金属系材料の超精密3次元積層造形技術の最前線 金属材料の積層造形における 加工現象評価 佐藤直子\*瀬渡直樹\*清水 透\*中野 禅\*

# 1. はじめに

積層造形は、一層ずつ原料を積み上げる工程をとるため、 製品形状や組成、組織を連続的あるいは段階的に変化させる ことにより、その部材の機械的特性や伝熱特性、生体親和性 などを傾斜させた高付加価値製品の創出が期待されてい る<sup>(1)(2)</sup>.

粉末床溶融結合型の積層造形の一種である選択的レーザ溶 融法(SLM: Selective laser melting)は、金属の加工ができ る積層造形法である.図1は、SLMの加工工程を示す.ま ず、金属粉末を一層分の厚さに敷き詰める(図1(a)).次 に、レーザ照射により粉末を溶融凝固させる(図1(b)).そ の後、一層分ステージを下降させ(図1(c))、これらの工程 を製品が完成するまで繰り返す.

SLM の製品品質は、レーザ照射による粉末の溶融凝固過 程に生じる様々な現象が影響する.SLM における粉末の溶 融凝固は、局所的な急加熱急冷が繰り返し生じ、また積層す るに従い、先に造形された層の蓄熱など、レーザ照射点にお ける温度が時々刻々と変化する(図2).このような変化の過 程において、スパッタや、ボーリング現象などの異常溶融が 生じ、製品品質を低下させる原因となることが知られてい る<sup>(3)</sup>. スパッタは,溶融金属や非金属物質が飛散した粒子で ある. スパッタが造形物に溶着すると,除去することが難し いため,表面粗度低下や,原料粉末を敷き詰めるローラやブ レードに接触して装置が停止するなどの問題を生じさせる. また,スパッタが積層過程で造形物内部に取り込まれると, 非金属介在物として強度低下に影響することが知られる. さ らに,スパッタが造形物ではなく粉末層に飛散すれば,粉末 の再利用の際に流動性低下や組成ずれなどに影響する<sup>(4)</sup>. ボ ーリング現象は,レーザ照射により溶融凝固した部分が球状 かつ不連続に固化する現象を指す<sup>(5)</sup>. この現象は,材料やレ



図2 レーザ照射部における様々な伝熱条件の模式 図:(a)造形開始点,(b)下に既造形層がある場 合,(c)下に未溶融の粉末のみがある場合.



\* 国立研究開発法人産業技術総合研究所;研究員(〒305-8564 つくば市並木 1-2-1)

Real-time Observation of Melting Behavior in Selective Laser Melting of Metals; Naoko Sato, Naoki Seto, Toru Shimizu and Shizuka Nakano (National Institute of Advanced Industrial Science and Technology (AIST), Tsukuba) Keywords: *additive manufacturing, powder bed fusion, selective laser melting, X-ray transmission real-time observation, titanium-aluminum-*

2017年7月25日受理[doi:10.2320/materia.56.695]

vanadium allov

ーザ照射条件により生じる.熱伝導や酸化皮膜などの影響に より,すでに溶融凝固した部分との親和性が悪く,表面張力 によって溶融状態で球状になり,そのまま凝固したと考えら れている<sup>(3)</sup>.ボーリング現象が生じた場合,スパッタと同様 に粗度や積層時の装置停止に影響するだけではなく,不連続 に凝固するため密度低下につながる.スパッタの発生やボー リング現象は SLM において生じる問題の現象として知られ ているが,現象発現機構はよくわかっていない.

SLMにおける複雑な現象は、シミュレーションによる解 析が進められている<sup>(6)(7)</sup>. Khairallahらは、熱拡散を流体力 学に結び付け、温度に異存する材料物性や表面張力、粒子の 分布について説明している.シミュレーション結果から、粉 体層にレーザを走査したときの連続的に溶融する場合と、不 連続に溶融する場合の現象の違いについて考察し、また溶融 部における蒸発の反跳圧力やマランゴニ対流が造形物中の気 孔形成に及ぼす影響について考察し、それに基づき造形条件 改善の指針を示している<sup>(6)(7)</sup>.一方で、溶融凝固過程におけ る物理を理解するためには直接観察も必要である. 我々は、 SLM の加工中に生じる現象、たとえば粉敷時の粉面構造<sup>(8)</sup> や粉末の溶融現象<sup>(9)</sup>,加工中の温度<sup>(10)</sup>などの直接的な評価 法を検討しており、本稿では溶融現象評価について紹介する.

#### 2. X 線透視観察の SLM 評価への応用

X線透視観察は,溶接におけるキーホールやブローホー ル形成をその場観察することに用いられてきた技術であ り<sup>(11)</sup>,それを SLM に応用することを試みた.

#### (1) SLM 観察用 X 線透視装置

SLM の溶融凝固を再現させる X 線透視装置の機構を検討 した.図3(a)は、X線透視装置の模式図である.装置の機 構は,X線管球と結像装置,熱源であるレーザは固定し, 試料を X-Y ステージで移動させることにより、溶融部を連 続的に観察するものである.ステージの移動方向は、図3 (a)では紙面方向となる. 試料となる部分は, 粉末床治具 と,不活性ガスにより溶融金属と空気との接触を断つシール ド機構を作製し, SLM の溶融凝固が生じる環境を整えた (図3(b), (c)). 粉末床治具は、X線透過率の高い材質が求 められる.一方で、透過厚さの制限のため一回のレーザ照射 で治具が焼き付くなどして損傷する可能性があり、実験に十 分な数の治具を用意することが望ましい.そこで,X線透 過率が高く、かつ安価で加工性のよいアルミニウムを選択し た.粉末床冶具は、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.シ ールド機構は、溶接のように溶融池付近に直接吹き付ける形 では粉末が舞うため、粉末床治具を覆うことのできるアクリ ルの箱にガスの吸排気口を取付け,不活性ガスを流す機構と した. また, レーザ光が導入する天井部にはレーザ窓を設置 した.



図3 X線透視装置: (a) 模式図, (b) 測定時の各部品 の配置, (c) 粉末床治具.

#### (2) X線透視による粉末床の溶融疑固現象の評価可能性

溶接部のX線透視観察では、同じ材料を溶融凝固させる 場合でも、キーホールやブローホールは、溶融池に対する密 度差に起因してX線透過率に差が生じることで可視化され る.SLMでは、粉末の見掛け密度が約60%であるのに対し て、溶融凝固部は見掛け密度が約100%となるため、その差 から溶融凝固挙動を評価できると考えた。供試材は、最大粒 径 45  $\mu$ mのTi-6Al-4Vのガスアトマイズ粉末(TILOP64-45、大阪チタニウム社製)を用いた、本検討に用いた試料 は、粉末床冶具にTi-6Al-4V粉末を充填し、予めレーザを 線走査して溶融凝固させたものとした(図4(a)).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90Aの条件とした。観察の際、縮 尺として  $\phi$ 1 mmの自金線を粉末床治具の側面に付与した。



図4 凝固部と粉体層部の輝度値比較:(a)透視試料外 観,(b)X線透視像,(c)X線透視像の模式図.

得られた X 線透視像を図 4(b)に示す. 試料は,図4(a)より ボーリングした状態である. X 線透視像は,画像処理ソフ トウェア ImageJ を用いて平均輝度を算出した結果,粉末層 部の平均輝度値が56,凝固部では46であった.輝度値の差 を基に透視像を模式図にすると,図4(c)のようになる. こ のように,数ミリメートルの大きさの凝固部を形成させれ ば,粉体層部と凝固部の判別ができる.しかし,実際の SLM では,一層の厚さが約50μmであり,その範囲におけ る溶融凝固現象の観察はほぼ分解能に等しく難しい.しがた って,現状で評価が可能な現象は,キーホールやスパッタ, ボーリング現象などが生じる異常溶融に限定される.

## 3. ボーリング現象のその場観察

単位面積当たりの平均投入エネルギーが等しくなるように レーザ出力とステージの送り速度を変化させ、その時の溶融 現象のその場観察を実施し、ボーリング現象について考察し た.レーザ照射条件は、表1の5条件とした.レーザ照射 後の溶融凝固部の外観を図5に示す.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固化する 傾向が見られ、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ボーリング現象が見られた.このように

表1 レーザ照射条件.

No.	出力/W	送り速度/mms <sup>-1</sup>	エネルギー密度/Jmm <sup>-2</sup>
1	100	20	50
2	125	25	50
3	150	30	50
4	200	40	50
5	250	50	50



図5 各試験片のレーザ照射後の溶融凝固部の比較: (a)条件1,(b)条件2,(c)条件3,(d)条件 4,(e)条件5.



図6 球状の溶融凝固部の形成過程: (a) 発生時, (b) 発生後+1 ms, (c) 発生後+2 ms, (d) 発生後+ 3 ms, (e) 発生後+4 ms, (f) 発生後+5 ms.

同じ材料において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複雑に絡み合い、溶融凝固部の 形状に影響したことを示唆している.図6は、最もボーリン グ現象が顕著であったレーザ照射条件5(表1)のその場X線 透視像であり、ある時点から1msごとに5ms間のボーリ ングしている溶融凝固部の挙動を示している.レーザは画像 の上側から照射され、その位置は図6に示す通りである. 中心に白い点を付与した球状の溶融部の挙動に注目すると、 0msから+2msでは、ステージが一定速度で移動している にもかかわらず、球状の溶融部はレーザ照射位置に引きつけ られる様子がみられた.また,その間は時間の経過に伴い球 状の溶融部の径も拡大しており,球状の溶融部が転がりなが ら粉末を吸収したものと思われる.+3ms以降は,ステー ジの送りにしたがって移動する様子がみられた.これは,ボ ーリング現象が表面張力や伝熱だけでなく,未溶融の粉末と の摩擦にも影響されることを示唆している.このように,X 線透視観察によって溶融池近傍に生じる物理現象を捉えるこ とができた.このような現象は,レーザ照射条件,材料,加 工雰囲気など様々な因子で変化すると考えられるが,その影 響を解析することで,品質改善につなげていきたい.

## 4. おわりに

溶融凝固現象の直接観察の取り組みを紹介した.本稿で紹 介したボーリング現象だけ見ても複雑であり、より具体的に 理解するためには、直接観察、材料物性評価、および加工現 象のシミュレーションの連携が必要である.複雑な材料の挙 動の物理を理解することで、ボーリングなどの異常溶融によ る形状不良を抑制する最適なレーザ照射条件や積層造形用材 料開発の指針を示したい.

ところで、本稿を書き終えた日に、放射光を用いた高分解 能な X 線透視観察についての論文の存在を知った<sup>(12)</sup>. その 論文では、粉末粒子の1つ1つが溶融する様子を捉えてい る.今回用いたラボ用の X 線よりも放射光のほうが空間お よび時間分解能が高いため、得られる情報が多いことは確か である.今後、それぞれの手法を比較し、本手法について特 徴を見出せればと思う.

本研究は, TIA 連携プログラム探索事業「かけはし」の 支援を受けたものであり, 関係各位に感謝申し上げます.

# 文 献

- (1) I. Maskery, N. T. Aboulkhair, M. R. Corfield, C. Tuck, A. T. Clare, R. K. Leach, R. D. Wildman, I. A. Ashcroft and R. J. M. Hague: Mater. Sci. Eng. A, 670 (2016), 264–274.
- (2) W. Ge, F. Lin and X. Ma: Collected Abstracts of the APMA-2017, G04-0196.
- (3) K. Osakada, Y. Noshi, H. Abe and M. Shiomi: Japan Soc. Precis. Eng., 73(2007), 901–905.
- (4) M. Simonelli, C. Tuck, N. T. Aboulkhair, I. Maskery, I. Ashcroft, R. D. Wildman and R. Hague: Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci., 46 (2015), 3842–3851.
- (5) R. Li, J. Liu, Y. Shi, L. Wang and W. Jiang: Int. J. Adv. Manuf. Technol., 59 (2012), 1025–1035.
- (6) S. A. Khairallah and A. Anderson: J. Mater. Process. Tech., 214(2014), 2627–2636.
- (7) S. A. Khairallah, A. T. Anderson, A. Rubenchik and W. E. King: Acta Mater., 108(2016), 36–45.
- (8) S. Nakano, N. Sato and T. Shimizu: Collected Abstracts of the JSME Annual Meeting (2016), No.S0440303 (DVD).
- (9) T. Hotta, N. Sato, N. Seto, T. Shimizu, S. Nakano and S. Nishino: Collected Abstracts of the i JSME2016.
- (10) H. Azuma, S. Yamamoto, S. Kajino, T. Okane, N. Sato, S. Nakano, T. Shimizu and S. Suzuki: Collected Abstracts of the 2017 Spring Meeting of the Japan Inst. Metals (2017), No. P3 (DVD).
- (11) N. Seto, S. Katayama and A. Matsunawa: Q. J. Jpn. Weld. Soc., 18(2000), 243–255.
- (12) C. Zhao, K. Fezzaa, R. W. Cunningham, H. Wen, F. De Carlo, L. Chen, A. D. Rollett and T. Sun: Sci. Rep., 7(2017), 3602.

#### ★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★ 佐藤直子

2013年3月 九州大学大学院工学府材料物性工学専攻博士後期課程修了 2013年4月~ 現職

専門分野:積層造形,金属材料

◎金属の積層造形における加工現象評価および加工技術改良に関する研究に 従事.

\*\*\*\*\*

