

# 各種チタン合金の完全片振り疲労挙動に及ぼすクリープと荷重繰り返しの影響

長谷玄一郎<sup>1,\*1</sup> 北澤留弥<sup>1,2,3</sup> 吉田 誠<sup>4</sup> 堀部 進<sup>1,\*2</sup>

<sup>1</sup>早稲田大学大学院創造理工学研究科総合機械工学専攻

<sup>2</sup>独立行政法人日本学術振興会

<sup>3</sup>独立行政法人宇宙航空研究開発機構

<sup>4</sup>早稲田大学各務記念材料技術研究所

J. Japan Inst. Met. Mater. Vol. 77, No. 10 (2013), pp. 455-460

© 2013 The Japan Institute of Metals and Materials

## Effect of Creep and Cyclic Loading on Pulsating Fatigue Behavior for Various Ti Alloys under Stress Ratio $R=0$

Gen-ichiro Nagatani<sup>1,\*1</sup>, Rumi Kitazawa<sup>1,2,3</sup>, Makoto Yoshida<sup>4</sup> and Susumu Horibe<sup>1,\*2</sup>

<sup>1</sup>Department of Modern Mechanical Engineering, Graduate School of Creative Science and Engineering, Waseda University, Tokyo 169-0072

<sup>2</sup>Japan Society for the Promotion of Science, Tokyo 102-0083

<sup>3</sup>Japan Aerospace Exploration Agency, Sagamihara 252-5210

<sup>4</sup>Kagami Memorial Research Institute for Materials Science and Technology, Waseda University, Tokyo 169-0051

It is well known that creep at room temperature remarkably occurs in  $\alpha$ -Ti alloys. Cyclic creep also appears. Moreover, Ti alloys have different crystal structures and various mechanical properties. Although the cyclic creep behavior and the cyclic softening behavior have been studied, integrated effect of them on fatigue life has not been clarified yet. In this study, fatigue behavior under stress ratio  $R=0$ , on Ti alloys of three crystal structures, is investigated. Influence of the cyclic creep and fatigue damage, and influence of the crystal structure to fatigue life are examined. As the results, it is found that as to the  $\alpha$ -Ti, creep is the dominant damage factor. On the other hand, as to the  $\beta$ -Ti alloy, fatigue is the dominant damage factor. As to the  $\alpha+\beta$ -Ti alloy, both creep and fatigue are the dominant damage factors (intermediate type). Furthermore, it is found that the area ratio and grain diameter of  $\alpha$  phase, the spacing between different phases, should influence on cyclic creep strain rate. [doi:10.2320/jinstmet.J2013014]

(Received February 26, 2013; Accepted June 24, 2013; Published October 1, 2013)

**Keywords:** titanium alloy, fatigue, creep, crystal structure

## 1. 緒 言

Ti合金は、室温で $\alpha$ 相(hcp)が単独で存在する $\alpha$ 合金、 $\beta$ 相(bcc)が安定に存在する温度領域から急冷すると準安定に $\beta$ 相となる $\beta$ 合金、室温で $\alpha$ 相と $\beta$ 相の両方が共存する $\alpha+\beta$ 合金と3つに大別できる。

まず、Ti合金における常温クリープの研究について述べる。Yamadaらは、クリープ挙動に及ぼす結晶構造の影響を調査するためにチタン合金以外にも異なる結晶構造の合金のクリープ挙動を比較した。それぞれhcp, bcc, fccの3つの異なる結晶構造を持つ合金においてクリープ挙動の調査をしたところ、 $\alpha+\beta$ 型Ti合金を含むすべてのhcp合金は室温で大きな一次クリープを示した。hcp材料の中で、Ti合金はMg, Zr合金を含む他の材料より多くのクリープを示し

た<sup>1)</sup>。さらに、Ti合金の常温クリープ機構について、Ankemらは $\alpha+\beta$ 型二相Ti合金の常温クリープは $\alpha$ 相内や $\beta$ 相内の界面を通過する粗いすべりによるものであるとしている。また、Ankemらはこの $\alpha-\beta$ 界面を横切るすべりについて、Ti-8.1V合金の場合、 $\alpha$ 相内のすべり帯や双晶、 $\beta$ 相内の応力誘起マルテンサイトの形成によるものであると考えている<sup>2-4)</sup>。以上のように、常温クリープにおける結晶構造の影響や破壊メカニズムについては研究されているが、この常温クリープの機構が疲労(繰返しクリープ, cyclic creep)に対しても適用できるかどうかは明らかでない。

次に繰返し荷重下の研究について述べる。片振り応力下での二相合金Ti-6Al-4V合金について、Lanningらにより、針状組織の存在は破壊靱性、繰返しクリープ特性の改良を導くと報告されている<sup>5)</sup>。また、高温条件における針状組織の繰返しクリープ特性に関しては、Leeらにより報告されており、異なる冷却速度により熱処理されたTi-6Al-2Sn-4Zr合金( $\beta$  annealed材)において、より狭いラメラ層間隔を持つ

\*1 早稲田大学大学院生(Graduate Student, Waseda University)

\*2 2012年逝去(Passed away in 2012)

試験片が、広いラメラ層間隔を持つ試験片より長い寿命となることから、繰返しクリープ特性に対して支配的なミクロ構造パラメータは $\alpha$ ラメラ層間隔に関係した $\alpha$ 相のすべり長さであると報告している<sup>6)</sup>。さらに Lindemann らによる、チタン合金の中でも $\alpha+\beta$ 型合金と Near  $\alpha$ 型合金だけが片振り応力下において著しい疲労損傷を受けることが報告されている<sup>7)</sup>。以上のように、片振りを含めた繰返し荷重において、結晶構造に対する繰返しクリープ特性や疲労特性の個々の研究はなされているが、両挙動の損傷関係を比較し研究しているものはない。

Ti 合金の常温クリープメカニズムや疲労挙動に関しては徐々に解明されてきている。しかし、繰返し荷重条件において、クリープ挙動と疲労挙動が重畳する中で両者の寿命に与える影響度合いについては明らかでない。そのため本研究では、繰返しクリープと疲労による損傷が疲労寿命に及ぼす影響を解明し、両者の相関関係を把握することを目的とした。本研究では、結晶構造( $\alpha$ 型、 $\beta$ 型、 $\alpha+\beta$ 型)の異なる4種類のTi合金に対して、応力比 $R=0$ の完全片振り疲労試験とし、応力条件(U.T.S.比)および、荷重の荷重時間を変化させるための周波数を変化させて、繰返しクリープ歪速度や塑性歪振幅、疲労寿命などを取得した。特に繰返しクリープ挙動と疲労挙動をサイクル数の変化に対して、どう変化するかを考察した。ここで、従来用いられている繰返し応力歪応答(Cyclic Stress-Strain Response: CSSR)およびサイクル数と繰返しクリープ歪速度の関係図から、塑性歪振幅と繰返しクリープ歪速度の間での単一の相関関係を把握することは容易ではない。そこで、サイクル数の変化に対する2つの挙動を比較し考察するための新たな方法が必要となる。その方法が、著者らが考案した塑性歪振幅と繰返しクリープ歪速度の関係図(以後、提案者の名前に因んで Susumu-Horibe curve, SH 曲線とする)であり、この関係図を使用し寿命に対する支配因子を検討することを中心に行った。

## 2. 実験方法

### 2.1 供試材

本研究では、 $\alpha$ 型チタンの純Ti、 $\alpha+\beta$ 型チタン合金のTi-6Al-4V合金(以降、Ti-6-4合金と略記)、および $\beta$ 型チタンのTi-15V-3Cr-3Al-3Sn合金(以降、Ti-15-3合金と略記)の3種類のTi合金を供試材として用いた。Ti-6-4合金に関しては、ELI材という侵入型固溶元素を低減した材料を使用した。供試材の化学組成をTable 1~3に示す。

この試験片にそれぞれ、次の熱処理を施した。純Tiは749°Cで40分間保持した後、空冷(AC)した。Ti-15-3合金は780°Cで30分間保持した後ACした。そしてTi-6-4合金に関しては、 $\alpha$ 相と $\beta$ 相の面積率を変化させた試料を得るために、熱処理条件を変化させて2種類の試料を作成した。950°Cで60分間保持した後に、水冷(WQ)もしくは炉冷(FC)し、その後705°Cで120分間保持した後、ACした。水冷した試料をWQ材、炉冷した試料をFC材とする。今回の実験では、この4種類の試料を使用する。熱処理後の試料は、Fig. 1に示すようなダンベル型形状に機械加工し、

Table 1 Chemical composition of pure Ti. (mass%)

O	Fe	N	H	Ti
0.09	0.05	0.006	0.0039	Bal.

Table 2 Chemical composition of Ti-6Al-4V alloy (ELI). (mass%)

Al	V	Fe	O	N	C	H	Y	Ti
6.03	4.00	0.16	0.11	0.01	0.01	0.001	0	Bal.

Table 3 Chemical composition of Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn alloy. (mass%)

V	Al	Cr	Sn	Fe	O	N	H	C	Ti
15.39	3.28	3.11	3.06	0.22	0.1	0.08	0.017	0.015	Bal.

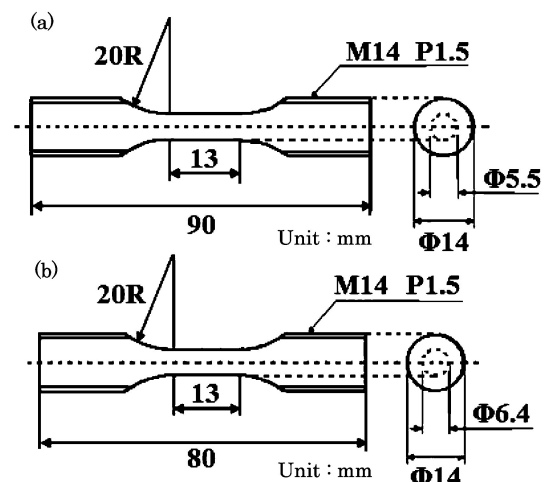


Fig. 1 Dimension of test specimen; (a) pure Ti, (b) Ti-6-4 alloy and Ti-15-3 alloy.

エメリー紙(#1500)でゲージ部を研磨した。

各材料について、鏡面研磨し、純TiとTi-6-4合金は腐食液1(フッ酸2 mL, 硝酸10 mL, 蒸留水88 mL)、Ti-15-3合金は腐食液2(フッ酸3 mL, 硝酸20 mL, 蒸留水77 mL)によって腐食を行った。その後、光学顕微鏡(OM)や走査型電子顕微鏡(SEM)で組織観察を行った。

そして、各材料について静的引張試験を行った。試験機は、島津オートグラフAG-25TB(島津製作所製)を用い、100 kNのロードセルを使用した。試験速度は、0.2%耐力を明確化させるために試験機に記録できる最大の時間で破断に至る最小の速度である0.5 mm/minで行った。それぞれの機械的特性をTable 4に示す。

### 2.2 疲労試験

得られたU.T.S.を基準に、疲労試験を行った。疲労試験は、荷重制御で応力比 $R=0$ の完全片振り疲労試験で行った。負荷波形は正弦波で、最大荷重はそれぞれの材料のU.T.S. 85~96%に相当する応力レベル、周波数0.1, 1, 10

Hzで行った．ナイフエッジによる傷からのき裂発生を防ぐために，試験片のナイフエッジ接触部分にステンレス薄膜を貼り付けた．

また，完全片振り疲労試験の場合，得られるヒステリシスループ形状が Fig. 2 に示されるようになる．本研究では，上記のパラメータに対する取得パラメータを Fig. 2 に示す塑性歪振幅と繰返しクリープ歪速度とする．

Table 4 Mechanical properties of each metals and alloys.

	0.2% proof stress, $\sigma_{0.2}$ /MPa	U.T.S., $\sigma_{max}$ /MPa	Elongation (%)
Pure Ti	241	367	67.7
Ti-6-4 alloy/FC	781	808	40
Ti-6-4 alloy/WQ	898	940	42
Ti-15-3 alloy	756	757	44.8

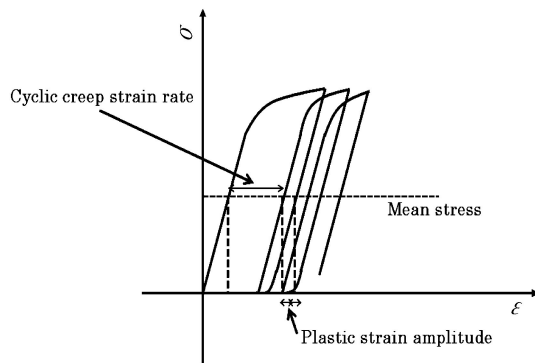


Fig. 2 Definition of cyclic creep strain rate, plastic strain amplitude and mean stress in successive hysteresis loops.

### 3. 結果および考察

#### 3.1 組織観察

まず，各試験片における組織観察結果を Fig. 3 に示す．純 Ti と Ti-15-3 合金に関しては，それぞれ  $\alpha$  単相， $\beta$  単相である．(b) 中の黒い粒々は，腐食の際にできたピットである．Ti-6-4 合金に関しては，熱処理条件を変化させたので，2 種類の観察結果がある．冷却速度の速い WQ 材は，等軸初析  $\alpha$  相とラメラ組織(針状  $\beta$  相と二次的  $\alpha$  相の混合組織)から構成されている．WQ 材よりも冷却速度が遅い FC 材については，等軸初析  $\alpha$  相と  $\alpha$  相の結晶粒界に存在する  $\beta$  相から成っている．それぞれの単相  $\alpha$  粒または等軸初析  $\alpha$  粒面積率と平均粒径を Table 5 に示す．以後，特に表記がない場合， $\alpha$  相( $\alpha$  粒)は純 Ti での  $\alpha$  相( $\alpha$  粒)，または  $\alpha+\beta$  型においては等軸初析  $\alpha$  相( $\alpha$  粒)のみを指すこととする．

#### 3.2 塑性歪振幅と繰返しクリープ歪速度

##### 3.2.1 塑性歪振幅と繰返しクリープ歪速度の関係(SH 曲線)

次に，SH 曲線について述べる．Fig. 4(a) が純 Ti，Fig. 4(b) が Ti-6-4 合金/FC 材，Fig. 4(c) が Ti-6-4 合金/WQ 材，Fig. 4(d) が Ti-15-3 合金の SH 曲線の結果を示している．Fig. 4(d) では，10 Hz と 1 Hz の結果ではほぼ変化が見られなかったため，0.1 Hz については記載していない．(a)～(d) を見ると，それぞれの材料のサイクル数に対する両損傷過程の変化は，図の数字に対応した矢印の方向に変化し，材料ごとに SH 曲線の形状が異なっていることがわかる．純 Ti では，塑性歪振幅は第 1 段階で上昇，第 2 段階で減少し，その後は上昇しているのに対し，繰返しクリープ歪速度は，第

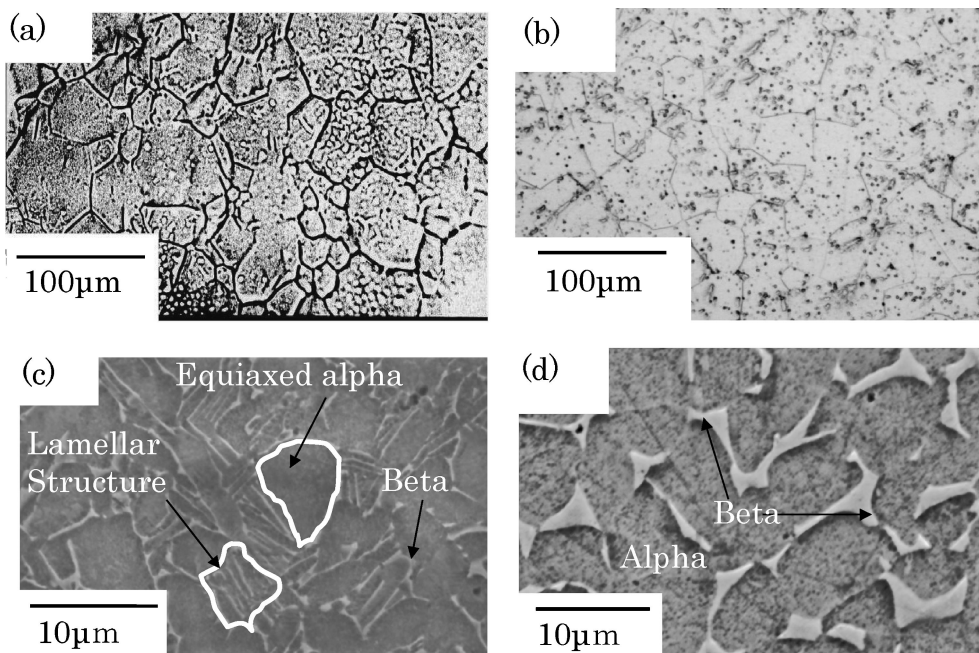


Fig. 3 Images of microstructure by optical microscope and SEM; (a) pure Ti (OM), (b) Ti-15-3 alloy (OM), (c) Ti-6-4 alloy/WQ (SEM), (d) Ti-6-4 alloy/FC (SEM).

1~3 段階で減少し、第 4 段階では停滞、そして、第 5 段階で上昇している。Ti-6-4 合金の FC 材・WQ 材については、概ね同じ挙動を示した。塑性歪振幅は、第 1~2 段階で上昇し、第 3 段階で停滞、第 4 段階で小さく上昇する。それに対して繰返しクリープ歪速度は、第 1 段階で上昇し、第 2 段階で減少、第 3 段階で大きく減少し、第 4 段階で急激に上昇する。Ti-15-3 合金では、塑性歪振幅は第 1 段階で減少し、第 2~3 段階で上昇する。繰返しクリープ歪速度は、第 1 段階で極めて小さく減少し、第 2 段階では停滞、そして第 3 段階では上昇している。また、SH 曲線上からは直接明らかではないが、それぞれの材料において、ある段階でサイクル数を多く費やしている。例えば、純 Ti においては第 4 段階、Ti-6-4 合金では FC 材・WQ 材ともに第 3 段階、そして Ti-15-3 合金では第 2 段階でそれぞれの全サイクル数の 5~6 割程度費やしていることがわかった。この段階で疲労における損傷の大半が稼ぎ出されていると考えられ、この過程での損傷が寿命に関与していると推測できる。従来の研究では、繰返しクリープ歪速度と塑性歪振幅のそ

れぞれの疲労寿命に対する影響を解明していたが、SH 曲線によりサイクル数の変化に対する両者の変化が独立していることがわかった。また SH 曲線の変化から、それぞれの材料において損傷過程に違いがあることが掘めた。

次に、周波数による影響を考える。今回使用した 4 材料について、周波数を 0.1, 1, 10 Hz と変化させて実験を行った。その結果、純 Ti の場合には低周波数になるほど SH 曲線は上に遷移している。Ti-6-4 合金の場合、SH 曲線は右上に遷移している。Ti-15-3 合金に関しては、繰返しクリープ歪速度の変動は少なく、塑性歪振幅の増減が顕著である。このように、今回使用した全材料の SH 曲線に対して周波数依存性があることが見受けられ、概ね右上に遷移する。これは、繰返し荷重速度が転位運動へ影響を及ぼし、低周波になるほど転位の移動距離が長くなるため変形が起りやすいと考えられる。

### 3.2.2 疲労寿命に対する塑性歪振幅と繰返しクリープ歪速度の影響

ここで、各材料の挙動を比較するために定常状態における各パラメータと寿命との関係についてみていく。今回、各材料においてサイクル数を最も多く費やした段階での繰返しクリープ歪速度が最も低い時を定常状態とした。まず、Fig. 5 (a) に示した定常状態における繰返しクリープ歪速度と寿命との関係から、純 Ti と各 Ti-6-4 合金については繰返しクリープ歪速度が増加すると寿命減少が起こることがわかる。Ti-15-3 合金については、繰返しクリープ歪速度によらず寿命の変化が見られる。さらに、Fig. 5 (b) に示される塑性歪振幅と寿命とのグラフを見ると、こちらでは Ti-6-4 合金と Ti-15-3 合金において、塑性歪振幅が増加すると、寿命の減

Table 5 Single phase or equiaxed alpha grain area ratio and grain size.

	Single phase or equiaxed alpha grain area ratio (%)	Single phase or equiaxed alpha grain size, $S_{\alpha}/\mu\text{m}$
Pure Ti	100	60
Ti-6-4 alloy/FC	67	7.8
Ti-6-4 alloy/WQ	36	4.7
Ti-15-3 alloy	0	—

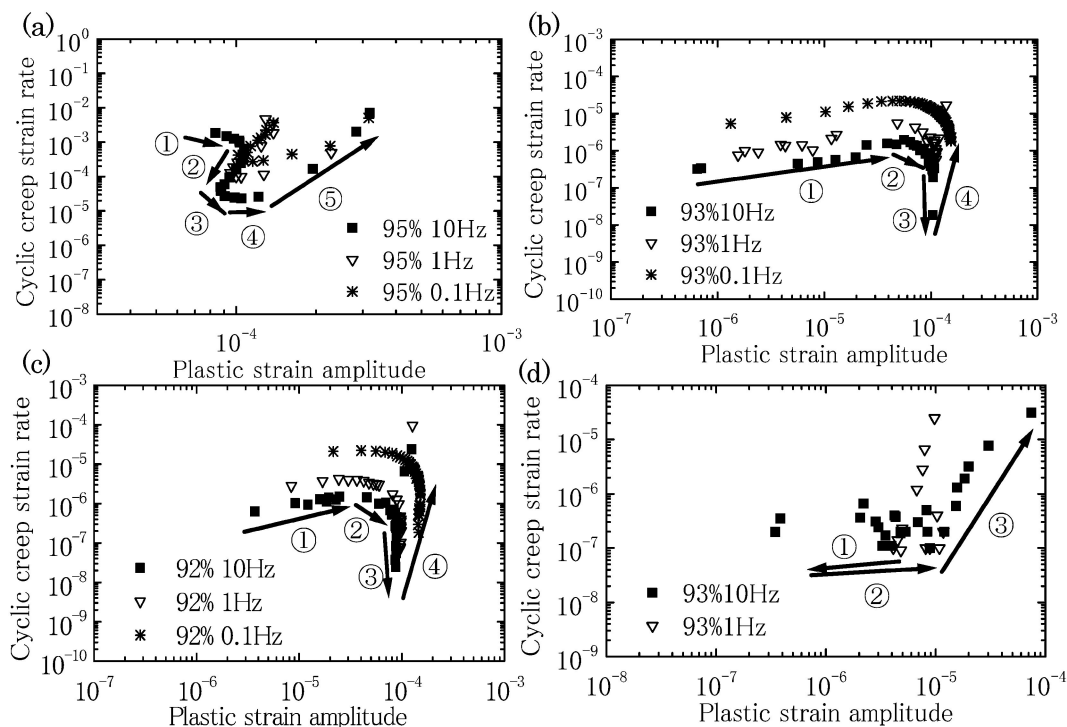


Fig. 4 Relationship between cyclic creep strain rate and plastic strain amplitude for the changing cyclic number (S-H curve); (a) pure Ti (alpha type), (b) Ti-6-4 alloy (FC) (alpha+beta type), (c) Ti-6-4 alloy (WQ) (alpha+beta type), (d) Ti-15-3 alloy (beta type).

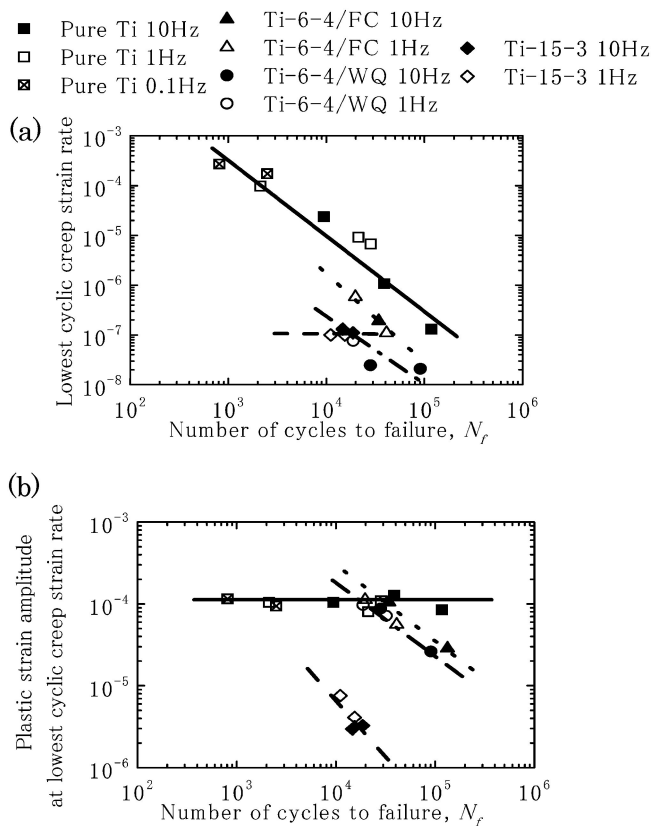


Fig. 5 Relationship between each parameter at steady state and fatigue life; (a) lowest cyclic creep strain rate vs fatigue life, (b) plastic strain amplitude at lowest cyclic creep strain rate vs Fatigue life.

少が見て取れる。純 Ti は、塑性歪振幅の変化が見られない中で、寿命減少するのがわかる。このことから、繰返しクリープ歪速度が寿命に多く影響を与えているのが、純 Ti と Ti-6-4 合金であり、塑性歪振幅が寿命に多く影響を与えるのが、Ti-6-4 合金と Ti-15-3 合金であるということが推測できる。

### 3.2.3 組織と繰返しクリープ歪速度との関係

hcp 構造をもつチタンにおいて、常温クリープ現象はとても特徴的な現象であり、寿命に大きな影響をもたらすことが従来研究からわかっている。そのため、最後にチタンの組織と繰返しクリープ歪速度の関係をみていく。まず、Fig. 6 (a) に示す  $\alpha$  粒面積率と定常状態における繰返しクリープ歪速度の関係を見る。このグラフから単相材を比べてみると、 $\alpha$  相よりも  $\beta$  相の方が繰返しクリープ歪速度減少に影響を与えていることがわかる。相の種類の違いによって、繰返しクリープ歪速度に変化が生じている。また、構成相に  $\alpha$  粒を含む材料のみを比べた実線を見てみると、 $\alpha$  相面積率の減少、すなわち異相面積率の増加によって繰返しクリープ歪速度減少が生じている。この両者の結果を見ると、転位運動の抑制には二次的  $\alpha$  相を含む  $\alpha$  相と  $\beta$  相の異相界面の影響度の方が大きく、繰返しクリープ歪速度減少をもたらしていることが推測できる。さらに、Fig. 6 (b) に示す  $\alpha$  粒径と定常状態における繰返しクリープ歪速度の関係を見ると、 $\alpha$  粒を持つチタンにおいて、 $\alpha$  粒径が小さくなると繰返しクリープ歪速度は小さくなるということがわかる。このように hcp

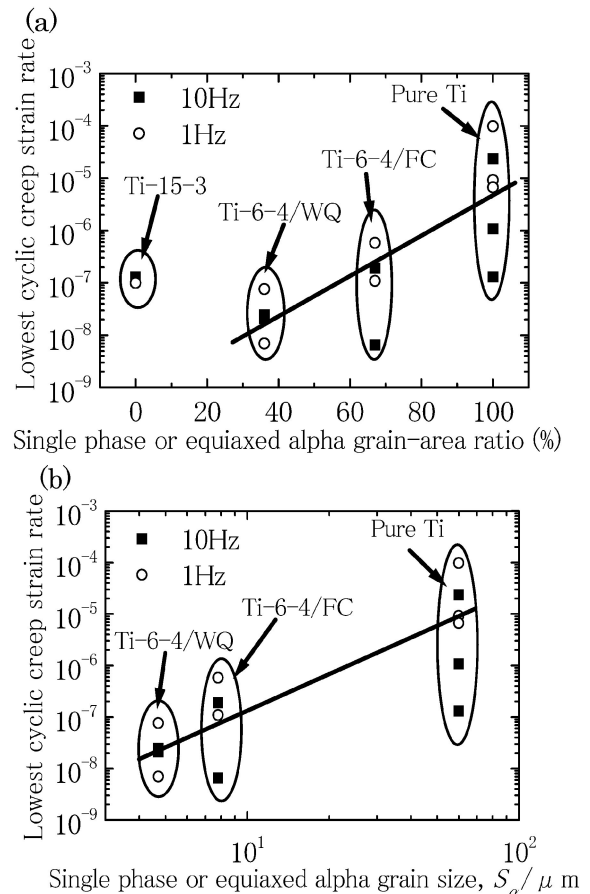


Fig. 6 Relationship between single phase or equiaxed alpha-grain and cyclic creep strain rate at steady state; (a) single phase or equiaxed alpha grain-area ratio, (b) single phase or equiaxed alpha grain size.

構造である  $\alpha$  相における planar slip の移動できる範囲の大きさが繰返しクリープ歪速度に影響を与えているということが推測できる。

## 4. 結 言

本研究では、 $\alpha$  型、 $\beta$  型、組織が異なる  $\alpha + \beta$  型 2 種類、合計 4 種類の Ti 合金に対し完全片振り疲労試験を行い、片振り疲労における繰返しクリープ挙動と疲労挙動の寿命に対する両者の影響を検討した。そこで、塑性歪振幅と繰返しクリープ歪速度の関係図 (SH 曲線) を提案し、以下に示すことが明らかとなった。

(1) SH 曲線から、サイクル数の変化に対して繰返しクリープ歪速度と塑性歪振幅の変化が独立していることが明らかとなった。また、各材料で損傷過程に違いがあることが明らかとなった。

(2) 疲労寿命において、純 Ti はクリープ支配型、Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn 合金は疲労支配型、Ti-6Al-4V 合金はクリープ+疲労支配型 (中間型) であることがわかった。

(3) 常温クリープと同様に、片振り疲労においても繰返しクリープの寿命に対する影響は、hcp 構造の方が bcc 構造よりも大きい。また塑性歪振幅の寿命に対する影響は、bcc 構造の方が hcp 構造よりも大きい。

(4) 繰り返しクリープ歪速度は, bcc 構造である  $\beta$  相量が多いほど, また異相界面による転位運動抑制(転位の粒界への集積)が働くほど, さらに  $\alpha$  結晶粒が小さいほど減少する.

本研究を行うにあたり, 御指導いただきました宮崎英治博士, 矢澤良和氏, 岡田卓巳氏に感謝の意を表します. 本研究は, 早稲田大学もの・こと・ひと研究所の支援によって行われました. 関係各位に感謝の意を表します.

## 文 献

- 1) T. Yamada, K. Kawabata, E. Sato, K. Kuribayashi and I. Jimbo: *Mater. Sci. Eng. A* **387-389**(2004) 719-722.
- 2) S. Ankem, H. Margolin, C. A. Greene, B. W. Neuberger and P. G. Oberon: *Prog. Mater. Sci.* **51**(2006) 632-709.
- 3) A. Jaworski Jr. and S. Ankem: *Mater. Sci. Forums* **475-479**(2005) 779-784.
- 4) D. Doraiswamy and S. Ankem: *Acta Mater.* **51**(2003) 1607-1619.
- 5) D. B. Lanning, T. Nicholas and G. K. Haritos: *Int. J. Fatigue* **21**(1999) 87-95.
- 6) D. H. Lee, S. W. Nam and S. J. Choe: *Scr. Mater.* **40**(1999) 265-270.
- 7) J. Lindemann and L. Wagner: *Mater. Sci. Eng. A* **234-236**(1997) 1118-1121.