粉末床レーザ溶融法による
チタン合金の組織傾斜構造体の積層設計

物質・材料研究機構　構造材料研究センター
主幹研究員　北嶋　具教
（2022 年度 一般研究開発助成 AF-2022215-B3）

キーワード：レーザ粉末床溶融結合法，集合組織制御，チタン合金

１．研究の目的と背景

積層造形(AM)プロセスは、材料を積層することにより三次元構造物を製造することを可能とし、部材内部におけるミクロ組織および結晶粒構造分布の制御は重要である。レーザ粉末床溶融結合法では、照射面の強度分布がガウス分布に従うガウシアンレーザ（図 1a）を用いた研究例が数多く報告されている。このガウシアンレーザにより形成される溶融池の形状は、レーザの走査方向に垂直な面において半楕円形となり、凝固時には凝固セルが溶融池中央の表面に向かって湾曲しながら成長することで、結晶中に大角粒界を形成する。一方で、著者らは照射面の強度分布が一様なフラットトップレーザ（図 1b）を純 Ni 粉末床に適用し、平坦な溶融池を形成するとともに、凝固セルを造形方向に沿ってエピタキシャル成長させることで、大角粒界の形成を抑制できることを明らかにしている[1,2]。さらに、フラットトップレーザを用いて作製した造形体は、ガウシアンレーザにより作製したものと比較して、内在するひずみ量および転位密度が小さいことが報告されている[3]。高比強度を有するニア β 型チタン合金 Ti-6246 は、航空機エンジンの高温部品に用いられる重要材料であり、積層造形による組織制御は、当該材料を用いた複雑形状部材の高強度化において極めて重要である。本研究では、ニア β 型チタン合金 Ti-6246 を対象として、フラットトップレーザを用いたレーザ粉末床溶融結合法により β 母相の単結晶化を図るとともに、α 相のバリアント制御を実現することを目的とした。単結晶は粒界すべりや拡散誘起粒界移動等の有害な粒界効果を抑制することで、優れたクリープ耐性を示す。さらに、ガウシアンレーザも併用して造形体に組織傾斜を付与し、それらの組織形成および変形挙動を解析することにより、組織傾斜を考慮した積層設計に資する知見の獲得を目指した。

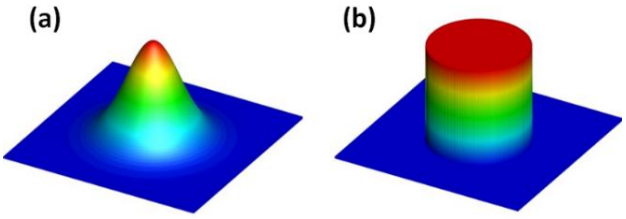


図 1　(a)ガウシアンレーザおよび(b)フラットトップレーザにおける照射面強度分布の模式図

２．実験方法

造形には、ビーム径 700 μm のフラットトップレーザとガウシアンレーザを搭載した造形装置（SLM 280 HL；SLM Solutions 社製）を用い、Ar 雰囲気中で試料を作製した。原料粉末には、プラズマアトマイズ法により作製された Ti-6246 粉末（Advanced Powders & Coatings 社製）を使用した。粉末粒径分布の D10、D50、D90 は、それぞれ 25.3、41.1、63.7 μm であった。本研究では、造形方向(BD)を Z 軸で表し、走査方向(SD)は X および Y 軸に平行で Z 軸に垂直とした。直径 12 mm，高さ 30 mm の円柱試料を多結晶純チタンプレート上に造形した。造形後、造形体を Ar 雰囲気中の石英カプセル内で 960℃で短時間加熱し、その後、空冷した。すべての試料は切断後、研磨紙（#320 および#600）で研磨し、その後、ダイヤモンドスラリー(9、3、1 μm)およびコロイダルシリカを用いて機械研磨を行った。試料の微細組織観察には、走査型電子顕微鏡(SEM；JEOL JSM-7001F)および電子後方散乱回折(EBSD)を用いた。Confidence Index が 0.1 を超える EBSD データについて、TSL OIM 8 を用いて解析を行った。サブグレイン境界、小角粒界、および大角粒界は、それぞれ 2～5°、5～15°、および 15°以上の方位差に基づいて分類した。構成相の同定には、Cu Kα 線 (λ = 1.5418 Å) を用い、45 kV・200 mA で発生させた X 線による X 線回折(XRD;Rigaku SmartLab)を用いた。

３．実験結果と考察

３・１　β 相単結晶構造の成長と α バリアント制御[4]

造形まま材において、微細な針状の α 相が組織全体に析出しており、EBSD 解析の結果から Burgers 方位関係に基づく 12 種類の α バリアントが確認された。凝固直後の急冷過程において β 相から α″相が生成し、その後の造形中に繰り返される加熱・冷却サイクルにより、α″相が分解して安定な α 相および β 相へと変態したと考えられる。図 2(a)～(d)に β 熱処理材の高さ 15、20、25、30 mm における造形方向の IPF（Inverse Pole Figure）マップ（IPF-Z）を示す。高さ 15 mm においては、〈001〉、〈111〉などの結晶方位を有する柱状晶が混在しており、それぞれの柱状晶の幅は比較的小さく、組織はまだ均一な配向を示していない。造形高さの増加に伴い、〈001〉方位を有する β 柱状晶の幅が徐々に増加し、優先的に成長する傾向が顕著となる。特に、造形体の中心部から外側に向かって〈001〉柱状晶が

拡大していることが確認され、結晶選択的成長が進行していることが示唆される。これに対し、〈111〉などの他の結晶方位を有する柱状晶は、造形方向に対して傾斜しながら外側上方へと成長しており、最終的には〈001〉方位を有する柱状晶に淘汰される傾向が見られる。さらに、〈001〉柱状晶が支配的に存在する領域における α 相の結晶方位分布を評価すると、図 2(e)に示すように、α 相は一様に〈$2\bar{1}\bar{1}0$〉方位を示している。図 3 に示す高さ 30 mm にお

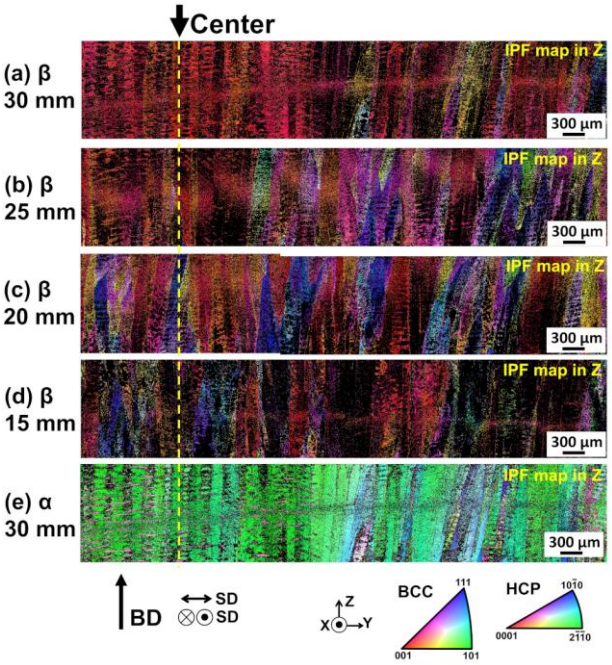


図 2　熱処理後の試料断面における高さ 30 mm(a, e)、25 mm(b)、20 mm(c)、15 mm(d)での造形方向(BD)の IPF マップ。(a)〜(d)は β 相、(e)は α 相を示す。

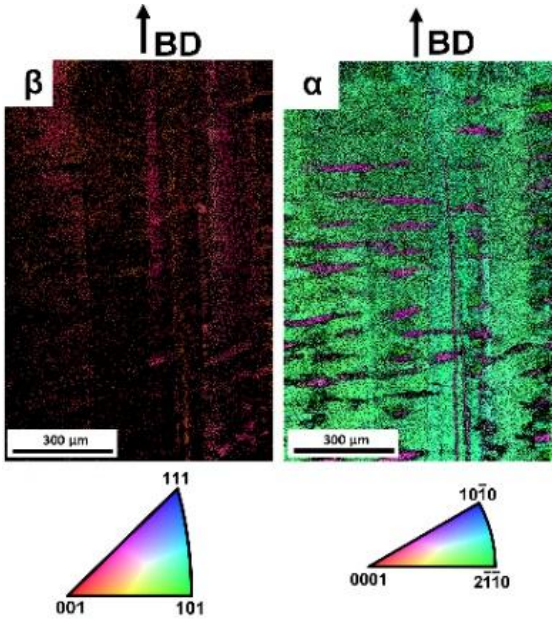


図 3　熱処理後の試料断面における高さ 30 mm における造形方向(BD)の α 相および β 相の IPF マップ。

ける拡大 IPF マップからも、β 相はほぼ一様な〈001〉方位を示しており、単結晶に近い配向状態が達成されていることが確認できる。一方で、局所的には〈0001〉方位を有する α 相が析出しており、特に一部の粒界では〈0001〉配向の粒界 α が形成されている様子が観察された。

図 4(a)、(b)に粒界 α 近傍の IPF マップを示す。柱状晶 B および C は bcc の極点図においてほぼ平行な関係にあり、両者の結晶方位差は非常に小さいことが確認された。一方、柱状晶 A の結晶方位は B および C と比較して約 5°のずれを有しており、これらの間に小角粒界が形成されていることがわかる。A と B の粒界では連続的な粒界 α が形成されているのに対し、A と C の粒界では粒界 α の生成が部分的にとどまっている。図 4(a)において柱状晶 B から C にかけて引いた直線上の結晶方位差分布を図 4(c)に示す。point-to-point で評価した結晶方位差は全体として 6°未満であり、明確な粒界が観察されるものの、それらはいずれも小角粒界の範囲内に収まっている。この結果は、組織全体としては単結晶に近い連続的な結晶配向を有していること、すなわち単結晶様組織が形成されていることを示している。したがって、A と B の粒界で観察される連続的な粒界 α は、大角粒界ではなく小角粒界上に形成されたものである。

α 相の結晶学的関係を詳細に解析した結果、全ての α 相は β 相と Burgers 方位関係を満たしており、合計 6 つのバリアントが確認された。図 4(d)にはそのうちの代表的な 5 つのバリアントを示す。特に〈$2\bar{1}\bar{1}0$〉方位を有する α1 バリアントが支配的に分布しており、組織全体にわたって優先的に形成されていることが明らかとなった。一方、α2 および α3 は結晶粒内部に析出した α 相であり、α4、α5、α6 は主として粒界に沿って形成された粒界 α である。これらのバリアント間の結晶学的関係を解析すると、α1 と α3 は[$11\bar{2}0$]/60°の回転関係にあり、また α2 と α3 は[0001]/10.53°の関係にあることが確認された。このような特定の軸-角関係を有するバリアントの組み合わせは、変態時に生じるひずみエネルギーを最小化する自己調整(self-accommodation)機構に対応するものであると考えられる。すなわち、複数のバリアントが協調的に形成されることで、変態に伴う体積変化やせん断ひずみを相互に打ち消し合い、組織全体としてエネルギー的に安定な状態を実現していると解釈できる。これらの結果は、従来のガウシアンレーザを用いた造形とは異なる組織形成過程が支配的であることを示している。

3・2　フラットトップレーザ造形材の 0.2%耐力の結晶方位依存性

図 5(a)に、フラットトップレーザ造形材の熱処理後試料断面における反射電子像を示す。試料中には小角粒界に沿って粒界 α が形成されており、析出した α 相が広く分布していることが確認された。このような単結晶 β 粒構造を有する造形体から、圧縮軸がそれぞれ⟨001⟩、⟨110⟩、⟨111⟩方向に一致するように円柱状圧縮試験片を切り出し、室温において圧縮試験を実施した。

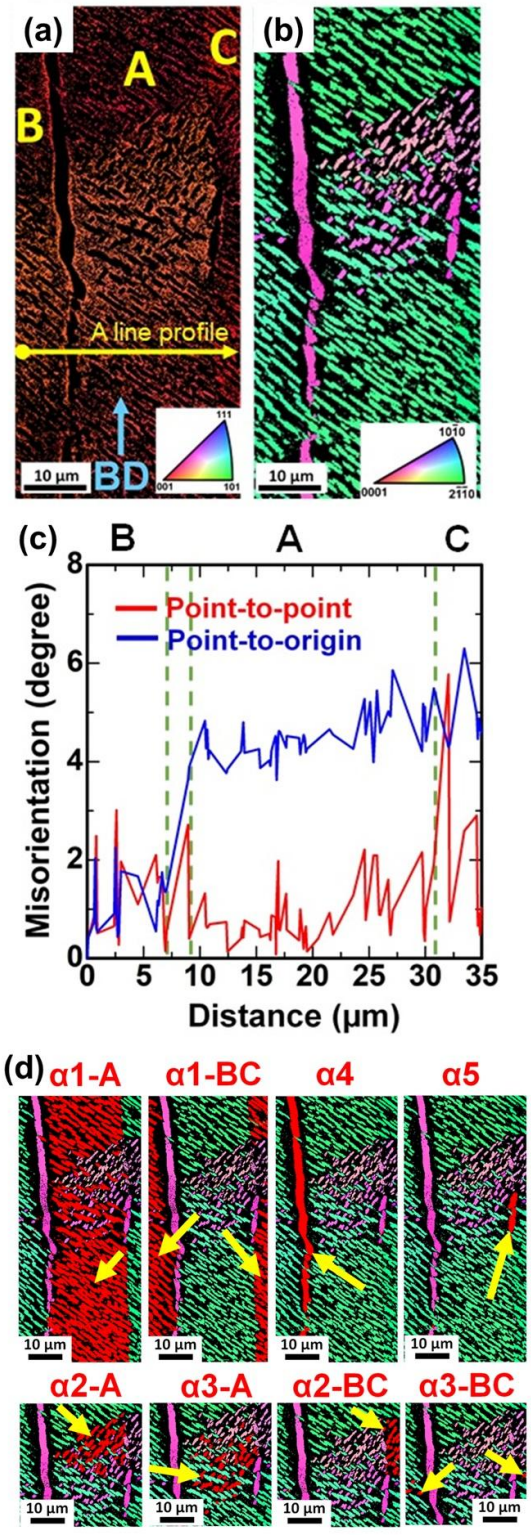


図 4　熱処理後の試料断面における高さ 30 mm での造形方向(BD)の IPF マップ。(a) β 相、(b) α 相を示す。(c) (a)中の直線に沿った結晶方位差分布。(d) 5 つの α バリアント。

その 0.2%耐力の相対値を表 1 に示す。単結晶 β 粒構造を有する造形体の圧縮 0.2%耐力は結晶方位に強く依存し、⟨111⟩方位で最も高く、⟨110⟩方位で最も低い値を示した。このような方位依存性は、β 相(bcc)および α 相(hcp)の結晶構造に起因するすべり系の活性化挙動の違いに関連していると考えられる。bcc 構造では主に{110}〈111〉系などのすべりが支配的であり、荷重軸とすべり方向との幾何学的関係（シュミット因子）により降伏応力が変化する。一方、チタン合金では、熱処理過程で析出した α 相の配向も力学特性に大きく影響する。特に hcp 構造を有する α 相では、底面すべりや柱面すべりの活動が結晶方位に強く依存し、c 軸方向に対する荷重条件により変形抵抗が大きく変化する。本研究において⟨111⟩方位で高い耐力が得られたのは、α 相の c 軸配向と荷重方向との関係により有効すべり系の活動が制限されたためと考えられる。さらに、フラットトップレーザによる造形では強い結晶方位配向（テクスチャ）が形成されているため、このような結晶方位依存性が顕著に現れたと解釈できる。結晶方位制御はチタン合金の力学特性向上において極めて重要であり、単結晶 β 粒構造を有する造形体の積層造形における組織設計の有効な指針となる。

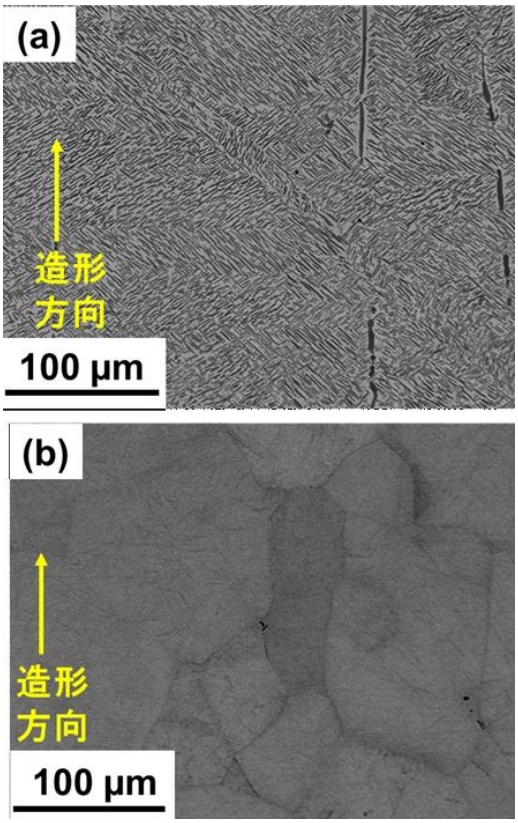


図 5　熱処理を施した試料の断面における反射電子像。(a)フラットトップレーザ、(b)ガウシアンレーザを用いた試料。

表 1　フラットトップレーザ造形材の圧縮 0.2%耐力の結晶方位依存性（相対値，⟨001⟩＝1）

結晶方位	相対 0.2%耐力
⟨001⟩	1.00
⟨110⟩	0.90
⟨111⟩	1.21

3･3　ガウシアンレーザを用いた造形および組織傾斜構造体の作製

図 5(b)に、ガウシアンレーザを用いて造形し、フラットトップレーザ造形材と同条件で熱処理を施した試料断面の反射電子像を示す。ガウシアンレーザ造形材では、フラットトップレーザ造形材とは異なり、等軸粒組織が形成された。これは、造形過程におけるひずみの蓄積およびその後の熱処理により再結晶が生じ、粒成長が進行した結果である。特にガウシアンレーザでは溶融池形状が半楕円状となり、凝固時の結晶成長方向が溶融池中央に向かうため、溶融池中央部で内部ひずみが大きくなる。このような状態は再結晶の駆動力となり、結果として等軸粒化および粒成長が促進されたものと解釈される [1,3]。一方、フラットトップレーザ造形材では、造形方向に沿ったエピタキシャル成長により強い結晶方位配向を有する柱状晶組織が維持されるため、ひずみは比較的小さく、熱処理後においても再結晶は抑制され、単結晶様 β 粒構造が保持される [1,3]。

フラットトップレーザおよびガウシアンレーザにより高さ 40 mm の円柱試料をそれぞれ造形し、同一条件で熱処理を施した後、これらの造形体から引張試験片を加工し、室温および 450℃において引張試験を実施した。その 0.2%耐力の相対値を表 2 に示す。フラットトップレーザ材は造形方向に〈001〉に近い結晶方位配向を有するため、その結晶方位依存性を反映した強度特性を示す。一方、ガウシアンレーザ材は等軸粒組織を有し、結晶方位が平均化されているため、比較的等方的な力学特性を示すと考えられる。室温および 450℃のいずれの条件においても、フラットトップレーザ材の強度はガウシアンレーザ材と比較してわずかに低い値を示した。しかしながら、表 1 に示した結晶方位依存性の結果から、フラットトップレーザ材において〈111〉方位に配向した場合には、ガウシアンレーザ材を上回る強度が得られる可能性が示唆される。すなわち、フラットトップレーザ造形材では、結晶方位制御によりさらなる強度向上が期待できる。

さらに、フラットトップレーザからガウシアンレーザへ途中で切り替えることにより、高さ 60 mm の造形体を作製した。本研究では高さ 30 mm の位置でレーザを切り替え、その切替部を中心として上下それぞれ 20 mm の領域から円柱試料を採取し、引張試験片を加工して引張試験を実施した（表 2）。この試料では、ミクロ組織がフラットトップレーザ由来の柱状晶組織からガウシアンレーザ由来の等軸粒組織へと連続的に変化する組織傾斜構造を有している。その結果、傾斜組織材(FT&G)は、室温および高温のいずれにおいても、フラットトップレーザ材およびガウシアンレーザ材のいずれよりも高い 0.2%耐力を示した。一方で、ガウシアンレーザ材はフラットトップレーザ材と比較してわずかに高い延性を示した。これらの結果から、組織傾斜構造の形成は、単一組織では得られない力学特性の向上を実現する有効な手法であり、積層造形における適材適所の新たな組織設計指針として有望であることが示された。

表 2　フラットトップレーザ(FT)、ガウシアンレーザ(G)および傾斜組織(FT&G)造形材の引張 0.2%耐力（相対値，FT＝1）

試験温度	レーザ	相対 0.2%耐力
室温	FT	1.00
	G	1.06
	FT&G	1.14
450 ℃	FT	1.00
	G	1.10
	FT&G	1.12

4．まとめ

本研究では、フラットトップレーザを用いたレーザ粉末床溶融結合法により、ニア β チタン合金 Ti-6246 において単結晶 β 粒構造の形成と特徴的な α バリアント選択を実現した。さらに、結晶方位に依存した力学特性の発現を明らかにするとともに、ガウシアンレーザとの比較により組織形成機構の違いを示した。加えて、両レーザを組み合わせた組織傾斜構造体において、強度特性の向上が確認された。以上より、レーザ条件制御による組織設計が、積層造形における高性能化に有効であり、組織傾斜構造の導入が新たな材料設計指針となる可能性が示された。

謝　辞

本研究の実施にあたり、多大なるご支援を賜りました公益財団法人天田財団に深く御礼申し上げます。

参考文献

1) D.E. Jodi, T. Kitashima, Y. Koizumi, T. Nakano, M. Watanabe: Additive Manufacturing Letters, 3 (2022), 100066.

2) D.E. Jodi, T. Kitashima, Makoto Watanabe, Science and Technology of Advanced Materials, 24 (2023), 2201380.

3) D. E. Jodi, T. Kitashima, A. Singh, M. Watanabe, Materials Characterization, 200 (2023), 112897.

4) T. Kitashima, T. Hiroto, D.E. Jodi, M. Watanabe, Materials & Design, 243 (2024), 113039.