EBM 法により作製した Ti-6Al-4V 合金の組織制御と疲労強度の改善

Microstructural Control and Improvement of Fatigue Strength of Ti-6Al-4V Alloy Produced by EBM Method

森田 辰郎*
Tatsuro MORITA

Key Words: Additive Manufacturing, EBM, Ti-6Al-4V Alloy, Microstructure, Fatigue Strength

1. はじめに

近年、新たな加工技術として積層造形法が注目されている。この革新的技術を用いれば、従来は成形が困難であった複雑な外形形状や、オープンセルあるいは微細水路などの内部構造を有する高機能製品を作製可能である。また、積層造形法は CAD (computer-aided design) データに基づいて、金型なしで製品を成形する方法であるため、チタン合金やニッケル基耐熱超合金などの難加工材から少量製品を作製することも容易である。以上の優位性から、積層造形法についてはすでに多数の基礎研究がなされており^{1),2)}、近年には医療用カスタマイズドインプラントの実用化³⁾ や航空宇宙関連部品の高性能化および軽量化を目的として、各種の取組みが広範に進められている。

金属製品の積層造形には、主として粉末床溶融結合法が用いられている。この方法は、粉末の溶融に電子線を用いる EBM (electron beam melting) 法とレーザを用いる SLM (selective laser melting) 法の 2 種類に分類される。近年における技術進歩にともない、チタン合金製積層造形材の性能は著しく改善された。例えば、積層造形材の密度は展伸材の 99% を上回り、また引張強度は展伸材の水準以上にまで改善されている⁴⁾。

その一方で、粉末床溶融結合法により造形したチタン合金には、疲労強度が展伸材よりも大幅に低いという問題がある。具体的には、EBM 法を用いても SLM 法を用いても、チタン合金製積層造形材の疲労強度は展伸材の 60% 以下に留まる⁴⁾⁻⁶⁾。チタン合金の優位性は高い比強度と優れた耐食性にあるが、積層造形材では上述の疲労強度に係る問題のため、製品の小型化や軽量化への寄与が限定的にならざるを得ない。この難点は、積層造形材の微視組織が展伸材と異なることにも関係するが、より大きな影響は不可避免的に内在する造形欠陥によってもたらされる。すなわち、鉄鋼材料の場合と異なり、チタンおよびその合金では一旦、疲労き裂が発生す

ると停留することなく進展して最終破壊に至る。そのため⁷⁾、造形欠陥に起因する応力集中によりき裂の発生が促進されると、直接的に疲労強度の大幅な低下が生じる。

以上の背景から、著者らは近年、チタン合金製積層造形材の疲労強度の改善を念頭に置いて、各種の研究を進めてきた。本解説では EBM 法により造形したチタン合金を対象として、各種造形条件の内、電子線の走査速度と造形欠陥の性状や組織形態との関係について説明する⁸⁾。この研究は、造形条件の適切化あるいは造形中のアクティブな条件制御による欠陥の無害化を目指し、基礎データを系統的に蓄積するために実施された。

しかし、造形条件の適切化だけでは、恐らく疲労強度に係る問題を完全に解決することは難しい。そこで、EBM 法および SLM 法により造形したチタン合金に、著者らが以前に展伸材の性能改善を目的として独自に開発した短時間熱処理⁹⁾ および複合処理¹⁰⁾ を適用し、機械的性質および疲労強度等に及ぼす効果について研究を進めてきた。得られた結果の内、本解説では EBM 法により造形したチタン合金の疲労強度に及ぼす短時間熱処理の効果について紹介する。

2. 電子線の走査速度と各種特性との関係

積層造形の難しさは、造形条件を変更すれば組織形態や欠陥性状だけでなく、工学的に重要な製品の寸法精度が同時に影響を受ける点にある。俗な言い方をすれば、積層造形法による製品の成形には「生もの」を対象とするような取扱いが必要となる。造形装置の購入時には標準の「レシピ」が提供されるが、対象とする製品形状によっては標準レシピが適切であるとは限らない。別の見方からすれば、造形条件の変更により微視組織を適切化する、あるいは欠陥数や大きさを減じることができれば、製品の性能改善が達成されると考えられる。以上の観点から著者らが行った研究の内、以下では EBM 法により造形したチタン合金を対象として、電子線の走査速度と各種特性との関係につい

* 京都工芸繊維大学 機械工学系 (〒 606-8585 京都市左京区松ヶ崎御所海道町)
Faculty of Mechanical Engineering, Kyoto Institute of Technology (Goshokaido-cho, Matsugasaki, Sakyo-ku, Kyoto 606-8585, Japan)

て説明する⁸⁾。

対象とした試料は、直径 45 ~ 100 μm の Ti-6Al-4V 合金 (ELI) 粉末を用いて、高さ 5 mm のサポート上に造形された。試料の寸法は縦 10 mm、横 10 mm、高さ 5 mm であり、電子線の走査速度は 0.1、0.5、1、1.5、2 および 3 m/s の 6 条件である。造形時には一層ごとに電子線の走査方向を 90° 回転させた。以後、最も遅い走査速度を用いた試料から順に EBM1 材 ~ EBM6 材と表記する。

Fig. 1 に各試料の巨視的様相 (サポート付) を、また Fig. 2 にそれらの断面上で観察した造形欠陥の様相をまとめて示す。図中、「BD」は積層方向を、また「TD」は横方向を意味する。Fig. 3 には、アルキメデス法で測定した各材の密度を展伸材の密度 (4.432 g/cm³) に対する百分率で示す。Fig. 4 には、クロール氏液による腐食後に光学顕微鏡で観察した微視組織を、EBSD (electron back-scattered diffraction) 分析により得られた IPF (inverse pole figure) マップとともに示す。さらに Fig. 5 には、各材の断面上で測定したピッカース硬さ分布をまとめて示す。なお、Figs. 2 ~ 5 では激しい変形が生じた EBM1 材の結果は除いてある。

電子線の走査速度を低下させれば、単位面積あたりの入熱量が増加する。そのため、Fig. 1 に示すように走査速度が最も低かった EBM1 材では造形時に著しい変形が生じ、指定した形状通りの造形は実現できなかった。EBM2 材では、EBM1 材ほどではないものの形状にゆがみが生じた。ただし、Fig. 2 から理解されるように造形欠陥は非常に少なかった。EBM3 ~ EBM5 材では、指定した形状は概ね実現されたが、球形の微細な空孔が内部に認められた。このような空孔は、チャンバー内のアルゴンガスが造形時に巻き込まれたか、溶融した粉末から放出されたガスにより形成されたと考えられる。さらに、走査速度が最も高かった EBM6 材では形状は適切であったが、溶融不良が生じて大きな造形欠陥が多数認められた。

Fig. 3 に示すように、上述の造形欠陥の形成状態と対応して、EBM2 ~ EBM5 材の相対密度は 99.5% 以上の高い値を示した。ただし、電子線の走査速度が上昇するにつれて相対密度は若干、低下傾向を示した。一方、溶融不良による大きな造形欠陥が各所で形成された EBM6 材では、他の試料と比べて密度が大幅に低い値となった。

Fig. 4 に示すように、EBM 材の微視組織は BD 方向に延伸した多数の柱状組織から構成されていた。先行研究¹¹⁾によれば、この独特な微細組織は以下のメカニズムによって形成されることが報告されている。まず、固相上へ新に散布された粉末が電子線の走査時に溶融すると、溶融層直下の固相が β 変態点 (1271 K) より高い温度にまで加熱されて β 相へ再変態する。上部の溶融層には、 β 相となった下部の固相からエピタキシャル成長が生じ、固相は溶融層中で BD 方向へ柱状に成長する。その後、 β 相は冷却されて柱状領域内が α 相と β 相となり、柱状領域の痕跡が残存する。以上の過程が何度も繰り返され、結局、柱状組織は BD 方

向へ延伸して行く。

電子線の走査速度が高くなると単位面積あたりの入熱量が減少し、電子線通過後の冷却速度は高くなる。そのため、上述の柱状領域は細くなると同時に、内部組織も微細化する。また、冷却速度が一定値以上にまで上昇すれば、一部に α' マルテンサイト相が形成される。このような組織の微

Fig. 1 Macroscopic features of EBM materials.

Fig. 2 Molding defects observed on the cross sections.

Fig. 4 Optically observed microstructures and IPF maps.

Fig. 3 Relative densities normalized by that of wrought material.

細化および α' 相の形成は、塑性変形抵抗の上昇をもたらす。その結果、Fig. 5 に示すように、電子線の走査速度の上昇にともない硬さは高い値となった。

以上で説明したように、走査速度がある値よりも低ければ著しい変形が生じて、指定した形状は適切に実現できない。一方、電子線の走査速度が高いほど組織の微細化および α' 相の形成により硬さは上昇するが、走査速度がある値を超えると溶融不良により造形欠陥が多数形成され、密度が急激に低下する。

3. 短時間熱処理による EBM 材の疲労強度の改善

本節で説明する研究には、直径 45 ~ 100 μm の Ti-6Al-4V 合金 (ELI) 粉末を用いて造形した BD 方向を軸方向とする直径 12 mm、長さ 90 mm の丸棒を用いた。この丸棒を引張試験片形状 (JIS Z 2241, No. 14) および疲労試験片形状 (JIS Z 2274, No. 2) に機械加工後、試験部の表面を鏡面に仕上げてから各試験に供した。なお、他に試験片形状に造形した材料を用いて実験を行っている研究も報告されているが、ここで説明する研究では材料自体の特性を明らかにするため、上述の方法で試験片を作製した。

緒言で述べたように、EBM 材の疲労強度には造形欠陥の性状が大きな影響を及ぼす。そこで、まず丸棒の軸方向に垂直な 3 つの面で造形欠陥の寸法と個数との関係を調べた。Fig. 6 に、その結果をまとめて示す。なお、寸法が 10 μm 未満の欠陥は非常に多かった (例えば、Plane 1 では 1556 個) が、強度への影響は小さいと考えて図から除外した。この図から明らかのように、造形欠陥は寸法が大きいほど個数は少なく、確認された造形欠陥のほとんどは寸法が 80 μm 未満であった。しかし、希にそれ以上の寸法の欠陥も観察され、上記の調査で発見された最大の欠陥寸法は 115 μm であった。なお、この大きな造形欠陥は不規則形状を有していたことから、局所的な溶融不良か造形された破片の再

Fig. 5 Hardness distributions measured on the cross sections.

Fig. 6 Relationship between defect size and its numbers obtained on the different three planes.

混入によって形成されたと考えられる。

Table 1 に、展伸材 (W 材)、造形まま材 (UN 材) および 2 種類の短時間熱処理材 (ST 材、STA 材) の引張強度および伸びを示す。ST 材は、展伸材の強度改善に顕著な効果が認められた条件で短時間熱処理 (1223 K、60 s、水冷) を施した EBM 材であり、また STA 材は ST 材に 2 段階目の熱処理 (823 K、40 s) を施した材料である。この表に示すように、W 材と UN 材の引張強度および伸びは同程度であった。1 段階目の短時間熱処理を施した ST 材では、引張強度が UN 材の値以上に改善された。その後に 2 段階目の短時間熱処

Table 1 Mechanical properties and residuals stress measured on the surfaces of fatigue specimens.

	Tensile strength (MPa)	Elongation (%)	Residual stress (MPa)
W	1032	15.0	-29 ± 24
UN	1030	13.8	-177 ± 18
ST	1136	8.7	-559 ± 60
STA	1291	7.2	-266 ± 44

Fig. 7 S-N curves.

理を施した STA 材では、さらなる引張強度の改善が認められた。短時間熱処理にともなう上記の強度改善は、1 段階目の熱処理により α' 相が形成され、さらに 2 段階目の熱処理を通じて旧 β 相中に微細な α 相が析出したためである¹²⁾。上述のように、短時間熱処理により引張強度は改善されたが、その一方で延性は低下した。

Fig. 7 に、各材の S-N 曲線を示す。Fig. 8 には、疲労強度直上の繰返し応力振幅で破断した試験片の破面上で観察したき裂発生部の様相をまとめて示す。なお、Table 1 には疲労試験片の試験部表面で X 線法を用いて測定した軸方向の残留応力値を示してある。

Fig. 8 から理解されるように、展伸材 (W 材) では試験片表面から発生した疲労き裂が内部へ向かって放射状に進展し、最終破壊に至っていた。一方、造形まま材 (UN 材) のき裂発生部には寸法が 200 μm に近い大きな造形欠陥が認められた。Fig. 6 の結果からすれば、この造形欠陥は最大級であり、個数としては非常に少ないはずである。しかし、チタンおよびその合金では、疲労き裂は確実に上述のような最弱部から発生して最終破壊に至る。その結果、UN 材の疲労強度は W 材の 61% と非常に低い値となった。

一方、2 種類の短時間熱処理材 (ST 材、STA 材) の疲労強度は UN 材よりも高かった (Fig. 7)。また、これらの熱処理材では UN 材と同様に造形欠陥からき裂が発生し、最終破壊に至っていた (Fig. 8)。したがって、短時間熱処理に

Fig. 8 Fatigue fracture surfaces.

ともない造形欠陥からのき裂発生が高い繰返し応力水準まで抑制された結果、疲労強度が改善されたと言える。しかし、引張強度が ST 材よりも STA 材の方が高いのにも係らず、疲労強度は ST 材の方が STA 材よりも顕著に高く、その疲労強度は W 材の 90% の水準に達していた。この点について、以下で説明する。

鉄鋼材料では、引張強度と疲労強度との間に直線関係が認められる¹³⁾。しかし、チタン合金の場合、疲労強度は微視組織に強く影響されるため、引張強度と疲労強度との間に必ずしも明瞭な関係は認められない¹⁴⁾。すなわち、例えば ST 材よりも STA 材の方が引張強度が高くても、疲労強度が高いとは限らない。

ST 材の疲労強度の改善は、造形欠陥からのき裂発生が表面近傍での高い圧縮残留応力の発生 (Table 1) と、旧 β 相における残留 β 相の応力誘起変態⁹⁾により抑制されたためであると考えられる。その一方で、STA 材では 2 段階目の熱処理により表面の圧縮残留応力が緩和され、同時に旧 β 相内に微細 α 相が形成された結果として、引張強度は改善するものの残留 β 相の応力誘起変態が生じ難くなり、疲労強度の大幅な改善に結びつかなかったと推察される。以上の結果から、EBM 材の疲労強度の改善には、旧 β 相の応力誘起変態を生じ易くする組織制御が有効であることが理解される。

4. おわりに

積層造形法は、各種分野の技術者に多大な刺激を与える革新的な成形技術である。しかし、この技術を実際の製造に有効活用するためには、それを支える周辺技術の開発が併せて必要となる。例えば、本解説で紹介したように、不

可避的に内在する微細な造形欠陥がチタン合金製積層造形材の疲労強度に対して著しい影響を及ぼすため、この疲労強度に係る問題解決へ向けて新たな技術開発が必要である。

一方、積層造形技術で先行する独国などでは、装置の大型化あるいは造形速度の向上などが急速に進められている。個人的意見ではあるが、日本国の技術がいかに優れているとも、上述のように長年に渡り技術の蓄積を進めてきた先行国を、同じ着想に基づいて超えることは困難である。従って、すでに一部で進められているように、積層造形技術を活用して新たな組織創生を進めるか、あるいは日本国が優位に立っている熱処理技術等を中心に据えて展開を図るなど、より一層の精力的な取り組みが必要であると考えられる。

謝 辞

本解説で紹介した研究成果は、大阪大学大学院 中野 貴由 教授との共同研究により得られた。また、短時間熱処理の効果に係る研究は、基盤研究 (B) (一般) 課題番号 15H03892 および軽金属奨学会研究補助金の補助の下で実施された。関係者皆様に心より御礼申し上げます。

引用文献

- 1) N. Guo and M. C. Leu: Front. Mech. Eng. 8 (2013) 215-243.
- 2) W. E. Frazier: J. Mater. Eng. Perform. 23 (2014) 1917-1928.
- 3) 吉川秀樹、中野貴由、松岡厚子、中島義雄: “未来型人工関節を目指してーその歴史から将来展望まで”、日本医学館 (2013) 245-280.
- 4) T. Morita, C. Tsuda, H. Sakai and N. Higuchi: Mater. Trans. 58 (2017) 1397-1403.
- 5) H. K. Rafi, N. V. Karthik, H. Gong, T. L. Starr and B. E. Stucker: J. Mater. Eng. Perform. 22 (2013) 3872-3883.
- 6) P. Edwards and M. Ramulu: Mater. Sci. Eng. A 598 (2014) 327-337.
- 7) K. Takao and H. Nisitani: Proc. 2nd Inter. Con. Fatigue, Fatigue Thresholds II (1984) 827-834.
- 8) T. Morita, C. Tsuda and T. Nakano: Mater. Sci. Eng. A 704 (2017) 246-251.
- 9) T. Morita, S. Tanaka and S. Ninomiya: Mater. Sci. Eng. A 669 (2016) 127-133.
- 10) T. Morita, K. Asakura and C. Kagaya: Mater. Sci. Eng. A 618 (2014) 438-446.
- 11) M. Simonelli, Y. Y. Tse and C. Tuck: Metal. Mater. Trans. A 45A (2014) 2863-2872.
- 12) T. Morita, K. Hatsuoka, T. Iizuka and K. Kawasaki: Mater. Trans. 46 (2005) 1681-1686.
- 13) 不二越表面強化研究会: “知りたい表面強化”、ジャパンマシニスト社 (1988) 26.
- 14) 皆川邦典: 鉄と鋼、75 (1989) 1104-1111.

代表者メールアドレス

森田辰郎 morita@kit.ac.jp