

SP-700/SCS-6 チタン合金複合材とモノリシックなマトリックス材の 低サイクル疲労破壊挙動の相違[†]

山崎 泰広* 岡崎 正和** 平野 一美***

Difference of Fracture Behavior on Isothermal Low Cycle Fatigue between SP-700/SCS-6 Titanium Alloy Matrix Composite and Monolithic Matrix Alloy

by

Yasuhiro YAMAZAKI^{*}, Masakazu OKAZAKI^{**} and Kazumi HIRANO^{***}

The isothermal low cycle fatigue (LCF) fracture behavior of a new generation titanium alloy matrix composite, SP-700/SCS-6, were investigated compared with the monolithic matrix alloy. To study the effects of the test temperature and the loading frequency on the LCF fracture behavior in SP-700/SCS-6, the LCF tests were performed under strain-controlled condition at room temperature and 450°C. In the LCF tests two strain wave shapes were applied: the fast-fast wave in which the loading frequency was 0.5 Hz, and the slow-slow wave in which it was 1/360 Hz, respectively. The conclusions obtained from the experimental results are summarized as follows: (1) The LCF lives of the composite were almost comparable to those of the matrix alloy, on the basis of strain range. In other words, the performance of the present composite material can be absolutely improved, since the stiffness and the deformation resistance can significantly increased by the composition. (2) The fatigue cracks were initiated from the matrix part at the specimen corner. The fiber pull-out was not so significant on the fracture surface. (3) The LCF lives of the composite at 450°C were longer than those at room temperature. This trend was in contrast to the monolithic matrix alloy which exhibits a normal temperature dependence in the LCF lives. (4) The LCF lives of the composite under the slow-slow wave was noticeably shorter than those under the fast-fast wave at high temperature. This trend was familiar to the conventional monolithic materials.

Key words: Titanium alloy matrix composite, SP-700/SCS-6, Isothermal low cycle fatigue (LCF), Fatigue life, Temperature dependence, Loading frequency

1 緒 言

セラミックス連続繊維により強化したチタン合金複合材 (Titanium Alloy Matrix Composite, TMCs) は、高強度、高剛性であるばかりでなく比強度、耐クリープ特性、高温強度特性にも優れていることから、航空宇宙関連産業をはじめとする分野で注目されている。^{1)~3)}この類の材料の最も大きな魅力は、航空機用エンジン圧縮機部分の動翼とディスク部分へ適用したときの重量軽減と、それによるエンジン性能の向上であろう。¹⁾この様な高温部位にTMCsを適用する際には、その信頼性を確保するため熱機械的疲労 (Thermo-Mechanical Fatigue, TMF) や等温低サイクル疲労 (Isothermal Low Cycle Fatigue, LCF) 破損に配慮しなければならない。しかし、TMCsのTMFやLCF破損に関する研究は高サイクル疲労に対する研究^{2)~6)}に比べ遙かに少なく、その強度特性の定量的情報や破損進行のメカニズムについては未解明な部分が多い。

この様な背景に鑑み、著者らはこれまでにTMCsのTMF強度と破損の特徴や⁷⁾外的な負荷を加えない熱サイクル負荷を受けたときの巨視的・微視的損傷の進行挙動⁸⁾

について報告した。一方、従来のモノリシックな材料のLCF強度に対する温度依存性や周波数依存性は精力的に検討されているが、モノリシックな材料で蓄積されてきた知見がTMCsに対しても適用できるかは疑問の余地が残る。

そこで本研究では、国産チタン合金 SP-700 をマトリックスとし SiC 連続繊維 SCS-6 により一方向強化した複合材 (以下、SP-700/SCS-6 と略) を対象として LCF 試験を行い、モノリシックなマトリックス材と比較しながら、SP-700/SCS-6 の LCF 強度に及ぼす繰り返し周波数および試験温度の影響について検討した。

2 供試材および実験方法

供試材は、国産チタン合金の一つである SP-700 合金を直径約 140 μ m の SiC 連続繊維 SCS-6 によって一方向強化した Ti 合金複合材 SP-700/SCS-6 である。SP-700 合金の化学組成を Table I に示す。この複合材は、厚さ約 150 μ m の SP-700 箔を 7 層、SCS-6 繊維を 6 層交互に積層し、それらの上下に SP-700 箔を数層積層したものを、HIP (10⁻⁴torr, 800°C, 49MPa, 30min) により平板状に

[†] 原稿受理 平成 16 年 4 月 30 日 Received Apr. 30, 2004

* 正 会 員 新潟工科大学機械制御システム工学科 〒945-1195 柏崎市藤橋, Dept. of Mech. and Cont. Eng., Niigata Inst. of Tech., Fujihashi, Kashiwazaki, 945-1195

** 正 会 員 長岡技術科学大学機械系 〒940-2188 長岡市上富岡町, Dept. of Mech. Eng., Nagaoka Univ. of Tech., Kami-tomioka-machi, Nagaoka, 940-2188

*** 正 会 員 (独)産業技術総合研究所 〒305-8564 つくば市並木, National Inst. of Advanced Industrial Sci. and Tech., Namiki, Tsukuba, 305-8564

Table I. Chemical compositions of the matrix alloy, SP-700.

(in wt.%)				
Al	V	Fe	Mo	Ti
4.5	3.0	2.0	2.0	Bal.

製造したものである。その後、Fig. 1に示すように、繊維が荷重軸方向に対して平行に配向するような平板型試験片に機械加工し、実験に供した。なお、評点部の長さ、幅、厚さは、それぞれ15mm、10mm、1.7mmで、この部分における繊維体積割合は約28%である。これらの試験片の表面(15×10mmの面)には繊維が露出していないが、側面(15×1.7mmの面)では一部むき出しになっている。SP-700/SCS-6の断面SEM観察の結果をFig. 2に示す。本複合材の強化繊維であるSCS-6繊維は、直径約30 μ mの炭素繊維を芯線としたSiC繊維である。その最外表面には、複合材成型時の繊維/マトリックス界面反応による脆弱な反応生成物の生成を抑制するため、厚さ約3 μ mのC-richコーティングが施されている。本複合材のマトリックス/繊維界面には厚さ約50nmの反応生成物が形成されていたが、これは他のTMCに比べて格段に薄い(例えば、Ti-24Al-11Nb合金複合材では約2 μ mである^{5), 6)}。これには、マトリックスであるSP-700合金が他のTi合金と比較して低い温度域で超塑性機能を発現するため、複合材製造温度を低く出来たことが関連していると考えられる。また、この極めて薄い反応層に関連深いと思われるが、本複合材の繊維/マトリックス界面せん断強度は他のTMCsに比べ高かった。これら繊維/マトリックス界面の反応生成物および界面強度に関する詳細は前報を参照頂きたい。^{7), 8)}

本研究では軸ひずみ制御による等温低サイクル疲労試験を実施した。実験には電気油圧サーボ式疲労試験機と

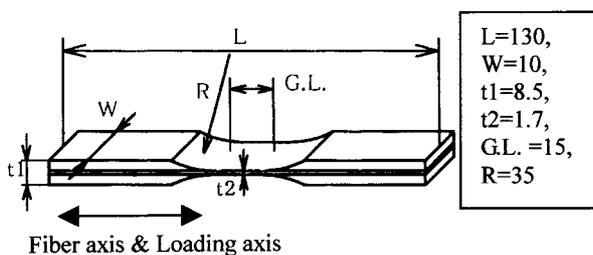


Fig. 1. Geometry of specimen used for LCF tests.

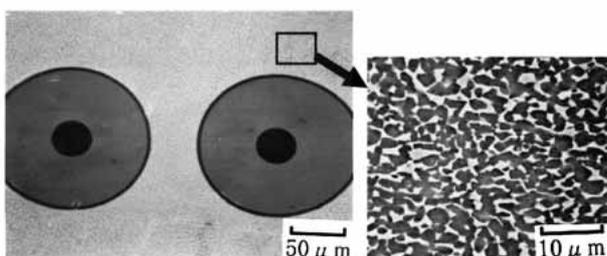


Fig. 2. Macroscopic photograph of the composite.

高周波誘導加熱装置を組み合わせた複合装置を用い、石英ガラス棒とひずみゲージからなるひずみ計(ゲージ長さ12mm)を試験片評点部に押し当てひずみを検出・制御した。試験温度は室温および450 $^{\circ}$ Cである。ひずみ波形はひずみ比が0.1の対称三角波とし、繰り返し周波数は0.5Hzと1/360Hz(負荷3min, 除荷3minの1周期6min)とした。以上のLCF試験における破損寿命は、従来のモノリシックな材料に対する手法を踏襲し、⁹⁾1サイクル中の最大引張応力の値が定常状態におけるその3/4まで低下した時点の繰り返し数と定義した。

本研究では、SP-700/SCS-6のLCF試験に加え、比較のためモノリシックなマトリックス試験片も準備し低サイクル疲労試験に供した。ここで、マトリックス材に対しては、複合材と同様な薄板形状では座屈による試験片の破損が懸念されることから、その試験片形状は評点部直径7mm、評点部長さ25mmの中実丸棒試験片とした。なお、疲労強度に及ぼす試験片形状の影響が懸念されるが、本研究ではこの点については調査していない。マトリックス材のLCF試験は、試験温度:室温および450 $^{\circ}$ C、ひずみ比:-1(完全両振)および0(完全片振)、負荷周波数:0.5Hzおよび1/360Hz、の条件下で行った。

3 実験結果および考察

3.1 マトリックスの等温低サイクル疲労強度

SP-700/SCS-6のLCF破壊に対するメカニズムとメカニクスを議論するにあたって、モノリシックなマトリックス材のLCF挙動を明らかにしておくことは有用であろう。そこで、本研究ではモノリシックなマトリックス材のLCF試験を行った。得られた全ひずみ範囲と寿命の関係を図3に示す。図中には、ひずみ比 $R_{\epsilon} = -1$ で、周波数0.5Hzにおける室温および450 $^{\circ}$ Cの結果(それぞれ \blacktriangle および \triangle)、周波数1/360Hzにおける室温および450 $^{\circ}$ Cの結果(それぞれ \odot および \square)、450 $^{\circ}$ C、0.5Hzでひずみ比が $R_{\epsilon} = 0$ の結果(∇)が示されている。Fig. 3より、モノリシックなマトリックス材のLCF強度には次のような特徴が認められる。

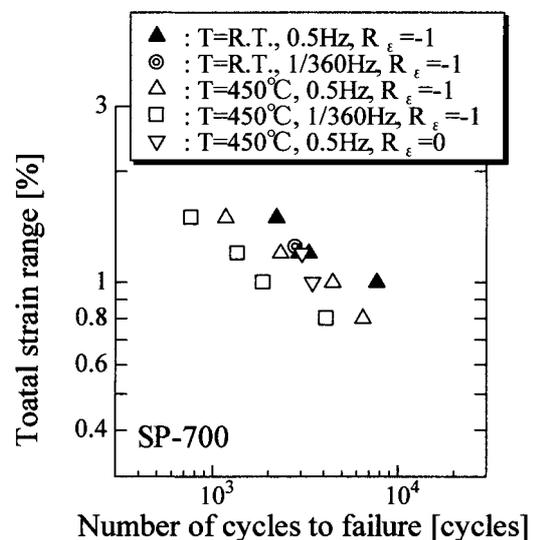


Fig. 3. LCF lives of the monolithic matrix alloy.

温度依存性：周波数 0.5Hz, ひずみ $R_\epsilon = -1$, 室温および 450°C における LCF 寿命 (それぞれ, \blacktriangle と \triangle) を比較すると, 室温に比べ 450°C の LCF 寿命が短く, 一般的な金属材料に認められる挙動と同様の温度依存性を示している。

周波数依存性：450°C, ひずみ比 $R_\epsilon = -1$, 0.5Hz と 1/360Hz の LCF 寿命 (それぞれ, \triangle と \square) を全ひずみ範囲ベースで比較すると, 負荷周波数が低い条件の LCF 寿命が短い。

寿命中期の非弾性ひずみ範囲により LCF 寿命を整理した結果を Fig. 4 に示す。非弾性ひずみ範囲ベースで LCF 寿命を整理すると, LCF 寿命の周波数依存性は認められない。すなわち, モノリシックなマトリックス材の高温 LCF 寿命は Manson-Coffin 則により周波数によらず一義的に決定することが出来る。なお, 室温においては, 応力-ひずみ関係に非弾性ひずみ成分がほとんど認められず, LCF 寿命の周波数依存性はほとんどなかった (Fig. 3 中, \blacktriangle と \circ を比較していただきたい)。

ひずみ比依存性：450°C, 0.5Hz, ひずみ比 $R_\epsilon = -1$ の完全両振条件と $R_\epsilon = 0$ の完全片振条件における LCF 寿命 (それぞれ, \triangle と ∇) を比較すると, LCF 寿命に及ぼすひずみ比の影響は認められない。

これは次のように考えると理解できる。Fig. 5 に代表的な LCF 試験中の 1 サイクル中のピーク応力の繰り返し数との関係を, Fig. 6 に LCF 試験中の代表的な応力-ひずみ関係をそれぞれ示す。Fig. 5 より, ひずみ比 $R_\epsilon = 0$ の片振条件下では寿命の初期段階で作用していた引張の平均応力が繰り返しに伴い減少し, 寿命の中期には応力的に両振条件となっている。また, Fig. 6 より, $R_\epsilon = 0$ の片振条件のヒステリシスループは寿命の初期段階では開いたループを示すが, 寿命の中期には平均応力がゼロの閉じたループを呈し, 両振条件 ($R_\epsilon = -1$) のそれと平均ひずみを除いてほぼ同一の応力-ひずみ関係となっている。以上のように, モノリシックなマトリックス材では, ひずみ比 $R_\epsilon = 0$ の完全片振条件下でも, 寿命の初期の段

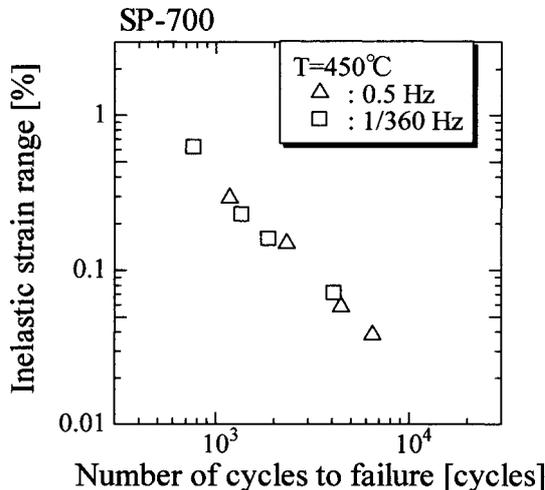


Fig. 4. Relationship between LCF lives and with inelastic strain range of the monolithic matrix alloy.

SP-700 LCF-test, $\Delta \epsilon = 1.2\%$, 450°C, 0.5Hz

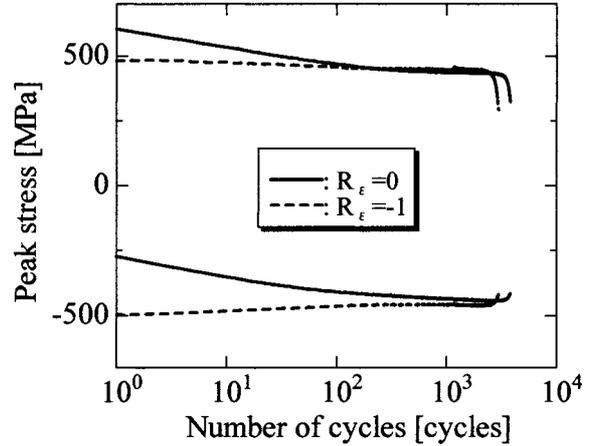


Fig. 5. Relationship peak stress and cycles of the monolithic matrix alloy during LCF test.

SP-700 LCF-test T=450°C, $\Delta \epsilon = 1.2\%$, 0.5Hz

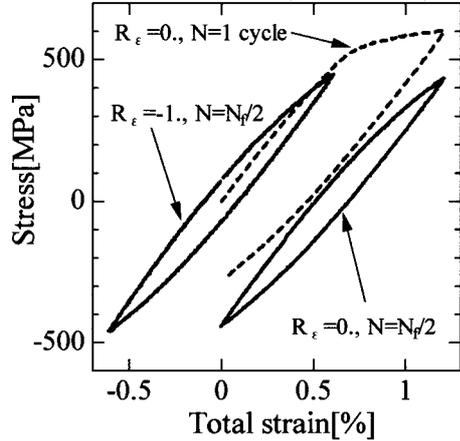


Fig. 6. Relationship between stress and total strain of the monolithic matrix alloy during LCF tests.

階で引張の平均応力が緩和し, 寿命中期では 1cycle の負荷中に受ける塑性仕事が完全両振条件のそれとほぼ同等となるため, LCF 寿命にはひずみ比の影響が認められなかったものと考えられる。

3・2 SP-700/SCS-6 の等温低サイクル疲労強度

SP-700/SCS-6 の LCF 試験中の代表的な応力-ひずみ曲線を Fig. 7 に示す。Fig. 7 より, 繰り返し周波数および試験温度に係わらず, 本複合材は 1cycle 目の負荷中において巨視的な非弾性変形を伴うヒステリシスループを描く。一方, 2cycle 目以降の応力-ひずみ応答には周波数依存性が認められる。すなわち, 高い周波数 (0.5Hz) では非弾性変形がほとんど認められない線形的な応力-ひずみ関係となるが (Fig. 7 (a)), Fig. 7 (b) に示すように, 試験温度 450°C, 低周波数 (1/360Hz) の条件下では非弾性ひずみ成分が相対的に大きいヒステリシスループを描いている。3・1 節で示したように, モノリシックなマトリックス材の応力-ひずみ応答には同様の周波数依存性が認められ, 周波数が低くなるほどヒステリシスループの非弾性ひずみ成分が大きくなっていった。従って, 本複合材の応力-ひずみ関係の周波数依存性はマトリク

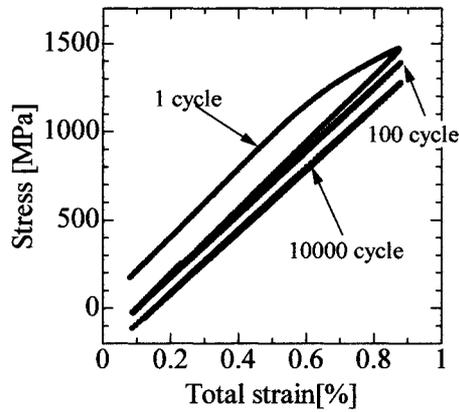
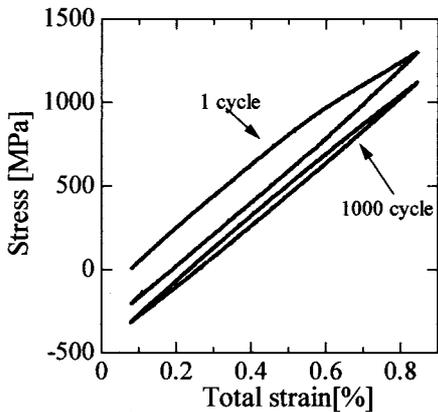
(a) R.T. 0.5Hz (fast-fast), $\Delta \varepsilon = 0$.(b) 450°C, 1/360Hz (slow-slow), $\Delta \varepsilon = 0.8\%$.

Fig. 7. Typical stress-strain curve of the composite during LCF tests.

スの挙動を反映しているものと考えられる。Fig. 7 に示した LCF 試験中の SP-700/SCS-6 の変形挙動で注目すべき特徴は、複合材全体として巨視的な剛性が繰り返しと共に徐々に低下していることである。試験中の応力-ひずみ曲線に除荷コンプライアンス法を適用し、繰り返し負荷に伴う SP-700/SCS-6 の剛性の変化を調査した。結果を Fig. 8 に示す。Fig. 8 より、温度および負荷周波数に係わらず、いずれの試験条件においても SP-700/SCS-6 の剛性は繰り返し負荷とともに低下している。このような剛性の変化は疲労き裂の発生・進展のような定常的な損傷の進行が関与していることを示唆している。逆に言えば、複合材全体としての剛性変化の程度が、LCF 過程の損傷挙動を巨視的なレベルにおいて評価する尺度になり得ることが期待される。もう一つの注目すべき特徴は、Fig. 7 より明らかなように、SP-700/SCS-6 では寿命の全般にわたって高い引張の平均応力が作用していることである。3・1 節で示したように、モノリシックなマトリックス材 ($R_e = 0$ の片振条件下) では、繰り返しに伴い引張の平均応力が減少し、寿命中期には応力的に両振条件となっていた。しかし、SP-700/SCS-6 では繰り返しに伴う平均応力の緩和がほとんど見られない。このメカニズムについては現段階では未解明であるが、後述のように本複合材の LCF 寿命に大きく影響を及ぼしているようである。

LCF 試験後の代表的な破面観察結果を Fig. 9 に示す。試験温度および繰り返し周波数に係わらず、疲労主き裂

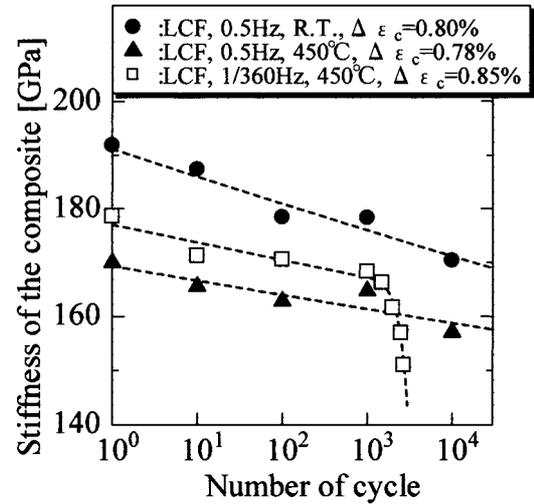
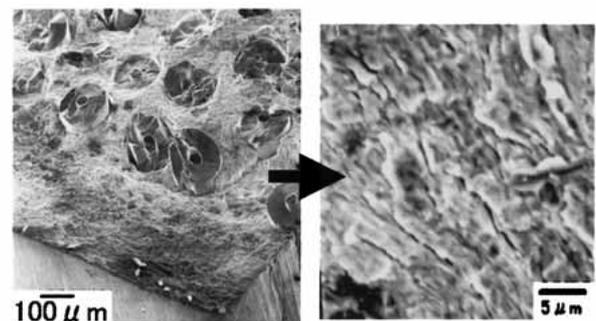


Fig. 8. Change of the composite stiffness during LCF tests.

は試験片端部のマトリックス部から発生し、内部へと進展していた様子が認められる。そして、破面のマトリックス部には、モノリシックなマトリックス材でよく見られる疲労ストライエーションも観察された。破面観察で認められた本複合材の注目すべき特徴の一つとして、破面が比較的平坦で繊維の pull-out がほとんど見られないことが挙げられる。一般に、複合材料の疲労破壊においては繊維の pull-out が顕著であることが報告されているが、¹⁰⁾SP-700/SCS-6 では室温のみならず 450°C の高温下で試験した試験片の破面においても繊維の pull-out はほとんど認められない (Fig. 9)。これには、本複合材の繊維/マトリックス界面せん断強度が他の Ti 合金基複合材に比べて高いこと⁷⁾が関与しているものと考えられる。

LCF 試験で得られた SP-700/SCS-6 の寿命曲線を Fig. 10 および Fig. 11 に示す。ここで、Fig. 10 は LCF 寿命に及ぼす試験温度の影響 (負荷周波数: 0.5Hz で統一) を、Fig. 11 は負荷周波数の影響 (試験温度: 450°C で統一) をそれぞれ示している。図中には、3・1 節で示したモノリシックなマトリックス材の結果を併記した。Fig. 10 および Fig. 11 より、いずれの試験条件においても、SP-700/SCS-6 は強化繊維の静的な破断ひずみ (約 1%) と比較して極めて小さいひずみ範囲で破断が生じている。また、ひずみ範囲ベースでは SP-700/SCS-6 の LCF 寿命は

Fig. 9. Typical fracture surface of the composite after LCF tests ($\Delta \varepsilon = 0.8\%$, 450°C).

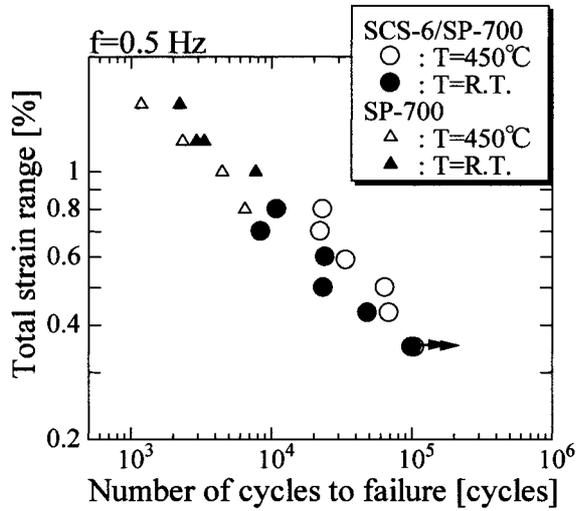


Fig. 10. Effect of test temperature on LCF lives of the composite.

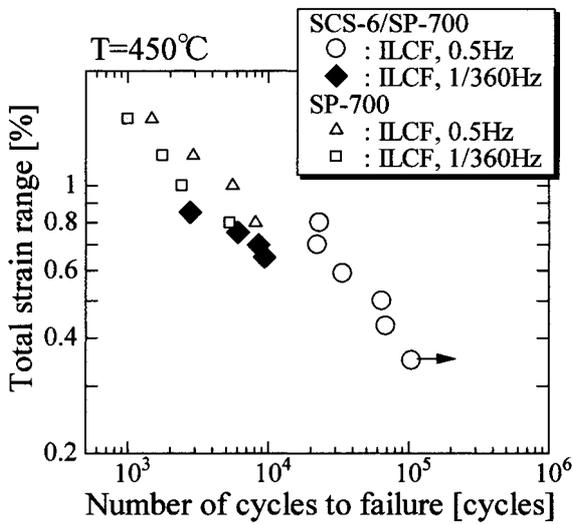


Fig. 11. Effect of the loading frequency on LCF lives of the composite.

モノリシックなマトリックス材とほぼ同等の寿命を示している。一般に、金属基複合材料は、マトリックス材に比べて複合化により引張強度は上昇するが延性が低下し、その結果として、同一のひずみ範囲では複合材料の寿命がマトリックス材に比べて低下することが多い。^{3)~5)} SP-700/SCS-6 ではこのような傾向が見られないことから、本複合材は他の Ti 合金複合材に比べて優れた特性を有しているといえよう。なお、複合材の弾性係数はマトリックス材に比べて高いことから、Fig. 12 に示すように、応力ベースで比較すれば複合材の寿命がモノリシックなマトリックス材に比べ遙かに優れている（ここで、Fig. 12 中の縦軸の応力振幅は、寿命中期の応力振幅で代表させている）。

SP-700/SCS-6 の LCF 強度の温度依存性に注目すると (Fig. 10)、繰り返し周波数の高い場合 (0.5Hz)、室温に比べ高温において長寿命となっており逆温度依存性を示している。この結果はモノリシックなマトリックス材の

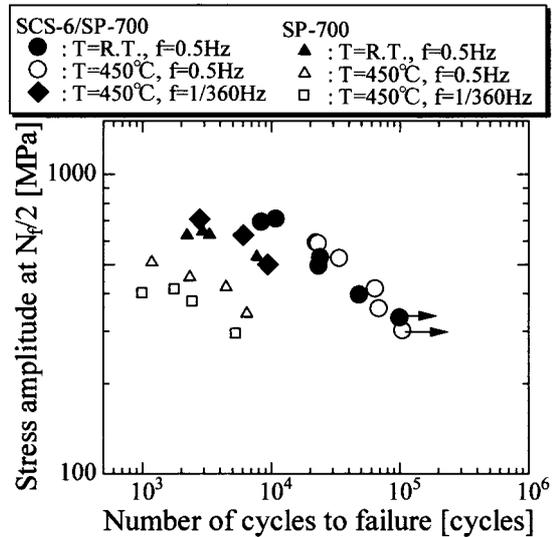


Fig. 12. LCF lives of the composite and the monolithic matrix alloy correlated with the stress amplitude at $N_f/2$.

LCF 強度の温度依存性と異なっている。これには、複合材中の初期残留応力特性と複合材特有の応力-ひずみ関係の繰り返し依存性が関与しているものと考えられる。すなわち、強化繊維とマトリックスの熱膨張係数の相違から複合材中のマトリックスには引張の残留熱応力が生じ、その絶対値は 450°C に比べ室温の方が大きい。また、前述のように、SP-700/SCS-6 では LCF 試験中に引張の平均応力がほとんど緩和されない。従って、室温においては、複合材中のマトリックスに定常的に高い引張の平均応力が作用することになる。そのため、室温では疲労き裂の発生・進展が促進され、室温の LCF 寿命が 450°C に比較して短寿命となったものと考えられる。

一方、SP-700/SCS-6 の LCF 寿命の周波数依存性に注目すると (Fig. 11)、試験温度 450°C では、周波数が低い (1/360Hz) 条件下の LCF 寿命は高い場合 (0.5Hz) に比べかなり短い。この傾向はモノリシックなマトリックス材の傾向と同様で、一般的な金属材料においてよく見られる特性である。これは、ヒステリシスループの非弾性ひずみ成分の大小により説明できる。逆に言えば、SP-700/SCS-6 の LCF 寿命の周波数依存性はマトリックスの特性を反映しているものと考えられる。ところで、モノリシックなマトリックス材の室温における応力-ひずみ関係が繰り返し周波数に係わらずほぼ同等であったことから類推すると、室温では SP-700/SCS-6 の LCF 強度の周波数依存性はほとんどない、あるいは、かなり小さいものと推察される。

4 結 言

本研究では、チタン合金 SP-700 をマトリックスとし SiC 連続繊維 SCS-6 により一方向強化した SP-700/SCS-6 複合材を対象として LCF 試験を行い、モノリシックなマトリックス材と比較しながら、SP-700/SCS-6 の LCF 強度に及ぼす繰り返し周波数および試験温度の影響について検討した。

主な結果を以下に示す。

(1) 本複合材では、試験温度および負荷周波数に関わらず強化繊維の破断ひずみ(約1%)より小さいひずみ範囲でも低サイクル疲労破壊が生じた。そして、モノリシックなマトリックス材と SP-700/SCS-6 を比較すると、同一のひずみ範囲では両者はほぼ同等の LCF 寿命を示した。ただし、試験中の負荷応力をベースに比較すれば、複合材が非常に優れた強度特性を示す。

(2) SP-700/SCS-6 では、疲労き裂は試験片端部のマトリックス部から発生・進展した。そして、それらの損傷の進行に伴い、複合材全体としての剛性が繰り返しとともに低下した。また、最終破面は平坦で繊維の pull-out がほとんど認められなかった。

(3) SP-700/SCS-6 の LCF 寿命の温度依存性に注目すると、室温に比べ高温の LCF 寿命が長く、逆温度依存性を示した。これには、複合材中に作用するの残留熱応力と複合材特有の応力-ひずみ関係の繰り返し依存性、が関連している。

(4) SP-700/SCS-6 の LCF 寿命の周波数依存性に注目すると、高温においては、周波数が低くなると LCF 寿命が短くなり、一般的な金属材料と同様の傾向を示した。そして、この特性はマトリックスの周波数依存性が影響しているものと考えられた。

本研究は平成 12 年度通産省(現、経済産業省)即効的知的整備調査「構造用耐熱複合材料のデータベース構築に関する研究」の一環として行ったものである。関係各位に謝意を示す。

参 考 文 献

- 1) 例えば, "Metal Matrix Composite", ed. R. K. Everett and R. J. Arsenault (1991) Academic press.
- 2) S. W. Russ, Metall. & Mater. Trans., **21-A**, 1595 (1990).
- 3) R. W. Neu and F. Sehitoglu, Metall. & Mater. Trans., **20-A**, 1769 (1989).
- 4) S. Mall, J. Composite Mater., **25**, 1668 (1991).
- 5) M. Okazaki, H. Nakatani and S. Asahi, ASTM STP 1371, ASTM, 279 (2000).
- 6) 岡崎正和, 林啓次郎, 中谷 浩, 材料, **47**, 920 (1998).
- 7) 岡崎正和, 平野一美, 山崎泰広, 材料, 掲載予定 (2005).
- 8) 岡崎正和, 井加田朗, 山崎泰広, 材料, 掲載予定 (2005).
- 9) 日本材料学会, 高温低サイクル疲労試験法標準, JSMS-SD-7-03 (2003).
- 10) B. N. Cox and D. B. Marchall, Acta Metall. Mater., **42**, 341 (1994).