

金属積層造形における凝固割れ感受性評価の 高精度評価・予測法

大阪大学 接合科学研究所
准教授 門井 浩太

(2019 年度 重点研究開発助成 課題研究 AF-2019202-A3)

キーワード：金属積層造形，凝固割れ，割れ感受性

1. 研究の目的と背景

レーザや電子ビーム，アークを熱源として金属粉末やワイヤを熔融しながら任意形状の製品を製造可能な金属 3 次元積層造形（以下 AM）技術は，近年急速な発展，工業的利用が広がっている¹⁾。国内でも大型プロジェクトなどを通して装置開発，造形部の特性評価，製造条件の適正化などの研究が先導的に進められている。しかし，急速な発展の反面，AM 過程での割れや空孔等の欠陥発生が報告されている²⁻⁴⁾。特に割れは AM 条件や製品形状，化学組成に依存した材料学的，力学的な挙動に起因して発生するため，割れ発生防止にはこれらの挙動の理解が必要となる。

AM 過程での割れ発生に関する基礎的な研究は極めて少なく，その発生原理や影響因子は未解明であり，割れ感受性の評価法も確立されていない。AM 過程で発生する割れは，溶接時に発生する高温割れ，特に凝固割れに類似した形態を呈する⁵⁾。AM では，溶接と同様に局所的な加熱・熔融の後，急速冷却下での組織変化やこれに伴う収縮などを経ることから，同様の割れ現象であると推察される。著者はこれまでレーザ溶接中の凝固割れを定量的かつ高精度に評価可能な試験法，割れ発生予測技術等の開発を行ってきた^{6,7)}。AM にもこれらの手法の応用が可能であると考えられるが，そのためには，金属粉末を熔融させる，レーザ溶接より極めて急峻な加熱・冷却過程となる等の AM の特徴を考慮した手法の構築が必要となる。加えて，割れ感受性評価には，急峻な加熱冷却過程，微小な領域で生じる割れを，精緻かつ任意に発生させ，かつ高精度に定量的に評価するための手法を構築する必要がある。また，積層させて造形することから周囲からの力学的な拘束を受けやすい。加えて，溶接凝固割れの分野でも用いられてきた有限要素法（以下 FEM）による熱弾塑性解析により直接計測できない凝固割れ発生に寄与するひずみ履歴を導出することで，割れ発生の予測などが期待される。

そこで本研究では，AM 過程における凝固割れ感受性を高精度かつ任意に評価可能な試験方法を検討した。加えて，構築した評価手法を用い，AM 過程での凝固割れ感受性の影響因子を，実験と数値解析の両側面から調査した。

2. 実験方法

2.1 供試材料

試験片には，Ni 基超合金である 718 合金のガスアトマ

イズ粉を用い，選択レーザ溶融法（以下 SLM）にて作製したバルク材を用いた。凝固割れ感受性に及ぼす AM 条件の影響を調査するため，試験片作製時のレーザの走査方向を変化させて試験片を作製した。また，試験法の妥当性検証や比較のため SUS310S 圧延材も用いた。それぞれの化学組成を表 1 に示す。

表 1 供試材の化学組成（mass%）

	C	Si	Mn	P	S	Co	Cr	Ni	Fe	Mo	Cu	Al	Ti	Nb	B
SLMed Alloy 718 (Gas atomized)	0.043	0.11	0.14	0.004	0.001	0.03	18.94	Bal.	18.68	3.03	0.01	0.61	0.93	5.04	0.0037
SUS 310S (Rolled bulk)	0.05	0.68	0.83	0.022	0.001	0.9	24.94	19.22	Bal.	-	-	-	-	-	-

2.2 横型引張式高温割れ試験

AM 過程での凝固割れ感受性の高精度評価では，微小な溶融部での前層や周囲からの凝固成長や拘束状態での割れ発生を再現し，かつ広範囲かつ任意に付与ひずみを制御した上での，割れ発生ひずみ・履歴の直接観察が求められる。そこで，新たに図 1 に示すような油圧制御による横型引張式の試験治具を考案した。この治具に試験片を固定し，予め引張ひずみを付与し，AM と同様な高速レーザでの溶融過程で凝固割れを発生させ，かつその場観察・計測を併用することで割れ発生に至るひずみ履歴の計測する方法を検討した。熱源にはファイバーレーザならびにディスクレーザを用い，走査速度ならびにレーザ出力を変化させた。また，試験治具での引張ひずみと油圧の関係，引張試験機での応力と引張ひずみ関係から油圧と応力関係を予め導出することで，高温割れ試験での付加応力とした。

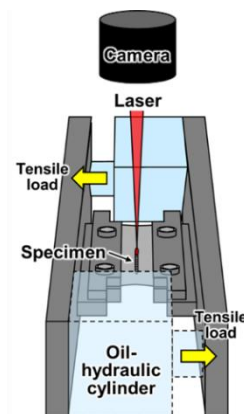


図 1 横型引張式高温割れ試験概要図

3. 実験結果と考察

3・1 横型引張式高温割れ試験の妥当性の検証

SUS310S 圧延材を用い、部分溶け込みとなるレーザ照射条件により横型引張式高温割れ試験を行った。試験中の割れ発生の瞬間での熔融池後端部のその場観察像を図 2 に示す。熔融部と凝固後の固相部の境界線（凝固境界線）から後方に少し離れた柱状晶の会合部にて線上の開口が確認される。また撮影した動画では、熔融池後端から割れ発生位置までを同一画角内に収めることができ、また、柱状晶の成長、その会合部での割れ発生および進展を観察できていた。また、発生した割れ破面を走査型電子顕微鏡（SEM）にて観察したところ、デンドライト形態を呈していたことから、凝固割れであることが認められた。したがって、横型引張式高温割れ試験においても、微細な領域に発生する凝固割れの再現性を確かめることができた。

凝固割れ発生の高精度な定量的評価のため、割れ発生時の温度とひずみを直接計測の手法を検討した。温度は、これまでに構築してきたマルチセンサーカメラを用いた方法⁸⁻⁹⁾により、熔融池後端の温度分布測定を行った。その結果、液相線温度は 1411 °C であり、熔融部中央は凝固境界線から離れるにつれ温度が低下していた。割れ発生箇所と凝固境界線との距離を求め、得られた温度分布から割れ発生時の温度を導出することができた。

ひずみ履歴は、高速度ビデオカメラの撮影動画から、凝固開始から割れ発生に至るまでのひずみを画像解析により求めた。横型引張式高温割れ試験で発生する割れは微小であることから、ひずみ履歴計測の評点間距離は、可能な限り小さくかつばらつきが小さいことが求められる。横型引張式高温割れ試験の同一の撮影動画を用い、評点間距離を 100, 200, 300 μm に変化させてひずみ履歴の計測した。図 3 に初期付加応力を変化させた際の割れ発生までのひずみ速度と評点間距離の関係を示す。評点間距離 100 μm ではひずみ速度のばらつきが極めて大きい。一方、評点間距離 200 および 300 μm では、ばらつきは小さい。また、ひずみ履歴の計測においても、評点間距離 100 μm での温度低下に伴うひずみの増大量や割れ発生ひずみの値は、他の評点間距離に比して著しく高かった。測定精度、ばらつきの観点から、本研究での試験条件では、評点間距離 200 μm が妥当であると判断した。

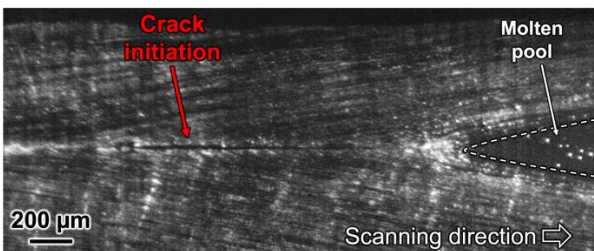


図 2 横型引張式高温割れ試験での割れ発生時の高速度ビデオカメラ像（SUS310S）

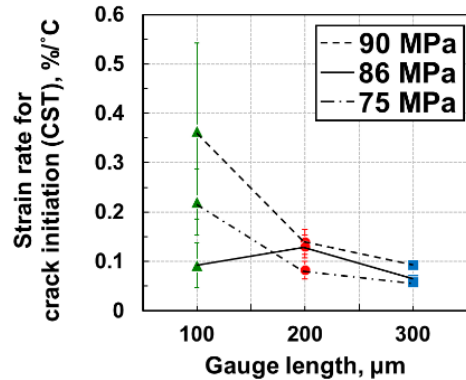


図 3 ひずみ速度と評点間距離の関係

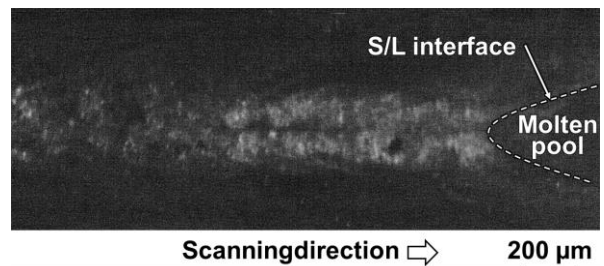


図 4 横型引張式高温割れ試験での割れ発生時の高速度ビデオカメラ像（718 合金 SLM 材）

続いて、SLM により作製した 718 合金 SLM 材（バルク材）の再溶融による横型引張式高温割れ試験を実施した。試験中の熔融池後端部の高速度ビデオカメラ像を図 4 に示す。熔融池後端から凝固した固相部にかけて全体が黒い酸化膜で覆われてしまい、熔融部や凝固境界線、割れ発生などを明瞭に撮影できなかった。割れ発生を明瞭に観察できていた SUS310S を用いた際と同一の酸化防止シールドを行っていたことから、図 4 で認められた酸化は金属粉末表面の酸化膜により試験片内に混入した溶存酸素に起因したと考えられる。割れ破面を SEM にて観察したところ、SUS310S と同様にデンドライト形態を呈していたことから凝固割れの発生は認められた。

以上より、新たに考案した横型引張高温割れ試験では、SLM をはじめとした AM を模擬した過程の中で、任意にひずみ付加を変化させ、凝固割れを発生させることが可能である。しかしながら、AM により作製した試験片では、試験中に表面酸化や内部での割れ発生等により、その場観察による割れ発生ひずみの直接計測は難しいことがわかった。そこで、図 3 に示したように、横型引張式高温割れ試験の初期付加応力によって、凝固割れ感受性の定量的な評価指標のひとつであるひずみ速度を変化可能であることから、初期付加応力を変化させ、凝固割れ発生の有無によって臨界初期付加応力を求めることで凝固割れ感受性を評価することとした。

3・2 凝固割れ感受性に及ぼす積層造形条件の影響

718 合金 SLM 材について、試験片作製での SLM 時のレ

ーザ方向が割れ試験時のレーザ方向に対して、平行となる Longitudinal, 垂直となる Transverse の 2 種類の試験片を用いた。横型引張式高温割れ試験の初期付加応力は、718 合金 SLM 材の弾性領域である 45~538 MPa の範囲となるように試験治具の油圧を変化させた。走査速度を 300 mm/s 一定とし、ディスクレーザの出力を 1000, 1125, 1250 W とした。

表 2 に初期付加応力と横型引張式高温割れ試験の割れ発生の有無を示す。×が破断、◎が表面から確認できる割れ、○が内部で発生していた割れ、△が割れなしを示しており、○や◎と△との境界が割れ発生の臨界となる。1000 W では、最大の初期付加応力、すなわち降伏応力付近の 538 MPa でも割れは発生しない。これに対し、1125W では、Longitudinal では 192 MPa, Transverse では 114 MPa の臨界初期付加応力を、1250 W では Longitudinal は 114 MPa, Transverse で 80 MPa において割れが発生する初期付加応力の臨界値を示す。割れ発生する臨界初期付加応力を試験片の種類とレーザ出力でまとめた結果を図 5 に示す。レーザ出力の増大に伴い、割れ発生の臨界初期付加応力は低下する。加えて、1125, 1250 W において Longitudinal よりも Transverse の方が臨界初期付加応力が低いことから、凝固割れ感受性が高くなることが示唆される。

表 2 割れ発生と初期付加応力

Scanning speed, mm/s		300					
		1000		1125		1250	
Laser power, W							
Specimen type		L	T	L	T	L	T
Initial tensile stress, MPa	538	△	△	◎	◎		
	292			○	◎		○
	242			△	◎		
	192			○	○		
	153			△	○	○	
	114			△	◎	○	○
	80					△	○
	45			△	△	△	△

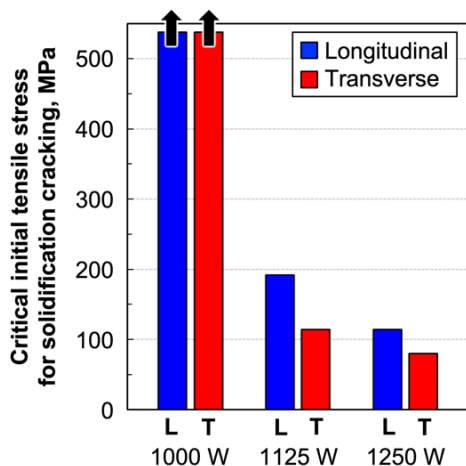
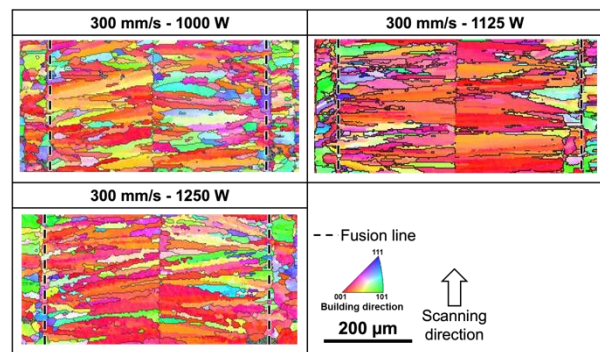


図 5 割れ発生の臨界初期付加応力

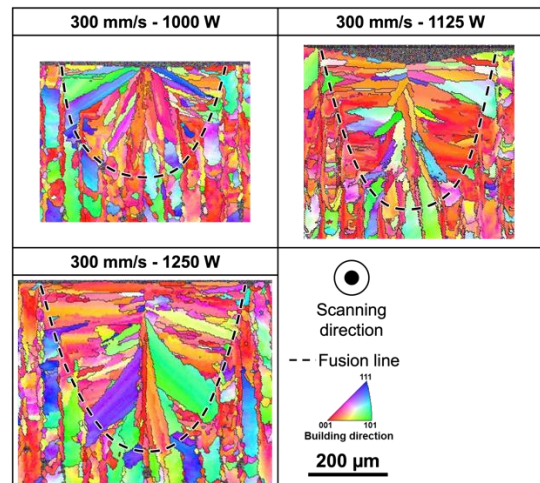
3・3 ミクロ組織形態と積層造形条件の関係

凝固割れ感受性の影響因子を調査するため組織観察を行った。組織観察では、SEM-EBSD により、積層方向と <100> が平行となるように IPF マップにより評価した。

Longitudinal の表面および横断面組織を図 6 に示す。表面組織よりレーザ出力の増大とともに溶融幅が増大し、いずれの出力においても溶融境界から伸長した柱状晶がレーザ走査方向に対して垂直に伸長し、再溶融部中央で会合する形態が観察される。横断面組織より、出力の増大に伴い溶込みが深くなることわかる。また、溶融部上部では、板幅方向に平行に伸長した柱状晶が、溶融部底部から積層方向に成長する結晶粒は認められるものの、表面側では板幅方向に成長する柱状晶の方が多くなる。加えて、中央部では周囲の柱状晶に比較して大きな柱状晶が生成しており、レーザ出力の増大とともにその傾向は大きくなることわかる。



a) 表面組織



b) 横断面組織

図 6 718 合金 SLM 材 Longitudinal 試験片の組織形態

Transverse の表面および横断面組織を図 7 に示す。表面組織より、いずれのレーザ出力においても、溶融境界から成長した柱状晶が再溶融部中央で会合することがわかる。Transverse の溶込み幅や柱状晶の形態は Longitudinal と大きな差は認められない。横断面組織では、出力の増大によ

り溶込みが深くなり、いずれのレーザ出力においても、溶融部上部では、板幅方向に平行に伸長した柱状晶が観察される。レーザ出力 1000 W, 1125 W では、溶融部中央底部において様々な結晶方位を有する柱状晶が溶融部中央に向かって成長し、中央部で会合した形態を呈する。レーザ出力 1250 W の溶融部中央底部では、溶融部底部から積層方向に成長する柱状晶が認められる。いずれのレーザ出力においても、表面側では板幅方向に平行に伸長した柱状晶の方が多くなる傾向を示す。

臨界初期付加応力に差が認められたレーザ出力 1125 W における Longitudinal と Transverse の縦断面組織 (図 8) を観察すると、Longitudinal の溶融部底部では、積層方向に平行に<100>の柱状晶が多数観察される。Transverse の溶融部底部では、様々な結晶方位を有する伸長した柱状晶が多数認められる。表面側では、粒状の結晶粒が多くなり、Longitudinal と Transverse に差は認められない。

溶融部中央底部における柱状晶の形態は、SLM 条件に起因し、エピタキシャル成長する基となる結晶粒の結晶方位が影響すると考えられる。Longitudinal と Transverse では、レーザ走査方向における積層方向に<100>の結晶方位を有する結晶粒の割合が異なるために、柱状晶の形態に差が生じたと推察される。これに起因し、レーザ出力 1125

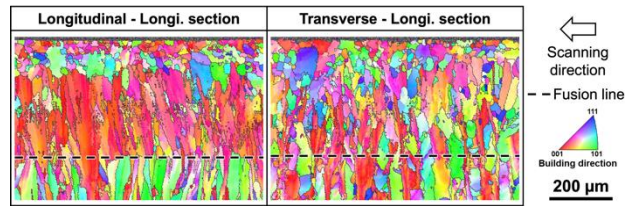


図 8 718 合金 SLM 材の縦断面組織 (1125 W)

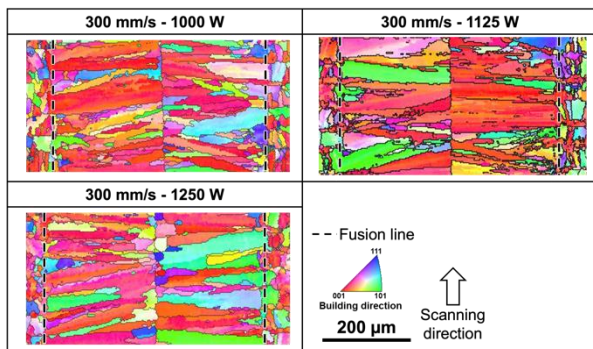
W の Transverse の溶融部中央では、柱状晶の会合による液膜の残留しやすいランダム界面が形成されやすかったため、Longitudinal よりも割れ発生の臨界初期付加応力が低く、割れが発生しやすかったと考えられる。

3・4 有限要素法を用いた凝固割れ発生予測

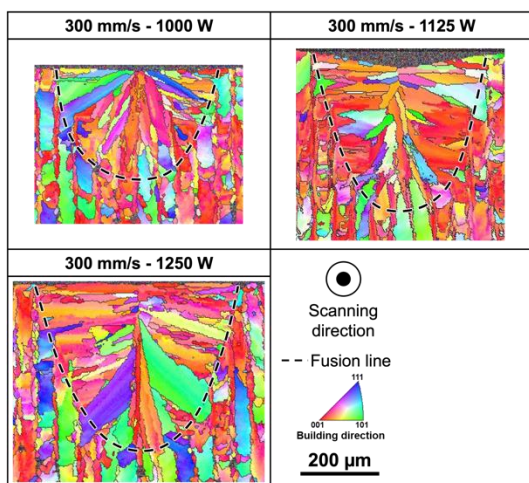
718 合金 SLM 材を再溶融した際の凝固割れ感受性の定量評価のため、横型引張式高温割れ試験について熱伝導解析および熱弾塑性解析を行った。数値解析には、汎用有限要素法解析コード ABAQUS を用いた。有限要素モデルは横型引張式高温割れ試験の評価部の対称性を考慮した 1/4 モデルとした。再溶融部近傍は要素分割を細かくし、最小要素サイズを $40 \times 40 \times 404 \mu\text{m}^3$ 、合計の要素数は 100,105 個とした。横型引張式高温割れ試験を想定した数値解析上の熱源は、溶接の熱伝導解析でしばしば用いられる同心円ガウス熱源モデルを用いた^{10,11)}。熱伝導解析により導出された温度分布と横型引張式高温割れ試験時の初期付加応力から熱弾塑性解析を行い、横型引張式高温割れ試験時に生ずるひずみ履歴を導出した。熱弾塑性解析において与える引張応力は高温割れ試験と同様とした。解析に用いた物理的・機械的特性は、温度依存の値を Thermo-Calc および文献値から取得した^{12,13)}。

レーザ出力 1000 および 1125 W の条件での熱伝導解析により、温度分布と、実験での再溶融部の横断面組織を図 9 示す。温度分布では、赤は液相線温度以上、青は固相線温度以下であり、液相線温度の位置を一点鎖線で示している。1000 W, 1125 W のいずれにおいても計算によって得られた液相線温度位置は、断面組織から求められる溶融境界と概ね一致することがわかる。

この熱源モデルを用いて熱弾塑性解析を行った。レーザ出力 1125 W での横型引張式高温割れ試験において、固液共存領域の滞在時間、固相部からの拘束の影響や割れ発生



a) 表面組織



b) 横断面組織

図 7 718 合金 SLM 材 Longitudinal 試験片の組織形態

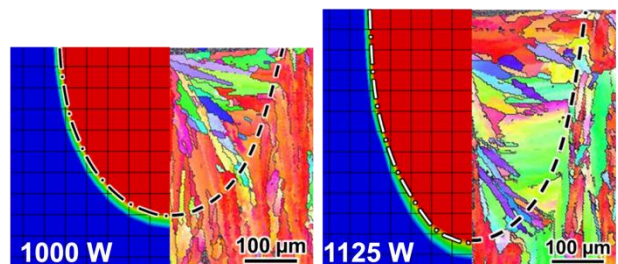


図 9 熱伝導解析で温度分布と断面組織の比較

位置を考慮し、試験片表面から 160 μm の位置に対して、初期付加応力を 45~538 MPa まで変化させて解析を行った。算出された凝固温度域におけるひずみ履歴を図 10 に示す。初期付加応力が大きいほど、大きなひずみを示すものの、冷却過程におけるひずみの変化に大きな差は認められない。凝固割れが発生しやすいとされる液相率は 0.1~0.2 であることから^{14,15)}、この液相率となる温度領域でのひずみの最大値に対してひずみ速度を導出した。レーザー出力 1125, 1000 W において得られたひずみ速度と初期付加応力の関係を図 11 に示す。なお、割れ発生の有無は横型引張式高温割れ試験での結果である。1125 W において初期付加応力の増大に伴い、ひずみ速度が増大する。Longitudinal での割れ発生の臨界初期付加応力が 192 MPa, Transverse では 114 MPa であったことから、これらの割れ発生限界ひずみ速度は、Longitudinal は 0.117 $\%/^{\circ}\text{C}$ 、Transverse は 0.113 $\%/^{\circ}\text{C}$ となる。また、横型引張式高温割れ試験で割れの発生しなかった 1000 W では、初期付加応力が最大の 538 MPa であっても、ひずみ速度は 0.077 $\%/^{\circ}\text{C}$ と低い値を示す。これは、1125 W の割れ発生限界ひずみ速度よりも低いことから、実験においても割れが発生しなかったと考えられる。加えて、熱弾塑性解析により得られた結果は、割れ試験によって実測された SUS310S の割れ発生限界ひずみと近い値であった。したがって、数値解析と横型引張試験によって導出される初期付加応力と割れ発生限界ひずみをデータベース化し、AM 製造時の条件からひずみ速度等を算出することで、凝固割れ発生の予測の可能性が示唆された。横型引張式高温割れ試験により割れ発生の臨界初期付加応力を実験的に導出し、FEM 解析によって割れ発生限界ひずみ速度を求め、これらをデータベース化する。実製品を AM で製造する際の積層造形条件から、ひずみ速度を FEM 熱弾塑性解析により導出し、先のデータベースを活用することで凝固割れ発生の予測が可能となることが示唆される。

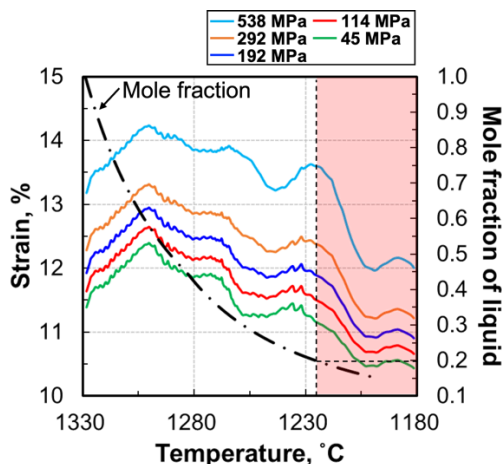


図 10 凝固温度域におけるひずみ履歴

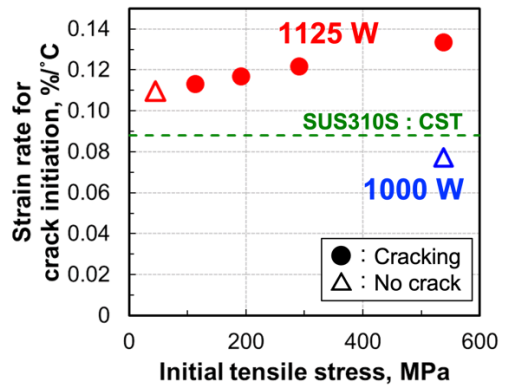


図 11 初期付加応力とひずみ速度の関係

3・5 AM 過程を模擬した横型引張式高温割れ試験

3・3 節まででは、SLM にて作製したバルク材の再熔融による横型引張式高温割れ試験法を検討し、当該試験により凝固割れ感受性を評価できることを見出してきた。本節では、実際の AM 過程を再現した粉末の直接熔融時の凝固割れ感受性評価を行うため、718 合金 SLM 材のバルク試験片中央に微小な開先を設け、そこに 718 合金粉末を敷き詰めた状態で引張荷重を付与し、熱源を操作させる横型引張式高温割れ試験を試みた。レーザー条件は 3・3 節までと同様に 300 mm/s, 1125 W とした。

図 12 に同一のレーザー条件で、粉末を敷き詰めて熔融した場合と再熔融した場合の熔融部の外観を示す。熔融幅やリップラインに大きな差は認められない。また、割れ破面を SEM 観察したところ、デンドライト形態を呈していたことから、粉末の熔融による横型引張式高温割れ試験においても凝固割れを再現できたとと言える。

横型引張式高温割れ試験の初期付加応力を変化させ、割れ発生の臨界初期付加応力を求めたところ、Longitudinal での割れ発生の臨界初期付加応力は 192 MPa, Transverse では 114 MPa であった。これらの値は、SLM によって作製したバルク材を再熔融する場合の割れ試験結果と同様の傾向である。

粉末熔融とバルク材再熔融時の Longitudinal, Transverse での熔融部の横断面組織を図 13 に示す。粉末熔融やバルク材再熔融、Longitudinal や Transverse にかかわらず、いずれも溶込み幅 430 μm 、溶込み深さ 400 μm とほぼ同等の熔融部形態を示す。粉末熔融での Longitudinal では、表面部で板幅方向に平行に伸長した柱状晶が、熔融部中央では周囲の柱状晶に比して大きな柱状晶生成し、底部では熔融部底部から積層方向に平行に伸長した柱状晶が観察される。一方 Transverse では、中央で周囲よりも大きい柱状晶が、底部では、板厚方向に成長した様々な結晶方位の柱状晶が観察される。加えて、バルク材の再熔融においても、Longitudinal と Transverse とともに、同様の柱状晶の形態を示す。そのため、敷き詰めた粉末を熔融した場合においても Transverse の方が凝固割れ感受性は高くなったと考え

られる。

以上より、微小開先に敷き詰めた粉末を熔融する場合においても、SLM によって作製したバルク材を再熔融する場合と類似した高温割れ試験結果、溶込み形状、柱状晶の形態を得られることがわかった。そのため、積層造形時と同等のレーザ条件によって AM 材を再熔融する横型引張式高温割れ試験においても、AM 過程において生じる凝固割れ感受性を評価できると考えられる。

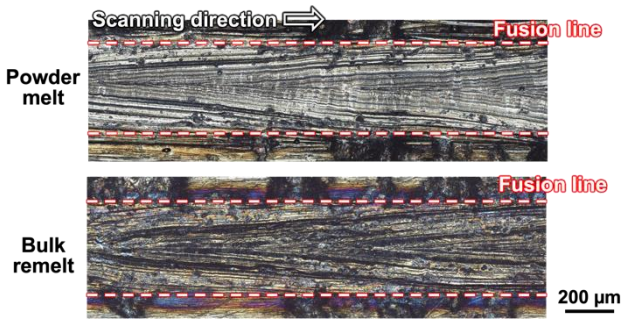


図 12 718 合金 SLM 材の縦断面組織 (1125 W)

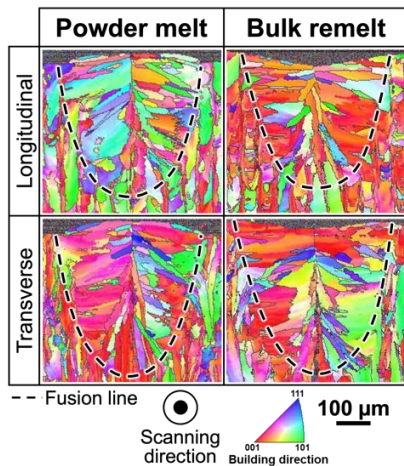


図 13 718 合金 SLM 材の縦断面組織 (1125 W)

4. まとめ

AM 過程における凝固割れ感受性を高精度かつ任意に評価する試験方法の構築ならびに、AM 過程での凝固割れ感受性の影響因子を検討した。

横型引張式高温割れ試験により、凝固割れの発生を再現し、割れ発生の臨界初期付加応力により凝固割れ感受性を評価する手法を示した。718 合金 SLM 材では、Transverse の方が Longitudinal に比して低い臨界初期付加応力を示した。これは、溶融部中央における柱状晶形態に依存した残

留液相の分布などが凝固割れ感受性に影響を及ぼしたと推察された。また、粉末熔融による AM 過程を再現した割れ試験の結果、再熔融時と同等の溶け込み形状や凝固割れ感受性を示した。これにより、AM 過程で発生する凝固割れ感受性を AM で作製されたバルク材の再熔融により評価できることが示唆された。数値解析と横型引張試験によって導出される初期付加応力と割れ発生限界ひずみをデータベース化し、AM 製造時の条件からひずみ速度等を算出することで、凝固割れ発生の予測の可能性が示唆された。

謝 辞

本研究は、公益財団法人天田財団重点研究開発助成課題研究により実施した研究に基づいていることを付記するとともに、同財団に深く謝意を表します。

参考文献

- 1) 小泉雄一郎, 千葉晶彦, 野村直之. 中野貴由: まてりあ, 56 (2017), 686-690.
- 2) H. Wang, L. Chen, B. Dovgvy et al.: Additive Manufacturing, 39 (2021), 1-14.
- 3) A. Hilaire, E. Andrieu, X. Wu: Additive Manufacturing, 26 (2019), 147-160.
- 4) Y. Cao, H. L. Wei, T. Yang, et al.: Additive Manufacturing, 46 (2021), 1-17.
- 5) K. Moussaoui, W. Rubio, M; Mousseigne, et al: Mater. Sci. Eng. A, 735 (2018), 182-190.
- 6) K. Kadoi, K. Shinozaki: Metall. Mater. Trans. A, 48A (2017), 5860-5896.
- 7) K. Kadoi, A. Fujinaga, M. Yamamoto, K. Shinozaki: Weld World, 57 (2013), 383-390.
- 8) D. Wang, K. Kadoi, K. Shinozaki. M. Yamamoto: ISIJ Inter., 56 (2016), 2022-2028.
- 9) S. Yamashita, A. Fujinaga, M. Yamamoto et al.: 溶接学会論文集, 31 (2013), 78-81.
- 10) J. Goldak, A. Chakravarti, M. Bibby: Metall. Mater. Trans. B, 15B (1984), 299-305.
- 11) 岡野成威, 松下和憲, 望月正人, 豊田雅男: 溶接学会論文集, 28 (2010), 272-280.
- 12) A. Temmler, N. Pirch, J. Luo, et al.: Surface Coating Tech., 403 (2020), 1-25.
- 13) M. Pantawane, S. Sharma, S. Dasari, et al.: Metall. Mater. Trans. A, 52A (2021), 2344-2360.
- 14) S. Kou: Acta Materialia, 88 (2015), 366-374.
- 15) M. Shistaninia, S. Terzu, A. B. Phillion, et al.: Acta Materialia, 61 (2013), 3831-3841.