

平成 29 年 6 月 27 日現在

機関番号：17102

研究種目：基盤研究(B) (一般)

研究期間：2014～2016

課題番号：26289273

研究課題名(和文) 金属粉末レーザー積層造形における形状寸法・微細構造制御のためのPFM/DEM解析

研究課題名(英文) PFM/DEM Analysis for Controlling Shape, Size and Microstructure of Object by Selective Laser Melting

研究代表者

品川 一成 (Shinagawa, Kazunari)

九州大学・工学(系)研究科(研究院)・教授

研究者番号：30215983

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 12,400,000円

研究成果の概要(和文)：フェーズフィールド法(PFM)と個別要素法(DEM)の連成解析が溶融粒子に適用され、レーザー積層造形の基礎プロセスがシミュレートされる。PFMでは粒子間の界面移動が計算され、粒子間で作用する力がDEMに受け渡され、粒子の運動が計算される。粉末床中央部での粒子は液相状態と設定され、時間と共に粒子が融合する過程が計算される。周囲の粒子については固相焼結プロセスがシミュレートされる。

研究成果の概要(英文)：A combined phase-field/discrete-element method (PFM/DEM) is applied to melted particles, and an elemental process of the powder bed fusion is simulated. In PFM, the migration of interface between particles is computed, and the forces acting between particles are transferred into DEM to compute the motion of particles. The particles in the central circular region of the powder bed are set to be in a liquid state, and fuse together with time, while the solid sintering process is simulated for the surrounding particles.

研究分野：材料加工・組織制御工学

キーワード：材料加工・処理 機械材料・材料力学 数値解析

1. 研究開始当初の背景

金属粉末の積層造形は、レーザ技術の高度化により粉末の完全溶融が可能になり、高密度な製品を作製する造形機の開発、商品化が進んできた。ただし、製造法として普及するためには適用可能な材料の拡大や製品の機械的性質の向上などが必要で、造形機のさらなる高性能化を目指して開発がますます盛んになると考えられる。一方、少量多品種生産のメリットを考えれば、今後、金属粉末積層造形の実用化が進むにつれ、製造条件の最適化をいかに迅速に行うかが重要になってくる。金属粉末のレーザ焼結、溶融挙動の基礎研究としては、主に積層造形条件と造形物の構造との関係が報告されてきている。しかしながら、これらは試行錯誤的な実験により得られた経験則に留まっている。また、予熱を行う場合は、溶融再凝固だけでなく、造形物の周りや中空構造内部に、焼結領域も形成する。これらが造形物の形状寸法や微細構造に及ぼす影響はわかっていない。

2. 研究の目的

これまで粉末焼結における収縮変形過程を力学的に解析する研究に取り組んでおり、フェーズフィールド法(PFM)と個別要素法(DEM)とを連成させたハイブリッド解析法(PFM/DEM 連成解析法)を提案している。この手法をさらにレーザ溶融法に拡張すれば、溶融再凝固部と周囲の焼結領域の形成過程が解析可能となる。本研究ではレーザ積層造形法の開発研究において、従来、試行錯誤的に求められてきた造形条件と造形物の形状寸法・微細構造との関係を明らかにすることを目的とする。まず、基礎的なレーザ照射実験を行い、粉末床における溶融再凝固領域および焼結領域の形成過程について調査する。また、粉体が溶融結合および焼結する過程を解析する手法の構築を目的とする。

3. 研究の方法

(1) 照射実験

① 実験装置の構築と予備実験

実験に用いたレーザは、発信波長 1070nm の CW ファイバーレーザ (R4 200W-RS, SPI Lasers UK Limited) で、スポットサイズ 83 μ m、最大出力 200W である。これとガルバノスキャナーとを組み合わせて照射装置を構成した。金属粉末には Ni 粉末(4SP-400, NOVAMET, 平均粒径 12.5 μ m)を用いた。セラミック板(断熱材)の上に厚さ 0.5mm のステンレス板(ベースプレート)を載せ、高さ 0.1mm の粉末床を敷いた。アルゴンガス雰囲気中でレーザ照射を行った。

予熱は粉末床に対し、レーザのハッチング操作を繰り返すことで行った。予備実験により、予熱条件としてレーザ走査速度 20000 mm/s、走査間隔 0.08 mm で、予備照射を 60 W、180 s、引き続き本照射を 150 W で時間 60～620 s の範囲で検討した。

② スポット照射と線状照射実験

基礎的な実験としてスポット照射を行い、まずは溶融再凝固領域と焼結領域の形成状況を確認した。次に種々の条件で線状照射を行い、照射条件の影響を調査した。形成された造形物は粉末床から取り出した後、真空中で樹脂埋めを行い、水平断面が観察できるように研磨した。水平断面に現れる微細構造を電子顕微鏡で観察した。

③ 材料特性の異なる粉体を用いた実験

Ni 粉末と粉末サイズ、融点が同程度で、熱伝導率が大きく異なる粉末材料として、ステンレス鋼粉末 (SFR-SUS304L, 日本アトマイズ加工株式会社, 平均粒径 5.7 μ m) を取り上げ、線状照射における溶融再凝固部の差異を調査、比較した。

(2) 解析法

① 2 粒子の溶融結合過程の解析

粉末粒子が溶融結合していく基礎的な過程を PFM/DEM 連成解析法でシミュレートするに当たり、まず、基本となる溶融粒子の収縮力を、有限要素法(FEM)により解析する。2 粒子ペアの軸対象モデルを対象とした粘性流動解析を行い、粒子の収縮力を検討した。溶融した粉末粒子はニュートン流体と仮定し、力の境界条件として粒子表面の節点には表面張力による合力を負荷し、要素の節点力を釣り合わせる。ネック半径と粒子半径の比の初期値は 0.1 とし、体積一定の幾何学的条件よりこのときの収縮率およびネック部の曲率半径を設定した。変形の集中するネック部が細くなるよう、デローニー分割法を用いてメッシュを生成し、ネック先端部の要素のゆがみが一定以上になるごとにリメッシュを繰り返した。

② PFM/DEM 溶融結合モデルの作成

本手法では、粒子間に作用する表面張力による収縮力を、PFM で計算された表面形状に対し見積もる。各粒子の収縮力の合力を DEM に受け渡すことで粒子の接近挙動を計算する。収縮力は 2 つの項からなり、第 1 項は粒子の接触面に直接作用する圧縮力であり、第 2 項はネック部に外向きに作用する引張力を、接触面に作用する仮想的圧縮力に換算したものである。固相焼結の場合、粒子の接触面は結晶粒界となるため、方位場変数の変化により、ネック部が容易に区別できる。溶融した粒子に本手法を適用する場合、粒子は結晶ではないが、隣接する粒子に便宜的に異なる方位場変数を設定する。その上で、わずかな粒界エネルギーを与えることで、ネック部に作用する引張力を算出できるようにした。

③ PFM/DEM 焼結モデルの改善

焼結領域において、粒子表面が溶融するような粉末材料の場合は、粒子同士のすべり変形が大きくなると考えられる。粉末粒子間のせん断抵抗係数を小さく設定することで、粒子間のせん断変形が大きな条件での計算を行った。特に、拘束の有無で粉体全体の収縮変形がどのように影響されるかを確認した。

4. 研究成果

(1) 照射実験の結果

① 実験装置の構築と予備実験

図1は予熱操作による粉末床の温度変化を計測した結果である。熱電対はベースプレートに溶接してあり、粉体そのものではないが、600°C程度に上昇することがわかった。

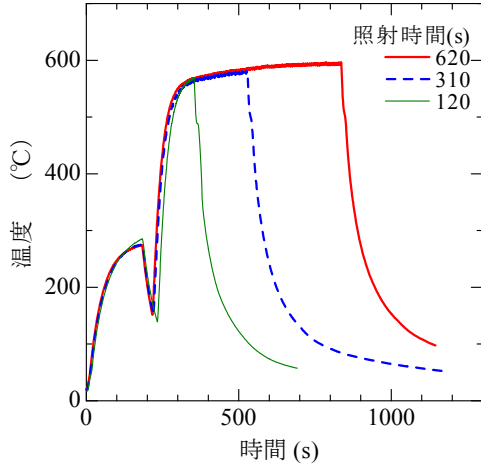


図1 予熱によるベースプレートの温度上昇.

② スポット照射と線状照射実験

図2は620sの予熱後、150Wでスポット照射の時間を変えた場合の粉末床水平断面のSEM写真の例である。照射時間が長くなると、焼結領域が広がった。予熱をしない場合は熔融再凝固部が常に単一の球となるのに対し、予熱する場合は分散する場合がほとんどで、熔融再凝固部の形態に周囲の焼結領域の形成が影響していることがわかった。

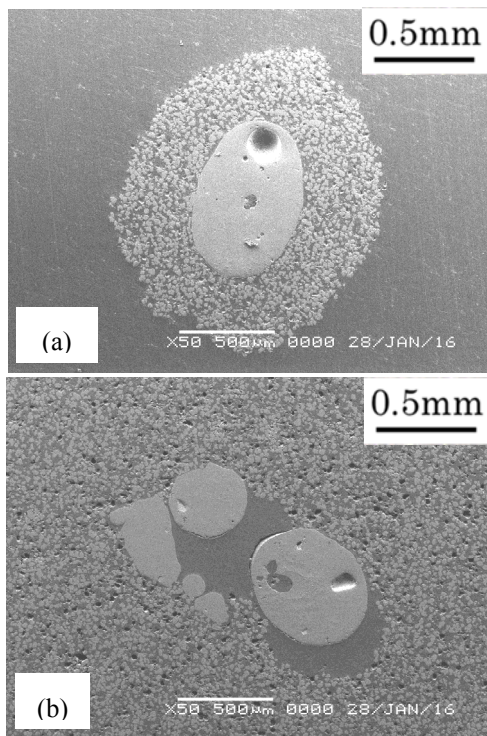


図2 スポット照射(150W)の結果.
照射時間：(a) 0.5 s, (b) 2.5 s.

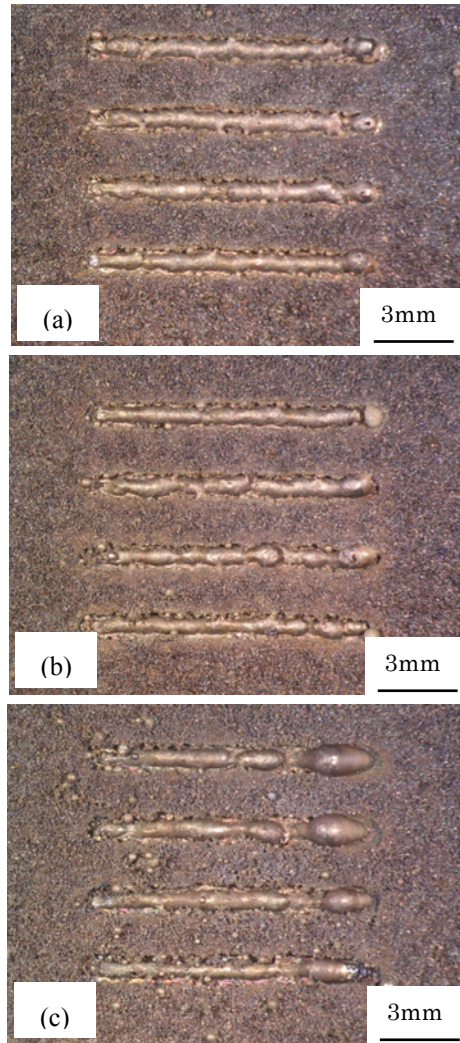


図3 線状照射(150W, 25mm/s)後の粉末床の上面からの写真。
予熱照射時間：(a) 620 s, (b) 310 s, (c) 120 s.

図3に線状照射実験の結果の例を示す。各予熱時間の後、出力150W、走査速度25mm/sで線上照射した粉末床の様子を示す。予熱時間が短いと球状で不連続に凝固する傾向があるが、粉末床を十分に予熱すると連続的となり、直線状の凝固物ができるようになった。予熱をしない場合、また、予熱をしても粉末床が高い程、球状に凝固する傾向にあった。高出力、低走査速度で、球状に凝固する“ボーリング現象”はよく知られているが、これを防ぐには急冷が有効と考えられる。予熱による焼結領域の形成で、周囲の粉末同士が結合すれば粉体としての熱伝導率の上昇し、冷却速度の増加に寄与したものと考えられる。

③ 材料特性の異なる粉体を用いた実験

ステンレス鋼粉末を用いて同様の線状照射実験を行ったところ、予熱により球状化が防げるものの、Ni粉末ほどの直線状の造形物は得られなかった。表1にNiとSUS304ステンレス鋼の一般的な熱物性の比較を示すが、ステンレス鋼自体の熱伝導率が低いため、予熱の効果が小さくなったと考えられる。

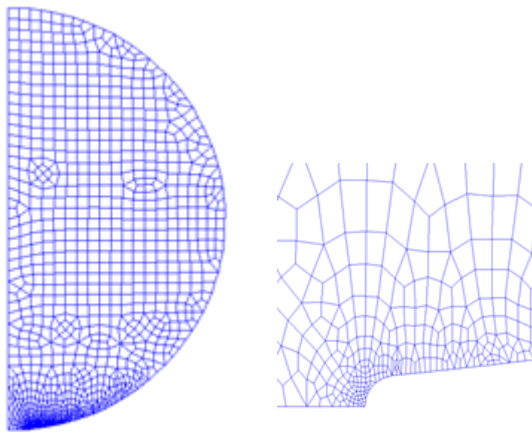
表1 NiとSUS304の熱物性の比較

	Ni	SUS304
融点[°C]	1455	1454
熱伝導率[W/(m・K)]	90	16
比熱[J/(g・K)]	0.45	0.50
密度[g/m ³]	8.9	7.9
容積比熱[J/(m ³ ・K)]	4.0	4.0
熱拡散率[m ² /s]	2.3×10 ⁻⁵	4.1×10 ⁻⁶

(2) 解析結果

① 2粒子の熔融結合過程の解析

図4は用いた解析モデルである。(a)に示すように、対称性から1粒子のみを解析した。(b)はネック部先端の要素分割の例である。図5に粒子の流動変形の様子を示す。図中の $\gamma t/R\eta$ の値は規格化した時間であり、 γ は表面張力、 t は時間、 R は粒子半径、 η は粘性係数である。表面張力によりネック半径が増加すると共に2粒子が接近していく様子が再現できている。



(a) 全体 (b) ネック部先端
図4 有限要素モデル

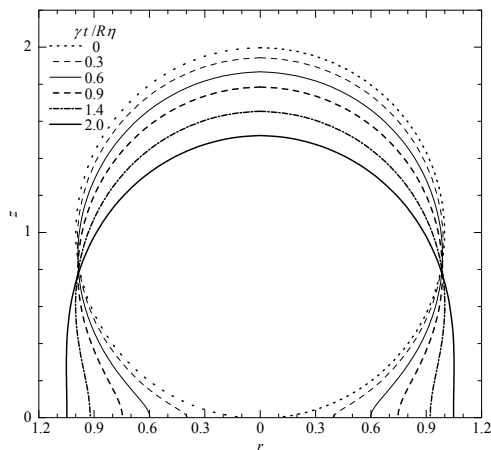


図5 流動変形の様子

解析結果を基に、2粒子間で作用する収縮力 F_s を次のように算出した。

$$F_s = \frac{1}{N} \sum_i^N T_{zi} + \pi X^2 \sigma_i \quad (1)$$

ここで、 N は表面の節点数、 T_z は表面張力による節点力の z 軸方向成分、 σ_i はネック先端の半径方向応力である。図6に規格化した F_s とネック半径 X との関係を示す。いま、規格化した収縮応力を次のようにおき、

$$\sigma_s / \frac{2\gamma}{R} = \frac{F_s}{\pi X^2} / \frac{2\gamma}{R} = \frac{F_s}{2\pi R \gamma} \left(\frac{X}{R} \right)^{-2} \quad (2)$$

粒子の中心点の速度 v_n と F_s との関係が

$$\frac{v_n}{R} = \frac{\sigma_s}{3\alpha\eta} \quad (3)$$

で与えられるとして、補正係数 α を算出した。 α の値の変化とその変化曲線を近似した数式を図7に示す。これを用いて解析結果の収縮曲線を再現できることを確認した。この近似式をDEMの計算に組み込むことで、粒子の中心点の剛体移動を計算することが可能となる。

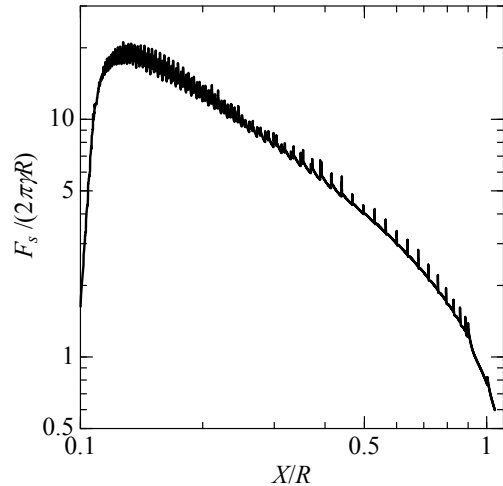


図6 解析で得られた収縮力の変化

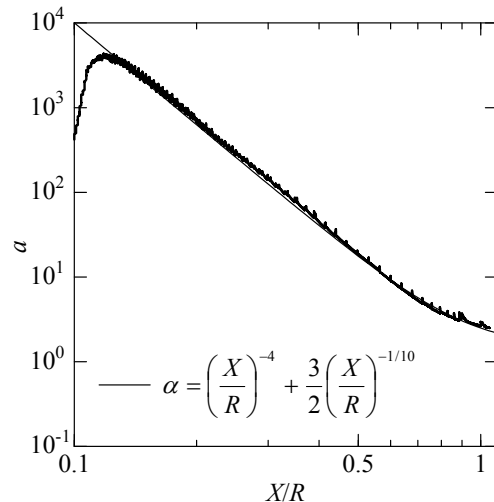


図7 係数 α の変化と近似式

表 2 PFM の計算に用いた定数

定数	固相	液相
粒界エネルギーに関する勾配係数	3	0.1
表面エネルギーに関する勾配係数	3	3
界面幅／格子間隔	5.3	1
界面領域での方位場変数の積	≥ 0.05	≥ 0.02
粒界易動度に関する定数	0.1	1
表面易動度に関する定数	0.1	1

② PFM/DEM 溶融結合モデルの作成

溶融した粒子間の界面（粒界）を便宜的に設定するために与えた定数の値を表 2 に示す。固相と気相では界面の易動度にも差異をつけた。その他の定数は既報¹⁾と同様の値を用いた。PFM と DEM の計算は共に 2 次元とし、図 8 に示すような粉末モデルを用いた。PFM の計算は差分法であり、間隔 $\Delta x = \Delta y = 2$ で 200×200 の格子点を用いた。乱数により、中心粒径 40 で標準偏差が 1.4 程度となるような粒度分布を発生させた。中央部直径 240 の円内にある粒子が局所的に溶融状態になったと想定し、この範囲のみ表 2 における液相に対する値を与えた。それ以外の外周部は熱の影響により焼結が起こるとして、既報と同様の固相焼結の計算を行っている。

図 9 にシミュレーション結果を示す。周囲の焼結領域では界面が黄緑で示されているが、レーザー照射を想定した中央部では、粒子間の界面は見えなくなり、溶融して連続体となった様子が描写されている。外周部はポーラス構造を保ちつつ、粒子同士のネック部の成長がわずかに生じるが、中央部は粒子同士が接近、融合し、ひとつの塊になる過程が再現できた。この計算例では、後半に中央部に丸みを帯びた気孔が残った。

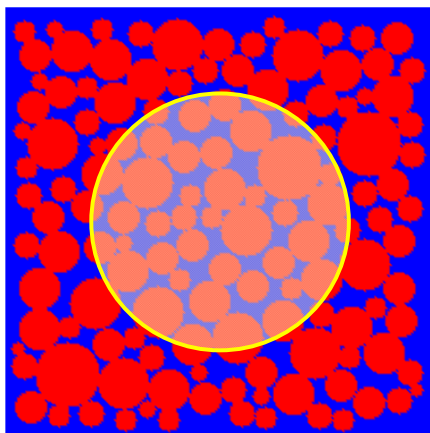


図 8 粉末床モデル。黄色は照射領域。

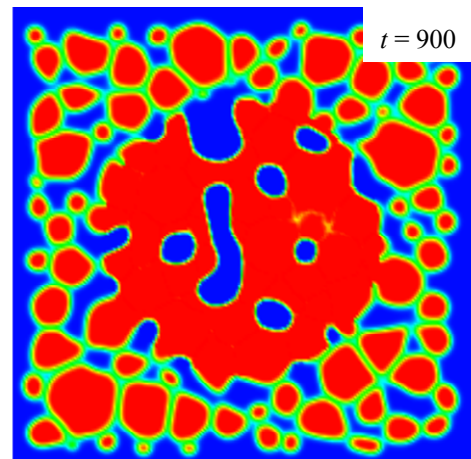
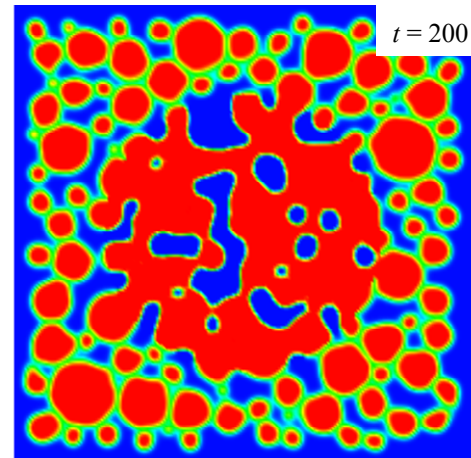
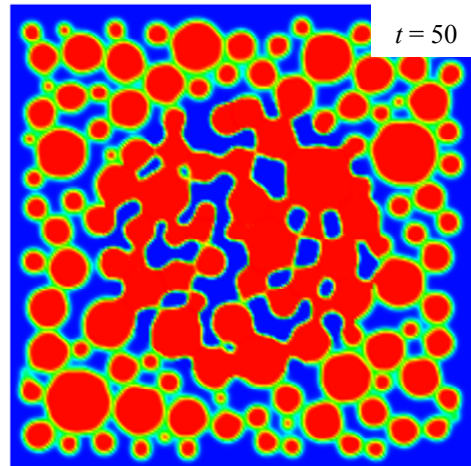
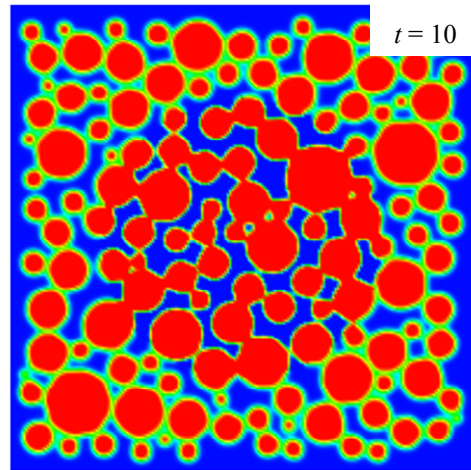


図 9 溶融結合過程のシミュレーション例。

③ PFM/DEM 焼結モデルの改善

2次元のDEMにおいて、粒子中心のすべり速度、回転速度と、力、モーメントとの関係は以下のように表される。

$$f_i^1 = b \left\{ (v_i^1 - v_i^2) + \frac{l}{2} (\dot{\theta}^1 + \dot{\theta}^2) \right\} \quad (4)$$

$$M^1 = \frac{l}{2} f_i^1 + c (\dot{\theta}^1 - \dot{\theta}^2) \quad (5)$$

$$b = 2Xh, \quad c = \frac{2X^5}{45D}$$

ここで、上付添字1, 2は接触している2つの粒子を表し、 f_i は接線方向の力、 M はモーメント、 v_i は接触面接線方向の速さ、 $\dot{\theta}$ は粒子回転の角速度、 l は粒子間距離、 D は有効粒界拡散係数、 h はせん断抵抗係数である。

h の値が小さければ、粒子間のすべり変形がしやすくなる。図7は、 h の値の大小がPFM/DEM連成解析にどの様に影響を及ぼすかを検討した例である。 h の値が大きい(a)の場合は気孔が残留しているが、小さい(b)の場合は消滅した。これはせん断すべりが粒子間の拘束を緩和し、緻密化を促進したものと考えられる。(a)と(b)では焼結体の形状もわずかに異なり、粉体全体の収縮変形に影響することもわかった。

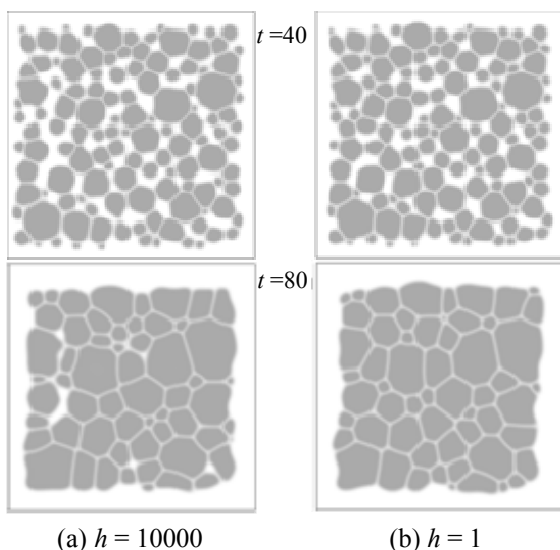


図11 せん断抵抗係数 h の影響。

<引用文献>

- 1) K. Shinagawa: Simulation of grain growth and sintering process by combined phase-field/discrete-element method, Acta Materialia, 66(2014), 360-369.

5. 主な発表論文等

[雑誌論文] (計 2 件)

- ① Z. S. Nikolic, K. Shinagawa, Capillary liquid bridge and grain coarsening during liquid phase sintering, Science of Sintering, 査読有, 49(2017) 1-10. doi: 10.2298/SOS1701001N

- ② F. Wakai, K. Katsuraa, S. Kanchika, Y. Shinoda, T. Akatsu, K. Shinagawa: Sintering force behind the viscous sintering of two particles, Acta Materialia, 査読有, 109(2016), 292-299. doi: 10.1016/j.actamat.2016.03.006

[学会発表] (計 11 件)

- ① 品川一成: 焼結工程のための計算機援用設計技術, 粉体粉末冶金協会平成 28 年度秋季大会, 2016 年 11 月 9 日~2016 年 11 月 11 日, 仙台市。
- ② Z. S. Nikolic: Simulation of grain coarsening within pendular and capillary liquid bridges, 13th International Conference on Fundamental and Applied Aspects of Physical Chemistry, 2016 年 9 月 26 日~2016 年 9 月 30 日, Belgrade.
- ③ 品川一成: 粉体加工プロセスの計算機援用設計と新材料開発, 日本機械学会 2016 年度年次大会, 2016 年 9 月 11 日~2016 年 9 月 14 日, 福岡市。
- ④ 品川一成: 焼結変形と粒成長挙動のモデリングとシミュレーション, 粉体粉末冶金協会平成 28 年度春季大会, 2016 年 5 月 24 日~2016 年 5 月 26 日, 京都市。
- ⑤ 品川一成: レーザ照射された金属粉末の焼結・溶融再凝固構造, 第 23 回機械材料・材料加工技術講演会, 2015 年 11 月 14 日~2015 年 11 月 15 日, 東広島市。
- ⑥ K. Shinagawa: A coupled PFM/DEM approach for analyzing factors affecting dimension accuracy of micro-scale sintered components, 3rd International Conference on Powder Metallurgy in Asia, 2015 年 11 月 9 日~2015 年 11 月 10 日, Kyoto.
- ⑦ 品川一成: 焼結収縮変形に及ぼす粒子間すべりの影響, 第 66 回塑性加工連合講演会, 2015 年 10 月 29 日~2015 年 10 月 31 日, いわき市。
- ⑧ K. Shinagawa: Phase-field simulation of elementary process in powder bed fusion, 4th Asian Symposium on material Processing, 2015 年 8 月 10 日~2015 年 8 月 10 日, Indonesia.
- ⑨ 品川一成: 粉末粒子の溶融結合過程の解析, 平成 27 年度塑性加工春季講演会, 2015 年 5 月 29 日~2015 年 5 月 31 日, 横浜市。
- ⑩ 品川一成: 焼結体の形状寸法・微細構造制御のための数値解析法に関する研究, 粉体粉末冶金協会平成 27 年度春季大会, 2015 年 5 月 26 日~2015 年 5 月 28 日, 東京都。
- ⑪ 品川一成: PFM/DEM 連成法による粉体の溶融結合シミュレーション, 粉体粉末冶金協会平成 27 年度春季大会, 2015 年 5 月 26 日~2015 年 5 月 28 日, 東京都。

6. 研究組織

(1) 研究代表者

品川 一成 (SHINAGAWA Kazunari)
九州大学・大学院工学研究院・教授
研究者番号: 30215983