

## Ni 耐熱合金 SLM 造形品における欠陥の観察 Observation on Defects in the Specimen Produced by Selective Laser Melting in Ni Super Alloy

伊東 篤志<sup>a</sup>, 松澤 正明<sup>a,b</sup>, 尾花 光稀<sup>a</sup>, 堀田 優希<sup>a</sup>, Kartik Prasad<sup>a</sup>, 鳥塚 史郎<sup>a</sup>  
Atsushi Ito<sup>a</sup>, Masaaki Matsuzawa<sup>a,b</sup>, Mitsuki Obana<sup>a</sup>, Yuuki Horita<sup>a</sup>, Kartik Prasad<sup>a</sup>, Shiro Torizuka<sup>a</sup>

<sup>a</sup> 兵庫県立大学, <sup>b</sup> (株)松一

<sup>a</sup> University of Hyogo, <sup>b</sup> Matsuichi. Co. Ltd.

造形条件の変化に伴う、選択的レーザー溶融方式による Ni 合金積層造形品中の欠陥の存在量と存在状態の評価を目的とする。造形材から切り出した直径 3 mm の円柱状試験片に対して、白色 X 線による X 線 CT 観察を行った。エネルギー密度により、クラック、ポアまたは未溶融ポアが認められ、欠陥の判別と定量に成功した。

キーワード： 金属積層造形、Ni 合金、欠陥、X 線 CT

### 背景と研究目的：

近年、Additive manufacturing と呼ばれる新たな技術が次世代の加工技術として注目されている。本技術は 3D プリンターの一つで、樹脂や金属粉末を 1 層ずつレーザーや電子ビームによって融解・凝固させるプロセスを繰り返して積層していき、物体を作製する方法である。特に金属粉末を用いた方法は金属積層造形とも呼ばれる[1]。金属積層造形は従来のバルク材料の casting、鍛造や切削等の製造・加工法では実現困難であった複雑な形状の部品を比較的簡単に作製可能であり、実用化にともなう産業への影響は極めて大きいものと見込まれる。ここで、Ni 合金は難削性材料であり、3D プリンターとの相性が良い。インコネル 738LC 合金は Ni 基析出強化耐熱合金であり、3D プリンターへの適用が考えられているが、積層造形品の評価はまだ十分ではない。積層造形品を評価する上で重要な事項として、材料組織中の欠陥の評価が存在する。例えば欠陥としては、粉末の未溶融部、ガスの混入によるポロシティや凝固収縮によるクラックが挙げられる。これらの欠陥は粉末を融解させるビームまたはレーザーのパワーや走査速度等の造形条件と密接に関係しており、存在状態や量を確認して造形条件を把握する必要がある。なかでもインコネル 738LC 合金においては粒界部における液化による高温割れ、レーザー溶融部付近の固化部における HAZ の発生や高温で生成する  $\gamma'$  相等の金属間化合物による割れにより力学特性が変化する[2]。よって、造形条件によって変化する組織と力学特性の関係を検討するために、欠陥の評価を行うことを目的とした。

本課題は、課題 2020A1602 に続くものである。前回の測定においてはノイズが多数存在し、解析に困難であったため、問題点を改善して欠陥を明瞭に捉えることを目指している。

### 実験：

供試材として選択的レーザー溶融 (SLM) 形式で造形したインコネル 718 合金、ハステロイ X 合金およびインコネル 738LC 合金造形材と溶製・圧延材を用意した。造形に使用した粉末の組成を表 1 に示す。造形材はレーザーパワー(130~370 W)またはレーザー走査速度(500~ 2500 mm/s)を種々に変更した 26 種、溶製材は 2 種で計 28 個のサンプルに対して測定を行った。X 線 CT 測定のための試験片は直径 3 mm、高さが 4~10 mm の形状のものを用いた。

表 1. 試料粉末の組成(単位: wt %)

	Ni	Cr	Co	Ti	Al	W	Mo	Ta	Nb	C	Zr	B	Fe
Inconel 738LC	61.49	15.86	8.38	3.55	3.45	2.55	1.92	1.76	0.88	0.1	0.05	0.01	-
Inconel 718	52.7	19.0	1.0	0.9	0.6	-	3.05	0.5	5.125	0.08	-	0.006	17.0
Hastelloy X	47.42	21.63	0.97	0.02	0.19	0.47	8.8	-	-	0.08	-	0.004	19.24



図1 測定装置の外観

測定はビームライン BL28B2 において、図1に示すような装置で行った。80 keV の白色 X 線を用い、室温下の大気中で露光時間 150 ms において、解像度が  $5.092\ \mu\text{m}$  である縦 720 pixel、横 1200 pixel の検出器に対し、 $0.2^\circ$  ずつ  $180^\circ$  まで回転させることで X 線 CT 観察を行った。

解析には画像解析ソフトウェア Fiji[3]を用いた。得られた断面再構成像に対して、以下の画像処理を行った。初めに、虚空部と試料周縁部を除くようにトリミングした後、解析を容易にするため、輝度反転処理を行った。次に、Anisotropic Diffusion フィルター[4]、Non-Local Means Denoising フィルター[5]、ならびにバックグラウンド除去を順に施してノイズを除去した。最後に、Yen の方法[6]で二値化処理を行った後に 3D 再構成を実行した。欠陥の体積、表面積、球形度および Feret Diameter の定量については、前述の二値化処理後の断面画像群に対して MorphoLibJ プラグイン[7]と 3D ImageJ Suite プラグイン[8]を用いることで算出した。

#### 結果および考察：

供試材の中で、最も欠陥が多いインコネル 738LC 合金について以下に述べる。図2はインコネル 738LC 合金 3D 造形材(直径 3mm 円柱状試験片)の再構築した断面像である。前述した通り、前回の測定で問題となったリングアーティファクトは低減し、クラックやポアを明瞭に捉えることができた。欠陥の存在形態については、未熔融ポア(Lack of fusion pore)のみが存在するタイプ(図 2(a))、クラックと未熔融ポアが混在するタイプ(図 2(b))、ならびにクラックのみが存在するタイプ(図 2(c))、の3種類が認められた。画像処理を行い、再構築した 3D 像を図3に示す。図2と異なり、輝度反転処理により欠陥が明るい領域として表示されている。図中の矢印は抜粋した解析領域の高さ  $2037\ \mu\text{m}$  を表す。図 3(a)に示すように、未熔融ポアのみが含まれるサンプルでは未熔融ポアが連結して欠陥は複雑な形状を有していることが認められた。これは造形時のレーザーエネルギー密度が低いためであると考えられる。エネルギー密度が高くなると、図 3(b)に示すように未熔融ポアの量は減少して、クラックが混在した。図 3(c)に示すように、さらに高いエネルギー密度で造形した、クラックのみが含まれるサンプルでは種々のクラックが認められた。クラックは造形方向に平行に近い角度で伸長するものと、造形方向に垂直なものが認められた。また、SEM による断面観察では不明であった、クラックの奥行き方向の情報を得ることができる。前回の課題の測定時においてはサンプル中央部にノイズが多数生じて解析が困難であったが、改善を行った今回の課題においては明瞭に捉えることができた。

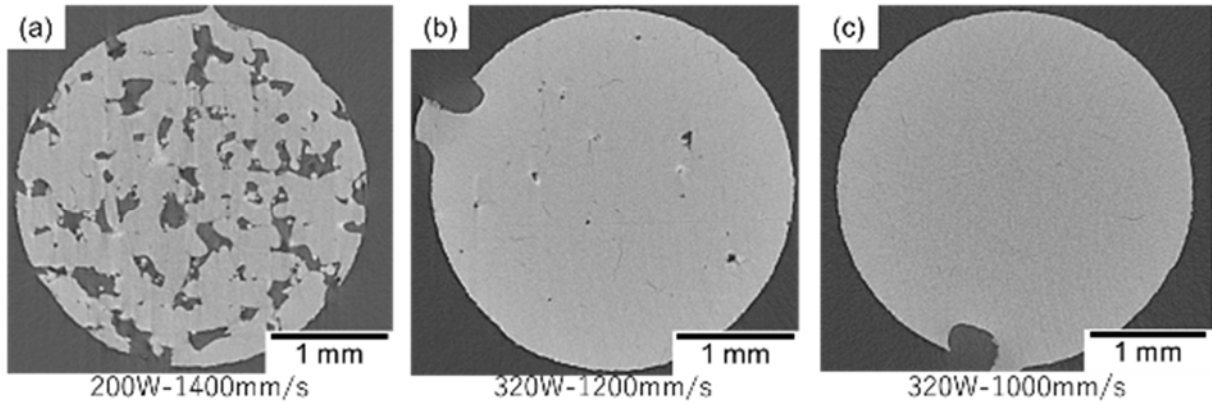


図2 インコネル 738LC 合金の 3D 造形材の再構築断面像

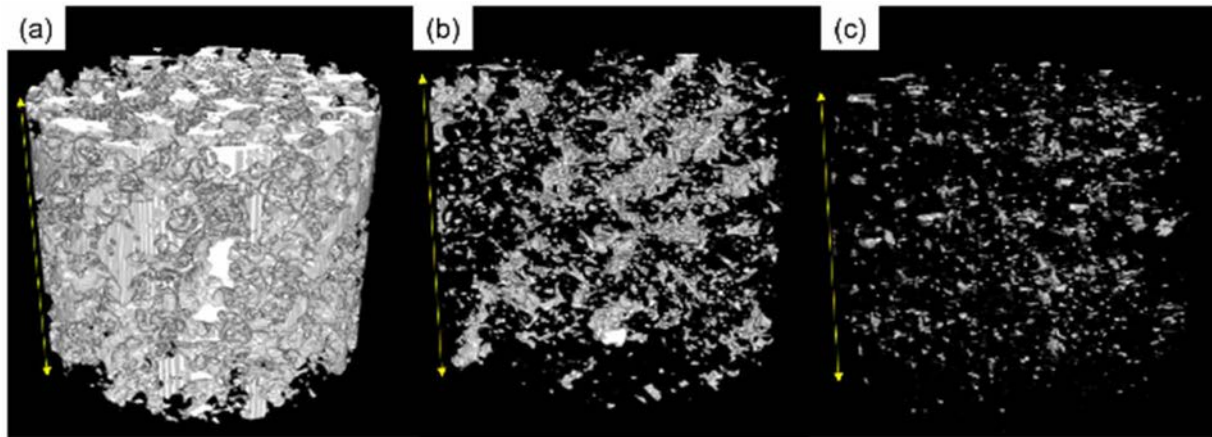


図3 インコネル 738LC 合金の 3D 造形材の 3D 再構成像

図4 にクラックのみを有するサンプルとクラックと未熔融ポアが混在するサンプルにおける、球形度(Sphericity)およびフェレット径(Feret diameter)のグラフを示す。ここで、球形度  $\Psi$  は

$$\Psi = \frac{\pi^{\frac{1}{3}}(6V)^{\frac{2}{3}}}{A} \quad \dots (1)$$

で表される 1 に近いほど真球形状に近いことを表す形状パラメーターである[7]。ここで、 $V$  は対象物の体積、 $A$  は対象物の面積を表す。フェレット径は対象物に接する平行な 2 つの接平面が取り得る最大の長さである。ここで、フェレット径が大きく、かつ球形度が小さい欠陥があり、3D 像中の欠陥の外観と Snell らの報告[9]から、未熔融ポアであると考えられる。Snell らの報告において、インコネル 718 合金に対する X 線 CT 観察から得られた結果の解析で球形度が約 0.4 より低ければ未熔融ポアと判定されているが、インコネル 738LC 合金でも 0.3 程度より低ければ同様の関係になると考えられる。上記以外の欠陥はクラックであると考えられるが、詳細については今後解析を行っていく必要がある。図5 にインコネル 738LC 合金の SLM 造形における、主な欠陥の種類とレーザーパワーおよび走査速度の関係を示す。ここでエネルギー密度  $E$  は

$$E = \frac{P}{vwh} \quad \dots (2)$$

で表され、 $P$  はレーザーパワー、 $v$  は走査速度、 $w$  はハッチングピッチ、 $h$  は積層ピッチを表す。式(2)から、図5のグラフでは右下に位置するほどエネルギー密度が高くなる。エネルギー密度が低い場合、未熔融ポアがエネルギー密度が高い場合はクラックのみが認められる。ここで、先行研究から造形で発生する欠陥の種類は造形時のレーザーパワーとレーザー走査速度によって決まる投射エネルギーに依存して、クラックの発生と粉末の未熔融によるポアの発生は知られてきた。しかし、中間の領域ではクラックと未熔融ポアの発生が同時に発生するエネルギー領域が認められ、クラックと未熔融ポアが同時に発生しうることがわかった。

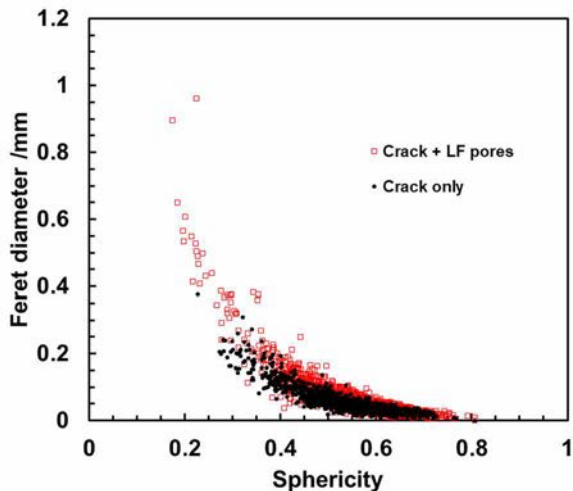


図4 インコネル 738LC 合金の 3D 造形材の球形度とフェレット径の関係

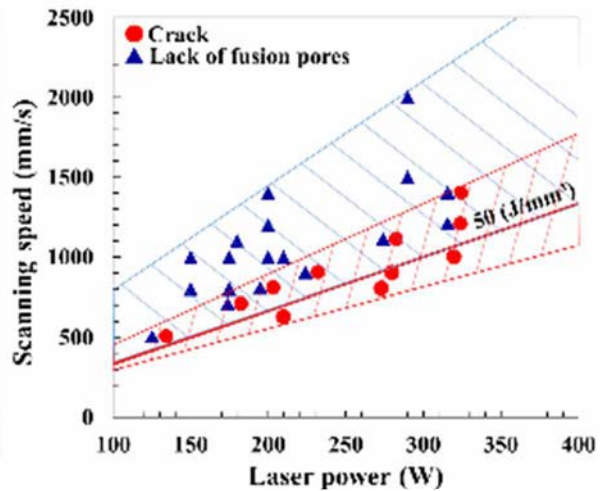


図5 インコネル 738LC 合金の 3D 造形材の欠陥の種類に対するレーザーパワーと走査速度の関係

#### 今後の課題：

今回の測定において、図3に示した通り、明瞭な3D像を得ることに成功した。このため測定については今後の課題はないと考えられる。今後は欠陥の伸長方向や相互間距離等の配置に関するパラメーターを解析していき、力学特性との関係を調べる予定である。

#### 参考文献：

- [1] 技術研究組合次世代 3D 積層造形技術総合開発機構 編著, 設計者・技術者のための金属積層造形技術入門, ウィザップ, 東京 (2016), 1 章.
- [2] J.Risse, *Dissertation: Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule Aachen*, 1-209, (2019).
- [3] J.Schindelin et. al, *Nature Methods*, **9**, 676-682 (2012).
- [4] P.Perona, J.Malik, *IEEE Trans. Pattern Analysis and Machine Intelligence*, **12**, 626-639 (1990).
- [5] J.Darbon et. al, *2008 5th IEEE International Symposium on Biomedical Imaging: From Nano to Macro (Proceeding)*, pp. 1331-1334 (2008).
- [6] J.C.Yen et. al, *IEEE Transactions on Image Processing*, **4**, pp. 370-378 (1995).
- [7] D.Legland et. al, *Bioinformatics*, **32**, 3532-3534 (2016).
- [8] J.Ollion et. al, *Bioinformatics*, **29**, 1840-1841 (2013).
- [9] R.Snell et. al, *JOM*, **72**, 101-109 (2020)