真空中および空気中におけるチタニウム材の 疲労変形挙動異方性[†]

菅 野 幹 男* 梅 津 憲 由** 佐 竹 忠 昭**

Anisotropy of Fatigue Deformation Behavior of Titanium in Vacuum and in Air

by

Mikio SUGANO*, Noriyoshi UMETSU** and Tadaaki SATAKE**

To study the fatigue behavior of the cold-rolled titanium plate (KS40) with the texture of the major orientation of (0001)[10 $\bar{1}0$] $\pm 30^\circ$, the plane bending fatigue tests have been carried out on the specimens (0.3 mm thick) cut out parallel (LT) and perpendicular (TL) to the rolling direction, respectively. The tests were conducted in vacuum (1.33×10^{-3} Pa) and in air at the resonant frequency of about 600 Hz for the second-order mode of oscillation. Comparison of the TL with the LT specimens showed that in air the anisotropy was discernible in S-N curves and fatigue crack growth behavior, but hardly in vacuum. In air, the TL specimen had fatigue strength and fatigue crack growth properties greater than the LT specimen and the fracture surfaces appeared more brittle in the TL specimen. It seemed that the character of fatigue behavior in air could be connected with the crystallographic conditions for deformation: the ease of slipping or twinning shear. In vacuum, the specimens raised temperature in themselves up to 45K above room temperature, when cyclically stressed at $\sigma = \pm 201$ MPa, and fractured in ductile modes. Common microstructure around fatigue cracks was characterized by cell structure both in vacuum and in air, although numerous twins were contained in the specimen prior to fatigue tests. The cells were developed more in vacuum than in air. The results obtained were discussed in connection with the plastic deformability enhanced by internal heating during fatigue testing from the crystallographic points of view.

Key words: Anisotropy of fatigue properties, Cold-rolled titanium, Plane bending fatigue test, Fatigue crack growth, Microstructure, Internal heating

1 緒 言

金属材料は、圧延加工や線引き等のような機械加工によって集合組織を形成する¹⁾。この集合組織が疲労特性に及ぼす効果については疲労強度異方性との観点から取り扱った研究が多数報告されているが、そのほとんどは fcc と bcc 金属に関するものである。チタニウムのような hcp 金属についての報告は少ないようである^{2), 3), 4), 5), 6), 7), 8)}。チタニウム材は、圧延加工によって (0001)[10 $\bar{1}0$] $\pm 30^\circ$ の強い圧延集合組織を形成するため⁹⁾、静的な機械的特性に強い異方性を示すことが知られている¹⁰⁾。

一方、真空疲労挙動については、Au を除く多くの金属材料の疲労特性が真空中で向上する結果が報告されている^{11), 12)}。顕微鏡観察からは、真空中ではすべりが均質になり、塑性変形領域が増大し、また、破面の様相も空気中と真空中とは異なること等が知られてい

る¹⁵⁾⁻¹⁷⁾。さらには、チタニウム材のバルク平滑試験片では空気中疲労過程で内部発熱が起り、試験片温度上昇が疲労特性に影響する^{18), 19)}。しかし、このような内部発熱現象は、変形が局在化する切欠材の場合はほとんど認められない¹⁸⁾。筆者らは、前報で²⁰⁾、焼なまし純チタニウム薄板切欠材の真空中における曲げ疲労変形挙動を調べた。その結果、 6.7×10^{-3} Pa では耐久限度 (196 MPa) 以下の応力振幅 150 MPa でも 20K を越える試験片の温度上昇が認められた。室温付近でのわずかな温度上昇がチタニウムのすべり変形の活性化に役立つことと関連づけて真空中の疲労き裂進展挙動を検討した²¹⁾。

本研究は、冷間圧延薄板切欠材の真空中と空気中で疲労変形挙動異方性を圧延組織との関係において調べた。破面およびき裂近傍の微視組織観察を行い、真空中ならびに空気中の微視的疲労変形機構を比較検討

[†] 原稿受理 平成3年2月5日 Received Feb. 5, 1991

* 正 会 員 山形大学工学部機械システム工学科 〒992 米沢市城南, Dept. of Mech. Syst. Eng., Yamagata Univ., Jonan, Yonezawa, 992

** 山形大学工学部機械システム工学科 〒992 米沢市城南, Dept. of Mech. Syst. Eng., Yamagata Univ., Jonan, Yonezawa, 992

した。

2 実験方法

供試材には工業用純チタニウム KS40 を用いた。その主な化学成分を Table I に示した。板厚 0.7 mm の素材板を単一方向に 0.35 mm まで冷間圧延した。圧延後の表面および各断面の光学顕微鏡組織を組写真として Fig. 1 に示した。材料には、圧延加工後も結晶粒形態を留めて残存している変形の少ない結晶粒が相当数含まれていることが分かる。圧延面に平行に作製した薄膜の TEM 観察結果を Fig. 2 に示した。図は冷間圧延材には多数の双晶が群をなして帯状に存在することを示している。方位解析結果から、これらの双晶は $\{1102\}$, $\{1121\}$, $\{1122\}$ の各双晶面と関係することが分かった。Fig. 3 に示す所定寸法の試験片を Fig. 4 のように長軸が圧延方向と平行 (LT 材) ならびに

Table I. Chemical composition of titanium (KS40) in wt. pct.

C	Fe	N	O	H	Ti
—	0.029	0.0024	0.050	0.0041	Bal.

Fig. 1. Optical photomicrograph showing microstructure corresponding to the three sides of specimen. R.D.: Rolling direction.

Fig. 2. TEM photomicrograph showing characteristic internal microstructure of unidirectionally cold-rolled titanium.

Fig. 3. Shape and dimensions of fatigue specimen (in mm).

Fig. 4. Schematic illustration showing how to prepare the TL and LT specimens from cold-rolled plates.

垂直 (TL 材) となるように 2 方向から採取した。切欠きの加工は放電加工機により行った。その後、試験片表面をエメリー紙 1000 番まで機械研磨した。さらに、加工変質層の除去および組織観察のため、メタノール、*n*-ブタノール、過塩素酸がそれぞれ 10 : 6 : 1 の体積比から成る混合液を電解液として 40 V (D.C.), 253K 以下の条件で電解研磨により表面層を溶去した。最終的な試験片の標準厚さは 0.3 mm である。LT, TL 材の引張試験片 (平行部寸法: 15×5×0.3 mm) について求めた静的強度特性を Table II に示した。0.2% 耐力、引張強さともに TL 材の方が LT 材よりも高い値である。

疲労試験は、真空中用ベルジャー内に設置した自製の電磁共振型繰返し曲げ試験装置を用いて定変位制御方式、応力比 $R = -1$ の条件で行った。本実験では 2 次振動モードを採用したが、共振周波数は約 600 Hz であった。き裂が試験片幅の 1/2 に到達した時の繰返

Table II. Tensile properties of the TL and LT specimens.

	Proof stress ($\sigma_{0.2}$) (MPa)	Tensile strength (MPa)
TL	575	661
LT	563	645

し数をもって疲労寿命とした。真空疲労試験は真空度 6.7×10^{-3} Pa で行った。

疲労き裂進展速度曲線の da/dN は、遊動顕微鏡で測定したき裂長さと繰返し数からセカント法に基づいて求めた。また、 ΔK 値は面外曲げに対する Erdogan²²⁾ の考えに基づく北川らの式 $\Delta K = 1.005 \sigma \sqrt{\pi a}$ (σ : 応力振幅, a : き裂長さ) により計算した。 ΔK_{th} は漸減法により求めた。

組織観察は、き裂周辺の表面変形様相を光学顕微鏡で、破面形態観察を SEM(X-560XMA: 日立製) で、また、内部組織観察を TEM (JEM-200A: JEOL) によりそれぞれ行った。TEM 観察用薄膜はジェット式電解研磨法により試験片側表面からだけの研磨を行い、できるだけき裂に近い領域の表面層から作製した。

極点図の測定には、RAD-II B とポールフィギュア測定装置 (理学電機製) を用いた。CuK α 線, 40 kV, 30 mA の管電圧と管電流の条件で Schultz 背面反射法に基づき走査範囲 $\alpha = 20 \sim 90^\circ$ で測定した。

3 結果および考察

3・1 S-N 曲線, 疲労き裂進展特性と圧延組織

真空中および空気中の疲労試験結果を Fig. 5 に示した。真空中では TL, LT 材間の差は非常に小さく、ほとんど誤差範囲内程度とみなされる。一方、空気中の場合は、両材間にかなり明瞭な差が認められ、TL 材の特性は LT 材に優っている。本実験の場合、TL 材の空気中の耐久限度 (166 MPa) は真空中の値 (167 MPa) とほとんど同じ値に得られたが、短寿命

Fig. 5. S-N curves for the TL and LT specimens tested in vacuum (top) and in air (bottom).

Fig. 6. Fatigue crack growth rate curves for the TL and LT specimens tested in vacuum and in air.

側の疲労特性は真空中が総じて空気中よりも優れた結果となっている。

Fig. 6 に疲労き裂進展速度曲線を示した。真空中の結果は実験点で表示し、空気中の結果は最小自乗法で求めた曲線で示した。 $da/dN = 10^{-11}$ m/cycle での ΔK_{th} は真空中で約 $15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ と得られるのに対して空気中では LT 材, TL 材ともに $5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 程度であり、真空中は空気中に比べて非常に高い ΔK_{th} を示す。また、最小自乗法で求めた LT 材と TL 材の曲線は、空気中では安定き裂成長領域の曲線の傾きに認められるように両材間に異方性が存在するのに対して、

Fig. 7. 0001 pole figure for unidirectionally cold-rolled titanium plate. RD: Rolling direction, TD: Transverse direction.

Fig. 8. Stereographic projection based on the major orientation component of the 0001 pole figure shown in Fig. 7. T : Twin plane, S. P. : Slip plane for slipping or shear plane for twinning shear, η : Shear direction, R. D. : Rolling direction, T. D. : Transverse direction, N. D. : Normal direction.

真空中では同一曲線となり材料に異方性は認められない。

圧延面から測定した 0001 極点図の結果を Fig. 7 に示した。基底面 (0001) が圧延軸 $[10\bar{1}0]$ 周りに $\pm 30^\circ$ 回転した $(0001)[10\bar{1}0] \pm 30^\circ$ を主方位とする発達した集合組織を示している。この結果は従来の報告と一致し、材料が圧延軸に関して結晶学的好対称をなすことを表している。この極点図の主方位成分に基づいてステレオ解析を行うと Fig. 8 のように得られる。図は実線と破線とで表示した 2 つの結晶方位群から構成されていることを示している。このことから、材料をそれぞれの方位群に属する 2 つの結晶粒からなる双結晶と等価に扱うことが可能と考えられる。これらの 2 つの結晶粒の方位は $\{\bar{1}2\bar{1}2\}$ 面を鏡面とする鏡映関係にあり、本材を $\{\bar{1}2\bar{1}2\}$ 面を双晶面とする互いに双晶関係の双結晶から構成されるとみなすことができる。この関係を図示したのが Fig. 9 である。図中の互いに垂直な 2 組の

Fig. 9. A sketch of bicrystal composed of two grains with $\{\bar{1}2\bar{1}2\}$ twin orientation. The arrow indicates stress axis corresponding to the LT and TL specimens respectively.

矢印は、それぞれ LT, TL 材の応力軸を表す。このような結晶方位関係をもとに、応力軸が圧延方向と平行 (LT 材) ならびに垂直 (TL 材) の場合についてすべり面と双晶変形のせん断面に対する Schmid factor をそれぞれ計算した。Table III は各系の最大値を表示したものである。LT 材、TL 材の各系ごとの値の比較により、LT 材は $\{\bar{1}100\}\langle\bar{1}\bar{1}20\rangle$ のすべり系に対する Schmid factor の値が高く、TL 材では $\{\bar{1}\bar{1}21\}$ 双晶に対する $\{\bar{1}100\}\langle\bar{1}\bar{1}26\rangle$ 系と $\{\bar{1}\bar{1}22\}$ 双晶に対する $\{\bar{1}100\}\langle\bar{1}\bar{1}23\rangle$ 系の双晶シアーに対して大きな Schmid factor 値を持つことが理解される。これらの系は互いに同じ結晶面 (主すべり面) をすべり面 (せん断面) としすべり方向 (せん断方向) が異なるだけの関係にあり、共面すべりと等価に考えることができる。各系に対する臨界せん断応力の値が不明であるため、Schmid factor 値の大小だけですべり変形が有利か双晶変形が有利かを一義的に決定することはできない。しかしながら、室温のすべり変形に関しては LT 材が TL 材より優位な方位関係にあるのに対して、双晶変形に関しては TL 材が LT 材よりも優位であると言える。これは LT 材と TL 材との支配的な変形機構が互いに異なる可能性を示唆しており、疲労特

Table III. Comparison of the Schmid factor ($\cos\phi\cos\lambda$) calculated for slipping and twinning shear between the TL and LT specimens.

	Slipping $\bar{1}\bar{1}00\langle\bar{1}\bar{1}20\rangle$	$\{\bar{1}\bar{1}21\}$ twinning $\bar{1}\bar{1}00\langle\bar{1}\bar{1}26\rangle$	$\{\bar{1}\bar{1}22\}$ twinning $\bar{1}\bar{1}00\langle\bar{1}\bar{1}23\rangle$	$\{\bar{1}\bar{1}02\}$ twinning $\bar{1}\bar{1}20\langle\bar{1}\bar{1}01\rangle$
TL	0.31	0.47	0.5	0.38
LT	0.43	0.21	0.31	0.38

Stress axis: $(\bar{2}\bar{1}12)$ plane normal for TL, $(0\bar{1}10)$ plane normal for LT.

Fig. 10. Optical photomicrographs showing appearances of the crack tip area of the cracks grown in air (a) and in vacuum (b), respectively. $\Delta K \approx 20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. The arrow indicates stress axis.

性の差異にも関連すると考えられる。空気中の結果に認められる異方性は、このような結晶学的因子に関連していると推察される。

他方、真空中での疲労試験では、焼なまし材の場合と同様、冷間圧延材にも試験中に試験片の温度上昇が認められた。本実験で使用した試験片は薄板切欠材であり、放熱可能な環境の下では内部発熱による試験片の温度上昇は起こりにくい形状である。応力振幅 201 MPa で疲労試験した場合、試験片の温度上昇は空気中では 3 K であるのに対して真空中では約 45 K であった。温度上昇の度合いは応力振幅に依存し、高振幅ほど試験片温度は高くなる。前報と同様、純チタニウム材の塑性変形に伴う²⁰⁾すべり面上の局所的な温度を理論計算すると、応力振幅 201 MPa に対して 318 K の温度上昇を生ずる結果を得る。計算値と実測値にかなりの差があるが、実測値の場合熱電対周辺の平均温度の測定であることを考慮すれば、すべり面上の局所的な温度は実測値より遙かに高いと推察される。最近、Bryant²⁶⁾らは、チタニウムの静的破壊の場合でも破面分離の瞬間には融点以上の温度になると報告した。一方、Levine²¹⁾の報告によれば、室温付近の 30 K の試験片温度の上昇はチタニウム材の基底面と柱面の臨界分解せん断応力を約 30% 減少させ、柱面すべりの活性化体積を急増させる。真空中で S-N 曲線に異方性が減少する結果は試験片温度上昇に伴う塑性変形能の増大と密接に関連し、TL、LT 材ともにすべり面上の変形が活性化されることによると思われる。

3・2 組織観察

空気中および真空中で試験した試験片のき裂周辺を光学顕微鏡で観察した様相を Fig. 10 に示した。 $\Delta K \approx 20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ の例である。TL、LT の両材ともき裂周辺の塑性変形領域は真空中の方が空気中と比較して広く、き裂の巨視的伝ば経路はより直線的である。これらの傾向は焼なまし材とも一致する。

Fig. 11 は安定き裂成長領域で $\Delta K/\Delta K_{th} \approx 1.5$ に相当する段階の破面を空気中と真空中について SEM 観察した結果である。空気中では、TL 材と LT 材とに顕著な差が認められる。TL 材は cleavage facets で特徴づけられるが、LT 材では不規則形状の小さな plateaus and valleys からなる aligned ridge structure

Fig. 11. SEM fractomicrographs showing appearances of fracture surfaces at $\Delta K/\Delta K_{th} \approx 1.5$ in the stable crack growth region of the da/dN - ΔK curve (Fig. 6).

Fig. 12. SEM fractomicrographs showing appearances of fracture surfaces at the ΔK_{th} value in air ($5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$). The arrow indicates a macroscopic crack growth direction.

が代表的破面形態である。真空中での破面形態は総体的に空気中よりも延性的である。TL 材の破面は凹凸の度合いが小さく、滑らかな、特徴の少ない形態を呈する。LT 材には ridge structure が観察されるが、やはり空気中に比べて滑らかな形態である。plateaus 上には striation-like marking が観察されることもある

Fig. 13. SEM fractomicrographs showing appearances of fracture surfaces at the ΔK_{th} value in vacuum ($15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$). The arrow indicates a macroscopic crack growth direction.

がそれほど明瞭ではない。真空中でのこれらの様相は、他の金属や合金について観察された結果と類似しており、本材の場合も真空中ですべり変形が活発に起こったことを示している。また、真空中の場合は TL 材と LT 材の破面間に特徴の差を見いだすことはより困難である。

つぎに、 ΔK_{th} 近傍の破面を表面層近くで SEM 観察し比較した。Fig. 12 は、空気中の結果である。TL 材は LT 材に比べて cleavage facets が明瞭に、数多く観察され、全体としてよりぜい性的な様相を呈している。両材の形態にかなりははっきりした相違が認められる。一方、真空中では、Fig. 13 に示す通り、TL 材、LT 材ともに dimple 状の形態が観察され、き裂進展時に局所的にはかなりの温度上昇があったことを示唆している²⁶⁾。空気中と真空中の結果の比較では、真空中が遙かに延性的破面形態である。Fig. 6 のき裂進展特性の結果に認められた差はこのような破面形態の相違と大いに関係していると解釈される。

Fig. 14. TEM photomicrographs showing common microstructure in the close vicinity of a growing crack in the TL specimen in air (a) and in vacuum (b), respectively. The arrow in the inset indicates the site for TEM observation.

Fig. 14 (a), (b) には TL 材のき裂周辺の内部組織を TEM 観察した結果を示した。各図右上に挿入した光学顕微鏡写真に TEM 観察場所を ↓印で示した。空气中, 真空中ともにき裂近傍にはセル組織が観察され, Fig. 2 で認められた多数の双晶群はもはや認められない。き裂近傍にわずかに認められる双晶はいずれも単独で存在する。この様相は LT 材でも類似していた。空气中との比較において, 真空中のセル組織はセル境界幅が狭く, セル内の転位密度が低い。また, 隣接セル間に方位差によるコントラスト差が認められる場所も観察される。それゆえ, 真空中ではき裂周辺の組織回復がより進行し, 空气中よりも発達したセル形成段階にあると理解される。これらは前述の塑性域増大や延性的破面形態とともに真空中で試験片温度が上昇することと密接に関連していると考えられる。

4 結 言

- (1) 真空中で疲労試験した冷間圧延材の S-N 曲線には試験片採取方向による疲労強度異方性はあまり顕著でない。一方, 空气中では TL 材の方が LT 材よりも優れた疲労特性を示し, 異方性が存在する。
- (2) 真空中のき裂進展速度曲線に異方性は認められず, ΔK_{th} は空气中に比べて非常に高い値を示す。
- (3) 真空中で疲労試験した試験片のき裂近傍の変形領域は空气中に比べて広い。
- (4) 真空中の疲労破面は, 滑らかであり特徴のない延性的形態を示し, TL, LT 材ともに類似した様相を呈する。それに対して, 空气中では TL 材が LT 材よりもぜい性的な破面形態を示し, 両材間に差異が認められた。 ΔK_{th} 近傍でも真空中の疲労破面は空气中に比べてより延性的である。
- (5) き裂周辺の代表的な内部組織は真空中も, 空气中もともにセル組織である。真空中の場合は, セル組織がより明瞭になり, 空气中よりも発達した段階にある。
- (6) 真空中では, 疲労試験中に試験片の温度上昇が起こる。この温度上昇が真空中の疲労変形挙動の特徴に密接に関係すると考えられる。

最後に, 本研究を遂行するにあたり, 材料を提供下さった(株)神戸製鋼所に深甚の謝意を表します。また, 極点図測定に便宜をはかって下さった山形県工業技術センターに感謝します。

(平成 2 年 11 月 15 日 第 20 回疲労シンポジウムにて講演)

参 考 文 献

- 1) C. S. Barrett and T. B. Massalski, "Structure of Metals",

- p. 541 (1966) McGraw-Hill, New York
- 2) M. A. Burke and G. J. Davies, "Strength of Metals and Alloys", Vol. II, p. 1181 (1979).
- 3) B. J. Duggan and W. T. Hui, "FATIGUE 84", Vol. I, p. 135 (1984) EMAS, London
- 4) 佐賀二郎, 林 真琴, 材料, **25**, 83 (1976).
- 5) I. Le May and K. D. Nair, Trans. ASME, **D92**, 115 (1970).
- 6) M. Uemura, A. Yoshida, H. Kawabe and T. Yamada, "Mechanical Behavior of Materials", Vol. II, p. 38 (1972) JSMS, Kyoto
- 7) A. W. Bowen, Acta metall., **23**, 1401 (1975).
- 8) M. Sugano and T. Satake, "FATIGUE 90", Vol. I, p. 185 (1990) MCE Pub., Birmingham
- 9) D. N. Williams and D. S. Eppelsheimer, J. Inst. Met., **81**, 553 (1952-53).
- 10) R. E. Reed-Hill, "The Inhomogeneity of Plastic Deformation", p. 285 (1973) ASM, Ohio
- 11) N. J. Wadsworth and J. Hutchings, Phil. Mag., **3**, 1154 (1958).
- 12) N. J. Wadsworth, "Internal Stresses and Fatigue in Metals", ed. by G. M. Rassweiler and W. L. Grube, p. 382 (1959) Elsevier, Amsterdam
- 13) A. I. Alekseev, Int. J. Fatigue, **3**, 129 (1981).
- 14) N. Ranganathan and J. Petit, ASTM STP 811, 464 (1983).
- 15) R. M. N. Pelloux, "FRACTURE 1969" ed. by P. L. Pratt, p. 731 (1969) Chapman & Hall, London
- 16) R. J. H. Wanhill, Metall. Trans. A, **6A**, 1587 (1975).
- 17) J. Lankford and D. L. Davidson, Acta metall., **31**, 1273 (1983).
- 18) 竹内勝治, 軽金属, **19**, 90 (1956).
- 19) J. P. Romualdi and E. D'Applonia, Proc. ASTM, **59**, 723 (1959).
- 20) M. Sugano, S. Kanno and T. Satake, Acta metall., **37**, 1811 (1989).
- 21) E. D. Levine, Trans. AIME, **236**, 1558 (1966).
- 22) F. Erdogan and R. Roberts, Proc. 1st. Int. Conf. Frac., Sendai, Vol. 1, 341 (1966).
- 23) 北川英夫, 松本年男, 日本機械学会論文集, **43**, 2421 (1977).
- 24) P. G. Partridge, Metall. Rev., No. 118, 169 (1967).
- 25) A. M. Freudenthal and J. H. Weiner, J. Appl. Phys., **27**, 44 (1956).
- 26) J. D. Bryant, D. D. Makel and H. G. F. Wilsdorf, Mater. Sci. Engng., **77**, 85 (1986).
- 27) D. L. Ritter and R. P. Wei, Metall. Trans., **2**, 3229 (1971).