

# レーザー積層造形による金属間化合物分散型アルミ系材料の開発

デジタルものづくり課 山本貴文、柿内茂樹\*1

## 1. 緒言

近年、Additive manufacturing (AM)技術の目覚ましい発展により、様々な産業分野で AM の実装化が急速に加速している。とりわけ、金属を対象素材とした汎用的な AM 手法であるレーザー積層造形技術(Laser powder bed fusion: LPBF)は、航空宇宙や自動車等の大規模産業への適用が本格化してきた。中でも、低比重で熱伝導率に優れるアルミニウム(Al)合金の LPBF 技術は、新たな軽量化部材の創出や熱制御部材(ヒートシンク、熱交換器)への応用が期待されている。一方、LPBF の Al 素材に着目すると、現時点で工業的に利用可能な Al 系材料は AlSi10Mg や A357 のような高 Si 材のみに留まる。Al 系材料を用いた LPBF 技術のさらなる普及に向けては、適用素材の制約を克服するための材料開発が重要であり、目的の熱・機械的特性を備えた Al 系材料が利用できることが望ましい。

本研究では、LPBF で製造する Al 系造形体の熱・機械的特性の制御を目的として、任意の Al 粉末に第 2 相となる金属元素を添加する粉末調整手法(即ち、混合粉末化)に着目した。一般に、LPBF の粉末にはアトマイズ法で製造した球状の合金粉末が用いられるが、同手法には大規模な設備が必要で、種々の粉末を製造するには必然的にコストが高くなる。その点、混合粉末は母粉末と添加物を目的組成となるように配合するため、組成を簡便に調整できる。一方、混合粉末の使用は、造形体中の組成と金属組織の不均一化に繋がる懸念される。本稿では、純 Al 粉末に対して遷移元素の Cr 粉末を添加した混合粉末を調整し、相対密度と金属組織を分析した結果を報告する。

## 2. 実験方法

LPBF 装置には、独 EOS GmbH 社製の EOSINT M280 を用いた。搭載レーザーは、最大出力 400 W の Yb-ファイバーレーザーで、ビームスポット径は約 0.1 mm である。材料粉末は、母材に純 Al 粉末(東洋アルミニウム社製、A1070-30A)、添加物に純 Cr 粉末(JFE マテリアル社製(現: JFE ミネラル))を用意した。Fig. 1 にこれらの SEM 像を示す。純 Al 粉末は半球状の粉末で、対して純 Cr 粉末は尖った形状の破碎粉である。純 Al 粉末と純 Cr 粉末の体積累積径  $D_{50}$  は、それぞれ 32.0  $\mu\text{m}$  と 48.1  $\mu\text{m}$  であり、純 Cr の粒子の方がやや大きい。これらの粉末を目標組成となる

ように秤量し、ボトル容器内に入れて手動でミキシングした。目標組成は Al-1%Cr、Al-3%Cr、Al-10%Cr とし、比較試料として純 Al を用意した。これらの混合粉末を原料に用いて、LPBF 装置により直径 10 mm、高さ 5 mm の円柱試験体を造形した。この時、積層厚 30  $\mu\text{m}$  の条件下で、レーザー照射条件(レーザー出力、走査速度、走査ピッチ)を変えて、造形体の密度との関係を調べた。なお、造形は酸化抑制のために Ar 雰囲気下(酸素濃度: 0.1%以下)で行った。得られた造形体の密度は、アルキメデス法で計測した。次に、断面試料を調整し、機械研磨で鏡面に仕上げ、金属組織を光学顕微鏡(OM)で観察した。エッチング液には、5%NaOH 水溶液を用いた。

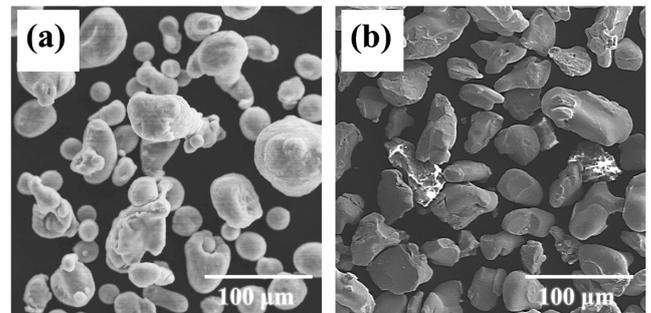


Fig. 1 (a)純 Al 粉末と(b)純 Cr 粉末の SEM 像

## 3. 実験結果

Fig. 2 に、粉末層に投入されるレーザーエネルギー密度  $E_d$  と相対密度の関係を整理した。 $E_d$  は各レーザー照射パラメータから、式(1)により算出できる。

$$E_d(\text{J}/\text{mm}^3) = \frac{P(\text{J}/\text{s})}{v(\text{mm}/\text{s}) \cdot s(\text{mm}) \cdot t(\text{mm})} \quad (1)$$

ここで、 $P$  はレーザー出力、 $v$  は走査速度、 $s$  は走査ピッチ、 $t$  は積層厚を示す。Fig. 2 から、 $E_d$  が 40~50  $\text{J}/\text{mm}^3$  では相対密度は低いが、 $E_d$  の増加に伴い徐々に密度は増加し、 $E_d$  が 60~90  $\text{J}/\text{mm}^3$  の範囲では相対密度 99.0%以上の造形体が得られる頻度が高くなる傾向が認められた。一方、 $E_d$  が 90  $\text{J}/\text{mm}^3$  より高くなると、徐々に密度は低下する傾向にあった。Cr 濃度と相対密度の関係に着目すると、純 Al では相対密度の最高値が 99.2%であるのに対して、Al-Cr 合金ではいずれも 99.7%以上の高密度体を得られた。これは、添加した Cr 粒子が高密度化を阻害する要因にはなっていないことを示唆している。これらの実験から、調整した混合粉末を用いた場合でも、レーザー照射条件を適切

\*1 現 機能素材加工課

に制御することで高密度体の造形が可能であることが分かった。

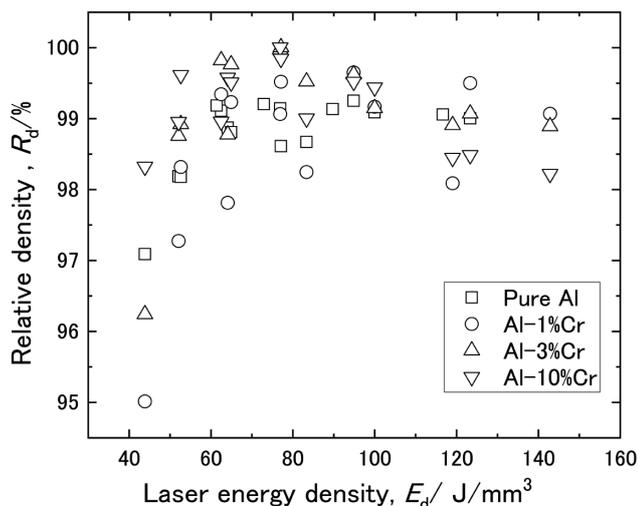


Fig. 2  $E_d$ と相対密度の関係

Fig. 3 に各試料の金属組織の OM 写真を示す。観察断面は、造形面に対して鉛直関係となる断面である。断面中には、鱗のような半円形状の組織形態が観測された。半円形状の組織はレーザ照射跡に対応し、これは LPBF 特有の組織として知られる。この組織の外周部に着目すると、その色合いはCr添加量の増加に伴って濃く変化していることが分かる。これは、レーザ照射によって、純 Al と純 Cr の各粒子が瞬間的に溶融され、両者の合金化反応が進行したことで生じたと考えられる。組織の外周部は、レーザ照射時に生じる溶融池の凝固過程で、凝固が初めに開始する箇所に対応する。故に、ここでは融点が高い金属相が優先的に析出する。Al-Cr 二元系状態図によると、Al に対する Cr の固溶限は Al の融点付近(660 °C)で 0.77% であり、これ以上の Cr 濃度を含む場合、凝固点以下では高融点の金属間化合物が共存することが読み取れる。これらを考

慮すると、外周の黒色部では金属間化合物の優先的に析出し、これが急凝固によって微細分散されていると推察される。この現象は、添加した Cr 粒子が金属間化合物を誘発することで、母相に対して強化材として機能することを示唆している。今後、Cr 添加量と機械的特性の相関を明らかにするとともに、析出物の形態観察や相同定を行う予定である。一方、Fig. 3 では、Al-Cr 合金にて溶融に至らなかった Cr 粒子の残留が観測された。前述したように、これは組成の均一性の観点から望ましい現象ではない。工学的な信頼性を担保するためにも、Cr 粒子の溶融を促進するための対策を講じるのが望ましい。

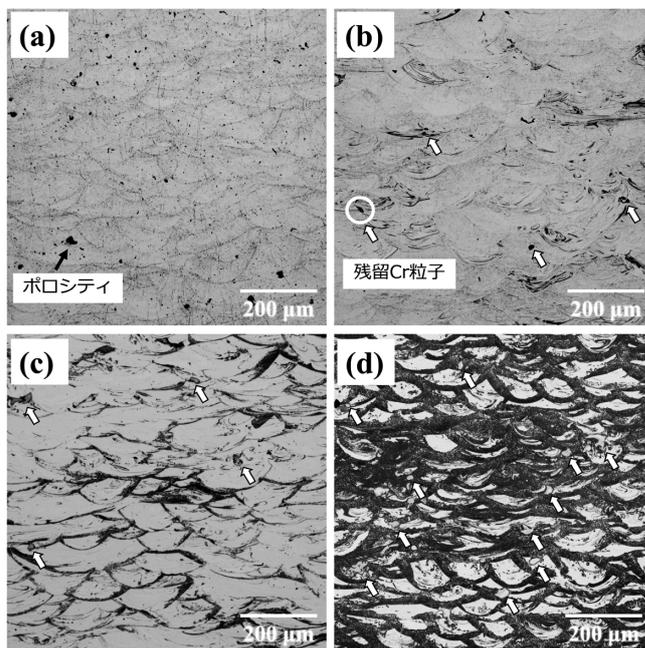


Fig. 3 金属組織の OM 写真  
(a)純 Al, (b) Al-1%Cr, (c) Al-3%Cr, (d) Al-10%Cr

キーワード：レーザ積層造形、アルミ合金、クロム添加、金属間化合物、分散強化

## Development of Intermetallic Compound-dispersed Aluminum-based Material by Laser Additive Manufacturing

Digital Manufacturing Section; Takafumi YAMAMOTO and Shigeki KAKIUCHI\*<sup>1</sup>

The applicability of mixed powders was estimated to control the thermo-mechanical properties of Al-based materials fabricated by LPBF. The relative density and microstructure of the as-built sample prepared from mixed powders composed of pure Al and pure Cr particles were investigated. Dense pure Al and Al-Cr alloys (Al-1%Cr, Al-3%Cr, Al-10%Cr) were fabricated by optimizing laser irradiation conditions. In Al-Cr alloys, microstructural changes induced by the alloying reaction of Al and Cr particles were observed, suggesting that the Cr addition caused the precipitation of dispersed fine intermetallic compounds.