# 金属粉末積層造形法により作製した汎用合金の特性評価\*

黒須 信吾\*\*、岩清水 康二\*\*、池 浩之\*\*

金属粉末積層造形法によりアルミニウム合金およびステンレス鋼の供試材を作製 し、組織および機械的特性を調査した。アルミニウム合金造形品の組織は積層方向 に伸長した微細なセル状組織を呈しているにもかかわらず、結晶方位異方性は認め られなかった。これは、特有のレーザーパターンにより結晶方位をキャンセルした ものと思われる。一方、ステンレス鋼は、マルテンサイト組織を呈し、等軸結晶粒 を呈していた。このことから、本技術により得られる造形品の組織および特性は、 レーザーパターンや合金の相変態挙動により強く依存することが分かった。 キーワード:金属粉末積層造形、アルミニウム合金(ALSi10Mg)、ステンレス鋼 (17-4PH)、金属組織、機械的特性

Microstructure and Mechanical Properties of Aluminum Alloy and Stainless Steel Manufactured by Selective Laser Melting

# Shingo KUROSU, Koji IWASHIMIZU and Hiroyuki IKE

Microstructure and mechanical properties of aluminum alloy (AlSi10Mg) and precipitation hardening stainless steel (17-4PH) manufactured by selective laser melting (SLM) were investigated in detail. In the AlSi10Mg specimen, fine dendritic cell structures along build direction were observed. However no strong crystal orientation texture is confirmed, supposing that the specific controlled tracking-laser-pattern may lead to random crystal orientations. The 17-4PH specimen contains a fully martensite microstructure. Therefore, characteristics of selective laser melting specimens depend on the tracking-laser pattern and the phase transformation characteristics.

keywords :Selective Laser Melting , Aluminum alloy(AlSi10Mg) , Stainless Steel(17-4PH), Microstructure, Mechanical Properties

## 1 緒 言

金属粉末積層造形法は、金属粉末を出発原料とし、電 子ビームまたはレーザービームを熱源として、3D CAD デ ータから作成した 2D スライスデータを選択的に溶融、積 層して 3 次元形状を造形する方法として、注目されてい る。これまでは、純チタンおよびチタン合金、コバルト 合金、インコネル合金などの耐熱材料や生体材料を対象 に、研究および応用がされ、宇宙航空部品や外科用イン プラント、歯科材料などの限定された分野で製品応用さ れていた<sup>1)</sup>。しかし、最近になってアルミニウム合金、 ステンレス鋼、銅合金、マルエージング鋼など汎用合金 にも適応が広がり、一般産業部品への応用も加速的に進 んでいる<sup>2)</sup>。

本技術における特徴として、マスターモデルや金型を 必要とせず、3D CAD データからダイレクトに最終製品形 状近くまで造形できるニアネットシェイプ特性が挙げら

\*\* 素形材技術部

れる。これより、試作に係る納期や種々の形状での機能 性評価など、開発スピードを格段に速くする事が可能と なっている。もう一つの特徴として、本技術により従来 のプロセスでは実現が困難であった特異的な組織および 特性を得ることができることが知られている。本技術の プロセスは、一層毎に急速溶融・凝固を繰り返して積層 していくため、組織が非常に微細であること、晶出物が 偏析なく、微細に且つ均一に分布した組織を得ることが できる<sup>3,4)</sup>。その上、合金によっては、結晶方位異方性を 発現し、単結晶のような強い配向性を生じることも報告 されている<sup>3,4,5)</sup>。この結晶方位異方性は、一般的には製 品で使用する際には、強度特性に異方性が生じるため、 デメリットとして扱われ、異方性をキャンセルして、組 織および特性の等方化を進める研究もされている<sup>3,5)</sup>。し かし、この結晶方位異方性を造形条件などで制御し、意 図的に発現することができた場合、鋳造や鍛造などの従

<sup>\*</sup> 平成 27 年度 技術シーズ形成研究事業(発展ステージ)

来の手法で得ることが困難であった新たな機能性を付加 させることができる。それにより、これまでにない高付 加価値の製品展開が可能となり、本技術におけるものづ くりの幅を広げる可能性がある。

そこで、本研究では金属粉末積層造形法を用いた結晶 方位異方性を活かしたものづくりの展開を図るため、既 存造形条件で得られる造形品の特性を詳細に調査し、結 晶方位異方性を活かした組織制御造形法について検討す る。

## 2 実験方法

## 2-1 供試材

供試材は、15×15×55 mmの角柱として、レーザービ ームを熱源とした金属粉末積層造形装置を用いて作製し た。作製した供試材は 2 種類で、アルミニウム合金 (A1-10Si-0.4Mg 以降、A1Si10Mg と呼称)は、大阪府立 産業技術総合研究所、析出強化型ステンレス鋼 (Fe-17Cr-4Ni 以降、17-4PH と呼称)は東京都立産業技 術研究センターにて作製した。各々の造形条件を表1に 示す。造形条件は装置メーカが指定した推奨条件を採用 している。装置メーカによりノウハウがあり、スキャン パターンは各社特有のパターンであることがわかる。

造形物の積層傾斜による機械的特性の影響を調査する ために、供試材に種々の傾斜を与えた。図1に供試材に 与えた各傾斜の配置例を示す。供試材の配置はx方向を スキージング方向とし、積層傾斜は積層方向(z方向)か ら、0 deg. 、45 deg. 、54.74 deg. および 90 deg. 傾斜を つけた。各々の傾斜は面心立方構造(F.C.C.)の主要結 晶方位である<100>、<101>、<111>および<001>に対応し ている。

## 2-2 外観観察

外観観察は造形ままの状態で行い、走査型電子顕微鏡 を用いた。また、図2に示すように各面、各方向に対し て接触式表面粗さ測定機(小坂研究所、DSF600S)を用い て平均表面粗さ(Ra)を測定した。Raは5回測定し、そ の平均値を算出した。

#### 2-3 断面組織観察

造形物の断面組織観察を光学顕微鏡(OM) および走査 型電子顕微鏡(SEM) により観察した。積層面に対して水 平もしくは垂直にワイヤー放電加工機を用いて切り出し た。表面は、SiC 耐水研磨紙 2000 番まで湿式研磨後、ダ イヤモンドペースト(3 μm) で鏡面研磨した。鏡面研磨 後、AlSi10Mg はケラー氏腐食液(H<sub>2</sub>0:塩酸:硝酸:フッ酸 =4:4:4:1)でエッチング、17-4PH はシュウ酸水溶液(シ ュウ酸 10 g、H<sub>2</sub>0 100 ml)にて電解研磨を施し、結晶粒 界を現出させた。また、電子線後方散乱回折法(EBSD 法) を用いて結晶方位の解析を行った。表面は鏡面研磨後、 コロイダルシリカ(0.04 μm)により表面を仕上げた。

## 2-4 機械的特性

#### 表1 AlSi10Mg および 17-4PH の造形条件

合金	AlSi10Mg	17-4PH	
造形装置	EOSINT M280(EOS社)	ProX 300(3Dsystems社)	
平均粒径	25	10	
造形雰囲気	アルゴンガス	窒素ガス	
積層厚さ	30	40	
走査ピッチ	100	60	
スキャンパターン	1層毎に約67°回転	ヘキサゴンパッチワーク 外接円直径 50mm +45°(+X+Y)/-45°(+X-Y)	



図1 供試材に与えた各傾斜の配置例



#### 図2 表面粗さを測定した各面および各方向

積層傾斜が及ぼす機械的特性への影響の調査として、 各積層傾斜造形サンプルの引張試験およびヤング率測定 を行った。引張試験は、角柱サンプルから板状引張試験 片をワイヤー放電加工により切り出した。試験片サイズ は、JIS 規格 14 号試験片に準拠し、標点部の幅と厚さが 3 mm、標点間距離は 17 mm とした。引張試験は初期ひず み速度は  $9.8 \times 10^{-4} s^{-1}$ で行い、破断後突合せ法にて破断 伸びを算出した。ヤング率は自由共振法を用いて測定し た。試験片サイズは長さが 40 mm、幅が 15 mm、厚さが 1 mm である。試験片表面は引張試験およびヤング率測定と もに、SiC 耐水研磨紙 800 番まで乾式研磨を施した。ま た、試験回数は 3 回行い、平均値を算出した。

造形高さが及ぼす機械的特性への影響の調査として、 造形高さ毎の硬さを測定した。ベースプレート(最下面) から 5 mm、30 mm および 55 mm(最終溶融面)の高さを積 層面に対して水平にワイヤー放電加工で切り出し、それ ぞれ、Bottom、Middle および Top とし、マイクロビッカ ース硬度計にて硬さ(HV)を測定した。試験荷重は、 AlSi10Mg は 0.5 kgf、17-4PH は 1.0 kgf で実施し、試験 回数は5 回行い、平均値を算出した。表面は、耐水研磨 紙 SiC2000 番まで湿式研磨し、ダイヤモンドペースト(3 μm) で鏡面研磨を施した。

#### 3 実験結果

## 3-1 外観観察

図3および図4にAlSi10Mgおよび17-4PH造形物の外 観写真を示す。(a)、(b)は上面(溶融面)、(c)、(d)は 側面である。両造形物ともに、溶融面は比較的滑らかで あり、レーザーが走査した痕跡が確認できる。また、表 面にはいくつか未溶融の粉末および溶融途中でスパッタ した粒子の付着が観察された。側面に関しては、未溶融 の粉末が多く付着している様子が確認される。

表2にAlSi10Mg および17-4PHの各面における各方向の平均表面粗さ(Ra)を示す。溶融面である上面は側面よりも半分程度小さいRaを示していることがわかる。一方、側面はz方向と(x,y)方向ともに、同等のRaを示



図 3 AISi10Mg 造形物の外観写真(走査型電子顕微鏡像) (a)、(b)は上面(溶融面) (c)、(d)は側面



(b) は上面(溶融面) (c)、(d) は側面

表2 AlSi10Mgおよび17-4PHの各面における各方 向の平均表面粗さ(Ra)

测定面_測定方向		平均表面粗さ (Ra[µm])		
		Al10SiMg	17-4PH	
側面	1	xz面_z方向	24.4	8.6
	2	xz面_x方向	24.1	9.8
	3	yz面_z方向	18.6	7.3
	4	yz面_y方向	18.8	9.7
上面	5	xy面_x方向	9.7	5.6
	6	xy面_y方向	11.3	6.4

した。これより、側面の表面粗さは積層による段差の影響をあまり受けていないことがわかる。また、AlSi10Mg および17-4PHの出発粉末の平均粒径は各々25 µm および 10 µm であり、造形物の Ra と同等の値を示していること から、金属粉末積層造形により得られる造形品の表面粗 さは、出発粉末の平均粒径に依存した値であることが推 察される。

#### 3-2 断面組織観察

図5にAlSi10Mg および17-4PH 造形物の光学顕微鏡に よる断面組織を示す。(a)、(b) は AlSi10Mg、(c)、(d) は17-4PH であり、(a)、(c) は水平断面、(b)、(d) は垂 直断面を示している。水平断面組織において、レーザー が走査した痕跡が明確に確認でき、レーザー走査境界も 確認することができる。垂直断面組織においてもレーザ ーにより溶融された領域(溶融池、メルティングプール) が明確に確認でき、うろこ状に溶融池境界を呈している。 AlSi10Mg、17-4PH における1層の積層厚さは、それぞれ 30  $\mu$ m および 40  $\mu$ m にもかかわらず、1層における溶融 池の深さは、AlSi10Mg が 200~270  $\mu$ m、17-4PH が 80~ 100  $\mu$ m まで達している。これより、1層の溶融池の深さ は、AlSi10Mg においては積層厚さの 7 倍以上、17-4PH は2倍以上深くまで溶融領域が達し、直下の積層を再溶 解して、造形が進んでいることがわかる。

図6にAlSi10Mg および17-4PH 造形物の走査型電子顕 微鏡による断面組織を示す。(a)、(b)はAlSi10Mg、(c)、 (d)は17-4PHであり、(a)、(c)は水平断面、(b)、(d) は垂直断面を示している。図.6(a)および(b)より、 AlSi10Mg はサブミクロンオーダーの微細なセル状組織 を呈し、積層方向(z 方向)に沿って伸長した組織を呈し ている。図6(a)および(b)中の白破線に示す溶融界面 は、周りの組織よりも若干大きなセル状組織であること から、直上層での溶融により熱影響を受けた箇所である と推察される。一方、17-4PHは、マルテンサイト組織を 呈している。図6(c)および(d)中に示す矢印に示すよう に、溶融界面が確認されるが、組織は溶融界面をまたが



図 5 (a)、(b) AlSi10Mg 造形物および(c)、(d) 17-4PH 造形物の光学顕微鏡による断面組織 (a)、(c) は水平断面 (b)、(d) は垂直断面



って形成していた。

また、溶融界面は電解研磨による優先的な腐食を受け ていることから、酸化物や窒化物などの介在物が形成し ていることが推察される。

## 3-3 結晶方位解析

図7に、AlSi10Mg 造形物の結晶方位解析結果を示す。 (a)、(b)は水平断面、(c)、(d)は垂直断面であり、(a)、 (c)は Image Quality map(IQ map)、(b)、(d)は、Inverse Pole Figure orientation map(IPF map)である。図7(a) および(b)より、水平断面は、001方位が集積している 組織形態を呈しており、結晶粒内で方位の揺らぎ(グラ デーション)が確認されることから、セル組織は、低角 粒界によっていくつかに分断されていることが示唆され る。垂直断面(図7(c)および(d))は、溶融面界面をま たいで、かつ溶融池底面の法線方向に組織が伸長してい るにもかかわらず、様々な結晶方位で構成されている。

図8に、17-4PH造形物の結晶方位解析結果を示す。(a)、 (b) は水平断面、(c)、(d) は垂直断面であり、(a)、(c) は Image Quality map(IQ map)、(b)、(d) は、Inverse Pole Figure orientation map(IPF map)である。17-4PHにお



図 7 AlSi10Mg 造形物の結晶方位解析結果 (a)、(b)は水平断面、(c)、(d)は垂直断面であり、(a)、(c) は Image Quality map(IQ map)、(b)、(d) は、Inverse Pole Figure orientation map(IPF map)

ける結晶方位は、先に示した AlSi10Mg(図7)と比較す ると、大きく異なることがわかる。図8より、水平断面、 垂直断面共に、等軸粒で構成されており、積層方向によ る伸長した結晶粒は確認できなかった。また、結晶方位 に関してもランダム方位で構成されていることがわかる。 AlSi10Mg および 17-4PH に関する結晶方位については、 後述する。

## 3-4 種々の積層傾斜を有した造形品の機械的特性

図9は、種々の積層傾斜で造形した(a) AlSi10Mg お よび(b) 17-4PH 造形品における典型的な公称ひずみー 公称応力曲線(s-s 曲線)を示す。図9より、両合金造 形物における傾斜による s-s 曲線の大きな変化はなく、 一様であることがわかる。

AlSi10Mg および 17-4PH における各積層傾斜で造形し た造形品の機械的特性をそれぞれ表3および表4に示す。 比較のために、Al-Si10Mg の金型鋳造材および SUS630 の 熱処理材の JIS 規格も併せて示す。本技術により得られ る造形物の強度および伸びは、従来法である金型鋳造に より得られた Al-Si10Mg 材の JIS 規格に比べるとはるか に高い値を示した。これは、本技術により得られた非常



図8 17-4PH 造形物の結晶方位解析結果 (a)、(b)は水平断面、(c)、(d)は垂直断面であり、(a)、(c) は Image Quality map(IQ map)、(b)、(d) は、Inverse Pole Figure orientation map(IPF map)

に微細な組織に起因している。AlSi10Mg 造形物の強度および破断伸びにおいて、積層傾斜による特性の有意差は認められなかった。また、結晶方位に強く依存するヤング率についても、傾斜間に大きな差はなく ADC12 の値<sup>60</sup>と同等の値を示し、機械的特性の異方性は確認されなか

った。

同様に、17-4PH においても傾斜間における引張特性お よびヤング率の差は認められなかった。得られる特性と しては、17-4PH に相当する SUS630 における析出硬化処 理(H1075)材と同等の値を示し、造形ままの状態で、高



図9 種々の傾斜で造形した(a) AlSi10Mg および(b) 17-4PH 造形品における典型的な公称ひずみ一公称応力曲線(s-s 曲線)

Specimens		0.2% PS	UTS	Fracture to Elongation	Young's Modulus
		MPa	MPa	%	GPa
Building angle (deg.)	0	283 (6.7)	446 (12.4)	5.3 (1.33)	75.0 (2.25)
	45	284 (2.9)	466 (1.4)	7.6 (1.14)	75.8 (1.19)
	54	272 (10.2)	457 (12.5)	9.5 (0.76)	74.4 (0.43)
	90	277 (5.6)	464 (4.9)	8.7 (1.07)	70.8 (0.59)
(JIS) Al-Si10Mg 金型鋳造	F	_	>170	>3.0	_
	Т6	_	>240	>1.5	_

表3 種々の積層傾斜で造形した AISi10Mg 造形品における機械的特性

Mean (S.D.)

表4 種々の積層傾斜で造形し 17-4PH 造形品における機械的特性

Specimens		0.2% PS	UTS	Fracture to Elongation	Young's Modulus
		MPa	MPa	%	GPa
Building angle (deg.)	0	917 (4.7)	1144 (2.5)	17.3 (0.31)	194 (3.9)
	45	900 (16.3)	1136 (5.7)	18.0 (1.53)	187 (0.6)
	54	902 (46.9)	1133 (0.5)	18.6 (0.72)	189 (0.9)
	90	933 (41.1)	1111 (5.0)	17.5 (1.12)	193 (2.4)
(JIS)SUS630 析出硬化熱処理 H1075		>860	>1000	>13	_

Mean (S.D.)

強度高延性を兼ね備えていることがわかる。

#### 3-5 造形高さ別のビッカース硬さ

図 10 は、(a) AlSi10Mg および(b)17-4PH における造 形高さ別のビッカース硬度を示す。両造形品ともに造形 高さにより硬さが変化していた。しかし、その挙動は異 なり、AlSi10Mgの硬さはTop 部からBottom 部に伴い増 加し、17-4PH の値は、減少する傾向を示した。Bottom 部は、先に造形されているため、それ以降の造形の熱影 響をうけ、反対に、Top 部は造形による熱影響が小さい といえる。アルミ合金において、鋳物または押出材のよ うな高温加工から冷却後、T5 処理(約 225 ℃-5 時間) を施すと、硬度が増すこと"が知られおり、これに相当 した熱処理の効果が AlSi10Mg 造形物の Bottom 部で受け たものと考えられる。同様に、17-4PH 造形物については、 マルテンサイトの焼戻処理に相当する熱処理の影響を受 けて、硬度が減少しているものと推察される。このよう に、合金の熱処理挙動により、造形高さが特性に影響を 及ぼすことが示唆される。これより、受ける熱影響をあ らかじめ加味し、任意的に配置方向を変えることで、造 形物の特性(組織、硬度)に傾斜をつけられる可能性が ある。

## 4. 考察

## 4-1 金属粉末積層造形により得られる組織について

AlSi10Mg および 17-4PH に関する結晶方位について述 べる。図9より、両造形物における s-s 曲線は積層傾斜 間で変化がなく、いずれの傾斜サンプルでも一様な s-s 曲線を示していた。単結晶のような非常に強い結晶方位 異方性を有している場合、s-s 曲線は、その結晶方位特 有の挙動を示すこと<sup>80</sup>、加えて結晶方位異方性に大きく 影響を受けるヤング率においても、傾斜間による値の有 意差はほとんど認められないこと(表3、表4)から、本 研究の造形物に関しては、結晶方位異方性は発現してお らず、ランダム方位であることがいえる。しかしながら、 これら組織形態が大きく異なることから(図7および図 8)、ランダム結晶方位に至る過程は異なることが予想さ れる。

まず 17-4PH に関しては、高温ではオーステナイト組 織(y, F.C.C.)が安定相であるが、冷却過程でマルテン サイト(α', B.C.C.)にγ→α'変態し、室温ではマル テンサイト組織を呈する。本技術は、急速溶解・凝固プ ロセスが生じていることから、凝固直後はAlSi10Mgのよ うな(図7(c)および(d))積層方向(z軸)に伸長した オーステナイト組織が一旦形成し、その後冷却過程でマ ルテンサイト変態が生じ、オーステナイト組織を分断化 することで、オーステナイト組織で生じた結晶方位異方 性をキャンセルして、等方化が図れていることが考えら れる。ただし、マルテンサイトとオーステナイト相の間 には一定の結晶学的な方位関係が成立しているため、凝 固直後に形成するオーステナイト組織の結晶方位を制御



することができれば、特定の方位を集積させたマルテン サイト組織を形成できる可能性がある。

次に、A1Si10Mg に関しては、17-4PH とは異なり凝固・ 冷却過程で相変態せず、母相はF.C.C.相単相である。単 純に積層していけば、図6(a)および(b)に示したような 積層方向(z 軸)に伸長した組織が生じ、積層方向に対 して結晶方位異方性を発現するものと思われる。しかし、 本研究では、ミクロ領域である水平断面(図7(b))では、 001 方位の集積が認められたのもかかわらず、マクロ領 域である s-s 曲線 (図 9) および機械的特性 (表 3) おい て異方性は確認されなかった。これは、AlSi10Mg 造形品 を造形した際のスキャンパターンが要因となっていると 推察される。本研究における AlSiloMg 造形品のスキャン パターンは、一層毎に約67 °回転させて積層していく 装置メーカ特有の手法を採用した。これは、直下の層と は異なる方向にスキャンしていくことで緻密化を図る狙 いがあるが、それに加えて結晶方位をキャンセルさせる 働きがある可能性がある。詳細については、今後調査す る予定である。

以上のことから、本技術により得られる造形品の組織 および特性は、造形する合金の性質を加味し、スキャン パターンなどの造形条件を変えることで、任意の組織を 生み出す可能性が見出された。その際に、従来法である 鋳造や溶接などの溶融・凝固に関するノウハウを参考に することが効果的であり、組織制御を加味した本技術の 確立が実現するものと考えられる。

# 5 結 言

本研究において、汎用合金である AlSi10Mg および 17-4PHを用いて、レーザービームを熱源とした金属積層 造形法により造形物を作成し、組織および機械的特性に おいて詳細に調査した。本研究で得られた知見について 以下に列記する。

- 造形物の外観観察した結果、上面(溶融面)は側 面より滑らかである。側面の表面粗さは積層によ る段差の影響は小さく、出発原料の粉末粒径に強 く依存する。
- 2. 垂直断面組織観察より、いずれの合金も断面組織 は、うろこ状の溶融境界が確認され、溶融深さは 積層厚さよりも2倍以上深くまで達している。
- 3. A1Si10Mg 造形品は、積層方向(z 軸)に伸長した 非常に微細なセル状組織を呈しているが、機械的 特性には異方性は確認されない。
- 4.17-4PHの組織は、マルテンサイト組織を呈しており、積層方向に関わらず、等軸な結晶粒を呈している。機械的特性についても、異方性は確認されない。
- 5. 本技術で作製した造形物の機械的特性は、いずれ

の合金とも、従来法と同等もしくはそれ以上の特 性を示している。

## 謝辞 辞

本研究のおけるヤング率測定は、東北大学金属材料研 究所 加工プロセス工学研究部門 千葉研究室にて、装 置を借りて測定させて頂きました。ここに御礼申し上げ ます。

# 文 献

- 1) 池田博英, 升岡正:精密工学会誌, 82, p639-642 (2016)
- 2) 楢原弘之:精密工学会誌, 82, p634-638 (2016)
- 3) 千葉晶彦:計測と制御, 54 p (2015)
- 小泉 雄一郎,孫 世海,齋藤 毅,黒須 信吾,千葉 晶彦:粉体および粉末冶金,61 243-249 (2014)
- 5) 余語良章, 加嶋祐佳, 高市敦士, 中本貴之, 土居 壽, 高橋英和, 野村直之, 塙隆夫, 若林則幸: 日本歯科 理工学会誌, 35 p168 (2016)
- 6) 山田耕二,宮川進,吉川澄:日本機械学会論文集A, 68, p567-572 (2002)
- 7) 神尾彰彦他: "軽合金鋳物ダイカストの生産技術",
  財団法人素形材センター p17-24 (1993)
- 8) 辛島誠一:"金属・合金の強度",日本金属学会 p67-70 (1997)