

金属粉末積層造形法における
造形物の高性能化に関する研究

2010 年

中本 貴之

目次

第1章 序論	1
1-1. 本研究の背景	1
1-2. 積層造形法の特徴	2
1-3. 金属粉末積層造形法の特徴	3
1-4. 本研究の目的と構成	6
参考文献.....	8
第2章 低炭素鋼粉末の積層造形特性	10
2-1. 緒言	10
2-2. 実験方法	11
2-3. 実験結果と考察	14
2-3-1. SLS造形物の空隙分布と密度.....	14
2-3-2. ミクロ組織と造形物の硬さ	18
2-3-3. 機械的性質	19
2-4. 結言	21
参考文献.....	21
第3章 高炭素鋼粉末の積層造形特性	23
3-1. 緒言	23
3-2. 実験方法	24
3-3. 実験結果と考察	25
3-3-1. SLS造形物の空隙分布と密度.....	25
3-3-2. 空隙の形成メカニズム	28
3-3-3. ミクロ組織と機械的性質	33
3-3-3-1. レーザ照射条件の影響.....	33
3-3-3-2. 炭素量の影響.....	37

3-4. 結言	38
参考文献.....	39
第4章 合金鋼粉末の積層造形特性とプレス金型特性	41
4-1. 緒言	41
4-2. 実験方法	42
4-3. 実験結果と考察	45
4-3-1. 低合金鋼(SCM430)粉末の積層造形特性	45
4-3-1-1. SLS造形物の密度と機械的性質.....	45
4-3-1-2. SLS造形物の熱処理特性.....	49
4-3-2. 高合金鋼(SUS420J2)粉末の積層造形特性とプレス金型特性.....	51
4-3-2-1. SLS造形物の密度と機械的性質.....	51
4-3-2-2. SLS法により作製したプレス金型の特性.....	53
4-4. 結言	60
参考文献.....	61
第5章 積層造形物の表面硬化処理	63
5-1. 緒言	63
5-2. 実験方法	64
5-3. 実験結果と考察	67
5-3-1. 低炭素鋼粉末の積層造形物のガス軟窒化処理	67
5-3-1-1. 金属組織と相組成.....	67
5-3-1-2. 表面硬さおよび断面硬さ分布.....	69
5-3-1-3. 耐摩耗性.....	70
5-3-2. 低合金鋼粉末の積層造形物のプラズマ窒化処理	71
5-3-2-1. 金属組織と相組成.....	71
5-3-2-2. 断面硬さ分布.....	75
5-3-2-3. 耐摩耗性.....	76

5-4. 結言	77
参考文献.....	78
第6章 チタン粉末の積層造形特性	80
6-1. 緒言	80
6-2. 実験方法	81
6-3. 実験結果と考察	83
6-3-1. SLS造形物の密度と空隙分布.....	83
6-3-2. 機械的性質	87
6-3-3. SLS造形物の高強度化.....	92
6-4. 結言	98
参考文献.....	98
第7章 総括	100
謝辞	104

第1章 序論

1-1. 本研究の背景

近年，日本国内の製造業は，長引く不況の中での需要減と，途上国の追い上げ，生産拠点の海外移転等を受け苦境に立たされている．特に，家電・電子機器・自動車等の部品・金型製造に関連する中小企業は，受動的な色彩が強いため，受注量の低下や一層のコスト削減を強いられ，大変厳しい状況にさらされている．このような状況を打開するため，企業間で新製品の開発競争が激化し，このことは限られたマーケットに，多様な製品が供給されることになり，「ものづくり」の形態がかつての大量生産時代から多品種少量生産時代に移行したと言われている[1]．加えて，「ものづくり」では，低有害性・廃棄処理性などの地球環境保全のような環境特性が重要視されるようになってきている．

こうした変化に対応するには，①短納期，②小ロット，③低コスト，④省資源，⑤高性能な「ものづくり」を目指すことが重要となり，それらを実現できる新たな加工法が待ち望まれている．

このような状況の下，高速あるいは迅速なものづくり「ラピッドプロトタイプング」(省略形の「RP」が通称)が注目されている．広義の RP の分類[2]を図 1-1 に示す．広義の RP に分類される加工法は，除去加工，変形加工，付加加工のいずれの加工法も対象になる．

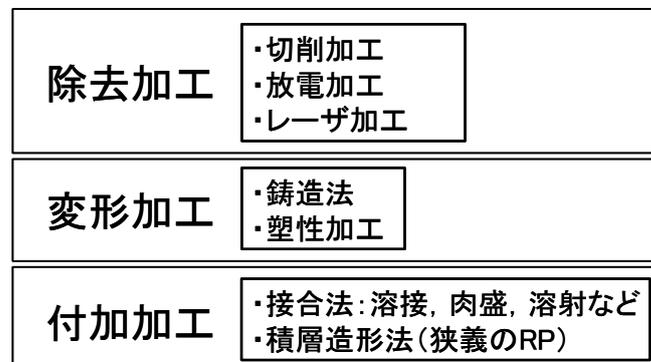


図 1-1 ラピッドプロトタイプング(RP)の分類(広義).

例えば、RP の一つの要素である「スピード」の観点では、マシニングセンターのような高速切削加工に代表される慣用の技術であっても、スピンドルの回転数の増加やテーブルの送り速度の向上などによって高速化が進んでおり、広い意味では RP という言葉の範疇に入ってきている。しかしながら、切削は除去加工であるため切粉という廃棄物を生み出す問題がある。また、塑性加工や鋳造法のような型を用いる変形加工においても、製品以外の加工補助部を必要とするため、完全なネットシェイプ加工ではない。一方、溶接、肉盛のような接合法や本論文で扱う積層造形法などの付加加工では、必要な部分に材料を追加して造形するため、無駄の少ないニヤネットシェイプ加工と言える[2]。従って、広義の RP の中でも付加加工は省資源化に寄与できる加工法である。さらに、付加加工の中でも、積層造形法は立体データから直接製品が創製できるので、伝統的な慣用法に比較してはるかに高速の加工が可能である。従って、積層造形法は狭義の RP として位置づけられている。

この積層造形法は、「ものづくり」特に部品・金型生産の現場にイノベーションをもたらし、商品開発の大幅な開発期間短縮とコスト削減を実現できる有効な手段になると注目されている。

1-2. 積層造形法の特徴

積層造形法は3次元の形状データ(CAD データ)から自動的に直接ものを製造する技術である[2]。図 1-2 は積層造形法の手順を示した模式図である。3次元の形状データをZ方向に垂直なXY面(水平面)で細かくスライスして分割する。この分割された2次元データを何らかの手段で造形し、これを接合・積層することを繰り返して、3次元形状を復元・造形する。

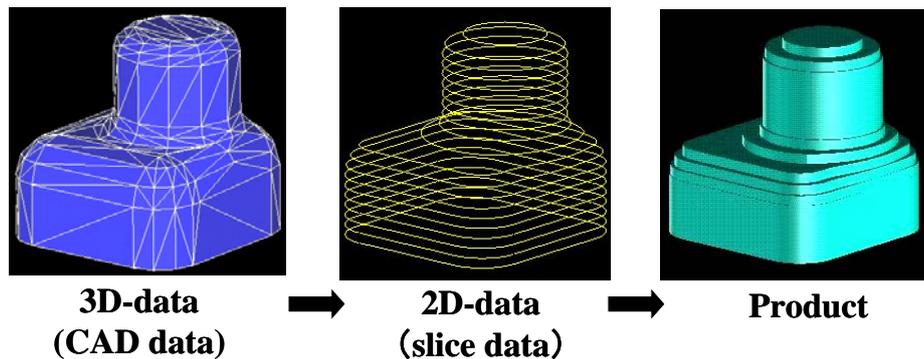


図 1-2 積層造形法の手順.

従来の加工法と比較すると、積層造形法の特徴は、

- (1) 複雑形状が作製可能
- (2) 加工のための動作プログラムが簡単
- (3) 種々の材料の使用が可能
- (4) 付加加工のため廃棄物が少ない

などが挙げられる。

積層造形法は、2次元データの造形手段の違いにより、光造形法、粉末焼結法、溶融物堆積法、薄板(シート)切断法の4種類に大別できる。光造形法は、1980年代に小玉[3]や丸谷[4]らによって開発され、積層造形法の起源に当たる。「ものづくり」の現場では、光造形法は広く普及している加工法である。しかしながら、その対象材料は光硬化性樹脂(紫外線硬化液体樹脂)に限られるため、複雑形状を作り出せても、意匠検討用、実製品との嵌め合い確認用を始めとする試作品の用途が多い。また、光造形法では、造形物の材料強度が弱いため、実機に組み込んで利用できる事例は少ない。そこで近年、金属材料を対象とした積層造形法(粉末焼結法)が注目されている。

1-3. 金属粉末積層造形法の特徴

金属粉末積層造形法(粉末焼結法)は、1990年代になって研究開発が盛んになってきた手法である。粉末焼結法は、別名、選択的レーザ焼結法(Selective Laser

Sintering, 以後, ” SLS 法” と略す)と呼ばれている. 図 1-3 の断面概略図に示すように, SLS 法は, 薄く敷き詰めた金属粉末層に, その高さで必要となる箇所にレーザーを照射して溶融・焼結し, 再度粉末を供給する. この工程を繰り返しながら, 順次積層していくことで, CAD モデルどおりの形状が迅速に造形できる[5-7]. そのため, 金属粉末 SLS 法は, 金型や機械部品などの試作・開発や小ロット生産分野で注目されている. 図 1-4 に, 金属粉末 SLS 法にて作製された金型および機械部品の外観写真を示す. このように, 金属粉末 SLS 法では, 複雑な形状の金型や機械部品を作製できる.

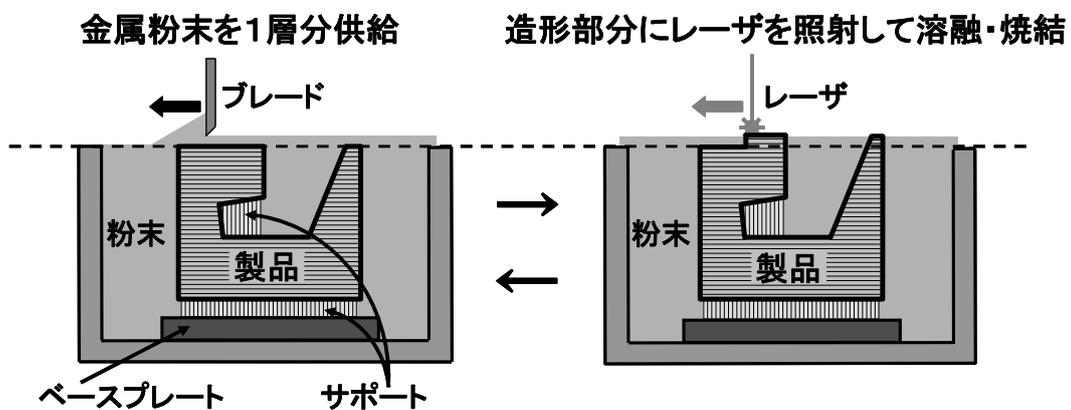


図 1-3 SLS 法の断面概略図.

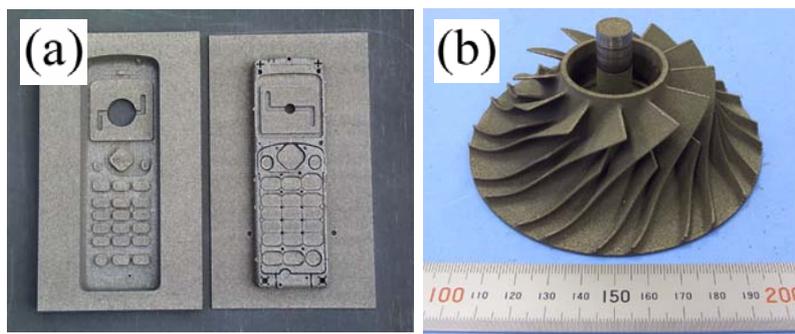


図 1-4 金属粉末 SLS 法にて作製された(a)樹脂成形用金型および (b)機械部品(インペラー).

そのような SLS 法には 2 通りの方法がある。金属粉末をレーザーで直接溶融・固化させながら積層する方法と、樹脂をコーティングした金属粉末の樹脂部分をレーザーで溶融・固化させたグリーン体を作製し、その後、加熱炉内で本焼結・溶浸の過程を経る方法である。前者は直接法、後者は間接法と呼ばれている[8]。直接法は、樹脂のバインダーを使用しないため造形直後から十分な機械的特性を有し、後工程に焼成、溶浸などの収縮や変形を伴う処理が必要なく、精度の高い金属部品や金型が直接製作できる[9]。そのため、現在では、直接法が SLS 法の主流となっている。

SLS 法の金型への適用に関しては、様々な研究開発事例が報告されている。例えば、阿部ら[10]は樹脂の射出成形用金型に SLS 法を利用することで、金型の製作期間を従来工法より全体で約 62%短縮した。また、米山ら[11]は複雑形状を作製できる SLS 法の利点を活用し、金型内部で冷却水路を最適に配置することで、射出成形における金型温度を均一化し、成形品の反りを低減して高精度化を図った。このように、SLS 法により作製した金型の用途として、樹脂の射出成形用金型としての利用は多いが、プレス金型や鍛造金型のように高強度・高硬度が要求される用途での利用事例は極めて少ない。例えば、Abe ら[12]は傘歯車鍛造用金型モデルの作製を試みているが、モデルにクラックが発生し、その実用性や耐久性については明らかにされていない。

また、鉄系粉末を用いて直接法にてプレス金型が作製され、その実用性の検討が行われている[13, 14]。しかし、プレス金型のように高強度・高硬度が要求される用途では、試作金型としての耐久性は不十分であることが明らかにされている[13]。その理由として、鉄系粉末の造形物では、硬さが約 180 HV であり、プレス金型としては硬さが低すぎるためであることが指摘されている。従って、SLS 造形技術をプレス金型や鍛造金型のように高強度・高硬度が要求される用途に展開していくには、造形物の高強度・高硬度化を実現する新規金属粉末材料やそれによる SLS 造形技術の開発が重要となる。

これまで、金型や機械部品の用途を想定して、鋼系粉末材料を用いた SLS 造形に関する研究は多数報告されている[15-23]。これらの研究では、レーザーの照

射条件による密度と機械的特性の関係や焼結メカニズムを論じた報告が多い。しかしながら、これらの造形物では空隙が存在し、比較的低密度の造形物しか得られておらず、さらなる特性改善が望まれている。また、実用的なプレス金型や鍛造金型として評価した事例はほとんど見当たらない。この理由は、造形物の高強度・高硬度を実現できる SLS 法に適した粉末材料とその造形技術や、造形物の熱処理や表面硬化処理のような周辺技術が十分に確立されていないためであると考えられる。

一方、金型や機械部品以外の分野に目を向けると、金属粉末の積層造形法は医療の分野で非常に注目されている。CAD モデルどおりの複雑形状を作製できる利点とポーラス構造体を作製できる利点を活かし、SLS 法によるインプラント(股関節、膝関節、ボーンプレート、頭蓋骨のような人工骨、歯など)の造形が注目されている。特に、人間の体は人それぞれで形・大きさが異なるので、個人の体格に合わせたオーダーメイドの人工骨を作製できることは、大きなメリットになると思われる。

インプラントの用途を想定した SLS 造形に関する研究として、生体との親和性に優れるチタン粉末[24, 25]やチタン合金粉末[26]の SLS 法に関する報告はあるが、レーザ照射条件が造形物の密度、結晶組織および力学特性に及ぼす影響や、インプラントとして必要な各種特性を満たす造形条件は、早急に解明しなければならない課題となっている。

1-4. 本研究の目的と構成

以上のことから、SLS 造形技術をプレス金型や鍛造金型のように高強度・高硬度が要求される用途に展開していくために、本研究では造形物の高強度・高硬度化を実現する鋼系粉末材料の SLS 造形技術の開発を目的とする。また、SLS 法の複雑形状およびポーラス構造体を作製できる利点を活かし、高性能な人工骨へ用途展開していくために、本研究ではチタン粉末材料の SLS 造形技術の開発を目的とする。本論文の構成は以下のようなになる。

第 1 章においては、本研究の背景と、金属粉末積層造形法(SLS 法)の特徴お

よび現状と課題について明確にした上で、本研究の目的と方針を述べる。

第2章においては、鋼系粉末のSLS造形に関する基礎的研究として、低炭素鋼粉末に着目し、レーザ照射条件(出力、走査速度、走査ピッチ、積層厚さ)が造形物内の空隙分布および体積割合(密度)に及ぼす影響について検討し、完全に緻密な造形物が得られる最適なレーザ照射条件を見出す。また、得られたSLS造形物のマイクロ組織と機械的性質を評価し、機械的性質に及ぼす空隙の影響について検討する。

第3章においては、造形物の高強度・高硬度化を目的に、さらに炭素量の多い高炭素鋼粉末のSLS特性を検討する。すなわち、高炭素鋼粉末の緻密なSLS造形物を得るために必要となるレーザ照射条件を検討し、造形メカニズムに及ぼすレーザ照射条件および炭素量の影響について調査する。また、SLS造形物のマイクロ組織と機械的性質に及ぼすレーザ照射条件および炭素量の影響についても調べる。

第4章においては、炭素鋼に比べて、耐摩耗性や耐食性などの特性の向上が期待できる合金鋼に着目し、機械部品用途を想定して低合金鋼SCM430粉末のSLS特性を、また、プレス金型用途を想定して高合金鋼SUS420J2粉末のSLS特性を検討する。低合金鋼SCM430粉末のSLS造形物については熱処理特性を調査し、溶製材との比較を行う。また、SLS造形技術の板材プレス加工用金型としての適性評価を目的として、SUS420J2鋼粉末を用いた高硬度なSLS金型を造形し、冷間圧延鋼板の深絞り試験を行い、金型特性を評価する。さらに、表面がポーラスなSLS金型を作製し、潤滑剤の保持機能性に注目して同様の評価を行う。

第5章においては、機械部品や金型に対して、SLS法の工業的な利用をより一層推進するために、SLS造形物に対して、機械部品や金型の耐摩耗性を向上させるために広く利用されている表面硬化処理法の適用を試みる。まず、第2章で得られた低炭素鋼S15C粉末の完全に緻密なSLS造形物に対してガス軟窒化処理を適用し、表面硬化層の組織、相組成、硬さならびに耐摩耗性について検討する。次に、第4章で得られた低合金鋼SCM430粉末の完全に緻密なSLS

造形物に対してプラズマ窒化処理を適用し、同様のことを調べる。

第6章においては、SLS技術の医療部品への適用を目指してチタン粉末のSLS特性を検討し、まずは、ヤング率、降伏応力のような機械的性質やポーラス構造に及ぼすレーザー照射条件の影響を調査する。特に、ロータス型ポーラス金属のように一方向に整列した貫通孔をもつ構造体を造形し、人間の骨と比べて高強度で低弾性率な多孔体が得られるレーザー照射条件を探索する。さらに、低弾性率のまま造形物の高強度化を図るため、SLS造形中に空気を導入することで、チタンの固溶強化による造形物の強度改善を検討する。

第7章においては、本研究で得られた結果を総括する。

参考文献

- [1] 中川威雄：電気加工学会誌, 34 (2000) 8.
- [2] (財)機械振興協会 技術研究所 編：加工技術データファイル 基礎編(特殊加工), (2003) 153.
- [3] 小玉秀男：電子通信学会論文誌, J64-C, 4 (1981) 4.
- [4] 丸谷洋二, ほか：光造形法, 日刊工業新聞社, (1990).
- [5] J. P. Kruth, X. Wang, T. Laoui, L. Froyen: Proc. of the 13th International Symposium for Electromachining (ISEM-XIII), Vol.II (2001) 21.
- [6] 竹内芳美, ほか編：機械加工ハンドブック, 朝倉書店, (2006).
- [7] 阿部史枝, 小坂田宏造：塑性と加工, 37 (1996) 1137.
- [8] 前川克廣：精密工学会誌, 70(2) (2004) 167.
- [9] 酒井仁史：型技術, 24(9) (2009) 50.
- [10] 阿部 諭, ほか：精密工学会誌, 73(8) (2007) 912.
- [11] 米山 猛, ほか：精密工学会誌, 73(9) (2007) 1046.
- [12] F. Abe, K. Osakada, M. Shiomi, K. Uematsu, M. Matsumoto: J. Mater. Process. Technol., 111 (2001) 210.
- [13] 白川信彦, 木下俊行, 宮田良雄：大阪府立産技研平成16年度研究発表会要旨集, (2004) 36.

- [14] 木下俊行, 宮田良雄, 松室光昭, 鬼橋保祐 : 第 20 回ラピッド・プロトタイプ
ピングシンポジウム, (2001) 53.
- [15] A. Simchi, H. Asgharzadeh: *Mater. Sci. Technol.*, 20 (2004) 1462.
- [16] H. J. Niu, I. T. H. Chang: *Scripta Mater.*, 39 (1) (1998) 67.
- [17] M. Otsu, T. Fukunaga, M. Uemura, T. Takemasu, H. Miura: The 2nd
JSME/ASME International Conference on Materials and Processing, APP-02
(2005) 1.
- [18] K. Murali, A. N. Chatterjee, P. Saha, R. Palai, S. Kumar, S. K. Roy, P. K. Mishra,
A. Roy Choudhury: *J. Mater. Process. Technol.*, 136 (2003) 179.
- [19] A. Simchi, H. Pohl: *Mater. Sci. Eng., A* 383 (2004) 191.
- [20] M. Rombouts, J. P. Kruth, L. Froyen, P. Mercelis: *CIRP Annals*, 55 (1) (2006)
187.
- [21] R. Morgan, C. J. Sutcliffe, W. O'Neill: *J. Mater. Sci.*, 39 (2004) 1195.
- [22] W-N Su, P. Erasenthiran, P. M. Dickens: *Proc. Instn Mech. Engrs. Part C: J.
Mechanical Engineering Science*, 217 (2003) 127.
- [23] A. Simchi, F. Petzoldt, H. Pohl: *J. Mater. Process. Technol.*, 141 (2003) 319.
- [24] F. Abe, E.C. Santos, K. Osakada, M. Shiomi: *Proc. Instn Mech. Engrs. Part C: J.
Mechanical Engineering Science*, 217 (2003) 119.
- [25] E.C. Santos, K. Osakada, M. Shiomi, Y. Kitamura, F. Abe: *Proc. Instn Mech.
Engrs. Part C: J. Mechanical Engineering Science*, 218 (2004) 711.
- [26] D. A. Hollander, M. von Walter, T. Wirtz, R. Sellei, B. Schmidt-Rohlfing, O. Paar,
Hans-Josef Erli: *Biomaterials*, 27 (2006) 955.

第2章 低炭素鋼粉末の積層造形特性

2-1. 緒言

近年、携帯電話・ノート PC・デジタルカメラなどのモバイル機器や家電商品は、ライフサイクルが非常に短い上に、多品種少量生産への対応が必須とされている。そのような製品の「ものづくり」を支える金型や機械部品においては、リードタイムの短縮と低コスト化が最重要課題である。このような状況の下で、選択的レーザー焼結法(SLS 法)は、樹脂成形用金型や機械部品などの試作・開発や小ロット生産分野で注目されている[1-3]。そのような SLS 法において、鉄系粉末における SLS 造形性や造形物の機械的性質が評価され、深絞り金型のように高強度・高硬度を要求される用途では、その耐久性が不十分であることが明らかにされている[4, 5]。従って、SLS 技術を試作金型や小ロット部品に展開するには、造形物の高密度化と高硬度化を実現する鋼系粉末材料とそれによる造形技術の開発が重要なポイントとなる。これまで、造形物の高強度化・高硬度化を目的に、高速度鋼粉末[6, 7]、工具鋼粉末[8]のような鋼系粉末材料を用いた SLS 造形については多数報告されている。これらの研究の多くは、造形物の密度測定や組織観察から、焼結メカニズムを推論することに着目している。しかしながら、これらの造形物では空隙が多く存在し、最大密度は理論密度の約 94%程度と、比較的低密度の造形物しか得られていない。

一方、低炭素鋼は、純鉄に比べると機械的性質に優れ、しかも比較的安価であるという理由から、自動車、電気製品、産業用機器など、幅広く商業用機械部品の構成材料として用いられている。また、低炭素鋼からなる機械部品は、浸炭やガス軟室化のような表面硬化処理により耐摩耗性を向上させて用いられることが多い。従って、SLS 法が、機械部品の製造方法として工業的に適した工法であるかどうかを判断するためには、低炭素鋼からなる緻密な造形物を得るための最適なレーザー照射条件を確立することが非常に重要であると考えられる。さらに、低炭素鋼の SLS 造形物における機械的性質に関する情報は、SLS 法の工業的適性を確認するには不可欠である。しかし、未だに、低炭素鋼の SLS

造形物の機械的性質は、完全に緻密な造形物が得られていないため、ほとんど知られていない。

本章では、SLS法の工業的適性を判断するために、鋼系粉末のSLS造形に関する基礎的研究として、まずは低炭素鋼粉末を用い、完全に緻密な造形物が得られる最適なレーザ照射条件を検討した。また、得られたSLS造形物のマイクロ組織と機械的性質を評価した。

2-2. 実験方法

造形には、金属粉末ラピッドプロトタイピング装置(ドイツEOS社製EOSINT-M250 Xtended)を用いた。装置の外観を図2-1に示す。使用するレーザは最大出力240 WのCO₂レーザで、ビームスポット径は0.4 mmである。供試粉末は水アトマイズ法により作製された粉末(平均粒径29 μm)で、図2-2に示すように、塊状および球状からなる粉末である。使用した粉末の化学成分(分析値)を表2-1に示す。炭素量は0.14 mass%であり、この粉末を便宜上、S15C粉末と呼ぶことにする。



図 2-1 使用した金属粉末ラピッドプロトタイピング装置の外観。

造形物は、主として図2-3に示すような直径8 mm×高さ15 mmの円柱状試験片とし、レーザ照射条件(出力、走査速度、走査ピッチ、積層厚さ)を表2-2

のように変化させて作製した。レーザの走査方向は、図 2-4 に示すように、1 層ごとに X 方向と Y 方向を交互に繰り返した。

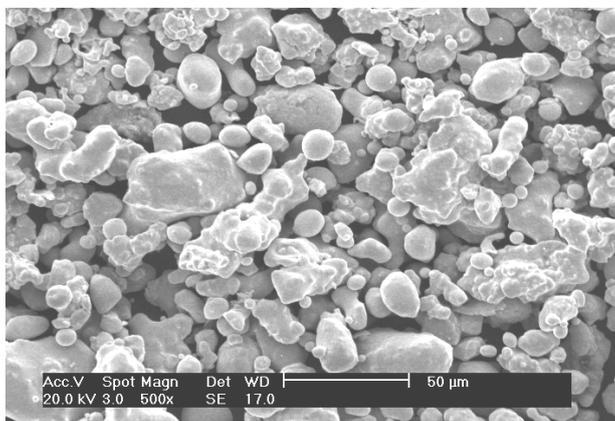


図 2-2 低炭素鋼粉末の SEM 像.

表 2-1 供試粉末の化学成分(mass%).

C	Si	Mn	P	S
0.14	0.00	0.19	0.025	0.016

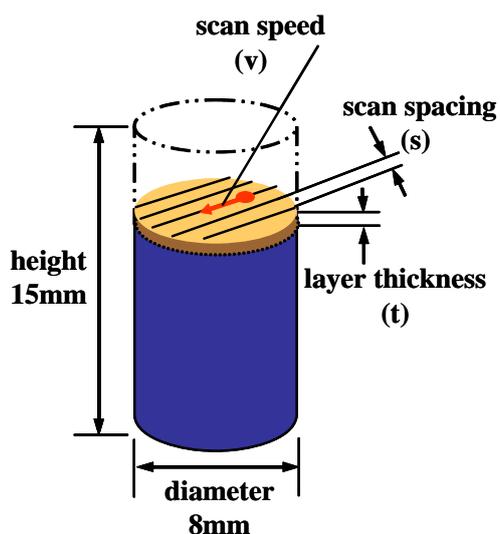


図 2-3 円柱状試験片の模式図。レーザ照射条件の 3つのパラメータ(走査速度, 走査ピッチ, 積層厚さ)も併せて示す。

表 2-2 レーザ照射条件.

Laser power	/ W	100, 200
Scan speed	/ mm/s	50, 100, 150, 200
Scan spacing	/ mm	0.1, 0.2, 0.3, 0.4
Layer thickness	/ mm	0.05, 0.10

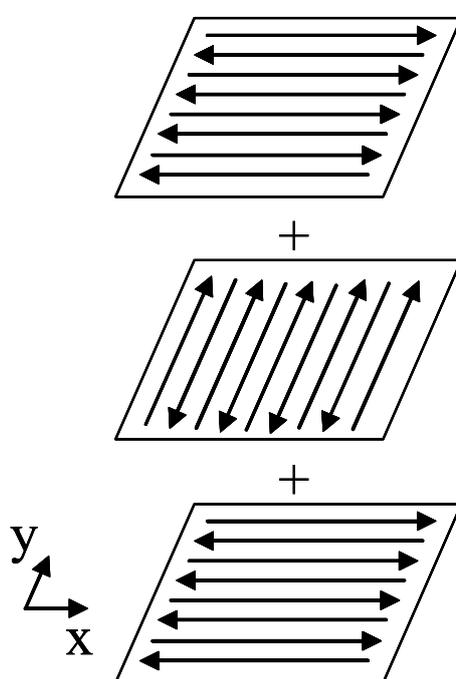


図 2-4 レーザの走査方向.

得られた造形物の密度測定は、JIS Z 2501 に準拠してアルキメデス法により行い、S15C の溶製材における密度に対する相対密度(%)を計算した。造形物の内部観察は、積層方向に平行な断面を対象に行った。また、造形物の内部組織は、積層方向に平行な断面を鏡面になるまで研磨し、3%ナイトル液(硝酸アルコール液)を用いて組織を現出させ、金属顕微鏡により観察した。

機械的性質は、引張試験、圧縮試験およびビッカース硬さ試験で評価した。引張試験片は、長さ 100 mm×幅 4 mm×高さ 12 mmの板を造形し、JIS Z 2201

に準拠して 14B号比例試験片（幅 6 mm，標点距離 27.7 mm）に切り出して作製した(図 2-5)．また，圧縮試験片は，直径 8 mm×高さ 15 mmの円柱(図 2-3)を造形し，両端面を高さ 12 mmまで旋削して作製した．引張り・圧縮の両試験ともに，インストロン材料試験機を使用し，2 mm/min.の試験速度(初期歪速度 $2.8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$)で行った．また，ビッカース硬さは，円柱状試験片の積層方向に平行な断面に対し，マイクロビッカース硬さ計(荷重 0.98 N)で測定した．

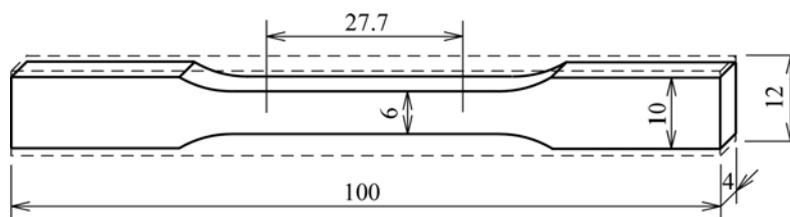


図 2-5 引張試験片(14B 号比例試験片)の模式図．

2-3. 実験結果と考察

2-3-1. SLS造形物の空隙分布と密度

レーザの出力を 200 W に固定して，種々のレーザ照射条件で造形した円柱の積層方向に平行な断面写真を図 2-6 に示す．いずれの照射条件においても，内部に空隙は存在するものの，亀裂や割れは観察されなかった．図中，黒色の領域は，未焼結粉末のくぼみとして残された空隙に相当する．各照射条件に着目して造形物を観察すると，走査ピッチが 0.4 mm の条件で，積層厚さが 0.1 mm(図 2-6(a), (f))から 0.05 mm(図 2-6(b), (g))に薄くなると，空隙の体積割合は減少する．積層厚さが 0.1 mm(図 2-6(a), (f))の条件では，空隙は全体的に存在するが，積層厚さが 0.05 mm(図 2-6(b), (g))の条件では，レーザの通過した部分は焼結し，レーザの走査間では焼結があまり進まず，積層方向と平行に連続的に空隙が多く残る．一方，いずれの走査速度においても，走査ピッチを 0.4 mm(図 2-6(b), (g))から 0.3 mm(図 2-6(c), (h)), 0.2 mm(図 2-6(d), (i)), 0.1 mm(図 2-6(e), (j))に狭くし，レーザのビームスポット径が重なるように走査すると，レーザ走査間の未焼結部分が減少し，空隙の体積割合は全体的に減少する．そして，走査ピッチが 0.1

mm(出力：200 W，積層厚さ：0.05 mm，走査速度：50 mm/s)のとき，空隙が認められない高密度な造形物が得られる(図 2-6(e)). すなわち，造形物の高密度化には，走査ピッチはレーザーのビームスポット径よりも十分小さくすることが重要である.

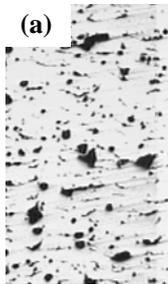
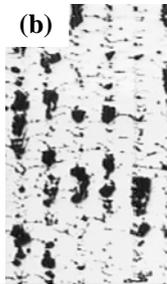
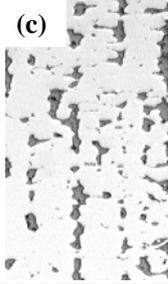
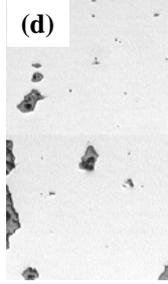
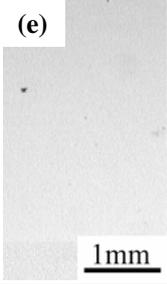
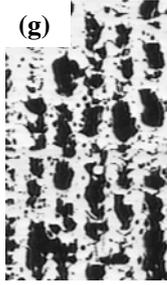
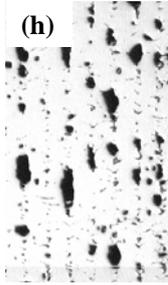
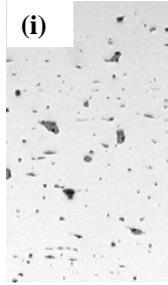
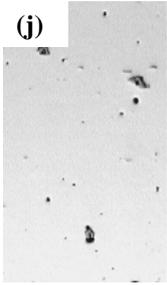
Layer thickness (mm)	0.1	0.05	0.05	0.05	0.05
Scan spacing (mm)	0.4	0.4	0.3	0.2	0.1
Scan speed (50 mm/s)	(a) 	(b) 	(c) 	(d) 	(e) 
Scan speed (100 mm/s)	(f) 	(g) 	(h) 	(i) 	(j) 

図 2-6 レーザの出力を 200 W に固定して，種々のレーザー照射条件で造形した円柱の積層方向に平行な断面写真.

次に，空隙の形成に及ぼす走査速度の影響を図 2-7 に示す. 走査速度以外のレーザー照射条件は，図 2-6(e)の空隙が認められない造形物が得られる照射条件と同じである. 走査速度が 200 mm/s から 50 mm/s に減少するに従って，空隙の体積割合は明らかに減少する. また，図 2-8 に示すように，レーザーの出力が 100 W から 200 W に増加すると，空隙の体積割合は減少する.

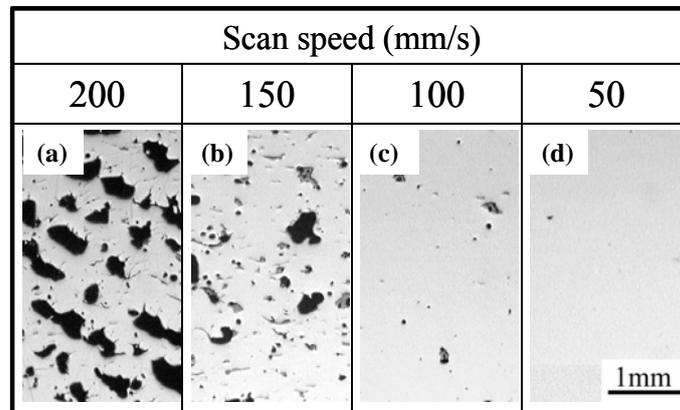


図 2-7 積層厚さを 0.05 mm，走査ピッチを 0.1 mm に固定して，走査速度を 50～200 mm/s に変化させて造形した円柱の積層方向に平行な断面写真.

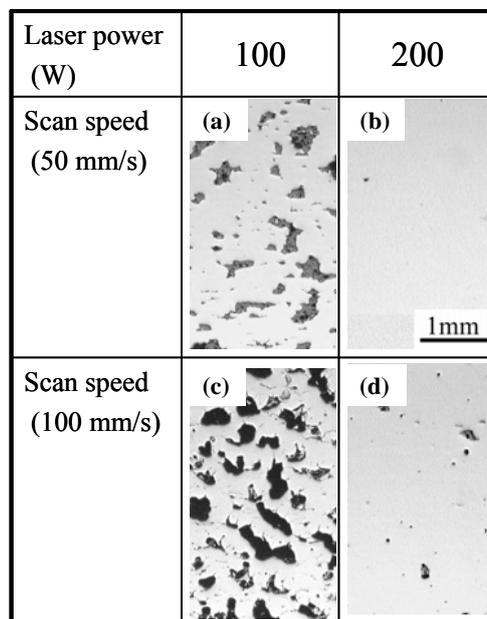


図 2-8 積層厚さを 0.05 mm，走査ピッチを 0.1 mm に固定して，レーザーの出力を 100 W と 200 W，走査速度を 50 mm/s と 100 mm/s の条件で造形した円柱の積層方向に平行な断面写真.

以上のことより、積層厚さは薄いほうが、走査ピッチは狭いほうが、また走査速度は遅いほうが、さらに、レーザの出力は高いほうが、造形物内部の空隙の体積割合は減少し、高密度に造形できることがわかった。

レーザの照射条件の違いを、焼結される1層分の粉末の単位体積あたりに投入されるレーザの全エネルギー量、すなわち、エネルギー密度(E , 単位: J/mm^3)に換算すると、次の式のように表される[9].

$$E = \frac{P}{vst} \quad (2.1)$$

ここで、 P はレーザの出力(単位: W)を、 v は走査速度(単位: mm/s)を、 s は走査ピッチ(単位: mm)を、 t は積層厚さ(単位: mm)を示す。上述したように、空隙の体積割合、すなわち造形物の密度は、レーザ照射条件により増減するため、(2.1)式で定義されるエネルギー密度と密接な関係を有すると考えられる。そこで、エネルギー密度と造形物の相対密度との関係を調べた。その結果を図 2-9 に示す。図から明らかのように、エネルギー密度の増加とともに相対密度は高くなる。エネルギー密度が低い領域では、造形物の相対密度はエネルギー密度の増加とともに急激に増加し、 $300 \text{ J}/\text{mm}^3$ 程度のエネルギー密度において、緻密体に近い(理論密度の 95%以上の密度を有する)造形物が得られる。一方、エネルギー密度が $300 \text{ J}/\text{mm}^3$ 程度より高い領域では、エネルギー密度の増加とともに、造形物の相対密度は緩やかに増加し、 $800 \text{ J}/\text{mm}^3$ 程度のエネルギー密度において、相対密度がほぼ 100%の緻密な造形物が得られる。

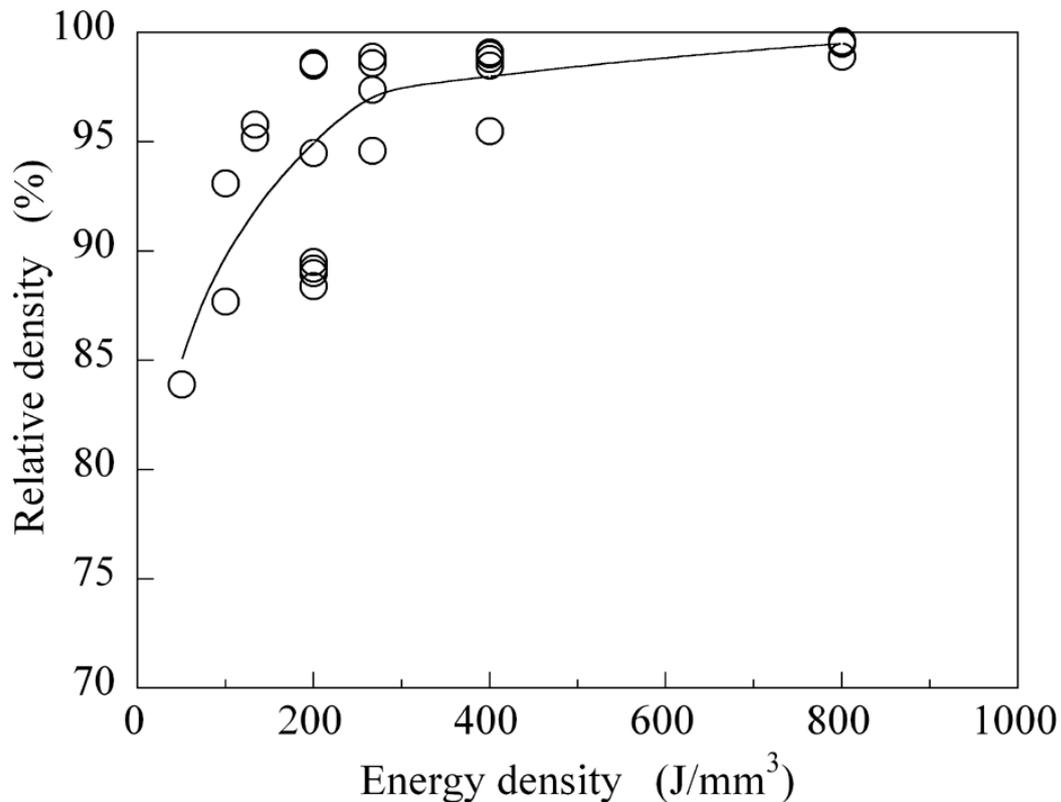


図 2-9 レーザのエネルギー密度と造形物の相対密度との関係。

2-3-2. ミクロ組織と造形物の硬さ

図 2-10 に、図 2-6(e)の断面写真と同じレーザー照射条件(出力：200 W，走査速度：50 mm/s，走査ピッチ：0.1 mm，積層厚さ：0.05 mm)で造形した，空隙が認められない緻密な SLS 造形物の断面組織写真を示す．造形は写真(図 2-10(a))の縦方向に進んでおり，表面部は最後に造形した数層に相当する．従って，表面部(深さ 100 μm 程度)で観察される組織(図 2-10(b))は内部の組織(図 2-10(c))と大きく異なる．表面部は，マルテンサイトの針状組織とパーライトのラメラ組織が混合した組織を呈しており，最後に造形された数層が急冷されたと考えられる．一方，内部は，非常に細かいフェライトとパーライトが混合した組織を呈しており，表面部で観察された組織が積層造形時に熱影響を繰り返し受けて焼戻しされたと考えられる．その結果，表面部のビッカース硬さは平均 306 HV と，内部の硬さ(205 HV)に比べてかなり大きな値を示した．

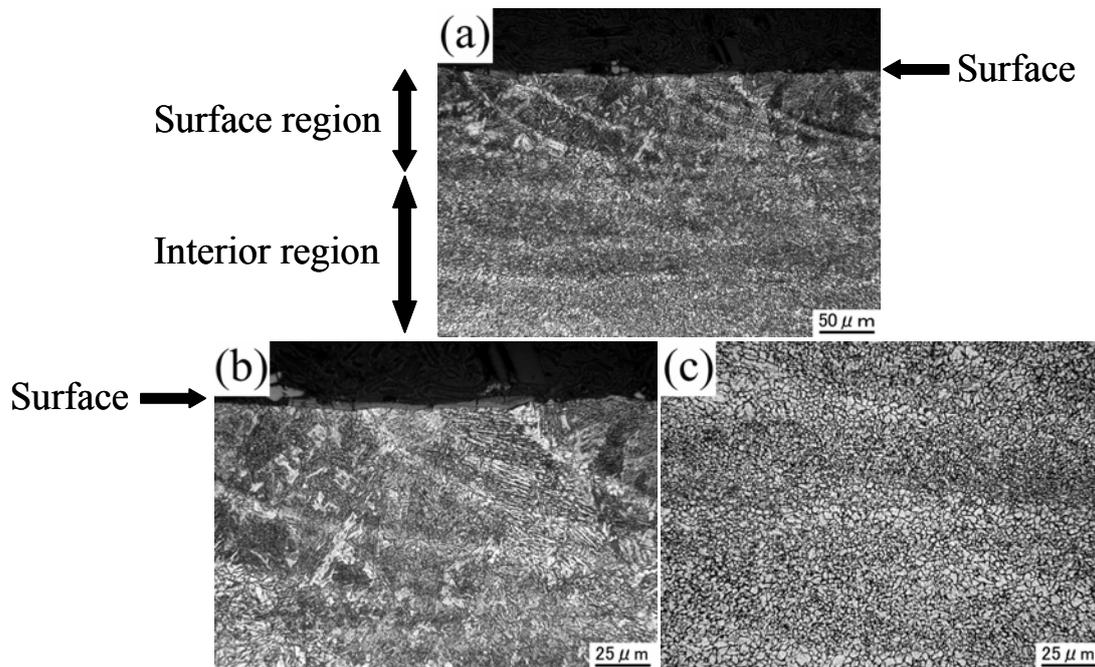


図 2-10 (a) 図 2-6(e)の断面写真と同じレーザー照射条件(出力：200 W，走査速度：50 mm/s，走査ピッチ：0.1 mm，積層厚さ：0.05 mm)で造形した，空隙が認められない緻密な SLS 造形物の断面組織写真．積層方向は写真の縦方向．(b):表面部と(c):内部の高倍率の写真．

2-3-3. 機械的性質

引張試験と圧縮試験は，図 2-6(e) (出力：200 W，走査速度：50 mm/s，走査ピッチ：0.1 mm，積層厚さ：0.05 mm)のように空隙が認められない緻密な SLS 造形物，および図 2-6(j) (出力：200 W，走査速度：100 mm/s，走査ピッチ：0.1 mm，積層厚さ：0.05 mm)のように空隙がほとんど認められない造形物を対象に行った．

圧縮試験を行ったときの応力-ひずみ曲線を図 2-11(a)に示す．両方の造形物ともに，割れることなく大きく塑性変形し，約 30%圧縮しても破壊は起こらなかった．降伏応力 (0.2%耐力) は，空隙が認められない緻密な造形物で 470 MPa，空隙がほとんど認められない造形物で 350 MPa と，造形物の密度により強度差が見られ，密度が高いほど圧縮強度は高くなる．

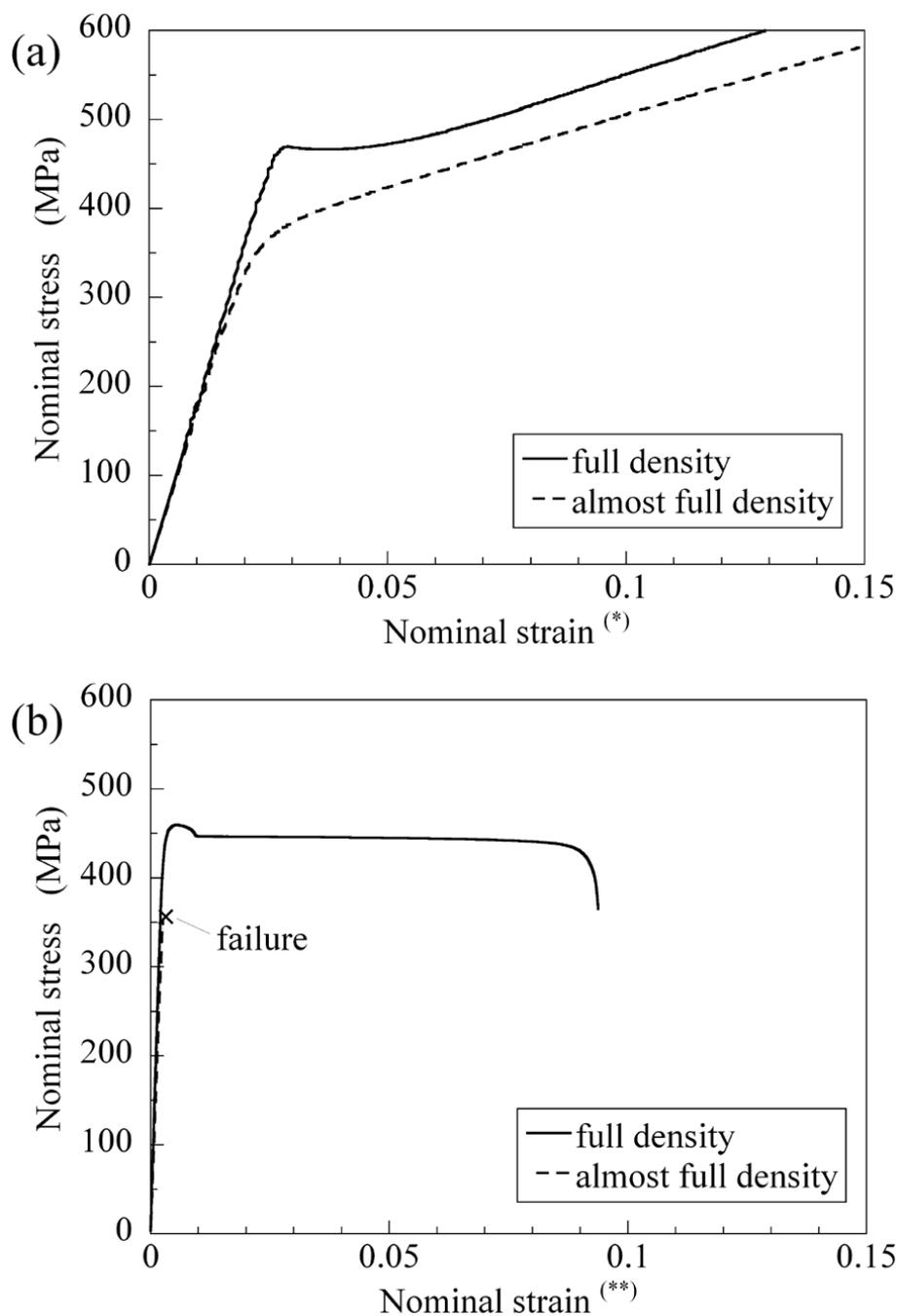


図 2-11 空隙が認められない緻密な SLS 造形物(図 2-6(e)に相当), および空隙がほとんど認められない SLS 造形物(図 2-6(j)に相当)の, (a)圧縮試験, (b)引張試験時の応力-ひずみ曲線. なお, 横軸の公称ひずみは, (*)クロスヘッドの移動量を試験片初期高さで除すことで, (**)歪ゲージ法により測定することで求めた.

しかしながら、引張試験では、両者の塑性変形挙動は大きく異なる。図 2-11(b)に、引張試験を行ったときの応力-ひずみ曲線を示す。空隙が認められない緻密な造形物では、破断までの塑性ひずみは 9%程度であるが、空隙がほとんど認められない造形物は、降伏する前に破断し、塑性ひずみを示さない。従って、引張試験では、少ない体積割合の空隙でさえ、引張特性に大きな影響を与え、SLS 造形物の延性と強度の向上には、空隙の完全な除去が不可欠であると言える。

2-4. 結言

鋼系粉末の SLS 造形に関する基礎的研究として、低炭素鋼(炭素量 0.14 mass%)粉末を用い、完全に緻密な造形物が得られる最適なレーザ照射条件を検討した。また、得られた SLS 造形物のマイクロ組織と機械的性質を評価した。結果をまとめると以下のようなになる。

1. レーザ照射条件として、積層厚さは薄いほうが、走査ピッチは狭いほうが、また走査速度は遅いほうが、さらに、レーザの出力は高いほうが、造形物内部の空隙の体積割合は減少し、高密度な造形物が得られる。
2. 造形物の相対密度は、エネルギー密度(焼結される 1 層分の粉末の単位体積あたりに投入されるレーザの全エネルギー量)の増加とともに高くなる。エネルギー密度が 800 J/mm^3 程度で作製した造形物は、溶製材のように、空隙が認められない緻密体となる。
3. SLS 造形物の延性と強度の向上には、空隙の完全な除去が不可欠である。

参考文献

- [1] J. P. Kruth, X. Wang, T. Laoui, L. Froyen: Proc. of the 13th International Symposium for Electromachining (ISEM-XIII), Vol.II (2001) 21.
- [2] G. N. Levy, R. Schindel, J. P. Kruth: Annals of the CIRP, 52 (2) (2003) 589.
- [3] S. Abe, Y. Higashi, I. Fuwa, N. Yoshida, T. Yoneyama: The 11th International Conference on Precision Engineering (ICPE), (2006) 285.

- [4] 木下俊行, 宮田良雄, 松室光昭, 鬼橋保祐: 第 20 回ラピッド・プロトタイプ
ングシンポジウム, (2001) 53.
- [5] 白川信彦, 木下俊行, 宮田良雄: 大阪府立産技研平成 16 年度研究発表会要
旨集, (2004) 36.
- [6] A. Simchi, H. Asgharzadeh: Mater. Sci. Technol., 20 (2004) 1462.
- [7] H. J. Niu, I. T. H. Chang: Scripta Mater., 39 (1) (1998) 67.
- [8] M. Otsu, T. Fukunaga, M. Uemura, T. Takemasu, H. Miura: The 2nd JSME/ASME
International Conference on Materials and Processing, APP-02 (2005) 1.
- [9] A. Simchi, H. Pohl: Mater. Sci. Eng., A 359 (2003) 119.

第3章 高炭素鋼粉末の積層造形特性

3-1. 緒言

第2章では、低炭素鋼(炭素量 0.14 mass%, S15C相当)粉末を用いて、完全に緻密な造形物が得られる最適なレーザー照射条件を検討し、SLS造形物の機械的性質を評価した。その結果、SLS造形物の延性と強度の向上には空隙の完全な除去が不可欠であり、溶製材並みの完全な緻密体を得るには、エネルギー密度(積層1層分の単位体積あたりに投入されるエネルギー量)が 800 J/mm^3 以上必要であることを明らかにした。しかし、SLS技術を樹脂成形用金型やプレス金型ならびに機械部品などに適用するという実用性を考慮すると、さらに炭素量の多い鋼粉末のSLS特性を把握することが重要となる。

高炭素量を有する鋼粉末のSLS法に関する研究は、例えば、高速度鋼粉末[1, 2], 工具鋼粉末[3], 鉄粉と炭素(黒鉛)粉の混合粉末[4-6]を用いたものが報告されているが、いずれも溶製材並みの緻密な造形物を得るには至っていない。この原因は、高合金鋼粉末や、鉄粉と炭素粉の混合粉末を用いたSLS法では、それぞれ高融点の炭化物と黒鉛を含んでおり、投入されるエネルギー密度が不足しているためであると考えられる。一方、Simchi と Pohl [5], Rombouts ら[6]は、鉄粉と炭素粉の混合粉末を用いたSLS法では、炭素量の増加とともに溶融した鉄-炭素合金の表面張力が低下し、溶湯の流れ性が向上するため、造形物の密度は増加すると報告している。従って、高炭素量を有する鋼粉末を用いたSLS法において、投入されるエネルギー密度を十分高くし、炭素量を増加させることで、緻密な造形物は、より容易に得られることが期待できる。しかし、このことについてはまだ明らかにされていない。

本章では、SLS法により、高炭素量を有する鋼の緻密で高強度な造形物を得ることを目的とし、高融点の黒鉛を含むため緻密化が難しいと考えられる鉄粉と炭素粉の混合粉末の代わりに、炭素量の異なる高炭素鋼粉末を用いて、投入されるエネルギー密度を高くできるようなレーザー照射条件を検討し、造形メカニズムに及ぼすレーザー照射条件および炭素量の影響について検討した。また、

SLS 造形物のマイクロ組織と機械的性質に及ぼすレーザ照射条件および炭素量の影響についても調査した。

3-2. 実験方法

炭素鋼粉末は水アトマイズ法により作製された粉末(平均粒径およそ 30 μm)で、表 3-1 に示す化学成分のように、炭素以外のけい素、マンガン、リン、および硫黄量はほぼ同等とし、炭素量が 0.33 -1.04 mass%の範囲で異なる 4 種類の粉末を使用した。炭素量が 0.33 mass%, 0.49 mass%の各粉末の化学成分は、それぞれ JIS 規格の S33C, S50C に相当する。一方、炭素量が 0.76 mass%, 1.04 mass%の各粉末の化学成分は、それぞれ JIS 規格の SK75, SK105 に近いため、本章中では炭素量を変化させた炭素鋼粉末として、便宜上 S75C, S105C と呼ぶことにする。鉄-炭素二元系状態図では、S75C の炭素量は共析組成に相当し、S33C と S50C は亜共析鋼、S105C は過共析鋼に相当する。

表 3-1 炭素鋼粉末の化学成分(mass%). ()内の数値は SLS 造形物の炭素量を示す。

Material	C	Si	Mn	P	S
S33C	0.33 (0.31)	0.19	0.64	0.010	0.003
S50C	0.49 (0.46)	0.22	0.79	0.006	0.005
S75C	0.76 (0.71)	0.28	0.77	0.009	0.008
S105C	1.04 (0.99)	0.21	0.74	0.009	0.007

表 3-2 レーザ照射条件。

Laser power	/ W	200
Scan speed	/ mm/s	50, 100, 150, 200
Scan spacing	/ mm	0.1, 0.2, 0.3, 0.4
Layer thickness	/ mm	0.05

造形には、第2章の図2-1で示した金属粉末ラピッドプロトタイプング装置を用いた。造形物は直径8 mm×高さ15 mmの円柱状試験片とし、レーザー照射条件として、出力(200 W)と積層厚さ(0.05 mm)は一定のもと、走査速度および走査ピッチを表3-2のように変化させて作製した。

造形物の密度測定はJIS Z 2501に準拠してアルキメデス法にて行った。また、造形物の内部組織は、積層方向に平行な断面を鏡面になるまで研磨し、3%ナイトル液(硝酸アルコール液)または塩酸ピクラル液を用いて組織を現出させ、金属顕微鏡により観察した。造形物の表面形態は走査電子顕微鏡(SEM)にて観察した。

機械的性質は、圧縮試験とビッカース硬さ試験で評価した。圧縮試験片は、直径8 mm×高さ15 mmの円柱を造形し、両端面を高さ12 mmまで旋削して作製した。圧縮試験は、インストロン材料試験機を使用し、2 mm/min.の試験速度(初期歪速度 $2.8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$)で行った。また、ビッカース硬さは、円柱状試験片の積層方向に平行な断面に対し、マイクロビッカース硬さ計により荷重4.9 Nで測定した。

3-3. 実験結果と考察

3-3-1. SLS造形物の空隙分布と密度

S75C粉末を用いて、種々のレーザー照射条件で造形した円柱の断面写真を図3-1に示す。黒色の領域は空隙に相当する。いずれの走査速度においても、走査ピッチが0.4 mmの条件(図3-1(a), (e))では、レーザーの走査間で積層方向に連続的に空隙が多く残る。走査速度が50 mm/sのとき、走査ピッチを0.4 mm(図3-1(a))から0.3 mm(図3-1(b))に、また走査速度が100 mm/sのとき、走査ピッチを0.4 mm(図3-1(e))から0.3 mm(図3-1(f)), 0.2 mm(図3-1(g))に狭くし、レーザーのビームスポット径(0.4 mm)が重なるように走査すると、空隙の体積割合は急激に減少する。すなわち、走査ピッチはビームスポット径より十分に狭くし、その際のレーザー走査痕の重なり度合いが緻密化には重要となる。一方、走査速度については、走査ピッチが同じであれば、100 mm/sよりも50 mm/sのほうが

空隙の体積割合は減少する。その結果、走査ピッチが 0.3 mm 以下、走査速度が 50 mm/s の条件では、空隙が認められない緻密な造形物が得られる(図 3-1(b)-(d))。しかしながら、走査速度を 150 mm/s 以上に速くすると、走査ピッチが 0.1 mm の条件でも、所定の高さまで造形することは困難であった。この理由は、走査速度 150 mm/s 以上では、造形物の表層に高い突起物が不規則に形成し、数層の造形後、高い突起物と粉末を敷き詰めるブレードが衝突したためである。詳細は 3-3-2. 節で述べる。同様の傾向は他の炭素鋼粉末についても認められ、走査速度および走査ピッチを適切に小さくすると、空隙が認められない緻密な SLS 造形物が得られた。

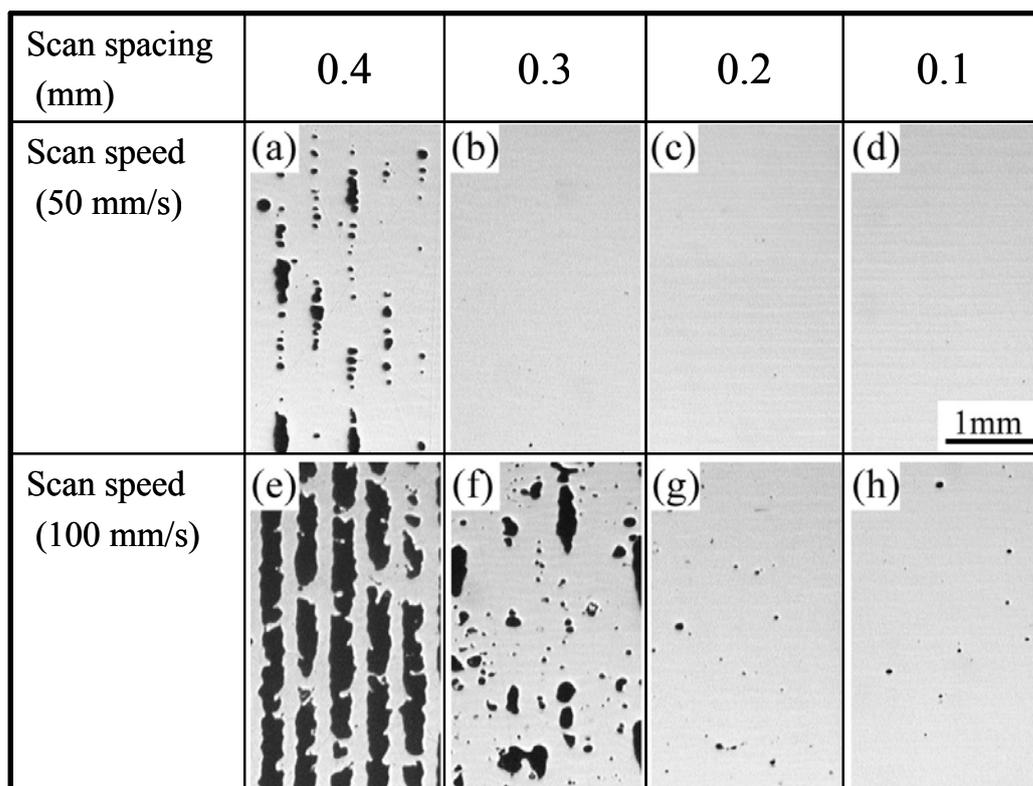


図 3-1 S75C 粉末を用いて、種々のレーザー照射条件で造形した円柱の積層方向に平行な断面写真。

ところが、レーザー照射条件が同一であっても、緻密化の挙動は炭素量により異なる。図 3-2 に、炭素量の異なる炭素鋼粉末を用いて、走査速度を 100 mm/s,

走査ピッチを 0.2 mm の条件で造形した円柱の断面写真を示す。このレーザ照射条件は、ほとんど空隙が認められない S75C の SLS 造形物(図 3-1(g))が得られた条件と同じである。造形物内の空隙の体積割合は、S75C(図 3-2(c))と S105C(図 3-2(d))では明らかに少ないが、S75C(図 3-2(c))から S50C(図 3-2(b)), S33C(図 3-2(a))へと炭素量が減少するに従って空隙の体積割合は増加する。同様の傾向(炭素量の増加とともに、SLS 造形物は高密度になる傾向)は、鉄粉と炭素粉の混合粉末を用いた SLS 法においても報告されている[5]。しかしながら、本研究の炭素鋼粉末を用いて得られる SLS 造形物の最大密度(7.76-7.81 g/cm³)は、相当する溶製材の密度(およそ 7.83-7.86 g/cm³) [7]とほぼ一致し、鉄粉と炭素粉の混合粉末を用いて得られる SLS 造形物の密度(7.127 g/cm³ (Murali ら)[4], 6.3 g/cm³ (Simchi と Pohl)[5], 7.3 g/cm³ (Rombouts ら)[6])に比べてかなり高い。

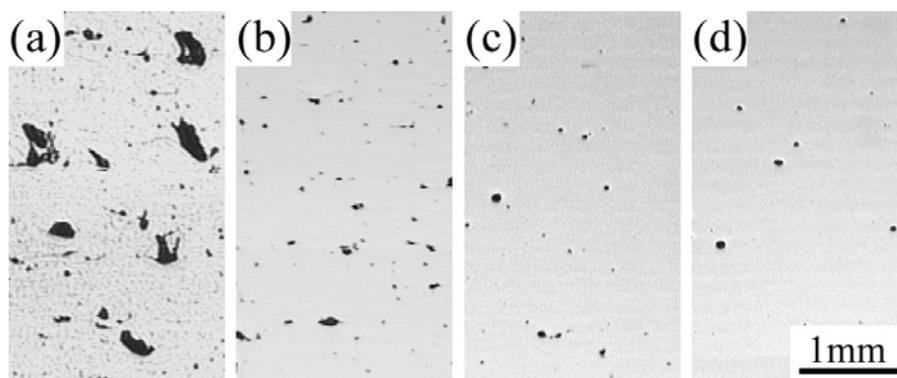


図 3-2 各種炭素鋼粉末((a)S33C, (b)S50C, (c)S75C, (d)S105C)を用いて、走査速度を 100 mm/s、走査ピッチを 0.2 mm の条件で造形した円柱の断面写真。

このように、炭素鋼粉末の炭素量の多少により、空隙が認められない緻密な SLS 造形物が得られるレーザ照射条件(走査速度および走査ピッチ)は異なる。すなわち、各炭素量において、空隙が認められない緻密な SLS 造形物が得られるエネルギー密度のしきい値が存在する。図 3-3 は、各種炭素鋼粉末で完全な緻密体を得るのに必要なエネルギー密度を炭素量で整理した結果を示す。炭素量の増加とともに、緻密化に必要なエネルギー密度は、炭素量 0.14 mass% の場合

の 800 J/mm^3 (第2章参照)から、炭素量 0.33 と 0.49 mass%では 400 J/mm^3 ，炭素量 0.76 と 1.04 mass%では 267 J/mm^3 と減少する．なお，緻密な造形物のSLSプロセスで消費する炭素量は，表 3-1 に示すように，元粉末の炭素量にかかわらず，元の炭素量の 5-7%程度と少ない．

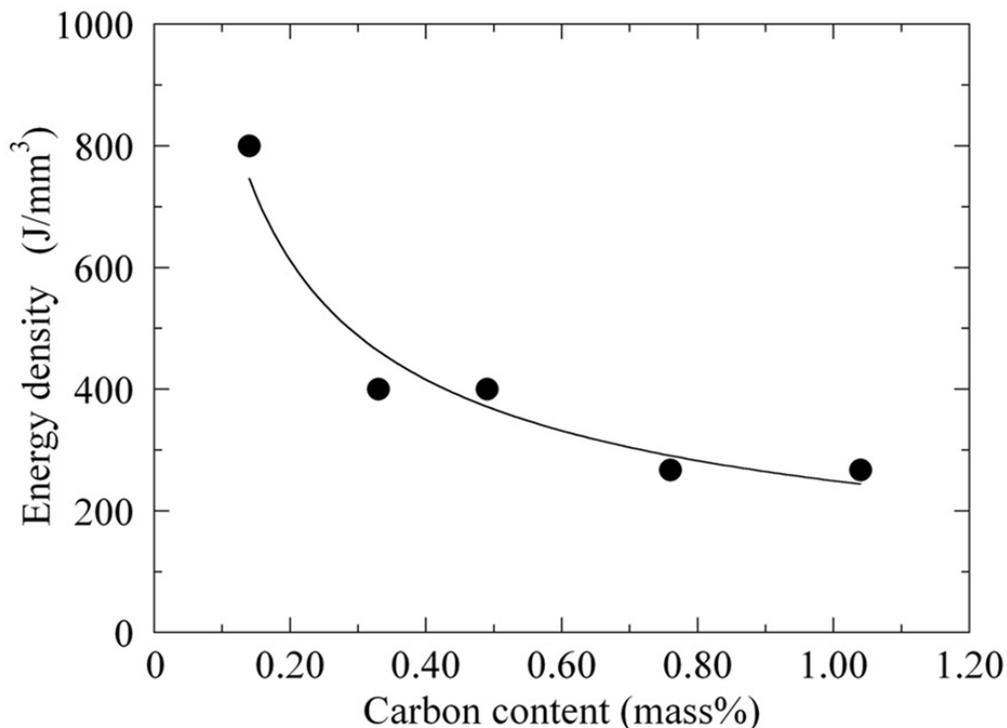


図 3-3 SLS 造形物の緻密化に必要なエネルギー密度に及ぼす炭素量の影響．

3-3-2. 空隙の形成メカニズム

空隙の形成メカニズムについて考察するため，平板(S50C)上に厚さ 0.05 mm で敷き詰めた炭素鋼粉末に対し，レーザを 1 回走査させた場合と，走査ピッチを変化してレーザを 2 回走査させた場合のレーザ走査痕を詳しく調べた．まず図 3-4 に，S75C 粉末を用いて，50~200 mm/s の走査速度でレーザを 1 回走査させた場合に，平板上に形成されたレーザ走査痕の断面組織写真を示す．なお観察は，レーザ走査痕の長さ(8 mm)の中央付近において，レーザ走査方向と垂直方向の断面を対象に行った．また，レーザ走査痕と平板を区別しやすくするために，観察前に 3%ナイトル液を用いて組織を現出させた．図 3-4 に示すよう

に、レーザの走査速度に応じた大きさと形状をもつ突起物が形成されている。走査速度が 50 mm/s から 200 mm/s まで増加するに従って、突起物の高さは増加し、その幅は減少している。走査速度が 150 mm/s 以上では、突起物の高さはおよそ 0.08 mm と、粉末の厚さ(0.05mm)に比べて高くなっている。この結果は、走査速度を 150 mm/s 以上に速くした場合に、粉末を敷き詰めるブレードと造形物が衝突し、所定の高さまで造形することが困難であったことを裏付けている。

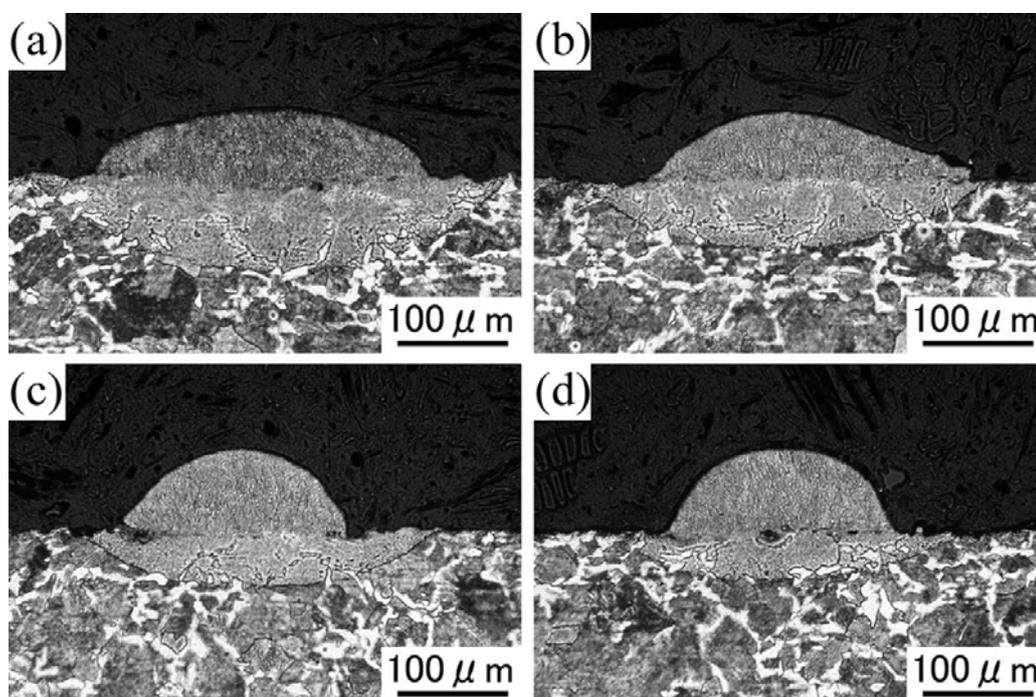


図 3-4 S75C 粉末を用いて、走査速度(a)50 mm/s, (b)100 mm/s, (c)150 mm/s, (d)200 mm/s でレーザを 1 回走査させた場合に、平板上に形成されたレーザ走査痕の断面組織写真。

図 3-5 に、S75C 粉末を用いて、走査ピッチを 0.1~0.3 mm に変化してレーザを 2 回走査させた場合に、平板上に形成されたレーザ走査痕の断面組織写真を示す。走査速度を 100 mm/s と一定にして、レーザを所定の走査ピッチで前後に

走査させることで、2本のレーザ走査痕を得た。走査ピッチが広がるに従って、2本のレーザ走査痕に対応する両突起物の間に、大きな隙間が形成される。このような隙間があると、次のレーザ走査では、粉末層の厚さが著しく増加し、粉末層の底部は容易に焼結されない。すなわち、それに相当する部分が、未焼結粉末のくぼみのままで残り、造形物内の空隙になると考えられる。

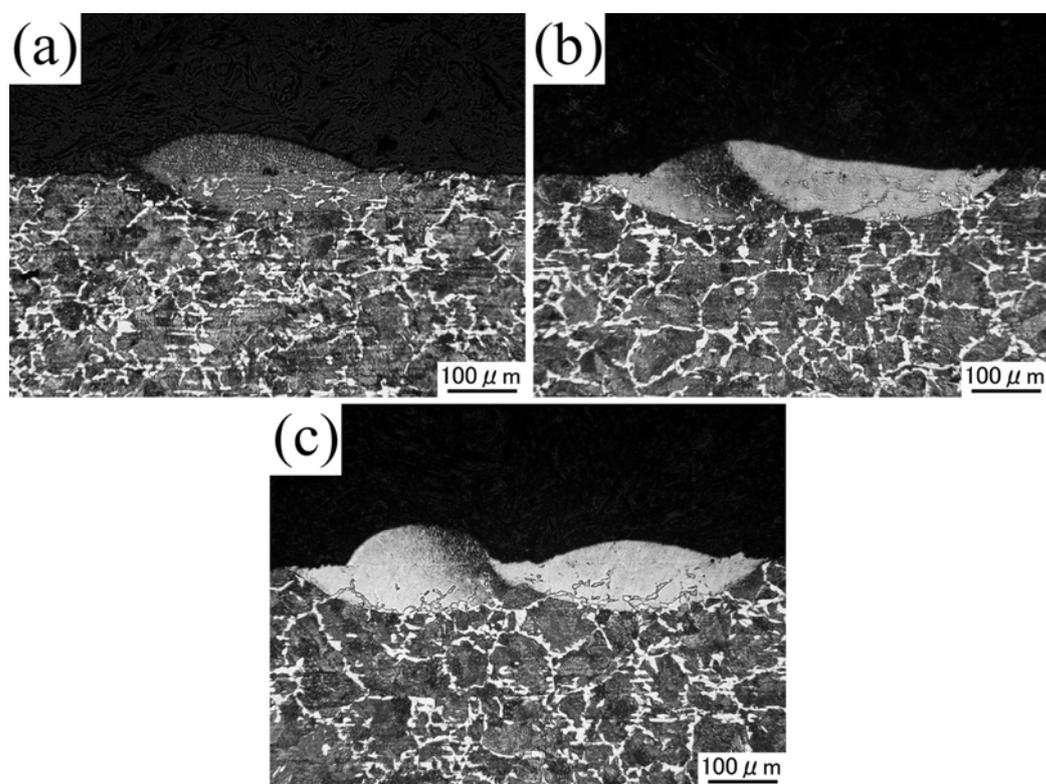


図 3-5 S75C 粉末を用いて、走査ピッチ(a)0.1 mm, (b)0.2 mm, (c)0.3 mm でレーザを 2 回走査させた場合に、平板上に形成されたレーザ走査痕の断面組織写真。レーザは走査速度を 100 mm/s と一定にして、各走査ピッチで前後に走査。

図 3-6 に、炭素量の異なる炭素鋼粉末を用いて、走査速度を 100 mm/s、走査ピッチを 0.2 mm と一定にしてレーザを 2 回走査させた場合に、平板上に形成されたレーザ走査痕の断面組織写真を示す。図から明らかなように、炭素量の

増加とともに、突起物の高さは減少し、その幅は増加している。すなわち、炭素量の減少とともに、両突起物の間に形成される隙間はより大きくなり、未焼結部が形成される。この結果は、3-3-1.節で述べたように、炭素量の減少とともに、SLS造形物内の空隙の体積割合が増加する実験結果と一致する。

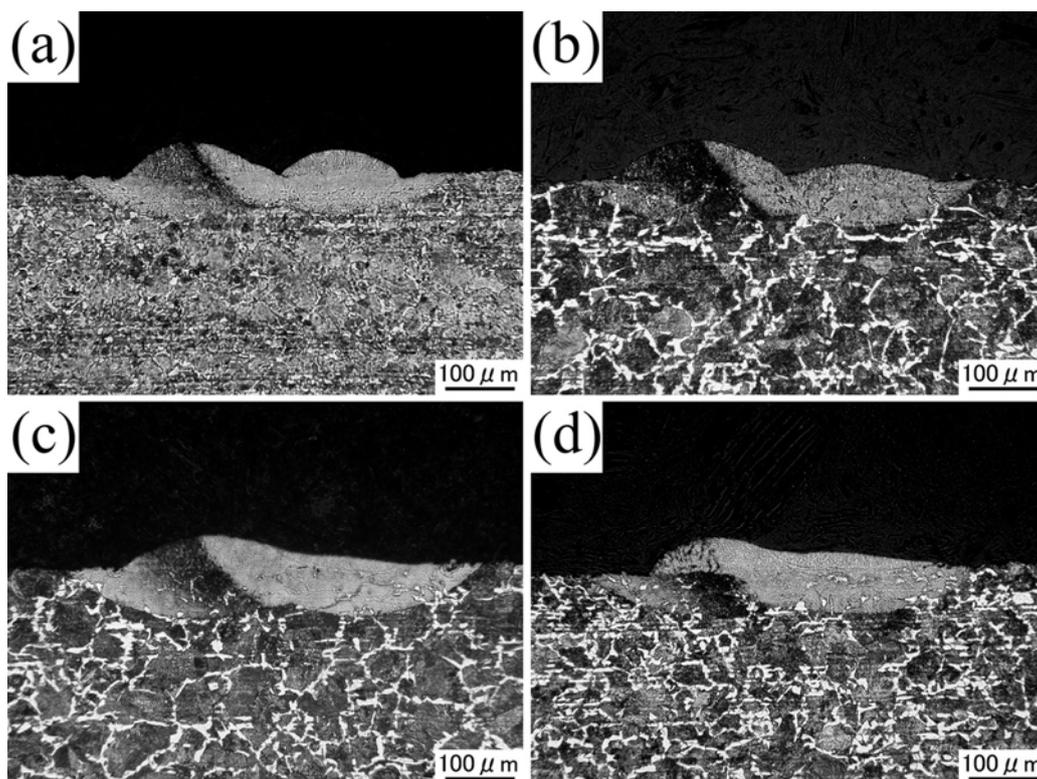


図 3-6 各種炭素鋼粉末((a)S33C, (b)S50C, (c)S75C, (d)S105C)を用いて、走査速度を 100 mm/s、走査ピッチを 0.2 mm と一定にしてレーザーを 2 回走査させた場合に、平板上に形成されたレーザー走査痕の断面組織写真。

図 3-7 に、炭素量の異なる炭素鋼粉末を用いて、走査速度を 100 mm/s と一定にしてレーザーを 1 回走査させた場合に、平板上に形成されたレーザー走査痕を示す。炭素量が増加するに従って、レーザー走査痕の幅が増加する傾向が認められるとともに、レーザー走査痕の連続性が向上する(図 3-7(c), (d))。一方、炭素量が減少するに従って、レーザー走査痕は不連続となり、レーザー走査痕周辺に小滴が

観察される(図 3-7(a), (b)). これは、低炭素鋼粉末では、焼結時に熔融した鉄-炭素合金の表面張力が高いことによるものと考えられる. 炭素量の増加とともに、熔融した鉄-炭素合金の表面張力は減少することが報告されている[8, 9]. また、鉄-炭素二元系状態図では、鉄-炭素二元合金の融点は、炭素量が 4.30 mass%まで増加するに従って低下する[10]. そのため、レーザー照射により熔融した部分と粉末および既積層部との濡れ性は、炭素量の増加とともに、より向上することが期待される. このため、高炭素鋼の SLS 造形物では、空隙の体積割合は少なくなると考えられる.

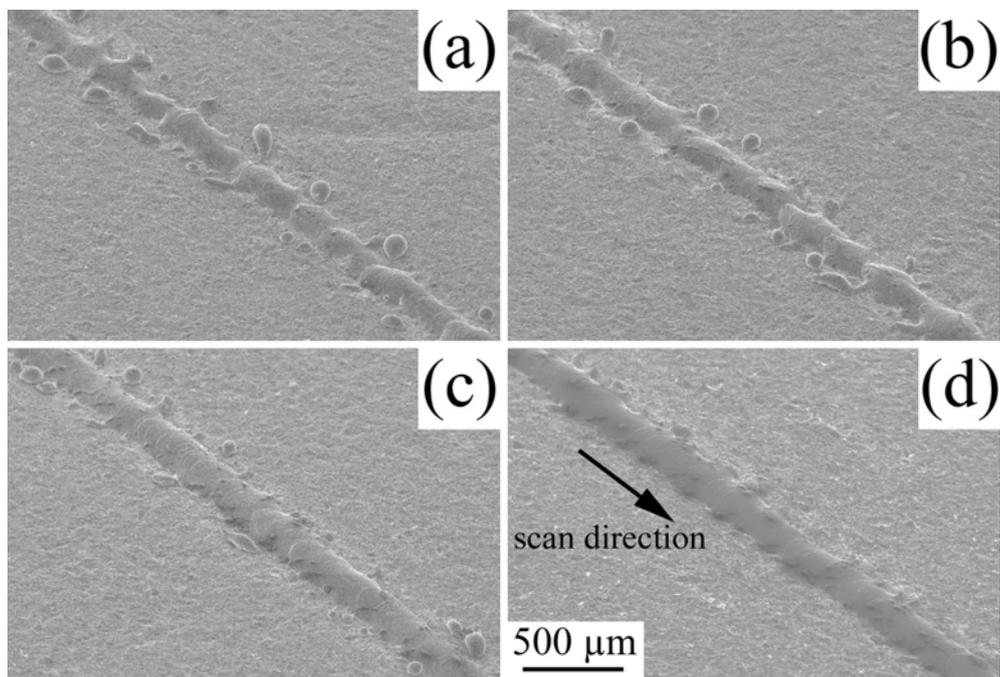


図 3-7 各種炭素鋼粉末((a)S33C, (b)S50C, (c)S75C, (d)S105C)を用いて、走査速度を 100 mm/s と一定にしてレーザーを 1 回走査させた場合に、平板上に形成されたレーザー走査痕.

3-3-3. ミクロ組織と機械的性質

3-3-3-1. レーザ照射条件の影響

図 3-8 は、空隙が認められない緻密な SLS 造形物の(a)表面部と(b)内部の組織を比較した結果である。また、それらの高倍率写真を図 3-8(c), (d)に示す。造形条件は、S75C 粉末を用いて、走査速度を 50 mm/s, 走査ピッチを 0.1 mm とした。造形は写真(図 3-8(a))の縦方向に進んでおり、表面部は最後に造形した数層に相当する。図から明らかなように、表面部で観察される組織(図 3-8(a), (c))は内部の組織(図 3-8(b), (d))と大きく異なる。最表面部(深さ 200 μm 程度)が白色に見えるのは、この領域の金属組織が 3%ナイトル液では腐食されにくいためである。そこで、3%ナイトル液より腐食度が強い塩酸ピクラール液を用いて組織を現出させたところ、表面部の組織は図 3-8(e)に示すように、均一なマルテンサイト組織を呈しており、最後に造形された数層が急冷(焼入れ)されたと考えられる。一方、内部は微細パーライト組織(ソルバイトとトルースタイトの混合組織)を呈しており、表面部で観察された組織が積層造形時に熱影響を繰り返し受けて焼戻しされたと考えられる。その結果、表面部のビッカース硬さは 816 HV と、内部の硬さ(418 HV)に比べて約 2 倍の大きな値を示した。

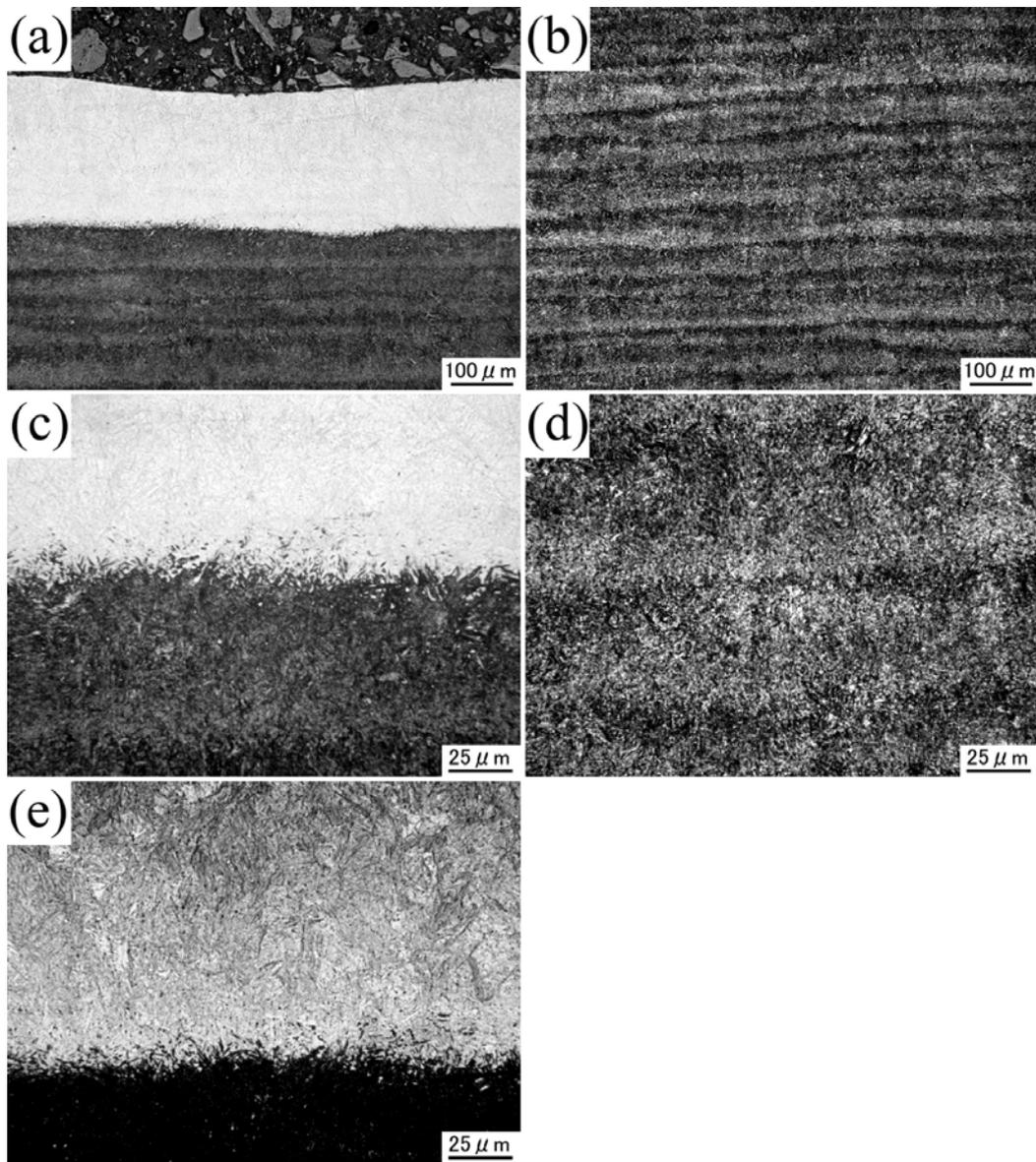


図 3-8 S75C 粉末を用いて，図 3-1(d)の断面写真と同じレーザー照射条件(走査速度：50 mm/s，走査ピッチ：0.1 mm)で造形した，空隙が認められない緻密な SLS 造形物の断面組織写真．(c):(a)表面部，(d):(b)内部の高倍率写真．(e):(c)を塩酸ピクラル液にて腐食．

図 3-9 に，S75C 粉末を用いて，種々のレーザー照射条件にて得られた空隙が認められない，またはほとんど認められない SLS 造形物における内部の断面組織

写真を示す。図 3-9(a), (b), (c), (d)で使用したレーザ照射条件は、それぞれ図 3-1(d), (c), (b), (h)の条件と同じである。図 3-9(a), (b), (d)の造形物はソルバイトとトルースタイトの混合組織を呈しており、図 3-9(c)の造形物はトルースタイト組織を示す。積層造形中に投入される総エネルギー量は、走査ピッチが増加すると減少することを考慮すると、走査速度を 50 mm/s, 走査ピッチを 0.3 mm の条件にて得られた造形物(図 3-9(c))でトルースタイト組織が形成される理由は、図 3-9(c)の造形物のほうが 0.1 mm や 0.2 mm の走査ピッチにて得られた造形物(図 3-9(a), (b))に比べて、より低い温度で焼戻しされたためであると考えられる。また、走査速度を 100 mm/s, 走査ピッチを 0.1 mm の条件にて得られた造形物の金属組織(図 3-9(d))が、走査速度を 50 mm/s, 走査ピッチを 0.2 mm の条件に

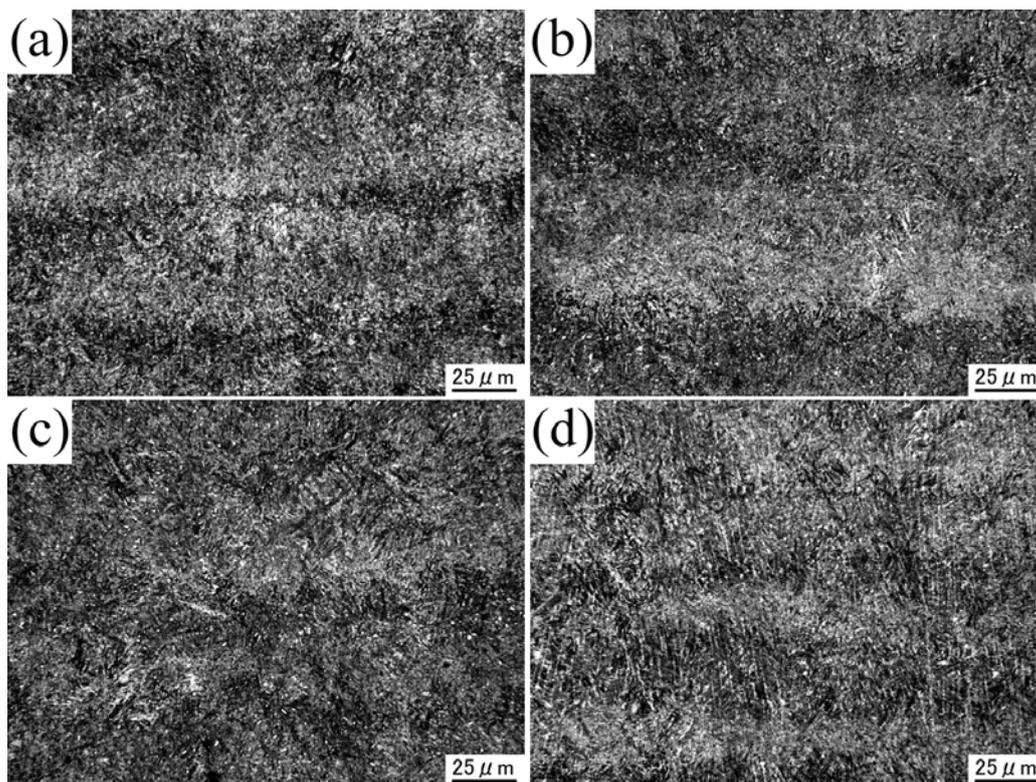


図 3-9 S75C 粉末を用いて、種々のレーザ照射条件にて得られた空隙が認められない、またはほとんど認められない SLS 造形物の内部の断面組織写真。走査速度, 走査ピッチの順に, (a)50 mm/s, 0.1 mm, (b)50 mm/s, 0.2 mm, (c)50 mm/s, 0.3 mm, (d)100 mm/s, 0.1 mm.

て得られた造形物の金属組織(図 3-9(b))と同様であるのは、積層造形中に投入される総エネルギー量がこれら 2 つの造形物で同一なためであると考えられる。

表 3-3 に、図 3-9 の各種造形物について、圧縮試験を行ったときの降伏応力(0.2%耐力)と、造形物内部のビッカース硬さの平均値を示す。降伏応力とビッカース硬さの傾向は、金属組織で観察される変化と一致する。すなわち、高い温度で焼戻しされたと考えられる組織では、降伏応力、硬さは低くなり、低い温度で焼戻しされたと考えられる組織では、降伏応力、硬さは高くなる。降伏応力、ビッカース硬さはいずれも、同一の走査速度(50 mm/s)において、走査ピッチが狭いほうが低い。これは、走査ピッチが狭いほうが、投入される総エネルギー量が高くなり、造形物内部の組織がより高温で焼戻しされたためと考えられる。また、走査速度を 50 mm/s、走査ピッチを 0.2 mm の条件にて得られた造形物の降伏応力およびビッカース硬さは、走査速度を 100 mm/s、走査ピッチを 0.1 mm の条件にて得られた造形物とほぼ同じ値を示す。これは両方のレーザー照射条件は同一のエネルギー密度になるためである。このように、降伏応力、ビッカース硬さはいずれも、投入されるエネルギー量がより低い造形物で、より高い値を示す傾向が認められる。従って、造形したままの状態を高強度・高硬度な造形物を得るには、高密度な造形物を得ることができる投入エネルギー密度を極力低くすることが必要である。

表 3-3 図 3-9 と同じ条件で作製した造形物の降伏応力(0.2%耐力)と、造形物内部のビッカース硬さの平均値。

Sample	Scan speed (mm/s)	Scan spacing (mm)	Energy density (J/mm ³)	Yield stress (MPa)	Hardness (HV0.5)
a	50	0.1	800	1153	418
b	50	0.2	400	1188	454
c	50	0.3	267	1273	484
d	100	0.1	400	1163	451

3-3-3-2. 炭素量の影響

図 3-10 に、S50C, S75C, S105C の各種炭素鋼粉末を用いて、図 3-1(d)の断面写真と同じレーザ照射条件(走査速度:50 mm/s, 走査ピッチ:0.1 mm)で造形した、空隙が認められない緻密な SLS 造形物の表面部と内部の断面組織写真を示す。いずれの造形物も内部は微細パーライト組織(ソルバイトとトルースタイトの混合組織)(図 3-10(d)-(f))を呈しているが、表面部の組織は炭素量により異なる。S75C 粉末の造形物の表面部は均一なマルテンサイト組織(図 3-10(b))を示しているが、S105C 粉末の造形物の表面部はマルテンサイトと残留オーステナイトからなる組織(図 3-10(c))を呈している。一方、S50C 粉末の造形物の表層はマルテンサイトと結節状トルースタイトからなる組織(図 3-10(a))を呈している。

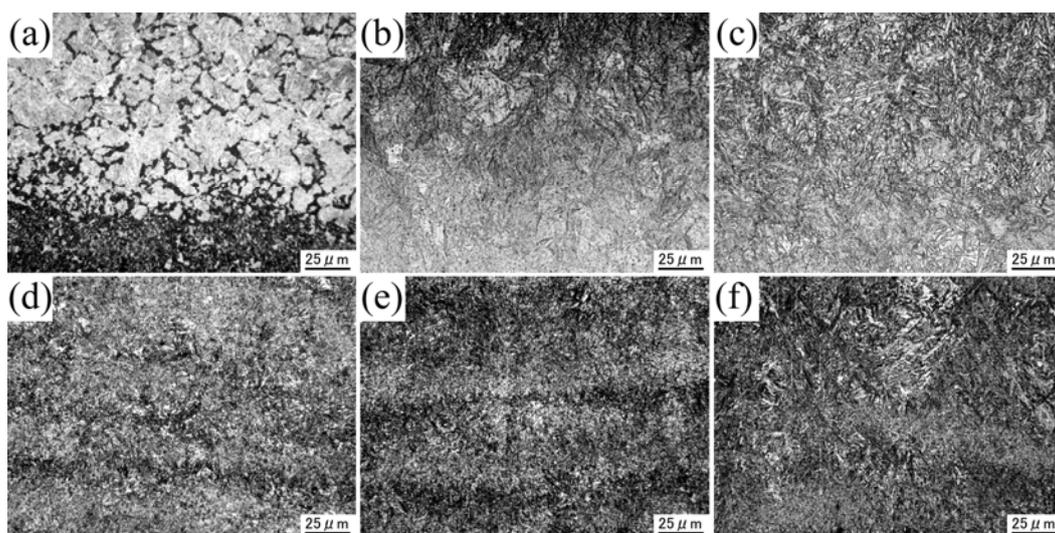


図 3-10 S50C((a), (d)), S75C((b), (e)), S105C((c), (f))の各種炭素鋼粉末を用いて、図 3-1(d)の断面写真と同じレーザ照射条件(走査速度:50 mm/s, 走査ピッチ:0.1 mm)で造形した、空隙が認められない緻密な SLS 造形物の表面部((a)-(c))と内部((d)-(f))の断面組織写真。

図 3-11 は、走査速度を 50 mm/s, 走査ピッチを 0.1 mm の条件で造形した空隙が認められない緻密な SLS 造形物において、降伏応力と造形物内部のビッカース硬さを炭素量で整理した結果を示す。降伏応力、ビッカース硬さのいずれ

も、炭素量の増加とともに上昇する傾向が認められる。SLS 造形物の降伏応力やビッカース硬さは、いずれの炭素量の場合にも 650 °C で焼戻しされた溶製材 [11] に比べて大きな値となっている。これは、SLS 法では溶湯からの急冷により微細な結晶組織が形成されることに起因すると考えられる。

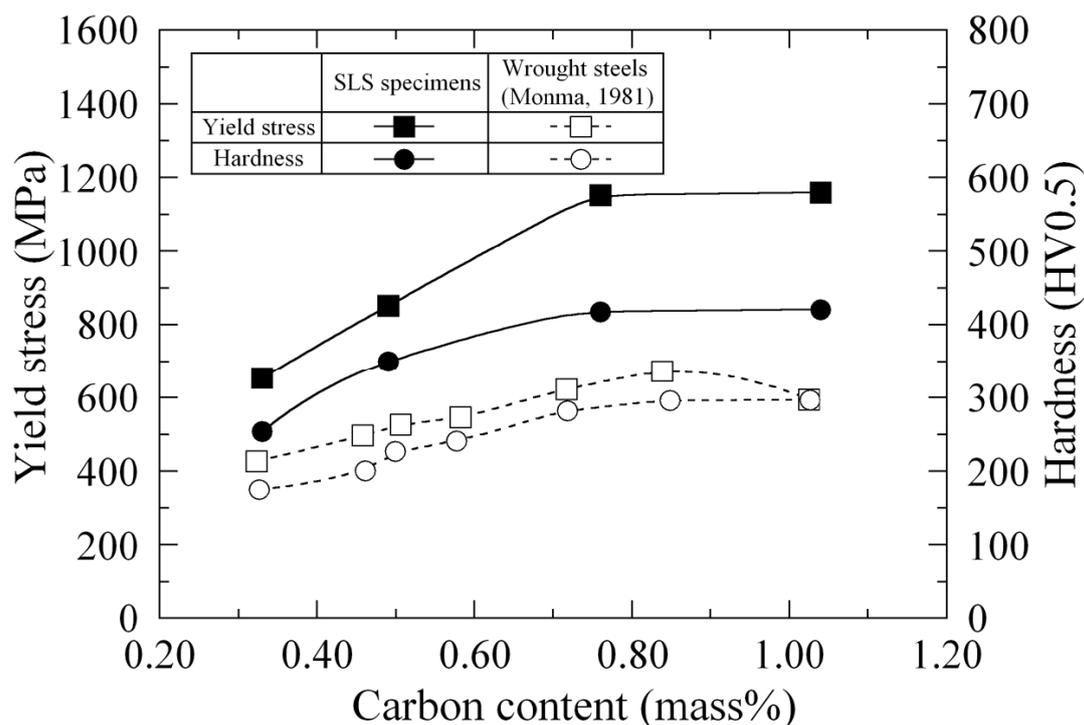


図 3-11 走査速度を 50 mm/s, 走査ピッチを 0.1 mm の条件で造形した空隙が認められない緻密な SLS 造形物の降伏応力ならびに造形物内部のビッカース硬さと炭素量の関係。

3-4. 結言

SLS 法により、高炭素量を有する鋼の緻密な造形物を得るために、炭素量の異なる高炭素鋼粉末を用いて、投入されるエネルギー密度を高くできるようなレーザ照射条件を検討し、造形メカニズムに及ぼすレーザ照射条件および炭素量の影響について検討した。また、SLS 造形物のマイクロ組織と機械的性質に及ぼすレーザ照射条件および炭素量の影響についても調査した。結果をまとめると以下のようなになる。

1. SLS 造形物内の空隙の体積割合は、走査速度および走査ピッチが小さくなるに従って減少する。また、炭素鋼粉末に含まれる炭素量の増加とともに、空隙の体積割合は減少する。
2. 高炭素量を有する炭素鋼粉末を用いたSLS法では、投入されるエネルギー密度が十分高い場合、溶製材並みの緻密な造形物は容易に得られる。緻密化に必要なエネルギー密度は、炭素量 0.33 と 0.49 mass%では 400 J/mm³, 炭素量 0.76 と 1.04 mass%では 267 J/mm³と、炭素量の増加とともに減少する。この原因は、レーザー照射により溶融した部分と粉末および既積層部との濡れ性が、炭素量の増加とともに、より向上するためである。
3. 空隙が認められない緻密な SLS 造形物の降伏応力と硬さは、炭素鋼粉末に含まれる炭素量の増加とともに上昇する。また、炭素量が一定の場合、降伏応力、硬さはいずれも、投入されるエネルギー量がより低い(走査速度がより速く、走査ピッチがより広い)造形物で、より高い値を示す傾向が認められる。従って、造形したままの状態を高強度・高硬度な造形物を得るには、高密度な造形物を得ることができる投入エネルギー密度を極力低くすることが必要である。

参考文献

- [1] A. Simchi, H. Asgharzadeh: Mater. Sci. Technol., 20 (2004) 1462.
- [2] H. J. Niu, I. T. H. Chang: Scripta Mater., 39 (1) (1998) 67.
- [3] M. Otsu, T. Fukunaga, M. Uemura, T. Takemasu, H. Miura: The 2nd JSME/ASME International Conference on Materials and Processing, APP-02 (2005) 1.
- [4] K. Murali, A. N. Chatterjee, P. Saha, R. Palai, S. Kumar, S. K. Roy, P. K. Mishra, A. Roy Choudhury: J. Mater. Process. Technol., 136 (2003) 179.
- [5] A. Simchi, H. Pohl: Mater. Sci. Eng., A 383 (2004) 191.
- [6] M. Rombouts, J. P. Kruth, L. Froyen, P. Mercelis: CIRP Annals, 55 (1) (2006) 187.
- [7] T. Lyman (Ed.): Metals Handbook 8th ed. Vol. 1, ASM, Metals Park, Ohio, (1961)

52.

- [8] P. Kozakevitch, G. Urbain: *Mém. Sci. Rev. Mét.*, 58 (1961) 931.
- [9] B. V. Tsarevskii, S. I. Popel': *Izv. VUZov. Cher. Met.*, 8 (1960) 15.
- [10] T. B. Massalski, J. L. Murray, L. H. Bennett, H. Baker (Eds.): *Binary Alloy Phase Diagrams Vol. 1*, ASM, Metals Park, Ohio, (1986) 562.
- [11] 門間改三：鉄鋼材料学改訂版，実教出版，(1981) 179.

第4章 合金鋼粉末の積層造形特性とプレス金型特性

4-1. 緒言

第3章では高炭素鋼粉末の SLS 特性を検討し、レーザ照射条件(エネルギー密度)の制御により、造形物の高強度化・高硬度化を達成できることを明らかにした。しかしながら、SLS 技術をプレス金型ならびに機械部品などに適用するという実用性を考慮すると、強度・硬さ以外に耐摩耗性や耐食性などの寿命や機能性に関わる特性も重要となる。合金鋼は合金元素の種類や含有量により、それら特性を制御でき、また、炭素鋼に比べて質量効果が小さく焼入れ性に優れる[1, 2]。中でも、低合金鋼は主に機械部品全般に用いられる鋼種であり、耐摩耗性や靱性など要求される特性に応じて、熱処理を適用する[2]。一方、高合金鋼は主にプレス金型や鍛造金型、高強度が要求される部品などに用いられる鋼種である[3]。従って、これら合金鋼粉末の SLS 特性を調べ、高密度な造形物が得られる造形条件、機械的性質や熱処理特性を把握することや、合金鋼粉末造形品のプレス金型としての適性を評価しておくことは、SLS 技術の工業的普及の観点からも重要となる。

ところで、プレス成形の分野では、近年、プレス成形における潤滑剤に求められる特性として、品質・生産性などを決定する性能因子やコストパフォーマンス以外に、低臭気・低毒性などの作業環境改善や低有害性・廃棄処理性などの地球環境保全のような環境特性が重要視されるようになってきている[4]。このような背景のもと、プレス油の低粘度化、非塩素化や無洗浄化などが注目されている[4]が、一方で、いかに少ない潤滑剤で成形できるかといった潤滑剤の減量化も重要なポイントになっている。最少量潤滑によるプレス成形を実現するための一手段として、金型に潤滑剤の保持機能を持たせるような表面構造の開発が挙げられる。白川ら[5]は硬質化合物皮膜表面に潤滑剤を充填・保持できるような微細孔の形成技術を開発し、プレス金型への適用では優れた潤滑性を示すことを明らかにしている。第2, 3章の結果から、SLS 法においても、造形条件によっては表面に空隙のある金属製品を造形することが可能であるので、

同様な効果が期待できると考えられる。それにより主に樹脂成形用金型として着目されてきた SLS 造形技術の実用化に関して、プレス金型の機能面においても新たな応用展開が期待できる。しかしながら、SLS 法によるプレス金型の作製およびその特性評価に関する検討はほとんど行われていない。

本章では、低合金鋼として SCM430 を、高合金鋼として SUS420J2 を選択し、それらの SLS 造形性について検討した。低合金鋼 SCM430 粉末の SLS 造形物については熱処理特性を調査し、溶製材との比較を行った。また、SLS 造形技術の板材プレス加工用金型としての適性評価を目的として、SUS420J2 鋼粉末を用いた高硬度な SLS 金型を造形し、冷間圧延鋼板の深絞り試験を行い、成形荷重の変化、金型および成形品の表面観察から、金型特性を評価した。さらに、表面がポーラスな SLS 金型を造形し、潤滑剤の保持機能性に注目して同様の評価を行った。

4-2. 実験方法

低合金鋼 SCM430 粉末および高合金鋼 SUS420J2 粉末はいずれも水アトマイズ法により作製された粉末(それぞれの平均粒径 27, 25 μm)で、表 4-1 に各粉末の化学成分を示す。造形には、第 2 章の図 2-1 で示した金属粉末ラピッドプロトタイピング装置を用いた。造形特性を検討するための造形物は直径 8 mm×高さ 15 mm の円柱状試験片とし、レーザー照射条件として、低合金鋼 SCM430 粉末の場合、出力(200 W)と積層厚さ(0.05 mm)は一定のもと、走査速度および走査ピッチを表 4-2 のように変化させて作製した。また、高合金鋼 SUS420J2 粉末の場合、高密度かつ高硬度な造形物が得られるレーザー照射条件(エネルギー密度)を探索するため、積層厚さ(0.05 mm)は一定のもと、出力、走査速度ならびに走査ピッチを表 4-3 のように変化させて円柱状試験片を作製した。

表 4-1 各種合金鋼粉末の化学成分(mass%).

Material	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo
SCM430	0.29	0.14	0.65	0.017	0.010	1.03	0.23
SUS420J2	0.37	0.14	0.55	0.010	0.005	12.8	-

表 4-2 低合金鋼 SCM430 粉末のレーザ照射条件.

Laser power	/ W	200
Scan speed	/ mm/s	50, 100
Scan spacing	/ mm	0.1, 0.2, 0.3, 0.4
Layer thickness	/ mm	0.05

表 4-3 高合金鋼 SUS420J2 粉末のレーザ照射条件.

Laser power	/ W	150, 200
Scan speed	/ mm/s	50, 100, 150, 200, 250, 300
Scan spacing	/ mm	0.1, 0.2, 0.3, 0.4
Layer thickness	/ mm	0.05

造形物の特性評価は前章までと同様の方法で行った。造形物の密度測定はJIS Z 2501 に準拠してアルキメデス法にて行った。また、造形物の内部組織は、積層方向に平行な断面を鏡面になるまで研磨し、3%ナイトル液(硝酸アルコール液)または塩酸ピクラル液を用いて組織を現出させ、金属顕微鏡により観察した。機械的性質は、圧縮試験とビッカース硬さ試験で評価した。圧縮試験片は、直径 8 mm×高さ 15 mmの円柱を造形し、両端面を高さ 12 mmまで旋削して作製した。圧縮試験は、インストロン材料試験機を使用し、2 mm/min.の試験速度(初期歪速度 $2.8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$)で行った。また、ビッカース硬さは、円柱状試験片の

積層方向に平行な断面に対し、マイクロビッカース硬さ計により荷重 4.9 N で測定した。

熱処理は低合金鋼 SCM430 粉末の造形物を対象に行い、焼入れは窒素雰囲気中 1123 K で 30 分間保持後油冷し、焼戻しは大気雰囲気中 473, 673, 873 K の各温度で 1 時間保持後水冷した。なお、比較として、SCM430 溶製材(C:0.29 mass%, Cr:1.04 mass%, Mo:0.18 mass%)についても同様の熱処理を行った。

プレス金型の SLS 造形は、リング形状の円筒深絞り用ダイスとしわ抑えを対象にして、高密度かつ高硬度な造形物が得られるレーザ照射条件と、やや密度の低い造形物が得られるレーザ照射条件の 2 条件で行った。造形後、組込みのための旋削加工および研削加工を施し、さらに、表面を#400 のエメリー紙から順次番手を上げて磨き上げ、最終的に#2000 のエメリー紙で研磨して実験に供した。図 4-1 に円筒深絞り試験の模式図を示す。

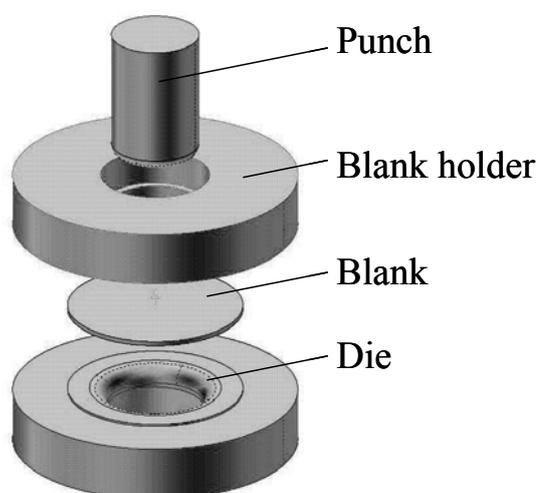


図 4-1 円筒深絞り試験の模式図。

造形したダイスの仕上がり寸法は外形 $\phi 80$ mm \times 内径 $\phi 42.5$ mm \times 肩 R8 mm, しわ抑えの仕上がり寸法は外形 $\phi 80$ mm \times 内径 $\phi 40.5$ mm とし、パンチは冷間金型用合金工具鋼(SKD11)製で $\phi 40$ mm \times 肩 R8 mm のもの(試験機付属標準品)とした。深絞り成形に使用した板材は、公称板厚 1 mm の冷間圧延鋼板(SPCC)のブライト仕上げ材(図 4-2)をレーザ加工にて $\phi 80$ mm(絞り比 2)にブランキン

グしたものをを使用した。潤滑剤は、硫黄系添加剤を含む#86の高粘度プレス油(品名:S-3), および低粘度で添加剤をほとんど含まない#22のスピンドル油の2種類を使用した。また, 比較のために, 量産のプレス金型に用いられる溶製材SKD11の熱処理材(硬さ700HV程度)のダイス, しわ抑え(以後, ”SKD11型”と略す)でも実験を行った。

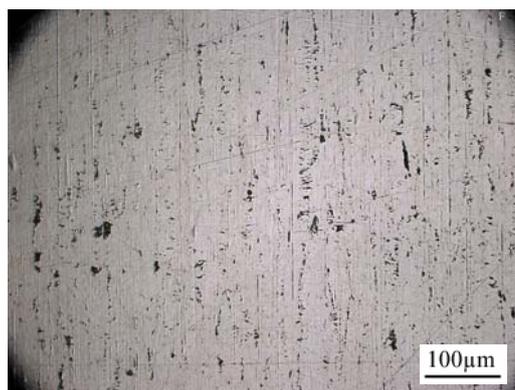


図 4-2 公称板厚 1mm の冷間圧延鋼板(SPCC)のブライト仕上げ材の表面。

深絞り試験には(株)東京試験機製の自動型万能深絞り試験機を用い, パンチ速度は 60 mm/min.とした。しわ抑え力は 5 kN 一定とし, 100 枚連続絞りにおける深絞り最大荷重の変化を調べるとともに, 1, 10, 100 回の深絞りごとに成形品の表面観察を行った。成形品および金型の表面観察には, それぞれデジタルマイクロスコープおよび光学顕微鏡を用いた。

4-3. 実験結果と考察

4-3-1. 低合金鋼(SCM430)粉末の積層造形特性

4-3-1-1. SLS造形物の密度と機械的性質

SCM430 粉末を用いて, 種々のレーザ照射条件で造形した円柱の積層方向に平行な断面写真を図 4-3 に示す。黒色の領域は空隙に相当する。各照射条件に着目して造形物を観察すると, いずれの走査速度においても, 走査ピッチが 0.4 mm の条件(図 4-3(a), (e))では, レーザの走査間で積層方向に連続的に空隙が多

く残る。走査ピッチを 0.4 mm から 0.3 mm に狭くし、レーザのビームスポット径が重なるように走査すると、空隙の体積割合は急激に減少する(図 4-3(b), (f)). さらに、走査ピッチが 0.2 mm 以下の条件では、空隙がほとんど認められない高密度な造形物が得られる(図 4-3(c), (d), (g), (h)). 一方、走査速度については、走査ピッチを固定した条件において、100 mm/s(図 4-3(e), (f))よりも 50 mm/s(図 4-3(a), (b))のほうが、空隙は減少する。これらの結果は、第 3 章における炭素鋼粉末の SLS の結果と同様であり、走査速度および走査ピッチを適切に小さくすると、空隙が認められない緻密な SLS 造形物が得られた。

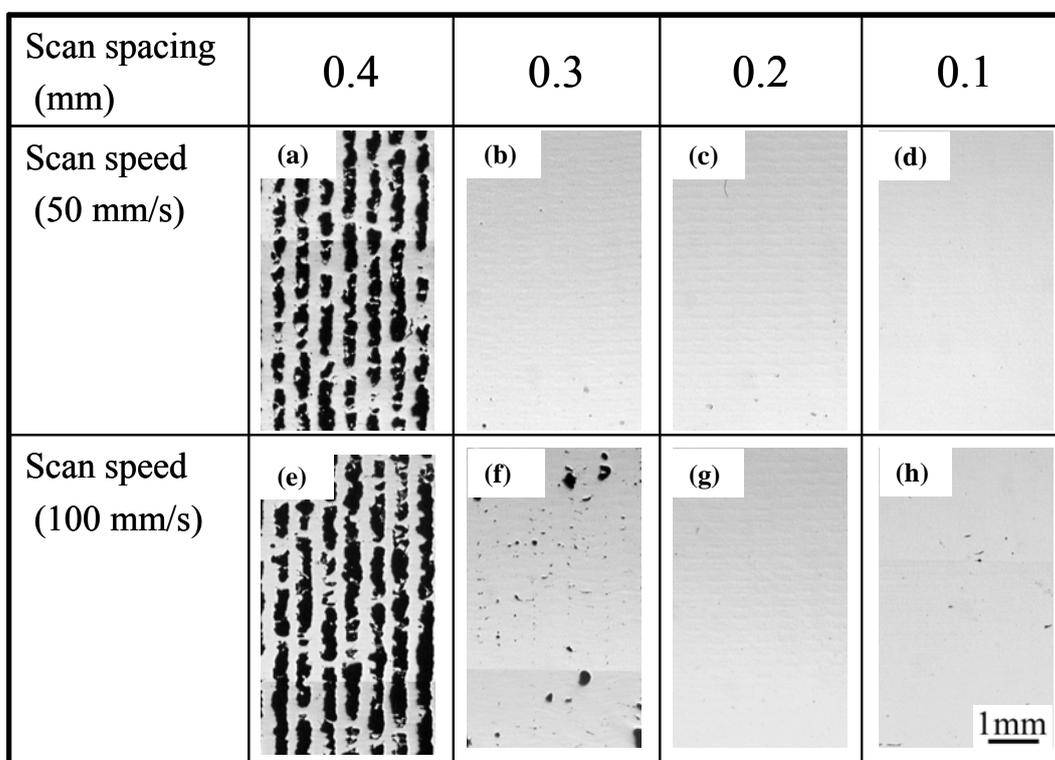


図 4-3 SCM430 粉末を用いて、種々のレーザ照射条件で造形した円柱の積層方向に平行な断面写真。

図 4-4 に、上記のレーザ照射条件の違いを焼結される 1 層分の粉末に投入されるレーザのエネルギー密度に換算し、造形物の相対密度との関係を調べた結果を示す。レーザのエネルギー密度の算出は第 2 章の(2.1)式によった。図に示

すように、エネルギー密度の増加とともに相対密度は高くなり、エネルギー密度が約 300 J/mm^3 以上では、相対密度がほぼ 100% まで向上し、高密度な造形物が得られる。

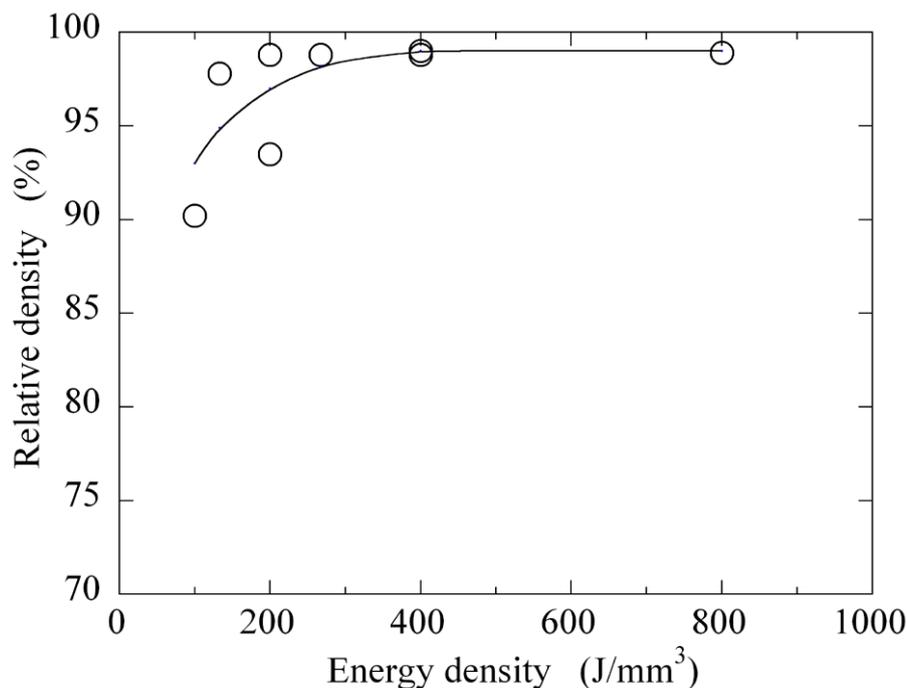


図 4-4 低合金鋼 SCM430 粉末を用いて造形した円柱の相対密度とレーザーのエネルギー密度との関係。

図 4-5 に、走査速度を 50 mm/s 、走査ピッチを 0.2 mm とした条件で得られた造形物の、表面部と内部の断面組織写真を示す。組織の現出には 3% ナイタル液を使用した。第 3 章における図 3-8 の炭素鋼 S75C 粉末の SLS 造形物と同様に、SCM430 粉末の造形物の最上部は、レーザー照射後急冷(焼入れ)されて、針状のマルテンサイト組織を呈している。一方、内部は、上部がレーザー照射で積層造形される間に熱影響を受けて(焼戻しされて)、微細パーライト状(ソルバイトとトルースタイトの混合)の組織へ変化する。

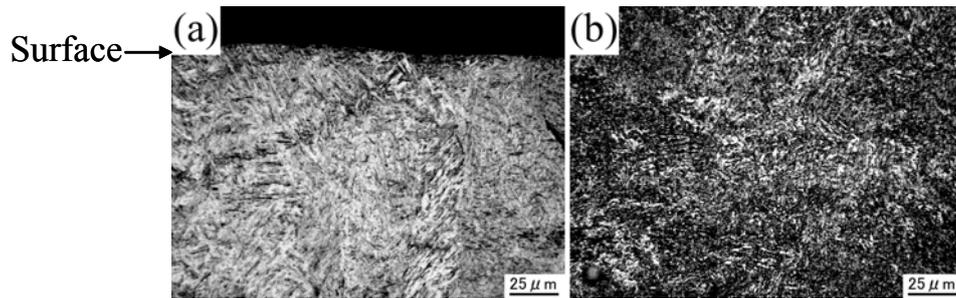


図 4-5 走査速度を 50 mm/s, 走査ピッチを 0.2 mm とした条件で得られた造形物の, (a)表面部と(b)内部の断面組織写真.

表 4-4 に, 走査速度を 50 mm/s, 走査ピッチを 0.1 mm, 0.2 mm, 0.3 mm とした条件で得られた各造形物について圧縮試験を行ったときの降伏応力(0.2%耐力)と, 造形物内部のビッカース硬さ測定結果を示す. いずれの造形物も, 内部に空隙が認められない緻密体である. 降伏応力, ビッカース硬さのいずれも走査ピッチが広いほうが高い値を示す. これは, 走査ピッチが広いほうが, 投入されるレーザの総エネルギー量が少なくなり, 造形物内部の組織がより低温で焼戻しされたためと考えられる. 図 4-6 に, 表 4-4 の各造形物の内部の断面組織写真を示す. いずれの走査ピッチで得られた造形物も微細パーライト組織(ソルバイトやトルースタイト)を呈しているが, 走査ピッチが 0.1 mm の場合, 主にソルバイト組織を, 走査ピッチが 0.2 mm の場合, ソルバイトとトルースタイトの混合組織を, 走査ピッチが 0.3 mm の場合, 主にトルースタイト組織を示す. 一般に, 鋼の熱処理では, 焼入れによって得られたマルテンサイトを, 低い温度(673 K 程度)で焼戻しするとトルースタイト組織を呈し, それより高い温度(873 K 程度)で焼戻しするとソルバイト組織を示す[6]. 従って, 走査ピッチが広くなると, 積層造形中に投入される総エネルギー量は減少し, 造形物の内部は, 表面部での焼入れ後, 低めの温度で焼戻しされた状態になり, その結果, 低い温度で得られるトルースタイト組織が増えると考えられる. これらの結果は, 第 3 章における炭素鋼 S75C 粉末の SLS 造形物の結果と同様である.

表 4-4 走査速度を 50 mm/s, 走査ピッチを 0.1 mm, 0.2 mm, 0.3 mm とした条件で得られた造形物の降伏応力(0.2%耐力)とビッカース硬さ.

Sample	Scan speed (mm/s)	Scan spacing (mm)	Energy density (J/mm ³)	Yield stress (MPa)	Hardness (HV0.5)
a	50	0.1	800	795	317
b	50	0.2	400	853	345
c	50	0.3	267	935	357

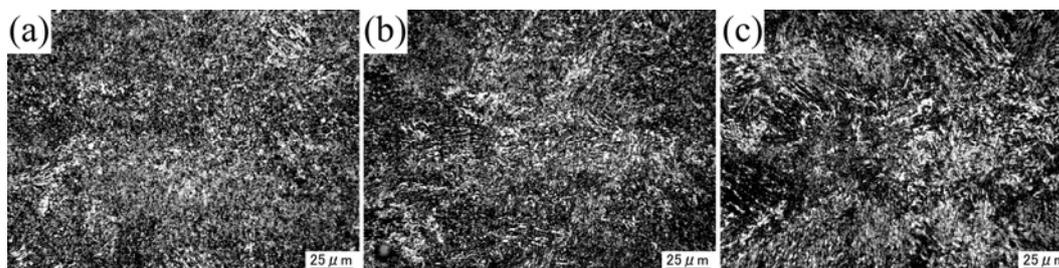


図 4-6 表 4-4 と同じ条件で作製した造形物の内部の断面組織写真. 走査ピッチ : (a)0.1 mm, (b)0.2 mm, (c)0.3 mm.

4-3-1-2. SLS造形物の熱処理特性

図 4-7 は, 熱処理後の SLS 造形物(走査速度 : 50 mm/s, 走査ピッチ : 0.2 mm)と溶製材のビッカース硬さを焼戻し温度で整理した結果を示す. 図から明らかのように, 造形物は, 溶製材と同様に焼入焼戻しが可能であり, いずれの焼戻し温度においても, 溶製材とほぼ同等の硬さを示す. 造形物の硬さは, 造形したままが平均 345 HV であるのに対し, 熱処理を行うことで 500 HV 程度まで向上できる. SLS 造形物における熱処理後の金属組織を図 4-8 に示す. SLS 造形物は, 焼入れによりマルテンサイト組織を呈し, 焼戻し温度の上昇とともに, トルースタイト組織からソルバイト組織に変化している. すなわち, SLS 造形物は溶製材と同様の熱処理特性を示すことがわかる. また, 熱処理前の造形物

の硬さは、図 4-7 の硬さ変化から、焼戻し温度が 800 K 付近の溶製材とほぼ同じ硬さであると考えられる。

以上のことから、SLS 法により作製した機械部品は、高温焼戻し状態が必要ならば、造形したままの状態で使用できる。また、硬さを向上させる必要がある場合、溶製材と同様に熱処理を適用することが可能であることが確認できた。

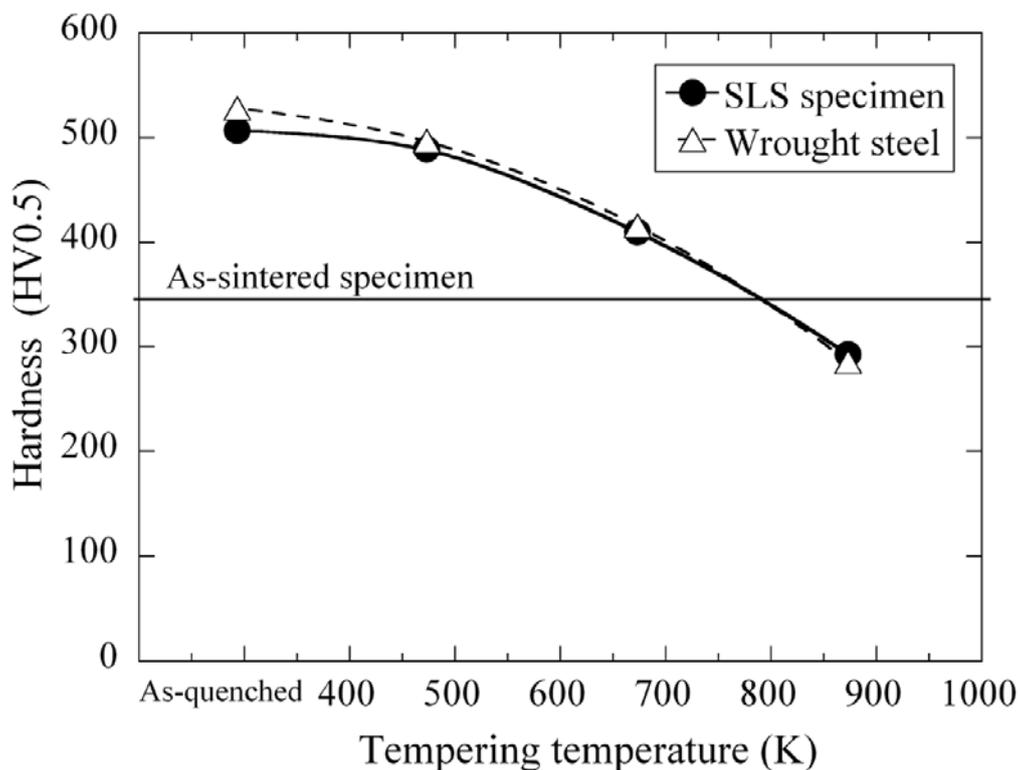


図 4-7 SLS 造形物(走査速度：50 mm/s, 走査ピッチ：0.2 mm)と溶製材の熱処理による硬さの変化.

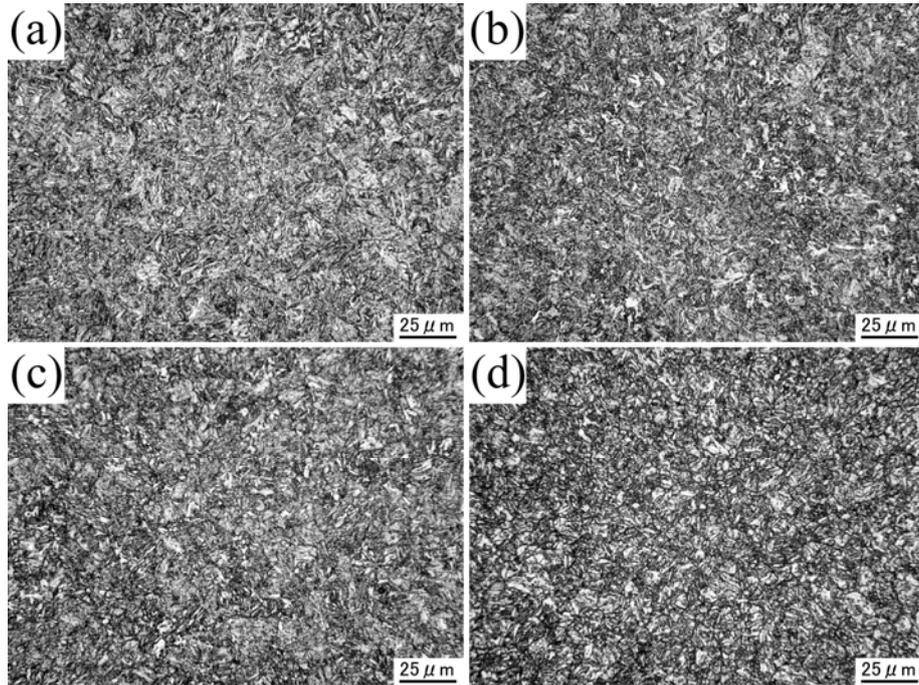


図 4-8 SLS 造形物における熱処理後の組織. (a):焼入れまま, (b)-(d):焼戻し (温度(b)473 K, (c)673 K, (d)873 K).

4-3-2. 高合金鋼 (SUS420J2) 粉末の積層造形特性とプレス金型特性

4-3-2-1. SLS造形物の密度と機械的性質

図 4-9 に、高合金鋼 SUS420J2 粉末を用いて、表 4-3 に示すレーザー照射条件で造形した円柱の相対密度とレーザーのエネルギー密度との関係を示す。図から明らかのように、エネルギー密度の増加とともに相対密度は高くなる。エネルギー密度が低い領域では、造形物の相対密度はエネルギー密度の増加とともに急激に増加し、 130 J/mm^3 程度のエネルギー密度において、緻密体に近い(理論密度の 95%以上の密度を有する)造形物が得られる。一方、エネルギー密度が 130 J/mm^3 程度より高い領域では、エネルギー密度の増加とともに、造形物の相対密度は緩やかに増加し、 300 J/mm^3 程度のエネルギー密度において、相対密度がほぼ 100%の緻密な造形物が得られる。このことは、第 2 章における低炭素鋼 S15C粉末を用いた場合と同様の傾向である。

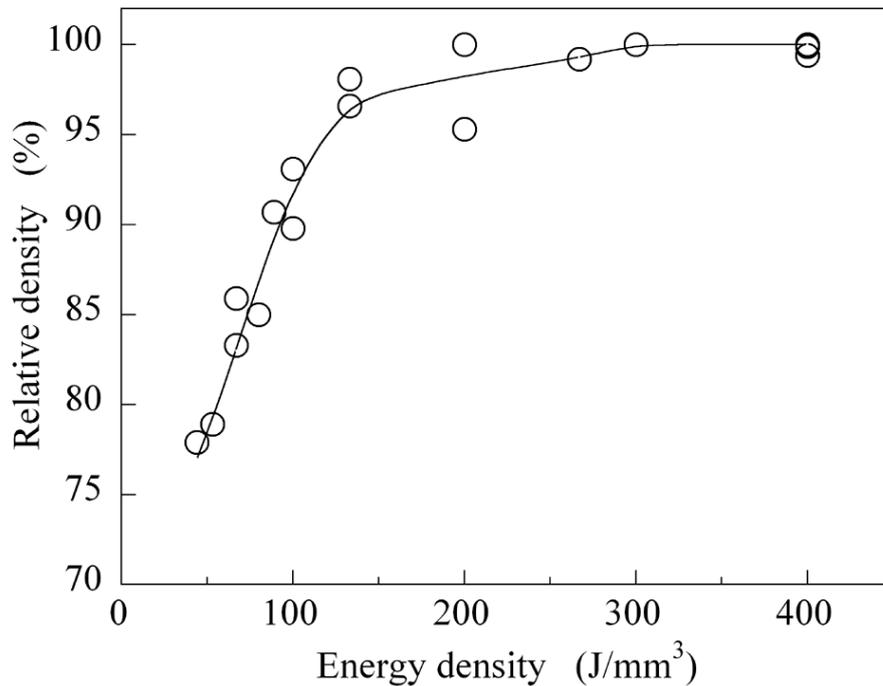


図 4-9 高合金鋼 SUS420J2 粉末を用いて造形した円柱の相対密度とレーザーのエネルギー密度との関係。

次に、プレス金型に用いる造形条件を選択するため、相対密度がほぼ 100% の緻密な造形物において、最も高硬度な造形物が得られるレーザー照射条件を探索した。第 3 章の高炭素鋼粉末および 4-3-1 節の低合金鋼粉末における SLS 造形の検討より、造形物の内部の硬さは、投入されるエネルギー量がより低い造形物で、より高い値を示す傾向が認められた。また、図 4-9 において、エネルギー密度 300 J/mm³(出力：150 W, 走査速度：50 mm/s, 走査ピッチ：0.2 mm) で得られた造形物の硬さは平均 461 HV と、400 J/mm³(出力：200 W, 走査速度：50 mm/s, 走査ピッチ：0.2 mm) で得られた造形物(平均 453 HV) に比べてやや高い値を示した。そこで、前者のレーザー照射条件(出力：150 W, 走査速度：50 mm/s, 走査ピッチ：0.2 mm) を高密度かつ高硬度のプレス金型の作製条件とした。図 4-10 に、このレーザー照射条件で得られた造形物内部の機械的性質(圧縮強度および硬さ)とマイクロ組織を示す。組織の現出には塩酸ピクラール液を使用した。な

お、比較として、SUS420J2 溶製材(C:0.28 mass%, Cr:12.1 mass%)の焼入焼戻し材(1253 Kで 50 分保持後油冷し，783 Kで 2 時間保持後空冷したもの)の結果も併せて示す。

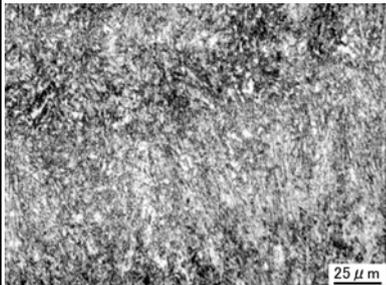
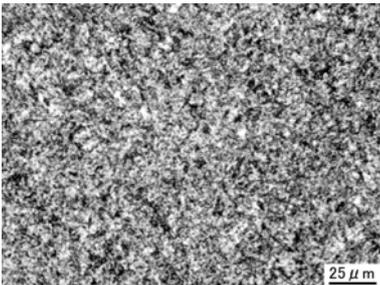
Material	SLS specimen	Wrought steel
Hardness	461 HV	478 HV
Yield stress	1360 MPa	1400 MPa
Microstructure		

図 4-10 出力：150 W，走査速度：50 mm/s，走査ピッチ：0.2 mm のレーザー照射条件で得られた SLS 造形物と，SUS420J2 溶製材の焼入焼戻し材の機械的性質(圧縮降伏応力および硬さ)ならびにマイクロ組織。

SLS 造形物および溶製材のいずれも微細パーライト組織(ソルバイト)を呈しているが，SLS 造形物では積層方向(写真の縦方向)に細長い組織が観察される。これは最表面で急冷により形成された柱状の凝固組織が，積層造形時に内部に残ったためであると考えられる。SLS 造形物の降伏応力および硬さは，溶製材に比べてやや低い値を示す。これは溶製材の焼戻し温度が若干低いためであり，同等の硬さが得られる温度で焼戻しされた溶製材と比べると，ほぼ同等の機械的性質を示すと考えられる。すなわち，SLS 造形物は溶製材の高温焼戻し材とほぼ同等の特性を有している。

4-3-2-2. SLS法により作製したプレス金型の特性

図 4-11 に，SLS 法により作製した高密度かつ高硬度なプレス金型(以後，”高密度 SLS 型”と略す)の研磨後の外観写真を示す。巨視的には非常に美しい表面であった。



図 4-11 SLS 法により作製した高密度かつ高硬度なプレス金型(深絞り用
ダイス(左)としわ抑え(右))の研磨後の外観写真.

一方、潤滑剤の保持機能性の向上を目指した表面にポーラス層を有する SLS 金型(以後、“ポーラス SLS 型”と略す)は、やや密度の低い造形物(相対密度:90%程度)が得られるレーザ照射条件(出力:200 W, 走査速度:100 mm/s, 走査ピッチ:0.4 mm)を用いて作製した. ポーラス SLS 型の表層には、図 4-12 に示すように、大きさ 150 μm 程度の比較的均一に分散した空隙が観察される.

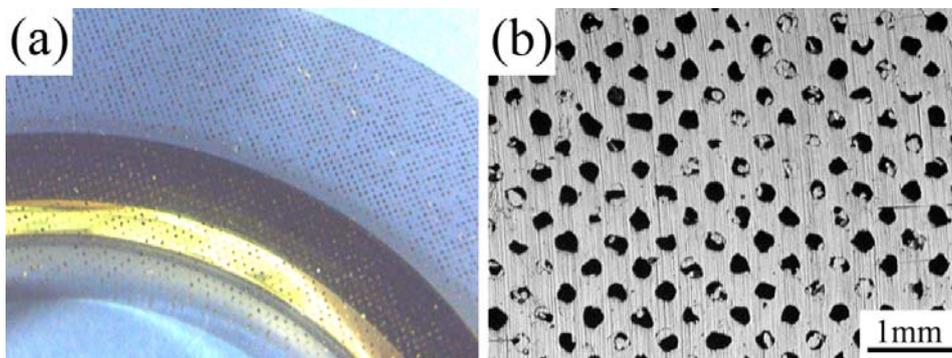


図 4-12 SLS 法により作製したポーラスなプレス金型(ダイス)の(a)研磨後の
外観写真および(b)表面の光学顕微鏡写真.

図 4-13 に、100 枚連続絞りにおける深絞り最大荷重の変化を示す。また、図 4-14 に、高粘度プレス油を用いた場合の 1 個目および 100 個目の成形品表面の微視的観察の結果を示す。高粘度プレス油を用いた場合、高密度 SLS 型と SKD11 型いずれの金型においても、初期から 100 個目まで深絞り荷重はほぼ一定であるが、高密度 SLS 型の深絞り荷重は SKD11 型に比べて約 1 kN ほど高い。成形品表面の微視的観察の結果から、1 個目では、高密度 SLS 型と SKD11 型での成形品表面に顕著なスクラッチ傷は認められず大きな差は見られないが、100 個目では、高密度 SLS 型のほうが SKD11 型に比べてスクラッチ傷の量、深さともに増大する。一般的に、塑性変形の進行に伴って、流体潤滑膜が中断されて生じた真実接触面において凝着が生じ、その微細に固着した結合部分がせん断により引きちぎられる(いわゆる”凝着摩耗”が起こる)とき、金型材がむしり取られた場合には金型表面に溝状の傷が形成される。そして、この金型表面

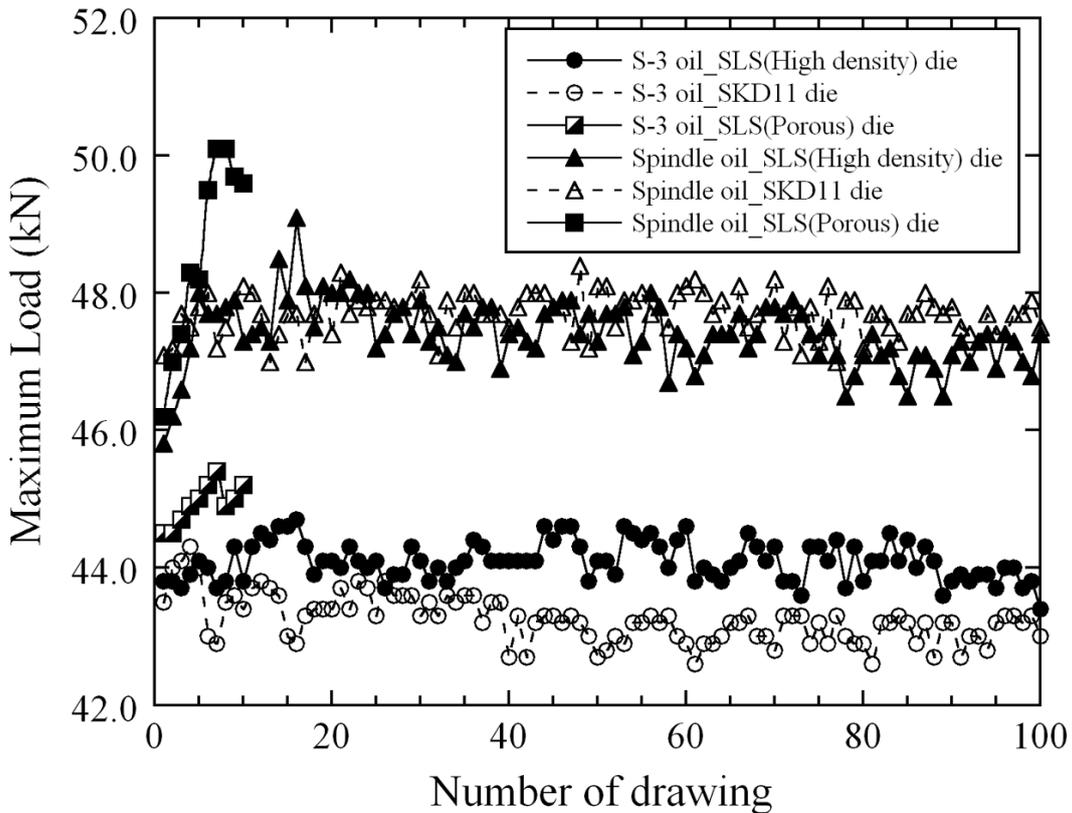


図 4-13 100 枚連続絞りにおける深絞り最大荷重の変化。

の傷が成形品に転写され、スクラッチ傷となることが知られている[7]。高密度 SLS 型のほうが SKD11 型に比べてスクラッチ傷の点で劣る理由は、高密度 SLS 型の硬さ(461 HV)が SKD11 型(700 HV 程度)に比べて低いためであると考えられ、連続絞りに対する金型の耐久性が劣っていることを示唆している。従って、熱処理などによって、高密度 SLS 型における硬さの増大を図れば、SKD11 型と同等の結果が期待される。

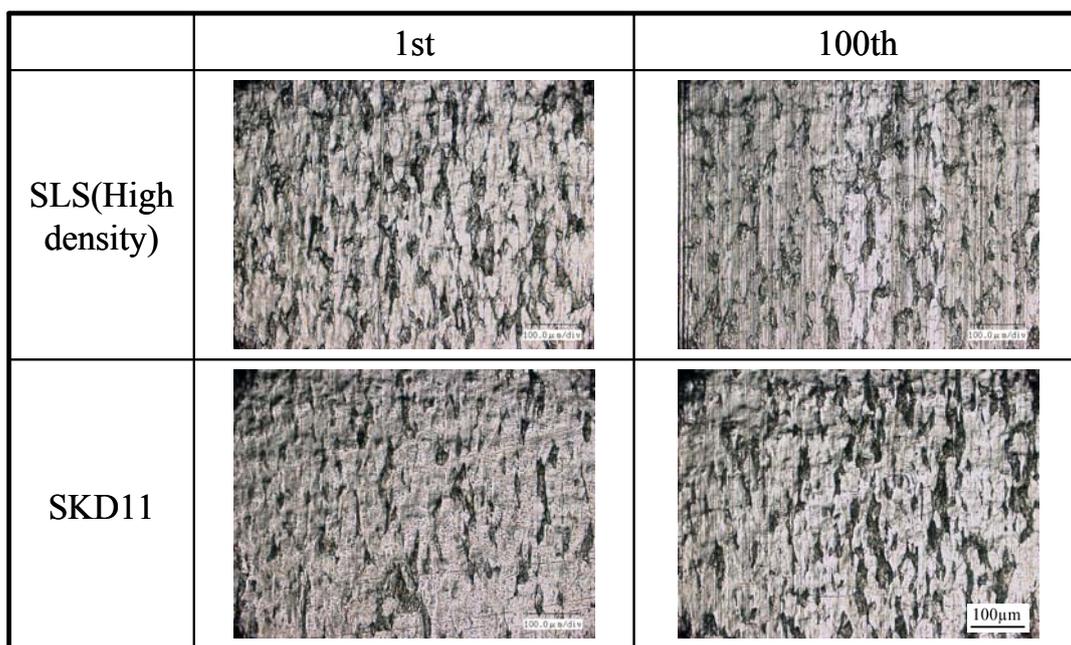


図 4-14 高粘度プレス油を用いた場合の 1 個目および 100 個目の成形品表面。

一方、低粘度スピンドル油を用いた場合、初期の 3 個目程度までの深絞り荷重に関しては、高密度 SLS 型での深絞り荷重が顕著に低いことがわかる。そこで、両者の金型表面を詳細に観察したところ、図 4-15 に示すように、高密度 SLS 型では数 μm から数 $10 \mu\text{m}$ 程度のマイクロな穴が多数形成されていたが、SKD11 型ではほとんど見られなかった。これらの穴の生成過程を調べるために、高密度 SLS 型と同じレーザ照射条件で得られた造形物の積層方向に平行な断面において、電子線マイクロアナライザー(EPMA, 加速電圧: 10 kV, 照射電流: 反射電子像の場合 $5 \times 10^{-7} \text{ A}$, X線像の場合 $1 \times 10^{-8} \text{ A}$)による元素の面分析を行った。その結果を図 4-16 に示す。反射電子像で黒色の点の箇所が穴に相当する。これ

らの箇所では、Cr, Mn, Si, O元素が濃化しており、おそらく造形中に形成された微細な酸化物が研磨中に表面に現れ、脱落したものと推測される。このような金型表面のマイクロな穴は潤滑剤を充填・保持する効果[8, 9]をもつと言われており、上記の深絞り荷重の低下は、SLS型特有の潤滑性の向上効果が出現しているものと思われる。

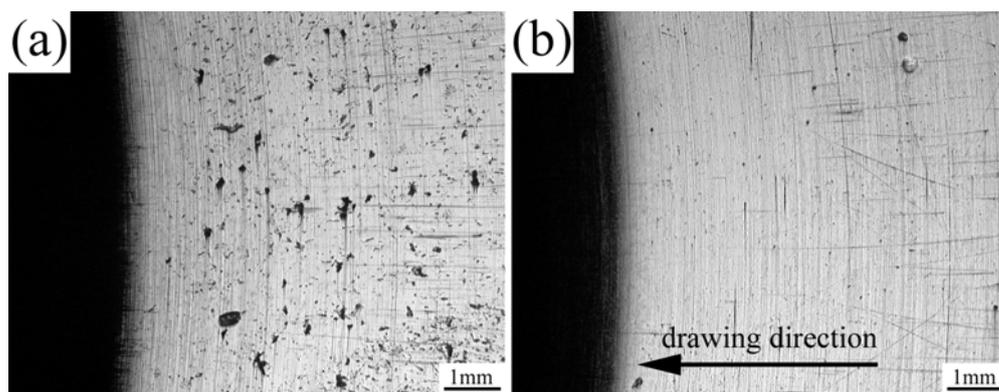


図 4-15 (a)高密度 SLS 型および(b)SKD11 型のダイス表面。

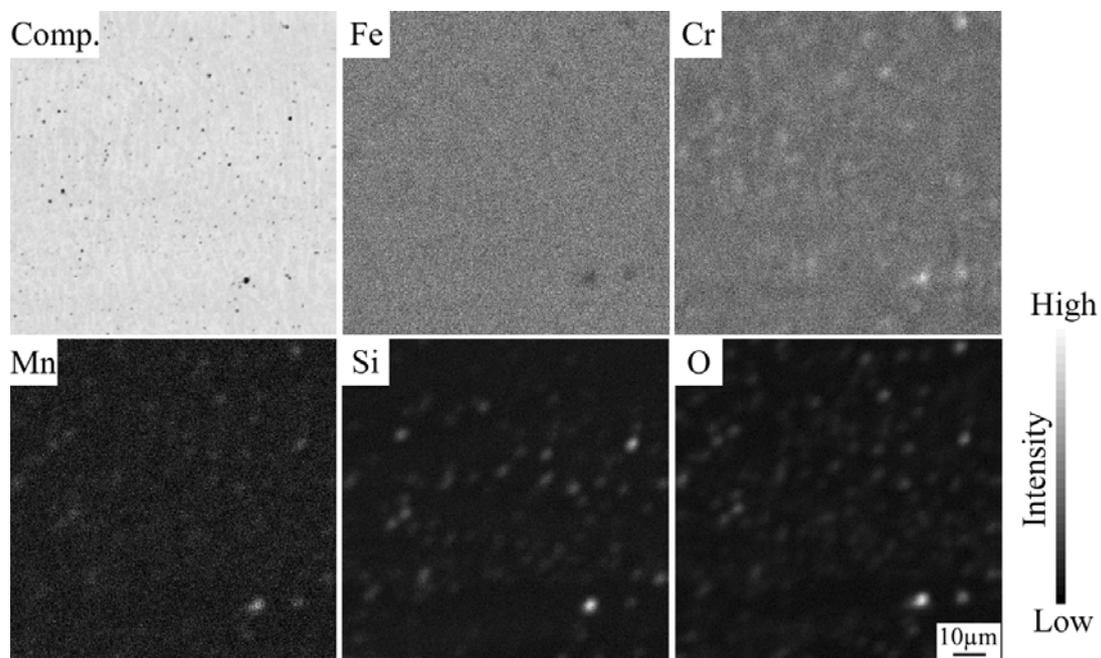


図 4-16 高密度 SLS 型と同じレーザ照射条件で得られた造形物の積層方向に平行な断面における電子線マイクロアナライザー(EPMA)分析の結果。

さらに深絞り試験を続けていくと、高密度 SLS 型と SKD11 型いずれの金型においても、初期の磨き状態からの表面性状の悪化にともなって深絞り荷重が上昇している。しかし、5, 6 個目程度で深絞り荷重は安定し、以降 100 個目まで多少の増減はあるものの、SKD11 型ではほぼ一定の値を示し、高密度 SLS 型ではやや低下する傾向を示す。両者の深絞り荷重を比較すると、同等あるいは高密度 SLS 型のほうがやや低くなっている。しかしながら、図 4-17 に示すように、成形品表面の微視的観察の結果からは、1 個目および 100 個目いずれにおいても、高密度 SLS 型のほうが SKD11 型に比べてスクラッチ傷の量、深さともに増大する傾向が認められる。先ほど述べたように、成形品表面のスクラッチ傷は金型表面の凹み傷の転写面である。従って、高密度 SLS 型のほうが SKD11 型に比べて深絞り荷重が低くなった原因の一つは、金型表面の凹み傷が低粘度スピンドル油の流路になり、金型と成形品の界面に流入したためではないかと思われる。

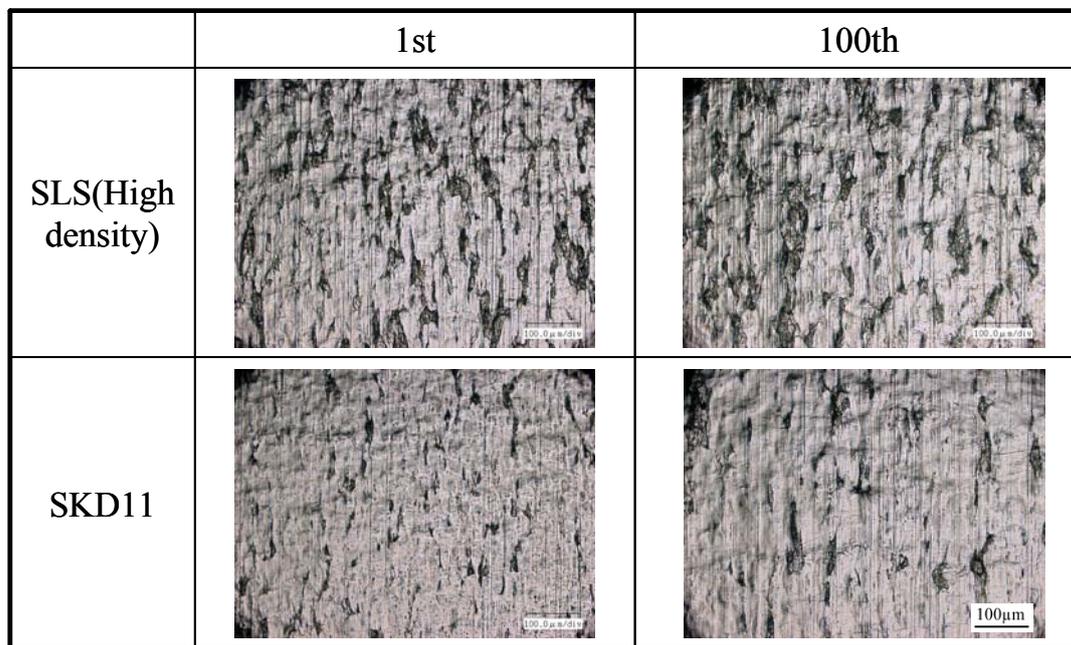


図 4-17 低粘度スピンドル油を用いた場合の 1 個目および 100 個目の成形品表面。

以上のように、高密度 SLS 型は SKD11 型に比べて金型の硬さが低いため、連続絞りにおける耐久性は劣るが、低粘度スピンドル油を用いた場合、両者の深絞り荷重がほぼ同等あるいは高密度 SLS 型のほうがやや低くなった。これについては、金型の凹み傷への油の流入などの要因も考えられるが、特に試験初期に見られた深絞り荷重の低減から考えると、高密度 SLS 型表面の微細孔による潤滑性の向上が寄与しているものと思われる。

一方、ポーラス SLS 型においては、いずれの潤滑剤を用いても、図 4-13 に示すように深絞り荷重は高密度 SLS 型に比べてかなり高く、10 個目で試験を中断した。図 4-18 に示すように、成形品表面には 1 個目から部分的に深いスクラッチ傷が観察された。また、金型表面の観察においても顕著なスクラッチ傷や凝着が観察され、金型の悪化が顕著であった。表面孔に潤滑剤を封入して潤滑性を向上させる効果を考えれば、孔のサイズ、数ともに多いポーラス SLS 型では、深絞り荷重の低減が期待されたが、孔のサイズが過度に大きいため、絞り成形中の板材と金型の摺動において板材が引っ掛かりやすくなり、成形が困難になったものと考えられる。

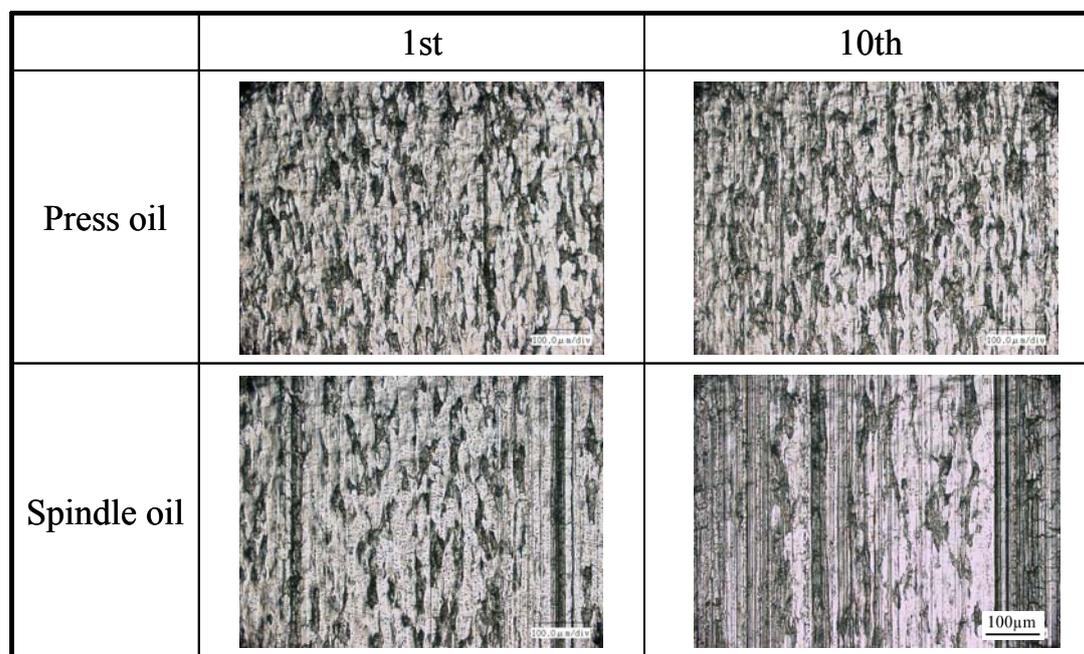


図 4-18 ポーラス SLS 型を用いた場合の 1 個目および 10 個目の成形品表面。

また、微細孔に封入された潤滑油がその摺動面に滲出する現象は、孔のサイズや油の粘度、面圧、相対滑り速度などによって、大きく影響を受ける。白川ら[5]が開発した、潤滑剤を充填・保持する深絞り金型上の硬質化合物皮膜に形成させる微細孔の大きさは3 μm 程度である。ポーラス SLS 型では、表面孔のサイズが150 μm 程度と2桁大きいサイズであった。そのため、潤滑剤の充填・保持機能が有効に発現しなかったと考えられる。一方、高密度 SLS 型では、図4-15で見られたような表面のマイクロな穴は数 μm から数10 μm 程度と、硬質化合物皮膜内の微細孔に比較的近いサイズであったため、白川らの結果と同様の潤滑性の向上効果が発現したと思われる。

今後、SLS 技術のプレス金型としての工業的普及を推進させるためには、潤滑剤の保持機能性を有するポーラス SLS 金型の開発が重要となってくると思われる。そのためには、SLS 法において数 μm から数10 μm 程度の微細孔を意図的に制御して形成する手法の開発が必要になるだろう。先に述べたように、微細孔による潤滑性の効果は面圧や油の粘度、相対滑り速度などによって変化するので、プレス加工速度や潤滑剤、被加工材の種類に応じた最適な微細孔の形状、大きさ、配置、深さなどの条件を見出すことが重要なポイントとなる。

4-4. 結言

低合金鋼 SCM430 粉末、および高合金鋼 SUS420J2 粉末の SLS 造形性について検討した。低合金鋼 SCM430 粉末の SLS 造形物については熱処理特性も調査した。また、SLS 造形技術の板材プレス加工用金型としての適性評価を目的として、SUS420J2 鋼粉末を用いた高硬度な SLS 金型を造形し、冷間圧延鋼板の100枚連続の深絞り試験を行い、成形荷重の変化、金型および成形品の表面観察から、金型特性を評価した。さらに、表面がポーラスな SLS 金型を作製し、潤滑剤の保持機能性に注目して同様の評価を行った。結果をまとめると以下のようになる。

低合金鋼 SCM430 粉末の SLS 造形性について、

1. 走査速度および走査ピッチを適切に小さくすると、空隙が認められな

い緻密なSLS造形物が得られる。エネルギー密度の増加とともに相対密度は高くなり、エネルギー密度が約 300 J/mm^3 以上では、相対密度がほぼ 100%まで向上し、高密度な造形物が得られる。

2. 内部に空隙が認められない緻密な SLS 造形物の降伏応力、ビッカース硬さはいずれも、走査ピッチが広いほうが高い。これは、走査ピッチが広いほうが、投入されるレーザーの総エネルギー量が少なくなり、造形物内部の組織がより低温で焼戻しされたためである。
3. SLS 造形物は溶製材と同様の熱処理特性を示す。SLS 法により作製した機械部品は、高温焼戻し状態が必要ならば、造形したままの状態で使用できる。また、硬さを向上させる必要がある場合、溶製材と同様に熱処理を適用することが可能である。

高合金鋼 SUS420J2 粉末の SLS 造形性とプレス金型特性について、

1. エネルギー密度の増加とともに相対密度は高くなり、 300 J/mm^3 程度のエネルギー密度において、相対密度がほぼ 100%の緻密な造形物が得られる。
2. SLS 造形物の降伏応力および硬さは溶製材の高温焼戻し材とほぼ同等である。
3. SLS 法により作製した高密度かつ高硬度なプレス金型は、溶製材 SKD11 型に比べて金型の硬さが低いため、連続絞りにおける耐久性は劣るが、低粘度スピンドル油を用いた場合、高密度 SLS 型表面の微細孔による潤滑性の向上により、両者の成形荷重はほぼ同等あるいは高密度 SLS 型のほうがやや低くなる。従って、SLS 法により作製したプレス金型でも、工業的にほぼ同様に利用できる可能性が確認できた。

参考文献

- [1] 日本鉄鋼協会 編：鋼の熱処理改訂 5 版, 丸善, (1969) 15.
- [2] (社)日本熱処理技術協会 日本金属熱処理工業会 編著：熱処理技術入門, 大河出版, (1997) 18.

- [3] 田部博輔：型材入門, 日刊工業新聞社, (2006) 50.
- [4] 片岡征二：塑性と加工, 492 (2002) 3.
- [5] 白川信彦, 三浦健一, 出水 敬：第 54 回塑性加工連合講演会講演論文集,
(2003) 385.
- [6] 大和久重雄：熱処理技術マニュアル, (財)日本規格協会, (1991) 54.
- [7] 片岡征二：プレス加工のトライボロジー, (社)日本金属プレス工業協会,
(2005) 13.
- [8] 片岡征二, 木原諄二, 相澤龍彦：塑性と加工, 340 (1989) 709.
- [9] 片岡征二, 菅野恵介, 木原諄二：塑性と加工, 325 (1988) 172.

第5章 積層造形物の表面硬化処理

5-1. 緒言

第3, 4章では, 高炭素鋼粉末および合金鋼粉末の積層造形特性を検討し, レーザ照射条件を制御することで溶製材並みの緻密な造形物が作製でき, 造形物自体の高硬度化を達成した. また, SLS法により作製した円筒深絞り用金型(プレス金型)が工業的に利用できることも明らかにした. 一方, 機械部品や金型に対して, SLS法の工業的な利用をより一層推進するためには, SLS造形物のさらなる高機能化が必要であると考えられる. そこで, SLS造形物に耐摩耗性を向上させるために広く利用されている表面硬化処理法[1-3]の適用の可能性を検討することは意義がある.

表面硬化処理法には多くの手法が工業化されているが, その一つに窒化法[4]がある. 窒化は処理温度が873 K未満で行われ, 浸炭や高周波焼入れ法のように高温のオーステナイト状態から急冷してマルテンサイト変態を生じさせて硬化する方法とは異なり, 変態を伴わない処理であるため, 寸法変化, 歪が少ないのが特徴である. 中でも, ガス軟窒化処理は, 窒素と炭素を低温域で拡散する方法で, 形状に左右されず, 深穴, スリット等, 塩浴窒化処理やプラズマ窒化処理では不向きな形状も容易に処理できるため, 積層造形法で作製した複雑形状の部品に適応しやすいと考えられる. また, ガス軟窒化処理は, 微小部品から大型部品まで, 小ロットから量産まで容易に適用できる点も特徴である.

一方, プラズマ窒化処理は, 窒素ガスを含む低圧の雰囲気中で, 被処理物を陰極とし, 陽極との間に直流電圧を印加してグロー放電を発生させ, それによってイオン化した窒素を被処理物表面に衝突させて窒化現象を起こさせる真空と放電を利用した表面硬化法である. プラズマ窒化処理の最大の特徴は無公害処理であり, 地球温暖化に結びつくガスをほとんど使用しないため, 環境問題を重視した処理方法として注目されている[5, 6]. プラズマ窒化処理は, 耐摩耗性の向上を目的に, シャフトのような機械部品やプレス金型に利用されている[7-9].

しかしながら、SLS法で作製された造形物に対して、ガス軟窒化処理やプラズマ窒化処理などの表面硬化処理を適用し、その特性を評価した研究はほとんど見当たらない。

表面硬化処理に用いられる部品や金型の構成材料は、多くの場合、合金元素の少ない比較的安価な低炭素鋼や低合金鋼である。本章では、第2章で得られた低炭素鋼 S15C 粉末の完全に緻密な SLS 造形物に対してガス軟窒化処理を適用し、表面硬化層の組織、相組成、硬さならびに耐摩耗性について検討した。また、第4章で得られた低合金鋼 SCM430 粉末の完全に緻密な SLS 造形物に対してプラズマ窒化処理を適用し、同様のことを調べた。

5-2. 実験方法

ガス軟窒化処理を施す S15C 造形物, およびプラズマ窒化処理を施す SCM430 造形物はいずれも、空隙が認められない緻密な SLS 造形物とした。S15C 造形物の場合、レーザー照射条件は出力を 200 W, 走査速度を 50 mm/s, 走査ピッチを 0.1 mm, 積層厚さを 0.05 mm とした。これは第2章における図 2-6(e)の断面写真に相当する。一方, SCM430 造形物の場合、レーザー照射条件は出力を 200 W, 走査速度を 50 mm/s, 走査ピッチを 0.2 mm, 積層厚さを 0.05 mm とした。これは第4章における図 4-3(c)の断面写真に相当する。窒化処理を施す試験片は、長さ 52 mm×幅 7 mm×高さ 25 mm の板を造形し、長さ 50 mm×幅 5 mm×高さ 20 mm の寸法に切り出して研削することで作製した。表裏面については#240～#1000 までのエメリー紙で研磨後、バフ研磨(0.3 μm 粒度アルミナ懸濁液使用)し、鏡面仕上げとした。図 5-1(a)に板状造形物の外観写真を、図 5-1(b)に窒化処理を施す試験片の模式図を示す。板状造形物に亀裂や割れは観察されなかった。

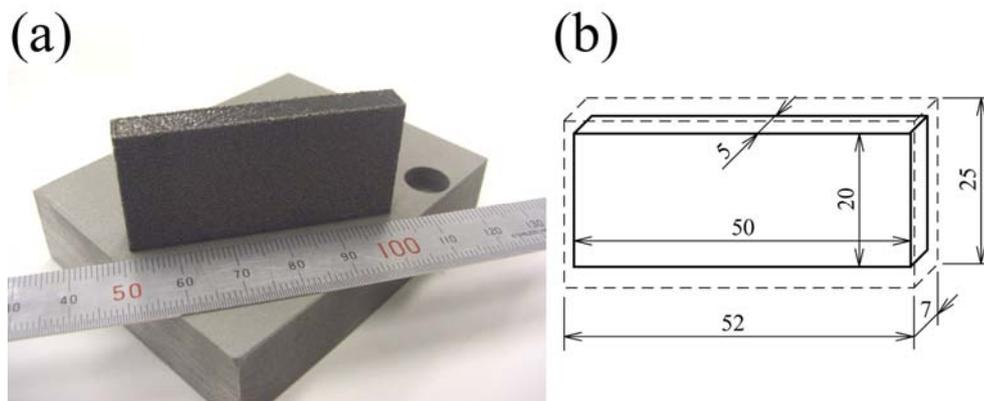


図 5-1 (a)板状造形物の外観写真と(b)窒化処理を施す試験片の模式図.

ガス軟窒化処理は、工業的に実操作されているオールケース炉を用いて行った。試験片は、ガス軟窒化処理前にアセトンで脱脂洗浄した後、炉内に取付けた。処理は炉内にアンモニアガス(NH_3 ガス)と浸炭性ガス(RXガス)をそれぞれ $7,4 \text{ m}^3/\text{h}$ の流量で混合して流し、試験片を 843 K で3時間保持後、油冷した。

プラズマ窒化処理は、DC電源の実験室タイプの装置[10]で行った。プラズマ窒化処理に用いた装置の概略図を図 5-2 に示す。プラズマ窒化処理中の試験片温度は、試験片側面の孔に熱電対を挿入して測定した。試験片は、プラズマ窒化処理前にアセトンで脱脂洗浄した後、試料台(陰極)に取付けた。ベルジャー内を 2.67 Pa まで排気した後、 $\text{N}_2 : \text{H}_2 = 80\% : 20\%$ の混合ガスを導入し、排気バルブの開閉によりベルジャー内の圧力を 667 Pa に調節した。その後、電極間に 300 V 程度の直流電圧を印加してグロー放電を発生させると、真空容器内に発生したプラズマ中の陽イオンが陰極である試験片の表面近傍で加速され、高速で衝突する[11]。この雰囲気下で、 773 K と 823 K の温度で4時間保持し、プラズマ窒化処理を施した。処理後、グロー放電と混合ガスの供給を停止し、排気バルブを全開にした状態で試験片を自然冷却した。

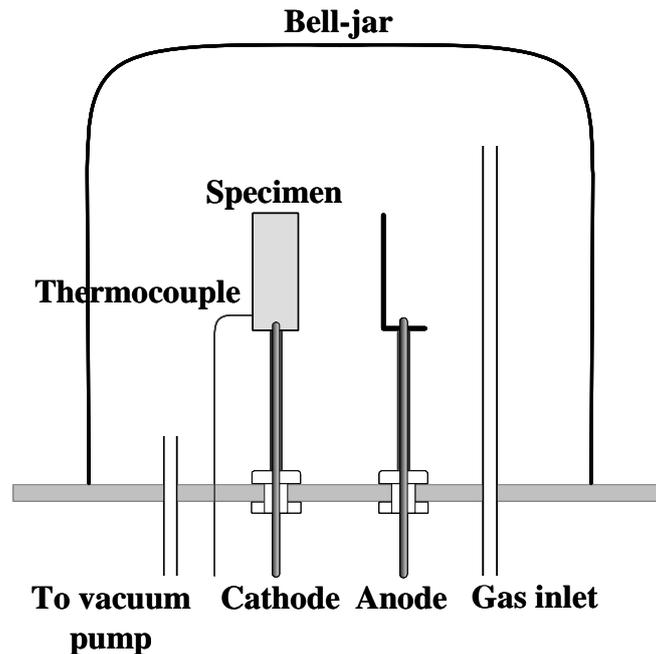


図 5-2 プラズマ窒化処理に用いた装置の概略図.

SLS 造形物の表面処理層の組織は、積層方向に平行な断面を鏡面になるまで研磨し、3%ナイトル液(硝酸アルコール液)を用いて組織を現出させ、金属顕微鏡により観察した。表面層の構成相は X 線回折装置(XRD, 株式会社リガク製 RINT-2500, X 線源 Cu-K α (40 kV, 150 mA), モノクロメータ使用)を用いて同定した。また、グロー放電分光装置(GDS, 株式会社リガク製 System 3860)を用いて各元素成分の深さ分布を測定した。耐摩耗性の評価は、図 5-3 に概略図を示す ball-on-flat 型摩擦・摩耗試験機を用いて行った。摩耗量は、ボール(直径 4.76 mm)に対して試料の平滑面を往復運動にてすべらせた後の、摩擦痕の断面形状を計測して求めた。なお、ボールの材質は、ガス軟窒化処理した試験片に対しては、機械部品としての使用を想定して、広く摩耗試験の相手材として使用されている AISI 52100 (JIS-SUJ2(高炭素クロム軸受鋼)相当)を、また、プラズマ窒化処理した試験片に対しては、プレス金型としての使用を想定して、プレス成形品として広く使用されているステンレス鋼板の材質である AISI 304(JIS-SUS304(オーステナイト系ステンレス鋼))を選択した。往復運動の方向は、SLS 造形物の積層方向と同じ方向とした。試験片は試験前にアセトンで超音波洗浄した。試

験条件は、平均速度を 20 mm/s、摩擦ストロークを 5 mm、往復回数を 5000 回とした。試験はすべて、大気中室温のもと、荷重を 1.96 N として行った。硬さは、マイクロビッカース硬さ計により荷重 0.98 N で測定した。

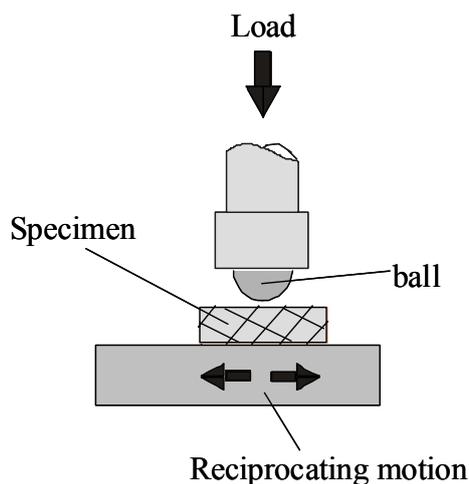


図 5-3 摩擦・摩耗試験機の概略図.

5-3. 実験結果と考察

5-3-1. 低炭素鋼粉末の積層造形物のガス軟窒化処理

5-3-1-1. 金属組織と相組成

図 5-4(a), (b)に、低炭素鋼 S15C 粉末の板状造形物のガス軟窒化処理前後における断面組織写真をそれぞれ示す。ガス軟窒化処理後の試験片表面に化合物層(いわゆる”白層”)が観察され、その厚みは約 13 μm である。一方、化合物層の下に存在する拡散層は、試験片が処理後油冷されており、冷却速度が速く、窒素は $\alpha\text{-Fe}$ 中に固溶するので、明瞭には観察されず、析出物のない非常に細かいフェライトとパーライトの混合組織を呈している。その拡散層のマイクロ組織はガス軟窒化処理前の組織とほぼ同様であった。

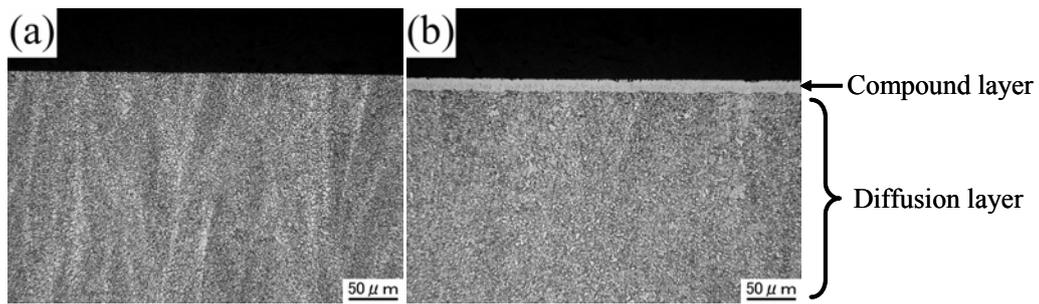


図 5-4 低炭素鋼 S15C 粉末の板状造形物の(a)ガス軟窒化処理前および (b)処理後における断面組織写真.

ガス軟窒化処理前後の試験片の表面から得られたXRD図形を図5-5に示す. 未処理の試験片では, α -Feの回折線のみが同定される. 一方, ガス軟窒化処理した試験片では, α -Feの回折線は消失し, 新たに ϵ -Fe_{2.3}Nの回折線のみが同定される. 従って, 化合物層は主に ϵ -Fe_{2.3}N相から構成されていると言える.

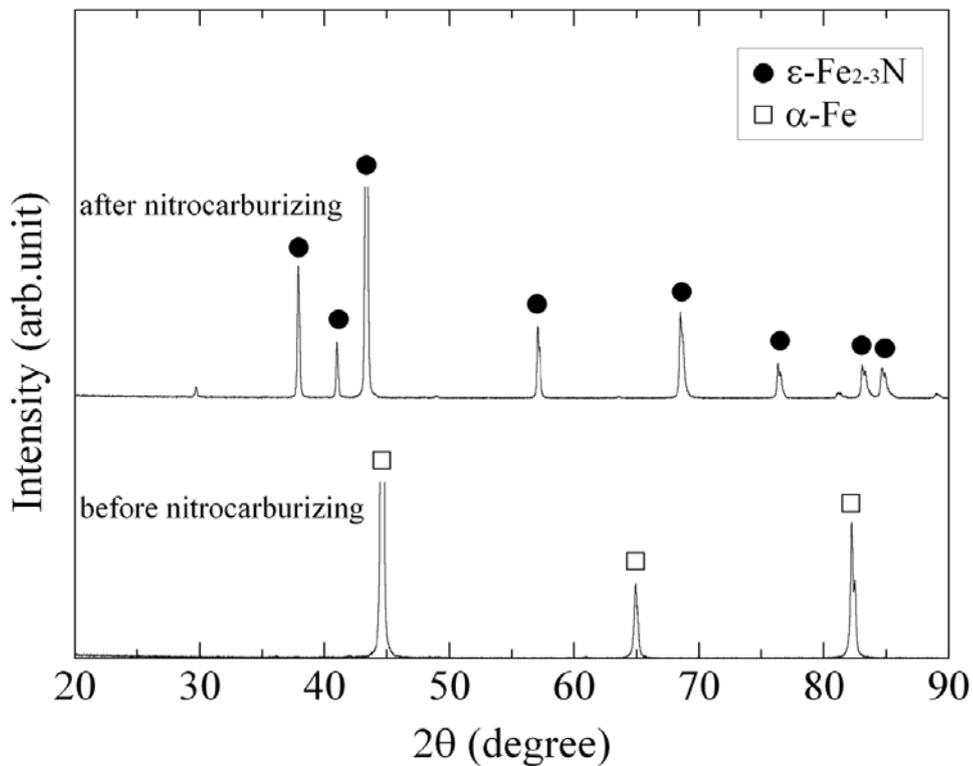


図 5-5 ガス軟窒化処理前後の試験片の表面から得られた XRD 図形.

5-3-1-2. 表面硬さおよび断面硬さ分布

図5-6に、低炭素鋼S15C粉末の板状造形物の(a)ガス軟窒化処理前および(b)処理後における試験片の表面から直接測定したマイクロビッカース硬さの圧痕を示す。圧痕が小さくなるほど硬さは高くなることを示している。図から明らかのように、ガス軟窒化処理した試験片の圧痕は、未処理の試験片に比べて小さくなっており、その硬さは約640 HV(図5-6(b))と、未処理の試験片の硬さ(205 HV)(図5-6(a))に比べてかなり高い値を示す。これらの結果から、ガス軟窒化処理は、低炭素鋼S15C粉末から作製したSLS造形物表面の硬さ向上に有効であると言える。

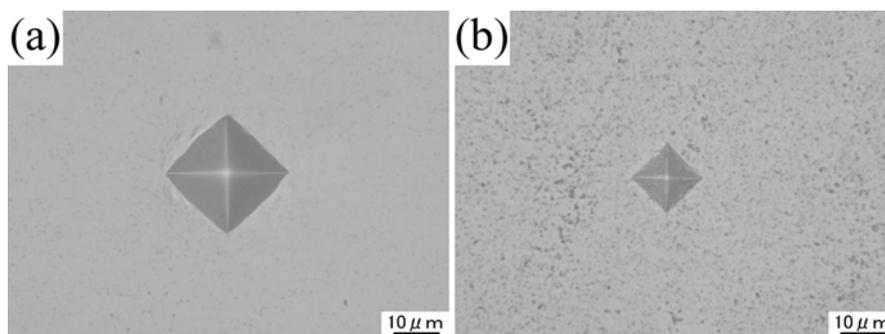


図 5-6 低炭素鋼 S15C 粉末の板状造形物の(a)ガス軟窒化処理前および(b)処理後における試験片の表面から直接測定したマイクロビッカース硬さの圧痕。

図5-7に、窒化表面から内部にかけて、拡散層内の断面硬さ分布の変化を示す。未処理の試験片の硬さは、表層から内部にかけてほとんど一定であり、約205 HVである。ガス軟窒化処理した試験片の表面部(表面から25 μm)の硬さは235 HVであり、未処理の試験片の硬さに対して、ガス軟窒化処理した試験片の硬さ増加はわずかである。これは、炭素鋼では窒化による硬化に寄与する窒化物を生成する合金元素[12]をほとんど含んでいないためであり、溶製材においても同様の結果が得られている[13]。

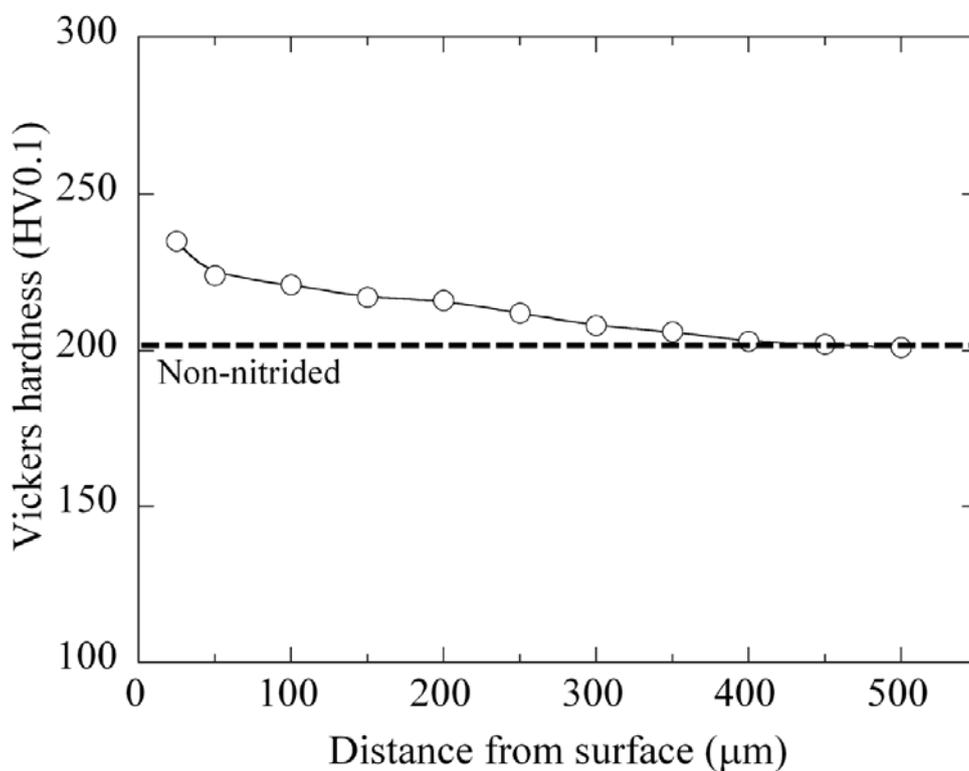


図 5-7 ガス軟窒化処理した試験片における窒化表面から内部にかけての拡散層内の断面硬さ分布の変化.

5-3-1-3. 耐摩耗性

図 5-8 に、ガス軟窒化処理および未処理の試験片における、摩耗痕の表面プロファイルを示す。図 5-8(a)に示すように、未処理の試験片の摩耗痕は深く広い。一方、ガス軟窒化処理した試験片の摩耗痕はほとんど認められない(図 5-8(b)). 未処理の試験片の比摩耗率は $3.0 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ であった。一方、ガス軟窒化処理した試験片の摩耗痕は認められないため、比摩耗率は算出できなかった。従って、低炭素鋼S15C粉末からSLS法により焼結し、その後ガス軟窒化処理を施した造形物は、優れた耐摩耗性を有していると言える。

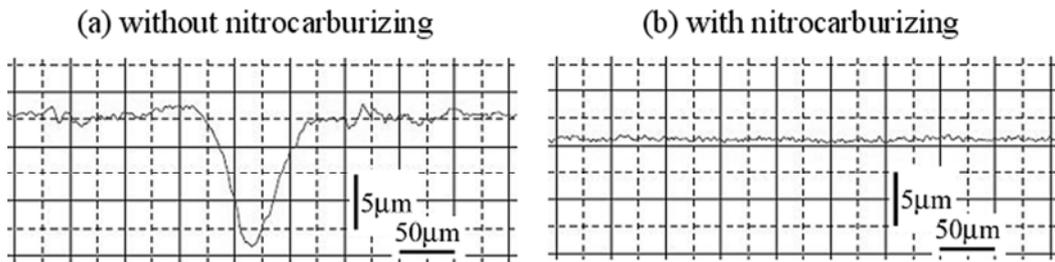


図 5-8 (a)未処理および(b)ガス軟窒化処理の試験片における，摩耗痕の表面プロファイル。

5-3-2. 低合金鋼粉末の積層造形物のプラズマ窒化処理

5-3-2-1. 金属組織と相組成

図 5-9 に，低合金鋼 SCM430 粉末の板状造形物を積層方向に平行に切り出した断面の組織観察結果を示す．板状造形物の断面は微細パーライト組織(ソルバイトとトルースタイトの混合組織)を呈しており，第 4 章における図 4-5 と同様に，急冷(焼入れ)されて現れた表面部のマルテンサイト組織が積層造形時に熱影響を繰り返し受けて焼戻しされたものと考えられる．図 5-10 に，処理温度 (a)773 K と (b)823 K でプラズマ窒化処理した SLS 造形物の断面組織写真を示す．いずれの処理温度材においても，試験片表面に化合物層(いわゆる”白層”)が観察される．白層の下側に存在する窒素の拡散層は，3%ニイタル腐食液により黒色になっている．773 K と 823 K の各温度でプラズマ窒化処理した試験片の化合物層の厚みは，図 5-10 の組織観察から，それぞれ約 6 μm ，約 12 μm であり，高温でプラズマ窒化処理したほうが化合物層は厚くなる．

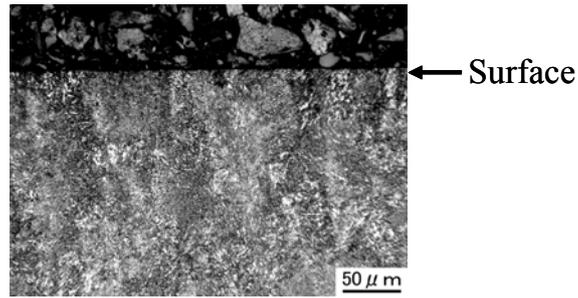


図 5-9 低合金鋼 SCM430 粉末の板状造形物の断面組織写真.

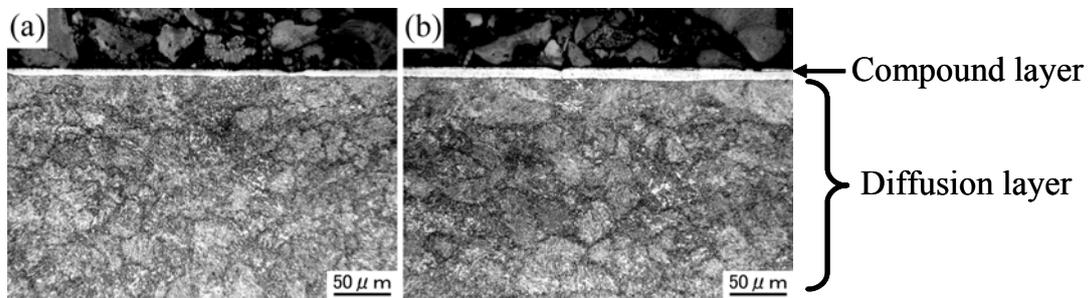


図 5-10 SLS 造形物のプラズマ窒化処理後の組織. 処理温度:(a)773 K,
(b)823 K.

図5-11に、773 Kと823 Kの各温度でプラズマ窒化処理した試験片、および未処理の試験片の表面から得られたXRD図形を示す。未処理の試験片では、 α -Feの回折線のみが同定される。一方、773 Kと823 Kの各温度でプラズマ窒化処理した試験片では、 α -Feの回折線は消失し、新たに γ' -Fe₄Nと ϵ -Fe_{2,3}Nの回折線が同定される。従って、化合物層は γ' -Fe₄Nと ϵ -Fe_{2,3}Nの混合相で構成されている。ここで、 γ' -Fe₄Nと ϵ -Fe_{2,3}Nの回折線の強度に着目し、それぞれの処理温度における回折線の強度を比較すると、 γ' -Fe₄Nの回折線強度は窒化処理温度823 Kのほうが773 Kに比べて強くなっており、 ϵ -Fe_{2,3}Nの回折線強度は弱くなっている。このことは、窒化処理温度773 Kの試験片の化合物層は主に ϵ -Fe_{2,3}N相で構成されているが、窒化処理温度823 Kの試験片の化合物層は主に γ' -Fe₄N相で構成されていることを示している。

図 5-12 に、773 K と 823 K の各温度でプラズマ窒化処理した試験片に対し、

GDSにより測定した化合物層における鉄、クロム、モリブデン、炭素、および窒素の深さプロファイルを示す。X軸はGDS測定におけるスパッタリング時間、およびY軸は各元素の発光強度であるが、それぞれ、X軸は試料表面からの深さ、Y軸は各元素の濃度とみなすことができる。いずれの窒化処理温度においても、窒素は表面部で検出されている。短いスパッタリング時間において、表面部の窒素強度は、窒化処理温度 773 Kのほうが 823 Kに比べて強くなっている。これはXRDの結果、すなわち ϵ -Fe₂₋₃Nの回折線強度は窒化処理温度 773 Kのほうが 823 Kに比べて強くなっている結果と一致する。窒素の侵入深さは、窒化処理温度 823 Kのほうが 773 Kに比べて深くなっており、化合物層の厚みの違いと一致する。また、いずれの窒化処理温度においても、化合物層の下部に炭素が濃化している。これは、表面から拡散してきた窒素が鋼中の炭素を深部に押し込み、窒化層の下部に炭素濃化領域を形成する”push-ahead効果” [14, 15]によるものと考えられる。

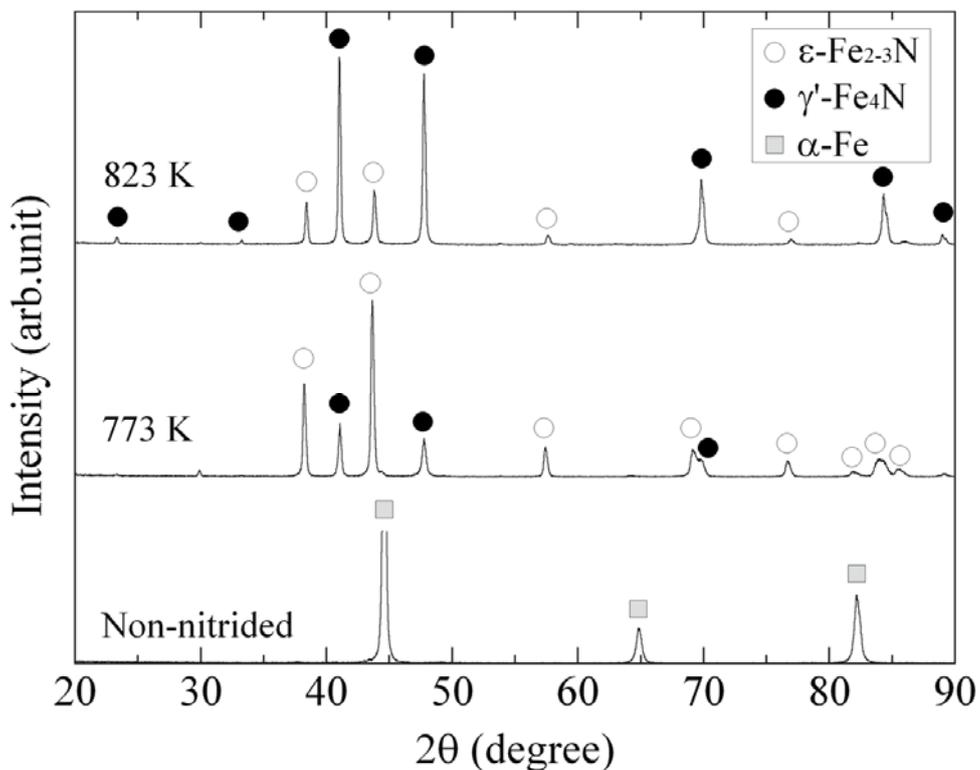


図 5-11 773 K と 823 K の各温度でプラズマ窒化処理した試験片、および未処理の試験片の表面から得られた XRD 図形。

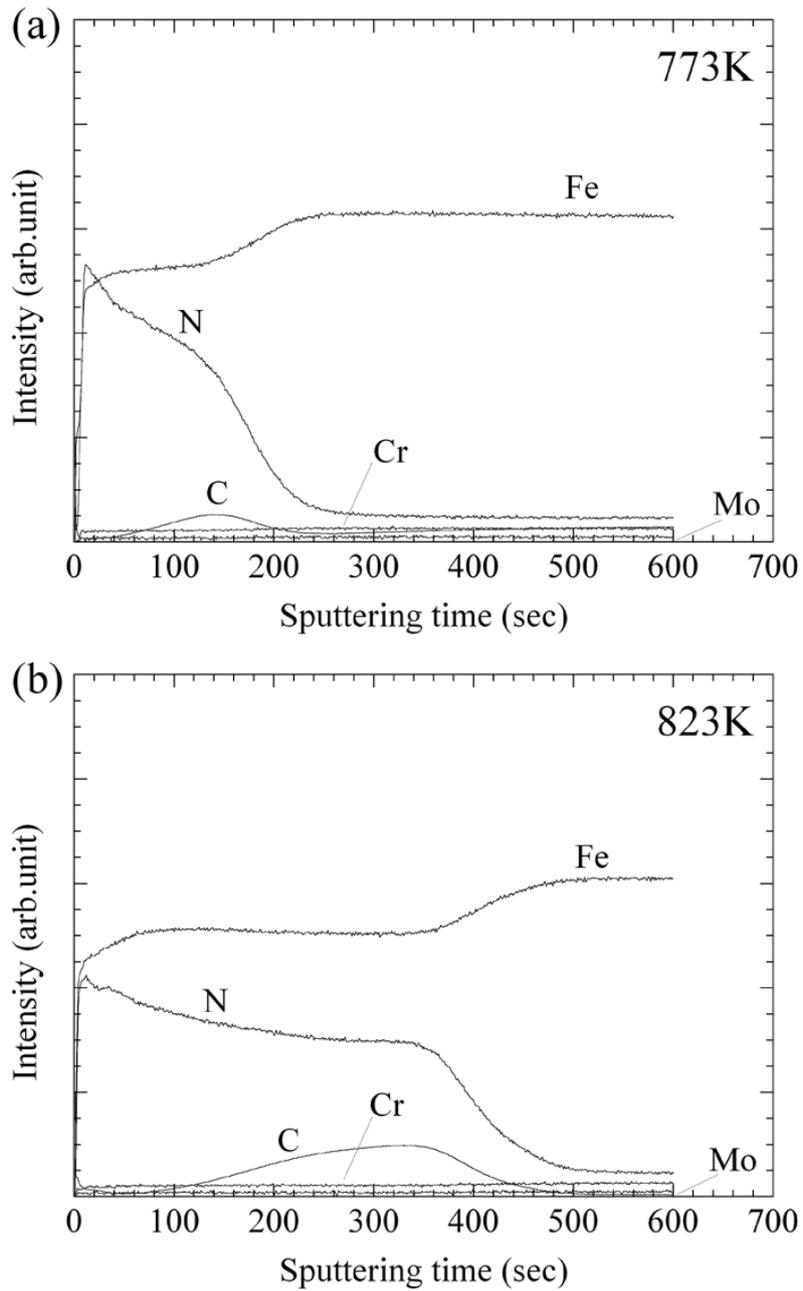


図 5-12 (a)773 K と(b)823 K の各温度でプラズマ窒化処理した試験片の GDS による元素の深さプロファイル.

5-3-2-2. 断面硬さ分布

図5-13に、773 Kと823 Kの各温度でプラズマ窒化処理した試験片において、窒化表面から内部にかけて、拡散層内の断面硬さ分布の変化を示す。未処理の試験片の硬さは、表層から内部にかけてほとんど一定であり、約330 HVである。プラズマ窒化処理した試験片の表面部(表面より25 μm)の最大硬さは、窒化処理温度773 Kと823 Kにおいて、それぞれ約680 HV、約600 HVの値が得られ、未処理の試験片における硬さに比べてかなり高い値を示す。この硬化は、溶製材の窒化処理と同様に、クロムなどの合金元素からなる微細な窒化物が形成されたため[12]であると考えられる。また、プラズマ窒化処理したいずれの試験片も、硬さは表面からの距離とともに緩やかに減少し、母相の硬さに到達する。773 Kと823 Kの各温度でプラズマ窒化処理した試験片の窒素の拡散層深さは、それぞれ約350 μm 、約400 μm である。硬化層の深さは、窒化処理温度の上昇とともに窒素の拡散が促進されるために増加するが、逆に表面部の硬さは減少する傾向が認められる。これらの結果は、プラズマ窒化処理を施したAISI4140溶製材の結果と同様である[10, 16-18]。窒化処理温度が高くなると硬さが低下する原因としては、生成した窒化物の粗大化[19]、格子歪の解消[20]などが考えられる。プラズマ窒化処理した試験片の母相の硬さは、823 Kの温度の処理においても、元のSLS造形物の硬さとほとんど同じ値を示す。図5-9に示すように、低合金鋼SCM430粉末から作製したSLS造形物のマイクロ組織は、積層のレーザ焼結と焼戻しが同時に行われる結果、最終的に微細パーライト組織(ソルバイトとトルースタイトの混合組織)を示す。このことはSLS造形時の熱影響による焼戻し温度が比較的高いことを意味している。従って、プラズマ窒化処理前後で、母相の硬さが変化しないことは、処理温度がSLS造形時の焼戻し温度を下回っていることを示している。これらの結果から、プラズマ窒化処理は、低合金鋼SCM430粉末から作製したSLS造形物の硬さ向上に有効であり、溶製材と同等の効果が得られることが確認できた。

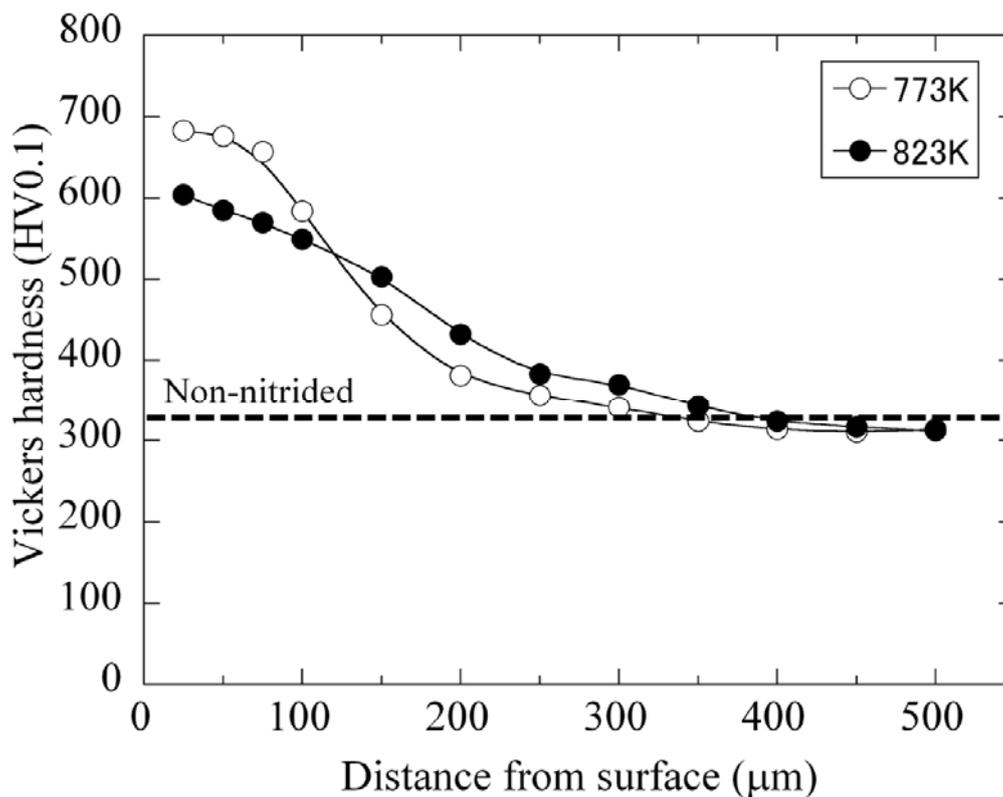


図 5-13 773 K と 823 K の各温度でプラズマ窒化処理した試験片における窒化表面から内部にかけての拡散層内の硬さ分布の変化。

5-3-2-3. 耐摩耗性

図 5-14 に、プラズマ窒化処理および未処理の試験片における、摩耗痕の表面プロファイルを示す。図 5-14(a)に示すように、未処理の試験片の摩耗痕は深く広い。一方、プラズマ窒化処理した試験片の摩耗痕は浅く(図 5-14(b), (c))、優れた耐摩耗性を示す。未処理の試験片と 823 K の温度でプラズマ窒化処理した試験片の比摩耗率は、それぞれ $3.8 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ 、 $7.4 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ であった。773 K の温度でプラズマ窒化処理した試験片では摩耗痕がほとんど認められないため、比摩耗率は算出できなかった。このように、プラズマ窒化処理した試験片の比摩耗率は、未処理の試験片に比べて著しく低くなった。従って、低合金鋼SCM430 粉末からSLS法により焼結し、その後プラズマ窒化処理を施した造形物は、相手材AISI304 に対して優れた耐摩耗性を有することが確認でき、プレス金型(例えば、ステンレス板材の深絞り金型)としての使用が期待できる。

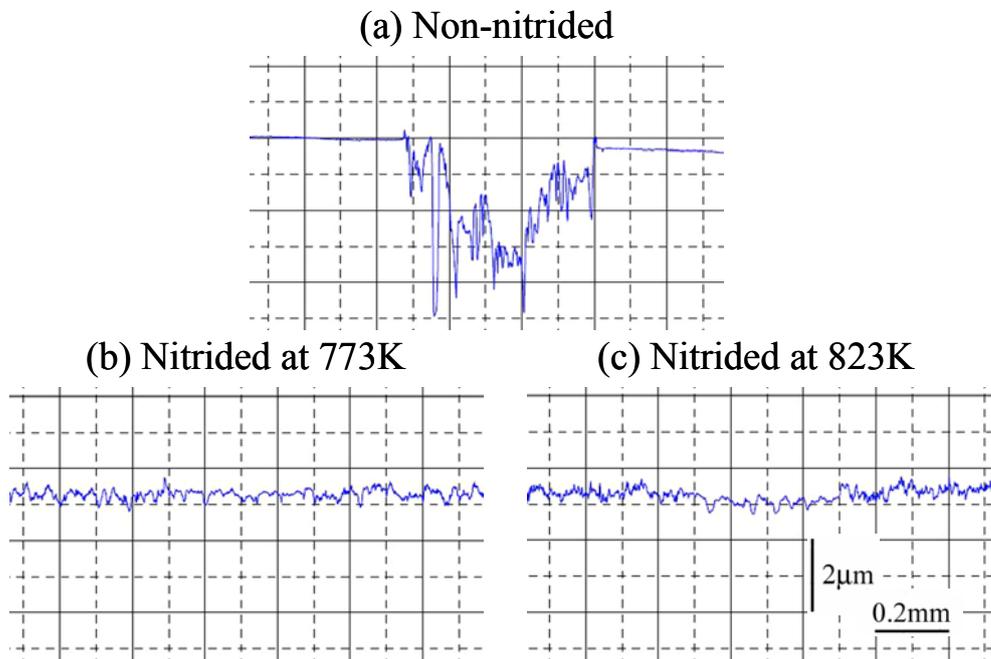


図 5-14 プラズマ窒化処理および未処理の試験片における, 摩耗痕の表面プロファイル. (a)未処理, (b)窒化処理温度 773 K, (c)823 K.

5-4. 結言

機械部品や金型の耐摩耗性を向上させるために広く利用されている表面硬化処理法を SLS 造形物に適用できるかを判断するために, 表面硬化法として, ガス軟窒化処理およびプラズマ窒化処理を検討した. 低炭素鋼 S15C 粉末の空隙が認められない緻密な SLS 造形物に対してガス軟窒化処理を適用し, 表面硬化層の組織, 相組成, 硬さならびに耐摩耗性について検討した. また, 低合金鋼 SCM430 粉末の空隙が認められない緻密な SLS 造形物に対してプラズマ窒化処理を適用し, 同様のことを調べた. 結果をまとめると以下のようなになる.

低炭素鋼 S15C 粉末の SLS 造形物のガス軟窒化処理において,

1. 試験片表層に主に ϵ -Fe_{2.3}N相で構成される化合物層(いわゆる”白層”)が観察され, 本実験条件下で化合物層の厚みは約 13 μmが得られる.
2. 白層の硬さ(表面硬さ)は約 640 HV と未処理の試験片の硬さ(205 HV)

に比べてかなり高い値を示す。

3. ガス軟窒化処理は、低炭素鋼 S15C 粉末の SLS 造形物の耐摩耗性を著しく改善する。

低合金鋼 SCM430 粉末の SLS 造形物のプラズマ窒化処理において、

1. 試験片表層に化合物層(いわゆる”白層”)が観察される。773 K と 823 K の各温度でプラズマ窒化処理した試験片の化合物層の厚みは、本実験条件下でそれぞれ約 6 μm 、約 12 μm が得られる。
2. 化合物層は γ' -Fe₄Nと ϵ -Fe_{2,3}Nの混合相から構成され、窒化処理温度 773 Kの試験片の化合物層は主に ϵ -Fe_{2,3}N相で、窒化処理温度 823 Kの試験片の化合物層は主に γ' -Fe₄N相で構成される。
3. プラズマ窒化処理した試験片の表面部の最大硬さは、窒化処理温度 773 K と 823 K において、それぞれ約 680 HV、約 600 HV の値が得られ、未処理の試験片の硬さ(約 330 HV)に比べてかなり高い値を示す。硬化層の深さは、窒化処理温度の上昇とともに増加するが、逆に表面部の硬さは減少する傾向が認められる。
4. プラズマ窒化処理は、低合金鋼 SCM430 粉末の SLS 造形物の耐摩耗性を著しく改善する。

以上のように、これまで SLS 造形物にほとんど適用されていなかった表面硬化処理のガス軟窒化処理ならびにプラズマ窒化処理を SLS 造形物に試み、ガス軟窒化処理、プラズマ窒化処理は、SLS 造形物の高機能化に寄与し、SLS 法の工業的な推進に有効であることが確認できた。

参考文献

- [1] C. A. Stickels: ASM Handbook, 4 (1991) 312.
- [2] T. Bell, S. Y. Lee: Proc. of the 16th International Heat Treatment Conference, (1976) 99.
- [3] T. Bell: ASM Handbook, 4 (1991) 425.
- [4] A. Fry: Stahl u. Eisen, 43 (1923) 1271.

- [5] B. Edenhofer: Heat Treatment of Metals, 1 (1974) 23.
- [6] 山中久彦：日本金属学会会報, 14 (1975) 111.
- [7] T. Sone, K. Masui: Mater. Sci. Eng., A 140 (1991) 486.
- [8] R.O. Denton: Ind. Heat., (1989) 32.
- [9] B. Podgornik, J. Vižintin: Surf. Eng., 17-4 (2001) 300.
- [10] 曾根 匠, 綱沢栄二, 山中久彦：熱処理, 17-3 (1977) 151.
- [11] 山中久彦：イオン窒化法, 日刊工業新聞社, (1976) 17.
- [12] 門間改三, 矢島悦次郎：新制金属講座 新版材料篇 鉄鋼Ⅲ, 日本金属学会, (1967) 323.
- [13] 曾根 匠, 綱沢栄二, 山中久彦：大阪府立工業技術研究所報告, 77 (1980) 9.
- [14] A. Leyland, D.B. Lewis, P.R. Stevenson, A. Matthews: Surf. Coat. Technol., 62 (1993) 608.
- [15] M. Tsuzikawa, N. Yamauchi, N. Ueda, T. Sone, Y. Hirose: Surf. Coat. Technol., 193 (2005) 309.
- [16] B. Podgornik, J. Vižintin, V. Leskovšek: Surf. Coat. Technol., 108-109 (1998) 454.
- [17] K. Genel, M. Demirkol, M. Çapa: Mater. Sci. Eng., A 279 (2000) 207.
- [18] A. Çelik, S. Karadeniz: Surf. Coat. Technol., 72 (1995) 169.
- [19] B. Edenhofer: Heat Treatment of Metals, 1 (1974) 59.
- [20] 千早 正, 浦尾亮一, 吉岡振一郎：日本金属学会誌, 39 (1975) 156.

第6章 チタン粉末の積層造形特性

6-1. 緒言

前章までは、鋼粉末の SLS を対象に、空隙が認められない緻密体の造形物を得るためのレーザ照射条件(エネルギー密度)や造形物の硬度向上の検討を行ってきた。一方で、SLS 法ではエネルギー密度の制御により、任意の多孔体を作製できることも確認した。

ところで、チタンおよびチタン合金は、耐食性がよく比強度が大きいことから、航空宇宙関係の材料として開発が行われてきた。ヤング率は生体材料のステンレス鋼や Co-Cr 合金の約 2 分の 1 であり、皮質骨のヤング率に比較的近いという点で力学的生体適合性に優れており、人工関節や骨折固定器具、脊椎固定器具のようなインプラント材料として広く使用されている[1]。しかしながら、チタンおよびチタン合金のヤング率はそれぞれ 114 GPa, 115 GPa と、人間の皮質骨のヤング率(10~30 GPa)[2]に比べてはるかに大きい。このヤング率の違いは、ストレスシールド(力学的荷重遮断)による骨吸収という大きな問題の一つになっている。

この問題を解決すべく、チタンおよびチタン合金のヤング率を低減する方法として、金属の多孔化という方法が検討されている[3-5]。加えて、気孔を通じて多孔質体内部に生体組織を導入できるため、気孔は骨とインプラントの固定に役立つ。チタンおよびチタン合金の多孔質体の作製方法として、粉末焼結法(粉末冶金法)がよく利用されている。例えば、I.H. Oh ら[4]はチタンの粉末冶金法を検討し、ヤング率は気孔率の増加とともに直線的に低下するが、降伏応力も同時に低下するため、気孔率が 40%以上では焼結体の強度はほとんど 0 になることを報告している。そのため、ヤング率は人間の皮質骨と同等に下がるが、強度は骨[6]に比べて低くなる。この降伏応力の損失は、気孔周辺に応力集中が生じるためであると考えられる。

その他の多孔質体の作製方法として、ロータス型ポーラス金属が挙げられる。ロータス型ポーラス金属は、一方向に整列した円柱状の気孔をもつ[7]。Tane ら

[7, 8]や Hyun ら[9]によると、ロータス型ポーラス鉄は、気孔の整列方向への応力負荷では、降伏応力およびヤング率の変化はいずれも気孔の減少率と一致するが、気孔の整列方向と垂直方向への応力負荷では、著しい強度(降伏応力、ヤング率)低下を生じ、大きな強度異方性を示す。これは、気孔の整列方向への応力負荷では気孔周辺で応力集中が生じないが、垂直方向への応力負荷では気孔周辺に応力集中が生じるためであるとしている。しかしながら、チタン材料については、ポーラスが可能であることは確認されているが、現在のところ、十分に均質にポーラス化するための条件は得られていない[10]。

一方、SLS 法の 3 次元形状を作製できる点を利用して、チタンおよびチタン合金の医療用部材の製作を目指した研究は多数行われている[11-13]。しかしながら、これらの研究の多くは、引張強度や疲労強度のような機械的性質の改善や造形物の緻密化、またインプラントの 3 次元コピーに注目しており、ヤング率の低減を目指した研究はほとんどない。

本章では、SLS 技術の医療部品への適用を目指してチタン粉末の SLS 特性を検討し、まずは、ヤング率、降伏応力のような機械的性質やポーラス構造に及ぼすレーザー照射条件の影響を調査した。特に、ロータス型ポーラス金属のように一方向に整列した貫通孔をもつ構造体を造形し、人間の骨と比べて高強度で低弾性率な多孔体が得られるレーザー照射条件を探索した。さらに、低弾性率のまま造形物の高強度化を図るため、SLS 造形中に空気を導入することで、チタンの固溶強化による造形物の強度改善を検討した。

6-2. 実験方法

チタン粉末はガスアトマイズ法により作製された粉末(平均粒径 21 μm)で、図 6-1 に示すように球状粉末である。粉末の化学成分(分析値)は表 6-1 に示すように、工業用純チタンの 1 種に相当する。造形には、第 2 章の図 2-1 で示した金属粉末ラピッドプロトタイプング装置を用いた。

造形物は、主として直径 8 mm × 高さ 15 mm の円柱状試験片とし、出力(200 W)と積層厚さ(0.05 mm)は一定のもと、走査速度および走査ピッチを表 6-2 のよう

に変化させて作製した. 特に, 図 6-2 に示すような貫通孔を有する構造体では, 孔の大きさや壁の幅を変化させて作製した. レーザの走査方向は, 第 2 章における図 2-4 に示すように, 1 層ごとに X 方向と Y 方向を交互に繰り返した. 造形はアルゴン雰囲気中で行い, 特に明記しない限り, 残留酸素濃度は 0.1%とした.

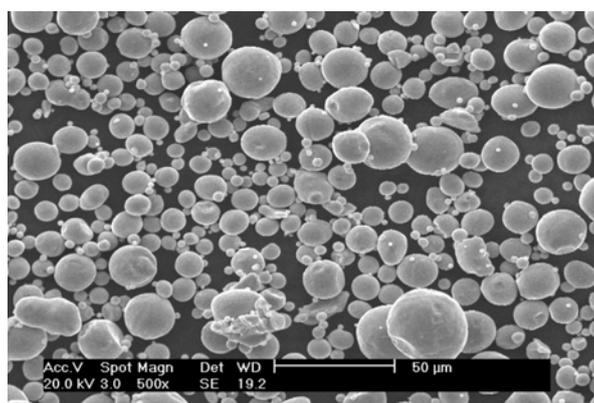


図 6-1 チタン粉末の SEM 像.

表 6-1 チタン粉末の化学成分(mass%).

Fe	H	N	C	O
0.03	0.006	0.004	0.004	0.135

表 6-2 レーザ照射条件.

Laser power	/ W	200
Scan speed	/ mm/s	50–800
Scan spacing	/ mm	0.1–2.0
Layer thickness	/ mm	0.05

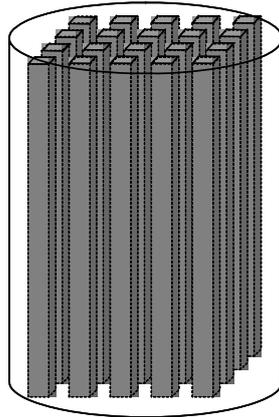


図 6-2 貫通孔を有する円柱試験片の模式図.

造形物に含まれる窒素・酸素量の測定は、不活性ガス中溶解法(LECO 社製 Model TC-436AR 酸素・窒素同時分析装置)にて行った。造形物の密度は重量と見かけ体積から求め、チタンの真密度に対する相対密度(%)を計算した。造形物の内部観察は、積層方向に平行な断面を対象に行った。また、造形物の内部組織は、積層方向に平行な断面を鏡面になるまで研磨し、クロール液を用いて組織を現出させ、走査電子顕微鏡(SEM)により観察した。造形物の表面形態は SEM にて観察した。造形物の構成相は X 線回折装置(XRD, 株式会社リガク製 RINT-2500, X 線源 Cu-K α (40 kV, 150 mA), モノクロメータ使用)を用いて同定した。

機械的性質は圧縮試験で評価した。圧縮試験片は、直径 8 mm×高さ 15 mm の円柱を造形し、両端面を高さ 12 mmまで旋削して作製した。圧縮試験は、インストロン材料試験機を使用し、0.1 mm/min.の試験速度(初期歪速度 $1.4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$)で行い、ヤング率と降伏応力(0.2%耐力)を測定した。また、円柱状試験片の両側に歪ゲージを貼り付けることで、圧縮試験における縦方向(圧縮方向)の歪を測定した。

6-3. 実験結果と考察

6-3-1. SLS造形物の密度と空隙分布

図 6-3 に、走査ピッチを 0.3 mm に固定し、走査速度を変化させて造形した円柱上面の SEM 像を示す。走査速度が 150 mm/s 以下(図 6-3(a)-(c))の場合、レー

レーザー走査痕は連続性を示すが、走査速度が 200 mm/s 以上(図 6-3(d)-(f))になると、レーザー走査痕の連続性は悪化する。従って、一方向に整列した貫通孔を有する構造体を得るには、走査速度を 150 mm/s 以下にする必要がある。図 6-4 は走査速度を 100 mm/s に固定し、走査ピッチを変化させて造形した円柱上面の SEM 像を示す。走査ピッチが 0.2 mm 以下(図 6-4(a))の場合、隣り合うレーザー走査痕は重なるが、走査ピッチが 0.4 mm 以上(図 6-4(b)-(e))になると、隣り合うレーザー走査痕は重ならなくなり、レーザーの走査間で隙間が形成される。レーザーの走査方向は、1 層ごとに X 方向と Y 方向を交互に繰り返すため、そのような隙間は未焼結粉末のくぼみのままメッシュ状で残り、造形物内の空隙になると考えられる。走査ピッチが 0.6 mm(図 6-4(c))の場合、くぼみ内の大部分が焼結しているが、走査ピッチが十分広がって 1.2 mm(図 6-4(d))や 1.6 mm(図 6-4(e))になると、四角形状の未焼結粉末のくぼみが形成される。同様の傾向は、走査速度が 50 mm/s, 150 mm/s の場合にも認められた。

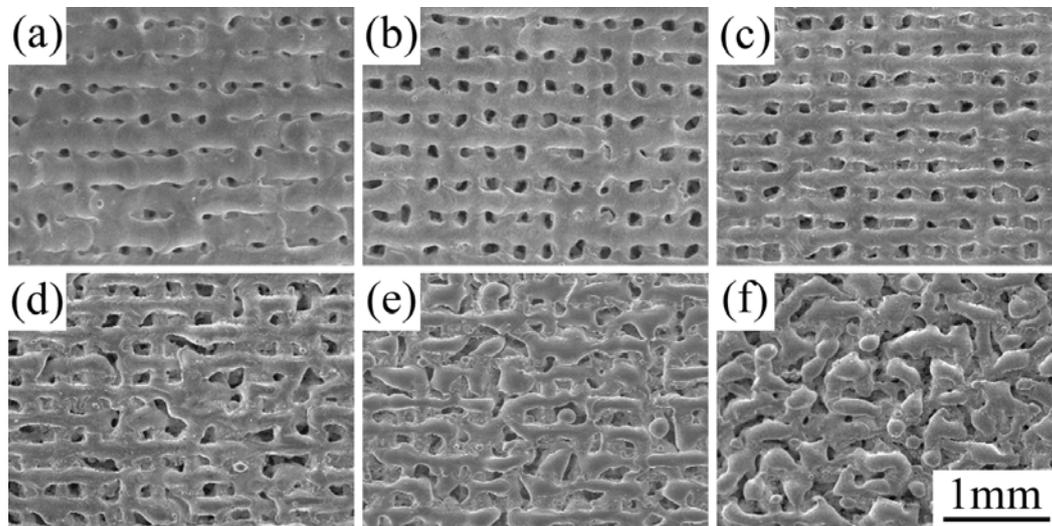


図 6-3 走査ピッチを 0.3 mm に固定し、走査速度を変化させて造形した円柱上面の SEM 像。走査速度：(a)50 mm/s, (b)100 mm/s, (c)150 mm/s, (d)200 mm/s, (e)300 mm/s, (f)400 mm/s.

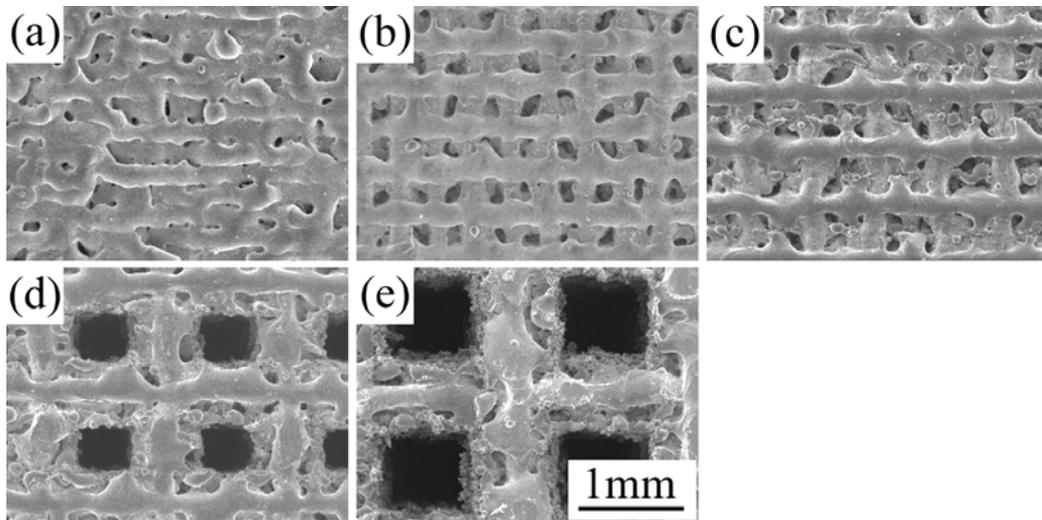


図 6-4 走査速度を 100 mm/s に固定し，走査ピッチを変化させて造形した円柱上面の SEM 像．走査ピッチ：(a)0.2 mm, (b)0.4 mm, (c)0.6 mm, (d)1.2 mm, (e)1.6 mm.

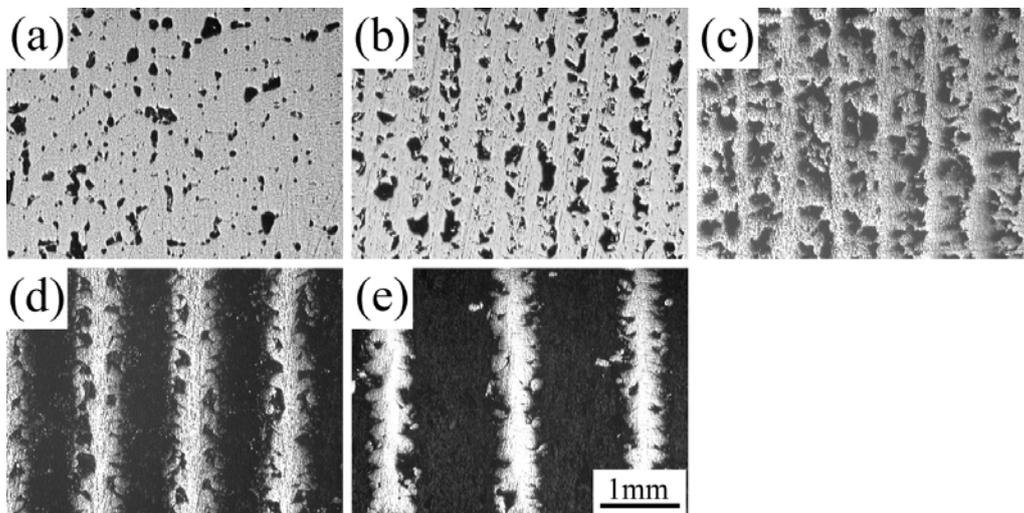


図 6-5 図 6-4 における円柱の断面写真．

図 6-5 に、図 6-4 における円柱の断面写真を示す。すなわち、図 6-5 における (a)~(e) のレーザー照射条件は、それぞれ図 6-4 の (a)~(e) に対応する。図中、黒色の領域は空隙に相当する。走査ピッチが 0.2 mm(図 6-5(a)) の場合、少量の空隙が不規則に分布しているが、走査ピッチが 0.4 mm 以上(図 6-5(b)-(e)) になると、積層方向と平行に連続的に空隙が多く残る。走査ピッチが 0.4 mm(図 6-5(b)) および 0.6 mm(図 6-5(c)) の場合、造形物内の空隙は閉じた穴となっており貫通していないが、走査ピッチが 1.2 mm(図 6-5(d)) および 1.6 mm(図 6-5(e)) の場合、貫通孔が得られる。

以上のことは、貫通孔を有する構造体を得るには、走査ピッチはレーザーのビームスポット径(0.4 mm)よりも十分広くする必要があること、および走査速度と走査ピッチに臨界値があることを示している。

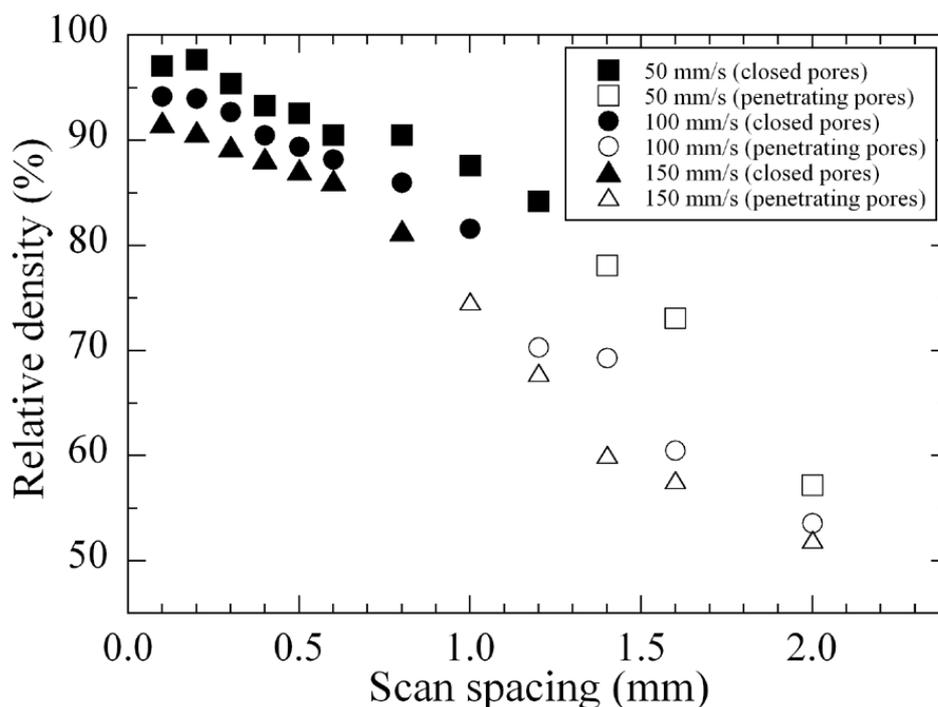


図 6-6 走査速度が 50 mm/s, 100 mm/s, 150 mm/s の場合に得られた造形物の相対密度と走査ピッチの関係。

図 6-6 は、走査速度が 50 mm/s, 100 mm/s, 150 mm/s の場合に得られた造形物の相対密度を走査ピッチで整理した結果を示す。図中、白抜きで表示したデータ点は、貫通孔を有する構造体が得られるレーザ照射条件を示している。いずれの走査速度においても、走査ピッチの増加とともに密度は減少する傾向が認められる。一方、走査ピッチが同じであれば、走査速度の増加とともに密度は減少する。これはレーザ走査痕の幅が走査速度の増加とともに減少するためであり、そのことは図 6-3 から明らかである。すなわち、図 6-3 において、走査速度が 50 mm/s, 100 mm/s, 150 mm/s の場合、各レーザ走査痕の幅はそれぞれ 0.27 mm, 0.21 mm, 0.17 mm となり、走査速度の増加とともにレーザ走査痕の幅は減少している。

6-3-2. 機械的性質

図 6-7 に、(a)ヤング率および(b)降伏応力と造形物の相対密度との関係を示す。図中、黒塗りおよび白抜きで表示したデータ点はそれぞれ、造形物内の空隙が閉じた穴および貫通孔であることを表している。造形物の相対密度が減少すると、ヤング率と降伏応力はいずれも減少する。相対密度が約 70~100%の範囲の閉じた穴を有する造形物では、ヤング率と降伏応力は急激に減少するが、相対密度が約 80%以下の範囲の貫通孔を有する造形物では、ヤング率と降伏応力は緩やかに減少する。ほぼ同じ相対密度(73%)において、空隙が閉じた穴を有する造形物(走査速度:700 mm/s, 走査ピッチ:0.3 mm)と貫通孔を有する造形物(走査速度:50 mm/s, 走査ピッチ:1.6 mm)を比較すると、前者のヤング率は 7 GPa, 降伏応力は 26 MPa を示すが、後者のヤング率は 39 GPa, 降伏応力は 170 MPa を示し、貫通孔を有する造形物のほうがかなり大きい値を示す。図 6-5(a)-(c)のように、空隙が不規則に分布したり、積層方向と平行に連続的に残ったりすることでできた、空隙が閉じた穴を有する造形物では、従来の粉末冶金法で得られた焼結体と同様に、圧縮すると気孔周辺に応力集中が生じる。一方、図 6-5(d), (e)のような貫通孔を有する造形物では、気孔の整列方向に平行に圧縮すると気孔周辺に応力集中が生じにくいと推測される。その結果、貫通孔を有する造形

物では、相対密度の低下とともに、ヤング率と降伏応力は緩やかに減少したと考えられる。貫通孔を有する造形物で相対密度が 60%程度の造形物、および閉じた穴を有する造形物で相対密度が 81%程度の造形物のヤング率はおよそ 30 GPa 程度であり、人間の皮質骨とほぼ同じ値を示す。図 6-7(b)より、これらの造形物の降伏応力は 130 MPa 程度であり、骨の強度(104-121 MPa)[6]に比べて高い値を示す。このようなヤング率と降伏応力を有する造形物は、インプラントとして有望である。しかしながら、同じヤング率と降伏応力を有する造形物でも、気孔への生体組織の侵入を促進させる観点では、貫通孔のほうが閉じた穴を有する造形物に比べて、骨とインプラントの良好な固定に役立つと考えられる。その上、製造上の品質保証の観点でも、貫通孔を有する造形物のほうが、相対密度の低下とともにヤング率と降伏応力は緩やかに減少するため、機械的性質の制御には有効である。

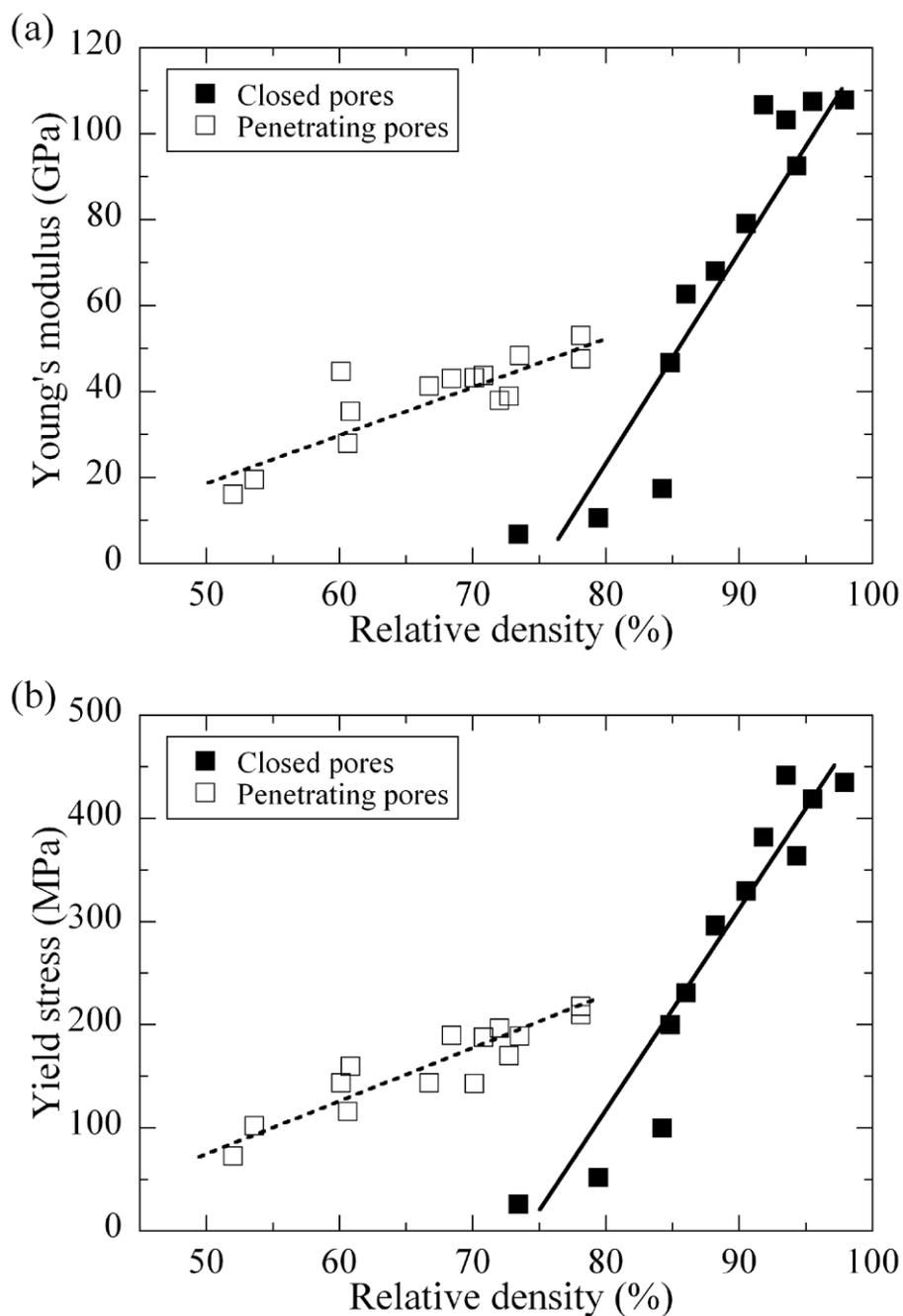


図 6-7 (a)ヤング率および(b)降伏応力と造形物の相対密度との関係.

ここで重要なことは、SLS法で得られた造形物と従来の粉末冶金法で得られた焼結体において、人間の皮質骨とほぼ同じヤング率(30 GPa程度)のもの同士の降伏応力を比較すると、前者は130 MPa程度、後者は90 MPa程度(I.H. Ohら[4])であり、インプラントとしては、SLS法で得られた造形物が適している点

である。この降伏応力の相違は、SLS法では溶湯からの急冷により微細な結晶組織が形成され、粒子間の結合力が固相焼結に比べて強いことに起因すると考えられる。

図6-8に、空隙が積層方向と平行に残るSLS造形物と貫通孔を有する造形物を積層方向と平行あるいは垂直方向に圧縮したときのヤング率と降伏応力の相対密度に対する変化を示す。なお、横軸の相対密度は割合で表している。垂直方向に圧縮する試験片には1辺10mmの角柱を造形した。ほとんど空隙が認められない造形物(相対密度:0.979)では、平行および垂直方向ともほぼ同じヤング率(107GPa程度)と降伏応力(440MPa程度)を示す。一方、積層方向と平行に連続的に空隙が多く残る造形物(相対密度:0.905)では、ヤング率、降伏応力いずれも、平行のほうが垂直方向に比べて、大きな値を示す。貫通孔を有する造形物(相対密度:0.731)では、さらにその差は大きくなり強い異方性を示す。Taneら[7]は、ロータス型ポーラス金属のヤング率と降伏応力は、経験的に(6.1)式のようなべき乗則に従うと報告している。

$$M=M_0(1-p)^m \quad (6.1)$$

ここで、 M と M_0 はそれぞれポーラス体とバルク体の物理定数であり、 p は気孔率、 m は経験的に決まる定数である。 $m=1$ のとき、気孔周辺に応力集中は生じない。図6-8で得られた結果から、(6.1)式に基づき m の値を求めると、SLS造形物のヤング率に対して、平行、垂直方向でそれぞれ2.7、5.1となり、降伏応力に対して、平行、垂直方向でそれぞれ2.5、3.9となった。図6-8に、各 m 値に対応する(6.1)式の曲線を、平行方向は実線で、垂直方向は破線で示す。ロータス型ポーラス金属(例えばFe, Mg, Cuなど)では、 m の値は、ヤング率に対して、平行、垂直方向でそれぞれ1.1~1.3、2.3~2.6[7]となり、ロータス型ポーラス金属に比べてSLS造形物のほうが m の値は大きくなっている。これは、SLS造形物では、図6-5(d), (e)の断面写真に示すように、柱に凹凸形状が見られ、これらの箇所には若干の応力集中が生じているためと考えられる。

このようなヤング率と降伏応力の異方性は、かけられた荷重に応答して成長し、小柱のネットワーク化により複雑で高次の非対称構造を有する人間の骨の

特徴の一つである[14]. 従って, SLS 法は人間の骨に近い機械的性質に制御できるため, 高機能な人工骨としての利用が期待できる.

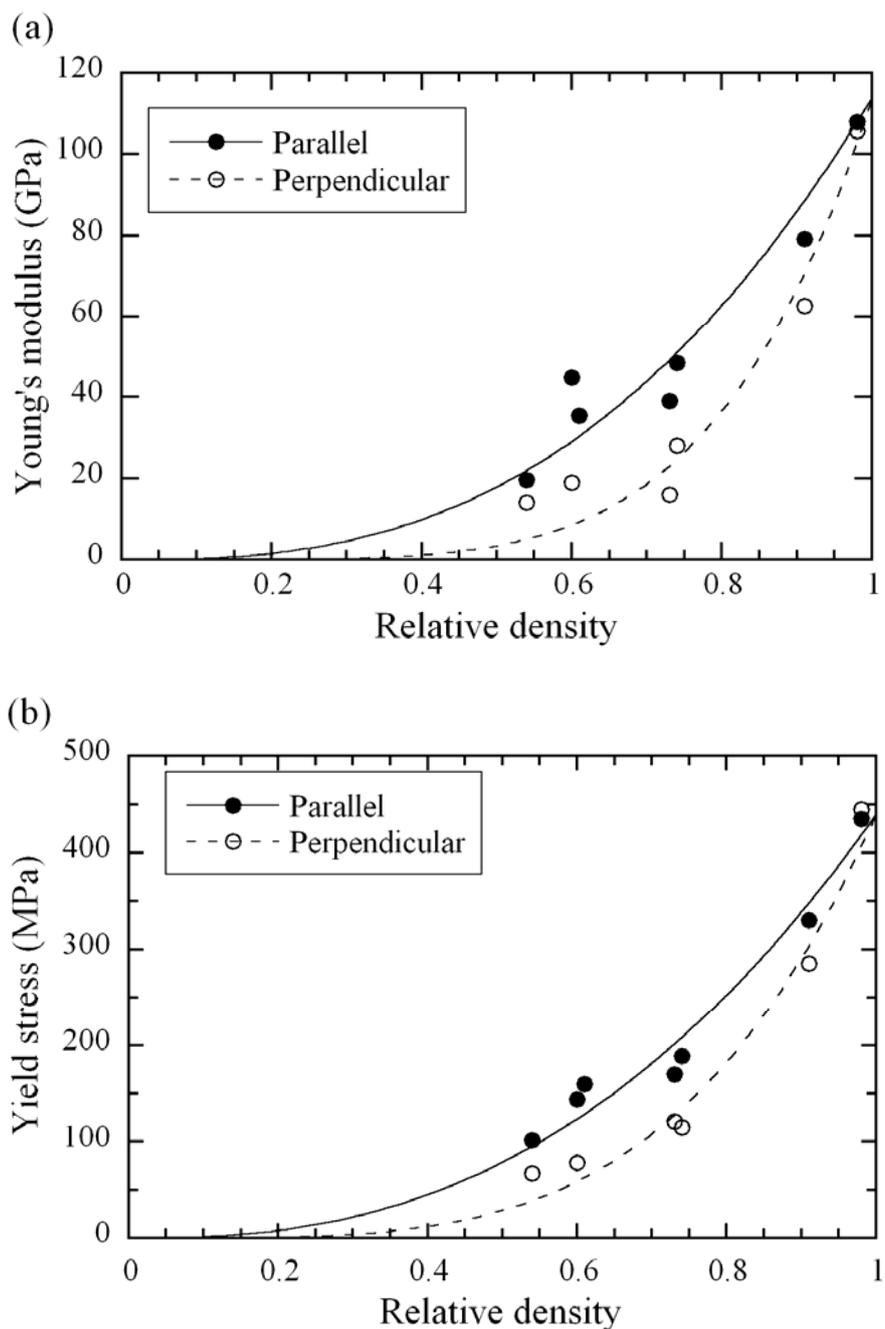


図 6-8 SLS 造形物を積層方向と平行あるいは垂直方向に圧縮したときの (a)ヤング率および(b)降伏応力の相対密度に対する変化.

6-3-3. SLS造形物の高強度化

チタンの SLS 造形物の強度を向上させるために、SLS 中のアルゴン雰囲気中に空気を導入することで、窒素、酸素によるチタンの固溶強化を検討した。図 6-9(a), (b)に、ほとんど空隙が認められない造形物(走査速度：50 mm/s, 走査ピッチ：0.2 mm)における、アルゴン雰囲気中の酸素濃度と造形物中の窒素・酸素量との関係、およびアルゴン雰囲気中の酸素濃度と降伏応力、ヤング率との関係をそれぞれ示す。チタン粉末中に、窒素は 0.004 mass%、酸素は 0.135 mass% 存在するが、いずれの元素も造形中に造形物内へ取り込まれている。図 6-9(a), (b)から明らかなように、アルゴン雰囲気中の酸素濃度が 0.1%から 0.4%, 0.7%に増えると、造形物中の窒素・酸素量は増加し、造形物の降伏応力は酸素濃度 0.4%で 1.3 倍向上、酸素濃度 0.7%で 1.5 倍向上するが、ヤング率は、窒素・酸素量に関わらず、ほぼ一定の値(105 GPa)を示す。図 6-10 に示すように、XRD ではいずれの造形物からも、窒化物や酸化物の明確な回折線は見られず、粉末と同じ α -Ti の回折線のみ同定される。従って、チタンの SLS 造形では、チタンへの窒素・酸素の固溶強化が起こっていると言える。図 6-11 に、アルゴン雰囲気中の酸素濃度が 0.1%および 0.7%のとき、図 6-9 と同じレーザー照射条件で得られた造形物のマイクロ組織を示す。アルゴン雰囲気中の酸素濃度が 0.1%の場合は、 α 相の等軸粒からなる組織を呈しているが、アルゴン雰囲気中の酸素濃度が 0.7%では、マルテンサイトと考えられる針状の組織を呈している。このことも、アルゴン雰囲気中の酸素濃度が増加すると、チタンの SLS 造形物の強度が向上する原因であると考えられる。

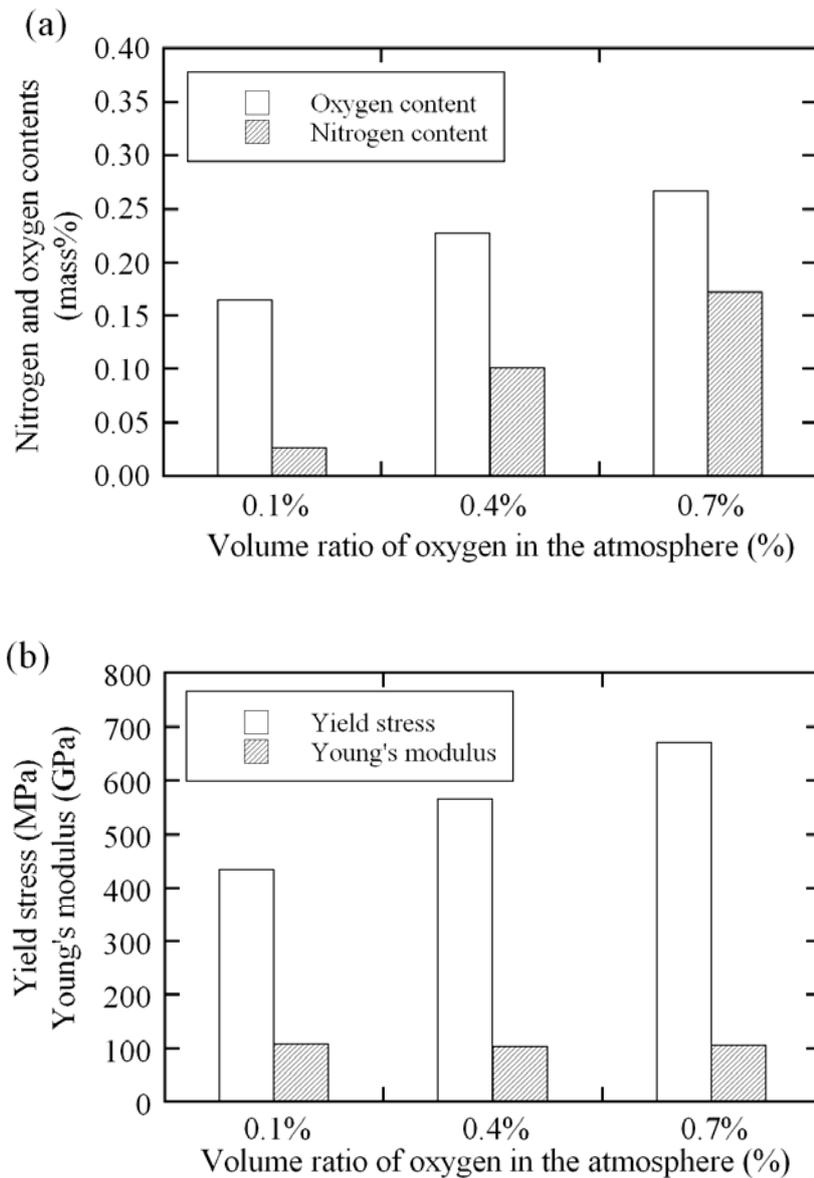


図 6-9 ほとんど空隙が認められない造形物(走査速度：50 mm/s, 走査ピッチ：0.2 mm)において，アルゴン雰囲気中の酸素濃度と(a)造形物中の窒素・酸素量との関係，および(b)降伏応力，ヤング率との関係．

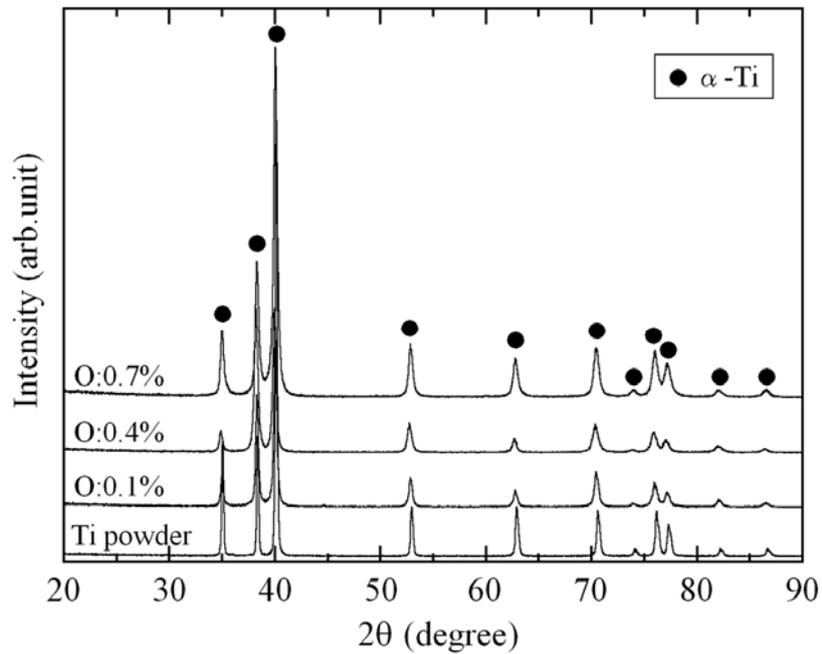


図 6-10 アルゴン雰囲気中の酸素濃度を 0.1%, 0.4%, 0.7%として走査速度 : 50 mm/s, 走査ピッチ : 0.2 mm の条件で造形したほとんど空隙が認められない造形物から得られた XRD 図形.

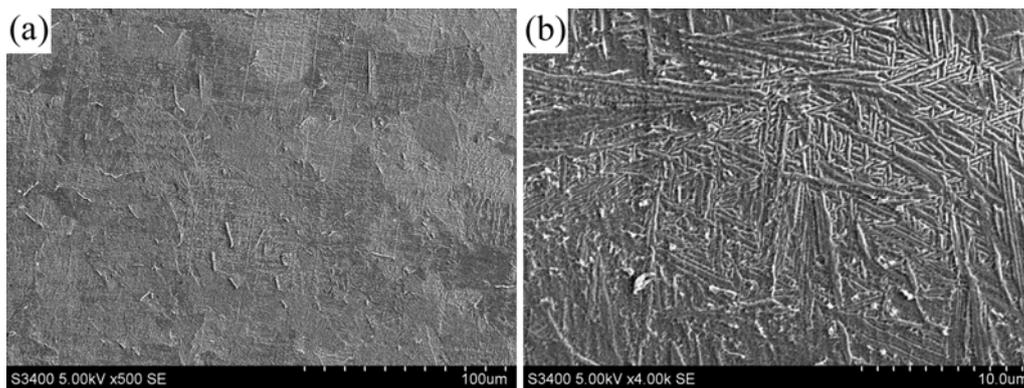


図 6-11 アルゴン雰囲気中の酸素濃度が(a)0.1%および(b)0.7%のとき, 図 6-9 と同じレーザー照射条件(走査速度 : 50 mm/s, 走査ピッチ : 0.2 mm)で得られた造形物のマイクロ組織.

図 6-12(a), (b)に、貫通孔を有する造形物(走査速度：50 mm/s, 走査ピッチ：1.6 mm)における、アルゴン雰囲気中の酸素濃度と造形物中の窒素・酸素量との関係、およびアルゴン雰囲気中の酸素濃度と降伏応力、ヤング率との関係をそれぞれ示す。アルゴン雰囲気中の酸素濃度が 0.1%から 0.7%に増えると、造形物中の窒素・酸素量は増加するが、その増加量は、図 6-9(a)に示したほとんど空隙が認められない造形物における増加量に比べて少ない。これは、図 6-12 の貫通孔を有する造形物は図 6-9 のほとんど空隙が認められない造形物に比べて、レーザの照射時間が短いためであると考えられる。それにもかかわらず、アルゴン雰囲気中の酸素濃度が 0.1%から 0.7%に増加すると、造形物の降伏応力は 1.3 倍向上する。図 6-13 に、貫通孔を有する造形物において、アルゴン雰囲気中の酸素濃度が 0.1%および 0.7%の場合に得られたヤング率および降伏応力を相対密度との関係で整理した結果を示す。図 6-13 に示すように、貫通孔を有する造形物では、ヤング率および降伏応力のいずれも、アルゴン雰囲気中の酸素濃度に依存せず、相対密度の減少とともに緩やかに減少するが、アルゴン雰囲気中の酸素濃度が 0.1%から 0.7%に増加すると、降伏応力は約 30%増加し、ヤング率も約 10%増加する。一般に純金属の表面エネルギーは酸素の偏析により減少する[15, 16]。従って、アルゴン雰囲気中の酸素濃度の増加によってヤング率が増加したのは、貫通孔を有する造形物内に含まれる酸素量が増えるにつれて、熔融した Ti-O 合金の表面張力が減少し、貫通孔を形成する壁の厚さが厚くなったためと考えられる。

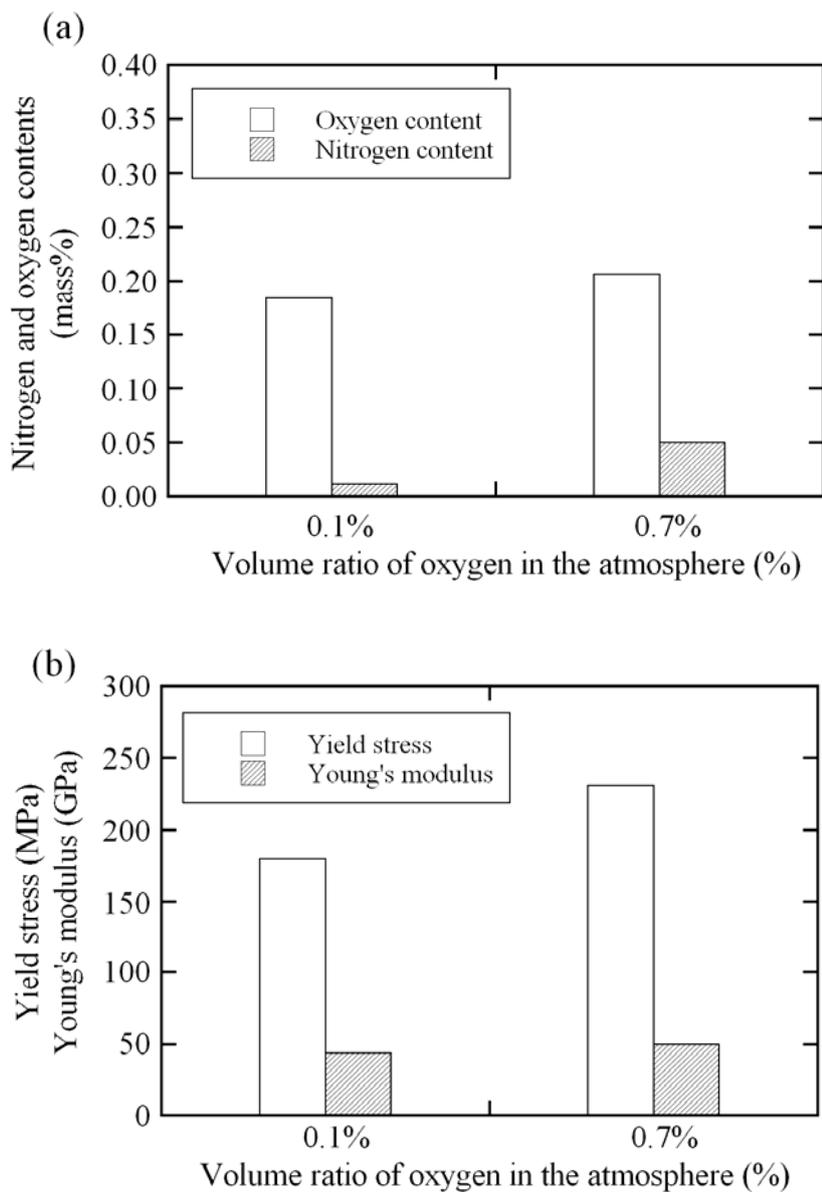


図 6-12 貫通孔を有する造形物 (走査速度 : 50 mm/s, 走査ピッチ : 1.6 mm) におけるアルゴン雰囲気中の酸素濃度と(a)造形物中の窒素・酸素量との関係, および(b)降伏応力, ヤング率との関係.

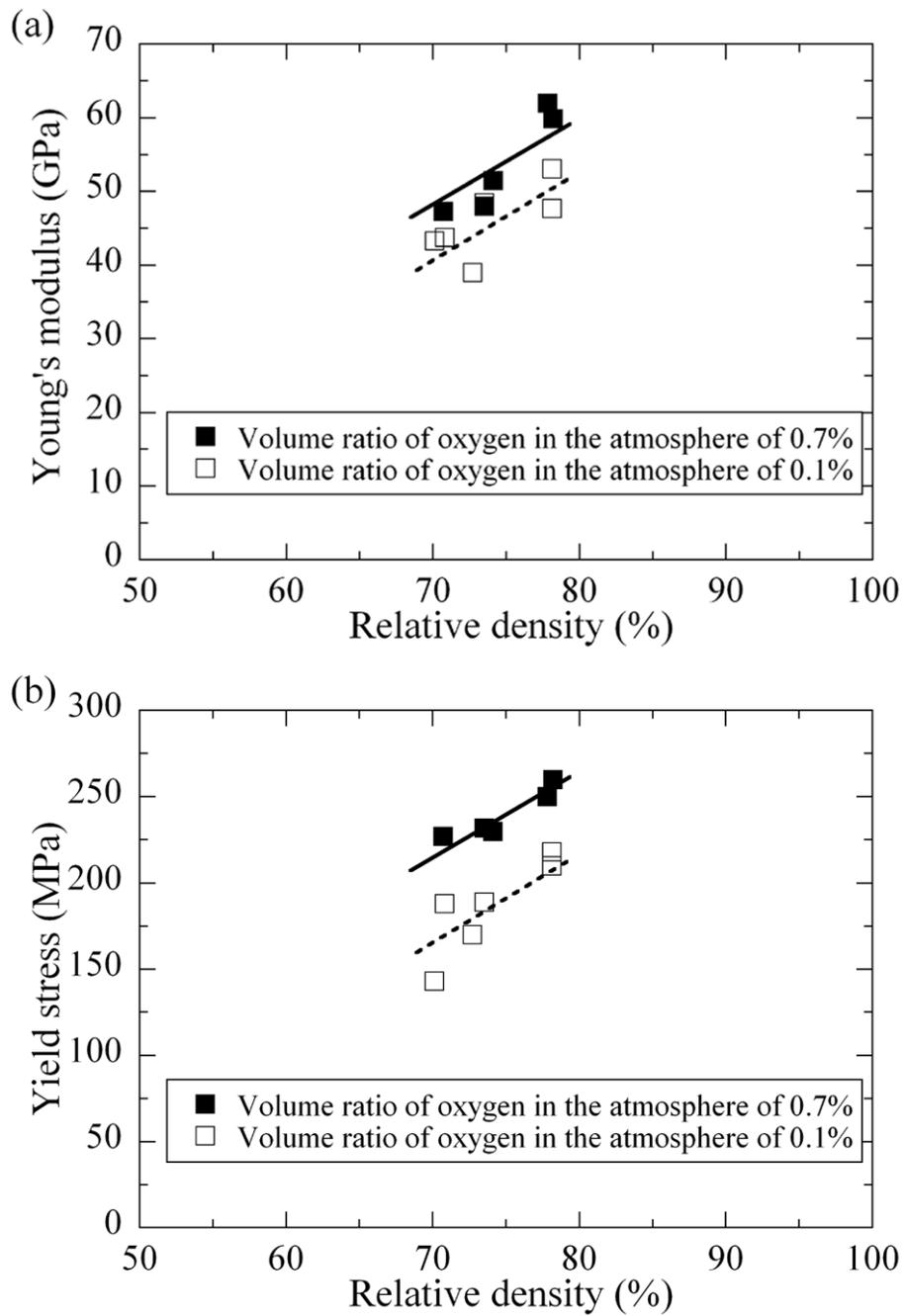


図6-13 アルゴン雰囲気中の酸素濃度が0.1%および0.7%の場合に得られた貫通孔を有する造形物における、(a)ヤング率および(b)降伏応力と相対密度との関係.

6-4. 結言

SLS 技術の医療部品への適用を目指してチタン粉末の SLS 特性を検討し、まずは、ヤング率、降伏応力のような機械的性質やポーラス構造に及ぼすレーザー照射条件の影響を調査した。特に、ロータス型ポーラス金属のように一方向に整列した貫通孔をもつ構造体を造形し、人間の骨と比べて高強度で低弾性率な多孔体が得られるレーザー照射条件を探索した。さらに、低弾性率のまま造形物の高強度化を図るため、SLS 造形中に空気を導入することで、チタンの固溶強化による造形物の強度改善を検討した。結果をまとめると以下のようなになる。

1. SLS 造形物の密度は、走査ピッチおよび走査速度の増加につれて減少する。SLS のポーラス構造として、レーザー照射条件により、空隙が閉じた穴を有する構造体と貫通孔を有する構造体の 2 種類を創製できる。
2. 造形物の相対密度が減少すると、ヤング率と降伏応力はいずれも減少する。貫通孔を有する造形物で相対密度が 60%程度の造形物、および閉じた穴を有する造形物で相対密度が 81%程度の造形物のヤング率はおおよそ 30 GPa 程度であり、人間の皮質骨とほぼ同じ値を示す。これらの造形物の降伏応力は 130 MPa 程度であり、骨の強度に比べて高い値を示す。このことは、チタン粉末の SLS 造形物をインプラントとして使用できることを示唆している。
3. アルゴン雰囲気中の酸素濃度が増えると、造形物中の窒素・酸素量は増加する。アルゴン雰囲気中の酸素濃度が 0.1%から 0.7%に増加すると、造形物の降伏応力は、ほとんど空隙が認められない造形物では 1.5 倍に、貫通孔を有する造形物では 1.3 倍に向上する。一方、ヤング率は、造形物中の窒素・酸素量の増加によって、ほとんど増加しないかあるいはわずかに増加する。

参考文献

- [1] 埴 隆生, 米山隆之: 金属バイオマテリアル, コロナ社, (2007) 37.
- [2] M. Long, H.J. Rack: Biomaterials, 19 (1998) 1621.

- [3] C. Wen, M. Mabuchi, Y. Yamada, K. Shimojima, Y. Chino, T. Asahina: *Scr. Mater.*, 45 (2001) 1147.
- [4] I.H. Oh, N. Nomura, N. Masahashi, S. Hanada: *Scr. Mater.*, 49 (2003) 1197.
- [5] N. Nomura, T. Kohama, I.H. Oh, S. Hanada, A. Chiba, M. Kanehira, K. Sasaki: *Mater. Sci. Eng., C* 25 (2005) 330.
- [6] A. H. Burstein, D. T. Reilly, M. Martens: *J. Bone Joint Surg.*, 58 (1976) 82.
- [7] M. Tane, T. Ichitsubo, H. Nakajima, S.K. Hyun, M. Hirao: *Acta Materialia*, 52 (2004) 5195.
- [8] M. Tane, T. Ichitsubo, S.K. Hyun, H. Nakajima: *J. Mater. Res.*, 20(1) (2005) 135.
- [9] S. K. Hyun, T. Ikeda, H. Nakajima: *Sci. Tec. Adv. Mat.*, 5 (2004) 201.
- [10] Y. Higuchi, Y. Ohashi, H. Nakajima: *Adv. Eng. Mater.*, 8 (2006) 907.
- [11] F. Abe, E.C. Santos, K. Osakada, M. Shiomi: *Proc. Instn Mech. Engrs. Part C: J. Mechanical Engineering Science*, 217 (2003) 119.
- [12] E.C. Santos, K. Osakada, M. Shiomi, Y. Kitamura, F. Abe: *Proc. Instn Mech. Engrs. Part C: J. Mechanical Engineering Science*, 218 (2004) 711.
- [13] D. A. Hollander, M. von Walter, T. Wirtz, R. Sellei, B. Schmidt-Rohlfing, O. Paar, Hans-Josef Erli: *Biomaterials*, 27 (2006) 955.
- [14] L. J. Gibson: *J. Biomech.*, 18 (1985) 317.
- [15] N. Eustathopoulos, M. G. Nicholas, B. Drevet: *Wettability at High Temperatures*, Pergamon, Oxford, (1999) 152.
- [16] K. Ogino, K. Nogi, O. Yamase: *Transactions ISIJ*, 23 (1983) 234.

第7章 総括

本研究では、金属粉末積層造形法(SLS法)における造形物の高性能化による、SLS法の工業的な推進を目的とした。具体的には、SLS造形技術をプレス金型や鍛造金型のように高強度・高硬度が要求される用途に展開していくために、造形物の高強度・高硬度化を実現する鋼系粉末材料を用いたSLS造形技術の開発を目指した。また、SLS法の複雑形状およびポーラス構造体を作製できる利点を活かし、高性能な人工骨へ用途展開していくために、チタン粉末に対するSLS造形技術の開発を試みた。

各章で得られた結果は次のようにまとめられる。

第1章においては、本研究の背景として「ものづくり」を取り巻く環境の変化と「ものづくり」に求められていることについて始めに触れ、ラピッドプロトタイピング(RP)の定義と位置づけ、積層造形法の種類について述べた。特に金型や機械部品などの試作・開発や小ロット生産分野で注目されている金属粉末積層造形法(SLS法)について、その特徴、現状の研究動向や課題などを明確にした上で、本研究の目的と方針を述べた。

第2章においては、鋼系粉末のSLS造形に関する基礎的研究として、低炭素鋼粉末に着目し、レーザー照射条件(出力、走査速度、走査ピッチ、積層厚さ)が造形物内の空隙分布および体積割合(密度)に及ぼす影響について検討した。その結果、レーザーの出力は高く、走査速度は遅く、走査ピッチは狭く、積層厚さは薄いほうが、造形物内部の空隙の体積割合は減少し、高密度な造形物が得られることを見出した。また、レーザー照射条件の違いをエネルギー密度(焼結される1層分の粉末の単位体積あたりに投入されるレーザーの全エネルギー量)に換算し、造形物の相対密度との関係を調べた結果、エネルギー密度の増加とともに造形物の密度は高くなり、エネルギー密度が 800 J/mm^3 程度で作製した造形物は、溶製材のように、空隙が認められない緻密体となることがわかった。さらに、SLS造形物の延性と強度の向上には、空隙の完全な除去が不可欠であることを示した。

第3章においては、高強度・高硬度の造形物を得るために、さらに炭素量の多い高炭素鋼粉末のSLS特性を検討した。SLS造形物内の空隙の体積割合は、走査速度および走査ピッチが小さくなるに従って減少し、また、炭素鋼粉末に含まれる炭素量の増加とともに減少することを明確にした。高炭素量を有する炭素鋼粉末を用いた造形物の緻密化に必要なエネルギー密度は、炭素量 0.33 と 0.49 mass%では 400 J/mm^3 、炭素量 0.76 と 1.04 mass%では 267 J/mm^3 と、炭素量の増加とともに減少することを明らかにした。また、SLS造形物のマイクロ組織と機械的性質に及ぼすレーザ照射条件および炭素量の影響について調べた結果、空隙が認められない緻密なSLS造形物の降伏応力と硬さは、炭素鋼粉末に含まれる炭素量の増加とともに上昇することが判明した。さらに、炭素量が一定の場合、降伏応力、硬さはいずれも、投入されるエネルギー量がより低い(走査速度がより速く、走査ピッチがより広い)造形物で、より高い値を示す傾向を認めた。従って、造形したままの状態を高強度・高硬度な造形物を得るには、高密度な造形物を得ることができる投入エネルギー密度を極力低くすることが必要であることを見出した。

第4章においては、炭素鋼に比べて、耐摩耗性や耐食性などの特性の向上が期待できる合金鋼に着目し、機械部品用途を想定した低合金鋼SCM430 粉末ならびにプレス金型用途を想定した高合金鋼SUS420J2 粉末のSLS特性を検討した。低合金鋼SCM430 粉末において、空隙が認められない緻密なSLS造形物は、エネルギー密度が約 300 J/mm^3 以上で得られることを示した。また、SLS造形物は溶製材と同様の熱処理特性を示した。従って、SLS法により作製した機械部品は、高温焼戻し状態が必要ならば、造形したままの状態で使用できること、ならびに、硬さを向上させる必要がある場合は、溶製材と同様に熱処理を適用することが可能であることを明らかにした。高合金鋼SUS420J2 粉末において、空隙が認められない緻密なSLS造形物は、エネルギー密度が約 300 J/mm^3 程度で得られることを明らかにした。SLS法により作製した高密度かつ高硬度なプレス金型は、溶製材のSKD11 型に比べて金型の硬さが低いため、連続絞りにおける耐久性は劣るが、低粘度スピンドル油を用いた場合、高密度SLS型表面の微

細孔による潤滑性の向上により、両者の成形荷重はほぼ同等あるいは高密度 SLS型のほうがやや低くなり、SLS法により作製したプレス金型でも、工業的にほぼ同様に利用できる可能性が確認できた。

第5章においては、機械部品や金型に対して、SLS法の工業的な利用をより一層推進するために、SLS造形物に対して、機械部品や金型の耐摩耗性を向上させるために広く利用されている表面硬化処理法の適用を試みた。第2章で得られた低炭素鋼S15C粉末の完全に緻密なSLS造形物に対してガス窒化処理を適用した結果、試験片表層に主に $\epsilon\text{-Fe}_{2.3}\text{N}$ 相で構成される化合物層(いわゆる”白層”)が観察され、その厚みは約 13 μm が得られた。白層の硬さ(表面硬さ)は約 640 HVと未処理の試験片の内部の硬さ(205 HV)に比べてかなり高い値を示し、SLS造形物の耐摩耗性が著しく改善できた。また、第4章で得られた低合金鋼SCM430 粉末の完全に緻密なSLS造形物に対してプラズマ窒化処理を適用した結果、 $\gamma'\text{-Fe}_4\text{N}$ と $\epsilon\text{-Fe}_{2.3}\text{N}$ の混合相から構成される白層が観察され、その厚みは、窒化処理温度 773 K, 823 Kでそれぞれ約 6 μm , 約 12 μm が得られた。プラズマ窒化処理した試験片の表面部の最大硬さは、窒化処理温度 773 Kと 823 Kにおいて、それぞれ約 680 HV, 約 600 HVの値が得られ、未処理の試験片の硬さ(約 330 HV)に比べてかなり高い値を示し、SLS造形物の耐摩耗性が著しく改善できた。このことより、これまでSLS造形物にほとんど適用が見当たらない表面硬化処理法のガス窒化処理ならびにプラズマ窒化処理をSLS造形物に適用することで、SLS造形物の高機能化が図れ、SLS法の工業的な推進に有効であることが確認できた。

第6章においては、SLS 技術の医療部品への適用を目指してチタン粉末のSLS 特性を検討し、まずは、ヤング率、降伏応力のような機械的性質やポーラス構造に及ぼすレーザー照射条件の影響を調査した。その結果、SLS のポーラス構造として、レーザー照射条件により、空隙が閉じた穴を有する構造体と貫通孔を有する構造体の2種類を創製できることを見出した。造形物の相対密度が減少すると、ヤング率と降伏応力はいずれも減少するが、空隙が閉じた穴を有する造形物の場合、気孔周辺に応力集中が生じ、両者は急激に減少し、貫通孔を

有する造形物の場合、気孔と平行方向の応力負荷では気孔周辺に応力集中が生じにくいため、ヤング率と降伏応力は緩やかに減少することを示した。また、貫通孔を有する造形物で相対密度が 60%程度の造形物、および閉じた穴を有する造形物で相対密度が 81%程度の造形物のヤング率はおよそ 30 GPa 程度であり、人間の皮質骨とほぼ同じ値が得られ、これらの造形物の降伏応力は 130 MPa 程度であり、骨の強度に比べて高い値を示した。すなわち、チタン粉末の SLS 造形で、インプラントへの適用可能性を示す、人間の皮質骨よりも高強度で同等のヤング率を有する構造体を創製できた。また、貫通孔を有する造形物では、ヤング率と降伏応力はいずれも、応力負荷方向が貫通孔と平行方向のほうが垂直方向に比べて高い値を示し、強い異方性を有することがわかった。さらに、SLS 造形中に空気を導入してアルゴン雰囲気中の酸素濃度を 0.1%から 0.7%に増加させると、チタンの固溶強化により、造形物の降伏応力は、ほとんど空隙が認められない造形物では 1.5 倍に、貫通孔を有する造形物では 1.3 倍に向上した。このとき、ヤング率は、造形物中の窒素・酸素量の増加によって、ほとんど増加しないかあるいはわずかに増加する程度であり、ヤング率をほとんど変えずに SLS 造形物の強度を改善できることを明らかにした。

第 7 章においては、本研究で得られた知見を総括した。

金属粉末の積層造形機は、日本国内で販売され始めて以来およそ 10 年経つが、国内に数十台しかなく、未だ広く普及していない加工機と言える。そのため、「ものづくり」の現場には、まだまだ浸透していない加工法である。SLS 法の材料技術、造形技術およびその周辺技術の研究開発が進むことで、SLS 法の工業的な推進は加速されると思われる。本研究によって得られた知見が、SLS 法の普及を促進するとともに、幅広い産業分野での「ものづくり」において、重要な指針となることを確信する。

謝辞

本研究を遂行するにあたり、終始懇切に御指導ならびに御鞭撻を賜りました京都大学大学院工学研究科教授 乾 晴行博士に心から感謝致します。また、本論文を取りまとめるに際し、貴重なる御助言と御教示を賜りました京都大学大学院工学研究科教授 落合庄治郎博士，同教授 白井泰治博士に深く感謝致します。さらに、本研究を遂行するにあたり、有益な御討論，御教示を賜りました京都大学大学院工学研究科准教授 田中克志博士，同准教授 岸田恭輔博士，同助教 岡本範彦博士に深く感謝致します。

また、本研究の実施に際し、終始御指導と御協力をいただきました大阪府立産業技術総合研究所 機械金属部部長 橘堂 忠博士，同所同部加工成形系統括山口勝己博士に心から感謝致します。また、本研究の端緒を与えていただき、終始御指導いただきました，元 大阪府立産業技術総合研究所 機械金属部部長 曾根 匠博士，元 同所同部加工成形系統括 増井清徳博士，元 同所同部同系主任研究員 宮田良雄氏，元 同所業務推進部部長 花立有功博士に深く感謝致します。さらに、本研究を遂行するにあたり、大阪府立産業技術総合研究所 機械金属部加工成形系主任研究員 木下俊行氏，白川信彦氏，研究員 四宮徳章博士ならびに加工成形系の皆様には多大な御協力と懇切な御指導をいただきました。深く御礼申し上げます。また、本研究の実施に際し、有益な御討論ならびに御協力をいただきました大阪府立産業技術総合研究所 情報電子部総括研究員 出水 敬博士，同所機械金属部主任研究員 上田順弘博士，武村 守氏，松室光昭氏，岡本 明博士ならびに関係各位に厚く御礼申し上げます。

金属粉末ラピッドプロトタイピング装置の故障対応およびメンテナンスにあたり、株式会社 NTT データエンジニアリングシステムズには大変お世話になりました。また、ガス軟窒化処理に際し、朝日熱処理工業株式会社には大変お世話になりました。深く感謝いたします。

最後に、本研究の遂行に終始援助してくれました妻と両親に心から感謝いたします。