

学位論文 博士（工学）

指向性エネルギー堆積法による
Inconel 718 の造形物における空孔に関する研究

2018 年度

慶應義塾大学大学院理工学研究科

栗谷龍彦

目次

第 1 章 緒論	1
1-1 序言.....	1
1-2 研究背景.....	2
1-2-1 AM 技術の変遷と概要.....	5
1-2-2 AM 技術の分類.....	6
1-2-3 指向性エネルギー堆積法 (DED) の研究開発動向.....	12
1-2-4 指向性エネルギー堆積法 (DED) の課題.....	13
1-3 本研究の目的.....	17
1-4 論文の構成.....	17
第 2 章 指向性エネルギー堆積法 (DED) の積層プロセスと積層造形物の特徴	19
2-1 序言.....	19
2-2 指向性エネルギー堆積法 (DED) の種類.....	19
2-2-1 同軸ノズル方式 (Coaxial nozzle).....	20
2-2-2 シングルノズル方式 (Single nozzle).....	20
2-2-3 リングレーザ方式 (Annular laser beam).....	21
2-2-4 アーク放電方式 (Arc discharge).....	22
2-3 指向性エネルギー堆積法 (DED) の積層プロセス.....	23
2-3-1 DED により作製した積層物の特徴.....	25
2-3-2 DED に用いられる金属粉末.....	29
2-4 DED の応用例.....	30
2-4-1 異種金属結合.....	30
2-4-2 コーティング.....	31
2-5 結言.....	32
第 3 章 加工装置と発生空孔の評価方法および積層プロセスの観察方法	33
3-1 序言.....	33
3-2 加工装置の構成と仕様.....	33
3-3 積層に用いた金属粉末.....	34
3-4 試料, および積層物断面観察方法と空孔評価の方法.....	36
3-4-1 試料の作製方法.....	36
3-4-2 積層物断面観察方法, および空孔率評価方法.....	38
3-4-3 試料の切断, および鏡面研磨.....	38
3-4-4 鏡面研磨方法およびスミアリング発生事例と注意点.....	40
3-4-5 発生空孔の観察と評価.....	41

3-5-1	試料作製方法.....	41
3-5-2	空孔ガス分析方法.....	42
3-6	積層プロセス観察に用いた高速度カメラと二色法による温度計測.....	43
3-6-1	高速度カメラと可視化用レーザー.....	43
3-6-2	二色法による温度計測.....	45
3-7	結言.....	48
第4章	積層条件と発生空孔の関係.....	49
4-1	序言.....	49
4-2	異なるレーザー出力における積層.....	49
4-2-1	実験条件.....	49
4-2-2	実験結果.....	49
4-3	入力エネルギー密度一定条件下における送り速度の影響.....	55
4-3-1	実験条件.....	55
4-3-2	実験結果.....	55
4-4	結言.....	58
第5章	発生空孔の分析と空孔発生メカニズムの考察.....	59
5-1	序言.....	59
5-2	空孔ガス分析.....	59
5-2-1	試料作製条件.....	59
5-2-2	空孔ガス分析の結果.....	59
5-3	高速度カメラによる積層プロセスの観察.....	60
5-3-1	メルトプールの観察結果.....	60
5-4	温度観察.....	63
5-4-1	低温, および高温側での温度観察.....	63
5-4-2	各積層条件における温度観察.....	63
5-4-3	各積層条件における空孔率と凝固時間の関係.....	65
5-5	空孔発生メカニズムに関する考察.....	69
5-6	結言.....	72
第6章	結論.....	74
6-1	積層条件と発生空孔の関係.....	74
6-2	発生空孔の分析と空孔発生メカニズムの考察.....	74
6-3	将来への展望.....	75
	謝辞.....	77
	参考文献.....	78
	関連論文.....	83

第1章 緒論

1-1 序言

従来、金属部品における製造技術とは除去加工が主であった。除去加工は引抜加工や圧延加工によって作製された無垢材、あるいは鋳物など型で作製された素材を旋盤やマシンングセンタなど工作機械によって削り取り最終形状を造り出す技術であり、航空宇宙・自動車・医療などありとあらゆる分野における部品製造に用いられてきた。しかしながら、グローバル化による市場競争の激化により企業は更なる製造コスト低減や付加価値提供が必要となり、新たな製造技術への興味が急速に高まっている。

こうした中、付加加工（Additive Manufacturing, 以下 AM）への注目が世界的に高まっている。AM とはいわゆる 3D プリンティング技術のことであり、3D-CAD データに基づきニアネットシェープの部品素材製造が可能な技術である。1981年に現在の AM 技術の基礎となる光造形装置の特許が名古屋市工業技術研究所の小玉氏により出願された後、今日のかたちで AM 装置が商品化されたのは 1988 年のことであるが、近年になり急速にその市場が拡大している^[1]。図 1-1 に世界における金属の AM 装置の販売台数推移を示す^[2]。販売台数は 2012 年以降急激に増加し、2017 年には前年の 2 倍ちかくにあたる 1769 台にまで増加している。市場拡大の背景は様々あり、2009 年に溶解積層法（Fused Deposition Modeling）の特許が、2014 年にはレーザ焼結法（Selective Laser Sintering）の特許がそれぞれ期限を迎え参入障壁が低下した^[3]。アメリカではオバマ大統領が 2012 年 7 月のものづくり復権宣言や 2013 年 2 月の一般教書演説において 3D プリンティング技術の可能性に言及したことや、NAMII（National Additive Manufacturing Innovation Institution）を 2012 年に 10 億ドル投資し設立したことも市場への強いメッセージとなった^[4]。

本章は、研究背景を通して金属の AM への期待が急速に高まっている航空宇宙産業の現状に触れ、AM の歴史や種類、研究対象である指向性エネルギー堆積法の課題について述べ、最後に本研究の目的を示し緒論とする。

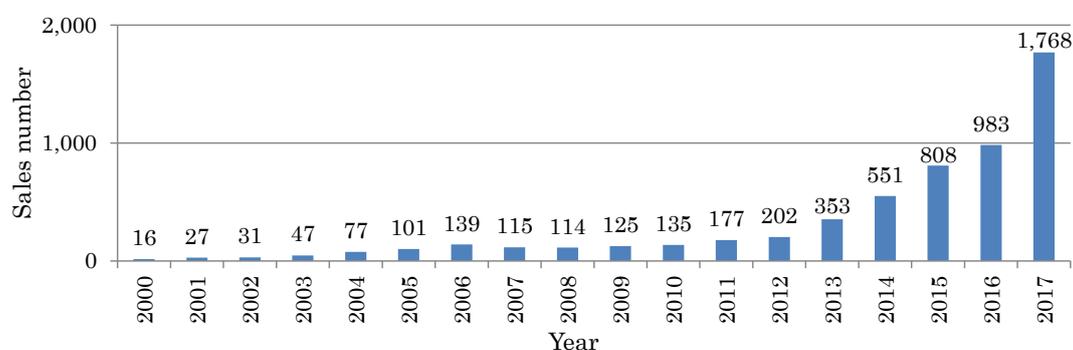


図 1-1 金属を用いる AM 装置の販売台数推移^[2]

1-2 研究背景

航空宇宙産業では、持続的に競争力を確保するために航空機・人工衛星・ロケットいずれの分野においても、製造リードタイム短縮や低コスト化が求められている。これら分野においては「少量多品種生産」「極限までの軽量化」「高い信頼性」が求められており、一般的な大量生産向け手法を用いるだけでは必ずしもこれら要求に応えることが困難であり、各国の航空宇宙メーカーにおいても、従来の製作手法の延長による低コスト化は限界に近づいている [5]。

航空宇宙産業に用いられる複雑形状部品は、複数の単純形状の部品から構成され、それぞれの部品はチタン合金、アルミニウム合金、ニッケル系合金など高付加価値材料を除去加工することで製造されることが多い。そのため、形状が制限されるほか、**図 1-2** に示すようなタービンブレードの製造工程においては、素材の 90%以上が切り屑になる場合も多く、材料の無駄が発生し、低コスト化の障壁となっている。従来の除去加工の代わりに、AMでのニアネットシェープ成型が実用化されれば、これらの問題を改善でき、複雑形状の一体形成やトポロジー最適化による軽量化につながる可能性もある [5, 6]。更に異種金属同士をAMにて結合することで新機能材料開発につながることも考えられる [7]。



(a) Before subtracting process (Material shape)



(b) After subtracting process

図 1-2 タービンブレードの除去加工例

航空宇宙産業の市場成長予測例として図 1-3 にジェット旅客機の運行機材構成予測を示す^[8]。人口増加や発展途上地域の成長に伴い運行機材の新規需要が高まることが予測されていることがわかる。特に、アジア／太平洋地域では 2036 年までの新規納入機予想が 12,887 台と大幅な新規需要が予測されている。また、LCC による価格競争もあり、更なるコスト競争の激化が予測されている。このような背景もあり、航空機産業ではコスト低減や部品付加価値増加の可能性のある金属の AM 技術への注目が高まっている。

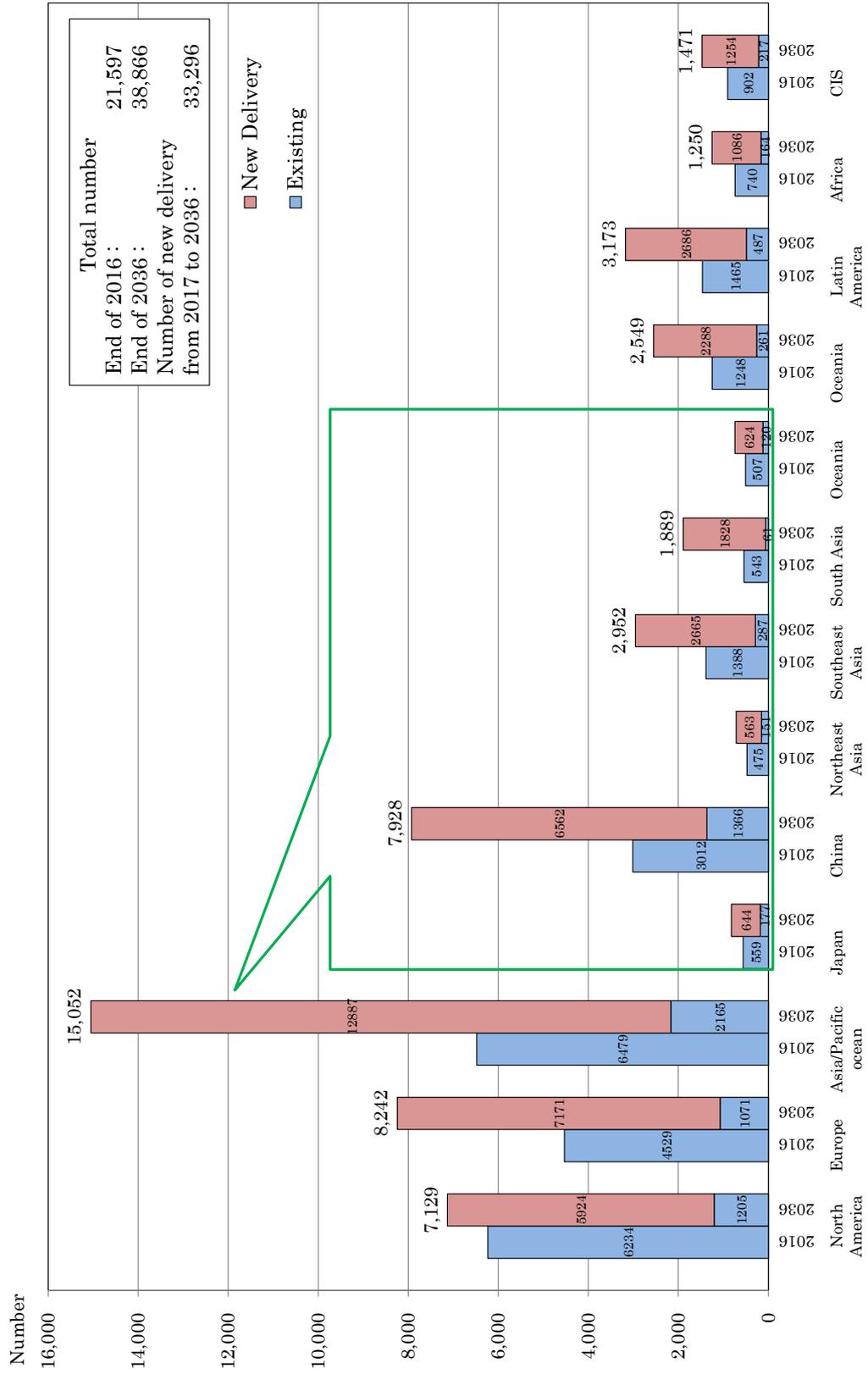


図 1-3 民間航空機に関する市場予測 [8]

1-2-1 AM 技術の変遷と概要

アメリカの 3D systems 社の設立者、Charles Hull 氏が AM 装置の先駆けといわれている。その Charles Hull 氏が光造形の特許申請を行う前、名古屋市工業技術研究所の小玉氏によりすでに光造形装置の特許が 1981 年に出願されていた^[9, 10]。また、同氏は同時期に論文発表も行った。これは光硬化性樹脂を紫外線で硬め 3D-CAD で設計したものを、そのままの形で造形する技術であり、小玉氏はその装置を XY+Z プロッタと呼んでいる^[11]。しかしながら、この特許について審査請求は行わず、結果として自由に使える技術となった。その後、3M 社の Alan J. Herbert も同様の技術の論文を発表している^[9, 12]。また、1984 年に大阪府立工業技術研究所の丸谷氏からも光硬化性樹脂を紫外線で固める技術について特許出願申請されており^[9, 13]、小玉氏、丸谷氏ら日本人技術者が世界に先駆け光造形技術に注目していたことは興味深い。

3D systems 社は 1986 年に設立された。企業における樹脂での試作品作製がその主な対象であった。同時期に日本でもシーメット社によって光造形装置の開発がなされた。また、アメリカの Stratasys 社によって樹脂ワイヤーによる溶融物堆積法が開発された。

金属の積層においてはアメリカのテキサス大学オースティン校の Beaman 教授を中心に選択的レーザー焼結 (Selective Laser Sintering, 以下 SLS) 法とよばれる積層造形技術が開発され、その後 1987 年に同大学のベンチャー事業により DTM 社が設立され SLS 法の装置開発がなされた。なお、SLS 法においては金属粉末に樹脂を添加、あるいはコーティングした粉末が用いられ、積層後に溶浸という工程が必要であった。1989 年にはドイツの EOS 社が設立され、同社の方式は DTM 社の SLS 法とは異なり金属粉末のみを直接積層造形する方法であった。2000 年代に入り、レーザーの高出力化や金属粉末製造技術の発展により装置の高性能化が進み、EOS 社はじめ、各社において 2008 年頃には樹脂を用いない金属積層造形が可能となった^[14]。

各国においても AM 技術開発が加速している。アメリカでは 2012 年にオバマ大統領が製造業復活の中心となる戦略として、10 億ドルを投じ国立積層造形イノベーションセンター (National Additive Manufacturing Innovation Institute, NAMII) を設立した。日本では、2014 年度に経済産業省「三次元造形技術を核としたものづくり革命プログラム」の国家プロジェクトが立ち上がった。これを実践する機関として技術研究組合次世代 3D 造形技術相当開発機構 (通称: TRAFAM) が設立され、参画企業とともに「高速化・高精度化・大型化・複層化」を目指しプロジェクトが進んでいる^[14]。ドイツでは Fraunhofer 研究所の IAPT (Institution for Additive Production Technology)^[15] が、イギリスでは MTC (Manufacturing Technology Centre)^[16] が研究機関として樹脂や金属の AM 技術の開発を推し進めている。

近年、樹脂、金属ともに多くの AM 装置が商品化されている。その中でも特に注目されたのが、2016 年に GE 社が航空機エンジン部品製造に AM 装置を用いたことである。従来 20 個の細かい金属部品で構成されていたものが、AM 装置によって 1 個で製作可能となっ

た^[17]。また、同時期に GE 社はスウェーデンのアーカム社、ドイツの SLM ソリューションズ社を買収すると発表し、GE 社の AM 技術活用の更なる加速が確認された^[18]。医療分野でも AM 装置の普及が進んでおり、たとえば CT スキャナや MRI によって得られたデータから患者の 3 次元の臓器モデルを製作し、手術前シミュレーションに役立てる動きもある^[3]。また、多孔質構造の純チタンを AM にて作製し、人工股関節に利用する事例もある^[19]。

1-2-2 AM 技術の分類

AM 技術はその進展において様々な種類、呼び名が出現したが、国際標準化・規格設定機関 ASTM によって 2009 年に AM 技術の分類が決定された。分類および特徴を表 1-1 に、概略図を図 1-4 から図 1-10 に示しそれら詳細を述べる^[1, 3, 19, 20]。

表 1-1 AM 技術の分類 (ASTM F2792) [1, 3, 19, 20]

Category	AM process	Main materials	Type of material	Joining method	Outline
Selective solidification	Vat Photopolymerization	Photopolymer resin	Liquid	Photopolymerization	Photopolymer resin in a vat is selectively solidified by photopolymerization reaction.
	Powder Bed Fusion	Thermoplastic resin, metal, ceramics	Powder	Welding	A powder bed is selectively sintered by thermal energy.
	Binder Jetting	Plaster, refractory materials, materials for models	Powder	Gluing	A liquid binder is selectively deposited onto powder materials to bond them together.
Selective material supply	Material Extrusion	Thermoplastic resin	Filament	Welding	Material is selectively extruded through a nozzle or an opening.
	Material Jetting	Wax, photopolymer resin	Solid or liquid	Welding, photopolymerization, gluing	Droplets of material are selectively deposited.
	Directed Energy Deposition	Metal	Powder or solid	Welding	Material is fused and solidified by means of focused thermal energy, and then deposited.
Sheet Lamination	Sheet Lamination	Resin, paper, metal	Sheet, tape	Gluing, welding	Sheet materials are joined together to form a 3D object.

(1) 液槽光重合 (Vat Photopolymerization)

液槽内の光硬化性樹脂を光重合反応で選択的に硬化させる AM 法である。最も早い時期に実用化され、その装置メーカーはアメリカの 3D systems 社や日本のシーメット社などである。代表例として本法に分類される光造形法の装置構成を図 1-4 に示す。積層物の元となる液体である光硬化性樹脂が容器に溜められ、紫外線レーザーがミラーを介し高精度に光硬化性樹脂表面に照射される。硬化した樹脂は昇降可能な造形台に積層され、その造形台が下降し、液体表面をリコータによってならされ、紫外線レーザーが再度照射され積層する。これらの繰り返しによって 3 次元造形が可能となる。なお、その特性から積層物へのサポートが必要な場合があり積層後にその除去が必要である。

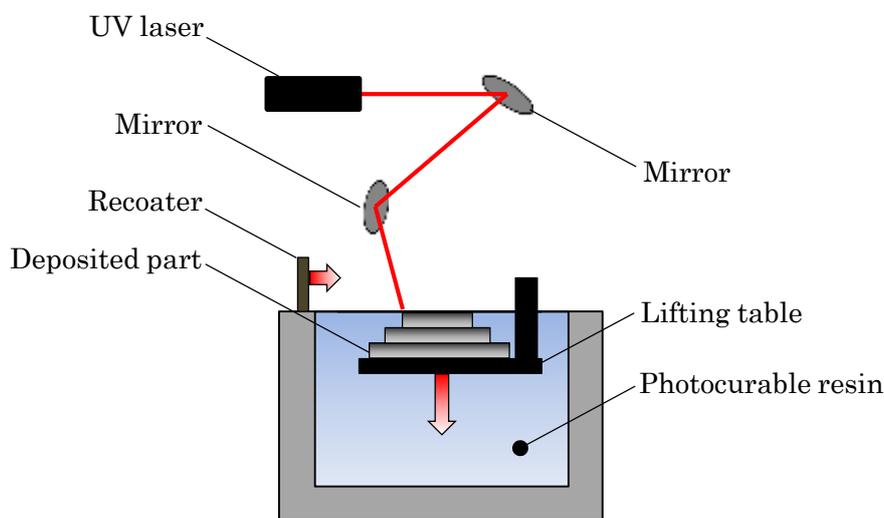


図 1-4 液槽光重合

(2) 粉末床溶融結合 (Powder Bed Fusion)

材料となる粉末を敷き詰めた領域に熱エネルギーを供給し、選択的に溶融・凝固させる AM 法である。図 1-5 に装置構成を示す。ピストン上部に粉末を溜め、ピストン上昇することでその上部に溜めていた粉末が押し上げられる。押し上げられた粉末をリコータによって造形床上部に供給し、ならすことで粉末床が形成される。その後、赤外線レーザーがミラーを介し、選択的高精度に粉末床に照射され、溶融・凝固を行うことで積層される。適応可能材料は多く、樹脂ではポリアミドやポリオレフィンなど、金属においてはチタン系合金、鉄系合金、ニッケル系合金、コバルトクロム系多元合金、セラミックではアルミナが用いられる。金属系においては、積層後に切削工具で除去加工し形状を整える装置もあり、その積層精度は比較的良好で、装置メーカーも多数ある。また、赤外線レーザーのほかに電子ビームを用いる方式もある^[21]。

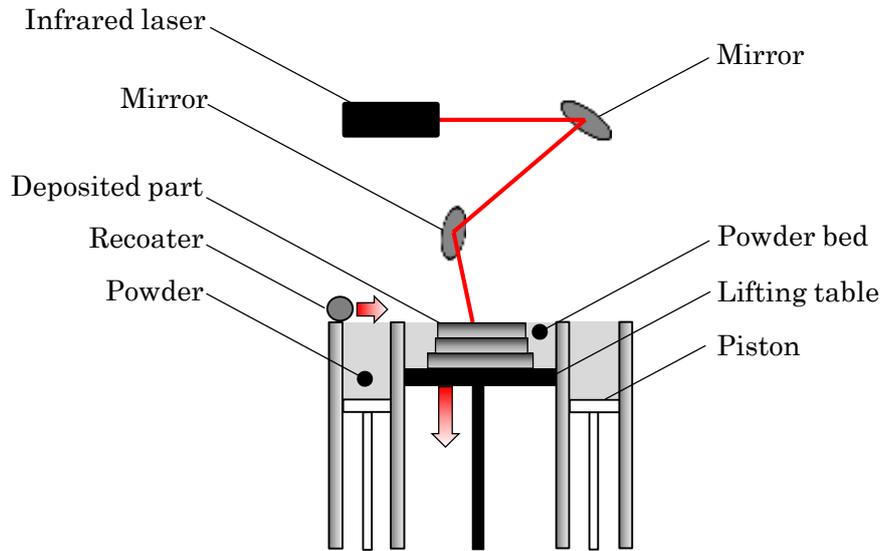


図 1-5 粉末床溶融結合

(3) 結合剤噴射 (Binder Jetting)

粉末を敷き詰めた粉末床にインクジェットヘッドから液状の結合剤を噴射して選択的に凝固させる AM 法である。図 1-6 に装置構成を示す。粉末には石膏を主材料とし、水を主成分とする結合剤を噴射し化学反応を利用して凝固させる場合や、粉末主材料にプラスチックを用い溶剤噴射によって溶解してその溶剤を蒸発させ凝固させるものもある。石膏を主材料とする場合において噴射された結合剤では強度が不十分なとき、後処理で樹脂を含浸し強度向上を図る場合もある。レーザを使用していないこともあり、比較的廉価に装置製造が可能となり、いわゆる 3D プリンタの代表格といえる。耐火砂を主材料として用い鋳造用の鋳型製造にも採用が進み、鋳物製造リードタイム短縮にも役立っている^[22]。

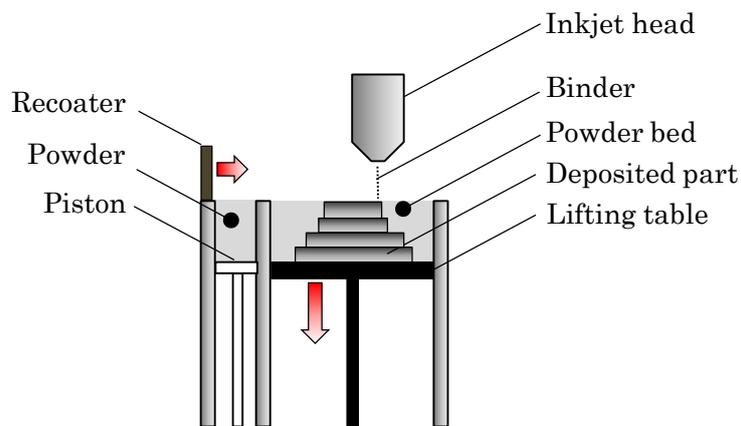


図 1-6 結合剤噴射

(4) 材料押出 (Material Extrusion)

液状あるいは粘性のある材料をノズルから押し出し、積層し凝固させる AM 法である。代表例として熔融物堆積法 (Fused Deposition Modeling) がある。熱可塑性樹脂をノズルヘッド部で熱し溶融する。それをノズルヘッドより造形台上へ押し出し、自然冷却することで凝固し積層を行う。図 1-7 に材料押出装置の構成を示す。構造上、レーザや粉末を使用していないことから比較的低価格での装置製造が可能であり、教育現場や 3D データの現物形状確認に用いられることも多い。また、射出成型等既存の加工方法と互換性のある材料を用いることができる場合もある。ただし、オーバハング形状の場合などサポートが必要となり、積層後にその除去が必要となる場合がある。溶融において熱を用いるのではなく、薬剤による化学変化を用いるものも一部提案されている。

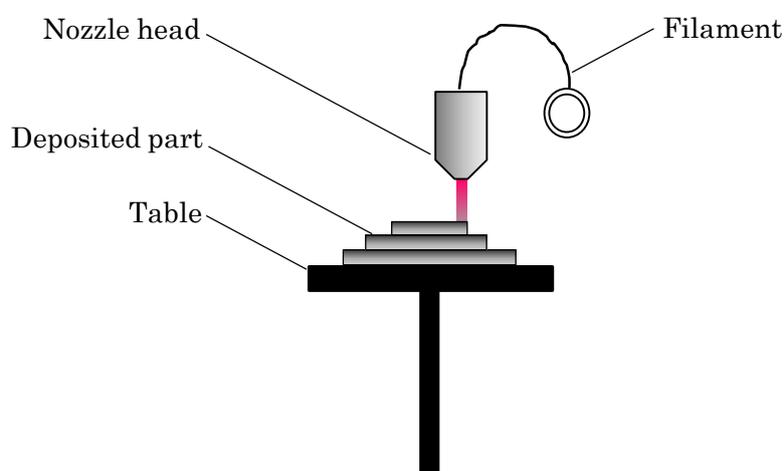


図 1-7 材料押出

(5) 材料噴射 (Material Jetting)

液状の材料を噴射し、選択的に堆積し凝固させる AM 法である。図 1-8 に装置構成を示す。多くの場合、インクジェットヘッドを介し材料噴射され、冷却によって凝固する方式や、材料に光硬化性樹脂を用い、噴射後に光を照射して硬化させる方式がある。材料押出と同様にオーバハング形状の造形においてはサポートが必要となる。本法もレーザが不要で比較的 low 価格での装置製造が可能であり、3D プリンタとして広く普及している。意匠確認のための模型作製や、精密鋳造用の消失模型の作製にも用いられている。

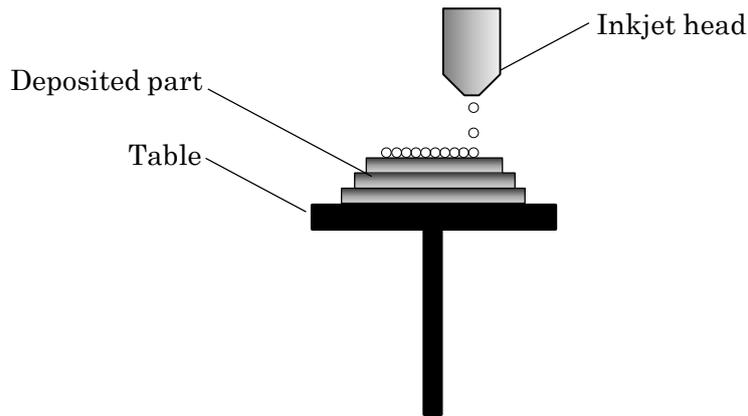


図 1-8 材料噴射

(6) 指向性エネルギー堆積 (Directed Energy Deposition)

供給した材料粉末を各種ビーム等の熱エネルギーによって、熔融・凝固させることで積層を行う AM 法である。図 1-9 に装置構成を示す。熱エネルギー源にはレーザーや電子ビーム、プラズマなどがあり、材料粉末には金属が用いられる。ベースプレートとよばれる金属の下地、あるいは既に作製された積層物に熱エネルギーを供給し、熔融池（メルトプール）をつくる。そこに不活性ガスであるキャリアガスによって材料粉末が供給され、粉末が熔融し凝固することで積層物をつくる。除去加工型工作機械への搭載が可能であり、積層後に除去加工し部品作製するハイブリッドタイプとよばれる装置も実用化が進んでいる。また、工作機械への搭載が可能ということもあり、他の AM 法に対し、比較的大きな積層物を作製可能であるという特徴もある。

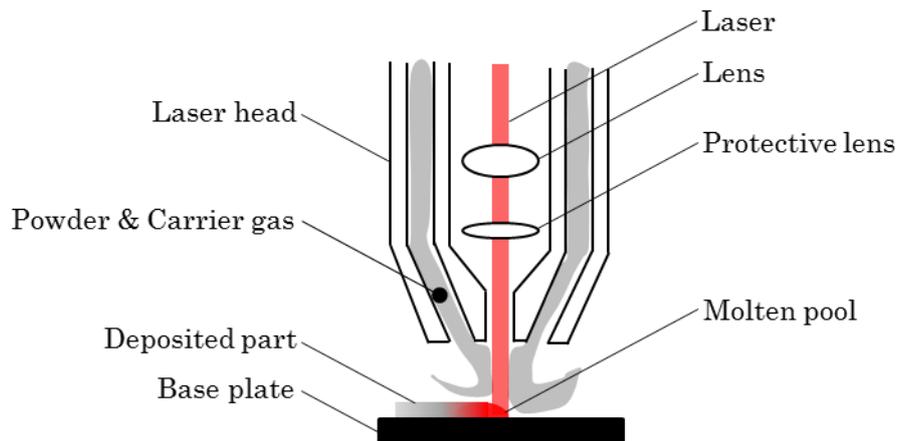


図 1-9 指向性エネルギー堆積

(7) シート積層 (Sheet Lamination)

シート状の材料のうち不要な部分を除去し積層する AM 法である。図 1-10 に構造図を示す。シートフィーダによって供給されたシートをせん断加工やレーザ加工などによって断面形状を実体化し、それを接着や溶接によって接合することで 3 次元形状を得る。シートには紙や樹脂フィルム、アルミリボンなどが用いられる。

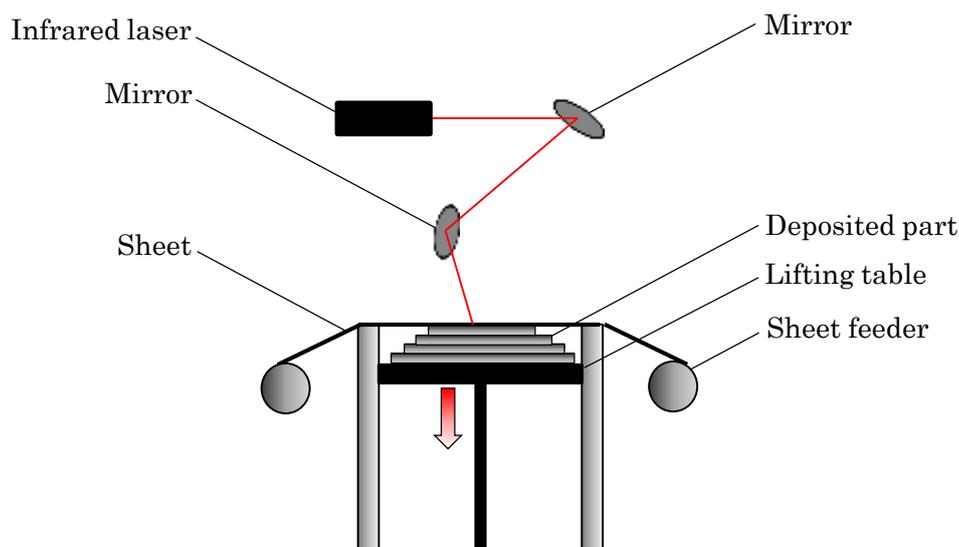


図 1-10 シート積層

1-2-3 指向性エネルギー堆積法 (DED) の研究開発動向

海外において、ドイツでは Fraunhofer 研究所によってレーザ金属堆積 (Laser Metal Deposition, 以下 LMD) の開発がなされている。Fraunhofer 研究所での呼び名は LMD となっているが、指向性エネルギー堆積法 (Directed Energy Deposition, 以下 DED) のことを示している。2000 年以降、Fraunhofer 研究所にて研究が進められ^[14]、最近では 2015 年に C. Zhong らによって Inconel 718 金属積層における空孔評価が報告された。単層積層における積層断面の空孔評価を行い、金属粉末の乾燥、球形状に近いサテライトの少ない金属粉末の使用、レーザの高出力化、といったことが空孔減少につながることを示された^[23]。一方、アメリカでは DED においてシミュレーションを用いた積層プロセスの解明が行われ、A. Raghavan らや、J. C. Heigel らはレーザノズル直下に形成されるメルトプール中において、マランゴニカや粉末の侵入、ガスの吹付けによって対流が生じる可能性があることを示している^[24, 25]。他にも活発に研究がなされているが、積層物の分析評価、積層プロセスのシミュレーションによる評価が主であり、積層プロセスを直接的に観察した研究例は少ない。

国内においても 2017 年度精密工学会春季大会以降 DED の研究成果が多く報告されている。丸橋らは放射温度計を用いた温度観察の報告を行った^[26]。小池らは SUS 316L と

Inconel 625 の DED による異種結合時の引張強さ評価や^[7]、三次元熱伝導シミュレーションに基づくレーザ出力生成^[27]、そして内部空孔と造形物強度の相関関係^[28]の研究を報告し、DED の研究が日本国内においても活発化しつつあることが見受けられた。また、NEDO（国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構）においては大阪大学接合科学研究所や日本原子力研究開発機構とともに DED を用いたレーザコーティング技術の研究開発が進められている。実用例としてヤマザキマザック社の工作機械に搭載され、2016 年 11 月に発表された。

2018 年に東京で開催された CIRP（国際生産工学アカデミー）においても DED の研究成果が報告されている。Kono らは SUS 316L の DED における衝撃や引張強さの評価を報告した^[29]。Koike らは Inconel 625 の DED における再溶融による空孔率の減少を報告した^[30]。また、E. Govekar らはリング形状を有するレーザを用いた DED 積層について報告し、従来の DED に用いるトップハット型やガウシアン型レーザとの積層形状の違いなどを示した^[31]。

1-2-4 指向性エネルギー堆積法（DED）の課題

航空宇宙産業より DED は注目されているが課題も多い。以下、これら課題について説明する。

(1) 内部欠陥（空孔）の発生

図 1-11 に示すように空孔（Void）とよばれる内部欠陥が積層物内部に発生することがある。その大きさは数 μm から場合によっては数十 μm の大きさにまでなる。これら空孔が積層物内部に存在すると、引張や圧縮時に応力集中が発生し、破断につながるものが先行研究より示されている^[28]。DED によって作製された部品内部に予期せぬ空孔が発生すれば機械的強度低下によって製品に致命傷を与えかねない。よって、その発生メカニズム解明および抑制が DED における最重要課題である。

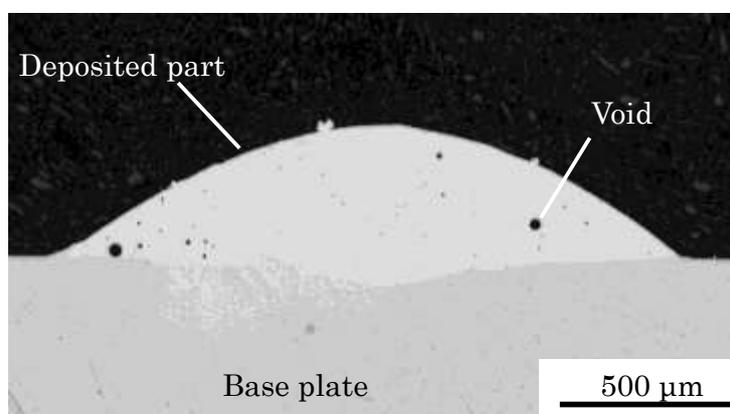


図 1-11 光学顕微鏡（正立金属顕微鏡）による積層断面の空孔観察

(2) 残留応力の発生

DEDによる金属積層はレーザ加熱、冷却の繰り返しプロセスである。レーザ加熱によって金属溶融積層し積層物が冷却され熱収縮することで残留応力が発生し、場合によっては熱応力によりクラックが発生する。図 1-12 に残留応力発生プロセスイメージと図 1-13 にクラック発生事例を示す。

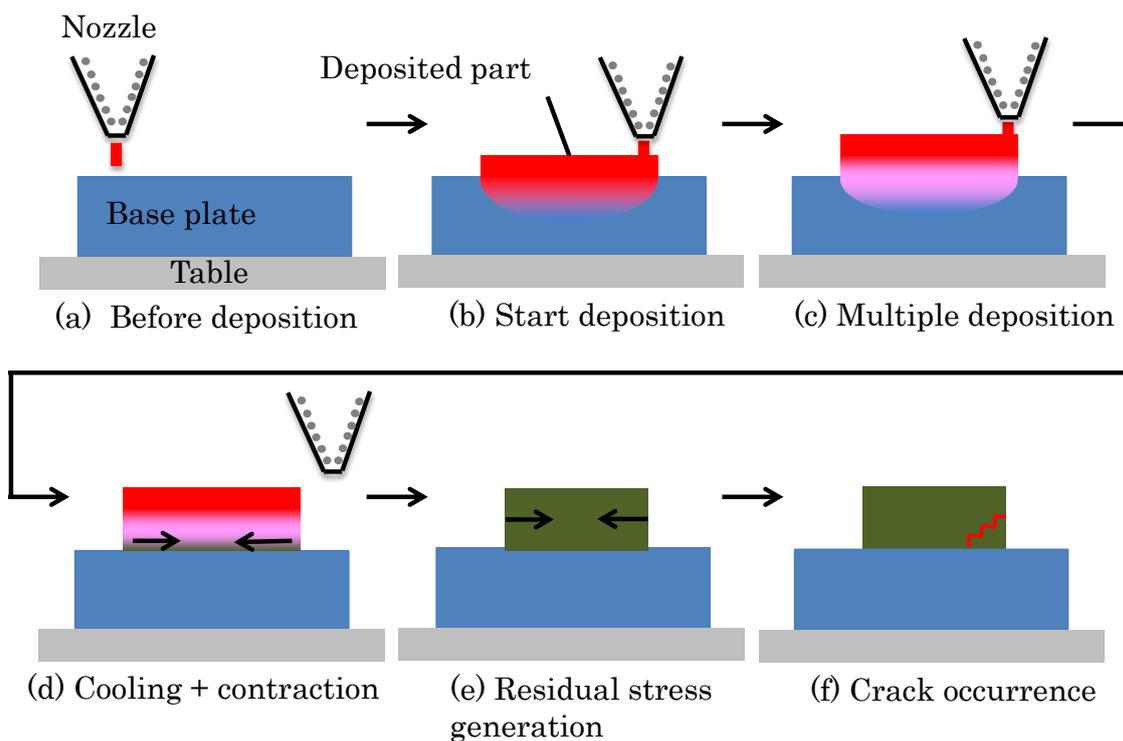


図 1-12 残留応力発生プロセスのイメージ

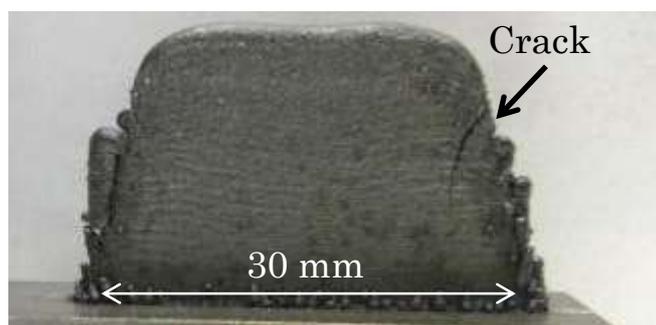


図 1-13 実際に生じた薄壁積層のクラック

(3) 造形スピード

造形スピードは $5\sim 200\text{ cm}^3/\text{h}$ といわれている^[32]。たとえば、**図 1-14** の直径 200 mm 、高さ 80 mm のサンプルワークを積層するのに 6 時間を要し、その高速化が求められている。なお、技術研究組合次世代 3D 造形技術相当開発機構 (TRAFAM) においては、DED の積層スピードの目標を $500\text{ cm}^3/\text{h}$ と定めており、製造装置メーカー各社はレーザ出力を高めるなど造形スピード向上に取り組んでいる。



図 1-14 サンプルワーク (ケース)

(4) 積層効率

積層プロセスにおいてすべての粉末が積層に使われるわけではなく、供給された粉末の約 60% が積層され、残り約 40% は積層に使われず積層部周囲に飛散するといわれている。最近ではノズルの改良が進み 85% 程度まで向上されているものの、供給粉末を 100% 積層できるようにすることが望ましい。

(5) 適応材料

表 1-2 に DED における適応材料を示す。耐熱性が高くジェットエンジンなどに用いられる Inconel 718, 625 といったニッケル合金、軽量高強度のチタン合金、金型に用いられる SKD61 など、適応材料は拡大しつつある。しかし、航空機ボディなどに用いられるアルミ合金は粉塵爆発の危険性もあり DED 適応できておらず、その対応が望まれている。なお、航空宇宙産業からは素材単価の高いニッケル合金での DED 積層への期待が特に強く、もし DED によるニアネットシェープ成型が実用化されれば大幅な製造コスト低減につながる可能性がある。

表 1-2 DED における適応材料

Material	Type	Characteristics	General applications	AM applications
Nickel alloy	Inconel 718	<ul style="list-style-type: none"> - Excellent high-temperature strength (up to 700°C) - Good oxidation resistance 	Gas turbine, jet engine, nuclear reactor, etc.	Turbine blade
	Inconel 625	<ul style="list-style-type: none"> - Excellent resistance to corrosive media - Good thermal stability even at 650 to 900°C 	Production equipment for superphosphoric acid, nuclear waste reprocessing facilities, jet engine parts, etc.	Jet engine parts
Titanium alloy	Ti-6Al-4V	<ul style="list-style-type: none"> - Lightweight and high strength 	Aircraft parts, watches, etc.	Aircraft parts
	Austenitic stainless steel SUS316L	<ul style="list-style-type: none"> - Higher seawater resistance than SUS304 	Machine parts requiring rust-proofing	Prototype parts
Martensitic stainless steel	SUS420	<ul style="list-style-type: none"> - High hardness by quenching - Good corrosion resistance 	Cutting tools, nozzles, dies & molds	Dies & molds
	Precipitation hardening stainless steel SUS630	<ul style="list-style-type: none"> - Precipitation hardening properties 	Shafts, dies & molds	Dies & molds
High-speed tool steel	SKH	<ul style="list-style-type: none"> - High hardness steel developed for subtractive manufacturing. - Hardness is decreased when temperature exceeds 600°C. 	Tools for subtractive manufacturing, dies & molds	Repair of dies & molds
		<ul style="list-style-type: none"> - High hardness - Low hardness reduction even at high temperatures 	Tools for subtractive manufacturing, cutters	Hardening of part surfaces
Super-hard material	Tungsten, Carbide	<ul style="list-style-type: none"> - Excellent balance between high-temperature strength and toughness - Good machinability, less distortion caused by heat treatment 	Aluminum/zinc die-casting molds & dies	Repair of dies & molds
Hot work tool steel	SKD 61			

1-3 本研究の目的

金属の AM 技術への注目が世界的に高まっている。その中で、特に DED は比較的大きな積層物を作製可能ということもあり航空宇宙産業からの期待が強い。しかし多くの課題が残されており、その中でも積層物内部に発生する空孔は機械的強度低下につながるため、これを抑制すること、また空孔発生メカニズムを明らかにすることは DED における最重要課題の一つといえる。

なお、国内外の DED の研究において空孔発生の研究がなされているが、単層積層における空孔評価が多く、3次元形状作製に必要な複数積層における空孔評価の研究は未だ少ない。また、積層後に造形物内に生じた空孔の評価、あるいは積層プロセスのシミュレーションによる間接的評価が多く、積層プロセスを直接観察して空孔発生メカニズムを解明しようとするアプローチはあまり見られない。

そこで、本研究では航空宇宙産業で多く用いられるニッケル合金 Inconel 718 を対象とし、単層だけでなく実製品の積層に必要とされる薄壁積層を行い、造形物内の発生空孔を評価する。また、空孔発生要因を明らかにするために、空孔ガス成分の分析を行う。次に積層プロセスを直接観察するために高速度カメラによる撮影を行うとともに、二色法による温度観察を実施し、積層における熔融から凝固までの時間を算出し空孔との関連性を調べる。得られた結果から空孔発生メカニズムを推察するとともに、発生空孔の抑制を図ることを目的とした。

1-4 論文の構成

第 1 章では緒論を述べた。第 2 章では、研究対象である指向性エネルギー堆積法 (DED) において実用で用いられる DED の各方式と積層プロセスを述べる。また、DED によって作製された積層物の成分や結晶構造、引張強さの評価結果や発生空孔の特徴を述べ、用いる金属粉末の製造方法や形状についても説明する。そして DED の応用例やその他の DED 方式について概説する。

第 3 章では積層に用いた加工装置の構成と仕様を述べるとともに、空孔評価のための試料作製方法、および用いた実験装置を示す。試料作製における注意点としてスミアリング現象の説明も行ない、空孔率の算出方法を述べる。また、発生空孔の要因を調べるために行った空孔ガス分析の方法についても述べる。そして積層プロセス観察にもちいた高速度カメラ、および温度観察に用いた二色法による温度計測を説明する。

第 4 章では空孔発生を抑制可能な積層条件を明らかにするために、異なるレーザ出力で積層した造形物における発生空孔の評価を行う。また、実用での積層において複雑形状を造形する場合、送り速度の変化が生じることがある。そのため、送り速度が変化したとしても空孔を抑制する必要がある。そこで異なるレーザ出力での積層において最も空孔率が低かった条件から入力エネルギー密度を算出し、そのエネルギー密度を保ちながら送り速度を変化させ積層造形を行い、発生空孔を評価する。また、各条件における造形物形状を比較

する。

第 5 章では空孔発生要因を明らかにすることを目的として、空孔内に含まれるガス成分の分析を行なうとともに積層プロセスの詳細な理解のために高速度カメラを用いた観察を実施する。また、二色法を用い積層時のメルトプール周辺の温度計測を行うとともに、積層物の熔融から凝固までの時間を算出し、空孔率との関連を調べる。得られた結果を総合的に捉え、空孔発生メカニズムを推察する。最後に第 6 章にて結論を述べる。

第2章 指向性エネルギー堆積法 (DED) の積層プロセスと積層造形物の特徴

2-1 序言

本章では実用において用いられる DED の各方式および積層プロセスについて述べる。また、DED によって作製された積層物の特徴について説明する。特に、積層物の成分や結晶構造、引張強さの評価結果や発生空孔の特徴を示す。更に、用いる金属粉末の製造方法や形状についても触れる。最後に、最近の DED の応用例、その他の DED 方式について概説する。

2-2 指向性エネルギー堆積法 (DED) の種類

1 章にて述べたように、DED とは供給した材料粉末を各種ビーム等の熱エネルギーによって、熔融・凝固させることで積層する方式である。現在、DED において主に 4 つの方式が存在する。表 2-1 にその特徴をまとめ、以降その詳細を説明する。なお、表中の積層効率とは供給された金属粉末重量に対する実際の積層物重量の割合であり、高ければ高いほど粉末が効率よく積層に使われたことを示す。積層効率の計算式を式 2.1 に示す。

$$E_p = 100 \times \frac{m_p}{m_s} \quad (2.1)$$

E_p : 積層効率 %, m_p : 積層物重量 g, m_s : 供給された金属粉末重量 g

表 2-1 DED の種類と特徴^[31, 33, 34, 35]

Nozzle type	Nozzle direction	Scanning direction	Deposition efficiency	Remarks
Coaxial nozzle	Downward	All directions	60 - 80 %	Most frequently used.
Single nozzle	Downward & Tiltable	One way	ND	By pivotable powder supply nozzle, deposition of all directions is possible.
Annular laser beam	Downward	All directions	80 % or more	Latest mechanism of powder type DED.
Arc discharge	Downward	All directions	ND	No dust explosion

2-2-1 同軸ノズル方式 (Coaxial nozzle)

レーザノズル中心よりレーザを照射し、ベースプレートやその前に作製した積層物を溶融しメルトプールをつくる。その外周から不活性ガスであるキャリアガスを用いて金属粉末をメルトプールめがけて供給し、金属粉末を溶融し自然冷却によって凝固させることで積層を行う。図 2-1 に構成を示す。粉末供給経路はレーザノズルに組み込まれる場合が多く、ノズル構造は複雑であり、そのサイズは比較的大きくなる。ただし、前後左右どちらへも走査することが可能であり、多くの DED 装置に用いられている。積層効率は 60 - 80 %程度であり更に向上させることが望まれる。なお、後述するが本研究では本方式を用いた。

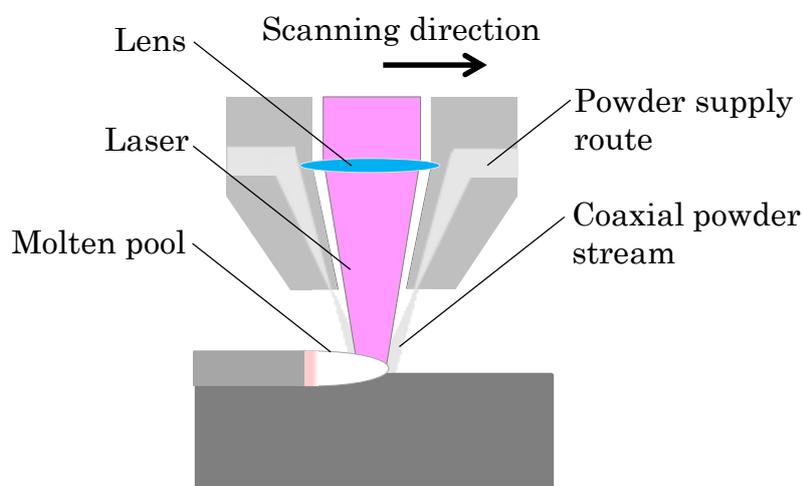


図 2-1 同軸ノズル方式

2-2-2 シングルノズル方式 (Single nozzle)

金属粉末供給ノズルがレーザノズルとは別に設けられている。粉末供給ノズルはレーザノズル進行方向に設置され、粉末供給ノズルよりでた粉末が、メルトプールに投入され溶融・凝固することで積層を行う。レーザノズルを簡素且つ小型に構成できるため、周囲との干渉が少ないことが最大の特徴である。図 2-2 に構成を示す。ただし、図において左方向への積層が出来ず、3D 形状の積層において不利である。この欠点を補うために最近では図 2-3 に示すようにレーザノズルを中心に粉末供給ノズルが旋回し、どの方向へも積層できるようになりつつある^[33]。

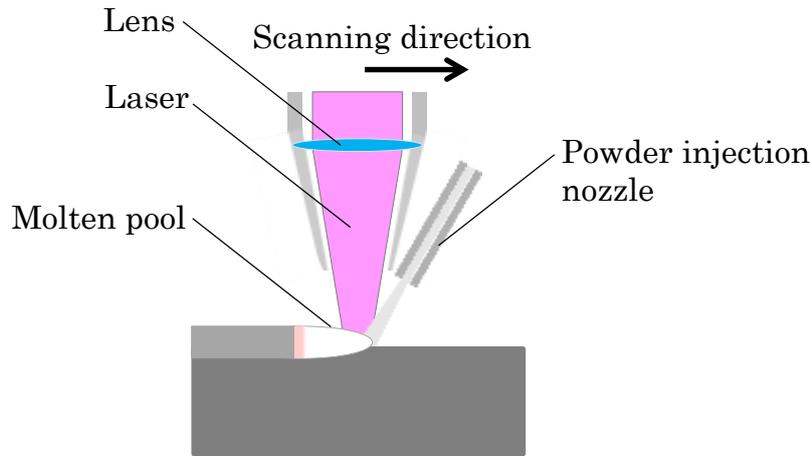


図 2-2 シングルノズル方式

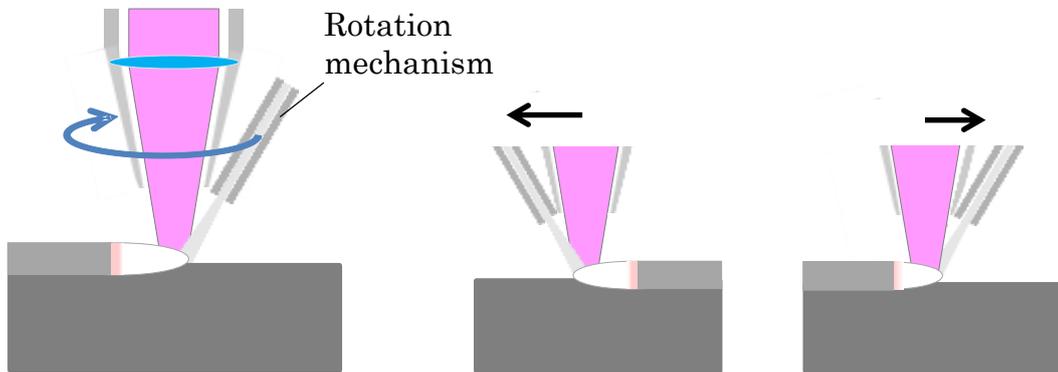


図 2-3 回転機能を有する粉末供給ノズル付きシングルノズル

2-2-3 リングレーザ方式 (Annular laser beam)

メルトプールの温度を均一に、そして積層効率を高める目的で考案された方式である。リング形状で照射可能なレーザを用い、その内側に粉末供給し、熔融・凝固することで積層する。外周にはシールドガス用ノズルが設けられている。リング形状レーザ内に粉末供給するため、周辺への粉末飛散が少なく積層効率は高く 80%を超えるといわれている。表 2-1 に示すように同軸ノズル方式が 60 - 80 % であることから、その効率の高さがうかがえる。なお、最近開発された方式であり、実用はこれからである。図 2-4 に構成を示す^[31]。

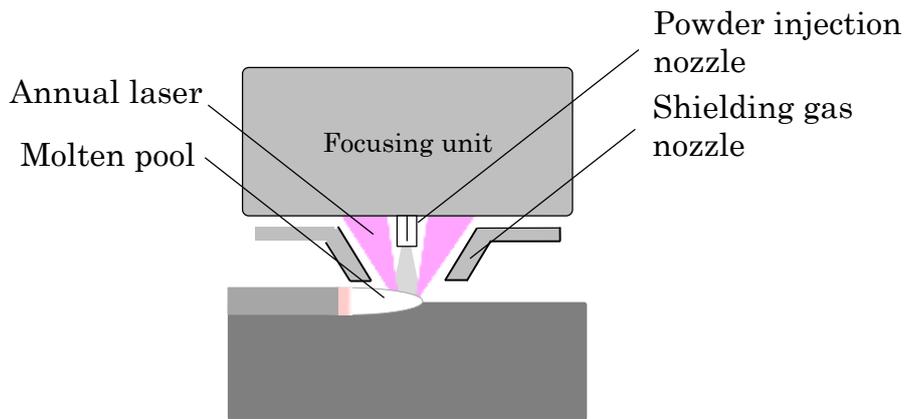


図 2-4 リングレーザー方式

2-2-4 アーク放電方式 (Arc discharge)

今までは粉末をレーザーで溶融する方式を説明したが、最近ではアーク放電方式の事例が報告されている^[34, 35]。図 2-5 にアーク放電を用いた DED の積層原理を示す。溶接トーチ内より溶接ワイヤが供給される。トーチ内のコンタクトチップを介して、溶接ワイヤと基板の間に電圧が与えられる。供給装置から連続して送られる溶接ワイヤは基板との間に発生するアーク熱とジュール発熱によって溶融する。溶融した金属はメルトプールに落下し数秒後には凝固し積層される。アーク溶接が基本構造であるため、レーザーや電子ビームを用いた装置と比べ装置が低コストである。また、アーク溶接が可能な金属すべて AM 積層できるため適用金属の種類は多い。また、粉塵爆発の心配が無いためアルミニウム合金やマグネシウム合金の積層も可能である。

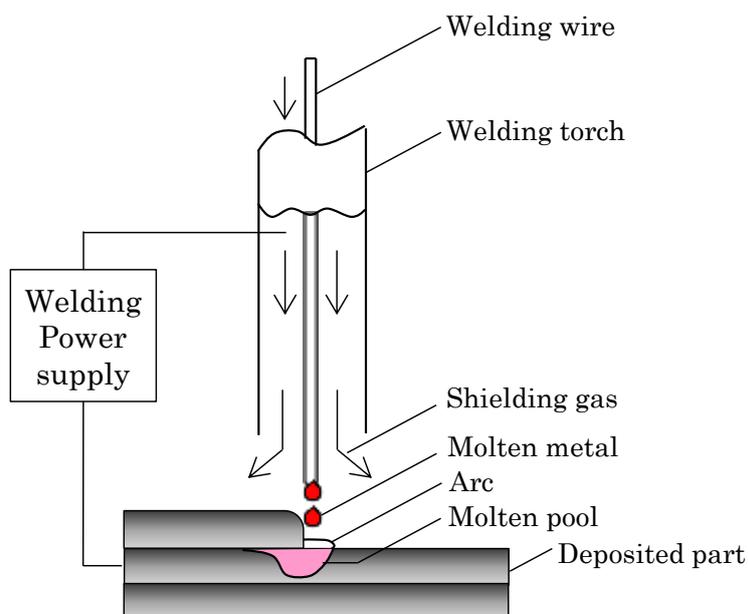


図 2-5 アーク放電方式

2-3 指向性エネルギー堆積法 (DED) の積層プロセス

ここでは、本研究で用いた同軸レーザ方式でのレーザの種類と特徴、およびメルトプール内での積層プロセスを概説する。

レーザのビームシェープ (ビームの強度分布) にはトップハット形, ガウシアン形といったものがあるが, DED においては, トップハット形のほうが実用例が多いといわれている。理由はメルトプールをできるだけ大きくし, 積層幅を広げたいためである。図 2-6 にトップハット形, ガウシアン形それぞれのパワー密度分布の概略を示す^[36]。これをみてわかるように, トップハット形ではレーザ中央部が比較的平らであり, レーザ照射時にスポット径を大きくできることがわかる。

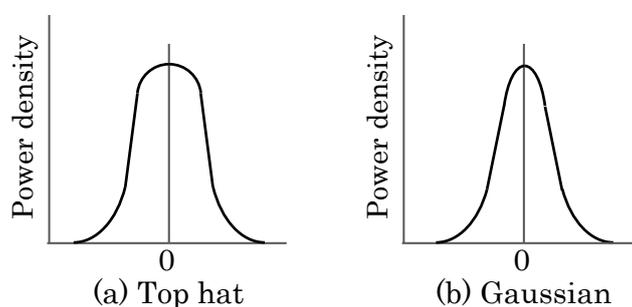


図 2-6 パワー密度分布概略

レーザの特徴を示す指標のひとつとしてパワー密度がある^[37, 38]。これは単位面積 cm^2 あたりの光の強度 W を示している。パワー密度の計算式を式 2.2 に示す。なお, 切断や穴あけ, 溶接に用いられるレーザではそのパワー密度は 1 MW/cm^2 を超えるといわれ^[39], 場合によっては母材を貫通させ穴があくキーホールという現象がおこる。

$$P_d = \frac{W}{A_l} \quad (2.2)$$

P_d : パワー密度 W/cm^2 , W : 光の強度 W , A_l : レーザ照射面積 cm^2

DED に用いるレーザは最大でも 5 kW 程度であり, トップハット形であることから, そのパワー密度は比較的低い。たとえばパワー 5 kW , スポット径 3 mm ならば, そのパワー密度は 70 kW/cm^2 となり, 上述の切断や穴あけ, 溶接に用いられるレーザのパワー密度 1 MW/cm^2 より大幅に小さい。そのため, レーザ照射による溶け込みは比較的浅く, DED に多く用いられる 10 mm 厚み程度の炭素鋼のベースプレートを貫通するほどではない。図 2-7 にパワー密度違いによるレーザ照射の違いを示す。また, 図 2-8 に本研究における実際の DED 積層断面を示す。このときレーザは波長 980 nm , 出力は 2000 W , ベースプレートは

炭素鋼だが、溶け込み深さは 0.4 mm 程度と浅いことがわかる。

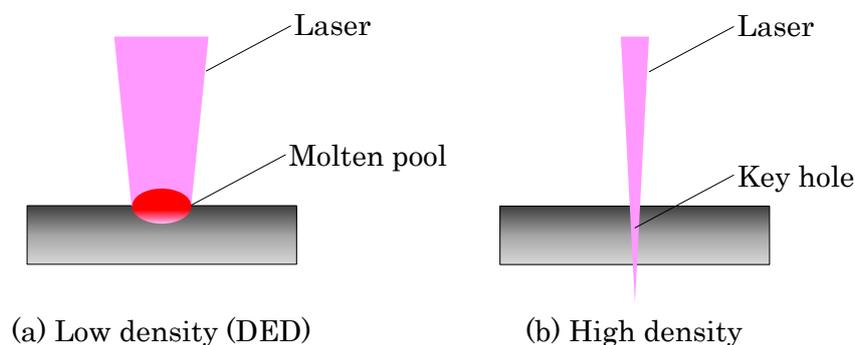


図 2-7 パワー密度違いによるレーザ照射の違い

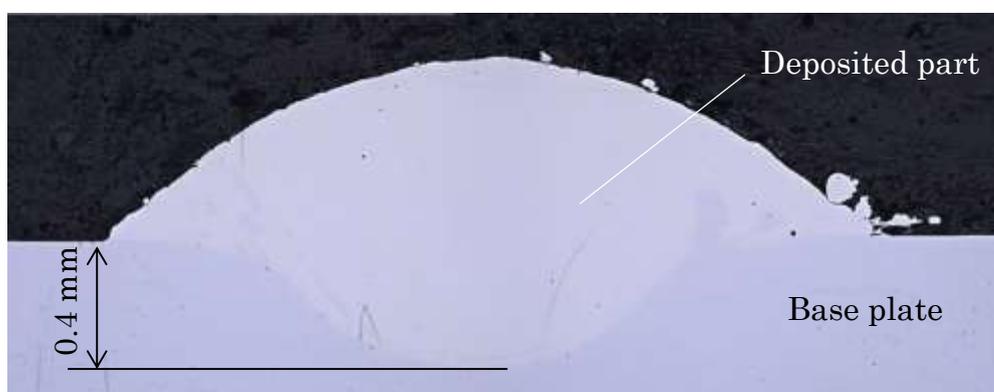


図 2-8 実際の DED 積層におけるレーザの溶け込み

キーホールが生じるほどのパワー密度 20 MW/cm^2 の場合、そのパワー密度の高さからメルトプール内部で対流が発生することが先行研究より示されている^[40]。しかし、本研究に用いた DED レーザはスポット径 3 mm、出力 2 kW であり、そのパワー密度は 28 kW/cm^2 と低い。そのため、レーザ照射によるメルトプール内の対流は発生しにくい。しかしながら、メルトプール内の温度分布による表面張力の差によって生じるマランゴニ力、キャリアガスやシールドガスの吹き付け、そして投入される粉末の運動エネルギーによってメルトプールに對流が生じることがシミュレーションを用いた先行研究によって示されている^[24, 25]。ここでは、マランゴニ力は高温から低温側へ向かって発生するため、中央から外側へ向かって対流が生じるとされている。

レーザはトップハット形であり、スポット径は 3 mm で溶け込み深さは図 2-8 に示すように 0.4 mm 程度と比較的浅い。こういった特徴をもったレーザによってつくられたメルトプールに、キャリアガスによって運ばれた金属粉末が供給され、熔融・凝固をすることで積層される。そしてメルトプールには対流が生じる。積層プロセス概略を図 2-9 に示す。

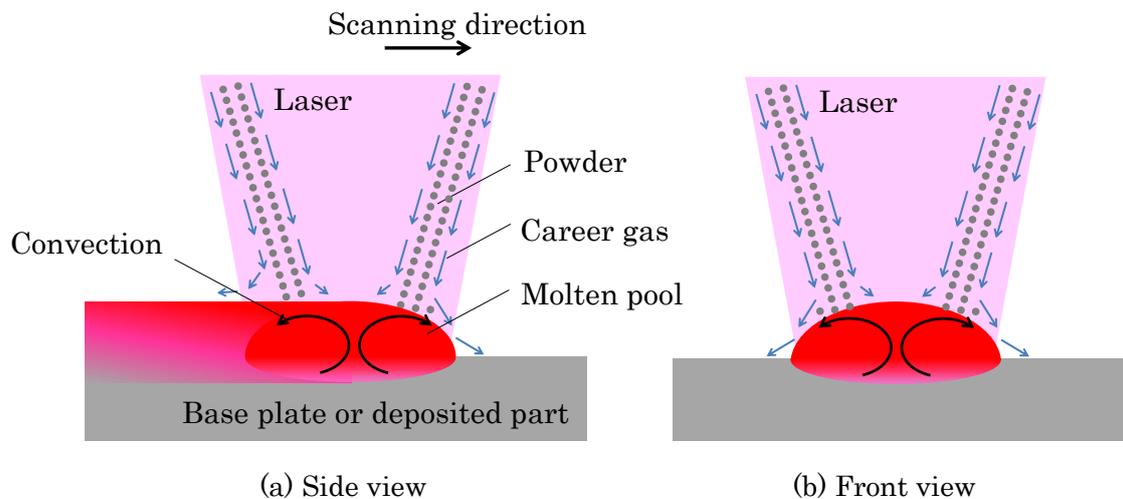


図 2-9 DED 積層プロセスの概略

2-3-1 DED により作製した積層物の特徴

これまでの研究結果から、DED によって作製した積層物の引張強さ、結晶構造、元素分布、発生空孔について説明する。

(1) 積層物の元素分布および結晶構造

Inconel 625 の DED 積層において積層物断面の元素観察した結果が先行研究より報告されている^[41]。図 2-10 にエネルギー分散型 X 線分析 (EDX : Energy Dispersive X-ray spectrometry) 画像を示す。積層物の表面は 1 μm 程度の炭化物層が形成されていることがわかる。これは微小ながら Inconel 625 に含まれる炭素に由来している可能性がある。また、Inconel 625 に含まれる Cr には高温下で炭化物形成を促す作用があることが先行研究に示されている^[42]。積層時に高温となっているメルトプールがシールド切れにより、 CO_2 を含む大気に触れることで、表面に炭化物層が生じたことも可能性として考えられる。

Ni, Cr, Mo といった Inconel 625 成分が均一に組成されていることもわかる。これは金属粉末が確実に溶融されるとともに前述したメルトプール内の対流によって成分が均一化されているためだと思われる。図 2-11 に電子線マイクロアナライザ (EPMA : Electron Probe Micro Analyzer) 画像を示す。ここからは、積層物表層内部に酸化物層が検出されていることがわかる。

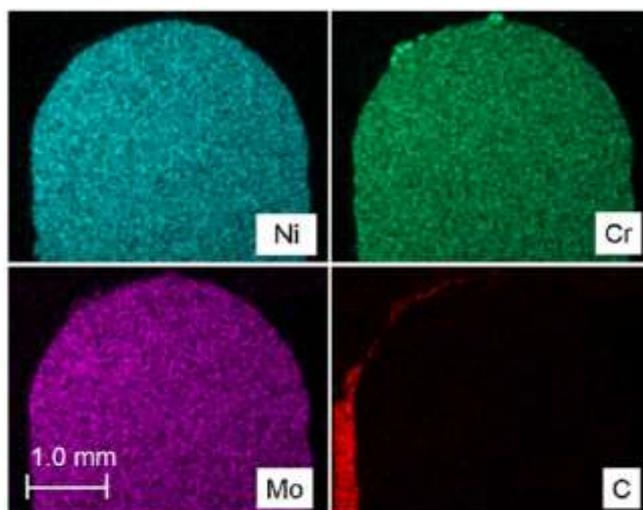
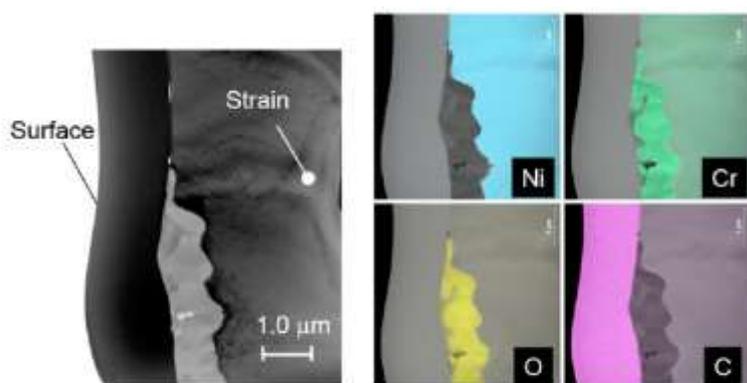


図 2-10 Inconel 625 積層断面の EDX 画像^[41]



(a) TEM image

(b) Composition mapping

図 2-11 Inconel 625 積層断面の EPMA 画像^[41]

Inconel 625 薄壁積層での組織観察および X 線解析 (XRD : X-Ray Diffraction) 分析から、走査方向に対し垂直方向にデンドライトと思われる十字柱形状の結晶が生じることが先行研究にて示されている^[43]。図 2-12 に Inconel 625 の DED 積層物における各切断面の顕微鏡写真、およびデンドライトのイメージを示す。デンドライトは過冷度が大きく温度勾配が大きい場合に固液界面が不安定化することで発生するといわれている^[44, 45]。これは一方向凝固ともいえる現象であり、タービンプレードなど強度が必要な方向が明確な部品に有用である。なお一方向凝固は通常は casting で対象とする鋳物の下端を冷しながら作製しなければならないが^[46]、DED ではベースプレート側の熱容量が大きいため自然と下部から冷却されるため、本現象が生じていると推測される。また、積層において積極的に冷却をすることで硬さが向上することも報告されており^[43]、積層時の冷却状況も造形物の機械的特性に影響するといえる。

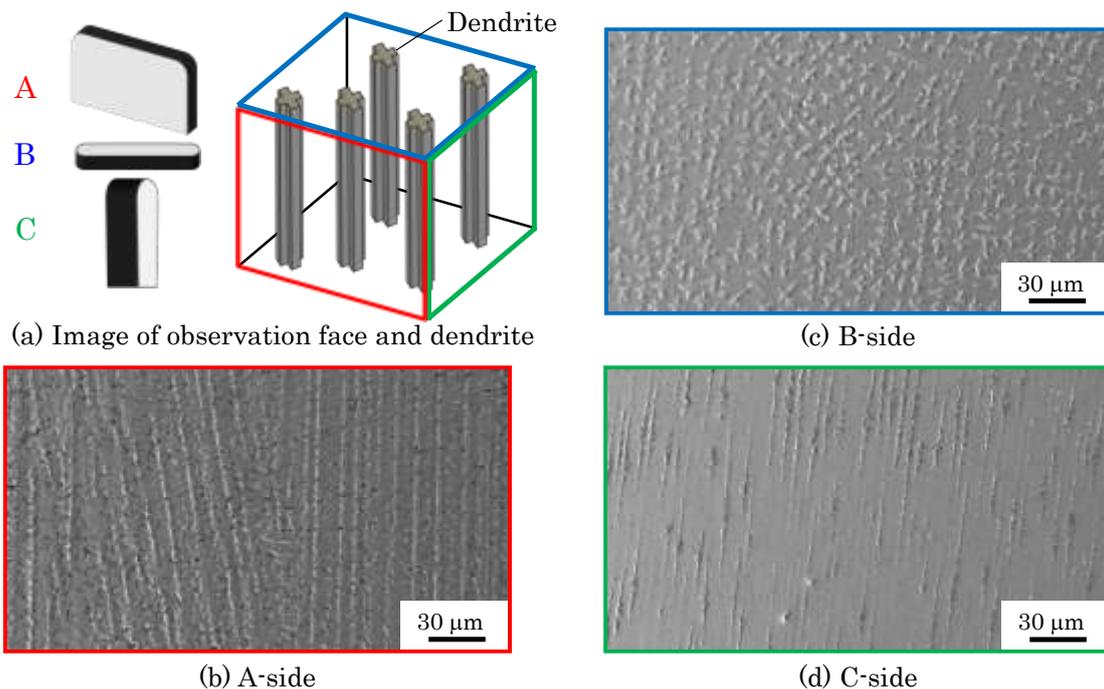


図 2-12 積層物組織観察結果とデンドライトのイメージ

(2) 引張強さと発生空孔

機械的強度の評価として引張強さの研究が行われている。表 2-2 に Inconel 625 の常温における引張強さ比較を示す。圧延材において引張強さは 827–1103 MPa、伸びは 60–30 % であり^[47]、鋳物では 586–665 MPa、25–30 % である^[48]。DED 積層物では 680–720 MPa、18–22 % であり^[41]、その引張強さは圧延材と鋳物の中間に位置し、伸びは鋳物よりやや劣る。なお、DED 積層物の引張試験での破断面観察を行った結果、積層物内部に発生する空孔を起因としたカップ&コーン型の破断が生じることも先行研究にて示されており^[4]、空孔を減らすことが引張強さ向上につながるといえる。

表 2-2 Inconel 625 の引張強さ (常温) ^[41, 47, 48]

	Tensile strength MPa	Elongation %
Rolled	827 - 1103	30 - 60
Casting	586 - 655	25 - 30
DED	680 - 720	18 - 22

ここで本研究の対象材料である Inconel 718 の DED 積層物の引張試験結果を表 2-3 に示す。比較として鍛造材の引張試験結果も付記する^[49]。なお、本結果は実用を意識し溶体化熱処理、時効処理といった熱処理を行っており、熱処理を施さない表 2-2 の結果とは比較できないことを留意したい。Inconel 718 はジェットエンジンなど高温下での使用に使われる

ため 649°Cにおける結果も記載する。引張強さにおいて鍛造材の 1103 MPa には及ばないが 904 MPa と良好な引張強さを有している。ただし、伸びが 1.5 % と低く、鍛造材の 15.0 % には大きく及ばない。そのため、今後伸びを向上させる熱処理を調査することが望ましい。ただし、既存の DED 装置の多くは除去加工機能を有することが多く、熱処理炉へ積層物を移動させずに引張強さ、伸びを向上させるほうがよい。そのため機械上での熱処理技術の開発が望まれる。

表 2-3 Inconel 718 の引張試験結果

	Temperature °C	Tensile strength MPa	Elongation %
DED (Ordinary temperature)	-	1310	22.6
DED (High temperature)	649	904	1.5
Forged material	649	1103	15.0

<Heat treatment condition>
 Solution heat treatment: 1160°C 4h -> Furnace cooling
 Aging heat treatment : 720°C 8h -> Furnace cooling 2h -> 620 8h -> Air cooling

次に発生空孔の特徴について述べる。先行研究において Inconel 625 の積層物内部に発生した直径 20 μm 程度の空孔について調査している^[41]。その空孔断面を EDX にて観察した結果、**図 2-13** に示すように炭素、ケイ素、酸素といったものが検出された。これは炭化ケイ素や酸化ケイ素といったものであると推測され、炭素、酸素を粉末や積層プロセスから取り除くことも空孔抑制に重要であると考えられる。なお、先行研究より酸化物は靱性に対して悪影響を及ぼすことが示されている^[50]。**図 2-13** に示すように空孔内壁に酸化がみられ、DED 積層物内部の空孔がカップ&コーン型の破断の起点となることから^[4]、DED 積層物の伸びが低い要因は空孔内壁の酸化である可能性がある。

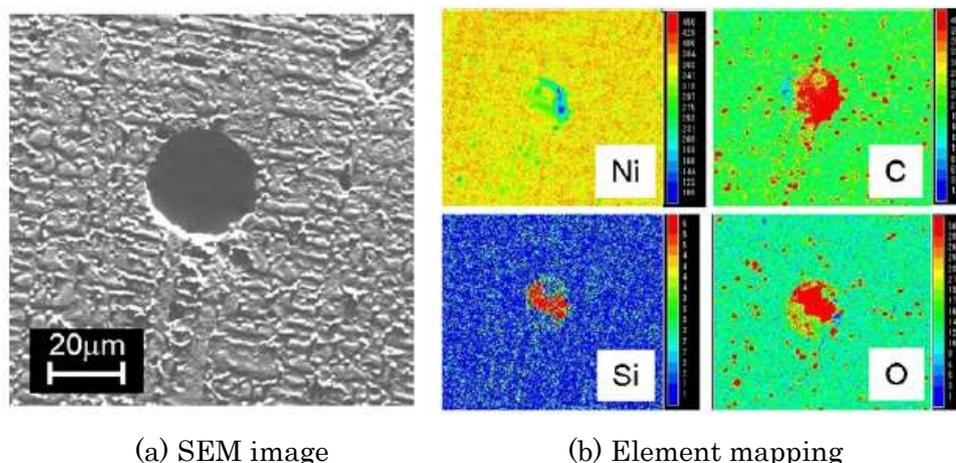


図 2-13 Inconel 625 積層内部空孔の EDX 画像^[41]

積層により生じる空孔には主に丸形状といびつ形状の2種類がある。観察される空孔の大半は丸型であるが，稀にいびつ形状も観察される。積層物を切断し研磨した試験片を光学顕微鏡にて観察した空孔形状を図2-14に示す。丸形状よりもいびつ形状のほうが，最大集中応力が高くなることが先行研究によって示されているが^[28]，観察される空孔の多くは丸形状である。丸形状は積層プロセス中のガスや大気の混入，いびつ形状は結晶成長過程で発生するものと考えており，本研究では丸形状空孔の発生メカニズムについて検討する。

なお，材質は異なるがDEDにおけるTi-6Al-4Vの空孔評価が先行研究にて報告されている^[51]。アルゴン雰囲気チャンバ内での積層において積層数が増えると空孔率が低くなることが示されており，本研究においても積層数の違いによる評価や積層時の雰囲気を考慮することが必要だと思われる。

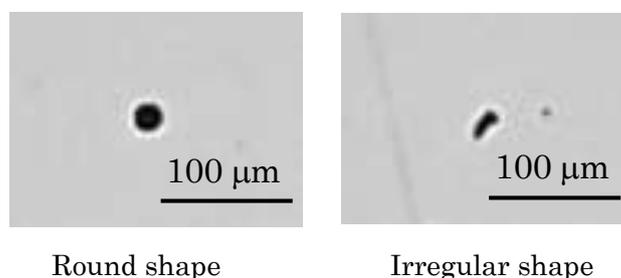


図 2-14 積層による生じる空孔の形状

2-3-2 DED に用いられる金属粉末

金属粉末はDED積層物において重要な要素である。金属粉末に異物が混入すれば積層物の機能に影響を及ぼすため，その製造方法は重要である。ここではDEDに用いられる粉末の製造方法，および得られる粉末のサイズ・形状について説明する。

金属粉末の製造にはガスアトマイズ法が用いられることが多い。図2-15にガスアトマイズ法の概略を，図2-16に得られる粉末のSEM画像を示す。真空雰囲気下で金属を溶解し周囲から不活性ガスを噴霧することで液滴にし，急速に凝固することで球状の金属粉末が得られる。真空，そして不活性での作製のため酸化を抑制できる。得られた金属粉末は求められる粒径に応じ選別する^[52]。

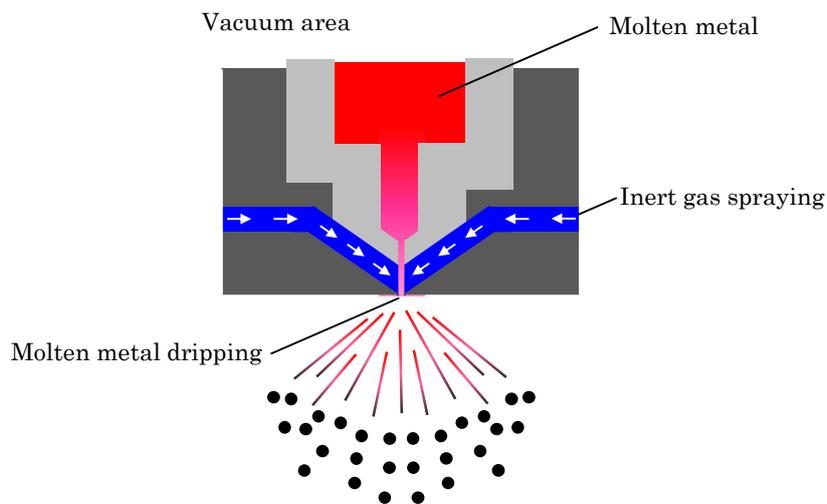


図 2-15 ガスアトマイズ法

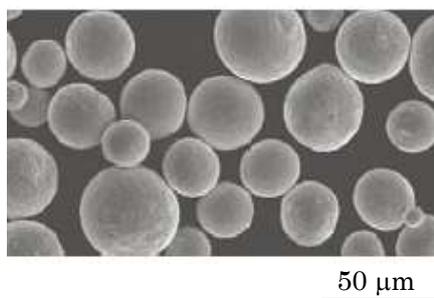


図 2-16 粉末の SEM 画像^[52]

DED に用いられる金属粉末は球形状をしており、その粒径は $50\ \mu\text{m}$ ~ $200\ \mu\text{m}$ 程度である。ただし、金属粉末に微小な付着物が発生することがあり、これをサテライトとよぶ。先行研究においてサテライトが少ない金属粉末を用いたほうが空孔の少ない積層につながるといわれているがその理由はまだ解明されていない^[23]。水分が付着しても空孔増加につながるものが先行研究より示されている^[23]。これは積層時に水分が水蒸気となり積層物内部に入り込み空孔となるためだと考えられ、粉末の製造工程だけでなく水分が付着しないような保管方法も DED において重要である。

2-4 DED の応用例

DED は同一金属の積層に留まらず、異種金属結合やコーティングなど応用例が報告されている。ここでは応用研究の事例について紹介する。

2-4-1 異種金属結合

通常構造物において異種金属を結合する場合は別々の部品をボルトなど締結要素でつなぎ合わせる。DED では積層途中に供給する金属粉末を変更することで、容易に異種金属を

結合できる。先行研究において Inconel 625 と SUS 316L の結合が報告されている^[7]。図 2-17 に示すように薄壁積層において高さ 125 mm の積層を行い、下側は SUS 316L、上側を Inconel 625 にて積層し、引張試験を行ったところ、破断は異種結合部ではなく SUS 316L 積層側にて生じた。このことから、異種金属結合においてその境界は十分に結合されていることが確認されている。

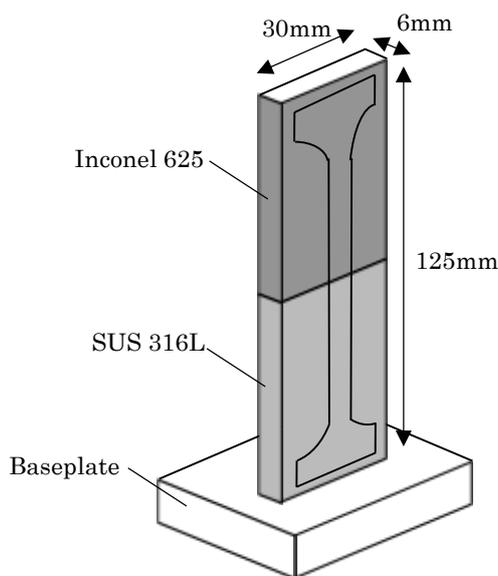


図 2-17 異種金属結合例

2-4-2 コーティング

DED の応用としてコーティングの開発が進んでいる^[53]。コーティングする母材を熔融し、そこにコーティング材粉末を投入する「モルテンプール型レーザーコーティング」を行い、ステライトや Ni 基合金等の難加工材料を 1-2 mm 程度の厚膜コーティングすることで、部分的な強度や耐摩耗性を向上させている。また、短波長のレーザーにより母材は熔融させず、投入する粉末のみを熔融しコーティングする「非モルテンプール型レーザーコーティング」も提案されている。これはチタンや銅などの微細・薄膜コーティングに用いられる。なお、金属材料は波長によってレーザーの吸収率が異なる。そのため熔融する金属材料に従い波長を使い分ける必要がある。図 2-18 に各種金属材料の波長と吸収率の関係を示す^[54]。なお、金属におけるレーザーの吸収率は温度依存性をもつため、温度変化が生じる DED プロセスにおいて本図はあくまでも参考であることに留意したい。同じ波長であっても材料によって吸収率が異なることが確認できる。たとえば図中赤いラインで示す波長 1 μm において炭素鋼では吸収率は 40 %近いが、銅では 10 %を下回る。そのため材料によって波長の違うレーザーを用いたほうが効率は高まる。最近では純銅をコーティングする技術として波長 500 nm 程度の青色半導体レーザーの開発も進んでいる^[55]。

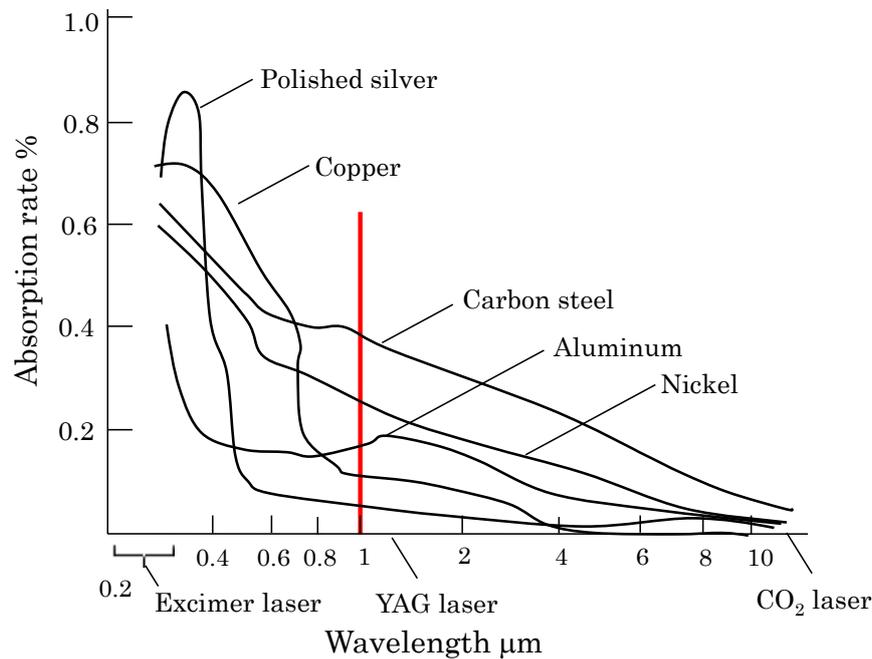


図 2-18 各種金属材料の波長と吸収率の関係^[54]

2-5 結言

本章では、DED の方式や積層物の特徴について概説し、DED の積層プロセスについても説明した。また、DED の応用例についても紹介した。以下にその内容を要約する。

- 1) DED に用いられる方式は主に 4 つあり、本研究では同軸ノズル方式 (Coaxial nozzle) を用いた。
- 2) DED に用いるレーザはキーホールが生じるほどのパワー密度は無いが、マランゴニカや供給される粉末の運動エネルギーによりメルトプール内に対流が生じることを述べ、DED の積層プロセスを示した。
- 3) 空孔部分を除いて DED 積層物内の成分は均一であることを述べた。ただし積層時の熱勾配により積層方向にデンドライトとよばれる十字形状の断面を持つ柱状結晶が上成長する。
- 4) DED 積層物の引張強さは圧延材には及ばないものの、鋳物よりも高い。一方で、伸びはない。
- 5) 積層物内部に発生する空孔によって引張強度が低下する。
- 6) 表面に水分がついた金属粉末を用いると、と水蒸気に起因する空孔が増えると考えられており、その保管方法も重要である。
- 7) DED は異種金属結合が可能であり、その界面は十分な強度を有する。

第3章 加工装置と発生空孔の評価方法および積層プロセスの観察方法

3-1 序言

本章では研究に用いた加工装置の構成と仕様を述べるとともに、空孔評価のための試料作製方法、および用いた実験装置を示す。試料作製における注意点としてスミアリング現象の説明も行い、空孔率の算出方法を述べる。また、発生空孔の要因を調べるために行った空孔ガス分析の方法についても述べる。最後に積層プロセスの観察に用いた高速度カメラ、および温度観察に用いた二色法を説明する。

3-2 加工装置の構成と仕様

本研究では、実験装置としてDEDと除去加工が可能なハイブリッド加工機(DMG森精機製, LASERTEC 65 3D)を用いた。この装置は5軸除去加工用マシニングセンタをベースとしており、傾転・旋回可能なテーブルを有し、レーザノズルはX, Y, Z直交3軸移動でき3次元的な金属積層が可能である。そのためオーバハング形状の積層であっても、テーブルを傾転・旋回することでサポート無しでの積層が可能となる。最大積層ワークサイズは直径500 mm, 高さ400 mmであり、レーザノズルを切削工具に変更することで除去加工を行うこともできる。装置の外観、内部構造を図3-1に、主な仕様を表3-1に示す^[56]。本装置は均一な強度分布での照射が可能といわれているトップハット形のレーザを用いており、積層部でのスポット径は3mmである。ノズル穴径は4.6 mm, であり積層部とノズル先端の距離は11 mmである。レーザ発振器は波長980 nmの半導体レーザ(LASERLINE社製, LDM2500-60)である。粉末供給量は最大で30 g/minであり、その供給に用いるキャリアガス流量は最大で10 l/minである。また、シールドガス流量は最大で7 l/minである。図3-2にノズル構成を示す。

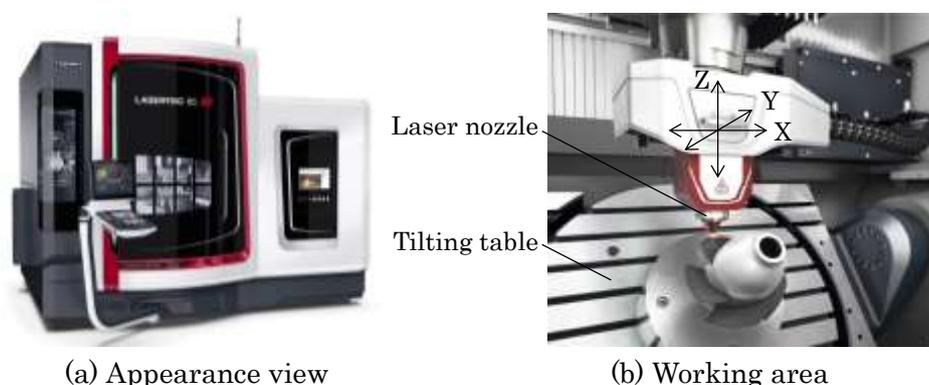


図 3-1 実験に用いた加工装置

表 3-1 加工装置の主な仕様

Maker	-	-	DMG MORI
Type	-	-	LASERTEC 65 3D
Working area	Travel (X/ Y/ Z)	mm	735 / 650 / 560
	Angle(C/ A)	°	360 / -120~+120
	Table size	mm	Φ650
	Max. AM work-piece size	mm	Φ500 x 400
Feed axis	Rapid traverse rate (X/ Y/ Z)	m/min	40 / 40 / 40
	Max. Acceleration	m/s ²	6
Body	width/ depth/ height	mm	4180/ 3487/ 2884
	Weight	kg	11,300
	Control	-	SIEMENS 840D
Laser beam	Oscillator maker	-	LASERLINE
	Oscillator type	-	LDM2500-60
	Laser type	-	Diode
	Max. output	W	2500
	Wavelength	nm	980
	Condensation pattern	-	Top hat
Powder	Spot diameter	mm	3
	Max. supply amount	g/min	30
Shielding gas	Max. carrier gas flow	l/min	10
	Max. shielding gas	l/min	7
Nozzle	Maker	-	Fraunhofer
	Type	-	COAX9

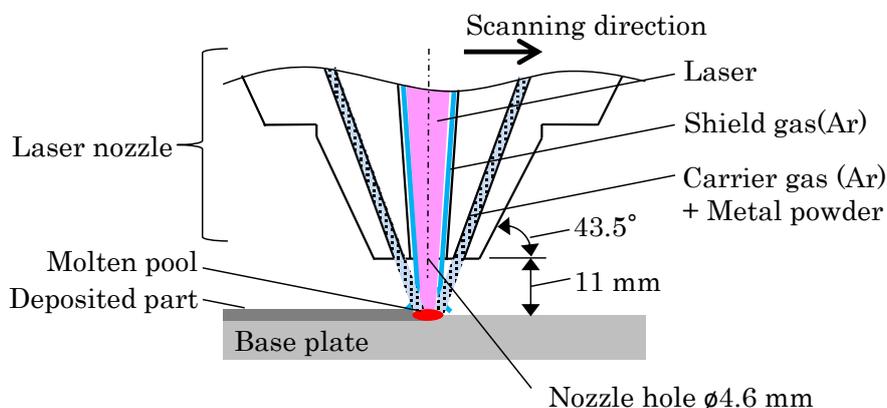


図 3-2 ノズル構成

3-3 積層に用いた金属粉末

本研究では、金属粉末として Inconel 718 を用いた。粉末サイズは直径 53 μm から 150 μm でありアルゴンガスによるガスアトマイズ法にて作製されている。融点は 1346°C、凝固点は 1329°C である。表 3-2 に諸元、表 3-3 に粒度分布を示す。Inconel 718 はニッケルをベースとし、クロム、モリブデンなどが添加されている耐熱合金である。表 3-4 に成分を示す。

また、図 3-3 に粉末の SEM 画像を示す。粉末は完全な球形状ではなくサテライトとよばれる突起があることがわかる。

表 3-2 Inconel 718 粉末の諸元

Material	Inconel 718
Maker	Sanyo special steel Co., Ltd.
Particle size μm	53 ~ 150
Production method	Gas atomization
Melting point	1346°C
Solidifying point	1329°C

表 3-3 Inconel 718 粉末粒度分布

Particle size μm	500	350	250	176	150	125
Ratio %	0.00	0.00	0.16	0.63	3.60	48.92
Particle size μm	88	62	53	44	31	22
Ratio %	39.98	4.52	1.76	0.42	0.00	0.00

表 3-4 Inconel 718 粉末成分

Element	-	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo
Ratio	%	0.051	0.160	0.150	0.003	0.001	52.330	19.050	3.070
Element	-	Cu	Al	Ti	Nb	Co	B	Fe	
Ratio	%	0.030	0.610	1.000	5.380	0.020	40ppm	Bal.	

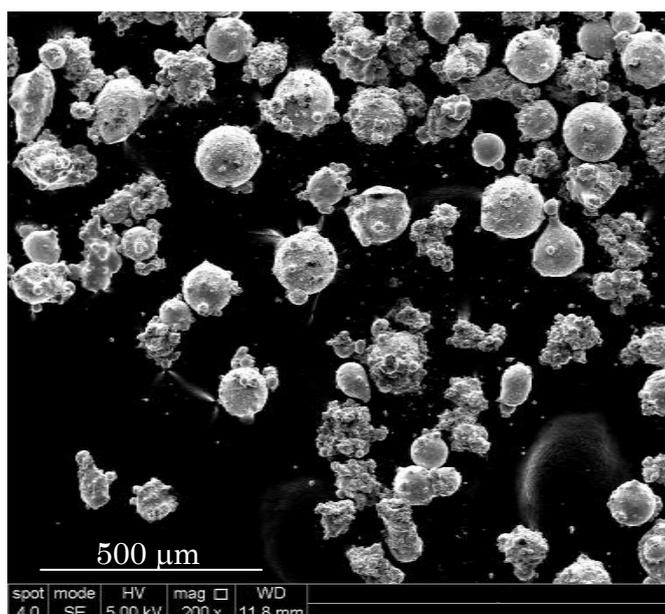


図 3-3 Inconel 718 粉末の SEM 画像

3-4 試料，および積層物断面観察方法と空孔評価の方法

本研究の目的は発生空孔の評価・分析ならびに空孔発生メカニズムの解明である．そのために DED 積層物断面を観察するとともに空孔率を評価し，積層条件と発生空孔の関係を調べる．本節ではその試料の作製方法，および積層物断面観察方法，空孔率評価方法を述べる．

3-4-1 試料の作製方法

積層数に応じた空孔率評価，および積層プロセス観察を行うために 1 層，2 層，21 層の積層を行った．1 層はベース材料に対する単層積層の評価，2 層は前積層が与える影響の評価，21 層は多層積層により生じる現象および連続的な積層が空孔発生に及ぼす影響を調べるために行った．なお，21 層という積層数は後述の高速度カメラ撮影時の最大撮影可能高さより決定している．**図 3-4** に各層の積層パターンを，**図 3-5** に実際の積層の様子を示す．最終層の積層においては，各積層条件での高速度カメラ撮影の比較評価を考慮し，走査方向を左から右に統一した．各層積層後は 5 秒のドウェルを設け，ノズル送りを反転させた．また，最終層は高速度カメラの焦点合わせなど段取り時間を考慮し，前積層から 15 分の間隔を設けた．**図 3-6** に DED により積層した試料を示す．この試料の積層条件は，レーザー出力 2000 W，送り速度 1000 mm/min である．試料表面に凹凸があるのは積層時に発生したスパッタが付着したためである．なお，ベースプレートは積層物と同一材料が望ましいが，本研究ではコストを考慮し S50C を採用した．

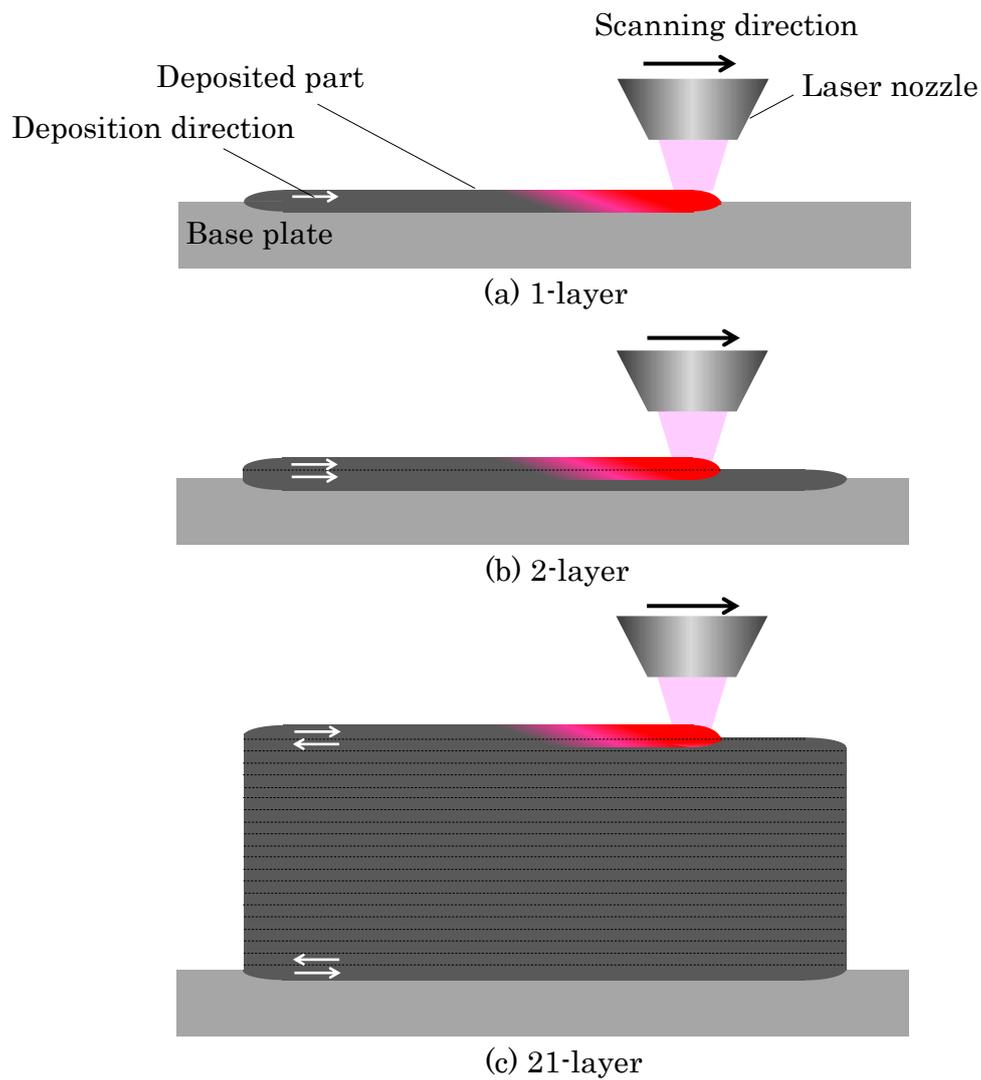


図 3-4 1層, 2層, 21層の積層

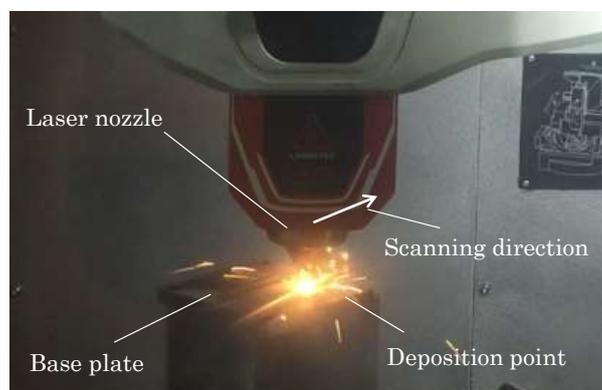


図 3-5 実際の積層

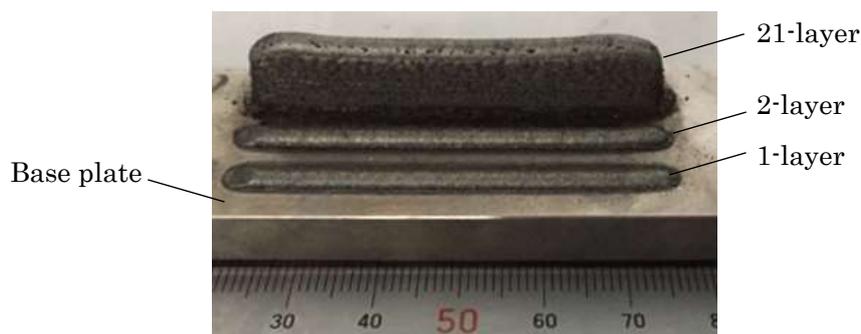


図 3-6 作製した試料

3-4-2 積層物断面観察方法，および空孔率評価方法

空孔率の評価を行うため，積層物を切断・鏡面研磨し，光学顕微鏡にて断面観察する。得られた断面写真の評価領域において空孔を黒色，それ以外を白色に二値化処理し，積層断面に対する空孔部分の面積を算出することで空孔率を定量的に評価した。本法は先行研究においても多く用いられている^[4, 7, 23, 28, 41]。以下，詳細を述べる。

3-4-3 試料の切断，および鏡面研磨

断面観察用の試料作製に用いた切断機，樹脂埋込機，研磨装置を図 3-7 に示す^[57]。積層した工作物は，精密切断機にてベースプレートごと切断した。切断箇所は，図 3-8 に示すように 4 箇所，A, B, C の断面観察を行った。A および B-C の切断位置は積層物端からおよそ 15mm, 35 mm である。なお，3 箇所を観察するのは積層物内における切断位置による空孔のばらつきを確認するためである。切断後のそれぞれの試料を自動埋込機にて熱硬化樹脂に埋め込み，研磨機にて鏡面研磨を行った後，光学顕微鏡にて観察した。鏡面研磨後の試料を図 3-9 に，断面観察に用いた光学顕微鏡を図 3-10 に示す^[58]。

なお，鏡面研磨においてスミアリングという研磨面の塑性変形現象に注意しなければならない。次節に研磨手順，およびスミアリング発生事例と注意点を述べる。



(a) Cutting device



(b) Embedding device



(c) Polishing device

図 3-7 断面観察用試料作製に用いた装置

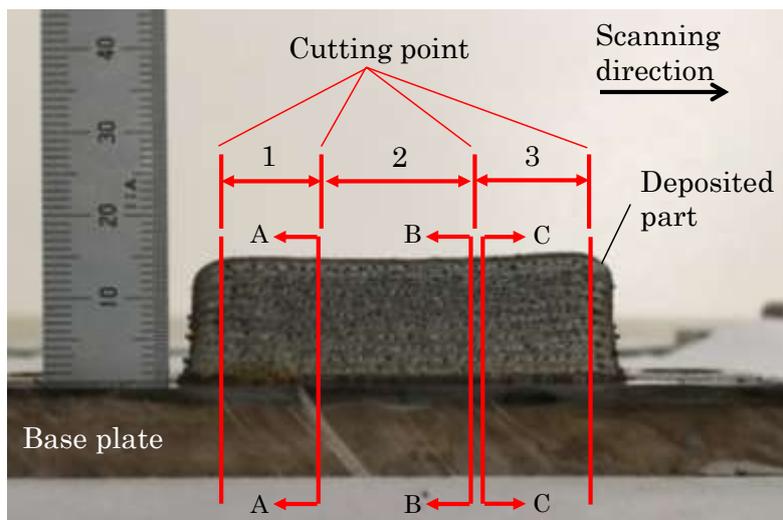


図 3-8 切断箇所および観察面

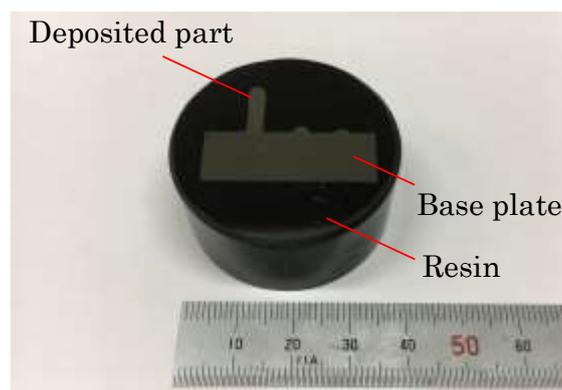


図 3-9 鏡面研磨後の試料



図 3-10 断面観察に用いた光学顕微鏡（正立金属顕微鏡）

3-4-4 鏡面研磨方法およびスミアリング発生事例と注意点

断面を鏡面に仕上げるために表 3-5 に示す 4 工程の研磨を実施した。研磨紙はそれぞれの工程にみあったものを使う。最初に直径 200 μm の砥粒にて 200 μm を削り取り、表面を平らにする。そして 6 μm の砥粒で 5 分、3 μm の砥粒にて 5 分、最後に 1 μm の砥粒で 4 分研磨する。それぞれの押し付け力を 60 N あるいは 30 N とした。

表 3-5 研磨条件

No	Granularity	Polishing distance or time	Pushing force/ piece
	μm	min	N
1	200	200 μm	60
2	6	5 min	60
3	3	5 min	60
4	1	4 min	30

ここで注意しなければならないのがスミアリングである。スミアリングとは研磨面に塑性変形が発生し、表面が押しつぶされる現象である^[59]。図 3-11 に本研究において実際に生じたスミアリングの事例を示す。(a)と(b)にスミアリング発生時の研磨面と研磨紙を、(c)と(d)に正常な研磨ができたときの研磨面と研磨紙をそれぞれ示す。同一試料にも関わらず、スミアリングが生じた試料ではあたかも空孔が発生していないようにみえる。このため空孔評価において、試料研磨時のスミアリングが生じないように注意しなければならない。なお、本研究では試料作製のばらつきを抑えるために、試料作製の際は、常に新品の研磨紙を用いて研磨を行った。



(a) Polishing surface with smearing



(c) Suitable polishing surface



(b) Polishing paper causing smearing



(d) New polishing paper

図 3-11 スミアリングと研磨紙

3-4-5 発生空孔の観察と評価

光学顕微鏡にて観察した画像，および空孔率計算のために二値化処理した画像を図 3-12 に示す．図中赤で囲んだ積層部を空孔評価領域とし，二値化処理後の画像において評価領域と黒色部のピクセル数より計算し空孔率を求めた．空孔率の計算式を以下に示す．なお，実際には，二値化処理ならびに空孔率の算出は画像解析ソフト（LAS：Leica application suite）を用いて行っている．

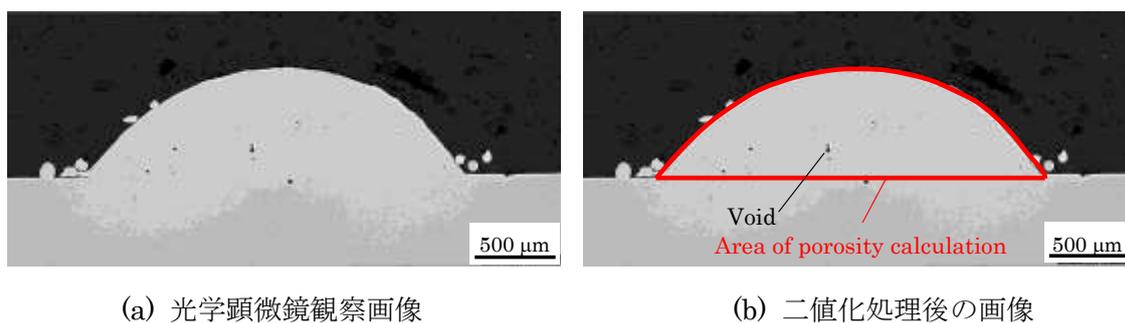


図 3-12 空孔評価領域

$$R_p = \frac{A_p}{A_d} \quad (3.1)$$

R_p ：空孔率， A_p ：空孔総面積 mm^2 ， A_d ：積層物断面積（空孔評価領域） mm^2

3-5 空孔ガス分析

空孔発生の要因を調べることを目的とし，真空中でドリルによる穴あけ加工を行い，その際に生じる積層物内部の空孔ガス成分を分析することを試みた．

3-5-1 試料作製方法

前述の空孔観察と異なり，ここでは $200 \text{ mm} \times 100 \text{ mm} \times 5 \text{ mm}$ の板材を積層する必要がある．図 3-13 に示すようにクロスレイヤとよばれる斜め走査を交互に繰り返し積層を行った．積層後に形状を整えるために図 3-14 に示すようにフェイスミルによる除去加工を施した．作製した試料を図 3-15 に示す．この試料の積層条件は，レーザ出力 1280 W ，送り速度 1000 mm/min である．

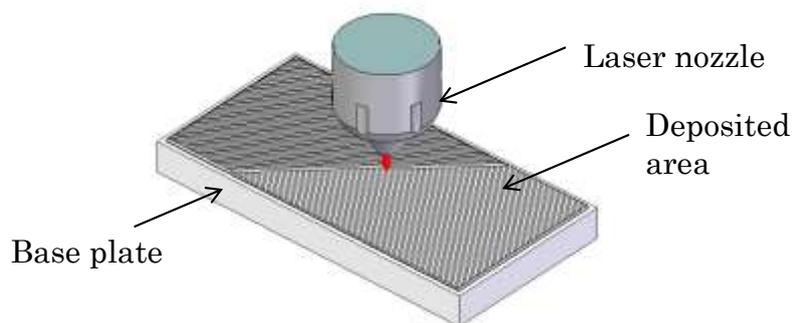


図 3-13 試料積層方法

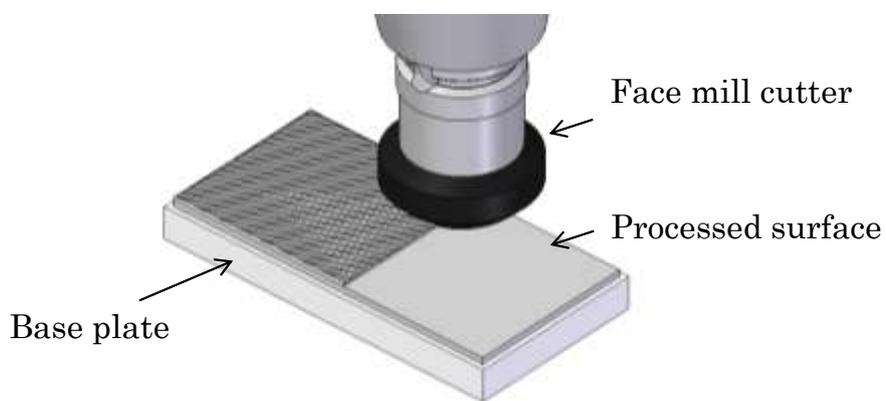


図 3-14 試料除去加工方法

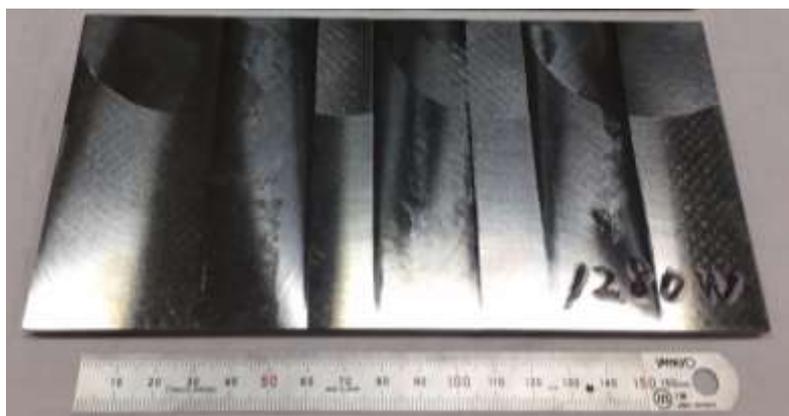


図 3-15 作製した空孔ガス分析用試料

3-5-2 空孔ガス分析方法

ガス分析を行う前に、作製した試料に X 線を透過させ空孔発生箇所を特定し、ガス分析装置の真空チャンバに設置できるサイズに試料を切り出した。図 3-16 に示すように切り出した試料を真空チャンバ内に設置し、チャンバ内に設置した直径 3 mm 切削ドリルにて空

孔めがけて穴加工し、発生したガス成分を質量分析計（キヤノンアネルバ（株）製 四重極型質量分析計 M-401QA-MUSY）にて分析した。なお、測定装置の仕様として、発生したガスの量が 10^{-5} ml 以下の場合、正確な発生量を計測することは困難だが、この場合でも成分の特定は可能である。

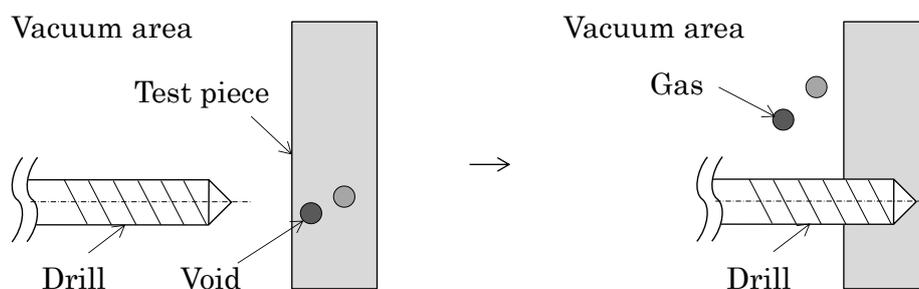


図 3-16 真空チャンバ内でのガス分析

3-6 積層プロセス観察に用いた高速度カメラと二色法による温度計測

積層中のメルトプール挙動や粉末飛散状況の観察は本研究における空孔発生メカニズム推察のために重要である。そこで、高速度カメラを用い動画撮影を行った。図 3-5 に示すように AM 積層用レーザ光およびスパッタ飛散により、通常の高速度カメラ撮影のみでは積層プロセス観察が困難だった。そのため、可視化用レーザ装置とバンドパスフィルタを用い撮影を行った。また、積層時の温度を観察し、積層条件との関連性を確認するために積層中の非接触での温度観察が必要であった。そこで高速度カメラにて得られた画像を用いて二色法による温度観察を行った。以下、それらの詳細を説明する。

3-6-1 高速度カメラと可視化用レーザ

通常の高速度カメラでは、AM 積層用レーザ光がそのまま画像となるため、詳細の積層プロセス観察が困難である。そのため、本研究では可視化用レーザ装置を用い撮影した。AM 積層用レーザと異なる波長の可視化用レーザを追加し、可視化用レーザの波長のみを透過するバンドパスフィルタを高速度カメラに設ける。こうすることで、AM 積層用レーザ光は遮られ、高速度カメラには可視化用レーザの光のみが映し出される。図 3-17 に本研究に用いた高速度カメラ、および可視化用レーザの構成を示す。可視化用レーザは波長 640 nm であり、バンドパスフィルタが透過できる波長も 640 nm である。なお、後述する温度観察時の熔融から凝固までの時間計測を考慮し、斜め 45 度からの撮影を行った。図 3-18 に実際に設置した高速度カメラと可視化用レーザを、表 3-6 にこれら仕様を示す^[60, 61]。なお、最大解像度だと 3260 fps だが、より細かく動画撮影するため解像度を落とし 10000 fps にて撮影した。

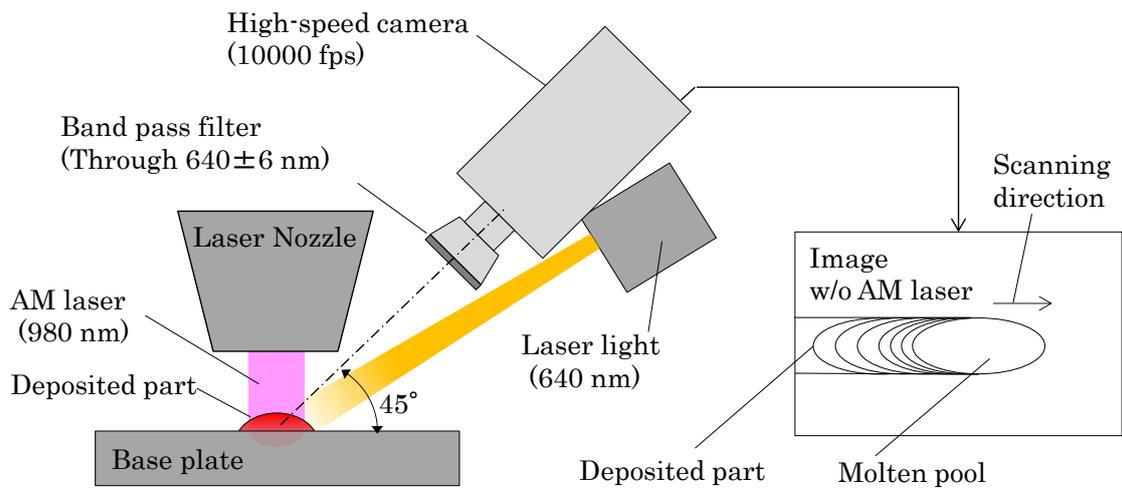


図 3-17 高速度カメラ，可視化用レーザーの構成

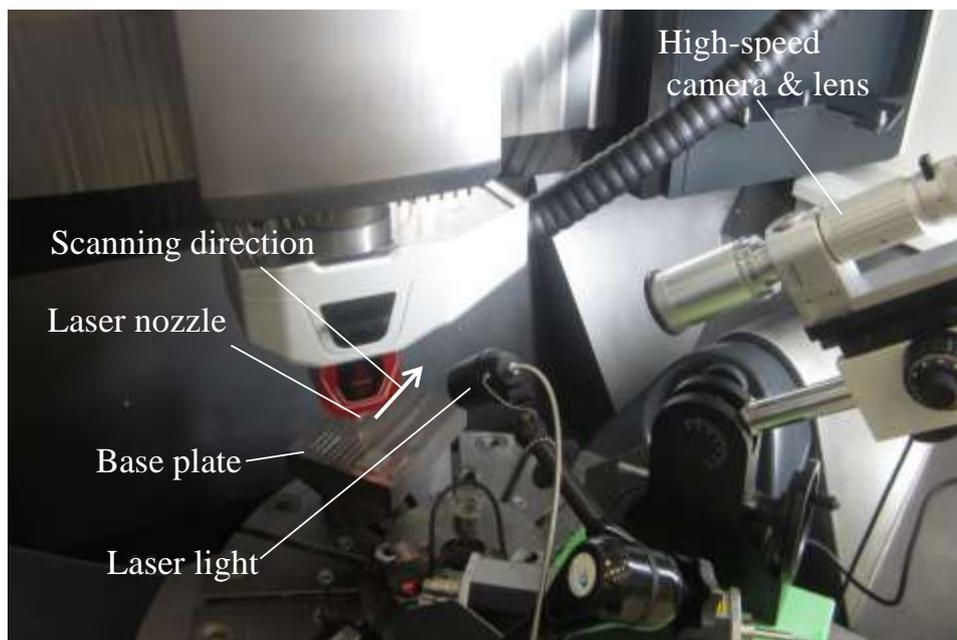


図 3-18 高速度カメラと可視化用レーザー

表 3-6 高速度カメラ，可視化用レーザの仕様

(a) High-speed camera	
Maker	AMETEK
Type	Phantom Miro LC311
Full resolution	1,280 x 800
Frames per second (Full resolution)	3,260 fps
ISO speed (Monochrome/ Color)	16,000 / 2,000

(b) Laser light	
Maker	Cavitar
Type	CAVILUX HF
Laser pulse width	50 ns ~ 10 μ s
Wave length	640 \pm 10 nm
Output	280 W

3-6-2 二色法による温度計測

積層時の高速度カメラ画像を二色法にて処理し，温度観察した．**図 3-19** に構成を示す．後述の熔融から凝固までの温度計測の必要測定時間等を考慮し，撮影速度は 3000 fps としている．高速度カメラ画像から温度算出するため，温度変化を動画として確認することができるとともに，任意の点の温度を CSV 出力することも可能である．なお，本装置の温度測定範囲は 900°C から 2500°C である．

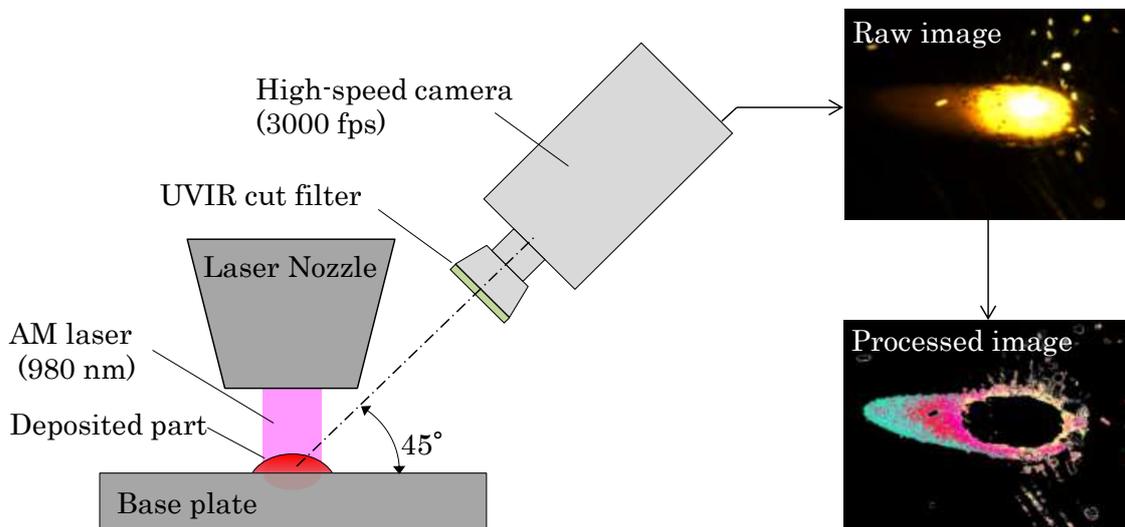


図 3-19 二色法による処理イメージ

ここで温度測定の基本である波長と放射量の関係を通し，二色法の特徴や原理について説明する [62, 63]．

物体において波長と放射量の関係は温度によって異なる。放射量とは可視領域であれば輝度ともいう。図 3-20 に黒体における各温度における波長と放射量の関係を示す。これを見てわかるように、ある波長における放射量がわかれば温度を推定することができる。

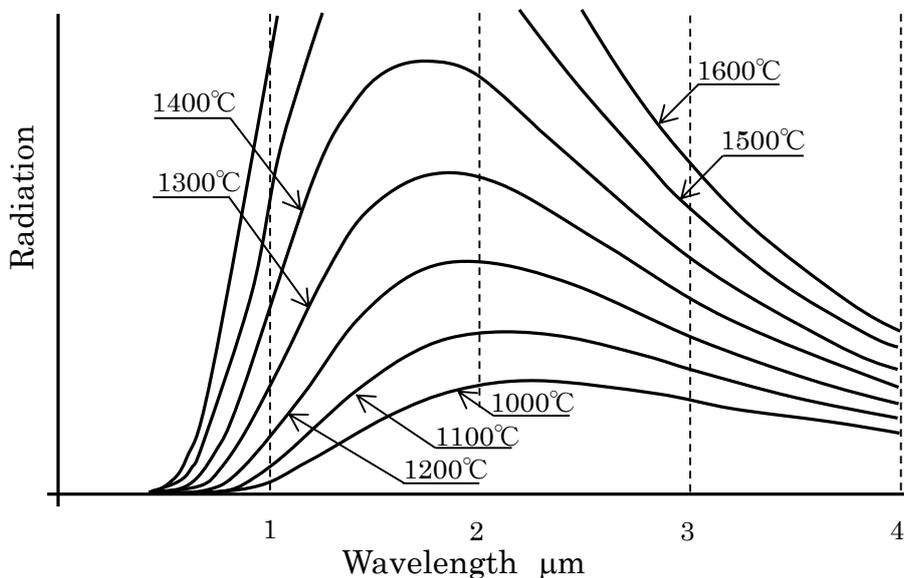


図 3-20 黒体における波長と放射量の関係

ただし、物体の材質や表面形状などによって放射量が変わるため、都度の放射量の補正、いわゆる放射率を考慮しなければならない。通常、放射温度計においては測定対象の温度を熱電対で測定し、放射温度計で得られた放射量と比較し放射率を決定するなどの作業が必要となる。例として図 3-21 に黒体と測定対象の 1400°C における波長と放射量の関係を示す。ここで放射率を ϵ とした場合、式 3.2 が成り立つ。

$$R_1 = \epsilon R_{bb1} \quad (3.2)$$

R_1 : 波長 L_1 における 1400 °C の測定対象の放射量, ϵ : 放射率
 R_{bb1} : 波長 L_1 における 1400 °C の黒体の放射量

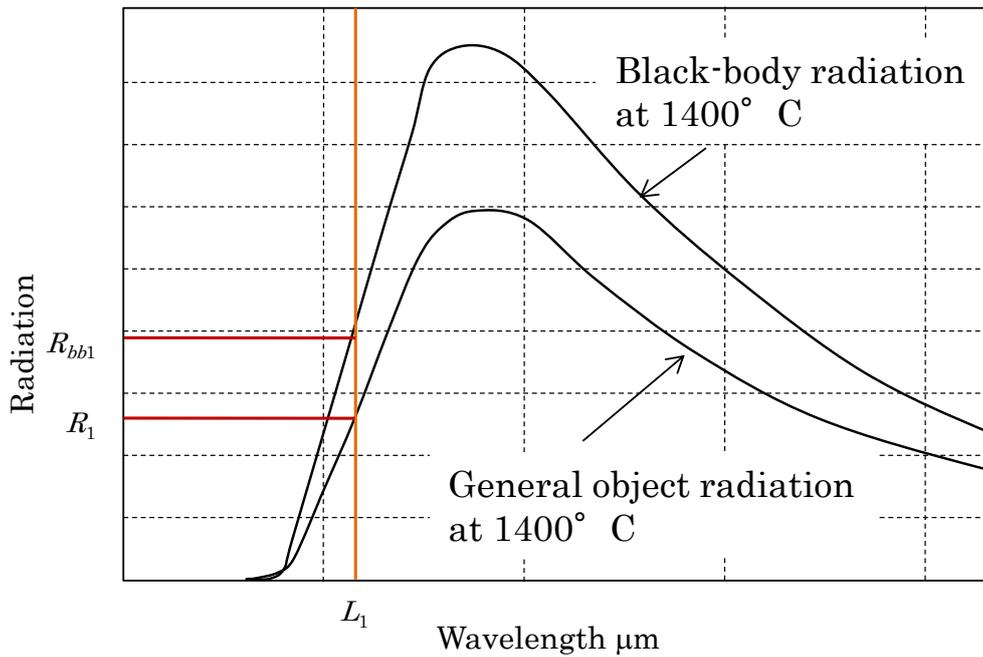


図 3-21 黒体と測定対象の波長と放射量の関係 (L_1 のみ)

次に二色法について説明する。図 3-22 に示すように波長 L_1 のそばの L_2 を確認する。 L_1 と L_2 が近いとき、両者の放射率はほぼ同じになるといわれており、この前提に従うと両者の放射量を比として扱った場合、その関係は式 3.3 にて示される。

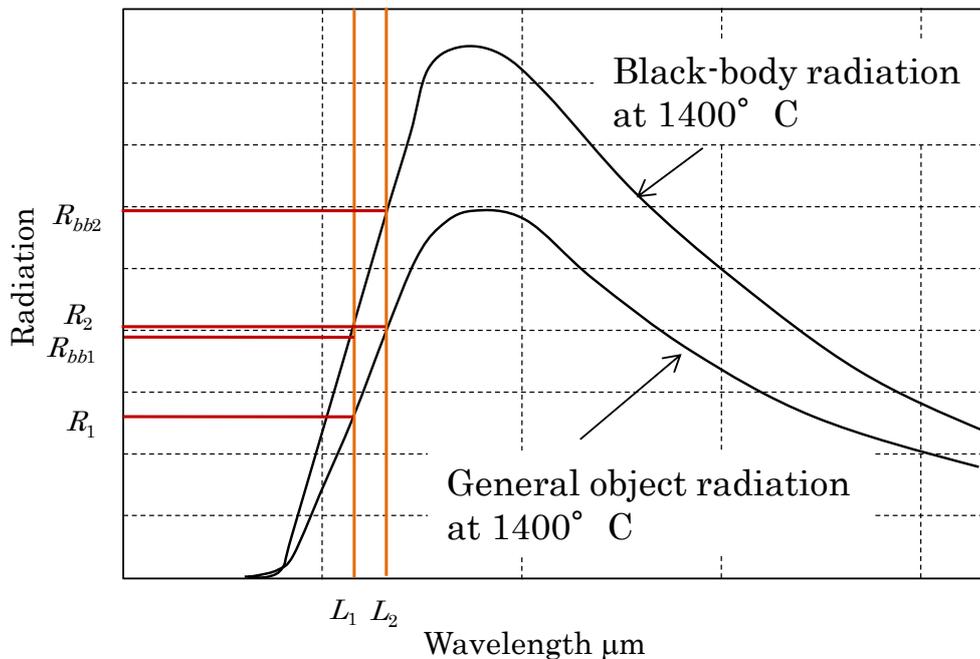


図 3-22 黒体とある物体の波長と放射量の関係 (L_1 , L_2)

$$\frac{R_1}{R_2} = \frac{\varepsilon R_{bb1}}{\varepsilon R_{bb2}} = \frac{R_{bb1}}{R_{bb2}} \quad (3.3)$$

R_1 : 波長 L_1 における 1400 °C の測定対象の放射量, ε : 放射率

R_{bb1} : 波長 L_1 における 1400 °C の黒体の放射量

R_2 : 波長 L_2 における 1400 °C の測定対象の放射量

R_{bb2} : 波長 L_2 における 1400 °C の黒体の放射量

結果として、二色法では 2 つの波長における放射量がわかれば放射率 ε を考慮しなくてもよくなることがわかる。なお、実際の測定においては、波長 $L_1 \cdot L_2$ での測定対象の放射量の比を求め、予め測定しておいた黒体の放射量の比と比較し、値が等しくなる場所の黒体の温度を測定対象の温度とする。本研究では L_1 を 550 nm、 L_2 を 600 nm とし温度算出を行うとともに、タングステン電球を用い温度校正した。

3-7 結言

本章では研究に用いた加工装置の構成と仕様を説明し、空孔評価のための試料作製方法、および用いた装置の説明をした。また、試料作製における注意点としてスミアリング現象を述べ、空孔率の算出方法を説明した。積層プロセス観察に用いた高速度カメラや二色法による温度計測について述べた。以下にその内容を要約する。

- 1) 加工装置は、レーザノズルは X, Y, Z の直交 3 軸移動可能であり、傾転・旋回可能なテーブルを有し、レーザノズルを切削工具に交換することで除去加工もできる、ハイブリッド加工機であることを述べた。
- 2) 加工装置のレーザについて説明した。波長 980 nm の半導体レーザで、トップハット型、スポット径は 3 mm である。
- 3) 空孔観察のための試料作製方法を示し、スミアリングが発生しないよう研磨紙は新しい状態のものを使うことが望ましいことを示した。
- 4) 鏡面研磨した積層断面を光学顕微鏡にて観察し、2 値化処理して空孔率を求める方法を示した。
- 5) 可視化用レーザとバンドパスフィルタによって、AM 積層用レーザ光を除き、高速度カメラ撮影する方法を示した。
- 6) 二色法を用いて温度観察することを述べ、その原理を説明した。

第4章 積層条件と発生空孔の関係

4-1 序言

本章では空孔発生を抑制可能な積層条件を明らかにするために、異なるレーザー出力で積層した造形物における発生空孔の評価を行った。また、実用での積層において複雑形状を造形する場合、送り速度の変化が生じることがある。そのため、送り速度が変化したとしても空孔を抑制する必要がある。そこで、異なるレーザー出力での積層において最も空孔率が低かった条件から入力エネルギー密度を算出し、そのエネルギー密度を保ちながら送り速度を変化させ積層造形を行い、発生空孔を評価した。また、各条件における造形物形状を比較した。

4-2 異なるレーザー出力における積層

4-2-1 実験条件

レーザー出力が発生空孔に与える影響を評価するために、異なるレーザー出力による積層を行い積層断面における空孔評価を行った。レーザー出力は 1280 W, 1600 W, 2000 W の 3 パターンとし、その他の積層条件は一定とした。積層数の影響を調べるために、1 層, 2 層, 21 層を積層造形した試料に対して、発生空孔を評価した。なお、21 層は後述する高速度カメラによる積層プロセス観察における最大層数より決定した。表 4-1 に積層条件を示す。

表 4-1 異なるレーザー出力における積層条件

Laser power W	1280	1600	2000
Feed rate mm/min	1000		
Energy density J/mm ²	20	25.0	40.0
Powder flow g/min	14		
Carrier Gas l/min	6		
Shield gas l/min	5		
Powder material	Inconel 718		
Powder size μm	53 ~ 150		
Base plate	S50C		

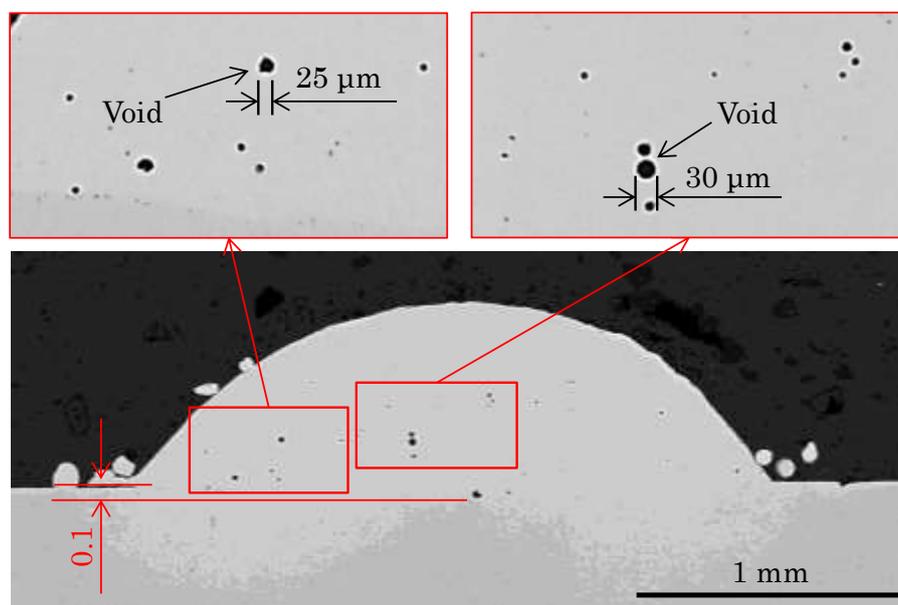
4-2-2 実験結果

表 4-1 の積層条件にて得られた試料を第 3 章にて述べた方法で光学顕微鏡にて断面観察、ならびに空孔率を算出した。以下にその結果を示す。

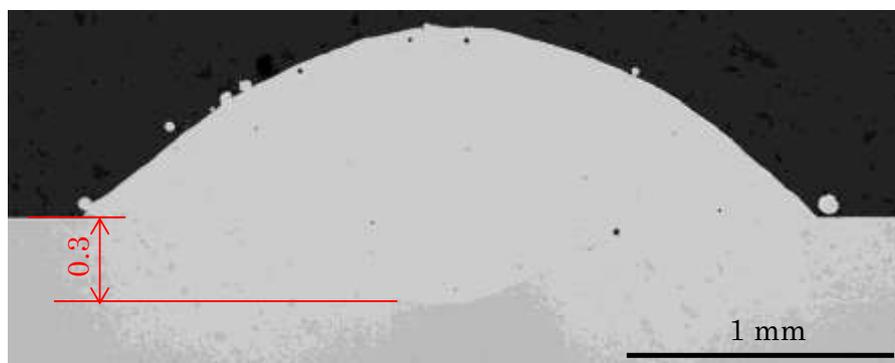
(1) 断面観察結果

各条件における断面観察結果を図 4-1 から図 4-3 に示す。1 層, 2 層, 21 層すべてでレーザー出力が低くなるほど空孔が多くなることを確認した。一部研磨傷が発生しているものもあ

るが、空孔率評価では除外し算出している。ベースプレートへの溶け込み深さは、レーザー出力が高くなるにつれて深くなることを確認した。21層においてはレーザー出力が高まるにつれ、積層幅が広くなり、高さが低くなることを確認した。



(a) 1280 W, 1000 mm/min

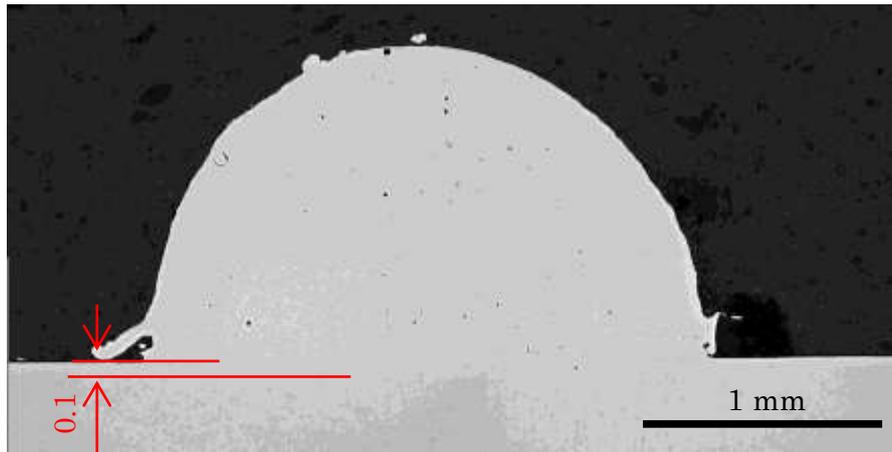


(b) 1600 W, 1000 mm/min

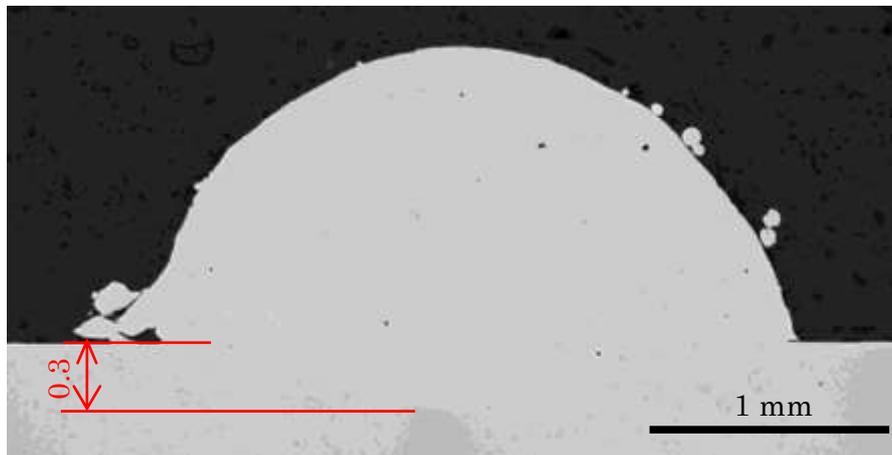


(c) 2000 W, 1000 mm/min

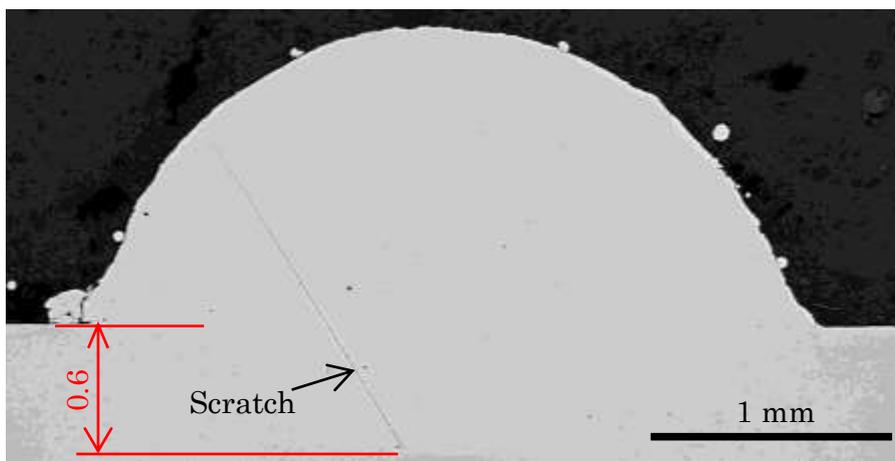
図 4-1 1層断面



(a) 1280 W, 1000 mm/min



(b) 1600 W, 1000 mm/min



(c) 2000 W, 1000 mm/min

图 4-2 2 層断面

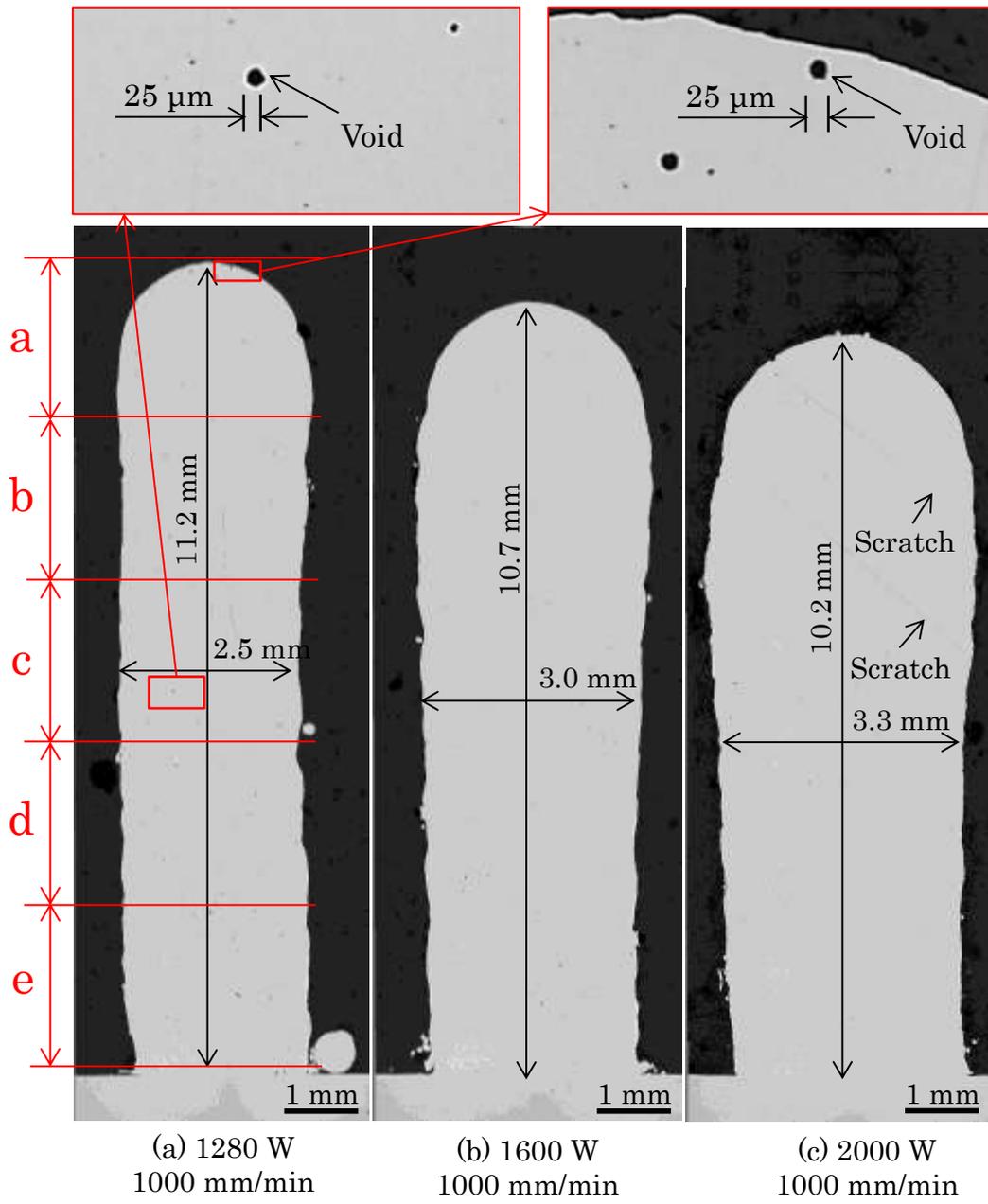


图 4-3 21 層断面

(2) 断面の空孔評価

1280 Wにおいて1層, 2層, 21層すべてで多くの空孔が観察され, その大きさは直径30 μm 程度に達していることを確認した. 一方, 2000 Wでは空孔はそれほど多くないことを確認した. 発生空孔は極端に偏ることなく点在しており, その多くは丸形状であることを確認した.

次に3-4-3節に示す方法にてベースプレートより上の積層部を二値化処理し空孔率を算出した. 図4-4に各積層条件における空孔率を, 表4-2にその平均と標準偏差を示す. なお, 切断位置による空孔のばらつきを確認するため, 図3-8に示すように1つの試料においてA, B, Cの3箇所にて断面の空孔評価を行う. 1層, 2層, 21層すべてでレーザー出力が低くなると空孔率が高くなる傾向となり, 特に1280 Wでは最大で0.386%となった. また, 2000 Wにおける空孔率は最大でも0.166%と低いことを確認した.

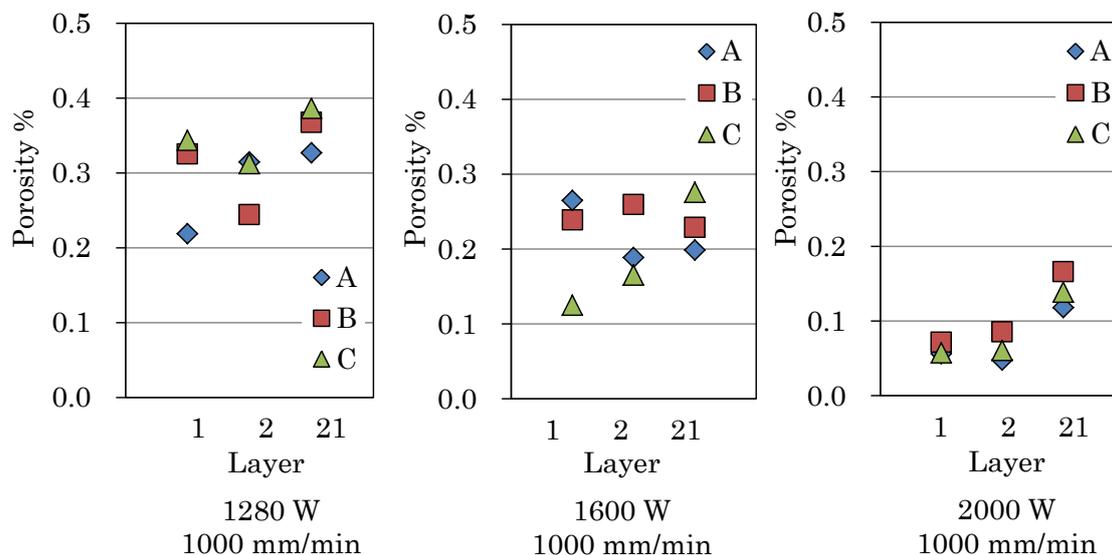


図 4-4 各積層条件における空孔率

表 4-2 空孔率平均と標準偏差

Laser power W	1280			1600			2000		
Feed rate mm/min	1000			1000			1000		
Energy density J/mm^2	25.60			32.00			40.00		
Layer	1	2	21	1	2	21	1	2	21
Porosity Average	0.296	0.290	0.360	0.210	0.204	0.234	0.062	0.064	0.141
SD σ	0.055	0.033	0.025	0.061	0.040	0.032	0.007	0.016	0.020

積層数に着目すると, 1層や2層の場合ばらつきが大きくなる傾向が確認できる. これは1層や2層積層において評価する面積が狭く, 空孔数のわずかな変化が空孔率に大きな影響

を与え、積層数が増えるとはらつきが減少するのは平均化効果によるものと思われる。また、2000 W では、1 層、2 層、21 層すべてで空孔率が低くなりばらつきも少ないことが確認できる。これは 1280 W や 1600 W に比べ、2000 W ではメルトプール温度が高く熔融金属の粘性も低下する、その結果、熔融時間が長くなることに加え、流動性も上がることから、混入したガスが外部に排出される割合が相対的に増え、空孔率そのものの低下ならびにばらつきの低減につながったと考えられる。

次に 21 層の積層物における空孔分布を調べるために図 4-3 に示すように a から e の 5 等配に区切りそれぞれの空孔率を比較した。図 4-5 に結果を示す。その結果、すべてのレーザー出力において先端側 a の空孔率が低くなっていることがわかった。Inconel 625 の DED に関する先行研究において、薄壁積層時に前積層から 40 秒のインターバルをおき自然冷却した後、レーザーによる再熔融をすることで、1 mm 深さ程度の範囲で空孔率が低くなることが確認されている^[30]。これは積層物が熔融され内部の空孔がガスとして排出されるほか、熔融に至らなくても高温となった積層物内で、終期焼結にて生じる空孔中のガスが粒界に沿って拡散し消滅する現象も関与していると考えられる^[64]。本研究においても高速度カメラ撮影を考慮し、最終積層前に 15 分のインターバルをおき自然冷却をしているため、再熔融効果によって 21 層先端 a の空孔率が低下した可能性がある。また、1280 W の先端側 a のばらつきが、b から e より小さくなっているが、これは先端側 a の空孔率そのものが低くなったため、相対的にばらつきが小さくなったと思われる。

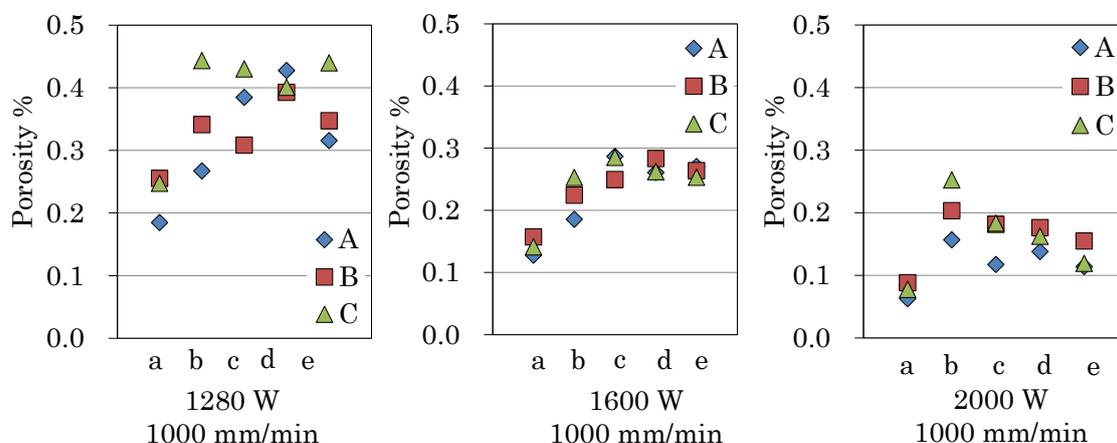


図 4-5 21 層における空孔分布

(3) 積層物の形状評価

実用において積層形状も重要であるため、その評価も行った。図 4-3 に示すように、21 層において出力が高まると幅が広くなり、積層高さが低くなる傾向があり、2000 W では 3.3 mm と最も幅が広く、積層高さは 10.2 mm と低くなっている。これはレーザー出力が高まり熔融金属温度が高くなると、メルトプールの領域が拡大し積層幅が広くなるとともに、熔融金属の粘性が下がるため外側に熔融金属が広がり易くなるためだと思われる。

また、レーザ出力が高まるとベースプレートへの積層物の溶け込みが深くなっていることが確認できる。たとえば1層積層において図4-1に示すように、レーザ出力1280 Wでは、溶け込み深さが0.1 mm程度であるのに対し、2000 Wでは0.6 mmとなっている。図4-2に示す2層積層においても同様である。これはレーザ出力を高めたことでメルトプールが拡大し、ベースプレート深くまでメルトプールが形成されたためである。

4-3 入力エネルギー密度一定条件下における送り速度の影響

本研究の主目的は空孔の抑制である。空孔抑制しながら積層することが実用において求められるが、実際の積層では複雑形状の場合など送り速度の変化が発生することがある。よって、送り速度を変化させても空孔抑制しながら積層できることが重要である。そこで入力エネルギー密度を式(4.1)のように定義し、4-2節レーザ出力違いによる積層で最も空孔が少なかった条件における入力エネルギー密度を基準とし、送り速度を変化させ空孔発生に与える影響を調べた。

$$\varepsilon_p = \frac{60P}{fh} \quad (4.1)$$

ε_p : 入力エネルギー密度 J/mm² P : レーザ出力 W
 f : 送り速度 mm/min h : レーザスポット径 mm

4-3-1 実験条件

4-2節に示した積層条件において2000 W、送り速度1000 mm/minでの積層が最も空孔率が低いという結果を得たため、その入力エネルギー密度40 J/mm²を基準とし送り速度を変えて積層を行った。なお、他の積層条件は4-2節と同様とし、積層回数も同様に1層、2層、21層にて積層を行った。表4-3に積層条件を示す。

表 4-3 入力エネルギー密度一定における積層条件

Laser power W	1280	1600	2000
Feed rate mm/min	640	800	1000
Energy density J/mm ²	40.0		

4-3-2 実験結果

(1) 断面の空孔評価

4-2節と同様にA,B,Cの3箇所切断し、空孔評価を行った。送り速度とレーザ出力、空孔率の関係を図4-6に、平均・標準偏差を表4-4に示す。

1280 Wにおいて、送り速度1000 mm/minでは最大で0.38%だった空孔率が(図4-4)、送り速度を640mm/minとし入力エネルギー密度を高めることで0.2%以下となり、空孔を抑

制できることを確認した。この結果から、複雑形状の積層を行う場合にも送り速度に応じたレーザ出力調整を行うことで空孔率の少ない安定した高密度造形ができると考えられる。

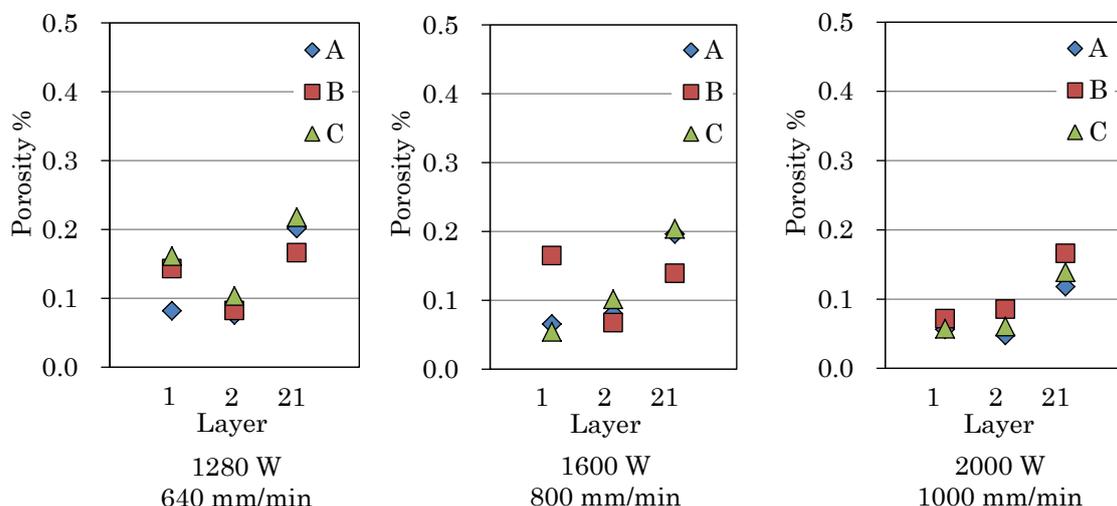


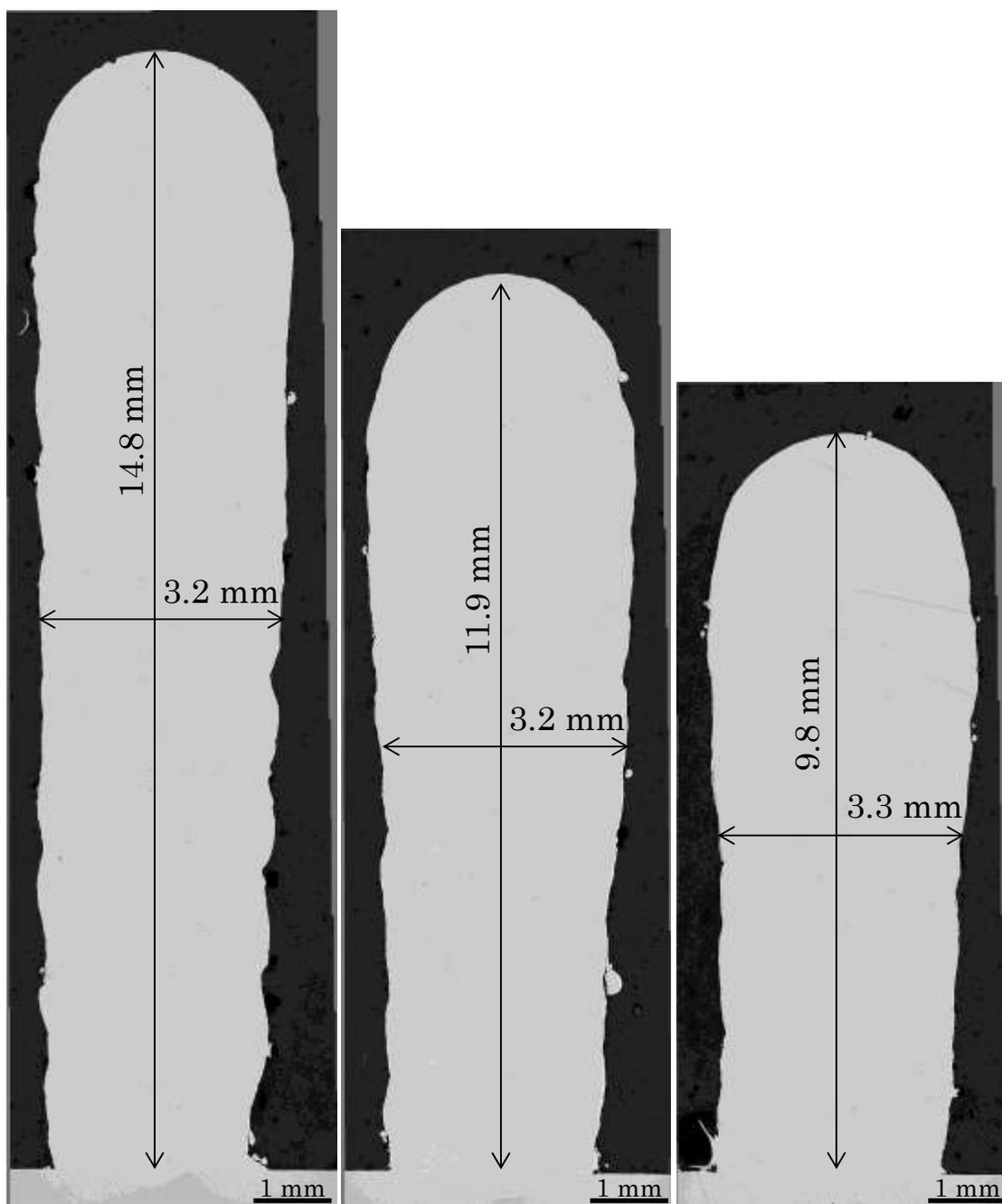
図 4-6 入力エネルギー密度一定における空孔率

表 4-4 入力エネルギー密度一定における空孔率平均と標準偏差

Laser power W	1280			1600			2000		
Feed rate mm/min	640			800			1000		
Energy density J/mm ²	40.00			40.00			40.00		
Layer	1	2	21	1	2	21	1	2	21
Porosity Average	0.129	0.087	0.195	0.095	0.083	0.180	0.062	0.064	0.141
SD σ	0.034	0.012	0.022	0.050	0.014	0.029	0.007	0.016	0.020

(2) 積層物の形状評価

21 層における形状比較を行った。結果を図 4-7 に示す。粉末供給量が 14 g/min と一定だったため、送り速度が遅くなればなるほど単位面積あたりの粉末供給量が増える。そのため 1280W, 640 mm/min では 1 層あたりの積層高さが増え、21 層積層後の高さが高くなっている。実用においては積層高さを一定に保つことが望ましいため、送り速度の変化に従い粉末供給量を調整しなければならない。しかしながら、実際の装置の粉末供給量は指令後 10 秒程度経過しないと変化しない。そのため、今後は粉末供給量が指令後すぐに変更できる装置の開発が望まれる。



(a) 1280 W
640 mm/min

(b) 1600 W
800 mm/min

(c) 2000 W
1000 mm/min

図 4-7 入力エネルギー密度一定における 21 層断面

4-4 結言

本章では、空孔抑制可能な積層条件を明らかにするために、異なるレーザ出力での積層を行い、積層断面の観察および空孔分布・空孔率を評価した。また、最も空孔率が低くなった積層条件から入力エネルギー密度を求めた。そのエネルギー密度を維持した状態で、送り速度を変化させ積層を行い、造形物の空孔評価を行うとともに積層形状を評価した。以下に得られた結果をまとめる。

- 1) 送り速度 1000 mm/min において異なるレーザ出力 1280 W, 1600 W, 2000 W の 3 パターンで積層した。このとき 2000 W での空孔率が最も低くなった。
- 2) 異なるレーザ出力での積層において、21 層すべてで先端部の空孔率が低いことを確認した。
- 3) 異なるレーザ出力での積層において、21 層においてレーザ出力が高まると積層高さが低くなり、幅が厚くなることを確認した。
- 4) 入力エネルギー密度を 40 J/mm² 一定にした場合、送り速度を変化させても空孔率はほぼ一定となった。
- 5) 入力エネルギー密度を 40 J/mm² 一定とした場合、単位面積あたりの粉末供給量が最も多い 1280 W, 送り 640 mm/min の積層高さが最も高くなった。

これら結果より本研究の積層条件の範囲においては、入力エネルギー密度を高め十分な粉末溶解を行うことが空孔抑制に繋がると推察された。この理由については第 5 章「発生空孔と空孔発生メカニズムの考察」において検討を行う。

第5章 発生空孔の分析と空孔発生メカニズムの考察

5-1 序言

本章では空孔発生要因を明らかにすることを目的として、空孔内に含まれるガス成分の分析を行なうとともに積層プロセスの詳細な理解のために高速度カメラを用いた観察を実施した。また、二色法を用い積層時のメルトプール周辺の温度計測を行うとともに、積層物の熔融から凝固までの時間を算出し、空孔率との関連を調べた。得られた結果を統合的に捉え、空孔発生メカニズムを推察した。

5-2 空孔ガス分析

5-2-1 試料作製条件

空孔ガス分析を行うための試料として、積層物に除去加工を施し 200 mm×100 mm×5 mm の板材を 2 種類準備した。積層時のレーザー出力の影響を調べるため、一つはレーザー出力を 1280 W で積層したもので、もう一方は 2000 W にて積層したものである。積層時の送り速度は共に 1000 mm/min である。表 5-1 に積層条件を示す。なお、本実験で用いた試験片は第 4 章の薄壁積層と同じレーザー出力、送り速度で作製しているが、積層形状が異なるため積層時の熱分布も変化することから空孔率にも違いが生じる可能性がある点には注意されたい。

表 5-1 空孔ガス分析用試験片積層条件

Laser power W	1280	2000
Feed rate mm/min	1000	
Energy density J/mm ²	25.6	40.0

5-2-2 空孔ガス分析の結果

表 5-2 に空孔ガス分析結果を示す。本実験では内包されるガス成分を検出することで空孔発生のメカニズムを探ることが目的である。また、ガス成分の総量は発生空孔の体積と関係すると考え、これも記載した。まず始めに、1280 W、2000 W の両条件ともにアルゴンが検出された。これはアルゴンガスをシールドガス、あるいはキャリアガスとして用いているために積層時にメルトプール内にガスが巻き込まれ侵入したことが考えられる。1280W ではアルゴン以外の成分は確認されなかったものの、レーザー出力を高めた 2000 W の条件では質量数 28、32 のガス成分が検出された。これは CO、N₂、O₂ などの大気成分の可能性が高い。図 2-13 に示したように先行研究にて空孔内壁より O が検出されている^[41]。これは空孔内壁に酸化が生じたためだといえる。酸素濃度が低い環境下において、熱が加わることで還元がすすむ「熱かい離」という現象が発生することが先行研究にて示されて

いる^[65]。空孔ガス分析は真空チャンバ内で行われており酸素は基本的に無い。そしてドリル加工によって切削熱が生じ^[66]、「熱かい離」が促進され空孔内壁の酸化物の還元がすすみ、O₂が検出されたと思われる。なお、空孔内壁が酸化する理由として、不活性ガスであるアルゴンが気体として残存しようとするのに対し酸素は活性が高いため空孔内壁に化合し、酸化物として残るためだと考えられる。

大気成分が積層物内部に取り込まれる理由については高速度カメラによる積層プロセス観察の結果を踏まえて考察する。

表 5-2 検出された空孔ガス

Test piece Detected gas (Mass number)	1280 W 1000 mm/min (25.6 J/mm ²)		2000 W 1000 mm/min (40.0 J/mm ²)	
	a	b	c	d
CO, N ₂ or Hydrocarbon (28)	-	-	96	89
O ₂ or Hydrocarbon (32)	-	-	4	10
Ar (40)	100	100	<1	1
Approx. total gas volume ml	<1×10 ⁻⁶	<1×10 ⁻⁶	4×10 ⁻⁶	6×10 ⁻⁵

5-3 高速度カメラによる積層プロセスの観察

積層プロセスにおける空孔発生の要因を明らかにするために、高速度カメラによる積層プロセスの観察を行った。レーザ出力に応じた積層の違いを調べるため、レーザ出力 1280 W, 1600 W, 2000 W の 3 パターンにおける観察を行った。レーザ出力以外の積層条件は一定とした。また、積層数に応じた違いも調べるため、1 層、2 層、21 層の積層時に観察を行った。

5-3-1 メルトプールの観察結果

各条件にレーザ出力 1280 W, 1600 W, 2000 W での 1 層目、2 層目、21 層目積層時の高速度カメラ撮影結果を図 5-1 に示す。なお、動画での撮影を行ったが、ここではその静止画を示している。

レーザノズル下にメルトプールがあることを確認した。また、投入される粉末やアルゴンガスであるシールドガス、キャリアガスによってメルトプールは波打っていることを確認した。空孔ガス分析結果よりアルゴンガスが検出されていることから、粉末が侵入する際にアルゴンガスを巻き込んだことが空孔発生の要因であると考えられる。

メルトプール内に投入されなかった粉末が周囲に飛散していることを確認した。これが 1 章に示す DED 課題のひとつである積層効率の悪化につながると思われる、メルトプール内に粉末を確実に投入することができれば、積層効率向上につながる可能性がある。

メルトプールの直径は、1 層目の積層において 1280 W では 2.4 mm, 1600 W では 2.7

mm, 2000 W では 3.0 mm であり, レーザ出力が高まるにつれメルトプールサイズが大きくなることを確認した. 本研究と類似の条件, キャリアガス 6 l/min, シールドガス 6 l/min において, ノズル先端からベースプレートまでの距離が 11 mm のときの粉末供給直径は 3.2 mm であることが解析にて推測されている. そのためレーザ出力が低くメルトプール直径が小さい場合, 粉末がメルトプールに投入される量が減り積層効率低下につながると思われる. なお, 本研究条件の範囲内においてレーザの集光サイズは出力が変化しても一定とされている. 更に 2 層目積層時に 1 層目を再溶融している状況も確認でき, 特に 2000 W においてはメルトプールの淵がベースプレート付近まで達していた. また, 21 層目積層時に 2000 W では積層された壁側面までメルトプールが達していることを確認した. このことから複数層を積層する場合, 前積層物を再溶融し, その深さはレーザ出力が高まると深くなるといえる.

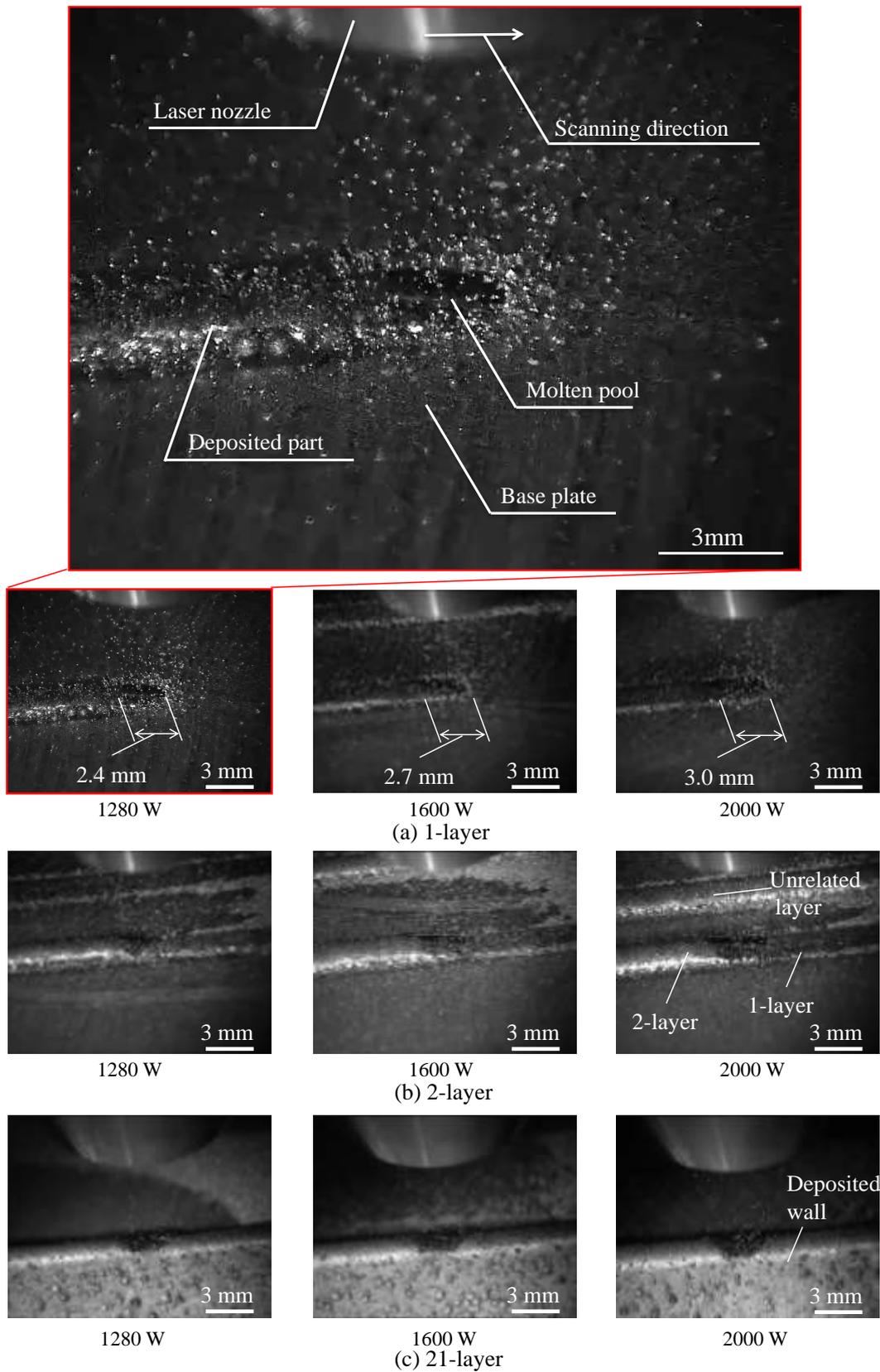


図 5-1 高速度カメラによる積層プロセス観察

5-4 温度観察

レーザ出力が高まると空孔率が低くなることを第 4 章で確認した。レーザ出力が高まるとメルトプールの温度も高まると思われ、その温度と空孔率の関連性を確認することが空孔発生メカニズムの解明につながるといえる。そこで本節では積層時の温度観察を行った。はじめに温度分布の確認として、温度設定範囲を低温および高温側にわけて温度観察を行った。次に各積層条件における低温側温度分布を確認し、その特徴を観察した。最後に積層時の溶融から凝固までの時間を測定し、空孔率との関係を調べた。

5-4-1 低温、および高温側での温度観察

レーザ出力 2000 W、送り速度 1000 mm/min の 1 層目積層時の温度観察をした。用いた二色法温度計測装置の温度測定範囲は 900 °C である。Inconel 718 の融点 1346 °C 付近の温度を観察するために低温側を 1000 °C から 1900 °C に、更に高い温度領域を観察するために高温側を 1300 °C から 2100 °C に設定した。ただし、処理画像の表示範囲が 400 °C であるため、その表示においては低温側を 1200 °C から 1600 °C に、高温側を 1700 °C から 2100 °C にて設定した。図 5-2 に撮影画像ならびに温度分布画像を示す。カメラ撮影画像を (a) に、二色法処理後の低温側を (b) に、高温側を (c) にそれぞれ示す。高温側 (c) の画像より、レーザ照射中心付近で最高温度は 2100 °C にまで達していることがわかる。また、低温側 (b) の画像より、Inconel 718 の融点 1346 °C を超えている溶融領域は 4 mm 程度でありレーザスポット径 3 mm より若干大きいことがわかる。これは図中の左から右へのレーザ走査によるものと考えられる。後述する溶融から凝固までの時間算出を行うため、以降は低温側 (b) を用いて観察する。なお、低温側 (b) において中央部が黒くなっているが、これは温度測定範囲を超えているためである。

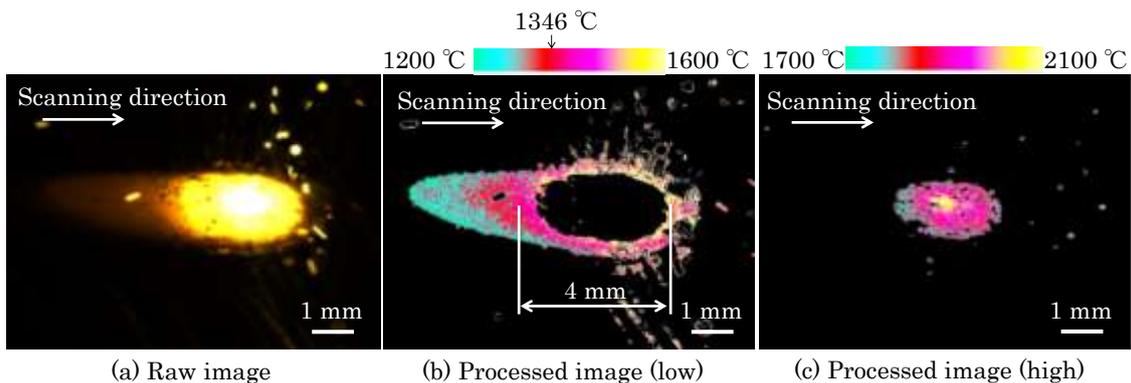


図 5-2 温度観察画像

5-4-2 各積層条件における温度観察

空孔発生メカニズム検討のために異なる積層条件での温度観察を行った。積層条件は送り速度 1000 mm/min、レーザ出力 1280 W, 1600 W, 2000 W の 3 パターンとし、それ以外

は一定とした。そして1層，2層，21層目を積層している際の温度分布を調べた。なお，これは4-2節と同じ積層条件である。

図5-3に各条件における温度観察画像を示す。溶融後，大気によって自然冷却される。そのため積層部後方は細長い楕円形状のように見える。ここではこの部分を尾びれと呼ぶことにする。レーザ出力が増加するにつれ，尾びれが長くなり，溶融から凝固までの時間も長くなることがわかる。また，積層数が増えるにつれ尾びれも長くなることがわかる。これは積層数が増えることによって熱容量の大きいベースプレートから積層部までの距離が遠くなり，熱が溜まりやすくなるためである。

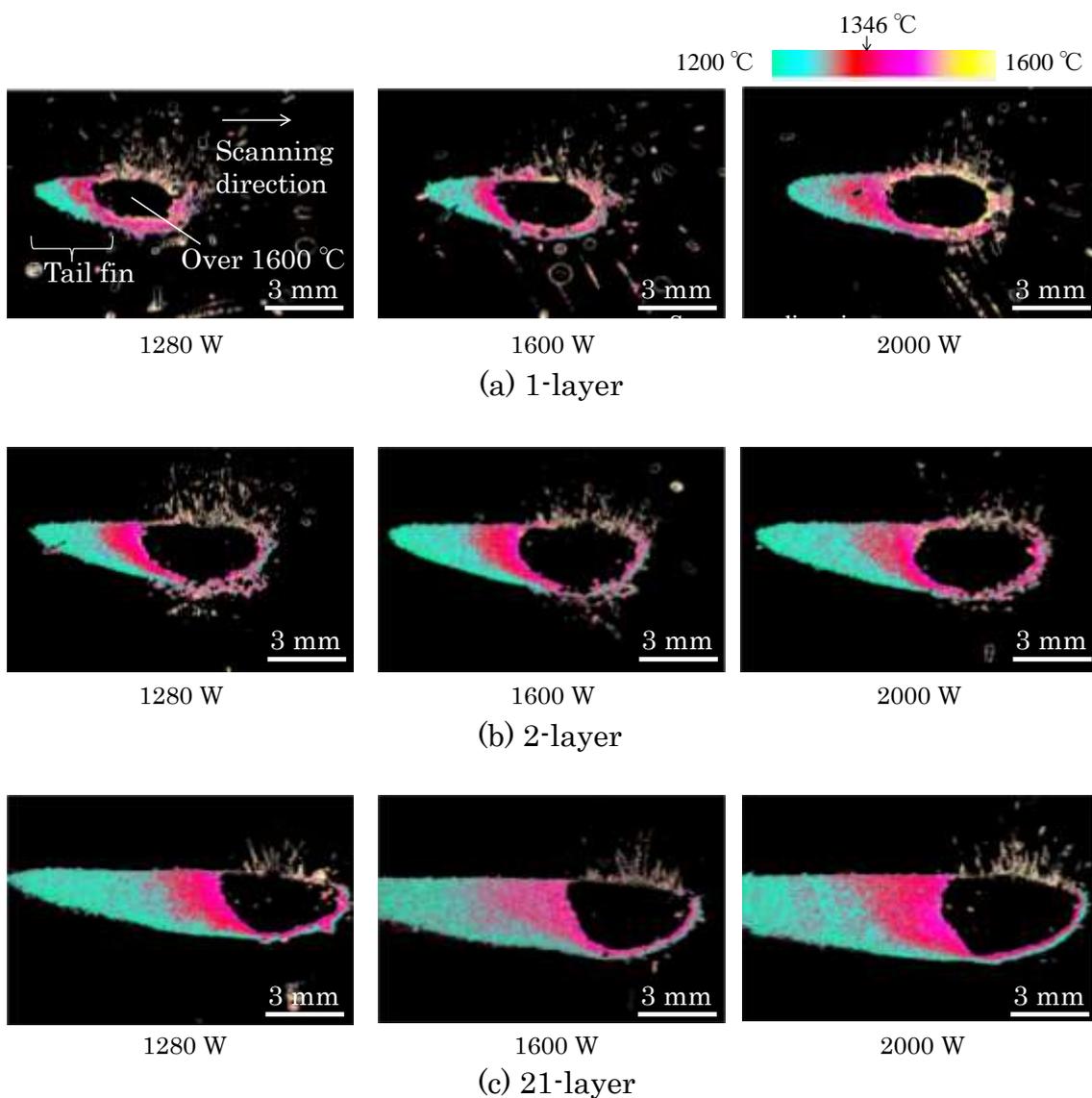


図 5-3 各条件における温度観察画像

5-4-3 各積層条件における空孔率と凝固時間の関係

各積層条件における空孔率とメルトプールの溶融から凝固までの時間の関係を調べるために、積層時の溶融から凝固までの時間を測定した。積層条件は5-4-2節と同じである。

(1) 溶融から凝固までの時間の測定方法

本二色法温度計測装置では処理画像の任意の点の温度を測定可能であるとともに、動画であるため連続して測定し、CSV出力が可能である。斜め45度からの撮影であることと、積層厚みがあることから、最も溶融がはやく始まる点と、尾びれの先端である最も温度が維持される点は、画像において同じ点にならない。そのため本測定においては図5-4に示すように垂直線上A、Bの2点にて温度測定した。図中左から右にレーザ走査するため、A点は他の点よりも早く温度が高くなり、B点は他の点よりも長く温度を維持する。この2点の温度をCSV出力し図5-5に示すようにグラフ化し、A点における温度上昇時の曲線とInconel 718の融点1346°Cが交わる点から、B点における温度下降時の曲線と凝固点1329°Cが交わる点の間の時間を測定することで、溶融から凝固までの時間 Δt を確認した。

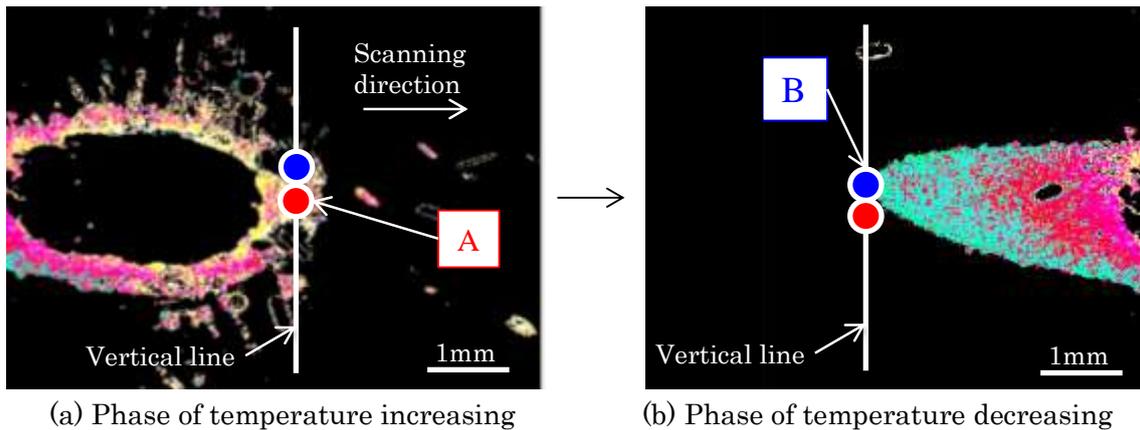


図 5-4 温度測定箇所

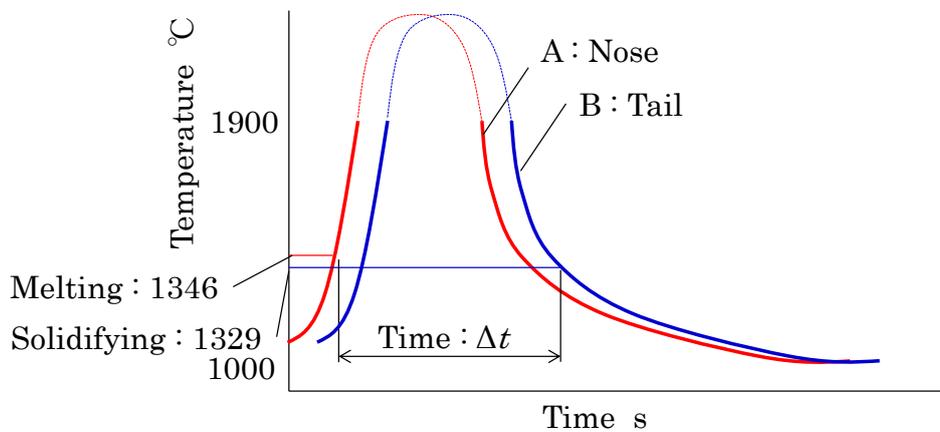


図 5-5 溶融から凝固までの時間 Δt 測定

(2) 溶融から凝固までの時間算出結果

図 5-6 に各積層条件における A 点と B 点の温度測定結果を示す。バックグラウンドノイズやスパッタを除外し、溶融から凝固までの時間 Δt を近似し求めた。なお、バックグラウンドノイズは 2 色法においてカメラ出力濃度が少ない場合に生じるとされている。図 5-7 にその結果をまとめる。1 層目積層においてレーザー出力 1,280 W では Δt は 0.25 秒、1,600 W では 0.28 秒、2,000 W では 0.32 秒であった。このことからレーザー出力が高まれば溶融から凝固までの時間が長くなることがわかった。

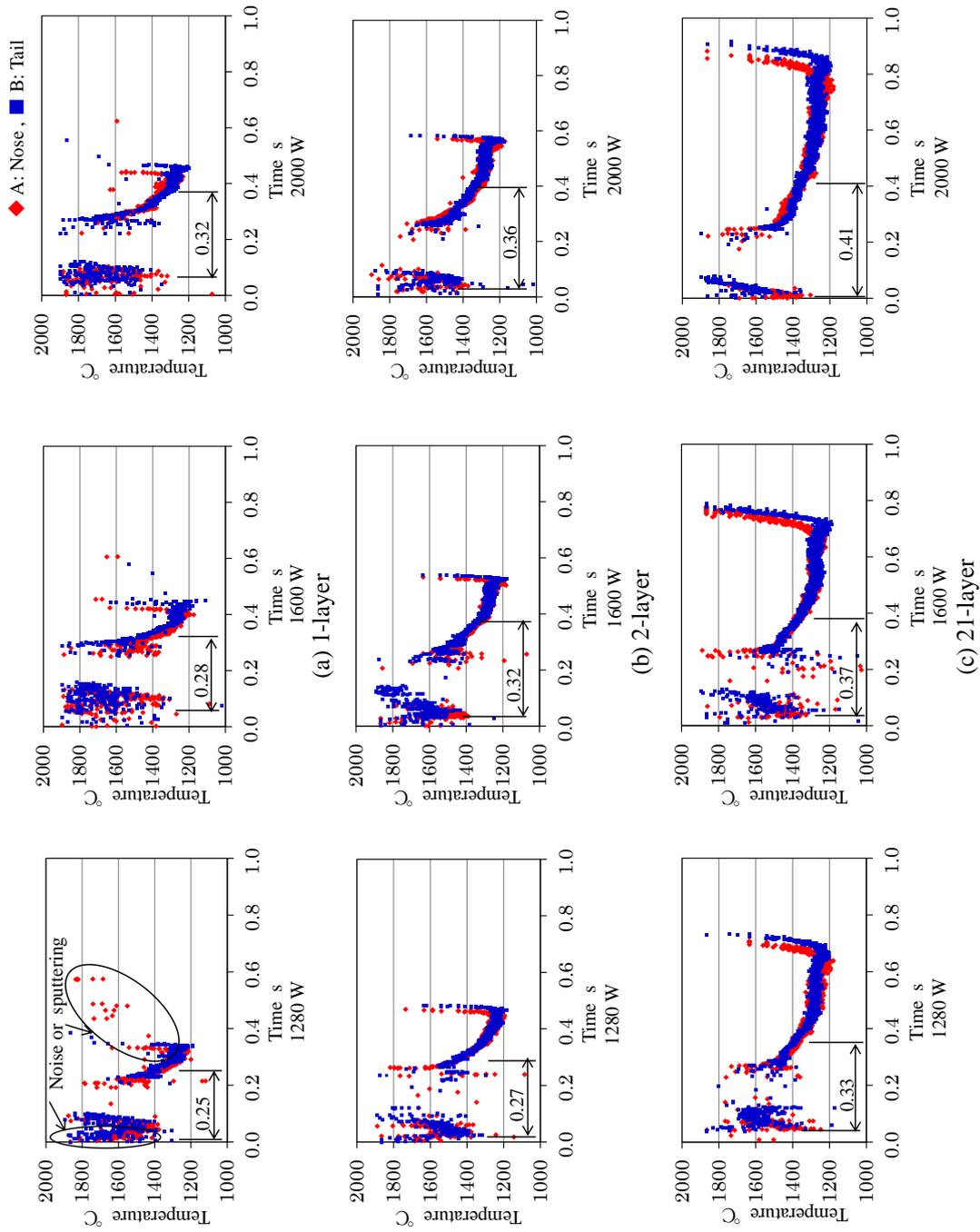


図 5-6 各積層条件における A,B 点温度測定結果

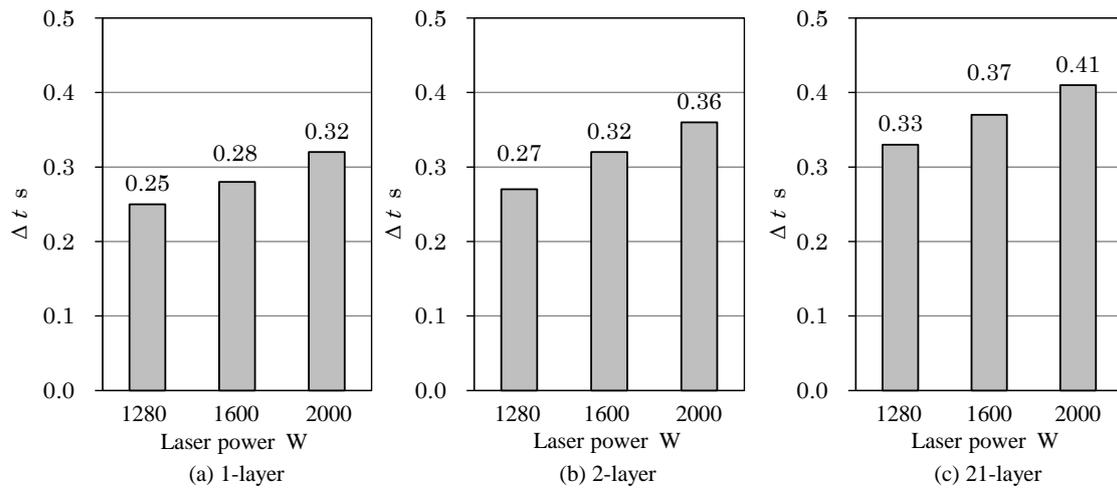


図 5-7 各積層条件における Δt

次に空孔率と熔融から凝固までの関係を調べた。第 4 章における空孔率の結果を 1 層, 2 層, 21 層にて分け, 横軸をレーザ出力, 縦軸を空孔率とした結果を図 5-8 に示す。この図をみてわかるように 1 層, 2 層, 21 層すべてにおいてレーザ出力が高まるにつれ空孔率が低くなることわかる。これはレーザ出力が高まることで熔融から凝固の時間が長くなり, その結果, 侵入したガスが外部に排出される時間が確保され, 空孔率が低くなったと思われる。なお, 図 5-8 より 1 層, 2 層と比べて 21 層のほうが, 空孔率が高まる傾向が確認された。例えば 2000 W においては 1 層, 2 層では 0.1 % で未満であるのに対し, 21 層では 0.1 % を超えている。これは 21 層では熔融から凝固までの時間が長くなりすぎることで, 空孔率を高める要因になっているためだと思われる。このことについては次節にて考察する。

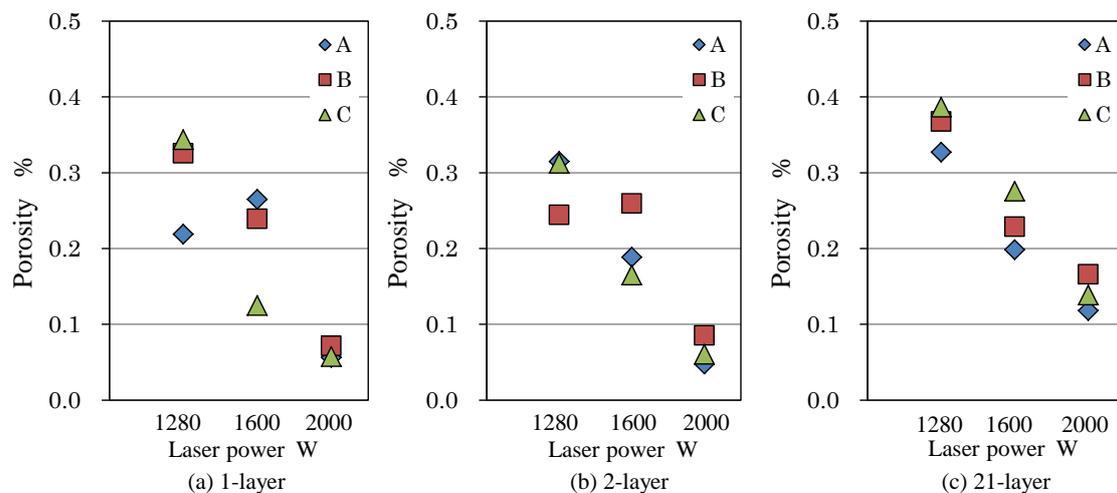


図 5-8 各積層数でのレーザ出力違いにおける空孔率

5-5 空孔発生メカニズムに関する考察

図 4-4, 図 5-8 より 1 層, 2 層, 21 層すべてでレーザー出力が低くなると空孔率が高くなる傾向となり, 特に 1280 W では最大で 0.386 % となった. また, 2000 W における空孔率は 0.2 % 未満と低い. この理由について考察する. レーザ出力が低い場合, メルトプールの温度が低く, 金属粉末溶融時に混入したガスが気泡となり自身の浮力によって外部に抜け出る前にメルトプールが凝固したため, 空孔率が高くなると推測される. 一方, レーザ出力が高い場合, 温度が高まり溶融金属の粘度が低下する^[67], 更に十分な溶融から凝固までの時間が確保されたことから混入した気泡が自身の浮力によって外部に抜け出る時間があつたため空孔率が低くなると推測できる. なお, レーザ出力が高くなると溶融から凝固までの時間が長くなることは図 5-6, 図 5-7 より確認できる.

ただし, 浮力のみでこの現象を考えた場合, 積層部表層に空孔が多く観察されるはずだが, 図 4-1 から図 4-3 をみるとそのような状態は確認できない. 空孔はいびつな形状ではなく球形であったこと, メルトプール温度が融点 1346 °C を明らかに超えていたこと (図 5-2) から, 金属粉末は十分に溶融され, 侵入した気泡は溶融金属中で浮力を受ける. 一方でメルトプール中ではマランゴニカや粉末の侵入, ガスの吹きつけにより対流が生じる可能性があることが先行研究で指摘されている^[24, 25]. ここで本研究にて撮影した高速度カメラ動画のコマ送り画像を図 5-9 に示す. 撮影条件は 5-4 節と同じとし, 1 コマは 1/3000 秒であり 21 層目を撮影している. 積層条件はレーザー出力 1280 W, 送り速度 1000 mm/min である. 矢印で示したメルトプールの淵にある凝固しかけの金属, あるいは表面に付着した溶融前の粉末と思われる黒い点がメルトプール中心に向かって移動していることがわかる. 粉末がメルトプール中央に多く投入されることから, その運動エネルギーにより外側から中心方向の対流がメルトプールに生じていると思われる. なお, 先行研究^[24, 25]ではマランゴニカにより中央から外側への対流が生じるとされているが, 本研究では外側から中心方向への対流が生じていることを確認した.

以上より, ある一定の大きさを越えた気泡は自身の浮力によって外部に排出されるが, 浮力の影響が低い小さい気泡は対流の影響を受け排出されずメルトプール内に均一に分散したと考えられる. 図 5-10 に気泡排出のイメージを示す.

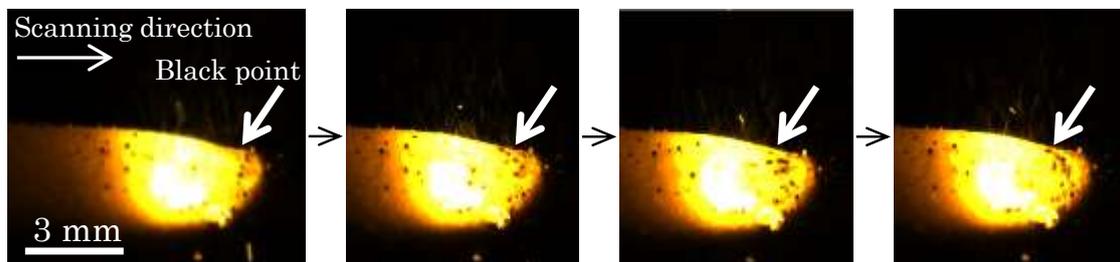


図 5-9 高速度カメラ動画コマ送り画像 (1280 W, 1000 mm/min, 21 層目)

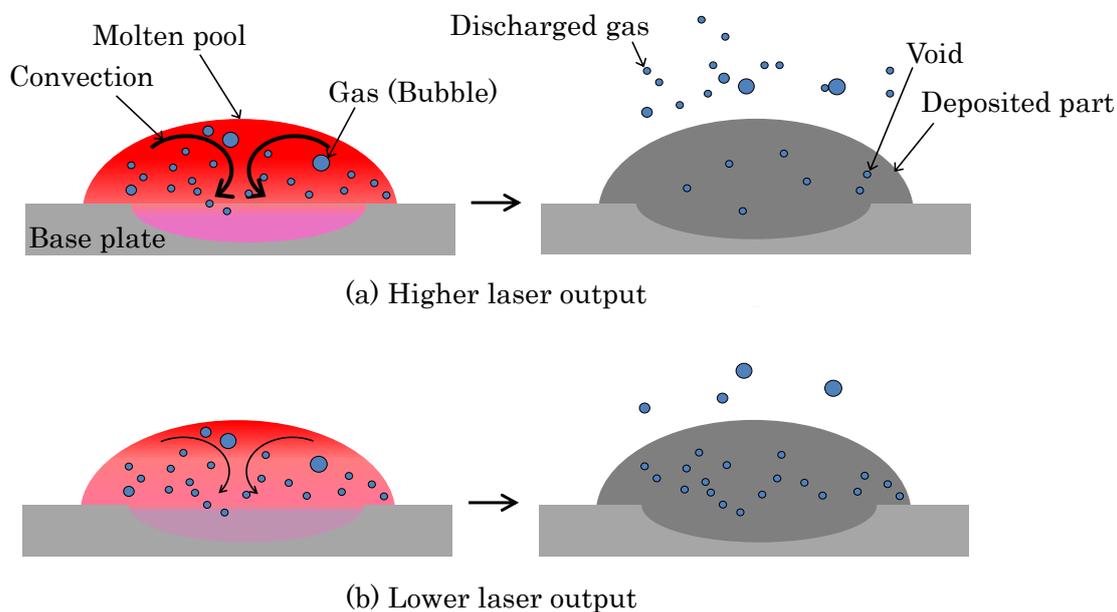


図 5-10 浮力と対流による気泡排出イメージ

次に 5-2 節の空孔ガス分析結果に着目する。なお、空孔ガス分析に用いた試料作製におけるレーザ出力は 1280 W, 2000 W と第 4 章の薄壁積層と同じだが、板材積層のため斜め 45 度の連続走査であり、異なる積層であることに留意したい。

1280 W, 2000 W の両条件ともにアルゴンが検出された。これは粉末がメルトプールに投入される際にシールドガスやキャリアガスに用いられているアルゴンガスが巻き込まれ、その内部に閉じ込められたためだと推測できる。なお、大気環境下でシールドガスを用いながら金属を溶融させるという観点から、DED 積層は溶接に似ている。溶接の事例では、メルトプール周辺のガスがメルトプール内に巻き込まれ凝固することが空孔発生の要因の一つとして示されている^[68]。また、Ni 合金は溶融時の粘性の高さから内部に入り込んだガスが排出されにくいことも示されている^[69]。これらからも Inconel 718 の DED 積層においてアルゴンガスがメルトプールに侵入し凝固することが空孔発生の要因と考えられる。

更に 2000 W の条件では質量数 28, 32 のガス成分が検出された。これは CO, N₂, O₂ といった大気成分と考えられる。1280 W の条件に比べ、2000 W の条件では、長時間の連続走査により積層物に過度の熱が溜まり、積層物温度が相当上昇する。このため、シールドガスを吐出しているレーザノズル通過後もある一定時間積層部は、凝固せずに溶融状態を維持する。この結果、高温状態の積層部が大気と触れることで酸化膜や窒化膜が生じる^[68]。これらの化合物上に金属積層を行う際、熱分解によって酸素や窒素が放出されメルトプール内部に混入し^[70]、空孔ガスとして検出されたと推測できる。なお、Cr を 2% 以上含む金属は溶接時のシールド切れにより酸化しやすいといわれている^[71]。本研究に用いた Inconel

718 は Cr を 19.05 % 含んでいるため、その傾向が強いといえる。

次にこの推測の妥当性を確認するために、温度観察結果を確認する。送り速度 1000 mm/min, レーザ出力 2000 W, 1280 W における薄壁積層時の 21 層目の温度観察画像を図 5-11 に示す。

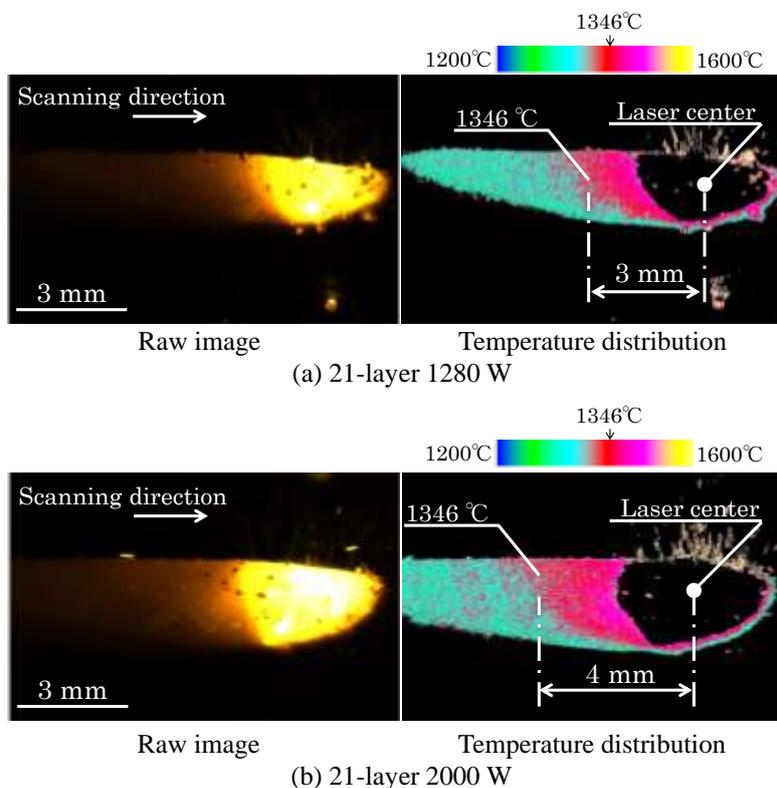


図 5-11 レーザ照射中心からの融点 1346 度までの距離比較

レーザー中心から融点 1346 °C 以上の部分が 1280 W では 3 mm 程度だが、2000 W では 4 mm となり、レーザー出力が高いと融点以上の高温部の距離が長くなることを確認した。また、積層部付近のアルゴンガスによるシールド領域はレーザー照射中心より 2.5 mm 程度とされている。また、積層物表面は金属光沢がなく黒ずんでいることからシールド切れによる表面の酸化の可能性が伺える。

これらより、図 5-12 の(a)に示すように融点以上の領域がそれほど広くないときはシールドがなされメルトプールは大気に触れることは少ないが、(b)のようにレーザー出力を高めすぎると融点以上の領域がシールド領域より広くなり熔融状態の積層部が大気に触れる可能性がある。3.2.3 節で示した試験片作製時のような連続積層時は、過度の熱エネルギーが蓄積されることから融点以上の領域は拡大すると考えられる。以上より、2000 W, 1000 mm/min 連続積層の条件では、熔融部がアルゴンガスによるシールド領域を外れ大気に触れた可能性は十分に高いと言える。なお、DED 装置への粉末供給時、およびパウダーフィーダや粉末供給配管内部において、粉末が大気に触れ酸化する可能性もある。そのため、粉末の供

給プロセスにおいても粉末が大気に接触しないようにすることが望ましい。

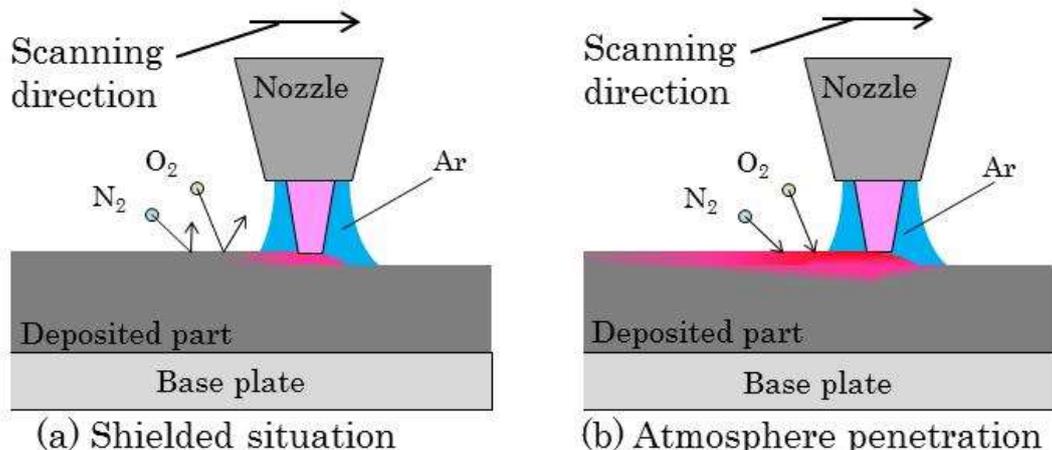


図 5-12 シールドガス切れによる溶融部の大気接触のイメージ

なお，先行研究^[41]では，Inconel 625 において 50 層の薄壁積層時ではレーザ出力が高まると空孔が増える現象が示されている．積層物上側半分の断面空孔評価において 1280 W では 0.513 % だった空孔率が 2000 W では 1.036 % であった．これも薄壁の連続走査による積層において，レーザ出力が高いほうが熱が溜まり図 5-11 に示すようなシールド切れ状態になっているためと推測できる．また，図 5-8 において 1 層，2 層よりも 21 層のほうがも空孔率が高くなる傾向があることも同様の理由であると推測できる．なお，Ti-6Al-4V の空孔率評価の先行研究において，アルゴン雰囲気チャンバ内での積層において，積層数が増えると空孔率が低くなることが報告されている^[51]．これは積層数が増えることで連続走査により熱が溜まり，溶融から凝固までの時間が長くなりメルトプール内部に侵入したガスが排出される時間が確保されるためだと思われる．また，アルゴン雰囲気チャンバ内の積層であることから熱が溜まりすぎても表面に酸化や窒化が生じないため，積層数が増えても空孔が増えないと思われる．Inconel 718 においてもアルゴン雰囲気チャンバで積層をすることで，積層数が増え熱が溜まっても酸化や窒化が生じることなく積層でき空孔を抑制できる可能性がある．

5-6 結言

本章では空孔発生の要因を実験的に調べることを目的として，空孔ガス成分の分析を行なうとともに高速度カメラを用いて積層プロセスの観察を行った．また，二色法を用い積層時の温度分布を調べるとともに溶融から凝固までの時間が空孔率に影響を与えることを明らかにした．得られた結果に基づき空孔発生のメカニズムに関する考察を行った．以下に得られた結果をまとめる．

- 1) 空孔ガス分析用の連続走査による積層を行った試験片から，空孔ガス成分としてキャリ

アガスやシールドガスの元素であるアルゴンが検出された。またレーザー出力 2000 W において大気成分が検出された。

- 2) レーザ出力が高まれば高まるほど、メルトプールサイズが大きくなることを確認した。
- 3) 複数層を積層する場合、前積層を再溶融し、その深さはレーザー出力が高まれば高まるほど深くなることを確認した。
- 4) レーザ出力が高まれば高まるほど、溶融から凝固までの時間が長くなることを確認した。
- 5) 送り速度 1000 mm/min においてレーザー出力 2000 W での積層が最も空孔率が低くなった。これは溶融から凝固までの時間が確保され混入ガスが自身の浮力によって外部へ抜け出る時間があつたためだと考えられる。
- 6) 薄壁積層における 21 層積層時の温度観察の結果から、レーザー出力が高い場合、融点以上の領域がシールド領域より広くなり溶融状態の積層が大気に触れる可能性がある。

第6章 結論

本研究では航空宇宙産業で多く用いられるニッケル合金 Inconel 718 を対象とし、単層だけでなく実製品の積層に必要とされる薄壁積層を行い、造形物内の発生空孔を評価した。また、空孔発生要因を明らかにするために、空孔ガス成分の分析を行った。次に積層プロセスを直接観察するために高速度カメラによる撮影を行うとともに、二色法による温度観察を実施し、積層における溶融から凝固までの時間を算出し空孔との関連性を調べた。得られた結果から空孔発生メカニズムを推察するとともに、発生空孔の抑制を図ることを本研究の目的とした。以下に本研究で得られた成果を示す。

6-1 積層条件と発生空孔の関係

空孔抑制可能な積層条件を明らかにするために、異なるレーザ出力での積層を行い、積層断面の観察および空孔分布・空孔率を評価した。また、最も空孔率が低くなった積層条件から入力エネルギー密度を求めた。そのエネルギー密度を維持した状態で、送り速度を変化させ積層を行い、造形物の空孔評価を行うとともに積層形状を評価した。以下に得られた結果をまとめる。

- 1) 送り速度 1000 mm/min において異なるレーザ出力 1280 W, 1600 W, 2000 W の 3 パターンで積層した。このとき 2000 W での空孔率が最も低くなった。
- 2) 異なるレーザ出力での積層において、21 層すべてで先端部の空孔率が低いことを確認した。
- 3) 異なるレーザ出力での積層において、21 層においてレーザ出力が高まると積層高さが低くなり、幅が厚くなることを確認した。
- 4) 入力エネルギー密度を 40 J/mm² 一定にした場合、送り速度を変化させても空孔率はほぼ一定となった。
- 5) 入力エネルギー密度を 40 J/mm² 一定とした場合、単位面積あたりの粉末供給量が最も多い 1280 W, 送り 640 mm/min の積層高さが最も高くなった。

6-2 発生空孔の分析と空孔発生メカニズムの考察

空孔発生の要因を実験的に調べることを目的として、空孔ガス成分の分析を行なうとともに高速度カメラを用いて積層プロセスの観察を行った。また、二色温度法を用い積層時の温度分布を調べるとともに溶融から凝固までの時間が空孔率に影響を与えることを明らかにした。得られた結果に基づき空孔発生のメカニズムに関する考察を行った。以下に得られた結果をまとめる。

- 1) 空孔ガス分析用の連続走査による積層を行った試験片から、空孔ガス成分としてキャリアガスやシールドガスの元素であるアルゴンが検出された。またレーザー出力 2000 W において大気成分が検出された。
- 2) レーザ出力が高まれば高まるほど、メルトプールサイズが大きくなることを確認した。
- 3) 複数層を積層する場合、前積層を再溶融し、その深さはレーザー出力が高まれば高まるほど深くなることを確認した。
- 4) レーザ出力が高まれば高まるほど、溶融から凝固までの時間が長くなることを確認した。
- 5) 送り速度 1000 mm/min においてレーザー出力 2000 W での積層が最も空孔率が低くなった。これは溶融から凝固までの時間が確保され混入ガスが自身の浮力によって外部へ抜け出る時間があつたためだと考えられる。
- 6) 薄壁積層における 21 層積層時の温度観察の結果から、レーザー出力が高い場合、融点以上の領域がシールド領域より広くなり溶融状態の積層が大気に触れる可能性がある。

6-3 将来への展望

本研究では積層プロセスの直接的観察を通して空孔発生メカニズムを推察し、メルトプール内に対流が生じ、侵入した気泡が自身の浮力によって外部に排出されるという仮説を示した。今後は溶融金属の粘性、対流、気泡およびその浮力などを考慮しシミュレーションを行い、仮説を証明することが求められる。

積層部の温度が高くなりすぎた場合、溶融金属が凝固する前にシールド切れが生じ、積層物表面に窒化や酸化が発生する可能性がある。そのため積層物表面が黒ずんでいることを説明した。これについては、シールド領域を増やす、あるいは DED 装置内部をシールドガスで充填させ積層することで積層物表面の黒ずみが緩和されれば、その妥当性を高めることができる。

実用において送り速度を変化させながら積層することがあることを説明した。これは造形物のコーナ部などの積層においてレーザーノズルの送り速度を加減速させなければならないためである。空孔抑制できる最適な入力エネルギー密度で積層するためには、送り速度に応じてレーザー出力も迅速に変化させなければならない。そのため、レーザー出力変化の応答性を高める、あるいは先読み制御によってレーザー出力を変化させるなどの機能開発が求められる。

入力エネルギー密度一定の積層において送り速度が変化すると積層高さが変わることも確認した。これは単位面積あたりの粉末供給量が変わったためである。実用においては一定高さでの安定した積層が望まれる。そのため送り速度の変化にあわせて迅速に粉末供給量を変化させることが必要である。しかしながら、現在の装置では粉末供給量は指令後 10 秒程度経過しないと変化しない。このため、今後は粉末供給量が指令後すぐに変更できる装置開発も求められる。ただし、粉末供給量を迅速に変化させたとしても、造形物形状が 3D-CAD データどおりであるかの確認も重要である。そのため、積層物の形状測定技術開

発，更には測定結果と 3D-CAD データを比較し，CAM データへフィードバックし，自動補正できる技術の開発が望まれる。

謝辞

本研究は、著者が DMG 森精機株式会社に在職中に慶應義塾大学大学院理工学研究科の柿沼康弘准教授の御指導のもとで行われたものであり、同准教授により賜った御指導と御鞭撻に厚く御礼申し上げます。また、ご多忙中の貴重な時間を割かれて本論文をご査読頂き、貴重なご指摘を賜りました、青山英樹教授、鈴木哲也教授、寺川光洋准教授に厚く御礼申し上げます。さらに、論文執筆において多くの御助言を頂いた小池助教に厚く御礼申し上げます。

本研究の対象である AM 装置は、著者の勤務する DMG 森精機株式会社において開発が進められており、その研究の機会を与えて下さった森雅彦社長、藤嶋誠専務執行役員に深く感謝します。また、筆者の直属の上長であり、研究できる環境を整えて頂いた酒井茂次常務執行役員に感謝の意を表します。さらに、本研究での実験や論文執筆における情報提供に協力して頂いた小田陽平グループ長、森貴則グループ長および酒井利将社員に感謝の意を表します。

最後に、本研学生活を支え、理解し励まし続けてくれた家族と応援をしていただいた両親に心より感謝いたします。

参考文献

- [1] 新野俊樹：付加製造技術に関わる定義と各種工法，「新たなものづくり」3Dプリンタ活用最前線，NTS，pp.11-18，(2015).
- [2] Wohlers Associates: Wohlers Report, pp.149, (2018).
- [3] 柿沼康弘，小池綾：総論 最新の三次元加工と将来展望，光技術コンタクト，56，5，pp.4-10，(2018).
- [4] 芦田峻：金属粉末溶融積層造形法における高強度・効率積層技術の開発 高強度・効率積層技術の開発，慶應義塾大学院理工学研究科総合デザイン工学専攻 2016 年度修士論文，pp.1.
- [5] 堀秀輔：宇宙開発における 3D プリンタの活用取組み，「新たなものづくり」3D プリンタ活用最前線，NTS，pp.221-227，(2015).
- [6] 山口清，飯塚厚史：複雑形状製品への 3D プリンタの活用，「新たなものづくり」3D プリンタ活用最前線，NTS，pp.229-234，(2015).
- [7] 山崎慶一，小池綾，柿沼康弘，青山藤詞郎，小田陽平：指向性エネルギー堆積法による異種金属結合における界面の評価，2017 年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集，pp.1029-1030.
- [8] 一般財団法人日本航空機開発協会：民間航空機に関する市場予測 2017-2036，(2017).
- [9] 清水透：特集「近年の鋳造設備研究・開発の進展」3D 積層造形技術と金属造形への進展，鋳造工学，85，9，pp.600-604，(2013).
- [10] 特願昭 55-48210
- [11] 小玉秀男：3D プリンタの発明経緯と次世代への期待，「新たなものづくり」3D プリンタ活用最前線，NTS，pp.3-7，(2015).
- [12] A. J. Herbert: Journal of Applied Photographic Engineering, 8, 4, pp.185-188, (1982).
- [13] 特願昭 60-173347
- [14] 京極秀樹：3D プリンタの現状と今後，教科研究理科，201，pp.14-17，(2015).
- [15] Fraunhofer 研究所：
<https://www.generativ.fraunhofer.de/en/profile/institutes/fraunhofer-iapt.html>，
2018 年 9 月 15 日にアクセス。
- [16] MTC：<http://www.the-mtc.org/our-technologies/additive-manufacturing>，2018 年 9 月 15 日にアクセス。
- [17] 稲井創一：日本経済新聞 8 月 23 日 (2016)。
- [18] 藤崎竜介：日刊工業新聞 9 月 21 日 (2016)。
- [19] 檜原弘之：付加製造技術 (additive manufacturing, 3D プリンタ) の概要と動向，人工臓器，44，1，pp.32-36，(2015)。
- [20] M. Schmidt, M. Merklein, D. Bourell, D. Dimitrov, T. Hausotte, K. Wegener, L.

- Overmeyer, F. Vollertsen, G. N. Levy: Laser based additive manufacturing in industry and academia, *CIRP Annuals – Manufacturing Technology*, 66, pp.561-583, (2017).
- [21] 千葉晶彦：電子ビームを用いた金属 Additive Manufacturing 技術の最新動向，精密工学会誌，82，7，pp.624-628，(2016).
- [22] 株式会社木村鋳造所：<https://www.kimuragrp.co.jp/>，2018年7月2日にアクセス
- [23] C. Zhong, A. Gasser, T. Schopphoven, R. Poprawe: Experimental study of porosity reduction in high deposition-rate Laser Material Deposition, *Journal of Optics & Laser Technology*, 75, 87, (2015).
- [24] A. Raghavan, H. L. Wei, T. A. Palmer and T. DebRoy: Heat transfer and fluid flow in additive manufacturing, *Journal of Laser Applications* 25, 052006, (2013), doi: 10.2351/1.4817788.
- [25] J. C. Heigel, P. Michaleris, and T. A. Palmer: Measurement of forced surface convection in directed energy deposition additive manufacturing, *Journal of engineering manufacture*, 230, 7, 1295, (2016).
- [26] 丸橋瑛太，河野大輔，山路伊和夫，小田陽平，松原厚：Directed Energy Deposition を用いた積層造形物の温度測定に関する研究，2017年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集，pp.1027-1028.
- [27] 新野慎太郎，小池綾，柿沼康弘，青山藤詞郎，小田陽平：三次元熱伝導シミュレーションに基づく指向性エネルギー堆積法のためのレーザー出力生成，2017年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集，pp.1031-1032.
- [28] 芦田峻，小池綾，柿沼康弘，青山藤詞郎，小田陽平：指向性エネルギー堆積法における内部空孔と造形物強度の相関性に関する研究，2017年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集，pp.1033-1034.
- [29] D. Kono, A. Maruhashi, I. Yamaji, Y. Oda, M. Mori: Effects of cladding path on workpiece geometry and impact toughness in Directed Energy Deposition of 316L stainless steel, *CIRP Annuals – Manufacturing Technology*, 67, pp.233-236, (2018).
- [30] R. Koike, T. Misawa, T. Aoyama, M. Kondo: Controlling metal structure with remelting process in direct energy deposition of Inconel 625, *CIRP Annuals – Manufacturing Technology*, 67, pp.237-240, (2018).
- [31] E. Govekar, A. Jeromen, A. Kuznetsov, G. Levy, M. Fujishima: Study of an annular laser beam axially-fed powder cladding process, *CIRP Annuals – Manufacturing Technology*, 67, pp. 241-244, (2018).
- [32] 京極秀樹：レーザを用いた金属 Additive Manufacturing 技術の最新動向，精密工学会誌，82，7，pp.619-623，(2016).

- [33] 近藤昌樹：3次元複合レーザー加工機「LASERTEC 4300 3D」の特徴と加工事例，型技術，32，2，pp.36-37，(2017).
- [34] 笹原弘之：アーク放電を用いた熔融金属積層による迅速な高速度3次元造形，精密工学会第373回講習会「これぞ金属積層造形－先端研究から活用事例まで」，pp.32-37，(2015).
- [35] 阿部壮志，金子順一，堀尾健一郎，笹原弘之：ワイヤー＋アーク放電によるアディティブ・マニファクチャリングにおける造形物温度予測に基づく溶着金属形状制御，2018年度精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集，pp.418-419.
- [36] 一般財団法人光産業技術振興協会（後援：経済産業省）：S4 大出力レーザー機器の安全，第29回レーザー安全スクールテキスト，pp.14-16，(2015).
- [37] 黒澤 宏：レーザー 基礎の基礎，オプトニクス社，pp.10-11，(1999).
- [38] 牛山善太：光学設計の基礎知識，日刊工業新聞社，pp.114-115，(2015).
- [39] 浦井直樹，西川和一：Q&A レーザ，産報出版，pp.48-50，(1998).
- [40] 川人洋介ら，ステンレス鋼の高輝度・高出力レーザー溶接時の熔融池内湯流れに及ぼす溶接速度の影響の三次元X線透視その場観察法による解明，溶接学会論文集，33，1，pp.13-19，(2015).
- [41] Y. Kakinuma, M. Mori, Y. Oda, T. Mori, M. Kashihara, A. Hansel, M. Fujishima: Influence of metal powder characteristics on product quality with directed energy deposition of Inconel 625, CIRP Annuals, 65, 1, 48, (2016) .
- [42] 菊池正夫：ステンレス鋼の高温特性，Sanyo Technical Report, 21, 1, pp.11-27, (2014).
- [43] K. Ishiyama, R. Koike, Y. Kakinuma, T. Suzuki, T. Mori: Cooling process for directional solidification in directed energy deposition, MSEC2018-6437, (2018).
- [44] 野崎 潔，長汐晃輔，栗林一彦：金属間化合物のデンドライト成長メカニズム－結晶構造の異方性がもたらす多様性－，日本結晶成長学会誌，34，2，pp.75-82，(2007).
- [45] 宮田保教，高橋 光，戸来晶晴：高速一方向凝固における凝固特性と界面形態遷移，日本金属学会誌，71，11，pp.1032-1040，(2007).
- [46] 財団法人 資源探査用観測システム・宇宙環境利用研究開発機構：耐熱合金の高温融体の高精度熱物性測定に関する検討，pp.13-21，平成20年3月(2008).
- [47] Special Metals Corporation Website (2018) Inconel Alloy 625, 2018年9月30日にアクセス。
<http://www.specialmetals.com/assets/smc/documents/alloys/inconel/inconel-alloy-625.pdf>.
- [48] American Casting Company Website (2018) 2018年9月30日にアクセス。
<http://americancastingco.com/nickel-based-alloys-investment-castings/>
- [49] Special Metals Corporation Website (2018) Inconel Alloy 718, 2018年9月30日

- にアクセス。
http://www.specialmetals.com/assets/smc/documents/inconel_alloy_718.pdf
- [50] 岡崎喜臣, 石田斉, 末永和之, 日高武史: 高強度溶接金属の組織および靱性に及ぼす酸化物系介在物組成の影響, 溶接学会論文集, 27, 2, pp.131-138, (2009).
- [51] Effect of processing conditions on the microstructure, porosity, and mechanical properties of Ti-6Al-4V repair fabricated by directed energy deposition: N. A. Kistler, D. J. Corbin, A. R. Nassar, E. W. Reutzler, A. M. Beese, Journal of Materials Processing Tech, 264, pp.172-18, (2019).
- [52] 山陽特殊製鋼:3D プリンター用ガスアトマイズ粉末, Sanyo Technical Report, 22 , pp.62-64, (2015).
- [53] ALCTION D(Advanced Laser Coating Technology for Innovation to Delight)ホームページ http://www.jwri.osaka-u.ac.jp/~uhed/sip_laser/index.html, 2018年9月30日にアクセス。
- [54] 片山聖二: レーザ溶接, 溶接学会誌, 78, 2, pp.40-54, (2009).
- [55] 堀部和也: ハイブリッド複合加工機による次世代加工, IMEC2018 第18回工作機械技術者会議論文集, pp.115-125, (2018).
- [56] LASERTEC 65 3D カタログ: DMG 森精機, 2016年5月25日。
- [57] ストルアス社 HP: <https://www.struers.com/> 2018年8月18日にアクセス。
- [58] ライカ社 HP: <https://www.leica-microsystems.com/jp/> 2018年8月19日にアクセス。
- [59] メタログガイド: ストルアス社, 33-1435(5000), (2008)
- [60] PHANTOM Miro LAB/LC/R シリーズカタログ (IBS-1511-2K): 株式会社ノビテック, 2016年6月。
- [61] 可視化用レーザ照明 CAVILUX カタログ (IBS-1505-1K): 株式会社ノビテック, 2016年6月。
- [62] H. Usui, K. Mitsui: The Development of High-Speed Multi Wave Radiometer at NIR for Temperature Measurement, 29th International Congress on High-Speed Imaging and Photomics Proc. ICHSIP-29, 201, pp. B07-1-6,201, (2010), ISBN978-4-905149-01-9,
- [63] 森田善一郎, 藤田清比古, 北浦正弘, 大塚孝史, 足立 彰: 二色高温計による溶鉄および熔融鉄合金の温度測定に関する実験的検討, 鉄と鋼, 6, pp.104-113, (1971).
- [64] 堀三郎:セラミックスの焼結機構とその制御, 色材協会誌, 67,7, pp.402-410, (1990).
- [65] 神田輝一: 雰囲気炉のための炉気再思三考 (前編・後編), 工業加熱, 52, 2・3, pp.8-12. (2015),
- [66] 関谷克彦, 山根八洲男, 鳴瀧則彦: ニッケル基超耐熱合金 Inconel 718 の高速エンドミル加工における工具磨耗, 精密工学会誌, 70, 8, pp.1086-1090, (2004).

- [67] 耐熱合金の高温融体の高精度熱物性測定に関する検討:財団法人 資源探査用観測システム・宇宙環境利用研究開発機構, pp.25-32, (2008年3月).
- [68] 西本和俊ら(社)日本溶接協会特殊材料溶接研究委員会, ステンレス鋼溶接トラブル事例集, 産報出版, (2014).
- [69] 葛原省五: Ni 基など高合金特殊材料における異材溶接, WE-COM マガジン, 25, (2016).
- [70] W.F. Gale, T.C. Totemeier, Smithells Metals Reference Book (Eighth Edition), ISBN: 978-0-7506-7509-3, (2003).
- [71] 川嶋 巖: トラブル事例から学ぶステンレス鋼溶接の勘どころ, 溶接技術者交流会 WE-COM マガジン, 17, (2015).

関連論文

1. 定期刊行誌掲載論文（主論文に関連する原著論文）
 - (1) 栗谷龍彦, 小池綾, 小田陽平, 柿沼康弘, “Inconel 718 のレーザ金属積層造形における発生空孔の評価と分析”, 精密工学会誌, Vol. 84, No. 4, pp. 371-377, (2018).
 - (2) Kuriya, T., Koike, R., Mori, T. and Kakinuma, Y., “Relationship between solidification time and porosity with directed energy deposition of Inconel 718”, Journal of Advanced Mechanical Design Systems, and Manufacturing, Vol. 12, No. 5, pp. 1-11, (2018).
2. 国際会議論文（査読付きの full-length papers）
 - (1) Kuriya, T.*, Koike, R., Mori, T. and Kakinuma, Y., “Relationship between solidification time and porosity with directed energy deposition of Inconel 718”, Proceedings of the 9th International Conference on Leading Edge Manufacturing in 21st Century (LEM21), (The Japan Society of Mechanical Engineers, Hiroshima, Japan), D03, (2017).
3. 国内学会発表
 - (1) 栗谷龍彦*, 小池綾, 小田陽平, 柿沼康弘, “Inconel 718 のレーザ金属積層造形における現象観察および空孔分析”, 2016 年度精密工学会秋季大会 (精密工学会, 水戸, 2016), F18.