

チタン合金のギガサイクル疲労における 微小内部き裂の非破壊観察

中村 孝¹⁾ 吉中 奎貴^{**} 薛 高格^{*}
藤村 奈央³⁾ 高橋 航圭⁴⁾

1. はじめに

鋼材の $S-N$ 曲線は、一般に $10^6 \sim 10^7$ 回程度の繰返し領域で水平部、すなわち疲労限度を示す。しかし、この疲労限度以下の応力でも、 10^7 回を超える領域において、材料内部を起点として疲労破壊を生じる挙動(内部破壊)が認識されるようになった。この現象は、超高サイクル疲労やギガサイクル疲労と呼ばれ、1980年代にその存在が確認されて以来、国内外で活発な研究が進められてきた⁽¹⁾⁽²⁾。しかしながら内部破壊の本質的なメカニズムが明らかにされたとは言い難い。その理由は、極めて小さな内部き裂を観察する手段が無かったことに起因すると思われる。例えば、チタン合金では数十 μm の結晶粒⁽³⁾が、高強度鋼では数~数十 μm の非金属介在物⁽⁴⁾がき裂発生箇所になる。しかし、このような微小き裂を従来の非破壊検査で検出することは困難である。

一方、近年、SPring-8、ESRF、APS など挿入光源を備えた第三世代の放射光施設の登場により、 $1 \mu\text{m}$ を越える高空間分解能を実現する放射光 X 線 CT (SR-CT) が破壊や強度の研究分野で注目されるようになった⁽⁵⁾⁽⁶⁾。これまで著者らは SPring-8 で開発が進められているマルチスケール X 線 CT を用いて、チタン合金⁽⁷⁾⁻⁽¹⁴⁾や高強度鋼⁽¹⁴⁾⁽¹⁵⁾に発生する内部き裂の非破壊観察を試みてきた。マルチスケール X 線 CT は空間分解 $1 \mu\text{m}$ 程度のマイクロ CT と 200 nm を越えるナノ CT を併用する新たな手法であり、ギガサイクル疲労の内部破壊を解析する強力なツールになりえる。本報告では、マルチスケール X 線 CT とその場疲労試験を用いた非破壊観察手法を紹介し、これを 2 種類のチタン合金 ($\alpha + \beta$)

型 Ti-6Al-4V および β 型 Ti-22V-4Al) に適用することで、ギガサイクル疲労における内部き裂の発生・進展挙動と合金種の関連について検討する。

2. 内部き裂の非破壊観察手法

SPring-8 のビームライン BL20XU におけるマルチスケール X 線 CT の模式図を図 1 に示す⁽¹⁶⁾。本ビームラインは、1st Exp. Hutch および約 160 m 下流にある 2nd Exp. Hutch の二つの実験ハッチからなり、マイクロ CT とナノ CT を随時切り替えることができる。マイクロ CT は Sample を通過した X 線の強度を Image Detector で検出するシンプルな投影型 CT であり、空間分解能の物理的限界は $1 \mu\text{m}$ 弱である⁽¹⁷⁾。ナノ CT は X 線の位相シフトを利用する結像型 CT

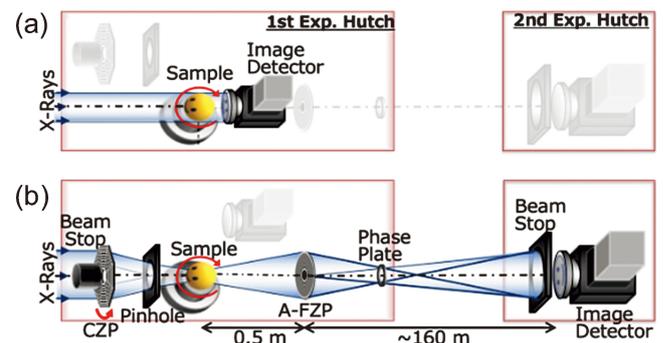


図 1 SPring-8 BL20XU におけるマルチスケール X 線 CT。
(a) マイクロ CT, (b) ナノ CT。(オンラインカラー)

* 北海道大学大学院工学研究院 機械・宇宙航空工学部門 1) 特任教授 2) 助教 3) 教授 4) 准教授 (〒060-8628 札幌市北区北13条西8丁目)

** 物質・材料研究機構 構造材料研究センター
Nondestructive Observation of Small Internal Cracks in Gigacycle Fatigue of Titanium Alloys; Takashi Nakamura*, Fumiyoshi Yoshinaka**, Gaoge Xue*, Nao Fujimura* and Kosuke Takahashi* (*Division of Mechanical and Aerospace Engineering, Hokkaido University, Sapporo. **Research Center for Structural Materials, National Institute for Materials Science, Tsukuba)

Keywords: *internal crack, nondestructive inspection, synchrotron radiation, tomography, vacuum, titanium alloys*

2024年7月12日受理 [doi:10.2320/materia.63.770]

表1 マルチスケール X線 CT における撮像条件の例.

Imaging mode	Micro-CT	Nano-CT
X-ray energy (keV)	30	30
Exposure time (msec)	50	500
Voxel size (μm)	0.5	0.04~0.08
Field of view (mm^2)	1×1	0.06×0.06
Total scan duration (min)	~5	~30

であり, Sample 通過時の X 線の位相のずれをコントラストに変換することにより, 200 nm を越える空間分解能を実現している. ナノ CT は, コンデンサーゾーンプレート (CZP) と Pinhole を使用したホローコーン照明システム, フレネルゾーンプレート (A-FZP) 対物レンズ, 位相コントラストイメージング用ゼルニケ位相板 (Phase Plate), 2nd Exp. Hutch に配置された Image Detector など構成される. 本システムの詳細については文献⁽¹⁶⁾⁻⁽¹⁹⁾を参照いただきたい.

マルチスケール X 線 CT における撮像条件の例を表 1 に示す. マイクロ CT では 0.5 μm のボクセルサイズで比較的広い視野 (1×1 mm^2) を観察できる. 一方, ナノ CT のボクセルサイズは 0.04~0.08 μm と精細であるが, 視野は 0.06×0.06 mm^2 程度に制限される. 本報告では, はじめに試験片全体をマイクロ CT で調べ, 内部き裂が検出された場合に, ナノ CT による観察を行った.

本システムで材料内部のき裂を明瞭に捉えるには, 20% 程度の X 線透過率が必要である. そこで, 試験片平行部を Ti-6Al-4V : $\phi 0.7 \text{ mm} \times 3 \text{ mm}$, Ti-22V-4Al : $\phi 0.6 \text{ mm} \times 3 \text{ mm}$ と小径化し⁽¹⁰⁾⁻⁽¹⁴⁾, それぞれ 21.4%, 23.3% (X 線エネルギー : 30.0 keV) の X 線透過率を目標とした. 本研究では, これらの小径平行部を有する箇所と, これを試験機側でつかむ箇所を別々の部品で構成する組立式試験片を製作した. 図 2 にこの模式図を示す. 旋削により各供試材から 0.8 mm×3 mm の小径平行部 (1) を有する箇所を加工し, その両端につかみ部 (2) をボルト (3) で締結する. この際, 専用組立ジグを用いて, 小径平行部とつかみ部のアライメントを調整した. その後, 同期回転する二つの対向チャックを備えた研磨機に両つかみ部を取付けて仕上げの研磨を行った. 最終的に #2000 までのエメリー紙を用いて, 小径平行部を前述の直径に仕上げた.

この試験片を著者らが開発したその場疲労試験機⁽¹¹⁾⁻⁽¹⁴⁾に取付けて CT 撮像と疲労試験を繰り返した. 図 3 に試験機の外観写真を示す. この試験機は BL20XU における 1st Exp. Hutch の回転台に適合するように設計され, Piezo actuator (Piezomechanik 製, PSt 150 / 10 / 200 - VS15), PMMA cylinder, Load cell などから構成される. Air inlet から圧縮空気を導入することで, 疲労試験中における Piezo actuator の温度を一定に保っている. 本試験機では, デジタルコントローラ (島津製, 4830) を用いた PID フィードバック

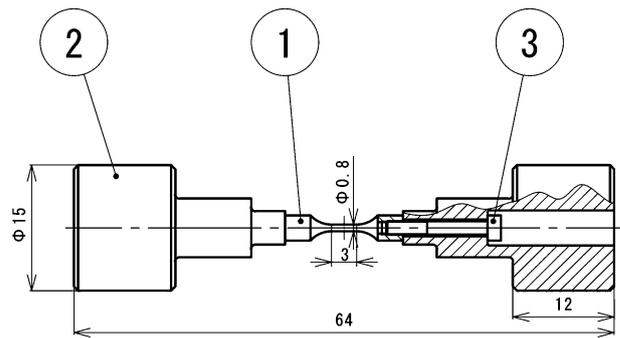


図2 組立式疲労試験片 (1: 平行部を有する小径試験部, 2: 把持部, 3: 取付けボルト).

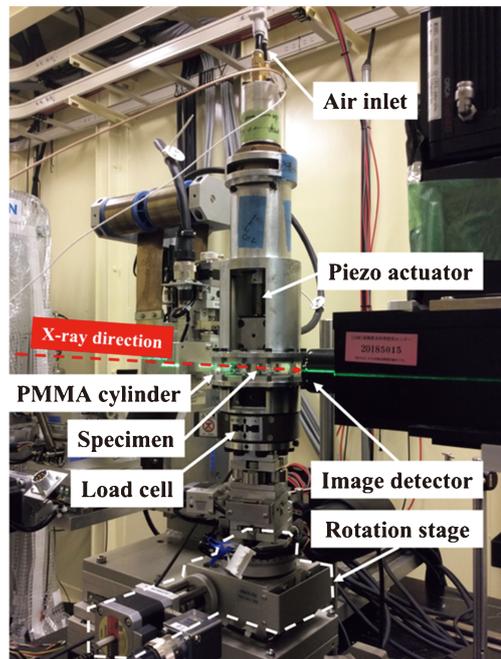


図3 その場疲労試験機 (SPring-8, BL20XU の 1st Exp. Hutch に設置). (オンラインカラー)

制御方式が用いられ, 静荷重~約 300 Hz の任意波形をビームライン上で試験片に負荷することができる.

3. 供 試 材

(1) ($\alpha + \beta$) 型 Ti-6Al-4V

($\alpha + \beta$) 型 Ti-6Al-4V は, 高比強度, 低温靱性, 耐食性など多くの魅力的な特性を兼ね備えているが, 10^7 回を超える領域で内部き裂が発生し⁽³⁾⁽⁷⁾⁻⁽⁹⁾, 疲労強度の大幅な低下を招くことが知られている. 内部き裂は, ファセット⁽³⁾⁽⁷⁾⁻⁽⁹⁾と呼ばれる α 粒に対応する微小平坦部から発生する. 特に, 起点近傍に観察される多数のファセット (マルチファセット)⁽⁹⁾⁽²⁰⁾ は本材料の特異な疲労挙動に関連すると考えられている. 図 4 にマルチファセットの例を示す. 平坦なファセット面はき裂起点近傍に数多く観察されるが, どのファセットが主き裂の起点なのか, また, 複数のファセットがいつど

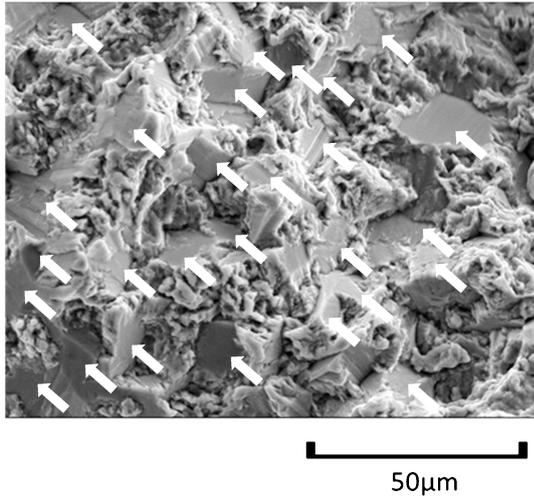


図4 (α+β)型 Ti-6Al-4V の内部疲労破面におけるマルチファセット ($\sigma_{\max}=600$ MPa, $R=0.1$, $N_f=5.53 \times 10^7$ cycles).

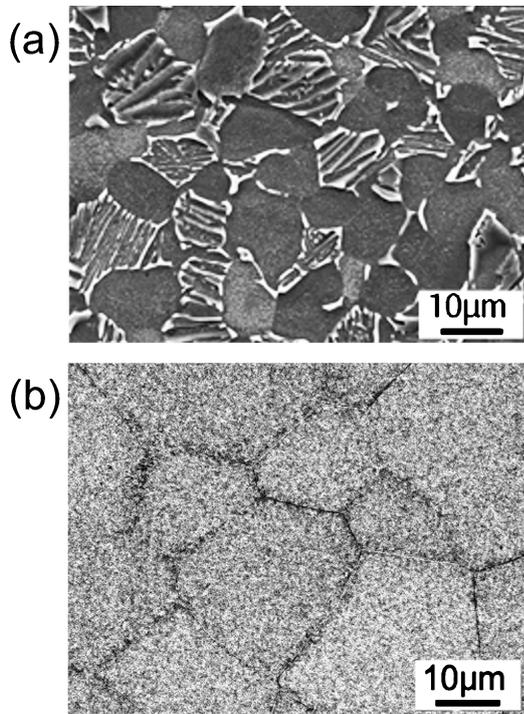


図5 供試材のSEM組織写真。(a) (α+β)型 Ti-6Al-4V, (b) β型 Ti-22V-4Al.

のように形成されるのかなどは、破面情報だけでは判断できない。マルチファセットの形成メカニズムとして、(a)個々のファセットを起点として発生した複数のき裂が進展途中で互いに合体する、(b)一つのファセットから発生したき裂が進展していく途中で複数のファセットを順次形成していく、という二つの説⁽²¹⁾が提唱されているが、統一的な見解は得られていない。本報告では、二相組織を有する(α+β)型 Ti-6Al-4V を対象として、起点近傍におけるマルチファセット形成過程に焦点を当てた。供試材には、1203 K に 3.6 ks 保

持後空冷、978 K に 7.2 ks 保持後空冷の熱処理を行った⁽⁷⁾⁻⁽¹⁰⁾。図5(a)にSEM組織写真を示す。等軸α粒と、α相とβ相とのラメラ粒からなり、平均粒径はいずれも約10 μmである。

(2) β型 Ti-22V-4Al

βチタン合金は高い強度と成形性を兼ね備えており、航空宇宙産業をはじめ各種先端用途に用いられている。βチタン合金の内部破壊は(α+β)型 Ti-6Al-4V と異なり 10^5 回のオーダーでも観察される⁽²²⁾。破壊起点には結晶粒に対応する平坦なファセットが単独あるいは数個程度隣接して観察されることが多く⁽¹²⁾⁽²²⁾、(α+β)型 Ti-6Al-4V のように、多数のファセットが離散的に生じるケース(図4)とは大きく異なる。本報告では、β型 Ti-22V-4Al における起点ファセットの形成過程を調べ、(α+β)型 Ti-6Al-4V との差異を検討する。供試材には、1023 K に 3.6 ks 保持後水冷、823 K に 14.4 ks 保持後空冷の熱処理を施した⁽¹²⁾。図5(b)にSEM組織写真を示す。α相が微細に析出した時効β組織であり、平均粒径は20 μmである。

4. 内部疲労き裂の発生・進展挙動

(1) 内部き裂のSR-CT画像

(a) (α+β)型 Ti-6Al-4V

$\sigma_{\max}=650$ MPa, 応力比 $R=0.1$, 周波数 120 Hz の条件でその場疲労試験を行った⁽¹³⁾⁽¹⁴⁾。なお、この応力における疲労寿命は、 $2 \sim 4 \times 10^7$ 回程度である。本報告では $N=1.05 \times 10^7$ から 1.18×10^7 回の範囲でCT像を撮影した。その結果、 1.05×10^7 回の観察時点で試験片平行部($\phi 0.7$ mm \times 3 mm)に60個と多数の内部き裂が検出された。その後、 1.18×10^7 回までに3個の内部き裂が新たに発生した。検出されたき裂の総数は63個であり、寸法の大きいものからC-1, C-2, ..., C-63と名付けた。き裂の発生箇所は試験片平行部全体にほぼ均一に分布しており、特定の場所に集中する傾向は見られなかった。また、き裂の発生位置とき裂の大きさの間にも有意な関係は認められなかった。き裂発生に関して詳細に検討した結果によれば、内部き裂の発生寿命は起点となった結晶粒の大きさと関係なく、全寿命の20~70%程度に広くばらつく確率的な事象であることが明らかにされている⁽⁸⁾⁽⁹⁾。

図6に、内部き裂のマイクロCT画像を示す。ここでは、最も小さなき裂の代表としてC-63を、最も大きなき裂の代表としてC-1を選んだ。同図では、α粒(暗部)とα+β粒(明部)がそれぞれ識別され、き裂と組織の同時観察が可能となった。 $N=1.05 \times 10^7$ 回において、C-63はα粒内で荷重軸に対して斜めの方向に発生していたが、隣接するα+β粒との境界で停止しており、その後の進展は認められなかった。一方、C-1は $N=1.05 \times 10^7$ 回の時点ですでに60 μm程度の大きさに成長していた。その後も進展を続け、 $N=1.10 \times 10^7$ から 1.12×10^7 回の間α粒を貫いて進む様子(四角点線

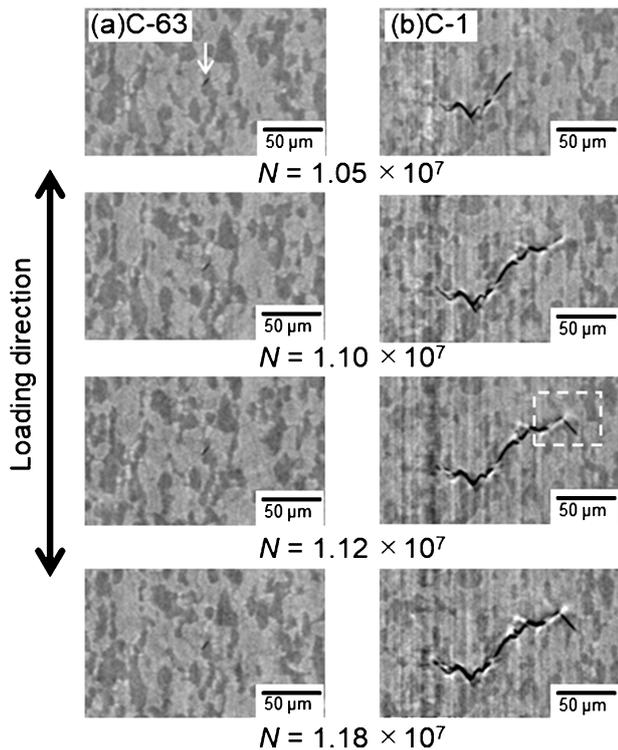


図6 (α+β)型 Ti-6Al-4V における内部き裂のマイクロ CT 像. (a) C-63, (b) C-1.

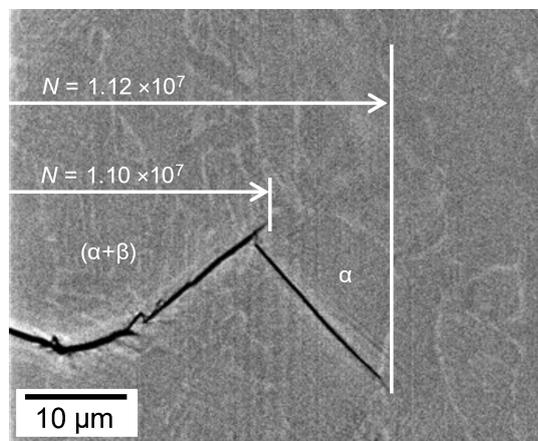


図7 (α+β)型 Ti-6Al-4V における内部き裂のナノ CT 像. 図6(b)における四角枠内の拡大.

枠内)が確認された. 図7はこの進展部分のナノ CT 画像である. このき裂は α 粒内で荷重軸に対して40°~43°傾いた方向に直線的に成長していることから, せん断応力支配型のすべりき裂と判断される. このき裂進展部の大きさや傾斜した直線的な形態は, 前述した C-63のき裂発生箇所や破面上の多数の平坦なファセットの特徴(図4)と良く一致している. また, き裂は試験片内に多数発生したが, それらが進展過程で合体した形跡は全く認められなかった. 以上の結果は, マルチファセットが複数のファセットから発生した微小き裂の合体により形成されるのではなく, 単一の起点に発生したき裂が徐々に進展する過程で, き裂先端に誘発されて生

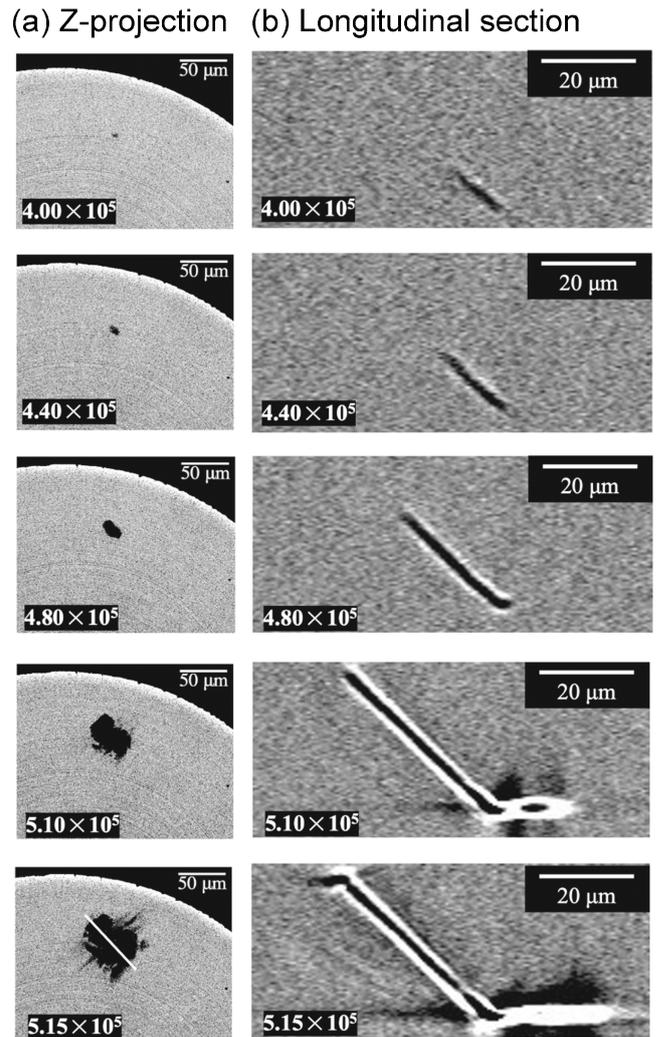


図8 β型 Ti-22V-4Al における内部き裂のマイクロ CT 像. (a) 荷重軸方向の投影図, (b) 荷重軸と平行な縦断面図(図(a)白線位置での断面).

じることを示している⁽⁹⁾. また, C-63のき裂が α 粒に発生した後に隣接する α+β 粒との境界で停止していることや, C-1のき裂が α 粒や α+β 粒に対応してジグザグに間歇的な進展をしていることから, 微小内部き裂の初期進展は周囲組織の影響を強く受けることが明らかとなった.

(b) β 型 Ti-22V-4Al

$\sigma_{\max} = 1050$ MPa, 応力比 $R = 0.1$, 周波数 120 Hz の条件でその場疲労試験と CT 撮像を繰り返し行った⁽¹²⁾. その結果, 4.00×10^5 回で初めて内部き裂が検出された. このき裂のマイクロ CT 像を, 荷重軸に垂直な面への投影図(Z-projection)と荷重軸に平行な仮想断面図(Z-projection)における白線位置での縦断面)として図8に示す. 縦断面によれば, 4.00×10^5 回で検出されたき裂は, 荷重軸方向に対して約45°に傾いていた. このき裂は, 左斜め上方向に優先的に進展しており, せん断型のすべりき裂と判断される. 一方, き裂の右下部先端は 4.80×10^5 回までほぼ同じ位置にあるが,

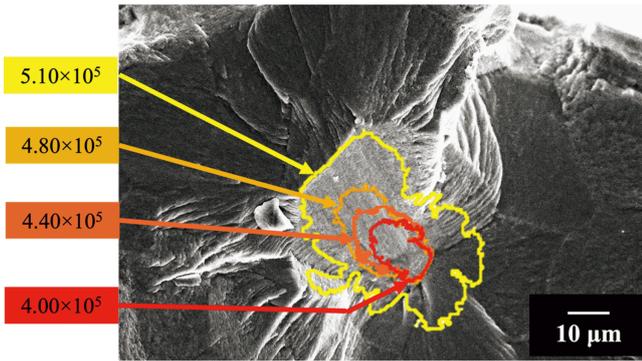


図9 β 型 Ti-22V-4Al のファセット形成過程。(オンラインカラー)

5.10×10⁵回で荷重軸と垂直に進展し始めた。5.15×10⁵回では、き裂の左上先端も荷重軸と垂直方向に進展を開始し、モード I 型のき裂進展に移行した。このように、マイクロ CT により数十 μm の微小内部き裂の進展経路が明らかとなった。なお、 β 型 Ti-22V-4Al のナノ CT 画像においても、($\alpha + \beta$)型 Ti-6Al-4V ほど明瞭ではないが、き裂と粒界などの識別はできることが示されている⁽¹¹⁾。

図8の内部き裂は、その後、5.21×10⁵回で試験片表面に到達して表面き裂に遷移し、5.22×10⁵回で試験片を破断させた。4.00×10⁵回で初めて検出されたき裂は、直前の2.00×10⁵回における撮像では観察されなかったことから、き裂発生寿命は全寿命の約60%程度と判断される。また、内部き裂は試験片平行部中に、この1個しか検出されなかった。この結果は、多数のき裂が発生した($\alpha + \beta$)型 Ti-6Al-4V と著しく異なる。

起点部の SEM 破面写真に Z-projection のき裂前縁を重ねた結果を図9に示す。ここで4.00~4.40×10⁵回のき裂前縁には別途撮像したナノ CT の結果を用いた。4.00×10⁵回で検出されたき裂は図9の左上方向に優先的に進展し、5.10×10⁵回でファセット面の形成が完了している。すなわち、全寿命(5.22×10⁵回)の約98%がファセットの形成に費やされたことが明らかとなった。この結果は、 β 型 Ti-22V-4Al の内部起点型疲労寿命が1結晶粒程度のせん断型き裂の進展過程で決まることを示している。

(2) き裂進展速度 da/dN と応力拡大係数範囲 ΔK の関係

マルチスケール X 線 CT による観察からき裂進展速度 da/dN と応力拡大係数範囲 ΔK の関係(da/dN - ΔK 関係)を求めた。この結果を図10に示す。同図には、内部き裂の進展速度に加えて、高真空中(10⁻⁵~10⁻⁶ Pa)で計測した表面き裂の進展速度⁽²³⁾⁽²⁴⁾もプロットした。同図によれば、($\alpha + \beta$)型 Ti-6Al-4V のき裂進展速度は β 型 Ti-22V-4Al のそれに比べて1/100以上と低く、特に、2~3 MPa $\sqrt{\text{m}}$ の低 ΔK 領域では 10⁻¹³ m/cycle オーダーの極低速となっている。一方、両合金ともに内部き裂の進展速度は高真空中における表面き裂の進展速度とほぼ一致した。このことは、内部き裂の進展速度はき裂の曝される環境(≒高真空)に強く影響されること

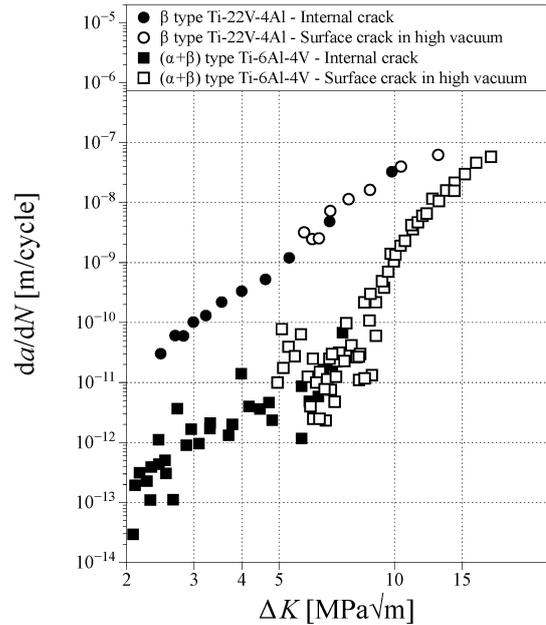


図10 内部き裂および高真空中における表面き裂の進展特性。

を示している。別途行った大気中の表面き裂進展試験⁽²³⁾⁽²⁴⁾では、両合金のき裂進展速度は同程度(10⁻⁹~10⁻⁷ m/cycle)の範囲に分布し、いずれも内部き裂のそれより高速であった。換言すれば、両合金ともに内部き裂の進展速度は表面き裂のそれより低くなるが、進展速度の低下の度合いは β 型 Ti-22V-4Al に比べて($\alpha + \beta$)型 Ti-6Al-4V が顕著であった。この理由は、 β 型 Ti-22V-4Al の疲労過程が1結晶粒程度のせん断型き裂の発生・進展ではほぼ決まるのに対し、($\alpha + \beta$)型 Ti-6Al-4V のそれは α 粒に発生したき裂が、その後の進展過程で周囲の組織構造に強く影響を受けるためと考えられる。著者らは、このような進展挙動の違いや内部き裂先端の真空環境との相互作用が、ギガサイクル疲労における内部破壊を理解する鍵になると考えている。

5. おわりに

本報告では、SPring-8における放射光マルチスケール X 線 CT とその場疲労試験による非破壊観察技術を($\alpha + \beta$)型 Ti-6Al-4V および β 型 Ti-22V-4Al に適用した。その結果、同じチタン合金に分類される材料であっても、微小内部き裂の発生箇所、進展経路、進展速度は著しく異なることが明らかとなった。今後、本手法を種々の材料に系統的に適用することで、内部疲労破壊の機構解明やこれを抑制する材料設計指針に関わる知見が蓄積されていくと考える。

本報告では高輝度光科学研究センター SPring-8 で行われた実験(BL20XU, 2017B1421, 2018B1289, 2019B2042, 2020A0172, 2021A0172, 2021B0172, 2022A0172)の一部を紹介した。同センターの竹内晃久氏、上梶真之氏、上杉健太郎氏に多大なるご協力を頂いた。供試材として用いた Ti-

