

技術資料

Technical Data

変形低減を志向した金型向け積層造形粉末の開発

吉本 隆*, 紙本朝子*

Development of an Additive Manufacturing Powder for Molds, Aimed at Reducing Thermal Distortion

Takashi YOSHIMOTO and Asako KAMIMOTO

Synopsis

Laser beam powder bed fusion (PBF-LB) is an interesting and attractive technology used for many applications in various industrial sectors, such as molds, medicine and aerospace. However, defects such as part distortion and delamination resulting from process-induced residual stresses are limiting wider uptake of PBF-LB.

In order to solve this problem, a new steel powder that eliminates tensile residual stress by lowering the martensitic transformation temperature was developed. The developed steel reduces thermal distortion while its mechanical and thermal properties are equivalent to SKD61 (H13) tool steel.

1. 緒言

金属材料を用いた積層造形（以下、Additive Manufacturing, AMという）は、超スマート社会（Society 5.0）の実現に向けて生産現場の革命を実現しうる技術と位置づけられている。近年、造形装置の性能向上に併せて、航空宇宙分野における軽量化部品、産業機器分野における熱交換器や医療分野のインプラントなど、各分野で実用部品の製作が進んでいる。その中で、金型および工具は、2030年に航空宇宙と医療分野を合算した造形品市場規模になるという予測も出され¹⁾、AM技術の特徴を最大限に生かせる適用分野であると考えられている。

金属AMは材料の形態や供給方法、熱源などによって複数の手法に分類される。現在最も広く普及しているレーザービームを用いる金属粉末床溶融結合法（Powder Bed Fusion-Laser Beam, 以下、PBF-LBという）は、微

細レーザを熱源として粉末床を選択的に溶融凝固する付加製造プロセスであり、形状自由度が高く複雑形状の作製が可能といった特徴がある。PBF-LBを金型製作に適用することによって、従来法では困難であった冷却用水管の任意配置や水管断面形状の最適化が可能となるため、製品製造サイクルタイムの短縮や金型の長寿命化といった利点が期待されている。特に、金型温度のコントロールが生産性や製品品質に大きな影響をおよぼすアルミダイカスト（以下、ダイカストという）金型において実用化が加速している。

ダイカスト金型の材料としては、硬度・耐衝撃性に優れた熱間工具鋼 JIS SKD61（以下、SKD61という）が広く利用されているが、割れ感受性が高くPBF-LBによる金型作製は難しい。金型造形用粉末としては18Niマルエージング鋼（以下、マルエージング鋼という）が広く用いられているが、マルエージング鋼はSKD61対比で

2022年4月12日 受付

* 大同特殊鋼株式会社技術開発研究所 (Corporate Research & Development Center, Daido Steel Co., Ltd.)

熱伝導性が低いため、使用中の熱応力による水冷孔からのクラック発生といった課題があった。また、特定化学物質である Co を含むため健康障害防止措置が必要であり、取扱いが難しいという問題もある。これらの課題を解決するため、大同特殊鋼(株)では SKD61 の成分改良によって造形性の向上と高熱伝導性を両立した HTC™45, 40 を開発し、金型部品メーカーへの展開を進めている²⁾。HTC™45, 40 は成分調整により割れ感受性を大幅に改善しており、金型の入れ子として実用可能なダイス鋼系粉末である。また HTC™45, 40 の熱伝導率はマルエージング鋼対比約 2 倍と高いことから、金型の冷却効果および寿命向上につながり高い評価を得ている。

一方、割れ感受性が改善し、大体積の造形が可能となったことで、新たに造形物の反り変形が課題となっている。PBF-LB では、局所的な急熱・急冷に伴う熱応力により造形物に反り変形が発生することが知られている。反り変形は造形サイズが大きくなるほど顕著になり寸法精度が悪化する課題がある。そのため、優れた機械特性・物理特性を有し、かつ造形変形を抑制可能な金属粉末の開発が求められている。

そこで、SKD61 相当の機械特性・物理特性を有しつつ、HTC™45, 40 よりも造形変形量を大幅に改善可能な合金組成（以下、開発鋼という）を開発した。開発鋼の位置づけは Fig. 1 に示すとおりである。本報では、開発鋼の変形低減の思想の妥当性と開発粉末の基礎的な機械・物理特性に関して検証した結果を報告する。

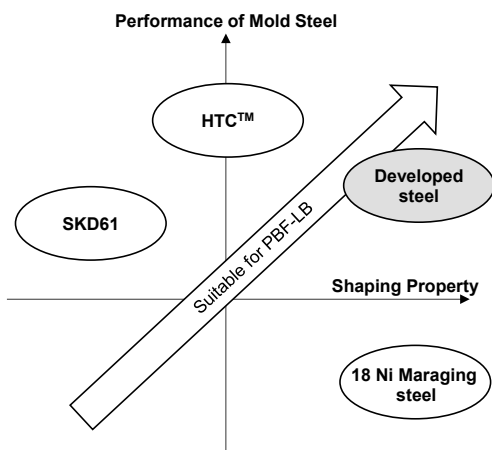


Fig. 1. Positioning diagram of metal powders for additive manufacturing.

2. 造形変形低減のコンセプト

Fig. 2 に PBF-LB における変形の概念図を示す。一般に PBF-LB では、溶融凝固に伴う熱収縮が、下層の凝固

相ならびにベースプレートへの拘束によって制限されるため、造形中に引張残留応力が蓄積され、造形物は下に凸方向の変形を示す。一方で、マルエージング鋼は造形物の変形が小さく、造形時の条件によっては上に凸方向の変形を示すことが報告されている。この原因として以下 2 点が考えられる (Fig. 3)。

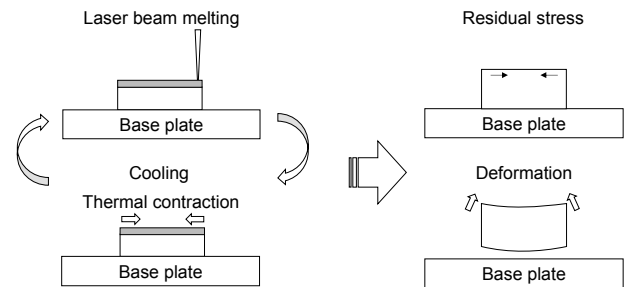


Fig. 2. Basic mechanisms of deformation development during additive manufacturing.

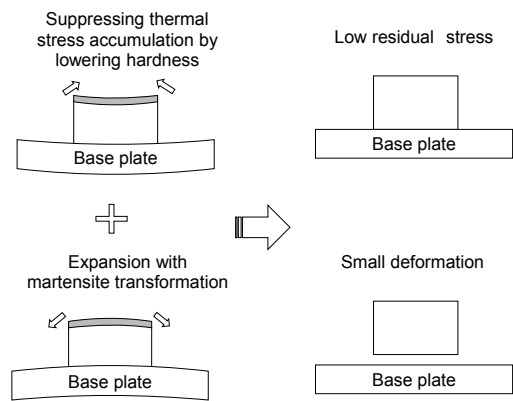


Fig. 3. Schematic diagram of deformation relaxation mechanism in 18Ni maraging steel.

① 塑性変形による応力緩和

マルエージング鋼はマルテンサイト変態開始温度（以下、 M_s 点という）が $220\text{ }^\circ\text{C}$ 、終了温度（以下、 M_f 点という）が $90\text{ }^\circ\text{C}$ と低いため M_s 点以上または M_s 点と M_f 点の間の温度域で造形される場合、軟質なオーステナイト相が存在している。この軟質なオーステナイト相が、発生した熱応力を歪として吸収するため、残留応力が蓄積されにくいと考えられる。

② マルテンサイト変態による応力緩和

造形時の温度においてオーステナイト相が存在する場合、造形物を室温まで冷却する過程でオーステナイト相であった部分がマルテンサイト変態し、変態膨張によって引張残留応力が緩和される。

SKD61 においても、 M_s 点付近の温度まで予熱して造形することで残留応力および変形が緩和されることが期待される。しかし、汎用の PBF-LB 装置におけるプレー

ト予熱上限温度は 80 ~ 200 °C が一般的であるのに対して、SKD61 と HTC™45 は Ms 点が 300 °C 以上、M_r 点が 150 °C 以上と高く、汎用造形装置での変形抑制は難しい。そこで、汎用造形装置によって造形変形の低減が可能な SKD61 改良鋼の開発を志向した。

3. 合金設計

Table 1 に開発鋼と比較鋼の化学成分を示す。開発鋼は以下の思想①~④に基づいて設計した。

Table 1. Chemical compositions of experimental steels (mass%).

Steel	C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	V	Co	Other
Developed steel	0.25	0.1	0.5	6.0	5.2	1.2	0.4	-	
SKD61	0.38	1.0	0.4	-	5.2	1.2	0.9	-	
HTC™45	0.23	0.1	0.4	-	5.2	1.2	0.4	-	
Maraging steel	0.01	-	-	18.0	-	5.0	-	9.0	Ti, Al

①造形物の割れを抑制するため、Cを HTC™45と同等とした。SKD61は造形まま硬さが 54 HRCと高く割れ感受性が高い。HTC™45は Cを低減することで造形まま硬さを 46 HRCへ低減し造形用粉末として実用可能としており、開発鋼にも本知見を適用した。

②造形変形を低減するため、M_s点を低下させるように成分バランスを調整した。汎用の造形装置においてもマルテンサイト変態を活用できるように、M_s点の狙いを 200 °Cとした。M_s点は式(1)³⁾のように Co, Alを除く合金元素の添加量増加によって低下する傾向にある。

$$M_s(°C) = 550 - 361 \times (\%C) - 39 \times (\%Mn) - 35 \times (\%V) - 17 \times (\%Ni) - 20 \times (\%Cr) - 5 \times (\%Mo + \%W) + 15 \times (\%Co) + 30 \times (\%Al) \quad (1)$$

Cは特に M_s点への影響が大きい元素であるが、開発鋼は上述した造形物の割れ抑制の観点から SKD61 対比 Cを低減しており、M_s点の低下にはその他の成分の調整が必要である。炭化物形成元素である Cr, Moは増減させると高温強度、靱性、耐食性といった金型としての必要性のバランスを保つのが困難であるため SKD61 同等とした。基底に固溶しこれらの特性バランスへの影響が小さいと考えられる Niの添加で M_s点を調整した。

③熱伝導率を SKD61相当以上に維持するため、Siは SKD61対比で低減し⁴⁾、HTC™45と同等とした。Niは添加量増加に伴い熱伝導率が低下するため、目標の M_s点を得られる最低限の 6.0 mass%とした。

④SKD61における Vは VC炭化物を形成し、焼入れ時に結晶粒の粗大化を抑制する役割を有する一方で、粗大な VC炭化物は破壊の起点となり衝撃値を低下させることがある⁵⁾。PBF-LBでは、レーザ加熱後の急冷凝固により SKD61系の粉末は造形ままでマルテンサイト組織が得られる⁵⁾ため、HTC™および開発鋼では造形後の焼入れ処理は不要である。このため Vを二次硬化および耐摩耗性に必要な 0.4 mass%まで低減させた。

4. 実験方法

4. 1 粉末製造

Table 1 に記載の合金成分を高周波誘導加熱大気溶解炉において溶解し、N₂ガスアトマイズによって製造した。粉末は +25/-53 μm に分級した。粉末の外観は走査型電子顕微鏡 (SEM, JEOL 社製 JSM-F100) を用いて観察した。粒度分布ならびに円形度は粒子画像分析装置モフォロギ G3 (Malvern Panalytical 社製) を用いて計測した。流動度の測定は JIS Z 2502 に準拠し、校正された漏斗のオリフィスから 50 g の粉末を排出するのに要した時間を評価した。かさ密度は JIS Z 2504 に準拠して評価した。

4. 2 造形物の作製と特性評価

PBF-LB 装置は Concept Laser M2 (GE Additive 社製) を使用した。造形条件の決定のため、レーザ出力と走査速度を変化させ 1 辺 12 mm のブロック状の造形物を作製した。レーザ出力は 200 ~ 400 W、走査速度は 300 ~ 900 mm/s の範囲で変化させた。積層厚みは 50 μm、ハッチング幅は 0.13 mm、スポット径は 0.18 mm とした。造形物の内部観察は積層方向に対して平行な断面を鏡面まで研磨し、充填面積率を測定した。面積率 99.95 % の造形物から試料を作製し、フォーマスター試験による M_s点測定を行った。フォーマスター試験は、真空中、1250 °C で 0.5 h 加熱保持後に室温まで 100 °C /min の冷却速度で冷却し、試料寸法の変化量から M_s点を測定した。

造形変形量の評価のため、ベースプレート予熱温度を予熱なし、および 200 °C で、15 W × 150 L × 17 H (mm) の角棒を造形し、ベースプレートからワイヤカット後の造形物の形状を 3 次元寸法測定器 CONTURA G2 (ZEISS 社製) にて測定した。測定は造形物幅方向の中心線について長手方向に 2 mm ピッチで測定し、端部の高さに対する中心部分の変位を造形変形量とした。ま

た、角棒から調査サンプルを切り出し、ロックウェル硬さ測定、マイクロ組織観察を実施した。ロックウェル硬さ測定は造形物中心部分を5点測定し平均値を算出した。マイクロ観察試料は積層方向に対して平行な断面を鏡面まで研磨した後、10%ナイトール溶液にてエッチングし、光学顕微鏡による観察を行った。

造形物にT (T=400~680) °C × 1h 保持後に空冷の熱処理を2回実施し、ロックウェル硬さ測定を実施して焼戻し硬さの推移を評価した。熱処理によって40~50 HRC に調整した造形物より試験片を切り出し、引張試験、シャルピー衝撃試験、熱伝導率測定、熱膨張係数測定を行った。引張試験は標点距離30mm、平行部径6mmのJIS 14A号縮小試験片を用いて、JIS Z 2241に準拠し、室温での試験を行った。シャルピー衝撃試験は幅10mm、高さ10mm、長さ55mm、切欠き部が2mmUノッチの試験片を用い、JIS Z 2242に準拠し室温で評価した。熱伝導率はφ10mm、高さ2mmの試験片を用いて、レーザフラッシュ法によりAr雰囲気中における室温~600°Cの値を測定した。熱膨張係数はφ5mm、高さ19mmの試験片を用いて昇温速度5°C/minでAr雰囲気中における室温から600°Cの値を測定した。

5. 開発鋼の造形特性

5.1 原料粉末

Fig. 4に開発鋼粉末のSEM像を示す。粉末はガスアトマイズ法によって製造しており、真球に近い形状であることを確認した。Table 2に粒度分布ならびに流動度を示す。PBF-LB用粉末の要求特性として高い流動性・充填性、適切な粒度分布が挙げられるが、開発鋼粉末はいずれの要求も満足することを確認した。

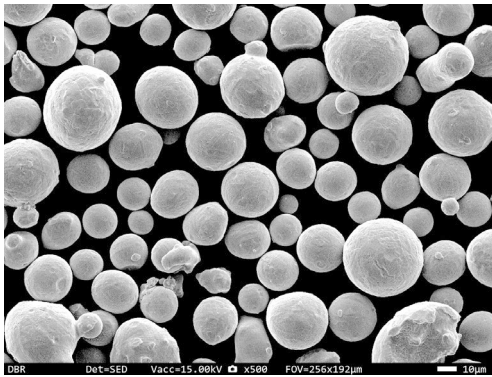


Fig. 4. SEM image of developed steel powder.

Table 2. Powder properties.

Particle size distribution (μm)			Circularity	Apparent density (kg/m ³)	Flow rate (s/50g)
D10	D50	D90			
24.5	42.9	58.8	0.90	4350	12.7

5.2 造形条件が充填面積率におよぼす影響

PBF-LBにおいて、積層1層分の単位体積あたりに投入されるエネルギー密度 E (J/mm³) は、出力 P (W)、走査速度 v (mm/s)、ハッチング幅 s (mm)、積層厚み t (mm) を用いて式 (2) で表される。

$$E = \frac{P}{vst} \tag{2}$$

今回検討した範囲は $E=34.2 \sim 205$ J/mm³ である。Fig. 5に E に対する充填面積率の関係を示す。 $E=61.5 \sim 137.0$ J/mm³ の範囲で面積率99.95%以上の緻密な造形物が得られた。Fig. 6に造形物断面の観察像を示す。 E が低いときはいびつな形状の未溶融欠陥が確認された。また E が過剰なときは球状のキーホール欠陥が確認された。また、開発鋼の造形条件に対する充填面積率の関係はHTCTM45と類似しており、HTCTM45の標準造形条件である $P=300$ W、 $v=600$ mm/s ($E=76.9$ J/mm³) で99.97%の緻密な造形物が得られた。そのため、特性評価に供する造形物の作製は $E=76.9$ J/mm³ の条件で実施した。

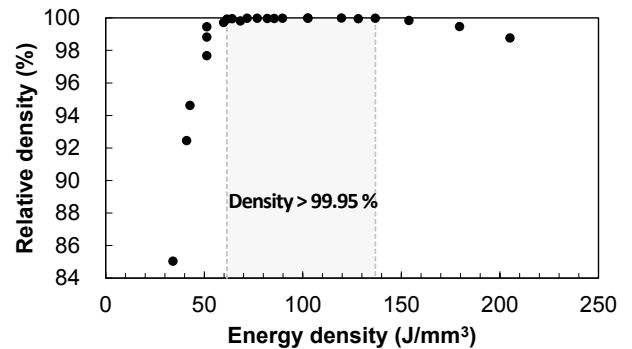


Fig. 5. Relationship between relative density and volumetric energy density.

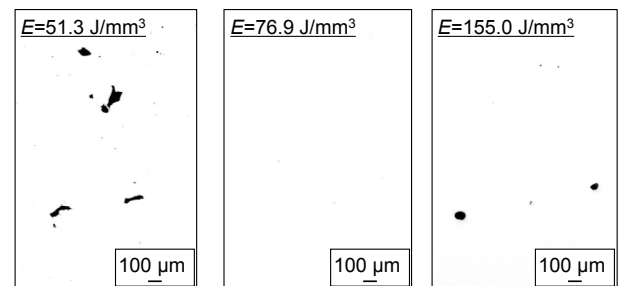


Fig. 6. Comparison of defect morphologies.

5. 3 M_s点

Fig. 7に開発鋼の変態挙動を示す。冷却過程において、オーステナイトからマルテンサイトへの相変態に伴う体積膨張が観測された。開発鋼のM_s点は220℃であり、成分設計における狙い値とほぼ合致した温度となっていた。また、開発鋼のM_f点は明確に観測されなかった。

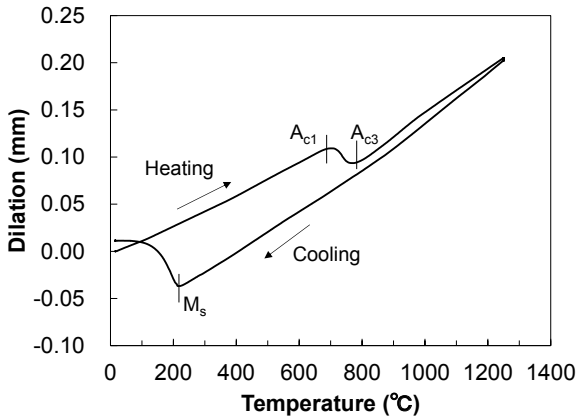


Fig. 7. Transformation behavior of developed steel.

5. 4 予熱温度に対する造形物変形量

造形時の反り変形を確認するため、15 × 150 × 17 mmの角棒を造形し、造形物をベースプレートから切り離した後の反り変形量を測定した (Fig. 8)。

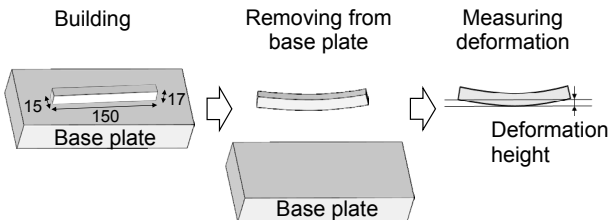


Fig. 8. Experimental evaluation method for deformation of build sample.

Fig. 9に開発鋼の造形物の変形量をSKD61と比較して示す。ベースプレートを予熱せずに造形した場合は、SKD61では造形時に割れが発生し、開発鋼は下に凸方向の変形を示した。予熱を実施した場合は、SKD61で下に凸の変形が見られる。一方、開発鋼は変形量が小さく、変形の方向が上に凸方向となった。

予熱を実施した場合に開発鋼の変形が抑制されたのは、造形時の温度がM_s点付近であり、軟質なオーステナイト状態であるため、造形時の熱応力が塑性変形により緩和されたためと考えられる。また、変形方向が逆転したのは造形後のマルテンサイト変態の体積膨張の効果と考えられる。塑性変形とマルテンサイト変態の体積膨張による応力緩和の2つの応力緩和機構のそれぞれの寄与度について

は不明であるが、M_s点と予熱温度制御により変形量を大幅に抑制可能であることが明らかになった。

なお、HTC™45については200℃予熱時にSKD61と同等の下に凸方向の変形を示す。

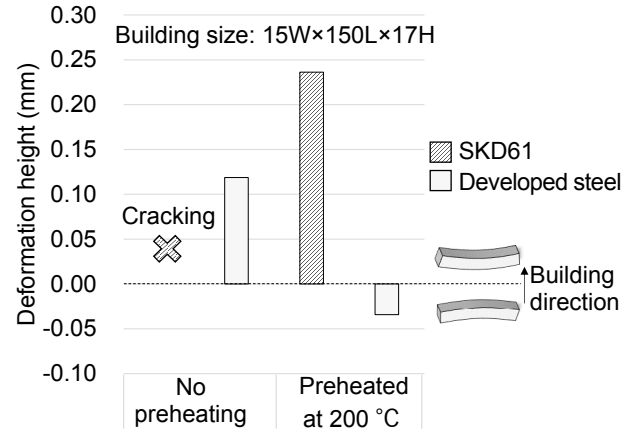


Fig. 9. Comparison of deformation between SKD61 and developed steel.

5. 5 割れ感受性

造形での割れやすさを評価するため、下部に深さ5 mm、角度90°の応力集中部を有する割れ試験片を造形した。一般に、造形高さが大きくなるほど造形物にはたらく引張応力は大きくなる⁷⁾。造形高さが割れ感受性におよぼす影響を評価するため、高さHは15～35 mmの5水準で評価した (Fig. 10, Table 3)。SKD61はH=15 mmの最も小さい造形物においても割れが見られた。HTC™45はSKD61対比で割れ感受性は軽減したものの、H=35 mmの最も大きな造形物で割れが発生した。一方、開発鋼はマルエージング鋼と同様に、いずれの造形物も割れは発生しなかった。したがって開発鋼の造形割れ感受性は比較鋼対比大幅に改善している。

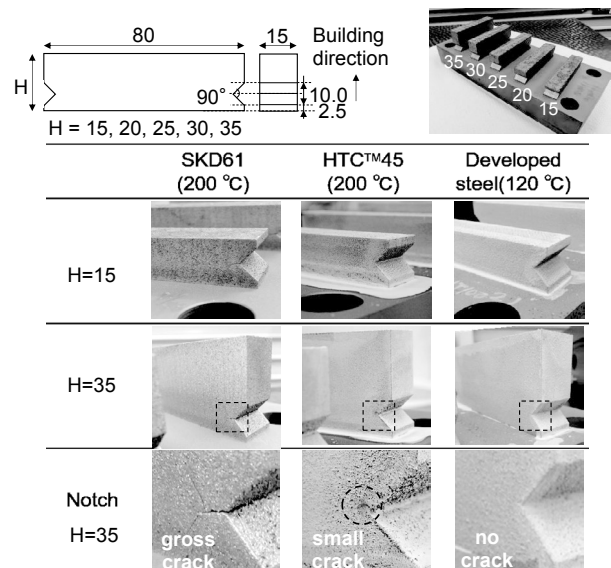


Fig. 10. Experimental method for cracking check.

Table 3. Crack check result .

Steel	Preheating temperature		Judgement
	120 °C	200 °C	
Developed steel	All, no cracking		◎
SKD61		All, cracking	×
HTC™45	30~35 H, cracking	35 H, cracking	△
Maraging steel	All, no cracking		◎

5. 6 予熱温度に対する造形材の特性

Fig. 11 に予熱温度に対する造形物の硬さの関係を示す。

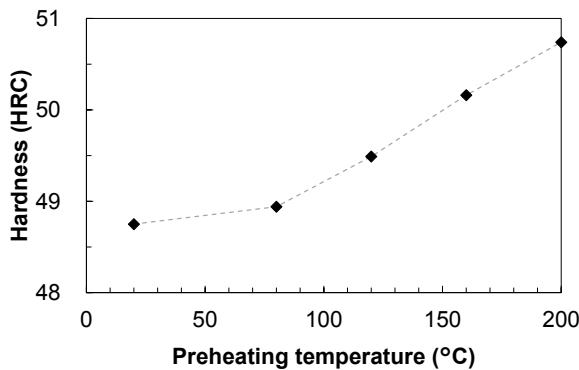


Fig. 11. Relationship between preheating temperature and hardness of the developed steel.

予熱温度の上昇に伴い硬さが上昇する傾向が得られた。一般的にPBF-LBでは上層のレーザ加熱による下層への熱影響のため、ダイス鋼では凝固ままのマルテンサイト相に焼戻し軟化が生じる⁸⁾。開発鋼はM_s点が220℃であるため予熱温度が高いほど造形中のオーステナイト相割合が高くなり、造形後の冷却で焼入れられるため、焼戻し軟化が発生しにくくなったものと考えられる。

6. 開発鋼の機械的性質と物理特性

6. 1 焼戻し硬さ

Fig. 12 に焼戻し温度に対する硬さの推移を示す。開発鋼は550℃の焼戻しで53 HRCの最高硬さを示した。また、550～650℃の高温焼戻しで40～53 HRCの硬さが得られ、SKD61と同等の硬さに調整可能である。Fig. 11 に示すように造形ままの硬さは造形予熱温度に依存するが、550～650℃の高温焼戻し後の硬さは予熱温度による差異は小さいことを確認している。また、焼

戻し後の組織は造形まま材で見られたビード境界が不明瞭となり、均質な組織となっている (Fig. 13)。

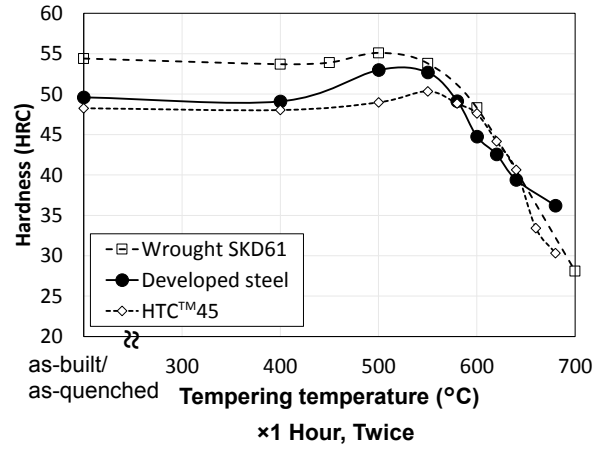


Fig. 12. Comparison of hardness after tempering.

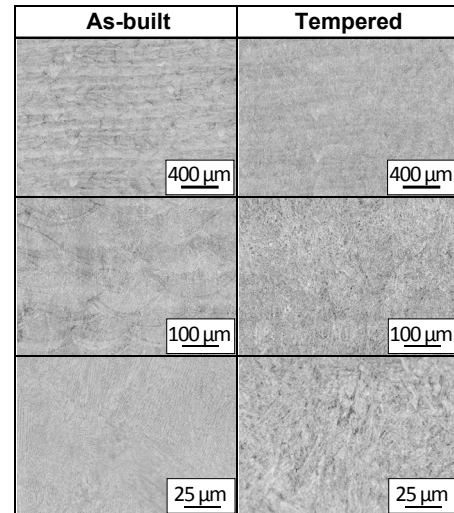


Fig. 13. Optical microstructures of developed steel manufactured by PBF-LB.

6. 2 機械特性

Fig. 14 に焼戻しを行った造形物の引張特性を、焼入・焼戻しにて同等の硬さに調質したSKD61鍛造材と比較して示す。造形時の予熱温度は汎用装置の予熱最高温度に合わせて120℃および200℃とした。開発鋼の硬さに対する耐力、引張強さ、伸び、絞り、絞りはSKD61鍛造材対比同等であった。また、予熱温度による引張特性の差異は認められない。

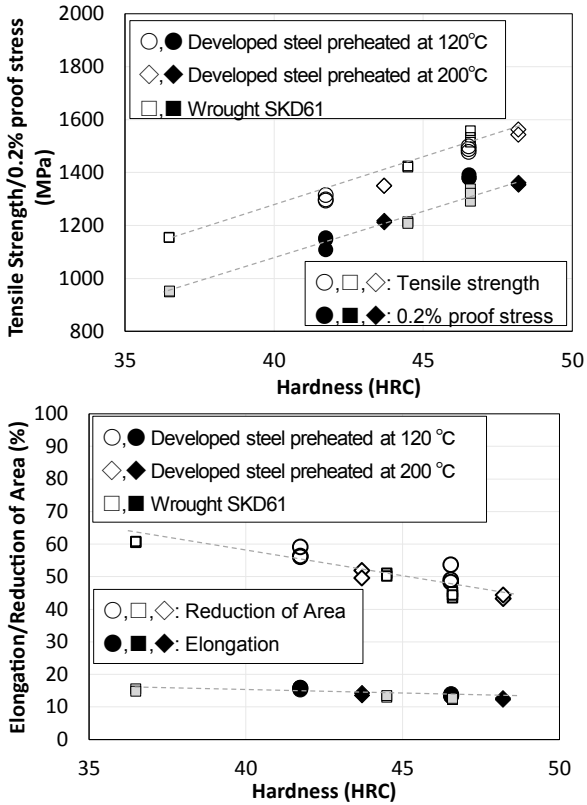


Fig. 14. Tensile property: (a) tensile strength and 0.2% proof stress, (b) elongation and reduction of area.

Fig. 15 に焼戻しを行った造形物の衝撃特性を示す。開発鋼の衝撃値は同一硬さの SKD61 鍛造材対比優れている。また、衝撃特性に関しても予熱温度による差異は認められない。

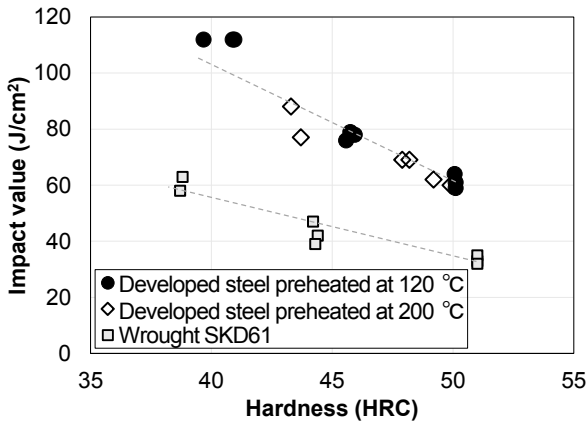


Fig. 15. Charpy impact value.

6. 3 熱伝導率

Fig. 16 に 600 °C の焼戻しを行った造形物の熱伝導率を示す。開発鋼の熱伝導率は SKD61 と同等である。熱伝導率はマルエージング鋼 < SKD61 = 開発鋼 < HTCTM45 となる。

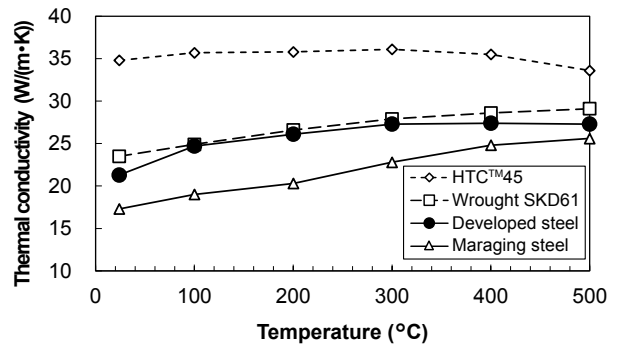


Fig. 16. Comparison of thermal conductivity.

熱伝導率におよぼす Ni 量の影響を確認するため、その他の元素の添加量が同等な 0.4 mass% C 鋼の焼入・焼戻し後の室温における熱伝導率をフラッシュ法により測定した。熱伝導率におよぼす Ni 量の影響を Fig. 17 に示す。SKD61 と HTCTM45 の Ni 量は 0.1 % 未満であるのに対して開発鋼の Ni 量は 6.0 mass% であり、Ni 添加による熱伝導率低下は約 11 W/(m · K) と考えられる。

一方、Si 量については 1.0 mass% から 0.1 mass% への減少で熱伝導率を約 11 W/(m · K) 増加させる⁴⁾。

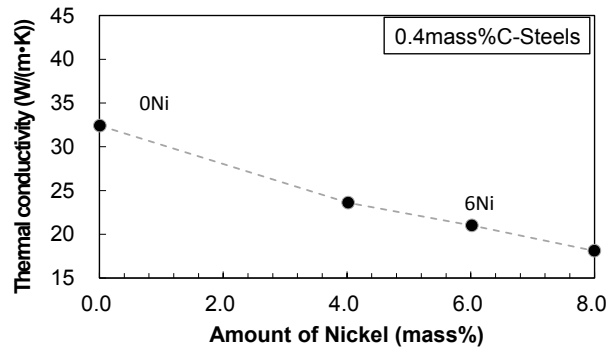


Fig. 17. Effects of Ni content on thermal conductivity of die steels.

以上より HTCTM45 は Si 量低減により SKD61 対比 11 W/(m · K) 向上、開発鋼は SKD61 対比 Si 量低減と Ni 量増加による影響が釣り合い SKD61 同等と予想され、Fig. 16 の測定結果と合致している。

6. 4 熱膨張係数

金型の PBF-LB 造形では、造形時間の短縮のため機械加工した鍛造工具鋼の土台上に造形する場合がある⁹⁾。このとき、異種金属界面が生じるが、2材間で熱膨張係数が大きく異なると温度上昇時に界面で熱応力が発生する。Fig. 18 に開発鋼および比較鋼の熱膨張係数の温度依存性を示す。開発鋼の 600 °C までの熱膨張係数は SKD61 とほぼ同等であった。このため SKD61 鍛造材を土台とした造形でも熱応力が発生しにくいと考えられる。

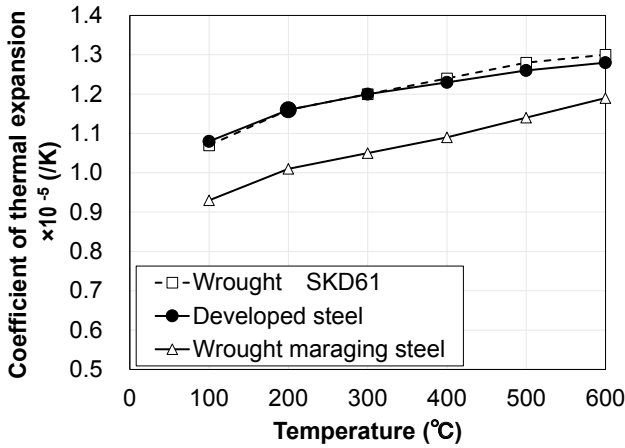
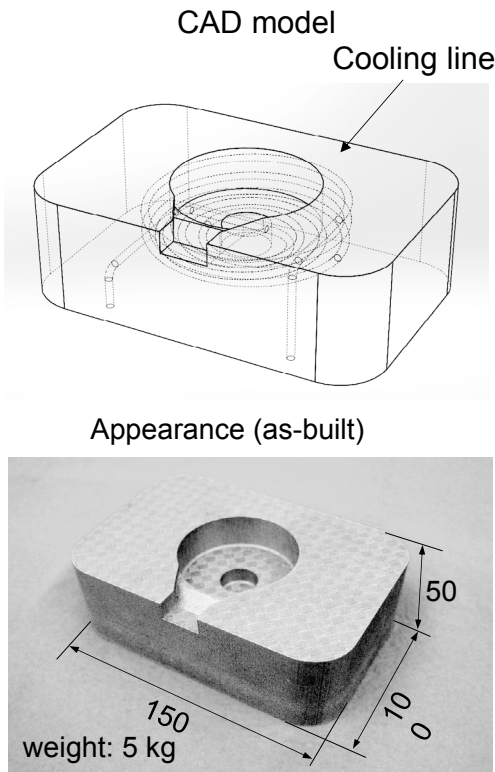


Fig. 18. Comparison of linear expansion coefficient

6. 5 模擬型の造形

Fig. 19 に実金型を想定した模擬型造形試験の結果を示す。模擬型は造形後、550℃での焼戻しを実施した。キャビティ内部コーナーは応力集中により割れが発生しやすいが、造形および熱処理にて割れは発生しなかった。



Appearance after tempering

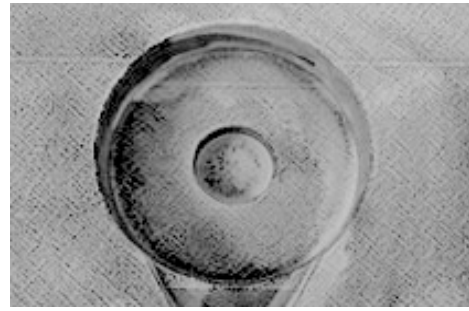


Fig. 19. Modeling result of imitation mold.

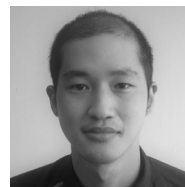
7. 結 言

開発鋼はSKD61 対比C量を低減する一方Ni量を増加させ、Ms点を220℃まで低減させたことで汎用の造形装置の予熱下で造形変形の低減が可能となった。開発鋼はSKD61 相当の機械特性・物理特性を両立しており、これまで困難であった大型の金型の造形において有利な粉末であると考えられる。

(文 献)

- 1) 井関隆之: 2019年 NEDO TSC Foresight セミナー(第3回), 「TSC Foresight 金属積層造形プロセス」概要.
- 2) 大同特殊鋼(株): 電気製鋼, 92(2021), 61.
- 3) 田村今男: 鉄鋼材料強度学, 日刊工業新聞社, 1969, 39.
- 4) 河野正道: 電気製鋼, 81(2010), 41.
- 5) 井上幸一郎, 大藤孝, 市岡雄二, 荒木利彦: 電気製鋼, 76(2005), 287.
- 6) J. Krell, A. Röttger, K. Geenen and W. Theisen: Journal of Materials Processing Technology, 255(2018), 679.
- 7) T. Furumoto, R. Ogura, K. Hishida, A. Hosokawa, T. Koyano, S. Abe and T. Ueda: Journal of Materials Processing Technology, 245(2017), 207.
- 8) F. Deirmina, N. Peghini, B. AlMangour, D. Grzesiak and M. Pellizzari: Materials Science and Engineering: A, 753(2019), 109.
- 9) (株) J・3Dホームページ: <https://j3d.co.jp/business/index95.html>

※ HTCは大同特殊鋼(株)の登録商標です。



吉本 隆



紙本朝子