

金属粉末積層造形品の機械的性質に関する研究（第2報）

深澤郷平・勝又信行・古屋雅章・寺澤章裕・鈴木大介・佐野正明

Study on the Mechanical Property of Metallic Additive Manufacturing (2nd Report)

Kyohei FUKASAWA, Nobuyuki KATSUMATA, Masaaki FURUYA, Akihiro TERASAWA,
Daisuke SUZUKI and Masaaki SANO

要約

金属積層造形技術は従来加工では製造できない複雑形状を得られる一方、その製造工程において金属の熔融と凝固が繰り返されることや原料に金属粉末を用いることから、溶製材とは機械的性質が異なる懸念がある。本研究ではマルエージング鋼粉末を用いた金属積層造形素材の機械的性質を調査し、これを調整する熱処理について検討を行った。その結果、時効処理後における引張強さは積層方向に垂直及び45°方向で約1860 MPaであり、平行方向では40 MPa程度小さかった。伸び、絞り及びシャルピー衝撃値は積層方向による差は小さく、垂直方向で僅かに大きい値を示したものの、溶製材よりも劣っていた。また、金属積層造形素材の疲労限度は約280 MPaであり、溶製材の4割程度であった。延性、耐衝撃性及び耐疲労性の低下は素材内部に存在する気孔の影響が大きいと考えられる。金属積層造形後に固溶化処理を施してから時効処理を行うと、時効温度500℃以上における硬さが向上した。

1. 緒言

金属積層造形技術は従来の加工方法では不可能であった製品形状を得ることができ、航空部品、医療製品や金型へ利用されるなど新しい加工方法として期待されている。その工法は一様に敷き詰められた金属粉末にレーザーや電子ビームを照射し、局所的に熔融、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。切削加工や放電加工が材料を除去して加工するのに対して、積層造形技術は材料を付加していく加工のため付加加工（AM：Additive Manufacturing）と呼ばれている¹⁾。金属積層造形技術（以下、金属AMと記す）は鋳造、鍛造、切削などの従来加工では製造できない形状が得られる。一方、製造工程に金属の熔融と急冷による凝固過程を含むことから、金属組織には不安定な一面を有し、素材内部に残留応力が存在する可能性がある。また、金属粉末を原料にしているため、従来の粉末冶金製品と同様に材料内部に多少ならずとも気孔を含んでいることも知られている。このため、圧延・鍛造工程を行う従来材料とは金属組織や機械的性質が異なる懸念があり、材料の信頼性も不明瞭である。今後、金属AMにより多様な製品が製造できるようになるが、これを構成する金属材料の機械的性質の把握は十分ではなく、また製品寿命の評価も始まったばかりである。そこで、本研究では金

属AMで製造された金属素材（以下、金属AM材と記す）の機械的性質を明らかにし、また機械的性質を調整するための熱処理技術について検討を行った。前報²⁾では、金属AM直後の機械的性質及び金属組織について明らかにした。本報では熱処理を施した金属AM材の機械的性質及び金属組織について調査を行うとともに各種熱処理条件の影響について調査した。

2. 実験方法

2-1 供試材の造形条件及び化学成分

(1) 造形条件

供試材はマルエージング鋼粉末材（図1）を用い、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る。図2に造形後の外観を示す。造形時のレーザー照射条件はレーザー出力320 W、スポット径0.2 mm、レーザー走査速度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50 μmであり、レーザーの進行方向はX方向及びY方向を1層毎交互に変更しながら行った。装置内の環境は残存酸素量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。造形後はワイヤー放電及び機械加工を施し、各種試験片を作製した。

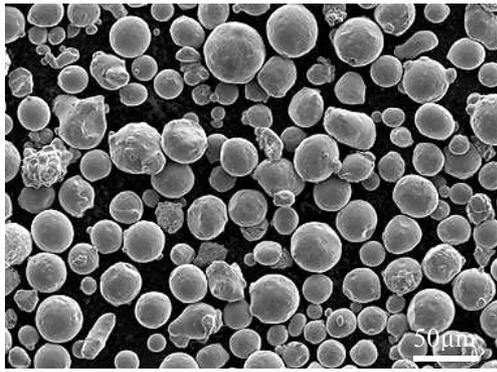


図1 金属 AM に用いたマルエージング鋼粉末

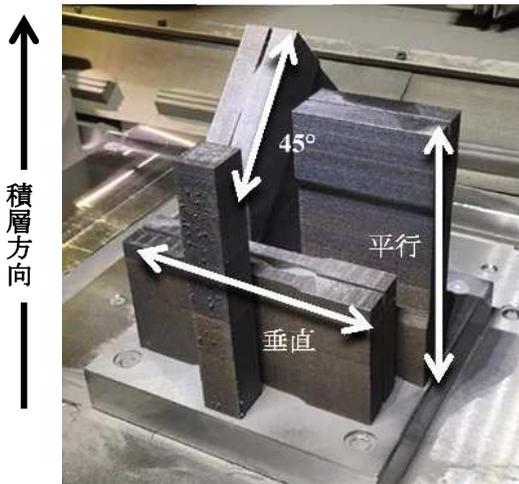


図2 金属 AM 材の外観

表1 各供試材の代表成分 (%)

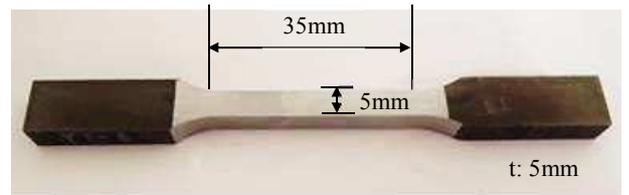
	C	Ni	Mo	Co	Ti
マルエージング 鋼粉末材	0.01	18.0	5.1	9.0	0.6
溶製材 (YAG300)	0.002	18.42	4.91	8.99	0.9

(2) 化学成分

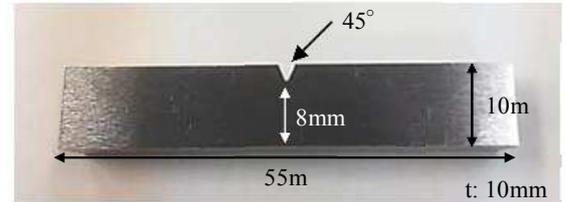
表1に金属粉末積層造形に用いたマルエージング鋼粉末材及び市販の18%Ni マルエージング鋼 YAG300 (以下、溶製材と記す) の代表的な化学成分を示す。なお、粉末材の各合金成分は誘導結合プラズマ発光分光分析装置 (ULTIMA JOBINYVON) を用いた化学分析により求め、炭素量は炭素・硫黄分析装置 (EMIA-920VY 堀場製作所) に測定した。また、溶製材の化学成分はミルシートを参照した。

2-2 試験片形状及び試験条件

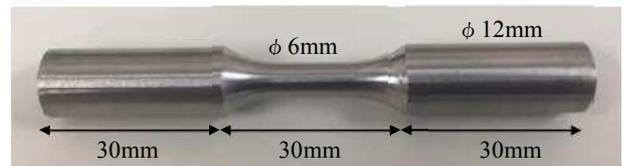
金属 AM 工程において、金属の熔融と急冷凝固を繰り返す高さ方向に積層していくため、造形物の機械的性質は方向性を持っている可能性がある。そのため、図2に示す様に、積層方向に平行、垂直及び45°の3方向について、引張試験及びシャルピー衝撃試験を行い、



(a) 引張試験片



(b) シャルピー衝撃試験片



(c) 回転曲げ疲労試験片

図3 各試験片形状

機械的性質におよぼす積層方向の影響について調査した。なお、回転曲げ疲労試験は積層方向に平行な方向について試験を行った。図3に各試験に用いた試験片の外観写真を示す。

(1) 引張試験

引張試験片は積層方向に対して平行、垂直及び45°方向の3方向に対応するように造形物からワイヤー放電加工により切り出した。その後、平行部を機械加工し、幅5mm、厚さ5mm、平行部長さ35mmのダンベル形状に作製し、時効処理を行った。試験機は万能材料試験機 (UCT-30T (株) オリエンテック) を用い、ロードセルは100kNを用いた。試験速度は5mm/minで行い、各試料5点を測定し、その平均値を測定値とした。

(2) シャルピー試験

シャルピー衝撃試験片も各3方向に対応するように造形物から11mm×11mm×55mmのサイズに切り出し、平面研削盤にて1辺が10mmの正方形断面となるように加工した。その後、Vノッチカッターを用いてノッチ角度45°、ノッチ深さ2±0.05mm、ノッチ底半径0.25mmに加工し、時効処理を行った。なお、時効処理は酸化防止を目的として真空方式エレパック (畑電機製作所) を用いたパック熱処理を行った。完成後の試験片表面粗さは1μmRa未満であった。

用いたシャルピー衝撃試験機は森試験機製作所製であり、秤量は300Jである。試験温度は0℃とし、温度調整は氷水中に試験片を10分以上浸漬させて行った。

(3) 回転曲げ疲労試験

回転曲げ疲労試験片の作製手順を次に示す。まず、金属 AM による造形を行いつつ、LUMEX Avance-25 の独自技術であるハイブリッド切削加工も併せて行い、直径 12.5 mm、高さ 90 mm に造形した。ベースプレートから切り離しは他の試験片と同様にワイヤー放電加工で行った。また、溶製材は引抜加工が施された直径 13 mm、長さ 90 mm の棒鋼を用いた。回転曲げ疲労試験片は完成後の振れなどに高い精度が要求されるため、熱処理による変形を考慮し、丸棒の段階で時効処理を施した。その後、センタレス研削を施し、直径が 11.989~12.000 mm となるように加工した。平行部の加工には 5 軸制御立形マシニングセンタ (V33-5XB (株) 牧野フライス製作所) を用い、直径 6 mm に加工した。作製した試験片の平行部の表面粗さは 1 μmRa 未満であり、振れは 50 μm 未満であった。試験機は島津小野式回転曲げ疲れ試験機 (H7 (株) 島津製作所) を用いた。試験片のセットには高温チャッキングロッドを使用し、試験片中央部の振れが 50 μm 未満となるように調整した。なお、回転数は 2000 rpm で行い、繰返し数は 10^7 までとした。

(4) ビッカース硬さ試験及び金属組織観察

マルエージング鋼に用い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 (エージング) の二つから成り立つと言われている³⁾。金属 AM 後の熱処理について考えると、マルエージング鋼粉末材はレーザにより溶融・凝固するため、すでに固溶化状態であるものとして固溶化処理を省略する場合がある。しかしながら、前報において金属 AM 後の硬さ分布を調査したところ、最上面付近の硬さに比べて内部の硬さは大きく、不完全な時効硬化がなされていた²⁾。従って、金属 AM 後は完全な固溶化状態ではなく、改めて固溶化処理を施した方がより適切な時効処理を行えるものと考えられるが、その効果は不明である。そこで、金属 AM 後に時効処理を施す場合と固溶化処理を施してから時効処理を行う場合の 2 種類の熱処理を行い、各時効温度における硬さ及び金属組織について評価した。用いた試験片形状は 5 mm×5 mm×10 mm であり、時効処理は 450°C、480°C、500°C、520°C、550°C の各温度で行った。

硬さ試験機はビッカース硬さ試験機 (AVK (株) アカシ) を用い、試験荷重 98.07 N、保持時間 10 s の条件で測定した。各試料 5 点を測定し、その平均値を測定値とした。

金属組織観察は光学顕微鏡により行い、詳細は電界放出型走査型電子顕微鏡 JSM-7100F (日本電子製) により観察した。なお、エッチングは塩化第二鉄、塩酸及びエタノールの混合液による化学腐食を行った。

2-3 熱処理条件

各試験片の加熱には大型電気マuffle 炉 (FUW253PA ADVANTEC) を用い、冷却は空冷とした。熱処理時の似姿は図 4 の様に試験片を立たせた状態とし、中段のカゴにダミーを入れ重量が 1000 g となる様に調整した。なお、炉内温度は、5 mm×5 mm×10 mm の溶製材に ϕ 1.6 mm の穴加工を施して取り付け付けた K 熱電対を炉内に投入し、試験片近傍の温度を確認した。図 5 に各熱処理の熱サイクルを示す。時効処理の工程は、時効温度よりも 50°C 低い温度に予熱した炉内に試験片を投入し、時効温度まで 30 分で昇温させ、5 時間保持した後、空冷したものである。主な時効温度は 500°C とした。固溶化処理は 830°C で 3 時間保持した処理であり、その詳細は 500°C に加熱した炉内に試験片を投入し、30 分で 700°C まで昇温させ 1 時間保持した後、830°C まで 30 分で昇温させ 3 時間保持した後に空冷したものである。なお、溶製材は 830°C で 1 時間保持後に空冷という固溶化処理が施されたものである。



図 4 熱処理投入時の似姿

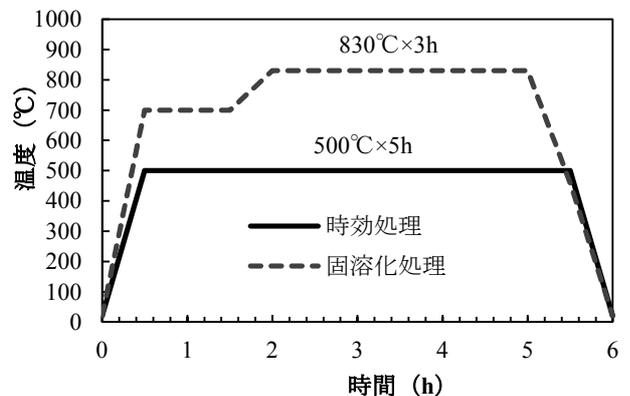


図 5 各熱処理の熱サイクル

3. 結果及び考察

3-1 熱処理後の機械的性質について

図 6 に金属 AM 材及び溶製材の時効処理前後における機械的性質を示す。なお、時効処理は 500℃で 5 時間保持したものである。一般的にマルエージング鋼は時効処理によって硬化するため、硬さと比例関係にある引張強さは上昇するが、延性及び衝撃値は低下することが知られている。以下に各試験結果を記す。

(1) 引張試験結果

時効処理前における金属 AM 材の引張強さは平行及び垂直方向で約 1150 MPa、45°方向で 1100 MPa 程度であったが、時効処理後の引張強さは大幅に上昇しており、垂直及び 45°方向で約 1860 MPa、平行方向で 1820 MPa 程度であった。時効前は 45°方向で、時効後は平行方向において、他の方向よりも僅かに小さい値を示した。一方、溶製材の引張強さは時効処理により約 1050 MPa から 2150 MPa に上昇しており、金属 AM 材よりも 300 MPa 程度大きかった。

時効処理前における伸びは、金属 AM 材がいずれの方向でも 13~15%であり、溶製材も 14~16%と大差はなかった。一方、時効処理後の伸びは金属 AM 材が 3~4%であるのに対して、溶製材は 9%程度と大きな差が見られた。また、時効処理前における絞り率は、金属 AM 材が 55~58%程度で溶製材が約 73%と既に差があり、時効処理後は金属 AM 材が 13~18%、溶製材が 47%とその差はさらに大きくなった。

(2) シャルピー衝撃試験結果

金属 AM 後のシャルピー衝撃値は平行方向が 38J/cm²、垂直及び 45°方向が 43 J/cm²と僅かに差が見られた。一方、時効処理前の溶製材は 175 J/cm²であった。時効処理によりシャルピー衝撃値はいずれも低下したが、金属 AM 材は 7~9 J/cm²、溶製材は 20 J/cm²と、両材料で大きな差が見られた。

3-2 金属 AM 材の疲労強度について

図 7 に時効処理を施した各素材の S-N 線図を重ねて示す。なお、金属 AM 材と同じ硬さに調整するために 550℃で時効処理を施した溶製材も用いた。なお、試験片の硬さは 500℃で時効処理を行った溶製材が 54HRC であり、他は 50HRC 程度であった。金属 AM 材の S-N 線図は溶製材に比べて、低応力・少繰返し数側に位置しており、疲労強度が劣っていた。例えば、溶製材の疲労限度である 700 MPa の負荷を掛けて金属 AM 材の試験を行った場合、僅か 3.36×10⁴ で破断に至った。なお、金属 AM の疲労限度は 280 MPa 程度であり、溶製材の約 40%と、大幅に劣っていた。

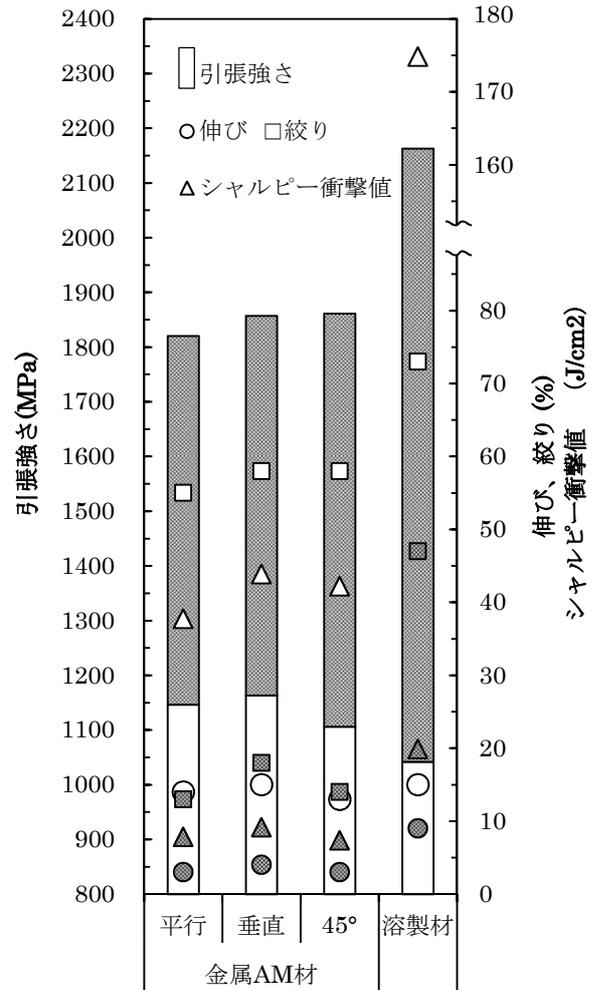


図 6 時効処理前後における機械的性質 (白：時効前、灰：時効後)

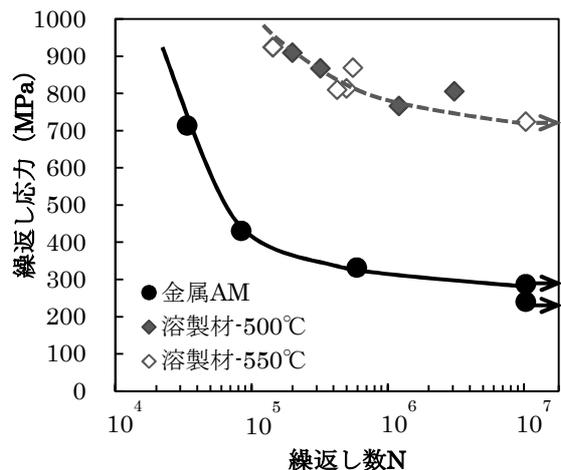


図 7 各素材の S-N 線図

3-3 金属 AM 後の固溶化処理について

各素材における固溶化保持時間と硬さの関係を図 8 に、金属 AM 直後及び各固溶化保持時間後に空冷した金属 AM 材の組織写真を図 9 に示す。通常、マルエージング

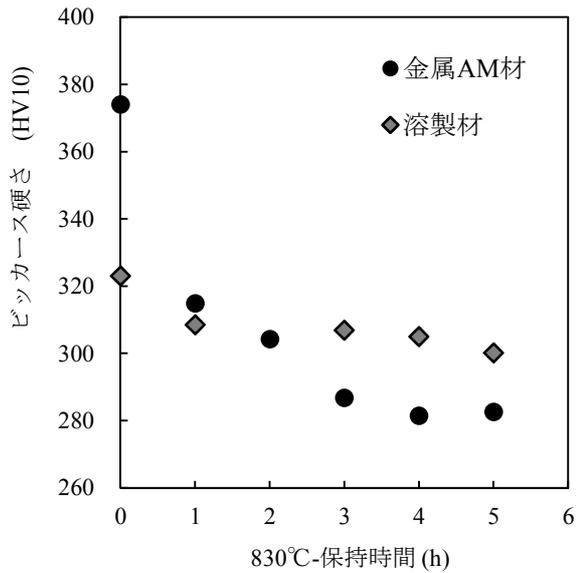


図8 固溶化処理保持時間と硬さの関係

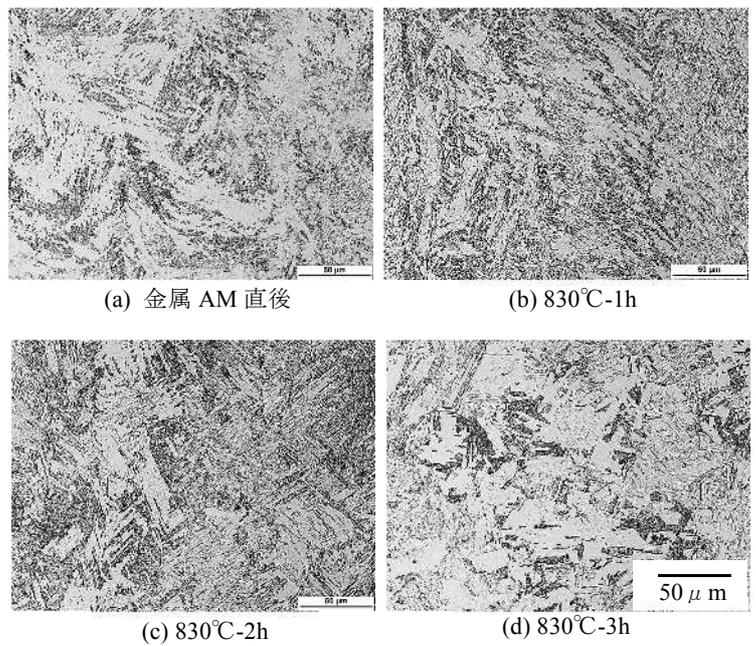


図9 各固溶化処理保持時間における金属組織

鋼の固溶化保持時間は1時間が推奨されており、比較に用いた溶製材も830°Cで1時間保持後に空冷という固溶化処理が施されていた。この溶製材に対して再度固溶化処理を行うと、始めは圧延による加工硬化が解消されるため硬さがやや小さくなったが、それ以上保持時間を長くしても硬さに変化がなかった。一方、金属AM材の場合は固溶化保持時間が長くなるにつれて硬さが低下し、3時間以上ではほぼ一定であった。また、金属組織もこれと対応しており、保持時間が長くなるにつれて徐々に金属AMの痕跡が解消され、3時間以上の保持時間では完全に解消されていた。金属AMの場合、レーザーにより繰り返し熱が加わるため材料内部は不完全な時効がなされており、これによって生じた析出物を再び固溶化させるためには時間を要する。従って、金属AM材の固溶化保持時間は通常よりも長く、3時間以上掛かったものと考えられる。

3-4 時効処理後の硬さと金属組織について

図10に金属AM材、固溶化処理を施した金属AM材及び溶製材の各時効温度における硬さを示す。時効温度450~500°Cにおける各素材の硬さは、時効温度が高くなるにつれて、金属AM材が緩やかに低下するのに対して、固溶化処理を施した金属AM材はやや上昇し、溶製材は大きく上昇する傾向があった。なお、480°C以上の時効温度では金属AM材よりも溶製材の方が硬さは大きかったが、これは析出時効硬化元素として働くTiが溶製材の方に多く固溶されているためと考えている。時効温度500°Cを境にいずれの硬さも大きく低下していたが、固溶化処理を施した金属AM材は固溶化処理を施していない場合と比較して、低下の割合が小さく、時

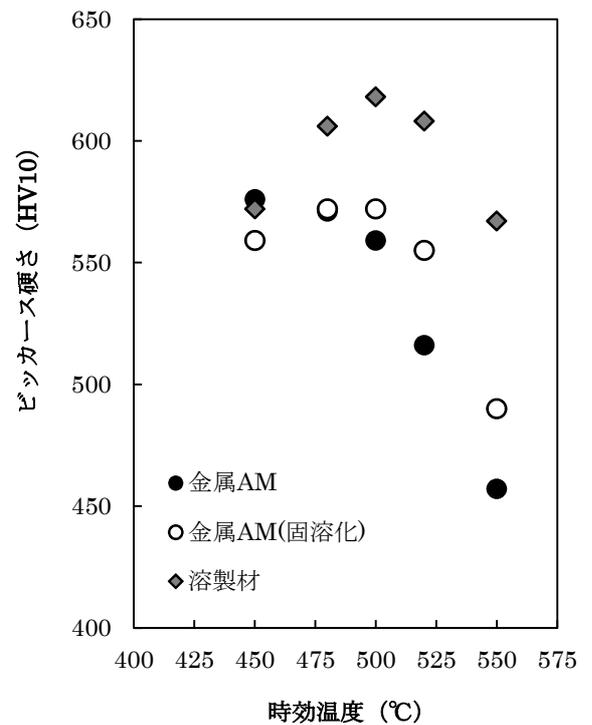


図10 時効温度と硬さの関係

効温度500°C以上における硬さが大きかった。

図11に480°C、500°C、520°Cで時効処理した各素材の金属組織を示す。マルエージング鋼は固溶化処理を施すことで素地をマルテンサイト化し、時効処理によって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硬化する鋼である。時効により析出する金属間化合物は極めて微細であるため、時効後の組織はマルテンサイトの形態を維持したものとなり、溶製材の時効後における組織もその形態を維持していた。一方、金属AM直後

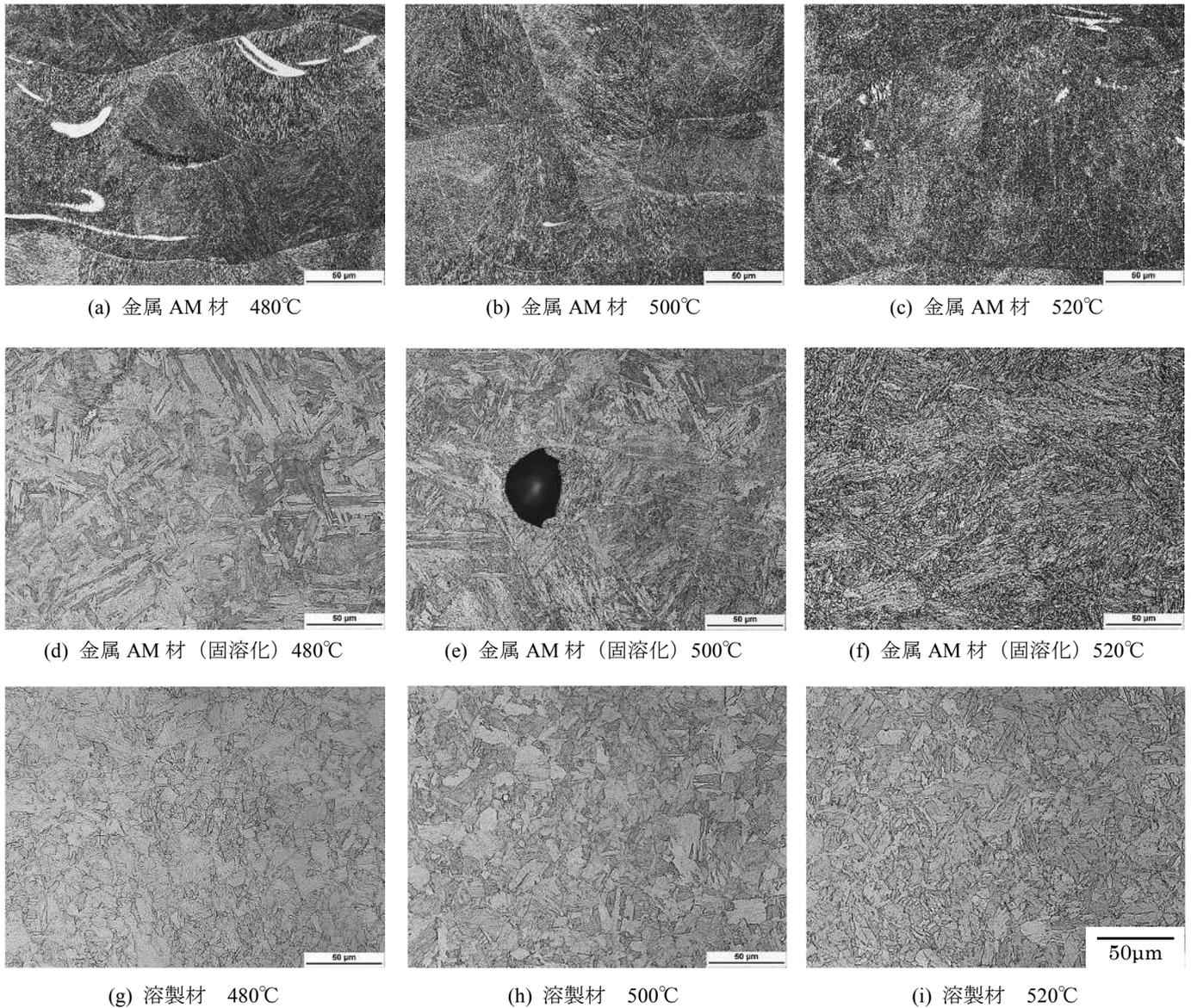


図 11 480°C, 500°C, 520°Cで時効処理を施した各素材の金属組織

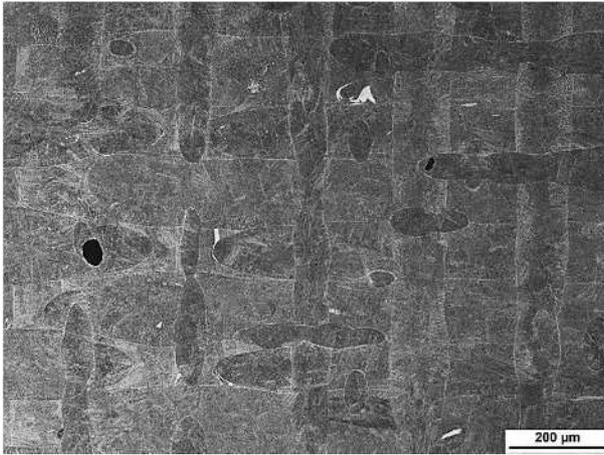
に時効処理を施した場合、いずれの時効温度においてもパーライト組織を呈していた。固溶化処理を施した金属 AM 材は 500°Cまでは溶製材と同様にマルテンサイト組織の形態を維持していたが、520°Cになると徐々に崩れはじめ、写真は省略するが 550°Cになるとほぼパーライト組織となった。一般的にマルテンサイトは高温になると、セメンタイトとフェライトに分解し、パーライト組織となるが、金属 AM 材の場合、その製造過程で既に繰返し熱が加わっていたため、マルテンサイトが分解され易かったものと推察される。また、金属 AM 材に固溶化処理を施すことにより、金属 AM 工程の熱履歴が解消されたために高温時におけるマルテンサイトの分解が抑制され、500°C以上における硬さが上昇したものと考えられる。

3-5 金属 AM 材の金属組織について

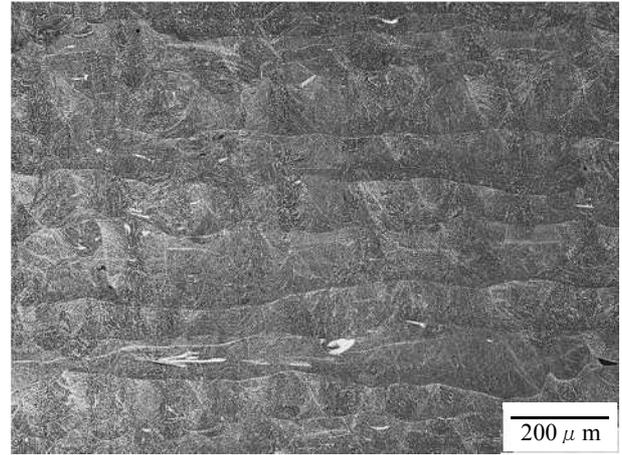
時効後の金属 AM 材について、積層方向に対して上

面及び側面方向から観察した金属組織を図 12 に示す。上面から見た金属組織は基盤の目のような模様が観察されていた。これは積層造形時にレーザーの照射方向を縦と横に 1 層ずつ交互に行ったためである。また、垂直方向から見ると、レーザーによる溶融痕が積み重なっている様子が観察された。なお、このような痕跡は、金属 AM 直後よりも時効後の方がはっきりと観察された。一方、固溶化処理を施した金属 AM 材の時効後の組織は上述した痕跡はほとんど見られなかった。

金属 AM 材は内部に気孔が散見されており、その形態は図 11 (e) に観察される球状のものと図 11 (a) 中央部に見られるような溶融痕に沿った形状の 2 種類であった。球状の気孔はその形態から、粉末材に含まれる水分などが熱によりガス化したものと推察される。もう一つは気孔の形状がレーザーの溶融痕に沿っていることから、金属粉末を敷き詰めた際に生じる隙間によるものと思わ



(a) 上面



(b) 側面

図 12 時効後の金属 AM 材の各方面から観察した金属組織

れる。金属 AM 材の内部には 50~100 μm 程度の気孔がいくつも存在しており、これらが延性、耐衝撃性、耐疲労性の著しい低下に大きく影響したものと考えられる。

4. 結言

金属 AM によって作製した素材に対して各種熱処理を施した後、引張試験、シャルピー衝撃試験、回転曲げ疲労試験などを行い、溶製材との比較を行った。また、時効温度を変化させたときの硬さ及び金属組織への影響も調査した。以下に結論を示す。

- (1) 時効処理後の金属 AM 材の引張強さは溶製材と比べて 300 MPa 程度小さかった。また、積層方向に平行方向の引張強さは他の方向よりも 40 MPa 程度と僅かに小さかった。
- (2) 時効処理後の金属 AM 材の伸び及び絞り率は溶製材よりも大きく劣っていた。また、積層方向による影響はほとんど見られなかった。
- (3) 時効処理後の金属 AM 材のシャルピー衝撃値は溶製材に比べて劣っていた。なお、積層方向による差異はほとんどなかった。
- (4) 金属 AM 材の疲労強度は溶製材よりも大幅に劣っていた。
- (5) 金属 AM 材に固溶化処理を施すと、時効温度 500°C 以上における硬さが上昇することがわかった。また、時効後の金属組織も異なっていた。
- (6) 金属 AM 材の延性、耐衝撃性及び耐疲労性の低下は内部気孔の影響が大きいと考えられる。

参考文献

- 1) 中本貴之, 白川信彦, 乾晴行, 鋼系粉末の積層造形法における造形物の高性能化, 粉体および粉末冶金, Vol.60, No.11, p.460 (2013)
- 2) 深澤郷平, 勝又信行, 古屋雅章, 寺澤章裕: 金属粉末積層造形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, No31, pp.83-87 (2017)
- 3) 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)