

ISSN 1881-6797

レーザー加工学会誌

Vol.27 No.1 2020 February

Journal of
Japan Laser Processing
Society

特集

ロボットを用いた
先進レーザー加工システム



一般社団法人

レーザー加工学会

Japan Laser Processing Society



レーザー積層造形法による 316L ステンレス鋼の組織制御と高機能化

石本 卓也^{*,**}, 中野 貴由^{*,**}

^{*}大阪大学大学院工学研究科マテリアル生産科学専攻 (〒565-0871 大阪府吹田市山田丘 2-1)

^{**}大阪大学工学研究科附属異方性カスタム設計・AM 研究開発センター (〒565-0871 大阪府吹田市山田丘 2-1)

Crystallographic Texture Control and Functionalization of 316L-type Austenitic Stainless Steel via Selective Laser Melting (SLM)

ISHIMOTO Takuya and NAKANO Takayoshi

(Received November 19, 2019)

Key words : additive manufacturing (AM), selective laser melting (SLM), austenitic stainless steel, crystallographic texture, melt pool, yield stress, corrosion resistance

1. はじめに

Additive Manufacturing (AM) は Computer-Aided Design (CAD) 上での設計に基づき高い形状自由度にて部材を作製することが可能であることから、本来、形状や内部構造の制御による部材の機能化を得意とするテクノロジーである。一方で近年、AM が形状とは独立に金属製部材の材質（組織）の制御に有用な方法論であることが見出され、材質面からの高機能化が期待され始めてきた¹⁻⁵⁾。中でも、金属 AM の中で代表的な、粉末床溶融結合法の一つであるレーザー積層造形 (Selective Laser Melting: SLM) 法は、熱源としてのレーザービームの走査による数 100 μm 程度の微小な溶融池の形成と、溶融池内での凝固挙動に基づき、金属組織の制御を実現している。溶融池内部での凝固挙動を均一に制御することで、部材全体にわたって均一な微細組織を得ることが可能となる。

我々は、種々の金属材料に対して SLM に基づく組織制御と高機能化に挑戦している¹⁻⁵⁾ が、本稿では、化学、石油、海洋、医療といったさまざまな産業分野において活用され、機械的強度と耐食性を兼ね備えることが求められる基盤材料の一つである、オーステナイト系 316L ステンレス鋼に

おいて制御可能となった特異的の微細組織形成と、降伏応力ならびに耐孔食性の向上について紹介する。

2. 316L 鋼における特異的の微細組織形成

我々は、SLM において、レーザー条件（出力エネルギーや走査速度）に依存して単結晶から多結晶までの結晶集合組織制御が可能であり⁶⁾、さらに、スキャンストラテジー（層毎のレーザー走査方向の組み合わせ）を変えるだけで、単結晶組織の結晶方位を変化させることが可能であることを見出している^{2,4)}。

316L 鋼においても、単結晶化が可能であることを示すとともに、レーザーを特定の方向 (X 方向) での往復のみに限定したスキャンストラテジー X (Fig. 1 (b)) 下図参照) を用い、単結晶が得られる条件を基準とし、レーザー条件を最適化することで、特異的な層状組織の形成を実現した¹⁾。Fig. 1 には、316L 鋼にて形成された、造型方向 (Build Direction) に $\langle 011 \rangle$ が優先配向化した単結晶様組織 (Fig. 1 (a))、造型方向に $\langle 011 \rangle$ が配向した主層と、 $\langle 001 \rangle$ が配向した副層が交互に配置したラメラ組織 (Crystallographic Lamellar Microstructure: CLM)¹⁾ (Fig. 1 (b)) の結晶方位マップを示す。CLM は、fcc 単相であり、主層の体積率は約 85%、両

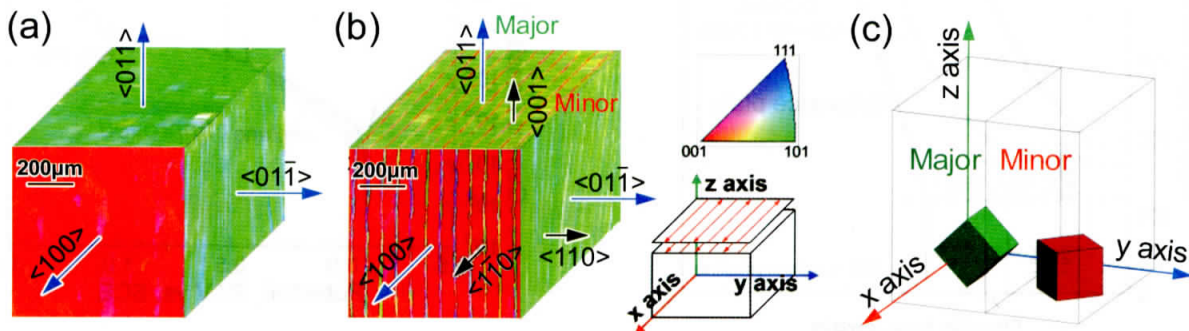


Fig. 1 Crystallographic orientation maps in the specimens with (a) the single-crystalline-like microstructure and (b) CLM achieved by SLM method. (c) Schematic illustration showing the crystallographic orientation relationship between major and minor layers in the CLM. The build direction corresponds to z-axis.

層の結晶方位は x - y - z 軸に対してそれぞれ次のような関係を有する.

$$\begin{aligned} x \text{ 方向: } & \langle 100 \rangle_{\text{主層}} // \langle 1\bar{1}0 \rangle_{\text{副層}} \\ y \text{ 方向: } & \langle 01\bar{1} \rangle_{\text{主層}} // \langle 110 \rangle_{\text{副層}} \\ z \text{ 方向: } & \langle 011 \rangle_{\text{主層}} // \langle 001 \rangle_{\text{副層}} \end{aligned}$$

その積層周期はレーザー走査のピッチ幅 (通常 100 μm 前後) に対応しており, 結晶配向の異なる部位によるこうした微細な層状組織は, 他の手法では形成できない, SLM 法特有の微細組織であると言える. 単結晶ならびに CLM の主層では, レーザ走査方向に垂直な断面内での, 造型方向から $\pm 45^\circ$ 方向へのセル状組織 (セル伸展方向と優先成長方向である $\langle 001 \rangle$ がほぼ平行) 形成の結果として造型方向に $\langle 011 \rangle$ が配向化する. 一方, 造型方向に $\langle 001 \rangle$ が優先配向した CLM の副層は, 熔融池の底部での造型方向への固液界面移動に基づく同方向へのセル状成長の結果として発生する. そのため, CLM での副層の形成は熔融池底部の形状に依存し, 固液界面の造型方向への優先的移動を実現するために熔融池底部形状をより水平に制御するようなレーザー条件の緻密な設定が必要である.

これまで, 造型方向を回転軸とする線維集合組織や, 一部の金属材料にて単結晶様の集合組織の形成が報告されているが, 結晶方位の異なる層からなる層状組織の形成は本研究により初めて見出された知見である.

3. SLM 造形材の機械的特性と耐食性

SLM 造形した試料は, 市販の 316L 銅板材 (Reference Plate) と比較して良好な機械的特性を示す. Fig. 2 に, 単結晶様組織, CLM を有する試料の引張試験による真応力-真ひずみ曲線を, 市販材と比較しつつ示す. 最大応力値はいずれも同等であるが, 降伏応力は市販材と比較して単結晶様組織を有する SLM 造形材は約 1.5 倍, CLM 材は単結晶材に比べてさらに約 1.1 倍の値を示す. 伸びは SLM 造形材にて約 70% と高値を示す. SLM 造形材における降伏応力は, 鋳造材や鍛造材と比較して一般的に高い傾向が

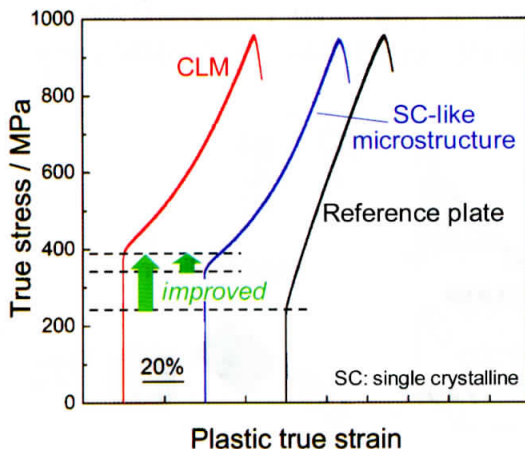


Fig. 2 True stress-true strain curves of the SLM-fabricated specimens in tensile tests at RT, together with that of commercially obtained reference plate specimen.

ある⁷⁾. これは, SLM 造形材において結晶粒内に認められるセル状組織界面が転位運動の障壁となることが一因とされる⁸⁾. さらに, CLM 材での降伏応力の上昇は, 主層/副層界面 (結晶粒界) が転位の伝達の障壁となることに起因する¹⁾. このように, CLM では結晶粒内と粒界での階層的な強化機構に基づき高い降伏応力を発現し, 主層/副層界面の密度を増加させることにより, さらなる降伏応力の増大が期待される.

Fig. 3 には, 生体内を模擬した 36°C, 0.9 wt.% NaCl 水溶液中での SLM 造形材 (CLM 材) のアノード分極曲線を, 市販材と比較しつつ示す. 市販材は 0.5 V 付近で電流値が急激に上昇し, 孔食が発生する. 一方で CLM 材では, 結晶方位の異なるいずれの断面においても 1.2 V 付近まで孔食は発生しない. xz 断面と yz 断面は, 孔食発生の起点となり得る結晶粒界を含むが, 耐孔食性の低下は認められない. 1.2 V という孔食発生電位は, 不動態被膜の Cr_2O_3 が熱力学的に不安定化する電位であり, Cr_2O_3 被膜によって耐孔食性を獲得しているステンレス鋼における限界値と言える. したがって, レーザ積層造形法は 316L 鋼の耐食性を限界まで引き出す手段であると言っても過言ではない. SLM 造形により 316L 鋼の耐食性が向上することが報告されているが⁹⁾, 1.2 V に至る孔食発生電位を示す報告はなく, 本研究にて 316L での孔食発生電位の最高値を記録した.

こうした耐孔食性の著しい向上は, ステンレスにおける孔食発生の起点として知られる MnS に代表される介在物の形成挙動に深く関与することが, 最近の取り組みによって理解されつつある.

4. おわりに

SLM は, セル状組織の形成や介在物の形成挙動の制御に基づき, 金属材料の材質を本質的に変えるプロセスであり, その結果として力学的, 化学的性質を大幅に改善することが可能であることが理解されつつある. AM は, 形状制御が得意であると従来認識されてきたが, それ以上に本質的に金属材料の材質を改質する極めて有効な手法である

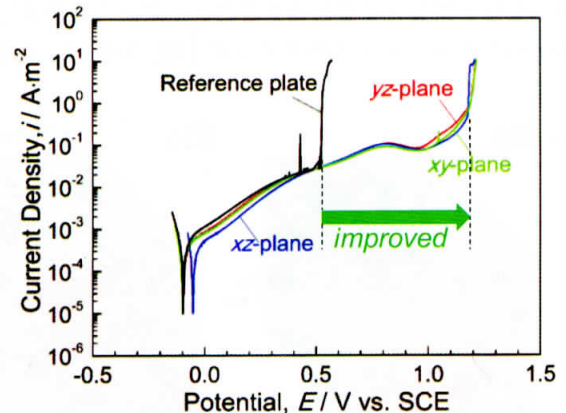


Fig. 3 Potentiodynamic polarization curves of the SLM-fabricated CLM specimen for three orthogonal cross-sections measured in 0.9 mass% NaCl aqueous solution at 310 K, together with that of commercially obtained reference plate specimen.

と言え、材質制御に基づき従来の金属材料の性能を大きく上回る製品の実現を可能とするものと期待される。

謝 辞

本稿で紹介した研究の一部は、内閣府が主導する SIP (戦略的イノベーション創造プログラム) 第 1 期「革新的設計生産技術」—「三次元異方性カスタマイズ化設計・付加製造拠点の構築と地域実証」(管理法人:NEDO), 同第 2 期「統合型材料開発システムによるマテリアル革命」—「MI を活用した新規 Ni 基合金 3D 積層造形プロセスの開発」(管理法人:JST) ならびに、日本学術振興会科学研究費補助金基盤研究(S)(JP18H05254)の支援によって実施された。なお、本稿中で使用した図は、文献 1) (CC BY 4.0 にてオープンアクセス化)より改変引用している。

参考文献

- 1) Sun, S.H., Ishimoto, T., Hagihara, K., Tsutsumi, Y., Hanawa, T., Nakano, T.: Excellent mechanical and corrosion properties of austenitic stainless steel with a unique crystallographic lamellar microstructure via selective laser melting, *Scripta Mater.*, **159**, (2018), 89.
- 2) Ishimoto, T., Hagihara, K., Hisamoto, K., Sun, S.H., Nakano, T.: Crystallographic texture control of beta-type Ti-15Mo-5Zr-3Al alloy by selective laser melting for the development of novel implants with a biocompatible low Young's modulus, *Scripta Mater.*, **132**, (2017), 34.
- 3) Hagihara, K., Nakano, T., Suzuki, M., Ishimoto, T., Suyalatu, Sun, S.H.: Successful additive manufacturing of MoSi₂ including crystallographic texture and shape control, *J. Alloys Compd*, **696**, (2017), 67.
- 4) Sun, S.H., Hagihara, K., Nakano, T.: Effect of scanning strategy on texture formation in Ni-25 at.%Mo alloys fabricated by selective laser melting, *Mater. Design*, **140**, (2018), 307.
- 5) Nagase, T., Hori, T., Todai, M., Sun, S.H., Nakano, T.: Additive manufacturing of dense components in beta-titanium alloys with crystallographic texture from a mixture of pure metallic element powders, *Mater. Design*, **173**, (2019), 107771.
- 6) 石本卓也, 安富淳平, 杉本昌太, 中野貴由: レーザ積層造形法による β 型 Ti-15Mo-5Zr-3Al 合金の集合組織形成, *スマートプロセス学会誌*, **7**, (2018), 229.
- 7) 久森紀之, 石本卓也, 中野貴由: 生体・医療材料における Additive Manufacturing の最前線, *材料*, **68**, (2019), 798.
- 8) Zhong, Y., Liu, L., Wikman, S., Cui, D., Shen, Z.: Intragranular cellular segregation network structure strengthening 316L stainless steel prepared by selective laser melting, *J. Nucl. Mater.*, **470**, (2016)170.
- 9) Sander, G., Thomas, S., Cruz, V., Jurg, M., Birbilis, N., Gao, X., Brameld, M., Hutchinson, C.R.: On the corrosion and metastable pitting characteristics of 316L stainless steel produced by selective laser melting, *J. Electrochem. Soc.*, **164**, (2017), C250.

著者紹介



石本卓也

ISHIMOTO Takuya

1980年7月4日生, 2003年大阪大学工学部応用理工学科卒業, 2008年大阪大学大学院工学研究科マテリアル生産科学専攻博士後期課程修了, 博士(工学)(大阪大学)(2008年), 2008年大阪大学大学院工学研究科 特任助教, 2009年同助教, 2014年同講師, 2016年同准教授, 材料評価学・生体材料学, 日本金属学会 第16回村上奨励賞(2019年)・第22回奨励賞(2012年), 日本バイオマテリアル学会 科学奨励賞(2018年)など受賞, 日本金属学会, 日本鉄鋼協会, 日本バイオマテリアル学会などに所属.

E-mail : ishimoto@mat.eng.osaka-u.ac.jp

TEL & FAX : (06) 6879-7506



中野貴由

NAKANO Takayoshi

1967年9月22日生, 1990年大阪大学工学部金属材料工学科卒業, 1992年大阪大学大学院工学研究科金属材料工学専攻博士前期課程修了, 博士(工学)(大阪大学)(1996年), 1992年大阪大学大学院工学研究科 助手, 1999年同講師, 2001年同助教授, 2008年同教授, 2014年同附属異方性カスタム設計・AM研究開発センター 教授(兼任), 結晶塑性学, 生体材料学, 3Dプリンタ金属学, 日本金属学会 谷川・ハリス賞(2019年)・功労賞(2018年), 日本骨代謝学会学術賞(基礎系)(2019年), 日本バイオマテリアル学会 学会賞(科学)(2016年), 第8回日本学術振興会賞(2012年)など受賞, 日本金属学会, 日本バイオマテリアル学会, 粉体粉末冶金協会, スマートプロセス学会, 日本骨代謝学会などに所属.

E-mail : nakano@mat.eng.osaka-u.ac.jp

TEL & FAX : (06) 6879-7505