

レーザ積層造形法を用いて作製した AC4CH アルミニウム合金の組織と機械的性質

Microstructures and Mechanical Properties of AC4CH Aluminum Alloy Fabricated Using Selective Laser Melting

木村 貴広* 中本 貴之*

Takahiro Kimura Takayuki Nakamoto

(2016年7月12日 受理)

This study investigated optimum laser irradiation conditions to densify AC4CH alloy fabricated using selective laser melting (SLM), which produced specimens having relative density of 99.8%. The microstructures and mechanical properties of the dense SLM specimens fabricated under the optimum laser irradiation conditions were also investigated. The dense SLM specimens had ultimate tensile strength, yield strength, and breaking elongation of 400 MPa, 200 MPa and 12-17%, respectively. All of these values considerably exceeded those of permanent mold casting materials. The superior mechanical properties of the SLM specimens can be attributed to fine dendritic cellular microstructures and relative density of almost 100%. Investigation of the effects of annealing on the microstructures and mechanical properties revealed a clear difference in annealing behaviors between those of the SLM specimens and those of the casting materials. As the annealing temperature rose, the breaking elongation of the SLM specimen increased extremely, whereas the ultimate tensile strength and yield strength decreased.

Key Words: 3D printing, additive manufacturing, aluminum alloy, microstructure, mechanical property, heat treatment

1. はじめに

積層造形法は、三次元 CAD データから作成したスライスデータに基づいて一層ずつ積み上げて加工する付加製造法 (Additive Manufacturing: AM) であり、近年は 3D プリンティングとも呼ばれている。金属粉末レーザ積層造形法 (Selective Laser Melting: SLM) は金属系 AM の一種であり、金属粉末を原料として一層ずつレーザ照射により溶融・積層しながら三次元の金属構造体を造形する加工法である。SLM は複雑な形状の金属構造体を比較的短時間で造形できるため、各種機械部品や金型等の試作、また最近では多品種少量の生産分野でも注目されている^{1,2)}。

中でもアルミニウムを用いた SLM は、その低比重・高熱伝導性を活かし、航空宇宙や自動車、機械産業

分野等において、軽量化部材や熱交換器・ヒートシンクのような熱制御部品への応用が期待されている^{3,4)}。最近の研究では、Al-10%Si-0.4%Mg (ISO-AlSi10Mg, JIS-ADC3 相当) 合金^{5,7)}、Al-12%Si (ISO-AlSi12, JIS-AC3A) 合金⁸⁾、Al-20%Si 合金⁹⁾ などの铸造系アルミニウム合金粉末を用いて、Yb (イッテルビウム) ファイバーレーザを搭載した積層造形装置により造形することで、相対密度 99.5% 以上の高密度体が得られている。また、アルミニウム合金の SLM 造形体は、レーザ照射による急冷凝固により微細な金属組織を呈し、それに起因して良好な機械的性質を示すことがわかっている。これまでの著者らの研究⁵⁾により、SLM 用材料として広く用いられている Al-10%Si-0.4%Mg 合金の SLM 造形体は、引張強さ 450 MPa 以上、破断伸び約 10% の良好な機械的性質を示すことが明らかになった。一方で、特に信頼性が要求される用途に対しては、さらに延性の優れた SLM 用アルミニウム材料の適用による

* 加工成形科

Table 1 Chemical composition of AC4CH aluminum alloy powder and its specification in JIS (mass%).

	Fe	Cu	Si	Zn	Mn	Mg	Ti	Al
Powder	0.16	0.01	7.12	0.03	<0.01	0.29	<0.01	Bal.
Specification	<0.20	<0.20	6.5-7.5	<0.10	<0.10	0.25-0.45	<0.20	Bal.

造形が求められている。JIS-AC4CH(Al-7%Si-0.3%Mg)合金は、延性と強度のバランスに優れた重力铸造用合金として、圧力部品やエンジン部品等の高い信頼性が求められる分野で広く使用されている¹⁰⁾。そのため、AC4CH合金粉末を用いたSLM造形体は延性と強度を両立した機械的性質を示すことが期待されるが、これまでにその造形に関する報告例はほとんどない。

そこで本研究では、AC4CHアルミニウム合金粉末を用いて、AC4CH合金のSLM造形体を高密度化するためのレーザー照射条件を探索した。次に、最適条件にて造形した高密度体の金属組織および機械的性質を評価した。また、熱処理(焼鈍)が造形体の組織と機械的性質に及ぼす影響について調査した。

2. 実験方法

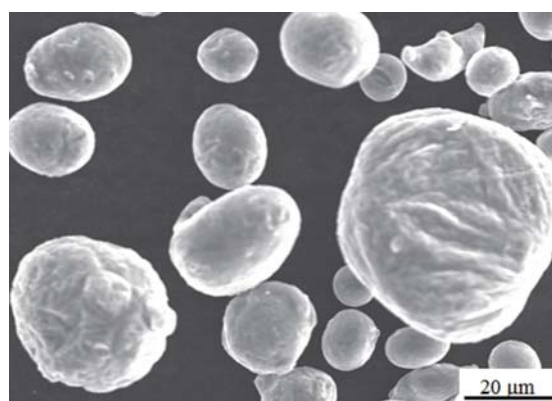
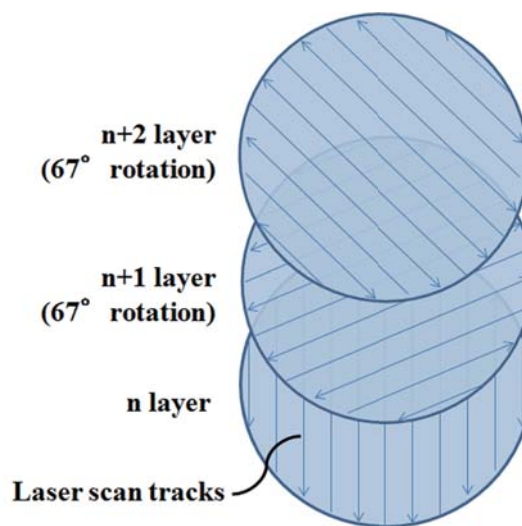
造形には、Ybファイバーレーザー(最大出力:400W, ビームスポット径:約0.1mm, レーザ波長:約1.07 μ m)を搭載した積層造形装置(ドイツEOS製EOSINT M280)を使用した。供試粉末は、大気中、窒素ガスアトマイズ法により作製したAC4CHアルミニウムの合金粉末(東洋アルミニウム製)であり、平均粒径は27.1 μ mである。供試粉末のSEM像をFig. 1に、その合金組成をTable 1に示す。

密度測定用の造形体は、直径8mm×高さ15mmの円柱形状とし、アルゴン雰囲気(残留酸素濃度:約0.1%)中にて作製した。レーザーの照射条件は、積層厚を0.03mm一定とし、出力、走査速度および走査ピッチ(レーザーの走査間隔)をTable 2に示す範囲内で変化させた。レーザーの走査パターンは、Fig. 2に示すように1層毎に走査方向を67°回転させた。造形体の密度は、重量と見かけ体積から求めるアルキメデス法により測定し、AC4CH合金の真密度(2.68 g/cm³)¹¹⁾に対する相対密度を算出した。レーザー照射条件の最適値は、最高密度が得られる条件とした。試料中の残留ガスは、真空中、常温で試料をドリル加工することによって内部のガスを採取し、四重極質量分析計(キヤノンアネルバ製M-101QA-TDM)にて測定した。

造形体の金属組織は、水平および鉛直断面(Fig. 3)を鏡面に研磨し、ケラー氏液(HF: 0.5, HCl: 1.5, HNO₃: 2.5, H₂O: 95.5, vol%)を用いて組織を現出さ

Table 2 Laser irradiation conditions.

Layer thickness (mm)	0.03
Laser power (W)	200-370
Scan speed (mm/s)	400-3000
Scan spacing (mm)	0.08-0.18

**Fig. 1** SEM image of AC4CH aluminum alloy powder.**Fig. 2** Schematic illustration of laser scanning pattern.**Fig. 3** Horizontal and vertical cross sections for microstructural observation.

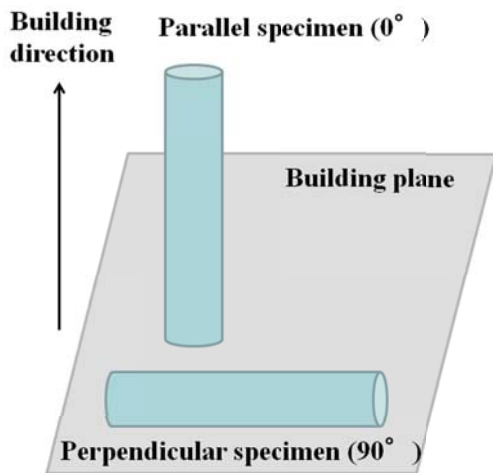


Fig. 4 Arrangement of tensile SLM specimens on a base plate angled at 0° (parallel) and 90° (perpendicular) to a building direction.

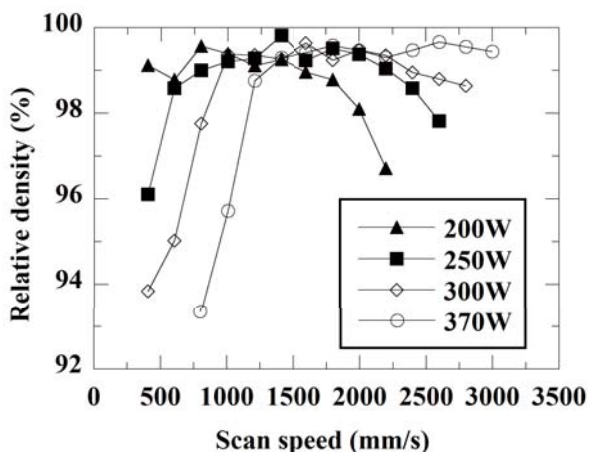


Fig. 5 Relative density of SLM specimens plotted as a function of scan speed and laser power.

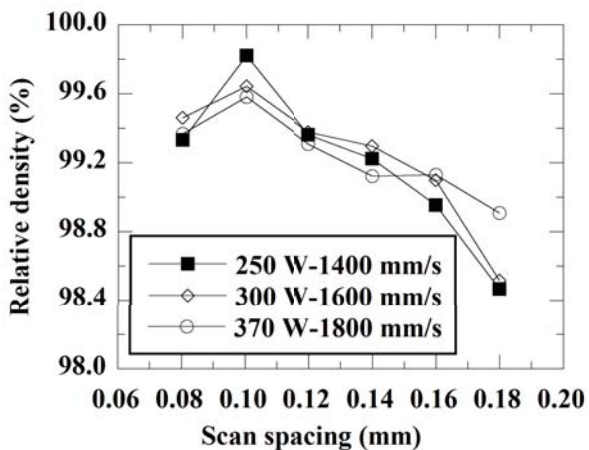


Fig. 6 Relative density of SLM specimens plotted as a function of scan spacing.

せ、光学顕微鏡 (OM), 電界放出型走査電子顕微鏡 (FE-SEM: 日本電子製 JSM-6301F) により観察した。

造形体の機械的性質は、万能試験機 (INSTRON 製 M4206) を用いて引張試験により評価した。引張試験片は、最適なレーザ照射条件にて直径 6 mm×長さ 38 mm の円柱を円柱軸方向が積層方向と平行 (0°) および垂直 (90°) になるように造形し (Fig. 4), 平行部直径 3.5 mm, 平行部長さ 18 mm のダンベル状に旋削して作製した。引張試験時のクロスヘッド速度は、1 mm/min とした。0.2% 耐力は、試験片の側面にひずみゲージを貼付して取得した公称応力-公称ひずみ曲線より求めた。

造形体の熱処理 (焼鈍) は、大気中、150, 200, 250, 300 および 350 °C の各温度で 5 時間焼鈍し、その後空冷した。

3. 結果および考察

3.1 レーザ照射条件の探索

Fig. 5 に、走査ピッチを 0.10 mm 一定とし、レーザの出力および走査速度を変化させて作製した造形体の相対密度を示す。いずれの出力においても、走査速度が低速および高速側で密度は低下する傾向にあり、その傾向は低速側で顕著である。また、各出力において密度が最大となる走査速度があり、その値は出力が大きいくほど高速側にシフトしている。このことから、レーザの出力を増加させることによって高速造形が可能になることがわかる。

次に、走査ピッチの影響について調査するため、Fig. 5 の結果を基に高密度体を比較的高速で造形できるレーザの出力と走査速度の条件を、それぞれ 250 W-1400 mm/s, 300 W-1600 mm/s, 370 W-1800 mm/s とし、走査ピッチを変化させて同様の実験を行った。Fig. 6 に、その結果を示す。いずれのレーザ出力、走査速度の条件においても、走査ピッチが 0.1 mm で造形体の相対密度は最大となる。

ここで、レーザ照射により粉末層に投入されたエネルギー密度と造形体の相対密度との関係について考察する。エネルギー密度 E_d (J/mm^3) は、 P を出力 (W), v を走査速度 (mm/s), s を走査ピッチ (mm) および t を積層厚さ (mm) として、以下のように表される^{12,13)}。

$$E_d = P / (v \cdot s \cdot t) \tag{1}$$

Fig. 5 および 6 に示した各レーザ照射条件で得られた造形体の相対密度を、横軸をエネルギー密度として整理した。Fig. 7 にその結果を示す。エネルギー密度

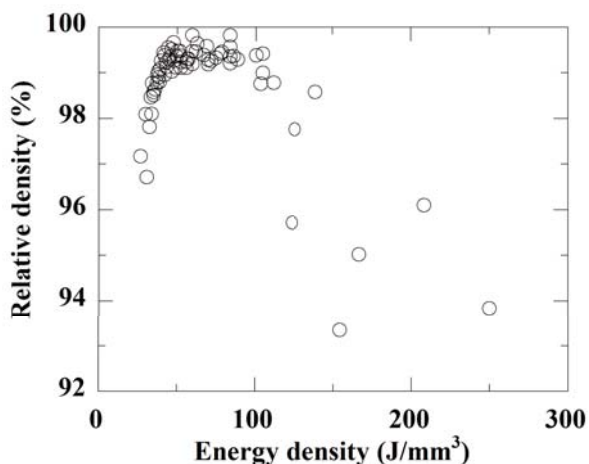


Fig. 7 Relative density of SLM specimens plotted as a function of energy density.

が低い側でも高い側でも相対密度は低下する傾向にあり、特にエネルギー密度が 100 J/mm^3 以上になると著しく低下する。また、相対密度 99.5% 以上の高密度体が得られる条件は、 $E_d = 50\sim 100 \text{ (J/mm}^3)$ の範囲である。これらのことから、エネルギー密度を適切に制御することで高密度体が得られることがわかった。

Fig. 8 に、(a) 低エネルギー密度 (30.3 J/mm^3) および (b) 高エネルギー密度 (250 J/mm^3) 条件にて造形した試験片の水平断面の OM 像を示す。(a) 低エネルギー密度条件で造形した試験片には、不規則形状の空隙が残存し、空隙内部には残留した粉末粒子が認められる。このことから、低エネルギー密度条件の試験片では、投入エネルギー密度が不足したことで粉末層全体を溶解できず、溶け残りによる空隙が発生したため、相対密度が低下したと考えられる。一方、(b) 高エネルギー密度条件で造形した試験片では、球状のガスポアが認められる。Table 3 に、ガスポア内の残留ガスの成分分析結果を示す。ガスポア内の主なガス成分は、アルゴン (67 vol%) および水素 (30 vol%) である。このことから、高エネルギー密度条件の試験片では、投入エネルギー密度が過剰になることで溶湯の流動が盛んになり、雰囲気中のアルゴンおよび粉末中に溶存していた水素を巻き込んだことにより、上記ガスポアが発生したと推測される。

以上より、AC4CH 積層造形体の高密度体を得るための最適条件 (出力 250 W, 走査速度 1400 mm/s, 走査ピッチ 0.10 mm および積層厚さ 0.03 mm) を見出した。本条件にて作製した造形体の相対密度は 99.8% である。Fig. 9 に、最適条件にて作製した造形体の水平断面の OM 像を示す。図より、欠陥がほとんどない高密度体を得られていることがわかる。

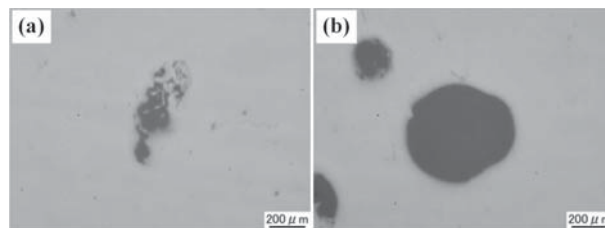


Fig. 8 Optical micrographs of horizontal cross sections of SLM specimens fabricated under the (a) low- and (b) high-energy density conditions.

Table 3 Semi-quantitative gas composition of a high-energy density SLM specimen analyzed by quadrupole mass spectrometer (QMS).

Gas species	Gas content (vol%)
Ar	67
H ₂	30
Others	3



Fig. 9 Optical micrograph of a horizontal cross section of an SLM specimen fabricated under the optimum laser irradiation conditions.

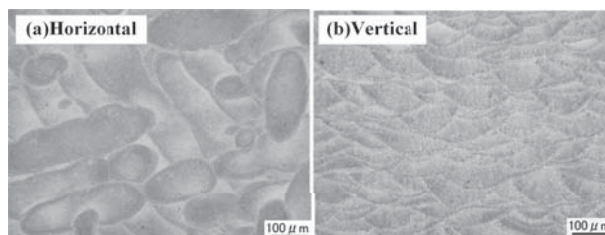


Fig. 10 Optical micrographs of (a) horizontal and (b) vertical cross sections of an SLM specimen fabricated under the optimum laser irradiation conditions.

3.2 造形まま材の組織と機械的性質

Fig. 10 に、最適条件にて作製した造形まま材の (a) 水平および (b) 鉛直断面の OM 像を示す。(a) 水平断面では楕円状の、(b) 鉛直断面では半円状の特徴的な組織形態が認められ、これらはそのサイズ・形態から、レーザの走査痕(溶融境界)と考えられる。このレーザ走査痕の中央部付近を FE-SEM にて拡大観察した結果を Fig. 11 に示す。(a) 水平断面では 0.5 μm 程度の極めて微細なセル状組織を、(b) 鉛直断面ではセル状組織が積層方向すなわち熱流方向に沿って伸長した特異な組織を呈している。セル内は初晶 $\alpha(\text{Al})$ 相、セル境界部は Si 系の晶出相である。これらはレーザ照射によって瞬時に溶解、急冷凝固したことで形成した組織であり、本プロセス特有の組織形態である^{5,6,14}。

Fig. 12 に、造形まま材 (SLM) の引張試験の結果を示す。比較として、同図中に同組成 (AC4CH 合金) の金型鑄造材 (PMC) の値を併せて示す¹⁵。造形まま材の機械的性質は、金型鑄造材と比較して引張強さ(約 400 MPa)、0.2% 耐力(約 200 MPa)および破断伸び(12~17%)ともに大幅に高い値を示す。これは、最適条件にて作製した造形体が相対密度ほぼ 100% の高密度体であることに加え、上述のように微細なセル状組織を呈していることに起因すると考えられる。造形方向による機械的性質の異方性に着目すると、引張強さおよび耐力に有意な差は認められないが、伸びは 0° 材 (12.5%) よりも 90° 材 (17.5%) のほうが約 5% 大きくなっている。これは、溶融境界が積層方向に垂直な面で層状に形成されている [Fig. 10(b)] ことに起因する。すなわち、0° 材では引張方向に垂直な面に破断の起点となる溶融境界が形成されるため、90° 材よりも伸びが低下したと考えられる。

3.3 熱処理による機械的性質の変化

Fig. 13, 14 に、それぞれ水平および鉛直断面における熱処理後の金属組織 (SEM 像) を示す。焼鈍温度 250 °C 以下 [(a)~(d)] までは、熱処理材は造形まま材と同様にセル状組織を呈しているが、焼鈍温度の上昇に伴ってセルサイズが若干粗大化していることがわかる。300 °C (e) で、セル境界部の Si が凝集し、0.5 μm 以下の粒状析出組織に大きく変化し、350 °C (f) では粒状相が 1 μm 前後まで粗大化(オストワルド成長)している。

Fig. 15 および 16 に、焼鈍による造形体の機械的性質の変化を示す。焼鈍温度の上昇に伴って、造形体の引張強さおよび耐力は低下するものの (Fig. 15)、伸びは大幅に向上している (Fig. 16)。アルミニウム造形体の焼鈍による機械的性質の変化は、鑄造材における変

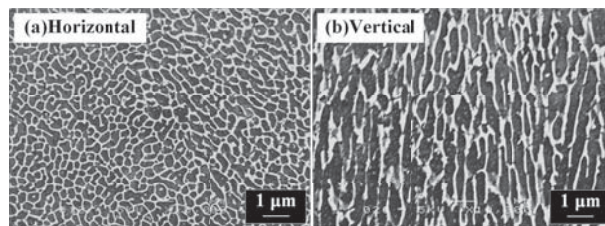


Fig. 11 SEM images of (a) horizontal and (b) vertical cross sections of an SLM specimen fabricated under the optimum laser irradiation conditions.

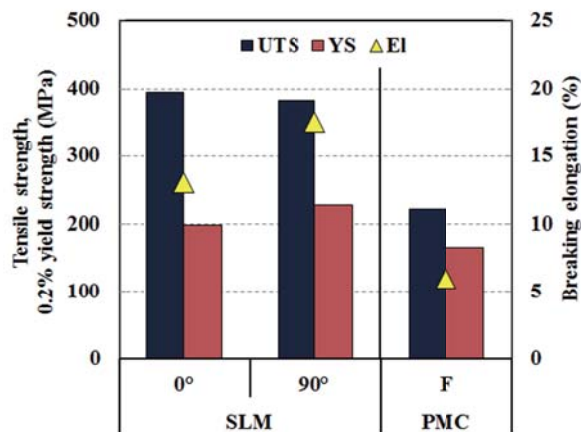


Fig. 12 Mechanical properties of as-fabricated SLM specimens fabricated under the optimum laser irradiation conditions (UTS; ultimate tensile strength, YS; yield strength at 0.2% nominal strain, EI; breaking elongation).

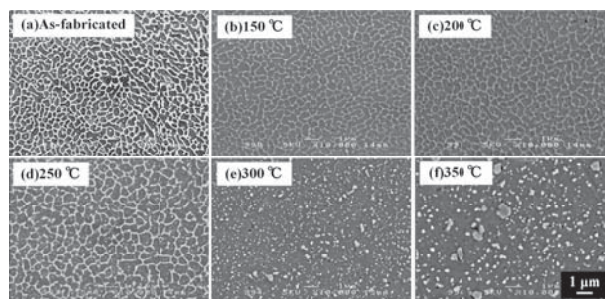


Fig. 13 SEM images of horizontal cross sections of (a) as-fabricated SLM specimen and heat-treated SLM specimens annealed for 5 h at (b) 150 °C, (c) 200 °C, (d) 250 °C, (e) 300 °C and (f) 350 °C.

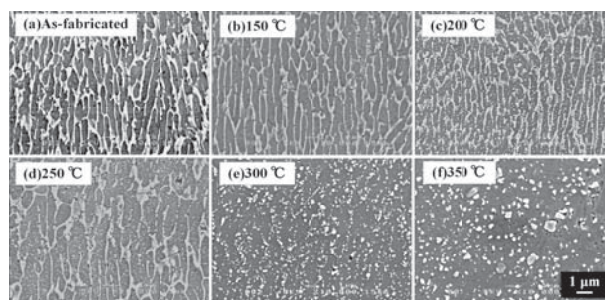


Fig. 14 SEM images of vertical cross sections of (a) as-fabricated SLM specimen and heat-treated SLM specimens annealed for 5 h at (b) 150 °C, (c) 200 °C, (d) 250 °C, (e) 300 °C and (f) 350 °C.

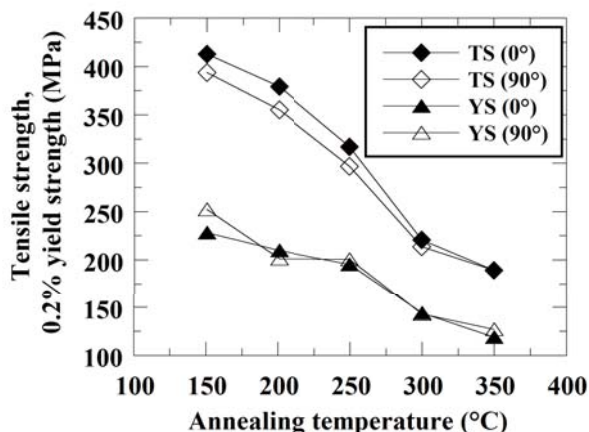


Fig. 15 Change of ultimate tensile strength (TS) and yield strength at 0.2% nominal strain (YS) of heat-treated SLM specimens annealed at various temperatures.

化 (焼鈍温度の上昇に伴って、強度は向上し、伸びは低下する)とは逆の傾向を示すことがわかった。焼鈍温度 250 °C 以下では、上述の温度上昇に伴うセル状組織の粗大化により、転位が移動し易くなったことで強度は低下し、伸びは向上したと考えられる。焼鈍温度 300 °C 以上では、セル状組織が消失し粒状組織が形成され、アルミニウムマトリックスが連続的に繋がったことで伸びは大幅に向上した。一方、転位の移動がさらに容易になったことで強度は低下したと推測される。350 °C の焼鈍により、引張強さ、耐力はそれぞれ約 200 MPa, 125 MPa 程度まで低下するものの、伸びは展伸材並の 30% 程度まで向上した。

4. まとめ

JIS-AC4CH アルミニウム合金 (Al-7%Si-0.3%Mg) 粉末を用いて、造形体を高密度化するためのレーザー照射条件を探索した。最適条件にて作製した造形体は相対密度 99.8% の高密度体であった。得られた造形体は 0.5 μm 程度の極めて微細なセル状組織を呈し、造形体の機械的性質は同組成の金型鑄造材に比べて、引張強さ (約 400 MPa)、0.2% 耐力 (約 200 MPa) および破断伸び (12~17%) ともに大幅に高い値を示した。

熱処理 (焼鈍) による機械的性質の変化は鑄造等溶製材と異なることがわかった。焼鈍温度の上昇に伴って強度は低下するものの、破断伸びは大幅に向上し、350 °C の焼鈍によって伸びは展伸材並の 30% 程度まで向上した。

本研究により、AC4CH 合金を用いて最適条件にて作製したアルミニウム SLM 造形体は、強度・延性のバランスに優れた機械的性質を有することが明らかに

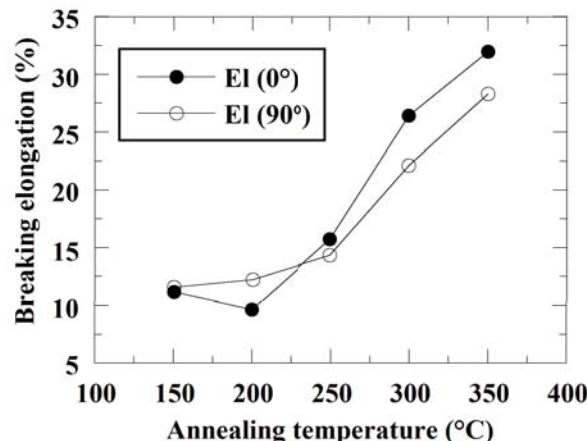


Fig. 16 Change of breaking elongation (EI) of heat-treated SLM specimens annealed at various temperatures.

なった。この結果、AC4CH 合金を用いたアルミニウム SLM 造形体は、高い信頼性 (特に延性) が要求される用途への応用が期待される。一方、SLM 用アルミニウム材料のラインナップ (材料物性の選択肢) は未だ限定されている。このため、今後 SLM 法の造形特性を考慮した SLM 用アルミニウム材料の開発を推進する必要がある。

参考文献

- 1) I. Gibson, D. W. Rosen and B. Stucker: Additive manufacturing technologies, New York, Springer, (2010).
- 2) 酒井仁史: 素形材, **54**, 2(2013), 47.
- 3) W. Matthew, S. Tsopanos, J. Chris and O. Leuan: Rapid Prototyp. J., **13** (2007) 291.
- 4) T. Vilaro, S. Abed and W. Knapp: Proc 12th European Forum Rapid Prototyp., Paris, AFPR (2008).
- 5) 木村貴広, 中本貴之: 粉体および粉末冶金, **61** (2014), 531.
- 6) N. T. Aboulkhair, N. M. Everitt, I. Ashcroft and C. Tuck: Additive Manufacturing, **1-4** (2014) 77.
- 7) N. Read, W. Wang, K. Essa and M. M. Attallah: Mater. and Des., **65** (2015) 417.
- 8) K. G. Prashanth, S. Scudino, H. J. Klauss, K. B. Surreddi, L. Lober, Z. Wang, A. K. Chaubey, U. Kuhn and J. Eckert: Mater. Sci. Eng. A, **590** (2014) 153.
- 9) P. Ma, K. G. Prashanth, S. Scudino, Y. Jia, H. Wang, C. Zou, Z. Wei and J. Eckert: Metals, **4** (2014) 28.
- 10) 北岡山治, 藤倉潮三, 神尾彰彦: 軽金属, **38** (1988) 426.
- 11) 軽金属学会編: アルミニウムの組織と性質, (1991) 518.
- 12) T. Nakamoto, N. Shirakawa, Y. Miyata, T. Sone and H. Inui: Int. J. Autom. Tech., **2** (2008) 168.
- 13) A. Shimchi: Mater. Sci. Eng. A, **428** (2006) 148.
- 14) K. N. Amato, S. M. Gaytan, L. E. Murr, E. Martinez, P. W. Shindo, J. Hernandez, S. Collins and F. Medina: Acta Mater., **60** (2012) 2229.
- 15) A. L. Kearney: ASM Handbook, **2** (1990) 152.