

# 積層造形チタン合金部品の特性-比較研究

ガスアトマイズ(EIGA)vsプラズマアトマイズ(PA): 2つの製造法によるチタン合金粉末をレーザーパウダーベッドフュージョンで造形させた部品の品質と性能を比較評価

## レーザーパウダーベッドフュージョンで造形したチタン合金部品の性質:EIGA(電極誘導溶解ガスアトマイズ)粉末対プラズマアトマイズ粉末

Ti-6Al-4V ELI(Ti64)は、アディティブ・マニュファクチャリング(AM:積層造形)において最も一般的な合金の一つであり、航空宇宙産業や医療産業で数多くの用途に使用されています。また、最終用途としては整形外科用が先行しています。Ti64合金を用いた整形外科用インプラントの積層造形は、脊椎、股関節、膝、四肢などの用途で成功を収めています。これは、合金固有の生体適合性、優れた機械的性質、骨結合(骨とインプラント体が結合する事)を可能にする多孔質構造の調整が可能な積層造形の能力、患者の転帰を向上させるマスカスタマイゼーション能力によるものです。

米国食品医薬品局(FDA)が承認したチタンベースのAM外科用インプラントの数は、メディカルOEMが生産能力にAMを採用するようになるにつれ、増加し続けています。航空宇宙産業では、連邦航空局(FAA)が承認したいくつかのチタンベースのAM部品が現在商業的および軍事的に使用され、他にも多くの試作品が認証に向かっています。

AM用のTi64粉末を製造する標準的なアトマイズ技術は、電極誘導溶解ガスアトマイズ(EIGA)とプラズマアトマイズです。本研究は、以前発表されたTi64粉末の同等性に関する研究の続報です。この二つのアトマイズプロセスについて更に詳しく説明し、EIGA粉末のプラズマアトマイズ粉末に対する優位性を立証しました。

本研究の結果は、プラズマアトマイズ粉末よりもEIGA粉末の方が幾つかの定量的尺度においては優れている事を示しています。

また、両タイプの粉末は、固形のAM部品に造形された時には統計的にほぼ同等の結果となりました。そして、EIGAはタンゲステン汚染のリスクを最小限にできます。

本比較研究では、EIGAとプラズマアトマイズ粉末の両方を、レーザーパウダーベッドフュージョンにより試験片に造形しました。試験片は、ASTM F3001およびF3302規格に基づき化学的特性、微細組織、機械的特性、および物理的特性を評価し、比較を行いました。



# 定量的測定

## 酸素含有量測定

EIGA粉末で造形した部品の酸素含有量は、プラズマアトマイズ粉末を用いて造形した部品より低くなりました。Carpenter Technology社は、アトマイズプロセスだけではなくTi64バー原料の製造能力を社内に有しています。そのためTi64合金粉末の化学的性質および主要な格子間元素に関する厳密な品質管理が可能であり、これにより造形部品の性質が向上します。

## 汚染

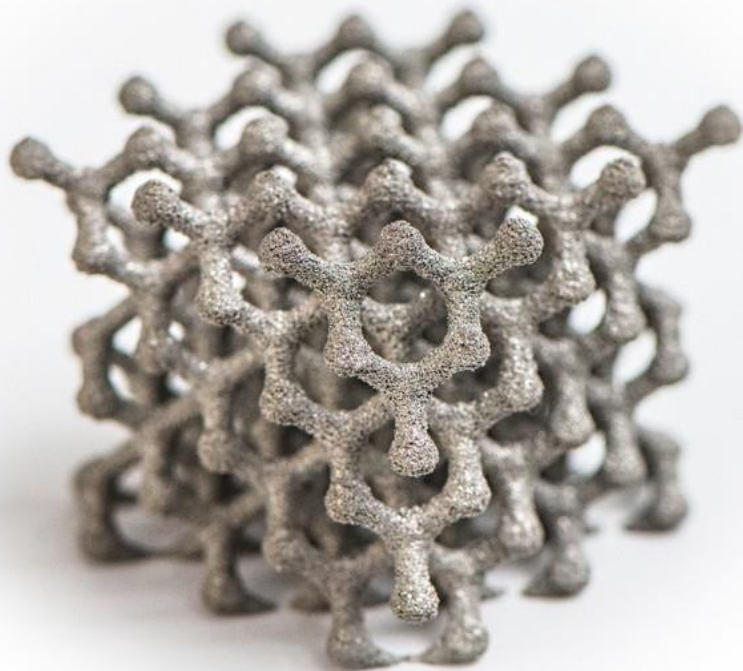
EIGAプロセスには耐火物成分が全く存在しないため、タングステンなどの高密度物質による汚染のリスクが排除されます。

## 機械的性質

- EIGAとプラズマアトマイズ粉末を用いてそれぞれ造形した部品の機械的性質の0.2%耐力と極限引張応力を測定しました。この2つは同等であり、ASTM F3001要件を上回りました。
- EIGA粉末を用いて造形した部品の衝撃靱性はプラズマアトマイズ粉末で造形した部品より高く、優れた耐マイクロクラック性を示しました。
- 予備的疲労試験結果では、EIGAまたはプラズマアトマイズ粉末をそれぞれ用いて造形した部品は統計的に同等であることを示しました。

## 気孔率/微細組織

- EIGA粉末を用いて造形した部品中の平均気孔径は、プラズマアトマイズ粉末を用いたものより低くなりました。これは試料のXY及びYZ面の両方で確認されました。
- EIGAまたはプラズマアトマイズ粉末をそれぞれ用いて造形した部品の、結晶粒径、形状および相形態は同一でした。



## 試験方法

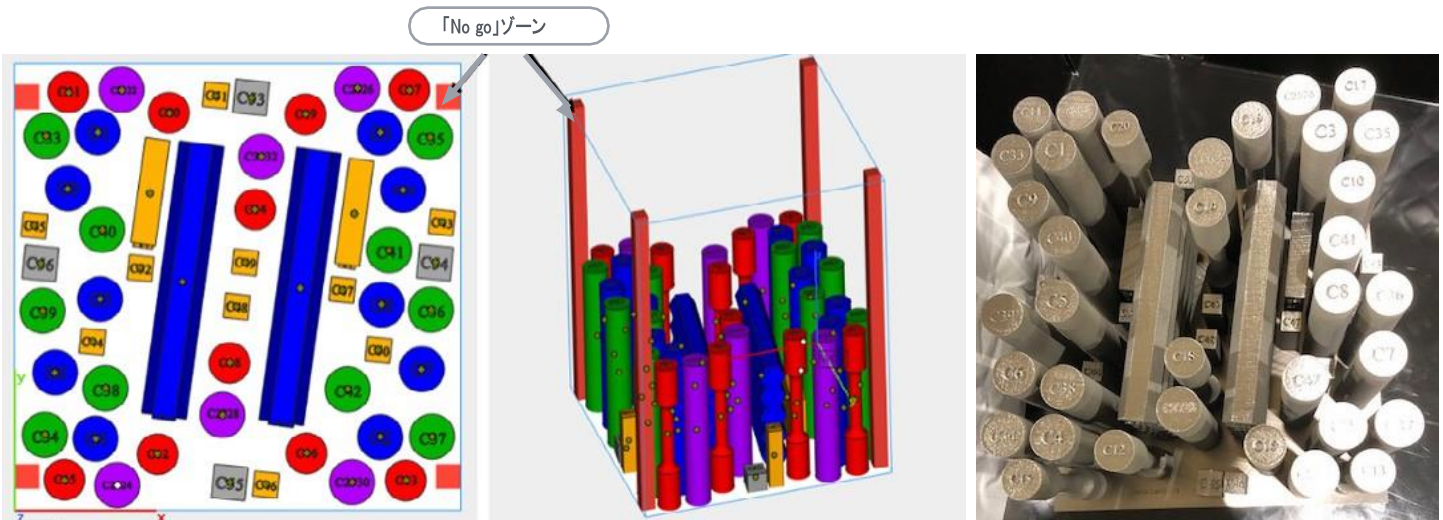
試験片は、独立した第三者のサービスプロバイダーにより、EOS M 290レーザーパウダーベッドフュージョンシステムを用い垂直方向と水平方向に造形しました。なお、本研究で使用した粉末の性質は、以前の粉末同等性の研究で詳述しました。

造形した試験片を最初にビルドプレート上で2時間、1050°F ±25°F(566°C±4°C)で応力除去した後、アルゴンガスで急冷しました。

続いて、ASTM F3001およびAMS4999Aの仕様に従い、試験片の半分を1688°F(920°C)、14.48ksi±0.25ksiに設定した条件で2時間、熱間等方圧プレス(HIP)にかけ、その後最低122°F(50°C)と室温の間まで冷却しました。試験片の残り半分にはHIPを行いませんでした。HIPを含むすべての後処理工程は、ASTM F3001およびF3302のガイドラインに従い実施しました。評価のために、試料を単軸引張、圧縮、シャルピー衝撃試験、疲労試験、微細組織、化学的、密度、および気孔率分析にかけました。提示した結果は、最低5個の試料の平均です。



ビルドプレートレイアウトの模式図と画像。



## 結果

# 化学分析

EIGAとプラズマアトマイズ粉末から造形した部品の化学(組成)分析結果をASTM F3001-14の仕様と比較しました。分析結果は、両方の粉末バッチから造形された試料が、Ti64グレード23としても知られる、Extra Low Interstitial (ELI)の化学的要件を満たしていることを示しています。EIGA粉末で造形した試験片の酸素含有量はプラズマアトマイズ試料より低くなっています。これは原料である粉末の酸素含有量の傾向と一致します。以前の粉末同等性研究で説明したようにバー原料と金属のアトマイズプロセスが粉末の酸素含有量に影響しています。Carpenter Technology社のアトマイズプロセスに加えてバー原料を製造する自社能力により、各製造工程における合金の化学的性質の監視が可能で、Ti64合金粉末中の主要な格子間元素に対して厳格な品質管理を行う事が出来ます。格子間元素は造形部品の機械的性質に大きな影響を及ぼします。

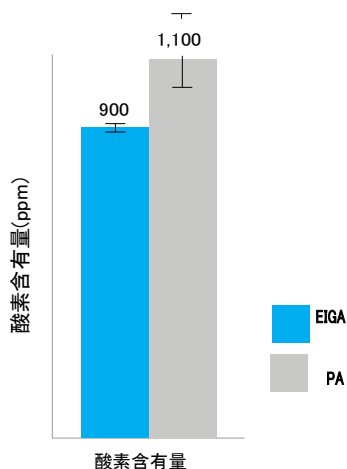
EIGAおよびプラズマアトマイズTi64粉末から造形した部品の化学分析					
元素	最小	最大	EIGA	プラズマアトマイズ	試験方法
アルミニウム	5.5	6.5	6.1	6.3	ICP
バナジウム	3.5	4.5	4.0	3.9	ICP
鉄	—	0.25	0.03	0.17	ICP
酸素	—	0.13	0.09	0.11	GF
炭素	—	0.08	0.01	0.01	Comb
窒素	—	0.05	0.03	0.02	GF
水素	—	0.012	0.002	0.002	GF
イットリウム	—	0.005	<0.001	<0.001	ICP
チタン		残	残	残	—

ICP=誘導結合プラズマ発光分光分析法

GF=ガス融解法

Comb=燃焼法

EIGA粉末で造形した試料の酸素含有量は、プラズマアトマイズ粉末で造形した試料より低い結果となりました。これは、原料粉末の酸素含有量の傾向と一致します。



# 機械的試験

## 単軸引張試験-HIPおよびNon HIP処理の加工試験片

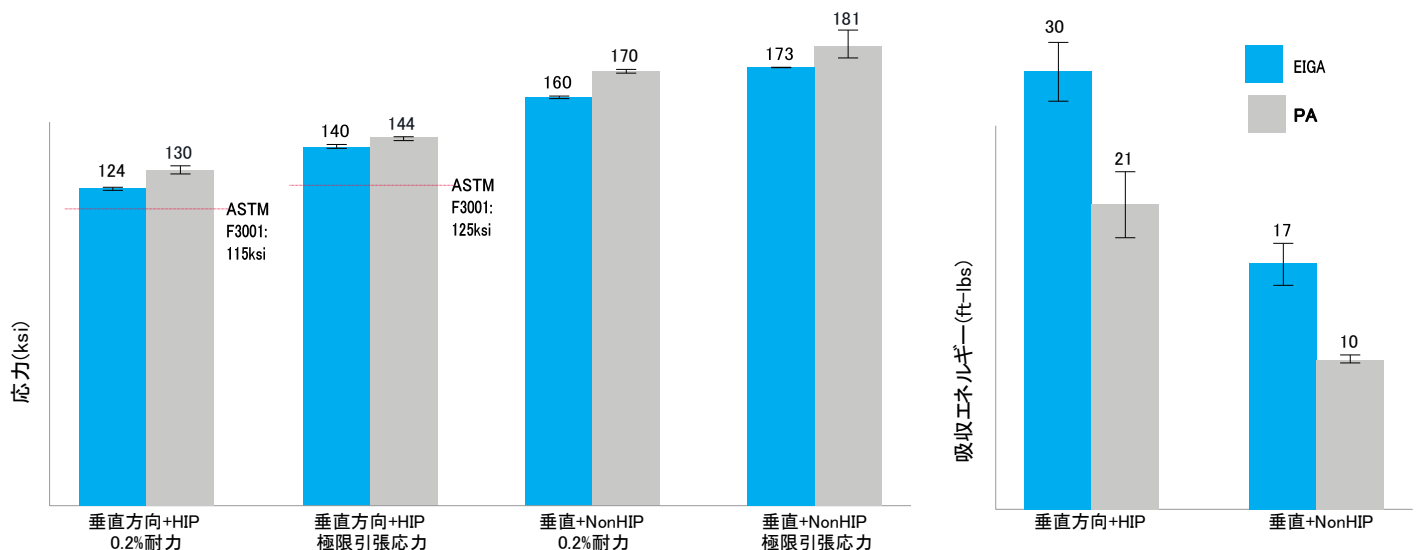
ASTM E8要件に準拠した単軸引張試験を各試料について実施しました。HIP処理を施したEIGA試料とプラズマアトマイズ試料の0.2%耐力及び引張強さは、ASTM F3001の要件を超えました。EIGA試料の僅かに低い平均極限引張強さは、格子間元素である酸素がTi64の重要な強化元素であるため、EIGA部品の低い酸素含有量に起因しています。しかし、酸素含有量を低くすると、粉末の再利用性の向上と、それに伴う粉末の再利用の延長が可能となりコスト面でのメリットがあります。Non HIP試料では垂直および水平方向の両方で類似の傾向を示しました。

EIGA造形試料の靱性(塑性変形の指標)は、プラズマアトマイズ粉末を用いて造形した部品よりも高い結果となりました。これは、シャルピー衝撃試験の結果から確認されました(後述いたします)。

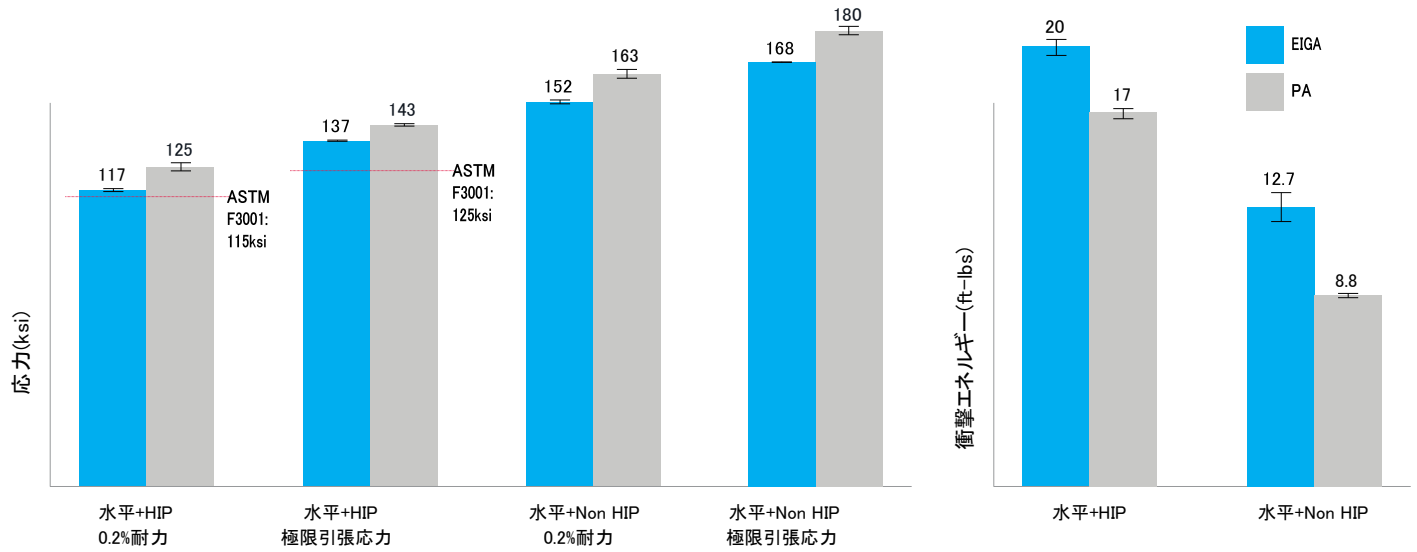
## 吸収エネルギー-HIPおよびNon HIPシャルピー試料

試料の吸収エネルギーをASTM E23によるシャルピー衝撃試験で検討いたしました。室温(~71 F/22°C)で試験したところ、EIGA試料の吸収エネルギーはプラズマアトマイズ試料より高くなりました。このことは、EIGA試験片がAM造形プロセス中に導入された微細組織内に、微小亀裂、すなわち致命的なサイズの欠陥がより少ない事を意味します。EIGAとプラズマアトマイズ試料の吸収エネルギーの差は、垂直方向と水平方向を比較すると垂直方向の方が大きくなりました。EIGA造形試料の優れた耐亀裂性はEIGA粉末の低い酸素含有量によるもので、極限引張強さがわずかに下がり延性と衝撃吸収を増加させました。

垂直方向の造形における機械的性質: EIGAおよびプラズマアトマイズ粉末から造形した部品の耐力および極限引張強度は同等でした。吸収エネルギーで測定した靱性は、プラズマアトマイズ部品と比較してEIGA部品が高くなりました。



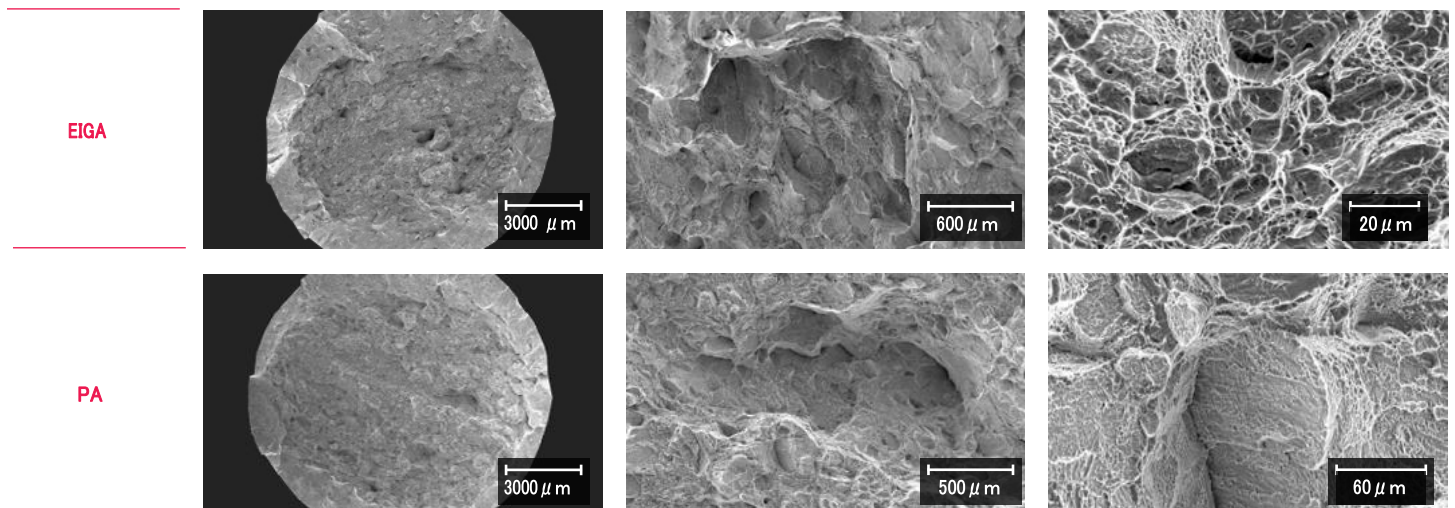
水平方向の造形における機械的性質: EIGAおよびプラズマトマイズ粉末から造形した部品は同等の耐力および極限引張強度を示した。吸収エネルギーで測定した靱性は、プラズマトマイズ部品と比較してEIGA部品が高くなりました。



### 破面解析-Non HIP試験片

破断した引張試験片に対して、走査型電子顕微鏡(SEM)を用いて破面解析を行いました。その結果、EIGAおよびプラズマトマイズ試験片の両方で主に延性破壊機構を示す典型的な繊維状形態と、ポイド、デンプル、およびマイクロポイドの合体を確認しました。全ての試料で微小亀裂と粒内破壊がそれぞれ散見されましたが、特にプラズマトマイズ試料で多く見られました。水平方向および垂直方向の造形試料共に、破面は類似の特徴を示しました。また試料は主に造形方向とは無関係に延性破壊を受けたことを示しました。破面には介在物や他の異常は認められませんでした。

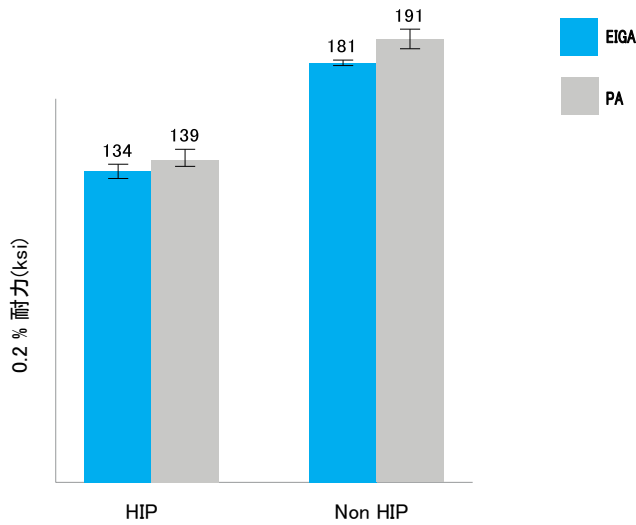
応力除去したEIGAおよびプラズマトマイズ引張破断試料の代表的走査型電子顕微鏡(SEM)像、NON-HIP試験片。



## 圧縮応力-HIPおよびNon HIP試験片

EIGA試料の圧縮耐力はプラズマアトマイズ試料よりわずかに低くなりました。これはEIGA粉末の酸素含有量がプラズマアトマイズ粉末より低いからです。

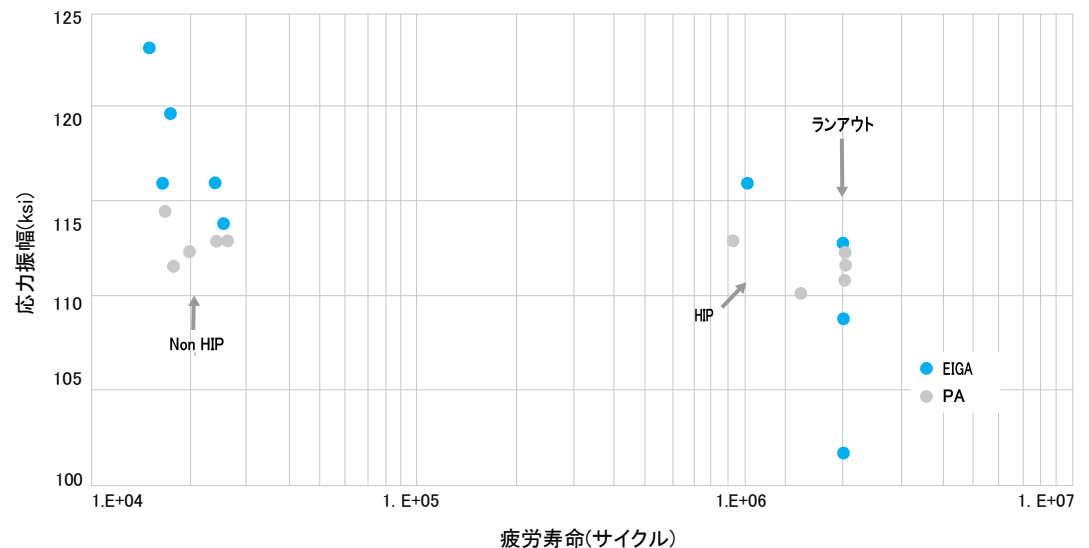
HIPおよびNon HIP条件におけるEIGAおよびプラズマアトマイズ試験片の圧縮耐力



## 疲労試験-HIPおよびNon HIP試料

予備的疲労試験結果は、EIGAとプラズマアトマイズ試料の両方で同等の疲労限度を示しました。疲労試験試料はHIPおよびNon HIP条件の両方で、造形したままのバー材から機械加工により作製しました。試料は、R(最小/最大ピーク応力の比として定義)を0.1に設定し、30Hzの振動数で試験しました。ランアウトは2Mサイクルに設定しました。EIGAとプラズマアトマイズ部品共にNon HIP条件の試料はHIP条件と比較し、同等の応力レベルで疲労寿命が約2桁早く破壊しました。これは、疲労が重要な要素である時、標準的な後処理工程としてHIPを使用するという我々の推奨の根拠となるものです。

HIPおよびNon HIP条件で造形したままのバーから機械加工した試料の疲労試験





## 微細組織分析-HIP試料

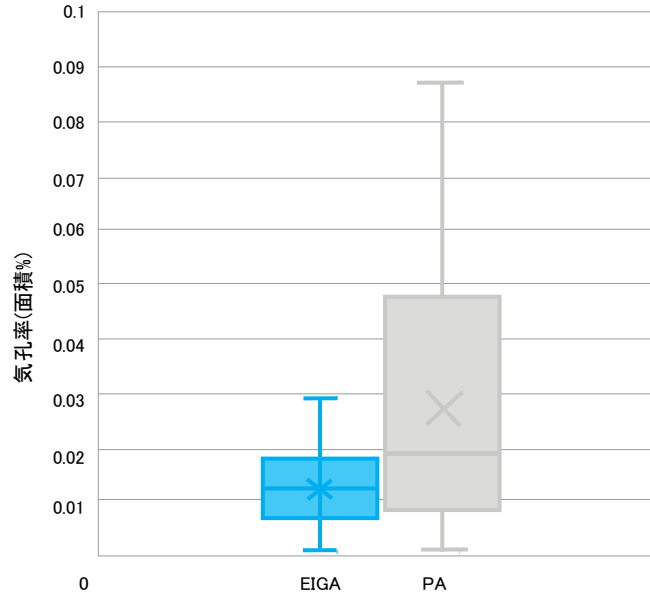
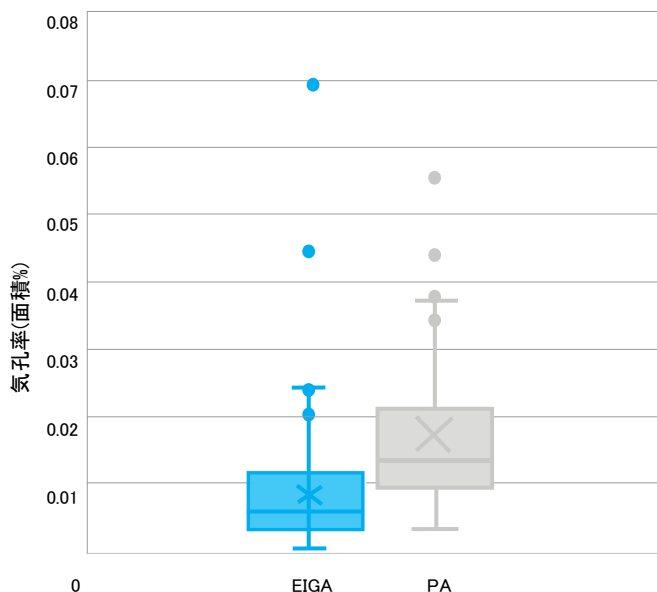
EIGAとプラズマトマイズ試料共に微細組織分析では、集合組織、結晶粒径、相形態、気孔率に有意な差は確認されませんでした。この一貫性は、HIPおよびNon HIP試料、両方で確認されました。

エッチングされていない断面上約800のデータ点から顕微鏡分析を用いて平均気孔面積を測定しました。この結果から、EIGA造形試料はプラズマトマイズ試料と比較して平均気孔面積率が低い事が確認されました。これはXYおよびYZ平面の両方で確認されました。EIGA造形試料の最大気孔面積率は、プラズマトマイズ造形試料と比較して、YZ面内は低くなり、XY面内ではわずかに高くなりました。さらに、EIGAとプラズマトマイズ造形部品の両方はXY面に沿って測定した気孔率に異常値を示しました。

HIP処理した EIGAおよびプラズマトマイズ試料の光学顕微鏡写真。左側の列はエッチングされた試料、右側の列はエッチングしていない試料です。



HIP処理したEIGAおよびプラズマトマイズ試料の気孔率の面積割合を、(A)はXY平面で、(B)はYZ平面で、画像解析により測定したもの。×は平均気孔率を示す。



## 結論

高度な試作品および大量生産を目的としたTi64の積層造形 (AM)は、主に医療および航空宇宙分野において、最終的な用途の市場全体で増加し続けています。

そのため、EIGAとプラズマアトマイズの両原料粉末を造形した部品の性質を比較したところ、2つの原料粉末間の広い同等性と均等性を実証しました。

- i. 化学: EIGAおよびプラズマアトマイズ粉末から造形された部品は、いずれもASTM F3001の組成要件を満たしています。EIGA粉末は、プラズマアトマイズ粉末と比較した場合、より細かく歪んだ粒子径分布である一方、酸素含有量が低い傾向にあります。
- ii. 汚染: EIGAプロセスには耐火材料がないため、タングステンなどの高密度介在物による汚染の懸念がなくなります。
- iii. 機械的特性: EIGAおよびプラズマアトマイズ部品は、ASTM F3001の要件を超え、同等レベルの引張および圧縮特性を示しました。シャルピー衝撃試験では、EIGA粉末から造形された部品が、プラズマアトマイズ部品より優れた吸収エネルギーを有することを明らかにしました。これは、EIGA部品がAM造形プロセスにおいて優れた(微小)亀裂抵抗を持つことを意味します。  
更に、予備的繰返し荷重/疲労試験は、HIP及びNon HIP条件の両方において、EIGAとプラズマアトマイズ部品間の統計的同等性を実証しました。
- iv. 微細組織: EIGA粉末を用いて造形した後、HIP処理を施した試料の平均気孔率は、プラズマアトマイズ粉末を用いて造形したものより低くなりました。いずれの試料でも、形状、結晶粒径、相形態に明確な差は認められませんでした。

要約すると、EIGA粉末はプラズマアトマイズ粉末より幾つかの利点があります。このWhite Paperの同等性研究は、EIGA粉末とその造形品は、造形品の品質を維持もしくは改善することが可能であると同時に、コスト低減につながる選択肢であることを示しました。EIGA粉末は経済的かつ信頼性のあるサプライチェーンからご提供いたします。

HIPおよびNON-HIP条件下でレーザーパウダーベッドフュージョンを用いて造形したEIGA部品の性質

条件	方向	0.2%耐力	極限引張強さ	伸び	絞り	吸収エネルギー	平均気孔率
		ksi	ksi	%	%	ft-lbs	面積%
HIP	垂直	124	140	14.8	42.8	30	0.009
	水平	117	137	13.9	41.9	20	0.013
	ASTM F3001	115	125	10	25	—	—
非HIP	垂直	160	173	10	33	17	0.016
	水平	152	168	7.5	20.7	13	0.019

国内お問合せ先：  
LPWテクノロジージャパン株式会社  
〒140-0002 東京都品川区東品川4-9-26 MK東品川ビル 2F  
TEL: 03-3450-2901 FAX: 03-5715-6110  
E-mail: info@lpwj.co.jp  
Japan : <https://lpwj.co.jp>

※ 本カタログに記載された仕様ならびに内容などは予告なしに変更することがあります。

---

本書に記載されている情報およびデータは、典型的な値または平均値であり、最大値または最小値の保証ではありません。本書に記載されている材料に特に示唆されている用途は、読者が自分で評価できるようにするための図解の目的のみを目的として作成されたものであり、これらまたは他の目的のための適応性についての明示または暗示のいずれであっても、保証として意図されたものではありません。また、本書の受領者が更新された版を入手可能となった時点で受け取るという記載はしておりません。

特に指定がない限り、登録商標はCarpenter Technology Corporationの関連会社であるCRS Holdings Inc.の資産です。