

# 微細結晶粒を有する高靱性な軽量化材料の製造に向けた積層造形と圧延の連続加工の開発

国立研究開発法人 産業技術総合研究所

主任研究員 梶野 智史

(平成 29 年度 一般研究開発助成 AF-2017020)

キーワード：積層造形，微細結晶粒，圧延

## 1. 圧延が積層造形したチタン合金板に及ぼす影響

### 1.1 実験の目的

近年，金属積層造形の普及が進み，様々な分野で適用されつつある．積層造形では，造形物の形状に制限がない点が最大の利点であり，形状に機能があるような複雑・高付加価値部品などの造形に向いている<sup>1)</sup>．また，局所的な加熱・冷却を繰り返して造形しているため，従来の铸造や熱処理に比べて，温度変化が速いと考えられ<sup>2)</sup>，造形物の内部組織が非常に微細であるという報告もなされている<sup>3)</sup>．微細な結晶粒を有する材料は，高強度と高延性の両立が可能であると考えられている．そこで，積層造形と塑性加工を組合わせた，超微細結晶粒を有する素材の製造プロセスを検討している．主に，積層造形した微細結晶粒素材に塑性加工を施した場合における材料の機械的性質の変化について把握し，高強度と高延性を両立した素材材の製造につながる知見を得ることを目的にしている．本研究では，積層造形で造形した板材に対して圧延加工を施した際の機械的性質の変化について検討したので，その内容を報告する．

### 1.2 実験方法

積層造形に用いた粉末はチタン合金 (Ti-6Al-4V) である．化学組成を表 1 に示す．また，比較のため，アルミニウム合金 (Al-10Si-0.45Mg) とマルエージング鋼の粉末で造形した板材を用意した<sup>4)</sup>．レーザタイプの金属積層造形機である EOSINT-M280 を用いて，図 1 に示すように，板厚方向に造形する造形方向で板材を作製した．

表 1 チタン合金 (Ti64) の化学組成

Al	V	O	N	C	H	Fe
5.5 - 6.75 (Wt.-%)	3.5 - 4.5 (Wt.-%)	< 2000 ppm	< 500 ppm	< 800 ppm	< 150 ppm	< 3000 ppm

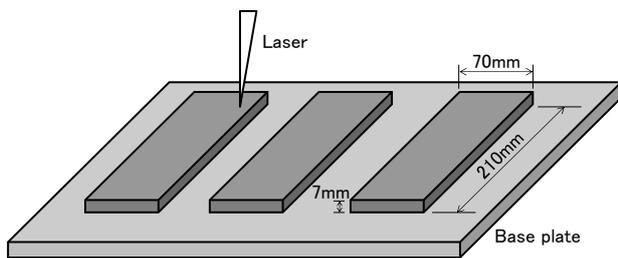


図 1 積層造形のポンチ図

板材の寸法は L210×W70×t7 とし，一度の造形で 3 枚の板をアルゴン雰囲気中で造形した．積層ピッチは 0.3 mm とし，金属粉の粒度は 25 μm にピークを持つ 20～50 μm の範囲の金属粉を用いた．積層造形後はベースプレートごと取り出し，ワイヤ放電加工により，板材をベースプレートから切り離した．切り離した結果，板厚は 6 mm に減少した．切り離した板材に対して，材料温度 500℃，ロール温度 100℃の温間で 1 パス当たりの圧下量を 0.1 mm として圧延加工を施した．一方向圧延を繰り返すことにより，3.5 mm の厚さまで加工した．圧延後の板材から引張り試験片をワイヤ放電加工により切り出した．把持部の幅を

25 mm とし，板厚によって平行部の幅を変化させた．板厚が 6 mm (積層まま) の場合は，平行部の幅を 9 mm とし，板厚が 3.5 mm (圧延加工後) の場合は，平行部の幅を 15 mm とした．把持部と平行部は半径 7.5 mm の円弧でつないだ形状とした．試験片の長さは 50 mm とし，把持部の長さは 15 mm ずつとした．試験片にひずみゲージを貼付し，引張り速度を 0.1 mm/min (ひずみ速度 0.010 ～ 0.012/min) として引張り試験を実施した．さらに，積層造形ままと圧延後の板材から幅と長さがそれぞれ 10 mm 程度の小片を切り出し，樹脂固めて断面を研磨した後，板の表裏両側の表層部と中心部においてマイクロビッカース硬度を 3 点ずつ測定しその平均値を算出した．硬さ試験後，再研磨して蒸留水 100 ml に対して，フッ酸を 2.5 ml，硝酸を 5 ml ずつ配合したクロール液により，内部組織を腐食して観察した．また，アルキメデス法により，積層造形まま，および圧延後の板材の密度を測定した．

### 1.3 実験結果

引張り試験の結果を図 2 に示す．線図は試験中におけるひずみゲージの途中剥離が遅く比較的伸び値が測定できたサンプルの公称応力 - 公称ひずみ曲線を示している．途中でひずみゲージが剥離してしまったサンプルを含め，破断後に試験片を突合せて，破断ひずみを測定した．その結果を表 2，表 3，表 4 に示す<sup>4)</sup>．

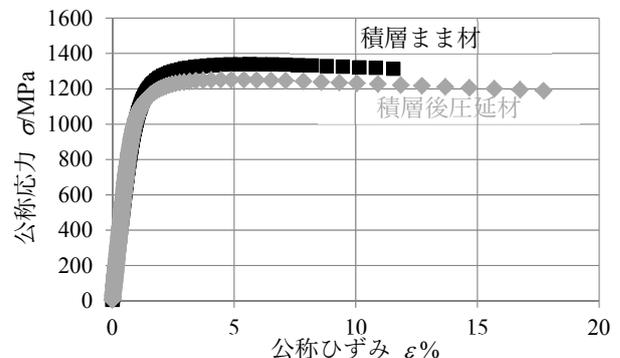


図 2 積層まま材と積層後圧延材の公称応力-ひずみ線図 (チタン合金)

表 2 チタン合金 (Ti64) の機械的特性

	引張り強さ $\sigma_T$ MPa	破断ひずみ %
積層まま材	1332	11.7
積層後圧延材	1320	16.2
市販材 (参考)	1000	10 ~ 14

表 3 マルエージング鋼の機械的特性

	引張り強さ $\sigma_T$ MPa	破断ひずみ %
積層まま材	1168	18.9
積層後圧延材	1819	5.3
市販材 (参考)	1240	2

表4 アルミニウム合金 (Al10SiMg) の機械的特性

	引張り強さ $\sigma_T$ MPa	破断ひずみ %
積層まま材	1168	18.9
積層後圧延材	1819	5.3
市販材 (参考)	1240	2

チタン合金板の引張り強さに関しては、圧延による加工硬化は認められず、圧延前後ではほぼ同じ引張り強さを示している。一方、比較のアルミニウム合金板は、積層造形まま材の引張り強さが高い結果となっている。また、マルエージング鋼板の場合は加工硬化し、圧延加工後の引張強さが向上している。市販されているチタン合金 (Ti64) の板材の引張り強さは 1000 MPa 程度であるため、本プロセスで製造した板材の方が、引張り強さが高い結果となった。チタン合金板の延性については、圧延加工を施すことによって、延性が向上する結果を示した。アルミニウム合金板の結果も同様の傾向を示している。

チタン合金板のビッカース硬度の結果を図3に示す。硬さ試験結果では、圧延前後の板材であまり差がない結果を示しており、引張り試験結果と一致している。内部組織観察結果を図4に示す。図中の細い矢印は積層方向を示す。内部組織観察の結果に着目すると、針状の微細な結晶組織が確認できる。アルミニウム合金やマルエージング鋼で観察されたうろこ状の模様<sup>3),4)</sup>は明確には確認できなかった。

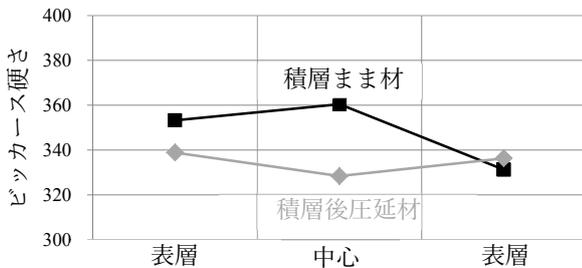
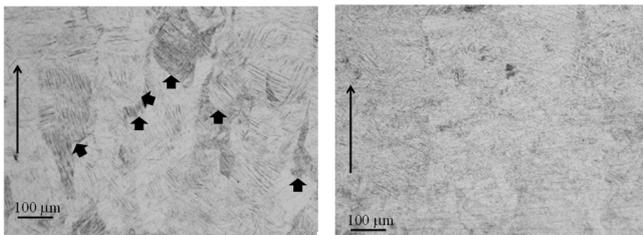


図3 積層まま材と積層後圧延材のビッカース硬さ分布 (チタン合金)

うろこ状の模様は、レーザ照射による溶融・凝固が繰り返された結果と考えられる。チタン合金の場合もうろこ状の模様を示すと予想されたが、凝固後の固相変態により、うろこ状模様が不明瞭になったと考えられる。図4に示す太い矢印において、微かであるが、うろこ状模様と考えられる痕跡が観察される。一方、針状の組織や、うろこ状模様の痕跡は圧延後には全く観察されず、圧延加工により内部組織が大きく変化していることが観察できる。アルキメデス法による密度計算では、圧延前の板材で  $4.35 \text{ g/cm}^3$  となり、圧延後の板材で  $4.33 \text{ g/cm}^3$  となった。EOS で用いられているチタン合金粉末の密度は  $4.41 \text{ g/cm}^3$  と報告されているため、圧延前後の板材の緻密度は 98.6%、および 98.2% になる。両方の材料共に十分に緻密度が高い材料と考えられる。



(a) 積層まま材 (b) 積層後圧延材 板厚 3.5mm

図4 光学顕微鏡による内部組織観察

## 1.4 考察

積層造形物は温度変化が急激なため、微細な結晶組織を有している。本実験で積層造形したチタン合金も、微細結晶粒の影響を受け、引張り試験結果では、通常のチタン合金よりも積層造形まま材は非常に高い引張り強さを示し、延性も高い値を示している。圧延加工後は引張強度がほぼ変化せずに延性が向上する結果となった。

微細結晶粒では変形の要因として粒界すべりが占める割合が多くなり、転移に起因する変形の割合は減少する<sup>5)</sup>。粒界すべりでは加工硬化はあまり生じない<sup>5)</sup>。一方で延性が向上する材料があることが報告されている<sup>6)</sup>。本実験のチタン合金板も積層造形のため微細結晶粒組織となり、圧延加工による塑性変形は主に粒界すべりに起因したため、引張り強さが変化せずに、延性が向上する現象を示したと考えられる。

## 1.5 まとめ

積層造形したチタン合金 (Ti64) に対して圧延加工を施すことによる機械的性質の変化を検討した。引張り強さに関しては、圧延加工による影響は小さく、圧延前後での変化は認められなかった。その一方、延性が向上する結果となった。これは、積層造形による微細結晶粒が主要な要因であると考えられる。

## 2. 粉末を使用した板材の積層と圧縮試験

### 2.1 実験の目的

金属積層造形での造形物は、金属粉を数百  $\mu\text{m}$  の厚さで積層し、ファイバーレーザなどで溶融し、凝固させ何層も積み上げていくことで成形している。従来の連铸などの加工法の内部組織とは大きく異なると考えられる。さらに、圧延などの外部からの力を加えることで積層造形物の特性を変化させる可能性があり、従来より優れた部材を作製することが期待できる。本研究では、積層造形と圧延を組合せた加工プロセスの開発を目指し、積層造形と圧延を連続で実施できる装置の開発のため、金属粉末を使用した場合の積層造形による板材作製と、作製した板材に塑性変形を加えることによる板材の特性変化に焦点をあてた。

### 2.2 実験方法

#### (1) ファイバーレーザによる溶融状態の確認

ステンレス板にファイバーレーザを様々な条件で照射し、ステンレス板の溶融凝固状態を観察する。ファイバーレーザは IPG 製を使用した。表5にレーザの仕様を示す。照射条件はレーザ出力 200 W、周波数 1000 Hz、パルス幅  $5 \times 10^{-5} \text{ s}$ 、走査速度は 200 mm/s、50 mm/s、10 mm/s の場合を比較した。次に走査速度 50 mm/s で固定し、レーザ出力を 200 W、300 W、400 W と変化させ、周波数 1000 Hz における Duty 比と穴の深さの関係を検討した。

表5 レーザの仕様

レーザ装置	YLR-150/1500-QCW-AC
レーザ仕様	Y ファイバーレーザ：波長 1070 nm
スポット径	直径：120 $\mu\text{m}$
焦点距離	130 mm

#### (2) アルミニウム粉末の状態が積層に及ぼす影響

乾燥状態、未乾燥状態のアルミニウム粉末で1層だけ厚さ 200  $\mu\text{m}$  で造形し、その造形状態を観察する。ベースプレートは 30 mm (L)  $\times$  19 mm (W)  $\times$  4 mm (T) のアルミニウム板とした。

#### (3) 敷設厚さの違いによる造形状態への影響

最適な状態のアルミニウム粉末を用いて、積層厚さを約 0.1 mm、0.2 mm、0.5 mm の3種類で積層造形する。作製したサンプルをファインカッターで組織観察用と硬さ試験

用に2つに切断し、樹脂詰して研磨した後、水酸化ナトリウムでエッチングして内部組織の観察、ビッカース硬さを測定する。

#### (4) 板材の積層

供試材である Al10SiMg 粉末を真空定温乾燥器 (YAMATO 製)により乾燥させた後、上述のベースプレートの上に 170  $\mu\text{m}$  の厚さでスキージングした。造形条件はレーザー出力 300 W、走査速度 50 mm/s、周波数 3500 Hz、パルス幅  $1.1 \times 10^{-4}$  s、Duty 比 38.5%で照射範囲は 28 mm $\times$ 18 mm としてレーザーを照射するごとに 90°回転させ、高さ 10 mm まで積層した。積層造形後、試料を埋め込み装置により樹脂詰めし、自動研磨により鏡面仕上げを施した後、対物顕微鏡 (LEICA 製)により断面観察を行った。

#### (5) 塑性変形が積層造形した板材に与える影響

乾燥させたアルミニウム粉末を約 0.2 mm 程度の厚さで積層造形を繰り返し、厚さ 10 mm の板を造形した。レーザー照射条件は表 6 に示すように 4 種とし、T1、T2、H1、H2 と呼称する。各条件において速度は 50 mm/s、パワーは 300 W と固定した。

表 6 レーザ照射条件 (金属粉末用)

名称	周波数 Hz	パルス幅 mm	ピッチ幅 mm	Duty 比 %	回転角 °
T1	3000	$1.0 \times 10^{-4}$	0.1	30	45
T2	3000	$1.0 \times 10^{-4}$	0.3	30	15
H1	3500	$1.1 \times 10^{-4}$	0.1	38.5	90
H2	3500	$1.1 \times 10^{-4}$	0.1	38.5	45

完成した板材サンプルを内部組織観察用、硬さ試験用、圧縮試験用にファインカットで 3 分割する。万能試験機を用いて、圧縮試験用の板材サンプルを板厚の 70% まで圧縮する。ただし、実験の安全性を考慮して、板材サンプルに荷かる荷重が 10000N を超えた場合は、厚さが 70% まで減少していても試験終了とする。圧縮した板材サンプルをファインカットで縦に半分切断し、全ての板材サンプルを樹脂詰し研磨する。その後、水酸化ナトリウム水溶液を用いてエッチングし、内部組織観察、スの面積測定、ビッカース硬さを測定し、塑性変形による内部組織などの変化を検討する。

## 2.3 実験結果と考察

### (1) ファイバーレーザーによる溶融の状態

ステンレス板にファイバーレーザーを照射し、形状及び穴の深さを観察した。図 5 にレーザー照射跡の写真を示す。走査速度 50 mm/s と 10 mm/s の時、連続的にステンレス板を溶融しているのがわかる。周波数 1000 Hz 以上の場合も走査速度 50 mm/s で連続的に金属粉を溶融できる。

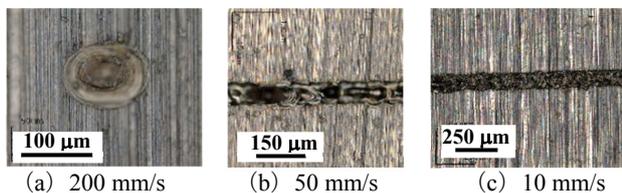


図 5 ステンレス板のファイバーレーザー照射跡

走査速度 50 mm/s、レーザー出力を 200 ~ 400 W で変化させ、周波数 1000 Hz における Duty 比と穴の深さの関係を図 6 に示す。グラフより 3 条件とも Duty 比 40% が最大値を示している。Duty 比が高ければ、穴は深くなる傾向を示し、溶融量が多いと考えられる。以上の結果より走査速度は 50 mm/s、Duty 比は 40% 程度が最適だと判断した。

### (2) アルミニウム粉末の状態が積層に及ぼす影響

図 7、図 8 に未乾燥・乾燥の粉末による造形物の内部組織を示す。図 7 より、未乾燥状態では大きなス(矢印参照)が多数確認されたが、図 8 より、乾燥状態ではスの拡大を抑制することに成功した。

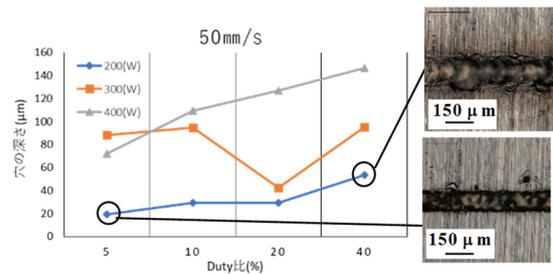


図 6 Duty 比と穴の深さの関係

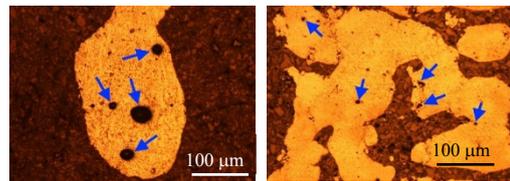


図 7 未乾燥状態

図 8 乾燥状態

### (3) 敷設厚さの違いによる造形状態への影響

次に図 9、図 10、図 11 に積層厚さを変えた時の結果を示す。図 9 より、厚さが約 0.5 mm の時は積層表面には無数の凹凸が目立つ結果となったが、図 10 より、厚さを約 0.2 mm で積層した時は凹凸が抑えられ、積層表面を滑らかにすることができた。また、積層造形物内部に生じるスも比較的抑えることができた。

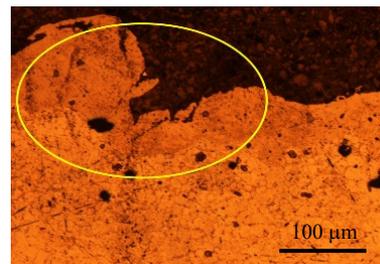


図 9 敷設厚さ 0.5 mm

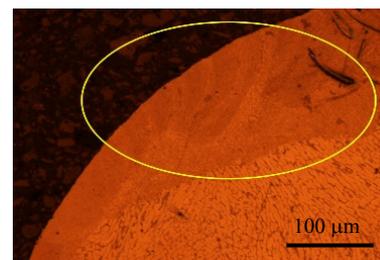


図 10 敷設厚さ 0.2 mm

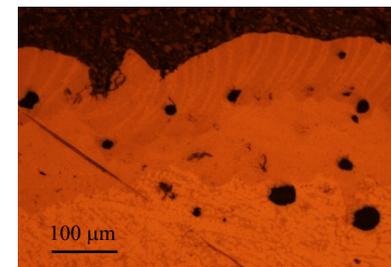


図 11 敷設厚さ 0.1 mm

### (4) 板材の積層

図 12 に作製した造形物及び造形物の断面を示す。造形物の形状は山型となり表面は凸凹していた。山型になった

要因として積層造形で形成される玉が挙げられる。金属粉末には酸化膜があり、熔融した際、界面張力が大きくぬれ性が悪いため熔融金属が球形となり凝固したと考えられる。影響はレーザー照射の周囲にも及び、外周は丸みを帯びた状態になる。そのため、スキージングを行うと照射範囲外周に形成された玉の付近には金属粉の敷設が困難である。したがって、照射面積は徐々に減少し、造形物の形状が山型になってしまったと考えられる。また、断面の組織観察を行ったところ、空隙が多くあった。玉及び空隙を減少させるには、金属粉末の積層厚さを薄く均一化すること、レーザーヘッドと照射対象物との焦点距離が重要である。また、レーザー照射を行う際、一回目に低出力で外周を照射し金属粉を焼結させる。その後、最適条件を照射することで、造形物の形状は改善すると考えられる。本実験では金属粉末のスキージングや焦点距離の調節も自動ではなかった為安定した造形が困難であった。

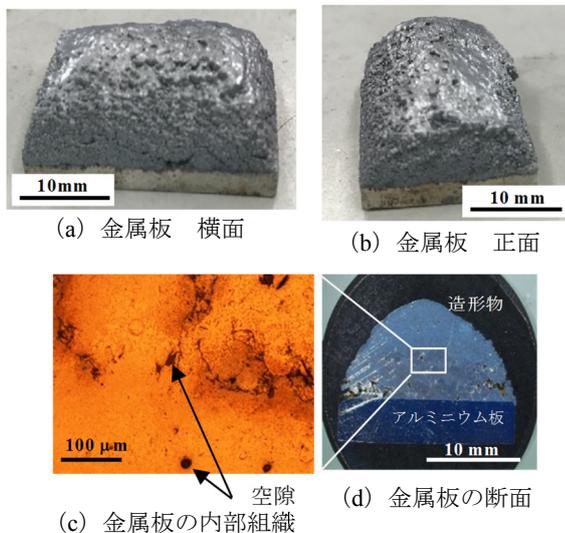


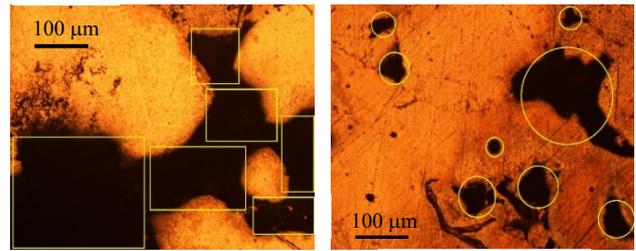
図 12 作製した金属板

### (5) 塑性変形が積層造形した板材に与える影響

厚さ 10 mm まで積層造形したサンプルの断面は十分熔融しているように観察されたが、図 13 に示すように圧縮すると連続体の塑性変形というより、クラックを生じながらの破壊の様相であった。また、図 14 に圧縮前後のスの状態を示す。図 14 (a) に示すように、圧縮前におけるスの形状を四角形に近似して算出した面積の合計は約 0.87 mm<sup>2</sup> となった。続いて、図 14 (b) に示すように圧縮後のスの形状を円に近似して面積を算出すると、その合計は約 0.41 mm<sup>2</sup> となった。従って、圧縮前後で約 52.9% のスの減少を確認できた。一方、図 15 に圧縮前後の硬さを示すが、硬さ値にはあまり変化は見られなかった。これは、圧縮作用の大半がサンプル内部のスを潰す事に働いたためと考えられる。このことから、積層造形し圧縮する事によってスの少ない板材を作製する事が可能であると推察される。



図 13 圧縮後の様子



(a) 圧縮前 (b) 圧縮後

図 14 条件 T2 で作製した板材の圧縮前後のスの状態

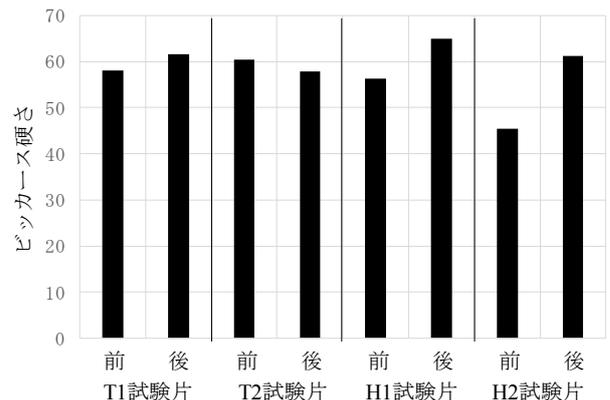


図 15 各条件で作製した板材の圧縮前後の硬さ

## 2.4 まとめ

本実験で導き出した条件および手法で金属板を作製した結果、形状は山型となったが立体物を作製することができた。周囲の玉を抑制することが今後の課題であり、改善することで形状は平板になり、より高品質な積層物の製作が可能と考えられる。

積層造形では使用する粉末の状態、造形する際の敷設厚さが造形状態に大きな影響を及ぼし、圧縮することによりスを減少できる事がわかった。

## 3. 金属シートを使用した積層造形と圧縮試験

### 3.1 実験の目的

金属積層造形を行う際は、シート形状の金属を用いることで均一な厚さで積層を繰り返すことができる。本節では、金属シートを用いた積層造形による金属板の作製に着目し、その加工特性の究明と、作製した金属板へ圧縮を施し、その効果を検証することを目的とする。

### 3.2 金属シートを熔融するレーザー照射条件の検討

表 5 に示す仕様のパルスレーザーの照射パワー、走査速度を変化させて、金属シートが熔融してベースプレートに付着するための照射条件を検討する。シートの積層は、図 16 に示す治具を用いて行う。中央にベースプレートを置き、両端の小板と底板の間に積層するシートを挟む。このとき、シートを引張りながらねじを締めることでベースプレートとシートを密着させる。



(a) ジグの断面図



(b) 積層用サンプル

図 16 積層造形用のサンプル作製

この先、全ての照射において周波数は 1000 Hz、パルス幅は 0.0002 s である。まず、走査速度を 50 mm/s に固定してパワーを 150 W から 275 W まで 25 W ずつ変化させて照射したところ、200 W のときと 225 W のときにシートがベースプレートに付着したので、これらを最適な照射パワーとした。次は表 7 のとおり照射条件を変化させる。

表 7 レーザ照射条件 (金属箔用)

条件	パワー W	速度 mm/s
B1	225	60
B2	200	60
B3	200	50
B4	200	40

照射領域は図 17 のように照射領域は 15 mm × 20 mm の矩形、内部には 0.1 mm ピッチのハッチングを施して枠内もベースプレートと溶着させ、その後強い出力で外周に沿って照射を行い、照射領域外のシートを切断して取り除いた。条件 B2 のとき、照射部全域にわたってシートが付着したので、条件 B2 を積層造形時の条件として決定した。

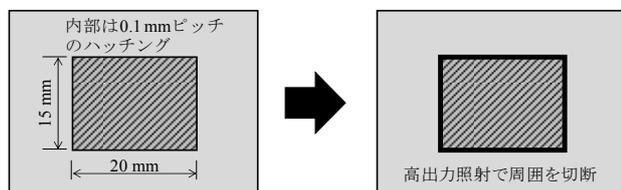


図 17 積層造形時のレーザー照射手順

実験に使用したシートは、表面が白色に変色している部分があった。この部分は変色していない銀色の表面に比べて光の反射が少なく、効率よくエネルギーを吸収できると予測できるので、条件 B2 から 10 W ずつパワーを落としながら照射をしたところ、図 18 に示すように 180 W のときにシートが切断されず、全域がベースプレートに付着した。したがって、酸化したシートを積層するときの条件をパワーは 180 W、速度は 60 mm/s と決定した。以降では酸化していないシートと酸化したシートの 2 種類を用いて繰り返し積層を行う。

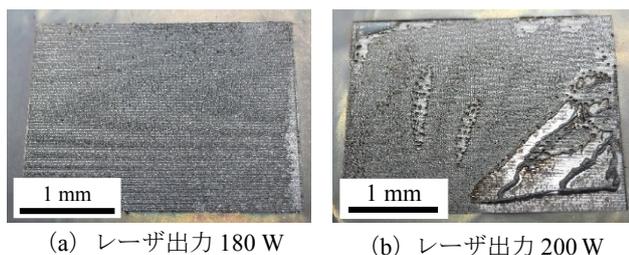


図 18 各レーザー出力における金属箔のベースプレートへの溶着試験

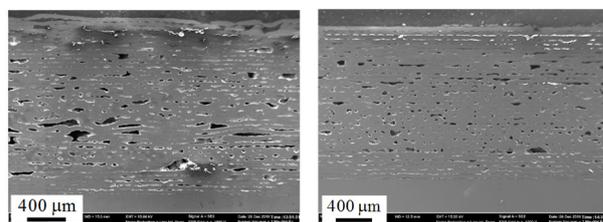
### 3.3 金属板の作製と圧縮試験及び断面観察

前項の実験で決定した条件をもとに、変色していないシートと変色したシートでそれぞれ繰り返し積層を行ったところ、変色したシートを用いた場合のほうが安定して積層を続けられたため、変色したシートを用いて 40 層の積層をして金属板を作製した。この金属板をファインカッターで切断し、樹脂詰め、研磨の後に実体顕微鏡 (Leica 製)、光学顕微鏡 (Nikon 製)、電子顕微鏡 (Carl Zeiss 製) を用いて観察する。また、造形物に対して万能試験機 (Shimadzu 製) を用いて、発生させられる最大荷重に相当する 13.3

MPa の圧力をかけて圧縮し、同様に断面を観察する。図 19 に作製した 40 層の積層造形物を示す。また、圧縮前後の断面を図 20 に示す。断面には空隙が多くみられた。これはパルスレーザーの特性として連続的にレーザーを照射できないことから、シートが溶融していない部分があるためであると考えられる。また、空隙の面積を比較するために、圧縮前後の断面画像を 2 値化処理した。ベースプレートやシートの部分は白色、空隙の部分は黒色となり、黒色の画素数を計測することで空隙の面積を得られる。結果を表 8 に示す。圧縮後の空隙は圧縮前と比べて少ないといえる。積層造形後に圧縮を施すことで、内部の空隙が少ない金属板を作製できた。



図 19 40 層まで積層した造形物



(a) 圧縮前 (b) 圧縮後

図 20 圧縮前後の積層造形物の断面観察

表 8 圧縮前後の空隙の面積変化

	面積 $\times 10^3$ px	全体に対する割合 %
圧縮前	155	2.7
圧縮後	45	0.94

### 3.4 まとめ

本研究により、金属シートを用いて金属板を造形できることが示された。その加工特性として断面に空隙が多くみられるものの、圧縮を施すことによって空隙を減少させることができる。今後の課題として、より厚みのある造形物を作製できるようにすることが挙げられる。

### 4. 結言

微細結晶粒を有する板材の製造を目指し、積層造形と圧延を合わせた加工プロセスを検討した。その結果、積層造形した板材に圧延加工を施すことで、従来よりも高強度かつ延性を高められる可能性を示すことができた。また、自作した積層造形と圧延を連続で実施できる装置を用いて、その効果を検証した結果、金属箔を用いた積層造形でも、塑性変形を加えることで、生じた空隙の減少が期待でき、効果的であると考えられる。本研究期間では、積層と圧延の連続加工までには到達できなかったため、その点が今後の課題となる。

### 参考文献

- 1) 大胡田稔：素形材, 55-7 (2014), 54-59.
- 2) 山本ほか：第 68 回塑加連講論 (2017), 93-94.
- 3) 梶野ほか：平 27 塑加春講論 (2015), 155-156.
- 4) 梶野ほか：第 68 回塑加連講論 (2017), 127-128.
- 5) Du et al : Mater. Sci. Tech., 27-12, (2011), 1814 - 1818.
- 6) Somekawa et al : Meta. Mater. Tran., 46A, (2015), 894 - 902