

指向性エネルギー堆積法を用いた Inconel625-SUS316L 傾斜機能材料の作製

慶應義塾大学 ○梅津知樹, ◎柿沼康弘, 小池綾, 佐藤洋平

要旨

異種材料の混合比を連続的に変化させながら接合した傾斜機能材料は、応用可能性が高い一方で製造過程の複雑さから実用上使用されることが少ない。本研究は、三次元金属造形の一方式である指向性エネルギー堆積法を用いて、材料粉末の配合制御に基づく傾斜機能材料造形を提案する。引張試験、硬度試験、元素分析、金属組織観察により、提案手法により造形した傾斜機能材料の機能性を評価することで、その有効性を実験的に示した。

1. 緒論

CAD データから直接三次元造形物を作製することができる Additive Manufacturing (AM) は従来の加工技術と比べて複雑形状の造形が可能であることに加え、切り屑が出ないなど高い省資源性を示す。また、CAD データから直接、造形物を作製できるので、多品種少量生産においては慣用的な加工法と比べると高速でコスト面でも合理的である。近年では、自動車部品や航空宇宙分野での利用が広まっており、この技術により造形した部品をそのまま製品に組み込むことで製造のコストの削減も可能である。

AM の 1 種である指向性エネルギー堆積法は、図 1 のようにレーザーノズルからキャリアガスによって供給された金属粉末に対してレーザーを照射することで、選択的に金属の熔融・凝固を繰り返し三次元形状を造形する方式である。他の AM と比べ指向性エネルギー堆積法は、積層で混合粉末を用いることで高機能な材料を作製できるといった特徴がある。

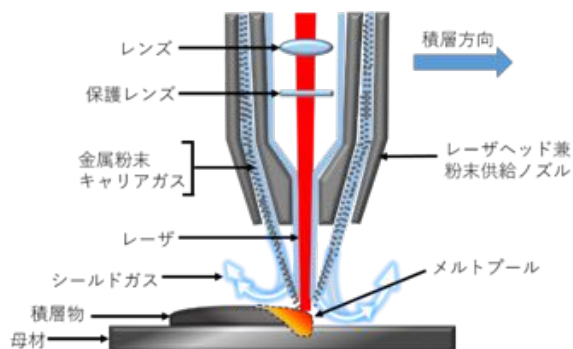


図1 指向性エネルギー堆積法の概要

傾斜機能材料は、連続的または段階的に機能性が変化する一体材料である。その特徴は、複数の材料の特性を併せ持ちながら、一般的な複合材料と比較して熱や応力で破壊されにくいということがあげられる。傾斜機能材料は、粉末冶金法や遠心鋳造法で作製が可能であるが、それぞれの欠点として、連続的に変化する傾斜造形物を作製できないこと、後加工時間が長い等の問題点がある。一方で、指向性エネルギー堆積法を用いて、供給する金属粉末の混合比を徐々に変更しながら積層することで、所望の立体形状を造形しながら、連続的に変化する傾斜機能材料の作製が可能である。しかし、指向性エネルギー堆積法で積層した造形物の実用可能性の評価が不十分である。そこで、本研究では指向性エネルギー堆積法に使用して傾斜機能材料の作製を試み、その造形物の元素分布、硬度、金属結晶の大きさといった観点から評価した。

2. 傾斜機能材料の作製と評価

表 1 に本実験の積層条件を示す。Inconel625 と SUS316L の比率を 10 % ずつ変更した計 11 種類の混合粉末を事前に用意し、Inconel625 の混合比率が徐々に多くなるようにそれぞれの混合粉末を 5 層ずつ積層することで、造形物の組成が連続的に変化する造形物を作製した。

表 1 傾斜機能材料の積層条件

| | | |
|----------|--------|---------|
| レーザー出力 | W | 1600 |
| ノズル送り速度 | mm/min | 800 |
| 金属粉末供給量 | g/mm | 12 |
| キャリアガス流量 | l/min | 6 |
| 層数 | 層 | 55 |
| 混合比 | - | 10%ずつ変化 |

積層した造形物の写真を図 2 に示す。この造形物をフライス盤で加工し、現れた表面を研磨した。図 3, 4, 5 は研磨後に蛍光 X 線分析を用いて作製した元素マッピングを示したものである。図 3 より SUS316L の主要元素である Fe の含有割合が上層に向かって徐々に減少していることから組成基準の傾斜材料の作製に成功したといえる。しかし、図 4 に示すように、Mo は斑点状に偏析した。Mo は他の金属元素より比較的高融点であり、このような高融点元素は、熔融池内で優先的に凝固をするため、凝集し斑点状に造形物に偏析する考えられる。また、図 5 では Ti は造形物の表面に偏析をしていることが分かる。Ti は密度の低い元素であるので、熔融池内で浮力が発生し熔融池の上部に元素が移動している可能性がある。さらに熔融池の対流により、Ti は造形物の端へと移動し、偏析したと考えられる。

偏析した元素は造形物の元素含有比率は少量であり、作製した造形物の元素はおおむね連続的に変化しているといえる。



図2 傾斜機能材料の造形物

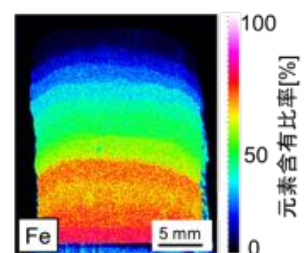


図3 Fe の元素マッピング

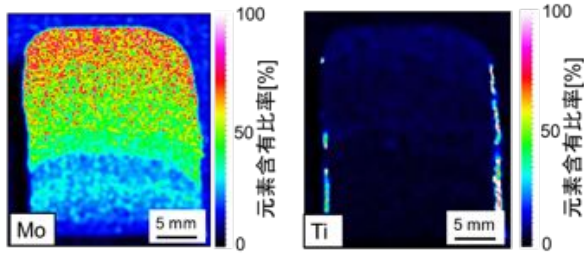


図4 Moの元素マッピング

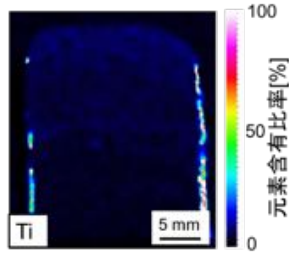


図5 Tiの元素マッピング

組成だけではなく、機械特性も傾斜状に変化するか確認するために、作製した造形物中で各混合比率に対して3点ずつ硬度を計測し、その平均値を求めて図6にまとめた。

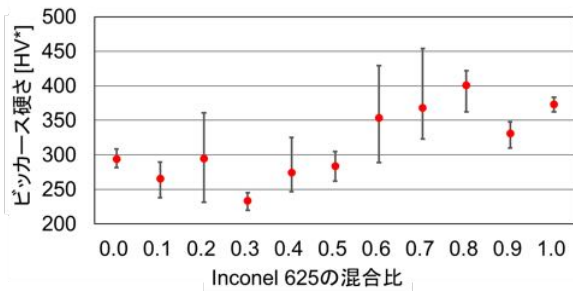


図6 傾斜機能材料の硬度

硬さ試験の結果、造形物の硬度は線形的な変化を示さなかった。そこで本研究では、硬度に影響を与える要因を他に評価することにした。まず、金属の硬度は結晶粒径の影響を受けることから、造形物の結晶粒径と硬度を比較した。

3. 金属結晶粒径マッピング

造形物を強酸液（濃塩酸：濃硝酸：氷酢酸 = 3：2：2）を用いて、金属の結晶を露出させる処理（エッチング）を行い、作製した傾斜機能材料の結晶組織を観察した。図7より、造形物下部の結晶は粒状であるのに対して、造形物上部は柱状組織になっている。これは、積層中に溶融池の冷える速さが下部と比較し上部の方が遅いため、結晶が十分に成長する時間があり、デンドライトを生成したためだと考えられる。また、造形物中部の層では、粒状と柱状の組織が混在しており、その混在比率を徐々に変化しながら上部の柱状組織に近づいていくことがわかった。結晶の形状が異なるので、粒径と硬度を比較する際には、統一した結晶粒径の測定方法が必要である。そこで、本研究では、結晶粒の大きさを表す粗粒度を導入して、金属結晶粒径マッピングを行った。



図7 傾斜機能材料の金属組織

エッチングにより金属組織を露出させた造形物断面の画像に対して一辺 100 μm の画像に切り分け、二次元フーリエ変換を行い、

結晶の周期性を求めた。二次元フーリエ変換より算出した各距離周波数のパワースペクトルはその距離周波数が画像内に含まれている量を表している。そこで、式1を用いて、各周波数とそのパワースペクトルの積の合計値とパワースペクトルの合計値を割ることで、平均距離周波数を求めた。この平均周波数の逆数を粗粒度と定義した。

$$\frac{1}{D} = \omega_{ave} = \frac{\sum(\omega_{(k, l)} \cdot P_{(k, l)})}{P_{total}}$$

D … 粗粒度
 ω_{ave} … 平均距離周波数
 $\omega_{(k, l)}$ … (k, l)の距離周波数
 $P_{(k, l)}$ … (k, l)のパワースペクトル
 P_{total} … 合計パワースペクトル

式1 傾斜機能材料の硬度

レーザ出力が指向性エネルギー堆積法の造形物の機械性能に影響を与えることは多くの研究者によって指摘されている。また、金属結晶粒径マッピングを施すにはエッチングする必要があることから、耐食性が同等のもので比較する必要がある。そこで、レーザ出力が異なる SUS316L の造形物を積層し、その硬度と粗粒度を比較した。積層条件を表2にまとめた。

表2 マッピングに使用した造形物の積層条件

| レーザ出力 | W | 1200, 1600, 2000 |
|----------|--------|------------------|
| ノズル送り速度 | mm/min | 800 |
| 金属粉末供給量 | g/mim | 12 |
| キャリアガス流量 | l/min | 6 |
| 層数 | 層 | 50 |
| 材料 | - | SUS316L |

図8は、レーザ出力2000Wで積層した造形物に対して金属結晶粒径マッピングを施したものである。また、粒径と硬度を比較するために硬度マッピングも作製した。硬度マッピングとは、造形物の硬度を9点測定し、造形物位置に対応させた長方形にそれぞれの硬度をカラースケールで示したものであり、図8に対応する試験片の結果は図9に示されたとおりである。2つのマッピングを比較すると、粒径と硬度には相関がないことがわかる。この理由として、本研究で用いた硬度試験は、微小領域で測定を行ったことが原因と考えられる。偶然、硬度が低くなる結晶粒界や高硬度の析出物上を測定した際に硬度測定結果に大きく影響を与える。つまり、特定の元素の偏析が原因で硬度にばらつきが生じたと考えられる。また、金属結晶粒径マッピングはエッチングによる腐食度の影響を受ける。例えば、上層で生成されたデンドライトは腐食度が低ければ一次デンドライトアームのみが露出されるが、腐食度が高ければ二次デンドライトアームも露出し、粗粒度の値も高くなってしまふ。こうした誤差をなくした評価方法を今後の研究において開発することを目指す。

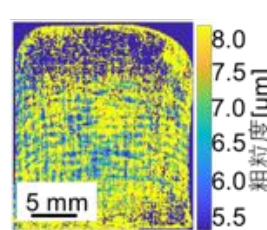


図8 金属結晶粒径マッピング

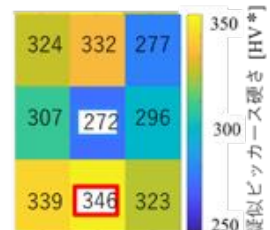


図9 硬度マッピング

4. 結論

組成基準での傾斜材料の作製は、造形物のFeの含有量が徐々に変化していることより成功したといえる。しかし、硬度は傾斜にならず、その要因は金属結晶の大きさと関連性がなかった。つまり、金属粉末溶融積層造形法で作製した造形物の硬度は、元素の偏析によって影響を受けている可能性がある。今後の展望は、機械特性が連続的に変化をする造形物の作製を目的とし、さらに機械特性に与える要因の解明を試みる。