

# B添加およびB無添加の直方晶(O + $\alpha_2$ )型 Ti-27.5Nb-13Al合金の高サイクル疲労・超高サイクル疲労および( $\alpha$ + $\beta$ )型 Ti合金と比較した疲労ストライエーション解析\*<sup>1</sup>

萩原 益夫\*<sup>2</sup> 北嶋 具教\*<sup>2</sup>

国立研究開発法人 物質・材料研究機構

J. Japan Inst. Met. Mater. Vol. 88, No. 12 (2024), pp. 357-366  
Special Issue on Recent Research and Development in the Processing, Microstructure, and Properties of Titanium and Its Alloys  
© 2024 The Japan Institute of Metals and Materials

## High Cycle Fatigue and Very High Cycle Fatigue of Orthorhombic (O + $\alpha_2$ )-Type Ti-27.5Nb-13Al Alloy with and without B and Fatigue Striation Analysis in Comparison with ( $\alpha$ + $\beta$ )-Type Titanium Alloys

Masuo Hagiwara\*<sup>2</sup> and Tomonori Kitashima\*<sup>2</sup>

National Institute for Materials Science, Tsukuba 305-0047

The lightweight and high strength Ti-27.5Al-13Nb intermetallic alloy, based on the orthorhombic Ti<sub>2</sub>AlNb phase (O phase) and the  $\alpha_2$  phase incorporated, was previously developed by the authors. This alloy would seem to have good potential for applications where fatigue behavior is a main concern, such as automobile and aircraft engine parts. The minor addition of boron (B) is known to refine the ingot grain size and thus to improve the subsequent mechanical properties. For these reasons, the high cycle fatigue (HCF) and very high cycle fatigue (VHCF) properties of B-free and 0.1 pct B-modified Ti-27.5Al-13Nb alloy were examined in the present study. HCF tests were performed at room temperature (RT) in tension-tension mode at an R of 0.1 and a frequency of 10 Hz, while VHCF tests were performed using an ultrasonic resonance fatigue test machine at an R of -1 and a frequency of 20 kHz. In both fatigue tests, hourglass-shaped specimens were used. With the addition of 0.1 pct B, the prior B2 grain size of an ingot was reduced drastically, from 600-1000  $\mu$ m for the B-free alloy to 100-250  $\mu$ m. The 0.1 pct B-modified Ti-27.5Al-13Nb alloy with a duplex microstructure consisting of a globular  $\alpha_2$  phase and a lamellar microstructure exhibited superior elongation of 6.1 pct at RT. The HCF curve for this alloy with a duplex microstructure was almost the same as that for a Ti-6Al-4V alloy with a fully lamellar microstructure. Although prolonged fatigue life was previously reported in the HCF region in the 0.1 pct B-modified Ti-6Al-4V alloy, the addition of 0.1 pct B to the Ti-27.5Al-13Nb, Ti-6Al-4V and Ti-4Al-2.5V-1.5Fe alloys had no such effect in the VHCF region. VHCF strength for a lamellar microstructure was ranked in the order of Ti-4Al-2.5V-1.5Fe, Ti-6Al-4V and Ti-27.5Al-13Nb from the highest. Well-defined striations were observed at the propagation stage area of the fatigue fracture surface of B-free Ti-27.5Al-13Nb, and the measured striation spacing kept a constant of 0.29  $\mu$ m through the propagation distance of 300  $\mu$ m. The calculation based on this observation showed that the fatigue life spent in the propagation stage was very short and thus almost 100 pct of HCF life was thought to be spent in the fatigue initiation stage. For the B-free Ti-6Al-4V alloy with an equiaxed microstructure, the striation spacing increased from 0.06  $\mu$ m to 4  $\mu$ m as the fatigue crack propagated for a distance of 1000  $\mu$ m. Calculation based on the striation spacing revealed that, similar to the case with the Ti-27.5Al-13Nb alloy, the fatigue initiation stage consumed almost 100 pct of fatigue life regardless of the B addition.

[doi:10.2320/jinstmet.JC202406]

(Received May 21, 2024; Accepted July 16, 2024; Published November 25, 2024)

**Keywords:** orthorhombic titanium alloy,  $\alpha_2$  phase, B addition, microstructure, HCF and VHCF properties, striation spacing

## 1. 緒 言

チタン系の金属間化合物相である Ti<sub>2</sub>AlNb 相を主相とする合金は新しいタイプの軽量耐熱材料として注目されてきた[1]. Ti<sub>2</sub>AlNb 相は、規則的な直方晶系の結晶格子を有し、O 相(Orthorhombic phase)とも呼ばれ、Ti<sub>2</sub>AlNb 相を主相とする合金は O 相基合金とも呼ばれる[1, 2]. この O 相基合金を実用化するためには、延性、靱性をより一層向上させることが必要不可欠であり、今日までの典型的な O 相基合金として、

高温相である B2 相(CsCl 型構造)を O 相中に組み入れてこれらの特性値の改善を試みた Ti-22Al-27Nb 合金が挙げられる[3-7]. しかしながら本合金は、1) 高価な希少元素の Nb を大量に含む、2) 923 K 以上の高温で降伏応力と引張強度が大幅に低下する[8, 9], などの欠点を持つ。

著者らは、Nb 含有量を減らし、かつ Ti-22Al-27Nb 合金の高温特性を凌ぐ新しい O 相基合金の開発を行ってきた[10-15]. これまで、Nb 量を減らし、Fe のようなユビキタス元素を活用した O 相基合金 Ti-22Al-11Nb-2Mo-1Fe 合金の開発に成功している[14, 15]. この合金は Ti-22Al-27Nb 合金中の Nb の一部を Mo, W, V, Fe などの  $\beta$  相安定化元素で置換することにより開発したものであり、主相の O 相と B2 相で構成される。

\*<sup>1</sup> Mater. Trans. **64** (2023) 121-130 に掲載

\*<sup>2</sup> Corresponding authors, E-mail: KITASHIMA.Tomonori@nims.go.jp, m-hagi@mti.biglobe.ne.jp

この(O + B2)型 O 相基合金のクリープ特性は、元の Ti-22Al-27Nb 合金よりも大幅に向上したが、使用上限温度は 1023 K であり[10, 11, 15]、軽量で高強度の  $\gamma$ -TiAl 金属間化合物合金のそれ(1123 K)[16]には至らなかった。したがって O 相基合金では、高温特性をより一層向上させるための研究がさらに必要である。

Ti-Al-Nb 系 3 元系状態図において、(O +  $\alpha_2$ )の二相領域が存在する。 $\alpha_2$  相の高温強さは B2 相よりも優れている[17]。したがって O 相に  $\alpha_2$  相を組み入れた O 相基合金を創製すれば、1023 K 以上で高温特性が優れていよう。このような観点から筆者は以前に(O +  $\alpha_2$ )型の Ti-27.5Al-13Nb 合金を新しく設計した[17]。

本(O +  $\alpha_2$ )型 Ti-27.5Al-13Nb 合金の欠点の 1 つは、室温で引張延性が非常に乏しいことであり、特にその微視組織がフルラメラ(Full lamellar)組織である場合にそれが顕著である[17]。したがって信頼性確保の観点からは、延性を向上させるための手段を講じる必要がある。結晶粒の微細化は延性を改善する有効な方法として知られている[6]。結晶粒を微細化するための一手法として、著者らは本 Ti-27.5Al-13Nb 合金に微量のボロン(ホウ素, B)を添加することを試みた[18]。これは、凝固過程で形成された TiB が結晶粒成長の障害物として作用するためである[19]。実際 0.1%の B をこの合金に添加したところ、鑄造まま材の旧  $\beta$  粒サイズは B 無添加の 1200  $\mu\text{m}$  から 200  $\mu\text{m}$  に微細化した[18]。延性を向上させるもう 1 つの別の方法として、この合金の微視組織を加工熱処理により Duplex 組織にする方法が挙げられる。この加工熱処理は具体的にはまず合金を高温の(B2 +  $\alpha_2$ )二相域で高温変形させ、次に同じ(B2 +  $\alpha_2$ )二相域の温度で一定時間保持し、最後に低温側の(O +  $\alpha_2$ )二相域で安定化熱処理を施すものである。この安定化熱処理により B2 相は(O +  $\alpha_2$ )ラメラ組織に変態した[17, 18]。その結果、球状  $\alpha_2$  相と(O +  $\alpha_2$ )ラメラ組織からなる Duplex 組織が形成される。本研究ではこのような B 添加と加工熱処理による結晶粒微細化の方法を別々に、または同時に適用することにより、Ti-27.5Al-13Nb 合金の室温延性が大幅に向上した。例えば、ラメラ組織を有する B 無添加合金の伸び 0.1%は Duplex 組織に改良することにより、4.3%に増加した。

クリープは高温用途で重要な特性である。著者らは以前の研究で、Ti-27.5Al-13Nb 合金に異なる微視組織を作り出し、温度 1023 K、応力 250 MPa の条件下でクリープ特性を評価し、これら異なる微視組織のクリープ変形機構について議論した[18]。

Ti 材料は、タービンブレード、タービンディスク、スプリングコイルなどの自動車や航空機の部品に使用されることが多い。ここでは非常に小さい繰返し応力が常に作用し、耐用年数は超高サイクル疲労(VHCF)領域に及ぶ。これらの用途では疲労とクリープが最も重要な特性と考えることができる。 $\gamma$ -TiAl 金属化合物合金は、これらの部品に使用する有望な候補合金に挙げられるが、本合金は室温で非常に脆く、使用中に破損する危険性があり、用途は限定される。

Ti-27.5Al-13Nb 合金は十分な室温延性を有し、材料信頼性は高い。そのため、この合金は高サイクル疲労(HCF)と

VHCF が主な懸念事項である自動車や航空機の部品に使用される可能性がある。したがってこの合金の使用に先立ち、本合金の疲労特性を十分に理解しておくことは重要である。

そこで本研究では、まず、ラメラ組織または Duplex 組織を有する B 無添加 Ti-27.5Al-13Nb 合金の HCF 特性を評価した。次に、ラメラ組織を有する B 無添加合金および 0.1% B 添加合金の VHCF 特性を評価した。またそれらの結果を過去の研究で得られた( $\alpha + \beta$ )型 Ti-6Al-4V 合金および Ti-4.5Al-2.5V-1.5Fe 合金の疲労特性[20]と本研究で得られる疲労特性と比較した。

Ti-27.5Al-13Nb 合金の HCF 試験後に、疲労破断面を観察したところ、疲労伝ば領域には明瞭なストライエーションが存在していた。この結果より、以前に著者らが疲労試験を行った B 無添加 Ti-6Al-4V と 0.1% B 添加 Ti-6Al-4V[20]についても疲労破断面を改めて観察したところ、伝ば領域には確かにストライエーションが形成されていることを確認した。そこで本研究ではこれら 2 つの合金を対象に、SEM 写真でのストライエーション間隔の観察やストライエーションの数のカウントなど、解析を詳細に行った。またこれらの観察結果から、全疲労寿命の中で疲労の発生段階で費やされる疲労寿命と伝播段階で費やされるそれが占める割合を推定した。

## 2. 実験方法

コールドクルーシブル溶解により Ti-27.5Al-13Nb 合金、Ti-6Al-4V 合金、および Ti-4.5Al-2.5V-1.5Fe 合金の円柱状鑄塊を(国研)物質・材料研究機構で溶製した。鑄塊の直径および長さは、それぞれ約 70 mm、重量は 1.3 kg であった。Ti-4.5Al-2.5V-1.5Fe は ATI が開発した( $\alpha + \beta$ )型 Ti 合金であり、高強度かつ高延性で、かつ冷間加工は容易という特徴を持つ。その  $\beta$  トランザス温度は 1238 K である。

B 添加と B 無添加の Ti-27.5Al-13Nb 合金鑄塊を、まず柱状晶組織を壊すために立方体形状に熱間鍛造し、次にこの鍛造材を( $\alpha_2 + \text{B2}$ )二相域の 1373 K で熱間溝ロール圧延を行い、11.8 mm 角の角棒に仕上げた。ラメラ組織を得るために、熱間溝ロール圧延した角棒を B2 単相領域の 1473 K で 3.6 ks の間保持し、次いで制御された 0.03 K/s の冷却速度で 600 K まで冷却した。Duplex 組織を得るため、熱間鍛造し、熱間溝ロール圧延した角棒を( $\alpha_2 + \text{B2}$ )域の 1373 K で 3.6 ks 保持し、0.03 K/s の冷却速度で室温まで冷却した。最後にこれらの角棒を(O +  $\alpha_2$ )二相域のおよそ 1223 K で 118.8 ks の間保持し、組織安定化を行った。比較材である Ti-6Al-4V 合金の等軸組織とラメラ組織を得るための熱処理は別の文献に記述してある[20, 21]。Ti-4.5Al-2.5V-1.5Fe 合金ではラメラ組織を得るために、熱間溝ロール圧延を施した角棒を  $\beta$  単相域の 1273 K で 3.6 ks 間保持し、次いで 0.03 K/s の冷却速度で徐冷し、最後に 973 K で 3.8 ks の組織安定化を行った。

ラメラ組織または Duplex 組織を有する B 無添加 Ti-27.5Al-13Nb 合金の HCF 特性は油圧サーボ試験装置を用いて荷重制御により、引張-引張モードの R 比(最小応力と最大応力の比)0.1、周波数 10 Hz の条件で測定した。B 無添加と 0.1% B 添加の Ti-27.5Al-13Nb 合金、Ti-6Al-4V 合金、Ti-

4.5Al-2.5V-1.5Fe 合金の VHCF 特性は、超音波の共振により振動を発生させる超音波疲労試験装置を用いて引張-圧縮モードの R 比-1 で測定した。HCF 試験と VHCF 試験ではゲージ長さ 18.5 mm, ゲージ直径 31 mm, 最小直径 3.0 mm の砂時計型試験片を用いた。この試験片形状により、VHCF 試験で 20 kHz の共振周波数を発生した[20]。

本研究で取り扱う合金の引張強度は、直径 3.5 mm, 長さ 16 mm の平滑引張試験片を用いて、室温でひずみ速度  $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  で評価した。微視組織は光学顕微鏡(OM)および走査型電子顕微鏡(SEM)を用いて観察した。

### 3. 結果と考察

#### 3.1 微視組織

0.1%の B 添加により、鑄造状態の旧 B2 結晶粒径は、B 無添加合金の 600-1200  $\mu\text{m}$  から 100-250  $\mu\text{m}$  に劇的に減少した[18, 20]

Fig. 1 は、圧延方向に平行な面の B 無添加および 0.1% B 添加 Ti-27.5Al-13Nb 合金のラメラ組織と Duplex 組織を示したものである。B 無添加合金を B2 単相域から冷却した場合、粒界に多量の  $\alpha_2$  相が形成され、また旧 B2 粒内には  $\alpha_2$  相のラメラが同様に配列した典型的なラメラ組織[17, 18]が形成された(Fig. 1(a))。黒色で示される O 相は  $\alpha_2$  相のラメラの間に薄いラスとして生成している。0.1% B 添加合金(Fig. 1(b))では、TiB の凝集体からなる細長い黒いバンドが圧延方向に沿って並んでいた[20-22]。それぞれの TiB の幅は 1-

2  $\mu\text{m}$  であり、長さに対する幅のアスペクト比は約 10 であった[18]。これらの TiB が筋状に分布していることにより、合金が B2 単相領域で保持されている間、B2 結晶粒の成長は阻止され、B2 粒径は大幅に減少した。この B2 粒の微細化に伴い、0.1%の B 添加により、コロニーサイズが約 500  $\mu\text{m}$  から約 70  $\mu\text{m}$  に減少した。したがってそれぞれの  $\alpha_2$  相のラメラは大幅に短くなり、一方その幅は広がった。

溝ロール圧延した B 無添加合金を ( $B2 + \alpha_2$ ) 二相領域の 1373 K で 3.6 ks 保持し、その後 1223 K で 118.8 ks の組織安定化熱処理を行うと、球状  $\alpha_2$  相と微細なラメラ組織からなる Duplex 組織が得られた(Fig. 1(c))。ただし、球状  $\alpha_2$  相は均一に分布せず、Fig. 1(c)の矢印で示すとおり、 $\alpha_2$  相は圧延方向に沿ってネックレス状の帯として配列していた。Emura らによる ( $O + B2$ ) 型 O 相基合金に関する研究[18, 23]において、この  $\alpha_2$  相のネックレス状の帯の形成は、固溶した高融点元素 Nb が dendrite 偏析により鑄塊中に不均一分布することに起因するとしている。0.1% B 添加合金ではほぼ全域に多数の球状  $\alpha_2$  相が形成されている。したがってこの球状  $\alpha_2$  相に囲まれたラメラ組織の領域は非常に狭められるか、あるいは完全に消滅していた(Fig. 1(d))。組織を注意深く観察すると、それぞれの TiB が球状  $\alpha_2$  相に埋め込まれていることがわかった(Fig. 1(e))。これは、TiB が球状  $\alpha_2$  相形成の核生成サイトとして作用していることを示唆している。したがって B 無添加合金に比べて B 添加合金では核生成サイトの数が増加したために、ほぼ全域にわたって球状  $\alpha_2$  相が形成したと考えられる。

B 無添加 Ti-6Al-4V 合金では、粒界にはマッシュパ相が存在し、また粒内には  $\alpha$  相ラメラと  $\beta$  相が同様に並んだコロニー粒またはパッケージが存在するという典型的なラメラ組織が形成されている[20]。0.1% B を添加した合金では、 $\beta$  粒の成長は TiB の筋状の分布により阻害されたため、ラメラ組織の形態は、一見、等軸組織のようであった。B 無添加と 0.1% B 添加の Ti-6Al-4V 合金は約 8  $\mu\text{m}$  の  $\alpha$  粒径を有する非常によく似た等軸組織を呈していた[20]。Ti-27.5Al-13Nb および Ti-6Al-4V 合金と同様に、0.1% B 添加の Ti-4.5Al-2.5V-1.5Fe 合金では細密なラメラ組織が形成された。この合金の  $\beta$  相安定性は、Ti-6Al-4V のような他の ( $\alpha + \beta$ ) 型合金に比べて高いため、B 無添加合金と 0.1% B 添加合金の両方において、Widmanstätten 構造にやや似たラメラ組織が得られた。

#### 3.2 引張特性

ラメラ組織または Duplex 組織を有する Ti-27.5Al-13Nb 合金の室温での引張特性データを Table 1 に示す。ラメラ組織を持つ B 無添加合金の全伸びは非常に小さく、0.1% であった。これは、B2 単相温度域での保持が旧 B2 粒径を大きくしたためと考えられる。0.1% B の添加により粒径を小さくすることで、全引張伸び値は 0.1% から 0.8% に増加し、引張強さは 404 MPa から 581 MPa に増加した。しかし 0.8% の伸び値は、構造材料として信頼性に欠ける。Duplex 組織を持つ合金では、B 無添加の場合、引張伸び 4.3%、引張強さ 668 MPa であったが、0.1% B の添加により、それぞれ 6.1%、726 MPa に増加した。Table 1 が示すとおり、延性と引張強さに対する

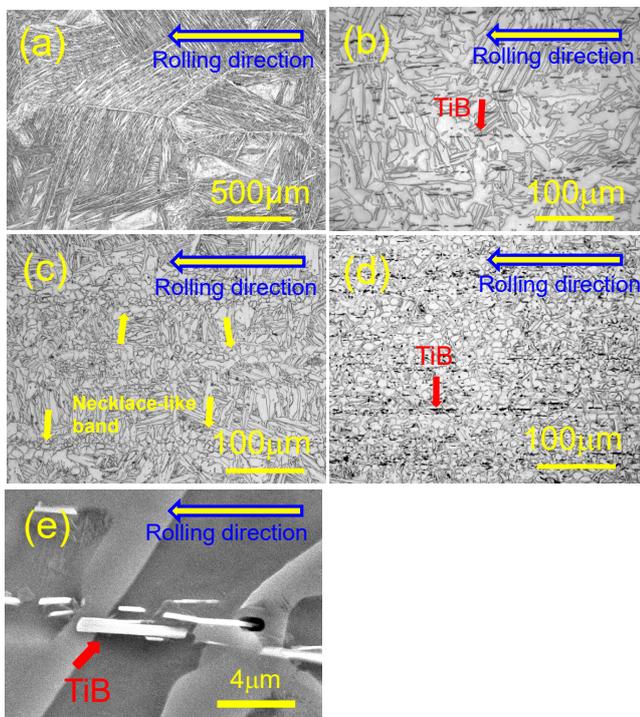


Fig. 1 OM micrographs of (a) B-free and (b) 0.1 pct B-modified Ti-27.5Al-13Nb alloys with lamellar microstructures, and (c) B-free and (d) 0.1 pct B modified Ti-27.5Al-13Nb with duplex microstructures. The arrows in (b) and (d) indicate TiB, and those in (c) indicate the  $\alpha_2$  phases forming a necklace-like arrangement. (e) is the high magnification SEM micrograph of TiB in (b).

る 0.1%B 添加のプラス効果は、Ti-6Al-4V 合金、Ti-4.5Al-2.5V-1.5Fe 合金においても同様に見られた。

### 3.3 HCF 特性

ラメラ組織または Duplex 組織を持つ B 無添加 Ti-27.5Al-13Nb 合金の HCF 図形、すなわち最大応力  $\sigma_{max}$  と破断までの繰返し数の関係を Fig. 2 に示す。この図から明らかなように、ラメラ組織から Duplex 組織に調整することで、 $10^7$  サイクルまでの全サイクル範囲にわたって HCF 強度は大幅に向上した。また、この微視組織の調整により、 $10^7$  サイクルにおける HCF 強度は 400 MPa から 550 MPa に向上した。Ti 合金の HCF 強度を向上させる主要な要因として、引張強度の向上と微視組織の微細化が知られている[7, 21, 24-26]。引張強度の向上の寄与を明らかにするためには、これら 2 つの微視組織の引張強度または 0.2% 降伏応力を知る必要がある。しかし、Table 1 に示すように、この合金は 0.2% 降伏応力値に達する前に破断している。それ故にこの値を何らかの方法で評価する必要がある。(B2+O)型 Ti-22Al-11Nb-2Mo-1Fe 合金の組織-特性関係に関する著者らの以前の研究[24]によると、Duplex 組織はラメラ組織よりも高い 0.2% 降伏応力を示すが、その差は 64 MPa であった。この値は僅かな差と考えられ、引張強度の向上は HCF 強度の向上にそれほど大きく寄与しないとみなせる。したがって、Duplex 組織を持つこの合金の優れた HCF 強度は組織の微細化に起因すると考えられる。

Fig. 2 は、Ti-27.5Al-13Nb 合金と Ti-6Al-4V 合金の HCF 曲線図を比較したものである。Ti-6Al-4V 合金のデータは、今回と同じ実験条件(試験片サイズや応力負荷周波数、など)を用いて過去に取得したデータ[20]である。すなわち疲労データに影響する他の要因は等しく、2 つの合金の疲労特性を直接比較することができる。この比較より、本研究の Ti-27.5Al-13Nb 合金の全体的な HCF 挙動は、Ti-6Al-4V 合金と

Table 1 Tensile properties at room temperature of B-free and 0.1 pct B-modified Ti-27.5Al-13Nb alloys with either a lamellar or duplex microstructure together with those of Ti-6Al-4V and Ti-4.5Al-2.5V-1.5Fe.

Alloys	Micro-structure	TS MPa	T. EL pct
Ti-27.5Al-13Nb	Lamellar	404	0.1
	Duplex	668	4.3
Ti-27.5Al-13Nb-0.1B	Lamellar	581	0.8
	Duplex	726	6.1
Ti-6Al-4V	Lamellar	862	8
	Equiaxed	915	16
Ti-6Al-4V-0.1B	Lamellar	860	16
	Equiaxed	949	16
Ti-4.5Al-2.5V-1.5Fe	Lamellar	752	10
Ti-4.5Al-2.5V-1.5Fe-0.1B	Lamellar	786	12

TS: Tensile strength, T. EL: Total elongation

比較して非常に劣っていることがわかる。金属間化合物は一般的にすべり面[3]が限られ、本質的に変形能は低いため、これが Ti-27.5Al-13Nb 合金の疲労強度が劣る理由として考えられる。しかしながら Duplex 組織を持つ B 添加 Ti-27.5Al-13Nb の HCF 強度は、ラメラ組織を持つ Ti-6Al-4V のそれと同じレベルに達していた。

### 3.4 ラメラ組織を有する B 無添加および B 添加 Ti-27.5Al-13Nb 合金の VHCF 特性

高サイクル疲労特性に加えて、ラメラ組織を有する B 無添加および B 添加 Ti-27.5Al-13Nb 合金の VHCF 特性についても評価した(Fig. 3)。この図に示すとおり、両合金は  $10^{10}$  サイクルの範囲で同じ疲労強度を示し、0.1%B の添加は VHCF 挙動に影響を及ぼしていないことがわかる。約 200 MPa 以下の応力振幅では、両合金とも  $10^{10}$  サイクルを超えても未破断であった。

Fig. 4 に、ラメラ組織を有する Ti-27.5Al-13Nb 合金の典型的な VHCF 破断面の SEM 写真を示す。応力振幅  $\sigma_a = 225$  MPa、繰返し数  $N_f = 2.716 \times 10^6$  で破断した B 無添加合金(Fig. 3 の A)の破面は非常に粗い破壊形態を示していることがわかる。一方、 $\sigma_a = 200$  MPa、 $N_f = 2.734 \times 10^8$  で破断した Fig. 3 の B の 0.1%B 添加合金では、非常に平坦な破面が観察された。

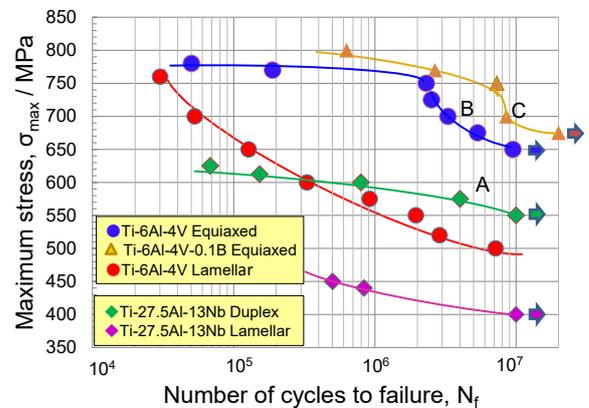


Fig. 2 HCF curves for B-free Ti-27.5Al-13Nb alloy with either a lamellar or duplex microstructure. HCF curves for Ti-6Al-4V [20] are included for comparison.

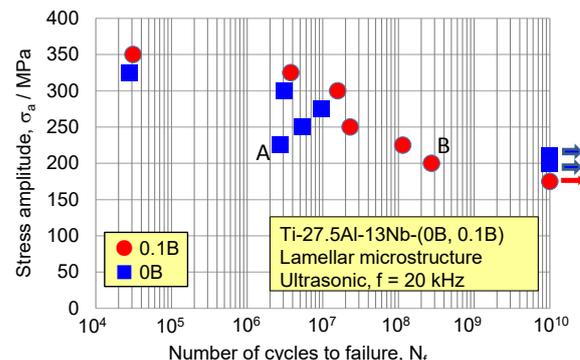


Fig. 3 VHCF curves of B-free and 0.1 pct B-modified Ti-27.5Al-13Nb alloys with lamellar microstructures.

比較のため、著者らの過去の研究で得られたラメラ組織を持つ B 無添加および 0.1% B 添加 Ti-6Al-4V 合金の VHCF 曲線[20]と、本研究で得られたラメラ組織を持つ B 無添加および 0.1% B 添加 Ti-4.5Al-2.5V-1.5Fe 合金の VHCF 曲線を Fig. 5 に示す。Ti-27.5Al-13Nb 合金の疲労曲線と同様に、0.1% B 添加合金と B 無添加合金の VHCF データはそれぞれの合金においてお互いに重なり、それぞれ約 300 MPa と約

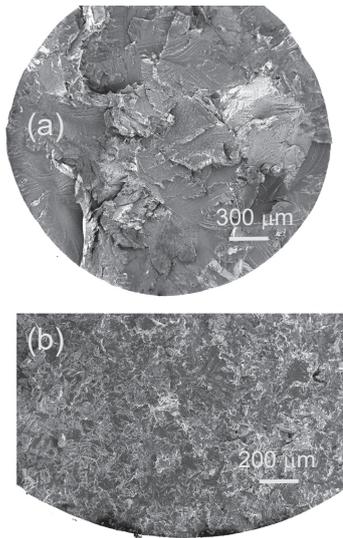


Fig. 4 SEM micrographs of the typical VHCF fracture surfaces of Ti-27.5Al-13Nb alloys with lamellar microstructures. (a) B-free alloy (marked A in Fig. 3), (b) 0.1 pct B-modified alloy (marked B in Fig. 3).

350 MPa 以下の応力振幅で、繰返し数が  $10^{10}$  サイクルを超えても未破断であった。これら 3 組の VHCF データから、合金の組成に関係なく、VHCF の範囲において B 無添加合金の疲労データは B 添加合金のそれと一致するという結論に至った。Fig. 3 および Fig. 5 の結果から導かれるもう 1 つの注目すべき点は、Ti-6Al-4V 合金および Ti-4.5Al-2.5V-1.5Fe 合金のデータは、B 無添加および B 添加 Ti-27.5Al-13Nb 合金の疲労データよりも優位性を示している点にある。このことは、金属間化合物合金は従来の Ti 合金と比較して、変形能が低い特性を持つことを明白に示している[3]。

著者らは、以前、等軸またはラメラ組織を持つ B 無添加および 0.1% B 添加 Ti-6Al-4V 合金の  $10^4$ - $10^7$  サイクルの HCF 範囲での疲労挙動を調べた[20]。この HCF 試験では Ti-6Al-4V 合金を VHCF 試験用に加工した砂時計型試験片を用いた。この Ti-6Al-4V 合金に関する以前の研究で得られた知見や議論は、本研究の B 無添加および B 添加 Ti-27.5Al-13Nb 合金の VHCF の範囲における疲労挙動の解析に有用と考えられる。この Ti-6Al-4V 合金に関する以前の研究で、以下のことが明確に示された。Fig. 5 の VHCF 試験結果に反して、0.1% B を添加した Ti-6Al-4V 合金は B 無添加材と比較して、ラメラ組織と等軸組織の両方において、室温の HCF 寿命はかなり長時間側に移行した。しかし、この B 添加の有益な効果は応力レベルに大きく依存した。すなわち、B 添加の有益な効果は応力レベルが低下するにつれて徐々に減少し、B 添加合金と B 無添加合金の HCF 寿命または強度は、それぞれの組織においてある応力レベル以下で一致した。この結果より、その後の VHCF 領域においても両合金は同様に一致すると考えるのが自然である。

著者らの以前の研究では、等軸組織とラメラ組織を有する Ti-6Al-4V 合金の HCF 強度が向上したのは、TiB が疲労き裂進展の障害となっていることに起因していると推論した[20]。また繰返し応力の違いにより TiB の効果に差異があることについても、次のようなメカニズムを暫定的に議論した[20]。すなわち、繰返し応力が高い HCF 試験では、移動する疲労き裂の前面と TiB の衝突により、移動する疲労き裂に対して大きな後ろ向きを生じ、疲労き裂の進展が遅くなり、したがって HCF 寿命は長くなる。一方、繰返し応力が低い場合、すなわち、VHCF 範囲では、衝撃力および後ろ向きの力は大きくなく、TiB は疲労き裂の移動に対して障壁とならない。すなわち TiB が存在しても、疲労き裂前面の移動は遅くならず、それ故に B 無添加合金と B 添加合金の疲労寿命が一致する。本論文で後述するように、疲労寿命の大部分は疲労き裂発生段階で費やされる。そのため、疲労き裂発生段階における繰返し応力の大きさに依存する TiB の効果の差異が主に疲労寿命の長時間化の程度を決定づけていると考えられる。

ラメラ組織を有する B 無添加 Ti-27.5Al-13Nb 合金と B 添加 Ti-27.5Al-13Nb 合金は、 $10^{10}$  サイクルの範囲までの VHCF 域で同じ疲労強度を示したという知見、すなわち言い換えると、0.1% の B 添加は VHCF 挙動に影響を及ぼさなかったという知見に参与する疲労の機構は上述の Ti-6Al-4V 合金の場合と同様な機構で説明できよう。

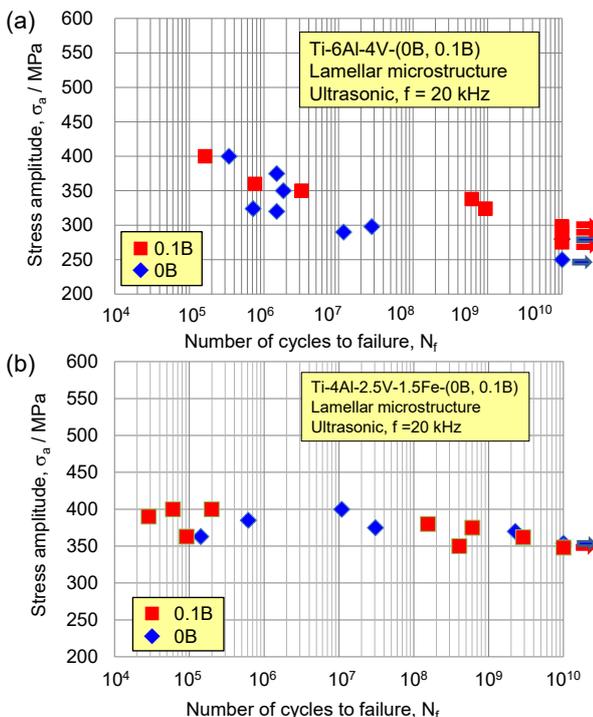


Fig. 5 (a) VHCF curves of B-free and 0.1 pct B-modified Ti-6Al-4V alloys with lamellar microstructures [20]. (b) VHCF curves of B-free and 0.1 pct B-modified Ti-4Al-2.5V-1.5Fe alloys with lamellar microstructures.

### 3.5 疲労ストライエーション解析

Ti-27.5Al-13Nb 合金と Ti-6Al-4V 合金の両合金においてストライエーションの形成を観察した。そのため、これら両合金について詳細なストライエーション解析を行った。

#### 3.5.1 SEM による疲労ストライエーションの観察

Fig. 6 は、Duplex 組織を持つ B 無添加 Ti-27.5Al-13Nb 合金 (Fig. 2 の A) の疲労破断面の SEM 低倍率写真である。この疲労破断面は、疲労き裂発生領域 (ステージ I)、き裂伝ば領域を表す平滑な領域 (ステージ II)、急速破壊領域 (ステージ III) の 3 つの異なる形態を示した。疲労き裂発生部位は青い円で示されている。Ti-6Al-4V[20] や Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0.1Si[24] など、他の従来のチタン合金と同様に、疲労破壊は試料の表面からではなく、試料の内部で開始している。チタン合金のこの内部起点は、特に引張-引張モードの疲労試験で起こり、その理由は他の文献[27, 28]で詳細に議論されている。

Fig. 7 は、疲労き裂発生領域と急速破壊領域における SEM の高倍率写真である。それぞれのマイクロ組織の観察位置は、Fig. 6 の A と E である。疲労き裂発生領域において、ファセットのクラスターが複数存在することがわかる (Fig. 7(a))。それぞれのファセットは滑らかな形態を示し、そのファセットの大きさは等軸 O 相粒の直径に相当することから、疲労き裂は O 相粒の内部をすべり機構によって進んだと考えられる。急速破壊領域 (Fig. 6 の E) では、Fig. 7(b) に示すとおり、リバーパターンを伴う非常に粗い破壊形態が観察された。Fig. 6 の 2 つの境界曲線は、疲労破断面の形態の違いを SEM により広範囲に観察した結果に基づいて、疲労き裂発生領域とき裂伝ば領域との境界およびき裂伝ば領域と急速破壊領域との境界を示したものである。き裂伝ば領域と急速破壊領域の境界は試験片表面から 600  $\mu\text{m}$  に位置していた。

Fig. 8 は疲労伝ば領域における SEM の高倍率写真である。Fig. 8(a)、Fig. 8(b)、Fig. 8(c) は、それぞれ、Fig. 6 の B、C、D で観察されたものであり、明瞭なストライエーション

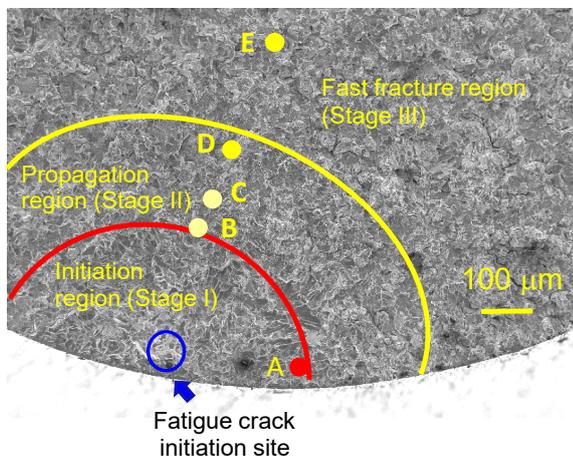


Fig. 6 SEM micrograph of the fatigue fracture surface of the B-free Ti-27.5Al-13Nb alloy with a duplex microstructure (marked A in Fig. 2, maximum stress,  $\sigma_{\text{max}} = 575 \text{ MPa}$ ; number of cycles to failure,  $N_f = 4.009 \times 10^6$  cycles).

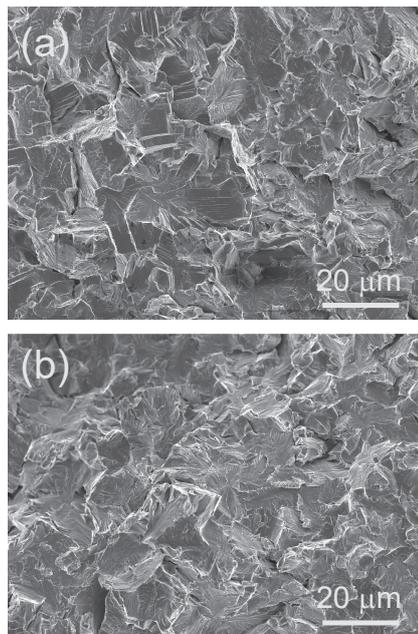


Fig. 7 Higher magnification SEM micrographs of the B-free Ti-27.5Al-13Nb alloy with a duplex microstructure at positions (a) marked A, and (b) marked E in Fig. 6.

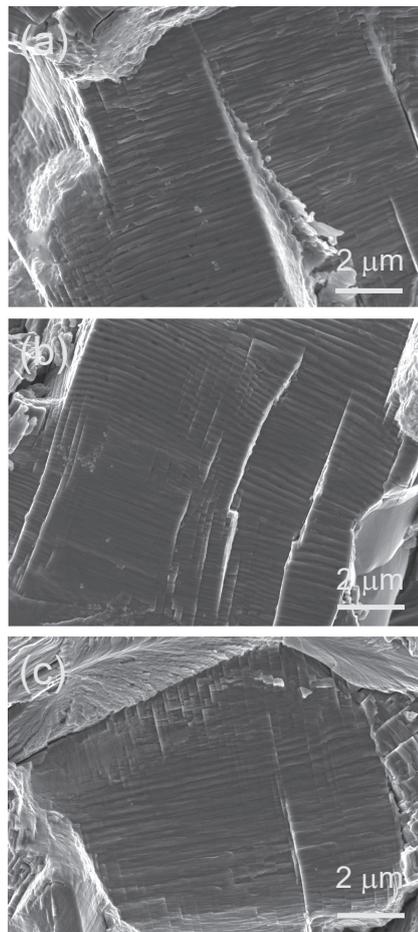


Fig. 8 Higher magnification SEM micrographs of the fatigue fracture surfaces of the B-free Ti-27.5Al-13Nb alloy with a duplex microstructure at positions (a) marked B, (b) marked C, and marked D in Fig. 6.

が確認できる。これらのストライエーションの間隔は、疲労き裂の進展に伴い、徐々に広がることはなかった。

Fig. 9 は、等軸組織を有する B 無添加 Ti-6Al-4V 合金 (Fig. 2 の B を記した試料) の破面の概観写真であり、破断面形態が異なる 3 つの領域、すなわち、疲労き裂発生領域、疲労き裂進展領域、急速破壊領域が明瞭に示されている。

Fig. 9 の写真において A, B, C と記した位置の高倍率 SEM 写真を Fig. 10 に示す。き裂伝ば領域において疲労ストライエーションが認められる。しかし Ti-27.5Al-13Nb 合金の場合とは異なり、疲労き裂発生領域からの距離が遠くなるにつれて、相接する 2 つのストライエーションの間隔は Fig. 10 (a) (Fig. 9 で A と記した位置) および Fig. 10 (b) (Fig. 9 で B と記した位置) で示したように増加した。Fig. 10 (c) (Fig. 9 で C と記した位置) に、き裂伝ば領域と急速破壊領域 (この写真の上部) の境界線上における破断形態を示す。Ti-27.5Al-13Nb 合金の場合とは異なり、Ti-6Al-4V 合金が延性を有することの結果としてディンプル破壊形態が見られた。き裂伝ば領域と急速破壊領域の境界線は試験片表面から 1250 μm の距離にあり、これは Ti-27.5Al-13Nb 合金のほぼ 2 倍である。この長い伝ば距離は、Ti-27.5Al-13Nb 合金に比べて Ti-6Al-4V 合金の破壊靱性が高いことを示したものである。疲労き裂発生領域とき裂伝ば領域の境界線の試験片表面からの距離は、B 無添加合金と 0.1% B 添加合金の両方においてほぼ同じで、約 200 μm であった。

Fig. 11 は 0.1% B を添加した Ti-6Al-4V 合金の疲労破面の概観写真であり、B 無添加合金 (Fig. 9) よりも幾分滑らかな破面形態を示している。Fig. 11 の位置 A, B, C を高倍率で観察したところ、Fig. 12 に示すように、疲労き裂発生領域からの距離が長くなるにつれて相隣り合うストライエーションの間隔は広がっていくことが判明した。

ラメラ組織を有する Ti-27.5Al-13Nb 合金では非常に粗い疲労破面が観察された。破面上のストライエーションの形成は、SEM による 10000 倍以上の高倍率観察でも確認できなかった。

### 3.5.2 疲労ストライエーションの計数

主として疲労き裂発生段階とき裂伝ば段階で費やされた疲

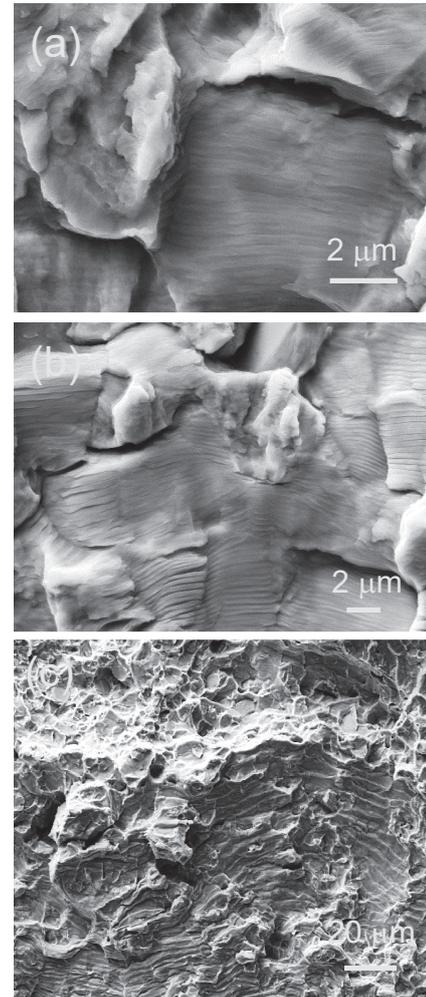


Fig. 10 Higher magnification SEM micrographs of the fatigue fracture surfaces of the B-free Ti-6Al-4V alloy with an equiaxed microstructure at positions (a) marked A, (b) marked B, and (c) marked C in Fig. 9.

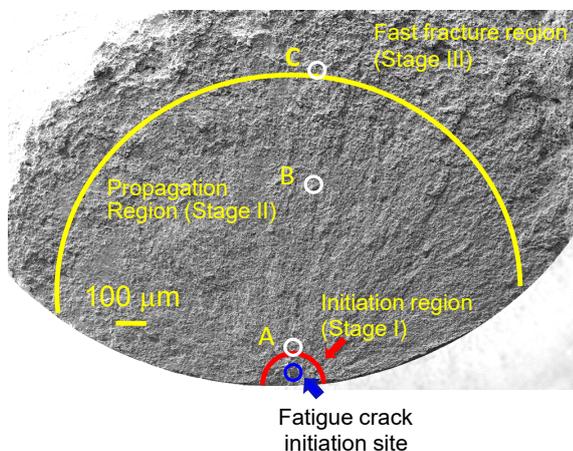


Fig. 9 SEM micrograph of the fatigue fracture surface of the B-free Ti-6Al-4V alloy with an equiaxed microstructure (marked B in Fig. 2, maximum stress,  $\sigma_{\max} = 700$  MPa; number of cycles to failure,  $N_f = 3.286 \times 10^6$  cycles).

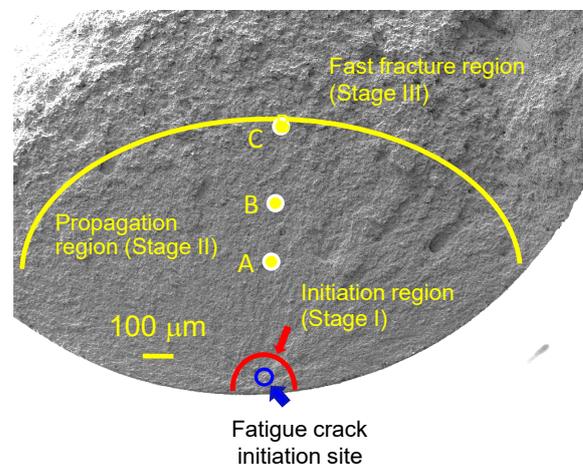


Fig. 11 SEM micrograph of the fatigue fracture surface of the 0.1 pct B-modified Ti-6Al-4V alloy with an equiaxed microstructure (marked C in Fig. 2, maximum stress,  $\sigma_{\max} = 700$  MPa; number of cycles to failure,  $N_f = 8.513 \times 10^6$  cycles).

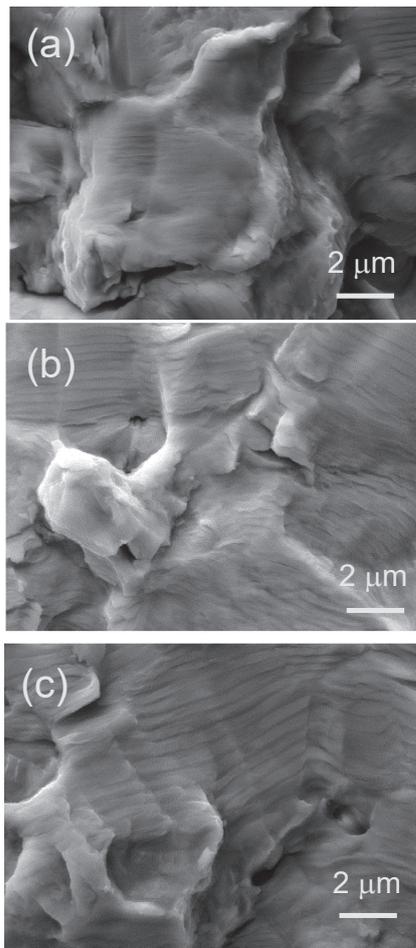


Fig. 12 Higher magnification SEM micrographs of the fatigue fracture surfaces of the 0.1 pct B-modified Ti-6Al-4V alloy with an equiaxed microstructure at positions (a) marked A, (b) marked B, and (c) marked C in Fig. 11.

疲労寿命を評価するために、ストライエーションの間隔をSEMで観察し、疲労ストライエーションを計数した。

Fig. 13は、Duplex組織を持つB無添加Ti-27.5Al-13Nb合金のストライエーション間隔と試験片表面からの距離の関係を示す。比較のため、この図には、等軸組織を持つB無添加および0.1% B添加Ti-6Al-4V合金におけるこの関係も含めた。

B無添加Ti-27.5Al-13Nb合金では、試験片表面より0.3mmの距離からストライエーションが形成され始め、その後0.3mmの距離にわたって伝播した。ここでは伝播開始から終了まで測定したストライエーションの間隔は一定であり、0.29 $\mu$ mであった。そのため、この距離に形成されたストライエーションの数は、き裂伝ば距離を実測のストライエーション間隔で割り算することで得られる。この計算(0.3mm割る0.29 $\mu$ m)よりストライエーションの合計数 $1.034 \times 10^3$ が得られる。1本のストライエーションが1回の応力負荷に相当することは数多く報告されており[29]、このストライエーションの数はき裂伝ば段階で費やされた繰返し数( $N_p$ )とみなすことができる。このHCF試験片の破断繰返し数( $N_f$ )は $4.009 \times 10^6$ であった。したがってき裂伝ば段階で費やされた疲労寿命の割合は、 $1.034 \times 10^3 / 4.009 \times 10^6$ で計算され、0.026%が得られた。き裂伝ば段階の次の急速破壊段

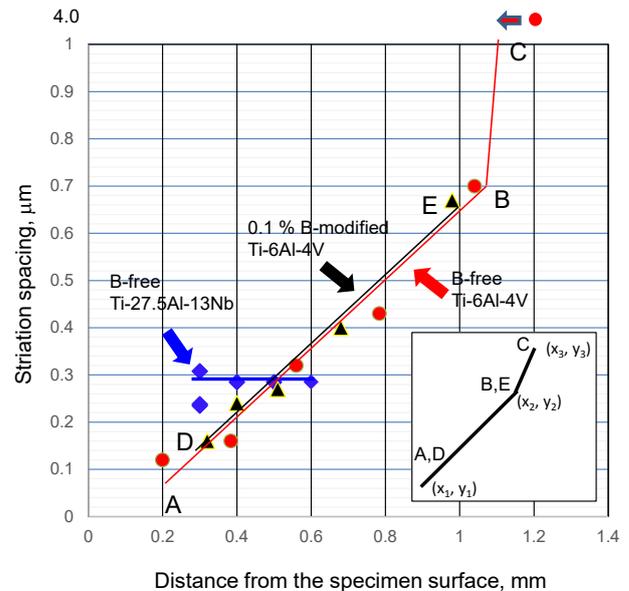


Fig. 13 Changes in the striation spacing for B-free Ti-27.5Al-13Nb alloy with a duplex microstructure, and for the B-free and 0.1 pct B-modified Ti-6Al-4V alloys with equiaxed microstructures.

階は瞬間的に発生するため、この段階での繰返し数はゼロとみなすことができる。したがって100%からこの値を引くことにより、疲労き裂発生段階で費やされた疲労寿命の割合は99.974%が得られる。

等軸組織を有するB無添加Ti-6Al-4V合金では、試験片表面より100 $\mu$ mの位置からストライエーションを形成し、その後1200 $\mu$ mにわたって伝播した。このき裂伝ば距離までのストライエーションの間隔と試験片表面からの距離の関係は、Fig. 13のA-BとB-Cで示すとおり、き裂伝ば距離にまたがる2本の直線で表すことができる。各線分は次式で表される。

$$y = dx/dN = kx + a \quad (a: \text{constant}), \text{ where} \\ k = (y_2 - y_1)/(x_2 - x_1) \quad (1)$$

ストライエーション間隔 $y$ は疲労き裂進展速度 $dx/dN$ に対応するため、位置 $x_1$ から $x_2$ まで伝播する間に費やされる繰返し数 $N_{x_1-x_2}$ は、以下のように表される[30]。

$$N_{x_1-x_2} = \int_{x_1}^{x_2} \{1/(kx + a)\} dx = (\ln y_2 - \ln y_1)/k \quad (2)$$

Table 2に示す各線分の実測データを用いると、線分A-Bの $y = dx/dN$ は次式で表される。

$$dx/dN = 0.753 \times 10^{-3}x + a \quad (a: \text{constant}) \quad (3)$$

したがって $x_1 = 0.2$ mmから $x_2 = 1.05$ mmまで伝播する間に費やされる繰返し数は、以下のように表される：

$$N_{x_1-x_2} = \int_{0.2}^{1.05} \{1/(0.753 \times 10^{-3}x + a)\} dx \\ = (\ln 0.70 - \ln 0.06)/0.753 \times 10^{-3} = 3263 \quad (4)$$

線分B-Cの方程式は次のように表される。

$$y = 2.20 \times 10^{-2}x + a \quad (a: \text{constant}) \quad (5)$$

したがって $x_2 = 1.05$ mmから $x_3 = 1.20$ mmまで伝播する間に費やされる繰返し数は、以下のように表される：

Table 2 Parameters in Equations (1) and (2) for counting the cycles spent in each line segment of B-free Ti-6Al-4V and 0.1 pct B-modified Ti-6Al-4V (See Fig. 13).

B-free Ti-6Al-4V					
Segment	y <sub>2</sub> mm	y <sub>1</sub> mm	x <sub>2</sub> mm	x <sub>1</sub> mm	$\frac{\ln y_2 - \ln y_1}{\frac{y_2 - y_1}{x_2 - x_1}}$
A - B	0.0007	0.00006	1.05	0.2	3263
Segment	y <sub>3</sub> mm	y <sub>2</sub> mm	x <sub>3</sub> mm	x <sub>2</sub> mm	$\frac{\ln y_3 - \ln y_2}{\frac{y_3 - y_2}{x_3 - x_2}}$
B - C	0.004	0.0007	1.2	1.05	79
0.1 pct B-modified Ti-6Al-4V					
Segment	y <sub>2</sub> mm	y <sub>1</sub> mm	x <sub>2</sub> mm	x <sub>1</sub> mm	$\frac{\ln y_2 - \ln y_1}{\frac{y_2 - y_1}{x_2 - x_1}}$
D - E	0.00066	0.00014	1.0	0.3	2172

$$N_{x_2-x_3} = \int_{1.05}^{1.20} \{1/(2.20 \times 10^{-2}x + b)\} dx$$

$$= (\ln 4.0 - \ln 0.7)/2.20 \times 10^{-2} = 79 \quad (6)$$

以上から、0.20 mm から 1.2 mm まで伝ばする間に費やされた総繰返し数は、3263 + 79 = 3342 となる。この HCF 試験片の破断繰返し数 ( $N_f$ ) は、 $3.286 \times 10^6$  である。したがって、き裂伝ば段階で費やされた疲労寿命の割合は 0.1234% となる。この値を 100% から引くと、疲労き裂発生段階で費やされた疲労寿命の割合は 99.898% となり、このことより疲労寿命のほぼ 100% が疲労き裂発生段階で費やされたと理解できる。

HCF 試験において繰返し数  $8.513 \times 10^6$  で破断した等軸組織を有する 0.1% B 添加 Ti-6Al-4V 合金は、試験片表面より 0.3 mm の位置からストライエーションの形成を開始し、1.0 mm の位置まで伝ばした。き裂伝ば段階の距離とストライエーション間隔の関係(線分 D-E)は、Fig. 13 に示すとおり、B 無添加 Ti-6Al-4V 合金の場合と完全に一致した。上述と同様の計算方法により、0.3 mm から 1.00 mm まで伝ばする間に費やされた繰返し数、き裂伝ば段階と疲労き裂発生段階で費やされた疲労寿命の割合は、それぞれ 2172、0.026%、99.974% と計算された。

全疲労寿命の大部分は疲労き裂の発生(ステージ I [25])により決まることが報告されており、本研究の 2 つの合金に関する疲労寿命評価もこの結果を裏付けている。しかし、今回の結果では、疲労寿命のほぼ 100% がステージ I で費やされることが示され、それ故に、き裂が臨界長さに達するとき裂の進展が短時間で起こり、続いて急速破壊が起こることを意味している点で非常に驚くべきことであり、結果の信憑性に多少の疑いも抱く。実際のところ、SEM でストライエーション間隔を測定する過程で不確定要素があった。これはき裂伝ば段階で費やされた疲労寿命の評価に影響しうる。まず、ストライエーションの領域と急速破壊領域が共存する領域があり、き裂伝ば領域と急速破壊領域の境界を厳密に線引

きすることが困難なケースがあった。さらに、疲労起点に非常に近い領域において、ストライエーション間隔は非常に狭く、その様相が明確でなく、疲労き裂発生段階とき裂伝ば段階の境界を厳密に線引きすることが非常に困難であった。しかしながら、境界を仮想的に移動させ、この式に実際とは異なる仮想的な値を割り当てて計算を試みたが、これら 2 つの境界の移動は、計算結果に大きく影響しないことがわかった。もう 1 つの重要な懸念点として、今回の 2 つの合金は多結晶材料であり、隣接する 2 つの結晶粒間の境界はき裂伝ばを妨げる障壁になる可能性がある。したがって、この障壁を乗り越えて疲労き裂を進展させるために、多数の繰返し荷重が必要になる可能性がある。このような付加的な繰返し荷重の印加は、き裂進展段階で費やされる繰返し数の増加に大きく寄与する。まとめると、2 つの隣接する疲労段階の境界の正確な決定、ストライエーション間隔の正確な測定、特に、疲労き裂発生部近傍、および隣接する結晶粒間をき裂が移動する際の付加的な繰返し荷重の必要性の検証、の 3 点が今後の課題として挙げられる。

#### 4. 結 論

B 無添加と 0.1% B 添加の Ti-27.5Al-13Nb 合金の微視組織を、フルメラ組織、または等軸  $\alpha_2$  相とメラ組織からなる Duplex 組織に制御し、砂時計型試験片を用いて HCF 試験と VHCF 試験を行った。比較のため、B 無添加と 0.1% B 添加の Ti-6Al-4V 合金および Ti-4Al-2.5V-1.5Fe 合金の疲労特性についても調査した。

B を 0.1% 添加することにより、鋳塊の旧 B2 粒径は B 無添加合金の 600-1000  $\mu\text{m}$  からおよそ 1 桁小さい 100-250  $\mu\text{m}$  に大幅に減少した。Duplex 組織を持つ B 無添加および 0.1% B 添加の Ti-27.5Al-13Nb 合金は、室温でそれぞれ 4.3% および 6.1% の伸びを示した。HCF 試験を、周波数 10 Hz、引張-引張モード(応力比 R : 0.1)で行ったところ、Duplex 組織の HCF 曲線は、フルメラ組織を持つ Ti-6Al-4V 合金のそれとほぼ同じであった。Ti-6Al-4V 合金の HCF 範囲において 0.1% の B 添加が疲労寿命を長時間化させることが報告されているが、VHCF 範囲では Ti-27.5Al-13Nb 合金、Ti-6Al-4V 合金、Ti-4Al-2.5V-1.5Fe 合金のいずれにおいても疲労寿命に対する 0.1% B 添加の影響はなかった。メラ組織を持つ合金の VHCF 強度は、高い方から Ti-4Al-2.5V-1.5Fe 合金、Ti-6Al-4V 合金、Ti-27.5Al-13Nb 合金の順にランク付けされた。Ti-27.5Al-13Nb 合金のき裂伝ば領域において、明瞭なストライエーションが観察され、き裂伝ば距離 300  $\mu\text{m}$  の領域では、ストライエーション間隔は 0.29  $\mu\text{m}$  と一定であった。この観察に基づく計算から、HCF 寿命のほぼ 100% が疲労き裂発生段階で費やされていることが示された。等軸組織を持つ Ti-6Al-4V 合金では、疲労き裂が 1000  $\mu\text{m}$  の距離を伝ばするにつれて、ストライエーションの間隔が 0.06  $\mu\text{m}$  から 4  $\mu\text{m}$  に増加した。き裂伝ばに費やされた疲労寿命の割合は非常に小さく、0.102% と計算された。したがって、Ti-27.5Al-13Nb 合金と同様に、疲労寿命のほぼ 100% が疲労き裂発生段階で費やされたと考えられた。

## 文 献

- [1] D. Banerjee, A.K. Gogia, T.H. Nandy and V.A. Joshi: A new ordered orthorhombic phase in a Ti<sub>3</sub>Al Nb alloy, *Acta Metall.* **36** (1988) 871-882.
- [2] D. Banerjee, A.K. Gogia, T.K. Nandy, K. Muraleedharan and R.S. Mishra: *Structural Intermetallics*, (TMS, Warrendale, PA, 1993) pp. 19-33.
- [3] R.G. Rowe: *Microstructure/Properties Relationships in Titanium Aluminides and Alloys*, (TMS, Warrendale, PA, 1991) pp. 387-398.
- [4] C.J. Boehlert and D.B. Miracle: Part II. The creep behavior of Ti-Al-Nb O+bcc orthorhombic alloys, *Metall. Mater. Trans. A* **30** (1999) 2349-2367.
- [5] C.J. Boehlert: Part III. The tensile behavior of Ti-Al-Nb O+Bcc orthorhombic alloys, *Metall. Mater. Trans. A* **32** (2001) 1977-1988.
- [6] S. Emura, A. Araoka and M. Hagiwara: B2 grain size refinement and its effect on room temperature tensile properties of a Ti-22Al-27Nb orthorhombic intermetallic alloy, *Scr. Mater.* **48** (2003) 629-634.
- [7] M. Hagiwara, A. Araoka and S. Emura: The effect of lamellar morphology on tensile and high-cycle fatigue behavior of orthorhombic Ti-22Al-27Nb alloy, *Metall. Mater. Trans. A* **35** (2004) 2161-2170.
- [8] R.G. Rowe, D. Banerjee, K. Muraleedharan, M. Larson, E.L. Hall, D.G. Konitzer and A.P. Woodfield: *Titanium '92 - Science and Technology*, (TMS, Warrendale, PA, 1993) pp. 1259-1266.
- [9] K. Muraleedharan, T.K. Nandy, D. Banerjee and S. Lele: Phase stability and ordering behaviour of the O phase in Ti Al Nb alloys, *Intermetallics* **3** (1995) 187-199.
- [10] F. Tang, S. Nakazawa and M. Hagiwara: Creep behavior of tungsten-modified orthorhombic Ti-22Al-20Nb-2W alloy, *Scr. Mater.* **43** (2000) 1065-1070.
- [11] F. Tang, S. Nakazawa and M. Hagiwara: Effect of boron micro-alloying on microstructure, tensile properties and creep behavior of Ti-22Al-20Nb-2W alloy, *Mater. Sci. Eng. A* **315** (2001) 147-152.
- [12] S.J. Yang, S.W. Nam and M. Hagiwara: Phase identification and effect of W on the microstructure and micro-hardness of Ti<sub>2</sub>AlNb-based intermetallic alloys, *J. Alloy. Compd.* **350** (2003) 280-287.
- [13] F. Tang and M. Hagiwara: Reinforcing effect of in situ grown TiB fibers on Ti-22Al-11Nb-4Mo alloy, *Scr. Mater.* **43** (2000) 573-578.
- [14] Y. Mao, M. Hagiwara and S. Emura: Creep behavior and tensile properties of Mo- and Fe-added orthorhombic Ti-22Al-11Nb-2Mo-1Fe alloy, *Scr. Mater.* **57** (2007) 261-264.
- [15] F. Tang, S. Nakazawa and M. Hagiwara: Creep and Fatigue at Elevated Temperatures. Creep Behavior of Orthorhombic Ti<sub>2</sub>AlNb Based Intermetallic Alloys, *JSME Int'l J., Ser. A* **45** (2002) 20-24.
- [16] B. Liu, Y. Liu, Y.P. Li, W. Zhang and A. Chiba: Thermomechanical characterization of  $\beta$ -stabilized Ti-45Al-7Nb-0.4W-0.15B alloy, *Intermetallics* **19** (2011) 1184-1190.
- [17] F. Tang and M. Hagiwara: Tensile properties and creep behavior of a new Ti-Al-Nb intermetallic alloy with an O+ $\alpha$  2 microstructure, *Metall. Mater. Trans. A* **34** (2003) 633-643.
- [18] M. Hagiwara, T. Kitaura and T. Kitashima: Microstructure, Tensile and Creep Properties of Minor B-Modified Orthorhombic-Type Ti-27.5Al-13Nb Alloy and Its Nb-Replaced Mo- and Fe-Containing Derivatives, *Mater. Trans.* **63** (2022) 1087-1096.
- [19] S. Tamirisakandala, R.B. Bhat, J.S. Tiley and D.B. Miracle: Grain refinement of cast titanium alloys via trace boron addition, *Scr. Mater.* **53** (2005) 1421-1426.
- [20] M. Hagiwara, T. Kitashima, S. Emura, S. Iwasaki and M. Shiwa: Very High-Cycle Fatigue and High-Cycle Fatigue of Minor Boron-Modified Ti-6Al-4V Alloy, *Mater. Trans.* **60** (2019) 2213-2222.
- [21] M. Hagiwara, T. Kitaura, Y. Ono, T. Yuri, T. Ogata and O. Kanou: High Cycle Fatigue Properties of a Minor Boron-Modified Ti-6Al-4V Alloy, *Mater. Trans.* **53** (2012) 1486-1494.
- [22] L. Huang, F.T. Kong, Y.Y. Chen, L.J. Xu and S.L. Xiao: Microstructure and tensile properties of Ti-6Al-4V-0.1B alloys of direct rolling in the near  $\beta$  phase region, *Mater. Sci. Eng. A* **560** (2013) 140-147.
- [23] S. Emura, K. Tsuzaki and K. Tsuchiya: Improvement of room temperature ductility for Mo and Fe modified Ti<sub>2</sub>AlNb alloy, *Mater. Sci. Eng. A* **528** (2010) 355-362.
- [24] M. Hagiwara, T. Kitaura, Y. Ono, T. Yuri, T. Ogata and S. Emura: Tensile and High Cycle Fatigue Properties of a Minor Boron-Modified Ti-22Al-11Nb-2Mo-1Fe Alloy, *Mater. Trans.* **53** (2012) 1138-1147.
- [25] D. Eylon and J.A. Hall: Fatigue behavior of beta processed titanium alloy IMI 685, *Metall. Trans. A* **8** (1977) 981-990.
- [26] M. Hagiwara, T. Kitashima and S. Emura: Relationship between microstructures, facet morphologies at the high-cycle fatigue (HCF) crack initiation site, and HCF strength in Ti-6242S, *Mater. Sci. Eng. A* **727** (2018) 43-50.
- [27] H. Yokoyama, O. Umezawa, K. Nagai, T. Suzuki and K. Kobuko: Cyclic deformation, dislocation structure, and internal fatigue crack generation in a Ti-Fe-O alloy at liquid nitrogen temperature, *Metall. Mater. Trans. A* **31** (2000) 2793-2805.
- [28] O. Umezawa and K. Nagai: Fatigue, Cyclic Deformation and Microstructure. Subsurface Crack Generation in High-cycle Fatigue for High Strength Alloys, *ISIJ Int.* **37** (1997) 1170-1179.
- [29] A.J. McEvily and H. Matsunaga: On Fatigue Striations, *Transaction B: Mech. Eng.* **17** (2010) 75-82.
- [30] W.C. Connors: Fatigue striation spacing analysis, *Mater. Charact.* **33** (1994) 245-253.