

## B03 Ti-6Al-4V レーザー積層材の高温強度と微視組織

櫻井勇也（首都大・院）， 寛幸次（首都大）

Yuya SAKURAI (TMU), Koji KAKEHI (TMU)

### 1. 緒言

$\alpha+\beta$  型 Ti 合金である Ti-6Al-4V は優れた強度特性を持ち、耐熱性・耐食性も高いため、多くの航空宇宙材料に適用されている。Ti 合金の持つ鋼の 60% 程度の密度と鋼より大きな比強度は、CFRP（炭素繊維強化複合材料）と並んで、近年の航空機の燃費向上をもたらしたひとつの要因である [1]。一方、ラピッドプロトタイピングを実現するために開発され、最近注目されているのが付加製造 (Additive Manufacturing) による積層造形で、従来の除去加工・塑性加工では実現できない自由で合理的な設計が可能であり、航空機エンジンの燃料噴射ノズルなどへは既に実用化されている [2]。Al 合金と異なり CFRP との相性が良い Ti 合金は、耐熱材料や構造材料として今後更に需要が拡大することが予想されるが、その中でも、比較的高価な Ti の歩留まり向上と、難切削材である Ti に対応した加工設備の導入が不必要になることでコストが大きく削減されることが見込まれる金属 3D プリンターを用いて製造された Ti 合金部品の微視組織は、圧延材はもちろん、粉末冶金材や鋳造材、鍛造材で得られるいずれの組織とも異なることが指摘されている [3]。これは、積層造形法では 100 $\mu\text{m}$  以下というごく薄いレイヤーで敷かれた粉末が、レーザーや電子ビームなどの熱源により熔融した後に急冷されるという、今までの加工法にはなかった熱履歴を辿ることに理由がある。金属積層造形法であるレーザービーム積層造形法、電子ビーム積層造形と従来の加工法 (圧延) によって製造された Ti-6Al-4V 合金試料の微視組織と機械的特性を比較し、金属積層造形法の特徴を材料学的・金属学的視点から明らかにする。従来用いられてきた熱処理による強化が適用できるか

どうかを検討する。

### 2. 実験方法

本研究のための供試材について、レーザー積層法により積層造形した試料 (以下レーザー積層材) を製造する装置として EOSINT M280 を、粉末は EOS Titanium Ti64 を用いた。また電子ビーム法により積層造形した試料 (以下電子ビーム積層材) を製造する装置として Arcam A2X を、粉末は Arcam Titanium Ti6Al4V を用いた。積層造形の後、残留応力を除去するためレーザー積層材に 650°C/3h (空冷) の焼鈍処理をした。この試料を積層まま材とし、溶体化+時効処理後の試料を熱処理材とする。積層方向に対し平行に切り出した試料を 0°材、垂直に切り出した試料を 90°材として区別する。レーザー積層材は一片が 35mm の正立方体で造形し、電子ビーム積層材は直径 10mm 長さ 80mm の円柱形で造形した。レーザー積層材を厚さ 3.1mm の板材にスライスし、引張試験片と組織観察用試料を板材から切り出した。平行部が 2.8×3.0×19.6 mm になるように切り出された引張試験片を、熱処理材については石英管に真空封入の後、溶体化処理 954°C/2h (水冷)、時効処理 538°C/4h (空冷) を施した後、機械研磨を施し、0.5mm/min の引張速度で室温引張試験を行った。高温強度を比較するために、同じ形状の試験片を用いて 450°C/400MPa のクリープ試験を実施した。組織観察試料については機械研磨を施した後、鏡面研磨を施し、走査型電子顕微鏡、EBSD (電子線後方散乱回折法) で組織観察と相解析をした。また XRD (X 線回折法) 解析を実施した。

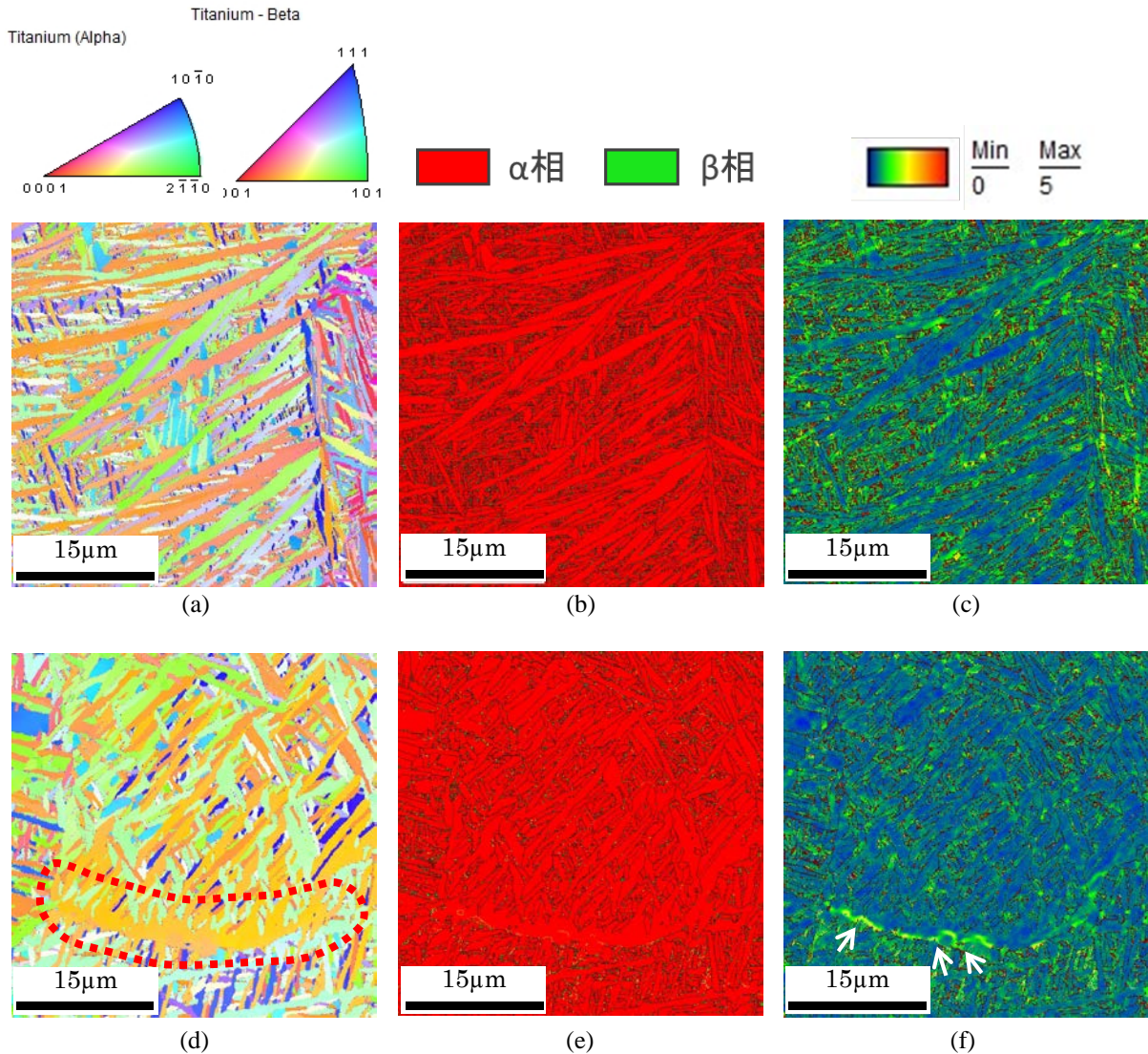


Fig.1 レーザー積層まま材 (a)IPF Map, (b)Phase Map, (c)KAM Map, 電子ビーム積層まま材(d)IPF Map (赤点線は粒界  $\alpha$  相粒), (e)Phase Map, (f)KAM Map(白矢印は粒界  $\alpha$  相内部の亜粒界)

### 3. 実験結果

レーザーと電子ビーム、2種類の金属積層材のIPF MapとKAM Map, Phase MapをFig.1にそれぞれ示す。いずれの試料においても針状  $\alpha$  相粒 (acicular alpha)と非平衡相である  $\alpha'$ マルテンサイト相から成る Widmanstätten 組織が形成された。旧  $\beta$  粒界に発生し、冷却とともに、 $\{110\}_\beta$ に沿ってそれぞれ Burgers の結晶方位関係を保ちながら成長した針状  $\alpha$  相が観察された。その内部は結晶方位差が小さく転位が少ないことが分かる (Fig.1(c)). Fig.1(c)に示すように、結晶方位差が大きい領域と微細組織の存在する領域は一致しており、これらは  $\alpha'$ マルテンサイトであると考えら

れる。2種類の金属積層材の特徴として、レーザー積層まま材ではサブミクロンオーダーの極めて微細な  $\alpha'$ 粒が分散して存在するのに対し、電子ビーム積層まま材では同様の微細粒は見られない。また、旧  $\beta$  粒界に沿って成長した粒界  $\alpha$  相の形成が確認され、Fig.1 (d)に点線で示している。KAM Mapからは、粒界  $\alpha$  相の成長・合体中に内部に生じた連続的な亜粒界 (Fig.1(f)に白矢印で示す)が、結晶方位差として現れている。レーザー積層まま材において、KAM Mapの結晶方位差が大きい領域と微細流の存在する領域は一致しており、これらは  $\alpha'$ マルテンサイトであると考えられる。

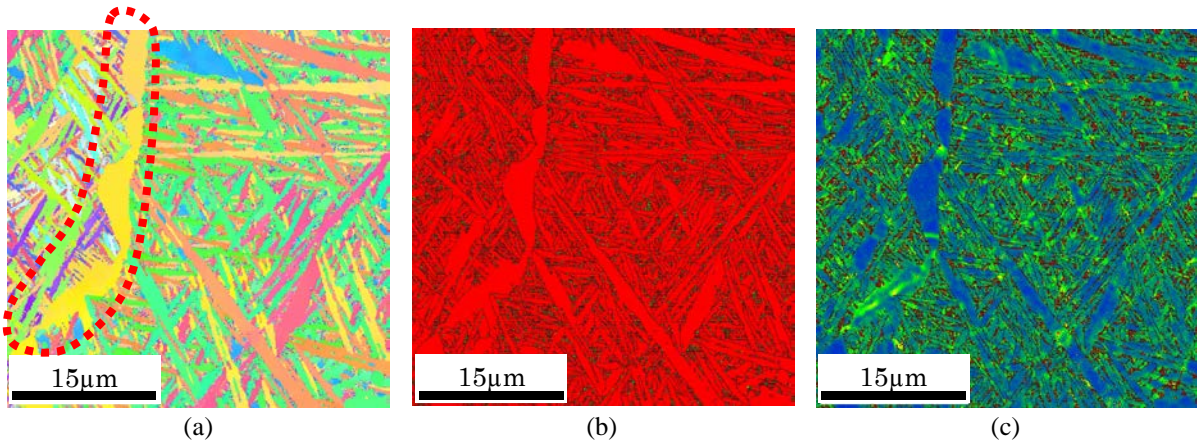


Fig.2 レーザー積層後熱処理材 (a)IPF Map (赤点線は塊状  $\alpha$  相), (b)Phase Map, (c)KAM Map

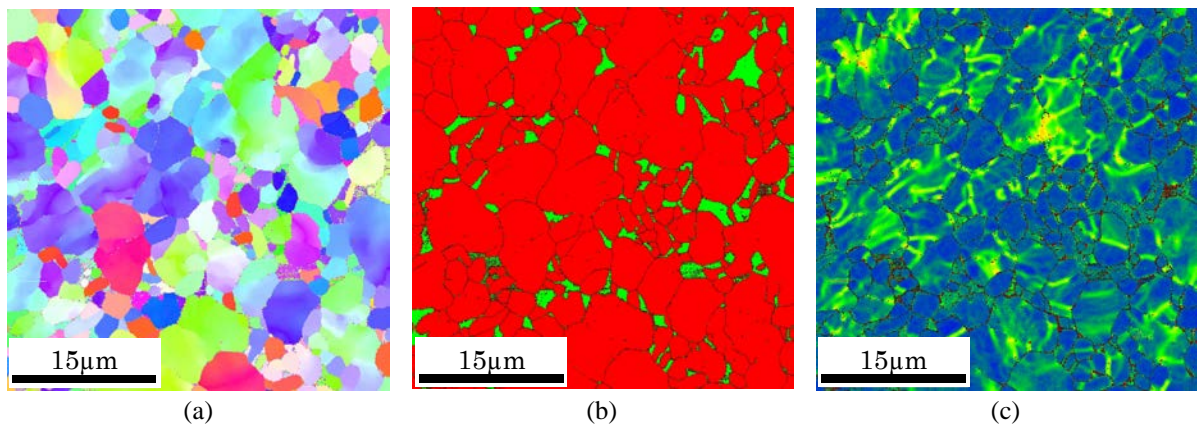


Fig.3 圧延まま材 (a)IPF Map, (b)Phase Map, (c)KAM Map

レーザー積層材では熱処理の前後で微視組織の変化が見られた. Fig.2 に熱処理後のレーザー積層材の IPF Map を示す. Widmanstätten 組織は熱処理の後でも維持されたが, 針状  $\alpha$  相粒の長手方向への長大化が見られた. また, 熱処理前(Fig.1(a))には見られなかった塊状  $\alpha$  相粒(blocky alpha)の形成が確認された(Fig.2(a)). これは, 旧  $\beta$  粒界に成長したものの, 積層造形中の急冷のために十分成

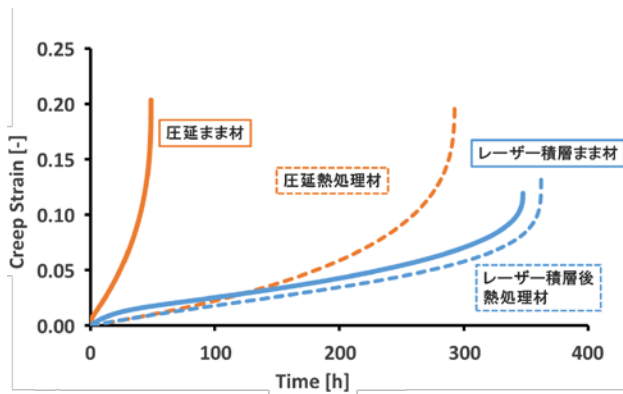
長できなかった粒界  $\alpha$  相が, 熱処理中の高温で成長し合体したものである.

レーザー積層まま材と圧延材を微視組織と機械的特性の双方の観点から比較する. Table.1 は室温引張試験の実験結果を, 引張強さと 0.2%耐力, 破断伸びについて示している. レーザー積層材では積層方向に平行に引っ張った試料を  $0^\circ$ 材, 垂直に引っ張った試料を  $90^\circ$ 材とした. レーザー積層まま材は圧延まま材以上の機械的強度を示したが, 延性は圧延材の半分以下であった.

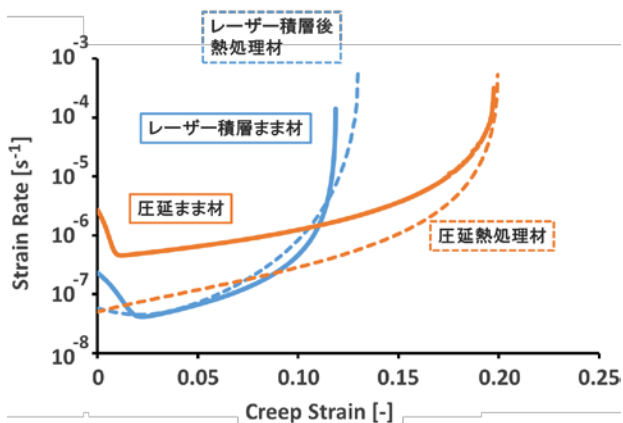
Table.1 室温引張試験結果

		引張強さ [MPa]	0.2%耐力 [MPa]	破断伸び [%]
圧延まま材		1010	930	16.3
圧延後熱処理材		1230	1160	6.1
レーザー積層 まま材	$0^\circ$	1150	1090	8.8
	$90^\circ$	1160	1020	8.5
レーザー積層 後熱処理材	$0^\circ$	1270	1150	2.4
	$90^\circ$	1280	1120	2.6

Fig.3 には圧延材の IPF Map, Phase Map, KAM Map をそれぞれ示す. 圧延材は等軸  $\alpha$  相粒+粒界  $\beta$  相から成る  $\alpha+\beta$  の二相組織であるが(Fig.3(a), (b)), レーザー積層まま材は針状  $\alpha$  相から成る非等軸粒組織で, また  $\beta$  相粒もほとんど存在しない (Fig.1(a), (b)). 等軸  $\alpha$  相粒内に転位ひずみが多く



(a)



(b)

Fig.4 450°C/400MPa クリープ試験 (a)時間—ひずみグラフ, (b)ひずみ—ひずみ速度グラフ

残っている圧延材に比べて(Fig.3(c)), レーザー積層まま材の針状  $\alpha$  相の内部では, 結晶方位差が小さい (Fig.1(c)).

熱処理の前後での機械的特性の変化を Table.1 に示す. レーザー積層材と圧延材の両方において, 熱処理による強度の向上の延性の低下が明らかになった. また, 室温においては, レーザー積層まま材と, 熱処理を施した圧延材とはほぼ同等の強度特性を持つことが分かる. しかし, 積層材の延性は圧延材の半分以下である. 延性低下は, 溶接組織で報告されている intergranular hot crack [4], liquation crack[5]の影響がある可能性がある.

クリープ強度を比較するために 450°C/400MPa のクリープ試験を行った. Fig.4 (a)に時間—ひずみグラフを示す. いずれも典型的な高温クリープ挙動を示したが, 圧延材が熱処理によって大きく破断寿命を伸ばしたのに対し, レーザー積層材では

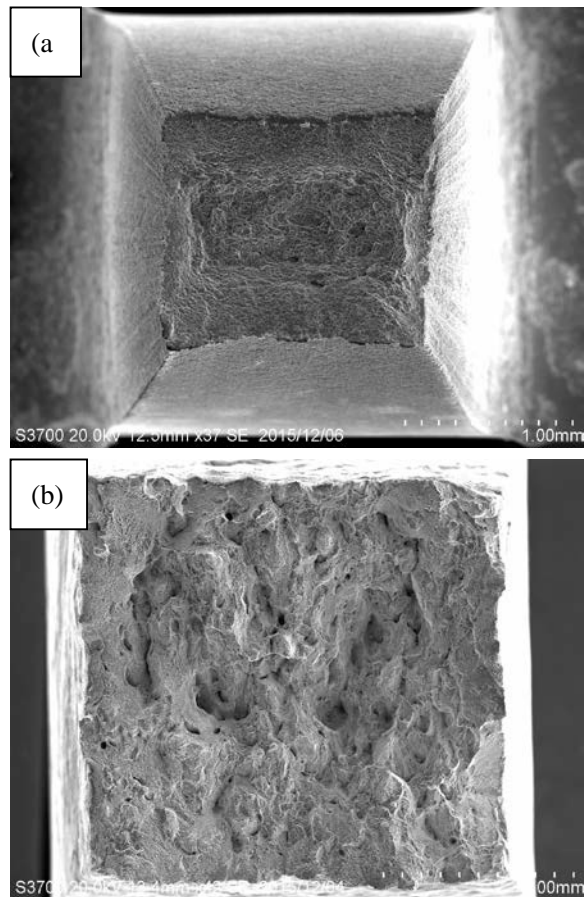


Fig.5 450°C/400MPa クリープ試験破面 (a)圧延まま材  $\epsilon_f = 20.1\%$ ,  $RA = 76.0\%$ , (b)レーザー積層まま材  $\epsilon_f = 11.8\%$ ,  $RA = 44.4\%$

熱処理の前後でクリープ挙動に大きな変化は見られなかった. Fig.4 (b)のひずみ—ひずみ速度グラフを見ても, 圧延材は熱処理の前後で最小クリープ速度が大きく変化している一方で, レーザー積層材の場合にはほとんど変化がない. Fig.5 のクリープ破面の顕微鏡観察写真からは, 破面の形態と断面減少率に生じた違いが確認され, クリープ延性の低下は, 引張延性同様, intergranular hot crack, liquation crack の影響が考えられる.

#### 4. 考察

Fig.1 のようにレーザー積層材と電子ビーム積層材との間に微視組織形態の違いが生じた理由として, 積層造形法の違いによる, 冷却速度の大きさの違いが考えられる. レーザー積層材では不活性ガス(Ar ガス)と低いステージ温度(約 70°C)により試料は焼結後すぐさま急冷されるが, 真空雰

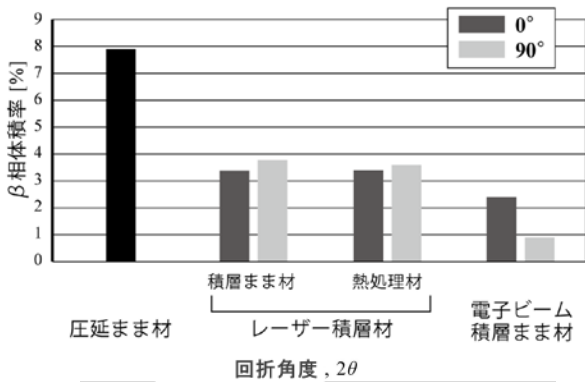


Fig.6 各試料の  $\beta$  相体積率

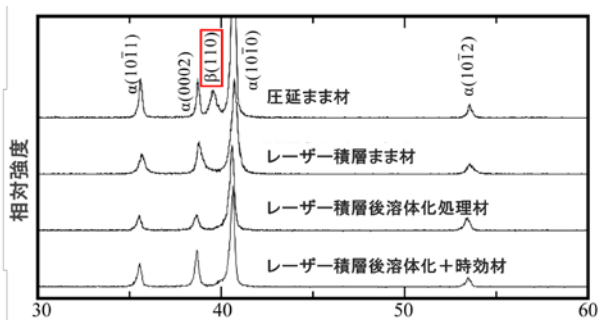


Fig.7 各試料の XRD プロファイル

囲気中で積層が行われる電子ビーム積層材では冷却速度が比較的穏やかである。また、電子ビーム溶融法では粉末床全体が予備加熱されて仮焼結状態になるため、これも冷却速度を抑える要因になったと考えられる。

積層材における延性の低下は、非等軸粒組織であることと  $\beta$  相率が小さいことが理由として考えられる。Fig.6 は各試料において  $\beta$  相が全体に占める割合である  $\beta$  相体積率を示したグラフである。 $\beta$  相体積率は Phase Map の分布から求められた。圧延まま材に比べて他 3 つの積層材試料はいずれも半分以下の  $\beta$  相体積率であった。また、顕著な方位差は確認できない。この傾向は Fig.7 に示す XRD プロファイルにも現れている。圧延材では  $2\theta=39^\circ$  の付近に  $\beta$  相のピークが存在するが、レーザー積層材では熱処理の前後のいずれの段階においても  $\beta$  相の明確なピークは確認されなかった。なお、 $\alpha$  相と  $\alpha'$  相は、結晶格子の格子パラメータの差が小さいため識別することができなかった [6]。顕微鏡観察においてもマイクロボイドはほと

んど確認されず、したがって、金属積層材が持つ大きな問題であったマイクロボイドの存在が考えられるが、近年の積層技術の発展によりマイクロボイドは低減していると考えられる。引張延性およびクリープ延性の主な原因は、intergranular hot crack, liquation crack の影響がある可能性があり、今後の検討課題である。

## 5. 結言

1. Ti-6Al-4V 金属積層造形材の微視組織観察の結果、レーザーと電子ビームの両方で針状  $\alpha$  相と非平衡相である  $\alpha'$  マルテンサイト相から成る Widmanstätten 組織が観察され、 $\beta$  相粒はほとんど存在しなかった。

2. レーザー積層まま材の機械的強度は、圧延材に熱処理を施した試料の機械的強度に匹敵するが、等軸  $\alpha$  粒組織ではないため延性が低い。

3. 引張延性、クリープ延性の原因として、溶接組織で報告されている intergranular hot crack, liquation crack の影響がある可能性があり、今後の検討の必要がある。

## 参考文献

- [1] 稲垣育宏, 武智勉, 白井善久, 有安望: 新日鉄住金技報, **396** (2013) 23-28
- [2] GE Aviation: 3D Printing Creates New Parts for Aircraft Engines, <http://www.geglobalresearch.com>
- [3] W. Xu, M. Brandt, S. Sun, J. Elambasseril, Q. Liu, K. Latham, K. Xiad, M. Qian: Acta Materialia **85** (2015) 74-84
- [4] R. G. Thompson, B. Radhakrishnan, and D. E. Mayo: Superalloy 718-Metallurgy and Applications, ed. by E.A. Loria, TMS (1989) 437-455
- [5] X. Zhao, X. Lin, J. Chen, L. Xue, W. Huang: Materials Science and Engineering A **504** 25 (2009) 129-134.
- [6] 松本洋明, 小平和生, 千葉晶彦: 日本金属学会誌, **72** (2008) 989-996