

粉末床溶融結合型金属 Additive Manufacturing における 材料組織の制御



特集
接合科学研究所
産学連携シンポジウム

大阪大学大学院工学研究科 マテリアル生産科学専攻
教授 小泉 雄一郎 氏

1. はじめに

付加製造 (Additive Manufacturing: AM) 技術が、革命的部材製造プロセスとして注目されている¹⁻⁸⁾。レーザーや電子ビーム (EB) で粉末を溶融結合させて自由形状の緻密体を得る技術が数種類の合金にて確立されている。現在はその適用範囲拡大と造形中の材料組織制御への関心が高まっている⁹⁻¹⁶⁾。但し、金属用 AM プロセスで造形された部材の特性は、気孔や亀裂の有無といったマクロな健全性だけでなく、造形プロセス中の急速凝固や方向性凝固に由来した特有の材料組織形成にも強く依存する。そのため金属用 AM プロセスで形状と同時に材料の組織・特性を制御することへの関心が高まっている。

著者らは、粉末床溶融結合 (PBF: Powder Bed Fusion) 方式¹⁷⁻¹⁹⁾の金属 AM 技術プロセスにおける特有の結晶成長挙動に注目し、AM 技術を形状と同時に結晶組織も制御する新材料創製法への発展させるための研究を行っている²⁰⁻²⁶⁾。PBF プロセス中の結晶成長挙動へのビーム走査速度、エネルギー密度の影響を実験、計算、理論に基づき理解して、PBF が有する自由成形法と組織制御法として性能を融合して、高性能タービン翼や高機能セル格子の設計・製造に資する学理構築を目的とした研究を展開している。本稿では、普及が進む粉末床溶融結合型の金属 AM プロセスにおける組織制御の指針について紹介する。

2. Powder Bed Fusion (PBF) プロセスの概要

PBF では、造形プラットフォーム (build platform) と呼ばれる金属平板の上に原料粉末が敷き詰められ、粉末床 (powder bed) と呼ばれる粉末の層が作られる。その層に LB や EB を、造形物の水平断面形状に沿って走査・照射することで粉末粒子が溶融して緻密化された材料の層が形成される。一層が仕上がると、一層の厚さ分だけ造形プラットフォームを降下し、その上に生じた空間に新たに粉末層が形成される。その新しい粉末層に、一つ上の 2 次元断面形

状に沿って走査されるビームが照射され、層内の粉末粒子が選択的に溶融結合され下の層にも結合される。これを繰り返して 3 次元造形物が得られる。

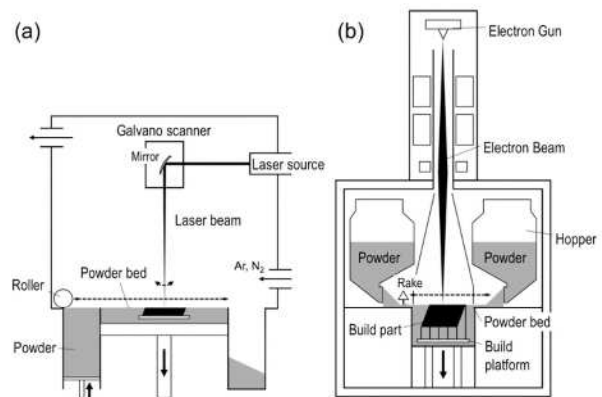


図1 PBF方式の金属付加製造 (AM) 装置模式図。(a) レーザー積層造形装置、(b) 電子ビーム積層造形装置。

3. PBF で製造された金属造形物の特徴

PBF で造形した金属部材の性質は造形条件に依存するが共通点も多い。第一に従来の焼結部材に比べて造形体の気孔率が低い。焼結では 1% 程度の気孔が残るのに対し、PBF では粉末粒子を完全に溶融させるので緻密化し易く、相対密度は 99.9%

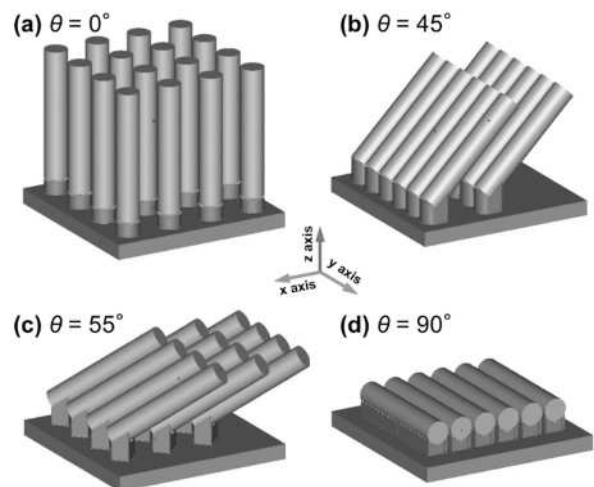


図2 種々の方位で造形した円柱試料の模式図 direction: (a) $\theta = 0^\circ$, (b) $\theta = 45^\circ$, (c) $\theta = 55^\circ$, and (d) $\theta = 90^\circ$ (after S.H. Sun et al. (2018)²⁴⁾).

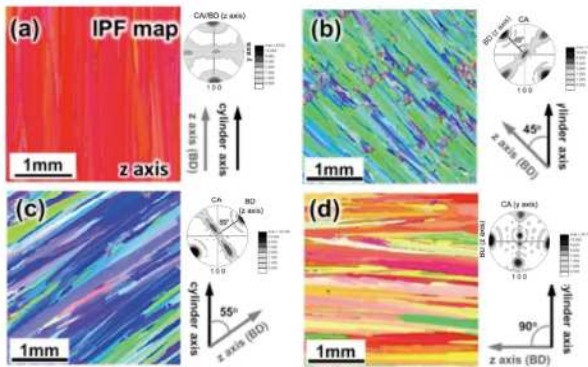


図3 PBF-EBで製造されIN718合金円柱試料のIPF結晶方位マップと極点図: (a) $\theta = 0^\circ$, (b) $\theta = 45^\circ$, (c) $\theta = 55^\circ$, and (d) $\theta = 90^\circ$ (after S.H. Sun et al. (2018)²⁴).

以上となる。但し、不適切な造形条件では欠陥が生じる^{4),6),18)}。欠陥が生じ難い造形装置メーカーが推奨する造形条件では、高さ(Z)方向に $\langle 100 \rangle$ 方位に配向する例が多い。著者らが用いたPBF-EBでは、一層毎または二層毎に走査方向が幅方向(X方向)と奥行き方向(Y方向)とに切り替わる。この場合、X方向、Y方向にも $\langle 100 \rangle$ 方位が配向し、全体として一方向に配向した単結晶状材料が得られることが、生体用Co-Cr-Mo合金¹¹⁾やInconel718合金(以下IN718合金)²⁴⁾の実験で示されている。また石本ら¹²⁾は生体用 β -Ti合金であるTi-15Mo-5Zr-3Al(mass%)合金のPBF-LBで、X-Y交互走査による同様の $\langle 100 \rangle$ 配向に加えて、走査をX方向に限定することで、X方向を $\langle 100 \rangle$ 配向、Y方向とZ方向を $\langle 110 \rangle$ 配向させ、ヤング率を制御することにも成功している。

一方、鍛造用合金のAMにて造形物が鍛造材と同様の特性を得るため鍛造材と同様の微細組織の形成が望まれる。時効硬化型のNi基超合金IN718では、時効前の加工性が高く、鍛造材や圧延材が用いられる。造形材に鍛造材や圧延材と同様の特性を求める場合、多結晶組織が望まれる。緻密化のし易さのみを指標として最適化した条件で、造形空間に対して種々の方向に配向した円柱状試料(図2)を造形すると、EBの走査方向と造形方向に $\langle 100 \rangle$ 方位が配向する。その結果、円柱中心軸の方位は軸方向に依存する。これは造形方向の選択による力学特性制御を可能とする。例えば、造形方向と円柱中心軸のなす角 $\theta = 0^\circ$ の試料では、他の方位に配向した試料に比べてクリープ強度が高い。但し、 $\langle 110 \rangle$ 配向した $\theta = 45^\circ$ の試料のクリープ強度はASM規格を辛うじ

て満たす程度である。従来材と同等の特性を得るには等軸微細粒化が必要で、造形中にそのような組織を得るための研究が著者らの研究を含めて国内外で実施されている^{25),26)}。このようにAMプロセスは成形と同時に材質を制御するプロセスになる。さらに造形中にプロセス条件を変えることで、部位毎に必要な特性に応じて組織を造り分けることも可能である。例えばガスタービン翼を製造する場合、高温で遠心力方向に強い荷重を受ける翼部には高クリープ強度の $\langle 100 \rangle$ 配向した単結晶状組織を、タービンディスクとの連結部分には室温近傍の多軸応力下での強度・靱性に優れた等軸組織を形成すれば、タービン翼の軽量化や長寿命化に繋がり、燃料消費削減等を通じて低炭素社会実現に貢献できる。

4. PBFにおける組織制御と凝固マップ

上記のような造形中の組織制御のための研究例としてIN718合金のPBF-EB/Mの研究の一部を紹介する。造形中の凝固組織制御の指針として凝固マップ(図4)の活用が提案されている。凝固マップ

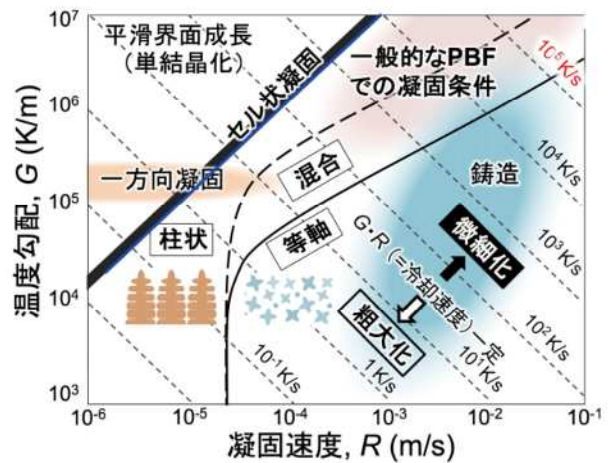


図4 金属AMにおける組織制御の指針(柱状・等軸遷移(Columnar-Equiaxed Transition: CET)に基づく凝固マップの例)

は、Hunt²⁸⁾の柱状-等軸遷移(Columnar-Equiaxed Transition: CET)に基づき、凝固中の固液界面での温度勾配(G)と凝固速度(R)と凝固組織との関係を表す。凝固マップによると、造形における固液界面での G と R の制御により結晶粒の形状とサイズを制御できる。 G が大きく R の小さい組成的過冷の生じない条件では平滑界面成長が生じ、 G/R が小さく組成的過冷が大きくなるとデンドライト成

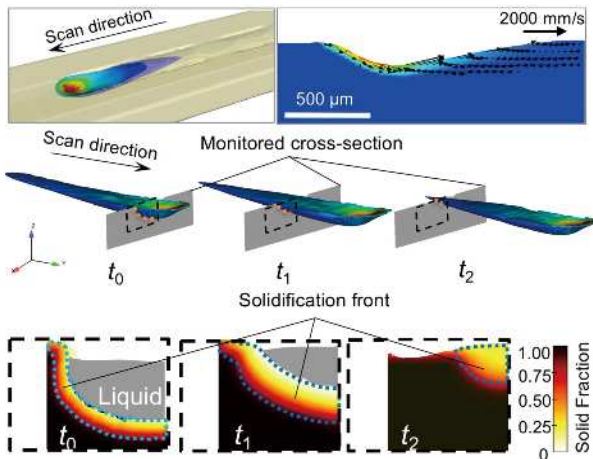


図5 G-R評価のための熱流体力学計算 (CtFD) シミュレーションの例. (after Y.Zhao et al. (2019)²⁵⁾.

長が生じる。さらに G が小さく、 R の大きい条件では凝固界面の前方での過冷が大きくなり核生成が生じる。さらに G [K/m] と R [m/s] の積 $G \cdot R$ [K/s]、即ち冷却速度が大きいと微細結晶粒となり、 $G \cdot R$ が小さければ粗大結晶粒となる。CET 発現の臨界条件は G^n/R に比例する。比例係数や指数 n の値は合金によって異なる。現状、凝固マップが整備されているのは一部の合金に限定され、多くの合金の凝固マップの整備が必要である。原理的には凝固マップは合金毎に決まるので、各合金の凝固マップを作成しデータベース化すれば、凝固プロセスにおける組織制御の指標となる。但し、CETの境界線を実験的に検証する必要がある。また凝固マップの座標軸となる G と R は、AMでは直接的には制御できない。直接制御できるのは、EBやLBの出力 (Power, P)、走査速度 (Velocity, V)、走査線間隔 (Line offset, L_{offset}) 等である。従って G と R を座標軸とする凝固マップより P や V を座標軸として得られる組織を P - V 空間で図示するプロセスマップの方が造形条件選択には有用である。しかし、プロセスマップは座標軸となるパラメータ以外のパラメータを固定してはじめて得られる。装置が違えば P と V が同じでも組織は必ずしも同じではなくプロセスマップも変わる。さらに、 L_{offset} 、造形物の形状、サイズ、一回の造形数や配置が違えば、凝固過程での温度分布変化が異なり得られる凝固組織も異なる。そのため、計算機シミュレーションにより、プロセス条件 (P, V, \dots) と凝固条件 (G, R) の関係を導き、凝固マップからプロセスマップを導くことが重要である。

求める組織が得られる凝固条件を実現するプロセス条件が、健全な (気孔、形状不良、組成変化のない) 造形体が得られる条件でなければならない。例えば、他の条件を固定し P と V のみを変数とした P - V 空間のプロセスマップでは、健全な造形体が得られる条件範囲は狭い。この課題に対して筆者らは P と V の組み合わせに応じて L_{offset} を変化させ、 P - V 空間上で健全な造形が可能な範囲を広げる Adaptive Offset Method (AOM) を考案した。AOMでは予め種々の出力のビームを種々の走査速度でその材料に照射させた場合に得られる溶融領域の断面の形状・サイズを評価しそれを元に走査線間隔を決定する。計算による G と R の評価は、Rosenthalの式や、有限要素法 (Finite Element Method : FEM) による熱伝導計算、種々の熱流体力学計算 (Computational thermal Fluid Dynamics: CtFD) 等により行われている。CtFDでは、 G や R だけでなく、融体の流速の評価も可能である。著者らは CtFD 計算²⁵⁾ で (図5)、 G, R に加えて融体の流速 (U) を評価し、それらと組織との関係を示す多次元凝固マップ構築を進めている。

5. 最後に

代表的 AM 技術である PBF における材料組織制御について著者らの研究の成果を中心に紹介した。AM で製造した金属材料は比較的急速な凝固や方向性凝固の影響等により特有の微細組織を形成し、特有の特性を発現することが多い。これを活用し従来よりも優れた材料を得ることもできる。一方で AM 自体が困難な材料や従来プロセスで製造した部材と同じ特性を得るのが困難な場合があるのも事実である。コストを抑えつつ造形部材が期待した通りの特性を発現することの保証も重要な課題である。その解決策として、(i) 機械学習を用いたプロセス最適化、(ii) AM での製造を前提とした新合金の材料設計、(iii) 造形中の検査・修復を可能とするインプロセスモニタリング技術の開発も重要である。今後はさらに複数の材料からなる部材を一体成形できる金属 AM 技術も期待されている。本稿で記した凝固条件の制御による微細組織制御の実用化には、同一の材料でも部位毎に求める微細組織に応じてプロセス条件を動的に変化させる技術の開発も重要な課題である。

大阪大学異方性カスタム設計・AM 研究開発センターでは、第2期SIP「統合型材料開発システムによるマテリアル革命」にて、3つの研究課題「Ni 基合金の3D 積層造形プロセスの開発」、「高性能TiAl 基合金動翼の粉末造形プロセス基盤技術構築と開発」、「逆問題 Materials Integration (MI) 基盤」を2018年11月から2022年度末までの計画で開始している。金属AMにおける特有の凝固結晶成長挙動ならびに相変態挙動を自在に制御するとともにAMに適した新材料開発が進むことが期待される。

謝辞

本稿で紹介した研究は、文科省地域イノベーションクラスター事業いわて発高付加価値コバルト合金の開発、日立製作所公募研究、技術研究組合次世代3D 積層造形技術総合開発機構 (TRAFAM) 及び科研費の支援により遂行された。本稿で紹介した研究の一部は、科学研究費補助金 (18H03834, 17H01329, 15K14154, 26289252, 23360299)、技術研究組合次世代3D 積層造形技術総合開発機構 (TRAFAM)、内閣府SIP (戦略的イノベーション創造プログラム) 第一期課題「革新的設計生産技術・三次元異方性カスタマイズ化設計・付加製造拠点の構築と地域実証」の支援により行われたものであり、本稿の執筆は第二期SIP「統合型材料開発システムマテリアル革命」での調査活動として行われた。本稿の執筆に際し、大阪大学工学研究科異方性カスタム設計・AM 研究開発センターならびに東北大学金属材料研究所千葉研究室の関係の皆様にお世話になりました。ここに記し、深く感謝の意を表します。

参考文献

- 1) C. Anderson (関美和 訳): MAKERS — 21世紀の産業革命が始まる, NHK 出版 (2012). (The New Industrial Revolution, Random House, 2012).
- 2) H. Lipson, M. Kurman (齊藤隆央 訳, 田中浩也 解説): 2040年の新世界—3Dプリンタの衝撃, 東洋経済新聞社. (Fabricated-The New World of 3D Printing, Wiley, 2013).
- 3) 内閣府 平成30年度 年次経済財政報告 (経済財政政策担当大臣報告) — 「白書」: 今、Society 5.0の経済へ
- 4) Wohlers Report 2018, Wohlers Associates (2018).
- 5) 遠山毅, 君島孝尚, 橋谷道明. 精密工学会誌, 82 (2016) 613-618.
- 6) 技術研究組合次世代3D 積層造形技術総合開発機構 (TRAFAM), 設計者・技術者のための金属積層造形技術入門 (2016).
- 7) 千葉晶彦, スマートプロセス学会誌 3 (2014) 152-157.
- 8) 千葉晶彦, 計測と制御, 54 (2015), 399-404.
- 9) T. Fujieda, M. Chen, H. Shiratori, K. Kuwabara, K. Yamanaka, Y. Koizumi, A. Chiba, S. Watanabe, Additive Manufacturing 25 (2019) 412-420.
- 10) S.H. Sun, Y. Koizumi, S. Kurosu, Y. Li, H. Matsumoto, A. Chiba, Acta Mater. 64 (2014) 154-168.
- 11) S.H. Sun, Y. Koizumi, S. Kurosu, H. Matsumoto, T. Saito, K. Yamanaka, Y. Li, A. Chiba: Acta Mater. 86 (2015) 305-318.
- 12) T. Ishimoto, K. Hagihara, K. Hisamoto, S.-H. Sun, T. Nakano, Scripta Mater. 132 (2017) 34-38.
- 13) 萩原幸司, 石本卓也, 中野貴由: まてりあ 57 (2018) 145-149.
- 14) 中野貴由: スマートプロセス学会誌 3 (2014) 167-174.
- 15) 掛下知行, 田中敏宏, 中野貴由: まてりあ 54 (2015) 496-497.
- 16) 田中敏宏, 中野貴由, 中本将嗣, 井手拓哉: まてりあ 54 (2015) 498-499.
- 17) ISO/ASTM529000
- 18) 京極秀樹, 池庄司敏孝: 図解金属3D 積層造形の基礎, 日刊工業新聞社 (2017).
- 19) Texas 大学 Austin 校 機械工学 Web ページ, <http://www.me.utexas.edu/news/news/selectivelaser-sintering-birth-of-an-industry> (last accessed on January 5th, 2019).
- 20) 小泉雄一郎, 千葉晶彦, 野村直之, 中野貴由: まてりあ, 56 (2017) 686-689.
- 21) 小泉雄一郎, 千葉晶彦: 溶接学会誌, 86 (2017) 20-28.
- 22) Y. Koizumi, A. Okazaki, A. Chiba, T. Kato, A. Takezawa, Addit. Manuf. 12 (2016) 305-313.

- 23) A. Takezawa, M. Kobashi, Y. Koizumi, M. Kitamura, Int. J. Heat Mass Trans. 105 (2017) 564-572.
- 24) S.H. Sun, Y. Koizumi, T. Saito, K. Yamanaka, Y. Li, Y. Cui, A. Chiba, Addit. Manuf. 23 (2018) 457-470.
- 25) Y. Zhao, Y. Koizumi, K. Aoyagi, D.X. Wei, K. Yamanaka, A. Chiba, Addit. Manuf. 26 (2019) 202-214.
- 26) Y. Zhao et al. submitted.

