

## 受賞記念講演:第 59 回研究功績賞(2020 年度)

# 金属三次元積層造形をはじめとする粉体粉末冶金学を基軸にした 異方性材料組織制御に関する研究開発

中野 貴由\*

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 吹田市山田丘 2-1.

# Control of Anisotropies in Microstructure and Mechanical Properties via Metal Additive Manufacturing-Based Powder Metallurgy

Takayoshi NAKANO\*

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

Received April 30, 2024; Revised May 28, 2024; Accepted June 12, 2024; J-STAGE Advance Published date: June 21, 2024

## ABSTRACT

Recently, metal additive manufacturing (AM) has enabled a wide range of control over metallurgical structures. Originally, the unique manufacturing method of stacking tiny melted sections to fabricate products with complex shapes with high precision provided geometrically defined solidification units with specific solidification directions and steep cooling, which in turn enabled the control of the metallurgical microstructure. This article describes the work of the author's research group on crystallographic texture control via laser powder bed fusion (LPBF), including (1) the influence of powder properties on the formation of dense products, which is essential for crystallographic texture formation; (2) the influence of melt pool shape and crystallographic characteristics of the materials on single crystal formation and determination of crystal orientation; and (3) the success of "Alloy Design" for a highly functional single crystalline bio-high-entropy alloy (BioHEA) considering specific solidification fields under LPBF.

## KEY WORDS

1

additive manufacturing, powder bed fusion, crystallographic texture

### 諸 言

Additive Manufacturing (AM) の基本概念<sup>1)</sup>は材料を2次元 面内で結合・接合することで3次元物体を作製する方法であ る.この概念が発表されてから40余年,オバマ元大統領は 2013年の一般教書演説にて,3Dプリンタが製造分野でのイ ノベーションを創出することを示唆したが,それから10年 以上が経過した現在でも,AMに対する学術界,産業界での 関心は高揚し続けている.AMに関する学術論文出版数は 年々増加し (Fig. 1,赤グラフ),AMに関する学会や研究会 が世界各国で設立され,展示会や国際会議が開催されてい る.近年ではAMは南米やASEAN諸国にも急速にマーケッ トを拡大している.

\* Corresponding author, E-mail: nakano@mat.eng.osaka-u.ac.jp 本論文は CC BY-NC-ND ライセンスによって許諾されています. ライセンスの内容を知りたい方は, https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/deed.ja でご確認ください.

14000 Number of published academic articles 11 AM-related 12000 AM+Texture-related 10000 8000 6000 4000 2000 n 2016 2018 2019 2012 2013 2014 2015 2017 2020 2021 2022 2023 01

Fig. 1 Change in the numbers of publications on AM and, among them, that on texture. In Scopus (2024.4.13), we searched for publications containing "additive manufacturing" in the title, abstract, and keywords for the former, and "additive manufacturing" AND texture OR orientation for the latter. The numbers at the top indicate the percentage of publications on texture. 金属 AM は,航空宇宙,自動車,エネルギー,化学,医療・ ヘルスケア,民生品といった幅広い産業での適用が期待され ている.トポロジー最適化技術とのコンビネーションによ り,複雑形状の製造,構造の自在なカスタム化,特定の力学 的環境下での要求強度を維持しながらの大幅な軽量化など, 従来の Subtraction Manufacturing においては困難とされてき た多くの課題の克服が可能となり,カーボンニュートラル社 会実現の観点からも,その社会実装の意義と期待は大きい.

AM, とりわけ, 微細な粉末を出発原料とする粉末床溶融 結合(Powder Bed Fusion: PBF)法は元来,複雑三次元形状 を高精度に作製するために開発された技術である.しかしな がら,近年では形状よりもむしろ,金属の「材質」の重要性 が認識され始めている.例えば,超急速溶融・凝固,レイ ヤーバイレイヤーでの製造,熱・残留応力の発生といった AM 固有に発生する種々の状況に対応し,最適化された合金 を設計する「Alloy Design for AM」は,今後の AM による材 質制御の大きな流れとなっていくものと期待される<sup>2)</sup>.

一方で当研究グループでは、金属の材質特性として、早く から異方性材料組織(結晶集合組織)に着目し、その人為的 制御を目指してこれまで研究を進めてきた、2017年に単結 晶様の高配向化した組織形成と、熱源のスキャンストラテ ジーによる配向方位の制御に成功<sup>3,4)</sup>して以来、種々の金属・ 合金系において結晶集合組織とそれに基づく力学特性制御を 実現してきた<sup>5,6)</sup>.同時に、近年のAM関連論文に占める結晶 集合組織に関する論文の割合は上昇傾向を示し、2023年に は11%に達している、今や、結晶集合組織制御は、AMにお ける最も重要でホットな研究対象の1つと言っても過言では ない. 本稿では、当研究グループにおけるこれまでの成果を中 心に、金属AM、特に粉末を用いたプロセスとしてのレーザ PBF(LPBF)による結晶集合組織制御について、① 結晶集 合組織形成に必須の緻密な造形体の形成における粉末特性 の影響、② 単結晶形成と結晶配向方位に対する溶融池形状 や結晶学的因子の影響、③ LPBF での単結晶形成を目的とし た生体用ハイエントロピー合金(BioHEA)に対する"Alloy Design"の成功例について紹介する.

#### 2 積層造形体の品質に対する粉末特性の重要性

異方性材料組織,すなわち,結晶集合組織は,隣接するト ラック間および,上下層間でのエピタキシャル成長に基づき 形成される.したがって,結晶集合組織制御のためには,前 提として,緻密な造形体を得ることが不可欠である.出発材 料としての粉末の特性は,種々の粉末冶金的手法と同様に<sup>7,8)</sup>, PBF 法においても,プロセス性能と造形体品質を左右する<sup>9</sup>. とりわけ,難造形性の材料においては,粉末特性が造形体品 質に顕著な影響を与える.

タングステンは、その非常に高い融点(3422°C)と熱伝導 率、融体の高い粘性のため、Ballingをともないながら急速 に凝固する<sup>10)</sup>. さらに、低温での粒界脆化のため、粒界での 亀裂を生じることから、PBF 法で造形することが非常に困難 な材料の1つである<sup>11)</sup>. Fig. 2 には、破砕法、ガスアトマイ ズ法、プラズマアトマイズ法で作製した粉末の SEM 画像と、 レーザ回折法で解析した粒径分布を示す. 破砕粉末粒子は多 角形であり凝集して二次粒を形成しているのに対し、アトマ イズ粉末粒子は球形を示し、とりわけプラズマアトマイズ粉 末粒子は真球に近くほとんどサテライト粒子が存在しない<sup>12)</sup>.



Fig. 2 Morphology of (a) crushed, (b) gas-atomized, and (c) plasma-atomized tungsten powders and (d) particle size distributions. Adapted with modifications from reference 12) published under CC-BY-4.0 license.

1.10

32.4

25.5

2.21

published under CC-BY-4.0 license.			
Measured characteristic	Crushed	Gas-atomized	Plasma-atomized
D10 (µm)	4.5	4.1	17.7
D50 (µm)	10.7	8.3	27.4
D90 (µm)	24.6	16.5	41.8
Bulk density (g/mL)	3.61	7.50	13.64
Tapped density (g/mL)	4.84	9.09	15.00

1.21

47.9

40.4

2.99

1.34

59.3

41.3

4.25

Hauser ratio

Avalanche angle (deg.)

Rest angle (deg.)

Surface fractal

Table 1Characterization of crushed, gas-atomized, and plasma-atomized<br/>tungsten powders in terms of size distribution, density, and<br/>flowability. Adapted with modifications from reference 12)<br/>published under CC-BY-4.0 license.

粉末の粒径,密度,流動性に関する解析結果(Table 1)よ り、プラズマアトマイズ粉末は高密度かつ流動性に優れる (Hauser 比=タップ密度/バルク密度が1に近く,崩落角や 安息角,表面フラクタルが小さい)ことが理解される.すな わち,プラズマアトマイズ粉末は,高密度かつ均一な粉末床 を形成することができる<sup>12)</sup>.

Fig. 3には、3種類のタングステン粉末を用いて作製した 造形体の相対密度の、レーザエネルギー密度依存性と、レー ザエネルギー密度 375 J/mm<sup>3</sup>(レーザ出力 360 W, 走査速度 600 mm/s, ハッチ間隔 0.08 mm, 積層厚さ 0.02 mm)におけ る造形体断面の SEM 画像,ならびにビッカース硬度を示す. 造形体の緻密度は明らかに粉末特性に依存し、プラズマアト マイズ粉末で常に最高密度を示した.粉砕粉末では、低い粉 末床密度に起因するマクロな欠陥が認められ、低硬度を示し た.一方,アトマイズ粉末においては、マクロな欠陥はほと んど存在しないものの、造形方向(BD)に平行なクラック が形成しており、緻密化が阻害されている<sup>12)</sup>. Fig.4に示す ように, 造形方向に平行なクラックは, 溶融池中央部にて 造形方向に伸展する <100>//BD 結晶粒の両側の高角度粒界に 由来する. このような造形方向に伸展する <100>//BD 結晶粒 は, SUS316L ステンレス鋼<sup>13-15)</sup> やニッケル基合金<sup>16,17)</sup> におい てもその形成が報告されており、溶融池底部の曲率半径が大 きく下向きの熱流が安定化する場合に形成されることが示さ れている<sup>16</sup>. こうした <100>//BD 結晶粒とそれにともなう粒 界の形成は、延性に優れる合金であれば強化に寄与する<sup>13,16)</sup> 一方で、タングステンのように粒界での顕著な脆性を示す材 料の場合は亀裂形成の起点となることから、<100>//BD 結晶 粒の形成を回避する必要がある.

以上のように,粉末の密度や流動性は造形体の緻密度や力 学特性といった品質に直結する.現在,造形体の品質向上に 向けた粉末開発が,精力的に進められている<sup>18</sup>.

## 3 PBF 法による結晶集合組織(異方性材料組織)制御 結晶集合組織(結晶方位の分布,集積度)制御は,強度, 延性,ヤング率,耐摩耗性等の機械的特性や,磁性,耐食性 等の機能的特性を支配する重要な金属学的因子である.した がって,結晶集合組織を緻密に制御することで,異方性に基 づいた構造物の高機能化が可能となる<sup>19</sup>.結晶集合組織の制

御には、等方的な特性を得るためのランダムな多結晶化と、



Fig. 3 Product quality dependent on powder properties. (a) Relative densities of as-built tungsten as a function of laser energy density, and (b-d) electron microscopy images with Vickers hardness of as-built products at laser energy density of 375 J/mm<sup>3</sup>. Adapted with modifications from reference 12) published under CC-BY-4.0 license.



Fig. 4 SEM image and the corresponding IPF map showing the morphologies of melt-pools and grains observed on the y-z plane in the product fabricated using the atomized powder. <100>//BD-oriented grains occur on the center bottom of the melt-pool, with cracks on both sides (large angle grain boundaries).

異方的な特性を得るための単結晶化もしくは繊維状集合組織 (柱状晶)形成という2つの方向性がある.これらを,要求 に合わせて自在に制御していくことが高機能材料創製には不 可欠であり,AMこそがそれを実現するための強力なキラー アプリとなることが近年示されつつある.

結晶集合組織の発達は,溶融池での凝固条件(固液界面の 温度勾配,固液界面の移動速度),溶融池形状とそれにとも なう熱流方向といったプロセス条件にともなう凝固挙動に加 えて,結晶成長の優先方向やその多重度や対称性といった材 料そのものの結晶学的特徴の重畳によって支配される.本節 では,LPBFにおける凝固条件,溶融池性状,材料の結晶学 的特徴に依存した結晶集合組織の発達について紹介する. 3.1 凝固条件に依存した単結晶 – 多結晶形成

一般に、単結晶の形成のためには固液界面での温度勾配G を大きく、固液界面移動速度Rを小さくすることで組成的過 冷却の発生を抑制し、柱状-等軸遷移(Columnar-Equiaxed Transition: CET)線の外側に凝固条件を制御する.LPBFに おいては、最近のデジタルツイン工学によるシミュレーショ ンにおいて、凝固条件がCET線付近に位置することが予測 されている<sup>20,21)</sup>.すなわち、造形時のレーザ条件(レーザ出 力Pや走査速度v)によって凝固条件を緻密に制御すること で、単結晶、多結晶を作り分けることが可能である.

Fig. 5 には, β型チタン合金における, 単結晶と多結晶の形 成ならびに, その際のレーザ条件と凝固条件の関係を示す<sup>22)</sup>. 条件 A は条件 B と比較して, 高出力・低速度の高エネルギー 密度条件である. 単結晶様組織が形成された条件 A での *G-R* の分布は, 多結晶組織が形成した条件 B でのそれより低*R* 側に位置し, 相対的に平滑界面成長が実現されやすい凝固条 件であることが理解される. *P*, vの変化が *G*, *R*に与える影 響について, 温度場シミュレーションと統計学的手法を用い て解析すると, *P*およびvは, それぞれ*R*に対して負および 正の影響を示し, *G*に対する顕著な影響はなかった<sup>22)</sup>.

以上より,結晶集合組織はレーザ出力と走査速度によって 制御可能であり,単結晶様の強配向化組織には,適度に高い レーザ出力と低い走査速度が,多結晶組織にはその逆のレー



Fig. 5 Single crystalline-like and polycrystalline texture formation depending on solidification condition which is further determined by laser condition in LPBF. Condition A: 360 W and 1200 mm/s; Condition B: 180 W and 1400 mm/s. Adapted with modifications from reference 22) published under CC-BY-4.0 license.

ザ条件が,それぞれ必要となる.CET線の位置は,固相線 - 液相線温度差や核生成密度といった材料固有の特性によっ て材料ごとに異なるが,レーザ条件と単結晶-多結晶形成の 傾向は種々の金属材料において一致する<sup>14-17)</sup>.レーザ条件を 単結晶形成可能な範囲に調整すると,以下に示すように,溶 融池性状や材料種に依存した結晶集合組織形成が可能となる. 3.2 立方晶金属における結晶集合組織形成

結晶集合組織形成挙動は、材料の結晶学的特徴によって大 きく異なる.BCC構造やFCC構造を有する立方晶系金属に おいては、凝固過程における優先成長方向は、一般に <100> に平行であることが知られている。PBF においては、急冷に 基づき、<100>に伸展した柱状セル組織もしくは2次デンド ライトアームの発達しないデンドライト組織が発達する. AM における溶融池内の凝固過程については、エピタキシャ ル成長の影響が無視できる場合、柱状セル(その伸長方向は 一般的に <100> に平行) は溶融池の接線方向に対して垂直な 熱流方向に平行に成長する傾向がある<sup>23,24)</sup>.しかしながら実 際には、下層および隣接する凝固部からのエピタキシャル成 長を生じることから<sup>25)</sup>,優先成長方向と溶融池形状(熱流方 向)および凝固部での結晶方位の兼ね合いによって最終的な 結晶集合組織.優先配向方向が決定される20.言い換えれば、 これらの幾何学的関係を人為的に調整することで、単結晶や 繊維状集合組織、さらにはその配向方位を制御することが可 能であり、熱源のスキャンストラテジー(層ごとの熱源走査 方向の組み合わせ)はそのための代表的なパラメータの1つ である<sup>3,4,27)</sup>.

Fig. 6には、βチタン合金およびタングステンにおける LPBF 造形体の結晶集合組織のスキャンストラテジー依存性 を、Inverse Pole Figure (IPF) マップと {100} 極点図にて示  $j^{4,28}$ . βチタン合金のLPBF 造形ではスキャンストラテジー に依存して配向方向が変化し、スキャンストラテジーXでは {110}<sub>z</sub><100><sub>x</sub>、スキャンストラテジーXYでは {100}<sub>z</sub><100><sub>x</sub> なる集合組織が形成する.一方、タングステンにおいては、 βチタン合金同様に立方晶系金属であるが、配向方位はスキャ ンストラテジーに依存せず、{100}<sub>z</sub><110><sub>x</sub>配向が形成する.



Fig. 6 Variation of crystallographic texture formation in LPBF depending on material (Ti alloy or tungsten) and scanning strategy (X or XY). Adapted with modifications from references 4,28) published under CC-BY-4.0 license.



Fig. 7 The melt pool shape, the plane in which solidification occurs, and <100> growth directions in that plane in Ti alloy and tungsten. Adapted with modifications from references 4,28) published under CC-BY-4.0 license.

こうした配向方位の差異が生じる要因について,溶融池形状の観点から考察する.βチタン合金では溶融池は長いテー ル(尾)を有し,一方,タングステンではテールはほとんど 形成されず半球状の溶融池を呈する<sup>28)</sup>.この溶融池形状の差 異は,両材料間の大きな融点と熱伝導率の違いに基づく.そ の結果,βチタン合金では凝固(結晶成長)がレーザ走査方 向に垂直な yz 面内にて生じる.Fig.7 (a, b)には,スキャン ストラテジーX ならびに XY にて作製された造形体の yz 断 面での化学腐食後の光学顕微鏡画像を示す.溶融池形状とセ ル組織が観察されるのは,凝固偏析のためである<sup>29)</sup>.溶融池 の左右でセルの伸長方向が異なり,それぞれ造形方向に対し

Advanced Publication by J-STAGE

て約±45°の角度を有し、溶融池の中央で左右の固液界面が 約90°の角度関係で会合する(会合界面を白矢印で挟んで示 す). その結果,溶融池中央部にて角度差 (misorientation)の 小さな結晶粒界がおおよそ xz 面内に存在している. つまり, LPBF において結晶方位は、溶融池中央部の会合界面での結 晶方位差が小さくなるよう、すなわち界面エネルギーの低減 を駆動力として自己調整される.結果として、{110}<sub>z</sub><100><sub>x</sub> が安定し、この方位は、隣接するもしくは次層の溶融池へと、 side-branching (Fig. 7 (a, b) の●で示したように, 溶融池境界 において、セルが成長方向を90°変えながらも結晶方位を保 ちつつ凝固が生じること25) しながらエピタキシャル成長が 可能となる.スキャンストラテジーXYでは、レーザ走査方 向がx方向(溶融池内では<100>//x, <011>//yが安定方位) からy方向(<100>//y, <011>//xが安定方位)へと交互に変 わることで、レーザ走査方向において凝固部での <100> と前 層の <011> が競合する. <100> の成長速度が <011> より大き いため<sup>30)</sup>, <011>が淘汰され, 2つの走査方向(x, y方向)に <100>が配向し、二次的にz方向に<100>が配向することで、 {001},<100>,なる結晶集合組織が安定化する.結晶集合組織 の積層中での安定化過程では、スキャンストラテジーXの場合 と同様に、溶融池の横断面内での固液界面の会合部における結 晶方位差の低減を駆動力とした結晶方位の調整がなされている.

タングステンの半球状の溶融池においては、凝固がxy面 内にて生じることがわかっている<sup>28)</sup>.純金属では偏析が生じ ないため、セルや溶融池形状の直接観察ができないが、結晶 粒形状と温度場シミュレーションから凝固方向が推定可能で ある.スキャンストラテジーXは、Fig.7(c)に示すように、 xy面内でレーザ走査方向に対して±45°方向への<100>成長 が生じ、中央部の会合界面を形成することで、{100}<sub>z</sub><110><sub>x</sub> なる結晶集合組織が形成する.この場合、スキャンストラテ ジーXYにおいても、Fig.7(d)に示すように、下層での結晶 方位との格子対応が可能であり、両スキャンストラテジー間

{0001} {1010}  $\{11\overline{2}0\}$ Pole figure Pole figure Pole figure Scan strategy\_X (d) (a) 0001 1120 1010 (b) Scan strategy\_XY (e) Scan strategy\_Rot (f) (c)

Fig. 8 LPBF scan strategy dependent crystallographic texture formation behavior in hexagonal NbSi<sub>2</sub>. Adapted with modifications from reference 34) published under CC-BY-4.0 license.

で配向方向の変化を生じない<sup>28)</sup>.

今回の例では,溶融池形状は金属種の物性によって変化したが,レーザ走査条件や熱源のエネルギー分布によっても溶融池形状と結果としての集合組織は可変である<sup>31-33</sup>.

3.3 六方晶系の結晶構造を有する材料における結晶集合組織 形成

六方晶系の結晶構造を持つ材料においては、立方晶の場合 とは全く異なる結晶集合組織を示す.Fig.8には、六方晶系 C40構造を有するNbSi<sub>2</sub>における集合組織のスキャンストラ テジー依存性を示す<sup>34)</sup>.本合金の優先成長方向は <0001>で ある.立方晶系の <100>の多重度が正負を区別しなければ 3であるのに対し、六方晶における <0001> は多重度が1で あり、低対称性である.すなわち、<0001> 周りの結晶方位 は決定されず任意となり、単結晶様組織は形成されず、造 形方向と平行に <0001> 配向した繊維状集合組織を呈する. <0001> 周り(造形方向周り)の結晶方位がは決定されない ため、スキャンストラテジーに依存せず同様の結晶集合組織 が発達する<sup>34)</sup>.ただし、六方晶系の場合でも、対称性を考慮 した特殊なスキャンストラテジーの適用により、単結晶様組 織の形成に成功している<sup>35)</sup>.

本節の最後に,立方晶系,六方晶系の場合の結晶集合組織 形成挙動をまとめて Fig.9 に示す.

## 4 Alloy Design for LPBF~単結晶 BioHEAの創製~

AMは、微小な溶融池を単位とした超急冷や再加熱といった特異な熱履歴により、既存合金にて、従来法では得られなかった新たな微細組織や機能性を実現している<sup>16,36,37)</sup>. 今後は、AMの特徴に合わせ、さらに最大限活用した合金設計により、新奇な機能性を生み出すための研究開発が推進されていくものと考えられる<sup>2)</sup>.

当研究グループでは、新たな骨生体用金属材料として、

BCC 構 造 を 有 す る 5 元 系 (TiZr)<sub>30.43</sub>(NbTaMo)<sub>13.04</sub> BioHEA を 創製した<sup>38,39)</sup>. 鋳造では避けることのできない偏析を抑制し (Fig. 10 (b)) 固溶強化を最大化するために, LPBF の超急冷 を活用することで, 超高強度かつ生体適合性の良好な生体用 金属材料を得た<sup>40)</sup>. しかしながら, 骨に用いる材料として不 可欠な低ヤング率化を図る必要があった.

低ヤング率化に向け、(a)価電子帯に含まれる1原子あた りの全電子数(VEC)の低減.(b)単結晶化によるヤング率 異方性化(<100>での低ヤング率化)の同時の達成を目指し た<sup>41)</sup>.(b)単結晶化については。前述の5元系合金において は達成されていない (Fig. 10 (d)). これは、LPBFの超急冷 下においても偏析が完全には抑制できず、微細ではあるもの のデンドライトが形成され (Fig. 10 (c)), 高融点のデンドラ イト部が溶融池底部で溶け残ることで不均質核生成サイトと なり, 等軸粒を生成することで (Fig. 10 (d)) 単結晶形成に 不可欠な溶融池間のエピタキシャル成長を阻害したためであ る<sup>40)</sup>. これを回避するため、固液共存領域の温度幅ΔTなら びに平衡分配係数の1からの偏倚を低減し(Fig. 10 (e)), 偏 析傾向の抑制を図りつつ, (a) の条件も満たす組成として, 6 元系 (TiZrHf)<sub>28.33</sub>(NbTa)<sub>6.74</sub>Mo<sub>1.55</sub> を設計した<sup>41)</sup>. ΔT は約 400 K から50Kへと、VECは4.52から4.17へと、いずれも大幅に 低減した. その結果, Fig. 10 (h) に示すように, 多元系にも かかわらず、偏析にともなう溶融池境界部での等軸粒の形成 は生じず,スキャンストラテジーXYにおいてFig.6で示し たβ型チタン合金と同様の {100}<sub>2</sub><100><sub>x</sub>単結晶様組織を得る ことに成功した. LPBF で作製された単結晶 BioHEA は、鋳 造材の約1.4倍の1350 MPaを超える降伏強度と90 GPaを下 回る低ヤング率, さらには純Tiと同等の生体適合性を示し た<sup>41)</sup>. 複数の機能性を併せ持つ有用な金属バイオマテリアル が得られた.本成果は、LPBFの特異性を生かした高機能材 料創製の好例といえる.



Fig. 9 Relationship among crystal structure, preferential growth direction, and texture formation under scan strategy X and XY in LPBF. Adapted with modifications from reference 34) published under CC-BY-4.0 license.



Fig. 10 Alloy design for the creation of single-crystalline BioHEA. (a-d) Alloy with segregation and failed single crystal formation. (e-h) BioHEA that succeeded in forming a single crystal-like microstructure as a result of suppressing segregation via alloy composition design. Adapted with modifications from reference 40,41) published under CC-BY-4.0 license.

## 5 結

言

本稿では、金属 AM、とりわけ LPBF による異方性材料組 織制御について、最近の成果を紹介した.これまで、広範な 材料において種々の結晶集合組織形成が報告されてきたが、 この人為的かつ自在な制御法は未だ十分に確立されていると は言えない.とりわけ、固相 – 固相間変態を生じる材料、 例えば Ti-6Al-4V のような α 相を含む Ti 合金<sup>42)</sup> や TiAl<sup>43)</sup>、マ ルテンサイト系ステンレス鋼<sup>44)</sup>等における結晶集合組織制御 は、凝固時の結晶方位制御に加えて、相変態時のバリアント の選択性を限定する必要があり、挑戦的な課題である.一方 で、結晶配向が機能性に直結する材料やそれからなる製品 は、金属、セラミックス、高分子に関わらず多数存在するこ とから、異方性組織制御は今後の AM に関する研究開発の主 要な指針になるものと考えられ、形状に加えた材質制御の立 場からの設計がますます重要になる.

### 謝 辞

本稿で紹介した研究成果の一部は,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』(ナノ力学)(研究総括:伊藤耕三)「カスタ ム力学機能制御学の構築~階層化異方性骨組織に学ぶ~」 (JPMJCR2194)の支援を受けて実施された.

## 文 献

- 1) H. Kodama: Rev. Sci. Instrum., **52** (1981) 1770-1773.
- A. T. Clare, R. S. Mishra, M. Merklein, H. Tan, I. Todd, L. Chechik, J. Li, M. Bambach: J. Mater. Proc. Technol., 299 (2022) 117358.
- S.-H. Sun, K. Hagihara, T. Nakano: Mater. Des., 140 (2017) 307-316.
- T. Ishimoto, K. Hagihara, K. Hisamoto, S.-H. Sun, T. Nakano: Scr. Mater., 132 (2017) 34-38.
- T. Ishimoto, T. Nakano: J. Jpn. Inst. Light Metals, 72 (2022) 327-333.
- T. Nakano, T. Ishimoto, A. Matsugaki, R. Ozasa, O. Gokcekaya, H. Y. Yasuda, K. Cho, Y. Koizumi, M. Okugawa, M. Yoshiya, S. Fujii, M. Tane, E. Mioshi, S. Higashino: Materia, 63 (2024) 36-41.
- H. Nakayama, K. Yamagami, H. Kyogoku, S. Komatsu: J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, 44 (1997) 427-431.
- K. Shinagawa: J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, 66 (2019) 387.
- S. Vock, B. Klöden, A. Kirchner, T. Weißgärber, B. Kieback: Prog. Addit. Manuf., 4 (2019) 383-397.
- X. Zhou, X. Liu, D. Zhang, Z. Shen, W. Liu: J. Mater. Proc. Technol., 222 (2015) 33-42.
- K.-L. Li, J.-H. Chen, C.-C. Zhao, Z.-J. Shen, W. Liu: Tungsten, 3 (2021) 218-233.
- O. Gokcekaya, T. Ishimoto, T. Todo, P. Wang, N. Takayoshi: Addit. Manuf. Lett., 1 (2021) 100016.

- S.-H. Sun, T. Ishimoto, K. Hagihara, Y. Tsutsumi, T. Hanawa, T. Nakano: Scr. Mater., 159 (2019) 89-93.
- 14) T. Ishimoto, S. Wu, Y. Ito, S.-H. Sun, H. Amano, T. Nakano: ISIJ Int., 60 (2020) 1758-1764.
- 15) Y. Tsutsumi, T. Ishimoto, T. Oishi, T. Manaka, P. Chen, M. Ashida, K. Doi, H. Katayama, T. Hanawa, T. Nakano: Addit. Manuf., 45 (2021) 102066.
- O. Gokcekaya, T. Ishimoto, S. Hibino, J. Yasutomi, T. Narushima, T. Nakano: Acta Mater., **212** (2021) 116876.
- 17) S. Hibino, T. Todo, T. Ishimoto, O. Gokcekaya, Y. Koizumi, K. Igashira, T. Nakano: Crystals, **11** (2021) 1064.
- 18) Y. Sugitani: J. Jpn. Thermal Spray Soc., 58 (2021) 154-158.
- 19) K. Hagihara, T. Nakano: JOM, 74 (2022) 1760-1773.
- Y. Miyata, M. Okugawa, Y. Koizumi, T. Nakano: Crystals, 11 (2021) 856.
- 21) Y. Koizumi, M. Okugawa: ISIJ Int., 62 (2022) 2183-2196.
- 22) T. Ishimoto, R. Suganuma, T. Nakano: Mater. Lett., 349 (2023) 134835.
- Y. Ekubaru, O. Gokcekaya, T. Ishimoto, K. Sato, K. Manabe, P. Wang, T. Nakano: Mater. Design., 221 (2022) 110976.
- 24) T. Ishimoto, R. Ozasa, K. Nakano, M. Weinmann, C. Schnitter, M. Stenzel, A. Matsugaki, T. Nagase, T. Matsuzaka, M. Todai, H.-S. Kim, T. Nakano: Scr. Mater., **194** (2021) 113658.
- M.-S. Pham, B. Dovgyy, P. A. Hooper, C. M. Gourlay, A. Piglione: Nat. Commun., 11 (2020) 749.
- 26) T. Ishimoto, K. Hagihara, K. Hisamoto, T. Nakano: Addit. Manuf., 43 (2021) 102004.
- J. Marattukalam, D. Karlsson, V. Pacheco, P. Beran, U. Wiklund, U. Jansson, B. Hjörvarsson, M. Sahlberg: Mater. Design, 193 (2020) 108852.
- 28) T. Todo, T. Ishimoto, O. Gokcekaya, J. Oh, T. Nakan: Scr. Mater., 206 (2022) 114252.
- M. Okugawa, K. Saito, H. Yoshima, K. Sawaizumi, S. Nomoto, M. Watanabe, T. Nakano, Y. Koizumi: Addit. Manuf., 84 (2024) 104079.
- 30) R. W. Messler: Principles of Welding, Wiley, New York (2008).
- Y. Liu, K. Nose, M. Okugawa, Y. Koizumi, T. Nakano: Mater. Trans., 64 (2023) 1135-1142.
- S.-H. Sun, K. Hagihara, T. Ishimoto, R. Suganuma, Y.-F. Xue, T. Nakano: Addit. Manuf., 47 (2021) 102329.
- 33) J. Bi, L. Wu, S. Li, Z. Yang, X. Jia, M. D. Starostenkov, G. Dong: J. Mater. Res. Technol., 26 (2023) 4606-4628.
- 34) K. Hagihara, T. Ishimoto, M. Suzuki, R. Ozasa, A. Matsugaki, P. Wang, T. Nakano: Scr. Mater., 203 (2021) 114111.
- 35) R. Ozasa, Y. Kizawa, K. Hagihara, K. Sato, T. Tobata, T. Tokunaga, T. Nakano: under review.
- 36) J. Yang, H. Yu, J. Yin, M. Gao, Z. Wang, X. Zeng: Mater. Des., 108 (2016) 308-318.
- 37) M. Todai, T. Nakano, T. Liu, H. Y. Yasuda, K. Hagihara, K. Cho, M. Ueda, M. Takayama: Addit. Manuf., 13 (2017) 61-70.

- 38) M. Todai, T. Nagase, T. Hori, A. Matsugaki, A. Sekita, T. Nakano: Scr. Mater., **129** (2017) 65-68.
- Y. Iijima, T. Nagase, A. Matsugaki, P. Wang, K. Ameyama, T. Nakano: Mater. Des., 202 (2021) 109548.
- T. Ishimoto, R. Ozasa, K. Nakano, M. Weinmann, C. Schnitter, M. Stenzel, A. Matsugaki, T. Nagase, T. Matsuzaka, M. Todai, H. S. Kim, T. Nakano: Scr. Mater., **194** (2021) 113658.
- O. Gokcekaya, T. Ishimoto, Y. Nishikawa, Y.-S. Kim, A. Matsugaki, R. Ozasa, M. Weinmann, C. Schnitter, M. Stenzel, H.-S. Kim, Y. Miyabayashi, T. Nakano: Mater. Res. Lett., 11 (2023) 274-280.
- H. Amano, T. Ishimoto, R. Suganuma, K. Aiba, S.-H. Sun, R. Ozasa, T. Nakano: Addit. Manuf., 48 (2021) 102444.
- 43) S.-H. Park, O. Gokcekaya, R. Ozasa, M.-H. Oh, Y.-W. Kim,
  H.-S. Kim, T. Nakano: Met. Mater. Int., 30 (2024) 1227-1241.
- 44) R. Kannan, P. Nandwana: Sci. Rep., 12 (2022) 6396.