一方向凝固 Al-Li 合金を用いた高温高サイクル疲労 における第 1 段階き裂進展挙動の観察†

岡崎 正和* 山平 茂樹** 小島 陽***

Observation of First Stage High-Cycle Fatigue Crack Growth Behavior Using Directionally-Solidified Al-Li Alloy at High Temperature

by

Masakazu OKAZAKI*, Shigeki YAMAHIRA** and You KOJIMA***

High-cycle fatigue tests were carried out using directionally-solidified Al-Li alloy at 453 K, and the first stage fatigue crack growth behavior was investigated by employing an elaborate replication technique. It was shown that the directionally-solidified alloy predominantly revealed the typical stage I fatigue fracture; that is, the fracture occurred on the crystallographic $\{111\}$ slip planes and preferentially in $\langle 10\bar{1} \rangle$ directions, which are the most important slip system in f.c.c. materials. It was also found that the rate of the stage I crack growth, whose crack tip was far apart enough from neighbouring grain boundaries, proportionally increased with crack length, and that it rapidly decreased as the crack tip approached to neighbouring grain boundaries. Such a stage I crack growth behavior was compared with Tanaka model, which was proposed based on the phenomenon that the crack tip plastic deformation at small crack tip was blocked by neighbouring grain boundaries. The stage I crack growth behavior not only far apart from but also near grain boundaries obtained in this work could be successfully evaluated by Tanaka model. The above results suggested that the crack tip sliding displacement played an important role in the stage I crack growth.

Key words: Directionally-solidified Al-Li alloy, First stage fatigue crack growth, High temperature, Tanaka model, $\{111\}$ $\langle 10\bar{1} \rangle$ slip system, Grain boundary

1 緒 言

Al-Li 系合金は高強度・低密度という特徴を有しており、しかも、Ni 基超合金における γ' と同様な Li₂ 構造を持つ δ (Al₃Li) が析出し、引張強度の異常温度依存性を示すことから、室温における構造材料としてのみならず、耐熱アルミニウム合金としても注目され、現在、世界的に開発が行なわれている。^{1)~3)} また、Al 合金と Ni 基超合金における破壊機構の類似性は従来から指摘されており、^{4),5)} Al 合金を用いて高温における疲労破壊挙動を調べることは、間接的ではあるが、Ni 基超合金の疲労破壊挙動を知る上で貴重な情報を提供するものと思われる。一方、近年、微小疲労き裂の進展に関する研究の重要性が注目されており、その評価方法が大きな問題としてクローズアップされているが、微小き裂の進展には結晶学的なすべりや結晶粒界等の金属学的な因子と力学的因子が複雑に絡み合っていることから、多くの未解決な問題が残されている。^{6),7)} このような微小き裂進展を調査するためには、結晶学的に

整っており、しかも結晶粒が大きい一方向凝固材は、極めて適した材料と考えられる。以上のことから、一方向凝固した Al-Li 系合金の高温疲労破壊特性と微小き裂進展について調べることは、(1) Al-Li 系合金の耐熱合金としての可能性の追求、(2) 破壊挙動が類似した Ni 基超合金（一方向凝固、あるいは単結晶材）の破壊挙動の間接的解明、(3) 微小疲労き裂進展の定量的解明と一般構造材料への適用の検討、の点から工学的かつ工業的に重要な情報を提供するものと期待される。

そこで、本研究では、Al-Li 合金の多結晶押出材から一方向凝固 Al-Li 合金を作成し、それを用いて高温高サイクル疲労強度を調べるとともに、第 1 段階疲労き裂の進展挙動を詳細に調査し、微小疲労き裂と結晶粒界との関係についても検討した。

2 実験方法

供試材は Al-Li 合金の多結晶押出材からアルゴン雰囲気中で Birdgeman 法により作成した一方向凝固

† 原稿受理 平成元年 7 月 20 日 Received July 20, 1989

* 正会員 長岡技術科学大学機械系 長岡市上富岡町, Nagaoka University of Technology, Kamitomioka-cho, Nagaoka

** 学生会員 長岡技術科学大学大学院 長岡市上富岡町, Graduate Student, Nagaoka University of Technology, Kamitomioka-cho, Nagaoka

*** 長岡技術科学大学機械系 長岡市上富岡町, Nagaoka University of Technology, Kamitomioka-cho, Nagaoka

Table I. Chemical compositions (wt. %) and heat treatment of the material tested.

Chemical compositions (wt. %);

Si	Fe	Cu	Mg	Zr	Li	Al
0.03	0.09	1.01	1.12	0.11	2.90	bal.

Heat treatment:
823 K×10 hr. W. C. 473 K×24 hr. A. C.

Fig. 1. Macroscopic metallograph of the DS material.

Al-Li 合金 (DS 材と略記する) である。なお、参照データを得るため、一部の実験には多結晶押出材 (SA 材と略記する) も実験に供した。供試材の化学成分および熱処理条件を Table I に、DS、SA 両材の室温 (および温度 453K) における機械的性質を Table II に、DS 材の結晶成長方向 (<001> 方向) と平行な断面における金属組織を Fig. 1 に示す。Fig. 1 より、DS 材においては、結晶成長方向 (Fig. 1 参照) と垂直な方向には結晶粒界は存在せず、良好な一方向凝固組織となっていることがわかる。なお、DS 材の結晶成長方向と垂直な断面における結晶粒径は、0.2 mm から 2.0 mm と種々であるが、平均粒径は約 1.0 mm であった。一方、SA 材の平均結晶粒径は約 10 μm であった。これらの材料を、Fig. 2 に示すような形状に機械加工し実験に供した。なお、試験片軸 (負荷) 方向は結晶の成長方向、すなわち、<001> 方向である。

高温高サイクル疲労試験は、電気・油圧サーボ疲労試験機を用いて、繰返し速度 10 Hz、温度 453K、大気中で R 比 -1 の引張・圧縮の荷重制御のもとで行なった。なお、試験片の加熱には電気抵抗炉を用い、試験片標点間の温度分布は 2 K 以内である。微小表面き裂の進展挙動は、応力振幅 95 MPa のもとで、

Fig. 2. Geometry of the specimen used (Dimensions in mm).

所定の繰返し数ごとに試験片表面をアセチルセルロースフィルムに転写し、光学顕微鏡および走査型電子顕微鏡を用いて測定・調査した。

3 実験結果

3・1 疲労強度特性および破面観察結果

Fig. 3 に温度 453K における DS 材の $S-N$ 曲線を示す。なお、参考のため、SA 材について得られた室温および 453K における結果も示してある。図より、DS 材においても通常が多結晶材と同様な $S-N$ 曲線を示すこと、また、DS 材に比べ SA 材の方が疲労強度が高いことがわかる。また、SA 材においては、室温より高温の方が高い疲労強度を示しており、高温材料としてのこの材料の将来が期待される。なお、上述のような SA 材の疲労強度の温度依存性については、現在検討中である。

破壊した DS 材のマクロ写真の代表例を Fig. 4 (a) に示す。図中の | を記した領域はき裂発生領域を表わしている。図より、DS 材は負荷方向と垂直な面に対して比較的大きな角度をなして破壊しており、破壊機構は Mode I 支配型ではないことがわかる。観察の結

Fig. 3. $S-N$ curves of the DS and SA materials.

Table II. Mechanical properties of the DS and SA materials.

Material	Test temp. (K)	Proof stress $\sigma_{0.2}$ (MPa)	Tensile strength σ_b (MPa)	Elongation δ (%)	Vickers hardness
SA	R. T.	531.1	572.6	2.8	147
	453	503.3	546.7	4.7	—
DS	R. T.	158.3	218.5	9.1	143
	453	150.9	205.7	12.3	—

(a) Macroscopic photograph of the failed specimen.
(b) River patterns on the ruptured surface.
(c) Etch pits on the ruptured surface.

Fig. 4. Macroscopic photograph of the failed DS specimen.

果, これらの面は負荷方向に対して約 $30 \sim 40^\circ$ の角度をなしていた. また, これらの破面上には, 明瞭なりバーパターンが観察される (Fig. 4 (b)). なお, 疲労破壊に特徴的なストライエーションは全く観察されなかった. これらのことから, DS 材においては結晶学的なすべり面が疲労破壊に大きな影響を及ぼしたことが推定される. そこで破面上にエッチピットを現出させることにより (腐食液: H_2O 50 cc, HNO_3 50 cc, HCl 30 cc, HF 2 cc, $\{100\}$ 面を優先腐食する⁸⁾) 結晶学的な破面の同定を行った. 結果を Fig. 4 (c) に示す. Fig. 4 (c) において, 三角形のエッチピットが観察され, したがって破面は fcc 金属のすべり面である $\{111\}$ 面から構成されていることがわかる. また, Fig. 4 (b) に示したようなりバーパターンの稜線の方向は概略的なき裂進展方向に対応していると考えられるが, Fig. 4 (c) における稜線 (図中において中央を白く貫く線) の方向とエッチピットの方の比較から, き裂は fcc 金属のすべり方向である $\langle 10\bar{1} \rangle$ 方向に伝ばしたと言える (三角形エッチピットの各辺に沿った方向は,

$\langle 10\bar{1} \rangle$ 方向に対応する). 以上のことから, 本研究に供した DS 材の破壊は典型的な第1段階疲労破壊の様相を呈していると言えよう. また, 以上のような破壊形態は, 従来から報告されている Ni 基超合金単結晶材あるいは一方凝固材のそれらと⁹⁾きわめて類似している.

一方, SA 材の場合, 結果は省略するが, マクロ的には負荷方向とほぼ垂直な面で破壊し, ミクロ的には, き裂が短い場合には結晶学的なすべりの影響を強く受けたと考えられる擬へき開破面が, き裂が長くなった領域では粒界破面が支配的となっていた.¹⁰⁾

3・2 DS 材における微小疲労き裂の進展

応力振幅 95 MPa の条件下において何本かの試験片により得られた代表的な繰返し数 N の段階における DS 材のき裂進展の様子を Fig. 5, 6 に示す. これらの図中の G. B. は結晶粒界を表している. これらの図に示すように, 本研究に供した DS 材においてはつぎのような2つの代表的なき裂発生・進展のタイプが観察された. すなわち,

Fig. 5. Small fatigue crack growth behavior with loading cycle in the DS material.

(1) Fig. 5(a)のように、試験片表面からみて、負荷方向と約 $30\sim 50^\circ$ 傾いた方向に発生・進展するタイプ。この場合のき裂の発生部には、観察したすべての場合において、Fig. 5(b)中の矢印で示すように、負荷方向と平行な粒界き裂をとまっていた。また、き裂先端には進展方向にろうそく状に長く伸びた塑性域が観察された (Fig. 5(c))。

(2) Fig. 6のように、結晶粒界に存在していた欠陥から発生・進展するタイプ。この場合のき裂は、試験片表面から見て、負荷方向と垂直な方向にき裂が進展しているように見えるが、3次元的には、試験片内部方向に比較的大きく傾いていた。

なお、本研究では、(1)のタイプが最も多く観察され、いずれのタイプに属するき裂の破面においても

Fig. 6. Small fatigue crack growth behavior with loading cycle in the DS material.

Fig. 4 (b) と同様なリバーパターンが観察された (Fig. 5 (d)).

Fig. 5, 6 において、繰返しにともなうき裂進展の様子に注目すると、いずれのタイプに属するき裂も比較的定常的に進展している。また、Fig. 6 より、き裂先端が結晶粒界に達した領域で、き裂進展が一時的に停止しており（繰返し数 N が増加しても、き裂先端の位置が変化していないことがこの現象に対応する）、結晶粒界は微小き裂進展の妨害になっていることがわかる。一方、Fig. 5(a) においては、き裂は結晶粒界から両側の結晶粒内へとほぼ対称的に伝ばしている。この場合、Fig. 5(d) に示したように、き裂が伝ばしている二つの結晶粒中の破面がほぼ同一平面にあることから、これらの結晶粒間の方位差は少ないことが推定される。このようなことは、隣接結晶粒間の方位差が小さい場合には、結晶粒界はき裂伝ばに対する妨害としての役割が小さいことを示唆している。

Fig. 5, 6 のような結果をもとにして得られたき裂進展速度 da/dN とき裂半長 a の関係を Fig. 7 ~ 10 に示す。なお、Fig. 7 および Fig. 10 中の Crack 5 の結果は、それぞれ、Fig. 6 および Fig. 5 に対応するも

Fig. 7. Relationship between the first stage fatigue crack growth rate and the half crack length in the DS material.

Fig. 8. Relationship between the first stage fatigue crack growth rate and the half crack length in the DS material.

Fig. 9. Relationship between the first stage fatigue crack growth rate and the half crack length in the DS material.

Fig. 10. Relationship between the first stage fatigue crack growth rate and the half crack length in the DS material.

のである。また、Fig. 4 に示したように、き裂は負荷方向と垂直な方向に対して比較的大きな角度をなして進展することから、これらの図中のき裂長さは、き裂に沿って測定した値であり、また、図中の横軸の ↓ (G.B.) は、き裂が隣接する結晶粒界に達し、一時的に停留したことを示している。Fig. 7 ~ 10 より、き裂先端が隣接する結晶粒界から十分離れた領域では、 da/dN は a にほぼ比例して増加していることがわかる。また、き裂先端が粒界近傍に近づくとき、大部分のき裂の da/dN は急速に減少することがわかる。本実験条件の場合、このような da/dN の減少は、隣接結晶粒界間の距離を $2d$ とした場合、 a/d が約 0.7~0.8 程度の領域から生じている。このような結晶粒界近傍で da/dN が低下する場合の挙動の詳細については次節で考察する。

4 考 察

田中らは⁷⁾、等方弾性体中の微小疲労き裂の進展に関し、き裂先端の塑性域が結晶粒界で阻止されるモデルを提案し、このモデルにより結晶粒界近傍における微小き裂進展を理論的に論じている。このモデルに従えば、Mode II 負荷を受けるき裂の先端のすべり変位量

幅 $\Delta CTSD$ は、き裂開口を無視した場合、つぎのように解析されている。

$$\frac{\Delta CTSD}{d} = \frac{2(2\tau_f)}{\pi^2 A} \frac{a}{d} \ln \left[\sec \left(\frac{\pi \cdot \Delta \tau}{2 \cdot 2\tau_f} \right) \right] \quad (a \leq a^*) \quad (1)$$

$$\begin{aligned} \frac{\Delta CTSD}{d} &= \frac{\Delta \tau}{\pi A d} \left[1 - \left(\frac{2 \cdot 2\tau_f}{\pi \cdot \Delta \tau} \right) \arccos \left(\frac{a}{d} \right) \right] \sqrt{d^2 - a^2} \\ &+ \frac{2 \cdot 2\tau_f}{\pi^2 A} \frac{a}{d} \ln \left(\frac{a}{d} \right) \quad (a^* < a \leq d) \quad (2) \end{aligned}$$

$$a^* \sec \left(\frac{\pi \cdot \Delta \tau}{2 \cdot 2\tau_f} \right) = d \quad (3)$$

$$A = G / [2\pi(1-\nu)]$$

上式中の $\Delta \tau$, τ_f , a^* , G , ν , $2d$ は、それぞれ、せん断応力幅、き裂が発生した結晶の降伏応力、き裂先端の塑性域が隣接する結晶粒界に達するときのき裂半長、せん断係数、ポアソン比、結晶粒径である。

第2段階疲労き裂進展に関する従来の研究から類推して、 da/dN は $\Delta CTSD$ と密接な関係を有すると考えられることから、式(1)~(3)により、結晶粒界近傍における微小き裂進展挙動が把握できると推定される。また、式(1)~(3)は、き裂先端にろうそく状に長く伸びた塑性域を想定した Bilby-Cottrell-Swinden モデルを応用して導かれたものであるが、本研究においても Bilby-Cottrell-Swinden モデルと同様な形状の塑性域が観察されることから (Fig. 5(c) 参照)、これらの式は本研究における微小き裂進展の検討に有効に適用できると考えられる。なお、厳密な意味では、本研究に供した DS 材においては弾性異方性が存在するため、等方弾性体を対象として解析されている式(1)~(3)は適用できないが、弾性コンプライアンスの面

からはアルミニウムは全般的に異方性が小さい材料であることから、本研究では簡単のため式(1)~(3)を用いて結晶粒界近傍における微小き裂の進展挙動を検討した。その際、 τ_f , $\Delta \tau$ は、3・1節で得られた破壊面とき裂の進展方向におけるシュミット因子を考慮し、以下のような値を用いた。

$$\Delta \tau = \Delta \sigma / \sqrt{6} \quad \tau_f = \sigma_f / \sqrt{6} \quad (4)$$

ここで、 σ_f は引張試験により得られた降伏応力 (Table II 参照。簡単のため、室温の値を用いた*) であり、 $\Delta \sigma$ は応力範囲である。また、 G , ν として、アルミニウム単結晶において、一般化したフックの法則

$$\epsilon_i = C_{ij} \sigma_j \quad (5)$$

中の弾性コンプライアンスから評価されるこれらの便宜的な値⁽¹²⁾、すなわち、^{*1}

$$G = 1/C_{44} \quad \nu = -C_{12}/C_{11} \quad (6)$$

$$C_{11} = 1.59 \times 10^{-5} \text{ MPa}^{-1}$$

$$C_{12} = -0.58 \times 10^{-5} \text{ MPa}^{-1}$$

$$C_{44} = 3.52 \times 10^{-5} \text{ MPa}^{-1}$$

を便宜的に使用した。

以上の値を式(3)に代入した結果、微小き裂の進展速度に結晶粒界の影響が生じ始めるき裂長さ、すなわち、式(3)から求まる a^*/d の値は、応力振幅が 95 MPa の場合、約 0.6 と評価された。この値は Fig. 7 ~ 10 において、き裂先端が隣接結晶粒界に近づき、その進展速度に結晶粒界の影響が生じ始める領域とある程度対応している。

式(1), (2)により計算されたき裂成長にともなう $\Delta CTSD$ の変化の様子、および結晶粒界近傍で da/dN が減少した場合のそれらの挙動を比較して Fig. 11 に示す。なお、横軸はき裂に沿って測定した隣接する結晶粒界間の半長 d を用いて無次元化したき裂長さ⁽¹¹⁾を表しており、このような横軸と次元を合わせるため、実測したき裂進展速度に対しては d で無次元化した値が示されている。Fig. 11 より、 da/dN と $\Delta CTSD$ の変化の挙動はきわめて類似していることがわかる。このことは、第2段階き裂の進展と同様、第1段階疲労き裂進展においても、き裂先端の変位がきわめて重要な役割を果たしていることを示している。また、結晶粒界近傍における両者の変化挙動に注目すると、結晶粒界近傍における da/dN の低下挙動は、理論的な $\Delta CTSD$ の低下挙動と極めて類似した傾

Fig. 11. Comparison between the experimentally obtained fatigue crack growth rate and $\Delta CTSD$ evaluated by Tanaka model.

*1 式(6)中の C_{11} , C_{12} , C_{44} の値は室温における値である。高温におけるこれらの値に関する情報は皆無であるため、本研究では便宜的にこれらの値を用いた。このような取扱いと歩調を合わせるため、 σ_f の値も室温の値を用いた。

Fig. 12. Relationship between the first stage fatigue crack growth rate and Mode II stress intensity factor range.

向を示しており、田中らのモデルは結晶粒界近傍における微小き裂の進展を表現可能な優れたモデルであると言える。Fig. 11の結果から、 da/dN と $\Delta CTSD$ の関係は

$$da/dN = C(\Delta CTSD) \quad (7)$$

$$C = 10^{-4} \sim 10^{-3}$$

となる。一方、従来までの研究を総合すれば、striationをとともう第2段階疲労き裂の進展においては、き裂先端の開口変位量 $\Delta CTOD$ と da/dN の関係は概略

$$da/dN = (0.01 \sim 0.1)\Delta CTOD \quad (8)$$

の範囲にある。式(7)の定数 C の値は式(8)のそれに比べ1~2けた小さく、これらの定数間の定量的相互関係については今後さらに検討が必要である。

ところで、第1段階のき裂進展においては、Mode II成分が重要な役割を果たしていると考えられることから、Fig. 7~10の結果を ΔK_{II} を用いて整理した結果をFig. 12に示す。なお、 ΔK_{II} は簡便的に $\Delta K_{II} = \Delta \tau / \sqrt{\pi a}$ ($\Delta \tau$:式(4))より評価した。また、Fig. 12中の斜線部は、本供試材とほぼ同等の化学成分を有するAl-Li多結晶材の巨視き裂進展について他の研究者によって報告されている da/dN と有効応力拡大係数範囲 ΔK_{eff} の関係を表している²⁾。本研究で得られた実験結果と斜線部の比較より、結晶粒界近傍におけるき裂進展速度の低下現象を除けば、第1段階におけるき裂進展速度が、Mode I 負荷下の巨視き裂進展曲線を延長した領域に位置していることは興味深い。また、斜線で示す進展曲線においてはき裂閉口が考慮されていることから、上述のことは、第1段階き裂の進展においては、き裂閉口のような複雑な挙動は大きく関与していないことを示唆しているように思われる。

5 結 言

一方凝固したAl-Li合金(DS材)を用いて、高温高サイクル疲労における第1段階き裂の進展挙動を

調査するとともに、微小疲労き裂と結晶粒界との関係についても検討した。

その結果以下のような結論を得た。

(1) DS材は負荷方向と垂直な面、すなわち、Mode I機構では破壊せず、その破壊には結晶学的なすべり面が重要な役割を果たす。これらの破壊面は、fcc金属のすべり面である $\{111\}$ 面であり、また、き裂の進展方向はfcc金属のすべり方向である $\langle 10\bar{1} \rangle$ 方向とはほぼ一致していた。したがって、本研究に供したDS材は典型的な第1段階疲労破壊の様相を呈していると言える。

(2) 第1段階疲労き裂の進展速度は、き裂先端が隣接する結晶粒界よりも十分離れている場合には、き裂長さとともにほぼ比例的に増加したが、それらのうちの大部分はき裂先端が結晶粒界に近づくにつれて急激に減少した。また、このような第1段階疲労き裂の進展挙動は、田中らのモデルにより良好に評価可能であり、したがって、き裂先端のすべり変位量幅 $\Delta CTSD$ がき裂進展過程に重要な役割を果たしていることが間接的に示された。

(3) (2)で示した第1段階疲労き裂の進展速度は、その結晶粒界近傍における低下現象を除外すれば、他の研究者によって報告されている多結晶材の巨視き裂に対する da/dN - ΔK_{eff} 曲線を外挿した領域に、ほぼ位置した。

本研究遂行の一部に対して昭和63年度文部省科学研究費総合研究(A)(大阪大学工学部 大路清嗣教授代表)の援助を受けた。また、本研究結果の検討に際し、京都大学工学部 田中啓介助教授には有益な御助言を賜った。記して謝意を表す。

(昭和63年12月16日 第26回高温強度シンポジウムにて講演)

参 考 文 献

- 1) 例えば、Proc. 3th Int. Al-Li Conf. (1986) London
- 2) R. O. Ritchie, K. T. Venkateswara Rao and W. Yu, Metall. Trans., **19-A**, 549 (1988).
- 3) K. Sadananda and K. V. Jata, Metall. Trans., **19-A**, 847 (1988).
- 4) 例えば、D. J. Duquette, M. Gell and T. W. Piteo, Metall. Trans. **1**, 3107 (1970).
- 5) 例えば、M. Nageswararao and V. Gerold, Metall. Trans., **7-A**, 1847 (1976).
- 6) 例えば、田中啓介, 材料, **33**, 961 (1984).
- 7) 田中啓介, 秋庭義明, 材料, **34**, 1301 (1985).
- 8) C. S. Barrett and T. B. Massalski, "Structure of Metals" (1966) McGraw-Hill
- 9) 例えば、M. Gell and G. P. Leverant, Acta Met., **16**, 553 (1968).
- 10) 岡崎正和, 山平茂樹, 小島 陽, 日本材料学会第26回高温強度シンポジウム前刷, 133 (1988).
- 11) 例えば、中村春夫, 小林英男, 中沢 一, 日本機械学会論文集, **45**, 392 (1979).
- 12) 例えば、J. F. Nye, "Physical Properties of Crystals", Chap. 8 (1957) Oxford Press