Advance Publication by J-STAGE

日本機械学会論文集

Transactions of the JSME (in Japanese)

DOI:10.1299/transjsme.21-00101

Received date : 19 March, 2021

Accepted date : 28 July, 2021

J-STAGE Advance Publication date : 5 August, 2021

積層造形法により結晶方位を配向させた 面内直交異方性を有する医療用 316L ステンレス鋼プレートの力学的特性

仲井 正昭^{*1}, 佐脇 凜^{*2}, 植木 洸輔^{*1}, 黒須 信吾^{*3}, 南部 智憲^{*4}

Mechanical properties of biomedical 316L stainless steel plates with in-plane orthogonal anisotropy by aligning crystallographical orientation via additive manufacturing

Masaaki NAKAI^{*1}, Rin SAWAKI^{*2}, Kosuke UEKI^{*1}, Shingo KUROSU^{*3} and Tomonori NAMBU^{*4}

^{*1,*2} Faculty of Science and Engineering, Kindai University

3-4-1 Kowakae, Higashiosaka-shi, Osaka 577-8502, Japan

^{*3} Iwate Industrial Research Institute

2-4-5 Kitaioka, Morioka-shi, Iwate 020-0857, Japan

^{*4} National Institute of Technology (KOSEN), Suzuka College

Shiroko-cho, Suzuka-shi, Mie 510-0294, Japan

Abstract

Low stiffness in the axial direction is required to suppress stress shielding, whereas high stiffness in the torsional direction is required to promote bone healing in metallic implants. Therefore, two types of 316L stainless steel additive manufactured plates having a low Young's modulus in the longitudinal direction and high Young's modulus in the lateral direction were fabricated via selective laser melting. Their crystallographic orientations were tried to be controlled being $\langle 100 \rangle / \langle 110 \rangle$ and $\langle 110 \rangle / \langle 111 \rangle$ along two in-plane orthogonal directions. Although the degrees of $\langle 110 \rangle$ orientations perpendicular to the laser scanning direction and parallel to the stacking direction were slightly reduced, a strong $\langle 100 \rangle$ orientation was obtained parallel to the laser scanning direction. Therefore, the additive manufactured plates with the Young's modulus higher in the lateral direction than that in the longitudinal direction could be obtained successfully. However, with regard to the directions along $\langle 100 \rangle$ and $\langle 111 \rangle$ orientations, the difference in Young's modulus between the additive manufactured plates and the single crystal were more than 30%. This difference can be decreased by optimizing the fabrication parameters for selective laser melting and changing the building direction. On the other hand, many similar aspects could be observed between the plastic deformation behaviors of additive manufactured plates fabricated in this study and that of single crystal reported in the literature. However, the microstructure of additive manufactured plates was heterogeneous, containing equiaxed and columnar grains, depending on the laser scanning direction and stacking direction. Therefore, the strength and ductility of additive manufactured plates were probably affected by not only crystallographic orientation but also the relationship between tensile loading direction and crystal grain morphology.

Keywords : Additive manufacturing, 316L stainless steel, Crystallographical orientation, Mechanical properties, Young's modulus, Anisotropy

1. 緒 言

金属製インプラントと骨との剛性の相違に起因する応力遮蔽による骨改変時の骨量・骨質の低下を抑制することを目的として、骨に対して適度な力学的負荷がかかるようにするための低ヤング率型チタン合金の開発が 1990

No.21-00101 [DOI: 10.1299/transjsme.21-00101]

^{*1} 正員, 近畿大学 理工学部 (〒577-8502 大阪府東大阪市小若江 3-4-1)

^{*2} 近畿大学 理工学部

^{*3} 岩手県工業技術センター (〒020-0857 岩手県盛岡市北飯岡 2-4-25)

^{*4} 鈴鹿工業高等専門学校 (〒510-0294 三重県鈴鹿市白子町)

E-mail of corresponding author: nakai@mech.kindai.ac.jp

年代から精力的になされてきた。当研究グループにおいても、医療用汎用チタン合金である Ti-6Al-4V ELI 合金 (Ti64, ヤング率約 110 GPa) に比べてヤング率を 1/2 程度 (約 60 GPa) にまで低下させた低ヤング率型チタン合金 (Ti-29%Nb-13%Ta-4.6%Zr 合金 (TNTZ)) を開発し、これまでに同合金を用いて試作した種々の低剛性型金属製インプラントの応力遮蔽抑制効果を動物実験により実証してきた。しかし、最近の動物実験の結果、TNTZ 製プレートで骨欠損部を固定すると、Ti64 製プレートで固定した場合に比べて、骨修復が遅れることが明らかになった (仲井, 新家, 2020)。同様の結果は、材質は同じ TNTZ 製ではあるが、厚さを 3 倍にしたプレートで固定した場合との比較においても得られた。すなわち、金属製インプラントに要求される剛性の適正値が骨修復中と骨修復完了後 (骨改変時) とで異なり、前者では高剛性、後者では低剛性が適切であると判断される。さらに、金属製インプラントに要求される骨修復中の高剛性と骨修復完了後の低剛性は、力学的負荷方向も考慮すべきであると言える。例えば、Augat らは、骨の軸方向に比べて、せん断方向の固定性の欠如が骨修復に対して有害に作用することを指摘している (Augat et al., 2003)。Woo らは、軸方向および曲げ方向に対して低剛性である平板状 Ti64 製プレートと、軸方向には低剛性だが曲げ方向およびねじり方向には適度な剛性となる筒状ステンレス鋼製プレートを用いた動物実験を行い、前者を用いた場合には十分な骨修復が得られないが、後者は、骨修復に有効であるだけでなく、骨修復完了後の応力遮蔽の抑制に対しても有効であることを報告している (Woo et al., 1983)。最近では、Samiezadeh らが、内部構造の工夫により炭素繊維/エポキシ樹脂複合材料の圧縮方向、曲げ方向およびねじり方向のヤング率を制御することができ、さらには、そのようなヤング率の異方性を有する材料を用いることにより、従来の形状のまま各方向の剛性が最適化されたプレートの設計が可能となることを提案している (Samiezadeh et al., 2015)。

金属は従来からインプラント素材として多用されている。これは、金属がセラミックスやプラスチックに比べて力学的信頼性に優れるためである (Niinomi, 2010)。したがって、金属において、上記の炭素繊維/エポキシ樹脂複合材料のようにヤング率の異方性を制御することができれば、力学的信頼性を損なわずに、力学的負荷方向に応じて適切な剛性が作用するインプラントの実現が、現状の形状のまま可能となる。金属では結晶方位に依存してヤング率が変化し、結晶構造が体心立方格子 (BCC) の β 型チタン合金 (Takesue et al., 2009, Tane et al., 2008) や面心立方格子 (FCC) のオーステナイト系ステンレス鋼 (Ledbetter, 1984, Kikuchi, 1971) では、 $\langle 100 \rangle$ よりも $\langle 110 \rangle$ が高く、さらに $\langle 110 \rangle$ よりも $\langle 111 \rangle$ が高くなることが単結晶を用いて調査されている。特に、 β 型チタン合金の $\langle 100 \rangle$ のヤング率が骨と同程度であることから、単結晶を用いることにより、従来の多結晶を用いた場合に比べて大幅に剛性を低下させた金属製インプラントが當代らにより開発されている (當代他, 2015)。ただし、単結晶はコスト上および製造上の制約があり、実用化への展開は容易ではないことも述べられている (當代他, 2017)。一方で、多結晶では、加工熱処理により集合組織を形成させることが可能である (Hanada et al., 2014, Kim et al., 2006)。ただし、多結晶の集合組織は、塑性加工の程度と方向に強く依存するため (Inamura et al., 2016)、任意の結晶方位への配向制御は困難であり、例えば、 β 型チタン合金では、一般的には塑性加工方向と平行に $\langle 110 \rangle$ が配向する。しかし、近年注目されている金属積層造形を用いることにより、これらの課題を克服できる可能性がある。すなわち、金属積層造形では、三次元形状の設計が可能であるとともに、結晶方位の配向も造形方法の工夫次第で制御することができ、単結晶様の組織形成を実現することができる (Ishimoto et al., 2017, 萩原他, 2018, 黒須, 池, 2019, Ishimoto et al., 2020, Marattukalam et al., 2020)。現在、医療用に用いられている代表的な金属として、Ti64, 316L ステンレス鋼および Co-Cr-Mo 合金が挙げられる。本研究では、早期実用化を目指して、実績豊富なこれらの金属の中から素材を選択することとした。これらの金属のうち、Ti64 および Co-Cr-Mo 合金は、それぞれ高温相である β 相 (BCC) および γ 相 (FCC) の安定性が高くなく、冷却中に同素変態が生じ、 α 相および ϵ 相 (共に稠密六方格子 (HCP)) が形成する。この高温相から低温相への同素変態では、バーガースの格子対応関係を満たす複数のパリアントが形成する。したがって、これらの金属では、金属積層造形により結晶方位を揃えようとしても、凝固時の結晶方位を室温まで維持させることが困難であると考えられる。これに対して、316L ステンレス鋼は、比較的 γ 相が安定であるため、冷却中に相変態が生じず、凝固時に結晶方位がそのまま室温まで維持されるため、結晶方位を配向させるには有利となる。

以上より、本研究では、既に結晶方位の配向制御方法が報告されている 316L ステンレス鋼の金属積層造形 (黒須, 池, 2019, Ishimoto et al., 2020, Marattukalam et al., 2020) を採用することとした。図 1 に示すように、骨の軸方向に低剛性でありながら、ねじり方向には高剛性となる金属製インプラントを想定して、縦方向には低ヤン

グ率となり，横方向には高ヤング率となるように，面内の直交する二方向の結晶方位配向を制御した板状造形体を試作し，そのミクロ組織および力学的特性を評価した．

2. 実験方法

2・1 試験片の作製

供試材として，粒子直径 10~45 μm ，流動度 28.4 sec/50 g の 316L ステンレス鋼粉末を用いた．化学組成を Table 1 に示す．造形には，既報（黒須，池，2019）と同じパウダーベッド方式のレーザービーム型金属積層造形装置を用いた．レーザーの出力を 320 W，スポット直径を 200 μm とし，積層厚さを 50 μm とし，走査速度 700 mm/sec，ハッチングピッチ 120 μm で造形を実施した．

上記の造形条件で作製した造形体のレーザー走査方向および積層方向と結晶方位配向との関係が調査されており，レーザー走査方向を x 軸に平行として積層した場合，レーザー走査方向（x 方向）に $\langle 100 \rangle$ ，積層方向（z 方向）に $\langle 110 \rangle$ およびそれらから 45°傾けた方向に $\langle 111 \rangle$ に結晶方位が配向することが報告されている（黒須，池，2019）．そこで，この報告を基に，縦方向に低ヤング率，横方向に高ヤング率となるように，縦方向と横方向がそれぞれ $\langle 100 \rangle / \langle 110 \rangle$ および $\langle 110 \rangle / \langle 111 \rangle$ に配向するように図 2 に示す造形体を作製した．各造形体を，レーザー走査方向および積層方向を用いて，それぞれ Xscan-90°build および Xscan-45°build と称する．

Table 1 Chemical composition of 316L stainless steel powder used in this study (mass%).

Fe	Cr	Ni	Mo	Si	Mn	C	P	S	N	O
Bal.	17.28	12.44	2.04	0.87	0.50	0.015	0.015	0.005	546 ppm	400 ppm

Fig. 1 Changes in mechanical loading direction and in requirement of favorable stiffness of metallic Implant depending on bone repair condition.

Fig. 2 Laser scanning direction and stacking direction.

2・2 ミクロ組織の評価

造形体のミクロ組織を走査型電子顕微鏡 (SEM) により観察し、結晶方位配向を電子線後方散乱回折 (EBSD) および X 線回折 (XRD) を用いて分析した。造形体からこれらの観察・分析用に試料を機械加工により切り出し、その表面を #2000 まで耐水研磨紙で湿式研磨した後、アルミナ粉末およびコロイダルシリカ懸濁液を用いてバフ研磨し、鏡面に仕上げた。図 3 に EBSD・XRD 分析用試料における分析面と分析位置を示す。EBSD 分析については、図 3 の ①の位置において、測定領域 $160\text{ }\mu\text{m}\times 160\text{ }\mu\text{m}$ について、加速電圧 25 kV、ステップサイズ $0.6\text{ }\mu\text{m}$ として実施した。XRD については、図 3 に示す ②～⑥の全ての位置において、直径 $400\text{ }\mu\text{m}$ に集光させた Cu-K α 線を用いて、電圧 40 kV、電流 30 mA として、回折角 $30^\circ\sim 120^\circ$ の範囲を走査速度 $4^\circ/60\text{ sec}$ で実施した。

Fig. 3 Positions for EBSD and XRD analyses.

2・3 力学的特性の評価

造形体からワイヤー放電加工により、全長 23 mm、厚さ 2 mm、平行部幅 2 mm、標点間距離 8 mm の板状引張試験片を両造形体の各方向につき各 2 本ずつ切り出し、#800 までの耐水研磨紙により湿式研磨後、引張試験に供した。引張試験は、容量 100 kN のインストロン型万能試験機を用いて、室温の大気中にてクロスヘッド速度 0.5 mm/min で実施した。引張強さをロードセルで測定した最大荷重より算出し、伸びを試験前後に測定した標点間距離から求めた。さらに、試験片の標点間に貼付した箔ゲージにより測定したひずみを用いてヤング率を算出した。ただし、箔ゲージでは破断までのひずみを測定できないため、クロスヘッドの変位から応力 - 変位線図を得た。

3. 実験結果と考察

3・1 ミクロ組織

3・1・1 Xscan-90° build の結晶方位配向性

Xscan-90° build の横方向に垂直な断面 (xy 面) の図 3 の ①の位置における SEM/EBSD によるミクロ組織観察および結晶方位分析の結果を図 4 に示す。IQ マップから、結晶粒の形状は、微細な等軸粒と、y 方向に伸長した柱状粒とからなっている。この伸長方向はレーザー走査方向に垂直方向である。同様のミクロ組織が Yang らによって報告されており、柱状粒は、いったん溶解・凝固した部分が、隣のレーザー走査トラックで再溶解されたときに、走査トラック境界から内側に向けて結晶成長したことにより形成されると考えられている (Yang et al., 2019)。IPF マップから、緑色で示される $\{110\}$ が多くの領域を占有しているが、黄色やピンク色等の $\{110\}$ ではない結晶面も存在していることがわかる。この分析結果を基に作成した $\{100\}$ 、 $\{110\}$ および $\{111\}$ 極点図と、オイラー角 $\Phi = 0^\circ$ 、 $\Theta = 45^\circ$ 、 $\Psi = 0^\circ$ の FCC のステレオ投影シミュレーション結果とを比較すると、y 軸中心および z 軸中心の回転方向のずれはほとんどないが、x 軸中心に 15° 程度の回転方向のずれが生じている。すなわち、この分析結果は、x 方向には $\langle 100 \rangle$ に強く配向しているが、y 方向と z 方向の結晶方位配向性が x 方向よりも若干低いことを示唆している。

Xscan-90°build の縦方向に垂直な断面 (yz 面) の図 3 の ~ の位置および横方向に垂直な断面 (xy 面) の図 3 の ~ の位置の XRD 分析結果を図 5 に示す。Xscan-90°build の ~ では、いずれも FCC の 200 のピークのみが強く検出された。この結果は Xscan-90°build の縦方向に<100>が強く配向していることを示すものであり、図 4 に示した EBSD 分析結果とも一致する。これに対して、Xscan-90°build の ~ では FCC の 220 のピークのみが検出されることを期待していたが、横方向の<110>配向性は縦方向の<100>配向性に比べて劣り、 ~ では FCC の 220 のピークのみが検出されたものの、 ~ および ~ では FCC の 200 と 220 の 2 つのピークが検出された。BCC および FCC からなる金属での結晶方位配向は、造形初期でのレーザー走査パターンに依存した特定方位への選択的な結晶成長およびそれに続くエピタキシャル成長に基づくことが萩原らにより解説されている(萩原他 2018)。積層するレイヤー間で結晶方位を連続させることでエピタキシャル成長により核生成エネルギーをできるだけ下げようとする 것과結晶成長の駆動力が与えられる熱流方向に近い方向へ結晶成長しようとする ことにより結晶方位が決定されると理解されている。本研究で実施したように一軸方向に平行にレーザーを走査させて造形した場合、優先結晶成長方向は<100>であるため、理想的には、レーザー照射によって生じる溶融池内では積層方向に対して±45°方向およびレーザー走査方向(溶融池の長手方向)に<100>に配向した単結晶様の集合組織が形成されることになる。しかし、実験結果として、レーザー走査方向(図 2 の x 軸方向)には意図したとおり比較的強い<100>の配向が得られたが、積層方向(図 2 の z 軸方向)の<110>の配向が若干低下していた。上記の萩原らにより解明された集合組織形成機構に基づくと、本研究で意図した集合組織を完全に形成させることができなかったのは、溶融池の形状、すなわち、溶融池断面における固液界面の積層方向に対する角度が±45°からずれたことが大きな要因の一つであると考えられる。溶融池の形状は、レーザー出力、走査速度、ハッチングピッチ、積層厚さ等の造形条件に依存する (Kyogoku and Ikeshoji, 2020)。したがって、本研究で実施した造形において、意図した結晶方位にさらに強く配向させるには、造形条件のさらなる最適化の必要があると言える。なお、レーザー走査方向と垂直方向(図 2 の y 軸方向)の<110>の配向低下は積層方向の<110>の配向低下に伴って生じたと考えられる。

Fig. 4 Result of EBSD analysis on xy plane of Xscan-90°build (Experimental and simulation results).

3・1・2 Xscan-45° build の結晶方位配向性

Xscan-45°build の縦方向に垂直な断面 (xz 面) の図 3 の ~ の位置および横方向に垂直な断面 (xy 面から 45°傾いた面) の図 3 の ~ の位置の XRD 分析結果を図 6 に示す。Xscan-45°build の ~ では FCC の 111 と 220 の 2 つのピークが検出されたが、 ~ ではいずれも FCC の 111 のピークのみが検出された。Xscan-45°build では横方向に<111>が強く配向したことが示唆される。Xscan-45°build については、造形条件だけでなく造形方向にも改善の余地がある。x 方向に<100>、y 方向および z 方向に<110>に結晶方位が配向した造形体の<111>の xz 面および yz 面への投射を考えると、yz 面内では z 軸と平行となるが、xz 面内では x 軸方向から 55°傾いている。したがって、本研究で実施した Xscan-45°build の造形方向では、理想的な結晶方位配向が得られない。縦方向に<110>、横方向に<111>と平行になるように結晶方位を配向させたプレートを得るためには、プレート面が xy 面から 55°傾くように造形することが望ましいと考えられる。

Fig. 5 XRD profiles of Xscan-90°build analyzed at positions of ① - ③ on cross section perpendicular to longitudinal direction (yz plane) and ④ - ⑥ on cross section perpendicular to lateral direction (xy plane)..

Fig. 6 XRD profiles of Xscan-45°build analyzed at positions of ① - ③ on cross section perpendicular to longitudinal direction (xz plane) and ④ - ⑥ on cross section perpendicular to lateral direction (a plane tilted 45° from the xy plane).

3・2 力学的特性

3・2・1 ヤング率の面内直交方向異方性

Xscan-90°build および Xscan-45°build の縦方向および横方向と荷重軸とが平行になるように切り出した試験片の引張試験から得られたヤング率を図7に示す。いずれの造形体においても、縦方向よりも横方向に高いヤング率を得ることに成功したことがわかる。本研究で作製した試験片の各方向のヤング率値の妥当性を検証するため、オーステナイト系ステンレス鋼単結晶のヤング率の結晶方位依存性を考える。立方晶からなる金属単結晶のヤング率の結晶方位依存性は以下の式(1)により得られる(Hara et al., 2009)。

$$E_{xyz} = \left\{ \frac{c_{11}+c_{12}}{(c_{11}-c_{12})(c_{11}+2c_{12})} + \left(\frac{1}{c_{44}} - \frac{2}{c_{11}-c_{12}} \right) (l^2 m^2 + m^2 n^2 + n^2 l^2) \right\}^{-1} \quad (1)$$

l, m および n は, 3 つの結晶方位 $[100]$, $[010]$ および $[001]$ と平行方向を軸とする直交座標系における任意の結晶方位 $[xyz]$ の方向余弦である. $(1\ \bar{1}\ 0)$ 内における $[xyz]$ と $[001]$ との間の角度を ζ とすると, それぞれ $l = \sin\zeta/\sqrt{2}$, $m = \sin\zeta/\sqrt{2}$ および $n = \cos\zeta$ により得られる. オーステナイト系 18Cr-12Ni ステンレス鋼単結晶から得られた弾性ステイフネス定数 $C_{11} = 191.2$ GPa, $C_{12} = 117.9$ GPa, $C_{44} = 138.6$ GPa (Kikuchi, 1971) を式 (1) に代入して求めたヤング率の結晶方位依存性を図 9 に示す. E_{001} , E_{110} および E_{111} は, それぞれ $E_{001} = 101.3$ GPa, $E_{110} = 205.8$ GPa および $E_{111} = 313.9$ GPa となる. 本研究で作製した Xscan-90°build の縦方向および横方向のヤング率はそれぞれ 148 GPa および 194 GPa であったことから, 単結晶の $\langle 100 \rangle$ および $\langle 110 \rangle$ のヤング率に比べて, 縦方向には 46% 高く, 横方向には 6% 低い. また, Xscan-45°build の縦方向および横方向のヤング率はそれぞれ 180 GPa および 218 GPa であったことから, 単結晶の $\langle 110 \rangle$ および $\langle 111 \rangle$ のヤング率に比べて, 縦方向には 13% 低く, 横方向には 31% 低い. Xscan-90°build の横方向および Xscan-45°build の縦方向のヤング率と単結晶の $\langle 110 \rangle$ のヤング率との差が小さいが, これは結晶方位配向性が高いわけではなく, $\langle 110 \rangle$ のヤング率が $\langle 100 \rangle$ および $\langle 111 \rangle$ のヤング率の中間の大きさであるため, 結晶方位配向性が高くなっても, 種々の結晶方位のヤング率が平均化された値になるためであると考えられる. Xscan-90°build の縦方向と単結晶の $\langle 100 \rangle$ のヤング率との差および Xscan-45°build の横方向のヤング率と単結晶の $\langle 111 \rangle$ のヤング率との差は大きく, これらには改善の余地があると言える. ヤング率は物性値の一つであり, 結晶粒の大きさや形状にはほとんど依存せず, 結晶方位の配向性によってほぼ一義的に与えられる. したがって, 既に各造形体の結晶方位配向について考察したとおり, Xscan-90°build については造形条件の最適化, Xscan-45°build については造形条件の最適化に加えて造形方向の改善により, 単結晶のヤング率に近づけることが可能であると考えられる.

Fig. 7 Young's moduli of Xscan-90°build and Xscan-45°build.

Fig. 8 Dependence of Young's modulus on crystallographic orientation of austenitic 18Cr-12Ni stainless steel single crystal.

3.2.2 引張強さおよび伸びの面内直交方向異方性

Xscan-90°build および Xscan-45°build の縦方向および横方向と荷重軸とが平行になるように切り出した試験片の引張強さおよび伸びを図 9 に示す. 引張強さについては, Xscan-45°build では, ヤング率が高い横方向の値が高くなったが, Xscan-90°build では, 引張強さとヤング率との傾向が一致せず, 横方向の方が縦方向よりも低い値が得られた. 伸びについては, いずれも引張強さが高いほど低い値が得られた.

Fig. 9 Tensile strength and elongation of Xscan-90°build and Xscan-45°build.

Fig. 10 Stress-displacement curves of Xscan-90°build and Xscan-90°build.

既報（黒須，池，2019）では， $\langle 100 \rangle$ ， $\langle 110 \rangle$ および $\langle 111 \rangle$ に結晶方位を配向させた 316L ステンレス鋼製積層造形体の塑性変形挙動について，FCC 金属単結晶の各結晶方位の塑性変形挙動との類似性の観点から考察されている．そこで，本研究において得られた Xscan-90°build および Xscan-45°build の縦方向および横方向に切り出した試験片の応力 - 変位線図を図 10 に示す．FCC 金属単結晶の $\langle 110 \rangle$ の塑性変形では，変形初期には単一すべりが生じ，その後，変形が大きくなると多重すべりへと移行し，高延性を示すとされている（黒須，池，2019）．このような塑性変形挙動と比較的類似した応力 - 変位線図が，本研究においても， $\langle 110 \rangle$ に結晶方位を配向させることを想定した Xscan-90°build の横方向および Xscan-45°build の縦方向において得られた．ただし，Xscan-90°build の横方向と Xscan-45°build の縦方向とでは加工硬化量に顕著な違いがあり Xscan-45°build の縦方向のほうが Xscan-90°build の横方向に比べて大きく加工硬化した．この加工硬化量の違いは，図 4 に示した結晶粒の形状の影響であると考えられる．すなわち，Xscan-45°build の縦方向は y 方向に平行であるため，微細な等軸粒と y 方向に伸長した柱状粒とが混在したミクロ組織に荷重が負荷されるのに対して，Xscan-90°build の横方向は z 方向に平行であるため，Yang らが報告している柱状粒のみからなるミクロ組織（Yang et al.，2019）の柱状粒伸長方向に荷重が負荷されることになる．したがって，Xscan-45°build の縦方向のほうが Xscan-90°build の横方向に比べて，力学的負荷方向に対する結晶粒界が多いことにより，加工硬化量が増大したと考えられる．次に，FCC 金属単結晶の $\langle 100 \rangle$ の塑性変形では，変形初期から多重すべりが生じるため，塑性変形の開始から大きく加工硬化するとされている（黒須，池，2019）．本研究では， $\langle 100 \rangle$ に結晶方位を配向させることを想定した Xscan-90°build の縦方向で得られた応力 - 変位線図において，これと同様の加工硬化挙動が得られた．最後に，既報（黒須，池，2019）では， $\langle 111 \rangle$ に結晶方位を配向させた 316L ステンレス鋼製積層造形体において，リューダース型の応力 - ひずみ線図が得られたことを報告しているが，オーステナイト相が安定な 316L ステンレス鋼では室温において加工誘起マルテンサイト変態が生じないため，そのような形状の応力 - ひずみ線図が得られた理由については示されていない．本研究では，Xscan-45°build の横方向が $\langle 111 \rangle$ に結晶方位を配向させた試験片に該当し，明確なリューダース

ース型の応力 - 変位線図にはなっていないが、塑性変形開始後から変形後期に至るまで大きな加工硬化が生じている点は類似している。一方、Karaman らは、316L ステンレス鋼単結晶の塑性変形挙動を詳細に調査しており（Karaman et al., 2001）、 $\langle 111 \rangle$ と $\langle 100 \rangle$ の塑性変形では大きな加工硬化が生じるが、その起源が異なっており、 $\langle 111 \rangle$ の塑性変形では多重すべりに加えて変形双晶が形成し、双晶境界が転位の移動を妨げるためであるが、 $\langle 100 \rangle$ の塑性変形では多重すべりに加えて積層欠陥の増加によるものであるとしている。このような変形双晶の結晶方位依存性は、FCC 金属における引張荷重に対するシュミット因子の最大値が、 $[0\ 0\ 1]$ では、すべり系が 0.41、双晶系が 0.23 となるため、すべり変形が優位となるが、 $[\bar{1}\ 1\ 1]$ では、すべり系が 0.28 であるのに対して、双晶系が 0.31 となり、変形双晶が優位となるためであると理解できる（Karaman et al., 2000）。ただし、Karaman らは、室温での $\langle 111 \rangle$ の塑性変形における変形双晶の前駆体となる積層欠陥の形成および $\langle 100 \rangle$ の塑性変形における積層欠陥の形成は、316L ステンレス鋼においては一般的ではなく、外因的な要因が作用している可能性があることを指摘している。実験的に求められた 316L ステンレス鋼の積層欠陥エネルギーは $12.9\sim 42\text{ mJ/m}^2$ と報告されている（Woo et al., 2020）。この値は、双晶誘起塑性が生じる TWIP 鋼ほど低くはないが、変形双晶が生じる可能性が示唆される程度に低い。Qiu らは、レーザービーム型金属積層造形における凝固時の冷却速度が大きいいため、造形ままの 316L ステンレス鋼製積層造形体中の転位密度は高く、特徴的にナノ針状組織が形成したことを報告している（Qiu et al., 2018）。さらに、この造形体の塑性変形モードはすべり変形と変形双晶が支配的であったことを示している。その他にも、多くの研究者により、316L ステンレス鋼製積層造形体の変形における変形双晶の形成が認められている（Wang et al., 2018, Barkia et al., 2020, Pham et al., 2017）。最近では、Woo らにより、その場合中性子回折を用いて 316L ステンレス鋼製積層造形体の変形中の積層欠陥エネルギーが求められ、変形量の増加に伴い、積層欠陥エネルギーが 46 mJ/m^2 から 21 mJ/m^2 に低下し、それに対応して変形モードもすべり変形から変形双晶へと移行するという興味深い報告もなされている（Woo et al., 2020）。したがって、本研究において得られた $\langle 111 \rangle$ に結晶方位を配向させた Xscan-45°build の横方向の応力 - 変位線図は、レーザービーム型金属積層造形特有の塑性変形挙動である可能性があり、詳細を明確にするためには今後のさらなる検討を要する。

4. 結言

本研究では、応力遮蔽を抑制するため骨の軸方向に低剛性でありながら、骨修復の促進のためねじり方向には高剛性となる金属製インプラントを想定して、縦方向には低ヤング率となり、横方向には高ヤング率となるように、面内の直交する二方向の結晶方位が $\langle 100 \rangle/\langle 110 \rangle$ および $\langle 110 \rangle/\langle 111 \rangle$ に平行となるように配向させることを意図して 2 種類の 316L ステンレス鋼製積層造形プレートを試作し、そのミクロ組織と力学的特性とを評価した。その結果、以下の知見を得た。

- (1) 造形体の結晶方位配向性は、x 軸方向（レーザー走査方向）には意図したとおり $\langle 100 \rangle$ の強い配向が認められたが、y 軸（レーザー走査方向の垂直方向）および z 軸方向（積層方向）の $\langle 110 \rangle$ の配向性は x 軸方向に比べて若干低下した。
- (2) プレートの縦方向と横方向の結晶方位を $\langle 100 \rangle/\langle 110 \rangle$ に強く配向させるためには、造形条件のさらなる最適化が必要である。 $\langle 110 \rangle/\langle 111 \rangle$ については、それだけでなく、造形方向の改善も必要であると考えられる。
- (3) 両プレートとも縦方向よりも横方向のヤング率を高くすることに成功した。ただし、文献で報告されている弾性スティフネス定数から算出したオーステナイト系ステンレス鋼単結晶のヤング率結晶方位依存性と比較した結果、 $\langle 100 \rangle$ と $\langle 111 \rangle$ の配向を意図した方向のヤング率は、同方向の単結晶のヤング率と 30%以上異なっていた。
- (4) プレートの縦方向と横方向の塑性変形挙動には、配向を意図した結晶方位の単結晶の塑性変形挙動と類似した点が数多く認められた。ただし、造形体のミクロ組織はレーザー走査方向や積層方向に依存して不均質であり、等軸粒と柱状粒とが混在するため、引張特性は結晶方位配向のみでは決まらず、力学的負荷方向と結晶粒形状との関係も影響することが示唆された。

文 献

- Augat, P., Burger, J., Schorlemmer, S., Henke, T., Peraus, M. and Claes, L., Shear movement at the fracture site delays healing in a diaphyseal fracture model, *Journal of Orthopaedic Research*, Vol.21, No.6 (2003), pp.1011–1017.
- Barkia, B., Aubry, P., Haghi-Ashtiani, P., Auger, T., Gosmain, L., Schuster, F. and Maskrot, H., On the origin of the high tensile strength and ductility of additively manufactured 316L stainless-steel: Multiscale Investigation, *Journal of Materials Science & Technology*, Vol.41 (2020), pp.209–218.
- 萩原幸司, 石本卓也, 中野貴由, 金属積層造形法における形状・組織制御による異方性付与, *まてりあ*, Vol.57, No.4 (2018), pp.145–149.
- Hanada, S., Masahashi, N., Jung, T.K., Miyake, M., Sato, Y.S. and Kokawa, H., Effect of swaging on Young's modulus of β Ti–33.6Nb–4Sn alloy, *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, Vol.32 (2014), pp.310–320.
- Hara, M., Shimizu, Y., Yano, T., Takesue, N., Furuta, T. and Kuramoto, S., Mechanical anisotropy and ideal strength in a multifunctional Ti–Nb–Ta–Zr–O alloy (Gum Metal), *International Journal of Materials Research*, Vol.100, No.3 (2009), pp.345–348.
- Inamura, T., Shimizu, R., Kim, H.Y., Miyazaki, S. and Hosoda, H., Optimum rolling ratio for obtaining {001}<110> recrystallization texture in Ti–Nb–Al biomedical shape memory alloy, *Materials Science and Engineering: C*, Vol.61 (2016), pp.499–505.
- Ishimoto, T., Hagihara, K., Hisamoto, K., Sun, S.-H. and Nakano, T., Crystallographic texture control of beta-type Ti–15Mo–5Zr–3Al alloy by selective laser melting for the development of novel implants with a biocompatible low Young's modulus, *Scripta Materialia*, Vol.132 (2017), pp.34–38.
- Ishimoto, T., Wu, S., Ito, Y., Sun, S.-H., Amano, H. and Nakano, T., Crystallographic orientation control of 316L austenitic stainless steel via selective laser melting, *ISIJ International*, Vol.60, No.8 (2020), pp.1758–1764.
- Karaman, I., Sehitoglu, H., Gall, K., Chumlyakov, Y.I. and Maier, H.J., Deformation of single crystal Hadfield steel by twinning and slip, *Acta Materialia*, Vol.48, No.6 (2000), pp.1345–1359.
- Karaman, I., Sehitoglu, H., Maier, H.J. and Chumlyakov, Y.I., Competing mechanisms and modeling of deformation in austenitic stainless steel single crystals with and without nitrogen, *Acta Materialia*, Vol.49, No.19 (2001), pp.3919–3933.
- Kikuchi, M., Elastic anisotropy and its temperature dependence of single crystals and polycrystal of 18–12 type stainless steel, *Transactions of the Japan Institute of Metals*, Vol.12, No.6 (1971), pp.417–421.
- Kim, H.Y., Sasaki, T., Okutsu, K., Kim, J.I., Inamura, T., Hosoda, H. and Miyazaki, S., Texture and shape memory behavior of Ti–22Nb–6Ta alloy, *Acta Materialia*, Vol.54, No.2 (2006), pp.423–433.
- 黒須信吾, 池浩之, レーザービーム金属積層造形法によるステンレス鋼 SUS316L 造形品の組織制御, *铸造工学*, Vol.91, No.9 (2019), pp.664–669.
- Kyogoku, H. and Ikeshoji, T., A review of metal additive manufacturing technologies: mechanism of defects formation and simulation of melting and solidification phenomena in laser powder bed fusion process, *Mechanical Engineering Reviews*, Vol.7, No.1 (2020), DOI:10.1299/mer.19-00182.
- Ledbetter, H.M., Monocrystal–polycrystal elastic constants of a stainless steel, *Physica Status Solidi (a)*, Vol.85, No.1 (1984), pp.89–96.
- Marattukalam, J.J., Karlsson, D., Pacheco, V., Beran, P., Wiklund, U., Jansson, U., Hjörvarsson, B. and Sahlberg, M., The effect of laser scanning strategies on texture, mechanical properties, and site-specific grain orientation in selective laser melted 316L SS, *Materials & Design*, Vol.193 (2020), DOI:10.1016/j.matdes.2020.108852.
- 仲井正昭, 新家光雄, β 型 Ti–Nb 基合金の低ヤング率化の要因と医療応用研究の現状, *まてりあ*, Vol.59, No.11 (2020), pp.588–593.
- Niinomi, M., *Metals for biomedical devices* (2010), p.3, Woodhead Publishing.
- Pham, M.S., Dovgvy, B. and Hooper, P.A., Twinning induced plasticity in austenitic stainless steel 316L made by additive manufacturing, *Materials Science and Engineering: A*, Vol.704 (2017), pp.102–111.
- Qiu, C., Kindi, M.I., Aladawi, A.S. and Hatmi, I.A., A comprehensive study on microstructure and tensile behaviour of a selectively laser melted stainless steel, *Scientific Reports*, Vol.8, No.1 (2018), DOI:10.1038/s41598-018-26136-7.

- Samiezadeh, S., Avval, P.T., Fawaz, Z. and Bougherara, H., On optimization of a composite bone plate using the selective stress shielding approach, *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, Vol.42 (2015), pp.138–153.
- Takesue, N., Shimizu, Y., Yano, T., Hara, M., Kuramoto, S., Single crystal growth of Ti–Nb–Ta–Zr–O alloys and measurement of elastic properties, *Journal of Crystal Growth*, Vol.311, No.12 (2009), pp.3319–3324.
- Tane, M., Akita, S., Nakano, T., Hagihara, K., Umakoshi, Y., Niinomi, M. and Nakajima, H., Peculiar elastic behavior of Ti–Nb–Ta–Zr single crystals, *Acta Materialia*, Vol.56, No.12 (2008), pp.2856–2863.
- 當代光陽, 萩原幸司, 石本卓也, 山本憲吾, 中野貴由, β 型 Ti-15Mo-5Zr-3Al 合金単結晶を用いた低ヤング率ボーンプレートの開発, *鉄と鋼*, Vol.101, No.9 (2015), pp.501–505.
- 當代光陽, 石本卓也, 松垣あいら, 中野貴由, 次世代生体材料開発に向けた設計指針の構築, *まてりあ*, Vol.56, No.10 (2017), pp.584–588.
- Wang, Y.M., Voisin, T., McKeown, J.T., Ye, J., Calta, N.P., Li, Z., Zeng, Z., Zhang, Y., Chen, W., Roehling, T.T., Ott, R.T., Santala, M.K., Depond, P.J., Matthews, M.J., Hamza, A.V. and Zhu, T., Additively manufactured hierarchical stainless steels with high strength and ductility, *Nature Materials*, Vol.17, No.1 (2018), pp.63–71.
- Woo, S.L.-Y., Lothringer, K.S., Akeson, W.H., Coutts, R.D., Woo, Y.K., Simon, B.R. and Gomez, M.A. Less rigid internal fixation plates: historical perspectives and new concepts, *Journal of Orthopaedic Research*, Vol.1, No.4 (1983), pp.431–449.
- Woo, W., Jeong, J.S., Kim, D.-K., Lee, C.M., Choi, S.-H., Suh, J.-Y., Lee, S. Y., Harjo, S. and Kawasaki, T., Stacking fault energy analyses of additively manufactured stainless steel 316L and CrCoNi medium entropy alloy using in situ neutron diffraction, *Scientific Reports*, Vol.10, No.1 (2020), DOI:10.1038/s41598-020-58273-3.
- Yang, Y., Zhu, Y., Khonsari, M.M. and Yang, H., Wear anisotropy of selective laser melted 316L stainless steel, *Wear*, Vol.428 (2019), pp.376–386.

References

- Augat, P., Burger, J., Schorlemmer, S., Henke, T., Peraus, M. and Claes, L., Shear movement at the fracture site delays healing in a diaphyseal fracture model, *Journal of Orthopaedic Research*, Vol.21, No.6 (2003), pp.1011–1017.
- Barkia, B., Aubry, P., Haghi-Ashtiani, P., Auger, T., Gosmain, L., Schuster, F. and Maskrot, H., On the origin of the high tensile strength and ductility of additively manufactured 316L stainless-steel: Multiscale Investigation, *Journal of Materials Science & Technology*, Vol.41 (2020), pp.209–218.
- Hagihara, K., Ishimoto, T. and Nakano, T., Creation of anisotropic properties by morphology and microstructure control in the additive manufactured metallic materials, *Materia Japan*, Vol.57, No.4 (2018), pp.145–149 (in Japanese).
- Hanada, S., Masahashi, N., Jung, T.K., Miyake, M., Sato, Y.S. and Kokawa, H., Effect of swaging on Young's modulus of β Ti–33.6Nb–4Sn alloy, *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, Vol.32 (2014), pp.310–320.
- Hara, M., Shimizu, Y., Yano, T., Takesue, N., Furuta, T. and Kuramoto, S., Mechanical anisotropy and ideal strength in a multifunctional Ti–Nb–Ta–Zr–O alloy (Gum Metal), *International Journal of Materials Research*, Vol.100, No.3 (2009), pp.345–348.
- Inamura, T., Shimizu, R., Kim, H.Y., Miyazaki, S. and Hosoda, H., Optimum rolling ratio for obtaining {001}<110> recrystallization texture in Ti–Nb–Al biomedical shape memory alloy, *Materials Science and Engineering: C*, Vol.61 (2016), pp.499–505.
- Ishimoto, T., Hagihara, K., Hisamoto, K., Sun, S.-H. and Nakano, T., Crystallographic texture control of beta-type Ti–15Mo–5Zr–3Al alloy by selective laser melting for the development of novel implants with a biocompatible low Young's modulus, *Scripta Materialia*, Vol.132 (2017), pp.34–38.
- Ishimoto, T., Wu, S., Ito, Y., Sun, S.-H., Amano, H. and Nakano, T., Crystallographic orientation control of 316L austenitic stainless steel via selective laser melting, *ISIJ International*, Vol.60, No.8 (2020), pp.1758–1764.
- Karaman, I., Sehitoglu, H., Gall, K., Chumlyakov, Y.I. and Maier, H.J., Deformation of single crystal Hadfield steel by twinning and slip, *Acta Materialia*, Vol.48, No.6 (2000), pp.1345–1359.

- Karaman, I., Sehitoglu, H., Maier, H.J. and Chumlyakov, Y.I., Competing mechanisms and modeling of deformation in austenitic stainless steel single crystals with and without nitrogen, *Acta Materialia*, Vol.49, No.19 (2001), pp.3919–3933.
- Kikuchi, M., Elastic anisotropy and its temperature dependence of single crystals and polycrystal of 18–12 type stainless steel, *Transactions of the Japan Institute of Metals*, Vol.12, No.6 (1971), pp.417–421.
- Kim, H.Y., Sasaki, T., Okutsu, K., Kim, J.I., Inamura, T., Hosoda, H. and Miyazaki, S., Texture and shape memory behavior of Ti–22Nb–6Ta alloy, *Acta Materialia*, Vol.54, No.2 (2006), pp.423–433.
- Kurosu, S. and Ike, H., Microstructure control of stainless steel JIS-SUS316L molding fabricated selective laser melting, *Journal of Japan Foundry Engineering Society*, Vol.91, No.9 (2019), pp.664–669 (in Japanese).
- Kyogoku, H. and Ikeshoji, T., A review of metal additive manufacturing technologies: mechanism of defects formation and simulation of melting and solidification phenomena in laser powder bed fusion process, *Mechanical Engineering Reviews*, Vol.7, No.1 (2020), DOI:10.1299/mer.19-00182.
- Ledbetter, H.M., Monocrystal–polycrystal elastic constants of a stainless steel, *Physica Status Solidi (a)*, Vol.85, No.1 (1984), pp.89–96.
- Marattukalam, J.J., Karlsson, D., Pacheco, V., Beran, P., Wiklund, U., Jansson, U., Hjärvansson, B. and Sahlberg, M., The effect of laser scanning strategies on texture, mechanical properties, and site-specific grain orientation in selective laser melted 316L SS, *Materials & Design*, Vol.193 (2020), DOI:10.1016/j.matdes.2020.108852.
- Nakai, M. and Niinomi, M., Factors leading to low elastic modulus and current status of medically applied research of β -type Ti–Nb-based alloys, *Materia Japan*, Vol.59, No.11 (2020), pp.588–593 (in Japanese).
- Niinomi, M., *Metals for biomedical devices* (2010), p.3, Woodhead Publishing.
- Pham, M.S., Dovgvy, B. and Hooper, P.A., Twinning induced plasticity in austenitic stainless steel 316L made by additive manufacturing, *Materials Science and Engineering: A*, Vol.704 (2017), pp.102–111.
- Qiu, C., Kindi, M.I., Aladawi, A.S. and Hatmi, I.A., A comprehensive study on microstructure and tensile behaviour of a selectively laser melted stainless steel, *Scientific Reports*, Vol.8, No.1 (2018), DOI:10.1038/s41598-018-26136-7.
- Samiezadeh, S., Avval, P.T., Fawaz, Z. and Bougherara, H., On optimization of a composite bone plate using the selective stress shielding approach, *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, Vol.42 (2015), pp.138–153.
- Takesue, N., Shimizu, Y., Yano, T., Hara, M., Kuramoto, S., Single-crystal growth of Ti–Nb–Ta–Zr–O alloys and measurement of elastic properties, *Journal of Crystal Growth*, Vol.311, No.12 (2009), pp.3319–3324.
- Tane, M., Akita, S., Nakano, T., Hagihara, K., Umakoshi, Y., Niinomi, M. and Nakajima, H., Peculiar elastic behavior of Ti–Nb–Ta–Zr single crystals, *Acta Materialia*, Vol.56, No.12 (2008), pp.2856–2863.
- Today, M., Hagihara, K., Ishimoto, T., Yamamoto, K. and Nakano, T., Development of single crystalline bone plate with low Young's modulus using beta-type Ti–15Mo–5Zr–3Al alloy, *Tetsu-to-Hagané*, Vol.101, No.9 (2015), pp.501–505 (in Japanese).
- Today, M., Ishimoto, T., Matsugaki, A. and Nakano, T., Design of the next generation metallic biomaterials, *Materia Japan*, Vol.56, No.10 (2017), pp.584–588 (in Japanese).
- Wang, Y.M., Voisin, T., McKeown, J.T., Ye, J., Calta, N.P., Li, Z., Zeng, Z., Zhang, Y., Chen, W., Roehling, T.T., Ott, R.T., Santala, M.K., Depond, P.J., Matthews, M.J., Hamza, A.V. and Zhu, T., Additively manufactured hierarchical stainless steels with high strength and ductility, *Nature Materials*, Vol.17, No.1 (2018), pp.63–71.
- Woo, S.L.-Y., Lothringer, K.S., Akeson, W.H., Coutts, R.D., Woo, Y.K., Simon, B.R. and Gomez, M.A. Less rigid internal fixation plates: historical perspectives and new concepts, *Journal of Orthopaedic Research*, Vol.1, No.4 (1983), pp.431–449.
- Woo, W., Jeong, J.S., Kim, D.-K., Lee, C.M., Choi, S.-H., Suh, J.-Y., Lee, S. Y., Harjo, S. and Kawasaki, T., Stacking fault energy analyses of additively manufactured stainless steel 316L and CrCoNi medium entropy alloy using in situ neutron diffraction, *Scientific Reports*, Vol.10, No.1 (2020), DOI:10.1038/s41598-020-58273-3.
- Yang, Y., Zhu, Y., Khonsari, M.M. and Yang, H., Wear anisotropy of selective laser melted 316L stainless steel, *Wear*, Vol.428 (2019), pp.376–386.