金属間化合物 TiAl 合金の高温疲労機構に 果たす複合組織の役割について*

鈴木 秀人^{*1}, 沼田 真一^{*2}, 西野 創一郎^{*1}

The Influence of Dual Phase on the Fatigue Mechanism of the Intermetallic Compound TiAl Alloy at an Elevated Temperature

Hideto SUZUKI, Shinichi NUMATA and Soichiro NISHINO

The influence of dual phase on the fatigue reliability of the intermetallic compound TiAl alloy at an elevated temperature was examined through in-situ observation of mesocrack behavior with scanning electron microscope (SEM)-servo testing. The main results obtained were as follows: (1) The fatigue strength ratio, that is strength/density, of intermetallic compound TiAl alloy at 1073 K under vacuum is excellent. (2) During most of the fatigue life of the intermetallic compound TiAl alloy, mesocrack growth was observed. Thus, the fine fatigue property of TiAl alloy is due to its higher resistance to mesocrack growth. (3) The effect of dual phase on fatigue crack growth was considerable. In the early stage of fatigue life, plastic deformation was observed in the lamellae structure, it triggered the γ phase brittle cracking. After that, brittle cracks in the γ phase caused shear cracking in the lamellae structure at the medium stage of fatigue life. Many mesocracks that is brittle crack in γ phase and shear cracks in lamellae structure, coalesced with each other into one macro fatigue crack.

Key Words: Intermetallic Compounds, Fatigue at Elevated Temperature, Dual Phase, Crack Propagation, In-situ Observation, Fractography

1. 緒 言

近年、エネルギー機器の高温疲労損傷の実態把握および寿命評価手法構築は、重要な研究課題となっている。かかる観点から、著者らは固溶強化形合金 Hastelloy-X や析出強化形単結晶合金 CMSX-4 の疲労解析を行い、耐熱超合金の高温疲労信頼性評価に関する一連の研究を展開している⁽¹⁾⁽²⁾。

金属間化合物 TiAl 合金は、金属とセラミックスの中間の性質を有しており、軽量かつ耐熱性に優れていることから、次世代の耐熱材料として期待されており、多くの研究が進められている^{(3)~(18)}。

しかしながら、TiAl 合金に関する研究成果のほとんどは、変形挙動や静的強度および破壊靱性に関する報告である^{(3)~(5)}。エネルギー機器設計において重要である疲労信頼性に関する研究成果、特に、高温疲労の結果は極めて少ない。

一方、TiAl は Ti と Al の組成比によって組織形態が大きく変化する。すなわち、TiAl(γ 相)と Ti_3Al (α_2 相)が層状に配置したラメラ層であり、これ

は一種の複合組織とみなせる^{(6)~(10)}。著者らの一連の研究報告によれば、複合組織を有する材料の疲労特性は複雑であり、その破壊挙動は微視組織の影響を大きく受ける⁽¹⁹⁾。しかしながら、TiAl 合金の高温疲労機構に果たすメゾ構造因子としての複合組織の役割に関する研究はほとんど見られない。

そこで本研究では、Ti 36 wt.%Al 合金の高温疲労信頼性について、ハイブリッド計測システムである SEM サーボにより、特にメゾき裂の発生・成長挙動をその場観察し、高温疲労機構に果たす複合組織の役割について詳細に解析する。

2. 実験方法

2.1 供試材および試験片形状 供試材は、Ti 36.3 wt.%Al(以下 TiAl と称す)であり、プラズマスカル溶解により鋳造されたインゴットより採取した。同材から、機械加工によって図 1 に示す形状のダンベル形平板試験片を作製した。試験片表面は #2000 までのエメリー紙で研磨した後、アルミナ粉末(粒子径 1.0 μm)によって鏡面仕上げとした。

2.2 組織解析結果 図 2 の TiAl 組織写真より、本材は極めて特徴的な微視組織を有している。すなわち、ラメラ層(TiAl + Ti_3Al)に γ 相(TiAl)が島状に

* 原稿受付 1996 年 9 月 24 日。

^{*1} 正員、茨城大学工学部 (〒316 日立市中成沢町 4-12-1)。

^{*2} 学生員、茨城大学大学院。

散在しており、複合組織の形態を呈している。

2・3 実験装置および実験方法 疲労試験機は、走査形電子顕微鏡(SEM)と電気油圧式高温疲労試験機を組み合わせたハイブリッド計測システム SEM サーボである。疲労試験は、荷重制御のもとで、試験温度 1073 K、真空中で行った。なお、荷重波形は、応力比 $R=0.1$ の正弦波であり、繰返し周波数は、30 Hz とした。

3. 実験結果

図3は、1073 Kにおける TiAl 合金の $S-N$ 線図である。図3には Ni 基耐熱超合金 Hastelloy-X の疲労試験結果を点線で併記してある。図3より、TiAl 合金の疲労強度は Hastelloy-X よりやや低いことがわかる。

しかしながら、図4は、 $S-N$ 線図を疲労比強度(疲労強度/比重)で再整理した結果であるが、同図より、TiAl 合金の疲労比強度は、Hastelloy-X の2倍にも及んでいる。したがって、TiAl 合金は Hastelloy-X

より軽量で疲労比強度に優れた耐熱材料であることが理解される。

4. 考 察

4・1 破面解析 図5は TiAl 合金の疲労破面の典型的な一例を示している。図5より、破面形態は、平坦なファセット面と凹凸の大きい筋状面の2種類に分類される。ファセット面は、 γ 相およびラメラ層界面をき裂が進展したことを示す。一方、筋状面は、き裂がラメラ層を横断して進展したことを示す。したがって、疲労機構に対するラメラの方位の影響が破面に顕著に現れていることが理解される。

一方、破面にはき裂がさまざまな方向へ進展した形跡が認められ、破壊起点部を特定することは、困難である。したがって、TiAl 合金の高温疲労破壊では、発生した単一き裂が進展し最終破断を導くのではなく、複数のき裂が連結を繰返しながらか成り、破壊へ至ると示唆された。そこで、SEM サーボによって表面き裂のその場観察を詳細に行い、TiAl 合金の高温疲労機構を解析する。

Fig. 1 Specimen geometry

Fig. 2 Microstructure of Ti36wt.%Al (γ : γ phase, L: lamellae structure)

Fig. 3 $S-N$ Diagram

Fig. 4 $S/\text{density}-N$ Diagram

Fig. 5 SEM photography of fractured surface ($S=100$ MPa, $N_f=4.7 \times 10^5$ cycles)

4・2 その場観察に基づくメゾき裂の機構解析

図6はTiAl合金の疲労過程におけるその場観察の一例である。図6より、試験片表面には多数のき裂発生が認められる。これらの多数発生するき裂形成機構を解析するためにそれぞれのき裂成長を調べた。その結果の典型的な二つの例を図7に示す。■印はき裂が成長した例であり、一方□印はき裂が停留した例である。■印の曲線中の矢印は、この段階での観察によって、き裂の連結を発見したことを示している。すなわち、本曲線からき裂の成長が連結により加速されることがわかる。一方、□印の曲線に示すように、寿命初期に発生したにもかかわらず、停留しているき裂も多く観察された。

さらにこれらの疲労き裂は、極めて特徴的な様相を

Fig. 6 In-situ observation of surface meso cracks ($S=100\text{ MPa}$, $N/N_f=40\%$)

Fig. 7 Crack propagation behavior

呈している。すなわち、分布き裂の角度分布を調査したところ、き裂群の大半は、荷重軸に対して垂直方向の垂直き裂および45度方向のせん断き裂の2種類に分類される。なお、それぞれき裂は組織特有の破壊形態を呈し、いわゆるメゾき裂と理解できる。ここでのメゾき裂は垂直き裂およびせん断き裂を含む1 mm以下のき裂とする。

これらのき裂群の発生機構を解析するために、各寿

Fig. 8 Crack angle distribution

Fig. 9 Crack length distribution

命比ごとの表面き裂の角度分布と長さ分布をそれぞれその場観察した結果を図8, 9に示す。図8, 9より、寿命の初期の段階($N/N_f=15\%$)で荷重軸に対し垂直の方向に多数き裂が発生することがわかる。これらのき裂は、長さが $100\mu\text{m}$ 以下のメゾき裂である。続いて、寿命の中期($N/N_f=40\%$)においては45度方向のせん断き裂が多数発生し、メゾき裂の長さも増加している。これは、垂直き裂が45度のせん断き裂を発生させ、これらのメゾき裂が互いに連結することにより成長するためである。このような連結を繰り返すことによって、メゾき裂はマクロき裂へと成長していく。さらに、最終段階において、これらの個々のメゾき裂は互いに連結し、き裂長さは加速的に増加する。最終的にこのような多数のき裂は、1本のマクロき裂となって最終破断を導く。

以上の結果より、TiAl合金の疲労寿命の大半はメゾき裂成長過程であると理解される。したがって優れた高温疲労比強度はメゾき裂の形成に対する抵抗性が大きいことに起因する。すなわち、TiAl合金の高疲

労比強度は、このような分布メゾき裂の停留メカニズムによってもたらされたと考えられる。分布メゾき裂の停留メカニズムは、TiAl合金における複合組織と密接に関連していると予測される。そこで、4・3節では複合組織内における垂直き裂およびせん断き裂の発生・成長状況を詳細に観察し、き裂停留メカニズムおよび高温疲労機構の解明を試みる。

4・3 メゾき裂の発生・成長に果たす複合組織の影響 試験片表面のその場観察結果に基づいて、複合組織内における変形を含めた、メゾき裂の発生および成長機構について考察する。

図10は寿命初期段階における表面の変形様相を観察した結果である。図10には、ラメラ層に沿った変形による平行線状の模様が認められる。これは、高温疲労過程においてラメラ層間がせん断変形したことを示している。一方、平行線状の模様が認められない場所は、 γ 相である。ラメラ層間のせん断変形に続いて、 γ 相で図11に示すような垂直形のき裂が発生する。一般に、 γ 相は脆く非常に割れやすい。したがって、

Fig. 10 Deformation in lamellae structure

Fig. 12 Crack arrest

Fig. 11 Crack initiation at γ phase

Fig. 13 Crack coalescence due to shear crack

Fig. 14 Mesocrack passing through lamellae structure

垂直き裂の発生は、ラメラ層間のせん断変形による応力集中が γ 相に作用したことに起因している。

γ 相で発生した垂直き裂は、 γ 相内部を進展し、ラメラ層と交差する部分で停留する。図 12 は停留き裂先端の観察結果であるが、 γ 相とラメラ層の境界で停留していることがわかる。このようなメゾき裂の停留は、き裂進展方向に対してラメラが垂直に近い角度に位置しているほど、顕著に認められる。武藤⁽¹¹⁾らや柴田⁽¹²⁾らも、き裂進展に及ぼすラメラ方位の影響が非常に大きいことを指摘しており、ラメラ方位は、TiAl の疲労信頼性向上の重要な支配因子であると解釈できる。

さらに、このような停留した垂直き裂群の一部は、ラメラ層間のせん断き裂を誘起し、そのせん断き裂と連結して成長する。図 13 は、連結寸前で 2 本の垂直き裂の様相をその場観察した結果である。ラメラに沿ったせん断き裂が 2 本の垂直き裂先端を連結させる様子が認められる。ラメラ層間はせん断変形しやすく、荷重軸に対して 45 度に位置するラメラにおいて優先的にせん断変形が起こり、せん断き裂の発生に至る。このようなせん断き裂による連結は繰返され、最終的には、メゾき裂先端の応力集中により図 14 に示すようなラメラ層を横断するき裂によってこれらのメゾき裂は加速的に成長し最終破断へ至る。

以上の結果を総括し、金属間化合物 TiAl 合金の高温疲労破壊機構を模式的に示したのが図 15 である。まず、寿命の初期にラメラ層間においてせん断変形が起こり、 γ 相に応力が集中し、垂直き裂が発生する。垂直き裂は、 γ 相とラメラ層の境界で停留する。その後、 γ 層の割れがラメラ層間のせん断き裂を導く、この段階までがメゾき裂過程である。さらに、これらのメゾき裂がラメラ層を横断する形で次々と連結を重ね

Fig. 15 Schematic illustration of Ti36wt.%Al fatigue fracture mechanism at elevated temperature

マクロき裂へと遷移し、最終破断へ至る。

以上の知見より、Ti 36 wt.%Al の高温疲労特性は、 γ 相とラメラ層という複合組織内で生じるメゾき裂の発生・成長挙動によって支配されていると解釈できる。したがって、複合組織の制御によって金属間化合物 TiAl 合金の高温疲労信頼性の向上が示唆され今後さらに検討を加える。

5. 結 言

TiAl 合金の高温疲労信頼性に関連してメゾき裂過程を SEM サーボによってその場観察し、疲労機構に果たす複合組織の役割を解析した。

得られた結果は以下のとおりである。

(1) TiAl 合金は 1073 K、真空中での高温疲労に関して Hastelloy-X より優れた比強度を有する。

(2) TiAl 合金の疲労寿命の大半はメゾき裂成長過程である。すなわち優れた高温疲労比強度はメゾき裂の形成に対する抵抗性が高いことに起因する。

(3) 変形を含めた疲労機構は TiAl 合金の複合組織と密接に関連している。すなわち、寿命のごく初期にラメラ層内にまず塑性変形が荷重軸に 45° に生じる。次に、その変形と交差する γ 相に荷重軸に対し 90° の垂直き裂が脆性的に発生するが、ラメラ層により進展が阻止される。さらに多数形成された γ 相の

割れがラメラ層内のせん断形き裂を誘起し、次々と連結して、最終破壊をもたらす。

本研究の遂行にあたり、ご支援をいただいた、茨城大学・辻本得蔵教授に厚く感謝する。

文 献

- (1) 鈴木秀人・永井邦和・桜井茂雄・金子了市, 機論, **61**-589, A (1995), 1921-1926.
- (2) 鈴木秀人・西野創一郎・松山健也, 機論, **62**-597, A (1996), 1146-1151.
- (3) 山口正治・乾晴行・呉明勲, 金属学会会報, **30**-1 (1991), 43-48.
- (4) Lipsitt, H. A., Shechtman, D. and Schafrik, R. E., *Met. Trans.*, A, **6** (1975), 1991-1996.
- (5) 横島重信・山口正治, まてりあ, **35**-5 (1996), 542-550.
- (6) 辻本得蔵・竹山雅夫, 材料科学, **26**-6 (1989), 217-221.
- (7) 信木稔・橋本健紀・辻本得蔵, 金属学会会報, **30**-1 (1991), 49-53.
- (8) 細見政功・前田尚志, 鉄と鋼, **82**-3 (1996), 255-260.
- (9) Chan, K. S. and Kim, Y. W., *Met. Trans.*, A, **23** (1992), 1663-1677.
- (10) 堤三佳・大谷隆一・北村隆行・高野伸一・大嶋隆司, 材料, **44**-501 (1995), 769-775.
- (11) Rajippa, Gnanamoorthy・武藤睦治・正橋直哉・水原洋治, 材料, **45**-8 (1996), 919-926.
- (12) 柴田英明・戸梶恵郎・小川武史・塩田祐久, 機論, **61**-586, A (1995), 1205-1211.
- (13) 山口弘二・下平益夫・西島敏, 鉄と鋼, **1** (1992), 134-140.
- (14) Davidson, D. L. and Campbell, J. B., *Met. Trans.*, A, **24** (1993), 1555-1574.
- (15) Sastry, S. M. L. and Lipsitt, H. A., *Met. Trans.*, A, **8** (1977), 299-308.
- (16) Aswath, P. B. and Suresh, S., *Met. Trans.*, A, **22** (1991), 817-828.
- (17) 鞘師守・野田俊治・真木邦雄・岡部道生・江平淳・ほか2名, アルトピア, **7** (1996), 9-16.
- (18) 磯部晋, 素形材 (1989-3), 1-5.
- (19) Suzuki, H. and McEvily, A. J., *Met. Trans.*, A, **10** (1979), 475-481.