電子ビーム積層造形技術とそれにより形成される金属組織

Additive Manufacturing Using Electron Beam Melting (EBM) Technique and EBM Metallurgy

千葉晶彦*
Akihiko CHIBA

Key Words: Additive Manufacturing, EBM, Electron Beam Melting, Biomedical Cobalt Chromium Alloy

1. 緒言

3D プリンターは金型を使用せず高精度の樹脂製部品を製造するネットシェイピング技術として広く普及しており、“革新技術”に対する興味の対象としても最近話題を集めている。それに比べ、金属粉末を用いた“3D プリンター”はレーザーや電子ビームなど高エネルギー熱源が必要であること、真空や不活性ガス雰囲気など特別に制御された造形環境が必要となるために、装置構成が高価となり普及が進まず造形物の形状精度や材質に対する情報がほとんど得られないことから一層普及を妨げているのが現状である。

電子ビーム積層造形 (EBM: Electron Beam Melting) 法は、三次元 CAD データに基づく電子ビーム (EB) 走査により、50 ~ 100 μm 程度の厚さに敷き詰めた金属粉末床 (パウダーベッド) を選択的に溶融・凝固させた層を繰り返して積層させて三次元構造物を製作する新たなネットシェイプ加工技術として期待されている。電子ビームやレーザービームを用いた金属積層造形法は、樹脂造形の分野で使用されている“3D プリンター”とは本質的には同類のコンセプトに基づいた造形法であると言えるが、様々な点において異なっており、単に金型レスのネットシェイピングツールとしての可能性にとどまらない“革新的な物づくり技術”としての期待感を抱かせる。特に得られる造形物の組織に注目すると金属積層造形技術に特有の組織が形成され、従来の铸造技術 (インゴットメタラジー) では得られない独特な金属学 (EBM メタラジー) により支配されていることを予感させる¹⁾。

本稿では、電子ビーム積層造形技術について概説し、実際の応用例として、生体用 Co-Cr-Mo 合金の造形について取り上げる。EBM 積層造形で得られる特徴的な金属組織とその力学特性について、さらに EBM 積層造形技術の将来展望について述べる。

2. 電子ビーム積層造形技術と装置概要

金属粉末による積層造形の熱源としてレーザービームを使用するものと、電子ビームを使用するものがある。このうち、レーザー積層造形 (LBM: Laser Beam Melting) 法は光造形技術の発展形として、1980 年代の後半から開発が開始され現在まで多種多様の装置が開発されている。一方、電子ビーム積層造形 (EBM) 装置は、2002 年からスウェーデンの ArcamAB 社 (1997 年創設) が製造する装置が唯一であり、開発の歴史はレーザー積層造形に比較して浅い。ここでは、Arcam 社の EBM 積層造形装置 A2X を例にして電子ビーム積層造形技術と装置概要について説明する。

2.1 電子ビーム積層造形 (EBM) 装置

Fig.1 に (a) EBM 装置外観および (b) 造形チャンバー内部の概略図を示す。本装置は、制御塔と造形チャンバーから

Fig.1 (a) Outlook of EBM machine and (b) schematic illustration of machine chamber.

* 東北大学金属材料研究所 (〒 980-8577 宮城県仙台市青葉区片平 2-1-1)
Institute for Materials Research, Tohoku University (2-1-1 Katahira, Aoba-ku, Sendai, Miyagi, 980-8577 Japan)

構成され (Fig.1(a))、次のような手順で造形が進行する。以下に示す括弧内の数値は Fig.1(b) に対応している。

- A) 加熱されたタングステンフィラメント (1) から放出された電子はアノード (2) を通って加速される。
- B) 加速された電子はフォーカルコイル (3) により焦点が合わされ、ディフレクションコイル (4) により走査される。
- C) 電子が金属粉末床 (パウダーベッド) に照射された時の運動エネルギーが熱に変換され、この熱によって金属粉末が加熱あるいは溶解される。この時、目的とする造形物の 3DCAD データの 2D スライスデータを選択的に溶解する。
- D) 2D スライスデータの選択溶解終了後、ステージ (9) が 1 層分のみ降下し、パウダーホッパー (5) からレーキアーム (6) を用いて新たにパウダーベッドを形成する。その際に供給される粉末の量は、センサー (7) を用いて一定量になるようにレーキアームの位置を随時調整する。
- E) パウダーベッドは溶解前に電子ビームを照射することにより予備加熱される (ホットプロセス)。このプロセスは、溶解前に金属粉末床を使用金属粉末の融点 (T_m [K]) の $0.5 \sim 0.8 T_m$ の温度域で加熱するものである。予備加熱は、電子ビーム照射による粉末層に蓄積される負電荷 (チャージアップ) を防ぐために行うものであり、電子ビーム積層造形の予備処理工程として重要である。また、これにより、溶解・凝固後に生じる造形物内部の残留応力を消失させる効果が得られ、内部き裂の発生や造形物の形状安定制御が容易に行える。
- F) 以上の過程を繰り返し行い、2D スライスデータの溶解層を繰り返し積層し、製品 (8) 形状に成形する。

2.2 金属積層造形装置の仕様比較

a. 熱源および出力

Table 1 に、EBM 装置 (Arcam AB 社、A2) と LBM 装置 (EOS 社、EOSINT M 280) の仕様をまとめて示している。熱源として、EBM 装置ではタングステンフィラメントを用いており (ただし、最新鋭の EBM 装置 (Q10) では CeB_6 を搭載している)、LBM (装置) では Yb のファイバーレーザーを使用している。EBM 装置では電子ビームの出力として、最大 3.5 kW であり、LBM の最大出力 0.4 kW に比べて大きい。このため、EBM では LBM に比べ高融点合金にも適用可能である。LBM の場合、レーザー出力が大きすぎると金属粉末の表層面でのアブレーション効果により粉末の“突沸”現象が生じてしまい正常な溶解池の形成が困難となるため、レーザー出力を抑制気味に設定している。大出力化による高融点系材料の溶解に対応させるためには粉末のレーザービームによるパウダーベッドのアブレーション対策が必要となる。

b. スキャン速度

レーザービームのスキャン速度は 7 m/s であるのに対し

Table 1 Comparison between EBM and LBM specification.

	EBM	LBM
Machine	ARCAM AB : EBM A2	EOS : EOSINT M 280
Heart source	Electron beam (W -filament)	Yb-fibre Laser
Working Space (WxDxH)	200x200x350	250x250x325
Power (max.)	3500 W	400 W
Beam diameter	0.2-1.0 mm	0.1-0.5 mm
Scan speed (max.)	8000 m/s	7 m/s
Working rate	15-22 mm ³ /s	2-8 mm ³ /s
Working atmosphere	High Vacuum (10^{-5} mbar) and subsequently inducing He gas (10^{-3} mbar)	(Ar or N ₂) gas substitution
Pre-heating temperature	(0.5-0.8) T_m (T_m :melting temperature (K))	~360K

て、電子ビームのスキャン速度は 8000 m/s と極めて高速である。これは、電子ビームのスキャン方法が電子レンズによる電磁気的なビーム偏向であるのに対し、レーザーのそれはガルバノミラーの機械的制御により偏向させるためである。ガルバノミラーの自重による慣性力の高精度な制御に限界があり、高速度で偏向させることが難しいとされている。

c. 造形雰囲気

EBM プロセスでは高真空中で溶解造形を行なうため酸化の影響がない。造形中に He ガスをわずかに導入するが、これは電子ビーム照射による金属粉末の帯電 (チャージアップ) を防ぐためである。LBM ではアルゴン等の不活性ガスを充填させて造形を行なうため、EBM における真空チャンバーに必要な耐圧設計が不要であり低剛性のチャンバー設計で足りる。しかし、最近、LBM においても造形中の酸化を防止するため、真空中での造形技術の研究開発がなされている²⁾。

また、LBM の最新機種の中には、一旦真空排気を行なったからアルゴンガスを導入置換して造形する装置が開発されるようになった。これにより、残留酸素や窒素の分圧を低下させ造形中における造形物の酸化を防止できる。今後のトレンドとして、LBM プロセスにおいても真空チャンバーと同程度の高剛性のチャンバーを備えた装置構成が一般化するものと考えられる。

d. 予備加熱

EBM では金属粉末床 (パウダーベッド) の溶解プロセスの前にパウダーベッドの予備加熱を行なう、ホットプロセス (hot process) が基本であることは既に述べた。電子線を

Fig.2 Preheating process with electron beam for powder bed (a), (b) Still image of (a) taken by high speed camera.

予備加熱していないパウダーベッドに照射すると粉末が霧状に舞い上がるスモーク現象が起り、正常な熔融池の形成ができない。このため、EBM プロセスでは熔融プロセスの前にパウダーベッドの予備加熱のプロセスが必須である。予備加熱温度として、金属粉末によって異なるが、およそ 600 ~ 1100 °C の間で最適な予備加熱温度の設定が行なわれる。予備加熱により、粉末同志のネック形成が進み電氣的接触が促進されることによる電子のチャージアップの防止、あるいは金属粉末表面に形成される半導体的性質を有する酸化被膜層の電気抵抗が、加熱により低下し接触する粉末間の接触抵抗が低下するために電子のチャージアップの防止が図られると考えられる。Fig.2 は電子ビームによるパウダーベッドの予備加熱プロセスに用いる電子線のラスタースキャン (Fig.2(a)) の様子を示している。ラスタースキャンの高速カメラによる画像を Fig.2(b) に示している。図中左側に示した図がラスタースキャンを 2 千分の 1 秒の速度でとらえた静止画像であり、同図右側の画像はそのラスタースキャンを放射温度計により計測した温度分布を温度色の変化により示した図である。Fig.2(a) のラスタースキャン像では複数の電子ビームが同時に照射され

Fig.3 SEM images of biomedical Co-Cr-Mo alloy powder (unused) (a) (b) and XRD pattern.

ているように見える。しかし、これは先述したように電子ビームの走査速度は秒速 8000 m と高速であるため、肉眼では複数ビームの走査に見えるためである。実際に Fig.2(b) の高速カメラでとらえられた静止画像では単一ビームが走査されている様子が分かる。このような高速走査が可能な EBM プロセスの予備加熱では加熱されるパウダーベッド表面の温度は加熱領域全体で均一に分布し一定の加熱温度に維持することが可能となる。その様子は、Fig.2(b) の右側にある放射温度計による温度分布図が全体的に同一温度（色）に分布していることから理解できる。一方、LBM プロセスでは、予備加熱はせず、室温と同程度（～90 °C）の温度のパウダーベッドを熔融する。このため、EBM のホットプロセスにたいして、LBM プロセスをコールドプロセス (cold process) として両プロセスのプロセス上の基本的相違を区別する場合がある。EBM のホットプロセスの特徴は、造形中の熱応力による残留ひずみや内部き裂の発生が無いことである。この特徴は造形物の材質制御の際に重要であり、金属間化合物のような延性に乏しい材料の造形にはホットプロセスを採用することで内部き裂や残留応力の少ない造形ができる^{3,4)}。

3. EBM 法による Co-Cr-Mo 合金の造形

3.1 使用する合金粉末

造形に用いた生体用 Co-Cr-Mo 合金粉末は、Arcam AB より購入したものである。Fig.3 に Co-Cr-Mo 合金粉末（未使用）の (a)(b) SEM 像および (c) X 線回折パターンを示す。

Fig.3(a) および (b) より、粉末外観はいくつかの小さなサテライトを伴った真球度が高い粉末であることがわかる。また X 線回折パターン (Fig.3(c)) より、構成相は γ -fcc 相が主要構成相であり、 $M_{23}C_6$ 炭化物の析出が認められる。粉末粒径の分布は 40-125 μm であり、平均粉末粒径は 63.7 μm である。Table 1 に用いた生体用 Co-Cr-Mo 合金粉末の化学組成を示す。0.20 mass% 窒素 (N) および 0.23 mass% 炭素 (C) が複合添加されているタイプの Co-28Cr-6Mo 合金であり、ASTM F75 に準拠したものである。

3.2 造形物の評価

a. 造形物の組織

$\phi 14 \times 100 \text{ mm}$ の円柱試験片を電子ビーム照射方向 (z 軸) に平行に配置させ、EBM 法により作製した。1 層の積層厚さを 70 μm とし造形を行った。造形速度はほぼ一定であり、凡そ 5.5 mm/h であった。

Table 2 Chemical composition of biomedical Co-Cr-Mo alloy [mass%]

	Co	Cr	Mo	Ni	Si	Mn	C	N	O
Powder	Bal.	28.4	6.66	0.18	0.45	0.69	0.23	0.20	0.023
As-built (EBM)	Bal.	28.2	6.67	0.18	0.44	0.55	0.23	0.17	0.009
ASTM F75	Bal.	27-30	5-7	0.5 max	1.0 max	1.0 max	0.35 max	0.25 max	—

Table 2 に EBM 法により作製した Co-Cr-Mo 合金試験片の化学組成を示す。出発粉末と EBM 試験片の化学組成の間では、大きな組成の変化は認められなかった。これより、EBM 造形中には酸化などによる酸素などの増減は認められず出発粉末とほとんど変わらない化学組成の造形が可能であることが分かる。

Fig.4 に EBM 法により作製した Co-Cr-Mo 合金試験片の (a), (d) 上部の水平断面 (半径方向の切断面) と (b), (e) 垂直断面 (ビーム照射方向に平行な切断面) の光学顕微鏡組織および SEM 像を示す。また、比較として、(c), (f) 従来法である casting 法で作製した同組成合金の光学顕微鏡組織および SEM 像も併せて示す。Fig.4 の上段が光学顕微鏡組織、下段が SEM 像である。Fig.4(c) および (f) より、铸造組織は dendritic cell 界面に多くの晶出物が確認される。晶出物の大きさは数 10 μm オーダーであり、いずれもネットワーク状に形成している。一方、EBM 試験片の組織はそれと全く異なる組織を示した。EBM 法での造形では 1 層の厚さは 70 μm であるが、Fig.4(b) および (e) より、層境界が確認されず、柱状セル組織がビーム照射方向に沿って一方向に成長していることが分かる。この組織形態は、一方向凝固により得られる組織に類似している⁵⁾。また、Fig.4(a) および (d) から、多くの晶出物は柱状晶セル界面および柱状晶コロニー (同方向に成長した柱状晶セルの集まり) 界面に存在している。しかも、この晶出物は等間隔に規則正しく組織

Fig.4 Optical and SEM microstructural images of cross and longitudinal section (a), (d) and (b), (e), respectively, of EBM produced Co-28Cr-6Mo-0.23C-0.17N alloy sample of top part. In comparison, (c), (f) Optical and SEM images of conventional cast alloy with the same composition as above. Optical micrograph (upper) and SEM image (lower).

Fig.5 Cross sectional IPF mapping of rod bar sample taken by EBSD. Electron beam direction: ND, y-axis; RD. Electron beam was scanned parallel to (a)x-axis, y-axis, (b) 45-degree inclined direction to x-axis and y-axis.

全体に均一分散している。

Fig.4(c) および **(f)** に示されるように従来の铸造法により得られる組織は、10 μm オーダーの炭化物がデンドライト界面に不均一に分散するのに対して、EBM 法で得られる組織は **Fig.4(a)** および **(d)** に示されるようにサブミクロンオーダーの微細炭化物が組織全体に均一分散する組織を呈している。これは、EBM プロセスの一層毎の溶融・凝固プロセスは急速溶融・急速冷却プロセスであるために実現した組織であると推察され、EBM 積層造形は急速溶融・急速凝固のプロセスにより造形物が形成されることを示唆している。これより、EBM 積層造形法は、従来の铸造技術では実現不可能な、微細な晶出物を均一分散する組織を形成させる手法として優れており、今後インプラント製品応用だけではなく一般工業製品への適用に関しても高いポテンシャルを有していることを示している。

Fig.5(a) および **(b)** は、電子ビーム入射方向に平行に造形した丸棒試料の垂直断面の電子線後方散乱回折法 (EBSD) による IPF マップを示す。電子ビーム入射方向を ND、y 軸は RD と表している。電子ビームの走査方向は、**Fig.5(a)** は x 軸、y 軸に平行、**Fig.5(b)** は x 軸と y 軸に対して 45° 傾けた方向である。**Fig.5(a)** より、ND 断面と RD 断面のいずれもが左下に示す逆極点図の $\langle 100 \rangle$ 方位色である赤色であることから、ND 断面と RD 断面のいずれもが $\langle 100 \rangle$ 方向に配向していることがわかる。また、**Fig.5(b)** では ND 断面は $\langle 001 \rangle$ 方向に配向しているものの、RD 断面は $\langle 001 \rangle$ から $\langle 001 \rangle$ 軸回りに 45° 回転した $\langle 011 \rangle$ 方向に配向している。これらのことより、EBM プロセスにおける溶融凝固は電子ビーム入射方向と走査方向に $\langle 001 \rangle$ 配向

した一方向凝固成長により起こることが示唆される。

電子ビーム照射条件を最適化することで、造形物を単結晶成長させることも期待できる。このような特徴は、一度に全体を溶融させて金（鋳）型に鋳込んで凝固させる従来の铸造技術では得難いものである。

以上のように、EBM 積層造形技術はネットシェイプが可能であるという特徴の他に、微細析出物形成、一方向凝固などの特徴を有しており、これまでの铸造法や粉末焼結技術にはない、EBM プロセスに特有な新規な組織制御技術—EBM メタラジーとしての可能性を秘めている⁶⁾。

b. 造形物の力学特性

Table 3 に EBM 積層造形法により作製した生体用 Co-28Cr-6Mo-0.23C-0.17N 合金の力学特性をまとめて示す。表中の「Building direction (造形角度)」は、丸棒試料を電子ビーム照射方向に平行に造形したものを 0 deg、電子ビーム方向と 45° の角度に造形したものを 45 deg、90° の角度に造形したものを 90 deg と表現している。さらに EBM 積層造形法との比較のために人工関節などの生体用合金に要求される規格値 (ASTM F75 (铸造材)、ASTM F799 (鍛造品)) を下段に示している。表より、EBM 積層造形まま (As-built) 材の力学特性は、どの造形角度の試料においても、角度に依存する傾向を有しているが、降伏応力 (0.2 PS)、引張り強さ (UTS)、伸び (Elongation) の全てにおいて、人工関節用铸造合金の規格 (ASTM F75) に要求されている値よりも高い。しかし、この造形角度依存性は、逆変態熱処理 (結晶粒微細化熱処理)⁷⁾ を施すことにより、消失させることが可能である。表中で括弧内に示す斜体数値は、その逆変態熱処理後の数値であり、全体的に高強度・高延性となり、人

Table 3 Mechanical properties of biomedical Co-28Cr-6Mo-0.23C-0.17N alloy. Building directions incline to 0 degree; 0 deg, 45degree; 45 deg, and 90 degree; 90 deg. ASTM F75 for cast, F799 for forged and annealed materials for artificial hip joints are indicated in the lower table.

	Building direction	0.2 PS (MPa)	UTS (MPa)	Elongation (Pct.)
As-built (After reverse transformation heat treatment)	0 deg	760 (776)	1172 (1439)	41 (45.4)
	45 deg	533 (770)	813 (1094)	21 (19.7)
	90 deg	717 (818)	962 (1290)	10 (23.9)
ASTM F75 Standard (Cast)		450	655	>8
ASTM F799 Standard	Annealed	550	750	>16
	Forged	700	1000	>12

工関節用鍛造合金の ASTM F799 規格が要求する最小値をすべての造形角度において満足する値までに改善することが分かる。

4. まとめと今後の課題・展望

以上、生体用 Co-Cr-Mo 合金の電子ビーム積層造形を例として、当該技術の特徴、従来技術との相違、可能性について説明した。重要な点を以下にまとめて示す。

1. 真空中での電子ビーム溶解のため活性な合金でも酸化しない。造形条件が最適化されることにより、密度が 100 % の無欠陥の造形が可能である。精密鋳造品よりも高強度・高延性である。
2. 予備加熱する (hot process) ため、造形後の残留応力がほとんど発生せず、内部応力によるき裂発生も抑制される。
3. 粉末粒径に依存するが、数 100 μm の厚さの粉末層の局所領域を急速溶融・急速凝固させるため、造形物全体に微細な析出物の微細分散が可能であり、また一方向凝固組織が得られる。造形条件（電子ビームスキャン法、粉末粒径、予備加熱など）の最適化により単結晶が得られ

る可能性がある。

このような EBM 積層造形法の特徴は、本法がモールドレスの金属部品加工技術としての実用可能性の他にも、新規な金属系構造部材の開発および加工プロセス技術としての可能性を示唆するものである。しかし、本稿では詳しく述べなかったが、今後の課題として、造形寸法精度（現在： $\pm 200 \mu\text{m}$ 程度）、や表面粗度（現在： $R_a = 30$ 数 μm 程度）、造形速度（現在：80 cc/h 程度）、造形物の大型化（現在 $300 \times 300 \times 300 \text{ mm}^3$ 程度）などの点において改善が必要である。このような課題が解決されることにより、EBM 積層造形技術は、金属造形におけるデジタルマニファクチャリング時代を牽引するメインツールとして威力を発揮するものと期待できる。

謝 辞

電子ビーム積層造形技術について共同研究で取り組んでいる、黒須信吾（現在、岩手県工業技術センター）、小泉雄一郎、松本洋明（現在、香川大学工学部）、李 云平、山中謙太、齋藤 毅、佐々木信之の各氏に謝意を表する。

引用文献

- 1) L. E. Murr, S. M. Ramirez, D. A. Martinez, E. Hernandez, J. Amato, K. N. Shindo, P. W. Medina, F. R. Wicker, R. B. Gytan : J. Mater Sci Technol, **28** (2012) 1-14.
- 2) 中野 弾、清水 透、佐藤直子：型技術、**29** (2014) 28-31.
- 3) L. Loeber, S. Biamino, U. Ackelid, S. Sabbadini⁴, P. Epicoco, P. Fino, J. Eckert¹: Solid Freeform Fabrication, Symposium (University Texas in Austin), (2011)547-556.
- 4) J. Schwerdtfeger , C. Körner: Intermetallics, **49** (2014) 29-35.
- 5) E. R. Thompson, D. A. Koss and J. C. Chesnutt : Metallurgical Transaction, **1** (1970) 2807-2813.
- 6) Shi-Hai Sun, Yuichiro Koizumi, Shingo Kurosu, Yun-Ping Li, Hiroaki Matsumoto, Akihiko Chiba: Acta Materialia, **64** (2014) 154-168.
- 7) S. Kurosu, H. Matsumoto, A. Chiba : Material Letters, **64** (2010) 49-52.