工業用純チタンの疲労切欠感度に及ぼす結晶粒径の影響*

高尾 健一**, 十川 正典***, 松本 耕二****

Effect of Grain Size on Notch Sensitivity in Fatigue
of Commercially Pure Titanium

Ken-ichi TAKAO, Masanori SOGOH, and Kouji MATSUMOTO

The effect of a grain size on notch sensitivity in fatigue and crack growth of commercially pure titanium has been studied under push-pull loads, using mainly a two-stage replica technique with particular emphasis on the initiation of fatigue cracks at the notch root. Pure titanium has no non-propagating cracks even for a sharp notch with notch radius of 0.02 mm. It also shows the lowest sensitivity compared to mild steel and other metals. Notch sensitivity becomes lower as grain size increases, however, crack growth rates were not affected by grain size. It is concluded that the above-mentioned fatigue phenomenon of a pure titanium can be ascribed to a considerably high grain boundary constraint for the initial growth of a crack the size of one grain, due to the scarcity of slip systems.

Key Words: Fatigue, Notch Sensitivity, Pure Titanium, Grain Size, Push-Pull Loads, Crack Initiation, Crack Growth

1. 緒 言

すぐれた耐食性を有する工業用純チタンは、近年過酷な環境下で操業される化学工業用プラントなどに使用されるようになった⁽¹⁾。しかしながら純チタンの疲労に関する報告はまだ少ない⁽²⁾⁻⁽⁴⁾。また機械構造物の設計に際して金属材料の疲労に対する切欠の影響を理解することは重要である。最近、著者は純チタンの切欠材の疲労挙動について報告し、純チタンにおいてすべり帯に沿って発生した微小き裂が結晶粒界を貫いて伝ばするには、かなり大きな抵抗があることを示した。さらに、一般の延性金属では切欠半径が 10 分の数 mm 程度以下の場合に、停留き裂が存在することが知られているが、純チタンでは非常に鋭い切欠(切欠半径 0.02 mm)に対しても、停留き裂が存在しないことを見出した⁽⁵⁾。

繰返し荷重を受ける機械部品を使用する際、結晶粒径の小さな金属が好ましいことは周知の事実である。

これは結晶粒径が大きくなると疲労特性が低下するためである。しかしながら、上述したように純チタンにおいては、結晶粒界による塑性拘束の影響が大きいため、切欠材の疲労特性に及ぼす結晶粒径依存性を再検討する余地があると思われる。本研究の目的は、純チタンの板状切欠試験片の微小疲労き裂の発生・伝ば挙動と疲労切欠感度に関する結晶粒径の影響を調べることである。主として完全両振りの引張圧縮疲労試験を行い、切欠底での疲労挙動をレプリカ法で観察し、若干の知見を得たので報告したい。

2. 材料、試験片および実験方法

用いた材料は、厚さ 1 mm の工業用純チタン (JIS TP28) 圧延板である。化学成分を表 1 に示す。試験片形状を図 1 に示す。試験片の長手方向は圧延方向と一致している。図 1 の試験片形状に機械加工した後、試験部を研摩した。その後、結晶粒径を制御し、さらに残留応力を除去するため真空焼なましを行った。図 2 に組織写真を示す。機械的性質と熱処理条件を表 2 に示す。最後に試験片を化学研摩して表面層を 30 μm 程度除去した。

用いた試験機は、曲げねじり疲労試験機に簡単な装置を取付け、引張圧縮の荷重が加わるようにしたもの

* 昭和 61 年 10 月 7 日 第 64 期全国大会講演会において講演、原稿受付 昭和 61 年 3 月 27 日。

** 正員、弓削商船高等専門学校(〒794-25 愛媛県越智郡弓削町下弓削)。

*** 学生員、佐賀大学大学院(〒761-09 香川県大川郡大川町富田西 2594-1)。

**** 准員、トヨタ自動車㈱(〒471 豊田市トヨタ町 1)。

で、負荷容量は約3000 N、繰返し速度は2000 cpmである。切欠感度を調べるための疲労試験は、完全両振り（応力比 $R=-1$ ）の引張圧縮荷重で行った。適当な間隔で試験機を止め、切欠底を含む試験部分のレプリカを採取した。採取したレプリカに真空蒸着装置を用いて金を蒸着した。その後各レプリカを金属顕微鏡で観察した。き裂伝ばの測定は、応力比 R を変えて行った。純チタンとの比較のため軟鋼板（ $\sigma_B=318$ MPa, $\sigma_{ys}=194$ MPa, $\delta=42\%$ ）についても測定した。き裂長さはレプリカ法および直流電位差法を使用して測定した。

3. 実験結果

3.1 き裂発生過程 図3と4は、一定応力振幅下での種々の繰返し数の切欠底近傍の光学顕微鏡写真である。写真下部の暗い部分は切欠底である。疲労き裂は、切欠底の一結晶粒内のすべり帯に沿って発生し、これらのいくつかが合体して結晶粒径程度のき裂になる。その後、隣の結晶粒へと伝ばする。この過程ではき

裂となる領域の大きさはほとんど変化せず、すべりの繰返しによって全体としてき裂に近づく。これは、疲労き裂が一結晶粒内のある一点ではなく、結晶粒内のすべり面と同程度の有限な領域に沿って発生するためである。これらの特性は平滑材でも観察された⁽⁶⁾。図5は微小疲労き裂の発生と伝ば過程を模式的に示したものである。このような過程は、時効硬化アルミニウム合金以外のいろいろな金属材料でも認められている⁽⁷⁾。図4に示されるように大きな結晶粒径を有する鋭い切欠試験片では、発生したき裂の端からき裂が伝ばせず、発生したき裂の中程からき裂が伝ばを開始していることがわかる。これは以下で議論するように結晶粒界でのき裂伝ばに対する大きな拘束と、切欠底での高い応力こう配のためと考えられる。

3.2 疲労限度と切欠感度 一般に鋭い切欠を有

表2 熱処理条件と機械的性質

Conditions of heat treatment	Average grain size (mm)	Proof stress (MPa)	UTS (MPa)	Elongation (%)
Annealing, 800°C, 1 hr. in vacuum	0.15	163	317	52.3
Annealing, 700°C, 1 hr. in vacuum	0.05	171	332	55.3

表1 化学成分（重量%）

H	O	N	Fe	C	Ti
0.001	0.078	0.007	0.014	0.007	bal.

図1 試験片形状（単位 mm）

(a) 平均結晶粒径約150 μm (b) 平均結晶粒径約50 μm

図2 組織写真

図3 表面状態の変化（純チタン、平均結晶粒径約50 μm ）

図 4 表面状態の変化 (純チタン, 平均結晶粒径約 150 μm)

図 5 き裂発生過程の模式図

する延性金属が疲労限度で巨視的の停留き裂を持ち鈍い切欠では結晶粒径より大きな微視的の停留き裂を持つことはよく知られている。本実験では、結晶粒径が 150 μm と大きい純チタンに対しても非常に鋭い切欠(切欠半径 0.02 mm) 底に、巨視的な停留き裂は存在しなかった。また先に報告したように、平均結晶粒径が約 50 μm で、切欠半径 $\rho=0.1$ mm の切欠底にも、一結晶粒を超える微視的の停留き裂は発見できなかった⁽⁵⁾。結晶粒界を貫いてき裂が伝播を始めることは、BCC, FCC の結晶構造をもつ他の金属に比べて純チタンではかなり困難である。純チタンのき裂発生挙動は、Kunio と Yamada によって報告された、硬い結晶粒に囲まれた軟かい結晶粒をもつ金属のそれと類似なものと思われる⁽⁸⁾。

図 6 は非破壊最大弾性応力 $K_t\sigma_w$ (K_t : 応力集中係数) を平滑材の疲労限度 σ_{w0} で基準化したものと応力こう配 $\chi[(1/\sigma_{\max}) \cdot |d\sigma/dx|_{x=0}$: x は切欠底からの距離] との関係を示す。本試験片に対する K_t, x の値は文献(12), (13)より求めた。純チタンと軟鋼以外の金属のデータは回転曲げ疲労で得られたものである^{(9)~(11)}。

き裂発生に基づく疲労限度 σ_{w1} において、切欠底に繰返される最大応力 $\sigma_{\max}(=K_t\sigma_{w1})$ はほぼ χ のみで決まる⁽⁹⁾。これは切欠底の応力分布が $\sigma_{\max}$ と χ のみで規定される事実⁽⁹⁾⁽¹³⁾と、前述のき裂発生が切欠底の一点

図 6 チタンと他の材料との切欠感度の比較 ($K_t\sigma_w/\sigma_{w0}$: σ_{w0} で基準化した疲労限度での切欠底の最大応力, χ : 応力こう配, $K_t=K_f$ 線は最大感度を意味し、これから離れるほど感度が低下する)

の応力ではなく、有限領域の応力分布によって決まる事実⁽⁷⁾⁽⁹⁾に基づいている。すなわち切欠材の疲労限度では、切欠底の有限厚さの表面層にわたる平均化された応力が平滑材の疲労限度に等しくなることを意味している。 χ はほぼ ρ のみによって決まることに注目し、西谷ら⁽¹⁴⁾は最近停留き裂が存在する範囲まで含めた切欠疲労特性を $\sigma_{\max}$ と ρ のみにより統一的に取扱えることを示した。ここで切欠材の疲労特性を σ_{w0} で基準化した値 $K_t\sigma_w/\sigma_{w0}$ で整理したのは、異なる材料間の相対的な切欠感度を比較するのに適していると考えたからである。

図 6 で細線と一点鎖線との間の領域は各々の金属に対して、停留き裂が発生する領域である。水平な破線は応力集中係数 K_t と切欠係数 K_f が一致することを示すものであり、この破線は最も切欠に敏感であることを意味する。この線よりも上へ向かうほど切欠感度は減少する。純チタンは他の金属に比べて著しく切欠

図 7 純チタン (平均結晶粒径 50 μm) のき裂伝ば速度 da/dN と応力拡大係数幅 ΔK との関係

図 8 純チタン (平均結晶粒径 150 μm) のき裂伝ば速度 da/dN と応力拡大係数幅 ΔK との関係

図 9 軟鋼のき裂伝ば速度 da/dN と応力拡大係数幅 ΔK との関係

感度が低い。純チタンでは結晶粒径が大きくなると切欠感度はさらに低くなることがわかる。例えば、大きな結晶粒径を有する純チタンの破断限界応力は、切欠半径 0.1 mm のとき平滑材の疲労限度の 3 倍弱となっている。小さな結晶に対しては、切欠が鋭くなると、軟鋼や黄銅と比べてほぼ同じか高い切欠感度をもつようになる。これは、軟鋼や黄銅には停留き裂が存在するが⁽¹⁰⁾、純チタンには停留き裂が存在しないためである。

3.3 き裂伝ば 図 7～9 は応力拡大係数幅 ΔK^* とき裂伝ば速度 da/dN との関係を示す。実験に用いた試験片は、片側切欠の板状試験片 (幅 14 mm, 厚さ 1 mm) で、き裂を発生させるため、深さ 0.2 mm, 半径 0.02 mm の切欠を入れている。試験は一定応力比、一定応力振幅下で行われた。図 7～9 中の黒ぬりのマークは一定応力比で応力振幅を減少させて得られたものである。図 7～9 の最下端にある黒ぬりのマークは下限応力拡大係数幅 ΔK_{th} の値を示すものである。

き裂伝ば速度は、ほぼパリスの指数則に従っているようであり、その指数は純チタン、軟鋼とも約 2.6 程度であった。純チタンは軟鋼と比較して、同じ ΔK 値に対して多少高い伝ば速度を示す。純チタンにおいて

約 10 $\text{MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$ より小さな ΔK 値については、伝ば速度は結晶粒径の違いにかかわらずほぼ一致している。高い ΔK 値に対して、小さな結晶粒径を有する純チタンは、大きい結晶粒径を有する純チタンと比べて多少高い伝ば速度を示している。軟鋼では ΔK と da/dN の関係を示す S 字曲線を延長した所に黒ぬりのマークがある。しかし純チタンでは黒ぬりのマークは da/dN 値が、一定応力振幅下で得られる伝ば速度から予測されるよりもかなり小さな値を示している。これは純チタンでは小さなき裂の da/dN 値は、同じ ΔK 値を有する大きなき裂の da/dN 値と比べてかなり大きいことを意味している。

4. 考 察

純チタンのき裂発生・伝ば挙動で最も著しい特徴はき裂伝ば開始時における結晶粒界の塑性拘束効果⁽⁵⁾である。これは切欠材の疲労において顕著であり、このため、発生したき裂が粒界を貫いて伝ばを開始することはかなり困難にしている。このことが、疲労の切欠感度を低下させ、また純チタンに停留き裂が存在しない主な要因であると思われる。特に大きな結晶粒径を有する純チタンの平滑試験片の疲労限度 (110 MPa) は小さな結晶粒径を有するものの疲労限度 (130 MPa) に比べて約 15 % 低い。しかし、切欠試験片の無次元化された疲労限度は、図 6 に示されるように逆に 15 % 程度高くなっている。このように、結晶粒径の増加は

*1 応力振幅と降伏応力の比が 0.25～0.58 (軟鋼の 1 例のみ 0.68) で、 ΔK による整理には問題がある可能性もあるが、ここでは材料間の比較のため ΔK を用いた。

疲労切欠特性を悪化させるとは限らないことがわかる。さらに微小な疲労き裂は図8, 9に示されるように比較的高い伝ば速度をもつことが注目される。これは、いったんき裂が伝ばを開始すると容易に最終破壊に至ることを意味する。このことは、純チタンの疲労特性が、他の停留き裂を有する延性金属のそれと大いに異なることを示すものである。

5. 結 論

工業用純チタンの切欠材の疲労挙動への結晶粒径の影響と、き裂伝ば特性を、引張圧縮荷重下で調べ、以下の結論を得た。

- (1) 結晶粒径の異なる純チタンの両方とも、切欠半径0.02 mmという鋭い切欠に対してさえ停留き裂は発生しない。
- (2) 純チタンは、10分の数mm以上の切欠半径については、軟鋼や他の金属と比べて疲労に関する切欠感度は低い。しかしながら、非常に鋭い切欠については結晶粒径の小さな純チタンは停留き裂が存在しないため、軟鋼よりも切欠に敏感になる。
- (3) 結晶粒径が増加すると切欠感度が低くなるが結晶粒径の変化はき裂伝ば特性にはほとんど影響を与えない。
- (4) 純チタンの一結晶粒程度のき裂は結晶粒界を貫いて伝ばを始めるのは困難である。しかし、いったん伝ばを始めると容易に伝ばし、試験片を最終破断に

導く。

最後に、本研究を行うにあたり、ご助言とご指導をいただいた九州大学 西谷弘信教授に、また純チタンを提供された日本鋳業㈱に厚くお礼申し上げます。また、実験装置などの作成に援助された佐賀大学技官中原義高氏に、研究に協力された佐賀大学学生、加藤末徳、渡辺修一、内野雄次の諸君に感謝申し上げます。

文 献

- (1) 草道・ほか3名編, 金属チタンとその応用, (昭58), 日刊工業新聞社。
- (2) Ward-Close, C. M. and Beevers, C. J., *Metall. Trans.*, A 11-6 (1980), 1007.
- (3) Walker, C. J. and Beevers, C. J., *Fat. Eng. Mater. Struct.*, 1-2 (1979), 135.
- (4) Sugano, M. and Gilmore, C. M., *Metall. Trans.*, A 11-2 (1980), 559.
- (5) Takao, K. and Nisitani, H., *Proc. 2nd Int. Conf. Fatigue Fatigue Thresholds*, II (1984), 827.
- (6) 高尾・西谷, 日本材料学会第14回シンポジウム前刷集(昭55), 1.
- (7) Nisitani, H. and Takao, K., *Eng. Fract. Mech.*, 15-3-4 (1981), 445.
- (8) Kunio, T. and Yamada, K., *ASTM Spec. Tech. Publ.*, 675 (1979), 342.
- (9) 西谷, 機論, 34-259 (昭43), 371.
- (10) 西谷・岡坂, 機論, 39-317 (昭48), 49.
- (11) 西谷・千代, 機論, 40-329 (昭49), 41.
- (12) 西谷, 機論, 41-349 (昭50), 2518.
- (13) 西谷, 機論, 49-447, A (昭58), 1353.
- (14) 西谷・遠藤, 機論, 51-463, A (昭60), 784.