

『金属3Dプリンタ技術の現状と課題』

東北大学 金属材料研究所
○千葉晶彦、

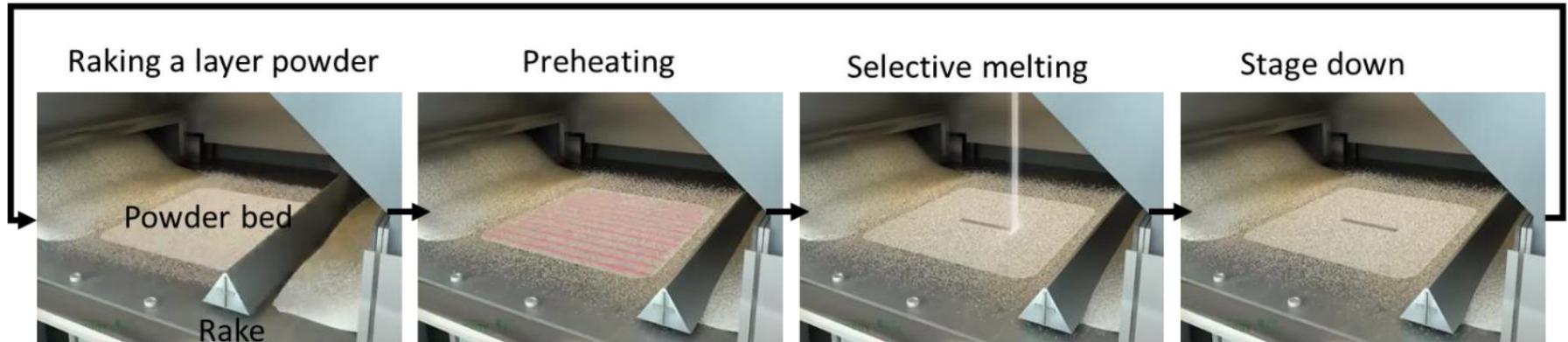
共同研究者：青柳健大、趙宇凡、山中謙太、

発表内容

- ・ 電子ビーム積層造形とレーザー積層造形の特徴
- ・ PBの熔融挙動に及ぼす粉末粒度分布(PSD)の影響
- ・ PB熔融凝固挙動に及ぼす粉末形状の影響 (溶質 trapping)

パウダーベッド溶融方式の積層造形

電子ビームやレーザーを熱源としたパウダーベッド溶融結合



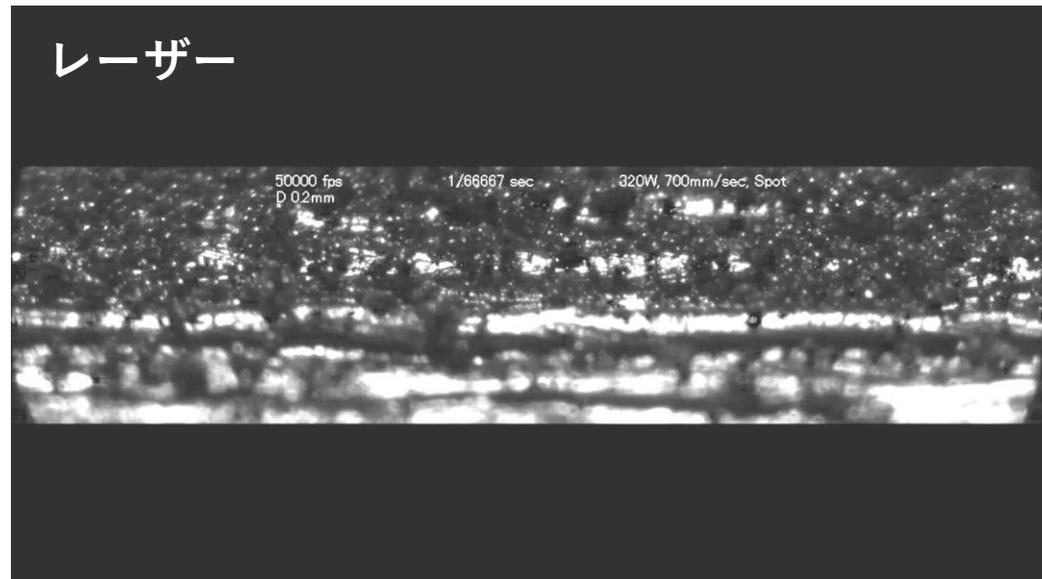
✓ 良好な
粉体流動性
Flowability

良質な
パウダーベッド
spreadability

造形物に内部
欠陥が現れにくい

粉末の流動性は、パウダーベッド方式積層造形において、動的粉末挙動に影響を及ぼす重要な因子である。優れた流動性により、粉末は滑らかに敷き詰められる。(Flowability ≠ spreadability)

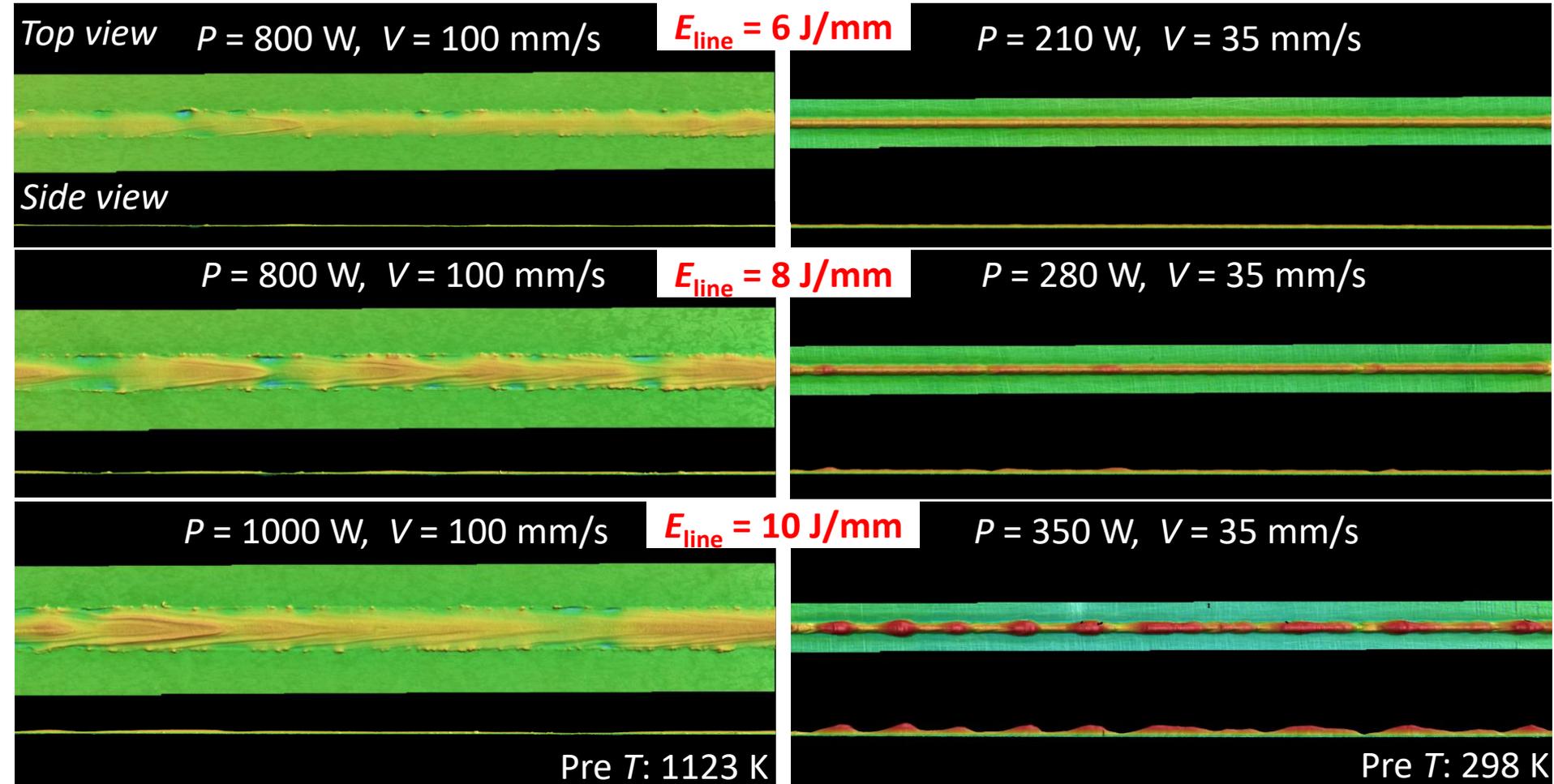
高速度カメラによるMPのモニタリング



EBとLBのsingle-melt-track 試験

初期 T : 1123 K 電子ビーム (Arcam®)

レーザー (Concept laser®) 初期 T : 298 K



1 mm

mm -0.25 -0.125 0 0.125 0.25

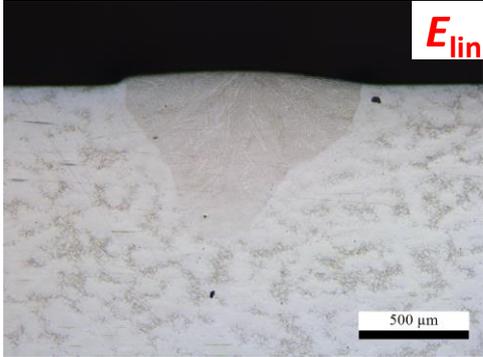
エネルギー密度が高い場合、電子ビームプロセスよりレーザープロセスの方が凹凸が多い。

OM 観察

電子ビーム (Arcam®)

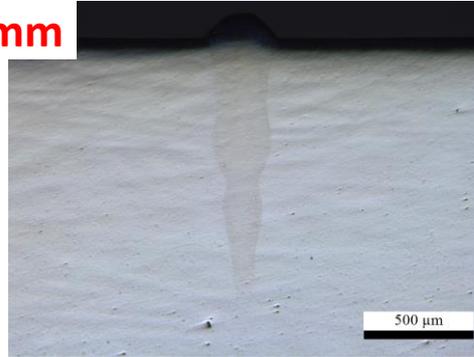
レーザー (Concept laser®)

$P = 800 \text{ W}$,
 $V = 100 \text{ mm/s}$

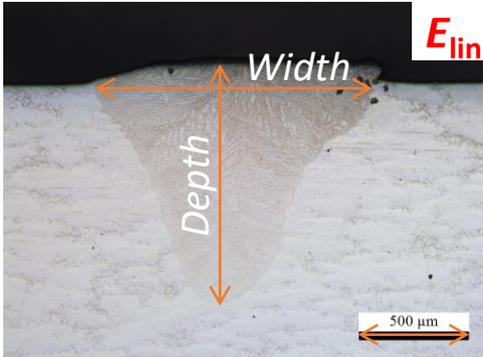


$E_{\text{line}} = 6 \text{ J/mm}$

$P = 210 \text{ W}$,
 $V = 35 \text{ mm/s}$

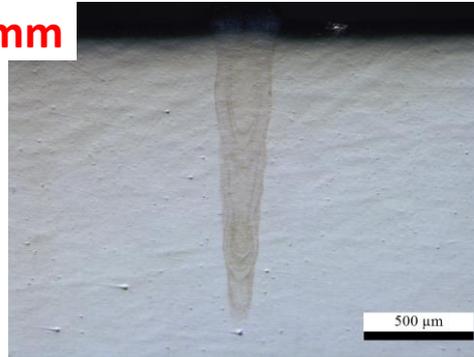


$P = 800 \text{ W}$,
 $V = 100 \text{ mm/s}$

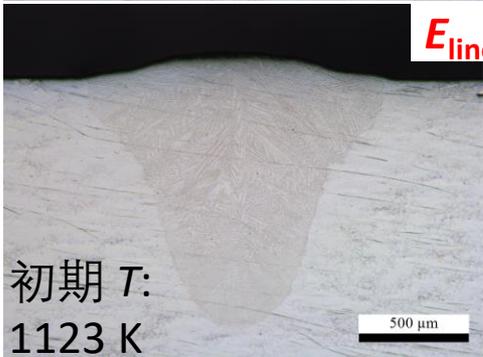


$E_{\text{line}} = 8 \text{ J/mm}$

$P = 280 \text{ W}$,
 $V = 35 \text{ mm/s}$

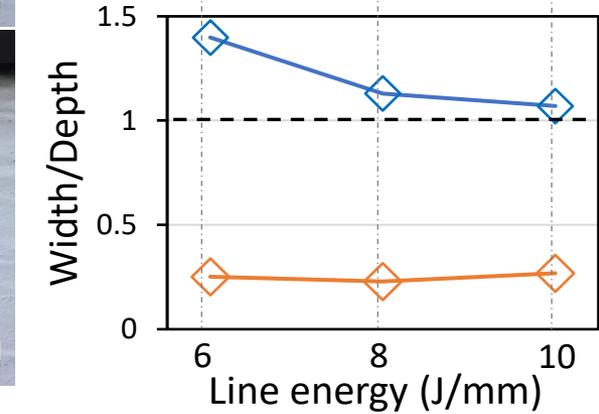
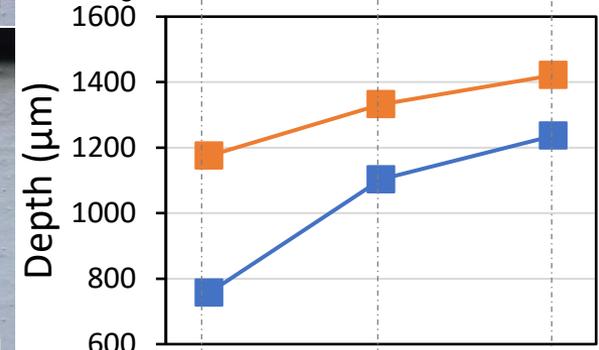
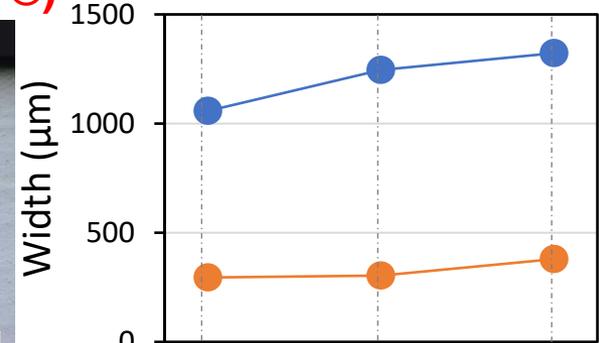
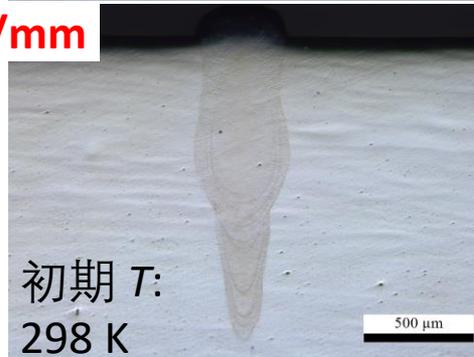


$P = 1000 \text{ W}$,
 $V = 100 \text{ mm/s}$



$E_{\text{line}} = 10 \text{ J/mm}$

$P = 350 \text{ W}$,
 $V = 35 \text{ mm/s}$

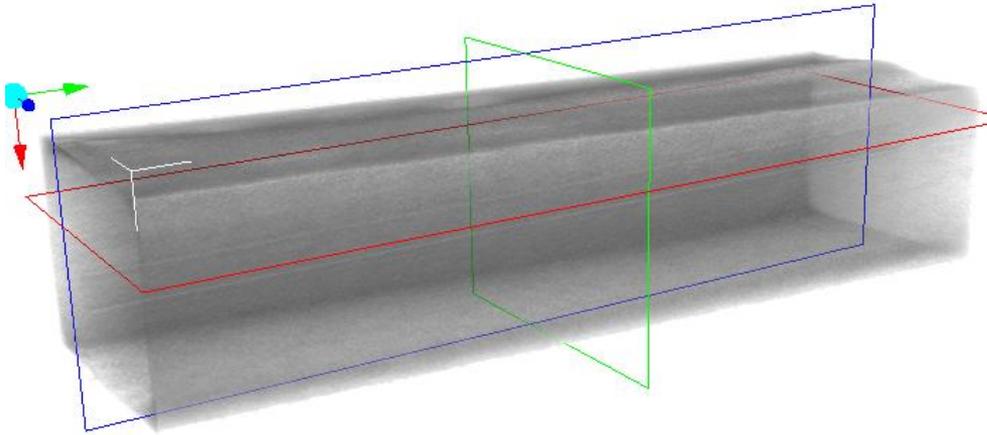


レーザープロセスでは、メルトプールは狭くて深い。

X-CT observation

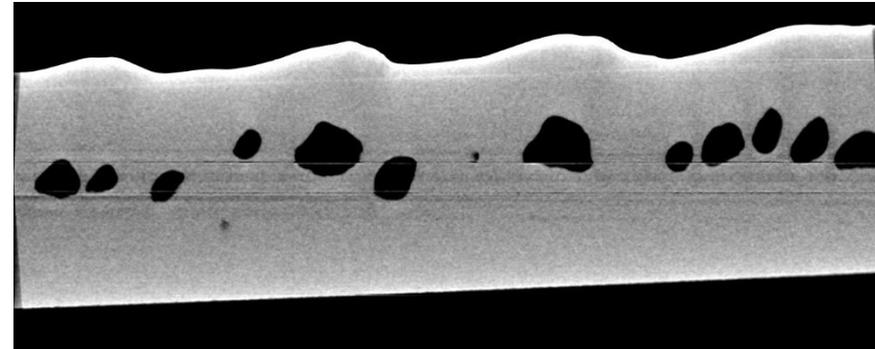
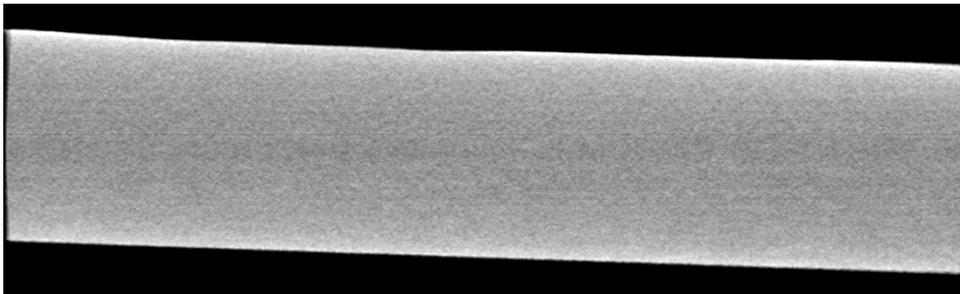
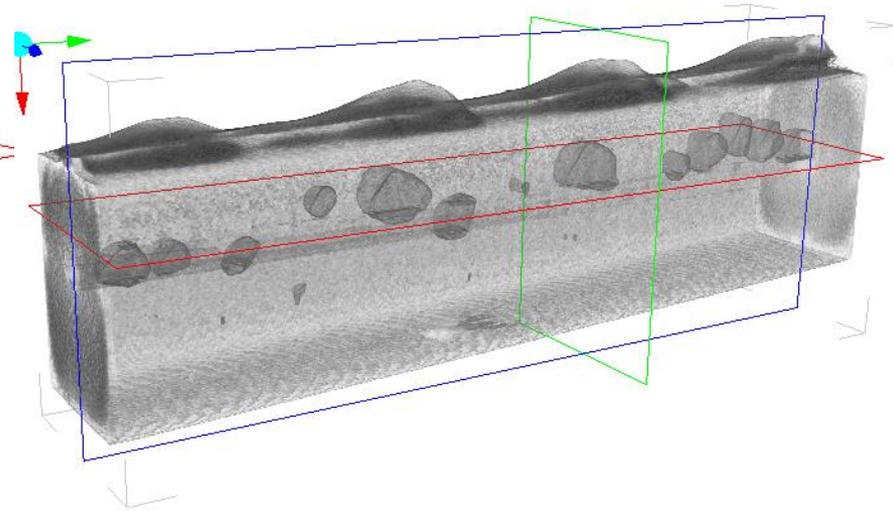
**Electron beam
(Arcam ®)**

Pre T: 1050 °C



**Laser beam
(Concept laser ®)**

Pre T: 25 °C



$P = 1000 \text{ W}, V = 100 \text{ mm/s}$

$E_{\text{line}} = 10 \text{ J/mm}$

$P = 350 \text{ W}, V = 35 \text{ mm/s}$

レーザー溶接における溶融池の形状に及ぼすレーザー
ビーム出力密度の影響

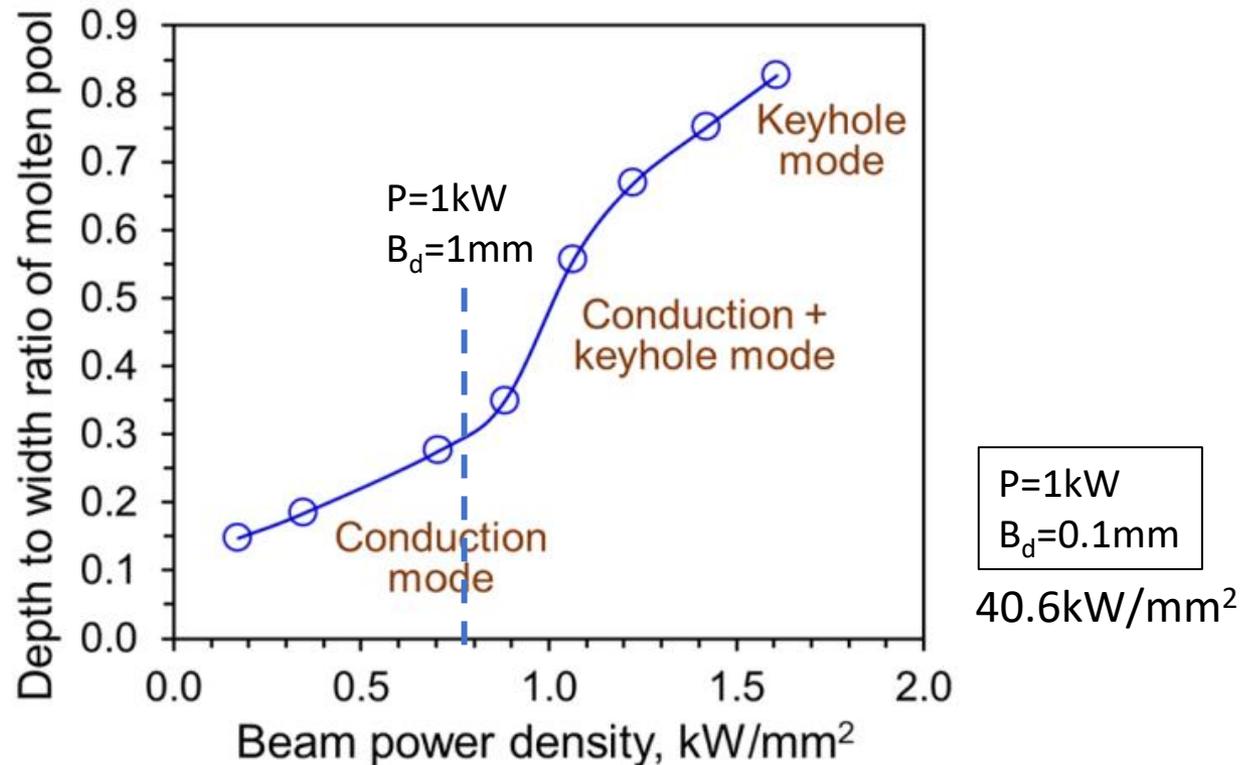


Fig. 2.5. Identification of the three modes in laser welding. Adapted from Buvanashakaran et al. [74].

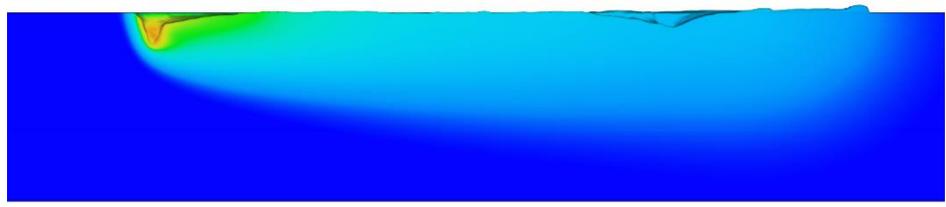
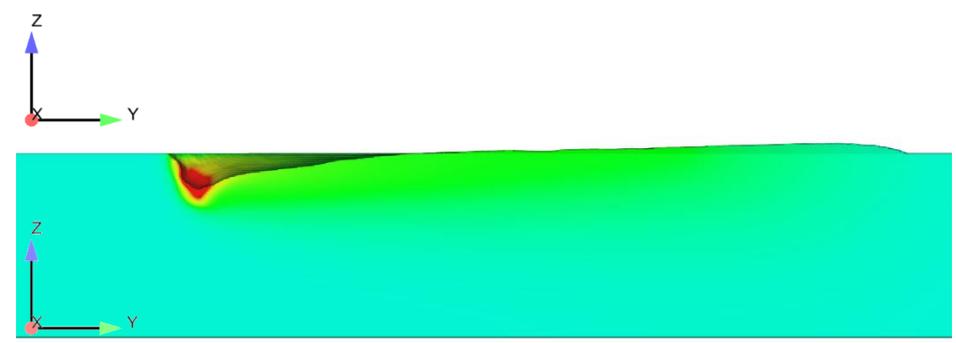
Buvanashakaran G, Shanmugam SN, Sankaranarayanan K, Sabarikanth R. A study of laser welding modes with varying beam energy levels. Proc Inst Mech Eng, Part C: J Mech Eng Sci 2009;223:1141–56.

シミュレーション：結果

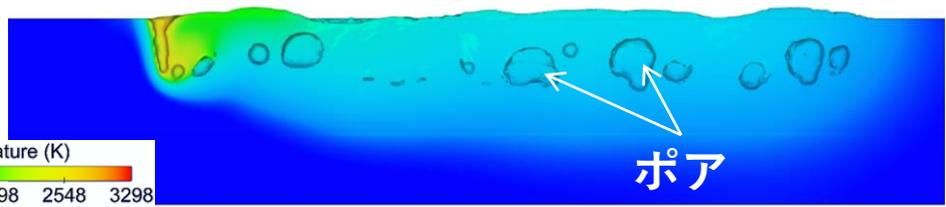
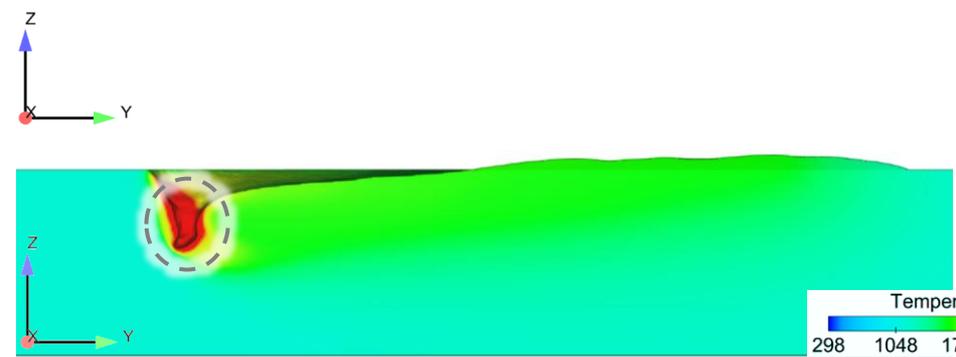
初期 T : 1123 K 電子ビーム (Arcam®)

レーザー (Concept laser®) 初期 T : 298 K

$E_{\text{line}} = 6 \text{ J/mm}$



$E_{\text{line}} = 10 \text{ J/mm}$

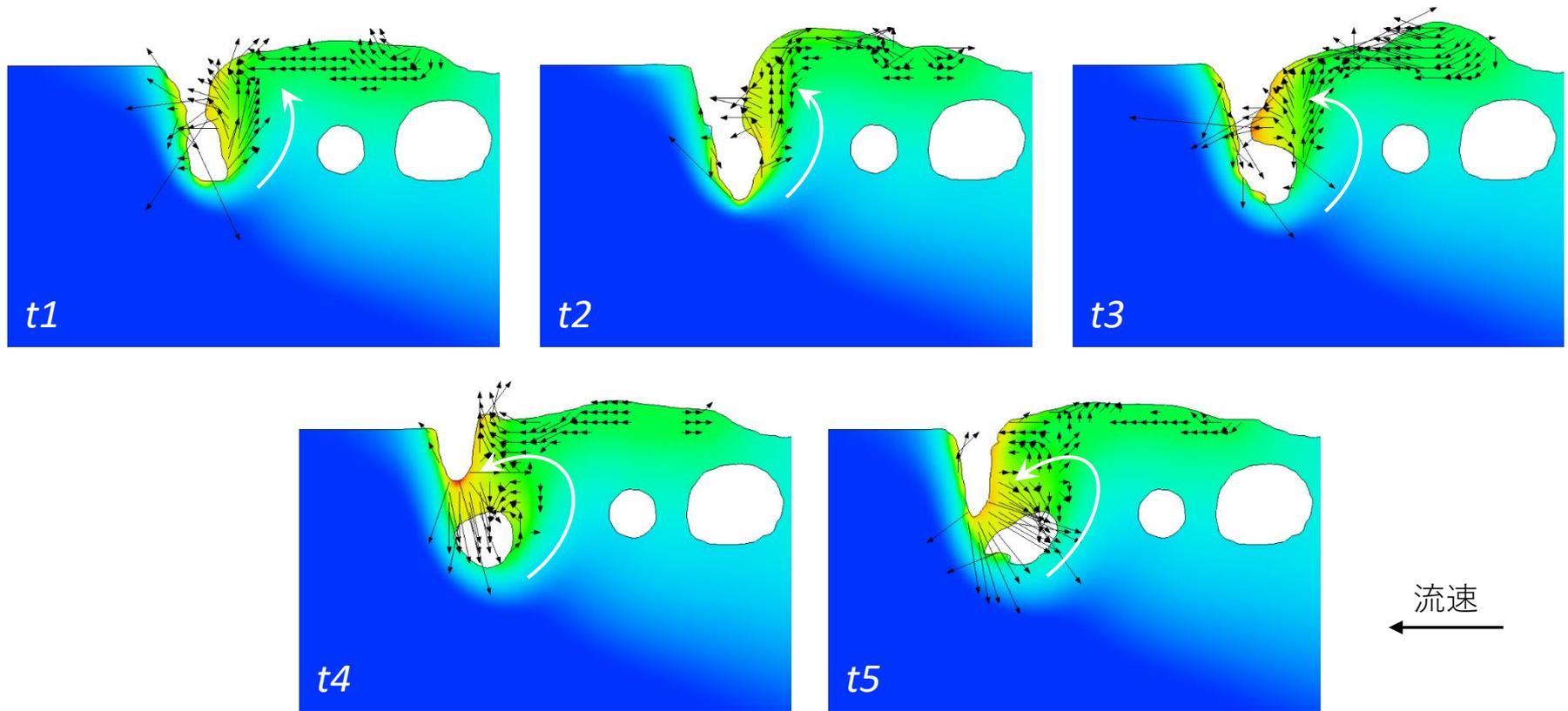


電子ビームプロセスにおいて、深いメルトプールが形成されるが、熱源が経過すると表面に凹凸が形成されずに、内部にもキーホール由来の欠陥は形成されない。

レーザープロセスの場合は、表面に凹凸が形成されて、窪みと盛り上がりが周期的に形成される。内部には、キーホール由来の欠陥が多数形成される。

シミュレーション：結果

キーホール由来の欠陥の形成



不安定なキーホールは崩壊し、ボイドが形成される。ボイドはメルトプールの後ろに移動する際、前進する凝固界面に閉じ込められるため、ポアが生じる。

電子ビームとレーザーの両熱源の特徴と加工条件に基づき、メルトプールの不安定性に対する種々の物理的効果の影響について、シミュレーションを通して考察する。

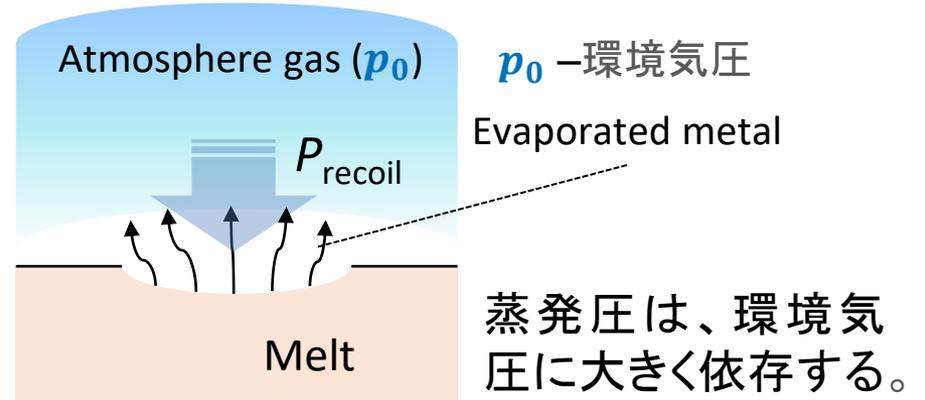
シミュレーション：考察

①メルトプール挙動に対する蒸発圧の影響

蒸発圧 (Vapor recoil pressure):

エネルギー密度が高い場合、溶融部界面が蒸発し、その反力によって界面が凹んで深くなり、メルトの不安定性が向上される。

$$p_{\text{recoil}}(T) = A p_0 \exp \left[\frac{\Delta H_{\text{LV}}(T - T_V)}{RTT_V} \right]$$

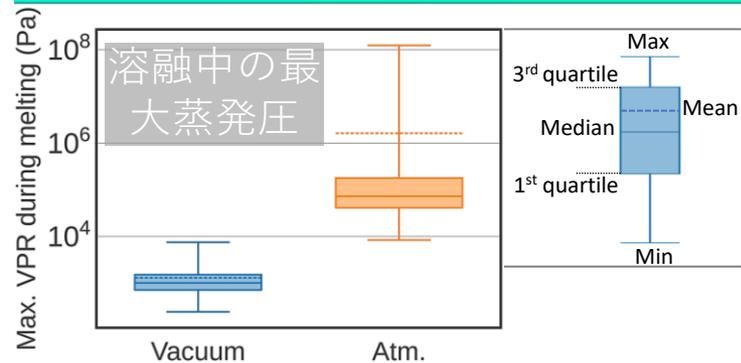
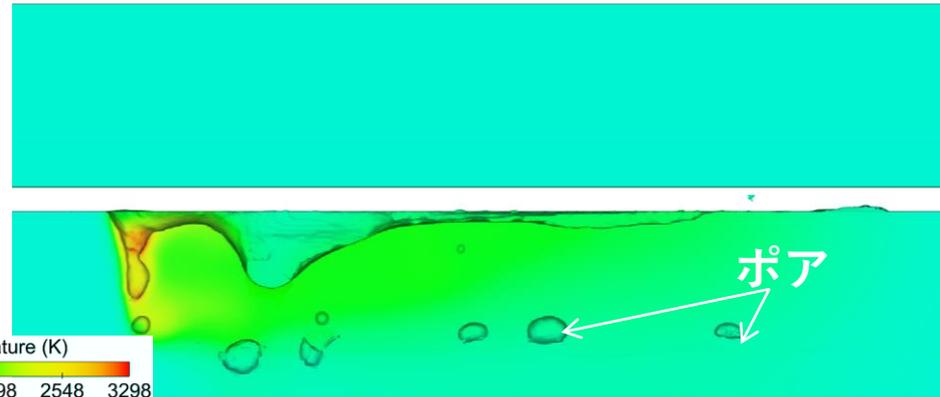
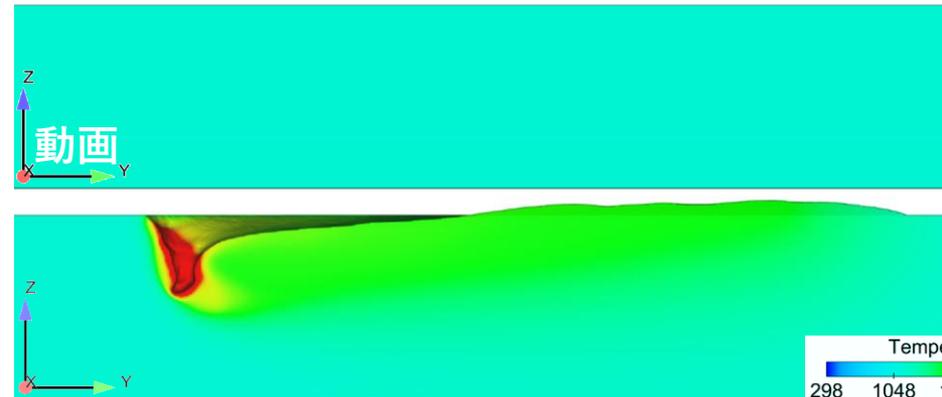


✗ 大気圧(101000 Pa)



真空(0.1 Pa)

初期 $T: 1123 \text{ K}; E_{\text{line}} = 10 \text{ J/mm}$



環境気圧は蒸発圧の大きさを決める。電子ビームプロセスの真空条件において、メルトプールの安定性に対する蒸発圧の悪影響は最小限に抑えられる。

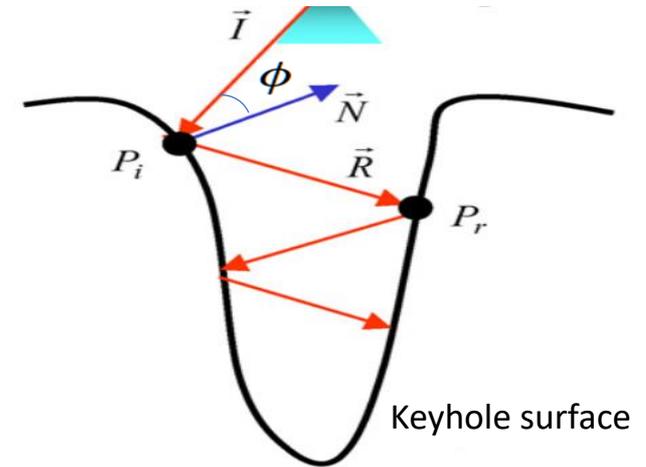
②メルトプール挙動に対する多重反射の影響

レーザー多重反射 (Laser multiple reflection):

キーホールで吸収されるレーザーのエネルギーは、ガウス分布の表面熱流束にフレネル吸収モデルを適用して計算する。

Fresnel Reflection: $\vec{R} = \vec{I} + 2(-\vec{I} \cdot \vec{N})\vec{N}$,

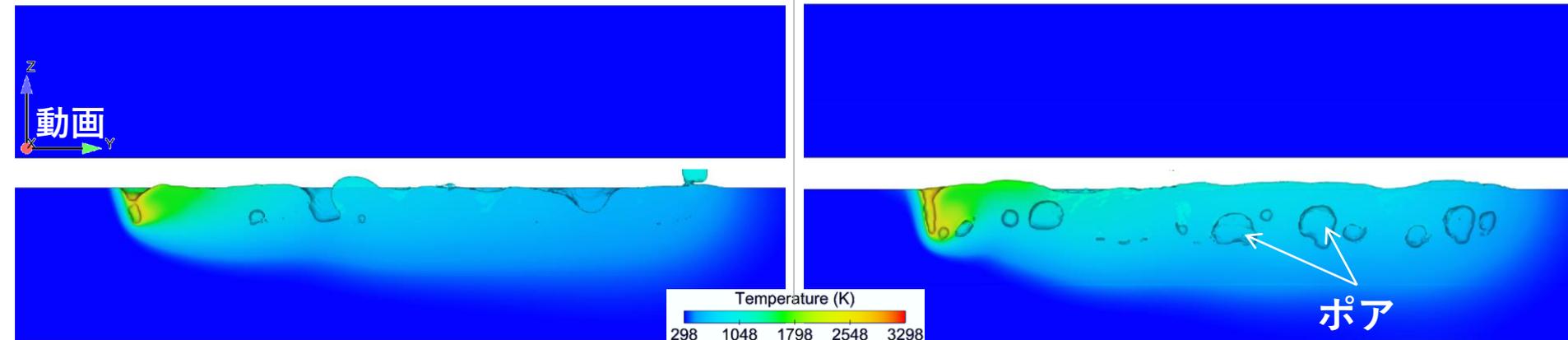
$$R = \frac{1}{2} \left(\frac{1 + (1 - \varepsilon \cos \phi)^2}{1 + (1 + \varepsilon \cos \phi)^2} + \frac{\varepsilon^2 - 2\varepsilon \cos \phi + 2 \cos^2 \phi}{\varepsilon^2 + 2\varepsilon \cos \phi + 2 \cos^2 \phi} \right)$$



✓ 多重反射無効

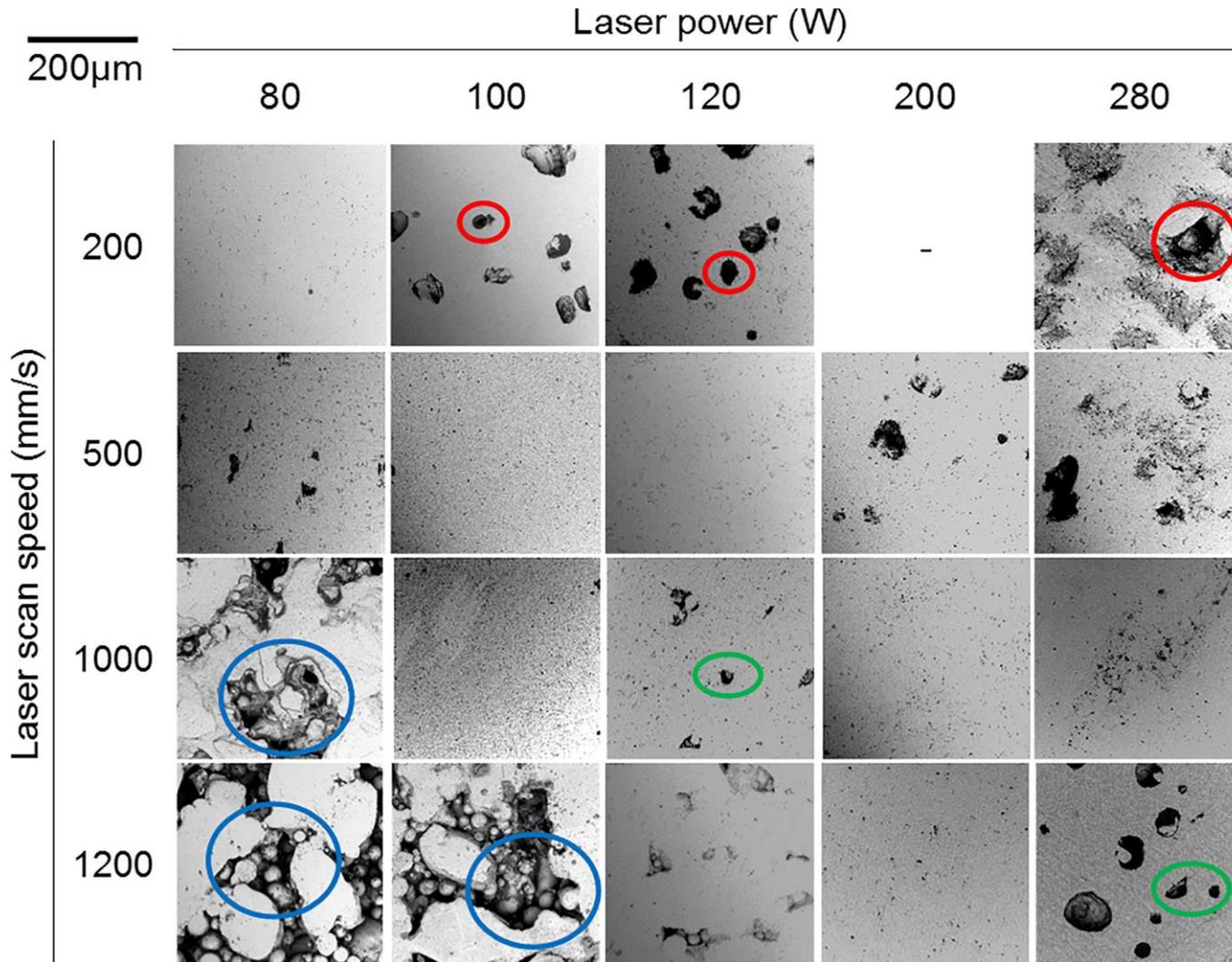
初期 T : 298 K

✗ 多重反射有効



* 無効：2回目以上の反射の無効化 レーザープロセス ($E_{line} = 10 \text{ J/mm}$)

多重反射が無効化されると、内部欠陥の形成傾向も減少する。



Majumdar T, Bazin T, Massahud Carvalho Ribeiro E, Frith JE, Birbilis N (2019) Understanding the effects of PBF process parameter interplay on Ti-6Al-4V surface properties. PLoS ONE 14(8): e0221198. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0221198>

Secondary electron micrographs of polished surfaces corresponding to various laser parameter combinations. Burn-through pores circled in red, lack of fusion pores (with partially melted particles) circled in blue, and near-spherical pores circled in green.



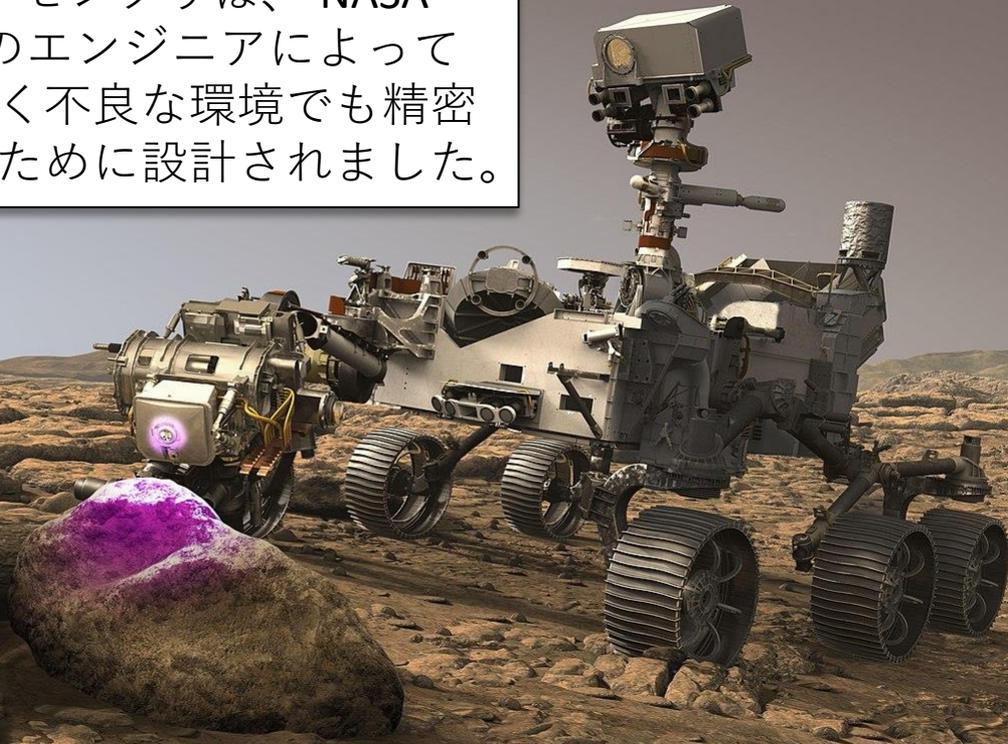
Case Study

火星探査車パーシビアランス

惑星計測器PIXLのアセンブリ製造
ミッションを達成した精密積層造形

$\varnothing (3.5)$
 $+0.03$
 $R 0.3$

2020年7月に打ち上げられた、パーシビアランスの重要な搭載機器は、**X線分析装置により岩石の組成を分析する惑星計測器(PIXL: Planetary Instrument for X-ray Lithochemistry)**です。ロボットカンチレバーアームの端部から張り出した部位に取り付けられたPIXLアセンブリは、NASAジェット推進研究所(JPL)のエンジニアによって設計され、物理的に厳しく不良な環境でも精密な化学分析や実験を行うために設計されました。



積層造形の進化を促進する

Carpenter AdditiveにとってPIXLプロジェクトは挑戦でした。
問題を解決し、繰り返し検証する事で、最終的に新たな積層造形プロセスを
生み出しました。

- 部品の特徴と表面機械加工技術に関する蓄積
- 最適なサポート構造
 - HIP時の歪みを防止するための洗練されたサポート
 - ウエハース形状の断片、ピン形状やラティス形状の永久サポートを含む実験により導き出された厳しい公差を満たす内部サポート
- 薄肉強度の限界値が向上
- 浸食による影響対応のために選択的に厚くした壁



発表内容

- ・ 電子ビーム積層造形とレーザー積層造形の特徴
- ・ PBの熔融挙動に及ぼす粉末粒度分布(PSD)の影響
- ・ PB熔融凝固挙動に及ぼす粉末形状の影響（溶質 trapping）

パウダーベッドの熔融・凝固

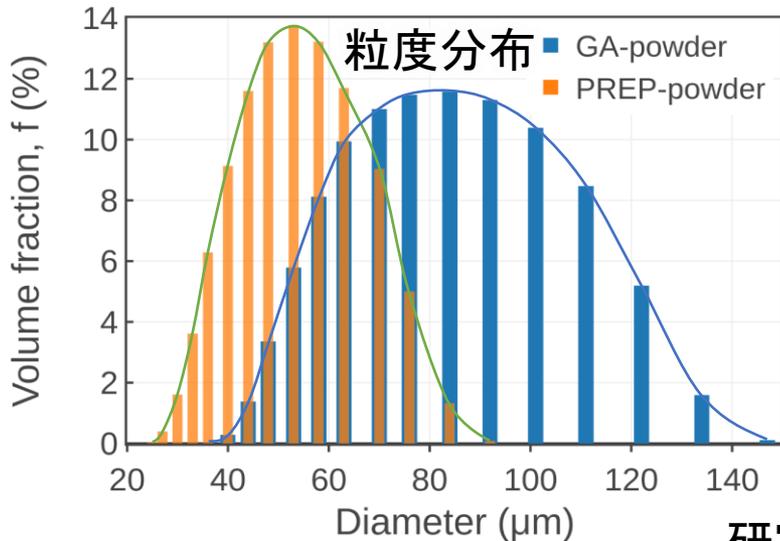
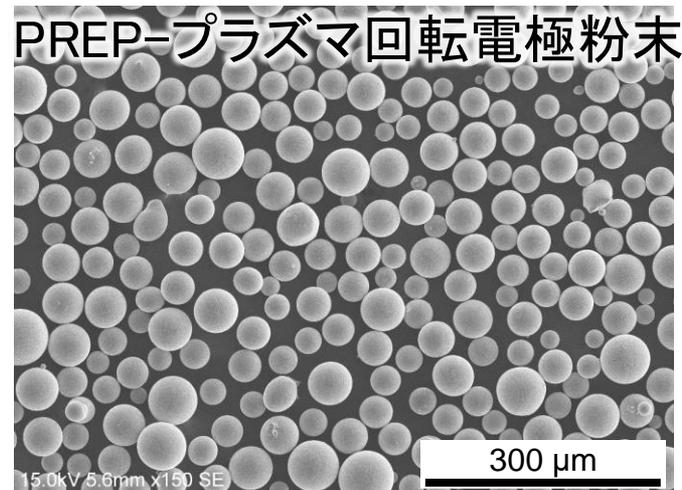
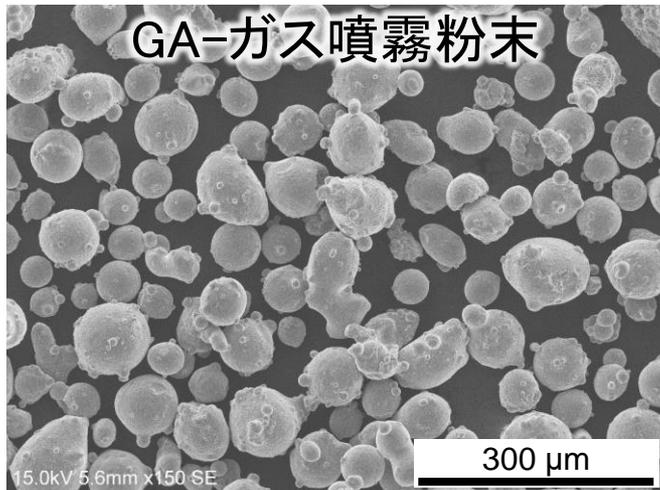
粉末の粒度分布（PSD）の違いにより、パウダーベッドの
熔融凝固挙動がどの様に影響を受けるか

Yufan Zhao, Yuichiro Koizumi, Kenta Aoyagi, Kenta Yamanaka, Akihiko Chiba

Thermal properties of powder beds in energy absorption and heat transfer during additive manufacturing with electron beam, Powder Technology, 381 (2021) 44–54.

[doi:10.1016/j.powtec.2020.11.082](https://doi.org/10.1016/j.powtec.2020.11.082)

粉末の粒度分布 (PSD) の違いにより溶融挙動は異なる？



Parameters	Values
Particle density, ρ_a	8287 kg/m ³
Young's modulus, E	220 GPa
Poisson's ratio, ν	0.30
Friction angle, ϕ	GA:29°; PREP: 24°
Restitution coefficient, e	0.15

研究内容

数値シミュレーションを使ってEBMでのパウダーベッドの溶融プロセスで、粉末層の特徴 (空間配列と粒度分布)の影響について研究する。

メルトプールの安定性における粉末層の役割について

粉末無し

$P = 600\text{ W}$

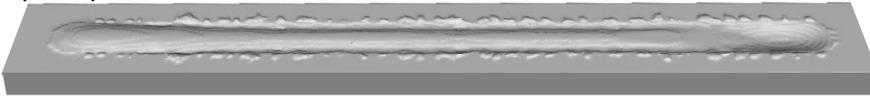
(a-1) $V = 300\text{ mm/s}$



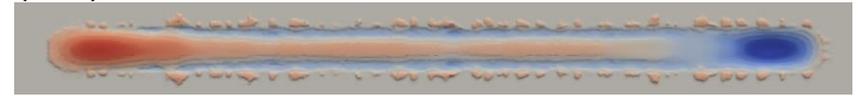
(a-2) $V = 300\text{ mm/s}$



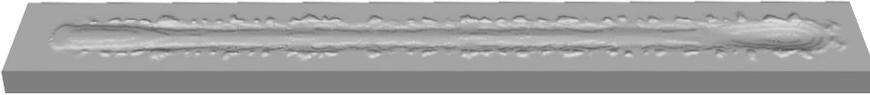
(b-1) $V = 1000\text{ mm/s}$



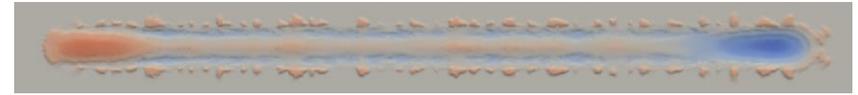
(b-2) $V = 1000\text{ mm/s}$



(c-1) $V = 1500\text{ mm/s}$



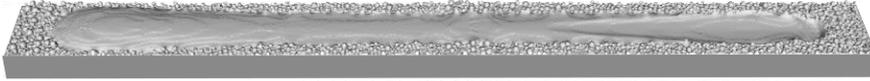
(c-2) $V = 1500\text{ mm/s}$



一層粉末

$P = 600\text{ W}$

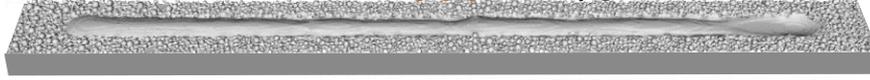
(d-1) $V = 300\text{ mm/s}$



(d-2) $V = 300\text{ mm/s}$



(e-1) $V = 1000\text{ mm/s}$



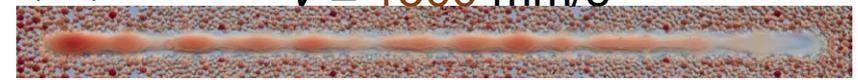
(e-2) $V = 1000\text{ mm/s}$



(f-1) $V = 1500\text{ mm/s}$



(f-2) $V = 1500\text{ mm/s}$



Beam scan direction →

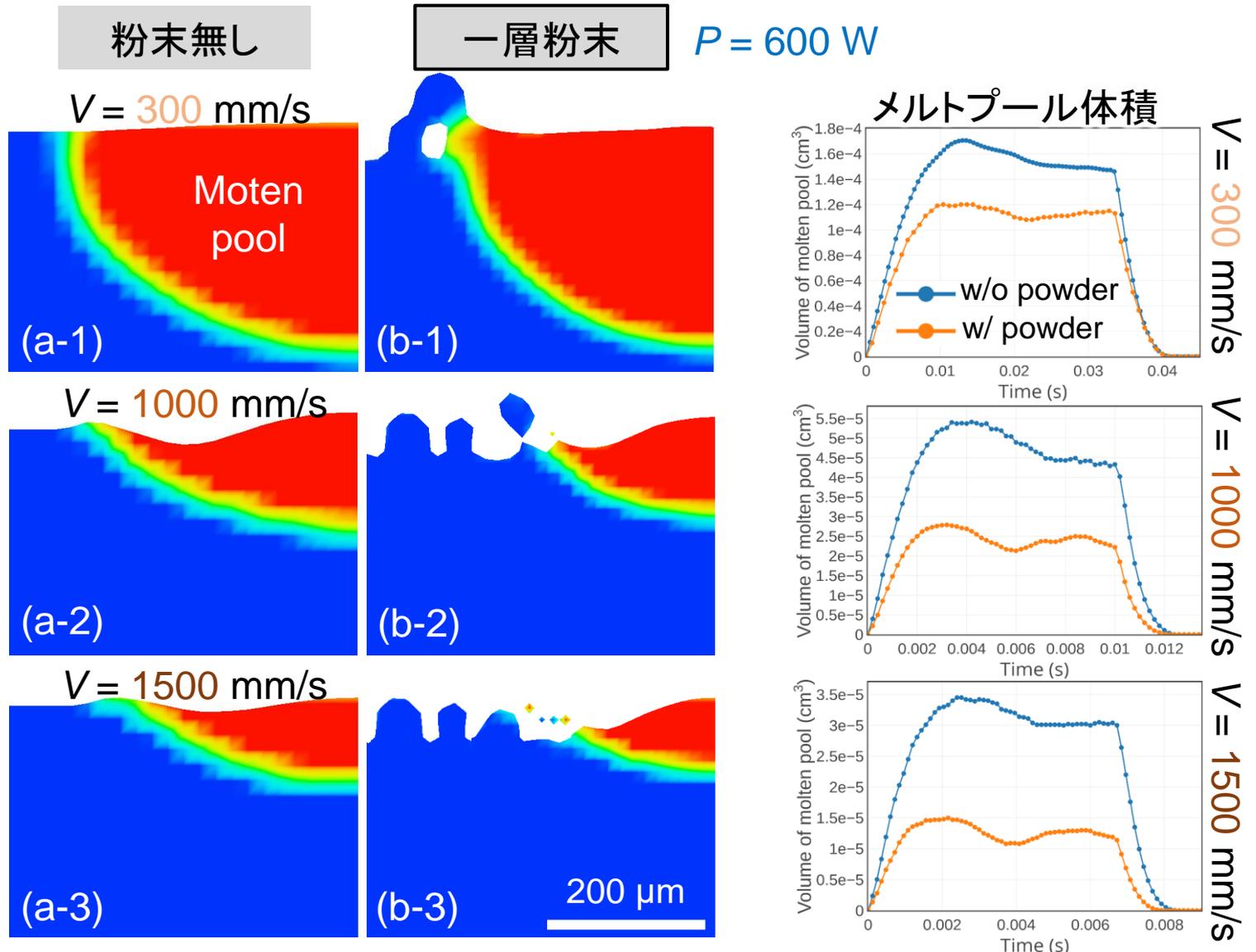
2 mm

Height (μm)

A color scale for height in micrometers, ranging from -70 to 70. The scale is linear, with -70 represented by dark blue, 0 by white, and 70 by dark red.

- 粉末層の存在は、メルトプールの乱れに繋がる。比較的高い走査速度でのメルトトラックでは、不連続とBalling欠陥が生じやすい。

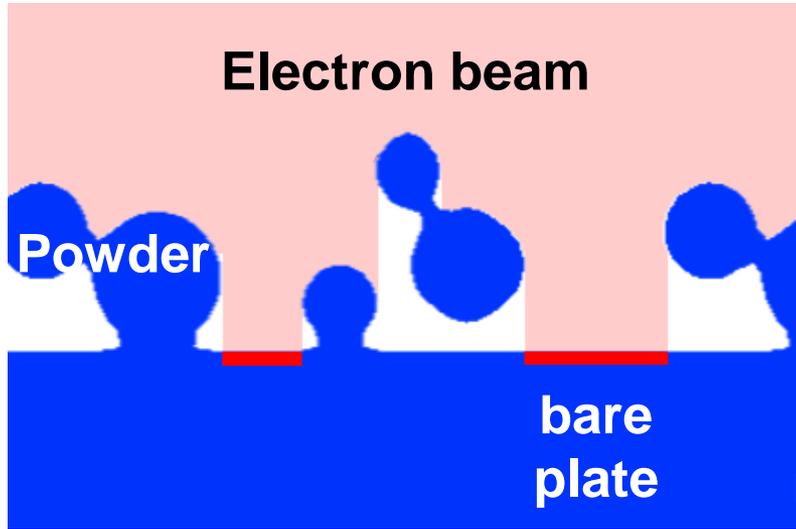
マルチプールの安定性における粉末層の役割について



- マルチプール体積は、粉末なしのほうが、粉末ありのほうがより大きい。
 ⇒ 粉末層の存在により、熱伝達条件が変えられる。

パウダーベッドの熱物性

熱伝導と熱放射が粉末層の有無により異なる



$$Q_{\text{bed}} = \frac{\eta P}{\pi r^2} - \varepsilon_{\text{bed}} \sigma A (T_s^4 - T_a^4)$$

パウダーベッド
表面における
吸収した熱流

電子ビームの
エネルギー

熱放射(Stefan-
Boltzmann Law)

パウダーベッド: Powder + Solid

パウダーベッドの放射率:

$$\varepsilon_{\text{bed}} = F_{\text{powder}} \varepsilon_{\text{powder}} + (1 - F_{\text{powder}}) \varepsilon_{\text{bare plate}}$$

F_{powder} : パウダーが占める投影面積率

$$\varepsilon_{\text{powder}} = A_h \varepsilon_h + (1 - A_h) \varepsilon_{\text{solid}}$$

A_h : Area fraction of the surface occupied by holes.
 ε_h : The emissivity of the holes ε_h is a function of solid emissivity and the packing porosity φ .

$$A_h = \frac{0.908\varphi^2}{1.908\varphi^2 - 2\varphi + 1},$$

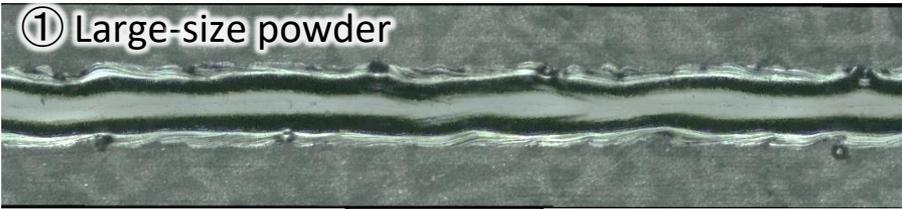
$$\varepsilon_h = \frac{\varepsilon_{\text{solid}} \left[2 + 3.082 \left(\frac{1-\varphi}{\varphi} \right)^2 \right]}{\varepsilon_{\text{solid}} \left[1 + 3.082 \left(\frac{1-\varphi}{\varphi} \right)^2 \right] + 1}.$$

Experimental verification

Sing-track melting experiments

Co-Cr-Mo powder & Co-Cr-Mo plate

$P = 300$ W, $V = 1000$ mm/s



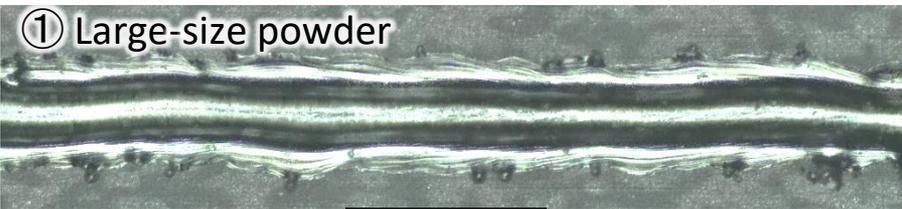
Low ϵ_{bed}



High ϵ_{bed}

1 mm

$P = 600$ W, $V = 1000$ mm/s



Low ϵ_{bed}



High ϵ_{bed}

1 mm

- 実験結果とシミュレーション予測の間には大きな一致が示されました。
- 高出力条件下では、小サイズの粉末を使用した溶融トラックの表面品質が改善されました。

➡ 与えられた層の厚さの下では、全体のサイズが小さい粉体層を溶融するには、比較的大量の入力エネルギーが適切です。

溶融プロセスに対するPSDの影響

熱放射がパウダーベッド溶融に与える影響を調べる

$$Q_{\text{bed}} = \frac{\eta P}{\pi r^2} - \epsilon_{\text{bed}} \sigma S (T_s^4 - T_a^4)$$

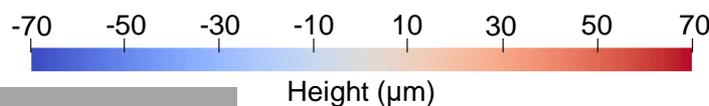
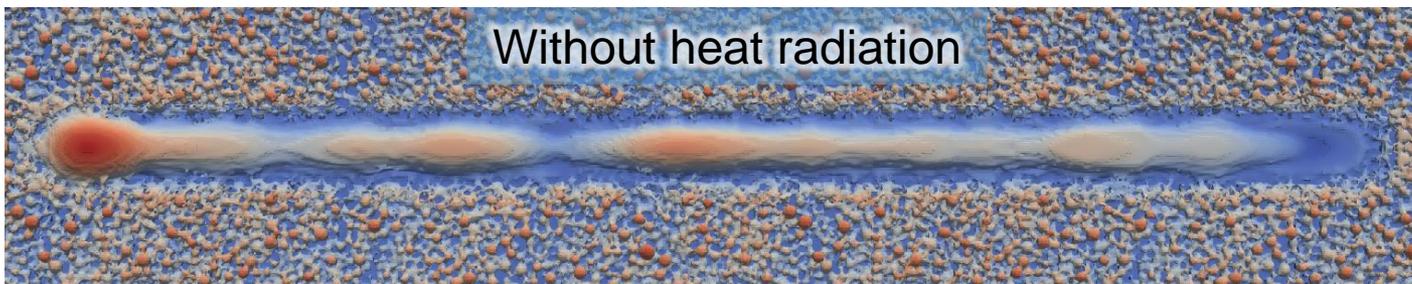
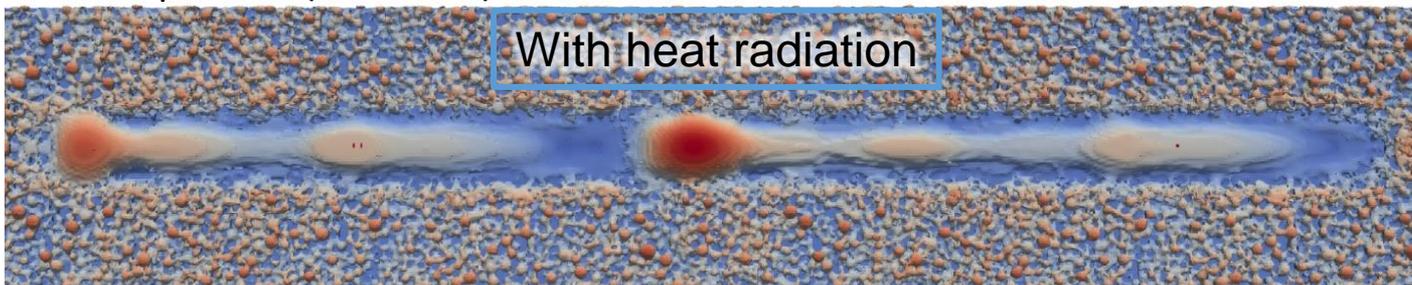
High ϵ_{bed}

Decreased energy absorption

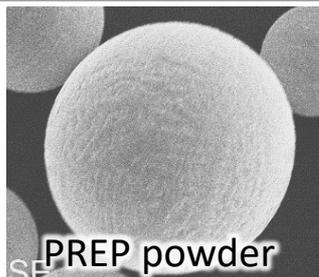
Insufficient melting

CoCrMo powder (small size): $P = 300 \text{ W}$, $V = 1000 \text{ mm/s}$

Simulation



Powder with different shape



異なる表面状態の異なる粉末タイプ

PBF-EBの溶融プロセスに及ぼす粉末形状の影響を調査する。

発表内容

- ・ 電子ビーム積層造形とレーザー積層造形の特徴
- ・ PBの熔融挙動に及ぼす粉末粒度分布(PSD)の影響
- ・ PB熔融凝固挙動に及ぼす粉末形状の影響 (溶質 trapping)

パウダーベッドの熔融・凝固

粉末形状が電子ビーム積層造形の熔融凝固挙動に与える影響について調べる。

- Co-28Cr-6Mo 合金
- **インコネル718合金**

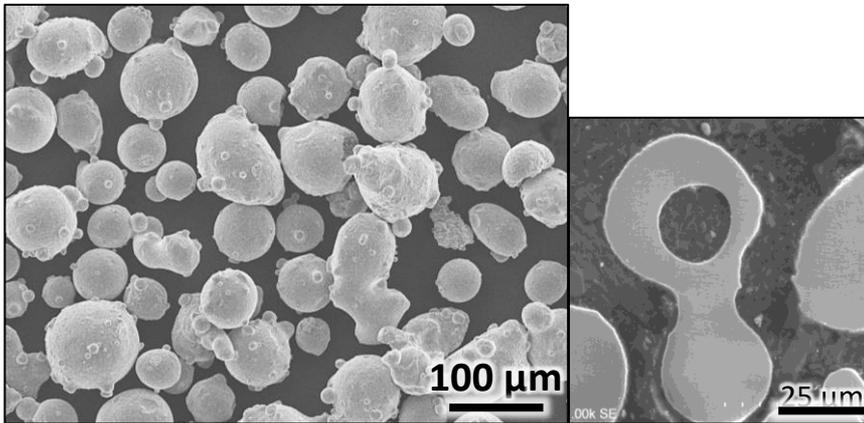
Yufan Zhao, Kenta Aoyagi, Yohei Daino, Kenta Yamanaka, Akihiko Chiba
Significance of powder feedstock characteristics in defect suppression of additively manufactured Inconel 718,
Additive Manufacturing, 34 (2020) 101277.
[doi:10.1016/j.addma.2020.101277](https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101277)

Materials and EB-PBF processing

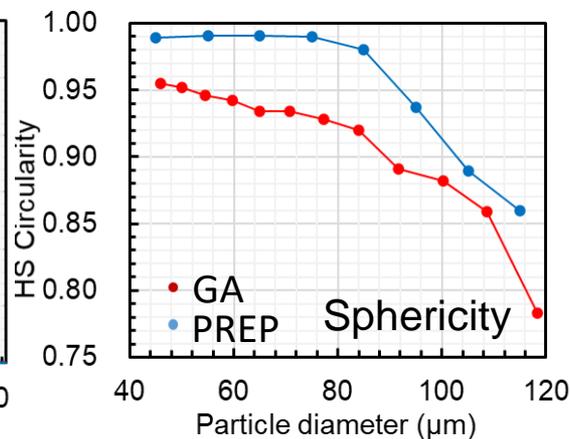
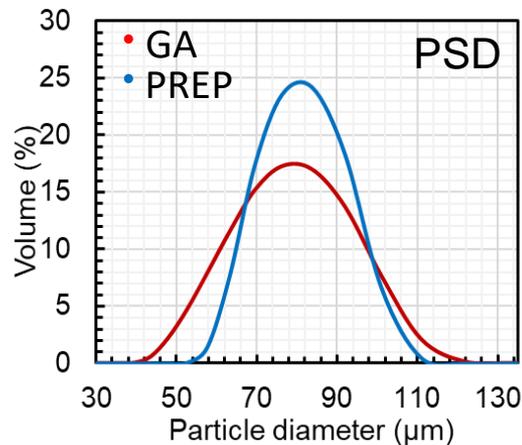
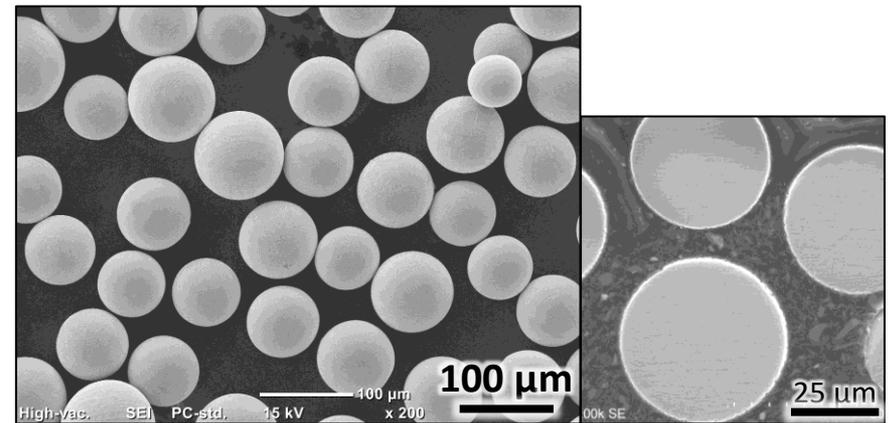
Inconel 718 (IN718) alloy
powders fabricated by two
methods: GA & PREP

(mass%)	Ni	Cr	Mo	Al	Ti	Nb	Mn	C	N	Fe
(i)	52.43	18.90	3.05	0.49	0.89	4.99	0.15	0.039	0.072	Bal.
(ii)	52.60	18.60	3.00	0.65	0.99	5.20	0.05	0.045	0.006	Bal.

i. Gas atomization (GA)



ii. Plasma rotating electrode process (PREP)

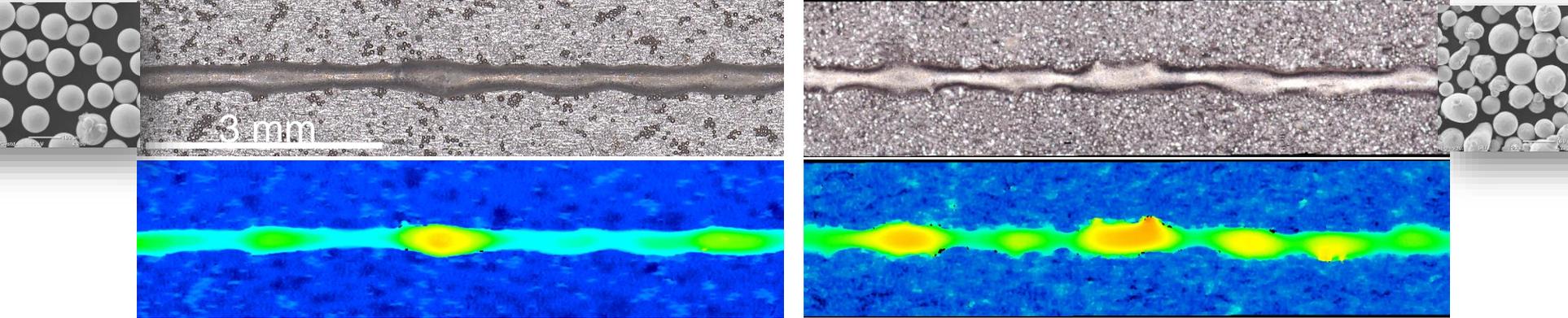


合金粉末特性(形状)とパウダーベッドの溶融挙動の関係

✓ PREP-powder

$P = 300 \text{ W}$, $V = 1000 \text{ mm/s}$

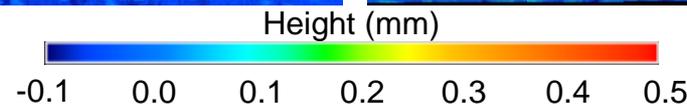
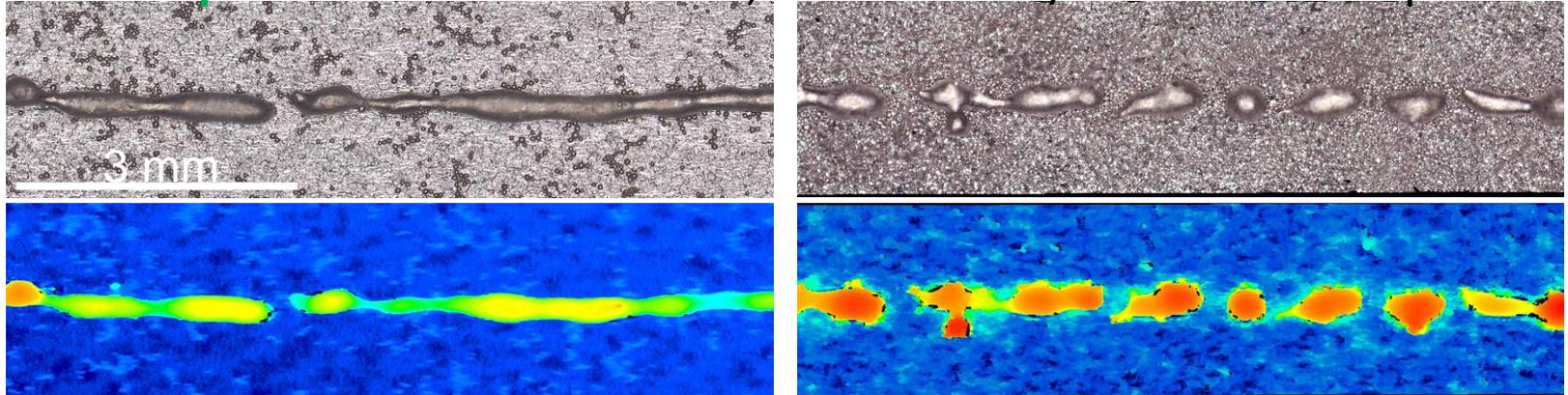
✗ GA-powder



✓ PREP-powder

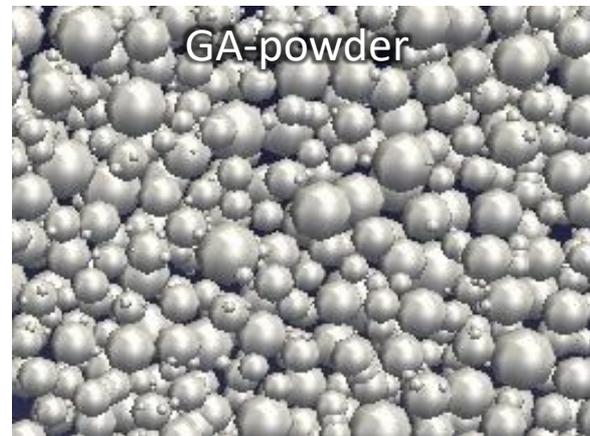
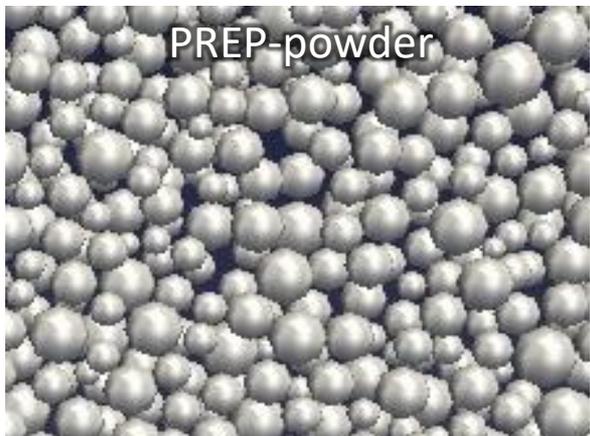
$P = 300 \text{ W}$, $V = 1500 \text{ mm/s}$

✗ GA-powder



真円度の高いPREP粉末は、溶融池の安定性に優れ、プロセスウィンドウの拡大に効果を発揮する。

PBの溶融に対する粉末形状の影響



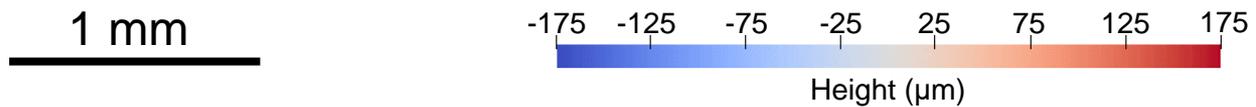
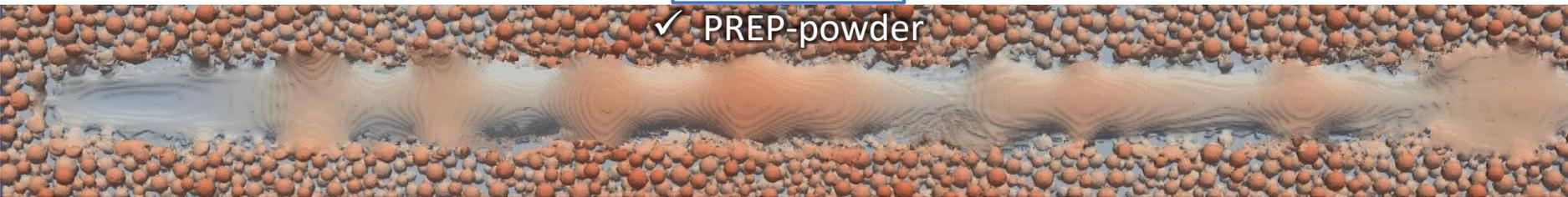
DEM simulated powder bed with different powder type

	Packing density	Surface area (cm ²)
PREP	0.3084	38.3285
GA	0.3507	46.8526

Inconel 718: $P = 300 \text{ W}$, $V = 1000 \text{ mm/s}$

Simulation

$$P_{\text{bed}} = \eta P - \varepsilon_{\text{bed}} \sigma A T_s^4$$



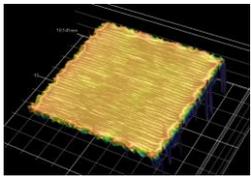
Large total surface area of GA-powder bed

High ε_{bed}

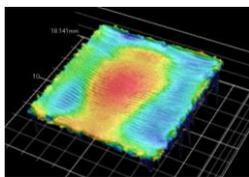
Decreased energy absorption

Insufficient melting and wetting

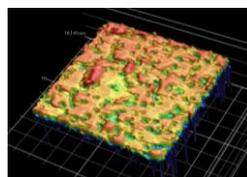
High balling tendency



Dense & Even



Uneven



Porous

Surface roughness
&
Density



Process window

Dense & Even

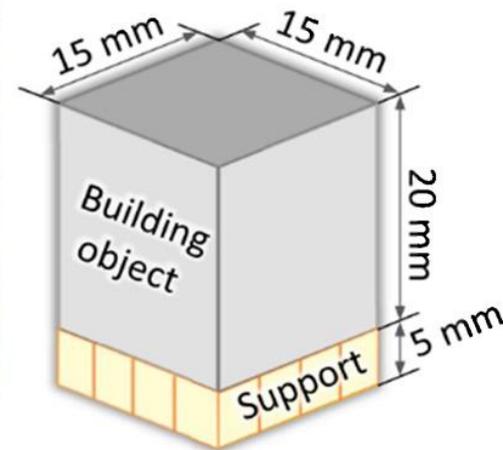
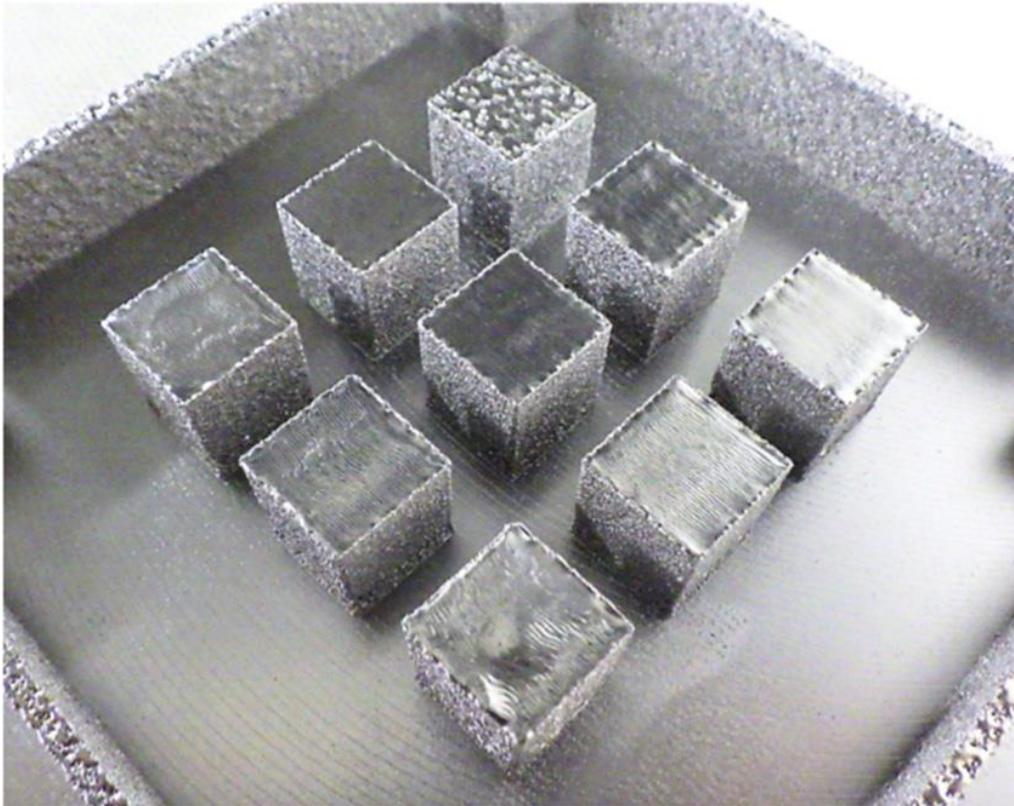


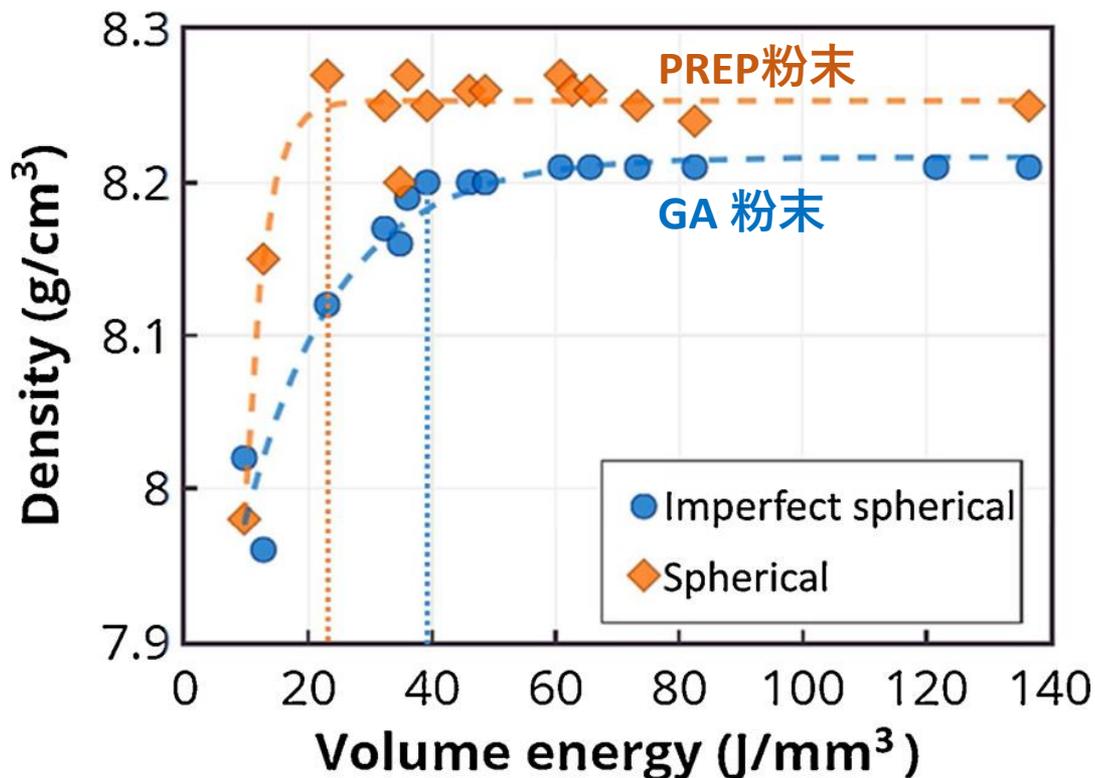
Fig. 3. One batch of Inconel 718 cuboid samples with dimensions of 15 mm × 15 mm × 20 mm fabricated on a SUS304 substrate.

加えられた体積エネルギーによるサンプル密度の変化

それぞれの安定した密度値に到達するために、GA粉末はPREP粉末よりも多くのエネルギーを必要とする。

PREP粉末：低エネルギー入熱で高密度化する

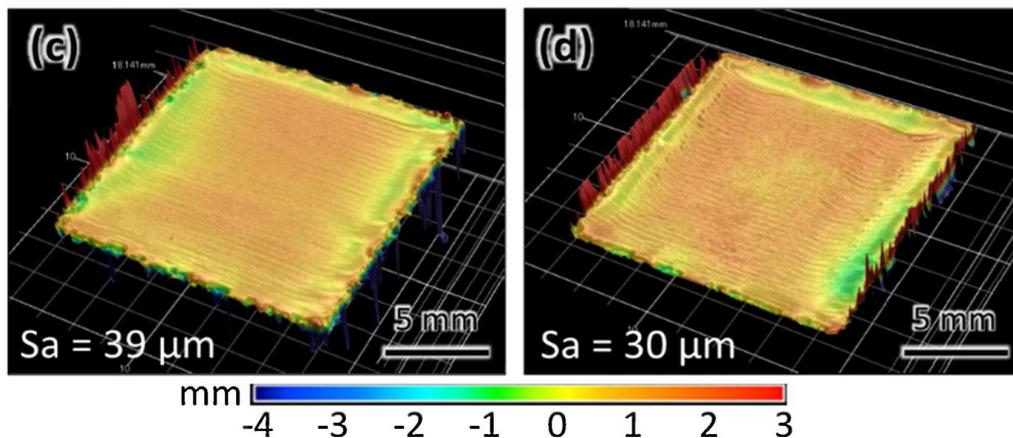
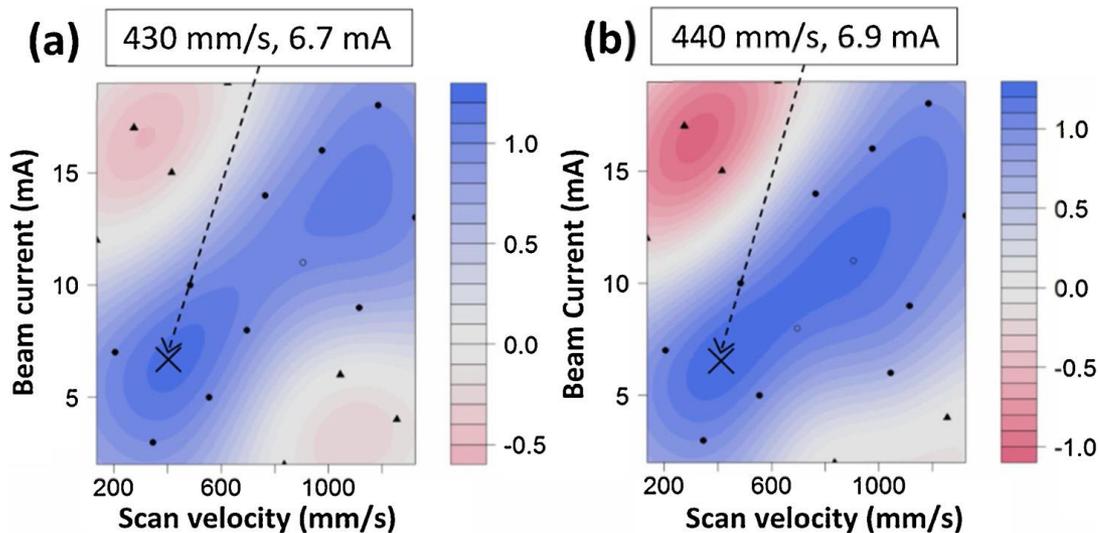
溶けやすく高密度化しやすい



GA粉とPREP粉のそれぞれの最適プロセス条件を機械学習法を用いて探索

ガスアトマイズ (GA) 粉末

PREP粉末

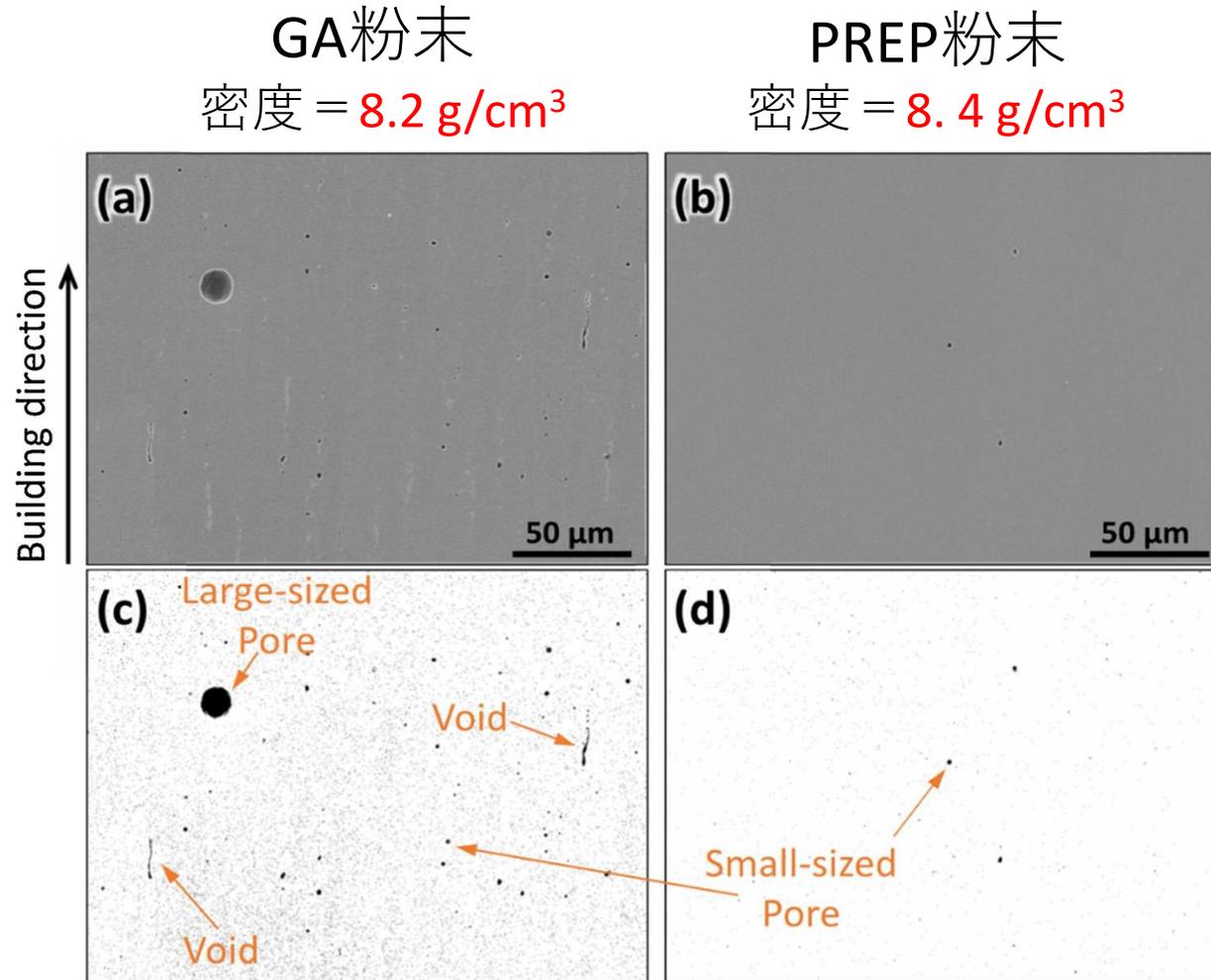


Additive Manufacturing, 27 (2019) 353–362. [doi:10.1016/j.addma.2019.03.013](https://doi.org/10.1016/j.addma.2019.03.013)

Kenta Aoyagi, Hao Wang, Hideki Sudo, Akihiko Chiba

内部欠陥形成に及ぼす粉末形状の影響

最適プロセス条件で作製された造形物の欠陥形成（電子ビーム積層造形）



造形方向に平行な断面のSEM画像。(a)と(c)はGA粉末。(b)と(d)はPREP粉末の造形物。(c)と(d)は対応する2値化画像。

内部欠陥形成に及ぼす粉末形状の影響

GA sample

PREP sample

ポイドは、凝固中にデンドライト間隙への偏析、不十分な液体供給に起因するデンドライト収縮と考えられる。

収縮孔の形成傾向*

$$Shrinkage = \frac{\rho_s - \rho_l}{\rho_s}$$

Solid density Liquid density

MC carbide - (Nb, Ti)C

Laves phase - (Ni, Cr)₂(Nb, Ti)

密度:

Nb, Ti, Cr, C < Ni (matrix)

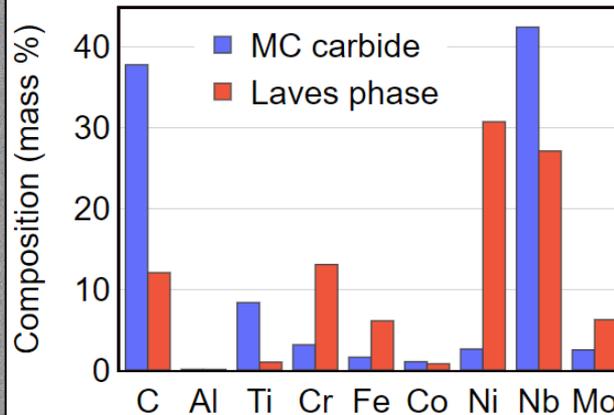
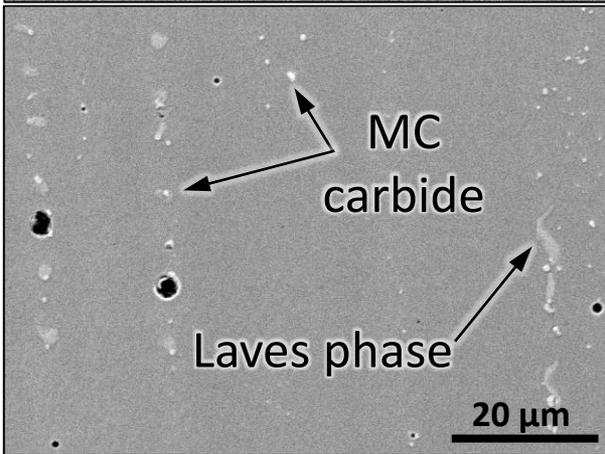
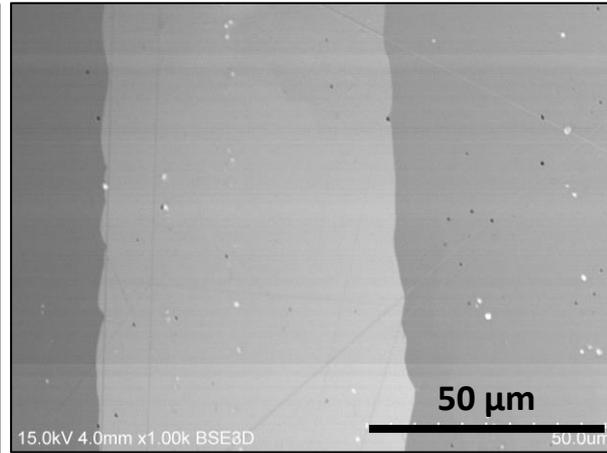
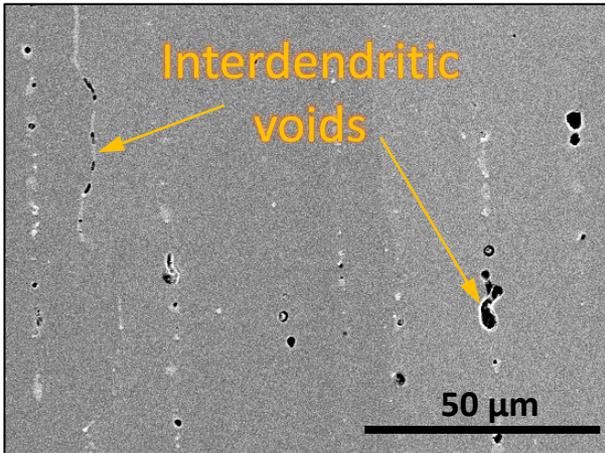


図 GA粉末とPREP粉末のそれぞれに最適な条件下で作成された試料



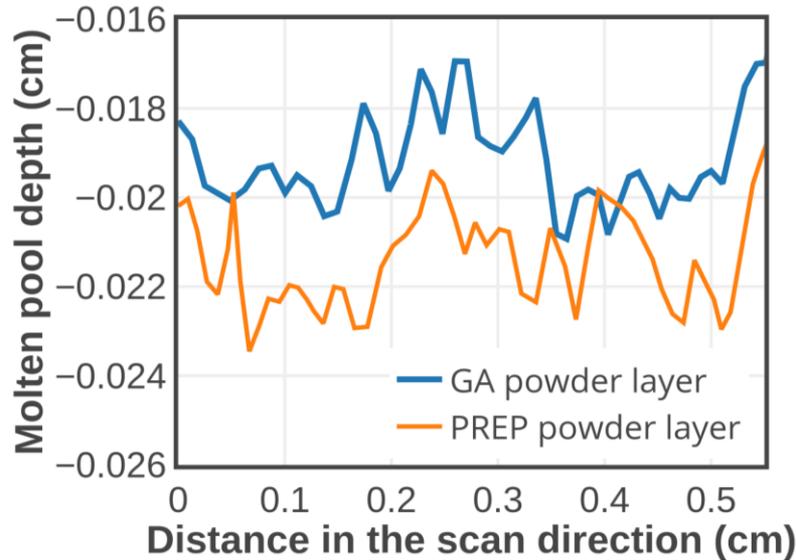
デンドライト間隙領域の大きな偏析は、デンドライト間隙の収縮の可能性を高める

* T. Magnusson, L. Arnberg, Metallurgical and Materials Transactions A: 32 (2001) 2605–2613.

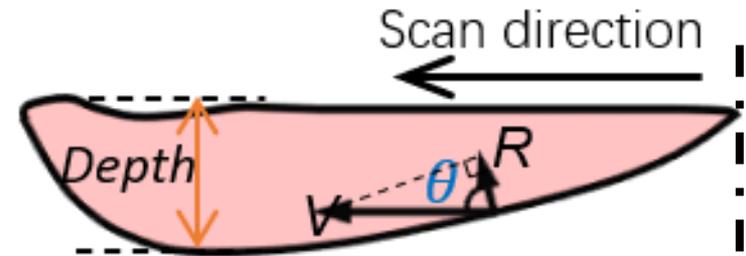
内部欠陥形成に及ぼす粉末形状の影響

最適プロセス条件で作製された造形物の凝固欠陥形成（電子ビーム積層造形）

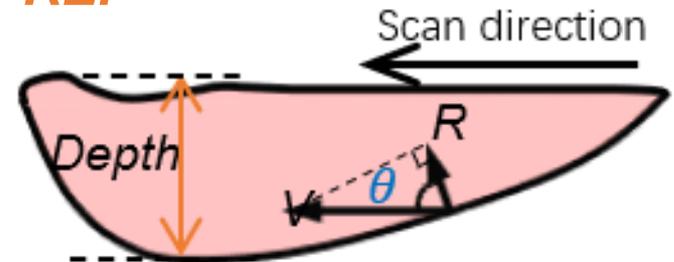
Simulated molten pool depth



GA



PREP



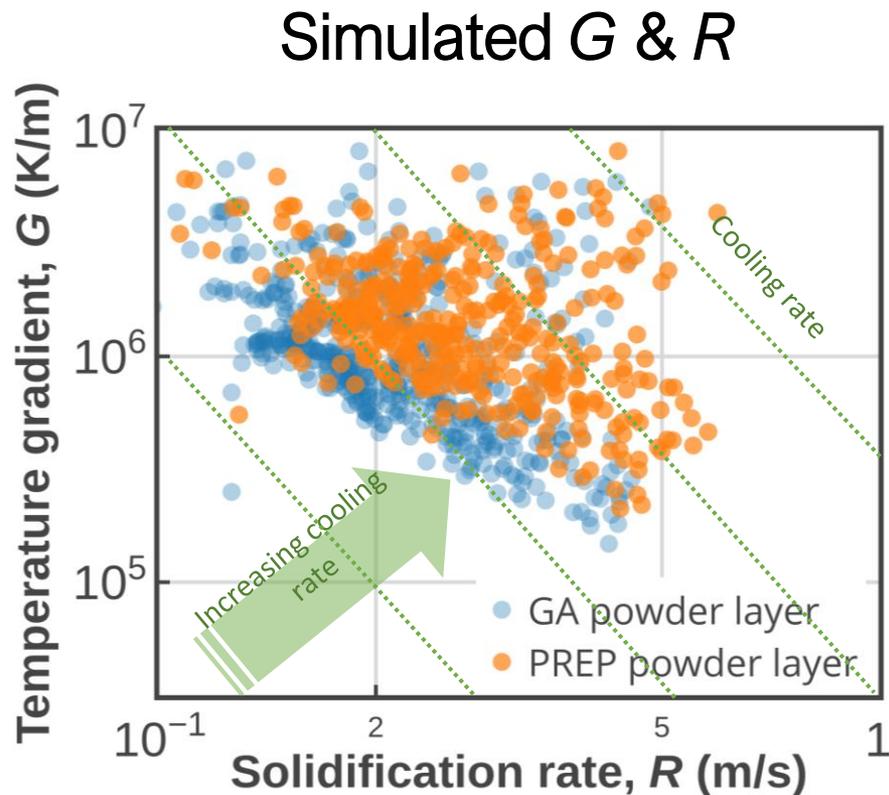
PREP High energy absorption rate → Deep molten pool

Fusion on **PREP**-powder layer exhibited a higher R and resultant higher cooling rate ($G \times R$) than that on **GA**-powder layer.

内部欠陥形成に及ぼす粉末形状の影響

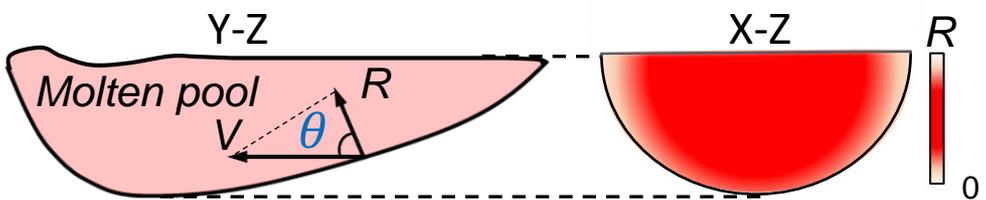
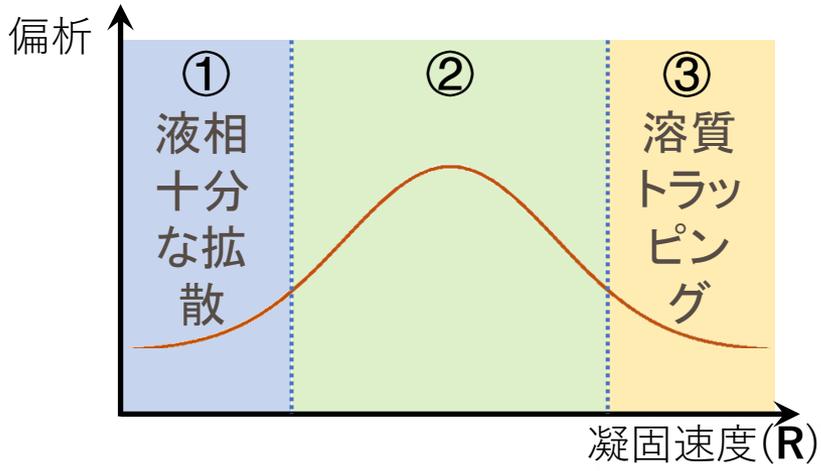


最適プロセス条件で作製された造形物の凝固欠陥形成（電子ビーム積層造形）



金属積層造形における析出物形成機構

■ 晶・析出物形成の影響因子

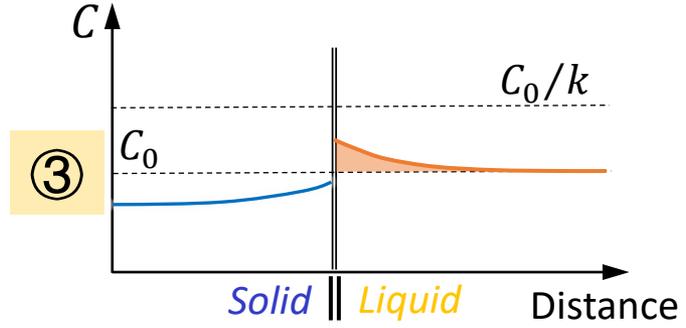
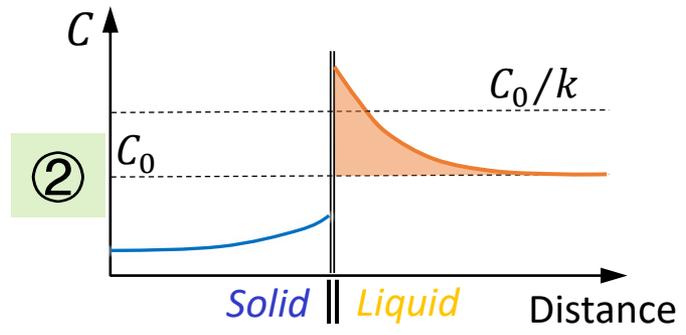
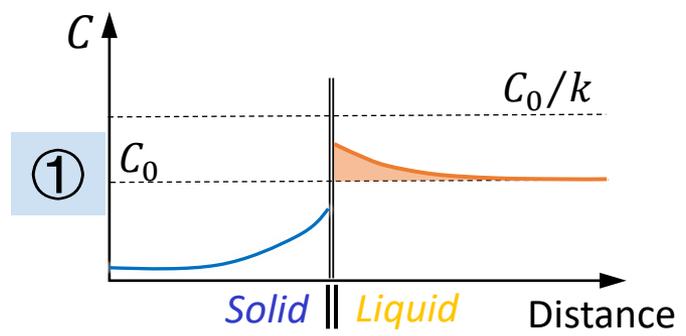


- 走査速度が早いほど、Rが高められる；
- 凝固がメルトプール頂部へ近づいて、Rが増す。

溶質トラッピングの条件：

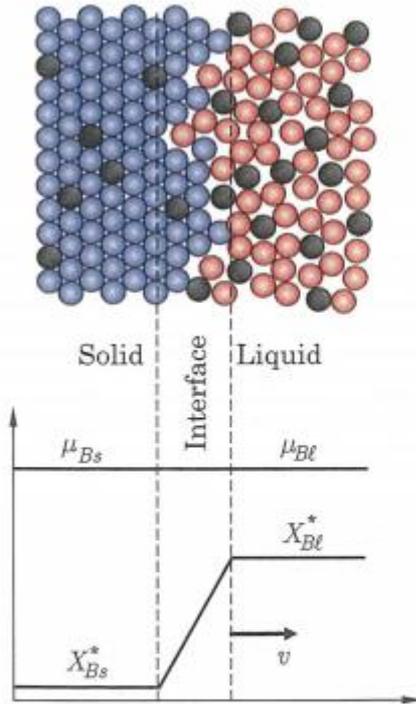
$$R = \frac{1}{|\nabla T|} \frac{\partial T}{\partial t} \gg \frac{\tilde{D}_i^{\text{liquid}}}{a_0}$$

凝固速度Rは液相の溶質原子の拡散より速い



溶質trapping

(1) 平衡凝固



(2) 非平衡凝固 (高速凝固)

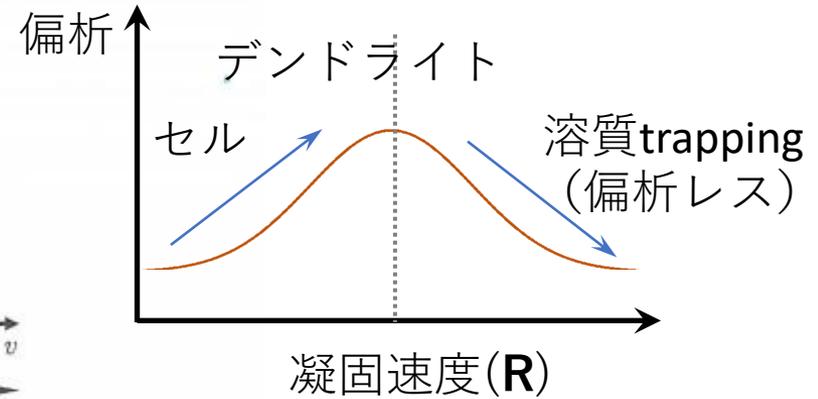
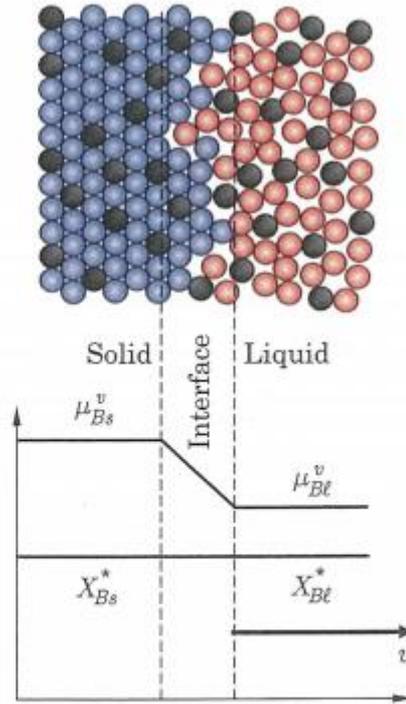
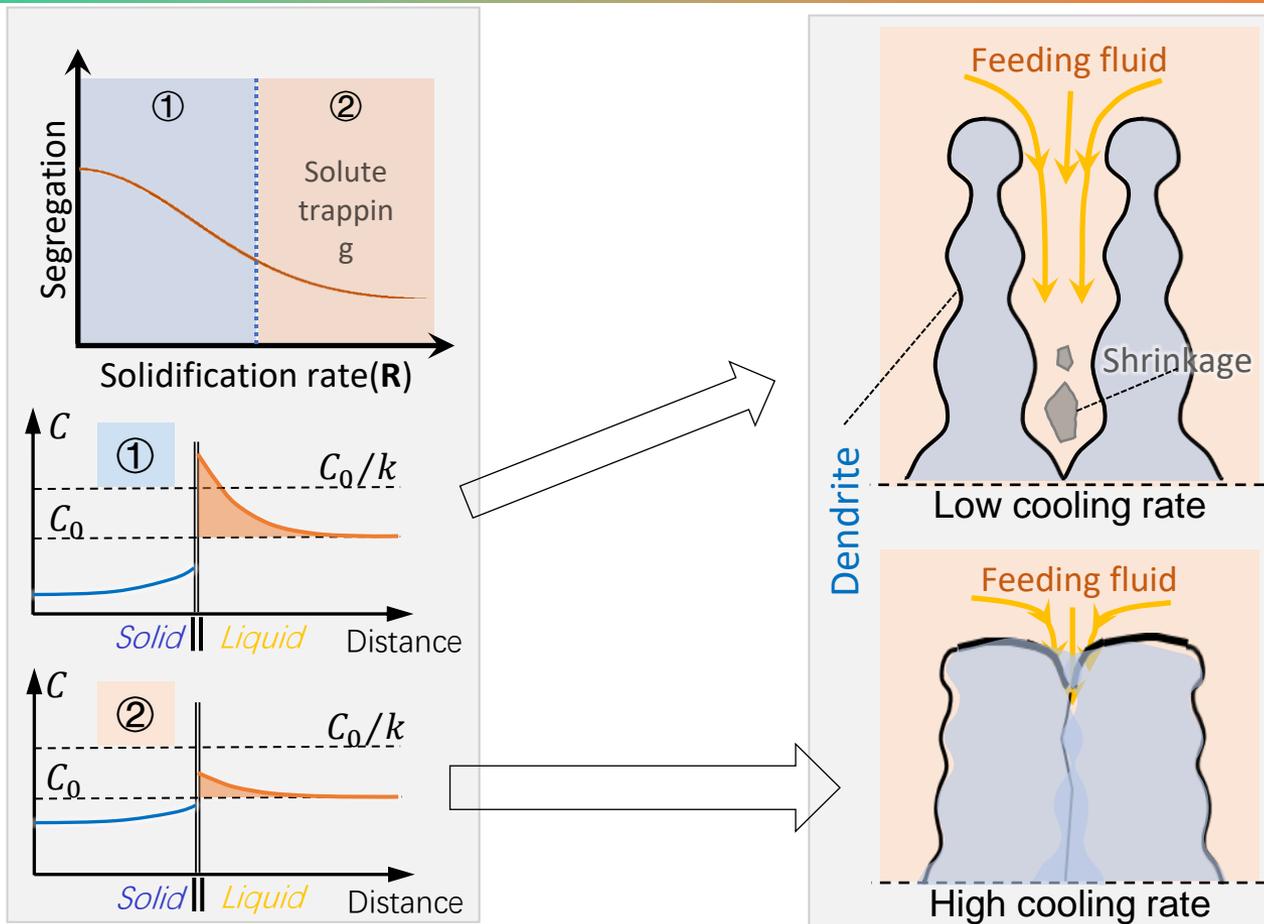


Fig. 2.23 Illustration of solute trapping for a diffuse solid-liquid interface. Notice that at higher velocity (right hand side) more solute atoms are “trapped” in the solid.

溶質トラッピング現象の模式的な説明



大きな凝固速度 (R) では、偏析が抑制される (**溶質トラッピング**)



- ・収縮(ボイド)の抑制
- ・偏析(析出物形成)抑制

まとめ

- 高エネルギー条件におけるメルトプール生成について、**電子ビームプロセス**と比べ、**レーザープロセス**の方は内部欠陥が形成されやすい。
- 環境気圧は蒸発圧の大きさを決める。**電子ビームプロセス**の真空条件において、メルトプールの安定性に対する蒸発圧の悪影響は最小限に抑えられる。
- 熱流束の多重反射のない**電子ビームプロセス**において、メルトプールの安定性が**レーザープロセス**より優れる。
- **レーザー加工**の大気圧条件(その以上)で予熱が適用されると、蒸発圧の増加により熔融池の安定性が低下し、内部欠陥が増加すると考えられる。



PBF-EBのメルトプールは**PBF-L**に比べて安定性が高く、**PBF-EB**造形でのプロセスウインドウが広く得やすい傾向を示唆している。

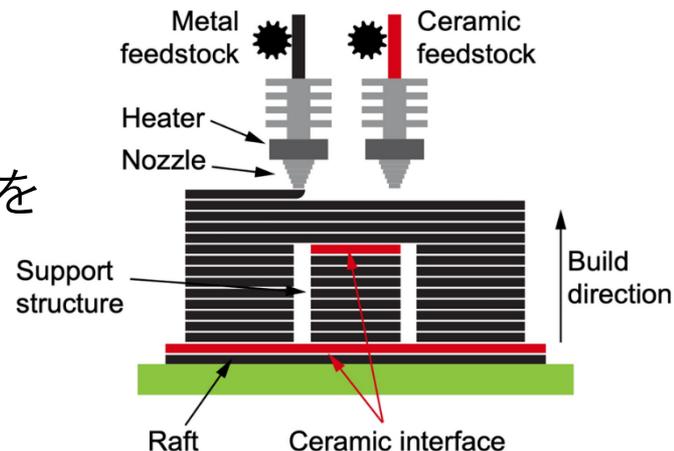
まとめ

GA粉とPREP粉のまとめ

1. PREP粉末を使用したプロセスでは、プロセスウィンドウが比較的広く、欠陥が抑制される。エネルギー入力が不十分または過剰であるかどうかに関係なく、PREP粉末はGA粉末よりも優れた適応性を示した。
2. **PREP粉末と比較すると、GA粉末にあるガス孔の他に、最適なプロセス条件でも、GAサンプルにはデンドライト状のボイドが多く形成される。**
3. エネルギー吸収率と熱伝導率が低いため、GA粉末は、低エネルギー条件下と高エネルギー条件下で、それぞれ溶融不足と過度の溶融を引き起こす可能性がある。
4. **PREPサンプルで形成されるデンドライト間ボイドの抑制は、高い冷却速度と凝固速度によるものである。**
5. **PREP粉末では、高速凝固において期待される、溶質トラッピングが現れる。**

□ Bound Metal Deposition (BMD)法

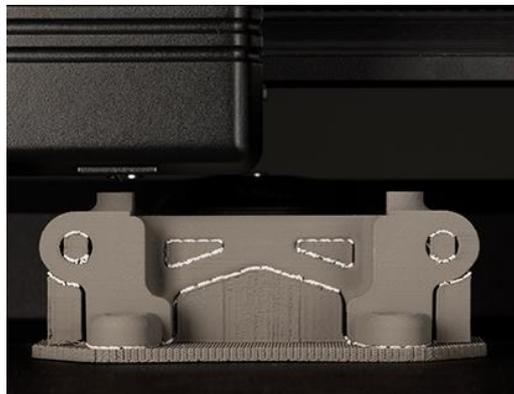
- 熱可塑性樹脂を用いる熱溶解積層 (FDM)法と金属粉末射出成形 (MIM)を応用
- 金属粉末/熱可塑性樹脂からなるフィラメントを造形に使用
- 低コストかつ金属の溶融凝固を伴わない



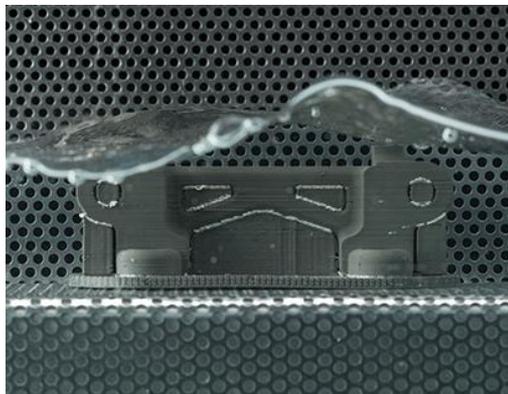
N. TUNCER et al., JOM, Vol. 72, No. 9, 2020

□ BMD法のプロセス

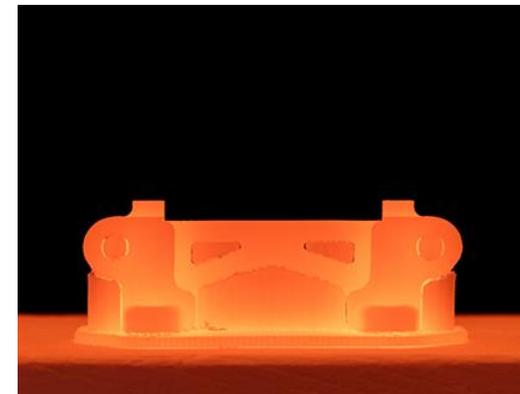
造形



溶媒脱脂



熱脱脂・焼結



本研究では、BMD法を用いて作製した金属造形体の相対密度・内部構造の造形パラメータによる影響ならびに引張特性変化を調査した。

- Std.モード材の相対密度は造形体の形状に関わらず約95%と一般的なMIM材と同等の相対密度を示した。
- Denseモード材では相対密度がさらに向上し、約98%となった。
- Denseモード材ではMIM材と同等の引張特性を示した。
- 低密度となる原因はノズルから吐出された材料のパス間に形成する空隙であることが示唆された。
- 押出圧力を高めることでパス間の接着性が改善され、相対密度が向上した。

ご清聴ありがとうございました