Ti-6Al-4V 合金の溶体化処理・時効処理材の
疲労破面における X 線フラクトグラフィ*崔 性 大^{*1}, 三 沢 啓 志^{*2}
秋 田 貢 一^{*2}, 児 玉 昭 太 郎^{*3}X-ray Fractography on Fatigue Fractured Surface of Solution and Aging
Treated Ti-6Al-4V AlloySeong-Dae CHOI, Hiroshi MISAWA,
Koichi AKITA and Shotaro KODAMA

Fatigue tests were carried out under two kinds of stress ratios in constant amplitude loading of Ti-6Al-4V alloy after heat treatment of solution at 1223 K and aging at 813 K (STA). Retardation behavior of fatigue crack propagation was observed. It is considered that this retardation is caused a stress relieving at front of crack tip by growth of secondary cracks. X-ray fractography, which is a technique to estimate the stress conditions and to be used for analysing a mechanisms when a fracture of structures occurs, is applied on fractured surface. Distributions of residual stress and half-value breadth by X-ray technique on the fractured surface along the crack propagation direction as a function of a stress intensity factor. It was found that the residual stress on the fatigue fractured surface had a peak value when maximum stress intensity factor was nearly equal to $25 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Strain induced transformation was observed on the fatigue fractured surface from X-ray diffraction pattern. The half-value breadth on fractured surfaces increased with increasing maximum stress intensity factors. Depth of monotonous plastic zone size was estimated from a change of the distribution of the residual stress in direction of depth near fractured surface. Depth of monotonous plastic zone size w_y was expressed by following equation; $w_y = a(K_{\text{max}}/\sigma_y)^2$, where the value of a was 0.17. By using X-ray fractography, maximum stress intensity factor K_{max} in fatigue crack propagation of Ti-6Al-4V alloy can be predicted.

Key Words: Titanium Alloy, Fatigue Fractured Surface, X-ray Fractography, Residual Stress, Half-Value Breadth, Plastic Zone, Strain Induced Transformation, Imaging Plate, X-ray Diffraction Profile

1. 緒 言

チタン合金は、構成相から α 型、 $(\alpha+\beta)$ 型および β 型に分類される。代表的な $(\alpha+\beta)$ 型の Ti-6Al-4V 合金は、熱処理性、溶接性、加工性などに優れているため、航空、宇宙機器、海洋構造物および発電機器などに広く用いられている。Ti-6Al-4V 合金の一般組織は、最密六方格子の α 相と体心立方格子の β 相の混合組織である⁽¹⁾。この合金は熱処理によって組織と機械的性質が変化し、疲労特性もその影響を受けるチタン合金の疲労特性とき裂進展挙動に関する研究は報告されているが⁽²⁾⁽³⁾、チタン合金の X 線応力測定や X 線破面解析に関する研究はほとんどなされていない。X 線フラクトグラフィは破面に X 線回折法を適用して得られる結晶のひずみに関する情報をもとに、破壊機構の解明や破壊時の力学的条件の推定などを行うも

のである。鉄鋼材料の疲労破面解析に X 線回折法を利用した研究は多く行われている^{(4)~(6)}。その結果、破面の残留応力 σ_r と破壊力学パラメータの K_{max} , ΔK_{eff} との定量的な相関関係が求められている。本研究では、標準的な熱処理(溶体化処理と時効処理)を施した Ti-6Al-4V 合金の疲労き裂進展挙動を検討し、また、疲労破面近傍の残留応力および、X 線回折プロファイルの半価幅と、破壊力学パラメータとの関係を検討した。なお、X 線回折パターンを用いて加工誘起変態と集合組織に関しても検討した。

2. 実 験 方 法

2.1 試験片と疲労試験 供試材は通常の $\alpha+\beta$ 組織圧延板材の Ti-6Al-4V 合金で、化学成分を表 1 に示す。試験片は納入材から L-T 方位で幅 67.5 mm、厚さ 11 mm の CT 試験片、および JIS Z 2202 の 5 号の衝撃試験片を切り出した。ここで、L 方向は板の圧延方向、T 方向は板幅方向、S 方向は板の厚さ方向を示す。また、L-T 方位とは荷重負荷方向が板の圧延方向に平行で、き裂進展方向が板幅方向に平行とな

* 原稿受付 1997 年 4 月 11 日。

^{*1} 東京都立大学大学院(〒192-03 八王子市南大沢 1-1)。^{*2} 正員、東京都立大学大学院工学研究科。^{*3} 正員、湘南工科大学機械工学科(〒251 藤沢市辻堂西海岸 1-1-25)。

ような試験片の方位を示す。なお、X 線応力定数を測定するために幅 9.5 mm、長さ 55 mm、厚さ 3 mm の曲げ試験片を使用した。熱処理は試験片加工後、真空熱処理炉で 1223 K×1 h 保持後水冷の溶体化処理後 813 K×4 h 保持後空冷の時効処理(以下 STA という)を実施した。このときの機械的性質と組織写真をそれぞれ表 2 と図 1 に示す。STA 材は初析 α 相と準安定な針状 α 相が溶体化処理によって生成し、時効処理により α 相が($\alpha+\beta$)相に分解し、 β 相に微細な α 相が析出する複雑な組織になっている。

疲労試験は油圧式疲労試験機を利用して室温大気中で実施した。応力比は $R=0.05$ と 0.5 で一定荷重振幅疲労試験を行った。き裂長さの測定は、0.01 mm まで読取り可能な移動顕微鏡を使用し、試験片表面で行った。き裂開閉口挙動は除荷弾性コンプライアンス法によって観察した。

2・2 X 線回折測定条件 疲労破面の残留応力と半価幅の測定には、X 線応力測定装置 [理学電機(株)製 PSPC-MSF] を用い、STA 処理した Ti-6Al-4V 合金の α 相の (2,1,-3,1) 面の回折線を測定した。図 2 は X 線回折を行った破面および表面と圧延方向の関係を模式的に示す。図 2 (a), (b) はそれぞれ疲労破面と衝撃破面で、残留応力と回折パターンを測定した。図 2 (c) は四点曲げ試験片で X 線応力定数を求

めた。図 2 (d) は素材の集合組織を検討するために背面反射法により、回折像を測定した。それぞれの回折条件を表 3 に示す。なお、X 線応力測定に必要な応力定数は、四点曲げ試験機により曲げ試験片に負荷した機械的負荷ひずみと、X 線のひずみとの関係から実験的に求めた。四点曲げ試験片の表面は 2000 番までのエメリー紙によって研磨した。四点曲げ試験機の内側スパンは 20 mm、外側スパンは 44 mm である。試験片に負荷した機械的ひずみは、試験片に貼付したひずみゲージを用いて測定した。疲労破面上の半価幅は、破面に平行な結晶面(X 線入射角 $\psi=0^\circ$)について測定した。疲労破面の塑性域深さの測定は、疲労破面を電解研磨によって層除去し、除去後の表面の半価幅と残留応力測定を繰返すことによって行った。そして、塑性域深さは、半価幅が初期値になるか、残留応力が一

Table 3 Condition of X-ray diffraction

	Residual stress	Diffraction pattern	Image plate
Characteristic X-ray	Co-K α	Cu-K α	Co-K α
Diffraction plane	α -Ti (21-31)	Ti	α -Ti (21-31)
Filter	Fe foil	Graphier monochromator	-
Counter	PSPC	Scintillation	-
Tube voltage	30kV	30kV	30kV
Tube current	8mA	30mA	8mA
Irradiated area	1×4mm ²	-	Ø 1.5mm
Diffraction speed	-	0.5deg./min.	-
Preset time	180sec.	2sec.	1800sec.

Table 1 Chemical compositions [wt. %]

Al	V	O	Fe	C	H	N	Ti
6.21	4.16	0.139	0.159	0.005	0.006	0.003	Bal.

Table 2 Mechanical properties of Ti-6Al-4V alloy

0.2% proof stress (MPa)	Tensile strength (MPa)	Elongation (%)	Reduction of area (%)	Modulus of elasticity (GPa)	Impact value (J)
1088	1165	10.5	31.4	145	60.6

(a) L-T surface

(b) S-T surface

Fig. 1 Microstructure of material used in this study

Fig. 2 Locations of X-ray irradiated points for measuring X-ray diffraction

定値になったときの深さとした。電解研磨の深さ測定には、接触式変位計 [(株)キーエンス製 AT-104] を用いた。破面の X 線回折パターンは、X 線回折装置 (島津 XD-D 1) を用い、Cu-K α 線によって表 3 に示す条件で測定し、疲労荷重による加工誘起変態の検討に供した。

3. 実験結果および考察

3・1 疲労き裂進展挙動 図 3 に、き裂進展速度 (da/dN) と有効応力拡大係数範囲 (ΔK_{eff}) の関係を示す。応力比の影響は ΔK_{eff} が低いほど著しく現れた。図 4 に SEM による衝撃破面と疲労破面の写真を示す。衝撃破面はディンプルの形態を示し、疲労破面は全域にわたって二次き裂が観察された。この二次き裂の発生により、き裂先端の応力が緩和を起こすため、主き裂を進展させる力が低下すると考えられる。疲労き裂進展に及ぼす主き裂の遅延効果として二次き裂進展による三次元的な応力の拡散が考えられる。

3・2 加工誘起変態と集合組織 オーステナイト系ステンレス鋼などは疲労により加工誘起変態が生じる⁽⁷⁾。チタン合金でも透過電子顕微鏡によって β 相か

ら α'' 相に加工誘起変態することが確認されている⁽⁸⁾。加工誘起変態による構成相の割合の変化は、破面残留応力に影響を及ぼすと考えられるので、供試材の S-T 面 (疲労破面と同一面) と $R=0.05, 0.5$ の疲労破面と衝撃破面において X 線回折パターンを測定した。その結果が図 5 で、この 2θ の範囲内では α 相の X 線回折角度は $35.3^\circ, 38.5^\circ$ と 40.4° の 3 点であり、 β 相の X 線回折角度は 39.9° である。図 5 (a) は供試材の T-S 面の X 線回折パターンであり、 α 相より β 相の回折強度が低い。すなわち、溶体化処理と時効処理による $\alpha + \beta$ 相の組織から β 相が少なく、 α 相が多い組織になると考えられる。図 5 (b) と (c) は疲労破面の X 線回折パターンで応力比がそれぞれ 0.05 と 0.5 である。これより応力比に関係なく疲労破面には β 相の回折を示すピークが見られなくなった。これは疲労荷重によって β 相から α'' 相に加工誘起変態が起こったためであると考えられる。しかし、斜方晶構造を持つ α'' 相の X 線回折角度は 37.5° 付近である⁽⁹⁾ が、最密六方晶構造を持つ α 相と異なっている。なお、 α'' 相の X 線回折角度には回折を示すピークが見られないので、今回の X 線回折に用いた α 相の回折現象には β 相の加工誘起変態による影響を受けていないと考えられる。図 5 (d) は衝撃破面の X 線回折パターンであり、回折強度は図 5 (a), (b), (c) より低い。これは破面粗さが大きいためであると考えられる。図

Fig. 3 Relation between crack growth rate and effective stress intensity factor range

(a) Impact fracture surface (b) Fatigue fracture surface ($K_{\text{max}} = 27 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$)

Fig. 4 SEM photographs of fracture surface

Fig. 5 X-ray diffraction patterns of fracture surfaces and specimen surface

5 (a), (b), (c)には回折が認められないが図 5 (d)の回折角度 $2\theta=37.5^\circ$ はひずみ速度によって斜方晶構造を持つ α'' 相が加工誘起変態により生ずると考えられるが, 加工誘起変態について詳細な検討は今後の課題としたい。

図 6 は供試材の集合組織を検討するための背面反射法による X 線回折像である。図 6 (a)は疲労破面と同一面であり, 供試材の T-S 面である。図 6 (b), (c)はそれぞれ S-L 面と L-T 面である。図 6 (a)は紙面横方向には回折線の幅が広く縦方向には狭いという集合組織の特徴⁽¹⁰⁾ が若干見られるが, 図 6 (b)と (c)は集合組織が見られなかった。したがって, 本供試材の X 線応力測定では集合組織を考慮せず通常の $2\theta\text{-}\sin^2\psi$ 法を用いた,

3.3 破面上の X 線パラメータ 本研究ではチタンの α 相の X 線応力定数を実験的に求め, その応力定数を破面残留応力の測定に用いた。小型四点曲げ試験装置を利用して負荷し, 材料の機械的な弾性係数を求めた。負荷段階での X 線回折角を測定して得られた $2\theta\text{-}\sin^2\psi$ 線図のこう配と機械的ひずみ(ϵ_M)との関係を図 7 に示す。この測定により得られた X 線応力定数は -239 MPa/deg である。

図 8 に, き裂進展方向の破面残留応力を $K_{\max}$ で整理した結果を示す。大部分の鉄鋼材料のように, $K_{\max}$

Fig. 6 Diffraction patterns obtained from different area shown in Fig. 2

Fig. 7 Relation between $\partial(2\theta)/\partial\sin^2\psi$ and mechanical strain

$=20\sim30 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 付近で最も大きい残留応力値を示している。 $K_{\max}$ が $30 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ より大きくなると残留応力は減少している。高強度鋼では破面残留応力と最大応力拡大係数の関係に応力比の影響が顕著に現れ, 応力比が低いほど引張残留応力が低い。しかし, 本供試材では, 応力比の影響はあまり見られなかった。

図 9 は, X 線回折プロファイルの半価幅を最大応力拡大係数($K_{\max}$)で整理した結果を示す。 $K_{\max}$ の増加に伴い半価幅も増加するようである。応力比が大きいほど増加するよう配がすこし大きいようであるが応力比の影響は明確ではない。鉄鋼材料の X 線プロファイルの半価幅は材料の硬化の程度と対応することが知られており, 一般に半価幅の増加は転位密度の増加と, これに伴う微視ひずみの増加に対応している⁽¹¹⁾。破面残留応力や半価幅と $K_{\max}$ の関係に応力比の依存性がない傾向は, 低強度鋼, すなわち, 繰返し硬化材料と同様の傾向である。しかし, Ti-6Al-4V 合金は繰返し軟化材料である⁽¹²⁾。したがって, 鉄鋼材料で観察

Fig. 8 Relation between residual stress and maximum stress intensity factor

Fig. 9 Relation between half-value breadth and maximum stress intensity factor

される破面の X 線パラメータと $K_{\max}$ の関係を繰返し特性によって分類する方法は本供試材には適用できないようであり、この原因については今後、詳細な検討を行う予定である。

3・4 破面下の X 線パラメータ 疲労破面において、X 線パラメータの深さ方向の分布をもとに塑性域深さが決定できる。破面を深さ方向に電解研磨して、層除去研磨後の表面の X 線残留応力と半価幅を測定すると、残留応力が一定値になる深さ、あるいは、半価幅が初期値になる深さが塑性域深さに対応する。図 10 には疲労破面からの深さと X 線残留応力の関係を示す。 $K_{\max}$ が 22 MPa $\sqrt{\text{m}}$ 、29 MPa $\sqrt{\text{m}}$ 、39 MPa $\sqrt{\text{m}}$ の位置で深さ方向の残留応力分布を測定した。破面からの深さが増加すると引張残留応力は減少し、ある深さ以上で残留応力はほぼ零になった。 $K_{\max}$ が大きい方が塑性域が深くなっている。

図 11 には疲労破面からの深さと X 線回折半価幅の関係を示す。疲労破面の半価幅より破面の深さ方向の半価幅は減少し、塑性域に到達すると半価幅の初期値になった。残留応力と半価幅を用いて塑性域深さを求めることができたが、半価幅のほうが残留応力よりば

Fig. 10 Distribution of residual stress beneath fracture surface

Fig. 11 Distribution of half-value breadth beneath fracture surface

らつきが大きいようである。疲労破面に対する最大塑性域深さ ω_y と $K_{\max}$ の関係は式(1)のようになる。

$$\omega_y = \alpha (K_{\max} / \sigma_y)^2 \quad \dots\dots\dots (1)$$

ただし、 σ_y は降伏応力、 α 値は実験定数である。図 12 には図 10 により求めたそれぞれの $K_{\max}$ における塑性域の深さと $(K_{\max} / \sigma_y)^2$ の関係を示す。ここでプロットした線のこう配 α は 0.17 になる。平面ひずみ弾塑性体の有限要素法で求めた α 値は 0.15 に近い⁽¹³⁾。鉄鋼材料では 0.14~0.15 程度になる⁽¹⁴⁾。しかし、塑性域中で加工硬化あるいは加工軟化のため降伏応力は静的引張試験の降伏応力と一致しないと考えられる。従来の結果から繰返し硬化材では α 値は小さく、繰返し軟化材では大きくなる傾向があるので、STA 処理した Ti-6Al-4V 合金は繰返し軟化により α 値が大きめになっていると考えられる。

4. 結 論

STA 処理した Ti-6Al-4V 合金を用いて応力比 0.05 および、0.5 の疲労き裂進展試験を行い、得られた疲労破面上および、破面下の残留応力と半価幅を X 線を用いて測定し、破壊力学のパラメータの $K_{\max}$ との相関関係を検討した。得られた主な結論を以下に示す。

- (1) 疲労破面には、き裂進展の遅延の原因と見られる二次き裂が数多く観察された。
- (2) 疲労過程において加工誘起変態がほとんど生じていない。
- (3) α 相の (21-31) 回折を用いて実験的に求めた α 相の X 線応力定数は -239 MPa/deg である。
- (4) 疲労破面上における残留応力と最大応力拡大係数との関係は、最大応力拡大係数が約 20~30

Fig. 12 Relation between maximum plastic zone size and maximum stress intensity factor

MPa $\sqrt{m}$ において残留応力が最大値になる。

(5) 塑性域深さ w_y と K_{max} との間には次の関係が成立した。

$$w_y = \alpha(K_{max}/\sigma_y)^2$$

ただし、 σ_y は降伏応力、 α 値は 0.17 の実験定数である。この式を用いることにより事故破面において w_y を測定すれば K_{max} が推定できる。

終わりに、試験片材料をご提供していただいた、大同特殊鋼(株)の紅林豊系に謝意を表す。また、貴重な助言と X 線回折パターンを測定していただいた、上智大学の白砂洋志夫博士に謝意を表す。

文 献

- (1) 草道英武・村上陽太郎・木村啓造・和泉修, 金属チタンとその応用, (1983), 51, 日刊工業新聞社.
- (2) 戸梶恵郎・小川武史・大矢耕二, 材料, **42**-473 (1993), 169-175.
- (3) 秋田貢一・三沢啓志・戸部省吾・児玉昭太郎, 日本材料学会第 21 回疲労シンポジウム講演論文集, (1992), 115-118.
- (4) 秋田貢一・児玉昭太郎・三沢啓志・戸部省吾, 材料, **40** 454(1991), 804-810.
- (5) 秋田貢一・児玉昭太郎・三沢啓志, 材料, **43**-495(1994), 1584-1590.
- (6) 田中啓介・ほか 13 名, 昭和 62 年度科学研究費補助金総合研究(A)研究成果報告書, (1988).
- (7) 吉岡靖夫, B. Guimard, 非破壊検査, **35**(1986), 524-531.
- (8) 下川敦・新家光雄・小林俊郎, 日本材料学会第 21 回疲労シンポジウム講演論文集, (1992), 199-202.
- (9) 笹野久興・小森進一・木村広造, 日本金属学会誌, **38** (1974), 199-205.
- (10) 吉岡靖夫・松井久明, 材料, **37**(1988), 1234-1239.
- (11) 日本材料学会編, X 線材料強度学, (1973), 231.
- (12) 幡中憲治・大木順司・植野史, 日本材料学会第 21 回疲労シンポジウム講演論文集, (1992), 99-102.
- (13) Levy, N., Marcal, P. V., Ostengren, W. J. and Rice, J. R., *Int. J. Fract.*, **7** (1971), 143-149.
- (14) 吉岡靖夫・寺沢正男・泉山昭政, 日本材料学会第 14 回 X 線材料強度に関するシンポジウム講演論文集, (1977), 53-56.