

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 28 年 6 月 8 日現在

機関番号：17102

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2014～2015

課題番号：26630367

研究課題名(和文)革新的4Dものづくり技術への挑戦

研究課題名(英文)Challenge for development of advanced 4D processing technique

研究代表者

三浦 秀士(Miura, Hideshi)

九州大学・工学(系)研究科(研究院)・教授

研究者番号：30117254

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,000,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では、先端材料の一つであるスーパーアロイ(インコネル718)粉末に対して、レーザーによる粉末積層3D造形実験を試みた。造形体の組織には異方性があり、また柱状の結晶粒内に繊維状の析出物が造形方向に沿って配列していた。引張試験の結果、引張強さは溶製材のJIS規格値より高い値を示したが、伸びが小さく、積層間の欠陥が原因であると考えられた。疲労試験の結果、造形体の組織は違法性を示したにもかかわらず、疲労強度における異方性は小さかった。HIP処理を施すと、繊維状の析出物は消失し、引張試験では伸びの大幅な向上が見られた。

研究成果の概要(英文)：As Ni-based superalloy has poor workability, direct laser forming (DLF) would be a powerful tool for fabricating the complex shaped Ni-based superalloy parts. We focused on the microstructure of the parts produced by DLF, the crystal grains of which grow along the building direction.

In this work, the optimum laser-forming conditions such as laser power, laser scan speed, and powder feeding rate were determined by evaluating the density of the produced parts. Tensile and fatigue test pieces were fabricated in different building direction. They had higher ultimate tensile strength than that of JIS standards in wrought materials. However, their elongation was lower than that of JIS standards, and also the dispersion of elongation was large. On the other hand, fatigue limit was a little lower than the standard value. It was confirmed that the mechanical properties of Ni-based superalloy parts produced by DLF were different by a difference in building direction.

研究分野：粉体加工学

キーワード：レーザフォーミング スーパーアロイ 一方向組織制御 機械的性質 異方性

1. 研究開始当初の背景

3D 造形技術に関しては、2013 年の米国大統領の一般教書演説でも言及されたことから、我が国においても俄かに騒ぎ始めているが、既に 1990 年代から欧米において研究開発されており、著書からも 2000 年初めに我が国で唯一の真空中（酸化防護）でレーザーによる粉末積層造形（レーザーフォーミング）が可能な装置を開発し、用いる粉末の特性から造形体の評価に至るまでのある程度の基礎的な技術については精査済みである。すなわち、既に欧米において開発された装置が多様に存在することからも、もはや基盤技術の構築よりはむしろ工業的に有用な技術とするための多様なアプリケーションを見出していくことが、我が国においては急務であろうと考えている。

2. 研究の目的

金属やセラミックスの粉末をレーザーや電子ビームで熔融積層して造形する技術は、今流行の樹脂を用いた 3D プリントの延長として、金属製品等の加工技術への適用が期待されている。本研究では、次世代金属である Ti 合金やスーパーアロイ粉末を用いて高強度構造の機能性に富んだ航空機用や医療用デバイスとしての高度複雑形状精密部品造りのレーザーフォーミング技術を構築し、オーダーメイドのものづくりとしての優位性を、参入が難しい航空機産業分野や医療産業分野まで展開しようとするものである。

現在、環境問題およびエネルギー問題の観点から、ガスタービンの高効率化が求められている。タービン入口部品の材料として、Ni 基スーパーアロイの 1 つであるインコネル 718 が広く用いられているが、インコネル 718 は難加工性材であり、切削加工を行う際には、工具摩耗が問題となっている。このような問題に対処できる加工法として、3D レーザ積層造形法が近年注目されている。本研究では、Ni 基スーパーアロイの 3D レーザ積層造形法への適用を目指し、造形体の機械的特性を把握することを目的とした。特に、プロセス条件（積層方向、レーザー走査方向）が力学的異方性に与える影響について調査・検討した。

3. 研究の方法

原料粉末として、ガスアトマイズ法で作製されたメディアン径 28.6 μm のインコネル 718 粉末を使用した。本研究では、ブレードを左右に往復させることで金属粉末の積層を行い、連続発振方式のイットリビウムファイバーレーザーを用いて造形を行った。試験片は JIS Z 2201 を参考にダンベル型とした。全ての試験片において、条件はレーザー出力 280 W、レーザー走査速度 100 mm/s、積層粉末厚さ 80 μm に統一して造形を行った。造形は密閉容器中、アルゴン雰囲気で行った。また、本

研究では試験片に対する積層方向を変えての実験も行っており、本稿では基板に対して水平に作製した試験片（積層方向と引張方向が異なる場合）を H (Horizontal)、基板に対して垂直に作製した試験片（積層方向と引張方向が同じ場合）を V (Vertical) と定義する。

インコネル 718 は析出強化型合金であることから、時効処理により γ' 相 (Ni₃Al) や γ'' 相 (Ni₃Nb) を適切に析出させることで、強度が大きく向上する。時効処理として、アルゴン雰囲気中において 720 $^{\circ}\text{C}$ で 8 時間保持し、炉内で 620 $^{\circ}\text{C}$ まで冷却後、8 時間保持した。その後、引張試験による試料の機械的特性の評価ならびに SEM や EPMA を用いての組織観察や元素分析を行った。

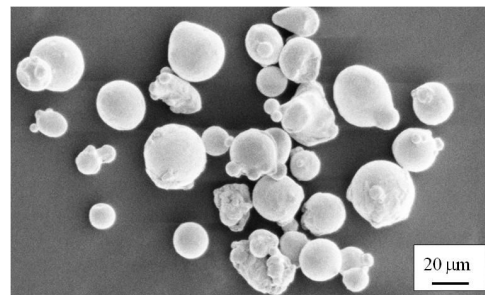


Fig. 1 SEM image of Inconel 718 powder

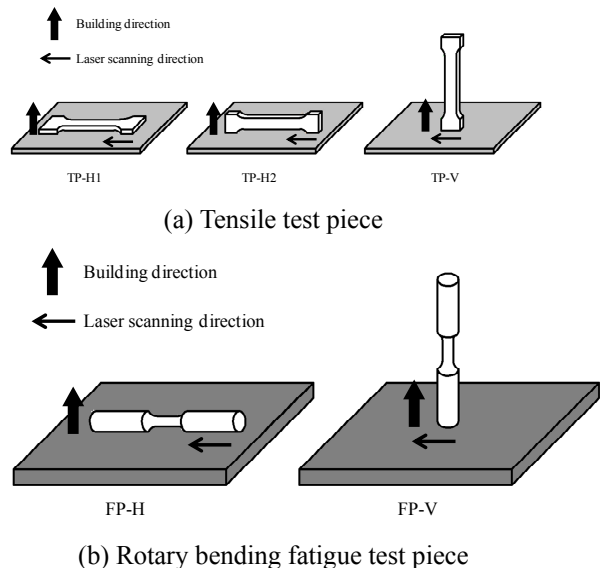


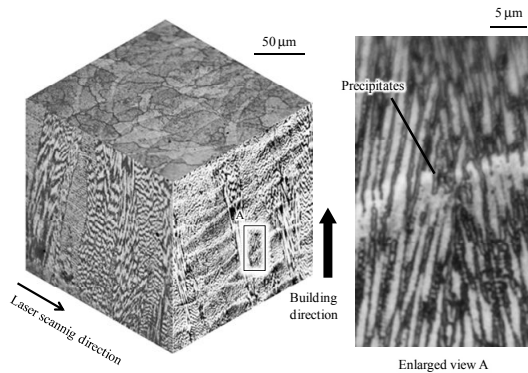
Fig. 2 Image of laser scanning direction and building direction each test piece

4. 研究成果

造形体断面を研磨・腐食後、光学顕微鏡で観察した結果を Fig. 3 に示す。(a) に示す造形体は、数十 μm 程度の幅の柱状の結晶粒が積層方向に沿って成長している。結晶粒の積層方向への成長はチタン合金等の他種粉末を用いた場合にも報告されており、これは粉末積層熔融造形体の大きな特徴の 1 つである。さらに、結晶粒内部には数 μm の幅の筋状の析出物が、同様に造形方向に生成している。このように方向性を持った組織は力学特性

に対しても異方性を示す結果となった。

HIP 処理を施すことによって、(b)に示すように造形方向に沿った結晶粒の一部が消失したことが EBSD 解析により確認できた。



(a) As fabricated



(b) After HIP

Fig. 3 3D view of optical micrograph in etched test piece

引張試験の結果を Fig.4 に示す .HIP 処理を行わない場合、H のヤング率は 328 MPa であったのに対し、V のヤング率は 944 MPa であり、明らかに異なっていた。一方、溶製材の強度と伸びについては、JIS G 4902-1991 ではインコネル 718 について、引張強さ 1240 MPa 以上、伸びは 12 % 以上と規定されている。3D 部材の H では、引張強さ 1377 MPa、伸び 5.27 % で、引張強さは JIS 規格を上回る結果となったが、伸びは小さい結果となった。一方 V においては、引張強さ 1144 MPa、伸び 1 % 以下であった。このように、積層造形体には力学的異方性がみられ、これは組織の異方性にも起因したものである。TP-H の破面は柱状、TP-V の破面は等軸状の結晶粒および析出物の跡が観察され、組織異方性を転写した破面が観察された。また、TP-V に関しては、積層間の未接合部分における応力集中が生じ、伸びが低下した。

HIP 処理により HIP-V に関しては、HIP 処理前に比べ伸びが約 10 % 向上したが HIP-H に関しては、伸びの向上がみられなかった。HIP-V が HIP-H に比べ、高い伸びを示した要

因としては、破面観察より HIP-V は結晶粒径および析出した炭化物の投影面積が小さかったためと考えられる。

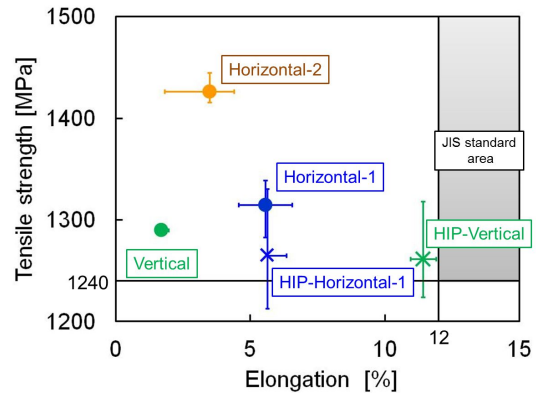


Fig. 4 Result of tensile test

疲労試験の結果を Fig.5 に示す .HIP 処理を行わない場合、疲労限度に異方性は見られず、欠陥があるはずの FP-V も、FP-H と疲労強度が同等になった。これは、引張破面で観察された未接合部位が、疲労破面に確認できなかったことから、回転曲げ疲労試験では引張試験と比べて荷重のかかる面積が小さく、欠陥の影響が小さかったためと考えられる。

HIP 処理により HIP-FP-V に関しては、疲労限度が 50 MPa 程度向上し、溶製材に匹敵する疲労限度を得ることができた。破面観察より、凹凸の大きさについては HIP-FP-V の方が HIP-FP-H に比べ細かく、EBSD の結果を併せて考察すると、HIP-FP-V の方が HIP-FP-H に比べ結晶粒径が小さいため、疲労強度が向上したと考えられる。

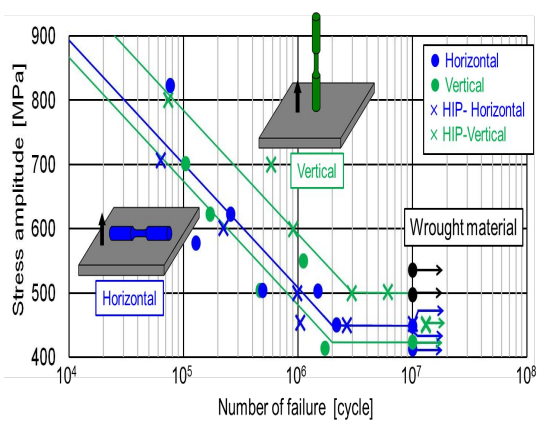


Fig. 5 S-N diagram

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文](計 4件)

1. 三浦秀士
粉から新しいものづくり —最新の焼結金属の技術とその動向について—
Technical Review
査読無 No.82 2014 pp2-10
2. 三浦秀士
レーザーフォーミングによる金属構造体の3Dプリンティング
Ceramics Japan
査読無 Vol.49 2014 pp868-870
3. Hideshi Miura
Direct Laser Forming of Titanium Alloy Powders for Medical and Aerospace Applications
KONA Powder and Particle Journal
査読有 No.32 2015 pp253-263
4. Naoto YOSHIGAI, Keita KAJIHARA, Toshiko OSADA, Kentaro KUDO, Fujio TSUMORI, Hideshi MIURA
Anisotropic Mechanical Properties of Ni-base Superalloy Compacts by Direct Laser Forming Technology
Journal of the Japan Society of Powder Metallurgy
査読無 63巻 2016 in press

[学会発表](計 6件)

1. 三浦秀士
金属粉末積層3D造詣(レーザーフォーミング)について
(一社)日本塑性加工学会、平成26年度春季講演会
2014年6月6日~2014年6月8日
つくば国際会議場(茨城県 つくば市)
2. 三浦秀士
レーザー粉末熔融積層法による金属3D造形体の力学的特性評価
(一社)粉体粉末冶金協会、平成26年度秋季大会(招待講演)
2014年10月29日~2014年10月30日
大阪大学コンベンションセンター(大阪府 吹田市)
3. 馬場園卓哉、長田稔子、津守不二夫、三浦秀士
レーザー粉末熔融積層法による3D部材の機械的特性
(一社)粉体粉末冶金協会、平成26年度秋季大会
2014年10月29日~2014年10月30日
大阪大学コンベンションセンター(大阪

府 吹田市)

4. 吉開巨都、梶原啓太、津守不二夫、長田稔子、三浦秀士
レーザー積層造形法によるNi基スーパーアロイ構造体の機械的特性
平成26年度塑性加工学会九州若手技術交流会
2014年11月21日~2014年11月21日
鹿児島大学 都元キャンパス・稲盛会館(鹿児島県 鹿児島市)
5. Naoto YOSHIGAI, Keita KAJIHARA, Toshiko OSADA, Kentaro KUDO, Fujio TSUMORI, Hideshi MIURA
Anisotropic Mechanical Properties of Ni-base Superalloy Compacts by Direct Laser Forming Technology
The 3rd International Conference on Powder Metallurgy in Asia(APMA2015) (国際学会)
2015年11月9日 京都大学(京都府 京都市)
6. 吉開巨都、梶原啓太、津守不二夫、長田稔子、三浦秀士
3Dレーザー積層造形法によるNi基スーパーアロイ構造体の機械的特性
粉体粉末冶金協会、平成27年度春季大会
2015年5月26日 早稲田大学 国際会議場(東京都 新宿区)

6. 研究組織

(1)研究代表者

三浦 秀士 (MIURA HIDESHI)
九州大学 大学院工学研究院 教授
研究者番号: 30117254

(2)研究分担者

津守 不二夫 (TSUMORI FUJIO)
九州大学 大学院工学研究院 准教授
研究者番号: 10343237

長田 稔子 (OSADA TOSHIKO)
九州大学 大学院工学研究院 助教
研究者番号: 90452812