その力学的特性の低下が懸念される。そのため、チタン合金における水素溶解の可逆性を応用した化学熱処理法は、その素材形状を変化させずミクロ組織制御することが可能であり、力学的特性を改善する手法として有効であると考えられる⁴⁻⁷⁾。しかし、これらの化学熱処理は、主に Ti-6Al-4V 合金の粉末冶金合金や鑄造材についての場合がほとんどであり、Ti-6Al-7Nb 鑄造合金への応用は、ほとんど見あたらない。また、歯科補綴物は、口腔生体内環境において疲労条件下で使用されるため疲労特性の把握が重要である。しかし、化学熱処理を施した Ti-6Al-7Nb 鑄造合金の疲労特性、疲労き裂発生および伝播特性メカニズムについては未だ明確にされていないのが現状である。そこで、本研究では、Ti-6Al-7Nb 鑄造合金および比較材である Ti-6Al-4V 鑄造合金に、前報にて報告した良好な強度・延性バランスを示す化学

^{*1} 2001 年 9 月 24 日日本金属学会秋期大会において発表

^{*2} 豊橋技術科学大学大学院生、現在：三菱重工業㈱ (Graduate Student, Toyohashi University of Technology, Preset address: Mitsubishi Heavy Industry, LTD.)

熱処理⁸⁾を施した場合の基礎的な疲労特性を調査するため、同化学熱処理を施した両 casting 合金につき、大気中にて疲労特性およびレプリカ法を用いた疲労き裂発生特性試験を行い疲労強度、疲労き裂発生および進展特性を調査・検討した。

2. 実験方法

2.1 供試材

供試材には、ロストワックス鋳型鋳造を施し、 $\alpha+\beta$ 相域 (1203 K) において 140 MPa で 10.8 ks 保持の HIP (Hot Isostatic Press) 処理を施した Ti-6Al-7Nb 鋳造合金 (Al: 6.48, Nb: 7.13, Fe: 0.24, C: 0.01, N: 0.021, O: 0.18, Ta: 0.01, H: 0.008, Ti: bal) および Ti-6Al-4V 鋳造合金 (Al: 6.17, V: 3.98, Fe: 0.15, C: 0.012, N: 0.018, O: 0.16, Ta: 0.01, H: 0.005, Ti: bal) 丸棒材 ($\phi 13$ mm $\times$ 90 mm) および板材 (5 mm $\times$ 25 mm $\times$ 75 mm) を使用した。

2.2 化学熱処理

Fig. 1 に、Ti-6Al-7Nb 鋳造合金および Ti-6Al-4V 鋳造合金の丸棒材および板材に施した水素吸蔵および脱水素処理から構成された化学熱処理 (THP: Thermochemical heat processing) ならびに化学熱処理後に熱処理 (THPH: THP combined with a post-heat processing) を加えた各化学熱処理の工程を模式的に示す⁸⁾。

水素吸蔵処理では、Ti-6Al-7Nb 鋳造合金および Ti-6Al-4V 鋳造合金の丸棒材および板材を石英管に挿入後、 H_2 /Ar 混合ガス (H: Ar = 600 mL/min.: 200 mL/min.) を流動させ、 β トランザス以下の温度である 573 K で 2.7 ks 保持後、1023 K に加熱し、その温度にて 3.6 ks 保持後、空冷を行った。

溶体化 (ST) 処理では、両 casting 合金の丸棒材および板材に水素吸蔵処理を施した後、Ar ガス雰囲気中にて、水素吸蔵により各受け入れまま材 (以下 as-HIP'ed 材と称す) の β トランザスより温度が低下した β_H トランザス (1063 K $\sim$ 1083 K) 以上の 1103 K で 3.6 ks 保持後水冷を行った。

脱水素処理では、両水素吸蔵 casting 合金の丸棒材および板材を高真空中 ($\sim 2.0 \times 10^{-4}$ Pa) で β_H トランザス以下の温度である 723 K にて 1.8 ks 保持後、973 K に加熱し、その温度にて 54 ks 保持後、炉冷を行った。

THPH における脱水素処理後の熱処理 (後熱処理) は、真空中にて 1113 K で 3.6 ks 保持後、空冷を行った。

2.3 ミクロ組織観察

ミクロ組織観察用試料は、両 casting 合金の as-HIP'ed 材、THP を施した casting 合金 (以下 THP 材と称す) および THPH を施した casting 合金の丸棒材 (以下 THPH 材と称す) から小片 ($\phi 13$ mm $\times$ 5 mm) を切り出し、#1500 までエメリー紙で研磨した後、バフ研磨により鏡面仕上げし、表面腐食を行い調査した。腐食液には、2% フッ酸および 5% 硝酸との混合水溶液を用いた。ミクロ組織観察は、走査型電子顕微鏡 (SEM) にて行った。

2.4 α 相直径ならびに α 相および β 相の体積率の測定

両 casting 合金丸棒材の THP 材および THPH 材の上記ミクロ組織観察用試料につき、SEM にて 3000 倍以上の倍率によりミクロ組織観察を行った後、そのミクロ組織写真を画像解析し、 α 相直径ならびに α 相および β 相の体積率を測定した。その場合、 α 相直径の測定は、球状の微細 α 相と仮定した微細 α 相または微細ラス状 α 相の面積より算出した。

2.5 引張試験

両 casting 合金丸棒材の as-HIP'ed 材、THP 材および THPH 材より、ASTM E8⁹⁾ に準拠した丸棒引張試験片 (Fig. 2(a)) を機械加工により作製し、それらの表面に #800 までのエメリー紙による湿式研磨を施した。上記引張試験片につき、容量 98 kN のインストロン型試験機により、室温 (295 K) の大気中で、クロスヘッド速度 8.33×10^{-6} m/s にて引張試験を行った。ひずみの検出は、試験片の標点間に貼り付けたクリップゲージおよび直接試験片に貼り付けたひずみゲージの両者を用いて行った。

2.6 疲労試験

両 casting 合金丸棒材の as-HIP'ed 材、THP 材および THPH 材より、砂時計型疲労試験片 (Fig. 2(b)) を機械加工により作製し、それらの表面に #1500 までのエメリー紙による湿式研磨後、バフ研磨を施し鏡面とした。上記疲労試験片につき、容量 50 kN の電気油圧サーボ式疲労試験機を用い、室温 (295 K) の大気中で、周波数 10 Hz および応力比 0.1 (引張/引張負荷) にて疲労試験を行った。

2.7 微小疲労き裂発生特性試験

両 casting 合金板材の as-HIP'ed 材、THP 材および THPH

Fig. 1 Schematic drawings of (a) usual thermochemical heat processing (THP) and (b) THP combined with a post-heat processing (THPH).

Fig. 2 Schematic drawings of (a) tensile (dog-bone type), (b) fatigue (sand glass type) and (c) fatigue (plate type) specimens in mm.

材より，レプリカ採取用板状疲労試験片 (Fig. 2(c)) を機械加工により作製し，それらの表面を #1500 までのエメリー紙による湿式研磨後，バフ研磨により鏡面仕上げた．その後，疲労き裂発生および進展特性調査のため，ミクロ組織観察で用いた腐食液を用い表面に対して疲労強度に影響しない程度の軽度な腐食を行った．

疲労き裂発生特性試験は，上記疲労試験片につき，疲労試験と同条件にて行った．

疲労試験片の表面観察では，疲労試験の種々の段階にて試験を中断し，試料表面のレプリカを採取¹⁰⁾した後，真空中で Pt 蒸着し，光学顕微鏡にて観察を行い，疲労き裂の発生および進展過程を調査した．

疲労き裂発生および進展試験で用いた最大繰返し応力は，先の疲労試験から得られた $S-N$ 曲線から，両 casting alloy の as-HIP'ed 材が低サイクル疲労寿命領域で破断する値を選択し，き裂発生および進展試験に供した．

Ti-6Al-7Nb casting alloy の as-HIP'ed 材，THP 材および THPH 材で用いた最大繰返し応力には，それぞれ 800 MPa を選択し，Ti-6Al-4V casting alloy のそれらとしては，as-HIP'ed 材および THPH 材でそれぞれ 850 MPa を，THP 材で 900 MPa を選択した．

Fig. 3 Scanning electron micrographs of (a) as-HIP'ed cast Ti-6Al-7Nb and Ti-6Al-4V, and HIP'ed cast Ti-6Al-7Nb and Ti-6Al-4V conducted with (b) THP and (c) THPH.

3. 実験結果および考察

3.1 ミクロ組織

Fig. 3 に Ti-6Al-7Nb および Ti-6Al-4V 鋳造合金の as-HIP'ed 材，THP 材および THPH 材の SEM によるミクロ組織を示す．両 casting alloy の as-HIP'ed 材は，粗大なラス状 α 相および β 相で構成された旧 β 粒あるいはコロニーを有する粗大針状 α 組織を呈している．また，Ti-6Al-7Nb 鋳造合金および Ti-6Al-4V 鋳造合金における as-HIP'ed 材のラス状 α 相の平均幅は，それぞれ約 4.27 μm および約 5.08 μm (アスペクト比は，それぞれ 7.12 および 5.59) であった．両 casting alloy の THP 材では，旧 β 粒界，粒界 α 相および粗大ラス状 α 相が存在していた痕跡が若干認められるが，主に極微細ラス状 α 相組織を呈している．Ti-6Al-7Nb 鋳造合金および Ti-6Al-4V 鋳造合金における THP 材の α 相の平均直径は，それぞれ約 1.85 μm および 1.80 μm であった．両 casting alloy の THPH 材では，THP 材とほぼ同様なミクロ組織微細化傾向を示す．Ti-6Al-7Nb および Ti-6Al-4V 鋳造合金における THPH 材の α 相の平均直径は，それぞれ約 2.04 μm および約 2.15 μm であった．THP 後比較的高温での後熱処理を施したことにより，微細 α 相が THP 材と比較して若干粗大化する傾向にある．

Fig. 4 に，Ti-6Al-7Nb 鋳造合金および Ti-6Al-4V 鋳造

Fig. 4 Volume fractions of β phases of as-HIP'ed cast Ti-6Al-7Nb and Ti-6Al-4V, and HIP'ed cast Ti-6Al-7Nb and Ti-6Al-4V conducted with THP and THPH.

Fig. 5 Tensile strength, 0.2% proof stress and elongation of as-HIP'ed cast Ti-6Al-7Nb and Ti-6Al-4V, and HIP'ed cast Ti-6Al-7Nb and Ti-6Al-4V conducted with THP and THPH.

合金各々の β 相の体積率を示す。Ti-6Al-7Nb 鋳造合金の THP 材および THPH 材の β 相の体積率は、as-HIP'ed 材のそれと比較して若干高くなっている。また、Ti-6Al-4V 鋳造合金の THP 材および THPH 材の β 相の体積率も、Ti-6Al-7Nb 鋳造合金の場合と同様の傾向を示しているが、Ti-6Al-7Nb 鋳造合金の場合と比べて全体的に低い値となっている。Ti-6Al-7Nb 鋳造合金の as-HIP'ed 材における β 相の体積率は、Ti-6Al-4V 鋳造合金のそれと比較して、約 10% 程高い値となり、Ti-6Al-7Nb 鋳造合金の THP 材および THPH 材のそれも Ti-6Al-4V 鋳造合金の場合に比べ約 15% 高い値となっている。また、両鋳造合金板材のミクロ組織は、両鋳造合金丸棒材のそれとほぼ同様な形態を示していた。

3.2 化学熱処理を施した Ti-6Al-7Nb 鋳造合金および Ti-6Al-4V 鋳造合金の引張特性

Fig. 5 に、Ti-6Al-7Nb 鋳造合金および Ti-6Al-4V 鋳造合金の as-HIP'ed 材、THP 材および THPH 材の引張特性を示す。Ti-6Al-7Nb 鋳造合金の THP 材および THPH 材の引張強さおよび 0.2% 耐力は、as-HIP'ed 材のそれよりもそれぞれ約 12% 程度向上している。これは、化学熱処理による粒界 α 相析出の抑制およびラス状 α 相の微細化が各強度上昇の要因と考えられる。また、THP 材の伸びは as-HIP'ed 材のそれよりも若干減少する傾向にあるが、THPH

Fig. 6 S-N curves of as-HIP'ed cast Ti-6Al-7Nb, and HIP'ed cast Ti-6Al-7Nb conducted with THP and THPH.

Fig. 7 S-N curves of as-HIP'ed cast Ti-6Al-4V, and HIP'ed cast Ti-6Al-4V conducted with THP and THPH.

材の伸びは as-HIP'ed 材のそれと比較して約 20% 向上している。また、Ti-6Al-4V 鋳造合金の THP 材および THPH 材の引張強さおよび 0.2% 耐力は、Ti-6Al-7Nb 鋳造合金の場合と同様に、as-HIP'ed 材のそれらよりもそれぞれ約 8% および約 12% 向上している。THP 材の伸びは、as-HIP'ed 材のそれより若干減少する傾向にあるが、THPH 材の伸びは as-HIP'ed 材のそれとほぼ同様の値 (7.8%) となっている。両鋳造合金の THPH 材における伸びの向上は、 α 相よりも塑性変形能の大きい β 相の体積率が THP 材のそれよりも増加したこと起因すると考えられる。また、両鋳造合金の THP 材の水素含有量は、それぞれ 0.0016 mass% および 0.0006 mass%⁸⁾ と各 as-HIP'ed 材のそれとほぼ同等程度であったため水素による脆化は生じないと言える。

3.3 化学熱処理を施した Ti-6Al-7Nb 鋳造合金および Ti-6Al-4V 鋳造合金の疲労強度および疲労破面形態

Fig. 6 および Fig. 7 に、Ti-6Al-7Nb 鋳造合金および Ti-6Al-4V 鋳造合金の as-HIP'ed 材、THP 材および THPH 材の S-N 曲線を示す。Ti-6Al-7Nb 鋳造合金の THP 材および THPH 材の疲労強度は、低サイクル疲労寿命領域および高サイクル疲労寿命領域において顕著な差異は見られず、ほぼ同様である。しかし、Ti-6Al-4V 鋳造合金の場合、両疲労寿命領域において、THPH 材よりも若干 THP 材の方が高

い疲労強度となっている。これは、Ti-6Al-7Nb 铸造合金の THP 材および THPH 材の引張強さが、それぞれ 942 MPa および 938 MPa と、ほぼ同等の値であるのに対して、Ti-6Al-4V 铸造合金の THP 材および THPH 材の引張強さがそれぞれ 1015 MPa および 978 MPa と、比較的大きな強度差 (37 MPa) を示したためと考えられる。さらに、Ti-6Al-4V 铸造合金の as-HIP'ed 材、THP 材および THPH 材の Ti-6Al-4V 铸造合金の引張強さが Ti-6Al-7Nb 铸造合金のそれらと比較して大きいこと、Ti-6Al-4V 铸造合金の各疲労強度は、低サイクル疲労寿命領域および高サイクル疲労寿命領域において Ti-6Al-7Nb 铸造合金のそれらと比較して全体的にやや高くなったと考えられる。

両铸造合金ともに化学熱処理材である THP 材および THPH 材の疲労強度は、as-HIP'ed 材のそれと比較して、特に高サイクル疲労寿命領域において顕著に上昇する傾向を示している。as-HIP'ed 材、THP 材および THPH 材の疲労限は、Ti-6Al-7Nb 铸造合金では、それぞれ約 630 MPa、約 600 MPa および約 450 MPa であり、Ti-6Al-4V 铸造合金ではそれぞれ約 740 MPa、約 680 MPa および約 535 MPa となっている。同疲労条件での等軸 α および針状 α 組織を有する Ti-6Al-7Nb 合金の加工 (圧延) 材の疲労限はそれぞれ約 700 MPa および約 550 MPa であり、両組織を有する Ti-6Al-4V 合金の加工 (圧延) 材の疲労限はそれぞれ約 800 MPa および約 600 MPa を示すことから¹¹⁾、両铸造合金の疲労限は化学熱処理を施すことで、両合金の圧延材のそれに近い値まで疲労強度を改善することが可能であると言える。

Ti-6Al-4V 铸造合金の疲労限は、Ti-6Al-7Nb 铸造合金の場合に比べ、より高い値を示した。疲労強度は、上述したように引張強度に依存すると共に、疲労き裂発生および微小疲労き裂進展抵抗を高める α 相の体積率あるいは比較的長い疲労き裂進展抵抗を高める β 相の体積率に依存すると考えられる。Ti-6Al-4V 铸造合金の THP 材および THPH 材では、 α 相の体積率が比較的高い値を示していたことから、微小疲労き裂発生および進展抵抗が向上したことも疲労強度改善に起因したと考えられる。

Ti-6Al-7Nb 铸造合金および Ti-6Al-4V 铸造合金の as-HIP'ed 材、THP 材および THPH 材の疲労破面形態は、ほぼ同様であったので、Fig. 8 に Ti-6Al-7Nb 铸造合金の as-HIP'ed 材、THP 材および THPH 材の低サイクル疲労寿命領域における疲労破面を代表例として示す。低サイクル疲労寿命領域における両铸造合金の as-HIP'ed 材、THP 材および THPH 材の疲労き裂発生サイトは、すべて試験片表面付近であり、その近傍ではファセットが観察される。両铸造合金の as-HIP'ed 材および THPH 材において、疲労き裂進展領域ではストライエーション (Striation) が観察されるのに対し、両铸造合金の THP 材の疲労き裂進展領域ではストライエーションは観察されない。微細な等軸 α 組織を有する $\alpha + \beta$ 型チタン合金の加工材では、低サイクルおよび高サイクル疲労寿命領域において、平均粒直径 $8 \mu\text{m}$ の初析 α 相内に微細なストライエーションが形成されるが、これ以下の大きさの初析 α 相では、その観察が困難であるという報告¹²⁾もあるが、本研究では 10000 倍以上の高倍率においても THP 材

Fig. 8 SEM fractographs of (a) as-HIP'ed cast Ti-6Al-7Nb, and HIP'ed cast Ti-6Al-7Nb conducted with (b) THP and (c) THPH showing crack initiation area and crack propagation area (low cycle fatigue life region).

Internal crack initiation area

Fig. 9 SEM fractograph of HIP'ed cast Ti-6Al-7Nb conducted with THPH, showing subsurface crack initiation site (high cycle fatigue life region).

の安定疲労き裂進展領域においてストライエーションは観察されなかった。

主に試験片表面から疲労き裂が発生した低サイクル寿命領域の場合と異なり、高サイクル疲労寿命領域においては、主に試験片内部から発生した (Fig. 9)。供試材が铸造合金であることからこの内部発生は、铸造欠陥および偏析部から発生することも考えられるが、本研究では HIP 処理を施しているためその可能性は低く、また破面観察においても、その痕跡は確認されなかった。高サイクル疲労寿命領域では、両铸造合金の as-HIP'ed 材、THP 材および THPH 材の疲労き裂発生部は、試験片表面から内部へ遷移すると考えられる。

Fig. 10 Changes of specimen surfaces in as-HIP'ed cast Ti-6Al-7Nb and Ti-6Al-4V. Maximum cyclic stresses are 800 MPa and 850 MPa for Ti-6Al-7Nb and Ti-6Al-4V, respectively. N is the number of cycles.

Fig. 11 Surface crack length in as-HIP'ed cast Ti-6Al-7Nb and Ti-6Al-4V as a function of N/N_f where N_f and N are the number of cycles to failure and the number of cycles, respectively. Maximum cyclic stresses are 800 MPa and 850 MPa for Ti-6Al-7Nb and Ti-6Al-4V, respectively.

3.4 as-HIP'ed 材および化学熱処理を施した Ti-6Al-7Nb 鈳造合金および Ti-6Al-4V 鈳造合金の疲労き裂発生および進展特性

3.4.1 as-HIP'ed 材の疲労き裂発生および進展特性

Fig. 10 および Fig. 11 に、Ti-6Al-7Nb 鈳造合金および Ti-6Al-4V 鈳造合金の as-HIP'ed 材における疲労き裂発生および進展状況ならびに疲労寿命に対する疲労き裂長さの関係を示す。両鈳造合金の as-HIP'ed 材の疲労き裂は、旧 β 粒内のコロニーにおいて、ラス状 α 相の成長方向に対して垂直に発生したすべり帯を起点に発生および進展する傾向を示している。また、繰返し数の増加に伴い、その疲労き裂は明瞭化する。この場合、コロニーまで明瞭化した比較的最長

い疲労き裂は、その成長を旧 β 粒界あるいはコロニー粒界にて抑制される。しかし、その疲労き裂が一端各粒界を通過した場合、急速に進展した後、再び粒界にて停滞する傾向を示している。両鈳造合金の全疲労寿命に対する微小疲労き裂発生および進展寿命(疲労き裂長さ: $2a \leq 100 \mu\text{m}$)¹³⁾は、ほぼ同様の値(疲労寿命比(N/N_f): 約 40%)を示している。これは、針状 α 組織を有する Ti-6Al-7Nb 合金および Ti-6Al-4V ELI 合金¹³⁾の加工材の場合とほぼ同様の値である。また、加工材においても、疲労き裂進展が旧 β 粒界あるいはコロニー粒界にて停滞することが報告¹³⁾されており、粗大な旧 β 粒およびコロニーを有するミクロ組織の場合では、旧 β 粒あるいはコロニー内において、長い疲労き裂停滞寿命(疲労き裂長さ: $2a \geq 100 \mu\text{m}$)が比較的最長になると考えられる。

3.4.2 THP 材における疲労き裂発生および進展特性

Fig. 12 および Fig. 13 に、Ti-6Al-7Nb 鈳造合金および Ti-6Al-4V 鈳造合金の THP 材における疲労き裂発生および進展状況ならびに疲労寿命に対する疲労き裂長さの関係を示す。両鈳造合金の THP 材では、疲労初期において、試験片表面にラス状 α 相の長さ程度のすべり(約 $20 \mu\text{m}$)が発生する傾向を示しており、そこを起点として多数の微小疲労き裂が発生する。これは、as-HIP'ed 材の疲労初期において比較的最長すべりが発生した場合と同様に、一般的なすべりの非可逆的な運動によって生じる突き出しおよび入り込みに起因すると考えられ、その凹凸部にて疲労き裂が発生すると考えられる。両鈳造合金の疲労き裂発生サイトは、 α 相内のみならず、主に α 相と α 相との界面あるいは比較的最長のラス状 α 相近傍にて発生していた。したがって、両鈳造合金の THP 材の試験片表面に発生する疲労き裂は、比較的最長のラス状 α 相およびその周囲に隣接する微細 α 相境界付近から発生すると考えられ、as-HIP'ed 材の場合と異

Fig. 12 Changes of specimen surface in HIP'ed cast Ti-6Al-7Nb and Ti-6Al-4V conducted with THP. Maximum cyclic stresses are 800 MPa and 900 MPa for Ti-6Al-7Nb and Ti-6Al-4V, respectively. N is the number of cycles.

Fig. 13 Surface crack length in HIP'ed cast Ti-6Al-7Nb and Ti-6Al-4V conducted with THP as a function of N/N_f where N_f and N are the number of cycles to failure and the number of cycles, respectively. Maximum cyclic stresses are 800 MPa and 900 MPa for Ti-6Al-7Nb and Ti-6Al-4V, respectively.

なる傾向を示す。

両鋳造合金の THP 材の疲労き裂は、疲労開始から疲労後期においてサイクル数の増加に伴う顕著な進展を示さず、疲労破断サイクル近傍において急激なき裂進展を示す (Fig. 13)。両鋳造合金の THP 材の全疲労寿命に対する微小疲労き裂発生および進展寿命は、それぞれ全疲労寿命の約 80% であるのに対して、両鋳造合金の as-HIP'ed 材のそれは、約 40% を示し、両鋳造合金に THP を施すことで、その寿命は 2 倍程度増大する傾向にある。この傾向は、等軸 α 組織および針状 α 組織を有する Ti-6Al-7Nb 合金および Ti-6Al-4V ELI 合金の加工材のそれとほぼ同様である¹³⁾。しかし、両加工材では、試験片表面に発生する疲労き裂が数個であり、各疲労き裂がサイクル数の増加に伴い進展するのに対

して、両鋳造合金の THP 材では、それぞれ 80~90 個と、比較的多数の疲労き裂が発生し、その後各疲労き裂は 50~400 μm 程度まで進展する傾向であった。等軸 α 組織を有する Ti-6Al-7Nb および Ti-6Al-4V ELI 合金の加工材では、 α 相と $\alpha+\beta$ 相域とからなるミクロ組織がより均一であるため、局所的な応力集中を示さず、その疲労き裂発生抵抗は高いと考えられる。しかし、主き裂となる疲労き裂が発生し、初析 α 相 5 個程度進展した後では、その疲労き裂は、比較的速いき裂進展を示す¹³⁾。これに対して、両鋳造合金の THP 材では、化学熱処理によって微細化した α 相とそれほど微細化されていない α 相との界面において、疲労き裂が多数発生する傾向を示したと考えられる。また、その疲労き裂は、比較的遅いき裂進展を示す。しかし、ほとんどの疲労き裂は停滞し、その後主き裂となる疲労き裂のみが急速に進展する。疲労き裂の停滞箇所は、化学熱処理によって消滅させることができなかった旧 β 粒界およびラス状 α 相あるいはより均一で微細となることで粒界がき裂進展の障壁となる α 相領域と考えられる。THP 材では、ラス状 α 相の微細化によって α 相が β 相マトリックスの主に粒界に散在し、 α 相の粒界が多くなることおよび疲労き裂が進展する場合、疲労き裂先端におけるひずみの集中が分散されるために微小疲労き裂進展が抑制されることが考えられる。THP 材における疲労き裂は、試験片表面のラス状 α 相近傍において発生し、疲労中期において上述した各障壁にて停滞し、これら各箇所での進展が抑制されない疲労き裂が、疲労損傷の蓄積した疲労後期に優先的に主き裂となると考えられる。しかし、比較的長い疲労き裂が、隣接する疲労き裂と合体して進展する傾向を示す場合も観察された (Fig. 14)。

Fig. 15 に Ti-6Al-7Nb 鋳造合金および Ti-6Al-4V 鋳造合金の as-HIP'ed 材および THP 材で見られる疲労き裂進展を模式的に示す。THP 材の疲労き裂進展は、as-HIP'ed 材

Fig. 14 Surface crack length in HIP'ed cast Ti-6Al-7Nb conducted with THP as a function of N/N_f where N_f and N are the number of cycles to failure and the number of cycles, respectively. Maximum cyclic stress is 800 MPa.

Fig. 15 Schematic drawings of surface crack propagation behaviors of (a) as-HIP'ed cast Ti-6Al-4V and Ti-6Al-7Nb, and HIP'ed cast Ti-6Al-4V and Ti-6Al-7Nb conducted with (b) and (c) THP.

(Fig. 15(a))のそれと比較して、著しく異なる疲労き裂進展を示す。そのため、本研究ではそれらの疲労き裂進展を、それぞれ疲労き裂がラス状 α 相などによる障壁で停滞せずに進展する Single-crack 型 (Fig. 15(b)) および比較的長い疲労き裂が合体して進展していく Multi-crack 型 (Fig. 15(c)) を定義する。本研究では、両鋳造合金の THP 材における進展挙動は主に Single-crack 型および Multi-crack 型であり、Fig. 14 のように疲労寿命初期からき裂が段階的に進展し最終破断に至る場合は観察されなかった。

THP 材における疲労寿命の向上は、 α 相の微細化による疲労き裂成長挙動の変化に起因すると考えられる。微小疲労き裂発生が、疲労の極初期段階で粗大ラス状 α およびコロニー内で比較的長いすべりを起点として生じ明瞭化する as-HIP'ed 材に対して、THP 材ではラス状 α 相の微細化によりコロニーおよび旧 β 粒界が不明瞭化することで、長いすべりの発生への抵抗が向上し、微小疲労き裂進展抵抗が高まると考えられる。この結果、THP を施すことによるラス状 α 相の微細化は、繰返し応力下での有効すべり長さを減少させ、すべりを均一化させる効果があり、疲労強度の改善に有効であると考えられる。

3.4.3 THPH 材における疲労き裂発生および進展特性

Fig. 16 に、Ti-6Al-7Nb 鋳造合金および Ti-6Al-4V 鋳造

Fig. 16 Surface crack length in HIP'ed cast Ti-6Al-7Nb and Ti-6Al-4V conducted with THPH as a function of N/N_f where N_f and N are the number of cycles to failure and the number of cycles, respectively. Maximum cyclic stresses are 800 MPa and 850 MPa for Ti-6Al-7Nb and Ti-6Al-4V, respectively.

合金の THPH 材における疲労寿命に対する疲労き裂長さの関係を示す。両鋳造合金の THPH 材の疲労寿命に対する疲労き裂長さの関係は、THP 材の場合とほぼ同様な傾向を示している。また、両鋳造合金の THPH 材の疲労き裂進展は、主に Single-crack 型であった。両鋳造合金の全疲労寿命に対する微小疲労き裂発生および進展寿命は、それぞれ約 90% で、両鋳造合金の THP 材のそれと同様に大きい値となっている。THPH 材の微小疲労き裂進展では、疲労寿命後期 (全疲労寿命の 90% 程度) にてき裂進展が THP 材のそれと比較して、若干早くなる傾向となっている。これは、後熱処理を施すことで THP 材よりミクロ組織が若干粗大化し、繰返し応力下での有効すべり長さが増したためと考えられる。また、両鋳造合金の THPH 材の疲労き裂発生サイトは、THP 材のそれとほぼ同様な傾向であった。

また、Ti-6Al-7Nb 鋳造合金および Ti-6Al-4V 鋳造合金の THPH 材における試験片表面でも疲労き裂が多数観察され、80~100 個と、比較的多くの疲労き裂が発生する傾向にあった。この疲労き裂は、サイクル数の増加とともに若干の進展を示すが THP 材と同様に、化学熱処理によって消滅させることができなかった旧 β 粒界およびラス状 α 相あるいはより均一で微細となることで粒界がき裂進展の障壁となる α 相領域で停滞する傾向を示した。

4. 結 言

Ti-6Al-7Nb および Ti-6Al-4V 鋳造合金に良好な強度・延性バランスを示すとされる化学熱処理を施し、疲労試験およびレプリカ法を用いた疲労き裂発生および進展特性のその場観察を行った。その結果、以下の結論を得た。

(1) 化学熱処理を施した Ti-6Al-7Nb および Ti-6Al-4V 鋳造合金の疲労限は、両鋳造合金の as-HIP'ed 材のそれと比較して、約 40% 向上する。

(2) 化学熱処理を施した Ti-6Al-7Nb および Ti-6Al-4V

鑄造合金の微小疲労き裂発生および進展抵抗は、両鑄造合金の as-HIP'ed 材のそれと比較して著しく向上する。これは、組織の微細化に伴い、繰り返し応力下での有効すべり長さが減少し、すべりが均一化するためと考えられる。

(3) 化学熱処理を施した Ti-6Al-7Nb および Ti-6Al-4V 鑄造合金の疲労き裂進展は、両鑄造合金の as-Hip'ed 材のそれらと比べ大きく異なり、疲労き裂がラス状 α 相などによる障壁で停滞せずに進展する Single-crack 型および疲労後期(全疲労寿命の 90%程度)にて疲労き裂が合体して進展していく Multi-crack 型を示す。

(4) 化学熱処理を施した Ti-6Al-7Nb および Ti-6Al-4V 鑄造合金の疲労き裂発生および微小疲労き裂進展寿命 ($2a \leq 100 \mu\text{m}$ 以下)は、全寿命の約 80~90%であり、as-HIP'ed 材の約 40%より 2 倍程度長い。

最後に実験試料の提供および組成分析等、本研究の遂行にご協力くださいました大同特殊鋼㈱に深謝致します。また本研究の一部は、文部科学省科学研究費平成 12 年度若手奨励研究の援助を受けて遂行されたこと記し、併せて感謝申し上げます。

文 献

- 1) ASTM F-1295: Standard Specification for Wrought Titanium-6 Aluminum-7 Niobium Alloy for Surgical Implant Applications, (Annual Book of ASTM Standards, ASTM, Philadelphia, 1997).
- 2) Y. Okazaki, K. Kyo, Y. Ito, E. Nishimura and T. Tateishi: *Materia Japan* **36**(1997) 1092-1099.
- 3) H. Hamanaka and T. Tsuchia: *Feramu Japan* **2**(1997) 30-35.
- 4) O. N. Senkov, J. J. Jonas and F. H. Fores: *JOM* (1996) 42-47.
- 5) W. L. Kerr: *Metall. Mater. Trans. A* **16A**(1985) 1077-1087.
- 6) H. Yoshimura, Y. Fujii, S. Wada, A. Murakami and K. Kimura: *J. Japan Inst. Metals* **61**(1997) 83-89.
- 7) H. Yoshimura: *Materia Jpn.* **34**(1995) 141-145.
- 8) T. Akahori, M. Niinomi, R. Isohama and A. Suzuki: *J. Japan Inst. Metals* **64**(2000) 895-902.
- 9) ASTM E8: *Standard Test Method of Tension Testing of Metallic Materials*, (Annual Book of ASTM Standards, Philadelphia, ASTM, 1997).
- 10) T. Akahori, M. Niinomi and A. Suzuki: *Metall. Mater. Trans. A* **33A**(2002) 503-510.
- 11) T. Akahori, M. Niinomi, K. Fukunaga and I. Inagaki: *Metall. Mater. Trans. A* **31A**(2000) 1949-1958.
- 12) M. Okazaki, T. Suganuma, Y. Mutoh and K. Minakawa: *J. J. I. L. M* **42**(1992) 627-632.
- 13) T. Akahori, M. Niinomi and A. Ozeki: *J. Japan Inst. Metals* **62**(1998) 952-960.