



Title	Elucidation of residual stress and phase stability of additively manufactured titanium alloys by high-precision X-ray diffractometry
Author(s)	高瀬, 文
Citation	大阪大学, 2022, 博士論文
Version Type	
URL	<a href="https://hdl.handle.net/11094/88039">https://hdl.handle.net/11094/88039</a>
rights	
Note	やむを得ない事由があると学位審査研究科が承認したため、全文に代えてその内容の要約を公開しています。全文のご利用をご希望の場合は、<a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed">大阪大学の博士論文について</a>をご参照ください。

*The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA*

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

The University of Osaka

## 論文内容の要旨

氏名(高瀬文)	
論文題名	Elucidation of residual stress and phase stability of additively manufactured titanium alloys by high-precision X-ray diffractometry (高精度X線回折法による付加製造されたチタン合金の残留応力と相安定性の解明)

## 論文内容の要旨

本研究では、レーザおよび電子ビームを熱源として粉末床溶融結合（PBF: Powder Bed Fusion）法にて造形したチタン合金について、高精度X線回折測定法と熱拡散シミュレーションを組み合わせた分析を行うことで、熱源、造形条件、残留応力および結晶相の安定性の相関関係を究明すると同時に、造形条件最適化の指針を得ることを目的とした。学位論文は以下の7章により構成される。

第1章では、チタン合金のPBFにおいて、PBFに特有の熱履歴と、残留応力、結晶構造、結晶性、結晶相の安定性の関係を理解することの重要性について述べた。さらに、各種材料工学的分析手法と比較しつつ、X線回折法が本目的に適う手法であることを示し、X線回折法を利用して各因子の相関関係を解明する研究指針を定めた。

第2章では、PBF法での残留応力の発生に関する既存の研究結果について概要を述べた。熱源種や熱源照射条件、熱源の走査戦略に依存した残留応力の発生についての報告が散見されるが、熱履歴と残留応力の相関関係や、不安定相に対する熱履歴と残留応力の影響が、その重要性にも関わらず、今までほとんど解明されていないことを示した。

第3章では、レーザおよび電子ビームPBF法の原理について述べ、各熱源および造形条件が、残留応力、結晶構造、結晶性にどのような影響を及ぼす可能性があるかについて記述した。さらに、熱履歴を理解するために用いた、造形中の熱拡散シミュレーション法について記述した。

第4章では、高精度測定の妨げとなるPBF造形体の評価に特有の問題について検証し、誤差を低減して高精度のX線回折法分析を行うための測定および解析手法の最適化の方法論について述べた。

第5章では、不安定相としての $\beta$ 型Ti-15Mo-5Zr-3Al (mass%) 合金について、残留応力と相の不安定性の出現の仕方の熱源による差異について検証した。その結果、レーザによる造形では急冷を伴うために顕著な引張応力が造形物表面付近に生じ、その結果、bcc (body centered cubic) からbct (body centered tetragonal) へと結晶系を変えるような格子ひずみが発生することを明らかにした。その格子ひずみ量は、残留応力の大きさと正の相関関係を示した。さらに、冷却速度は造形条件および造形物上での位置に大きく依存し、結果として残留応力および格子ひずみの大きさが造形条件および位置に大きく依存することが明らかとなった。電子ビームによる造形では、予備加熱によって冷却速度が低減し残留応力の発生が無視できる程度に抑制され、格子ひずみも発生しなかった。一方で、初晶 $\beta$ 相から $\alpha$ 相が析出することで $\alpha + \beta$ 相を示し、 $\beta$ 安定化元素であるMoが $\beta$ 相内へ濃化することで $\beta$ 相の不安定性が低減することが明らかになった。以上の熱源および造形条件による結晶構造の違いから、低残留応力でbcc $\beta$ 単相の造形物を実現するためには、低パワー低速度でレーザを用いて造形することが有用であることを明らかにした。

第6章では、 $\alpha / \alpha'$  +  $\beta$ 型Ti-6Al-4V (mass%) 合金について、これまでX線回折測定法では明確に区別できていなかった $\alpha / \alpha'$  (マルテンサイト相) をc/a比やランダムひずみによって定量的に区別できることを示した。この定量的な評価の結果、第5章で得られた熱源および造形条件に関する知見に加え、 $\beta$ トランザス温度付近における冷却速度が高くなるほど、 $\alpha'$ 相への変態度合いが高くなることが明らかとなった。このことから、マルテンサイト変態を伴う合金系では、凝固直後の冷却速度を制御して残留応力を低減させるだけでなく、固相変態が起こる温度、本系では $\beta$ トランザス温度付近における冷却速度も考慮に入れて造形条件を最適化する必要があることを明らかにした。

第7章では本論文を総括し、さらに今後の展望について述べた。

## 論文審査の結果の要旨及び担当者

氏 名 ( 高瀬 文 )		
論文審査担当者	(職)	氏 名
	主査 教授	中野 貴由
	副査 教授	荒木 秀樹
	副査 教授	安田 弘行
	副査 教授	石本 卓也 (富山大学 都市デザイン学系)
	副査 准教授	松垣 あいら

### 論文審査の結果の要旨

本論文は、レーザおよび電子ビームを熱源とする粉末床溶融結合 (PBF: Powder Bed Fusion) 法にて造形したチタン合金に対し、高精度 X 線回折測定法と熱拡散シミュレーションを組み合わせた分析を行うことで、熱源、造形条件、残留応力および結晶相安定性の相関関係を究明するとともに、造形条件最適化への指針を示している。

第 1 章では、チタン合金の PBF において熱履歴と残留応力、結晶相の安定性の関係を理解することの重要性を示し、各因子の相関関係の解明に高精度 X 線回折法が有用であることを明らかにしている。

第 2 章では、PBF 法での残留応力の発生に関する既存の研究結果を解説している。熱源種や熱源照射条件、熱源の走査戦略に依存した残留応力の発生についての報告が散見されるが、熱履歴と残留応力の相関関係や、不安定相に対する熱履歴と残留応力の影響が、その重要性にも関わらず、今までほとんど解明されていないことを示している。

第 3 章では、PBF 法の原理を、造形体の熱履歴と深く関連する溶融池形成や溶融池内での凝固挙動、造形体周囲への熱伝達に注目しつつ説明している。さらに、レーザ照射に伴い急峻に生じる温度変化を可視化し、定量的に解析するための熱拡散シミュレーション手法について記述している。

第 4 章では、PBF 造形体の高精度 X 線回折測定解析の妨げとなる特有の課題について検証し、誤差を低減して高精度の X 線回折法分析を可能とするための測定および解析手法最適化の方法論を提案している。

第 5 章では、不安定相としての  $\beta$  型 Ti-15Mo-5Zr-3Al (mass%) 合金について、残留応力と相構成は熱源種に依存して大きく異なることを解説している。レーザ PBF では超急冷に基づき顕著な引張残留応力が造形体表面付近に生じ、その結果、bcc から bct へと結晶系が変わるように格子ひずみが生じること、さらには、格子ひずみの度合いが残留応力の大きさと正の相関関係を示すことを明らかにしている。加えて、残留応力の大きさは冷却速度を介して造形条件および造形体の部位に依存することを解説し、残留応力を低減する造形条件を提案している。電子ビーム PBF では、予備加熱によって、冷却速度が低減することで残留応力の発生が無視できる程度に抑制される一方で、初晶  $\beta$  相から  $\alpha$  相が析出することで  $\alpha + \beta$  相を示し、 $\beta$  安定化元素である Mo が  $\beta$  相内へ濃化することで  $\beta$  相の不安定性が低減することを明らかにしている。

第 6 章では、Ti-6Al-4V (mass%) 合金において、これまで X 線回折測定法では明確に区別できていなかった  $\alpha / \alpha'$  (マルテンサイト相) を  $c/a$  比やランダムひずみによって定量的に区別することを可能としている。 $\beta$  トランザス付近における冷却速度が大きい場合ほど  $c/a$  比やランダムひずみが大きい。すなわち  $\alpha'$  相への変態の度合いが高いことを解説している。こうしたマルテンサイト変態を伴う合金系では、凝固直後の冷却速度を制御して残留応力を低減させるだけでなく、相変態温度近傍の冷却速度をも考慮し、造形条件を最適化する必要があることを示している。

第 7 章では本論文を総括し、さらに今後の展望について述べている。

以上のように、本論文は材料工学的立場から PBF 法の造形パラメータに依存する熱履歴と残留応力および相安定性について、精緻な分析手法、熱履歴と相安定性の関係性、さらには造形条件最適化への指針を提唱するものであり、材料工学の発展に寄与するところが大きい。

よって本論文は博士論文として価値あるものと認める。