

組織制御を施した素粉末混合法 Ti-5Al-2.5Fe 合金の製造とその機械的性質

論文

萩原 益夫*・海江田義也*²・河部 義邦*
三浦 伸*³・平野 忠男*³・長崎 俊介*⁴

Production of Ti-5Al-2.5Fe Alloys by the Blended Elemental Method with Microstructural Modification and Their Mechanical Properties

Masuo HAGIWARA, Yoshinari KAIEDA, Yoshikuni KAWABE,
Shin MIURA, Tadao HIRANO and Shunsuke NAGASAKI

Synopsis:

The aim of the present investigation was to produce highly fatigue tolerant P/M Ti-5Al-2.5Fe by the microstructure-controllable Blended Elemental (BE) method, in which as-sintered preforms are quenched from the beta phase region prior to HIP'ing. An extra low chlorine titanium powder and a 53.6Al-26.3Fe-21.1Ti master alloy powder were used as starting materials. The microstructure consisted of fine alpha-beta two phase structure with massive alpha phase at grain boundaries (GB). The highest fatigue strength at 10^7 cycles, 60 kgf/mm², was obtained for the compacts HIP'ed at 850°C, which was equal to that reported for Ti-6Al-4V compacts produced by the same method. However, the fatigue ratio at 10^7 cycles was lower and the scatter of the fatigue data was larger. The examination of the fatigue crack initiation sites by the precision sectioning method revealed that the lower fatigue life was related to the fracture along GB α boundary. The fatigue crack initiation sites were always in the interior of the specimens. Independent of the stress level, the initiation site was located at about the same depth (100~200 μ m) below the surface, indicating maximum zone of tensile stress in these regions.

Key words: Ti-5Al-2.5Fe; powder metallurgy; blended elemental method; extra low chlorine powder; fatigue strength; internal crack initiation; precision sectioning method.

1. 緒 言

チタン粉末冶金の一手法である素粉末混合法は、純チタン粉末と母合金粉末との混合、圧粉成形、焼結、熱間静水圧プレス (HIP) などのプロセスによりチタン合金を製造するものである。近年、素粉末混合法チタン合金の疲労特性について詳細な金属組織学的検討が行われるようになり、その結果、優れた疲労特性を得るためには、(1)極低塩素純チタン粉末を使用して合金中に残留する塩化物を極めて少量に低減すること、(2)金属組織を微細な組織に制御すること、の両者が重要であることが判明した^{1)~4)}。

報告者らは、先に、組織制御法の一手法として従来の製造法とは異なる新しい素粉末混合法を開発した^{5)~7)}。

この新製造法 (以後、組織制御素粉末混合法と呼ぶことにする) は、真空焼結合金を β 単相域から水焼入れしてマルテンサイト組織としたのち α - β 2 相域で熱間静水圧プレス (HIP) 処理するもので、金属組織は、前 β 粒径は比較的小さい、マッシュな粒界 (GB) α 相は存在しない、粒内はアスペクト比の小さい針状の α 相よりなる微細な 2 相組織である、という特徴を有する。本組織制御法では、真空焼結合金中に存在する気孔が組織の微細化に重要な役割を果たしている。溶解法合金のように密度比 100% の合金を β 単相域に保持すると結晶粒は著しく粗大化するが、気孔がある場合には、これら気孔が粒界の移動を阻止するために真空焼結時の比較的小さな粒寸法が維持される。その結果、水焼入れによって微細なマルテンサイト組織が得られ、2 相域で HIP 処

昭和 63 年 11 月本会講演大会にて発表 平成 2 年 4 月 19 日受付 (Received Apr. 19, 1990)

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

*² 金属材料技術研究所 工博 (National Research Institute for Metals)

*³ 昭和電工(株)秩父研究所 (Chichibu Research Laboratory, Showa Denko K. K.)

*⁴ 昭和タイタニウム(株)製造部 (Technical Department, Showa Titanium Co., LTD.)

理した際には、このマルテンサイト組織は微細な2相組織へと変態する。Ti-6Al-4V合金を、極低塩素純チタン粉末を出発原料とし、組織制御素粉末混合法を用いて製造した場合には、溶解法合金のデータ幅の上限に位置するような極めて優れた疲労特性が得られた。

Ti-5Al-2.5Fe合金は、最も代表的なチタン合金であるTi-6Al-4V合金と同等な優れた機械的特性を持つ α - β 型の高強度チタン合金である。Vの代わりに安価なFeを用いることによる経済的な利点と共に、生体に対して毒性を示す元素を含まないことから、生体材料としての用途も期待されている⁸⁾。

本研究は、このTi-5Al-2.5Fe合金を組織制御素粉末混合法により製造することを目的とし、その製造条件と製造した材料の機械的性質について検討した。また、特に本研究では、精密切断 (Precision sectioning) の手法を用いて疲労起点部のファセットと下地の金属組織とを同時に観察することを試み、このような観察により得られた知見及び疲労試験結果に基づいて、疲労き裂の発生機構、疲労強度に及ぼすGB α の影響、などについて検討した。

2. 実験方法

本実験では、原料チタン粉末として極低塩素チタン粉末 (Cl<10 ppm, 0~1 600 ppm) を使用した。母合金粉末は、母合金元素をアーク溶解して母合金ボタンとし、それを粉砕して製造した。両粉末とも100メッシュ篩下の粒度を用いた。これら粉末をV型混合機により混合し、この混合粉末を機械プレスで10×55×12 mmの角材に成形した。真空焼結は、 10^{-6} torr以下の高真空中で行った。

製造条件の検討については、母合金の製造、成形圧力の影響、焼結温度・時間の影響について調べた。次に、製造した合金について、金属組織観察、引張試験、疲労試験を行った。引張試験は直径3.5 mm、平行部16 mmの平滑丸棒引張試験片を用いて、歪み速度 $\dot{\epsilon}=5.2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ の条件で、また、疲労試験は、電磁共振型疲労試験機を用いて、断面積10 mm²、平行部14 mmの平滑丸棒疲労試験片を周波数 $f=80 \text{ Hz}$ 、応力比 $R=0.1$ の条件で試験した。精密切断法は前報⁹⁾で示した方法と全く同じである。

3. 実験結果及び考察

3.1 製造条件の検討

3.1.1 母合金の製造

素粉末混合法において、母合金の組成、母合金同士の

組合せはいくつか考えられるが、通常は単に合金化元素をひとまとめにし母合金とする。例えば、Ti-6Al-4Vでは、6Al-4V (60% Al-40% V) の母合金を作り、その粉末と純チタン粉末とを10:90の比率で混合し出発原料とする。しかしながら、Ti-5Al-2.5Fe合金の場合には、5Al-2.5Fe (67% Al-33% Fe) 母合金は粉砕できず、母合金粉末の製造は不可能であった。Fig. 1のAl-Fe系状態図¹⁰⁾によると、5Al-2.5Feは α -Alと θ (Al₃FeあるいはAl₁₃Fe₄) の2相組織である。 θ 相は非常に脆いが、柔らかい α -Alの存在が、母合金の粉砕を不可能にしているのである。

本研究では、5Al-2.5FeにTiを添加すれば、母合金組成は脆い金属間化合物相のみが存在する組成へと移行し、その結果、粉砕は簡単に行えるのではないかと考えた。そこで、5Al-2.5Fe- x Ti ($x=1, 2, 3, 4, 5, 6$) の6種類の合金をアーク溶解にて溶製し、母合金の粉砕性を調べた。

$x=1, 2, 3, 4$ の合金では、いずれも粉砕は可能であった。 $x=5$ では粉砕は極めて難しく、 $x=6$ では全く不可能となった。これらの結果及び純チタン粉末との配合比率などを考慮して、本研究では、5Al-2.5Fe-2Ti (53.6% Al-26.3% Fe-21.1Ti) を母合金組成と決めた。従って、母合金粉末と純チタン粉末とは9.5:90.5の比率で混合した。

3.1.2 成形圧力の影響

一般に成形圧力は、金型寿命の点からは低い方が望ましい。反面、成形圧力が低すぎると密度は十分に上がらず、最終的なHIP処理後に密度比100%材が得られないことになる。そこで必要十分な成形圧力を知るため、成形圧力を1.8~7.3 t/cm²としたときの成形体、焼結体およびHIP材の密度を調べた。

成形圧力に対する成形体、焼結体及びHIP材の密

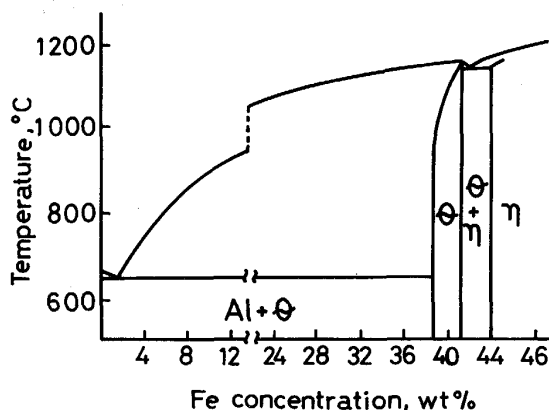


Fig. 1. Schematic equilibrium of the Al-rich end of the Al-Fe system¹⁰⁾.

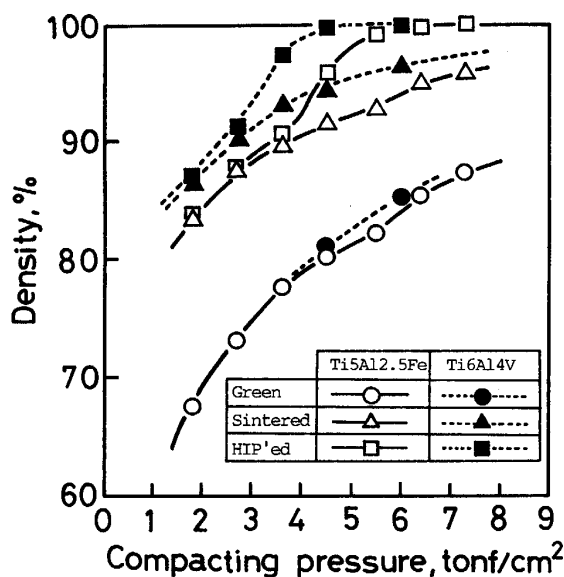


Fig. 2. Effect of compacting pressure on green density, sintered density and HIP'ed density for Ti-5Al-2.5Fe and Ti-6Al-4V. Sintering was done at 1250°C for 3.5 h and HIP'ing for 3 h at 850°C and 1 000 atm.

度比（溶解材の密度を 100% とした場合の相対密度）を Fig. 2 に示す。なおこの図において、真空焼結は 1250°C/210 min の条件を、また HIP 処理は 850°C/180 min/1 000 atm の条件を用いた。成形体密度すなわち機械プレスしたままの状態における密度は、Ti-5Al-2.5Fe 及び Ti-6Al-4V と同じであり成形性の違いは認められない。しかしながら、焼結後の密度には違いが現れ、例えば、6 tf/cm² の一定圧力でプレスした場合と比較すると、Ti-5Al-2.5Fe では焼結体の密度比は 92% であり、Ti-6Al-4V の 95% と比較して低い値となっている。両合金とも焼結体の密度比が 95% を超えると HIP 処理により密度比 100% の材料が得られた。密度比 95% が得られる成形圧力は、Ti-6Al-4V では 6 tf/cm² で十分であるのに対して、Ti-5Al-2.5Fe では 7 tf/cm² 以上が必要である。

3.1.3 焼結温度・時間の影響

真空焼結は、材料の汚染を抑えるという意味から、できるだけ低温、短時間で行うことが望ましい。本研究では、所定の焼結体密度を得るために必要な最低の焼結温度あるいは時間を知るために、7.3 tf/cm² の圧力でプレスした成形体を 950~1 350°C の温度範囲で焼結し、その焼結体の密度を調べた。

Fig. 3 は、焼結温度と焼結後の密度比との関係を示したもので、白丸は各温度で 210 min 保持した場合、黒丸は 120 min 保持した場合である。HIP により密度比 100% の材料を得るために必要な焼結材の密度比 95%

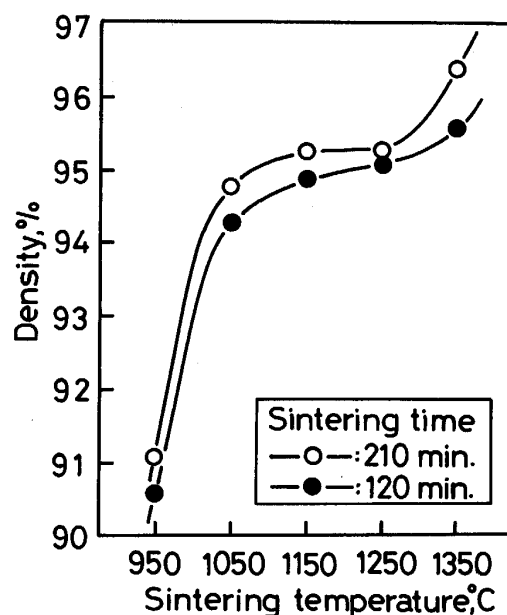


Fig. 3. Effect of sintering temperature and time on the sintered density for Ti-5Al-2.5Fe. Green compacts pressed to 87% density were used.

は、210 min 保持の場合に 1 150°C での焼結で、また 120 min 保持の場合には 1 250°C での焼結で達成される。Ti-6Al-4V では、通常、6 tf/cm² の圧力でプレスし、1 250~1 300°C/210 min の条件で焼結が行われている。これと比較すると、Ti-5Al-2.5Fe では、プレス圧が 7.3 tf/cm² と高い場合には、150°C ほど低温側で、あるいは、焼結温度が同じ場合にはより短時間での焼結が可能と思われる。

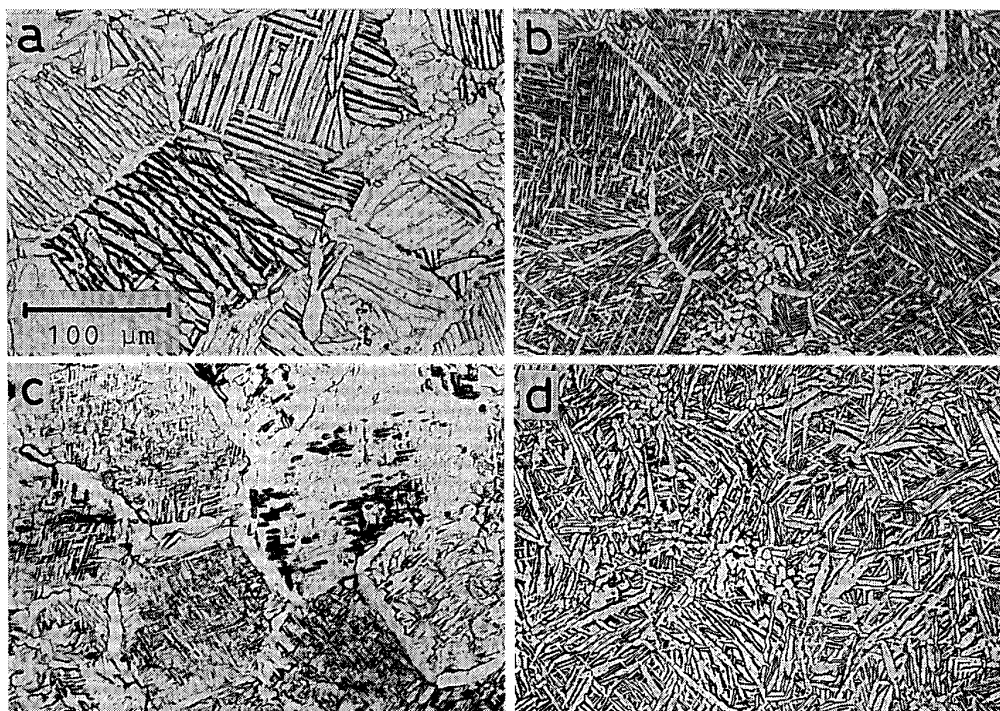
210 min, 120 min 共、1 350°C の焼結で密度が大きく向上した。これは、母合金の融点がこの付近にあることから、母合金の溶融により液相焼結が行われた可能性がある。

3.2 機械的性質

機械試験に供した合金は、機械プレス成形、真空焼結温度/時間、マルテンサイト化熱処理温度/時間、HIP 圧力/時間をそれぞれ 7.3 tf/cm², 1 250°C/210 min, 1 050°C/15 min, 1 000 atm/180 min の条件を用いて製造したものである。また、金属組織並びに機械的特性に及ぼす HIP 温度の影響を調べるために、HIP 処理は 815, 850, 930°C の 3 温度で行った。なお、このような条件で製造した合金の塩素、酸素及び水素含有量はそれぞれ 10 ppm 以下、約 2 500 ppm, 約 50 ppm であった。また本合金の α - β / β 変態温度 (β -transus) は約 965°C であった。

3.2.1 金属組織

Photo. 1 に、従来法で製造した合金（従来法合金と



a: Ti-5Al-2.5Fe produced by the conventional BE method HIP temperature = 815°C
 b: Ti-5Al-2.5Fe produced by the microstructure-controllable BE method HIP temperature = 850°C
 c: Ti-5Al-2.5Fe produced by the microstructure-controllable BE method HIP temperature = 930°C
 d: Ti-6Al-4V produced by the microstructure-controllable BE method HIP temperature = 930°C

Photo. 1. Microstructures of Blended Elemental (BE) Ti-5Al-2.5Fe and Ti-6Al-4V.

略す) 及び組織制御素粉末混合法で製造した合金 (組織制御合金と略す) の金属組織を示す。また、比較のために、組織制御素粉末混合法 Ti-6Al-4V の金属組織も示す。従来法合金 (Photo. 1a) では、粒内には α 相が層状に配列したいわゆるコロニー組織が、また粒界には $GB\alpha$ 相が存在しており、粗い金属組織となっている。従来法においては、HIP 処理の役割は基本的には気孔の圧着だけであり、金属組織は真空焼結後の冷却時に現れる組織がそのまま残されることになる。それに対して組織制御合金 (Photo. 1b 及び 1c) では、金属組織は微細化されており、また、微細化の程度は HIP 処理温度が低いほど顕著である。

このような組織制御合金の金属組織を先に報告した Ti-6Al-4V のそれ (Photo. 1d) と比較してみると、大きな差異は $GB\alpha$ 相が明瞭に形成されるか否かであろう。Ti-5Al-2.5Fe では、 $GB\alpha$ 相は旧 β 粒界を縁どる形で連続的な輪のように形成されている。特に、930°C HIP 材ではマッシュな形態を呈している。一方、Ti-6Al-4V においても 930°C で HIP 処理した場合には $GB\alpha$ 相は形成されるが、連続的ではなく、その長さ、幅は粒内の α 相のそれとほぼ同じであり、光学顕微鏡組織の上で両者を区別することは極めて難しい^{4)~7)}。

両合金のこのような金属組織の差は、両合金の β 相

安定度の差に起因したものであろう。鉄もバナジウムもチタンの高温相である bcc β 相を安定にする元素であるが、 β 相の安定度を示す目安である (1) 式の Mo 当量式¹¹⁾ からみかわるように、両元素の β 相安定化能は大きく異なり、鉄はバナジウムと比べて β 相を著しく安定にする。

$$\text{Mo 当量} = \text{Mo} + 0.8\text{V} + 1.5\text{Cr} + 1.85\text{Mn} + 3\text{Fe} \cdots (1)$$

そのため Ti-5Al-2.5Fe では、合金中での β 安定化元素含有量が Ti-6Al-4V よりも少ないにもかかわらず、 β 相域がより拡大した合金となっている。このことは、本合金の β -transus 温度が Ti-6Al-4V のそれ (約 1000°C) よりも低温側に存在することからも理解できる。その結果、本合金では Ti-6Al-4V と比較して α 相の量比は小さく、また α 相の析出の駆動力も小さいため、 β 単相域から焼き入れた後一定温度に保持した場合には、 α 相は粒界に優先的に析出して明瞭な $GB\alpha$ 相を形成し、次いで粒内 α 相の析出が開始したと考えられる。

3.2.2 引張試験

引張試験の結果を Table 1 にまとめて示す。また比較のために素粉末混合法 Ti-6Al-4V の結果も合わせて示す。焼結のままの引張特性は、0.2% YS (降伏強さ) = 81 kgf/mm², UTS (最大引張強さ) = 87 kgf/mm², El

Table 1. Summary of mechanical tests.

	0.2% YS (kgf/mm ²)	UTS (kgf/mm ²)	El (%)	RA (%)	σ_f at 10 ⁷ (kgf/mm ²)	σ_f /UTS
Ti-5Al-2.5Fe						
As-P and S	81	87	3	8		
P and S+815°C HIP	90	99	18	35	45	0.45
P and S+850°C HIP	95	103	13	31		
P and S+HT+815°C HIP	98	106	17	35	56	0.52
P and S+HT+850°C HIP	103	109	18	36	60	0.55
P and S+HT+930°C HIP	93	102	15	25	50	0.49
Ti-6Al-4V						
As-P and S	80	89	10	15		
P and S+930°C HIP	85	94	14	36	42	0.45
P and S+HT+930°C HIP	88	97	15	42	60	0.62

HT : Water quenching of sintered preform from the beta phase region P and S : Press and Sinter

(伸び)=3%, RA(絞り)=8%で、真空焼結のままの Ti-6Al-4V と比べ強さは変わらないものの延性で劣っている。組織制御合金(850°C HIP 材)では、0.2% YS = 103 kgf/mm², UTS = 109 kgf/mm², El = 18%, RA = 36% が得られ、従来法合金(815°C HIP 材及び 850°C HIP 材)と比較すると、0.2% YS 及び UTS とともに 10 kgf/mm² 前後高くなっている。また組織制御合金(850°C HIP 材)を同一製造法の Ti-6Al-4V と比較すると、同程度の延性値で、UTS は 12 kgf/mm² 高くなっている。

3.2.3 疲労試験

各製造法合金の疲労試験結果を Fig. 4~6 に示す。従来法合金 (Fig. 4) では、特に 10⁵ 回以上のサイクル域で疲労強度が大きく低下している。10⁷ 回における疲労強度は 45 kgf/mm² であり、またこれを UTS で規格化した疲労強度比は 0.45 である。組織制御素粉末混合法では、3 温度で HIP 処理した材料について特性を調べた。815°C と低い温度で HIP 処理したのは、より微細な組織を出現させ特に高い高サイクル疲労強度の達成を意図したものであるが、850°C HIP 材 (Fig. 5) と大差のない結果を示した。850°C HIP 材では、10⁵ 回以下のサイクル域では従来法と同じ疲労強度を示しているが、10⁶ 回以上の高サイクル域では特性は大幅に改善され、10⁷ 回における疲労強度は 60 kgf/mm² であり、また疲労強度比は 0.55 と高く、組織微細化の効果が明瞭に表れている。930°C HIP 材 (Fig. 6) では、粗い組織に対応して全サイクル域で疲労強度は低く特性改善の効果は明瞭には認められない。

以上のような Ti-5Al-2.5Fe に関する疲労試験の結果を、Ti-6Al-4V の結果^{5)~7)}と比較すると、二、三異なる点がある。まず、特に組織制御合金においてデータのばらつきが目立つことであり、Ti-6Al-4V とほぼ同等の高い強度を示しているデータがある反面、極めて低強度のデータ点も多数存在している。また、850°C HIP 材での 10⁷ 回における疲労強度は Ti-6Al-4V と同じであ

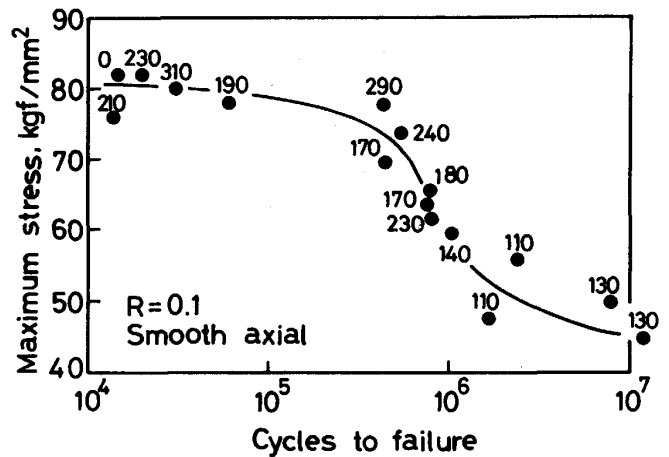


Fig. 4. Smooth fatigue data for Ti-5Al-2.5Fe produced by the conventional BE method. HIP temperature = 815°C. Figures attached to each data point show distance (μm) of fatigue crack initiation site from the specimen surface.

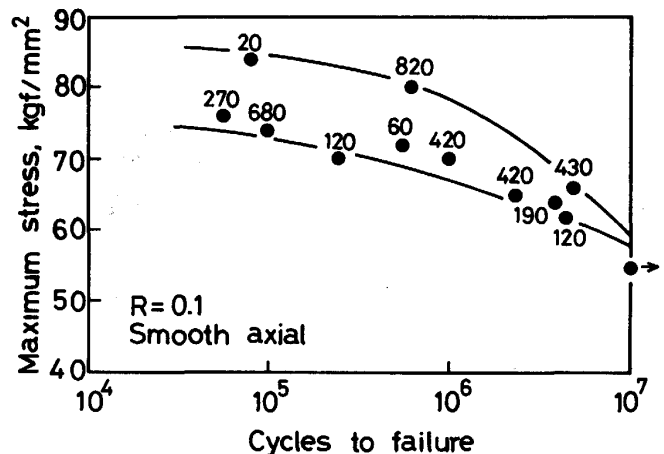


Fig. 5. Smooth fatigue data for Ti-5Al-2.5Fe produced by the microstructure-controllable BE method. HIP temperature = 850°C. Figures attached to each data point show distance (μm) of fatigue crack initiation site from the specimen surface.

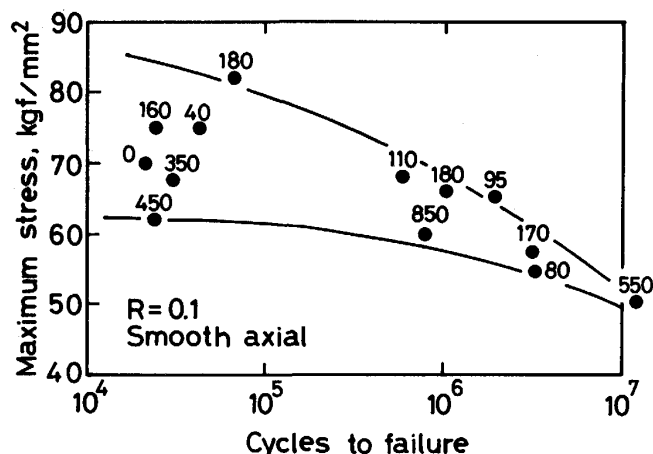
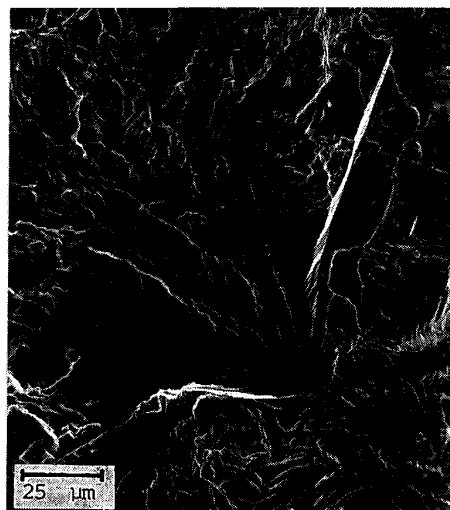


Fig. 6. Smooth fatigue data for Ti-5Al-2.5Fe produced by the microstructure-controllable BE method. HIP temperature = 930°C. Figures attached to each data point show distance (μm) of fatigue crack initiation site from the specimen surface.



HIP temperature = 815°C Maximum stress = 60 kgf/mm²
 $N_f = 1.0 \times 10^6$ cycles

Photo. 2. Across-colony-shear fatigue crack initiation in Ti-5Al-2.5Fe produced by the conventional BE method.

るが、疲労強度比は Ti-6Al-4V の 0.62 よりも低く、組織制御素粉末混合法による疲労特性の改善の効果は Ti-6Al-4V ほどには顕著に表れていない。

チタン合金の高サイクル疲労特性に及ぼす微視組織の影響とは、疲労き裂の発生に及ぼす微視組織の影響のことである¹²⁾¹³⁾。そこで、疲労起点部の破面の様相を観察し、また、一部の試験片については精密切断法を用いて起点部と下地の金属組織との同時観察を行い、疲労データがばらつく、低い疲労強度比である、などの特徴を持つ本合金の疲労挙動を微視組織と関連づけて検討してみる。

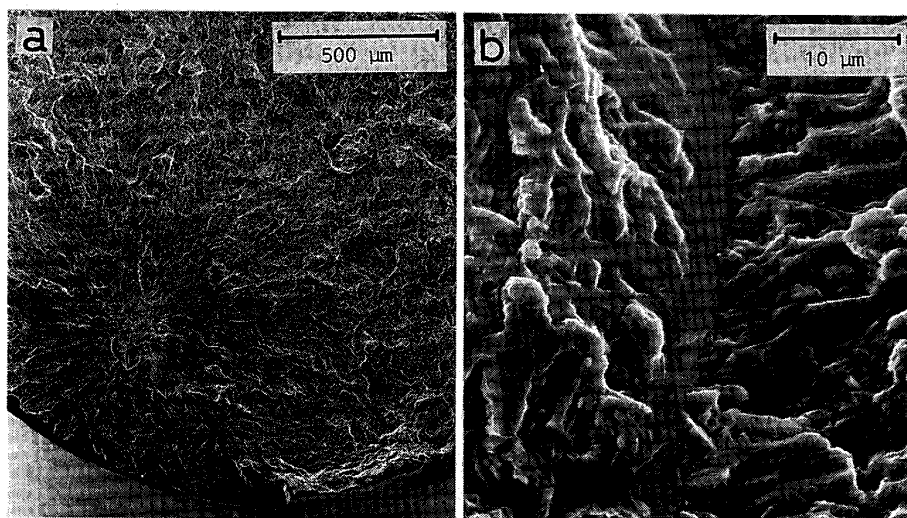
疲労き裂は、製造法にかかわらず後述の Photo. 3a のように試験片内部から発生していた。Photo. 2 に従来法合金の代表例として、 $\sigma_{max} = 74 \text{ kgf/mm}^2$, $N_f = 5.2 \times 10^5$ 回で破断した試験片の破面を示す。疲労起点部には、直径 100 μm 前後の大きさで、かつ平坦な表面模様を持つファセットが存在している。本合金と同様なコロニー組織を持つ Ti-6Al-4V での破面解析によると、疲労起点部のファセットの下には旧 β 粒内の一つのコロニーが存在しており、このコロニーの端から端までを横切る剪断型の破壊が疲労き裂の発生に対応していた^{9)14)~16)}。これらのコロニー組織では、有効すべり長さが極めて長く、また、このような長いすべりは粒界において大きな応力集中¹⁷⁾を引き起こすので低い疲労強度を示すのである。

組織制御合金の疲労起点の代表例を Photo. 3 及び 4 に示す。Photo. 3 に示した起点部の破面形態は、疲労

データ幅の上限に位置するような強度を示した試験片において多く認められる傾向にあったもので、起点部には針状 α 相の寸法・形状によく対応したファセットが存在していた。先に報告した組織制御素粉末混合法 Ti-6Al-4V での観察事実⁹⁾を参照すると、このような形状のファセットを持ち、また、高い疲労強度を示した試験片では、針状 α 相の短軸方向に向いたすべりに起因してき裂は α 相内部から発生したことが十分に類推できる。

一方、Photo. 4a に示したような貝殻状の極めて大きいファセットは、主としてデータ幅の下限の強度を示した試験片において認められる傾向にあった。写真中の線に沿って引張軸に平行に切断した面の金属組織とファセットとの対応写真を Photo. 4b に示す。この大きなファセットの下には直線的な GB α 相が存在しており、GB α 相の片一方の境界に沿っての破壊が疲労き裂の発生点となっていることが理解できる。また、このファセットの傾斜は 45 度であり最大剪断応力が作用する面の傾きと一致していること、ファセットの表面模様は平坦かつ無特徴であることから、GB α 相境界部が剪断型の分離を起こしたことにより、疲労き裂の発生がもたらされたと解釈できる。EYLON ら¹³⁾¹⁵⁾も、GB α 相が十分に発達した鑄造法 Ti-6Al-4V において GB α 相との隣接するコロニーとの境界部でき裂の発生が起こることを報告しており、この場合に、GB α 相の境界線が直線的であればあるほどき裂の発生は容易になると指摘している。

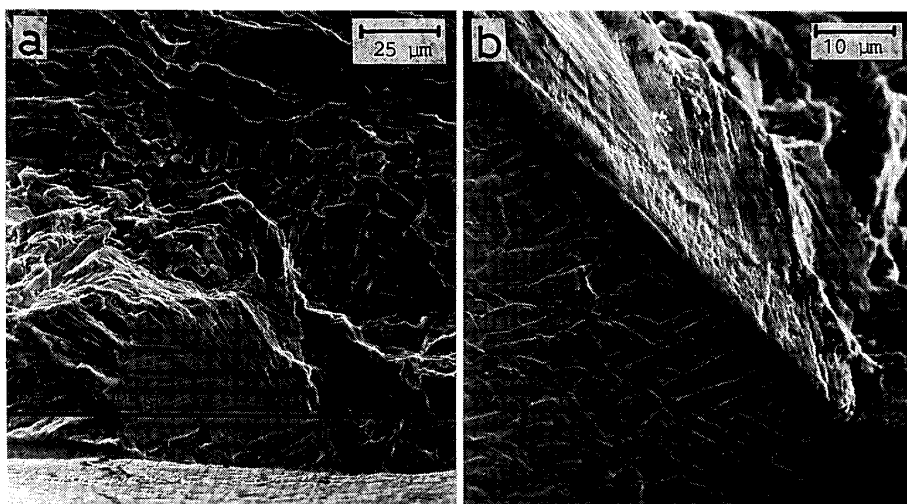
以上観察したように、組織制御素粉末混合法 Ti-5Al-



a : General view b : Fatigue crack initiation face

HIP temperature = 850°C Maximum stress = 70 kgf/mm² $N_f = 1.0 \times 10^6$ cycles

Photo. 3. Lenticular α fatigue crack initiation in Ti-5Al-2.5Fe produced by the microstructure-controllable BE method.



a : General view of fatigue crack initiation facet and section line

b : SEM image of initiation facet and the plane of the metallographic section

HIP temperature = 930°C Maximum stress = 68 kgf/mm² $N_f = 5.7 \times 10^5$ cycles

Photo. 4. Grain boundary α fatigue crack initiation in Ti-5Al-2.5Fe produced by the microstructure-controllable BE method.

2.5Fe では、疲労き裂は粒内の針状 α 相内部から発生する場合と粒界 α 相の境界部から発生する場合とがあり、このようなき裂発生機構の違いが本合金に特徴的なデータのばらつき、低い疲労強度比をもたらしたと考えられる。

疲労き裂が内部から発生する事例は本実験以外にも既にいくつか報告されている¹⁸⁾。これらは、ボイドやマクロな偏析など応力の集中源となるような欠陥は含まれていない合金である。本研究では、き裂の発生位置を統計的に整理し、内部発生の原因について検討してみた。

Fig. 4~6 の各図のデータ点に付した数字は、起点の試験片表面からの距離 (mm) を示したものである。これらの数字を吟味してわかるように、応力レベルと距離とは相関関係は無いと見なして差し支えない。Fig. 7 は、起点が試験片表面からどれだけ離れた距離に、どれだけの頻度で位置していたかをヒストグラムの形で整理したものである。図から明らかなように、試験片全体 (815°C HIP 材も含む。全数 55 本) の約 80% において、起点は表面から 300 μ m までの距離に位置しており、また特に 100~200 μ m の距離に集中して存在している。

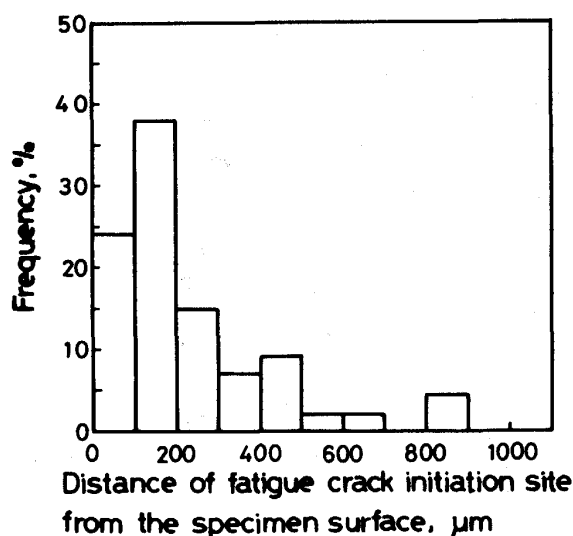


Fig. 7. Frequency distribution of distance of fatigue crack initiation site from the specimen surface for BE Ti-5Al-2.5Fe. A total of 55 specimens were analysed.

このように起点がある領域に集中しているという実験事実は、ADACHI ら¹⁹⁾ 及び EYLON ら¹⁴⁾ も指摘しているように、試験片内部で引張応力分布が異なり、特にこの領域で応力が高くなっていることを強く示唆している。すなわち、疲労試験の際に表面下 100~200 μm を中心として引張応力が最大となる領域が生じ、その結果、この領域でき裂が内部発生したと考えられる。

4. 結 言

本研究は、優れた疲労特性を有する Ti-5Al-2.5Fe 合金を組織制御素粉末混合法で製造することを試みたものである。

(1) 5Al-2.5Fe 母合金は粉碎不可能であるが、これに Ti を添加することにより粉碎は極めて容易となった。同一成形圧力で比較すると、混合粉の圧粉のままの密度は素粉末混合法 Ti-6Al-4V と同じであるが、真空焼結後の密度は両者で異なり、Ti-5Al-2.5Fe の方が低密度であった。従って、一定の真空焼結密度を得るためには Ti-6Al-4V の場合よりも高い圧力で圧粉成形する必要がある。

(2) 従来法で製造した場合には、極めて粗い金属組織であったが、組織制御素粉末混合法を適用した場合には微細な α - β 2 相組織が得られた。しかしながら、マッシブな GB α 相の形成が明瞭に認められ、組織的不均一性を有していた。

(3) 従来法合金の 10^7 回における疲労強度が 45 kgf/mm^2 であるのに対して、850°C で HIP 処理した組織制御合金では 60 kgf/mm^2 であり、同一製造法の Ti-6Al-4V と同じ高サイクル疲労強度を示した。疲労データは、特に組織制御合金において大きくばらつく傾向にあった。

(4) 精密切断法を用いてファセットと下地の金属組織とを同時に観察した結果、組織制御合金では、疲労き裂は粒内の針状 α 相の内部から発生する場合と GB α 相境界から発生する場合とがあり、組織的不均一性に基づいたこのようなき裂生成機構の違いが、本合金に特徴的なデータのばらつきの原因となっていた。

(5) 疲労き裂の起点はすべて内部発生であり、また起点位置は試験片表面から 100~200 μm 離れた領域に集中して存在していた。この結果は、疲労試験に際してこの領域で引張応力が最大になることを示唆している。

文 献

- 1) S. ABKOWITS and D. ROWELL: *J. Met.*, **38** (1986), p. 36
- 2) D. EYLON and F. H. FROES: *Prog. Powder Met.*, **42** (1986), p. 625
- 3) M. HAGIWARA, Y. KAIEDA and Y. KAWABE: *Proc. 6th World Conf. Titanium*, **2** (1989), p. 673 [*Société Française de Métallurgie*]
- 4) 萩原益夫, 河部義邦: *鉄と鋼*, **75** (1989), p. 221
- 5) 萩原益夫, 海江田義也, 河部義邦: *鉄と鋼*, **72** (1986), p. 685
- 6) M. HAGIWARA, Y. KAIEDA and Y. KAWABE: *Titanium Products and Applications* (1987), p. 850 [TDA]
- 7) M. HAGIWARA, Y. KAIEDA and Y. KAWABE: *PM Aerospace Materials 87* (1988), p. 20.1 [*Metal Powder Report*]
- 8) J. BREME: *Proc. 6th World Conf. Titanium*, **1** (1989), p. 57 [*Société Française de Métallurgie*]
- 9) 萩原益夫, 海江田義也, 河部義邦, 三浦 伸: *鉄と鋼*, **76** (1990), p. 2182
- 10) J. R. LEE: *J. Iron Steel Inst.*, **194** (1960), p. 222
- 11) R. I. JAFFEE: *Trans. TMS-AIME*, **230** (1964), p. 541
- 12) D. EYLON and C. M. PIERRE: *Metall. Trans. A*, **7** (1976), p. 111
- 13) D. EYLON and W. R. KERR: *ASTM STP645, Fractography in Failure Analysis* (1978), p. 235 [ASTM]
- 14) D. EYLON: *J. Mater. Sci.*, **14** (1979), p. 345
- 15) D. EYLON: *J. Mater. Sci.*, **14** (1979), p. 1914
- 16) D. EYLON and J. A. HALL: *Metall. Trans. A*, **8** (1977), p. 981
- 17) D. M. BOWDEN and E. A. STARKE, Jr.: *Metall. Trans. A*, **15** (1984), p. 1687
- 18) 皆川邦典: *鉄と鋼*, **75** (1989), p. 1104
- 19) S. ADACHI, L. WAGNER and G. LÜTJERING: *Titanium Science and Technology*, ed. by G. LÜTJERING, U. ZWICKER and E. BUNK (1985), p. 267 [DGM]