

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

国立研究開発法人 産業技術総合研究所 製造技術研究部門 素形材加工研究グループ
研究員 佐藤 直子

(平成 27 年度 重点研究開発助成 B 課題テーマ AF-2015202)

キーワード：金属積層造形，リコート，溶融凝固現象，Ti6Al4V

1. 研究の目的と背景

3次元金属積層造形（以下、積層造形）は、材料を積み上げて造形するため、切削や塑性加工、鋳造などの既存の加工技術より原理的に複雑形状や中空形状の加工が得意とされる。そのため、トポロジー最適化設計による構造物の軽量化や高機能化を実現しうる金属加工法として期待されている。例えば、GE aviation では旅客機のジェットエンジン部品において、燃焼ノズル、ブラケット、エンジンセンサハウジングなどを積層造形で製造し、実用化に向けた検討が進められている。これらの部品を積層造形で製造することは、軽量化だけではなく、耐熱性や強度特性の優れた材料を使用した性能向上を狙ったものである¹⁾。さらに NASA では、エンジンの高効率化をエンジンインジェクタに施し、燃料噴射実験を成功させている²⁾。このように積層造形による機能性形状を活かした技術が応用され始めている。

粉末床溶融結合型（以下 PBF: Powder Bed Fusion）の積層造形は、原料粉末を薄く敷き（リコーティング）、必要箇所のみを熱源を照射することで金属粉末を溶融凝固させて二次元の層を作製し、それを積み重ねて三次元構造物を得る加工法である。熱源にレーザーを用いる手法は、選択的レーザー溶融法（以下 SLM: Selective Laser Melting）と呼ばれる。

SLM は、局所的に急加熱急冷するプロセスであるため、残留応力により反りが発生しやすい。そのため、現状のプロセスでは、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している（図 1a, b）。サポートは、造形後にニッパーなどで切断し取り除く必要があり、造形物は必要に応じて表面仕上げが施される。この工程は、流路などの内部構造を造形する場合にもサポートを造形して後で取り除く必要があるため、実質的に造形できる形状を制限しているといえる。申請者は、より積層造形の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と考え、サポートレス造形技術開発を行っている。

開発したサポートレス造形技術は、断熱性の高い真空雰囲気において行う。その工程は、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、さらに弱いレーザー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³⁾。図 1d は、開発した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。表面は造形ままの状態であり、表面粗度は

約 20 μm である。微小な間隔で反ったブレードを有する構造は、切削では刃物が入らず、サポートレスプロセスの積層造形でしか加工できない形状である。しかし、このプロセスは、まだ再現性が低いのが現状である。その理由は、プロセスの制御が不十分なためである。経験的に、粉面の温度が低い場合や、不均一な場合は、層が反り上がったり、粉末に接する面へのレーザー照射の際にアブレーションやスパッタリングが生じて突起状に凝固したりし、それがリコータとぶつかって造形物全体が引きずられ、加工エラーとなる。一方で、造形時の粉面の温度が高く、かつ温度が均一であれば、これらのエラーは生じにくく、サポートレス造形が成功する。これは、レーザーと粉末の相互作用による発熱が伝熱する際の違いであると考えられる。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、伝熱に関する粉末層の状態、プロセス雰囲気、粒子形状が造形物の相対密度に及ぼす影響を評価した。さらに、伝熱制御のためには溶融凝固挙動の評価が必要であると考えられ、積層造形のプロセス評価装置を試作し、評価を試みた。



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⁴⁾, (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プレード。

2. 実験方法

2.1 供試材

材料は、Ti6Al4V 合金の粉末を用いた。粉末は、大阪チタニウム社製のガスアトマイズ粉（以下 GA, 図 2a）および東邦チタニウム社製の破砕粉（以下 HDH, 図 2b）を用いた。粉末の組成を表 1 に示す。粉末の粒度は、いずれも 45 μm 以下とした。

表 1 Ti6Al4V 粉末の化学組成 (wt.%)

	Al	V	Fe	C	O	N
GA	6.20	4.31	0.03	0.007	0.22	0.030
HDH	6.31	4.25	0.22	0.006	0.55	0.038

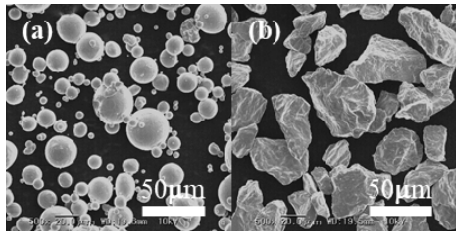


図2 原料粉末のSEM画像。(a) GA粉末, (b) HDH粉末.

2・2 積層造形装置

積層造形装置は、NEDO「次世代素材等レーザー加工技術開発プロジェクト」にて株式会社アспектと共同で開発したプロトタイプ機を用いた⁵⁾。本装置は、レーザー、ガルバノスキャナ、粉末供給槽、造形槽、粉末供給装置（リコータ）、真空チャンバから構成され、真空雰囲気とガス雰囲気での造形ができることが特徴である。真空度は、バックグラウンドで 1×10^{-3} Pa、プロセス中で 1×10^{-2} Paとなる。レーザーは、最大平均出力500Wのファイバーレーザー（古河電気工業社製、波長1064 nm）を搭載している。リコータはローラを用い、進行方向と逆回転する機構となっている。

2・3 リコート特性評価

粉末床熔融型の造形手法では、粉末を一層ずつ敷き、必要な箇所を熔融凝固する。そのため敷いた粉末の充填状態が造形した製品の品質に大きく影響することが考えられるが、その評価は十分なされていない。そこで画像解析手法を用いた評価を実施した。画像は、積層造形装置のリコータ部分に顕微カメラを取り付けて取得した。リコート工程は、リコータが粉末供給槽側から造形槽側に移動することで粉末を敷き、その後リコータを原点位置に戻す。本装置は、リコータ部分に顕微カメラを設置することにより、造形槽の中央部付近の同一箇所の粉末表面の状態を層毎に取得できる機構とした。本研究では、GA粉末を対象とし、100 μmの積層厚さでリコータを22層繰り返した時の層毎の粉末層表面の画像を二値化し、粒子の数、平均寸法について評価した。顕微カメラで取得する粉面の範囲は、1.2 mm x 1.6 mmである。

2・4 造形性に及ぼす雰囲気及び粒子形状の影響評価

試料は、造形条件を出力 $P = 60 \sim 140$ W、走査速度 $v = 20 \sim 100$ mm/s、走査幅 $h = 0.04 \sim 0.2$ mm、積層厚さ $t = 0.05 \sim 0.1$ mmとして作製した。雰囲気は、真空、Arガス、Heガス雰囲気を用いた。造形した試料は、相対密度をアルキメデス法で測定し、組織は試料を樹脂埋め後に鏡面研磨を施し、クロール液（HF:HNO₃:H₂O₂=1:2:100）でエッチングし、光学顕微鏡およびSEMを用いて観察した。

2・5 プロセス評価

2・5・1 プロセス評価装置の概要

プロセス評価装置は、SLMにおける金属粉末の熔融凝固状態を再現し観察する機構を検討した。図3は、試作したプロセス評価装置の模式図である。本装置の機構は、熱源であるレーザーを固定し、粉末を充填した試料トレーを1軸

で移動させることにより、熔融部を連続的に観察するものである。試料となる部分は、粉末床治具と、不活性ガスにより熔融金属と空気との接触を断つシールド機構を作製し、SLMの熔融凝固が生じる環境を整えた。試料トレーは、厚さ5mmのアルミニウム板に溝加工を施し、溝の中に厚さ3mmの粉末を充填する構造とした。

2・5・2 プロセス評価

プロセス評価装置で再現する粉末の熔融凝固挙動は、X線透視により観察した。X線透視画像は、材料の密度差がコントラスト差となり、熔融凝固部の形態などが観察できる。X線透視装置は、島津製作所社製を用いた。観察条件は、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の条件とした。観察の際、縮尺としてφ1mmの白金線を粉末床治具の側面に付与した。レーザー照射条件は、出力 $P = 100 \sim 250$ W、サンプルトレーの送り速度 $v = 10 \sim 50$ mm/sとした。X線透視像は、画像処理ソフトウェアImageJを用いて輝度から熔融部を解析した。

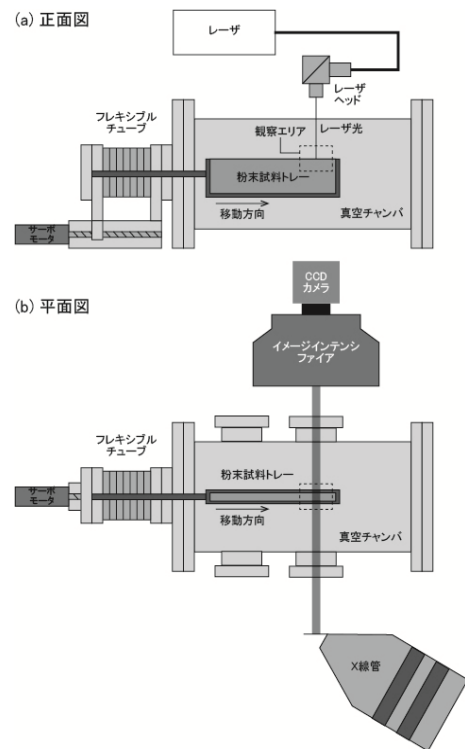


図3 プロセス評価装置の模式図

3. 実験結果と考察

3・1 リコート特性評価

図4aは、顕微カメラで取得したあるリコート粉面の画像である。白く見える領域は、粉末粒子からの反射光であり、1粒子から1反射であった。また、大きな粒子は、反射領域が大きく、小さな粒子は小さいことが確認された。画像解析では、反射光を再現する条件で二値化し（図4b）、層毎の粒子の数と反射光の平均寸法を評価した。結果は図4cに示す。粒子数は、層ごとに変化し、22層評価した平均粒子数は1649個、スポット径同等の10000 μm²当たり

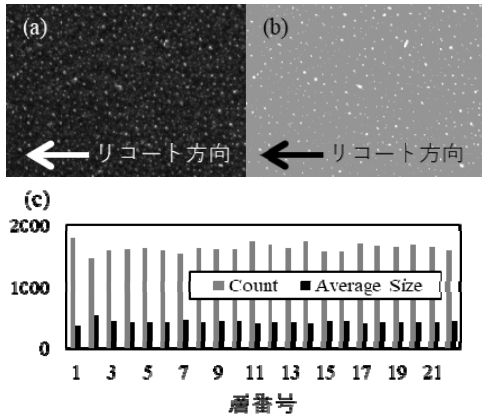


図4 層毎の粉の数と平均寸法.

の平均粒子数は850個であった。平均寸法も変動がみられた。

粒子数に対する平均寸法を図5に示す。これより、各層の粒子サイズと粒子数には線形の相関がみられた。また、各層で密度のばらつきが見込める。このように、層毎に粉の状態が変化する様子を観察でき、層毎に粉末層の充填密度が変化していることが示唆される。しかし、本機構は、造形中の評価には用いることができず、粉末層の状態と、造形物の相対密度や表面粗度などとの相関を評価することはできなかった。

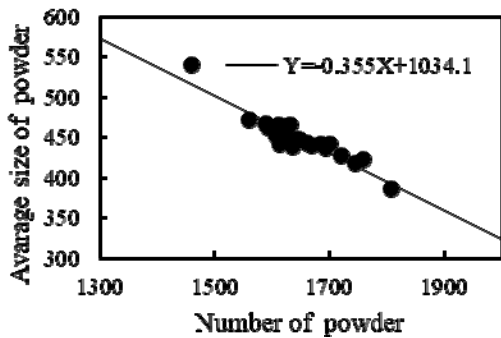


図5 粉の数と平均サイズ.

3・2 造形物特性に及ぼす雰囲気及び粒子形状の影響評価

図6は、雰囲気及び粒子形状を変化させて造形した造形物の相対密度を平均投入エネルギー密度 $E=P/vht$ に対してプロットしたものである。造形物は、GA粉末を用いて真空雰囲気、Arガス雰囲気、Heガス雰囲気で作製したもの、およびHDH粉末を用いて真空雰囲気で作製したものについて比較した。また、参考値として、市販Arガス雰囲気 SLMの推奨レーザ照射条件で造形した試験片の相対密度(98.3%)を線で示した。

このグラフから、真空雰囲気では、平均投入エネルギー密度が低い範囲においてはその増加に伴い相対密度が増加し、 300 Jmm^{-3} 以上では95%以上の値を示し緻密化した。不活性ガス雰囲気では、相対密度の増加に伴い相対密度が増加する傾向がみられ、Arガス雰囲気よりHeガス雰囲気

で造形したものの方が相対密度が高い傾向がみられた。一方で、真空雰囲気での造形物は、相対密度のばらつきが大きく不活性ガス雰囲気との有意差は得られなかったが、平均投入エネルギー密度が低い範囲では真空雰囲気の方がわずかに高い相対密度を示した。

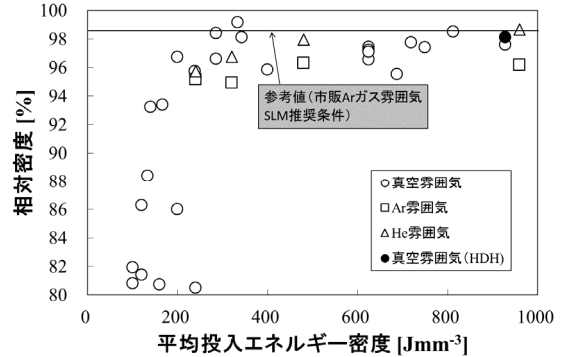


図6 平均投入エネルギー密度に対する造形物の相対密度変化. 造形雰囲気及び粒子形状を変化させた場合の比較. 参考値として市販Arガス雰囲気 SLMの推奨条件で造形したものの相対密度を示す.

粒子形状を変化させた比較⁶⁾では、まず図7に示すようにHDH粉末のみではリコートした状態の粉面に亀裂が生じたため(図7b)、シリカ系潤滑剤を添加することで図7cに示すようにGA粉末(図7a)と同等の粉面を形成させた。粉末Bの造形物は、潤滑剤を添加した粉末を用いて造形した。

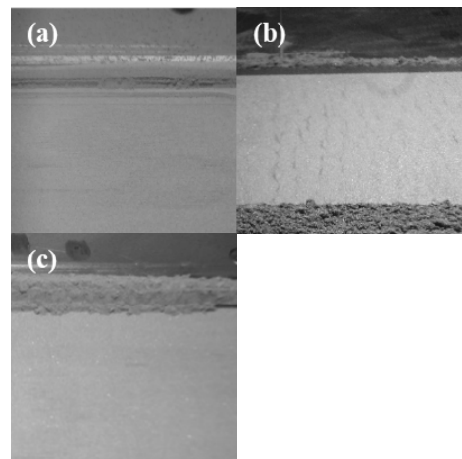


図7 リコート状態の粉面. (a)粉末A, (b)粉末B, (c)潤滑剤を添加した粉末B.

その結果は、相対密度を図6、断面光学顕微鏡像を図8に、同条件で作製したGA粉末による造形物の結果と合わせて示す。相対密度は、GA粉末よりもHDH粉末の方が若干相対密度が高く、断面光学顕微鏡像からもその傾向がみられた。いずれの造形物も空隙がみられるが、粉末Aの造形物には空隙の中には未熔融粉末が観察され、粉末Bの造形物には観察されなかった。これは、粒子形状の違いによ

る熱伝導率の違いによるものと考えられる。粉末Aは球形であるため、粒子同士は点で接するが、粉末Bは角ばった形状であるため点だけでなく線や面で接する。そこで、粒子形状の違いによる熱伝導の違いを考察するため、一層

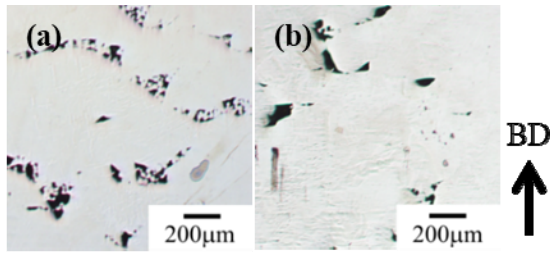


図8 造形物の断面光学顕微鏡像。(a) 粉末A, (b) 潤滑剤を添加した粉末B。

造形で熔融深さの違いを評価し、その結果を図9に示す。一層造形では、いずれも最初の数走査線分は不安定な形状で深く熔融し、その後安定した形状と熔融深さが得られている。安定した形状の領域で評価した熔融深さは、粉末Aでは155 μm, 粉末Bでは194 μmであった。したがって、局所的な熱伝導が粉末形状によって異なり、点、線、面で接する粉末Bの方が局所的な熱伝導率としては大きくなり、深く熔融したと考えられる。

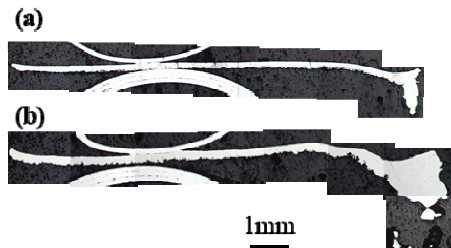


図9 一層造形試料の断面光学顕微鏡像。(a) 粉末A, (b) 潤滑剤を添加した粉末B。

ここまで、リコートした粉面の状態や造形雰囲気、粒子形状と造形物の相対密度の相関について検討してきた。さらに、伝熱制御のためには熔融凝固挙動の評価が必要であると考える、積層造形のプロセス評価装置を試作し、評価を試みた。

3.3 プロセス評価

平均投入エネルギー密度を一定として出力と試料の移動速度を変化させたときの熔融凝固挙動を観察し、評価した。図10は、熔融凝固後の試料の写真である。また、レーザー照射中のその場X線透視観察像を図11に示す。X線透視画像は、画像の縦方向で明暗の分かれるラインが粉面であり、粉面から盛り上がり輝度値の小さい領域が熔融凝固部、粉面以下の熔融凝固部より輝度値の大きい領域が粉末層となる。これらより、出力および走査速度が大きくなるほど、凝固部は連続した線状から不連続なボール状となった。



図10 平均投入エネルギー密度を一定として出力と移動速度を変化させた時の熔融凝固部の比較。

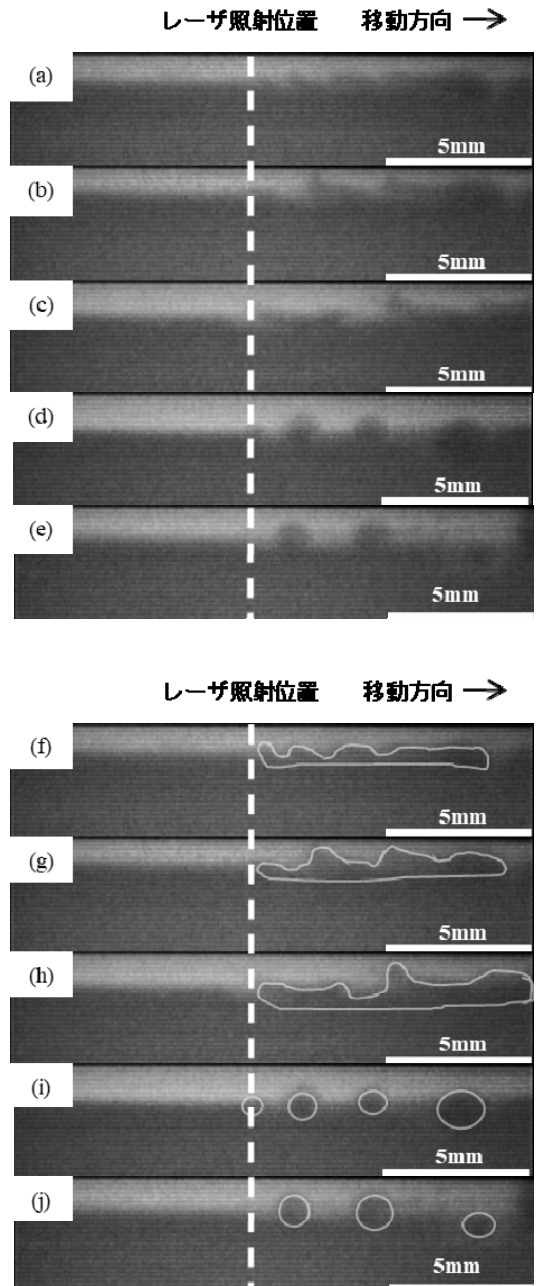


図11 平均投入エネルギー密度を一定として出力と移動速度を変化させた試料のX線透視画像(a-e)およびa-eの熔融凝固部を縁取りした模式図(f-j)。

この凝固部が不連続にボール状となる現象は、SLMにおいて欠陥形成の要因の一つとして知られ、ポーリング現象と呼ばれる。

移動速度を一定とし、出力を変化させたときの溶融凝固挙動を観察し、評価した。図 12 は、溶融凝固後の試料の写真である。また、レーザ照射中のその場 X 線透視観察像を図 13 に示す。出力が 125 W の凝固部は連続しており、250 W の凝固部はポーリング現象が生じていた。このようにレーザ照射条件の違いにより溶融凝固部の形状が変化することは、表面張力とレーザ照射部周辺の温度つまり伝熱による物理現象が影響し合い、溶融凝固部の形状に影響したことを示唆している。

ポーリングが発生する現象を把握するため、250 W の X 線透視画像を 1 ms 間隔で抜き出した画像を図 14 に示す。t = 0 sec 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。

ここでは、積層造形のプロセスを模し、金属粉末溶融凝固現象を X 線透視観察する手法を開発した。各レーザ照射条件においてキーホール型の溶融や溶融凝固部の球状化、球状の溶融凝固部の合体過程などを観測し、本手法の有効性を確認し、金属粉末溶融凝固現象の観察手法の指針を示した。ポーリング現象は、レーザ照射条件によって変化することから、伝熱が影響することが考えられる。したがって、材料、加工雰囲気など様々な因子で変化することが推測されるが、その解析は今後の課題である。ポーリング現象のメカニズムを明らかにし、溶融凝固挙動を安定させるように制御することができれば、造形物の品質改善およびサポートレス造形技術の再現性向上に資すると考える。



図 12 移動速度を一定として出力を変化させた時の溶融凝固部の比較。(a)125 W, (b)250 W.

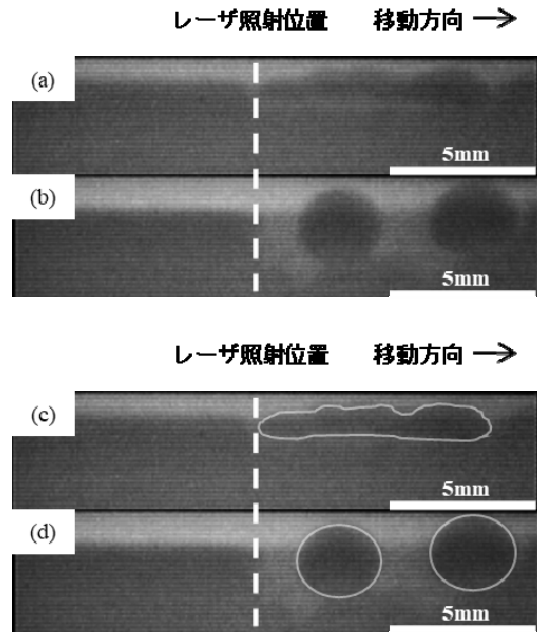
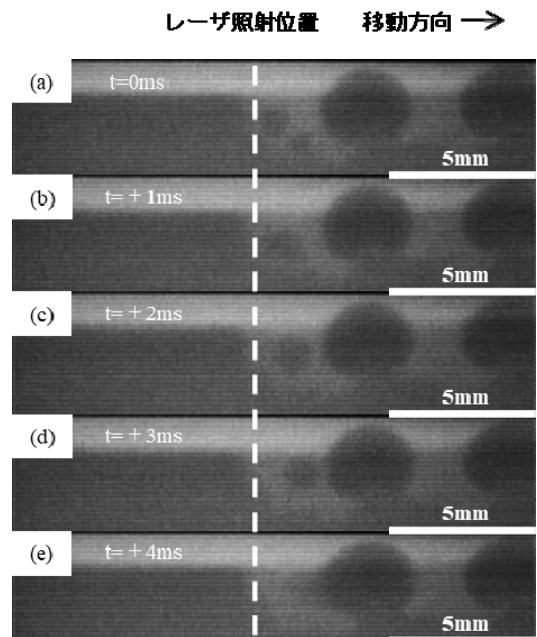


図 13 移動速度を一定にして出力を変化させた試料の X 線透視画像 (ab) および ab の溶融凝固部を縁取りした模式図 (cd).



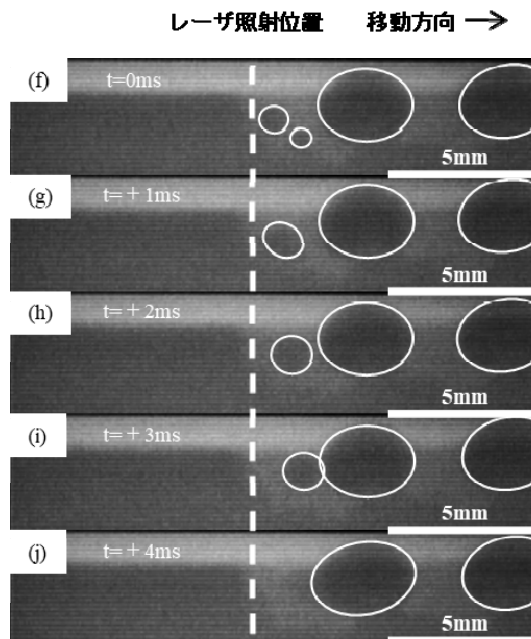


図14 出力250 W, 移動速度 10 mm s^{-1} の時の球状の溶融凝固部の合体過程 (a-e) および a-e の溶融凝固部を縁取りした模式図 (f-j). (a, f) 発生時, (b, g) 発生後+1ms, (c, h) 発生後+2ms, (d, i) 発生後+3ms, (e, j) 発生後+4ms.

4. 結論

造形雰囲気や粒子形状などの造形条件と造形物の特性との相関を示すことができなかった。相関を示すためには、溶融凝固挙動の評価が必要であると考えられ、積層造形の

プロセス評価装置を試作し、評価を試みた。その結果、溶融凝固部の形状は、低出力かつ低走査速度の条件の方が連続した線状に凝固し、高出力かつ高走査速度になるにつれて球状に固化し不連続になるポーリング現象となることがわかった。

謝辞

本研究は公益財団法人天田財団より重点研究開発助成 B (AF-2015202) を賜りました。ここに深甚なる謝意を表します。

参考文献

- 1) <http://additivemanufacturing.com/2015/05/20/ge-jet-engines-with-3d-printed-parts-power-next-gen-airbus-passenger-jet/> (参照 2015 年 7 月 12 日)
- 2) <http://additivemanufacturing.com/2014/08/31/nasa-sparks-fly-as-nasa-pushes-the-limits-of-3-d-printing-technology/> (参照 2015 年 7 月 12 日)
- 3) 中野禪, 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.
- 4) <http://www.em-pi-es.com/realizer-slm-50.php> (参照 2015 年 7 月 12 日)
- 5) S. Nakano et al.: Proc. of the 7th International Conference on Leading Edge Manufacturing in 21st Century, (2013), 419-422.
- 6) Naoko Sato, Masaki Ito, Takayuki Izumida, Toru Shimizu, and Shizuka Nakano: Materials Science Forum, 879 (2017), 1698-1702.