金属堆積造形による材料特性制御に関する調査研究

須藤　貴裕* 田村　信* 遠藤　桂一郎* 平石　誠**
永井　智裕*** 櫻井　貴文*** 樋口　智**** 田辺　寛*

Research on Regulation of Mechanical Properties Using Metal Deposition Additive Manufacturing

SUTOH Takahiro*, TAMURA Makoto*, ENDO Keiichiro*, HIRAISHI Makoto**
NAGAI Tomohiro***, SAKURAI Takafumi***, HIGUCHI Satoru**** and TANABE Hiroshi*

1. 緒　　言

金属 AM(Additive Manufacturing)は，従来の切削加工や塑性加工に次ぐ新しい加工技術として注目され，海外に比べ応用が遅れているとされる国内においても学協会が設立されるなど普及に向けた取組が活発化している。

金属 AM は，粉末床溶融結合(PBF)方式をはじめとして様々な方式が提案されており，それぞれに特徴があるが，粉末を用いた指向性エネルギー堆積（パウダ DED）方式による金属堆積造形は，既存の部材に異種材料を付加できることに加え，材質の異なる複数の粉末材料を任意の比率で同時に供給することで，合金化や傾斜組成構造の作製が可能な技術である。

本研究では，パウダ DED 方式金属堆積造形による Ti 合金のヤング率制御を目的として，先行研究を調査するとともに，造形した合金の特性を評価した。

2. 先行研究調査

Ti 合金のヤング率制御を目的として実施された研究について文献調査した。先行研究事例は，そのほとんどが人工関節など生体材料への適用のための低ヤング率化を目的としたもので，二通りのアプローチでなされている。一つは金属のポーラス化（多孔質化）などによるものであり，もう一つは材料そのもののヤング率制御である。前者は，粉末冶金法による事例 [1]および金属 AM（PBF 方式）を用いて内部構造を制御した事例[2]などが報告されている。後者は，β型 Ti 合金の特性に着目したものが多く，β 安定化元素の種類，添加量およびヤング率の関係が報告[3) 4) 5)]されており，Ti-V 系合金，Ti-Mo 系合金および Ti-Nb 系合金などがある。開発の主流は Ti-Nb 系合金で，2 元系の Ti-40mass%Nb（以降，組成は mass%を省略して表記）付近のヤング率は溶体化処理材で 61.5GPa，3 元系の Ti-35Nb-4Sn では溶体化処理材で 55GPa，さらに冷間圧延することで 42GPa まで低くなることが報告されており，一般的な生体用材料である純 Ti(106GPa)および Ti-6Al-4V(110GPa)と比較して大幅に低い。しかしながら，大量の Nb 添加が必要であることから，Ti 合金の利点である軽量化が損なわれるとともにコスト高を伴うのが欠点となっている。

3. 実験

3.1 造形装置

造形実験には最大出力 2kW のファイバーレーザを搭載したパウダ DED 方式金属堆積造形装置 LAMDA200（ニデックマシンツール(株)製）を用いた。本装置は，2 系統の粉末材料供給装置を有し，それぞれから材種の異なる粉末を所定の比率になるように供給することで，2 材種混合造形による合金化が可能である。また，アウ

* 研究開発センター
** 企画管理室
*** 下越技術支援センター
**** (公財)にいがた産業創造機構

ターおよびインナーの 2 系統のシールドガスによる優れたローカルシールド性を特徴としている。

3.2 供試材と試験片作製方法

粉末材料は，Ti 粉末（粒径～150μm）と Mo 粉末（同）を用いた。Ti の β 安定型元素のうち，β 全率固溶体型には V，Nb，Mo，Ta などがあるが，Mo は溶体化処理によって常温まで β 相を残留させるために最低限必要な添加量が最も少ない [6]こと，また，粉末価格が比較的安価でコスト低減が期待できることから，Mo を添加元素として選定した。

試験片を作製する際は，工業用純 Ti 製基材（幅 10mm×長さ 100mm×高さ 20mm）上に，レーザ光を照射しながら，Ti 粉末および Mo 粉末を所定の比率になるように供給してビードを形成し，それを積層することで，薄壁状の造形物（概ね幅 3mm×長さ 70mm×高さ 35mm）を作製した。造形物は，それぞれ Mo 添加量が異なる 4 試料と，比較用として Ti のみで造形した 1 試料の計 5 試料を作製した。1 つの造形物について，それぞれ 3 本の試験片（幅 10mm×長さ 60mm×厚さ 2mm）を切り出したのち，幅 10mm×長さ 60mm の面が Ra1.6μm 以下となるように，試料研磨機を用いて研磨した。なお，β 型 Ti 合金は，熱処理によってヤング率や強度などの機械的性質を変化 [7]させることができるが，コスト低減およびパウダ DED 方式金属堆積造形の特徴を活かした傾斜特性付与の観点から，造形したままで所望の性能を発現できることが望ましい。そのため，本研究では，造形したままで，溶体化処理や時効処理などの熱処理を行わず特性を評価することとした。

3.3 特性評価試験と考察

造形した合金の特性を評価するために，ヤング率測定，引張試験および硬さ試験を行った。ヤング率の測定方法には，引張試験法，共振法および超音波パルス法などいくつかの方法があ

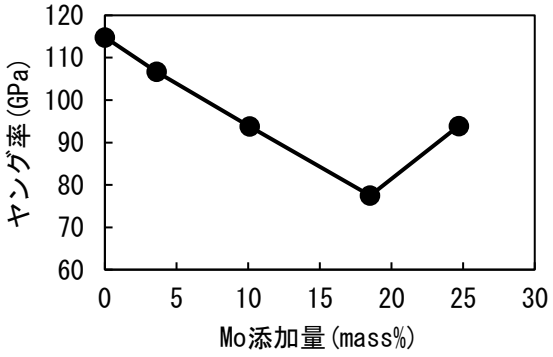

図 1　Mo 添加量とヤング率

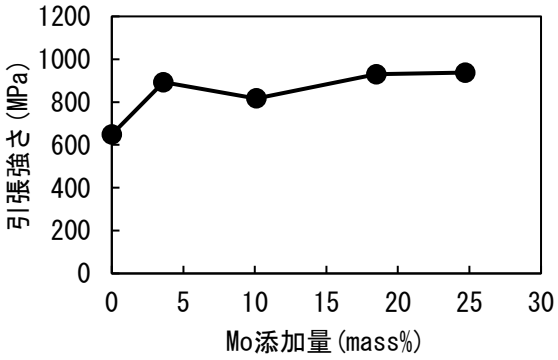

図 2　Mo 添加量と引張強さ

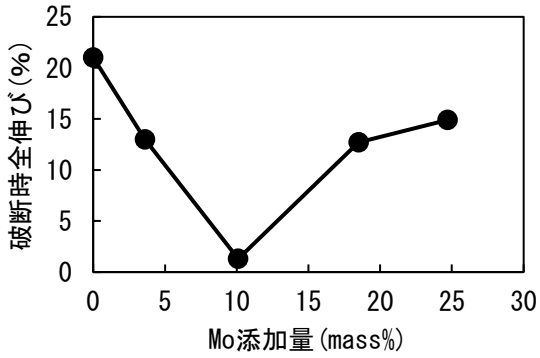

図 3　Mo 添加量と破断時全伸び

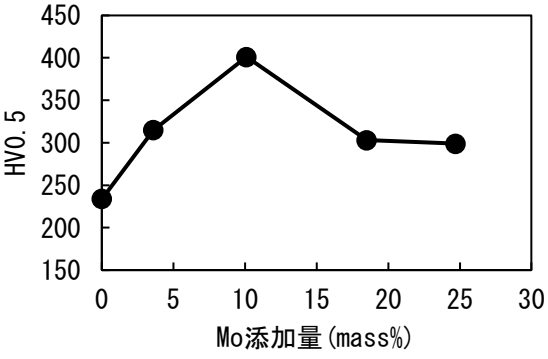

図 4　Mo 添加量とビッカース硬さ

るが，本研究では共振法のうち，最も一般的な自由共振法で測定した。使用した装置はヤング率・内部摩擦測定装置 JE2-RT（日本テクノプラス(株)製）である。ヤング率を測定したのちに，試験片を 14B 号試験片(JIS Z 2241)に準拠し，平行部の幅 5mm，長さ 25mm に加工して引張試験を行った。図 1 から図 4 にそれぞれの試験結果を示す。いずれのグラフも横軸は Mo 添加量を表し，図 1 から図 3 は 3 試料の平均値，図 4 は測定点 5 点の平均値をプロットした。

図 1 に示すように，Ti のみのヤング率が 115GPa であったのに対し，Mo 添加量の増加とともにヤング率が低くなり，Ti-18Mo で 78GPa まで低下，さらに Mo を添加した Ti-25Mo では再び高くなり 94GPa となった。

少量の Mo を添加した Ti 合金を β 領域から溶体化処理すると α'(hcp)が形成され，Mo 添加量の増加とともに α'および α"(Ortho.)を形成，添加量をさらに増加するにつれ，α"，α"+β+ω となり，最終的には β 単相になる。α"は低いヤング率を示す[8]とされており，Mo 添加量が少ない範囲では，α"が増加したことによってヤング率が低下したと考えられる。また，ω には，非熱的 ω（ω_{ath}）および熱的 ω（ω_{iso}）があり，ω_{ath} は焼入れ ω ともいわれ，ある組成範囲の合金が β 領域から急冷される際に析出するもので，ω_{ath} の変態が抑制される組成付近でヤング率が極小値を示す[3]とされていることから，Ti-18Mo 付近がそれに相当するものと考えられる。なお，ω_{iso} は時効 ω ともいわれ，ある組成範囲の合金を 400℃程度で時効されることで多く析出[9]し，脆化および硬化をもたらす[10]とされている。そのほか，α'と α"の遷移組成域（Ti-6Mo 付近）でもヤング率が極小値を示すとの報告[4]もあるが，本研究では該当する組成域を詳細に検討できなかったため，確認には至らなかった。

引張強さは，図 2 に示すように Ti のみが 649MPa であったのに対し，Mo 添加によって高くなった。Ti-10Mo では 817MPa で若干低い値を示したが，Ti-4Mo，Ti-18Mo，Ti-25Mo ではそれぞれ 892MPa，930MPa，937MPa となり，Ti のみに対して約 1.4 倍の高強度化が可能であった。

Ti-10Mo については，図 3 の破断時全伸びが極端に低い値を示し，塑性変形を伴わない脆性破壊であった。これは，多量の ω_{iso} が析出したことによると考えられる。前述のとおり，ω_{iso} は，脆化および硬化をもたらす[10]とされており，図 4 のビッカース硬さの結果からも，Ti-10Mo は ω_{iso} が析出しやすい組成であったことが推察される。

以上の評価結果から，パウダ DED 方式金属堆積造形を用いて Ti に Mo を添加することで，造形したままの状態で，Ti と比較して低ヤング率化および高強度化が可能であることがわかった。また，Mo 添加量を選択することで高い強度を保ったまま，ヤング率を制御できることがわかった。

一方で，Mo の添加量によっては，著しく脆化することがわかった。この脆化は，ある組成範囲の合金が 400℃程度で時効されることで析出する ω_{iso} によるものと考えられる。DED 方式金属堆積造形は，急冷プロセスではあるが，通常の溶体化処理プロセスとは異なり，積層することで，既に積層された下層部分は加熱・冷却を繰り返し，ω_{iso} を析出しやすい温度帯にさらされる可能性がある。このことから，ω_{iso} を析出しやすい組成は避ける必要がある。

4. 結　言

(1) Ti 合金のヤング率制御に関する先行研究を調査した結果，内部構造制御によるものと β 型 Ti 合金に関するものが多く報告されていた。β 型 Ti 合金の開発の主流は Ti-Nb 合金系であるが，大量の Nb 添加による重量増とコスト高が課題であるとする報告があった。

(2) パウダ DED 方式金属堆積造形によって，Ti-Mo 合金を造形し，特性を評価した。造形したままの状態で，Ti に比べヤング率が低く，高強度であることを確認した。また，Mo 添

加量の選択により高い強度を保ったまま，ヤング率を制御できることを確認した。

(3) Mo の添加量によっては，ω_{iso} の析出によるものと考えられる著しい脆化が認められた。パウダ DED 方式金属堆積造形では，ω_{iso} を析出しやすい組成は避ける必要がある。

参考文献

1) Ik-Hyun Oh, Naoyuki Nomura, Shuji Hanada, “Microstructures and Mechanical Properties of Porous Titanium Compacts Prepared by Powder Sintering”, Materials Transactions, Vol.43, No.3 (2002), pp.443-446.

2) 中本貴之, 木村貴広, 古川忠作, 白川信彦, “金属製インプラントの低弾性率化を目指したチタン系粉末のレーザ積層造形法による多孔体の作製”, 大阪府立産業技術総合研究所報告, No.30 (2016), pp.73-79.

3) Tomomichi Ozaki, Hiroaki Matsumoto, Sadao Watanabe, Shuji Hanada, “Beta Ti Alloys with Low Young’s Modulus”, Materials Transactions, Vol.45, No.8 (2004), pp.2776-2779.

4) 竹元嘉利, 三宅章義, 瀬沼武秀, “Ti-Mo および Ti-6Mo-X-Y 合金の微細組織と機械的性質”, 日本金属学会誌, Vol.73, No.9 (2009), pp.752-757.

5) Hiroaki Matsumoto, Sadao Watanabe, Shuji Hanada, “Beta TiNbSn Alloys with Low Young’s Modulus and High Strength”, Materials Transac-tions, Vol.46, No.5 (2005), pp.1070-1078.

6) 木村啓造, “最近のチタンおよびチタン合金”, 日本金属学会会報, Vol.9, No.10 (1970), pp.620-638.

7) 道山泰宏, 安木誠一, “快削 β 型チタン合金を可能にする熱処理技術とその被削性”, 熱処理, Vol.57, No.4 (2017), pp.212-218.

8) 杉本隆史, 池田勝彦, 小松伸也, “α+β 型合金の組織制御と特性”, まてりあ, Vol.37, No.1 (1998), pp.27-30.

9) 大谷四聰, 西垣実, “Ti-Mo2 元系 β 合金の恒温変態”, 日本金属学会誌, Vol.35, No.2 (1971), PP.92-97.

10) 小松伸也, “チタン合金の時効現象”, 軽金属, Vol.41, No.5 (1991), pp.344-352.