

令和 2 年 5 月 20 日現在

機関番号：34419

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2017～2019

課題番号：17K06097

研究課題名(和文) 金属3D積層造形による低熱膨張多孔質体を応力緩和層とした高品位異材接合

研究課題名(英文) High quality dissimilar joining using stress relaxation insert layer of porous structure with low thermal expansion fabricated by metal additive manufacturing

研究代表者

池庄司 敏孝 (Ikeshoji, Toshi-Taka)

近畿大学・次世代基盤技術研究所・特任准教授

研究者番号：40302939

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,600,000円

研究成果の概要(和文)：Ni基合金とC/C材の高品位異材接合を応力緩和層としてレーザー式粉体床溶融法(PBF-LB)により造形した多孔質体を挿入してNi基ろう材を用いて異材ろう付継手を得た。その研究過程でPBF-LBで可能な造形精度の確認のために溶融凝固現象を加味したPBF-LB過程を模擬する数値計算法を開発し、最小厚さをスポット径の2倍程度と見積もった。Ni基ろう材のCTE値を100-1100の範囲で測定しろう付継手強度予測の基礎データを得た。また、PBF-LB過程中の粉体床温度変化すが造形条件の修正を必要とするほど大きいことを明らかにした。

研究成果の学術的意義や社会的意義

C/C複合材やセラミクスなどの高温部材に従来接合困難とされてきた耐熱超合金を接合する新しい方法を開発した。レーザー式粉体溶融法(PBF-LB)といった三次元付加製造を生産工学における新しい可能性を示すことができた。また、PBF-LBを模擬する溶融凝固現象を考慮した数値計算方法の開発やNi基合金のCTE値測定などの成果が副次的に得られた。

研究成果の概要(英文)：A dissimilar material joint between a Ni-based alloy and a C/C composites was obtained using a Ni-based brazing filler alloy by inserting a porous interlayer fabricated by the laser powder bed fusion (PBF-LB), which was expected to relieve the residual stress. In the course of the research, a numerical calculation method was developed to simulate the PBF-LB process considering the melt solidification phenomenon in order to confirm the modeling accuracy possible with PBF-LB, and the minimum thickness was estimated to be about twice the laser spot diameter. The CTE value of Ni-based brazing material was measured in the range of 100-1100 °C to obtain basic data for brazing joint strength prediction. It was also clarified that the change in the powder bed temperature during the PBF-LB process was large enough to require modification of the molding conditions.

研究分野：接合工学

キーワード：付加製造 パウダーベッド ニッケル基合金 異材接合 熱膨張係数

様式 C-19、F-19-1、Z-19 (共通)

## 1. 研究開始当初の背景

近年、炭素繊維強化複合材料やセラミックスと金属材料の異材接合の需要が高まっている。炭素系合材料 (C/C 複合材, C/C-SiC, SiC/SiC など, 以下 C/C 材) は耐熱性に優れ, 特に 1,000°C 以上での機械的強度が他の材料と比較して優れているため, 軽量化の要求が厳しい航空宇宙分野の各種高温用部材として, また, 陸上用, 船用の高効率ガスタービンの高温用部材として適用が期待されて来た。2010 年代に入りそれらの適用は検討から実用段階となり, 異材接合の材料の組合せの拡大や機械的特性評価など更なる展開が期待されている。しかし, C/C 材やセラミックスと金属材料の異材接合は現在でも専ら機械的接合 (嵌合やボルト・ナット留め) が多用されている。これをろう付に置き換えることで高品位な接合体を得ることができる。

Ni 基合金と C/C 材やセラミックスの異材接合では双方の熱膨張係数 (CTE 値) の差異に起因する残留応力が原因で継手を得ることが困難であることが知られている。応力緩和層として Cu や Nb を挿入すると接合可能であるが, Cu は耐熱性を低下させ, Nb は耐酸化性が低い。

そこで, 中間材に Ni 基合金を用いることができれば最適である。CTE 値の差異には中間材に応力緩和効果のある構造を持たせることで回避できると考えられる。このような構造を作製するにはレーザ式粉体床溶融法 (Laser Beam Powder Bed Fusion, 以下, PBF-LB) による付加製造 (Additive Manufacturing) を援用することで達成できると考えられる。

## 2. 研究の目的

本研究の最終目的は, 炭素系複合材料 (C/C 材) やセラミックスと金属材料の異材接合において, PBF-LB により作製した熱膨張係数が傾斜的に変化する多孔質構造体を接合界面に挿入することにより, 残留応力を緩和し, 常温および高温においても十分な機械的強度を有する接合を達成することである。

そこで, 以下を研究目的とした。

- (1) PBF-LB による造形精度を確認するため薄膜を造形し, 造形可能な薄膜の最低厚さを検討する。
- (2) PBF-LB による造形精度を確認するため壁材の最低厚さを検討する。
- (3) 中間材の設計において参考となる Ni 基ろう材の熱膨張係数 (CTE 値) を室温からろう付け温度直下まで求める。
- (4) Ni 基合金の PBF-LB 法による造形条件を検討する。特に, 従来にない高いレーザ出力, 高いレーザ走査速度の領域での造形条件を明らかにする。
- (5) PBF-LB 過程中の造形環境変化を明らかにする。
- (6) Ni 基合金のろう付中間材を PBF-LB により作製し, Ni 基合金と C/C 材の異材ろう付試験を行い, 継手の性質を明らかにする。

## 3. 研究の方法

### (1) PBF-LB 法による Ni 基ろう材の成形ろう材作製

PBF-LB 用いてレーザ出力 100-200W, 走査速度 600-1200mm/s, スポット径  $\phi 0.1\text{mm}$  の造形条件でインコネル 718 の金属箔作製を試みた。インコネル 718 は本研究で母材として想定されているが, Ni 基ろう材と主要成分が近く, PBF-LB 用粉体が入手しやすいため, 金属箔作製試験に用いられた。粉体床 (パウダーベッド) は通常の PBF-LB と異なり, ベースプレートから 5 mm の厚さとした。金属箔の寸法は  $10 \times 10\text{ mm}$  とした。レーザ照射は通常の 1 回に加えて, 作製する金属箔表面を平坦にすることを意図して 2 回のレーザ照射も試みた。

### (2) 溶融凝固現象を加味した数値計算

インコネル 718 合金の PBF-LB 過程での溶融凝固現象を加味した過渡伝熱数値計算を行い, 溶融池の寸法を予測することで PBF-LB 過程で作製できる造形物の壁の最低厚さを検討した。

過渡伝熱計算には汎用有限要素法ソフト ANSYS を用いた。溶融凝固現象の加味は材料の温度依存性を RT-3000°C の範囲で考慮したエンタルピ値, 熱伝導係数, 密度を用いることで実現した。また, 粉体の熱伝導係数も Kunii-Smith モデルを用いて再現した。

数値計算範囲は走査幅 5 mm, ハッチ幅 0.1-0.2 mm, 粉体床厚さ 0.05 mm とし, 5 往復 (10 走査) のレーザ走査が収まる領域とした。

### (3) Ni-Cr-Si 系ろう材と Ni-Cr-Nb 系ろう材の熱膨張係数測定

Ni-Cr-Si 系ろう材と Ni-Cr-Nb 系ろう材の粉体を HIP 処理によりバルク体に成形し,  $5 \times 5 \times 20\text{ mm}$  の角柱を放電加工により切り出して試験片とした。熱膨張係数は熱膨張計 (Netzsch 社製 DIL402) を用いて 100°-1100°C の範囲を 5 K/min で昇温しながら He ガス気流中で測定した。

### (4) Ni 基合金の PBF-LB 法による造形条件

インコネル 718 合金の PBF-LB での造形条件を検討するため, レーザ出力とレーザ走査速度を変数としたプロセスマップを作製した。従来のプロセスマップは 400 W 以下, 1500 mm/s 以下の領域だったため, より高出力かつ高速な領域である, 600 W 以上, 1500 mm/s 以上の領域で立方体試験片造形を行い, 密度測定からプロセスマップを作製した。

#### (5) PBF-LB 過程中の造形環境変化

PBF-LB 過程中の粉体床温度の変化を純銅粉体により四角柱を造形してサーモビューワにより測定した。四角柱の寸法は $10 \times 12$  mm。ベースプレートは $125 \times 20$  mm の無酸素銅板とした。造形条件はレーザー出力 800 W, レーザ走査速度 300mm/s, ハッチ幅 0.1 mm, 積層厚さ 0.050 mm で造形した。ベースプレート温度は 50°C に設定した。表面温度分布の計測にはサーモビューワ Apiste FSV-2000 を用いて造形ステージ全体の温度分布を測定した。

#### (6) Ni 基合金と C/C 材の異材ろう付

インコネル 718 と C/C 材を異材ろう付する界面に C/C 材に生じる残留応力を緩和する目的で中間材を PBF-LB により造形した。中間材形状を図 1 に示す。インコネル 718 と接合する側の底面(図 1(b)(f))には 0.1mm のスリットを入れ、インコネル 718 が接合温度からの冷却時に熱収縮により生じる C/C 材側の熱応力を中間材の変形で緩和することを企図した。

造形条件はレーザー出力 200 W, レーザ走査速度 900, 1100, 1300 mm/s, ハッチ幅 0.12 mm, 粉体層厚さ 0.03 mm とした。それぞれの条件に対応する体積エネルギー密度は 61.7, 50.5, 42.7 J/mm<sup>3</sup> だった。

造形した中間材をインコネル 718 と C/C 材の間に挿入してろう付した。インコネル 718 は $10 \times 3$  mm の板材, C/C 材は $15 \times 3$  mm の板材とした。ろう材は Ni-Cr-Nb 系合金粉体とし、真空ろう付用バインダと混合して界面に塗布した。これらを重ねて SUS304 鋼線でまとめ試験片アッシィとした。ろう付けはろう付温度は 1200°C, 保持時間は 300s とした。雰囲気は加熱前に $2.0 \times 10^{-3}$  Pa の真空とした。

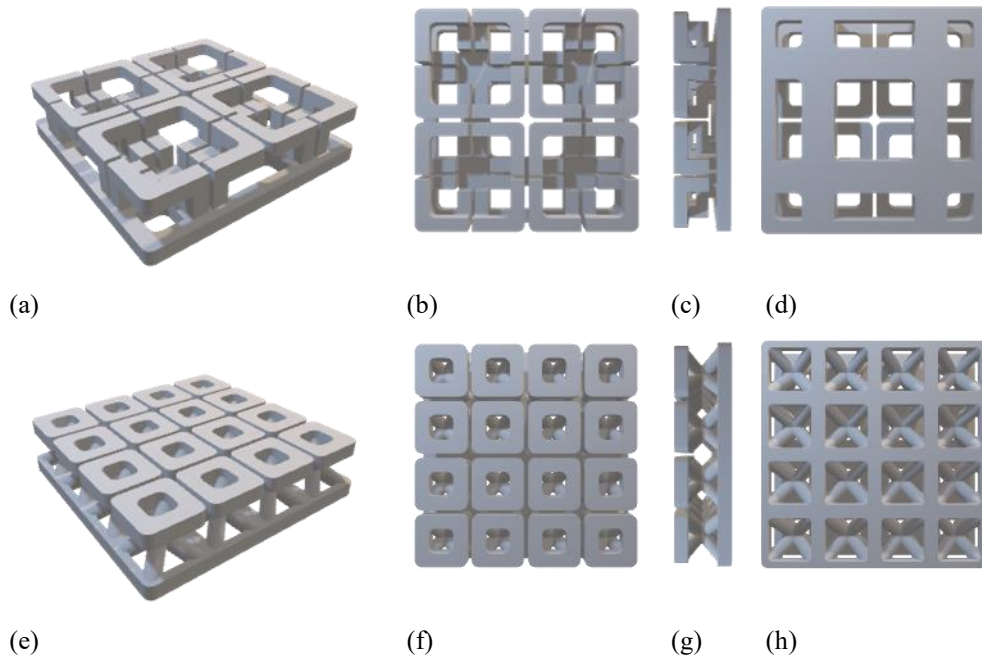


図 1 PBF-LB で製作するインコネル 718 と C/C 材の異材ろう付界面に挿入する中間材。外形寸法 $10 \times 2.5$  mm。格子型中間材の(a)アイソメ図, (b)インコネル 718 側底面, (c)側面図, (d)C/C

## 4. 研究成果

### (1) PBF-LB による Ni 基ろう材の成形ろう材作製

PBF-LB を用いてレーザー出力 100–200W, 走査速度 600–1200mm/s, スポット径  $\phi 0.1$ mm の造形条件でインコネル 718 の金属箔作製を試みた(図 2)。レーザー照射 1 回の場合に金属箔は得られたが、非常に脆かった。レーザー照射 2 回, 所謂, 二度打ちでは脆さは改善されるが熔融金属が凝集した後に凝固するため表面形状が粗く, 所々小さな孔を生じた。作製した金属箔の厚みは 0.5–1.4mm と厚くなった。

これらの金属箔の材質はインコネル 718 であり Ni 基ろう材そのものではないが成分が近いので造形条件は大差ないと考えられる。そのため, Ni 基ろう材を PBF-LB で成形ろう材とするには脆くなることが予想され, 造形条件を再検討する必要がある。また, ろう材としては比較的厚みがあり, 使用しやすい 0.2mm 厚程度の成形ろう材を得るには箔を水平に造形するのではなく, 垂直に造形した方がよいと考えられた。

PBF-LB による Ni 基ろう材による成形ろう材作製は可能性を示すことができたが, 実使用に耐える金属箔, 構造体を得ることができなかった。今後, まずは, PBF-LB 用 Ni 基ろう材粉体を作り, 造形条件を最適化し, 箔材あるいは構造材の造形時の配置などを検討する必要がある。

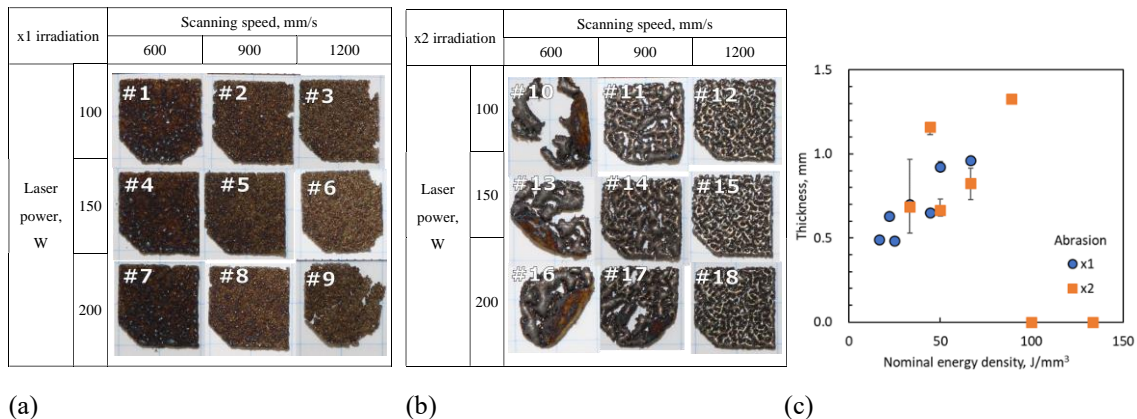
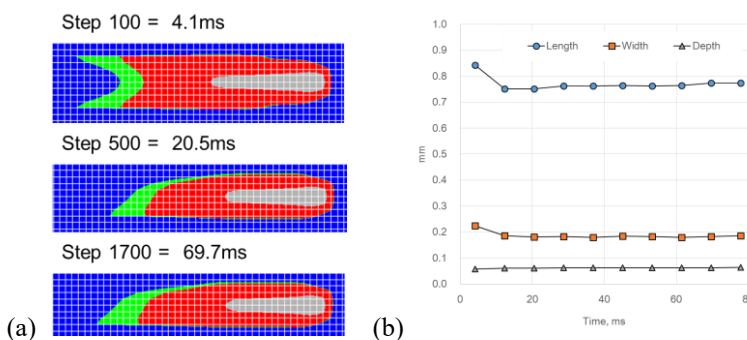


図 2 PBF-LB による金属箔作成試験結果。(a)レーザー照射回数 1 回, (b)2 回, (c)金属箔厚さとエネルギー密度の関係。

(2) 溶融凝固現象を加味した数値計算

インコネル 718 合金の PBF-LB 過程での溶融凝固現象を加味した過渡伝熱数値計算結果の例を図 3 に示す。レーザー出力 292 W, レーザスポット径 0.1 mm, レーザ走査速度 610 mm/s, ハッチ幅 0.15 mm, 粉体層厚さ 0.05 mm の場合の結果である。溶融池は 3 回目の走査以降に寸法がほぼ一定となった。



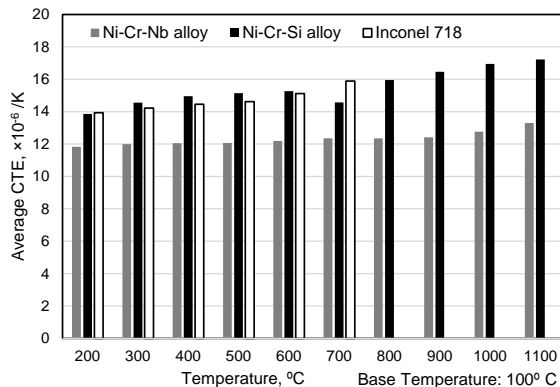
この結果から、本数値計算方法ではレーザー走査は 4 回程度で安定した溶融池寸法を得ることができる。また、溶融池幅は $\sim 0.2$  mm とスポット径の約 2 倍となった。

図 3 インコネル 718 合金の PBF-LB 過程での溶融凝固現象を加味した過渡伝熱数値計算結果。(a) 溶融池形状, (b)溶融池寸法の推移。

このため、PBF-LB で造形できる最も薄い壁の厚さはスポット径の 2 倍程度と見積もることができる。

(3) Ni-Cr-Si 系ろう材と Ni-Cr-Nb 系ろう材の熱膨張係数測定

Ni-Cr-Si 系ろう材と Ni-Cr-Nb 系ろう材の熱膨張係数を図 4 に示す。Ni-Cr-Nb 合金は CTE 値が  $12 \times 10^{-6}/K$  程度で温度とともに上昇はするもののほぼ一定だった。Ni-Cr-Si 系ろう材は Inconel 718 と同等な CTE 値で温度依存性もほぼ一致した。



この結果から、C/C 材と Inconel 718 のろう付けでは Ni-Cr-Nb 系ろう材の方が適切と考えられる。これは CTE 値が低くほぼ一定なので Ni-Cr-Si 系ろう材より残留応力の発生が抑えられると推察されるためである。

図 4 Ni 基ろう材の熱膨張係数

(4) Ni 基合金の PBF-LB 法による造形条件検討

インコネル 718 合金のレーザー出力 600–1000 W, 走査速度 1500–3500 mm/s の領域でのプロセスマップを作成し、レーザー出力 200–1000W, レーザ走査速度 500–1200mm/s, エネルギー密度 40–80J/mm<sup>3</sup> で造形試験片の引抜材に対する相対密度が比較的高いプロセスウィンドウを得た。

(5) PBF-LB 過程中の造形環境変化

PBF-LB 造形過程中の純銅粉体床上の温度変化を図 5 に示す。30 層目のレーザー照射中の温度分布はベースプレー上の粉体床全体が既に 80°C 以上であることを示した(図 5(a))。□10mm 角柱の中央を Inside, 辺から 5 mm 点を Outside として、レーザー走査過程前後の温度変化をみると、粉体床温度は層を重ねるごとに上昇し一定の温度になると考えられる(図 5(b))。

このことから、粉体床温度は PBF-LB 過程が進むにつれベースプレート設定温度よりも高くなることが明らかになった。上昇幅は造形モデルの体積や配置にも影響されると考えられ、レーザー照射条件を層毎に修正する必要性も示唆された。

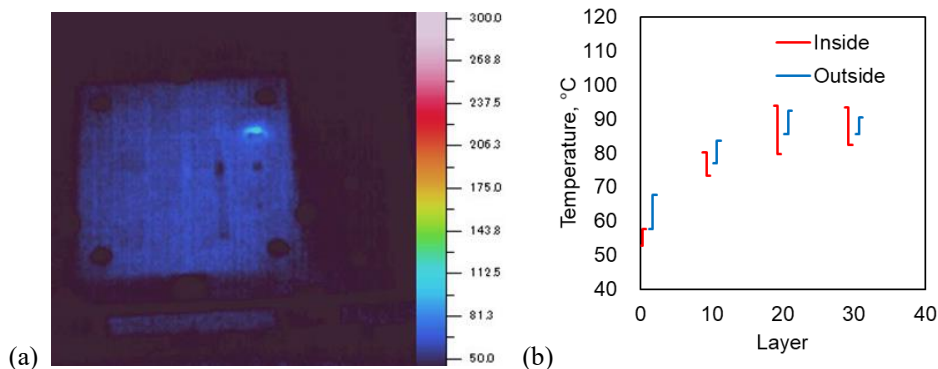


図 5 粉体床表面温度の測定。(a)30 層目のサーモビューワ画像, (b)レイヤによる温度の上昇。

#### (6) Ni 基合金と C/C 材の異材ろう付

レーザー走査速度 900 mm/s として PBF-LB で作製した中間材を図 6 に示す。レーザー走査速度 1000, 1300 mm/s の高速条件では残留応力緩和のための 0.1mm のスリット形状が十分に形成されなかった。これは高速走査により発生したスパッタが詰まったためと考えられる。

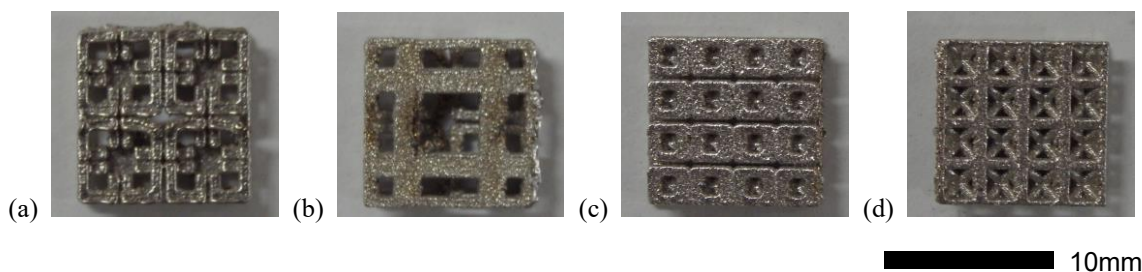


図 6 PBF-LB で製作した中間材の観。10×2.5 mm。格子型中間材の(a)インコネル 718 側底面, (b)C/C 材側底面。BCC 型中間材の (c)インコネル 718 側底面, (d)C/C 材側底面。造形条件：レーザー出力 200 W, レーザ走査速度 900 mm/s, ハッチ幅 0.12 mm, 粉体層厚さ 0.03 mm。

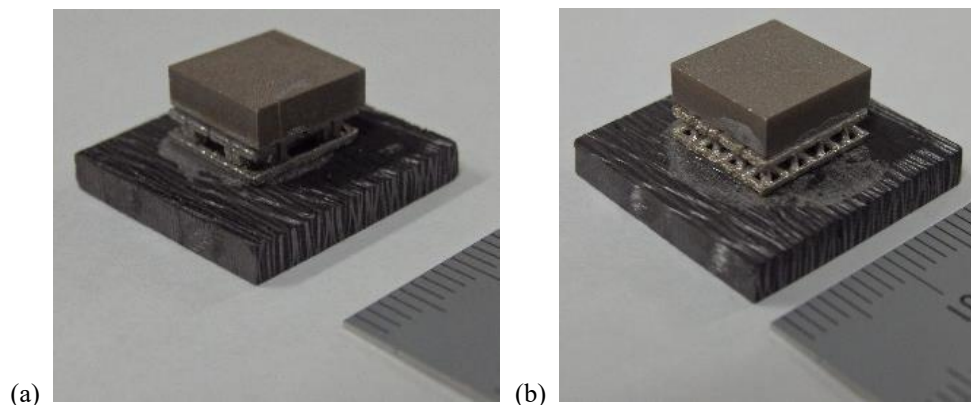


図 7 PBF-LB で製作した中間材を挿入したインコネル 718 と C/C 材の異材ろう付試験片。(a)格子型中間材, (b)BCC 型中間材。

PBF-LB で製作した中間材を挿入したインコネル 718 と C/C 材の異材ろう付試験片を図 7 に示す。いずれの試験片も接合はなされたが、接合力は小さく押し込みせん断試験機で破壊試験ができなかった。

これらの結果から、以下の知見が得られた。

- ① ろう付用中間材の構造体を製作するには、より細いスリット形状などを造形できる PBF-LB の造形条件を探索する必要がある。
- ② あるいは、逆に、ろう付試験としてはより寸法が大きな構造物で試験すべきである。
- ③ ろう付界面となる面の粗さを低減する PBF-LB の造形条件を探索する必要がある。
- ④ あるいは、造形ママ (As-Built) での中間材の構造体の製作はせず、後加工により面粗度を向上するべきである。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計8件（うち査読付論文 3件／うち国際共著 0件／うちオープンアクセス 0件）

1. 著者名 池庄司 敏孝、米原 牧子、中村 和也、京極 秀樹	4. 巻 2017
2. 論文標題 3 D積層造形インサート材を挿入したC/C複合材/Ni基合金ろう付継手の応力解析	5. 発行年 2017年
3. 雑誌名 溶接学会全国大会講演概要	6. 最初と最後の頁 106-107
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） <a href="https://doi.org/10.14920/jwstaiikai.2017f.0_106">https://doi.org/10.14920/jwstaiikai.2017f.0_106</a>	査読の有無 無
オープンアクセス 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	国際共著 -
1. 著者名 Toshi-Taka Ikeshoji, Makiko Yonehara, Kazuhiro Nakamura, Hideki Kyogoku	4. 巻 1
2. 論文標題 Fabrication of Ni-alloy Metal Sheet by Laser Powder Bed Fusion	5. 発行年 2018年
3. 雑誌名 Proceedings of International Brazing & Soldering Conference(IBSC) 2018, New Orleans	6. 最初と最後の頁 269-272
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） なし	査読の有無 有
オープンアクセス 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	国際共著 -
1. 著者名 KYOGOKU Hideki, IKESHOJI Toshi-Taka	4. 巻 7
2. 論文標題 A review of metal additive manufacturing technologies: Mechanism of defects formation and simulation of melting and solidification phenomena in laser powder bed fusion process	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Mechanical Engineering Reviews	6. 最初と最後の頁 1900182-1900182
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） <a href="https://doi.org/10.1299/mer.19-00182">https://doi.org/10.1299/mer.19-00182</a>	査読の有無 有
オープンアクセス 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	国際共著 -
1. 著者名 YUASA Kenya, MORI Yuta, YONEHARA Makiko, IKESHOJI Toshi-Taka, KYOGOKU Hideki	4. 巻 2019
2. 論文標題 Measurement of surface morphology of powder bed for metal additive manufacturing	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 The Proceedings of Mechanical Engineering Congress, Japan	6. 最初と最後の頁 S04206P ~ S04206P
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） DOI:10.1299/jsmemecj.2019.S04206P	査読の有無 無
オープンアクセス 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	国際共著 -

1. 著者名 IKESHOJI Toshi-Taka	4. 巻 88
2. 論文標題 Multiple Material Additive Manufacturing	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 JOURNAL OF THE JAPAN WELDING SOCIETY	6. 最初と最後の頁 489 ~ 496
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2207/jjws.88.489	査読の有無 無
オープンアクセス 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	国際共著 -

1. 著者名 池庄司敏孝	4. 巻 10
2. 論文標題 レーザ式粉体床溶融法の溶融凝固数値解析における粉体床へのレーザ入熱のANSYS MAPDLによる実装	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 近畿大学次世代基盤技術研究所報告	6. 最初と最後の頁 103-110
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) なし	査読の有無 無
オープンアクセス 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	国際共著 -

1. 著者名 IKESHOJI Toshi-Taka	4. 巻 6
2. 論文標題 Liquidation and Solidification Phenomena During Laser Powder Bed Fusion Process	5. 発行年 2017年
3. 雑誌名 Journal of Smart Processing	6. 最初と最後の頁 109 ~ 114
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.7791/jspmee.6.109	査読の有無 有
オープンアクセス 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	国際共著 -

1. 著者名 IKESHOJI Toshi-Taka	4. 巻 86
2. 論文標題 3D Additive Manufacturing and Interface Phenomena	5. 発行年 2017年
3. 雑誌名 JOURNAL OF THE JAPAN WELDING SOCIETY	6. 最初と最後の頁 138 ~ 141
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2207/jjws.86.138	査読の有無 無
オープンアクセス 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	国際共著 -

〔学会発表〕 計7件（うち招待講演 0件 / うち国際学会 1件）

1. 発表者名 池庄司 敏孝
2. 発表標題 3 D積層造形インサート材を挿入したC/C複合材 / Ni基合金ろう付継手の応力解析
3. 学会等名 溶接学会平成29年度秋季全国大会
4. 発表年 2017年

1. 発表者名 Toshi-Taka Ikeshoji
2. 発表標題 Fabrication of Ni-alloy Metal Sheet by Laser Powder Bed Fusion
3. 学会等名 International Brazing & Soldering Conference (IBSC) 2018, New Orleans (国際学会)
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 湯浅健也, 森優太, 米原牧子, 池庄司敏孝, 京極秀樹
2. 発表標題 金属積層造形に船けるパウダーベッド表面性状の計測
3. 学会等名 日本機械学会2019年度年次大会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 中村和也, 池庄司敏孝, 京極秀樹, 関本光一郎, 奥村鉄平
2. 発表標題 金属レーザー積層造形によるTi6Al4V合金の作製とその機械的性質
3. 学会等名 粉体粉末冶金協会2019年度秋季火会
4. 発表年 2019年



1. 発表者名 加藤千佳, 池庄司敏孝, 米原牧子, 京極秀樹, 石神健太, 村上勇夫, 橋詰良樹
2. 発表標題 SLMによるAl-10Si-0.4Mg合金造形体の特性に及ぼす粉末特性の影響
3. 学会等名 軽金属学会第137回秋期大会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 池庄司敏孝, 米原牧子, 加藤千佳, 湯浅健也, 池田峻史, 京極秀樹
2. 発表標題 レーザー式粉体床溶融法純銅造形過程での造形材と粉末床の熱伝導挙動
3. 学会等名 溶接構造シンポジウム2019
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 池庄司敏孝
2. 発表標題 レーザー式金属AM 技術と現状と課題
3. 学会等名 日本溶接協会化学機械溶接研究委員会
4. 発表年 2019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
---------	---------------------------	-----------------------	----