

金属粉末積層造形金型の寿命評価および表面処理の適用について

佐野正明・深澤郷平・若尾博明*1・村松翼*1

Life Evaluation of Molding Mold Worked by Metal Powder Additive Manufacturing and Applying Surface Treatment

Masaaki SAN0, Kyohei FUKASAWA, Hiroaki WAKAO and Tsubasa MURAMATSU

要 約

金属粉末積層造形技術は新しい加工方法として期待されており、特にダイカスト金型においては内部に複雑な冷却管を設けることが可能となるため、離型性の向上やリードタイムの短縮等のメリットがあるといわれている。一方、その造形工程には金属の急熱・急冷による熔融凝固過程を含むことから、金属組織に不安定な一面を有しており、従来鋼とは機械的性質が異なる傾向がみられる。本研究では金属積層造形技術をダイカスト金型へ適用することを目的とし、金属粉末積層造形物に対し熱処理等を施し、その特性について検討した。その結果、最適な温度域で固溶化処理および時効処理を施すことで良好な組織状態を示し、材料特性についても最適な温度域があることが確認できた。

1. 緒 言

金属粉末積層造形技術は、従来加工では不可能な製品形状が得られるため、航空部品や医療製品、更に金型等への利用が検討されるなど、新しい加工方法として期待されている¹⁾。特にダイカスト金型においては、内部に複雑な冷却管を設けることが可能となるため、離型性の向上やリードタイムの短縮などのメリットがあるといわれている。一方、その造形工程には金属の急熱・急冷による熔融凝固過程を含むことから金属組織に不安定な一面を有しており、従来鋼とは機械的性質が異なる傾向がみられる²⁾。

また、ダイカスト金型は加熱-冷却の熱サイクルが繰り返し付加される過酷な環境で使用されるため、低サイクル熱疲労に起因したヒートチェックやクラックの発生、熔融金属との接触による焼き付きや溶損などの問題が懸念される。過酷な環境下で使用されるダイカスト金型に本金属積層造形技術を適用することは有効であるが、広く普及させるためには、不安定な金属組織を安定化させることが急務である。これまでに金属積層造形物に対し熱処理を施した検討はあるが³⁾、ダイカスト金型を対象とした熱処理および表面処理を施した検討は少ない。

本研究では、金属学的に不安定な組織を有する金属粉末積層造形物の安定化を目指すために、金属粉末積層造

形手法により金型鋼試験片を作製し、その試験片に対し熱処理や各種表面処理（窒化処理）を施し、その材料特性について検討した。

2. 実験方法

2-1 金属積層造形装置および造形粉末

実験に用いた造形装置は（株）松浦機械製作所製 金属粉末積層造形装置 LUMEX Avance-25 である。造形粉末はダイカスト金型の溶接補修用として一般的に使用されているマルエージング鋼を用いた。マルエージング鋼は、Ni, Co, Mo 等を合わせて 30% 含む合金鋼（C 量 0.03% 以下）であり、強度や靱性に優れた材料である。時効処理によるひずみや熱膨張が少なく、耐低温脆性が高い材料である等、優れた特徴を持ち、航空機や宇宙開発部品にも用いられている材料である。今回実験に用いた粉末の粒径は 20-45 μm (95.5%) であり、予め 100℃ の炉内で十分乾燥させたものを用いた。

2-2 試験片の作成

試験片の作成は次の手順で行った。①造形装置内のテーブル上に設置されたベースプレート（50℃加熱）上に、粉末を塗布する。②ブレードを用いたスキージング作業により粉末を平滑に敷き詰める。③粉末床にレーザー（Yb ファ이버レーザー）を照射し、粉末を熔融させながら X 方向へ走査させる。④一層分の熔融/走査させた後、Z 方向に一層厚み分降下させる。これらの工程を順

*1 （有）丸真熱処理工業

次行いながら、予め設定したプログラムにより、試験片の作成を行った。造形条件はレーザ出力 320 W、スポット径 200 μm 、走査速度 700 mm/s、走査ピッチ 120 μm 、走査幅 5 mm で行い、一層毎に走査方向を 90 度変える帯状分割方法により造形した。なお一層あたりの造形厚さは 50 μm である。本条件により直径 25.4 mm、高さ 25.4 mm の造形物を作成し、試験片とした。

2-3 熱処理条件

マルエージング鋼は機械的強度を高めるために、素地をマルテンサイト化させる固溶化処理を施し、その後時効処理を施すことで、マルテンサイト生地中に微細な金属間化合物を析出させ、最終硬さを調整し用いられている。ダイカスト金型で使用する金型硬さは一般的に 48-50 HRC 程度である。本研究では、実用金型に用いるためマルエージング鋼粉末により造形された金属粉末積層造形物に対し、固溶化処理および時効処理を施した場合の機械的特性への影響を調査することを目的として、処理温度および処理時間について検討した。マルエージング鋼展伸材の場合、固溶化処理温度 830 $^{\circ}\text{C}$ -1~2 時間保持が推奨されている⁴⁾。しかし、これまでの結果から金属粉末積層造形物の固溶化処理の場合、1 時間以上の処理時間であっても硬さは変化する傾向を示したため⁵⁾、固溶化処理条件は処理温度 830 $^{\circ}\text{C}$ -保持時間 5 時間 (3 時間超) 一定とした。なお本実験では、ベースプレートから切り離さず、複数個を造形したままの状態一括して処理を行っている。また時効処理条件は処理温度 520-560 $^{\circ}\text{C}$ -保持時間 5 時間で行った。図 1 に固溶化処理および時効処理で使用した熱処理炉を示す。

3. 結果および考察

3-1 X 線回折による分析

図 2 に金属 AM 試験片 (AM 試験片)、金属 AM に固溶化処理した試験片 (AM+HST 試験片) およびその試験片に対し 540 $^{\circ}\text{C}$ で時効処理した試験片 (AM+HST+HAG 試験片) の X 線回折による分析を行



図 1 真空熱処理炉

った結果を示す。X 線回折による分析はリガク製 Smartlab を用い、X 線源には Cu 管球を用い、40 kV-30 mA の条件で行った。AM 試験片の場合、 αFe の回折線ピークが認められ、この試験片に固溶化処理をした AM+HST 試験片でも、回折線ピークに大きな変化は認められなかった。更に 540 $^{\circ}\text{C}$ で時効処理を行った

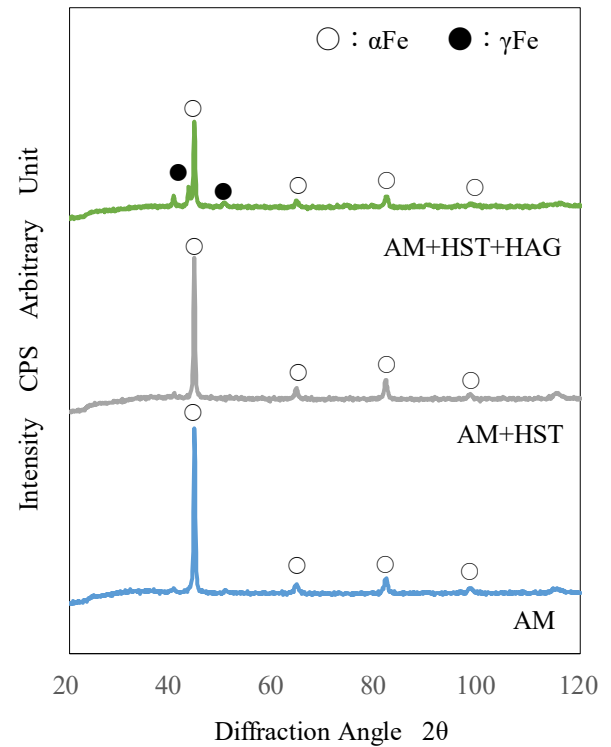


図 2 X 線回折による分析 (熱処理の影響)

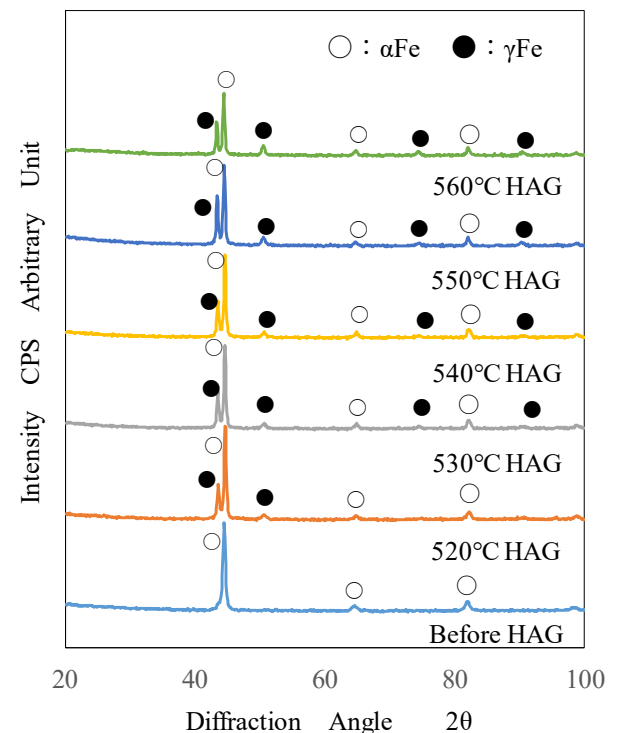


図 3 X 線回折による分析 (時効処理温度の影響)

AM+HST+HAG 試験片では、 α Fe 回折線ピークの他に新たに γ Fe の回折線ピークが認められた。

更に時効処理による γ Fe の出現を詳細に調べるために、時効処理温度を変化させた時の X 線回折による分析を行った結果を図 3 に示す。時効処理を行っていない Before HAG 試験片では、 α Fe の回折線ピークしか確認されていないが、520°C の時効処理を施すことにより γ Fe の回折線ピークが新たに出現していることが確認出来る。更に時効処理温度を上げることによりその回折線ピークは α Fe に対し、相対的に大きくなる傾向を示した。

3-2 総オーステナイト (γ Fe) 量の測定

X 線回折による分析から、時効処理温度は γ Fe の存在割合に影響を及ぼすことが確認出来た。そこで各素材中の総オーステナイト (γ Fe) 量の測定を試みた。測定にはリガク製 Automate を用いて行った。X 線源には Cr 管球を用い、40 kV-30 mA の条件で α Fe (211) および γ Fe (220) 回折線ピークを測定し、両者のピーク割合から算出した。図 4 に AM 試験片、AM+HST 試験片および AM+HST+HAG 試験片の総オーステナイト量測定結果と、併せて硬さ測定を行った結果について示す。

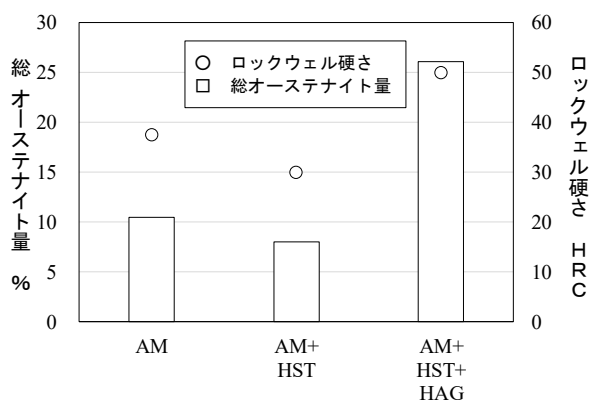


図 4 総オーステナイト量と硬さの変化 (処理の影響)

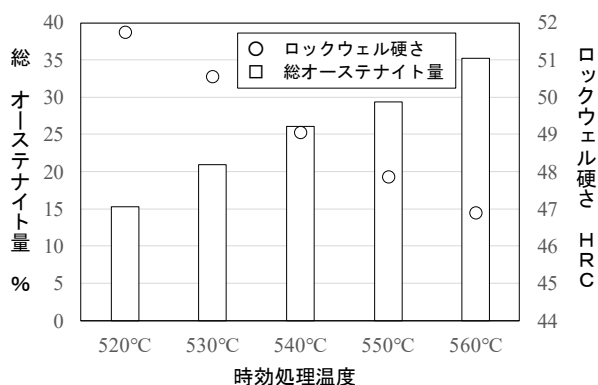


図 5 総オーステナイト量と硬さの変化 (時効温度の影響)

造形したままの AM 試験片の総オーステナイト量は 10% 程度であったが、固溶化処理を施した試験片 AM+HST 試験片はやや低下する傾向を示した。更にその後 540°C の時効処理を行った AM+HST+HAG 試験片では 25% 程度にまで増加する傾向を示した。

また造形したままの AM 試験片の硬さは 38 HRC 程度であったのに対し、AM+HST 試験片では 30 HRC と低下し、更に 540°C の時効処理を施した AM+HST+HAG 試験片では、49 HRC と増加する傾向を確認した。固溶化処理をすることで硬さが低下したと見受けられるが、これは AM 試験片の場合、金属積層造形時の熔融凝固過程による熱影響を受け、時効処理効果が付与され、硬さが上昇した結果と考えられる。

更に固溶化処理後に時効処理を施した場合、硬さは向上した。これは金属間化合物の析出による影響と考えられる。これらの結果により、固溶化処理および時効処理を適切な温度で管理することで、一般的なダイカスト金型で用いられている硬さが得られており、良好な熱処理が達成できた結果と考えられる。

更に時効処理による総オーステナイト量および硬さの変化を詳細に調べるために、520-560°C の各温度で時効処理を行い、総オーステナイト量および硬さの測定を行った。その結果を図 5 に示す。総オーステナイト量は時効処理温度が高くなるのに伴い、増加する傾向を示した。概ね時効処理温度 10°C の上昇に対し、約 5% 程度の増加量であった。更に硬さについては、逆に時効処理温度が高くなるに伴い、低下する傾向を示した。

前述のようにマルエージング鋼は、一般的に時効処理によりマルテンサイト素地中に金属間化合物を析出させることで、硬さを向上させるといわれている。本実験での時効処理温度増加に伴う硬さの低下は、オーステナイト量の増加による結果と考えられる。

またオーステナイト組織の出現は、製品の寸法変化を引き起こす要因として指摘されているが、逆にこのオーステナイトの導入が延性や靱性の向上に有効な手段となることも指摘されている⁹⁾。本研究の場合でも、適切な熱処理を行い適量のオーステナイトを管理することで、より機械的特性が向上するものと考えられる。

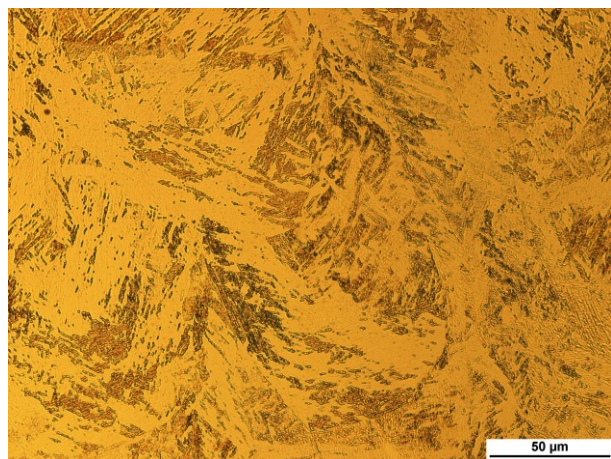
3-3 組織観察

図 6(a)~(b) に AM 試験片、AM+HST 試験片の断面組織観察を行った結果を示す。

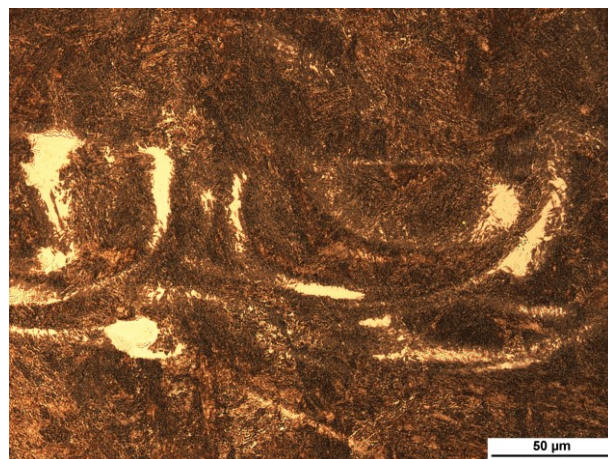
図 6(a) に示す AM 試験片の場合、素地はマルテンサイト状態を呈しているが、全体的にうろこ模様が観察される。これは積層造形過程の熔融凝固による影響と推察される。この試験片に固溶化処理した AM+HST 試験片の場合 (図 6(b))、造形時のうろこ模様の痕跡

は消滅し、素地全体がマルテンサイト組織となっている状態が確認出来る。更にこの試験片に対し、3種類の温度域で時効処理を行った結果を図 6(c)~(e)に示す。520℃で時効処理を行った場合（図 6(c)）、時効処理により新たに白く観察される組織が現れた。この白い組織は、更に時効処理温度を 540℃および 560℃まで高

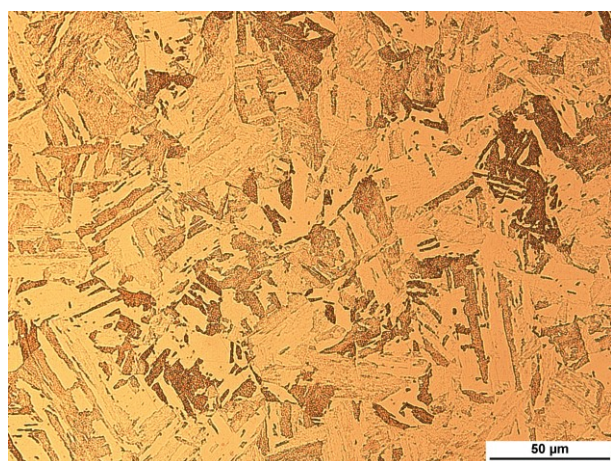
くした場合（図 6(d)~(e)）、マーブル状となり、その領域を広める傾向を示した。これは図 3 に示した X 線回折の結果と併せて考えると、オーステナイト組織の出現によるものと推察される。また時効処理温度が高くなるとマトリックス部分は黒色が濃く観察されるようになった。マルエージング鋼と同じ析出硬化系ス



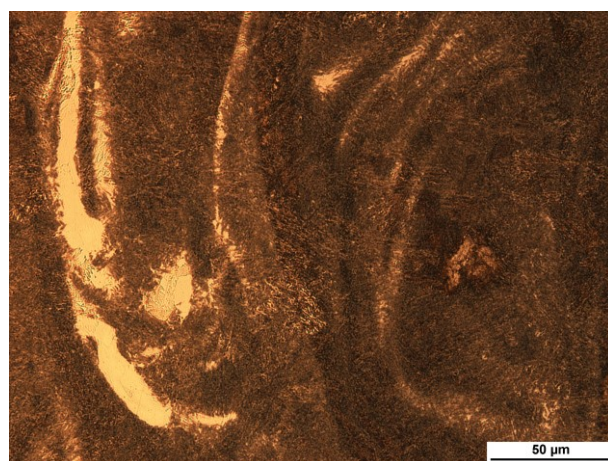
(a) AM 試験片



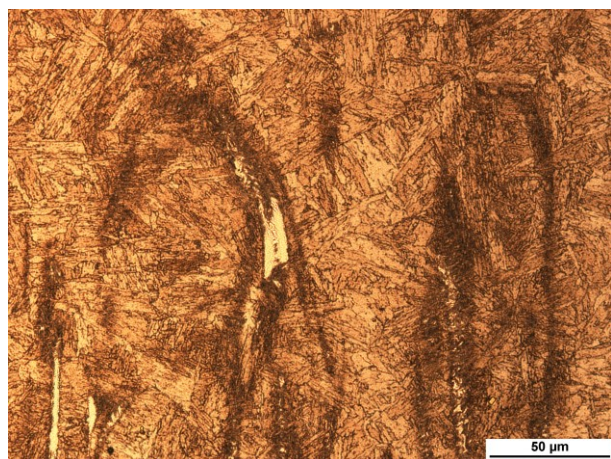
(d) AM+HST+HAG540°C



(b) AM+HST 試験片



(e) AM+HST+HAG560°C



(c) AM+HST+HAG520°C

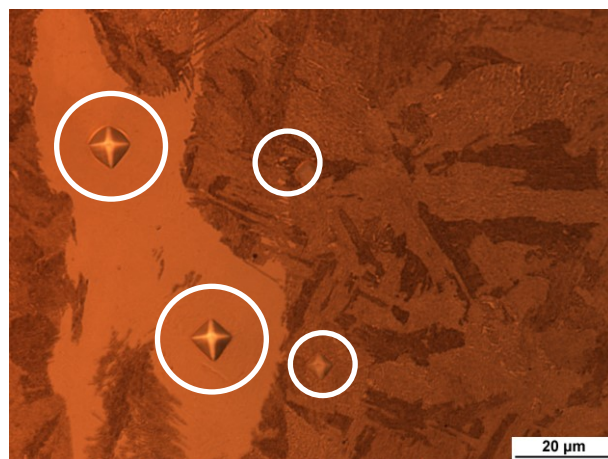


図 7 マイクロピッカース圧痕付け試験片 (AM+HST+HAG560°C)

図 6 金属顕微鏡による断面観察結果

テンレス鋼は、過時効させることによりマルテンサイト地のラス境界及び旧オーステナイト粒界に沿って逆変態オーステナイトが析出するとの報告がある⁷⁾。本実験でも時効処理温度が高くなると、同様の箇所に逆変態オーステナイトが析出し、このオーステナイトと時効されたマルテンサイトの2相が混在しているために、パーライト組織のように黒く観察された結果と考えられる。

更に図6の観察結果で認められた白い部分を詳細に調査するために、マイクロビッカース試験機により10gfの荷重で圧痕付けを行い、その圧痕の大きさについて評価した。評価試験片は組織観察の結果から白い部分が多く観察された560℃の温度で時効処理したものをを用いた。その結果を図7に示す。黒い部分の圧痕の大きさは7-8 μm程度であったのに対して、白い部分では10-11 μmと1.5倍程度に大きくなっていることが確認された。この結果から、黒い部分である焼戻しマルテンサイト相に対し、白い部分は軟化した相であると考えられ、図5の総オーステナイト量との結果と併せて考えると、この白い相はオーステナイト組織によるものと推察される。この圧痕から読み取る硬さは、黒い部分で480 HV程度、白い部分では200 HV程度であった。

3-4 窒化処理の影響

金属粉末積層造形物に対し、窒化処理を適用した場合の組織への影響を調査するために、AM試験片、AM+HST試験片、およびAM+HST+HAG試験片を用

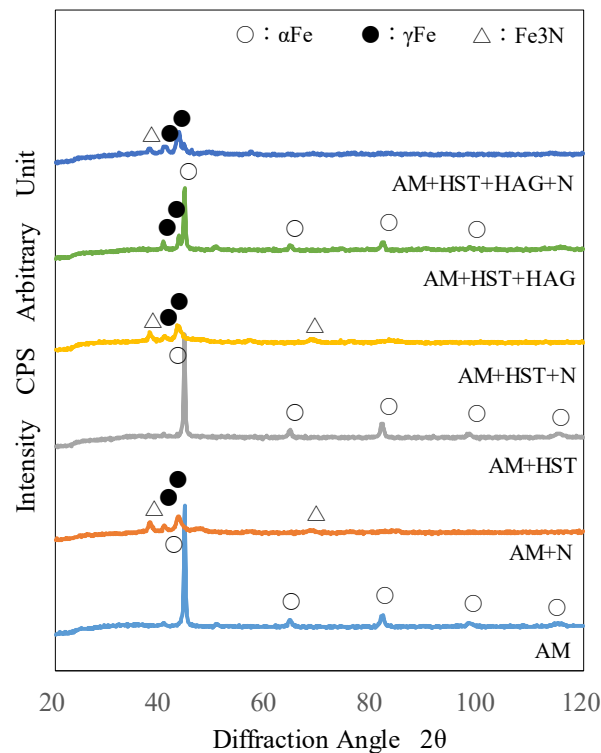
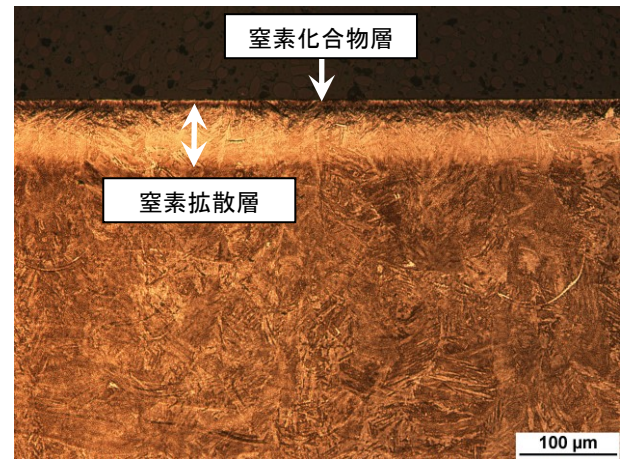


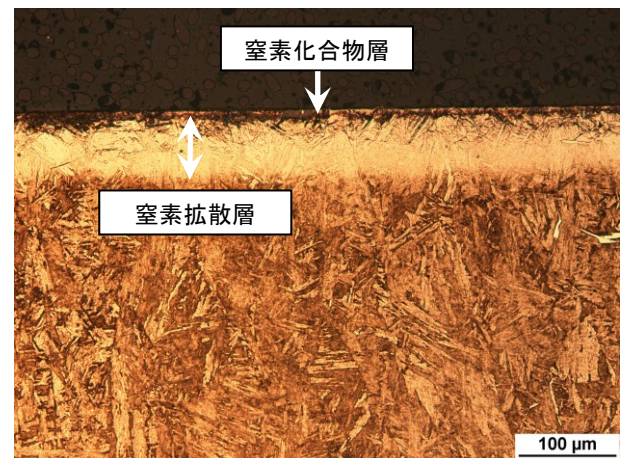
図8 X線回折による分析結果（窒化処理の影響）

意し、これら試験片に対し窒化処理を行った。

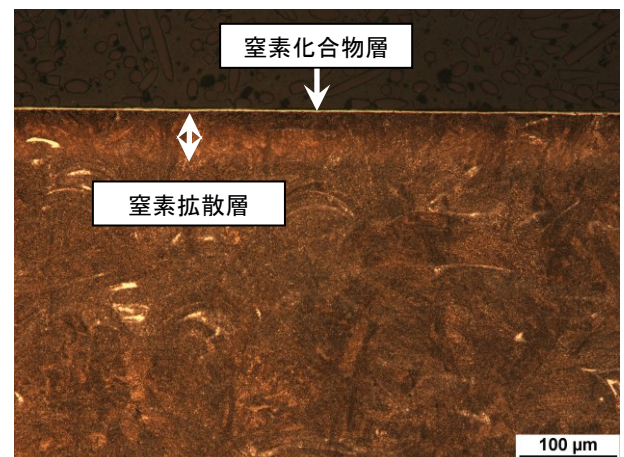
各試験片についてX線回折による分析を行った結果を図8に示す。AM試験片、およびAM+HST試験片は図2でも示したようにαFeの回折線ピークが確認され、これらの試験片に対し窒化処理を行うと、γFeおよびFe₃N回折線ピークが新たに観察された。また



(a) AM+N 試験片



(b) AM+HST+N 試験片

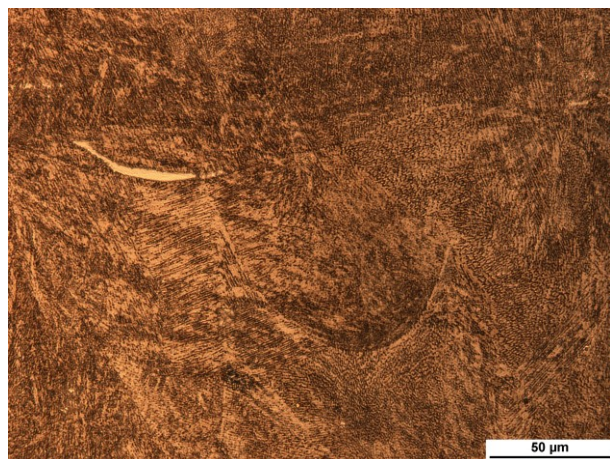


(c) AM+HST+HAG+N 試験片

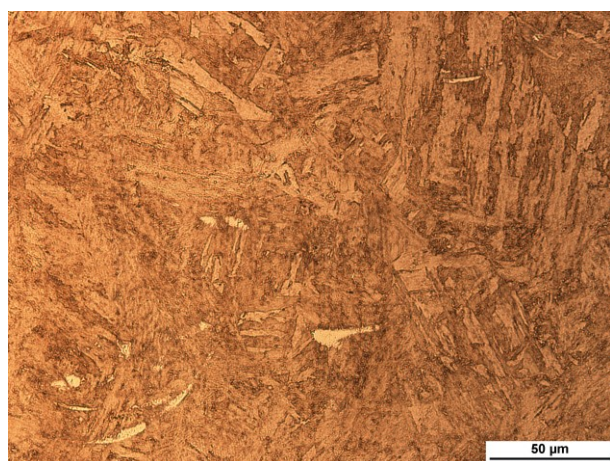
図9 金属顕微鏡による窒化処理試験片の断面観察

AM+HST+HAG 試験片についても同様に γ Fe および Fe_3N 回折線ピークが認められていたが、AM 試験片および AM+HST 試験片に比べ相対的に Fe_3N 回折線ピークは小さくなる傾向を示した。

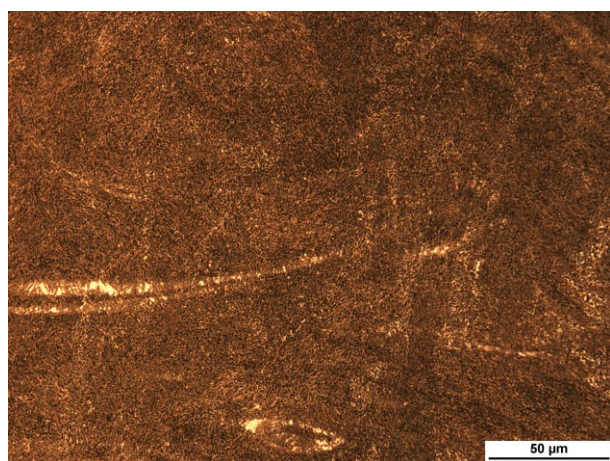
そこで、各試験片表面近傍の窒化処理層の状況を調べるために組織観察を行った。その結果を図 9(a)~(c)に示



(a) AM+N 試験片



(b) AM+HST+N 試験片



(c) AM+HST+HAG+N 試験片

図 10 窒化処理試験片内部の組織観察

す。図 9(a)の金属 AM 試験片に窒化処理を行った AM+N 試験片の場合、最表面に数 μm 程度の窒素化合物層が認められ、その直下に窒素拡散層の存在が 70 μm 程度確認出来る。AM+HST+N 試験片もほぼ同様な観察結果が得られていた。更に時効処理まで行った試験片に対し、窒化処理を行った AM+HST+HAG+N 試験片では、窒素化合物層はやや薄くなり、また窒素拡散層領域も 45 μm 程度と浅くなる傾向を示した。これらの結果から窒化処理を行う場合、窒化処理前に時効処理を行わない方が、窒化処理効果は高くなるものと推察される。

更に内部組織の影響について調査した。その結果を図 10(a)~(c)に示す。今回の窒化処理は処理温度 500°Cで行っていることから、内部組織は 500°Cの時効処理をした状態と考えられる。金属 AM 直後に窒化処理を行った場合には (図 10(a))、内部にはうろこ模様が観察され、積層過程での痕跡がまだ残存されている事が確認出来る。また固溶化処理し窒化処理した場合 (図 10(b))、内部のうろこ模様に観察された造形過程の痕跡は消失していた。固溶化処理により十分な再結晶化がなされたためと考えられる。更に時効処理した試験片の場合 (図 10(c))、微細な金属間化合物の析出と併せてマーブル状に白く観察される組織が多く現れていた。

4. 結 言

金属粉末積層造形手法により金型鋼試験片を作製し、その試験片に対し熱処理や各種表面処理 (窒化処理) の効果について検討した。得られた結果を以下に示す。

- 1) X線回折による分析を行った結果、金属積層造形したままの状態および固溶化処理した状態では、 α Feの回折線ピークが認められたが、これらの試験片に時効処理を行うことにより新たに γ Feの回折線ピークが認められた。
- 2) 金属積層造形したままの硬さは 38 HRC 程度であったが、540°Cの時効処理を施すことで、一般的な金型鋼で用いられる目標硬さ 49 HRC となることが確認できた。また造形したままの状態での総オーステナイト量は 10%程度であったが、固溶化処理を施すことによりやや低下する傾向を示し、その後の時効処理により増加する傾向を示した。
- 3) 総オーステナイト量は時効処理温度が高くなるのに伴い、増加する傾向を示し、硬さは時効処理温度が高くなるのに伴い、低下する傾向を示した。
- 4) 断面組織観察による結果から、積層造形したままの状態では、微細組織を呈していたが、積層過

程による溶融凝固の影響から、全体的にうろこ模様が観察された。しかし固溶化処理を行うことでうろこ模様は消滅し、素地全面がマルテンサイト組織となる傾向を示した。

- 5) 断面組織観察による結果から、520°Cで時効処理を行った場合、マルテンサイト素地中に微細な金属間化合物が析出していたが、併せて新たに白っぽい模様が観察された。この白っぽい模様は時効処理温度が高いほど、その領域を広める傾向を示した。
- 6) マルテンサイト素地中の白い部分の硬さ測定を行った結果、素地である黒い部分 480 HV 程度に対し、白い部分では 200 HV 程度と軟化する傾向を示した。
- 7) 金属粉末積層造形物に対し窒化処理を適用した場合 α Fe 回折線ピークの他に γ Fe および Fe_3N 回折線ピークが新たに観察された。
- 8) 窒化処理を行った試験片の場合、最表面に数 μ m 程度の窒素化合物層が認められ、その直下に窒素拡散層の存在が確認出来たが、時効処理を行った場合、その効果は低下する傾向を示した。

参考文献

- 1) 梅津理恵, 大塚誠, 寺西亮: 金属材料の超精密 3 次元積層造形技術の最前線, まてりあ, Vol.56, No.12, pp.685-685 (2017)
- 2) 深澤郷平, 勝又伸行, 古屋雅章, 寺沢章裕: 金属粉末積層造形品の機械的性質に関する研究, 山梨県工業技術センター研究報告, No.31, pp.83-87 (2017)
- 3) 野原みさと, 酒井康徳: 金属 AM 造形材の熱処理条件が金属組織に及ぼす影響, 第 25 回精密工学会学生会員卒業研究発表講演会論文集, pp.33-34 (2018)
- 4) 特殊鋼ハンドブック (工具鋼編), 大同特殊鋼, pp.113
- 5) 深澤郷平, 勝又伸行, 古屋雅章, 寺沢章裕, 鈴木大介, 佐野正明: 金属粉末積層造形品の機械的性質に関する研究 (第 2 報), 山梨県産業技術センター研究報告, No.1, pp.79-85 (2018)
- 6) 中川英樹, 宮崎亨: マルテンサイト系析出硬化型ステンレス鋼の組織および機械的性質に及ぼす残留オーステナイト量の影響, 鉄と鋼 Vol.84, No.5, pp.363-368 (1998)
- 7) 磯部晋, 岡部道生: 17-4PH 鋼における逆変態オーステナイトの生成挙動とその諸特性に及ぼす影響,