

新製品・新技術紹介

レーザ粉末床溶融結合法による単結晶・多結晶の作り分け

—温度シミュレーションによるプロセス条件—凝固条件—結晶集合組織の関係解明—

石本 卓也^{*,**}, 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)^{**}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)^{***}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)

Control of Single- and Polycrystalline Formation Via Laser Powder Bed Fusion
—Temperature Simulation to Establish Fabrication Conditions-Solidification Conditions-Textures Relationship—

ISHIMOTO Takuya and NAKANO Takayoshi

(Received July 3, 2024)

Key words : additive manufacturing, laser powder bed fusion, temperature gradient, solidification rate, crystallographic texture control

1. はじめに

レーザ粉末床溶融結合 (Laser Powder Bed Fusion: LPBF) 法は, 自在な 3 次元構造体の製造だけでなく, 近年では, 結晶集合組織に代表される金属材料の材質特性を制御可能な手法としてその存在価値を増している¹⁾. 結晶集合組織は, 種々の力学機能に異方性を導入し特定方向の機能性を向上可能であるのみならず, LPBF 特異的に形成される結晶学的ラメラ組織においては, ラメラ界面の効果で強化はかれることが示されている²⁾. 一方で, ランダム配向を示す多結晶体は, 等方的な強度分布に基づき各方位へ発揮する機能は中庸であるものの, 等方的な応力場や変動応力下にて高い安全性を示す. すなわち, こうした結晶集合組織を用途に合わせて意図的・人為的に作り分ける必要がある.

結晶集合組織制御のためには, プロセスパラメータの調整, レーザスキャンストラテジーの設計, レーザエネルギー分布の変更など, いくつかの戦略が可能である. とりわけ, 多結晶化は, これまで合金への核生成サイトの導入によりエピタキシャル成長を阻害することが一般的に試みられてきた. 一方で著者らは, 合金の性質を変えることなく, 造形時のプロセス条件によって, 単結晶と多結晶を作り分けることに成功している.

そのためのアプローチとして不可欠なのが, シミュレーションの活用である. 凝固マップからも理解できるとおり, 一般に, 凝固時の組織形態は固液界面の温度勾配 G と凝固速度 R によって支配されるが, G , R を人為的に直接制御することは不可能であり, 我々が制御可能なのはプロセス条件 (たとえばレーザ出力 P や走査速度 v) である. そのため, 温度場シミュレーションを用いてプロセス条件に対応した G , R を推定し, 最終的には, 「プロセス条件—凝固条件—結晶集合組織」の関係性を明らかにすることが重

要である. 本稿では, 実験とシミュレーションの組み合わせによる組織制御のためのガイドラインの構築について, 著者らの最新の知見を紹介する.

2. 温度場シミュレーション

LPBF におけるレーザ照射時の急峻な温度変化に基づく溶融・凝固挙動を可視化し理解するため, 有限要素法による温度場シミュレーションを構築した. LPBF においては, レーザ出力, 走査速度, ハッチ間隔といった種々の造形パラメータに依存して温度変化挙動が変化し, 結果として結晶集合組織が変化するものと期待される. こうした温度変化挙動解析のため, レーザによる入熱を, 以下のガウシアン関数に基づく数式で表現される熱源関数としてモデリングし, 融体中での熱伝導, 凝固部や外部への熱伝達を解くことで, 温度分布の時間的・空間的变化に基づく溶融池形成と溶融池内での凝固挙動を解析する (Fig. 1)³⁾.

$$Q_0 = \frac{4\alpha P}{\pi r_0^2 z_0} \exp\left(-\frac{2r^2}{r_0^2}\right) \times \left(1 - \frac{z}{z_0}\right) (z < z_0)$$

ここで, r_0 はレーザのスポット半径 (50 μm), r は深さに依存したレーザ半径, z_0 はレーザの熱が影響する深さ, z

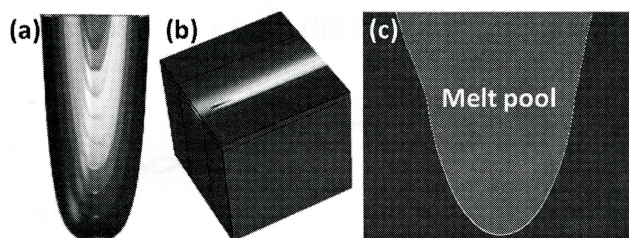


Fig. 1 (a) Heat source geometry described by Gaussian function, (b) temperature distribution when the heat source is scanned with the actual laser output and scanning speed, and (c) temperature distribution in the cross section perpendicular on the laser scanning direction.

は表面からの深さ、 P は実際に造形した際のレーザの出力、 α はレーザの吸収率を示す。

3. プロセス条件—凝固条件—結晶集合組織の相関

モデル合金として、 β 型 Ti-15Mo-5Zr-3Al (wt. %) 合金を用い、異なるプロセス条件を用いて単結晶様組織と多結晶を得た (Fig. 2)⁴⁾。これら条件における温度シミュレーションで算出された、熔融池内部の各点が凝固する瞬間の凝固条件の分布を Fig. 3 に示す⁴⁾。Fig. 3 (c) の凝固マップ上には Ti-6Al-4V 合金の柱状—等軸遷移 (Columnar-Equiaxed Transition: CET) 線を参考のため併記する。条件 A (Fig. 3 (a)) では、高 G/R の領域 (濃いグレー) が熔融池の大部分を占め、さらに、熔融池上部の低 G/R の領域は次の層の照射時に再熔融するため影響を受けない。条件 B (Fig. 3 (b)) では、熔融池中央部に低 G/R の領域が存在する。低 G/R 比は、組成的過冷却が生じやすい条件であることを示し、核生成頻度が上昇し平滑な固液界面が不安定化することで、より無秩序な結晶集合組織をもつ等軸組織が得られやすい。このことが、凝固マップ (Fig. 3 (c)) に反映され

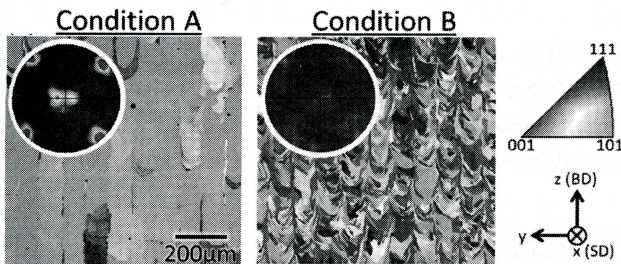


Fig. 2 Inverse pole figures and corresponding pole figures of the specimens with single-crystal-like and polycrystalline textures. Condition A: 360 W and 1200 mm/s; Condition B: 180 W and 1400 mm/s. Adapted from Ref. 4) with modifications.

ており、多結晶が得られた条件 B での G , R の分布は、条件 A より高 R 側に位置することになる。

このように、 G と R の分布は結晶集合組織に影響を与えるが、LPBF プロセス中に G , R を直接制御することはできない。そこで、同一の熱源を用いてシミュレーションを行うことで、人為的に設定可能なプロセス条件 (今回は、レーザ出力 P と走査速度 v) が G と R に及ぼす影響を統計解析した。Fig. 4 には、 v を固定し P を変化した場合、

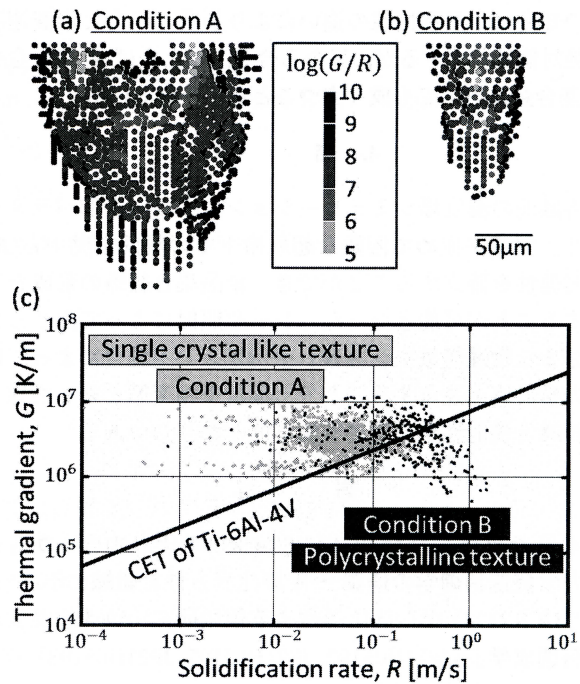


Fig. 3 (a, b) G/R distribution maps in the melt pools and calculated solidification conditions for the formation of single-crystal-like and polycrystalline textures. Adapted from Ref. 4) with modifications.

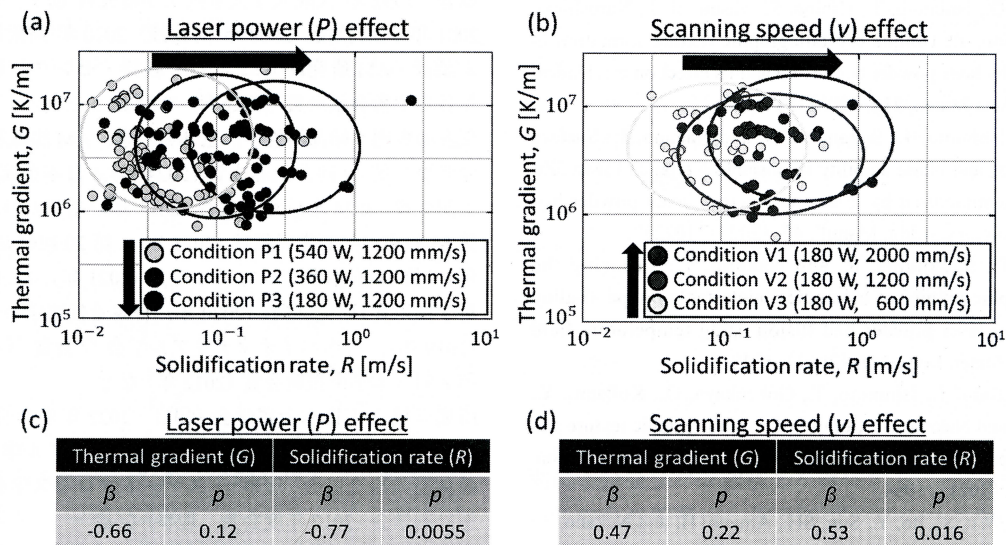


Fig. 4 Simulations analyzing the effects of laser power (P) and scanning speed (v). (a, b) Variations in the G - R distribution as a function of the process conditions. (c, d) Standardized partial regression coefficients β and p -values for multiple regression analysis representing the effects of P and v on G and R . Adapted from Ref. 4) with modifications.

ならびに P を固定し v を変化させた場合の凝固条件の変化を示す。 P と v の変化は、 G に対しては統計学的有意な影響を及ぼさなかったが、 R に対してはそれぞれ負と正の影響を示した。

このように、結晶集合組織は、温度勾配と凝固速度を介してレーザ出力と走査速度に制御される。単結晶様の強く配向化した集合組織を得るためには、レーザ出力が十分高く、走査速度が十分低い、すなわち単位面積当たりの投入エネルギー密度が高い条件を選択する必要があるといえる。この知見は、熱物性値の違いによりレーザ出力と走査速度の絶対値は変化するが、異なる合金、たとえば Ni 基合金や Fe 基合金においても成り立つことが示されている^{5,6)}。

4. 結 論

溶融池の温度場シミュレーションにより、造形パラメータと、実測が極めて困難な超急冷下での凝固挙動 (G , R) の関連性を確立することができ、結晶集合組織の形成を予測することが可能となった。レーザ照射によって生じるさまざまな物理現象をシミュレーションし、場合によっては熱力学計算と連成することで、偏析や相変態といった種々の組織と機能が高度に予測可能となりつつある⁷⁾。

謝 辞

本稿で紹介した研究は、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) ならびに学術変革領域研究 (A) 「超温度場材料創成学」(JP21H05192, JP21H05197, JP21H05198) の支援によって実施された。

参 考 文 献

- 1) Hagihara, K. and Nakano, T.: Control of anisotropic crystallographic texture in powder bed fusion additive manufacturing of metals and ceramics—A review, *JOM*, **74**, (2022), 1760-1773.
- 2) 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.
- 3) Takase, A., Ishimoto, T., Suganuma, S. and Nakano, T.: Surface residual stress and phase stability in unstable β -type Ti-15Mo-5Zr-3Al alloy manufactured by laser and electron beam powder bed fusion technologies, *Addit. Manuf.*, **47**, (2021), 102257.
- 4) Ishimoto, T., Suganuma, R. and Nakano, T.: Tailoring the crystallographic texture of biomedical metastable β -type Ti-alloy produced via laser powder bed fusion using temperature-field simulations, *Mater. Lett.*, **349**, (2023), 134835.
- 5) Hibino, S., Todo, T., Ishimoto, T., Gokcekaya, O., Koizumi, Y., Igashira, K. and Nakano, T.: Control of crystallographic texture and mechanical properties of Hastelloy-X via laser powder bed fusion, *Crystals*, **11**, (2021), 1064.
- 6) Ishimoto, T., Wu, S., Ito, Y., Sun, SH., Amano, H. and Nakano, T.: Crystallographic orientation control of 316L austenitic stainless steel via selective laser melting, *ISIJ Int.*, **60**, (2020), 1758-1764.

- 7) Okugawa, M., Saito, K., Yoshima, H., Sawaizumi, K., Nomoto, S., Watanabe, M., Nakano, T. and Koizumi, Y.: Solute segregation in a rapidly solidified Hastelloy-X Ni-based superalloy during laser powder bed fusion investigated by phase-field and computational thermal-fluid dynamics simulations, *Addit. Manuf.*, **84**, (2024), 104079.

著 者 紹 介



石本卓也

ISHIMOTO Takuya

生年月日: 1980 年 7 月 4 日

学歴: 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

学位: 博士 (工学) (大阪大学) (2008 年)

職歴: 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 特任教授 (兼任)

現在の専門: 金属組織学・生体材料科学

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, 日本チタン学会, 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



中野貴由

NAKANO Takayoshi

生年月日: 1967 年 9 月 22 日

学歴: 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

工科学専攻博士前期課程 修了

学位: 博士 (工学) (大阪大学) (1996 年)

職歴: 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), 2023 年 日本学術会議会員 (第 26 期・27 期)

現在の専門: 結晶塑性学, 生体材料科学, AM 組織制御学

受賞歴: 第 49 回井上春成賞 (2024 年), 日本金属学会 第 21 回村上記念賞 (2024 年)・増本量賞 (2021 年)・谷川ハリス賞 (2019 年), 第 55 回市村学術賞貢献賞 (2023 年), 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), 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, 理事), 日本 MRS (副会長・理事), 日本バイオマテリアル学会 (常任理事), 粉体粉末冶金協会 (理事), スマートプロセス学会 (理事), 骨形態計測学会 (2017 年度会長, 理事) など

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

TEL & FAX: (06) 6879-7505