研 究

レーザによるチタン粉末積層造形技術の構築

三浦 秀士^{☆1}, 前田 浩幸^{☆2}, 竹増 光家^{☆1}, 上村 誠^{☆3}, 大津 雅亮^{☆4}^{☆1}九州大学大学院工学研究院知能機械システム部門, 〒819-0395 福岡市西区元岡 744.^{☆2}九州大学大学院工学府知能機械システム部門, 〒819-0395 福岡市西区元岡 744.^{☆3}熊本県工業技術センター, 〒862-0901 熊本市東町 3-11-38.^{☆4}熊本大学工学部知能生産システム工学科, 〒860-8555 熊本市黒髪 2-39-1.

Development of Selective Laser Sintering for Titanium Powder

Hideshi Miura^{☆1}, Hiroyuki Maeda^{☆2}, Teruie Takemasu^{☆1}, Makoto Uemura^{☆3} and Masaaki Otsu^{☆4}^{☆1}Dept. Intelligent Machinery and Systems, Kyushu University, 744 Motoooka, Nishi-ku, Fukuoka 819-0395, Japan.^{☆2}Dept. Intelligent Machinery and Systems, Graduate School of Kyushu University, 744 Motoooka, Nishi-ku, Fukuoka 819-0395, Japan.^{☆3}Kumamoto Industrial Research Institute, 3-11-38 Higashi-machi, Kumamoto 862-0901, Japan.^{☆4}Dept. Mech. Eng. & Materials Sci., Kumamoto University, 2-39-1 Kurokami, Kumamoto 860-8555, Japan.

Received May 15, 2006

SYNOPSIS

This paper investigates the characteristic of single-layered and multi-layered compacts made by selective laser sintering using blended bimodal titanium powders. The surface texture and tensile strength were investigated by using single-layered compact. There were few defects in the surface of specimen sintered in vacuum, and the roughness was smoother than that of specimen sintered in argon. Maximum tensile strength of single-layered compact sintered in vacuum was about 200 MPa. The shrinkage and mechanical strength were investigated by using multi-layered compact. There was a unique tendency in the shrinkage of multi-layered compacts, which the density was around 76% and the adhesive bonding was not observed between layers, resulted in 70 MPa of maximum bending strength and 50 MPa of maximum tensile strength.

KEY WORDS

selective laser sintering, vacuum atmosphere, surface texture, shrinkage, strength

1 緒 言

近年、携帯電話やパーソナルコンピュータを代表とする情報関連機器が加速的に普及している。これらはライフサイクルが非常に短いことから生産ロット数も少なく、製品の差別化や個性化も相まって、短納期、多品種少量生産に対応できる生産システムの構築が求められている。また、製品形状も複雑化しており、これまでの量産加工の特徴である金型を用いた製造法では対応が難しくなっている¹⁾。これらの要求に応える可能性のある製造技術としてラピッドプロトタイプング技術の一つである選択的レーザ焼結法が挙げられる。

本法は直接成形、複雑形状造形が可能であり、粉末を再利用でき、切り屑なども出さないため省資源・省エネルギーである。しかし、緻密化や寸法精度向上のための技術的検討課題が依然として残っており、これらを解決することが求められている。

ここでは、純チタン粉末を用いた選択的レーザ焼結において、焼結助材を用いることなく、まず予備実験として単層焼結体において緻密化および高強度化を図り、ついで積層焼結体を作製し、その形状および強度を評価することにより、高精度化および高強度化を実現するためのプロセス技術の検討を行った。

2 試料および実験方法

原料粉末には住友チタニウム(株)製のガスアトマイズ粉末 TILOP-45 と TILOP-150 を、最密充填比である 27:73 (重量比) で混合したバイモダル粉末を使用した。Fig.1 に、その混合粉末の粒度分布測定結果を示す。平均粒径は約 70 μm である。造形には本研究を行うにあたり設計・作製した粉末積層造形装置を用いた。Fig.2 に装置概略図を示す。この装置の特徴としては、チャンバ内を減圧 (0.01 Pa 以下) することができ、真空

Fig.1 Particle size distribution of mixed Ti powder

Fig.2 Schematic diagram of selective laser sintering equipment.

雰囲気での焼結が可能な点である。ここでは種々のレーザ条件によって矩形的単層焼結体(厚さ150 μ m)を作成し、表面観察および引張試験を行うことにより、その特性を把握し、そ

Table 1 Laser irradiation conditions.

Laser type	20W Q・SW pulsed YVO4
Wave length	1064nm
Average power	12~16W
Pulse frequency	100kHz
Beam diameter	50mm
Scan rate	8~12mm/s
Layer thickness	150 μ m
Hatching pitch	100 μ m
Sintering atmosphere	Vacuum or Argon

れを基に積層造形体を作製した。積層造形体について、形状評価に関しては、幅3mm、長さ6~45mm、高さ1.05mmの直方体形状、および半径が3, 6, 9mmの半球形状の造形体を作製し、CNC画像計測装置を用いてその寸法および形状を測定した。強度評価に関しては、曲げ試験および引張試験を行うことにより機械的特性を評価した。Table 1に全体を通しての造形条件パラメータを示す。この場合、Nd: YVO₄ レーザ(波長1064nm)を用い、Qスイッチパルスモードで発信周波数が100kHz、レーザ出力12~16W、走査速度8~12mm/s、走査ピッチは100 μ mで往復方向での走査により造形を行った。

3 実験結果および考察

3.1 単層焼結体の表面観察および強度

Fig.3に真空雰囲気およびアルゴン雰囲気においてレーザ出力16Wと固定し、走査速度を変化させた時の単層焼結体表面のSEM画像を示す。これらから真空雰囲気での焼結ではレーザ走査に沿ってほぼ平滑な表面が得られていることがわかる。ここで縦方向に層状に形成された模様はレーザ走査ピッチに等しい。一方、アルゴン雰囲気での焼結体では凹凸が激しく

Fig.3 SEM images of the surface of specimens.

気孔も多数存在していることがわかる。これはアルゴン雰囲気でのレーザ照射は真空雰囲気のそれに比べて、熔融粉末の粘性あるいは表面張力に何らかの影響を及ぼしたものではないかと考えており、この点については現在検討中である。その表面性状を測定した結果をFig.4に示す。これはレーザ出力16 W、レーザ走査速度10 mm/sとしたときの各焼結雰囲気における焼結体表面の三次元鳥瞰図である。これらより、最大高さ粗さは真空雰囲気(26 μm)に比べアルゴン雰囲気(57 μm)の方が大きくなっていることがわかる。いずれにせよ、アルゴン雰囲気でのレーザ照射では真空雰囲気でのそれよりも、表面粗度や緻密化の点で劣ることが本実験より類推される。

Fig.5に真空雰囲気における単層焼結体の最大引張応力を示す。これを見ると、出力が12 Wおよび14 Wでも走査速度が速いものでは十分な強度が得られていないようである。これは今回使用した粉末を十分に焼結するために必要なレーザ出力は少なくとも14 W以上であることを示唆しており、JIS規格によるチタン第1種の強度が270 MPa以上であることから、14～16 Wのレーザ出力付近が最適な出力条件であると考えられる。また、結果は省略するが、アルゴン雰囲気における焼結体ではレーザ出力を大きくしても十分な強度が得られなかった。

なお、各焼結雰囲気においてレーザ出力15 Wで積層焼結体を作製した際に、アルゴン雰囲気で作製した焼結体の密度(約72%)に比べて真空雰囲気で作製した焼結体の密度(約76%)の方が高い値を示したことからも、これ以降の実験ではすべて真空雰囲気で行うものとした。

3.2 積層焼結体の形状測定

積層焼結体を作製する際、熔融金属の熱収縮等により焼結体の寸法収縮が起こり、寸法精度が悪化してしまう。そのため、ここではまず始めに積層焼結体の寸法変化について調査した。

Fig.4 3DSEM images of the surface of specimens.

レーザ出力15 W、レーザ走査速度10 mm/sで作製した直方体形状造形体のX軸方向(レーザ走査方向、長手方向)の寸法測定結果から得られた収縮率の関係をFig.6に▼印で示す。なお、 L_x は測定寸法(焼結体寸法)を、 L_{x0} は設計寸法をそれぞれ表す(Fig.7参照)。Fig.6から L_{x0} に関わらず寸法収縮が起きていることがわかる。これはレーザ照射によって隣接する粉末同士が熔融結合することにより生じるものである。なお、 L_{x0} が小さいほど収縮率が大きくなっているが、これは設計寸法が小さい場合、一度レーザが照射された箇所付近に再びレーザが照射されるまでの時間が短いため、粉末の予熱効果により焼結が充分進行したためだと考えられる。全体的な収縮率の分布としては、 L_x が24 mmまではほぼ直線的に増加しており、それ以降は一定に推移している。この関係性を活かして、焼結体寸法が理想寸法となるように設計寸法を補正し、その補正設計寸法を使用して作製した焼結体の収縮率の関係をFig.6に○印で示す。これは設計寸法 L_1 で焼結すると収縮率 S_1 (焼結体寸法 $L_1(1-S_1)$)の焼結体が得られ、 L_2 で焼結すると S_2 (焼結体寸法 $L_2(1-S_2)$)の焼結体が得られたとした時に、

Fig.5 Maximum tensile strength of the single-layered compacts in vacuum sintering.

Fig.6 Shrinkage of the rectangular specimens.

Fig.7 The design size and measurement size.

Fig.8 The method of dimensional modification.

目標理想寸法を L_1 として $L_1 = L_2(1 - S_2)$ となるような L_2 を算出し、これを補正設計寸法として焼結した結果である (Fig.8 参照). すべての測定点において収縮率が一定の値を示すようになり、その値がほとんど1に近くなっていることがわかる. このように補正前の傾向を利用して焼結体寸法を理想寸法に近づけることが可能であり、この方法を採用することで寸法精度の向上が見込まれることがわかった.

また、同じレーザ条件で作製した半球形状造形体の X 軸方向 (レーザ走査方向) および Y 軸方向 (レーザ走査と垂直方向) の寸法測定結果から得られた収縮率の関係を Fig.9, Fig.10 に示す. なお、 θ は焼結体の底部からの角度を表し、 r_0 は設計寸法 (3, 6, 9 mm) を、 r は焼結体の各 θ における半径をそれぞれ表す (Fig.11 参照). これを見ても半径に関係なく全て直線的な変化を示している. このように収縮傾向は明確であることから、上述した方法で焼結体の寸法管理は可能であると考えている.

3.3 積層焼結体の強度

レーザ出力 15 W と固定し、レーザ走査速度を 8 ~ 12 mm/s と変化させ、 $2.5 \times 3.5 \times 40$ mm の寸法で作製した試験片の曲げ試験結果を Fig.12 に示す. なお、レーザ走査方向は長手方向である. 図中の (a), (b) は荷重を加える方向を表しており、(a) は積層面に垂直に、(b) は積層面に平行に荷重を加えた結果である. これを見ると、走査速度の低下に伴って強度が増加していることがわかる. 試験前に試験片の密度測定を行ったが、

Fig.9 Shrinkage of the hemisphere specimens in x-axis direction.

Fig.10 Shrinkage of the hemisphere specimens in y-axis direction.

Fig.11 The design size and measurement size.

ここでも走査速度の低下に伴い密度が向上しており、レーザ照射時間が長くなることから焼結が促進し、密度や強度が増加したと考えられる. 参考として、チタン積層焼結体の応用例として人工骨への適用が考えられるが、人の骨の曲げ強度は約 $50 \sim 200 \text{ MPa}^{2-4)}$ であり、ここで作製した焼結体は走査速度 8 mm/s のものでその下限値を満足する程度に留まっている. 走査速度の低下に伴い強度の向上は見込まれるが、走査速度を低下させると入力エネルギーが増加し熱収縮が大きくなり、積層造形途中で層間の剥離が生じて造形が困難になる

Fig.12 Bending strength of multi-layered specimens ((a) and (b) are load direction as shown in Fig.7).

ため、走査速度の低下には限界がある。よって走査速度低下が強度向上の最適手法ではないと考えられ、さらなる強度向上に向けてレーザ条件の最適化や雰囲気(真空到達度)の最適化、使用粉末の最適選定などを今後の課題としている。なお、ここでは最適化が不十分であったために、荷重方向(a)と(b)に対して強度差が現れなかったものと思われる。

ところで、同じレーザ条件で作製した積層焼結体試験片の最大引張応力は約50 MPaとなり、単層焼結体の引張試験結果と比べると大幅に低い値となった。Fig.13に積層焼結体の断面写真を示すが、これを見るとほぼ積層ピッチごとに未焼結粉末部分が存在していることが観察された。これにより引張強度ないし曲げ強度が大幅に低下していると考えられ、この層間の未焼結部を減少させることも今後の重要な課題である。

4 結 言

純チタン混合粉末を用いた積層造形法の確立に向けて、単層焼結体および積層焼結体の諸特性について検討した結果、以下の結論が得られた。

単層焼結体について

- (1) 真空雰囲気における焼結では空隙等の欠陥の少ないほぼ平滑な表面が得られ、表面粗さもアルゴン雰囲気と比べて小さくなった。これは各焼結雰囲気における熔融金属の粘性もしくは表面張力の違いによるものと考えている。
- (2) 真空雰囲気で作製した焼結体ではJISのチタン第1種に匹敵する引張強度が得られた。

Fig.13 Sectional view of the multi-layered compact in vacuum sintering.

積層焼結体について

- (3) レーザ照射が焼結体の寸法変化に与えるマクロ的な影響を数値化することができた。その傾向を設計寸法にフィードバックすることにより、正確な寸法管理は可能である。
- (4) 密度・強度共にアルゴン雰囲気よりも真空雰囲気による焼結体の方が高い値が得られたが、焼結体内部の特に層間の未焼結部分の存在により、絶対値はかなり低いもの(50 MPa)であった。

文 献

- 1) M.Otsu, T.Fukunaga and H.Miura: "Densification of Stainless Steel Powder Compacts Made by Selective Laser Sintering", J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, 51(2004)447-450.
- 2) T.Hayashi, K.Maekawa, M.Tamura and K.Hanyu: "The Selective Laser Sintering Method using Titanium Powder Sheet Toward Fabrication of Porous Bone Substitutes", Proceedings of The 2nd JSME/ASME International Conference on Materials and Processing 2005 -The 13th JSME Materials and Processing (M&P 2005), JSME, Seattle, 2005, (APP-05)-1-6.
- 3) T.Hayashi, K.Gotou and K.Maekawa: "The Characteristic of Laser Layer Sintering Using Titanium Green Tape", The Proceedings of the 53rd Japanese Joint Conference for the Technology of Plasticity, The Japan Society for Technology of Plasticity, Hamamatsu, (2002)65-66.
- 4) H.Yamada: Strength of biological materials, The Williams & Wilkins Company, (1970)19.