

# Additive Manufacturing 製 Ti-48Al-2Cr-2Nb 合金の微細組織および引張特性に及ぼす熱源走査速度の影響\*1

趙 研<sup>1,2</sup> 坂田将啓<sup>1</sup> 安田弘行<sup>1,2,\*2</sup> 當代光陽<sup>3</sup>  
上田 実<sup>4</sup> 竹山雅夫<sup>5</sup> 中野貴由<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup> 大阪大学大学院工学研究科マテリアル生産科学専攻

<sup>2</sup> 大阪大学大学院工学研究科異方性カスタム設計・AM 研究開発センター

<sup>3</sup> 新居浜工業高等専門学校 環境材料工学科

<sup>4</sup> 金属技研株式会社

<sup>5</sup> 東京工業大学物質理工学院

J. Japan Inst. Met. Mater. Vol. 88, No. 9 (2024), pp. 198-204

Special Issue on Creation of Materials by Superthermal Field

© 2024 The Japan Institute of Metals and Materials

## Effect of Scan Speed on Microstructure and Tensile Properties of Ti-48Al-2Cr-2Nb Alloys Fabricated via Additive Manufacturing

Ken Cho<sup>1,2</sup>, Masahiro Sakata<sup>1</sup>, Hiroyuki Y. Yasuda<sup>1,2,\*2</sup>, Mitsuharu Todai<sup>3</sup>, Minoru Ueda<sup>4</sup>, Masao Takeyama<sup>5</sup> and Takayoshi Nakano<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup> Graduate School of Engineering, Osaka University, Suita 565-0871

<sup>2</sup> Anisotropic Design & Additive Manufacturing Research Center, Graduate School of Engineering, Osaka University, Suita 565-0871

<sup>3</sup> Department of Environmental Materials Engineering, Institute of Niihama National College of Technology, Niihama 792-8580

<sup>4</sup> Metal Technology Co. Ltd., Tokyo 164-8721

<sup>5</sup> Department of Materials Science and Engineering, Tokyo Institute of Technology, Tokyo 152-8550

The morphology of microstructure and tensile properties of Ti-48Al-2Cr-2Nb (at%) alloy rods fabricated by the electron beam powder bed fusion (EB-PBF) process were investigated with a particular focus on the influence of scan speed of the electron beam. Homogeneous near lamellar structure composed of the  $\alpha_2$  and  $\gamma$  phases can be obtained in the rod fabricated under the slowest scan speed. The fine lamellar spacing which contributes to the high strength of the alloy is derived from the fast-cooling rate of EB-PBF. On the contrary, a layered microstructure comprising a duplex-like region and an equiaxed  $\gamma$  grain layer ( $\gamma$  band) perpendicular to the building direction is obtained when increasing scan speeds. We observed for the first time that an increase in the scan speed results in a narrow width of the  $\gamma$  band. We also found that these microstructural changes have a significant influence on the mechanical properties of the rods. The near lamellar structure exhibits higher strength compared to the layered microstructure. Whereas, the rods with the layered microstructure show large ductility at room temperature. The elongation of each rod strongly depends on the width of the  $\gamma$  band owing to the preferential deformation of the  $\gamma$  band.

[doi:10.2320/jinstmet.JA202405]

(Received April 1, 2024; Accepted June 11, 2024; Published August 25, 2024)

**Keywords:** additive manufacturing, titanium aluminide, scan speed, microstructure control, tensile property

## 1. 緒 言

金属 Additive manufacturing (AM) 技術の 1 つである粉末床溶融結合 (Powder bed fusion; PBF) 法は、複雑な 3 次元形状を有する金属部材の新たな作製技術である。PBF 法では 3D-CAD データをもとに電子あるいはレーザービームを熱源として使用し、原料となる金属粉末層の溶融・凝固を繰り返すことで部材を直接作製する。そのため同法は、難加工材が多く使用されている、ジェットエンジンのタービンブレードや燃

料ノズルなどの航空宇宙部材の製造プロセスとして期待されている[1-3]。同法の重要な特徴として、溶融池内あるいはその近傍の特徴的な温度場が挙げられる。数値シミュレーションを用いた研究により、同法における溶融池の温度勾配、凝固速度、冷却速度は、鋳造法や鍛造法などの従来のプロセスに比べて遥かに大きく、それぞれ  $10^5$ - $10^7$  K/m、 $10^{-1}$ - $10^1$  m/s、 $10^4$ - $10^7$  K/s にも達することが明らかとなっている[4-7]。さらに、溶融池の凝固・冷却挙動は、投入エネルギー密度に影響するプロセス条件と溶融池の進行方向を決定するスキャンストラテジーによって制御することもできる。このように、PBF 法の溶融池およびその近傍には特徴的な温度場が形成され、「超温度場」と呼ばれる。近年、Ti 合金[8-11]、Ni 基超合金[12-14]、オーステナイト系ステンレス鋼[15,16]

\*1 Mater. Trans. 64 (2023) 1112-1118 に掲載

\*2 Corresponding author, E-mail: hyasuda@mat.eng.osaka-u.ac.jp

をはじめとする様々な構造材料において、この超温度場由来する特異な微細組織の形成が報告されている。興味深いことに、PBF法によって作製された特異な微細組織を有する合金は、従来の鋳造法や鍛造法によって製造された合金よりも優れた力学特性を示す。これらの報告は、PBF法が金属部材の形状制御だけでなく、微細組織や力学特性の制御にも有用かつ効果的なプロセスであることを示唆している。

PBF法の中でも、高融点合金の造形に適した電子ビーム粉末床融合結合(EB-PBF)法は、 $\gamma$ -TiAl合金製部材の製造プロセスへの適用が進められている。 $\gamma$ -TiAl合金は、773-1073Kの温度範囲で使用できる唯一の軽量耐熱合金であり、3種類の金属間化合物相： $\beta$ 相(Ti-Al, B2構造)、 $\alpha_2$ 相(Ti<sub>3</sub>Al, DO<sub>19</sub>構造)、 $\gamma$ 相(TiAl, L1<sub>0</sub>構造)で構成されている。良く知られているように、同合金における各相の形態と体積率は、熱処理によって制御することができる。比較的高温の熱処理では、Blackburnの方位関係を満たす板状の $\alpha_2$ 相と $\gamma$ 相が層状に配列した $\alpha_2/\gamma$ ラメラ粒からなるフルラメラ組織が形成される。一方、熱処理温度を低温化すると、Duplex組織やニア $\gamma$ 組織が形成される。ここでDuplex組織は、微細な等軸 $\gamma$ 粒と $\alpha_2/\gamma$ ラメラ粒で構成される組織である。他の金属材料と同様に $\gamma$ -TiAl合金の力学特性は、微細組織に強く依存する[17,18]。例えば、 $\alpha_2/\gamma$ ラメラ組織は、クリープ特性を含む高温強度の向上に有効である。これに対して、ニア $\gamma$ 組織は、延性を向上する。近年では、ジェットエンジンのタービン翼に使用されているNi基超合金を $\gamma$ -TiAl合金に置き換えて軽量化し、燃費を向上するため、同合金の組織制御に関する研究が盛んに行われている[19,20]。

我々の研究グループでは、EB-PBF法を用いた実用Ti-48Al-2Cr-2Nb(48-2-2)合金[21-25]や次世代合金として期待される $\beta$ 含有 $\gamma$ -TiAl合金[26,27]の造形プロセスを開発してきた。その中で、EB-PBF法を用いることで特異な微細組織を得ることができ、優れた力学特性を獲得できることを明らかとした。48-2-2合金の場合、特定のプロセス条件下では、Duplex組織と造形方向に対して垂直に連鎖した等軸 $\gamma$ 粒で構成される $\gamma$ バンドからなる特異なバンド状組織が形成される[21]。このバンド状組織の形成メカニズムは、以下の通りプロセス中の溶融池近傍の温度分布と密接に関係する(Fig. 1)。

STEP 1：グラデーション組織の形成。溶融池の急速な冷却と溶融池近傍の温度分布によりラメラ組織、Duplex組織、ニア $\gamma$ 組織からなるグラデーション組織が造形体の最上部に形成される。STEP 2：造形ステージの降下と新たな粉末床の形成。STEP 3：新たなグラデーション組織の形成。新たな粉末床を溶融する際の溶融池近傍の温度分布に基づいて、STEP 1で形成されたグラデーション組織の一部が新たなグラデーション組織によって上書きされる。このとき、溶融池からの熱影響が届かない領域にはSTEP 1で形成されたDuplex組織とニア $\gamma$ 組織が残る。これら残留したDuplex組織とニア $\gamma$ 組織を合わせた厚さは積層厚さと同じとなる。STEP 4：粉末床の形成(STEP 2)と溶融(STEP 3)の繰り返し。これらのSTEPを繰り返す度にDuplex組織とニア $\gamma$ 組織がグラデーション組織の下部に残留することで、Duplex組織と $\gamma$ バンドが交互に現れるバンド状組織が形成される。

加えて、これまでの我々の研究により、EB-PBF製48-2-2合金丸棒材の室温および高温引張特性と疲労特性は、造形方向と丸棒材の長手方向のなす角度( $\theta$ )に強く依存することが明らかとなっている[21,22]。例えば、 $\theta = 45^\circ$ で造形された丸棒材は、2.5%以上の室温伸びを示す。これは、比較的軟質な $\gamma$ バンドが最大せん断応力面と平行に存在し、変形を担うためである。この $\theta = 45^\circ$ で造形された丸棒材は、造形ままでも大きな延性と高い破壊靱性を有するため、熱間等方圧加圧(Hot isostatic pressing; HIP)処理された鋳造材よりも優れた疲労特性をも示す。さらに、式(1)によって算出される投入エネルギー密度(ED)が変化することで、バンド状組織の形態が変化し、力学特性も影響を受ける[25]。

$$ED = \frac{I \times U}{v \times h \times d} \quad (1)$$

ここで、 $I$ はビーム電流、 $U$ はビーム電圧、 $v$ は走査速度、 $h$ は走査間隔、 $d$ は積層厚さである。しかし、この特異なバンド状組織の形態に及ぼす走査速度などの各プロセス条件の影響は系統的に調査されていない。そこで本研究では、特に走査速度に注目し、Duplex組織と $\gamma$ バンドの形態に及ぼすプロセス条件の影響を定量的に調査することを目的とした。さらに、 $\theta = 45^\circ$ で造形された丸棒材における微細組織の特徴と引張特性の関係についても調査した。

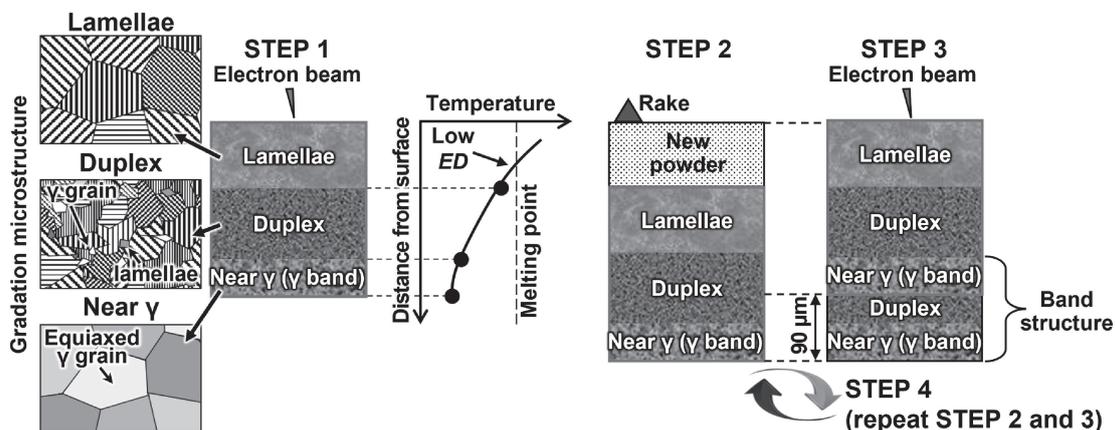


Fig. 1 Schematic illustration showing evolution mechanism of the unique layered microstructure.

## 2. 実験方法

本研究では、Ar ガスを用いたガスアトマイズ法によって作製された平均粒径約  $100\mu\text{m}$  の 48-2-2 合金粉末(化学組成: Al: 48.6at%, Cr: 1.7at%, Nb: 2.0at%)を原料として使用した。Arcam A2X EB-PBF システムを使用して 60kV のビーム電圧にて、同合金の丸棒材(直径 10mm, 長さ 90mm)を作製した。積層厚さは  $90\mu\text{m}$  とし、Fig. 2(a)に示す通り  $\theta$  は  $45^\circ$  とした。一方、走査速度は、800mm/s, 1600mm/s, 2000mm/s, 2500mm/s と変化させた。以降、各走査速度で作製した丸棒材をそれぞれ v800, v1600, v2000, v2500 と呼称する。式(1)より計算した各丸棒材の ED は、Table 1 に示す通りである。なお、これらの丸棒材には、原料粉末中に閉じ込められたアトマイズガス(Ar)に由来する気孔が若干見られるものの、溶融不足に起因する欠陥はほとんど観察されず、気孔率は約 0.6%であった。そのため、本研究では、HIP 処理することなくすべての丸棒材を造形ままの状態での微細組織解析および力学特性評価に供した。

各丸棒材の微細組織は、走査型電子顕微鏡(Scanning electron microscope; SEM)の反射電子モードによって観察した。組織観察に用いた丸棒材の縦断面は、#2000 番まで耐水エメリー紙で機械研磨し、その後、過塩素酸:ブタノール:メタノール(6:35:59 vol%)溶液で電気研磨した。画像解析ソフト Image J を使用して、各組織因子の体積率や結晶粒径を評価することで、組織形態に及ぼす走査速度の影響を定量的に解析した。

EB-PBF 法によって様々な走査速度で作製された丸棒材の降伏応力( $\sigma_y$ )と伸び(EL)は、インストロン型万能材料試験機を用いて評価した。Fig. 2 に示すように、荷重軸が長手方向

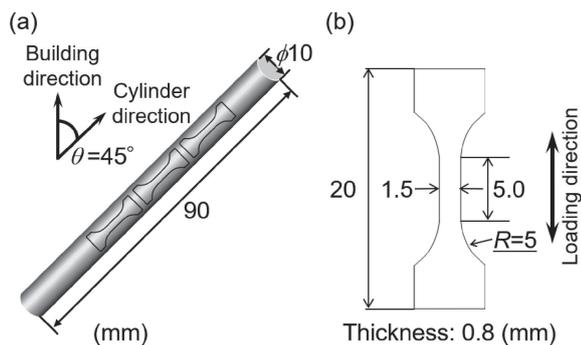


Fig. 2 Schematic drawings of 48-2-2 alloy rods fabricated at  $\theta = 45^\circ$  by EB-PBF (a) and the specimens for tensile tests (b).

Table 1 ED,  $W_\gamma$ ,  $D_\gamma$ ,  $V_{\gamma dp}$  and  $V_{Ldp}$  of v800, v1600, v2000 and v2500 with standard deviation of each value.

|       | ED<br>(J/mm <sup>3</sup> ) | $W_\gamma$<br>( $\mu\text{m}$ ) | $D_\gamma$<br>( $\mu\text{m}$ ) | $V_{\gamma dp}$<br>(%) | $V_{\gamma dp}$<br>(%) | $V_{Ldp}$<br>(%) |
|-------|----------------------------|---------------------------------|---------------------------------|------------------------|------------------------|------------------|
| v800  | 50                         | —                               | —                               | —                      | —                      | —                |
| v1600 | 25                         | 34 ( $\pm 2$ )                  | 14 ( $\pm 5$ )                  | 71 ( $\pm 2$ )         | 13 ( $\pm 2$ )         | 87 ( $\pm 2$ )   |
| v2000 | 20                         | 30 ( $\pm 5$ )                  | 9 ( $\pm 7$ )                   | 74 ( $\pm 1$ )         | 14 ( $\pm 4$ )         | 86 ( $\pm 4$ )   |
| v2500 | 16                         | 24 ( $\pm 3$ )                  | 7 ( $\pm 5$ )                   | 76 ( $\pm 2$ )         | 12 ( $\pm 4$ )         | 88 ( $\pm 4$ )   |

と平行になるように各丸棒材からゲージ寸法  $5.0\text{mm} \times 1.5\text{mm} \times 0.5\text{mm}$  の引張試験片を切り出した。各試験片は、#2000 番まで耐水エメリー紙で機械研磨した後、 $\text{SiO}_2$  懸濁液を用いて鏡面仕上げとした。引張試験は、室温、真空、初期ひずみ速度  $1.7 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$  の条件にて実施した。引張試験後の試験片の破面は、SEM の二次電子モードによって観察した。加えて、ナノインデンテーション硬さ試験とビッカース硬さ試験により、Duplex 組織や  $\gamma$  バンドなどの組織因子の硬さを調査した。これら硬さ試験用の試料は、SEM 観察用試料と同じ研磨手順にて作製した。なお、ナノインデンテーション硬さ試験とビッカース硬さ試験の最大荷重は、それぞれ 58.8mN と 0.98N とした。

## 3. 結果および考察

### 3.1 微細組織に及ぼす走査速度の影響

Fig. 3 に EB-PBF 法によって様々な走査速度で作製された 48-2-2 合金丸棒材の微細組織を示す。SEM 反射電子像において、 $\alpha_2$  相および  $\gamma$  相はそれぞれ白色および灰色のコントラストとして観察される。v1600, v2000, v2500 では造形方向に対して垂直な微細粒領域と粗大粒領域からなるバンド状組織が認められる (Fig. 3(b)-Fig. 3(d))。微細粒領域は、等軸  $\gamma$  粒とラメラ粒、さらには非常に微細な  $\alpha_2$  相からなる Duplex 組織となっている。一方、粗大粒領域は、主に等軸  $\gamma$  粒から構成された  $\gamma$  バンドである。Duplex 組織と  $\gamma$  バンドを合わせた幅は約  $90\mu\text{m}$  であり、これは造形時の積層厚さと一致する。前述のように、造形時の溶融池付近には温度分布が形成される [21]。その結果、各位置での温度に一致したグラデー

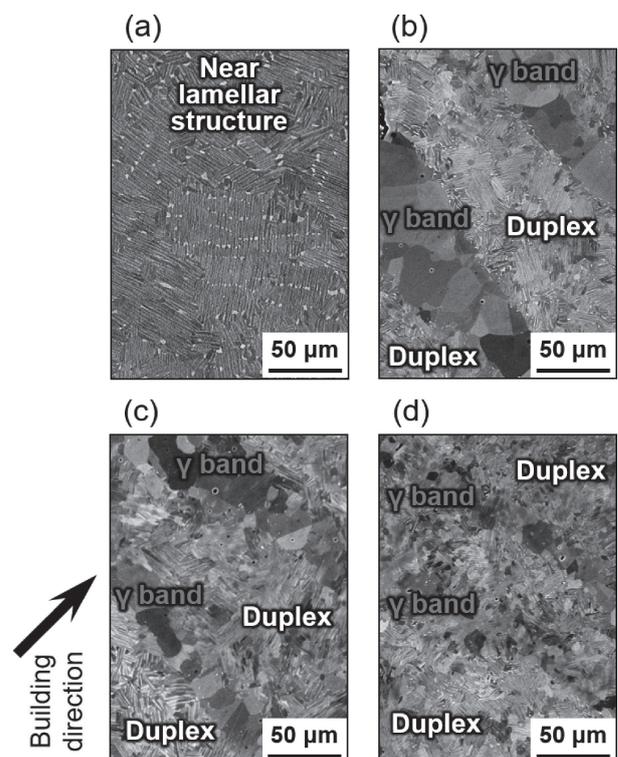


Fig. 3 Typical SEM images of v800 (a), v1600 (b), v2000 (c) and v2500 (d).

ション組織が溶融池の下に形成される。比較的低温(約 1373 K)にさらされた領域はニア  $\gamma$  組織となり、 $\gamma$  バンドが形成される。これに対して、より高い温度範囲(約 1423–1573 K)で保持された領域では、Duplex 組織が得られる。Fig. 1 に示す通り、プロセス中にこれらの局所的な熱処理が繰り返されることは、バンド状組織の形成において重要な要素である。一方、興味深いことに、v800 にはこのバンド状組織は形成されていない(Fig. 3(a))。高 ED 条件で造形された丸棒材は均一なニアラメラ組織を有する。この ED に依存する微細組織の変化は、溶融池近傍での温度分布の変化に起因する。つまり、ED の増加により溶融池からの温度分布は高温化するため、ニアラメラ組織が形成したと考えられる。これは、バンド状組織を得るためには、造形時のプロセス条件を最適化する必要があることを示唆している。なお、v800 のラメラ組織のラメラ間隔は約 200 nm ( $\pm 80$  nm) であり、鑄造材のラメラ組織と比較すると最も微細な部類に入る[28]。化学組成が等しい合金において、ラメラ間隔は、板状  $\gamma$  相が析出する際の冷却速度に依存する。これは、冷却速度が増加することで、板状  $\gamma$  相析出の駆動力となる過冷却度が増加するためである。EB-PBF 法は、鑄造法や従来の熱処理に比べて冷却速度が数桁速いため、微細なラメラ組織を得るための最適なプロセスの 1 つといえる。

Fig. 4 に v1600, v2000, v2500 の  $\gamma$  バンドの拡大 SEM 像を示す。これらの丸棒材はすべてバンド状組織を有しているが、 $\gamma$  バンドの形態には大きな差異が見られる。各丸棒材の平均  $\gamma$  バンド幅( $W_\gamma$ )を Table 1 に示す。v1600 の  $W_\gamma$  は約 34  $\mu\text{m}$  であるが、v2000 と v2500 のそれはそれぞれ約 30  $\mu\text{m}$  と 24  $\mu\text{m}$  であり、標準偏差を考慮しても走査速度の増加とともに  $W_\gamma$  は減少している。これは、走査速度の増加による ED の減少に伴って  $\gamma$  バンド幅は狭くなることを示している。一方、我々は、これまで EB-PBF 法によって作製された 48-2-2 合金の  $W_\gamma$  は ED の減少に伴って広がることを報告している[25]。Pushilina らは、ED が減少すると、溶融池およびその近傍の温度分布が低温化することを指摘している[29]。このことから、ED の減少に伴う  $W_\gamma$  の増加は、 $\gamma$  バンド形成に繋がる比較的低い温度にさらされる領域の増加に起因すると考えられる。一般的に走査速度の高速化は、式(1)からわかるように ED を減少させるため、溶融池およびその近傍の低温化を引き起こす。つまり、走査速度を高速化した場合、溶融池近傍の温度分布が低温化し、 $\gamma$  バンドの幅は拡大する。ただし、この温度分布の時間変化も微細組織の発達に影響を及ぼす可能性がある点にも注意すべきである。EB-PBF 法による

造形では、電子ビームを走査間隔分ずらして往復させる。そのため、溶融池近傍の温度分布に関する数値シミュレーションでは、電子ビーム走査後に凝固した領域は、その後の隣接する粉末領域の溶融中に再加熱されることが示されている[30]。走査速度が速い、あるいは走査距離が短い場合、凝固領域が再加熱されるまでの時間は短縮され[31]、温度分布は高温にシフトする。本研究で使用した走査速度の範囲では走査速度の高速化に伴う ED 減少による温度分布の低温化よりも、それに伴う再加熱までの時間短縮による高温化の方がより顕著であった可能性がある。つまり、走査速度の増加に伴って溶融池およびその近傍の温度分布が高温化し、その結果、 $\gamma$  バンドは減少し、Duplex 領域が増加したと考えられる。

さらに、Table 1 に各丸棒材の  $\gamma$  バンド中の等軸  $\gamma$  粒の平均粒径( $D_\gamma$ )を示す。走査速度が高速化すると  $D_\gamma$  は約 14  $\mu\text{m}$  (v1600) から約 7  $\mu\text{m}$  (v2500) までわずかに減少する。 $W_\gamma$  とは対照的に、 $D_\gamma$  の標準偏差は比較的大きいことに注意されたい。Fig. 5 に v1600, v2000, v2500 の  $\gamma$  バンド中の等軸  $\gamma$  粒の粒径分布を示す。 $D_\gamma$  の標準偏差が大きいのは、等軸  $\gamma$  粒が約 1  $\mu\text{m}$  から 20  $\mu\text{m}$  以上までと、広い粒径分布を有するためである。Fig. 5(a)-Fig. 5(c)を詳細に比較すると、等軸  $\gamma$  粒の粒径分布に明らかな違いがあることがわかる。v1600 の  $\gamma$  バ

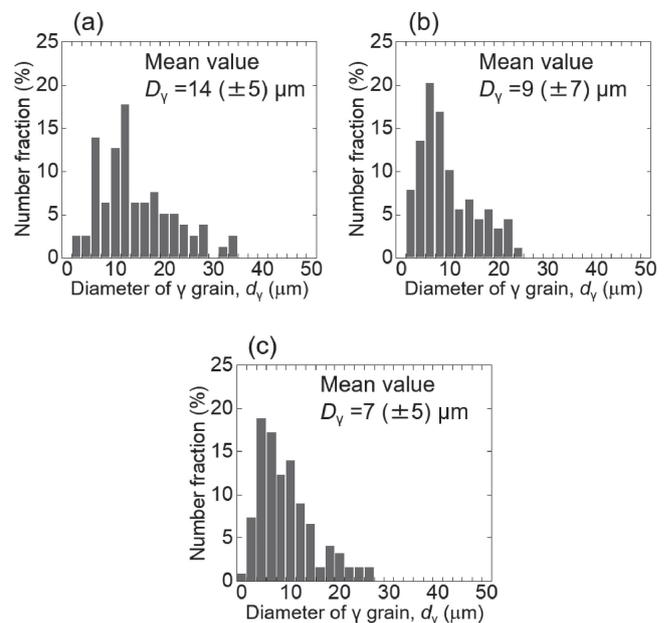


Fig. 5 Grain diameter distributions of the  $\gamma$  grain in  $\gamma$  bands for v1600 (a), v2000 (b) and v2500 (c).

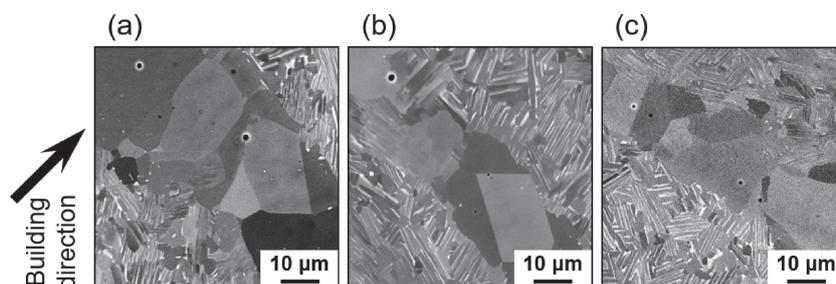


Fig. 4 Typical high magnification SEM images of the  $\gamma$  bands in v1600 (a), v2000 (b) and v2500 (c).

ンドには粒径  $30\mu\text{m}$  を超える等軸  $\gamma$  粒が存在しているが (Fig. 5(a)), v2000 および v2500 の  $\gamma$  バンドにはそれほど粗大な等軸  $\gamma$  粒は存在しない (Fig. 5(b), Fig. 5(c)). むしろ走査速度が高速化することで, 粒径  $10\mu\text{m}$  以下の微細な等軸  $\gamma$  粒の割合が増加する. 各丸棒材におけるわずかな  $D_\gamma$  の差異は, これら粒径分布の微細化に起因すると考えられる. 有限要素法を用いた研究では, 走査速度の増加に伴って溶融池付近の冷却速度が高速化することが明らかとされている[32]. これは, 走査速度の増加によって溶融池からの熱影響を受ける時間が減少することを意味する. そのため, 比較的高速な走査速度で造形された v2000 や v2500 においては, 造形中の等軸  $\gamma$  粒の成長が抑制されたと考えられる.

走査速度に応じて  $W_\gamma$  が変化することから, Duplex 領域の体積率 ( $V_{dp}$ ) も走査速度の高速化に伴ってわずかに増加する. Table 1 に示すように,  $V_{dp}$  は走査速度の高速化によって 71% から 76% まで増加する. しかし, その差異は 10% 以下であることから, 丸棒材が主に Duplex 組織を有するという事実には変わりはない. なお, これまでの研究では, Duplex 領域中の等軸  $\gamma$  粒 ( $V_{\gamma dp}$ ) およびラメラ粒 ( $V_{Ldp}$ ) の体積率はそれぞれ  $ED$  の減少に伴って増加および減少することが示されている [25]. これは, 溶融池からの熱影響によって Duplex 領域が形成されるときに温度が  $ED$  の減少によって低温化したためである. しかし, 本研究では Table 1 に示すように Duplex 領域の形態は走査速度に依存していない.  $V_{\gamma dp}$  および  $V_{Ldp}$  は走査速度によらずそれぞれ約 13% および約 87% である. これは, 各丸棒材において, Duplex 領域が形成される際の温度が, 走査速度の高速化に伴う  $ED$  減少によって低温化することと, 再加熱までの時間短縮による高温化することがバランスし, 概ね一定となったためであると考えられる. 以上の結果は, 溶融池とその近傍の最高到達温度だけでなく, 温度分布の時間変化もバンド状組織の発達に影響を与えることを示唆している.

### 3.2 各丸棒材の引張特性

EB-PBF 法によって作製された 48-2-2 合金丸棒材の組織形態は, 走査速度に強く依存することを明らかとした. これら組織形態の差異は, 合金の力学特性にも大きな影響を与える. これは, 走査速度を変化させて合金を作製することで, その力学特性をも制御可能であることを示唆している. Fig. 6 に室温にて変形した v800, v1600, v2000, v2500 の  $\sigma_y$  および  $EL$  を示す. なお, 本引張試験では, バンド状組織に対して  $45^\circ$  傾けて荷重軸を設定している. 最も高い  $\sigma_y$  を示すのは, ニアラメラ組織を有する v800 である. v800 の  $\sigma_y$  は  $650\text{MPa}$  に達しており, 鋳造材のそれ ( $380\text{--}500\text{MPa}$ ) [33] より顕著に高い. 加えて, この丸棒材は, HIP 処理された鋳造材に匹敵する約 1% の  $EL$  を示す[33]. 一方, 特異なバンド状組織を有する v1600, v2000, v2500 は, v800 とは異なる引張特性を示す. その特筆すべき差異は延性である. これらの丸棒材は, HIP 処理された鋳造材よりも高い強度 (約  $520\text{MPa}$ ) を示すだけでなく, 室温においても大きな延性を示す. 走査速度を低速化した場合, 高い  $\sigma_y$  を維持したまま  $EL$  は約 2% から約 3% まで向上する.

各丸棒材の破壊挙動を理解するため, 室温にて変形させた引張試験片の破面を SEM にて観察した. Fig. 7 に示すように, すべての試験片の破面においてファセットが見られるが,  $\gamma$  バンドや Duplex 領域の粒界破壊を示す特徴は見られない. さらに, ファセットにはいくつかの小さな気孔が見られるが, それらがき裂の発生点となったことを示す特徴も見られない. これらの破面に見られる特徴は, どのプロセス条件で造形した合金においても, 粒界破壊や欠陥からのき裂発生によって破壊が生じたものではないことを示唆している. したがって, 各丸棒材における延性の違いは, 微細組織の差異に起因すると考えられる.

### 3.3 組織形態と引張特性の関係

EB-PBF 製 48-2-2 合金の引張特性を支配する重要な組織要因を明らかとするために, 各組織因子のナノインデント

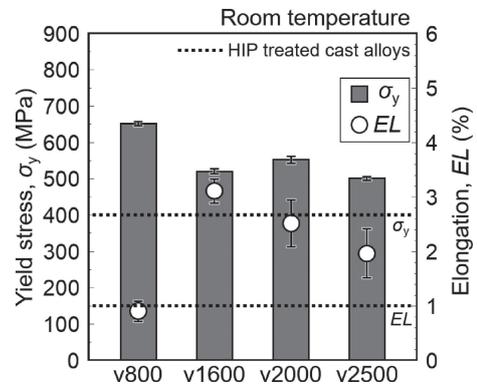


Fig. 6  $\sigma_y$  and  $EL$  of v800, v1600, v2000 and v2500 deformed at room temperature.

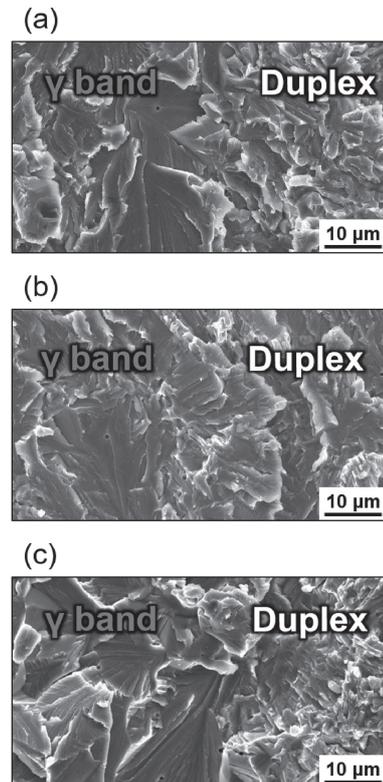


Fig. 7 SEM fractographs of v1600 (a), v2000 (b) and v2500 (c) after tensile deformation to fracture at room temperature.

ション硬さを室温にて測定した. Fig. 8(a)に v800 のニアラメラ組織と v1600, v2000, v2500 の Duplex 組織のナノインデンテーション硬さを v1600 の  $\gamma$  バンドの硬さとともに示す. ニアラメラ組織のナノインデンテーション硬さは約 5.5 GPa であり, Duplex 組織や  $\gamma$  バンドのそれらに比べて著しく高い. 板状の  $\gamma$  相と  $\alpha_2$  相が交互に密に配列したラメラ組織では,  $\gamma$  相で生じた転位が  $\gamma$  相と  $\alpha_2$  相の界面を通過するために大きな応力が必要となる. そのため, ラメラ間隔とラメラ組織の強度の間には Hall-Petch の関係が適用できる[34]. v800 の高い  $\sigma_y$  は, その微細なラメラ間隔に起因すると考えられる.

ここで, Duplex 組織と  $\gamma$  バンドの硬さに及ぼす組織形態の影響に注目し, バンド状組織を有する丸棒材の力学特性について考察する. 各丸棒材の Duplex 領域の  $V_{\gamma dp}$  および  $V_{Ldp}$  は走査速度によらず一定であるため, ナノインデンテーション硬さ試験の結果が示すように v1600, v2000, v2500 の Duplex 領域の硬さには有意な差が見られない. そこで次に  $D_\gamma$  の異なる各丸棒材の  $\gamma$  バンドの硬さに着目する. なお, ナノインデンテーション硬さ試験では, 圧痕が  $\gamma$  バンド中の等軸  $\gamma$  粒より小さいため, 粒界を含めた  $\gamma$  バンドの硬さを評価するのは困難である. そのため, 各丸棒材における  $\gamma$  バンドの硬さは, ビッカース硬さ試験によって測定した. ビッカース硬さ試験における圧痕の大きさは約 22  $\mu\text{m}$  であり, 各丸棒材の  $D_\gamma$  より少なくとも 2 倍以上大きく,  $W_\gamma$  より小さい. Fig. 8(b) に示す通り, すべての丸棒で  $\gamma$  バンドのビッカース硬さも約 325 HV と一定である. これは, 各丸棒材の  $D_\gamma$  に顕著な差異がないため,  $\gamma$  バンドの硬さに及ぼす Hall-Petch 則の影響が小さいことに起因する. 以上のことから, 本研究の範囲では, Duplex 領域と  $\gamma$  バンドの強度は走査速度に依存しないと結論付けることができる. これがすべての丸棒材で  $\sigma_y$  が同程度であった理由の 1 つである. これらの硬さ試験の結果が示すもう 1 つの重要な点は, Duplex 領域が  $\gamma$  バンドよりも著しく高強度なことである (Fig. 8(a)). このことから, バンド状組織を有する丸棒材は, 軟質層と硬質層からなる複合材料とみなすことができる. 複合材料の理論的な強度は, 複合則によって推定される. そのため, 同じ方向に変形させたバンド状組織を有する合金の  $\sigma_y$  は, 異なる力学特性を持つ各層の体積率の影響を受ける. しかし, 本研究で使用した各丸棒

材における  $V_{dp}$  の差異は 10% 以下であるため,  $\sigma_y$  に対する混合則の影響は小さい. これも各丸棒材の  $\sigma_y$  に顕著な差異が生じなかった理由であると考えられる.

バンド状組織を有する合金の最も重要な特徴の 1 つである大きな室温延性は,  $\gamma$  バンドの存在によってもたらされる. 引張変形に伴う局所的なせん断変形は, 荷重方向に対して 45° に配向した軟質な  $\gamma$  バンドで優先的に生じる. したがって, Fig. 9 に示すように, 各丸棒材の伸びは  $W_\gamma$  に強く依存する. これは,  $W_\gamma$  の増加によって変形を担う領域が拡大するためである. 以上のことから,  $\gamma$  バンドに焦点を当ててバンド状組織の形態を制御することで,  $\gamma$ -TiAl 合金の延性を向上可能であることが示唆される.

#### 4. 結 論

EB-PBF 法において  $\theta = 45^\circ$  にて造形された 48-2-2 合金丸棒材の微細組織と室温引張特性に及ぼす走査速度の影響について調査した. 本研究で得られた結論を以下に示す.

- (1) v1600, v2000, v2500 では, Duplex 領域と造形方向に垂直な  $\gamma$  バンドからなるバンド状組織が得られる. この  $\gamma$  バンドの幅は, 走査速度の高速化に伴って狭くなる.
- (2) 走査速度をさらに低速化するとニアラメラ組織が得られる. v800 のニアラメラ組織は, 非常に微細なラメラ間隔を有する. これは, EB-PBF 法の重要な特徴の 1 つである超高速な冷却速度に起因する.

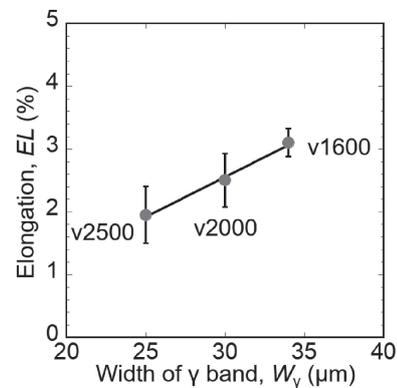


Fig. 9 Relationship between  $W_\gamma$  and EL of 48-2-2 alloy rods with unique layered microstructure.

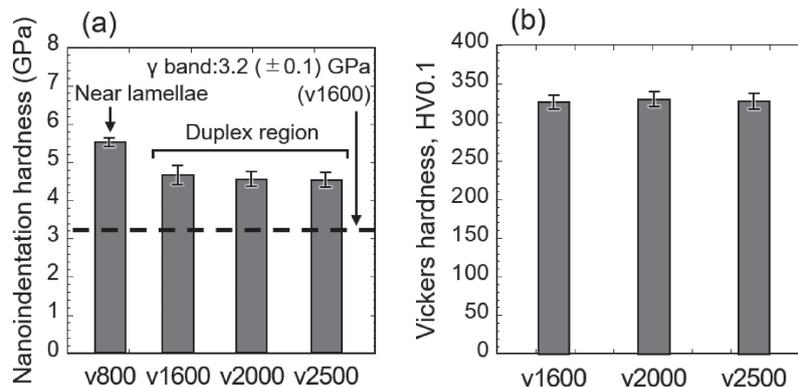


Fig. 8 Nanoindentation hardness of the near lamellar structure in v800 and the duplex-like regions in v1600, v2000 and v2500 (a) and Vickers hardness of the  $\gamma$  bands in v1600, v2000 and v2500 (b).

(3) v800 は微細なラメラ組織により鑄造材よりも著しく高い  $\sigma_y$  (約 650 MPa) を示す。バンド状組織を有する丸棒材は、鑄造材を超える強度を維持しつつ、約 2-3% もの室温伸びを示す。

(4) 本研究の範囲において、バンド状組織を有する丸棒材の強度は走査速度に依存せず一定であった。これは、Duplex 領域と  $\gamma$  バンドの硬さ、さらには  $V_{dp}$  が走査速度に依存しないためである。

(5) 各丸棒材の伸びは  $W_y$  に強く依存する。これは、引張変形時に局所的なせん断変形が荷重方向に対して  $45^\circ$  に配向した  $\gamma$  バンドで優先的に生じるためである。

本研究の一部は、内閣府総合科学技術・イノベーション会議の戦略的イノベーション創造プログラム (SIP) (管理法人: JST) および JSPS 科研費 JP21H05196, (公社) 日本金属学会 フロンティア研究助成, (公財) 軽金属奨学会 研究補助, JST-CREST 革新的力学機能材料の創出に向けたナノスケール動的挙動と力学特性機構の解明 (JPMJCR2194) の支援を受けて実施された。ここに記して、感謝申し上げる。

## 文 献

- [1] L. Nickels: AM and aerospace: an ideal combination, *Met. Powder Rep.* **70** (2015) 300-303.
- [2] W.E. Frazier: Metal Additive Manufacturing: A Review, *J. Mater. Eng. Perform.* **23** (2014) 1917-1928.
- [3] W.S.W. Harun, M.S.I.N. Kamariah, N. Muhamad, S.A.C. Ghani, F. Ahmad and Z. Mohamed: A review of powder additive manufacturing processes for metallic biomaterials, *Powder Technol.* **327** (2018) 128-151.
- [4] D. Riedlbauer, T. Scharowsky, R.F. Singer, P. Steinmann, C. Körner and J. Mergheim: Macroscopic simulation and experimental measurement of melt pool characteristics in selective electron beam melting of Ti-6Al-4V, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* **88** (2017) 1309-1317.
- [5] W. Kan, B. Chen, H. Peng, Y. Liang and J. Lin: Formation of columnar lamellar colony grain structure in a high Nb-TiAl alloy by electron beam melting, *J. Alloy. Compd.* **809** (2019) 151673.
- [6] P. Karimia, E. Sadeghi, J. Ålgårdha and J. Andersson: EBM-manufactured single tracks of Alloy 718: Influence of energy input and focus offset on geometrical and microstructural characteristics, *Mater. Charact.* **148** (2019) 88-99.
- [7] M. Okugawa, Y. Ohgashi, Y. Furushiro, Y. Koizumi and T. Nakano: Equiaxed grain formation by intrinsic heterogeneous nucleation via rapid heating and cooling in additive manufacturing of aluminum-silicon hypoeutectic alloy, *J. Alloy. Compd.* **919** (2022) 165812.
- [8] T. Ishimoto, K. Hagihara, K. Hisamoto, S.-H. Sun and T. Nakano: Crystallographic texture control of beta-type Ti-15Mo-5Zr-3Al alloy by selective laser melting for the development of novel implants with a biocompatible low Young's modulus, *Scr. Mater.* **132** (2017) 34-38.
- [9] C.A. Biffi, J. Fiochi, E. Ferrario, A. Fornaci, M. Riccio, M. Romeo and A. Tuissi: Effects of the scanning strategy on the microstructure and mechanical properties of a TiAl6V4 alloy produced by electron beam additive manufacturing, *J. Adv. Manuf. Technol.* **107** (2020) 4913-4924.
- [10] K. Yamanaka, A. Kuroda, M. Ito, M. Mori, H. Bian, T. Shobu, S. Sato and A. Chiba: Quantifying the dislocation structures of additively manufactured Ti-6Al-4V alloys using X-ray diffraction line profile analysis, *Addit. Manuf.* **37** (2021) 101678.
- [11] S.-H. Sun, K. Hagihara, T. Ishimoto, R. Suganuma, Y.-F. Xue and T. Nakano: Comparison of microstructure, crystallographic texture, and mechanical properties in Ti-15Mo-5Zr-3Al alloys fabricated via electron and laser beam powder bed fusion technologies, *Addit. Manuf.* **47** (2021) 102329.
- [12] S.-H. Sun, K. Hagihara and T. Nakano: Effect of scanning strategy on texture formation in Ni-25 at.%Mo alloys fabricated by selective laser melting, *Mater. Des.* **140** (2018) 307-316.
- [13] Y.S. Lee, M.M. Kirka, J. Ferguson and V.C. Paquit: Correlations of cracking with scan strategy and build geometry in electron beam powder bed additive manufacturing, *Addit. Manuf.* **32** (2020) 101031.
- [14] O. Gokcekaya, T. Ishimoto, S. Hibino, J. Yasutomi, T. Narushima and T. Nakano: Unique crystallographic texture formation in Inconel 718 by laser powder bed fusion and its effect on mechanical anisotropy, *Acta Mater.* **212** (2021) 116876.
- [15] T. Ishimoto, S. Wu, Y. Ito, S.-H. Sun, H. Amano and T. Nakano: Crystallographic Orientation Control of 316L Austenitic Stainless Steel via Selective Laser Melting, *ISIJ Int.* **60** (2020) 1758-1764.
- [16] J.R. Trelewicz, G.P. Halada, O.K. Donaldson and G. Manogharan: Microstructure and Corrosion Resistance of Laser Additively Manufactured 316L Stainless Steel, *JOM* **68** (2016) 850-859.
- [17] Y.W. Kim: Ordered intermetallic alloys, part III: Gamma titanium aluminides, *JOM* **46** (1994) 30-39.
- [18] H. Clemens, W. Wallgram, S. Kremmer, V. Güther, A. Otto and A. Bartels: Design of Novel  $\beta$ -Solidifying TiAl Alloys with Adjustable  $\beta$ /B2-Phase Fraction and Excellent Hot-Workability, *Adv. Eng. Mater.* **10** (2008) 707-713.
- [19] P. Bartolotta, J. Barrett, T. Kelly and R. Smashey: The use of cast Ti-48Al-2Cr-2Nb in jet engines, *JOM* **49** (1997) 48-50.
- [20] B.P. Bewlay, S. Nag, A. Suzuki and M.J. Weimer: TiAl alloys in commercial aircraft engines, *Mater. High Temp.* **33** (2016) 549-559.
- [21] M. Todai, T. Nakano, T. Liu, H.Y. Yasuda, K. Hagihara, K. Cho, M. Ueda and M. Takeyama: Effect of building direction on the microstructure and tensile properties of Ti-48Al-2Cr-2Nb alloy additively manufactured by electron beam melting, *Addit. Manuf.* **13** (2017) 61-70.
- [22] K. Cho, R. Kobayashi, J.Y. Oh, H.Y. Yasuda, M. Todai, T. Nakano, A. Ikeda, M. Ueda and M. Takeyama: Influence of unique layered microstructure on fatigue properties of Ti-48Al-2Cr-2Nb alloys fabricated by electron beam melting, *Intermetallics* **95** (2018) 1-10.
- [23] K. Cho, R. Kobayashi, T. Fukuoka, J.Y. Oh, H.Y. Yasuda, M. Todai, T. Nakano, A. Ikeda, M. Ueda and M. Takeyama: Microstructure and Fatigue Properties of TiAl with Unique Layered Microstructure Fabricated by Electron Beam Melting, *Mater. Sci. Forum* **941** (2018) 1597-1602.
- [24] M. Sakata, J.Y. Oh, K. Cho, H.Y. Yasuda, M. Todai, T. Nakano, A. Ikeda, M. Ueda and M. Takeyama: Effects of Heat Treatment on Unique Layered Microstructure and Tensile Properties of TiAl Fabricated by Electron Beam Melting, *Mater. Sci. Forum* **941** (2018) 1366-1371.
- [25] K. Cho, N. Morita, H. Matsuoka, H.Y. Yasuda, M. Todai, M. Ueda, M. Takeyama and T. Nakano: Influence of Input Energy Density on Morphology of Unique Layered Microstructure of  $\gamma$ -TiAl Alloys Fabricated by Electron Beam Powder Bed Fusion, *Mater. Trans.* **64** (2023) 44-49.
- [26] K. Cho, H. Kawabata, T. Hayashi, H.Y. Yasuda, H. Nakashima, M. Takeyama and T. Nakano: Peculiar microstructural evolution and tensile properties of  $\beta$ -containing  $\gamma$ -TiAl alloys fabricated by electron beam melting, *Addit. Manuf.* **46** (2021) 102091.
- [27] K. Cho, H. Odo, K. Okamoto, H.Y. Yasuda, H. Nakashima, M. Takeyama and T. Nakano: Improving the Tensile Properties of Additively Manufactured  $\beta$ -Containing TiAl Alloys via Microstructure Control Focusing on Cellular Precipitation Reaction, *Crystals* **11** (2021) 809.
- [28] K. Maruyama, R. Yamamoto, H. Nakakuki and N. Fujitsuna: Effects of lamellar spacing, volume fraction and grain size on creep strength of fully lamellar TiAl alloys, *Mater. Sci. Eng. A* **239-240** (1997) 419-428.
- [29] N.S. Pushilina, V.A. Klimenov, R.O. Cherepanov, E.B. Kashkarov, V.V. Fedorov, M.S. Syrtanov, A.M. Lider and R.S. Laptev: Beam Current Effect on Microstructure and Properties of Electron-Beam-Melted Ti-6Al-4V Alloy, *J. Mater. Eng. Perform.* **28** (2019) 6165-6173.
- [30] W. Kan, B. Chen, C. Jin, H. Peng and J. Lin: Microstructure and mechanical properties of a high Nb-TiAl alloy fabricated by electron beam melting, *Mater. Des.* **160** (2018) 611-623.
- [31] H. Ali, H. Ghadbeigi and K. Mumtaz: Effect of scanning strategies on residual stress and mechanical properties of Selective Laser Melted Ti6Al4V, *Mater. Sci. Eng. A* **712** (2018) 175-187.
- [32] Y. Wang and J. Shi: Influence of laser scan speed on micro-segregation in selective laser melting of an iron-carbon alloy: A multi-scale simulation study, *Procedia Manuf.* **26** (2018) 941-951.
- [33] J. Han, J. Dong, S. Zhang, C. Zhang, S. Xiao and Y. Chen: Microstructure evolution and tensile properties of conventional cast TiAl-based alloy with trace Ni addition, *Mater. Sci. Eng. A* **715** (2018) 41-48.
- [34] Y. Umakoshi and T. Nakano: The role of ordered domains and slip mode of  $\alpha_2$  phase in the plastic behaviour of TiAl crystals containing oriented lamellae, *Acta Metall. Mater.* **41** (1993) 1155-1161.