TiAl 金属間化合物の高温疲労特性と組織依存性[†]

下 平 益 夫* 山 口 弘 二*

Fatigue Properties of TiAl Intermetallic Compounds and Dependences of the Microstructure

by

Masuo SHIMODAIRA* and Koji YAMAGUCHI*

Axial strain-controlled fatigue tests were carried out at room temperature and 800°C for several kinds of TiAl intermetallic compounds with a duplex microstructure consisting of γ and lamellar phases. The results obtained in this study are as follows:

(1) Fatigue lives of relatively ductile TiAl were predicted by Manson-Coffin equation using tensile ductility and slope of 0.5.

(2) The fatigue strength at 10^3 cycles was correlated with the cyclic 0.2% proof stress.

(3) The fatigue strength at 10^3 cycles was dependent on volume fraction of the γ phases.

Key words : TiAl, Fatigue, Microstructure, Elevated temperature

1 緒 言

TiAl 金属間化合物は、軽量耐熱構造材料として注目され、¹⁾ 現在研究開発中の材料である。引張、クリープ、酸化など各種材料強度特性の解明、金属組織の影響に関する研究などが同時に進められている。^{2)~6)} 疲労強度に関する研究は、最近報告が多くなってきたが、^{7)~11)} まだ充分とはいえない。

著者らも、TiAl 金属間化合物が実用新素材としての基盤を確立していくためには、静的な強度特性ばかりでなく、動的な疲労特性も把握しておく必要があるとの観点から、ほぼ γ 単相の TiAl の疲労特性を調べた。^{12), 13)}

本研究は、各種金属組織の TiAl の疲労特性の把握や、疲労強度の金属組織依存性を明らかにすることを目的とした。そのため、組成比の調整や熱処理などで金属組織を制御した各種素材を準備して、室温および高温における疲労強度特性を検討した。金属組織は、TiAl の γ 相とラメラ組織 (γ 相と α_2 相の板状交互組織) の混合体積

率に着目して、素材の準備、結果の検討を進めた。

2 実験方法

本研究で準備した TiAl 金属間化合物の化学成分、熱処理および金属組織についてまとめたものを Table I に示す。

2 元系の Ti-48Al、Ti-50Al および Ti-51Al (概略の atomic% を用いて材料記号とする。以下同じ) は、Ar ガス雰囲気中でプラズマスカル溶解された。インゴット重量は、Ti-48Al、Ti-50Al は 7kg である。試験素材は鑄造のまま用いた。Ti-51Al は、プラズマスカル溶解後、真空アーク炉で溶解された。その時のインゴット重量は 70kg である。この材料は、Table II のような HIP、恒温鍛造を経て、焼なまし熱処理した。3 元系の Ti-49Al-1V は、消耗電極式真空アーク溶解、鑄造し、インゴット重量は 30kg である。この材料については、鑄造のままのものと、焼なまし材 2 種類の計 3 種類を試験材とした。

Ti-48Al、Ti-50Al の鑄造材は、ともに γ 相とラメラ相の

Table I. Heat treatment, microstructure and chemical compositions of the materials used in this study.

Material code	Heat treatment	Microstructure	Chemical composition (atomic %)				
			Al	V	C	O	N
Ti-48Al	as cast	lamellar+10% γ grain	47.6	--	0.034	0.168	0.0209
Ti-50Al	as cast	lamellar+15% γ grain	50.3	--	0.056	0.164	0.0091
Ti-49Al-1V	as cast	lamellar+35% γ grain	48.6	1.28	0.047	0.070	0.0107
Ti-49Al-1V	1000°C / 100h	lamellar+56% γ grain	48.6	1.28	0.047	0.070	0.0107
Ti-49Al-1V	1000°C / 168h	lamellar+89% γ grain	48.6	1.28	0.047	0.070	0.0107
Ti-51Al	1200°C / 10h	100% γ grain	50.8	--	0.031	0.047	0.0027

[†] 原稿受理 平成 10 年 5 月 14 日 Received May 14, 1998

* 正 会 員 金属材料技術研究所フロンティア構造材料研究センター 〒305-0044 つくば市千現, Frontier Structure Materials Res. Center, National Res. Inst. for Metals, Sengen, Tukuba, 305-0044

Table II. Processing details of Ti-51Al.

Production process	Plasma arc melting + Vacuum arc remelting
Ingot size	70kg
HIP treatment	1200℃ / 118MPa / 3hr
Homogenizing	1200℃ / 24h / FC
Hot working	1200℃ / $5 \times 10^{-4} / \text{s}^{-1}$
Reduction ratio	3.5
Heat treatment	1200℃ / 10 h r

混合組織となる。 castingのままの状態において、2元系の引張強度、引張伸びの組成依存性は、Fig. 1のようになると報告されている。¹⁴⁾ そのため、本研究では2元系鋳造材のなかで引張強度、伸びが最大となる組成としてTi-48Al、引張強度、伸びが急激に低下する化学量論組成としてTi-50Alを選択した。 Fig. 1の白ヌキ印は野田らの引張試験データで、¹⁴⁾ 黒印は本実験素材のデータである。データの詳細はTable IVで後述する。

Ti-51Al材は、完全な γ 単相領域に入る組成として選択した。

Ti-49Al-1V材は、V添加によって引張伸びが向上するという、アメリカの Patent¹⁵⁾ に登録されている組成として選択した。

Fig. 2は、各材料の金属組織写真である。Ti-51Al材は、 γ 相多結晶粒が100%であるが、それ以外は γ 相とラメラ組織の混合組織である。しかし、Ti-48Al、Ti-50Al、Ti-49Al-1Vの鋳造材の γ 相は、焼なまし材のような多結晶粒の集合ではなく、ラメラ組織に囲まれ、孤立した島状の単結晶であり、境界があっても双晶境界が主たるものである。

Fig. 1. Room temperature tensile properties of binary TiAl as cast.

混合組織材における γ 相の体積率は、各材料とも、10枚以上の組織写真から点算法で測定した。その結果は、Table Iのとおりである。

ただし、Ti-49Al-1Vの鋳造材は、インゴットの場所によって、ラメラ組織の方位むらが存在した。そのため、Fig. 3のような疲労試験片の長手方向の荷重軸に対して、ラメラ組織の方位が平行で角度が0度方向が多い試験片と45度方向が多い試験片の2種類を、疲労試験素材とした。Fig. 4は、この2種類の試験片におけるラメラ組織の方位の分布である。

Fig. 2. Microstructures.

Fig. 3. Fatigue specimen (mm).

Fig. 4. Fraction of angle distribution of lamellar for Ti-49Al-1V as cast.

疲労試験は、荷重容量 ± 1 トンの油圧サーボ型試験機を用いて、大気中、室温と 800°C の条件下で行った。試験は軸ひずみ制御で行い、ひずみ速度 $10^{-3}/\text{s}$ の対称三角波、または、 0.5Hz のサイン波を用いた。

3 実験結果

Fig. 5は各材料毎の疲労試験結果で、全ひずみ振幅 ϵ_{ta} と疲労寿命（破断繰返し数） N_f の関係で示した。一般的に 800°C のほうが室温よりも疲労寿命が大きくなるという逆温度依存性が各材料とも存在している。Ti-49Al-1Vの鑄造材の結果は、ラメラ組織の方位が 0° のものと 45° のものに分けて示した。これは、両材で引張特性、繰返し応力・ひずみ特性に著しい差が現れたためである。

Fig. 6は、材料間の比較がわかるように、Fig. 5のデータを温度ごとにまとめたものである。しかし、ひずみで整理した疲労寿命曲線（S-N曲線）は、複雑にからみあっていて、材料間の比較を説明することは難しい。材料間の比較は後述するように、応力で整理したS-N曲線から検討する。

Fig. 7は両温度における繰返し応力・ひずみ曲線である。Table IIIには、この曲線から求まる0.2%繰返し降伏応力と、引張試験あるいは疲労試験の1サイクル目のヒステリシスループから求まる0.2%引張降伏応力を示す。各材料とも繰返し加工硬化を示すが、Ti-50Al鑄造材やTi-51Al焼なまし材が特に顕著であることがわかる。

4 考察

4.1 疲労寿命と引張破断延性の関係

従来から金属材料のひずみ制御疲労データは、塑性ひ

Fig. 5. Total strain amplitude vs number of cycles to failure (each material).

ずみ振幅 ϵ_{pa} と疲労寿命 N_f の関係、すなわちManson-Coffin式¹⁶⁾

$$\epsilon_{pa} N_f^\alpha = C \quad (1)$$

で評価されてきた。ここで、指数 α は多くの金属で0.5となる。¹⁶⁾ また、 $N_f = 1/4$ とおくと引張試験と見なすことができる。そのとき、 ϵ_{pa} は引張破断ひずみ ϵ_f に等しいと置くと、式(1)は

$$\epsilon_{pa} N_f^{0.5} = \epsilon_f / 2 \quad (2)$$

となる。ここで、 ϵ_f は引張破断伸び ϕ (%) から次式

$$\epsilon_f = \ln(100/(100 - \phi)) \quad (3)$$

で求まる。

Fig. 8は、今回のTiAlの各材料について、 ϵ_{pa} と N_f の

Fig. 6. Total strain amplitude vs number of cycles to failure (comparison of materials).

Fig. 7. Cyclic stress-strain curves.

関係でプロットしたものである。引張試験は、Ti-48Al, Ti-50Al, および Ti-51Al 材について行っている。Table IV は引張試験の結果である。Fig. 1 などを参考に、今回の供試材のなかで引張破断延性が比較的高いのは、Ti-48Al 材一種類で、その他の材料は低い。Fig. 8 において、Ti-48Al 材は両温度とも傾きは約 0.5 で、他の材料の傾きは

Table III. 0.2% proof tensile stress, $\sigma_{0.2}$, 0.2% proof cyclic stress, σ_{yc} , and fatigue strength at 10^3 cycles, σ_w .

Material code	Room temperature			800 °C		
	$\sigma_{0.2}$ (MPa)	σ_{yc} (MPa)	σ_w (MPa)	$\sigma_{0.2}$ (MPa)	σ_{yc} (MPa)	σ_w (MPa)
Ti-48Al	480	500	443	406	450	400
Ti-50Al	221	360	348	264	275	250
Ti-49Al-V (0°)	316	340	315	320	370	300
Ti-49Al-V (45°)	222	300	270	---	---	---
Ti-49Al-V(1000°C/100h)	280	300	228	265	326	254
Ti-49Al-V(1000°C/168h)	262	298	245	257	320	276
Ti-51Al (1200°C/10h)	178	280	240	184	260	230

Fig. 8. Plastic strain amplitude vs number of cycles to failure.

Table IV. Tensile properties.

Material code	Temperature	$\sigma_{0.2}$ (MPa)	σ_u (MPa)	δ (%)	ϕ (%)	$\epsilon_i / 2$
Ti-48Al	RT	480	550	2	4	0.02
	800 °C	406	531	17	19	0.11
Ti-50Al	RT	221	264	1	1	0.005
	800 °C	264	339	6	7	0.035
Ti-49Al-V (1000°C/100h)	RT	280	330	1	1	0.005

$\sigma_{0.2}$: 0.2% proof tensile stress

σ_u : tensile strength

δ : tensile elongation

ϕ : reduction of area

ϵ_i : $\ln(100/(100-\phi))$

0.5 よりも小さい値を示した。そのため、高延性の Ti-48Al 材では多くの金属材料と同等に、Fig. 8 の点線で示したように式 (2) で寿命予測を行うことができる。開発の段階で得られたその他のぜい性的な TiAl 材は、傾きが 0.5 から著しく小さいため、式 (2) からだけでは予測が不可能であった。

4・2 疲労強度の組織依存性

Fig. 9 は、ひずみ制御の疲労データを応力振幅で整理した S-N 曲線である。縦軸に定常応力、言い換えれば Fig. 7 の応力を用いて書き直した。各材料の S-N 曲線は上下に広がり、比較的平行なため、材料間の比較をする

(a) R. T. (b) 800 °C

Fig. 9. Stress amplitude vs number of cycles to failure.

Fig. 10. Relationship between fatigue strength and cyclic 0.2% proof stress.

のに好都合である。以下、疲労強度の比較、組織依存性を検討する際には、疲労強度の基準の1つとして 10^3 サイクルの応力を用いることとする。

疲労強度の違いが明確に現れる要因は、各材料の繰返し加工硬化挙動に特徴があるためである。繰返し変形挙動は、疲労強度と強い相関があることが、最近の従来材料の疲労試験データから明らかにされている。^{17)~19)} 今回の材料に対しても、疲労強度と繰返し耐力の関係を調べると、Fig. 10のようによい相関を示し、静的な引張耐力などに対する相関よりもはるかによい。Fig. 10の傾きは、今回のTiAlで0.88となった。機械構造用調質鋼で0.86、非調質鋼で0.66、オーステナイトステンレス鋼、アルミニウム合金で約0.5といわれているが、^{17)~19)} 今回の結果は調質鋼の結果に近い。

疲労強度と γ 相の体積率の関係は、Fig. 11のようになる。両温度とも疲労強度は全体的に右下がりの傾向がある。以下、 γ 相の体積率が約50%までの範囲Ⅰと、50%以上の範囲Ⅱにおける疲労破壊形態の違いについて検討した。

範囲Ⅰにおける材料は、 γ 相はラメラ組織に囲まれ、ほぼ島状に単結晶で存在していた。繰返し変形は、Fig. 12(a)のように島状の γ 単結晶のなかですべりによって起こり、疲労き裂はFig. 12(b)のようにすべり線に沿ったり、2重すべりの交点などの応力集中部に発生した。¹²⁾ 疲労破面は、Fig. 12(c)のような粒内破壊の様相を示した。そのため、疲労強度は、 γ 単結晶の体積率に依存すると考えられる。

一方、範囲Ⅱの材料では、 γ 相は多結晶で存在し、組織の大半を占める。繰返しによるすべり変形は、Fig. 13(a)のように γ 粒内で生じ、粒内すべりは粒界まで達する。疲労き裂は、Fig. 13(b)のように、粒内すべりが阻止された粒界での応力集中によって粒界に発生する。疲労破面は、Fig. 13(c)のように粒界破壊が圧倒的に多くなる。¹²⁾ 一般的に金属間化合物においては、粒界が最もぜ

Fig. 11. Microstructure dependence of the fatigue strength.

Fig. 12. Slip lines and fracture mode of Ti-50Al as cast (Region I).

- (a) Slip lines. (b) Transgranular fatigue crack.
(c) Transgranular fatigue fracture surface.

Fig. 13. Slip lines and fracture modes of Ti-49Al-1V annealed at 1000°C /100h (Region II).

- (a) Slip lines. (b) Intergranular fatigue crack.
(c) Intergranular fatigue fracture surface.

い弱であら、 γ 粒界がある程度以上になると、その際の疲労強度は、 γ 粒の体積率にあまり依存しなくなると考えられる。

5 結 言

軽量耐熱構造材料として注目されている TiAl 金属間化合物の各組織材について、室温、800°C で疲労試験を行った結果、以下のことを明らかにした。

(1) 比較的高延性の Ti-48Al の疲労寿命は引張破断延性の大きさから、Manson-Coffin の式で予測でき、逆温度依存性も説明することができた。

(2) 10^3 サイクルの疲労強度と繰返し耐力は、従来の金属材料と同様に非常に相関があった。

(3) γ 相とラメラ組織の混合割合が変化する TiAl 材

の間では、疲労強度は、 γ 相の体積率の増加に伴い低下する傾向が認められた。

参考文献

- 1) 和泉 修, 日本金属学会報, **28**, 371 (1989).
- 2) 山口正治, 馬越祐吉, “金属間化合物”, p.23 (1986) 日刊工業新聞社.
- 3) Y. W. Kim, J. Metals, **41**, 24 (1989).
- 4) H. A. Lipsit, D. Shechtman and R. E. Schafrik, Met. Trans. A, **6A**, 1991 (1975).
- 5) 細見政功, 前田尚志, 岡田 稔, 鉄と鋼, **80**, 424 (1994).
- 6) 吉原美智子, 田中良平, 日本金属学会報, **30**, 61 (1991).

- 7) S. M. L. Sastry and H. A. Lipsit, Met. Trans. A, **8A**, 299 (1977).
- 8) 堤 三佳, 大谷隆一, 北村隆行, 高野伸一, 大嶋隆司, 材料, **44**, 769 (1995).
- 9) 戸梶恵郎, 塩田祐久, 根村昌志, 日本材料学会第 35 回高温シンポジウム前刷集, p.35 (1997).
- 10) 秋庭義明, 田中啓介, 木村英彦, 小越 慎, 材料, **46**, 1261 (1997).
- 11) Rajappa Gnanamoorthy, 武藤睦治, 正橋直哉, 水原洋治, 材料, **45**, 919 (1996).
- 12) 山口弘二, 下平益夫, 西島 敏, 鉄と鋼, **78**, 135 (1992).
- 13) 山口弘二, 下平益夫, 小林一夫, 橋本健紀, 信木 稔, 金材技研研究報告集, **14**, 337 (1993).
- 14) 野田俊治, 飯久保知人, 磯部 晋, 日本金属学会講演概要, 335 (1989).
- 15) M. J. Blackburn and M. P. Smith, U. S. Patent, No. 4294615 (1981).
- 16) L. F. Coffin. Jr., Fatigue at High Temperature, ASTM STP520, ed. by A. E. Carden, 5 (1973).
- 17) 西島 敏, 金材技研疲労データシート資料 5, 63 (1989).
- 18) 金澤健二, 木村 恵, 西島 敏, 金材技研疲労データシート資料 14, 42 (1996).
- 19) 松岡三郎, 長島伸夫, 西島 敏, 金材技研疲労データシート資料 17, 35 (1997).