

技術論文



Technical Paper

Near- α 型耐熱 Ti 合金のき裂進展特性におよぼす 初析 α 相形態の影響

鷲見芳紀*¹, 小柳禎彦*², Hangyue Y. LI*³, Paul BOWEN*³

Effect of Morphology of Primary α on Fatigue Crack Propagation in Near- α Heat Resistant Titanium Alloy

Yoshinori SUMI, Yoshihiko KOYANAGI, Hangyue Y. Li and Paul BOWEN

Synopsis

DAT54 is a Near- α heat resistant Ti alloy applied to disks in the compressor part of jet engines. DAT54 with Bi-modal microstructure shows good balance of fatigue strength and creep life, and has better mechanical properties than Ti-6242S up to 600 °C. However, the influence of the microstructure on properties, especially the effect of the morphology of primary α on mechanical properties, is not well known for this alloy. In this study, samples with different types of microstructure constructed by different forging ratios were prepared, and the influence of the aspect ratio of primary α on tensile properties and fatigue crack growth properties at ambient temperature and elevated temperatures were investigated. The influence of the environment was also investigated by testing in vacuum and air conditions. A higher aspect ratio of primary α shows lower ductile elongation in tensile test, while there was no difference in fatigue crack growth rate in the Paris' law region in a fatigue crack growth test. However, the threshold for ΔK seems to be affected by the morphology change of primary α at ambient and elevated temperatures.

1. 緒 言

近年、世界的な経済成長に伴う旅行者や物流の増加により、航空機需要は増加し続けている。そのため、航空機における輸送効率向上がより一層求められている。機体重量の軽量化は燃費の向上だけでなく乗客や貨物の積載量を増加することができるため、輸送効率を向上させるのに非常に効果的である。チタン合金はその優れた比強度のため航空機の部材として近年使用量が増加している。チタン合金は軽量であるだけでなく 600 °C までの温度で高い比強度を示すため、ジェットエンジンのコンプレッサーディスクのような回転部品にて従来使用されてきた比重の大きい Ni 基を置換えることで、エンジンの

出力効率を向上させることが可能である¹⁾。Near- α 型のチタン合金はおよそ 600 °C までの温度で高いクリープ耐性を示すため、ジェットエンジンの圧縮機のブレードやディスクに用いられている²⁾。Near- α 合金 DAT54 (Ti-5.8Al-4.0Sn-3.5Zr-2.8Mo-0.7Nb-0.35Si-0.06C) は既存の耐熱チタン合金 Ti-6242S や IMI834 よりも優れた高温機械的特性を有する合金として開発された^{3), 4)}。

一般にチタン合金において、機械特性は溶体化処理 (Solution Treatment ; ST) の条件によって変化する組織形態に大きく依存する。 β トランザス以上の溶体化処理により針状 $\alpha+\beta$ 組織が得られ、 β トランザス直下の溶体化処理によって初析 α 粒 (Primary α ; α_p) と針状 $\alpha+\beta$ 組織からなる Bi-modal 組織が得られる。この初析 α 粒

2020年3月31日 受付

* 1 大同特殊鋼(株)技術開発研究所 (Corporate Research & Development Center, Daido Steel Co., Ltd.)

* 2 大同特殊鋼(株)技術開発研究所, 工博 (Dr. Eng., Corporate Research & Development Center, Daido Steel Co., Ltd.)

* 3 Ph.D., School of Metallurgy and Materials, The University of Birmingham, Edgbaston, UK

の析出量は溶体化温度が低いほど多くなり、低温の焼きなましでは等軸 α 相が主体の等軸状組織となる。一般に針状組織はクリープ特性に優れ、等軸状組織は疲労特性に優れるとされるが、Near- α 合金を航空機エンジンのコンプレッサーディスクの用途に使用する場合は疲労特性とクリープ特性のバランスをとるため初析 α 相の面積率をおよそ10~25%の範囲に制御したBi-modal組織で使用されることが多い⁵⁾。これまでにDAT54における初析 α 相の面積率が機械的特性におよぼす影響について調査がなされ、初析 α 相の面積率が約17%において、LCF (Low Cycle Fatigue) 寿命とクリープ寿命の最も良いバランスが得られることが分かっている⁶⁾。いっぽう、Bi-modal組織における初析 α 相の形態は鍛造プロセスの影響を大きく受けることが知られている。初析 α 粒と β 相の2相温度域において初析 α 粒は柱状に伸長して生成し、鍛造によるひずみの付与により初析 α 相が分断し分散されることで等軸の初析 α 粒が均一に分散したBi-modal組織が得られるが、鍛造ひずみが十分でない場合、初析 α 粒が分断されずに柱状に伸長した形態で残存する。特に大型の鍛造製品においては、製品各部におけるひずみ量の差により初析 α 粒の組織形態が部位ごとに変化した分布を持つ可能性があるが、Bi-modal組織における初析 α 相の形態が特性におよぼす影響については知見が少なく、特に疲労寿命予測にとって重要な疲労き裂進展特性については知見が無い。

そこで本研究では、Near- α 型耐熱チタン合金DAT54を用い、鍛錬比を変化させて初析 α 相の形態を変化させた際の機械的特性への影響を調査したので報告する。

2. 実験方法

2. 1 供試材

Table 1 に本研究に供試した合金の化学組成を示す。IMI834合金をベースにMo量を最適化し高強度化した合金である。合金は真空アーク溶解 (VAR) によって直径240 mmのインゴットを鋳造した。このインゴットを β 温度域で鍛造した後、 $\alpha+\beta$ 温度域で直径150 mmから50 mmまでのさまざまな仕上げ寸法に鍛造し、Table 2 に示すさまざまな鍛錬比の試料を得た。鍛造した材料は1000 °Cで1 h 保持後空冷の溶体化処理を実施したのち、

Table 1. Chemical composition of experimental alloy (mass %).

Al	Sn	Zr	Mo	Nb	Si	C	O	Ti
5.71	4.06	3.54	2.85	0.7	0.37	0.06	0.08	Bal.

635 °Cで1 h 保持後空冷の時効処理を行った。水準No.1と5からは疲労き裂進展試験片、No.2~4および6からは引張試験片を素材の鍛造時の長手方向と平行に採取した。鍛錬比が組織におよぼす影響を調査するため、全ての試料について試験片平行部の1/4直径相当部で鍛造時の長手方向に沿った観察面の試料を作製し、鏡面研磨したのちフッ硝酸水溶液で腐食し、ミクロ組織を観察した。初析 α 粒の形態は最大長方向の長さとして評価した。アスペクト比および面積率は画像解析ソフトWinroofを用い、各水準について光学顕微鏡で撮影した画像5視野の平均値を算出した。針状 $\alpha+\beta$ 組織については、走査型電子顕微鏡 (SEM) にて撮影した針状 α 相の幅を計測し平均値を算出した。引張試験は平行部の直径が8 mmで標点間距離が40 mmの試験片を作製し、JISの試験法に従って試験を実施した。き裂進展試験はFig. 1に示す通り、試験片平行部が1辺7 mmの正方形の断面であり、平行部中央の一つの角に深さおよそ0.3 mmのノッチを付与した試験片を作製した。き裂進展試験に先立ち、ノッチ底から予き裂を導入し、予き裂とき裂進展試験の破面を識別する為、大気中で400 °C、30 minの加熱により破面を着色した。き裂進展試験は油圧式サーボ試

Table 2. Sample conditions and test matrix.

No.	Forging ratio	Heat treatment	Mechanical testing
1	1.8	ST: 1000 °C/3.6 ks/AC + AG: 635 °C/3.6 ks/AC	FCG test
2	2.1		Tensile test
3	3.6		
4	7.8		
5	10.2		FCG test
6	16		Tensile test

FCG: Fatigue Crack Growth

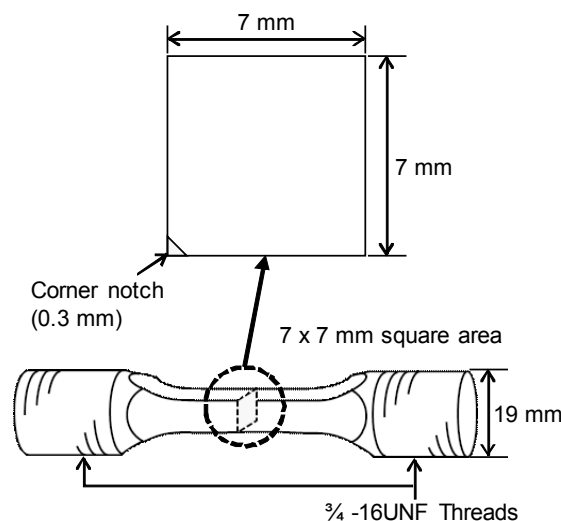


Fig. 1. Schematic drawing of FCG test specimen.

験機 (Instron 8501) を用い, 室温および 550°C にて大気中または真空中で, 応力比 $R=0.1$ ($R=K_{max}/K_{min}$) で実施した. 試験の応力付加方法としては 2 種類の試験を行った. 一つ目は繰り返し荷重を一定としてき裂の進展とともに応力拡大係数範囲 ($\Delta K=K_{max}-K_{min}$) が增大する荷重一定試験であり, もう一つは応力拡大係数範囲を漸次的に減少させ, 最終的にそれ以下の応力拡大係数ではき裂が進展しない下限応力拡大係数值 (ΔK_{th}) を求める荷重漸減試験 (Load shedding) を実施した. 応力の繰り返し周波数は荷重一定試験においては 0.25 Hz とし, 荷重漸減試験は 15 Hz で実施した. き裂の進展は ASTM E647 および ASTM E1457 に規定されているポテンシャル法 (電位差法) にて測定した. Fig. 2 にき裂進展試験後の試験片に見られた代表的な破面を示す. 破面は SEM を用いて観察した後, き裂進展面と垂直な面でノッチから対角方向に切断し断面を調査した.

3. 結果および考察

3. 1 ミクロ組織におよぼす鍛錬比の影響

Fig. 3 に溶体化および時効熱処理を行った後のミクロ組織を示す. 初析 α 粒は鍛錬比の少ないサンプルでは長く伸長しており, 鍛錬比を増加すると等軸の初析 α 粒

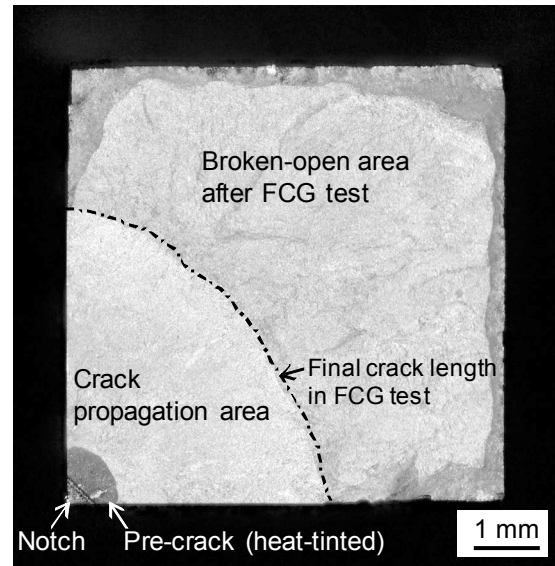


Fig. 2. Typical fracture surface after FCG testing.

が増加し, 伸長したものは観察されなくなる. Fig. 4 に鍛錬比 1.8 および 10.2 の 2 サンプルの SEM 観察画像比較を示すが, 初析 α 粒が伸長していることを除けば, 針状 α 相の組織形態に鍛錬比の影響は認められない. Fig. 5 および 6 に光学顕微鏡観察像で計測した初析 α 粒の平均アスペクト比および面積率を示す. 鍛錬比の増加に伴い, 初析 α 粒のアスペクト比は低下していくが, 鍛錬比 7.8 以上ではアスペクト比は 1.6 程度で変化しな

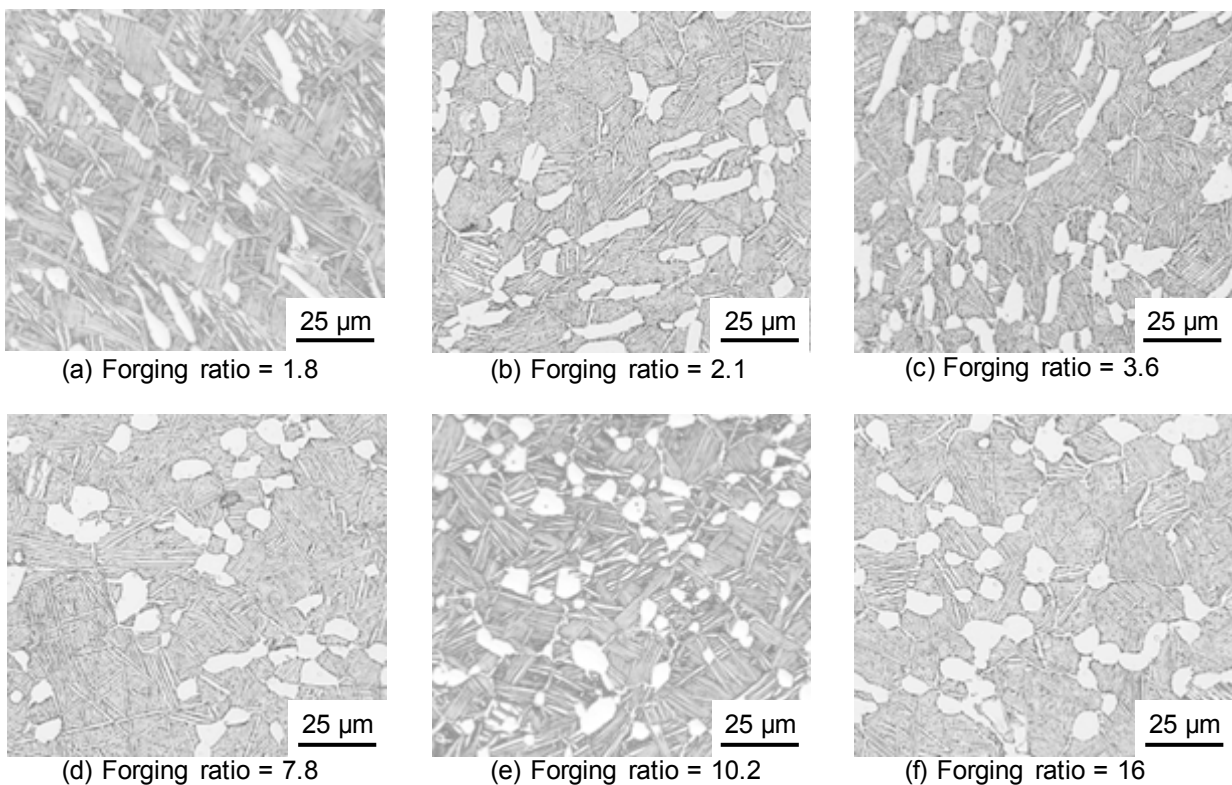


Fig. 3. Microstructures after heat-treatment in a variety of forging ratios.

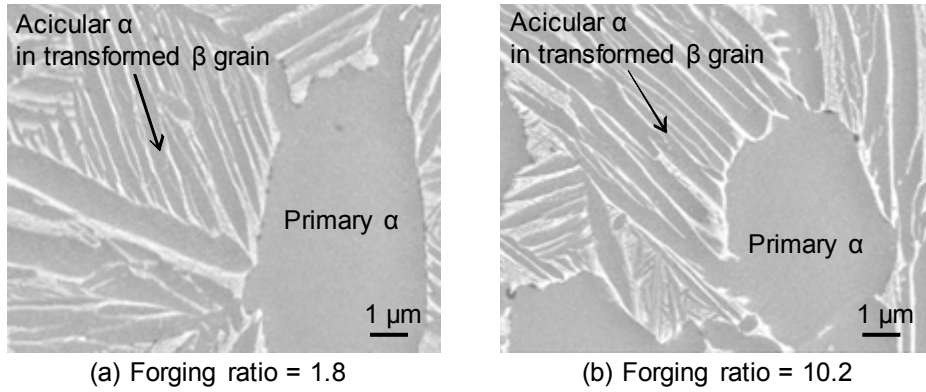


Fig. 4. SEM micrographs after heat-treatment for two different forging ratios.

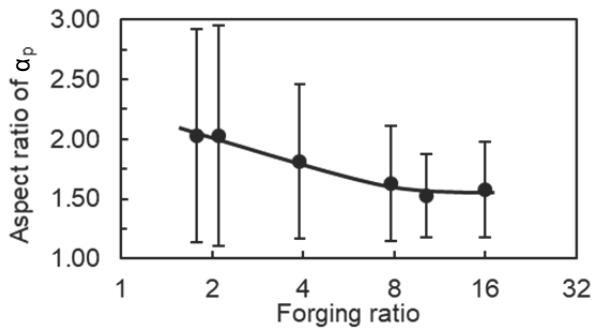


Fig. 5. Influence of forging ratio on the aspect ratio of primary α .

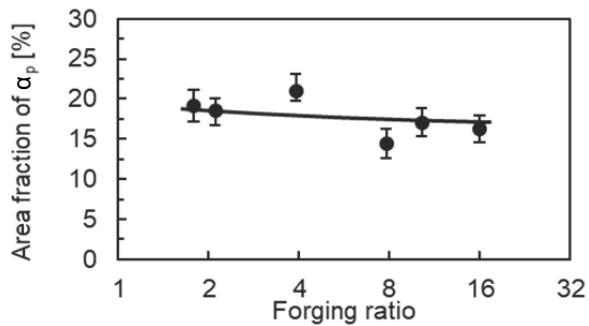


Fig. 6. Influence of forging ratio on the area fraction of primary α .

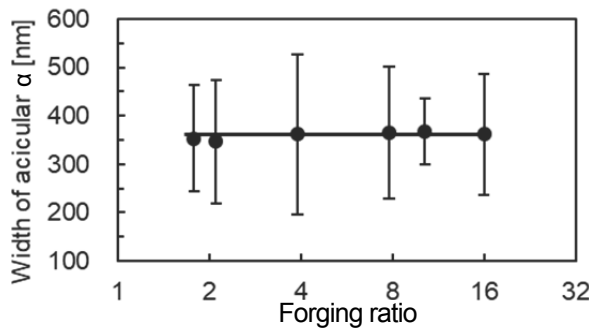


Fig. 7. Influence of forging ratio on the width of acicular α in transformed β grain.

い。いっぽう、初析 α 粒の面積率は鍛錬比に関わらず15から21%程度の範囲であった。Fig. 7にSEM観察像で計測した針状 α 相の幅の平均値を示す。鍛錬比の変化に対して、針状 α 相の幅は350 nm程度の値で一定であり、ほとんど影響を受けない。これらのことから、今回の実験で変化させた鍛錬比においては、初析 α 粒面積率、および変態した旧 β 粒内の針状 α 組織の形態にはほとんど影響をおよぼさず、初析 α 粒のアスペクト比のみが変化する。

3. 2 引張特性

Fig. 8に初析 α 粒のアスペクト比が異なる試料の熱処理後の室温および600℃における引張特性を示す。引張強度、および0.2%耐力はいずれの試験温度においても、初析 α 粒のアスペクト比によらずほとんど変化は見られない。いっぽう、伸びと絞りには初析 α 粒のアスペクト比の増加とともにわずかな減少傾向を示す。Ti-6Al-4V合金において初析 α 粒のアスペクト比の増加は引張強度および延性を低下させることが知られている⁷⁾。Fig. 9に引張試験後の試験片内部に見られたマイクロクラックを示すが、初析 α 粒のアスペクト比が大きい試料では初析 α 粒とマトリックスの界面に形成されるクラックが長く、伸長した初析 α 粒に沿って並ぶ傾向にある。また、前節で調査した結果より、鍛錬比の増加は初析 α 粒のアスペクト比を減少させるが、初析 α 粒面積率、あるいは旧 β 粒内の針状 α 組織の幅には影響しないことから、引張試験における延性の差は初析 α 粒のアスペクト比の違いに起因し、初析 α 粒とマトリックス界面に形成されるマイクロクラックのサイズが延性に影響していると考えられる。

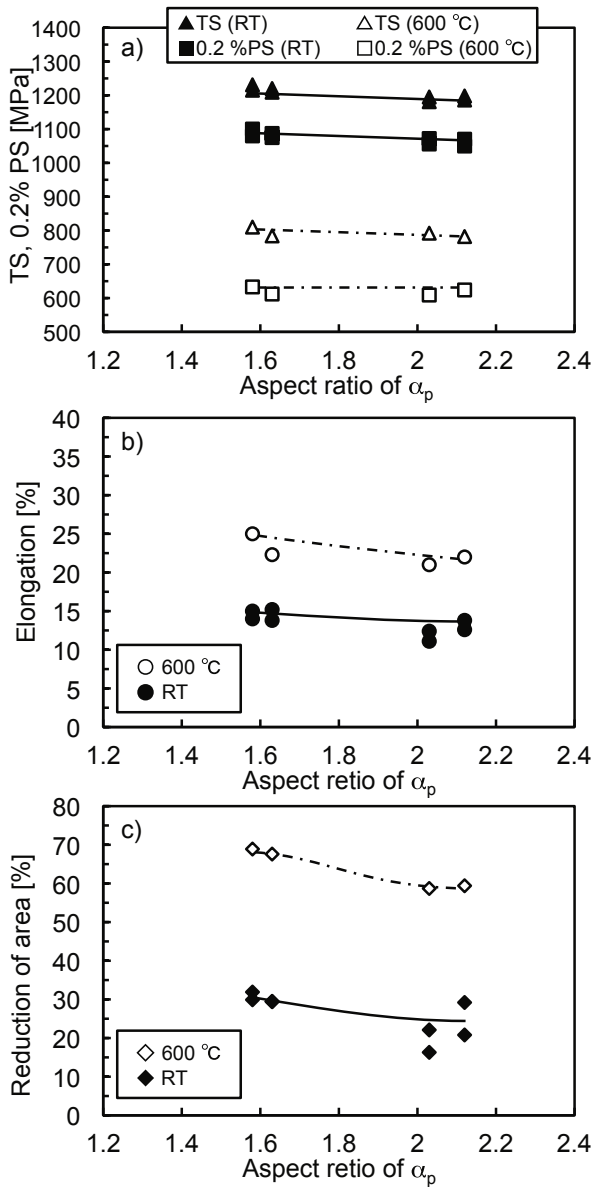


Fig. 8. Influence of aspect ratio of α_p on a) tensile strength, 0.2 % proof stress, b) elongation and c) reduction of area at RT and 600 °C.

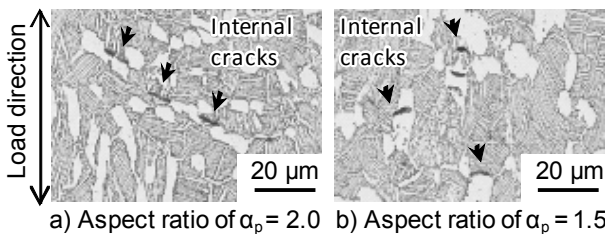


Fig. 9. Microcracks observed in specimen after tensile test at RT.

3. 3 き裂進展特性

3. 3. 1 亀裂進展速度

Fig. 10 にアスペクト比の異なる 2 種類の試料の室温、および 550 °C におけるき裂進展速度におよぼす ΔK の影響を示す。ここで、き裂進展速度 da/dN (mm/cycle) は 1 サイクル当たりのき裂進展長さである。室温および 550 °C の荷重一定試験において、 ΔK がおよそ 10 ~ 20 $MPa\sqrt{m}$ の範囲では ΔK と da/dN は両対数グラフ上で直線関係にあるため、この ΔK 範囲における亀裂進展挙動は式 (1) に示す Paris 則に従うと考えられる。

$$\frac{da}{dN} = C\Delta K^m \quad (1)$$

Table 3 に、各試験条件における、(1) 式における試験固有の定数 C および m の値を示す。試験条件によって C および m の値に変化はあるものの、初析 α 粒のアスペクト比の違いによる差は見られない。大気中での試験において、550 °C では室温よりも高いき裂進展速度を示すが、 m 値は室温よりも小さい。このことは、高温においては ΔK の増加に対するき裂進展速度の増加が室温よりも緩やかであることを示す。また、Fig. 11 に室温、大気中における荷重一定のき裂進展試験前後の硬さを示すが、550 °C の試験前後で試料の硬さに変化はなく、試験中の材料特性変化はないものと考えられる。引張試験結果が示すとおり、高温では延性が高いため、き裂先端での応力鈍化が起こりやすく、 m 値が低くなったものと考えられる。また、チタン合金において、高温下では大気による酸化が疲労特性に影響をおよぼすことが知られている。そこで、き裂進展特性におよぼす環境影響に組織差が影響をおよぼすかどうかを確認するため、550 °C、真空中の荷重一定試験を行った。Fig. 10 c) に示す通り、真空中でのき裂進展速度は大気中と比較して小さく、特に ΔK が小さい領域で顕著である。しかしながら初析 α 粒形態の異なる 2 種類の試料間の比較ではき裂進展速度に差はない。

Table 4 に、大気中の室温および 550 °C の荷重漸減試験から得られた各試料の ΔK_{th} の値を示す。いずれの試験温度においても、アスペクト比が大きい試料のほうがやや ΔK_{th} が小さいが、その差はごくわずかである。

3. 3. 2 き裂進展経路

Fig. 12 に各試験条件の荷重一定試験において得られたき裂進展面の SEM 観察像を示す。いずれの試験においても、初析 α 粒の形態の違いは破面形態には現れていない。Fig. 13 に室温における荷重一定試験のき裂

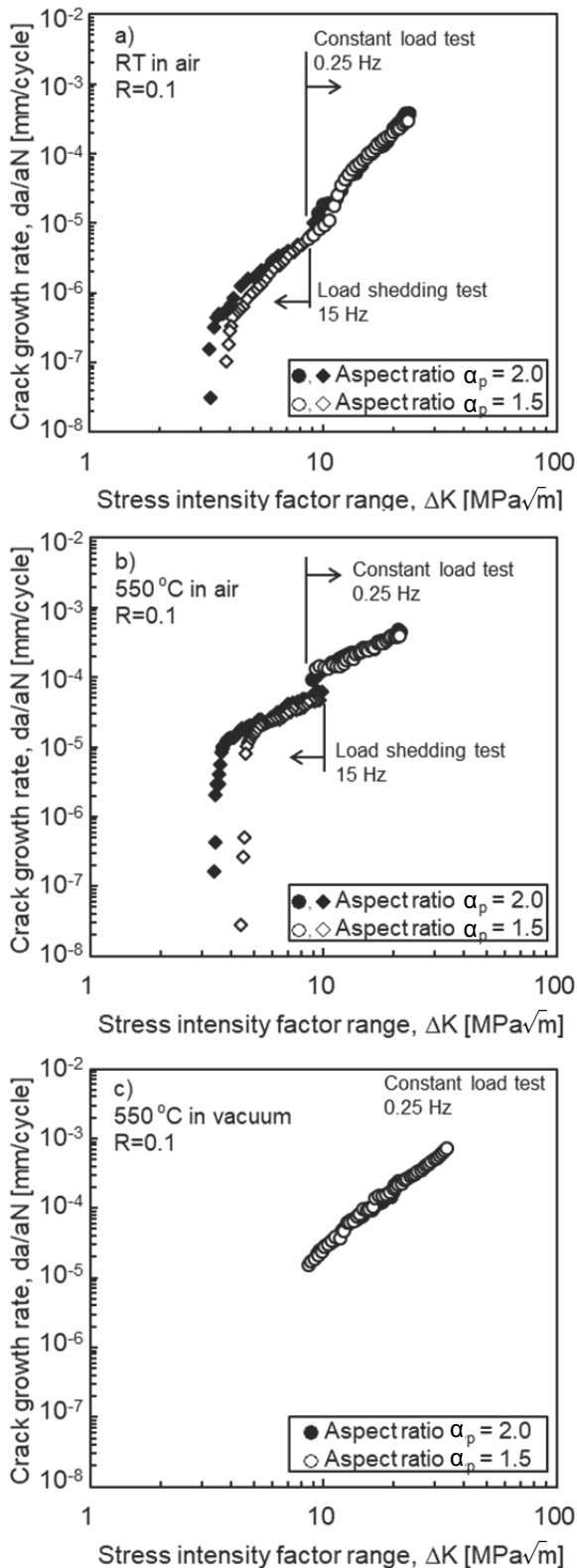


Fig. 10. Fatigue crack growth resistance curves at RT and 550 °C

進展面の断面組織を示す。初析α粒のアスペクト比が小さい試料ではき裂進展方向は粗く方向転換し、高アスペクト比の試料ではフラットな面になる傾向があるが、前述のとおり初析α粒形態の違いによるき裂進展速度に明らかな差は認められない。これまでの結果より、Paris 則に従ってき裂が伸展する定常期においては、鍛錬比の変化による初析α粒形態の違いはき裂進展速度には影響しないことがわかる。

Fig. 14 に荷重漸減試験における ΔK_{th} 付近の亀裂進展部の破面を示す。いずれの試料の破面にも階段状の模様と平らなファセット状の面が点在して見られる。このファセット状の面は断面組織との比較からき裂により切断された初析α粒と考えられる。アスペクト比の大きい試料では破面に表れる初析α粒の破面もやや

Table 3. Comparison of C and m value of Paris' law equation for each testing condition.

Test condition		Aspect ratio of α_p			
		2.0		1.5	
Temperature	Environment	C	m	C	m
RT	Air	4.4×10^{-9}	3.7	1.6×10^{-8}	3.2
550 °C	Air	4.3×10^{-6}	1.5	3.0×10^{-6}	1.6
550 °C	Vacuum	5.5×10^{-8}	2.6	6.0×10^{-8}	2.6

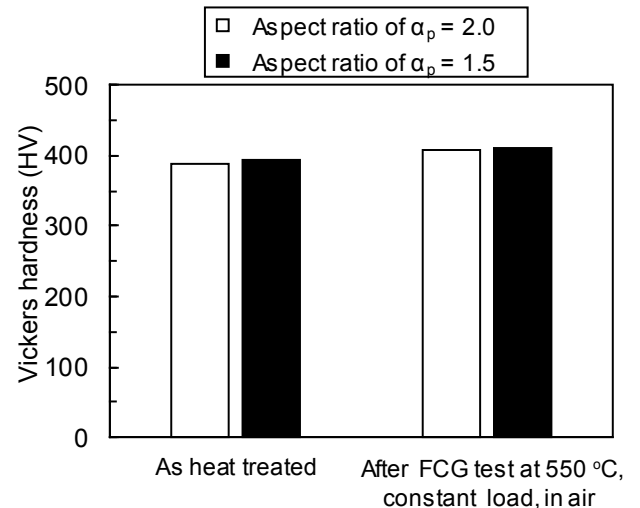


Fig. 11. Comparison of Vickers hardness before and after FCG test.

Table 4. ΔK_{th} for each testing condition.

Test condition		Aspect ratio of α_p	
		2.0	1.5
Temperature	Environment	ΔK_{th}	ΔK_{th}
RT	Air	3.4	3.9
550 °C	Air	3.6	4.4

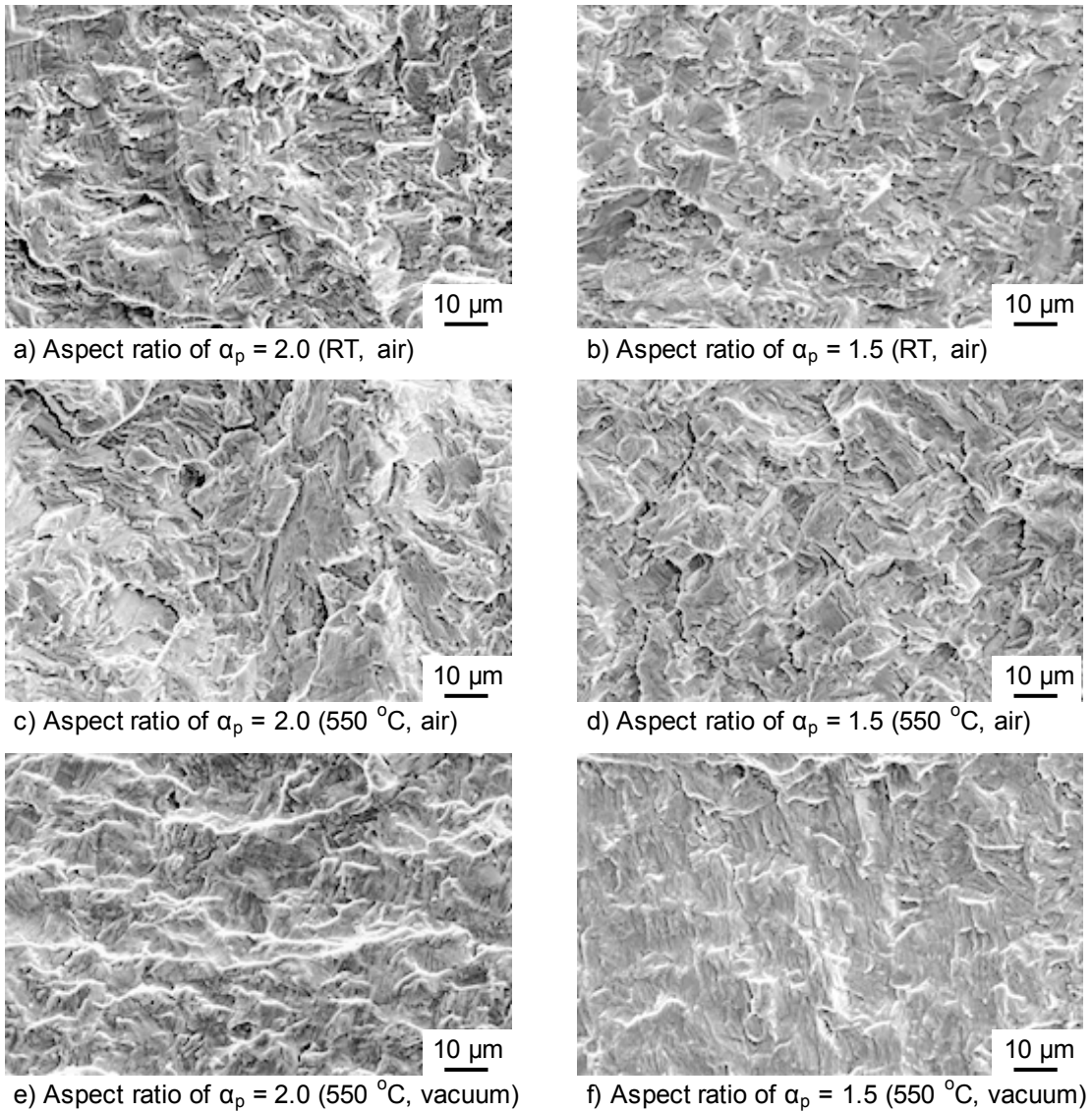


Fig 12. Fracture surfaces, $\Delta K = 15 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$ (Crack propagation direction: left to right).

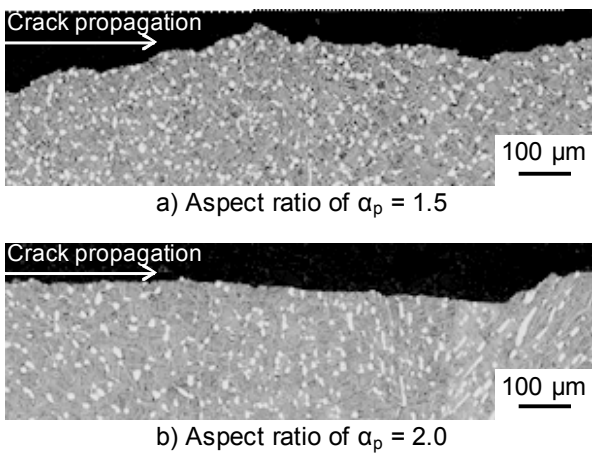


Fig. 13. Crack propagation path at RT in air, $\Delta K = 10\sim 15 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$.

大きい傾向がみられる。サイズ Fig. 15 に ΔK_{th} 付近の断面の SEM 観察像を示す。き裂は主に旧 β 粒内を進展し、針状 α 相の界面でわずかに向きを変化させながら進展しており、破面に見られる階段状模様の間隔と針状 α 相の幅とが良く一致することから、き裂は針状 α 相と β 相の界面で停留と進展を繰り返しながら細かく方向転換して進展していると考えられる。しかしながら、本研究では、旧 β 粒内の針状 α 相間隔には試料間で差が無いことから、旧 β 粒内のき裂進展速度には試料間の差はないと考えられる。いっぽう、き裂が初析 α 粒に到達すると、初析 α 粒内を直線的に進む場合と、初析 α 粒を迂回し周辺マトリクスとの界面を伝播する場合が見られる。初析 α 粒のアスペクト比が小さい試料ではき裂進展面が粗く高頻度で方向転換す

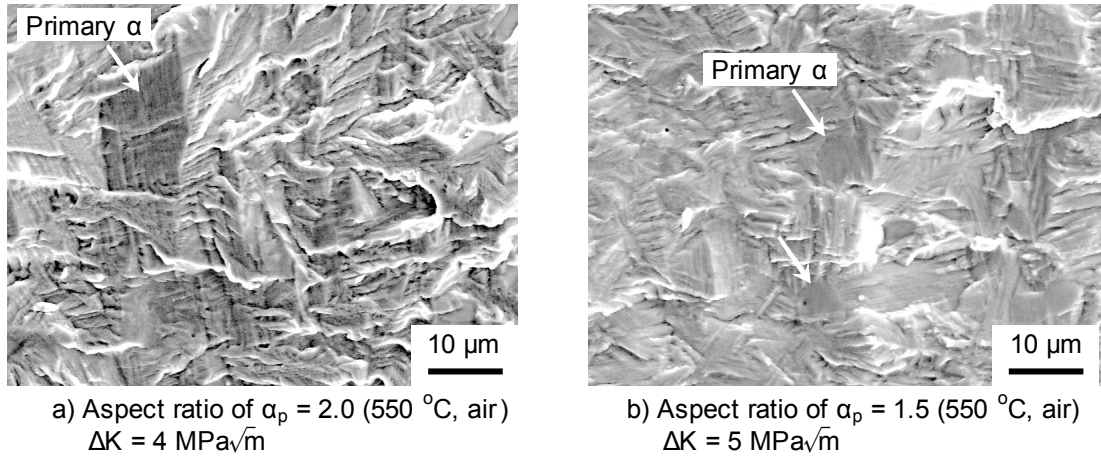


Fig. 14. Fracture surface near ΔK_{th} , 550 °C in air (Crack propagation direction: left to right).

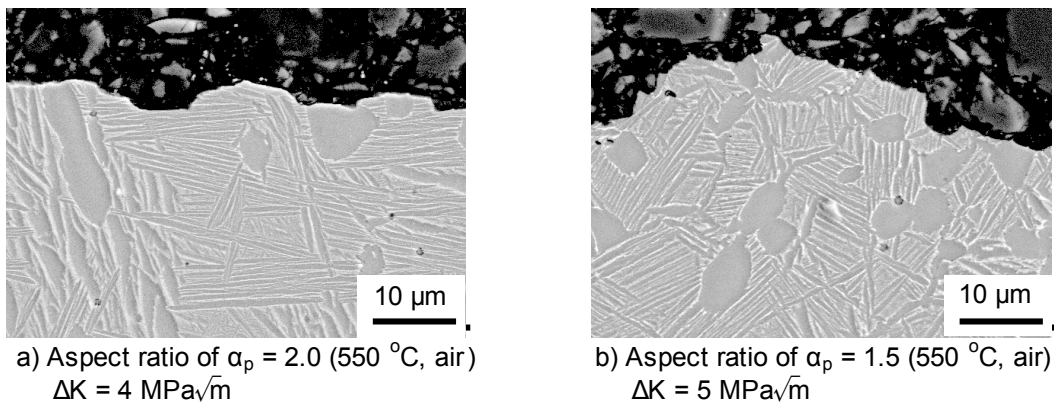


Fig. 15. Crack propagation path near ΔK_{th} , 550 °C in air (Crack propagation direction: left to right).

るのに対し、アスペクト比の大きい試料では方向転換の頻度が比較的少なくフラットに近い進展を示す。Ti-6Al-4Vでもき裂の分岐・屈曲挙動が組織の影響を受けて変化し、き裂の開閉口挙動や進展抵抗に影響することが知られている⁸⁾。前述のとおり、初析 α 粒の面積率は鍛錬比によらずほぼ同等であるが、鍛錬比の増加に伴い伸長した初析 α 粒が細かく分断されて分散し、その結果鍛錬比の高い試料では初析 α 粒の数密度が高く、初析 α 粒周囲でのき裂の方向転換の頻度が増加することでき裂進展抵抗が高くなり、 ΔK_{th} が大きくなると思われる。しかしながら、その差が影響するのは ΔK が非常に小さい下限界付近の領域に限られる。

4. 結 言

Near- α 型耐熱チタン合金 DAT54 において、鍛錬比が初析 α 粒の形態におよぼす影響を調査するとともに、初析 α 粒の形態の差異が引張特性およびき裂進展特性におよぼす影響を調査し、以下の結論を得た。

1) 鍛錬比の減少により、初析 α 粒のアスペクト比が増

加するが、初析 α 粒の面積率および針状 α 相の幅は鍛錬比によらず変化しない。

- 2) 初析 α 粒のアスペクト比の増加により、室温および600 °Cの引張試験における伸び、絞りが減少するが、引張強度および0.2%耐力には影響しない。
- 3) 定常期におけるき裂進展速度と ΔK には Paris則がなりたつが、初析 α 粒のアスペクト比による進展速度への影響は見られない。
- 4) 初析 α 粒のアスペクト比が小さいと ΔK_{th} 付近のき裂進展の方向転換頻度が増加し、 ΔK_{th} がアスペクト比の大きいものに比べてやや大きくなる。

(文 献)

- 1) Titanium: A Technical Guide, 2nd Edition ASM international, (2000) .
- 2) A. K. Gogia: Defence Science Journal, 55(2005), 2, 149.
- 3) K. Yamada, T. Noda, T. Iikubo, T. Ikushima and H. Hattori: Proceeding of the 3rd Japan International SAMPE Symposium, (1993), 1926.

- 4) T. Noda, M. Okabe, S. Isobe, S. Nishikiori and H. Hattori: Proceedings of 8th World Conference on Titanium, (1995), 2258.
- 5) 錦織貞郎: 軽金属, 55(2005), 11, 557.
- 6) 野田俊治, 岡部道生, 磯部晋: 電気製鋼, 67(1996), 2, 103.
- 7) Kazuo Nakase, Ikuhiro Inagaki, Nozomu Ariyasu and Harushige Tsubakino: Zeitschrift für Metallkunde, 96 (2005), 1413.
- 8) 小川武史, 大矢耕二, 戸梶恵郎: 材料, 41(1992), 502.



鷺見芳紀



小柳禎彦



Hangyue Y. Li



Paul Bowen