



# Yb ファ이버レーザによる 混合金属粉末の焼結特性に関する研究(第2報)\*

—焼結状態の定量評価手法の提案—

古本達明\*\* 上田隆司\*\* 小林直人\*\*\* 細川 晃\*\* 田中隆太郎\*\* 阿部 諭†

Study on the Sintering Characteristics of the Mixed Metal Powder with Yb: fiber laser (2nd Report)  
- Proposal of the Evaluation Method of Sintered Structure -

Tatsuaki FURUMOTO, Takashi UEDA, Naoto KOBAYASHI, Akira HOSOKAWA, Ryutaro TANAKA and Satoshi ABE

The consolidation characteristics of ferrous based powder for Selective Laser Sintering (SLS) and Selective Laser Melting (SLM) are described. Yb: fiber laser beam is applied to obtain the high quality layered structure. In order to investigate the influence of laser conditions on consolidation quality of the layered structure, the maximum temperature at irradiation area of a laser beam is measured with a two-color pyrometer. In addition, the cross section of layered structure and the specific cutting force with dynamometer is evaluated for the optimization of the quality of consolidated structure. The result shows that the consolidated structure was changed with the energy density and the time interval of the laser beam scan. The maximum temperature during laser irradiation was not influenced by the previous laser beam scan when the time interval between the laser beam scan is over 50ms. The pore on the consolidated structure decreased with the increase of energy density, however superfluous supply of energy density caused the precipitation of carbon from the ferrous powder. The specific cutting force of the consolidated structure was greatly related to the ratio of consolidation.

**Key words:** rapid tooling, Yb: fiber laser, ferrous based powder, sintering characteristic, specific cutting force

## 1. 緒 言

消費者ニーズの多様化が顕著となっている近年、各製造業界では製品の開発コンセプト検討から市場投入までに要する期間短縮およびコスト削減が求められ、その実現に向けた様々な取り組みが行われている。なかでも、安価で高機能な3次元CADシステムが急速に普及したことで、設計・製造現場ではCAMやCAEとのデータ共有を図りながら大幅な工程短縮を実現している。一方、大幅な工程短縮を実現させたもう一つの要因は、積層造形法を用いたRP技術の進歩である。RP技術とは、3次元CADデータを薄層状の断面データに変換し、主にレーザを用いて断面データを実造形して、これを幾層にも積み上げて3次元形状を製作する手法である<sup>1)</sup>。代表的な積層造形手法は、紫外線硬化性樹脂を用いた光造形法、熱可塑性樹脂を用いた熔融物堆積法、粉末状の樹脂や金属を焼結させる粉末焼結法などが挙げられる<sup>2)3)</sup>。これらはいずれも3次元形状を迅速に確認できるが、造形用材料が実製品と異なるために製品の強度および機能評価が困難であるという課題を有していた。

そこで最近では、実製品と同じ材料を用いて直接製品を造形するRM(ラピッドマニファクチャリング)や、成型型を造形するRT(ラピッドツーリング)と呼ばれる手法が提案されている<sup>4)5)</sup>。また、造形物の面粗度を向上させるため、積層造形とエンドミル加工を複合化し、高精度に射出成形用金型を造形する加工機

も開発され注目されている<sup>6)</sup>。金型製作に積層造形法を適用することによって、深リブ構造を有する金型を一体物で製作でき、また、設計時に分割や放電加工による後加工などを考慮する必要が無く、金型の製作時間短縮が実現されている。

我々は、これまで用いられていた炭酸ガスレーザの代わりにYb: fiberレーザを適用し、微細な射出成形用金型を高速かつ高精度で造形することを目的としている。Yb: fiberレーザに置換することで、レーザのスポット径が原理的に小さくでき、材料に対する吸収率も上がるため造形特性を向上させることが期待される。前報では、堆積粉末をライン状に焼結したとき、レーザ走査速度やスポット径と焼結状態との関連について調べると共に、得られたライン焼結物の比切削抵抗を調べることで、焼結プレートに対する焼結物のぬれ性を評価できる可能性を示した<sup>7)</sup>。本研究では、Yb: fiberレーザを用いた積層造形についてさらに検討する。面状焼結物の造形時にレーザ照射で生じた熱が焼結特性に与える影響を調べるため、レーザ照射時の表面温度や焼結物の断面充填率および比切削抵抗を測定し、焼結条件を最適化する定量評価手法を検討したので、以下に報告する。

## 2. 金属粉末のレーザ焼結

### 2.1 焼結装置

金属粉末のレーザ焼結装置の概要を図1に示す。実験装置は、レーザ発振器と粉末焼結ユニットで構成する。焼結ユニット内部には、造形用プレートの3軸移動ステージおよびスキージングブレードが取り付けられており、プレート上の堆積粉末を任意の厚みにならすことができる。なお、焼結時に金属粉末表面の酸化を防ぐため、ユニット内部は窒素ガスを充填している。実験に用いるレーザは、波長が1070 nmの連続発振ファイバー

\* 原稿受付 平成21年4月9日

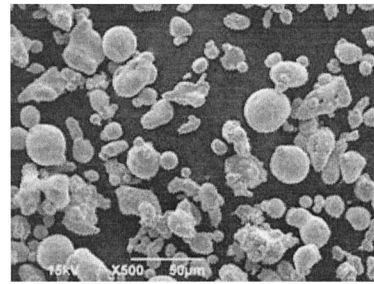
\*\* 正会員 金沢大学理工研究域(石川県金沢市角間町)

\*\*\* 学生会員 金沢大学大学院(石川県金沢市角間町)

† 正会員 パナソニック電工株式会社(大阪府門真市大字門真1048)

Table 1 Specifications of metal powder

Material	SCM, Cu, Ni
Shape	Irregular
Particle mean diameter	$d$ 25 $\mu\text{m}$
Bulk density	4190 $\text{kg/m}^3$
Absorption ratio (1070 nm)	25%
Thermal conductivity	0.14 $\text{W/mK}$



50  $\mu\text{m}$

Fig.3 SEM image of metal powder

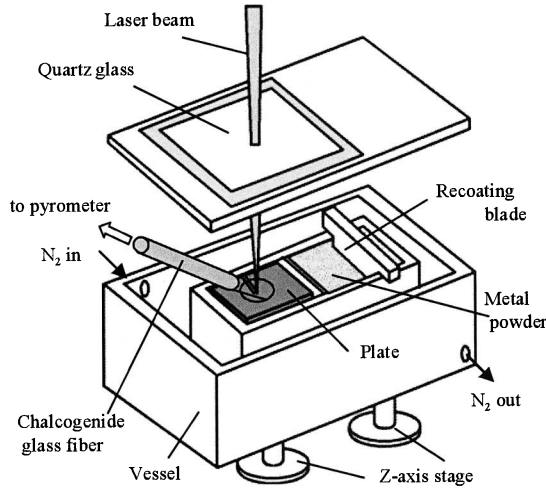


Fig.1 Schematic illustration of sintering unit

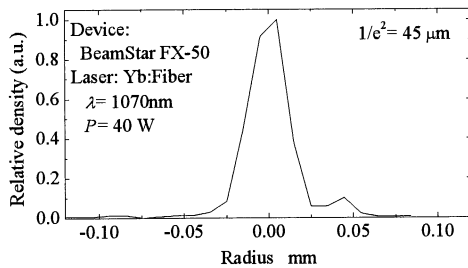


Fig.2 Profile of laser beam

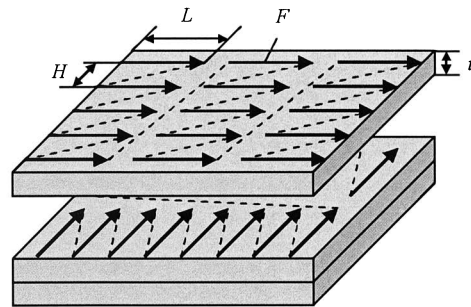


Fig.4 Schematic illustration for sintering the powder

ト処理を施した。このプレートを焼結ユニット内のテーブルに取り付け、粉末が一定の厚みとなるようにスキージングブレードで表面をならしてからレーザ照射を行った。

粉末の焼結プロセスを模式的に図4に示す。積層造形では、3次元モデルを層状のスライスデータに変換した後、層内を一定の走査長さ $L$ に分割して焼結を行うため、本実験でも一定の厚み $t$ となるように粉末を堆積させた後、レーザの走査速度 $F$ 、走査長さ $L$ 、走査間隔 $H$ を変化させた。ある層の面全体の焼結が終了すると、再びその上面に粉末を堆積させて表面をならし、前層に対してレーザ走査方向を $90^\circ$ 変えて焼結を行った。この走査を複数回繰り返すことで、層状焼結物が積層された3次元の造形物を得ることができる。

### 3. 実験方法

#### 3.1 金属粉末の焼結実験

レーザの走査条件が粉末の焼結状態に与える影響を調べるため、表2に示す条件で焼結して、得られた焼結物表面をSEM観察した。金属粉末の堆積厚みは $t=50\mu\text{m}$ で一定とし、条件を変えてレーザ照射を行った。いずれの条件も焼結層の平面サイズは $10\times 10\text{mm}$ で、この層を20層積み上げた焼結物を製作した。

#### 3.2 焼結時の温度測定

レーザ走査条件と焼結特性との関係を調べるため、レーザ照射時の粉末表面温度を赤外線輻射温度計で測定した。測定に用いる輻射温度計の概要を図5に示す。本温度計は、赤外線導光ファイバー、赤外線検出素子および増幅回路から構成されている。測定対象物から輻射される赤外線をファイバーで受光し、ファイバー内を伝送した赤外線を波長感度の異なる2つの検出素子(InAs素子, InSb素子)に導き、各素子からの出力比と校正曲線から温度に換算することができる<sup>9)10)</sup>。両素子からの出力比を取ることで、測定対象物表面からの赤外線輻射率の影響を抑え、

レーザ(SUNX(株)製: LP-F13W-P49)である。発振されたレーザは、ガルバノミラーを介して試料表面に焦点を結ぶように導き、レーザ出力は40Wで照射した。焦点位置のビームプロファイル測定(オフィール製: BeamStar FX-50)した結果を図2に示す。ビーム形状は $\text{TEM}_{00}$ のガウシアン形状を呈し、 $1/e^2$ の位置のビーム径は $\phi=45\mu\text{m}$ であった。本実験で用いる粉末に対するレーザ吸収率は25%である<sup>8)</sup>。

#### 2.2 焼結方法

実験に用いる金属粉末の物性を表1、電子顕微鏡(日本電子(株)製: VSM-6290LVU)による画像を図3に示す。粉末は、鉄系粉末が70%、銅合金系粉末が20%、ニッケル系粉末が10%含まれる混合粉末で、その平均粒径は $25\mu\text{m}$ である。また、プレート上に粉末を堆積させるとき、粉末への加圧は行わず自重のみで堆積させた。このときかさ密度は $4190\text{kg/m}^3$ となり、真密度と比較して50%程度となった<sup>8)</sup>。焼結用プレートは、厚みが3.2mmの冷間圧延鋼(JIS SPCC)を用いた。冷間圧延鋼に対する金属粉末のぬれ性を向上させるため、表面は#45のアルミナ砥粒でプラス

Table 2 Consolidation conditions

Model size	10 x 10 mm
Powder thickness	$t$ 50 $\mu\text{m}$
Laser power	$P$ 40 W
Scan speed	$F$ 19 - 213 mm/sec
Hatching pitch	$H$ 25, 50, 75, 100, 125 $\mu\text{m}$
Unit scan length	$L$ 1, 2, 5, 10 mm

Table 3 Experimental conditions for cutting test

Tool material	Solid carbide
Diameter	$\phi_t$ 6 mm
Shape	Flat end mill
Spindle revolution	6000 rpm
Cutting speed	$V$ 113 m/min
Feed rate	$f$ 0.01 mm/tooth
Axial depth of cut	$A_d$ 0.3 mm

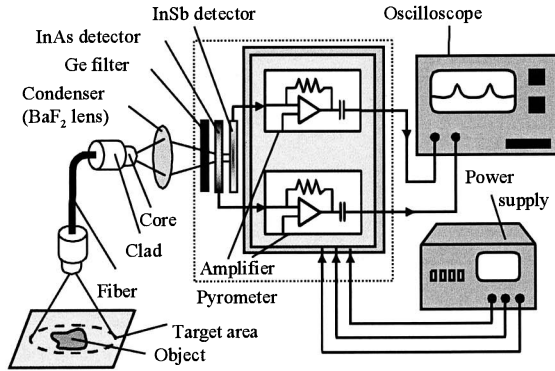


Fig. 5 Fundamental structure of InAs-InSb pyrometer

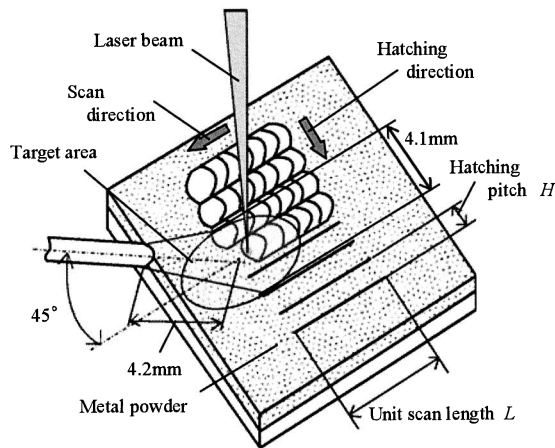


Fig. 6 Enlargement of irradiation spot

ファイバーと測定対象物の距離や受光領域に対する測定領域の大きさに影響を受けずに測定できる<sup>9)11)</sup>。

温度測定部の拡大図を図6に示す。導光ファイバーは、堆積した粉末表面との角度が $45^\circ$ で、ファイバー先端と粉末表面との距離が4.2 mmとなるように固定した。このとき、走査したレーザーがファイバー受光円の中心を通るように調整した。導光ファイバーの開口数が $NA=0.4$ であるため、放射赤外線最大の受光角は $23.6^\circ$ となる<sup>12)</sup>。したがって、本条件ではレーザーがファイバー先端を通過する長さ4.1 mmの温度変化を測定することになる。本実験では、各条件で得られた最大温度を測定して焼結状態と温度との関係を調べた。

### 3.3 焼結物の断面充填率評価

造形した焼結物の状態を調べるため、ファインカッターで得られた焼結物の中央を深さ方向に切断・研磨した後、その切断面を実体顕微鏡(株)ニコン製: SMZ1500)で観察した。また、焼結物断面の粗密性を調べるため、画像処理ソフトウェア(Scion

Corporation 製: Scion Image)を用いて切断面画像を二値化処理し、金属部分と空隙部分との割合から焼結物の充填率 $\rho_c$ を算出した。二値化処理の濃淡しきい値は180/256とした。

### 3.4 焼結物の切削抵抗測定

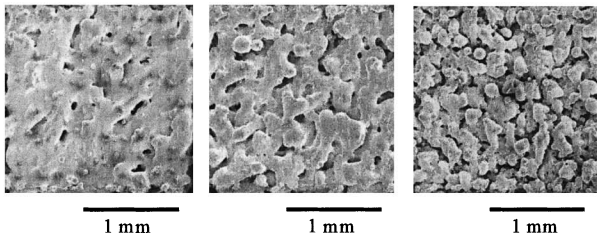
焼結条件が焼結物の被削性に与える影響を調べるため、焼結物をエンドミル加工して、生じる切削抵抗を切削動力計(日本キスラ(株)製: 9251A)で測定した。実験条件を表3に示す。実験に用いる工具は、直径 $\phi 6$  mm、刃先ねじれ角 $30^\circ$ の超硬フラットエンドミルである。エンドミルの回転数は、切削動力計の固有振動数を考慮し、安定した出力が得られる6000rpmとした。軸方向の切り込み量は $A_d=0.3$  mm、1刃あたりの切り込み量は $f=0.01$  mm/toothで一定とした。焼結プレートを切削動力計に固定後、焼結物を溝加工したときの切削抵抗を測定して、得られた結果から比切削抵抗を算出してレーザー焼結条件との関係を調べた。また、切削動力計からの出力は、工具送り方向に生じる分力を $F_x$ 、工具送り方向に対して垂直に生じる分力を $F_y$ 、工具の軸方向に生じる分力を $F_z$ と定義して、工具送り垂直方向分力 $F_y$ から比切削抵抗を求めた。

## 4. 実験結果および考察

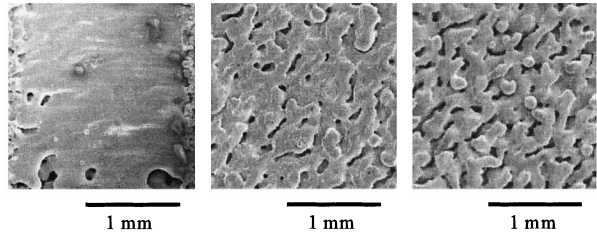
### 4.1 レーザ照射条件が焼結状態に及ぼす影響

図7は、走査長さが $L=2$  mm、走査間隔が $H=100$   $\mu\text{m}$ のとき、各走査速度で焼結した焼結物表面をSEM観察した結果である。図に見るように、焼結物の状態はレーザーの走査速度によって大きく異なる。走査速度が $F=80$  mm/sのとき、図7(a)に示すように焼結物表面の気孔は少なく、全面が熔融・凝固している様子がわかる。走査速度が $F=137$  mm/sになると、図7(b)に示すように表面の気孔は大きくなり、また、その量も増えている。さらに速度が増加して $F=213$  mm/sの条件では、図7(c)に示すように焼結は確認できるが、球状凝固物も散見され十分な焼結が行われていない。これらの違いは、照射レーザーのエネルギー密度に起因すると考えられる。エネルギー密度 $E_d$ は、レーザーパワー $P$ をレーザー走査速度 $F$ および走査間隔 $H$ で除した式から求めることができる<sup>13)</sup>。走査速度が $F=80$  mm/sのとき $E_d=5$  J/mm<sup>2</sup>であったエネルギー密度は、走査速度が $F=213$  mm/sになると $E_d=1.9$  J/mm<sup>2</sup>と40%程度となっている。そのため、走査速度の上昇につれて次第に金属粉末を熔融・焼結する十分なエネルギー供給が行われなくなったと考えられる。

一方、図8は走査速度が $F=137$  mm/s、走査間隔が $H=25$   $\mu\text{m}$ と粉末表面に供給されるエネルギー密度が同じとき、各走査長さに対する焼結状態を比較した結果である。図から、エネルギー密度が同一であるにもかかわらず、焼結状態が大きく異なっている。走査長さが $L=2$  mmのとき、図8(a)に示すように表面が完全に熔融しているのに対して、走査長さが長くなると図8(b), (c)に示すように気孔が増えている。これらの変化は、照射エネルギーの



(a)  $F=80$  mm/s (b)  $F=137$  mm/s (c)  $F=213$  mm/s  
Fig.7 SEM images of the consolidated structure



(a)  $L=2$  mm (b)  $L=5$  mm (c)  $L=10$  mm  
Fig.8 SEM images of the consolidated structure

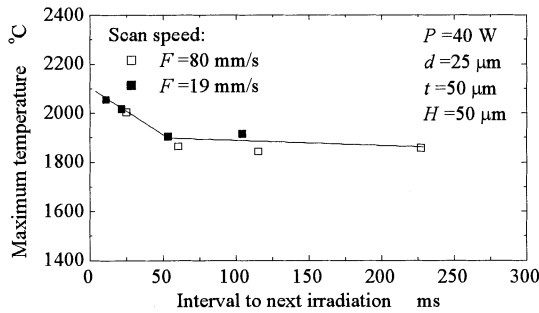
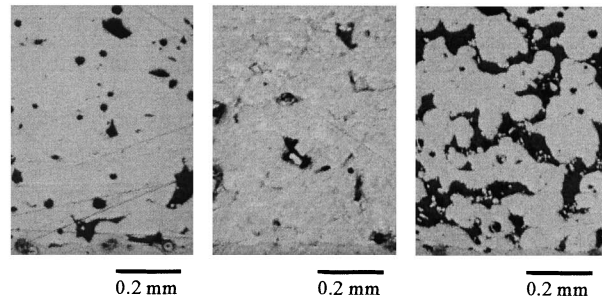


Fig.9 Effect on time interval of laser irradiation

投入時間に起因すると考えられる。走査長さが短いとき、ライン照射が終了して次のライン照射を行うまでの間隔が短いため、金属粉末の加熱、溶融、凝固の課程で十分な冷却時間が得られず、蓄熱されて温度上昇したと考えられる。

そこで、照射条件を変えながらレーザ照射部の最高温度を計測した結果が図9である。横軸は、レーザが通過して次のレーザが到達するまでの時間、縦軸はレーザ照射部の最高温度を示している。図から、いずれの走査速度でも間隔が長くなるにつれて最高温度が次第に減少していることがわかる。また、時間間隔が50 msを超えると表面温度はほぼ一定となった。これは、時間間隔が50 msまではライン照射を繰り返すことでレーザ照射部近傍が蓄熱されるのに対して、50 msを超えると次のレーザが到達するまでにレーザ照射部が十分に冷やさるためと考えられる。一般的な積層造形の場合、3次元モデルを層状のスライスデータに変換した後、層内をさらに一定の走査長さに分割してレーザを走査するが、これらの結果は走査長さが異なることで粉末の焼結状態が変わることを意味している。高精度な積層造形物を得るには、面内の焼結条件が等しくなることが望ましく、焼結条件を検討するときエネルギー密度に加えてレーザの時間間隔を考慮する必要があるといえる。本実験の結果から、その際



(a)  $F=80$  mm/s ( $\rho_c=93\%$ ) (b)  $F=137$  mm/s ( $\rho_c=92\%$ ) (c)  $F=213$  mm/s ( $\rho_c=75\%$ )  
Fig.10 Images of cross section at each condition

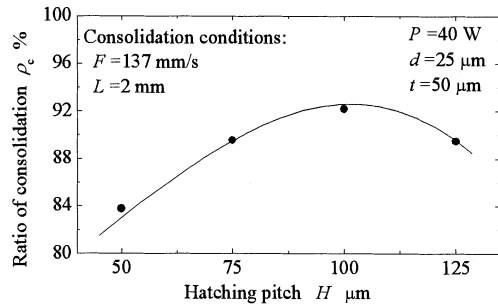


Fig.11 Variation of the ratio with the hatching pitch

の評価指標として粉末表面の最高温度計測が焼結状態を把握するために有効なことが示された。

#### 4.2 レーザ照射条件が焼結充填率に及ぼす影響

図10は、走査長さが $L=2$  mm、走査間隔が $H=100$   $\mu$ mで同一条件のとき、各走査速度で焼結した焼結物断面を観察した結果である。図7で示した焼結物表面と同様、エネルギー密度の違いで断面状態が大きく異なっている。図10(b)と図10(c)の画像を比較すると、走査速度が速い方が断面充填率は小さい。これは、前述したエネルギー密度の減少に起因すると考えられる。また、図10(a)と図10(b)を比較すると、断面充填率に大きな違いが見られないが、図10(a)の方が断面に存在する気孔が小さく、その形状が球状であることがわかる。これらの球状気孔は、走査速度が遅くエネルギー密度が大きくなりすぎたことで、混合粉末の加熱・溶融・凝固の過程で鉄系粉末内部に含まれる炭素が析出したために生じたと考えられる。この条件のとき、析出した炭素は脆いため、試料断面の研削加工時に抜け落ちて焼結断面内の気孔になったと考えられる。しかしながら、エネルギー密度に起因すると考えられる球状気孔の発生メカニズムと対策については、レーザ照射部の温度履歴も含めさらに検討する必要がある。

図11は、走査長さが $L=2$  mm、走査速度が $F=137$  mm/sのとき、走査間隔 $H$ と断面充填率 $\rho_c$ との関係を示している。図から、断面充填率 $\rho_c$ は走査間隔が $H=100$   $\mu$ mのとき最も大きい。これは、レーザのビームスポット径に起因していると考えられる。前報で、レーザをライン走査したときに得られる焼結物は、ビームスポット径に対して2倍程度の焼結幅のとき、粉末の加熱・溶融・凝固が連続的に行われてライン状焼結物が形成されることが示された<sup>7)</sup>。本実験でも、走査間隔がレーザスポット径に対して2倍程度のとき、最も充填率が大きく密な焼結物が得られた。面状焼結物は、ライン状焼結物を走査間隔分ずらす

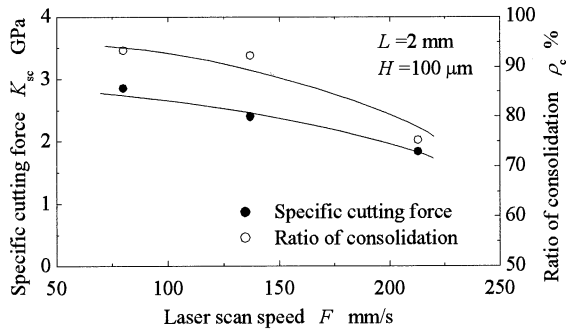


Fig. 12 Variation of the ratio with the laser scan speed

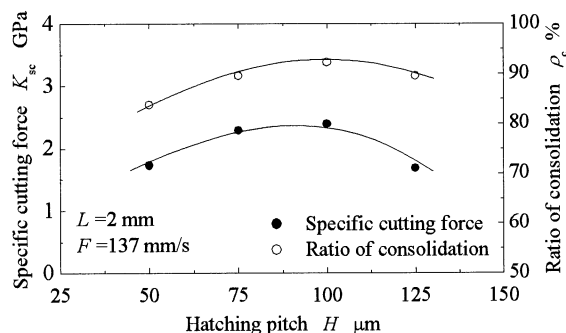


Fig. 13 Variation of the ratio with the hatching pitch

ことで得られるが、走査間隔をビームスポット径の2倍程度とすることで、粉末の加熱・溶融・凝固が連続的に進行して良好なライン状焼結物が得られ、それが重なった結果、充填率の大きい面状焼結物が得られたと考えられる。

これらの結果から、焼結物断面の充填率が低下する要因は様々であるが、焼結密度が大きい焼結物を得るためには各レーザー照射条件を適切に選択する必要があることがわかった。

#### 4.3 レーザ照射条件が被削性に及ぼす影響

走査長さが  $L=2$  mm、走査間隔が  $H=100$   $\mu\text{m}$  のとき、走査速度と比切削抵抗の関係を図12に、走査長さが  $L=2$  mm、走査速度が  $F=137$  mm/s のとき、走査間隔と比切削抵抗の関係を図13に示す。いずれも、比較のため前節で求めた焼結物の断面充填率も併せて示す。図12に示すように、焼結物の比切削抵抗は走査速度の上昇と共に減少した。また、図13に示すように比切削抵抗は走査間隔が大きくなるにつれて上昇し、走査間隔が  $H=100$   $\mu\text{m}$  のとき最大となった。いずれの条件でも焼結条件で比切削抵抗が異なり、本実験の範囲では最大で40%の違いが生じることがわかった。

一方、比切削抵抗はいずれも条件でも焼結物の断面充填率と同じ傾向を示していた。これは、切削条件が同じ場合、断面充填率の増加にともなって実切削される断面積が増え切削抵抗が大きくなったためと考えられる。本報では示していないが、他

のレーザー照射条件でも断面充填率と比切削抵抗が全て同様の傾向を示すことを確認している。このように、焼結物の比切削抵抗と断面充填率とに相関が認められたことから、比切削抵抗を調べることで焼結物の断面状態を把握できる可能性があることがわかった。

## 5. 結 言

本研究では、Yb: fiber レーザを用いて面状焼結物を造形するとき、レーザー照射で生じた熱が焼結特性に与える影響を調べるため、レーザー照射時の表面温度や焼結物の断面充填率および比切削抵抗を測定し、焼結条件を最適化する定量評価手法について検討した。以下に、得られた結果を要約する。

- 1) レーザ焼結時の粉末表面の最高温度は、レーザーの走査間隔が50 ms までは次のライン走査までの時間が短く十分な冷却時間が得られないため、ライン走査を繰り返すことで表面最高温度が上昇した。走査間隔が50 ms を超えると粉末表面の最高温度が一定となった。
- 2) 焼結物の比切削抵抗と断面充填率に相関関係が認められ、比切削抵抗測定が焼結物内部の状態を知るための有効な評価指標となる可能性が示された。

## 謝 辞

本研究は、地域新生コンソーシアム研究開発事業「金属光造形と成形技術の高度化による企業連携グリッドモデル構築」(H18-19)で得られた成果である。

## 参 考 文 献

- 1) P. F. Jacobs: Rapid Prototyping & Manufacturing, Fundamental of Stereo lithography, The Society of Manufacturing Engineers (1992).
- 2) 中川威雄, 丸谷洋二編: 積層造形システム-三次元コピー技術の新展開, 工業調査会(1996). (in Japanese)
- 3) 丸谷洋二, 早野誠治, 今中 暎: 積層造形技術資料集, オプトロニクス社 (2002) 11. (in Japanese)
- 4) M. Imamura: Recent Trend about the Metal Rapid Prototyping Using Powder, J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, 48, 5, (2001) 415. (in Japanese)
- 5) K. Maekawa: Rapid Prototyping Using Laminated Manufacturing with Laser Sintering, J. Jpn. Soc. Precis. Eng., 70, 2 (2004) 167. (in Japanese)
- 6) S. Abe et al.: Development of Milling-combined laser metal sintering method Combination of laser-assisted metal sintering method and the milling in one machine, J. Jpn. Soc. Precis. Eng., 73, 8 (2007) 912. (in Japanese)
- 7) T. Furumoto et al.: Study on the Sintering Characteristics of the Mixed Metal Powder with Yb Fiber Laser: Evaluation of the Adhesion Force of the Sintered Material on the Different Surface Plate, J. Jpn. Soc. Precis. Eng., 74, 8 (2008) 836. (in Japanese)
- 8) T. Furumoto et al.: Study on the Measurement of Physical Properties in the Metal Powder for Rapid Prototyping: Proposal of the Measurement of Thermal Conductivity and Absorption of Laser Beam, J. Jpn. Soc. Precis. Eng., 73, 5 (2007) 558. (in Japanese)
- 9) P. R. N. Childs: Practical Temperature Measurement, Butterworth Heinemann (2001).
- 10) M. A. Davies et al.: Calibrated Thermal Microscopy of the Tool-Chip Interface in Machining, Journal of Machining Science and Technology 7, 2 (2003) 167.
- 11) T. Ueda et al.: Measurement of Flush Temperature of Ceramics Irradiated with CO<sub>2</sub> Laser, Application of Two-color Pyrometer Using Fused Fiber Coupler, J. Jpn. Soc. Precis. Eng., 61, 2 (1995) 278. (in Japanese)
- 12) 末松安晴, 他: 光ファイバ通信入門, オーム社 (1989) 20. (in Japanese)
- 13) J. P. Kruth et al.: New Ferro Powder for Selective Laser Sintering of Dense Parts, Ann. of the CIRP, 52, 1 (2003) 139.