

ISSN 1881-6797

レーザー加工学会誌

Vol.29 No.2 2022 June

Journal of
Japan Laser Processing
Society

特集

産業用レーザーの進展



一般社団法人

レーザー加工学会
Japan Laser Processing Society

レーザ粉末床溶融結合法による Ni 基超合金の特異組織形成 —界面の導入に基づく強化—

石本 卓也^{*,**,***}, ゴクチェカヤ オズカン^{*,**}, 中野 貴由^{*,**}

^{*}大阪大学大学院工学研究科マテリアル生産科学専攻 (〒565-0871 大阪府吹田市山田丘 2-1)

^{**}大阪大学大学院工学研究科附属異方性カスタム設計・AM 研究開発センター (〒565-0871 大阪府吹田市山田丘 2-1)

^{***}富山大学学術研究部都市デザイン学系先進アルミニウム国際研究センター (〒930-8555 富山県富山市五福 3190)

Peculiar Crystallographic Lamellar Texture Formation in Ni-based Superalloy by Laser Powder Bed Fusion
—Strengthening Via Introduction of Interface—

ISHIMOTO Takuya, GOKCEKAYA Ozkan, and NAKANO Takayoshi

(Received March 22, 2022)

Key words : additive manufacturing (AM), laser powder bed fusion (LPBF), crystallographic texture, single crystalline, lamellae, mechanical anisotropy

1. はじめに

Additive Manufacturing (AM) は、複雑三次元形状の作製手法としてのみならず、近年では、結晶集合組織に代表される種々の金属組織 (いわゆる材質) を制御するための手段として、その意義を増しつつある。著者らは、種々の合金系において、単結晶様組織、繊維状集合組織、ランダム配向を有する多結晶組織といった幅広い集合組織形成を実現している^{1,5)}。とりわけ、レーザ粉末床溶融結合 (laser powder bed fusion: LPBF) 法は、レーザ照射により形成される溶融池の形状とサイズに基づき、電子ビーム粉末床溶融結合法と比較して単結晶様組織形成の際の結晶方位の選択性が高い⁴⁾ ことを一つの特徴とする。

一方、Ni 基超合金は代表的な耐熱金属材料であり、高温にて高応力環境に曝されつつ、良好なクリープ強度の発現が要求され、タービン翼等の耐熱材料に用いられている。高クリープ特性の実現には、一方向凝固材や単結晶材といった、粒界すべりを抑制した材料組織を創製する必要がある。つまり、Ni 基超合金は著者らが得意とする LPBF を駆使した結晶集合組織制御により、高温での高強度化が期待できる合金系であると言える。

本稿では、代表的な析出強化型 Ni 基超合金である Inconel718 における LPBF による結晶集合組織形成、とりわけ、LPBF でしか形成し得ない、結晶方位の異なる二つの層からなり微小な周期性を有するラメラ組織の獲得と、ラメラ界面の高強度化効果について紹介する。

2. 周期性界面を有する特異層状組織形成

LPBF 法における、レーザ条件 (主に出力エネルギーや走査速度) とスキャンストラテジー (走査戦略) の組み合わせに依存して、種々の結晶集合組織が得られた。たと

えば、スキャンストラテジー X を用いた場合、Fig. 1 に示すように、(a) 造型方向 (build direction) に $\langle 011 \rangle$ が優先配向化した単結晶様組織 (single crystalline microstructure: SCM), (b) 種々の結晶方位を示す結晶粒からなる多結晶組織 (polycrystalline microstructure: PCM), (c) 造型方向に $\langle 011 \rangle$ が配向した主層と、 $\langle 100 \rangle$ が配向した副層が交互に

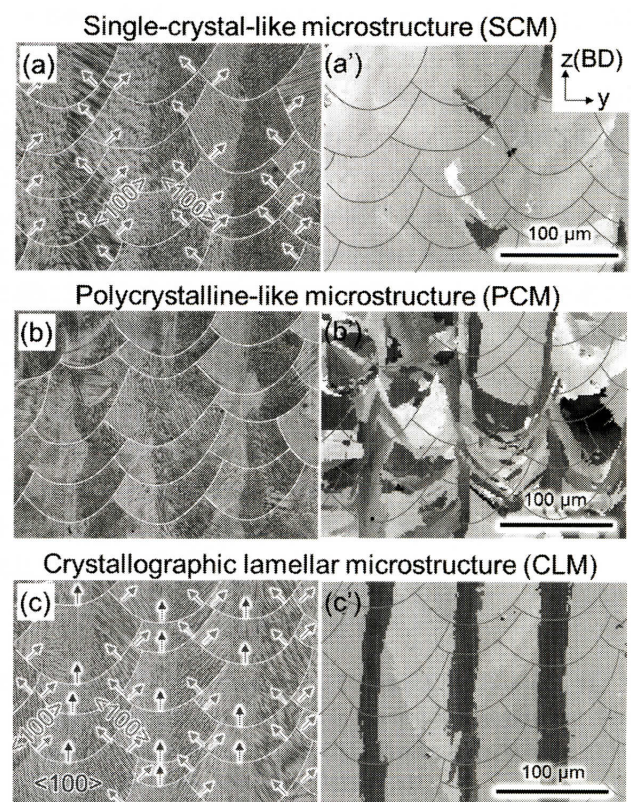


Fig. 1 (a)-(c) SEM images and (a')-(c') crystallographic orientation map along z-direction of the LPBF-built Inconel718 specimens taken in the same area (yz cross-section). BD: build direction. Adapted with modification from Ref. 1.

配置したラメラ組織 (crystallographic lamellar microstructure: CLM) が形成された。CLM におけるラメラの周期はレーザの走査ピッチに対応し、100 μm 前後と微細な範囲で制御可能であった。本ラメラ組織は他の加工技術によっては導入することができない、LPBF 法ならではの特異組織と言える。

SCM の形成は、<100> 配向したセル組織が、造形方向に対して ±45° の傾きを維持しつつ発達 (Fig. 1 (a) 斜め矢印) した結果であり、これは、溶融池中央部での固液界面の会合部における積層中での結晶方位差を低減することを駆動力として進行する^{3,5)}。一方で、CLM は、±45° のセルに加えて、溶融池底部から造形方向へと伸展するセル (Fig. 1 (c) 上矢印) が生じることでラメラ組織となる。造形方向へのセルの伸展の有無は溶融池の形状に依存しており、溶融池底部がより水平であるほど、溶融池底部での鉛直下向きの熱流が支配的となることで、造形方向への <100> 成長が生じる。溶融池底部の形状は、曲率半径 r として、式 (1) で記述される。

$$r = \frac{(1+f'(a))^2}{|f''(a)|} \quad (1)$$

ここで、 $f(a)$ は、溶融池横断面の形状を近似した関数である。CLM および SCM における溶融池底部の曲率はそれぞれ $39.5 \pm 3.2 \mu\text{m}$ および $31.0 \pm 3.3 \mu\text{m}$ ($P < 0.05$) であり、CLM の形成は溶融池底部が水平であったことが原因である。その結果として、 x - y - z 方向に <100>-<011>-<011> が配向化した主層と、同じく <011>-<110>-<001> が配向化した副層からなる CLM が形成し、45° の方位差を有する結晶粒界により、その界面が構成される。

3. 力学特性異方性と界面の効果

SCM, PCM, CLM それぞれの組織に対応する、造形方向に対する引張降伏応力を Fig. 2 (a) に示す。CLM については、荷重軸をラメラの面内にて造形方向に対して 35°、45° に傾斜 (Fig. 2 (b)) させた際の降伏応力を併記している。PCM における高い降伏応力は、結晶粒界の効果によるものである。一方で、SCM に対して CLM-0° は有意に高い降伏応力を示した。荷重軸 <100>, <011> におけるシュミット

ト因子はいずれも 0.408 であることから、この降伏応力の差異をシュミット因子で説明することはできない。すなわち、主層と副層の界面である 45° の方位差をもつ結晶粒界の形成が、CLM での降伏応力の上昇の要因であることが示唆される。

そこで、隣接する結晶間での界面を通じたすべり変形の難易を示す応力伝達係数を式 (2)⁶⁾ によって算出した。なお、記号の意味と詳細は文献 6) を参照されたい。

$$N_{ij} = (e_i^A \cdot e_j^B) (g_i^A \cdot g_j^B) + (e_i^A \cdot g_j^B) (e_j^B \cdot g_i^A) \quad (2)$$

応力伝達係数が 1 に近いほどすべりベクトルが伝達しやすく、1 より小さいほど界面でのすべりが伝達しにくいいため、強度が上昇する。SCM の場合、応力伝達係数は 1 であるが、CLM-0° においては 0.82 となり、CLM ではこの差分だけすべり変形に対する抵抗が生じ、降伏応力の増大につながるものと理解された。すなわち、LPBF によって特異的に導入された界面 (粒界) が、Ni 基合金の強化をもたらすことが明らかになった。

さらに界面効果を顕在化するため、CLM に対して荷重軸を傾斜して引張試験を実施した。荷重軸の傾斜が 0°、35°、45° の場合、主層/副層に対する荷重軸はそれぞれ、おおよそ <011>/<100>, <111>/<211>, <√211>/<√211> となる。この際の主すべり系にて算出される応力伝達係数は、CLM-0° の 0.82 から、CLM-35°、CLM-45° にて 0.65 へと低下し、ラメラ界面による強化効果がより強く現れることが期待された。実際に降伏応力は、CLM-0° と比較し CLM-35°、CLM-45° では大幅に上昇した (Fig. 2 (a))。この降伏応力の上昇は、荷重軸変更にもなうシュミット因子の変化に基づく降伏応力の期待値を 60-90 MPa も上回っており、界面での顕著な強化効果が証明された。こうした界面の存在密度は、造形時のレーザ走査のピッチ幅によって上昇させることが可能である。さらに、いずれの試料においても塑性伸びが 10% を超えており (Fig. 3)、良好な強度-延性バランスが、結晶集合組織制御によって可能であることが示された。とりわけ CLM においては、PCM に対して延性を低下することなく降伏応力が最大約 20% も上昇した。

CLM の界面は、Ni 基超合金の強化機構としてはたらくのみならず、すべり変形の伝達に対する抵抗を介して力学

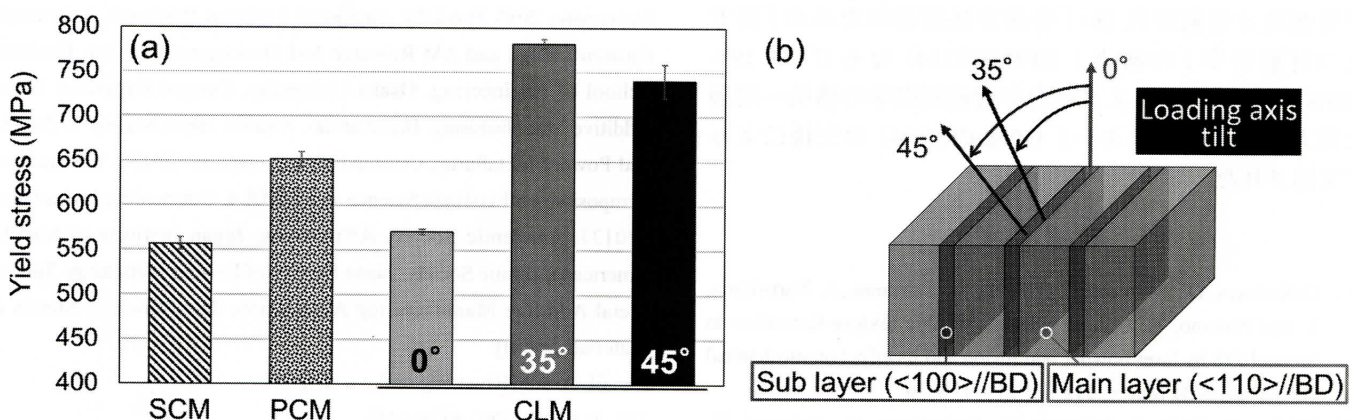


Fig. 2 (a) Yield stress of the as-built specimens and (b) representation for tilt of loading axis within the lamellar plane. Adapted with modification from Ref. 1.

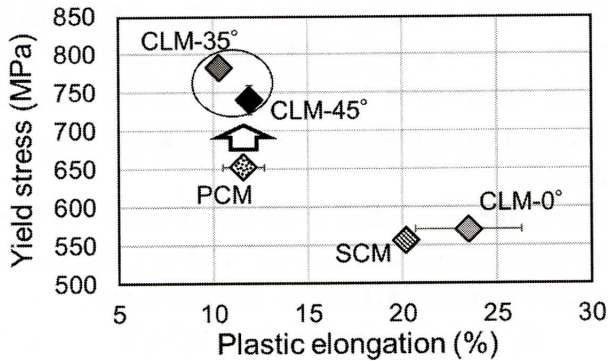


Fig. 3 Strength-ductility balance of Inconel718 fabricated with LPBF. Adapted with modification from Ref. 1.

特性の異方性を発現させる原因にもなることが明らかになった。

4. おわりに

本稿では、LPBFによるNi基超合金の特異ラメラ集合組織形成とその力学特性への寄与について報告した。ラメラ組織の形成は、溶融池の形状に依存することから、他のNi基合金やNiと類似の熱物理特性を有する金属材料においても、類似の集合組織の実現が可能である。実際に、Hastelloy Xにおいてもラメラ組織の形成を我々は報告している²⁾。すなわち、多様な合金系にて、本稿にて紹介したラメラ界面での強化機構を活用した力学特性制御が可能である。加えて、Inconel718は析出強化合金であることから、時効熱処理による γ' 、 γ'' 相の析出によって、さらなる強化が期待できる。時効熱処理において、CLMが崩壊することなく強化相の析出が可能であることが確認されており、層界面形成と強化相析出の効果を同時に活用することが可能となる。

金属材料における強度-延性のトレードオフを克服し、強度延性バランスを両立した金属部材を製造するためには、LPBFによる組織形成と、合金系によっては析出相の活用は、今後の有望なアプローチの一つと言える。

謝 辞

本稿で紹介した研究の一部は、日本学術振興会科学研究費補助金基盤研究(S)「骨異方性誘導のための「異方性の材料科学」の構築」(JP18H05254)ならびに、JST-CRESTナノ力学「カスタム力学機能制御学の構築～階層化異方性骨組織に学ぶ～」(JPMJCR2194)の支援によって実施された。

参考文献

- 1) Gokcekaya, O., Ishimoto, T., Hibino, S., Yasutomi, J., Narushima, T. and Nakano, T.: Unique crystallographic texture formation in Inconel 718 by laser powder bed fusion and its effect on mechanical anisotropy, *Acta Mater.*, **212**, (2021), 116876.
- 2) Hibino, S., Todo, T., Ishimoto, T., Gokcekaya, O., Koizumi, Y., Igashira K. and Nakano, Y.: Control of crystallographic texture and mechanical properties of Hastelloy-X via laser powder bed fusion,

Crystals, **11**, (2021), 1064.

- 3) Ishimoto, T., Hagihara, K., Hisamoto, K. and Nakano, T.: Stability of crystallographic texture in laser powder bed fusion: Understanding the competition of crystal growth using a single crystalline seed, *Addit. Manuf.*, **43**, (2021), 102004.
- 4) Sun, SH., Hagihara, K., Ishimoto, T., Sukanum, R., Xue, YF. and Nakano, T.: Comparison of microstructure, crystallographic texture, and mechanical properties in Ti-15Mo-5Zr-3Al alloys fabricated via electron and laser beam powder bed fusion technologies, *Addit. Manuf.*, **47**, (2021), 102329.
- 5) Todo, T., Ishimoto, Y., Gokcekaya, O., Oh, J. and Nakano, T.: Single crystalline-like crystallographic texture formation of pure tungsten through laser powder bed fusion, *Scr. Mater.*, **206**, (2022), 114252.
- 6) Livingston, JD. and Chalmers, B.: Multiple slip in bicrystal deformation, *Acta Metall.*, **5**, (1957), 322-327.

著者紹介



石本卓也

ISHIMOTO Takuya

生年月日: 1980年7月4日生。2003年大阪大学工学部応用理工学科卒業, 2008年大阪大学大学院工学研究科マテリアル生産科学専攻博士後期課程修了, 博士(工学), 2008年大阪大学大学院工学研究科 特任助教, 2009年同助教, 2014年同講師, 2016年 同准教授, 2021年 富山大学学術研究部都市デザイン学系先進アルミニウム国際研究センター 教授, 大阪大学大学院工学研究科附属異方性カスタム設計・AM研究開発センター 特任教授(兼任), 現在の専門: 金属組織学・生体材料学, 受賞歴: 日本金属学会 第78回功績賞(2020年)・第16回村上奨励賞(2019年), 日本バイオマテリアル学会科学奨励賞(2018年)など, 所属学協会: 日本金属学会, 日本鉄鋼協会, 日本バイオマテリアル学会など。

E-mail: ishimoto@sus.u-toyama.ac.jp

TEL: (076) 4119-4897



ゴクチェカヤ オズカン

GOKCEKAYA Ozkan

生年月日: 1986年8月15日。

2008, B.S., Mechanical Engineering, Yildiz Technical University; 2010, M.S., Mechanical Engineering, Istanbul Technical University, Doctor of Engineering (Tohoku University) (2015). 2015 JSPS Research Fellow, Tohoku University; 2016 Specially Appointed Assistant Professor, Anisotropic Custom Design and AM Research and Development Center, Graduate School of Engineering, Osaka University, Current Expertise: Metal Additive Manufacturing, Bioceramics, Awards: Japan Society of Powder and Powder Metallurgy, Outstanding Presentation (2013), International Symposium on EcoTopia Science and AMDI-4, Outstanding Presentation (2013), Academic Society Affiliations: Japan Institute of Metals, American Ceramic Society, Japan Society of Powder Metallurgy, Turkish Metal Additive Manufacturing Association, The Minerals, Metals & Materials Society.

E-mail: ozkan@mat.eng.osaka-u.ac.jp

TEL & FAX: (06) 6879-4445



中野貴由

NAKANO Takayoshi

1967年9月22日生。1990年大阪大学工学部金属材料工学科卒業、1992年大阪大学大学院工学研究科金属材料工学専攻博士前期課程修了、博士(工学)。1992年大阪大学大学院工学研究科助手、1999年同講師、2001年同助教授、2008年同教授、2020年同附属異方性カスタム設計・AM研究開発センター教授・センター長(兼任)。現在の専門:結晶塑性学、生体材料学、3Dプリンタ金属学、受賞歴:第20回軽金属功績賞(2022年)・第18回本多フロンティア賞(2021

年)、日本金属学会増本量賞(2021年)・谷川ハリス賞(2019年)、文部科学大臣表彰科学技術賞(研究部門)(2020年)、日本骨代謝学会学術賞(基礎系)(2019年)、日本バイオマテリアル学会学会賞(科学)(2016年)、第8回日本学術振興会賞(2012年)など。所属学協会:日本金属学会(2021・2022年度会長)、日本バイオマテリアル学会(常任理事・理事)、粉体粉末冶金協会(代議員)、スマートプロセス学会(理事)、日本骨代謝学会(代議員)など。

E-mail: nakano@mat.eng.osaka-u.ac.jp

TEL & FAX: (06) 6879-7505