

N. Sato

1. 研究の目的と背景

3次元金属積層造形(以下,AM:Additive Manufacturing) は、材料を積み上げて三次元構造を造形する加工技術であ る. そのため AM は、工具を使って加工する切削や、型を 使って加工する塑性加工、鋳造などの既存の加工技術より も複雑形状や中空形状の加工が得意とされる. そのため、 形状設計による軽量化や高機能化が期待されている.

金属の粉末床溶融結合型(以下 PBF: Powder Bed Fusion) の AM は, 原料粉末を薄く敷き(リコーティング), 必要箇 所のみに熱源を照射することで金属粉末を溶融凝固させ, それを繰り返して積層するプロセスである. 熱源にレーザ を用いる手法は, PBF-LB/M (Laser-based Powder Bed Fusion of Metal) と呼ばれる¹⁾.

PBF-LB/M のプロセスでは、反りによるエラーを抑制す るため、土台(ベースプレート)と造形物を繋ぐようにサ ポート材を造形する(図 1a, b)²⁾. サポート材は, 応力 除去の熱処理を施した後に取り除かれる.しかし、サポー ト材の造形は、流路などの内部構造を造形する場合にとく に必要な場合が多いものの,内部は刃物が入らず除去する ことが難しいため、実質的に造形できる形状を制限してい るといえる. したがって, AM の複雑形状を造形できる特 徴を生かすためには、サポートレス造形技術の開発が必要 である. 著者らが開発したサポートレス造形は, 真空雰囲 気において³⁾,造形物の下部から仮焼結状態の予熱部(図 1c 予熱1)を造形し、さらに弱いレーザ照射条件で予熱 を施し(図 1c 予熱2),造形物周辺の粉末温度を均一に 高めることにより実現した⁴⁾. 図 1d は, サポートレスプ ロセスにより造形したタービンの模型である.しかし、こ のプロセスは、まだ再現性が低く、その理由は、プロセス の制御が不十分なためである.たとえば、粉面の温度が低 い場合は,層が反ったり,スパッタ等により突起状に凝固 したりして、それがリコータとぶつかり、造形不良となる が,造形時の粉面の温度が高く均一であれば,造形不良は 生じにくい. これらは経験的にはわかっているが, 造形条 件に反映できていない.

PBF は、造形条件の最適化の指標として単位体積当たりの投入エネルギーLED が用いられている(式1).

LED=-P

直子*

3次元金属積層造形における

サポートレス造形技術の開発

佐藤

(1)

ここで、P はレーザ出力、v はレーザ走査速度、oは レーザ直径、d は粉末層の厚さである ⁵⁾. LED が一定で あれば、熱源から同じ量のエネルギーが供給されるため、 同等の品質の部品が製造されることが期待される. しかし、 LED はプロセス設計するには不十分であることが指摘さ れている ⁶⁻⁸⁾. LED が一定の場合でも、走査速度とレーザ 出力によって物性は変化する. 同様の現象は、残留応力⁸⁰ や表面粗さ⁹⁰などの他の特性についても観察されている. LED と部品の最終的な品質の関係を解明するためには、 粉末の溶融凝固挙動を把握する必要がある.

そこで、本研究では、サポートレス造形プロセスにおける温度制御を目指して、粉末床の溶融挙動観察装置を試作し、評価を試みた.本稿では、その成果を最近の成果も交えて紹介する.



図 1 (a) サポートあり造形プロセス,(b) サポートあり 造形プロセスによる造形物²⁾,(c) サポートレス造 形プロセス,(d) サポートレス造形プロセスによる タービンブレード.

2. PBF の溶融挙動のその場観察装置の開発 2.1 実験装置の概要

開発した PBF-LB/M の溶融挙動観察装置の模式図を図 2 に示す.本装置は,X線透視法による溶接のその場観察 を参考に¹⁰,島津製作所社製のX線透視装置のX線管 (MTT255: Shimadzu Corp.)とイメージインテンシファ イヤの間に,開発した金属粉末溶融装置を配置したもので ある.X線透視装置は,X線管の管電圧と管電流を設定し, 発生した X 線を試料に照射し, 試料を透過した X 線をイ メージインテンシファイヤで可視光領域に変換した画像 を CCD カメラで取得する. 金属粉末溶融装置は, 真空チ ャンバ内に, 直線移動する機構を付けた粉末試料トレーを 導入し, チャンバ外に固定したレーザヘッドからレーザを 粉末床に照射する機構とした. また, 試料に X 線を照射 し, 透過したX線を CCD カメラでとらえるため, 真空チ ャンバの両側面にX線吸収率の低い Be 窓を設置した.

真空チャンバには、ターボ分子ポンプおよびアルゴンガス配管を接続することで、低酸素濃度の雰囲気管理を可能とした.これにより、点状あるいは線状にレーザを照射した時の金属粉末の溶融挙動を再現し、粉末床の飛散や掘削、溶融池形状の変化などの動的な挙動を捉えることができる.レーザは、波長が1070 nm で最大出力が500 Wのファイバーレーザ(ASDIJ256-R07P: Furukawa Electric Co., Ltd.)を用いた.粉末試料トレーは、長さ130 mm×深さ13 mm×厚さ5 mmのアルミニウム板の130 mm×5 mmの面に溝加工を施し、溝の中に厚さ3mmの粉末を充填する構造とした.



図2 粉末床の溶融挙動観察装置の模式図.

2.2 開発装置で得られる PBF の溶融挙動の X 線透視像

PBFの溶融挙動のX線透視像を図3に示す.ここでは, 形状などから判別のしやすいボーリング現象を観察対象 とした結果を紹介する.

供試材は、Ti6Al4V 合金のガスアトマイズ粉末で、粒子 サイズが45 µm以下に分級されたものを用いた.粉末は、 粉末試料トレーをタップしながら充填した.

X線透視観察は、レーザ出力 P = 250 W、粉末試料トレーの送り速度 v = 10 mm/s の条件について実施した.X線照射条件は、X線透視画像において最も色の差異が明瞭になった、管電圧 160 kV、管電流 90 A とした.X線透視像

は、画像処理ソフトウェア ImageJ を用いて輝度から溶融 部、粉末床、雰囲気の領域を分離し、溶融部の形状を解析 した.

図3は,得られたX線透視画像を1 ms 間隔で抜き出し た画像である.t=0 ms では,レーザ照射位置付近に2 つほど小さい溶融凝固部がみられたが,1 ms 後にはボー ルが一つに合体し,さらに大きな紙面向かって右側の球体 に引き寄せられるように合体していることがわかった.こ のほか,キーホールが生じたり,レーザ照射部に球状の溶 融凝固部が引きつけられてボールが成長したりする様子 が観察された.



図 3 出力 250 W, 移動速度 10 mms⁻¹の時の球状の溶融凝 固部の合体過程 (a-e) および a-e の溶融凝固部を 縁取りした模式図 (f-j). (a, f) 発生時, (b, g) 発 生後+1ms, (c, h) 発生後+2ms, (d, i) 発生後+3ms, (e, j) 発生後+4ms.

3. 点照射における溶融挙動の解析¹¹⁾

3.1 背景と目的

ここでは、レーザを1点照射した時の粉末床の溶融過程 を解析した成果を紹介する.

PBF-LB/M は, LED だけでは造形物の品質を制御する ことが難しく,これは特定のエネルギーに到達するまでの 時間を考慮する必要があるためと考える.たとえば低走査 速度,低レーザ出力の条件下では,特定のエネルギーを供 給するのに長い時間を必要とする.その結果,溶融が遅れ たり,熱拡散時間が長くなったりするなど,時間と共に溶 融挙動が変化することになる.このように,様々な造形条 件に対する溶融挙動の時間変化を捉え理解することで,最 適なプロセス設計の実現につながる.

レーザ照射時間は、PBF プロセスでは、走査速度によ って変化させるが、レーザを走査すると、レーザ入射角、 熱伝導の方向等も変化する.そのため.それらの影響を排 除できる1点照射の溶融挙動を解析対象とした.また、溶 融挙動を解析するためには、X線透視で観察されるレーザ 照射点の温度情報が必要である.

そこで本研究では、X線透視法と二色温度計の同時測定 によるレーザ点照射時における溶融過程の解明を目的と した.均質に敷設した Ti6Al4V 粉末に対し、レーザ点照 射を実施し溶融・凝固させ、その過程を X 線透過と二色 温度計で同時測定した.得られた画像から粉末床と溶融池 の形状を測定することで、溶融過程を評価し、溶融池の生 成・拡大過程のメカニズムについて検討した.

3.2 実験方法

3.2.1 評価装置の改造

溶融挙動可視化装置は, X 線透視による溶融池形状と溶 融池近傍の温度の同時計測をするため図 4 のように改良 した.初号機(図 2)からの主な変更点は,レーザヘッド を粉末床の垂直方向から 15°傾けて配置したことと,粉 末床の直上に二色温度計を配置したことである.二色温度 計は,粉末床の直上に配置することにより,形状のゆがみ なく温度分布を観察できるようにした.また,レーザ照射, 二色温度計の計測, X 線透視の撮影の開始と終了の時間は 同期制御した.



図4 改良した溶融挙動可視化装置の模式図11).

3.2.2 溶融挙動の画像処理と定量評価

画像処理ソフト(Fiji)¹²⁾を用いて,解析用の生X線透 視像から2値化画像と重ね合わせ画像を作成した.この後, 左右のくぼみ長さLiとLr,およびくぼみ深さDを測定し た.図5にこれらの数値の定義を示す.左右のくぼみ長は, それぞれくぼみの左右の輪郭とレーザ照射点との水平距 離と定義した.くぼみ長Lは,LiとLrの和とした.t=0.001 秒におけるくぼみ長さの中心点をレーザ照射点,くぼみ深 さ方向に伸びる線とくぼみの輪郭の交点を底点と定義し た.また,レーザ照射点からくぼみ部の底面までの距離を くぼみ深さとした.



図5 左右のくぼみ部分の長さL₁, L_r, 傾斜角θ_t, レーザ
 入射角θ_i, くぼみ部分の深さDの定義. (a)溶液プ
 ール生成前, (b)溶液プール生成後¹¹⁾.

3.3 点照射時の金属粉末の溶融挙動

3.3.1 X線透視像から判別される領域

図6は、コントラストが明瞭なX線透視像の3例である. 画像の左下と右下の黒い部分は、真空チェンバーの枠を表しており、これはX線が真チャンバによって完全に減衰していることを示す.

X線透視像は、その明るさにより、4つの領域が目視で 識別でき、(i)大気、(ii)くぼみ領域、(iii)粉末層、(iv)溶融 池の順に輝度が減少する¹³⁾. すなわち、X線透視像の上 側の白い領域は大気(i)、下側の黒い領域が粉末層(iii)、中 央の粉末層に比べてやや暗い領域が溶融池(iv)、中央上部 の大気に比べてやや暗い領域がくぼみ領域で(ii)、大気と 粉末が存在していることが分かる.また、図 6b に示すよ うに、2 つの大きなスパッタが観察された.これらのスパ ッタをスパッタ A、スパッタ B とした.



図 6 X 線透視画像:(a)レーザ照射前,(b)レーザ照射中(例 として t=0.18 s),(c)レーザ照射後¹¹⁾.

3.3.2 溶融挙動の分類

図7は、レーザを照射した粉末床の特徴的な溶融挙動を 示した. 溶融挙動は、X 線透視像から以下4つに分類され る;キーホール,溶融池の浮き上がり,スパッタ,ボール 化.まず,くぼみの深さが大きいキーホールが観察された. くぼみ深さの傾斜角は約120°であった.次に,溶融池の 浮き上がりと気孔の形成が観察された.図7に示すように、 t=0.211 秒の赤枠で示した領域では,溶融池の上部の明る さが0.02秒前のX線透視像より暗くなっている.これは、 くぼみの周辺にあった物体が内部に移動していることを 示している. 浮遊していた溶融池は、これらの物体と合体 して大きくなった. 溶融池の断面形状は, 円形から縦に細 長い楕円形に変化した. 第三に, 2 つのスパッタ A, B が 観測された.図8にこれらの軌跡を示す.スパッタAは 溶融池から負のx方向に飛散している.0.1秒間同じ場所 に留まった後,スパッタ A は吸い込まれるように溶融池 に戻った.スパッタBは溶融池から正のz方向に飛散し, 観測領域の外側に移動した. その後, スパッタ B は観測 領域内の溶融池へ落下した. 第四に, 球状の溶融池が観察 された(ボール化). t = 0.133 秒の時点では, X 線透視像 と熱画像の両方で溶融池の形状が円形であることが確認 された. 溶融池は, 浮き上がった後も球状であった (図7, t=0.211 s) ため、溶融池と粉末床の間に中空構造が形成 されていたことが推測される. その後, t=1.001 s におけ る溶融池の曲率半径は t = 0.755 s よりも大きくなり, 溶 融池の表面はより平坦になった.



図7 溶融挙動評価;X線透視画像を溶融池とへこんだ領域に着目して145×145 pixel に切り取った.(a) Raw 画像,(b) 二値化画像(白線は輝度値230-240 に対応),(c) 二値化画像を重ねた補正画像(輝度値40-120).観察時間t=0.191sとt=0.211sの四角で囲った枠内はそれぞれ輝度値が異なるが,輝度値が低いほど粉末粒子が多くあることを示す¹¹⁾.



図 8 スパッタ A, B の軌跡. 青色点はスパッタ A, 赤色 点はスパッタ B を表す. 塗りつぶされた点は散乱, 白抜きの点は吸収を表す. スパッタ B は t =0.061-0.175 s に観察視野外にいたためグラフが途 切れている. θ out:散乱角, θ in:落下角¹¹⁾.

3.3.3 くぼみ形状の時間変化

くぼみ形状の時間変化を図9に示す.赤色の点は、くぼ み深さDを示している.レーザ照射開始直後,Dは3.2mm に達するまで急増し、t = 0.16 ~ 0.2 s は定常値を維持した. その後t=0.2~0.28 s では溶融池の浮上、および物体の溶融 池への吸入により急減した.さらにその後、D は徐々に減 少したが、t=0.901 秒になると45 μ m ほど増加した(図9右 下の黒矢印).青色の点は、くぼみ領域の長さLを示す.t=0 ~約0.16 s の間に急減し、その後、徐々に落ち込み幅が大 きくなる傾向が見られた.溶融池が浮上した後、くぼみの 左側にあった物体が溶融池に吸い込まれたため、くぼみの 長さは再び急増した.またLiは徐々に長くなり、Lrは溶融 池が浮上した後、定常状態になった.



 図 9 デプレッションゾーンの時間変化.左右の凹部長(Lr, Li)は、それぞれ凹部の左右の輪郭とレーザ照射点 との水平距離として定義した.凹部長Lは、Lrと Liの和である.また、レーザ照射点から窪地の底ま での距離を窪地深さDとした¹¹⁾.

3.3.4 熱拡散

図 10 は、t=0.14~0.98 s までの温度分布の時間変化を、 対応する側面からの X 線透視像とともに示したものであ る. どの熱画像でも、溶融池の端から中心に向かって温度 が上昇していることが分かる. 図 10c の t = 0.14 s に見ら れるように、溶融池の中心部には暗い部分があり、この部 分は温度測定範囲(1300-2400°C)から外れていた. した がって、最高温度は 2400 °C以上であったと推測される. 温度分布の形状は、レーザ照射が終了するまで、円形(図 10c; t = 0.001, 0.191, 0.289 s)と不定形(図 10c; t = 0.023, 0.033, 0.133, 0.211 s)を形成する工程が繰り返された.

図 11a は、溶融池の平均温度の時間変化を示す. t = 0, 0.02, 0.04, 0.08 s では、測定領域内に溶融池が発生しなか ったため、図 11a にはプロットが表示されていない. 平 均温度は, t = 0.2 s で最も低くなり, Tave = 1612 ℃となり、 低粘度の固液共存温度となった. その後、平均温度 Tave はレーザ照射終了まで安定し、1800 ℃に回復した. 図 11b は、溶融池の温度ヒストグラムである. t = 0.12 秒の溶融 池サイズは t = 0.3 s より小さく, t = 0.12 s の高温領域 (2400 ℃以上)の割合は t = 0.3 s よりも広くなっている ことがわかる.



0 255 1300 2400 0 255 R, R, Intensity Temperature 7 / °C Brightness /

 図 10 上から見た温度分布の時間変化とそれに対応する 横からのX線透視像.t=0.70sでは,t=0.58sの 温度分布の輪郭が点線で描かれている¹¹⁾.



図 11 測温結果. (a) 空間平均温度の変化. Ti-6Al-4Vの 液相線温度 T₁ は 1655℃, 固相線温度 T_s は 1577℃である. (b) t=0.12 s と t=0.30 s で得られた 温度ヒストグラム¹¹⁾.



図 12 X 線透視像と二色温度計で得られた溶融挙動の比較.
(a) X 線透視像における測定線(x:0-240 px, y:50px)上の平均輝度. 輝度が低いほど,粉末粒子の数が多いことを示す.
(b) 上面から見た溶融池の空間平均温度.
図 9 からt =0-0.2 秒の範囲で抽出したグラフ. Tl と Tsはそれぞれ液相線温度と固相線温度.
(c) 図 6 からt=0-0.2 秒の範囲で抽出した陥没域の深さ D と長さ L¹¹⁾.

3.4 考察

溶融挙動には、キーホール、溶融池の浮き上がり、スパ ッタリング、ボールの4種類があった.ここでは、2つの 解析手法を組み合わせることで、溶融挙動のプロセスを詳 細に明らかにした.第一の分析手法は、2色パイロメータ ーで測定した R1、R2強度を用いて対象物の相を特定する ものである.第二の分析手法は輝度からスパッタ量を定性 的に評価するものである.本稿では紙面の都合上、キーホ ールの形成過程の議論を示す.全種類の溶融挙動は、参考 文献11)で議論しているので、参照されたい.

3.4.1 キーホールの形成過程

キーホールは,以下の過程で形成した.図12cに示すように、くぼみ長さLとくぼみ深さDは、レーザ照射開始 直後にはほぼ同じ速度で急増した.このとき、同時に多く のスパッタの発生が認められたため、駆動力はガス圧によるものと思われる.その後、Lの増加傾向は緩やかになっ たが、Dは増加し続け、その結果、キーホールが形成された.そして、t=0.1s付近でDの拡大が停止した.ここで は、これらの変化の原因について、熱画像やスパッタ量と 比較しながら考察する.

くぼみ長さLは、図 12a, cに示すように、スパッタ発 生量が最大値になると徐々に長くなる傾向が見られ、これ より、スパッタ発生量とくぼみ領域の広がりに相関がある ことが示唆された.また、レーザの照射位置は、くぼみの 下部に維持されていた.そのため、Dが大きいとLがレー ザ照射の影響から遮断される.その結果として、Lの変化 の傾向は徐々に大きくなったと考えられる.

くぼみ深さ D は, t = 0.1 s で増加しなくなると同時に, 溶融池が形成している.このことから,溶融池が D の拡 大を防いでいることが示唆された.下層の透過率は,レー ザ照射点にある材料の状態によって変化する.レーザ照射 点が粉末床の粉面にある場合,レーザ光は粉末粒子間の隙 間を通って下層に到達する¹⁴⁾.一方,溶融池では,レー ザ光が部分的に反射される.

3.5 粉末床の点照射挙動の小括

本研究では、粉末床上での金属粉末の溶融形態の変化を 調べた. Ti-6Al-4V 粉末を 200W のレーザで1点1秒間溶 融した. レーザ照射中の溶融挙動は、X 線と熱画像を組み 合わせたその場同時観察で捉え、その結果、以下のように 分類された(図13).

- レーザ照射直後は、くぼみ部分の長さLとくぼみ部 分の深さDがほぼ同じ速度で急速に増加する.
- スパッタ発生量が最大値に達した直後から、くぼみ 部の長さが徐々に増加する.その後、くぼみ深さは 急激に増加し続ける.その結果、鍵穴のような形状 が発生する.
- 3) 溶融池の生成と散乱を交互に繰り返す.くぼみの深 さが伸びなくなると、溶融池が形成され、滞留し始 める.

- 4) 溶融池が浮き上がると,溶融池の底と粉末層との間 に間隙が発生する.同時に,粉末の動きが散乱から 吸入に変わる.
- 5) レーザ照射側から粉末を吸入するため、溶融池が成長し続ける.また、くぼみ領域の反対側の拡張は停止する.
- 6) 溶融池の曲率半径が減少する.すなわち,溶融池の 表面が平らになる.



図13 点照射における溶融挙動の時間変化の模式図⁷⁾.

4. まとめ

本稿では、サポートレス造形技術を高度化することを目 的に取り組んでいる粉末床の溶融挙動評価について、その 場観察装置の開発と、それを用いて実施したレーザの点照 射時の粉末床の溶融挙動解析の結果を紹介した.これまで、 点から線照射時の溶融挙動解析に展開させており、今後は 積層プロセスの溶融挙動の理解と制御につなげていく.

謝 辞

本研究の一部は、公益財団法人天田財団の平成27年度 重点研究開発助成Bにより行われたものであり、ここに記 して深く感謝の意を表します.本研究に多大なご協力をい ただいた多くの共同研究者の皆様、特にPBFを模した粉末 床の溶融挙動観察装置の開発と評価にご協力をいただい た早稲田大学 鈴木進補教授、若井悠貴氏、小倉智哉氏、 丸山珠宙氏、PBF プロセスのX線透視についてご助言とご 協力をいただいた産総研 瀬渡直樹主任研究員に、深く謝 意を表します.

参考文献

- ISO/ASTM 52910:2018(E). Additive Manufacturing Design Requirements, Guidelines and Recommendations; International Organization for Standardization ISO: Geneva, Switzerland, 2018.
- http://www.em-pi-es.com/realizer-slm-50.php (参照 2015 年 7 月 12 日)

- S. Nakano et al.: Proc. of the 7th International Conference on Leading Edge Manufacturing in 21st Century, (2013), 419-422.
- 中野禅,清水透,萩原正,佐々雅祥:積層造形物, 粉末積層造形装置及び粉末積層造形方法, JP-A-2015-38237,20150226.
- 5) Ciurana J, Hernandez L, Delgado J (2013) Energy density analysis on single tracks formed by selective laser melting with CoCrMo powder material. Int J Adv ManufTechnol 68:1103-1110.
- 6) Prashanth KG, Scudino S, Maity T, Das J, Eckert J(2017) Is the energy density a reliable parameter for materials synthesis by selec- tive laser melting? Mater Res Lett 5:386-390.
- 7) Chen Z, Wei Z, Wei P, Chen S, Lu B, du J, Li J, Zhang S (2017) Experimental research on selective laser melting AlSi10Mg alloys: process, densification and performance. J Mater Eng Perform 26: 5897-5905.
- Mugwagwa L, Dimitrov D, Matope S, Yadroitsev I (2018) Influence of process parameters on residual stress related distor- tions in selective laser melting. Procedia Manuf 21:92-99.
- 9) Hengfeng G, Gong H, Pal D et al (2013) Influences of energy density on porosity and microstructure of selective laser melted 17- 4PH. In: Conf 24th Annu Int Solid Free Fabr Symp, pp 474- 489
- 10) 瀬渡直樹,片山聖二,松縄朗:"アルミニウム合金レ ーザ溶接時のポロシティ生成挙動の解明とその抑制 法",溶接学会論文集,Vol. 18, No. 2, (2000), 243-255.
- Y. Wakai, T. Ogura, S. Nakano, N. Sato, S. Kajino, S. Suzuki, Melting behavior in laser powder bed fusion revealed by in situ X-ray and thermal imaging, Int. J. Adv. Manuf. Technol. 110 (2020) 1047-1059.
- 12) Schindelin J, Arganda-Carreras I, Frise E (2012) NIH image to ImageJ: 25 years of image analysis. Nat Methods 9:671-675.
- 13) Boyer R, WeBoyer R, Welsch G, Collings EW(eds) (1994) Materials Properties Handbook: Titanium Alloys. ASM International, Materials Park
- Boley CD, Khairallah SA, Rubenchik AM (2015) Calculation of laser absorption by metal powders in additive manufacturing. 54: 2477-2482.