

熱処理を用いた金属 3D プリント製品への高付加価値化に関する研究 ～析出硬化型ステンレス鋼(17-4PH)の熱処理が機械的特性に及ぼす影響～

材料技術室 吉田 浩之, 中村 昌彦
生産技術室 花澤 明洋

A Study on High Value-Addition in Metal Additive Manufactured Products Using Heat Treatment
～ Effects of Heat Treatment on the Mechanical Properties of 17-4PH Precipitation-Hardening Stainless Steel ～

Hiroyuki YOSHIDA, Masahiko NAKAMURA and Akihiro HANAZAWA

当所の材料押し出し(MEX)法による金属 3D プリントで作製・焼結した SUS630 試料に対し、機械的特性のさらなる向上を目的として、固溶化熱処理および析出硬化熱処理を実施した。その結果、造形直後材に固溶化処理および析出硬化処理を施すことで、硬さ、耐力、引張強さのいずれも JIS 規格における H900 処理の基準値を十分に満たすことを確認した。また、造形直後材に固溶化処理を行うことで硬さを軟化させることが可能であり、熱処理条件を調整することで目的に応じた機械的特性を付与できる可能性を明らかにした。

1. はじめに

近年、金属 3D プリントは設計自由度の高さや複雑形状部品の一体造形が可能であることから、航空宇宙、自動車、医療、建築など多様な分野で注目を集めている^{1,2)}。特に、多品種少量生産や部品点数削減を実現できることから、製造業における革新的技術として位置づけられている。市場規模についても今後拡大が見込まれており、その実用化と高性能化に資する研究開発が進められている²⁾。

金属 3D プリントに用いられる造形方式としては、粉末床熔融結合法(PBF)や指向性エネルギー堆積(DED)が広く利用されているが、当所で採用している方式は材料押し出し(MEX, Material Extrusion)法である。本方式は比較的安価で導入可能な手法であり、金属粉末とバインダを混合して積層造形し、脱脂・焼結によって金属部材を得るというプロセスを特徴とする³⁾。しかし、焼結条件は装置メーカーの設定に依存しており、機械的特性の制御には課題が残されている。一方、金属 3D プリント材料として汎用的に利用される 17-4PH ステンレス鋼は、析出硬化型のマルテンサイト系ステンレスであり、熱処理により Cu を析出させることで高い強度を付与できる材料である。そのため、耐食性と強度を兼ね備え、自動車、航空機、医療用機器など幅広い分野で使用されている⁴⁾。従来研究において⁵⁾、MEX 方式で作製した焼結体は硬さ 28～29HRC 程度であり、後処

理として熱処理を施すことでさらなる強度向上の可能性が示唆されている⁶⁾。

本研究では、17-4PH ステンレス鋼を対象に、MEX 法金属 3D プリントで作製した造形体に対して固溶化処理および析出硬化処理を施し、熱処理が機械的特性に及ぼす影響を明らかにすることを目的とする。これにより、造形品の用途に応じた機械的特性の付与を可能とし、金属 3D プリント製品の高付加価値化を図る。

2. 実験方法

2.1 試料の作製について

試料の作製には、Markforged 社製の 17-4 Stainless Steel フィラメントを使用し、造形には同社製 Metal X を用いた。図 1 に示すように、V ノッチシャルピー衝撃試験片⁷⁾を作製した。また、JIS 規格に準拠した 13B 号引張試験片⁸⁾を作製し、積層方向は Z 軸方向とし、各層のフィラメント走行方向は、0° / 90° の交互積層、または 45° / 135° の交互積層とした。

熱処理は流動層炉(TM-1540, 日新化熱工業(株))を用いて行った。溶体化熱処理は 1050°C で 30min 保持後、水冷を行った。その後、析出硬化処理(H900 処理⁹⁾)を 480°C で 60min 保持後、空冷を行った。

2.2 評価方法

熱処理条件が組織に及ぼす影響を調べるため、熱

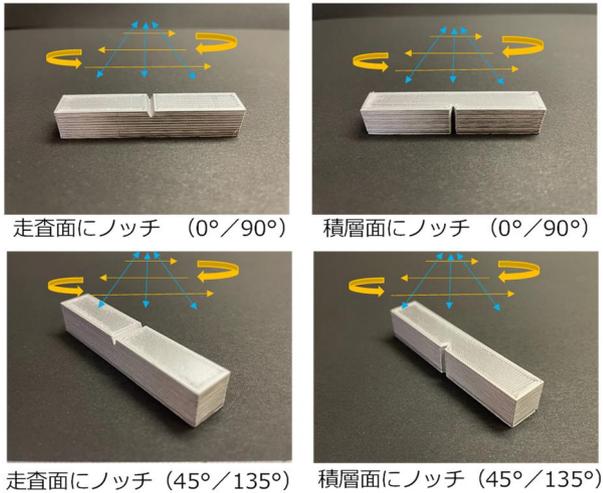


図1 シャルピー衝撃試験片の外観
(積層方向と造形ヘッドの走査方向の模式図)

処理を施した試料を 10%しゅう酸水溶液中で電解エッチングし、金属顕微鏡による組織観察を行った。機械的特性の評価としては、まずオートグラフ引張試験機((株)島津製作所製 AGX-300kNV)を用いて引張試験を実施した。硬さ試験については、試料を樹脂に包埋した後、鏡面研磨を施し、ビッカース硬さ試験機(松沢精機(株)製 MHT-1)により 300 gf の試験荷重で測定した。衝撃特性は、V ノッチ試験片

を用いてシャルピー衝撃試験機((株)島津製作所 50kg-m)により測定した。さらに、衝撃試験後の破面については走査電子顕微鏡((株)日立ハイテクノロジー SU6600)を用いて観察を行った。

3. 結果及び考察

3.1 組織試験

図2は、3Dプリンタで造形した直後の材料、固溶化熱処理および析出硬化処理(H900処理)を施した後の金属組織を示している。

①の造形直後材は、等間隔に並んでいるボイドが確認できる。これは、積層造形時にプリンタヘッドの造形パスの縁付近で形成されたものと考えられる。また、すべての試料において微細なボイドが観察される。Metal Xでは常圧焼結を行うため、ボイドの発生は避けられないと考えられる。

また、組織観察の結果、黒い部分は δ フェライト、白色部のマトリックスはマルテンサイトがみとめられる¹⁰⁻¹²⁾。本3Dプリンタの工程において、焼結は自動で行われるため詳細は不明であるが、装置構成から判断すると水冷は行われていないと考えられる。すなわち、熱処理工程を経ていない可能性が高い。そのため、②及び③と比較すると、粒成長が生じているように観察される。

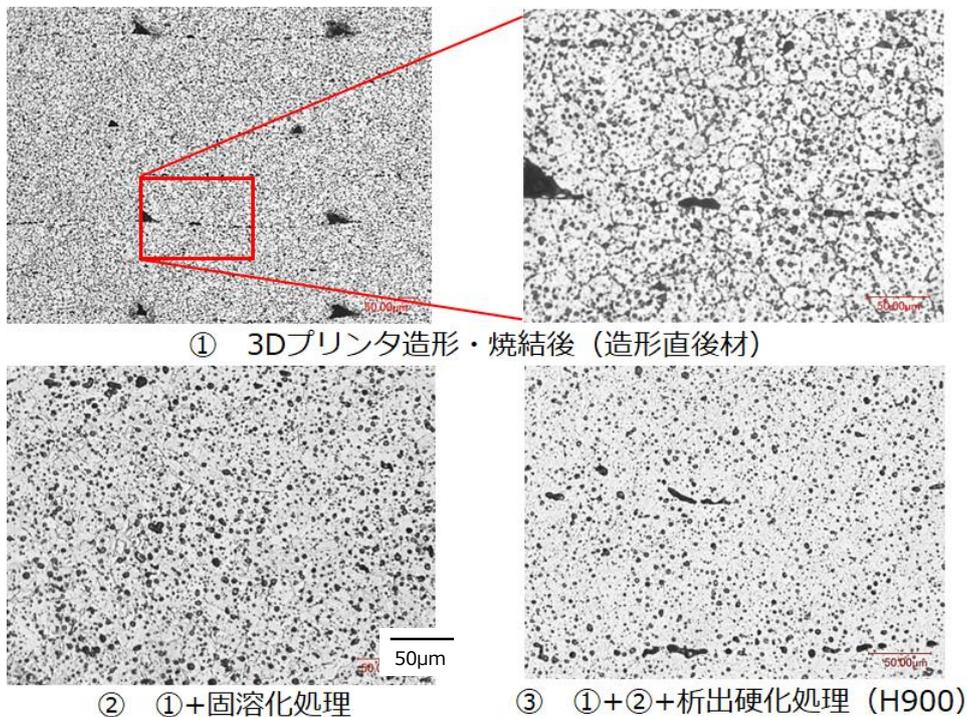


図2 各熱処理条件下における金属組織

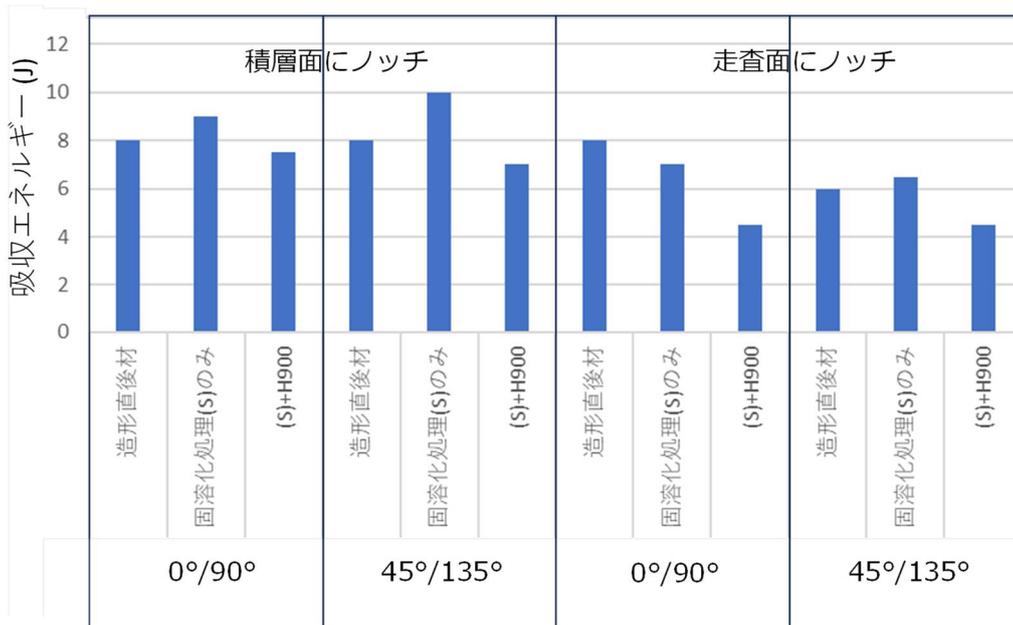


図3 シャルピー衝撃試験結果

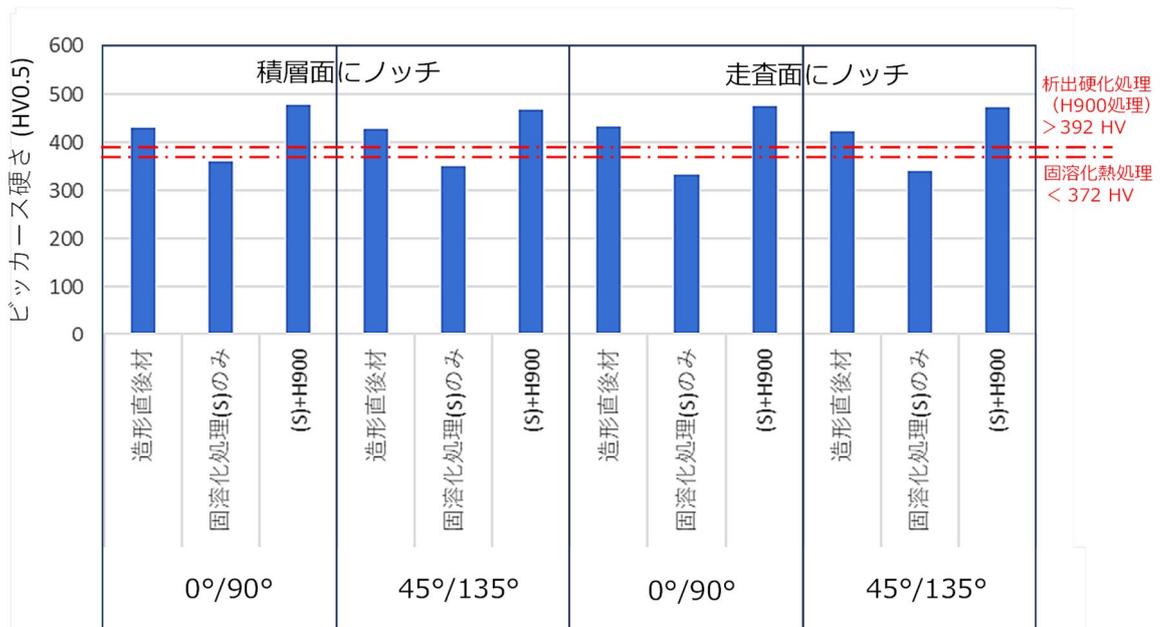


図4 ビッカース硬さ試験結果

3.2 シャルピー衝撃試験及び硬さ試験

図3にシャルピー衝撃試験の結果を、図4にビッカース硬さ試験の結果を示す。吸収エネルギーについては、固溶化熱処理を施すことで造形直後材と比較して走査面にノッチを入れた0° / 90°を除き、わずかに靱性が向上した。一方、析出硬化処理材は造形直後材と同程度の値を示したが、硬さについては、析出硬化処理により最も高い値を

示した。これはCuの析出による強化効果と考えられる。また、固溶化処理では硬さが低下し、軟化する傾向がみられた。

JIS規格⁹⁾に示されるロックウェル硬さをビッカース硬さに換算¹³⁾した結果、固溶化熱処理材(S処理材)は<372 HV、析出硬化処理材(H900処理)は>392 HVとなり、いずれも規格値を満足していた。これらの結果は、熱処理条件を選択することにより、

強度と靱性のバランスを用途に応じて制御できることを示唆している。

また、衝撃試験におけるノッチ位置の影響について検討すると、積層面にノッチを有する試験片では、層間に存在するボイドや未結合部が応力集中源として作用しやすく、亀裂進展が加速される傾向が認められた。そのため、走査面にノッチを設けた試験片に比べて吸収エネルギーが低下する傾向を示したと考えられる。一方、走査面にノッチを設けた場合には、層間方向の割れ進展が抑制され、相対的に高い吸収エネルギーを示す結果が得られた。このことから、MEX法による積層造形材は、層間界面に起因する異方性を有しており、ノッチの方向性が破壊挙動に大きく影響を及ぼすことが明らかとなった。

3.3 シャルピー衝撃試験後の破面観察

シャルピー衝撃試験後のOM像による破断面を図5に、また、SEM像による破断面を図6に示す。

図5に示すOM像では、いずれの試料においてもマクロ的には比較的平坦で凹凸の少ない破面形態が観察され、全体として脆性破面的に見受けられる。しかし、図6に示すSEM像を拡大観察すると、造形直後材および固溶化熱処理材、析出硬化処理材において、微細なディンプルが確認され、局所的には延性的破壊形態を呈していることが分かる。すなわち、MEX法による積層造形材はマクロ的には脆性破壊様相を示しつつも、ミクロ的には延性的破壊が進行していることが明らかとなった。一方、比較材である市販圧延材(固溶化熱処理+H900処理)では、マクロ的には同様に平坦である。ミクロ的にはディンプルがほぼ見られず、脆性破壊の特徴が強い破面を示した。これらの結果から、造形材は積層由来の欠陥を有するためマクロ的には脆性様相が強調されるが、微視的には一定の延性を保持している点で、圧延材と異なる破壊挙動を示すと考えられる。

3.4 引張試験

代表して、45°/135°積層材の引張試験結果を図7に示す。

この引張試験結果から、MEX法による造形材の引張特性に対する熱処理効果が確認された。造形直後材は、引張強さ・耐力ともにJIS規格値を下回っており、層間ボイドや未結合部が強度低下の主因と考えられる。固溶化処理を施すことで、引張強さはやや向上し、破断伸びも増加する傾向が認

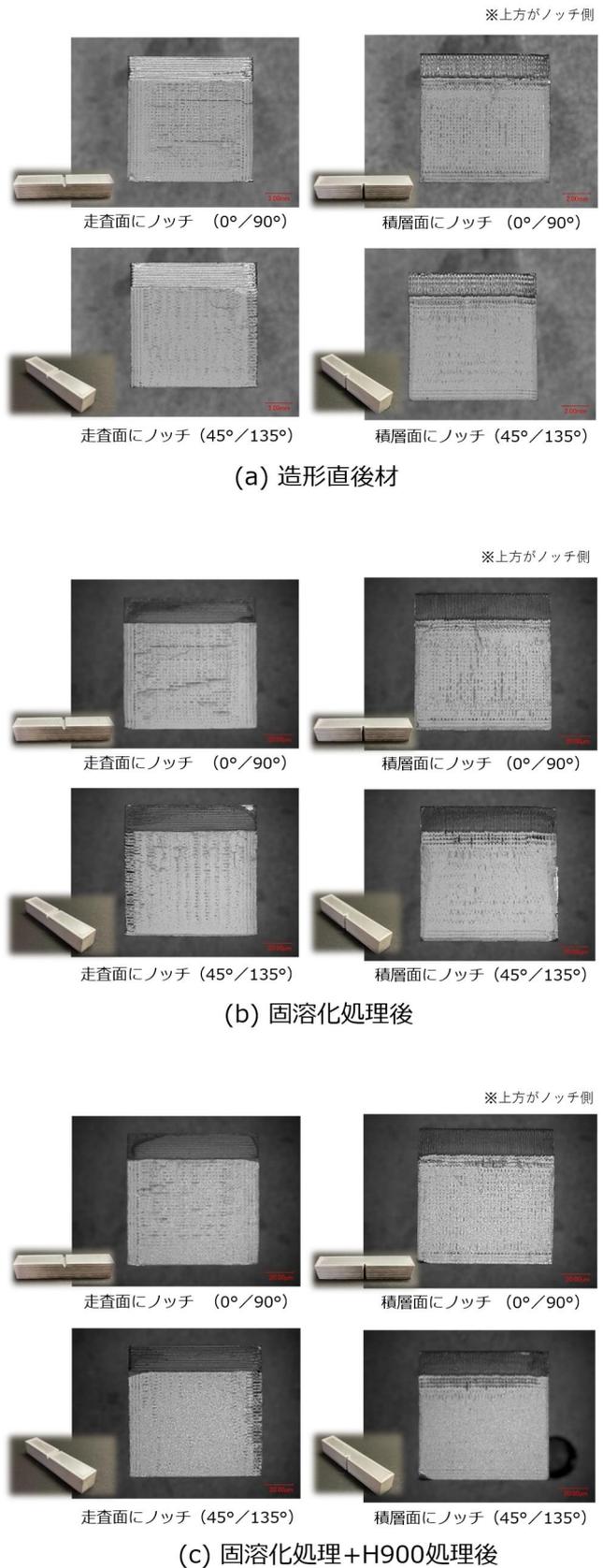


図5 シャルピー衝撃試験後の破断面(OM像)

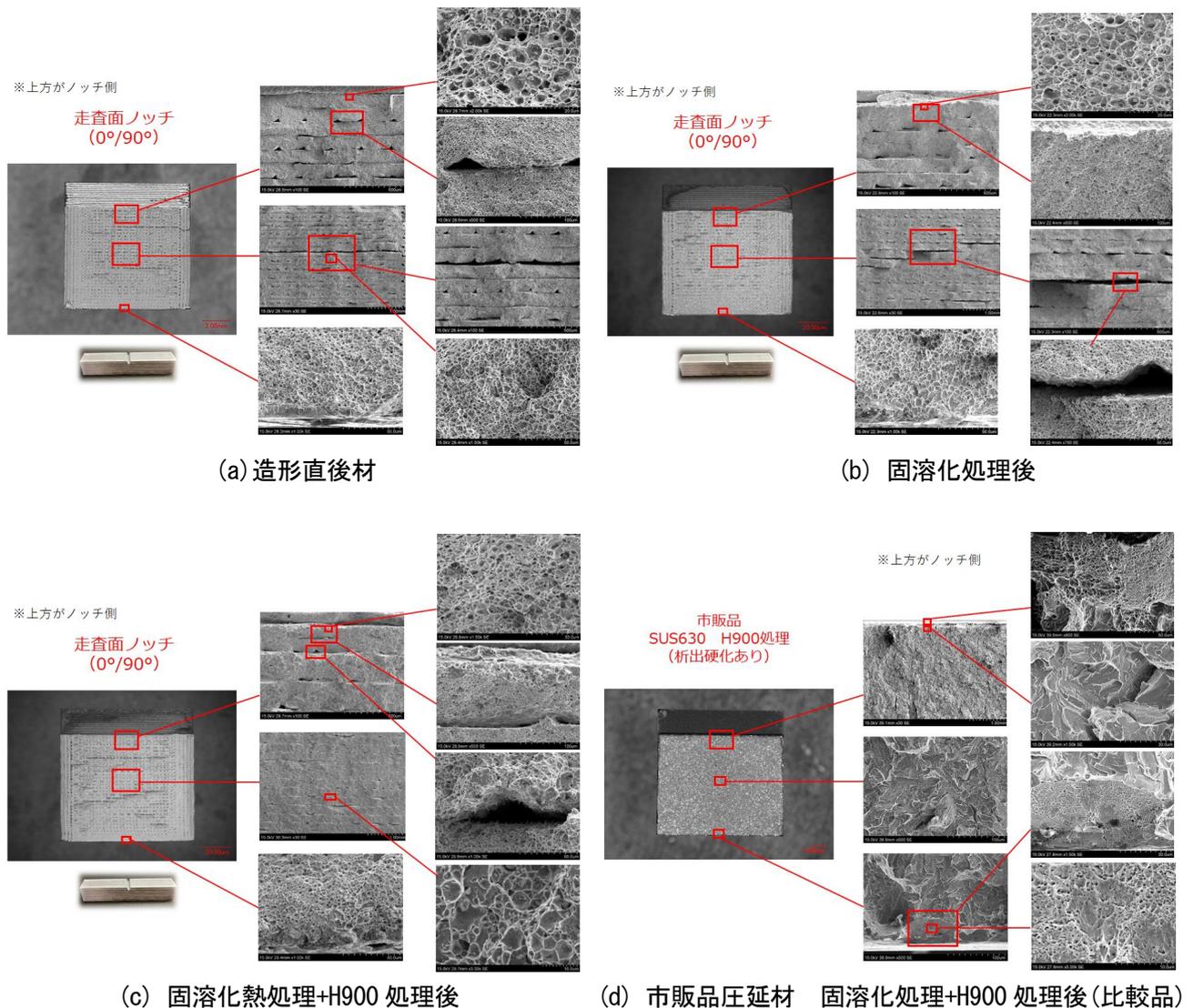


図6 シャルピー衝撃試験後の破断面 (SEM 像)

められた。これは、固溶化処理により、組織が均質化した結果、塑性変形能が向上したためと推察される。

一方、析出硬化処理を施した試料では、引張強さが大幅に上昇し、JIS規格を十分に満たした。これはCuの析出強化作用によるものである。ただし、その一方で、伸びは固溶化処理材よりも減少し、強度とトレードオフとなる傾向が示された。このことは、MEX造形材の引張特性は、熱処理条件の選択によって強度あるいは延性のいずれを優先するかを調整できることを示唆している。すなわち、高強度を要求する用途には析出硬化処理が、延性や靱性を重

視する用途には固溶化処理が有効であると考えられる。

4. まとめ

製品の付加価値向上を目的として、造形後の後処理に着目し、17-4PH ステンレス材料の金属3Dプリンタにおける造形直後材に熱処理を施すことにより、機械的特性の改善が可能であることを示した。

造形直後材に固溶化処理及び析出硬化処理を行い硬さ試験、衝撃試験、引張試験を実施し、その熱処理が機械的特性に及ぼす影響を評価した。その結果、以下のことを明らかにした。

1) 造形直後材に固溶化処理及び析出硬化処理を

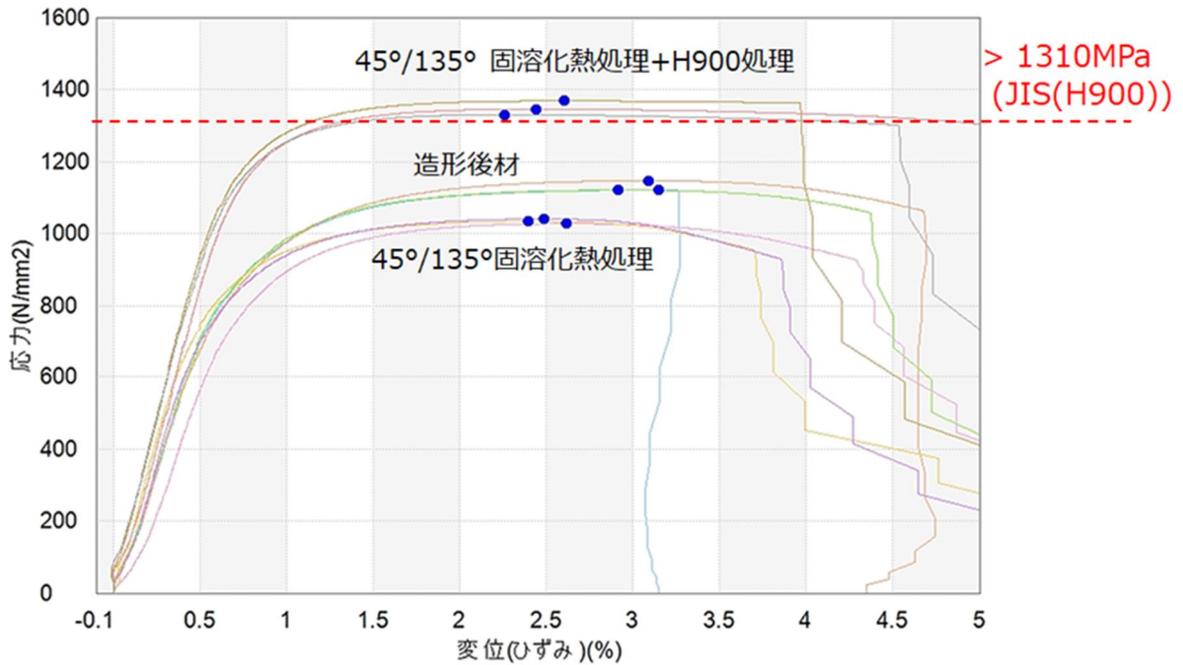


図7 45° / 135° 積層材引張試験結果

行うことで、ビッカース硬さ、耐力及び引張強さの値は、JIS規格のH900処理の値を十分に満たすことを明らかにした。

- 2) 造形直後材に固溶化処理を行うことで、硬さについては軟化させることが可能。
- 3) 造形後の後処理(熱処理)により目的に合わせた機械的性質を得られることを示した。

参考文献

- 1) 京極秀樹, 池庄司敏孝: “金属3D積層造形の基礎”, 日刊工業新聞社, pp.2-29(2017)
- 2) 京極秀樹: “金属3Dプリンター用材料開発の現状と展望”, 工業材料, Vol.68, No.7, pp.16-22, (2020年7月)
- 3) 日本産業規格: “付加製造一用語及び基本概念”, JIS B 9441, 日本規格協会, (2020)
- 4) 中山英明, 京極秀樹, 小松正雄: “MIMプロセスによるSUS630焼結体の組織と機械的性質に及ぼす熱処理条件の影響”, 粉体および粉末冶金, Vol.45, No.9, pp.882-886, (1998年9月)
- 5) 富山和也, 城之内一茂, 花澤明洋, 吉田浩之, 中村昌彦, 山本貴之: “MIM応用型金属3Dプリン

ターの造形精度及び造形物機械的特性の調査(最終報)”, 千葉県産業支援技術研究所研究報告(2022), No.20, pp.18-22(2023).

- 6) 長谷川正義: “ステンレス鋼便覧”, (株)日刊工業新聞社, pp.487.(1975)
- 7) 日本産業規格: “金属材料のシャルピー衝撃試験方法”, JIS Z 2242, 日本規格協会
- 8) 日本産業規格: “金属材料の引張試験方法”, JIS Z 2241, 日本規格協会
- 9) 日本産業規格: “ステンレス棒鋼”, JIS G 4303, 日本規格協会
- 10) 佐藤知雄: “増補3版 鉄鋼の組織写真と解説”, 丸善(株), pp.200.(1989)
- 11) 山本科学工具研究社: “標準顕微鏡組織(第3類)”, 山本科学工具研究社, pp62.
- 12) 仁平宣弘: “熱処理のしくみと技術”, (株)ナツメ社, pp.108.(2017)
- 13) 各種測定法による硬さの換算法に関する研究委員会: “各種測定法による硬さの換算法に関する研究委員会報告”, ばね論文集, Vol.56, No.1, pp.33-41, (2011年4月)