

青銅AM造形における空隙率と機械的性質

鈴木 逸人, 戸羽 篤也

Porosity and Mechanical Properties in Additive Manufacturing of Bronze

Hayato SUZUKI, Atsuya TOBA

抄録

近年、付加製造（Additive manufacturing; AM, 3Dプリント）技術の発展により、従来の加工方法では実現が困難であった複雑形状の製品が製作可能となった。金属材料の造形には、主にレーザー粉末床溶融結合法（Laser beam-powder bed fusion; LB-PBF）が用いられる。最近になり、銅合金のLB-PBFによる造形技術が注目され、国内外で研究開発が行われているが、報告例は少ない。特に、レーザー吸収率の低い銅系材料を200W以下の低出力装置で造形を行った報告はなく、これまでの400W以上の装置と同じように高密度な造形物を製作可能であるかは未知である。そこで本研究では、最大出力200Wの低出力LB-PBF装置を用いて、青銅粉末で造形を行い、レーザー照射条件と空隙率の関係を整理した。さらに、空隙率の異なる試験片を作製し、青銅粉末AM造形物における空隙率が機械的性質に与える影響を検討した。

キーワード：付加製造、レーザー粉末床溶融結合法、青銅、空隙率、機械的性質

Abstract

In recent years, additional manufacturing technology has been developed, and it has become possible to manufacture products with complicated shapes, which was difficult with conventional processing methods. Laser beam-powder bed fusion (LB-PBF) is mainly used for metal materials. Copper alloy have been used in various industrial applications for their unique properties. However, there are few reports of using copper alloys in LB-PBF. In particular, there are no reports using copper alloy, which is low laser absorption, with a low-power LB-PBF device of 200 W or less. It is necessary to examine that the low-power device manufacture a high-density bulk body like a general 400 W device. In this study, the porosity under each laser condition was investigated in order to produce the high-density bulk sample using the low-power LB-PBF of bronze. In addition, tensile tests were conducted on specimens with different porosities to investigate the effect of porosity on mechanical properties in bronze AM sample.

KEY-WOROS : Additive manufacturing, Laser beam-Powder bed fusion, Bronze, Porosity, Mechanical property

1. はじめに

アディティブマニファクチャリング（Additive manufacturing; AM）は、国内では3Dプリントもしくは付加製造とよばれ、3次元モデルデータから材料を積層することで物体を造形する手法である。国際規格およびJISでは、材料の積層方法により7種類の方式に分類されている¹⁾。これらの方のうち複雑形状や微細構造、3次元配管の造形に

は、造形テーブル上に敷き詰められた金属粉末を溶融、積層させる粉末床溶融結合法（Powder bed fusion; PBF）（図1）が用いられる。粉末床溶融結合法には、熱源として主にYbファイバーレーザー（波長1030-1070 nm）が使用されるレーザー粉末床溶融結合法（Laser beam-powder bed fusion; LB-PBF）と電子ビームを用いる電子ビーム粉末床溶融結合法（Electron beam-powder bed fusion; EB-PBF）がある。LB-PBFは、窒素またはアルゴン雰囲気中で造形が

事業名：経常研究

課題名：銅系粉末積層造形物の特性評価（平成30～令和元年度）

行われ、マルエージング鋼やSUS316L、Al合金、Ti合金、Co-Cr合金、インコネルなどの研究開発が行われてきた²⁻⁵⁾。EB-PBFは、真空中で造形を行うことから、Ti合金や純銅、インコネルなどで研究開発⁶⁻⁸⁾が行われ、LB-PBFでの造形が困難な高活性、高融点金属で活用が期待されている。LB-PBFは、50 μm 以下の金属粉末を用いて造形を行うため造形精度や微細構造の再現性が良好であるのに対して、EB-PBFは40-100 μm の粉末を用いるため造形精度に劣るが、造形速度が速くかつ材料選択が広い特徴がある。

金属AMで最近注目されている材料に銅系材料がある。銅系材料は、優れた熱・電気特性を有し、多くの工業製品で使用してきた。EB-PBFと比較して高精度かつ微細構造の造形が可能なLB-PBFによる銅系材料の報告は非常に少ない。これは、LB-PBF装置で使用されるYbファイバーレーザーの銅に対する吸収率が非常に低いためである。LB-PBFにより造形を行うには、材料粉末の融点までエネルギーを与えるため、吸収率の低さを補う高い出力が必要である。最近になり、1,000W レーザーを用いることで純銅のLB-PBF造形が可能との報告⁹⁾がなされた。しかし、この出力のLB-PBF装置は国内に数台であり、また、世界の稼働台数も非常に少ない。一般的なLB-PBF装置は、最大出力400W程度が標準的である。一般的なLB-PBF装置で銅系材料の金属AMを行う場合、純銅と比較して融点が低く、レーザー吸収率が向上する銅合金を用いるのが現実的である。国内では、最大出力400Wの装置を用いて、機械的性質と導電率を両立させたCu-Cr合金による積層造形法の特許¹⁰⁾が報告された。熱交換機や放熱部品の一体化や複雑化による性能向上、放電加工電極の一体化製作や微細孔流路を用いた加工くず排出による長寿命化¹¹⁾など、銅合金による金属AM製品開発が期待され、研究開発が行われている。海外でも同様に、一般的な最大出力のLB-PBF装置を用いて、レーザー照射条件や粉末状態など各種造形条件が銅合金造形物の組織や特性に与える影響に関して研究報告^{12,13)}がなされており、銅合金のAM造形が注目されている。

LB-PBF装置は、価格が数千万から1億円程度と高価な装置であり、技術普及を加速させるため装置の低価格化が望まれている。最近、少量で複数の金属を配合して行う材料開発やAM造形物のラボ開発機を想定し、レーザー最大出力200W以下で造形体積を小型化することで低価格化した装置の開発が進められ、一部は販売が開始されている。銅合金のAM造形は、レーザー吸収率が低いために400Wから1,000Wの装置で研究がしてきた。これまで、200W以下の低出力における銅合金のAM造形に関する報告はない。材料開発や装置低価格化に向け、200W以下の低出力装置で従来装置と同様に高密度な造形物を製作可能であるか検討することは、金属AM技術の発展、普及に非常に重要である。

本研究では、最大出力200WのLB-PBF装置による青銅粉

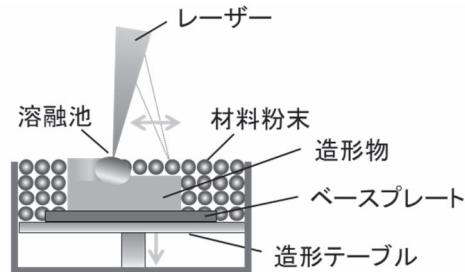


図1 レーザー粉末床溶融結合法模式図

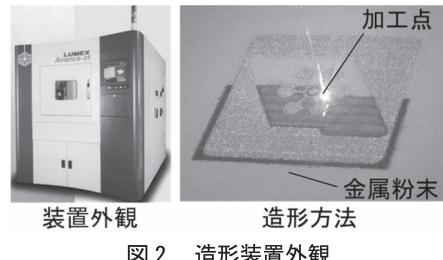


図2 造形装置外観

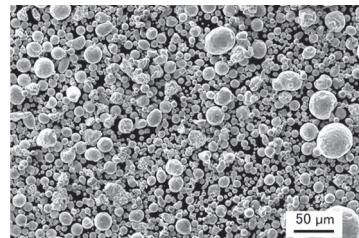


図3 青銅粉末 SEM 画像

末を用いたAM造形について、高密度な造形物を製作可能か明らかにする。さらに、レーザー照射条件を操作することで空隙率の異なる試験片を作製し、空隙率が造形物の機械的性質に与える影響について報告する。

2. 実験方法

2.1 造形装置および造形材料

本研究では、レーザー粉末床溶融結合法造形装置（Lumex Avance-25、松浦機械製作所）を使用した（図2）。本装置は、最大出力200WのYbファイバーレーザー発振器を使用し、最大造形サイズがW256×D256×H185mmである。造形材料は、ガストアマイズ法で製作された球形の青銅粉末（Bro-At-200、福田金属箔粉工業）を用いた（図3）。粉末組成および見掛密度、粒径割合を表1に示す。

表1 青銅粉末組成および見掛密度、粒径割合

Cu [%]	BAL.
Sn [%]	9.48
見掛密度 [g/cm ³]	4.97
粒径 63 μm 以上 [%]	4.3
粒径 45 μm 以上 [%]	15.4
粒径 45 μm 未満 [%]	80.3

2.2 試験片

本研究では、各レーザー照射条件における造形物内部の空隙を観察する「空隙率計測試験片」と引張試験片の2種類の試験片を用いた。試験片は、ベースプレート（材質：S50C）上に造形した。空隙率計測試験片の造形では $125 \times 125 \times t10\text{mm}$ 、引張試験片では $125 \times 125 \times t20\text{mm}$ のベースプレートを使用した。空隙率計測試験片は、図4(a)に示す $9 \times 9 \times H6\text{ mm}$ の直方体とし、各レーザー照射条件で3個ずつ製作した。図4(b)にベースプレート上の試験片配置を示す。 x 方向に材料供給リコーターが移動し、 z 方向を積層方向とした。横方向の3個を1組として同一レーザー照射条件で造形した。図4(c)に示す造形後試験片のサポート部分をベースプレートから金属用バンドソーを用いて切り離し、空隙率計測に使用した。引張試験片は、図5(a)に示す丸棒試験片とし、平行部が $\phi 6 \times 25\text{mm}$ 、つかみ部直径 10mm 、全長 60mm とした。試験片下部にサポートを配置し、造形後に切断した。図5(b)に試験片の造形配置を示す。 x 方向に材料供給リコーターが移動し、 z 方向を積層方向とした。各レーザー条件で4本ずつ造形を行った。図5(c)に示す造形した試験片は、仕上げ加工を行うために全体が目標寸法に対して 0.5mm 大きくなるように製作した。4本のうち3本の表面を旋盤、サンドペーパーで滑らかになるまで仕上げ加工し、引張試験を行った。残り1本は、空隙率計測および組織観察に使用した。

2.3 造形条件

図6にレーザー照射の模式図を示す。LB-PBFで設定可能なレーザー照射条件パラメータには、レーザー出力 $P[\text{W}]$ 、レーザー集光径 $D[\text{mm}]$ 、レーザー走査速度 $v[\text{mm/s}]$ 、レーザー走査間隔 $e[\text{mm}]$ 、積層厚さ $d[\text{mm}]$ がある。これらに加え、LB-PBFの造形条件探索には、式(1)に示す金属粉末床の単位体積に与えるエネルギー量であるエネルギー密度 $q[\text{J/mm}^3]$ が用いられる¹⁴⁾。

$$q = \frac{P}{evd} \quad (1)$$

本研究では、レーザー集光径に対して、走査間隔を正規化するため、式(2)で示すレーザーパス重複率 $L[\%]$ を定義した。

$$L = \left(1 - \frac{e}{D}\right) \times 100 \quad (2)$$

レーザーパス重複率100%は、直前の走査パスと同じ位置でレーザーが走査することを意味する。また、0%は、直前のレーザー走査パスと重なることなく、既成層に接するようレーザーが照射されることを意味する。

表2に空隙率計測用試験片のレーザー照射条件を示す。本研究では、レーザーパワー 160W 、積層厚さ 0.05mm を固定し、レーザー集光径、レーザー走査速度、レーザー走査間隔を変量した。各レーザー集光径とレーザーパス重複率に対し

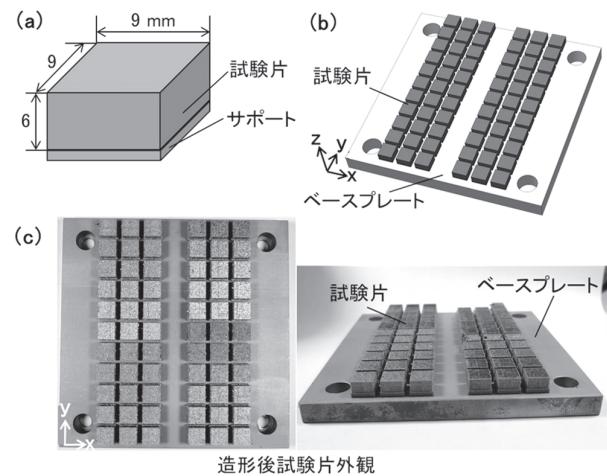


図4 空隙率計測試験片、(a) 試験片寸法、(b) 試験片造形配置、(c) 造形後試験片外観

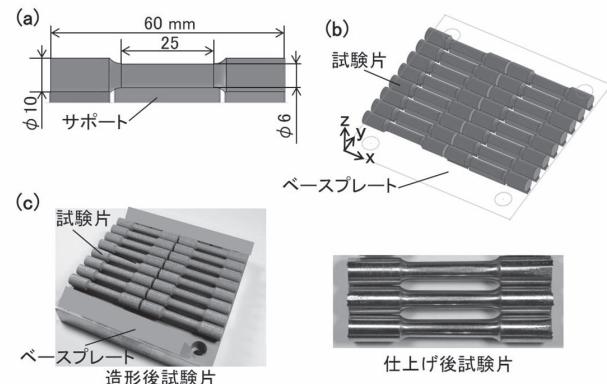


図5 引張試験片、(a) 試験片寸法、(b) 試験片造形配置、(c) 造形後試験片外観

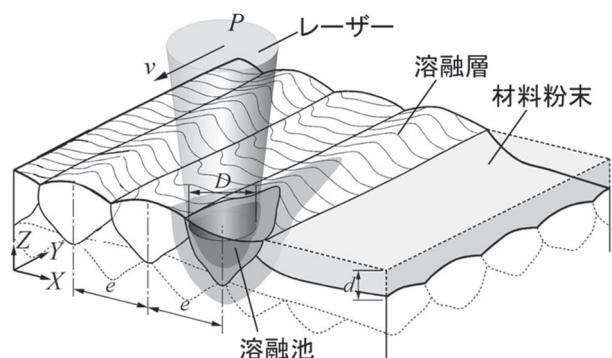


図6 レーザー照射模式図

て所定のエネルギー密度となるようにレーザー走査速度を設定した。表3に引張試験片のレーザー照射条件を示す。空隙率計測用試験片を計測した結果から、空隙率 $0.5\text{--}5\%$ となる4種類のレーザー照射条件を選定した。

造形雰囲気は、窒素雰囲気とし、造形室内の酸素濃度は2 vol%であった。各層のレーザー走査方向は、図7に示すように、 x または y 方向に走査させ、各層毎で走査方向が異なるように設定した。

表 2 空隙率計測試験片レーザー照射条件

レーザー出力 P [W]	160
積層厚さ d [mm]	0.05
レーザー集光径 D [mm]	0.1, 0.2
レーザーパス重複率 L [%]	0, 25, 50, 75
エネルギー密度 q [J/mm ³]	20, 40, 60, 80, 100, 120

表 3 引張試験片レーザー照射条件

試験片番号	S1	S2	S3	S4
レーザー出力 P [W]	160			
積層厚さ d [mm]		0.05		
レーザー集光径 D [mm]		0.1		
レーザーパス重複率 L [%]	0	25	0	25
エネルギー密度 q [J/mm ³]	120	100	80	60
設定空隙率 [%]	0.5	1.0	2.1	4.8

2.3 空隙率計測

試験片の縦断面を高速切断機で切断し、樹脂埋め、研磨を行った後、金属顕微鏡により倍率100倍で試験片の断面組織写真を10視野ずつ撮影した。撮影した10視野の画像から部位に偏りがないよう5視野を選択し、画像解析ソフト(QuickGrainPro, イノテック)により二値化処理を行い空隙部と金属母材部の面積比率を測定した。この測定を1個の試験片に対し3回行い、3回の平均を試験片の空隙率とした。

2.4 引張試験

引張試験は、万能材料試験機（オートグラフ AG-250kND, 島津製作所）を用いてヘッド移動速度0.5mm/minで破断まで行った（図8）。ひずみは、ビデオ式非接触伸び幅計(TRViewX, 島津製作所)で試験片表面に貼付けたマーカーシールより測定した伸びから算出した。弾性率は、応力-ひずみ曲線において、0.01%ひずみと0.15%ひずみ間の傾きから求めた。

3. 結果・考察

3.1 各レーザー照射条件における空隙率

図9に各レーザー照射条件における試験片3個の空隙率の平均と標準偏差を示す。エネルギー密度が高く、レーザーパス重複率が低いほど空隙率が減少した。また、同一のレーザーパス重複率では、集光径が小さいほど空隙率が減少する傾向となった。本研究で行った条件では、最小空隙率が0.5±0.2%，最大空隙率が30.6±2.2%となった。

金属AMでは、空隙率0.5%以下で高密度な造形体とされる。本研究で計測された空隙率は、0.5±0.2%であったことから、最大出力200WのLB-PBF装置を用いて青銅粉末の高密度体造形が可能であることが明らかとなった。また、レー

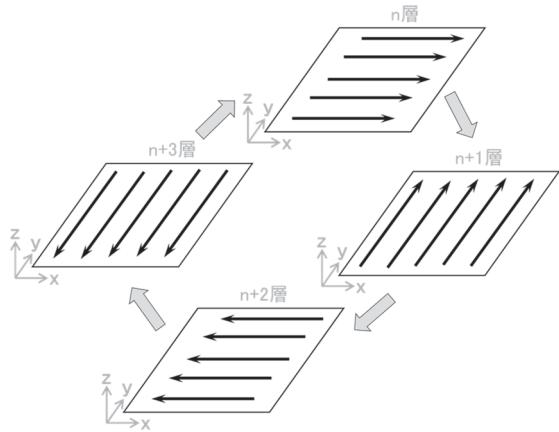


図7 各層レーザー走査方向



図8 引張試験装置

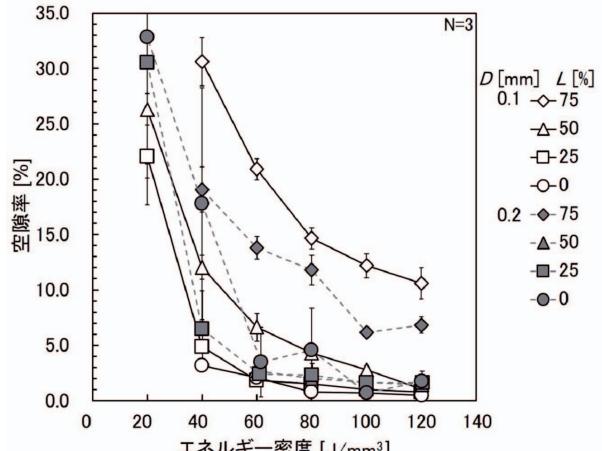


図9 各レーザー照射条件における空隙率

ザー照射条件を操作することで、空隙率30.6%の低密度体から高密度体まで空隙率を制御可能であることが示された。さらに、同一のエネルギー密度で造形した場合、レーザーパス重複率が小さいほど空隙率が減少する傾向にあることがわかった。LB-PBFの造形プロセスにおいて、レーザーは既成層、溶融池表面、粉体層に照射される。このうち、粉体層では、照射されたレーザーが層内に射しこみ、内部で反射が繰り返されるため、見かけ上レーザー吸収率が向上する¹⁵⁾。レーザーパス重複率が大きい場合、レーザー吸収率の低い既成層側でレーザーが反射され、見かけの吸収率の高い粉体層側でレー

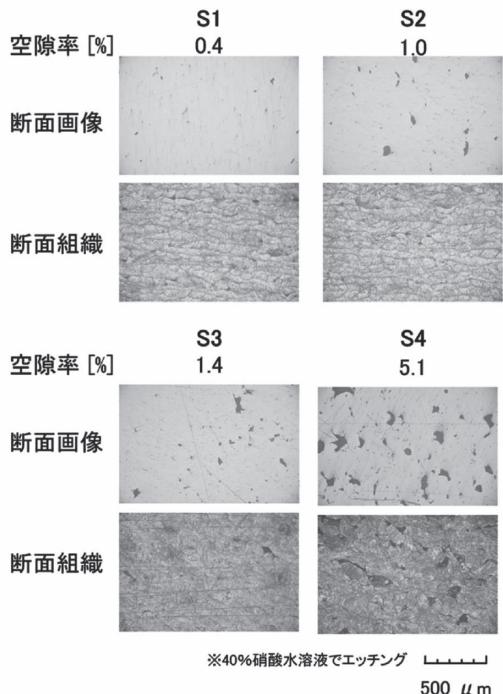


図 10 引張試験片の断面画像および組織、空隙率

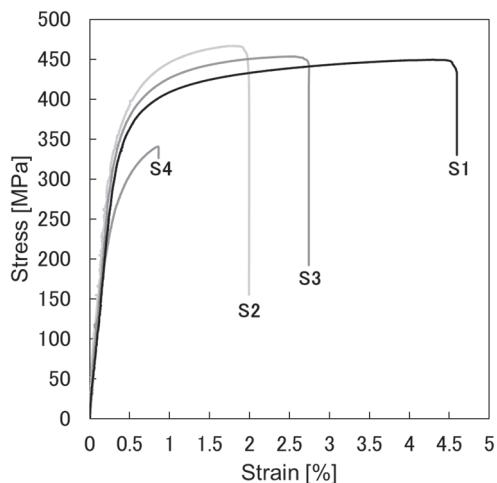


図 11 応力ーひずみ曲線例

レーザー光の差し込みが減少する。このため、粉末溶融に使用されるエネルギーが減少し、未溶融領域が増加するためレーザーパス重複率が小さいほど空隙率が減少する傾向となったと考えられる。本研究では、エネルギー密度 120J/mm^3 までの検討を行った。式(1)に示した通り、レーザー出力およびレーザー集光径、レーザーパス重複率を一定とした場合、さらに高いエネルギー密度にするには、レーザー走査速度を小さくする必要がある。一方で、レーザー走査速度を低下させた場合、吸収率の低い既成層にレーザーが長く照射されるため、反射が強くなる。一定以上のレーザーが反射した場合、装置光源を破損する恐れがある。このため、 120J/mm^3 より大きいエネルギー密度に関する検討については今後の課題とし、装置の安全を担保した後に実施することとした。

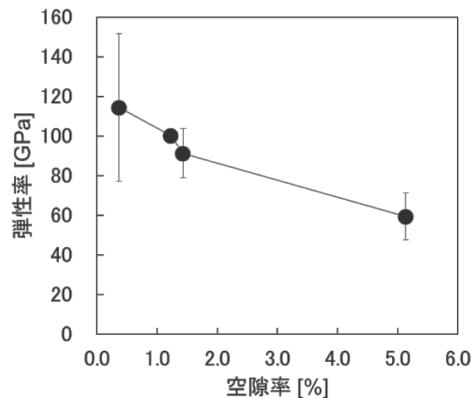


図 12 各空隙率における弾性率

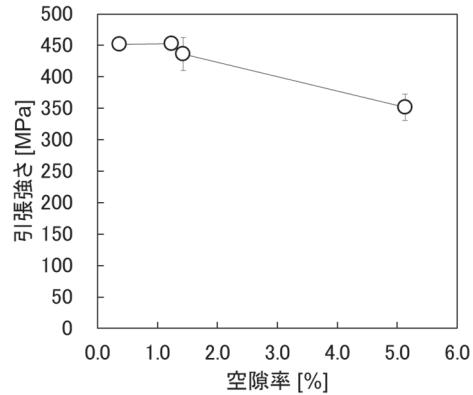


図 13 各空隙率における引張強さ

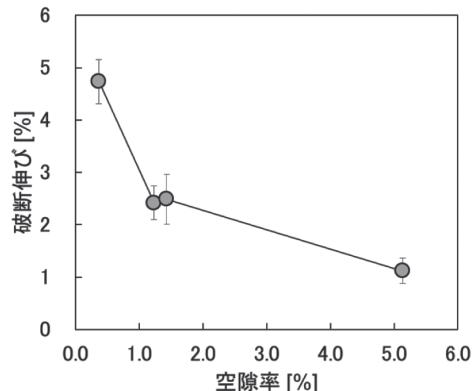


図 14 各空隙率における破断伸び

3.2 空隙率と機械的性質の関係

図10に引張試験片の断面画像および組織、断面画像から計測した空隙率を示す。エネルギー密度の低下に従い、未溶融型の角のある空隙が観察された。また、組織は金属AMで一般的なうろこ状組織であり、凝固セルの大きさに違いは認められなかった。図11にS1からS4試験片の応力ーひずみ曲線の例を示す。応力ーひずみ曲線は、一般的な銅合金と同じ曲線を示した。図12-14に各空隙率における弾性率、引張強さ、破断伸びの3試験片の平均と標準偏差をそれぞれ示す。弾性率と引張強さは、空隙率1%程度まではほぼ変化せず、その後減少する傾向となった。破断伸びは、空隙率1%程度

で急激に低下し、その後も減少する傾向となった。本研究の条件では、空隙率0.4%において最も良好な機械的性質を示し、引張強さ451.6MPa、破断伸び4.7%であった。

成分組成が類似しているCAC502A (Cu : 87-91%, Sn : 9-12%, Pb : 0.05-0.2%) の引張強度と破断伸びの規格値は、それぞれ195MPa以上と5%以上である¹⁶⁾。本研究で金属AMにより製作した試験片の引張強度は、同程度の成分組成における銅合金鋳物の規格値より良好な値を示した。また、空隙率5.1%の試験片における引張強さも、この規格値よりも高い値となった。破断伸びは、空隙率0.4%での規格値と同程度の値を示した。低空隙率の金属AMの造形物は、同程度の成分組成の鋳造材と比較して、引張強度が高く、同程度の伸びを示すことがわかった。

Scudinoらは、一般的なLB-PBF装置を用いて、Cu-10Sn粉末をレーザー出力271W、レーザー走査速度210mm/s、レーザー集光径0.1mm、レーザー走査間隔0.9mm、積層厚さ0.09mmで造形を行った場合、空隙率0.3%を実現した¹²⁾。この条件で製作した試験片の引張試験を行った結果、引張強さ420MPa、破断伸び17%であった。本研究の結果は、破断伸びが低下しているが、引張強さは同程度であった。破断伸びは、内部の空隙の量の他、位置、形状、大きさが影響を与える。これらは、試験片の造形条件や積層方向により変化する。本研究の破断伸び低下については、積層方向等の影響を検討することで改善できる可能性があり、今後の課題とした。本研究により、最大出力200W以下の低出力装置を用いて、一般的な装置と同程度の高密度な造形物を製作可能であることがわかった。

4. おわりに

本研究は、最大出力200Wの低出力LB-PBF装置を用いて、青銅粉末で造形を行い、レーザー照射条件と空隙率の関係を整理した。さらに、空隙率の異なる試験片を作製し、青銅粉末AM造形物における空隙率が機械的性質に与える影響を検討した。検討の結果、低出力LB-PBF装置を用いて、最大出力400W程度の装置と同様に高密度な造形物を製作可能であることを実証した。さらに、空隙率が機械的性質に与える影響を明らかにした。今後、残された課題の解決、技術移転を行い、金属AM技術の発展、普及に努める予定である。

参考文献

- 1) JIS B 9441: 2020 付加製造 (AM)
- 2) 戸羽篤也, 鈴木逸人: 鉄系粉末を用いた積層造形法による内部三次元構造を有する金属部材の製作, 鋳造工学, Vol.91 No.9, pp.652-658, (2019)
- 3) 鈴木逸人, 戸羽篤也: SUS316Lを用いた金属AM法に

おけるレーザー照射条件が空隙率および機械的性質に与える影響, 鋳造工学, Vol.91 No.9, pp.659-663, (2019)

- 4) 木村貴広, 中本貴之: 金属粉末レーザ積層造形法により作製したAl-10%Si-0.4%Mg合金の組織と機械的性質, 粉体および粉末冶金, Vol.61 No.11, pp.531-537, (2014)
- 5) 中野貴由, 石本卓也: チタンならびにチタン合金のAdditive Manufacturingプロセス, まてりあ, Vol.58 No.4, pp.181-187, (2019)
- 6) 萩原幸司, 石本卓也, 中野貴由: 金属積層造形法における形状・組織制御による異方性付与, まてりあ, Vol.57 No.4, pp.145-149, (2018)
- 7) M. Lodes, R. Guschlbauer, C. Körnerb: Process development for the manufacturing of 99.94% pure copper via selective electron beam melting, Materials Letters, Vol.143, pp.298-301, (2015)
- 8) 千葉晶彦: 電子ビーム積層造形技術による金属組織の特徴, 計測と制御, Vol.54 No.6, (2015)
- 9) T. Ikeshoji, K. Nakamura, M. Yonehara et al.: Selective laser melting of pure copper, JOM, Vol.70, pp.396-400, (2018)
- 10) 特許第6532396号 銅合金粉末, 積層造形物の製造方法および積層造形物
- 11) 柳田大祐, 南久, 内田壮平: 金属積層造形法による電極製作と高能率放電加工, 型技術, Vol.36 No.5, pp.64-66, (2021)
- 12) S. Scudino, C. Unterdörfer, K.G. Prashanth et al.: Additive manufacturing of Cu-10Sn bronze, Materials Letters, Vol. 156, pp. 202-204, (2015)
- 13) A. Popovich, V. Sufiarov, I. Polozov et al.: Microstructure and mechanical properties of additive manufactured copper alloy, Materials Letters, Vol. 179, pp.38-41, (2016)
- 14) V. Matilainen, H. Piili, A. Salminen et al.: Characterization of process efficiency improvement in laser additive manufacturing, Physics Procedia Vol.56, pp.317-326, (2014)
- 15) 池庄司敏孝: レーザ積層造形における溶融・凝固現象, スマートプロセス学会誌, Vol.6 No.3, pp. 109-114, (2017)
- 16) JIS H 5120: 2016 銅及び銅合金鋳物