

変形および破壊機構

Ti-5Al-2.5Sn ELI 合金の極低温高サイクル
疲労におけるき裂の内部発生梅澤 修*・長井 寿*²・石川 圭介*²Internal Crack Initiation in High Cycle Fatigue for
Ti-5 Al-2.5 Sn ELI Alloy at Cryogenic Temperatures

Osamu UMEZAWA, Kotobu NAGAI and Keisuke ISHIKAWA

Synopsis :

Internal crack initiation in high cycle fatigue at cryogenic temperatures has been investigated for Ti-5Al-2.5Sn ELI alloy. The fatigue crack initiation site changed from the sample surface to the sample interior at about 10^5 cycles. Neither defects nor foreign material was detected at the internal nucleation sites. However, the region of the nucleation site had a grain morphology and composition different from that of the bulk material. From observation it is concluded that internal cracks initiate in small α grain regions with a low Al content and an Fe enriched second phase at their grain boundaries.

At maximum stress lower than three-quarters yield strength, where internal fatigue crack initiation occurred, dislocation pile-ups were primarily on prism planes and were blocked at the grain boundaries. The piled-up dislocations are believed to produce a high stress concentration in the small α grain regions. This stress concentration may provide a site for internal crack initiation. At higher maximum stress the dislocation pile-ups are more homogeneously distributed in the material and the dislocation arrays can pass through the grain boundaries. As a result, fatigue crack initiation must occur at the specimen surface.

Key words : alpha titanium alloy ; fatigue ; cryogenic temperatures ; dislocation pile-ups ; internal crack initiation.

1. 緒 言

Ti-5 Al-2.5 Sn ELI (Extra-Low-Interstitial) 合金の液体ヘリウム温度における高サイクル疲労において、介在物、異物、空隙などの欠陥を起点としない疲労き裂の内部発生が報告されている¹⁾。しかし、その発生原因および機構は、後に述べるように従来の考え方²⁾では説明ができず、疲労破壊一般を考える上でも非常に興味深い現象である。

疲労き裂の内部発生は $\alpha + \beta$ 型 Ti 合金の室温高サイクル疲労においても報告されている^{3)~7)}。これらき裂の内部発生の原因³⁴⁾については、 $\alpha - \beta$ 界面への転位の堆積がもたらす応力集中に起因した、 α 相の $\{10\bar{1}7\}$ 面上あるいは β 相の $\{100\}$ 面上の Cleavage 割れ、あるいは α 相の柱面と $\alpha - \beta$ 界面の交差部分に生じる微視割れ

によるという考え方が提案されている。これら Ti 合金のき裂の内部発生に共通する特徴は、前述のような欠陥が疲労き裂の起点に観察されないこと、起点近傍には荷重軸と高角度をなすファセットが観察されること、比較的応力もしくは長寿命側で起きることなどである。特に三つの特徴により Fig. 1 で示すような「階段状」の S-N 曲線を生じる。また、このき裂の内部発生を先在する内部き裂（欠陥等）と区別するために、図中には“Internal fatigue origin”と記してある。

ところで、疲労破壊は損傷、き裂発生、き裂伝播、および最終破断の各段階に分類することができる。き裂の発生点に着目していくつかの疲労破壊機構を見てみると、1) Persistent Slip Bands (PSBs) の形成による Extrusion-Intrusion 機構（以下 ExIn 機構と略す）、2) 先在する介在物、異物、空隙などの欠陥を起因とするも

昭和 62 年 10 月本会講演大会にて一部発表 昭和 63 年 4 月 18 日受付 (Received Apr. 18, 1988)

* 金属材料技術研究所筑波支所 (Tsukuba Laboratories, National Research Institute for Metals, 1-2-1 Sengen Tsukuba 305)

*² 金属材料技術研究所筑波支所 工博 (Tsukuba Laboratories, National Research Institute for Metals)

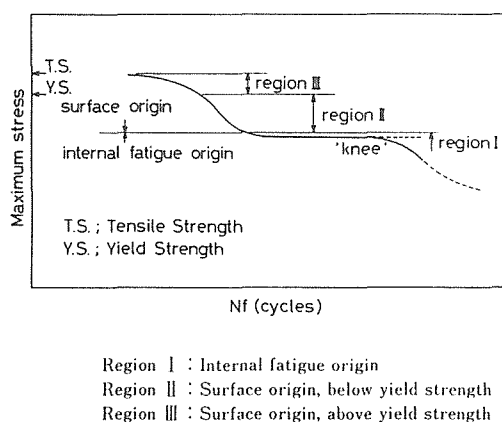


Fig. 1. Schematic S-N curve with different regions of fracture initiation.

の(発生点は欠陥の存在位置に依存し、内部発生が一般的となり得る)、3) 環境、応力の相互作用によるき裂発生(機構により、表面、内部ともにあり得る)などがある。これらの機構は条件さえ整えば同時に働きうるものである。すなわち、どの機構が主たる破壊要因となるかは、おのおのの機構によるき裂発生、伝播の「容易さ」の違いによつて決定されることが考えられる。さていずれの機構も当然ながら働きうる範囲・条件があり、特にひずみもしくは応力の大きさに下限界がある。例えば PSBs の形成には、一定の塑性ひずみ振幅(一般には 10^{-5} オーダーの塑性ひずみが限界値とされている²⁾)が必要であり、それ以下の塑性ひずみ振幅ではこの機構による疲労破壊自体が起こり得ない。発生しうるき裂の形状、大きさ、さらにき裂先端に生じる応力集中の大きさなどに依存するが、その他の機構も応力(ひずみ)の大きさに下限界を想定しうる。以上のことは同一材料であつても応力域によつて最終破断に結び付く疲労き裂の発生機構が異なることがある可能性を示している。

しかし、本合金におけるき裂の内部発生は、上記の1)~3)のいずれの機構にも当たらない。上記の機構によらず、き裂の発生機構が変化するものとして、例えばフェライト・パーライト鋼の定ひずみ振幅極低サイクル疲労破壊がある⁸⁾。高ひずみ領域ではパーライト割れによるき裂発生(一般的には内部発生)であり、それ以下では表面き裂発生となる。試験条件およびき裂の内部発生が高応力側で生じるという点で本合金とは異なるが、微視組織中の脆弱な相・界面が塑性変形による応力集中によつて微視割れを与え、疲労き裂の発生が生じるという過程は示唆的である。つまり、塑性変形の不均一性が大きい、あるいは応力集中部近傍に脆弱相や脆弱な界面が存在すれば、き裂が内部発生する可能性があることを示

Table 1. Chemical composition of Ti-5Al-2.5 Sn ELI alloy (wt%).

C	Fe	N	O	H	Al	Sn	Ti
0.012	0.19	0.0024	0.057	0.0058	5.15	2.66	bal

している。

α 型 Ti 合金は単相であり、応力集中部としては一般に α 粒界もしくは変形双晶境界しか想定されない。しかも、hcp 相のみの塑性変形挙動を考慮すればよく、 $\alpha + \beta$ 型 Ti 合金と比べて単純化して破壊機構を扱うことができる。しかも、極低温においては、すべり系の制限がより厳しくなる⁹⁾ので、塑性変形の微視的不均一性が助長される。また、液体ヘリウム温度においては、常温付近における破壊に及ぼす環境因子(水素化物の生成、表面の酸化等)をほとんど排除することができ、塑性変形挙動と破壊の関連をより純粋にとらえることができると考えられる。

したがつて、本研究では、代表的な α 型 Ti 合金である Ti-5 Al-2.5 Sn ELI 合金の極低温高サイクル疲労におけるき裂の内部発生と微視組織的要因および微視的塑性変形挙動との関係を調べ、き裂の内部発生機構について明らかにすることを目的とした。

2. 実験方法

2.1 供試材および疲労試験

供試材は参考文献1)(以下、別報とする)に示したものと同様である。その化学成分を Table 1 に示す。別報では砂時計型試験片を用いたが、本研究では TEM 観察用試料が容易に採取できるように、平行部直径 4 mm、平行部長さ 25 mm の丸棒試験片を用いた。なお、試験片の採取方向は L 方向(長手方向が圧延方向に平行)である。疲労試験条件も別報と同様である。4 K および 77 K で S-N 曲線を得た後、観察用試験片とした。

2.2 組織観察および破面観察

分析電顕による組成分析(EDS)および転位組織の観察を行つた。繰返し変形を加えた試験片(ほとんどが破断したもの)および、未変形の試験片の横断面を厚さ約 0.75 mm に切断した後、エメリー(#600)による機械研磨を行い厚さを 70~90 μm とした。そして、Twin jet 法による電解研磨を行い薄膜を作製した。電解液の組成は 6% 過塩素酸, 35% 1-ブタノール, 59% メタノールであり、試料電圧は 18~20 V、電解液の温度は約 -30°C である。

また、SEM による破面観察、および破面の元素分析(EDS)もあわせて行つた。

3. 実験結果

3.1 疲労き裂発生点および内部発生点の特徴

Table 2 に疲労試験条件とその結果を Fig. 2 に 4 K, 77 K の S-N 曲線をそれぞれ示す. Fig. 2 には, 別報の砂時計型試験片による S-N 曲線 (4 K) もあわせて示した.

Photo. 1 は, 疲労破面の SEM 写真である. 高応力側では試験片表面からき裂が発生し伝播する (Photo. 1 a), d)) のに対し, 低応力側では試験片内部 (表面近傍も含む) からき裂が発生し, プロペラ状もしくは一部放射状に伝播する (Photo. 1 b), e)). このようなき裂の

Table 2. Sample testing conditions and their associated number of cycles to failure and their initiation site.

Test temperature (K)	Maximum stress (MPa)	Frequency (Hz)	Number to failure (Cycles)	Crack initiation site	Region
4	1 409	4	900	Surface	III
4	1 335	4	2 600	Surface	II
4	1 186	4	7 175	Surface	II
4	1 038	4→10	292 600	Internal	I
4	890	4→10	>300 000	—	—
77	1 251	10	1 860	Surface	III
77	1 213	10	4 110	Surface	III
77	1 149	10	10 293	Surface	II
77	1 021	10	13 280	Surface	II
77	894	10	31 370	Surface	II
77	830	10→20	>1 135 000	—	—

* 4 K : Yield strength=1 405 MPa Tensile strength=1 483 MPa
77 K : Yield strength=1 209 MPa Tensile strength=1 277 MPa

表面および内部発生については, Table 2 および Fig. 2 中にそれぞれ分類して示した. これより, 4 K では破断繰返し数が 10^5 回前後より高サイクル側ではき裂の内部発生が生じ, S-N 曲線が平坦になることがわかる. 別報の結果も, 破断寿命が約 10^5 回よりき裂の内部発生を示している. しかし, 本実験では 77 K においてき裂の内部発生を得ることはできなかった.

内部き裂発生点には, Photo. 1 b), e) に示すように介在物や空洞などの欠陥は認められない. Photo. 1 c), f) はき裂の内部発生部の対をなす破断面両面の写真を

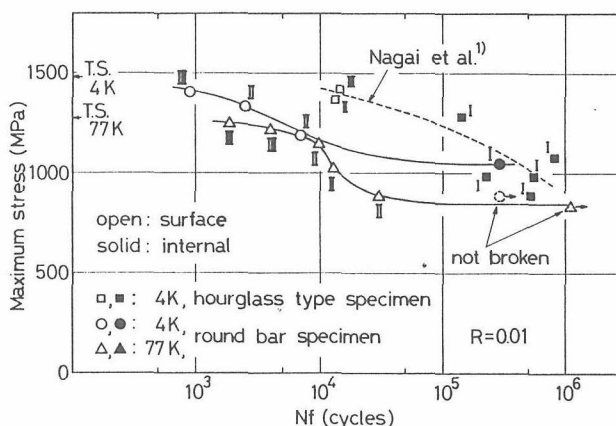


Fig. 2. S-N curves at cryogenic temperatures for Ti-5Al-2.5Sn ELI alloy; I, II and III denote the regions classified according to Fig. 1.

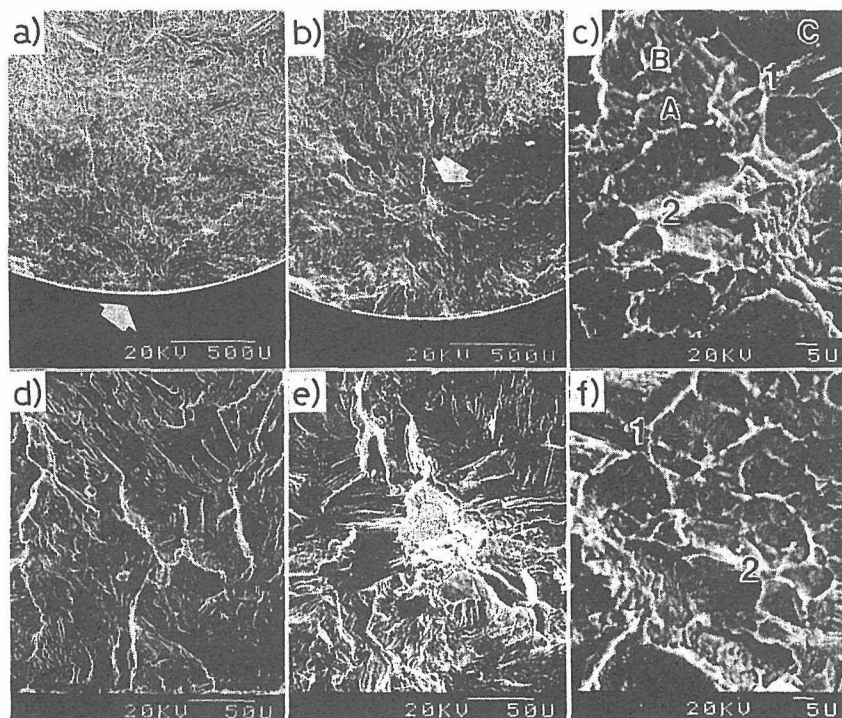


Photo. 1. SEM micrographs of fatigue crack initiation sites fractured at 4K (Maximum stress : a) and b) 1 186 MPa ; b), c), e) and f) 1 038 MPa). Photographs c) and f) are opposite fracture surfaces for a sample that had an internal initiation site. Point 1 and 2 denote the same specific points in c) and f). Points A, B and C in c) denote the typical EDS analysis regions.

示している。これから明らかなように、内部き裂発生点は全体として約 $30\ \mu\text{m}$ 径の大きさを持ち、低倍率では平坦である。しかし、拡大して観察してみると、c), f) に示すようにき裂内部発生点は約 $5\sim 10\ \mu\text{m}$ 径の「細粒」からなっている。これら「細粒」の境界部は両面とも凸であり、ネットワークを形成している。「細粒」の面上には、約 $1\ \mu\text{m}$ 径のくぼみが多数観察され、Cleavage は生じていない。すなわち、 $\alpha + \beta$ 型 Ti 合金で観察されるような脆性的なファセット^{3)~6)} は微視的には認めら

れない。

一方、内部き裂発生点は、何らかの化学成分の特徴をもつことが報告されている。そこで、破面の内部き裂発生点およびその近傍の EDS による元素分析を試みた。Photo. 1 c) 中に代表分析点を示した。ここで、分析点は A: 約 $5\sim 10\ \mu\text{m}$ 径の「細粒」部、B: 「細粒」の境界部 (凸部) および C: 伝播破面の 3 箇所であり、その各点での Al, Sn, Fe の 3 元素の点分析結果をヒストグラムにして Fig. 3 に示す。図中には各部の平均濃度 ($\bar{C}_X$) も示してある。*印は異常値を除いた平均値を示す。伝播部 (C) ではほぼバルク組成に近い値を示すと考えられるので、これを比較の基準とする。凸部 (B) では Fe が最高 3 wt% 近くまで濃化しており、Al の濃度が $0.5\sim 2\ \text{wt}\%$ 程度と低くなっている。「細粒」部 (A) では Fe は検出されないが、Al は $0.30\sim 1.68\ \text{wt}\%$ と低濃度になっている。つまり、内部き裂発生部は全域にわたり Al 濃度が低く、また、Fe が濃化している部分は凸部に限られることがわかる。

3.2 微視組織

前節で破面上に Fe が富化した部分が認められたが、Ti-5Al-2.5Sn 合金には、Fe リッチな異相 (第 2 相) が分散しているとする報告¹⁰⁾がある。実際、Photo. 2 a), b) に示すように、本合金中にも Fe リッチ相が認められる¹⁾。本合金の平均粒径は約 $30\ \mu\text{m}$ である。Fe リッチ相は α 粒界に孤立して観察されるか、もしくは局所的に密に分散している。そこで、この Fe リッチ相および α 相について分析電顕を用いて微視組織観察と組成分析を行った。これらの観察用試料は、未変形の試験片

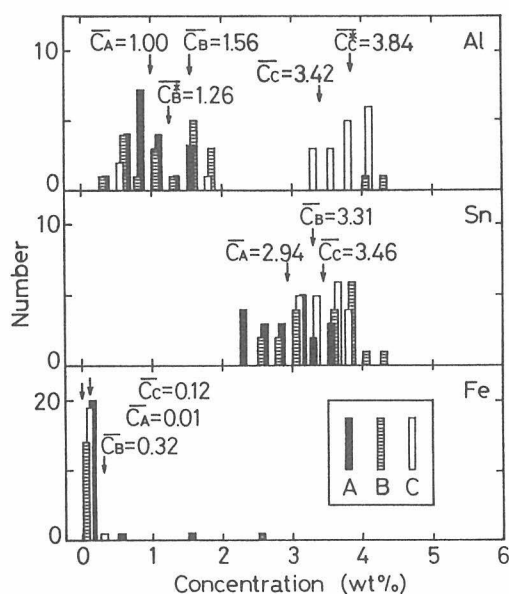


Fig. 3. EDS analysis of the samples shown in Photo. 1 b), c), e), f). A, B and C denote the regions of EDS analysis shown in Photo. 1 c).

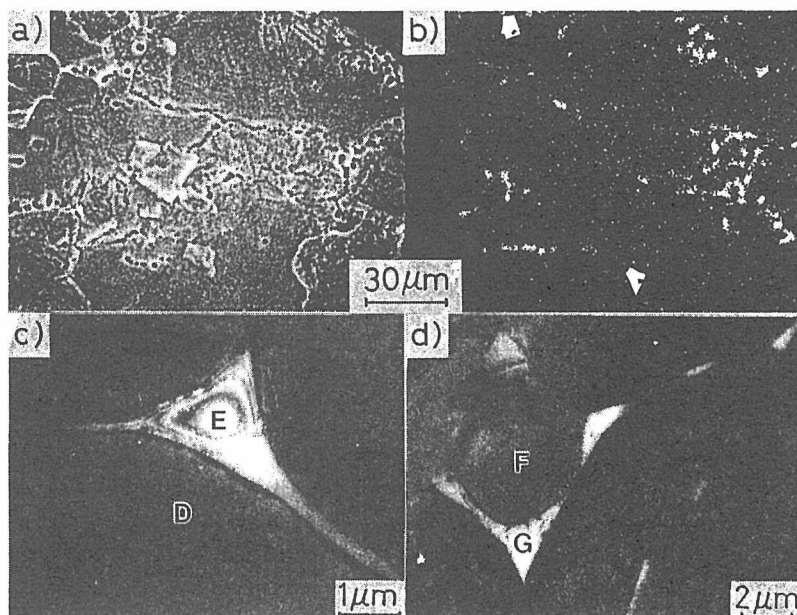


Photo. 2. Microstructures of Ti-5Al-2.5Sn ELI alloy. Secondary electron image of polished sample a) and corresponding Fe X-ray map b)¹⁾. Iron localized to the small α grain regions. TEM micrographs of the isolated second phase distributed region c) and of the small α grain region d). Points D, E, F and G denote typical EDS analysis regions.

より採取した。Photo. 2 c) には、 α 粒径が 20~30 μm のものの三重点などに第 2 相が孤立して観察される部分を示す。それに対して、Photo. 2 d) は α 粒径が数 μm 程度の細粒領域の α 粒界に第 2 相が分散して観察される部分（細粒 α 組織）を示す。これら Photo. 2 c) および d) 中に示す代表分析点（D~G）において EDS 分析を行った。Fig. 4 は、その結果をヒストグラムにして示したものである。図中には破面の EDS 分析の場合と同様に平均濃度を示している。 α 相の粒径が約 30 μm の部分では、 α 相（D）は Ti-5 Al-2.5 Sn のバルク組成に近く、Fe はほとんど検出されない。これを母相 α 相とし基準とする。母相 α 相に囲まれた第 2 相（E）は、Fe が約 15 wt%（13 at%）で、Al と Sn が合わせて約 2 wt% であり、母相 α 相に比べ Fe が著しく濃化し、Al と Sn が著しく減少している。また、細粒 α 相の粒界に観察される第 2 相（G）の Fe 量は、0.6 wt% 前後まで濃化しているが、E 部に比べると Fe 濃度はかなり低い。細粒 α 相（F）では Fe はほとんど検出されない。また、細粒 α 組織では二つの相ともに Al 量がバルク組成に比してかなり少なく反対に Sn 量が多い。このように、第 2 相は明確に Fe リッチ相であることが確認されたが、相同定はできなかった。

従来、 α 相と第 2 相の間には界面相の存在が報告¹¹⁾されているが、同様なものが観察された。ただし、この場合も相の同定はできなかった。

ここで、微視組織の観察・分析結果と前節の内部き裂

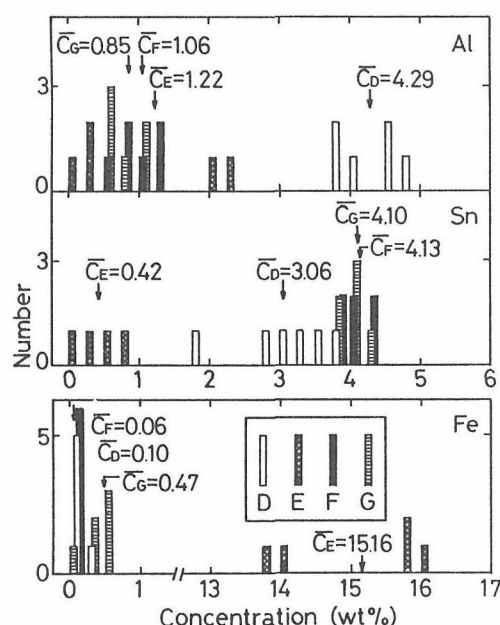


Fig. 4. EDS analysis of the representative areas shown in Photo 2 c), d).

発生点の観察・分析結果とを対応させながら比較検討してみる。まず、形態および大きさを比較してみると、細粒 α 相と破面上の「細粒」部の大きさが良い対応を示し、Fe リッチ相あるいは粒界が凸部に対応していると考えられる。

次に、組成分析結果を比較してみる。各 Al, Sn および Fe 量ともに「細粒」部（A）は細粒 α 相（F）と、また凸部（B）は細粒 α 相粒界部の第 2 相（G）と、さらに伝播領域（C）は母相 α 相（E）とそれぞれ良い一致を示している。したがって、内部き裂発生点は Fe リッチ相が分散した細粒 α 組織であると判断される。

3.3 転位組織の観察

本研究では、破断データが 10^6 回前後までであるので Fig. 1 のような階段状の S-N 曲線は得られていないが、最大繰返し応力とき裂の内部発生の現れ方などは、概念的には Fig. 1 に示すような特徴を呈している。破断寿命に違いはあるものの、内部発生の特徴は砂時計型試験片の場合も全く同じである。そこで Fig. 1 において、疲労き裂が内部発生する応力レベルを Region I, 最大繰返し応力が降伏強さ以下でかつ表面からき裂発生する領域を Region II, 最大繰返し応力が降伏強さ以上の領域を Region III と定義し、それぞれの領域での転位組織の観察を行うこととした。

Photo. 3 は、Region I すなわち疲労き裂の内部発生が起こる低応力レベルの場合の転位組織写真である。この領域では、最大繰返し応力が降伏強さの 75% 以下であつても、Pile-up 転位列が α 粒内で短範囲かつ低密度に形成されている。つまり、Pile-up 転位列の長さは短

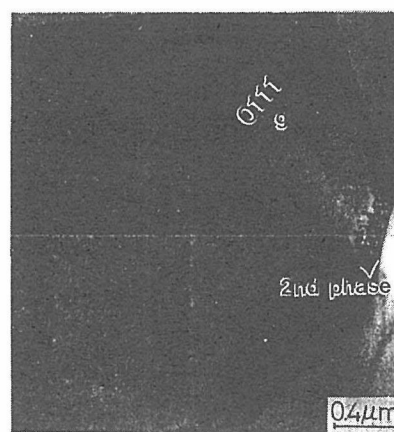


Photo. 3. The dislocation pile-ups that develop in a sample failed in region I (test temperature = 4 K, stress amplitude = 1 027 MPa, $N_f = 292\,600$ cycles).

く、それらの中で α 粒を貫通するものは非常に少ない。しかも Pile-up 転位列の導入されている α 粒も少ない。すべり面は柱面が支配的であり、そのときのバーガースベクトルは主に $\langle a \rangle$ 型 ($\vec{b}=1/3 \langle 11\bar{2}0 \rangle$) である。また、変形双晶は観察されず、4 K と 77 K の変形温度の差による転位組織の違いも認められなかった。

次に、Region II すなわち、最大繰返し応力が降伏強さ以下で、かつ表面発生する場合について述べる。最大繰返し応力が低い場合には、Region I との明確な違いはないが、最大繰返し応力が増加するにしたがい、Photo. 4 に示すような、同一すべり系の Pile-up 転位列が平行に複数個分布した形態の転位組織が形成され始める。転位列は α 粒界に堆積し、応力の高い方では、粒界を超えるものがしばしば観察される。また、Pile-up の過程の中で、バーガースベクトルが $\langle a \rangle$ 型から $\langle c+a \rangle$ 型 ($\vec{b}=1/3 \langle 11\bar{2}3 \rangle$) に変わる場合もある。Region II でも Region I と同じく柱面すべりが優先的で

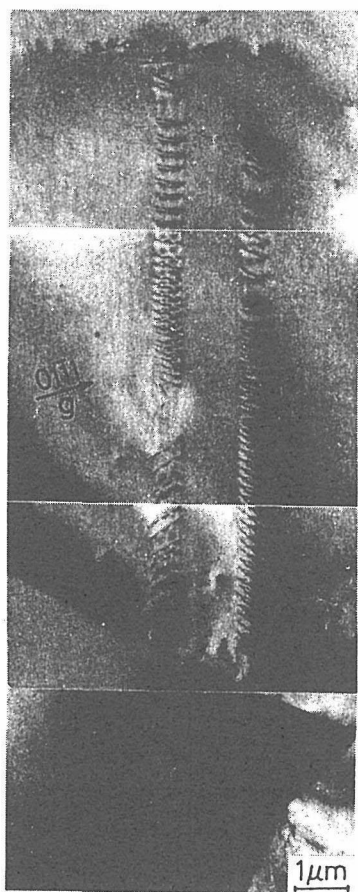


Photo. 4. Dislocation arrays on prism planes for a sample deformed at 4 K which pass through grain boundaries (region II : stress amplitude = 1 365 MPa, $N_f = 14\,437$ cycles). Foil cut from hour-glass type specimen.

ある。Photo. 4 は砂時計型試験片から採取した試料のものであるが、試験片形状の違いによる差異は認められない。これは、その他の領域についても同様であつた。変形双晶については、Region I と同じく観察されない。変形温度が 77 K の場合も、ほぼ同様の転位組織であつた。

そして Region III になると、 α 粒内全域にわたって同一すべり面上に Pile-up 転位列が多数形成される。Photo. 5 に示すように、この転位列は α 粒内中の同一すべり面上に密に分布している。転位列のすべり面はやはり柱面が優先的であるが、錘面すべりも生じている。Photo. 5 b) に示すように柱面と錘面との間での転位列の交差すべりも観察される。しかし、このような高応力となつても、変形双晶が観察されることはほとんどない。また、77 K でも同様の転位組織が観察された。

4. 考 察

4.1 疲労き裂の内部発生機構

本合金において、内部き裂発生点が、Al 濃度の低い細粒 α 組織に対応することが明らかとなつた。ここでは、き裂の内部発生機構について少し詳しく考察してみる。

まず、環境因子の影響について考えてみる。 $\alpha + \beta$ 型 Ti 合金の室温における高サイクル疲労において、環境

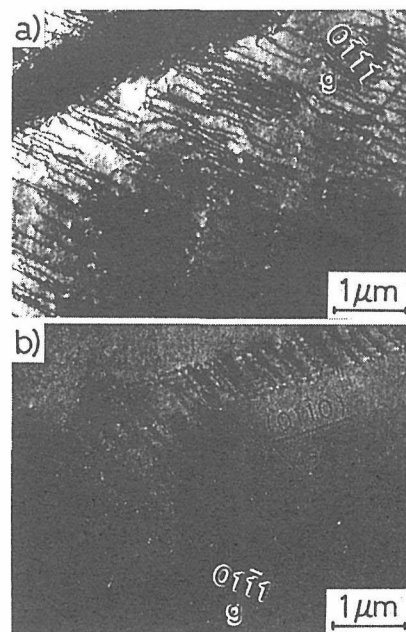


Photo. 5. TEM micrographs of co-planar dislocation arrays of samples failed in region III (test temperature = 4 K, stress amplitude = 1 395 MPa, $N_f = 900$ cycles).

(大気, Ar ガス, 水蒸気, NaCl 溶液), 周波数の変化 (60 Hz~20 kHz) の影響についての報告³⁾⁵⁾がある。やはり, 低応力側でき裂の内部発生が認められるが, これらの環境因子によつて疲労寿命が大きく影響を受けることはない。液体ヘリウム中での試験では, これらの環境因子の影響はさらに小さくなると考えられる。

4 K では繰返し変形によつて試験片内部と表面に温度差が生じる。内部の温度が高いことは, 相対的に内部の方が強度レベルが低くなり, き裂内部発生を促進する要因となる。しかし, その温度差はき裂の内部発生領域のように繰返し応力が小さい場合には小さくなり, 温度差はほとんどないと考えられるため¹⁾, 温度差が内部発生の要因とは考えられない。

また, “Cleavage” はき裂発生部に生じておらず, $\alpha + \beta$ 型 Ti 合金における Cleavage³⁾⁴⁾ 原因説をそのまま適用することはできない。

さらに, Sn と α 相安定化元素の Al は変形双晶を抑制する効果が著しく¹²⁾, 実際に, 内部き裂発生域では変形双晶が観察されないことから, Van Stone ら¹⁰⁾¹³⁾ が指摘している変形双晶による “Offset” (ある種の内部き裂) も生じえない。

本合金の低温変形はすべり変形が優先的であつて, かつ, 内部き裂発生域では柱面すべり ($\{10\bar{1}0\} - \langle 11\bar{2}0 \rangle$) が支配的であり, 働かうすべり系は一つに制限されている。すなわち, バーガー スペクトルが $\langle a \rangle$ 型の Piled-up 転位が柱面上に観察される。この転位の堆積により, 粒界等には応力集中が生じる。ところで, 内部き裂発生点である細粒 α 組織は, 母相 α 相に比べて強化元素の Al 濃度が低い。したがつて, 細粒 α 相の強度は母相 α 相よりも低く, 変形が細粒 α 相に集中し, より大きな応力集中が細粒 α 組織内に生じると考えられる。

ところで細粒 α 組織中には細粒 α 相, Fe リッチ相, およびそれらの界面相が存在する。Fe リッチ相は破面の両側がともに凸であることから, 相対的に延性的と考えられ, Fe リッチ相自体の割れによるき裂発生の可能性は除外できる。内部き裂発生部破面の特徴を考慮にいと, 残るのは, 界面での割れ, あるいは α 相中の特定結晶面でのせん断破壊などであるが, より具体的にき裂発生点を特定し, 発生機構の詳細を明らかにすることはできない。

以上のように, 本合金のき裂内部発生は, 塑性変形の微視的不均一性(制限されたすべり系による転位の堆積)と, 微視組織的不均一性 (Al 濃度の低い細粒 α 組織の形成) とによりき裂が生じるためと説明できる。よつて,

組織的不均一性をなくし, より均質で単相の合金であれば, き裂の内部発生を抑制することができると考えられる。

また, 疲労き裂の内部発生は, Ti 合金に限らずマルテンサイト鋼などにおいても報告がある⁵⁾¹⁴⁾¹⁵⁾。微視組織的不均一性と塑性変形の微視的不均一性が存在すれば, 原理的には, 上述の疲労き裂内部発生機構の考えを他の合金に一般化することは可能であろう。

4.2 Extrusion-Intrusion 機構と疲労き裂内部発生機構の共存と選択

内部き裂発生域における転位組織は, 局所的に Pile-up 転位が見られるだけで粒界を超えるものはない。したがつて, 塑性ひずみ量が非常に小さいために長範囲のすべり帯は形成されず, ExIn 機構は働いていないと考えられる。よつて, S-N 曲線が平坦な領域 (‘Knee’ と対応する) の応力は ExIn 機構の下限界に相当すると想定され, それ以下の応力では前述の疲労き裂内部発生機構のみが作用している。

ところで, ‘Knee’ よりも高応力側では, 疲労き裂内部発生機構だけでなく, ExIn 機構も働いている可能性がある。しかし, 本研究においては, 高応力側では表面発生のみが認められる。このことを完全に説明することは現状ではできないが, 以下に述べるように, 発生するき裂の大きさ, 形状による初期段階のき裂伝播特性の違いが重要な役割を果たしていることがわかる。

まず, 高応力側でも内部発生き裂が存在すると仮定する。その場合, 発生は低応力より容易になり, ほとんど先在き裂として扱うことが可能になるとする。別報には溶接材の S-N 特性も報告されているが, そこでも低応力側で内部発生, 高応力側で表面発生となつている。この場合には, 内部発生は約 100 μm 径の溶接欠陥 (Pore) を起点としている。また, 母材と比較して, 表面発生→内部発生転移点の応力は高く, 疲労寿命が 1 オーダーくらい短くなり; 10^6 サイクル時間強度が低くなつている (Fig. 5)。溶接部は母材に比べて強度が高く, マルテンサイト組織になつている¹⁾が, これらは一般には, 疲労寿命を長く, 時間強度を高くする要因となる¹⁶⁾¹⁷⁾ので, 溶接材の疲労特性の低下は, 溶接欠陥の存在によるものである。ここで, 母材における内部発生き裂 (大きさ約 30 μm で, 荷重軸や主き裂の進展方向とある角度をなしている) と, 溶接材における内部き裂 (大きさ 100 μm オーダー) の先端における応力拡大係数の大きさを比較してみると, 同じ負荷荷重下では, 明らかに後者の方が大きいと判断できる。このことは, 直接 Pore 欠陥による短寿命化, 時間強度の低下, ひいては S-N

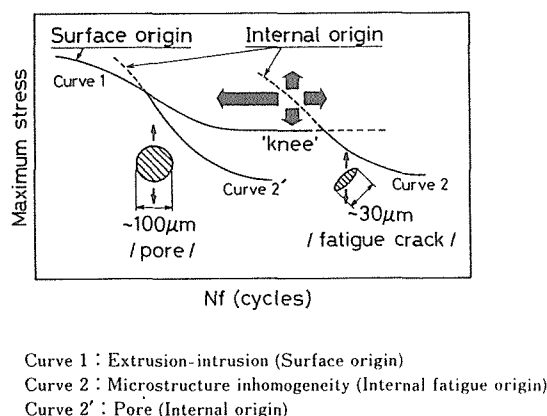


Fig. 5. Compatibility and priority of different fatigue fracture mechanisms.

曲線の Shift (Fig. 5 における Curve 2→Curve 2') をもたらす。したがって、内部き裂の発生は、その大きさ、形状によることとなり、表面発生→内部発生転移点も内部き裂の大きさ、形状により変化する。

一方、高応力側では、内部発生き裂自体が存在しえない可能性も考えられる。高応力域では複数のすべり系が働き、交差すべりも生じている。このことは、Pile-up 転位による応力集中が緩和され、き裂発生自体が抑えられたり、また、き裂が内部発生したとしてもき裂自体が塑性変形の影響を受けて、「き裂」として存在しえなくなる可能性もありうる。すなわち、疲労き裂内部発生機構に応力の上限界が存在することが考えられる。この場合、多くのすべり系をもつもの、降伏強さの低いものでは、き裂内部発生機構が働きにくく、逆にチタン合金のようにすべり系が制限されるもの、降伏強さの高いものでは、内部発生機構が現れやすいと考えられる。

5. 結 言

Ti-5 Al-2.5 Sn ELI 合金の極低温高サイクル疲労におけるき裂の内部発生と微視組織的要因および微視的塑性変形挙動との関係を調べ以下の結果を得た。

(1) 本合金中には α 粒径が小さく、Al 濃度の低い細粒 α 組織が局所的に存在する。

(2) Fe リッチ相は α 相粒界の一部に形成されるものと、細粒 α 相の粒界にまともて分散しているものの二種類がある。

(3) 内部き裂発生点は細粒 α 組織に対応し、微視組

織に依存している。

(4) 疲労き裂が内部発生する低応力レベルでは、Pile-up する長さの短い転位が α 粒内にいくつか分布する。すべり系は $\{10\bar{1}0\}$ - $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ が支配的であり、変形の微視的不均一が生じている。この応力領域では、変形双晶やすべり帯は形成されず、き裂の内部発生とは関係しない。

(5) 高応力側では、転位列が形成され、粒界を超えるようになる。すべり系は柱面すべりが優先的であるが、最大繰返し応力の増加にともなつて鍾面すべりも働くようになる。

最後に、本研究を遂行するにあたりご指導、ご討論いただいた平賀啓二郎博士、貝沼紀夫博士、堀部 進博士、増田千利博士、小川一行氏、そして第 1 研究グループの方々、また、神戸製鋼所の伊藤喜昌博士、西村 孝博士に深く感謝の意を表します。

文 献

- 1) 長井 寿, 緒形俊夫, 山利哲美, 石川圭介, 西村 孝, 溝口孝遠, 伊藤喜昌: 鉄と鋼, 72 (1986), p. 641
- 2) 例えば M. KLESNIL and P. LUKAS: 金属疲労の力学と組織学 (1984) [養賢堂]
- 3) D. F. NEAL and P. A. BLENKINSOP: Acta Metall., 24 (1976), p. 59
- 4) J. RUPPEN, P. BHOWAL, D. EYLON and A. J. MCEVILY: Fatigue Mechanisms, ASTM STP 675 (1978), p. 47 [ASTM]
- 5) A. ATRENS, W. HOFFELNER, T. W. DUEBIG and J. E. ALLISON: Scripta Metall., 17 (1983), p. 601
- 6) 長井 寿, 梅澤 修, 山利哲美, 緒形俊夫, 石川圭介, 伊藤喜昌, 西村 孝: 鉄と鋼, 73 (1987), S1520
- 7) R. J. H. WAINILL: Corrosion, 29 (1973), p. 435
- 8) 嶋田勝紀, 小茂鳥潤, 清水真佐男: 日本機械学会講演論文集, No. 860-3 (1986), p. 189
- 9) 例えば B. JAOU: 金属の塑性 (1969), p. 252 [丸善]
- 10) R. H. Van STONE, J. R. LOW, Jr. and J. L. SHANNON, Jr.: Metall. Trans. A, 9 (1978), p. 539
- 11) M. F. BARBIER-CHENU: Metaux-Corrosion-Industrie, No. 658 (1980), p. 189
- 12) 笹野久興, 木村啓造: 日本金属学会誌, 41 (1977), p. 933
- 13) R. H. Van STONE, J. L. SHANNON, Jr., W. S. PIERCE and J. R. LOW, Jr.: Toughness and Fracture Behavior of Titanium, ASTM STP 651 (1978), p. 154 [ASTM]
- 14) 増田千利, 西島 敏, 田中義久: 日本機械学会論文集, A-52 (1986), p. 847
- 15) 増田千利, 西島 敏, 住吉英志, 田中義久, 石井 明: 材料, 34 (1985), p. 644
- 16) D. EYLON and M. PIERCE: Metall. Trans. A, 7 (1976), p. 111
- 17) M. A. IMAM and C. M. GILMORE: Metall. Trans. A, 14 (1983), p. 233

Transmission Electron Microscopy Study of High Cycle Fatigue Deformation in Ti–5Al–2.5Sn Extra-low Interstitial Alloy at Cryogenic Temperatures

O. UMEZAWA, K. NAGAI and K. ISHIKAWA

National Research Institute for Metals, Tsukuba Laboratories, 1-2-1 Sengen, Tsukuba, Ibaraki 305 (Japan)

(Received January 31, 1990; in revised form April 17, 1990)

Abstract

The dislocation structure developed in an α -type Ti–5Al–2.5Sn extra-low interstitial alloy under various cyclic stresses at cryogenic temperatures was investigated by transmission electron microscopy. When the maximum stress was above the yield strength, coplanar dislocation arrays were distributed over α grains. Prism slip occurred predominantly and a pyramidal slip system was also activated. As the maximum stress was decreased, dislocation pile-ups became less homogeneously distributed. The dislocation arrays on the prism plane passed through grain boundaries. When the maximum stress was below about 75% of the yield strength, where the present alloy showed subsurface fatigue crack initiation, dislocations were piled up and blocked at grain boundaries in the small α grain region. Slip occurred predominantly along prism planes and the Burgers vector of the dislocation was $\langle\sigma\rangle$.

1. Introduction

In an α -type Ti–5Al–2.5Sn extra-low interstitial (ELI) alloy, fatigue crack initiation sites are located in the sample interior as well as at the sample surface in unnotched specimens with axial loading at liquid helium temperature [1]. Neither defects nor foreign material were detected at the subsurface crack initiation site. Furthermore, no brittle feature was seen on the fracture surface of the subsurface crack initiation site. This alloy had an $\alpha + \beta$ region with a smaller grain size and a lower aluminium concentration than those of the matrix. The region is designated as the small α grain region. The subsurface crack was initiated in the small α grain region [1].

Sufficiently high stress may introduce “gross” plastic deformation and bring about surface “extrusion–intrusion” which accounts for surface crack initiation [2]. However, subsurface crack initiation occurred only below about 75% of the yield strength. Such a low stress is not considered to be high enough to make slip bands pass through the specimen thickness. From our previous work [1], the small α grain region is believed to be weaker than the matrix α grain region because aluminium is an α strengthener for titanium alloy. In addition, the β phase was assigned to a more plastically deformed region in the fracture surface of the initiation site.

Titanium, an h.c.p. metal with a less-than-ideal axial ratio of 1.587, deforms primarily by $\{10\bar{1}0\}$ – $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ slip or by twinning at low temperatures [3]. The deformation mode in α -Ti is changed markedly by the addition of aluminium [4]. The twinning is depressed and $\langle c + a \rangle$ slip occurs as the amount of aluminium increases. Therefore it is assumed that subsurface crack initiation at the low stress level is associated with localized deformation (stress localization or strain concentration) in the α phase which results from microstructural heterogeneity and the limited slip system.

Hence this study investigated the dislocation structure developed in high cycle fatigue at cryogenic temperatures and clarified the localized deformation at the low stress level for Ti–5Al–2.5Sn ELI alloy.

2. Experimental procedure

2.1. Test specimen

Round-bar specimens [1] and hour-glass-type specimens [5] fractured by fatigue in liquid helium

(4 K) and in liquid nitrogen (77 K) were examined. The material and fatigue testing are detailed elsewhere [1].

2.2. Transmission electron microscopy

Samples about 600 μm thick for transmission electron microscopy (TEM) were taken from about 1–3 mm beneath the fatigue fracture surface with a low speed saw. They were perpendicular to the principal stress axis and were reduced to about 80 μm in thickness by no. 600 emery paper. TEM foils were prepared by jet electrical polishing of the sample on both sides at -30°C in a stirred solution of 6% perchloric acid, 35% butanol and 59% methanol. After thinning, the foils were rinsed in water and in methanol. A JEOL 200CX electron microscope equipped with a double-tilt goniometer stage was employed at 200 kV.

2.3. Definition of microstructure region and maximum stress level

As mentioned above, the microstructure has two regions, namely the matrix α grain region and the small α grain region. The maximum stress–crack initiation site map can be classified into three regions as described in Table 1. In region I the maximum stress is above the yield strength (0.2% proof stress) and surface crack initiation occurs. In region II the maximum stress is below the yield strength and surface crack initiation still occurs. In region III subsurface crack initiation occurs when the maximum stress is below about 75% of the yield strength.

3. Results and discussion

3.1. Region I

In region I coplanar dislocation arrays are distributed over α grains, and dislocations are not tangled, as shown in Fig. 1 (maximum stress

1409 MPa). The dislocation structure in the small α grain region (a) is similar to that in the matrix α grain region (b). The dislocation density is high in both, and the slip system is predominantly $\{10\bar{1}0\}$ – $\langle 11\bar{2}0 \rangle$. However, pyramidal slip is also observed. For example, Fig. 2(a) shows cross-slip of screw dislocations in coplanar arrays between the $(01\bar{1}\bar{1})$ and $(01\bar{1}0)$ planes. The reason why cross-slip could occur on the first-order pyramidal plane was not clear since prismatic slip is recognized as the easiest slip mode at low temperature in α -Ti. Moreover, $\langle c+a \rangle$ dislocations moving on $\{1\bar{1}01\}$ planes were observed. In this region, therefore, both prism and pyramidal systems are activated.

The dislocation structure at 77 K was similar to that at 4 K. As shown in Fig. 2(b), most of the dislocations are identified as $\langle a \rangle$ type on $\{10\bar{1}0\}$ planes, and the remainder are $\langle c+a \rangle$ type on $\{1\bar{1}01\}$ planes.

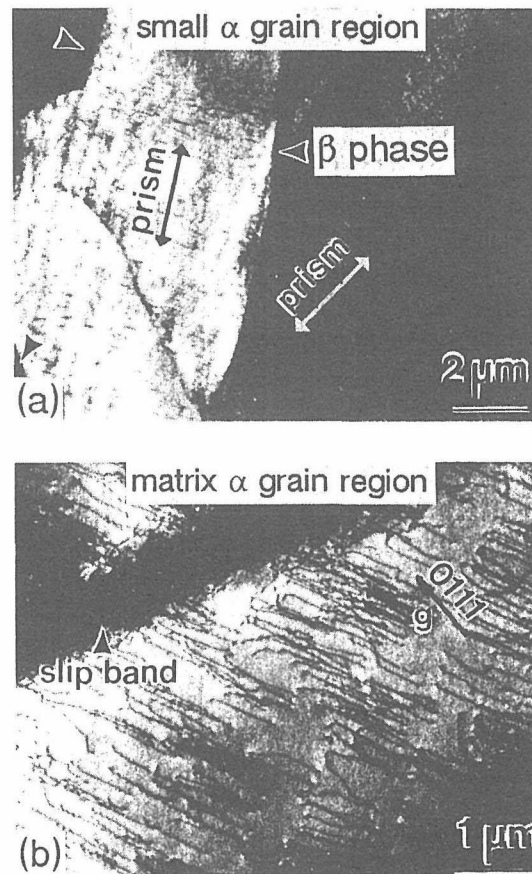


Fig. 1. Coplanar dislocation arrays in a sample failed in region I at 4 K: stress amplitude 1395 MPa, $N_f = 900$ cycles.

TABLE 1 Definition of maximum stress level

Region	Crack initiation site	Maximum stress
I	Surface	Yield strength (0.2% proof stress)
II	Surface	About 75% of yield strength
III	Subsurface	

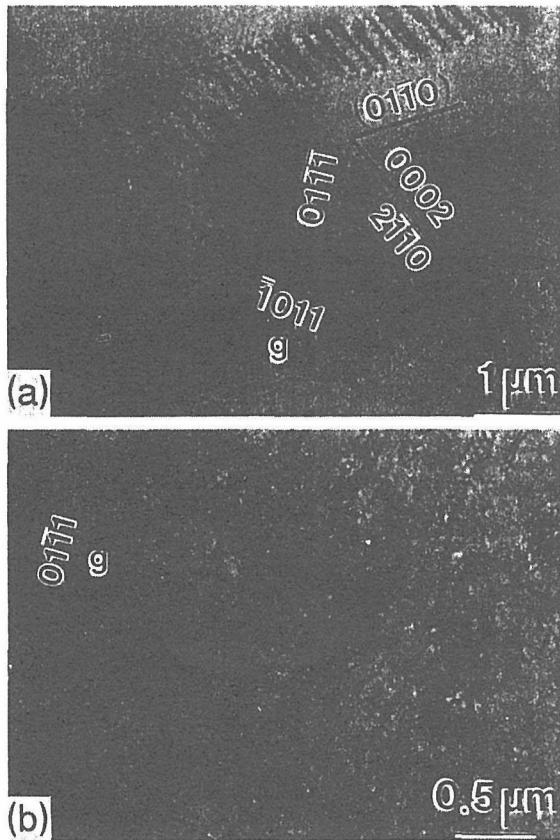


Fig. 2. TEM micrographs of coplanar dislocation arrays in the matrix α grain region of samples failed in region I at 4. and 77 K: (a) foil from same specimen as Fig. 1; (b) stress amplitude 1201 MPa, $N_f = 4110$ cycles.

3.2. Region II

In region II, with maximum stress decreasing, the dislocation arrays are less homogeneously distributed. Figure 3 shows the dislocation structure in region II. The $\{10\bar{1}0\}$ - $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ slip system is dominant, but some $\langle c+a \rangle$ -type dislocations were observed. As shown in Fig. 3(a), the dislocation arrays pass through grain boundaries indicated by arrows.

Figure 3(b) shows dislocation pile-ups in the small α grain region at the lowest maximum stress level in region II. The $\{10\bar{1}0\}$ - $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ slip system is also dominant. In region II the dislocation density in the matrix α grain region is lower than that in the small α grain region.

Observations showed the tendency for the dislocation density at 77 K to be higher than that at 4 K, though the dislocation structure at 77 K is similar to that at 4 K (Fig. 3(c)). The reasons for this are believed to be as follows: the critical resolved shear stress for the movement of

primary prismatic slip in α -Ti was increased as the temperature was decreased from 300 to 4 K [6]; the deformation mode was the same at 77 and 4 K because the mobility of dislocations on the prism plane was higher than that on the basal plane at temperatures below 300 K [7].

3.3. Region III

In region III the dislocation density is low and most dislocations are distributed in the small α grain region, as shown in Fig. 4. Figure 4(a) shows the dislocation structure in the small α grain region. The dislocation pile-ups are heterogeneous in their distribution and do not pass through grain boundaries. Some pile-ups are blocked at small α grain boundaries or α - β interfaces. Slip occurs predominantly on prism planes and the Burgers' vector of the dislocation is $\langle a \rangle$.

In the matrix α grain region, on the other hand, piled-up dislocations were hardly observed (Fig. 4(b)). That is to say, deformation is localized in the small α grain region in region III.

3.4. Localized deformation and subsurface fatigue crack initiation

The results of TEM observations are summarized in Table 2. Prism slip was dominant in region II and III, and pyramidal slip also became active in region I. Basal slip was not detected in the present study. Some deformation twins were detected in region I but not observed in other regions. Hence basal slip and deformation twinning in the α phase are minor deformation modes in the high cycle fatigue of this alloy.

In region III, where subsurface crack initiation occurred, localized deformation was clearly observed in the α grains of the small α grain region. Furthermore, only the $\{10\bar{1}0\}$ - $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ slip system was active; piled-up dislocations were coplanar on the prism plane and blocked at grain boundaries or α - β interfaces in the small α grain region. Strain along the c axis could not occur since $\langle c+a \rangle$ slip and deformation twinning were not active. Thus it is considered that stress or strain concentration as the result of the limited $\langle a \rangle$ slip is localized in the vicinity of α grain boundaries or α - β interfaces in the small α grain region. This localized deformation is believed to introduce microcracks in the small α grain region, which are assumed to be the nucleus of subsurface crack initiation. The subsurface fatigue crack initiation at 77 K might occur at the lower stress level [1].

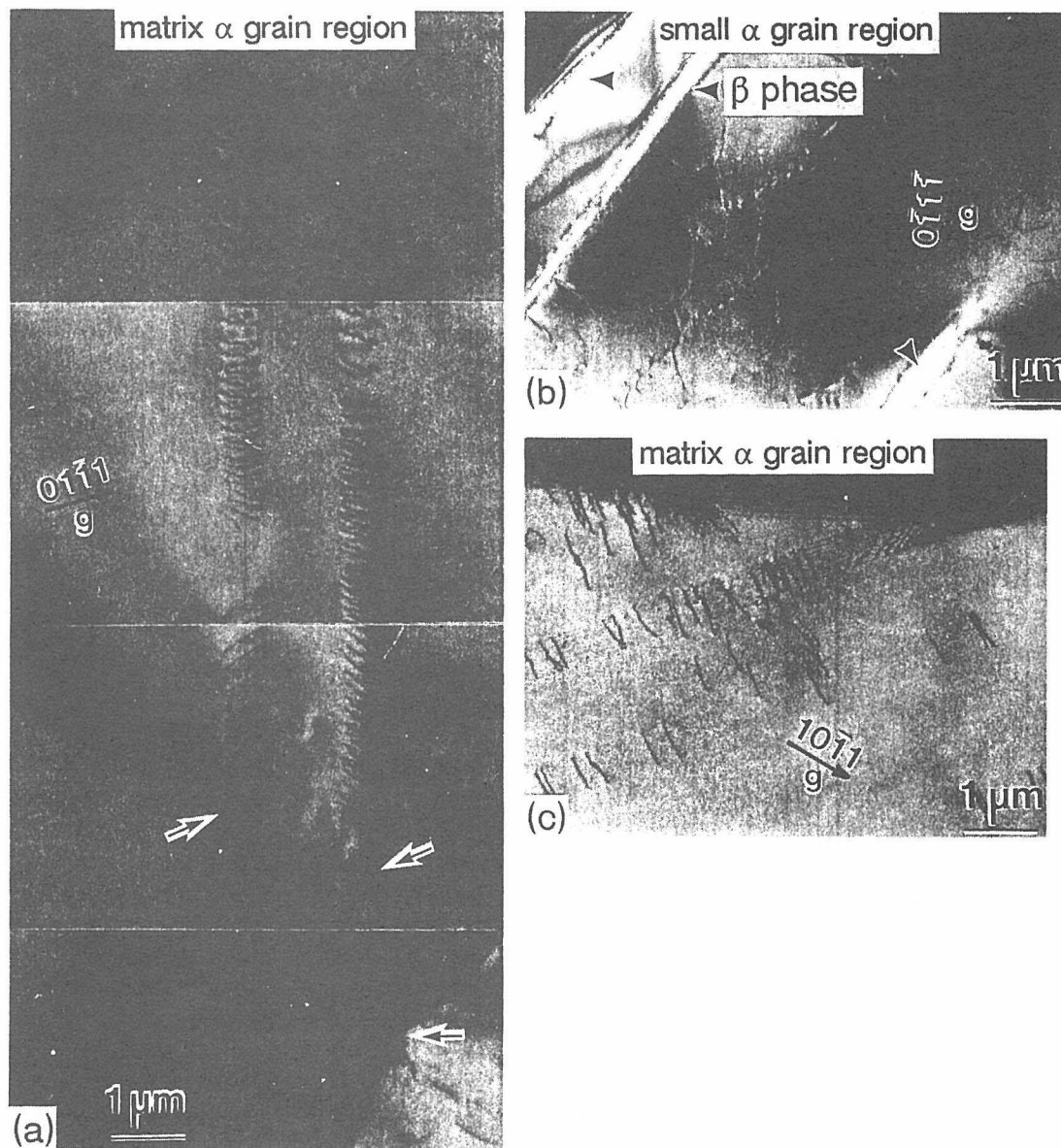


Fig. 3. Dislocation structures in samples failed in region II: (a) 4 K, stress amplitude 1365 MPa, $N_f = 14\,437$ cycles; (b) 4 K, stress amplitude 1174 MPa, $N_f = 7175$ cycles; (c) 77 K, stress amplitude 1011 MPa, $N_f = 13\,280$ cycles. Dislocation arrays pass through grain boundaries indicated by arrows in (a).

TABLE 2 Summarized results of dislocation structure for Ti-5Al-2.5Sn ELI alloy

Microstructure	Maximum stress level		
	Region I	Region II	Region III
Small α grain	(1) Coplanar arrays (2) Prism and pyramidal (3) Over α grains (4) High	(1) Dislocation arrays (2) Prism (3) Through grain boundaries (4) Intermediate	(1) Dislocation pile-ups (2) Prism (3) Blocked at grain boundaries (4) Low
Matrix α grain	(1) Coplanar arrays (2) Prism and pyramidal (3) Over α grains (4) High	(1) Dislocation arrays (2) Prism (3) Through grain boundaries (4) Low	(1) No pile-ups

Remarks in each column refer to (1) dislocation structure, (2) slip plane, (3) distribution and (4) density.

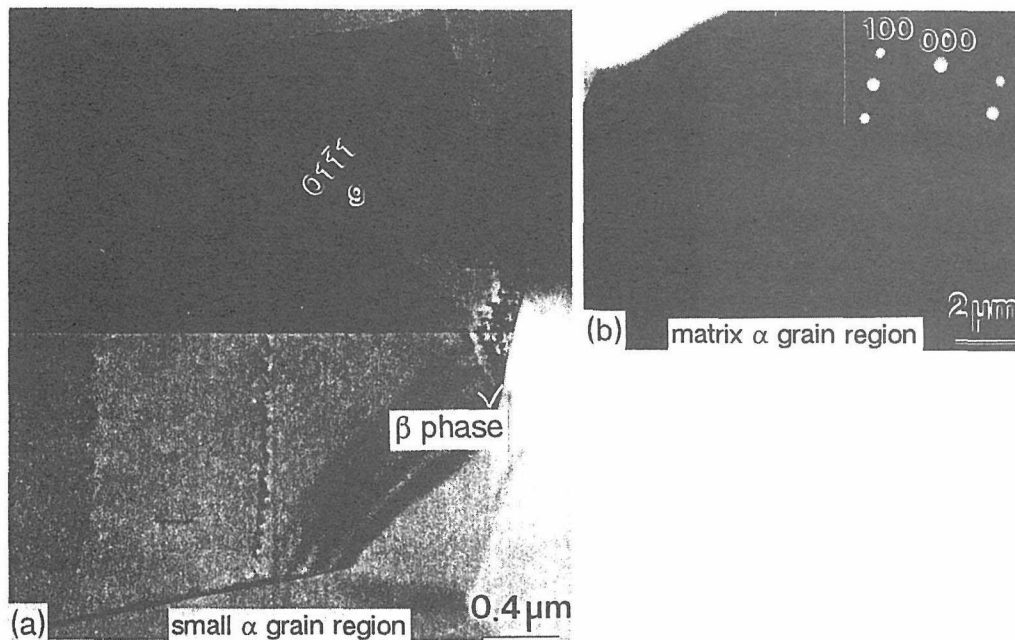


Fig. 4. Dislocation structures in a sample failed in region III at 4 K: stress amplitude 1027 MPa, $N_f=292\,600$ cycles. (a) Dislocation pile-ups are blocked at grain boundaries. (b) No dislocation pile-ups; the foil plane is close to (0110).

4. Conclusions

This study investigated the dislocation structure of Ti-5Al-2.5Sn ELI alloy cyclically deformed at cryogenic temperatures.

(1) When the maximum stress was higher than the yield strength, coplanar dislocation arrays were distributed over α grains. Both prism and pyramidal slip systems were activated. The dislocation density was high in the matrix α grain region and in the small α grain region.

(2) As the maximum stress was decreased below the yield strength, the dislocation arrays were less homogeneously distributed and the dislocation density was lowered. Prism slip was dominant. The dislocation arrays passed through grain boundaries.

(3) When the maximum stress was below about 75% of the yield strength, where sub-surface fatigue crack initiation occurred, dislocation pile-ups were primarily on prism planes and

were distributed in α grains in the small α grain region. In the matrix α region, piled-up dislocation was hardly observed, *i.e.* the localized deformation occurred in the small α grain region.

References

- 1 O. Umezawa, K. Nagai and K. Ishikawa, *Mater. Sci. Eng.*, **A129** (1990) 217.
- 2 M. Klesnil and P. Lukáš, *Fatigue of Metallic Materials*, Elsevier, Amsterdam, 1980.
- 3 F. D. Rosi, C. A. Dube and B. H. Alexander, *Trans. Metall. Soc. AIME*, **197** (1953) 257.
- 4 T. R. Cass, in R. J. Jaffee and N. Promisel (eds.), *The Science, Technology and Application of Titanium*, Pergamon, Oxford, 1970, p. 459.
- 5 K. Nagai, T. Ogata, T. Yuri, K. Ishikawa, T. Nishimura, T. Mizoguchi and Y. Ito, *Trans. Iron Steel Inst. Jpn.*, **27** (1987) 376.
- 6 M. P. Biget and G. Saada, *Philos. Mag. A*, **59** (1989) 747.
- 7 E. D. Levine, *Trans. Metall. Soc. AIME*, **236** (1966) 1588.

Subsurface Crack Initiation in High Cycle Fatigue of Ti–5Al–2.5Sn Extra-low Interstitial Alloy at Liquid Helium Temperature

O. UMEZAWA, K. NAGAI and K. ISHIKAWA

National Research Institute for Metals, Tsukuba Laboratories, 1-2-1 Sengen, Tsukuba, Ibaraki 305 (Japan)

(Received January 31, 1990; in revised form April 17, 1990)

Abstract

Subsurface fatigue crack initiation in a Ti–5Al–2.5Sn extra-low interstitial alloy at liquid helium temperature was characterized. The subsurface crack initiation occurred at low stress level and neither defects nor foreign material were detected at the subsurface initiation site. The subsurface crack initiation site was composed of “small grains” of diameter about 5–10 μm . The concentration of aluminium at the initiation site was much lower than in the bulk. From the viewpoint of the microstructure this alloy had partly a two-phase region (small α grain region). It was composed of small α grains with low aluminium content and an iron-enriched β phase at their grain boundaries. The size, morphology and composition of the subsurface crack initiation site fitted those of the small α grain region. Hence it is concluded that the subsurface crack was initiated in the small α grain region.

1. Introduction

Titanium alloys have good mechanical and physical properties for cryogenic structural materials. In recent years the mechanical properties of titanium alloys have been studied at cryogenic temperatures [1]. However, few studies have focused on the high cycle fatigue properties.

Fatigue microcracks originate very typically at the sample surface; the sites of crack initiation are fatigue slip bands, grain boundaries and surface inclusions [2–4]. Subsurface crack initiation is usually associated with the presence of inclusions or pores. In titanium alloys, however, subsurface crack initiation which is not associated with any defects can apparently occur at cryogenic temperatures [5–7] as well as at room temperature [8–11]. The subsurface crack initiation occurs in

low peak stress tests and in longer-life tests over 10^5 cycles, while the surface initiation occurs in high peak stress tests and in short-life tests. Environmental effects and interstitial contamination are not responsible for this subsurface crack initiation [7–9]. One possible explanation is microstructural cracking due to localized deformation (stress or strain concentration), which may result from heterogeneity of the microstructure and microscopic deformation. In a Ti–5Al–2.5Sn extra-low interstitial (ELI) alloy the subsurface crack initiation occurred at liquid helium temperature [5], but it has not been characterized yet.

To clarify the relation between microstructural heterogeneity and subsurface crack initiation, therefore, this study examined the initiation site and the microstructure of the Ti–5Al–2.5Sn ELI alloy.

2. Experimental procedure

2.1 Test material

The Ti–5Al–2.5Sn ELI material [5] was obtained in the mill-annealed condition in the form of 90 mm square bars. The chemical composition was as follows: 5.15 wt.% Al, 2.66 wt.% Sn, 0.19 wt.% Fe, 0.012 wt.% C, 0.057 wt.% O, 0.0024 wt.% N, 0.0058 wt.% H and balance titanium. All the longitudinal directions of the specimens were parallel to the rolling direction.

2.2 Fatigue testing

Fatigue testing was carried out in liquid helium (4 K) and liquid nitrogen (77 K) using unnotched round-bar specimens 25 mm in gauge length and 4 mm in diameter. The fatigue data at 77 K were kept for reference of the temperature effect [12]. Testing was done under load control using a closed-loop servohydraulic test machine. The

sine wave loading was uniaxial with a ratio of minimum stress to maximum stress of $R=0.01$. Test frequencies of 4 Hz at 4 K and 10 Hz at 77 K were chosen so that the specimen temperature rise should be as low as possible [5].

2.3. Electron microscopy

The fatigue fracture surfaces were examined by scanning electron microscopy (SEM) and analysed by energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS). Thin foils for transmission electron microscopy (TEM) were prepared by the conventional electropolishing technique [12]. The foils were examined in a JEOL 200CX electron microscope (operated at 200 kV) equipped with an energy-dispersive X-ray spectroscope.

3. Results and discussion

3.1. Fatigue properties and fracture surface

Figure 1 shows the $S-N$ curves of Ti-5Al-2.5Sn ELI alloy tested at cryogenic temperatures. For round-bar specimens the fatigue tests were performed in both liquid helium (4 K) and liquid nitrogen (77 K). Fatigue test data of hour-glass-type specimens at 4 K are given for reference [5]. In both types of specimens, subsurface fatigue failure occurred at 4 K when the number of cycles to failure was greater than 10^5 . At 77 K, however, all the fatigue cracks were initiated at the sample surface as in the previous work [5].

Figure 2 shows the vicinity of fatigue crack initiation sites in a specimen which was failed at 4 K. At higher stress the fatigue crack is initiated at the specimen surface (Figs. 2(a) and 2(d)). At

lower stress, on the other hand, the fatigue crack is initiated in the specimen interior. At low magnification, as shown in Figs. 2(b) and 2(e), the subsurface crack initiation site is flat and the crack propagates in a radial pattern.

3.2. Subsurface crack initiation site

Figures 2(e) and 2(f) represent SEM photographs of the initiation site. No defect-like inclusion or pore is detected at the initiation sites, nor does cleavage fracture appear. The subsurface crack initiation site is about $30\text{ }\mu\text{m}$ in diameter and is composed of "small grains" about $5\text{--}10\text{ }\mu\text{m}$ in diameter. The small grain boundaries are convex in both matching halves of the fracture surfaces; this means that the convex region is ductile.

The subsurface crack initiation site was analysed by EDS. Region A in Fig. 2(d) denotes the small grains. Region B denotes the convex region. Region C is a crack-propagating surface near the initiation site; this region is assumed to represent the bulk composition (matrix).

Figure 3 is the histogram of point analyses of aluminium, tin and iron concentrations in the three regions. In region B the depletion of aluminium is marked and the condensation of iron is significant at some points compared with the composition of region C. In region A almost no iron is detected and the content of aluminium is also low. In the subsurface crack initiation site, therefore, the concentration of aluminium is about 30% of the bulk composition and the iron-enriched region exists only in the convex region.

3.3. Microstructure

This alloy has an equiaxed α phase structure with a mean grain diameter of approximately $30\text{ }\mu\text{m}$ (Fig. 4(a)). However, X-ray microanalyser analysis indicated the existence of some fine iron-rich particles several microns in diameter (Fig. 4(b)) [5]. The iron-rich particles are seen at the grain boundaries. Their distribution is either isolated or grouped. The isolated second particles were seen at a triple point of grain boundaries in the matrix α region (Fig. 4(c)). This phase was identified as $\beta + \omega$ phase from the selected area diffraction (SAD) pattern shown in Fig. 4(d). On the other hand, the grouped second particles were observed at the boundaries in the small α grain region (Fig. 4(e)). The second phase was identified as β phase. The small α grain region is composed of α grains several microns in diam-

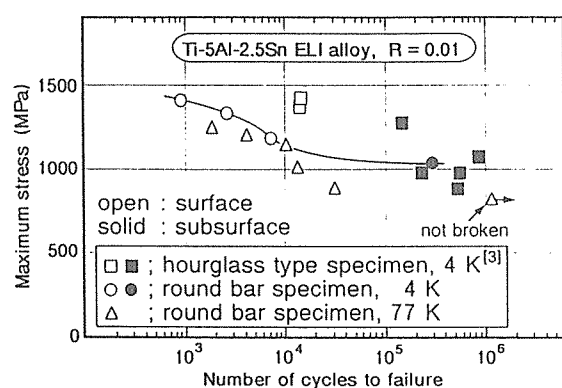


Fig. 1. $S-N$ curves at cryogenic temperatures for Ti-5Al-2.5Sn ELI alloy (4 K — tensile strength 1483 MPa, yield strength 1405 MPa; 77 K — tensile strength 1277 MPa, yield strength 1209 MPa). $S-N$ curve of hour-glass-type specimen is also shown for reference [5].

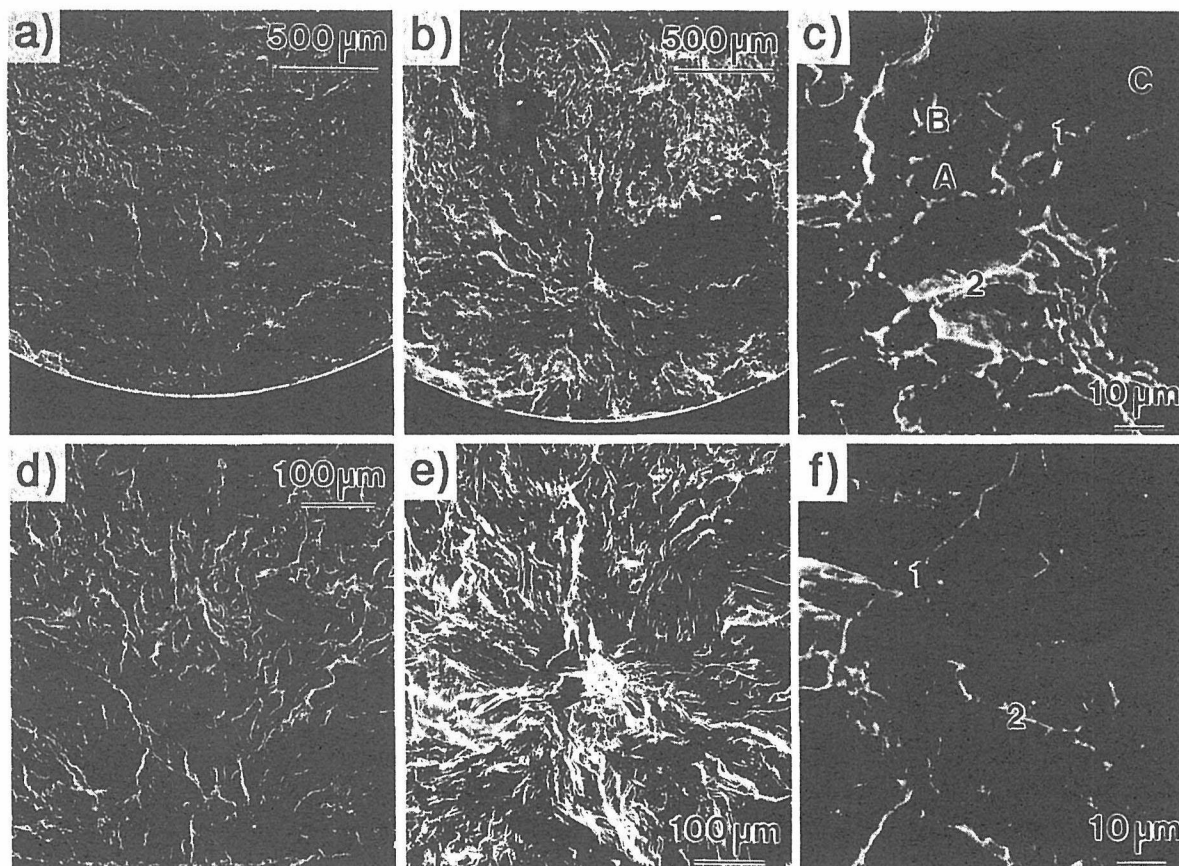


Fig. 2. SEM micrographs of crack initiation sites for round-bar specimen fractured at 4 K (maximum stress: (a), (d) 1186 MPa; (b), (c), (e), (f) 1038 MPa). Photographs (c) and (f) are matching halves of fracture surfaces; each point 1 and 2 correspond. Areas A, B and C in (c) denote the typical EDS analysis regions.

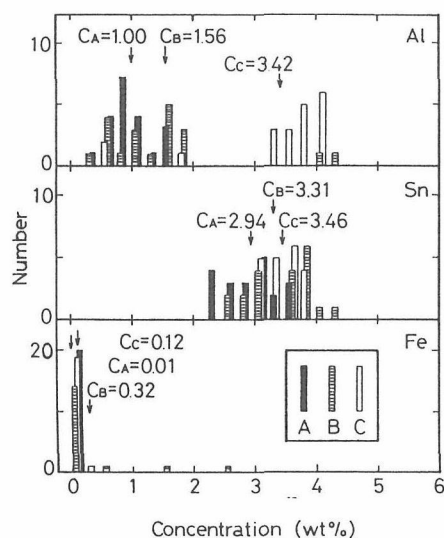


Fig. 3. EDS analysis of fracture surfaces of the sample shown in Figs. 2(c) and 2(f). A, B and C denote the regions of EDS analysis shown in Fig. 2(c). C_X ($X = A, B$ and C) is the mean concentration value.

eter. This area is about $30 \mu\text{m}$ in diameter, *i.e.* as large as the matrix α grain size.

Figure 5 is the histogram of point analyses of the representative areas of microstructure as shown in Figs. 4(c) and 4(e). Region D is assumed to show the matrix α composition. In region E, *i.e.* the isolated $\beta + \omega$ phase at the triple point, the iron concentration is up to about 15 wt.%. The aluminium content is about 30% of the bulk composition. In the small α grain region, on the other hand, the aluminium content of the α phase (region F) and the β phase (region G) is about 25% of the bulk composition. Iron is enriched in the β phase and the mean concentration is about 0.5 wt.%. However, the iron concentration is much lower in region G than in region E.

3.4. Correspondence between subsurface crack initiation site and microstructure

Figure 6 summarizes the features of the microstructure and the subsurface crack initiation

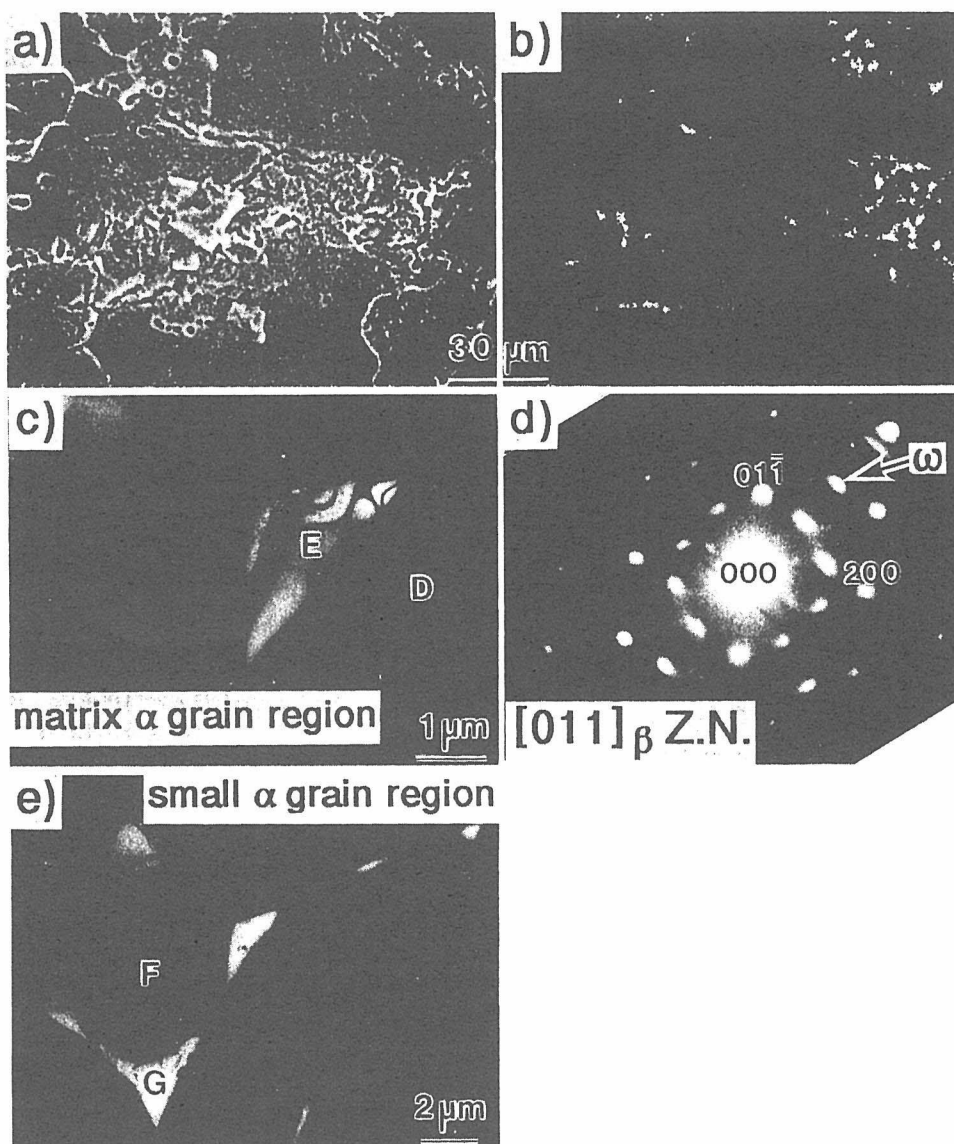


Fig. 4. Microstructures of Ti-5Al-2.5Sn ELI alloy: (a) secondary electron image of polished sample [5]; (b) iron X-ray map of (a)—iron is localized to the small α grain regions; (c) TEM micrograph of the isolated β phase distributed region and (d) SAD pattern for $[011]_{\beta}$ zone; (e) TEM micrograph of the small α grain region—areas D, E, F and G denote typical EDS analysis regions.

site in terms of the geometry and chemical composition. The size of the subsurface initiation site is almost the same as that of the small α grain region. From the viewpoint of the morphology, the α phase (region F) in the small α grain region corresponds with small grains (region A) in the initiation site, while the β phase (region G) in the small α grain region corresponds with the convex region (region B). The compositions of the small α phase (region F) and the β phase (region G) fit those of the small grain (region A) and convex

part (region B) respectively. For the above reasons, it is concluded that the subsurface crack was initiated in the small α grain region.

Aluminium is a strengthening element in α -type titanium alloys. Thus the strength of the small α grain region is believed to be lower than that of the matrix α grain region because of lower aluminium concentration. Hence it is believed that localized deformation occurs in the small α grain region and leads to fatigue crack initiation there.

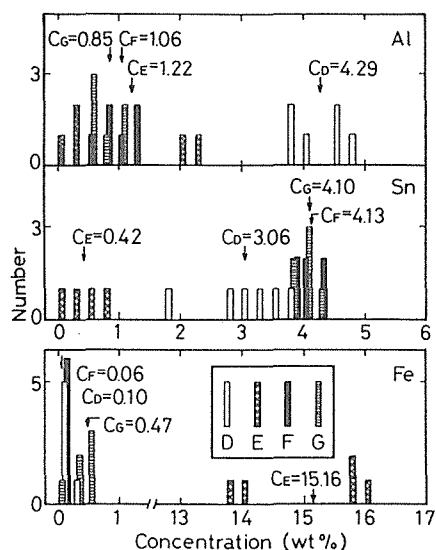


Fig. 5. EDS analysis of the representative areas shown in Figs. 4(c) and 4(e). C_x ($x=D, E, F$ and G) is the mean concentration value.

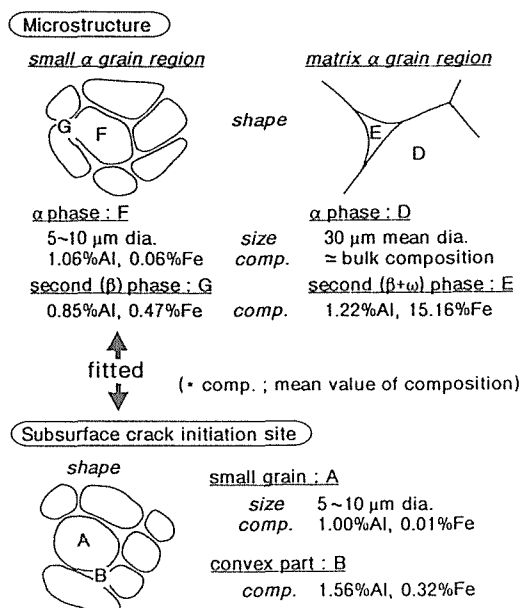


Fig. 6. Characteristics of microstructure and subsurface crack initiation site.

4. Conclusions

This study characterized the subsurface crack initiation site in the high cycle fatigue of

Ti-5Al-2.5Sn ELI alloy which was failed at liquid helium temperature. The results are as follows.

(1) Neither defects nor foreign material were detected at the subsurface initiation site, and cleavage fracture did not appear either.

(2) The subsurface crack initiation site was composed of small grains about 5–10 μm in diameter with a convex region at their boundaries. In the initiation site the concentration of aluminium was about 30% of bulk composition and the iron-enriched region existed only in the convex region.

(3) This alloy had a small α grain region composed of small α grains with low aluminium content and iron-enriched β particles at their grain boundaries. The mean diameter of the small α grains was several microns.

(4) The subsurface crack was initiated in the small α grain region.

References

1. K. Nagai, T. Yuri, O. Umezawa and K. Ishikawa, in R. P. Reed, Z. S. Xing and E. W. Collins (eds.), *Proc. Cryogenic Materials '88*, Boulder, CO, Vol. 2, 1988, p. 727.
2. M. Klesnil and P. Lukáš, *Fatigue of Metallic Materials*, Elsevier, Amsterdam, 1980, p. 59.
3. T. Yokobori, M. Nanbu and H. Takeuchi, *Rep. Res. Inst. Strength Fract. Mater., Tohoku Univ.*, 5(1969) 1.
4. T. Yokobori, Y. Sawaki, S. Showno and A. Kumagaya, *J. Jpn. Inst. Met.*, 39(1975) 317 (in Japanese).
5. K. Nagai, T. Ogata, T. Yuri, K. Ishikawa, T. Nishimura, T. Mizoguchi and Y. Ito, *Trans. ISIJ*, 27(1987) 376.
6. O. Umezawa, K. Nagai and K. Ishikawa, in H. Kitagawa and T. Tanaga (eds.), *Proc. 4th Int. Conf. on Fatigue and Fatigue Threshold*, Materials and Component Engineering Publications, Birmingham.
7. K. Nagai, O. Umezawa, T. Yuri, T. Ogata, K. Ishikawa, Y. Ito and T. Nishimura, *Tetsu-to-Hagane*, 73(1987) S1520 (in Japanese).
8. D. F. Neel and P. A. Blenkinsop, *Acta Metall.*, 24(1976) 59.
9. A. Atrons, W. Hoffelner, T. W. Duerig and J. E. Ailison, *Scr. Metall.*, 17(1983) 601.
10. J. R. Ruppen, P. Bhowal, D. Eylon and A. J. McEvily, *Fatigue Mechanisms, ASTM Spec. Tech. Publ.*, 675(1978) 47.
11. M. Hagiwara, Y. Kaieda, Y. Kawabe and S. Miura, *CAMP-ISIJ*, 1(1988) 344 (in Japanese).
12. O. Umezawa, K. Nagai and K. Ishikawa, *Mater. Sci. Eng.*, A129(1990) 223.

© 1990 ISIJ

論 文

Ti-6Al-4V 合金の極低温高サイクル疲労における内部き裂の発生

梅澤 修*・長井 寿*²・石川 圭介*²

Subsurface Crack Initiation in High Cycle Fatigue of Ti-6Al-4V Alloys at Cryogenic Temperatures

Osamu UMEZAWA, Kotobu NAGAI and Keisuke ISHIKAWA

Synopsis:

In titanium alloys subsurface fatigue crack initiation occurs apparently without the existence of any defects such as inclusion or pore. We investigated subsurface crack initiation and sub-crack for Ti-6Al-4V alloys at cryogenic temperatures, and discussed the growth mechanism of microcrack.

As the maximum stress was decreased, the morphology of subsurface crack initiation sites was changed from consisting of one facet to of more facets. The facet was identified as a cracked α phase by comparing their chemical composition and morphology. Sub-cracks were also produced in α phase. The subsurface crack initiation sites and the sub-cracks were not perpendicular to the applied stress. Hence it is concluded that a microcrack initiates in a α grain, grows into neighbor β plates and α grains, and finally forms an initiation site for a main fatigue crack. The lower the maximum stress, the greater the size of subsurface crack initiation sites. We adopted the size of the projection of subsurface crack initiation site on the main crack propagating plane, as a shape parameter of three-dimensional crack. Using this parameter, the dependence of initiation site size on the maximum stress range can be accounted for by an assumption that the microcrack growth is controlled by a threshold condition.

Key words: α - β titanium alloy; subsurface crack initiation; fatigue; cryogenic temperatures; microcrack; threshold condition.

1. 緒 言

高サイクル疲労における内部き裂の発生は、通常、介在物やポロシティといった欠陥に起因しているが、Ti合金などの高降伏強さ材料では、室温およびそれ以下の温度域において、先在する欠陥に関係しない内部き裂の発生が報告されている^{1)~9)}。これらの内部き裂の発生には共通する特徴があげられる。すなわち、(1)繰返し最大応力が例えば0.2%耐力の75%以下の値といった低応力側である、(2)破断繰返し数が $10^5 \sim 10^7$ 回以上である、(3)空隙、異物、介在物のような先在する内部欠陥を破壊起点としたものではない。また、内部き裂発生点の形態は、微視組織に依存している。しかしながら、以上の特徴が、それぞれ内部き裂発生に本質的なものであるかどうかを初めとして、その機構に関する統一した理解にはまだ至っていない。

先在き裂の無いことを仮定した金属材料が疲労破壊に至る全過程を考えてみると、一般にそれは、I. 損傷

(微小き裂発生のための変形集中)から微小き裂の発生、II. 微小き裂の成長と主き裂の選択、III. 主き裂の進展と破壊などの素過程に分けることができる。もちろん、これらの素過程は完全に時系列的に起こるとは限らず、複数の異なった微小き裂発生機構が存在する場合などは並列的に進行すると考えるべきである。また、これらの微小き裂の発生、成長などのそれぞれの素過程が微視組織と密接に関係していると考えられる。

著者ら⁷⁾は、 α 型のTi-5Al-2.5Sn ELI合金で観察された先在欠陥に関係しない内部き裂発生点が微視組織的成因をもつことを明らかにした。この合金は等軸 α 粒組織であるが、一部に母相より微細な α 粒の集まった領域を有している。そこでは第2相が粒界に分散し、強化元素であるAlの濃度が低い。内部き裂はこの組織的「不均一」部から発生した。また、極めて低い繰返し応力でも不均一部に粒界に堆積した転位列が形成され、しかもそれが特定のすべり系に限られることを明らかにした。つまり、塑性変形の微視的不均一が局所的な応

昭和63年11月本会講演大会にて一部発表 平成元年10月26日受付 (Received Oct. 26, 1989)

* 金属材料技術研究所筑波支所 (Tsukuba Laboratories, National Research Institute for Metals, 1-2-1 Sengen Tsukuba 305)

*² 金属材料技術研究所筑波支所 工博 (Tsukuba Laboratories, National Research Institute for Metals)

力・ひずみ集中を誘起し、低応力域における内部き裂発生を可能にしていることを示唆した。

α - β 型の Ti-6Al-4V 合金における内部き裂発生については、前述の共通点以外にも以下のような特徴が著者らをはじめとする従来の報告から明らかである。すなわち、(1) 試験条件 (室温以下の温度域、周波数、環境等)³⁾⁵⁾ や材料 (製造方法、不純物濃度等)⁴⁾⁵⁾ の違いによらず内部き裂発生が起こる。周波数や雰囲気水素濃度等によらず同じ応力、破断繰返し数で内部き裂発生が生じることは、それが環境破壊的要因をほとんど持たないことを示している。(2) 表面き裂発生域では疲労強度は引張強さとはほぼ正の相関関係にあるが、内部き裂発生域での疲労強度は引張強さに必ずしも依存しない⁵⁾。(3) 内部き裂発生点を構成するファセットの形状・大きさは α 相組織のそれとよく対応している⁴⁾⁵⁾。以上より、Ti-6Al-4V 合金では内部き裂発生がかなり一般的に生じ、それが微視組織的要因と深い関係を持つことが考えられる。そこで本研究では、著者らが行った Ti-6Al-4V 合金の極低温高サイクル疲労試験⁵⁾ の破断試料を用いて内部き裂発生点について詳細な観察を行った。そして、微視組織と密接に関連した微小き裂の発生と成長による内部き裂の形成過程を明らかにし、主き裂選択を支配する機構について考察した。

2. 実験方法

2.1 材料

本研究で用いた Ti-6Al-4V 合金 (Mill annealed)⁵⁾ は不純物濃度の異なる Normal, ELI (Extra-Low-Interstitial), Sp. ELI (Super ELI) の 3 グレードである。各グレードの化学成分は主に Fe と O 濃度 (wt%) に違いがあり、Normal; Fe 0.199, O 0.135, ELI; Fe 0.200, O 0.104, Sp. ELI; Fe 0.028, O 0.054 である。そして、各グレードごとに鍛造材 (Forged, 熱間鍛造 (900°C)) と圧延材 (Rolled, 熱間鍛造 + 熱間圧延 (900°C)) がある。合計 6 種の材料の試験片横断面組織写真 (SEM) を Photo. 1 に示す。なお、各材料の組織は等方的である。鍛造材では隣接する α 相の結晶方位がほぼ同じである領域 (コロニー組織) が認められるのに対し、圧延材では β 相が細粒化するとともに、隣接する α 相の結晶方位の平行性は失われている (バルクとしての Texture は鍛造材にはほぼ等しい⁵⁾)。また、Normal と ELI に比べ Sp. ELI は組織が微細である。これは主に後者の鍛造比が大きいことによると考えられる。

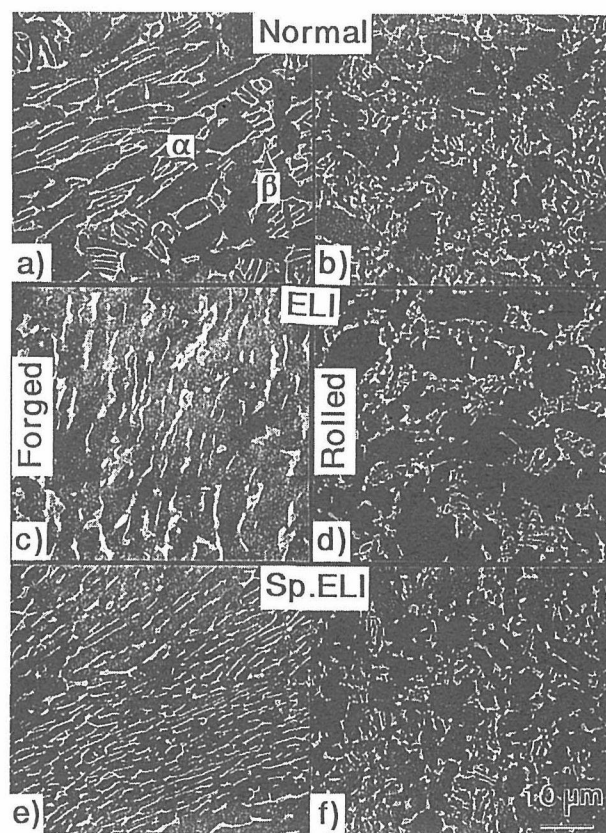


Photo. 1. SEM micrographs of Ti-6Al-4V alloys that correspond the transverse sections of every specimen.

2.2 内部き裂発生点の観察と大きさの測定および組成分析

液体ヘリウム中 (4 K) および液体窒素中 (77 K) において疲労破断した試料⁵⁾ について、内部き裂発生点の形態観察のために破断面の SEM 観察を行った。疲労試験は荷重制御、 $R = 0.01$ ($R = \sigma_{min}/\sigma_{max}$) であり、試験片は砂時計型 (最小径 4.5 mm, L 方向) である。

さらに、内部き裂の大きさを数量化して取り扱うことを試みた。Fig. 1 に示すように、内部き裂発生点は応力軸に対してある角度で傾いている。ここで内部き裂発生点とは、低倍率的には平坦で、応力軸に対しある角度をもつ破壊起点の全域を指すものとする。内部き裂発生点の大きさを評価する方法はいくつかありうるが、本研究では、内部き裂発生点を主き裂伝播面に投影した際の幅 f_s (この幅方向は主き裂の初期伝播方向と一致し、主き裂伝播面は応力軸に対しほぼ直角である) を内部き裂発生点の大きさ (Subsurface crack size) として定義した。したがって、最大主応力に垂直な面に投影して等価なき裂を想定したときに、 f_s はそのき裂長さに対応づけられる。さらに、微視組織との大きさの比較をするため

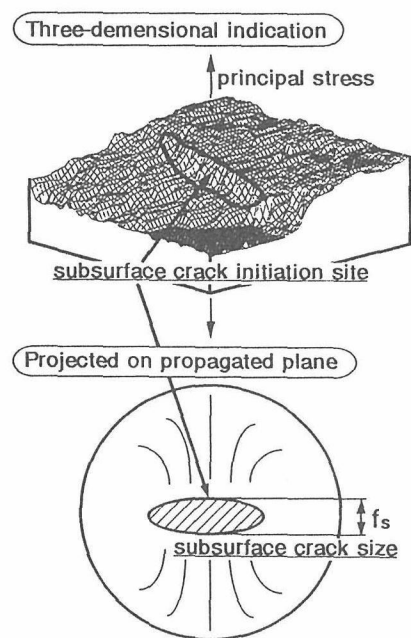


Fig. 1. Definition of subsurface crack size (f_s) as a geometric parameter.

に、 α 相の大きさを定義した。すなわち、試料横断面上 (Photo. 1) の α 相についてその短軸長さ (針状 α 組織における α 相の幅あるいは等軸 α 組織における α 相の径に対応する) を測定した。

また、内部き裂が組織的にある特定な領域に対応しているのかどうか調べるために、EDS による組成分析 (点分析) を内部き裂発生点と組織観察試料について行った。分析領域は後述の内部き裂発生点の形態において定義されるファセット (Facet) とファセット輪郭部 (Border)、および微視組織における α 相と β 相である。内部き裂発生点の分析に使用した試料は 4 K で疲労破壊した材料である。分析元素は Al, V, Fe, Ti であり、測定点は各領域ごとに 10~40 点である。

2.3 Sub-crack の観察

内部き裂が疲労過程において局所的な変形集中により生成すると考える場合⁷⁾、試料片中には複数の内部き裂の存在が考えられる。そこで、内部き裂発生点域を含む縦断面¹⁰⁾ および任意の縦断面 (共に応力軸に平行) について、破断試料中の Sub-crack の SEM 観察を行った。

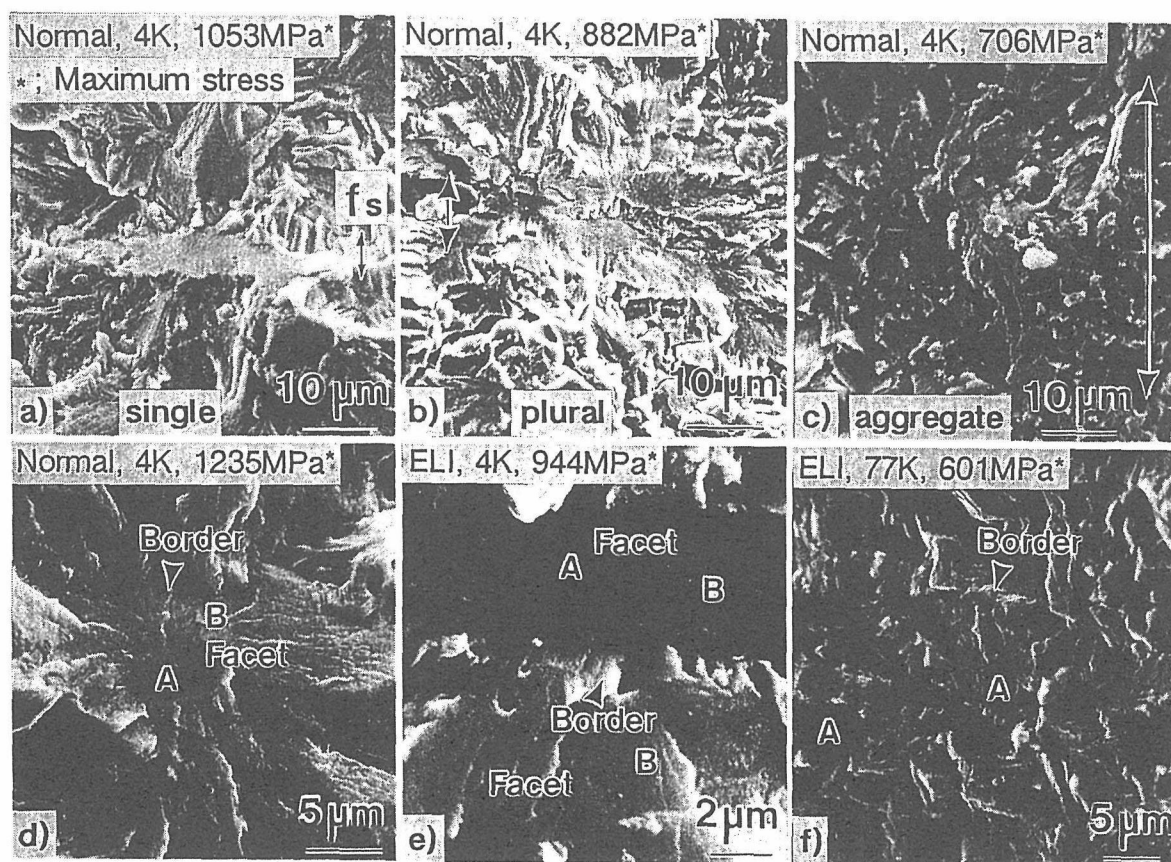


Photo. 2. SEM micrographs of subsurface crack initiation sites of forged alloys.

3. 実験結果

3.1 内部き裂発生点の形態

すべての試料において、破壊起点部に異物の存在は認められず、空隙等の欠陥も観察されない。Photo. 2 は、鍛造材と圧延材の内部き裂発生点近傍の SEM 写真である。ところで、内部き裂発生点の発生位置は各試料により表面近傍から試験片中央部までの試験片内部に分布しており、内部き裂発生点の位置と関係のある試験因子は認められない。いずれの試料でも内部き裂発生点は前述のように低倍率では平坦であり、応力軸に対しある角度を持っている。しかし、倍率を上げて観察してみると、一つまたは複数のファセットから成り立っていることがわかる。そして、鍛造材のファセットが伸長形であるのに対し、圧延材ではアスペクト比が小さくなっている。さらに、鍛造材では伸長形ファセットが並んでいるのに対し、圧延材では各ファセットの並びや傾きがよりランダムとなっている。すなわち、ファセットの形態・分布はそれぞれの α 相組織 (Photo. 1) とよく対応している。

さらに、内部き裂発生点の形態と大きさ (f_s) は応力レベルにともない変化している。すなわち、応力レベルが低くなるとともに、1 個のファセット a) から、2~4 個のファセットが連なったもの b) へ、さらに小さなファセットが数多く集まったもの c) へと変化し、内部き裂発生点は大きくなっている。ここでは、内部き裂発生点が 1 個のファセットから成り立っている場合を Single, 数個のファセットが連なっている場合を Plural, そして小さなファセットが個々に集まっている場合を Aggregate と呼称する。

Fig. 2 は、4 K における内部き裂発生点の大きさ f_s の値を最大応力 (σ_{max}) に対して示している。図中では

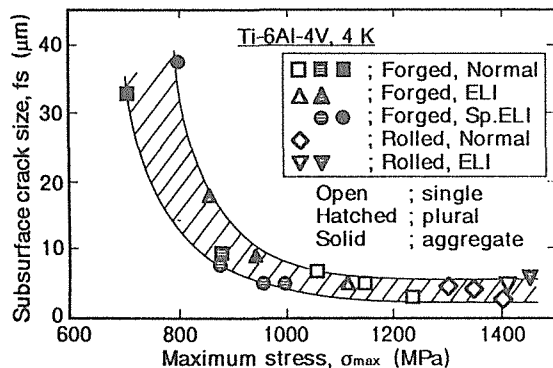


Fig. 2. Relationship between subsurface crack size and maximum stress at 4 K for Ti-6Al-4V alloys.

3 種の内部き裂発生点の形態の分類も行っている。4 K および 77 K とともに f_s は最大応力の減少とともに大きくなり、 f_s での評価は内部き裂発生点の大きさの応力による変化をよく表している。そして、 f_s の増大とともに Single から Plural, Aggregate への形態変化が各材料に共通して表れる。

さらに、3 種の内部き裂発生点を詳細に観察してみる。まず、内部き裂発生点は Photo. 2 d), e), f) に示するようなファセット (Facet) とファセット輪郭部 (Border) に区別できる。Border はファセットとファセットの境界またはファセットの輪郭に存在し、破面上に凹凸がある (Photo. 2e))。次に、ファセットは様相の異なった二つの領域 (A と B とする) から成っている。すなわち、領域 A は約 4 μm 径の円状で平坦であり、領域の一端は Border に内接している。一方、領域 B は放射状にき裂成長の形跡が観察される部分である。しかも、領域 A と B では応力軸との傾きに若干の違いがある。Aggregate の場合にも二つの領域に区別ができるが、領域 A は一つに限定されない (Photo. 2f))。すなわち、Aggregate は Single, Plural の集合体と考えることもできる。

3.2 内部き裂発生点と α 相の対応

前節で、内部き裂発生点の形態・大きさが α 相のそれらと定性的によく対応していることを述べたが、内部き

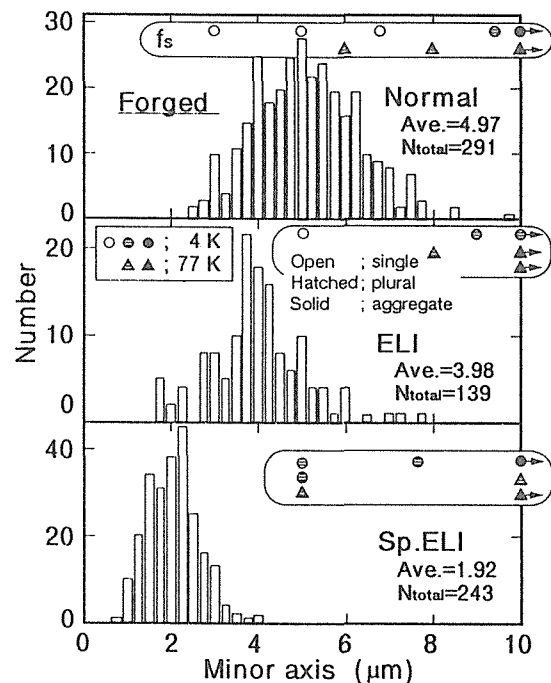


Fig. 3. α grain size of the representative area shown in Photo. 1 a) c) e), and subsurface crack size of forged alloys.

裂発生点の大きさと α 相の大きさととの定量的対応づけを試みる。Fig. 3 には鍛造材における α 相の短軸長さを各グレードの材料別にヒストグラムにして示してある。図中には母集団の総数 (N_{total}) と平均値 ($Ave.$) を記してある。また、 f_s の値も 3 種の内部き裂発生点の形態別に図中に示してある。鍛造材と圧延材それぞれにおいて、Sp. ELI では Normal, ELI に比べ α 相短軸長さが小さくなっており (圧延材では, Normal: $Ave. = 4.04$, ELI: $Ave. = 4.04$, Sp. ELI: $Ave. = 2.83$), α 相が微細化している。しかし、各グレードとも鍛造材と圧延材の α 相短軸長さの差は小さい。次に、図中に示す f_s との対応をみる。Single ファセットの f_s はいずれの材料においても α 相短軸長さの分布範囲内に位置している。Plural ファセットの場合、Sp. ELI 鍛造材で明らかであるが、 f_s は α 相短軸長さの 2~4 倍の値を示す。前述の内部き裂発生点の形態が二~四つのファセットが連なっていることから、 f_s は複数の α 相短軸長さの和に対応すると判断できる。Aggregate ファセットの場合、 f_s はより大きな値を示している。このように f_s は α 相短軸長さの整数倍にほぼ対応するとしても矛盾なく説明できる。

次に、内部き裂発生点と組織観察試料について EDS 分析を行った。Table 1 に示すように、ファセット (Facet) の組成濃度はいずれの材料においても α 相組成に対応しており、一方、ファセット輪郭部 (Border) には β 相に対応する領域のあることが認められる。

以上のように、内部き裂発生点を構成するファセットはその形状・大きさと化学組成から α 相に対応し、 β 相はファセット輪郭部内にあると結論づけられる。そして、

Table 1. EDS analysis of polished samples and subsurface crack initiation sites of specimens failed at 4K.

Alloy	Region	Concentration (wt%)		
		Al	V	Fe
Normal	α	5.35~6.89	2.11~5.77	0.00~0.33
	β	4.10~5.86	3.48~11.84	0.07~1.22
	Facet	4.80~7.26	1.64~3.03	0.00~0.12
	Border	2.67~6.59	2.38~10.45	0.09~1.11
ELI	α	5.56~6.95	2.00~5.08	0.00~0.08
	β	3.71~5.17	4.31~13.51	0.14~1.26
	Facet	4.52~6.60	2.81~2.93	0.00~0.07
	Border	1.15~4.79	2.80~8.18	0.07~0.61
Sp. ELI	α	4.88~6.35	2.23~4.71	0.00~0.02
	β	3.77~4.97	4.72~13.41	0.00~0.20
	Facet	4.42~6.32	3.08~3.89	0.00~0.02
	Border	2.16~4.75	4.41~6.92	0.08~0.16

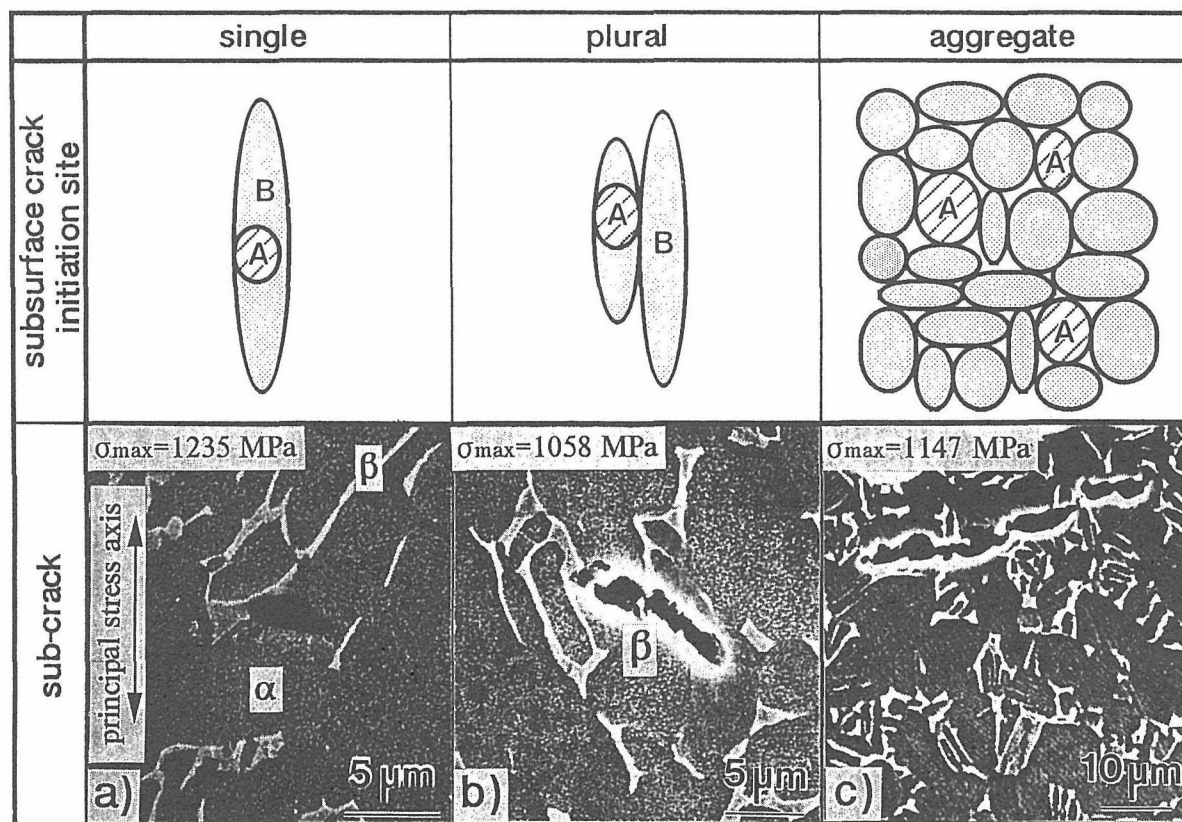


Photo. 3. The correspondence between illustrated initiation sites and sub-cracks in failed forged normal specimens at 4 K.

ファセットはその破面形態から領域 A と B に区別される特徴を有することがわかった。

3.3 繰返し変形にともなう試験片内部の Sub-crack の発生

疲労破断後の試料の縦断面組織観察の結果、表面き裂発生の高応力レベルから内部き裂発生となる低応力レベルまで、同一試験片内部に複数の Sub-crack が観察された。それら Sub-crack はき裂長さが数 μm 以上で、疲労破断面直下を中心に認められた。ただし、破断面近傍に観察される Sub-crack には、(1)繰返し変形による内部き裂の発生、(2)主き裂先端部の応力・歪み集中場における微小き裂の発生¹²⁾、の二つの場合が考えられる。しかし、ここでは両者の区別は困難であるので、一般に Sub-crack として扱う。鍛造材と圧延材いずれの場合も、微小き裂は α 相内に形成されており、一端を α - β 界面に接することが多い。そして、内部き裂発生点域では種々の形態の Sub-crack が観察された。それらを整理すると、前述の内部き裂発生点の 3 種の形態と同様に分類ができる。Photo. 3 にその対応の一例を示す。ここでは、内部き裂発生点の形態については模式図で示してある。Photo. 3 に示した Sub-crack と内部き裂発生点の形態の完全な対応から、それぞれの形態の内部き裂発生点の形成を以下のようにうまく説明できる。すなわち、 α 相内にまず α - β 界面に接した微小き裂（領域 A に対応する）が生じ、それがその α 相内で成長（領域 B）する（Single）。さらに β 相を貫通し、隣接する α 相にき裂が成長（領域 B）する（Plural）。Aggregate では複数の微小き裂（領域 A）の成長（領域 B + Border）と連結により数 $10\mu\text{m}$ の内部き裂発生点が形成される。

以上より、内部き裂発生点は α 相内の微小き裂に起源を持ち、それがその α 相そして β 相さらに隣接 α 相へと順次成長していく過程により形成され、その大きさは温度、材料、製造条件によらず、応力の低い方が大きいことがわかった。しかし、なぜ内部き裂発生点の大きさが応力レベルにより変化し、また何がそれを決定するかについては極めて興味深いので、次章で詳しく考察する。

4. 考 察

4.1 内部き裂発生点の大きさの応力依存性

4.1.1 微小き裂（欠陥）を有する材料の疲労限

本合金のように試験片内部、表面を問わず複数の微小き裂が存在すると仮定すると、どの微小き裂が主き裂として選択されるかは、応力と微小き裂の形状・大きさの

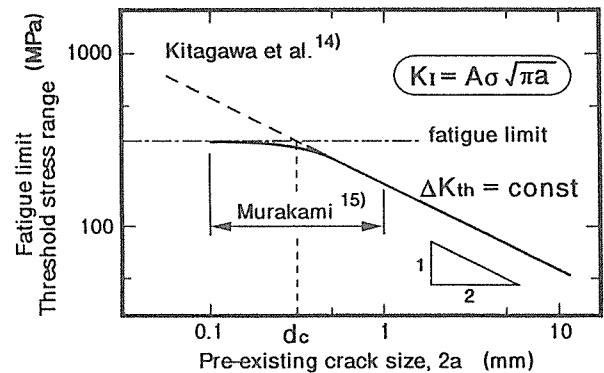


Fig. 4. Dependence of threshold conditions for fatigue crack growth of a microcrack on stress range.

幾何学的パラメーターとにより決定される。疲労限を微小き裂の成長が停留した状態であると仮定すれば、北川¹⁴⁾、村上¹⁵⁾らによると、欠陥を有する材料の疲労限はそれと等価な微小き裂の大きさ、と Threshold stress range ($\Delta\sigma_{th}$) から議論できる。Fig. 4 はこの関係を模式的に表した図である。図中で $2a > d_c$ (限界欠陥寸法とされている) では疲労限は ΔK_{th} (材料定数) から決定づけられる。 $2a < d_c$ では無欠陥材の疲労限 (時間強度) に漸近する。村上¹⁵⁾ は $2a \simeq d_c$ 付近の領域で詳細な実験を重ね、この領域でも疲労限がき裂の大きさに依存しているとし、 ΔK_{th} のき裂寸法依存性を述べている。ここで北川、村上らの議論で注意しなければならないのは、すべてを欠陥の最初の大きさと議論していることである。3章で明らかにしたように、本合金では発生した微小き裂がそのまま主き裂の核となるのではなく、成長してある大きさとなって主き裂として選択されている。さらに、欠陥の三次元的形状、先端部の曲率半径等から考えても、欠陥の寸法をそのまま主き裂の核の大きさ (限界欠陥寸法) とすることは問題となる可能性が高い。特に $2a \leq d_c$ の領域においては、想定される主き裂の核の大きさと欠陥の大きさの差が大きくなると考えられる。したがって、微小き裂 (= 欠陥) の成長という概念を導入すれば、村上らの議論は再考の余地があることとなる。すなわち、 ΔK_{th} がき裂寸法依存性をもつという結論は成立しない可能性がある。

4.1.2 微小き裂成長の限界条件 (応力依存性)

4.1.1 での議論は疲労限もしくは時間強度についてのものであるが、複数の微小き裂が存在し、かつそれぞれが何らかの機構で成長が可能であると考えた場合、内部き裂発生域における任意の応力下において、主き裂として選択される微小き裂の限界条件を同様に考えることが

できないだろうか。その検討のためには、まず微小き裂の大きさ、微小き裂に作用する応力を明らかにしなければならない。しかしながら、微小き裂は三次元的存在で一般には形状も単純ではない。また、微小き裂に作用する応力場も主応力によるものと微小き裂の発生をもたらした局所的応力集中によるものの加算となると考えられる。これらを破壊力学的に厳密に考えることは容易でない。ここではいくつかの単純化と仮定を行って議論を進める。まず、内部き裂発生点は微小き裂が成長し、主き裂の核となったものと考え、2章で定義した f_s を主き裂面上の等価なき裂の大きさに対応するパラメータとする。これは、内部き裂発生点の示す破面の様相と f_s の微視組織との定量的な関係からして妥当な仮定であると考えられる。 f_s の大きさをもつ主き裂の核に作用する応力は、微小き裂が主き裂となって主応力の支配下に入ると考え、主応力だけと見積もる。これより、内部き裂先端の応力拡大係数を与える近似式は次のように書き表せる。

$$\Delta K_{I\max} = A \Delta \sigma_{\max} \sqrt{\pi f_s}$$

ここで、 $\Delta \sigma_{\max}$: 最大応力振幅、 f_s : 内部き裂発生点の大きさ、 A : 定数である。

以上の仮定に基づいて、本研究におけるすべての内部き裂発生点の大きさと繰返し応力から、 $\Delta \sigma_{\max}$ と $\Delta \sigma_{\max} \sqrt{f_s}$ の関係を整理して Fig. 5 に示した。これより、 $\Delta \sigma_{\max} \sqrt{f_s}$ はある一定の範囲 (2~4 MPa $\sqrt{m}$) におさまることがわかる。Ti-6Al-4V 合金の ΔK_{Ih} が不純物濃度、試験温度によって大きく変化しない¹⁶⁾ ということを確認すれば、この結果は内部き裂発生域における任意の応力で ΔK_{Ih} = 一定の概念が成立することを示すことになる。そうすれば、停留しないき裂の最小の大きさもしくは主き裂として選択されるために成長すべき大きさ (限界寸法) が、応力によって定まることになる。このよう

に考えると、各材料で応力が低いほど f_s すなわち内部き裂発生点が大きくなるという現象は、容易に説明される。Fig. 5 中で、Aggregate のものといくつかの Plural のものが大きめの $\Delta \sigma_{\max} \sqrt{f_s}$ を与えているが、これは例えば Aggregate ファセットが Single や Plural ファセットの集合体であることから説明できる。すなわち、連結する前のき裂長さ (ファセットの大きさ) は限界寸法に達しないが、連結によって限界寸法を超えてしまい、内部き裂発生点から求めた f_s が過大評価であったことによると考えられる。

4.1.3 微視組織と疲労強度

上述のように、微小き裂が発生し、成長して限界寸法にまで達する過程を考えたとき、 α 相の形態・大きさはどのように影響するであろうか。まず、 α 相の大きさはそれを最小単位とする微小き裂の発生に関係する。 α 相の微細化は、有効なすべり長さ、堆積する転位の数減少させるために、微小き裂発生に必要な応力もしくは繰返し数の増大を招く。これは、 α 相の大きさが小さい Sp. ELI 材における内部き裂発生域での疲労強度が他のグレード材と比較して高いことを説明している。また、圧延材では α 相個々の並び方が鍛造材よりランダムなために、いくつかの α 相にわたる微小き裂成長における抵抗が大きいと考えられる。これは、圧延材における疲労強度の改善に関係していることは疑いない。以上のように、 α 相を微細化し、かつ個々の方位をランダムにすることによって Ti-6Al-4V 合金の内部き裂発生域での疲労強度は改善されることがわかる。

本研究では微小き裂が α 相に発生することを明らかにしたが、どのような機構によって α 相に割れが生じるかはまだ不明であり、今後の課題である。

5. 結 言

Ti-6Al-4V 合金の極低温高サイクル疲労における内部き裂発生の微視組織との対応を調べ、その形成過程を検討し、以下の結果を得た。

(1) 内部き裂発生点の一つまたは複数のファセットから成り立っている。ファセットの化学組成と形状・寸法は α 相に対応し、ファセットの輪郭部には β 相に対応する領域がある。また、内部き裂発生点以外に、繰返し変形によって複数の Sub-crack が導入されている。

(2) 内部き裂発生点の大きさは繰返し最大応力に依存し、低応力側ほど大きく、その対応関係は不純物濃度等によらない。これは、微小き裂が α 相内に発生し、 α 相、 β 相および隣接する α 相内を成長して、ある大きさとなって主き裂として選択されるという微小き裂の成長機

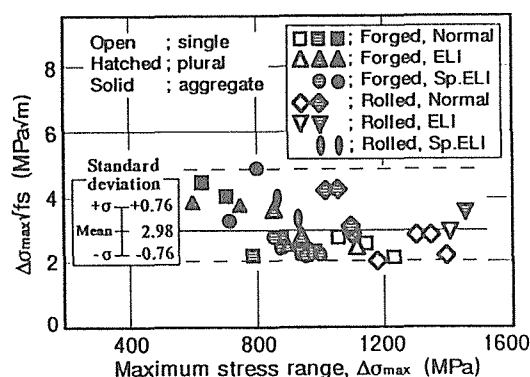


Fig. 5. Relationship between maximum stress range ($\Delta \sigma_{\max}$) and $\Delta \sigma_{\max} \sqrt{f_s}$ for Ti-6Al-4V alloys.

構によることがわかった。

(3) 応力による内部き裂発生点の大きさの変化は、 ΔK_{th} = 一定の概念から都合よく説明できた。

最後に、本研究を遂行するにあたりご協力いただいた増田千利博士に深く感謝の意を表します。

文 献

- 1) D. F. NEAL and P. A. BLENKINSOP: Acta Metall., 24 (1976), p. 59
- 2) J. RUPPEN, P. BHOWAL, D. EYLON and A. J. McEVILY: Fatigue Mechanisms, ASTM STP 675 (1978), p. 47
- 3) A. ATRENS, W. HOFFELNER, T. W. DUEBIG and J. E. ALLISON: Scr. Metall., 17 (1983), p. 601
- 4) 萩原益夫, 海江田義也, 河部義邦, 三浦 伸: 材料とプロセス, 1 (1988), p. 344
- 5) 長井 寿, 梅澤 修, 山利哲美, 緒形俊夫, 石川圭介, 伊藤喜昌, 西村 孝: 鉄と鋼, 73 (1987), S 1520
- 6) 長井 寿, 緒形俊夫, 山利哲美, 石川圭介, 西村 孝, 溝口孝遠, 伊藤喜昌: 鉄と鋼, 72 (1986), p. 641
- 7) 梅澤 修, 長井 寿, 石川圭介: 鉄と鋼, 75 (1989), p. 159
- 8) R. CHAIT and T. S. DESISTO: Metall. Trans. A, 8 (1977), p. 1017
- 9) 山利哲美, 長井 寿, 石川圭介: 材料とプロセス, 1 (1988), p. 1417
- 10) W. R. KEER, D. EYLON and J. A. HALL: Metall. Trans. A, 7 (1976), p. 1477
- 11) 増野茂美, 岸 輝雄, 堀谷貴雄, 鈴木洋夫: 材料とプロセス, 2 (1989), p. 339
- 12) 山利哲美, 長井 寿, 緒形俊夫, 梅澤 修, 石川圭介: 材料とプロセス, 2 (1989), p. 1372
- 13) J. J. LUCAS and P. P. KONIECZNY: Metall. Trans. A, 2 (1971), p. 911
- 14) H. KITAGAWA, S. TAKAHASHI, C. M. SUH and S. MIYASHITA: Fatigue Mechanisms, ASTM STP 675 (1978), p. 420
- 15) 村上敬宜: 鉄と鋼, 75 (1989), p. 1267
- 16) R. L. TOBLER and R. P. REED: Advances in Cryogenic Engineering, 24 (1978), p. 82

FATIGUE 90

Volume I

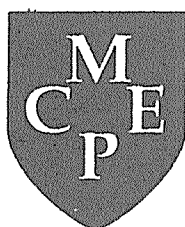
Editors

H. KITAGAWA and T. TANAKA.

Proceedings of the Fourth International
Conference on Fatigue and Fatigue
Thresholds held 15-20 July, 1990.

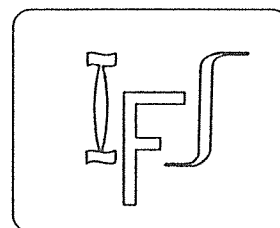
TECHNICAL COMMITTEE

H. Kitagawa, T. Tanaka, Y.S. Choy, R. Ebara, Z.T. Gao, T. Horikawa,
M. Jono, T. Mori, Y. Murakami, S. Nishijima and I. Soya



Materials and Component
Engineering Publications Ltd

P. O. Box 1550
Edgbaston
Birmingham B15 2JZ (UK)
Tel: 021 - 456 - 3088



INTERNAL CRACK INITIATION IN HIGH CYCLE FATIGUE OF Ti-6Al-4V ALLOYS AT CRYOGENIC TEMPERATURES

O.Umezawa, K.Nagai and K.Ishikawa*

As the maximum stress is decreased, the morphology of subsurface crack initiation site changes from consisting of a single facet to of many facets. The facet was identified as a cracked α phase by its morphology and composition analysis. The lower the maximum stress, the larger the size of subsurface crack initiation site. Using 'fs', the size of the projection of the subsurface crack initiation site on the main crack propagating plane as a shape parameter, the size of the subsurface crack initiation site can be related unequivocally to the maximum stress regardless of impurity concentration, microstructure and temperature. The dependence of initiation site size on the maximum stress can be accounted for by an assumption that the microcrack growth is controlled by a threshold condition.

INTRODUCTION

Subsurface (internal) crack initiation are usually associated with the presence of inclusions or pores. In the case of titanium alloys, however, subsurface crack initiation under cyclic axial loading conditions can occur apparently without the existence of any defects (1-4). One possible explanation for the subsurface crack initiation at low stress levels is microstructural cracking due to localized deformation (stress or strain concentration) that results from microstructural heterogeneity and a limited slip system (1). At low temperature this phenomenon is more clearly observed, because the material strength is higher and slip systems are limited. Environmental effect such as hydride precipitation is also reduced. The morphology of the subsurface crack initiation site seems to be analogous with that of α phase structure. However, the site of crack initiation was not precisely identified by its microstructure.

The purpose of the present work is to examine subsurface crack initiation sites in samples which failed at cryogenic temperatures and to explain their formation process.

* National Research Institute for Metals, Tsukuba Labs.

MATERIALS AND TESTS

Materials and Microstructures

The tested materials were Ti-6Al-4V alloys which had three different impurity concentration levels. The main composition difference was for iron and oxygen content as follows : 0.199 weight % Fe and 0.135 % O in the Normal alloy, 0.200 % Fe and 0.104 % O in ELI alloy, and 0.028 % Fe and 0.054 % O in Sp.ELI alloy. Here normal and ELI stand for a normal interstitial level and an extra-low-interstitial level, respectively. Sp.ELI means a super ELI level. These alloys were subjected to two kinds of processing, namely, forging alone or forging and hot rolling. These processed alloys were designated as forged and rolled material, respectively. Both were performed at 1173 K in the $\alpha+\beta$ range.

The microstructure of the forged material consists of colonies of similarly aligned α -plates with a mean thickness of about 5 μ m, 4 μ m and 2 μ m in the Normal, ELI and Sp.ELI, respectively. On the other hand, the rolled materials have fine β grains and equiaxed α grains. For each alloy the minor axis of the α grains on transverse section to the principal stress axis in the rolled material is almost the same to that in the forged one. Sp.ELI has a slightly finer grain size than that of Normal and ELI because of a larger forging ratio.

Fatigue Tests

Fatigue tests were carried out in liquid helium (4K) and liquid nitrogen (77K) using hourglass-shaped specimens with a waist diameter of 4.5mm. Testing was done under load control mode using a cryogenic fatigue testing system described in ref.(5). The sine wave loading was uniaxial with an R ratio equal to 0.01. Test frequencies of 4Hz (4K) and 10Hz (77K) were chosen so that the specimen temperature rise would be as low as possible.

The fatigue crack initiation site shifted from the specimen surface to the specimen interior at about 10^5 - 10^6 cycles. Subsurface crack initiation occurred at stress levels below three quarters of the yield strength (0.2% proof stress).

CHARACTERIZATION OF SUBSURFACE CRACK INITIATION SITE

Morphology

No defect such as inclusion and pore was detected at subsurface crack initiation sites. At low magnification subsurface crack initiation sites appear flat and are inclined to the principal stress axis. At higher magnification, however, the subsurface crack initiation sites consist of one or more facets as shown in Figure 1. As the maximum stress is decreased, the morphology of the subsurface crack

initiation site changes from consisting of a single facet (a) to of a few facets (b), and finally to an aggregate of many small facets (c) ; those sites are designated as single, plural and aggregate, respectively. This morphological change was observed in all alloys. The morphology and distribution of the facets were fitted to those of α phase. The minor axis of an orthographic projection of the facet on the main crack propagating plane was found to be equal to the minor axis of the α grain in transverse section.

More detailed observation revealed that the "border" region between facets had a ductile fracture surface. The border region is believed to consist of the β phase due to its morphology and distribution.

EDS Analysis

TABLE 1 - EDS analyses of normal alloy and subsurface crack initiation sites in specimens tested at 4K.

Region		Concentration (wt%)		
		Al	V	Fe
microstructure	α	5.35 ~ 6.89	2.11 ~ 5.77	0.00 ~ 0.33
	β	4.10 ~ 5.86	3.48 ~ 11.84	0.07 ~ 1.22
initiation site	facet	4.80 ~ 7.26	1.64 ~ 3.03	0.00 ~ 0.12
	border	2.67 ~ 6.59	2.38 ~ 10.45	0.09 ~ 1.11

The composition of each microstructure and of subsurface crack initiation site was examined for the specimens failed at 4K by energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS). TABLE 1 shows the analysis results of Normal alloy. Point analyses were done for regions of the microstructure (i.e. α and β phase), and subsurface crack initiation site (i.e. facet and border). Judging from the composition analysis, the facet corresponds to α phase, and the border corresponds to β phase.

Therefore, from the above morphology and composition analysis the facet was identified as a cracked α phase.

MAXIMUM STRESS DEPENDENCE OF INITIATION SITE SIZE

Maximum Stress Dependence of 'fs'

As the maximum stress is decreased, the size of the subsurface crack initiation site becomes larger with the morphological changes as shown in Figure 1. To quantify the size of the initiation site, a crack length parameter 'fs' was defined as the minor axis of an orthographic projection of the initiation site on the main crack propagating plane. Figure 2 shows the dependence of fs on the maximum stress

became larger and its morphology changed from consisting one facet to of more facets. The facet was identified as the α phase by its morphology and composition. The size of the initiation site was related unequivocally to the maximum stress regardless of material and temperature. The dependence of the subsurface crack initiation site size on the maximum stress is explained by a threshold condition assumption, such that microcracks grow until a critical crack size determined by the maximum stress.

REFERENCES

- (1) Umezawa, O., Nagai, K. and Ishikawa, K., Tetsu-to-Hagane, Vol.75, No.1, 1989, pp.159-166, in Japanese.
- (2) Ruppen, J., Bhowal, P., Eylon, D. and McEvily, A.J., "Fatigue Mechanisms", ASTM STP 675, 1978, pp.47-68.
- (3) Atrens, A., Höffelner, W., Duerig, T.W. and Allison, J.E., Scripta Metall., Vol.17, No.5, 1983, pp.601-606.
- (4) Umezawa, O., Nagai, K. and Ishikawa, K., Tetsu-to-Hagane, "Subsurface Crack Initiation in High Cycle Fatigue of Ti-6Al-4V Alloys at Cryogenic Temperatures", in submitting, in Japanese.
- (5) Nagai, K., Ogata, T., Yuri, T. and Ishikawa, K., Advances in Cryogenic Engineering Materials, Vol.32, 1986, pp.329-338.
- (6) Tobler, R.L. and Reed, R.P., Advances in Cryogenic Engineering Materials, Vol.24, 1978, pp.82-90.

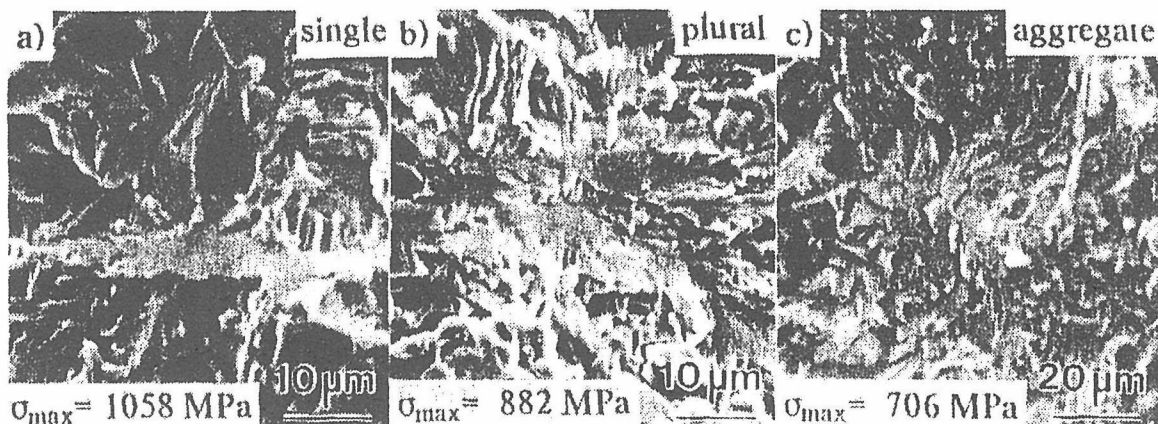


Figure 1 The morphology of subsurface crack initiation sites of forged Normal samples which failed at 4K.

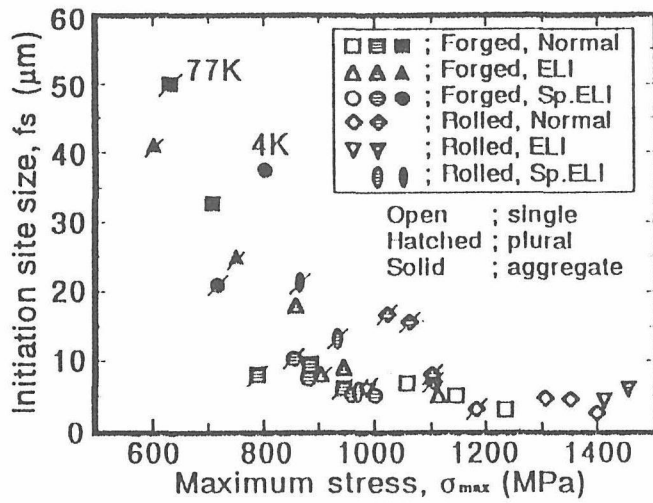


Figure 2 Relationship between initiation site size 'fs' and maximum stress.

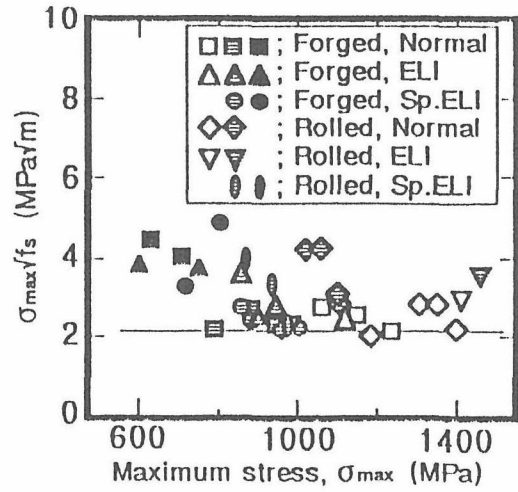


Figure 3 Relationship between σ_{max} and $\sigma_{\text{max}} \sqrt{f_s}$.

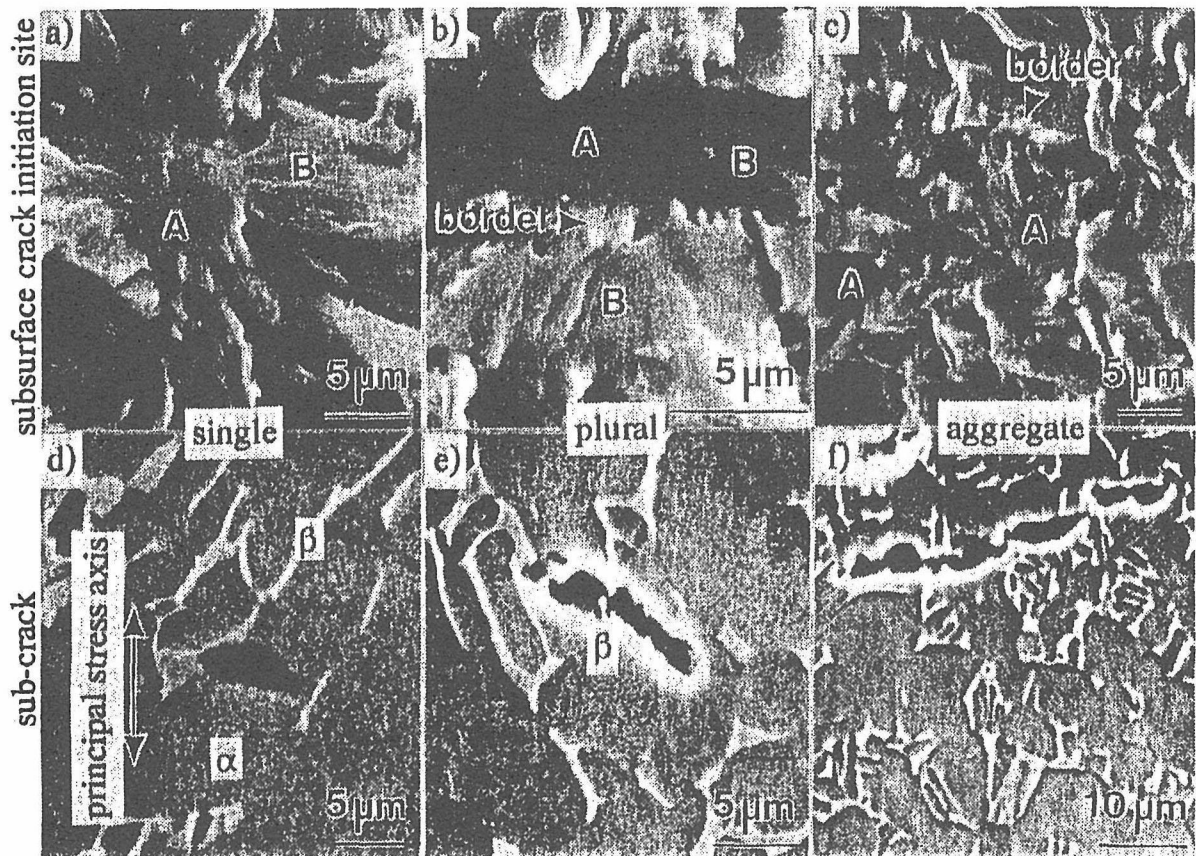


Figure 4 The correspondence between the subsurface crack initiation sites and sub-cracks (forged materials; a) Normal, 4K, $\sigma_{\text{max}}=1235\text{MPa}$, b) ELI, 4K, 944MPa, c) ELI, 77K, 601MPa, d) Normal, 4K, 1235MPa, e) Normal, 4K, 1058MPa, f) Normal, 4K, 1147MPa).

Fatigue Properties of Titanium Alloys in Liquid Helium*

Keisuke ISHIKAWA**, Kotobu NAGAI**, Osamu UMEZAWA**,
Tetsumi YURI** and Toshio OGATA**

Titanium alloys have nonmagnetic and high strength properties as well as low density. These excellent characteristics are expected to make the alloys candidates for structural materials of cryogenic systems including superconducting machineries. We have been studying on mechanical properties of titanium alloys at cryogenic temperatures. Fatigue tests were carried out for Ti-5Al-2.5Sn and Ti-6Al-4V alloys, both of which had high fracture toughness at low temperatures. Fatigue crack initiation started at the inside of the specimens when tested at lower temperatures and under higher cycles. Neither macroscopic nor microscopic defects were observed at the crack initiation sites.

Key Words: Titanium Alloys, Liquid Helium, Cryogenic Temperatures, Fatigue, Fatigue Crack Initiation Extreme Strength

1. Introduction

There has been great interest in the application of superconducting and cryogenic technologies, and various projects have been carried out for the research and development. Therefore, the research and development of cryogenic machineries makes greater the various requirements of structural materials for cryogenic uses⁽¹⁾. The superconductive magnetic levitated train, superconducting generator and superconducting electromagnetic propulsion ship all require light weight, as well as high strength for their structural materials. The transportation systems must guarantee the safety, so that the structural materials are required to be highly resistant to failure.

The dynamic systems are subject to higher cyclic loading during working, as compared with the static ones. Consequently, the information of the strength of materials under cyclic loading is of importance for the design of the machineries as well.

Titanium alloys have high strength, low thermal conductivity and nonmagnetic properties at lower temperatures, as well as at room temperature. Besides, the higher electric resistivity is advantageous to the application of superconducting cryogenic machineries because of low induction current loss. Thus, titanium alloys are excellent candidate materials for cryogenic uses⁽²⁾.

In this experiment, we took two kinds of titanium alloy, Ti-5Al-2.5Sn and Ti-6Al-4V, and examined their fatigue properties at cryogenic temperatures.

2. Materials and Experimental Procedure

2.1 Materials

The chemical compositions of the materials used are shown in Table 1. The Ti-5Al-2.5Sn alloy (hereafter called 5-2.5) meets the demand for the total contents of iron, oxygen and other impurities as the ASM standard. The Ti-6Al-4V alloys (hereafter called 6-4) have three levels of impurities: They are normal (N), extra-low-interstitial (ELI) and super ELI (SELI) grades.

2.2 Mechanical properties of alloys tested

Mechanical properties other than those of fatigue

* Received 10th January, 1991

** National Research Institute for Metals, Tsukuba Lab., 1-2-1 Sengen, Tsukuba-shi, Ibaraki 305, Japan

for the respective alloys are shown in Tables 2 and 3. Both alloys have higher toughness at liquid helium temperature (4K) without presenting brittle fracture. The reduction of impurities can increase the fracture toughness, which depends on the test temperatures.

2.3 Test method

The dimensions of the specimen used for the fatigue tests are shown in Fig. 1. The longitudinal direction of every specimen is parallel to the rolling one of the plates. The tests were carried out with the cryogenic fatigue machine, the details of which were described in another paper⁽³⁾. The system has its own refrigerator, which supplies liquid helium as coolant, and can keep the constant level of liquid helium in the cryostat for a long time. Therefore, we can continue the test with the failure of the specimen without supplying more liquid helium into the cryostat. The

schematic drawing of the system is shown in Fig. 2. The test machine is driven with a hydraulic servomotor and the capacity of the maximum load is ± 49 kN. The load wave shape was sine with the load ratio (R =minimum load/maximum load) of 0.01.

Table 3 Mechanical properties of 6-4 alloys

Material	Temp.(K)	Y.S.(MPa)	T.S.(MPa)	CVN(J)	K_{Ic} (MPa $\sqrt{m}$)
Normal 6-4 (forged)	300	971	1007	25.6	59.9
	77	1482	1573	14.0	35.1
	4	1753	1764	14.9	18.3
ELI 6-4 (forged)	300	908	953	34.8	57.5
	77	1447	1502	22.4	42.9
	4	1705	1716	13.7	44.9
SPELI 6-4 (forged)	300	856	891	63.1	61.8
	77	1375	1427	19.4	59.2
	4	1599	1599	20.2	62.7
Normal 6-4 (rolled)	300	1017	1053	30.5	---
	77	1590	1634	14.2	---
	4	1863	1865	14.1	---
ELI 6-4 (rolled)	300	961	1011	43.8	---
	77	1527	1576	17.6	---
	4	1819	1819	15.2	---
SPELI 6-4 (rolled)	300	887	915	48.1	---
	77	1402	1438	22.1	---
	4	1674	1674	19.9	---

Table 1 Chemical composition of titanium alloys tested (wt%)

Material	Al	Sn/V	Fe	O	N	H	C
5-2.5	5.15	2.66	0.19	0.057	0.0024	0.0058	0.012
6-4(N)	6.34	4.23	0.119	0.135	0.0071	0.0053	0.011
6-4(E)	6.23	4.25	0.200	0.104	0.0035	0.0032	0.011
6-4(S)	5.97	4.12	0.028	0.054	0.0019	0.0055	0.024

Table 2 Mechanical properties of 5-2.5 alloys

Temp.(K)	Y.S.(MPa)	T.S.(MPa)	Elong.(%)	R.A.(%)	CVN(J)	K_{Ic} (MPa $\sqrt{m}$)
300	705	772	14.6	26	52	149
77	1209	1276	15.3	31	9.5	120.4
4	1405	1483	10.4	20	11.3	86.9

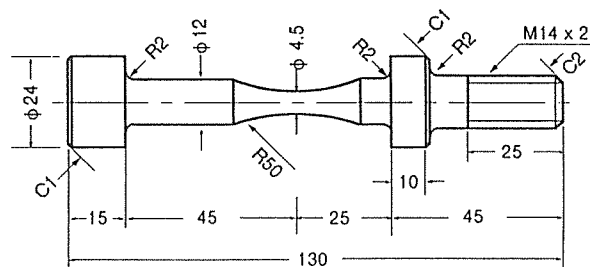


Fig. 1 Specimen sizes for fatigue tests

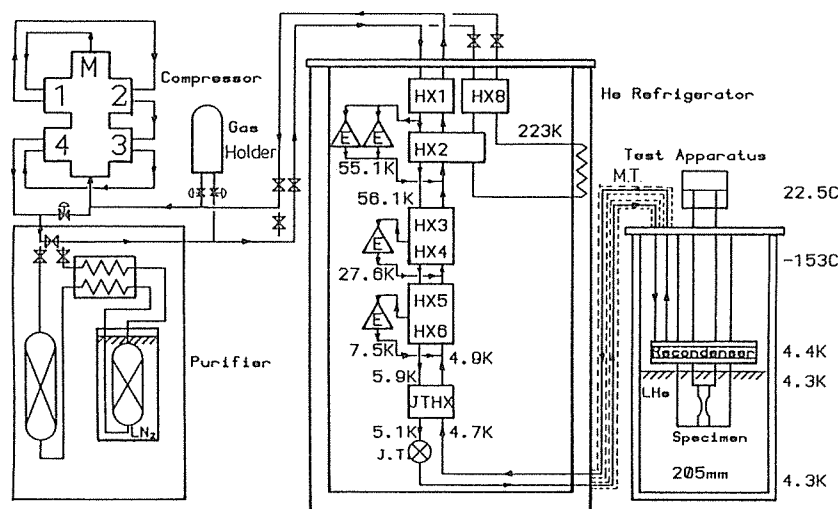


Fig. 2 System of refrigeration for fatigue tests

We evaluated the maximum stress and the number of cycles to the failure of the specimen at respective temperatures. The test frequency was a constant of 4 Hz. The temperature rise on the surface of the specimen was kept at 0.6 K and that of the interior of the specimen was kept below 1 K⁽⁴⁾.

3. Experimental Results and Discussion

3.1 Stress-cyclic number to failure ($S-N$ curves)

Figure 3 shows the $S-N$ curves of the rolled 6-4 normal alloy at lower temperatures. Fatigue strength increased with decreasing test temperature. This came from the nontransition to brittle fracture of the alloys at lower temperatures. We did not observe any brittle features on the fatigue-fractured surfaces⁽⁵⁾. A reduction in the contents of iron and oxygen resulted in the improvement of fatigue life at a high-cycle region, while it decreased the tensile strength of 6-4 alloys. Figure 4 summarizes the results of $S-N$ curves of all alloys tested at 4 K.

3.2 Initiation site of high-cycle fatigue crack

The initiation site of fatigue cracks at cycles higher than 10^6 cycles under lower stress were observed on the subsurface of the specimen, as shown in Photo 1. In Fig. 4, the solid marks show the subsurface fatigue crack initiation and the open marks the

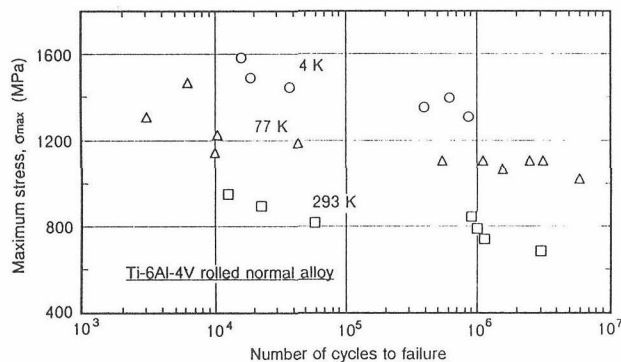


Fig. 3 $S-N$ curves of rolled normal 6-4 alloys

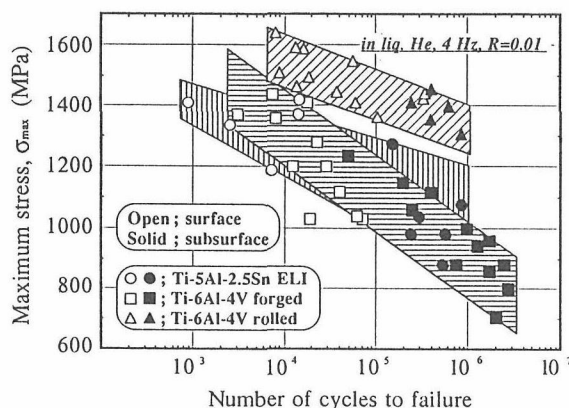


Fig. 4 $S-N$ curves of titanium alloys in liquid helium

fatigue crack initiation on the surface. In general, fatigue crack initiation is understood to initiate on the surface of the specimen due to the irreversible process of extrusion and intrusion through slip deformation. In liquid helium, neither the thermal activation process nor any chemical interaction is expected because liquid helium is of extremely low temperature and helium gas is inert.

Extrusion-intrusion on the surface of the specimen cannot grow into a macroscopic fatigue crack, unless it grows into an irreversible and permanent defect, whose size is larger than the critical one. Thus, subsurface crack initiation is more active than crack initiation on the surface, because of higher restraint due to localized deformation under lower stress. The subsurface crack initiation site is characterized by a flat facet. As was previously noted, neither inclusion nor void are observed for the origin of a subsurface crack thus far. The detailed observation gives us the schematic illustration of the morphology of the fractured surface around the subsurface crack initiation site, as shown in Fig. 5.

3.3 Microstructure deformed under cyclic loading

Direct observation through transmission electron microscopy was carried out on the fatigue-fractured specimen in order to examine the deformation structure which occurred under cyclic loading. A thin specimen was taken from just beneath the fractured surface. The specimen loaded at lower cyclic stress exhibited a dislocation pileups as shown in Photo 2. Even if the maximum stress amplitude was lower than 75% of the yield stress, dislocation pileup was observed in some α grains, heterogeneously and sparsely. Twin deformation twin was not recognized in every specimen.

3.4 Extreme strength

If we could obtain an alloy free from an origin of

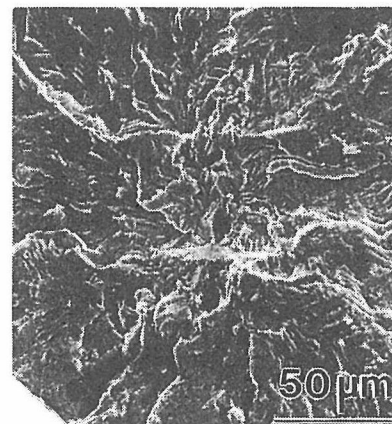


Photo 1 Scanning electron micrograph of subsurface crack initiation site of 6-4 alloy

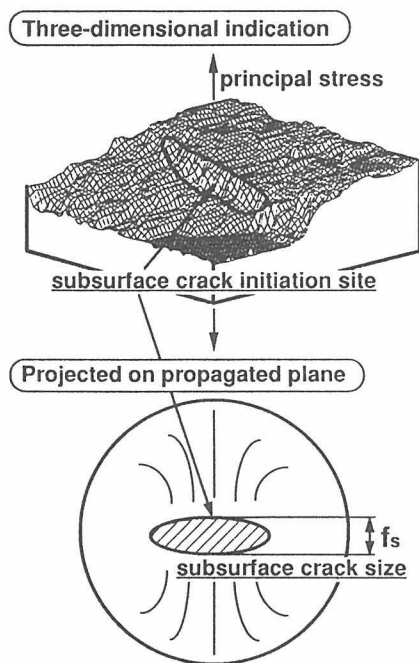


Fig. 5 Schematic illustration of subsurface initiation site

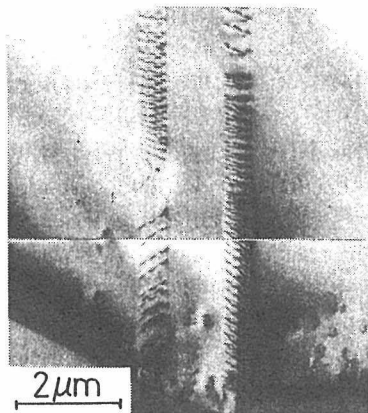


Photo 2 Transmission electron micrograph of dislocation structure of titanium alloy fatigued in liquid helium

a subsurface crack, it would present ideally extreme strength in liquid helium. In reality, however, the material does not show this strength, since it contains interior latent physical defects. The size of an activated defect depends on the applied stress⁽⁶⁾. The experimental results are shown in Fig. 6, in which the maximum stress amplitude is $\Delta\sigma_{\max}$ and the minimum diameter of the subsurface crack size is f_s . Figure 6 confirms that the product of $\Delta\sigma_{\max}$ and the square root of f_s is almost constant against the applied stress. This value is the material constant, which is the critical value for fatigue crack initiation of a 6-4 alloy. We can compare this value with the threshold value of microscopic fatigue crack propagation⁽⁷⁾.

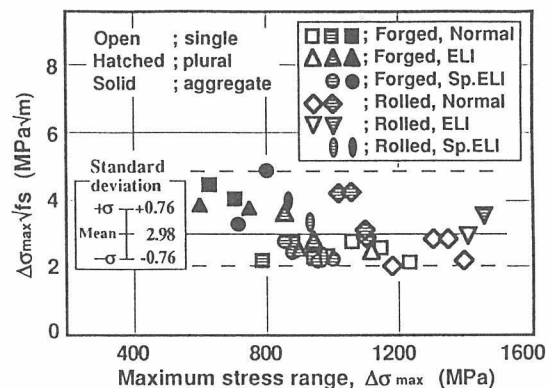


Fig. 6 Relationship between subsurface crack size (f_s) and applied stress (maximum stress, $\Delta\sigma_{\max}$)

4. Conclusions

We carried out fatigue tests on typical titanium alloys at cryogenic temperatures. In liquid helium, in which no chemical interaction with the environment was not taken, a high-cycle fatigue crack initiated on the interior of the specimen under lower stress.

We observed no physical defects such as an inclusion or a void on the origin of the subsurface crack. The size of the latent crack which can propagate into fatigue crack depended on the applied stress. The product of the maximum stress amplitude and the square root of the crack size was constant, which suggests the extreme strength of the alloy.

References

- (1) Materials at Low Temperatures, ed. by Reed, P. R. and Clark, A. K., ASM, (1983).
- (2) Nagai, K., Yuri, T., Ishikawa, K. and Umezawa, O., Titanium and Its Alloys for Cryogenic Structural Materials, Cryogenic Engineering, (in Japanese) Vol. 22, No. 6 (1987), p. 347.
- (3) Ogata, T. and Ishikawa, K., A New Liquid Helium Temperature Fatigue Testing System, Transactions ISIJ, Vol. 22, No. 1 (1986), p. 48.
- (4) Ogata, T., Ishikawa, K., Nagai, K. and Yuri, T., Temperature Rise and Deformation Behaviors of Materials during Fatigue Tests at Cryogenic Temperatures, Tetsu-to-Hagane, (in Japanese) Vol. 73, No. 1 (1987), p. 160.
- (5) Umezawa, O., Nagai, K. and Ishikawa, K., Internal Crack Initiation in High-Cycle Fatigue for Ti-5Al-2.5Sn Alloy at Cryogenic Temperatures, Tetsu-to-Hagane, (in Japanese) Vol. 75, No. 1 (1989), p. 159.
- (6) Umezawa, O., Nagai, K. and Ishikawa, K., Subsurface Crack Initiation in High-Cycle Fatigue of Ti-6Al-4V Alloys at Cryogenic Temperatures, Tetsu-to-Hagane, (in Japanese) Vol. 76, No. 6 (1990), p. 924.
- (7) Ishikawa, K., Zairyoriyu - Handbook (in Japanese) ed. by Tanaka, R., Nikkankougyou-shinbunsha, (1988), p. 186.

SUBSURFACE CRACK INITIATION IN HIGH CYCLE FATIGUE
OF 0.1N-32MN-7CR STEEL
AT CRYOGENIC TEMPERATURES

O. Umezawa, K. Nagai, T. Yuri and K. Ishikawa

First Research Group, National Research Institute for Metals,
1-2-1 Sengen, Tsukuba, Ibaraki 305, Japan

ABSTRACT

Solution-treated 0.1N-32Mn-7Cr steel shows the subsurface crack initiation in high cycle fatigue at liquid helium and liquid nitrogen temperatures. The subsurface cracks in this steel were not associated with inclusions or pore, but intergranularly formed. Slip-line traces or crystallographic pits were seen in the intergranular facets. Co-planar slip on (111)- $\langle 110 \rangle$ system occurred predominantly. The dislocations were inhomogeneously distributed and piled up at grain boundaries. Thus, heterogeneous slip deformation might produce an intergranular crack resulting from stress concentration at the grain boundary.

KEYWORDS

High cycle fatigue; Subsurface crack initiation; Intergranular cracking; Cryogenic temperature; High manganese steel.

INTRODUCTION

Subsurface fatigue crack initiation occurred in a solution-treated 0.1N-32Mn-7Cr steel at cryogenic temperatures (Yuri *et al.*, 1989). The Ti-5Al-2.5Sn ELI and Ti-6Al-4V alloys showed the similar subsurface initiation at 4 K. The initiation site was not associated with inclusions or pore, but identified as a cracked α phase (Umezawa *et al.*, 1990a, 1990b). The micro-cracking was accounted for by localized deformation. The 32Mn-7Cr steel is a nitrogen-strengthened high manganese steel (Miura *et al.*, 1984), and the martensitic transformation was minor mode against plastic deformation in this steel. The fracture of this steel at 4 K showed a ductile manner with dimples, but 20% cold rolling introduced partly intergranular facets in fracture toughness test (Yuri *et al.*, 1990). The mechanism of intergranular fracture in fully stable high manganese steels is still disputable, but stress concentration at grain boundary is

believed to assist the grain boundary cracking (Tomota *et al.*, 1990). In the present study, therefore, the subsurface fatigue crack initiation sites were characterized and the deformation structure was investigated for the fatigued 32Mn-7Cr steel.

EXPERIMENTAL PROCEDURE

The 0.1N-32Mn-7Cr steel was melted by The Japan Steel Works Ltd. The ingot was forged, hot-rolled (at 1423 K), and solution-treated (at 1293 K for 7.2 ks, water-quenched). The chemical compositions are 0.14 C, 0.60 Si, 31.58 Mn, 0.022 P, 0.006 S, 0.23 Ni, 7.04 Cr, 0.04 Mo, 0.012 Al and 0.133 N (all in mass%). The S-N curves were already determined at 4 K (in liquid helium), 77 K (in liquid nitrogen) and 293 K (in air) (Yuri *et al.*, 1989). All the longitudinal directions of the specimens were perpendicular to the rolling direction (T direction). The sine wave loading was uniaxial with an R ratio equal to 0.01.

The fatigue fracture surfaces were examined by scanning electron microscopy (SEM) and analyzed by energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS). Thin foils for transmission electron microscopy (TEM) were prepared by the conventional electropolishing technique. The foils were perpendicular to the principal stress axis.

RESULTS AND DISCUSSION

S-N Curves

In the solution-treated 0.1N-32Mn-7Cr steel the subsurface crack initiation occurred in longer life range at 4 K and 77 K, although it was not detected at 293 K. At 4 K all show the subsurface crack initiation. The fatigue crack initiation site at 77 K shifted from the specimen surface to the specimen interior at about 10^6 cycles. Therefore, the subsurface crack initiation occurs at lower maximum stress level, especially at lower temperature. The SEM photograph in Fig.1 shows the fracture surface of a sample which showed subsurface crack initiation. Region A indicates the fatigue crack propagating plane. Region B indicates the rapid fracture surface covered with dimples as in Charpy impact test. The area of region A increased as the maximum stress decreased. The location of internal initiation site indicated by arrow is almost the center of the circular region A.

Subsurface Crack Initiation Site

Morphology. No defect-like inclusion or pore was detected at the initiation sites, nor did cleavage fracture appear. Figure 2 shows the subsurface crack initiation site on the opposite fracture surfaces of the sample fatigued at 4 K. As shown in Fig.2 the subsurface crack initiation site in this steel was identified as an intergranular facet. The presence of triple point along the facets confirmed the intergranular cracking. Line markings and protrusions at the sites match in an

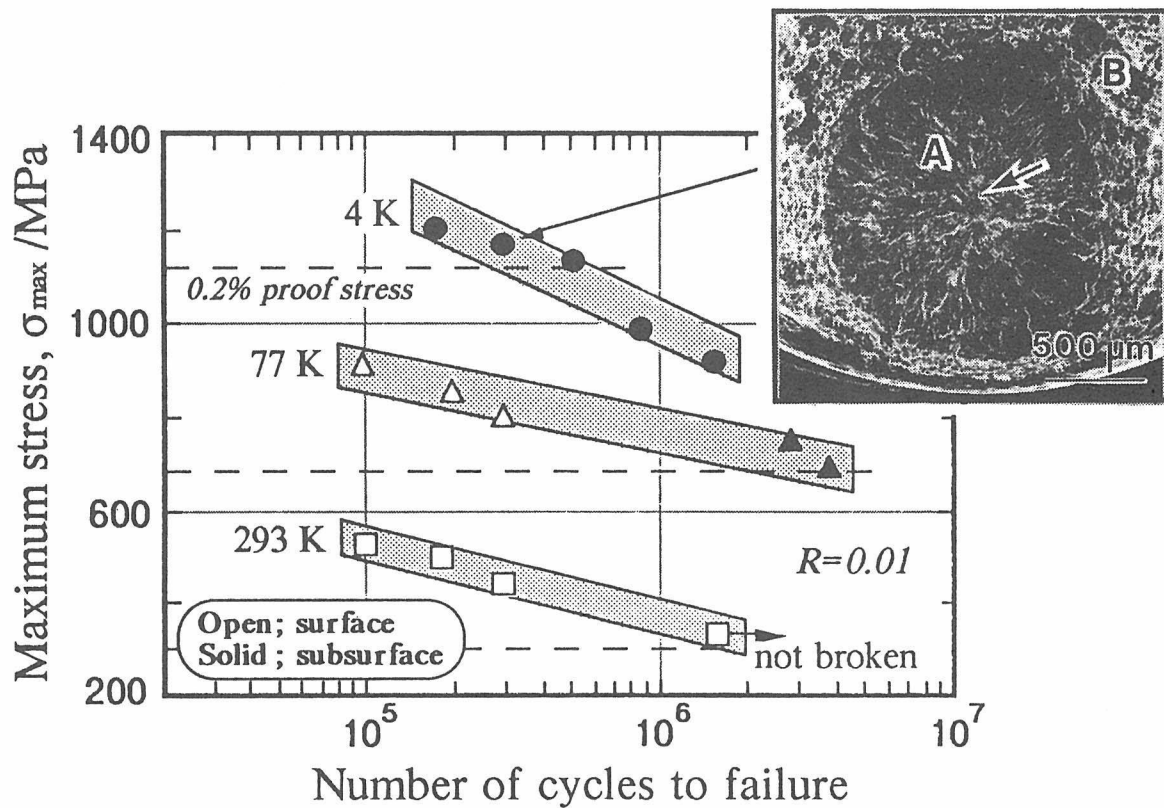


Fig. 1. S-N curves of 0.1N-32Mn-7Cr steel at cryogenic temperatures.

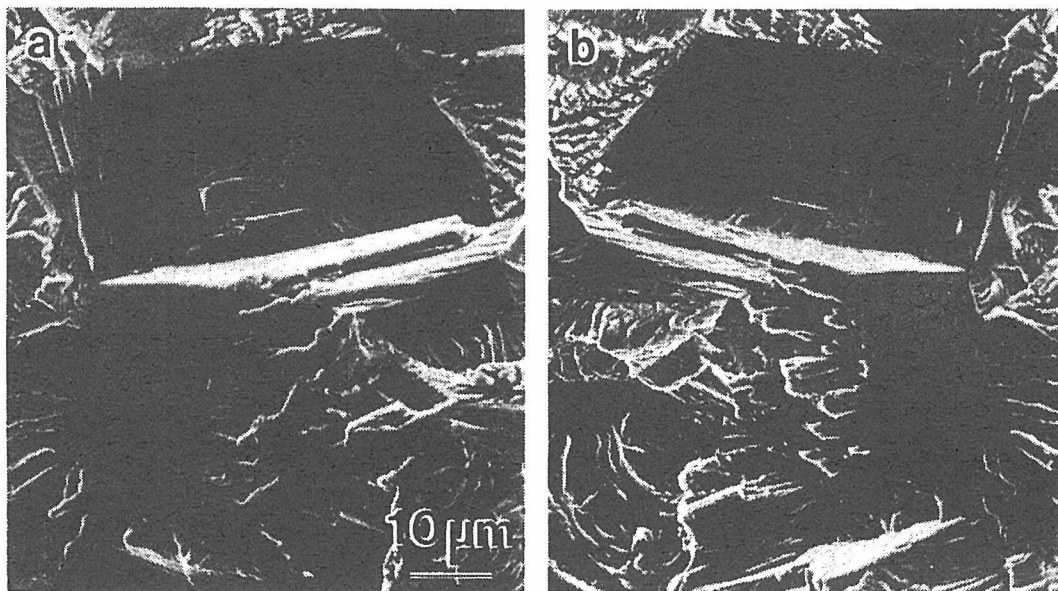


Fig. 2. SEM matching-halves photographs of the subsurface crack initiation site (4 K, $\sigma_{\max}=921$ MPa).

interlocking manner on opposite fracture surfaces.

At higher maximum stress level above 0.2% proof stress at 4 K, subsurface crack initiation sites displays line traces (a) and triangular pits (b) as shown at higher magnification in Fig.3.

In fcc metals, near-threshold intergranular facets often present the small tetrahedra-like facets which appear as crystallographic pits and protrusions. On matching surfaces, these features are interlocked. And the shape of the triangular-pits indicated that the three sides corresponded to (111) slip planes (Bailon et al., 1990). The shape of the pits presented in Fig. 3 (b) also indicates the relation with (111) slip planes, and one side of the pits is well aligned. On the other hand, the configuration of the line traces in Fig. 3 (a) is accounted for in terms of the traces of (111) slip line. The slip traces did not reveal symmetrical matching on opposite fracture surfaces. This mismatching is another evidence of the intergranular cracking.

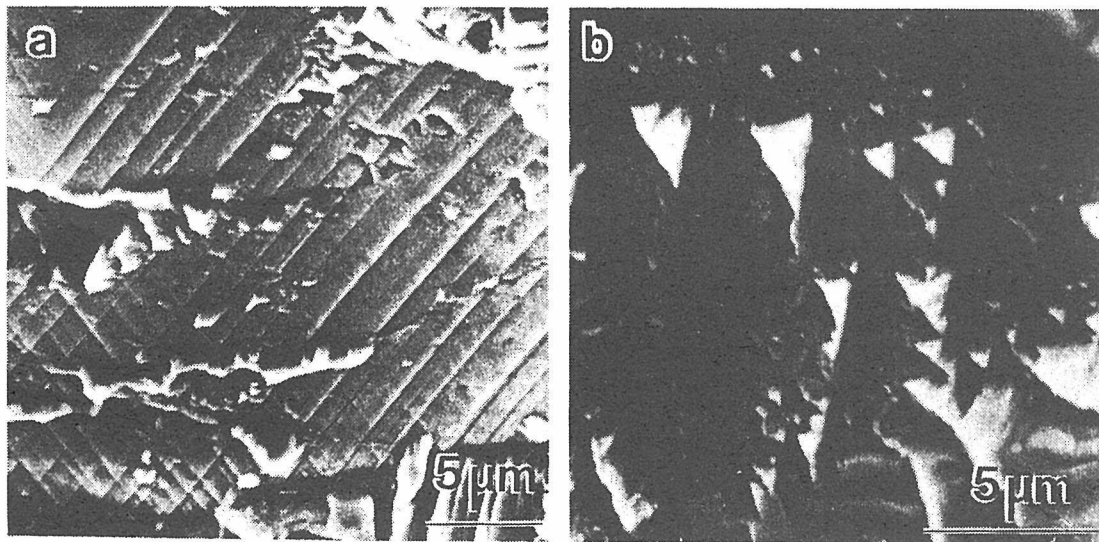


Fig. 3. SEM photographs of slip-line traces (a) and triangular-pits (b) on the subsurface crack initiation sites at 4 K (a: $\sigma_{\max}=1204$ MPa, b: $\sigma_{\max}=1134$ MPa).

Chemical Analysis. No significant feature in chemicals was detected in intergranular cracks, namely EDS analysis did not show any difference in Fe, Mn and Cr between the matrix and the initiation sites. But the grain boundary segregation of C, B or N was not able to be examined.

Deformation Structure

In the planar dislocation structures at higher maximum stress level as shown in Fig.4, parallel straight bands are observed. Substructure of the bands was highly dense dislocations, but the matrix deformed very little. Dominant deformation mode was (111)- $\langle 110 \rangle$ slip. The cross slip of dislocations is strongly suppressed and dislocation movements were restricted on their slip planes. The $[1\bar{1}\bar{1}]$ deformation twinning and ϵ -martensite were also identified, but were minor deformation modes. Thus, it is believed that deformation twinning and ϵ -martensite hardly contributed to the intergranular cracking.

At the lower maximum stress, the dislocation density became

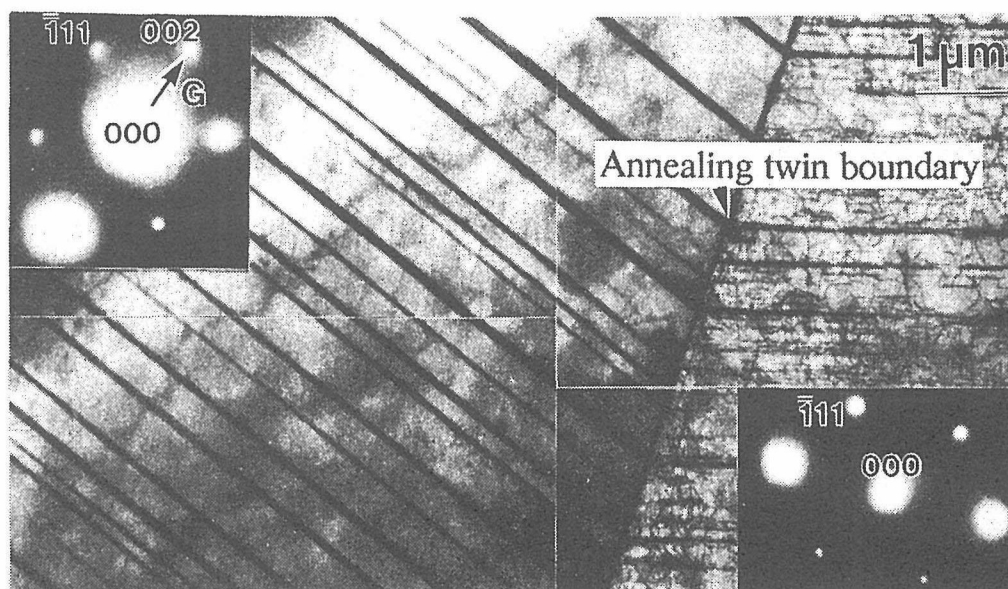


Fig. 4. Co-planar dislocation structure development across the twin boundary (4 K, $\sigma_{\max}=1204$ MPa).

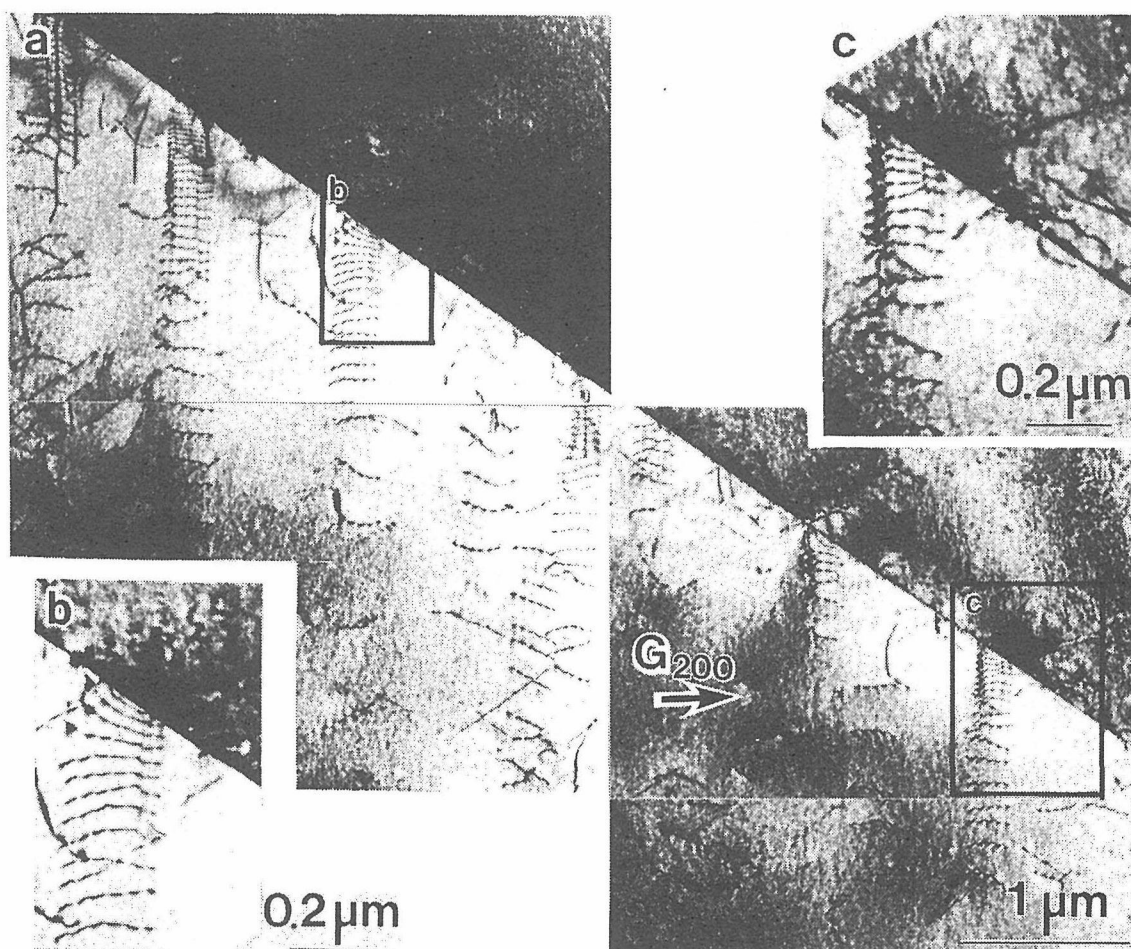


Fig. 5. Dislocation pile-ups blocked at the grain boundary (77 K, $\sigma_{\max}=698$ MPa). Micrographs (b) and (c) are enlargements of the corresponding framed parts in (a), respectively.

lower and the plastic deformation was localized more distinctly. Dislocation structure is mainly developed by pile-ups or co-planar arrays (Fig. 5). But the micro-slip bands did not form remarkably. The slip system is also predominantly (111)- $\langle$ 110 $\rangle$. The dislocation arrays are piled up and blocked at the grain boundary. The spacing between dislocations in a array is narrower as the location becomes closer to the grain boundary. Therefore, the arrays obviously cause stress concentration at the grain boundary. This stress concentration might be the source of minor dislocation array in the adjacent grain (Fig. 5 b,c).

Thus, the plastic deformation in the present steel was highly inhomogeneous and the co-planar dislocation pile-ups produced stress concentration at grain boundary. The stress concentration is considered to a potential source of grain boundary cracking in a specific incompatibility of grain boundary.

CONCLUSIONS

The subsurface fatigue crack initiation of solution-treated 0.1N-32Mn-7Cr steel was investigated at cryogenic temperatures. This initiation was not associated with inclusions or pore, but intergranularly formed. Co-planar slip on (111)- $\langle$ 110 $\rangle$ system occurred predominantly and piled up at grain boundaries. Thus, heterogeneous slip deformation might produce an intergranular crack resulting from stress concentration at the grain boundary.

REFERENCES

- Bailon, J.P., J.I. Dickson, Li Shigiong and D. Larouche (1990). Mechanisms of fatigue cracking at and near the threshold. *Fatigue 90* (H.Kitagawa and T.Tanaka Eds.), Vol.3, pp.1333-1343, Materials Component Engineering Publications, Birmingham
- Miura, R., H. Nakajima, Y. Takahashi and K. Yoshida (1984). 32Mn-7Cr austenite steel for cryogenic applications. *Advances in cryogenic Engineering Materials*, 30, 245-252
- Tomota, Y. and S. Shibuki (1990). Intergranular fracture in Fe-Mn austenitic alloys at 77 K. *ISIJ International*, 30, 663-665
- Umezawa, O., K. Nagai and K. Ishikawa (1990a). Subsurface crack initiation in high cycle fatigue of Ti-5Al-2.5Sn extra-low-interstitial alloy at liquid helium temperature. *Material Science and Engineering*, A129, 217-221
- Umezawa, O., K. Nagai and K. Ishikawa (1990b). Internal crack initiation in high cycle fatigue of Ti-6Al-4V alloys at cryogenic temperatures. *Fatigue 90* (H.Kitagawa and T.Tanaka Eds.), Vol.1, pp.267-272, MCEP, Birmingham
- Yuri, T., K. Nagai, T. Ogata, O. Umezawa and K. Ishikawa (1989). Cryogenic high cycle fatigue properties of high-manganese steels (in Japanese). *CAMP-ISIJ*, 2, 1372
- Yuri, T., K. Nagai and K. Ishikawa (1990). Effect of cold rolling on mechanical properties and fracture mode of a 32Mn-7Cr steel at cryogenic temperatures. *ISIJ Inter.*, 30, 639-645

極低温高サイクル疲労における内部き裂発生

梅 澤 修, 長 井 寿, 由 利 哲美
緒 形 俊夫, 石 川 圭介

金属材料技術研究所筑波支所 つくば市千現 1-2-1

(1991 年 1 月 21 日 受理)

Subsurface Crack Initiation in High Cycle Fatigue at Cryogenic Temperatures

Osamu UMEZAWA, Kotobu NAGAI, Tetsumi YURI
Toshio OGATA and Keisuke ISHIKAWA

Tsukuba Laboratories, National Research Institute for Metals, 1-2-1 Sengen, Tsukuba 305

(Received January 21, 1991)

Synopsis:

In cryogenic high cycle fatigue for titanium alloys and nitrogen-strengthened austenitic steels, subsurface crack initiation apparently occurs without the existence of any defects like inclusion and pore. Microstructural origin of subsurface crack initiation site and deformation behavior for those alloys were investigated, and the mechanism of subsurface crack initiation was discussed. Subsurface crack initiation site is consisted of facets which are assigned their microstructure. Subsurface crack initiation is caused by a microcracking related with microstructural inhomogeneity. A principal slip system is dominant deformation mode and dislocation motion is planar. Even at lower stress level, piled-up dislocations of short range order are blocked or sharply localized at grain boundaries. Namely, the stress concentration at grain boundary locally occurs. Then, the stress concentration might produce the microcracking. On the other hand, the size of subsurface crack initiation site depends on the maximum stress range. Therefore, subsurface crack initiation mechanism is considered that a microcracking due to localized deformation grows or coalesces until a critical crack size and is chosen for the main crack.

1. 緒 言

疲労き裂の発生機構は, Extrusion-Intrusion 機構に代表されて説明がなされてきた¹⁾。すなわち, き裂発生箇所である自由表面上の疲労すべり帯, 結晶粒界, 表面介在物には局所的な塑性ひずみ集中が生じており, 微視き裂の発生につながる。疲労すべり帯でのき裂発生は, 繰返し変形におけるすべり過程や疲労すべり帯の形成が結晶粒界や表面介在物でのき裂発生においても先んじて生じているという理由から, き裂発生の基本タイプといえる。すなわち, この観点からすれば, 介在物タイプのき裂発生も, 最終的に介在物と母相の界面の剝離や介在物の割れを引き起こすような, 介在物の応力集中効果によるすべりの局在化であると理解することができる。また, 結晶粒界タイプのき裂

発生も繰返しすべり過程によって支配されていることが明らかとなっている。

一方, 著者らは, チタン合金やオーステナイト鋼の極低温高サイクル疲労試験²⁾において, 内部き裂発生が低温・低応力側で顕著となることを見いだした^{3~9)}。しかも, チタン合金および 32 Mn-7 Cr 鋼では, き裂発生点は介在物や空隙などの先在欠陥を起点としていない。先在欠陥を起点としない内部き裂発生は室温疲労においても報告例があり^{10~13)}, 界面や粒界への応力集中がその要因の一つとして考えられている。また, 内部き裂発生は Extrusion-Intrusion 機構の下限界以下と考えられるような極めて低い繰返し応力下(塑性ひずみ量が小さく, 長範囲のすべり帯が形成されない)で生じることから³⁾, Extrusion-Intrusion 機構を単純に適用することはできず, より一般化して疲労き

Table 1 Tested materials and chemical compositions (mass %).

Materials	Conditions	Concentration (mass %)						
		Al	Fe	Mn	Cr	N	C	Others
Ti-5 Al-2.5 Sn ELI	forged and mill-annealed	5.15	0.19	—	—	0.0024	0.012	Sn:2.66, O:0.057, Ti:Bal.
Ti-6 Al-4 V Normal	forged and mill-annealed	6.34	0.199	—	—	0.0071	0.011	V:4.23, O:0.135, Ti:Bal.
ELI	(forged), and rolled and	6.23	0.200	—	—	0.0035	0.011	V:4.25, O:0.104, Ti:Bal.
Sp. ELI	mill-annealed(rolled)	5.97	0.028	—	—	0.0019	0.024	V:4.12, O:0.054, Ti:Bal.
32 Mn-7 Cr	hot-rolled and solution-treated	0.012	Bal.	31.58	7.04	0.133	0.14	Ni:0.23, Mo:0.04
SUS 316 LN	hot-rolled and solution-treated	—	Bal.	0.65	17.76	0.1801	0.022	Ni:10.81, Mo:2.56
SUS 316 LN 20% CR	20% cold-rolled							
25 Mn-5 Cr ST	hot-rolled and solution-treated	0.009	Bal.	25.60	4.67	0.040	0.22	Ni:0.97, Nb:0.043

ELI stands for the extra-low-interstitial level and Sp. ELI means a super ELI.

裂の発生機構をとらえることが必要となってきた。一般に、繰返し変形下では引張強度よりかなり低い応力でも破壊に至るが、それは不均一変形が疲労き裂の発生をもたらすためである。疲労すべり帯は結晶粒内でのすべり集中がその特質であり、短範囲のすべり変形等についても変形の局在化が考えられる。つまり、疲労き裂発生は基本的には微視組織に依存した不均一変形に基づいている。このように一般化すれば、Extrusion-Intrusion 機構も内部き裂発生も統一的に見ることが可能であると考えられる。

したがって本論文では、極低温高サイクル疲労試験で得られた破断試料を用いて、各材料ごとに内部き裂発生の微視組織的成因を明確にした上で、内部疲労き裂発生が微視組織に依存した微視割れに起因していることを明らかにする。さらに、転位組織観察を主とした変形組織の微視的観察を行い、内部き裂発生機構について基本的な考えを示す。

2. 実験方法

Table 1 に供試材とその化学成分を示す。製造条件の詳細および疲労試験条件等は別報に示す²⁾。

疲労破断後の試料について、SEM による破面観察と EDS による破面の組成分析を行った。また、SEM および TEM による未変形組織の観察と EDS による組成分析も行った。破面観察においてはき裂発生点を同定し、組織観察による結果をあわせて内部き裂発生

点と微視組織の対応を調べることを目的とした。EDS 分析は、内部き裂発生点と組織の対応を化学成分の面から明らかにするためである。

さらに、疲労破断後の変形組織観察を行った。TEM 観察に供した薄膜は、疲労破断面近接から応力軸に垂直に切りだした薄片を電解研磨によって作成した。また、サブクラックの検出を目的とした SEM による破断試料の縦断面観察を行った。

3. 実験結果

3.1 内部き裂発生の特徴

内部き裂発生を示すために、Fig. 1 に代表例として Ti-6 Al-4 V 合金の液体ヘリウム中（4 K）における

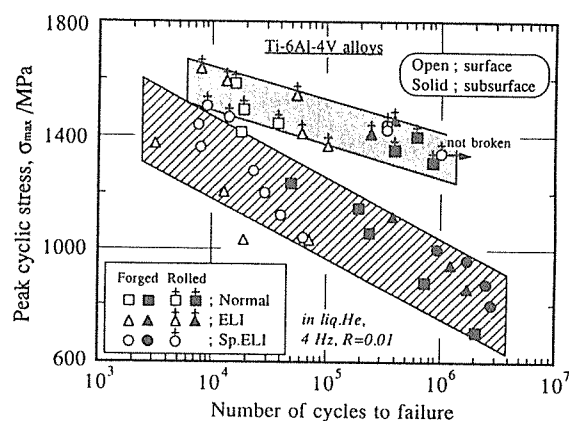


Fig. 1 S-N data of Ti-6 Al-4 V alloys in liquid helium.

Table 2 Crack initiation site and subsurface crack origin for tested materials.

Materials	Crack initiation site (maximum stress: high>low)			Subsurface crack origin
	293K	77K	4 K	
Ti-5 Al-2.5 Sn ELI	S	S	S>I	fine α phase
Ti-6 Al-4 V	S>I	S>I	S>I	α phase
32 Mn-7 Cr	S	S>I	I	intergranular
SUS 316 LN 20% CR	S	S>I	I	Mo, Cr rich zone
SUS 316 LN	S	S	S>I	pore*
25 Mn-5 Cr ST	S	S	I	inclusion(Al_2O_3)*

S: surface crack initiation, I: subsurface crack initiation.

S>I means the initiation site shift from surface to interior at lower stress.

*, pre-existing defect.

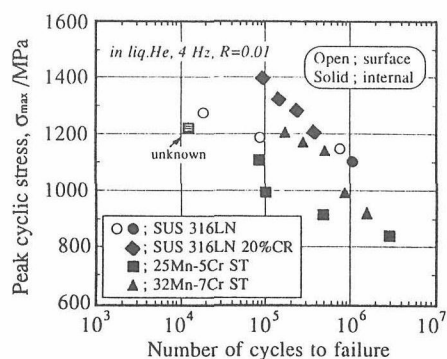


Fig. 2 S-N data of austenitic steels in liquid helium.

S-N データを示す。ここでは SEM によってき裂発生点を表面、内部に区別した結果も示してある。最大繰返し応力の低下とともに、 10^5 サイクル前後を境にして表面き裂発生から内部き裂発生へと破壊起点が変

化している。Ti-6 Al-4 V 合金では液体窒素中 (77K) および室温 (293 K) でも内部き裂発生が生じる。77 K にて内部き裂発生が認められる応力域の同一応力条件で試験周波数と破断繰返し数の関係を求めたところ、破断繰返し数には大きな差は見られなかった⁶⁾。したがって、試験周波数依存性が顕著に現れる環境破壊の要因は認め難い。

Fig. 2 にオーステナイト鋼の 4 K における S-N データ^{7,9)}を、また、Table 2 に各材料のき裂発生点を試験温度ごとにまとめて示す。いずれの材料も低温・長寿命側において内部き裂発生となっている。

3.2 内部き裂発生点の微視組織的検討

各供試材とも工業的には均質な実用材料であるが、以下に述べるように微視組織的な不均一性を有しており、内部き裂発生点はそれを反映した微視組織的成因を呈する。

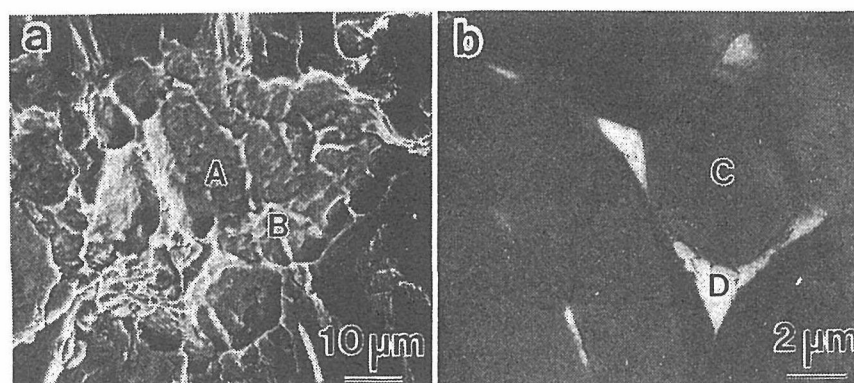


Fig. 3 SEM micrograph of subsurface crack initiation site (a) and TEM photograph of small α grain region for Ti-5 Al-2.5 Sn ELI alloy. Points A, B, C and D are representative EDS analysis region shown in Table 3.

Table 3 EDS analysis results for subsurface crack initiation site and microstructure of Ti-5 Al-2.5 Sn ELI alloy.

Analysis region		Concentration (mass %)		
		Al	Sn	Fe
Initiation site				
small grain	(A)	1.00	2.94	0.01
convex part	(B)	1.26	3.31	0.32
Microstructure				
fine α phase	(C)	1.06	4.13	0.06
β phase	(D)	0.85	4.10	0.47

3.2.1 Ti-5 Al-2.5 Sn ELI 合金

Ti-5 Al-2.5 Sn ELI 合金は平均粒径約 $30\ \mu\text{m}$ の α 単相合金であるが、一部に β 相または $\beta + \omega$ 相からなる第2相が α 粒界に存在する⁴⁾。このうち、 β 相を含む領域は約 $30\ \mu\text{m}$ 径の大きさで、数 μm 径の α 相との2相領域(細粒 α 相領域)を形成している (Fig. 3

(b))。この細粒 α 相はマトリックスに比べて Al 濃度が低く、第2相には Fe が濃化している (Table 3)。Fig. 3 および Table 3 に比較して示すように、内部き裂発生点の形状と大きさおよび組成分析の結果、細粒 α 相領域との完全な一致が得られ、内部き裂が細粒 α 相領域に生成していることが明らかとなった^{3,4)}。

3.2.2 Ti-6 Al-4 V 合金

Fig. 4 に Ti-6 Al-4 V 合金の内部き裂発生点とサブクラックの代表的な形態を示す。また、Table 4 には微視組織と内部き裂発生点の EDS 分析結果 (Normal 材) を示す。起点部のファセットはその形状・分布、化学組成およびサブクラックの観察から6種すべての合金において α 相に対応することが明らかとなった⁵⁾。なお、表面き裂発生の場合を含め、応力レベルの高い試料ほど多くのサブクラックが観察された。

さらに、内部き裂発生点の形態と大きさ (f_0 : 内部き裂発生点を主き裂伝播面に投影した際の幅⁶⁾) は応力レベルにともない変化している。すなわち、応力レ

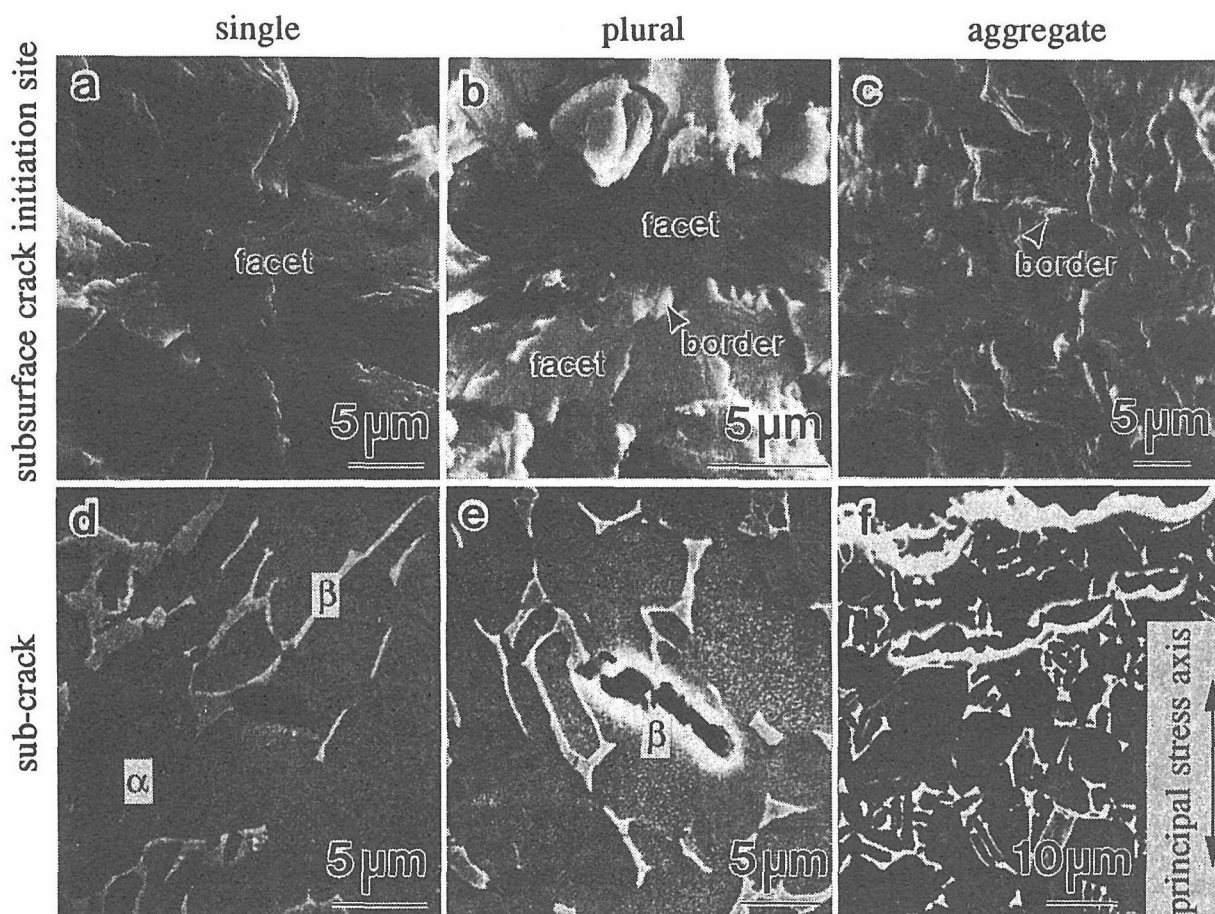


Fig. 4 SEM micrographs of subsurface crack initiation sites and sub-cracks for Ti-6 Al-4 V forged alloys ((a): Normal, 4 K, 1,235 MPa, (b): ELI, 4 K, 944 MPa, (c): ELI, 77 K, 601 MPa, (d): Normal, 4 K, 1,235 MPa, (e): Normal, 4 K, 1,058 MPa, (f): Normal, 4 K, 1,147 MPa).

Table 4 EDS analyses of Ti-6 Al-4 V normal alloy and subsurface crack initiation sites in specimen tested at 4 K.

Analysis region	Concentration (mass %)		
	Al	V	Fe
Microstructure			
α	5.35-6.89	2.11- 5.77	0.00-0.33
β	4.10-5.86	3.48-11.84	0.07-1.22
Initiation site			
facet	4.80-7.26	1.64- 3.03	0.00-0.12
border	2.67-6.59	2.38-10.45	0.09-1.11

ベルが低くなるとともに、1個のファセット(a)から複数のファセットが連なったもの(b)へ、そして小さなファセットが多数集まったもの(c)へと形態変化を示し、 f_s の値は大きくなっている⁹⁾。

3.2.3 32 Mn-7 Cr 鋼

Fig. 5 に 32 Mn-7 Cr 鋼の内部き裂発生点近傍の破面を示す。起点部のファセットは粒界破壊の様相を呈しており、ファセット面上には slip trace や micro-slip による pits が観察される場合がある⁹⁾。内部き裂発生点の EDS 分析の結果、元素偏析等の証拠は得られなかった⁹⁾。なお、サブクラックは今のところ検出できていない。

3.2.4 SUS 316 LN 鋼

SUS 316 LN 20 %冷間圧延材の 4 Kにおける疲労破壊では Fig. 6 に示すように内部き裂発生が生じている。Table 5 に示すように、内部き裂発生点には Mo と Cr の富化が認められた⁹⁾。したがって、空隙や介在物等の欠陥ではなく他の微視組織的要因を有することがわかった。

また、4 Kにおける SUS 316 LN (冷間圧延無し)

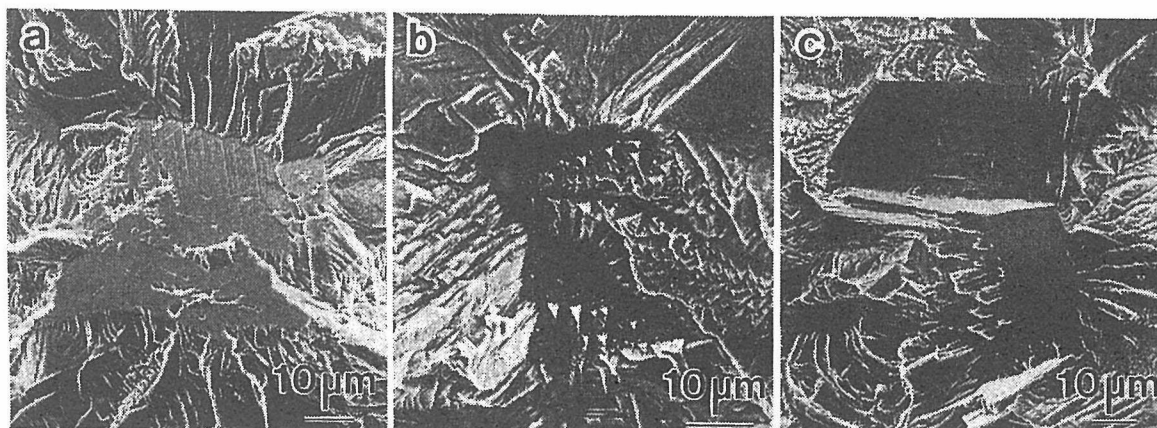


Fig. 5 SEM micrographs of subsurface crack initiation sites for 32 Mn-7 Cr steel at liquid helium temperature ((a): $\sigma_{\max}=1,204$ MPa, (b): $\sigma_{\max}=1,134$ MPa, (c): $\sigma_{\max}=921$ MPa).

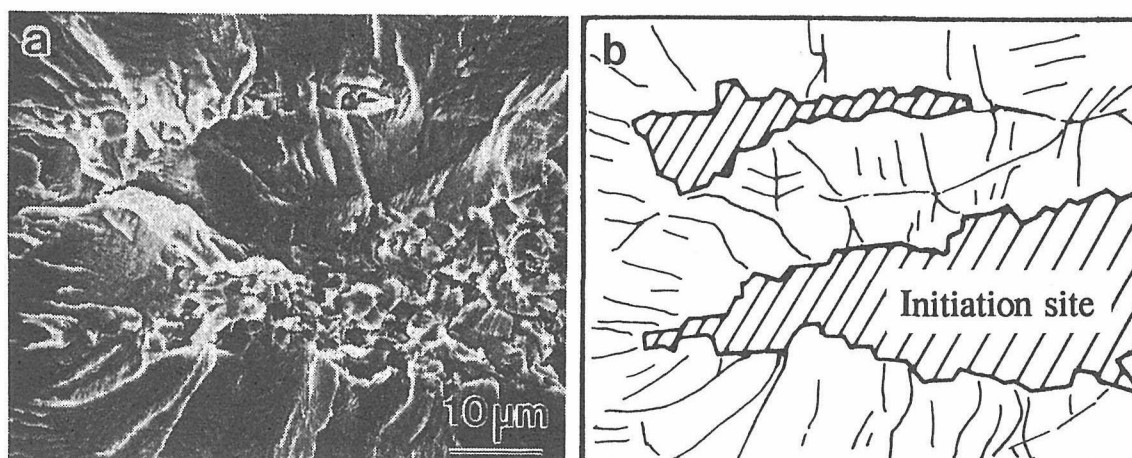


Fig. 6 SEM micrograph of subsurface crack initiation site (a) and its illustration (b) for cold-rolled SUS 316 LN steel at 4 K ($\sigma_{\max}=1,404$ MPa).

Table 5 EDS analysis result for subsurface crack initiation site showing in Fig. 6 and microstructure of cold-rolled SUS 316 LN steel.

Analysis region	Concentration (mass %)			
	Fe	Cr	Ni	Mo
Matrix	65.29	18.47	9.64	3.74
Initiation site	52.61	27.73	5.62	14.04

や 77 K における SUS 316 LN 20 %冷間圧延材では、低応力側において試験片内部の空隙や介在物を起点とした場合が検出された⁹⁾。

3.2.5 25 Mn-7 Cr 鋼

25 Mn-5 Cr 鋼は内部き裂発生点に介在物が認められ、EDS 分析の結果 Al_2O_3 と同定された⁷⁾。

以上のように、各材料とも内部き裂発生点は微視組織に対応したフェセットから成り立っており、微視組織に依存した微視割れに起因している。空隙や介在物を起点とした場合も含めて Table 2 中に内部き裂発生 の成因について材料別にまとめて示す。

3.3 疲労変形組織

以下に Ti-5 Al-2.5 Sn ELI 合金と 32 Mn-7 Cr 鋼 の変形組織観察の結果を示す。

3.3.1 Ti-5 Al-2.5 Sn ELI 合金^{3,14)}

α -Ti (hcp) は軸比 (c/a) が約 1.587 と小さく、293 K 以下での主たる変形モードはパーガースベクトルが $\langle a \rangle$ タイプの柱面すべり ($\{10\bar{1}0\}$ - $\langle 11\bar{2}0 \rangle$) である。Fig. 7 に Ti-5 Al-2.5 Sn ELI 合金の代表的な転位組織を示す。すべり挙動は各温度ともに planar であり、転位組織は主に co-planar な転位列からなっている。他の変形モードとしては錘面すべりが観察される。 $\langle c \rangle$ 軸方向の変形に寄与する変形双晶は Al の固溶によって抑制されており、代わって $\langle c+a \rangle$ 転位が導入されている。また、高応力域では一部に交差すべりも観察される。しかし、低応力側ではすべり系の制限が顕著であり、内部き裂発生域では $\{10\bar{1}0\}$ - $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ すべりのみが観察され、交差すべりは認められない。そして、 α 相強化元素の Al が低濃度であるために、マトリックスに比べて相対的に弱いと考えられる細粒 α 相に変形が集中している。

3.3.2 32 Mn-7 Cr 鋼⁹⁾

32 Mn-7 Cr 鋼 (fcc) の 293 K 以下における支配的な変形は $\{111\}$ - $\langle 110 \rangle$ すべりであり、planar な挙動を示す (Fig. 8)。変形の顕著な領域 (結晶粒) では 2 次すべりが起こったり、micro-slip bands が形成されている。低応力側においても pile-up 転位列が粒界

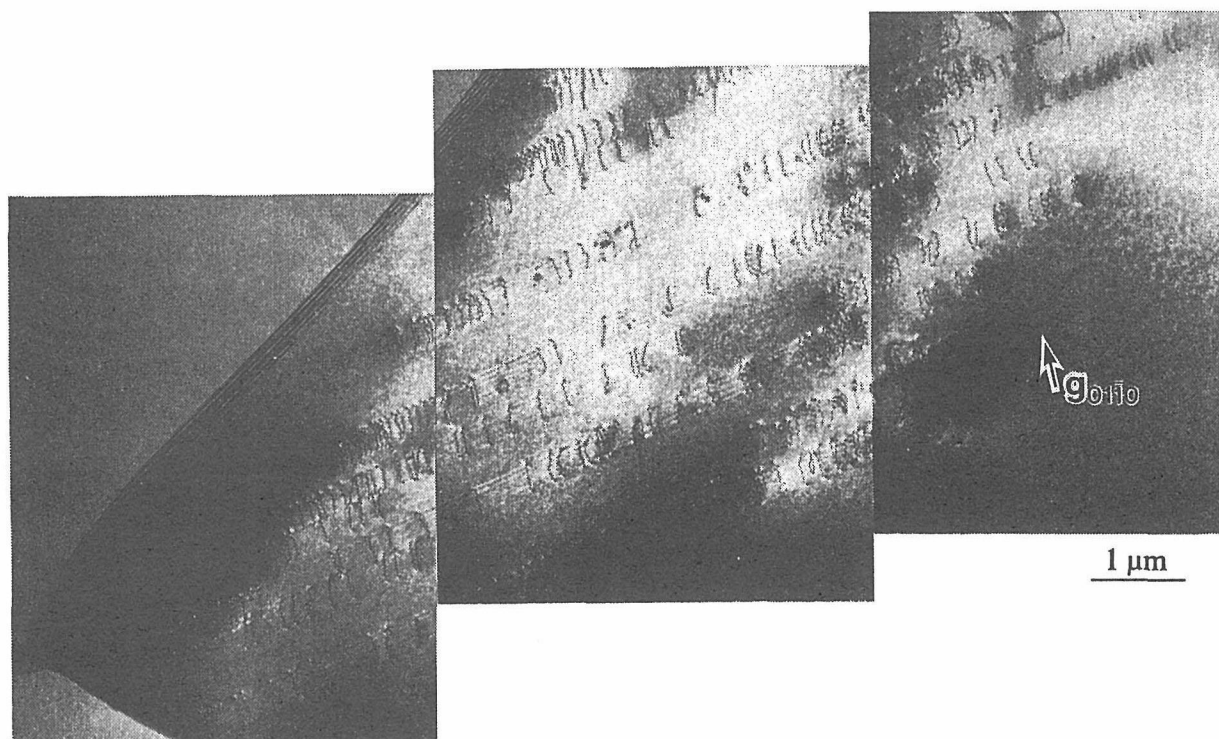


Fig. 7 Dislocation structure of Ti-5 Al-2.5 Sn ELI alloy at 4 K ($\sigma_{\max}=1,409$ MPa).

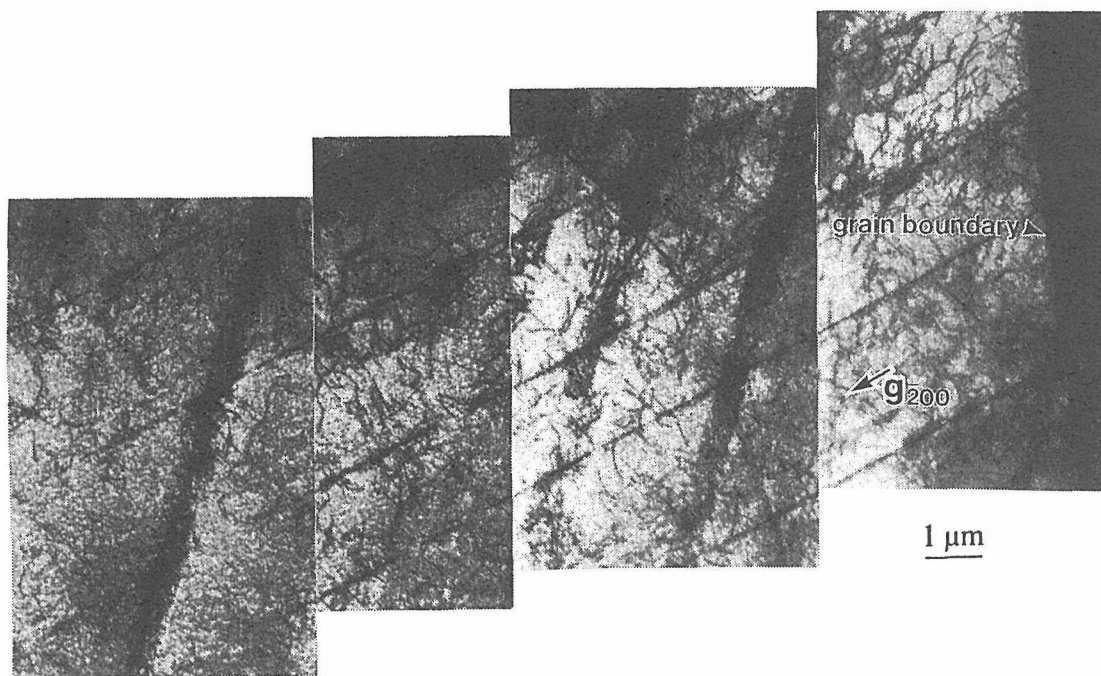


Fig. 8 Dislocation structure of 32 Mn-7 Cr steel at 4 K ($\sigma_{\max}=992$ MPa).

に堆積し、粒界に応力集中をもたらしている。他に $\langle 111 \rangle$ 変形双晶や ϵ -マルテンサイトも観察されるが支配的な変形モードではなく、内部き裂発生との関係はないと考えられる。

4. 考 察

4.1 不均一変形と転位組織

2種の合金の転位組織観察の結果、すべり帯や wall あるいは転位ループの形成は認められていないことからわかるように、交差すべりが非常に困難な状態にある。交差すべりの難しい金属（fcc 金属の場合には積層欠陥エネルギーが低い）では、内部と表面近接とで変形組織の種類に差は認められておらず¹⁵⁾、いずれの場合も転位の planar な配列であることが知られている¹⁶⁾。転位組織の観察結果から、基本的な転位組織の形成過程は応力レベルによらず同じであると考えられる。違いは応力レベルが高まるほど転位列が長範囲におよんだり、転位密度が高まり、すべり帯を形成するようになることである。また、転位列は平行なすべり面上に形成されるため、変形領域と変形の進行していない領域とが混在しており、転位運動は変形領域に強く抑制される結果となる。さらに α -Ti は、低温・低応力側では錘面すべりや $\langle c \rangle$ 方向への変形が拘束され、柱面上の $\langle a \rangle$ 転位のみが変形に寄与するため、変形の不均一性が著しくなる¹⁴⁾。

また、不均一変形を助長する要因として微視組織の不均一性が挙げられる。結果に述べた Ti-5 Al-2.5 Sn ELI 合金のようにマトリックス中に相対的に弱い領域（細粒 α 相領域）が存在する場合、低応力側では変形がその領域に集中する。

4.2 内部疲労き裂の発生

4.2.1 局所的な変形集中による微視割れ

前述の不均一変形は、隣接する結晶粒の結晶方位の違いによって基本的には結晶粒単位で生じる。そして、微細すべりは粒界等に阻止されたり局在化する特徴を示す。したがって、粒界・界面等には応力集中が生じ、その解放のため各材料における応力集中サイト（脆弱部）に微視割れあるいはき裂発生の核（void）を形成すると考えられる。32 Mn-7 Cr 鋼は、冷間圧延を加えた条件下では静的破壊においても一部に粒界破面が観察され¹⁷⁾、粒界が比較的脆弱であることがわかっている。また、Ti-5 Al-2.5 Sn ELI 合金のように微視組織的不均一にともなう低強度領域がごく僅かでも存在する場合には、き裂はその領域内の応力集中サイトから発生する。

なお、短範囲の転位の堆積は、表面と内部の区別なく形成されることが考えられるが、微視割れの発生に必要な応力集中を得るうえで、自由表面の存在は局所応力の緩和をもたらす可能性があり、疲労き裂は内部に発生しやすいものと考えられる。

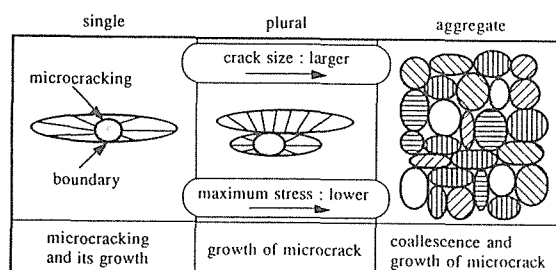


Fig. 9 Mechanism of microcrack growth for subsurface crack initiation site.

4.2.2 微視割れの主き裂選択

Ti-6 Al-4 V 合金では、サブクラックおよび内部き裂発生源の詳細な観察より、微視割れが α - β 界面に隣接する α 相内に生じ、微視割れの成長・連結過程を経て主き裂として選択されることがわかった (Fig. 9)⁹⁾。そして、北川ら¹⁸⁾による試験片表面に微小欠陥を有する材料の疲労限は欠陥の大きさと与えられるという結果を拡張して考えると、内部き裂が主き裂として選択される臨界値をき裂先端の応力集中 ($\Delta K_{critical}$ あるいは $K_{critical}$) から考えることができる (Fig. 10)⁹⁾。

空隙・介在物等の微小欠陥を起点とした内部疲労き裂発生の場合も Table 2 に示したように低温・低応力側で顕著であり、微視割れによる内部き裂発生の考え方に基づいて同様に考えることが可能と考えられる。つまり、介在物や空隙等の欠陥の応力集中効果によるすべりの局在化であると考えれば理解できよう。

内部き裂発生を示す場合の 10^6 疲労強度は材質依存性を示す²⁾が、以上の論議より疲労強度の改善を考えると、高純度化・均質化とともに組織制御が重要であるといえる。すなわち、介在物等の欠陥や元素の偏析領域をなくするとともに、微視割れの発生と成長に

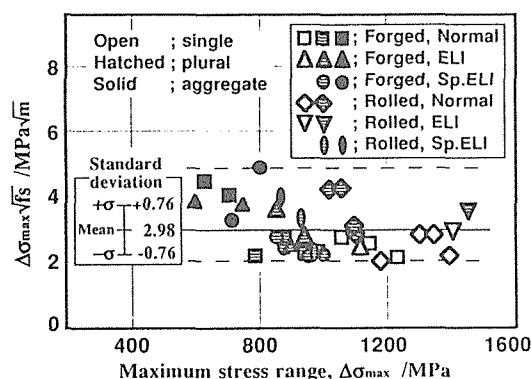


Fig. 10 Relationship between maximum stress range ' $\Delta\sigma_{max}$ ' and $\Delta\sigma_{max}\sqrt{f_s}$ for Ti-6 Al-4 V alloys.

対する抵抗を高めることが必要である。具体的には、結晶粒の微細化は有効なすべり長さや堆積する転位の数を減少させ、微視割れの発生に必要な応力レベルあるいは繰返し数を増大させる。また、隣接する結晶粒の方位をランダムにすることで、微小き裂の成長における抵抗を大きくすることがあげられる。

4.3 低温における内部き裂発生の優先性

繰返し負荷においては、外部応力 σ は内部応力とつりあった状態になければならない。そして、運動転位はいろいろな範囲にある応力場を乗り越えなければならない。ここでは、かなりあいまいなものであるが、内部応力の全スペクトルが二つの主要素、すなわち、短範囲応力 σ_s と長範囲応力 σ_μ によって置き換えられると考える。短範囲応力とは熱活性化によって乗り越えられる内部応力を表している。この理由から、成分 σ_s は温度やひずみ速度に依存する。長範囲応力はひずみだけに依存する。したがって外部応力は次式のように単純化される。

$$\sigma = \sigma_s(\epsilon, \dot{\epsilon}, T) + \sigma_\mu(\epsilon)$$

本論文で議論している材料は、低温下では降伏強度が高まり²⁾、低温変形における熱活性化成分の寄与が大きいことを示している。このことは、主すべり面上に点在する短範囲の障害物を転位が熱的に励起されることによって乗り越えるのが律速過程であると考えられる。

これより、熱活性化成分の増大で降伏強度の高まる低温域では、長範囲の変形を必要とする Extrusion-Intrusion 機構の下限界応力が高まり、短範囲の変形を示す応力域が広がるために、内部き裂発生が顕著になるものと考えられる。一方、Ti-6 Al-4 V 合金のサブクラックの観察結果から高応力側でも微視割れは生じていると考えられるが、この領域では Extrusion-Intrusion 機構が有効に作用している。したがって、二つの機構は共存状態にあると考えられるが、多くの場合 Extrusion-Intrusion 機構が優勢であり、表面き裂発生となる。

5. 結 言

極低温高サイクル疲労における内部き裂発生について、その微視組織的成因を明らかとした。そして、変形組織の微視組織的観察を行い、内部疲労き裂の発生について基本的な考えを示した。

(1) 内部疲労き裂発生源は微視組織に対応したファ

セットからなっており、微視組織に依存した微視割れに起因している。

(2) 内部き裂発生を示した材料のすべり挙動は planar で、支配的な変形モードは主すべり系に制限されている。変形組織は micro-slip band や転位列からなり、それらは粒界等に堆積している。低応力域においても短範囲の転位列が形成されており、局所変形が生じている。

(3) 不均一なすべり変形は、粒界等に阻止されたり、局在化し、応力集中を生じている。このため、微視割れが発生すると考えられる。

(4) 内部き裂発生機構は、局所変形による微視割れがある臨界の大きさを満たし主き裂として選択される機構であると説明できる。

(5) 内部き裂発生は低温・低応力側で顕著に生じる。これは、熱活性化成分の増大で降伏強度が高まるために、短範囲の変形を示す応力域が広がるからと考えられる。

参 考 文 献

- 1) 例えば M. Klesnil and P. Lukas: 金属疲労の力学と組織学, 養賢堂, 東京 (1984)
- 2) 長井 寿, 由利哲美, 梅澤 修, 緒形俊夫, 石川圭介: 低温工学 26 (1991) 255
- 3) 梅澤 修, 長井 寿, 石川圭介: 鉄と鋼 75 (1989) 159
- 4) O. Umezawa, K. Nagai and K. Ishikawa: Mater. Sci. Eng. A 129 (1990) 217
- 5) 梅澤 修, 長井 寿, 石川圭介: 鉄と鋼 76 (1990) 924
- 6) O. Umezawa, K. Nagai, T. Yuri, T. Ogata and K. Ishikawa: Adv. Cryog. Eng. Mater. 38 (1992), in press
- 7) 由利哲美, 長井 寿, 緒方俊夫, 梅澤 修, 石川圭介: CAMP-ISIJ 2 (1989) 1372
- 8) O. Umezawa, K. Nagai, T. Yuri and K. Ishikawa: Proc. 6th International Conference on Mechanical Behaviour of Materials, Pergamon Press, Oxford (1991) 301
- 9) 山利哲美, 長井 寿, 石川圭介: CAMP-ISIJ 1 (1988) 1417
- 10) R.K. Steele and A.J. McEvily: Eng. Fract. Mech. 8 (1976) 31
- 11) D.F. Neal and P.A. Blenkinsop: Acta Metall. 24 (1976) 59
- 12) J. Ruppen, P. Bhowal, D. Eylon and A.J. McEvily: Fatigue Mechanisms, ASTM STP 675 (1978) 47
- 13) A. Atrens, W. Hoffelner, T.W. Duerig and J.E. Allison: Scr. Metall. 17 (1983) 601
- 14) O. Umezawa, K. Nagai and K. Ishikawa: Mater. Sci. Eng. A 129 (1990) 223
- 15) P.B. Hirsch, P. Partridge and R.L. Segall: Phil. Mag. 4 (1959) 721
- 16) P. Lukas and M. Klesnil: Corrosion Fatigue, ed. by O.F. Devereux, A.J. McEvily and R. W. Staehle, NACE, Houston (1972) 118
- 17) T. Yuri, K. Nagai and K. Ishikawa: ISIJ Inter. 30 (1990) 639
- 18) H. Kitagawa, S. Takahashi, C.M. Suh and S. Miyashita: Fatigue Mechanisms, ASTM STP 675 (1978) 420

極低温高サイクル疲労における変形と破壊

長井 寿* 梅澤 修** 石川圭介***

1. はじめに

極低温においても構造部材の安全性確保のために疲労特性評価が重要である⁽¹⁾。しかし、極低温試験は一般に実験が困難であり、経済的負担も大きい。ため、疲労データの蓄積は十分ではない。20 K(液体水素温度)までの疲労データ(主に高サイクル疲労、一部き裂伝播速度)については、液体水素ロケットでの使用を想定したかなりまとまったものが米国で求められている⁽²⁾が、4 K(液体ヘリウム温度)での疲労データは限られている⁽³⁾⁻⁽⁸⁾。

平滑試験片での高サイクル疲労試験(ここでは荷重制御で比較的長寿命側疲労特性の評価を行う試験を指すことにする)を想定した場合、疲労現象を材料学的に検討するためには、変形集中による損傷過程、き裂発生(ステージⅠ)、主き裂の伝播(ステージⅡ)、急速破断(ステージⅢ)の各段階に分けて検討すべきである。しかし極低温疲労をこのように材料学的に検討した例は著者ら⁽⁹⁾⁻⁽¹²⁾以外では稀⁽³⁾で、多くはデータの取得に終わっている。

極低温疲労では表面酸化、固体内拡散などの影響がほとんど無視できる条件下での試験が可能と考えられるので、そこでの変形、破壊挙動を明らかにできれば、室温等を含めた疲労現象全般の統一的解釈に大きく寄与できる可能性を秘めている。しかし、極低温特有の問題点、例えば(1)低温での強度上昇(パイエルスポテンシャルの上昇)、脆化現象などの変形、破壊様相の変化と(2)試験片発熱の顕著化を考慮する必要がある。相変態が大きな影響を及ぼす準安定オーステナイト系鋼などの合金もある。しかし極低温疲労

の基本現象をまず解明する観点から、本稿ではすべり変形が主体とみなせる場合に絞ってデータを整理している。

疲労試験においては、荷重形式(軸荷重あるいは曲げ荷重)、応力比(最小荷重/最大荷重)など種々の因子が試験結果に影響を及ぼす。著者らは試験装置設計の容易さ、将来の解析の容易さを考慮して、軸荷重試験のみを実施している。

以上の前提条件において本稿では、著者らの成果を基礎に従来のデータをまとめ、極低温高サイクル疲労に関する材料学的検討の到達点を明確にしたい。

2. 繰返し変形による試験片の発熱

例えば米国 NBS のデータ⁽¹³⁾によると 310S 鋼、チタン合金(Ti-6Al-4V)の比熱は室温で共に約 $350 \text{ J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ であるのに対して、4 K ではそれぞれ約 $2, 0.2 \text{ J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ となる。熱伝導率($\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$)については 310S 鋼で 15.0 (室温)、 0.3 (4 K)、チタン合金(Ti-5Al-2.5Sn)で 8.0 (室温)、 0.4 (4 K)である。

低比熱であることは、熱への変換率を同程度と仮定すると同量の塑性変形に対して、極低温では室温と比べて 10^2 から 10^3 倍の温度上昇の可能性を示唆し、低熱伝導率であることは熱の放散を妨げ、局所的な発熱の発生を示唆する。

極低温に特有なセレーション変形が引張試験などにおいて一般的に観察されるが、緒形らの試験片発熱測定⁽¹⁴⁾⁽¹⁵⁾、柴田による計算機シミュレーション⁽¹⁶⁾などによって平滑引張試験片では 1 回 1 回のセレーションが数十 K 以上の温度上昇を伴った局所的な変形であることが明らかにされている。

セレーションが生じない場合でも、塑性変形による試験片の発熱は無視できない大きさといえる。事前評価のために各種材料で荷重制御繰返し変形時の温度上昇が応力レベル、周波数をパラメーターとして測定されている⁽⁴⁾⁽¹⁵⁾。図 1 は緒形らの測定データ⁽¹⁵⁾によるもので、温度上昇度が応力、周波数の増加と共に急速に高くなることを分かりやすく示している。長寿命側の破断試験は図 2⁽⁶⁾に示すように多くは最高繰返し応力が降伏強さ以下となる。したがって、試験片発熱をせいぜい 1 K に抑えたとすると、低応力となる長寿命側試験においてすら試験周波数は数 Hz

* 金属材料技術研究所筑波支所第 1 研究グループ主任研究官

** 金属材料技術研究所筑波支所第 1 研究グループ第 6 サブグループ研究員

*** 金属材料技術研究所筑波支所第 1 研究グループ第 6 サブグループリーダー

Deformation and Fracture Behavior in High Cycle Fatigue at Cryogenic Temperatures; Kotobu Nagai, Osamu Umezawa, Keisuke Ishikawa (Tsukuba Laboratories, National Research Institute for Metals, Tsukuba)

Keywords: high cycle fatigue, cryogenic temperature, specimen heating, dislocation structure, internal crack initiation, fatigue strength

1991年 3 月 19 日受理

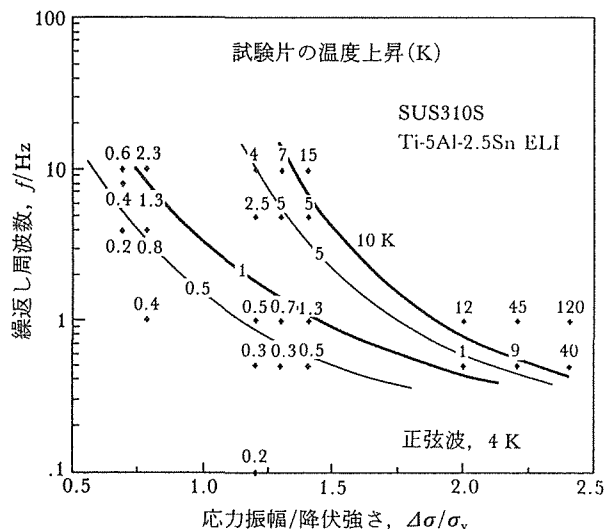


図1 試験片の発熱に及ぼす繰返し周波数の影響。

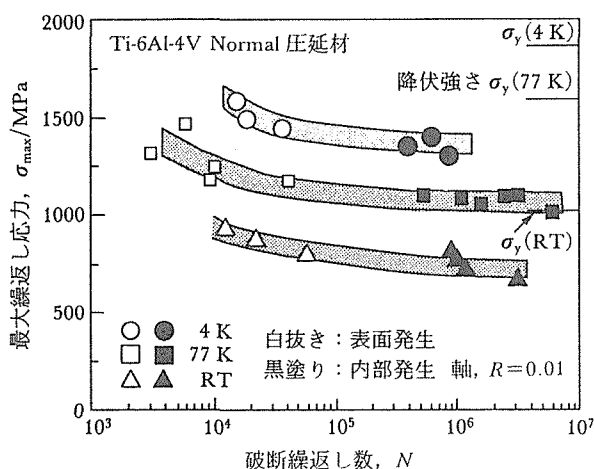


図2 Ti-6Al-4V 合金の(Normal, 圧延材)のS-N線図。

以下に設定する必要がある。

このような検討に基づいて、著者らの4 K データ(図2 はその一例)は基本的には4 Hz で求めている。他においては高応力と低応力において試験周波数を別々に設定し、試験片発熱と効率的な試験実施を両立させようとしている実施例⁽³⁾もある。一方、試験片発熱に留意せず、短時間終了のみを意図した高周波数(約80 Hz というものもある)試験も過去に一部ある。しかしその場合はデータの信頼性は極めて薄いと言わざるを得ない。

3. 変形とき裂発生

(1) 疲労変形組織

すべり変形が支配的な場合には、概念的に区別された、固執すべり帯、転位のセル組織、planar な転位配列の三つの変形組織の形成が考えられる。どれが形成されるかは

(1)交差すべりの難易度、(2)応力振幅またはひずみ振幅の大きさに依存する⁽¹⁷⁾⁽¹⁸⁾。本稿では、相変態や変形双晶の影響の少ないTi-5Al-2.5Sn ELI 合金⁽⁹⁾(hcp, αチタン合金)と32Mn-7Cr 鋼⁽¹⁰⁾(fcc, 窒素強化高マンガンオーステナイト鋼)の疲労変形組織について紹介する。

(i) αチタン合金(hcp)

純チタン単結晶での単軸引張下における変形機構⁽¹⁹⁾⁻⁽²²⁾および転位芯構造⁽²³⁾⁻⁽²⁵⁾は明らかとなっている。すなわち、低温での支配的な変形モードは $\{10\bar{1}0\}\langle 11\bar{2}0\rangle$ (柱面)すべりであり、他に可能な主すべり系として $\{0001\}\langle 11\bar{2}0\rangle$ (底面), $\{10\bar{1}1\}\langle 11\bar{2}0\rangle$ (錐面)がある。変形双晶は主に $\{11\bar{2}2\}$ 双晶で、低温ほど生じやすい。また低温変形における柱面すべりは、熱活性化支配であると考えられている。

αチタン合金の変形機構⁽²⁶⁾⁻⁽²⁸⁾は基本的には純チタンの場合と同様であるが、酸素とAlが変形組織に大きく影響する⁽²⁹⁾⁻⁽³⁴⁾。酸素は変形双晶を抑制するとともに、転位の形状をwavy から planar へと変化させる。Alの固溶も変形双晶を抑制し、wavy から planar なすべりへの変化を生じさせる。約6 mass% Al で planar な転位列を形成する。このため、c軸方向の変形には錐面上の $\langle c+a\rangle$ 転位が導入されるが、 $\langle c+a\rangle$ 転位については未だによく分かっていない。

Ti-5Al-2.5Sn ELI 合金の疲労変形組織は以下のである。すべり変形は室温から極低温まで planar であり、主に co-planar な転位列が形成される(図3(a))。主たる変形モードは $\{10\bar{1}0\}\langle 11\bar{2}0\rangle$ であり、他に錐面すべりが観察される。 $\langle c\rangle$ 軸方向の変形に寄与する変形双晶はAlおよびSnの固溶によって抑制されており、代わって錐面上に $\langle c+a\rangle$ 転位が導入されている。また、高応力域では一部に交差すべりも観察される。この交差すべりは、 $\langle a\rangle$ タイプのらせん転位が錐面上から柱面上へ交差したものである。しかし、低応力側ではすべり系の制限が顕著であり、 $\{10\bar{1}0\}\langle 11\bar{2}0\rangle$ すべりのみが観察される。これは、バーガースベクトルの大きな $\langle c+a\rangle$ 転位や柱面上の $\langle a\rangle$ らせん転位の運動がそのポテンシャルから考えても容易でないことから理解される。

(ii) 高Mnオーステナイト鋼(fcc)

侵入型元素固溶強化されたfcc金属の場合も、低温での降伏強度の上昇を熱活性化成分の増大で理解することができる。

32Mn-7Cr 鋼(fcc)の低温における支配的な変形は $\{111\}\langle 110\rangle$ すべりであり、planar な挙動を示す。変形の顕著な領域(結晶粒)内では2次すべりが起きたり、微小すべり帯が形成される。低応力側においても piled-up 転位列が粒界に堆積し、粒界に応力集中をもたらしている(図3(b))。他に $\langle 111\rangle$ 変形双晶やε-マルテンサイトも観察されるが支配的な変形モードではない。

以上の2種の合金の転位組織には、band, wall あるいは

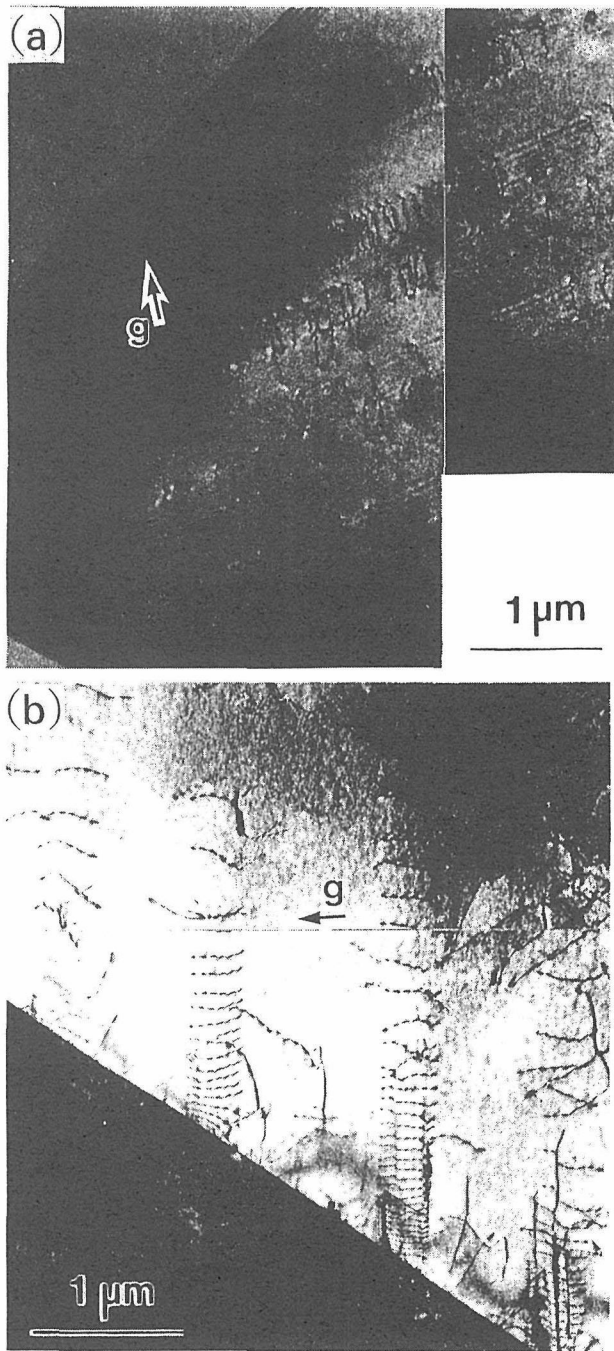


図3 転位組織((a) Ti-5Al-2.5Sn ELI 合金, 4 K, (b) 32Mn-7Cr 鋼, 77 K)。

転位ループの形成は認められず、非常に交差すべし難いことが分かる。交差すべりの難しい金属では planar な転位配列が形成され、内部と表面近傍とで変形組織に差はないことが知られている⁽³⁵⁾。また両合金においては planar な転位配列の形成が応力レベルによらず起こる。ただ応力レベルが高まると、転位列が長範囲におよんだり、転位密度が高まりすべり帯形成が進む。いずれにせよ、planar な転位配列の形成は変形の不均一性が微視的レベルで著しいことを意味している。

(2) 内部き裂発生

図4は Ti-6Al-4V 合金(α - β 型チタン)および 32Mn-7Cr 鋼における疲労破壊起点近傍の SEM 写真の一例である。矢印で示した中心部から放射状にき裂伝播の形跡が認められ、疲労き裂の発生が試験片内部であることが分かる(図4(c))。図4(b),(d)に示すように、起点部は平坦で、ストライエーションや微視組織を反映した伝播様相も見られない。き裂発生点には介在物や空隙などの先欠陥は認められない。また応力軸に対し直角でなく、主き裂面ともある角度を持っている(図4(a))。このように内部疲労き裂発生点は、低倍率的には平坦で、主き裂面上にない破壊起点全域を含んで考えたほうがよい。このような特徴から、内部き裂発生点の形成はステージ I に対応していると判断される。

図2に SEM によってき裂発生点を表面、内部に区別した一例を示してあるが、いずれの材料も低温・長寿命側において内部き裂発生となっている。表1は著者らが試験した各材料の試験温度ごとのき裂発生点と内部き裂発生の成因についてまとめたものである。各材料とも内部き裂発生は以下に見るように粒界、元素偏析、第2相、介在物等の微視組織的要因に関連した微視割れに起因している。

(i) 粒内割れ

Ti-5Al-2.5Sn ELI 合金⁽¹¹⁾は、一部に細粒 α 相と第2相からなる2相領域(細粒 α 相領域)を有している。細粒 α 相はマトリックスに比べて Al 濃度が低く、内部き裂はこの細粒 α 相領域に生成した。

Ti-6Al-4V 合金⁽¹²⁾では、内部き裂発生点は初析 α 相中のサブクラックに対応している。Ti-6Al-4V 合金においては、室温疲労においても内部き裂発生の報告⁽³⁶⁾⁻⁽³⁹⁾があり、製造条件や組織形態の違いによらず、内部き裂発生点は初析 α 相あるいは粒界 α 相に対応している。

(ii) 粒界割れ

32Mn-7Cr 鋼⁽⁴⁾の内部き裂発生点のファセットは粒界破壊の様相を呈しており、ファセット面上にはすべり線や微小すべりによるピットが観察される場合がある。本合金においては、冷間圧延を加えた場合静的破壊においても一部に粒界破面が混入し、粒界が比較的脆弱であることが分かっている⁽⁴⁰⁾。

(iii) 微小介在物

4 K における SUS316LN 鋼(冷間圧延無し)や 77 K における SUS316LN 鋼20%冷間圧延材では、低応力側において試験片内部の空隙や介在物を起点とした場合が検出された⁽⁷⁾。25Mn-5Cr 鋼は内部き裂発生点に介在物が認められ、EDS 分析の結果 Al_2O_3 と同定された⁽⁸⁾。

(3) 内部き裂発生の特徴

(i) 微視割れと主き裂選択

planar な転位配列の形成による不均一変形は、例えば

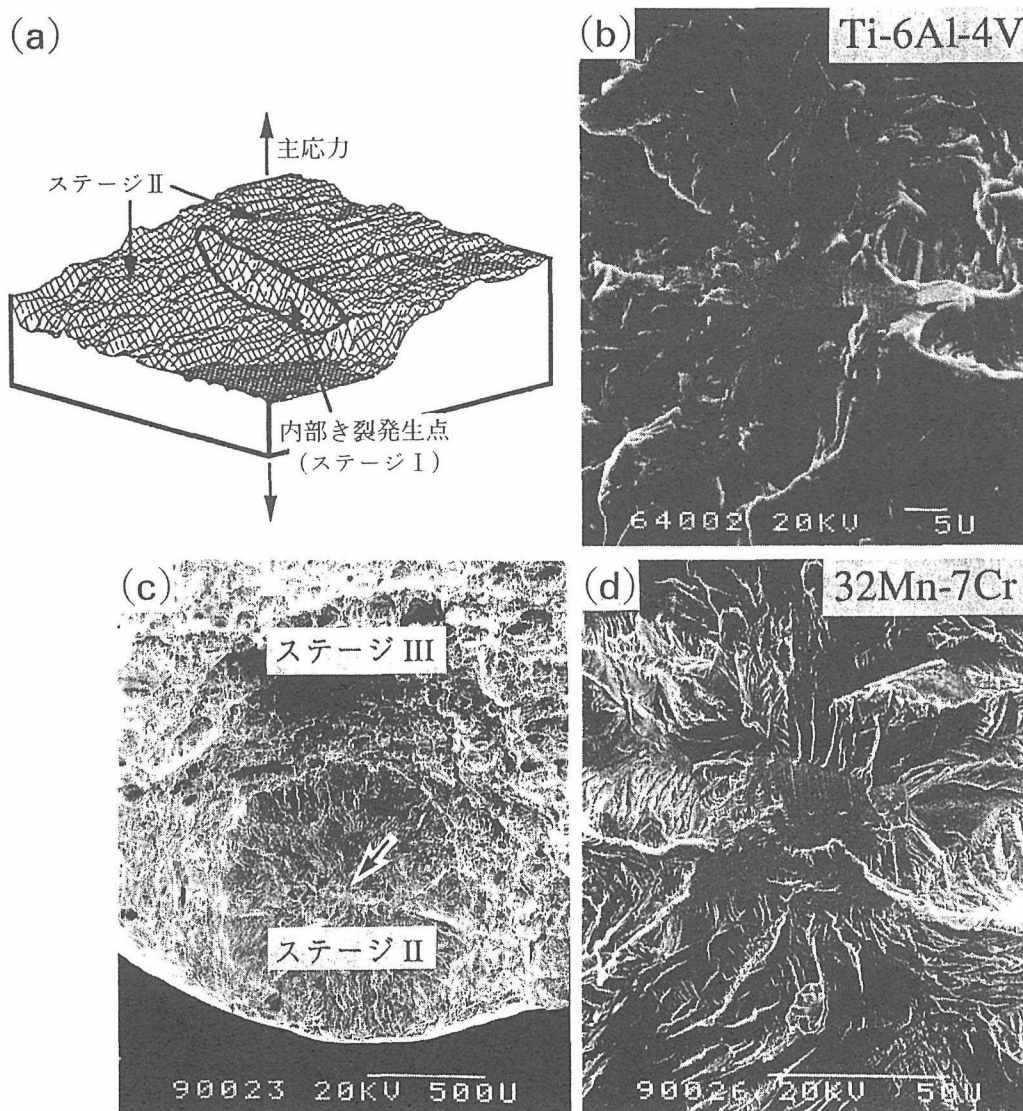


図4 内部き裂発生点((a),(b) Ti-6Al-4V Normal 合金, 4 K, (c),(d) 32Mn-7Cr 鋼, 77 K). (a)は(b)のステレオ投影による3次元表示. (d)は(c)の起点部近傍(矢印)の拡大図.

表1 き裂発生点と内部き裂発生の成因.

材 料	き裂発生点			内部き裂発生の成因
	293 K	77 K	4 K	
Ti-5Al-2.5Sn ELI	S	S	$S > I$	細粒 α 相
Ti-6Al-4V	$S > I$	$S > I$	$S > I$	α 相
32Mn-7Cr ST	S	$S > I$	I	粒界割れ
SUS316LN 20%Cr	S	$S > I$	I	Mo, Cr 富化領域
SUS316LN	S	S	$S > I$	空隙*
25Mn-5Cr ST	S	S	I	介在物 (Al_2O_3)*

S: 表面き裂発生, I: 内部き裂発生

$S > I$: 高応力から低応力にかけてき裂発生点が表面から内部へシフト

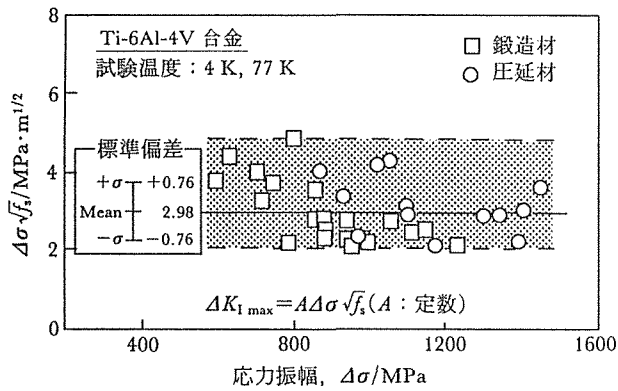
*: 先在欠陥

隣接する結晶粒の結晶方位の違いによって粒界等で進展を阻止されれば, その結晶粒界に堆積し応力集中を生じる. 応力集中サイトに脆弱な要因があれば, 微視割れあるいはき裂発生の核(void)を形成すると考えられる.

このように生成した内部き裂は主応力軸に直角ではなく, その後の主き裂面上にもない. Ti-6Al-4V 合金では応力によっては複数の初析 α 相サブクラックが生じ, それらが成長・連結して主き裂になっていく過程も観察された. すなわち, 内部き裂発生は局部応力の支配下で起こり(ステージ I), 主応力の支配下に入った段階(ステージ II)から主き裂として成長していくと考えられる. したがって, 内部き裂発生点の大きさ(f_s : 内部き裂発生点を主き裂伝播面に投影した際の幅)は応力レベルに依存し, 低応力ほど大きくなる. このことを, 北川ら⁽⁴¹⁾の疲労限が試験片表面の微小欠陥の大きさに依存するという結果を拡張して考えると, き裂先端の応力集中($\Delta K_{\text{critical}}$ あるいは K_{critical})に, 温度, 応力によらない, 内部き裂が主き裂として選択されるための臨界値を想定することができる(図5)⁽¹²⁾.

(ii) 低温・低応力側における内部き裂発生の顕著化

内部き裂発生が低温, 低応力でより顕著になるという特

図5 応力振幅($\Delta\sigma$)と $\Delta\sigma\sqrt{f_s}$ の関係.

徴を表1に見ることができる. しかし, この特徴がなぜ現れるのかを現状では十分説明できない.

低応力側で見られることは, 高応力側で試験片自由表面に Extrusion-Intrusion を形成するような長範囲の変形機構が低応力側では有効に働かず, より多くの回数の繰返し変形を経て短範囲の変形機構によって微視組織の弱点を反映したステージ I き裂が生成すると定性的に推論することはできる.

低温側では特に高強度合金においては内部応力の上昇が熱活性化成分の占める割合の増加に対応するため, 長範囲の変形を起こせるような応力はますます高くなるにもかかわらず, 熱活性化によって短範囲の変形が可能な応力範囲は増大する. このようなことが先に述べた特徴が現れることと深く関係していると著者らは推察しているが, 今後さらに詳しく検討する必要がある.

4. 長寿命側疲労強度

長寿命側疲労強度は疲労限で議論するのが望ましいが, 10^8 回程度のデータを取得することは困難である. よってやむなく 10^6 回疲労強度 (以後単に疲労強度という) でもって議論することにする.

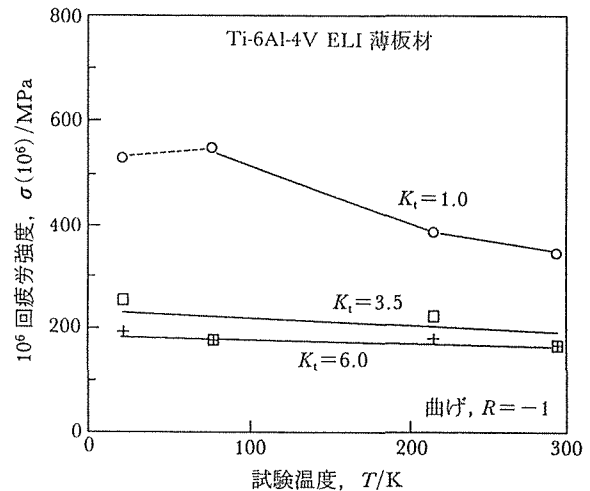
ここでは室温から 4 K までの著者らのデータ⁽⁵⁾⁻⁽⁸⁾に, 室温から 20 K までのデータを集録した文献⁽²⁾のハンドブック(1968)からのデータ(疲労強度は各 S-N 線図から, 強度は各温度-強度曲線から読み取った)を加えたものを基礎に議論する.

(1) 試験温度の影響

温度低下は一般には強度上昇をもたらす.

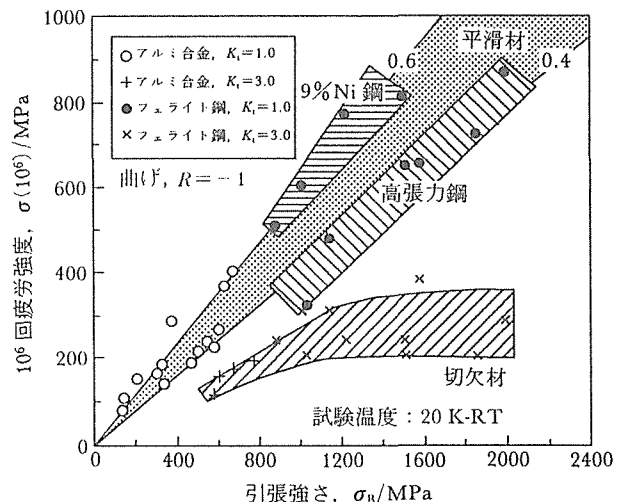
一部の合金では温度低下によって早期破断などの脆化が起こり降伏強さなどの「低下」, しかもある温度低下での疲労強度低下も観察される. しかし, これが延性-脆性遷移と対応しているかどうかについては確認されていない.

早期破断等の脆化が現れず低温ほど降伏強さなどが上昇する場合でも, 一部のチタン合金(Ti-6Al-4V 合金)のよう

図6 Ti-6Al-4V 薄板材の 10^6 回疲労強度.
(K_t は応力集中係数)

に, ある温度以下で疲労強度が低下傾向を示すことがある(図6). 著者らの検討⁽⁶⁾⁽¹²⁾では内部き裂発生が現れやすい微視組織を持つ材料で起こる現象であることが示唆されている.

その他, 一般の場合には疲労強度は低温ほど上昇している. 図7から9は同じ荷重形式, 応力比条件ごとに疲労強度をその温度の引張強さの関数として, 整理したものである. 図には室温から 20 K (もしくは 4 K) の温度領域のデータを材料の種類をパラメーターとして示している. 平滑材について同じ種類の材料で括弧てみればそれぞれが原点を中心とする扇形領域内にまとまって分布しているのが分かる. さらに同一材料で見れば図8中の Ti-5Al-2.5Sn や超合金のように各温度のデータが原点を通る1本の直線の上にはほぼ並んでいる. 領域内でのばらつきが大きいように見えるものも, 例えば図7中のフェライト系鋼のデータを詳しく見ると高張力鋼が傾き0.4の直線付近に, ニッ

図7 曲げ荷重, 応力比 = -1 の場合の 10^6 回疲労強度と引張強さの関係.

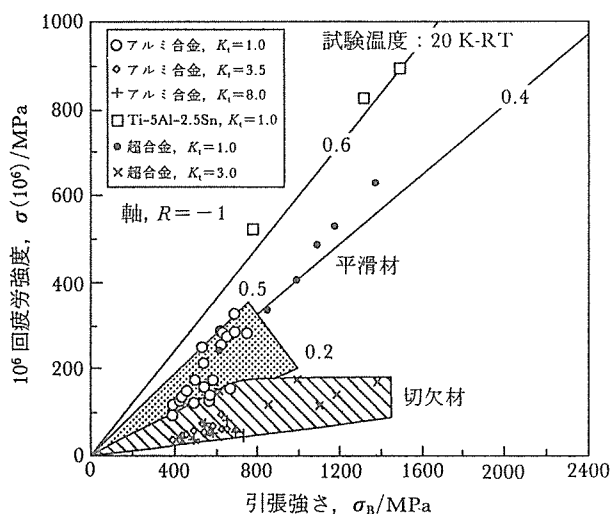


図8 軸荷重，応力比 -1 の場合の 10^6 回疲労強度と引張強さの関係。

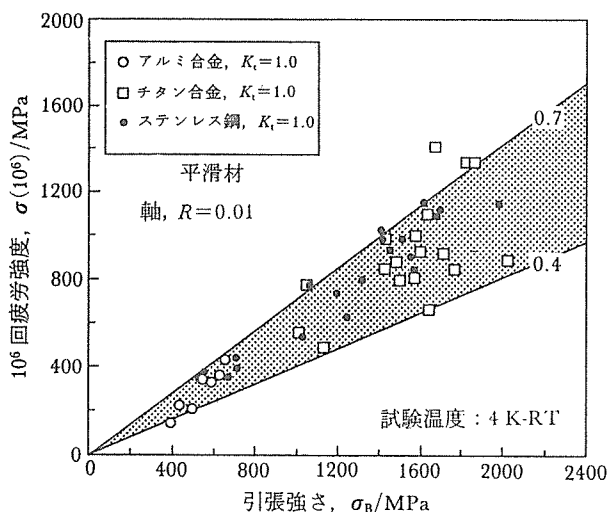


図9 軸荷重，応力比 0.01 の場合の 10^6 回疲労強度と引張強さの関係。

ケル鋼(9%Ni鋼)が傾き0.6の直線付近に分布しており，同一材料でみれば決してばらついていない。したがって，同じ材料における低温での疲労強度の上昇は低温での強度上昇によってもたらされたものと判断される。

(2) 材質の影響

強度レベルも材質因子の一つであるが，その影響の評価には二通りの仕方がある。一つは前項で述べた，ある材料に着目して温度変化に伴う強度変化と疲労強度変化の関係を求めることである。もう一つはある温度における各材料の強度と疲労強度の関係である。しかし，後者は本来他の材質因子(微視組織，粒径など)を一定して比較すべきものであり，単純な比較から結論を導きだすことはできない。

例えば，Ti-6Al-4V合金で不純物濃度レベルを変えた場

合，同一温度で比較すると低不純物量のものが強度は低いが疲労強度が高い場合が現れる。しかしこの場合も不純物量が疲労強度に影響を及ぼしているというより，微視組織しかも初析 α 粒径の影響が大きいと考察している。

強度レベルの影響を差し引いて他の材質因子の影響を評価するという意味では，前項で指摘した疲労強度/引張強さ比(直線の傾きは両者の比に等しい)が一般には同一材料では温度変化によらず一定である事実は非常に興味深い。ここではその比がそれぞれの材料にとって本質的なものというよりは，材質因子に依存すると考える。例えば何らかの手段で強度を上げた場合を想定して，測定データがもとの直線上にプロットされたならば疲労強度の上昇分は強度上昇によるものであり，直線より上に位置するようになれば疲労強度上昇にはほかの材質因子も寄与したと考えることができるようになる。逆に直線の下に変化すると疲労強度を低下させる材質因子の変化が生じたと推察できることになる。

図10はそのような検討例である。チタン合金のデータ(7本のS-N線図から得られたもの)は鍛造材，圧延材で分類することができる。すなわち同じ強度レベルでは圧延材の方が鍛造材より疲労強度が高いという結論(仮説)を得ることができる。これらのデータは全く同じ化学成分で製造履歴(鍛造材か，圧延材か)だけが異なる合金を含んでおり，両者の微視組織の違いが問題になる。室温のチタン合金の疲労強度が平均初析 α 粒径とホール・ペッチ型の関係にあるという報告⁽⁴²⁾があるが，鍛造材，圧延材の平均初析 α 粒径に顕著な違いは見られない⁽¹²⁾。しかし，前者では初析 α 粒が層状に整列している領域を作っているのに対して，後者ではそのような組織は熱間圧延によって破壊されて初析 α 粒がよく分散した組織になっている。これらでは初析 α 粒の割れが破壊の起点となっており，初析 α 粒の割れを引き起こすための転位の堆積長さ単位を考えると前者の組織では後者の何倍かの長い距離を想定できる。すなわち，前者の方がき裂発生に至りやすいと推察できる。以上が図10における両者の差の違いの説明とし

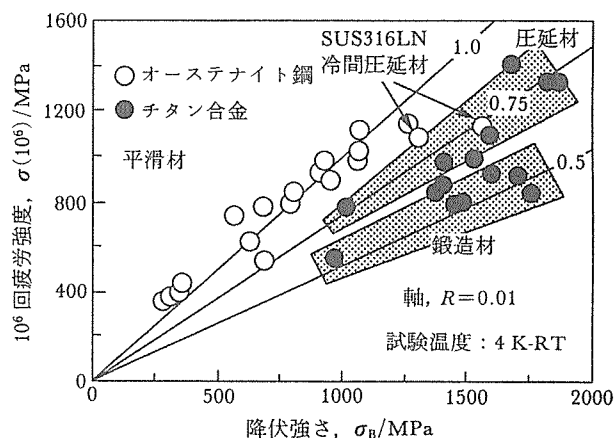


図10 材質依存性に基づく 10^6 疲労強度の検討。

て妥当とすれば、より短い堆積長さ単位を実現すれば疲労強度をいっそう上昇させることができることになる。

また20%冷間圧延を施した SUS316LN 鋼は他のオーステナイト鋼のデータを代表する直線から大きく下方に離れて位置している。これは、冷間圧延による強度付加が疲労強度改善に必ずしも有効でなかったことを意味し、表 1 に示したように内部き裂発生と対応している。これもき裂発生起点となった偏析部などを完全に除去するか微細分散できれば、より高い疲労強度を達成できる可能性を示唆することになる。

ところで図10では x 軸は降伏強さとなっているが、ここで検討している合金では降伏強さ/引張強さ比は温度にほとんど依存しないので本質はこれまでの図と変わりはない。しかし、合金毎にその比が違う点は指摘しておかなくてはならない。図10の積極的意味は材料の選択に有意義である点である。疲労強度が強度以外の材質因子にも依存するということになれば、よりよい材料選択には本図のような整理に基づいて判断する必要性が生じるであろう。

(3) 切欠きの影響

切欠き感受性を調べたいいくつかの研究がある⁽²⁾⁻⁽⁴⁾。それらに共通していることは、切欠き試験片の疲労強度は平滑試験片疲労強度に比べて大きく低下し、温度や強度にはほとんど依存しなくなることである。この傾向は長寿命側ほど顕著に現れる。そしてアルミ合金、チタン合金、高マンガンオーステナイト鋼、超合金など多くの種類の合金で確かめられている。図6から8にその一部が示されている。

この結果の解釈として、機械予き裂自体を「き裂」とみなして、これらの合金の高サイクル疲労においては「き裂発生」が疲労寿命を支配する過程であることを示す証拠という捉え方がある。約3前後の応力集中係数 K_t で疲労強度が下方に飽和するという結果からしても説得力のある解釈のように思われるが、若干の注意が必要である。

つまり、3章で説明した「ステージⅠ」型の発生き裂と機械予き裂とは全く性質が異なるということである。少なくとも機械予き裂先端からさらに「ステージⅠ」型のき裂が成長していないことを確認する必要がある。先端に「ステージⅠ」き裂が生成している場合にも結論は変わらないが、機械予き裂が「き裂発生」を容易にすることによって解釈の内容を変えることになる。

5. お わ り に

極低温高サイクル疲労における変形、破壊現象についての材料学的検討は以上に見てきたようにようやく端緒的な成果が得られた段階である。今後は各材質因子の影響をより精力的に調べていくことを前提として、(1)高強度材料もしくは延性-脆性遷移を示す材料における脆性クラッ

ク発生と疲労強度の関係、(2)転位が極低温においても wavy な場合と planar な場合との高サイクル疲労に及ぼす影響の違い、(3)強磁場中で特に重要であるが、相変態と高サイクル疲労の関係などの解明にも取り組んでいく必要があると考えられる。

文 献

- (1) K. Yoshida, H. Nakajima, K. Koizumi, M. Shimada, Y. Sanada, Y. Takahashi, E. Tada, H. Tsuji and S. Shimamoto: *Austenitic Steels at Low Temperatures*, Plenum Press, (1983), 29.
- (2) F. R. Schwarzberg *et al.*: *Cryogenic Materials Data Handbook*, AFML-TDR-64-286, (1970).
- (3) A. J. Nachtigall, S. J. Klima and J. C. Freche: *J. Mater.*, **3**(1968), 425.
- (4) 溝口孝遠, 山本 晋, 嶋田雅夫: 「超電導・極低温基盤技術の開発に関する研究(第Ⅱ期)報告書」, 未踏科学技術協会, (1987), 70.
- (5) 長井 寿, 緒形俊夫, 由利哲美, 石川圭介, 西村 孝, 溝口孝遠, 伊藤喜昌: 鉄と鋼, **72**(1986), 641.
- (6) K. Nagai, T. Yuri, T. Ogata, O. Umezawa, K. Ishikawa, T. Nishimura, T. Takashima T. Mizoguchi, Y. Ito and H. Ohyama: *ISIJ Intern.*, to be published.
- (7) 山利哲美, 長井 寿, 緒形俊夫, 梅澤 修, 石川圭介: *CAMP-ISIJ*, **2**(1989), 1372.
- (8) 山利哲美, 長井 寿, 石川圭介: *CAMP-ISIJ*, **1**(1988), 1417.
- (9) O. Umezawa, K. Nagai and K. Ishikawa: *Mater. Sci. Eng.*, **129A**(1990), 223.
- (10) O. Umezawa, K. Nagai, T. Yuri and K. Ishikawa: *Proc. the Sixth International Conference on Mechanical Behaviour of Materials*, Pergamon Press, (1991), in the press.
- (11) O. Umazawa, K. Nagai and K. Ishikawa: *Mater. Sci. Eng.*, **129A**(1990), 217.
- (12) 梅澤 修, 長井 寿, 石川圭介: 鉄と鋼, **76**(1990), 924.
- (13) *Handbook on Materials for Superconducting Machinery*, Metals and Ceramics Information Center, Battelle, Columbus Laboratory, (1977).
- (14) 緒形俊夫, 石川圭介, 長井 寿: 鉄と鋼, **71**(1985), 1390.
- (15) 緒形俊夫, 石川圭介, 長井 寿, 由利哲美: 鉄と鋼, **73**(1987), 160.
- (16) 柴田浩司: 鉄と鋼, **75**(1989), 213.
- (17) M. Klesnil and P. Lukas: 金属疲労の力学と組織学, 養賢堂, (1984).
- (18) P. Lukas and M. Klesnil: *Corrosion Fatigue*, Ed. O. F. Devereux, A. J. McEvily and R. W. Staehle, NACE, (1972), 118.
- (19) E. D. Levine: *Trans. Metall. Soc. AIME*, **236**(1966), 1588.
- (20) T. Tanaka and H. Conrad: *Acta Metall.*, **20**(1972), 1019.
- (21) M. P. Biget and G. Saada: *Philos. Mag. A*, **59**(1989), 747.
- (22) M. H. Yoo: *Metall. Trans. A*, **12**(1981), 409.
- (23) A. De Crecy, A. Bourret, S. Naka and A. Lasalmonie: *Philos. Mag. A*, **47**(1983), 245.
- (24) 箕西靖秀: 日本金属学会会報, **23**(1984), 515.
- (25) S. Naka, A. Lasalmonie, P. Costa and L. P. Kubin: *Philos. Mag. A*, **57**(1988), 717.
- (26) B. de Meester, M. Doner and H. Conrad: *Metall. Trans.*,

- 6A(1975), 65.
- (27) K. Okazaki and H. Conrad: *Titanium and Titanium Alloys* Ed. J. C. Williams and A. F. Belov, Plenum Press, (1982), 429.
- (28) 田上耕司, 岡崎謙二: 日本金属学会誌, **37**(1973), 307.
- (29) J. C. Williams, A. W. Thompson, C. G. Rhodes and J. C. Chesnutt: *Titanium and Titanium Alloys*, Ed. J. C. Williams and A. F. Belov, Plenum Press, (1982), 467.
- (30) D. A. Meyn and G. Sandoz: Trans. AIME, **245**(1969), 1243.
- (31) J. C. Williams and G. Luetjering: *Titanium '80 Science and Technology*, Ed. H. Kimura and O. Izumi, AIME, (1980), 671.
- (32) M. J. Blackburn and J. C. Williams: Trans. ASM, **62**(1969), 398.
- (33) N. E. Paton, J. C. Williams and G. P. Rauscher: *Titanium Science and Technology*, Plenum Press, **2**(1973), 1049.
- (34) 笹野久興, 木村啓造: 日本金属学会誌, **41**(1977), 933.
- (35) P. B. Hirsch, P. Partridge and R. L. Segallo: Philos. Mag., **4**(1959), 721.
- (36) R. K. Steele and A. J. McEvily: Engineering Fracture Mechanics, **8**(1976), 31.
- (37) D. F. Neal and P. A. Blenkinsop: Acta Metall., **24**(1976), 59.
- (38) J. Ruppen, P. Bhowal, D. Eylon and A. J. McEvily: Fatigue Mechanisms, ASTM STP 675(1978), 47.
- (39) A. Atrens, W. Hoffelner, T. W. Duerig and J. E. Allison: Scripta Metall., **17**(1983), 601.
- (40) T. Yuri, K. Nagai and K. Ishikawa: ISIJ Intern., **30**(1990), 639.
- (41) H. Kitagawa, S. Takahashi, C. M. Suh and S. Miyashita: Fatigue Mechanisms, ASTM STP 675 (1978), 420.
- (42) J. J. Lucas: *Titanium Science and Technology*, Proc. 2nd Intl. Conf., Plenum Press, (1973), 2081.

III 研究発表リスト

<発表論文>

- 1) 極低温疲れ試験装置の概要と運転状況, 緒形俊夫, 石川 圭介, 平賀啓二郎, 長井寿, 中曽根祐司, 由利 哲美, 鉄と鋼, 71 (1985) 236.
- 2) Fatigue Testing at 4K with Helium Recondensation System, Nagai, K, Yuri, T and Ishikawa, K, Advances in Cryogenic Engineering Materials, 32 (1986) 329.
- 3) ヘリウム再凝縮冷凍システムを備えた4 Kでの疲れ試験装置と疲れ試験, 由利哲美, 緒形俊夫, 長井寿, 石川圭介, 低温工学, 21 (1986) 163.
- 4) 液体ヘリウム温度におけるTi-5Al-2.5Sn ELI合金の疲れ破壊, 長井寿, 緒形俊夫, 由利哲美, 石川圭介, 西村孝, 溝口孝遠, 32 鉄と鋼, 72(1986) 641.
- 5) A New Liquid Helium Temperature Fatigue Testing System, Ogata,T, Ishikawa, K, Transactions of ISIJ, 26 (1986) 48.
- 6) 極低温くり返し応力下での金属材料の温度上昇と変形挙動, 緒形俊夫, 石川圭介, 長井 寿, 由利 哲美, 鉄と鋼, 73 (1987) 160.
- 7) Fatigue Fracture of Ti-5Al-2.5Sn ELI Alloy at Liquid Helium Temperatures, Nagai, K, Ogata,T, Yuri, T, Ishikawa, K, Nishimura,T, Mizoguchi,T, and Ito,Y, Transactions of ISIJ, 27 (1987) 376.
- 8) 極低温におけるチタン合金の疲れ特性, 長井 寿, 配管技術, 29 (1987) No.15, 124.
- 9) A286合金溶接材の4Kおよび300Kにおける機械的性質と低サイクル疲労強度, 平賀啓二郎, 緒形俊夫, 長井寿, 由利哲美, 石川圭介, 吉岡純男, 井上彰夫, 高柳貞男, 鉄と鋼, 73 (1987) 1770.
- 10) Fatigue Strength of Alloy A286 at Cryogenic Temperature, Inoue, A, Yoshioka, S, Takayanagi, S, Hiraga, K, Ogata, T, Nagai, K, Yuri, T, and Ishikawa, K, Fatigue 87, 1 (1987) 547.
- 11) Ti-5Al-2.5Sn ELI 合金の極低温高サイクル疲労におけるき裂の内部発生, 梅澤修, 長井寿, 石川圭介, 鉄と鋼, 75 (1989) 159.
- 12) Low Cycle Fatigue and Other Mechanical Properties of Aged 316LN Stainless Steel at Liquid Helium Temperature, Ogata,T, Ishikawa,K, Nagai,K, Umezawa,O, and Yuri,T, Advances in Cryogenic Engineering Materials, 36 (1990) 1249.
- 13) Transmission Electron Microscopy Study of High Cycle Deformation in Ti-5Al-2.5Sn Extra-Low Interstitial Alloy at Cryogenic Temperatures, Umezawa,O, Nagai,K, and Ishikawa, K, Mat. Sci. Eng. A129 (1990) 223.
- 14) Subsurface Crack Initiation in High Cycle Fatigue of Ti-5Al-2.5Sn Extra-Low Interstitial Alloy at Liquid Helium Temperature, Umezawa,O, Nagai, K, and Ishikawa, K, Mat. Sci. Eng. A129 (1990) 217.
- 15) Internal Crack Initiation in High Cycle Fatigue of Ti-6Al-4V Alloys at Cryogenic Temperatures, Umezawa,O, Nagai, K, and Ishikawa, K, Proc. 4th Int. Conf.on Fatigue and Fatigue Thresholds, (1990), Hawaii, 267.

- 16) Ti-6Al-4V 合金の極低温高サイクル疲労における内部き裂の発生,
梅澤修, 長井寿, 石川圭介, 鉄と鋼, 76 (1990) 924.
- 17) Fatigue and Fracture of Ti- Alloys at Cryogenic Temperatures, Nagai, K, Yuri,T,
Umezawa,O, and Ishikawa,K, Proceedings of 11th International Conference on Magnet
Technology, (1989),Tsukuba, IEE Japan, 754.
- 18) Cryogenic Mechanical Properties of Ti-6Al-4V Alloys with Three Levels of Oxygen Content,
ISIJ International, 31 (1991) 882.
- 19) Fatigue Properties of Titanium Alloys in Liquid Helium, Ishikawa, K, Nagai, K,
Umezawa, O, Yuri, T, Ogata, T, JSME International Journal, Series 1, 34 (1991) 347.
- 20) High Cycle Fatigue of Some Austenitic Steels,
Nagai, K, Yuri, T, Umezawa, O, Ogata, T, Ishikawa, K,
Proceedings of International Conference on Stainless Steels, (1991), Chiba, ISIJ, 465.
- 21) Subsurface Crack Initiation in High Cycle Fatigue of 0.1N-32Mn-7Cr Steel at Cryogenic
Temperature, Umezawa,O, Nagai, K, Yuri, T and Ishikawa, K,
Proceedings of 6th International Conference on Mechanical Behaviour of Materials, (1991),
Kyoto, Pergamon Press, vol. 4 (1991) 301.
- 22) 極低温疲労試験装置と運転結果,
由利哲美, 長井寿, 緒形俊夫, 梅澤修, 石川圭介, 低温工学, 26 (1991) 184.
- 23) 極低温疲労試験における試験片の温度上昇と試験条件,
緒形俊夫, 石川圭介, 長井寿, 由利哲美, 梅澤修, 低温工学, 26 (1991) 190.
- 24) 極低温構造材料の高サイクル疲労特性,
長井寿, 由利哲美, 梅澤修, 緒形俊夫, 石川圭介, 低温工学, 26 (1991) 255.
- 25) 極低温高サイクル疲労における内部き裂発生,
梅澤修, 長井寿, 由利哲美, 緒形俊夫, 石川圭介, 低温工学, 26 (1991) 263.
- 26) 極低温高サイクル疲労における変形と破壊,
長井寿, 梅澤修, 石川圭介, 日本金属学会会報, 30 (1991) 669.

口頭発表

- 1) 低温用チタン合金 (Ti-5Al-2.5Sn ELI) の極低温における疲労特性,
長井寿, 石川圭介, 溝口孝遠, 伊藤喜昌, 日本金属学会, 1983.10
- 2) 極低温疲れ試験装置の概要と運転状況, 緒形俊夫, 石川圭介, 平賀啓二郎,
長井寿, 中曾根祐司, 由利哲美, 日本鉄鋼協会, 1984. 4
- 3) Ti-5Al-2.5Sn ELI合金溶接材の極低温における機械的性質,
長井寿, 石川圭介, 溝口孝遠, 伊藤喜昌, 日本金属学会, 1984.10
- 4) 液体ヘリウム温度におけるTi-5Al-2.5Sn ELI材の疲れ破壊, 長井寿, 緒形俊夫,
由利哲美, 石川圭介, 西村孝, 溝口孝遠, 伊藤喜昌, 日本鉄鋼協会, 1985. 4
- 5) Fatigue Testing at 4K with Helium Recondensation System,
Nagai,K, Yuri,T and Ishikawa,K, ICMC, 1985. 8
- 6) 極低温繰返し応力下での試験片の温度上昇,
緒形俊夫, 石川圭介, 長井寿, 由利哲美, 日本鉄鋼協会, 1985.10
- 7) A286合金溶接材の4 Kおよび300 Kにおける機械的性質と低サイクル疲労強度,
平賀啓二郎, 石川圭介, 太刀川恭治, 吉岡純夫, 井上彰夫, 高柳貞敏,
日本鉄鋼協会, 1986. 4
- 8) 極低温におけるチタン合金の破壊特性と破面,
石川圭介, 緒形俊夫, 長井 寿, 由利哲美, 日本機械学会, 1986. 6
- 9) Fatigue Strength of Alloy A286 at Cryogenic Temperature, Inoue,A, Yoshioka,S,
Takayanagi,S, Hiraga,K, Ogata,T, Nagai,K, Yuri,T, and Ishikawa,K, Fatigue 87, 1987
- 10) Ti-5Al-2.5Sn ELI合金の極低温における繰返し変形組織,
梅澤修, 長井 寿, 石川圭介, 日本鉄鋼協会, 1987.10
- 11) 酸素・鉄濃度を減じたTi-6Al-4V合金の極低温疲労寿命特性, 長井寿, 梅澤修,
由利哲美, 緒形俊夫, 石川圭介, 伊藤喜昌, 西村孝, 日本鉄鋼協会, 1987.10
- 12) Ti-5Al-2.5Sn ELI合金における疲労き裂内部発生の微視組織的成因,
梅澤修, 長井寿, 石川圭介, 日本鉄鋼協会, 1988.11
- 13) Ti-6Al-4V合金の極低温高サイクル疲労におけるき裂の内部発生,
梅澤修, 長井寿, 石川圭介, 日本鉄鋼協会, 1988.11
- 14) 冷間圧延および鋭敏化処理を施したSUS316LNの極低温における
高サイクル疲労特性, 由利哲美, 長井寿, 石川圭介, 日本鉄鋼協会, 1988.11
- 15) オーステナイト系ステンレス鋼の極低温での繰返しひずみ試験における温度上昇,
緒形俊夫, 梅澤修, 石川圭介, 由利哲美, 日本鉄鋼協会, 1988.11
- 16) 液体ヘリウム中におけるTi-5Al-2.5Sn ELI合金の疲労変形,
梅澤修, 長井寿, 石川圭介, 低温工学会, 1989. 5
- 17) Low Cycle Fatigue and Other Mechanical Properties of Aged 316LN Stainless Steel at Liquid
Helium Temperature,
Ogata,T, Ishikawa,K, Nagai,K, Umezawa,O, and Yuri,T, ICMC, 1989. 7
- 18) Fatigue and Fracture of Ti- Alloys at Cryogenic Temperatures,

- Nagai, K, Yuri, T, Umezawa, O, and Ishikawa, K, MT-11, 1989. 8
- 19) 高マンガン鋼の極低温における高サイクル疲労特性,
由利哲美, 長井寿, 緒形俊夫, 梅澤修, 石川圭介, 日本鉄鋼協会, 1989.10
- 20) Ti-6Al-4V合金の極低温疲労における微小き裂の発生,
梅澤修, 長井寿, 石川圭介, 日本金属学会, 1989.10
- 21) Specimen Heating Behavior of Austenitic Steels during Fatigue Testing in Liquid Helium,
Ogata, T and Umezawa, O, TMS, 1990. 2
- 22) Internal Crack Initiation in High Cycle Fatigue of Ti-6Al-4V Alloys at Cryogenic
Temperatures, Umezawa, O, Nagai, K, and Ishikawa, K, Fatigue 90, 1990. 7
- 23) Internal Crack Initiation in High Cycle Fatigue at Cryogenic Temperatures,
Nagai, K, Umezawa, O, Yuri, T and Ishikawa, K, ICAMP 90, 1990. 8
- 24) 極低温におけるFe-Ni-Mn-Cr系 γ' 強化型合金の機械的性質および高サイクル
疲労特性, 由利哲美, 長井寿, 梅澤修, 緒形俊夫, 石川圭介, 日本鉄鋼協会, 1990.10
- 25) 0.1N-32Mn-7Cr 鋼の極低温疲労における内部き裂発生と変形組織,
梅澤修, 長井寿, 由利哲美, 石川圭介, 日本金属学会, 1990.10
- 26) 極低温疲れ試験計画と将来性,
石川圭介, 緒形俊夫, 長井寿, 由利哲美, 梅澤修, 低温工学・超電導学会, 1990.11
- 27) 極低温疲れ試験装置と運転結果,
由利哲美, 長井寿, 緒形俊夫, 梅澤修, 石川圭介, 低温工学・超電導学会, 1990.11
- 28) 極低温疲れ試験における試験片の温度上昇と試験条件,
緒形俊夫, 石川圭介, 長井寿, 由利哲美, 梅澤修, 低温工学・超電導学会, 1990.11
- 29) 金属材料の極低温疲れ特性,
長井寿, 由利哲美, 梅澤修, 緒形俊夫, 石川圭介, 低温工学・超電導学会, 1990.11
- 30) 高強度金属材料の極低温疲労破壊機構,
梅澤修, 長井寿, 由利哲美, 緒形俊夫, 石川圭介, 低温工学・超電導学会, 1990.11
- 31) High Cycle Fatigue of Some Austenitic Steels,
Nagai, K, Yuri, T, Umezawa, O, Ogata, T, Ishikawa, K, Stainless Steels '91, 1991.6
- 32) High-Cycle Fatigue Properties of Titanium Alloys at Cryogenic Temperatures,
Umezawa, O, Nagai, K, Yuri, T, Ogata, T and Ishikawa, K, ICMC 91, 1991.6
- 33) Deformation Structures in High-Cycle Fatigue of 0.1N-32Mn-7Cr at Cryogenic Temperatures,
Umezawa, O and Ishikawa, K, ICMC 91, 1991.6
- 34) Subsurface Crack Initiation in High Cycle Fatigue of 0.1N-32Mn-7Cr Steel at Cryogenic
Temperature, Umezawa, O, Nagai, K, Yuri, T and Ishikawa, K,
International Conference on Mechanical Behaviour of Materials, 1991. 8
- 35) 冷間圧延および鋭敏化処理を施したSUS347の極低温における機械的性質,
由利哲美, 長井寿, 梅澤修, 緒形俊夫, 石川圭介, 日本鉄鋼協会, 1991.10