

レーザ粉末床溶融結合法により作製した Ti-15Mo-5Zr-3Al 合金試料における
残留応力とスキャンストラテジーの関係

Relationship between Residual Stress and Scan Strategy of Ti-15Mo-5Zr-3Al Alloy
Parts Fabricated by Laser Powder Bed Fusion

高瀬 文・石本卓也・中野貴由
Aya TAKASE, Takuya ISHIMOTO and Takayoshi NAKANO

レーザー粉末床溶融結合法により作製した Ti-15Mo-5Zr-3Al 合金試料における 残留応力とスキャンストラテジーの関係

Relationship between Residual Stress and Scan Strategy of Ti-15Mo-5Zr-3Al Alloy Parts Fabricated by Laser Powder Bed Fusion

高瀬 文^{*,**}・石本卓也^{**}・中野貴由^{**}
Aya TAKASE, Takuya ISHIMOTO and Takayoshi NAKANO

(Received 17 February 2021, Accepted 1 March 2021)

Laser powder bed fusion (LPBF) is a type of additive manufacturing technology capable of fabricating 3-dimensional parts with a complex shape from powdered metallic materials. Among LPBF compatible metals, β -type titanium alloys are considered ideal candidates for custom implants because of their low Young's modulus. However, the effects of the LPBF process on its residual stresses are not well understood. In this study, we applied the X-ray diffraction (XRD) method to investigate the relationship between residual stresses and laser beam scan strategy using the LPBF-made β -type Ti-15Mo-5Zr-3Al parts. We successfully measured the residual stresses in Ti-15Mo-5Zr-3Al fabricated by the two scan strategies, X-scan and XY-scan. The tensile residual stress over 200 MPa was detected on both parts, and no significant difference was observed between the two scan strategies.

Key Words: Selective Laser Melting, Beta-type Titanium Alloys, Residual Stress, X-ray Diffraction

1. 緒言

3D プリントは、鋳型の作製や加工を必要とせず、複雑な形状のパーツを自由に作製できる手法として注目されている。生体適合性のある金属を用い、各患者の骨形状に合わせて作製するカスタムインプラントは、こうした3D プリントの特徴を活かした製品の一つであり、近年盛んに研究が行われ、医療現場での実用化も始まっている^{1),2)}。

パーツ形状のカスタマイズやネットシェイプ成型が可能であるという利点が多い一方、3D プリントに特有の課題も多い。金属の3D プリントは、レーザービームや電子線を走査することで金属の粉末床を局所的に溶融凝固し、数10～100 μm 程度の層を順次積層することでネットシェイプ造形を実現する³⁾。この過程は微小な溶融池を単位とする溶融と急冷凝固の繰り返しを含む複雑な熱履歴をとらない、その際の熱収縮によって残留応力が発生する。残留応力は、造形中もしくは最終パーツの変形、亀裂発生による機械的信頼性の低下につながる⁴⁾。したがって、最終パーツに求められる機能性を実現するためには、各種造形条件と結果として得られるパーツの残留応力を系統的に関係づけ、造形条件を最適化することが必須である。

本研究では、緻密な形状制御が可能である一方で、造形ままでは大きな残留応力が発生することが一般的に知

られているレーザー粉末床溶融結合 (laser powder bed fusion: LPBF) 法にて造形した Ti-15Mo-5Zr-3Al (in wt.%) 合金製パーツに着目した。本合金は、体心立方 (body centered cubic: bcc) 構造を有する β 相を示し、多結晶体にて 84.3 GPa という比較的低いヤング率を示す⁵⁾。これは SUS316L の 160 GPa、Ti-6Al-4V 合金の 110 GPa などと比較して低いヤング率であり、Ti-15Mo-5Zr-3Al 合金は応力遮蔽を軽減できる金属インプラント材料として期待されている。したがって、Ti-15Mo-5Zr-3Al 合金の LPBF 造形をインプラントに応用するためには、造形条件と相安定性および残留応力との関係性をよく理解する必要がある。一方で、もう1つの PBF 法である電子線粉末床溶融結合 (electron beam powder bed fusion: EPBF) では、LPBF 法と比較し、残留応力は非常に小さくなることが報告されているため、本研究では解析対象としていない。

一般に、残留応力はレーザービームの走査に垂直な方向より、平行な方向に大きく、このためレーザービームの走査方向を層毎に 90° 回転させたり、同じ層内で格子状にスキャン方向を変えるなどすることで、残留応力が低減するとされているが⁶⁾、実際には期待された残留応力の低減が見られないという報告もあり⁷⁾、残留応力とスキャンストラテジーの関係を理解するためには、より多くの実験検証が必要である。

* Rigaku Americas Corporation (9009 New Trails Drive, The Woodlands, Texas 77381, USA)

** 大阪大学大学院工学研究科 マテリアル生産科学専攻 (〒565-0871 大阪府吹田市山田丘2-1)

Division of Materials and Manufacturing Science, Graduate School of Engineering, Osaka University (2-1 Yamada-oka, Suita, Osaka 565-0871, Japan)

残留応力の測定には、ホールドリリング法、コンター法などに代表される破壊測定と、X線回折、中性子線回折、超音波法などの非破壊測定がある⁸⁾。中でもX線回折法は、特に亀裂発生の原因となりうる表面付近の残留応力を非破壊かつ高分解能で測定することができ、さらに中性子回折と異なり、実験室系で比較的手軽に測定ができるという点で、非常に有用な分析手法である。

本研究では、後述する二種のスキャンストラテジーを用いて Ti-15Mo-5Zr-3Al 合金パーツを LPBF 造形し、残留応力を解析した。

2. 実験方法

インゴットよりアルゴンガスアトマイズ法を用いて作製した Ti-15Mo-5Zr-3Al 合金粉末 (大阪チタニウムテクノロジー、大阪) を原料とし、レーザー粉末床溶融結合装置 (EOS M290, EOS, Germany) を用いて 5 mm×5 mm×50 mm の直方体状試料を造形した (Fig. 1)。レーザーの走査軌道は 100 μm 間隔、各層内では一方向の往復とし、層厚は 60 μm、レーザー出力は 360 W、レーザー走査速度は 1200 mm/s とした。残留応力のスキャンストラテジー依存性を検証するため、Fig. 2 に示す通り、レーザービームを X 方向にのみ繰り返し走査する X スキャンストラテジーと、層毎にスキャン方向を 90° 回転する XY スキャンストラテジーによる、2 つのパーツを造形した。

X線回折測定には、多目的 X線回折装置 (SmartLab, Rigaku Corporation, Japan) を用いた。X線源には、回転対陰極型 9 kW 線源と Cu ターゲット材の組み合わせを用い、検

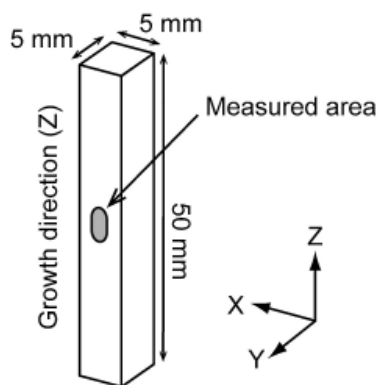


Fig. 1 Schematic illustration of LPBF-made specimen.

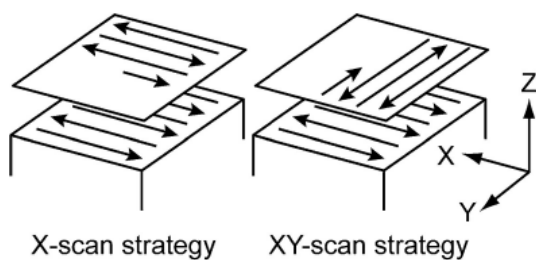


Fig. 2 Scan strategies.

出器には Si ストリップ検出器をポイントディテクターとして用いた。入射側に放物線多層膜ミラーを設け、入射 X線を発散角度 0.04° に平行化、かつ Cu K α 線に単色化し、受光側には受光角度 0.5° の平行スリットアナライザーを設け、平行ビーム光学系を実現した (Fig. 3)。本光学系を用い、回折ベクトルの表面法線からの傾き角度 ψ を変えて特定の回折ピーク角度を測定することにより、回折ピーク角度の ψ 依存を観測し、 $\sin^2 \psi$ 線法⁹⁾ により残留応力を算出した。Fig. 4 に示す通り、 ψ を X 線の回折角度 2θ と同一方向に傾ける並傾法 (iso-inclination method, Fig. 4 (b)) と直行する方向に傾ける側傾法 (side-inclination method, Fig. 4 (c)) を用い、水平 (X 軸方向) および垂直 (Z 軸方向) の残留応力を測定した。測定は Fig. 1 に示す通り、XZ 面の中心点について行った。

3. 実験結果

3.1 残留応力測定結果の妥当性の検証

$\sin^2 \psi$ 線法はいくつかの仮定の上になり立つ解析手法であり、また被検試料の状態や測定光学系によっては、繰り返し測定の再現性が得られない場合もある。このため、最初に、本研究で得られた残留応力測定結果について、必要な仮定が成り立っているかどうか、および繰り返し再現性が得られているかについて検証した。

$\sin^2 \psi$ 線法では、回折面の格子間隔 (近似的に回折角度と同等) と $\sin^2 \psi$ の値は線形関係にあると仮定し、 $\sin^2 \psi$ と

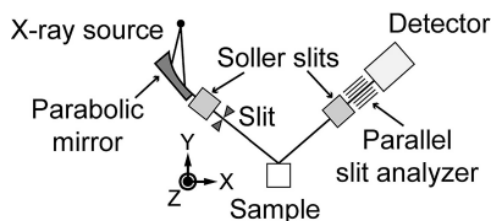


Fig. 3 X-ray optics.

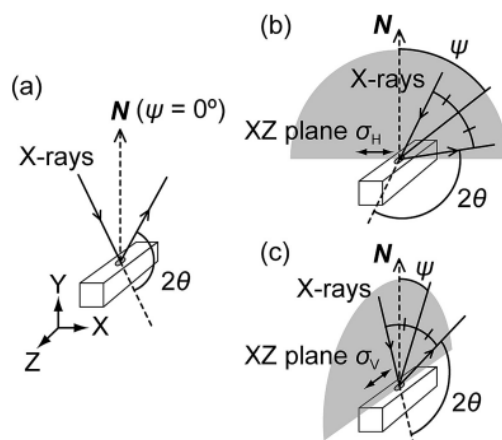


Fig. 4 Schematic diagrams of the residual stress measurement geometries. N is the surface normal. (a) $\psi = 0^\circ$, (b) the iso-inclination method, and (c) the side-inclination method geometries.

観測された回折ピーク位置を線形最小二乗法によりフィッティングし、得られた傾きから歪量を算出する。最終的にこの歪量は、ヤング率とポアソン比を用いて残留応力値に換算できる。このとき、 $\sin^2 \psi$ の値と回折角度が線形関係にあるという仮定は、下記の条件が満たされたときのみ成り立つ⁹⁾。

1. 測定領域内にせん断応力は存在しない。
2. 集合組織 (結晶軸の選択配向) は存在しない。
3. 測定領域内で残留応力値は一定である。

上記のうち一つでも満たされない条件がある場合には、 $\sin^2 \psi$ の値と回折角度の関係を直線で表すことができなくなる。逆に、 $\sin^2 \psi$ 線図のデータ点が直線でよく近似できる場合には、上記の条件が満たされていると判断できる。

Fig. 5 に、X スキャンストラテジー造形パーツの水平方向応力測定のための $\sin^2 \psi$ 線図を示す。測定点はよく直線で表すことができ、相関係数は -0.93 、残留応力は引張方向に 226 ± 30 MPa と算出された。ここで、求められた残留応力値の確からしさを示す信頼限界値 (上記の ± 30 MPa の項) は、測定点の直線からのばらつきを元に計算され、単なる測定のばらつきだけでなく、上記 3 つの条件がどの程度満たされているかも表している。ここには X スキャンストラテジー造形パーツの水平方向応力測定 1 点の結果のみ例として示すが、他の測定点についても同様に線形関係が観測された。この結果から、今回測定した造形パーツは、上記 3 つの $\sin^2 \psi$ 線法の必要条件を満たしていると判断できる。

X スキャンストラテジーの造形パーツを用いて、繰り返し再現性を評価した。同じ測定および解析条件で、被検試料を測定間で取り外さずに 10 回繰り返し測定を行った結果、水平および垂直方向の残留応力値の標準偏差はそれぞれ 1.3% および 2.8% と、単独解析結果の信頼限界値 (10% 以上) に比べて小さく、測定系の再現性は十分確保されていることが確認できた。次項に述べるスキャンストラテジーおよび方向依存性の議論では、被検試料取り付け再現

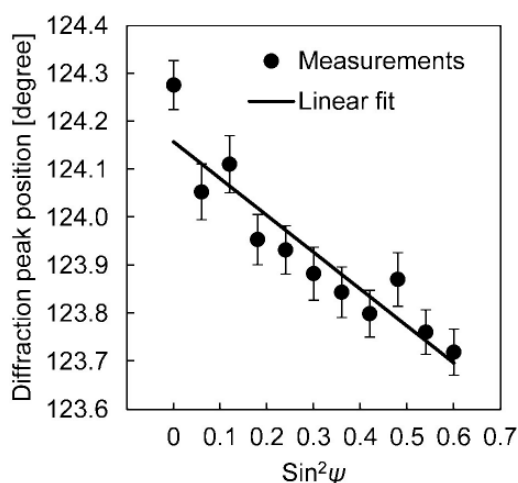


Fig. 5 $\sin^2 \psi$ plot for X-scan strategy horizontal residual stress measurement.

性による影響も考慮し、各測定点について、測定間で一旦被検試料を取り外した上で 2 回繰り返した測定の平均値を用いた。

3.2 残留応力とスキャンストラテジーの関係

Fig. 6 に各スキャンストラテジーで作製したパーツについて、水平方向の残留応力を測定した結果を示す。両スキャンストラテジーにおいて、200 MPa 以上の大きな引張応力が観測された。グラフ中にエラーバーとして示した信頼限界値の大きさを考慮すると、これらの測定結果には有意な差は認められない。

この結果は、今回用いた材料と造形条件においては非常に大きな引張応力が発生し、造形パーツの変形を防ぎまた強度を確保するためには、何等かの方法で応力を低減する必要があること、また単にスキャン方向を 90° 回転させるだけでは残留応力を低減することができないことを示している。

4. 考察

X スキャンストラテジーと XY スキャンストラテジーを比較して残留応力の差異が生じなかった理由について考察する。

LPBF プロセスでは、先に述べたレーザービームの出力、走査速度、走査間隔、層厚、スキャンストラテジー以外に、原料粉末の形状とサイズ、アルゴンガスフロー方向と流量、また造形チャンバー内およびベースプレート上での温度分布など、複数のパラメータが最終的な造形パーツの残留応力に影響を及ぼす¹⁰⁾。今回測定した造形パーツについては、同一の原料粉末を使用しており、また造形チャンバー内の位置についても、隣接部に配置されており差異がなかった。したがって、ガスフローの影響が 1 つの可能性として考えられる。

レーザービームの走査方向とアルゴンガスのフロー方向が一致している場合、金属が溶融する際に発生するフェームなどにより、レーザーがシールドされ、結果として粉末床に供給されるエネルギーが減少することが報告されている¹¹⁾。

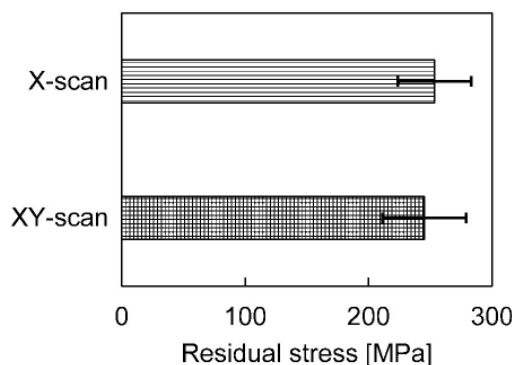


Fig. 6 Residual stresses in the horizontal direction on the parts made by the X-scan and XY-scan strategies. The error bar represents the reliability factor of the $\sin^2 \psi$ analysis.

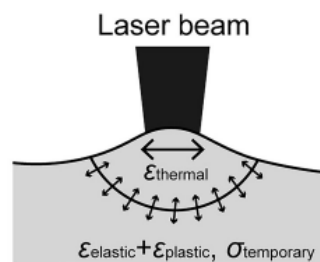
本研究に用いたレーザ粉末床溶解結合装置では、アルゴンガスがY軸と平行にY軸の負の方向に向かって流れており、よってYスキャン過程ではシールド現象が起き、結果としてXスキャンのそれと比較して、粉末床へのエネルギー投入の効率が低下している可能性がある。投入エネルギー量が減少すると、その分レーザが照射される部分およびその周辺の温度変化の影響、すなわち熱膨張・収縮によって発生する残留応力も減少すると考えられる。

残留応力の発生過程について考えると、LPBF プロセスにおける残留応力の発生機構は、金属の板材をレーザ照射によって変形させる際に起こる温度勾配メカニズム (temperature gradient mechanism: TGM) に類似している⁶⁾。新たに積層される部位がレーザ照射によって局所的に熔融する際、その極周辺の固体部分の温度が上昇し、さらにその周辺および下の層は、高温になった部分の熱膨張 (Fig. 7 (a) 中の $\epsilon_{\text{thermal}}$) によって押し広げられる。温度勾配が大きい場合、すなわち単位体積当たりの熱膨張体積変化が大きい場合、小さな体積範囲で多大な熱膨張を吸収する必要があり、弾性変形 ($\epsilon_{\text{elastic}}$) だけではこの熱膨張を吸収しきれず、局所的に塑性変形 ($\epsilon_{\text{plastic}}$) が起こる。レーザビームが通り過ぎると、局所的に膨張した部分は冷めて急激に収縮する。このとき、周辺の固体は押し広げられて塑性変形を起こしているため、加熱された部分が冷却収縮して元の形状に戻る際に、その周辺部位は塑性変形前の形状に戻ることができず、塑性変形によって生じた体積のギャップをより広い周辺部位にわたって弾性変形を起こすことで吸収し、最終的に表面付近に引張応力 (Fig. 7 (b) 中の σ_{tensile}) が生じる。このときパーツ内部には圧縮応力 ($\sigma_{\text{compressive}}$) が生じ、応力の平衡状態が保たれる。なお、逆に温度勾配が小さければ、単位体積あたりで吸収しなければならない熱膨張体積変化が小さくなり、結果的に残留応力が減少し、また残量応力がおよぶ体積範囲も狭くなると考えられる。いずれの場合も、ここで注目すべきは、新たに熔融、造形している最上層ではなく、その周辺および下の固化した部分に残留応力が発生することである。投入エネルギー量が多い場合には、この影響は積層厚よりも深くに達する可能性がある。

以上の過程を考慮すると、XYスキャンストラテジーでは、ガスのシールド効果の影響でYスキャンによって発生する応力が比較的低く、また応力が発生する領域も狭いため、その後に行われるXスキャンによって1層以上の深さにわたって強い残留応力が発生すれば、最終的にYスキャンよりもXスキャンの影響が強くと考えられる。

Xスキャンと比較して、XYスキャンストラテジーで残留応力が減少するという推察は、応力の発生方向を造形中に変化させることで、強い残留応力が発生する方向 (一般にスキャンに平行な方向) を分散させて応力を低減させるという考えに基づいているが、スキャン方向によって発生する熱勾配、すなわち残留応力の程度が異なる場合には、意図したように残留応力の方向が分散せず、本研究で観測

(a) Local thermal expansion by laser beam



(b) Tensile stress generation after cooling

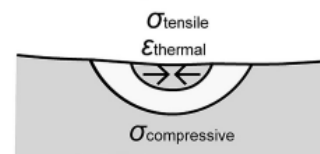


Fig. 7 Generation of residual stress. $\epsilon_{\text{thermal}}$, $\epsilon_{\text{elastic}}$, and $\epsilon_{\text{plastic}}$ are thermal, elastic, and plastic strain. $\sigma_{\text{temporary}}$ is the stress that occurs temporarily, and σ_{tensile} and $\sigma_{\text{compressive}}$ are the tensile stress that remains at the top and the compressive stress that balances it underneath, respectively.

されたように、XスキャンストラテジーとXYスキャンストラテジーの間で、残留応力に顕著な差が表れない結果となる。

上記の理由で、今回測定した造形パーツについてはスキャンストラテジーによる残留応力値の顕著な差異が見られなかったと考えられる。ただし、造形条件 (例えば、XYスキャンストラテジーにて積層厚を十分大きくし、Yスキャンによる残留応力の残存を図る等) に依存してスキャンストラテジー間の残留応力の差異は変化するものと期待される。こうしたスキャン方向による熔融・凝固現象の差異やそれに基づく組織形成に関する研究は現在当グループにて進められている。低残留応力のパーツをLPBFにて造形するために、これらの造形パラメータに依存した残留応力を統計的に調査することが今後の課題である。

5. 結論

本研究により、LPBF法によるβ型Ti-15Mo-5Zr-3Al合金の残留応力とスキャンストラテジーの関係について、下記の知見が得られた。

- 1) 今回用いた材料、造形条件では、Xスキャンストラテジー、XYスキャンストラテジーともに、造形パーツの側面部分に200 MPa以上の大きな引張残留応力が発生した。
- 2) 今回用いた材料、造形条件では、レーザビームのスキャンストラテジーは残留応力値に差異を生じなかった。
- 3) これは、レーザビームのスキャン方向とガスフロー方向の相互関係に依存して投入されるエネルギー量が異なり、Yスキャンの影響が顕著に表れていない可能性を示唆した。

謝辞

本研究は、日本学術振興会科学研究費補助金基盤研究 (S) (JP18H05254)、ならびに、内閣府が主導する SIP (戦略的イノベーション創造プログラム) 第1期「革新的設計生産技術」—「三次元異方性カスタマイズ化設計・付加製造拠点の構築と地域実証」(管理法人：NEDO)、同第2期「統合型材料開発システムによるマテリアル革命」—「MIを活用した新規Ni基合金3D積層造形プロセスの開発」(管理法人：JST) の支援によって実施された。

参考文献

- 1) A. Sidambe: “Biocompatibility of Advanced Manufactured Titanium Implants – A Review”, *Materials*, **7** (2014), 8168-8188.
- 2) 中野貴由, 石本卓也, 小笹良輔, 福田英次: “金属3Dプリンティングの先端状況: 骨・骨間接分野への応用へ向けて”, *臨整外*, **53-2** (2018), 137-144.
- 3) T. DebRoy, H.L. Wei, J.S. Zuback, T. Mukherjee, J.W. Elmer, J.O. Milewski, A.M. Beese, A. Wilson-Heid, A. De and W. Zhang: “Additive manufacturing of metallic components – Process, structure and properties”, *Prog. Mater. Sci.*, **92** (2018), 112-224.
- 4) J.L. Bartlett, “An overview of residual stresses in metal powder bed fusion”, *Addit. Manuf.*, **27** (2019), 131-149.
- 5) M. Tane, K. Hagihara, M. Ueda, T. Nakano and Y. Okuda: “Elastic-modulus enhancement during room-temperature aging and its

- suppression in metastable Ti–Nb-Based alloys with low body-centered cubic phase stability”, *Acta Mater.*, **102** (2016), 373-384.
- 6) J.-P. Kruth, J. Deckers, E. Yasa and R. Wauthlé: “Assessing and comparing influencing factors of residual stresses in selective laser melting using a novel analysis method”, *Proc. Inst. Mech. Eng. B: J. Eng. Manuf.*, **226** (2012), 980-991.
- 7) J. Robinson, I. Ashton, P. Fox, E. Jones and C. Sutcliffe: “Determination of the effect of scan strategy on residual stress in laser powder bed fusion additive manufacturing”, *Add. Manuf.*, **23** (2018), 13-24.
- 8) N.S. Rossini, M. Dassisti, K.Y. Benyounis and A.G. Olabi: “Methods of measuring residual stresses in components”, *Mater. Des.* **35** (2012), 572-588.
- 9) SAE_HS-784 “Residual Stress Measurement by X-Ray Diffraction”, SEA International, 2003 Edition, (2003).
- 10) T. Mishurova, K. Artzt, J. Haubrich, G. Requena and G. Bruno: “New aspects about the search for the most relevant parameters optimizing SLM materials”, *Addit. Manuf.*, **25** (2019), 325-334.
- 11) A.B. Anwar and Q.-C. Pham: “Selective laser melting of AlSi10Mg: Effects of scan direction, part placement and inert gas flow velocity on tensile strength”, *J. Mater. Process. Technol.*, **240** (2017), 388-396.

代表者メールアドレス

高瀬 文 aya.takase@mat.eng.osaka-u.ac.jp