

チタン合金の疲労特性基盤研究

Fundamental Study on Fatigue Properties of Titanium Alloys

森 健一*
Kenichi MORI

岳 辺 秀 徳
Hidenori TAKEBE

橋 本 翔 太 朗
Shohtaroh HASHIMOTO

抄 録

自動車分野で使用される日本製鉄(株)独自チタン合金 Super-TIX®51AF (Ti-5Al-1Fe), Super-TIX®523AFM (Ti-5Al-2Fe-3Mo), および航空機分野など広範囲に使用される Ti-6Al-4V の疲労特性に関する日本製鉄の研究の一部を紹介する。自動車エンジンバルブ等では耐摩耗処理として安価な大気酸化処理をはじめとする表面処理が施されるため、疲労特性に及ぼす表面処理の影響について検討した。また、室温近傍におけるクリープと繰返し負荷による疲労とが重畳する Dwell 疲労に関して、その損傷機構や組織異方性の影響について検討した。

Abstract

Some of Nippon Steel Corporation's research on fatigue properties of the originally developed titanium alloys such as Super-TIX™ 51AF (Ti-5Al-1Fe) and Super-TIX™ 523AFM (Ti-5Al-2Fe-3Mo) used in the automobile field, and of Ti-6Al-4V widely used in the aircraft field are introduced. Since surface treatments such as inexpensive atmospheric oxidation treatment are applied to automobile engine valves as wear resistance treatment, the effects of surface treatment on fatigue properties were investigated. And also, the damage mechanism of dwell fatigue, which is the combination of room temperature creep and fatigue, and the effects of microstructural anisotropy on dwell fatigue properties were investigated.

1. 緒 言

軽量高強度で 500～600℃程度までの比強度に優れるチタン合金は、航空機の構造部材、ファスナー、エンジン部材のほか、自動車のエンジン回りや排気系の部材などに使用されており、使用環境に応じて強度、疲労強度、破壊靱性、耐クリープ性、耐酸化性など異なる特性が要求される。チタン合金の疲労特性に関する研究は航空機分野を中心に行われ、ミクロ組織、集合組織、化学組成などの影響について整理されており、フェール・セーフ設計や損傷許容設計の導入とあわせて信頼性の向上がはかられてきた^{1,3)}。最近では、後述する Dwell 疲労に関する研究や、ICME (Integrated Computational Materials Engineering) を活用してその寿命予測まで一貫で行うための研究開発が行われている⁴⁾。日本では、航空機向けのほかに、自動車、民生品(ゴルフクラブヘッド等)、医療等への用途開発が展開されてきたことを背景に、チタン合金の疲労やき裂進展および破壊靱性に関する基礎的な研究^{5,6)}のほか、各用途の要求特性にかかわ

る研究が多く行われてきた。

日本製鉄(株)では、強度延性バランスに優れた Ti-6Al-4V 合金の V の代わりに安価な Fe を配合した Super-TIX®51AF (Ti-5Al-1Fe) や Super-TIX®523AFM (Ti-5Al-2Fe-3Mo) が開発され、前者は二輪車のコネクティングロッドに、後者は吸気エンジンバルブに使用されている。また、排気系部品に要求される室温加工性や高温強度に優れる Super-TIX®10CU (Ti-1Cu) などが開発され、排気系部品に使用されている^{7,9)}。本稿では、これら Super-TIX® シリーズのチタン合金および Ti-6Al-4V を対象に行われた疲労に関する研究の一部を紹介する。

2. 日本製鉄チタン合金適用分野で要求される疲労特性に及ぼす影響因子

自動車用吸気エンジンバルブの最高使用温度は 350～400℃程度とされ、Ti-6Al-4V やこれをベースとする廉価型合金が使用されてきた^{10,11)}。排気エンジンバルブの最高使用温度は 800℃程度とされ、耐クリープ性に優れる Ti-6Al-

* 鉄鋼研究所 材料信頼性研究部 チタン・ステンレス研究室 主幹研究員 千葉県富津市新富 20-1 〒293-8511

2Sn-4Zr-2Mo-0.1Si などの Near α 型合金が用いられてきた。コネクティングロッドには Ti-6Al-4V のほか切削性に優れる Ti-3Al-2.5V ベース REM 添加合金が適用されてきた¹²⁾。また、排気系部品用チタン合金には、600～700℃ 以上における高温強度・疲労強度や耐酸化性が要求される¹³⁾。いずれの用途においても室温から最高使用温度域における疲労強度が要求される。

マイクロ組織形態に関しては、吸気エンジンバルブでは強度・延性に勝る等軸組織に、耐クリープ性が求められる排気エンジンバルブでは針状組織に制御されることが多いが、高温強度の必要な傘部は針状組織とし作動温度が低い軸部は等軸組織とした 2 相組織 (dual-structure) とされることもある¹⁰⁾。また、表面処理に関しては、エンジンバルブの耐摩耗性を向上させるために、プラズマ浸炭¹⁰⁾ や大気加熱による酸素拡散処理¹¹⁾ によって硬化層が形成されることがある。コネクティングロッドにおいては、熱間鍛造後の酸化層を除去する酸洗の有無による疲労強度への影響が考慮されることがある¹⁴⁾。

このような部品加工中あるいは高温域での使用による表面酸化や、耐摩耗性付与等を目的として形成される酸化硬化層は、疲労特性に大きく影響する。そのため、独自合金の適用にあたっては適切な材料選定やマイクロ組織形態制御とあわせて、これら表面性状を考慮した疲労特性評価が求められる。

また、航空機向けチタン合金においては、数 100 μ m 程度以上の大きさで存在することもあるマイクロ集合組織 (領域) (Micro Texture Region, MTR) や、室温から 200℃ 程度の温度範囲で生じるクリープと繰返し負荷による疲労とが重畳する Dwell 疲労によって疲労寿命が低下する現象が知られている¹⁵⁾。これらの現象は他の用途においても問題になる可能性があり、その損傷機構や疲労寿命に及ぼすマイクロ組織やマイクロ集合組織の影響を把握することが重要である。

3. 疲労特性に及ぼす諸因子の影響

3.1 疲労特性に及ぼす熱処理条件の影響

Ti-5Al-2Fe-3Mo 合金の疲労特性と熱処理条件の関係を図

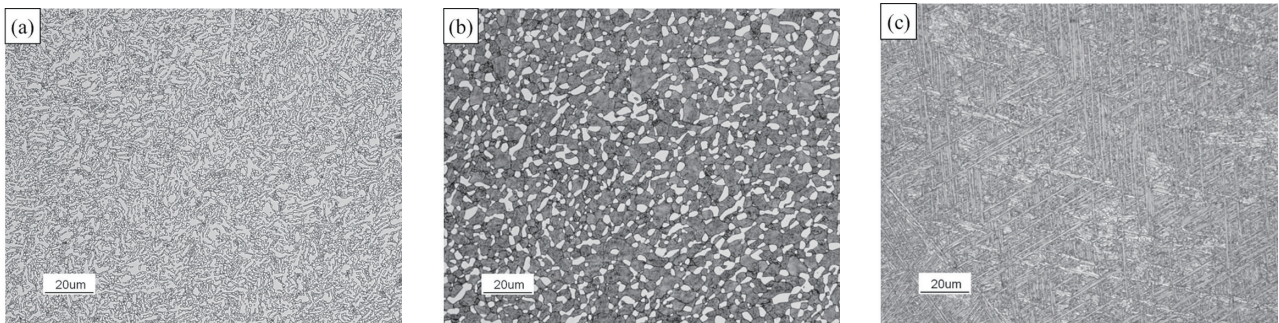


図2 Ti-5Al-2Fe-3Mo のマイクロ組織 (a) 焼鈍材 (条件 1), (b) ($\alpha+\beta$) 溶体化時効材 (条件 2), (c) β 溶体化焼鈍材 (条件 4)
Optical microstructures of Ti-5Al-2Fe-3Mo for (a) Annealed (condition 1), (b) ($\alpha+\beta$) ST and aged (condition 2), (c) β ST and annealed (condition 4)

1 に示す¹⁶⁾。素材には ϕ 13～15mm の丸棒を用い、疲労試験片には焼鈍材 (Annealed) および $\alpha+\beta$ 溶体化時効材 (($\alpha+\beta$) ST+Aged) は平行部 ϕ 8mm, β 溶体化焼鈍材 (β ST+Annealed) は ϕ 6mm (条件 4) または ϕ 4mm (条件 5) を用いた。疲労試験は、回転曲げ疲労試験により室温大気中で 1×10^7 回まで行った。

代表的な熱処理後のマイクロ組織を図 2 に示す。焼鈍材および $\alpha+\beta$ 溶体化時効材では、初析 α 粒径は 10 μ m 未満と微細であり、 $\alpha+\beta$ 溶体化時効材ではさらに旧 β 粒内に微細 α が析出している。これに対応して、焼鈍材は 590MPa, $\alpha+\beta$ 溶体化時効材は 640～690MPa と高い疲労強度 (1×10^7 回) が得られた。

β 溶体化焼鈍材では、条件 5 では 490MPa 程度にとどまるのに対し、条件 4 では 680MPa と高い疲労強度が得られた。一般に疲労強度が低いとされている β 溶体化処理材であっても、本合金においては、条件 4 のように適切な熱処理を施して微細な針状 α 組織とすることで高い疲労強度が

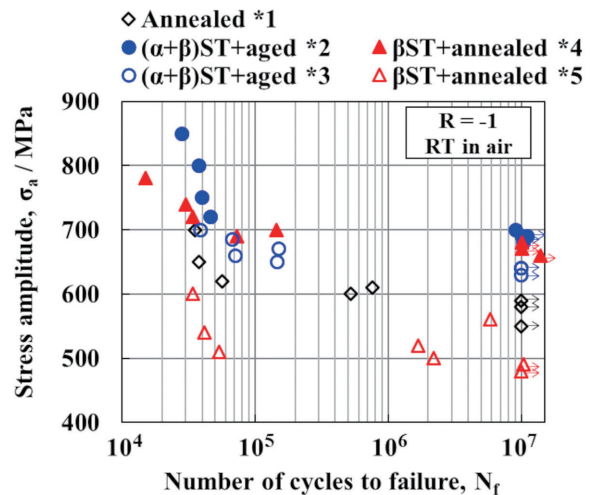


図1 Ti-5Al-2Fe-3Mo 丸棒の疲労特性に及ぼす熱処理条件の影響：焼鈍材 (条件 1), ($\alpha+\beta$) 溶体化時効材 (条件 2 および 3), β 溶体化焼鈍材 (条件 4 および 5)

Effects of heat treatment conditions for fatigue properties of Ti-5Al-2Fe-3Mo bars: Annealed (condition 1), ($\alpha+\beta$) ST and aged (condition 2 and 3), β ST and annealed (condition 4 and 5)

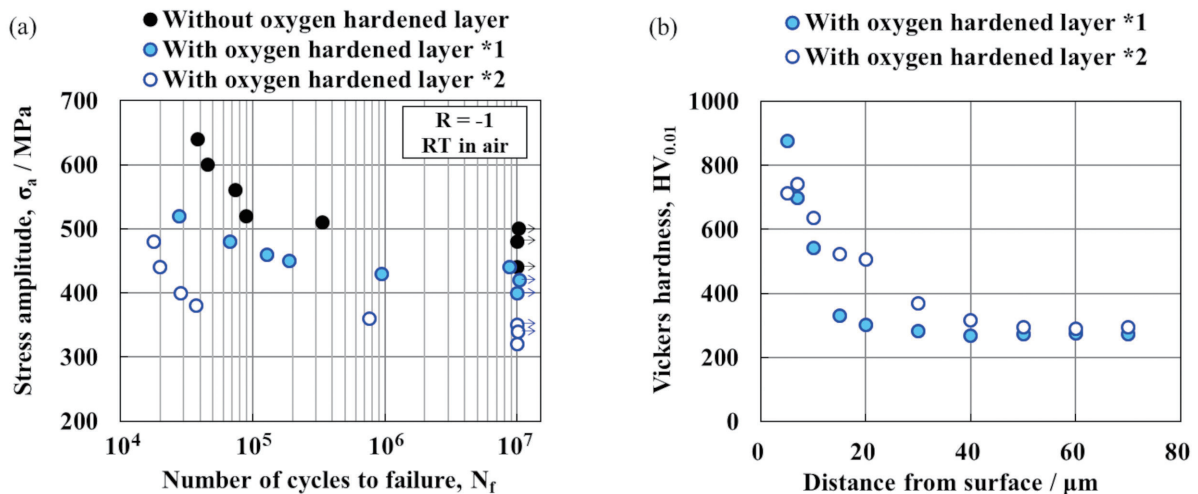


図3 (a) Ti-5Al-1Feの疲労特性に及ぼす表層酸化硬化層の影響, (b) 断面硬さ分布

(a) Effects of surface oxygen hardened layer for fatigue properties of Ti-5Al-1Fe, (b) Depth profiles of Vickers hardness of Ti-5Al-1Fe with oxygen hardened layer

得られることがわかる。引張強さに対する疲労強度の比(耐久比)は、焼鈍材および $\alpha+\beta$ 溶体化時効材が0.5程度であるのに対し、 β 溶体化焼鈍材の条件4では0.6程度と高い。これは、 β 溶体化処理によって初析 α が消失することや、化学組成と冷却速度の関係から粒界 α の成長が抑制されることによってき裂発生が抑制されること、および旧 β 粒内に析出する微細な針状 α 相によって初期のき裂進展が抑制されることなどの複合的な要因によるものと考えられる。

3.2 疲労特性に及ぼす表層酸化硬化層の影響

疲労特性に及ぼす表層酸化層の影響について、Ti-5Al-1Fe合金丸棒を用いて検討した(図3)。回転曲げ疲労試験には平行部 $\phi 8\text{mm}$ 、引張試験には平行部 $\phi 6.25\text{mm}$ の各試験片を作製した後に、処理時間を変えた2条件の大気酸化処理を行い、未処理材と比較した。表層酸化硬化層(500HV以上の深さ)は、それぞれ $10\mu\text{m}$ 程度と $20\mu\text{m}$ 程度であった。

引張強さは未処理材の900MPaから長時間処理時の878MPaとわずかな低下にとどまるのに対し、疲労強度(1×10^7 回)は500MPaから350MPaと30%程度低下し、耐久比は0.56から0.40まで低下する。これは、表面凹凸の増大による応力集中の影響や、表層の固溶酸素による延性低下によって表層に発生する微小き裂の成長が促進される影響と考えられる。

3.3 疲労特性に及ぼす表面処理の影響

2章で述べたように、エンジンバルブに適用するためには耐摩耗性付与のために安価な大気酸化処理を行いつつ、クリープ変形による軸曲りを抑制することが求められる。Ti-5Al-2Fe-3Moでは、3.1節で述べたように耐クリープ性に有利な針状組織であっても高い疲労強度が得られる。そこで、耐摩耗性に必要な表層硬化層の厚みを確保しつつ、疲労強度の低下を抑制するための検討を行った。図4は、酸

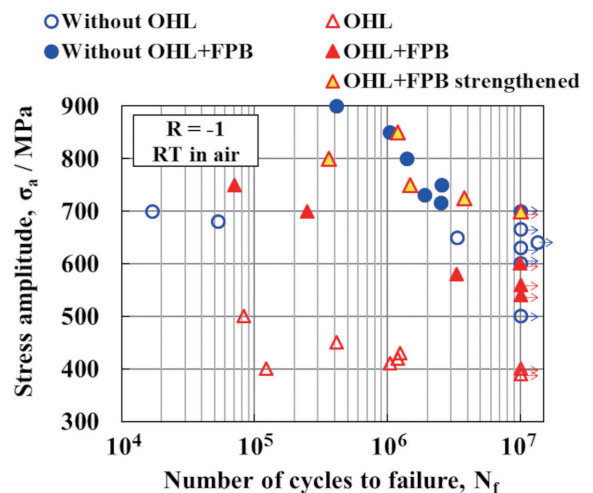


図4 Ti-5Al-2Fe-3Moの疲労特性に及ぼす表層酸化層(OHL)およびFPB処理の影響

Effects of oxygen hardened layer (OHL) and FPB treatment for fatigue properties of Ti-5Al-2Fe-3Mo

化硬化層(Oxygen Hardened Layer, OHL)の有無、および微粒子ショットピーニング(FPB)処理の影響について、Ti-5Al-2Fe-3Moを対象に疲労試験を行った結果である。溶体化処理と酸化処理の条件はすべて同一であり、酸化硬化層を形成しない条件の場合も、酸化処理と同等の熱処理を施した。疲労特性の評価は、いずれも平行部 $\phi 4\text{mm}$ の試験片を用いて、室温大気中で回転曲げ疲労試験により行った¹⁶⁾。

本試験条件では、酸化硬化層がない場合の疲労強度は640MPa程度であり、FPB処理を施すことで700MPa程度まで上昇する。一方、酸化硬化層を形成することで疲労強度は390MPa程度まで低下するが、FPB処理によって560MPa程度まで回復し、さらにFPB処理を強化することで700MPa程度と大気酸化処理前を上回るレベルまで上昇する。

大気酸化処理後のFPB処理では、圧縮残留応力が付与される効果に加えて、酸化スケール層の消失や表面凹凸低減の効果が加わることで、疲労強度が向上すると考えられる。したがって、母材の化学組成や酸化処理条件による酸化スケール層の性質や厚みの違いに応じて、適切なFPB処理条件を選定する必要がある。また、使用温度域によっては圧縮残留応力の効果が消失する可能性についても検討する必要がある。

別の方法として、例えばPVD (Physical Vapor Deposition) 処理によりCrN層を形成することで耐摩耗性を確保し、酸化硬化層による疲労強度低下の影響を回避することもできる。Ti-5Al-2Fe-3Moでは、3.1節で述べたような $\alpha+\beta$ 溶体化処理を施した後にCrN層を形成することで、疲労強度を650MPa程度まで向上させることができる。

3.4 疲労特性に及ぼすマイクロ集合組織の影響

$\alpha+\beta$ 型チタン合金において、疲労初期の微小き裂は α 相の(0001)面に発生してファセットを形成することや、(0001)面が応力軸に対して 22° から 55° の範囲に傾斜している α 相の比率が高い場合に疲労強度が低下することが知られている¹⁷⁾。しかし、加工温度、加工率および集合組織が同等であっても、圧延材と鍛造材で疲労強度に差がある場合がある。図5は、Ti-6Al-4V棒材の圧延材および鍛造材から、それぞれ棒材軸方向に試験片を採取して、引張試験および軸力疲労試験を行った結果である。鍛造材は、圧延材よりも引張強度はわずかに低いが疲労強度は高い。この理由を明らかにするため、詳細な検討が行われた¹⁸⁾。

マイクロ集合組織のサイズは圧延材の方が大きいものの、それを形成する α 相の(0001)面の方位は微小き裂が発生しやすい方位とは異なっており、破面観察の結果からもマイクロ集合組織内部で微小き裂が発生したとは考えにくい。

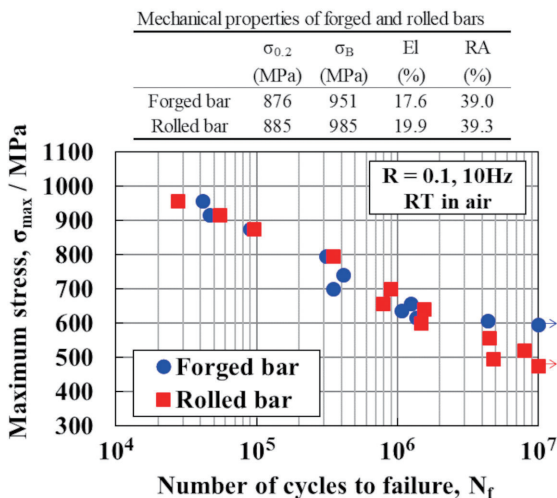


図5 Ti-6Al-4Vの鍛造材および圧延材の引張特性と疲労特性
Tensile and fatigue properties of forged and rolled Ti-6Al-4V bars

そこで、微小き裂はマイクロ集合組織領域と母相との境界で発生し、その要因はヤング率の差によって生じるひずみであると考えられた。また、鍛造材の方が、Deform 3Dを使って解析された相当塑性ひずみが圧延材よりも大きく、結晶粒の等軸化が進展してマイクロ集合組織領域のサイズが減少することで、高い疲労強度が得られると考えられた。

3.5 Dwell 疲労特性およびその異方性

Ti-6Al-4V鍛造丸棒を用いて、Dwell疲労損傷機構やその異方性について検討を行った^{19,20)}。供試材には、L断面の α 相のIPF (Inverse Pole Figure) マップ (図6) に示されるように、L方向に延伸したマイクロ集合組織領域が形成されている。応力比0.05の応力制御による軸力疲労試験を、素材のL方向およびT方向に採取した平行部 $\phi 5.08$ mmの試験片を用いて行った。負荷波形は、Cyclic疲労では1s/1sの三角波、Dwell疲労では1s/120s/1sの台形波を用い、疲労試験結果は最大応力(σ_{max})を0.2%耐力($\sigma_{0.2}$)で規格化した値(規格化応力= $\sigma_{max}/\sigma_{0.2} \times 100$ (%))で整理した(図7)。0.2%耐力は、L方向で867MPa、T方向で913MPaであった(ひずみ速度 $8.3 \times 10^{-5} s^{-1}$)。

同じ規格化応力で比較した場合、Dwell疲労ではCyclic疲労よりも大幅に疲労寿命が低下することがわかる。また、Cyclic疲労の疲労寿命はL/T方向で同程度であるのに対し、Dwell疲労ではT方向の疲労寿命が1/5程度であった。また、Dwell疲労において、規格化応力98%以上の高応力域(L方向850MPa以上、T方向895MPa以上)ではL/T方向ともに延性破壊であり、T方向の規格化応力95%以下においてのみDwell疲労の特徴とされる粗大ファセット破面が観察された(図8)。

次に、低サイクル疲労試験の解析で用いられる非弾性ひずみと破断寿命の関係を示す(図9)。ここで、非弾性ひずみ範囲 $\Delta \epsilon_{in}$ は最大応力と最小応力の平均値 σ_{mean} における負荷時と除荷時のひずみの差、ラチェットひずみ ϵ_r は除荷直前のひずみのサイクル間増分とした。非弾性ひずみは、

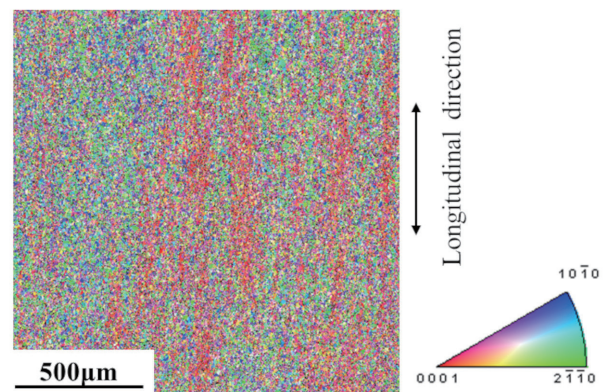


図6 Ti-6Al-4V鍛造丸棒L断面の α 相のIPFマップ
IPF map for longitudinal cross section of alpha phase of Ti-6Al-4V forged bar

Cyclic 疲労においては高速度の応力変化に伴う塑性ひずみが主体であり、Dwell 疲労においては応力変化に伴う塑性ひずみに加えて応力保持時間のクリープひずみが重畳す

る。寿命中期の非弾性ひずみ範囲で整理した場合、Cyclic 疲労と Dwell 疲労はそれぞれ異なる傾きの非弾性ひずみ範囲 $\Delta\varepsilon_{in}$ - 疲労寿命 N_f 関係を示した。この傾きの相違は、ラ

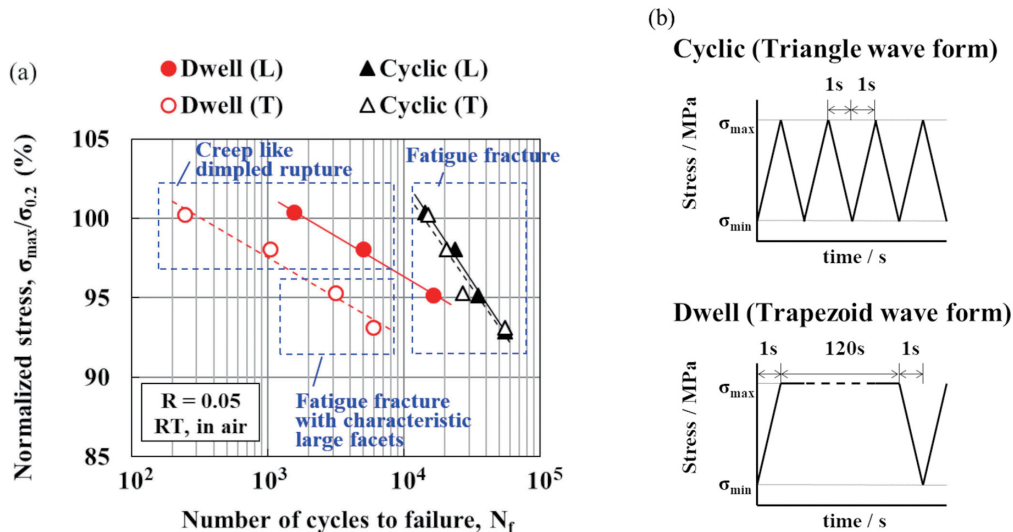


図7 (a) 規格化応力 (最大応力/0.2%耐力) と破断寿命の関係, および破面形態の分類, (b) 疲労負荷波形
(a) Relationship between ratio of maximum stress (σ_{max}) to 0.2% proof stress ($\sigma_{0.2}$) and number of cycles to failure, and classified fracture surface morphologies. (b) Fatigue loading wave forms.

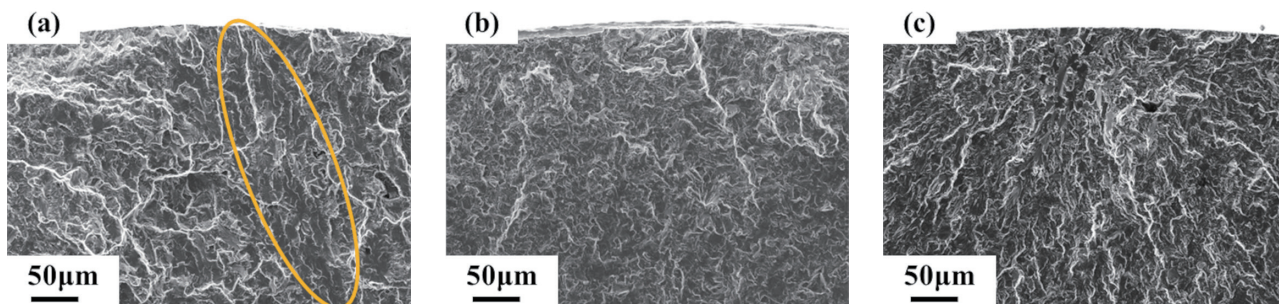


図8 規格化応力 ($\sigma_{max}/\sigma_{0.2}$) = 95%における疲労試験後の破断面のSEM像
(a) Dwell 疲労 (T), (b) Dwell 疲労 (L), (c) Cyclic 疲労 (T)
SEM images of fracture surface for (a) dwell fatigue (T), (b) dwell fatigue (L), (c) cyclic fatigue (T) at $\sigma_{max} = 95\%$ of $\sigma_{0.2}$

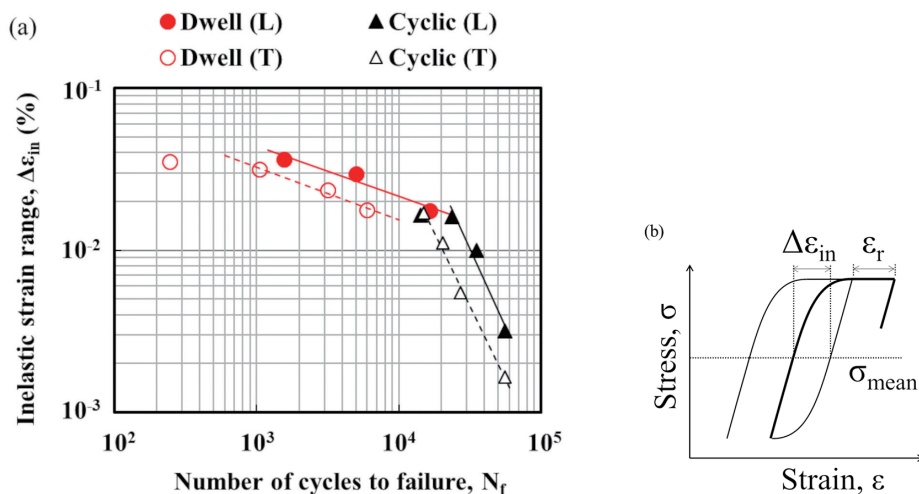


図9 (a) 非弾性ひずみ範囲と破断寿命の関係, (b) 応力 - ひずみヒステリシスループと非弾性ひずみ範囲 ($\Delta\varepsilon_{in}$), ラチェットひずみ (ε_r) を表す模式図
(a) Relationship between inelastic strain range and number of cycles to failure, (b) Schematic diagram of stress-strain hysteresis loop showing inelastic strain range ($\Delta\varepsilon_{in}$) and ratchet strain (ε_r)

チェットひずみの影響によるものである。

疲労試験の途中止め試験片の断面観察等とあわせて検討を行い、Dwell 疲労では、クリープひずみによる非弾性ひずみ範囲の増加にラチェットひずみが重畳してひずみの蓄積が促進され、き裂発生の早期化や発生個所の増加が生じて、寿命が低下することがわかった。

また、疲労寿命の L/T 異方性に関しては、き裂発生が支配的な Cyclic 疲労においては、同じ非弾性ひずみ範囲ではき裂発生寿命は同等と考えられるため、き裂進展速度が大きい T 方向の疲労寿命が短くなる。このことは、別途行ったき裂進展試験において、低 ΔK ($\Delta K \leq 15 \text{MPa}\sqrt{\text{m}}$) 域では丸棒軸方向のき裂進展速度が大きいことから支持される。Dwell 疲労においては、T 方向では、規格化応力 95% 以下 (870MPa 以下) の領域においても、マイクロ集合組織の影響による局所的な非弾性変形によりき裂発生が早期化して、さらに微小き裂形成後に周囲のマイクロ集合組織領域に沿って粗大なファセットを形成しながら高速でき裂が成長することで短寿命となる。一方、L 方向では、規格化応力 95% 以下 (825MPa 以下) の領域ではクリープの影響が小さいことや、き裂進展方向のマイクロ集合組織領域の大きさが小さいことから、最大応力の低下に伴って延性破壊から通常の疲労破壊に直接移行する。そのため、破面に粗大ファセットは形成されない。

4. 結 言

チタン合金に限らず構造材料に対する高強度化・軽量化の要求は高度化しており、それに伴って、疲労強度や破壊靱性などの向上による信頼性の確保も重要な課題である。今後、疲労・破壊現象の機構解明に、EBSD 等の解析技術や結晶塑性解析など計算技術の適用がさらに進み、材料組織制御やプロセス設計指針構築の効率化に一層反映されると考えられる。これらの研究開発による材料およびプロセス技術の発展が社会的課題の解決に役立つことが期待される。

参照文献

- 1) Lütjering, G., Williams, J.C.: Titanium. 2nd edition. 2007, p.203-216
- 2) 錦織貞郎: 軽金属. 55 (11), 557 (2005)
- 3) 戸井康弘: 日本造船学会誌. 766, 246 (1993)
- 4) Venkatesh, V. et al.: The 14th World Conference on Titanium (Ti-2019), MATEC Web of Conferences 321, 11091 (2020)
- 5) 小林俊郎 ほか: 材料. 36, 831 (1987)
- 6) 新家光雄 ほか: 軽金属. 42 (11), 605 (1992)
- 7) 藤井秀樹 ほか: 新日鉄技報. (378), 62 (2003)
- 8) 藤井秀樹 ほか: 新日鉄住金技報. (396), 16 (2013)
- 9) 岳辺秀徳 ほか: 日本製鉄技報. (412), 194 (2019)
- 10) 岡田義夫 ほか: 鑄造工学. 73 (12), 818 (2001)
- 11) 高橋恭: 軽金属. 55 (12), 646 (2005)
- 12) 木村篤良 ほか: 電気製鋼. 63 (1), 33 (1992)
- 13) 大塚広明 ほか: 新日鉄住金技報. (396), 56 (2013)
- 14) 松原敏彦 ほか: 日本金属学会会報. 30 (5), 436 (1991)
- 15) Bache, M.R.: International Journal of Fatigue. 25, 1079 (2003)
- 16) Mori, K. et al.: Proceedings of the 12th World Conference on Titanium (Ti-2011), The Nonferrous Metals Society of China, 2012, p.2232
- 17) Pilchak, A.L. et al.: Proceedings of the 12th World Conference on Titanium (Ti-2011), The Nonferrous Metals Society of China, 2012, p.1007
- 18) Inagaki, I. et al.: Proceedings of the 13th World Conference on Titanium (Ti-2015), TMS (The Minerals, Metals & Materials Society), 2016, p.811
- 19) Mori, K. et al.: The 14th World Conference on Titanium (Ti-2019), MATEC Web of Conferences 321, 11025 (2020)
- 20) 森健一 ほか: 鉄と鋼. 107 (3), 257 (2021)



森 健一 Kenichi MORI
鉄鋼研究所 材料信頼性研究部
チタン・ステンレス研究室 主幹研究員
千葉県富津市新富20-1 〒293-8511



岳辺秀徳 Hidenori TAKEBE
鉄鋼研究所 材料信頼性研究部
チタン・ステンレス研究室 主幹研究員



橋本翔太郎 Shohtaroh HASHIMOTO
鉄鋼研究所 材料信頼性研究部
チタン・ステンレス研究室