#### 研究成果報告書 科学研究費助成事業

今和 4 年 6 月 2 日現在

機関番号: 14401

研究種目: 基盤研究(C)(一般)

研究期間: 2019~2021

課題番号: 19K05079

研究課題名(和文)時間・空間を制御したパルスレーザによる低歪かつスパッタレス金属積層造形技術の開発

研究課題名(英文)Development of advanced selective laser melting method by approach of laser heat input control

研究代表者

佐藤 雄二(Sato, Yuji)

大阪大学・接合科学研究所・准教授

研究者番号:40422547

交付決定額(研究期間全体):(直接経費) 3,400,000円

研究成果の概要(和文):選択的レーザー溶融法(SLM)は、金属粉末を溶融・凝固して一層毎に2次元形状を作り、これを繰り返し積み上げて3D 形状を形成する。SLMで造形したサンプルは、鋳造や切削加工を行った製品と比較して、造形物の精度や密度が低い。しかも、造形物の金属組織が不均一であるため、構造材への適用が難しかった。そこで本研究では、レーザの入熱量を精密に制御して造形することで、SLMの課題であったスパッタの発生ならびに異方性の解消を試みた。その結果、変調パルスを用いた造形物では結晶粒径の微細化が小さくなる傾向があることがわかった。さらに、パルス周波数100Hzで造形した試料は面内の組織が均質であることがわか った。

研究成果の学術的意義や社会的意義 レーザをパルス駆動させてレーザの入熱量を精密に制御して積層造形を行った本研究では、レーザパルスのピーク出力やパルス波形の違いが粉末粒子の溶融凝固プロセスに与える影響を微視的にリアルタイム観察し、スパッタの発生因子との相関を明らかにした。さらに、パルスレーザを用いてチタン合金の積層造形を行い、3D造形物の異方性解消、材料組織の均質化など、変調パルスレーザによる入熱制御技術が3D造形の高品質化につながる基礎的な結果を存た。本成果は次世代生産技術の根幹となる金属積層造形法の高度化に資するものとなり、もの基準的な結果を存むはおります。 づくりのデジタル化の推進に大きく寄与するものであると考える。

研究成果の概要(英文): Selective laser melting (SLM) is a powder bed fusion method that uses a laser as a heat source to melt and solidify powders to form two-dimensional shapes, which are then stacked to form three-dimensional shapes. However, the SLM method has some problems. One is spatter generation while the laser irradiation, another one is generation of anisotropy. To solve these problems, it required to control the heat input of laser precisely. In this study, it was attempted to precisely control the heat input by using modulated pulse that are periodically turned on and off for output power of the laser. As a result, it was found that the grain size tended to be smaller in the fabrication using modulated pulses of laser. Furthermore, the specimens fabricated with a pulse frequency of 100 Hz were found to have a homogeneous in microstructure.

研究分野: レーザ加工

キーワード: レーザ金属積層造形 チタン 変調パルス ファイバ レーザ スパッタ 異方性 材料組織制御 入 熱制御

科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等に ついては、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属します。

## 1.研究開始当初の背景

金属の付加製造技術(Additive Manufacturing: AM)は、3D-CAD データを元に金属粉末から3 次元形状の製品を直接造形できる加工方法である。なかでも熱源にレーザを用いた手法は、レー ザ金属積層造形法(Selective Laser Melting:SLM)と区分けされている。SLM法は、レーザを 照射して、金属粉末を溶融・凝固して一層毎に 2 次元形状を作り、これを繰り返し積み上げて 3D 形状を形成する。そのため、従来の切削加工や塑性加工、鋳造加工では製造出来ない複雑形 状の製品を造形できる。これらの特徴を生かして、最近では、金型や機械部品の試作・開発、小 ロット部品の製造、航空宇宙分野のブラケットや燃料噴射装置、ケーシングなど、医療分野では カスタムオーダーメイドが必要となる人工関節等の整形外科用インプラントや、歯科用ブリッ ジなどが応用例として挙げられている。造形可能な材料には、Ni 系合金であるインコネルやハ ステロイ、鉄系では、ステンレス、マルエージング鋼、その他では、チタン、チタン合金、アル ニウム合金など、数多くの材料が報告されている。しかしながら、SLM で造形したサンプル は、鋳造や切削加工を行った製品と比較して、造形物の精度や密度が低く、機械的特性が劣る。 しかも、造形物の金属組織が不均一であるため、構造材への適用が難しい。特に金属の溶融・凝 固層を積層していくため、熱歪みが大きい。この歪みは、寸法精度や造形物の品質に直接影響を 与える。これまでは、造形後に切削加工を施したり、材料組織の均一化や熱歪みの緩和するため に熱処理を施したりするなど、後加工プロセスが必須であった。しかしながら、この様な後加工 プロセスを用いると工程が追加されるだけでなく、時間とコストを要してしまうため、根本的な 解決法とは言い難い。むしろ金属 AM の最終製品を直接アウトプットできる利点をも潰してし まっている。一般に、金属粉末にレーザが照射されると 粉末でレーザが吸収されて溶融するが, 同時にスパッタと呼ばれる粉末の飛散現象が発生する. スパッタは,積層造形プロセスにおいて 造形効率を低くするだけでなく,造形内部に空孔形成の一因となり,相対密度を小さくしてしま う。そこで本研究では、これらの課題を解決するために、レーザの入熱を制御してスパッタの抑 制と熱歪みを抑えた金属積層造形技術を開発し、ワンプロセスで造形可能な真の金属 3D プリン 夕技術を開発する

#### 2.研究の目的

本研究課題では、変調パルスによる入熱制御技術を用いてチタンの造形を行い、歪みやスパッタを抑えた新たな 3D プリンタ技術を開発する。特に金属粉末 1 つにレーザを照射して、レーザ照射時の溶融粒子の挙動を解析し、スパッタや熱歪みの因子を明らかにし、レーザのパルス波形が金属積層造形物に与える影響を明らかにする。微視的から巨視的なプロセスを観察することで、レーザの入熱制御が 3D 造形サンプルに与える影響を明らかにすることが本研究課題の主目的である。

## 3.研究の方法

微視的解析:変調パルスレーザによる金属粒子1つの溶融凝固過程の観察と評価

Fig. 1 に実験装置外略図を示す。真空チャンバ内に設置した Ti 板の上に粒径 200 μm の Ti 粒子を設置し、真空排気して 10Pa に設定する。レーザ光は、合成石英ガラス窓を介して Ti 粒子に集光照射する。レーザスポット径は、Ti 粒子径と一致するように 200 μ mに調整し、レーザはトップハット型のプロファイルを用いた。レーザ照射時の Ti の溶融凝固プロセスを観察するためにを、高輝度 X 線を用い、この透過像をシンチレータを介した高速度ビデオカメラを用いてリアルタイム観察する。また、に基板には、電気ヒータを設置し、室温から 500 まで変化させ、基板温度に対する溶融凝固現象の解明を行った。

巨視的解析:変調パルスレーザを用いたチタンの金属積層造形プロセスの観察と評価原料粉末である Ti 粉末をパウダーフィーダーに設置し、真空チャンバを真空排気する。造形ステージであるベースプレートを積層ピッチ分下降させ、Ti64 粉末をリコータで供給し、100 μm厚さに粉末をパウダーベッドに敷き均す(Fig.2)。レーザは、2 軸制御型ガルバノミラーに導光し、真空チャンバ内の造形ステージに F- レンズを用いて掃引照射する。レーザの掃引方法には、リニアラスタースキャン方式を採用して、基準試料として 10 mm x10 mm x2 mmの試験片を造形する。レーザの発振をパルス制御するためレーザにパルスジェネレータを組み込み、レーザパルス周波数を 100~1000Hz に変調して照射した。レーザの溶融凝固過程の評価として、高速度ビデオカメラ観察および、造形後の試料の断面観察および材料組織観察を行い、パルス波形に対するスパッタの発生量および組織への影響を明らかにする。

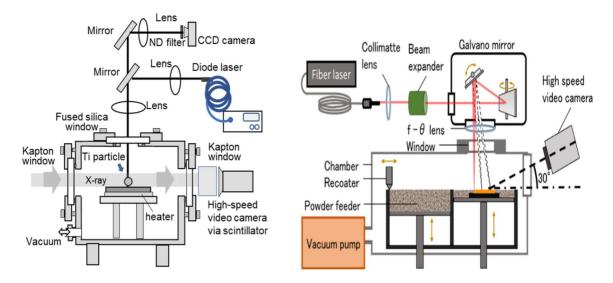


Fig.1 Schematic diagram of experimental setup for measuring wettability of Ti particles during laser irradiation.

Fig.2 Experimental setup for 3D fabrication for Ti64 by SLM in vacuum

## 4. 研究成果

微視的解析:変調パルスレーザによる金属粒子1つの溶融凝固過程の観察と評価

Ti 球の溶融挙動を観察するために、水平方向より X 線を照 Ti 球に照射して、 X 線の透過光をシンチレータを介してハイスピードビデオカメラで観測した。レーザの集光スポット径と Ti 球のサイズは同じにし、レーザのエネルギーが全て Ti 球に遷移する様に実験系を構築した。その結果、基板温度が 25 でレーザを照射した Ti 球は、即座に融点に達するが、750 ms 経過しても、基板には濡れ拡がらず、チタン球と基板の接触角は 124°と殆ど変化が無かった。一方、基板を 500 に加熱した状態で、レーザを照射すると、127°であった Ti 球の接触角は、レーザ照射とともに小さくなり、750 msec 後には 58°となった。この結果、濡れ性は基板温度に依存している事がわかった。

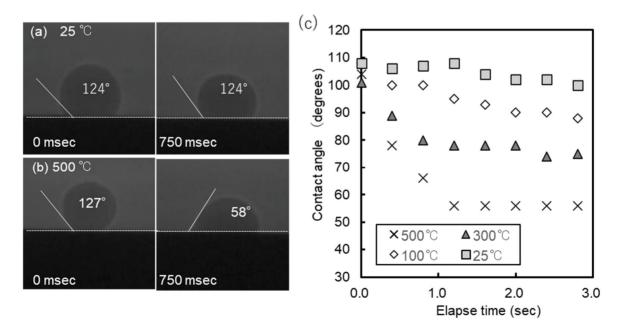
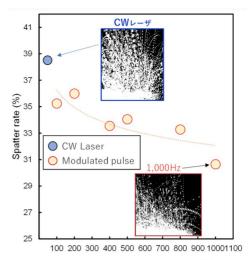


Fig.3 Correlation between laser irradiation time and wettability. (a)Ti particle on Ti plate without heat, (b) Ti particle on Ti plate heated at 500 \,(c)Dependence of laser irradiation time on contact angle with molten Ti.

Ti64 粉末にレーザを照射したときの溶融凝固過 程を高速度ビデオカメラで観察した。この時のレ ーザ照射条件は、レーザ出力 200W、レーザ掃引速 度 10mm/s である。パラメータとして連続発振の CW レーザ、デューティー比 50 % で 100Hz,500Hz,1000Hz と変えた時のスパッタ率を 測定した。ここでスパッタ率は、発生したスパッ タをハイスピードビデオカメラで撮影し、全フレ ームを合成後、画像処理して、スパッタの発生量 を面積に換算して算出した。Fig.4 にパルスの周 波数とスパッタ率の相関性を示す。また、CWを左 端に入れて、CW レーザと変調パルスレーザとの 比較を示す。その結果、CW レーザではスパッタ率 がおよそ 30%であったのに対し、変調パルスで は、パルス周波数が増加するとスパッタ率が減少 した。これによって、パルスエネルギーに依存し てスパッタ率が依存していることがわかる。



Frequency of modulated pulses(Hz) Fig.4 Correlation between the frequency and spatter rate.

次に、変調パルスレーザを用いて 3D 造形を行 い、作製した造形物の材料組織の評価するために XRD 解析を行った。Fig.5 に造形した試料の XRD スペクトルを示す。CW レーザで造形した試料では、サンプル前面にわたって 相が支配的な 造形物となった。これはレーザによる残留熱によって下層が加熱された結果と考えられる。一方、 変調パルスを用いて造形したサンプルは、 相を示すピークが現れ、Ti64 が本来有する 相が表れていることがわかる。これはパルス入熱することでレーザ露光部が急加熱・急冷プロセ スとなったためと考えられる。一方、組織にはパルス周波数に対する依存性は認められなかった。 これはレーザのデューティー比を 50%と固定したことに起因するものと考える。したがって、 パルス周波数とデューティー比の相関を明らかにしていくことが今後の課題である。いずれに しても、変調パルスによって材料組織を制御可能であることがわかった。次に、造形サンプルの 断面観察から結晶粒サイズ評価を行った。Fig.6 にその結果を示す。CW レーザでは積層方向に対 して1層目と最終層では、基板近傍の結晶粒が粗大化するのに対し、変調パルスでは、サンプル 全体で均等なサイズの結晶粒が形成され、これはパルス周波数が高いほど、結晶粒が小さくなっ た。従って、変調パルスの周波数によって、造形物の結晶粒径および組織を制御できることが示 唆された。

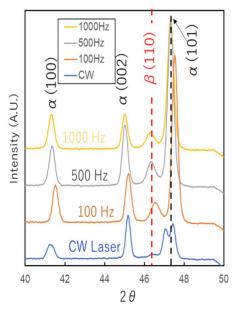


Fig.5 The X ray diffraction result of the Ti64 powder and plate surface fabricated by vacuum SLM process.

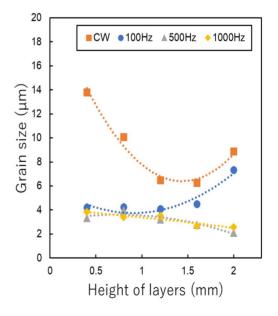


Fig.6Dependence of grain size on height of fabricated sample by SLM in vacuum

## 5 . 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計5件(うち査読付論文 5件/うち国際共著 2件/うちオープンアクセス 1件)

<b>〔 雑誌論文 〕 計5件 ( うち査読付論文 5件 / うち国際共著 2件 / うちオープンアクセス 1件 )</b>	
1.著者名	4 . 巻
Sato Yuji, Mizuguchi Yuta, Takenaka Keisuke, Yoshida Norio, Srisawadi Sasitorn, Tanprayoon Dhritti, Ohkubo Tomomasa, Suga Tetsuo, Tsukamoto Masahiro	5
	F 整仁在
2.論文標題 Pure titanium fabrication with spatter-less selective laser melting in vacuum	5 . 発行年 2021年
2 1824-07	
3 . 雑誌名	6.最初と最後の頁
Results in Optics	100184 ~ 100184
   掲載論文のDOI (デジタルオプジェクト識別子)	査読の有無
10.1016/j.rio.2021.100184	有
オープンアクセス	国際共著
オープンアクセスとしている(また、その予定である)	該当する
1.著者名	4.巻
Mizuguchi Yuta、Arimura Tsuneyoshi、Ihama Masahiro、Sato Yuji、Yoshida Norio、Yoshida Minoru、 Tsukamoto Masahiro	4 · 문 33
2.論文標題	5.発行年
Effect of energy on Ti plate fabrication by vacuum selective laser melting for uniformity of grain size	2021年
3.雑誌名	6.最初と最後の頁
Journal of Laser Applications	042027 ~ 042027
   掲載論文のDOI ( デジタルオブジェクト識別子 )	<u></u> 査読の有無
10.2351/7.0000514	有
オープンアクセス	国際共著
オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	-
4 15 24	1 4 <del>44</del>
1 . 著者名   佐藤雄二 	4.巻 58
2.論文標題	5.発行年
2 · 論又标題   レーザプロセスの変遷と用途拡大	2021年
3.雑誌名	6.最初と最後の頁
· 溶射	71-76
   掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子)	<u>│</u> │ 査読の有無
なし	有
オープンアクセス	国際共著
オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	-
4 ***	T 4 - <del>24</del> -
1.著者名 Sato Yuji、Srisawadi Sasitorn、Tanprayoon Dhritti、Suga Tetsuo、Ohkubo Tomomasa、Tsukamoto Masahiro	4.巻 134
2.論文標題	5.発行年
Spatter behavior for 316L stainless steel fabricated by selective laser melting in a vacuum	2020年
3 . 雑誌名	6.最初と最後の頁
Optics and Lasers in Engineering	106209 ~ 106209
   掲載論文のDOI (デジタルオプジェクト識別子)	
10.1016/j.opt laseng.2020.106209	有
   オープンアクセス	国際共著
オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	該当する

1 . 著者名 Mizuguchi Yuta、Sato Yuji、Yoshida Norio、Tsukamoto Masahiro	4.巻 33
wizuguciii futa, sato fuji, fosiiida Noffo, fsukamoto wasaiiffo	33
2.論文標題	5 . 発行年
Effect of input energy on hardness and surface quality in Ti64 by sputter-less selective laser melting with modulated pulse	2021年
3 . 雑誌名	6.最初と最後の頁
Journal of Laser Applications	012031 ~ 012031
掲載論文のDOI(デジタルオブジェクト識別子)	査読の有無
10.2351/7.0000329	有
オープンアクセス	国際共著
オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	-

〔学会発表〕 計9件(うち招待講演 0件/うち国際学会 2件)

1.発表者名

水口 佑太,佐藤 雄二,吉田 徳雄,塚本 雅裕

2 . 発表標題

変調パルスを用いたスパッタレスSLMによるTi64の材料組織制御

3 . 学会等名

溶接学会 2020年度 秋季全国大会

4 . 発表年

2020年~2021年

1.発表者名

有村 恒良, 吉田 実, 水口 佑太, 佐藤 雄二, 塚本 雅裕

2 . 発表標題

選択的レーザ溶融法を用いたSUS316Lの造形における雰囲気圧力の影響

3 . 学会等名

溶接学会 2020年度 秋季全国大会

4 . 発表年

2020年~2021年

1.発表者名

佐藤 雄二,吉田 徳雄,塚本 雅裕

2 . 発表標題

シングルモードファイバーレーザを用いたチタンの積層造形におけるスパッタの抑制

3 . 学会等名

溶接学会 2020年度 秋季全国大会

4 . 発表年

2020年~2021年

1	びキセク	
- 1	<b>平太石石</b>	

井濱 雅弘,水口 佑太,有村 恒良,吉田 徳雄,佐藤 雄二,吉田 実,塚本 雅裕

# 2 . 発表標題

選択的レーザー溶融法におけるSUS316L粉末の溶融挙動観察とスパッタ制御法の開発

#### 3.学会等名

レーザー学会学術講演会第41回年次大会

## 4.発表年

2020年~2021年

## 1.発表者名

水口 佑太,有村 恒良,井濱 雅弘,佐藤 雄二,吉田 徳雄,吉田 実,塚本 雅裕

## 2 . 発表標題

変調パルスレーザーを用いたSLMによるTi64の積層造形と材料組織観察

## 3.学会等名

レーザー学会学術講演会第41回年次大会

#### 4.発表年

2020年~2021年

### 1.発表者名

Yuji Sato, Masahiro Ihama, Yuta Mizuguchi, Norio Yoshida, Sasitorn Srisawadi, Dhritti Tanprayoon, Masahiro Tsukamoto

## 2 . 発表標題

Quantitative evaluation of spatter during Ti plate fabricated by SLM in vacuum

## 3.学会等名

Photonics West 2021、 Laser 3D Manufacturing (国際学会)

## 4.発表年

2020年~2021年

## 1.発表者名

Yuta Mizuguchi, Tomoki Sibata, Yuji Sato, Masahiro Tsukamoto

#### 2.発表標題

Effect of spatter on Ti plate fabricated by selective laser melting in vacuum

## 3 . 学会等名

15th International Conference on Laser Ablation (国際学会)

## 4 . 発表年

2019年~2020年

1.発表者名 水口 佑太,東本 耀平,佐藤 雄二,部谷 学,塚本 雅裕	
2 . 発表標題 スパッタレスSLMによるTi-6AI-4Vの積層造形と材料組織制御	
3.学会等名 第92回レーザ加工学会講演会	
4.発表年 2019年~2020年	
1.発表者名 水口 佑太,東本 耀平,升野 振一郎,佐藤 雄二,部谷 学,塚本 雅裕	
2 . 発表標題 真空下における選択的レーザー溶融法によるTi-6AI-4Vの造形	
3.学会等名 第40回レーザー学会学術講演会	
4 . 発表年 2019年~2020年	
〔図書〕 計0件	
〔產業財産権〕	
〔その他〕	
-	
6. 研究組織	
氏名       (ローマ字氏名)       所属研究機関・部局・職       備考         (研究者番号)       備考	
7.科研費を使用して開催した国際研究集会	

相手方研究機関

〔国際研究集会〕 計0件

共同研究相手国

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況