

工具鋼の高品質レーザ積層造形および銅との接合造形

大同大学工学部 機械工学科

教授 田中 浩司

(2018年度 重点研究開発助成 課題研究 AF-2018201-A3)

キーワード：SKD61, レーザ積層造形, ハイブリッド金型

1. 研究の背景と目的

1.1 研究の背景

ダイキャスト金型ではキャビティ付近を加速冷却して、製品の成形サイクルを短縮することが求められる。しかし曲線水路の後加工は一般に困難であり、積層・接合による逐次造形が必要となる。この際、固体銅(Cu)を複合化したハイブリッド金型が提案されているが、金型用工具鋼SKD61とCuの溶融接合はほとんど研究されていない。

一方、欧米ではSKD61相当の工具鋼H13のレーザ積層造形が盛んであり、造形パラメータや硬さ分布などの基礎研究のほか¹⁻³⁾、金型冷却を意識した複合材の開発例が見受けられる⁴⁾。国内では主に粉末床式3Dプリンタにおいて、近年はSKD61を対象としたプロセス条件マップや、造形速度の向上、造形品の硬さ等が報告されるようになった^{5,6)}。

ハイブリッド金型に関しては、寺山ら⁷⁾が鉄鋼とCuの複合金型を拡散接合で製作し、Cu側に通水してAC4C合金の鋳造を行った。その結果、従来の全鉄鋼金型に対し100°C以上の内部温度低下と大幅な冷却時間短縮を確認した。また石黒ら⁸⁾は、SKD61どうしの拡散接合材の熱疲労試験を行っているが、Cuとの接合材に関する熱応力や冷却耐久性に関する研究例は見当たらない。

そこで著者らはSKD61/Cuのレーザ接合・積層プロセスに取り組み、その造形性を確保した上で、金型に適したSKD61/Cu複合材の界面組織、硬さ、および冷却能について以下の観点で研究を進めた。

1.2 研究の目的

金型では相当材を用いた肉盛り補修が行われており、本研究ではその発展形であるレーザ積層造形(LMD)を対象プロセスとした。SKD61の固体Cuへの肉盛りにおいては、その濡れ性の低さや、Cu液相の侵入による割れ発生が懸念される。そこでまず溶融SKD61/Cu間の濡れ性を中間層により改善することを目的とした。

次にSKD61粉末を用いたLMDを試行し、汎用レーザ加工機によるSKD61/Cu積層体の造形条件を検討した。またLMDでは溶融堆積・凝固・急冷を繰り返すため、不均一な熱履歴による硬さのばらつきが予想される。よって適度な造形性ととともに、後熱処理による硬さの均一化を目指した。

作製したSKD61/Cu複合材の評価として、試験片レベルでの伝熱・冷却特性の簡易評価、界面熱伝達係数の推定を行った上で、最終的に金型材としてアルミ合金鋳物を加

速冷却できることの実証を試みた。

2. 実験方法

2.1 SKD61/Cu 界面模擬材の濡れ性評価

レーザ積層に先立ち、溶融SKD61とCu基板の溶着性を調査するため、接合部を想定したSKD61-50%Cu合金(1:1混合組成)の溶融滴下実験を行った。また濡れ性の向上が見込めるNiを添加し、SKD61-50(Cu χ Ni)[χ =5~50%]、およびSKD61-y(Cu50Ni)[y=50~90%]を調整した。

小型高周波誘導加熱(IH)装置を使用し、10gの試料をArガス雰囲気にて溶融させ、最高加熱温度を1600°C一定にして25×25×厚さ4mmの無酸素銅板上に滴下した。凝固後のSKD61溶融滴下物を切断してCu基板に対する濡れ角を測定し、濡れ性の指標とした。

2.2 レーザ積層造形(LMD)

積層造形に用いたのはSKD61ガスアトマイズ粉末(大同特殊鋼、粒度45~105 μ m)である。粉末の化学組成を表1に示す。比較として、SKD61からSi量を低減し熱伝導率を向上させたHTC50粉末(大同特殊鋼、粒度45~105 μ m)を用いた。

40×40×厚さ10mmの無酸素銅板に、レーザ吸収率向上のためガラスビーズによるショットブラスト処理を行い、表面粗さRa 0.6 μ mとしたものを基材とした。積層は、1層めをCu50Ni混合粉末、2~7層をSKD61粉末として、Cu基板上に設置した厚さ1mmのアルミ枠内にはほぼ一定量を充填し、オシレーションレーザ(ビーム径 ϕ 0.3mm、波長 λ =1030nm)を照射して行った。走査速度は5.0mm/sで、幅13mm、長さ約30mm、高さ約7mmの矩形形状に造形した。

表1 SKD61およびHTC50の化学組成

	C	Si	Mn	Cr	Mo	V	Fe
SKD61	0.38	1.02	0.40	4.92	1.25	0.98	Bal.
HTC50	0.31	0.08	0.41	5.32	1.20	0.40	Bal.

2.3 後熱処理と組織解析

レーザ積層材の一部は、SKD61の焼戻し条件を参考にN₂雰囲気中で615°C、15分加熱保持して炉冷する後熱処理を2回行った。ビッカース硬度計(荷重300gf)を用いて熱処理前後の積層高さ方向の硬さ分布を0.1mm間隔で測定した。また積層材のマイクロ組織は主に幅方向の断面を6%塩

化第二鉄-塩酸混合液でエッチングして光学顕微鏡で観察した。

2.4 SKD61/Cu 複合材の伝熱性評価

図1にレーザ積層材から切り出したSKD61/Cu複合材の伝熱試験片の形状と評価装置の主要部を示す。試験片はSKD61積層部とCu基板の厚さがともに4mmになるようにし、図中A,Bの位置に直径0.2mmのK熱電対を挿入して固定した。試験片を断熱材の枠にはめ込み、上面(SKD61)からCu側への1次元伝熱に近い状態となるよう配慮した。加熱はエアヒータに流量20L/分のN₂ガスを通じて行い、下面はグリスを塗布した水冷CPUクーラーに密着させることでほぼ室温を保った。

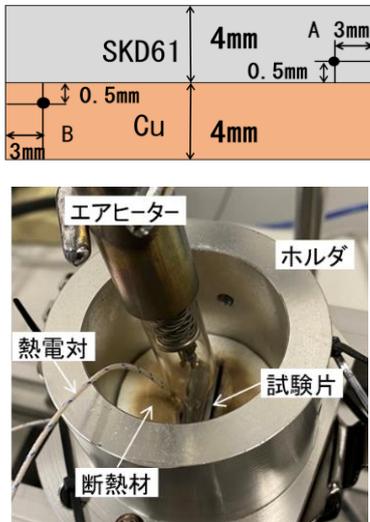


図1 SKD61/Cu複合材試験片の模式図および伝熱評価装置の主要部

2.5 ハイブリッド鋳型板の製作と冷却能評価

アルミ合金溶湯に対する固体冷却効果を検証するため、SKD61鋼板と無酸素銅板を加工して50×50×厚さ5mmのハイブリッド鋳型板を設計した。幅5mmのCuブロックが4本、または幅12.5mmのものが2本配置されており、SKD61/Cu間の伝熱面積が異なる。CuブロックはSKD61板に圧入した後、750℃で40分加熱保持して接合した。また

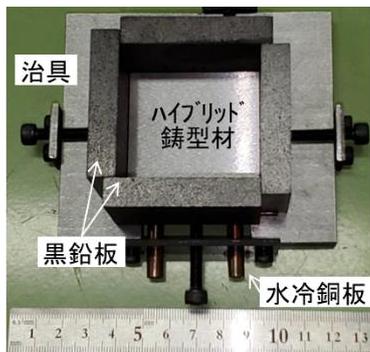


図2 SKD61/Cuハイブリッド鋳型板を用いたADC12鋳造実験の型構成

注湯面には、パルスレーザ加工機にて補修用の直径φ0.5mmワイヤを平面的に肉盛りし、SKD61に成分が類似したCr-Mo鋼で約0.2mm厚さの被覆層を設けた。

ADC12溶湯を用いた鋳造実験の鋳型構成を図2に示す。シース熱電対をハイブリッド鋳型板の直上に設置し、注湯直後から100℃に冷却されるまでの温度変化を記録した。鋳型板の底面は水冷銅板で冷却され、水温は15℃であった。150gのADC12溶湯をいったんタンディッシュに入れ、750℃になりしだいストッパを抜いて鋳型に注湯した。

2.6 伝熱挙動シミュレーション

有限要素法ベースの物理現象連成解析ソフトウェアCOMSOL Multiphysics 5.6を用いてSKD61/Cuの伝熱試験片の温度変化を、さらにハイブリッド鋳型材によるADC12鋳物の冷却挙動をシミュレーションした。後者では各試験材料のほか、水冷銅板の内部構造と純銅とH₂Oの物性値を用いて上記実験を再現するモデルを作成した。熱的境界条件としては以下の3点を仮定した。

- ① ADC12上面の熱輻射率0.12
- ② 鋳型側面は黒鉛板による断熱
- ③ ADC12/SKD61 および Cu/冷却水の各界面における熱伝達係数はそれぞれ、500、16000W/(m²K)

3 実験結果

3.1 溶融SKD61/Cu界面組織と濡れ性

図3にSKD61-50(Cu_xNi)の界面模擬材の急凝固組織を示す。王ら⁹⁾によると、Fe-Cu合金にSiを添加すると溶解度ギャップが安定化し、二液相分離が起こって偏晶反応が見れる。(a)SKD61-50Cuでも白い液滴状のCu-rich相が観察されることから、SKD61/Cuの接合界面は基本的にCu液相の分離傾向が強い組織を呈すると考えられる。

Ni添加による変化(b)~(d)を見ると、凝固方向に微細針状化し、Cu-rich相がしだいに判別し難くなっており、

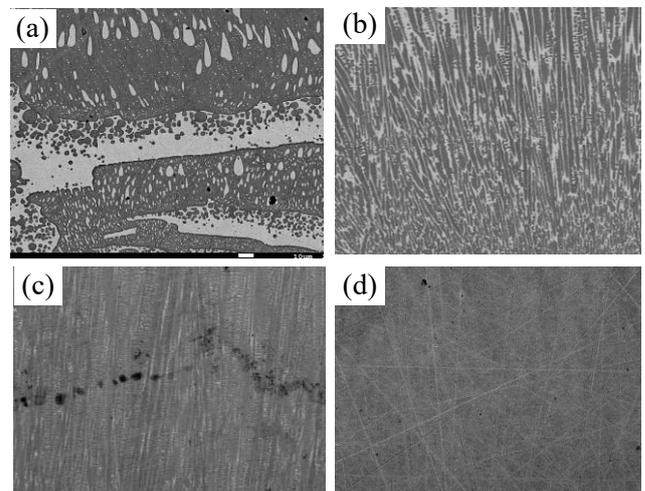


図3 SKD61/Cu界面相当材の急凝固組織

- (a)SKD61-50Cu, (b)SKD61-40Cu-10Ni,
(c) SKD61-25Cu-25Ni, (d)SKD61-10Cu-40Cu

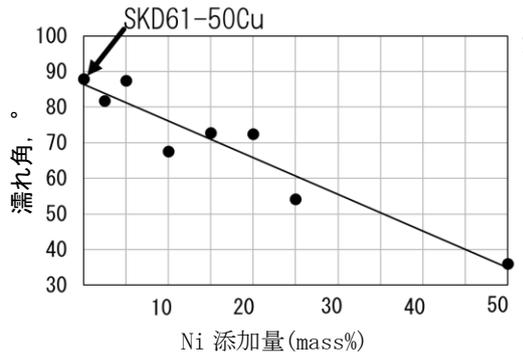


図 4 Ni 添加による滴下物の濡れ角の変化

Ni 添加は二液相分離を抑制することが分かる。図 4 に同じ滴下試料の濡れ角を示すように、Ni 添加にともなって濡れ角は線形的に低下する。したがって Cu 基板へのレーザ積層では、Ni 添加した第 1 層を SKD61 との間に設けることで濡れ性の向上が期待できる。

3.2 レーザ積層における造形性

図 5, 図 6 に SKD61 粉末をレーザ積層した試験片の外観と界面付近の断面組織を示す。後者では 1 層めに Cu50Ni 混合粉末を用いた。既報の通り粉末重量あたりの入熱量を調整することにより¹⁰⁾、双方ともほぼ矩形の形状が得ら

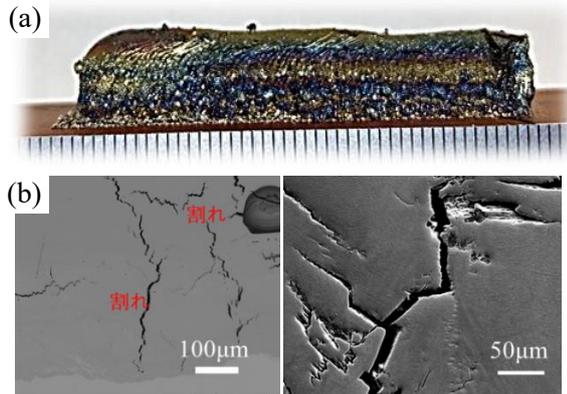


図 5 SKD61 積層材 (a) 外観, (b) 界面付近の組織

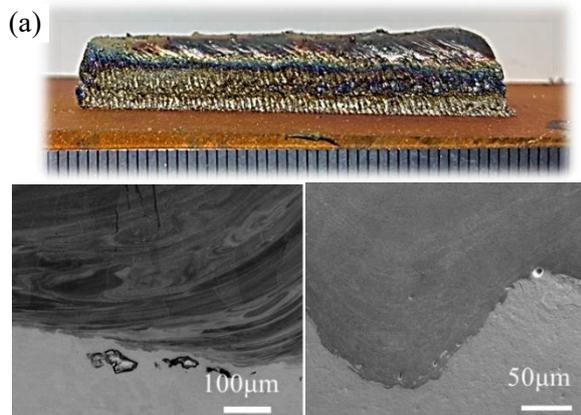


図 6 1 層めを Cu50Ni とした SKD61 積層材 (a) 外観, (b) 界面付近の組織

れ、一定の造形性を確保できた。また SKD61 粉末の直接積層では界面近くに縦割れが発生しているが、Cu50Ni を第 1 層 (中間層) とすることで、濡れ性向上だけでなく割れの抑制の効果も認められる。これは別途、熱膨張係数を測定したところ、Cu50Ni 合金のそれは SKD61 と Cu の間の熱膨張率 (約 $13.7 \times 10^{-6}/K$) を持つため、SKD61 の凝固・冷却時にかかる熱応力がやや緩和されたものと推定される。

3.3 積層体の組織と硬さ分布

図 7 に、SKD61 レーザ積層材の高さ方向、すなわち最上層から Cu 基材との界面に至るマイクロ組織の変化を示す。ほぼ全域においてレーザ走査により形成された熔融池が扇型模様となって残り、その間隔はオシレーションによるレーザ軌跡の間隔 (0.5 mm) にほぼ一致している。

最上部 (a) ではセル状組織が、5~6 層目にあたる上層部 (b), (c) では微細なデンドライト組織が観察され、急冷凝固の特徴が強く認められる。この上層部はエッチング液であまり着色されないことから、凝固直後の高温オーステナイトがマルテンサイト変態して全炭素を固溶した、高温焼入れに相当する組織と考えられる。

これに対して、良くエッチングされた 4 層目以下の下層部 (d) (e) は上部の積層で複数回加熱され、ある程度焼戻しが進んだと考えられる。すなわち SKD61 積層材は、凝固直後の高温焼入れ組織とともに、下層では上層の熱影響により逆変態した焼入れ組織、およびそれらの焼戻し組織など、積層順に依存した傾斜組織を呈すると言える。詳細な組織解析については既報¹¹⁾を参照されたい。

図 8 は、SKD61 粉末および HTC50 粉末の同様な積層体において、後熱処理の前後でマイクロ硬さの分布を比較したものである。積層のままではいずれも 4 mm 以上 (4 層目より上) において Hv600~650 程度と、SKD61 の焼入れ焼戻し硬さを大きく上回る。それより下層では Hv500~600 であるが、SKD61 材では HTC50 より高めにばらついている。615°C の後熱処理により上層部の硬さが低下し、特に HTC50 では Cu 基材付近を除いてほぼ均一化している。一方、SKD61 の上層部は Hv600 前後の硬さを維持しており、本積層材でも依然焼戻し軟化抵抗が高いことが分かる。

3.4 SKD61/Cu 複合材の伝熱特性

図 9 に図 2 の試験片上面を 450°C になるまで加熱し、即ヒータガスを停止して冷却した時の温度変化を示す。比較として、同形状の SKD61 鋼のバルク材、および高さが同じで全体が SKD61 積層からなる単体積層材を用意した。

熔融凝固を繰り返した積層材料は、層界面に空孔や酸化物などが存在すると、積層方向の伝熱に抵抗が生じると懸念される。しかしながら本単体積層材は、同じ SKD61 のバルク材とほぼ同様の加熱・冷却挙動を示している。

次に SKD61/Cu 複合材は、他の単体材に比べ加熱速度がやや小さくなり、逆に冷却速度が大きいことが分かる。ダイキャスト金型の冷却目安となる 150°C までの冷却にかかる時間は約 30% の減少であり、Cu の固体冷却効果が認

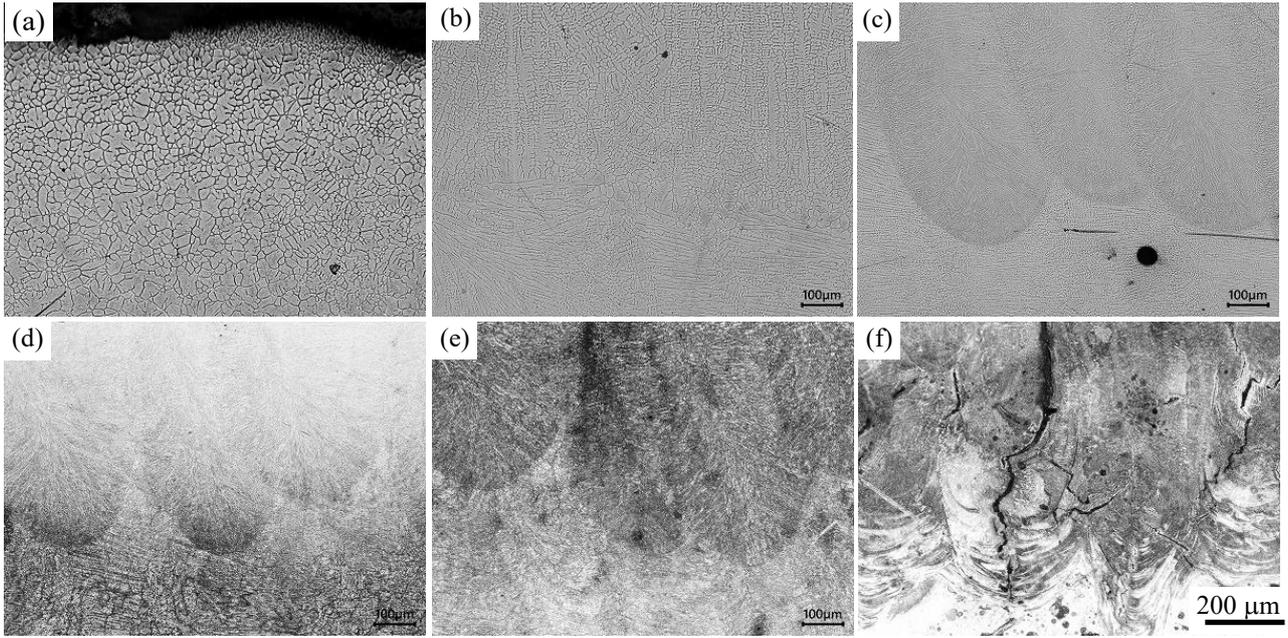


図7 積層高さ方向にそったマイクロ組織の変化
 (a) 最上部：7層，(b) 最上部直下，(c) 6～5層目，(d) 4～3層目，(e) 3～2層目，(f) Cu界面付近

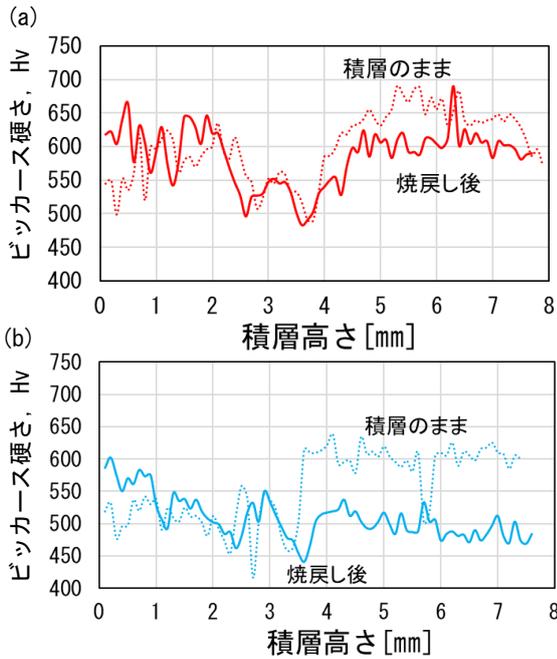


図8 後熱処理による各積層材の硬さ分布の変化
 (a)SKD61，(b)HTC50

められた。これらはCuの複合化がもたらした影響であり、ダイキャスト金型に望ましい効果が実証された。

3.5 ハイブリッド鋳型板によるアルミ合金鋳物の冷却

図10(a)，(b)は作製した2種類のハイブリッド板の外観である。Cuブロックの圧入時にやや外方にたわみ変形したが、隙間なく接合されている。ワイヤでの表面肉盛り後の仕上げしろが小さく、横方向の線状痕が残った表面はややうねりが見られる。図11に、このハイブリッド板によるADC12鋳物の冷却を解析した3Dメッシュモデルを示す。

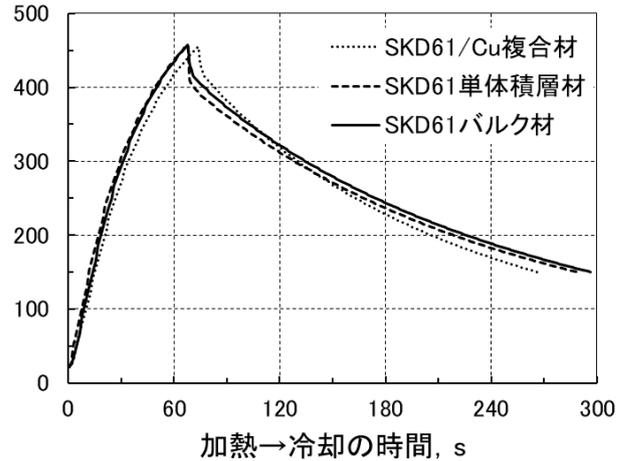


図9 表面を450℃に加熱した時の温度変化
 SKD61/Cu複合材と2種類のSKD61単体との比較

鋳物の厚さは実験と同じ20mmとし、厚さ5.0mmのハイブリッド板が鋳型の底に設置され、水冷銅板で冷却されている。本解析では鋳物の初期温度を750℃とし、凝固潜熱は無視して上面の輻射と下面の固体接触による冷却をシミュレーションした。SKD61/Cu界面の熱伝達係数は、予備実験から求めた9000W/(m²K)を用いた。

図12は、冷却時間5sにおけるハイブリッド板の表面から内部へ0.5mm、すなわちCuブロック上面から0.3mmの位置での温度分布を比較したものである。Cuブロックが、周囲のSKD61枠に比べ60～80℃低く、複合化したCuによる固体冷却が確認できる。なおCuブロックが2本(b)の方が、4本の(a)よりもやや温度が低くなっており、この差については実験結果を踏まえて後述する。

図 13(a), (b)に、実際に鋳造した ADC12 鋳物の温度変化を示す。熱電対はハイブリッド板の直上にあり、鋳物表面(底面)の最速冷却挙動を計測したものと考える。比較として、同形状の SKD61 単一鋼板を用いた場合の結果を合わせて示す。実測では、注湯直後に凝固温度範囲 582~515°C の上限付近から記録されており、鋳物底面は 30 秒ほどで凝固したものと推定される。その後のハイブリッド板による冷却を単一材と比べると、Cu ブロック幅が 5.0 mm の(a)では遅く、12.5 mm の(b)では早まっている。注湯から 150°C までの冷却時間は、単一材の約 600s に対して、前者は約 1000s、後方で 400s あまりとなった。

一方、シミュレーションではいずれも実験結果よりも高速な冷却が予想されており、この不一致には以下の原因が考えられる。例えば圧入した Cu と SKD61 との境界熱伝達率が低い、側面の断熱が不十分など、仮定条件と実験条件の差である。しかしながら、2 種類のハイブリッド板の差は解析と実験で逆転しており、現在のところ理由は分かっていない。鋳型の温度を充分低下させて再度実験したが、本結果には再現性が認められた。

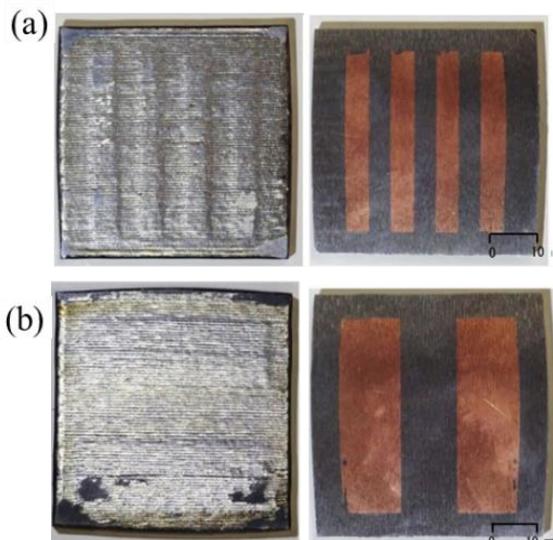


図 10 SKD61/Cu ハイブリッド板の外観
Cu ブロック : (a) 幅 5.0 mm x4, (b) 幅 12.5 mm x2

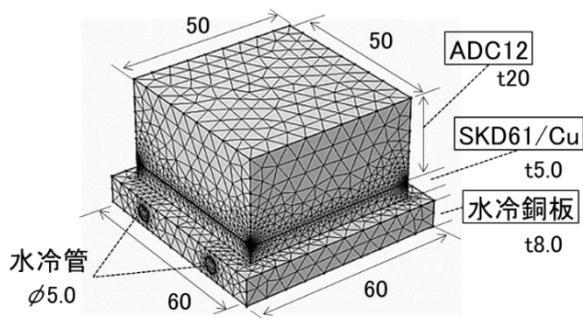


図 11 ハイブリッド鋳型板による ADC12 鋳物の冷却シミュレーション用フリーメッシュ 4 面体モデル

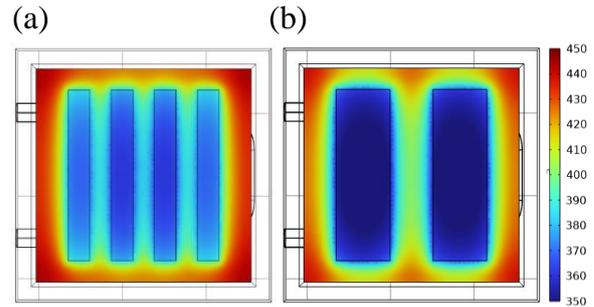


図 12 750°C 鋳物冷却 5s のハイブリッド板の温度分布
Cu ブロック : (a) 幅 5.0mm x4, (b) 幅 12.5mm x2

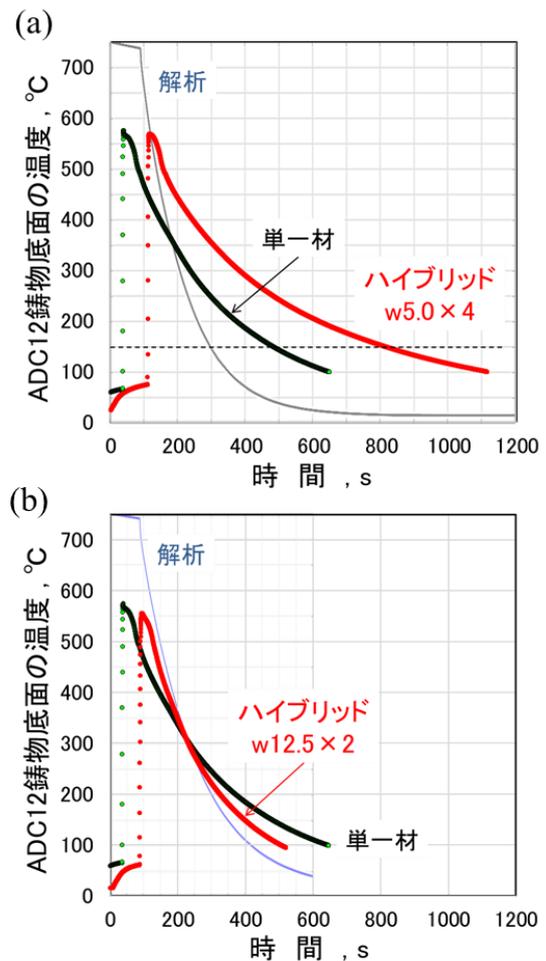


図 13 ハイブリッド板を用いた ADC12 の冷却温度曲線の比較. Cu ブロックは:
(a) 幅 12.5 mm x4 本, (b) 幅 5.0 mm x2 本.

ここで両ハイブリッド板中にある SKD61/Cu の境界総面積は幅 5.0mm の時 2600mm², 12.5mm の時 2050mm² であり, Cu ブロックへの伝熱面積が大きい前者の方が早く冷却すると思われる。ところが表面の肉盛り層と Cu との水平な溶着面積に限ると後者の方が 25% 大きく, Cu ブロックの総体積も後者がやや大きい。今回, SKD61/Cu 境界の熱伝達係数を全て 9000W/(m²K) と見積もったが, 実験結果を正し

く考察するためには、圧入面の熱伝達率低下などを含めて、より詳細な熱流束の解析が必要である。

4. まとめ

レーザ積層造形技術をハイブリッド金型に応用するため、SKD61 粉末を固体銅へ肉盛り接合し、そのまま矩形に造形していくプロセスを検討した。良好な接合造形のための界面組織の基礎的研究、ならびに実際の LMD で得られた SKD61/Cu 複合材の伝熱特性の調査から以下の結論を得た。

- (1) 熔融 SKD61 と固体 Cu との接合界面は、基本的に Cu 液相が分離した組織を有するが、Ni 添加により均一化した組織に変化する。
- (2) SKD61 粉末の Cu 基板への接合・積層造形において、Cu50Ni 中間層を設けると濡れ性が向上し、接合部近辺の SKD61 側の縦割れを抑制できる。
- (3) SKD61 積層材は上層では凝固・急冷による焼入れ組織、下層では熱影響による焼戻しを受けた傾斜組織となり、高さ方向の硬さ分布は不均一である。HTC50 積層材でも同様であるが、焼戻しに相当する後熱処理により、Hv500 程度に均一化することができる。
- (4) 4mm 厚さの SKD61/Cu 複合材では、SKD61 表面の 450℃ から 150℃ への冷却時間が、SKD61 バルク材のそれより 30%減少した。

さらに Cu ブロックを圧入したハイブリッド鋳型板 2 種を作製して、アルミ合金鋳物の冷却挙動をシミュレーションを併用して検討した。結果は Cu ブロックの配置に依存し、冷却能が高い方は注湯から 150℃ までの冷却時間が SKD61 単一板の 2/3 程度に短縮された。

謝 辞

本研究は公益財団法人天田財団の多大な助成を受けて実施しました。着任間もない時期に実験装置を数多く導入することができ、心より感謝申し上げます。

試料を提供された大同特殊鋼(株) 殿、平井精密工業(株)殿、レーザ加工実験を委託した(株)レーザックス殿に御礼申し上げます。

参考文献

- 1) R. Keshavamurthy, P. Rashmirathi, A.R. Vinod, C.K. Srinivasa, P. V. Shashikumar : Adv. Mater. Manuf. Charact. 3 (2013), Issue 2, 515.
- 2) L.Xue, J. Chen, S.-H. Wang : Metallogr. Microstruct. Anal. 2 (2013), 67-78.
- 3) R. Cottam, J. Wang, V. Luzin : J. Mater. Res. 29 (2014), No.17, 1978-1986.
- 4) U. Articek, M. Milfelner, I. Anzel : Adv. Prod. Eng. Manage. 8 (2013), No.3, 169.
- 5) 京極秀樹, 生田明彦, 上村武, 山根卓也, 吉川研一, 大森整:近畿大学次世代基盤技術研究所報告 4 (2013), 71.
- 6) 溝口高史, 長濱貴也, 吉見隆行, 米原牧子, 京極秀樹:2019 年度精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集 (2019), 355.
- 7) 寺山朗, 府山伸行, 本多正英, 大橋俊彦, 山崎拓哉: 広島県立総合技術研究所西部工業技術センター研究報告 55 (2012), 25.
- 8) 石黒輝雄, 高尾清利, 鈴木大介, 佐野正明, 国枝正典山崎久男, 西村仁: 山梨県工業技術センター研究報告 25 (2011), 128.
- 9) 王翠萍, 劉興軍, 大沼郁雄, 貝沼亮介, 石田清仁:電気製鋼 74-4 (2003), 221.
- 10) 田中浩司, 岡良樹, 杉本智紀:銅と銅合金 60-1(2021), 50.
- 11) 児玉勇毅, 中島大吾, 田中浩司:日本熱処理技術協会 第 92 回講演大会概要集, 2021.11.25, 島根県松江市.