

Ni 合金選択的レーザー溶融形式造形品における欠陥の観察 Observation on Defects in the Specimen Produced by Selective Laser Melting in Nickel Alloy

伊東 篤志^a, 松澤 正明^{a,b}, 鳥塚 史郎^a
Atsushi Ito^a, Masaaki Matsuzawa^{a,b}, Shiro Torizuka^a

^a 兵庫県立大学、^b (株) 松一
^a University of Hyogo, ^b Matsuichi Co.Ltd.

造形条件の変化に伴う、選択的レーザー溶融方式による Ni 合金積層造形品中の欠陥の存在量と存在状態の評価を目的とした。実験方法としては、3 種類の組成の Ni 合金でレーザーパワーと走査速度を変化させて造形した、直径 5 mm の円柱状試験片に対して、白色 X 線による X 線 CT 観察を行った。クラックが認められ、造形方向に垂直な断面では格子状に存在することが判明した。

キーワード： 金属積層造形、Ni 合金、X 線 CT、欠陥

背景と研究目的：

近年、Additive manufacturing と呼ばれる新たな技術が次世代の加工技術として注目されている。特に金属粉末を用いた方法は金属積層造形とも呼ばれる[1]。金属積層造形は従来のバルク材料の casting、鍛造や切削等の製造・加工法では実現困難であった複雑な形状の部品を比較的簡単に作製可能であり、実用化にともなう産業への影響は極めて大きいものと見込まれる。しかし、金属積層造形は 2000 年頃から確立されてきた新たな技術であり、材料評価は十分と言えない状況である。戦略的イノベーション創造プログラム(SIP)における「統合型材料開発システムによるマテリアル革命」において、筆者らは研究開発課題名「先端的構造材料・プロセスに対応した逆問題 MI 基盤の構築」(MI: マテリアルズインテグレーション)の中で、研究題目「3D 造形 Ti 合金および Ni 合金の高温力学特性と室温靱性の調査とその支配機構解明」に携わる。本研究では Ni 合金や Ti 合金の金属積層造形品の高温力学特性や靱性を評価し、従来技術による鍛造品と力学特性を比較することで、造形品の力学特性の支配機構を解明する計画である。積層造形品を評価する上で重要な事項として、材料組織中の欠陥の評価が存在する。例えば欠陥としては、粉末の未熔融部、ガスの混入によるポロシティや凝固収縮によるクラックが挙げられる[2]。これらの欠陥は強度や靱性などの力学特性に強く影響する[3]ため、存在量や存在状態を把握する必要がある。欠陥の存在量と存在状態は粉末を融解させるビームまたはレーザーのパワーや走査速度等の造形条件と密接に関係しており、存在量や存在状態と造形条件、そして造形条件と力学特性の関係を把握する必要がある。欠陥と正確な力学特性の関係を得ることができれば、MI システムで解析を適切に行えるようになるため、金属積層造形技術の実用化に前進することができる。よって、本研究の目的は、Ni 合金の金属積層造形品において造形条件と欠陥の存在量と存在状態の関係を調べ、さらに欠陥と力学特性の関係を明らかにすることである。また、本課題では種々に造形条件を変化させた造形品における欠陥の存在量と存在状態の関係を把握することが目標である。

実験：

供試材として選択的レーザー溶融(SLM)形式で造形したインコネル 718 合金、ハステロイ X 合金およびインコネル 738LC 合金造形材と溶製・圧延材を用意した。造形に使用した粉末の組成を表 1 に示す。造形材はレーザーパワー(260–370 W)、レーザー走査速度(700–900 mm/s)または走査方向(0 および 90°、または 45 および 135°)を種々に変更した 15 種、溶製材は 3 種で計 18 個のサンプルに対して測定を行った。アルキメデス法により求められた密度はすべての造形材において 99.0%以上であった。X 線 CT 測定のための試験片は直径 5 mm、高さが 4–10 mm の形状のものを用いた。測定はビームライン BL28B2 において、図 1 に示すような装置で行った。80 または 100 keV の単色または白色 X 線を用い、室温下の大気中で露光時間 150 ms、4 または 6 s において、

解像度が 5.31 μm である縦 720 pixel、横 1200 pixel の検出器に対し、0.2°ずつ 180°まで回転させることで X 線 CT 観察を行った。得られた 900 枚の画像を用いて再構成を行った。解析には Fiji Image J を使用した。

表 1. 試料粉末の組成(単位: wt %)

	Ni	Cr	Co	Ti	Al	W	Mo	Ta	Nb	C	Zr	B	Fe
Inconel 738LC	61.49	15.86	8.38	3.55	3.45	2.55	1.92	1.76	0.88	0.1	0.05	0.01	-
Inconel 718	52.7	19.0	1.0	0.9	0.6	-	3.05	0.5	5.125	0.08	-	0.006	17.0
Hastelloy X	47.42	21.63	0.97	0.02	0.19	0.47	8.8	-	-	0.08	-	0.004	19.24



図 1. 測定装置の外観

結果および考察：

図 2 は白色 X 線による CT 測定により得られた、インコネル 738LC 合金造形材の 3D 像と断層像である。断層像は直径 5 mm の断面であり、積層方向が紙面垂直方向に対応している。解析にあたり、強調するために階調反転を実施して、クラックを明るく示した。単色 X 線による X 線 CT 測定ではリングアーティファクトが強く認められたが、白色 X 線による X 線 CT 測定ではリングアーティファクトが比較的減じたが、解析にあたりリングアーティファクトを除去するために円柱状試験片の中心軸付近を除去した。断層図において、クラックやポアを明瞭に捉えることができた。インコネル 718 合金及びハステロイ X 合金と比較して、インコネル 738LC 合金造形材において、多数のクラックが認められた。切断後に断面 SEM 観察を行った結果においては造形方向に造形方向に対して平行またはわずかに斜めなクラックが多く認められたが、X 線 CT の結果ではクラックは 0.2–0.3 mm の間隔を有する格子状に沿って途切れ途切れに存在していることが判明した。また SEM 観察で認められた穴は、X 線 CT 像においても認められた。このため SEM 観察で認められた穴はポアであり、SEM 観察試料の切断及び研磨に由来しないことを確認できた。また、測定した 3 種類の合金について、インコネル 738LC 合金にクラックやポアが最も多く認められた。図 3 にインコネル 738LC 合金造形品における断面の SEM-EBSD 観察結果を示す。これより粒界部分においてクラックが発生しており、粒界を挟む 2 つの結晶粒の弾性ひずみの差によると考えられる[4]。これと X 線 CT 観察結果から、格子状パターンは結晶方位に影響するレーザー走

査パターンと対応していると考えられる。また、X線CT観察から再構成した3D像と合わせると、クラックは積層方向と平行または積層方向に対して比較的小さな角度である方向へのみ伸張している可能性が考えられる。

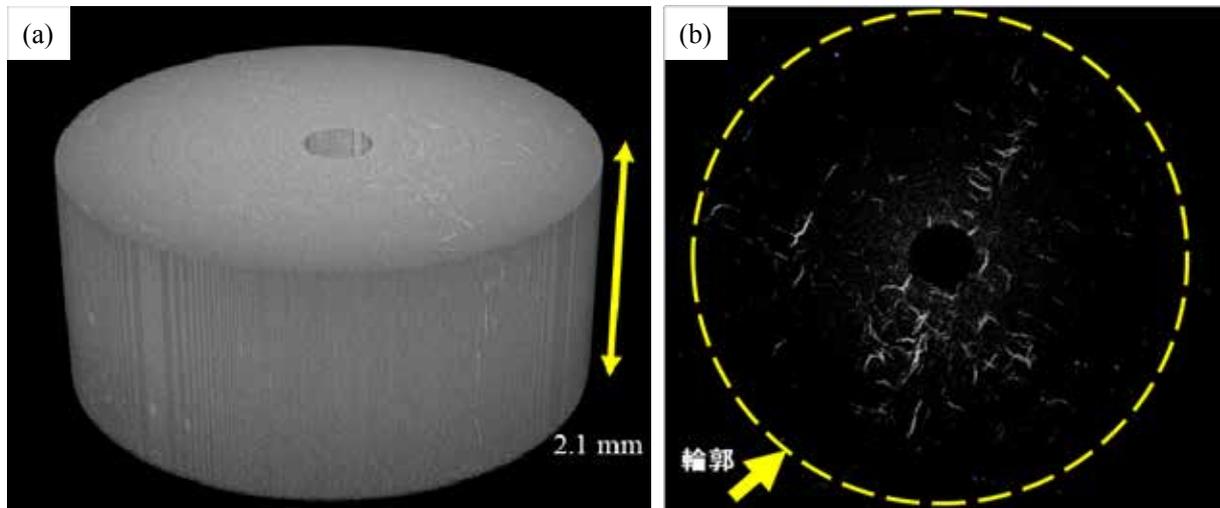


図2. インコネル 738LC 合金造形材の再構成像。(a) 3D 像、(b) 断層像(階調反転実施)。

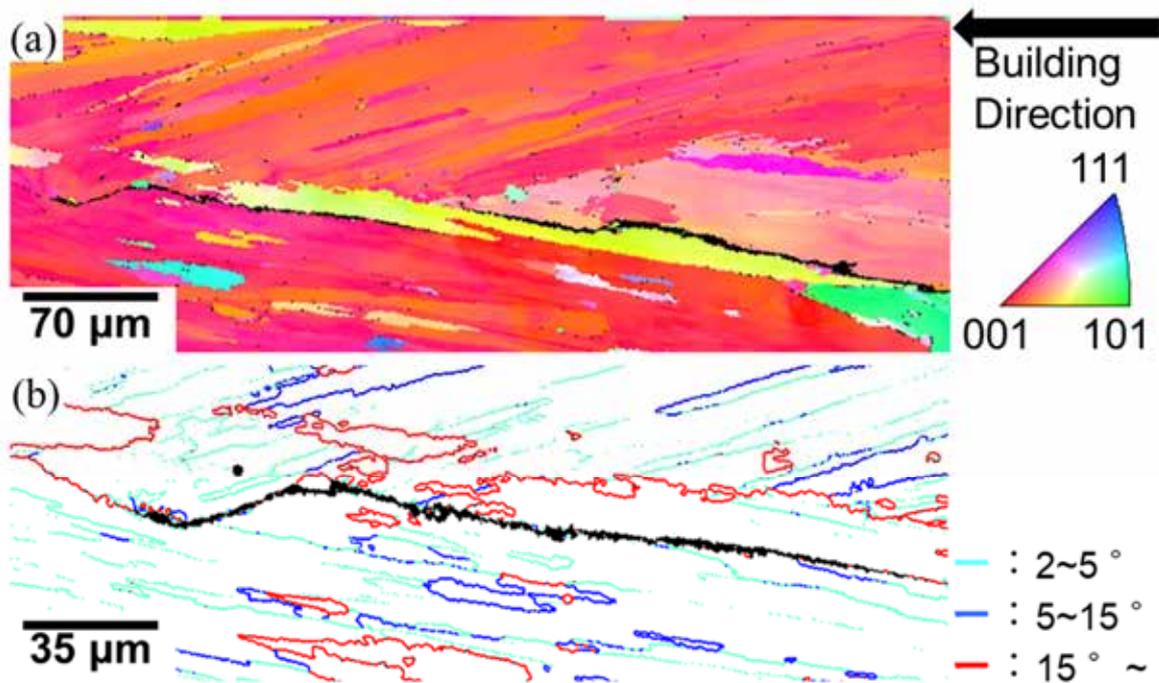


図3. インコネル 738LC 合金造形材の SEM-EBSD 像。(a) IPF マップ、(b) Boundary マップ

今後の課題：

今回の測定では円柱状試験片の中心軸に沿ってリングアーティファクトが認められた。解析ではリングアーティファクト部を除去することで解析を行ったが、一部のノイズが残留した。このため、今後リングアーティファクトを低減することが課題となる。また、インコネル 738LC 合金においては、クラックが結合するように分布しており、積層造形において一段のクラック密度の低減が必要である。断面 SEM 観察より、インコネル 738LC 合金の積層造形において、レーザー照射エネルギーを計算すると、 50 J/mm^3 より低い場合には粉末の未溶融が生じて、 50 J/mm^3 より高い場合にはクラックが生じることが判明している[5]。このため、レーザー照射エネルギーが低い積層造形における、未溶融の存在状態について調査が必要である。

参考文献：

- [1] 京極秀樹 他、～設計者・技術者のための～金属積層造形技術入門、 TRAFAM, Tokyo, 2016, pp .6-15.
- [2] 池庄司敏孝、溶接学会誌、**86** (3), 138 (2017).
- [3] 西本和俊、溶接学会誌、**73** (6), 453 (2004).
- [4] K. Prasad et. al, *Mechanics of Materials*, accepted (2021).
- [5] 堀田優希、兵庫県立大学工学部卒業論文 (2021).