

高温環境下における工業用純チタンの疲労き裂発生挙動*

楠川量啓^{*1}, 高尾健一^{*2}Fatigue Crack Initiation Behavior of Commercially Pure Titanium
at Elevated Temperature

Kazuhiro KUSUKAWA and Ken-ichi TAKAO

Push-pull fatigue tests were carried out on commercially pure titanium sheet at 393 K and 573 K in order to investigate the effect of elevated temperature on fatigue crack initiation behavior. The static and fatigue strengths decrease with the increase of temperature. At elevated temperatures, the sharp knee in *S-N* curve observed at room temperature disappears. Successive observations on specimen surface and measurements of strain hardening exponent have shown that the mechanism of crack initiation differs profoundly due to the increase in temperature. At a room temperature, fatigue microcracks initiate at a few tenth percent of fatigue life, along slip bands within not a single but multiple neighboring grains. At elevated temperatures, however, they initiate at less than 10% of their lives, along grain boundary where crowd slip bands impinge. This is ascribed to the activation of slip deformation and enhancement of strain hardening at elevated temperatures.

Key Words: Fatigue, Crack Initiation, Elevated Temperature, Pure Titanium, Tensile Properties

1. 緒言

我が国においてはチタン製品の80%以上が純チタン製品で占められている。特に純チタンの優れた耐食性を生かした、発電プラントの復水器および石油・化学プラントにおける熱交換器などの機器が多い⁽¹⁾。これらの機器が稼動する環境は極めて苛酷であり、設計段階において高温環境下での使用ということを十分考慮する必要がある。実際にチタン製熱交換器が振動により疲労破壊した事例⁽²⁾などの報告もみられ、高温環境下での純チタンの疲労特性を解明しておくことは本材料の実用性という観点から重要である。

これまで著者らは室温における純チタンの低サイクル疲労特性⁽³⁾、切欠部でのき裂発生挙動⁽⁴⁾、ならびに微小き裂伝ば挙動⁽⁵⁾などを明らかにしてきた。またほかにも室温下での疲労特性に関してはいくつかの報告がある⁽⁶⁾⁽⁷⁾。一方、高温環境下での疲労特性については耐熱材料として優れた特性を持つチタン合金に関する研究は盛んに行われているものの⁽⁸⁾、純チタンに

関するものはほとんど見受けられない。

本研究では純チタンが実用に供される場合の限界温度と考えられる573 Kおよび通常の熱交換器などの材料としての使用を考慮した393 Kの高温環境下において引張圧縮疲労試験を行い、疲労強度および疲労き裂発生挙動について室温における結果と比較を行った。その結果、温度が高くなると微視的なすべり形態の変化によりき裂発生機構が変化し、疲労特性に影響を及ぼすことが判明した。

2. 材料および実験方法

実験に使用した材料は板厚2 mmの工業用純チタン板1種(JIS TP 28)で、化学成分を表1に示す。材料を圧延方向と長手方向が平行となるよう切り出した後、図1に示す形状および寸法に加工した。疲労試験に用いたすべての試験片の平行部中央にはき裂発生過程を連続的に観察するために浅い球面状のくぼみを付した。くぼみ底における応力集中係数は、ひずみゲージ(ゲージ長1 mm)により実測したところ約1.5であった。機械加工後、1073 Kで1時間の真空焼なましを行い、さらに化学研磨により表面層を約30 μm除去し鏡面状に仕上げた。熱処理後の試験片の平均結晶粒径は120 μmであった。

* 原稿受付 1997年10月17日。

*¹ 正員, 高知工科大学(☎782-8502 高知県香美郡土佐山田町)。*² 正員, 弓削商船高等専門学校(☎794-2506 愛媛県越智郡弓削町下弓削)。

疲労試験には電気油圧サーボ疲労試験機(容量±49 kN)を用いた。573 K および 393 K の高温環境下での疲労試験は試験機に赤外線急速加熱装置(真空理工製, 出力 2 kW)を取付けて実験を行った。実験に先立ち炉内での試験片温度分布を測定し, くぼみ周辺での温度が目標値の ±4%以内となることを確認した。疲労試験の条件は応力比 $R = -1$, 応力振幅一定で繰返し速度を 20 Hz とした。疲労き裂発生過程の連続観察にはレプリカ法を用いた。なお, 高温環境下での連続観察には所定の繰返し数ごとに試験機を停止し, 炉内部を開放冷却し試験片温度が室温付近まで低下した後レプリカを採取した。光学顕微鏡によるプラスチックレプリカの観察に加え, より詳細な観察にはポジティ

ブレプリカを作成し, 走査形電子顕微鏡(SEM)により観察を行った。また破面の観察にも SEM を使用した。

3. 実験結果

3.1 機械的性質 球面状くぼみのない平滑試験片を用いて, 疲労試験を行う室温, 393 K および 573 K の各温度において引張試験を行った。公称応力ひずみ線図を図 2 に示す。また引張試験において得られた引張強さ σ_B , 0.2%耐力 $\sigma_{0.2}$ および伸び ϕ と温度との関係を図 3 に示す。 σ_B および $\sigma_{0.2}$ は温度の上昇に伴い著しく低下し, 573 K における σ_B および $\sigma_{0.2}$ は室温での各値に対してそれぞれ 35% および 33% となった。一方, ϕ に関しては 393 K で若干値が低下するものの室温から 573 K の温度の範囲において大きな変化は見られなかった。

3.2 疲労強度 各試験温度における $S-N$ 曲線を図 4 に示す。疲労強度も静的強度と同様, 温度の上昇とともに著しく低下する。一方, 室温では繰返し数 N が 10^6 回付近において曲線が折れ曲がる比較の明りような疲労限度が存在することを著者の一人⁽⁹⁾がすでに報告しているが, 本実験でも同様な結果が得られ

Table 1 Chemical compositions in wt.%

H	O	N	Fe	C	Ti
0.001	0.078	0.007	0.014	0.007	bal.

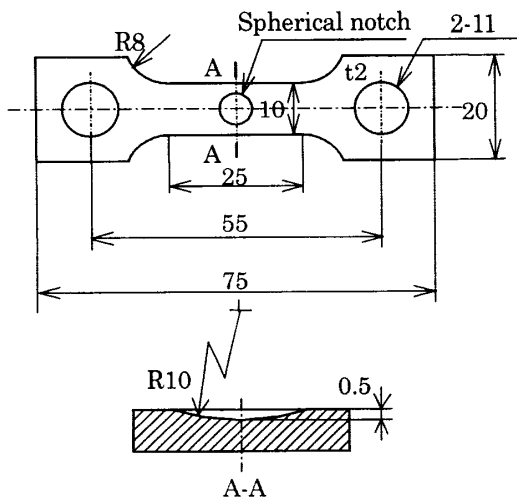


Fig. 1 Specimen configurations in mm

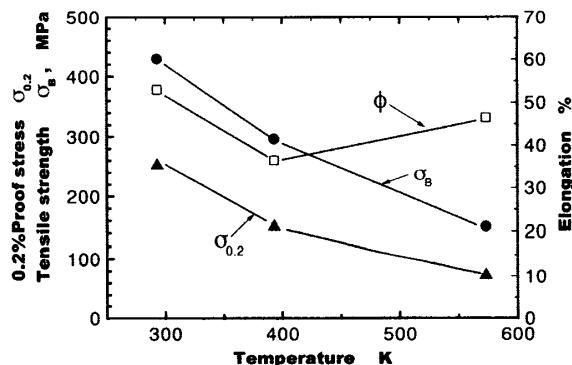


Fig. 3 Mechanical properties at tested temperatures

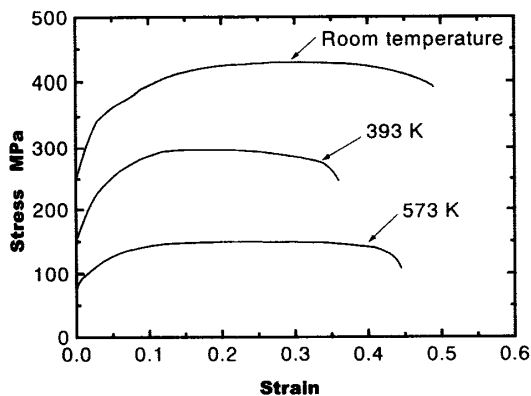


Fig. 2 Nominal stress-strain curves

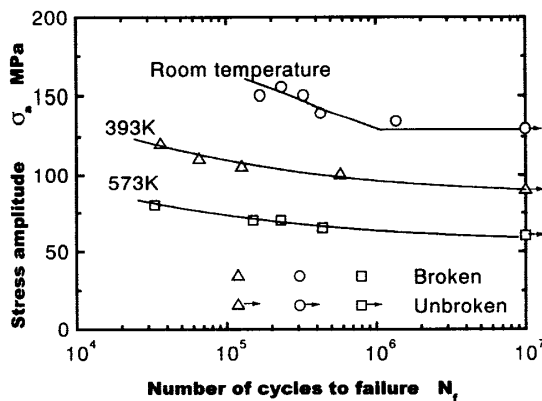


Fig. 4 $S-N$ curves

た。しかしながら、3・3節で述べるように試験片表面の連続観察結果から、高温では室温のような明りょうな疲労限度は存在しないと考えられる。 σ_B に対する室温での疲労限度あるいは393 Kおよび573 Kにおける 10^7 回時間強さ σ_c の比 σ_c/σ_B はそれぞれ0.31, 0.41および0.43であった。すなわち高温では静的強度に対して疲労強度が相対的に高いといえる。

3・3 疲労き裂発生挙動 室温で応力振幅 $\sigma_a=150$ MPaにおける試験片表面における連続観察結果を図5に示す。室温での疲労き裂発生挙動に関しては以前にも報告⁽⁹⁾したが、要約すると以下のとおりである。まず応力の繰返しに伴い、結晶内に多数のすべり帯が出現しその後これらすべり帯に沿って微小なき裂が複数個発生する。その後このような微小なき裂が連結するとともに隣接する結晶内に同様に発生したき裂とともに連結することにより伝ば過程へと移行する。図

5に示した観察結果において室温でのき裂発生寿命は全寿命に対して約23%であった。

573 K, $\sigma_a=70$ MPaにおける同様の連続観察結果を図6に示す。応力の繰返しに伴い多数のすべり帯が出現するが、その挙動は図5に示した室温の場合とかなり異なる。すべり帯は非常に早い段階で現れ(全寿命の1%以下)、その数も非常に多い。また、同一の結晶内において異なる方向のすべり帯も観察され、二次すべり系も顕著に作動していることがわかる。次にき裂発生挙動も室温とはまったく異なり、これらすべり帯が粒界とぶつかった個所から発生する。図6の黒枠部をSEMにより拡大して観察した写真を図7に示す。図7の矢印で示した部分をさらに拡大したものが図8であるが、この部分で粒界き裂が発生している。その発生寿命は全寿命の約2.3%と室温に比べかなり早い段階でき裂が発生することがわかった。

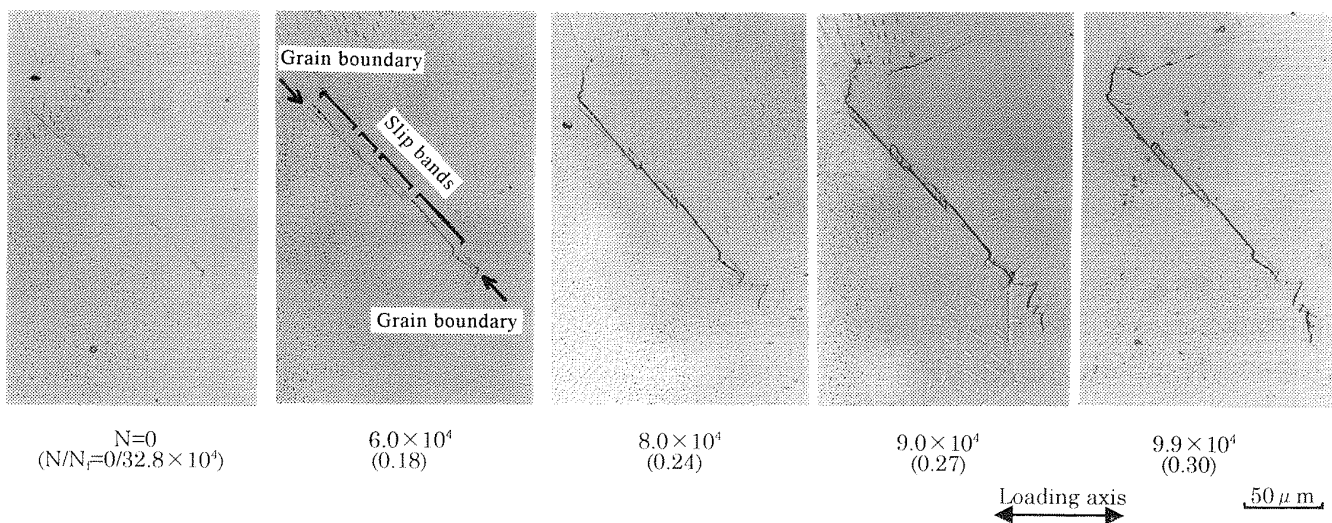


Fig. 5 Successive observations on a specimen surface at room temperature with $\sigma_a=150$ MPa

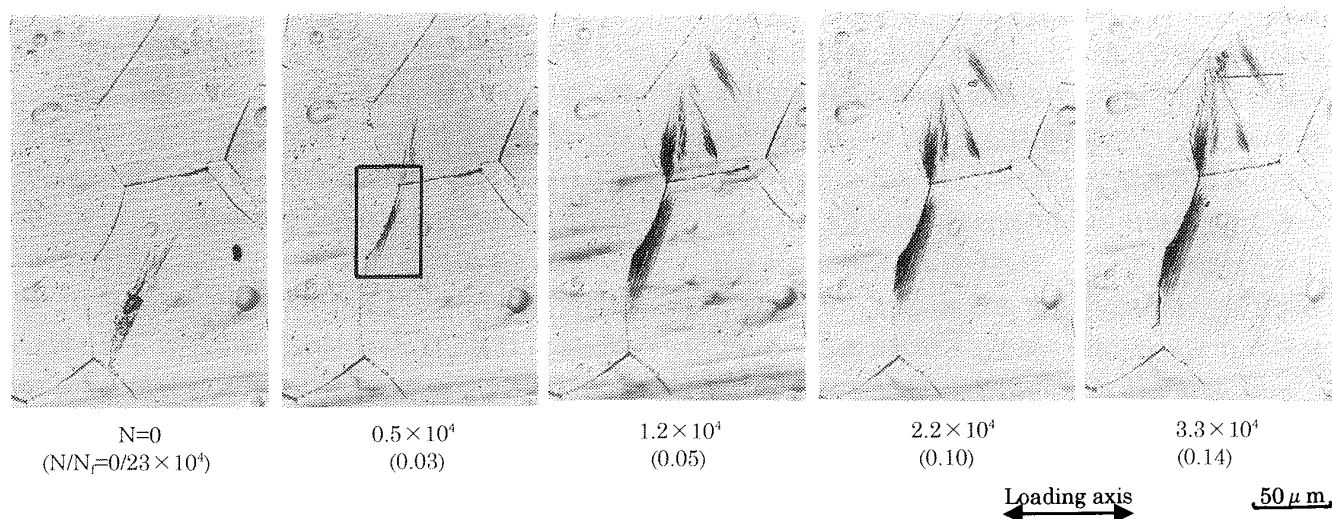


Fig. 6 Successive observations on a specimen surface at 573 K with $\sigma_a=70$ MPa

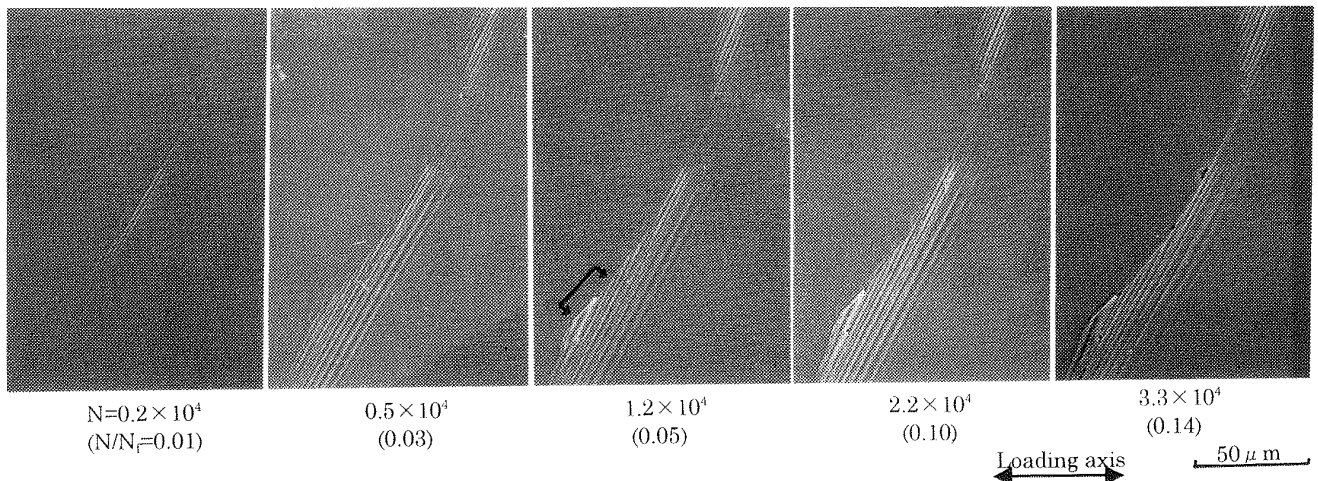
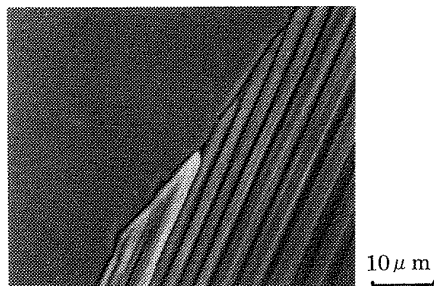
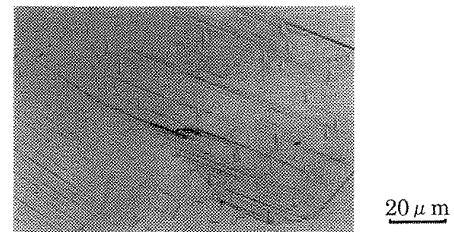
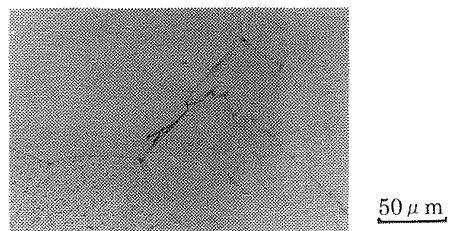
Fig. 7 Enlarged views of the flamed portion in Fig. 6 ($\sigma_a=70$ MPa)

Fig. 8 Enlarged view of pointed portion in Fig. 7

中間の 393 K の場合、 $\sigma_a=110$ MPa における連続観察結果では、すべり帯に沿って発生するき裂とすべり帯が粒界とぶつかった部分から発生するき裂の両方が観察された。同一試験片において観察された両者のき裂をそれぞれ図 9 の (a) および (b) に示す。き裂発生寿命は両者のき裂でやはり異なり、(a) のすべり帯き裂は全寿命の約 50%，(b) の粒界き裂は約 7% で発生した。573 K において 10^7 回応力を繰返しても破断に至らなかった $\sigma_a=60$ MPa における連続観察結果を図 10 に示す。この場合もすべり帯は非常に少ない繰返しの段階で出現する。室温の場合、疲労限度以下の応力では 10^5 回の応力の繰返し以降、それまでに現れていたすべり帯に変化はほとんど見られない⁽¹⁰⁾。しかしながら高温では図 10 に示すように、すべり帯の数は増加を続け、 4×10^6 回以降においても明らかにすべりは進行している。前述したように高温ではすべり帯に沿ってき裂が発生する以前に、すべり帯と結晶粒界のぶつかった個所で発生する傾向にある。このことから、高温では 10^7 回の応力繰返しでき裂発生に至らない応力振幅下においてもその後の繰返しにより、試験片が破断に至ることは十分推測される。

(a) Slip band cracks ($N/N_f=3.2 \times 10^4/6.5 \times 10^4$)(b) Intergranular crack ($N/N_f=0.5 \times 10^4/6.5 \times 10^4$)Fig. 9 Two types of initial cracking at 393 K with $\sigma_a=110$ MPa

4. 考 察

3章で述べたように純チタンの疲労強度は温度の上昇に伴い著しく低下する。これは静的な強度の低下と対応した結果であるが、き裂発生過程の連続観察結果からわかるようにき裂発生機構は室温と高温でかなり異なる。室温ではすべり帯の数は少なく、そのすべり帯に沿ってき裂が発生するのに対して高温ではすべり帯の数は多いがこのすべり帯に沿ってき裂が発生しない。図 11 は各温度における加工硬化指数 n を比較したものである。温度の上昇とともに n は増大する傾向にあり加工硬化が著しくなる。一方、温度の上昇とともに耐力は低下することから、各すべり系においてすべりが生じる臨界の応力は低下する。換言すれば、すべりが温度の上昇により活性化されることになり、

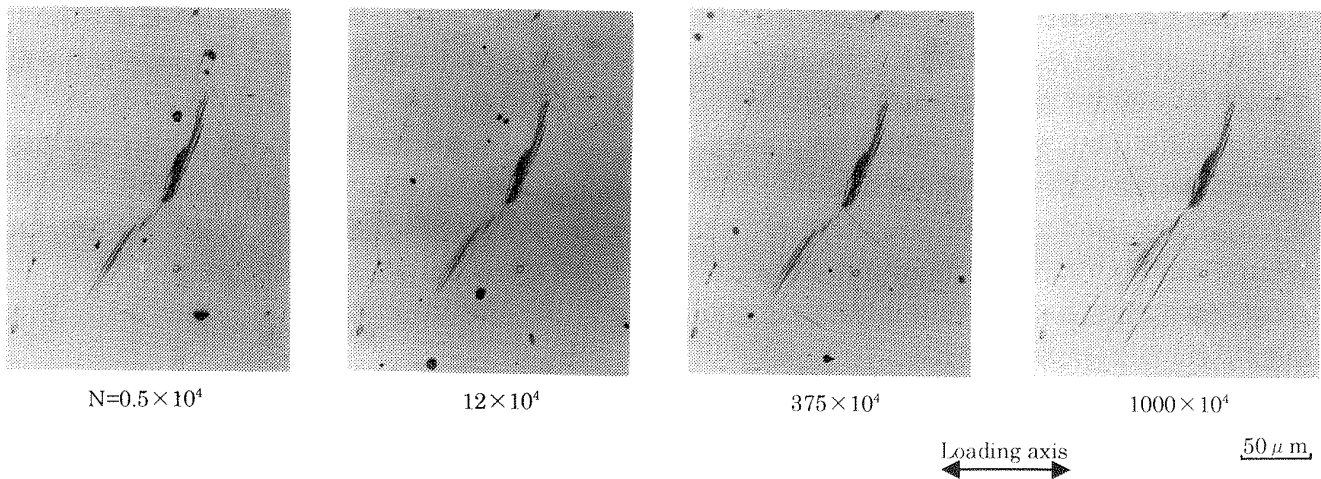


Fig. 10 Successive observation on a specimen at 573 K with $\sigma_a = 60$ MPa ($N_f > 10^7$)

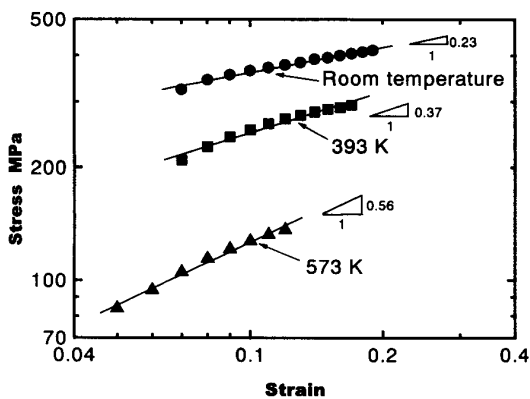
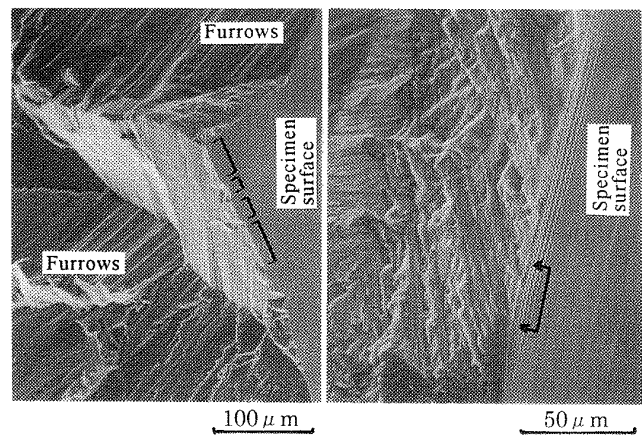


Fig. 11 Strain hardening behavior

高温では試験片表面の観察において二次すべりの痕跡が観察された。しかし高温では加工硬化が著しいため一度すべった部分は徐々にすべり難くなり、しだいにその周辺ですべりが生じるようになる。このことが高温において非常に多くのすべり帯が出現する原因と考えられる。以上の考察から高温では繰返し応力によるすべりの蓄積が各すべり帯で飽和するため、すべり帯に沿ってのき裂発生が見られず、すべりが阻止される粒界でずれが大きくなり、そこを起点としてき裂が発生する。

図5および図6に示した連続観察において破断の起点となったき裂発生部のSEM観察結果を図12の(a)および(b)にそれぞれ示す。図12(a)に示した室温の場合、表面で観察されたすべり帯に沿って発生した微小なき裂の連結に対応した段(□印, 図5 □印と対応)が観察される。また全体的には特定のすべり面上でのすべりを反映した筋状の破面が多く見られる。一方(b)の573 Kにおけるき裂発生部(矢印, 図8の表面観察部に対応)は非常に凹凸の激しい破面となっており、複数のすべり面が破壊に関与してしてい



(a) Room temperature (b) 573 K

Fig. 12 SEM observations on the fracture surface of crack nucleation regions

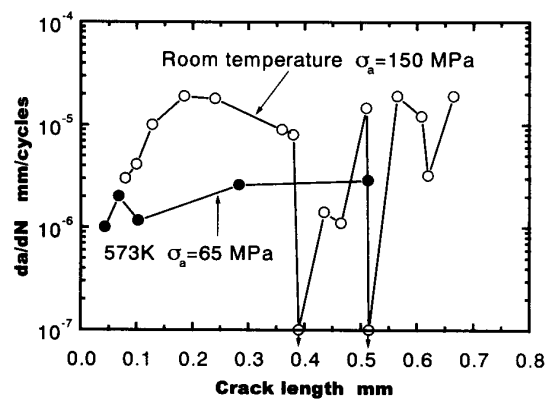


Fig. 13 da/dN of initial crack growth

ることを示している。また表面で粒界に沿って発生したき裂がその後、粒内へ伝ばしている様子が観察された。

室温および573 Kにおいてほぼ同じオーダの破断寿命となる $\sigma_a = 150$ MPa ($N_f = 3 \times 10^5$) および $\sigma_a = 65$ MPa ($N_f = 4 \times 10^5$) でのき裂発生直後における試験片

表面における微小き裂伝ば速度とき裂長さの関係を図13に示す。先に述べたように573 Kでは室温に比べてかなり早い段階でき裂が発生するが、平均的な微小き裂の伝ば速度はむしろ低い。一般に純チタンの微小き裂伝ば過程において、へき開状の破面に対応する部分では伝ば速度が高くなる⁽⁵⁾が、高温では微視的なき裂伝ば経路がすべりの活性化に伴い、かなり複雑になるため室温で生じるへき開状破壊に対応した伝ばの加速が比較的少ないためと思われる。

5. 結 言

高温環境下において工業用純チタンの疲労試験を行い、き裂発生挙動について調べた結果、以下の結論を得た。

(1) 393 K, 573 Kと温度が高くなるに従い、静的強度とともに疲労強度は著しく低下する。また高温環境下では室温で見られるような明りょうな疲労限度が存在しない。

(2) 室温での疲労き裂発生過程は、結晶内のすべり帯に沿って発生した微小き裂が連結し、さらに隣接

する結晶内で発生した別のき裂と合体し伝ばを開始するが、高温ではすべり帯が粒界とぶつかった部分を起点としてき裂が発生し伝ばする。

(3) 高温環境下では温度の上昇によるすべりの活性化ならびに加工硬化の促進の作用により、すべり帯に沿ってき裂が発生する前の早い段階ですべり帯がぶつかった粒界においてき裂が発生する。

文 献

- (1) 草道英武, 金属, 52-3 (1982), 21-23.
- (2) 草道英武編, 金属チタンとその応用, (1983), 199, 日刊工業新聞社.
- (3) 高尾健一・楠川量啓, 機論, 61-58, A (1995), 28-32.
- (4) 高尾健一・楠川量啓, 材料, 40-458 (1991), 1422-1427.
- (5) 高尾健一・楠川量啓, 機論, 60-570, A (1994), 62-67.
- (6) 戸梶恵郎・小川武史・大矢耕二, 機論, 58-546, A (1992), 26-33.
- (7) 菅野幹男・佐竹忠昭, 材料, 42-481 (1993), 1146-1152.
- (8) Benson, D. K., Grosskreutz, J. C. and Shaun, G. C., *Met. Trans.*, 3 (1972), 1239-1248.
- (9) 高尾健一・西谷弘信, 機論, 50-453, A (1984), 1049-1053.
- (10) 高尾健一・西谷弘信, 日本材料学会第14回疲労シンポジウム前刷集, (1980-11), 1-5.