

マイクロサイズ試験片による TiAl 基金属間化合物の破壊じん性試験[†]高島 和 希* Timothy P. Halford**
Discar Rudinal** 肥後 矢 吉***Fracture Toughness Testing of Micro-Sized TiAl Based Intermetallic
Compound Specimens

by

Kazuki TAKASHIMA*, Timothy P. HALFORD**, Discar RUDINAL** and Yakichi HIGO***

A micro-sized fracture toughness testing technique has been applied to investigate the fracture properties of colonies in a fully lamellar Ti-46Al-5Nb-1W alloy. Micro-sized cantilever specimens with a size $\approx 10 \times 20 \times 50 \mu\text{m}^3$ were prepared by focused ion beam machining. Notches with a width of $0.5 \mu\text{m}$ and a depth of $5 \mu\text{m}$ were also introduced into these specimens by focused ion beam machining. Fracture tests were successfully completed using a mechanical testing machine for micro-sized specimens at room temperature. The fracture toughness values obtained were in the range $1.4 - 6.9 \text{MPa}\sqrt{\text{m}}^{1/2}$. Fracture surface observations indicate that these variations are due to differences in local lamellar orientations ahead of the notch. These fracture toughness values are also lower than those having been previously reported in conventional samples. This may be due to the absence of significant extrinsic toughening mechanisms in these micro-sized specimens. Fracture mechanisms of these alloys are also considered on the micrometer scale. The results obtained in this investigation give important and fundamental information on the development of TiAl based alloys with high fracture toughness.

Key words : TiAl based alloy, Micro-sized specimens, Micro mechanical testing, Fracture toughness, Size effect

1 緒 言

TiAl 基金属は、比強度、比弾性率が高く、高温特性(高温強度、耐酸化性、クリープ特性)にも優れていることから、ジェットエンジン用タービン部材を始めとし、耐熱材料としての応用が期待されている。^{1), 2)}一方、TiAl 基金属は、熱処理により組織が大きく変化し、それに伴い機械的性質も大きく変化することが知られている。³⁾この合金の組織には、大きく分けてラメラ組織、デュプレックス組織があるが、ラメラ組織の方が、き裂伝播抵抗が高く、破壊じん性に優れているため、ラメラ組織での実用化が期待されている。ところで、ラメラ組織において機械的性質が優れている原因として、き裂の偏向、分岐や Ligament Bridging 等の Extrinsic Toughening 機構が有効に作用するためとされている。⁴⁾これらの Extrinsic Toughening 機構によるじん性向上を支配しているのが、ラメラ層間の界面強度などラメラ構造自体の破壊特性である。したがって、材料中に存在するラメラ組織そのものの破壊特性をマイクロスケールで知ることが、本合金の高靱化設計を行うために、きわめて重要となる。これまでにも、ラメラ組織の破壊特性に関しては、PST 結晶を用いて研究が行われてきた。⁵⁾しかしながら、PST 結晶は作製がきわめて困難であり、その作製条件も通常のラ

メラ組織材と異なる。そのため、ラメラ間隔等の組織要素が実使用時のラメラ組織のものと異なり、機械的性質の比較が困難になる。

ところで、我々はミクロンサイズの超微小材料に対して機械的性質を測定できる材料試験装置の開発を行ってきた。^{6), 7)}これまで、この試験装置を用いて、薄膜から切り出した $10 \sim 50 \mu\text{m}$ サイズの超微小試験片について、引張試験、曲げ試験、破壊試験、疲労試験を行っている。^{8)~10)}これらの試験片サイズは、ラメラ組織中の一つのラメラコロニーサイズより小さく、この試験法を利用することで、ラメラ構造の機械的性質を直接評価することが可能となる。

本研究では、ラメラ組織を有する TiAl 基金属の一つのラメラコロニーから微小サイズ試験片を切り出し、その試験片について破壊じん性試験を行う手法の開発を行うとともに、ラメラ構造の破壊じん性値を計測し、その意義とサイズ効果について検討した。

2 実験方法

2.1 供試材ならびに試験片の作製

試料には真空アーク溶解後、熱間押し出しを行いフルメラ組織に調整した Ti-46Al-5Nb-1W (組成は原子%) 合金を用いた。Fig. 1 に試料の組織写真を示す。この試料

[†] 原稿受理 平成 17 年 1 月 7 日 Received Jan. 7, 2005

* 正 会 員 熊本大学工学部知能生産システム工学科 〒860-8555 熊本市黒髪, Dept. of Mech. Eng. and Materials Sci., Faculty of Eng., Kumamoto Univ., Kurokami, Kumamoto, 860-8555

** 東京工業大学精密工学研究所 〒226-8503 横浜市緑区長津田町, P & I Laboratory, Tokyo Inst. of Tech., Midori-ku, Yokohama, 226-8503

*** 正 会 員 東京工業大学精密工学研究所 〒226-8503 横浜市緑区長津田町, P & I Laboratory, Tokyo Inst. of Tech., Midori-ku, Yokohama, 226-8503

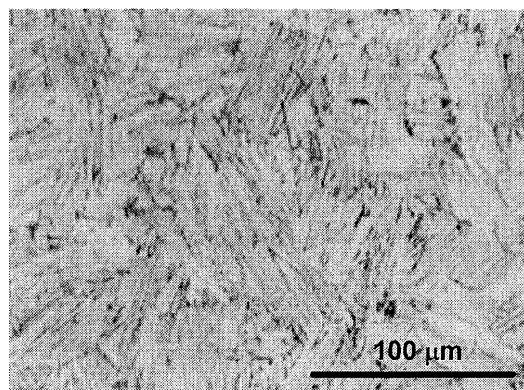


Fig. 1. Optical micrograph of Ti-46Al-5Nb-1W alloy with a fully lamellar structure.

の平均ラメラコロニー粒径は $75\mu\text{m}$ であった。まず、この供試材から放電加工により、厚さ $80\mu\text{m}$ の短冊状の試料を切り出し、さらに、機械研磨、化学研磨によって、厚さ約 $20\mu\text{m}$ の箔状とした。この箔から Fig. 2 に示すように直径 3mm の円盤状の試料を打ち抜き、ホルダーに固定した。このホルダーは、収束イオンビーム加工、後述のマイクロ材料試験機、走査型電子顕微鏡と共通になっており、一度試料をセットすれば、試験片の加工、試験、観察まで行えるようにしている。これにより、微小試験片のハンドリングを大きく向上させている。

この箔中の一つのラメラコロニーから、Fig. 2 に示すように集束イオンビーム加工機を用いて、長さ $50\mu\text{m}$ 、幅 $10\mu\text{m}$ 、厚さ $20\mu\text{m}$ の超微小片持ち梁試験片を切り出した。収束イオンビーム加工は、イオン源として Ga を用い、加速電圧 30kV 、引出電流値 $2.2\mu\text{A}$ の条件で行った。試験片の走査電子顕微鏡写真を Fig. 3 に示す。ここで、試験片固定端から $10\mu\text{m}$ の位置に深さ $5\sim 10\mu\text{m}$ の切欠（先端の曲率半径：約 $0.25\mu\text{m}$ ）を収束イオンビーム加工機によって導入した。なお、切欠の導入は、試料表面から見て、ラメラと平行になるようにした。切欠導入に収束イオンビーム加工を用いると、切欠底に Ga イオンが注入され、局所的ではあるが機械的性質を変化させる可能性がある。しかしながら、本条件下で試料に対して垂直方向からビームを照射したときの Ga イオンの侵入深さは 20nm 以下と推定されることから¹⁾本研究ではその影響は小さいと考えた。また、荷重の負荷位置は、

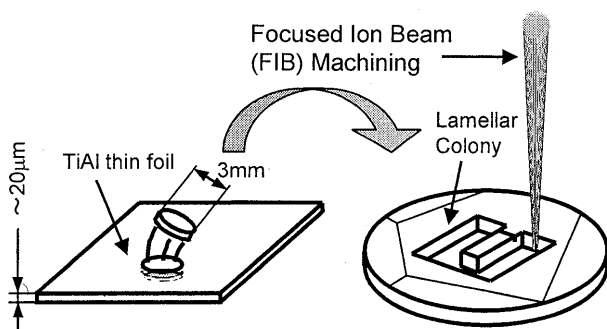


Fig. 2. Specimen preparation process.

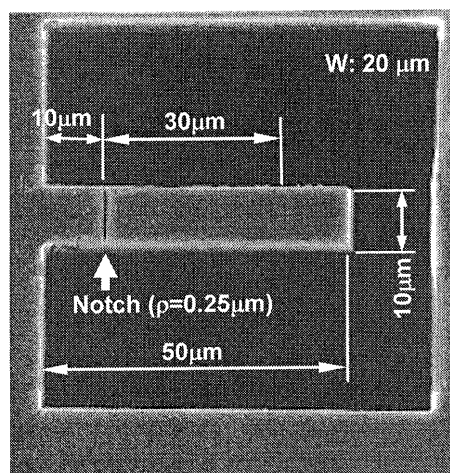


Fig. 3. Scanning electron micrograph of micro-sized specimen.

試料固定端から $40\mu\text{m}$ の位置（Fig. 3 中で+印の位置）とした。

2・2 破壊じん性試験

破壊じん性試験は、本研究室で開発したマイクロサイズ試験片用材料試験機 (MFT-2000) を用いて、室温大気中で行った。Fig. 4 に試験機のブロック図を示す。試験片は上述の試験片ホルダーに取り付けてあり、そのホルダーは精度 $0.1\mu\text{m}$ の精密 X-Y ステージ上に設置される。これにより、精度の高い荷重負荷位置の設定を可能としている。試験片に負荷を与えるアクチュエータとしては、発生力、耐久性に優れた磁歪素子 (TERFENOL-D) を用いている。アクチュエータの先端には、金属製ロッドが取り付けられており、その他端に取り付けた半径 $5\mu\text{m}$ のダイヤモンドチップにより微小片持ち梁試験片に曲げ荷重を負荷できるようにしている。これにより、剛性の高い荷重機構を実現している。本試験機の荷重分解能は $10\mu\text{N}$ 、変位分解能は 5nm である。破壊試験時の荷重負荷速度は、 $0.1\mu\text{m/s}$ とした。また、試験は温度、湿度変化ならびに大気中の埃の影響を取り除くため、恒温恒湿のクリーンルーム中で行った。なお、試験機ならびに試

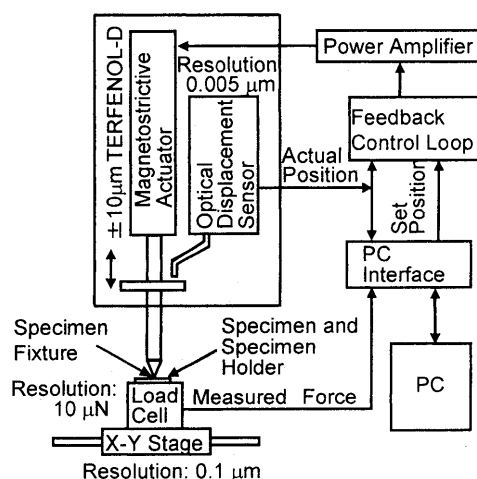


Fig. 4. Block diagram of testing machine for micro-sized specimens.

験法の詳細については、参考文献を参照されたい。^{6), 7)}試験後、走査型電子顕微鏡により破面観察を行った。

3 実験結果および考察

3・1 破壊挙動ならびに破壊じん性

Fig. 5 に破壊試験中の様子を CCD カメラで観察した写真を示す。荷重は Fig. 3 で示した試験片の荷重負荷位置に正確に負荷されており、微小サイズ片持ち梁試験片に対して破壊試験を行うことができた。Fig. 6 に破壊試験を行ったときの荷重-変位曲線を示す。荷重-変位曲線はほぼ直線で、脆性的な破壊挙動を示した。また、荷重-変位曲線において、直線部の傾きが試験片ごとに変化しているが、これは箔状試料の作製にあたり化学研磨を用いているため、厚さが一定していないことと、収束イオンビーム加工により導入した切欠の長さが常に一定ではないために、各試験片で a/W の値が異なっているためである。これらの試験片について破壊じん性値を算出した。破壊じん性値は、切欠付片持ち梁についての応力拡大係数の算出式 (1) により求めた。¹²⁾

$$K = \frac{6PS}{W^2B} \sqrt{\pi a} F(a/W)$$

$$F(a/W) = 1.22 - 1.40(a/W) + 7.33(a/W)^2 - 13.08(a/W)^3 + 14.0(a/W)^4 \quad (1)$$

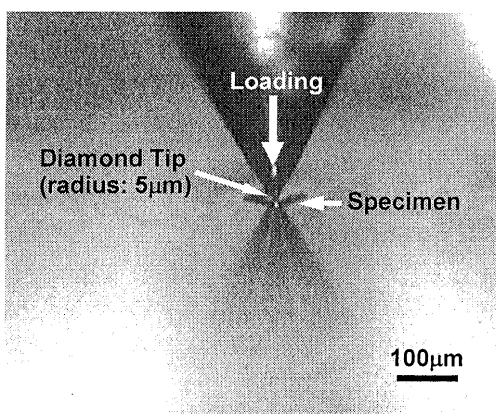


Fig. 5. Specimen appearance during fracture testing.

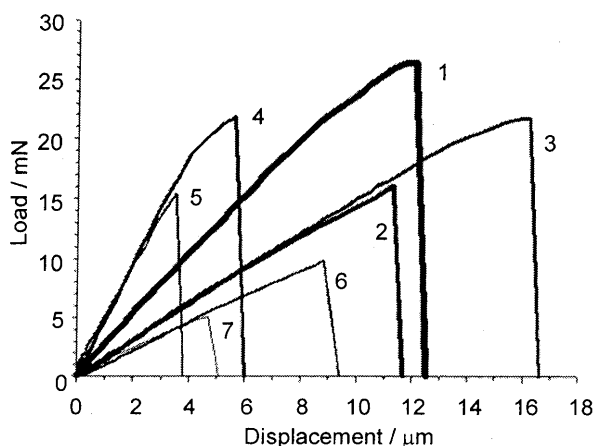


Fig. 6. Load-displacement curves during fracture toughness testing of micro-sized TiAl specimens. Numbers in the figure indicate specimen number.

ここで、 a , P , S は、それぞれ、き裂長さ、き裂進展開始荷重、荷重点と切欠の間の長さである。本研究では、き裂開口変位を直接計測することができなかったため、最大荷重でき裂が進展を開始したとして、破壊じん性値を算出した。また、き裂長さは、破壊試験後の破面の走査電子顕微鏡写真から実測した。

得られた破壊じん性の値を Table I に示す。本研究では、予き裂として収束イオンビーム加工機で導入した先端曲率半径 $0.25\mu\text{m}$ の切欠を使用している。ここでは疲労予き裂を切欠先端に導入していないので、切欠先端曲率半径は破壊じん性評価に対してきわめて重要となる。一方、Si 単結晶ならびに熔融シリカガラスの同じサイズの微小片持ち梁試験片に対して行った我々の以前の破壊じん性試験において、切欠先端半径を $0.1 \sim 0.25\mu\text{m}$ まで変えても一定の破壊じん性値が得られていることから、¹³⁾ 本研究でも先端曲率半径 $0.25\mu\text{m}$ の切欠で破壊じん性を評価した。

ところで、Table I には参考として ASTM 規格において小規模降伏条件を満足しているかどうかを判定するために使用される $2.5 (K_Q/\sigma_y)^2$ の値も併せて示している。ここで、 σ_y は本材料の降伏応力であり、ここでは macroscale の試験片で得られた 820MPa を用いた。¹⁴⁾ 本試験片ならびに試験法は ASTM E-399 規格に準拠していないため、この数値に基づいて平面破壊破壊じん性値の有効性を判定することは適当ではないが、本研究で得られた破壊じん性値は ASTM 規格における小規模降伏条件 ($a, W-a, B > 2.5 (K_Q/\sigma_y)^2$) を満足していない。このことは、試験片サイズが微小になると、たとえ破壊じん性値が小さい脆性材料であっても、小規模降伏を満足することが困難なることを示している。したがって、微小サイズの破壊じん性を評価する場合には、このことを考慮する必要がある。そこで、本研究では破壊じん性値を K_Q として標記することにした。 K_Q 値は $1.4 \sim 6.9\text{MPam}^{1/2}$ の範囲で大きくばらついていた。なお、破壊荷重の値と K_Q 値の大小が一致していないのは、前述のとおり試験片によって a/W の値が異なるためである。

Table I. Fracture toughness data for micro-sized specimens.

Specimen number in Fig. 6	$K_Q / \text{MPam}^{1/2}$	$2.5(K_Q/\sigma_y)^2 / \mu\text{m}$
1	6.9	177.0
2	5.9	129.4
3	4.7	82.1
4	4.0	59.5
5	2.8	29.1
6	2.4	21.4
7	1.4	7.3

3・2 破面観察

K_Q 値のばらつきの原因を探るために、破面観察を行った。Fig. 7 に K_Q 値が $2.4\text{MPam}^{1/2}$ のときの破面の走査電子顕微鏡写真を示す。破面にはいくつかのステップが観察されるが、きわめてフラットである。マイクロサイズ試験片においてもラメラ界面で破壊が生じたときには、このような破面が観察されており、⁵⁾このことは、この試験片で Interlamellar モードの破壊が起こっていることを示している。一方、Fig. 8 は K_Q 値が $5.9\text{MPam}^{1/2}$ の試験片破面である。破面は Fig. 7 とは大きく異なり、凹凸が見られるとともに、ラメラに対応していると考えられる平行に並んだパターンが観察された。

本研究では、試験片表面から観察してラメラ界面に平行になるように切欠を導入したが、試験片の内部では、Fig. 9 に示すように切欠方位が必ずしもラメラ界面とは平行になっていない。また、切欠がラメラとある角度を有するようになると、破壊じん性値が上昇することはすでにマイクロサイズ試験片の破壊じん性試験で知られている。⁵⁾これらのことから、 K_Q 値が大きくばらついた原因として

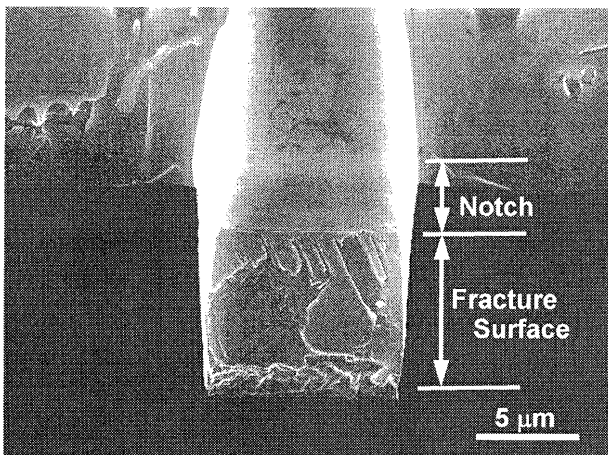


Fig. 7. Scanning electron micrograph of fracture surface of a specimen with a low K_Q ($2.4\text{MPam}^{1/2}$).

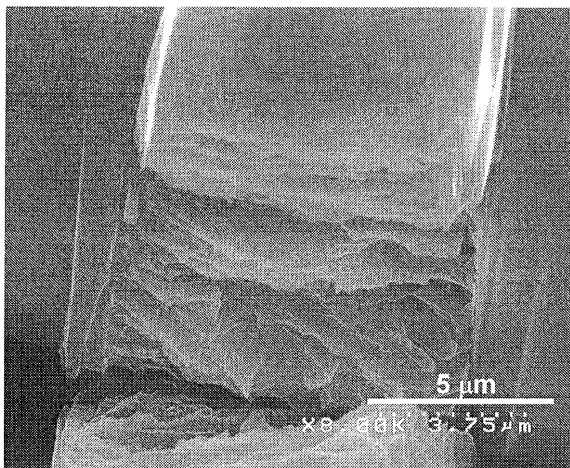


Fig. 8. Scanning electron micrograph of fracture surface of a specimen with a high K_Q ($5.9\text{MPam}^{1/2}$).

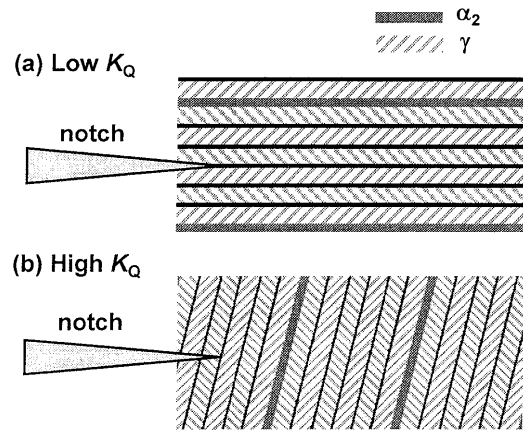


Fig. 9. Schematic figures of local lamellar orientation ahead of notch in micro-sized specimens. (a) low K_Q value and (b) high K_Q value.

は、切欠先端の局所的なラメラの方位が関係していると考えられる。また、最小の K_Q 値が Interlamellar 方向へき裂が進展するときの K_Q 値を示していると思われる。

3・3 破壊じん性に及ぼす試験片のサイズ効果

上述のように、破壊じん性値はき裂先端の局所的なラメラ方位に依存して大きく変化した。この傾向は、マイクロサイズの材料でも一般的に観察されている。しかしながら、本材料のマイクロサイズ試験片（シャルピー試験片での3点曲げ）における破壊じん性値は $18\text{MPam}^{1/2}$ であり、¹⁴⁾本マイクロサイズ試験片での破壊じん性値は、これに比べてきわめて低い値となっている。また、Interlamellar 方向へき裂を伝播させたときの破壊じん性値も、約 $2\text{MPam}^{1/2}$ であり、マイクロサイズの Ti-46Al PST 試験片 ($4 \times 3 \times 20\text{mm}^3$ の3点曲げ) で、き裂を Interlamellar 方向に伝播させたときの K_Q 値 ($4\text{MPam}^{1/2}$)⁵⁾ に比べて小さい値となっている。

まず、Interlamellar 方向へき裂が伝播したときの K_Q 値が通常サイズ試験片の場合より低かった要因について検討する。マイクロサイズの PST 結晶において、疲労き裂を Interlamellar 方向へ導入することはきわめて困難であり、そのためこれまでは切欠（先端の曲率が約 0.25mm ）のみを導入して破壊じん性試験が行われている。これに対して、本研究の微小サイズ試験片では、収束イオンビーム加工機により、Fig. 9 (a) に示すようにラメラ界面に曲率半径約 $0.25\mu\text{m}$ の切欠を導入している。したがって、本研究の測定値の方が、Interlamellar 方向へき裂を伝播させたときの破壊じん性値として、より精度の高い計測値であると考えられる。実際、 γ -TiAl の (111) 界面エネルギー¹⁵⁾に基づいてへき開破壊に対する K_{IC} 値を算出した結果、 $1.47\text{MPam}^{1/2}$ という値が得られている。¹⁶⁾また、分子動力学シミュレーションによっても、 γ -TiAl の (111) のへき開破壊時の K_{IC} 値として、 $0.5\text{MPam}^{1/2}$ という値が得られている。¹⁷⁾このことはマイクロサイズ試験片を用いる本計測法が Interlamellar 方向へき裂が進展する際の intrinsic な破壊じん性を計測するのに優れた手法であることを示している。一方、Fig. 9 (a) に示すような Interlamellar

方位での破壊じん性値は、界面の形態 (γ/α_2 界面ならびに γ/γ 界面の場合は、双晶、擬双晶、バリエーション界面の3種類) によっても異なると推定される。本研究では、界面の種類の間までは行えなかったが、低 K_Q 値のはらつきはこの界面形態の違いが影響を及ぼしているとも考えられ、今後の検討が必要である。

一方、Translamellar が支配的と考えられる場合でも、 K_Q 値は最大で $7\text{MPam}^{1/2}$ であり、本材料のマクロサイズ試験片で得られている $18\text{MPam}^{1/2}$ に比べてきわめて低い値となっている。マクロサイズのラメラ組織試験片では、シアリガメントブリッジングなどの extrinsic toughening 機構が、き裂後端 (crack wake) 部分で有効に作用することが知られている。この extrinsic toughening 機構はき裂伝ばとともにその寄与が増加し、それに伴いき裂伝ば抵抗が急激に上昇することが報告されている。¹⁸⁾ このことは、ラメラ組織を有する TiAl 合金のマクロサイズ試験片を用いた破壊じん性評価では、ASTM 規格に基づいて 5% オフセット荷重から破壊じん性値を評価すると、き裂が最初に発生した荷重ではなく、ある程度き裂が伝ばした荷重 (すなわち extrinsic toughening 機構が働いている状態) で破壊じん性を評価していることになり、このことがラメラ組織の破壊じん性値を向上させている要因と言われている。¹⁰⁾ これに対してマイクロサイズ試験片では、Fig. 7 あるいは Fig. 8 に示すように最終破断までに伝播したき裂の長さはわずか $2 \sim 3\mu\text{m}$ である。このことはマイクロサイズ試験片では、き裂が発生するとすぐに最終破壊を起こし、extrinsic toughening 機構が有効に働かないことを示している。このためにマイクロサイズ試験片では、破壊じん性値がマクロサイズ試験片に比べて低くなったものと考えられる。また、マイクロサイズ試験では、隣接するラメラの影響も排除されており、このことも測定された破壊じん性値に影響を与えていると考えられる。これらのことは、逆の表現をすれば、マイクロ破壊じん性試験を行うことにより、ラメラ組織の intrinsic な破壊じん性を評価できることを示唆している。しかしながら、上記のことを明らかにするためには、今後の研究が必要である。

4 結 言

フルラメラ組織を有する Ti-46Al-5Nb-1W 合金 (組成は原子%) の一つのラメラコロニーからマイクロサイズの切欠付片持ち梁試験片を切り出し、破壊じん性試験を行った結果、以下の結論が得られた。

(1) TiAl ラメラ組織中の目的とする微小領域から、マイクロサイズの試験片を切り出し、破壊じん性試験を行うことに成功した。

(2) K_Q 値は切欠先端の局所的なラメラ方位に依存し、Interlamellar 方向へき裂が進展するときに約 $2\text{MPam}^{1/2}$ 、

Translamellar 方向へき裂が進展するときに、約 $6\text{MPam}^{1/2}$ であった。

(3) これらの K_Q 値は、ラメラ組織を有するマクロサイズの TiAl 基合金でこれまで得られている破壊じん性値に比べて小さい値であった。これはマイクロサイズ試験片では、Extrinsic Toughening がほとんど働かないためと考えられる。したがって、マイクロサイズ試験片を用いることで、ラメラ組織の intrinsic な破壊じん性を計測することが可能と考えられる。

本研究の一部は日本学術振興会科学研究費補助金 (基盤研究 (C) (2) 課題番号: 165606081) によって行われた。記して謝意を表す。

参 考 文 献

- 1) R. E. Schafrik, Proc. 3rd Int. Symp. on Structural Intermetallics (ISSI 3), 13 (2002).
- 2) R. Pather, A. Wisbey, A. Partridge, T. Halford, D. N. Horspool, P. Bowen and H. Kestler, Proc. 3rd Int. Symp. on Structural Intermetallics (ISSI 3), 207 (2002).
- 3) Y. W. Kim, Acta Metall., **40**, 1121, (1992).
- 4) R. O. Ritchie, Int. J. Fracture, **100**, 55 (1999).
- 5) S. Yokoshima and M. Yamaguchi, Acta Mater, **44**, 873 (1996).
- 6) Y. Higo, K. Takashima, M. Shimojo, S. Sugiura, B. Pfister and M. V. Swain, Mater. Res. Soc. Proc., **605**, 241 (2000).
- 7) 高島和希, 肥後矢吉, あたりあ, **40**, 184 (2001).
- 8) S. Maekawa, K. Takashima, M. Shimojo, Y. Higo, S. Sugiura, B. Pfister and M. V. Swain, Jpn. J. Appy. Phys., **38**, 7194 (1999).
- 9) K. Takashima, Y. Higo, S. Sugiura and M. Shimojo, Mat. Trans., **42**, 68 (2001).
- 10) K. Takashima, M. Shimojo, Y. Higo and M. V. Swain, ASTM Standard Technical Publication, **1413**, 72 (2001).
- 11) F. Machalett, K. Edinger, J. Melngailis, M. Diegel, K. Steenbeck and E. Steinbeiss, Appl. Phys. A, **71**, 331 (2000).
- 12) 岡村弘之, “線形破壊力学入門”, p.218 (1976) 培風館。
- 13) 小山 聡, 高島和希, 肥後矢吉, 電気学会論文誌 E, **125**, 302 (2005).
- 14) T. P. Halford, “Fatigue and Fracture of a High Strength, Fully Lamellar γ -TiAl Based Alloy”, PhD Thesis, p.53 (2003) The University of Birmingham, UK.
- 15) M. H. Yoo and K. Yoshimi, Intermetallics, **8**, 1215 (2000).
- 16) K. S. Chan, P. Wang, N. Bhate and K. S. Kumar, Acta Mater., **52**, 4601 (2004).
- 17) J. Panova and D. Farkas: Metall. and Mater. Trans., **29A**, 951 (1998).
- 18) K. T. V. Rao, Y. W. Kim, C. L. Muhlstein and R. O. Ritchie, Mat. Sci. Eng. A, **192/193**, 474 (1995).