

炭素鋼粉末の選択的レーザー焼結に及ぼす炭素量の影響

Effect of Carbon Content on Selective Laser Sintering of Carbon Steel Powders

中本 貴之* 白川 信彦* 宮田 良雄**
Takayuki Nakamoto Nobuhiko Shirakawa Yoshio Miyata
乾 晴行***
Haruyuki Inui

(2010年7月29日 受理)

Optimum conditions for laser irradiation to achieve fully dense high-carbon steel selective laser sintering (SLS) specimens have been investigated as a function of carbon content in steel powders using steel powders with different carbon contents of 0.33–1.04 mass%C. Full densification is easily achieved by SLS processing for all high-carbon steel powders. The energy density during the SLS process necessary for full densification decreases as the carbon content increases from 400 J/mm³ for 0.33 and 0.49 mass%C to 267 J/mm³ for 0.76 and 1.04 mass%C, which is considered to be attributable to the increased wettability of molten Fe–C alloys on steel powders and sintered specimens for the higher carbon contents. The values of yield stress and microhardness of fully dense SLS specimens tend to increase concomitantly with increased carbon content in steel powder. At a given carbon content, the values of yield stress and microhardness of fully dense SLS specimens tend to be higher for those produced with a lower energy input.

Key words: selective laser sintering (SLS), carbon steel powder, densification, microstructure, mechanical property, rapid prototyping (RP)

1. はじめに

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(以後、“SLS法”と略す)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¹⁻³⁾。SLS法は薄く敷き詰めた金属粉末

にレーザーを照射して焼結し順次積層していくことで、複雑形状をCADモデルから直接造形する加工法であり、ラピッドプロトタイプング法の一つである¹⁾。我々は、低炭素鋼(炭素量0.14 mass%, S15C相当)粉末のSLS特性を調査し、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)⁴⁾が800 J/mm³以上必要であることを明らかにした⁵⁾。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^{6,7)}、工具鋼粉末⁸⁾、鉄粉と炭素(黒

* 機械金属部 加工成形系

** 機械金属部 加工成形系(現 東大阪市立産業技術支援センター)

*** 京都大学大学院 工学研究科

鉛) 粉の混合粉末⁹⁻¹¹⁾を用いて報告されているが、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 Pohl¹⁰⁾、Rombouts ら¹¹⁾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、さらに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、詳細な検討はなされていない。

本研究では、高炭素量を有する鋼の緻密で高強度な SLS 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、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調査した。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ー照射条件および炭素量の影響についても調査した。

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、Table 1 に示す化学成分のように、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

Table 1 Chemical compositions of carbon steel powders (mass%).

Numbers in () indicate the carbon contents after SLS processing.

| 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 |

Table 2 Laser irradiation conditions.

| | | |
|-----------------|-------|--------------------|
| 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 |

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、JIS 規格にない。本論文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。

造形には、金属粉末ラピッドプロトタイプング (RP) 装置 (ドイツ EOS 社製 EOSINT-M250 Xtended) を用いた。使用するレーザーは出力 200 W の CO₂ レーザーで、ビームスポット径は 0.4 mm である。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 (走査速度, 走査ピッチ) を Table 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% ナイタル液 (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。圧縮試験は、インストロン材料試験機を使用し、2 mm/min. の試験速度で行った。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. 結果と考察

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 Fig. 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

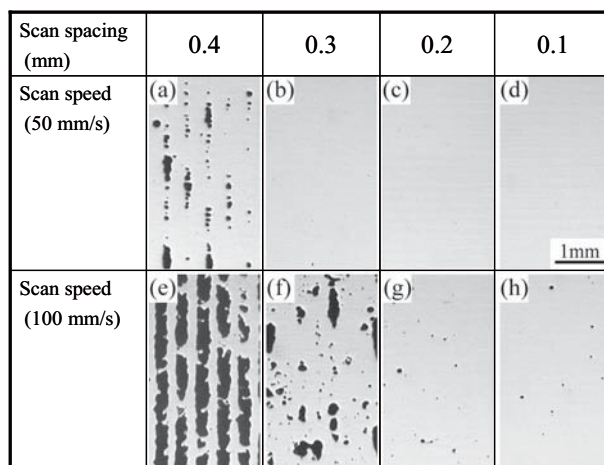


Fig. 1 Optical microstructures of SLS specimens produced with S75C steel powder under various laser irradiation conditions. Observations were made in a cross-section cut parallel to the building direction.

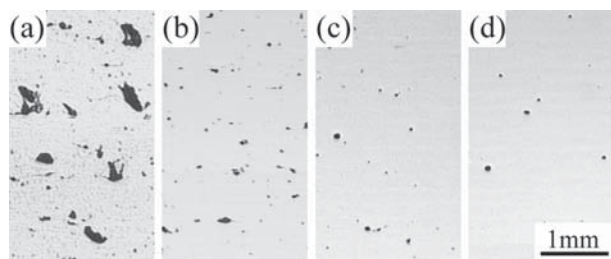


Fig. 2 Optical microstructures of SLS specimens produced with (a) S33C, (b) S50C, (c) S75C and (d) S105C steel powders at the scan speed of 100 mm/s and scan spacing of 0.2 mm. Observations were made in a cross-section cut parallel to the building direction.

チが 0.4 mm の条件 ((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 ((a), (e)) から 0.3 mm ((b), (f)), 0.2 mm ((c), (g)) 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。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、Fig. 1(b)-(d) のように、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。しかしながら、走査速度が 150 mm/s 以上に速くなると、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 3.2 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。

ところが、レーザ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。Fig. 2 は、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したものである。このレーザ照射条件は、S75C の場合にほとんど空隙が認められない SLS 造形物が得られた Fig. 1(g) の条件と同じである。造形物内の空隙の体積割合は、(c)S75C と (d)S105C では明らかに少ないが、(c)S75C から (b)S50C、(a)S33C 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。同様の傾向は、鉄粉と炭素粉の混合粉末を用いた SLS 法において報告されている¹⁰⁾。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)¹²⁾ とほとんど一致し、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

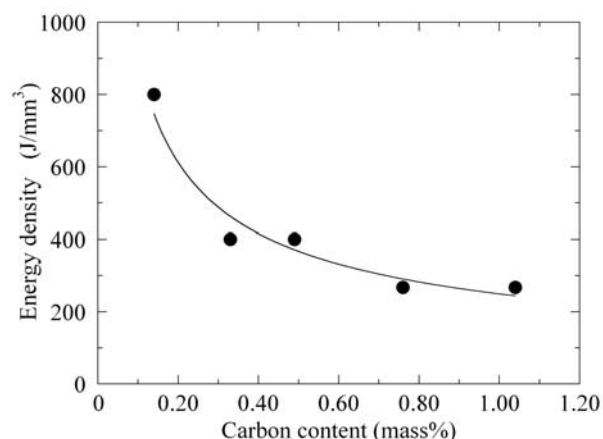


Fig. 3 Energy density required for full densification by SLS processing plotted as a function of carbon content in steel powders.

(7.127 g/cm³ (Murali ら)⁹⁾, 6.3 g/cm³ (Simchi と Pohl)¹⁰⁾, 7.3 g/cm³ (Rombouts ら)¹¹⁾) に比べてかなり高い。

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。Fig. 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ものである。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/mm³ から⁹⁾、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 へと減少する。

3.2 造形メカニズム

造形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、走査ピッチを変化させてレーザを 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 Fig. 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。レーザの走査速度に応じた大きさや形状の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 (0.05 mm) 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

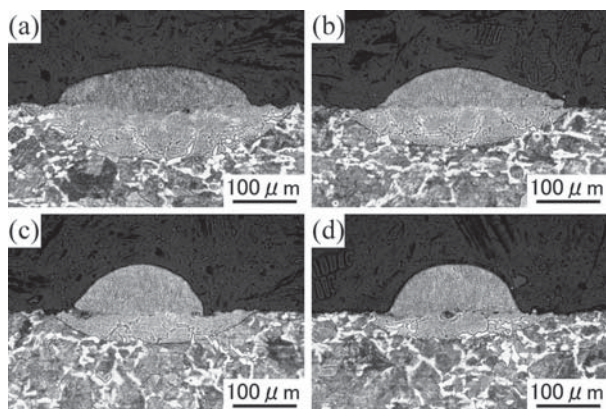


Fig. 4 Optical microstructures of single-line laser scan tracks formed with S75C steel powder on the flat substrate at various scan speeds of (a) 50 mm/s, (b) 100 mm/s, (c) 150 mm/s and (d) 200 mm/s. Observations were made in a cross-section cut perpendicular to the scan direction at the middle of the track length (8mm).

る。

Fig. 5 に、S75C 粉末を用いて、走査ピッチを 0.1, 0.2, 0.3 mm としてレーザを 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。

Fig. 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。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、未焼結部を作ること示している。この結果は、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。

Fig. 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を示す。炭素量の少ない (a)S33C, (b)S50C では、レーザ走査痕は不連続となり、レーザ走査痕周辺に小滴が観察されるが、(c)S75C, (d)S105C のように、炭素量が増加するに従って、レーザ走査痕の幅が増加するとともに連

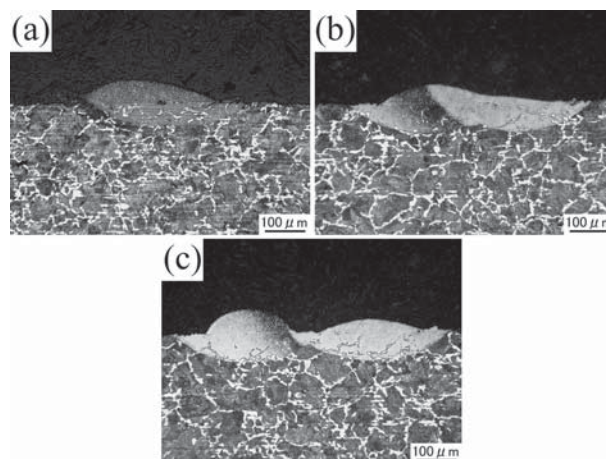


Fig. 5 Optical microstructures of double-line laser scan tracks formed with S75C steel powder on the flat substrate at various scan spacings of (a) 0.1 mm, (b) 0.2 mm and (c) 0.3 mm. The laser scan was made back and forth to draw a double-line track at a constant scan speed of 100 mm/s. Observations were made in a cross-section cut perpendicular to the scan direction at the middle of the track length (8mm).

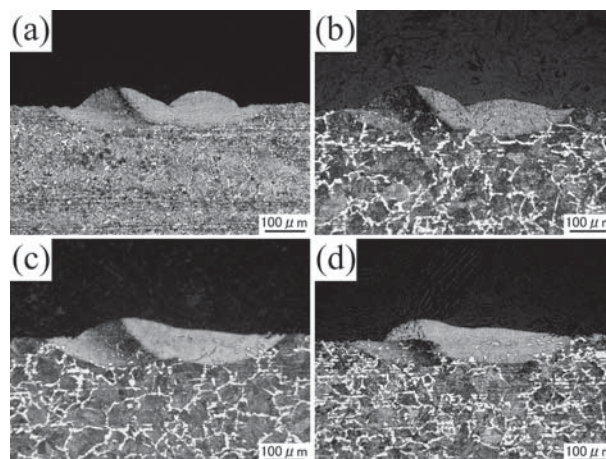


Fig. 6 Optical microstructures of double-line laser scan tracks formed with (a) S33C, (b) S50C, (c) S75C and (d) S105C steel powders on the flat substrate at the constant scan spacing of 0.2 mm and scan speed of 100 mm/s. The laser scan was made back and forth to draw a double-line track. Observations were made in a cross-section cut perpendicular to the scan direction at the middle of the track length (8mm).

続性 (焼結の安定性) は明らかに向上している。

一般的に、今回の炭素量の実験条件の範囲では、炭素量が増加すると、熔融した鉄-炭素合金の表面張力は減少し^{13, 14)}、鉄-炭素二元合金の融点は低下すること¹⁵⁾が知られている。炭素量の増加に伴う表面張力の減少や融点の低下は、レーザ照射で熔融した部分と粉末あるいは既積層部との濡れ性を向上させ、Fig. 7(d) のようなレーザ焼結の安定性につながったと考え

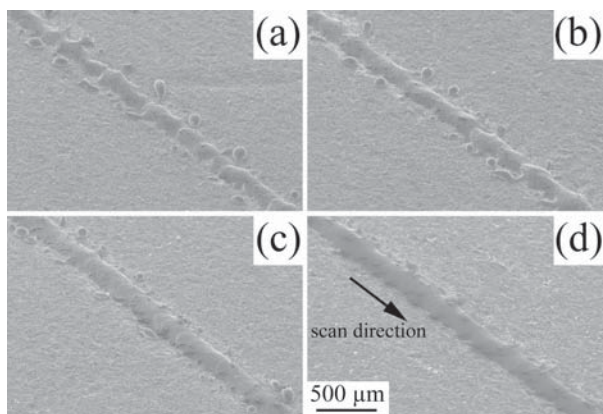


Fig. 7 Plan views of single-line laser scan tracks formed with (a) S33C, (b) S50C, (c) S75C and (d) S105C steel powders on the flat substrate at a constant scan speed of 100 mm/s.

られる。また、このようなレーザ走査痕の特徴的な変化は、高炭素鋼のSLS造形物で空隙の体積割合が少なくなるメカニズムをうまく説明できる。

3.3 ミクロ組織と機械的性質

3.3.1 レーザ照射条件の影響

Fig. 8は、空隙が認められない緻密なSLS造形物の表面部と内部の組織を比較した結果である。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。(a)の表面部で観察される組織は(b)の内部のそれと大きく異なる。表面部は均一なマルテンサイト組織(深さ200 μm程度に達する)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。その結果は、表面部のビッカース硬さ816HVと内部の硬さ418HVの違いとなって現れている。

Table 3に、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。降伏応力、ビッカース硬

Table 3 Average values of yield stress and microhardness of the interior regions of SLS specimens produced with S75C steel powder under various laser irradiation conditions.

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

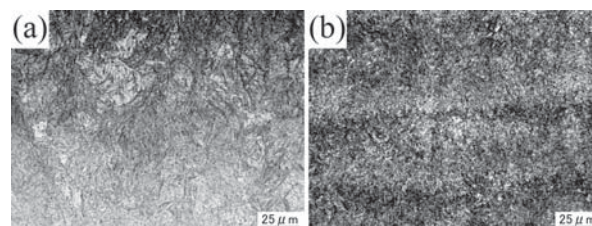


Fig. 8 Optical microstructures of the surface (a) and the interior (b) regions of a pore-free SLS specimen produced under the same condition of Fig. 1(d) (scan speed of 50 mm/s and scan spacing of 0.1 mm) using S75C steel powder.

さのいずれも、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、投入されるエネルギー密度が高くなり、造形物内部の組織がより高温で焼戻しされて硬度低下を生じ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。これはいずれのレーザ照射条件とも同じ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、高密度を維持しながらも投入エネルギー密度をできるだけ低くして造形することが必要である。

3.3.2 炭素量の影響

Fig. 9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

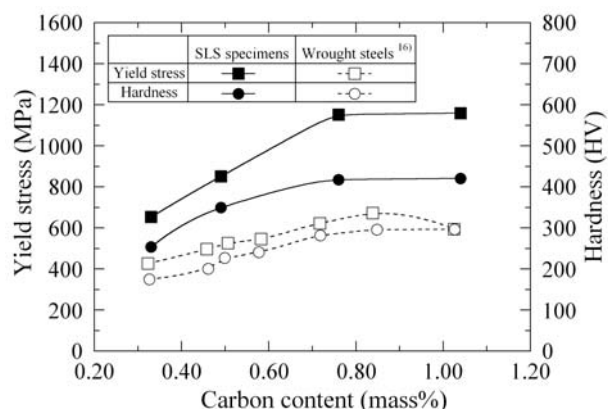


Fig. 9 Yield stress and microhardness of the interior regions of each pore-free SLS specimen produced at the scan speed of 50 mm/s and scan spacing of 0.1 mm plotted as a function of carbon content in steel powders.

硬さ測定結果を炭素量で整理したものである。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℃で焼戻しされた溶製材¹⁶⁾に比べて大きな値となっている。これは、SLS法の大きな特長でもあるが、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。

4. まとめ

高炭素量を有する鋼の緻密で高強度なSLS造形物を得るために、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調査した。また、SLS造形物のミクロ組織と機械的性質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も調査した。結果をまとめると以下ようになる。

- (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。
- (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、炭素量が決まった場合に、

高強度・高硬度な造形物を得るためには、高密度な造形物を得ることができる造形条件の中で、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) J. P. Kruth, X. Wang, T. Laoui and L. Froyen: Proc. of the 13th International Symposium for Electromachining (ISEM-XIII) Vol. II (2001) 21.
- 2) G. N. Levy, R. Schindel and J. P. Kruth: Annals of the CIRP, **52**, 2 (2003) 589.
- 3) S. Abe, Y. Higashi, I. Fuwa, N. Yoshida and T. Yoneyama: The 11th International Conference on Precision Engineering (ICPE) (2006) 285.
- 4) A. Simchi and H. Pohl: Mater. Sci. Eng., **A 359** (2003) 119.
- 5) T. Nakamoto, N. Shirakawa, Y. Miyata, T. Sone and H. Inui: Int. J. of Automation Technology, **2**, 3 (2008) 168.
- 6) A. Simchi and H. Asgharzadeh: Mater. Sci. Technol., **20** (2004) 1462.
- 7) H. J. Niu and I. T. H. Chang: Scripta Mater., **39**, 1 (1998) 67.
- 8) M. Otsu, T. Fukunaga, M. Uemura, T. Takemasu and H. Miura: The 2nd JSME/ASME International Conference on Materials and Processing APP-02 (2005) 1.
- 9) K. Murali, A. N. Chatterjee, P. Saha, R. Palai, S. Kumar, S. K. Roy, P. K. Mishra and A. Roy Choudhury: J. Mater. Process. Technol., **136** (2003) 179.
- 10) A. Simchi and H. Pohl: Mater. Sci. Eng., **A 383** (2004) 191.
- 11) M. Rombouts, J. P. Kruth, L. Froyen and P. Mercelis: CIRP Annals, **55**, 1 (2006) 187.
- 12) T. Lyman (Ed.): Metals Handbook 8th ed. Vol. 1, ASM, Metals Park, Ohio, (1961) 52.
- 13) P. Kozakevitch and G. Urbain: Mém. Sci. Rev. Mét., **58** (1961) 931.
- 14) B. V. Tsarevskii and S. I. Popel': Izv. VUZov. Cher. Met., No. 8 (1960) 15.
- 15) T. B. Massalski, J. L. Murray, L. H. Bennett and H. Baker (Eds.): Binary Alloy Phase Diagrams Vol. 1, ASM, Metals Park, Ohio, (1986) 562.
- 16) 門間改三：鉄鋼材料学改訂版，実教出版，(1981) 179.