

微量元素添加によるチタン積層造形合金における 結晶組織の等方化機構と強化機構の解明

大阪大学 接合科学研究所
講師 刈屋 翔太

(2021 年度 奨励研究助成 (若手研究者枠) AF-2021229-C2)

キーワード：チタン合金，レーザー積層造形，集合組織

1. 研究の目的と背景

近年注目されている金属積層造形は、造形方向に対して強い配向を有する組織を形成することが知られている¹⁾。これは、熔融池近傍に形成されるプロセス特有の大きな温度勾配と、これに伴う大きな凝固速度に起因すると考えられている。これら固液界面に形成される超温度場に起因して一方向凝固が生じる。このために、強配向を持つ柱状粒からなる組織を形成する。チタン合金においては、 β 型チタン合金にて、レーザー走査ストラテジーに応じた配向を形成することが報告されている²⁾。しかしながら、一般用途においては等方的な材料の需要も強く、本特性は積層造形の普及において障害の1つとなっているといえる。

予備検討を進めた結果、造形部の温度により熔融池形状が大きく変化することが分かった(詳細は3・1にて)。本研究では造形部の温度により集合組織の形状と方位の制御を試みた。具体的には、造形ステージに冷却機構を導入し、強い冷却環境にて造形を行い、その影響を明らかにする。

2. 実験方法

2・1 造形試料の作製方法

レーザー粉末床熔融装置 (TruPrint1000, Trumpf(株)製) を用いて本実験を行った。本装置は波長 1050 nm, ビーム系 30 μm の Yb レーザを備える。これの造形ステージに図 1 に示す冷却機構を導入し、積層造形を行った。冷却回路には 7°C の冷却水を 14 L/min で流した。造形条件は、レーザー強度：160 W, レーザ走査速度：1200, 535 mm/s, ハッチ幅：110 μm , 層厚さ：20 μm を用いた。また、造形パターンとして、チェスボードパターン (3.96×3.96 mm) を

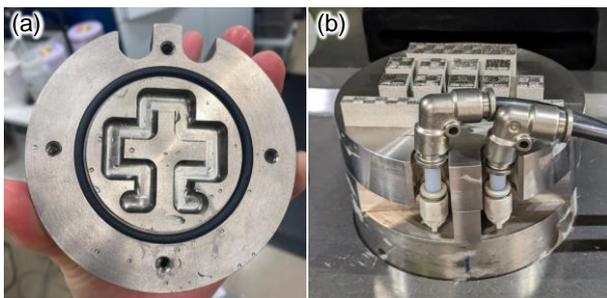


図 1 (a)造形ステージ中の冷却回路と(b)積層造形装置への冷却ステージ式の組み込み。

採用し、造形中は Ar ガスを流入して雰囲気中の酸素濃度を 0.01%以下に維持するよう制御した。原料粉末としてガスアトマイズにより作製した Ti64 合金粉末 (TILOP64-45, 大阪チタニウムテクノロジー製) を用いた。また、造形部の温度は赤外線サーモグラフィカメラ (Thermo FLEX F50, 日本アビオニクス(株)製) を用いて評価した。

2・2 熔融池形状解析のための実験方法

造形部の温度が熔融池形状に及ぼす影響を評価するため、Ti64 焼結合金に対して、図 2 に示すレーザー走査パターンにてレーザーを走査した。A 部にて室温の基盤にレーザーを照射した後に B 部にレーザーを 3 回繰り返し照射することで基盤を加熱した。その後、C 部にて加熱した基盤にレーザーを照射した。A 部および C 部では 1 mm 間隔でレーザーを走査して Single track を作製し、これらの領域にて形成される熔融池形状を観察した。

2・3 微細組織・力学特性の評価方法

微細組織の評価には、走査型電子顕微鏡 (SEM, JSM-7100F, 日本電子(株)製) とこれに併設する電子線後方散乱回析装置 (EBSD, TSL solutions(株)製) を用いた。EBSD 観察用試料は Ti 用電解研磨液 (95%酢酸+5%過塩素酸) を用いて電解研磨法により作製した。なお、特に断りのない限り、造形方向における結晶方位をカラーリングする。また、力学特性の評価には、機械加工により採取した板状引張試験片 (平行部幅 2 mm, 厚さ 1 mm, 長さ 10

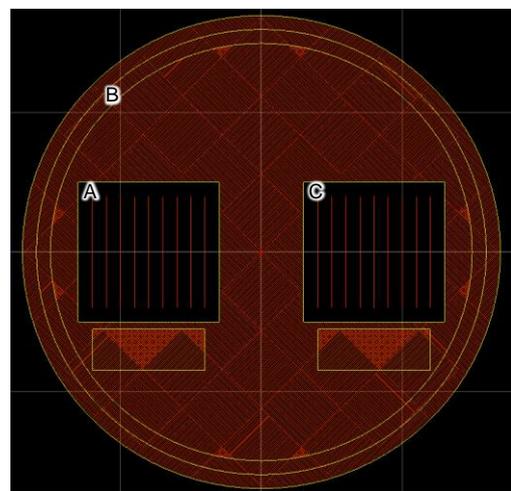


図 2. レーザ照射部の温度と熔融池形状の関係を調査するためのレーザー走査パターン。

mm) を用いて、オートグラフ (AG-X 50kN, (株)島津製作所製) により歪速度 5×10^{-4} /s にて引張試験を行い、引張特性を評価した。

3. 実験結果

3・1 造形部温度と熔融池形状

始めに、レーザー照射部の温度と熔融池形状の関係を調査した。A 部および B 部でのレーザー照射時の温度を測定した結果を図 3 に示す。始め、Ti64 焼結試料は 17°C であり、A 部に Single track 形成のためのレーザー走査を行う直前まで同一温度を維持していた。次に、B 部を一回走査した後、A および C 部は 43°C まで加熱され、二回目では 70°C、3 回目では 80°C まで加熱され、C 部における Single track 形成のためのレーザー走査前には 75°C となった。

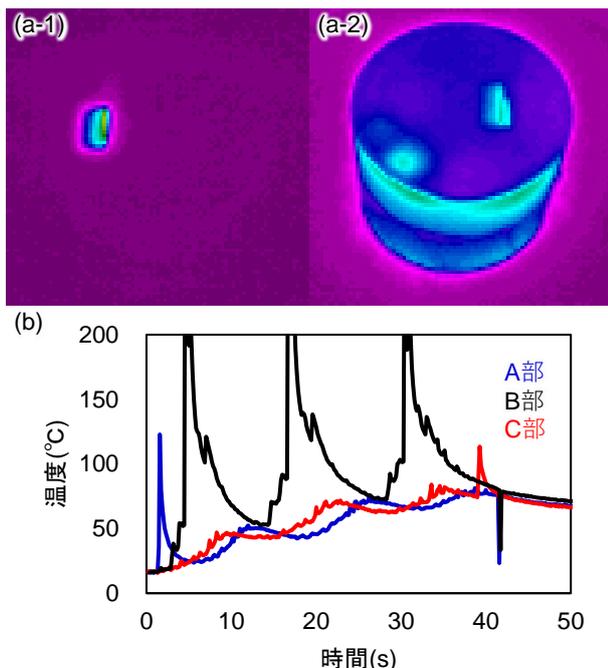


図 3 (a)Single track レーザ走査時の A 部と B 部における熱画像と (b)それぞれの代表地点での温度履歴。

ここで、17°C の基盤にレーザーを照射した A 部と 75°C の基盤にレーザーを照射した B 部にて形成された熔融池形状を観察した結果を図 4 に示す。A 部にて確認された熔融池は幅 190 μm 、深さ 310 μm とキーホール状であった。一方で、B 部にて確認された熔融池は幅 250 μm 、深さ 75 μm とコンダクティブ状へと変化した。次に、EBSD により凝固部の結晶組織を解析した。 α -Ti の結晶方位解析結果を基に凝固時に形成される β -Ti 結晶粒を再構築した。これらの β -Ti 結晶粒の成長方向は凝固方向と相関をもっている。A 部にて確認されたキーホール状の熔融池では、熔融池界面から垂直方向に β -Ti 結晶粒が成長した結果、キーホール先端と根本部では同心円状に凝固しているのに対して、中央部では水平方向に凝固していた。これに対して、B 部にて確認されたコンダクティブ状の熔融池においても熔融池界面から垂直方向に β -Ti 結晶粒が成長した結果、

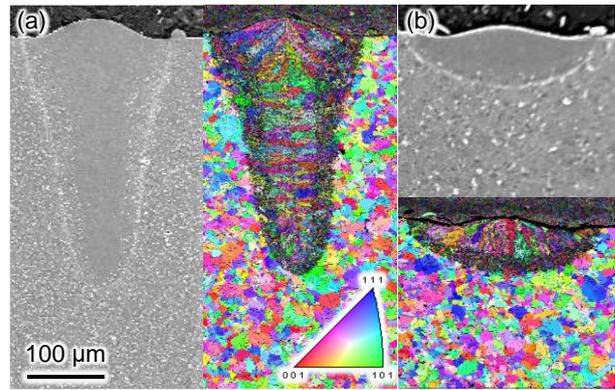


図 4 Single track テストで形成された熔融池の断面組織解析結果。(a) A 部、(b) B 部。

中央部では造形方向に沿って、端部ではやや中央に傾いて凝固していた。積層造形を繰り返すと、上部は再度熔融され、底部の組織のみが残存すると考えられる。そこで、底部について、これらの凝固方向からなる同心円の大きさを算出した結果、A 部に形成されたキーホール状の熔融池では半径約 40 μm 、B 部に形成されたコンダクティブ状の熔融池では、半径約 180 μm と 4.5 倍となった。これは、積層造形材の組織形成において大きな影響を及ぼすものと考えられる。

以上より、造形部の温度が室温の時にはキーホール状の熔融池が形成され、75°C 以上ではコンダクティブ状の熔融池が形成されると考えられる。これにより、積層造形を繰り返しても残存し、組織形成に関与する熔融池の底部において造形方向が変化し、造形方向を結んだ同心円の半径はキーホール状熔融池では、コンダクティブ状熔融池の 1/4.5 まで小さくなる。

3・2 造形部温度と造形組織の関係

前節において、造形部の温度により熔融池形状が大きく変化することを明らかにした。本節では、冷却回路を組み込んだ造形ステージ上にて Ti64 合金試料を造形することで、キーホール状熔融池により造形を行い、これが組織形成に及ぼす影響を明らかにする。

通常の造形ステージおよび冷却ステージにてレーザー走査速度：535, 1200 mm/s にて造形を行った際の造形部の温度プロファイルを図 5 に示す。レーザー照射時に温度が急激に上昇し、その後冷却されていることが分かる。また、特に通常の造形ステージの温度プロファイルにて各レーザー照射の間で急激に温度が増加している箇所があるが、これは、次層の粉末床を敷き詰めた際の表面粗さの変化に伴うものと考えられる。次に、造形前の温度について、レーザー走査速度により異なるが、通常の造形ステージを用いた場合は 60~90°C であったのに対して、冷却ステージを用いた場合は、レーザー照射後に急激に冷却され、5°C 以下に維持されていた。以上のように、冷却ステージを用いることで、意図していたように室温以下の温度で造形部を保持できることを確認した。

次に、通常の造形ステージにてレーザ走査速度：535、1200 mm/s にて造形を行った試料の結晶方位解析結果を図6に示す。いずれも微細な針状組織からなっている。 α -Ti の配向は、 $(10\bar{1}2)$ 、 $(2\bar{1}\bar{1}0)$ が目立っており、その傾向は特にレーザ走査速度：535 mm/s にて顕著である。これらの配向は相変態前の β -Ti の配向と相関を持つことが知られている。そこで、 β -Ti の配向を再構築した。これを確認すると、全面に (001) 配向が確認され、その結晶粒形状は、造形方向に沿った柱状となっていた。 β -Ti 合金においては、連続した2層間でレーザ走査方向が直交するように

造形すると (X-Y scan)、 (001) 配向を形成するとされている²⁾。チェスボードパターンでは、X scan と Y scan が不規則に繰り返されるため、X-Y scan と同等の組織形成がなされたものと考えられる。

最後に、冷却ステージにてレーザ走査速度：535、1200 mm/s にて造形を行った試料の結晶方位解析結果を図7に示す。いずれのレーザ走査速度で造形した試料においても、強い結晶配向の形成は確認できなかった。相変態前の β -Ti を再構築した結果、レーザ走査速度 535 mm/s では、 (111) 配向を示す青色が主となっているのに対して、レーザ走査

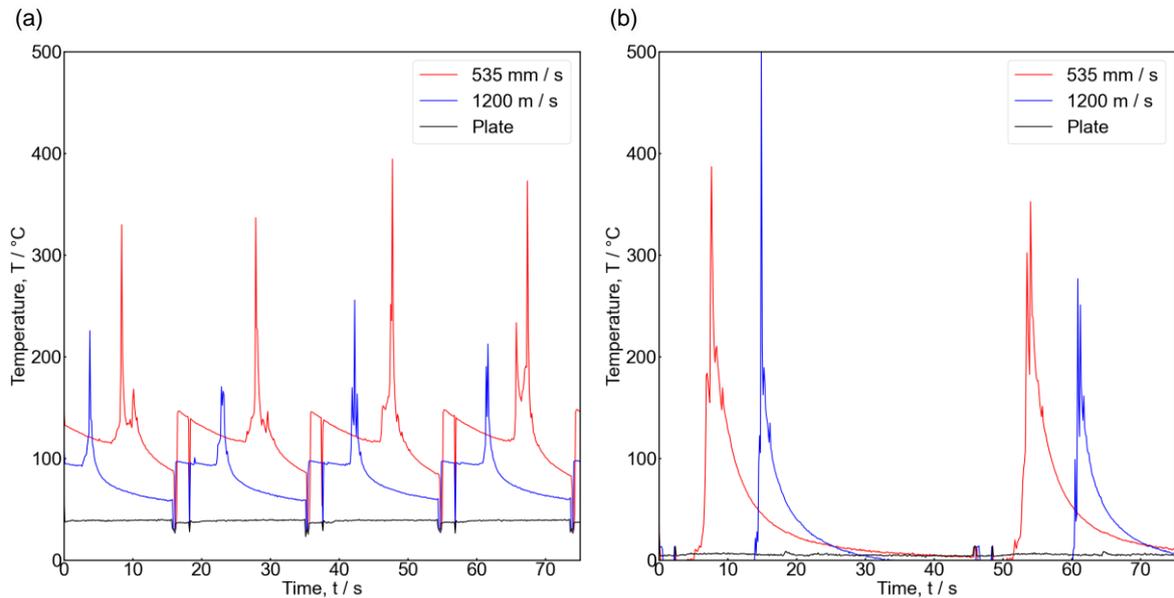


図5 (a)通常の造形ステージおよび(b)冷却ステージを用いて造形した際の温度プロフィール。

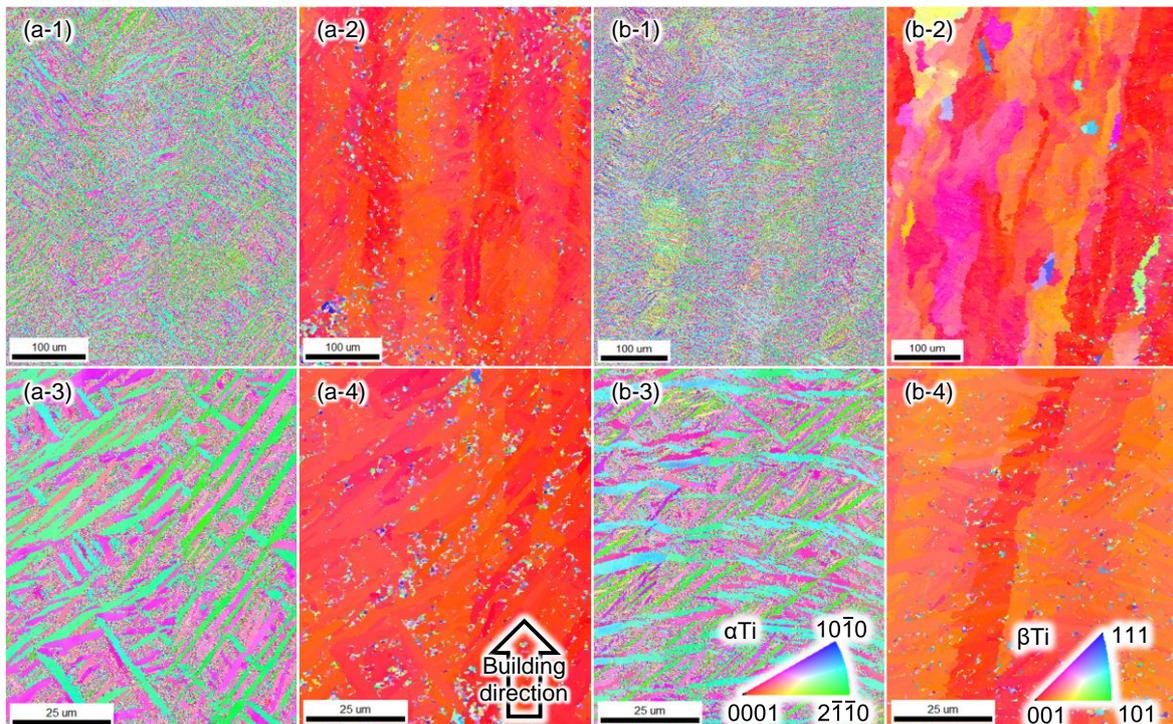


図6 (a)通常の造形ステージにて造形した Ti64 合金サンプル。レーザ走査速度：(a)535 mm/s, (b)1200 mm/s. (-1) α -Ti, (-2)再構築した β -Ti, (-3) α -Ti (高倍率), (-4)再構築した β -Ti (高倍率)。

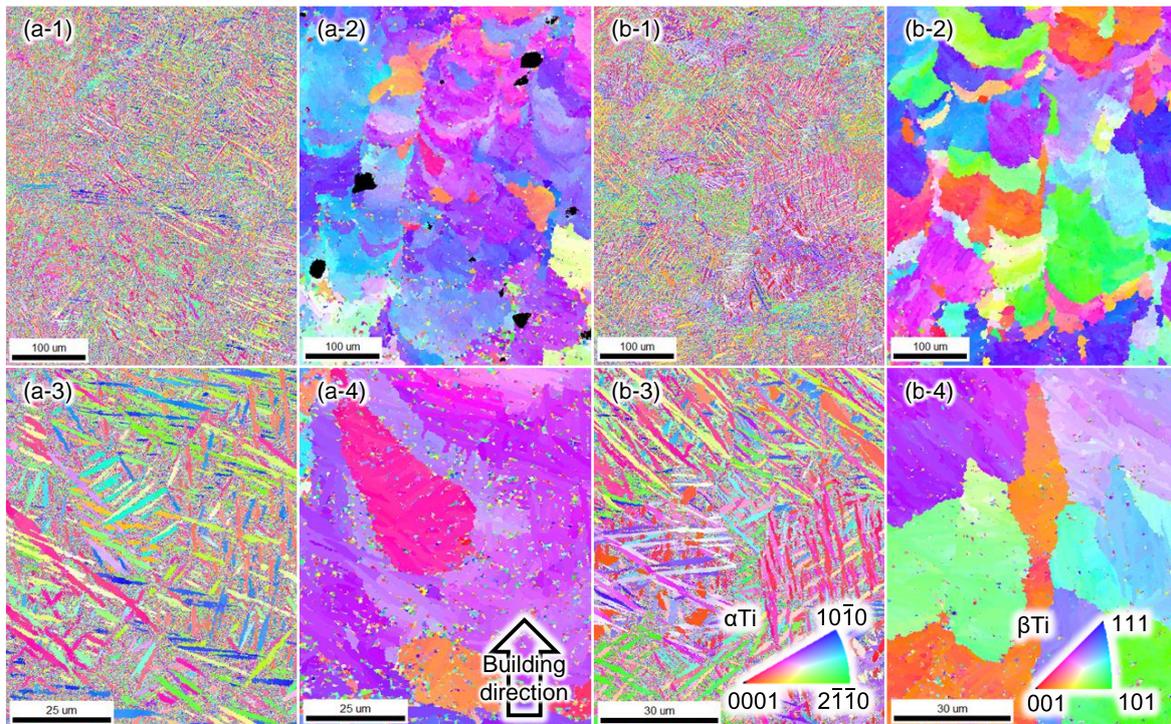


図7 (a)冷却機構を持つ造形ステージにて造形した Ti64 合金サンプル. レーザ走査速度 : (a)535 mm/s, (b)1200 mm/s. (-1) α -Ti, (-2)再構築した β -Ti, (-3) α -Ti (高倍率), (-4)再構築した β -Ti (高倍率).

速度 1200 mm/s では、特定の配向は確認できなかった。また、その集合組織は粗大な柱状から微細なうろこ状となった。この集合組織の変化は、コンダクティブ状からキーホール状への熔融池形状の変化に起因すると考えられる。熔融池形状の変化は凝固方向の変化をもたらすことを確認している。これにより、連続的な一方凝固による強配向を持った柱状組織の形成が妨げられ、微細で無秩序な配向を持つ集合組織が形成されたものと考えられる。また、集合組織の微細化に伴って、内部に形成される微細針状 α -Ti 結晶粒も微細化することを確認した。

以上より、冷却ステージの導入により、目的としていた微細で無秩序な配向を持つ集合組織の形成が可能であることを確認した。

3・3 造形部温度と引張特性の関係

図7に通常の造形ステージおよび冷却ステージを用いてレーザ走査速度 1200 mm/s で造形した Ti64 合金試料の応力ひずみ曲線を示す。通常の造形ステージで作製した試料の YS は 1010 MPa, UTS は 1190 MPa であった。これに対して、冷却ステージで作製した試料では、同等の延性を維持しながら、その YS は 1200 MPa に、UTS は 1365 MPa に増加した。これは、集合組織の微細化と配向の無秩序化に起因する転位の伝播の阻害と α -Ti 結晶粒の微細化に起因すると考えられる。また、本結果は、既存の合金規格を満たしながら、強度-延性のトレードオフ関係を逸脱した高強度化が可能であることを意味している。

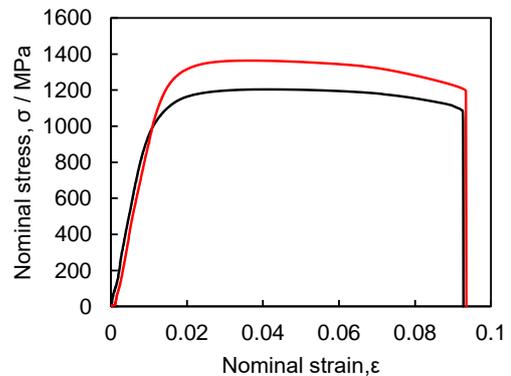


図7 通常の造形ステージ(黒)および冷却ステージ(赤)を用いて造形した Ti64 合金試料の応力ひずみ曲線。

4. 結論

Ti64 積層造形合金の集合組織の微細化を目的に、造形ステージに冷却機構を導入し、これが組織形成と引張特性に及ぼす影響を調査した。以下に知見をまとめる。

高温の部材にレーザを照射するとコンダクティブ状の熔融池が形成されるが、室温の部材にレーザを照射するとキーホール状の熔融池が形成され、底部での凝固方向が大きく変化することを明らかにした。

通常、Ti64 合金の造形試料の集合組織は粗大な柱状で(001)配向をもつ。これに対して、冷却ステージを用いて造形することで、その集合組織は微細で配向が無秩序化した。また、内部に形成される針状 α -Ti 結晶粒は微細化した。これに伴って、延性の低下を伴わずに、YS は 180 MPa, UTS は 165 MPa 増加した。

謝 辞

本研究の遂行に際して、公益財団法人天田財団より2021年度奨励研究助成（若手研究者枠）（AF-2021229-C2）を賜りました。ここに深く感謝申し上げます。

参考文献

- 1) S. Suwas et al., Trans. Indian Natl. Acad. Eng. 6 (2021) 991–1003.
- 2) T. Ishimoto et al., Scr. Mater. 132 (2017) 34–38.