

## レーザ積層造形における雰囲気中の酸素がスパッタ発生に与える影響

Effect of Oxygen Concentration on the Generation of Spatter during  
Fabrication via Selective Laser Melting天野宏紀<sup>\*,\*\*</sup>・山口祐典<sup>\*\*</sup>・佐々木智章<sup>\*\*</sup>佐藤豊幸<sup>\*\*</sup>・石本卓也<sup>\*</sup>・中野貴由<sup>\*</sup>Hiroki AMANO, Yusuke YAMAGUCHI, Tomoaki SASAKI  
Toyoyuki SATO, Takuya ISHIMOTO and Takayoshi NAKANO

(Received January 18, 2019)

Selective laser melting (SLM), one of powder bed fusion (PBF)-type additive manufacturing (AM) processes, is a promising technology that enables high accuracy production of arbitrary structures; therefore, it had been utilized in aerospace and medical fields. However, there are many un-elucidated phenomena which will largely affect the quality of products. Spatter generation, in particular, has been reported to adversely affect the stability of fabrication, resulting in impaired performance of the products. The suppression of spatter generation is indispensable for acquiring high quality products. However, there are many unknown controlling factors about the basis of spatter generation. In this article, we aimed to elucidate the influence of atmosphere gas on spatter generation during laser irradiation on Ti-6Al-4V powder, in particular, the effect of oxygen concentration in inert gas. The amount of spatter generation increased with the oxygen concentration in the atmosphere, and the oxygen content in the spatter particles also increased. The diameter of spatter particles increases remarkably compared with the raw powder particles, which lead to not only inhomogeneous powder bed when the spatter particles fall down on the fabricating products, but also to an unexpected increase in the oxygen concentration of products closely relating to the mechanical property. Impurity oxygen in the atmosphere gas should be eliminated during SLM process.

**Key Words:** Selective Laser Melting, Spatter, Atmosphere, Oxygen

## 1. 緒言

レーザ積層造形 (Selective Laser Melting: SLM) 法は、粉末床溶融 (Powder Bed Fusion: PBF) 方式の付加製造 (Additive Manufacturing: AM) 技術の一種である。主に金属材料造形に適用され、任意形状の構造物を精度よく製造することを得意とする最先端のデジタルモノづくりシステムである。すでに、航空機関連部材を含む産業機器分野や医療機器分野等への適用に向けた研究開発が進められ、一部では実用化が開始されている<sup>1)</sup>。

従来 SLM をはじめとする AM 技術は、外形状制御による高付加価値化を期待されてきたが、近年では形状のみならず、結晶集合組織や結晶粒性状といった金属材料の材質制御による高機能化部材の作製を可能とする方法論としての認識が拡大している<sup>2)-4)</sup>。例えば、レーザ走査条件や層ごとのレーザ走査パターンの組み合わせを意味するスキャンストラテジーによって、集合組織の強度や優先配向方向が制御可能であり<sup>2)-6)</sup>、それに依存して造形物の力学特性が制御可能となる<sup>2),3)</sup>。このように、金属 AM を活用して、

形状と材質の両面からの高機能化設計が可能となりつつある<sup>1),7)</sup>。

一方で、こうした高度な機能制御においては、造形過程で形成される欠陥が大きな問題となる。欠陥の形成は部材の特性を劣化させ、部材の品質管理に不確実性をもたらし、様々な産業における AM 適用の実用化を妨げる要因ともなっている<sup>8)</sup>。欠陥形成の主要因の一つに、スパッタの発生が挙げられる<sup>9),10)</sup>。Fig. 1 には、造形中のスパッタ発生の例を示す。スパッタの発生は、スパッタがレーザ光路を通過することでレーザのエネルギー効率を低下させること<sup>11)</sup>、さらには、レーザ照射前の粉末層にスパッタが飛散することで造形物中にスパッタが取り込まれ、造形物の材質特性に影響を与える可能性が考えられる。さらには、SLM 法では通常未溶融粉末を回収し再利用するが、回収粉末中にスパッタが含有し、次の造形に影響を与える可能性がある。したがって、スパッタの発生量を低減することが、SLM における造形物の品質管理には重要であると言える。

しかしながら、スパッタ発生に関しては未解明な事象が多く、その制御法は確立されていない。本研究では、造

\* 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)

Division of Materials and Manufacturing Science, Graduate School of Engineering, Osaka University (2-1 Yamadaoka, Suita, Osaka 565-0871, Japan)

\*\* 大陽日酸株式会社 (〒 142-8558 東京都品川区小山 1-3-26)

TAIYO NIPPON SANSCO Corporation (1-3-26 Koyama, Shinagawa-ku, Tokyo 142-8558, Japan)

形中の雰囲気に着目し、スパッタ発生に対するガス組成の影響解明を目的とした。本研究により、粉末の再利用や造形物の品質改善に繋がり、SLMの適用拡大に繋がると期待される。

## 2. 試験方法

SLMプロセスは、通常、造形物の酸化を防止する目的でアルゴンや窒素といった不活性ガス雰囲気下にて実施される。本研究では、アルゴンに着目し、さらに、アルゴン中の不純物としての酸素の影響を調査した。雰囲気ガスにおけるスパッタ発生挙動の解析のため、PBF方式SLMを模擬した一層造形型基礎評価装置を作製し、粉末床へのレーザー照射実験を実施した。本試験では、酸素との反応性の高いチタン (Ti) 合金を選択し、Ti-6Al-4V ELI 合金粉末 (LPW Technology, UK) を供試材とした。Table 1 に Ti-6Al-4V の化学組成分析値、Fig. 2 に粉末の Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM) 像を示す。粉末はサテライトの少ない球形状であり、平均粒径は約 30  $\mu\text{m}$  であった。

Fig. 3 に本試験で使用した一層造形型基礎評価装置の概略図 ((a) 系統図、(b) 装置内外略図) を示す。本装置は、レーザー発振機 (red POWER; SPI Lasers, UK)、ガルバノミラー (Canon)、マスフローコントローラー (MQV シリーズ; アズビル) で構成される。分析装置は、露点計 (DM70; VAISALA, Finland)、酸素濃度計 (3300TA; テレダイン・ジャ

パン) を用いた。

Ti 製ベースプレート上に厚さ 30  $\mu\text{m}$  の Ti-6Al-4V 粉末床を形成し、一層造形型基礎評価装置内に設置した。チャンバー内の雰囲気は、マスフローコントローラーを用いて、酸素濃度を 50 ppm 未満に制御したアルゴンガスを一定流量で供給し、雰囲気の安定後、ベースプレート上の粉末床にレーザーを照射した。レーザー照射条件は、出力 200 W、走査速度 800 mm/sec、レーザースポット径 50  $\mu\text{m}$ 、ピッチ幅 50  $\mu\text{m}$ 、照射範囲 15 mm $\times$ 15 mm とした。Fig. 4 にレーザー照射の概略図を示す。さらに、アルゴン中に酸素を 1.0%、5.0% の濃度になるように導入した。レーザー照射中におけるスパッタ発生挙動を映像録画機で録画し、比較した。

スパッタを回収し、FE-SEM 観察するとともに、不活性ガス融解 - 赤外線吸収法 (TC-600; LECO) によりスパッタ中の酸素濃度を分析した。分析は 3 回実施し、分析結果を平均値と標準偏差にて表示した。雰囲気によるデータの差異は、Student の t 検定もしくは一元配置分散分析と多重検定により統計的に解析し、 $P < 0.05$  にて有意性を判定した。

Table 1 Chemical composition of Ti-6Al-4V (wt.%)

Al	C	Fe	H	N	O	Ti	V
6.5	0.01	0.2	0.002	0.02	0.12	Bal.	4.1

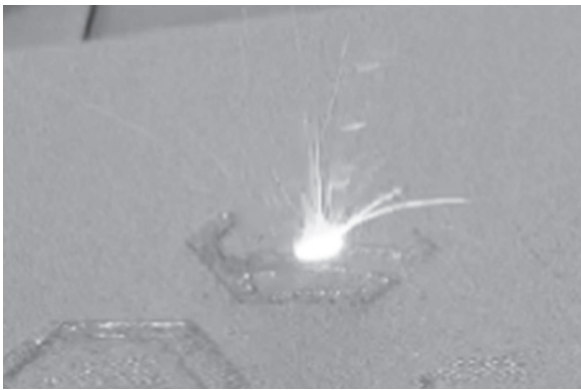


Fig. 1 Spatter generation during SLM fabrication

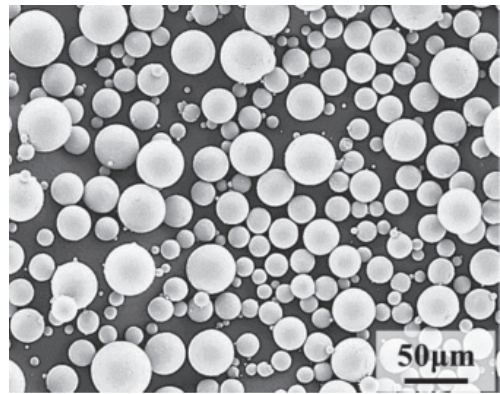


Fig. 2 FE-SEM image of Ti-6Al-4V powder

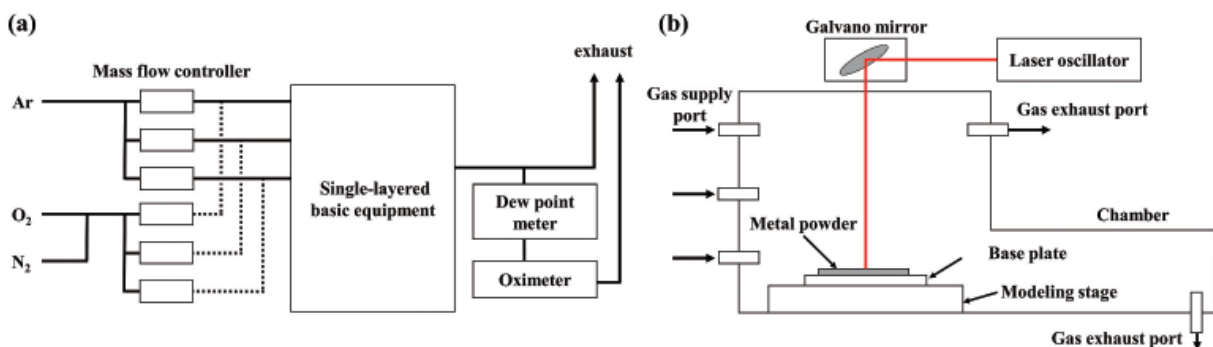


Fig. 3 Schematic diagram of single-layer basic equipment. (a) System diagram and (b) schematic of equipment

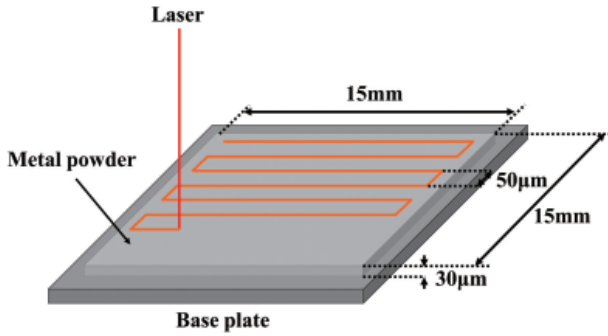


Fig. 4 Schematic diagram of laser irradiation

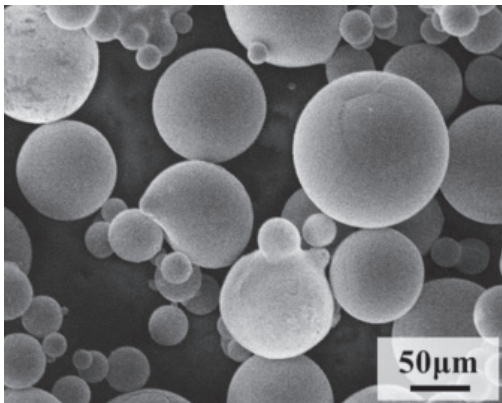


Fig. 5 FE-SEM image of the spatter

### 3. 試験結果と考察

#### 3.1 レーザ照射にともない発生するスパッタの形態と酸素濃度

いずれの雰囲気ガスでのレーザ照射においても、スパッタの発生が認められた。Fig. 5には、アルゴンガス中にてレーザ照射した際に発生したスパッタのFE-SEM写真を示す。スパッタはおおよそ球形状を呈し、原料粉末と比較して粒子径が著しく大きく、粒子同士で溶着したものも確認された。スパッタの球形状化の形成は、溶融した金属が粉末床に落下するまでの飛行中に凝固したことによるものと示唆される。

Fig. 6に、原料粉末とスパッタの酸素濃度を示す。原料粉末の酸素濃度が0.12 wt.%であるのに対し、スパッタの酸素濃度は0.26 wt.%と、約2倍の数値を示す。Tiは酸素固溶限が高く、高い活性を示すため、Ti合金スパッタは雰囲気中にわずかに存在する酸素と反応して酸化物を生成する。これにより、スパッタ中の酸素含有量が増加する。

#### 3.2 スパッタ発生挙動の雰囲気中酸素濃度の依存性

雰囲気中の酸素濃度がスパッタに与える影響を解明するため、雰囲気に酸素ガスを導入し、同様に粉末床へのレーザ照射実験を実施した。Fig. 7に、各条件下におけるスパッタ発生時の静止画を示す。雰囲気中の酸素濃度増加にともないスパッタ発生量が明らかに増加し、酸素濃度5.0%で

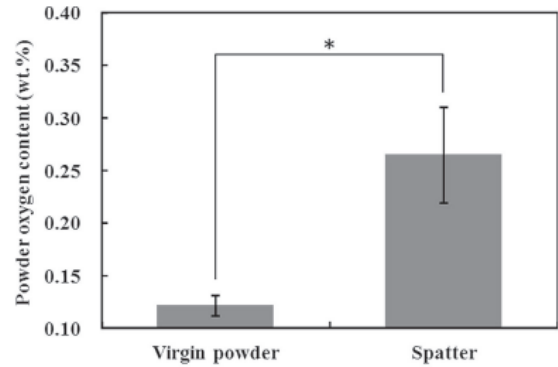


Fig. 6 Oxygen concentration of the spatter. \*:  $P < 0.05$

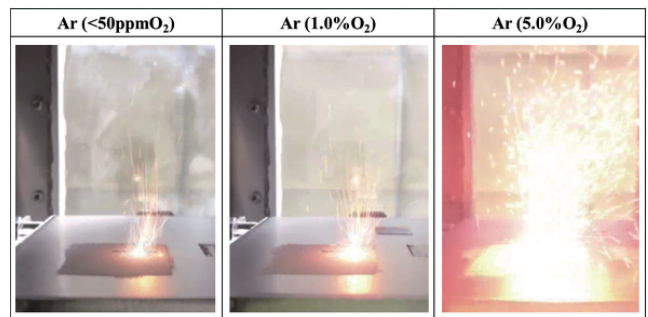


Fig. 7 Spatter generation depending on the oxygen concentration in Ar gas

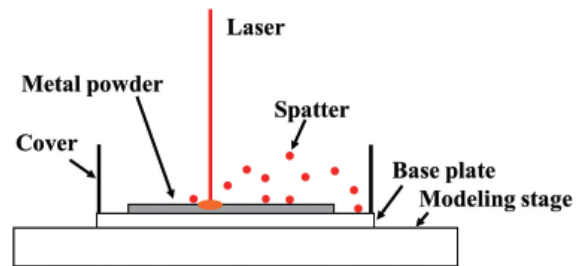


Fig. 8 Schematic diagram of spatter collection

は多量のスパッタが発生した。

発生したスパッタを、Fig. 8に示す手法で回収した。レーザ照射時に発生するスパッタがベースプレート上に残留するようカバーを設置し、ベースプレート上の粉末をすべて回収した。回収した粉末にはスパッタの他に未溶融粉末が含まれる。そこで、未溶融粉末を取り除くため回収粉末を開口メッシュ53µmのふるいにかかけ、粒子径53µm以上の粉末のみを回収した。Fig. 9に各雰囲気ガスにおけるスパッタ量を示す。酸素濃度増加にともないスパッタ重量が増加し、Fig. 7で示したスパッタ発生挙動と矛盾しないことを確認した。Fig. 10に、スパッタ中の酸素濃度を示す。雰囲気中の酸素濃度増加にともない、スパッタ中の酸素濃度は著しく増加した。

以上より、レーザ照射中の雰囲気ガスの組成がスパッタ発生挙動に影響することが明らかとなった。一方で、レー



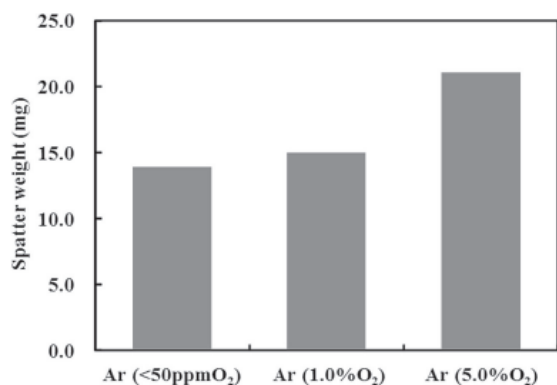


Fig. 9 Amount of generated spatter

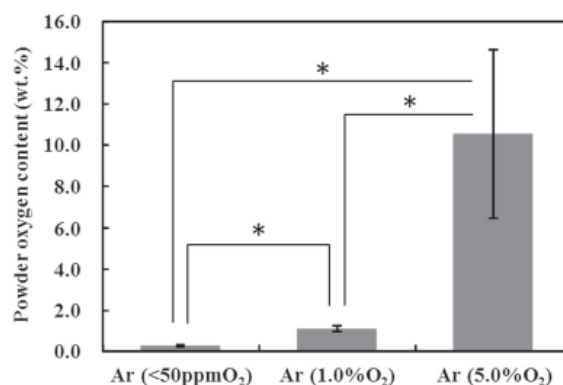


Fig. 10 Oxygen concentration of the spatter. \*:  $P < 0.05$

ザ条件によるスパッタ発生制御の可能性も報告されている。例えば、レーザパワーが低いほど、もしくはレーザ走査速度が速いほど<sup>12)</sup>、さらに、連続発振よりもパルス発振レーザの方が<sup>13)</sup> スパッタ発生を低減することができる。しかしながら、材質制御による高機能化を考えた際、それを可能とするレーザ条件(プロセスウィンドウ)は限定されており<sup>6)</sup>、スパッタ発生抑制のための条件と適合するとは限らない。したがって、雰囲気ガスを活用したスパッタ発生抑制が重要となってくるものと期待される。しかしながら、雰囲気ガスのスパッタの発生を制御する主たる物理特性や因子の寄与は未解明である。

さらに、スパッタの発生機構そのものについてもその詳細は解明されていない。レーザ照射の際、blow off impulse pressure 下で溶融金属が圧縮されることにより、その一部が droplet として溶融池から射出し<sup>10)</sup>、射出にはマランゴニ対流が寄与するとの提案もある<sup>11)</sup>。今後は、こうした溶融池内部での融体とガスとの関わりも考慮しつつ、雰囲気ガスの物理的特性とスパッタ発生挙動との関係性を明らかにし、SLM プロセスに最適なガス種、流量、流路などを提案していくことが必要である。

#### 4. 結論

本研究では、レーザ積層造形における雰囲気中の酸素がスパッタ発生に与える影響を明らかにするため、レーザ積層造形法を模擬した一層造形型基礎評価装置でのスパッタ発生挙動を解析した。本研究で得られた主な結論は以下の通りである。

- (1) スパッタは球状であり、原料粉末と比較して粒子径が著しく増大した。さらに、スパッタ内には約2倍の濃度の酸素を含有していた。
- (2) 雰囲気中の酸素濃度増加にともない、スパッタ発生量が増加するとともに、スパッタ中の酸素濃度が顕著に増加した。

以上より、レーザ積層造形における雰囲気中の酸素はスパッタの発生量と酸化に大きく影響することが明らかとなった。

#### 謝辞

本研究は、日本学術振興会科学研究費補助金基盤研究(S)(JP18H05254)、ならびに内閣府戦略的イノベーション創造プログラム、SIP / 革新的設計生産技術「三次元異方性カスタマイズ化設計・付加製造拠点の構築と地域実証」、SIP / 統合型材料開発システムによるマテリアル革命の支援を受けて実施された。

#### 参考文献

- 1) T. Nakano and T. Ishimoto: KONA Powder Particle J., **32** (2015) 75-84.
- 2) T. Ishimoto, K. Hagihara, K. Hisamoto, S.H. Sun and T. Nakano: Scr. Mater., **132** (2017) 34-38.
- 3) S.H. Sun, T. Ishimoto, K. Hagihara, Y. Tsutsumi, T. Hanawa and T. Nakano: Scr. Mater., **159** (2017) 89-93.
- 4) K. Hagihara, T. Nakano, M. Suzuki, T. Ishimoto, Suyalatu and S.H. Sun: J. Alloys Compd., **696** (2017) 67-72.
- 5) S.H. Sun, K. Hagihara and T. Nakano: Mater. Des., **140** (2018) 307-316.
- 6) 石本卓也、安富淳平、杉本昌太、中野貴由: スマートプロセス学会誌, **7** (2018) 229-232.
- 7) 中野貴由: スマートプロセス学会誌, **3** (2014) 167-174.
- 8) M. Grasso and B.M. Colosimo: Meas. Sci. Technol., **28** (2017) Article 044005.
- 9) Y. Liu, Y. Yang, S. Mai, D. Wang and C. Song: Mater. Des., **87** (2015) 797-806.
- 10) M.J. Zhang, G.Y. Chen, Y. Zhou, S.C. Li and H. Deng: Appl. Surf. Sci., **280** (2013) 868-875.
- 11) D. Wang, S. Wu, F. Fu, S. Mai, Y. Yang, Y. Liu and C. Song: Mater. Des., **117** (2017) 121-130.
- 12) V. Gunenthiram, P. Peyre, M. Schneider, M. Dal, F. Coste, I. Koutiri and R. Fabbro: J. Mater. Process. Tech., **251** (2018) 376-386.
- 13) K. Mumtaz and N. Hopkinson: Rapid Prototyp. J., **16** (2010) 248-257.

#### 代表者メールアドレス

天野宏紀 hiroki.amano@mat.eng.osaka-u.ac.jp