

Additive Manufacturing プロセスによる Ni 基超合金の クリープ特性向上に向けた異方性組織制御

Control of Anisotropic Texture for Improving Creep Property of Nickel Based Superalloy Fabricated by Metal Additive Manufacturing

岡田 竜太郎*・野村 嘉道*・井頭 賢一郎*・中野 貴由**
Ryutaro OKADA, Yoshimichi NOMURA, Kenichiro IGASHIRA and Takayoshi NAKANO

(Received March 12, 2019)

The demand for the improved efficiency of industrial gas turbine engines has led to the increase in turbine inlet temperature (TIT), and hence the operating environment temperature of turbine blades has been increasingly higher. For this reason, techniques to control anisotropic crystallographic texture have been developed such as directional solidification (DS) and single crystallization (SC), together with complex internal cooling designs for efficient metal cooling. However, with regard to precision casting methods for turbine blade production, it is difficult to achieve both high accuracy of complex internal shapes and anisotropic crystallographic texture.

To overcome this challenge, we have focused on selective laser melting (SLM), a technique suitable for creating elaborate internal shapes. In addition, the material properties are greatly influenced by various factors such as fabricating conditions, including laser power, scanning speed, atmosphere during molding, etc., as well as alloy composition. Research on the microstructure control of additive manufacturing materials has been actively conducted in recent years, but no systematic study on the control of anisotropic crystallographic texture has been made.

In this article, we demonstrate the control of anisotropic crystallographic texture using the IN718 nickel-based superalloy manufactured by SLM, and report the results on the improvement of creep properties.

Key Words: Additive Manufacturing, Selective Laser Melting, IN718, Anisotropy, Creep

1. 緒言

近年、再生可能エネルギーの利用拡大に伴い、分散型電源として利用されることの多い中小型産業用ガスタービンにおける高速負荷応答性とエネルギー変換の高効率化が求められている。この高効率化への要求に対して、タービン入口温度 (Turbine Inlet Temperature, TIT) の上昇が極めて有効である。年々上昇するガスタービン入口温度に対応するため、高温にて高応力環境に曝されつつも高いクリープ特性を要求されるタービン動翼は、冷却効率を向上させる複雑な内部冷却空気流路の設計とともに、一方向凝固 (Directional Solidification, DS) や単結晶 (Single Crystallization, SC) といった、ニッケル基超合金のクリープ特性に優れる $\langle 001 \rangle$ ¹⁾⁻³⁾ をタービン動翼の応力負荷方向に結晶配向させる異方性組織制御技術が用いられている。しかしながら、一般的なタービン動翼の生産方法である精密鋳造法において、複雑な内部流路を有するタービン動翼は、高精度な形状と異方性組織制御の両立への難度が高い。そのため、生産のための設計変更が要求され、性能面で妥協

を余儀なくされる場合が少なくない。

こうした状況から、造形の自由度が高い金属粉末積層造形に期待するところは大きい。中でも、より高精度な造形が可能となる粉末床溶融結合法 (Powder Bed Fusion, PBF) は、上記の課題の突破口となり得る。PBF には、電子ビームを熱源とした積層造形 (Electron Beam Melting, EBM) とレーザービームを熱源とした積層造形 (Selective Laser Melting, SLM) があり、それぞれ熱源の出力や走査速度といった造形条件、造形時の雰囲気、合金粉末成分などの諸因子により、材料特性が大きく左右される。

このような PBF の特徴から、近年では、積層造形体の結晶方位を制御する異方性組織制御に関する研究が進められている。特に、EBM においては、熱源である電子ビームのエネルギー密度分布の特徴と予備加熱により溶融池が広く、積層方向へエピタキシャル成長しやすいことから、積層造形体の異方性組織制御に関する取り組みが多く報告され、それに伴うクリープ特性の向上も報告されている⁴⁾⁻⁷⁾。一方で、SLM においては、EBM と比較すると溶融池が狭く、異方性組織制御可能なプロセスウィンドウが必ずしも広く

* 川崎重工株式会社 技術開発本部 技術研究所 材料研究部 (〒 673-8666 兵庫県明石市市川崎町 1-1)
Material Research Department, Technical Institute, Corporate Technology Division, Kawasaki Heavy Industries, Ltd.
(1-1 Kawasaki-cho, Akashi City, Hyogo 673-8666, Japan)

** 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 City, Osaka 565-0871, Japan)

ないことから、異方性組織制御によるクリープ特性向上の系統的な報告はほとんどない⁸⁾⁻¹¹⁾。

しかしながら、造形精度の点において、SLMは積層造形体の表面粗さが小さく滑らかで、内部の微細な構造まで造形が可能という利点を有する。これは、金属に対するレーザーの低いエネルギー効率に起因して、粉末サイズを50 μm以下に抑えていることによる。

こうした背景から、筆者らは、SLMによる積層造形体において、異方性組織制御によるニッケル基超合金のクリープ特性向上を目的としている。本稿では、積層造形における標準的な材料であるIN718合金粉末を用いた検証結果を報告する。

2. 実験方法

2.1 積層造形

合金粉末はEOS社製のNickelalloy IN718合金粉末を使用した。合金粉末の化学組成をTable 1に示す。造形装置はEOS EOSINT M290を用いた。造形条件は、レーザー出力 P [J/s]、レーザー走査速度 v [mm/s]、レーザー走査間隔 d [mm] を変化させ、一層当たりの積層厚さ t [mm] は0.04 mmと一定にした。造形条件を決定する際は、(1)式に示す単位体積あたりのエネルギー密度 E_{vol} [J/mm³] を指標とした。本報告で作製した試験片の造形条件は、エネルギー密度 $E_{vol} = 60, 90, 120$ J/mm³ の3水準とし、各エネルギー密度で3条件ずつ造形した。各造形条件におけるレーザー出力、レーザー走査速度およびレーザー走査間隔は、線エネルギー密度を横軸、レーザー走査間隔を縦軸としたとき、Fig. 1に示すプロットとなっている。この線エネルギー密度は、(2)式に示すように、レーザー出力とレーザー走査速度から計算される、単位長さあたりのエネルギー密度 E_{line} [J/mm] を意味する。レー

ザ走査順は1層毎にレーザー走査方向を90°回転するXY scan方式とした。試験片の大きさは、組織観察用にX10 mm×Y10 mm×Z10 mm、強度試験用にX10 mm×Y10 mm×Z60 mmとした。

$$E_{vol} = \frac{P}{vdt} \quad \dots (1)$$

$$E_{line} = \frac{P}{v} \quad \dots (2)$$

2.2 組織評価方法

試験片は、XY面およびYZ面を切出し、光学顕微鏡 (Optical Microscope, OM)、走査型電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscope, SEM) によって結晶粒形状、溶融池形状を評価した。試験片の結晶方位は、後方散乱電子回折 (Electron Back Scatter Diffraction, EBSD) 法により決定した。本報告では、装置座標系 (= 試料座標系)、応力負荷方向、観察面をFig. 2のように定義している。加えて、EBSD法によって得られる結晶方位マップはすべて、積層方向から観測した結晶方位を示すこととする。積層造形体の金属組織において、<001>が積層方向にどの程度配向しているのかを定量的に評価するために、XY面の結晶方位マップに基づき、結晶粒の<001>と積層方向との方位差が15°以内にある結晶粒の面積率を算出し、これを<001>の積層方向への配向率 (以下「配向率」と称する) とした。この15°という値は、ニッケル基超合金では応力負荷方向と<001>との角度差が15°以内であればクリープ特性は低下しない、という太田ら¹²⁾の報告に基づき決定した。配向率が高いほど、造形体で<001>が積層方向に強く配向していることを表す。Fig. 3に、配向率の算出に用いるXY面の結晶粒における<001>と積層方向との方位差の概略図を示す。なお、YZ面における結晶方位マップは、配向率の算出に使用し

Table 1 Chemical compositions of IN718 powder (in weight percent, wt%).

Element	Fe	Ni	Cr	Nb	Mo	Ti	Al	Co	C	Cu	O	B
wt%	Bal.	52.58	19.82	5.12	3.24	1.06	0.50	0.05	0.04	0.02	0.016	0.001

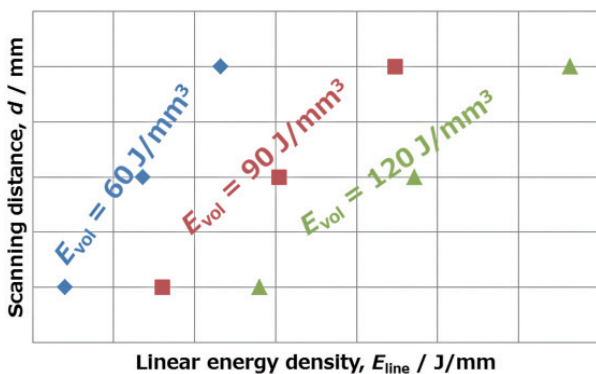


Fig. 1 Relationship among energy density, line energy density and scanning distance for each building condition.

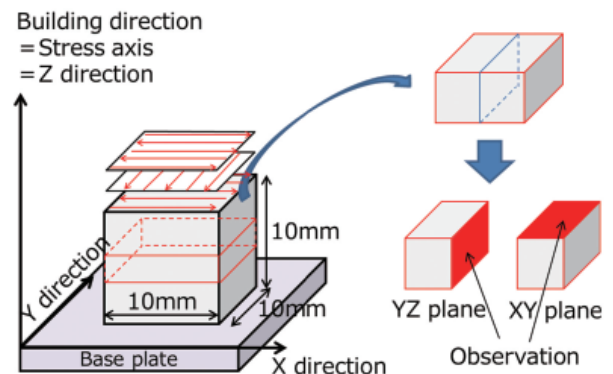


Fig. 2 Coordinate system of equipment and specimen and observation objects.

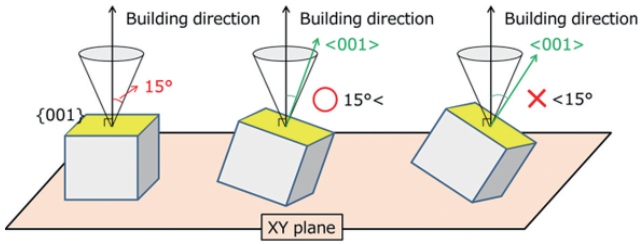


Fig. 3 Schematic diagram showing orientation difference between building direction and crystal orientation in XY plane.

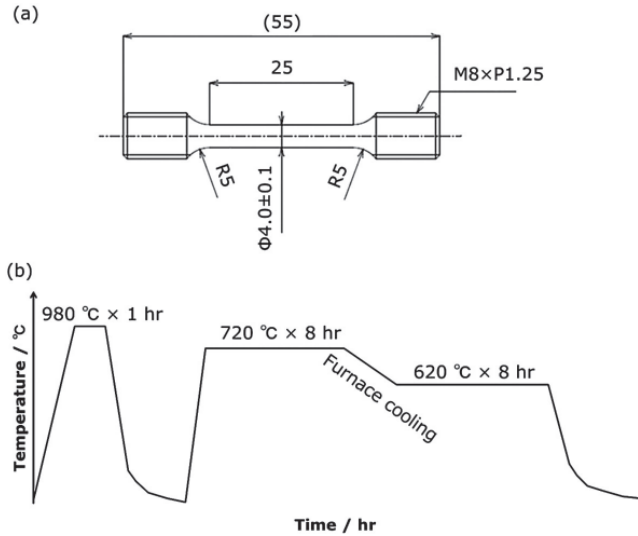


Fig. 4 (a) Creep rupture specimen and (b) chart of heat treatment employed on IN718.

ていない。

2.3 クリープラプチャー試験

クリープラプチャー試験は、試験温度 649°C、初期応力 650 MPa の条件下にて実施した。試験片は Fig. 4 (a) に示す形状とし、AMS 5662 に準拠した溶体化処理、および時効処理を施した。熱処理チャートは Fig. 4 (b) に示す通りである。

3. 実験結果

3.1 EBSD 法による結晶方位解析

EBSD 法により、各造形条件で造形した試験片の結晶方位解析を実施した。Fig. 5 に、各試験片における XY 面および YZ 面の結晶方位マップを示す。Fig. 5 中に示す①～③は $E_{vol} = 60 \text{ J/mm}^3$ 、④～⑥は $E_{vol} = 90 \text{ J/mm}^3$ 、⑦～⑨は $E_{vol} = 120 \text{ J/mm}^3$ のグループである。Fig. 5 (a) において、各グループの結果をそれぞれ比較すると、レーザ走査間隔および線エネルギー密度が小さいほど (図の左下に向かうほど)、XY 面上で見られる格子状の結晶組織から、<001> が積層方向に強く配向する組織に変化する傾向が確認された。Fig. 5 (b) の④に示すように、<001> が積層方向に強く配向する試験片は、積層方向に伸長した柱状晶が確認でき

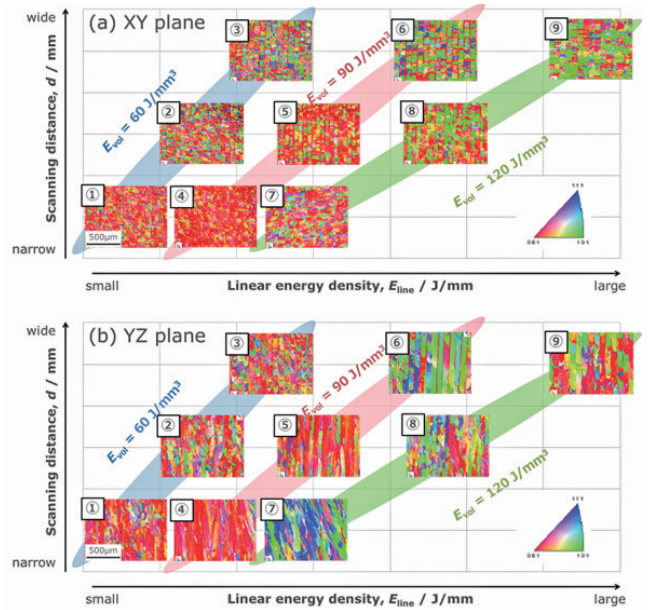


Fig. 5 Inverse pole figure colored maps in (a) XY plane and (b) YZ plane.

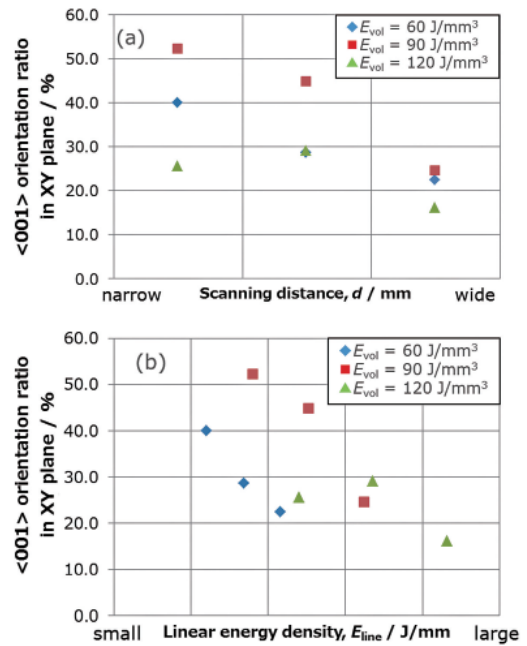


Fig. 6 Variations of the orientation ratio as a function of (a) scanning distances and (b) line energy density.

る。この柱状晶の積層方向の長さは、一層当たりの積層厚さである 0.04 mm を超えており、上層が下層の結晶方位を引き継いで成長している様子が確認できる。一方で、③のように <001> の積層方向への配向が弱い試験片は、積層方向に結晶粒が伸長しておらず、下層の結晶方位を引き継ぎ難い様子が確認できる。

Fig. 6 に、配向率におよぼすレーザ走査速度および線エネルギー密度の影響を示す。この結果より、 $E_{vol} = 60, 90 \text{ J/mm}^3$ の試験片は、レーザ走査間隔および線エネルギー密度が小さ

いほど、配向率が高くなる傾向が確認された。しかしながら、 $E_{vol} = 120 \text{ J/mm}^3$ の場合は、レーザ走査間隔および線エネルギー密度が大きい試験片で配向率が低値を示す傾向は一致するものの、レーザ走査間隔および線エネルギー密度が最も小さい条件のとき、配向率が最大値とならない、という点で傾向が一致しなかった。

4. 考察

4.1 溶融池内での結晶粒成長

造形体の結晶方位は、レーザによって溶融された金属が凝固する際の凝固挙動によって決定される。レーザ照射下において形成される溶融池内において、溶融凝固界面 (Molten Pool Boundary, MPB) から溶融池の中心に向かって結晶成長する場合は報告されている^{13),14)}。これは、溶融池内で最大の温度勾配を示すのがおおよそ MPB から溶融池の中心へ向かう方向であるためである¹³⁾。加えて、溶融池に隣接する既存凝固部での結晶方位も、溶融池内部での結晶方位選択に影響をおよぼす^{15),16)}。これは、溶融金属が MPB から凝固を開始する際、凝固部の結晶方位を引き継いで成長 (エピタキシャル成長) するためである。凝固する結晶の優先成長方位 (立方晶金属の場合は $\langle 001 \rangle$) と溶融池内の最大温度勾配方向との角度差が小さい結晶ほど固液界面の移動速度が大きい。したがって、その角度差が小さい結晶は選択的に成長し、一方で角度差が大きい結晶は次第に淘汰される。こうしたエピタキシャル成長の可否は、固液界面での温度勾配 G と固液界面移動速度 R のバランスで決まる。 G が大きく R が小さい (G/R が大きい) ほど平滑界面を維持しエピタキシャル成長しやすく、逆 (G/R が小さい) の場合は組成的過冷の発生により固液界面前方にて無秩序な結晶方位を示す核の形成が促進される¹⁷⁾。

Fig. 7 に、配向率の高い試験片と配向率の低い試験片の断面 SEM 像を示す。いずれもセル状の凝固組織が認められる。Fig. 7 (a) より、配向率の高い試験片では、MPB の上下でセル伸長方向が一致していることから、MPB におおよそ直交する温度勾配にもかかわらず下層凝固部の結晶方位を引き継いで積層方向に向かって $\langle 001 \rangle$ 成長している様子が確認でき、このセルは溶融池全体にわたり維持されていた。一方で、Fig. 7 (b) より、配向率の低い試験片においては、溶融池内部で種々の方位を向いたセルがパッチワーク状に存在する。低配向率の試験片は、抜熱の影響が顕著なレーザ走査間隔が大きい条件にて形成されたことから、高い冷却速度に基づき R が大きくなったことが要因であると考えられる。レーザ条件と G 、 R の相関については計算機シミュレーションにより検討する必要がある。

以上より、高い G/R 比を維持しつつ最大温度勾配方向と積層方向との角度差が小さい領域を増やすことが、クリープ特性に有利な積層方向への配向率の向上に有効であると期待される。さらにその角度差は、溶融池の形状に大きく影響されると推察できる。

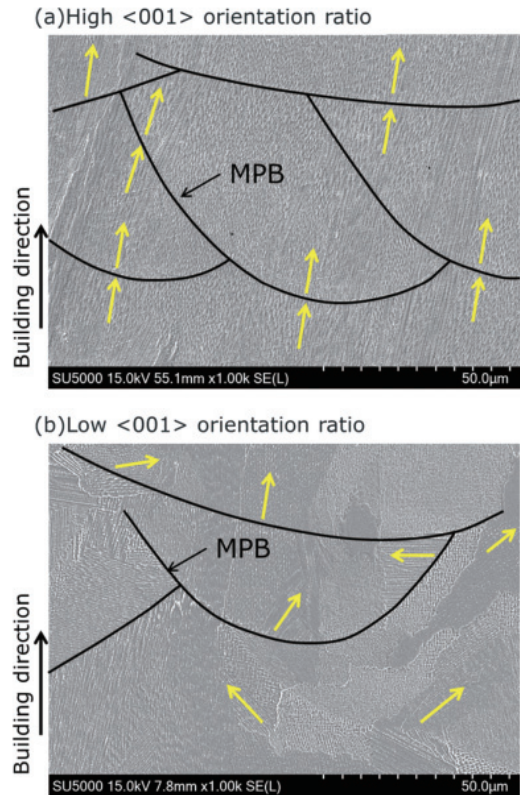


Fig. 7 SEM images of samples with (a) high and (b) low orientation ratio.

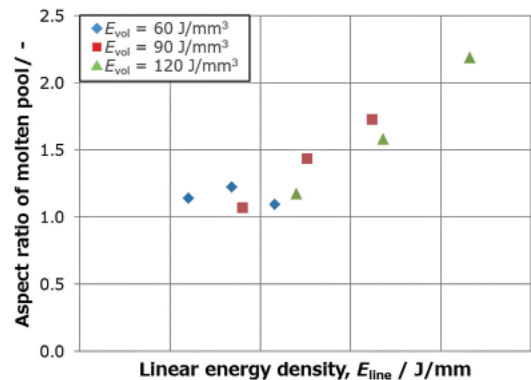


Fig. 8 The variation of the aspect ratio of molten pool with line energy density.

4.2 溶融池形状と $\langle 001 \rangle$ 配向率の相関

溶融池形状が配向率へ与える影響を考察するため、各造形条件における試験片の溶融池形状を評価した。

Fig. 6 に示すように、レーザ走査間隔および線エネルギー密度が小さいほど配向率が高くなる傾向が認められる。このレーザ走査間隔は、隣り合う溶融池同士の間隔に対応しており、Fig. 8 に示すように、線エネルギー密度は溶融池深さを溶融池幅で除した値 (以下「溶融池アスペクト比」と称する) と比例関係にあることが確認された。すなわち、配向率を高めるには、隣り合う溶融池どうしの間隔を小さくし、かつ、溶融池アスペクト比を小さくすることが望ま

しいと言える。しかしながら、Fig. 6 において、同じレーザ走査間隔、同程度の線エネルギー密度で比較しても、エネルギー密度によって配向率が変化している。これは、エネルギー密度の差に起因して溶融池の大きさが変化することにより、隣り合う溶融池同士が重なる領域が変化したためと考えられる。すなわち、配向率を左右するのは、隣り合う溶融池の重なり程度および溶融池アスペクト比であると示唆された。

そこで、配向率と隣り合う溶融池の重なり程度および溶融池アスペクト比の関係を定量的に評価するため、溶融池形状を特徴づける指標として、MPB が重なる角度 ϕ (以下「溶融池会合角」と称する) を Fig. 9 のように定義した。この溶融池会合角は、隣り合う溶融池の間隔および溶融池アスペクト比が共に小さいほど、大きな値となること

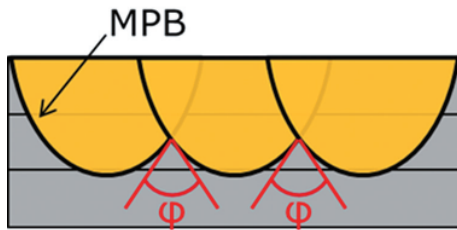


Fig. 9 Schematic illustration of overlapping angle between adjacent molten pool boundaries.

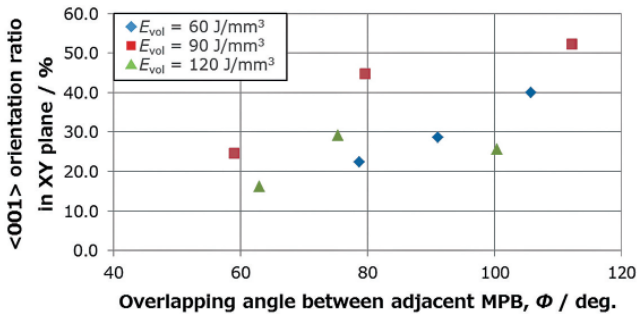


Fig. 10 The variation of the orientation ratio with overlapping angle.

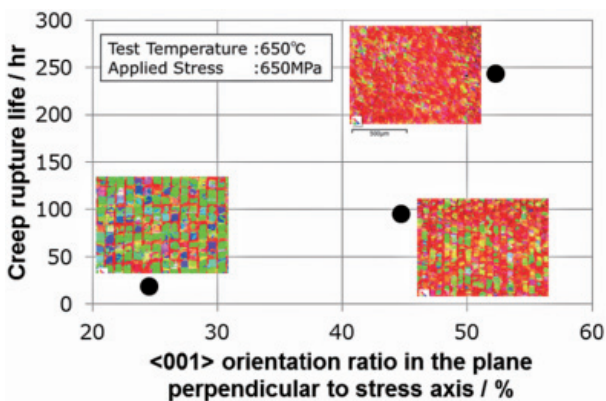


Fig. 11 The effect of orientation ratio on creep rupture property.

から、評価指標として妥当であると判断した。Fig. 10 に示す配向率と溶融池会合角の関係より、 $E_{vol} = 60, 90 \text{ J/mm}^3$ の試験片に関しては、溶融池会合角が大きくなるほど、配向率が高くなる傾向が確認された。これは、溶融池会合角が大きくなるほど、MPB から溶融池中心に向かって結晶成長する方向と積層方向との角度差が小さくなる領域が増加し、 $\langle 001 \rangle$ と積層方向との方位差が小さい結晶の割合が多くなったためと考えられる。

以上の結果をまとめると、造形体の $\langle 001 \rangle$ 配向率は、溶融池形状に強く影響を受けており、一定のエネルギー密度の範囲において、溶融池形状を特徴づける指標として定義した溶融池会合角を大きくするように造形条件を決定することで、今回の造形条件範囲では配向率を高められることが理解された。

4.3 クリープラプチャー試験

積層造形体の金属組織の配向率とクリープ特性の関係性を調査するため、配向率の異なる試験片を用いて、クリープラプチャー試験を実施した。クリープラプチャー試験は、 $E_{vol} = 90 \text{ J/mm}^3$ の造形条件で造形した試験片を使用した。Fig. 11 に示す試験結果より、配向率の高い試験片ほどクリープ破断時間が長くなることがわかる。したがって、IN718 合金の積層造形体において、 $\langle 001 \rangle$ を応力負荷方向に強く配向させる異方性組織制御は、クリープ特性向上に対して有効であることが示された。

5. 結論

SLM における積層造形体において、異方性組織制御によるニッケル基超合金のクリープ特性向上を目的とし、IN718 合金を用いて、種々の造形条件で造形した試験片の結晶方位解析、配向率と溶融池形状の相関関係の調査およびクリープラプチャー試験を行った。その結果、以下のことが判明した。

- (1) 配向率と溶融池形状の相関関係の調査より、IN718 合金の積層造形体において、溶融池会合角を大きくすることが、配向率を高めるための有力な指針となる。
- (2) クリープラプチャー試験から、配向率の高い試験片ほどクリープ破断時間が長くなる。

以上の結果より、 $\langle 001 \rangle$ を応力負荷方向に強く配向させる異方性組織制御は、ニッケル基超合金の積層造形体のクリープ特性向上において、有効な手段であると考えられる。

謝辞

本研究の一部は、内閣府「SIP(戦略的イノベーション創造プログラム)／革新的設計生産技術」により得られたものであることを付記して謝意を表します。

引用文献

- 1) R. A. Mackay and R. D. Maier: Metallurgical Transactions A, 13

- (1982) 1747-1754.
- 2) R. Brunetaud, D. Coutsouradis, T. B. Gibbons, Y. Lindblom, D. B. Meadowcroft and R. Stickler: High Temperature Alloys for Gas Turbines 1982, (1982) 407.
 - 3) D. M. Shah and A. Cetel: Superalloys 1996, (1996) 273-282.
 - 4) S. H. Sun, Y. Koizumi, T. Saito, Y. Li and A. Chiba: The Japan Institute of Metals and Materials, **1** (2013) 416.
 - 5) S. H. Sun, Y. Koizumi, T. Saito, Y. Li and A. Chiba: The Japan Institute of Metals and Materials, **156** (2015) 101.
 - 6) E. Chauvet, P. Kontis, E. A. Jägle, B. Gault, D. Raabe, C. Tassin, J. J. Blandin, R. Dendievel, B. Vayre, S. Abed and G. Martin: Acta Materialia, **142** (2018) 82-94.
 - 7) M. Ramsperger, R. F. Singer and C. Körner: Metallurgical and Materials Transactions A, **47** (2016) 1469-1480.
 - 8) K. Akino, K. Yen-Ling and K. Kakehi: Journal of Gas Turbine Society of Japan, **46** (2018) 19-25.
 - 9) Z. Xu, C. J. Hyde, C. Tuck and A. T. Clare: Journal of Materials Processing Tech., **256** (2018) 13-24.
 - 10) K. N. Amato, S. M. Gaytan, L. E. Murr, E. Martinez, P. W. Shindo, J. Hernandez, S. Collins and F. Medina: Acta Materialia, **60** (2012) 2229-2239.
 - 11) M. Pröbstle, S. Neumeier, J. Hopfenmüller, L. P. Freund, T. Niendorf, D. Schwarze and M. Göken: Materials Science & Engineering A, **674** (2016) 299-307.
 - 12) 太田芳雄、服部博、中川幸也、山崎道夫: 鉄と鋼、**75-6** (1989) 956-963.
 - 13) L. Thijs, K. Kempen, J. P. Kruth and J. Van Humbeeck: Acta Materialia, **61-5** (2013) 1809-1819.
 - 14) Y. Wang, L. Xing, K. Li, C. Yu, J. Ma, W. Liu and Z. Shen: Metallurgical and Materials Transactions B, **50-2** (2019) 1035-1041.
 - 15) T. Ishimoto, K. Hagihara, K. Hisamoto, S. H. Sun and T. Nakano: Scripta Materialia, **132** (2017) 34-38.
 - 16) S. H. Sun, T. Ishimoto, K. Hagihara, Y. Tsutsumi, T. Hanawa and T. Nakano: Scripta Materialia, **159** (2019) 89-93.
 - 17) W. Kurz, C. Bezençon and M. Gäumann: Science and Technology of Advanced Materials, **2-1** (2001) 185-191.

代表者メールアドレス

岡田竜太郎 okada_ryutaro@khi.co.jp