

積層造形における微細構造検査用試料作製



DANISH
TECHNOLOGICAL
INSTITUTE



Struers

Ensuring Certainty

アプリケーション ノート

AM とは？

名前が示す通り、AM（積層造形）はオブジェクトを作成するために材料を追加します。「積層造形」（additive manufacturing・AM）という用語は、1度に1つの超微細層を重ねて3Dオブジェクトを作成する積層造形技術を指し、3Dプリントとしても知られています。各連続層は、前に溶解した、または部分的に溶解した材料の層に結合して、構成要素、部品、さらには完成品を作り出します。

AM は、除去製造とは正反対の技術と呼ばれています。AM は、大きなブロックを切削して内部の「隠れた」部分を現れるようにするのではなく、材料の「層」を積層し、新しい部品を作ります。

積層造形の利点

AMの利点に、試作品やモデルの作成が簡単であることがあります。1回限りの設計の3D表示や、設計の性能テストに使用できる機能的な試作品などを簡単に作成できます。多くの場合、1回限りの製品を製造するための従来の製造方法に比べて僅かなコストしか掛かりません。現在では、一部の製品や用途でAMの利点が非常に高く評価されており、従来の製造から部品の連続生産を引き継いでいます。AMへの移行を推進する利点は以下のとおりです。

設計の改善

AMは複雑な形状の部品を1つのオブジェクトとして作成できます。したがって、複数の部品を設計段階で1つに統合できるため、強度、軽量化、耐久性が向上します。

生産で使用される工具の場合、AMは作業工程の改善、生産量の増加、より優れた部品の生産に重要な役割を果たします。Danfossの芯出し工具（図1）は軽量化により、オペレータによる重量物取扱いの負担を軽減した例です。図3のMarelの事例は、産業用食肉生産で使用されるサポートエレメントの設計が、食品接触性の性能の面で改良されたことを示しています。



図1: 製造用ツールとサポート

Danfoss: 芯出し治具

Danfoss は、会社のコンプレッサの1つに電動モーターを組み立てるために使用する芯出し治具の3Dプリンティングを開始しました。治具を3Dプリントする背景に、重量と価格を削減するために不要な材料をすべて除去すると同時に、頑丈な治具にするために十分な質量を保持することがありました。

AMへ再設計時の事実と経済性:

-  AMにより、この治具は大幅に軽量化されました：1,100g（アルミニウム）から382g（チタン）へ
-  軽量化を可能にする複雑形状の設計
-  チタン粉末を使用したSLM技術による3Dプリント
-  軽量化により、1日に180回の持ち上げ作業を行うオペレータが治具を容易に管理
-  しかし、3Dプリントで作られた治具は、耐用年数が著しく長い場合、年間価格が63%削減されます。

図4のDanSTARの事例は、設計の改善に使用され、高性能の動作を保証するAMのもう1つの例です。3DロケットノズルはAMが提供する設計の自由度を活用しています。

最適化された油圧ブロックの性能を向上させるために、図5のHydrauvisionの事例でも設計の改善が行われています。

コスト削減

ニアネットシェイプ部品の生産は、材料の無駄を削減し、特に高価値の部品にとって興味深いものです。従来の製造用の高額なツールを排除し、部品の統合により労働集約型の組み立て作業を削減することで、積層造形の製造コストも削減できます。

労働集約的な手作業をAMにより取り替えられる例の1つとして、Bühler-Meinckeがクッキー製造設備に使用しているクッキーの押出成形があります。図6参照。

リードタイムの短縮

ニアネットシェイプ技術のおかげで、製造された部品の後処理を減らし、加工後直ちに使用することができます。設計段階では、市場へのスピーディな導入が容易になり、製造工程では、時間とコストの節約や独自の部品の生産が可能になります。さらに寿命を終えたサービスでは、アフターマーケット販売用の部品を保管することなく、スペアパーツを容易に納品することができます。



AM の歴史

3D プリントは、小玉 秀男が 1981 年に 3D プリントのコンセプトを発明し、1983年に特許を取得し、その後、チャールズ・ハルが商業化したことから生まれました。他の基本的な製造形態は、産業革命よりもかなり前から知られてきましたが、今日AMとして知られる加速化された製造は、今日も進化しつつあるデジタル新参者です。

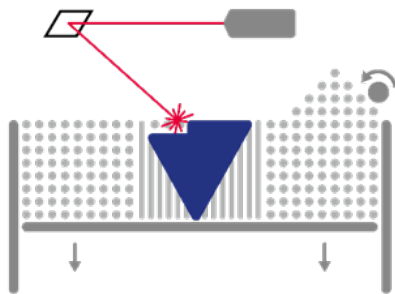


図2: レーザー粉末床溶融結合法 (L-PBF)

最初の 3D プリンタは光を使用して光ポリマー樹脂を活性化し、ポリマー部品を製造しました。初の市販の金属プリンター、EOSINT M250 は、1994 年に EOS GmbH によって発売されましたが、ブロンズとニッケルからなる混合材料を焼結する能力しかありませんでした。この数十年の間に、AMはモデルや試作品を製造するためのツールから、本格的な部品生産にいたるまで大きな発展を遂げました。現在、金属製の AM部品は、F1 車のトーションばね、ブガッティ・シロンのハイパーカーのブレーキキャリパー、ほとんどの Czipper C21 スーパーカー、LEAP と GE9X ジェットエンジンの燃料ノズルとタービンブレード、SpaceX Dragon の小型ロケットエンジン、医療移植片、最近では火星に着地したパーサヴィアランス・ローバーなどに採用され、極めて重要な機能を果たしています。金属AMは、品質管理と品質保証が鍵となる重要な用途に導入されています。AM は重要な高性能部品の市場に参入しましたが、現在の応用分野はこれだけではありません。コンフォーマル・クーリングを備えたツールや金型、機械部品、産業



Marel: 産業用食肉切断用サポート要素

Marel は新しい産業向け部分切断モジュールに、コンベアベルト上で肉を停止し、ナイフの切断中にこれを固定し、切断した肉を前方に移動させるサポート要素が必要でした。軽量で、細菌が蓄積する可能性のある組立部品がほとんどないことが必要でした。幾つかの理由で積層造形が選択されました。

AM へ再設計時の事実と経済性:

-  42 部品から 1 部品へ
-  45 回の組立から 6 回の組立へ
-  以前はステンレス鋼 316L で機械加工されていましたが、現在はチタンで印刷されています。
-  600g から 250g への軽量化
-  以前と同じ価格

図3: 食品接触承認済みの機械部品

用グリッパー、高級蓄音機のピックアップやレース用自転車のプーリーホイールなどの消耗材にも使用されています。

AM 工程

AM 分野は、異なる機械メーカーが異なるブランド名で同じ工程を商標化していることから、さまざまな工程の略称で呼ばれています。ブランド名や略称が多数あるものの、ISO/ASTM 52900:2017 は、AM の一般的な用語や、以下の7種類の主なAMに多様な工程を分類するフレームワークを定義しています。液槽光重合法、材料押出法、

シート積層法、粉末床溶融結合法、結合剤噴射法、材料噴射法、および指向性エネルギー体積法。

このアプリケーションノートでは、直接金属レーザー溶解法 (DMLM) としても知られるレーザー粉末床溶融結合法 (L-PBF) および選択的レーザー融解法 (SLM) に焦点を当てています。基本的に、この技術はレーザー溶接で微細金属粉末粒子を1層ずつ一緒に溶着する技術です。図 2 参照。

L-PBF 技術には、最終成分の特性と品質に影響を与える可能性がある無数の工程パラメータが含まれます。

レーザースキャン

最初に、直径 15-60 μm の球状粒子の微粒金属粉末が、造形用粉末と適合性のある材料で構成されるベースプラットフォーム全体に均一に塗布されます。粉末がわずか 30 ~ 90 μm の厚さで塗布されると、レーザーは粉末を走査し、下層と一緒に加熱・溶接し、下層に直接溶着します。これは、最初の数層では部品をビルドプラットフォームに溶接することを意味します。レーザーが層を走査した後、プラットフォームの層が徐々に低下し、次の微細金属粉末層が塗布され、その後、レーザーが新しい層を走査して溶接します。したがって、多くの場合、何千もの積層が最終構成要素を構成するまで、この工程は何度も繰り返されます。

レーザー出力、走査速度、ハッチ距離またはレーザースキャンの間隔、粉末層の厚さ、スキャンストラテジー。これらはすべて、層が構成要素に形成される方法に影響を与える工程パラメータです。十分なエネルギーを追加し、完全に熔融させるために、レーザー出力と走査速度の両方が調整されます。レーザー走査の間隔は、隣接するレーザー走査の重なりを確実にするために、通常はメルトプールの幅よりも小さく設定されます。層の厚さは、通常、金属粉末のサイズ、および下層の材料とメルトプールとの完全な貫通の必要性によって決定されます。

雰囲気

この工程は、処理される印刷材料の反応性に応じて、真空、またはより一般的に窒素もしくはアルゴンの保護雰囲気のある密閉されたチャンバー内に設置されています。保護ガスは、ビルド表面全体に吹きつけられ、次の溶接領域の溶接工程からスラグやスパッタを除去するのに役立ちます。ビルドプラットフォームは、溶接時にビルド材料の冷却速度を調整するために加熱されます。これは、印刷工程中に部品に形成される冶金を制御し、残留応力を低減するのに役立ちます。ビルドチャンバー内では、通常、不活性ガスのタイプや純度、チャンバー圧力、



DanSTAR: 3Dプリントロケットノズル

DanSTAR プロジェクトでは、学生はロケットをゼロから設計・開発し、ステンレス鋼製の燃焼室を 3D で印刷しました。燃焼室は、他の生産技術では達成できない非常に複雑な内部形状から構成されていたため、3D プリントが明らかなソリューションでした。

AM 設計時の事実:



ヨーロッパで唯一学生が設計した飛行証明済みの液体ロケットエンジンは、標高 30,000 フィートの高さに到達するように製造されています。



設計の自由度により、燃料は一体式の AM エンジンを通じて圧受壁自体の内側を走行するチャンネルで循環してから、燃焼室に噴射されるインテリジェントな設計になっています。



316L ステンレス鋼で重量 5.7 kg に印刷された燃料室は、3D プリント後と初期の後処理後に機械加工を必要としませんでした。



AM および再生冷却の原則は、SpaceX や Orbex などの大型の宇宙エンジンメーカーでも使用されています。

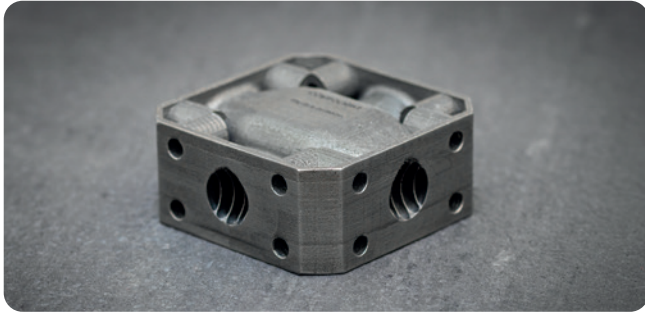
図4: 学生プロジェクト用のロケットノズル

温度などの雰囲気に関連するパラメータを制御できます。ビルド工程は通常、漏れがある場合に酸化を回避し、陽圧でメルトプールを安定させるために、わずかな過圧で実行されます。

応力開放と熱処理

ビルド工程の完了後、部品はしばしばガス保護環境で数時間かけて応力を開放します。応力を除去しないと、材料や形状によっては、ビルドプレート

から切断されるとすぐに残留応力によって亀裂や変形が生じます。L-PBF を使用して積層された部品はひとつの大きな溶接であるため、本質的に急速に冷却する非常に細かい微細構造から構成されています。ほとんどの場合、部品は高強度で延性が低くなります。ただし、熱処理により、L-PBF 部品の機械的特性を特定の機械的特性または耐食性に調整することができます。



Hydrauvision: コンパクトな油圧ブロック

EU出資のコンポライトプロジェクトでは、DTIは、オランダの企業 Hydrauvision 向けに、よりコンパクトで最適化された油圧ブロックを印刷しました。3Dプリントされた新しい油圧ブロックは、油圧システム内の流量を改善し、大きなエネルギー損失をなくすと同時に重量とサイズを大幅に低減しました。

AM へ再設計時の事実：

-  20.15 kg / 230x230x54 mm から 0.95 kg / 80x80x50 mm への大幅なサイズ低減と軽量化を実現。
-  システム内の圧力損失を低減することで圧力損失を 25% 削減し、パワーを増強したため、タスクを行うために従来ほど大型の油圧システムが不要になりました。
-  設計自由度により、平角を持たないはるかに複雑な構造を実現し、システム全体で抑制されない油と空気の流れを可能にしました。

図5: 流体抵抗が低減化された高压部品



Bühler-Meincke: クッキー製造用ノズル

Bühler-Meincke は、クッキーノズルのために金属 AM を開始しました。これにより、設計自由度が高まり、従来の製造では不可能だった形状を作り出すことができました。それまでノズルの生産は、1人の作業員が複数の部品ではんだ付けする手動の作業に依存していました。

AM へ再設計時の事実と経済性：

-  究極の設計自由度と工具に高額なコストをかけずに再設計が可能
-  バクテリアが蓄積する接合箇所や溶接部分なし
-  生産中に完全なトレーサビリティが存在し、食品接触に承認された複数の材料により印刷可能
-  簡略化された製造とばらつきのない結果
-  低価格でより迅速な生産

図6: 複雑な部品の大量生産

AM材料

現在、L-PBFの合金の可用性を制限する主な要因は、必要とされる処理パラメータです。高密度の材料を完全に確保し、残留応力の蓄積を最小限に抑え、可能な限り最高の表面を達成し、生産速度を最適化して加工時間を制限し、それによってコストを削減するために、さまざまなパラメータを調整して様々な合金を処理する必要があります。場合によっては、望ましい最終微細構造と機械的特性を確保するために、調整された熱処理が必要になります。場合によっては、ハードウェアも制限要因になり得ます。一部の合金は製造を可能にするために、加熱されたビルドチャンバー、特殊な雰囲気条件、および / または高いレーザ出力を必要とします。

当初、利用可能な金属合金は主に自動車産業、航空宇宙産業、医療産業といった AM の発展を牽引する産業から来ました。当時の合金と AM 合金の生産パラメータの開発は、航空宇宙用途の Ti Gr5、インプラントに使用する Ti Gr1 または Gr23 で、これらの材料に焦点が当てられていたためです。自動車産業で良く知られている鋳造合金、AlSi10Mg、H13 などの工具鋼、インコネルの幾つかのバリエーション、およびニッケル系合金と 316L ステンレス鋼も AM に採用されました。多くの新しい合金、再開発された合金が市場に参入し続けています。2021 年の Senvol Materials データベースには、L-PBF 合金として 1200 種類以上の材料が入力されています。

材料特性

一般的に AM 部品の機械的特性と密度は、従来の製造部品と同等か、それよりも優れています。L-PBF 工程に関連する多くの工程パラメータは、不具合の発生を防ぎ、最終部品の品質を確保するために、慎重な管理と調整が必要です。下記には、3つの主なグループに分類される L-PBF に関する最も一般的な欠陥と逸脱が説明されています。

表面品質

最も明らかな特徴は、後処理がない AM 部品の著しい表面の粗さです。機械加工、研磨、ガラスブラストなどによる表面の修正は製造に不可欠です。粗さや形状などの表面性状関連の欠

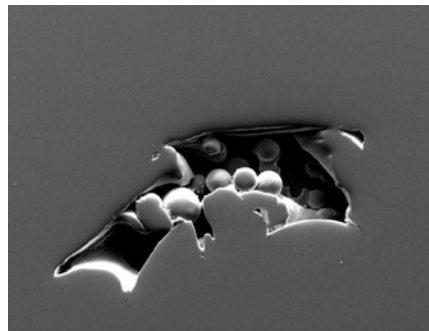
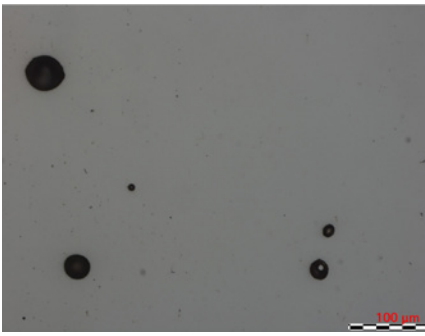


図7: L-PBF 部品の研磨断面。ガス孔の例(上)。溶融不足の孔の例(下)。

陥は、工程内パラメータや、走査速度、スキャンストラテジー、ハッチ距離、スポットサイズなどのレーザー仕様に大きく影響します。

形状と寸法の偏差

周期的加熱による熱収縮は CAD モデルと比較して、寸法偏差を引き起こす可能性があります。収縮は X、Y、Z の両方の方向で発生し、レーザー出力やスキャンストラテジーなどのパラメータを調整することで減少させることができます。

微細構造の欠陥

気孔率は、L-PBF に関してよく知られる微細構造上の欠陥です。気孔の量、サイズ、形状は、密度と機械的特性に直接影響します。気孔の種類は、通常、溶融不足の孔またはガス孔として分類されます。溶融不足の気孔率は、多くの場合、レーザー出力、走査速度、ハッチ距離など工程中のパラメータ間の不均衡の結果であり、その結果、入熱が低すぎたり、貫通が不十分であったり、レーザー走査間でオーバーラップが不足することから起こります。溶融不足の孔は、形状が不規則であることが多く、応力集中として作用し、疲労特性の低下につながることがあります。図7参照(下)。

ガス孔は球状で、一般的に金属粉末粒

子に閉じ込められたガス、またはL-PBF製造工程中に閉じ込められた不活性ガスに関係します。図7参照(上)。

造形された材料は、垂直方向の熱伝導、溶融の反復、および急速凝固の周期的な循環にさらされるため、不均一性が微細構造内で同時に発生することがあります。また、造形された部品の形状は、凝固状態に影響を与える可能性があり、微細構造の変化につながることがあります。



図8: 積層造形による金属試料の多様性(レーザー溶融プロセス)

L-PBF工程によって形成された異方性は、ビルド方向に対して異なる角度で異なる機械的特性を生じることがあります。このため、印刷工程を開始する前に部品の向きを考慮する必要があります。

AM材料の微細構造調査を目的とした金属組織学的試料作製

AM 試料

原料の粉末は、その粒度分布、形状、または構造に関して特定の状況で調査されます。

最終的な造形試料は破壊されないため、微細構造分析用の試験試料はレーザー溶融条件と各層の微細構造特性を反映するように、試料と一緒に造形された小さな棒または立方体を使用します。図8:

金属組織学的調査の目的が、孔、亀裂、不純物、その他の微視的屬性や欠陥の分析である場合、試料はターゲット試料として分類されます。

一般的なAMの試料作製

AM試料(原料粉末、印刷試料、ターゲット試料)の3種類すべてについて、要件は既知の通りです。作業面は平坦で傷のないものでなければならず、すべての構造要素は明確に視認可能であり、試料作製後の微細構造には変形やアーチファクトがあってはなりません。一般的に、従来製造された材料から知られているすべての作業工程が適用可能であり、金属組織学的試料作製方法は常に材料の特性自体によって決定されます。これらの特性は、主に硬さ、延性、耐薬品性です。

微細構造検査工程は、切断、埋込み、研磨、機械または電解研磨、さらには最終エッチングなどの従来の工程の流れに従います。作業工程は試料の種類によって重要性が異なります。使用する装置は試料の種類と金属組織学的調査の目的に応じて選択されます。

原料粉末の微細構造検査用試料作製

エポキシ樹脂における冷間埋込みは、粉末の調査が必要な場合に最適な方

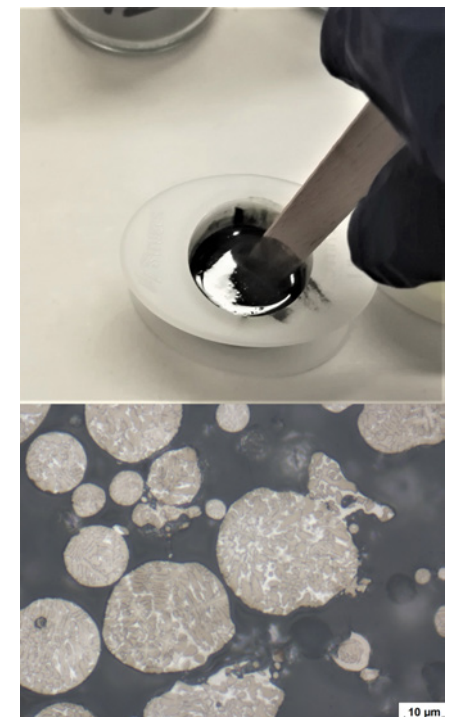


図9: フィクシフォームとカルドフィックス-2(上)で攪拌した金属鋼粉末。変性クレムエッチング液(下)で研磨およびエッチング。明視野。

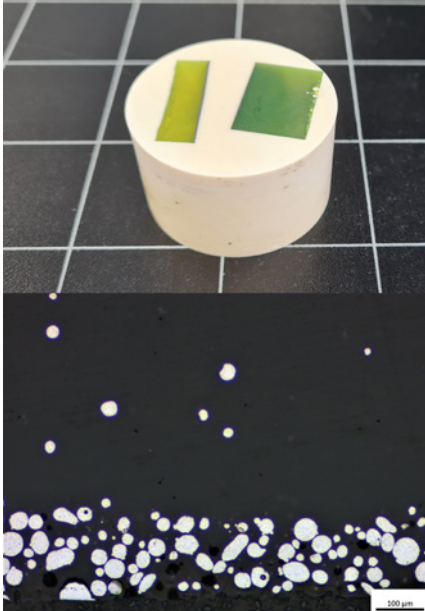


図10: エポフィックス内の AlSiMg10 粉末埋込み部分の断面、再埋込み済み(上)。琢磨された試料は、微視的分布、粉末材料のサイズおよび形状を示す(下)。

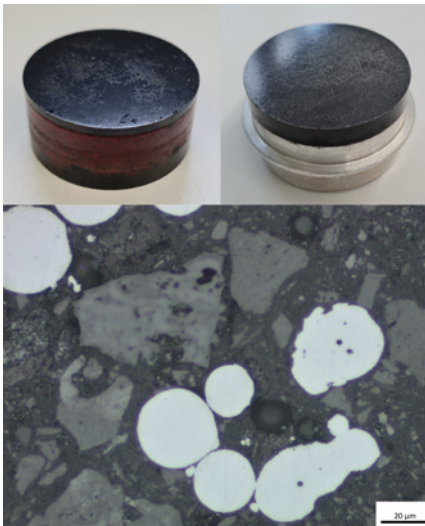


図11: 金属粉末を濃縮したポリファストのタブレット、シトプレスでプレスし、マルチファストダミー試料上に一時的に接着(左上)。SEMでのその後の調査用金属支持ブロック(右上)に接着された錠剤。ポリファスト内の鋼粉粒子(下)の顕微鏡画像。明視野。

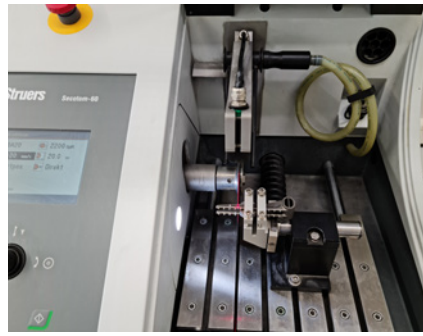


図12: セトコム -60 での AM チタン 試料のクランピング

法です。大量の粉末を調査するには、粉末を樹脂に入れてゆっくりと攪拌します。(図9) 粒子のサイズ、凝集状態、材料の密度、樹脂の粘度によって、より大きいサイズの粉末フラクションが層として沈殿するか、バランスを保ちます。小さいサイズの粉末フラクションまたは軽量の材料を沈ませる場合、樹脂を数分間加熱することで、小さいサイズの粉末フラクションまたは軽量の材料を容易に沈殿させることができます。完全な粒度分布を検査するには、埋込みを縦方向に切断し、90°の角度で再度埋込みます。(図10)。

粉末の熱間埋込は可能であり、追加のエッチングが粉末と樹脂を区別するのに役立つ場合を除き、金属フィラーのない樹脂が必要です。場合によっては、粉末を混ぜ合わせた樹脂のタブレットを成形することが有用です。タブレット自体は、同じ直径のダミー試料または金属製のサポートブロックに一時的に接着できます(図11)。

AM 試験試料の微細構造検査用試料作製

サンプルを切断する前に、造形ワークピースの関心領域を設定および定義する必要があります。

切断を開始する前に、いわゆるビルドアップ方向を考慮する必要があります。よく使用される方向はビルドアップ方向と平行であり、「縦断面」と呼ばれます。微細構造に対するもう1つの重要な視点は、ビルドアップ方向に対して垂直な「横断面」と呼ばれます。(図13)

ビルドアップ工程に対する他のあらゆる定義された角度も可能ですが、あまり一般的ではありません。このような場合には、切断角度を定義する必要があります。

AM試験試料は大型試料を代表する小さな部品であるため、正確な切断が必要であり、高精度な切断ソリューションが望まれます。このソリューションには、正方形、円形、長い試料用のクランピングツールに加えて、特定の角度や切断ホイールまでの距離など、正確な位置に試料を固定するためのアダプ

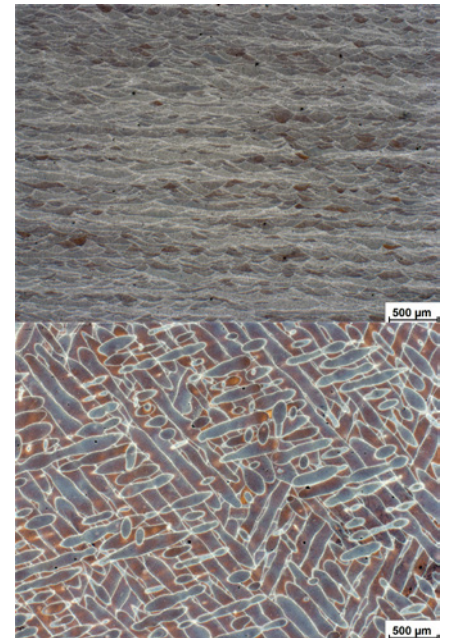


図13: Fussエッチング液でエッチングされた AlSi10Mg 合金の縦断面(上)および横断面(下)。明視野。

タも必要です。図12のセトコム-60は、小型試料の正確な位置決めに適したクランピングソリューションを備えています。位置決めはレーザー・ラインによって補助されます。高精度な切断装置は、材料と材料硬さによって選択される比較的小さくて薄い切断ホイールを使用し、正確な切断を容易にします。極小試料を切断する必要がある場合や、形状が非常に複雑な場合は、透明なエポキシ樹脂(エポフィックス、カルドフィックス-2)への埋込み後に切断すると、試料を固定し保護できます。

AMテスト試料の場合、埋込みプロセスは粉末またはターゲット試料作製の場合ほど重要ではありません。透明または電導性などの樹脂の特別な要件は、材料の硬さと同様に樹脂の選択のためのパラメータになります。

最初の切断後の試料材料、サイズ、形状に応じて、熱間埋込および冷間埋込工程の両方が可能です。試料が脆く非常に小さい、または複雑な形状の場合は、冷間埋込が推奨されます。

以下のセクションでは、AM で使用さ

れる4つの一般的な材料グループの標準的な試料作製方法を示します。

チタン

チタンは極めて延性が高く、金属組織学試料作製時に機械的変形や研磨傷が発生しやすい傾向があります。ダイヤモンド琢磨は、深い研磨傷やスミアリングを起こすため、特に純チタンでは避けてください。一度深い研磨傷やスミアリングが起これば、この変形層を除去することは困難です。この問題を回避するために、面出しおよび精研

磨の直後に化学機械研磨を使用できます。表2の3工程の研磨方法は、チタンとチタン合金に実績があり、良好で再現性のある結果が得られます。特に低合金系のチタン合金に有用であり、高速で変形が少ない試料作製方法は、電解研磨です。試料は、数秒で鏡面仕上げの作業面まで研磨され、観察に直ちに使用できます。電解研磨の方法を表1に示します。電解研磨を

使用する前に、作業面を事前に研磨または琢磨することをお勧めします。電解研磨の実施に必要な時間は、表面の粗さ、つまりより細かい表面は、より短い時間で完了します。表1の方法は、ストルアスのレクトロポール-5などの装置に適しています。図15には、積層造形されたチタンの電解研磨試料の微細構造が示されています。

より詳細および具体的なチタン試料の情報を明らかにするには、機械研磨または電解研磨後にエッチングが必要です。チタンの耐薬品性のために、フッ化水素酸を含むエッチング液による強力な化学エッチングが必要になります。HFの量はさまざま、よく使用される試薬は「Keller」、「Kroll」、「Fuss」と呼ばれています。図16参照。偏光は、特にチタンなどの六角形構造材料に適した光学エッチング方法です。酸化物研磨後（図14参照）、または Keller などの特殊な追加エッチング条件後に使用できます。図17参照。

装置:	レクトロポール-5
電解液:	A3
マスクサイズ:	1 cm ²
温度:	室温 18-20°C
流速:	10-15
電圧:	34-45 V
時間:	20-30秒

表1: チタンの電解研磨による試料作製条件

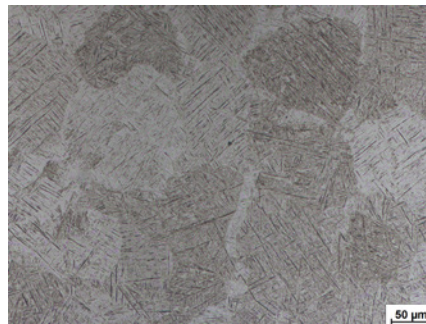


図16: Fuss エッチング液で電解研磨され、化学的にエッチングされたチタン合金。明視野。

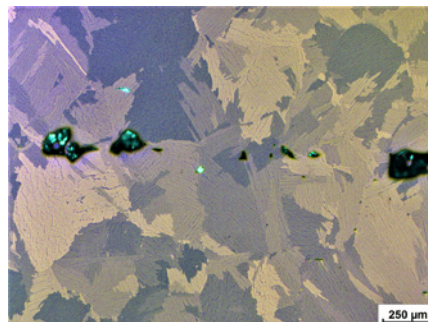


図14: 最終研磨された気孔を含むチタン試料。MD-Chem上でOP-Sノンドライ懸濁液を使用して琢磨、偏光コントラストで見える添加剤と微細構造。

作業工程	PG	FG	OP
作業面	MD-メツツォ	MD-ラルゴ	MD-Chem
砥粒	種類 ダイヤモンド	ダイヤモンド	コロイドシリカ
	サイズ #220	9μm	0.25 μm
懸濁液/ループリカント	水	ダイヤモンドプロアグレゴ/ラルゴ9	OP-S懸濁液*
rpm	300	150	150
加圧力[N]/試料	40***	30	15
時間(分)	面出しまで	5	5**

表2: 埋込みなし、30mmのチタン試料の研磨・琢磨試料作製条件。

* 70-90% OP-S と 10-30% 過酸化水素 (30% 濃度) の混合

** 研磨時間は試料面積によって変わります。非常に大型の試料は小型の試料より多くの研磨時間を必要とします。

*** 埋め込まれた試料の単独の試料作製では、ペンシルシェイプを避けるために加圧力を25Nに下げます。



図15: 明視野モードでのチタン合金。A3 で電解研磨、埋込みなし、明視野。

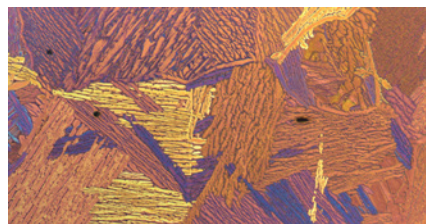


図17: Keller エッチング液でエッチング後のチタン合金。偏光観察。



アルミニウム

アルミニウムは一般的に軟らかいものの、合金元素が機械的特性を大幅に変化させることがあります。アルミニウムの試料作製における課題は、研磨中に深い変形が生じたり、研磨または琢磨中に材料に硬い砥粒が埋め込まれたりすることです。これは、選択した研磨作業面が硬すぎたり、当たりが強すぎたりする場合に発生する可能性があります。アルミニウムでは、研磨の品質結果も課題です。微細構造分析用に十分なコントラストを作るには、よく琢磨された表面が必要です。

表3にアルミニウムの試料作製条件を示します。硬質の面出し研磨作業面 MD-モルトは、50 HV1 以上のアルミニウム合金に特化して開発されました。MD-モルトは優れた除去率を持ち、SiC-研磨紙やフォイルを使用する際に見られる縁だれのリスクを排除します。精研磨には、9 μm ダイヤモンド懸濁液を使用したMD-ラルゴ（例：ダイヤプロ Allegro / Largo）が、さまざまなタイプの材料に適しており、アルミニウムの場合、変形や条痕の問題やダイヤモンド

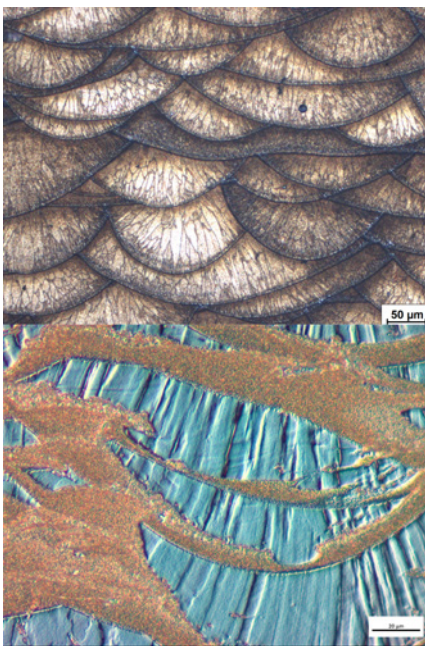


図18: Barker試薬エッチング後の異なるアルミニウム合金、明視野(上)と微分干渉コントラスト DIC(下)

作業工程		PG	FG	DP 1	OP
	作業面	MD-モルト	MD-ラルゴ	MD-Mol	MD-Chem
	砥粒	種類 サイズ	ダイヤモンド 9μm	ダイヤモンド 3 μm	コロイドシリカ 0.25 μm
	懸濁液/ループリカント	水	ダイヤプロ Allegro / Largo 9	ダイヤプロ Mol R3	OP-Sノンドライ懸濁液
	rpm	300	150	150	150
	加圧力[N] / 試料	25	30	25	15
	時間(分)	面出しまで	4	3	1

表3: 埋込みなし、30 mmのアルミニウム試料の研磨・琢磨条件

ドを軟質材料に埋没させるリスクに対処するために選択されます。この穏やかな精研磨の引き換えに、除去率が低くなり、結果としてより長い精研磨時間を必要とすることがあります。

アルミニウムに完全な琢磨工程が必要な場合、ダイヤモンドと酸化物研磨工程の組み合わせによって対応できます。軟質羊毛クロス、MD-Mol と 3μm ダイヤモンド懸濁液を使用し、その後コロイドシリカ、OP-U懸濁液による酸化物研磨工程が使用されます。最終仕上げの懸濁液はMD-Chem のような作業面で使用されます。より良い平坦度と縁ダレのために、弾性の低い布、MD-Nap も使用できます。

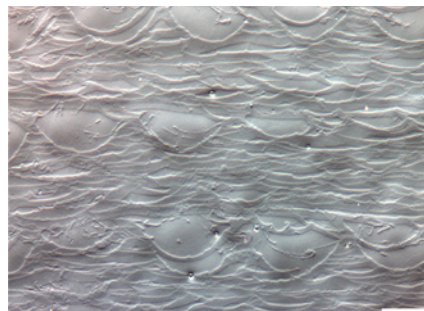


図19: アルミニウム合金の精研磨された表面。MD-Chem と OP-S懸濁液で琢磨。微分干渉コントラスト、DIC、エッチングなし。

アルミニウム 構造の特定の詳細を明らかにするためには、化学、電気化学、光学のエッチング条件、またはこれらの組み合わせを使用できます。図 19 は、微分干渉コントラストを使用した琢磨された試料を示しています。この技術によって、試料表面の形状情報が強調されます。図 18 では、Barker 試薬で電解エッチングされた試料を示しています。図 22 では、Barker 試薬エッチング後の試料を偏光で示したものです。Barker 試薬によるアルミニウムの電解エッチング方法を表5に示します。この方法は、ストルアスのレクトロポール-5に適しています。図20参照。



図20: ストルアスの電解研磨試料作製装置、レクトロポール-5

作業工程	PG	FG	DP 1	OP
作業面	MD-アルト	MD-ラルゴ	MD-Dac	MD-Chem
砥粒	種類	ダイヤモンド	ダイヤモンド	シリカ/アルミナ
	サイズ	#180 / 220	9μm	0.25 / 0.01 μm
懸濁液/ループリカント	水	ダイヤモンド Allegro/Largo9	ダイヤモンド Dac3	OP-Sノンドライ懸濁液 / OP-A懸濁液
rpm	300	150	150	150
加圧力[N] / 試料	25	40	20	15
時間(分)	必要に応じて	5	4	2-3

表4: 埋込みなし、30 mm のステンレス鋼試料の研磨・琢磨条件

装置:	レクトロポール-5
電解液:	200 ml 水 + 10 ml ホウフッ化水素酸 (35%) (Barker試薬)
マスクサイズ:	2 cm ²
電圧:	24 V
流速:	8
時間:	1-2 分

表5: アルミニウムの電解研磨とエッチングによる試料作製条件

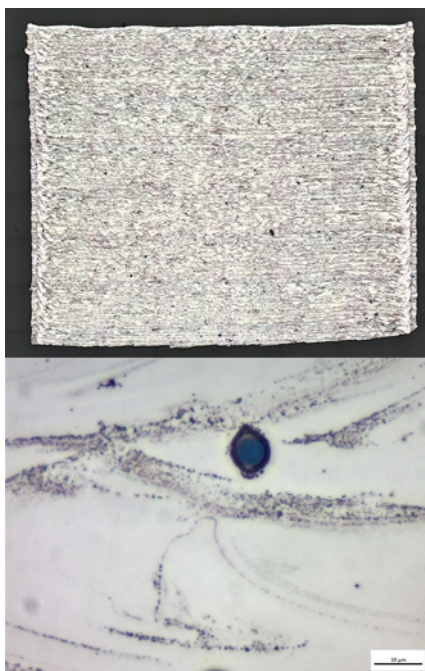


図21: パーカー試薬でエッチングされた AM アルミニウム合金の概要(上)。析出を伴うアルミニウム合金の詳細。高倍率(下)。明視野。

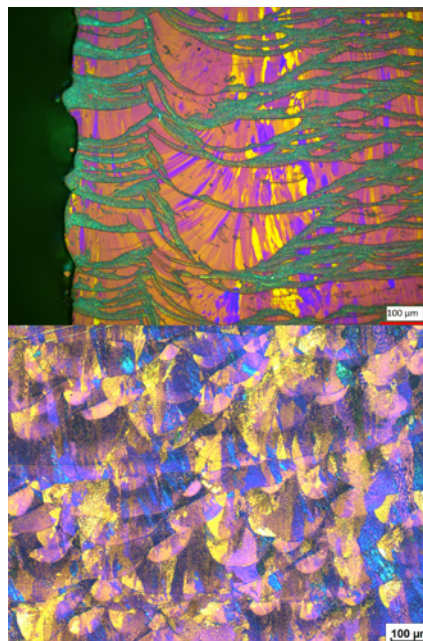


図 22: Barker 試薬エッチング後の アルミニウム合金 (上)。アドラーでエッチングされたインコネル (下)。偏光観察。

ステンレス鋼やニッケル系合金

ステンレス鋼とニッケル系合金は、多くの場合、軟質で延性です。したがって、非常に粗い研磨面や高加圧力の使用は避ける必要があります。対処方法として、これらの材料に特化された面出し研磨円板、MD-Alto を使用できます (図 4)。精研磨は、硬質円板 (MD-ラルゴ) 上でダイヤモンド懸濁液を使用するか、一部のステンレス鋼に対する代替方法として MD-Plan クロス

を使用して実施してください。精研磨後、中程度の軟質のクロス上でダイヤモンド研磨を徹底的に行い、そして細かい研磨傷を取り除くためにコロイドシリカ (OP-S) またはアルミナ (OP-A) で仕上げ研磨を実施します。この手順は非常に丁寧に実施する必要があり、数分かかる場合があります。優れた仕上げ研磨でより望ましいコントラストが得られます。

この方法は、積層造形試料の気孔率評価用の試料にも使用できます。その場合、中程度の硬質 / 硬質のアセテートクロス MD-Dac で 3 μm 琢磨すると、試料に真の気孔が残されるため、最終的な酸化物研磨ステップは省略されます (図23参照)。

機械研磨の代替手段として、過塩素酸を主成分とする電解液 (A3) で電気化学研磨を行います。ストルアスのレクトロポール-5の使用方を表6に示します。

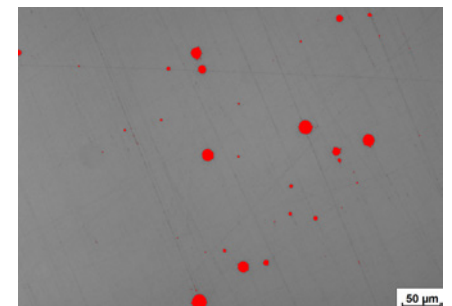


図23: 積層造形されたステンレス鋼で測定された気孔。MD-クロス Dac で 3 μm の研磨工程後、エッチングなし、明視野。3 μm のダイヤモンド琢磨懸濁液からの目に見える傷。

装置:	レクトロポール-5
電解液:	A3
領域:	1 cm ²
電圧:	35 V
流速:	13
時間:	25 秒

表6: 電解研磨によるステンレス鋼の試料作製条件
SiC フォイル / 研磨紙 #320、#500、#1000での初回研削。



オーステナイト、耐食鋼およびニッケル超合金は V2AやAdlerのエッチング液などの酸でエッチングするか（図 25）、Beraha II または III もしくは Lichtenegger および Bloech などのカラーエッチング液でエッチングします。また、ステンレス鋼には、微分干渉コントラストフィルタによる光学エッチングが有効です。図 24 酸化物研磨後、および図 26 電解エッチング後参照。10%シュウ酸水溶液を使用する電解エッチング条件は非常に一般的な方法です。図26と表8参照。二相鋼の場合、水酸化ナトリウム（20%水溶液）による電解エッチングで良好な結果が得られます。偏光は、オーステナイト鋼に対するシュウ酸、またはニッケル基超合金に対するAdlerなど、特殊な追加エッチング後に使用できる光学エッチング方法です。図25参照。

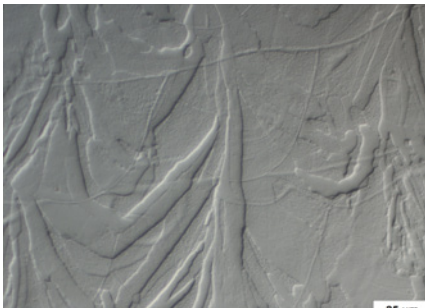


図24: MD-クロス Chem 上で OP-S 懸濁液で琢磨した後のオーステナイト鋼。化学エッチングなしで構造が見える。微分干渉コントラスト、DIC。



図25: Adler エッチング液でエッチングされたインコネル 718。明視野。

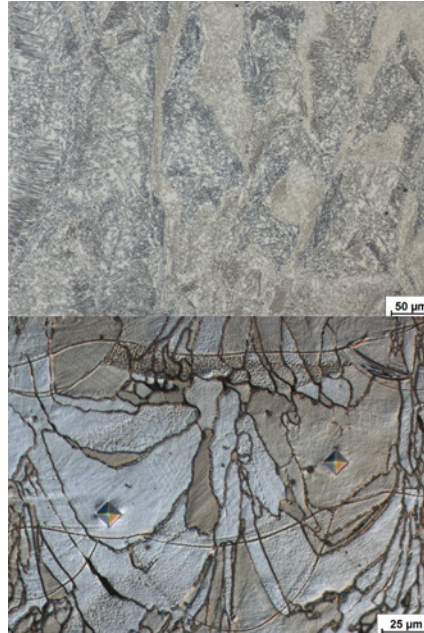


図26: シュウ酸による電解エッチング後の二相鋼 1.4462 (10%)。明視野 (上) 水酸化ナトリウム (20 % 水溶液) による電解エッチング後、マクロ硬さ圧痕を含む二相鋼 1.4410、DIC (下)。

装置:	レクトロポール-5
電解液:	10% 含水シュウ酸
電圧:	15 V
時間:	60 秒

表8: ステンレス鋼の電解エッチングによる試料作製条件

工具鋼

工具鋼は、クロム、ニッケル、バナジウム、タングステン、モリブデンなどの合金元素を多く使用した高合金鋼です。高合金工具鋼の研磨および琢磨で最も難しい課題は、炭化物と非金属介在物を保持することです。微細構造の状態によって、カーバイドは研磨中に破碎されるか、または研磨と琢磨の際に柔らかい母材から引き抜かれることがあります。

これらの種類の鉄系金属には、延性、またはスミアリングや引っ掻き傷に対する傾向を考慮する必要があります。

作業工程		PG	FG	DP 1	DP 2	OP
作業面	種類	MD-ピアノ/220	MD-アレグロ	MD-Dac	MD-Nap	MD-Chem
	サイズ	#220	9μm	3 μm	1 μm	0.1μm
懸濁液/ループリカント		水	ダイヤモンド Allegro / Largo 9	ダイヤモンド Dac3	ダイヤモンド Nap B 1	OP-A
rpm		300	150	150	150	150
加圧力[N] / 試料		35	35	35	25	15
時間(分)		必要に応じて	9	6	1	1

表 7: 埋込みなし、30 mm の工具鋼試料の研磨・琢磨条件



図27: 変性クレムエッチング液 (10/3) でエッチングし、塩化水素を添加した 工具鋼 1.2709

表7参照。高い材料除去率のダイヤモンドを含む面出し研磨円板、MD-ピアノを使用できます。精研磨工程では、ダイヤモンド琢磨工程の前に、9 μm のダイヤモンド懸濁液と金属含有の硬質円板、MD-アレグロを使用します。高合金工具鋼の場合、変性クレムエッチング液を使用できます。（図27参照）

ターゲット試料作製

積層造形材料では、特に微細構造の微視的属性調査に関心が集まります。これらのターゲットには、レーザー焼結工程からの孔、亀裂、介在物、および粉末など異なる原料からの不純物などがあります。図 29 参照。

表面に開いた気孔や亀裂を視覚化する必要がある場合は、真空状態で蛍光粉末が混ぜられたエポキシ樹脂の使用が有効な解決策となります。図 28 参照。

エポキシ樹脂を 50-60°C に加熱して粘度を低め、硬化中に強制冷却を使用することで、非常に良好に含浸し、著しく低い収縮性で間隙のない成形が実現されます。蛍光染料を使用する場合は、顕微鏡に特別な機能が必要です。

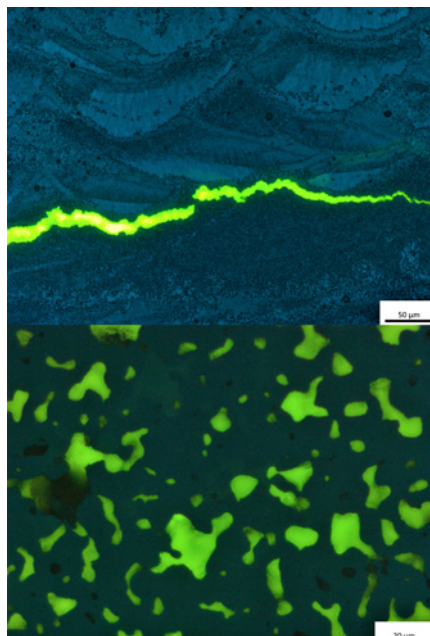


図28: アルミニウム合金の亀裂を蛍光樹脂で充填（上）。オーステナイト鋼の開放気孔（下）。

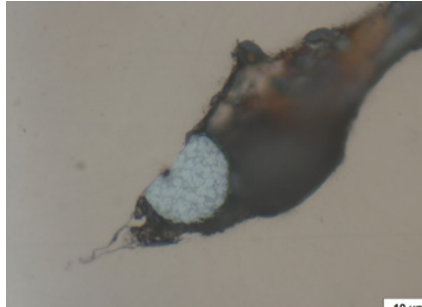


図29: CuCrZr1 試料内のAlSi 粉末粒子の汚染。明視野。

ターゲットの X 線検出前に、ターゲット試料を特別な試料ホルダーに固定します。図 31 参照。研磨・琢磨装置（図 30）では、関心のある場所に到達するために、定義されたターゲットの位置と一定の除去を行う消耗品を用いた特別な研磨条件が使われます。図 32 参照。



図30: ストルアスのターゲットマスターで材料除去を制御。

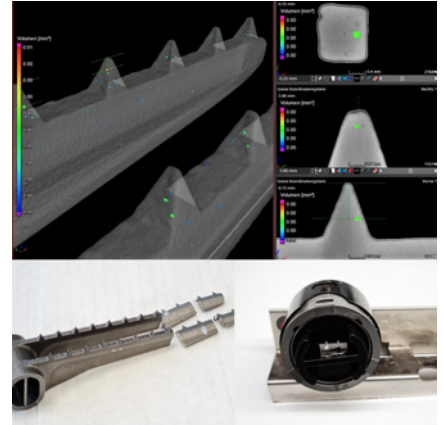


図31: 最上段: 最大容量孔のX線検出（上）。ターゲットグリップで固定された部品から切断され、作製準備が完了した試料。（下）。

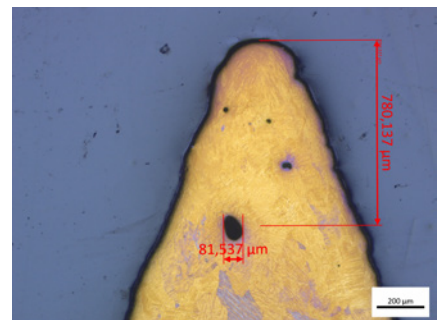


図32: ターゲットシステムで 作製されたチタン合金内の最大孔の光学顕微鏡画像。試料は 100 ml 水、10gの水酸化ナトリウム、10 mlの過酸化水素 H_2O_2 のエッチング液でエッチングされた。



DANISH
TECHNOLOGICAL
INSTITUTE



Struers ApS

Pederstrupvej 84
DK-2750 Ballerup, Denmark
電話 +45 44 600 800
Fax +45 44 600 801
struers@struers.dk
www.struers.com

アプリケーションノート

積層造形材料の微細構造検査用試料作製
Nikolaj Kjelgaard Vedel-Smith, Danish
Technological Institute, Aarhus, Denmark
Søren Jepsen Mark, Danish Technological
Institute, Aarhus, Denmark
Holger Schnarr, Struers GmbH, Willich Germany
Olafur Olafsson Struers ApS, Ballerup Denmark

謝辞

1. 材料を提供して頂いたBärtl氏とPalm氏 (Airbus München)、Binczycki氏 (FHG ILT Aachen)、Hengsbach氏 (University Paderborn)、Mark氏 (Dansk Teknologisk Institut, DTI) に心より感謝申し上げます。
2. 図 1、3、4、5、6のすべての事例は、デンマーク技術協会によって提供されました。
3. すべての微細構造画像は、ストルアス株式会社ホルガー・シュナール博士によって提供されました。