

令和 4 年 5 月 7 日現在

機関番号：13701

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2019～2021

課題番号：19K04070

研究課題名(和文) 3D積層造形による生体材料としての傾斜構造を有する チタン合金の創製

研究課題名(英文) Fabrication of functionally-graded beta titanium alloy as biomaterial by means of additive manufacturing

研究代表者

植松 美彦 (Uematsu, Yoshihiko)

岐阜大学・工学部・教授

研究者番号：80273580

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,400,000円

研究成果の概要(和文)：溶製材であるマルエージング鋼もしくはTi-6Al-4V合金を基材とし、それぞれの粉末を選択的レーザー溶融法(SLM)で造形するハイブリッド構造を作製した。また、ベータ型チタン合金であるゴムメタルを基材とし、Ti-6Al-4V合金粉末を同様の手法で積層する異種金属ハイブリッド構造の作製にも成功した。溶製材と積層部の境界は、溶融した粉末が基材上で再凝固するために凹凸を形成するが、異種金属ハイブリッド構造の場合、基材のゴムメタルがTi-6Al-4V合金より融点が低いため、界面の凹凸が激しくなることが確認された。また、ハイブリッド構造の強度は、主として積層部の強度に律則されることを明らかにした。

研究成果の学術的意義や社会的意義

積層造形は複雑形状を比較的容易に作製できる手法として注目されているが、溶製材上に積層造形を施したいいわゆるハイブリッド構造については研究が行われていなかった。本研究では、同種金属だけでなく、Ti-6Al-4V合金とベータ型チタン合金の組合せで異種金属ハイブリッド構造が作製可能である点を示した点は、工業的な意義が大きい。このような異種金属ハイブリッド構造は、基材と積層部で弾性係数が異なる傾斜構造となっており、医療用インプラントのような医療用構造としての実用化が期待できる。また、ハイブリッド構造の強度が積層部強度に主に支配されることを明らかにした点は、構造体の信頼性設計に応用することが可能である。

研究成果の概要(英文)：A material with functionally-graded structure was created by 3D additive manufacturing. A hybrid structure was fabricated using maraging steel or Ti-6Al-4V alloy, which is a molten material, as a base material. Each powder was deposited on the base metal by selective laser melting (SLM). The dissimilar metal hybrid structure was also fabricated using Ti-6Al-4V powder deposited on beta-type titanium alloy, Gum-metal. The boundary between the molten material and the deposited part forms irregularities because the molten powder resolidifies on the substrate. But in the case of dissimilar metal hybrid structure, the substrate, Gum-metal, has a lower melting point than the Ti-6Al-4V alloy. Therefore, it was confirmed that the unevenness of the interface became severe. It was also clarified that the strength of the hybrid structure is mainly dominated by the strength of the deposited part.

研究分野：材料強度学

キーワード：積層造形 複合構造 チタン合金 強度特性

様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

1. 研究開始当初の背景

積層造形は、難加工材を使って複雑形状を容易に造形できる手法であり、現状では Selective Laser Melting (SLM) や Electron Beam Melting (EBM) といった手法で粉末を溶融し、徐々に積層していく Powder Bed Fusion (PBF) 形式の造形が比較的一般的となっている。すでに航空機分野では、複雑形状の燃料バルブなどが造形されており、一部の工業製品では実用化が進みつつある製造手法となっている。特にマルエージング鋼やチタン (Ti) 合金などは、従来の切削加工では加工の難しい難加工材に分類されるため、切削加工を最小限に抑えることができる積層造形という手法に適した材料と言える。さらに最近では、溶製法で作製した既存の部品の上に積層造形することで部品の修繕に利用したり、溶製材と組み合わせる新しい構造を作り出したりすることなども試みられている。それらは、溶製材と積層造形材のハイブリッド構造と定義することができる。しかし、溶製材上に粉末を積層造形した場合の微視組織構造や、異なる合金上に造形した場合の組織様相、ハイブリッド構造の強度特性などについては、いまだ不明な点が多い。

2. 研究の目的

本研究課題は、溶製材と積層部のハイブリッド構造を創製することを目的とする。ハイブリッド構造における微視組織構造を明らかにするとともに、硬さや疲労強度などの強度特性を把握し、ハイブリッド構造を実構造体に適用する際の信頼性設計などに役立てる。また、実構造で利用可能な積層後の熱処理についても、その効果を明らかにすることが目的である。

3. 研究の方法

基材として利用したのは 1 種類の鋼材と 2 種類のチタン合金であり、鋼材としてはマルエージング鋼、チタン合金としては + 型の Ti-6Al-4V 合金ならびに 型のゴムメタルを用いた。ここでゴムメタルとは、60Ti-35Nb-2Ta-3Zr 系の合金となっている。いずれの材料についても、焼きなました状態で納入されている。積層造形に利用した粉末はマルエージング鋼ならびに Ti-6Al-4V であり、PBF 型の SLM 装置 (Lumex Avance-25: 松浦機械製作所) を利用して積層造形した。積層造形前の基材は、平面研削によって算術平均粗さが $0.5\mu\text{m}$ 程度になるように平坦化している。

マルエージング鋼を基材とする試料については、積層まま材 (as-built 材) に加え、500 または 370 で時効した aging 材と semi-aging 材を用いた。また Ti-6Al-4V を基材とする試料については、積層後に溶体化時効処理 (950 で 2 時間保持後、空冷、540 で 4 時間保持後、空冷) を施した試験片 (以降 STA 材)、および 1100 で 1 時間保持後、空冷の熱処理を施した試験片 (以降 1100AC 材) を作製した。ゴムメタルを基材としたものは後熱処理せず、積層ままのみとした。

4. 研究成果

(1) マルエージング鋼

マルエージング鋼を基材とし、マルエージング鋼粉末を積層造形した組織の様相を図 1 に示す。界面の凹凸は、溶融した粉末が溶製材上で再凝固することで生じるメルトプールとなっている。2 種類の後熱処理 (時効) を加えたが、後熱処理による顕著な組織変化は認められなかった。

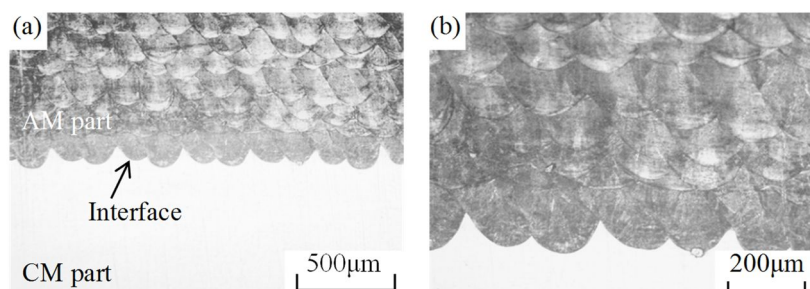


図 1 組織様相。(b)は(a)の一部拡大図。

断面上における硬さ分布を図 2、疲労試験片の形状を図 3、疲労試験結果 (S-N 曲線) を図 4 に示す。まず硬さについては、as-built 材は溶製部 (CMed part) と比べて積層部 (AMed part) の方が硬くなっており、溶融粉末が急冷凝固したためと考えられる。しかし、時効によって硬さが上昇し、500 の時効では逆に溶製部の硬さの方が高くなった。また積層板より、図 3 に示すように板厚の半分が溶製材、半分が積層材のハイブリッド構造を有する強度試験体を採用し、疲労試験に供した。疲労試験の結果を応力 - 破断繰返し数 (S-N) 曲線として図 4 に示す。なお、積層造形で発生する残留応力を平均応力として考慮した図面も作成したが、傾向に変化はなかった。同図には比較として、溶製材 (CM 材、CM-Aged 材) の結果も併示しているが、オープンマークで示すハイブリッド材の強度は溶製材よりも低く、また後熱処理の影響もほとんど認められなかった。破面観察の結果、全てのハイブリッド材の疲労き裂は積層造形材側の空孔状欠陥から発生しているのが確認された。すなわち、ハイブリッド材の強度は積層部の強度に支配されるこ

とを示唆している。

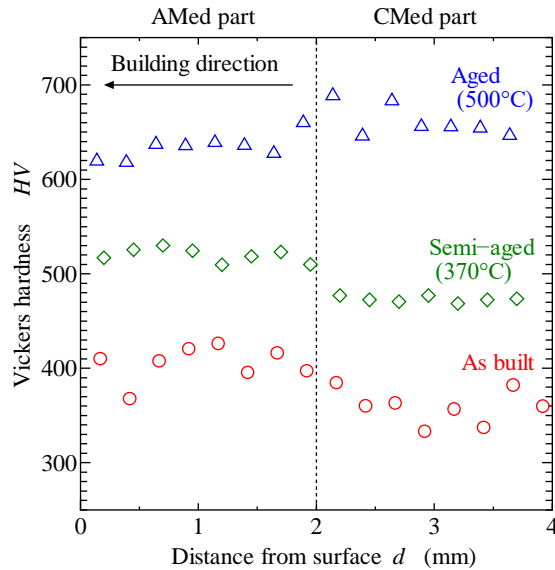


図2 ビッカース硬さ分布．積層部（AMed part）と溶製部（CMed part）．

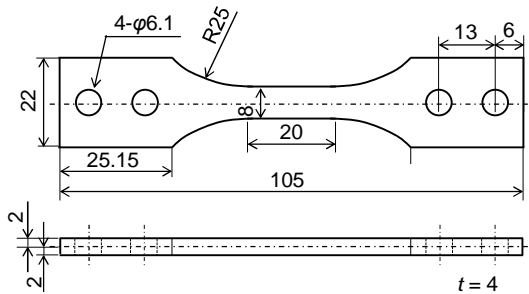


図3 試験片形状．

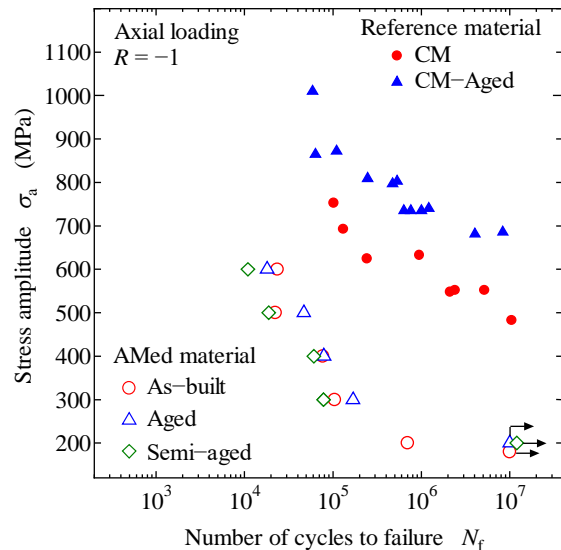


図4 S-N 曲線．

(2) Ti-6Al-4V 合金

Ti-6Al-4V 合金を基材とし、Ti-6Al-4V 合金粉末を積層造形した組織の様相を図5に示す。界面の凹凸は、マルエージング鋼と同様に溶融した粉末が溶製材上で再凝固することで生じるメルトプールである。積層部と溶製部の組織様相はそれぞれ図5(b)、5(c)であるが、積層部では針状の組織になっているのに対し、溶製部は等軸粒組織となっている。溶製部は780 で焼きなましされているために等軸粒であり、積層部は溶融した粉末が急凝固されるために針状組織になっている。積層部と溶製部の凹凸のある界面形状については、後熱処理の影響を受けなかったため、図6、7に、それぞれSTA材と1100AC材における積層部と溶製部の組織様相である。溶製部(図6(b)、7(b))についてみると、STA材は トランザス以下の温度で焼きなまし後に時効しているため、等軸粒である。一方で1100AC材は、 トランザス以上で焼きなまし後に空冷しているため、針状組織が発達しており、Ti-6Al-4V で知られている熱処理によって生じる一般的な組織変化が認められた。積層部(図6(a)、7(a))については、as-builtの状態 で形成された針状組織がそのまま保たれていた。ただし、STA材、1100AC材と焼きなまし温度が上昇するにつれ、針状組織が粗大化していた。積層造形時はAr 雰囲気中で行っているものの、酸素の混入は避けられない。そのような混入酸素による酸化の影響で、針状組織の形状が強固なものになったと考えられる。

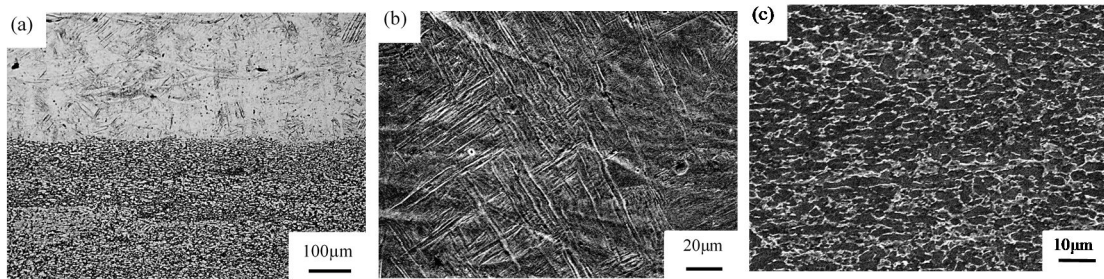


図5 as-built 材の組織様相 . (b) 積層部 , (c) 溶製部 .

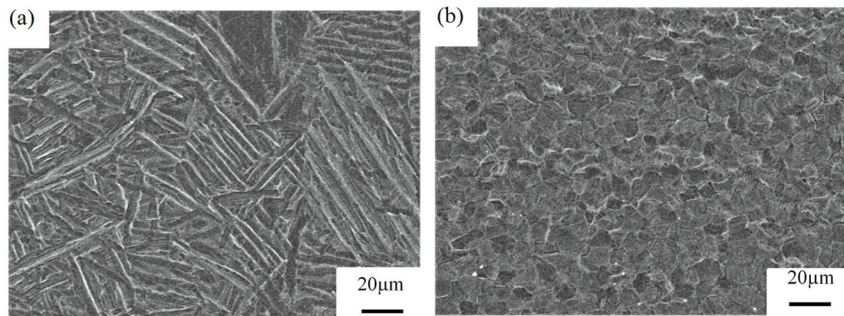


図6 STA 材の組織様相 . (a) 積層部 , (b) 溶製部 .

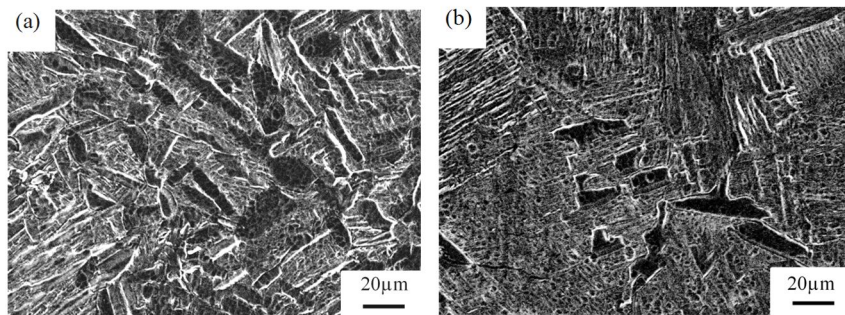


図7 1100AC 材の組織様相 . (a) 積層部 , (b) 溶製部 .

図8にTi-6Al-4Vが基材の場合のピッカース硬さ分布を示す . 右側が溶製部 , 左側が積層部となっている . 溶製部では , 等軸粒のAs-builtとSTAでは硬さ変化が生じないが , 針状組織となる1100ACで硬さは上昇する . 積層部側は全て針状組織であるが , STAでは硬さが低下する傾向が見られた . 1100AC材の針状組織は粗大であるが , 冷却過程でのマルテンサイト変態は促進されるため , 高硬度になったと考えられる . また , 図3と同形状の試験片を用い , as-built材の疲労試験を行った結果を図9に示す . 図中には溶製材と , EBMで作製したTi-6Al-4V合金積層造形材の疲労試験結果も併示している . 同図より , 溶製材 (印) やEBM材 (印 , 電子ビーム溶融 (Electron Beam Melting)) よりもハイブリッド材の疲労強度が低いことがわかる . 破面観察の結果 , ハイブリッド材の疲労き裂発生起点には大型の空孔状欠陥が認められ , 欠陥支配型の疲労き裂発生となるため , 溶製材よりも疲労強度が低下したと考えられる . また , 粉末を溶融させるエネルギー源としてSLMはレーザーを利用するが , EBMではよりエネルギーの大きな電子ビームを利用するために空孔状欠陥は小さい . その結果 , 今回のハイブリッド材はEBM材よりも低強度となった . いずれにせよ , ハイブリッド材では積層造形側の空孔状欠陥が疲労き裂発生起点となっていたため , 溶製材側ではなく , 積層造形側の強度が全体の強度を支配する点では , マルエージング鋼を基材とするハイブリッド構造と同様である .

(3) ベータ型チタン合金 : ゴムメタル

図10にas-built材の境界近傍における組織様相を示す . Ti-6Al-4Vが基材の場合と同じように , 積層部と溶製部の間に明瞭な境界が確認できる (図10(a)) . しかし , 界面形状の凹凸が図5と比較して激しいことがわかる . 融点が高いゴムメタル上へと積層する場合に比べると , 図8では合金成分が多く , 融点の低いTi-6Al-4Vが積層されており , より多くの基材が溶融したために凹凸が激しくなったと考えられる . 図10(b) , 10(c)に積層部と溶製部の組織をそれぞれ示すが , 積層部 (図10(b)) については , 図5(b)と同様に針状組織であり , 溶製部 (図10(c)) は等軸の組織となっている . また , ピッカース硬さ分布を図11に示す . ゴムメタルの方が硬さは低い . すなわち , 低強度のゴムメタル上に高強度のTi-6Al-4Vが積層されており , 傾斜構造を有する異種金属ハイブリッド構造の作製に成功したことを示している .

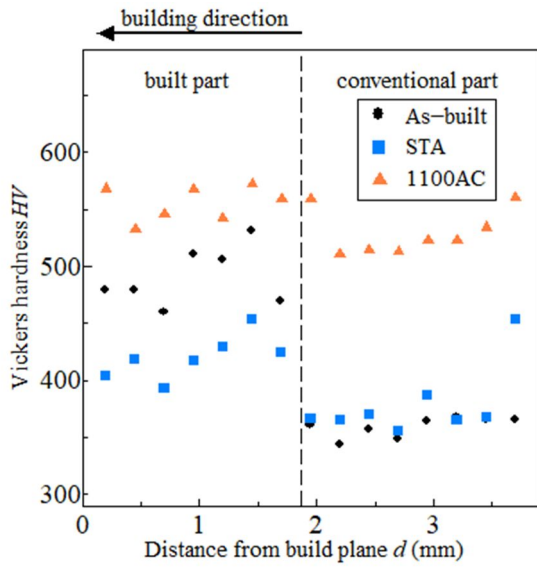


図 8 ビッカース硬さ分布 .

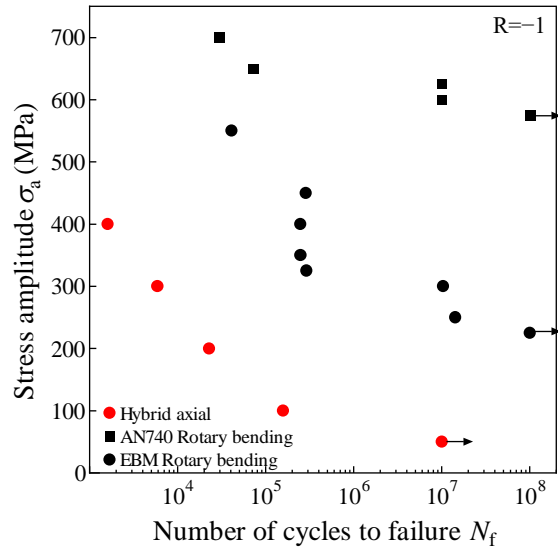


図 9 S-N 曲線 .

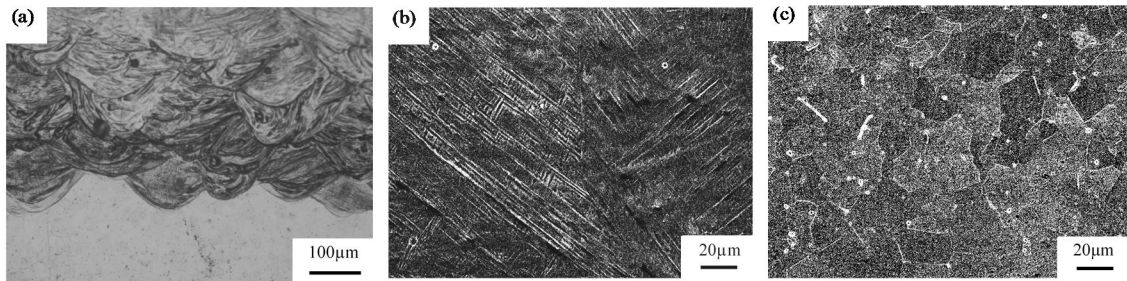


図 10 as-build 材の組織様相 . (a) 積層部 , (b) 溶製部 .

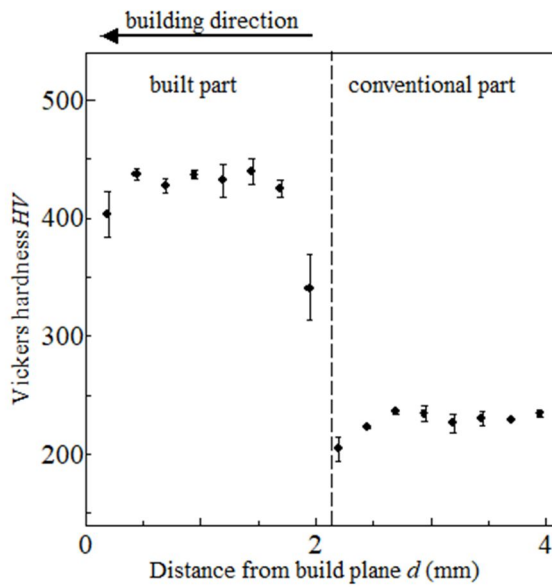


図 11 ビッカース硬さ分布 .

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計1件（うち査読付論文 0件 / うち国際共著 0件 / うちオープンアクセス 0件）

1. 著者名 Uematsu Yoshihiko, Kakiuchi Toshifumi, Nakajima Masaki, Matsuo Kento	4. 巻 -
2. 論文標題 Microstructures and Fatigue Behavior of Additively Manufactured Maraging Steel Deposited on Conventionally Manufactured Base Plate	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Journal of Materials Engineering and Performance	6. 最初と最後の頁 -
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1007/s11665-021-05548-z	査読の有無 無
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

〔学会発表〕 計1件（うち招待講演 0件 / うち国際学会 0件）

1. 発表者名 松尾健人
2. 発表標題 溶製材と積層造形材の二層構造を有するマルエージング鋼における疲労挙動
3. 学会等名 日本機械学会 令和元年度材料力学部門講演会（M&M2019）
4. 発表年 2019年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
研究 分 担 者	柿内 利文 (Kakiuchi Toshifumi) (20452039)	岐阜大学・工学部・准教授 (13701)	

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------