

AM 実用化拡大に向けた技術開発

樋口 官 男*

1. はじめに

三次元 CAD データから直接三次元形状の造形が可能である積層造形技術 (Additive Manufacturing 以下, AM と略す) は, 1987年に実用化されてから四半世紀が経つ。以前はラピッド・プロトタイピング (RP) と呼ばれ, 試作品を製作する手段として活用されてきたが, 技術の発展に伴い試作品だけではなく, 製品そのものの製造に使われるなど, その用途は着実に広がりつつある⁽¹⁾。なかでも金属粉末をレーザーで溶融させ, 三次元形状を製作する金属粉末床溶融法は造形物の機械的性質, 経時的な安定性から最終製品への適応が最も進んでいる AM 技術の一つである。昨今, AM はコストアドバンテージ, オーダーメイド生産, 機能形状等のアドバンテージが注目されて急速に拡大している。欧米では AM 適応事例が多く見受けられ, 特に航空宇宙, ガスタービン分野は多い。例えば GE 社の LEAP エンジン用フェューエルノズルは, 三次元チャンネルによる最適フローや, 軽量化, 部品点数削減による堅牢化等, AM 部品の代表とも言える事例である。粉末レーザー溶融型金属積層造形機で世界 No 1 のシェアを有するドイツ EOS 社のレーザー溶融型金属 AM システムシリーズ概要を図 1 に示す。EOS 社のシステムは粉末床溶融結合法/パウダーベッドフュージョンタイプと言われるもので, 粉末状の材料をイットテルビウム・ファイバーレーザーで溶融させて造形する。

近年, 各装置メーカーが取り組んでいるのが装置の大型化である。EOS 社も 2014年にワークエリアが 400 mm × 400 mm × 400 mm の大型機 (M400) をリリースしている。さらに 2016年には M400にレーザーを 4 本搭載した M400-4 をリリースし, 従来機に比べ最大 4 倍の生産性向上を達成した。

最終製品を製作する AM は製品の機械的性質が重要であり, 形状再現性だけでは AM そのものを否定されることになりかねない。金属積層造形機は 300 を超える造形パラメータを有しており, 特に EOS 社はマルエージング鋼, ステン



図 1 EOS レーザ溶融型金属 AM シリーズ概要。

レス, アルミニウム, チタニウム合金, ニッケル基合金, コバルトクロム合金の純正材料に対し, 高品質な造形が可能な造形パラメータセットを用意している。また EOS 社が提供している金属材料以外にも材料開発は可能ではあるが, 材料特性に合わせた造形パラメータを開発するためには金属材料と造形プロセスに関する深い知識と知見が必要となる。弊社の開発拠点である AM 研究所では, EOS 社の金属積層造形機を 7 台有しており, 新規材料開発や, 照射パラメータ開発を積極的に取り組んでおりその成果を上げている。本稿では航空宇宙, ガスタービン分野で使用されるニッケル超合金 IN718材の AM 実用化拡大に向けて課題となる金属粉末リサイクルに関する実験, およびガスタービン分野で使用される IN939の造形パラメータ最適化について述べる。

2. 粉末のリサイクル

粉末レーザー溶融型金属積層造形 (以下 SLM Selective laser melting) は一層毎に金属粉末を撒き, 形状断面部にレーザービームを照射して溶融・凝固させる。これを繰り返すことにより三次元形状を積層的に造形する (図 2)。溶融・凝固されなかった粉末は造形後に回収してリサイクル材として再利用するが, このリサイクル回数が増えることで, 粒度分布

* 株式会社 NTT データエンジニアリングシステムズ アディティブ・マニュファクチャリング事業部 開発部 技術開発課; 課長代理 (〒562-0035 箕面市船場東 2-6-58)
Technology Development to Expand Practical Usage of AM; Norio Higuchi (NTT DATA ENGINEERING SYSTEMS CORPORATION, Mino)

Keywords: additive manufacturing (AM), selective laser melting (SLM), stable quality, recycle alloy powder, In939, Ni based alloy, mechanical properties

2017年 7 月 20 日 受理 [doi:10.2320/materia.56.699]

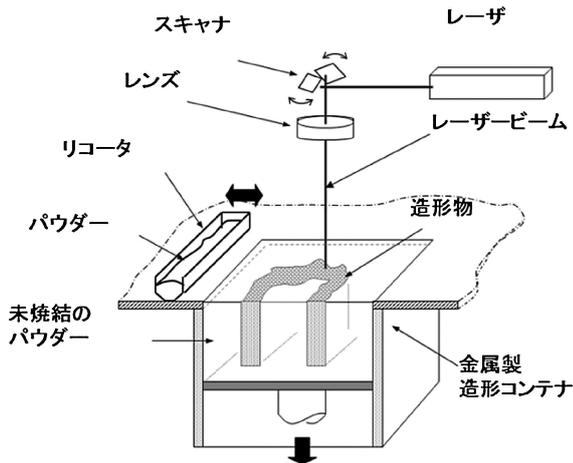


図2 レーザ溶融型 AM システム。

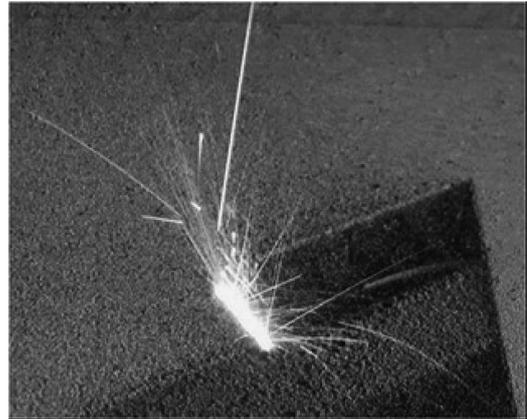


図3 造形中のスパッタ。

の変化，組成変化，流動性変化，不純物の混入等から造形物への悪影響が懸念される．常に新材での造形であれば，これらの懸念は不要であるが材料費用の負担が多く，部品コストが上がるため，粉末のリサイクルは必要不可欠である．しかしながら粉末のリサイクル回数に関する規定がなく報告も少ないため，粉末の管理は装置ユーザーに委ねられているのが現状である．そこで今回，金属粉末のリサイクル回数に最も影響が高いと考えられるスパッタに焦点を当て，リサイクル材と造形物の関係について実験を行なった．

(1) 実験方法

レーザーが粉末を溶融させるとき，主にメルトプールからの気泡放出等が要因でスパッタが発生する(図3)．発生したスパッタは，小粒子から $100\ \mu\text{m}$ 以上の大粒子となり多方向に飛散する．EOS 社の金属積層造形機で使用している粉末は， $63\ \mu\text{m}$ 以下である． $63\ \mu\text{m}$ 以上の粉末が存在すると極所部分での粉末充填密度が大きく異なり，レーザー出力が一定条件下では，溶解するためのレーザーエネルギーが均一に伝達できず，未溶融が生じてシーブアウトの欠陥となる．そのため造形後は目開きが $63\ \mu\text{m}$ の篩にかけ，大粒子のスパッタを分級する．分級された大粒子のスパッタは不純物やワークスペース内の酸素が影響して変色している．しかしながら，小粒子となったスパッタはふるいでは除去できず，リサイクル材の中に存在したまま再利用される．

材料は航空宇宙分野等で多く使用されている IN718材を実験対象の粉末とした．新材 $150\ \text{kg}$ で造形高さ約 $290\ \text{mm}$ ，照射体積 $1,090\ \text{cm}^3$ の造形物を造形し，造形後に回収した粉末を目開き $63\ \mu\text{m}$ の篩にかけ，ふるい落ちなかった大粒子のスパッタ(図4)を使用した．実験パターンは表1で示す6種類とし，リサイクル材はリサイクル回数15回のものとした．造形機は EOS M290とし，積層厚さ $40\ \mu\text{m}$ ，レーザー照射条件は EOS が提供する標準パラメータ，アルゴンガス雰囲気にて酸素濃度を 0.1% 以下とした．造形の基板となるベースプレートは装置に内蔵されているヒーターを用い

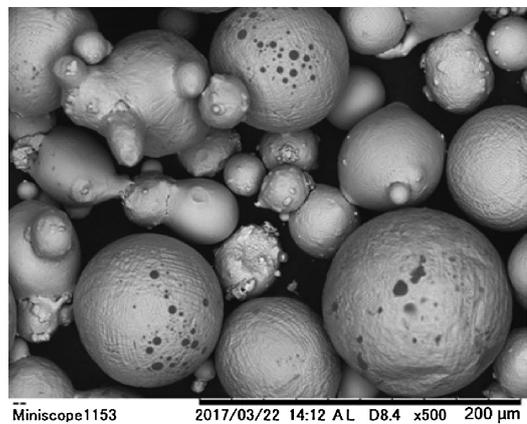


図4 スパッタ外観。

表1 各種 In718粉末。

No.	名称	概要
A	スパッタ100%	$63\ \mu\text{m}$ 以上の材料
B	スパッタ $150\ \mu\text{m}$	A を目開き $150\ \mu\text{m}$ の篩にかけた材料
C	スパッタ $100\ \mu\text{m}$	A を目開き $100\ \mu\text{m}$ の篩にかけた材料
D	スパッタ50%	C とリサイクル材を重量比 1 : 1 で混合した材料
E	スパッタ20%	C とリサイクル材を重量比 1 : 5 で混合した材料
F	リサイクル材	$63\ \mu\text{m}$ 以下の材料

て 80°C に予熱した．造形物の内部観察は積層方向に対して平行な断面を鏡面まで研磨し，光学顕微鏡にて充填面積率を測定した．粉末および造形物の成分分析については，C, O は赤外線吸収法，N は熱伝導度法，その他の主金属成分は ICP 発光分光分析法を用いて測定した．また，機械的性質は AS build で測定した．硬度測定は HB(ブリネル硬さ)で測定，引張試験は平行部直径 $3.0\ \text{mm}$ 平行部長さ $18\ \text{mm}$ のダンベル棒状試験片を積層方向と垂直に造形して N3 で測定した．

表2 各粉末組成.

(単位は mass%, O, N は ppm)

	Cr	Mo	Al	Ti	Nb	C	O	N
A	19.2	3.1	0.5	1.0	5.2	0.040	500	146
B			未測定			0.039	600	144
C			未測定			0.041	600	146
D			未測定			0.048	400	107
E			未測定			0.043	400	88
F	19.1	3.1	0.6	0.9	5.3	0.048	290	75
新材	19.1	3.1	0.5	1.0	5.5	0.046	150	33
規格値	17.0-21.0	2.8-3.3	0.20-0.80	0.65-1.15	4.75-5.5	<0.08		

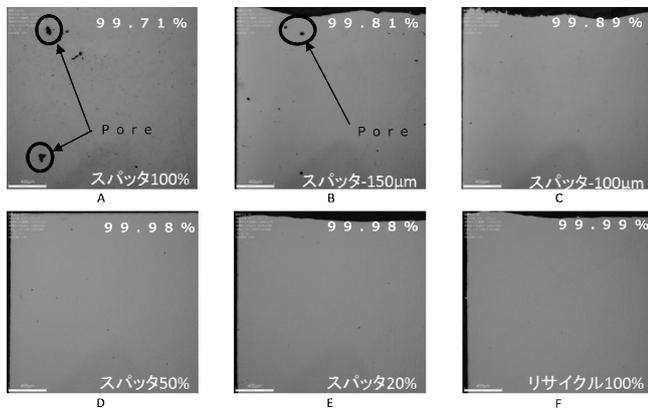


図5 光学顕微鏡観察写真および充填面積率.

(2) 結果と考察

表2は各粉末の組成分析を示す. 新材とスパッタ材を比較すると, 基本組成では Nb の量が減少しているが誤差範囲であり規格値内である. いずれにしても微量の変化と言える. また不純物となる C に関しては, それほど変化していないが, O および N の含有量が増加していることが分かった.

図5に研磨後, 光学顕微鏡で観察した写真および各試験片の充填面積率を示す. スパッタ材は, いずれの粒度でも充填面積率は低下する. これは, 粒子が大きいことでかさ密度が低くなり, レーザにて熔融された粉末は大きく沈み込み, 次層で通常より厚く撒かれる(図6a). これを繰り返すことで粉末層が厚くなり, 投入レーザーエネルギー密度が不足して製品内部に欠陥が生じる. 一方, リサイクル材にスパッタ材を混合することで, 充填面積率は99.9%以上の高密度を得ることができた. これはリサイクル材の小さい粒子が増加し, スパッタ材の粉末間に入り込むことで, かさ密度が高くなったと考えられる(図6b).

表3に硬度(HB), 引張強さ, 0.2%耐力, 伸びを測定した結果を示す. ただし, 引張試験ではスパッタ100%(A材)の造形は実施しなかった. 各粉末の引張強さは同等な値を示している一方, 硬度と0.2%耐力はスパッタ混合量の増加に伴って徐々に増加する傾向であった. 表4の造形物の酸素と窒

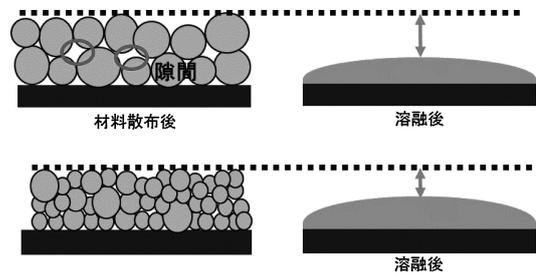


図6 粉末熔融時の模擬図.

表3 機械的特性結果.

No.		硬度 (HB)	引張り強さ (MPa)	0.2%耐力 (MPa)	伸び (%)
A	スパッタ100%	294	—	—	—
B	スパッタ 150 μm	286	984	695	22.6
C	スパッタ 100 μm	286	991	688	31.2
D	スパッタ50%	286	987	680	32.7
E	スパッタ20%	271	988	665	33.4
F	リサイクル材	271	987	651	34.4

表4 粉末および造形物成分(ppm).

No.		O	N
A	スパッタ100%	300	80
B	スパッタ 150 μm	400	95
C	スパッタ 100 μm	300	78
D	スパッタ50%	290	60
E	スパッタ20%	260	46
F	リサイクル材	240	38

素の濃度がスパッタ混合量に伴って上昇する結果と照らし合わせてみると, ごく少量の酸素と窒素が侵入型原子として金属結晶格子中に存在し金属結晶に歪みを与え, 弾性領域での強化に繋がった結果, 0.2%耐力が上昇したと考えられる.

またスパッタ混合量の増加に伴い、延性は僅かに低下するものの、依然として高い値を示している(スパッタ 150 μm 以外)。これは粉末表面に存在している酸素と窒素が造形過程で蒸発し、固溶化する量が僅かなため粒界に金属化合物として析出せず、高延性を示していると考えられる。一方、スパッタ 150 μm の伸びが著しく低下しているのは、かさ密度が低く、大きな欠陥(図 5B)が形成されたため、塑性変形過程で、き裂が発生し延性が損なわれたと考えられる。以上のことから、150 μm 以上のスパッタは、かさ密度の低下により、粗大欠陥を形成させるため、リサイクルすることは望ましくない。100 μm 以下のスパッタは、リサイクル材に存在しても機械的特性に悪影響を及ぼさない。従って粉末のリサイクルは EOS 標準のリサイクル方法である、目開き 63 μm の篩にかけることで、機械的特性を主軸にした品質は担保されているといえる。今回は Ni 基超合金におけるスパッタの影響を調べた結果であるが、不純物に敏感な Ti 合金でのスパッタ量は更にコントロールすることが望まれる。

3. IN939造形実験

IN939は、高温での高強度および耐食性に優れた Ni-Cr-Co 系の Ni 基超合金である。主な用途としては、ガスタービンの動翼/静翼ブレードやバーナーノズルのような高温環境下に使用されている。この耐熱性と耐食性が要求される合金の強化には γ' 相析出が利用され、強化元素として γ' の主要構成元素である Al や Ti が添加されている(表 5)。Ni 基超合金の中でも比較的低い γ' 含有率を有する IN718 の緻密体を製作することは比較的容易である。しかし IN939 は γ' 析出量が多いと予測される⁽²⁾。急速溶融急冷凝固プロセスである SLM では、造形中に微小な割れが造形物内部に生じると推測される。そこで今回、レーザ照射パラメータであるレーザ出力、走査速度、走査ピッチを調整して緻密体を製作し、その機械的性質を測定した。

(1) 実験方法

粉末は山陽特殊製鋼株式会社製を使用した。粒度は 63 μm 以下の材料を使用した。造形機は EOS M290 とし、レーザ照射条件はエネルギー密度 $E(\text{J}/\text{mm}^3)$ を基準に P を出力(W)、 v を走査速度(mm/s)、 s を走査ピッチ(mm)、 t を積層厚さ(mm)として、以下の式で計算される⁽³⁾。

$$E = \frac{P}{v \cdot s \cdot t}$$

表 5 Ni 基金属組成成分 (mass%)

	Ni	Cr	Co	Ti	W	Ta	Al	Nb	Fe	C
IN718	50.0-55.0	17.0-21.0	<0.1	0.65-1.15	(Mo 2.8-3.3)	(Cu <0.3)	0.20-0.80	4.75-5.5	Bal	<0.08
IN939	Bal	22.5	0.19	3.6	2.0	1.4	1.9	1.0	—	0.15

造形条件は 3 種類に限定し、そのエネルギー密度を表 6 に示す。造形中はアルゴンガス雰囲気にて酸素濃度を 0.1% 以下とした。造形の基板となるベースプレートは装置に内蔵されているヒーターを用いて 80°C に予熱した。造形物の内部観察は角 10 mm のブロックを積層方向に対して平行な断面を鏡面まで研磨し、光学顕微鏡にて充填面積率を測定した。また、機械的性質は As build で測定した。引張試験は平行部直径 3.0 mm 平行部長さ 18 mm の棒状試験片を積層方向と垂直に造形し、N3 で測定した。

(2) 結果と考察

図 7 は三種類の照射パラメータにて造形した造形物の内部観察および充填面積率である。A はクラックが多く発生しているため充填面積率も低い。それに対して B と C は多少の空隙が観察できるがクラックは発生しておらず、充填面積率も 99.95% 以上と高密度な緻密体を得ることができた。

図 8 は各造形体の引張強度、0.2% 耐力、伸びを測定し、比較した図である。A の引張強度、0.2% 耐力に関しては、三種類の照射パラメータの中で一番高い強度を示したが延性が低い。A の延性低下は図 7A で示している通り、クラックの大量形成による影響と考えられる。また、B と C に関しては、引張強度、0.2% 耐力、延性ともに、ほぼ同様の結果を得ることができた。従って強度と延性の両立を実現した造形パラメータ領域が存在することが明らかとなり、SLM での IN939 応用が可能であることが分かった。また緻密度の大小に関係なく、機械強度(0.2% 耐力および引張強さ)は照射パラメータにより、形成される金属組織の変化が関わって

表 6 造形条件とエネルギー密度。

No.	E (J/mm ³)
A	116.7
B	88.7
C	68.1

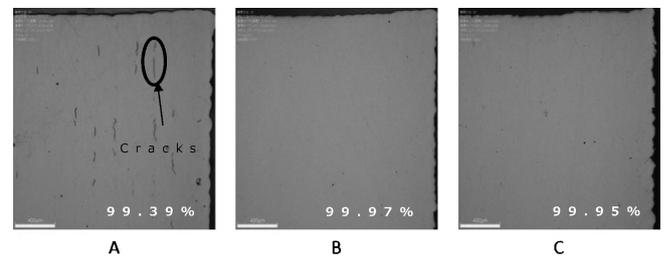


図 7 光学顕微鏡観察写真および充填面積率。

