

科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成 24 年 6 月 22 日現在

機関番号：82108

研究種目：若手研究（B）

研究期間：2009～2011

課題番号：21760567

研究課題名（和文） チタン合金の高サイクル疲労特性に及ぼす双晶変形の影響

研究課題名（英文） Effect of twin deformation on high-cycle fatigue properties in titanium alloy.

研究代表者

小野 嘉則 (ONO YOSHINORI)

独立行政法人物質・材料研究機構・材料信頼性評価ユニット・主任研究員

研究者番号：90354240

研究成果の概要（和文）：

Ti-5Al-2.5 Sn extra-low interstitial (ELI)合金では、低温での疲労試験の初期段階で双晶変形が起こる。この双晶変形は、母相との界面でのき裂発生を誘発し、疲労特性を下げる要因となると考えられる。高サイクル疲労特性に及ぼす応力比の影響を 293 K と 77 K で調査した結果、77 K では、応力比が小さいほど、 10^7 回疲労強度が 293 K に比べて低くなり、双晶変形の影響が大きくなることが示唆された。さらに 77 K では、引張-引張荷重下での高サイクル疲労強度が、修正 Goodman 線図から予測される強度よりも低くなるといった特異な平均応力依存性を示すことが明らかになった。

研究成果の概要（英文）：

Twin deformation occurs in the early stage of high-cycle fatigue tests at low temperatures in Ti-5Al-2.5Sn extra-low interstitial alloy. Twins formed during cyclic loading leads to a fatigue crack initiation at twin/matrix interface, probably resulting in the degradation of the high-cycle fatigue properties at low temperatures. The effect of the stress ratio R (the ratio of minimum stress to maximum stress) on the high-cycle fatigue properties was investigated at 293 and 77 K. The fatigue strength at 10^7 cycles at 77 K became much lower than that at 293 K as the stress ratio decreased, implying that the twin deformation has much effect on the fatigue properties at the low stress ratio condition. Furthermore, the fatigue strength fell below the modified Goodman line for 77 K, meaning that the high-cycle fatigue properties of this alloy show an anomalous mean stress dependency at low temperatures.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2009 年度	1,800,000	540,000	2,340,000
2010 年度	700,000	210,000	910,000
2011 年度	900,000	270,000	1,170,000
年度			
年度			
総計	3,400,000	1,020,000	4,420,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学・構造・機能材料

キーワード：チタン合金・高サイクル疲労・破壊・双晶変形・極低温

1. 研究開始当初の背景

液体ロケットエンジンの駆動時には、液体

水素ターボポンプは高速で回転するため、インデューサやインペラなどの回転体は遠

心力と大量の液体水素の流れに伴う曲げ応力により、高い平均応力下で変動応力を受ける。平均応力や変動応力は、水流し試験や FEM 解析によって測定・予測され、実際よりも大きな負荷や運転時間を与えた燃焼試験において疲労強度余裕が実証される。ただし、更なる信頼性向上のために、疲労寿命余裕をより正確に予測評価、実証する手法が切望されている。このため材料の疲労特性の正確な把握が求められており、高い平均応力下で変動応力を受ける部品のため、とくに応力比 ($R=\sigma_{\min}/\sigma_{\max}$) が疲労特性に与える影響を把握することが重要である。一方、実証方法としては、実機材料が運転後にどの程度損傷を受けているのかを評価するための手法が重要である。

インデューサやインペラの材料には、優れた低温靱性と高い比強度を満足する材料として α チタン合金である Ti-5Al-2.5 Sn ELI 合金鍛造材が採用されている。研究代表者らは、同合金のロケット実機鍛造材について、室温と低温 (4, 20, 77 K) での引張特性と高サイクル疲労特性 ($R=0.01$) を評価した。その結果、低温では延性が低下することなく引張強度は高くなるにも係らず、高サイクル疲労強度は低くなることを明らかにした。疲労破壊した試験片の起点部には、平坦部 (ファセット) が室温、低温ともに観察され、方位解析の結果、ファセットの面方位は、室温では (0001) 面、低温では全て {1121} 双晶面であり、き裂発生機構が低温で変化することが確認された。低温では双晶変形に起因してき裂発生寿命が短くなり、その結果疲労強度が低くなったと推察された。

2. 研究の目的

本研究では、上記背景を考慮して、以下の内容を研究目的とした。

- (1) 低温での主たる疲労損傷である変形双晶の形成過程を明らかにする。
- (2) き裂発生機構が異なる室温と低温について、疲労特性に及ぼす応力比の影響を明らかにする。
- (3) 変形双晶の影響を検出できる試験条件を検討する (余寿命評価法の確立に向けた基礎データの蓄積を図る)。

3. 研究の方法

- (1) 途中で低温での疲労試験を止めた試験片の組織観察を行った。
- (2) 高サイクル疲労試験は、室温 (293 K) と 77 K で、軸荷重制御、正弦波形、周波数が 10~15 Hz で行った。応力比は、 $R=-1$ 、0.01、0.5 とし、さらに荷重制御で可能な最高応力比側の試験として、最大応力 σ_{\max} を 0.2% 耐力 ($\sigma_{0.2}$) に固定し、応力比を固定しない試験 (以下、 $\sigma_{\max}=\sigma_{0.2}$ 試験と

表 1 Ti-5Al-2.5 Sn ELI 合金鍛造材の引張特性

Temperature	0.2% proof stress	Tensile strength	Elongation	Reduction of area
T (K)	$\sigma_{0.2}$ (MPa)	σ_b (MPa)	(%)	(%)
293	741	765	14	31
77	1,135	1,212	17	21

- 呼ぶ) を行った。なお、両温度における供試材の引張特性は表 1 の通りである。
- (3) 低温 (77 K) で変形双晶を導入した試験片を作製し、疲労試験を行った。

4. 研究成果

(1) 途中で低温疲労試験を止めた試験片について組織観察を行った結果、疲労試験のごく初期の段階 (破断寿命の数%程度) において、すでに変形双晶が形成されていることが確認された (図 1(a))。また、破断寿命の 3 割程度の繰返し数において、一つの結晶粒を貫通し、隣接する結晶粒への成長が見られる疲労き裂が形成されていることも確認された (図 1(b))。組織観察の結果より、低温での高サイクル疲労試験において、母相/双晶界面でのき裂発生までには、変形双晶が形成された後もしばらく損傷蓄積が必要である (双晶形成後すぐにき裂が発生するわけではない) ことがわかった。

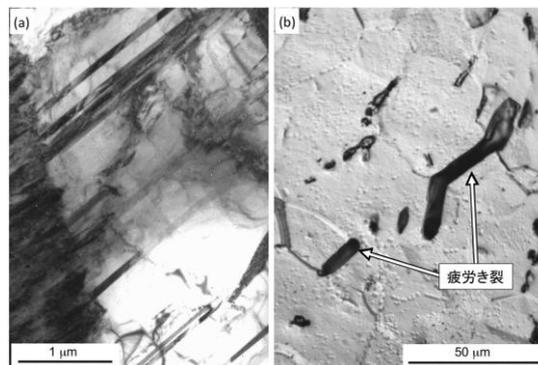


図 1 途中で疲労試験を止めた試験片の組織観察結果: (a) 77 K, $R=0.01$, $\sigma_{\max}=0.8\sigma_{0.2}$, 繰返し数 $N \approx 0.01N_f$, (b) 4 K, $R=0.01$, $\sigma_{\max}=0.5\sigma_{0.2}$, 繰返し数 $N \approx 0.3N_f$.

(2) 高サイクル疲労特性に及ぼす応力比の影響を調査した。図 2 は、供試材の 293 K (a) および 77 K (b) での S-N 曲線である。293 K では、 $\sigma_{\max}=\sigma_{0.2}$ 試験の結果を除いて、 10^5 あるいは $10^6 \sim 10^7$ 回にかけて S-N 曲線に水平部が生じる傾向が見られており、疲労限が存在するように思われる。一方、77 K では、S-N 曲線の傾きは、293 K に比べて大きく、 10^7 回までの範囲では疲労限が存在しないことがわかる。 $R=-1$ 、0.01、0.5 の 10^7 回強度を比較す

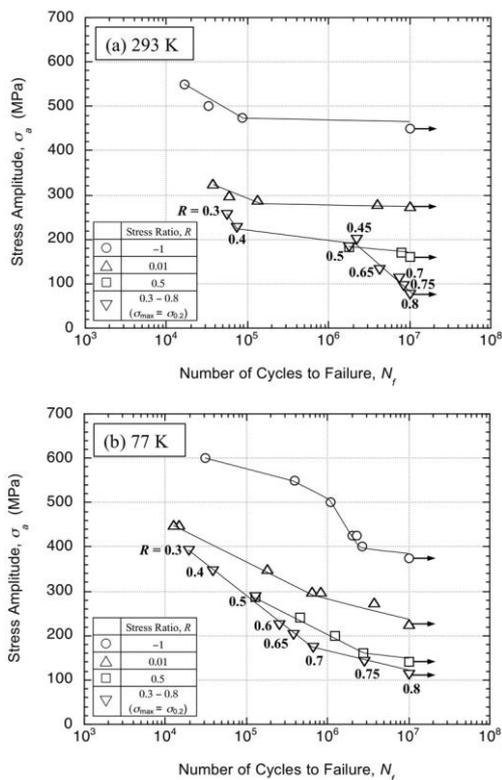


図2 Ti-5Al-2.5Sn ELI 鍛造材の S-N 曲線:
(a) 293 K (室温), (b) 77 K.

ると、いずれも 293 K より 77 K の方が低くなっている。一般に、同一材料では温度変化によらず高サイクル疲労強度/引張強度の比はほぼ一定と言われている。しかし、本供試材の $R=-1, 0.01, 0.5$ の試験では、77 K において静的強度の上昇に見合う高サイクル疲労強度が得られていない。このことは、77 K での高サイクル疲労強度を低下させる材質因子の変化が生じたことを示唆しており、双晶変形に伴う疲労き裂発生と関連していると推察される。また、応力比が小さいほど室温と 77 K の高サイクル疲労強度が 293 K に比べて小さくなっている。この点については、現状明確な理由は分からないため、今後も検討を行う。

図3は、供試材の 293 K と 77 K での疲労限度線図を示す。疲労限は、 10^7 回で破断しなかったデータとした。また、図中には次式の修正 Goodman 線図を破線で示している。

$$\sigma_a = \sigma_{w, R=-1} (1 - \sigma_m / \sigma_B)$$

ここで、 $\sigma_{w, R=-1}$ は $R=-1$ 試験の疲労限、 σ_m は平均応力である。一般に、修正 Goodman 線は安全側の予測を与えることが知られている。293 K の場合、 10^7 回強度は修正 Goodman 線上にほぼ位置しており、いずれの応力比においても修正 Goodman 則で予測可能であるこ

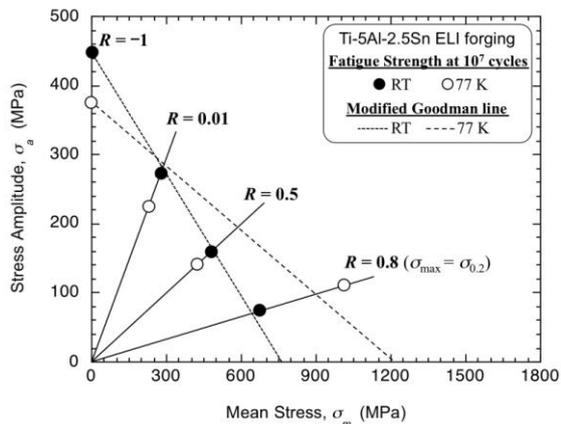


図3 Ti-5Al-2.5Sn ELI 鍛造材の疲労限度線図

とがわかる。一方、77 K での修正 Goodman 則による予測は、 $R=0.8$ 付近の高応力比側では安全側になるものの、 $R=0.01$ と 0.5 では危険側になっている。本供試材では、低温において、引張-引張荷重下での高サイクル疲労強度が、疲労限度線図から予測される強度よりも低くなるといった特異な平均応力依存性を示すことが明らかになった。この結果は、本材料を低温で使用する場合には、従来提案されている平均応力 (応力比) 補正ではなく、適切な手法を考える必要があることを示すものである。

研究代表者らは、等軸 α 組織を有する Ti-6Al-4V ELI 鍛造材においては、室温でも特異な平均応力依存性を示すこと、そして、その特異性が低温でより顕著になることを確認している (学会発表②)。両材料の結果より、チタン合金では、低温で高サイクル疲労強度の特異な平均応力依存性を示しやすくなる傾向があることが推察されるが、その原因については今後も引き続き検討が必要である。

(3) 変形双晶を導入した試験片を作製して種々の条件で疲労試験を行い、変形双晶の影響を検出できる試験条件を検討した。まずは、検出可能な具体例を得るために、比較的大きな疲労損傷を導入し、評価を行った。その一例を示す。293 K と 77 K で引張の塑性ひずみ約 0.5% を導入した後、293 K にて荷重制御での疲労試験を行った。なお、77 K では引張ひずみを付与する段階で変形双晶が導入される。疲労試験の結果、無ひずみ試験片に比べ、293 K で予ひずみを付与した試験片では、疲労寿命に予ひずみの影響は見られなかった。一方、77 K で予ひずみを付与した試験片では、無ひずみ材の 2~3 割の寿命で破断した。図4に各試験片の起点部近傍の破面写真を示す。無ひずみ試験片 (a) と 293 K で予ひずみを付与した試験片 (b) の様相は類似している。一方、77 K で予ひずみを付与した試験片 (c)

の破面は、一見脆性的にも見える粗大な平坦部（ファセット）が確認される。このような破面は、77 K で疲労破壊した試験片の起点部様相と酷似しており、低温で変形双晶を導入することにより、室温でも母相/双晶界面でのき裂発生が誘発されることを示している。

以上の結果より、低温で比較的大きな損傷を与えた場合には、室温での疲労試験によって検出できる可能性が示唆された。しかし、実機は 0.2% 耐力を下回るような低応力での繰り返し負荷が主となる。そのため、現在は引張予ひずみ量を小さくした試験片、あるいは低温疲労試験によって変形双晶を導入した試験片に関して、同様の評価を進めている。

(4) その他

本研究で主たる損傷と考える双晶について

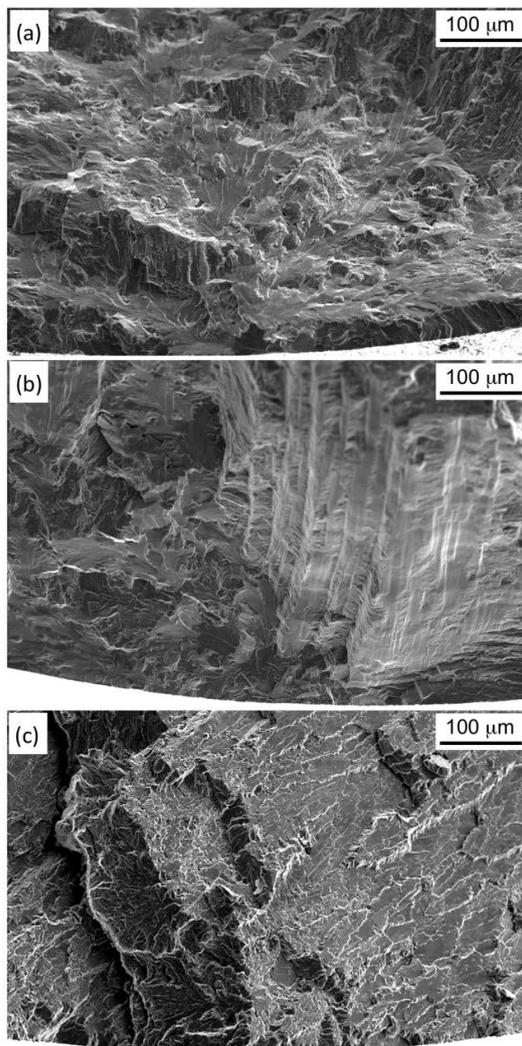


図4 293 K, R=0.01, $\sigma_f=300$ MPa で疲労試験した試験片の起点部近傍の破面写真:(a) 無ひずみ ($N_f=6.0 \times 10^4$), (b) 293 K で 0.5% 引張予ひずみ ($N_f=1.1 \times 10^5$), (c) 77 K で 0.5% 引張予ひずみ ($N_f=1.5 \times 10^4$).

て、その形成が抑制されると考えられる細粒材の低温での疲労特性の評価も行った。その結果、細粒材（平均粒径 30 μ m）では、室温での疲労特性は粗粒材（平均粒径 80 μ m）とほぼ同程度であるものの、低温では粗粒材に比べて疲労特性が顕著に改善されることが判明した。低温で疲労破壊した細粒材の起点部（ファセット）の面方位を解析したところ、底面であることが確認された。この結果より、細粒材では、低温での双晶変形に伴ったき裂発生が抑制され、その結果疲労特性が改善されることが推察された。また、この結果は、本研究供試材の繰り返し荷重下において、双晶変形が主たる損傷因子となっていることを裏付けるものと考えられる。

5. 主な発表論文等

（研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線）

〔雑誌論文〕（計 1 件）

- ① Y. Ono, T. Yuri, T. Ogata, S. Matsuoka, H. Sunakawa, Effect of stress ratio on high-cycle fatigue properties of Ti-5Al-2.5Sn ELI alloy forging at low temperature, Proceedings of 24th International Cryogenic Engineering Conference-International Cryogenic Materials Conference 2012, to be published in 2012（印刷中）.（査読有）

〔学会発表〕（計 13 件）

- ① Y. Ono, Effect of stress ratio on high-cycle fatigue properties of Ti-5Al-2.5Sn ELI alloy forging at low temperature, 24th International Cryogenic Engineering Conference-International Cryogenic Materials Conference 2012, May 14-18, 2012, (Fukuoka, Japan).
- ② 小野嘉則, Ti-6Al-4V ELI 合金鍛造材の低温高サイクル疲労特性に及ぼす応力比の影響, 日本機械学会 2011 年度年次大会, 2011/9/11-14（東京工業大学 大岡山キャンパス）.
- ③ 小野嘉則, Ti-5Al-2.5SnELI 合金鍛造材の高サイクル疲労特性と疲労破壊起点部方位の温度依存性, 第 26 回宇宙構造・材料シンポジウム, 2010/12/10,（宇宙科学研究所 相模原キャンパス, 相模原市）.
- ④ 小野嘉則, Ti-5Al-2.5SnELI 合金鍛造材の高サイクル疲労特性に及ぼす応力比の影響とその温度依存性, 第 26 回宇宙構造・材料シンポジウム, 2010/12/10,（宇宙科学研究所 相模原キャンパス, 相模原市）.
- ⑤ 小野嘉則, α チタン合金の高サイクル疲労破壊起点部の結晶方位解析, 日本材料学会第 12 回フラクトグラフィシンポジ

ウム, 2010/12/3, (埼玉大学東京ステーションカレッジ) .

- ⑥ Y. Ono, Low-temperature Properties of Metallic Materials Used in Liquid-Fuel Rocket Engines for Japanese Launch Vehicles, 4th International Conference on Science and Technology of Advanced Ceramics, June 21-23, 2010, (Yokohama, Japan). 招待講演
- ⑦ 小野嘉則, α チタン合金の高サイクル疲労特性と疲労破壊起点部方位の温度依存性, NIMS 構造材料国際クラスター (iSM) 第1回シンポジウム, 2010/4/26-27 (物質・材料研究機構, つくば市). 招待講演
- ⑧ 小野嘉則, α チタン合金の低温疲労特性に及ぼす応力比の影響, 2009年度秋季低温工学・超電導学会, 2009/11/18-20, (岡山大学, 岡山市) .
- ⑨ 小野嘉則, 低温環境下での高サイクル疲労特性評価, 日本金属学会関東支部第6回ヤングメタラジスト研究交流会, 2009/10/22 (東京工業大学 大岡山キャンパス) .
- ⑩ 小野嘉則, α チタン合金の高サイクル疲労特性と疲労破壊起点部方位の温度依存性, 2009年度春季低温工学・超電導学会, 2009/5/13-15, (早稲田大学 国際会議場)

6. 研究組織

(1) 研究代表者

小野 嘉則 (ONO YOSHINORI)

独立行政法人 物質・材料研究機構・材料信頼性評価ユニット・主任研究員

研究者番号: 90354240

(2) 研究分担者

なし

(3) 連携研究者

なし