

平成 30 年度防衛装備庁
安全保障技術研究推進制度

成果報告書

LMD(Laser Metal Deposition)方式による 傾斜機能材料の 3D 造形技術の研究

令和元年 5 月

三菱重工業株式会社

本報告書は、防衛装備庁の安全保障技術研究推進制度による委託業務として、三菱重工業株式会社が実施した平成30年度「LMD(Laser Metal Deposition)方式による傾斜機能材料の3D造形技術の研究」の成果を取りまとめたものです。

目次

1.0 委託業務の目的と成果目標	5
1.1 研究開始時に設定した研究目標の達成度	8
① 造形手法の確立	8
①-1 ビードオン試験での造形条件の抽出	8
①-2 界面冶金評価による組み合わせごとの特性	9
①-3 残留応力評価による組み合わせごとの特性	13
①-4 LMD による異材接合可否に関する冶金的考察	17
①-5 施工雰囲気改善(酸化抑制)	21
①-6 造形手法の確立のまとめ	23
② 平坦接合の特性評価	24
③ 傾斜機能構造の特性評価	26
③-1 傾斜機能構造に関する検討	26
③-2 傾斜機能構造に関する検討 Ni-Ti 平坦接合引張試験	28
③-3 Ni-Ti マイクロビード引張試験	29
④ FEM 構造解析の精度向上	29
1.2 研究終了後の将来性	31
1.3 副次的成果や目標を超える成果	32
1.4 論文, 特許, 学会発表等の研究成果	32
1.5 研究実施体制とマネジメント	32
1.6 経費の効率的執行	36

2. 1	平成 30 年度の実施計画	37
2. 2	平成 30 年度の研究実施日程.....	40
2. 3	平成 30 年度の研究成果の説明	41
①	造形手法の確立	42
①-1	界面冶金評価による組み合わせごとの特性	43
①-2	残留応力評価による組み合わせごとの特性	47
①-3	LMD による異材接合可否に関する冶金的考察	51
①-4	異材接合界面の酸化防止による高品質化	55
①-5	対策に対する成果の総括.....	60
②	平坦接合の特性評価.....	60
②-1	Ti-Al の引張試験結果.....	60
③	傾斜機能構造の特性評価	63
③-1	Ni-Ti の引張試験結果	63
④	FEM 構造解析の精度向上	64
④-1	解析に使用する造形体の物性データに関する事前検討.....	64
④-2	FEM 構造解析モデルの妥当性検証と精度向上についての検討.....	65
⑤	プロジェクトの総合的推進.....	67
3.	成果の外部への発表及び活動	69
4.	まとめ, 今後の予定	69

1.0 委託業務の目的と成果目標

単一の金属では実現不可能な、軽量かつ高耐熱の金属を得る手段として、金属粉末と熱源(レーザー)を同時に吹き付けて積層造形を行う3D造形の一つであるLaser Metal Deposition(以下LMD)方式を応用し、異種金属の接合技術、及び傾斜機能構造の造形技術の確立を目的とする。

対象とする金属は、航空機や自動車等における構造材料への利用を想定して軽量かつ高耐荷重を目標とした異種金属の組み合わせを3種類(Fe-Ti, Ti-Al, Fe-Al)と、航空機のエンジン等への利用を想定して軽量かつ高耐熱性を目標とした異種金属の組み合わせを1種類(Ni-Ti)の、計4種類とする。これらは全て脆弱層(金属間化合物)を生成する組み合わせであるが、高品質LMDによって脆弱層の生成を抑制し、単一の金属を凌駕する材料特性の実現を可能とする。

高品質LMDとは、一般的なLMDよりも金属粉末とレーザーの照射範囲を高精度化したものである。一般的なLMDでは、既造形層にレーザーを照射して溶融金属の池(溶融池)を作り、そこに粉末を供給して積層造形を行うが、高品質LMDでは、粉末とレーザーを狭い範囲に収束させ、粉末を溶融してから既造形層に吹き付けている。これによって、既造形層が溶融して次造形層に影響を与える「母材希釈」という現象による脆弱層の形成を極小化することが可能である。

これらの材料を用い、以下の①～④の研究を実施する。研究のステップとして、まずは①を達成したうえで、②～④を同時並行的に実施していく。

① 造形手法の確立

全4種類の組み合わせ(Fe-Ti, Ti-Al, Fe-Al, Ni-Ti)について、高品質LMDにより母材希釈を10%以下に抑えて脆弱層の生成を最小化し、平坦に接合する。さらに、Ni-Tiは、加熱環境下で発生する熱応力を緩和する構造として、マイクロビードによる機械的な傾斜機能構造を造形する。作成したテストピースについて断面観察等を行い、割れや偏析等の異常がないことを確認する。

マイクロビードとは、接合界面において、母材と造形側が微細な台形形状となって交互に配置された形状に造形する手法であり、機械的な構造により傾斜機能層を獲得するものである。これにより、金属接合部近傍に発生する熱応力を低減する効果が期待できる。

② 平坦接合の特性評価

軽量かつ高耐荷重を目標とした異種金属の組み合わせ3種類(Fe-Ti, Ti-Al, Fe-Al)について、平坦に接合した場合の特性の評価を行い、単一金属材料を凌駕する特性を有していることを確認する。具体的なマイルストーンを以下に示す。

- (a) 構造部材の強度評価を行う際に最も基本且つ必須のパラメータである引張強度を評価する。材料組み合わせ毎に引張強度試験用のテストピースを作成し、温度を最低3種類(目安として常温、使用上限温度、これら中間とする)、各温度毎に最低10本(有効な統計処理を可能とするサンプル数として設定)のデータを取得し、低強度側の金属の引張強度を上回ること

を目標とする。

- (b) 疲労や破壊力学的な指標として、異種金属接合部の疲労強度及び破壊靱性値について、テストピースによる予備的な試験データを取得し、実用に耐えうる可能性を示す。

③ 傾斜機能構造の特性評価

軽量かつ高耐熱性を目標とした異種金属の組み合わせ 1 種類 (Ni-Ti) について、マイクロビードによる傾斜機能構造を入れた場合の特性の評価を行い、平坦に接合した材料を凌駕する特性を有していることを確認する。具体的なマイルストーンを以下に示す。

- (a) 構造部材の強度評価を行う際に最も基本且つ必須のパラメータである引張強度を評価する。材料組み合わせ毎に引張強度試験用のテストピースを作成し、温度を最低 3 種類 (目安として常温、使用上限温度、これらの中間とする)、温度毎に最低 10 本 (有効な統計処理を可能とするサンプル数として設定) の引張強度データを取得し、低強度側の金属の引張強度を上回ることを目標とする。
- (b) 疲労や破壊力学的な指標として、傾斜機能構造の疲労強度及び破壊靱性値について、テストピースによる予備的な試験データを取得し、実用に耐えうる可能性を示す。
- (c) ④にて精度を高めた FEM 構造解析によって、脆弱層の形成を抑制しつつ、より熱応力緩和が見込めるマイクロビード形状等の条件を再設定する。平坦に接合した材料と比べて熱応力を 30%以上緩和することを目標とする。

④ FEM 構造解析の精度向上

全組み合わせについて、FEM 構造解析モデルを構築し、実際の供試体に外荷重や熱負荷を与えて得られたデータと合わせ込むことで、FEM 構造解析の確立・高精度化を図る。具体的なマイルストーンを以下に示す。

- (a) 軽量かつ高耐荷重を目標とした異種金属の組み合わせ 3 種類 (Fe-Ti, Ti-Al, Fe-Al) のうち代表 1 例以上について、板形状等のシンプルな構造の供試体を作成し、同時に同形状の FEM 構造解析モデルを構築する。供試体に対して外荷重を付加する強度試験を実施し、ひずみ、変位等のデータを取得して、得られたデータによって FEM 構造解析モデルの合わせ込みを行う。
- (b) 軽量かつ高耐熱性を目標とした異種金属の組み合わせ 1 種類 (Ni-Ti) について、板形状等のシンプルな構造の供試体を作成し、同時に同形状の FEM 構造解析モデルを構築する。供試体に対して熱環境を付加する加熱試験を実施し、ひずみ等のデータを取得して、得られたデータによって FEM 構造解析モデルの合わせ込みを行う。
- (c) (b)の一環として、Ni-Ti の組み合わせについて、熱物性値 (熱伝導率、線膨張係数等) の取

得試験用のテストピースを各最低 1 個作成し, 熱物性値を取得する。これらは FEM 構造解析の精度向上の一環であり, 温度分布を把握するための熱解析において, どのような熱モデル化が適切かを実験的に確認する。

1. 1 研究開始時に設定した研究目標の達成度

本研究では、3D 造形の一つである Laser Metal Deposition(以下 LMD)技術を用いた異種金属材料接合技術、造形技術の確立を目指し、研究を実施した。対象とした金属材料は、航空宇宙機器で用いられる材料を中心に、鉄鋼材料としてマルエージング鋼、ニッケル合金として Inconel718(以下 Inco718)、アルミニウム合金として Scalmalloy 及び 6061 合金、チタン合金として Ti-6Al-4V(以下 Ti64)を用いた。以下、本報告ではそれぞれの合金を Fe, Ni, Al, Ti と示すこととする。なお、これらはいずれの組み合わせも金属間化合物を形成するため、従来の溶接技術では異材接合が困難であると考えられている金属材料組み合わせである。なお、Scalmalloy とは 3D 造形用に開発されたスカンジウム(Sc)を含むアルミニウム合金である。

以下に、3年間で延べ 1000 回にも及ぶ LMD 施工試験を実施し、得られた成果を示す。なお、今回の LMD 施工試験使用した条件範囲は以下の通りである。

- ・レーザ波長 : 1060~1080nm
- ・レーザ出力 : 50~4000W
- ・レーザビーム面積 : 0.02~15mm²
- ・造形時のレーザの送り速度 : 0.02~3m/min
- ・粉末供給量 : 0.5~25g/min
- ・粉末キャリアガス・シールドガス: アルゴンガス

① 造形手法の確立

①-1 ビードオン試験での造形条件の抽出

Fe-Ti, Ti-Al, Fe-Al, Ni-Ti の 4 種の各組み合わせにおいて、母材側と造形体側を入れ替えた計 8 種に対して、造形条件の抽出を行った。各組み合わせで最も母材希釈率(※)が低減できた単ビード造形条件の断面観察結果と母材希釈率の測定結果を図 1.1①-1-1 に示す。なお、図中に Ti on Ni, Ni on Ti などの表記があるが、これはそれぞれ、Ni の上に Ti を造形、Ti の上に Ni を造形という意味であり、他の記載も同様である。

Fe の上に Al を造形した Al on Fe については、母材(下の材料)Fe の希釈を可能な限り低減(10%未満)した条件でも母材とビード(上に造形した部分)Al を割れなく接合することができなかった。一方で、Al の上に Fe を造形した Fe on Al については、母材 Al の希釈が約 15%と上述の Al on Fe に比べて多い条件でも母材とビード Al を割れなく接合することができた。

また、Ti on Al については過度に熔融することなく Ti ビードを形成することができる条件は得られなかった。また、Fe on Ti について母材希釈低減条件は得られなかった。以上の結果より、Al on Fe , Ti on Al, Fe on Ti を除く 5 種(Al on Ti, Fe on Al, Ti on Fe, Ti on Ni, Ni on Ti)の単ビードの造形においては、割れのない良好な条件が得られた。

なお、Al の材料選定時には、Scalmalloy 以外の 3D 造形用材料粉末(7075 合金粉末, 6061 合金粉末, A205 粉末)についても検討を行ったが、造形時に内部品質(ポロシティ, クラックの

有無)が最も良い Scalmalloy を選定した。一方で、母材側としては、Scalmalloy の板材は入手不可であったことから入手性の良い 6061 合金を用いた。

※母材希釈率:単ビードの断面観察結果で以下により定義されるもの。

$$\text{母材希釈率} = (\text{母材溶融量}) / (\text{造形体溶着量} + \text{母材溶融量})$$

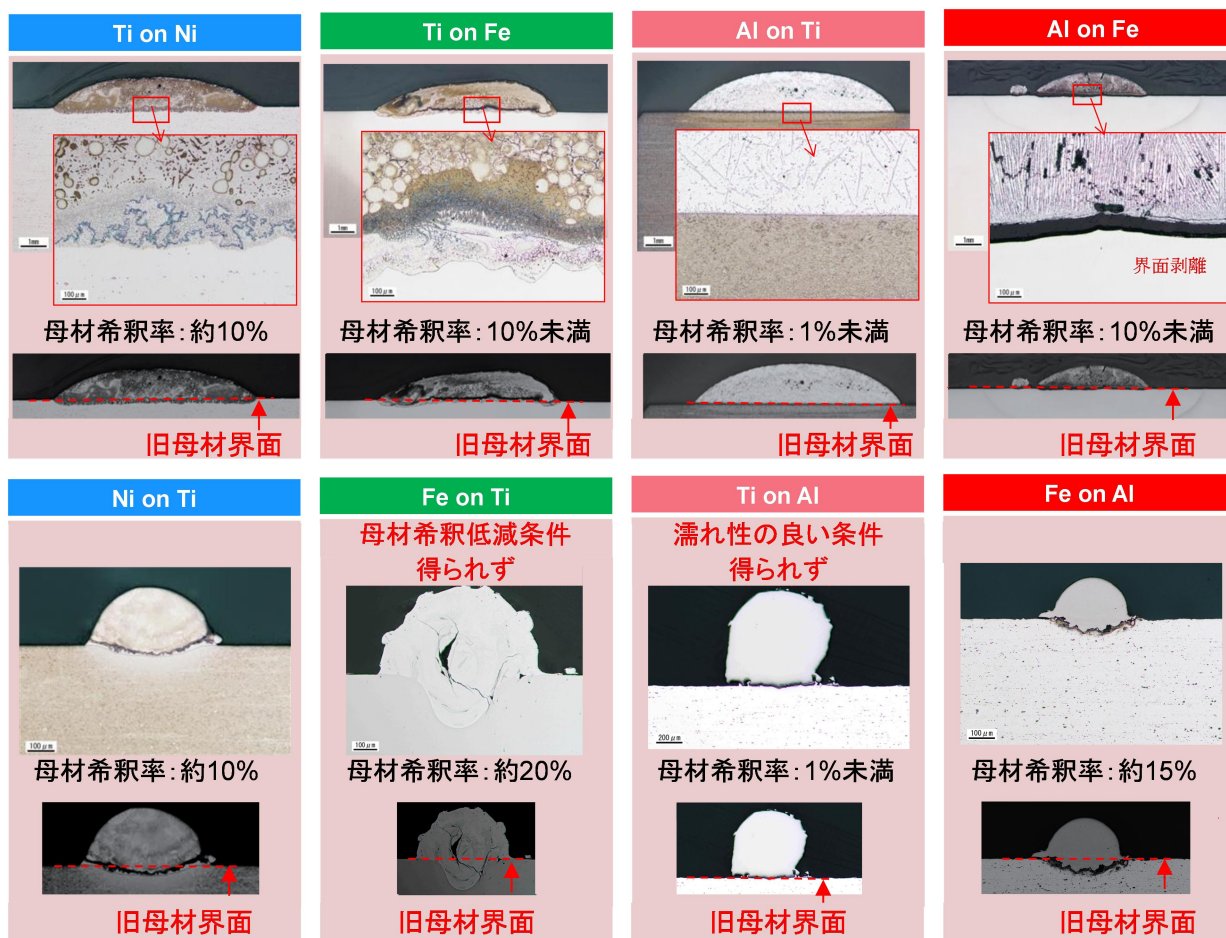


図 1.1①-1-1 単ビード造形条件の断面観察結果

①-2 界面冶金評価による組み合わせごとの特性

①-1 項に示す結果の通り、金属間化合物を形成する金属材料組み合わせであったとしても、割れなく接合できるもの、割れが発生し接合できないものがあることが明らかとなった。また、造形可否が必ずしも希釈率とも一致していない。そのため要因究明として異材金属接合部界面の冶金的評価を実施した。

冶金的評価として、①-1 項で設定した条件の単ビードの断面に対して、EPMA (Electron Probe Micro Analyzer: 電子線マイクロアナライザ) 法による定性成分分析、複数パス・複数層の造形を実施した造形体と母材界面付近の断面に対する微小硬さ分析 (全ての組合せに対して

100 μ m ピッチで測定を実施), EBSD (Electron Back Scattered Diffraction Pattern: 電子線後方散乱回折) 法による結晶構造解析を実施した。図 1.1①-2-1~図 1.1①-2-4 にそれぞれ, Ni-Ti, Fe-Ti, Ti-Al, Fe-Al のそれぞれの冶金的評価結果を示す。また, 以下に各条件の特徴を示す。

(1) Ni-Ti について

(a) Ti on Ni の評価結果

成分分析: 界面~300 μ m で母材成分 Ni が多く, 造形体内部の約 20wt.%が母材成分 Ni。
 硬さ分析: 2 層目まで(界面~約 3mm)は 3 層目以降に比べて硬く, 1 層目から 3 層目までも段階的に硬さが低下する。
 結晶構造: 1 層目(約 1mm)は 2 層目以降と結晶構造が異なる。ビード1層目全てが金属間化合物であると考えられる。

(b) Ni on Ti の評価結果

成分分析: 界面~50 μ m で母材成分 Ti が多く, ビード内部の約 5wt.%が母材成分 Ti。
 硬さ分析: 2 層目まで(界面~約 0.5mm)は 3 層目以降に比べて硬く, 1 層目から 3 層目までも段階的に硬さが低下する。
 結晶構造: 1 層目の界面近傍の約 50 μ m の領域を除き, 結晶構造は変化しない。
 Ti on Ni に比べて, 金属間化合物層の発生を大幅低減できた。

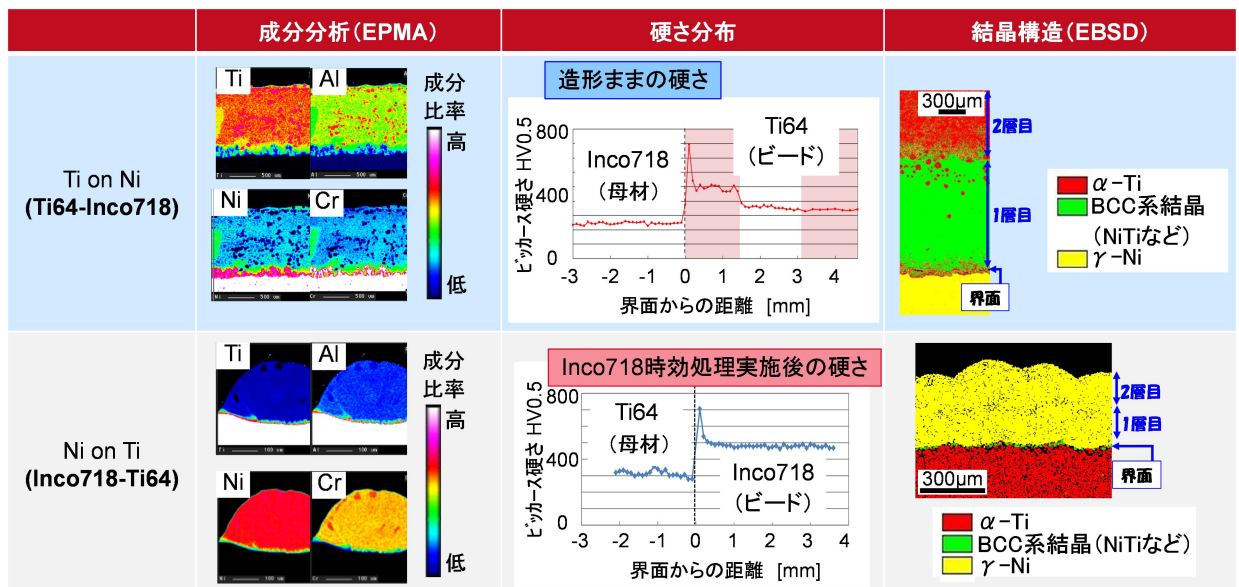


図 1.1①-2-1 Ni-Ti の評価結果

(2) Fe-Ti について

(a) Ti on Fe の評価結果

成分分析: 界面～500 μm と、ビード表面～150 μm で母材成分 Fe が多く、ビード内部の約 10wt.% が母材成分 Fe。

硬さ分析: 3 層目まで(界面～約 4mm)は 4 層目以降に比べて硬く、1 層目から 3 層目まで段階的に硬さが低下する。

結晶構造: 1 層目(約 1mm)は 2 層目以降と結晶構造が異なる。ビード1層目全てが金属間化合物であると考えられる。

(b) Fe on Ti の評価結果

成分分析: 界面～ビード表面までほぼ均一に母材成分 Ti が分布。

硬さ分析: 造形体(Fe)の硬さは、Ti on Fe の母材の Fe の硬さ(Hv300-400)に比べて高く、界面付近が元も硬い傾向であった。

結晶構造: HCP(六方最密格子, Hexagonal Close-Packed lattice)系結晶と BCC(体心立方格子, Body Centered Cubic lattice)系結晶(金属間化合物)が混在した状態で存在。

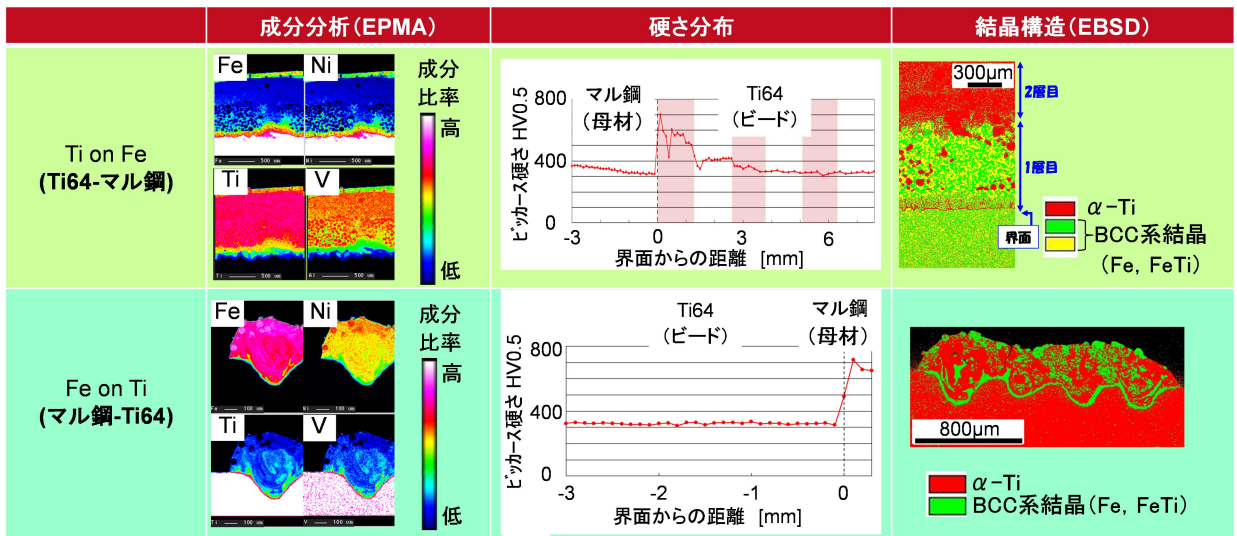


図 1.1①-2-2 Fe-Ti の評価結果

(3) Ti-Al について

(a) Al on Ti の評価結果

成分分析: 界面の極近傍で母材成分 Ti が多いが、ビード内部にはほぼ母材成分 Ti は含まれない(約 0.5wt.%)

硬さ分析: 界面を境に母材側とビード側の硬さが明確に分かれ、100 μm ピッチの解像度では硬さの遷移領域は認められない。

結晶構造: Al 造形体の中には脆弱な金属間化合物と認められるようなものは認められず、1 層目と 2 層目以降に明確な差はない。

(b) Ti on Al の評価結果

成分分析: Ti および V はビード内に均一に分布しており、Al 成分の過度な偏析も認められないことから、母材由来の Al 成分はビード内部にほとんど含まれないと考えられる。

硬さ分析: 単ビードでは界面接合されていたが、複数パス積層時に界面剥離が発生し、界面付近の硬さ測定は出来なかった

結晶構造: ビード内結晶構造は大部分を占める α -Ti 内に Al と β -Ti が存在する形態である。これは同図内 Al on Ti の母材である Ti64 と同様の様相を示していることから、Ti on Al のビードは、およそ Ti64 であると考えられる。

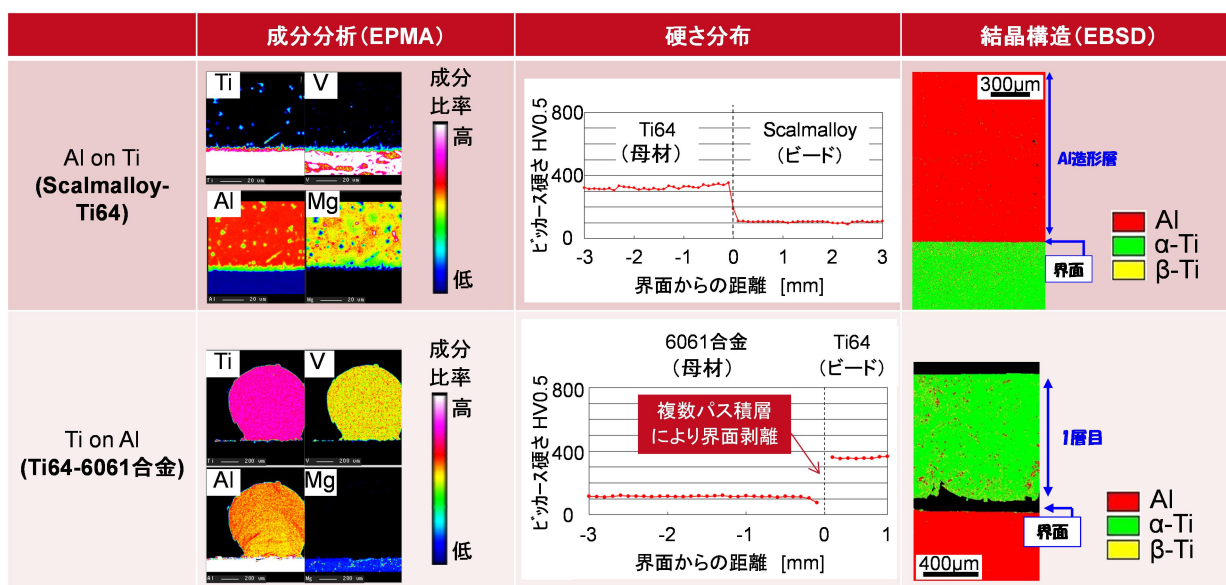


図 1.1①-2-3 Ti-Al の評価結果

(4) Fe-Al について

(a) Al on Fe の評価結果

成分分析: 界面～ビード表面までほぼ均一に母材成分 Fe が分布。ビード内部の約 15wt.% が母材成分。

硬さ分析: 界面が接合されている条件が見出せていないため、計測不可。

結晶構造: 1 層目ビードのほぼ全体が脆弱な金属間化合物である $Al_{13}Fe_4$ となっている。

(b) Fe on Al の評価結果

成分分析: 成分変化が大きな凹凸の界面存在。ビード内部の約 10wt.% が母材成分。

硬さ分析: 2 層目まで(界面～約 0.5mm)は 3 層目以降に比べて硬い。

結晶構造: 界面近傍に脆弱な金属間化合物である $Al_{13}Fe_4$ がわずかに形成されているが、ビード内に $Al_{13}Fe_4$ はほとんど見られない。

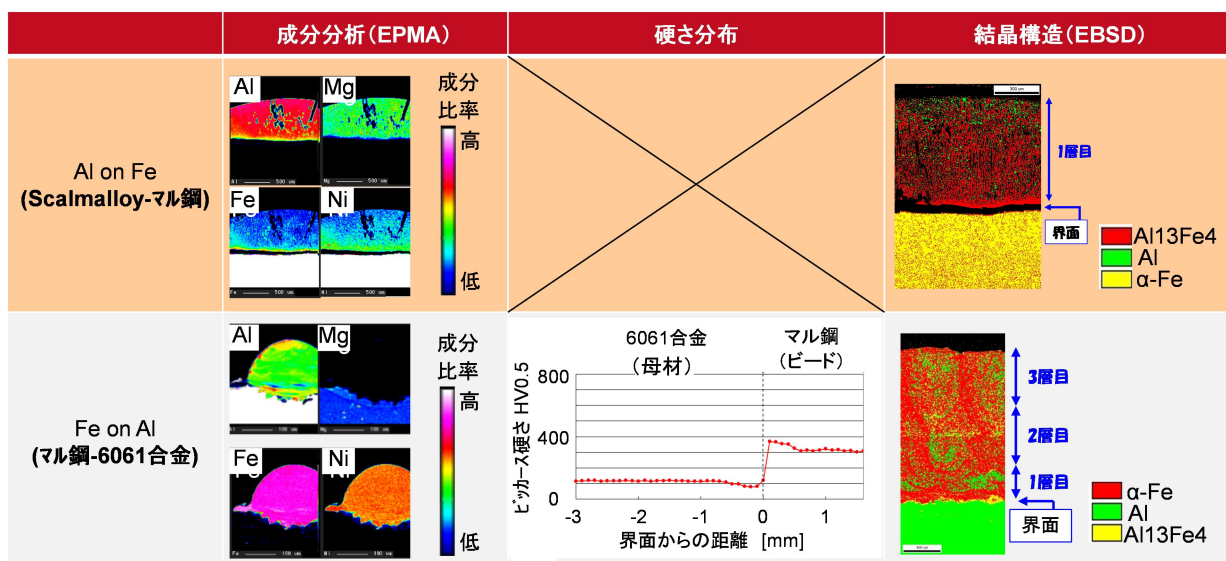


図 1.1①-2-4 Fe-Al の評価結果

①-3 残留応力評価による組み合わせごとの特性

(1) 解析モデル

①-1, ①-2 項での冶金的な評価に対して、溶接に伴う凝固収縮により発生する残留応力(熱応力)を FEM 熱弾塑性解析にて評価し、残留応力を低減できる条件について検討を実施した。解析の概要を以下と図 1.1①-3-1 に示す。本解析モデルの妥当性については、後述の④項に詳細を示すが、実現象をよく再現できるモデルであることが確認できているものである。

< 数値解析概要 >

ソフト	:	QuickWelder 2014
方法	:	FEM 熱弾塑性解析
モデル	:	図 1.1①-3-1 に示すハーフモデル
物性値	:	文献値の物性値 ([1]などをベースとした社内データベース)
評価方法	:	溶接ビードの縦収縮方向(Z)の応力を評価
母材予熱	:	実試験を模擬して室温から 800℃までの母材予熱条件を適用

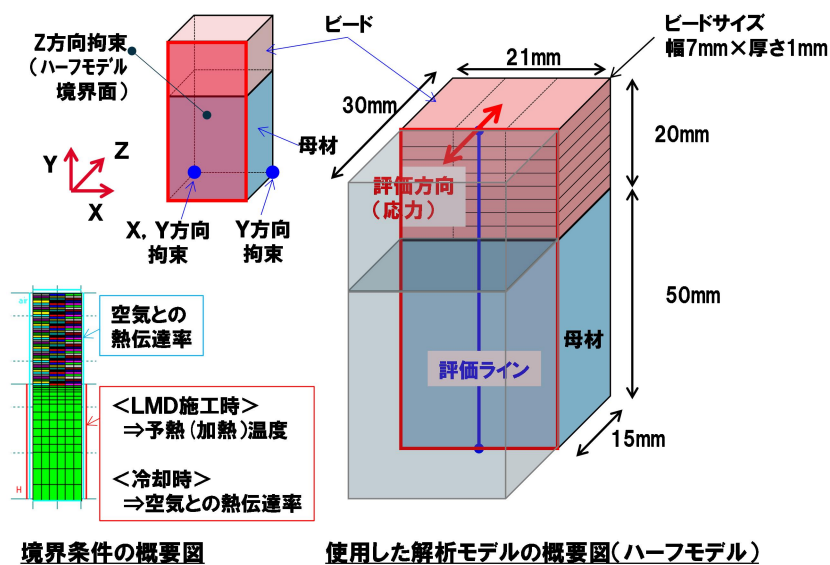


図 1.1①-3-1 解析モデル概要

(2) 解析結果

上記(1)項に示した解析モデルを使用して、Ti on Ni に関する解析を実施した。数値解析の結果、母材予熱温度が 800℃ の場合、図 1.1①-3-2 に示す通り、評価ライン上の応力ピーク値は母材 (Ni) 側でピークを持ち、約 300MPa の引張の残留応力が発生することを確認した。

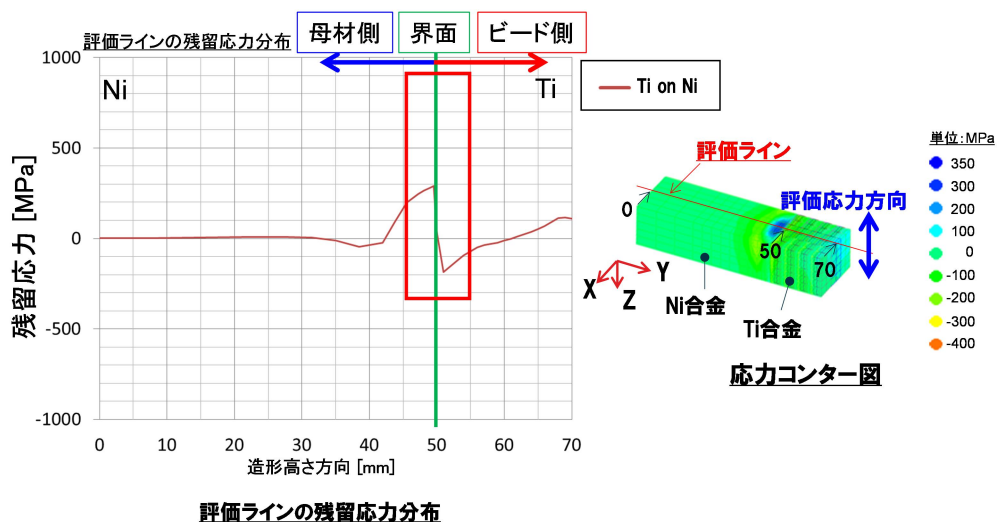


図 1.1①-3-2 Ti on Ni の造形後の残留応力に関する解析結果

一方で、図 1.1①-3-3 に示す通り、Ni on Ti の場合、上記と同様の予熱温度においては、評価ライン上の応力ピーク値は、ビード (Ni) 側でピークを持ち、約 200MPa の引張の残留応力が発生することを確認した。以上の結果から、Ni on Ti は、Ti on Ni に比べて発生する残留応力が小さくなることがわかった。

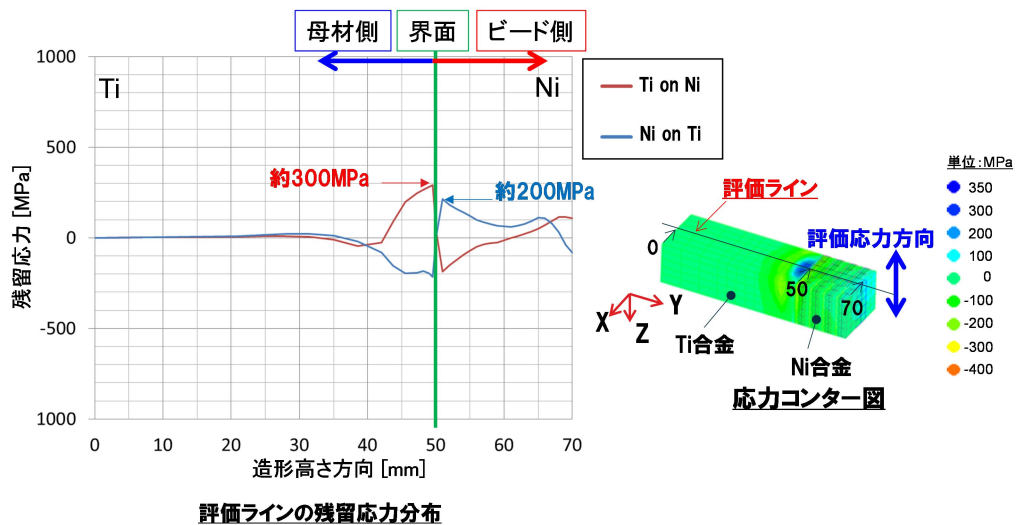


図 1.1①-3-3 Ni on Ti の造形後の残留応力に関する解析結果
(Ti on Ni 解析結果と重ね合わせた図)

さらに、予熱温度および母材／ビード材料(Ni on Ti から Ti on Ni)を変更した場合の残留応力分布について評価を実施した。評価結果を図 1.1①-3-4 に示す。評価ライン上の応力ピーク値は、予熱温度とほぼ線形関係であり、高温ほど残留応力のピークが減少する傾向にある。

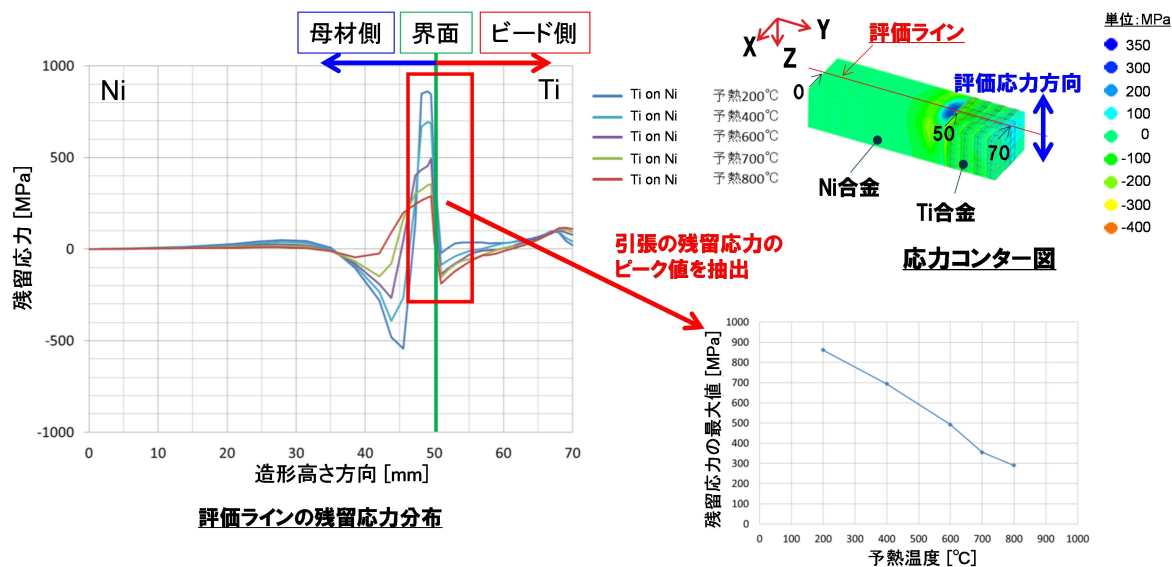


図 1.1①-3-4 Ti on Ni の予熱温度と残留応力の関係

このような予熱温度により造形後の残留応力が変化する現象について、図 1.1①-3-5 に示す造形中の温度、熱ひずみ、塑性ひずみ、残留応力の関係から考察を行った。

Ti on Ni の場合、予熱温度が低いほどビード溶着時の母材温度上昇幅が大きくなり、これにより温度変化による熱ひずみ（線膨張ひずみ）が大きくなる。この結果、溶着部直下の母材（Ni）に圧縮塑性ひずみが生じることにより、冷却後は、界面に高い残留応力が発生することを解析結果から確認できた。つまり、予熱温度の違いによりビード付着部の温度上昇の幅が異なり、この温度上昇の幅により造形後の残留応力が決まると考えられる。

上記と同様の解析を、その他の組み合わせに対しても実施した。実施した結果を図 1.1①-3-6 に示す。線膨張率、高温強度といった材料物性値により、材料ごとに予熱温度に対する残留応力発生傾向が異なることが分かった。

以上の結果から、「母材／ビードの材料選択」、「予熱温度」を考慮することで組み合わせごとに残留応力を低減できる可能性が示唆された。これらをまとめた結果を表①-3-1 に示す。異材接合においては、冶金的評価との総合的な評価を行う必要があるが、数値解析による残留応力の観点から、それぞれビード on 母材の組み合わせを Ni on Ti, Fe on Ti, Al on Ti, Al on Fe のように選択することが有利であると考えられる。

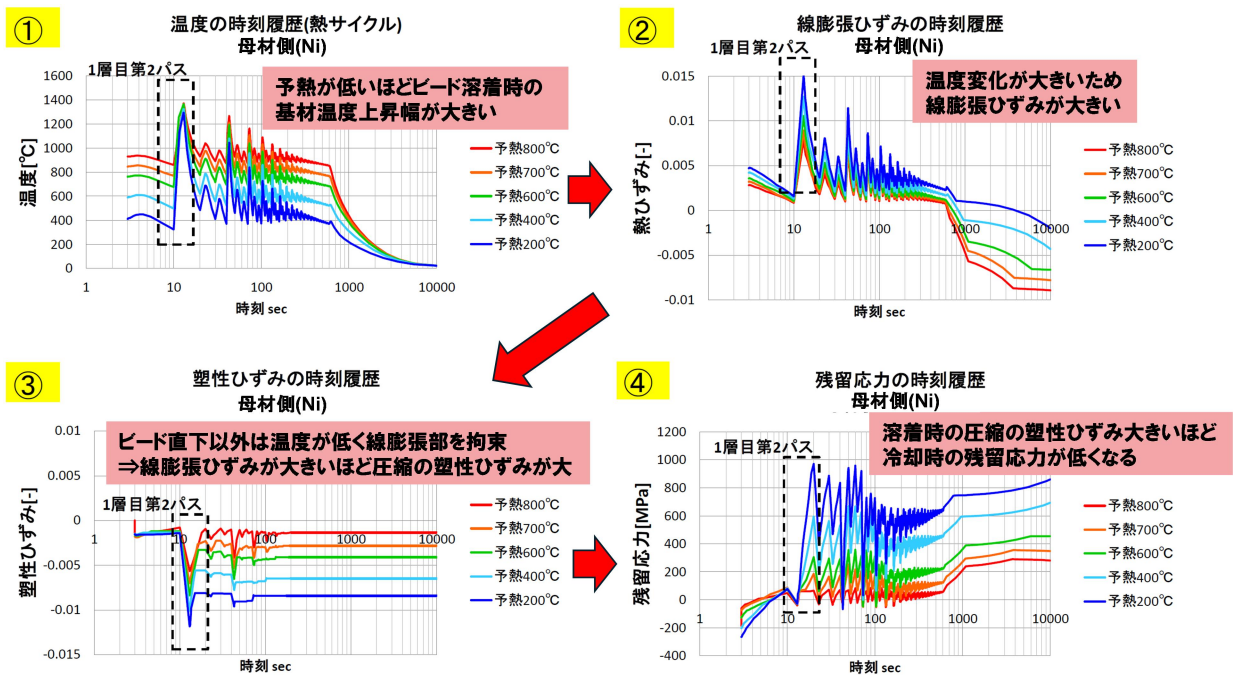


図 1.1①-3-5 予熱温度により造形後の残留応力が変化する現象についての考察

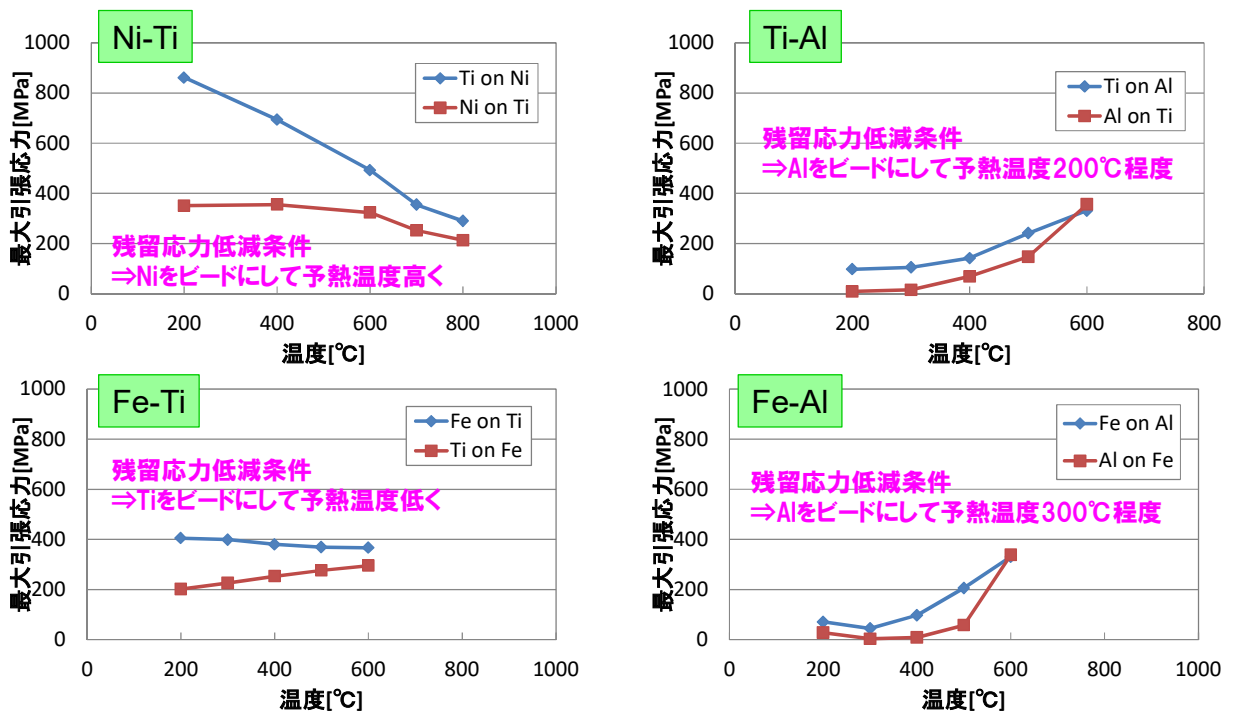


図 1.1①-3-6 各種組み合わせにおける予熱温度，母材／ビードの材料選択と残留応力の関係

表 1.1①-3-1 組み合わせごとの残留応力の検討結果まとめ

	Ni-Ti		Fe-Ti		Ti-Al		Fe-Al	
	Ni on Ti	Ti on Ni	Ti on Fe	Fe on Ti	Ti on Al	Al on Ti	Fe on Al	Al on Fe
数値解析による 残留応力評価	○ 200MPa (800℃)	× 300MPa	○ 200MPa (200℃)	× 350MPa	△ 100MPa	○ ほぼ0MPa (200℃)	△ 50MPa	○ ほぼ0MPa (300℃)

※()は設定予熱温度を示す

①-4 LMD による異材接合可否に関する治金的考察

本研究では，金属間化合物を形成する組み合わせの金属を対象とした接合，造形を対象としているが，上述の①-1 項に示すビードオン試験での造形条件の抽出および①-2 項界面冶金評価による組み合わせ毎の特性に示す通り，一概に金属間化合物を形成するといっても，組み合わせ毎に，ビード内部の状態，接合界面部における様相，異材接合の可否が異なることが明らかとなった。特に注目すべきは，Ti-Al の Al on Ti である。この組み合わせでは，複数パス・複数層の造形が可能であることに加えて，母材希釈はほとんど無いため造形体への母材成分の混入がほとんど無いことが特徴である。この組み合わせの界面近傍について，SEM-EPMA による追加調査を実施した結果を図 1.1①-4-1 に示す。調査の結果，界面近傍の約 5～10 μm の領域のみに母材成分が混入していることが確認できた。

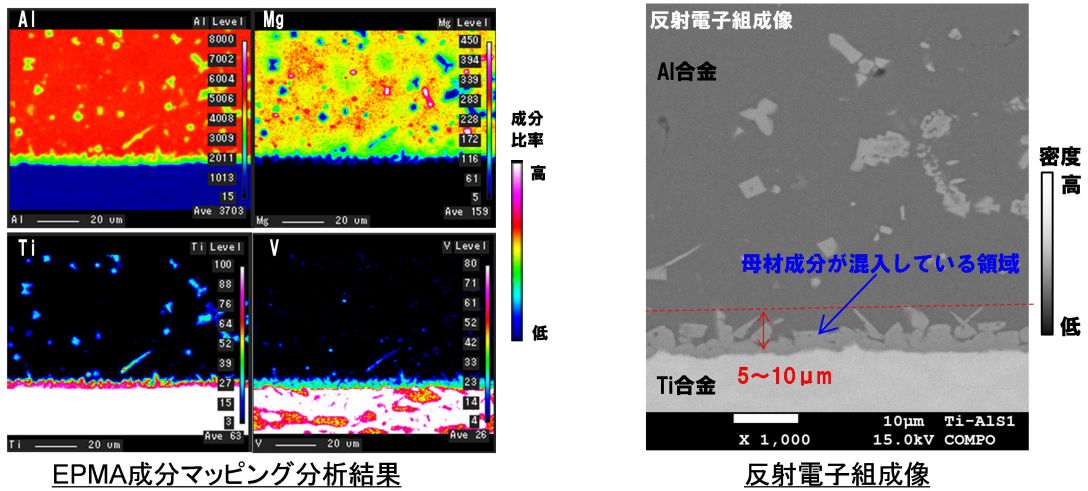


図 1.1①-4-1 Al on Ti の界面近傍断面の詳細調査結果

Al on Ti のみ母材成分とビード成分が混ざり合いにくかった原因について、各組み合わせの状態図^[4]から検討を実施した。各組み合わせの状態図と考察結果を図 1.1①-4-2 に示す。Al on Ti では、ビード成分 (Al) に母材成分が溶け込むと融点が高くなり、融合しにくい包晶系の反応が生じているが、その他では、ビード成分に母材成分が溶け込むと融点が低くなり、融合が促進される共晶系の反応が生じていることが分かる。つまり、図 1.1①-4-3 に示す通り、Al on Ti の場合は、はじめに母材と造形体が溶融し界面で Ti と Al が混合され、混合部の融点がビードの融点よりも上がり直ちに凝固し、次に、凝固した混合部がビードと母材の成分の混合を遮断し、ビードの溶融部が凝固するという順で異材接合されていると考えられる。一方、Ti on Ni では、はじめに母材と造形体が溶融し界面で Ni と Ti が混合され、混合部の融点がビードの融点よりも下がることから、母材側成分と造形体側成分の混合が促進され (図中③)、造形体全体に母材成分が広がりながら凝固する (図中④) という順で異材接合されていると考えられる。

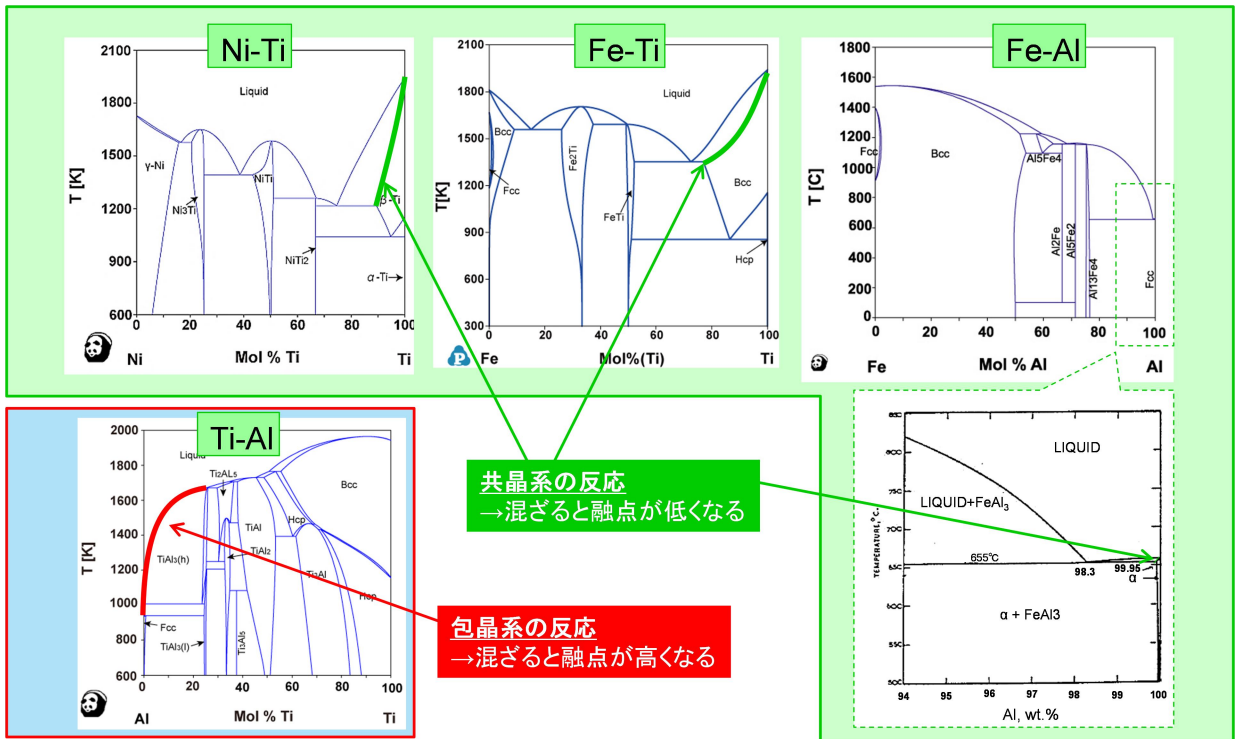


図 1.1①-4-2 各組み合わせの状態図と考察結果

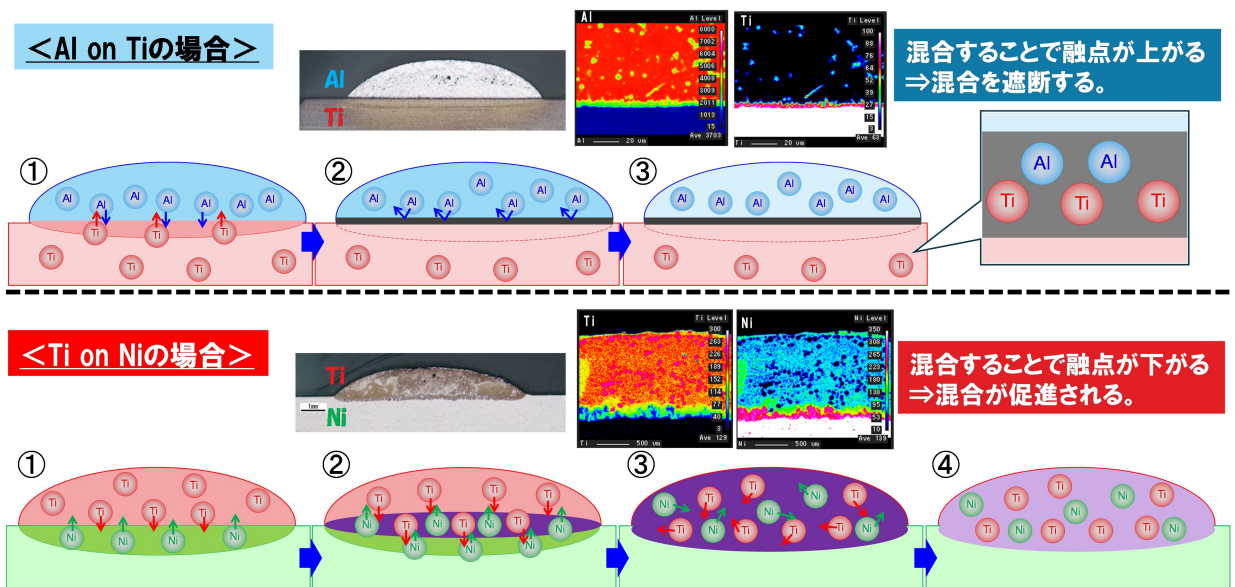


図 1.1①-4-3 Al on Ti 及び Ti on Ni の接合プロセスのメカニズム

Fe-Al の母材とビードを入れ替えた場合の接合可否について考察を行った。先の図 1.1①-4-2 の通り, Fe 側も Al 側もともに混合により融点が下がる共晶系の反応が起こるため, Al on Ti のように混合を遮断するバリアのような界面は形成されない。一方で Fe-Al の状態図で注目す

べきは、図 1.1①-4-4 に示す通り Fe 側に Al が混入する場合は約 50%まで Fe 中に Al が混合しても、延性のある金属(固溶体)として振舞うが、Al 側に Fe がわずかにでも混入した場合は、脆性な $Al_{13}Fe_4$ の金属間化合物が形成される。これにより、Fe on Al においては、ビードを Fe にすることで母材成分の Al がビード中に混入しても脆化せず、界面で剥離などが生じなかったものと考えられる。一方で、Al on Fe においては、ビードの Al に母材成分の Fe が混入して脆化することで界面剥離が引き起こされたと考えられる。

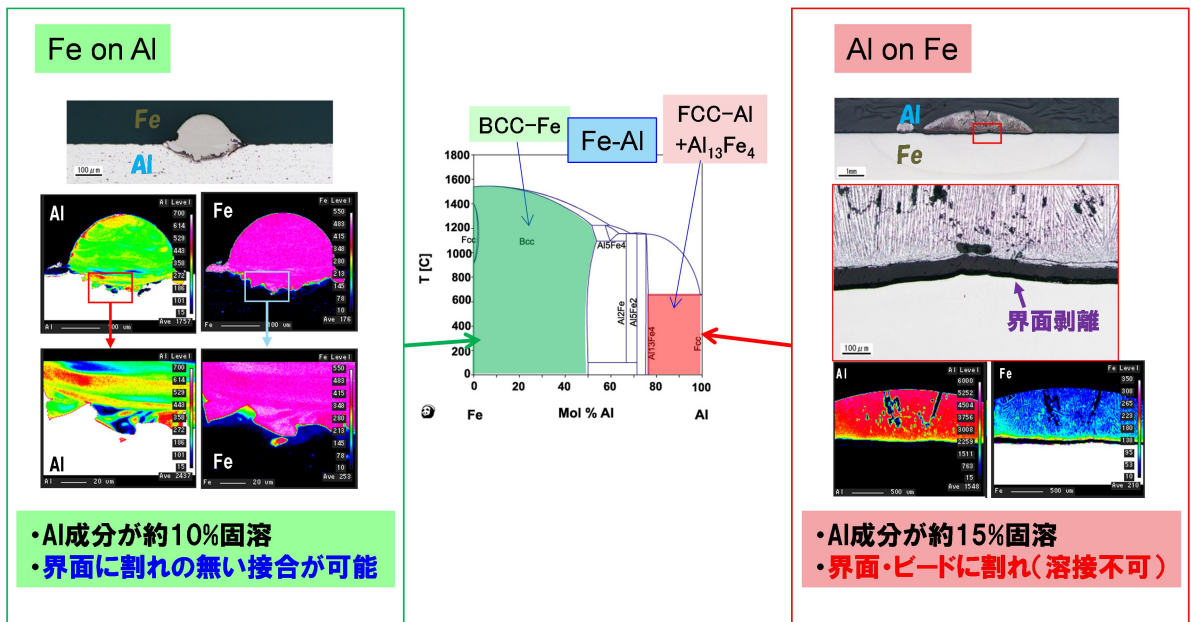


図 1.1①-4-4 Fe on Al の母材／ビード選択による金属間化合物形成の違い

Fe-Alと同様に、他の組み合わせについても図 1.1①-4-5 に示す通り、状態図を用いて同様の検討を実施した。検討の結果、Ni-Ti、Ti-Al に関しても、Fe-Al と同様な現象が発現すると考えられるが、Fe-Ti に関しては、ビードと母材を変更しても、脆化相の出現は防げないと考えられ、接合が困難であると考えられる。

以上の考察から、従来から脆い金属間化合物を形成するため溶接が不可能とされていた今回研究対象とした 4 種の異種金属の組み合わせにおいては LMD 方式による母材希釈量低減条件による接合を行うことで、図 1.1①-4-6 に示すように接合(3D 造形)が可能な組み合わせの「金属間化合物形成バリア型」と「合金ビード形成型」と、不可能な組み合わせの「金属間化合物ビード形成型」に分けることができると考えられる。以上の結果から、異材の組み合わせを接合する場合には、上記 3 タイプのうちどの分類となるか考慮する必要があることが明らかとなった。

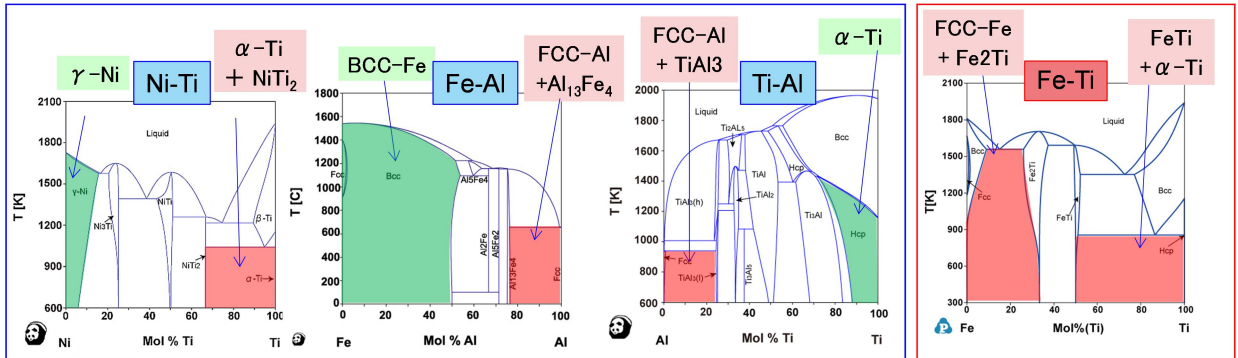
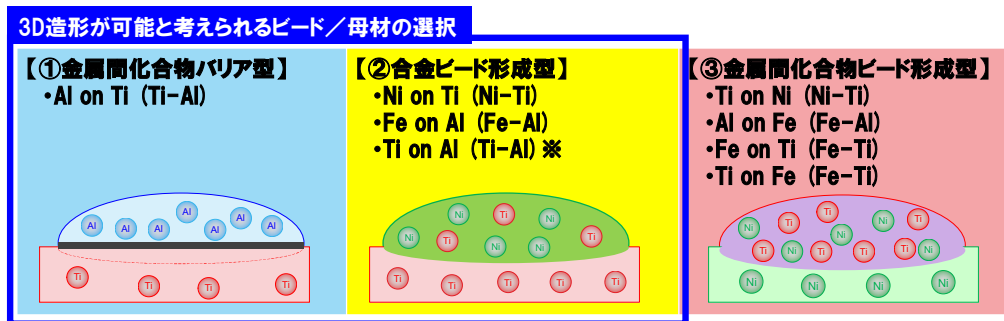


図 1.1①-4-5 各種組み合わせの状態図による考察



※Ti on Alに関しては、今回の研究内では割れの無い条件は得られたが、濡れ性の良い条件は得られなかった。

図 1.1①-4-6 異材接合できる組み合わせ、できない組み合わせの分類

① -5 施工雰囲気改善(酸化抑制)

前述の通り、残留応力の観点から、異材接合を行う場合は、予熱の効果が高いことが明らかとなった。しかしながら、大気中で予熱を行うと、金属表面が酸化するため、良好な造形及び異材接合ができず、溶接線に沿って融合不良が発生し(図 1.1①-5-1)、引張試験に供する試験片の作成ができず、引張特性の取得に至らなかった(図 1.1①-5-2)。特に Ti 合金は酸素との親和性が高く、母材に Ti 合金を採用して予熱を行うと200℃でもたちまち表面が酸化する。酸化を抑えるためには、装置全体を真空チャンバ内に入れて施工することが有効であるが、大型真空チャンバは高価であることから、本研究では、表面酸化を極力抑えるため、シールドボックスを用いて、シールドボックス内を不活性ガスである Ar で置換することで酸化抑制を試みた。初期型シールドボックスでは、以下の2点の影響により、低酸素環境を実現することができなかったが、これらを改善した図 1.1①-5-3 に示すシールドボックス内で施工することで、図 1.1①-5-4 に示す通り、施工中も酸素濃度を 20ppm 程度に抑え、酸素の影響ない環境を作り出すことに成功した。

(1) シールドボックスを完全に密封できないこと

LMDの特性上、レーザヘッドの先端に取りついたノズルから粉末をアルゴンガスに乗せて噴射することが必要であり、シールドボックス内が陽圧にならないようガスを外へ逃がす必要があったことから、シールドボックスは完全に密封することができなかった。

(2) ロボット動作によりシールドボックス外の空気を吸い込む現象が生じたこと

ロボットが造形パスを描くように動作する必要があるため、シールドボックスにロボットの動きに追随する可動部分が必要となるが、ロボットが上昇する動作を行うことでシールドボックス内の体積が大きくなり、ボックス内が負圧となって、シールドボックス外の空気を吸い込む現象が生じた。

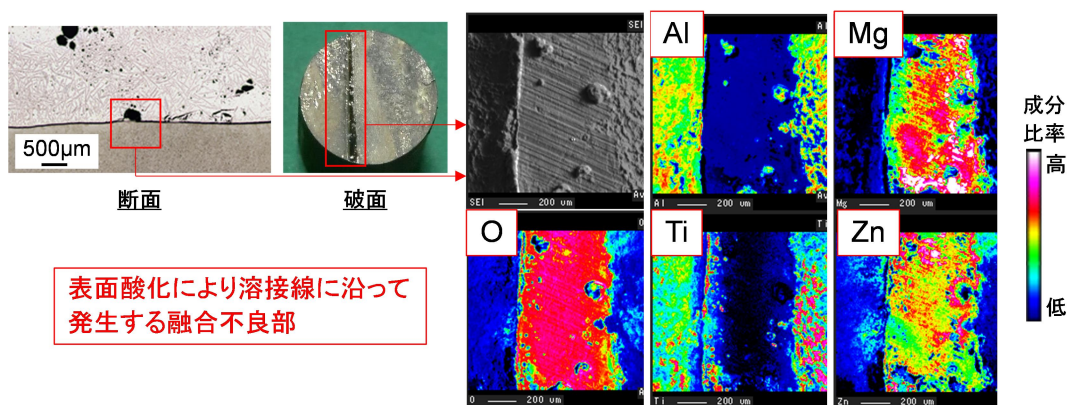


図 1.1①-5-1 予熱(約 250°C)により金属表面が酸化し良好な界面が得られなかった Al on Ti 試験片



図 1.1①-5-2 予熱温度約 250°Cで造形し引張試験前に破断した Al on Ti 試験片

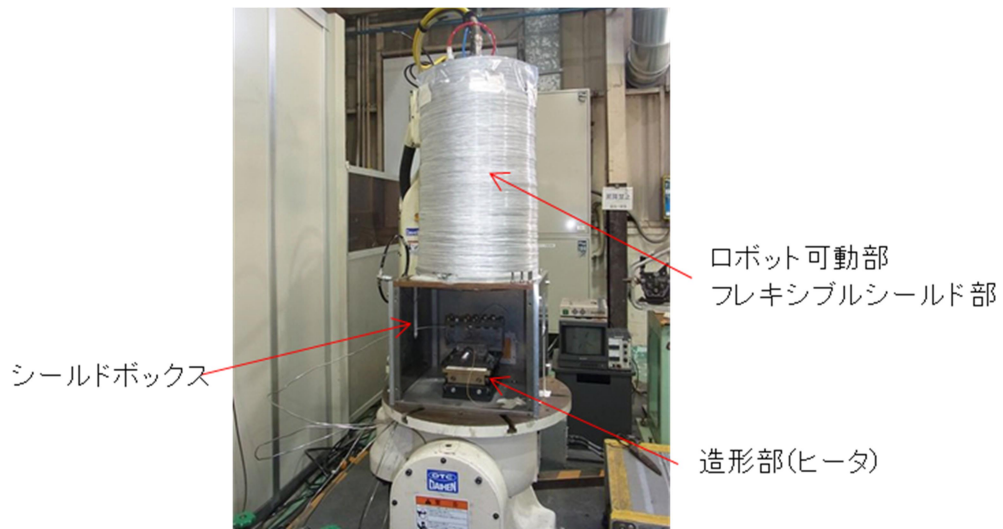


図 1.1①-5-3 シールドボックスを用いた施工状況

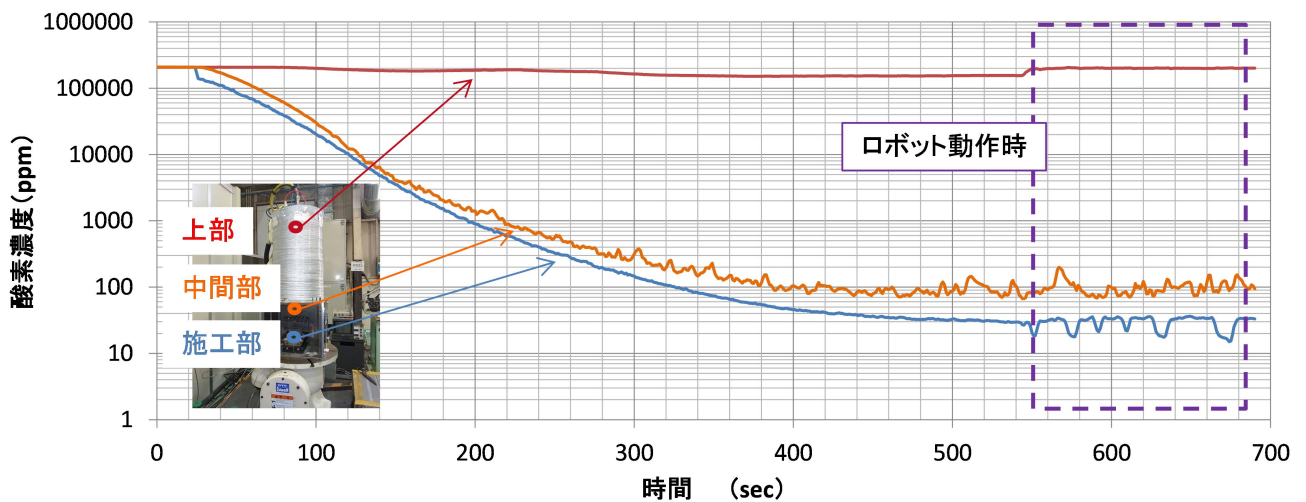


図 1.1①-5-4 シールドボックス内の酸素濃度測定結果

①-6 造形手法の確立のまとめ

①-1～①-5 項において得られた成果を以下にまとめる。

①-1 に示すビードオン試験の結果、及び、①-2 異材接合部の調査結果から、金属間化合物を形成する組み合わせの金属の接合、造形と言っても、組み合わせ毎に、ビード内部の状態、接合界面部における様相、異材接合の可否が異なることが明らかになった。その状況を①-4 項で整理し、「金属間化合物形成バリア型 (Al on Ti)」、「合金ビード形成型 (Ni on Ti 等)」、「金属間化合物ビード形成型 (Al on Fe 等)」（異材接合達成し易さの順）に分類できることを示した。

①-3 項では施工中の FEM 熱弾塑性解析を用いて、接合後の接合界面に残る応力（残留応力）の観点で評価を実施し、各金属組み合わせ毎の施工時の適切な予熱温度を設定した。併

せて、造形の順序、即ち、どちらをビードとして形成するか、本資料の A on B の A にあたるものとしてどちらの金属が適切であるかを明らかにした。

①-5 項では、施工中に接合品質に影響を与える酸化を防止する手法として、安価なシールドボックス法を適用することで酸化抑制を達成できることを示した。

②平坦接合の特性評価

本研究では、平坦接合組み合わせのうち、前項までで示す通り、最も良好な接合部を得ることができた金属間化合物形成バリア型である Al on Ti を代表として選定し、引張試験を実施した。

造形した Al on Ti 造形体を図 1.1②-1-1 に、そこから切り出した界面強度計測用の引張試験片を図 1.1②-1-2 に示す。

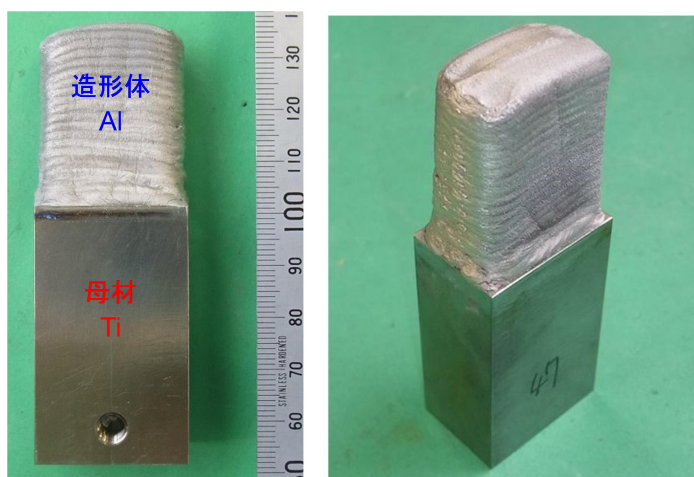


図 1.1②-1-1 Al on Ti 造形体



図 1.1②-1-2 Al on Ti 引張試験片 (左が Al, 右が Ti)

引張試験結果を表 1.1②-1-1, 応力ひずみ線図(代表)を図 1.1②-1-3, 引張試験後の試験片外観を図 1.1②-1-4 に示す。界面が Al 合金の 0.2%耐力を超える強度(0.2%耐力平均 171MPa)を有し、塑性変形挙動を示した後、界面で破断(引張強さ平均 189MPa)した。なお、ここでの 0.2%耐力とは、継手試験片に引張荷重を加えた際に塑性変形(永久変形)が生じる

応力のことを定義しており、引張強さは引張荷重を加えたときに破断直前の最大応力のことを定義している。

あわせて、強度に影響を及ぼす可能性がある予熱なしの条件で施工した条件でも引張試験を実施した。結果を表 1.1②-1-1、引張試験後の試験片外観を図 1.1②-1-4 に併せて示す。また、応力ひずみ線図(代表)を図 1.1②-1-5 に示す。予熱なしの場合、応力ひずみ線図に示す通り、予熱ありのような塑性変形挙動は見られなかったが、Al 側で破断する結果を得た。

今回の取得データから、Al on Ti における界面の強度の比較対象である低強度側(Al 合金)の強度として、上記結果が得られた。この Al 合金の強度は、標準的な 3003-H14, 3003-H16 あるいは 6061-T4 相当の物性^[2](0.2%耐力:145~170MPa)であり、実用可能なレベルである。なお、ID2-1 から ID2-3 の造形では、1 層目からの予熱ではシールドボックス内でも表面酸化の影響による強度低下を防止できなかったため、1 層目のみ予熱なしとし、2 層目以降に予熱(約 200℃)を適用した。

表 1.1②-1-1 Al on Ti 引張試験結果

ID	鋼種	造形条件	0.2%耐力	平均値	引張強度	平均値	破断位置
			MPa	MPa	MPa	MPa	
2-1	Al on Ti	予熱有り (2 層目以降)	168	171	191	189	界面
2-2			170		180		界面
2-3			176		195		界面
3-1		予熱無し	-	-	135	148	Al側
3-2			-	-	149		Al側
3-3			-	-	161		Al側

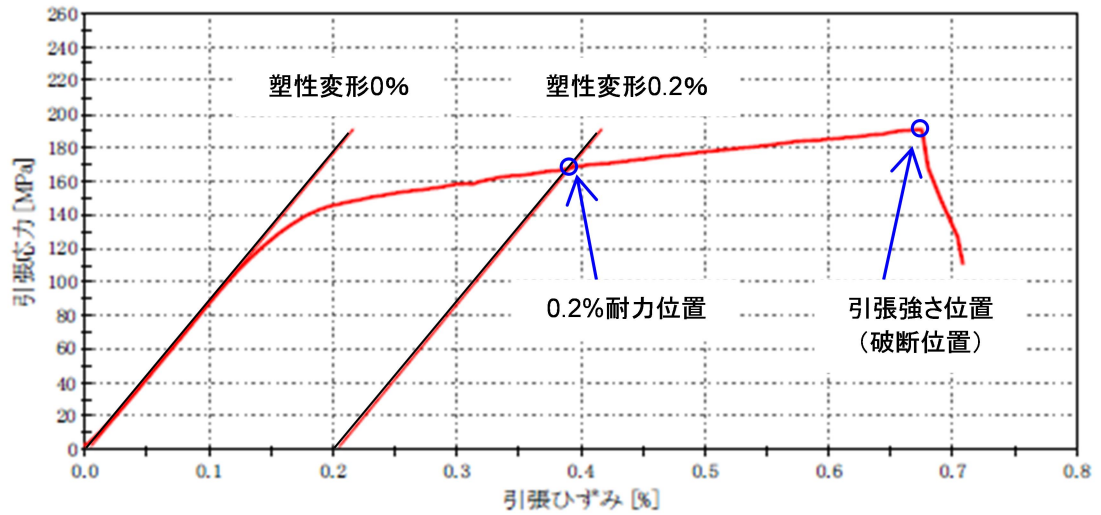


図 1.1②-1-3 Al on Ti 引張試験 応力ひずみ線図(ID 2-1 の例)

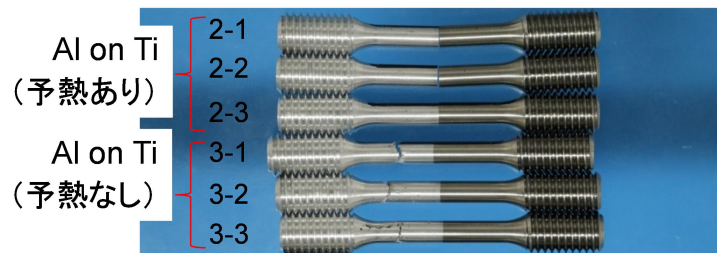


図 1.1②-1-4 Al on Ti 引張試験後外観 (左が Al, 右が Ti)

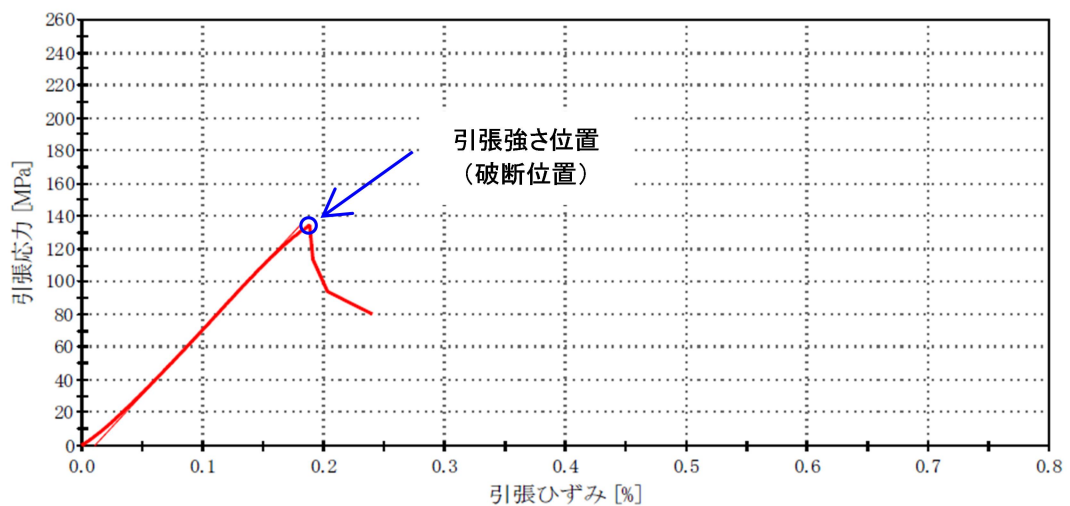


図 1.1②-1-5 Al on Ti 引張試験 応力ひずみ線図(ID 3-1 の例)

③ 傾斜機能構造の特性評価

③-1 傾斜機能構造に関する検討

マイクロビードによる傾斜機能構造を造形するに先立ち、運用環境下で発生する熱応力に

関し、適切なマイクロビード形状(接合体の界面形状)に関し解析を活用し検討した。また、本項は、運用環境下で温度が上がる部位への適用を想定したNi-Tiの接合体を対象とした。本研究で扱うマイクロビードとは、図1.1③-1-1に示すように、それぞれの金属の接合する面を微小な山谷形状とすることで、機械的な構造で傾斜機能を獲得するものである。具体的な寸法として、山の高さ、山の頂点の幅、山の傾斜角度を抽出し、それぞれの熱応力緩和効果をFEM熱応力解析で確認した。解析モデルを図1.1③-1-2に示す。境界条件として、高温にさらされるNi側の温度が750℃、Ti側の温度が100℃、界面部の温度が500℃とした。また、解析結果を図1.1③-1-3に示す。熱応力のピークは、①中央部、②端部、③山形に発生するが、マイクロビード造形法による傾斜機能構造によって、概ね2割～7割の熱応力緩和が見込めることがあきらかとなった。

一方、造形性の観点では、No.1やNo.2は山の傾斜角度が大きく、LMDでの造形が難しい。そのため、本研究では、熱応力の緩和効果が大きく、且つ造形が最も容易なNo.3を選定した。

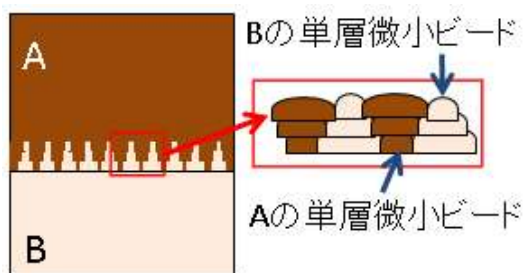


図1.1③-1-1 マイクロビード造形法

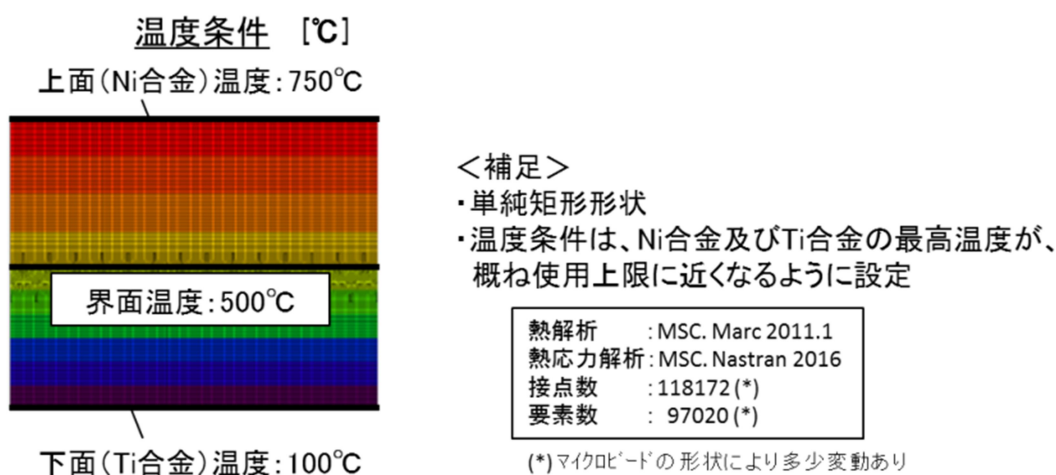


図1.1③-1-2 マイクロビードのFEM熱応力解析モデル

No.	マイクロビード形状	熱応力値			
		熱応力解析結果	①中央ピーク	②端部ピーク	③山形ピーク
0	平坦接合 Ni Ti		230 MPa (基準)	282 MPa (基準)	—
1			180 MPa (-22%)	94 MPa (-67%)	224 MPa (-21%)
2			202 MPa (-12%)	152 MPa (-46%)	202 MPa (-28%)
3			170 MPa (-26%)	195 MPa (-31%)	208 MPa (-26%)

(注) 括弧内の数字は基準に対する熱応力の緩和効果を示す。
また山形ピークの基準は端部ピークを基準としている。

図1.1③-1-3 FEM熱応力解析結果 - マイクロビードによる熱応力低減効果

③-2 傾斜機能構造に関する検討 Ni-Ti 平坦接合引張試験

Ti on Ni のマイクロビード引張試験に先立ち、①-3 の解析結果で界面の残留応力を最も低減できると予想される予熱温度 800℃で Ti on Ni の造形体を作製し、造形体から界面強度計測用の引張試験片を切り出し、引張試験により Ti on Ni 平坦接合の特性評価を実施した。

造形した Ti on Ni 造形体を図 1.1③-2-1 に、そこから②項と同様の形状の界面強度計測用の引張試験片を切り出した。

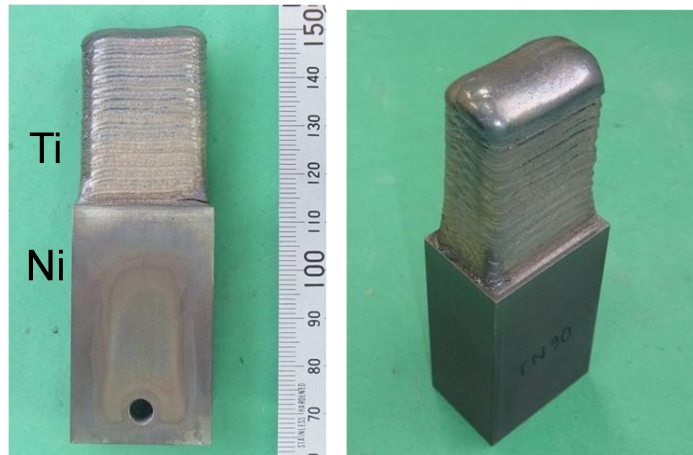


図 1.1③-2-1 Ti on Ni 造形体

引張試験の結果を表 1.1③-2-1 に、試験後の試験片外観を図 1.1③-2-2 に示す。引張試験時に塑性変形挙動は見られず、界面で破断した。なお、破断応力は 116MPa であり、これは Inco718 及び Ti64 合金の引張強度 Ti64 合金の引張強度 (Inco718 合金の引張強度: 1240MPa^[3], Ti64 合金の引張強度: 930MPa^[3]) に到達するものではなく、本研究の範囲では目標の母材強度以上の異材接合継手を得ることはできなかった。

表 1.1③-2-1 Ti on Ni の引張試験結果

ID	鋼種	造形条件	0.2%耐力	引張強度	破断位置
			MPa	MPa	
4-1	Ti on Ni	-	-	116	界面

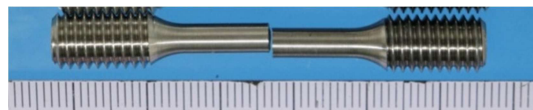


図 1.1③-2-2 Ti on Ni 引張試験後外観 (左が Ti, 右が Ni)

③-3 Ni-Ti マイクロビード引張試験

Ti on Ni のマイクロビード引張試験実施するために、③-1 項にて設定した形状で Ti on Ni マイクロビード造形体の製作を試みたが、引張試験を行うための造形体作成に至らなかった。

④ FEM 構造解析精度向上

①-3 項に示す残留応力解析の精度を向上させるため、FEM 構造解析モデルの妥当性検証と精度向上についての検討を実施した。

変形挙動の計測には、ARAMISと呼ばれる技術を用いた。ARAMISとは、図 1.1④-1-1 に示す通り、画像のパターンマッチング手法で白黒ランダム模様の変形前後での移動量を特定し各点での変形量・ひずみ量を計算、コンター表示できる技術である。ひずみ計測精度は公称 $\pm 100 \mu \varepsilon$ (全ひずみ量(ε)の 1/10000), 変位計測精度は、撮影範囲の 1/5000 である。

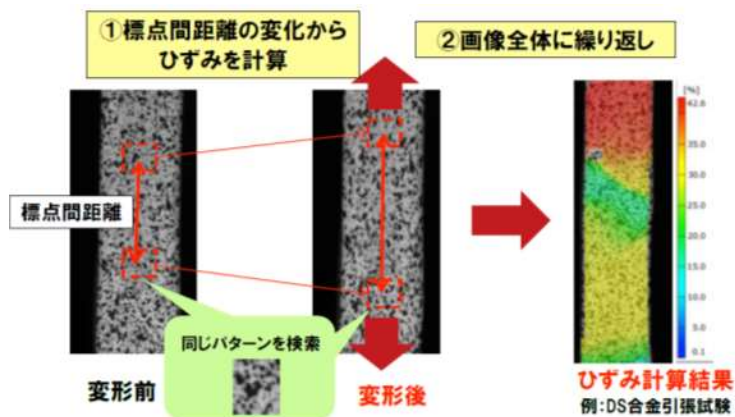


図 1.1④-1-1 ARAMIS による変形量・ひずみ量測定に関する説明図

Ti on Ni 施工時の ARAMIS での測定時の様子を図 1.1④-1-2 に、試験結果を図 1.1④-1-3 に示す。本結果より、実試験と解析で全ひずみや弾塑性ひずみの傾向が概ね一致することが確認できた。全ひずみの一部の弾性ひずみと材料のヤング率(剛性率)の積が残留応力であることから、今回の結果を受け①-3 で示す残留応力解析の妥当性を示すことができた。なお、図 1.1④-1-3 に示す“弾塑性ひずみ差”とは、接合界面近傍の Ti 造形体と Ni 母材の各弾塑性ひずみの差を示す。

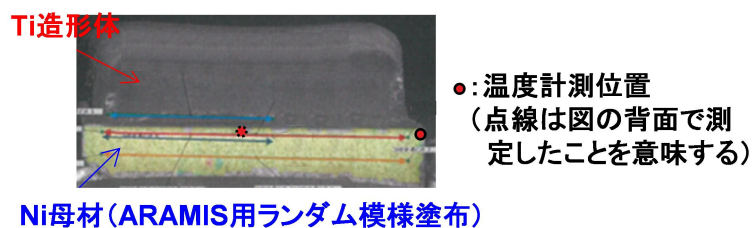
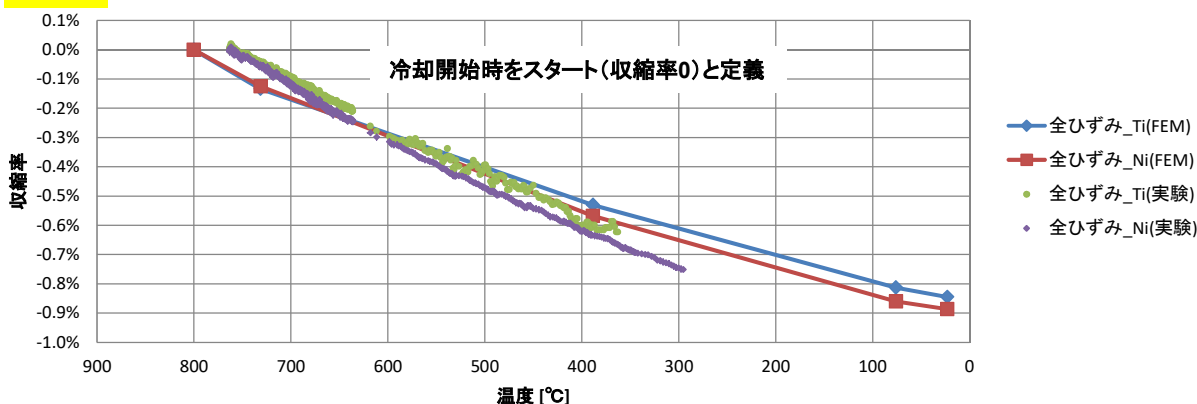


図 1.1④-1-2 Ti on Ni 施工時の ARAMIS 測定時の様子

正:膨張
負:収縮

Ti on Niの施工時の全ひずみと温度の関係



正:膨張
負:収縮

Ti on Niの施工時の弾塑性ひずみ(※)と温度の関係

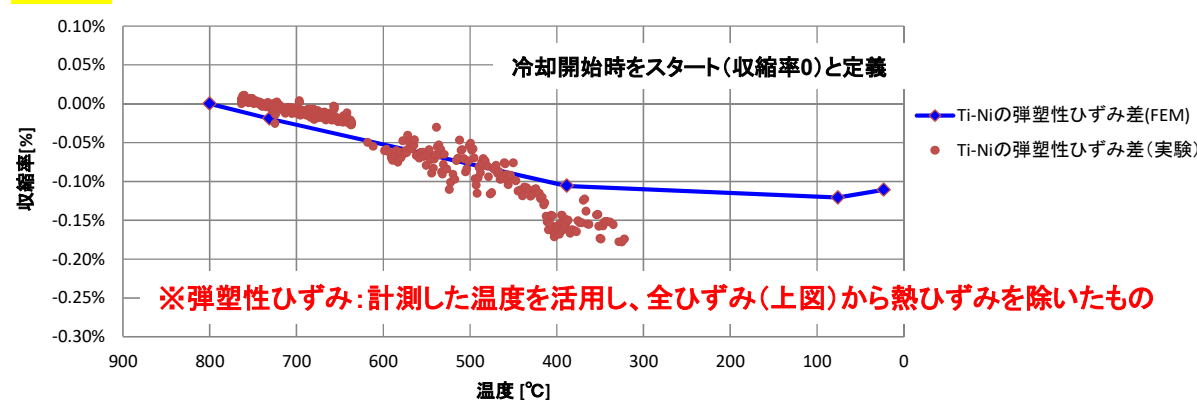


図 1.1④-1-3 Ti on Ni 施工時の ARAMIS 測定結果と数値解析結果の比較

1.2 研究終了後の将来性

本研究において、異種金属の接合における障害は「金属間化合物の生成」、「残留応力の発生」、「酸化の抑制」であることを見出した。その中で、代表的な4つの金属材料組み合わせについて、冶金的評価と残留応力抑制の点に着目し、網羅的に分類評価を行った。その結果、異材接合成功の可能性を高める解決策を、その理由とともに示し、代表の組み合わせについて効果を実験的に確認することで、金属間化合物を形成するため異材接合が難しいと考えられていた材料組み合わせの中でも、接合できるものがあることを明らかにした。

特にアルミ合金に対して鉄鋼材料を造形(Fe on Al)する技術は、高強度と軽量化が望まれる自動車や航空機といった輸送機器への適用が期待される材料の組み合わせである。図 1.1④-1-1 および図 1.1④-2-4 に示す通り、Fe on Al のブードオンが剥離や割れなく接合できていたこと、および、過度に金属間化合物を生成していないことから、Fe と Al の接合の可能性を示すことができ、将来性という点では成果であると考えられる。

ただし、本研究内では、異材接合部の強度特性を十分に把握することはできていない。また、実

製品へ適用するためには製造安定性も必要である。従って、実製品へ使うための材料特性の拡充、製造の安定化を図るためにさらなる研究開発を行う必要がある。

そして将来的には、本研究成果が、従来は実現できなかった「形状」と「適材適所」を両立した LMD を含む Additive Manufacturing (AM) 技術でのマルチマテリアル化の達成に貢献するものと考ええる。

1. 3 副次的成果や目標を超える成果

本研究を通して LMD を用いた異種金属接合の実現を対象としているが、副次的な成果として、単一材での造形が困難であった高強度のアルミ合金について、Sc (スカンジウム) を含有して強度を高めた粉末を用いることで、LMD での高強度 Al 合金造形が可能であることを見出すことができた。現在、Additive Manufacturing においては、溶接可能な比較的強度の低い合金のみ製造可能であるとみなされており、Ti 合金や Ni 合金と比べ Al 合金の適用は限定的である。本副次的成果は、Additive Manufacturing への Al 合金適用拡大につながるものと考ええる。

1. 4 論文、特許、学会発表等の研究成果

本研究に関連した論文、特許、学会発表件数は下記のとおり。

学会等での発表	2 件 (いずれも溶接学会)
論文掲載	0 件
特許出願	1 件

本研究のような異種金属接合及び傾斜機能材料を対象とした研究は溶接・接合の分野において学術的及び民生的な研究が進められている。学会での発表を通じて、本研究は、LMD を用いた異材接合方法としては先進的な取り組みをしているものであることが確認できた。特に、DOE レンズを活用した希釈率の低減、材料を入れ替えることによる残留応力低減とバリア効果の活用は、学会でも強い関心を得た。

1. 5 研究実施体制とマネジメント

研究実施体制は、学術的な専門家(研究部署)に加え、実用的な専門家(設計部署)が連携することで、研究成果を民生分野へ広く普及されることを強く意識しつづけられる体制とした。

研究代表者は、研究の円滑な進捗管理はもとより、経費執行面でも中心的役割を果たし、実務面での主役である研究部署が研究に集中できる体制を維持し続けた。

金属間化合物を形成する材料組み合わせの異材接合に取り組むという難易度の高いテーマであったことから、研究推進過程で種々の新たな課題が発生したが、上記体制をとっていることで、迅速に対策を立案し、実行に移すことができた。その経緯を表 1.5 にまとめる。特に最終年度においては、本研究のプログラムオフィサーと都度情報を共有し、本研究の成果として重要となる項目に的を絞ることで、研究成果の価値向上に努めた。その結果、今後の課題として引き続き強度データの充

実や実製品へ適用するための製造安定化があげられるものの、最も基本となる「残留応力の把握」と「冶金的調査」の充実に的を絞って注力したことで、基本的なアプローチが構築でき、将来的に研究を進めるための基礎を築くことができたと考える。

表 1.5(1/3) 当初予定に対する成果と課題対応の経緯 (平成 28 年度)

青字: 良好事項
赤字: 課題事項

具体的な目標		最終的な成果	年度毎の取り組み(1/3)	
			平成28年度(2016年度)	
			予定	成果
			【概説】 基本となる母材希釈率の低減の効果確認が重要。それを追及しつつ、研究成果の重要な指針である強度特性の取得までたどり着く。	【概説】 母材希釈率低減に課題あり。強度未達ながらも、強度評価まで辿りつき、以降研究の基礎が構築された。
①造形手法の確立	母材希釈率10%以下	達成 (1%~数%)	・Fe系合金の選定 ・Fe-Ti, Ni-Ti	・マルエージング鋼を選定 ・母材希釈率16~20%。 ・顕著な割れなく接合条件を取得するも、一部、酸化スケールや微細クラックがのこる。
②平坦接合の特性評価	低強度側の引張強度を上回る	一部達成 (Ti-Alの組み合わせについて達成)	Fe-Ti, Ni-Tiについて、低強度側の金属(Ti)の値を上回る	Fe-Ti約140MPa, Ni-Ti約100MPaで未達。(Ti側強度は約930MPa)
	データの充実 (引張強度、疲労、破壊)	未達	—	—
③傾斜機能構造の特性評価	データの充実 (引張強度、疲労、破壊)	未達	マイクロビード造形でテストピースを作り、少数データ取得。低強度側の金属(Ti)の値を上回る	平坦接合に課題があり、造形見送り
	マイクロビード形状の再設定 (熱応力緩和30%以上)	概ね達成	形状のスタディ実施	熱応力解析を用い、山の高さが低くとも(造形が容易)、30%程度の熱応力低減効果が得られることを確認。
④FEM構造解析の精度向上	強度試験	未達	—	—
	加熱試験	達成	—	—
	熱物性値の取得	達成	データ取得	予定通りデータを取得

表 1.5(2/3) 当初予定に対する成果と課題対応の経緯 (平成 29 年度)

青字: 良好事項
赤字: 課題事項

具体的な目標		最終的な成果	年度毎の取り組み(2/3)	
			平成29年度(2017年度)	
			予定	成果
			【概説】 基本となる母材希釈率の低減などの条件確立をま ず達成。テストピースデータを充実させる。	【概説】 母材希釈率の低減等の条件は高いレベルで達 成。反面、テストピース大の造形に苦戦し、強度評 価まで至らず。要因を分析し、次年度の活動につ なげた。
①造形 手法の 確立	母材希釈率10%以 下	達成 (1%~数%)	<p><Fe-Ti, Ni-Ti課題取り組み></p> <ul style="list-style-type: none"> 回折素子(DOE)レンズの導入、バックアップとし てシングルモードレーザの導入を計画。母材希釈 率を低減する。結果として微細クラック防止を狙 う。 Fe-Tiについて、不活性ガス環境下で造形し、さ らに予熱温度低減を図る。 <p><Al単体の造形条件出し></p> <ul style="list-style-type: none"> 複数粉末によるトライ&エラーにより、ポイド抑制 バックアップとして、酸化被膜除去やワイヤ積層 を計画。 <p><Fe-Al, Ti-Alの平坦接合></p> <ul style="list-style-type: none"> 母材希釈率10%以下 割れ、偏析なし バックアップとして、三元系での組成を考慮する 	<p><Fe-Ti, Ni-Ti課題取り組み></p> <ul style="list-style-type: none"> 回折素子(DOE)レンズの導入により、母材希釈 率は1~数%を達成。ビードレベルでの微細クラック は抑制。 シールドボックスを作成し、酸化スケールを解消。 <p><Al単体の造形条件出し></p> <p>3D造形用に開発されたScallmaroy粉末を用いるこ とにより、良好に造形できることを確認。</p> <p><Fe-Al, Ti-Alの平坦接合></p> <ul style="list-style-type: none"> Ti-Alは、DOEレンズの活用によって、1%を下回る 母材希釈率を達成。割れ、偏析もなく、4種類の組 み合わせの中で最も良好な接合。 Fe-Alは母材希釈率は10%以下なるも、ビードの 段階で割れが発生し、課題あり。
②平坦 接合の 特性評 価	低強度側の引張強 度を上回る	一部達成 (Ti-Alの組み合 わせについて達 成)	Fe-Ti, Ni-Ti, Fe-Al, Ti-Alについて、低強度側の 金属の値を上回る	<p><Fe-Ti, Ni-Ti></p> <ul style="list-style-type: none"> ビードレベルでは微細クラック発生は抑制できる が、引張強度テストピース用の大きさに造形する 際に剥離が発生し、テストピース製造できず。 <p><Fe-Al></p> <p>ビードの段階で割れが発生しており、強度取得に 至らず。</p> <p><Ti-Al></p> <p>約200MPaで未達(AI側強度は約375MPa)</p> <p>上記事象に対し、要因として、造形・冷却時の残 留応力と、接合界面に発生している脆弱層(金属 間化合物)の冶金的調査が重要であると分析し た。</p>
	データの充実 (引張強度、疲労、 破壊)	未達	データ取得	テストピース大造形に課題があり、見送り
③傾斜 機能構 造の特 性評価	データの充実 (引張強度、疲労、 破壊)	未達	マイクロビード造形でテストピースを作り、少数デー タ取得。低強度側の金属(Ti)の値を上回る。 その後、データ充実。	平坦接合に課題があり、造形見送り
	マイクロビード形状 の再設定 (熱応力緩和30%以 上)	概ね達成	—	—
④FEM構 造解析 の精度 向上	強度試験	未達	—	—
	加熱試験	達成	—	—
	熱物性値の取得	達成	—	—

表 1.5(3/3) 当初予定に対する成果と課題対応の経緯 (平成 30 年度)

青字: 良好事項
赤字: 課題事項

具体的な目標		最終的な成果	年度毎の取り組み(3/3)	
			平成30年度(2018年度)	
			予定	成果
			<p>【概説】 テストピース大の造形を達成すべく、残留応力の把握と冶金的調査の2つに的を絞り、網羅的に検討することに注力。以降の研究活動は、委託者と綿密に調整しつつ、実施項目を決定してゆく。</p>	<p>【概説】 両者の詳細調査を経て、実現可能性の優劣を、その原理と合わせて把握した。委託者との調整を行い、本研究の着地点として、その原理の裏付けの充実と、実現可能性の高い2種類の組み合わせに絞ったデータ取得を行う方針とした。結果、Ti-Alの組み合わせについて目標とする強度特性を得ることができた。 なお、これら成果の途中経過について学会発表を行い、高い評価を得るとともに、溶接接合による異種金属接合の分野において、強度評価までたどり着いた事例がきわめて少なく、本研究が先進的なものであることを、改めて確認した。</p>
①造形手法の確立	母材希釈率10%以下	達成 (1%~数%)	<p>FY29で明らかになった課題に対して、先行して注力。成果を反映したテストピースの引張強度が、低強度側の引張強度を上回ることを確認する。</p> <p><造形・冷却時の残留応力の分析> 熱応力解析により、テストピース造形時の熱応力の挙動を把握し、造形ができる条件を把握する。</p> <p><接合界面の冶金的調査> 状態図の分析、およびEPMA等により界面に発生している脆弱層の詳細を把握し、割れを抑制する条件確立につなげる。</p>	<p><造形・冷却時の残留応力の分析> 線膨張率、高温強度といった材料物性値による予熱温度に対する残留応力発生傾向を明らかにし、母材/ビードの材料選択と予熱温度の最適解を見出した。</p> <p><接合界面の冶金的調査> 材料組み合わせ毎に界面冶金特性を整理し、以下のポイントに沿って母材とビードを状態図から適切に選択することで、健全な異材界面を得ることができる組み合わせを明らかにした ①金属間化合物バリア型:母材成分が混入することで融点が急上昇する側をビードとする。(Al on Ti) ②合金ビード形成型:合金相を形成する側をビードとする。(Ni on Ti、Fe on Al、Ti on Al) ③金属間化合物ビードを形成型:造形困難(上記以外)</p> <p>以上の成果をもとに、造形したテストピースにて引張試験を実施。組み合わせとしては、実現の可能性が高い以下の組み合わせに注力した。</p> <p>◆ Al on Ti >予熱あり: 界面がAl合金の0.2%耐力を超え、塑性変形した >予熱なし: 塑性変形挙動は見られなかったが、Al側で破断した ◆ Ti on Niは、塑性変形せずに界面で破断した。</p>
②平坦接合の特性評価	低強度側の引張強度を上回る	一部達成 (Ti-Alの組み合わせについて達成)	データ取得(※)	—(※)
	データの充実(引張強度、疲労、破壊)	未達	データ取得(※)	—(※)
③傾斜機能構造の特性評価	データの充実(引張強度、疲労、破壊)	未達	マイクロビード造形でテストピースを作り、少数データ取得。低強度側の金属(Ti)の値を上回る。その後、データ充実。(※)	—(※)
	マイクロビード形状の再設定(熱応力緩和30%以上)	概ね達成	④にて精度向上させたモデルで確認。(※)	—(※)
④FEM構造解析の精度向上	強度試験	未達	代表1例について板形状等のシンプルな形状で強度試験を実施。(※)	—(※)
	加熱試験	達成	平坦接合の特性評価に資する活動と合わせて、造形中の熱応力状態データを取得する。(※)	非接触式の画像処理で変形量とひずみ量を計測できる「ARAMIS」により、造形中のデータを取得。実試験と解析で全ひずみや弾塑性ひずみの傾向が概ね一致することが確認した。
	熱物性値の取得	達成	—	—

(※)委託者の承認を得て実施するとして項目。

1.6 経費の効率的執行

研究の実施においては、社内既存設備を最大限活用した。特に造形に用いた LMD 装置は、社内既存設備を最大限利用することで予算を最小限にとどめた。

設備備品については、粉末を供給するために用いるホッパー、レーザービーム形状を造形に適した形に変換するための DOE レンズ及びその固定治具、造形時の酸化を防止するためのシールドボックス、造形時に適切な温度に予熱するための高周波コイル、造形時のロボットの稼働を正確にするためのキャリブレーションツールなど、真に研究の実施に必須となる装置の購入に限定した。

設備備品と研究者の人件費以外には、LMD 造形に必要な金属粉末、金属ブロック、アルゴンガスなど消耗品に限定するなど効率的な予算の執行を徹底した。

2.1 平成30年度の実施計画

平成30年度は以下の①から⑤までを実施する。ただし、2017年度の成果から明らかになった①及び②(1)の課題解明を先行して実施するものとし、その成果を反映したテストピースの引張強度が低強度側の金属の引張強度を上回ることを確認した上で、委託業務変更承認申請書を委託者に提出し、承認を得た後、②(2)から(4)まで並びに③及び④を実施するものとする。

① 造形手法の確立

(1) Fe-Ti及びFe-Alの平坦接合 2017年度課題への対策

2017年度の委託業務において抽出した課題に対し、以下に示す対策を実施することで、接合部の強度向上を目指す。

課題1:Fe-Ti及びFe-Alの平坦接合において、接合部位にクラックが生じている。

対策1:以下の対策のいずれか又は両方を実施し、クラックを抑制する。

- ・最適な予熱温度と冷却条件を設定する。
- ・別の素材を微量追加することで、三元系での組成を考慮する。

② 平坦接合の特性評価

(1) テストピース造形 2017年度課題への対策

2017年度の委託業務において、強度評価用のテストピースを造形する際に抽出した課題に対し、以下に示す対策を実施することで、接合部の強度向上を目指す。

課題2:Ni-Tiのテストピースを切り出すためのブロック材(幅40×長さ60×高さ45mm程度)の造形において、冷却時に接合界面が剥離する場合がある。

対策2:熱応力解析により、テストピース造形時の熱応力の挙動を把握し、剥離せずに造形が出来る条件(予熱温度、造形パラメータ、ブロック材の大きさ等)を把握する。なお、同様の課題は他の全ての組み合わせ(Fe-Ti, Fe-Al, Ti-Al)も対象となるため、同様の対策を検討する。

(2) Fe-Tiの平坦接合の強度評価(委託者の承認を得るまでは実施しない。)

Fe-Tiの平坦接合について、テストピースを作成し、強度試験を実施する。実施項目を以下に示す。

- ・平坦接合界面に垂直な方向の引張強度(温度別)(昨年度からの継続):最低3種類の温度条件(目安として常温、使用上限温度、これら中間とする)における引張強度を評価する。目標は、低強度側の金属(Ti系合金)の引張強度を上回ることとする。評価するサンプル数は、これまでに取得したサンプルと合わせて合計10個以上とする。
- ・疲労試験及び破壊靱性試験:H29年度に取得済みの計画であるが、引張強度の結果等を踏まえて再取得の必要が生じた場合は、テストピースを作成し、再度試験データを取得する。評価するサンプル数は各試験1個以上とする。

(3) Fe-Alの平坦接合の強度評価(委託者の承認を得るまでは実施しない。)

Fe-Alの平坦接合について、テストピースを作成し、強度試験を実施する。実施項目を以下に示す。

- ・平坦接合界面に垂直な方向の引張強度(温度別):最低3種類の温度条件(目安として常温, 使用上限温度, これら中間とする)における引張強度を評価する。目標は, 低強度側の金属(Al系合金)の引張強度を上回ることとする。評価するサンプル数は, これまでに取得したサンプルと合わせて合計10個以上とする。
- ・疲労試験及び破壊靱性試験:Fe-Alの平坦接合について, 疲労強度及び破壊靱性値のテストピースを作成し, 疲労試験及び破壊靱性試験を実施し, この材料の平坦接合が実用に耐えうる可能性を示すための予備的な試験データを取得する。評価するサンプル数は各試験1個以上とする。

(4) Ti-Alの平坦接合の強度評価(委託者の承認を得るまでは実施しない。)

Ti-Alの平坦接合について、テストピースを作成し、強度試験を実施する。実施項目を以下に示す。

- ・平坦接合界面に垂直な方向の引張強度(温度別):最低3種類の温度条件(目安として常温, 使用上限温度, これら中間とする)における引張強度を評価する。目標は, 低強度側の金属(Al系合金)の引張強度を上回ることとする。評価するサンプル数は, これまでに取得したサンプルと合わせて合計10個以上とする。
- ・疲労試験及び破壊靱性試験:Fe-Alの平坦接合について, 疲労強度及び破壊靱性値のテストピースを作成し, 疲労試験及び破壊靱性試験を実施し, この材料の平坦接合が実用に耐えうる可能性を示すための予備的な試験データを取得する。評価するサンプル数は各試験1個以上とする。

③ 傾斜機能構造の特性評価(委託者の承認を得るまでは実施しない。)

(1) Ni-Tiの平坦接合の強度評価

Ni-Tiの平坦接合について、テストピースを作成し、強度試験を実施する。実施項目を以下に示す。

- ・平坦接合界面に垂直な方向の引張強度(温度別)(昨年度からの継続):最低3種類の温度条件(目安として常温, 使用上限温度, これら中間とする)における引張強度を評価する。目標は, 低強度側の金属(Ti系合金)の引張強度を上回ることとする。評価するサンプル数は, これまでに取得したサンプルと合わせて合計10個以上とする。

- ・疲労試験及び破壊靱性試験:H29年度に取得済みの計画であるが、引張強度の結果等を踏まえて再取得の必要が生じた場合は、テストピースを作成し、再度試験データを取得する。評価するサンプル数は各試験1個以上とする。

(2) Ni-Tiのマイクロビードの強度評価

Ni-Tiの平坦接合マイクロビードについて、テストピースを作成し、強度試験を実施する。実施項目を以下に示す。

- ・マイクロビードに垂直な方向の引張強度(温度別):最低3種類の温度条件(目安として常温, 使用上限温度, これら中間とする)における引張強度を評価する。目標は, 低強度側の金属(Ti系合金)の引張強度を上回ることとする。評価するサンプル数は, これまでに取得したサンプルと合わせて合計10個以上とする。
- ・疲労試験及び破壊靱性試験:Ni-Tiのマイクロビードについて, 疲労強度及び破壊靱性値のテストピースを作成し, 疲労試験及び破壊靱性試験を実施し, この材料の平坦接合が実用に耐えうる可能性を示すための予備的な試験データを取得する。評価するサンプル数は各試験1個以上とする。

(3) Ni-Tiのマイクロビード形状の再設定

脆弱層の形成を抑制しつつ, より熱応力緩和が見込めるマイクロビード形状を, FEM構造解析により再設定する。FEM構造解析は, ④にて精度を向上させたモデルで行い, 平坦に接合した材料と比べて熱応力を30%以上緩和することを目標とする。

④ FEM構造解析の精度向上(委託者の承認を得るまでは実施しない。)

全組み合わせについて, FEM構造解析モデルを構築し, 実際の供試体に外荷重や熱負荷を与えて得られたデータと合わせ込むことで, FEM構造解析の確立・高精度化を図る。具体的なマイルストーンを以下に示す。

(1) 強度試験

軽量かつ高耐荷重を目標とした異種金属の組み合わせ3種類(Fe-Ti, Ti-Al, Fe-Al)のうち代表1例以上について, 板形状等のシンプルな構造の供試体を作成し, 同時に同形状のFEM構造解析モデルを構築する。供試体に対して外荷重を付加する強度試験を実施し, ひずみ, 変位等のデータを取得して, 得られたデータによってFEM構造解析モデルの合わせ込みを行う。

(2) 加熱試験

軽量かつ高耐熱性を目標とした異種金属の組み合わせ1種類(Ni-Ti)について, 板形状等

のシンプルな構造の供試体を作成し、同時に同形状の FEM 構造解析モデルを構築する。供試体に対して熱環境を付加する加熱試験を実施し、ひずみ等のデータを取得して、得られたデータによって FEM 構造解析モデルの合わせ込みを行う。なお、FEM 構造解析モデルの合わせ込みでは、H28 年度に取得した熱物性値(熱伝導率, 線膨張係数等)を活用する。

2.2 平成 30 年度の研究実施日程

業務項目／月	4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2	3
①造形手法の確立	←									→		
②平坦接合の特性評価										←	→	
③傾斜機能構造の特性評価												
④FEM 構造解析の精度向上(*1)												
⑤プロジェクトの総合的推進(*2, *3)	←											→

*1:①造形手法確立の中で、造形時の残留応力低減を目的として、FEM解析を実施。また、実現象との合わせ込みを行い、解析の妥当性も検証した

*2:溶接学会において2回(9月, 10月)発表を実施。学会での発表を通じて、本研究内容を広めることに加えて、本研究が、LMD を用いた異材接合方法としては先進的な取り組みをしているものであることが確認できた。特に、DOE レンズを活用した希釈率の低減、材料を入れ替えることによる残留応力低減とバリア効果の活用は、学会でも強い関心を得た。また、本研究の様に界面強度評価にまで踏み込んだ研究事例は少なく、本研究を通じて貴重なデータを取得することができた。

*3:平成30年度はプログラムオフィサー及び事務局と年間通じて研究進捗報告を実施(計7回)。研究者以外の貴重なご意見を頂戴し、研究へフィードバックをかけることができた。

2.3 平成30年度の研究成果の説明

2.1項の冒頭に記載した通り、平成30年度の研究では、2017年度の成果から明らかになった課題解明を先行して実施するものとした。そのため、計画した項目のうち、成果を出すことができた項目と実施しなかった項目が存在する。表2.3-1に平成30年度の計画項目に対する取り組み状況を示す。また、成果を出すことができた項目については、結果詳細を後述する。

表2.3-1 平成30年度の計画項目に対する取り組み状況

平成30年度実施計画項目	取り組み状況
①造形手法の確立	
(1) Fe-Ti 及び Fe-Al の平坦接合 2017年度課題への対策	計画通り実施。結果詳細を 2.3①(異材接合可否状況), ①-2(解析を用いた適切な予熱施工条件の選定)に記載する。異種金属接合事象の解明として、組み合わせ毎の冶金的特性の評価、および冶金的特性の考察を行った。その詳細結果を①-1および①-3に記載する。
②平坦接合の特性評価	
(1) テストピース造形 2017年度課題への対策	計画通り実施。熱応力解析を実施し、剥離しにくい(残留応力を極力低減できる)条件を見出した。結果詳細を 2.3①-2に記載する。併せて界面強度向上させるため、施工中の酸化を抑制するため、シールドボックスの改善に取り組んだ。結果詳細を 2.3①-4に記載する。
(2) Fe-Ti の平坦接合の強度評価(*)	プログラムオフィサーと調整を実施し、実施項目に注力するため、平成30年度は本項目実施しないこととした。
(3) Fe-Al の平坦接合の強度評価(*)	プログラムオフィサーと調整を実施し、実施項目に注力するため、平成30年度は本項目実施しないこととした。
(4) Ti-Al の平坦接合の強度評価(*)	プログラムオフィサーと調整を実施し、平坦接合の代表表として Al on Ti の引張試験を実施した。結果詳細を 2.3②-1 に示す。
③傾斜機能構造の特性評価	
(1) Ni-Ti 平坦接合の強度評価(*)	プログラムオフィサーと調整を実施し、本項目は②(1)テストピース造形 2017年度課題への対策の一環として Ti on Ni の引張試験を実施した。結果詳細を 2.3③-1 に示す。
(2) Ni-Ti のマイクロビードの強度評価(*)	プログラムオフィサーと調整を実施し、実施項目に注力するため、平成30年度は本項目実施しないこととした。
(3) Ni-Ti のマイクロビード形状の再設定(*)	プログラムオフィサーと調整を実施し、実施項目に注力するため、平成30年度は本項目実施しないこととした。

*：“委託者の承認を得るまでは実施しない。”とした項目

表 2.3-1 平成 30 年度の計画項目に対する取り組み状況（継続）

④FEM 構造解析の精度向上	
(1)強度試験(*)	プログラムオフィサーと調整を実施し、実施項目に注力するため、平成 30 年度は本項目実施しないこととした。
(2)加熱試験(*)	プログラムオフィサーと調整を実施し、実施項目に注力するため、平成 30 年度は本項目実施しないこととした。

*：“委託者の承認を得るまでは実施しない。”とした項目

① 造形手法の確立

平成 29 年度の報告に記載した通り、Ti-Al(Al on Ti)の組み合わせのみ強度試験を実施し異材接合部の引張強さ特性を取得できたが、Ni-Ti(Ti on Ni)及びFe-Ti(Ti on Fe)では、引張試験片を加工中に破断(図 2.3①-0-1)、Fe-Al(Al on Fe)は接合できる条件が確立できなかった(1.1 節①-1 項 図 1.1①-1-1 参照 Al on Fe 写真参照)。

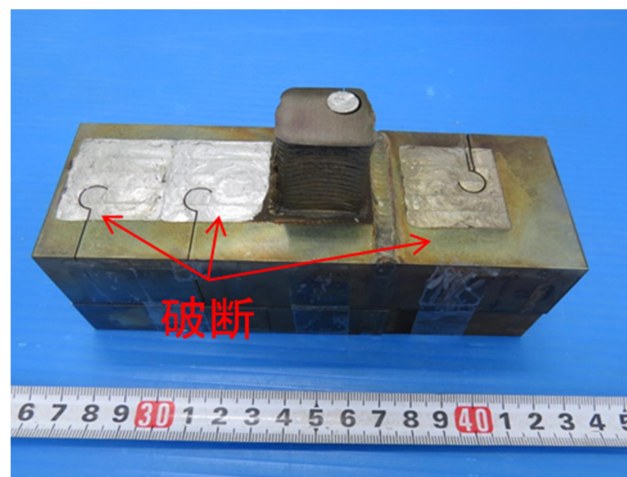


図 2.3①-0-1 Ni-Ti 平坦接合供試体加工中破断例(平成 29 年度成果)

後述する冶金的評価(②-1)及び残留応力評価(②-2)を実施することで、Ni-Ti(Ni on Ti, Ti on Ni)平坦接合、Fe-Ti(Ti on Fe)平坦接合、Ti-Al(Al on Ti)平坦接合、Fe-Al(Fe on Al)平坦接合において、界面に割れなく単ビードのビードオンを実施することができた。(図 2.3①-0-2) それぞれの詳細評価結果を以降に記す。

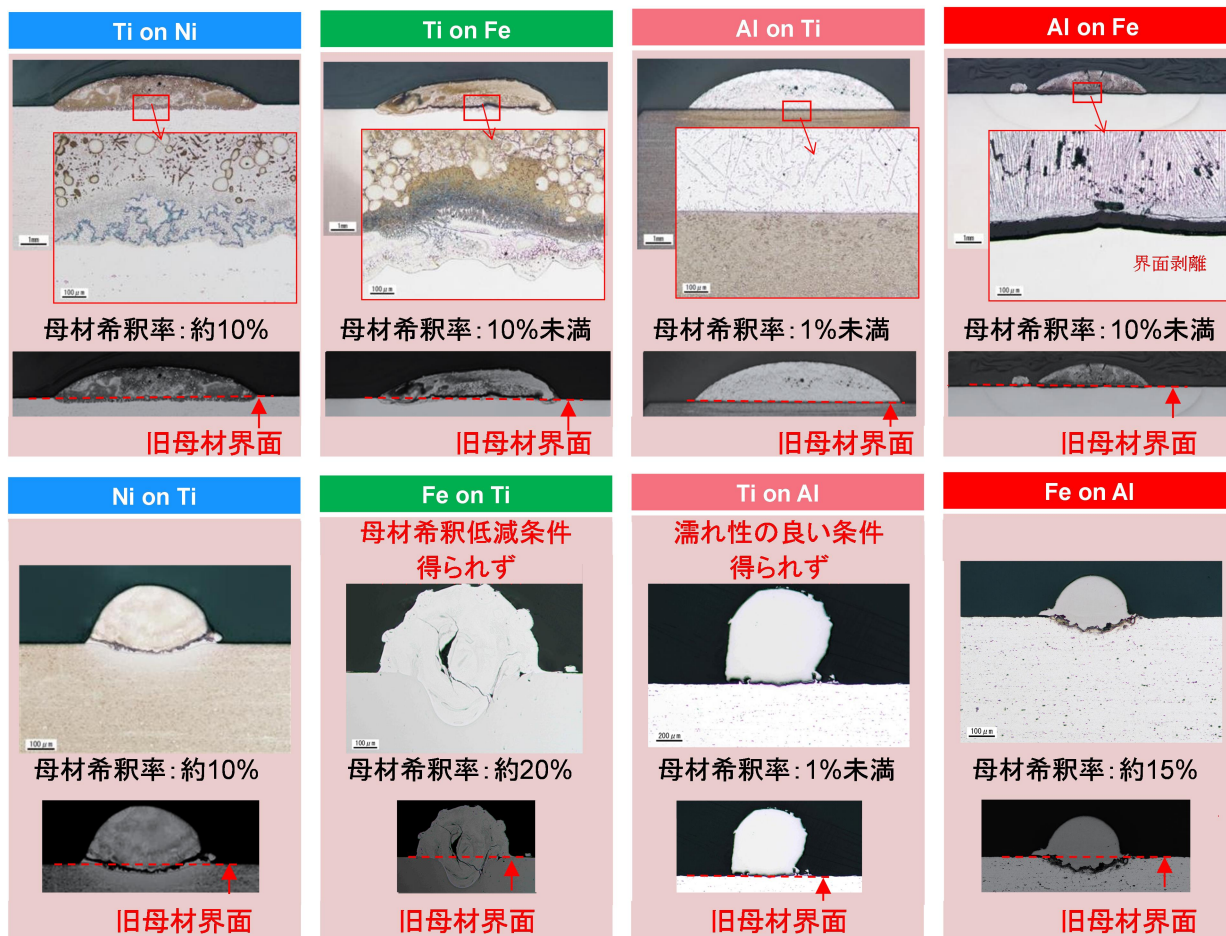


図 2.3①-0-2 単ビード造形条件の断面観察結果

①-1 界面冶金評価による組み合わせごとの特性

単ビードの断面に対して、EPMA (Electron Probe Micro Analyzer: 電子線マイクロアナライザ) 法による定性成分分析を行った結果と、本条件で複数パス・複数層の造形を実施し、造形体と母材界面付近の断面に対する微小硬さ試験、EBSD (Electron Back Scattered Diffraction Pattern: 電子線後方散乱回折) 法による結晶構造解析を実施した。図 2.3①-1-1～図 2.3①-1-4 にそれぞれ、Ni-Ti, Fe-Ti, Ti-Al, Fe-Al のそれぞれの評価結果を示す。また、以下に各条件の特徴を示す。

(1) Ni-Ti について

(a) Ti on Ni の評価結果

成分分析: 界面～300 μ m で母材成分 Ni が多く、造形体内部の約 20wt.% が母材成分 Ni。
 硬さ分析: 2 層目まで(界面～約 3mm)は 3 層目以降に比べて硬く、1 層目から 3 層目までも段階的に硬さが低下する。

結晶構造:1層目(約1mm)は2層目以降と結晶構造が異なる。ビード1層目全てが金属間化合物であると考えられる。

(b) Ni on Ti の評価結果

成分分析:界面~50 μ mで母材成分Tiが多く、ビード内部の約5wt.%が母材成分Ti。

硬さ分析:2層目まで(界面~約0.5mm)は3層目以降に比べて硬く、1層目から3層目までも段階的に硬さが低下する。

結晶構造:1層目の界面近傍の約50 μ mの領域を除き、結晶構造は変化しない。Ti on Niに比べて、金属間化合物層の発生を大幅低減できた。

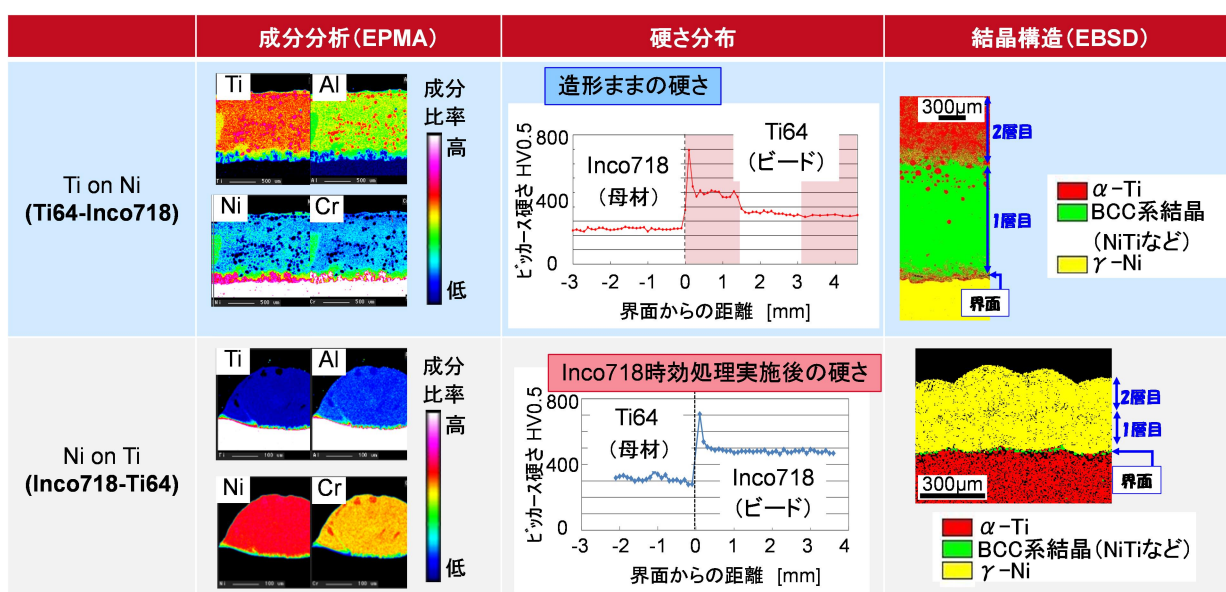


図 2.3①-1-1 Ni-Ti の評価結果

(2) Fe-Ti について

(a) Ti on Fe の評価結果

成分分析:界面~500 μ mと、ビード表面~150 μ mで母材成分Feが多く、ビード内部の約10wt.%が母材成分Fe。

硬さ分析:3層目まで(界面~約4mm)は4層目以降に比べて硬く、1層目から3層目までも段階的に硬さが低下する。

結晶構造:1層目(約1mm)は2層目以降と結晶構造が異なる。ビード1層目全てが金属間化合物であると考えられる。

(b) Fe on Ti の評価結果

成分分析:界面~ビード表面までほぼ均一に母材成分Tiが分布。

硬さ分析:造形体(Fe)の硬さは、Ti on Feの母材のFeの硬さ(Hv300-400)に比べて高く、界面付近が元も硬い傾向であった。

結晶構造:HCP(六方最密格子, Hexagonal Close-Packed lattice)系結晶とBCC(体心立方格子, Body Centered Cubic lattice)系結晶(金属間化合物)が混在した状態で存在。

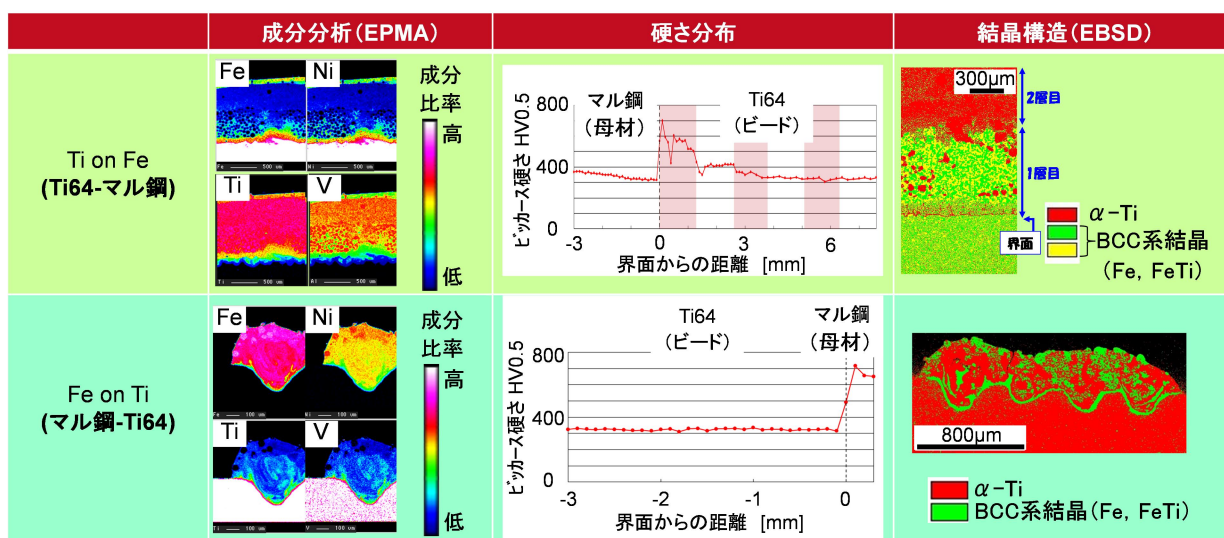


図 2.3①-1-2 Fe-Ti の評価結果

(3) Ti-Al について

(a) Al on Ti の評価結果

成分分析: 界面の極近傍で母材成分 Ti が多いが, ビード内部にはほぼ母材成分 Ti は含まれない(約 0.5wt.%)

硬さ分析: 界面を境に母材側とビード側の硬さが明確に分かれ, 硬さの遷移領域はない(100 μ m ピッチの測定において)

結晶構造: Al 造形体の中には脆弱な金属間化合物と認められるようなものは認められず, 1層目と2層目以降に明確な差はない。

(b) Ti on Al の評価結果

成分分析: Ti および V はビード内に均一に分布しており, Al 成分の過度な偏析も認められないことから, 母材由来の Al 成分はビード内部にほとんど含まれないと考えられる。

硬さ分析: 単ビードでは界面接合されていたが, 複数パス積層時に界面剥離が発生し, 界面付近の硬さ測定は出来なかった

結晶構造: ビード内結晶構造は Al on Ti の母材, すなわち, Ti64 母材と同等である。従って結晶構造および上記成分分析から, ビードの組成は, およそ Ti64 であると考えられる。

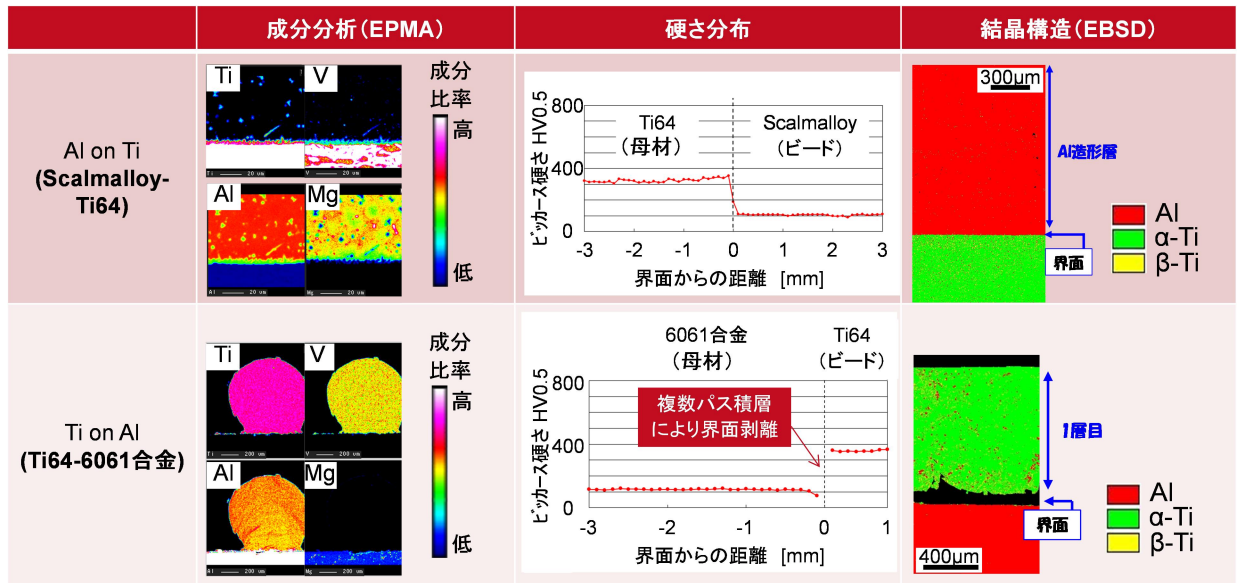


図 2.3①-1-3 Ti-Al の評価結果

(4) Fe-Al について

(a) Al on Fe の評価結果

成分分析: 界面～ビード表面までほぼ均一に母材成分 Fe が分布。ビード内部の約 15wt.% が母材成分。

硬さ分析: 界面が接合されている条件が見出せていないため、計測不可。

結晶構造: 1 層目ビードのほぼ全体が脆弱な金属間化合物である $Al_{13}Fe_4$ となっている。

(b) Fe on Al の評価結果

成分分析: 成分変化が大きな凹凸の界面存在。ビード内部の約 10wt.% が母材成分。

硬さ分析: 2 層目まで(界面～約 0.5mm)は 3 層目以降に比べて硬い

結晶構造: 界面近傍に脆弱な金属間化合物である $Al_{13}Fe_4$ がわずかに形成されているが、ビード内に $Al_{13}Fe_4$ はほとんど見られない。

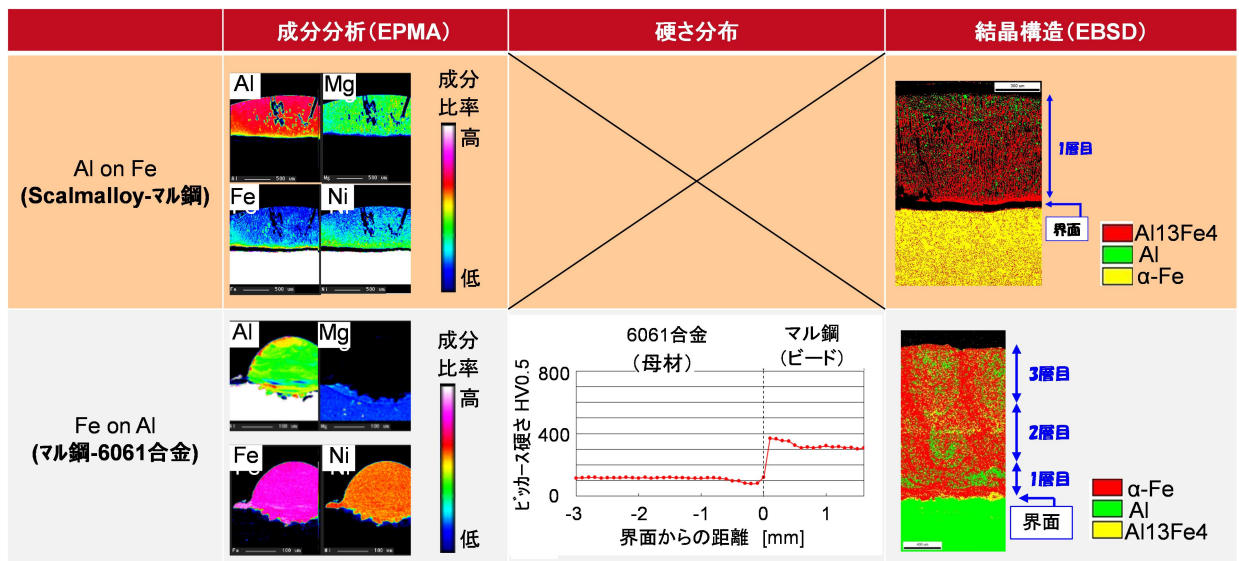


図 2.3①-1-4 Fe-Al の評価結果

①-2 残留応力評価による組み合わせごとの特性

(1) 解析モデル

①-1 項での冶金的な評価に対して、溶接に伴う凝固収縮により発生する残留応力(熱応力)を FEM 熱弾塑性解析にて評価し、残留応力を低減できる条件について検討を実施した。解析の概要を以下と図 2.3①-2-1 に示す。本解析モデルの妥当性については、後述の④項に詳細を示すが、実現象をよく再現できるモデルであることが確認できているものである。

< 数値解析概要 >

ソフト	:	QuickWelder 2014
方法	:	FEM 熱弾塑性解析
モデル	:	図 2.3①-2-1 に示すハーフモデル
物性値	:	文献値の物性値 ([1]などをベースとした社内データベース)
評価方法	:	溶接ビードの縦収縮方向(Z)の応力を評価
母材予熱	:	実試験を模擬して室温から 800℃までの母材予熱条件を適用

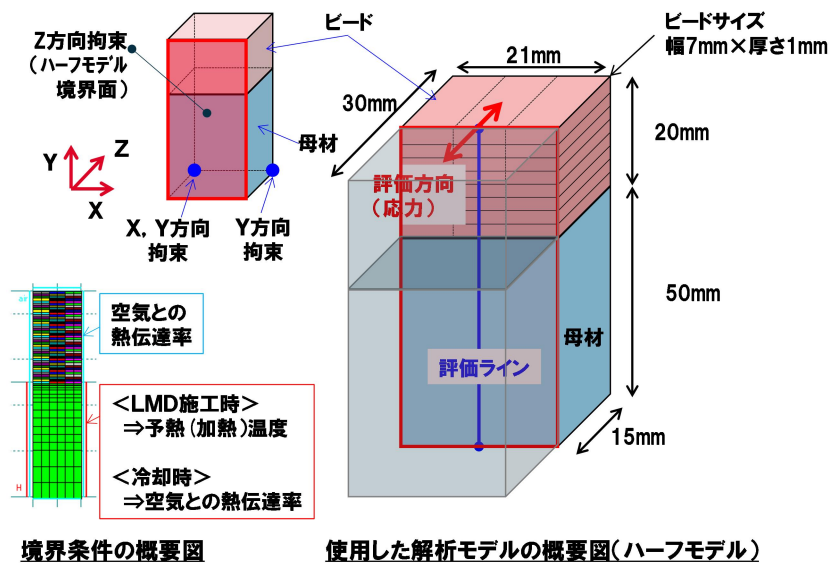


図 2.3①-2-1 解析モデル概要

(2) 解析結果

上記(1)項に示した解析モデルを使用して、Ti on Ni に関する解析を実施した。数値解析の結果、母材予熱温度が 800℃ の場合、図 2.3①-2-2 に示す通り、評価ライン上の応力ピーク値は母材(Ni)側でピークを持ち、約 300MPa の引張の残留応力が発生することを確認した。

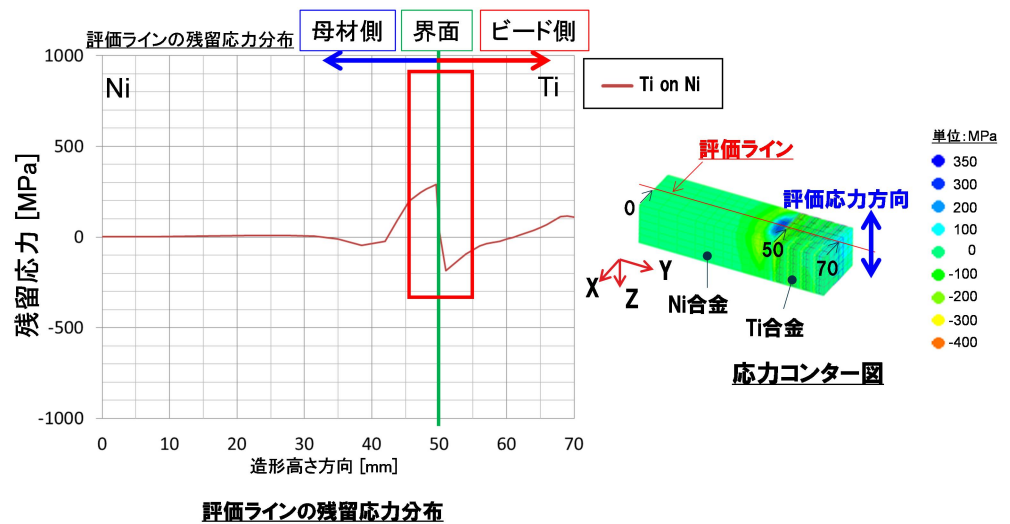


図 2.3①-2-2 Ti on Ni の造形後の残留応力に関する解析結果

一方で、図 2.3①-2-3 に示す通り、Ni on Ti の場合、上記と同様の予熱温度においては、評価ライン上の応力ピーク値は、ビード(Ni)側でピークを持ち、約 200MPa の引張の残留応力が発生することを確認した。以上の結果から、Ni on Ti は、Ti on Ni に比べて発生する残留応力が小さくなることがわかった。

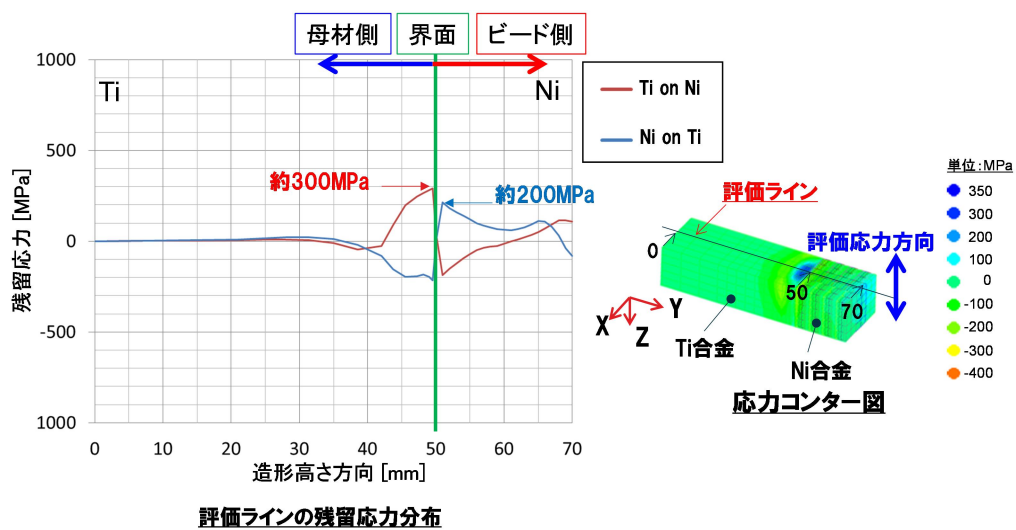


図 2.3①-2-3 Ni on Ti の造形後の残留応力に関する解析結果

さらに、予熱温度及び母材／ビード材料を変更した場合の残留応力分布について評価を実施した。評価結果を図 2.3①-2-4 に示す。評価ライン上の応力ピーク値は、Ti on Ni の場合、予熱温度とほぼ線形関係であり、高温ほど残留応力のピークが減少する傾向にある。

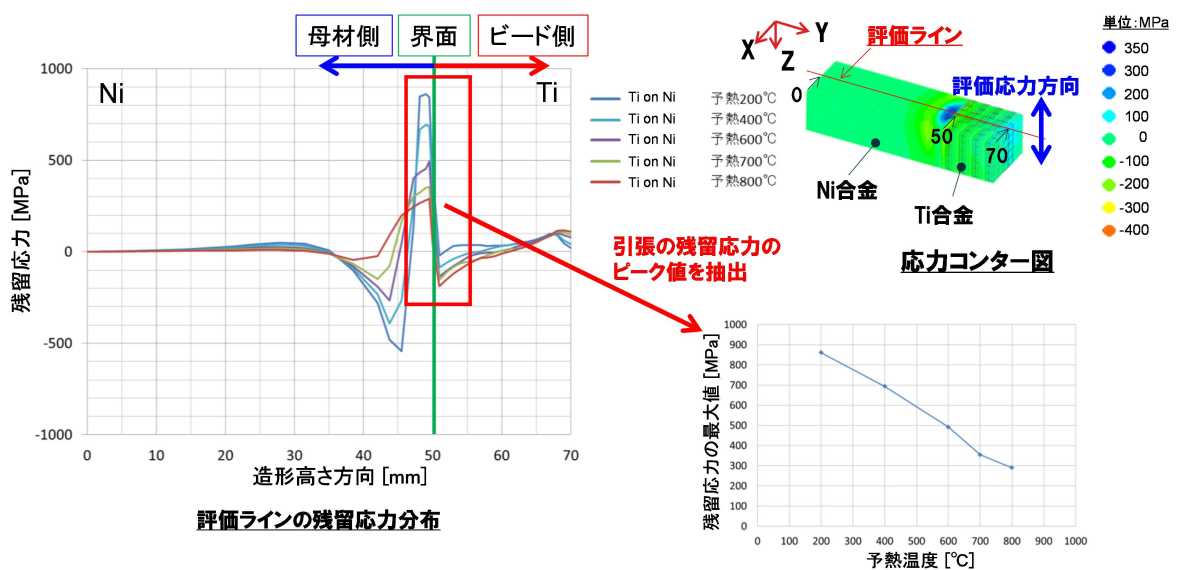


図 2.3①-2-4 Ti on Ni の予熱温度と残留応力の関係

このような予熱温度により造形後の残留応力が変化する現象について、図 2.3①-2-5 に示す造形中の温度、熱ひずみ、塑性ひずみ、残留応力の関係から考察を行った。

Ti on Ni の場合、予熱温度が低いほどビード溶着時の母材温度上昇幅が大きくなり、これにより温度変化による熱ひずみ（線膨張ひずみ）が大きくなる。この結果、溶着部直下の母材（Ni）に圧縮塑性ひずみが生じることにより、冷却後は、界面に高い残留応力が発生すること

を解析結果から確認できた。つまり、予熱温度の違いによりビード付着部の温度上昇の幅が異なり、この温度上昇の幅により造形後の残留応力が決まると考えられる。

上記と同様の解析を、その他の組み合わせに対しても実施した。実施した結果を図 2.3①-2-6 に示す。線膨張率、高温強度といった材料物性値により、材料ごとに予熱温度に対する残留応力発生傾向が異なることが分かった。

以上の結果から、「母材／ビードの材料選択」、「予熱温度」を考慮することで組み合わせごとに残留応力を低減できる可能性が示唆された。これらをまとめた結果を表 2.3①-2-1 に示す。異材接合においては、冶金的評価との総合的な評価を行う必要があるが、数値解析による残留応力の観点から、それぞれビード on 母材の組み合わせを Ni on Ti, Fe on Ti, Al on Ti, Al on Fe のように選択することが有利であると考えられる。

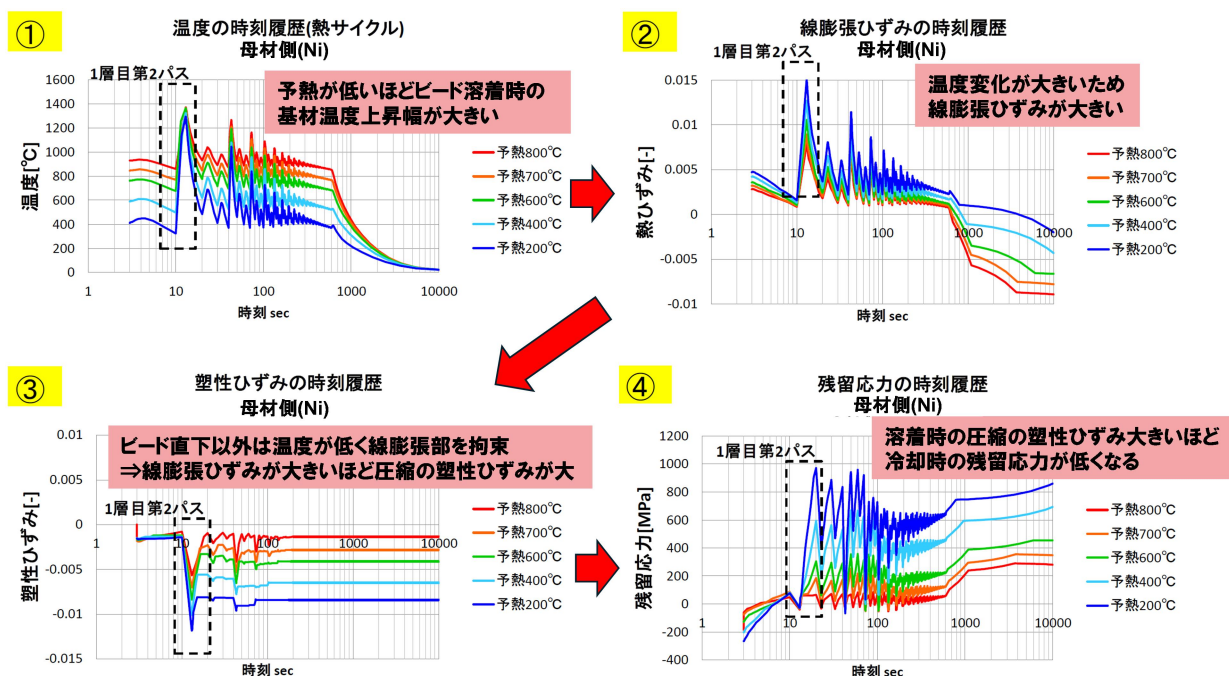


図 2.3①-2-5 予熱温度により造形後の残留応力が変化する現象についての考察

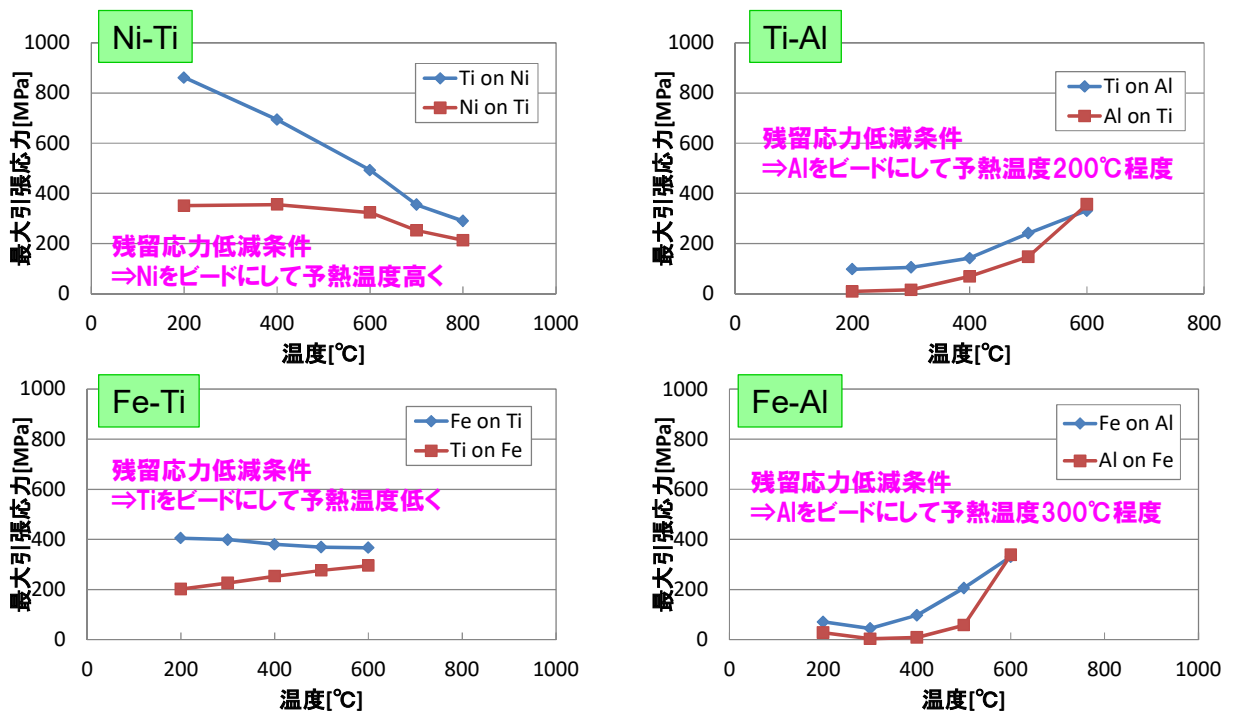


図 2.3①-2-6 各種組み合わせにおける予熱温度，母材／ビードの材料選択と残留応力の関係

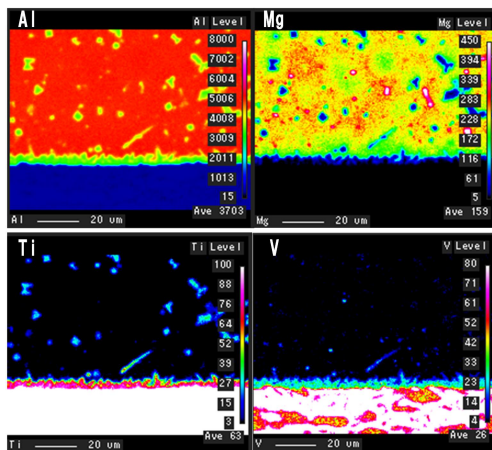
表 2.3①-2-1 組み合わせごとの残留応力の検討結果まとめ

	Ni-Ti		Fe-Ti		Ti-Al		Fe-Al	
	Ni on Ti	Ti on Ni	Ti on Fe	Fe on Ti	Ti on Al	Al on Ti	Fe on Al	Al on Fe
数値解析による 残留応力評価	○ 200MPa (800°C)	× 300MPa	○ 200MPa (200°C)	× 350MPa	△ 100MPa	○ ほぼ0MPa (200°C)	△ 50MPa	○ ほぼ0MPa (300°C)

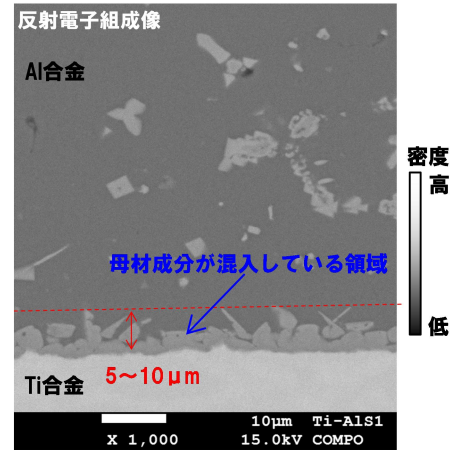
※()は設定予熱温度を示す

①-3 LMD による異材接合可否に関する冶金的考察

上述の①-2 項で，異材接合できる組み合わせと，できない組み合わせがあることがわかった。特に注目すべきは，Ti-AlのAl on Tiである。この組み合わせでは，複数パス・複数層の造形が可能であることに加えて，母材希釈はほとんど無いため造形体への母材成分の混入がほとんど無いことが特徴である。この組み合わせの界面近傍について，SEM-EPMA による追加調査を実施した結果を図 2.3①-3-1 に示す。調査の結果，界面近傍の約 5~10 μm の領域のみに母材成分が混入していることが確認できた。



EPMA成分マッピング分析結果



反射電子組成像

図 2.3①-3-1 Al on Ti の界面近傍断面の詳細調査結果

Al on Ti のみ母材成分とビード成分が混ざり合いにくかった原因について、各組み合わせの状態図^[4]から検討を実施した。各組み合わせの状態図と考察結果を図 2.3①-3-2 に示す。Al on Ti では、ビード成分 (Al) に母材成分が溶け込むと融点が高くなり、融合しにくい包晶系の反応が生じているが、その他では、ビード成分に母材成分が溶け込むと融点が低くなり、融合が促進される共晶系の反応が生じていることが分かる。つまり、図 2.3①-3-3 に示す通り、Al on Ti の場合は、はじめに母材と造形体が溶融し界面で Ti と Al が混合され、混合部の融点がビードの融点よりも上がり直ちに凝固し、次に、凝固した混合部がビードと母材の成分の混合を遮断し、ビードの溶融部が凝固するという順で異材接合されていると考えられる。一方、Ti on Ni では、はじめに母材と造形体が溶融し界面で Ni と Ti が混合され、混合部の融点がビードの融点よりも下がることから、母材側成分と造形体側成分の混合が促進され (図中③)、造形体全体に母材成分が広がりながら凝固 (図中④) するという順で異材接合されていると考えられる。

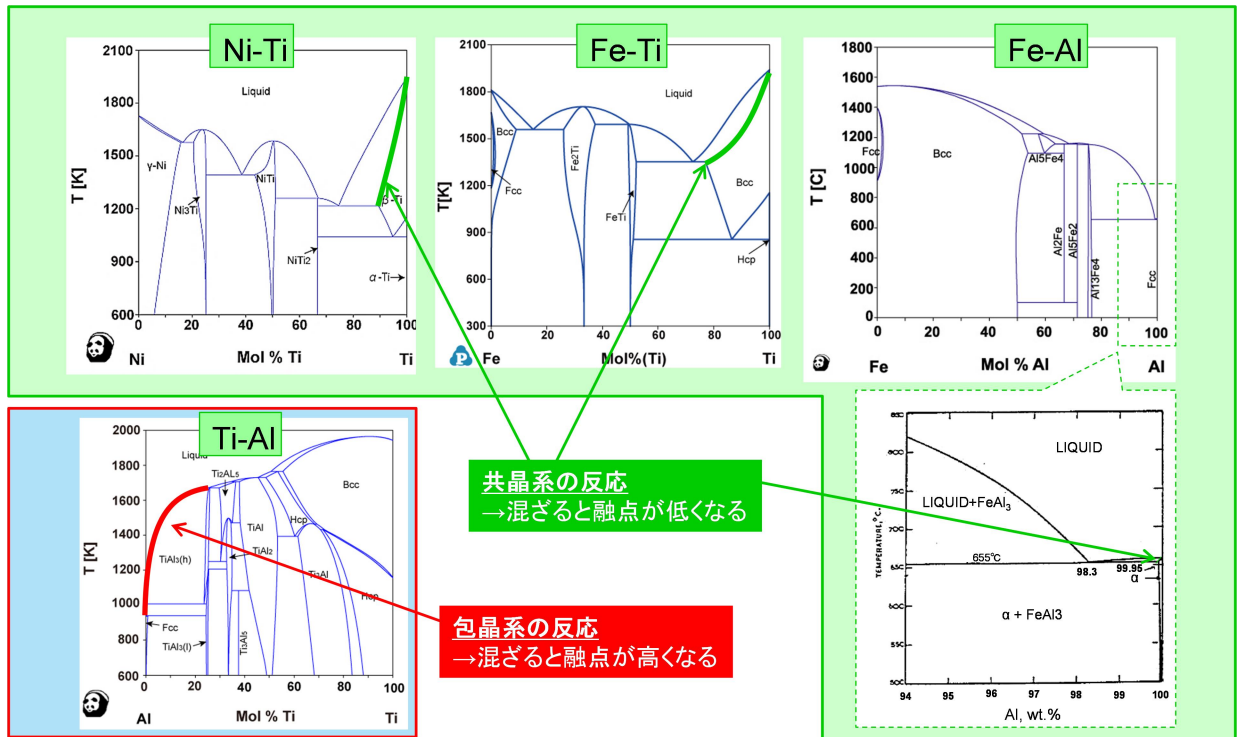


図 2.3①-3-2 各組み合わせの状態図と考察結果

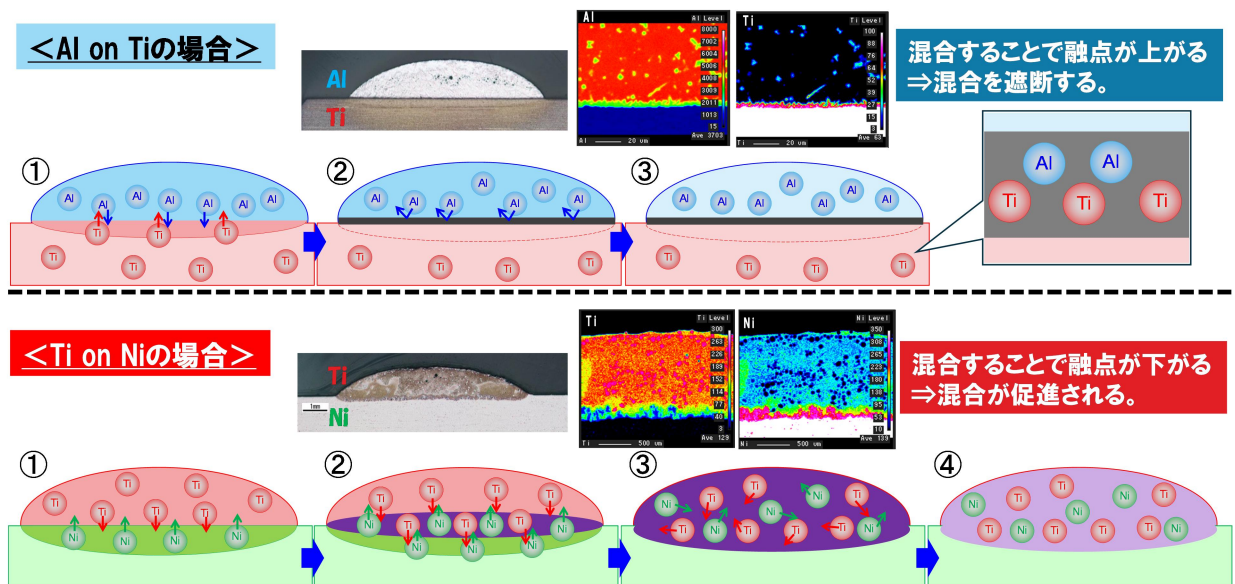


図 2.3①-3-3 Al on Ti 及び Ti on Ni の接合プロセスのメカニズム

Fe-Al の母材とビードを入れ替えた場合の接合可否について考察を行った。先の図 2.3①-3-2 の通り, Fe 側も Al 側もともに混合により融点が下がる共晶系の反応が起こるため, Al on Ti のように混合を遮断するバリアのような界面は形成されない。一方で Fe-Al の状態図で注目す

べきは、図 2.3①-3-4 に示す通り Fe 側に Al が混入する場合は約 50%まで Fe 中に Al が混合しても、延性のある金属(固溶体)として振舞うが、Al 側に Fe がわずかにでも混入した場合は、脆性な $Al_{13}Fe_4$ の金属間化合物が形成される。これにより、Fe on Al においては、ビードを Fe にすることで母材成分の Al がビード中に混入しても脆化せず、界面で剥離などが生じなかったものと考えられる。一方で、Al on Fe においては、ビードの Al に母材成分の Fe が混入して脆化することで界面剥離が引き起こされたと考えられる。

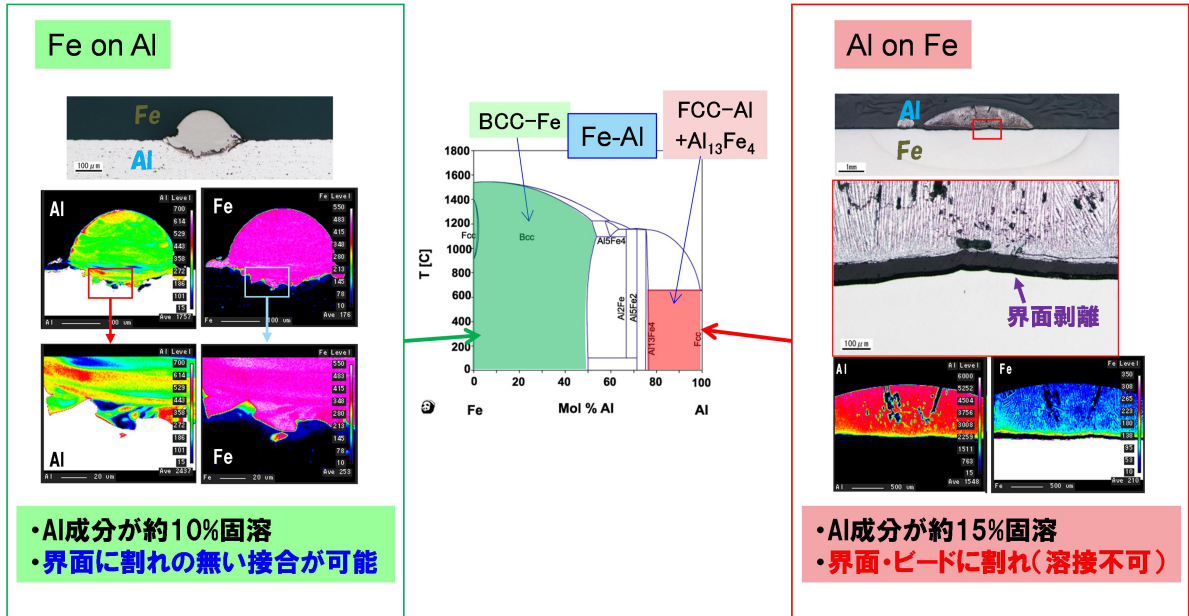


図 2.3①-3-4 Fe on Al の母材/ビード選択による金属間化合物形成の違い

Fe-Alと同様に、他の組み合わせについても図 2.3①-3-5 に示す通り、状態図を用いて同様の検討を実施した。検討の結果、Ni-Ti、Ti-Al に関しても、Fe-Al と同様な現象が発現すると考えられるが、Fe-Ti に関しては、ビードと母材を変更しても、脆化相の出現は防げないと考えられ、接合が困難であると考えられる。

以上の考察から、従来から脆い金属間化合物を形成するため溶接が不可能とされていた今回研究対象とした 4 種の異種金属の組み合わせにおいては LMD 方式による母材希釈量低減条件による接合を行うことで、図 1.1①-4-6 に示すように接合(3D 造形)が可能な組み合わせの「金属間化合物形成バリア型」と「合金ビード形成型」と、不可能な組み合わせの「金属間化合物ビード形成型」に分けることができると考えられる。以上の結果から、異材の組み合わせを接合する場合には、上記 3 タイプのうちどの分類となるか考慮する必要があることが明らかとなった。

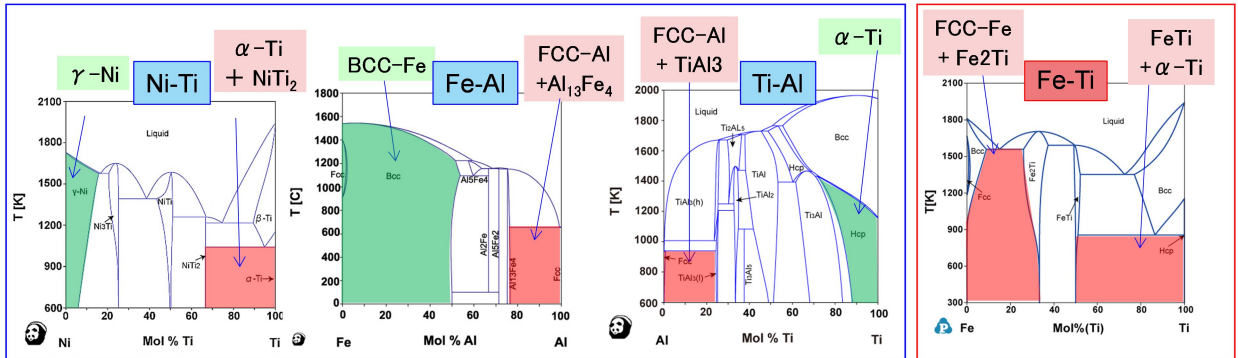
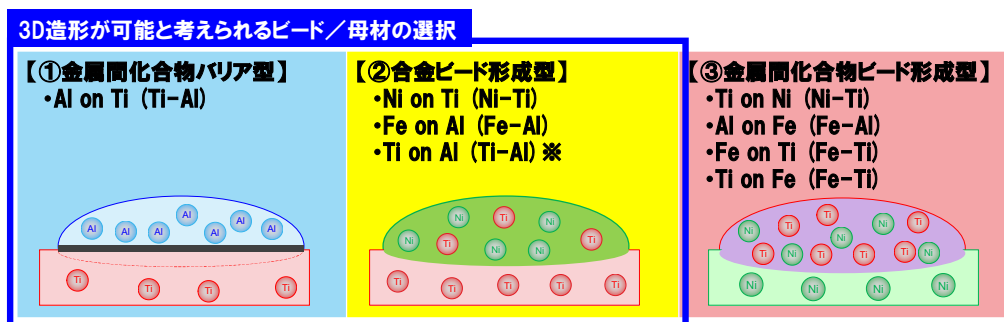


図 2.3①-3-5 各種組み合わせの状態図による考察



※Ti on Alに関しては、今回の研究内では割れの無い条件は得られたが、濡れ性の良い条件は得られなかった。

図 2.3①-3-6 異材接合できる組み合わせ、できない組み合わせの分類

①-4 異材接合界面の酸化防止による高品質化

(a) 表面酸化の課題

上述の解析と界面の冶金評価から最適と考えられる条件で Al on Ti の組み合わせにおける造形試験を実施した。200~300℃の予熱温度での Al on Ti の造形体外観と造形体から切り出した引張試験片の状態を図 2.3①-4-(a)-1 に示す。Al on Ti のブロックは造形できたものの、引張試験片を加工する段階で、全 4 本のうち 3 本は放電加工時または旋盤加工時に剥離し、残りの 1 本も引張試験のセッティング時に破断した。



図 2.3①-4-(a)-1 Al on Ti 造形体と引張試験片加工結果

引張試験セッティング時に破断した試験片の母材側(Ti)の破面を拡大観察した結果を図 2.3①-4-(a)-2 に、EPMA による破面の成分分析を実施した結果を図 2.3①-1-3 に示す。また、試験片の造形体側(Al)の破面を拡大観察した結果を図 2.3①-4-(a)-4 に、EPMA による破面の成分分析を実施した結果を図 2.3①-4-(a)-5 に示す。

母材側と造形体側のどちらの破面にも溝状の筋が1本ずつ確認された。

また、母材側(Ti)の平坦部は大部分で脆性的な破面と部分的に、自由表面と酸化した破面が確認された。母材側(Ti)の溝部はサンディング傷の凹凸がやや残るが、表面は酸化した様相の破面を呈していた。また、Ti 側の溝部は平坦部に比べ酸素(O)が多く検出され、これは予熱または隣接するビードを施行する際の温度上昇により母材(Ti)の表面が酸化したと考えられる。

また、Al 側の破面観察の結果、溝部には自由表面が確認され、自由表面上には酸化の影響と考えられる微小な凹凸が確認された。平坦部には、自由表面と粒界破面のような脆性的な破面が確認されたが酸化した様相は確認されなかった。また、部分的に自由表面が存在しており、融合不良が生じていたと考えられる。また、Ti 側と同様にAl側の溝部は、平坦部に比べOが多く検出された。

以上の結果より、母材の予熱に加え隣接するビード施工時に母材のビード隣接部が加熱される影響で、ビードと平行に酸化膜の厚い部分が形成され、ビードを横に複数パス並べた際にはその酸化層の厚い部分の表面が熔融せず、融合不良が生じて溝部が形成されたものと考えられる。このような結果から、雰囲気酸素濃度を低減することが必要であることが分かった。

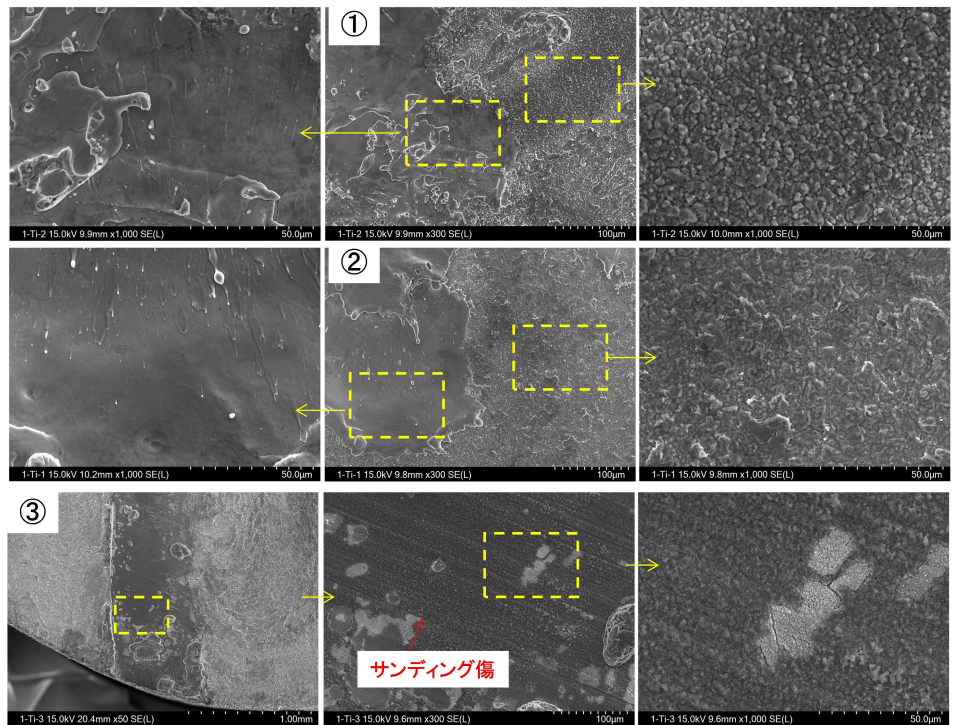
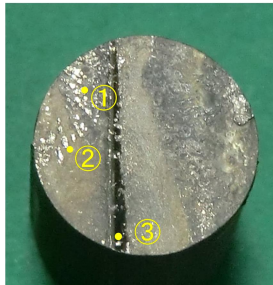


図 2.3①-4-(a)-2 母材側(Ti)破面の拡大観察結果

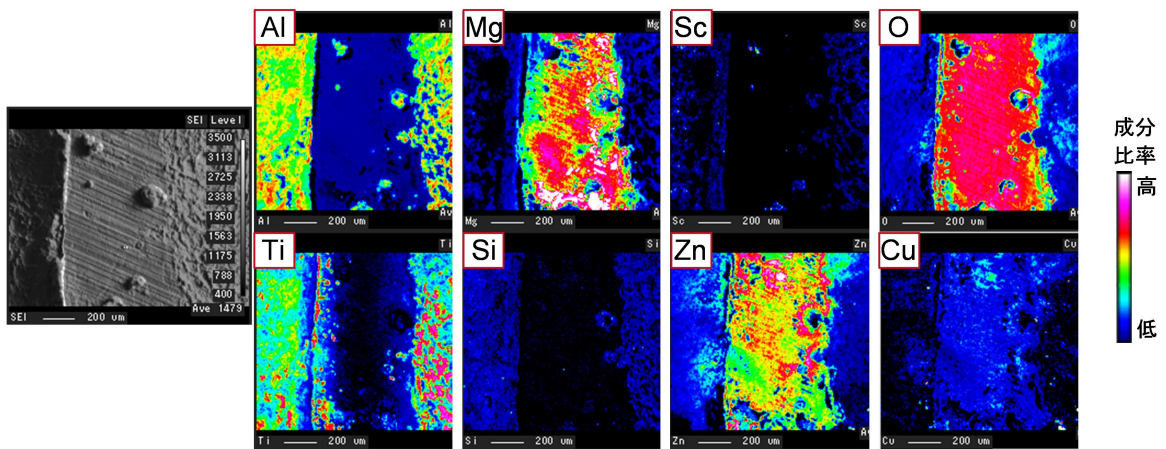


図 2.3①-4-(a)-3 母材側(Ti)破面の EPMA による成分分析結果

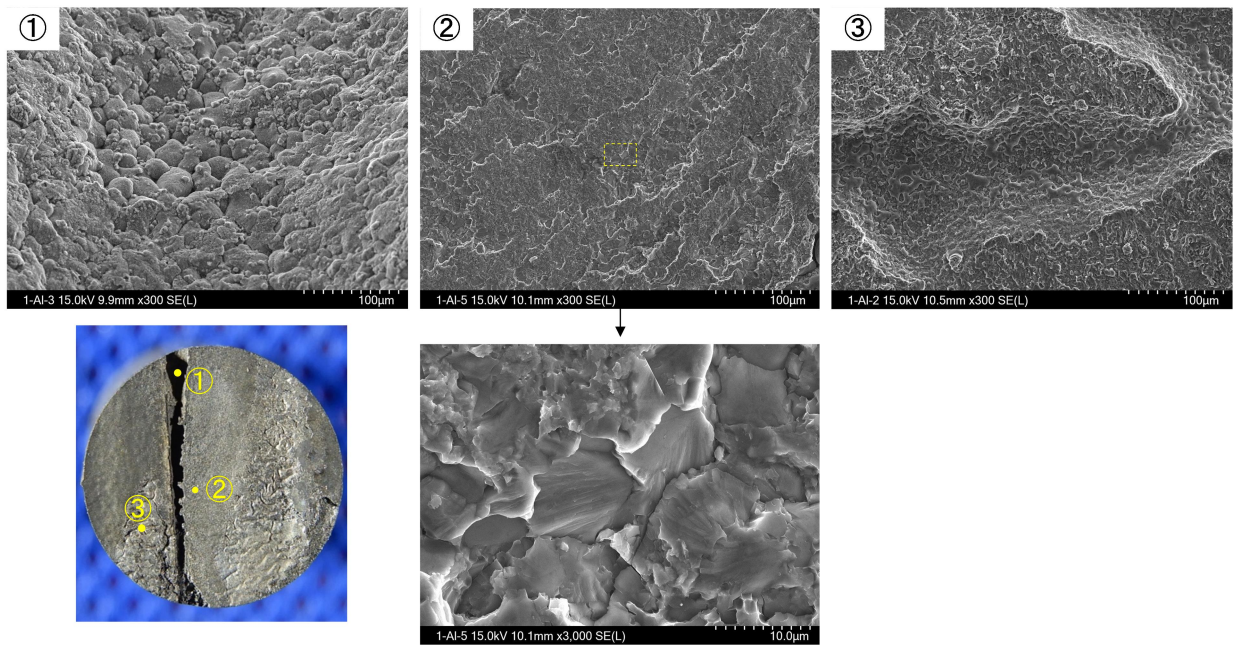


図 2.3①-4-(a)-4 母材側(Al)破面の拡大観察結果

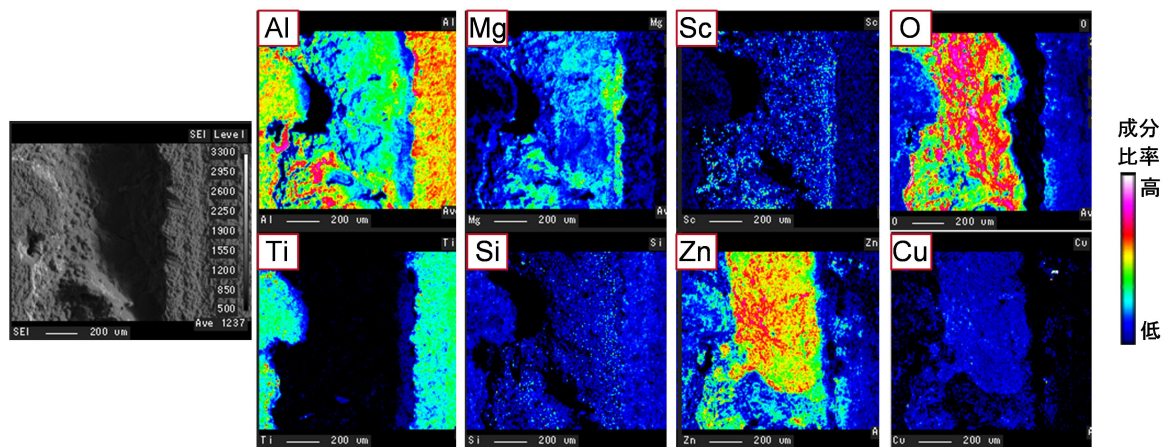


図 2.3①-4-(a)-5 母材側(Ti)破面の EPMA による成分分析結果

(b) 雰囲気酸素濃度の低減による効果

雰囲気酸素濃度を低減するため、図 2.3①-4-(b)-1 に示すシールドボックスを作製した。作製したシールドボックス内の酸素濃度測定結果を図 2.3①-4-(b)-2 に示す。ロボットの動作によらず、施工部の酸素濃度は常に 20-30ppm 程度に抑えることができることを確認した。

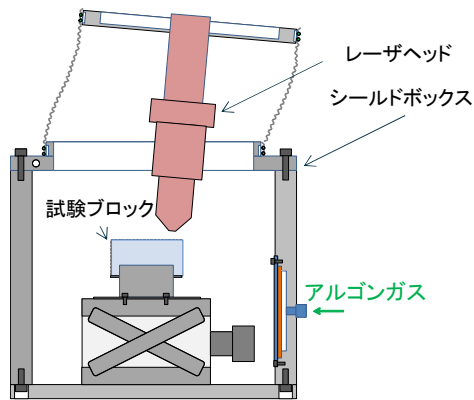


図 2.3①-4-(b)-1 シールドボックスの模式図

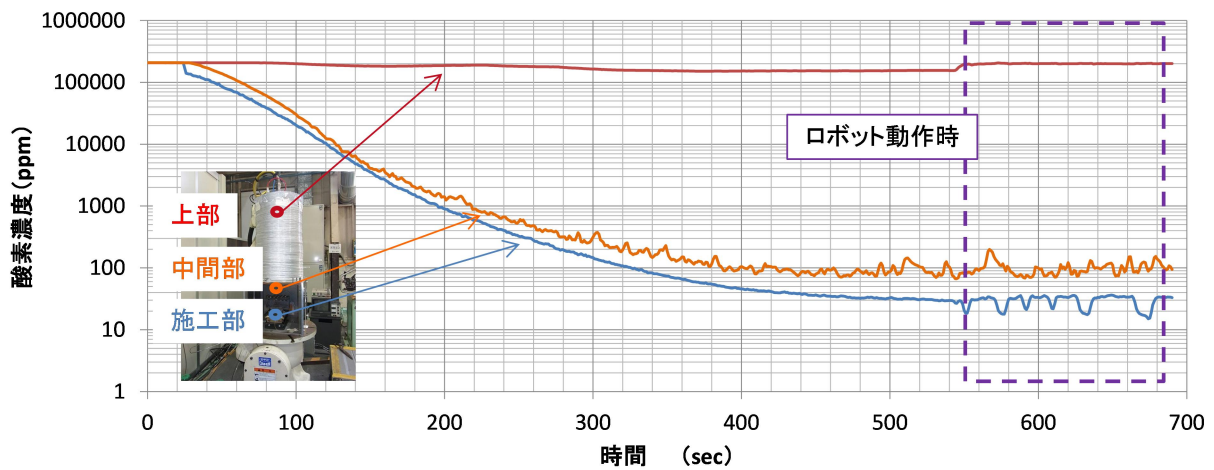


図 2.3①-4-(b)-2 シールドボックス内の酸素濃度測定結果

作製したシールドボックス内で、Al on Ti の造形試験結果を実施した結果、図 2.3①-4-(b)-3 に示す通り、母材(Ti)側面のテンパーカラーの程度を比べた場合、雰囲気改善前に比べて改善後では大幅に酸化を抑制できることを確認できた。また、本造形体から試験片を切り出した結果、破断無く試験体を採取することができた。

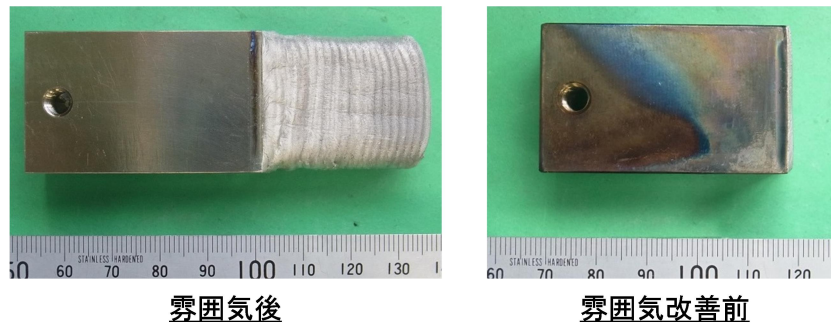


図 2.3①-4(b)-3 作製したシールドボックス内での Al on Ti の造形試験結果

①-5 対策に対する成果の総括

平成 30 年度の研究では 2017 年度に新たに明らかとなった課題に対し対策案を立て解決に取り組んだ。

(1) Fe-Ti 及び Fe-Al の平坦接合における接合界面クラック抑制に関して

2017 年度は Fe-Ti 平坦接合 (Ti on Fe) 及び Fe-Al 平坦接合 (Al on Fe) では、接合界面にクラックが生じるため平坦接合ができなかった。対策として、FEM 熱弾塑性解析 (図 2.3①-2-6 参照) を用いて適切な予熱温度を設定することで、Fe-Ti 平坦接合は Ti on Fe で、Fe-Al 平坦接合は Fe on Al でビードオン試験においてクラック無い接合界面を得ることができた (図 2.3①-0-2 参照)。

(2) Ni-Ti 平坦接合部強度改善

2017 年度は Ti on Ni 平坦接合の引張試験作製時に接合界面が剥離したため強度を取得することができなかった。対策として、解析によるテストピース造形時の熱応力 (残留応力) 挙動を把握し、剥離せずに造形できる条件を見出すと計画した。計画通り、FEM 熱弾塑性解析を用いて、接合後の接合界面に残る応力 (残留応力) の観点で評価を実施し、各金属組み合わせ毎の施工時の適切な予熱温度を設定した (図 2.3①-2-6 参照)。解析結果を反映した予熱温度を用いることで、今年度は Ti on Ni 平坦接合供試体において、破断せずにテストピース採取できた (後述する③-1 項参照) ことから、一定の改善はできたと考える。しかしながら、当初から目標とした低強度材 (Ti on Ni の場合は Ti) の強度を上回るということに対しては、達成できていない (図 2.3③-1-2 参照)。

② 平坦接合の特性評価

②-1 Ti-Al の引張試験結果

平坦接合組み合わせのうち、前項までで示す通り、最も良好な接合部を得ることができた金属間化合物形成バリア型である Al on Ti を代表として選定し、引張試験を実施した。

造形したAl on Ti造形体を図2.3②-1-1に、そこから切り出した界面強度計測用の引張試験片を図2.3②-1-2に示す。なお、前項にて示したような、加工中の破断は発生しなかった。

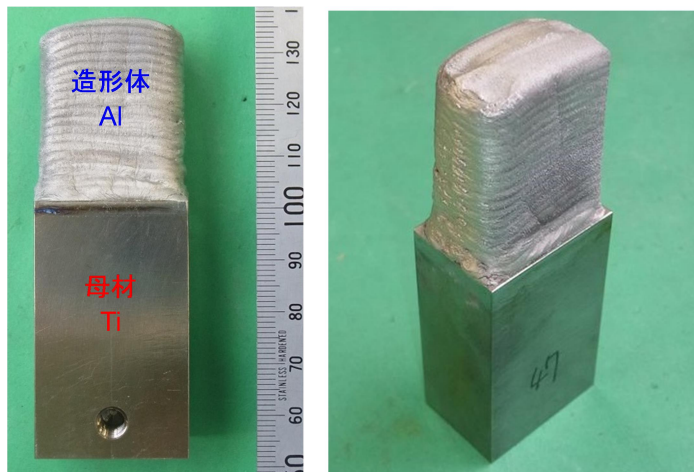


図 2.3②-1-1 Al on Ti 造形体



図 2.3②-1-2 Al on Ti 引張試験片 (左が Al, 右が Ti)

引張試験結果を表2.3②-1-1, 応力ひずみ線図(代表)を図2.3②-1-3, 引張試験後の試験片外観を図2.3②-1-4に示す。界面がAl合金の0.2%耐力を超える強度を有し, 塑性変形挙動を示した後, 界面で破断した。

あわせて, 強度に影響を及ぼす可能性がある予熱なしの条件で施工した条件でも引張試験を実施した。結果を表2.3②-1-1, 引張試験後の試験片外観を図2.3②-1-4に併せて示す。また, 応力ひずみ線図(代表)を図2.3②-1-5に示す。予熱ありのような塑性変形挙動は見られなかったが, Al側で破断する結果を得た。

今回の取得データから, Al on Tiにおける界面の強度の比較対象である低強度側(Al合金)の強度として, 「主条件にて0.2%耐力約170MPa」及び「副条件にて引張強度約150MPa」との結果が得られた。このAl合金の強度は, 標準的な3003-H14, 3003-H16あるいは6061-T4相当の物性^[2](0.2%耐力:145~170MPa)であり, 実用可能なレベルである。

表 2.3②-1-1 Al on Ti 引張試験結果

ID	鋼種	造形条件	0.2%耐力	平均値	引張強度	平均値	破断位置
			MPa	MPa	MPa	MPa	
2-1	Al on Ti	予熱有り (2層目以降)	168	171	191	189	界面
2-2			170		180		界面
2-3			176		195		界面
3-1		予熱無し	-	-	135	148	Al側
3-2			-	-	149		Al側
3-3			-	-	161		Al側

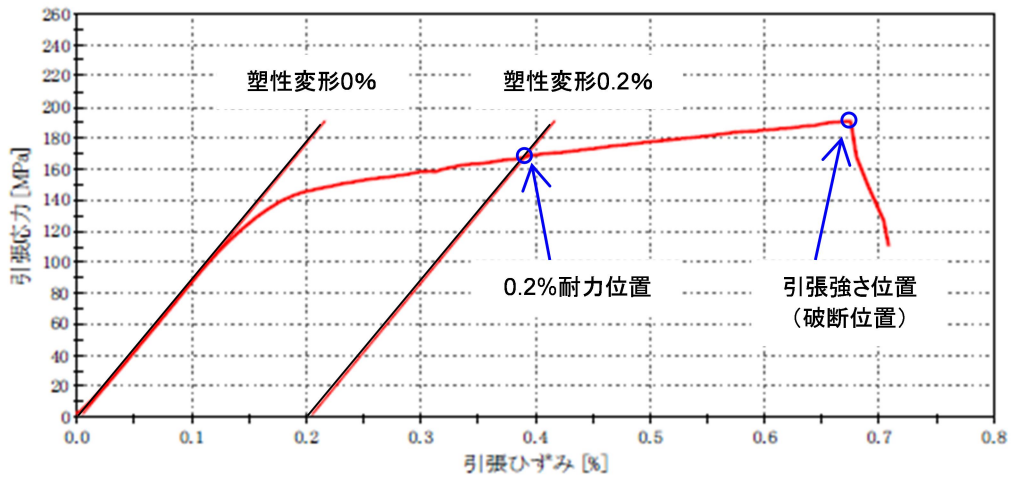


図 2.3②-1-3 Al on Ti 引張試験 応力ひずみ線図(ID 2-1 の例)

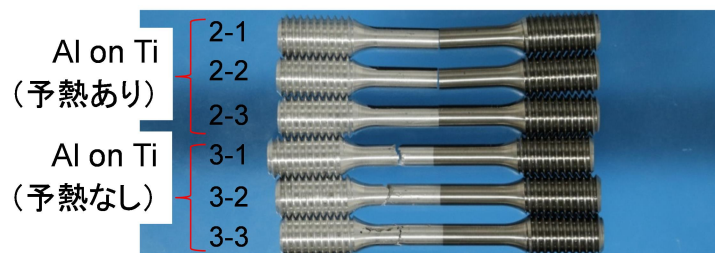


図 2.3②-1-4 Al on Ti 引張試験後外観 (左が Al, 右が Ti)

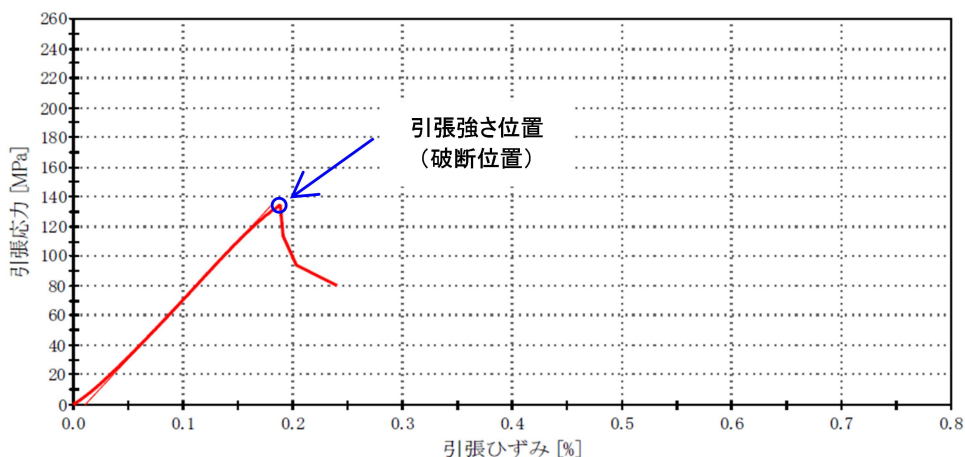


図 2.3②-1-5 Al on Ti 引張試験 応力ひずみ線図(ID 3-1 の例)

③ 傾斜機能構造の特性評価

本項目は、2.1 ③項に記載の通り、委託者の承認を得るまでは実施しない項目であるが、2.1 ②(2)項の平坦接合の課題解決の一環で Ni-Ti 平坦接合の引張試験を実施したので、その結果を本項に示す。

③-1 Ni-Ti の平坦接合引張試験結果

上述の①項で設定した条件を用いて、Ti on Ni の造形試験を実施し、造形体から界面強度計測用の引張試験片を 3 本切り出したが、3 本中 2 本は引張試験片加工中折損したため、残った 1 本を引張試験に供した。

造形した Ti on Ni 造形体を図 2.3③-1-1 に、そこから②項と同様の形状の界面強度計測用の引張試験片を切り出した。

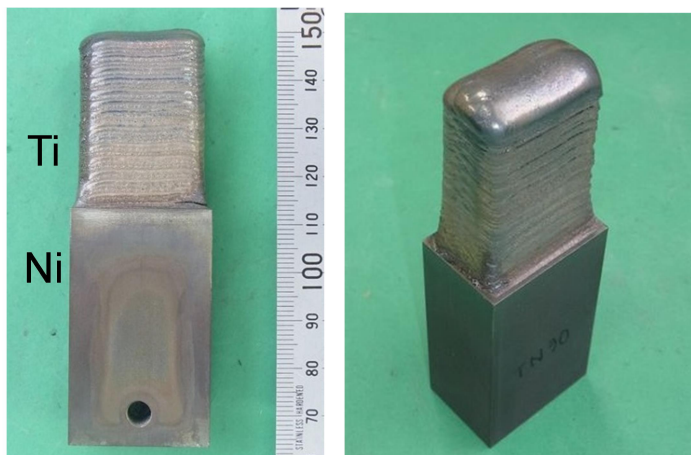


図 2.3③-1-1 Ti on Ni 造形体

引張試験の結果を表 2.3③-1-1 に、試験後の試験片外観を図 2.3③-1-2 に示す。引張試験時に塑性変形挙動は見られず、界面で破断した。なお、破断応力は 116MPa であり、これは Inco718 及び Ti64 合金の引張強度 (Inco718 合金の引張強度:1240MPa^[3], Ti64 合金の引張強度:930MPa^[3]) に到達するものではなく、本研究の範囲では目標の母材強度以上の異材接合継手を得ることはできなかった。

表 2.3③-1-1 Ti on Ni の引張試験結果

ID	鋼種	造形条件	0.2%耐力	引張強度	破断位置
			MPa	MPa	
4-1	Ti on Ni	-	-	116	界面

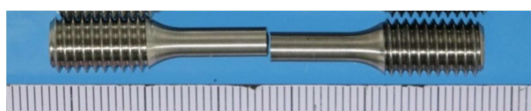


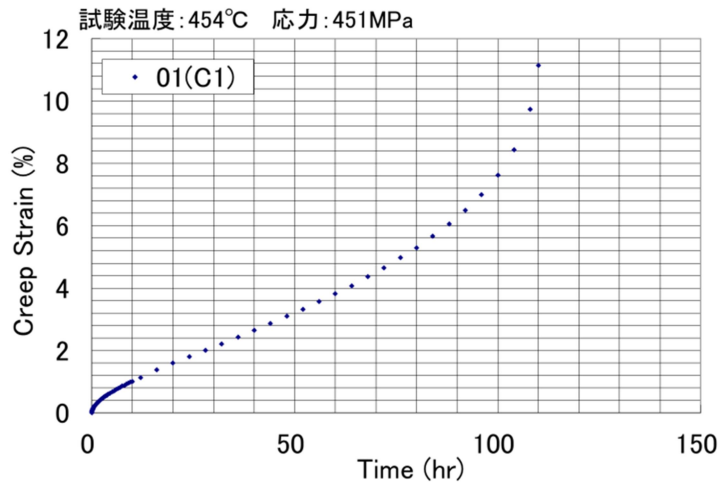
図 2.3③-1-2 Ti on Ni 引張試験後外観 (左が Ti, 右が Ni)

④ FEM 構造解析精度向上

④-1 解析に使用する造形体の物性データに関する事前検討

Ni-Ti, Fe-Ti, Ti-Al, Fe-Al の各組み合わせについて、FEM 構造解析モデルを構築し、FEM 構造解析の確立・高精度化を図るため、実際の供試体に熱負荷を与えて得られたデータとの合わせ込みを実施した。

溶接解析の合わせ込みは、まず Ti on Ni をモデルケースとして検討した。解析に先立ち、造形体 (Ti) のクリープ特性が文献値と整合することを確認するため、454°C (850F) のクリープ試験を実施した。試験結果を図 2.3④-1-1 に示す。また、高温引張試験から取得した 0.2%耐力値 (451MPa) を試験条件として、クリープ試験を実施した結果、図 2.3④-1-2 に示す通り、クリープ特性は文献値^[1]と概ね整合していることを確認した。



クリープひずみ(%)	0.1	0.2	0.5	1.0	破断
時間 (Hr)	0.15	0.5	2.9	10	110.9

図 2.3④-1-1 クリープ試験結果

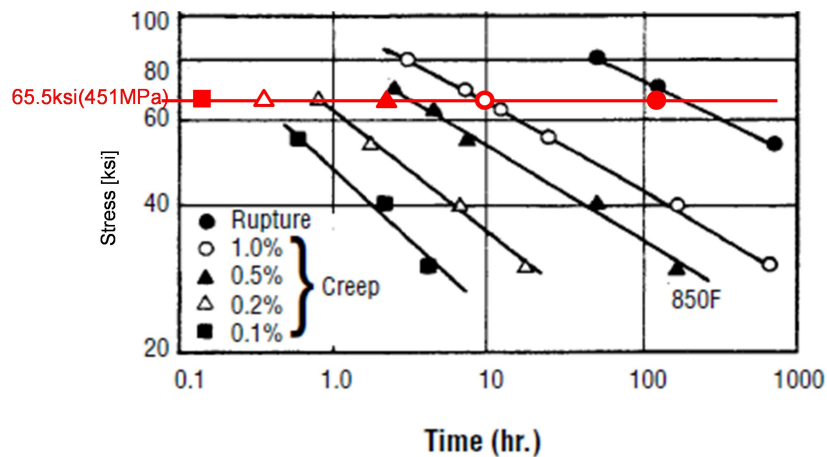


図 2.3④-1-2 クリープ試験結果と文献値^[1]との比較

④-2 FEM 構造解析モデルの妥当性検証と精度向上についての検討

変形挙動の計測には、ARAMIS と呼ばれる技術を用いた。ARAMIS とは、図 2.3④-2-1 に示す通り、画像のパターンマッチング手法で白黒ランダム模様の変形前後での移動量を特定し各点での変形量・ひずみ量を計算、コンター表示できる技術である。ひずみ計測精度は公称 $\pm 100 \mu \varepsilon$ 、変位計測精度は、撮影範囲の 1/5000 である。

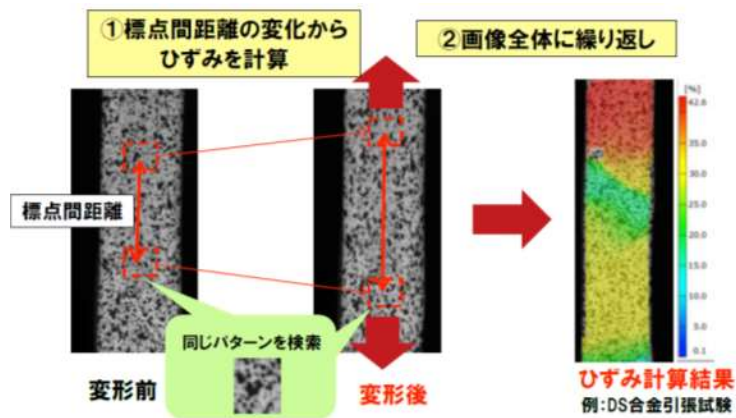


図 2.3④-2-1 ARAMIS による変形量・ひずみ量測定に関する説明図

Ti on Ni 施工時の ARAMIS での測定時の様子を図 2.3④-2-2 に、試験結果を図 2.3④-2-3 に示す。本結果より、実試験と解析で熱ひずみや弾性ひずみの傾向が概ね一致することが確認できたことから、①項で示した残留応力解析が妥当であることが検証できた。

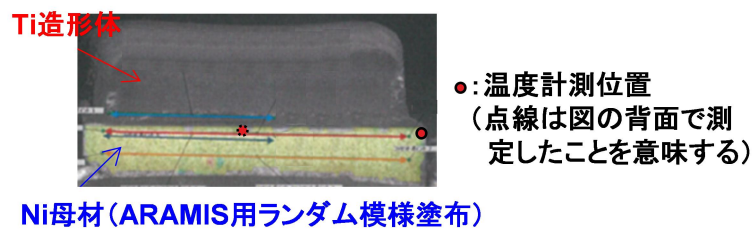
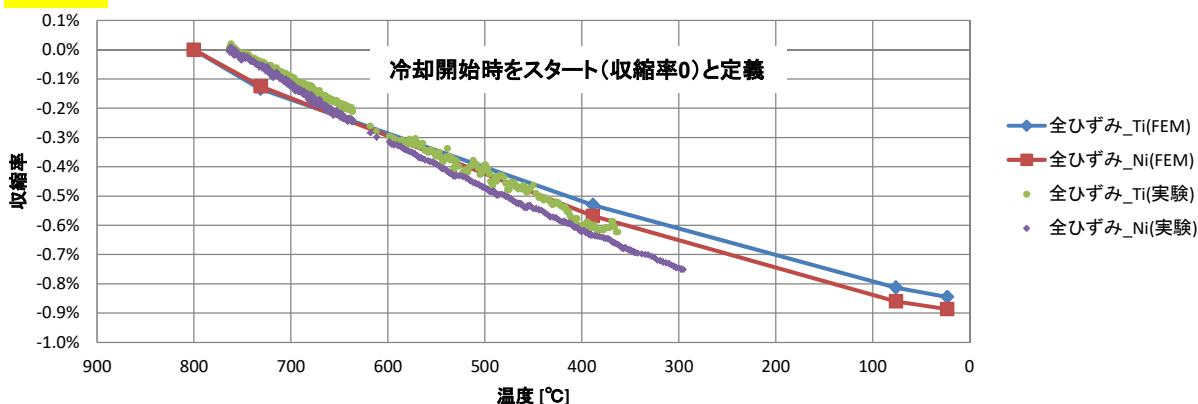


図 2.3④-2-2 Ti on Ni 施工時の ARAMIS 測定時の様子

正:膨張
負:収縮

Ti on Niの施工時の全ひずみと温度の関係



正:膨張
負:収縮

Ti on Niの施工時の弾塑性ひずみ(※)と温度の関係

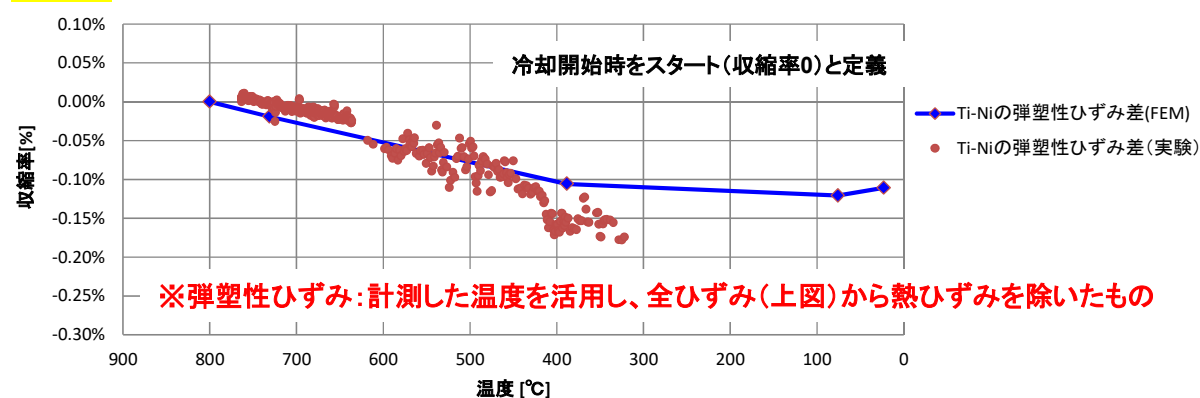


図 2.3④-2-3 Ti on Ni 施工時の ARAMIS 測定結果と数値解析結果の比較

⑤ プロジェクトの総合的推進

⑤-1 論文, 特許, 学会発表等

平成 30 年度における本研究に関連した論文, 特許, 学会発表件数は下記のとおり。

学会等での発表	2 件(いずれも溶接学会)
論文掲載	0 件
特許出願	1 件

本研究のような異種金属接合及び傾斜機能材料を対象とした研究は溶接・接合の分野において学術的及び民生的な研究が進められている。学会での発表を通じて、本研究は、LMD を用いた異材接合方法としては先進的な取り組みをしているものであることが確認できた。特に、DOE レンズを活用した希釈率の低減、材料を入れ替えることによる残留応力低減とバリア効果の活用は、学会でも強い関心を得た。

⑤-2 研究実施体制とマネジメント

研究実施体制は、学術的な専門家(研究部署)に加え、実用的な専門家(設計部署)が連携することで、研究成果を民生分野へ広く普及されることを強く意識しつづけられる体制とした。

研究代表者は、研究の円滑な進捗管理はもとより、経費執行面でも中心的役割を果たし、実務面での主役である研究部署が研究に集中できる体制を維持し続けた。

金属間化合物を形成する材料組み合わせの異材接合に取り組むという難易度の高いテーマであったことから、研究推進過程で種々の新たな課題が発生したが、上記体制をとっていることで、迅速に対策を立案し、実行に移すことができた。

また、本研究のプログラムオフィサーに対し、研究進捗状況を定期的に報告し、情報共有に努めた。

<参考文献>

- [1] M.T.McLellan, Aerospace Structural Metals Handbook, Code3707 Figure 3.4.3, Purdue Research Foundation, 2000
- [2] 日本アルミニウム協会標準化総合委員会編 アルミニウムハンドブック 第6版 (2001)
- [3] MMPDS(Metallic Materials Properties Development and Standardization)
- [4] NIMS CPDDB および National Physical Laboratory MTDATA

3. 成果の外部への発表及び活動

(1) 学会等における口頭発表実績

発表した成果(発表題目, 口頭・ポスター発表の別)	発表者氏名	発表した場所(学会等名)	発表した時期	国内・外の別
LMD(Laser Metal Deposition)方式による傾斜機能材料の3D造形技術の研究	橘 孝洋 上谷 佳祐 田場 隼介 飯島 直純 手塚 泰治 荻村 晃示 平松 範之 久野 敦史 藤谷 泰之	一般社団法人 溶接学会 平成30年度 秋季全国大会	平成30年9月	国内
LMD(Laser Metal Deposition)方式による傾斜機能材料の3D造形技術の研究	橘 孝洋 上谷 佳祐 田場 隼介 飯島 直純 手塚 泰治 荻村 晃示 平松 範之 久野 敦史 藤谷 泰之	一般社団法人 溶接学会 第109回 界面接合研究委員会	平成30年10月	国内

(2) 知的財産権の申請

実施年度	発明の名称	発明者(所属)	出願登録区分	出願番号(出願日)	出願区分	出願国
30	接合物の積層造形方法及び接合部材	橘 孝洋 (三菱重工業)	出願	特願 2018-171127 (20180913)	国内	日本

4. まとめ, 今後の予定

まとめ

本研究は, 単一の金属では実現不可能な, 軽量かつ高耐熱の金属を得る手段として, 金属粉末と熱源(レーザ)を同時に吹き付けて積層造形を行う3D造形の一つである(LMD)Laser Metal Deposition方式を応用し, 異種金属の接合技術, 及び傾斜機能構

造の造形技術の確立を目指した。材料の組み合わせとしては、航空機や自動車等における構造材料への利用を想定して軽量かつ高耐荷重を目標とした異種金属の組み合わせを3種類 (Fe-Ti, Ti-Al, Fe-Al) と、航空機のエンジン等への利用を想定して軽量かつ高耐熱性を目標とした異種金属の組み合わせを1種類 (Ni-Ti) の、計4種類とした。これらは全て脆弱層 (金属間化合物) を生成する組み合わせであり、従来はLMD方式での接合が極めて困難なものであった。

金属間化合物を形成する材料組み合わせの異材接合に取り組むという難易度の高いテーマであったことから、研究推進過程で種々の新たな課題が発生したが、本研究のプログラムオフィサーと都度情報を共有し、本研究の成果として重要となる以下の項目に的を絞ることで、研究成果の価値向上に努めた。

・残留応力の抑制

線膨張率、高温強度といった材料物性値による予熱温度に対する残留応力発生の傾向を明らかにし、母材/ビードの材料選択と予熱温度の最適解を見出した。

・冶金的調査

材料組み合わせ毎に界面冶金特性を整理し、以下のポイントに沿って母材とビードを状態図から適切に選択することで、健全な異材界面を得ることができる組み合わせを明らかにした。

- ① 金属間化合物バリア型：母材成分が混入することで融点が急上昇する側をビードとする。(Al on Ti)
- ② 合金ビード形成型：合金相を形成する側をビードとする。(Ni on Ti, Fe on Al, Ti on Al)
- ③ 金属間化合物ビードを形成型：造形困難 (Ti on Ni, Al on Fe, Fe on Ti, Ti on Fe)

その中で有望な組み合わせを2種類に絞り (Al on Ti, Ni on Ti), 強度特性を取得し Al on Ti の組み合わせについて、当初目標とした「低強度側 (Al側) の強度を上回る接合部強度」を得ることができた。

以上により、最も基本となる「残留応力の把握」と「冶金的調査」の充実に的を絞って注力したことで基本的なアプローチが構築でき、さらにその強度特性が有望であることが確認できたことで、将来的に研究を進めるための基礎を築くことができたと考える。

今後の予定

本研究内では、異材接合部の強度特性の取得は数本のテストピースでの取得に限られ、十分な量のデータを取得することはできていない。また、実製品へ適用するためには製造安定性も必要である。従って、実製品へ適用するためには、材料特性の拡充、製造の安定化を図るためにさらなる研究開発を行っていく予定である。

謝辞

本研究を実施するにあたって、防衛装備庁のプログラムオフィサーや事務担当の方々から多くの助言をいただいた。ご協力いただいた皆様に感謝を述べさせていただきます。