

Title	Ti3Alにおける交番応力下での転位の振る舞いと疲労・破壊挙動
Author(s)	小泉, 雄一郎
Citation	大阪大学, 1999, 博士論文
Version Type	VoR
URL	https://doi.org/10.11501/3161861
rights	
Note	

Osaka University Knowledge Archive : OUKA

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

Osaka University

工字7098

Ti₃Alにおける交番応力下での
転位の振る舞いと疲労・破壊挙動

1999年

小泉 雄一郎

Ti₃Alにおける交番応力下での
転位の振る舞いと疲労・破壊挙動

1999年

小泉 雄一郎

目次

第1章 序論.....	1
1-1 耐熱構造材料としてのTi ₃ Al	1
1-2 金属材料の疲労と金属間化合物の疲労	3
1-3 Ti ₃ Alの疲労破壊挙動の研究の背景	5
1-4 本論文の構成	6
◇参考文献.....	7
第2章 Ti ₃ Al単結晶の変形挙動	9
2-1 緒言.....	9
2-2 Ti ₃ Alの活動すべり系と変形応力の温度依存性	9
2-3 結言.....	14
◇参考文献.....	14
第3章 Ti ₃ Al単結晶の交番変形挙動と変形微細組織	17
3-1 緒言.....	17
3-2 実験方法	17
3-3 実験結果及び考察.....	19
3-3-1 疲労硬化・破壊挙動の結晶方位依存性.....	19
3-3-2 応力・ひずみヒステリシス曲線と転位運動.....	23
3-3-3 変形微細組織と転位構造.....	26
3-3-4 飽和束状組織 (SBS) の形成とその役割.....	35
3-3-5 飽和束状組織 (SBS) の安定性と変形履歴の影響	40
3-3-6 変形微細組織の熱的回復過程	46
3-3-7 転位双極子の安定形態と交番応力下での振る舞い	51
3-4 結言	60
◇参考文献.....	61
第4章 Ti ₃ Al単結晶の疲労変形挙動に及ぼす温度の影響	63
4-1 緒言.....	63
4-2 実験方法	63

4-3 実験結果及び考察.....	65
4-3-1 低温での疲労硬化と破壊挙動	65
4-3-2 低温疲労変形と転位組織.....	68
4-3-3 高温での疲労硬化挙動.....	74
4-3-4 高温疲労破壊とその結晶方位依存性.....	82
4-4 考察.....	87
4-4-1 疲労硬化の温度依存性について	87
4-4-2 柱面すべりによる疲労破壊機構について.....	88
4-4-3 SBSの重要性について.....	89
4-5 結言.....	90
◇参考文献.....	91
第5章 Ti ₃ Al単結晶の疲労挙動に及ぼす微細組織の影響	93
5-1 緒言.....	93
5-2 実験方法	93
5-3 実験結果	94
5-3-1 Ti ₃ Al単結晶の疲労変形挙動に及ぼす逆位相領域境界の影響.....	94
5-3-2 Ti ₃ Al/TiAl層状組織と転位運動・疲労挙動	105
5-4 考察.....	112
5-4-1 逆位相領域境界と転位運動について.....	112
5-4-2 γ プレートと転位運動について	117
5-5 結言.....	121
◇参考文献.....	121
第6章 総括.....	125
付録.....	129
本研究に関する投稿論文.....	131
謝辞.....	132

第1章 序論

1-1 耐熱構造材料としてのTi₃Al

航空機をはじめとする輸送機関の高速化と燃費の向上には、より高温、高強度かつ軽量の耐熱材料の開発が求められているが、Ti-Al系に現れるTiAlならびにTi₃Al金属間化合物は、この社会的要請に応え得る優れた軽量耐熱材料として注目されている。

Fig.1-1の状態図^[1]に示されるように、Ti₃AlはTi-Al系において最もTi-rich側に存在する金属間化合物であり、その結晶構造は低温側では、Fig. 1-2に示されるような、hcp構造をベースとするD0₁₉型構造である。また、金属間化合物の中でも、比較的金属的性質の強いKurnakov型化合物に分類され、温度の上昇に伴い1100~1150℃で不規則hcp構造のα相に、更に高温ではbcc構造のβ相へと変態し、この温度以上では熱間加工も可能である。しかしながら、構造材料として適用するには、他の金属間化合物と同様に、常温での延性の欠如が最大の問題であった。

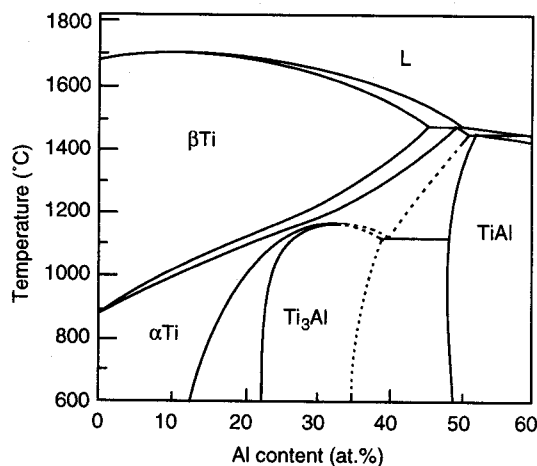


Fig. 1-1 Phase diagram of Ti-Al binary system.

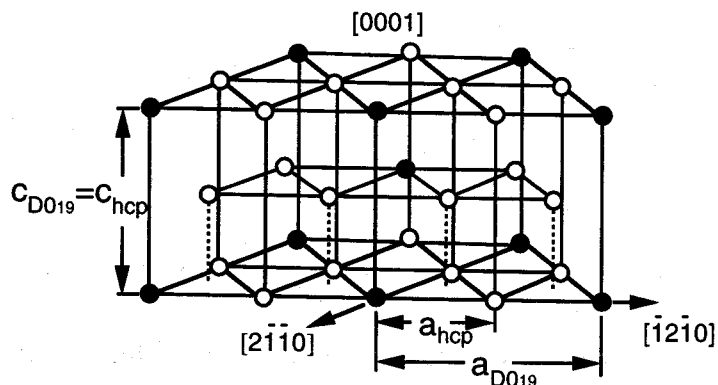


Fig. 1-2 D0₁₉ structure.

この常温延性の欠如という問題は、1970年代後半に β 相安定化元素として主にNbを添加することで、延性相としての β 相を析出させることで解決され、 Ti_3Al 基合金は「super α_2 合金」として開発された^[2]。これをきっかけに、Ni基超合金に代わる次世代航空機用ジェットエンジン用材料として開発が進み、静翼用材料として実機テストされるまでに至った^[3,4]。その後も、合金組成と組織の制御により、さらに適正な延性と強度をもつ合金が開発された。例えば、代表的なsuper α_2 であるTi-14Al-20Nb-3.2V-2Mo(wt.%)合金は室温において、引張伸び約5%とNi基超合金と同等の延性を示す。また、600°C近傍の温度においては、降伏応力約800MPa、最大引張応力約1000MPaと、Ti合金やNi基超合金よりも高い強度を示す^[5]。

しかしながら、使用臨界温度、耐酸化性、耐食性等の問題点も残されており、多岐に渡って実用化されるには至っていない。例えば、Fig.1-3を見てわかるように、650°Cにおけるsuper α_2 のクリープ特性は、Ti合金よりは優れているもののNi基超合金

(INCO718)より劣っている。また、耐酸化性についても、Fig. 1-4に示した酸化曲線^[7]を見てわかるように、Ti合金よりは優っているものの、近年急速に開発が進められている γ -TiAl基合金よりは劣っており、 α_2 相に特有の酸素脆化による亀裂形成も問題となっている^[8]。

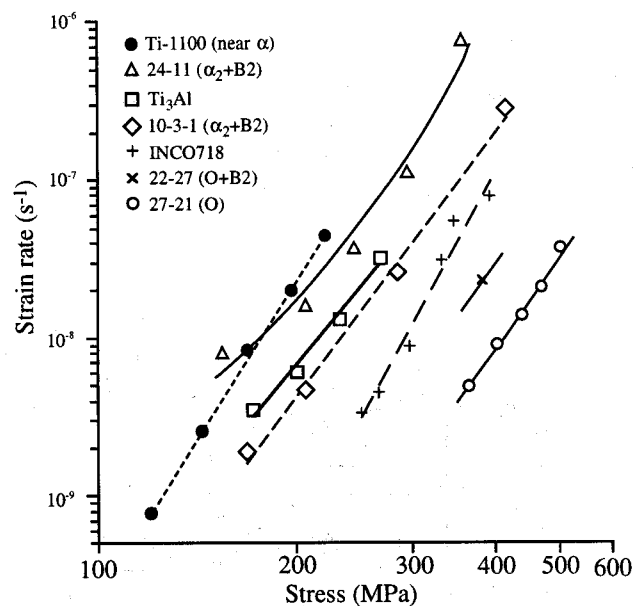


Fig. 1-3 Steady state creep rates as a function of stress at 650°C for a variety of α_2 -based and O-based alloys compared with a conventional α/β alloy Ti-1100 and density normalized data for INCO 718 (from Banerjee, 1994).

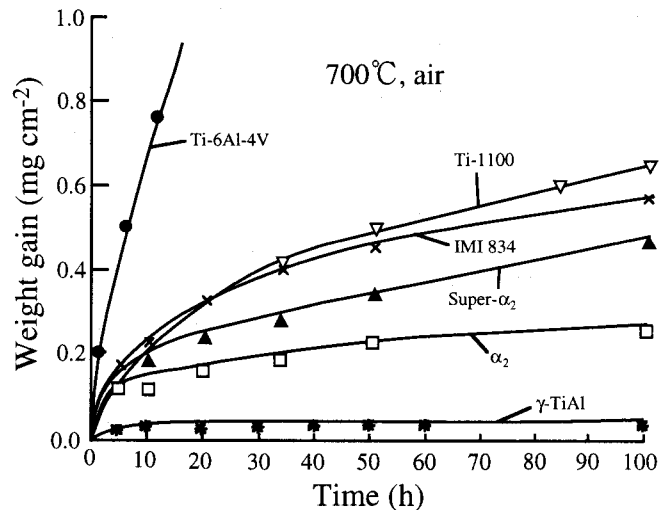


Fig. 1-4 Weight gain oxidation of Ti₃Al-based alloys compared to IMI 834, Ti-1100, Ti-6Al-4V and γ-TiAl alloy (from Peters *et al.*, 1990).

このようにTi₃Al基合金は、必ずしも軽量耐熱材料として最高の特性を示すものではないが、熱間加工性に優れていることなどを加味すると、用途によってはα₂合金の適用が望まれる場合も多い。そのため、これらの問題点を改善するべく、O相 (Ti₃Al中のTiの3分の1をNbで置換した規則構造をもつ) を用いた組織制御により、クリープ特性の向上が図られたり^[9,10]、表面コーティングによる耐酸化性の付与^[11]が研究されている、というのが耐熱構造材料としてのTi₃Alの現状である。

1-2 金属材料の疲労と金属間化合物の疲労

金属材料においては、マクロな降伏応力以下の小さな応力であっても、繰り返し負荷することで破壊に至る疲労現象が存在する。この現象は、構造材料とりわけ、回転運動や振動を受ける部材の破壊の原因となる。特に航空機や船舶などに用いられる材料の疲労破壊は、人身事故にもつながり深刻な問題である。従って、繰り返し負荷を受けるような部位への使用を目的とした新しい構造材料の開発にとって、疲労は避けて通れない問題である。その対策として大きく二つの方法が考えられる。その一つ目としては、負荷応力と疲労寿命との関係を統計的にとらえ、疲労寿命を予測し、十分安全な期間内で新品に交換するという方法である。もう一つが、積極的に疲労機構を解明し、それに応じた疲労特性改善策を打ち出すことである。

一言に疲労機構といっても、そのメカニズムは非常に複雑である。内部変形組織の形成、表面起伏の形成とそれへの応力集中、表面酸化や腐食など種々の要因が重なって疲労

は進行する。その中でも、金属の種類や使用条件に関わらず、共通して疲労の根本となっているのは、塑性変形の繰り返しによる格子欠陥の蓄積である。

格子欠陥の蓄積過程としての基礎的な疲労過程は、単純な組織をもつ種々の金属の单相多結晶ならびに単結晶を用いて明らかにされてきた^[12-14]。中でも、これまでの研究から最もよく理解されているのはfcc金属とりわけCu単結晶の疲労挙動であり、主に塑性歪み制御を用いた低サイクル疲労試験により、次のような知見が得られている。

Cuを繰り返し変形した場合、転位密度の上昇により疲労硬化したあと飽和に至り、結晶内部には、塑性歪み振幅に応じて、ベイン、PSB（固執すべり帯）、セルといった転位組織を形成する。特にPSBの形成は、変形の容易な領域をつくり出し変形を局在化させるとともに、表面には突き出しを形成して応力集中を引き起こしたり、PSBとマトリックスの境界で割れを形成するなど、直接破壊の原因となる^[13-15]。このような疲労のメカニズムはCu以外の、Niなど積層欠陥エネルギーの高いfcc金属でも認められているが^[16]、疲労硬化過程や疲労変形組織の形成といった疲労機構は金属の種類や結晶方位によって大きく異なる。

例えば、Cuと同じfcc構造をもつ金属であっても、Cu-Znなどの積層欠陥エネルギーが低く転位が大きく分解し、交差すべりが困難な合金においてはCuで見られるような三次元的な転位組織は形成されず、平面的に転位が分布した組織が形成されるだけである^[12,17]。逆に、交差すべりの容易な、 α -Feに代表されるbcc金属においては、PSBが形成されることなくセル組織が形成される^[12]。また、同じCu単結晶であっても二重すべりの起こる方位では、迷路状の転位組織など、単一すべりの場合とは異なった転位組織が形成され、硬化挙動も異なる^[18,19]。

このような金属の疲労破壊過程について見れば、疲労変形初期に微細な亀裂が発生し、疲労変形に伴ってこれら亀裂が合体、成長し、最終的に破壊に至る。従って、その疲労寿命は亀裂発生の有無より、その伝播機構に支配されている。一方、金属間化合物の多くは、疲労変形微細組織形成に起因して微小亀裂を形成するが、その微小亀裂の伝播速度は速く、従って金属間化合物の長寿命化は微小亀裂形成を如何に抑制するかにかかっている。このような観点から、亀裂発生までの、交番応力下での転位の往復運動とその所産としての変形微細組織の形成過程を明らかにすることが、金属間化合物の疲労特性改善にとって特に重要である。

さて、Ti₃Alも含めて金属間化合物においては、転位の性質は通常の合金とは大きく異なっている。最も大きな違いとしては、転位が超格子部分転位対としてグループ運動することが挙げられ、このことは降伏応力の逆温度依存性を始めとする単純な塑性挙動にも大

大きく反映される。従って、転位の性質の違いがより強く現れる疲労挙動は、更に合金とは大きく異なったものとなると考えられる。実際、 Cu_3Au ^[20]、 Ni_3Al ^[21-23]、 NiAl ^[24-26]、 TiAl ^[27-29]、 CoTi ^[30]、 FeAl ^[31]等、いくつかの金属間化合物の疲労挙動が研究されており、それぞれ特有の現象が報告されている。

例えば Ni_3Al においては、疲労変形によって表面にすべり帯が形成されるにも関わらず、内部にはCuで見られるようなベインやPSBの様な転位組織は形成されない。その他にも、規則格子特有の不動転位の形成など、通常の合金では見られない疲労現象が発現する。しかしながら、その詳細なメカニズムについては不明であり、金属間化合物の疲労に関しては、解明すべきことが山積している。従って、新構造材料としての金属間化合物の開発あるいは更なる信頼性向上の為には、金属間化合物の疲労のメカニズムを解明し、その金属間化合物特有の疲労機構に応じた疲労特性改善策を打ち出すことが必要である。その為に現在個々の金属間化合物の疲労機構の研究が続けられている。

更につけ加えると、先述のとおり疲労挙動は転位の性質を強く反映するため、金属間化合物の疲労のメカニズムを解明することは、同時に金属間化合物中を運動する転位の性質を増幅し、顕在化させて調べることにもなる。その結果、未だ知られていない金属間化合物の転位の性質を見出し、金属間化合物の塑性挙動のより一層の深い理解にもつながるはずである。

1-3 Ti_3Al の疲労破壊挙動の研究の背景

本研究の主眼は以下に示す二つの立場から Ti_3Al (α_2 相)の疲労・破壊挙動について調べ、そのメカニズムを明らかにすることである。

一つには、「軽量耐熱材料としての Ti_3Al の疲労破壊機構の解明と疲労特性の改善」である。実用的、工業的な立場から見れば、1-1節で述べたように Ti_3Al 系金属間化合物は、Ni基超合金と同様に、耐熱構造材料として実用研究が進んだ金属間化合物である。今後の実用化を考えると、その主相である α_2 相の疲労挙動とそのメカニズムの解明は不可欠である。しかしながら、 Ti_3Al の疲労挙動に関する研究は少なく、これまで多結晶体の疲労硬化挙動あるいは疲労破壊挙動と、形成される転位組織の外観を報告する論文^[32,33]がいくつか報告されているだけで、疲労のメカニズムについてはあまり理解されていない。従って、本研究では Ti_3Al 単結晶を用いて、疲労挙動を支配する因子を明らかにすることを一つの目的としている。また Ti_3Al は、最近より軽量な耐熱構造材料として開発が進められている γ - TiAl 基合金にも α_2 相として含まれており、特に層状 TiAl 中では、その力学特性を支配しているといっても過言ではない^[34,35]。そのため Ti_3Al の疲労機構を解明すること

は、単にTi₃Al基合金の開発のみならず、TiAl基金属間化合物の疲労挙動の理解へもつながるものと期待される。

もう一つには、「D0₁₉型規則構造をもつ金属間化合物としてのTi₃Alにおける転位の挙動と疲労挙動との相関の解明」である。1-2節で述べたように、疲労挙動が転位の性質に強く依存していることはよく知られているが、その詳細については未解決の部分もあり、特に金属間化合物においては不明の点が多い。Ti₃Alについても同様であり、これを明らかにすることが、もう一つの主要な目的である。このことは同時に、通常の変形挙動の研究ではとらえにくい、Ti₃Al中を運動する転位の本質を明らかにすることにもなる。さらに、この研究の中で目的としていることに、疲労挙動に対する二次すべり系の影響の解明がある。通常の合金でも金属間化合物でも、二次すべり系の活動は疲労挙動を大きく変化させることが知られている^[18,36]。また、単一すべりの方位で疲労変形したfcc金属に見られるPSBの形成に対しても、二次すべり系の関与が疑われているが、それを立証するには至っていない^[37]。これはとりもなおさず、fccやbcc等の立方晶をベースとする結晶においては、その対称性が高いためすべり系を完全に一つに限定して試験することが難しく、純粋な二次すべり系の影響をとらえ難いことに起因する。この点、Ti₃Alの結晶構造は1-1節で述べたようにhcpベースのD0₁₉型構造であり、その対称性の低さ故、活動すべり系の数が少ない。このことを逆に利用すれば、活動するすべり系の数を限定し、疲労挙動に対する二次すべり系の影響を明らかにできると考えられる。このように、Ti₃Alの疲労挙動を調べることで、単にこの材料の疲労のメカニズムを明らかにするだけでなく広く金属間化合物の疲労のメカニズムを理解し、さらには通常の合金でこれまで明らかにならなかった点も解明できると期待される。

以上の二つの立場から、本研究では主にTi₃Al単結晶を用いて次節に示す内容の研究を行った。

1-4 本論文の構成

本論文は、以下の6章から構成されている。

第1章は、序論であり、本研究を遂行するに至った背景として、「耐熱構造材料としてのTi₃Alの現状」、「金属および金属間化合物の疲労の研究」、そして「Ti₃Alの疲労を研究する意義と目的」について述べた。

第2章では、Ti₃Alの疲労の研究結果について述べる前に、これまで明らかとなっているTi₃Alの力学特性ならびに、今回の疲労挙動の研究と平行して明らかにしたTi₃Al単結晶の塑性挙動について述べる。

第3章では、室温におけるTi₃Al単結晶の疲労・破壊挙動について、結晶方位依存性、疲労変形微細組織に注目して調べた結果について述べる。

第4章では、疲労変形挙動に及ぼす温度の影響として、-196℃ならびに、800℃までの高温域での疲労・破壊挙動について述べる。

第5章では、疲労挙動に及ぼす微細組織の影響について調べた結果について述べ、疲労特性改善策としての可能性を検討する。

第6章では、本研究で得られた結果を総括する。

◇参考文献

- [1] C. McCullough, J. J. Valencia, C. G. Levi and R. Mehrabian, *Acta metallurgica materialia* 37, 1321 (1989).
- [2] M. J. Blackburn, M. P. Smith, in research to conduct an exploratory and analytical investigation of alloys, AFML-TR-78-18, (1978)
- [3] H. A. Lipsitt, in *High Temperature Ordered Intermetallic Alloy*, Mat. Res. Soc. Symp., 39, 1985 (MRS Publ.), p. 351.
- [4] 金属間化合物部会, 第2編 耐熱構造材料に関する調査報告書 (1990), p. 65.
- [5] G. Proske, G. Lutjering, J. Albrecht, D. Helm and M. Daeubler, *Material Science and Engineering A152*, 310 (1992).
- [6] D. Banerjee, in *Intermetallic compounds; Vol. 2*, edited by J. H. Westbrook and R. L. Fleischer (John Wiley & Sons Ltd, 1994), p. 91.
- [7] M. Peters, Y. T. Lee and K. J. Grundhoff, in *Titanium 90: Products and applications*, Dayton, OH, 1990, p. 199.
- [8] D. M. Dimiduk, D. B. Miracle and C. H. Ward, *Materials science and technology* 8, 367 (1992).
- [9] T. K. Nandy, R. S. Mishra and D. Banerjee, *Scripta Metallurgica* 28, 569 (1993).
- [10] R. G. Rowe, U. S. Pat. 5, 357 (1991).
- [11] K. E. Wiedemann, S. N. Sankaran, R. K. Clark and T. A. Wallace, in *Oxidation of high-temperature intermetallics*, Warrendale, PA, 1989 (TMS), p. 195.
- [12] H. Mughrabi, in *5th int. conf. on the strength of metals and alloys*, Aachen, 1979 (Pergamon), p. 1615.
- [13] P. Neumann, in *Physical Metallurgy; third edition*, edited by R. W. Cahn and P. Haasen (Elsevier Science, New York, 1983), p. 1553.

- [14]Z. S. Basinski, *Progress in Materials Science* 36, 89 (1992).
- [15]H. Mughrabi, R. Wang, K. Differt and U. Essman, in *Fatigue mechanisms: advances in quantitative measurement of physical damage*, , 1983 (ASTM STP), p. 5.
- [16]H. Mughrabi, F. Ackermann and K. Herz, in *Fatigue mechanisms*, Kansas city, MO, 1979 (ASTM STP), p. 69.
- [17]P. Lukas and M. Klesnil, in *Corrosion fatigue*, edited by D. F. Dvereny, A. J. McEvily, and R. W. Staehle (1972), p. 118.
- [18]N. Y. Jin and A. T. Winter, *Acta Metallurgica* 32, 989 (1984).
- [19]L. L. Lisiecki and J. R. Weertman, *Acta metallurgica materialia* 38, 509 (1990).
- [20]K. H. Chien and J. E. A. Starke, *Acta Metallurgica* 23, 1173 (1975).
- [21]L. M. Hsiung and N. S. Stoloff, *Acta metallurgica materialia* 38, 1191 (1990).
- [22]L. M. Hsiung and N. S. Stoloff, *Acta metallurgica materialia* 40, 2993 (1992).
- [23]L. M. Hsiung and N. S. Stoloff, *Acta metallurgica materialia* 42, 1457 (1994).
- [24]T. R. Smith, C. G. Kallingal, K. Rajan and N. S. Stoloff, *Scripta Metallurgica et Materialia* 27, 1389 (1992).
- [25]C. G. Kallingal, T. R. Smith, N. S. Stoloff and K. Rajan, *Acta metallurgica materialia* 42, 3731 (1994).
- [26]K. P. Busso and F. A. McClintock, *Acta metallurgica materialia* 42, 3263 (1994).
- [27]T. Nakano, H. Y. Yasuda, N. Higashitanaka and Y. Umakoshi, *Acta materialia* 45, 4807 (1997).
- [28]Y. Umakoshi, H. Y. Yasuda, T. Nakano and K. Ikeda, *Metallurgical and materials transactions A* 29A, 943 (1998).
- [29]H. Y. Yasuda, T. Nakano and Y. Umakoshi, *Philosophical Magazine A* 71, 127 (1995).
- [30]A. Behgozin, T. Nakano and Y. Umakoshi, in *The third Pacific Rim International Conference on Advanced Materials and Processing (PRICM-3)*, , 1998 (TMS), p. 2323.
- [31]H. Y. Yasuda, A. Behgozin and Y. Umakoshi, *Scripta Materialia*, 40, 203 (1999).
- [32]S. M. L. Sastry and H. A. Lipsitt, *Acta Metallurgica* 25, 1279 (1977).
- [33]R. J. Kerans, *Metallurgical transactions A* 15A, 1721 (1984).
- [34]Y. Umakoshi and T. Nakano, *ISIJ International* 32, 1339 (1992).
- [35]Y. Umakoshi and T. Nakano, *Acta metallurgica materialia* 41, 1155 (1993).
- [36]P. Charsley and D. Kuhlmann-Wilsdorf, *Philosophical Magazine A* 44, 1351 (1981).
- [37]D. Kuhlmann-Wilsdorf and C. Laird, *Material Science and Engineering* 46, 209 (1980).

第2章 Ti_3Al 単結晶の変形挙動

2-1 緒言

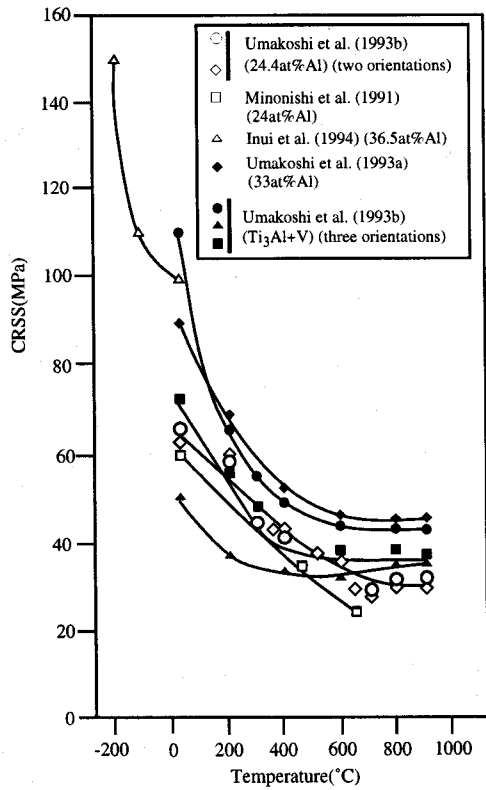
第1章で述べたように、疲労現象は、微小な塑性変形の繰り返しによる内部組織の変化により引き起こされる。特に塑性変形が転位運動により担われている場合には、転位の繰り返し運動に伴い残留する格子欠陥の蓄積が疲労硬化や亀裂発生といった種々の現象を引き起こしている。従って、 Ti_3Al の疲労挙動を研究するにあたっては、降伏挙動をはじめとする、転位運動に基づいた通常の塑性挙動を理解することが不可欠である。そこで本章の前半では、これまでに圧縮や引張といった通常の塑性変形挙動から明らかにされてきた、転位の運動形態ならびにその温度依存性について、各すべり系ごとに説明する。

2-2 Ti_3Al の活動すべり系と変形応力の温度依存性

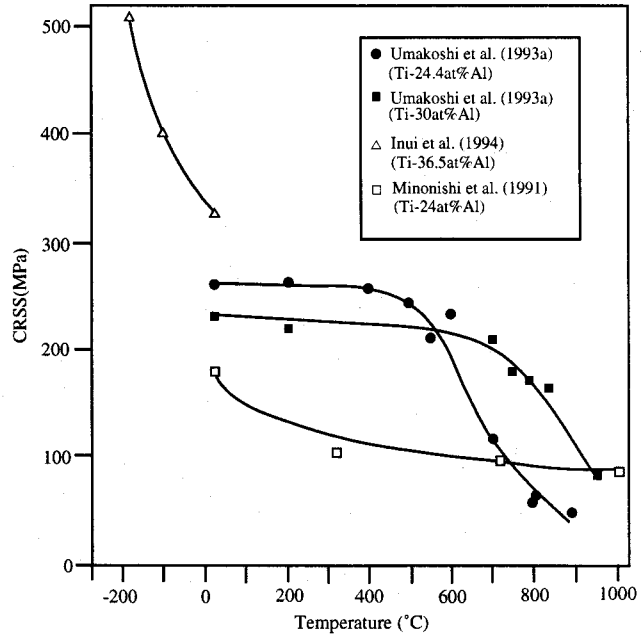
Ti_3Al 中を運動する転位に関する研究は、 Ti_3Al が軽量耐熱材料として注目され始めた当初、変形した多結晶中の転位の透過型電子顕微鏡 (TEM) 観察によって行われ、殆どの転位が $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ に平行なバーガースベクトルをもつということだけが明らかにされていた^[1]。その後、箕西らが浮融帯域溶融法 (FZ法) による Ti_3Al 単結晶の作製に成功したことをきっかけに、活動すべり系が同定され、各すべり系ごとの転位の運動挙動に注目した研究が急速に発展した^[2-13]。その結果、 $\{1\bar{1}00\}\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 柱面すべり系、 $(0001)\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 底面すべり系、 $\{11\bar{2}1\}\langle 11\bar{2}\bar{6} \rangle$ 錘面すべり系が、結晶方位ならびに温度に依存して活動し、それぞれ異なった挙動を示すことが明らかとなった。以下に、各すべり系ごとの塑性挙動の特徴について、転位挙動との相関を中心に説明する。

Fig. 2-1に Ti_3Al および Ti_3Al 系合金単結晶の各すべり系の臨界分解せん断応力 (CRSS) の温度依存性を示す^[2,7,9,11,12]。(a)は柱面すべり系、(b)は底面すべり系、(c)は錘面すべり系のCRSSの温度依存性である。これより、柱面すべり系が、いずれの温度においても最もCRSSが低く活動が容易であり、 Ti_3Al の主すべり系となっていることがわかる。この柱面すべり系のCRSSは室温でも約60MPaと純Tiと同程度の低い値を示し、さらに700°Cまでの温度域では、温度の上昇とともに減少する。また、変形は比較的均一におこり、平面的な微細なすべりと共にすべり帯を形成し、変形の進行とともに、このすべり帯の分布が密になる。乾らによれば、 $\alpha_2 + \gamma$ 二相組織中の α_2 相と同じTi-36.5at.%Alの組成の Ti_3Al 単結晶を、柱面すべり系の活動が容易な $[2\bar{1}\bar{1}0]$ 荷重軸にて引張変形させた場合、室温でも200%以上もの伸びが得られる^[5]。さらに、中野らの Ti_3Al 単結晶の圧延に関

(a)



(b)



(c)

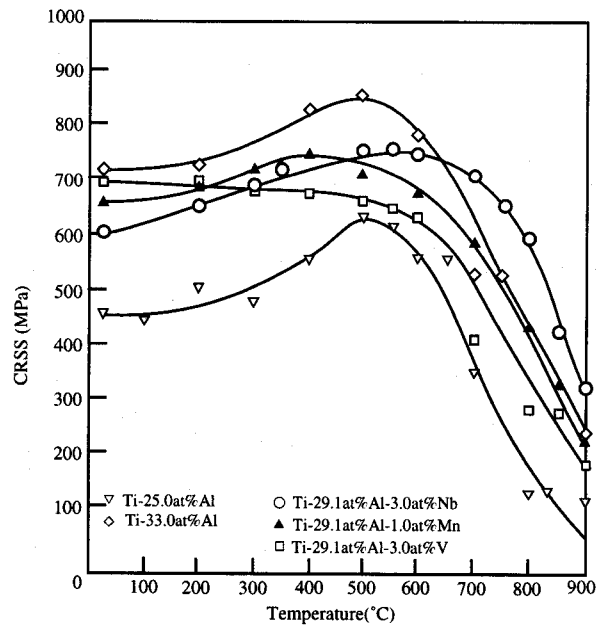


Fig. 2-1 Temperature dependence of CRSS for each three slip systems in various Ti_3Al single crystals. (a) $\{1\bar{1}00\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ prism slip, (b) $\{0001\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ basal slip, (c) $\{11\bar{2}1\} \langle 11\bar{2}\bar{6} \rangle$ pyramidal slip.

する研究によれば^[14]、柱面すべり系の活動が容易な場合には、室温にて圧下率60%もの圧延が可能であり、この柱面すべり系が主すべりとして活動する場合は非常に延性的な挙動を示す。

このような塑性変形挙動を担っている柱面転位は、他の多くの金属間化合物と同様にAPBを挟んで二本に分解した超格子部分転位対として運動する。また、柱面転位が運動する $\{1\bar{1}00\}$ 面について考えると、Fig. 2-2に示されるように、転位を導入し得る面は、その上下の面内の原子配列の違いにより、面欠陥エネルギーの異なるtype-Iの面 ($\{1\bar{1}00\}_I$) とtype-IIの面 ($\{1\bar{1}00\}_{II}$) の二種類に分類される。最近の、柱面転位の運動のその場観察の結果によれば、その機構については必ずしも明らかではないが、低温ではAPBエネルギーの低い $\{1\bar{1}00\}_I$ 面上でのらせん転位の jerky motion と、APBエネルギーの高い $\{1\bar{1}00\}_{II}$ 面上での混合転位の滑らかな運動の両方によって変形は担われ、また、変形温度の上昇に伴って、 $\{1\bar{1}00\}_{II}$ 面上を運動する転位の割合が増大することが報告されている^[15-17]。

また、Fig.2-3は、中野と筆者らによって示された、柱面および底面すべり系へのシュミット因子の異なるX、Y、二方位における、700℃以上の温度域での柱面すべり系のCRSSの温度依存性である。柱面すべり系のシュミット因子はX方位で0.50、Y方位で0.27、底面すべり系のシュミット因子はX方位で0.03、Y方位で0.49である。これを見てわかるようにこの温度域では、柱面すべり系のCRSSは温度の上昇とともに上昇する、いわゆる異常強化現象を示す。ここで、この異常強化現象のメカニズムを、種々の実験事実と関連づけて説明する。まず、規則-不規則変態点直下でCRSSはピークを示すことから、規則度の低下と関係した強化機構である。次に、CRSSの異方性についてみれば、異常強化の発現に伴ってCRSSの異方性は増し、底面すべり系のせん断応力が相対的に大きくなる方位でCRSSは大きくなることから、底面すべりへの応力成分が強化機構を助長しているといえる。さらに、変形応力のひずみ速度依存性から求めた変形の活性化体積は、ピーク温度付近では $40b^3$ 程度の交差すべりあるいはPeierls機構に相当する値を示すが、この温度域ではPeierls機構は考えにくいことから交差すべりにより転位の運動は律速されているといえる。また、異常強化温度域で変形後の結晶内部には、らせん転位の一部がピン止めされていることを意味する、刃状方向に伸長した転位ループが観察される。

これらの実験事実から次のような異常強化機構が提案される。規則・不規則変態点より十分低い温度域では、柱面転位はAPBによって柱面上に拘束され、平面的に運動する。温度の上昇に伴って規則度が低下すると、APBエネルギーが低下し超格子部分転位の分解幅は増大し、その結果、個々の部分転位の運動はそれぞれの芯構造を反映したものへと

変化する。柱面転位の芯構造は底面上にも拡張しやすいことから、個々の超格子部分転位は別個に底面上に交差すべりするようになる。その場合、一方の超格子部分転位が底面上へ交差すべりして不動化すると、もう一方の超格子部分転位が運動するにはAPBを広げなければならないため変形応力は上昇する。さらに高温の規則-不規則変態点以上の温度域では、不規則化に伴って個々の超格子部分転位は完全に独立して自由に交差すべりして運動できるため、変形応力は急速に低下する。このようなメカニズムにより、 Ti_3Al の柱面すべりは規則・不規則変態点直下にピークをもつ異常強化現象を示すと考えられている。

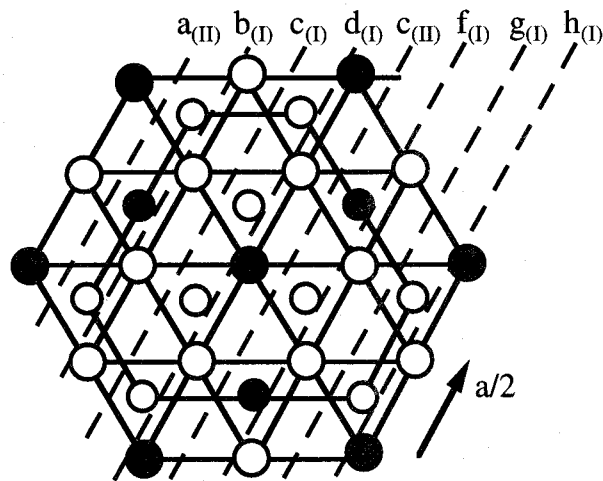


Fig. 2-2 Scheme of different APBs in parallel prismatic planes.

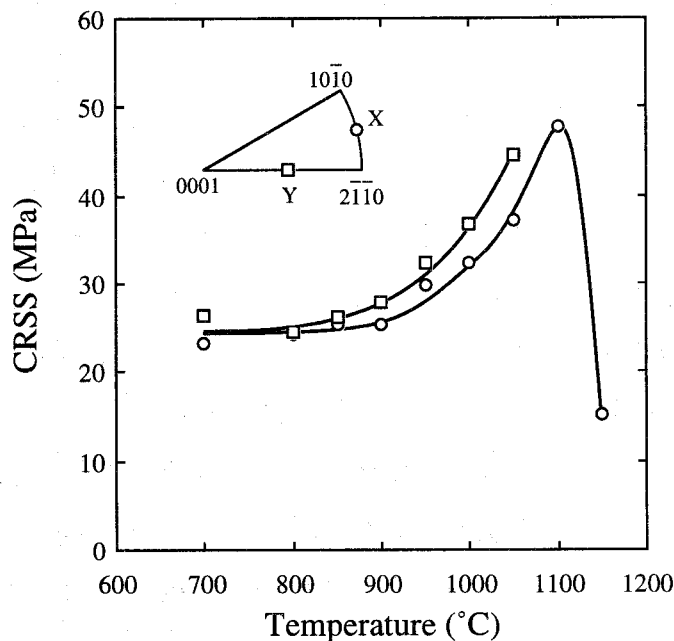


Fig. 2-3 Temperature dependence of the CRSS for the prism and basal slips of Ti_3Al single crystals with orientation X(○) and Y(□).

次に、Fig. 2-1(b)に示した(0001) $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 底面すべり系のCRSSの温度依存性^[2,9,12]を見てもみると、室温での底面すべり系のCRSSは200~300MPaと、柱面すべり系のCRSSの約3倍もの高い値を示す。その温度依存性を見ると、室温から600℃近傍まで、ほぼ一定の高い値を保っているが、600℃以上の温度域では、温度の上昇にともなって急速に低下する^[11]。底面すべりによる変形は、CRSSが一定の値を示す温度域では非常に不均一であり、局所的な粗大すべりによりせん断割れを生じる。一方、CRSSが急速に低下する高温域においては、すべりは比較的均一に起こり、せん断割れも生じなくなる^[7]。

このような変形挙動を担っている転位運動について見てみると、いずれの温度でも、柱面すべりと同様にAPBを挟んで二本の $1/6\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 転位に分解した超格子部分転位対としての運動が支配的であるが、SISFを挟んで分解した $1/3\langle 1\bar{1}00 \rangle$ superShockley部分転位としての運動も同時に認められる^[17]。さらに、APBを挟んで分解した超格子部分転位対であっても、その運動形態は、変形温度によって大きく変化する。

CRSSが一定の値を示す温度域では、直線的ならせん転位のjerky motion が支配的である。これは各超格子部分転位が、非平面的な転位芯構造に起因したPeierls型の摩擦力を受けながら、純Tiに見られるようなlocking-unlocking機構により運動するためと考えられている。また、何本もの転位が同一すべり面上を集団で運動する様子が見られ、これが、粗大な局所すべりさらには、せん断割れの原因となっていると考えられている。これに対し、CRSSの低下する高温側においては、転位は集団ではなく、独立して運動する。しかも、 $\{2\bar{2}03\}$ 錘面上への二重交差すべりによって、すべり面を変えることも可能^[17]、これが均一な変形を引き起こすと考えられている。

次に、 $\{11\bar{2}1\}\langle 11\bar{2}\bar{6} \rangle$ 錘面すべり系は、荷重軸が $[0001]$ 軸近傍の限定された領域でしか活動しない^[2]。このことは、Fig. 2-1(c)^[7,11,12]のCRSSの温度依存性に示されるように、錘面すべり系のCRSSは、室温でも約500MPaと他の二つのすべり系に比べて非常に高い値を示し、その活動が非常に困難であることから理解できる。さらに特徴的なことに、錘面すべり系のCRSSは室温から600℃近傍にかけて、正の温度依存性いわゆる異常強化現象を示す^[2,7,9,11,12]。この異常強化のメカニズムは、未だ明らかではないが、異常強化の発現する温度域で変形した結晶内部には特異な形態をもつ転位が観察されている^[3,10]。すなわち、室温付近では、 $1/3[11\bar{2}\bar{6}]$ 超格子転位が通常の分解反応により、APBを挟んだ超格子部分転位対として存在するのに対し、異常強化の発現する600℃近傍では、異符号の二本の $1/6[11\bar{2}\bar{6}]$ 超格子部分転位が、間にAPBを抱えて対をなした特異な形態をとる。さらに詳細な観察によると、それぞれの $1/6[11\bar{2}\bar{6}]$ 超格子部分転位は、二本の $1/6\langle 1\bar{1}03 \rangle$ 転位へと、上昇運動をともなって分解している。このことから、温度が上昇する

につれて、この分解反応による転位の不動化が促進されることが異常強化の原因であると考えられている。

2-3 結言

本章では、 Ti_3Al の疲労挙動を研究する際に理解しておく必要のある、 Ti_3Al 単結晶の変形挙動について、各活動すべり系の変形応力とその温度依存性を中心にまとめた。以下にその内容を簡単に記す。

- (1) Ti_3Al 単結晶においては、結晶方位および変形温度に依存して、 $\{1\bar{1}00\}\langle 11\bar{2}0\rangle$ 柱面すべり系、 $(0001)\langle 11\bar{2}0\rangle$ 底面すべり系、 $\{11\bar{2}1\}\langle 11\bar{2}\bar{6}\rangle$ 錘面すべり系の三つのすべり系が活動し、それぞれ以下のような、異なった挙動を示す。
- (2) 柱面すべり系はCRSSが最も低く、広い荷重軸範囲で活動し、延性的な性質を持つ。そのCRSSは700℃までは温度の上昇とともに単調に減少する。700℃以上の温度域では、規則度の低下に伴う転位芯構造の変化に起因して、CRSSは正の温度依存性を示し、規則-不規則変態点直上の1150℃以上では不規則化に伴ってCRSSは急速に低下する。
- (3) 底面すべり系のCRSSは600℃近傍まで一定の値を示した後、それ以上の温度で急速に低下する。それと同時に変形様式は、転位の平面的な集団運動に基づく不均一なすべりから、個々の転位が交差すべりを伴いながら運動することに起因する均一なすべりへと変化する。
- (4) 錘面すべり系はCRSSが最も高く、c軸近傍の限られた荷重軸でのみ活動する。そのCRSSは、室温より600℃近傍にかけて、正の温度依存性を示す。これは、温度が上昇するにつれて、 $1/6\langle 11\bar{2}\bar{6}\rangle$ 超格子部分転位が二本の $1/6\langle 1\bar{1}03\rangle$ 転位に上昇運動をともなって分解し不動化することに起因する。

◇参考文献

- [1] H. A. Lipsitt, D. Shechtman and R. E. Schfrik, Metallurgical transactions A 11A, 1369 (1980).
- [2] Y. Minonishi, Philosophical Magazine A 63, 1085 (1991).
- [3] Y. Minonishi, in Pro. 3rd Japan International SAMPE Symposium, 1993, p. 1501.
- [4] Y. Yoshimura, Y. Minonishi and M. Otsuka, in Proc. 3rd Japan International SAMPE Symposium, 1993, p. 1542.
- [5] H. Inui, Y. Toda and M. Yamaguchi, Philosophical Magazine A 67, 1315 (1993).

- [6] T. Nakano and Y. Umakoshi, *Journal of Alloys and Compositions* 197, 17 (1993).
- [7] T. Nakano and E. Yanagisawa, *ISIJ International* 35, 900 (1995).
- [8] H. Inui, Y. Toda, Y. Shirai and M. Yamaguchi, *Philosophical Magazine A* 69, 1161 (1994).
- [9] H. Inui, Y. Toda and M. Yamaguchi, *Philosophical Magazine A* 67, 1315 (1994).
- [10] Y. Minonishi, *Material Science and Engineering A* 192/193, 830 (1995).
- [11] Y. Umakoshi, T. Nakano, T. Takenaka, K. Sumimoto and T. Yamane, *Acta metallurgica materialia* 41, 1149 (1993).
- [12] Y. Umakoshi, T. Nakano, K. Sumimoto and Y. Maeda, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.* 288, 441 (1993).
- [13] T. Nakano, B. Ogawa, Y. Koizumi and Y. Umakoshi, *Acta materialia* 46, 4311 (1998).
- [14] T. Nakano, Y. Maeda and Y. Umakoshi, *ISIJ International* 36, 111 (1996).
- [15] M. Legros, A. Couret and D. Caillard, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.* 288, 323 (1993).
- [16] M. Legros, A. Couret and D. Caillard, *Philosophical Magazine A* 73, 81 (1996).
- [17] M. Legros, A. Couret and D. Caillard, *Philosophical Magazine A* 73, 61 (1996).

第3章 Ti₃Al単結晶の交番変形挙動と変形微細組織

3-1 緒言

前章では、Ti₃Alの疲労挙動を研究する上での基礎的知見として、Ti₃Al単結晶の基本的な塑性変形挙動について述べた。Ti₃Al単結晶の塑性挙動は異方性が強く、方位に依存して異なるすべり系が活動し、それぞれ特有の変形挙動を示した。さらにその変形挙動は、それぞれ異なった温度依存性を示した。第1章でも述べたように疲労過程は、転位運動の積算に起因する微小な塑性変形の積み重ねによる変形微細組織形成と、それに由来する材料の劣化であることを考えると、Ti₃Alの疲労挙動もまた、結晶方位ならびに変形温度に強く依存することは明らかである。Ti₃Al系合金が、500℃～600℃での使用を目的とした高温用材料であることを考えると、この温度域での疲労挙動が最も重要であると考えられるが、その挙動は原子拡散、規則度、動的回復など様々な因子が関わっており複雑であると考えられる。従って、Ti₃Alの疲労挙動を系統的に理解するには、熱エネルギーの影響の小さい、室温における疲労挙動を理解することが先決である。

このような観点から本章では、Ti₃Alの疲労挙動を解明する最初のステップとして、室温におけるTi₃Al単結晶の疲労挙動を明らかにする。すなわち、(1) Ti₃Alのマクロな疲労挙動として、疲労破壊挙動の結晶方位依存性について調べた結果について述べ、(2) 次に疲労の進行に伴う転位運動の変化に注目して、交番変形中の応力・ひずみ応答の変化、について述べる。(3)さらに、疲労挙動を理解するため透過電子顕微鏡観察による微視的立場から、疲労変形組織の形成、ならびにその安定性を調べた結果について述べ、基本的なTi₃Alの疲労機構を明らかにする。

3-2 実験方法

高純度Ti及びAlからアーク溶解法により、Ti-25.0at.%Alの組成を持つ母合金を溶製した後、FZ法(NEC-35HD炉)により結晶成長速度2.5mm/hで単結晶を作製した。得られた結晶をTa箔で保護した後、石英管に真空封入し、1000℃にて72時間の均質化焼鈍ならびに500℃にて168時間の規則化焼鈍を施した。なお、昇温速度、降温速度は100℃/時間とした。結晶方位は、背面反射ラウエ法にて調べた。

その後、Fig. 3-1に示すような形状の、ゲージ部2x3x7mmの平板状疲労試験片を放電加工機により切り出した。その際、荷重軸としてFig. 3-2に示すような5つ方位を選択した。各方位における各すべり系のシュミット因子はTable 3-1に示されるとおりである。

これらの試料を、400番から1500番のエメリー紙にて試料表面を機械研磨の後、電解研磨を施したものを疲労試験片とした。なお、電解研磨は、過塩素酸とn-ブチルアルコールとメタノールを6/35/59の体積比で混合したものを研磨液とし、電圧22V、温度-25℃にて10分間行った。

疲労試験は、室温、大気中にて、サーボ油圧式軸荷重疲労試験機(SHIMADZU servo pulser EHF-ED5-10L)を用いて、引張/圧縮の交番変形を平均ひずみ速度 $4.2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ にて、全ひずみ一定 ($\Delta \epsilon = 0.2\%$ 、 0.3% 、 0.4%) の条件にて行った。その際、ひずみの測定にはclip-onタイプのひずみゲージを用いた。また、試験片の治具への取り付けにあたっては、チャック部の締め付けによる割れを回避するために、Fig. 3-3に示すような、試験片のR部に沿った形状の治具と、試験片の底を押さえ込むねじとで固定した。

変形後の表面組織観察は、ノマルスキー型微分干渉式光学顕微鏡にて行い、表面起伏の定量測定には原子間力顕微鏡 (SHIMADZU SPM-9500) を用いた。また、疲労亀裂ならびに破面の観察には、走査型電子顕微鏡 (日本電子製 JSM-840A) を用いた。変形後の内部組織は透過型電子顕微鏡 (HITACHI H-800) を用いて加速電圧200kVにて行った。電子顕微鏡用の試料は、放電加工機により切り出したものを、機械研磨により $80 \mu\text{m}$ まで薄くした後、ツイングジェット研磨 (Struers社 Tenupol-3) により、電圧24V、温度-30℃にて薄膜とした。研磨液としては、過塩素酸/グリセリン/メタノールを1/2/7の体積比で混合したものをを用いた。

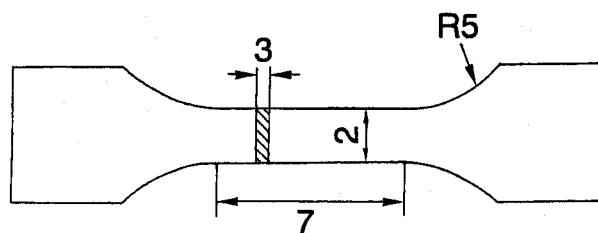


Fig. 3-1 Shape and size of the specimen used in this study. (Dimensions are in mm.)

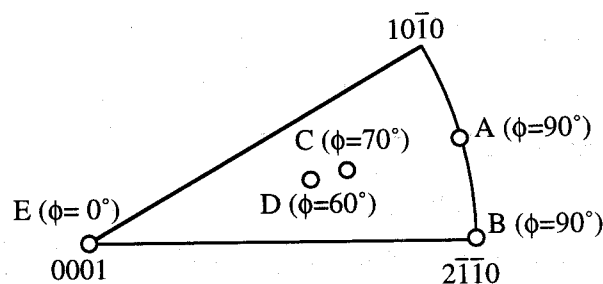


Fig. 3-2 Loading axes of fatigue specimens.

Loading axis	Schmid factor for various slip systems		
	$\{1\bar{1}00\}\langle 11\bar{2}0\rangle$	$(0001)\langle 11\bar{2}0\rangle$	$\{11\bar{2}1\}\langle 11\bar{2}6\rangle$
A ($\phi=90^\circ$)	0.50	0	0.42
B ($\phi=90^\circ$)	0.43	0	0.45
C ($\phi=70^\circ$)	0.44	0.23	0.44
D ($\phi=60^\circ$)	0.38	0.31	0.39
E ($\phi=0^\circ$)	0	0	0.45

Table 3-1 Schmid factors for possible slip systems of Ti_3Al single crystals.

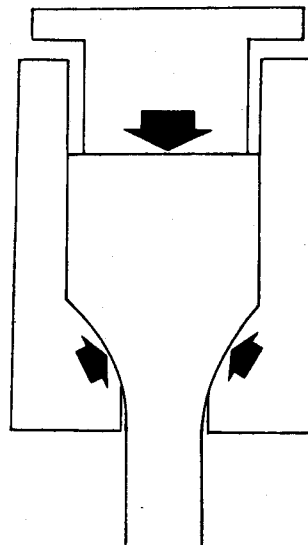


Fig. 3-3 Schematic illustration of fatigue grip assembly.

3-3 実験結果及び考察

3-3-1 疲労硬化・破壊挙動の結晶方位依存性

Ti_3Al 単結晶の疲労破壊挙動は結晶方位に強く依存した。Fig. 3-4に $\Delta \varepsilon=0.2\%$ ならびに 0.3% での疲労寿命の結晶方位依存性を示す。ここで横軸は、 c 軸と荷重軸とのなす角 ϕ を表す。 ϕ が 60° 以下の場合、1サイクル目の引張変形により破壊するため、繰り返し変形は不可能であった。 ϕ が 60° 以上の場合、 ϕ が大きくなるにつれて、急速に疲労寿命は上昇し、 $\phi=90^\circ$ においては 10^4 サイクル変形しても破壊には至らなかった。

$\phi=70^\circ$ (C方位)ならびに $\phi=90^\circ$ (A方位)にて交番変形した試料表面のすべり線をFig. 3-5に示す。いずれの場合においても、 $(1\bar{1}00)$ 面に沿ったすべり線のみが見られ、破壊に至った後にも、他のすべり系の活動は認められなかった。また、そのすべり線は、サイク

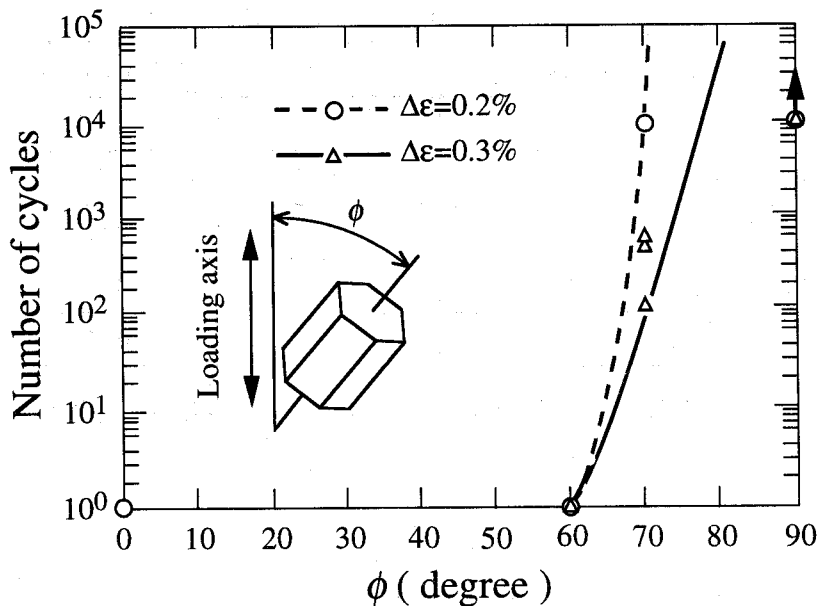


Fig. 3-4 Orientation dependence of fatigue life of Ti_3Al single crystals.

ル数ならびにひずみ振幅の増大に伴って、高密度かつ明瞭になった。 $\phi=0^\circ$ すなわち荷重軸がc軸と平行で、柱面すべり系への剪断応力成分が0の場合、塑性変形することなく破壊し、試料表面にもすべり線は観察されなかった。また、破壊はFig. 3-6に示すように、荷重軸に垂直な(0001)面に沿った亀裂伝播により進行した。この底面に沿った割れはc軸方向の原子間結合力の弱さに起因し、hcp構造あるいはhcp基の規則構造をもつ結晶でしばしば見られる^[1,2,3]。 $\phi=70^\circ$ の場合、Fig. 3-7に示すように、(0001)面に平行な微細な亀裂も認められるが、大半が(10 $\bar{1}2$)錘面に沿った亀裂伝播により、試料の破壊に至る。

C-T試験片を用いた Ti_3Al 単結晶の破壊挙動に関する研究によると、マクロには(0001)面に沿って脆性破壊する場合であっても、ミクロには(0001)面と、錘面である(10 $\bar{1}2$)面および(10 $\bar{1}\bar{2}$)面の組み合わせにより亀裂は進展する^[3]。また、(10 $\bar{1}2$)面を亀裂進展面とした場合には、非常に平面的な破面となることから、 Ti_3Al においては(0001)面と同様に(10 $\bar{1}2$)面でのへき開が脆性破壊の原因となっているといえる。一度亀裂が形成されると、亀裂はこれらのへき開面に沿って、高速に伝播し破断に至るため、この結晶の疲労寿命の改善には、通常の合金のような亀裂伝播速度の制御より、むしろ亀裂発生に至るまでの疲労過程を明らかにし、その進行と亀裂発生を抑制することが重要である。

ϕ が 70° 以上の場合には、変形開始直後に破壊することではなく、柱面すべり系の活動により繰り返し変形が可能であり、疲労硬化が認められた。Fig. 3-8に $\phi=70^\circ$ (C方位)ならびに $\phi=90^\circ$ (A方位)における疲労硬化曲線を示す。ここで縦軸に示した応力振幅は、引張側と圧縮側で殆ど変わらないことから、両側の平均値で表している。 $\phi=70^\circ$ の場合、

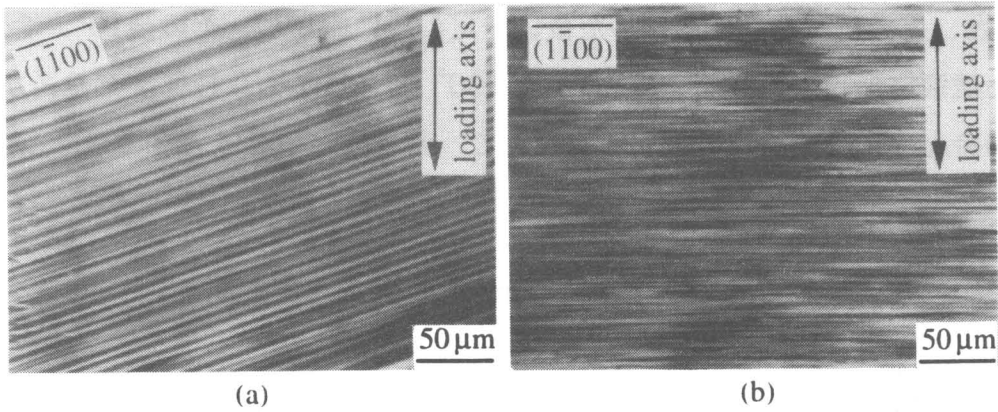


Fig. 3-5 Slip traces of specimens fatigued at $\Delta\varepsilon = 0.3\%$ (a) $\phi = 70^\circ$ (b) $\phi = 90^\circ$.

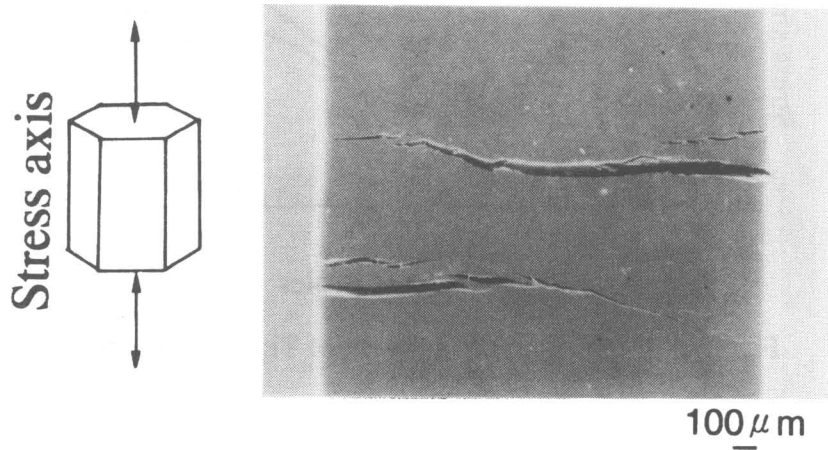


Fig. 3-6 Crack propagation in the specimen fatigued at $\phi = 0^\circ$.

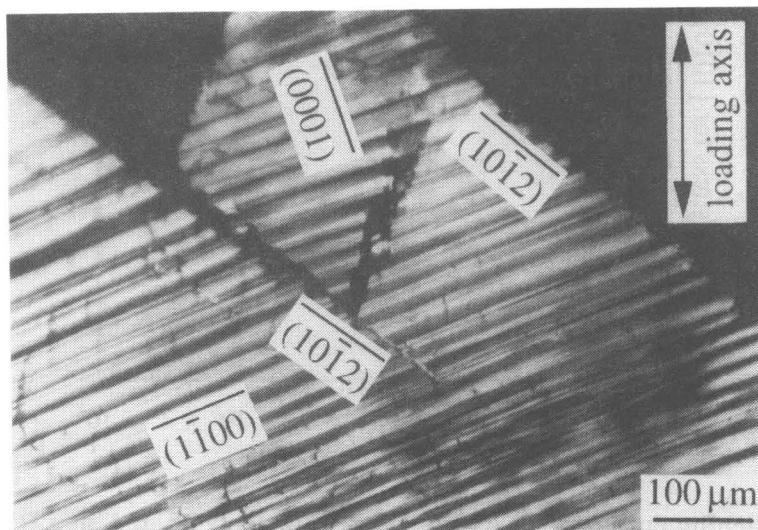


Fig. 3-7 Cracks in the specimen fatigued at $\phi = 70^\circ$.

急速な疲労硬化を示した後、飽和することなく、747サイクルで破壊に至ったのに対し、 $\phi=90^\circ$ の場合、応力は緩やかに上昇した後、一定の値に飽和し、その後 10^4 サイクルまで変形しても破壊に至らなかった。さらに、 $\phi=90^\circ$ であっても、柱面すべり系が一つだけ活動する場合と、二つ同時に活動する場合とで、疲労硬化挙動は大きく異なった。

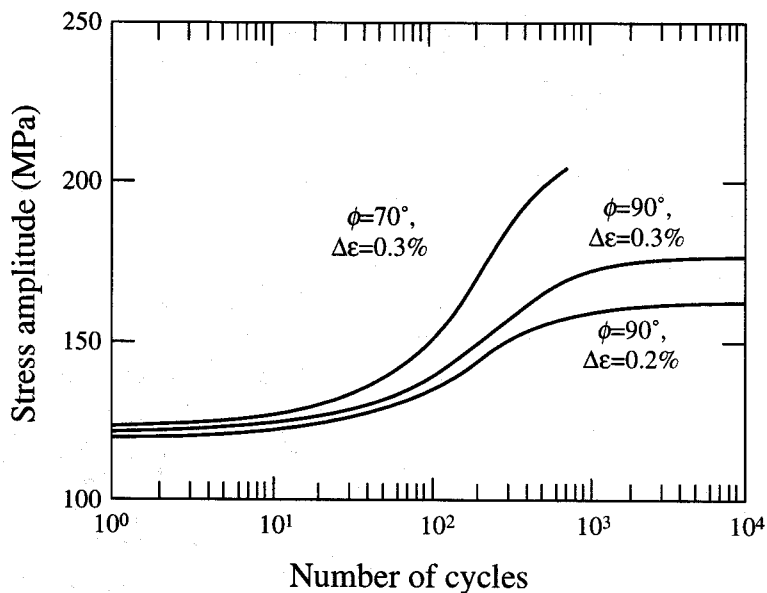


Fig. 3-8 Cyclic hardening curves of Ti_3Al single crystals.

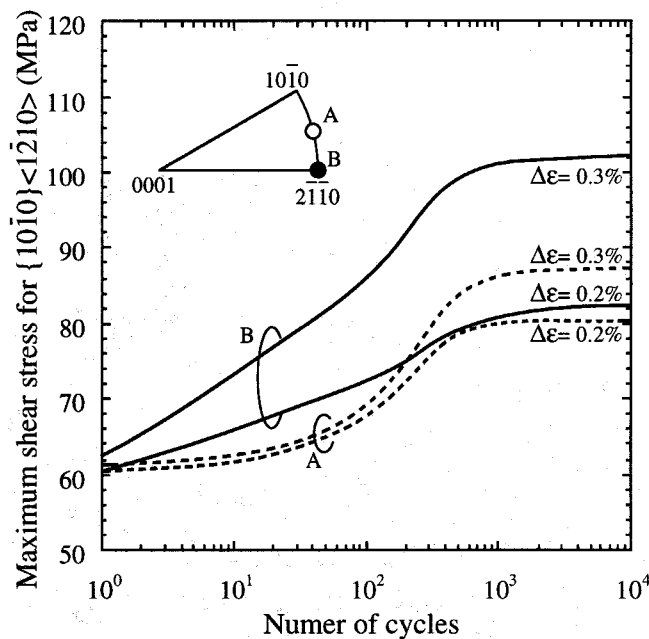


Fig. 3-9 Cyclic hardening curves of Ti_3Al single crystals (specimen A and B) cyclically deformed at $\Delta\epsilon=0.2\%$ and 0.3% .

Fig. 3-9に(1 $\bar{1}$ 00)[11 $\bar{2}$ 0]柱面すべり系のみが活動するA方位と、(1 $\bar{1}$ 00)[11 $\bar{2}$ 0]と(10 $\bar{1}$ 0)[1 $\bar{2}$ 10]の二つの柱面すべり系が同時に活動するB方位で、それぞれ全ひずみ振幅 $\Delta \varepsilon=0.2\%$ ならびに $\Delta \varepsilon=0.3\%$ にて疲労試験を行った場合の疲労硬化曲線を比較して示す。

ここで、方位の異なる二種類の結晶の硬化挙動を比較するため、縦軸は柱面すべり系への最大せん断応力で表されている。A方位における応力振幅は、数十サイクルまではほぼ一定の値を示した後、緩やかに上昇し、 10^3 サイクル付近でひずみ振幅に依存した一定の値に飽和する。これに対しB方位では、1サイクル目の応力はA方位と殆ど変わらないものの、初期より急速な硬化を示し、A方位に比べて高い値で飽和に至った。また、この両方位の間の硬化速度ならびに飽和応力の差は、ひずみ振幅が大きいほど顕著であった。さらに、 $\Delta \varepsilon=0.4\%$ でB方位にて疲労変形した場合、より急速な硬化を示した後、 10^3 サイクルに達する前に120MPaもの高い値で飽和に至り、2849サイクルにて破断した。

このように、柱面すべり系が活動する方位であっても、活動するすべり系の数によって、その硬化挙動ならびに飽和応力が大きく異なる原因は、異なるすべり系に属する二種類の転位間の相互作用によるものと考えられるが、その詳細については3-3-3項で述べる。

3-3-2 応力・ひずみヒステリシス曲線と転位運動

交番変形の際の応力・ひずみ関係、いわゆる応力・ひずみヒステリシスループの形状は、交番変形中の変形微細組織形成による転位運動の変化を反映して、サイクル数の増加とともに変化する。そのため、ヒステリシスループの形状の変化を解析することで、疲労の進行に伴う転位運動の変化を知ることができる。

そこで本項では、前項で示したように、いずれも柱面すべり系により変形が担われているにも関わらず、硬化挙動の大きく異なったA方位とB方位に注目して、応力・ひずみヒステリシスループの変化を解析することで、繰り返し変形中の転位運動の変化について考える。

Fig. 3-10 (a)、(b)に、それぞれA方位、B方位において、 $\Delta \varepsilon=0.3\%$ にて疲労変形させた場合の、応力・ひずみヒステリシスループの変化を示す。いずれの方位においても、ひずみが最大のときに最大の応力を示し、その値はサイクル数の増大とともに上昇した。しかし、塑性変形の始まる応力、つまり降伏応力は、サイクル数の増大とともに低下した。これは、一方向に変形した後、逆向きに変形し始める際に、前の変形で導入された残留応力の助けにより、容易に転位が運動し始めるいわゆるBauschinger効果が、サイクル数の増大とともに顕著となることを意味している。そして、このことは、繰り返し変形によって、可動転位がその運動範囲の両端でback stress (逆応力) を受けやすくなるような転

位組織が形成されることを示唆している。さらに、 10^3 サイクルにおいては、降伏前の弾性変形を意味する直線部分が消滅しており、負荷応力が0の時点から既に、back stressにより転位が運動し始めていることがわかる。

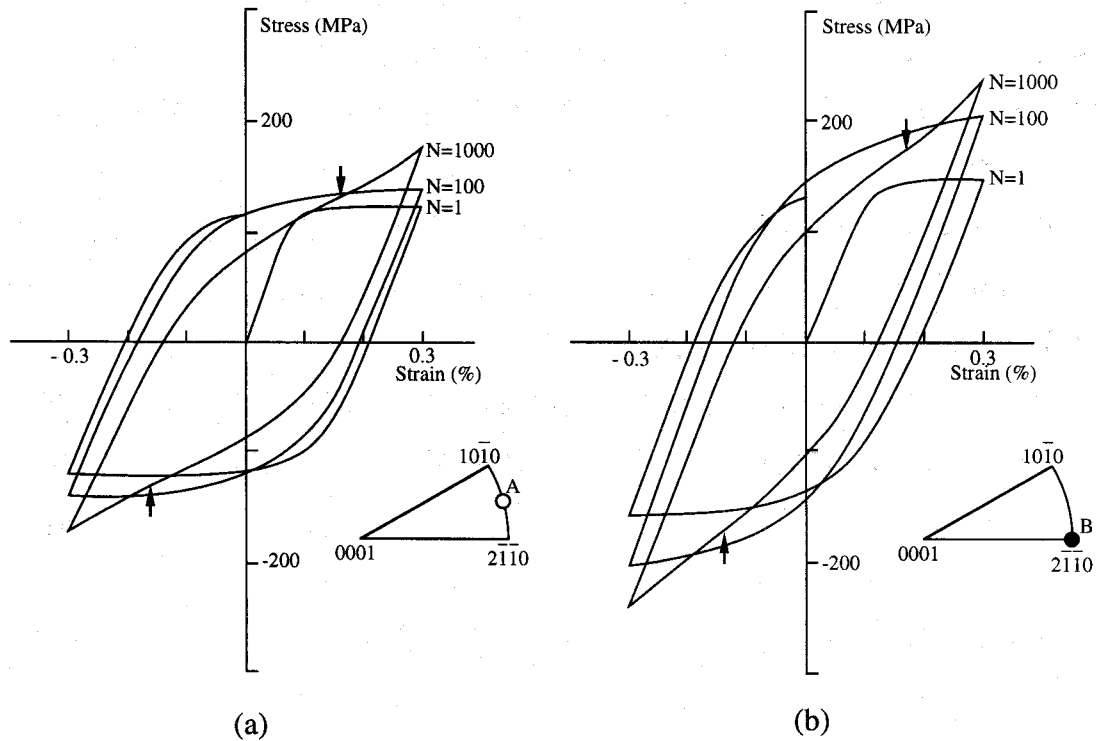


Fig. 3-10 Stress-strain behaviour of Ti_3Al single crystals cyclically deformed at $\Delta\epsilon = 0.3\%$ during various cycles (N). (a) specimen A, (b) specimen B.

また、このように転位がback stressを受けながら運動することは、降伏した後の応力・ひずみ曲線にも反映されていた。A方位、B方位ともに、 10^3 サイクルにおいては、矢印で示されるように、応力・ひずみ曲線上に変曲点が現れ、ひずみが最大になる手前で、応力は急速に上昇した。これは、back stressの助けにより運動し始めた転位が、その運動範囲の反対側で、逆向きのback stressを受けるためと考えられる。この変曲点は、B方位でより明瞭に見られることから、二つの柱面すべり系が同時に活動することで、Bauschinger効果がより顕著となる転位組織が形成されていると示唆される。

このBauschinger効果を定量的に評価するために、本研究では新たなパラメータとしてBS値を導入し、そのサイクル数に伴う変化を調べた。BS値の定義をFig.3-11に示す。

ヒステリシスループの中で、ひずみが最大に達した後の除荷過程を表す直線部分の傾きを、本研究では見かけのヤング率と呼ぶが、見かけのヤング率はサイクル数の増加とともに低下した。この見かけのヤング率の低下は、除荷過程から既に、back stressが摩擦

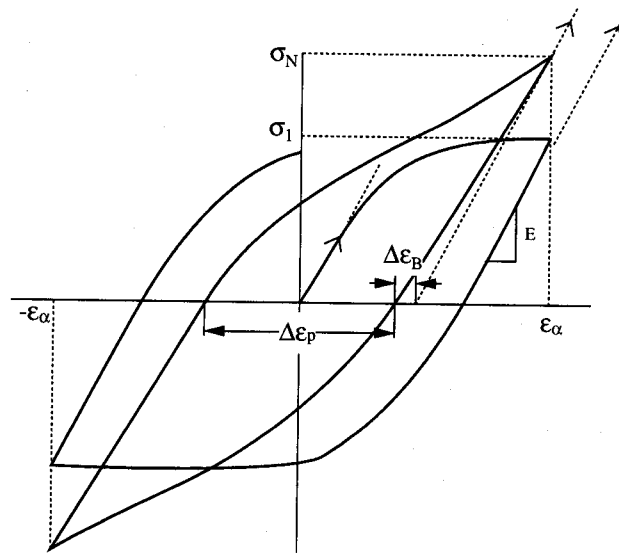


Fig. 3-11 Schematic stress-strain behaviour and definition of various parameters in order to calculate the BS value.

力に打ち勝って転位が逆運動していることを意味している。この除荷過程の塑性ひずみの大きさは、最大のひずみを示す点から、真のヤング率に対応する傾きをもつ直線を引き、その直線と横軸との交点と、ループが横軸と交わる点との差 $\Delta \epsilon_B$ で表される。応力 0 の状態から、最大応力がかけられるまでに発生する塑性ひずみに対する、除荷過程で解放される塑性ひずみの割合が BS 値であり、次式で表される。

$$BS = \frac{\Delta \epsilon_B}{\Delta \epsilon_B + \Delta \epsilon_p} \quad (3-1)$$

この式を Fig. 3-11 に示される、測定可能なパラメータのみで書き換えると次式のようにになる。

$$BS = 1 - \frac{2E \cdot \Delta \epsilon_p}{2E \cdot \epsilon_\alpha - 2\sigma_N + E \cdot \Delta \epsilon_p} \quad (3-2)$$

ここで、 ϵ_α はひずみ振幅、 σ_N は N サイクル目の最大応力を表す。E はヤング率であるが、実際の計算には簡単のため 1 サイクル目の見かけのヤング率を用いた。また、本論文では $\Delta \epsilon_p$ を塑性ひずみ振幅あるいは単に塑性ひずみと呼ぶこととするが、一般には $\Delta \epsilon_p / 2$ が塑性ひずみ振幅と呼ばれる。

BS 値は、物理的には、外力によって動いた転位の平均移動距離に対する除荷過程での転位の平均移動距離の割合を意味しており、その値が大きいほど Bauschinger 効果が大

きいことを意味する。

Fig. 3-12にA方位ならびにB方位にて、 $\Delta \varepsilon = 0.3\%$ で疲労変形させた場合の、サイクル数の増加に伴うBS値の変化を示す。両方位ともに 10^2 サイクル目までは、緩やかな上昇を示した。その後もBS値は上昇し続け、A方位では 10^4 サイクルで0.07に達した。これに対してB方位では、急速な上昇を示した後、 10^3 サイクル付近から約0.1もの高い値で一定となった。このことは、転位が、応力0の状態から最大応力がかけられるまでに移動した距離の一割もの距離を、除荷過程でback stressにより押し戻されていることを意味している。Bauschinger効果の評価するパラメータがいくつか提案されているが^[4]、本研究のようにBauschinger効果による転位の運動を定量的に取り扱う場合には、BS値の計算が有効であるといえる。

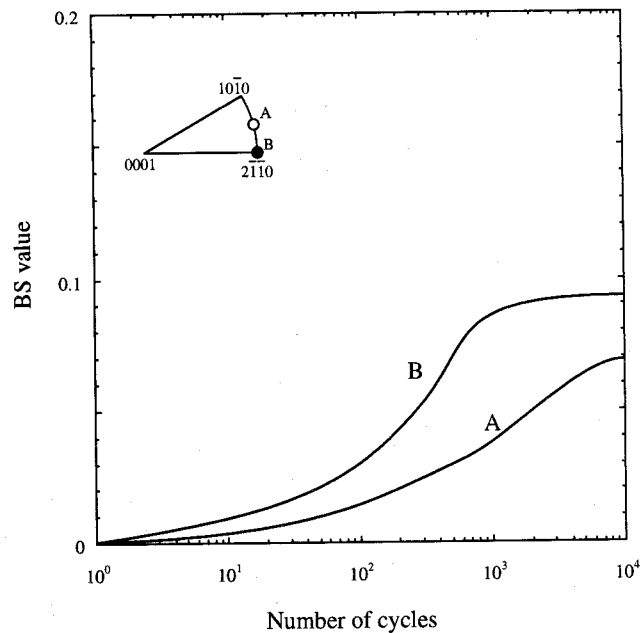


Fig. 3-12 Variation in BS value of specimens A and B cyclically deformed at $\Delta \varepsilon = 0.3\%$ with the number of cycles.

3-3-3 変形微細組織と転位構造

前項までに示した Ti_3Al 単結晶の疲労変形挙動を、転位の挙動に基づいて理解するとともに、 Ti_3Al における疲労損傷の形成について知るために疲労変形後の転位組織を観察した。Fig.3-13 (a)、(b)に、A方位で、それぞれ $\Delta \varepsilon = 0.2\%$ ならびに $\Delta \varepsilon = 0.3\%$ で 10^4 サイクルまで変形した結晶内部の転位組織を示す。いずれの場合も $(1\bar{1}00)[11\bar{2}0]$ 柱面すべり系のみが活動しており、 $[11\bar{2}0]$ に平行なバーガスベクトルをもつ転位のみが観察された。また、その密度は、ひずみ振幅が大きいほど高かった。

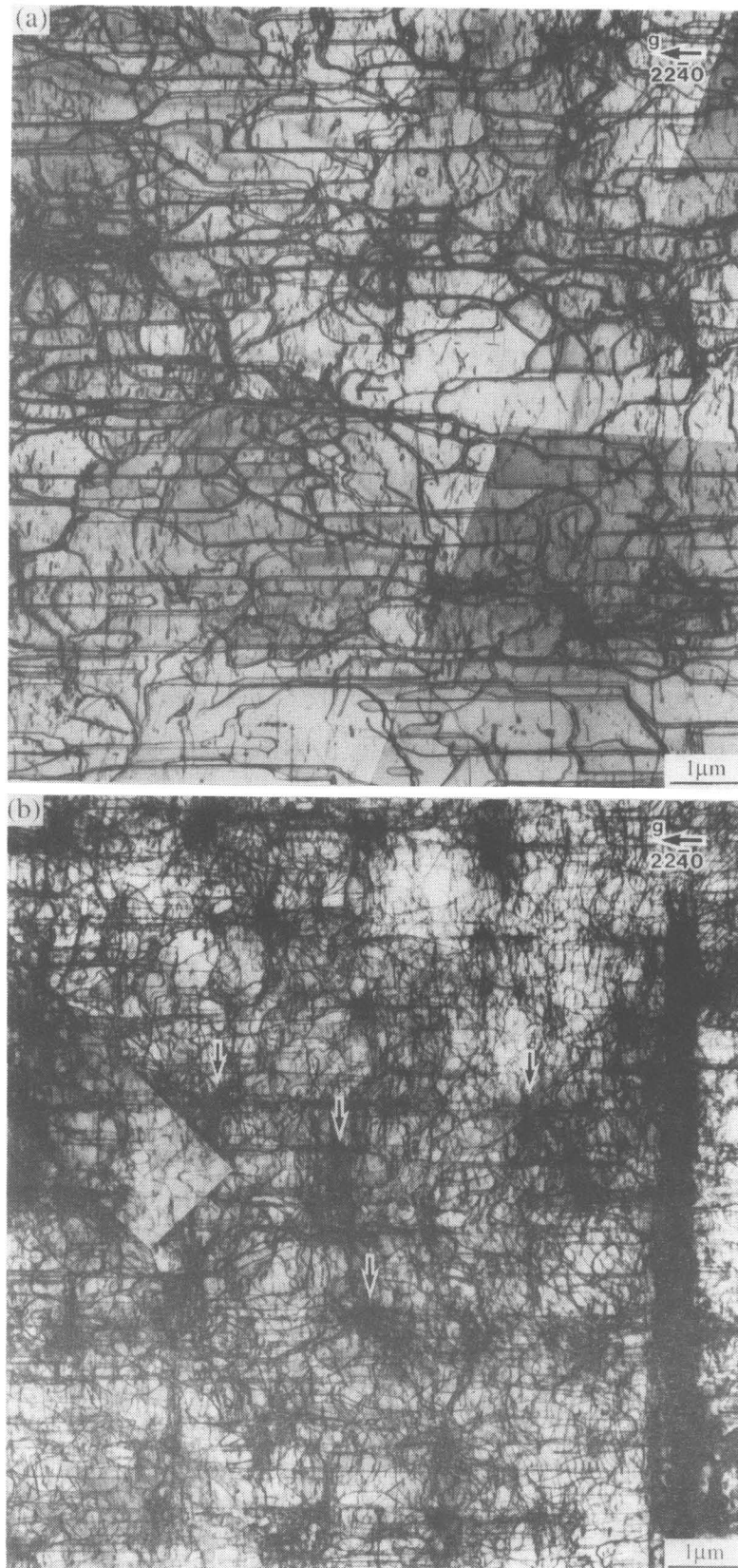


Fig. 3-13 Deformation substructure of specimen A cyclically deformed to 1×10^4 cycles. (a) $\Delta\varepsilon = 0.2\%$, $g = 22\bar{4}0$, $\mathbf{Beam} // [1\bar{1}00]$, (b) $\Delta\varepsilon = 0.3\%$, $g = 22\bar{4}0$, $\mathbf{B} // [1\bar{1}00]$.

$\Delta \varepsilon = 0.2\%$ で変形した場合、 $[11\bar{2}0]$ 方向に平行ならせん転位が多く見られた。同時に多数の短い刃状転位も存在したが、正負の回折ベクトルを用いたコントラスト解析の結果、これらの転位は転位双極子を形成していることが明らかとなった。らせん転位のなかにも、双極子を形成しているものが見られたが、その幅は刃状転位の双極子に比べて大きいことから、転位間に働く引力は弱く、外力によって容易に分離されると考えられる。従って、これらのらせん転位の往復運動が、飽和後の塑性ひずみを担っていると考えられる。また、これらの転位双極子が対消滅することなく安定に存在しているのは、 Ti_3Al において柱面転位は $(1\bar{1}00)$ 柱面上での低いAPBエネルギーに起因して、二本の $1/6\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 超格子部分転位対の幅が大きく、そのため交差すべりや、上昇運動が困難であるためと考えられる [5,6]。

一方、 $\Delta \varepsilon = 0.3\%$ で疲労変形した結晶内部には、Fig.3-13(b)に示されるように、らせん転位とともに刃状転位ならびに混合転位が高密度に存在した。また、矢印で示されるように転位同士が絡み合ってきた、高密度の転位の堆積が観察された。このような高密度の転位の堆積が、 $\Delta \varepsilon = 0.2\%$ の場合よりも飽和応力が大きい原因であると考えられる。

また、いずれのひずみ振幅においても、長く伸びた運動転位以外に $[0001]$ 方向に平行な短い転位双極子が多数形成されていた。Fig.3-14はA方位にて $\Delta \varepsilon = 0.2\%$ で疲労変形した結晶内部の転位双極子をweak beam法を用いて観察したものである。これらの転位双極子は、例えばAやBで示されるように、二本あるいは四本の超格子部分転位から構成されており、その形成機構については次のように考えられる。

前節でも述べたように、転位芯構造のコンピュータシミュレーションの結果によると、 $1/6\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 超格子部分転位の芯構造は柱面上に広がるだけでなく、底面上にも広がる[7]。二元系の Ti_3Al については、転位芯が底面上に広がっていることを証明する実験結果は得られていないが[8,9]、VやMoを添加した Ti_3Al 系単結晶においては、柱面すべり系のCRSSに異方性が認められることから、実際に転位芯は底面上にも広がる[9]とできると考えられる。

この芯構造に起因して、柱面転位は底面へと交差すべりする傾向が強く、運動の途中で部分的に二重交差すべりしてジョグを形成する。このジョグは非保存運動でしか、らせん転位とともに運動することはできないため、らせん転位のピン止めサイトとなり刃状転位双極子形成の起点となる。この二重交差すべりの駆動力としては、底面すべり系へのせん断応力、内部応力ならびに転位間相互作用による力が考えられるが、この方位では、底面すべり系へのせん断応力は0であるため、残りの二つが重要な役割を果たしていると考えられる。また、2-1節で述べたように、 $1/3\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 転位が底面から $\{20\bar{2}3\}$ 面へ交差す

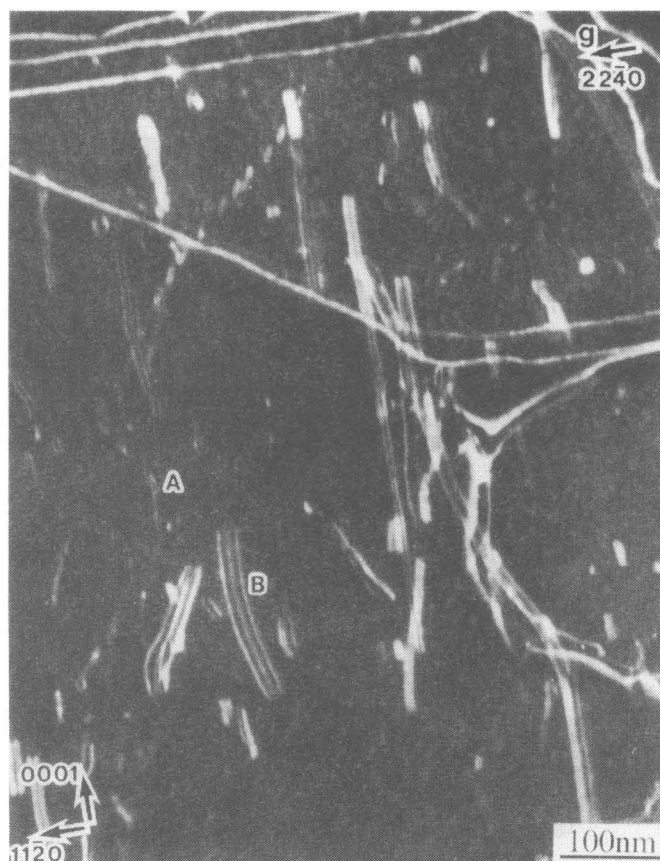


Fig. 3-14 Weak beam image of dislocation dipoles in specimen A cyclically deformed at $\Delta\varepsilon = 0.2\%$ to 1×10^4 cycles with $g = 22\bar{4}0$.

べりする様子が観察されていることや、純Ti中で $1/3\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 転位が $\{10\bar{1}2\}$ 面上を運動することを考えると、これらの錘面上への交差すべりがジョグ形成の原因となっている可能性もある。

さらにFig. 3-14の暗視野像にはAやBで示されるような転位双極子以外に、多数の小さな白点が見られる。これは、ジョグが非保存運動する際に形成される非常に小さな転位双極子であると考えられ、point defect cluster と呼ばれる。同様のclusterが疲労変形した Ni_3Al や NiAl の単結晶中にも観察されており、疲労硬化の原因のひとつと考えられている^[10-12]。

飽和に至った後には、内部組織は殆ど変化を示さなかった。これは、飽和に至るまでに、飽和塑性ひずみを担うのに十分な可動転位が導入されており、その後の変形には新たな転位の増殖を必要とせず、既存の可動転位の往復運動のみによって変形が担われるためと考えられる。

次に、A方位に比べて著しい疲労硬化やBauschinger効果を示したB方位における疲労変形組織について述べる。まず、Fig.3-15に $\Delta \varepsilon = 0.3\%$ で疲労変形させた場合のサイクル数の増加に伴う、 $(01\bar{1}0)$ 表面上のすべり線の変化を示す。

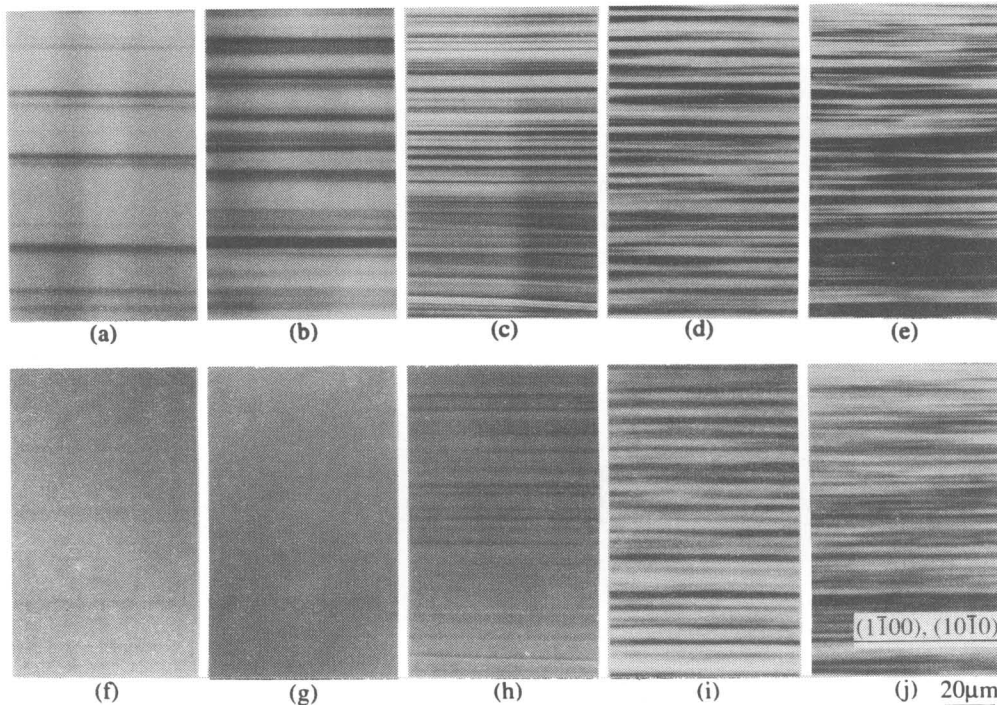


Fig. 3-15 Slip markings on $(01\bar{1}0)$ in specimen B cyclically deformed at $\Delta\varepsilon = 0.3\%$ to various cycles (N). (a)~(e) and (f)~(j) are micrographs with and without Nomarski contrast, respectively. (a) and (f) $N=1$, (b) and (g) $N=10$, (c) and (h) $N=10^2$, (d) and (i) $N=10^3$, (e) and (j) $N=10^4$.

Fig. 3-15(a)~(e)は、起伏の小さいすべり線も鮮明に観察するために、ノマルスキーコントラストを用いて観察したものであり、Fig. 3-15(f)~(j)は、起伏の大きなすべり線のみをとらえるためにノマルスキーコントラストを用いずに観察したものである。いずれの結晶においても、 $(1\bar{1}00)$ 面ならびに $(10\bar{1}0)$ 面のすべり線が観察された。 10^3 サイクルに至るまでは、サイクル数の増加とともにすべり線の分布はより密に、より均一になったが、Fig.3-15 (f)~(h)を見比べてわかるように各すべり線の起伏の大きさは変化しなかった。 10^3 サイクル以降、さらにすべり線が高密度になるとともに、一つ一つの起伏も、ノマルスキーコントラストなしでも明瞭に観察されるほどにまで大きくなった。

すべり線の分布ならびに深さは、転位源の増殖、各転位源からの転位の増殖ならびに表面に抜ける転位の数と密接に関係している。そこで、原子間力顕微鏡を用いてすべり線の間隔と深さを定量的に測定し、交番変形中の転位源ならびに転位の増殖について考えた。

Fig. 3-16に、B方位にて $\Delta \epsilon = 0.3\%$ で疲労変形させた場合の、サイクル数の増加に伴う、表面起伏の平均深さならびに間隔の変化を示す。ここで、表面プロファイルは(01 $\bar{1}$ 0)表面上で、すべり線に垂直な $[2\bar{1}\bar{1}0]$ 方向に沿って測定し、10nm以上の起伏のみをすべりによる起伏として取り扱った。

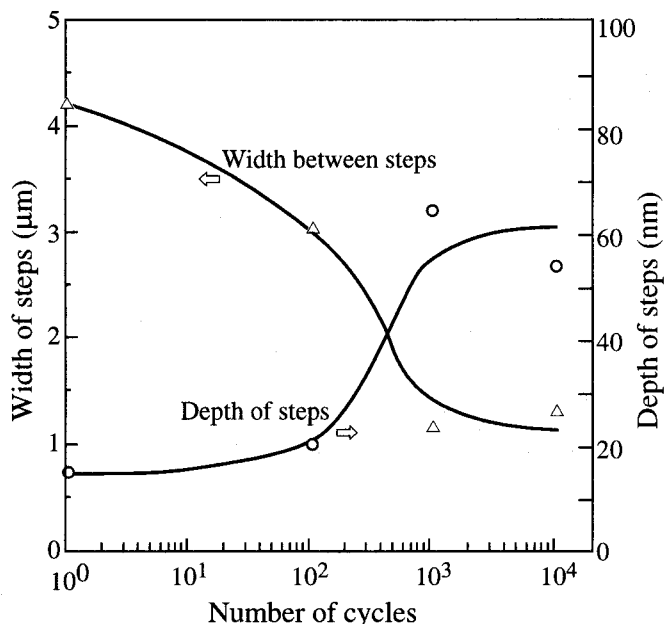


Fig. 3-16 Variation in the mean depth of steps and the spacing (width) between troughs in specimen B cyclically deformed at $\Delta \epsilon = 0.3\%$ as a function of number of cycles.

平均深さは 10^2 サイクルまで殆ど変化しないのに対し、平均間隔は変形初期から徐々に減少した。これは、各転位は一定量の転位を増殖すると、堆積した転位からの斥力により、同一面上に転位を増殖し続けることができなくなるため、別の転位源が活動することを意味している。 10^2 サイクル以上では、隣接するすべり面上の転位からの弾性相互作用により、新たに転位源を増殖することは困難となるため、それまでに存在していた転位源からの転位の増殖が再び始まり、平均深さが急速に増大する。飽和に至る 10^3 サイクル以降は、すべり線の間隔、深さともに殆ど変化しなかった。これは飽和後の塑性ひずみは、それまでに導入された可動転位の往復運動によって担われているためである。

Fig.3-17に、B方位で $\Delta \epsilon = 0.3\%$ にて応力振幅が十分に飽和する 10^4 サイクルまで変形した結晶内部の転位組織を示す。

$[0001]$ 方向に配列した高密度の転位からなる束状の組織が存在し、束と束との間には $[11\bar{2}0]$ 方向に平行な転位が均一に分布しているとともに、A方位と同様に短い転位双極子が多数存在した。Fig.3-18に示すコントラスト解析の結果、殆どの転位は $1/3[11\bar{2}0]$

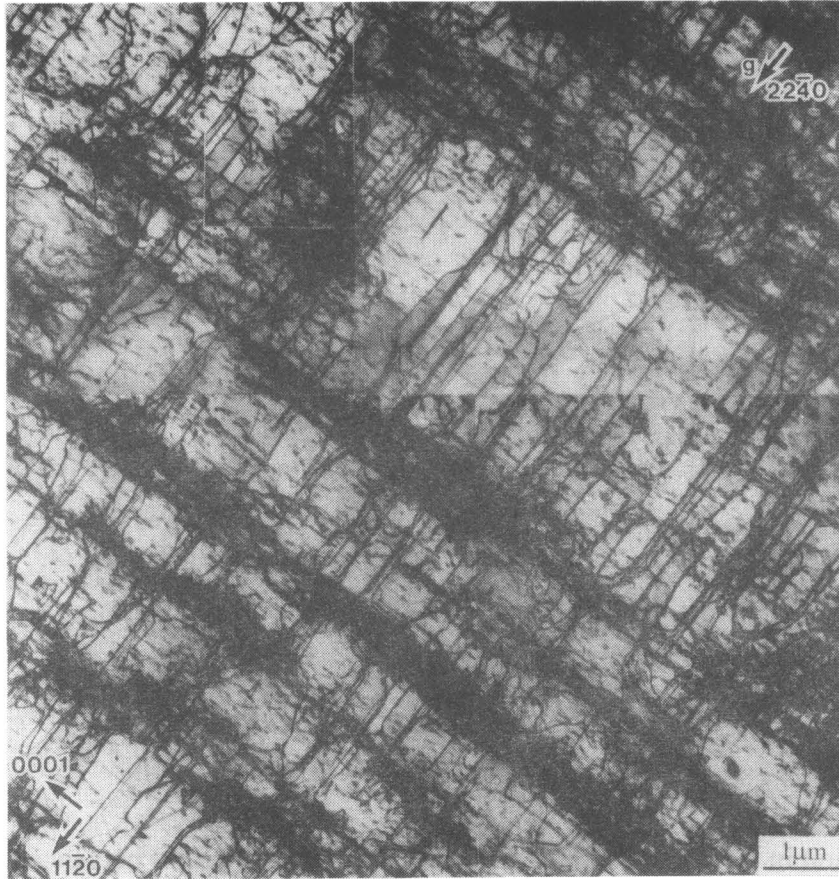


Fig. 3-17 Deformation substructure of specimen B cyclically deformed at $\Delta\varepsilon = 0.3\%$ to 1×10^4 cycles. $g = 2\bar{2}40$, Beam//[1 $\bar{1}$ 00].

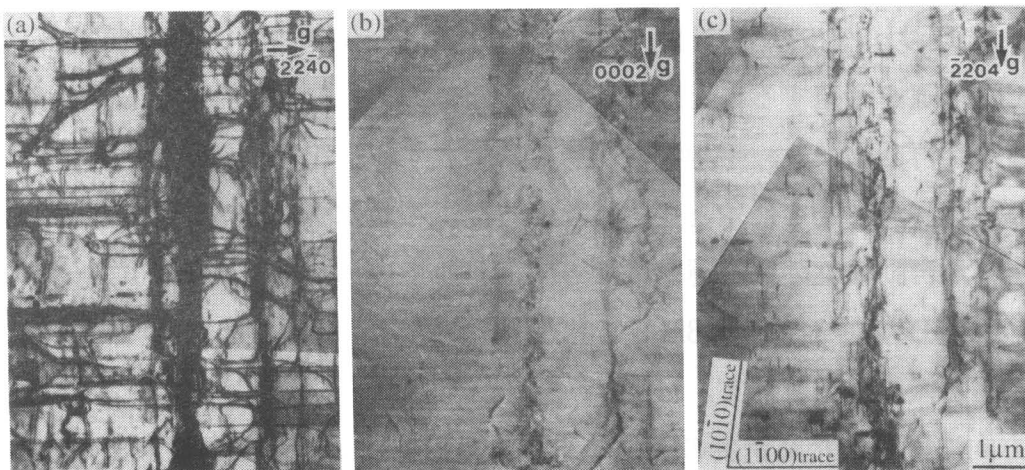


Fig. 3-18 Electron micrographs of dislocations in specimen B cyclically deformed at $\Delta\varepsilon = 0.3\%$ to 1×10^4 cycles. (a) $g = 2240$, (b) $g = 0002$, (c) $g = \bar{2}204$.

転位であり、 $(1\bar{1}00)$ 面上でAPBを挟んで分解した超格子部分転位対として存在していた。また、転位の束は、異なるすべり系に属する二種類の $1/3\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 転位の双極子あるいは多重極子で構成されていた。その一例を、Fig.3-18(c)に示す。ここで、回折ベクトルは $g=2\bar{2}04$ であり、膜面に平行な $(1\bar{1}00)$ 面上の $1/3[11\bar{2}0]$ 転位の像は消滅しており、 60° 傾いた $(10\bar{1}0)$ 面上の $1/3[1\bar{2}10]$ 転位のみが見られる。

このような束状組織の形成は、これまで他の金属や金属間化合物には認められていないことから、この結晶特有の疲労組織といえる。そこでこの組織を新たに、飽和束状組織 (saturated bundled structure=SBS) と名付けた。Fig.3-19は、B方位で $\Delta\varepsilon=0.2\%$ ならびに 0.3% にて疲労変形した Ti_3Al 単結晶中に形成されるSBSを、すべり面に垂直な (0001) 面ならびにすべり面である $(10\bar{1}0)$ 面に平行な薄膜を用いて観察したものである。

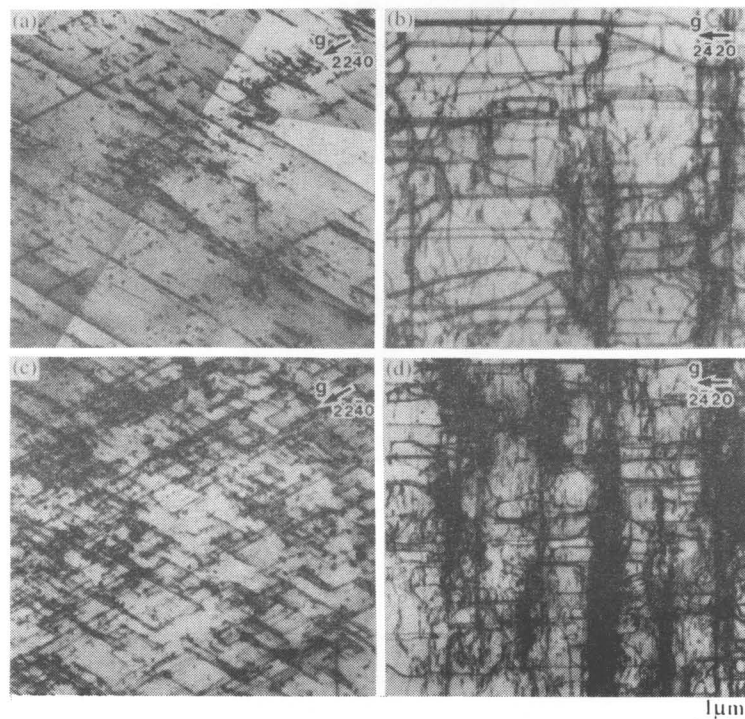


Fig. 3-19 Deformation substructure of specimen B cyclically deformed to 1×10^4 cycles. (a) $\Delta\varepsilon = 0.2\%$, $g = 22\bar{4}0$, (0001) foil, (b) $\Delta\varepsilon = 0.2\%$, $g = 2\bar{4}20$, $(10\bar{1}0)$ foil, (c) $\Delta\varepsilon = 0.3\%$, $g = 22\bar{4}0$, (0001) foil, (d) $\Delta\varepsilon = 0.3\%$, $g = 2\bar{4}20$, $(10\bar{1}0)$ foil.

いずれの結晶にも束状組織が形成されていたが、そのサイズおよび分布は異なった。ひずみ振幅の増大に伴って、束の太さは大きくなり、束と束の間隔は小さくなった。また、Fig. 3-20に示すように、 $(10\bar{1}0)$ 面上の $1/3[1\bar{2}10]$ 転位と $(1\bar{1}00)$ 面上の $1/3[11\bar{2}0]$ 転位が反応して $(01\bar{1}0)$ 面上に $1/3[\bar{2}110]$ 転位が形成されている様子がしばしば見られた。こ

のような転位の反応が微小亀裂形成に繋がる可能性が考えられるが、この組織の周囲で、バックグラウンドの濃さに違いは見られないことから方位差はなく、従って大きなひずみ場もないことから、この組織そのものが微小亀裂形成につながるとは考えにくい。しかしながらこれは、この組織中においては異符号の転位がほぼ同じ割合で混在しているためであり、変形が非可逆的となる表面近傍においてこのような反応が起こる場合には、同符号 $1/3[\bar{2}110]$ 転位が集積して大きなひずみ場を形成し亀裂形成の原因となると考えられる。

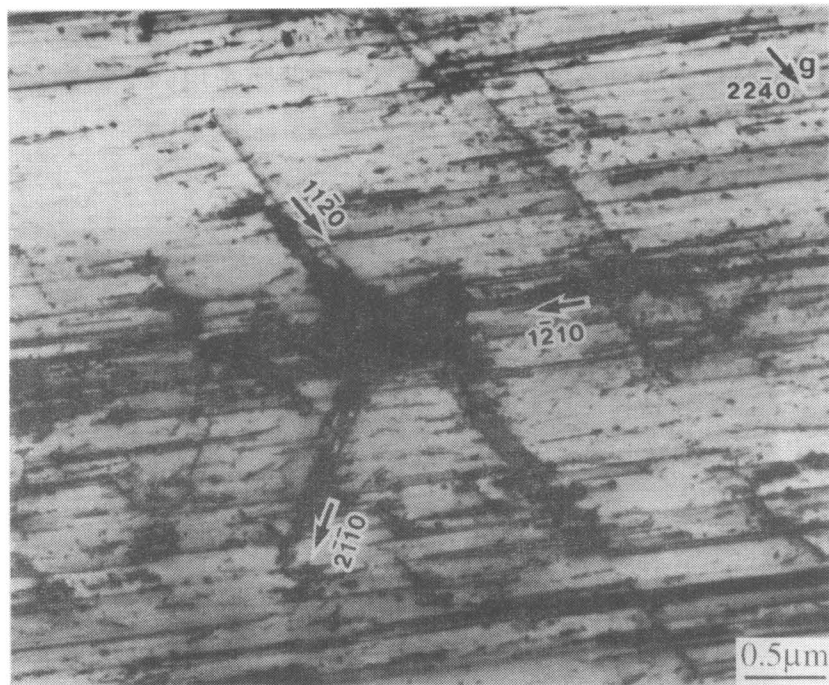


Fig. 3-20 Dislocations in specimen B cyclically deformed at $\Delta\varepsilon = 0.3\%$ to 1×10^4 cycles. $g = 22\bar{4}0$, (0001) foil.

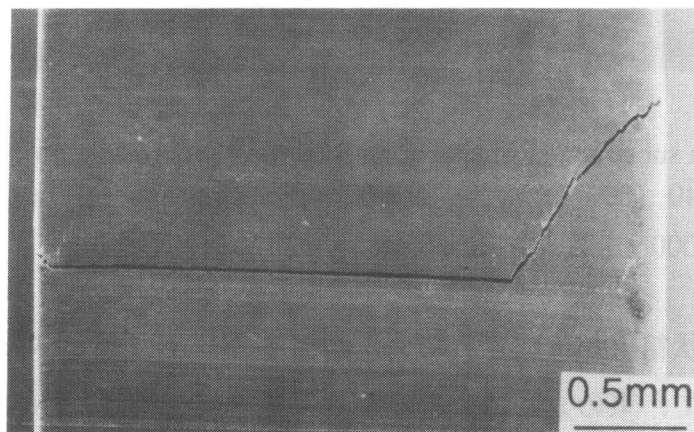


Fig. 3-21 Crack on $(01\bar{1}0)$ surface of specimen B cyclically deformed at $\Delta\varepsilon = 0.4\%$ and fractured at $N=2849$.

実際、 $\Delta \varepsilon = 0.4\%$ で疲労変形した場合には、Fig.3-21に示されるように、 $(10\bar{1}0)$ 面と $(1\bar{1}00)$ 面の交線である $[0001]$ 方向に沿った亀裂が形成され、2849サイクルで破断した。

3-3-4 飽和束状組織 (SBS) の形成とその役割

前項に示したように、柱面すべり系が二つ同時に活動する場合には、この結晶に特有の飽和束状組織 (SBS) が形成された。このSBSの形成が、その後の転位運動に強く影響し、顕著な疲労硬化やBauschinger効果の原因となっているものと考えられる。そこで本研究では、前項までの実験結果と、他の金属で調べられている疲労変形組織と疲労変形挙動との関係とを比較しつつ、SBSの疲労変形挙動に対する役割ならびにその形成機構について考察する。

一般にCu、Ni^[13]およびAl^[14]等の、比較的積層欠陥エネルギーの高いfcc金属単結晶を、単一すべりが活動する方位で疲労変形させた場合、サイクル数の増大にともない転位密度は上昇する。 10^{-4} 以下の比較的小さなせん断塑性ひずみ振幅で疲労変形した場合、飽和時には、高密度の刃状転位が集積した $1\mu\text{m}$ 程度の大きさをもつ領域 (vein) と、転位密度が低く可動転位が容易に運動し得る幅約 $1\mu\text{m}$ の領域 (channel) とが形成される。そして、飽和後の塑性ひずみの殆どは、channel内の転位の往復運動によって担われる。 $10^{-4} \sim 5 \times 10^{-3}$ 程度のせん断塑性ひずみ振幅では、ladder構造と呼ばれる転位組織が形成される。これは、バーガースベクトルに垂直な、幅約 $0.1\mu\text{m}$ のwallと呼ばれる転位の集積と、それを挟む幅約 $1\mu\text{m}$ のchannelからなっており、channel内での転位の運動によって大きな塑性ひずみが担われ、PSBの本質となっている。さらに、 5×10^{-3} 以上のせん断塑性ひずみ振幅においては、wallが三次元的に連続に分布したセル組織が形成される。これらの疲労組織の中でも、形成されるひずみ振幅範囲は異なるが、約 $1\mu\text{m}$ の刃状転位の束とchannelとから成るという点で、SBSと似ているveinの形成機構と比較して、SBSの形成機構について考える。

fcc金属においてveinは単一すべりの場合にのみ形成され、二重すべりや多重すべりの起こる場合には、ラビリンス組織やセル組織などの別の疲労組織が形成される^[15,16]。これに対し、Ti₃AlにおいてSBSは単一すべりでは形成されず、二重すべりの場合にのみ形成される。この違いはそもそもveinとSBSの形成機構が異なることに起因する。

fcc金属におけるveinは、Fig.3-22(a)に示されるように、らせん転位の部分的な二重交差すべりによってジョグが形成された後、ジョグにピン止めされながららせん転位が運動し続けた後に形成される刃状双極子 (debrisやloop patchと呼ばれる) が凝集したものである。debrisが凝集する原因については、Neumannによって、debrisが均一に分散し

て存在するよりも、一定の周期で凝集して存在した方が、系全体の弾性エネルギーが低下するため、と説明されている^[17]。そして、二重すべりや多重すべりとなる場合には、バーガスベクトルの異なる二種類以上の転位が三次元的なより安定な配置をとり、ラビリンス組織やセル組織が形成される。

一方、SBSは二重すべりの場合にのみ形成され、SBSを構成する刃状転位束は、バーガスベクトルの異なる二種類の転位双極子から構成されていた。その形成のメカニズムは次のように考えられる。

(10 $\bar{1}$ 0)[1 $\bar{2}$ 10]ならびに(1 $\bar{1}$ 00)[11 $\bar{2}$ 0]の二種類の柱面すべり系が同時に活動する場合、Fig.3-23に示すように、異なる面上を運動する、異なるバーガスベクトルをもつらせん転位同士が切り合いを起こす。交番変形によって切り合いが繰り返されると、多数のsuper jogが形成される。そのsuper jogは非保存運動でしか運動できず、室温においては殆ど運動しないため、らせん転位が運動を続ける際には、Fig. 3-22 (b)に示されるようにsuper jogにピン止めされ、刃状転位双極子が形成される。このような刃状転位双極子が局所的に集中して刃状転位束が形成され、SBSとなると考えられる。このようにしてSBSが形成された後は、Fig.3-24の模式図で示されるように、二種類の転位はそれぞれ束と束の間の別々の領域を往復運動することでひずみを担うため、それ以上転位同士の切り合いは起こらず、硬化は停滞し飽和に至ると考えられる。

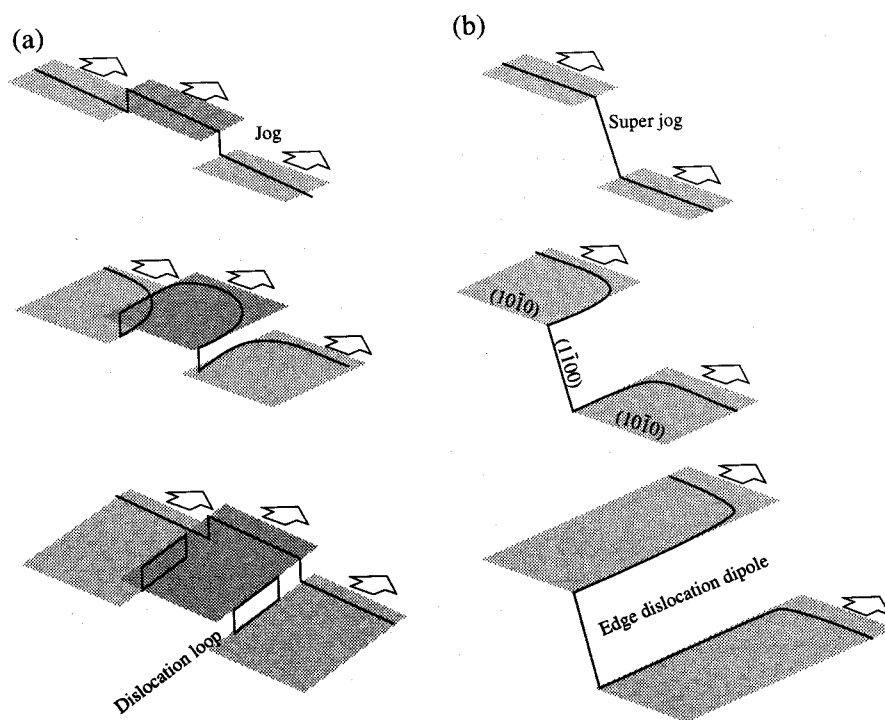


Fig. 3-22 Schematic drawing of the formation processes of edge dipoles. (a) dislocation debris, (b) edge dislocation dipole.

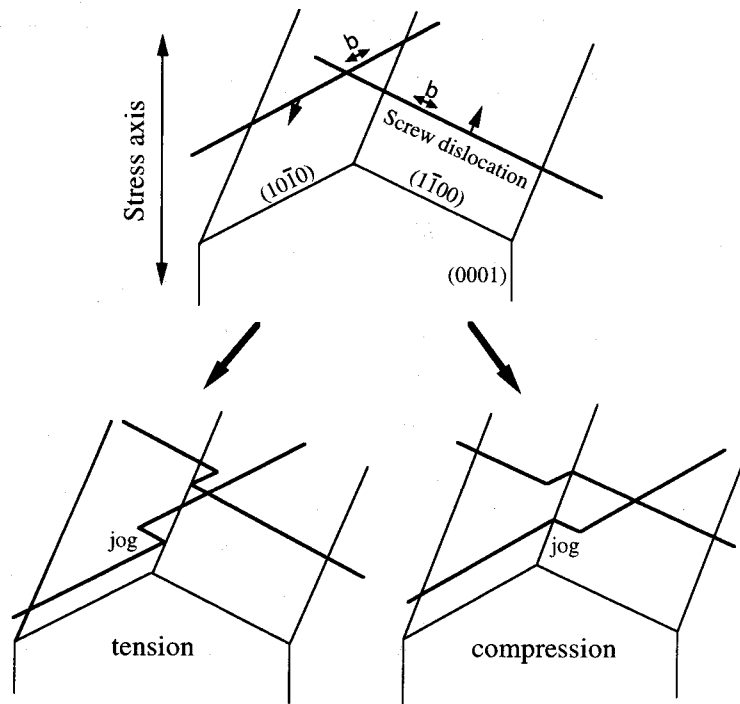


Fig. 3-23 Schematic illustration of process of cutting and jog formation between screw dislocations of different prism planes.

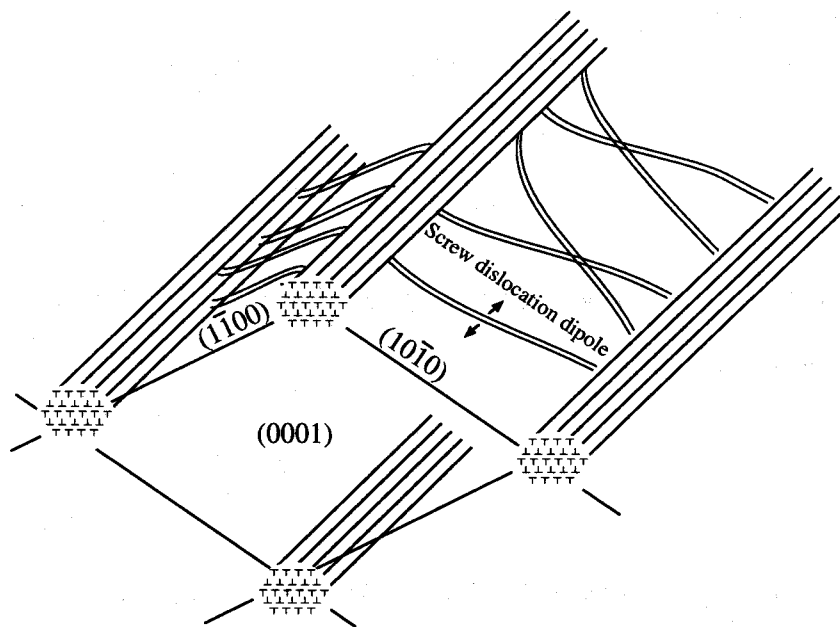


Fig. 3-24 Schematic illustration of saturated bundle structure (SBS).

この考えに基づいて、SBS形成後の結晶内部をFig.3-25の模式図に示すように、3種類の領域に分類した。黒い領域は、高密度の転位双極子あるいは多重極子で構成される転位の束であり、この内部の転位は不動化している。束と束の間の灰色の領域は多数の可動転

位が運動する領域である。この領域の可動転位密度を ρ_x とする。白の領域では、可動転位密度が、灰色の領域に比べて無視できるほど小さいとする。

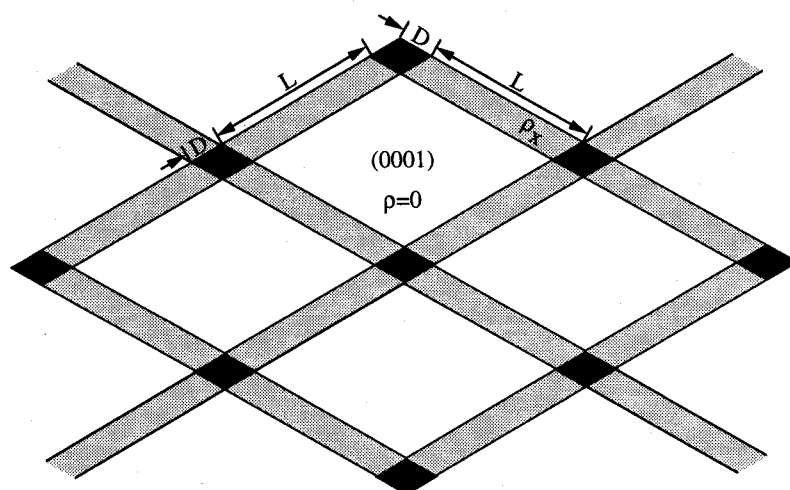


Fig. 3-25 Schematic drawing of saturated bundled structure (SBS).

これらの領域の大きさは、塑性ひずみ振幅と直接関係すると考えられる。そこで、実際にFig.3-19の写真より各領域の大きさを測定し、塑性ひずみ振幅の大きさに関連づけることで、上記のモデルの妥当性を検証する。

飽和時に半サイクルで導入されるせん断塑性ひずみの大きさは次式で表される。

$$k(\Delta\varepsilon_p + 2\Delta\varepsilon_B) = \rho \cdot s \cdot b \quad (3-3)$$

先述のように、Fig.3-25で示した灰色の部分での転位運動によってのみ塑性ひずみが担われていると仮定すると、

$$\rho = \frac{2LD}{(L+D)^2} \cdot \rho_x \quad (3-4)$$

ここで ρ は飽和段階での結晶全体の平均可動転位密度、 k は荷重軸に依存する定数で、せん断ひずみを決定する。 s は可動転位の平均自由行程、 b は転位のバーガスベクトルの大きさを表す。(3-3)式と(3-4)式から、 ρ を消去すると、SBSのサイズと塑性ひずみの関係を表す次式が得られる。

$$\frac{LD}{(L+D)^2} = K \cdot (\Delta\varepsilon_p + 2\Delta\varepsilon_B) \quad (3-5)$$

$$K = \frac{k}{2\rho_x \cdot s \cdot b} \quad (3-6)$$

ρ_x 及び s が、飽和時の塑性ひずみ振幅に対して独立であると考えると、 K は一定となり $LD/(L+D)^2$ と $\Delta \varepsilon_p + 2\Delta \varepsilon_B$ は比例する。

本研究で実測された各パラメータをTable 3-2に示す。Fig.3-26は $\Delta \varepsilon_p + 2\Delta \varepsilon_B$ に対して、 $LD/(L+D)^2$ をプロットしたものである。データ点は、原点を通る直線上に載っており、両者は比例関係にあった。これは、塑性ひずみが灰色の部分での転位運動によって担われるという仮定が正しかったことを意味しており、飽和時の塑性ひずみが、束と束の間のchannel内での転位の往復運動によってのみ担われているという上記のモデルは妥当であるといえる。

$\Delta \varepsilon$ (%)	$\Delta \varepsilon_p + 2 \Delta \varepsilon_B$ (%)	L(μ m)	D(μ m)
0.2	0.14	3.08	0.22
0.3	0.27	1.34	0.32

Table 3-2 Parameters measured from specimen B cyclically deformed to 1×10^4 cycles.

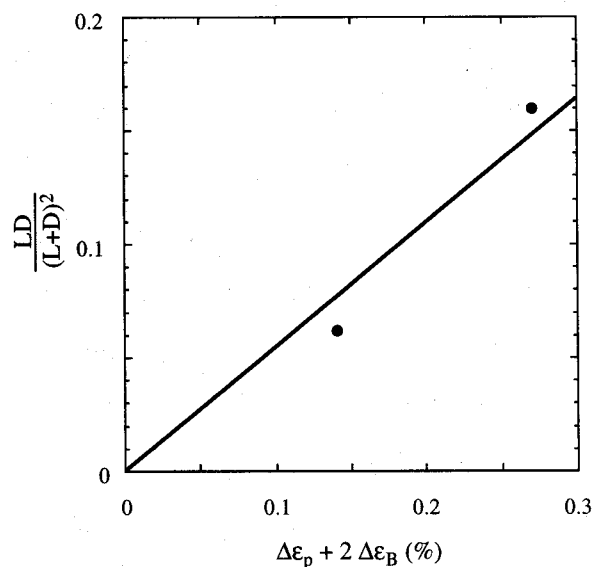


Fig. 3-26 Relation between $LD/(L+D)^2$ and $\Delta \varepsilon_p + 2\Delta \varepsilon_B$ in specimen B cyclically deformed to 1×10^4 cycles.

3-3-5 飽和束状組織 (SBS) の安定性と変形履歴の影響

前項においてSBSを構成する刃状転位束や可動転位の分布と、飽和時の塑性ひずみとの間には(3-5)式で表される関係式が成り立つことが示された。この関係の変形履歴に対する不変性を調べると同時に、SBSの安定性の支配因子を明らかにするために、変形応力が飽和に至りSBSが形成された後に、ひずみ振幅を急変し、その後の変形挙動ならびに内部組織の変化を調べた。

(交番変形挙動)

Fig.3-27(a)および(b)に、B方位にてそれぞれ $\Delta \varepsilon = 0.2\%$ ならびに $\Delta \varepsilon = 0.3\%$ で十分飽和する 10^4 サイクルまで疲労変形した後、それぞれ $\Delta \varepsilon = 0.3\%$ ならびに $\Delta \varepsilon = 0.2\%$ へとひずみ振幅を急変した際の、サイクル数の増加に伴う応力・ひずみヒステリシスループの変化を示す。なお、点線で示されるループはひずみ振幅急変直前のループである。また、制御装置の都合上、ひずみ振幅変更には約10サイクルを要し、その間ひずみ振幅は1サイクル毎に変化するが、その際のヒステリシスループは載せていない。ひずみ振幅急変前にはいずれの場合にも、点線矢印で示されるように、強いBauschinger効果に起因する変曲点が見られる。しかしながら、この変曲点は、ひずみ振幅急変直後(N=10)のヒステリシスループには見られなくなった。これは、Bauschinger効果が現れやすい転位の平均自由行程と転位配置との関係が、もともとのひずみ振幅に対して成立していたものが、ひずみ振幅の急変によって崩れたためと考えられる。さらに変形を続けると、ひずみ振幅急変後 2×10^4 サイクル目のループに見られるように、再び変曲点が見られた。これは新たにBauschinger効果が現れやすい転位配列が形成されたことを示唆している。

ひずみ振幅を上げた場合と下げた場合とで、ヒステリシスループにはそれぞれ異なった変化が見られた。ひずみ振幅を上げた場合には、矢印で示されるような二次の降伏点が見られた。この二次の降伏点はサイクル数の増大とともに高ひずみ側へと移動し、約40サイクルで消滅した。ひずみ振幅を上げた場合、より大きな塑性ひずみを担うために、可動転位密度や転位の平均自由行程の増加が必要となる。そのため、飽和段階で形成された転位組織の崩壊や新たな可動転位の増殖が起こり、これらが二次の降伏を引き起こす。そして可動転位密度と転位の平均自由行程の増加に伴い、二次の降伏点は高ひずみ側に移動するものと考えられる。

一方、ひずみ振幅を0.3%から0.2%に下げた場合、ループは単純に小さくなるとともに、変曲点は消滅した。これは、ひずみ振幅の減少にともない、塑性ひずみを担うのに必要な可動転位の密度や平均自由行程は減少し、一部の可動転位はもはや運動しなくなり、また、

刃状転位の束の間を運動する転位も、束からのback stressに抗して運動する必要がなくなるためと考えられる。しかしながら、その後の交番変形により、再び変曲点が現れることから、可動転位がback stressを受け易くなる方向へ、転位が再配列していると考えられる。

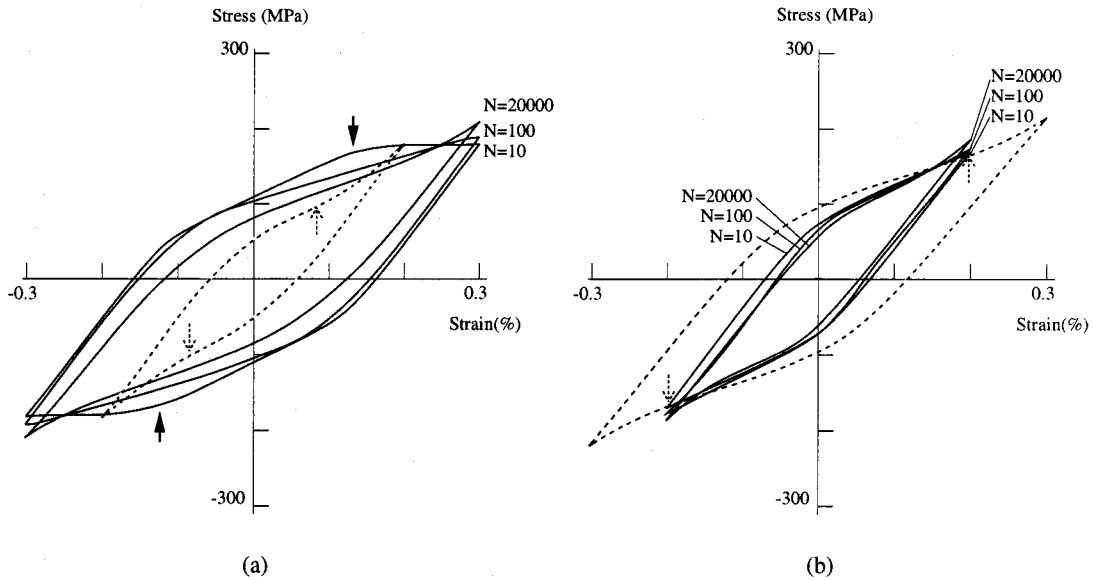


Fig. 3-27 Variation in stress-strain hysteresis loops of Ti_3Al single crystals. The broken lines show initially fatigued specimens at $\Delta\epsilon = 0.2\%$ and 0.3% for 1×10^4 cycles. N is the additional number of cycles after changing $\Delta\epsilon$. (a) $\Delta\epsilon$ changed from 0.2% to 0.3% , (b) $\Delta\epsilon$ changed from 0.3% to 0.2% .

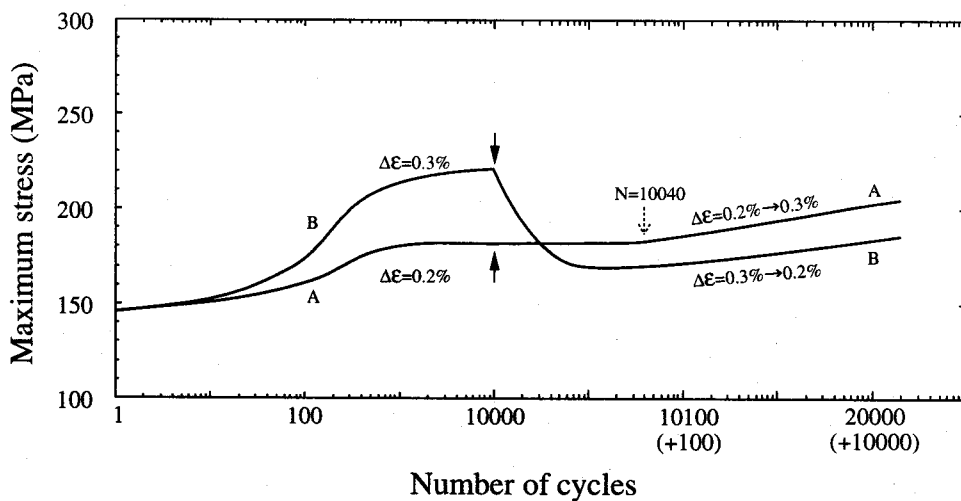


Fig. 3-28 Variation in the maximum stress amplitude in the hysteresis loops of specimens A and B with the number of cycles. $\Delta\epsilon$ for specimen A changed from 0.3% to 0.2% after 1×10^4 cycles, while $\Delta\epsilon$ for specimen B changed from 0.2% to 0.3% after 1×10^4 cycles. $\Delta\epsilon$ changed at the cycle indicated by an arrow.

Fig. 3-28にサイクル数の増大に伴う最大応力の変化を示す。矢印はひずみ振幅変更を開始した点を示し、その後約10サイクルで、ひずみ振幅変更は完了する。

ひずみ振幅を0.2%から0.3%に上げた場合には、40サイクルまで最大応力は殆ど変化しなかった。この段階では、応力・ひずみヒステリシスループには二次の降伏点が見られることとも考え合わせると、ひずみ振幅を上げる前に運動していた転位が、束からのback stressに抗して、より長距離運動するよりもむしろ、新たに導入された転位が比較的容易に運動することで、硬化することなく、より大きな塑性ひずみが担われていると考えられる。その後、応力は緩やかな上昇を続け、 2×10^4 サイクル変形しても飽和には至らなかった。

一方、ひずみ振幅を0.3%から0.2%に下げた場合、最大応力は急速に低下し、もともと $\Delta \epsilon = 0.2\%$ で変形した際の飽和応力よりも小さな値を示した。これはひずみ振幅急変前の $\Delta \epsilon = 0.3\%$ での交番変形によって、 $\Delta \epsilon = 0.2\%$ での塑性ひずみを担うのには過剰な可動転位が導入されているため、各転位は束からのback stressに抗して長距離運動する必要がなく、また、より低い転位の運動速度で、すなわち小さい変形抵抗で、それまでと同じひずみ速度を維持することができるためと考えられる。その後、応力は緩やかな上昇を続け、ひずみ振幅を上げた場合と同様、 2×10^4 サイクル後も飽和には至らなかった。

Fig.3-29にサイクル数とBS値の関係を示す。いずれのひずみ振幅においても、 10^4 サイクルまでにひずみ振幅に依存した一定値で飽和している。ひずみ振幅を0.2%から0.3%に上げた場合、BS値は急速に低下した。これは、ひずみ振幅を大きくすることで、それまで運動転位に効果的にback stressを働かせていた転位組織が崩壊すること、あるいは新しく導入された運動転位がback stressを受けずに運動すること、または、その両方に起因すると考えられる。その後、BS値は再び上昇した。これは、新たなひずみ振幅でBauschinger効果が現れ易くなる方向へ、転位が再配列していることを示唆している。

一方、ひずみ振幅を0.3%から0.2%に下げた場合、BS値はわずかに低下するにとどまったことから、可動転位は、ひずみ振幅急変前と同様にback stressを受けながら運動していることが示唆される。また、ひずみ振幅急変後 2×10^4 サイクル目には、0.2もの値に達し、各転位は、負荷応力によって移動した距離の20%もの距離をback stressによって押し戻されるほどBauschinger効果が顕著となる。これは、Fig.3-27のヒステリシスループに再び変曲点が現れることや、Fig.3-28の最大応力の上昇とも一致する。

ひずみ振幅を上げたときも下げたときも、急変後 2×10^4 サイクル変形しても最大応力、BS値ともに飽和には至らなかった。これは初期のひずみ振幅での飽和段階で形成された転位組織が、その後の異なる変形条件に対して最適な転位組織の形成を阻害している、つ

まり、疲労変形組織の形成が、変形の履歴の影響を強く受けることを意味している。

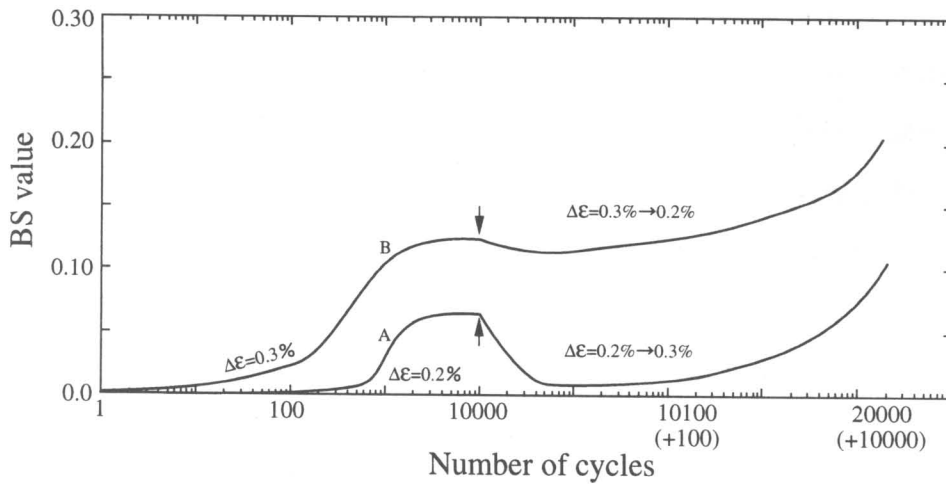


Fig. 3-29 Change in BS value for specimens A and B as a function of number of cycles. The change in $\Delta\epsilon$ corresponds to that in Fig. 3-28.

(変形微細組織)

Fig.3-30(a)にひずみ振幅を0.2%から0.3%に急変後、15サイクル目の転位組織を示す。 $\Delta\epsilon=0.2\%$ での飽和時に形成された束と束の間に、矢印で示されるように新たに転位の集合体が形成されている。これらの転位の集合体は、ひずみ振幅の急変に伴って、新たに増殖された転位によって形成されたものと考えられる。しかしながら、Fig. 3-30(b)に示す

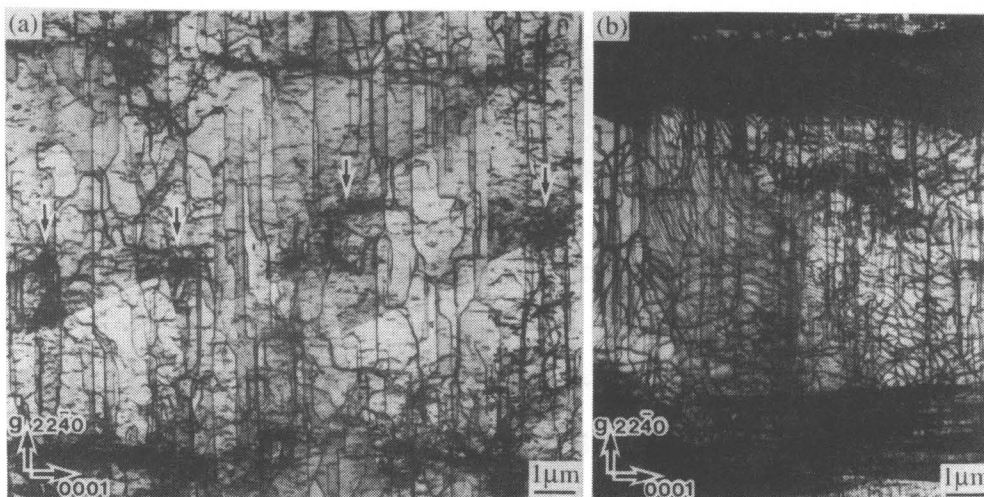


Fig. 3-30 Deformation substructure in Ti_3Al single crystals fatigued. (a) at $\Delta\epsilon=0.3\%$ for $N=15$ after at $\Delta\epsilon=0.2\%$ for $N=1 \times 10^4$, $Beam // [1\bar{1}00]$, $g = 22\bar{4}0$, (b) at $\Delta\epsilon=0.3\%$ for $N=2 \times 10^4$ after at $\Delta\epsilon=0.2\%$ for $N=2 \times 10^4$, $B // [1\bar{1}00]$, $g = 22\bar{4}0$.

ように、その後 2×10^4 サイクル変形を加えた場合には、束と束の間隔はひずみ振幅急変前と殆ど変わらず、束の太さだけが大きくなっていることから、新しくできた転位の集合体は、新しい転位束には成長しないと考えられる。

また、このような太い束の形成は、異なるすべり面上を運動する二種類の $1/3\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 転位同士の反応を促進し、Fig.3-20に示したのと同様の、亀裂形成と関係すると思われる転位組織が頻繁に観察された。このことは疲労寿命がひずみ振幅や応力振幅のみならず、変形の履歴にも強く依存することを示唆している。

Fig.3-31に $\Delta \varepsilon = 0.3\%$ で 10^4 サイクルまで変形後、 $\Delta \varepsilon = 0.2\%$ で 2×10^4 サイクル変形した結晶の内部組織を示す。ひずみ振幅を下げた後の交番変形によって、SBSを構成していた転位の再配列が起こり、矢印で示されるように束の一部が崩壊していた。このことから、SBSを構成していた転位の束は、内部応力と負荷応力との均衡のもとに安定に存在していたものであり、負荷応力の変化にともない不安定化することが明らかとなった。これは、SBSを構成する転位の束が、Cu、Ni^[13]等で見られるPSBやセル組織の wall のように転位が三次元的に高密度に集合して安定化したものではなく、転位が平面的に寄せ集められて形成されたものであるためと考えられる。さらに、そのことは柱面の低いAPBエネルギーに起因して柱面転位が平面的な転位芯構造をもつことに起因すると考えられる^[18-20]。

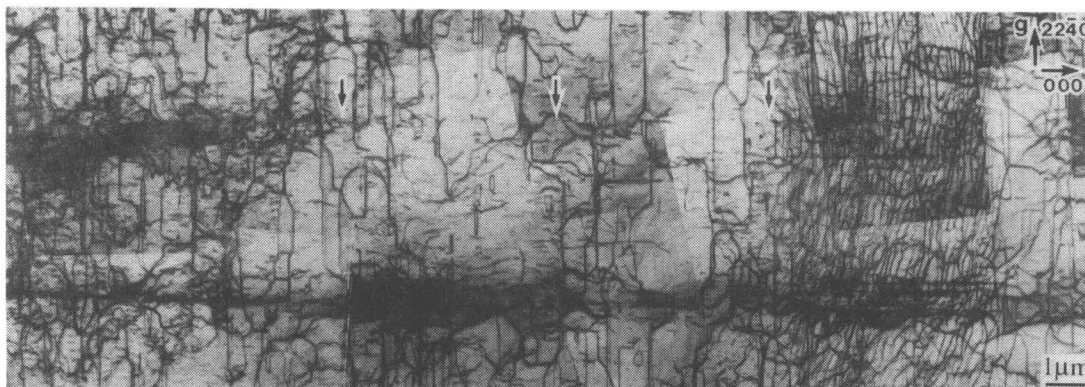


Fig. 3-31 Deformation substructure in the specimen fatigued at $\Delta \varepsilon = 0.2\%$ for $N = 2 \times 10^4$ after at $\Delta \varepsilon = 0.3\%$ for $N = 1 \times 10^4$. Beam $\parallel [1\bar{1}00]$, $g = 22\bar{4}0$.

さて、前節において、SBSのサイズや分布は飽和時の塑性ひずみ振幅との間に(3-5)式で表される関係をもつことを示した。しかしながら、本実験のように飽和後にひずみ振幅を変化させて変形を続けた場合、もともとそのひずみ振幅で変形した場合とは異なった転位組織が形成された。この場合にも(3-5)式が成り立つのかどうかを調べてみた。その結果をFig.3-32に、前節の結果とも合わせて示す。

ひずみ振幅を上げた場合も下げた場合も、データ点は前節で示した直線には載らず、 $LD/(L+D)^2$ の大きい側へと変位していた。これは(3-5)式においてKの値が大きくなったことを意味する。K値が大きくなる要因としては(3-6)式に含まれるパラメーターのうち、バーガースベクトルの大きさ (b) は一定であり、可動転位密度 (ρ_x) は減少しないことから、平均自由行程 (s) の低下がその原因と考えられる。これは、急変後のひずみ振幅を転位が担うのに最適な転位配列が形成されておらず、可動転位は大きな抵抗を受けながらの運動を強いられるためと考えられる。

多くの面欠陥エネルギーの高い金属においては、疲労組織は変形の履歴に依らず、最終的な飽和時の変形条件にのみによって決定される^[21]。これに対し、本研究で明らかとなったように、 Ti_3Al において疲労組織が変形の履歴の影響を強く受けることは、柱面転位が低いAPBエネルギーに起因して大きく分解し、すべり面に拘束されているため、転位の再配列が困難であるからと考えられる。これが、ひずみ振幅急変後 2×10^4 サイクル変形しても飽和に至らない原因でもあると考えられる。

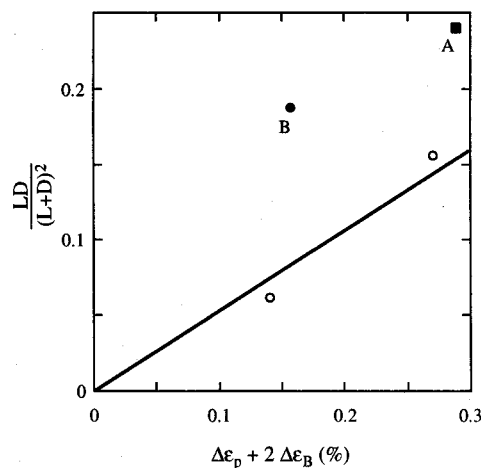


Fig. 3-32 Relation between $LD/(L+D)^2$ and $\Delta\epsilon_p + 2\Delta\epsilon_B$ for fatigued Ti_3Al single crystals. Open circles show the data for the specimens fatigued at $\Delta\epsilon = 0.2\%$ and 0.3% . Full circle and square represent the data for the specimens fatigued at $\Delta\epsilon = 0.3\%$ for $N=2 \times 10^4$ after at $\Delta\epsilon = 0.2\%$ for $N=1 \times 10^4$ and at $\Delta\epsilon = 0.2\%$ for $N=2 \times 10^4$ after at $\Delta\epsilon = 0.3\%$ for $N=1 \times 10^4$, respectively.

3-3-6 変形微細組織の熱的回復過程

前項までに、 Ti_3Al の疲労変形において、転位運動に起因した変形微細組織とりわけSBSの形成が、疲労硬化さらには疲労亀裂の形成の原因となっており、その制御が疲労寿命改善の鍵であることを示した。その制御法の一つとして焼鈍による疲労変形組織の除去が考えられる。そこで本項では、特にSBSの熱的安定性に注目して、疲労変形組織の回復過程を調べた。また、この結果は、第4章において高温での疲労挙動を調べるための基礎的知見となる。

Fig.3-33に、疲労変形した Ti_3Al 単結晶を焼鈍した際の、焼鈍温度とmicro-Vickers硬さとの関係を示す。出発材料としては、SBSが形成されるようにB方位で $\Delta \epsilon = 0.3\%$ にて 10^4 サイクルまで繰り返し変形した結晶を用いた。その結晶をTa箔で保護し、石英管に真空封入した後、 $100^\circ C$ から $1000^\circ C$ まで $100^\circ C$ おきに、 $1.2 \times 10^3 s$ の等時焼鈍を連続して行った。硬さ測定は各温度での焼鈍終了後ごとに、 $(01\bar{1}0)$ 表面にて行った。

硬さは、室温から $200^\circ C$ の間と $500^\circ C$ と $600^\circ C$ の間で大幅に低下し、 $700^\circ C$ 以上では未変形の結晶と同程度の値で一定となった。このような二段階の軟化過程は、疲労組織の回復が、二種類以上の過程により進行することを意味している。また $700^\circ C$ 以上で、ほぼ完全に回復することが示唆される。

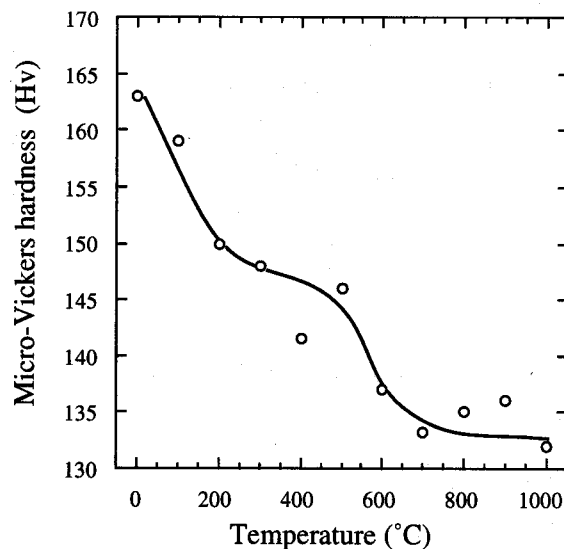


Fig. 3-33 Relationship between annealing temperature and micro-Vickers hardness for the specimen fatigued at $\Delta \epsilon = 0.3\%$ for $N = 1 \times 10^4$.

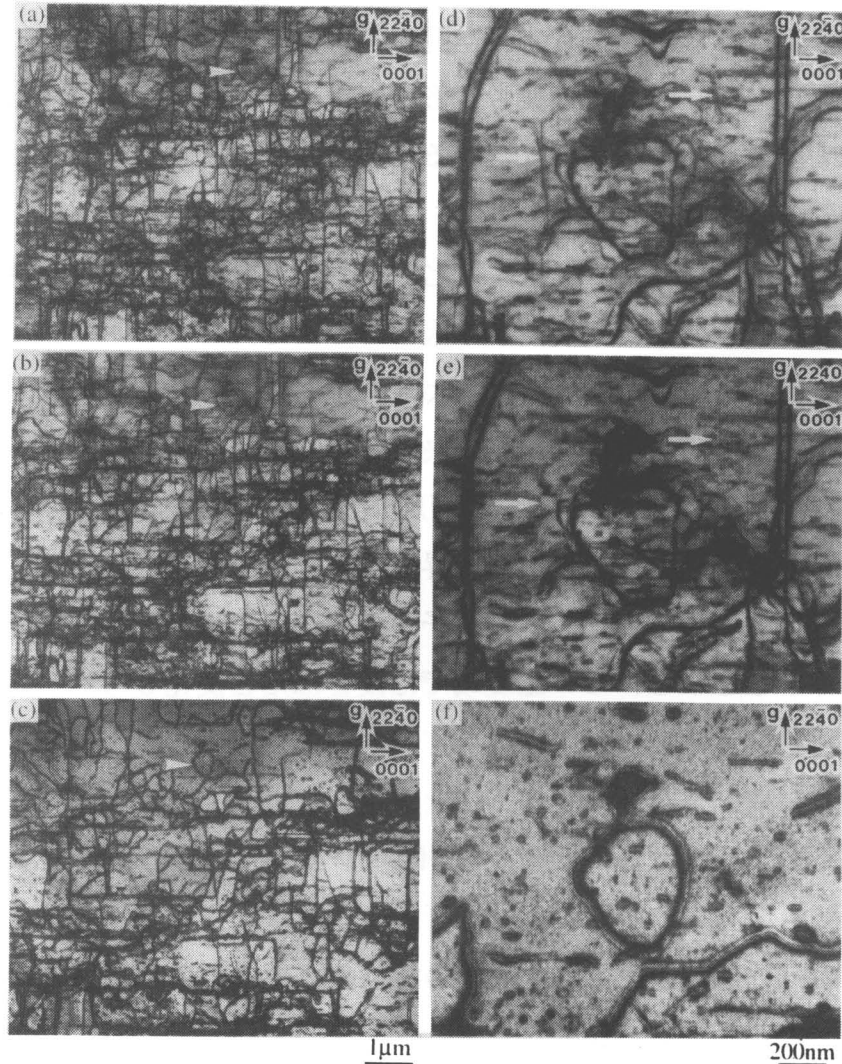


Fig. 3-34 In-situ TEM observation of change in microstructure in the specimen fatigued at $\Delta\varepsilon = 0.3\%$ for $N=1 \times 10^4$ during annealing. Beam $\parallel [1 \bar{1}00]$, $g=2240$. (a), (d): before annealing; (b), (e): isochronally annealed for 1.2×10^3 s from 100°C to 300°C by step of 100°C ; (c), (f): isochronally annealed for 1.2×10^3 s from 100°C to 500°C by step of 100°C . The white marks in (a), (b) and (c) show the same position.

実際に疲労変形組織の回復過程を調べるため、焼鈍に伴う内部組織の変化をその場観察した結果をFig.3-34に示す。用いた結晶ならびに焼鈍の条件は、硬さ測定の場合と同じであるが、試料の汚染のため、観察温度は 500°C までとした。Fig.3-34 (a)-(c)および(d)-(f)は、それぞれ異なる倍率で同じ領域を観察したものであり、(a)と(d)は焼鈍前、(b)と(e)は 300°C で焼鈍後、(c)と(f)は 500°C で焼鈍後の組織である。

200°C までの温度域では、硬度が大幅に低下したにも関わらず、転位組織には殆ど変化が認められなかった。

陽電子消滅法を用いた研究によると、 Ti_3Al 中の点欠陥は低温から運動が可能であり、

格子間原子ならびに空孔は、それぞれ -173°C 、 77°C 以上で運動する^[22]。また室温において格子間原子は不安定なため存在せず、空孔のみがクラスターを形成して安定に存在するといわれている。従って、室温での疲労変形中には、小さなジョグをもたせぬ転位の往復運動によって多数の点欠陥が導入されるものの、変形後には、空孔のみがクラスターとして安定に存在すると考えられる。

このことから、 200°C 以下での急速な軟化は、空孔が転位や亜結晶粒界や表面に吸収されることによる空孔クラスターの消滅が原因であると考えられる。

300°C での焼鈍によっても内部組織には大きな変化は見られなかったが、Fig. 3-34 (d),(e)の白矢印で示されるように、間隔の狭いらせん転位双極子の消滅が認められた。さらに、 500°C での焼鈍後にはFig. 3-34 (e),(f)を比べてわかるように間隔の大きならせん転位双極子も消滅した。これは、温度の上昇に伴い、交差すべりが活性化されることで、間隔が狭く転位間に働く引力の大きい双極子から順に対消滅していく様子をとらえたものと考えられる。しかしながら、この温度域では硬さは殆ど変化しないことから、らせん転位双極子の形成は疲労硬化には殆ど寄与していないことがわかり、3-3-3節でらせん転位の双極子は容易に分離してひずみを担うことができると考えたこととも一致する。また、 500°C での焼鈍後には、debrisの密度は大幅に減少するとともに、各debrisの幅は大きくなっていった。

500°C 以上での転位組織の変化は、薄膜の汚染のため、その場観察できなかった。そのため、疲労変形したバルク状の結晶を、 500°C 、 700°C ならびに 900°C で 10^5s 焼鈍した結晶から薄膜を作製し内部組織を観察した。その結果をFig. 3-35に示す。 500°C での焼鈍後には、その場観察の結果と同様に、刃状転位の束は焼鈍前と殆ど変わらないが、debrisの密度は小さく、各debrisの幅は大きくなっていった。一般に、刃状転位双極子の幅は、各転位が載っている面の間隔に比例することから、このdebrisの幅の変化は、上昇運動によるdebrisの高さの変化を示唆している。実際に、 $(10\bar{1}0)$ すべり面に垂直な $(1\bar{2}10)$ 面に平行な薄膜を用いて、双極子の高さの変化を観察した結果をFig. 3-36に示す。Fig. 3-36(a)に示される変形直後に比べ、 500°C にて焼鈍後には(b)に示すように、debrisの高さは焼鈍温度の上昇にともなって大きくなっていった。

さらに高温の 700°C で焼鈍した場合、Fig.3-35(c)に示すように、もはや刃状転位の束は見られず、緩く絡み合った転位が見られた。これは温度の上昇にともなって空孔の拡散が容易になり、束を構成していた刃状転位双極子が上昇運動によって対消滅したためと考えられる。この刃状転位束の消滅は、 600°C 付近での急速な軟化に対応している。また、同時にdebrisも殆ど見られなくなったが、一部にはFig.3-36(c)に示すように、大きく成

長したdebrisが観察された。

ここで、debrisの消滅ならびに成長の機構について考えてみる。一般に疲労変形中には、Cu^[23]やAl^[24]について報告があるように、空孔型と格子間原子型の両方のdebrisが形成される。また、室温以上での原子の拡散の殆どは、形成エネルギーの小さい空孔の拡散によって担われている。従って、格子間原子型のdebrisは焼鈍中に成長することなく、matrix中を拡散する空孔を吸収することで、縮小さらには消滅するものと考えられる。格子間原子型のdebrisが消滅した後は、小さな空孔型debrisは、matrix中に空孔を放出して縮小、消滅し、その放出された空孔を大きな空孔型debrisが吸収して成長する。このような、いわゆるOstwald成長により、Fig.3-36(c)に見られるような粗大なdebrisが形成されるものと考えられる。

さらに高温の900℃では、平衡空孔濃度が上昇するとともに、さらに空孔の拡散が活性化され、転位は容易に上昇運動し、長距離離れた転位との対消滅や表面への脱出により、ほぼ完全に転位は消滅したものと考えられる。

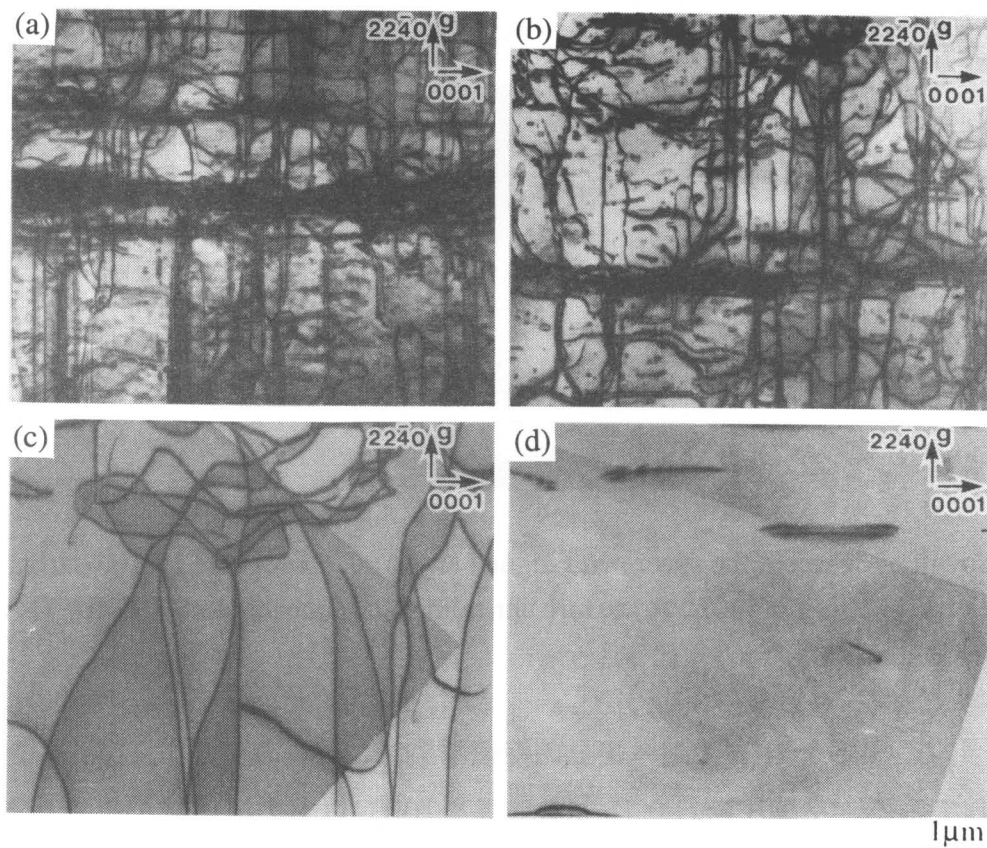


Fig. 3-35 Change in deformation substructure in specimen annealed at various temperatures for 1×10^5 s after fatigued at $\Delta\epsilon = 0.3\%$ for $N = 1 \times 10^4$. (a) before annealing, (b) annealed at 500°C, (c) annealed at 700°C, (d) annealed at 900°C.

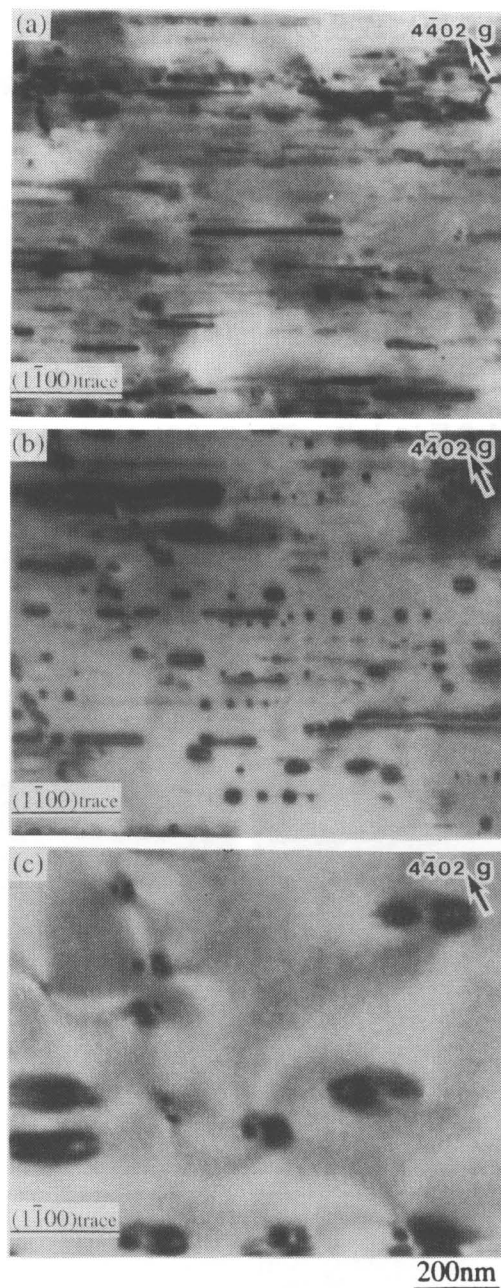


Fig. 3-36 Growth of debris in the specimen fatigued at $\Delta\varepsilon=0.3\%$ for $N=1\times 10^4$ during annealing. **Beam**// $[11\bar{2}0]$, **g** = $4\bar{4}02$. (a) before annealing, (b) annealed at 500°C for $1\times 10^5\text{s}$, (c) annealed at 700°C for $1\times 10^5\text{s}$.

以上のような、SBSをもつ Ti_3Al 単結晶の回復挙動を、冷間圧延した Ti_3Al 単結晶の回復挙動と比較してみる。冷間圧延した Ti_3Al 単結晶を 700°C 以上の温度域で焼鈍した場合、転位の消滅ならびに再配列によってポリゴン化が生じた^[6]。焼鈍後の結晶内部には、同符号の $1/3\langle 11\bar{2}0 \rangle$ タイプの刃状転位が亜結晶粒界を形成していた。これは、圧延による一方向への大きな塑性変形によって同符号の転位が堆積した後、焼鈍によって、らせん転位の対消滅を伴いながら、堆積していた刃状転位が安定配置をとった結果形成されるものと考え

えられる。

一方、疲労変形した Ti_3Al を焼鈍した場合には、ポリゴン化は起きなかった。これは、刃状転位束を構成している転位の殆どが、双極子や多重極子を形成して、異符号の転位と近接して存在しているため、焼鈍によって対消滅してしまうからである。これは、他の材料についてもいえることであり、実際、疲労変形した Cu ^[25,26]、 Ag ^[27]、 $TiAl$ -PST結晶^[28]等を焼鈍してもポリゴン化は起きない。

また、SBSは3-3-3項で示したように、微小亀裂の形成の原因となることから、このように焼鈍によってSBSを消滅させることは疲労寿命を延ばすのに有効な手段といえる。

また、debrisと刃状転位束はともに刃状転位双極子から構成されているにも関わらず、それぞれ300℃近傍、600℃近傍と異なる温度域で消滅し始めた。これは双極子を構成する転位間の距離の違いに起因するものであり、debrisは二重交差すべりによる小さなジョグを起点に、刃状転位束はらせん転位同士の切り合いによるスーパージョグを起点に形成されるというFig.3-22で示したメカニズムとも対応している。

3-3-7 転位双極子の安定形態と交番応力下での振る舞い

3-3-3項に示したように、柱面転位の運動により疲労変形した Ti_3Al 単結晶中には、短い刃状転位双極子であるdebrisが多数形成されていた。一般に、debrisは多くの疲労変形した金属中に形成され、硬化を始めとする疲労挙動に対して重要な役割を果たしていることはよく知られている^[29]。例えば、3-3-4項でも述べたように、 Cu 等のfcc金属中においてはdebrisが集合してveinを形成する。また、個々のdebrisの形態や交番応力下での振る舞いについても詳しく調べられている^[23,24,30]。しかしながら、金属間化合物中つまり規則構造中に形成されるdebrisについては、 Ni_3Al ^[10,11,31]、 $NiAl$ ^[12]等の疲労硬化の主因となることが報告されているものの、その安定形態や交番応力下での振る舞いについては殆ど調べられていない。そこで本項では、weak beam法を用いてdebrisを詳細に観察し、その安定形態を明らかにするとともに、その安定形態を決定する因子ならびに交番応力下での振る舞いについて考えた。

3-3-3項に示したようにdebrisには、超格子転位の双極子と超格子部分転位の双極子とが存在した。超格子部分転位の双極子も、二本の転位の間にAPBが存在する金属間化合物特有の構造をもつと考えられるが、ここでは、四本の超格子部分転位から成り、通常の金属中に形成されるdebrisとは、より大きく異なった特徴を持つと考えられる超格子転位の双極子に注目する。

まず、超格子転位双極子の像の形態について見てみると、三本線に見えるものと四本

線に見えるもののが存在した。gベクトルを反転した場合には、その一例をFig.3-37に示すように、三本線は四本線へ、四本線は三本線へと変化した。この像の変化を解釈する

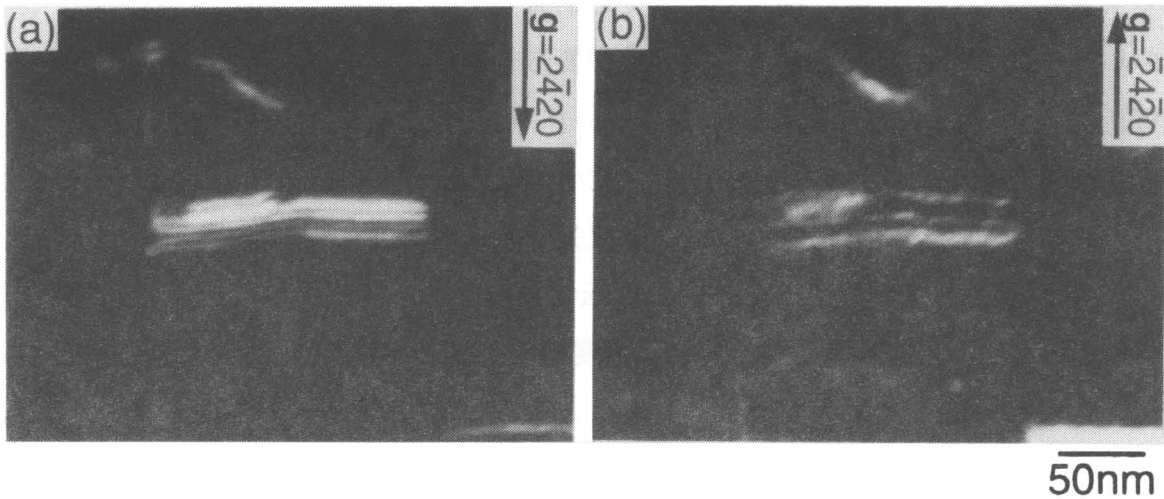


Fig. 3-37 Weak beam dark field images of superdislocation dipole in Ti_3Al single crystal (a) $g = \bar{2}420/2g$ (b) $g = \bar{2}4\bar{2}0/2g$.

ことで、超格子転位双極子の構造が明らかになると考え、超格子転位双極子を構成する四つの超格子部分転位の安定な相対位置と、そのときの転位像の位置を次のような計算によって求めた。Fig.3-38に計算に用いた座標系を示す。すべり面をxz面、すべり方向をx方向、双極子の高さ方向をy方向とした。転位Iと転位II、転位IIIと転位IVはそれぞれ分解幅wの超格子部分転位対をなしている。原点に転位Iを固定し、超格子転位同士のx方向のずれをdとし、双極子の高さをhとした。

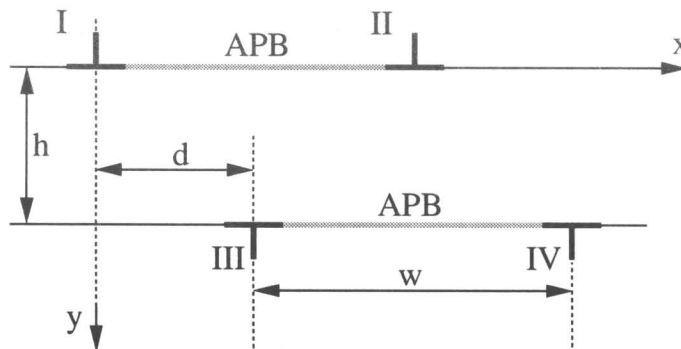


Fig. 3-38 Schematic illustration of edge superdislocation dipole and coordinates used to describe the relative displacement between superpartial dislocations.

(転位の安定配置の計算)

平行なバーガース・ベクトルをもつ2本の平行な刃状転位の間に働くx方向の力は次式で表される^[32]。

$$f_x(x,y) = \frac{\mu b^2}{2\pi(1-\nu)} \frac{x(x^2 - y^2)}{(x^2 + y^2)^2} \quad (3-7)$$

転位Iならびに転位IIに働くx方向の力の釣り合いは、それぞれ

$$-f_x(w,0) + f_x(d,h) + f_x(d+w,h) + \gamma_{APB} = 0 \quad (3-8)$$

$$f_x(w,0) - f_x(d,h) + f_x(w-d,h) - \gamma_{APB} = 0 \quad (3-9)$$

で表される。ここで、 μ は剛性率、 b はバーガースベクトルの大きさ、 ν はポアソン比、 γ_{APB} はAPBエネルギーである。転位IIIと転位IVに働く力の釣り合いは、それぞれ転位IIと転位Iに働く力の釣り合いと同じ式で表される。 h をすべり面間隔の整数倍に固定し、 d と w の連立方程式を解くことで四本の超格子部分転位の相対的な安定位置が求められる。

(転位像の位置の計算)

C-R-W (Cockayne-Ray-Whelan)近似^[33]を応用して転位像の位置を求める。

C-R-W近似によると、次の2式を同時に満足する場所で回折波強度が極大となり転位像が現れる。

$$s_g + \frac{\partial}{\partial y}(\mathbf{g} \cdot \mathbf{R}) = 0 \quad (\text{Braggの条件}) \quad (3-10)$$

$$\frac{\partial^2}{\partial y^2}(\mathbf{g} \cdot \mathbf{R}) = 0 \quad (3-11)$$

ここで、 s_g は偏差パラメーター、 \mathbf{g} は回折ベクトル、 \mathbf{R} は変位ベクトルである。超格子転位双極子の変位場(\mathbf{R}_t)が、超格子転位双極子を構成する4本の各超格子部分転位の変位場($\mathbf{R}_I, \mathbf{R}_{II}, \mathbf{R}_{III}, \mathbf{R}_{IV}$)の線形結合で表されると仮定すると、

$$\mathbf{R}_t = \mathbf{R}_I + \mathbf{R}_{II} + \mathbf{R}_{III} + \mathbf{R}_{IV}$$

$$\begin{aligned}
\mathbf{R}_I &= \mathbf{R}(x, y) \\
\mathbf{R}_{II} &= \mathbf{R}(x-w, y) \\
\mathbf{R}_{III} &= -\mathbf{R}(x-d, y-h) \\
\mathbf{R}_{IV} &= -\mathbf{R}(x-d-w, y-h)
\end{aligned}
\tag{3-12}$$

ここで、 $\mathbf{R}(x, y)$ は、次式で表される刃状転位の周りの歪み場である。

$$\begin{aligned}
&\mathbf{R}(x, y) \\
&= \left(\frac{b}{2\pi} \left\{ \tan^{-1} \frac{y}{x} + \frac{xy}{2(1-\nu)} \right\}, -\frac{b}{2\pi} \left\{ \frac{1-2\nu}{4(1-\nu)} \ln(x^2 + y^2) + \frac{x^2 - y^2}{4(1-\nu)(x^2 + y^2)} \right\} \right)
\end{aligned}
\tag{3-13}$$

(3-12)式を(3-10)、(3-11)式に代入して、 x について解くと転位像の位置が求められる。

以上の方法により、計算を行ったわけであるが、この計算に関する注意点をいくつか指摘しておく。まず、すべり面である $\{1\bar{1}00\}$ 面には、2-2節でも述べたように、type Iとtype IIの二種類が存在するが、室温においては殆どの柱面転位がtype IIの面上を運動すると報告されていることから、転位はこの面上に存在するとした。従って双極子の高さ h は隣接するtype IIの $\{1\bar{1}00\}$ 面の間隔 1.0002nm の整数倍に固定した。その他の、計算に用いた各パラメーターの値はTable 3-3に示されるとおりで、導出方法については付録に示す。

また本来ならば、弾性異方性を考慮して転位周りの変位場や転位間相互作用力を考えねばならないが、ここでは簡単のため、等方弾性体における転位の弾性論から導かれた式を用いた。Ti₃Alの場合、弾性異方性の指標であるanisotropy factor A は1.4と、強い弾性異方性を示すことで有名なCuZnの10に比べると、等方弾性体の値1に近いので、これらの式を用いた計算結果が、実際とかけ離れたものにはならないと考えられる。但し、ポアソン比や剛性率はすべり面すべり方向によって大きく変化するので、付録に記すように、報告されている弾性定数から $\{1\bar{1}00\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ すべりに対する値を求め、それを用いた。同時に、type IIの $\{1\bar{1}00\}$ 面のAPBエネルギーの値も、多結晶体の剛性率を用いて計算された報告値 84mJ/m^2 ではなく、付録に示したように、すべり面すべり方向に対する剛性率を用いて求められた値 64.6mJ/m^2 を用いた。

計算結果をFig. 3-39に示す。相対的な位置を比較するため転位Iの位置は $x=0$ に固定してある。(a)、(b)ともに、白丸は転位の位置を示している。黒丸は転位像の位置を表しており、(a)は $g=22\bar{4}0/2g$ 、(b)は $g=\bar{2}\bar{2}40/2g$ の条件で計算した結果である。なお、偏差パラメーター (s_g) は正とした。

(a)では、常に転位像同士の間隔は、weak beam 法の分解能（約1nm）よりも大きく、分離して観察されるのに対し、(b)では転位IIと転位IIIの像が分解能と同じ位かそれ以下しか離れておらず、分離して観察することができないことがわかる。このことから、gベクトルを反転すると超格子転位双極子の像が、三本線あるいは四本線となることが理解された。

Shear modulus	$\mu=43.8$ (GPa)
Poissons' ratio	$\nu=0.447$
Magnitude of Burgers vector	$b=0.2888$ (nm)
APB energy	$\gamma_{APB}=64.6$ (mJ/m ²)
Deviation parameter	$s_g=0.0603$ (nm ⁻¹)

Table 3-3 Parameters used in the calculation.

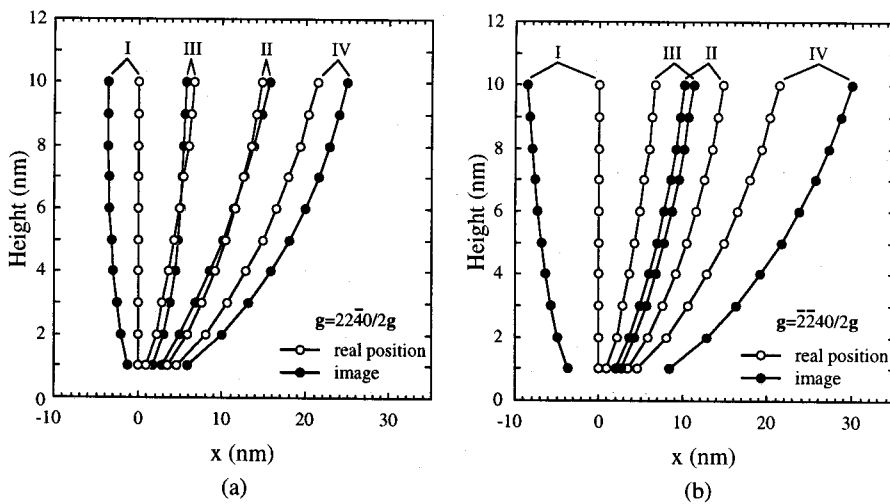


Fig. 3-39 Relative stable position of dislocations and the corresponding images of superdislocation dipoles as a function of height between their superdislocations.

また、ここで注目すべきことは、白丸で表される転位の位置が、計算した全ての場合でI、III、II、IVの順に並んでいることである。これは、四本の超格子部分転位がZ型の安定配置をもつことを意味する。実際に、超格子転位がZ型の配置をもつことを示す。Fig. 3-40 に示すように、Z型に配列している場合、三本線に見えるときと四本線に見えるとき、両端の転位像同士の間隔を比べると、三本線に見えるときの方が大きくなる。S型の配列をしている場合はその逆となる。観察した全てのdebrisの幅は三本線に見えるときに大きくなることから、実際にZ型の安定配置をもつことが明らかとなった。

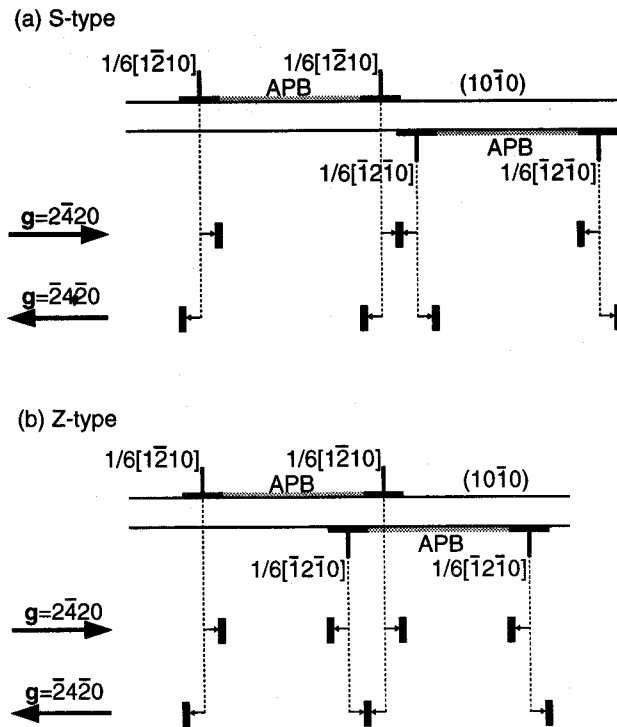


Fig. 3-40 Schematic illustration showing how to distinguish between a superdipole with Z-type configuration and one with S-type configuration.

このように、超格子転位双極子がZ型の安定形態をとることは、転位の分解幅を決定するAPBエネルギーに依存すると考えられる。そこで仮想的にAPBエネルギーを変化させ、安定配置がどのように変化するかを計算によって求め、超格子部分転位双極子の安定形態とAPBエネルギーとの関係を調べた。安定配置は、二つの超格子部分転位対の間に働く力を、両転位のx方向のずれの関数として描いた曲線から求めた。

(超格子転位双極子の安定配置の計算)

異符号の平行なバーガス・ベクトルをもつ二本の平行な刃状転位の間に働くx方向の力

$$f_x(x, y) = -\frac{\mu b^2}{2\pi(1-\nu)} \frac{x(x^2 - y^2)}{(x^2 + y^2)^2} \quad (3-14)$$

を用いて、転位 i ($i=I, II$) と転位 j ($j=III, IV$) の間に働く x 方向の力 f_x^{i-j} を表すと、

$$\begin{aligned}
f_x^{I-III}(d) &= f_x(d, h) \\
f_x^{I-IV}(d, w) &= f_x(d + w, h) \\
f_x^{II-III}(d, w) &= f_x(d - w, h) \\
f_x^{II-IV}(d) &= f_x(d, h)
\end{aligned}
\tag{3-15}$$

となり、超格子転位の間に働く力は

$$f'_x(d, w) = f_x^{I-III}(d) + f_x^{I-IV}(d, w) + f_x^{II-III}(d, w) + f_x^{II-IV}(d) \tag{3-16}$$

と表される。 $D = d/h$, $W = w/h$ とおき、この力を材料によって決まる定数で規格化すると、

$$\begin{aligned}
F(D, W) &= \frac{f'_x(d, w)}{\left\{ \frac{\mu b^2}{2\pi(1-\nu)} \right\}} \\
&= -2 \cdot \frac{D(D^2 - 1)}{(D^2 + 1)^2} - \frac{(D + W)\{(D + W)^2 - 1\}}{\{(D + W)^2 + 1\}^2} - \frac{(D - W)\{(D - W)^2 - 1\}}{\{(D - W)^2 + 1\}^2}
\end{aligned}
\tag{3-17}$$

が得られる。双極子の高さ、すなわちすべり面の間隔 (h) ならびに転位の分解幅 (w) が一定であると仮定すると(3-17)式から、 x 方向のずれと超格子転位間に働く力の関係が得られる。その関係を表す曲線は、 $W = w/h$ の大きさに依存し、その形状からFig.3-41に示す4種類に分類された。

- (a) $W < 0.81$ の場合、超格子部分転位対は一つの転位として振る舞い、二倍のバーガースベクトルをもつ二本の超格子転位同士の間に関係と類似の曲線を描く。このときの安定配置を S_{II} 型と呼ぶことにする。
- (b) $0.81 < W < 9.4$ の場合、各超格子部分転位は、異符号の超格子部分転位対の両方の超格子部分転位からの力が均衡する位置で安定で、Z型の安定配置をとる。
- (c) $9.4 < W < 11.8$ の場合、個々の超格子部分転位同士に関係の影響が独立して現れる。両方の超格子部分転位がそれぞれに双極子を組んだ Z_{II} と、超格子部分転位対の一方の転位同士が双極子を組んだ S_{II} 型の安定配置が現れる。
- (d) $W > 11.8$ の場合、(c)と同じ安定配置に加えて、 Z_{III} 型の安定配置が現れる。

Ti_3Al の柱面転位の場合について、Fig. 3-39より $W (=w/h)$ の値を求めると、 $1.0002 < h < 10.002$ の範囲で、 $1.5 < W < 3.5$ と (b)の領域に入ることから、Z型が安定となることが理解される。但し、ここで注意しなければならないことは、上の計算の中で、転位

の分解幅 W の値を固定しているが、実際は超格子転位間の距離に応じて W も変化するということである。従って、超格子部分転位対の片方同士が双極子を組んで形成されると考えた、 Z_{II} 型、 Z_{III} 型、 S_{II} 型の安定配置は実際には存在せず、転位の分解幅の変化を許せば、四本の転位が互いに力を及ぼし合った安定配置をとると考えられる。しかし、少なくともこの計算結果から言えることは、APBエネルギーに依存する w/h の大きさに安定配置が決まるということ、そして、 Ti_3Al の柱面転位の場合、その大きさが (b)の領域に入るため、全ての超格子転位の双極子がZ型となるということである。

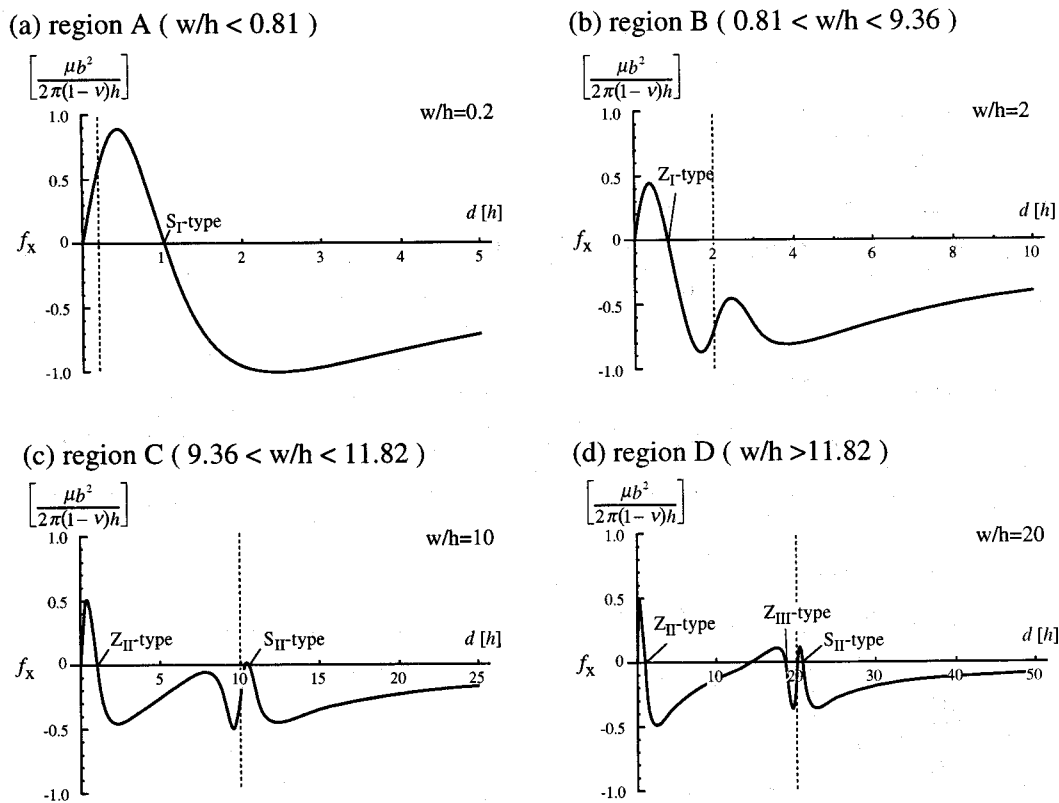


Fig. 3-41 Force acting between parallel edge dislocations with parallel Burgers vectors of opposite sign as a function of relative displacement in x direction (d) with different four shapes depending on the value of w/h . (a) $w/h < 0.81$ represented by $w/h=0.2$; (b) $0.81 < w/h < 9.36$ represented by $w/h=2$; (c) $9.36 < w/h < 11.8$ represented by $w/h=10$; (d) $w/h > 11.8$ represented by $w/h=20$.

古くから、疲労変形した金属中に形成される刃状転位双極子としてのdebrisの交番応力下での振る舞いとして、flip-flop運動の可能性が考えられてきた^[23,34]。しかしながら、それを支持する実験結果は得られていない。その原因は、Fig.3-42(a)に示す、転位間に働く力を考えれば理解できる。flippingに必要な力と、双極子を引き離すのに要する力は理論的には全く等しい。従って、flippingが起こると直ちに転位は引き離され、debrisは

ループとして広がってしまう。実際、疲労変形したAlに交番荷重をかけたときの転位運動をその場観察した場合にも、debrisがflippingした直後に転位は視野の外へと消えたという報告がある^[30]。

これに対し本研究で観察した超格子転位の双極子は、flip-flop運動する可能性がある。なぜなら、Fig.3-42(b)に示すようにflippingに必要な応力が転位同士を引き離すのに必要な応力よりも小さいからである。例えば、 $h=3.00\text{nm}$ 、 $w/h=2$ で Ti_3Al の柱面転位を考えた場合、せん断応力振幅が $530\sim 1050\text{MPa}$ の範囲であれば、flip-flop運動が起こると考えられる。実際にはこのような高い応力振幅をかけることは不可能であるが、周囲に存在する転位からの力が助けとなって、flippingすることは可能と思われる。Fig.3-43に示されるような、三本線と四本線がつながって見える超格子転位双極子は、部分的にflippingを起こしたものと考えられる。

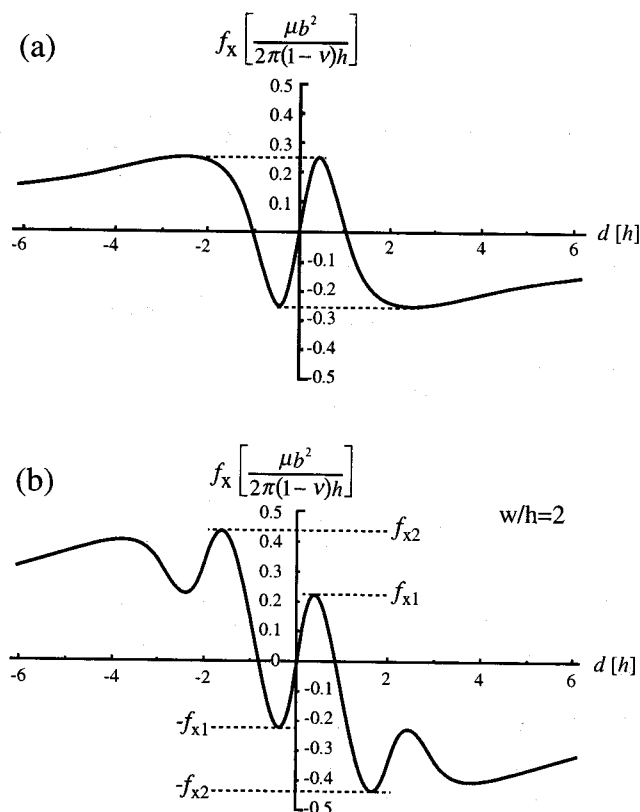


Fig. 3-42 Force acting between parallel edge dislocations with parallel Burgers vectors of opposite sign as a function of relative displacement in x direction (d). (a) between single dislocations; (b) between superdislocations with $w/h=2$.

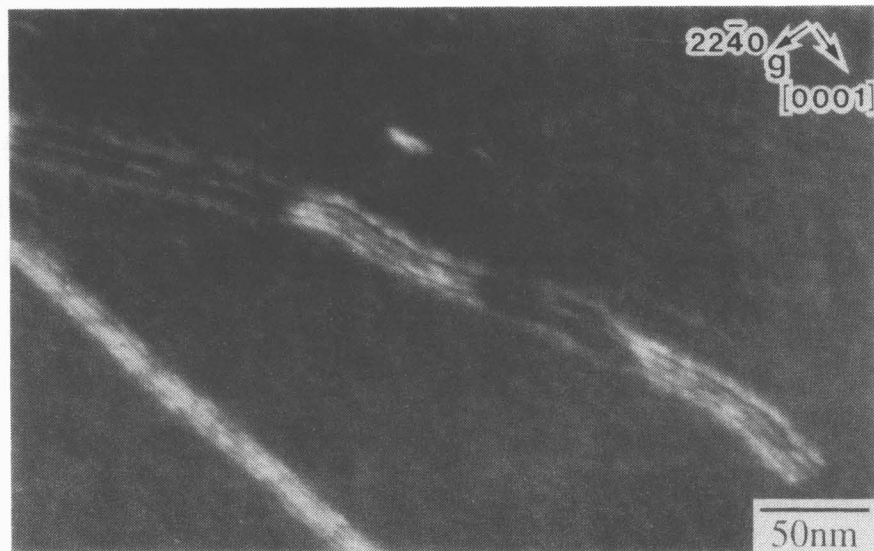


Fig. 3-43 Weak beam dark field image showing superdislocation dipole composed of segments with different configuration in Ti_3Al single crystal.

3-4 結言

各種方位をもつ Ti_3Al 単結晶を用いて、室温におけるその疲労挙動を調べることで以下の知見を得た。

- (1) 疲労寿命は強い結晶方位依存性を示す。柱面すべり系の活動が困難な場合、一サイクル目の引張変形にて、底面に沿った亀裂伝播により脆性破壊する。
- (2) 柱面すべり系が活動するときでも、底面あるいは $\{10\bar{1}2\}$ 錘面に垂直な応力成分が大きい場合、これらの面でのへき開により脆性破壊する。
- (3) 柱面すべり系の活動が容易な場合は繰り返し変形が可能であり、転位密度の上昇により疲労硬化を示す。
- (4) 二つの柱面すべり系が同時に活動する場合、二種類の転位同士の切り合いに起因して、急速な疲労硬化を示した後、飽和に至る。その際結晶内部には、刃状転位の束とその間を運動するらせん転位からなる、飽和束状組織（SBS）が形成される。この組織は、可動転位にback stressを与え、強いBauschinger効果を引き起こす。
- (6) SBSのサイズ及び分布は飽和時の塑性ひずみ振幅との間には定量的な関係が成り立つ。
- (7) 柱面転位の平面的な運動に起因して、SBSの安定性は高くなく、飽和後ひずみ振幅を下げることで崩壊する。
- (8) SBSの形成は、その後の疲労変形挙動に強く影響し、ひずみ振幅急変後 2×10^4 サイクル変形しても飽和に至らない。

(9)SBSをもつTi₃Al単結晶を焼鈍した場合、軟化は100℃近傍での空孔クラスターの消滅と、600℃近傍での刃状転位束の消滅に起因して二段階で進行する。または500℃～700℃の間でOstwald成長をともなって消滅する。

(10)柱面すべりにより疲労変形したTi₃Al結晶中には、超格子転位の双極子と、超格子部分転位の双極子が存在する。超格子転位の双極子は、双極子の高さで柱面のAPBエネルギーとのバランスにより、四本の超格子部分転位がZ型に配列した安定形態をもつ。超格子転位の双極子は交番応力下でflip-flop運動する可能性がある。

◇参考文献

- [1] T. Nakashima and Y. Umakoshi, *Philosophical Magazine Letters* 66, 317 (1992).
- [2] Y. Umakoshi and T. Nakashima, *Scripta Metallurgica et Materialia* 30, 1431 (1994).
- [3] Y. Umakoshi, T. Nakano and B. Ogawa, *Scripta Metallurgica* 34, 1161 (1996).
- [4] A. Abel and H. Muir, *Philosophical Magazine* 26, 489 (1972).
- [5] M. Legros, A. Couret and D. Caillard, *Philosophical Magazine A* 73, 61 (1996).
- [6] T. Nakano, Y. Maeda and Y. Umakoshi, *ISIJ International* 36, 111 (1996).
- [7] V. Vitek and M. Igarashi, *Philosophical Magazine A* 63, 1059 (1991).
- [8] Y. Umakoshi, T. Nakano, T. Takenaka, K. Sumimoto and T. Yamane, *Acta metallurgica materialia* 41, 1149 (1993).
- [9] T. Nakano and E. Yanagisawa, *ISIJ International* 35, 900 (1995).
- [10] L. M. Hsiung and N. S. Stoloff, *Acta metallurgica materialia* 38, 1191 (1990).
- [11] L. M. Hsiung and N. S. Stoloff, *Acta metallurgica materialia* 42, 1457 (1994).
- [12] C. G. Kallingal, T. R. Smith, N. S. Stoloff and K. Rajan, *Acta metallurgica materialia* 42, 3731 (1994).
- [13] H. Mughrabi, F. Ackermann and K. Herz, in *Fatigue mechanisms*, Kansas city, MO, 1979 (ASTM STP), p. 69.
- [14] T. Zhai, J. W. Martin and G. A. D. Briggs, *Acta metallurgica materialia* 44, 1729 (1996).
- [15] N. Y. Jin and A. T. Winter, *Acta Metallurgica* 32, 989 (1984).
- [16] P. Charsley and D. Kuhlmann-Wilsdorf, *Philosophical Magazine A* 44, 1351 (1981).
- [17] P. Neumann, in *Physical Metallurgy*; third edition, edited by R. W. Cahn and P. Haasen (Elsevier Science, New York, 1983), p. 1553.
- [18] S. A. Court, J. P. A. Lofvander, M. H. Loretto and H. L. Fraser, *Philosophical Magazine A* 61, 109 (1990).

- [19]J. Cserti, M. Khantha, V. Vitek and D. P. Pope, *Material Science and Engineering A*152, 95 (1992).
- [20]H. Inui, Y. Toda, Y. Shirai and M. Yamaguchi, *Philosophical Magazine A* 69, 1161 (1994).
- [21]C. E. Feltner and C. Laird, *Acta Metallurgica* 15, 1633 (1967).
- [22]Y. Shirai, T. Murakami, N. Ogawa and M. Yamaguchi, *Intermetallics* 4, 31 (1996).
- [23]J. G. Antonopoulos, L. M. Brown and A. T. Winter, *Philosophical Magazine* 34, 549 (1976).
- [24]C. E. Feltner, *Philosophical Magazine* 14, 1219 (1966).
- [25]L. M. Clarebrough, M. E. Hargreaves, A. K. Head and G. W. West, *Trans. AIME J Metals*, 99 (1955).
- [26]D. S. Kemsley, *Journal of the institute of metals* 85, 417 (1956).
- [27]S. M. L. Sastry, B. Ramaswami and F. Goetz, *Metallurgical transactions A* 7A, 243 (1976).
- [28]H. Y. Yasuda, T. Nakano and Y. Umakoshi, *Intermetallics* 4, 289 (1996).
- [29]R. L. Segall, P. G. Partridge and P. B. Hirsch, *Philosophical Magazine* 6, 1493 (1961).
- [30]M. E. Kassner, M. A. Wall and M. A. Delos-reyes, *Metallurgical and materials transactions A* 28A, 595 (1997).
- [31]L. M. Hsiung and N. S. Stoloff, *Acta metallurgica materialia* 40, 2993 (1992).
- [32]J. P. Hirth and J. Lothe, *Theory of dislocations*, 2nd ed. (Krieger publishing company, 1982).
- [33]D. J. H. Cockayne, I. L. F. Ray and M. J. Whelan, *Philosophical Magazine* 20, 1265 (1969).
- [34]J. C. Grosskreutz, *Physica Status Solidi (b)* 47, 11 (1971).

第4章 Ti₃Al単結晶の疲労変形挙動に及ぼす温度の影響

4-1 緒言

前章において、Ti₃Alの疲労挙動を系統的に理解するための最初のステップとして、室温におけるTi₃Al単結晶の疲労変形挙動について調べた。その結果、Ti₃Al単結晶の疲労挙動は強い結晶方位依存性を示し、特に二つの柱面すべり系が同時に活動する場合には、飽和束状組織（SBS）の形成に起因した顕著な硬化や、Bauschinger効果が現れることなどが明らかとなった。これらの疲労挙動は、Ti₃Al中で活動する転位の独特の挙動に起因し、その転位挙動の変化する温度域では、疲労挙動もまた大きく変化すると考えられる。本章では、温度変化に伴う転位挙動の変化に注目して、Ti₃Al単結晶の疲労変形挙動に及ぼす温度の影響を明らかにする。

具体的にはまず、転位の上昇運動や交差すべりなどが抑制される低温での疲労挙動として、液体窒素温度（-196℃）での疲労硬化・破壊挙動を調べた結果について述べる。さらに、この温度で疲労変形したTi₃Al単結晶中に形成される転位組織を、室温で形成された転位組織と比較することで、疲労変形組織形成に及ぼす変形温度の影響を明らかにすると同時に、変形微細組織形成の素過程ならびに機構を明らかにする。

次に、耐熱構造用材料としてのTi₃Al基合金にとって重要な、高温での疲労挙動として、300℃～800℃の温度域での疲労変形挙動について、特にSBSをはじめとする疲労変形組織の形成ならびに安定性に注目して調べた結果について述べる。また、室温での疲労破壊挙動と比較しつつ、高温での疲労破壊挙動の結晶方位依存性を調べた結果について述べる。

4-2 実験方法

2-3-2項で示したのと同様の方法で得られたTi₃Al単結晶から、Fig.4-1(a)および(b)に示すような形状の液体窒素温度用ならびに高温用疲労試験片を切り出し、3-2節で示したのと同様の表面処理を施した。荷重軸として、Fig.4-2に示すような、5つの方位を選択した。Table 4-1に各方位における、各すべり系に対するシュミット因子を示す。なお、液体窒素温度での疲労試験は、二つの柱面すべりが等価に起こるb方位のみで行った。

液体窒素温度での試験は、室温での試験と同じ方法で固定した試験片を、治具ごと液体窒素中に漬け込み、30分間保持して治具ならびに試料の熱収縮が飽和後、同一応力振幅の引張/圧縮応力を負荷した応力制御疲労試験を、応力振幅160MPa、180MPa、200MPaにて、周波数10Hzで行った。

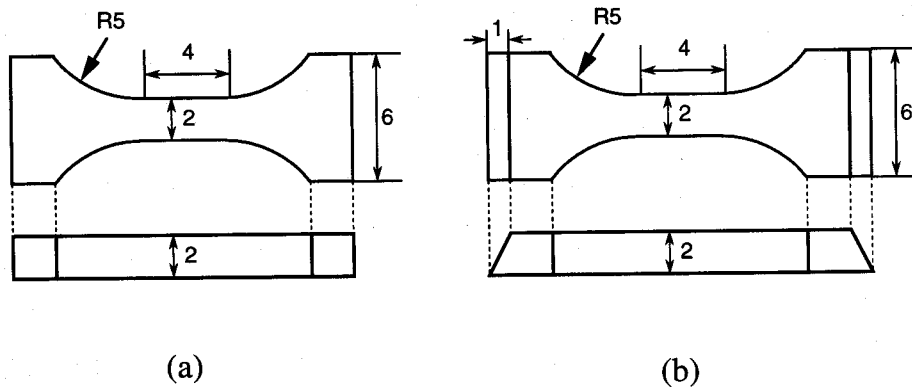


Fig. 4-1 Shape and size of the specimen for fatigue tests (a) at -196°C (b) at high temperatures.

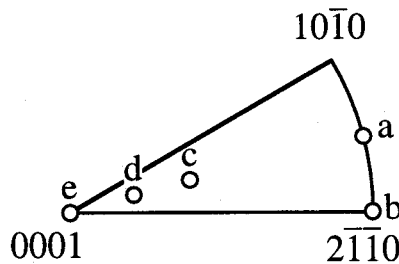


Fig. 4-2 Loading axes of fatigued specimens.

Slip system	Loading axis				
	a	b	c	d	e
$(01\bar{1}0)[\bar{2}110]$	0.250	0	0.125	0.0292	0
$(10\bar{1}0)[1\bar{2}10]$	0.250	0.433	0.125	0.0585	0
$(1\bar{1}00)[11\bar{2}0]$	0.500	0.433	0.250	0.0292	0
$(0001)[\bar{2}110]$	0	0	0.483	0.310	0
$(0001)[1\bar{2}10]$	0	0	0.129	0.0832	0
$(0001)[11\bar{2}0]$	0	0	0.354	0.228	0
$(\bar{2}111)[\bar{2}11\bar{6}]$	0.416	0.446	0.234	0.486	0.446
$(\bar{2}11\bar{1})[\bar{2}116]$	0.416	0.446	0.204	0.204	0.446
$(1\bar{2}11)[1\bar{2}1\bar{6}]$	0.0299	0.111	0.267	0.428	0.446
$(1\bar{2}1\bar{1})[1\bar{2}16]$	0.0299	0.111	0.149	0.353	0.446
$(11\bar{2}1)[11\bar{2}6]$	0.223	0.111	0.272	0.471	0.446
$(11\bar{2}\bar{1})[11\bar{2}6]$	0.223	0.111	0.487	0.265	0.446

Table 4-1 Schmid factors for possible slip systems in each specimen with various loading axes.

高温での試験は、走査型電子顕微鏡付き高温疲労試験機（SHIMADZU SEM servo pulser）を用いて、真空中、周波数10Hzにて、応力振幅50MPa～300MPaの応力制御疲

疲労試験を行った。試験片の治具への取り付けに際しては、Fig.4-1(b)に示した試験片両端のテーパ部分の上に、対応するテーパをもつInconel 713C製の板を載せ、その板をねじ止めした。試験開始に前には、所定の温度に昇温後、1時間保持して、治具ならびに試料の熱膨張を十分飽和させた。変形後の組織観察は3-2節に示したのと同様の方法で行った。

なお、室温の結果との比較の為に、ひずみ制御疲労試験を行うべきであるが、液体窒素中、高温ともにひずみの測定及びその制御が困難である為、応力制御疲労試験により各温度での疲労挙動を調べた。また、本研究で用いた制御装置は、周波数10Hzでの試験においては、200サイクル目までに、応力振幅が指定した値となるように、徐々に変形応力を上昇するようにプログラムされている。従って、疲労硬化する材料を繰り返し変形する場合、200サイクル目までに徐々に変形抵抗が上昇するため、一サイクル目から負荷すると破壊あるいは座屈してしまうような大きな応力振幅での疲労試験が可能である。また、アクチュエーターの変位を試験片のゲージ部長さで割ったものを、ひずみの大きさとした。

4-3 実験結果及び考察

4-3-1 低温での疲労硬化と破壊挙動

緒言で述べたような観点から、 -196°C での Ti_3Al 単結晶の疲労挙動として、まずはじめに、疲労硬化ならびに破壊挙動といったマクロな疲労挙動を、室温での挙動と比較して示す。 -196°C ならびに室温において、応力振幅($\Delta\sigma$)が160MPa、180MPa、200MPaの応力制御疲労試験を行った際の、サイクル数の増大に伴う塑性ひずみの変化をFig.4-3に示す。ここでいう塑性ひずみとはFig.3-11に示したヒステリシスループの $\Delta\varepsilon_p$ の値である。なお、データ取り込み時間の都合上200サイクルから記載している。また、応力制御疲労試験においては、材料の硬化は塑性ひずみの減少として現れる。いずれの温度、応力振幅においても、サイクル数の増大にともなって塑性ひずみは減少し、疲労硬化しているが、200サイクル目においては、いずれの応力振幅においても -196°C の方が室温変形に比べ、大きな塑性ひずみを示した。これは一見、降伏応力の高い -196°C では、同一応力負荷レベルでは室温と比べ、塑性変形が困難であることと矛盾するように思われるが、200サイクル目までの積算塑性ひずみが小さく、疲労硬化が室温に比べて遅れているためと理解される。疲労硬化が進むにつれて、両温度の塑性ひずみの大きさは逆転し、 10^3 サイクル以降はいずれの応力振幅でも、 -196°C の方が小さな塑性ひずみを示した。また、室温ではいずれの応力振幅においても、 10^5 サイクルまで破壊しなかったのに対し、 -196°C では $\Delta\sigma=180\text{MPa}$ では18920サイクル、 $\Delta\sigma=200\text{MPa}$ では8415サイクルで破断した。積算塑性

ひずみは-196°Cの方が小さいことから、この疲労寿命の違いを、積算ひずみの違いで説明することはできず、本質的に低温で疲労特性が劣化しているといえる。

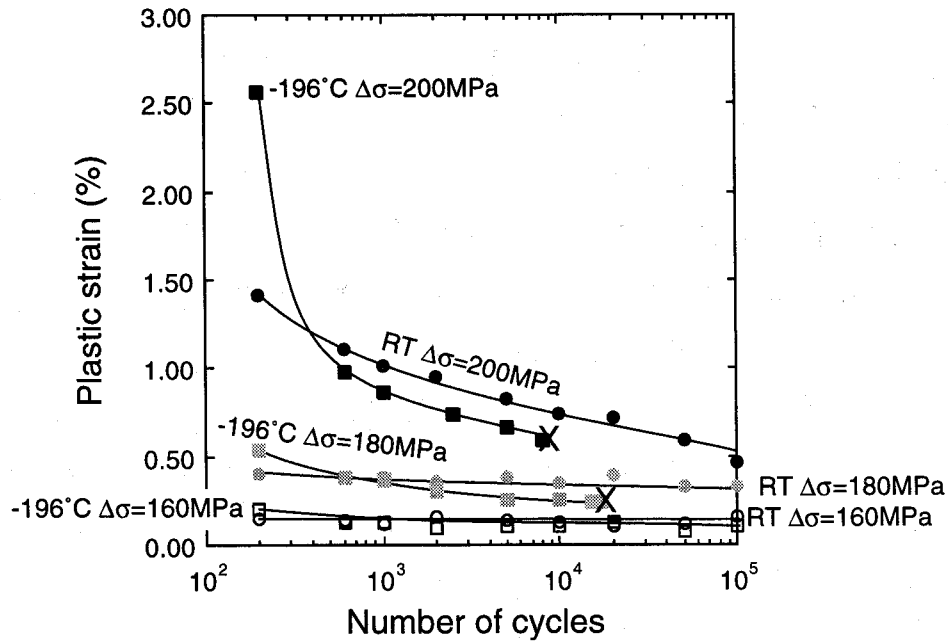


Fig. 4-3 Variation in plastic strain as a function of number of cycles in Ti_3Al single crystals cyclically deformed at $-196^\circ C$ and room temperature at various stress amplitudes.

Fig.4-4に变形後の試料の(01 $\bar{1}$ 0)表面で観察したすべり線を示す。いずれの場合も(1 $\bar{1}$ 00)面ならびに(10 $\bar{1}$ 0)面でのすべりの軌跡が見られる。いずれの応力振幅においても-196°Cの方がすべり線は鮮明であり、その間隔が大きく、変形が局在化しているように見える。この違いを定量的に評価するため、原子間力顕微鏡を用いて、表面ステップの間隔と高さとを測定した結果をFig.4-5に示す。-196°Cにて応力振幅 $\Delta\sigma=180MPa$ で疲労変形し18920サイクルで破断した試料と、室温にて $\Delta\sigma=180MPa$ で 6×10^3 サイクルまで変形した試料とを比較した。両試料において、積算塑性ひずみはほぼ等しく、ともに約10⁴%である。平均ステップ高さ(h)ならびに平均ステップ間隔(l)ともに、-196°Cにて室温の約5倍もの大きな値を示すことから、低温では転位源の活動ならびに増殖が困難であり、変形が局在化していることがわかる。このような、大きな表面ステップの形成が応力集中さらには亀裂発生の原因となり疲労寿命の低下につながったと考えられる。

Fig.4-6に-196°Cで疲労破壊した結晶の破面近傍のSEM像を示す。{10 $\bar{1}$ 2}錘面に平行な脆性的な破面が観察された。この面に沿った亀裂の伝播は室温においてさえ、非常に高速であることから、亀裂発生後、直ちに破断に至ったことがわかる。

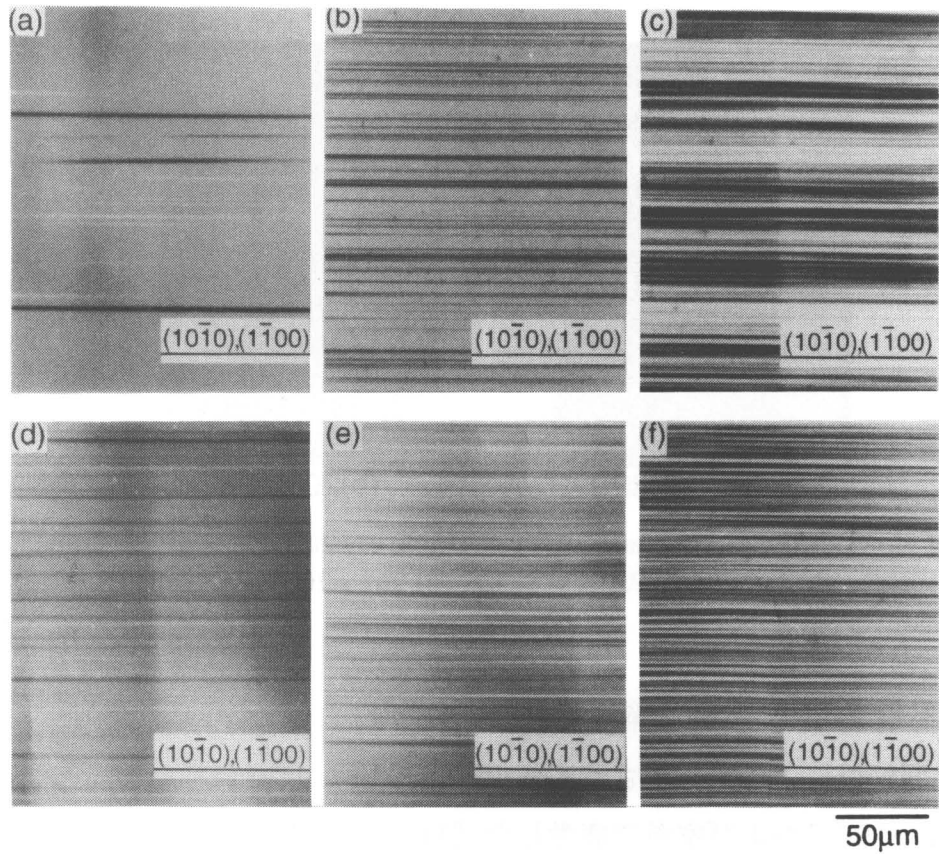


Fig. 4-4 Slip traces on $(01\bar{1}0)$ surfaces of Ti_3Al single crystals cyclically deformed; (a) $-196^\circ C$, $\Delta\sigma = 160MPa$, $N=10^5$; (b) $-196^\circ C$, $\Delta\sigma = 180MPa$, $N=18920$; (c) $-196^\circ C$, $\Delta\sigma = 200MPa$, $N=8415$; (d) R.T., $\Delta\sigma = 160MPa$, $N=10^5$; (e) R.T., $\Delta\sigma = 180MPa$, $N=10^5$; (f) R.T., $\Delta\sigma = 200MPa$, $N=10^5$.

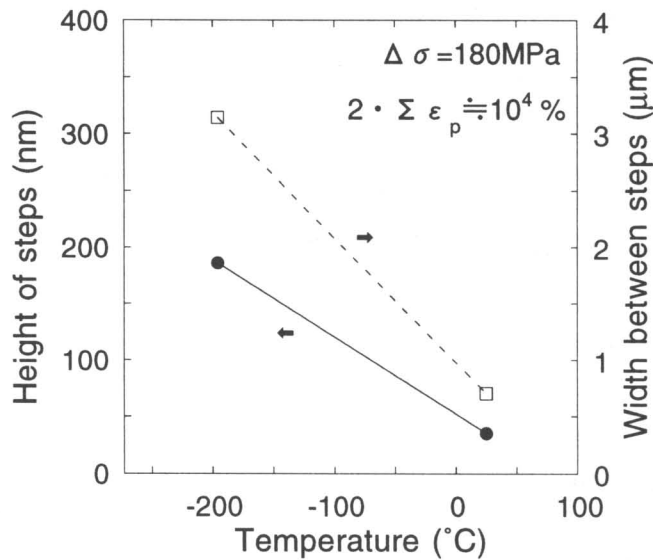


Fig. 4-5 Height of steps and width between steps on $(01\bar{1}0)$ surfaces of Ti_3Al single crystals cyclically deformed at $\Delta\sigma = 180MPa$ as a function of temperature. Almost same cumulative plastic strains ($10^4\%$) were given in both specimens.

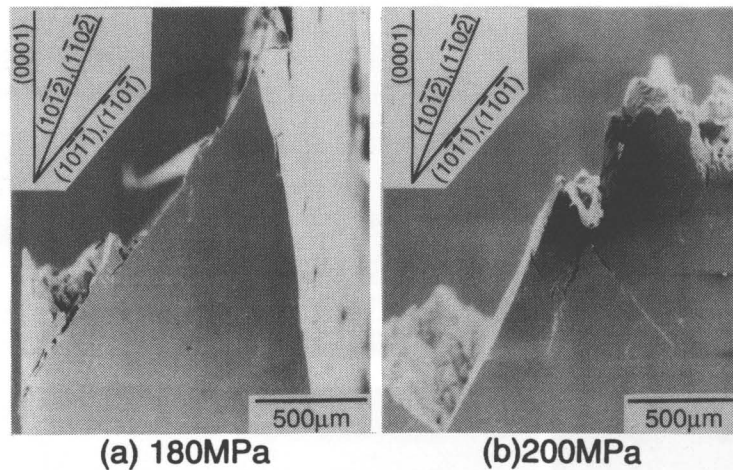


Fig. 4-6 Side views of fracture surfaces of Ti_3Al single crystals cyclically deformed and fractured at $-196^\circ C$; (a) $\Delta\sigma = 180MPa$, $N=18920$; (b) $\Delta\sigma = 200MPa$, $N=8415$.

4-3-2 低温疲労変形と転位組織

(二種類の柱面転位によって形成される組織)

Fig.4-7に、 $-196^\circ C$ および室温で疲労した試料の変形微細組織を示す。(a)は $-196^\circ C$ 、 $\Delta\sigma = 180MPa$ にて変形し18920サイクルで破断した結晶の、(b)は室温、 $\Delta\sigma = 180MPa$ にて 6×10^3 サイクルまで変形した結晶の内部組織である。先述のとおり、積算塑性ひずみは共に約 $10^4\%$ である。室温においては、3-3-3項で示したのと同様に、高密度に転位が集積したSBSが形成されていたのに対し、 $-196^\circ C$ では、局部的に $[0001]$ 方向に平行な非常に細い転位の集積が見られた。Fig.4-8にこの集積を構成する各転位のバーガースベクトルを解析した結果を示す。(a)は $\mathbf{g} = 02\bar{2}1/4\mathbf{g}$ 、(b)は $\mathbf{g} = 2\bar{2}01/4\mathbf{g}$ の回折条件で結像した暗視野像であり、それぞれ $[2\bar{1}\bar{1}0]$ 、 $[11\bar{2}0]$ に平行なバーガースベクトルをもつ転位の像は消滅している。(c)は各転位をバーガースベクトルによって色分けして描いたものである。変形を担う柱面転位と共に(4-1)式あるいは(4-2)式で表されるような、転位間の反応によって形成されたと考えられる、 $[2\bar{1}\bar{1}0]$ に平行なバーガースベクトルをもつ転位が存在した。

$$\frac{1}{3}[1\bar{2}10] + \frac{1}{3}[11\bar{2}0] \rightarrow \frac{1}{3}[2\bar{1}\bar{1}0] \quad (4-1)$$

$$\frac{1}{6}[1\bar{2}10] + \frac{1}{6}[11\bar{2}0] \rightarrow \frac{1}{6}[2\bar{1}\bar{1}0] \quad (4-2)$$

また、この反応転位束を詳細に観察したところ、 $[2\bar{1}\bar{1}0]$ に平行なバーガースベクトル

をもつ転位の殆どは、超格子部分転位として単独で存在していることから、(4-2)式で表される $1/6[1\bar{2}10]$ と $1/6[11\bar{2}0]$ の超格子部分転位同士の反応によって形成されたものと考えられる。これは、(4-1)式で表される完全転位同士の反応が起こるには、反応する二種類の超格子部分転位対が収縮する必要があるが、収縮にはエネルギーが必要であり、低温では不可能であるためと考えられる。この反応転位束はCuを低温で変形した場合や^[2]、室温であっても積層欠陥エネルギーの低いCu-Al合金を変形した場合^[3]、つまり部分転位対の収縮が困難な場合に、Schokleyの部分転位同士の反応により形成されるLomer-Cottrell不動転位と類似している。

ここで、二つの柱面すべり系が同時に活動する場合であっても、この様に室温と-196℃で、疲労変形によって形成される転位組織が大きく異なる原因について、転位間の反応のし易さに注目して考える。異なる面上を運動する転位同士の反応は、二つのすべり面の交線上で起こる。 $(1\bar{1}00)[11\bar{2}0]$ と $(10\bar{1}0)[1\bar{2}10]$ の二つの柱面すべり系が活動する場合の交線は $[0001]$ に平行であり、 $[0001]$ に平行な転位、すなわち刃状転位同士が出合った場合に反応は起こる。室温においては、らせん転位の運動が変形を支配しているため、転位同士の反応は起こり難く、疲労後期のSBSが存在する場合にのみ転位同士は反応する。このらせん転位の運動は擬 Peierls機構に従うため^[1]、-196℃においては困難である。従って、-196℃における交番変形中の塑性ひずみの多くは、Fig.4-9に示すようならせん方向に伸びたループの伸縮、すなわち刃状成分の往復運動によって担われる。そのため、二つのすべり面の交線上で異なるバーガスベクトルをもつ刃状転位同士が出合って反応する確率が高くなると考えられる。

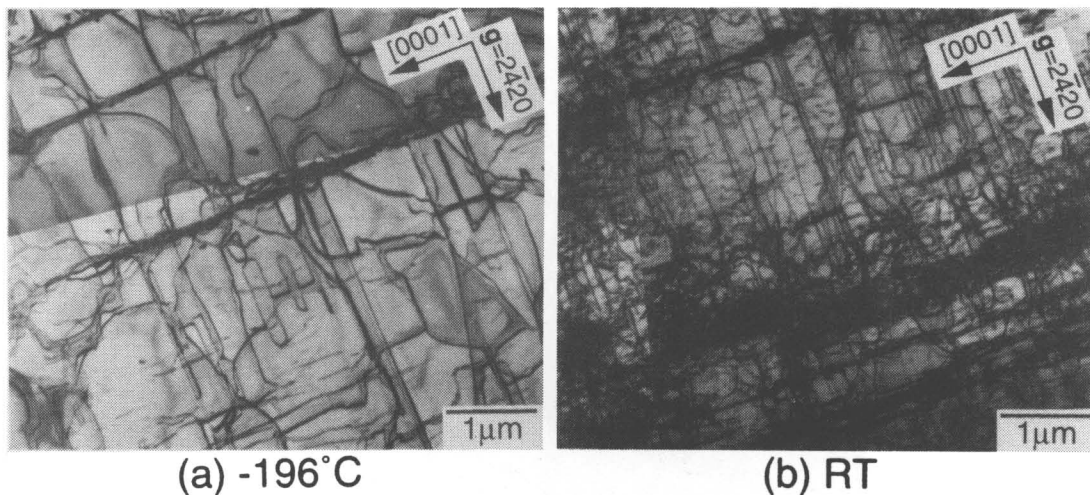


Fig. 4-7 Deformation substructure of Ti_3Al single crystals cyclically deformed; (a) -196°C, $\Delta\sigma = 180\text{MPa}$, $N=18920$; (b) R.T. $\Delta\sigma = 180\text{MPa}$, $N=6000$. Almost same cumulative plastic-strains were given in both specimens.

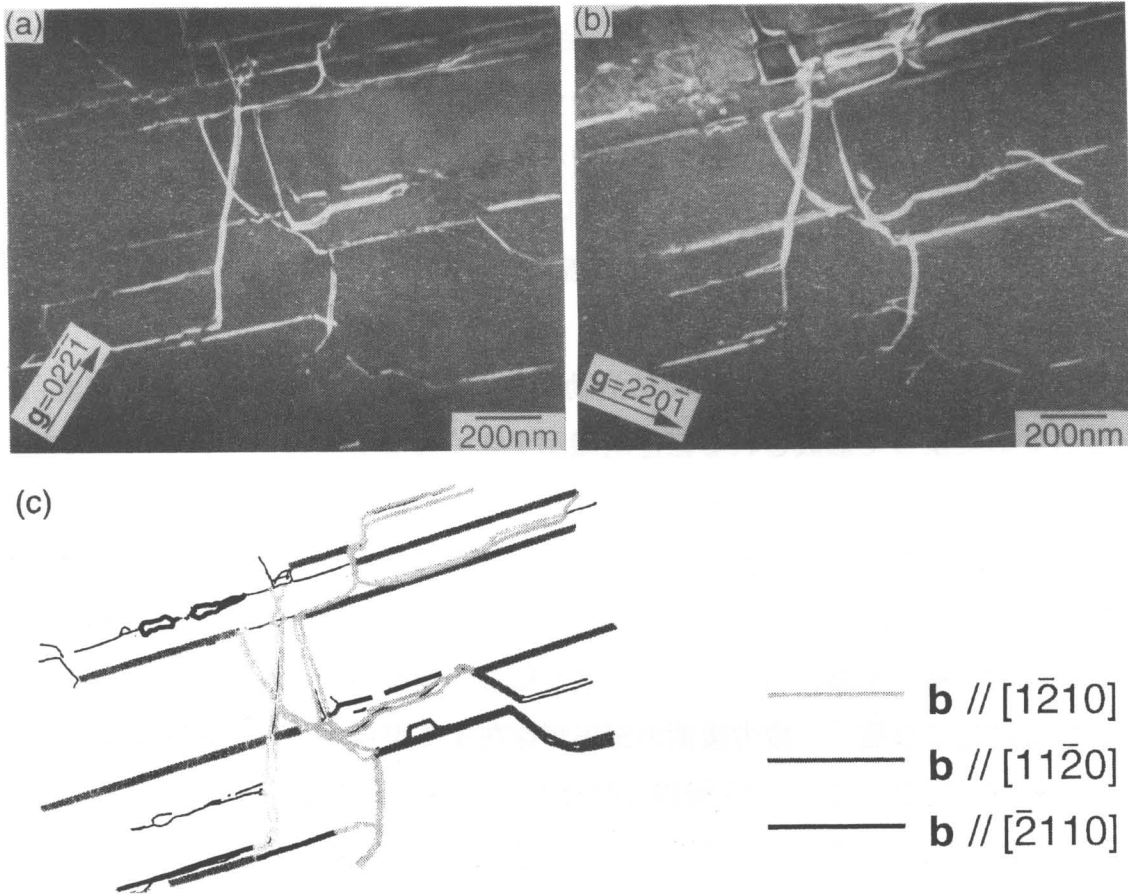


Fig. 4-8 Weak beam dark field images of dislocation tangle in Ti_3Al single crystal cyclically deformed at $-196^\circ C$, $\Delta\sigma = 180MPa$ to $N=18920$. (a) $g=02\bar{2}1$, (b) $g=2\bar{2}01$, (c) schematic drawing of dislocation segments with various Burgers vectors.

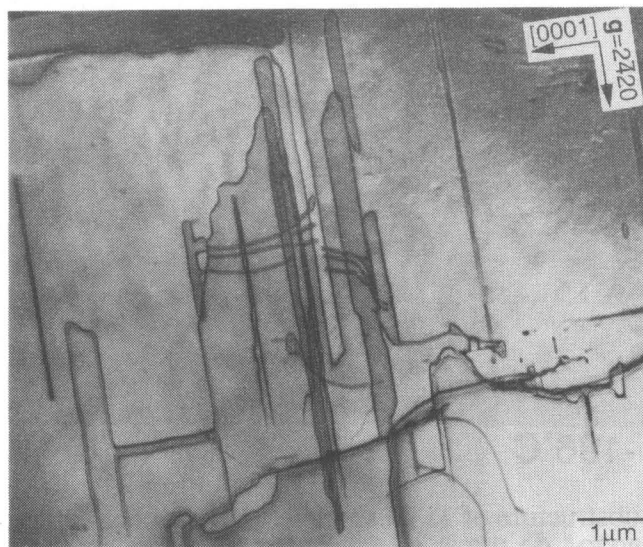


Fig. 4-9 Dislocation loops elongated along screw direction in Ti_3Al single crystal cyclically deformed at $-196^\circ C$ at $\Delta\sigma = 180MPa$ to $N=18920$.

次に、破壊に対するこの組織の影響について考える。室温においては、Fig.3-20に示したように刃状転位束を起点とする、(4-1)式で表される反応が、亀裂発生と深く関わっていると考えた。しかしながら、-196℃で見られたこの組織は、二つのすべり面上を運動する転位同士が部分的に反応して不動化したものであり、それ程大きい応力場を形成せず、そのため直接亀裂発生につながるとは考え難い。従って、-196℃での亀裂発生は室温とは異なり、coarseなすべりによる表面ステップの形成が原因であると考えられる。

(debris)

-196℃にて疲労変形したTi₃Al単結晶中には、これらの転位組織に加えて、室温で見られたのと同様の短い刃状転位双極子、すなわちdebrisが存在した。ここではこれらのdebrisの分布およびサイズを室温で形成されるものと比較することで、その形成機構を明らかにする。Fig. 4-10 (a)、(b)は、それぞれ、-196℃と室温で疲労変形したTi₃Al単結晶中のdebrisをweak beam法を用いて観察したものである。観察に用いた薄膜は、それぞれFig. 4-7(a)、(b)と同じものであり、積算塑性ひずみは両結晶で等しく、ともに約10⁴%である。

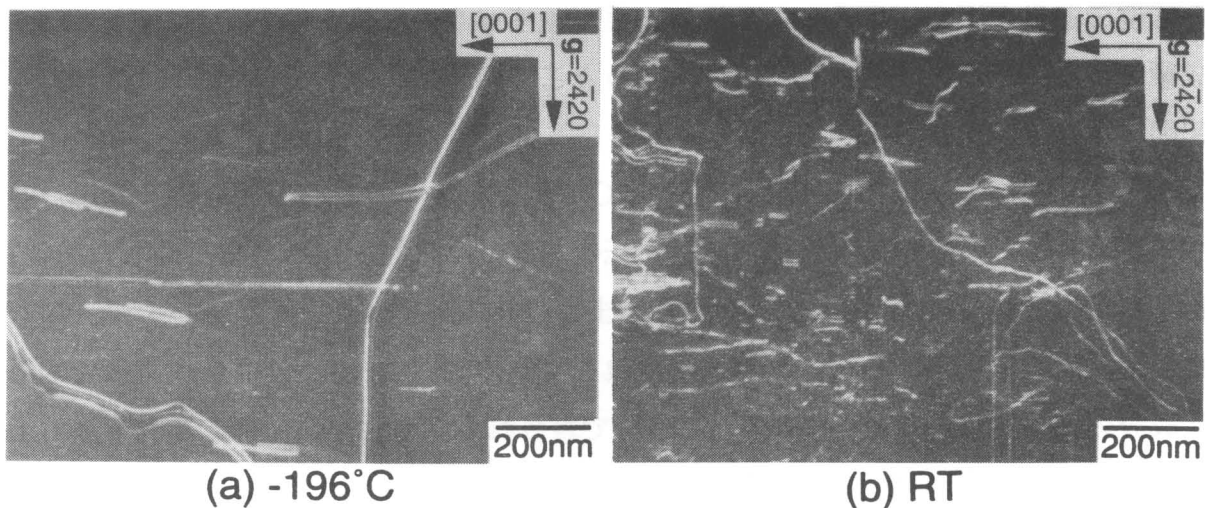
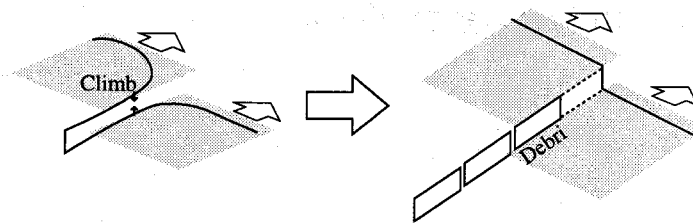
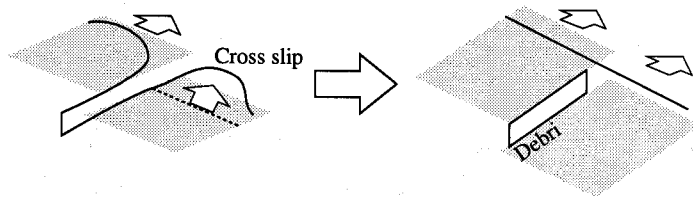


Fig. 4-10 Dislocation debris in Ti₃Al single crystals cyclically deformed; (a) -196°C, $\Delta\sigma = 180\text{MPa}$, $N=18920$; (b) R.T., $\Delta\sigma = 180\text{MPa}$, $N=6000$. Cumulative plastic strains were 10⁴% in both specimens.



(a) Pinching-off by climb



(b) Pinching-off by cross slip

Fig. 4-11 Schematic illustrations showing two possible mechanism for pinching-off of debris.

両者の間には大きく二つの違いが認められた。まず、debrisの数は、 -196°C で変形した場合、室温で変形した場合に比べて大幅に減少した。これは3-3-4項で述べたように、debrisの形成がらせん転位の一部が二重交差すべりに起因すると考えることで理解される。すなわち、このような低温では柱面転位の運動が擬Peierls機構に従うためらせん転位の運動が困難であるとともに、二重交差すべりの頻度が低下するため、debrisの形成頻度は低下すると理解される。逆に言うともこの結果もdebrisの形成が二重交差すべりに起因することを支持している。

もう一つの違いは、debrisの長さが -196°C で長くなっていることである。debrisの長さが低温で長くなっていることは、らせん転位がジョグにピン止めされてから、刃状転位双極子が形成され、これがpinch-offされるまでの時間が長いことを意味し、pinch-offもまた、熱活性化過程であることが示唆される。具体的には、Fig.4-11 (a)で表される、刃状成分の上昇運動による対消滅^[4-6]と、(b)で表される、らせん成分の二重交差すべりによるジョグの消滅^[6-8]が考えられる。

いずれのpinch-off機構が働いているのか明らかにするため、 -196°C ならびに室温にて疲労変形した Ti_3Al 単結晶中に形成されるdebrisのサイズの分布を調べた。Fig. 4-12にdebrisの長さとの高さの関係を示す。ここで、debrisの高さは、debrisの幅を実測し、それをFig.3-39に示した転位双極子の高さとの位置の関係と照らし合わせることで求めた。

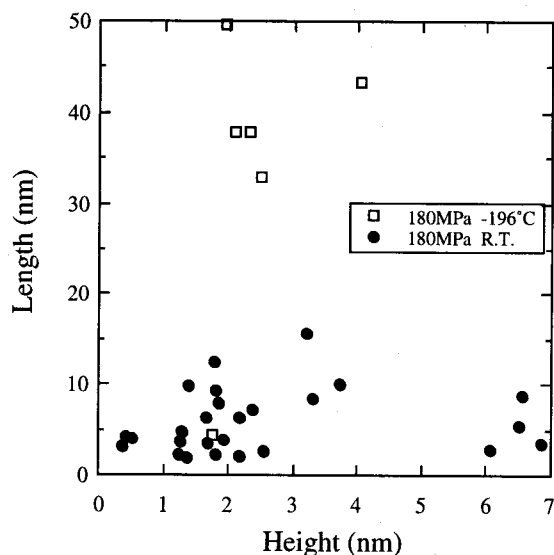


Fig. 4-12 Relation between length and height of superdipoles in Ti_3Al single crystals cyclically deformed at $-196^\circ C$ and room temperature.

まず温度の影響を見てみると、 $-196^\circ C$ では、平均高さは殆ど変化せずに、平均の長さが3~5倍と長くなっている。このことは、pinch-offされるまでの時間が双極子の高さに依存するものではなく、温度のみに依存することを意味する。また、室温で180MPaで変形した場合について見ても、高さ と長さの間に相関は認められない。

上昇運動によるpinch-offに要する時間 t はGrovesら^[9]によると、次式で表される。

$$t = \alpha \cdot \ln(h/b) \cdot (h/b)^4 \quad (4-3)$$

ここで、 h は双極子の高さ、 b はバーガスベクトルの大きさ、 α は温度に依存する定数である。

debrisの長さはこの時間に比例すると考えられるので、長さ (l) と高さ (h) の関係は、

$$l = k \cdot t = \beta \ln(h/b) \cdot (h/b)^4 \quad (4-4)$$

$$(\beta = k \cdot \alpha, \text{ kは定数})$$

で表される。これにバーガスベクトルの大きさ、 $b=0.2888nm$ を代入し、 $\Delta \sigma = 180MPa$ 、室温のデータを用いて回帰曲線を求めてみた。最小二乗法を用いるために、(4-4)式右辺に定数項 γ を加えて、 β と γ を推定したところ、 $\beta = -6.6 \times 10^{-7}$ 、 $\gamma = 6.0$ となっ

た。γは本来0であるはずなので、この回帰曲線は実際とは合わない。このことから、pinch-offは上昇運動によるものではないといえる。

また、上昇運動によってpinch-offする場合、ジョグは消滅しないので、再びらせん転位のピン止めによりdebrisが形成され、その結果、debrisの列が形成されるはずである。そのようなdebrisの列は、500~700℃にて疲労変形したCoTi単結晶で観察されている^[10]。しかしながら本研究では、そのようなdebrisの列は観察されなかった。以上のことから、pinch-offは上昇運動ではなく二重交差すべりによるものであると結論づけられる。

4-3-3 高温での疲労硬化挙動

第3章に示したように室温で、二つの柱面すべり系が同時に活動する際には、SBSの形成が疲労挙動を支配していた。しかしながら、このSBSの安定性は温度上昇とともに低下し、700℃以上での焼鈍で、上昇運動による刃状転位双極子の対消滅によりSBSは崩壊した。従ってSBSが不安定化する温度域では、疲労挙動は室温とは異なると考えられる。本節では、特にこのような温度上昇に伴うSBSの安定性の変化に注目して、300℃~800℃での柱面すべり系が活動する場合の疲労変形挙動を調べた結果について述べる。

(疲労硬化挙動)

Fig. 4-13に応力振幅 $\Delta\sigma=80\text{MPa}$ にて各温度で疲労変形した場合の、サイクル数と塑性ひずみ振幅の関係を示す。300℃、500℃、700℃では、サイクル数の増加とともに塑性ひずみ振幅は減少し疲労硬化するのに対し、800℃では200サイクル目から既に約0.13%の小さな塑性ひずみ振幅を示し、その値は 10^5 サイクルまで変化しなかった。

室温から700℃の温度域では、 $\{10\bar{1}0\}\langle 1\bar{2}10\rangle$ 柱面すべり系のCRSSは温度の上昇とともに低下し^[11,12]、塑性変形が容易となることから、疲労初期の塑性ひずみ振幅は温度の上昇とともに増大することが予想される。しかしながら、200サイクル目における各温度の塑性ひずみ振幅を比較すると300℃と500℃の間ではこの大小関係に従うものの、700℃での塑性ひずみ振幅は500℃の値よりも小さく、予想された関係に従わない。これは、700℃での降伏応力が低いいため、疲労変形初期に導入される塑性ひずみが大きく、200サイクルまでの積算塑性変形量が500℃よりも大きくなり、疲労硬化が速く進んだためと考えられる。

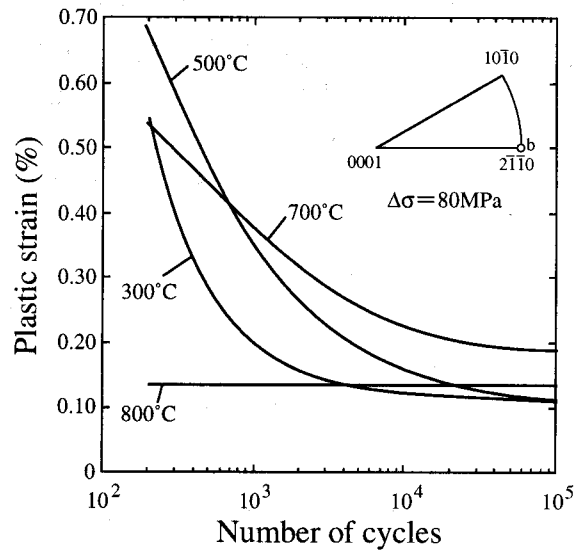


Fig. 4-13 Variation in plastic strain of Ti_3Al single crystals with orientation b cyclically deformed at $\Delta\sigma = 80MPa$ at various temperatures with number of cycles.

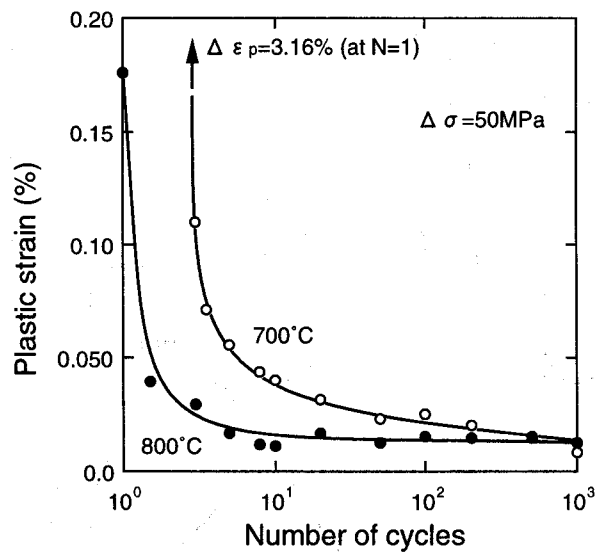


Fig. 4-14 Variation in plastic strain of Ti_3Al single crystals with orientation b cyclically deformed at $\Delta\sigma = 50MPa$ at $700^\circ C$ and $800^\circ C$ with number of cycles.

700°Cと800°CのCRSSを比較すると、700°Cで23MPa、800°Cで24MPaとほぼ等しい^[11]ことから、両温度での塑性変形の難易に大差はないと考えられる。さらに、前章の結果によると、700°C以上の焼鈍では疲労組織の消滅が容易であったことから、800°Cにおける塑性ひずみ振幅は、700°Cのそれよりも大きくなることが予想された。しかしながら実際は、800°Cでの塑性ひずみ振幅は、200サイクル目から既に、700°Cの塑性ひずみ振幅の約1/4と非常に小さな値を示した。本研究で用いた装置の都合上、20秒毎にデータを

取り込むため、周波数10Hzで行った疲労試験の200サイクル目までの塑性ひずみの変化をとらえることはできない。そこで、周波数0.05Hz、応力振幅50MPaにて疲労試験を行い、200サイクル目までの疲労硬化挙動を調べた。ここで、応力振幅を50MPaとしたのは、それ以上の応力を1サイクル目から負荷すると、大きく塑性変形してしまい、座屈の起きる恐れがあるためである。このような試験の結果、Fig. 4-14に示すように、1サイクル目において、700℃では、3.2%もの大きな塑性ひずみを示したのに対し、800℃では0.18%と小さな値を示した。2サイクル目以降さらに急速にひずみ振幅は減少し、10サイクル目には0.01%にまで減少し飽和に至った。このことは、800℃においては、変形の非常に早い段階から、それ以下の温度とは異なる硬化機構が働いていることを意味する。

Fig.4-15に、ほぼ飽和段階と考えられる 10^5 サイクル目の塑性ひずみの温度依存性を示す。ここで、 $\Delta\sigma=100\text{MPa}$ 、800℃のデータが欠落しているのは、 10^5 サイクルまでに破断したためである。 $\Delta\sigma=100\text{MPa}$ 、 $\Delta\sigma=80\text{MPa}$ のいずれの場合も、300℃と500℃の間では、殆ど変化は認められないが、500℃と700℃の間で大幅に塑性ひずみは大きくなった。これは700℃で大幅に疲労硬化が抑制されていることを意味しており、前章で示したように、室温で形成されたSBSが700℃で不安定化することと関係していると考えられる。800℃では、塑性ひずみは再び減少したことから、この温度では、SBSとは異なる安定な変形組織の形成による硬化が示唆される。

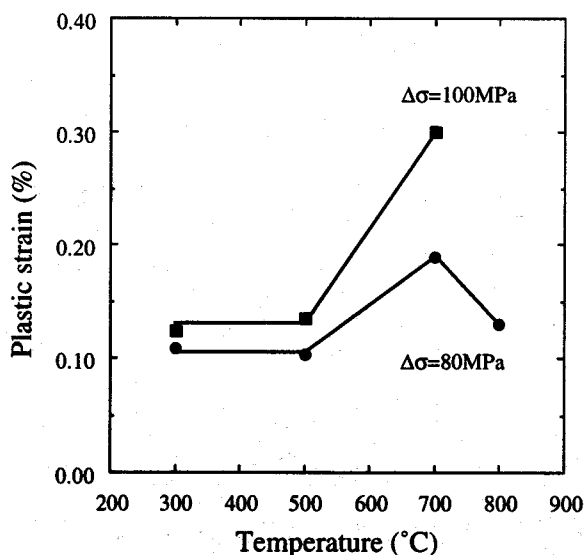


Fig. 4-15 Change in plastic strain at $N=1 \times 10^5$ of Ti_3Al single crystals with orientation b cyclically deformed at $\Delta\sigma = 80\text{MPa}$ and 100MPa as a function of temperature.

Fig.4-16に800℃にて、a方位ならびにb方位で疲労変形した際の、柱面すべり系に対する飽和せん断塑性ひずみのせん断応力振幅依存性を示す。いずれの方位においても、応

力の増大とともに塑性ひずみ振幅は増大した。また、応力振幅の大きさに関わらず、二重すべりとなるb方位の塑性ひずみは、単一すべりとなるa方位の約二倍の値を示した。これは、すべり面の数の違いによるものと考えられ、両方位で同じ疲労硬化機構が働いていることが示唆される。

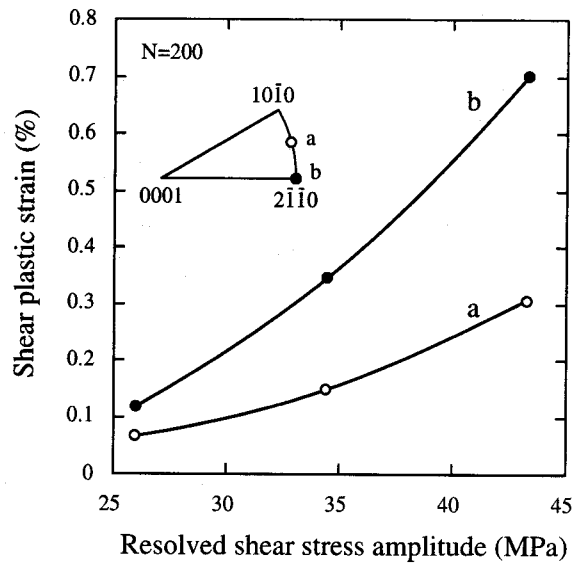


Fig. 4-16 Relation between shear plastic strain and resolved shear stress for $\{10\bar{1}0\} \langle 1\bar{2}10 \rangle$ slip at $N=200$ of Ti_3Al single crystals with orientation a and b cyclically deformed at $800^\circ C$.

(表面組織観察)

Fig.4-17に各温度で応力振幅100MPaで疲労変形した試料表面のすべり線を示す。いずれの温度でも、 $(10\bar{1}0)$ と $(1\bar{1}00)$ の二種類のすべり線が観察された。700℃以下では、すべり線に大きな違いは見られないが、800℃ではすべり線に平行な深い溝が形成されていた。またそのような溝からは、特異な筋状の起伏がすべり線に垂直方向に伸びていた。

一般に、疲労破壊は、繰り返し変形中に形成された表面起伏部分への応力集中とそれによる亀裂の発生に起因する^[13,14,15]ことから、これらの表面起伏が、疲労破壊の原因となっていると考えられる。そこで、これらの起伏への応力集中を左右するその形状ならびに大きさを、原子間力顕微鏡にて調べた結果をFig.4-18に示す。

すべり線に平行な溝は、約 $1\mu m$ と通常のすべり線の約50倍も深く、この溝への応力集中が亀裂の発生の原因と考えられる。一方、筋状の起伏は、300nmもの高さをもつ突き出しであることが明らかとなった。これは、Cu等のPSBに形成される突き出しの高さ(数百nm~ $1\mu m$)に比べれば小さいものの、TiAl-PST結晶の疲労変形において、双晶の活動に起因して形成され、亀裂発生の原因となっていた突き出しの高さ(約100nm)に比べて非常に大きい^[16]。この突き出しは応力軸方向に伸びており応力集中を引き起こし難いため、直接亀裂形成にはつながらないが、Fig.4-19に示すように、亀裂の伝播には影

響していた。また、 $\Delta\sigma=80\text{MPa}$ で変形した試料は、 $N=10^5$ でも破壊には至らなかったものの、表面にはこれらと同様の組織が形成されていた。両試料の表面組織の起伏の大きさや分布には大きな違いが見られたので、その違いの原因について検討することで、これらの表面組織の形成を支配する因子を考えた。その際、両試料の試験条件の違いとして、積算塑性ひずみ量、応力振幅、試験時間の違いに注目した。

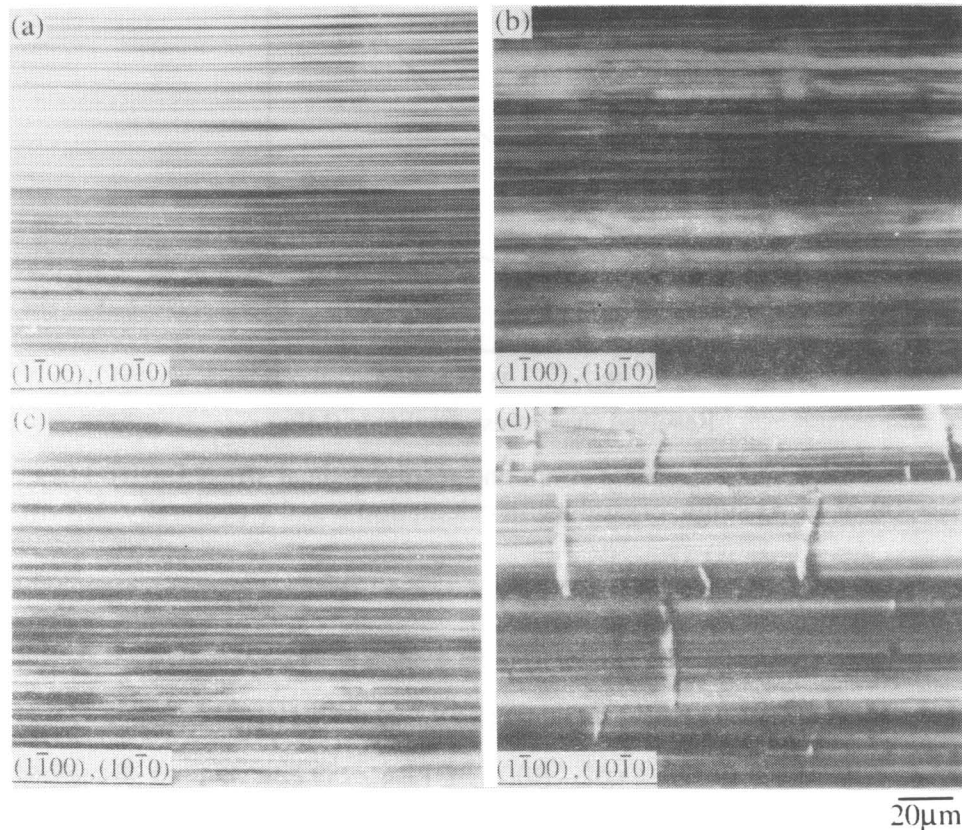


Fig. 4-17 Slip markings on $(01\bar{1}0)$ surface in single crystals with orientation b cyclically deformed at $\Delta\sigma = 100\text{MPa}$. (a) 300°C , $N=1 \times 10^5$; (b) 500°C , $N=1 \times 10^5$; (c) 700°C , $N=1 \times 10^5$; (d) 800°C , $N=10572$.

その結果をTable 4-2に示す。まず、すべり線に平行な溝に注目すると、その数、深さは、高応力振幅（100MPa）で大きいことから、溝の形成は積算ひずみよりもむしろ、塑性ひずみ振幅に依存していると考えられる。一方、突き出しに注目すると、溝を起点として形成されるため、その数は高応力振幅（100MPa）で多いものの、長さや高さは積算ひずみ及び試験時間とともに大きくなっていった。このことから、突き出しの成長は、転位運動に伴う空孔の形成、ならびにその拡散によって担われていると考えられる。

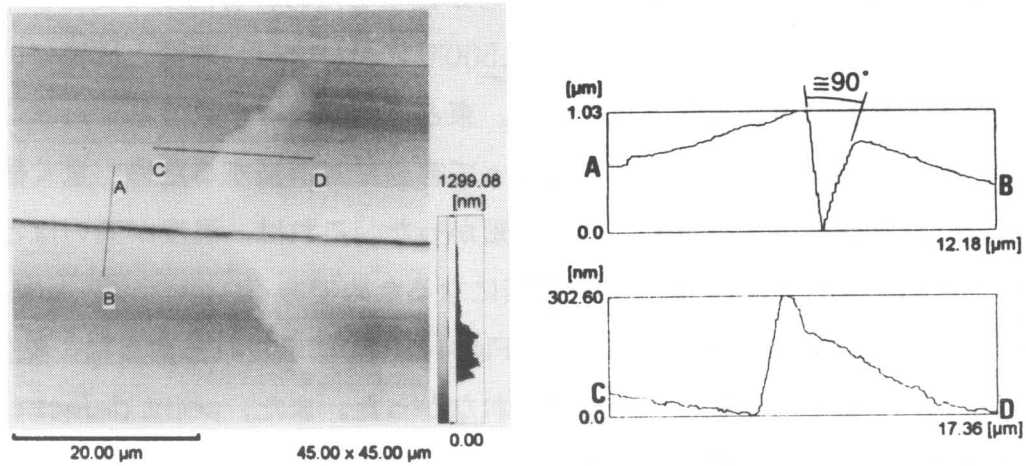


Fig. 4-18 AFM image and scanning profiles of trough and extrusion on (01 $\bar{1}$ 0) surface of Ti₃Al single crystal with orientation b cyclically deformed at 800°C and at $\Delta\sigma = 100$ MPa to N=10572.

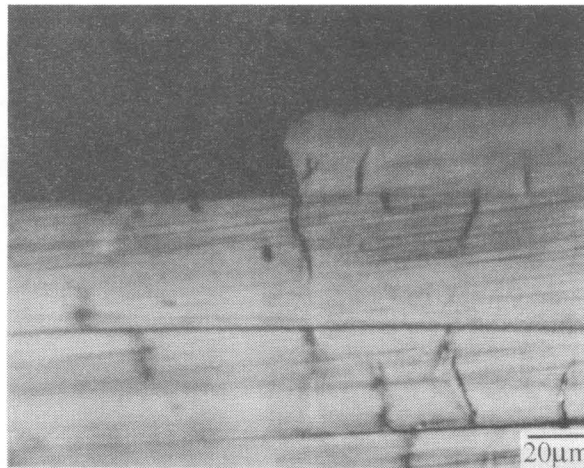


Fig. 4-19 Side view of fractured Ti₃Al single crystal with orientation b cyclically deformed at 800°C and at $\Delta\sigma = 100$ MPa to N=10572.

Testing condition				Trough			Extrusion			
Stress amplitude (MPa)	Number of cycles	Cumulative plastic strain (%)	Testing time (hour)	Depth (μm)	Angle	Density (mm ⁻¹)	Density of number (mm ⁻²)	Mean length (μm)	Density (mm ⁻¹)	Height (nm)
100	10572	9.4x10 ³	0.3	≈1	≈90°	52	186	19.6	3.6	≈300
80	10 ⁵	26.6x10 ³	2.8	≈0.5	≈90°	31	108	52.0	5.6	≈700

Table 4-2 Surface configuration in Ti₃Al single crystals with orientation b cyclically deformed at 800°C.

(変形微細組織観察)

各温度での疲労硬化挙動の違いの原因を明らかにするため、各温度で変形後の内部組織を観察した。Fig.4-20(a)に示されるように500℃においては、室温と同様に、疲労硬化の原因となる刃状転位束が形成されていた。束と束の間には多数のらせん転位が存在したが、らせん転位の双極子は交差すべりによって容易に対消滅するため、全く観察されなかった。また、debrisの長さは室温に比べて短かった。これは、温度が高いほど、らせん転位からの刃状転位双極子のpinch offが頻繁になるためである。

疲労硬化が大幅に緩和された700℃では、Fig.4-20(b)に示されるように、転位は比較的均一に分布し、もはや刃状転位束は形成されなかった。また、point defect cluster や debrisも殆ど見られない。前章で示したように、室温で形成されたSBSは、700℃での焼鈍の際、刃状転位の上昇運動によって消滅した。従って、この温度では疲労変形中に刃状転位双極子が形成されても、すぐに消滅するため、刃状転位束は発達せず、あまり疲労硬化しなかったと理解される。

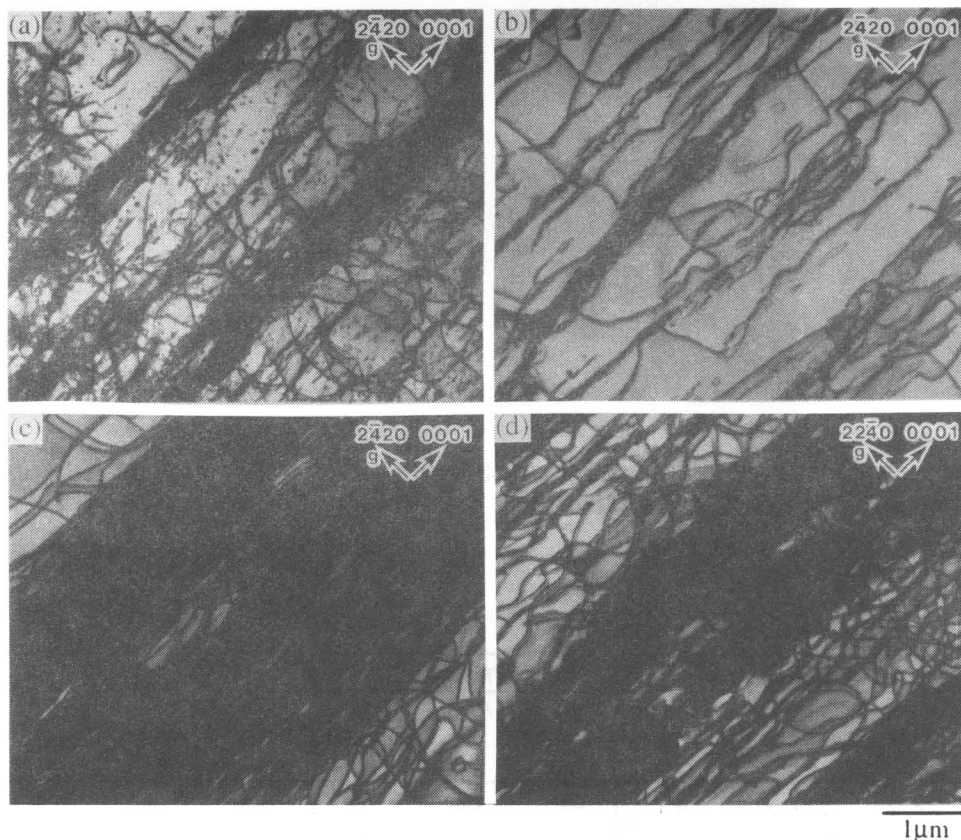


Fig. 4-20 Deformation substructure in Ti_3Al single crystals cyclically deformed. (a)500℃, $\Delta\sigma = 100\text{MPa}$, $N=1 \times 10^5$, orientation b, $g = 2\bar{4}20$, $\mathbf{B} // [\bar{1}010]$; (b)700℃, $\Delta\sigma = 100\text{MPa}$, $N=1 \times 10^5$, orientation b, $g = 2\bar{4}20$, $\mathbf{B} // [\bar{1}010]$; (c)800℃, $\Delta\sigma = 80\text{MPa}$, $N=1 \times 10^5$, orientation b, $g = 2\bar{4}20$, $\mathbf{B} // [\bar{1}010]$; (d) 800℃, $\Delta\sigma = 69.3\text{MPa}$, $N=1 \times 10^5$ orientation a, $g = 22\bar{4}0$, $\mathbf{B} // [1\bar{1}00]$.

これに対し、著しく急速な疲労硬化を示した800℃においては、Fig. 4-20(c)に示すように、[0001]方向に平行に非常に高密度な転位の太い束が形成されており、この転位の束が著しい疲労硬化の原因であることが明らかとなった。この転位の束は、Fig. 4-20(d)に示すように、a方位で変形した結晶にも、同様に形成されていた。このこともまた、Fig. 4-16に示した応力と塑性ひずみ振幅との関係と同様に、両方位で同じ疲労硬化機構が働いていることを意味している。

この太い転位束は、[0001]方向に平行であるという点では、SBSと類似している。しかしながら、800℃ではSBSを構成する刃状転位双極子は対消滅するため、刃状転位束は安定に存在することはできない。従って、この太い転位の束は、SBSとは全く異なる、高温でも安定な転位組織であると考えられる。そこでこの組織の詳細について明らかにするため、この束を構成する転位のバーガースベクトルを解析した。

Fig. 4-21は太い束の同一の部分をもつ4つの異なる回折ベクトルを用いて観察したものである。解析の結果、もともと活動の期待されていた $1/3[11\bar{2}0]$ 転位、 $1/3[1\bar{2}10]$ 転位に加えて、 $1/3[2\bar{1}\bar{1}0]$ 転位が存在することが明らかとなった。

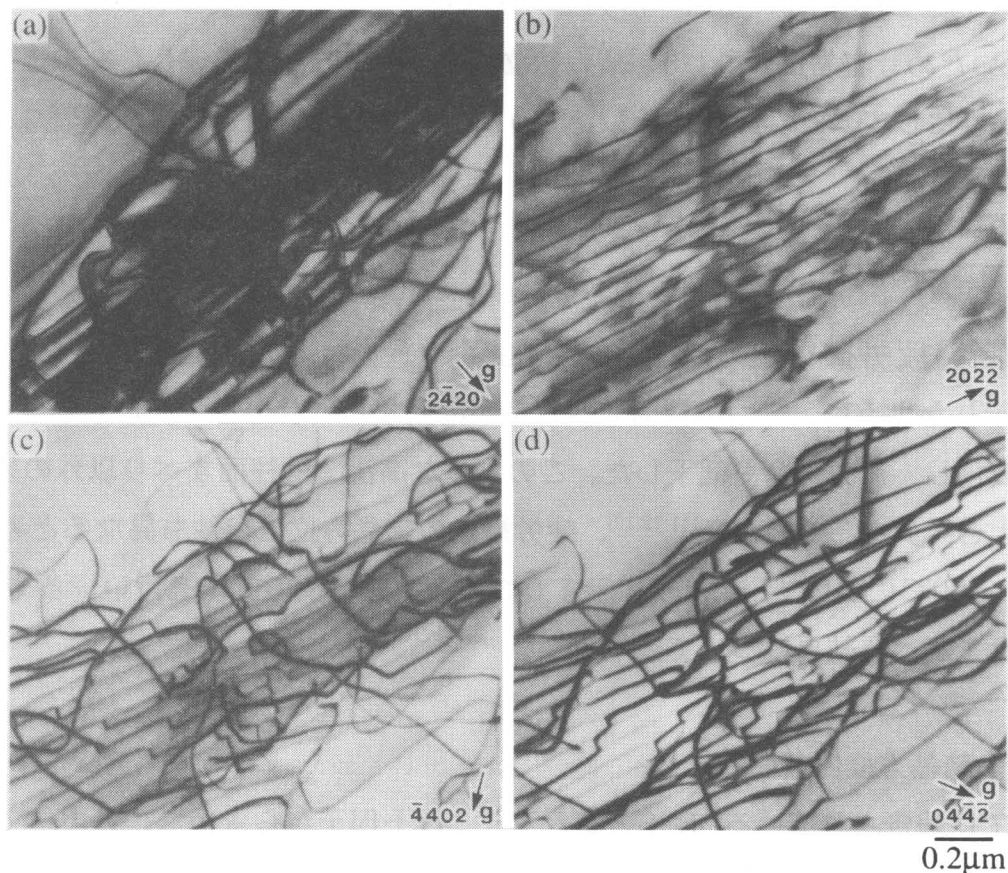
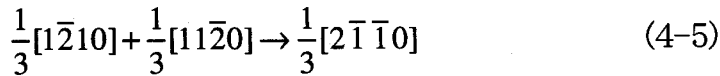


Fig. 4-21 Burgers vector analysis of dislocations in Ti_3Al single crystal with orientation b cyclically deformed at 800℃ to $N=1 \times 10^5$. (a) $g = 2\bar{4}20$; (b) $g = 20\bar{2}\bar{2}$; (c) $g = \bar{4}402$; (d) $g = 04\bar{4}\bar{2}$.

この荷重軸では、 $\frac{1}{3}[2\bar{1}\bar{1}0]$ 転位が活動するための応力成分は0であるため、この転位は次式で表される転位同士の反応により形成されたものと考えられる。



従って、800℃で形成される転位の束は、3種類の $\frac{1}{3}\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 転位がネットワークを形成することで安定化し、不動化したものと考えられる。

同じ式で表される反応が、前章で示したように室温で疲労変形した結晶にも認められたが、それは高ひずみ振幅で、 10^4 サイクルもの変形を加えた場合に限り、その数も少なかった。これに対し、800℃では転位の上昇運動が活性化されるために、変形初期から転位同士が容易に反応し、急速な疲労硬化を引き起こしたのと考えられる。

a方位で疲労変形した結晶に見られた転位の束も同様に、3種類の $\frac{1}{3}\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 転位のネットワークで構成されていた。この方位では、 $(10\bar{1}0)[1\bar{2}10]$ すべりと $(01\bar{1}0)[2\bar{1}\bar{1}0]$ すべりのシュミット因子は、 $(1\bar{1}00)[11\bar{2}0]$ すべりの半分と小さいが、800℃においてはCRSSが低いため、容易に活動し3種類の転位がネットワークを形成したのと考えられる。このようにして、Fig.4-16に示したように、a方位とb方位ともに、顕著な疲労硬化を示すと理解される。

4-3-4 高温疲労破壊とその結晶方位依存性

前項に示したように、二つの柱面すべり系が活動する場合の疲労変形挙動は、800℃にて大きく変化し、疲労寿命も低下した。このような高温では柱面すべり以外の変形挙動も室温とは大きく異なることから^[11,12,19]、疲労挙動の結晶方位依存性も異なると考えられる。本節では、800℃においてFig. 4-2に示す5つの荷重軸で疲労試験を行い、各方位での疲労破壊挙動を調べた結果について述べる。

(疲労強度の結晶方位依存性)

これまでに報告されているCRSSの値とシュミット因子から求めた、各方位で各すべり系が活動するために必要な負荷応力をTable 4-3に示す。a方位ならびにb方位においては、それぞれ一つならびに二つの柱面すべり系の活動が予想される。c方位においては底面すべり系のシュミット因子が最大ではあるが、底面すべり系のCRSSが高いため、柱面すべ

り系の活動が予想される。d方位では底面すべり系の活動が期待される。また、e方位においては、錘面すべり系の活動が期待される。

Slip system	CRSS (MPa)	Loading axes				
		a	b	c	d	e
$(1\bar{1}00)[11\bar{2}0]$	23.8	47.6	55.0	95.2	815	-
$(10\bar{1}0)[1\bar{2}10]$		95.2	55.0	190	407	-
$(0001)[\bar{2}110]$	163	-	-	337	525	-
$\{11\bar{2}1\}\langle 11\bar{2}\bar{6}\rangle$	630	1514	1413	1294	1296	1413

Table 4-3 Stress for activating each slip system in each specimen with various loading axes.

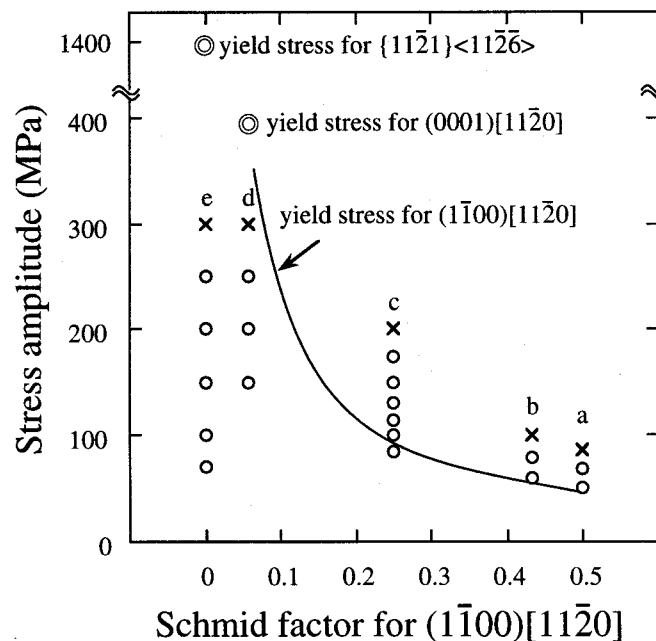


Fig. 4-22 Orientation dependence of fatigue strength in Ti_3Al single crystals with orientation a, b, c, d and e deformed at $800^\circ C$. Symbols \bigcirc and \times show that the specimen did not fracture and fractured prior to 1×10^5 cycles, respectively.

Fig.4-22に $800^\circ C$ における疲労強度の結晶方位依存性を示す。前項で示したように、 $800^\circ C$ では、a方位、b方位において、亀裂発生の原因となると考えられる、三種類の柱面転位の反応に起因した非常に高密度の転位の束が形成されていたことから、柱面すべり系の活動が疲労強度と密接に関係すると考えられる。そのため、この図の横軸は、柱面すべり系の活動のし易さを示す $(1\bar{1}00)[11\bar{2}0]$ 柱面すべり系のシュミット因子で表した。縦軸は応力振幅であり、 10^5 サイクルまでに破壊するかどうかを \bigcirc と \times で表した。 10^5 サイクルまでに破壊に至らない最大の応力振幅を疲労強度と呼ぶこととする。第2章に示したように、 $800^\circ C$ において柱面すべり系のCRSSは、シュミットの法則に従うことから、柱面すべり系が活動する場合の降伏応力は次式で予測される。

$$\sigma_y = \tau / s$$

(4-6)

ここで、 s はシュミット因子であり、 τ はCRSSである。図中に示した曲線は、800℃でのCRSSの値23.8MPaを用いて、この応力を表したものである。a、b、cの三つの方位においては、疲労強度は常に降伏応力の約二倍の値を示したことから、これらの方位での疲労破壊は、柱面転位の運動と密接に関係していることが示唆される。これに対し、d方位、e方位では、それぞれ、(0001) $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 底面すべり、 $\{11\bar{2}1\}\langle 11\bar{2}\bar{6} \rangle$ 錘面すべりの活動による降伏応力よりも低い疲労強度を示した。これは、これらの方位ではマクロなすべり変形が起こる前に疲労亀裂が発生することを意味しており、柱面すべり系が活動する場合としない場合で、疲労破壊機構が大きく異なることを示唆している。

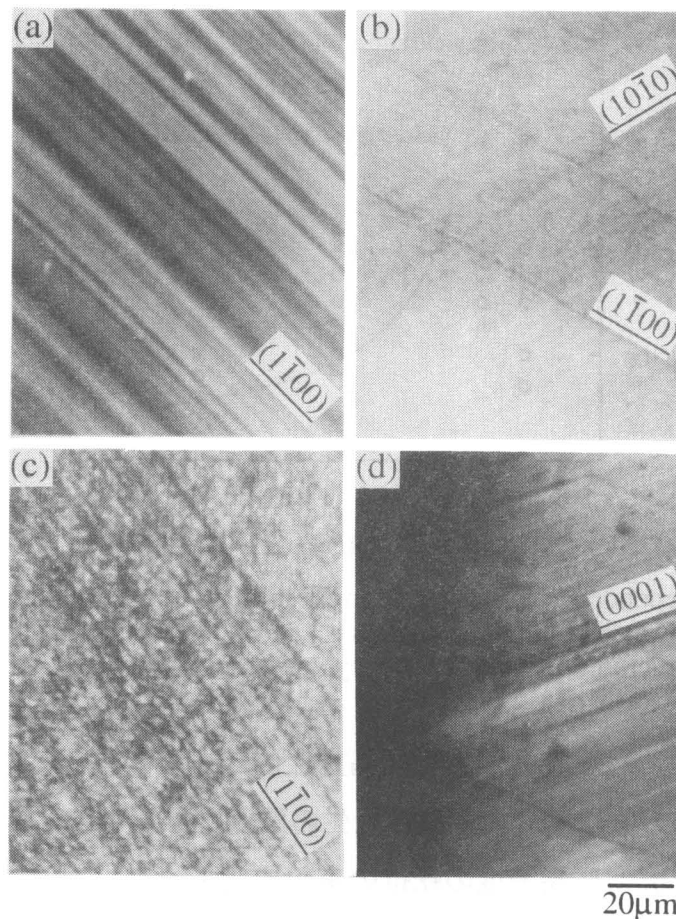


Fig. 4-23 Slip traces of Ti_3Al single crystals cyclically deformed at 800°C. (a) orientation a, $\Delta\sigma = 86.6\text{MPa}$, $N=99630$; (b) orientation b, $\Delta\sigma = 100\text{MPa}$, $N=10572$; (c) orientation c, $\Delta\sigma = 200\text{MPa}$, $N=8169$; (d) orientation d, $\Delta\sigma = 300\text{MPa}$, $N=18124$.

(活動すべり系と破壊形態)

Fig.4-23に疲労破壊した各結晶のすべり線を示す。a方位、c方位においては、 $(1\bar{1}00)$ 面のすべり線のみが観察され、b方位においては $(1\bar{1}00)$ 面と $(10\bar{1}0)$ 面の二種類のすべり線が観察された。なお、ここで示したa方位およびb方位のすべり線は、 (0001) 表面で観察したものであるため、前項のFig.4-17で示したような表面起伏は見られない。一方、d方位においては、降伏応力以下の負荷応力であるにも関わらず (0001) 面のすべり線が観察されるとともに、粗大なステップが形成されていた。e方位においては、明瞭なすべり線は観察されなかった。

疲労破壊形態も結晶方位に強く依存した。Fig. 4-24に疲労破壊した各方位の試料の破断部のSEM像を示す。(a)-(e)は荷重軸に垂直方向から、(f)-(j)は荷重軸方向から観察したものである。

a方位とb方位では破断部近傍でネッキングが見られる。また、Fig. 4-24 (f)、(g)に示すように破面には、 $[0001]$ 方向に平行なストライエーションが見られた。このストライエーションは、 $[0001]$ に平行な亀裂が、不連続に伝播したことを意味している。また、Fig. 4-25に示すように、b方位で疲労変形した結晶の (0001) 表面には、ジグザグの形態をもつ微小亀裂が見られた。 $(10\bar{1}0)$ すべり線との相対的な角度から、亀裂は $(1\bar{2}10)$ 面と $(2\bar{1}\bar{1}0)$ 面とを交互に伝播したことがわかる。また、ジグザグの間隔は、約 $10\mu\text{m}$ とFig. 4-24 (g)に示したストライエーションの間隔と対応していた。

c方位においては柱面すべり系が活動していたことから、亀裂発生は、a方位、b方位と同様にすべり線に平行な溝を起点とすると考えられる。しかしながら、その後の亀裂の伝播は複雑で、Fig. 4-24(c)、(h)に示すように、底面に沿った平面的な破面と、非結晶学的な面に沿った無秩序な破面との組み合わせによるギザギザの破壊形態を示した。

d方位においては、 (0001) 面に沿った平面的な破面が見られた。破面近傍には、底面すべりによるすべり線が見られることから、これは、底面すべり系の活動に起因したせん断割れによるものと考えられる。d方位で見られたのと同様のせん断割れは、2-2節でも述べたように、室温から 500°C 以下の比較的低い温度で圧縮変形した場合にも見られるが^[12,21]、今回疲労試験を行った 800°C で圧縮変形した場合には均一な変形となり、せん断割れは認められない^[21]。従って、d方位においては、マクロな降伏応力以下の応力であっても、転位が導入され、繰り返し負荷される間に転位が堆積することで、せん断割れが起こったものと考えられる。

e方位においても (0001) 面に沿った平面的な破面が見られたが、この方位では底面すべり系へのせん断応力は0であり、すべり変形は認められなかった。従って、この方位で

の(0001)面での割れは、2-2節で述べた室温での Ti_3Al 単結晶の疲労試験や破壊試験で見られるのと同様、(0001)面での原子間結合力の弱さに起因するものであるといえる。このような(0001)面での原子間結合力の弱さに起因する割れは、例えば、 $TiAl$ の α_2 相^[22]、 Ti_5Si_3 ^[23,24]、 $\alpha-Ti$ ^[25]、 Zn ^[26]等、多くの六方晶ベースの結晶で認められている。

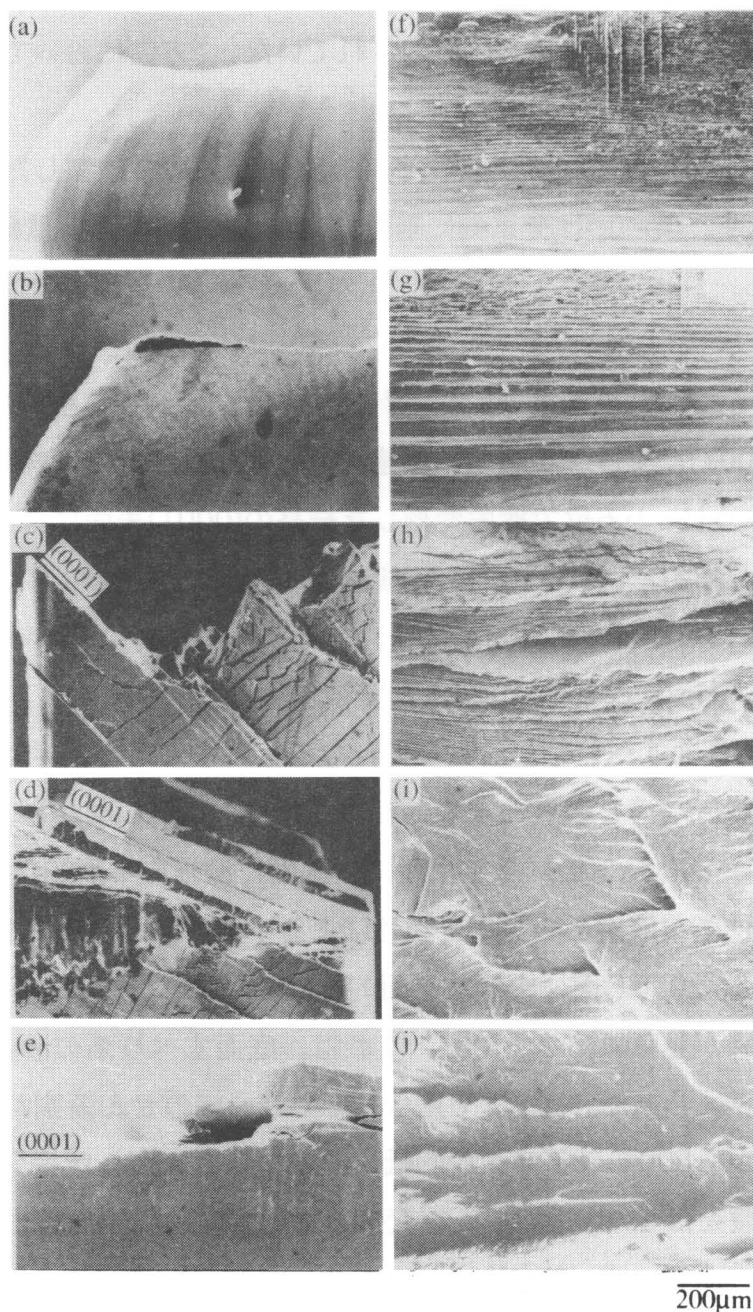


Fig. 4-24 Fractographs in Ti_3Al single crystals cyclically deformed at $800^{\circ}C$. (a), (b), (c), (d) and (e) are side views, and (f), (g), (h), (i) and (j) are top views of specimen a, b, c and e, respectively.



Fig. 4-25 Microcrack path in Ti_3Al single crystal with orientation b cyclically deformed at $800^\circ C$ and at $\Delta\sigma = 100MPa$ to $N=10572$.

4-4 考察

4-4-1 疲労硬化の温度依存性について

本節では、柱面の二重すべりの起こる場合に認められた、疲労硬化の特異な温度依存性について考える。室温においては、高密度の $[0001]$ 方向に平行な刃状転位束から成るSBSの形成によって、顕著な疲労硬化が引き起こされた。また、らせん転位が往復運動する間に形成される、多数の小さな転位ループ、すなわちdebrisもまた疲労硬化の一因であった。500°Cまでの温度域では、温度の上昇にともなって、SBSは形成され難くなりdebrisも消滅しやすくなるため、徐々に疲労硬化は緩和されるが、基本的な硬化のメカニズムは室温と同じである。700°Cでは、3-3-6項に示したようにSBSは安定に存在することは出来ないため発達せず、疲労硬化は大幅に抑制された。

$Cu^{[17]}$ や $TiAl^{[18]}$ に代表されるいくつかの金属あるいは金属間化合物について報告されているように、一般に疲労硬化は温度の上昇にともなって単調に緩和される。さらに、 $Ni_3Al^{[19]}$ や $CoTi^{[10]}$ 等の、異常硬化現象を示す金属間化合物であっても、温度の上昇にともなって、必ずしも疲労強度は上昇しない。

しかしながら、 Ti_3Al において、二つの柱面すべり系が同時に活動する場合、800°Cにおいては、それ以下の温度に比べて著しく急速な疲労硬化が認められた。その原因は(4-3)式で表される転位間の反応に起因した転位のネットワークの形成であったが、そのネットワークの形成が800°Cでのみ認められた原因は、以下のように考えられる。

ネットワーク形成のために必要とされる転位間の反応は、二種類の転位がすべり面の交線上で出合ったとき、すなわち $[0001]$ に平行な刃状転位同士が出合ったときに起こり得る。室温においては、柱面転位の大半はらせん転位として運動しているため、異なる面

上を運動する転位同士は反応することなく、互いに切り合い、ジョグを形成する。ジョグによるピン止めを起点に、刃状転位が形成されるものの、刃状転位同士が出合う確率は低く、従って室温においては、SBSが形成されるような疲労変形後期に初めて、この反応は起こり得る。これに対し800℃では、柱面転位は刃状成分が多く、また上昇運動も容易であるため、刃状転位同士が出合う確率が高い。そのため、変形初期から転位間の反応が起こり、急速な疲労硬化が発現すると考えられる。

4-4-2 柱面すべりによる疲労破壊機構について

800℃において、柱面すべりの活動の容易なa方位、b方位においては他の方位とは違って、延性的な破壊形態を示した。本節では、その疲労破壊の機構について考察する。

まず、亀裂の発生については、4-3-3項で示したすべり線に平行な深い溝への応力集中によるものであることは明らかである。そしてこの溝は、同項で示した転位間の反応によって形成された微小亀裂がわずかに成長したものと思われる。同様の転位間の反応に起因した亀裂が、室温においてもSBSを起点として形成された。室温においては、このような微小亀裂が形成されると、一般の金属間化合物と同様、脆性的に高速に亀裂は伝播する。しかしながら、800℃では柱面すべりが非常に容易であるため、すべりにより亀裂先端は鈍化し、応力集中は緩和され、亀裂は高速には伝播せず、深い溝としてとどまったと考えられる。

その後の繰り返し応力によって、この溝から亀裂は徐々に進展したわけであるが、その際、亀裂は $(1\bar{2}10)$ 面と $(2\bar{1}\bar{1}0)$ 面を交互にジグザグに伝播し、破面には $[0001]$ 方向に平行なストライエーションを残した。

$[0001]$ に平行な類似のストライエーションが、b方位すなわち $[2\bar{1}\bar{1}0]$ 荷重軸で、室温にて疲労破壊した α -Ti単結晶で見られている。このストライエーションの形成は、 $(1\bar{1}00)$ 面と $(10\bar{1}0)$ 面の二つの柱面上で交互にせん断するというslip-off機構によって説明されている^[27]。しかしながら、同じ方位において800℃で疲労変形した Ti_3Al 単結晶に見られる亀裂は、 $\{10\bar{1}0\}$ タイプのすべり線ではなく、 $(1\bar{2}10)$ 面と $(2\bar{1}\bar{1}0)$ 面とでジグザグに進展していたため、この亀裂伝播をslip-off機構で説明することはできない。

$(1\bar{2}10)$ 面は $(10\bar{1}0)$ すべり面に垂直であると同時に、この面を運動する転位のバーガーベクトルに垂直である。このような亀裂の形成はFig.4-26(a)に示すように、刃状転位の堆積によるひずみ場の解放に起因して発生し得ることがStrohによって提案されている^[28]。

一方、 $(2\bar{1}\bar{1}0)$ 面に沿った亀裂伝播については、単純に最大荷重面での割れと理解する

ことができる。あるいは、Fig.4-26(b)に示されるように、(4-3)式で表される転位反応で生成された $[2\bar{1}\bar{1}0]$ 転位の堆積による大きな残留応力の解放によるものとも考えられる。

亀裂進展面の遷移過程等、詳細なメカニズムについては不明であるが、これらの機構が交互に働き $(1\bar{2}10)$ 面と $(2\bar{1}\bar{1}0)$ 面に沿ったジクザグの亀裂伝播が起こると考えられる。

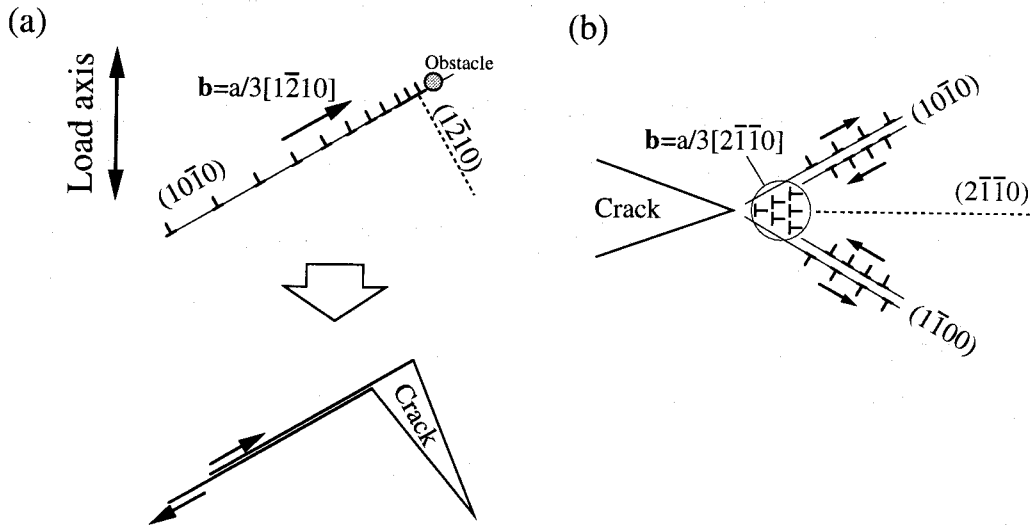


Fig. 4-26 Schematic illustrations showing mechanism of microcrack propagation. Schematic illustration of crack propagation processes. (a) formation of a microcrack on $(1\bar{2}10)$ plane, (b) emission of dislocations at a crack tip and the crack propagation on $(2\bar{1}\bar{1}0)$ plane.

4-4-3 SBSの重要性について

前章において、室温における Ti_3Al 単結晶の疲労挙動について明らかにし、本章において、その温度依存性を明らかにすることで、 Ti_3Al 単結晶の疲労挙動のほぼ全容が明らかとなった。その中で得られた、最も重要な知見はSBSの形成が Ti_3Al の疲労挙動を支配するということである。なぜなら、SBSは顕著な疲労硬化やBauschinger効果等、疲労変形に伴う力学特性の変化を引き起こすのみならず、亀裂発生の原因となる転位間の反応を誘発するからである。形成される温度範囲についても室温から $500^{\circ}C$ と Ti_3Al 基合金が使用される温度域と一致している。また、SBSを形成する柱面転位は Ti_3Al において全ての温度域で最も活動が容易な転位であり、周りの結晶粒からの拘束を受ける多結晶体においては二種類以上の柱面すべりが同時に活動することも容易であると考えられ、SBSが形成されると予想される。事実、 α_2/β 二相組織を有する Ti_3Al 基合金の疲労破壊は、 α_2 相内での微小亀裂が起点となることが報告されている^[29, 30]。その微小亀裂形成の原因については明らかではないとされているが、本研究の結果から考えて、SBSがその原因である可能

性が高い。

従って、 Ti_3Al の疲労特性改善のためにはSBSの形成を抑制し、亀裂発生を回避する方法を見つけることが必要とされる。

4-5 結言

-196°Cから800°Cまでの温度域での、 Ti_3Al 単結晶の疲労変形挙動を調べることで以下の知見を得た。

- (1) -196°Cにおいて、二つの柱面すべり系が活動する方位で、応力制御にて疲労変形した場合、柱面転位の運動が擬Peierls機構に従い、低温で困難となることを反映して、室温に比べて小さな塑性ひずみを示した。また、転位源の活性化ならびに増殖が困難であることを反映して、すべりは不均一となり、粗大な表面起伏への応力集中により亀裂を形成するため、疲労寿命は低下した。
- (2) さらに、変形後の結晶内部には、室温で形成されるSBSに代わって、超格子部分転位間の反応に起因する、[0001]方向に平行な、細い転位束が形成された。またdebrisの形成頻度が低下するとともに、debrisの長さが長くなること等から、debris形成の起点となるジョグの形成ならびにpinch-offの機構が、いずれも二重交差すべりによるものであることが明らかとなった。
- (3) 同じ方位で、300°C~800°Cの高温で疲労変形した場合、700°Cまでの温度域では、温度の上昇にともなって、debrisが不安定になるとともにSBSの発達抑制されるため、疲労硬化が緩やかとなった。これに対し、800°Cでは転位間の反応に起因した高密度の転位のネットワークの形成により著しく急速な疲労硬化を示した。
- (4) 800°Cにおける疲労強度は強い結晶方位依存性を示した。柱面すべり系の活動が容易な方位では、疲労強度は柱面すべり系の活動による降伏応力の約二倍の値を示した。これに対し、底面すべり系あるいは錘面すべり系の活動が期待される方位では、降伏応力以下で破壊した。
- (5) 800°Cにおける疲労破壊挙動も強い結晶方位依存性を示した。柱面すべり系が活動する場合、すべり線に平行な深い溝を起点に亀裂が発生し、亀裂は二種類の $\{11\bar{2}0\}$ 面を交互に伝播し、破壊に至った。底面すべり系が活動する場合、(0001)面でのせん断割れにより脆性破壊した。また、荷重軸が[0001]近傍で錘面すべりの活動が期待される場合、塑性変形することなく(0001)面でのへき開により破壊した。

◇参考文献

- [1] M. Legros, A. Couret and D. Caillard, *Philosophical Magazine A* 73, 61 (1996).
- [2] J. W. Steeds, *Proc. Roy. Soc A* 292, 343 (1966).
- [3] H. P. Karnthaler and E. Winter, *Acta Metallurgica* 23, 1501 (1975).
- [4] C. G. Kallingal, T. R. Smith and N. S. Stoloff, *Scripta Metallurgica* 27, 1407 (1992).
- [5] G. W. Groves and A. Kelly, *Journal of applied physics* 33, 456 (1961).
- [6] R. L. Segall, P. G. Partridge and P. B. Hirsch, *Philosophical Magazine* 6, 1493 (1961).
- [7] A. S. Tetelman, *Philosophical Magazine* 7, 1801 (1962).
- [8] P. B. Price, *Philosophical Magazine* 5, 873 (1960).
- [9] G. W. Groves and A. Kelly, *Journal of applied physics* 33, 456 (1961).
- [10] A. Behgozin, T. Nakano and Y. Umakoshi, in *The third Pacific Rim International Conference on Advanced Materials and Processing (PRICM-3)*, 1998 (TMS), p. 2323.
- [11] Y. Umakoshi, T. Nakano, T. Takenaka, K. Sumimoto and T. Yamane, *Acta metallurgica materialia* 41, 1149 (1993).
- [12] Y. Minonishi, *Philosophical Magazine A* 63, 1085 (1991).
- [13] Z. S. Basinski, *Progress in Materials Science* 36, 89 (1992).
- [14] H. Mughrabi, R. Wang, K. Differt and U. Essman, in *Fatigue mechanisms: advances in quantitative measurement of physical damage*, 1983 (ASTM STP), p. 5.
- [15] L. L. Lisiacki and J. R. Weertman, *Acta metallurgica materialia* 38, 50 (1990).
- [16] T. Nakano, H. Y. Yasuda, N. Higashitanaka and Y. Umakoshi, *Acta materialia* 45, 4807 (1997).
- [17] L. L. Lisiacki and J. R. Weertman, *Acta metallurgica materialia* 38, 509 (1990).
- [18] Y. Umakoshi, H. Y. Yasuda, T. Nakano and K. Ikeda, *Metallurgical and materials transactions A* 29A, 943 (1998).
- [19] G. Webb and S. D. Antolovich, *Metallurgical and materials transactions A* 25A, 2469 (1994).
- [20] H. Inui, Y. Toda and M. Yamaguchi, *Philosophical Magazine A* 67, 1315 (1993).
- [21] T. Nakano and E. Yanagisawa, *ISIJ International* 35, 900 (1995).
- [22] T. Nakano, T. Kawabata, H. Y. Yasuda and Y. Umakoshi, *Material Science and Engineering A* 194, 43 (1995).
- [23] T. Nakashima and Y. Umakoshi, *Philosophical Magazine Letters* 66, 317 (1992).
- [24] Y. Umakoshi and T. Nakashima, *Scripta Metallurgica et Materialia* 30, 1431 (1994).
- [25] R. J. Wilson, V. Randle, W. J. Evans, *Philosophical Magazine A* 76, 471 (1997).
- [26] A. H. Maitland, G. A. Chadwick, *Philosophical Magazine* 19 645 (1969).

- [27] K. Takashima, Y. Mine, S. Ando, H. Tonda, Y. Higo and P. Bowen, in ICF9, Sydney, Australia, 1997, p. 1.
- [28] A. N. Stroh, Proc. Roy. Soc A232, 548 (1955).
- [29] D. A. Davidson, in Microstructure/Property relationship in titanium aluminides and alloys (eds. Y. W. Kim and R. R. Boyer), TMS, Warrendale, PA, 1991, p. 447.
- [30] D. A. Davidson, J. B. Campbell and R. A. Page, Metallurgical and materials transactions A 22A, 337 (1991).

第5章 Ti_3Al 単結晶の疲労挙動に及ぼす微細組織の影響

5-1 緒言

前章までに、 Ti_3Al 単結晶の疲労挙動の全容を明らかにした。特に二つの柱面すべり系が活動する場合には、室温から500℃の広い温度範囲で、らせん転位同士の切り合いに起因して、数 μm 間隔で分布した刃状転位束からなるSBSが形成され、顕著な疲労硬化やBauschinger効果さらには疲労亀裂形成の原因となることを示した。そして、このSBSの形成を抑制することが Ti_3Al の疲労特性改善の鍵であることを明らかにした。しかしながら、実用材料として開発が進められている Ti_3Al 基合金や $TiAl$ 基合金中に存在する α_2 相は、 $\gamma TiAl$ との層状組織や逆位相領域 (APD) 等の1 μm 以下のサイズの微細組織を有しており、転位の運動形態は、単相の Ti_3Al 中とは異なり、疲労挙動も大きく異なると考えられる。本章では、このような観点からAPDを有する Ti_3Al 単結晶ならびに、 Ti_3Al 母相中に少量の γ 相をプレート状に配置した方向制御結晶を用い、疲労変形挙動に及ぼす微細組織の影響を調べた結果について述べる。さらに、その結果から、転位の運動形態と疲労挙動との相関を明らかにするとともに、微細組織の導入のSBS形成の抑止策としての可能性を検討する。

5-2 実験方法

(逆位相領域境界の導入)

3-2節に示したのと同様の方法により得られた Ti_3Al 単結晶を、Ta箔で保護した後、石英管に真空封入し、規則・不規則変態点直上の1150℃にて3時間保持した後、氷水中に焼入れ不規則化した。その後、再び石英管に真空封入し、700℃ならびに900℃にて各種時間焼鈍することでAPDを成長させた。

(方向制御 $Ti_3Al/TiAl$ 層状結晶の作製)

アーク溶解法により、Ti-39.0at.%AlならびにTi-40.0at.%Alの母合金を溶製後、FZ法 (NEC-SC-35HD炉) により、結晶成長速度2.5mm/hで方向制御結晶を作製した。

(試験片の作製)

得られた結晶から、柱面すべり系が活動するような荷重軸をもつ、2x2x5mm³の角柱試験片ならびにゲージ部2x3x7mm³のFig.3-1に示す形状の平板疲労試験片を作製した。

荷重軸方位と各荷重軸に対する各すべり系のシュミット因子をそれぞれFig. 5-1とTable 5-1に示す。試験片には3-2節に示したのと同じ機械研磨および電解研磨を施した。なお電解研磨の条件は、圧縮試験片は電圧13V、温度-25℃にて10分間、疲労試験片は電圧22V、温度-25℃にて10分間とした。

(圧縮試験および疲労試験)

圧縮試験はインストロン型試験機 (SHIMADZU AUTOGRAPH 5000C) を用いて、室温、真空中にて、公称ひずみ速度 $1.7 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ にて行った。疲労試験は3-2節に示したのと同じ条件で、室温にて、全ひずみ制御 ($\Delta \epsilon = 0.2 \sim 0.5\%$) 試験を行った。

変形前後の組織観察は、3-2節に示した方法で行った。なお、層状組織を光学顕微鏡にて観察する際には、電解研磨の後、水/硝酸/フッ酸を100/1.8/1の体積率で混合した溶液を用いて、0℃にて15秒間の腐食を施した。

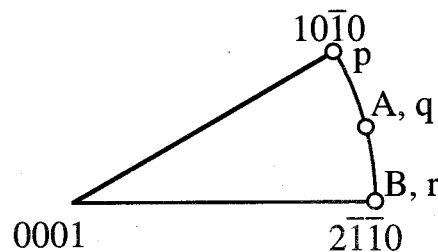


Fig. 5-1 Loading axes of specimens.

Stress axis	Slip system				
	(1100)[1120]	(1010)[1210]	(0110)[2110]	(0001)<1120>	{1121}<1126>
A, q	0.50	0.25	0.25	0	0
B, r	0.43	0.43	0	0	0
p	0.43	0	0.43	0	0

Table 5-1 Schmid factors for each slip systems at loading axes in Fig. 5-1.

5-3 実験結果

5-3-1 Ti_3Al 単結晶の疲労変形挙動に及ぼす逆位相領域境界の影響

Ti_3Al は1125℃~1150℃の間に規則・不規則変態点をもつKurnakov型の化合物であるため、不規則状態から規則化する過程で逆位相領域境界 (APDB) を導入することが可能である^[1]。APDBは転位運動を変化させ、塑性変形挙動に強く影響することが知られてい

る。例えば、 Cu_3Au ^[2]においては、転位はAPDBをせん断して運動し、その際のAPDB面積の増大に伴うエネルギー上昇に相当する変形抵抗を受ける。また、 Ni_3Al においては、転位はAPDBに沿って運動するとともに、均一変形を促し、延性を向上させる^[3]。 Ti_3Al においてもAPDBの導入により転位の運動形態は変化し、疲労変形挙動も変化すると考えられる。そこで本研究ではまず、柱面転位の運動に及ぼすAPDBの影響を調べた。さらに、その結果に基づき、 Ti_3Al 単結晶の疲労変形挙動に及ぼすAPDBの影響を、転位運動形態の変化に起因する疲労挙動の変化ならびに交番変形中の内部組織の変化に注目して調べた。

(逆位相領域の成長とその観察)

D0_{19} 型構造をもつ Ti_3Al において、APDBの変位ベクトルは $\mathbf{R}_1=1/6[11\bar{2}0]$ 、 $\mathbf{R}_2=1/6[1\bar{2}10]$ 、 $\mathbf{R}_3=1/6[2\bar{1}\bar{1}0]$ の三種類が存在する^[4]。TEM観察において、APDBは規則格子反射を用いた暗視野像中に π コントラストとして現れる^[5]。ただし、回折ベクトル(\mathbf{g})との内積が整数となるAPDBは観察されない。従って、常に三種類のAPDBのうち、一種類は観察されない^[1]。

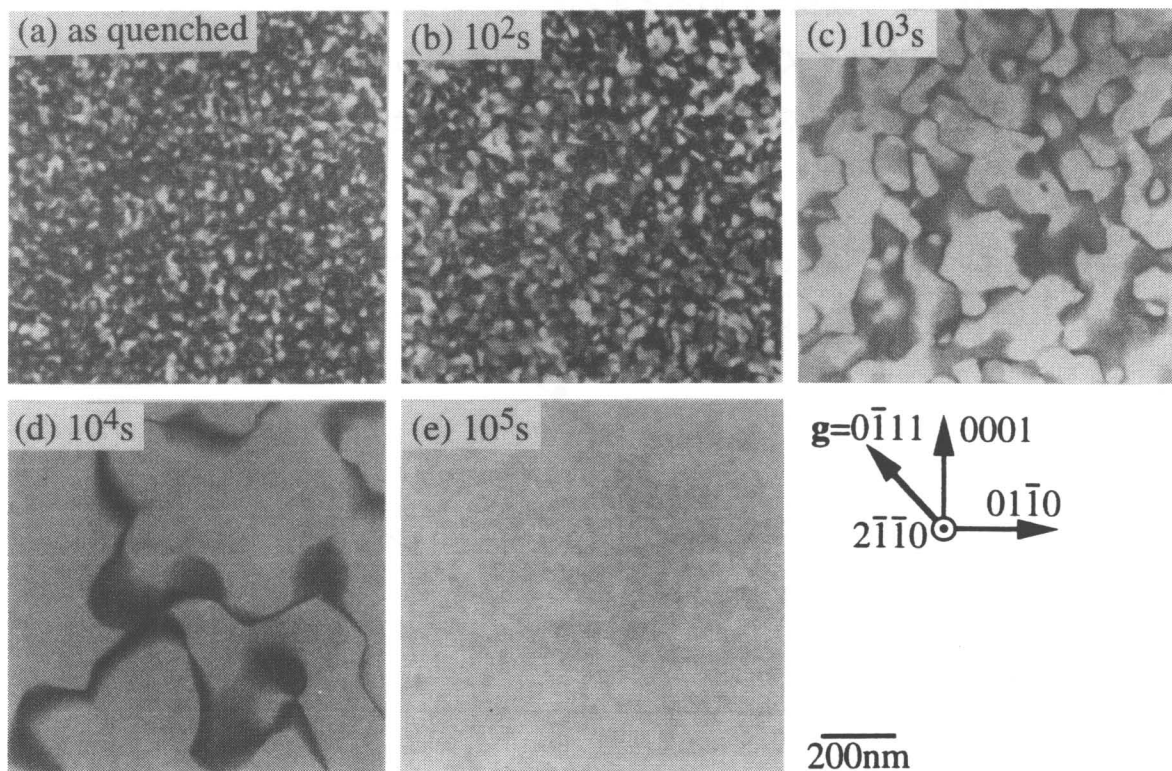


Fig. 5-2 Dark field images of Ti_3Al single crystals quenched from 1150°C and annealed at 900°C for various periods. (a) as quenched, (b) 10²s, (c) 10³s, (d) 10⁴s, (e) 10⁵s. **Beam//** $[2\bar{1}\bar{1}0]$, $\mathbf{g}=0\bar{1}11$.

Fig.5-2に1150°Cから焼入れ直後および、その後900°Cにて等温焼鈍した場合の、APD形態の変化を示す。ただし、これらは、(0 $\bar{1}$ 11)規則格子反射を用いて結像した暗視野像であるため、 R_3 のAPDBのコントラストは消滅して見えない。Ti₃Alの規則化が急速であるため、焼き入れ直後から、微細なAPDが形成されていた。その後、焼鈍時間とともに、APDは等方的に粗大化し、10⁵s焼鈍後には殆ど全てのAPDBが消滅した。

Fig.5-3に焼鈍温度700°Cならびに900°Cにおける、焼鈍時間とAPDサイズとの関係を示す。白抜き点の点はSastryらによる多結晶のデータである^[1]。ここで、APDサイズは、(2 $\bar{1}$ $\bar{1}$ 0)面に平行な薄膜を用いて観察したAPDの平均切片長さを測定し、3種類のAPDBが同じ確率で存在すると仮定して、2/3倍したものである。両対数プロットで表した場合、その関係は直線上に載った。また、単結晶と多結晶で同一直線上に載ることから、APDの形状は等方的であることがわかる。また、その傾きは900°Cにおいて0.43と0.5に近いことからAPDの成長は、Cupschalkが提案しているモデルのように^[6]、純金属の結晶粒の成長と同様、界面エネルギーの減少を駆動力とし、拡散により進行すると考えられる。700°Cにおいては、その傾きは0.33であったが、これはデータ点が少なく、ばらつきが大きいと考えられ、その観察される形態に大きな違いが認められない点を考慮すると、900°Cと同様の機構により成長していると思われる。いずれにしても、焼鈍温度ならびに焼鈍時間によって、APDサイズを制御することが可能である。これを利用して、各種サイズのAPDをもつTi₃Al単結晶を作製し、圧縮試験を行った。

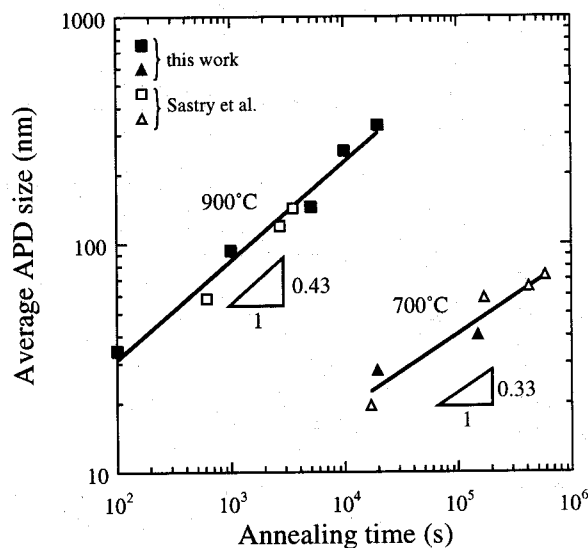


Fig. 5-3 Average APD size in Ti₃Al single crystals as a function of annealing time at 700°C and 900°C. Data for Ti₃Al polycrystals from Sastry *et al.*^[1] are also shown.

(圧縮変形挙動のAPDサイズ依存性)

APDの導入により、柱面すべり系のCRSSは上昇したが、その値はAPDサイズに依存した。Fig.5-4に、柱面単一すべりの起こるA方位での圧縮試験の結果より得られた、 $\{1\bar{1}00\}\langle 11\bar{2}0\rangle$ 柱面すべり系のCRSSとAPDサイズとの関係を示す。CRSSは、平均APDサイズが十数nmの場合には、APDサイズの増大に伴って上昇し、25nm付近で最大の値を示した後、APDの粗大化にともなって低下した。

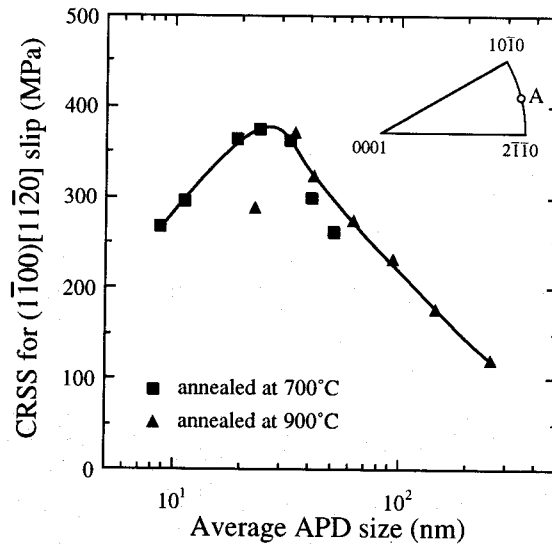


Fig. 5-4 Variation of CRSS for $(1\bar{1}00)[11\bar{2}0]$ prism slip of Ti_3Al single crystals as a function of average size of antiphase domain.

Cu_3Au においてもCRSSはAPDサイズに対してピークを示すことが知られている^[2]。これはArdleyによって、転位がAPDBをせん断する際に新たに形成されるAPBの面積が、APDサイズに依存することで説明されており、その際の応力増分とAPDサイズとの関係は次式で表される。

$$\Delta\tau = \frac{\gamma_{APB}}{d} \left(\frac{d-t}{d} \right)^3 \quad (5-1)$$

ここで、 $\Delta\tau$ はせん断応力の増分、 d は平均APDサイズ、 t はAPDBの厚さ、 γ_{APB} はAPBエネルギーである。(5-1)式で表されるせん断応力の増分は、 $d=4t$ のとき最大となり、その大きさは次式で表される。

$$\Delta\tau = \left(\frac{3}{4} \right)^3 \frac{\gamma_{APB}}{d} \quad (5-2)$$

Ti₃Alにおいても同様の硬化機構が働いているとして、typeIIの{1 $\bar{1}$ 00}面のAPBエネルギー $\gamma_{APB}=64.6\text{mJ/m}^2$ 、応力がピークを示すときの平均APDサイズ $d=25\text{nm}$ を、(5-2)式に代入してピークでの応力の増分を求めたところわずか1.1MPaとなった。Legrosら^[7]が提案するAPBエネルギーの値 84mJ/m^2 を用いても、1.4MPaにしかならない。実際の応力増分は300MPaと、計算値よりもはるかに大きいことから、Ti₃AlはCu₃Auとは異なる機構により硬化していると考えられる。実際に、変形後のAPDの形態を(0001)面に平行な薄膜を用いて観察したところ、いずれの結晶においても、Cu₃Auで見られるような、せん断によって新たに形成されたAPDBは見られなかった。

Fig.5-5に各種サイズのAPDをもつ結晶の変形後の内部組織を、(1 $\bar{1}$ 00)すべり面に平行な薄膜を用いて観察した結果を示す。(a)~(d)は基本格子反射を用いて結像した転位像であり、(e)~(h)は規則格子反射を用いて結像したAPDの像である。(a)と(e)は焼入れ直後、(b)と(f)、(c)と(g)、(d)と(h)は、900℃にて、それぞれ、10²s、10³s、10⁴s焼鈍後変形したものであり、転位像とAPDの像は同じ場所を観察したものである。

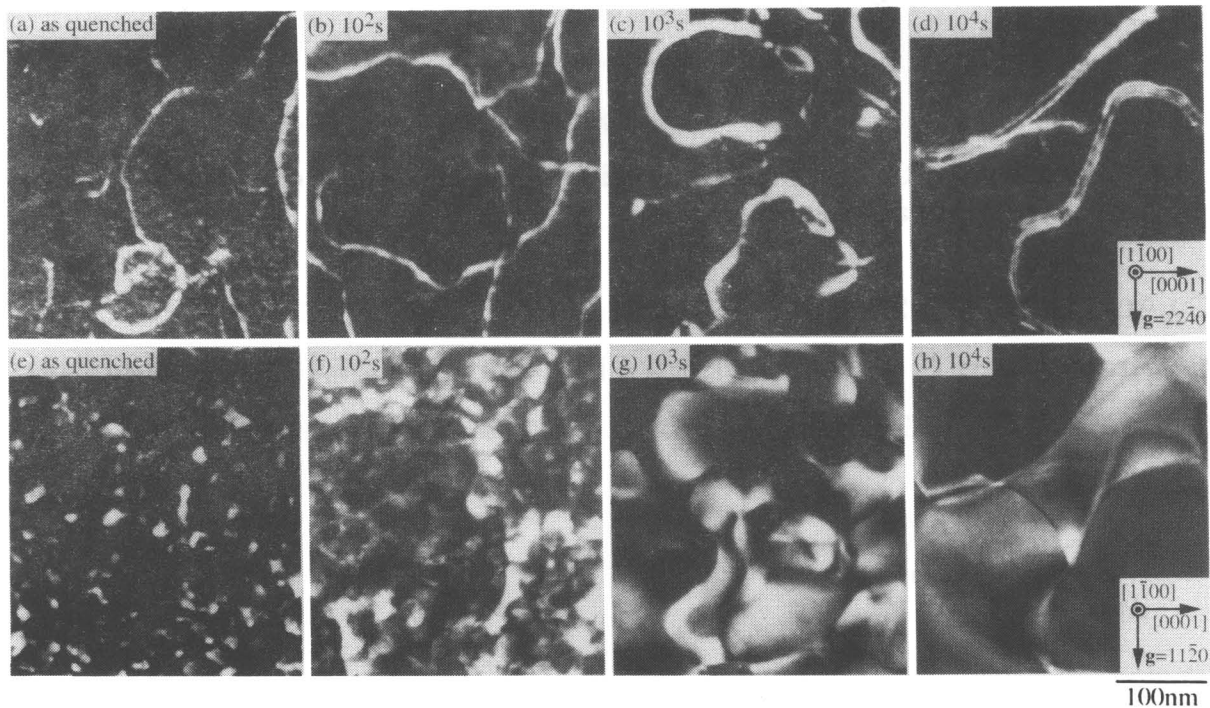


Fig. 5-5 Dark field micrographs of Ti₃Al single crystals deformed at room temperature after quenched from 1150℃ and annealed at 900℃ for various time: (a)-(d) images of dislocations obtained from $g=22\bar{4}0/2g$, (e)-(h) images of APDs obtained from $g=11\bar{2}0$. Beam//[$\bar{1}$ 100].

焼入れ直後の微細なAPDが存在する場合、転位は超格子部分転位対としてではなく、

単独で運動していた。また転位線は特定の方向には配向していなかった。CRSSが最大の値を示した 10^2 s焼鈍後の平均APDサイズ35nmの結晶中においても転位は単独で運動していたが、転位線は、APDサイズと等しい波長で細かく湾曲していた。 10^3 s焼鈍後の平均APDサイズ94nmの結晶中においても転位は単独で運動しており、転位線はAPDBに沿って大きく湾曲していた。このことから、これらの結晶中においては、急冷凝固したNi-25Al-Bと同様に、転位はAPDBに沿って運動していると考えられる。

一方、応力が低下した、 10^4 s焼鈍後の平均APDサイズ250nmの結晶においては、転位が超格子部分転位対として運動しており、APDBに沿って超格子転位同士の双極子を形成していた。さらに、この応力の低下するAPDサイズの範囲では、Fig.5-6に示すように、CRSSの増分はAPDサイズに反比例することから、転位はAPDをせん断することなく、Orowan型の機構^[8]により、転位はAPDを迂回運動していると考えられる。

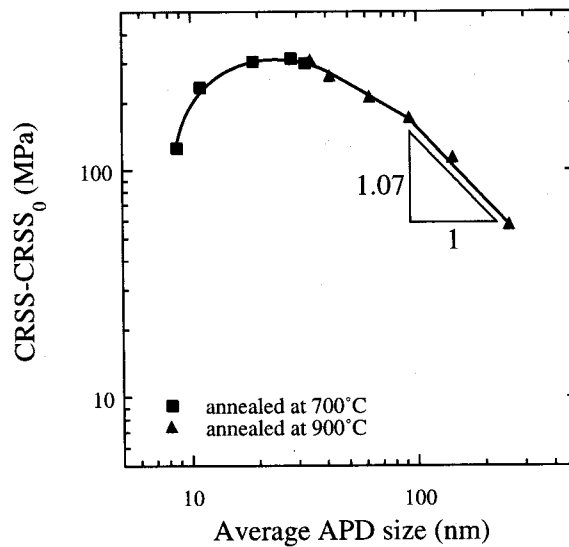


Fig. 5-6 Increment of CRSS for $(1\bar{1}00)[11\bar{2}0]$ prism slip of Ti_3Al single crystals as a function of average APD size.

(柱面単一すべりによる疲労変形挙動)

上記のように Ti_3Al の柱面転位の運動がAPDBの影響を強く受け、しかも、その運動形態はAPDサイズによって大きく異なることが明らかとなった。このような転位の運動形態の違いは、当然疲労挙動にも現れると考えられ、APDサイズに依存して異なった疲労変形挙動が現れると予想される。ここでは、疲労挙動に対する最も単純なAPDBの影響を知るため、完全に規則化した Ti_3Al 中と同様に柱面転位が超格子部分転位対として運動し、かつその運動領域がAPDBによって制限される、平均APDサイズ250nmの結晶を用いて、

柱面単一すべりとなるA方位での疲労変形挙動を調べた。

Fig. 5-7にサイクル数の増加に伴う最大応力の変化を示す。比較のため完全に規則化したAPDを含まない結晶の $\Delta \epsilon = 0.3\%$ における疲労硬化曲線も併せて載せた。まず、 $\Delta \epsilon = 0.3\%$ における疲労硬化挙動を、APDBをもつ場合ともたない場合とで比較する。APDBが転位運動の障害となることを反映して、1サイクル目の変形応力は完全規則結晶に比べて高い値を示した。サイクル数の増加とともに、APDをもたない場合は数十サイクル目まで殆ど硬化しないのに対し、APDをもつ場合には初期より急速に疲労硬化した。また、APDをもたない場合は約 10^3 サイクルにて飽和に至ったのに対し、APDをもつ場合には約 10^2 サイクル目と一桁小さいサイクル数で飽和に至った。これは、APDBによって転位が捕らえられることにより、転位密度の増加が促進されたためと考えられる。

ここで、疲労硬化挙動のひずみ振幅依存性について見てみると、ひずみ振幅を0.2%に下げて疲労変形した場合、疲労硬化は緩やかになり、飽和応力も低下した。これに対し、ひずみ振幅を0.4%に上げて疲労変形した場合には、0.3%の場合とほぼ同じ疲労硬化曲線を描き、飽和応力もほぼ同じ値を示した。この飽和応力を、飽和時の塑性ひずみ振幅に対してプロットした、いわゆる繰り返し応力-ひずみ曲線をFig.5-8に示す。積層欠陥エネルギーが高くPSBを形成するfcc金属と類似の、飽和応力が塑性ひずみ振幅に依存しないプラトー領域^[9,10]の存在が示唆された。

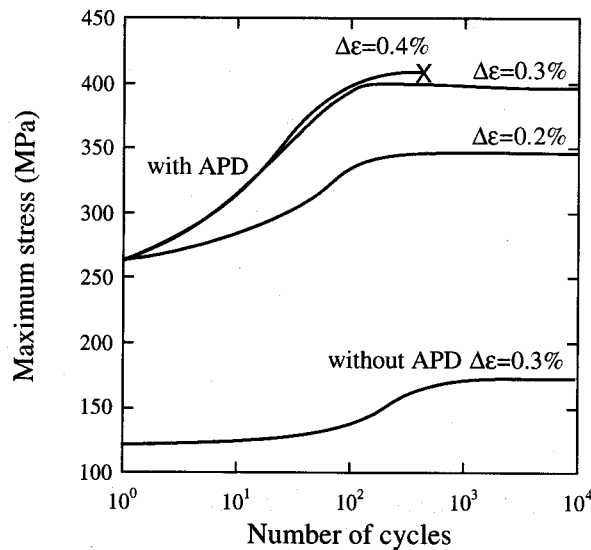


Fig. 5-7 Cyclic hardening curves of Ti_3Al single crystals with APDs cyclically deformed by single prism slip with orientation A at $\Delta \epsilon = 0.2\%$, 0.3% and 0.4% . Average domain size is 250nm. Cyclic hardening curve of fully ordered Ti_3Al single crystal (without APDs) with same orientation cyclically deformed at $\Delta \epsilon = 0.3\%$ is also shown.

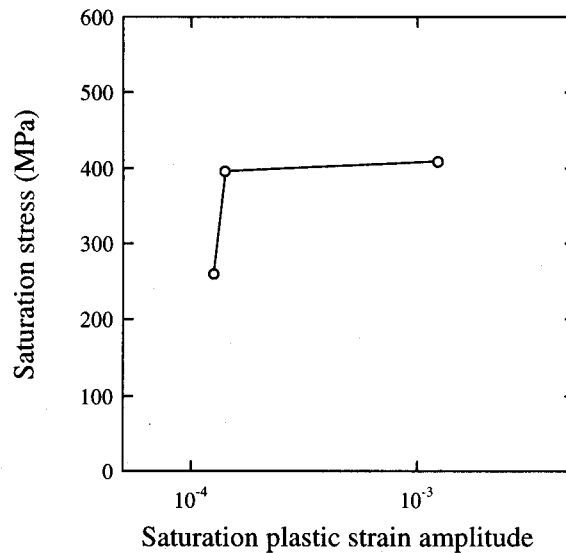


Fig. 5-8 Cyclic stress strain curve of Ti_3Al single crystals with average APD size of 250nm.

fcc金属単結晶においてPSBが形成される場合、飽和時の塑性ひずみの殆どは、PSBでの変形によって担われる。そして、塑性ひずみ振幅を大きくして疲労変形しても、PSBの体積率が増加し、塑性ひずみの増加をもたらすため、その飽和応力は変化せず一定となるプラトー領域が現れる。このことから、APDをもつ Ti_3Al にも、PSBのような不均一変形が起きていることが示唆される。

Fig.5-9に疲労変形後の表面組織を示す。いずれの結晶にも(1 $\bar{1}$ 00)面のすべり線が観察された。飽和応力がほぼ同じ値を示した、 $\Delta \epsilon = 0.3\%$ と $\Delta \epsilon = 0.4\%$ において変形した試料表面には、高密度のすべり線からなるすべり帯が観察された。しかもその体積率はひずみ振幅とともに増大した。また、表面起伏の高さをAFMにて測定したところ、 $\Delta \epsilon = 0.3\%$ 、 $\Delta \epsilon = 0.4\%$ いずれの場合も、すべり帯以外の部分では約20nmであるのに対し、すべり帯内の起伏の高さは約55nmと大きかったことから、このすべり帯がPSBと同様に、大きな塑性ひずみを担っているものと考えられる。

Fig.5-10に $\Delta \epsilon = 0.3\%$ にて 10^4 サイクル疲労変形した結晶内部の転位組織を示す。1%塑性変形後の場合とは異なって、転位は超格子部分転位対としてではなく部分転位が単独で運動していた。このように疲労変形中に転位の運動形態が変化することがすべり帯の形成と関係していると考えられる。しかしながら、この組織がすべり帯内部のものかmatrix中のものかは定かではない。従って、この転位運動形態の変化自体がすべり帯形成の原因となっているのか、それとも転位が単独で運動することで、さらにPSBのような変形組織を形成し、すべり帯を形成しているのかは明らかではない。また、そもそも何故、疲労変形中に転位が部分転位として単独で運動するようになるのかも不明であり、APDをもつ

Ti₃Alの疲労機構解明には、さらなる研究が必要である。

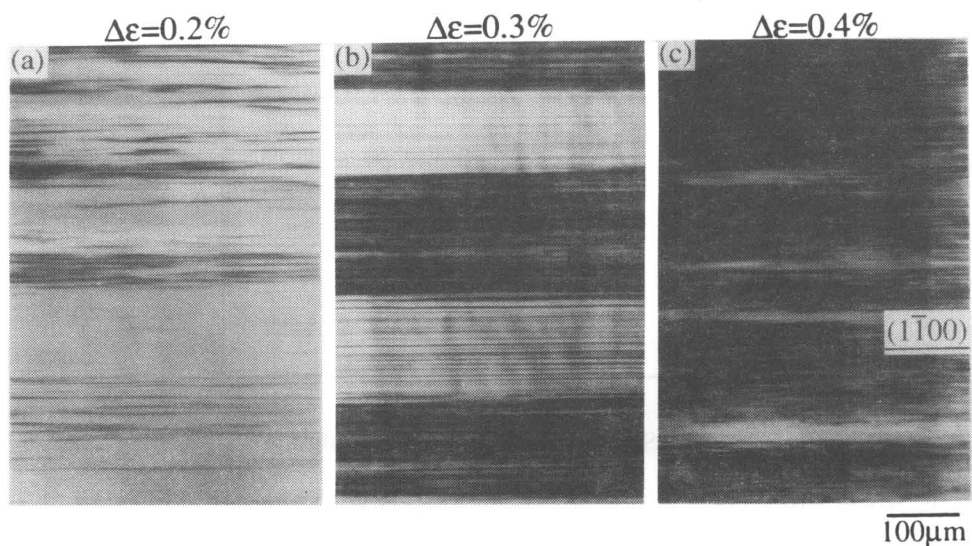


Fig. 5-9 Slip traces of Ti₃Al single crystals cyclically deformed at various total strain amplitudes after quenched from 1150°C and annealed at 900°C for 10⁴s: (a) $\Delta\varepsilon=0.2\%$, $N=10^4$, (b) $\Delta\varepsilon=0.3\%$, $N=10^4$, (c) $\Delta\varepsilon=0.4\%$, $N=445$.

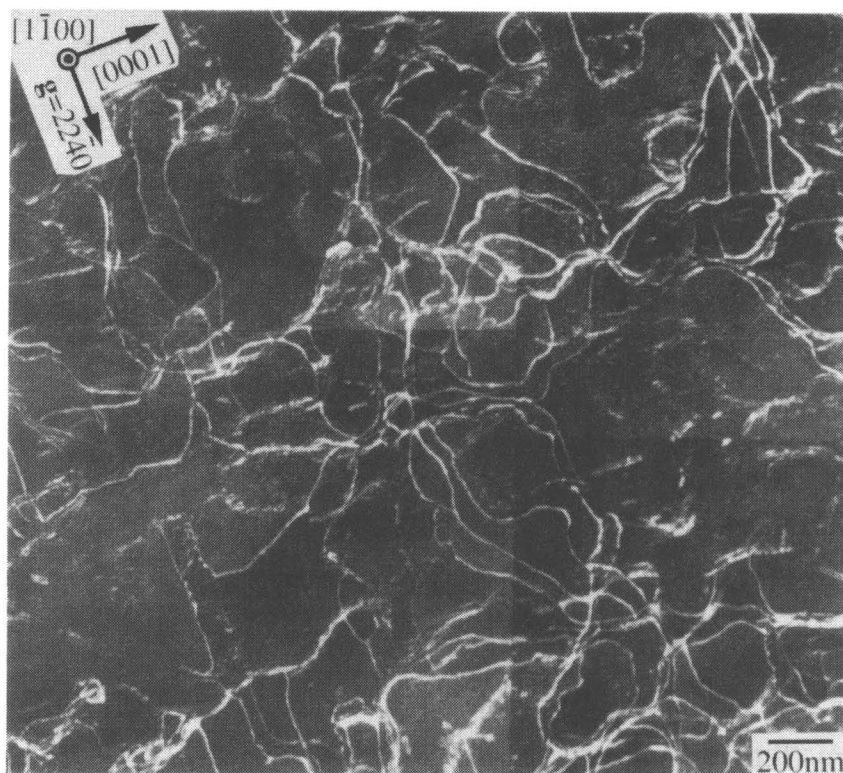


Fig. 5-10 Dark field micrographs of Ti₃Al single crystal cyclically deformed at room temperature at $\Delta\varepsilon=0.3\%$ for 10⁴ cycles after quenched from 1150°C and annealed at 900°C for 10⁴s. Beam//[$\bar{1}$ 100], $g=22\bar{4}0$.

以上の様に、APDをもつTi₃Al単結晶の、柱面単一すべりが起こる方位での疲労挙動を調べた結果、その疲労機構については不明な点も残されているものの、APDの導入により疲労挙動が大きく変化することが明らかとなった。

(柱面二重すべりによる疲労変形挙動)

一般に疲労変形挙動は二次すべり系の活動により大きく変化する^[11,12]。完全規則化したTi₃Al単結晶においては、第3章に示したように、柱面すべり系が二つ同時に活動する場合には、異なる面上を運動するらせん転位同士の切り合いに起因してSBSが形成され、顕著な疲労硬化など特有の疲労挙動が発現した。そこで、(1) APDをもつTi₃Al単結晶の疲労挙動に及ぼす二次すべり系の影響、(2) SBSの形成に及ぼす転位の運動形態の影響、の二つの観点から、APDをもつTi₃Al単結晶の、二つの柱面すべり系が同時に活動する場合の疲労変形挙動を調べた。

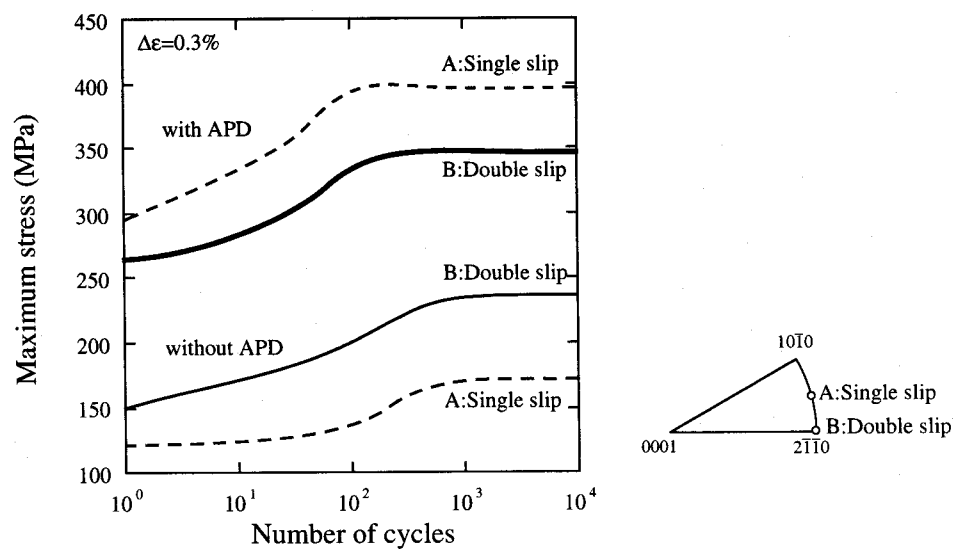


Fig. 5-11 Cyclic hardening curves of Ti₃Al single crystals with and without antiphase domains cyclically deformed by single and double prism slip at $\Delta\varepsilon=0.3\%$.

Fig. 5-11に柱面の二重すべりの起こるB方位にて、 $\Delta\varepsilon=0.3\%$ で疲労変形した際の、サイクル数の増大に伴う最大応力の変化を示す。比較のため、単一すべりの結果と、APDをもたない場合の両方位の結果も併せて載せた。単一すべりの場合と同様に、APDをもたない場合に比べて高い応力を示すものの、その増分は小さく単一すべりの場合よりも低い応力を示した。また、その硬化速度は単一すべりの場合よりも緩やかで、疲労初期においては、APDをもたない結晶の二重すべりの場合と比べても緩やかであった。また、飽和応力も単一すべりに比べて約50MPa小さな値を示した。このことから、二重すべり

が起こる場合には、疲労硬化と同時に、何らかの軟化機構が働いていると示唆される。飽和に至るサイクル数はAPDをもたない場合に比べて早いものの、単一すべりと比べると遅かったことから、その軟化機構が飽和を遅らせていると考えられる。

Fig.5-12にB方位にて 10^4 サイクルまで変形後の転位組織を示す。単一すべりで変形後と同様の転位がAPDBに沿って細かく湾曲している領域と、直線的な転位の多い領域とが存在した。直線的な転位の多い領域では、APDをもたない結晶に見られたSBSと同様の転位組織が存在した。この領域は、変形中に転位の運動によりAPDが消滅して形成されたものと考えられる。APDの消滅の機構については5-4-1項で考察することとするが、このAPDの消滅した領域の形成が、応力の低下、疲労硬化の遅延を引き起こしたものと考えられる。このような領域での転位の運動は、もともとAPDをもたない結晶と同様にらせん転位の運動が支配的となる。その結果、第3章で示したのと同様の機構によりSBSが形成されることが考えられる。

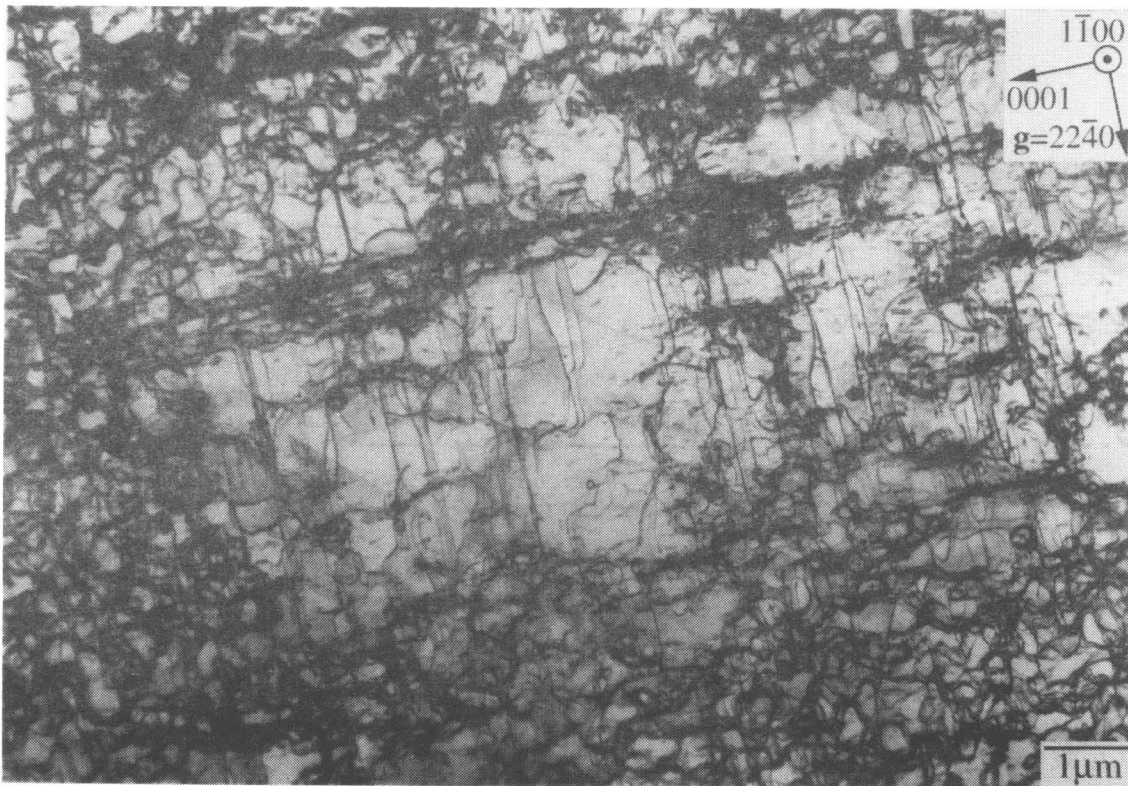


Fig. 5-12 Deformation substructure of Ti_3Al single crystal cyclically deformed by double prism slip at $\Delta\varepsilon=0.3\%$ for 10^4 cycles after quenched from $1150^\circ C$ and annealed at $900^\circ C$ for $10^4 s$. **Beam**// $[\bar{1}100]$. **g**= $22\bar{4}0$.

ここでさらにつけ加えると、個々の転位をweak beam法を用いて観察したところ、Fig.5-13に示すように、超格子部分転位が単独で運動していた。また、それに伴って、

らせん転位の運動によって形成されるdebrisも殆どが超格子部分転位の双極子であった。これは、SBS形成の必要条件である転位の平面的な運動が、超格子部分転位対として運動することよりもむしろ、柱面転位の平面的な転位芯構造に由来していることを示唆している。

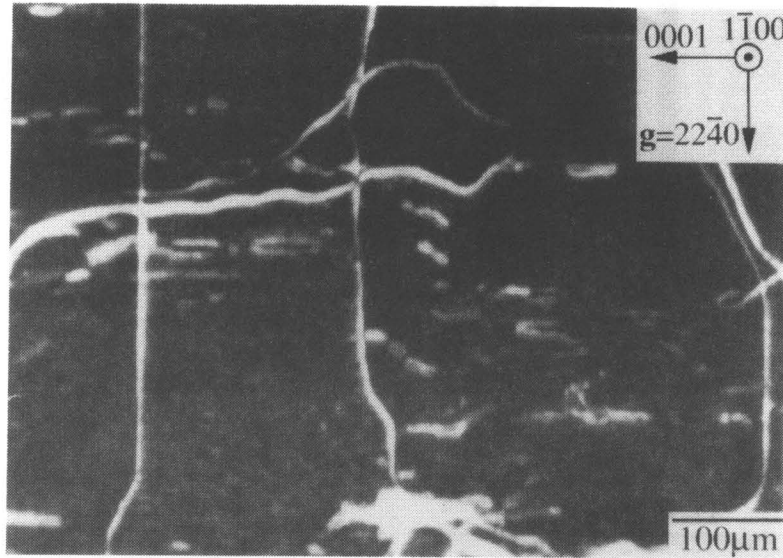


Fig. 5-13 Weak beam image dislocations in Ti_3Al single crystal cyclically deformed by double prism slip at $\Delta\varepsilon=0.3\%$ for 10^4 cycles after quenched from $1150^\circ C$ and annealed at $900^\circ C$ for 10^4 s. **Beam**// $[\bar{1}100]$. **g**= $22\bar{4}0/2g$.

5-3-2 $Ti_3Al/TiAl$ 層状組織と転位運動・疲労挙動

Ti_3Al の疲労挙動を支配する、SBSやデブリは、らせん転位の運動により形成される。従って、運動転位のキャラクターを、刃状転位とした場合には、疲労機構は全く異なったものになるものと考えられる。さて、約Ti-40~50at.%Al組成の合金の通常の凝固組織は、 α_2 母相の(0001)面に平行なプレート状の γ 相(L1₀型規則構造)が析出した層状組織となる。層状組織の α_2 相中の柱面転位の運動を考えると、Fig.5-14に模式的に表されるように、らせん転位の運動は、 α_2/γ 界面での拘束を受けるため、刃状転位の運動が支配的となり、 α_2 単相単結晶とは異なる疲労機構が発現することが期待される。本研究では、 α_2 母相中に少量の γ プレートが析出する組成(Ti-39.0at.%Al, Ti-40.0at.%Al)の方向制御結晶を作製し、その疲労機構を調べることで、疲労挙動に及ぼす運動転位のキャラクターの影響を明らかにする。

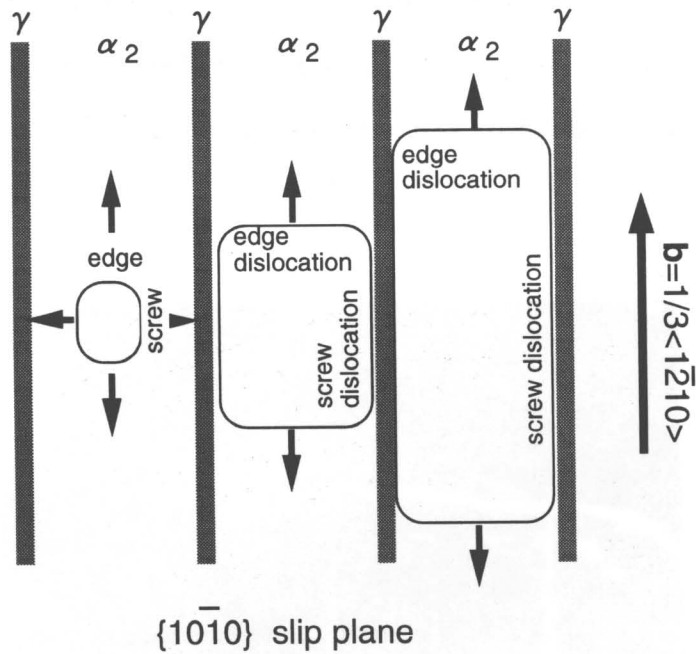


Fig. 5-14 Schematic illustration showing the motion of prism dislocation in α_2 phase between γ plates.

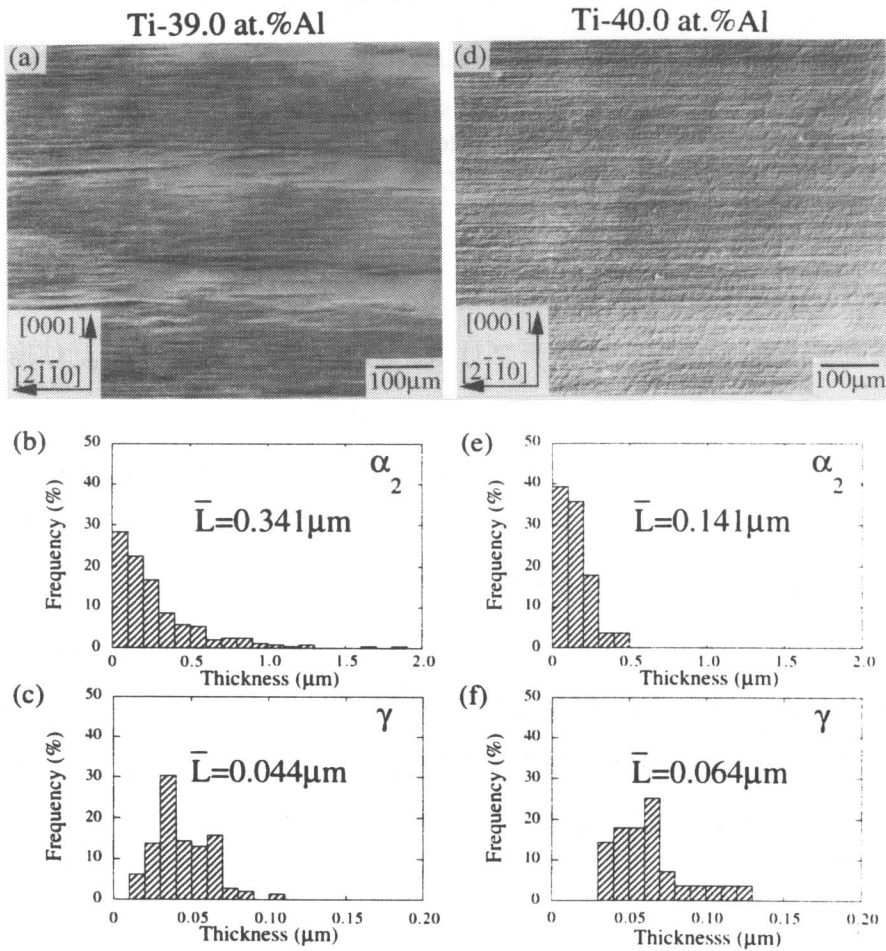


Fig. 5-15 Optical micrographs of $(01\bar{1}0)$ surfaces ((a), (d)) and distribution of size for α_2 ((b), (e)) and γ ((c), (f)) plates in oriented Ti-39.0at.%Al ((a), (b) and (c)) and Ti-40.0at.%Al crystals ((d), (e) and (f)).

(変形前組織)

Fig.5-15にFZ法で作製したTi-39.0at.%AlおよびTi-40.0at.%Alの方向制御結晶（以下39Al、40Alと記す）の(01 $\bar{1}$ 0)表面の組織を示す。いずれの結晶においても層状組織が形成されていたが、共析組成である40Alでは全体が均一微細な層状組織であるのに対し、亜共析組成の39Alでは初析の α_2 相と思われる粗大な α_2 相も存在した。TEM観察の結果、いずれの場合も α_2 相に対して、(0001) $_{\alpha_2}$ //{111} $_{\gamma}$ 、 $\langle 11\bar{2}0 \rangle_{\alpha_2}$ // $\langle 1\bar{1}0 \rangle_{\gamma}$ で表される、いわゆるBlackburnの関係^[13-15]を満足して、(0001)面に平行なプレート状の γ 相（ γ プレート）が析出していた。その一例として40Alの組織をFig.5-16に示す。白く見える層が γ プレートである。各相の厚さの分布をFig. 5-15に合わせて示した。 γ プレートの厚さはAl濃度にあまり依存せず、その分布も両組成で似通っているのに対し、 α_2 相の厚さすなわち γ プレートの間隔は39Alではばらつきが大きく、平均厚さも40Alの約二倍となっていた。

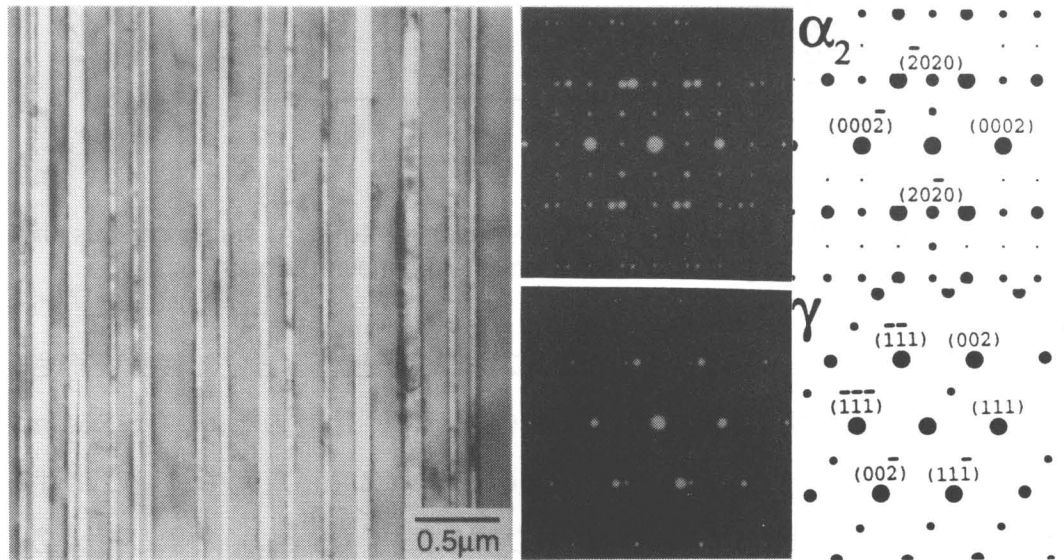


Fig. 5-16 TEM image of oriented Ti-40.0 at.%Al crystal with ($\alpha_2 + \gamma$) lamellae structure and SAED from each phase. Beam//[1 $\bar{2}$ 10] in α_2 phase, [$\bar{1}$ 10] in γ phase.

(圧縮および疲労試験)

このような層状組織の、柱面転位の運動に及ぼす影響に注目して、柱面すべり系のCRSSのAl濃度依存性を調べた結果をFig.5-17に示す。CRSSは α_2 単相領域においても、化学量論組成からAl濃度が増大するにつれて、固溶体硬化により緩やかに上昇するが、($\alpha_2 + \gamma$)二相域で急激に上昇した。また、 γ 相の体積率が大きく γ プレートが高密度

に存在する40Alでより高い値を示すことから、 γ プレートは柱面転位の運動の大きな障害となっていることがわかる。

比較的変形が容易で、繰り返し変形が可能であった39Alを用いて全ひずみ制御疲労試験を行った。39AlはFig.5-15に示したように層状組織が不均一であるため、同じひずみ振幅で試験しても、応力、塑性ひずみは試験片によって異なった。しかしながら、積算塑性ひずみに対する応力の変化は、初期塑性ひずみ振幅が 10^{-4} のオーダーでは、ひずみ振幅ならびに試験片によらず、ほぼ同様の挙動を示した。そこで、その挙動を、单相単結晶の挙動と比較することで、疲労挙動に及ぼす γ プレートの影響を調べた。

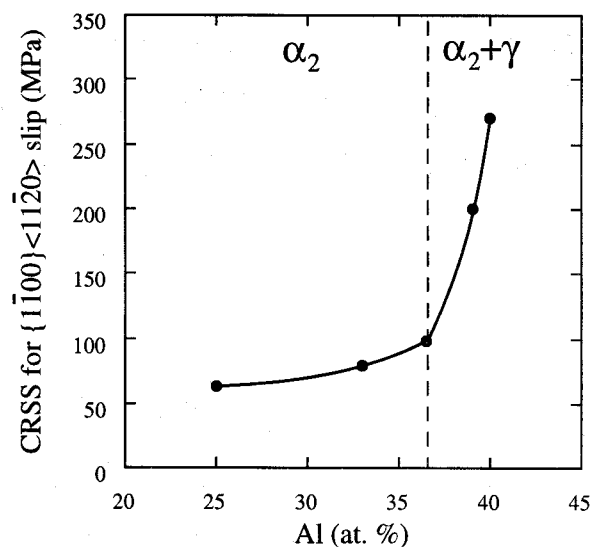


Fig. 5-17 Variation in CRSS for $\{1\bar{1}00\}\langle 11\bar{2}0\rangle$ prism slip to Ti_3Al single crystals and oriented crystals with duplex phase as a function of Al concentration.

Fig.5-18に、柱面の単一すべりならびに二重すべりとなる方位で疲労変形させた際の、積算塑性ひずみとせん断応力振幅の増分の関係を示す。比較のため、Ti-25.0at.%Al单相単結晶の結果を併せて載せた。図中の各曲線の元データを得た疲労試験における、全ひずみ振幅 ($\Delta \epsilon$) ならびに1サイクル目の塑性ひずみ振幅 ($\Delta \epsilon_{p1}$) および最大応力 ($\sigma_{\max 1}$) はTable 5-2に示すとおりである。

単一すべりの場合、疲労変形初期に軟化を示した。その後、单相単結晶とほぼ同じ傾きで応力は上昇したことから、单相単結晶と同様の機構により疲労硬化していると考えられ、単なる転位密度の上昇が硬化の主因であると示唆される。二重すべりの場合には、はじめの数サイクルの間にわずかに軟化するものの、その後急速に硬化した。その硬化速度は、SBSの形成が硬化の主因であった单相単結晶の二重すべりの場合と同程度かそれ以上であった。これより、層状組織中においても、異なる面上を運動する柱面転位同士の相互

作用により、顕著な疲労硬化を引き起こしていることは明らかである。また、この結晶は、破壊に至る積算塑性ひずみが約300%と他の結晶に比べて早い段階で疲労破壊した。

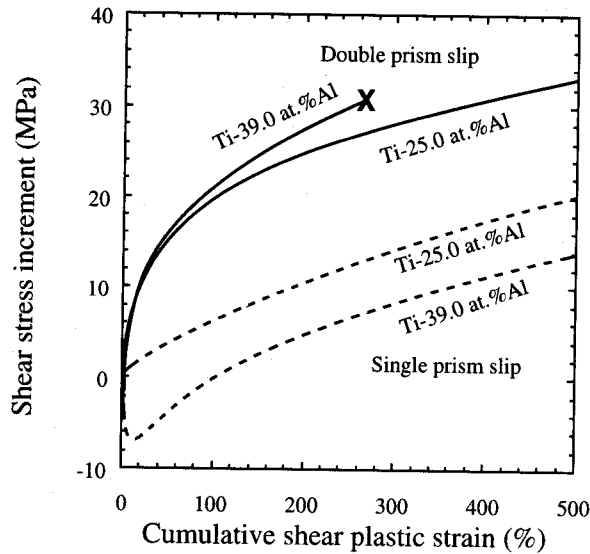


Fig. 5-18 Cyclic hardening curves of Ti_3Al single crystals and Ti-39.0at.%Al crystals with oriented duplex phase cyclically deformed by single and double prism slip.

composition	orientation	$\Delta\epsilon$ (%)	$\Delta\epsilon_{pl}$ (%)	σ_{max1} (MPa)
Ti-39.0 at.%Al	A (single slip)	0.35	0.14	403
	B (double slip)	0.50	0.077	616
Ti-25.0 at.%Al	A (single slip)	0.30	0.42	122
	B (double slip)	0.30	0.38	149

Table 5-2 Total strain amplitudes ($\Delta\epsilon$), plastic strain amplitudes ($\Delta\epsilon_{pl}$) and and maximum stress (σ_{max1}) at N=1 corresponding to each curves in Fig. 5-18.

(変形微細組織観察)

Fig.5-19に単一すべりの方位で、 $\Delta\epsilon=0.35\%$ にて 10^4 サイクル変形した結晶の内部組織を示す。予想どおり、刃状成分が多く、 γ プレートはらせん転位の運動を制限していることが明らかとなった。その結果、単相単結晶においてらせん転位の運動によって形成されていたdebrisは、この結晶中には殆ど見られなかった。また、Fig.5-20に示すように、転位は数十nmから百数十nmと通常の分解幅の数倍から十数倍もの分解幅を持つ超格子部分転位対として運動しており、その分解幅は場所によって大きく変動した。この原因として、 α_2 相のAl濃度が約Ti-36.0at.%Alと化学量論組成から大きくずれているため、規則度が低下し、APBエネルギーが減少していることが考えられる。しかしながら乾らによ

ると¹⁶⁾、1%塑性変形したTi-36.5at.%Al単結晶中における柱面転位の分解幅は約9nmと、

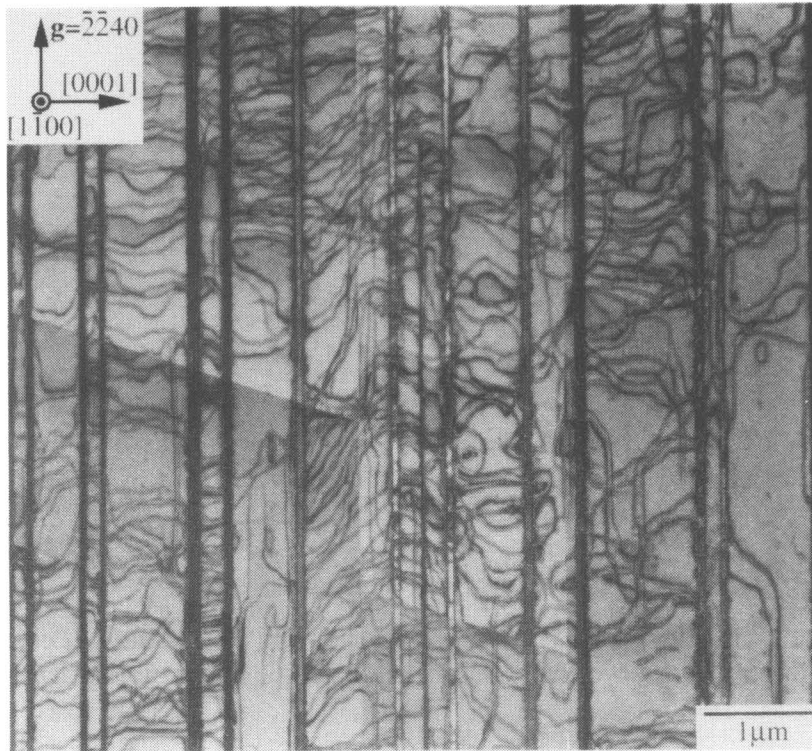


Fig. 5-19 Deformation substructure in oriented Ti-39.0at.%Al crystal cyclically deformed for 10^4 cycles at $\Delta\varepsilon=0.35\%$ by single prism slip. Beam//[$\bar{1}100$]. $g=\bar{2}\bar{2}40$.

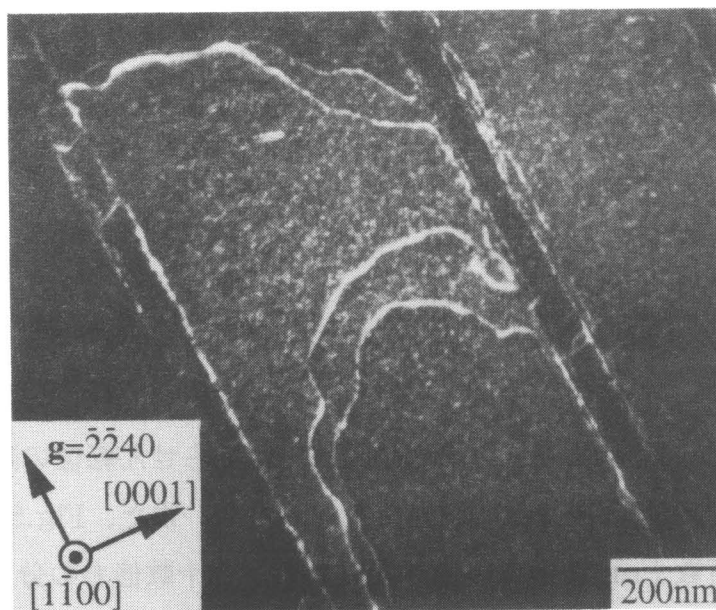


Fig. 5-20 Weak beam image of prism dislocations in oriented Ti-39.0at.%Al crystals cyclically deformed at $\Delta\varepsilon=0.35\%$. Beam//[$\bar{1}100$]. $g=\bar{2}\bar{2}40/2g$.

化学量論組成のTi₃Al中の柱面転位の分解幅^[7,17,18]とほぼ等しい。従って、この大きな分解は、γプレートが存在あるいは繰り返し変形に起因したものである。

いずれにしても、このように超格子部分転位が大きく分解して存在することは、二つの柱面すべり系が活動する場合、もう一方のすべり面を運動する転位にとってはAPDBが存在することと同じになる。それが、二重すべりの場合の著しい疲労硬化の原因の一つと考えられる。

それに加え、二重すべりの方位で疲労変形した結晶内部には、Fig.5-21に示すように、転位同士の反応に起因すると思われる、転位の集積が見られた。これは、層状組織中において刃状転位の運動が支配的であるために、刃状転位同士が出合う確率が高く、(5-3)式で表される反応により不動化したものと思われる。

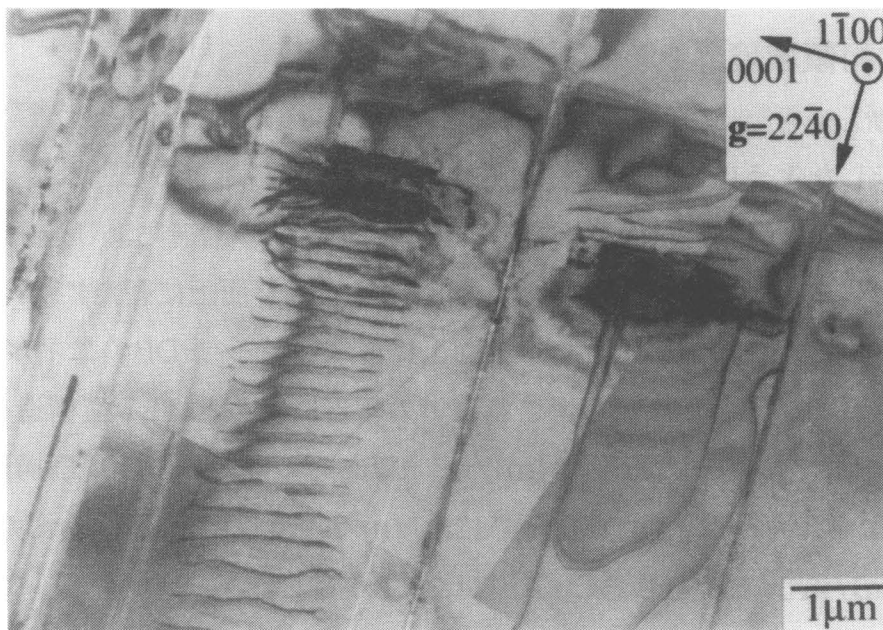


Fig. 5-21 Deformation substructure in oriented Ti-39.0at.%Al crystal cyclically deformed at $\Delta\epsilon = 0.50\%$ by double prism slip and fractured at 5507 cycles. $\mathbf{B} // [\bar{1}100]$, $\mathbf{g} = 22\bar{4}0$.

このような転位の不動化もまた、二重すべりにおける顕著な疲労硬化の一因であると考えられる。また、3-3-3項ならびに4-3-3項で示したように(5-3)式で表される反応によって形成される転位組織は、亀裂発生の原因となると考えられる。実際、二重すべりの方位で疲労破壊した結晶の表面にはFig.5-22に示すように、[0001]方向に平行な亀裂が観察された。このような亀裂の形成が、疲労硬化による応力振幅の上昇に加えて疲労破壊の原

因となったと考えられる。

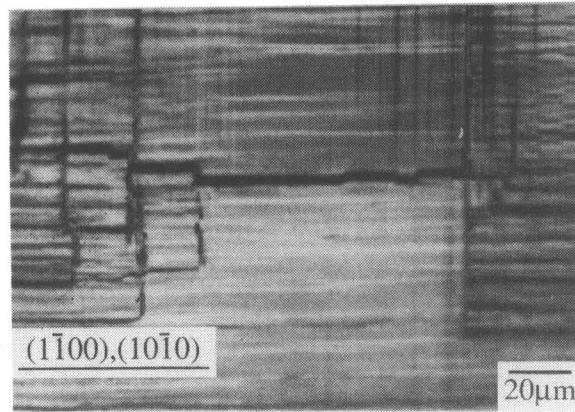


Fig. 5-22 Crack on $(0\bar{1}10)$ surface of oriented Ti-39.0at.%Al crystal cyclically deformed by double prism slip at $\Delta\varepsilon=0.50\%$ and fractured at $N=5507$.

5-4 考察

5-4-1 逆位相領域境界と転位運動について

(APDのせん断)

5-3-1項に示したように、 Ti_3Al の柱面転位はAPDをせん断することなく、APDサイズに依存して、APDBに沿った迂回運動あるいはOrowan型の機構により運動する。これに対し Cu_3Au においては、転位はAPDをせん断して、すべり面上に新たにAPDBを形成しながら運動していた。この違いは、すべり面上に形成されるAPDBのエネルギーの違いによるものと考えられる。しかしながら、これまでの報告によると、 $L1_2$ 型構造をもつ Cu_3Au の(111)面のAPBエネルギーは $95\sim 104\text{mJ/m}^2$ ^[2]であるのに対し、 DO_{19} 型構造をもつ Ti_3Al の柱面のAPBエネルギーは、 $(1\bar{1}00)_I$ 面で 42mJ/m^2 、 $(1\bar{1}00)_{II}$ 面で 64.6mJ/m^2 (Legros^[7]によると 84mJ/m^2) と、むしろ Cu_3Au に比べて小さい。

しかし、ここで注意しなければならないことは、このAPBエネルギーは、すべり面上での転位の分解幅から求められたものであり、APDのせん断によって形成されるAPBのエネルギーは、この限りではないということである。

$L1_2$ 型構造におけるAPBの変位ベクトルは、 $1/6\langle 110 \rangle$ で表されるが、全ての変位ベクトルは、基本格子ベクトルと足し合わせるにより、(111)面上の3種類の変位ベクトル $1/6[1\bar{1}0]$ 、 $1/6[10\bar{1}]$ 、 $1/6[01\bar{1}]$ に書き換えることができる^[4]。従って、(111)面に形成されるAPBは全て等価であり、エネルギーも等しい。

DO_{19} 型構造におけるAPBの全ての変位ベクトルは、 $1/6[11\bar{2}0]$ 、 $1/6[1\bar{2}10]$ 、 $1/6$

$[\bar{2}110]$ の3種類に書き換えられる。ここで、 $L1_2$ 型構造の(111)面と大きく異なることは、各 $\{1\bar{1}00\}$ タイプの柱面に含まれる変位ベクトルは常に一種類のみであるということである。従って、例えば $(1\bar{1}00)$ 面のAPBは、変位ベクトルがその面に含まれる $1/6[11\bar{2}0]$ の場合と、含まれない $1/6[1\bar{2}10]$ 、 $1/6[\bar{2}110]$ の場合で等価ではなく、そのエネルギーも、Table5-3 に示されるように異なる。

R	$(1\bar{1}00)_I$	$(1\bar{1}00)_{II}$
$\pm 1/6[11\bar{2}0]$	$-\phi_{Ti-Ti}^{(2)} - \phi_{Al-Al}^{(2)} + 2\phi_{Ti-Al}^{(2)}$	$\phi_{Ti-Ti}^{(1)} + \phi_{Al-Al}^{(1)} - 2\phi_{Ti-Al}^{(1)}$ $-2\phi_{Ti-Ti}^{(2)} - 2\phi_{Al-Al}^{(2)} + 4\phi_{Ti-Al}^{(2)}$
$\pm 1/6[1\bar{2}10]$ or $\pm 1/6[\bar{2}110]$	$\phi_{Al-Al}^{(1)} - \phi_{Ti-Al}^{(1)}$ $-2\phi_{Ti-Ti}^{(2)} - \phi_{Al-Al}^{(2)} + 3\phi_{Ti-Al}^{(2)}$	$2\phi_{Ti-Ti}^{(1)} + \phi_{Al-Al}^{(1)} - 3\phi_{Ti-Al}^{(1)}$ $-\phi_{Ti-Ti}^{(2)} - 2\phi_{Al-Al}^{(2)} + 3\phi_{Ti-Al}^{(2)}$

Table 5-3 Energy of APBs on $(1\bar{1}00)$ planes with various displacement vectors.

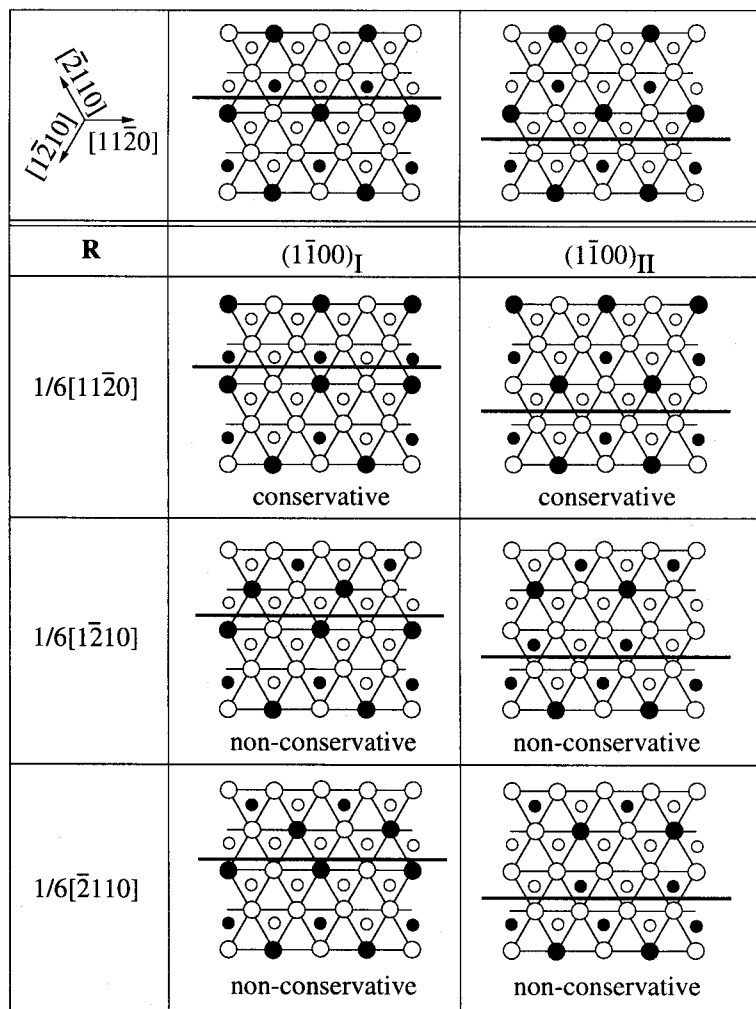


Fig. 5-23 Schematic illustration showing atomic arrangement of antiphase boundaries on $(1\bar{1}00)$ prism plane with various displacement vectors.

エネルギーの絶対値をこのTableから知ることはできないが、変位ベクトルがその面に含まれない場合、Fig. 5-23に示すように、局所的な原子濃度の変化を伴うnon-conservative APBとなり、そのエネルギーは通常のAPBに比べて非常に高いと考えられる。従って、このnon-conservative APBの形成が困難なため、Ti₃Alの柱面転位はAPDをせん断することができないと考えられる。以上のことより、Cu₃Auの{111}<1 $\bar{1}$ 0>転位と、Ti₃Alの{1 $\bar{1}$ 00}<11 $\bar{2}$ 0>転位の運動に及ぼすAPDBの影響が異なる原因は、原子間の結合力よりもむしろ、結晶構造に由来したものであると推察される。

しかしながら、Ni-25Al-B急凝固薄帯中においては、Cu₃Auと同じL1₂型構造をもつにも関わらず、転位はAPDをせん断することなく、APDBに沿って運動することが報告されている^[3]。これは、この結晶中での{111}面のAPBエネルギーが215mJ/m²と、Cu₃Auに比べて2倍以上も大きいこと、すなわち異種原子間結合力が強いことに起因すると考えられる。

また、Ti₃Alの底面すべり系のCRSSが、柱面すべり系のCRSSに比べてあまりAPDの影響を受けないという結果も得られている。これは、D0₁₉型構造における全てのAPBの変位ベクトルが、(0001)面上の三つのベクトルに変換できるため、底面すべりによってAPDがせん断された場合に形成されるすべてのAPDBが、conservative APBとなることに起因すると思われる。

(APDのせん断を伴わない転位運動)

次に、APDBのせん断を伴わない転位運動について考える。まず、平均APDサイズが約250nmの場合のように、超格子部分転位対がAPDBに沿って存在している場合に、どのような形でAPDBに沿って転位が存在するのか考える。Fig.5-24に(1 $\bar{1}$ 00)面上を運動する1/6[11 $\bar{2}$ 0]超格子部分転位対がAPDBを通過する過程を模式的に表した。通過過程は、APDBの変位ベクトル(**R**)が転位のバーガースベクトル(**b**)と平行な場合(上段)とそうでない場合(下段)とに分けられる。

Rと**b**が平行な場合は超格子部分転位対の間のAPBはAPDBと打ち消し合うので、超格子部分転位対がAPDBをまたがった状態がエネルギー的に安定である。超格子部分転位対がAPDBから離脱する際、再びAPDBを形成するため、APBエネルギーに相当する力が必要となる。また、疲労変形中に逆向きの応力がかけられた場合も、転位が運動するには同じ力が必要となる。

一方、**R**と**b**が平行でない場合、超格子部分転位対の間のAPBはAPDBと反応して、もう一種類の変位ベクトルをもつAPBを形成する。このAPBは、non-conservative APB

であり、そのエネルギーがconservative APBよりも非常に高いとすると、先頭の超格子部分転位がAPDBを通過するのは困難であると考えられ、転位はAPDBに隣り合って存在すると考えられる。この場合、逆向きの応力がかけられると、容易に逆方向に運動する。

次に、APDサイズが小さい場合に見られた、交差すべりや上昇運動を伴うAPDBに沿った転位運動について考える。APDBに沿った転位運動は、APDBの変位ベクトルが転位のバーガスベクトルと平行な場合と、そうでない場合とで異なる。変位ベクトルとバーガスベクトルが平行な場合、Fig.5-25(a)に示すように、先行の超格子部分転位がAPDBに沿って運動するとAPDBは消滅する。後続の超格子部分転位が先行の転位に追従して運動すると再びAPDBを形成してしまうため、各転位は独立して運動すると考えられる。変位ベクトルとバーガスベクトルが平行でない場合、Fig.5-25(b)に示すように、先行の超格子部分転位がAPDBに沿って運動すると、バーガスベクトルと平行でないもう一種類の変位ベクトルをもつAPDBが形成される。そのAPDBのエネルギーが元のAPDBのエネルギーよりも低い場合、APDBが消滅する場合と同様に、各超格子部分転位は独立して運動する。元のAPDBのエネルギーよりも高い場合、二つの超格子部分転位は対になって運動した方がエネルギー的に有利であるが、転位対の間隔は、APDBのエネルギーの差によって変化し、差が小さい場合は各超格子部分転位は独立して運動すると考えられる。

Energy	0	$-\gamma_1 \cdot b_p$	$\gamma_1 \cdot b_p$
Force	—	$-\gamma_1$	γ_1
Energy	0	$(\gamma_3 - \gamma_1) \cdot b_p$	$\gamma_2 \cdot b_p$
Force	—	$\gamma_3 - \gamma_1$	$\gamma_2 - \gamma_3 + \gamma_1$

Fig. 5-24 Schematic illustration of interaction between superdislocation and antiphase domain boundary.

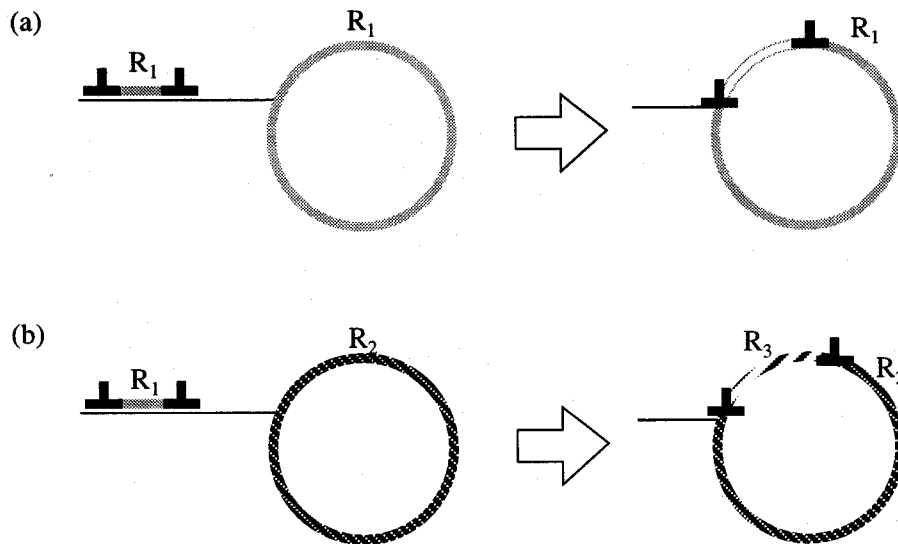


Fig. 5-25 Schematic illustration of dislocations moving along antiphase domain boundary.

(APDの消滅)

二つの柱面すべり系が活動する方位で疲労変形した結晶内部には、APDのない領域が存在した。これは、交番変形中の転位運動によってAPDBが消滅したためと考えられる。ここで、その機構について考えてみる。

例えば、 $(1\bar{1}00)[11\bar{2}0]$ 柱面すべり系のみが活動している場合、 $1/6[11\bar{2}0]$ 超格子部分転位が、 $1/6[11\bar{2}0]$ の変位ベクトルをもつAPDB上を運動するとAPDBは消滅する。同じ転位が $1/6[1\bar{2}10]$ あるいは $1/6[\bar{2}110]$ の変位ベクトルをもつAPDB上を運動すると、それぞれ $1/6[\bar{2}110]$ と $1/6[1\bar{2}10]$ の変位ベクトルをもつAPDBに変換される。疲労変形中に転位が繰り返しAPDB上を運動しても、この変換が繰り返されるだけで、これらの変位ベクトルをもつAPDBは消滅しない。これに対し、二つの柱面すべり系が同時に活動する場合には全てのAPDBを消滅させることが可能である。 $1/6[11\bar{2}0]$ 超格子部分転位は $1/6[11\bar{2}0]$ の変位ベクトルをもつAPDBを、 $1/6[1\bar{2}10]$ 超格子部分転位は $1/6[1\bar{2}10]$ の変位ベクトルをもつAPDBを消滅させる。さらに $1/6[\bar{2}110]$ の変位ベクトルをもつAPDBは、どちらか一方の超格子部分転位が運動した後、もう一方の超格子部分転位が運動することで消滅することが可能である。但し、この機構が働くためには、APDBに沿った交差すべりや上昇運動を伴う転位の運動が必要となる。そのような転位運動の形跡は、1%圧縮変形した平均APDサイズ250nmの結晶中には認められなかったが、繰り返し変形中には徐々に転位はAPDBに沿って運動し、APDが消滅するのではないかと推察される。

5-4-2 γ プレートと転位運動について

5-3-2項で、 γ プレートが、柱面転位の運動の障害となり転位の運動形態を変化させ、疲労挙動を変化させることを示した。ここでは、如何にして γ プレートが柱面転位の運動の障害となるのかを考える。層状TiAlの α_2 相と同じ組成をもつTi-36.5at.%Alの柱面すべり系のCRSSは約100MPaである^[19,20]。これに対し、TiAl-PST結晶を用いた研究によると、転位運動が層界面の影響を受けない方位で変形した場合のCRSSは40から80MPaであり、シュミット因子の違いを考慮しても γ 相の変形は、 α_2 相よりも容易である。このことから、今回実験に用いた39Alおよび40Al結晶においても、Ti-50at.%Al近傍の組成をもつ層状TiAlと同様に、層界面が塑性変形挙動に対して重要な役割を果たしているといえる。

層状TiAl中の α_2/γ 界面に注目した研究^[21-24]によると、界面近傍には各相の格子定数の違いに起因した整合ひずみによる内部応力^[23,24]や、それを緩和するための界面転位^[21,22]が存在する。これらは、転位の運動に影響を及ぼすと考えられるが、それを実証する実験結果は得られていない。

一方、 γ/γ 界面について見てみても、整合ひずみに起因した内部応力の存在が指摘されているのみで^[23,24]、塑性挙動との相関は明らかではなかった。しかしながら、最近の中野らによる、疲労変形したTiAl-PST結晶を用いた研究によって、 γ/γ 界面をはさんだ両側の各 γ 相内で活動するすべり系のひずみの連続性が、塑性挙動にとって重要であることが明らかとなった。そこで α_2/γ 界面においても、各相で活動するすべり系のひずみの連続性が重要と考え、 α_2 相内での柱面転位の運動に及ぼす γ プレートの影響について以下のような考察を行った。

γ プレートは α_2 相の(0001)面に平行にBlackburnの関係を満足して析出するため、次の方位関係が成り立つ、

$$(0001)_{\alpha_2} // \{111\}_{\gamma}, \langle 11\bar{2}0 \rangle_{\alpha_2} // \langle 1\bar{1}0 \rangle_{\gamma}$$

ただし、TiAlは、 $L1_0$ 型と呼ばれる正方晶系の結晶構造をもつため、(111)面上の三つの $\langle 1\bar{1}0 \rangle$ 方向は等価ではない。そのため γ プレートは、 α_2 相との方位関係から、以下に示す六種類に分類される。

$$A_M: [1\bar{1}0]_{\gamma} // [1\bar{2}10]_{\alpha_2}, \quad B_M: [\bar{1}01]_{\gamma} // [1\bar{2}10]_{\alpha_2}, \quad C_M: [01\bar{1}]_{\gamma} // [1\bar{2}10]_{\alpha_2}$$

$$A_T: [\bar{1}10]_{\gamma} // [1\bar{2}10]_{\alpha_2}, \quad B_T: [10\bar{1}]_{\gamma} // [1\bar{2}10]_{\alpha_2}, \quad C_T: [0\bar{1}1]_{\gamma} // [1\bar{2}10]_{\alpha_2}$$

(X_M と X_T ($X=A,B,C$) は双晶関係にある。)

α_2 相と γ 相が連続的に変形するために、 α_2 相中を運動する柱面転位が γ プレートに侵入することを考える。 γ 相で活動するすべり系^[25-32]のうち、 $[11\bar{2}0]$ 柱面転位と平行なバー

ガースベクトルをもつものとしては、 $1/2\langle 110 \rangle$ 普通転位と $\langle 101 \rangle$ 超格子転位がある。 α_2 相との二相共存状態にある γ -TiAl中においては $\langle 101 \rangle$ 超格子転位の活動は困難であり、 $1/2\langle 110 \rangle$ 普通転位が変形を担うことが知られている^[32-34]。従って、普通転位のバーガースベクトルが α_2 相中を運動する柱面転位のバーガースベクトルと平行な γ プレートは、そうでない γ プレートに比べて、柱面転位の運動の抵抗となり難いと考えられる。

このことを検証するため、39Alおよび40Al結晶を用いて、Fig.5-26(a)に示すp、q、r、の三つの荷重軸で圧縮試験を行った。各荷重軸は、各 γ プレートにおいてはFig.5-26(b)のステレオ投影で表される。Fig.5-27に各方位における、 α_2 相の(0001)面ならびに、六種類の各 γ プレートの(111)面の原子配列を示す。この図で上下方向が荷重軸である。 α_2 相で活動する柱面転位のバーガースベクトルを矢印で表している。また、 α_2 相で活動する柱面転位と平行なバーガースベクトルをもつ普通転位も矢印で表し、そのような普通転位をもつ γ プレートにはハッチングを施した。普通転位の活動により、 α_2 相と連続的に変形できる γ プレートが、p方位ならびにr方位においては、六種類のうち四種類であるのに対し、q方位では二種類のみであることがわかる。このことから、q方位においては、他の二方位に比べて変形が困難であることが予想される。

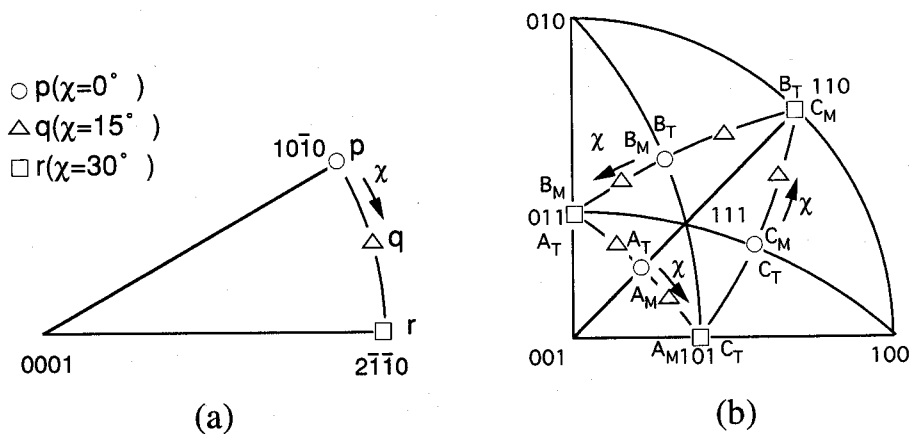


Fig. 5-26 Stereographic projection of loading axes in (a) α_2 and (b) γ phase of oriented crystals with duplex phase.

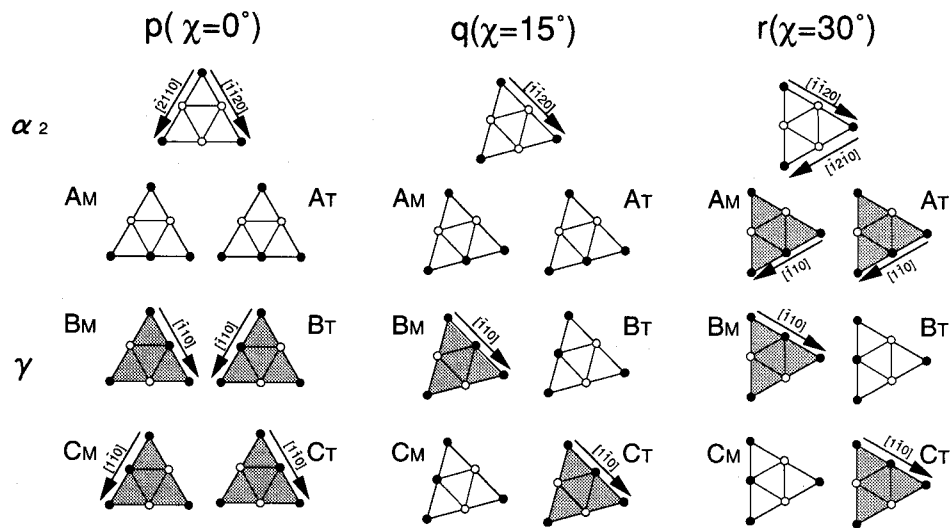


Fig. 5-27 Schematic illustrations of activated slip systems in each α_2 and γ phase.

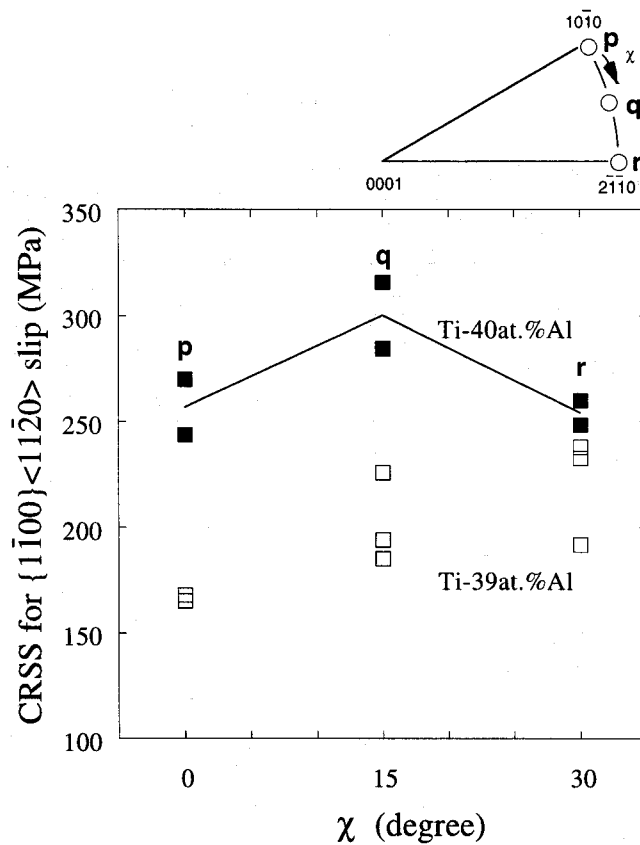


Fig. 5-28 Orientation dependence of CRSS for $\{1\bar{1}00\}\langle 11\bar{2}0\rangle$ prism slip in Ti-39.0at.%Al and Ti-40.0at.%Al crystals with oriented duplex phase.

Fig.5-28に各方位の柱面すべり系のCRSSを比較して示す。39Alにおいては5-3-2項で示したように、層状組織が不均一であるため、CRSSのばらつきが大きくその異方性は不明瞭であったが、均一な組織をもつ40Alにおいては予想どおりq方位で最も高い値を示した。

Fig.5-29(a)および(b)は、q方位で疲労変形した39Al結晶中の、それぞれ A_M タイプと B_M タイプの γ プレート近傍の転位を観察したものである。普通転位のバーガスベクトルが柱面転位のバーガスベクトルと平行でない、 A_M タイプの γ プレートの両側で、転位線は不連続であり、変形は不連続であることがわかる。普通転位のバーガスベクトルが柱面転位のバーガスベクトルと平行な、 B_M タイプの γ プレート中には、柱面転位と連続な転位が運動している。

このことから、柱面転位の運動の障害としての γ プレートの影響は、 γ 相と α_2 相との方位関係によって異なり、普通転位のバーガスベクトルが柱面転位のバーガスベクトルと平行な場合には、比較的弱い障害となることが明らかとなった。

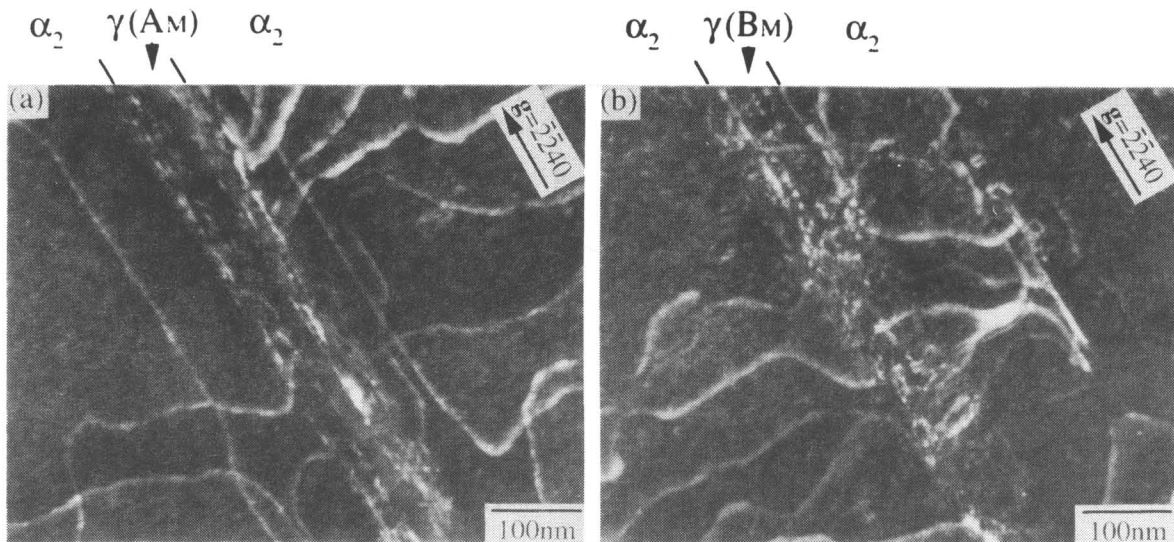


Fig. 5-29 Weak beam images of prism dislocation near different types of γ plates in oriented Ti-39.0at.%Al crystal cyclically deformed by single prism slip for 10^4 cycles at $\Delta\epsilon = 0.35\%$. (a) near A_M domain (b) near B_M domain.

5-5 結言

Ti₃Alの疲労特性の改善法の探索と、転位の運動形態と疲労挙動との相関の解明、の二つの観点から、微細組織を導入したTi₃Al単結晶およびTi₃Al基方向制御結晶内での柱面転位の運動ならびに疲労挙動を調べ以下の知見を得た。

- (1) APDBは柱面転位の運動の障害となり変形応力を上昇させた。その変形応力はAPDサイズに依存し、平均APDサイズ約25nmで最大の値を示した。柱面転位は、すべり面上にnon-conservative APBを形成しないように、APDBをせん断することなく運動した。APDサイズが10²nm以下の場合、超格子部分転位が上昇運動や交差すべりを伴って、APDBに沿って、独立して運動する。APDサイズが10²nm以上の場合、超格子部分転位対がOrowan型の機構により、すべり面内でAPDを取り囲むように運動する。
- (2) APDの導入は、疲労変形挙動を大きく変化させ、顕著な疲労硬化や早期からの飽和現象を引き起こした。また、疲労変形中には、転位の運動形態が超格子部分転位対の運動から、超格子部分転位の独立した運動に変化するとともに、変形の集中したすべり帯が形成された。二つの柱面すべり系が活動する場合には、バーガースベクトルの異なる二種類の超格子部分転位がAPDBに沿って運動することによりAPDBを消滅させ、疲労硬化を抑制した。
- (3) γ プレートは柱面転位の運動の大きな障害となり、変形応力を著しく上昇させた。また、 γ プレート内で活動する普通転位のバーガースベクトルが柱面転位のバーガースベクトルと平行な場合、他の γ プレートに比べて弱い障害となる。
- (4) γ プレートの導入によりらせん転位の運動が阻害され、刃状転位の運動が支配的となった。その結果、らせん転位の運動に起因するdebrisやSBSの形成は抑制された。しかしながら、刃状転位同士の反応に起因すると思われる亀裂の形成により疲労寿命は低下した。

◇参考文献

- [1] S. M. L. Sastry and H. A. Lipsitt, Metallurgical transactions A 8A, 1543 (1977).
- [2] G. W. Ardley, Acta Metallurgica 3, 525 (1955).
- [3] D. G. Morris and M. A. Morris, Philosophical Magazine A 61, 469 (1990).
- [4] M. J. Marcinkowski, in Electron microscopy and strength of crystals, edited by G. Thomas and J. Washburn (Interscience, New York, 1963), p. 333.
- [5] 透過電子顕微鏡法, 幸田成康 (コロナ社, 1974).

- [6] S. G. Cuschak and N. Brown, *Acta Metallurgica* 16, 657 (1968).
- [7] M. Legros, A. Couret and D. Caillard, *Philosophical Magazine A* 73, 6 (1996).
- [8] 例えば、材料強度の原子論, 和泉修 (日本金属学会, 1985).
- [9] Z. S. Basinski, *Progress in Materials Science* 36, 89 (1992).
- [10] H. Mughrabi, F. Ackermann and K. Herz, in *Fatigue mechanisms*, Kansas city, MO, 1979 (ASTM STP), p. 69.
- [11] N. Y. Jin and A. T. Winter, *Acta Metallurgica* 32, 989 (1984).
- [12] C. Laird, P. Charsley and H. Mughrabi, *Material Science and Engineering* 81, 433 (1986).
- [13] M. J. Blackburn and M. P. Smith, (U. S., 1981).
- [14] Y. S. Yang and S. K. Wu, *Scripta Metallurgica* 25, 255 (1991).
- [15] H. Inui, M. H. Oh, A. Nakamura and M. Yamaguchi, *Philosophical Magazine A* 66, 539 (1992).
- [16] H. Inui, Y. Toda, Y. Shirai and M. Yamaguchi, *Philosophical Magazine A* 69, 1161 (1994).
- [17] S. A. Court, J. P. A. Lofvander, M. H. Loretto and H. L. Fraser, *Philosophical Magazine A* 61, 109 (1990).
- [18] M. Legros, A. Couret and D. Caillard, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.* 288, 323 (1993).
- [19] H. Inui, Y. Toda and M. Yamaguchi, *Philosophical Magazine A* 67, 1315 (1993).
- [20] H. Inui, Y. Toda, Y. Shirai and M. Yamaguchi, *Philosophical Magazine A* 69, 1161 (1994).
- [21] G. J. Mahon and J. M. Howe, *Metallurgical transactions A* 21A, 1655 (1990).
- [22] L. Zao and K. Tangri, *Acta materialia* 39, 2209 (1991).
- [23] P. M. Hazzledine, B. K. Kad, H. L. Fraser and D. M. Dimiduk, in *Intermetallic matrix composites II symposium*, , 1992, p. 81.
- [24] M. A. Grinfeld, P. M. Hazzledine, B. Shoykhet and D. M. Dimiduk, *Metallurgical and materials transactions A*, 937 (1998).
- [25] B. A. Greenberg, *Physica Status Solidi (b)* 42, 459 (1970).
- [26] G. Hug, A. Loiseau and A. Lasalmonie, *Philosophical Magazine A* 54, 47 (1986).
- [27] G. Hug, A. Loiseau and P. Veyssiere, *Philosophical Magazine A* 57, 499 (1988).
- [28] T. Kawabata, T. Abumiya, T. Kanai and O. Izumi, *Acta metallurgica materialia* 38, 1381 (1990).
- [29] S. A. Court, V. K. Vasudevan and H. L. Fraser, *Philosophical Magazine A* 61, 141 (1990).
- [30] D. Shechtman, M. J. Blackburn and H. A. Lipsitt, *Metallurgical transactions* 5, 1373 (1974).
- [31] V. K. Vasudevan, M. H. Stucke, S. A. Court and H. L. Fraser, *Philosophical Magazine Letters*

59, 299 (1989).

[32]H. Inui, A. Nakamura, M. H. Oh and M. Yamaguchi, Philosophical Magazine A 66, 557 (1992).

[33]D. Shechtman, M. J. Blackburn and H. A. Lipsitt, Metallurgical transactions 5, 1373 (1974).

[34]V. K. Vasudevan, M. H. Stucke, S. A. Court and H. L. Fraser, Philosophical Magazine Letters 59, 299 (1989).

第6章 総括

本研究では、「軽量耐熱構造材料としての Ti_3Al の疲労・破壊機構の解明と疲労特性の改善」と、「 $D0_{19}$ 型規則構造をもつ金属間化合物 Ti_3Al における、転位の挙動と疲労挙動との相関の解明」という二つの立場から、 Ti_3Al 単結晶の疲労挙動に関する一連の研究を行った。本章では、このような二つの視点より、前章までの内容を総括する。

第1章では、耐熱構造材料としての Ti_3Al 系合金の研究の現状、金属間化合物の疲労に関する研究の現状を要約するとともに、 Ti_3Al の疲労に関する研究の意義と本研究の目的について述べた。

第2章では、 Ti_3Al の疲労挙動を理解する上で必要不可欠な Ti_3Al の塑性変形挙動に関して、これまでに主に単結晶を用いて明らかされていたことについて述べた。その中で、 Ti_3Al の塑性挙動は、その $D0_{19}$ 型構造というhcp構造を基本とした結晶構造に由来して、結晶方位異方性が強く、方位に依存して $\{1\bar{1}00\}\langle 11\bar{2}0\rangle$ 柱面すべり系、 $(0001)\langle 11\bar{2}0\rangle$ 底面すべり系、 $\{11\bar{2}1\}\langle 11\bar{2}\bar{6}\rangle$ 錘面すべり系の3つのすべり系が活動し、それぞれ特有の挙動を示すことを紹介した。中でも筆者らが明らかにしたこととして、柱面すべり系が規則・不規則変態点直下をピーク温度とする異常強化現象を示すことを紹介し、それが規則度の低下に伴う転位芯構造の変化に起因することを説明した。

第3章では、 Ti_3Al の疲労挙動の全容を明らかにするための最初のステップとして、室温における Ti_3Al 単結晶の疲労挙動について研究を行った。その結果、疲労破壊挙動は強い結晶方位依存性を示すことを明らかにした。柱面すべり系の活動が困難な場合、 (0001) 面あるいは $\{10\bar{1}2\}$ 錘面でのへき開により殆ど塑性変形することなく脆性破壊するのに対し、柱面すべり系の活動が容易な場合、繰り返し変形が可能であり、変形中の転位組織の形成に伴って疲労硬化や飽和現象が発現した。とりわけ、二つの柱面すべり系が同時に活動する場合には、飽和束状組織 (SBS) が形成され、これが著しい疲労硬化や強いBauschinger効果、さらには疲労亀裂形成の原因となることを見出した。SBSは疲労亀裂発生の原因となることから、疲労・破壊機構の解明の立場から重要であることはいうまでもなく、また、SBSは Ti_3Al の柱面転位特有の性質に由来した組織であり、転位挙動と疲労挙動との関係解明の立場からも興味深いことから、さらにSBSに注目して研究を進めた。その結果、SBSが飽和時の転位運動領域を決定し、その分布が飽和塑性ひずみ振幅と定量的関係をもつこと、SBSの安定性が柱面転位のプラナリティーに起因してあまり高くないこと、また 700°C 以上での焼鈍で消滅すること、そしてその形成機構が異なる面上を運

動するらせん転位同士の切り合いに基づくことなどが明らかとなった。さらに、SBSとともにらせん転位の運動に起因して形成され、疲労硬化の一因となるdebrisについて、詳細なTEM観察とその解析を行った。その結果、超格子転位の双極子としてのdebrisが、Z型のミクロ構造を持つことを明らかにした。また、仮想的にAPBエネルギーを変化させた計算により、金属間化合物中に形成される超格子転位の双極子としてのdebrisのミクロ構造が、APBエネルギーに依存してS型あるいはZ型になることを、これまで金属間化合物中の転位に関する研究が数多くある中ではじめて指摘した。

第4章では、転位の運動様式の変化に伴う疲労挙動の変化に注目して、 Ti_3Al 単結晶の疲労挙動に及ぼす温度の影響について、特に室温でSBSの形成される二つの柱面すべり系が活動する場合を中心に研究を行った。同時に、耐熱構造材料にとって重要な高温での疲労破壊挙動を調べた。主要な結果を以下に記す。

まず、熱エネルギーの影響の小さい $-196^{\circ}C$ での疲労挙動を調べた結果、らせん転位の運動が困難であるとともに、超格子部分転位対の収縮が困難であるためSBSは形成されず、代わって超格子部分転位同士の反応に起因した転位束が形成された。さらに、転位源の増殖が困難であるため、すべりは不均一となり、粗大な表面起伏への応力集中により疲労寿命は低下した。また、このような低温では、debrisの密度が低く、その長さは長くなること等から、debrisの形成が熱活性化過程としての交差すべりに支配されていることが明らかとなった。

一方、高温での疲労挙動を調べた結果、室温から $500^{\circ}C$ の広い温度域でSBSの形成が疲労挙動を支配していた。 $700^{\circ}C$ では転位の対消滅が容易となるため、SBSは発達せず疲労硬化は大幅に緩和されるものの、さらに高温の $800^{\circ}C$ においては、変形初期から転位同士の反応に起因した転位のネットワークが形成され、著しく急速な疲労硬化を引き起こすことが明らかとなった。

さらに、それ以下の温度とは大きく異なる疲労硬化挙動を示した $800^{\circ}C$ に注目し、この温度での疲労破壊挙動とその結晶方位依存性を調べた。柱面すべり系の活動が容易な場合には、先述の転位間の反応に起因すると思われる亀裂が形成され、それが二種類の $\{11\bar{2}0\}$ 面上を交互に、延性的に伝播することで破壊に至った。柱面すべり系の活動が困難となるにつれて破壊形態は脆性的となるが、室温で支配的であった $\{10\bar{1}2\}$ 面でのへき開は見られず、代わって底面すべりによるせん断割れが発現する等、室温とは異なる機構により破壊に至った。

以上の第3章、第4章の結果から、 Ti_3Al の疲労破壊機構をまとめると、次のようになる。

室温において、荷重軸が[0001]軸に近く、柱面すべり系の活動が困難な場合、(0001)あるいは $\{10\bar{1}2\}$ 面に沿ったへき開により、殆ど塑性変形することなく、脆性的に破壊は進行する。温度の上昇に伴って、(0001)に沿った割れが支配的となり、底面すべり系が活動する場合には、転位の堆積に起因した(0001)面でのせん断割れも疲労破壊の原因となる。荷重軸が[0001]軸から離れ、柱面すべり系の活動が容易になると、繰り返し変形に伴う転位組織ならびに表面起伏の形成が疲労破壊の原因となる。そして、二つの柱面すべり系が活動する場合、室温から500℃までの広い温度域で、SBSの形成とこれを起点とする転位間の反応が、微小亀裂形成の原因となる。800℃においては、容易に上昇運動できるようになった刃状転位同士が、直接反応することで亀裂を形成する。

以上のことから、600℃以下での実用化を考えた場合、SBS形成の抑止が、疲労特性改善にとって最も重要であることが明らかとなった。

第5章では、SBS形成の抑止策の探索と、転位の運動形態と疲労挙動との相関の解明の二つの立場から、微細組織により柱面転位の運動形態を強制的に変化させ、疲労挙動へのその影響に関する研究を行った。

その一つ目として、規則・不規則変態を用いたAPDの導入を行った。まず転位の運動形態の変化と疲労挙動の変化について見れば、APDの導入により、柱面転位の運動はAPDをせん断しないような運動へと変化し、その結果、変形応力が上昇するとともに、急速な疲労硬化や早期からの飽和現象を引き起こした。また、繰り返し変形中には超格子部分転位が単独運動するようになるとともに、すべり帯が形成されるなど、APDは疲労挙動を著しく変化させた。さらに、SBS形成の抑止の立場から、柱面二重すべりの起こる方位での疲労挙動について見れば、二種類の転位の運動によりAPDが消滅した領域が形成され、その領域内部にはSBSが形成され、完全にSBS形成を抑止するには至らなかった。しかしながら、その発達度合いは低く、APDの導入はSBS形成を遅延させる効果があり、疲労特性改善にとって有効であることが明らかとなった。

二つ目の方法として、高Al濃度化による γ プレートの導入を行った。 γ プレートの導入により、らせん転位の運動が阻害され、変形応力が上昇するとともに転位の種類は刃状転位へと変化した。その結果、らせん転位の運動に起因して形成されるdebrisは形成されなくなった。また、柱面二重すべりが起こる方位でも、SBSは形成されず、SBS形成の抑止という当初のねらいは達成された。しかしながら、刃状転位同士の反応に起因すると思われる亀裂の形成により、小さな積算塑性ひずみで破壊に至り、らせん転位の運動を抑えることが必ずしも疲労特性改善につながらないことが明らかとなった。

以上のように、本研究の主要な目的の一つであった「Ti₃Alの疲労破壊機構の解明」に

については、第3章、第4章に示したTi₃Al単結晶の疲労・破壊挙動の結晶方位依存性ならびに温度依存性に関する研究により、ほぼ達成することが出来た。それに加えて、第5章に示したように、微細組織の導入によって強制的に転位運動を変化させ、その疲労挙動への影響を調べることで、もう一つの目的であった「転位挙動と疲労挙動との相関」についても多くの重要な知見が得られた。

本研究で得られた知見が、Ti₃Al基合金は勿論、 α_2 相を含むTi-Al系合金の疲労特性の向上に役立ち、さらに、他の金属間化合物および今後新たに開発される各種構造材料の疲労機構の解明とその特性向上に生かされることを期待する。

付録 3-3-7項での計算に用いたパラメーターの導出

(剛性率) ^[1]

六方晶において、 x_1 方向は $[2\bar{1}\bar{1}0]$ 、 y_2 面は $(01\bar{1}0)$ 面であるから、 $\{1\bar{1}00\}\langle 11\bar{2}0\rangle$ 柱面すべりの、すべり面上でのすべり方向の剪断弾性率は c_{66} そのものである。従って、

$$\mu = c_{66} = 43.8 \text{ (GPa)}$$

(ポアソン比) ^[1]

ポアソン比 ν は x_1 方向に応力 σ_{11} をかけたときの、 x_1 方向のひずみ ϵ_{11} に対する x_2 方向のひずみ ϵ_{22} の比にマイナスを付けたものであるから、

$$\nu = -\frac{\epsilon_{22}}{\epsilon_{11}} = -\frac{\epsilon_{22}/\sigma_{11}}{\epsilon_{11}/\sigma_{11}} = -\frac{s_{12}}{s_{11}} = -\frac{-3.52}{7.87} = 0.447$$

ここで用いた弾性定数の値は、Ti-25.5at.%Al単結晶を用いて、室温にて直方体共振法により測定されたものである。^[2]

(APBエネルギー)

らせん転位の分解幅の実測値 l_s (=9nm)と転位間の反発力とAPBによる引力のつり合いの式から、

$$\gamma_{APB} = \frac{\mu b^2}{2\pi l_s} = 64.6 \text{ (mJ/m}^2\text{)}$$

但し、 b は $\frac{1}{6}\langle 11\bar{2}0\rangle$ 超格子部分転位のバーガースベクトルの大きさであり、

$$b = a/2 = 0.2888 \text{ nm} \quad (a : \text{格子定数、} 0.5775\text{nm})$$

(偏差パラメーター) ^[3]

加速電圧200kVの電子線の波長 $\lambda = 0.00251$ (nm)^[4]

$g = 22\bar{4}0$ で2次の反射を励起したとき、 $|g| = 6.93^{-1}$ (nm)、 $n = 2$

これらを、偏差パラメーターを求める近似式に代入して、

$$s_g = \frac{(n-1)|g|^2 \lambda}{2} = 0.0603 \text{ (nm}^{-1}\text{)}$$

◇参考文献

- [1] 中村森彦, 日本金属学会会報 30, 404 (1991).
- [2] 田中克志, 日本金属学会会報「まてりあ」 35, 381 (1996).
- [3] 例えば, 坂公恭, 結晶電子顕微鏡学 (内田老鶴圃, 1997) .
- [4] 例えば, 幸田成康, 透過電子顕微鏡法 (コロナ社, 1974) .

本研究に関する投稿論文

- [1] “Cyclic deformation and fracture of Ti_3Al single crystals”, Y. Umakoshi, T. Nakano, B. Ogawa and Y. Koizumi, *Deformation and Fracture of ordered Intermetallic Materials III*, Warrendale, Pennsylvania, TMS, p. 17-25. (1996).
- [2] “Effect of order-disorder transition on plastic anomaly of Ti_3Al single crystals operating the prism slip”, T. Nakano, Y. Koizumi, T. Tsujimoto and Y. Umakoshi, *Intermetallics* 4, p.571-579 (1996).
- [3] “Fatigue behaviour and deformation substructure of Ti_3Al single crystals deformed at high temperatures”, Y. Umakoshi, Y. Koizumi and T. Nakano, *THERMEC'97 International Conference on Thermomechanical Processing of Steels and other materials*, p.1433-1439 (1997).
- [4] “Plastic deformation behavior and dislocation substructure in Ti_3Al single crystals cyclically deforming by prism slip”, T. Nakano, B. Ogawa, Y. Koizumi and Y. Umakoshi, *Acta materialia* 46, p.4311-4324 (1998).
- [5] “Formation and stability of Saturated Bundled Structure (SBS) in Ti_3Al single crystals cyclically deforming by double prism slip”, Y. Koizumi, T. Nakano and Y. Umakoshi, *Acta materialia* 46, p.4743-4754 (1998).
- [6] “Plastic deformation and fracture behaviour of Ti_3Al single crystals deformed at high temperature under cyclic loading”, Y. Koizumi, T. Nakano and Y. Umakoshi, *Acta materialia* 47, No. 7, p.2019-2029 (1999).
- [7] “Dislocation dipoles in cyclically deformed Ti_3Al single crystals”, Y. Koizumi, T. Nakano and Y. Umakoshi, submitted to *Intermetallics*.

謝辞

本研究の遂行と本論文の作成にあたり、この上ない研究環境と、終始親切な御指導、御鞭撻を賜りました大阪大学大学院教授 馬越佑吉博士に深く感謝し、御礼申し上げます。

また、本論文の作成にあたり、有益な御助言を賜りました大阪大学大学院教授 白井泰治博士、大阪大学超高压電子顕微鏡センター教授 森博太郎博士、大阪大学大学院教授 北川浩博士に深く感謝し、御礼申し上げます。

本研究の遂行にあたり、懇切丁寧な御指導と叱咤激励を下さいました大阪大学大学院講師 中野貴由博士に深く感謝の意を表します。また、本研究の遂行にあたり、御助言、御指導をいただきました大阪大学大学院助手 安田弘行博士、技官 藤谷渉氏に深く感謝いたします。

最後に、本研究の遂行にあたり、御援助いただいた馬越研究室の皆様には厚く御礼申し上げます。