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

(第2報)

深澤郷平・佐野正明・石田正文・萩原義人・若尾博明*1・村松翼*1

Life Evaluation of Molding Die Worked by Metal Powder Additive Manufacturing

and Appling Surface Treatment (2nd Report)

Kyohei FUKASAWA, Masaaki SANO, Masafumi ISHIDA, Yoshihhito HAGIHARA, Hiroaki WAKAO and Tsubasa MURAMATSU

要 約

金属粉末積層造形技術は金型の冷却性能を向上させるメリットがあり,新しい金型加工技術として期待されてい る.一方,金属粉末積層造形素材は従来材に比べて疲労強度や高温軟化抵抗などが劣るうえ,使用可能な熱間金型用 鋼粉末材もまだ普及しておらず,金型寿命への影響が懸念される.過酷な環境下で使用されるダイカスト金型へ適用 するために金型寿命の評価が不可欠であるが,これに関する報告は少ない.そこで,本研究はマルエージング鋼粉末 材を用いて作製した試験片に対してダイカスト操業時を想定した熱疲労試験を行い,寿命評価および窒化処理の適用 を検討した.その結果,試験後のクラック長さや表面硬さなどは劣っていたが,窒化処理を施すことでクラック長さ を著しく抑制できた.一方,金属粉末積層造形素材の欠点である内部気孔を起点としたクラックは表面近傍に僅かに 認められたが,熱疲労強度は溶製材と比べて大差はなかった.

1. 緒 言

近年,自動車部品などの軽量化やモジュール化に伴 う製品の小型複雑化に応じて、金型の一層の高精度, 高機能化が求められている. 金型の寸法精度は製品寸 法精度に繋がるため重要であるが、それと同じく冷却 性能も大事な項目である. 例えば, 製品の変形を抑え るためには、製品に加わる熱ひずみを考慮した冷却制 御が不可欠である.また,冷却能力の向上は金型冷却 時間を短縮させるため、生産性向上にも通ずる. 金型 に高い冷却性能を付与するためには, 内部に複雑な冷 却管を配置しなくてはならないが, 従来の切削加工や 放電加工では冷却管が直線的にならざるを得ないため, 冷却管の設計に限りがある.これを打開する技術とし て,近年注目されている金属粉末積層造形技術(以下, 金属 AM と記す)が挙げられる. その工法は様々あるが, 主な手法は一様に敷き詰められた金属粉末にレーザや 電子ビームを照射し,局所的に溶融,焼結させ,これ を高さ方向に繰り返し行い、立体形状を得るものであ る. 金属 AM を活用すれば、金型内部に三次元的な冷却

管を設けることができ、これまで困難であった微小部 の冷却も可能となる.

現状,金属AMはプラスチック用金型に普及しつつあ るが、より高温で使用するダイカスト金型への適用は 進んでいない. ダイカスト金型は、高速・高圧で溶融 金属を充填する急熱と、ショット毎の水冷や離型材ス プレによる急冷が繰り返される過酷な環境下で使用さ れるため,熱応力に起因するヒートチェックなどの損 傷により金型寿命は低い.一方,金属 AM により作製し た素材(以下,金属AM材と記す)は従来材に比べて伸 び・絞り、耐衝撃性、疲労強度および高温軟化抵抗な どが劣る傾向にある¹⁾.また,金属 AM に使用可能な 熱間金型用鋼粉末材がまだ普及していないこともあり、 金型寿命への影響が懸念される.しかしながら,金型 の冷却性能が改善すれば、金型自体への熱的負荷も軽 減され、それと伴い金型の長寿命化も見込める. その ため、熱間金型への金属 AM の適用は有用であると考え られ、ダイカスト操業時を想定した環境下における寿 命評価が急務と考えられるが、これに関する報告は少 ない. そこで、本研究では金属 AM により作製した試験 片の寿命評価および窒化処理の効果について検討した.

*1 (有) 丸眞熱処理工業

	С	Ni	Mo	Co	Ti			
金属 AM 材	0.01	18.0	5.1	9.0	0.6			
溶製材 (YAG300)	0.002	18.42	4.91	8.99	0.9			

表1 各供試材の代表成分(%)

図1 熱疲労試験片形状

(mm)

第一報では、ダイカスト金型を対象とした金属AM材の 熱処理および窒化処理について検討した.本報では金属 AM材に熱疲労試験を実施し、表面観察やクラック長さ などから寿命評価を行った.

 $\overline{58}$

2. 実験方法

2-1 供試材の化学成分および積層造形条件

供試材はマルエージング鋼粉末材を用いて金属粉末積 層造形装置(LUMEX Avance-25(株)松浦機械製作所) により造形した素材であり,比較として溶製材の18% Niマルエージング鋼(日立金属工具鋼社製 YAG300)を 用いた.化学成分を表1に示す.マルエージング鋼は低 炭素高 Niの時効硬化型高張力鋼であり,高張力と高靱 性を併せ持つほか,熱処理によるひずみが小さいなど の優れた特徴も持つ.主な用途は航空宇宙部品である が,ダイカスト金型の鋳抜きピンや補修用肉盛り溶接 材などにも使用されている.

造形時のレーザ照射条件はレーザ出力 320 W, スポッ ト径 0.2 mm, レーザ走査速度 700 mm/s, 走査ピッチ 0.12 mm で行い, 5 mm 幅に走査しつつその垂直方向に 進行する帯状分割法により照射した. なお, 1 層の厚さ は約50µmであり, レーザの進行方向は1層毎交互にX およびY方向を変更しながら行った. 装置内環境は残存 酸素量 3%未満の窒素雰囲気中とし, ベースプレート温 度は 50℃とした. 造形に用いた粉末粒径は 20~45µm (95.5%) であり, 予め 100~110℃の炉内で十分乾燥さ せたものである.

造形時における残留応力の除去を兼ねてベースプレ ートごと固溶化処理を施した後にワイヤ放電加工によ り試験片部分を切り離し,時効処理を施した.その後,

表 2 熱処理条件

-			
試験片名	固溶化処理	時効処理	窒化処理
AM 材	830°C	540°C	なし
AM 材+N	5h 保持	5h 保持	あり
溶製材	830°C	580	なし
溶製材+N	1h 保持	5h 保持	あり

加工面の研削仕上げを施し、熱疲労試験片を作製した. なお、試験片形状は図1に示したとおりであり、表面粗 さは約0.6 µm Raである.

2-2 熱処理条件

表2に各熱処理条件を示す.ダイカスト金型で使用さ れる硬さは48~50 HRC が多いことから、本試験片も内 部硬さが 49 HRC となるように熱処理を施した. マルエ ージング鋼に適用する熱処理はマルテンサイト組織を 得るための固溶化処理と時効処理の二つから成る²⁾.ま た、マルエージング鋼粉末を用いた金属 AM 材は高温軟 化抵抗が溶製材に比べて劣るが, 適切な固溶化処理を 施すことで改善する結果が ¹⁾.これらの知見をもとに, それぞれに適応した固溶化処理および時効処理を施し た. その詳細は以下のとおりである. 金属 AM 材は造形 後に 830℃-5h 保持の固溶化処理を施した後, 540℃-5h 保持の時効処理を施した(以下, AM 材). 溶製材は納 入時に 830℃-1h 保持の固溶化処理が施されたものに 580 ℃-5h 保持の時効処理を施した(以下,溶製材).また, それぞれ時効処理後にガス窒化処理を施した(以下, AM 材+N, 溶製材+N), 計4種の試験片を用いた.

2-3 熱疲労試験

本試験で用いた接触式熱疲労試験機の模式図を図2に 示す.熱疲労試験はアルミニウムダイカスト金型の操 業を想定した加熱-冷却の熱サイクルを行った.その方 法は,加熱した金属板に試験片を160秒間接触させ,表 面温度が570℃に達するように加熱温度を調整し,その 後水槽中に15秒間浸漬させ,160℃まで冷却させるもの である.なお,加熱用金属板の温度設定のために用い た温度校正用サンプルは,金属AMにより実際の試験片 と同一形状に作製し,接触面の反対側から熱電対を挿 入し,接触面の中心部に先端があたるようにろう付け により固定したものである.

熱サイクル数は最大 5000 cycle まで行い, 10, 20, 50, 100, 200, 500, 1000, 2000, 5000 のサイクル毎に残留 応力測定および表面状態の観察を行った. 残留応力測 定にはリガク製 Automate を用い, X 線源は Cr 管球, 40kV-30 mA の条件で並傾法のΨ一定法により求めた. 観察には走査型電子顕微鏡 (JSM-5310 日本電子



図2 接触式熱疲労試験機の模式図

(株))を用いた. なお,評価箇所は図1に示した90 度方向に4箇所であり,端から15mmの位置を中心と する5mm角の範囲で行い,その平均値を測定値とした. 5000 cycle後は試験片の断面試料を作製し,評価箇所 におけるクラック数および長さについて評価した.ま た,金属組織観察は光学顕微鏡により行い,詳細の観 察および元素分析は電界放出型走査型電子顕微鏡 (JSM-7100F 日本電子(株))を用いた.エッチング は塩化第二鉄,塩酸およびエタノールの混合液による 化学腐食を行った.

硬さ測定はビッカース硬さ試験機(HM-220D (株) ミツトヨ)を用い,試験荷重0.4903 N,保持時間10sで 各箇所を3点ずつ測定し,その平均値を測定値とした.

3. 実験結果および考察 3-1 熱疲労試験過程の残留応力および表面状態

図3に各試験片のサイクル毎における表面観察結果を 示す. AM 材は500 cycle後に僅かなクラックが観察され はじめ,2000 cycle後には大きいクラックが散見される ようになった.またクラックの隙間には酸化物と思わ れるものが入り込んでいた.一方,窒化処理を施した AM 材+Nは2000 cycleにおいても明確なクラックが確認 されず,5000 cycle後になるとクラックが確認された. なお,写真は省略するが,溶製材の場合もAM 材と同じ サイクル数においてクラックが観察されており,溶製 材との差はほぼなかった.

図4に熱疲労試験過程における残留応力の変化を示す. 試験前のAM材の応力はゼロ付近にあり、サイクル数の 増加に伴い徐々に圧縮側に移行し、500 cycle 以降になる と-500~-350 MPa の範囲を推移した.一方、AM 材+N は試験前に約-1500 MPa と高い圧縮応力を示していたが、



 g)
 AM 材 5000 cycle
 h)
 A

 $30 \,\mu$ m

h) AM 材+N 5000 cycle

図3 熱疲労過程における表面状態の代表例



100 cycle までの初期段階において徐々に圧縮応力が緩和 され,-400 MPa 程度まで減少した.100 cycle 以降は再 び圧縮応力が増加し,100 0cycle 以降は-600 MPa 付近を 推移した.なお,いずれの試験片も高温大気中に曝さ れ,水に浸漬するサイクルが繰り返されるため,試験 片表面は黒色の酸化皮膜に覆われた.2000 cycle 以降に なると,厚く成長した酸化皮膜による妨害により,ピ ーク強度を得難くなり,測定値に±100~200 MPa 程度 のばらつきが生じた.窒化の有無による差は 100 cycle までは確認されたが,以降は同じような推移をしてお り,AM 材と溶製材による差もほとんどなかった.

接触式熱疲労試験機における試験片表面の熱応力は 以下の様に考えられている.はじめに試験片表面は急 激な加熱により局部的に膨張し圧縮応力が加わり,さ らに温度の上昇に従い素材の強度が低下するため,塑 性変形を起こし転位やすべり帯を形成する.その後, 加熱面は急激な冷却により表面に局部収縮が起こるが, 高温の内部による膨張領域に拘束されて引張応力が発 生する.この引張応力が塑性変形時の転位やすべり帯 を起点とし微細なクラックを誘発させ,繰り返しの熱 サイクルにより大きく成長する³⁾.

放電加工などにより表面が引張応力状態にある場合 は、熱疲労によりクラックが発生すると、引張応力が 緩和され応力状態がゼロに収束するなど、クラック発 生と残留応力には相関関係がある⁴⁾.一方、本実験は 初期においてゼロあるいは圧縮応力状態にあり、試験 過程で発生したクラックとの相関関係もなく、常に圧 縮応力範囲にあった.この要因として、クラックの隙 間に入り込んだ酸化物が関係していると考えられる.

3-2 熱疲労試験後の深さ方向の残留応力分布

図5に熱疲労試験後の深さ方向に対する残留応力分布



を示す. 深さ方向への加工は, 加工による応力が加わ らないように電解研磨により一定量を除去しながら, その都度残留応力を測定した.なお,窒化処理を施し た試験片については、試験前の状態も測定した. 試験 前の AM 材の表面における残留応力は 0MPa 程度であり, 深さ方向に対してもゼロ付近となるものと考えられる が、試験後は表面から 300 µm の範囲で-300~-200 MPa の圧縮応力状態で推移しており、常に圧縮応力であっ た. 一方, 5000 cycle 後の AM 材+N は深さが増すにつれ て徐々にゼロ付近に収束する傾向を示した.詳細は後 述に譲るが,熱疲労試験後のクラックの内部には酸化 鉄が入り込んでおり、この酸化鉄と母材との熱膨張率 の差が応力状態に影響を及ぼしたものと推測される. 詳細に説明すると、AM 材の場合には電解研磨により除 去された面においてもクラックが常に存在していたた め圧縮応力を示し、AM 材+N の場合はクラックが浅か ったため、電解研磨により除去された面においてクラ ックがなくなり、ゼロ付近に収束近したものと推察さ れる. なお, この傾向は AM 材に限らず, 溶製材におい ても同様であった.

熱疲労試験前における AM 材+N および溶製材+N は共 に表層~50μm程度の深さにおいて高い圧縮応力が認め られた.この高い圧縮応力によりクラックの生成およ び進展が抑制されたものと考えられる.

3-3 熱疲労試験後の断面観察

図6に5000 cycle後における断面観察例を示す.表面 から母材内部に向かって無数のクラックがあり,その 内部には酸化物が存在した.AM 材および溶製材では大 きなクラックの内部にある酸化物が中央から引き裂か れている様子も確認された.また,表層部には 10~20 μm程度の髭のように微細なクラックが観察された.窒



図 6 5000 cycle 後における熱疲労試験片の断面観察例

化処理を施した場合は、クラック長さが著しく抑制されていたが、表層の微細なクラックは多く観察された.

熱疲労試験は大気中で行われるため,試験片表面は 高温下において酸化を起こし,酸化皮膜を形成する. 酸化皮膜は一般的に母材と比べて脆弱であるので,熱 サイクルに伴う熱ひずみの繰り返しによりき裂や剥離 を生じやすく,き裂が発生するとさらに酸化が進み, また応力集中の原因ともなって,母材内部へのき裂進 展を促進する

ことが知られている⁵⁾. なお,図6(b)に観察されるよう に,AM 材では素材内部に気孔が少なからず存在してお り,回転曲げ疲労試験では疲労強度が大きく低下した ¹⁾.一方,熱疲労試験では,気孔を起点とするクラック は表面近傍にのみ僅かに認められたものの,熱疲労強 度は溶製材と大きな差はなかった.

一般的な疲労試験では材料の表面および内部欠陥に 応力が集中し微細なクラックが発生すると、その先端 部において更なる応力集中が起き、破断に至るまで局 所的に進展する.一方、接触式熱疲労試験機では、最 表面において熱サイクルの温度勾配が最も大きくなり、 内側であるほど小さくなるため、発生する熱応力もこ れに応じて変化する.すなわち、熱応力が最大となる 表面領域では、クラックが発生し成長するが、ある程 度内側になると、応力が小さくなるため、クラックの 成長は停留する.そして、表面領域には新しいクラッ クが次々と発生するものの、深くまでは進展せず、結 果的に表面全域にクラックが生ずることになる.従っ て、ダイカスト金型を想定した熱疲労試験で発生する



図7 5000 cycle 後におけるクラック長さの割合

表3 クラック計数結果

試験片名	クラック	最大長さ	総長さ*		
	総数	(μm)	(μm)		
AM 材	99	553	5500		
AM 材+N	435	123	387		
溶製材	83	415	5656		
溶製材+N	336	78	124		

※40µm を超えるクラックの合計長さ

クラックは,表面起因が主であり,AM 材の内部欠陥に 起因するものは極めて少なく,溶製材との差はそれほ ど大きくなかったと推察される.

3-4 熱疲労試験後のクラック長さおよび割合

図7に各試験片のクラック長さの割合を、表3にクラ ック計数結果を示す. AM 材に観察されたクラックの総 数は99 個であり、そのうち15%が100 μ mを超えるも のであった.また、溶製材の場合も100 μ mを超えるク ラックの総数が435 個と多かったが、100 μ mを超える ものはなく、約75 %が20 μ m以下の微細なクラックで あった.また、クラックの最大長さを比較すると、AM 材が553 μ mであるのに対してAM材+Nは123 μ mと、 窒化処理により約80%短縮した.また、40 μ mを超える クラックの合計長さにも顕著な差が認められており、 窒化処理はクラックの抑制に有効であった.

クラック総数は窒化処理の場合の方が圧倒的に多く, 特に開口部が1µm以下でクラック長さ20µm以下の微





細なクラックが多く観察された.窒化によりクラック の進展が妨げられたため、内部よりも熱応力の大きい 表面領域にのみ細かいクラックが分散して発生したと 考えられる. AM 材と溶製材とを比較すると、AM 材の 方がやや劣る結果であったが、大きな差ではなかった.

3-5 熱疲労試験後の金属組織

図8a)~d) に熱疲労試験前後の断面金属組織を示す.



内部組織は、過時効によりマルテンサイト生地がフ ェライトとセメンタイトに分解した焼戻しマルテンサ イトと逆変態オーステナイトからなる組織であり、試 験前とほぼ同じであった.一方,試験後の表層は試験 前に観察された窒素化合物層がなくなり、酸化物に覆 われていた.また,酸化物と接する母材との界面にお いて逆変態オーステナイトと思われる白色を呈した組 織が散見された.この表層部のマッピング像を図9に示 す. 表層部の酸化物には鉄および酸素が多く検出され たが、酸化物に接する母材側では鉄が減少しており、 代わりに Ni が多く検出された.酸化鉄が成長するなか で不要な Ni が吐き出さされるように母材側に偏析した ものと推察されるが、オーステナイト安定化元素であ る Ni が偏析したことで、逆変態オーステナイトを析出 し易い状況にあったものと考えられる.図8e)~f) に窒 化した場合の熱疲労試験前後における表面近傍の組織 を示す. 表層の窒素の拡散層は熱疲労試験前の AM 材 +N は約 50 μm であったのに対して, 熱疲労試験後は 100 µm 程度に拡がっており、溶製材でも同様の傾向が 見られた.熱疲労試験による繰り返し熱により、表層 の窒素が母材内部に拡散したと考えられる.なお,窒 化処理が施された AM 材+N および溶製材+N で観察され たクラックは拡散層内に留まり、内部に進展したクラ ックは僅かであった.

マルエージング粉末鋼を用いた AM 材は高温において 逆変態オーステナイトを析出しやすい特徴があり、そ の強度は素地組織に比べて低い⁶⁰. 熱疲労試験におい ても高温保持時に逆変態オーステナイトが析出成長し、 熱疲労強度を低下させる懸念がある. そのため、断面 深さ方向におけるオーステナイト量の変化を調べた. その結果を図 10 に示す. オーステナイト量の測定は Automate を用い、40 kV-30 mA の条件で α Fe(211)およ



びッFe(220)回折ピークを測定し両者のピーク割合から 算出したものである. 熱疲労試験を行う前のオーステ ナイト量はいずれも30%程度であった. 溶製材は表面か ら 20 μ m 未満の範囲において 50~55%程度と高くなっ たが, 20 μ m 以上になると徐々に低下し約 80 μ m 以上 で約 30%に収束した. 一方, AM 材の場合は表面付近で 約 60%と高く,約 50 μ m までは徐々に低下したものの それよりも深い領域では45~50%に収束した. AM 材は その製造工程において溶融凝固を繰り返すため,合金 元素の偏析や析出サイトになり得る凝固層間の非整合 な界面が存在するため,溶製材に比べて逆変態オース テナイトが析出しやすかったものと推測される.

3-6 熱疲労試験後における硬さ分布

図 11 に熱疲労試験片表面における断面方向の硬さ分 布を示す.また図中には熱疲労試験前における硬さも 示す.熱疲労試験による繰り返し熱により,表面近傍 における AM 材および溶製材の硬さは 400 HV 程度に大 幅に低下した.一方,窒化処理材は試験前よりも低下 しているものの,表面から 60 µm において 500 HV 以上 の硬さを維持していた.窒化処理材の表面近傍は,微 細な鉄窒化物の析出強化による硬さの向上もあり,こ の作用を受け,試験後においても十分な硬さを維持す ることができ,熱疲労強度の増加に繋がったものと考 えられる.

100 µ m 以上の内部においても熱影響を受け,硬さが 低下していたが,その程度は窒化処理を施した方が小 さかった.図6の断面観察結果から分かるように窒化処 理の場合は表層の酸化物がやや厚く付いており,熱が 伝わり難かった可能性が考えられる.一方,AM 材の内 部硬さは溶製材に比べ劣っていたが,これは前述の逆 変態オーステナイト量の差によるものと考えられる.

4. 結 言

金属 AM によって作製した熱疲労試験片に熱処理を施 した後,熱疲労試験を行い,表面状態,残留応力,ク ラック数および長さ,表面硬さ分布,金属組織などか ら,熱疲労特性について評価を行った.以下に結論を 示す.

- AM 材は 500 cycle でクラックが観察されたのに対し、 AM 材+N は 2000 cycle でもクラックが確認されなかった.なお、溶製材も同様の結果であった.
- 2) 熱疲労試験過程における応力状態はクラック内部に 入り込んだ酸化物の影響により常に圧縮応力範囲に あったと考えられる.
- 3) 試験後の AM 材のクラックは、100µm を超えるものが15%有り、最大クラック長さは553µmであった. 一方、窒化した場合は大幅に改善しており、窒化によるクラックの抑制効果が認められた.
- 4) AM 材の内部欠陥に起因するクラックは表面近傍に 僅かに認められたが、熱疲労強度は溶製材と比べて 大きな差はなかった
- 5) 熱疲労試験後の内部組織は熱疲労試験前と変わらなかった.一方,試験片の表面側は酸化鉄と接する母材との界面において逆変態オーステナイトが散見された.
- 6) 熱疲労試験後のオーステナイトは、いずれも表面付近において多く、内側は徐々に低下した.溶製材は試験前とほぼ同じ値に収束したが、AM 材は内部でも45~50%であり、析出量に差が現れた.
- 7) 試験片表面の窒素拡散層は、熱疲労試験後に拡大しており、窒素が母材内部に拡散したものと考えられる.
- 試験後の表面の硬さ分布は, AM 材が 400 HV 程度 に低下したのに対し, AM 材+N は表面から 60 µm に おいて約 500 HV の硬さを維持していた.

参考文献

- 深澤郷平,勝又信行,古屋雅章,寺澤章裕,鈴木 大介,佐野正明:金属粉末積層造形の機械的性質 に関する研究(第2報),山梨県産業技術センター研 究報告, No1, pp.79-85 (2018)
- 2) 大和久重雄:マルエージング鋼,日本金属学会会 報, Vol.3, No.12, pp.719-728 (1964)

- 3) 日原政彦,八代浩二,小松利安,倉元眞實,野坂 洋一,堀越康弘,ミッコ・クンプラ:金型鋼の窒化 処理層における熱的挙動に関する研究,山梨県工 業技術センター研究報告,No13, p.16 (1999)
- 4) 佐野正明,日原政彦,八代浩二,向山芳世:複合 表面処理した放電加工面の熱疲労挙動,電気加工
 学会誌, Vol.31, No.68, p.8 (1997)
- 5) 鵜戸口英善:熱サイクル疲労,溶接学会誌,12(1), pp.573-583 (1968)
- 6) 佐野正明,深澤郷平,若尾博明,村松翼: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、山梨県産業技術センター研究報告, No2, pp.38-44 (2019)