

PBF-EB/M によるタービングレード用 TiAl 合金へのバンド状組織形成と
室温延性の改善

Formation of Unique Banded Microstructure and Improvement of Ductility of TiAl Alloys for
Turbine Blade Fabricated by PBF-EB/M

當代光陽・趙 研・安田弘行・上田 実
竹山雅夫・中野貴由

Mitsuharu TODAI, Ken CHO, Hiroyuki YASUDA, Minoru UEDA,
Masao TAKEYAMA and Takayoshi NAKANO

PBF-EB/M によるタービンブレード用 TiAl 合金へのバンド状組織形成と室温延性の改善

Formation of Unique Banded Microstructure and Improvement of Ductility of TiAl Alloys for Turbine Blade Fabricated by PBF-EB/M

當代光陽*・趙 研**・安田弘行**・上田 実***

竹山雅夫****・中野貴由**

Mitsuharu TODAI, Ken CHO, Hiroyuki YASUDA, Minoru UEDA,
Masao TAKEYAMA and Takayoshi NAKANO

(Received 6 March 2023, Accepted 15 May 2023)

This paper reviews the formation of microstructure and the mechanical properties of Ti-48Al-2Cr-2Nb alloys produced by Electron Beam Powder Bed Fusion (PBF-EB/M). In this paper, we first explain a unique layered microstructure that is caused by the layer-by-layer process in PBF-EB/M. The mechanical properties of the alloy fabricated by PBF-EB/M can be controlled by varying an angle θ between building directions and stress loading direction. At room temperature, the tensile elongation at $\theta = 45^\circ$ is surprisingly larger than 2%, owing to the development of unique layered microstructure. These results suggested that the PBF-EB/M process enables not only the fabrication of complex shape TiAl products but also the further improvement of the mechanical properties associated with the formation of peculiar microstructure during this process.

Key Words: Additive Manufacturing, Electron Beam Powder Bed Fusion, TiAl, Microstructure, Mechanical Properties

1. 緒言

TiAl は γ 相と呼ばれる $L1_0$ 型の金属間化合物を指すが、一般的にはこの化合物単相のみを指し示すのみならず、TiAl ($L1_0$) / Ti₃Al ($D0_{19}$) の二相の化合物も含む合金の総称として使用されることが多い。本合金は、Ni 基超合金に対して比重が約半分、比強度が同等以上であるため、ガス温度が 750°C ~ 800°C の範囲で用いられる航空機エンジン部材の軽量化に大きく寄与すると考えられ、次世代の低圧タービン翼用の耐熱材料として大きな可能性を秘めている。本合金は 1990 年代に精力的に研究および開発がなされ^{1,4)}、その結果、現在では General Electric 社の GENx エンジンの低圧タービン翼として実用化に至っている⁵⁾。TiAl 製タービンブレードの製造には、ロストワックス法をはじめとする精密铸造法が用いられている。しかしながら、熔融した TiAl の湯流れや複雑形状の作製時に中子が必要であること、加えて TiAl は非常に活性な金属であるため、铸造時に

坩堝との反応により不純物の混入が生じるとともに、表面に酸化物が形成されやすい。このことから、本合金は铸造後、表面を切削する必要がある、製造コストがより上昇する。これらの理由より、高力学特性を有する TiAl 製低圧タービンブレードのより高効率な製造プロセスの開発が強く望まれている。

金属粉末を用いた金属積層造形法 (Additive manufacturing; AM) は近年新しい製造プロセスとして大きな注目を集めている。具体的には、3D-CAD データを 2D スライスデータへと変換し、これを基に敷き詰めた粉末 (粉末床) 上を電子ビームやレーザーなどの熱源を照射し、選択的に熔融・凝固させ、この上にさらに粉末床を作り、上記工程を繰り返すことで三次元造形体を製造するプロセスである。従来の画一的な製品を大量に製造するプロセスとは異なり、少量多品種の製品を迅速に製造することを得意としており、これまでに、チタン合金^{6,8)} やニッケル基超合金⁹⁾、ステンレス鋼¹⁰⁾ のみならず、ハイエントロピー合金¹¹⁾ などの構

* 新居浜工業高等専門学校 環境材料工学科 (〒 792-8580 愛媛県新居浜市八雲町 7-1)

Department of Environmental Materials Engineering, National Institute of Technology, Niihama College (7-1 Yagumo-cho, Niihama, Ehime 792-8580, Japan)

** 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)

*** 金属技術株式会社 (〒 164-8721 東京都中野区本町 1-32-2 ハーモニータワー 27F)

Metal Technology Co., Ltd (27F Harmony Tower, 1-32-2 Honcho, Nakano-Ku, Tokyo 164-1821, Japan)

**** 東京工業大学物質理工学院 材料系 (〒 152-8552 東京都目黒区大岡山 2-12-1-S8-8)

Department of Materials Science and Engineering, School of Materials and Chemical Technology, Tokyo Institute of Technology

(S8-8, 2-12-1 Ookayama, Meguro-ku, Tokyo 152-8552, Japan)

造用金属材料の開発がなされている。このように、本製造プロセスは、複雑形状の作製を得意とすることから、TiAlの精密鋳造における課題を解決するだけでなく、難加工材のTiAlを用いたタービンブレードの製造を実現できることが期待される。こうした背景から、我々の研究グループでは、電子ビーム粉末床溶融結合 (Electron Beam Powder Bed Fusion; EB-PBF, ISO規格ではPBF-EB/M)を用いた低圧タービン翼用TiAl合金の開発を進めてきた。この中で、我々の研究グループはPBF-EB/MをはじめとしたAM技術を造形体に複雑形状を付与するツールにとどめず、造形時における局所的な熱履歴や熱流方向を利用して、結晶方位や内部組織までも制御する、形状と材質の同時制御法を見出している¹²⁻¹⁴⁾。その一例として、PBF-EB/M特有の局所的な熱履歴を利用したduplex組織と γ bandが交互に並んだ特異組織の形成と、この特異組織に由来した鋳造TiAlの室温延性を大きく上回る室温延性の獲得に成功しており、本稿では、このことについて解説する。

2. 実験方法¹²⁾

すでに実用化されているTi-48Al-2Cr-2Nb合金を選択し、本合金のガスアトマイズ粉末 (Arcam EBM, Sweden, 平均粒径約100 μ m) を使用し、積層厚さ90 μ mにて、PBF-EB/M法 (Arcam社製A2X)を用いて直径10 mm長さ約90 mmの円柱状造形体を作製した (Fig. 1)。この際、造形方向と、円柱状造形体における長手方向とのなす角度 (θ) が0°、45°および90°となる三種類の造形体を作製した。本研究では、すべての実験をas-build状態で実施した。造形体の断面内部組織の観察に最適なサイズになるよう放電加工機を用いて切り出しを行い、その後、試料表面が鏡面となるまで、耐水研磨紙およびコロイダルシリカにて機械研磨を施した。さらに過塩素酸:n-ブチルアルコール:メチルアルコール=6:35:59 (vol.%) 溶液を用いて電解研磨した。さらにフッ酸:硝酸:水=2.5:4.5:250 (vol.%) 溶液を用いてエッチングを行い、光学顕微鏡観察を行った。評点間距離が5 mm、断面積が0.8×1.5 mmとなるような小型引張試験片を作製し、室温、真空下にて、ひずみ速度1.67×10⁻⁴ s⁻¹にて引張試験を実施した。荷重軸方位は円柱状造形体の長手方向とした。微細組織における硬さはナノインデントーション法により測定した。この際の最大荷重は29.4

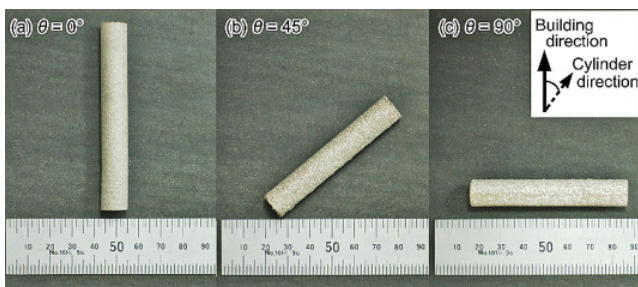


Fig. 1 Ti-48Al-2Cr-2Nb alloy specimen fabricated by PBF-EB/M.

mNとした。

3. 実験結果と考察¹²⁾

PBF-EB/Mによる造形体作製の際には、ビーム電流、走査速度、走査ピッチ等の造形パラメータを最適化する必要があり、一般的にエネルギー密度Eを用いたプロセスウィンドーによって最適化条件が模索される。

$$E = \frac{VI}{vp} \text{ [J/m}^2\text{]} \quad (1)$$

ここで、V[V]はビーム電圧、I[A]はビーム電流、v[m/s]は走査速度、p[m]は走査ピッチである。本研究では、まず50以上の条件下において造形体を試作することで、寸法誤差±0.2 mm以下、相対密度99%以上の健全な造形体作製に成功した。Fig. 2に造形体の断面写真を示すが、目視で確認できるような欠陥は存在せず、その健全性が確認できる。また、Table 1に示すように造形後の組成についてAl濃度が造形時の蒸発に伴い2 at%程度減少しているものの、それ以外の組成の変動は小さく、酸素濃度の増加もわずかなことから、TiAl造形においてPBF-EB/Mが適していることが確認できた。

Fig. 3に、それぞれ $\theta = 0^\circ, 45^\circ$ および 90° におけるTiAl造形体における断面組織写真を示す。いずれの造形角度 θ においても、造形方向 (Building direction) に対して、垂直に等軸粒がバンド状に連なる特異な組織が観察された。これをさらに詳細に理解するために、高倍率の組織写真も同図に示した。いずれの造形方向においても粒径の大きな γ 相からなるバンド状組織 (以後 γ bandと呼称する) と細かい結晶粒からなる組織 (duplex組織) の2つの領域によって全体の組織が構成されていることが確認できる。特筆すべきは、Fig. 4に示すようにいずれの造形体においても θ に依存することなく、造形方向における γ band領域幅と

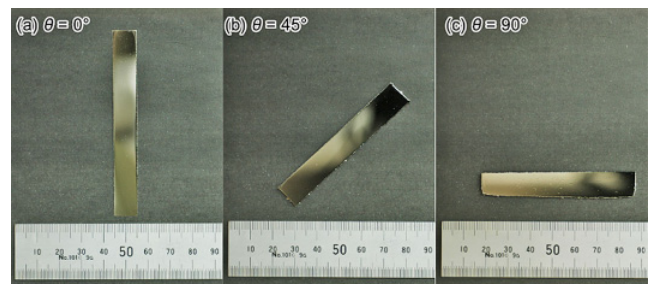


Fig. 2 Photograph of cross-section of cylinder specimens fabricated by PBF-EB/M¹²⁾.

Table 1 Chemical composition of the received powder and PBF-EB/M specimen¹²⁾.

	Elemental chemical composition						
	Ti	Al	Cr	Nb	C	O	N
(at.%)							
Powder as received	Bal.	48.6	1.74	1.95	0.032	0.193	0.008
Specimen as EBM	Bal.	46.3	1.72	2.10	0.049	0.215	0.020
(wt.%)							
Powder as received	Bal.	34.0	2.34	4.69	0.010	0.080	0.003
Specimen as EBM	Bal.	31.9	2.28	4.99	0.015	0.088	0.007

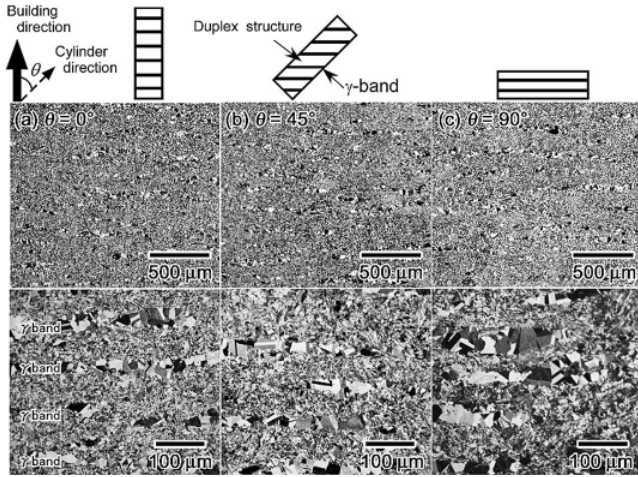


Fig. 3 Banded microstructure in the specimens built at $\theta = 0^\circ$, 45° and 90° ¹²⁾.

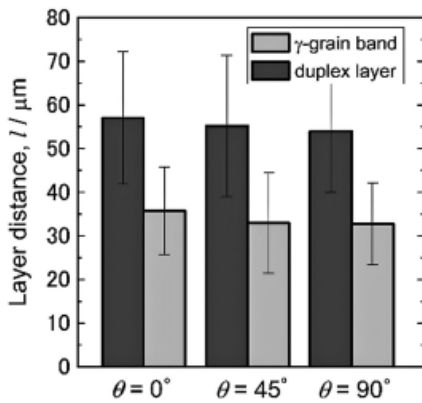


Fig. 4 Average thickness of layer of the duplex and the γ band¹²⁾.

duplex 組織領域幅の合計値は積層厚さ $90 \mu\text{m}$ に一致することである。以上の結果から、 γ band を含む特異組織形成において PBF-EB/M 特有のレイヤー毎に製造するプロセスが起因していることが示唆された。このことを理解するために上層の造形による熱影響が生じない $\theta = 0^\circ$ 造形体の最上層部に対する組織観察を行った。その結果を Fig. 5 に示す。最上層部から離れるにつれて、full lamellar 組織 (Fig. 5 (b))、near lamellar 組織 (Fig. 5 (c))、duplex 組織 (Fig. 5 (d)) ならびに near γ 組織 (γ band) (Fig. 5 (e)) が確認できた。Fig. 5 (f) に示す Ti-Al 二元系状態図におけるおおよそ (b) の温度域では full lamellar 組織、(c) では near lamellar 組織、(d) では duplex 組織、(e) では near γ 組織が形成される。すなわち、電子ビームによって粉末床が熔融・凝固する際に、熔融・凝固部からの距離に応じて、最高到達温度が減少し、この温度に対応した熱履歴によって微細組織が順次変化したグラデーション組織が形成されると考えられる。具体的には、Fig. 6 (1) に示すように、電子ビーム走査後には造形体の上端から下方に向かって順に full lamellar 組織、near lamellar 組織、duplex 組織、near γ 組織が形成される。次の段階として、グラデーション組織の上部に新たな粉末が 90

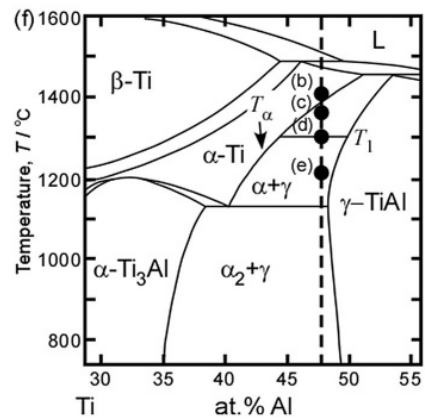
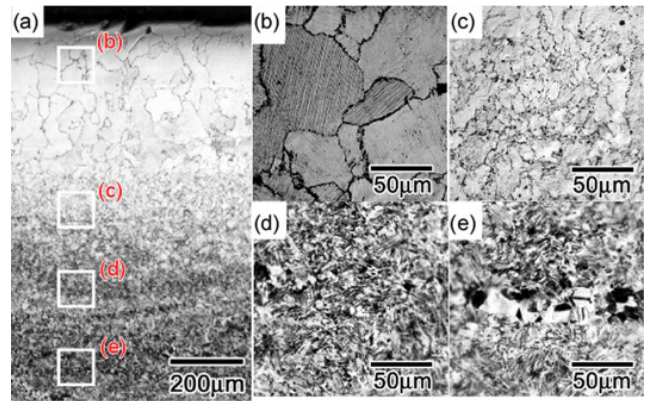


Fig. 5 Microstructure of the last several layers near the top surface. (b) - (e) are high magnification images corresponding to the white square regions in (a). (f) is Ti-Al phase diagram¹²⁾.

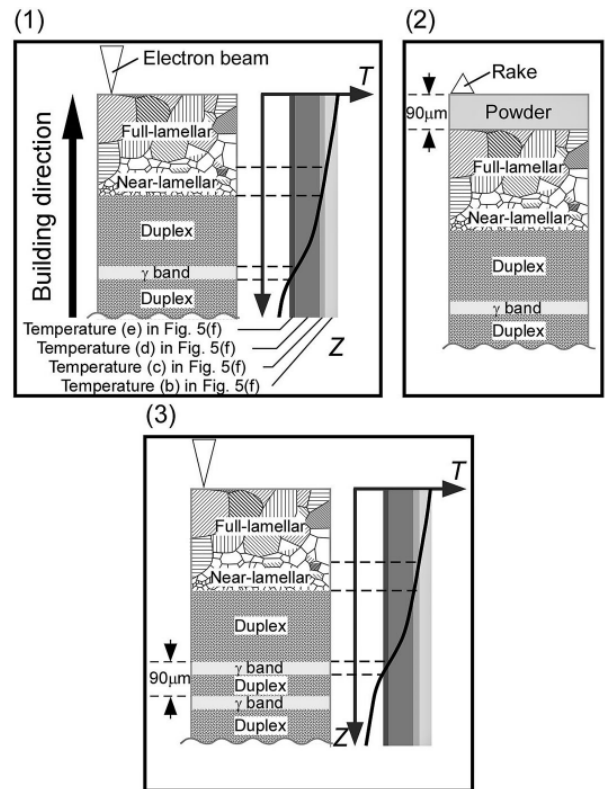


Fig. 6 Formation mechanism of the unique γ band microstructure¹²⁾.

μm 積層され (Fig. 6 (2))、再び電子ビームが照射されることで、上端から上書きされるようにグラデーション組織が新たに形成される (Fig. 6 (3))。

このとき、上端からの距離が大きい場所では熱源の影響が小さくなり、duplex 組織と near γ 組織が残留することとなる。以後、粉末積層と熔融プロセスが繰り返されることで、duplex 組織と near γ 組織 (γ band) が $90\ \mu\text{m}$ ごとに層状になった特異組織が形成される。すなわち、熔融池直下からの距離に依存して温度分布が存在し、これによって局所的に熱処理されることで形成されるグラデーション組織が γ band を含む特異組織形成の鍵となることが明らかとなった。一方で、PBF-EB/M 法に比べて熔融池直下における熱影響が小さなレーザービーム粉末床熔融結合 (Laser beam powder bed fusion; LB-PBF, ISO 規格では PBF-LB/M) 法では γ band に代表される特異組織は形成されないことが報告されている¹⁵⁾。

Fig. 6 に示した PBF-EB/M 特有の局所的な熱履歴を利用した duplex 組織と γ band が交互に並んだ特異組織の形成は PBF-EB/M 特有のものであり、学術的に興味深いといえ、加えて、本組織形成は力学特性の向上にも大きく寄与していることを確認している。Fig. 7 に、 $\theta = 0^\circ, 45^\circ$ および 90° の試料における室温での引張試験の結果を示す。 $\theta = 45^\circ$ 試料が若干低い値を示すものの、全ての試料において降伏応力 $550\ \text{MPa}$ 以上を示す。

その一方で、室温延性は強い θ 依存性を示し、 $\theta = 0^\circ$ では 1% 程度であるのに対し、 $\theta = 45^\circ$ では 2.5% 以上もの伸びが得られた。PBF-EB/M によって形成された特異組織において、ナノインデンテーション硬さを測定したところ、粒径の大きな γ band の方が低い値を示した。このことは $\theta = 45^\circ$ 試料ではソフトな γ band が最大せん断応力面と平行になり、Fig. 8 のように変形を担うことで、室温延性が大きく向上することが結論づけられた。TiAl の casting 材の室温延性は一般的に 1% であることを考慮すると γ band を含む特異組織形成によって飛躍的な室温延性の改善に成功したといえる。タービン翼をはじめとした TiAl の実用化への最大のボトルネックは室温延性の乏しさであることを考慮すると、本稿で紹介した γ band に代表される PBF-EB/M 法による形状と材質の同時制御法によって TiAl の新しい視点での組織制御法を提案できたことは大きな成果といえ、所望の力学特性を向上させる手法として今後さらなる展開が期待できる。

4. 結言

本稿では、PBF-EB/M 法により造形した Ti-48Al-2Cr-2Nb 合金の室温延性におよぼす特異組織の影響について解説した。PBF-EB/M 法に代表される AM 技術はこれまでにない形状と微細組織の同時制御を可能とし、他のプロセスでは実現できない材料創製ツールとしての可能性を秘めており、今後の材料開発に大きく寄与すると考えられる。

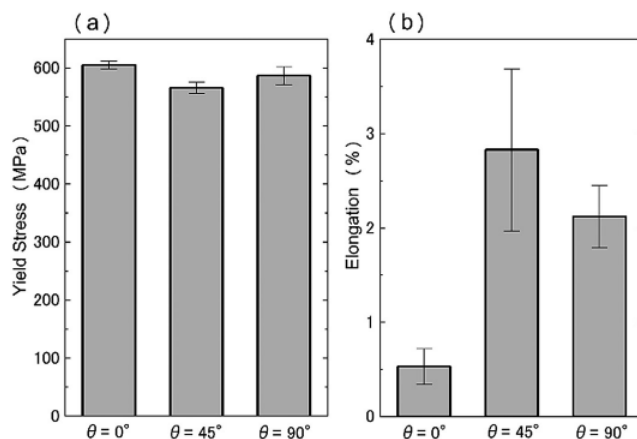


Fig. 7 The θ dependence of mechanical properties at room temperature¹²⁾.

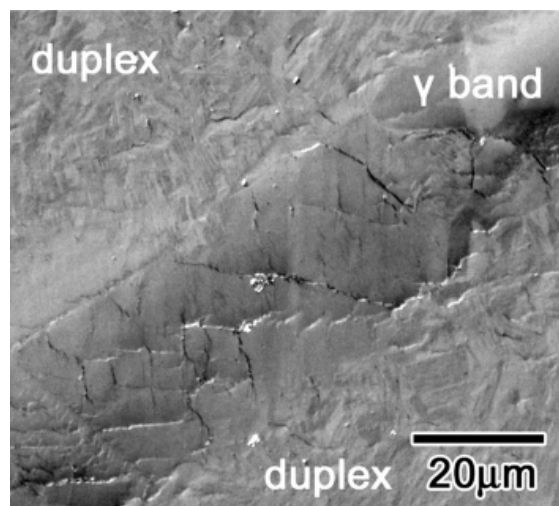


Fig. 8 Micrograph of $\theta = 45^\circ$ specimen after tensile test at room temperature.

謝辞

本研究の一部は、戦略的イノベーション創造プログラム (SIP) 革新的構造材料 (JST) のもとで行われた。さらに研究遂行に当たって、大阪大学大学院工学研究科生の Tianqui Liu 氏にご協力頂いた。ここに記して謝意を表する。

参考文献

- 1) Y.-W. Kim: "Ordered intermetallics alloys, part III: "Gamma titanium aluminides", JOM **46** (1994) 30-39.
- 2) Y.-W. Kim, D. M. Dimiduk and M. H. Loretto: "Gamma titanium aluminides 1999", TMS, Warrendale, PA, 1999.
- 3) F. Appel, J. D. H. Paul and M. Oehring: Gamma Titanium Aluminide Alloys", Wiley-VCH, Singapore, 2011.
- 4) X. Wu: "Review of alloy and process development of TiAl alloys", Intermetallics **14** (2006) 1114-1122.
- 5) B. P. Bewlay, S. Nag, A. Suzuki and M. J. Weimer: "TiAl alloys in commercial aircraft engines", Mater. High Temp. **3409** (2016) 1-11.
- 6) 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”, *Scripta Mater.* **132** (2017) 34-38.
- 7) N. Ikeo, H. Fukuda, A. Matsugaki, T. Inoue, A. Serizawa, T. Matsuzaka, T. Ishimoto, R. Ozasa, O. Gokcekaya and T. Nakano: “3D Puzzle in Cube Pattern for Anisotropic/Isotropic Mechanical Control of Structure Fabricated by Metal Additive Manufacturing”, *Crystals* **11** (2021) 959.
- 8) T. Nagase, T. Hori, M. Todai, S.-H. Sun and T. Nakano: “Additive manufacturing of dense components in beta-titanium alloys with crystallographic texture from a mixture of pure metallic element powders”, *Mater. Des.* **173** (2019) 107771.
- 9) O. Gokcekaya, T. Ishimoto, S. Hibino, J. Yasutomo, 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.
- 10) S. H. Sun, T. Ishimoto, K. Hagihara, Y. Tsutsumi, T. Hanawa and T. Nakano: “Excellent mechanical and corrosion properties of austenitic stainless steel with a unique crystallographic lamellar microstructure via selective laser melting”, *Scripta Mater.* **159** (2019) 89-93.
- 11) T. Ishimoto, R. Ozasa, K. Nakano, M. Weinmann, C. Schnitter, M. Stenzel, A. Matsugaki, T. Nagase, T. Matsuzaka, M. Todai, H.S. Kim, and T. Nakano: “Sevelopment of TiNbTaZrMo bio-high entropy alloy (BioHEA) super-solid solution by selective laser melting, and its improved mechanical property and biocompatibility”, *Scripta Mater.* **194** (2021) 113658.
- 12) 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 mechanical properties of Ti-48Al-2Cr-2Nb alloy additively manufactured by electron beam melting”, *Additive Manufacturing* **13** (2017) 61-70.
- 13) K. Cho, R. Kobayashi, J.Y. Oh, H.Y. Yasuda, M. Todai, T. Nakano, A. Ikeda, M. Ueda and M. Takeyama: “Fatigue behavior of Ti-48Al-2Cr-2Nb alloys with unique layered microstructure fabricated by electron beam melting”, *Intermetallics* **95** (2018) 1-10.
- 14) K. Cho, R. Kobayashi, H.Y. Yasuda, M. Todai, M. Ueda, M. Takeyama and T. Nakano: “Influence of input energy density on morphology of unique layered microstructure of γ -TiAl alloys fabricated by electron beam powder bed fusion”, *Mater. Trans.* **64** (2023) 44-49.
- 15) K. Mizuta, Y. Hijikata, T. Fujii, K. Gokan and K. Kakehi: “Characterization of Ti-48Al-2Cr-2Nb built by selective laser melting”, *Scripta Mater.* **203** (2021) 114107.

代表者メールアドレス

當代光陽 m.todai@niihama-nct.ac.jp