レーザ積層造形 Ni 基超合金の延性低下挙動の定量評価および組織制御と熱処理による割れ特性改善の試み

物質・材料研究機構　構造材料研究センター
副センター長　渡邊　誠
（2022 年度 重点研究開発助成 課題研究 AF-2022201-A3）

キーワード：三次元積層造形，Ni 基超合金，延性低下割れ，高温引張特性，熱処理

１．研究の目的と背景

三次元(3D)積層造形プロセスは、3D プリンタあるいは Additive Manufacturing（以下、AM）とも呼ばれ、従来技術では不可能な複雑形状を製造可能な新しいプロセス技術として大きな注目を集めている。削り出し加工による原料消費を抑制し、また複数のパーツで構成されていた部品を単一のパーツとして製造することができ、製造コストや期間の短縮だけでなく、工程管理や在庫管理などでも大きな効果が期待されている。ラピッドプロトタイピングとして試作品の作製等に利用されていたが、近年は航空宇宙分野やエネルギー産業、医療分野を中心に、実部品の製造プロセスとしての利用が拡大している。ジェットエンジンや発電用ガスタービン部品の高温で利用される部位においても、実利用あるいは適用へ向けた取り組みが進められている。AM プロセスには、粉末床（パウダーベッド）を形成し、コンピュータ上の CAD モデルに応じて熱源であるレーザあるいは電子ビームをスキャンさせて造形するパウダーベッド型のプロセスや、レーザやアーク熱源を用いて、ノズルから噴射された原料粉末を溶融させ、基材の上で凝固させ積層していく指向性エネルギー堆積法など、様々なプロセスが存在する。本研究では、レーザパウダーベッド(Powder Bed Fusion by Laser Beam, PBF-LB)プロセスを用いて研究を実施した。

Ni 基超合金はこれら内燃機関の耐熱性が要求される様々な部品に用いられており、エンジン燃焼温度の向上による燃焼効率の改善や部材の軽量化のために、AM プロセスの適用が精力的に研究されている。しかし、高温力学特性に優れるγ'析出型の Ni 基超合金では、造形中あるいは熱処理時にき裂が発生すること大きな課題となっている。このため、そのき裂発生メカニズムを理解し、抑制可能なプロセスあるいは材料を開発することが重要である。

き裂発生のメカニズムとして、液相が関与した割れ（凝固割れ、液化割れ）と、固相での割れの大きく二つに大別される。前者は、原料粉末が熱源であるレーザあるいは電子ビームにより溶融され凝固する際の凝固収縮に伴う割れ（凝固割れ）等であり、凝固時に形成される低融点相の液膜部においてき裂が発生すると考えられている。液化割れは積層過程における繰り返しの熱サイクルあるいは、ポスト処理である高温保持過程で上記の低融点相が再度溶融凝固する際に生じる割れである。一方で、後者の固相割れは粒界偏析やγ'析出に伴う割れ（延性低下割れ、ひずみ時効割れ）である。高温域での変形では、転位運動に加えて粒界すべりの寄与が増大し、粒界三重点に局所的なひずみ集中が生じる。これは本来、三重点近傍の局所塑性変形や粒界移動によって緩和されるが、偏析元素や析出物によるピン止め等によりその緩和が間に合わない状況が生じ、ボイドの形成および合体が起きる。これが延性低下割れと呼ばれている。AM プロセス中の繰り返し熱サイクルにより蓄積される熱ひずみにより、このようなき裂発生が生じる可能性があると考えられている。また、次にひずみ時効割れであるが、レーザあるいは電子ビームによる AM プロセスでは急冷および不均一な熱収縮により、造形体には残留ひずみが蓄積する。プロセス中の繰り返し加熱やポスト熱処理によるγ'析出過程において、析出による結晶粒内の硬化、したがって変形抵抗の増大が、残留ひずみの緩和より先行することで、粒界にひずみが集中し粒界割れが生じると考えられている。このように延性低下割れとひずみ時効割れはメカニズムの観点では明確に区別されているが、実際の現象としては、いずれも 800～1000℃の温度域で生じ、粒界でき裂が発生するためにどちらのメカニズムによるき裂かを分類することは困難である。このため、本稿では固相割れとして一括りにしている。

レーザ積層造形プロセスは新しいプロセスであるために、このような固相割れ発生時にどの程度の延性低下が生じているか、それに対する造形体の集合組織の影響や、合金元素の偏析の影響、さらには炭化物などγ'以外の組織の影響など、未だ多くのことが不明である。そこで本研究はγ'析出型 Ni 基超合金を対象として、レーザ積層造形(PBF-LB)中あるいは造形後熱処理時の固相割れについて調査し、それらを抑制する手法について、造形プロセスおよび熱処理条件、造形体組織、粒界偏析や析出物の観点から明らかにすることを目的とした。

２．実験方法 [1-4)]

本研究では Ni 基超合金として IN738LC 造形材を対象とした。まず、高温引張試験による高温での延性低下挙動について調査した。レーザ積層造形体特有と考えられた破面形態が観察されたことから、そのナノスケールにおける微視組織を透過電子顕微鏡およびアトムプローブ顕微鏡により詳細に分析した。次に、結晶配向が与える影響を明

らかにするために、100 個以上のサンプルを異なるプロセス条件で作製し、その集合組織と造形時のき裂密度、そして高温引張挙動について調査した。また熱処理によるき裂発生挙動について調べ、熱処理条件と組織変化、き裂密度との相関を明らかにした。紙面が限られることから、本稿では上記の取組みについて報告している。

2・1　INC738LC 造形材の高温引張特性評価 [1)]

汎用 Ni 基超合金である IN738LC を対象としてレーザ粉末床溶融結合装置（SLM280HL、Nikon SLM Solutions 社）を用いて試料を作製した。造形条件としてーザ出力を 300 W とし、走査速度を 1100、1500 mm/s、一層厚さ 30 mm、レーザ回転角 67、90 °、ハッチ幅 100 mm を適用した。原料粉末として、IN738LC 粉末（AMPERPRINT 0151.074, Höganäs 社）を用いた。表 1 に造形条件をまとめる。高温引張試験は、積層方向(Building Direction、BD)と負荷軸を平行とし、造形まま材を用いて、試験温度(600, 700, 800, 900, 1000℃)で実施した。試料は通電加熱により加熱され、試料表面に接合した熱電対により温度制御を行った。空冷式高温用伸び計（MTS 社製）によりひずみを計測し、昇温中の組織変化を抑制するため、昇温速度 60℃/s を適用した。破断伸びは、破断後の試験片を突合せることで計測した。

2・2　INC738LC 造形材の組織評価 [1)]

高温引張試験後の破面を走査型電子顕微鏡(SEM)およびエネルギー分散型 X 線分光(EDS)により分析した。破面から垂直に切り出した断面を SEM、電子線後方散乱回折(EBSD)により観察し、き裂の発生箇所や結晶配向との相関について調査した。また、試験片ゲージ部から BD に垂直な面を xy 面、平行な面を xz 面として切り出し、SEM、EDS、EBSD、光学顕微鏡(OM)により元素分布や結晶粒径、各条件のクラック密度および欠陥面積率を調査した。

さらに、透過型電子顕微鏡(TEM)観察用の試料を作製するために、集束イオンビーム(FIB)装置（Scios 2、Thermo Fisher Scientific 社）を使用した。破面近傍の断面観察において、多くの微視き裂が観察され、ほぼ全てのき裂が高角粒界において発生していた。このため TEM 試料は、造形プロセスおよび高温引張試験中における粒界偏析を評価するため、EBSD 分析によって特定された高角粒界を跨ぐように採取された。TEM 分析は、JEM-2800（日本電子㈱）を用いて実施された。

また、微量元素の偏析状態を明らかにするためにアトムプローブトモグラフィー(APT)による分析も実施した。APT 用の針状試料は FIB-SEM（Thermo Scientific Helios G4、Thermo Fisher Scientific 社）を使用して、600℃および 900℃での引張試験後試料の高角粒界領域から作製された。APT 分析は、LEAP5000XS（CAMECA 社）を用いて、レーザーパルスモードで実施した。試料温度、検出率、パルスエネルギーおよびパルス周波数はそれぞれ、50 K、0.5%、50 pJ、250 kHz とした。データの再構築は CAMECA IVAS 3.8.0 ソフトウェアにより実施された。

表 1　PBF-LB による IN738LC 造形条件 A [1)]

プロセスパラメータ	条件 1	条件 2	条件 3
レーザ出力（W)	300	300	300
レーザ走査速度(mm/s)	1,100	1,500	1,500
ハッチ幅（mm)	100	100	100
一層厚さ（mm)	30	30	30
層毎の回転角（°)	90	90	67

表 2　PBF-LB による IN738LC 造形条件 B [2)]

プロセスパラメータ	値
レーザ出力（W)	100 ~ 400
レーザ走査速度(mm/s)	500 ~ 2000
ハッチ幅（mm)	25 ~ 120
一層厚さ（mm)	30
層毎の回転角（°)	67, 90



図 1　レーザ条件の異なる IN738LC 試料の同時作成

2・3　IN738LC 造形材の組織制御 [2)]

後述するように 2・1 節にて作製および評価した造形材は 800、900℃において、ほぼ塑性変形を示さず極めて脆性な特性を示した。そこで、これらの延性低下挙動へ及ぼす組織の影響について調査を行った。このために、100 個以上の異なる造形条件に対しサンプル作製を行い、造形まま材のき裂密度および結晶配向性等の組織因子について評価を行った。図 1 に作製した IN738LC の直方体サンプル例を示す。それぞれ異なるレーザ条件が適用されており、この例では一つの基材上に 34 個の試料が同時作製された。表 2 に造形条件を要約する。詳細な条件は発表論文 [2)]の補足資料に記載されているため、そちらをご参照いただきたい。造形材は xy および xz 断面について OM および SEM、EBSD により分析を行い、き裂密度および結晶配向性等を評価した。これらの中で最小のき裂密度を実現した試料は造形方向に(001)面が非常に強く配向していた。この造形条件（最適条件）を適用し、高温引張試験用試料を作製した。一方で、比較材として、レーザ出力 300 W、 走査速度 1300 mm/s、ハッチ幅 100 mm、回転角 90 ° の条件

で試料の作成を行った。この条件（比較条件）は表 1 の条件 1、2 と中間のものとなり、造形まま材はき裂密度が低いが高温で脆性な挙動を示すことが予想された。また、最適条件および比較条件で作製された試料について、IN738LC 鋳造材の標準熱処理条件を適用し、熱処理材の高温引張挙動についても評価した [3]。熱処理はまず溶体化処理（1120℃、2 時間保持、空冷）を行い、続いて時効処理（850℃、24 時間保持、空冷）を適用した。全ての比較材がこの熱処理時に割れてしまったことから、比較材について熱処理後の高温引張特性評価は実施出来なかった。引張試験後、SEM、EDS、EBSD により破断面および断面組織の分析を行った。

2・4　熱処理条件とき裂密度の相関 [4]

前節 2・3 では、IN738LC の造形プロセスを最適化し、結晶配向を変化させることで、造形体の高温延性低下挙動への影響について調査した。その際に、表 1 と同様のレーザ条件（比較条件）で作成した試料では、標準熱処理条件を適用すると熱処理時に割れてしまうことも示された。しかし、熱処理条件が IN738LC 造形体の割れ発生挙動に与える影響は未だ明らかになっていない。そこで、比較条件および最適条件で作成した AM 材について、(a)1 段階熱処理あるいは(b)2 段階熱処理を施し、熱処理に伴うき裂の発生挙動と微視組織変化を詳細に分析した。適用した熱処理条件を図 2 にまとめる。試験片形状は直径 10 mm、高さ 8 mm の円柱状とした。造形時に高さ 2 mm のサポート構造を形成し、その上に試料を造形した。1 段目の熱処理は小型の環状炉（FT-01VAC-50、フルテック社）を用い、アルゴン雰囲気（流量 1.5 L/min）にて行った。図に示すように、保持温度から室温への冷却過程では、アルゴンガス流量を 10 L/min に増加させ冷却した。また続いて 2 段目の熱処理を適用した場合、2 段目は大気中および空冷条件で実施した。これは IN738 鋳造材の標準熱処理条件に順じたものである。熱処理後、切断し断面研磨後、OM、SEM、EDS、EBSD により組織観察を実施し、き裂や、γ’、炭化物等の析出物の分析を行った。

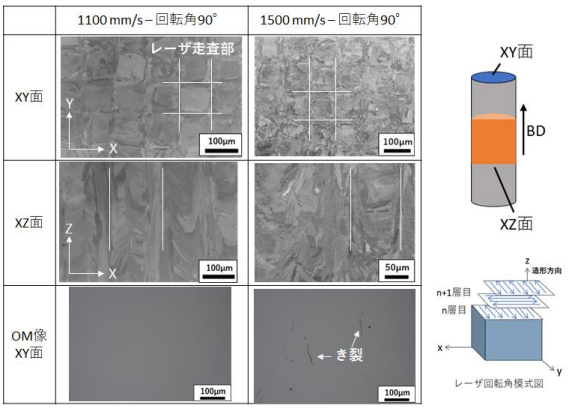


図 3　異なるレーザ走査速度で作製された IN738LC 造形材の xy 面および xz 面断面組織 [1]

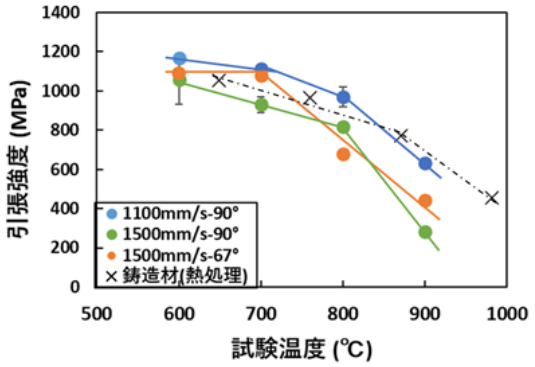


図 4　高温引張試験温度と破断伸びの相関 [1]

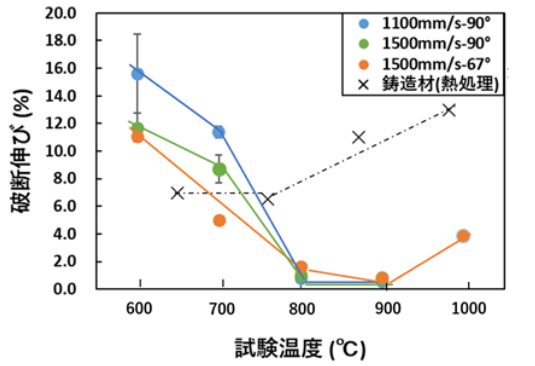


図 5　高温引張試験温度と破断伸びの相関 [1]

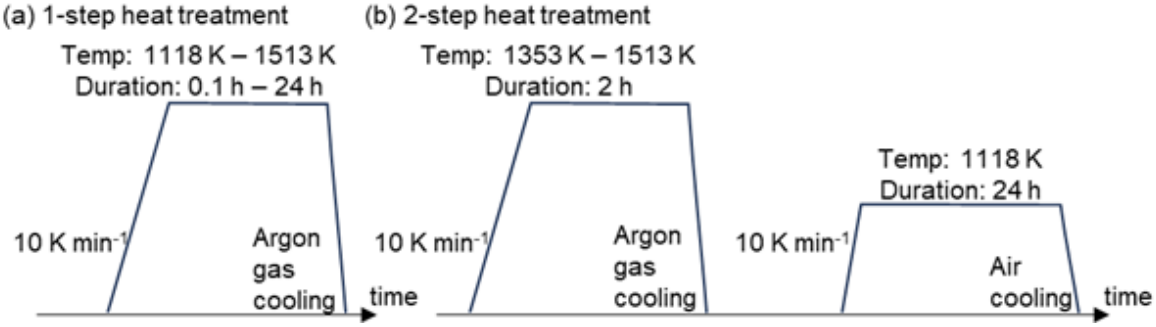


図 2　適用した熱処理条件、(a) 1 段階熱処理の場合、(b) 2 段階熱処理の場合 [4]

３．実験結果と考察 [1-4)]

３・１　INC738LC 造形材の高温引張特性と微視組織 [1)]

図 3 に表 1 中の造形条件 1 および 2（走査速度 1100、1500 mm/s、層毎回転角 90 °）の試料について、xy 面および xz 面での SEM 像と OM 像を示す。xy 面ではレーザのハッチ幅に対応した碁盤の目状の組織となっており、xz 面から造形方向に伸長した柱状組織であることが分かる。造形条件 1 の観察域ではき裂は認められないものの、条件 2 では複数のき裂および気孔が観察される。図 4、5 には高温引張試験における試験温度と引張強度、破断伸びの相関が、表 1 の三つの条件で作成された試料について、プロットされている。また図中には文献から得られた鋳造熱処理材のデータ（1120℃溶体化処理 2h + 840℃時効処理 24h）も示されている。引張強度については、プロセス条件による差が伺え、v=1100 mm/s の試料では、600、700℃で鋳造材より若干高く、800、900℃では同程度の値を示した。一方、v=1500mm/s の二つの試料では、800、900℃で鋳造材と比較し大きな強度低下が認められた。一方で、破断伸びについては、全ての造形条件で 800 および 900℃で急激に低下し、非常に延性に乏しい結果となった。v=1500mm/s の試料については、1000℃の破断伸びも示しているが、1000℃では延性が少し回復しており、800 および 900℃での延性低下が顕著に認められた。このような傾向は鋳造熱処理材では認められない。

図 6 に v=1100 mm/s の試料において、破断伸びに大きく差が認められた 600℃と 900℃での試験後の破面を示す。600℃の破面では、延性破壊に伴うディンプル構造が確認された。一方、900℃の破面ではレーザパターンに沿った格子状の構造が、破面に明瞭に認められた。これらの試料について、破面近傍の荷重方向に平行な断面 SEM 像を図 7 に示す。600℃では荷重方向に対し 45 度方向のせん断により破壊が生じているが、900℃では荷重に対し垂直な方向に破壊が生じており、脆性的な破壊であったことが確認される。さらに、破面近傍には多くの v 字型微視き裂が荷

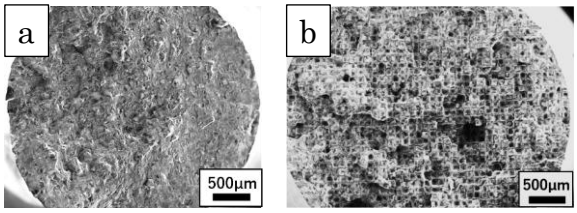


図 6　高温引張試験後の破断面：
(a) 試験温度 600℃、(b) 試験温度 900℃ [1)]

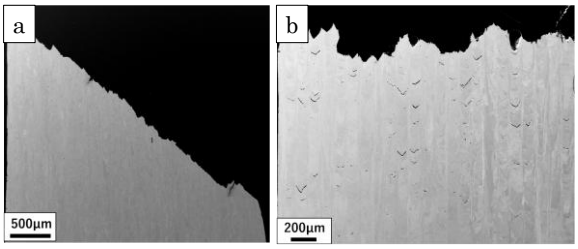


図 7　破面近傍の荷重方向（造形方向）に平行断面像：
(a) 試験温度 600℃、(b) 試験温度 900℃ [1)]

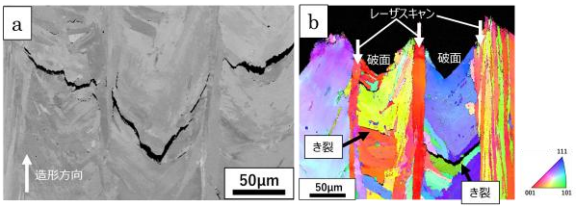


図 8　破面近傍の微視き裂例：(a) 高倍像、(b) 結晶配向マップ(IPF-z, z:造形方向) [1)]

重方向と垂直に形成されていることが分かる。図 8(a)に微視き裂の SEM 像を示す。レーザスキャン箇所で縦に細い柱状組織が形成され、その間の領域で 3 個の v 型き裂が形成している。図 8(b)に別の微視き裂での IPF-z マップを示すが、いずれのき裂も高角粒界で発生しており、これらの粒界が脆化することが図 5 で示した高温での著しい延性低下の要因であることが明らかとなった。さらに、

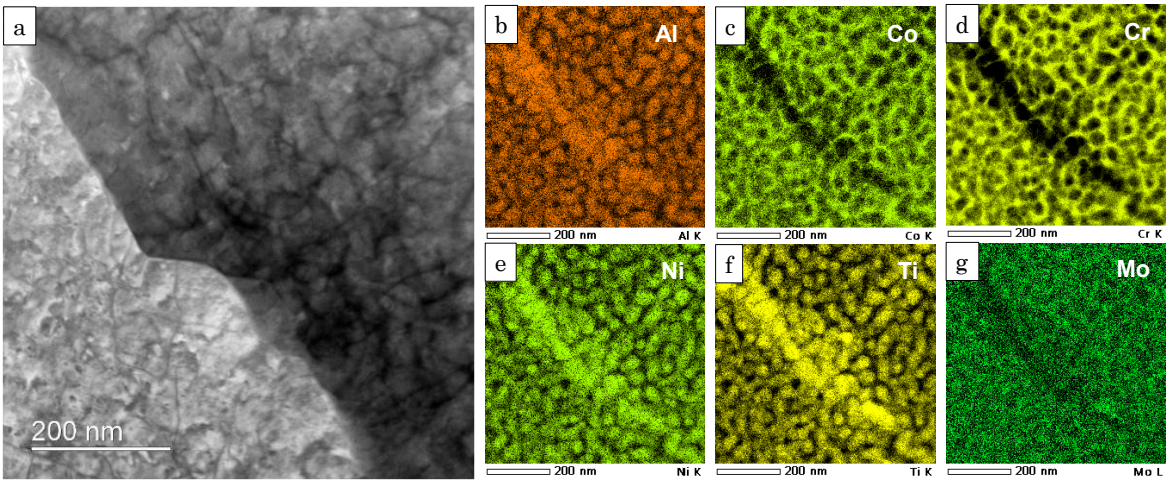


図 9　適用した熱処理条件、(a) 1 段階熱処理の場合、(b) 2 段階熱処理の場合 [1)]

900℃の試料から FIB により作成した試験片を用いて行った TEM 観察結果を示す。図 9(a)は観察した高角粒界の STEM 像であり、この領域で EDS 分析により得られた元素分布を(b~g)に示す。粒内では粒状にγ'構成元素である Ni、Al、Ti が濃化し、逆に Co、Cr、Mo が減少しており、γ'が析出していること示している。さらに粒界では、厚さ 50 nm 程度の幅で Ni、Al、Ti の濃化が粒内よりもさらに顕著となっており、粒界でγ'が優先的に析出したことが伺える。600℃の試験片ではこのような粒界でのγ'の高密度な析出という挙動は全く生じていなかった。このことから、800、900℃における著しい延性の低下は、この粒界でのγ'析出による粒界の脆化によるものと推定された。

粒界の強さは B 等の微量元素によっても大きく影響されることが知られており、この影響を調査するために APT での分析を行った。900℃の試料で得られた結果を図 10 に示す。図 10(a)に粒界近傍での Ti、Cr、B の分布を示しており、図中、水色の直方体で示す領域の長手方向に沿った元素分布を(b)に示す。TEM で観察された通り、粒界では高密度にγ'が析出している。粒界では、微量元素として B、C、Mo の偏析が認められたが、これらはγ' - γ'境界よりも、γ - γ境界、γ - γ'境界において、より顕著であった。また、酸素 O が何等かの形で粒界に存在し、それが粒界脆化を引き起こしている可能性を考えていたが、APT での高角粒界の分析で、酸素濃度は極めて低いことが明らかとなった。このため、酸素は脆化の要因では無く、粒界に沿ったγ'の析出が主要因であったと結論づけられた。さらに、このγ'相析出は粒界に偏析した B が影響を与えている可能性があり、この B の影響についてより詳細な検討を進めていく予定である。

3.2 造形条件最適化[2,3)]

図1に様々な造形条件で、34個の試料を同時に造形した例を示したが、このようにして作成した100以上の試料について、xy面およびxz面の断面観察を行い、き裂密度マップを作成した。これにより、ある程度限られた領域とはなるが、レーザ出力、走査速度、ハッチ幅、層毎回転角の観点で、き裂フリーな最適プロセス範囲を見出すことができた。具体的には、レーザ出力 125-175 W、走査速度1000 mm/s前後、ハッチ幅 50-75 mmという狭い範囲に調整することで、き裂密度を0.005 mm/mm^{2}以下、相対密度を99.9%以上に維持できることが明らかとなった。図11に造形方向に垂直な断面での、結晶配向マップ(IPF-Z)を示す。左下の(g)および(h)の試料が最も低いき裂密度を示した試料であった。他の試料と比較すると、結晶粒径が小さく、曲がりくねった粒界を有し、さらに造形方向に{001}面が強く配向している点に大きな特徴が認められた。この曲がりくねった複雑な粒界により、凝固末期に残存する液膜の連続性を遮断し熱応力による凝固割れの発生を抑制する効果や、凝固割れやポアを起点とした固相割れの発生を抑制する効果があると考えられる。この最適条件で造形した

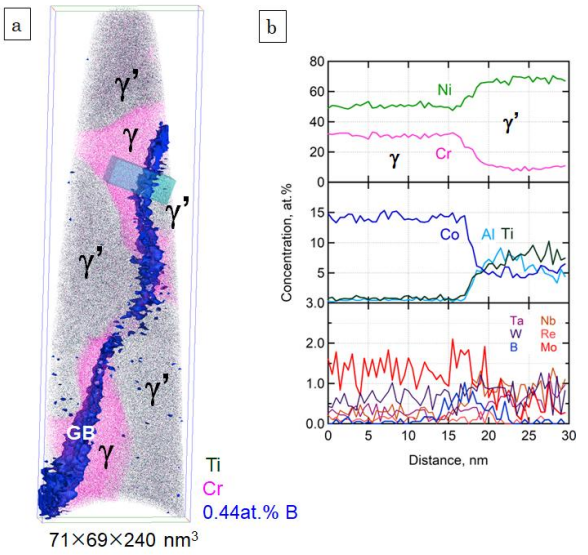


図 10 (a)900℃試験片の高角粒界での元素分布(Ti, Cr, B)、(b) a 図の水色部での元素分布 [1)]

試料について、造形まま材および熱処理材の高温引張試験を行った結果を図12に示す[3)]。図中、青色×印は精密鋳造材のデータとなる。最適条件で作成した試料の降伏応力は、造形ままの状態で低温から高温までほぼ精密鋳造材と同等であった。さらに熱処理を実施した試料の場合、室温から600℃の範囲では精密鋳造材を超える値を示し、高温では同程度であった。引張強度も同様の傾向を示した[3)]。また、破断伸びについては、造形まま材、熱処理材とも室温から600℃まで精密鋳造材を大きく超える延性を示した。3・1節で報告した比較材では、800、900℃において脆性な挙動を示したが、この最適条件材は造形ままでも10%程度、熱処理材は15-20%の伸びとなり、精密鋳造材と同程度であった。したがって、PBF-LBプロセスにより作製されたIN738LCは最適条件を探索、適用することで、精密鋳造材と同等以上の力学特性を発現できることが明らかとなった。

3.3 熱処理条件の影響 [4)]

比較条件で作成された造形材は、高温引張時に脆性的な破壊を示した。このような延性低下挙動が熱処理により調整可能であるか明らかにするために、まず造形まま材に対して様々な熱処理条件を適用し、γ'や炭化物などの析出状態や熱処理によるき裂密度の変化等を調査した。熱処理材には試料の上下面から結晶粒界に沿って進展した表面き裂と、試料中に内在する内部き裂の 2 種類のき裂が観察された。特に 1200℃超の熱処理では長さ 140 μm 超のき裂の検出数と平均長さが増加する結果となったが、一方で、845℃の熱処理では長いき裂を中心に検出数が減少する結果となった。詳細は発表論文[4)]を参照されたいが、熱処理条件により熱処理時の固相割れを抑制できる可能性が示唆された。今後、熱処理材についても高温引張特性を評価

することで、特性変化についてより詳細に調査する予定である。

4．結　言

PBF-LB 法で作成した IN738LC について、高温での延性低下挙動について、造形まま材の高温引張試験により評価した。過去の研究で最適としていた条件（比較条件）で作成した造形試料は、800、900℃で著しい延性低下を示し、脆性的な破壊挙動を示した。このような脆性的な挙動が、造形中のき裂発生の要因であることが示唆された。ナノ微視組織を詳細に分析したところ、高角粒界の脆化が要因であり、さらにγ'析出相の粒界における高密度な析出に起因することが明らかとなった。一方で、本研究において造形プロセスをさらに最適化することで、き裂フリーの造形体を得ることに成功した。造形方向に{001}が強く配向した特徴を有しており、さらに高温引張試験において、精密鋳造材と同等以上の強度、延性を発現可能であることが明らかとなった。また、造形後の熱処理条件について調査し、脆性な挙動を示した試料であっても 845℃での応力緩和過程を経ることでき裂密度を低減できることが示唆された。今後、さらに粒界での微量元素の影響解明などを進め、AM に適した新規高性能 Ni 基超合金の開発を図る。

謝　辞

本研究の遂行に際して、公益法人天田財団より 2022 年度 重点研究開発助成(AF-2022201-A3)を賜わりました。ここに深く感謝申し上げます。

参考文献

1) C. Mercer, T. Sasaki, Y. Hara, T. Hara, M. Kusano, S. Nomoto, M. Watanabe, Evaluation of ductility-dip cracking under elevated-temperature loading in Inconel 738LC fabricated via laser powder bed fusion, (2026) submitted.

2) M. Kusano, T. Osada, M. Watanabe, Data-driven optimization of laser scanning conditions in laser powder bed fusion for defect-free IN738LC components. Journal of Manufacturing Processes. 151 (2025) 354-371.

3) M. Kusano, T. Hatakeyama, T. Osada, K. Sawada, M. Watanabe, Laser powder bed fusion; Inconel 738 LC; Laser scanning conditions; Post-process heat treatment; High-temperature tensile property, (2025) submitted.

4) K. Kuwabara, M. Kusano, A. Ikeda, T. Osada, M. Watanabe, External and internal cracking caused by heat treatment in laser powder bed fusion-fabricated Inconel® 738LC components, (2025) submitted.

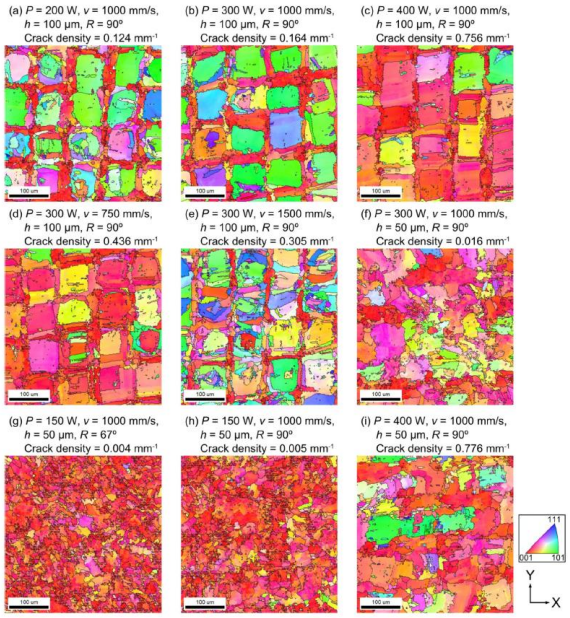


図 11　xy 面における結晶配向マップ(IPF-Z)[2)]

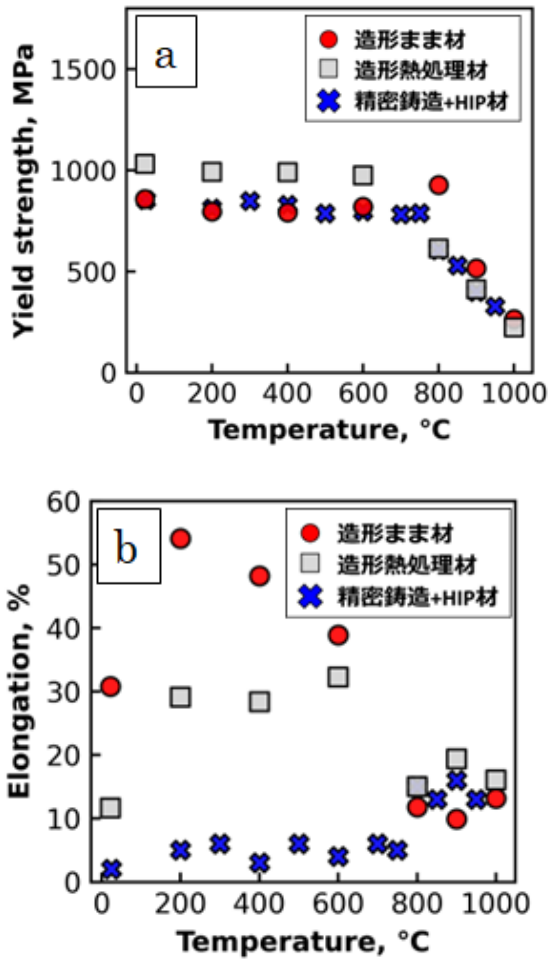


図 12　最適条件材の 900℃高温引張試験片結果:
(a) 降伏応力、(b) 破断伸び[3)]