

令和 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：19K05096

研究課題名（和文）金属積層造形中の割れ発生機構の解明とその防止技術の確立

研究課題名（英文）Investigation of cracking mechanism during additive manufacturing process and the prevention method

研究代表者

門井 浩太（Kadoi, Kota）

大阪大学・接合科学研究所・准教授

研究者番号：40454029

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 3,300,000円

研究成果の概要（和文）：金属3次元積層造形（AM）は、近年様々な分野での適用が検討、実用化が進められているが、AM過程での割れ欠陥の発生がしばしば問題となる。本研究では、AM過程に適した割れ感受性の評価手法を新たに構築し、割れ発生の影響因子を実験と数値解析から調査した。構築した手法により、AM時のレーザ出力等の熱源条件によって異なった割れ発生臨界初期応力を示すことを見出した。また、数値解析により、レーザ出力が大きい方が、初期付加応力が低くても高いひずみ速度を示すことがわかった。

研究成果の学術的意義や社会的意義

新たにAM過程に適した割れ感受性の評価手法を構築し、割れ発生の影響因子を精度高く評価することで、割れ現象を理解することができる。加えて、数値解析モデルの構築により、製造時のAM条件から割れ発生の予測の可能性を示すことできた。これにより、近年工業的な利用が急速に拡大しているAMの割れ発生防止を学理に基づいて管理することができ、AM技術のさらなる適用拡大や高品質化、信頼性向上に寄与できると考えられる。

研究成果の概要（英文）：Additive manufacturing (AM) has been an attractive process for industrial practical use in various fields in recent years. However, the occurrence of crack defects during the AM process becomes problem for reliability. In this study, a new evaluation test method of crack susceptibility optimized for the AM process, and the influential factors on the cracking behavior were investigated by experiments and numerical simulations. The new test method could reveal that the critical initial stress for the crack initiation strongly depended on AM process conditions such as laser power. Besides, numerical simulation results indicated that the higher laser power induced the higher the critical strain rate even if the initial applied stress was low.

研究分野：材料科学，溶接冶金

キーワード：積層造形 凝固割れ その場観察

1. 研究開始当初の背景

レーザ等の熱源により金属粉末を溶融しながら任意形状の製品を製造可能な金属 3 次元積層造形 (以下 AM) 技術は、近年急速な発展、工業的利用が広がっており、装置開発、造形部の組織形態・特性値、製造条件の適正化などの研究が先導的に進められている。しかし、急速な発展の反面、AM 過程での割れや空孔等の欠陥発生が報告されている (1,2)。特に割れは AM プロセス条件や製品形状、化学組成に依存した材料学的、力学的な挙動に起因して発生するため、割れ発生防止にはこれらの挙動の理解が必要となる。しかし、AM 中の割れ発生に関する基礎的な研究は極めて少なく、発生原理や影響因子は未解明であり、割れ感受性の評価法も確立されていない。

AM 過程では、局所的な熱源照射による溶融・凝固を繰り返し、造形箇所は急峻な加熱・冷却を経る。この過程は、溶接過程と類似していることから、溶接分野で構築されてきた凝固割れ感受性評価法を AM への応用展開が可能であると示唆される。研究代表者は、これまでレーザ溶接中の凝固割れを定量的かつ高精度に評価可能な試験法、割れ発生予測技術等の開発を行ってきた (3,4)。積層造形にもこれらの手法が応用可能であると考えられるが、そのためには、金属粉末を溶融して任意の形状を作る積層造形は、バルク材を溶融する溶接とは、材料学的・力学的挙動が異なることが考えられる。また、溶接と比べ AM では、極めて速い熱源走査速度に伴う極めて急峻な加熱・冷却過程や微小な溶融部形態となるなどの AM の特徴を考慮した実験的な評価方法や数値解析モデルの構築が必要となる。一方、AM では造形条件により組織形態が大きく変化することから、溶接等とは異なる特有の凝固割れの支配が存在することも推察される。

2. 研究の目的

AM 時に発生する凝固割れに着目し、AM 過程に適用可能かつ定量的に凝固割れ感受性の評価法を構築するとともに、凝固割れ発生に対する AM 条件などの等の影響を調査することを目的とした。特に AM の中でも冷却速度が最も早くなり、AM プロセスの特徴が顕在化しやすい選択的レーザ溶融法 (Selective laser melting, 以下 SLM) を対象として調査した。また、実験に加えて、AM 過程での温度やひずみの数値解析モデルを構築することによって、実験と数値解析の両側面から凝固割れ感受性を評価した。これにより、AM 過程で生ずる凝固割れ発生の材料学的・力学的な視点に基づく現象解明やその感受性の支配因子を検討した。

3. 研究の方法

(1) AM 過程での凝固割れ感受性評価方法の検討

はじめに金属積層造形過程での割れ発生に対する影響因子やその感受性を定量的かつ高精度に評価可能な手法を構築する。AM 過程での凝固割れ感受性の高精度評価では、微小な溶融部形成、割れ発生再現、割れ発生ひずみ・履歴の高精度計測が求められる。そこで、これまでにレーザ溶接用に構築してきたその場観察法を適用した拘束緩和式 U 型高温割れ試験の AM 過程への適用性を検討した。また、新たに高精度かつ任意に付加応力を制御可能な横型引張式の新たな試験治具を考案し、SLM 過程を模擬した溶融条件での凝固割れ感受性評価方法を検討した。

供試材料には、SLM で作製した SUS630 ならびに Ni 基 718 合金を用いた。それぞれの試験中には、試験片の鉛直上に高速度ビデオカメラを設置し、溶融ならびに割れ発生現象のその場観察と画像解析により割れ近傍の微小領域の温度・ひずみの分布・履歴の高精度・直接測定を行った。

(2) 割れ感受性に及ぼす影響因子の明確化、割れ発生機構の解明

前項で確立した試験方法により、試験片作製時の積層条件等を変化させ、凝固割れ感受性を評価した。凝固割れ感受性は、凝固末期の組織や液相分布の形態が影響するとされているため、詳細なマイクロ組織観察に基づく材料学的な側面から割れ感受性への影響因子や割れ発生機構を調査した。試験片作製時の AM 条件を変化させた SUS630 ならびに Ni 基 718 合金を用い、樹種の条件における凝固割れ発生における高温延性曲線や割れ発生限界ひずみ等を評価した。得られた結果を基に、割れ発生現象に及ぼす影響因子を検討した。

(3) 積層造形過程での熱弾塑性 CAE 技術の開発

積層造形過程での凝固割れ発生における力学的挙動を評価、予測するため、有限要素法を用いた 3 次元熱伝導解析ならびに熱弾塑性解析を行う。本研究では、高温かつ微小な領域で発生する割れが対象となるため、局所の温度やひずみの分布・履歴を詳細に把握可能な解析モデルを構築する。モデル構築では、前項で実施した凝固割れ感受性評価試験を対象とし、ひずみの集中箇所での熱ひずみの負荷履歴を予測する。実験で得られたひずみや温度の結果との比較により、解析モデルの妥当性検証や高度化を図る。

4. 研究成果

(1) 拘束緩和式 U 型高温割れ試験による凝固割れ感受性評価

はじめにこれまで溶接過程の凝固割れ感受性評価で実施してきた拘束緩和式 U 型高温割れ試験での検討を行った。本試験は、図 1 に示すように予め引張ひずみを付与させた試験片をレーザー等の熱源により溶融することで割れを発生させる方法である³⁾。試験片の鉛直上に高速度ビデオカメラによって、溶融、凝固、割れ発生に至る過程を撮影し、割れ発生の現象観察ならびに画像解析による割れ発生に至るまでのひずみ履歴や温度分布の計測を行った^{3,4)}。試験片は、SUS630 粉末を用いた SLM にて作製した。当該試験にて割れを発生させる箇所（評価部）の積層造形条件（レーザー走査条件）を変化させるため、試験片中央の造形条件を、割れ感受性評価試験での再溶融方向と平行（以下 Longitudinal）、垂直（以下 Transverse）とした（図 2）。試験時の熱源には、ファイバーレーザーを用い、2 kW、33.3 mm/s の条件で実施した。

拘束緩和式 U 型高温割れ試験とその場観察・計測の適用により、割れの開口が観察され、開口までのひずみ履歴をその場観察・測定できた。また、割れは固相線温度以上で開口していた。加えて、図 3 に示すように、発生した割れは、凝固割れを呈していた。図 4 に拘束緩和式 U 型高温割れ試験での凝固割れ発生時のひずみと温度から導出した高温延性曲線を示す。いずれの割れも固液共存状態（凝固過程）となる温度範囲内で発生していることがわかる。それぞれの最低延性値および割れ発生限界ひずみ速度（CST, Critical Strain Rate for Temperature Drop）は、Longitudinal では 2.2%, $4.7 \times 10^{-4}/^{\circ}\text{C}$ 、Transverse では 3.2%, $5.1 \times 10^{-4}/^{\circ}\text{C}$ であることから、Longitudinal は Transverse よりも凝固割れ感受性が高いと考えられる。割れ発生箇所近傍のミクロ組織観察の結果、Longitudinal の結晶粒は、Transverse に比して僅かに粗大であった。粗大な結晶粒は凝固割れ感受性を低下させる⁵⁾ことから、積層造形条件に伴う母相組織形態の違いが、凝固割れ感受性の差を生じさせたと推察できる。

拘束緩和式 U 型高温割れ試験は、試験治具の梁のたわみによって試験片に引張ひずみを付与するため、試験片の板厚やひずみの付与可能な範囲に限界があった。これにより、ある程度の大きさの溶融部を確保する必要があり、結果的に AM 特に SLM 過程に比べ、大きな溶融部かつ、遅い熱源走査速度を採用した。そのため、AM 過程の特徴を再現した熱源条件において割れ発生を再現可能な、新たな試験方法の開発が不可欠であることが明確となった。

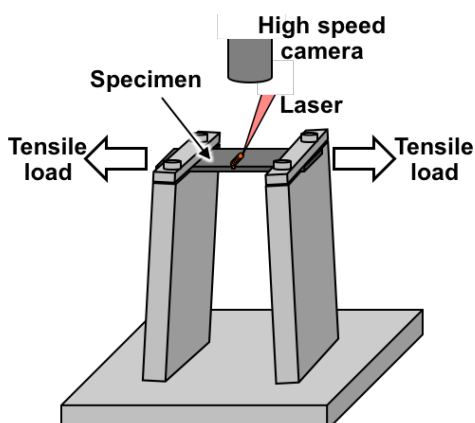


図 1 拘束緩和式 U 型高温割れ試験概要

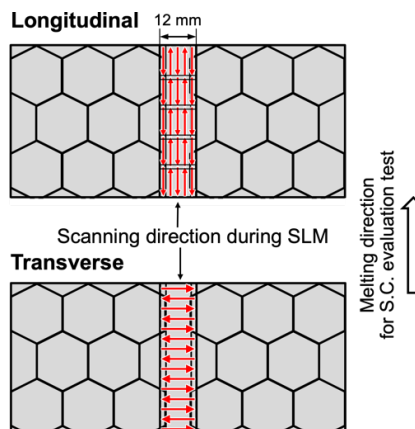


図 2 SLM で作製した試験片の概要図

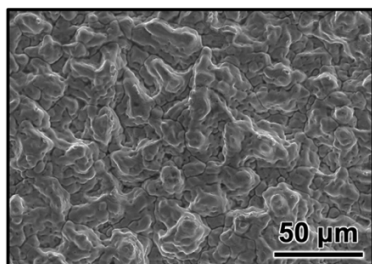


図 3 拘束緩和式 U 型高温割れ試験後の割れ破面

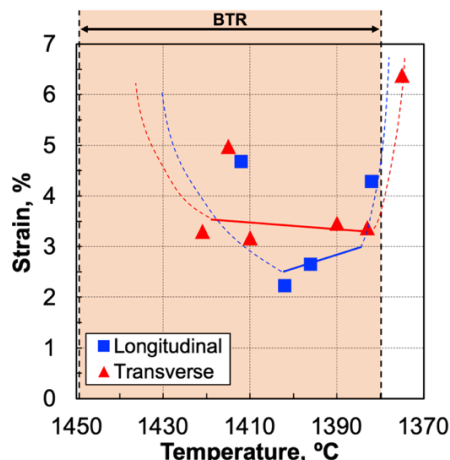


図 4 高温延性曲線

(2) 横型引張式高温割れ試験による AM 過程の凝固割れ感受性評価法の構築

AM, 特に SLM 過程での凝固割れ感受性の高精度評価では、微小な溶融部形成、割れ発生再現、割れ発生ひずみ・履歴の直接観察が求められる。前項の検討において、微小領域の溶融時でも凝固割れ発生を再現可能とするには、広範囲かつ任意に付与ひずみを制御可能な試験方法を

構築する必要があることが明確となった。そこで、新たに図5に示すような油圧制御による横型引張式の試験治具を考案した。この治具に試験片を固定し、予め引張ひずみを付与し、SLMと同様な高速レーザでの溶融過程で凝固割れを発生させ、かつその場観察・計測を併用することで割れ発生に至るひずみ履歴の計測する方法を検討した。熱源にはファイバーレーザならびにディスクレーザを用い、走査速度 33.3~300 mm/s とし、速度に応じてレーザ出力を調整した。熱源条件や撮影条件、評価方法の検討には SUS310S を、SLM 過程への適用の検討には 718 合金粉末を用いた SLM 材を用いた。

図6に横型引張式高温割れ試験での割れ発生直前、割れ発生の瞬間、割れ発生直後の溶融池後端部を撮影した画像を示す。溶融池後端から割れ発生位置までを同一視野内に収めることができ、柱状晶会合部で割れが発生し(14 ms)、割れがレーザ走査方向に進展していく様子(21 ms)が観察される。発生した割れの破面をSEM観察したところ、デンドライト形態やバンチングパターンなどの液相の痕跡が認められたことから、凝固割れであることが確認された。

高速度ビデオカメラの撮影像から割れ発生に至るまでのひずみ履歴の計測方法の適正化を検討した。溶融部の大きさから、ひずみ計測の評点間距離を 100, 200, 300 μm に変化させてひずみ履歴の計測を行った結果を図7に示す。すべての評点間距離において、割れ発生までひずみの増大が認められ、それぞれの評点間距離における割れ発生時のひずみは、100 μm で 36.6%, 200 μm で 8.7%, 300 μm で 5.1% である。評点間距離 100 μm は 200, 300 μm に比して温度変化に伴うひずみ値のばらつきが大きい。したがって、本研究で採用した撮影条件や溶融条件では、測定精度やひずみ速度の観点から 200 μm が妥当であると考えられる。

本研究で新たに考案した横型において、割れ発生条件すなわちひずみ速度を任意に制御可能かを調査するため、治具の油圧による初期付加応力を変化させた際のひずみ速度(評点間距離 200 μm)を計測した(図8)。初期付加応力 75 MPa では、ひずみ速度が 0.082 %/°C、86 MPa では 0.130 %/°C、90 MPa では 0.140 %/°C であることから、初期付加応力の増大に伴い、ひずみ速度も増大することがわかる。したがって、本研究で提案した横型引張式高温割れ試験は、AM と同等の熱源条件による微小溶融の条件において、凝固割れの再現ならびに割れ発生までのひずみ履歴を計測でき、かつ計測初期付加応力によりひずみ速度の制御ができることから、AM 過程での凝固割れ感受性の高精度・動的評価方法として適用可能であることがわかった。

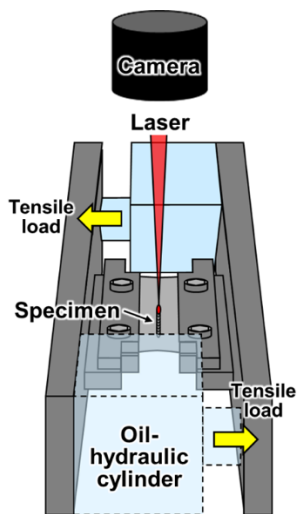


図5 横型引張式高温割れ試験概要

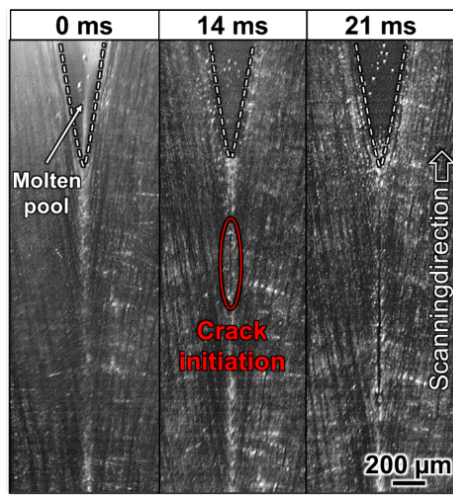


図6 横型引張式高温割れ試験中の高速ビデオカメラ像

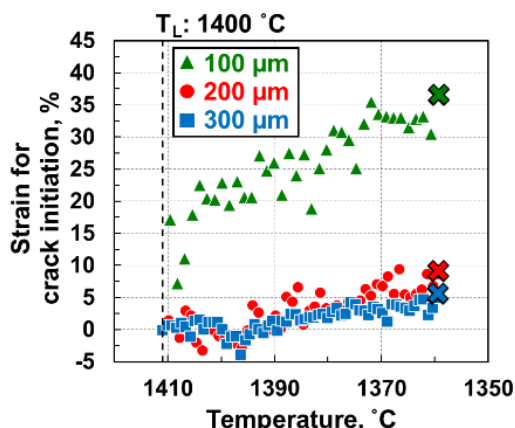


図7 ひずみ履歴に及ぼす評点距離の影響

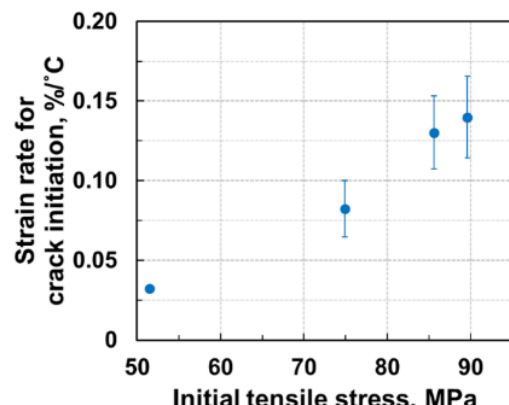


図8 初期付加応力と CST の関係

構築した手法により SLM を想定したレーザ再溶融時の 718 合金 SLM 材の凝固割れ感受性を評価したところ、同様に評価可能であることが確認できた。また、レーザ出力などの熱源条件や初期付加応力を変化させて割れ感受性を評価したところ、熱源条件によって異なった割れ発生と臨界初期応力を示すことが明らかとなった。

(3) 有限要素法を用いた高温割れ発生の CAE 技術の検討

718 合金 SLM 材を再溶融した際の凝固割れ感受性の定量評価のため、横型引張式高温割れ試験の結果を基に、熱伝導解析ならびに熱弾塑性解析のモデル構築を行った。数値解析上の熱源は、溶接の熱伝導解析でしばしば用いられる同心円ガウス熱源モデル⁶⁾を用い、解析に用いる物理的・機械的特性は温度依存の値を採用した。

熱伝導解析により得られた温度分布と横型引張式高温割れ試験時の断面マイクロ組織を図 9 に示す。左側の FEM 中の赤は液相線温度以上、青は固相線温度以下、白色の一点鎖線は液相線温度を示しており、右側の断面マイクロ組織の溶融範囲概ね一致することがわかる。したがって、構築した熱源モデルは妥当であると考えられる。続いて、このモデルを用いて熱伝導解析ならびに熱弾塑性解析を行った。溶融部中央の表面から深さ 80 μm 毎の温度履歴とひずみ履歴を図 10 に示す。計測位置が深くなると、最高到達温度が低下し、高温域の滞在時間が短く、温度勾配も急峻になる傾向が認められる。また、ひずみ履歴から、計測位置が深くなると、ひずみは小さくなる傾向が認められる。底部では、固相部からの拘束が大きいことから、ひずみは表面側では大きく、底部側では小さくなると思われる。レーザ出力を変化させて解析を行ったところ、レーザ出力が大きい方が、初期付加応力が低くても高いひずみ速度を示すことがわかった。

初期付加応力やレーザ出力などの熱源条件を変化させて同様の数値解析を行ったところ、いずれの条件においても、ひずみや温度履歴を導出でき、算出された CST と前項の横型引張試験で得られた CST は同様の傾向を示すことを見出した。本解析と横型引張試験によって導出される初期付加応力と CST を基に、製造時の AM 条件からひずみ速度等を算出することで、凝固割れ発生の予測の可能性が示唆された。

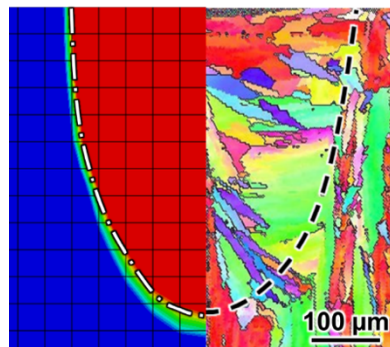


図 9 熱伝導解析結果と断面マイクロ組織の比較

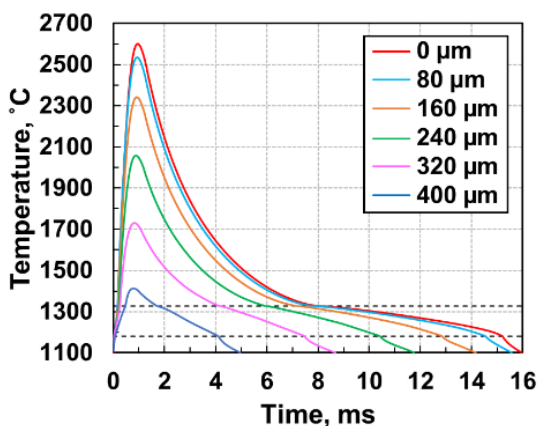


図10 溶融部中央の各深さにおける温度履歴

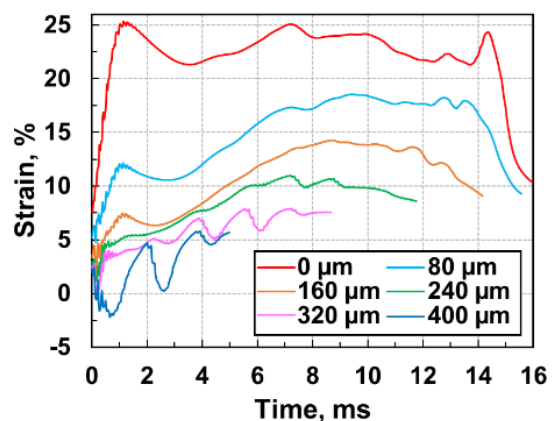


図11 溶融部中央の各深さにおけるひずみ履歴

<引用文献>

- 1) K. Moussaoui, W. Rubio, M. Mousseigne, T. Sultan, F. Rezai: Mater. Sci. Eng. A, 735 (2018), p. 182-190.
- 2) N. J. Harrison, I. Todd, K. Mumtaz: Acta Materialia, 94 (2015), p. 59-68.
- 3) K. Kadoi, A. Fujinaga, M. Yamamoto, K. Shinozaki: Weld World, 57 (2013), p. 383-390.
- 4) D. Wang, K. Kadoi, K. Shinozaki, M. Yamamoto: ISIJ-International, 56 (2016), p. 2022-2028.
- 5) K. Shinozaki, P. Wen, M. Yamamoto, K. Kadoi, Y. Kohno, : 溶接学会論文集, 29 (2011), p. 90-94.
- 6) J. Goldak, A. Chakravarti, M. Bibby: Metal. Mater. Trans. B, 15B (1984), p. 299-305.

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計0件

〔学会発表〕 計3件（うち招待講演 0件 / うち国際学会 0件）

1. 発表者名 松本幸弥, 門井浩太, 千葉浩行, 井上裕滋
2. 発表標題 SLM過程での凝固割れ感受性評価方法の検討
3. 学会等名 溶接学会令和3年度秋季全国大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 門井浩太, 松本幸弥, 千葉浩行, 井上裕滋
2. 発表標題 金属積層造形における凝固割れ感受性評価とその支配因子の検討
3. 学会等名 溶接学会令和2年度春季全国大会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 松本幸弥, 門井浩太, 千葉浩行, 井上裕滋
2. 発表標題 SUS630積層造形材の凝固割れ感受性とSLM条件の関係
3. 学会等名 溶接学会令和2年度秋季全国大会
4. 発表年 2020年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
研究分担者	濱崎 洋 (Hamasaki Hiroshi) (30437579)	中部大学・工学部・准教授 (33910)	

6. 研究組織（つづき）

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
研究分担者	千葉 浩行 (Chiba Hiroyuki) (30757373)	地方独立行政法人東京都立産業技術研究センター・事業化支援本部技術開発支援部製品化技術グループ・副主任研究員 (82670)	

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関