

金属 3D プリント造形物における残留応力と硬度の関係性

日本大学 理工学部 機械工学科
 助手 名波 則路
 (平成 28 年度 奨励研究助成 AF-2016233)

キーワード : AlSi10Mg アルミ合金, X 線・中性子回折法, マイクロビッカース

1. 研究の目的と背景

金属 3D プリントを用いて、ニアネットシェイプ、異種材料接合、多孔質金属材や薄膜、難削材部品などの作製が容易にでき、設計自由度が向上するので、その技術に大きな注目が集まっている。3D プリントの造形では、図 1 に示すように CAD データをスライスデータと呼ばれる、製品形状を一定厚で輪切りにしたデータに変換し、自動的に造形を行う。造形では工具や金型等が不要であるため、試作や多品種・少量生産に適しており、柔軟かつ効率的な生産システムの構築が可能となる。さらに、その加工法は材料を積み重ねて製品形状を完成させるため、従来では成形困難な複雑形状品やポーラス材などの造形が容易となり、現状の加工技術の限界を突破できる潜在能力を有している¹⁾。加えて、金属材料を使用する 3D プリント造形品ではエンジン部品等の高強度な耐熱製品への適用が期待でき、今後は試作品のみならず実製品の造形が望まれている。

主な 3D プリント造形では材料を熱によって熔融・凝固させ、積層することで製品を完成させる。そのため、積層時の過程で生じる熱膨張・収縮により造形品に残留応力が発生し、疲労強度の低下といったリスク²⁾や、図 2 に示すような反りや亀裂などの欠陥の発生、さらには造形不可といったことが起こり得る。ゆえに、高精度な造形物を実現するためにその残留応力分布を理解することは非常に重要である。

本研究では、金属材料を使用する 3D プリントにて単純形状の試験片を作製、X 線回折および中性子線回折装置を用いて発生した残留応力とその分布を非破壊的に測定し調査を行う³⁻⁶⁾。また、硬度測定を行い、造形物の残留応力と硬さの関係性について述べる。

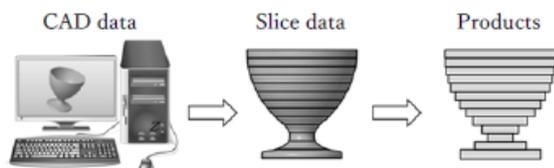


図 1 3D プリントにおける立体造形プロセス



(a) 平板の反り (b) き裂

図 2 3D プリント造形物の欠陥

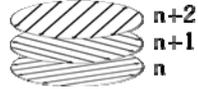
2. 実験方法および条件

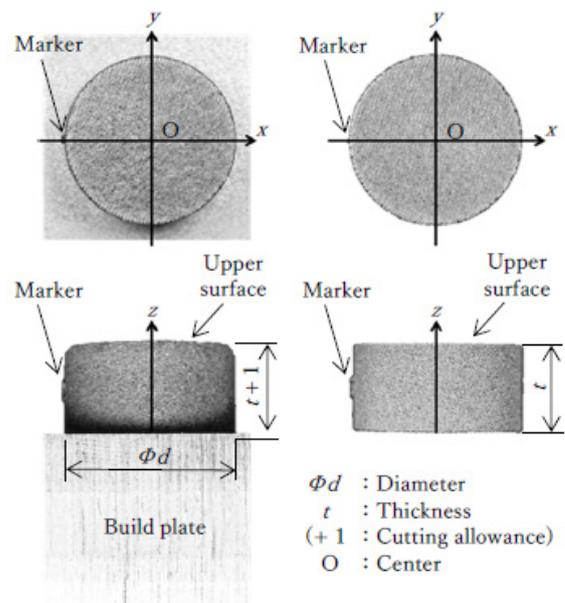
2・1 試験片の造形

残留応力の測定に際し試験片の造形を行う。本研究では Powder Bed Fusion 方式の金属粉末積層造形装置 EOS 社製 EOSINT M280 を使用し、材料として平均粒径が約 $25 \mu\text{m}$ ⁷⁾ の casting アルミニウム合金 AlSi10Mg 粉末を用いた。このときの造形条件を表 1 に示す。

試験片の形状に関しては、対称性を考慮して図 3 に示すような $d = 20 \text{ mm}$ の円柱形状とした。試験片には造形時の土台であるビルドプレートから切り離していないもの(ビルドプレート付き)と、切り離したもの(ビルドプレート無し)の 2 種類を用意した。また、図中にあるように測定方向を決定するため試験片側面にマーカを設置しており、

表 1 造形条件

Laser type	Yb - fiber laser
Layer thickness	0.03 mm
Temperature of the build plate	200 °C
Atmosphere in a chamber	Argon
Laser scanning pattern (Rotating about 67° for each layer)	



(a) ビルドプレート付 (b) ビルドプレート無し

図 3 円柱試験片の形状

マーカ上を x 軸，直交方向を y 軸と定義し，積層方向を z 軸とした。ここで，試験片の造形は EOS 社の推奨条件で実施している。また，ビルドプレート付き試験片には 1 mm の切り代が設けられており，切り離しはワイヤ放電加工によって行われる。試験片高さ t は 5 ~ 10 mm で 1 mm ずつ変化させた計 6 種類を造形した。

2・2 X線回折法による応力測定

X線回折法（XDM）を用いて試験片表面層に存在する残留応力を測定する。測定には PANalytical 社製 X'Pert PRO を使用し， $\sin^2\psi$ 法によって残留応力を求める。

$\sin^2\psi$ 法は図 4 に示すように，試験片に照射した X 線が測定部表面層の微小領域における結晶群の格子面で回折する現象を利用する。そして，応力によって変化した格子面間に生じる平均的なひずみを測定することで，存在する巨視的な応力を推定するものである⁸⁾。

測定では，波長が既知である X 線を試験片に照射することで，Bragg の法則から波長と格子面間距離 d が比例した際にその距離がわかる。このとき，波長と格子面間距離 d が整数倍になると強い回折強度が得られ，回折ピークが現れる。さらに，回折ピーク時の回折角 2θ と数点の異なるあおり角 ψ における $\sin^2\psi$ 値の関係から，図 5 に示す 2θ - $\sin^2\psi$ 線図が描ける。そして，その線図の傾き M を最小二乗法により求め，式(1)から残留応力 σ_{resid} を算出することができる。

$$\sigma_{resid} = K \cdot M \quad (1)$$

$$K = -\frac{E}{2(1+\nu)} \cdot \cot\theta_0 \cdot \frac{\pi}{180} \quad (2)$$

ここで，式中の K は応力定数と呼ばれる材料物性値であり，式(2)より求められる。このとき， $E/(1+\nu)$ は X 線の弾性定数と呼ばれ，機械的なものと本来は異なる値である。しかし，アルミニウムに関しては両者がほぼ一致することが示されている⁹⁾ので，一般的に使われている物性値として，縦弾性係数 $E = 70$ GPa，ポアソン比 $\nu = 0.33$ ，無ひずみ状態の Bragg 角 $\theta_0 = 68.75^\circ$ ¹⁰⁾を適用し，本研究では $K = -178.6$ MPa/deg. とした。

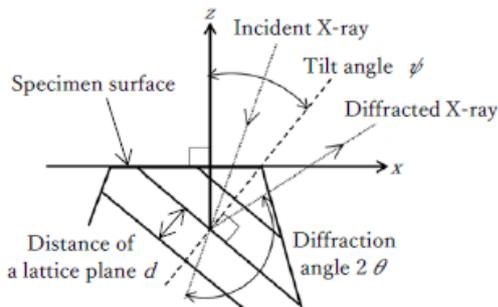


図 4 X線回折法における応力測定原理

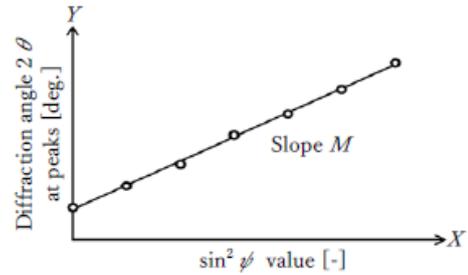


図 5 2θ - $\sin^2\psi$ 線図

X線回折法による測定条件を表 2 に示す。測定点は図 6 に示すように試験片高さ $t = 9$ mm，10 mm は x 軸上の計 5 点， $t = 5 \sim 8$ mm では同軸上の計 3 点とする。加えて，試験片表面層の各測定点において半径・接線方向の 2 方向の測定を行っている。使用した試験片はビルドプレート付き，無し の 2 種類で実施する。このとき，照射面積は回折角 2θ およびあおり角 ψ によって変化している。

測定された X 線回折強度に対しては，ローレンツ偏り因子および吸収因子の補正を行っており，以下に補正で使った式を示す。

$$\Phi(\psi, 2\theta) = \frac{\Phi_A(\psi, 2\theta)}{LP(2\theta) \cdot A(\psi, 2\theta)} \quad (3)$$

$$LP(2\theta) = \frac{(1 + \cos^2 2\theta)}{\sin^2 2\theta} \quad (4)$$

$$A(\psi, 2\theta) = \frac{\tan(90^\circ + \psi_0 - \theta)}{\tan\theta} \quad (5)$$

ここで， $\Phi(\psi, 2\theta)$ は補正後の， $\Phi_A(\psi, 2\theta)$ は補正前の回折強度である。また， $LP(2\theta)$ はローレンツ偏り因子， $A(\psi, 2\theta)$ は吸収因子となっている。さらに，算出された残留応力値には $1\sigma(68.3\%)$ 信頼区間 $\Delta\sigma_{resid}$ を設けており，式(6)によって算出される。このとき，式中の $t(n-2, \alpha)$ は $\sin^2\psi$ 値の点数から与えられる値である。

$$\Delta\sigma_{resid} = K \cdot t(n-2, \alpha) \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (Y_i - (A + MX_i))^2}{(n-2) \cdot \sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}} \quad (6)$$

表 2 XDM 測定条件

X-ray tube	Cu-K α
Tube voltage / current	45 V / 40 mA
Diffraction plane	{4 2 2}
Slit size (Irradiation area)	1.0×1.0 mm (Variation by 2θ and ψ)
$\sin^2\psi$ value	0.0 ~ 0.6 (Interval of 0.1)
Temperature in a chamber	25 °C

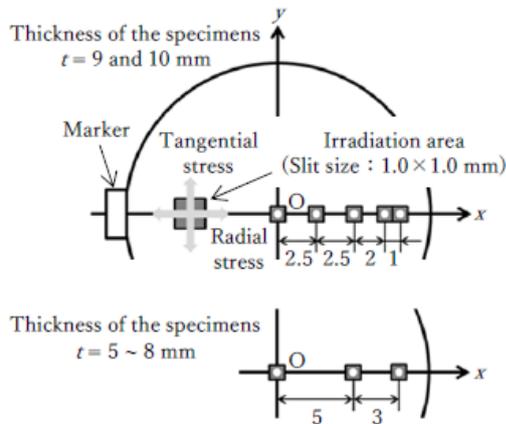


図6 XDMにおける測定位置

2・3 中性子線回折法による応力測定

中性子線回折法(NDM)を用いて試験片表面内部に存在する残留応力を測定する。中性子線ではX線に比べて高い透過性を有しているため、内部の残留応力分布を明らかにすることが可能となる。測定にはJ-PARC物質・生命科学実験施設の匠-BL19-を使用し、飛行時間法によって残留応力を求める。

飛行時間法は図7に示すようにパルス中性子線を試験片に照射し、内部の照射領域内の結晶群で回折した中性子線を検出する。このとき、中性子線の飛行距離が既知であるため、回折角 2θ を 90° に一定としたとき、その飛行時間を計測することで中性子線の速度と波長 λ がわかり、Braggの法則から入射中性子線に対して 45° の2方向の格子面間距離 d を求めることができる。ここで、無ひずみ状態との飛行時間の差を求めることで、格子面間距離 d の変化量、すなわち、ひずみ ε を式(7)より算出できる。また、算出されたひずみは複数結晶の平均的なひずみであるため、連続体力学が適用される。したがって、式(8)より測定領域内に存在する巨視的な応力を推定することができる¹¹⁾。

$$\varepsilon = \frac{d - d_0}{d_0} = \frac{\lambda - \lambda_0}{\lambda_0} \quad (7)$$

$$\sigma_{ij} = \frac{E}{1 + \nu} \left(\varepsilon_{ij} + \frac{\nu}{1 - 2\nu} \varepsilon_{kk} \delta_{ij} \right) \quad (8)$$

ここで、式中の d_0 、 λ_0 は無ひずみ状態の実測値であり、 σ_{ij} は応力成分、 ε_{ij} はひずみ成分を示し、 E は縦弾性係数、 ν はポアソン比、 δ_{ij} はクロネッカーデルタである。本研究においては縦弾性係数およびポアソン比をアルミニウムの一般的数値として $E = 70 \text{ GPa}$ 、 $\nu = 0.33$ を使用している。

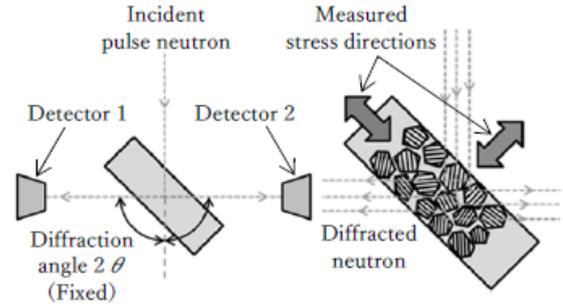


図7 NDMにおける応力測定原理

中性子線回折法で測定条件を表3に示す。測定点は図8のように x 軸上の7点かつ z 軸の異なる3箇所の高さの計21点において、各測定点の半径・接線方向および積層方向の3方向の応力を測定する。使用した試験片は、ビルドプレート無しの高さ $t = 10 \text{ mm}$ のもので実施した。このとき、試験片の x - y 軸面に $1.5 \times 1.5 \text{ mm}$ 、 z 軸方向に 1.0 mm の測定領域を持っている。加えて、試験片外縁部の計3点(図8の試験片中心からの測定位置8, 9, 10 mm)では、試験片が測定領域内に収まらない箇所があるため、図9のように試験片を 180° 回転させ、逆方向から再度測定を行いデータの補完をし、応力の算出では2つのデータの平均値から求めている。

表3 NDM測定条件

Proton beam output	150 kW
Distance between a neutron source and the specimen	40 m
Distance between the specimen and a detector	2 m
Pulse neutron	25 Hz
Irradiation wavelength	0.7 ~ 7.0 Å
Gage volume	1.5 × 1.5 × 1.0 mm

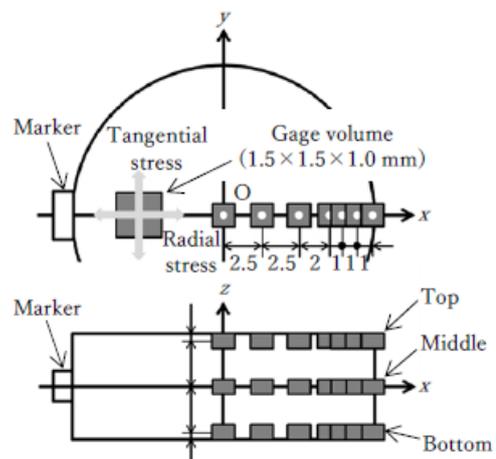


図8 NDMにおける測定位置

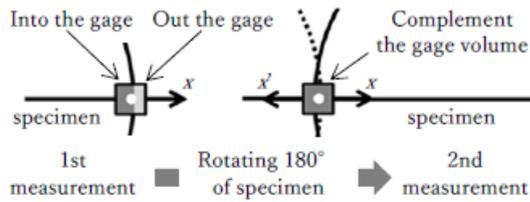


図9 ゲージ体積

2・4 硬度測定

マイクロビッカース硬さ試験機を用いて試験片表面層の硬さを測定する。X線回折法によって得られる残留応力は、表面層の17.1~34.9 μm であることが既知であるため、試験荷重を500 gとし、その測定位置は、X線回折法での測定位置と同じ個所としている(図6参照)。

3. 実験結果および考察

3・1 X線回折法による残留応力分布

3・1・1 ビルドプレート付き

図10は試験片高さ $t=5\sim 10\text{ mm}$ 、ビルドプレート付きの x 軸上の残留応力分布を示している。

(a)のときでは、試験片中心において約40~50 MPaの圧縮残留応力が表面層に存在しており、中心から外縁部に向かって正方向に残留応力が増加しているのが見られる。(b)でも同様に、中心部から外縁部に向かって正方向に増加する傾向が確認できるが、分布全体を通して圧縮残留応力が(a)に比べて減少していることがわかる。さらに、(c)、(d)では圧縮残留応力が減少して引張残留応力が現れ、中心から外縁部に向かっての応力の変化、すなわち傾きが小さくなっている。そして、(e)、(f)では、より傾きが平らになっており、(f)では概ね一様な分布を呈している。

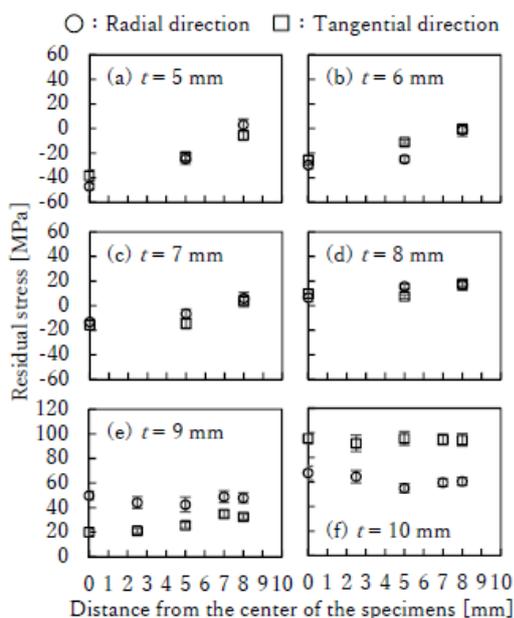


図10 XDMによる試験片(プレート付き)の残留応力

また、図10全体を通して、各々の半径・接線方向の応力分布は、試験片中心から外縁部に向かって類似した変化の傾向が見られた。加えて、(e)、(f)では半径・接線方向の残留応力値が(a)~(d)に比べ、その差が大きくなることも確認された。

3・1・2 ビルドプレート無し

図11は試験片高さ $t=5\sim 10\text{ mm}$ 、ビルドプレート無しの x 軸上の残留応力分布を示している。

(g)のときでは、試験片中心において約80 MPaの圧縮残留応力が表面層に存在しており、外縁部では約20 MPaの圧縮残留応力と正方向に大きく変化しているのが見られる。(h)でも同様に、中心部から外縁部に向かって正方向に増加する傾向が確認できるが、図10と同じく分布全体を通して圧縮残留応力が(g)に比べて減少していることがわかる。さらに、(i)、(j)においても分布全体の圧縮残留応力が減少し、中心から外縁部に向かっての応力の変化、すなわち傾きが小さくなっている。そして、(k)、(l)では傾きの変化は(i)、(j)と相違ないものとなっているが、引張残留応力が表面層に現れているのが確認される。

また、図11全体を通して、各々の半径・接線方向の応力分布は、図10と同様に試験片中心から外縁部に向かって類似した変化の傾向が見られた。加えて、(j)~(l)では半径・接線方向の残留応力値が(g)~(i)に比べ、その差が大きくなることも確認された。

一方で、図10と図11を比較すると、同じ試験片高さにおいてビルドプレート付きと無しでは、プレート無しの方が分布の傾きが急になっていることがわかる。ここで、表4にビルドプレート付きから無しによる偏差の変化を示す。このように、数値からもばらつきの変化、すなわち、傾きが急になっていることが確認できる。加えて、ビルドプレート無しは付きの試験片に比べて、表面層に存在する残留応力が負方向(圧縮残留応力)に強く現れているのも見られる。これらのことから、ビルドプレートを切り離すことによって、プレート側との応力の釣合いが解放され、応力値が減少するとともに、試験片中心から外縁部に向かっての応力分布の傾きが急になる。ゆえに、ビルドプレート切り離しに起因する応力分布の変化により造形品が変化する可能性が高く、特に断面係数の低い形状では反りが発生しやすいものと考えられる。

また、図10、11の結果において、半径・接線方向の応力値の大小が逆転する現象も確認できる。ここで、本実験で使用した装置、材料において1層あたりの溶融池が積層方向に200~270 μm であることが示されている¹²⁾。X線の浸透深さが約22~35 μm であることを考慮すると、得られた応力値は最終層の溶融池内に存在するものと推測される。ゆえに、試験片表面層に発生する残留応力は最終層のレーザー走査方向が影響していると考えられ、応力との関係性が見受けられる。

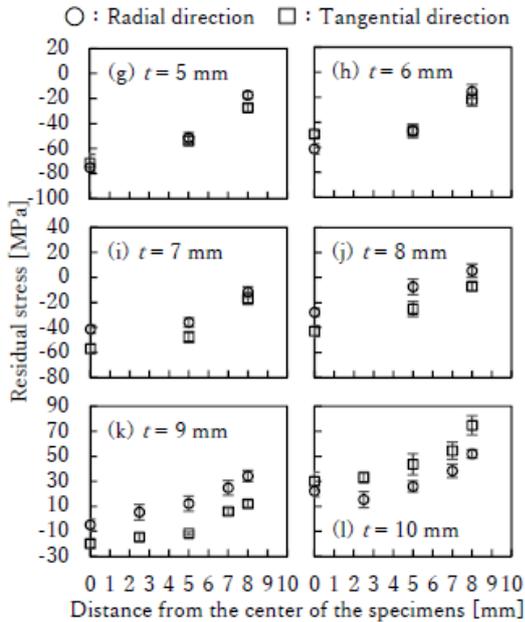


図 1 1 XDM による試験片（プレート無し）の残留応力

表 4 偏差の変化

Specimens thickness	Radial direction		Tangential direction	
	Mean	Std. Dev.	Mean	Std. Dev.
5 mm	20.5	23.8	13.4	18.1
6 mm	12.4	19.1	10.2	12.5
7 mm	8.0	12.9	8.9	17.2
8 mm	4.6	13.7	4.3	14.6
9 mm	2.9	13.8	5.9	12.3
10 mm	4.3	12.9	1.5	16.3

3・2 中性子線回折法による残留応力分布

図 1 2 は、試験片高さ $t = 10$ mm、ビルドプレート無しの x 軸上の残留応力分布を示している。この結果より、残留応力分布の傾向に関しては半径・接線方向ともに類似性が見られ、試験片上部、中部、下部それぞれにおいて試験片中心から外縁部に向かって同じ変化を示している。

半径・接線方向の応力分布については、試験片上部では上に凸な分布となっているが、試験片中部では下に凸となり、応力値も全体的に上部に比べて圧縮残留応力値が低く、外縁部では引張残留応力も見られる。さらに、試験片下部では再び上に凸な分布を成し、全体的に引張残留応力が現れており、応力値は試験片上部から下部に向かって正方向に変化していくことがわかる。

また、X 線回折法のビルドプレート無し試験片高さ $t = 10$ mm の結果（図 1 1 (l)）と比較すると、中性子線回折法での結果では全測定点で圧縮残留応力が現れていた。これは、X 線の浸透深さが約 $22 \sim 35 \mu\text{m}$ であるのに対し、中性子線では試験片の積層方向に 1.0 mm の測定領域を持つため、試験片表面層には引張残留応力を有するが、表面層から X 線測定領域外の試験片上部においては圧縮残留応力

が支配的であると考えられる。

一方、積層方向の残留応力分布については、試験片上部では約 60 MPa の圧縮残留応力で概ね一様な分布を呈しているが、中部では下に凸な分布を示し、全測定点において引張残留応力を有している。試験片下部では上部と同様に概ね一様な分布で、 40 MPa 程度の引張残留応力が現れており、こちらでも半径・接線方向の結果と同じく、試験片上部から下部に向かって正方向に変化していくことがわかる。

この異なる高さ位置における応力値は、半径・接線方向および積層方向ともに上部の圧縮残留応力から下部に向かって引張残留応力への変化しており、この残留応力値の変化が造形品に反りといった欠陥の発生を引き起こす原因となることが考えられる。

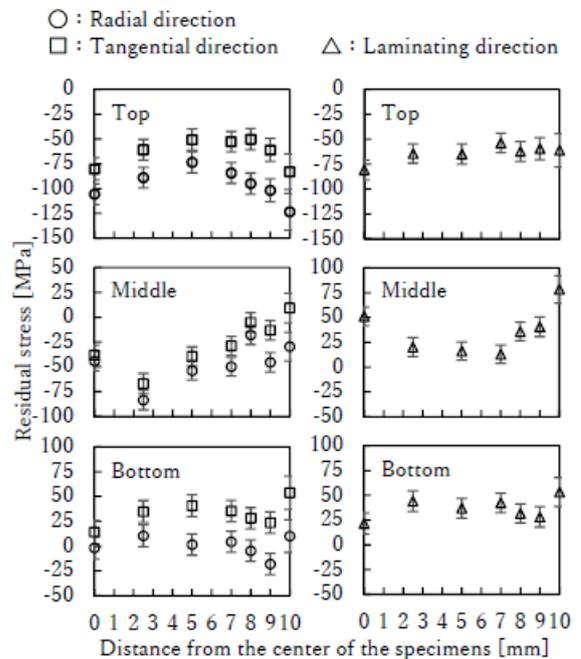


図 1 2 NDM による試験片（プレート無し）の残留応力

3・3 残留応力と硬度

図 1 3 に、ビルドプレート付き試験片の硬さと残留応力を、図 1 4 にビルドプレート無しの試験片の結果をまとめる。ここでは、圧痕の対角線の長さ測定しており、求められたビッカース硬さ $HV0.5$ に対して、平均化した残留応力値との比較を行っている。これらより、試験片をビルドプレートから切り離すことで、引張残留応力が解放されるが、硬度は変化しないという傾向がある。また、残留応力と硬さの関係性は見受けられるが、本実験はマイクロビッカース試験機を用いて実施しているため、表面粗さの影響があり、硬さの値が安定しないという課題がある。

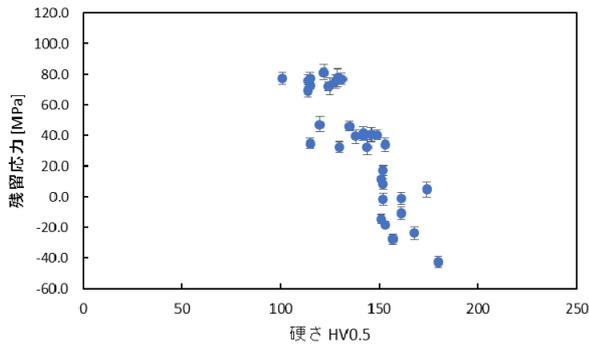


図 1 3 試験片 (プレート付き) の残留応力と硬さの関係

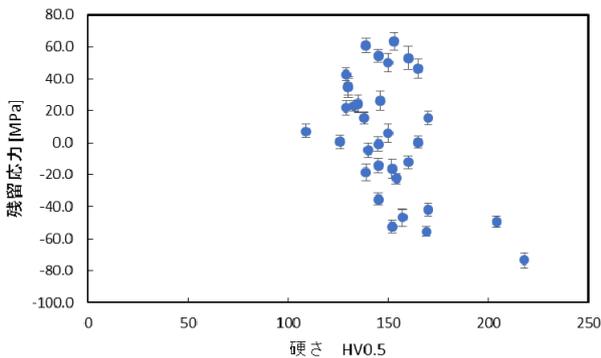


図 1 4 試験片 (プレート無し) の残留応力と硬さの関係

4. 結び

本稿では以下のことが明らかになった。

- 試験片表面層ではビルドプレート付き、無しともに試験片高さによって応力値が変化し、試験片が高くなるにつれて正方向に残留応力が変化する。
- ビルドプレート切り離し時にプレート側との応力の釣合いが解放され残留応力分布が変化し、負方向に残留応力が強くなると同時に、試験片中心から外縁部に向かっての分布の傾きが大きくなる。
- 試験片表面層に存在する半径・接線方向の残留応力は試験片高さによって変化しており、表面層においてはレーザ走査方向との関係性が見受けられ、同方向により強い正方向の残留応力を発生させる。
- 試験片上部(X線測定領域外)では圧縮残留応力が支配的であり、そこから下部に向かって正方向の残留応力へと変化する。
- 3Dプリンタ試験片においても、残留応力と硬さの関係性は見受けられる。

謝 辞

本研究は、(公財)天田財団奨励研究助成を受けて測定装置の備品を購入し、本学理工学研究科機械工学専攻足立隆光氏の協力によって進められた。また、本学部機械工学科星野倫彦教授にアルミ合金に関する助言を頂き、本学部機械工学科李和樹教授、山田高三准教授、内田元助手に、マ

イクロビッカース硬さ試験機使用のご指導を頂いた。本学部物質応用化学科伊掛浩輝准教授、スペクトリス(株)瀬尾公一氏に X 線回折装置使用のご指導、(株)J3-D 岡田豊氏、岡田大輔氏には、3D プリンタ造形物作製についてご協力を頂いた。中性子回折応力測定は J-PARC 物質・生命科学実験施設にて実施された。ここに謝意を表する。

参考文献

- 1) 藤田公子：Mizuho Industry Focus, 151 (2014), 17.
- 2) 小栗泰造：大阪府立産業技術総合研究所報告, 22 (2008), 9-10.
- 3) 足立隆光ほか：第 68 回塑性加工連合講演会論文集, (2017), 125-126.
- 4) T. Adachi, et al. : Proceedings of the 6th Pacific-Asia Conference on Mechanical Engineering, (2017), 8 pp.
- 5) 足立隆光ほか：日本機械学会関東支部第 23 期総会・講演会論文集, (2017), 2 pp.
- 6) 足立隆光ほか：関東学生会第 55 回学生員卒業研究発表講演会論文集, (2016), 2 pp.
- 7) R. Canili : PhD thesis part II, Politecnico di Torino Porto Institutional Repository, (2015), 64.
- 8) 日本材料学会：X 線応力測定法標準-鉄鋼編-(2002), .5.
- 9) 有間淳一ほか：材料, 18-195 (1969), 1060-1065.
- 10) M. E. Fitzpatrick et al. : Measurement Good Practice Guide, 52 (2005), 31.
- 11) 秋庭義明：材料, 54-7 (2005), 785-787.
- 12) 黒須信吾ほか：岩手県工業技術センター研究報告, 19 (2017), 37-38.