Ti-6Al-4V 合金の機械的性質に及ぼす大気中 ($\alpha+\beta$)STA 処理および表面仕上げの影響†

浅 見 克 敏* 弘 永 昌 幸**

The Influence of ($\alpha+\beta$)STA and Surface Finishing on Mechanical Properties of Ti-6Al-4V Alloy

by

Katsutoshi ASAMI* and Masayuki HIRONAGA**

When Ti-6Al-4V alloy was solution-treated and aged (STA) in air, the oxygen contaminated layer which consisted of an embrittle layer and a hardened layer was formed below the TiO_2 scale. The influence of the oxygen contaminated layer was studied on the mechanical properties (static tensile properties and fatigue strength). Except the 0.2% proof stress and tensile strength, the static tensile properties and fatigue strength were degraded by the embrittle layer. On the other hand, the hardened layer hardly influenced on the mechanical properties.

Furthermore, the influences of mechanical polishing and electropolish were discussed on the fatigue strength of annealed and STA materials. As a result, it was found that the mechanical polishing was effective to the improvement of the fatigue strength of annealed material.

Key words : Ti-6Al-4V alloy, Solution-treatment and aging, Oxygen contaminated layer, Surface layer, Tensile properties, Fatigue Strength, Surface finishing

1 緒 言

近年、機械や構造物の軽量化等に対処する構造用材料として、Ti 合金が注目されている。中でも Ti-6Al-4V 合金は加工性及び溶接性に優れ、かつ機械的性質のバランスがとれているため最も広く用いられている。この合金は 1268K 以下で ($\alpha+\beta$) 二相域となり、各相の形態や二相の割合は熱処理によって微妙に変化する。そのため、機械的性質もそれらに対応して変化する。そのため、機械的性質もそれらに対応して変化する。STA 処理 (Solution Treatment and Aging) などによる強度特性の改善が図られている。しかし、本合金を大気中で熱処理した場合、酸素による劣化層の生成と機械的性質の低下が指摘されている。^{6),7)}

そこで本研究では、Ti-6Al-4V 合金を大気中で ($\alpha+\beta$)STA 処理した場合の、静的引張特性および疲労強度特性に及ぼす劣化層の影響について検討した。また、Ti 合金の疲労強度特性は、表面仕上げに著しく影響されることが報告されている。⁷⁾ この点についても、機械的研磨と電解研磨に注目し、若干の検討を試みた。

2 実験材料

供試材の化学成分を Table I に示す。受入れ (As-Received, 以下 AR) 時の材料は直径 16 mm の圧延丸棒で、その製造工程を Fig. 1 に示す。Fig. 1 に示したように、AR 材の最終的な熱処理は 975K の焼なましである。

Fig. 2 に AR 材の圧延方向断面組織とその模式図を示す。AR 材は圧延方向に伸びた初析 α 相と球状の β 相からなっている。

このような材料より、Fig. 3 にその形状を示す引張および疲労試験片を切削加工で作製した。その後、Fig. 4 に示す ($\alpha+\beta$)STA 処理を大気中で行った。

Fig. 5 に STA 材心部の圧延方向断面組織とその模式図を示す。STA 処理により初析 α 相は球状化し、 β 相には微細 α 相が析出する。

Fig. 6 に STA 材表面付近の圧延方向断面組織を示す。極く薄い TiO_2 スケールの下に粗大化した α 相が約 30 μm の深さまで全面に形成されている。その部

Table I. Chemical composition of Ti-6Al-4V alloy used in this study (wt. %).

H	O	N	C	Fe	Al	V	Y	Ti
0.0025	0.148	0.0052	0.005	0.207	6.22	4.14	<0.0010	Re

† 原稿受理 平成 4 年 1 月 6 日 Received Jan. 6, 1992

* 正 会 員 武蔵工業大学工学部機械工学科 〒158 東京都世田谷区玉堤, Dept. of Mech. Eng., Musashi Inst. of Tech., Setagaya-ku, Tokyo, 158

** 武蔵工業大学大学院 〒158 東京都世田谷区玉堤, Graduate Student, Musashi Inst. of Tech., Setagaya-ku, Tokyo, 158

Fig. 1. Manufacturing process of Ti-6Al-4V alloy used in this study.

分は Fig. 7 に示すようにピッカース圧こんに割れが生じるほどぜい化している。その下には、粗大な α 相が局所的に点在する領域が $30\ \mu\text{m}$ 程度観察される。

Fig. 8 に STA 材内部方向への硬さ分布（試験荷重 $0.49\ \text{N}$ ）を示す。深さ約 $0.75\ \text{mm}$ の硬化層が認められ、大気中 STA 処理による酸素の影響はかなり深くまで及んでいるのがわかる。なお、光学顕微鏡による観察では硬化層と心部で組織的な違いはみられなかった。

以上のことより、本実験では極く薄い TiO_2 スケールの下に深さ約 $60\ \mu\text{m}$ のぜい化層と深さ約 $0.75\ \text{mm}$ の硬化層からなる劣化層が酸素の影響により形成されたと判断できる。

機械的性質に対するこのような劣化層の影響を明らかにするため、Fig. 3 に示した両試験片の試験部表面を機械的研磨により適宜除去した。すなわち、 $0.05\ \text{mm}$ 研磨してぜい化層を $10\ \mu\text{m}$ 程度残したものの、 $0.1\ \text{mm}$ 研磨してぜい化層を完全に除去したものの、そして切削で $0.9\ \text{mm}$ 除去後、さらに $0.1\ \text{mm}$ 研磨して硬化層まで除去したものを準備した。その際、引張試験片の

(a) Photograph (X : primary α phase)

(b) Schematic illustration (X : primary α phase)

Fig. 2. Microstructure of AR (as-received)-specimen.

(a) Tensile specimen.

(b) Fatigue specimen.

Fig. 3. Shape and dimension of specimens.

Fig. 4. Conditions of STA (solution treatment and aging).

最終研磨は 1000 番のエメリー紙で行った。また、疲労試験片は 1500 番のエメリー紙で研磨後、さらに粒

(a) Photograph (X: primary α phase). (b) Schematic illustration (X: primary α phase).

Fig. 5. Microstructure of STA-specimen.

Fig. 6. Microstructure near the surface of STA-specimen.

Fig. 7. Indentation and crack at the embrittle layer.

径 $1\mu\text{m}$ のダイヤモンドペーストで鏡面に仕上げた。

比較のため、AR 材についても同様の方法で 0.05 mm 除去したものを準備した。以後、これらを $\phi 7.9\text{ STA}$ 材、 $\phi 7.8\text{ STA}$ 材、 $\phi 6.0\text{ STA}$ 材および $\phi 7.9$

Fig. 8. Hardness distribution of STA-specimen.

AR 材と称する。

3 実験方法

引張試験にはインストロン式万能試験機(引張速度 1 mm/min)を、そして疲労試験には $98\text{ N}\cdot\text{m}$ 小野式回転曲げ疲労試験機(2820 rpm)を用いた。両試験とも室温大気中で行った。

破面および引張試験片側面の観察には走査型電子顕微鏡を用いた。

4 結果および考察

4.1 静的引張特性

Table II に各材の静的引張特性を示す。STA 材の静的強度(0.2% 耐力と引張強さ)は試験片表面の除去量によらず同程度であり、AR 材よりも 20% 程度向上している。一方、STA 材の伸びと絞り、 $\phi 7.9$ 材が $\phi 7.8$ 材や $\phi 6.0$ 材に比べてかなり低い。

Fig. 9 に $\phi 7.9$ および $\phi 6.0\text{ STA}$ 材の破面例を示す。 $\phi 6.0\text{ STA}$ 材は延性材料特有のカップアンドコーン型破壊をしている。一方、 $\phi 7.9\text{ STA}$ 材は表面からき裂が発生しており、破壊形態は両材で著しく異なっている。

Fig. 10 に $\phi 7.9\text{ STA}$ 材のき裂発生部の破面を示す。発生部にはへき開破面が深さ約 $10\sim 20\mu\text{m}$ まで観察され、未除去分のぜい化層深さとほぼ一致している。

Fig. 11 に引張破断後の $\phi 7.9\text{ STA}$ 材側面の写真を示す。側面には多数のき裂が観察される。Fig. 12 にその圧延方向断面組織を示す。き裂は粗大化した α 相に発生しているのがわかる。このようなき裂は比例限度(約 1100 MPa)を過ぎた時点で生じ、その後若干

Table II. Mechanical properties of Ti-6Al-4V alloy used in this study.

	$\sigma_{0.2}$ (MPa)	σ_b (MPa)	δ (%)	φ (%)
AR	970	1047	13	30
STA ($\phi 7.9$)	1155	1219	2	6
STA ($\phi 7.8$)	1146	1221	11	32
STA ($\phi 6.0$)	1147	1205	12	35

Initiation

(a) $\phi 7.9$ STA-specimen. (b) $\phi 6.0$ STA-specimen.

Fig. 9. Fractographs of tensile specimens.

Fig. 10. Fractograph of the fracture origin in $\phi 7.9$ STA-tensile specimen.

の荷重増加を伴ったのち、急速破壊した。

以上のことより、 $\phi 7.9$ STA 材に引張荷重が負荷されて弾性域から塑性域に入ると、表面に局部的に点在する粗大 α 相がへき開破壊し、 $10 \sim 20 \mu\text{m}$ 程度の表面き裂が多数発生すると考えられる。そして、き裂自体の深さが浅いため、静的強度にはほとんど影響せず、伸びや絞りだけが低くなったものと推察される。

表面のぜい化層を完全に除去した $\phi 7.8$ STA 材は、

Fig. 11. The surface cracks of $\phi 7.9$ STA-tensile specimen. Fig. 12. The tensile crack initiated at the brittle and coarse α phase.

$\phi 6.0$ STA 材と同様、カップアンドコーン型破壊をした。また、表面からのき裂発生も観察されず、Table II に示したように伸びや絞りも $\phi 6.0$ STA 材と変わらない。したがって、静的引張特性にはぜい化層のみが影響し、深さ約 0.75 mm の硬化層は、その硬化程度がわずかであるため、ほとんど影響しないと判断される。

なお、 $\phi 7.8$ および $\phi 6.0$ STA 材の伸びや絞りは、 $\phi 7.9$ AR 材と同程度である。したがって、ぜい化層を完全に除去すれば、Ti-6Al-4V 合金の静的強度は、延性やじん性を損なうことなく、大気中 STA 処理により改善できると言える。

4・2 疲労強度特性

4・2・1 表面ぜい化層の除去効果 Fig. 13 に除去量の異なる STA 材の S-N 曲線をまとめて示す。

Fig. 13. S-N curves of STA-specimens.

Fig. 14. Fractographs of fatigue specimens.

$\phi 7.8$ 材と $\phi 6.0$ 材の疲労強度は同程度であり、深さ約 0.75 mm の硬化層は、静的強度と同様、疲労強度にほとんど影響しない。一方、 $\phi 7.9$ 材の疲労強度は $\phi 7.8$ 材や $\phi 6.0$ 材よりもかなり低く、 $10\text{ }\mu\text{m}$ 程度のぜい化層でも疲労強度を低下させることがわかる。

Fig. 14 に各 STA 材の破面例を示す。 $\phi 7.8$ 材および $\phi 6.0$ 材の破壊起点は一箇所であるのに対し、 $\phi 7.9$ 材の破壊起点は複数となっている。現在のところ、 $\phi 7.9$ 材のき裂発生機構や破壊起点が複数になる理由は確認できていないが、 $\phi 7.9$ 材には粗大 α 相が局所的に点在する $10\text{ }\mu\text{m}$ 程度のぜい化層が残されている。したがって、この粗大 α 相が疲労き裂の発生を助長すると共に破壊起点を複数にしている可能性があり、疲労強度に対してもぜい化層の完全除去が必要と言える。

4・2・2 表面仕上げの影響 $\phi 7.8\text{STA}$ 材と $\phi 6.0$ STA 材の機械的性質 (Table II および Fig. 13 参照) に差は認められなかった。そこで、これらを酸素による劣化層の影響がない STA 材として一括して取扱い、 $\phi 7.9\text{AR}$ 材の疲労強度と比較してみたのが Fig. 15 である。破断寿命が 2×10^5 回以下の高応力域では、両材の疲労強度は同程度である。一方、破断寿命が 2×10^5 回以上の低応力域では、AR 材の疲労強度の方が高い。静的強度は STA 材のほうが AR 材より高いにもかかわらず、STA 材の疲労強度は AR 材を上回ることがない。

そこで $\phi 7.9\text{AR}$ 材と $\phi 6.0\text{STA}$ 材の疲労試験前の硬さ分布をみたのが Fig. 16 である。 $\phi 7.9\text{AR}$ 材の場合、深さ約 0.5 mm まで機械的研磨によると思われる硬さの上昇、すなわち加工硬化層が認められる。一方、

Fig. 15. S-N curves of $\phi 6.0$, $\phi 7.8$ STA-specimens and $\phi 7.9$ AR-specimen.

Fig. 16. Hardness distributions of $\phi 6.0$ STA-specimen and $\phi 7.9$ AR-specimen before fatigue test.

$\phi 6.0$ STA 材の硬さ分布は表面から中心まではほぼ一定であり、加工硬化層は認められない。

両材とも破壊起点が表面であった。そこで表面近傍の硬さに注目すると、AR 材に加工硬化層が存在するため、両材間に差はほとんど見られない。したがって、高応力域で STA 材と AR 材の疲労強度が同程度になったのは、AR 材に形成された加工硬化層のためと推察される。そして、加工硬化層の形成によって発生する表面圧縮残留応力は、低応力域ではほとんど減衰しないと考えられる。そのため、低応力域では AR 材の疲労強度が STA 材のそれを上回ったものと思われる。しかし、この点については残留応力に関する測定が必要であり、今後の検討課題としたい。また、両材とも 10^7 回以上で破断しており、本合金の長寿命域に関する疲労強度特性の検討が望まれる。

以上の結果より、AR 材と STA 材で疲労強度に対する表面仕上げの影響はかなり異なることがわかった。そこで機械的研磨で仕上げた本結果に、同種の合金を電解研磨で仕上げた戸梶らの結果を記入したのが Fig. 17 である。AR 材の場合、全域において機械的研磨のほうが高い疲労強度を示す。一方、STA 材の場合、

Fig. 17. S-N curves of mechanically polished-specimens and electropolished-specimens.

Table III. Mechanical properties of electropolished specimens⁸⁾.

	$\sigma_{0.2}$ (MPa)	σ_b (MPa)	δ (%)	φ (%)
AR	938	1025	14	44
STA	1079	1147	12	52

Fig. 18. σ_a/σ_b versus the number of stress cycles.

高応力域では機械的研磨のほうが高く、低応力域では逆に電解研磨のほうが高い。

なお、戸梶らの用いた Ti-6Al-4V 合金は、Table III に示すように、本実験 (Table II 参照) よりも静的強度が若干低い。そこで Fig. 17 の縦軸を引張強さで無次元化したのが Fig. 18 である。AR 材では機械的研磨による、加工硬化層の効果が明確である。一方、STA 材では加工硬化層が存在しないため、電解研磨と同じになることが期待された。短寿命域では両研磨材の結果はほぼ一致したが、長寿命域では機械的研磨の結果は電解研磨のそれをかなり下回っている。この理由については現在のところ不明である。このように Ti-6Al-4V 合金の疲労強度に対する表面仕上げの影響は複雑であり、今後の系統的な検討が強く望まれる。

5 結 論

Ti-6Al-4V 合金を大気中で ($\alpha+\beta$)STA 処理し、そ

の静的引張特性と疲労強度特性に及ぼす酸素による劣化層の影響について検討した。また、疲労強度に及ぼす表面仕上げの影響について機械的研磨と電解研磨に注目し、若干の検討を試みた。その結果、次の結論が得られた。

(1) 大気中で STA 処理 (焼入れ: 1213K, 1 hr の水冷, 時効: 813K, 4 hr の空冷) すると極く薄い TiO_2 スケールの下に深さ約 60 μm のぜい化層と深さ約 0.75 mm の硬化層からなる酸素による劣化層が形成される。

(2) ぜい化層の表面側約 30 μm は全面が粗大 α 相であり、内部側約 30 μm は粗大 α 相が点在している。

(3) ぜい化層の下に形成される硬化層の硬化程度はわずかであり、心部と組織的な違いもみられない。

(4) ぜい化層がわずか (約 10 μm) でも残っていると、延性 (伸び, 絞り) および疲労強度は著しく低下する。

(5) ぜい化層を完全に除去すると、AR 材と同程度の延性 (伸び, 絞り) を示し、かつ静的強度 (0.2 % 耐力, 引張強さ) が 20 % 程度改善できる。

(6) 硬化層は静的引張特性および疲労強度特性にはほとんど影響しない。

(7) 表面を 1500 番のエメリー紙および 1 μm のダイヤモンドペーストで機械的研磨仕上げすると、AR 材では加工硬化層が形成されるため、疲労強度は電解

研磨したものに比べて高くなる。しかし、STA 材では AR 材のような加工硬化層は形成されず、低応力域では電解研磨で仕上げたものより疲労強度は低下する。このように本合金の疲労強度に及ぼす表面仕上げの影響は複雑であり、今後の系統的な検討が望まれる。

(平成 3 年 11 月 12 日 日本材料学会第 3 回機械・構造物の強度評価, 安全性評価に関するシンポジウムにて講演)

参 考 文 献

- 1) 村上陽太郎, “金属チタンとその応用” (1983) 日刊工業新聞社
- 2) 野末 章, 大木恵史, 大久保忠恒, 日本金属学会誌, **54**, 764 (1990).
- 3) 新家光雄, 小林俊郎, 佐々木伸行, 鉄と鋼, **72**, 633 (1986).
- 4) M. A. Iman and C. M. Smith, Metallurgical Transactions A, **14A**, 223 (1983).
- 5) J. R. Kennedy, Mat. Sci. and Eng., **57**, 197 (1983).
- 6) 木村啓造, 鉄と鋼, **72**, 113 (1986).
- 7) D. N. Williams and R. A. Wood, Effect of Surface Conditions on the Mech. Properties of Ti and its Alloys, MCIC Report 71-01, Battelle Columbus Lab., Ohio (1971).
- 8) 戸梶恵郎, 小川武史, 柴田英明, 神谷征典, 日本機械学会論文集, A-57, 2293 (1991).