金属間化合物 TiAl 鑄造材の高温疲労破壊†

堤 三 佳* 大 谷 隆 一** 北 村 隆 行**
高 野 伸 一* 大 嶋 隆 司***

Fracture in High Temperature Fatigue of
Cast Intermetallic Compound TiAl

by

Mitsuyoshi TSUTSUMI*, Ryuichi OHTANI**, Takayuki KITAMURA**
Shinichi TAKANO* and Takashi OHSHIMA***

The effects of total strain range and test temperature on the fatigue life of a cast intermetallic compound, Ti-34 wt.%Al, which possesses a lamellar structure, $\gamma + \alpha_2$, were investigated. The behaviors of initiation and propagation of small cracks were observed in the smooth bar specimens subjected to push-pull cyclic loading. The results observed are summarized as follows.

- (1) A small amount of inelastic strain is observed even in fatigue under high strain range up to 1%. The fatigue life is sensitive to the total strain range.
- (2) The fatigue life shows a positive temperature dependency.
- (3) Small cracks observed on/near the surface of specimens are classified into three types, Type A cracks which initiate from defects introduced during casting process and form a main crack in fatigue below 1073K. Type B cracks which initiate along an interface of lamellae being parallel to the stress axis and are blocked by grain boundaries never to grow as a long crack. Type C cracks which initiate from the cracking of the surface oxide-layer and bring numerous fracture sites in the matrix over 1173K.
- (4) Although the initiation and early propagation of Type A cracks show an eminent fluctuation caused by the distribution of casting defects and the orientation of lamellar structure, they follow by a continuous propagation with an increase in crack length. Therefore, Type A cracks are typical of this material where by the fatigue fracture is brought about at the early stage of life.

Key words : Intermetallic compound, TiAl, Fatigue, Fatigue life, High temperature, Positive temperature dependency, Defect, Crack initiation, Crack propagation

1 緒 言

金属間化合物 TiAl は比強度と変形抵抗の高い耐熱材料として期待されている。これまでに引張りあるいは圧縮の変形や強度に関する研究結果は報告されているが、^{1)~4)} 疲労特性はほとんど知られていない。^{5), 6)} なかでもラメラ組織を有する TiAl が一般に優れた強度と延性を示すことが報告されているが、^{1), 2)} ラメラ組織と疲労き裂の伝ば挙動との関連についての報告例は少なく、⁷⁾ TiAl の疲労破壊機構を解明する上で重要である。

本研究では、TiAl 鑄造材から採取した平滑丸棒試験片を用いて一軸引張圧縮高温疲労試験を行い、疲労破壊寿命およびき裂挙動とラメラ組織の関係について検討した。

2 試 験 方 法

2・1 供試材および試験片

供試材は Ar ガス雰囲気中でのプラズマスカル溶解によって鑄造された Ti-34 wt.%Al である。その化学成分を Table I に示す。本材は、Fig. 1 に示すように γ 相 (TiAl) と α_2 相 (Ti₃Al) からなるラメラ組織であり、その間に少量の γ 単相が散在している。また、鑄造の際に混入した微小な気泡が存在している。試験片表面で計測した欠陥密度は約 2.5 個/mm² である。欠陥寸法の分布を調べると、直径 30 μ m 以下が 99% を占めるが、最大直径が約 300 μ m の大きな欠陥を有する試験片もあった。疲労破損試験には、Fig. 2 (a) に示す直径 4 mm、平行部 14 mm の中実丸棒小型試験片を用いた。微小き裂の

Table I. Chemical composition (wt. %).

Material	Al	C	N	O	H	Ti
Ti-34 wt % Al	33.5~33.6	0.01	0.003~0.005	0.110~0.114	0.0021 ~0.0027	Bal.

† 原稿受理 平成 6 年 8 月 8 日 Received Aug. 8, 1994
* 学生会員 京都大学大学院 〒606-01 京都市左京区吉田本町, Graduate Student, Kyoto Univ., Sakyo-ku, Kyoto, 606-01
** 正 会 員 京都大学大学院工学研究科機械物理工学教室 〒606-01 京都市左京区吉田本町, Div. of Eng. Physics & Mech., Kyoto Univ., Sakyo-ku, Kyoto, 606-01
*** 東芝(株) 〒105-01 東京都港区芝浦, Toshiba Co., Minato-ku, Tokyo, 105-01

Fig. 1. Microstructure.

観察には Fig. 2 (b) の直径 10 mm, 平行部 20 mm の標準試験片を用いた。試験片は円筒形のインゴットから Fig. 3 に示すように採取した。溶湯は円筒の外周部から凝固しており (Fig. 3 左図矢印), ラメラ面法線はこの凝固方向にほぼ平行である。したがって, ラメラは荷重軸にほぼ平行である。したがって, 試験片横断面 (XY 面) では, 凝固に伴って放射状に伸びた結晶粒が見られる。YZ 断面では, ラメラと交差する角度が大きいため, Fig. 1 (a) に示したように荷重軸方向に沿ってほぼ平行に並んだラメラ組織が観察される。一方, ラメラに対する交差角度の小さい ZX 断面では, Fig. 1 (b) に示したように各結晶粒と断面の交差角度のわずかな相異によりランダムなラメラ方向となる。結晶粒は Y 方向に 3~6 mm, X, Z 方向では共に約 350 μm である。以後, 試験片表面において YZ 面に相当する部分近傍を一方向領域 (Unidirectional area), XZ 面に相当する部分近傍をランダム領域 (Random area) と称することとする。

2・2 試験条件

試験は室温, 873K, 1073K, 1173K の 4 温度下において, 大気中, ひずみ速度 1 %/s の対称三角波による引張圧縮両振りひずみ制御下 (一部応力制御) で行った。

Fig. 2. Test specimens.

Fig. 3. Arrangement of lamellae in the specimen.

Table II は試験条件の詳細を示す。負荷には高周波誘導加熱装置を具備した電気油圧式サーボ疲労試験機を用い, ひずみはセラミクス棒押当て式伸び計で検出した。破損寿命は最大引張応力が安定値の 75 % に低下した時とした。

試験終了後, 試験片表面のき裂の観察を行った。また, 室温, $\Delta\sigma=800 \text{ MPa}$, および 1073K, $\Delta\epsilon_t=0.7\%$ については疲労寿命の約 1/10 ごとに試験を中断して, 試験

Table II. Test conditions.

Temperature T (K)	Total strain range $\Delta\epsilon_t$ (%) (*1)	Inelastic strain range $\Delta\epsilon_{in}$ (%) (*4)	Tensile peak stress $\sigma_{t \max}$ (MPa) (*4)	Compressive peak stress $\sigma_{c \max}$ (MPa) (*4)	Number of cycles to failure N_f
R. T.	0.3	<0.010	262	262	>10 ⁶
R. T.	0.5	0.015	435	448	2327
R. T.	0.5 (*2, *5)	<0.010	400	400	4400
R. T.	0.7	0.094	522	534	289
R. T.	1.0	0.287	578	600	53
873	0.5	0.031	393	377	3232
1073	0.2	<0.010	149	155	>5×10 ⁶
1073	0.5	0.052	332	340	4905
1073	0.7 (*3)	0.181	394	451	700
1073	1.0	0.355	460	499	265
1173	0.5	0.056	331	331	4040

*1: Strain waveform is shown below.

*2: Stress controlled push-pull test ($\Delta\sigma=800 \text{ MPa}$) for crack observation.

*3: For crack observation.

*4: Values at steady state ($N=1/2N_f$).

*5: Value at $N=1$.

片平行部における微小き裂の発生・伝ばの様子を観察した。き裂の観察は、試験片標点間の表面全体を光学顕微鏡によって写真撮影することによって行った。なお、室温の場合を除いて、中断試験片、破損試験片ともダイヤモンドペーストで酸化膜を注意深く除去し、必要に応じてエッチングを施して組織を出現させた後、き裂の観察を行った。エッチングには、フッ化水素酸 (55 wt.%) と硝酸 (60 wt.%) の 1 対 4 の混合液を水で 5 倍に希釈した液を用いた。

3 試験結果および考察

3・1 破損寿命

Fig. 4 は各温度における全ひずみ範囲 0.5% の試験より得られた応力範囲と繰返し数の関係を示す。温度が高くなるとともに応力範囲は減少する。また、繰返し硬化は小さく、とくに 1073K 以上では初期から寿命末期まで応力範囲は一定である。

Fig. 5 は全ひずみ範囲 $\Delta\epsilon_t$ と疲労寿命 N_f 、および非弾性ひずみ範囲 $\Delta\epsilon_{in}$ と疲労寿命 N_f の関係を示す。室温においても全ひずみ範囲 1% まで一軸引張圧縮疲労試験の実施が可能であり、かつ、有限の疲労寿命が存在することが確認できた。疲労曲線の特徴は以下のとおりである。 $\Delta\epsilon_t$ - N_f 曲線の勾配は小さく、全ひずみ範囲がわずかに変わると疲労寿命が大きく変化する。高延性材

Fig. 4. Change in stress range with number of cycles.

Fig. 5. Number of cycles to failure as a function of total strain range and inelastic strain range.

Fig. 6. Temperature dependences of fatigue life, tensile strength and rupture elongation.

料で見られるようなひずみ範囲の大きい部分で $\Delta\epsilon_t$ - N_f 曲線の勾配が大きくなる低サイクル疲労の明確な特徴は認められない。全ひずみ範囲に占める非弾性ひずみ範囲の割合は小さく、比較的高ひずみ範囲でも、弾性ひずみ範囲の大きな高サイクル疲労型の寿命曲線となるのが本材の特徴であり、典型的な高強度低延性材料である。すなわち、ほぼ $\Delta\epsilon_t=0.5\%$ を境にして、これより高ひずみ範囲では、高延性の鋼 ($\Delta\epsilon_t=0.5\%$ で $N_f=1\sim7\times10^3$) よりかなり短寿命を示すが、低ひずみ側ではむしろ鋼より長寿命となる傾向がある。

$\Delta\epsilon_{in}$ - N_f 関係では、全ひずみ範囲の場合よりも温度依存性が大きく現れている。ここで特徴的なことは、疲労寿命の逆温度依存性が認められることである。Fig. 6 は同試験 ($\Delta\epsilon_t=0.5\%$) における疲労寿命、引張強度、引張破断伸びの温度依存性を示す。ただし、引張試験については Fig. 2 の小型疲労試験片を用いて試験温度 1073K にて実施し、他の温度については試験片寸法や試験条件に相異があるが磯部らの行った同材料の結果を併示した。1073K に至るまで試験温度が高くなるとともに破損寿命が増加するのは、第一に引張延性の増加に起因するものであり、第二に引張強さのわずかな増加によると考えられる。

3・2 き裂発生

Fig. 7 は観察されたき裂の例を示す。き裂は、以下の三種類に分類される。

- A 型. 鋳造欠陥を起点とするき裂
- B 型. ラメラに沿ったき裂
- C 型. 酸化層の割れを起点とするき裂

A 型は、厚い酸化層に覆われて確認できなかった温度 1173K の場合をのぞいて、1073K 以下のすべての温度域で認められた。Fig. 7 (a), (b) は、それぞれ、室温お

および高温での微小き裂とき裂の起点となった欠陥の例である。主き裂の不明確な 1173K の場合を除いて、破損はすべてこのタイプのき裂の伝ばによってもたらされた。き裂の起点となる铸造欠陥は、表面近傍の浅い部分に分布しているもののみであって、試験片の荷重軸に平行な縦割り断面の観察より、試験片内部の铸造欠陥からはき裂の発生していないことが確認された。ただし、铸造欠陥が 300 μm と大きい場合には表面下 320 μm でもき裂発生に至っている。これより、変形拘束が小さい表面近傍において欠陥がき裂発生源になることがわかる。また、Fig. 7(a), (b) から明らかなように、き裂は巨視的には荷重軸と垂直な方向に発生・伝ばしている。

Fig. 7(c) は B 型のき裂を示す。ただし、図中の破線は粒界を示す。B 型のき裂は、室温と 873K で観察された。表面でのき裂方向はラメラに沿っており、図中矢印 a のように同粒内に複数のき裂が観察された。また、図中矢印 b のようにき裂が隣の結晶粒に伝ばしている場合には、そのラメラ方向に沿って伝ばするので、き裂の屈曲が生じている。Fig. 7(d) は、縦割り断面上での B 型のき裂の様相を示す (矢印 c, d の間)。本試験片ではラメラ面法線は荷重軸にほぼ垂直であるため B 型き裂は荷重軸と平行に近い。き裂は開口モード (モード I) の負荷よりも、せん断モード (モード II) 成分の方が大きくなる。すなわち、B 型き裂はラメラに沿ったせん断変形により発生したと考えられる。ただし、モード II 成分もその絶対値は小さいと考えられるが、それにもかかわらず、き裂発生が認められたことは、本材のラメラの繰返しすべりに対する抵抗が小さいことを示している。なお、引張りおよび圧縮変形試験においても、ラメラを荷重軸に対して、45 度に配置した場合の強度が最も低いことが報告されている。また、B 型のき裂については、発生当初から一結晶粒にわたる長いき裂が観察されることが多い。これは、すべり面を単位としてき裂となるためと考えられる。本試験片の場合は、ラメラ方向がほぼ荷重軸に一致するため、き裂伝ば駆動力として作用するせん断応力は小さい。このため、き裂は結晶粒界で停留し、二結晶粒を超えて大きく伝ばした例はない。

Fig. 7(e) は C 型のき裂を示す。C 型のき裂は 1173K で観察された。TiAl は 1073K 以上の高温環境下では耐酸化性が著しく低下することが知られている⁸⁾。本試験において、試験終了時の試験片表面の酸化層厚さを測定したところ、1073K では約 2 μm であるのに対し、1173K では約 10 μm であった。1173K では、き裂発生密度が高く、全長 1 mm を超える長いき裂が多いため、主き裂は特定できない。Fig. 7(f) は、C 型のき裂の中央での縦割り断面を示す。ただし、これは酸化膜直下の母材に生じているき裂であって、表面の酸化膜は除去してあるため写真には写っていない。表面での 1 mm のき裂長さに対し、奥行きは 50 μm の浅いき裂である。また、き裂面の酸化が著しく、き裂が酸化化物で埋まっていることがわかる。酸化膜はもろく、最大主応力に垂直な方向に割

Fig. 7. Morphology of crack initiation and early propagation. Stress axis, vertical.

Fig. 8. Temperature dependences of cracking type and crack density.

れを生じ、母材のき裂はそれによる応力集中と酸化そのものの影響により発生すると考えられる。なお、試験温度 1073K においても試験時間がより長時間となる低ひずみあるいは低応力レベルの疲労では、厚い酸化層が生成され、き裂の発生を誘起する可能性がある。

以上の三種類のき裂は、いずれについても、一方向、

ランダム領域で発生が認められる。

Fig. 8 は、全ひずみ範囲 0.5% の各温度における破損寿命時のき裂密度を示す。詳細にみると、室温では B 型のき裂の発生が多く、温度の上昇とともに少なくなる。一方、A 型の発生は温度上昇と共に増加する。室温から 1073K まではき裂密度は低い。これは前述のように本材では比較的ひずみ範囲が大きい場合でも、高サイクル疲労破壊の特徴を示すことに対応している。1173K では酸化膜の割れによる C 型き裂発生のためき裂密度は高くなる。

3.3 き裂伝ば

Fig. 9 は 1073K, $\Delta\epsilon_t=0.7\%$ における代表的なき裂の伝ば曲線を一方向域に発生したき裂と、ランダム域に発生したき裂に分けて示す。ここで、 c は試験片表面におけるき裂長さ $2c$ の半分（半長）である。本条件で発生するき裂は、いずれも A 型および C 型のラメラを横断するき裂である。一方向域とランダム域でとくに差は認められない。また、き裂発生密度が低いために、合体がほとんど起こらない。伝ば中に長期間のき裂停留はなく、発生時期が早いき裂ほど最終的に大きく伝ばし、主き裂となる傾向が大きい。

Fig. 10 は、一方向域とランダム域のき裂半長と伝ば

(a) Unidirectional area.

(b) Random area.

Fig. 9. Crack propagation curves. c is half a surface crack length.

速度の関係を示す。一方向域とランダム域のき裂伝ばは Fig. 11 に示すように、ラメラの縁から進行する状態と面から進行する状態の相異がある。しかし、Fig. 10 ではいずれの領域の伝ば速度も同じ傾向を示しており、組織の異方性による両領域の伝ば挙動の差が認められない。表面き裂の形状がほぼ半円形であったことも考え合わせると、二方向での伝ば抵抗は同じであると考えられる。

Fig. 10. Relationship between crack propagation rate and half crack length.

Fig. 11. Relationship between position of cracks and direction of lamellae.

Fig. 12. Cumulative probability of half crack length in the specimen at three stages and final failure.

Fig. 13. Initiation and propagation of a main crack (pp-type 1073K $\Delta\epsilon_t=0.7\%$ in Air).

また dc/dN - c 関係は $c=150\ \mu\text{m}$ を超えるとばらつきが小さくなり、線形関係に収束する傾向を示している。この領域では結晶組織の不均一性の影響が小さくなり、破壊力学法則が成立するものと考えられる。

Fig. 12 は、破損試験片において観察されたき裂長さの累積確率分布を示す。全き裂の約 90% までが半長 $100\ \mu\text{m}$ までの小さなき裂である。き裂密度が低いことを考え合わせると、疲労寿命は少数の大きなき裂に支配されている。また、き裂を寿命の初期 ($N=100, 200$)、中期 ($N=300, 400$)、後期 ($N=500, 600, 700$) の発生時期に分けて整理した場合、大きなき裂は、発生時期の早いき裂であることが理解できる。

Fig. 13 は同試験での主き裂の伝ば過程をスケッチしたものである。図中の破線は結晶粒界を示す。繰返し数 $N=100$ で最初の試験中断による観察を行った結果、欠陥を起点とするき裂の発生が確認された。他のき裂よりも発生が早かったのは、直径 $25\ \mu\text{m}$ の大きな欠陥から発生したためである。 $N=200$ および 400 で、発生した結晶粒から隣の結晶粒内に伝ばする際に、き裂の右端と左端が結晶粒界に達した状態が観察された。これは、粒界でき裂の伝ばが阻止され、一時停留したためと考えられるが、どちらも次の観察で隣接結晶粒内に伝ばしており、粒界による伝ば阻止の効果が小さいことを示している。全長が $500\ \mu\text{m}$ を超えた寿命末期では、前方のき裂との合体が観察された ($N=600$)。全長が $1\ \text{mm}$ を超えると、急速な伝ばにより疲労寿命に至っている ($N=600\sim 700$)。き裂伝ば方向は、発生確認から疲労寿命に至るまで、ほぼ荷重軸垂直方向である。

(a) pp-type R. T. $\Delta\sigma=800\ \text{MPa}$. (b) pp-type 1073K $\Delta\epsilon_t=0.7\%$.

Fig. 14. A part of main cracks showing zigzag propagation.

Fig. 15. Relationship between crack propagation rate and half crack length.

室温、 $\Delta\sigma=800\ \text{MPa}$ では欠陥 (Fig. 7 (a)) から発生した唯一の A 型き裂によって破損がもたらされている。同試験では、B 型き裂の発生も認められるが前述のように伝ばしない。Fig. 14 は、主き裂の一部を前述の 1073K、 $\Delta\epsilon_t=0.7\%$ の主き裂と比較したものである。微視的な屈曲は、室温の方が大きく、ラメラを横断する際の伝ば抵抗が高いことを示している。しかし、少し巨視的に見れば 1073K の例と同様に連続的な伝ば様相を示しており、長期間の停留をもたらずほどの阻止効果が認められない。

Fig. 15 は最終的に最も大きくなったき裂 (主き裂) と全長 $420\ \mu\text{m}$ に伝ばしたき裂 (最終長さでは 6 番目) の dc/dN - c 関係を示す。図中の○印は Fig. 10 に示した他の微小き裂のデータである。大きく伝ばしたき裂も、他の小さなき裂と同じ領域にばらついており、とくに差異は認められない。ただし、大きな欠陥から発生するため発生時期が早く、かつ、発生直後のき裂長さが長いいため停留しにくい。

4 結 言

ラメラ組織を有する TiAl 鋳造材を用いて高温疲労試験を行い、疲労寿命に及ぼす温度、全ひずみ範囲の影響について調べた。また、微小き裂の発生と伝ばからなる疲労破壊過程を観察し、ラメラ組織との関係について検討した。得られた結果は以下のように要約される。

(1) 高ひずみ範囲の試験においても、弾性ひずみ範囲が大きく、かつ破損寿命の全ひずみ範囲依存性が極めて大きな高サイクル疲労型の寿命曲線を示す。これは高強度低延性材料の典型である。

(2) 高延性の鋼類と比較すると、全ひずみ範囲ではほぼ 0.5% を境にして、それより高ひずみ側ではかなり短寿命となって耐低サイクル疲労性にとぼしいが、低ひずみ側では高強度に支えられてより長寿命となる傾向を示し、耐高サイクル疲労性に優れている。

(3) 破損寿命は 1073K までは温度が高くなると共に増加する逆温度依存性を示す。これは引張延性の増大が主原因である。

(4) 微小き裂は、鋳造欠陥を起点とするき裂 (A 型)、ラメラに沿ったき裂 (B 型)、酸化層の割れを起点とするき裂 (C 型) の三種類に分類できる。A 型は本材料における 1073K 以下での代表的なき裂であり、表面近傍の大きな欠陥から発生し、主き裂を形成する。B 型は、荷重軸と平行に伝ばするため、発生直後に粒界で停留する。C 型の発生は 1173K で顕著に認められたが、長時間疲労においてはより低温でも要因となる可能性がある。

(5) 1073K, $\Delta\epsilon_t=0.7\%$ の条件下では $150\mu\text{m}$ 以下の微小き裂は、発生直後に多くが停留する。伝ばするものは同一き裂長さに対するき裂伝ば速度のばらつきが大きい。 $150\mu\text{m}$ 以上ではばらつきが小さくなり、 $dc/dN-c$ は直線関係とみなせる一定の対応関係に収束する傾向を示す。また、き裂伝ば速度はラメラを横断する方向によ

らない。

本研究は、文部省科学研究費補助金重点領域研究(1)「金属間化合物」A02 班 (班長: 山口正治 京都大学教授) における平成 5 年度の援助によって実施された (研究分担者 大谷隆一)。また、「金属間化合物共同研究会」(幹事学会: 日本金属学会, 委員長: 和泉修 東北大学名誉教授) の指導を賜った。さらに、供試材は大同特殊鋼(株)取締役 齊藤誠氏, 特殊鋼研究所所長 磯部晋氏, 同所高合金研究室 岡部道生氏の御厚意によって提供いただいた。ここに謝意を表する。

(平成 6 年 5 月 25 日 日本機械学会第 43 期通常学術講演会にて講演)

参 考 文 献

- 1) S. Mitao, S. Tsuyama and K. Minakawa, *Materials Science and Engineering*, **A143**, 51 (1991).
- 2) 磯部 晋, 日本金属学会講演論文集 (1989).
- 3) H. Inui, M. H. Oh, A. Nakamura and M. Yamaguchi, *Acta metall. mater.*, **40**, 3095 (1992).
- 4) 山口正治, 乾 晴行, 呉 明勲, 日本金属学会会報, **30**, 43 (1991).
- 5) 下平益夫, 山口弘二, 日本材料学会第 42 期学術講演論文集 (1993).
- 6) 上野 明, 岸本秀弘, 近藤拓也, 臼山直人, 日本材料学会第 7 回破壊力学シンポジウム講演論文集 (1993).
- 7) D. L. Davidson and J. B. Campbell, *Metallurgical Transaction A*, **24A**, 1555 (1993).
- 8) 笠原和男, 橋本健紀, 土肥晴夫, 辻本得蔵, 日本金属学会誌, **53**, 58 (1989).