

3次元組織解析技術を応用した巨大ひずみ加工複相材料における 組織および力学的性質制御の指導原理創出

名古屋工業大学 大学院工学研究科
准教授 佐藤 尚

(平成 29 年度 一般研究開発助成 AF-2017035)

キーワード：3D プリンタ，巨大ひずみ加工，複相材料

1. 研究の目的と背景

α -Al 母相中に硬質な板状 Al_3Ti 粒子が分散した Al- Al_3Ti 複相材料に巨大ひずみ加工を施すと、板状 Al_3Ti 粒子が破壊し、その空間分布が変化する。過去の研究において、我々は、Al- Al_3Ti 複相材料に繰返押し(ECAP)加工あるいは異周速圧延を施し、それに伴う板状 Al_3Ti 粒子の破壊メカニズムや空間分布の変化について調査した^{1,2)}。その際、加工前後の複相材料に対してシリアルセクションングを行い、それによって複相材料中の Al_3Ti 粒子の空間分布を3次元可視化している。その結果、巨大ひずみ加工を施した Al- Al_3Ti 複相材料中における板状 Al_3Ti 粒子の空間分布は、加工に伴う複相材料の塑性流動によって決定することが分かった。すなわち、複相材料への巨大ひずみ加工は、複相材料中の硬質粒子分布を制御することが可能である。

このように複相材料中の硬質粒子の寸法や空間分布が変化した場合、複相材料の強度や延性もそれに伴って変化する。しかしながら、巨大ひずみ加工を施した複相材料の試料寸法は小さいことが多く、引張試験のような力学的性質の評価を行うことが困難である場合が多い。それゆえ、巨大ひずみ加工に伴う複相材料の力学的性質の変化を明らかにするためには、巨大ひずみ加工試料の大型化あるいはモデル材料による評価が必要となる。

近年、3D プリンタの急速な発展に伴い、多孔質のような構造体の力学的性質の評価は、3D プリンタで作製したモデル材料を用いて行われるようになってきた^{3,4)}。さらに、3D プリンタの中には、2種類の樹脂を用いてモデル材料を作製することができる機種も存在している。それゆえ、巨大ひずみ加工を施した複相材料に対するシリアルセクションングで得られた硬質粒子分布の3次元データ(STL ファイル)を用いれば、複相材料のモデル材料を硬質樹脂と軟質樹脂を一度に積層できる3Dプリンタにて作製することが可能である。さらに、このモデル材料に対して力学的性質の評価を行い、その結果に対して複合則などを適用できれば Al- Al_3Ti 複相材料のような実際の複相材料の力学的性質を推算することが期待できる。

本研究では、軟質母相中に硬質粒子が分散した複相材料モデル材を作成可能な3Dプリンタを用いて、巨大ひずみ加工を施した Al- Al_3Ti 複相材料のヤング率の評価を試みた。

2. 実験方法

2・1 Al- Al_3Ti 複相材料の作製と巨大ひずみ加工

供試材として Al-5 mass%Ti 合金インゴットを用いた。このインゴットを 850 °C にて溶解した後に金型へ鑄込んだ。その後、作製した鑄造材より、直径 10 mm × 長さ 60 mm の円柱状試料を切り出し、ECAP 加工用の試料とした。

本研究では、作製した円柱状 Al- Al_3Ti 複相材料に対し、加工経路が Route A、押出速度 4 mm/min および加工回数 4 パスの条件にて ECAP 加工を施した。ここで、Route A とは、円柱状試料を回転させずに一方向に押し出しを続ける加工経路である。そのため、Route A を施すと、図 1 に示すように圧延と同じようなせん断変形が生じる。その後、本研究では、ECAP 加工を施した Al- Al_3Ti 複相材料に対し、光学顕微鏡観察と機械研磨を繰返し断層写真を撮影するシリアルセクションングを行うことで、複相材料中における Al_3Ti 粒子の3次元可視化を行った。このシリアルセクションングにおけるセクションング間隔は約 5 μ m である。なお、シリアルセクションングにて撮影した断面写真を用いて、組織 3次元構築ソフト(Amira 6.0)にて Al_3Ti 粒子の3次元構築像およびその STL ファイルを作成した。

さらに、本研究では、ECAP 加工を施した試料から、15 mm × 5 mm × 1 mm のヤング率測定用の試料を切り出した。そして、共振法にて測定することができるヤング率測定装置(日本テクノプラス製、TE2-RT)にて、ECAP 加工を施した複相材料のヤング率を測定した。

2・2 3D プリンタによる複相材料モデル材料の作製

本研究では、3D プリンタ(MUTOH 社製、MF-2200D)にて複相材料のモデル材料を作製した。図 2 は、本研究で用いた 3D プリンタの外観写真である。本 3D プリンタは、2つの樹脂を同時に積層することができる熱溶解積層(FDM)方式のプリンタである。本研究では、複相材料における硬質粒子および軟質母相を、それぞれポリ乳酸(PLA)樹脂および ABS 樹脂としてモデル材料を作製した。

まず、予備実験として、3D プリンタにて作製したモデル材料のヤング率が複合則に従うことを確認するため、図 3 に示す積層型複相材料を作製した。図 3 の断面図に示されているように、この試料の PLA 層と ABS 層の厚さは 1 mm であり、PLA が 3 層および ABS が 2 層だけ積層されている。なお、この試料の造形条件は表 1 の通りとした。

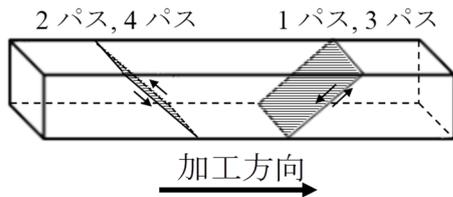


図1 Route A の ECAP 加工にて導入されるせん断面およびせん断方向。

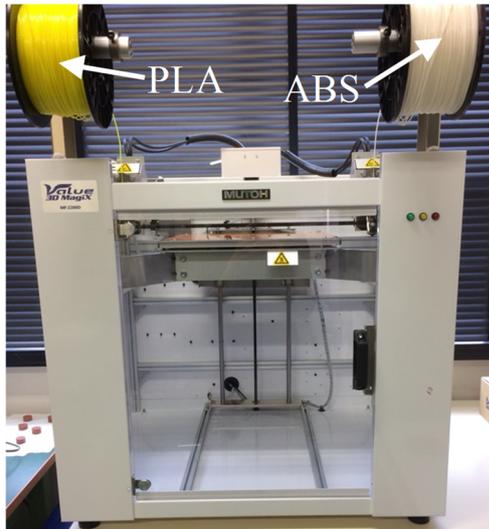


図2 本研究で用いた 3D プリンタの外観写真。

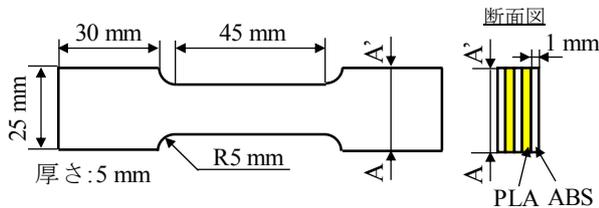


図3 作製した複相材料引張試験片の寸法および形状。

以降、この積層型複相材料を PLA/ABS 複相材料と呼ぶ。その後、作製した複相材料を引張試験に供し、応力-ひずみ曲線よりヤング率を求めた。なお、引張試験における引張速度は 0.6 mm/min とした。

3D プリンタにて作製したモデル材料のヤング率が複合則に従うことを確認した後、前節のシリアルセクションングにて得られた STL ファイルを用いて、ECAP 加工を施した Al-Al₃Ti 複相試料のモデル材料を作製した。このときの成形条件を表 2 に示す。作製したモデル材料の寸法は 24.9 mm × 44.7 mm × 33.6 mm であった。その後、作製した試料を用いて圧縮試験を行い、応力-ひずみ曲線からヤング率を測定した。なお、圧縮試験における圧縮速度は 1.0 mm/min とした。

表 1 複相材料引張試験片の造形条件。

造形速度	30 mm/s
積層ピッチ	0.5 mm
吐出幅	0.6 mm
積層方向	厚さ方向
吐出率	0.9

表 2 ECAP 加工複相材料の造形条件。

造形速度	30 mm/s
積層ピッチ	0.5 mm
吐出幅	0.6 mm
積層方向	厚さ方向
吐出率	0.9

3. 結果および考察

3・1 PLA および ABS が積層した PLA/ABS 複相材料の力学的性質

図 4 は、PLA/ABS 複相材料への引張試験にて得られた応力-ひずみ曲線である。また、図 4 には、比較材として、PLA および ABS のみを引張試験に供して得られた応力-ひずみも一緒に示している。この応力-ひずみ曲線から、PLA の降伏応力および引張強さは ABS よりも高いことが分かる。この結果より、複相材料のモデル材料を作製する際には、PLA が硬質相および ABS が軟質相とすることが適切である。また、PLA/ABS 複相材料の降伏応力および引張強さは、PLA と ABS の中間的な大きさであった。

本研究では、3D プリンタにて作製した PLA/ABS 複相材料のヤング率が複合則に従うことを確認するため、図 4 に示す応力-ひずみ曲線よりヤング率を測定した。測定した各試料のヤング率を表 3 に示す。また、PLA/ABS 複相材料における PLA および ABS の体積分率を断面組織写真から測定した結果、PLA および ABS の体積分率は、それぞれ 43% および 57% であった。そこで、表 3 に示す PLA および ABS のヤング率を用いて、PLA/ABS 複相材料のヤング率を複合則に基づいて推算した。

図 3 に示すような積層型の PLA/ABS 複相材料に対して積層方向と垂直方向に引張試験を行った場合、複相材料のヤング率は次の式で表すことができる⁵⁾。

$$E_{PLA/ABS} = V_{PLA} E_{PLA} + (1 - V_{PLA}) E_{ABS} \quad (1)$$

ここで、 V_{PLA} は PLA の体積分率であり、 E_{PLA} および E_{ABS} は、それぞれ PLA および ABS のヤング率である。そこで、PLA の体積分率である $V_{PLA}=0.43$ と表 3 に示す E_{PLA} および E_{ABS} を式(1)に代入すると、PLA/ABS 複相材料のヤング率は $E_{PLA/ABS} = 1.13 \text{ GPa}$ と推算された。この推算値は、

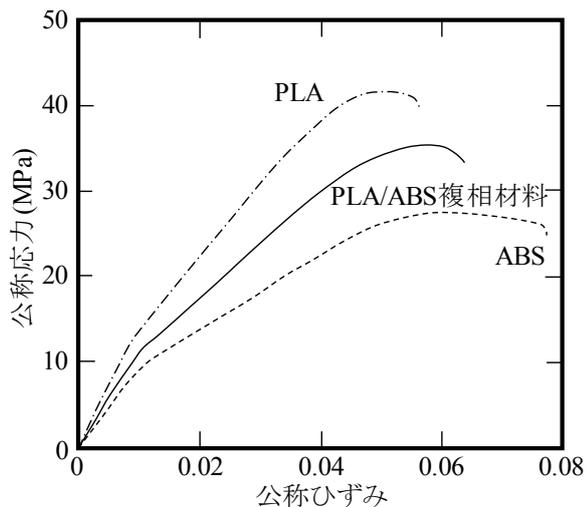


図4 引張試験で得られた PLA/ABS 複相材料, PLA および ABS の応力-ひずみ曲線.

表 3 引張試験から得られた PLA/ABS 複相材料, PLA および ABS のヤング率.

試験片	ヤング率
PLA	1.43 GPa
ABS	0.90 GPa
PLA/ABS 複相材料	1.11 GPa

PLA/ABS 複相材料におけるヤング率の測定値である 1.11 GPa に近い。よって、3D プリントにて作製した複相材料のモデル材料は、複合則に従うことが分かった。

3・2 ECAP 加工を施した Al-Al₃Ti 複相材料の微細組織とヤング率

図 5 (a)および(b)は、それぞれ ECAP 加工前の Al-Al₃Ti 複相材料および Route A にて 4 パスの ECAP 加工を施した Al-Al₃Ti 複相材料の走査型電子顕微鏡(SEM)写真である。これらの写真は反射電子組成像であり、白色の粒子が Al₃Ti 粒子である。ECAP 加工前の Al-Al₃Ti 複相材料には板状 Al₃Ti 粒子が分散していた。一方、Route A にて 4 パスの ECAP 加工を施した試料には、加工によって破壊した微細な Al₃Ti 粒子が比較的均一に分散している。また、これらの破壊した Al₃Ti 粒子は、加工方向に平行になるように分布していた。

さらに、ECAP 加工を施した試料に対してシリアルセクションニングを行うことで Al₃Ti 粒子を 3 次元可視化した。その 3 次元構築像を図 6 に示す。図 6 より、ECAP 加工を施した Al-Al₃Ti 複相材料における Al₃Ti 粒子は、加工によって微細化しているが、粒状でなく板状の形状を有していた。また、板状 Al₃Ti 粒子の板面が加工方向に平行になるように配向している。これは、Route A による加工が圧延

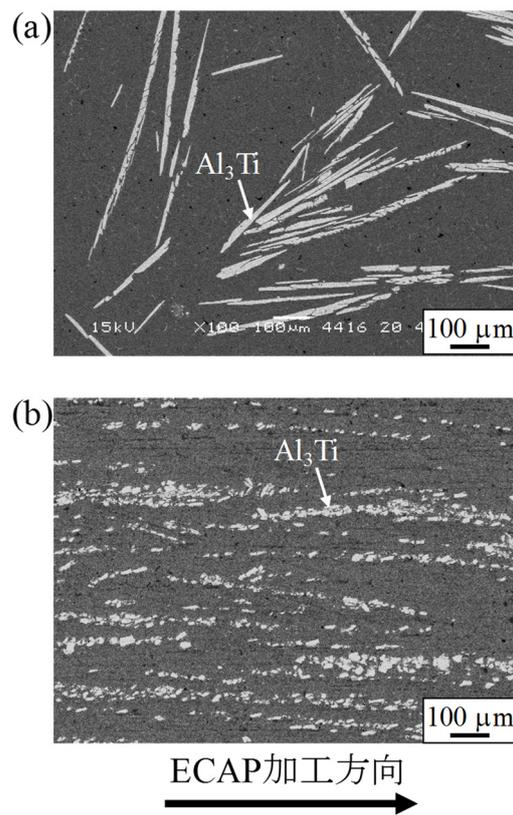


図 5 Al-Al₃Ti 複相材料の微細組織: (a) 加工前, (b) Route A で 4 パス ECAP 加工.

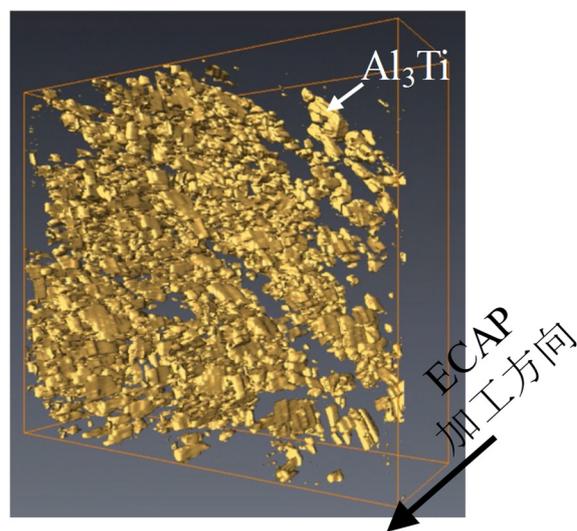


図 6 Route A で 4 パスの ECAP 加工を施した Al-Al₃Ti 複相材料における Al₃Ti 粒子の 3 次元構築像¹⁾。

と同様の変形挙動であるため、母相の塑性流動によって板状 Al₃Ti 粒子の板面方向が加工方向に近づいたためであるといえる。

また、ECAP 加工を施した Al-Al₃Ti 複相材料に対し、共振法にてヤング率を測定した。共振法における振動の振

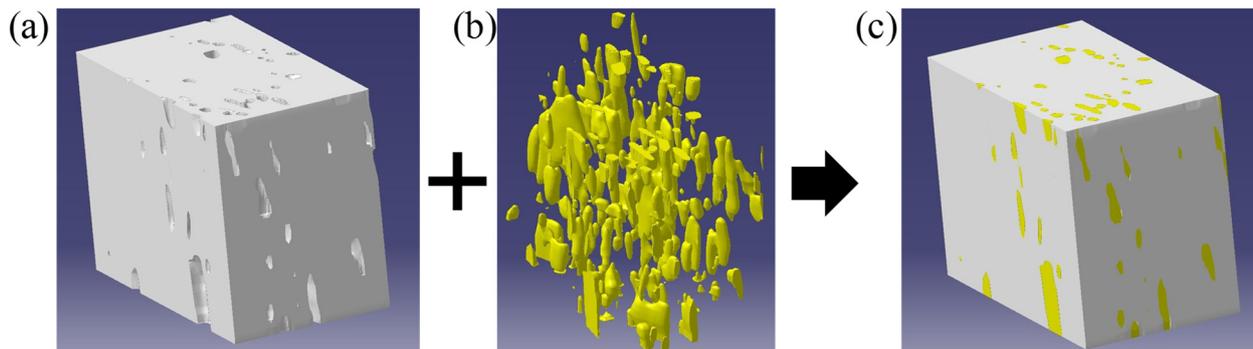


図7 ECAP加工を施したAl-Al₃Ti複相材料のモデル材料を造形するために用いた3次元像: (a) α -Al母相, (b)Al₃Ti粒子, (c) α -Al母相とAl₃Ti粒子を組合わせた3次元像.

幅方向は、ECAP加工方向に対して垂直方向とした。その結果、ECAP加工を施したAl-Al₃Ti複相材料のヤング率は、70 GPaであった。

そこで、シリアルセクションングにて得られたAl₃Ti粒子の3次元構築データから3DプリンタにてAl-Al₃Ti複相材料のモデル材料を作製し、モデル材料によるECAP加工Al-Al₃Ti複相材料のヤング率の評価の可能性について検討した。

3・3 ECAP加工Al-Al₃Ti複相材料のモデル材料の造形とヤング率の評価

本研究では、ECAP加工を施したAl-Al₃Ti複相材料におけるAl₃Ti粒子の3次元構築像を用いて、モデル材料造形用のAl₃Ti粒子および α -Al母相のSTLファイルを作成した。なお、ファイルサイズの問題から、図6に示す3次元構築像の一部を切り出すことでSTLファイルを作成している。図7(a)および(b)は、それぞれモデル材料造形に用いた α -Al母相およびAl₃Ti粒子の3次元像である。併せて、 α -Al母相およびAl₃Ti粒子を組合わせた3次元像を図7(c)に示す。本研究では、母相側のSTLファイルおよび粒子側のSTLファイルを用いて、3Dプリンタにてモデル材料を構築した。また、 α -Al母相をABSおよびAl₃Ti粒子をPLAとして造形している。それによって得られた造形物の外観写真を図8に示す。図8から分かるように、図7(c)に示すようなモデル材料を造形することができた。さらに、結果を示していないが、造形物の断面を見てみると、粒子と母相の界面には大きな空孔が存在していなかった。よって、3Dプリンタを用いることで、ECAP加工を施したAl-Al₃Ti複相材料のモデル材料を作製することに成功したことがいえる。

そこで、3Dプリンタにて作製したECAP加工Al-Al₃Ti複相材料モデル材料に対して圧縮試験を行い、それによってモデル材料のヤング率を測定した。圧縮方向は、図8中の黒矢印方向である。図9は、圧縮試験にて得られた応力-ひずみ曲線である。この応力-ひずみ曲線から、モデル材料のヤング率は1.07 GPaであることが分かった。

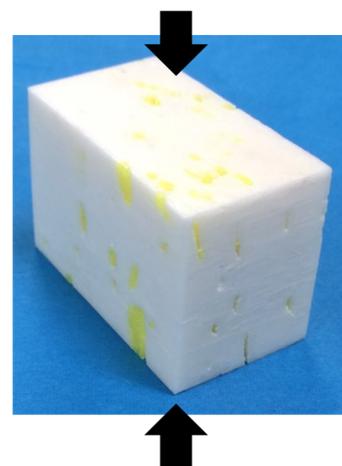


図8 3Dプリンタにて作製したECAP加工Al-Al₃Ti複相材料のモデル材料。白色樹脂はABSで α -Al母相に相当し、黄色樹脂はPLAでAl₃Ti粒子に相当する。また、黒矢印方向は、圧縮試験時の圧縮方向である。

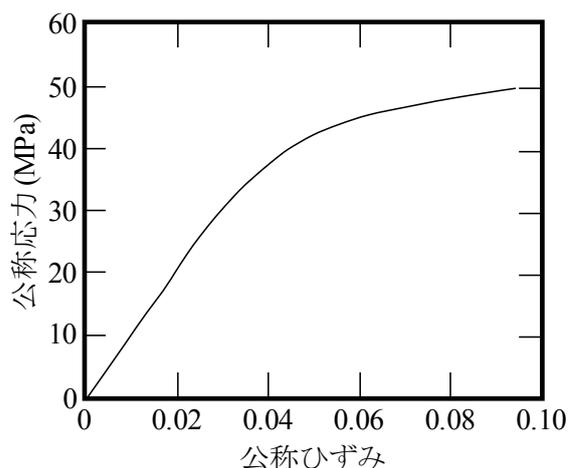


図9 3Dプリンタにて造形したECAP加工Al-Al₃Ti複相材料のモデル材料の応力-ひずみ曲線。

次に、このモデル材料のヤング率を複合材料の理論式から推算する。過去の研究において、立方体の形状である硬

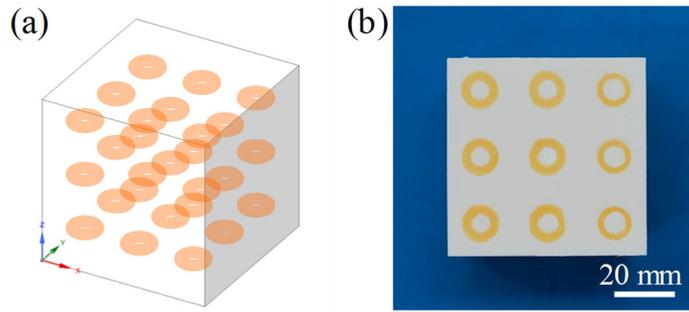


図 10 ドーナツ状第 2 相を持つ複相材料の(a) 3D-CAD 図面および(b)3D プリンタ造形物の断面写真.

質粒子を持つ粒子分散型複合材料のヤング率が次式にて提案されている⁵⁾.

$$E = \frac{E_m + (E_p - E_m)V_p^{2/3}}{E_m + (E_p - E_m)V_p^{1/3}(1 - V_p^{1/3})} E_m \quad (2)$$

ここで、 E_m 、 E_p および V_p は、それぞれ母相のヤング率、粒子のヤング率および粒子体積分率である. 本研究で用いた Al-Al₃Ti 複相材料における Al₃Ti 粒子の体積分率は 11vol%であった. そこで、 $V_p = 0.11$ とし、かつ表 3 に示す PLA および ABS のヤング率から $E_p = 1.43$ GPa および $E_m = 0.90$ GPa として、式(2)よりモデル材料のヤング率を推算した. その結果、モデル材料のヤング率の推算値は、0.95 GPa であった. この推算値は、モデル材料の圧縮試験から測定したヤング率である 1.07 GPa に近い. よって、3D プリンタにて作製した Al-Al₃Ti 複相材料のモデル材料のヤング率は、式(2)に従っていることが分かる.

さらに、本研究では、純 Al および Al₃Ti のヤング率を用いて、式(2)より ECAP 加工を施した Al-Al₃Ti 複相材料のヤング率も推算してみた. 過去の研究において、純 Al および Al₃Ti のヤング率は、それぞれ 70.0 GPa および 215.7 GPa と報告されている⁶⁾. これらのヤング率および粒子体積分率 $V_p = 0.11$ を用いて ECAP 加工を施した Al-Al₃Ti 複相材料のヤング率を式(2)より推算した. その結果、ECAP 加工を施した Al-Al₃Ti 複相材料におけるヤング率の推算値は 82.8 GPa であった. しかしながら、前節にて述べたように、ECAP 加工を施した Al-Al₃Ti 複相材料におけるヤング率の測定値は 70 GPa であった. この測定値は、推算値に比べて小さい. さらに、この Al-Al₃Ti 複相材料のヤング率の測定値は、過去の研究で報告されている純 Al のヤング率と同等であった. これは、ECAP 加工を施した Al-Al₃Ti 複相材料内部に、加工中に生じた空孔などが存在していたためであると考えられる. その結果、加工を施した Al-Al₃Ti 複相材料のヤング率は、推算値に比べて小さくなったといえる.

本研究にて作製した Al-Al₃Ti 複相材料の 3 次元構築像には、空孔などの情報が反映されていない. しかし、上述の結果から分かるように、複相材料内部に存在する空孔は、ヤング率など複相材料の力学的性質に大きく影響を及ぼす. それゆえ、複相材料のモデル材料を用いた実験を行う場合には、空孔の情報も含めた 3 次元構築像が必要であることが分かった.

3・4 3D プリンタを用いた複相材料の力学的性質評価の可能性

3・3 節より、Al-Al₃Ti 複相材料のヤング率は推算値に比べて低かったが、モデル材料のヤング率は複合則による推算値と一致していた. そのため、もし、モデル材料の作製に用いた 3 次元構築像に空孔の情報も含めることができれば、Al-Al₃Ti 複相材料の力学的性質を推測できるモデル材料として利用することができるであろう.

過去の研究において、ドーナツ状介在物の存在による材料中の応力状態の変化を、マイクロメカニクスに基づいて理論計算された⁷⁾. その結果、ドーナツ状介在物は、棒状介在物をランダムに分散させた場合と同じ役割をなすことが明らかにされている. しかしながら、金属材料の熱処理などによってドーナツ状の第 2 相を持つ複相材料を作製することは困難であり、このような複相材料の実験的評価はなされていない. しかし、本研究で用いたような 3D プリンタを用いることで、これまで作製困難であった材料を作製することができ(図 10)、かつ力学的性質の実験的評価も可能となる.

よって、3D プリンタを用いた複相材料の力学的評価の技術は、これまで評価が困難であった複相材料の力学的性質を明らかにするうえで有効であるといえる.

4. まとめ

本研究では、シリアルセクションングによる組織 3 次元可視化技術と 3D プリンタによるモデル材料作製技術を組み合わせることで、これまで困難であった巨大ひずみ加工 Al-Al₃Ti 複相材料の力学的性質の評価を試みた. その際、

本研究では、力学的性質の中でもヤング率に着目した。その結果、巨大ひずみ加工を施した Al-Al₃Ti 複相材料のモデル材料のヤング率は複合則に従うことが分かった。一方、実際の複相材料のヤング率は、材料内部の空孔に起因して複合則による推算値よりも低かった。しかし、モデル材料を造形するうえで用いる 3 次元構築像に空孔分布も含めることによって、巨大ひずみ加工 Al-Al₃Ti 複相材料のヤング率を評価できる可能性があることが分かった。

謝 辞

本研究は、公益財団法人天田財団平成 29 年度一般研究開発助成の支援を受けて遂行された研究であることを記し、御礼を申し上げます。

参考文献

- 1) H. Sato and Y. Watanabe: Mater. Charact., **144** (2018) 305-315.
- 2) H. Sato, A. Mori, M. Kitagawa, S. B. Duraisamy, T. Chiba and Y. Watanabe: JOM, **72** (2020) 57-64.
- 3) 後藤文彦, 田部井香月, 吹附茜, 大竹壯弥, 野田龍: 構造工学論文集, **63A** (2017) 28-35.
- 4) 山内 翔, 鈴木 恵二: 電気学会論文誌 C, **139** (2019) 1051-1058.
- 5) 森田幹郎, 金原勲, 福田博: 複合材料, (1988), 19, 日刊工業新聞社.
- 6) 山口正治: まてりあ, **46** (2007) 316-320.
- 7) S. Onaka, H. Sato and M. Kato: Philos. Mag. Lett., **82** (2002) 1-7.