

様 式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19（共通）

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書



令和 6 年 7 月 10 日現在

機関番号：11301

研究種目：基盤研究(B)（一般）

研究期間：2020～2022

課題番号：20H02473

研究課題名（和文）酸素を積極的に利用してメリットが重畳発現する積層造形用ステンレス鋼粉末の開発

研究課題名（英文）Development of stainless steel powder for laser additive manufacturing with multiple merits by actively utilizing oxygen

研究代表者

野村 直之（Nomura, Naoyuki）

東北大学・工学研究科・教授

研究者番号：90332519

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 13,600,000 円

研究成果の概要（和文）：316ステンレス鋼をベースとした積層造形用粉末を準備し、これを酸化させた時の粉末特性変化を粉末流動性、レーザ吸収率および接触角の観点から調べた。レーザ積層造形用粉末としての特性が酸化により向上することがわかった。酸化した316L粉末を用いて積層造形を行った結果、酸化粉末は溶融ビードの連続性を向上させ、母材中における微細酸化物分散を可能とした。しかし、引張試験により得られる耐力や引張強さには大きな変化は見られず、延性の低下を引き起こすことがわかった。

研究成果の学術的意義や社会的意義

酸素が及ぼすステンレス鋼粉末特性、溶融挙動、造形性、造形体の力学特性への影響を学術的に明らかにすることができた。粉末酸化を防ぐための粉末酸化処理を行い、粉末表面における酸化被膜の形成、レーザ吸収率および表面張力の変化、造形体に及ぼす組織と機械的性質の影響を関連付けて議論したことに学術的な意義がある。ステンレス鋼粉末を例にした新たな酸素の利用法を提案し、再利用性を考慮した積層造形用粉末の開発につながることから、社会的意義も大きい。

研究成果の概要（英文）：The 316 stainless steel-based powders for laser additive manufacturing was prepared and the changes in powder properties were investigated when the powder was oxidized in terms of powder flowability, laser absorption coefficient, and contact angle. It was found that the properties of the powder were improved by oxidation treatment. The results showed that the oxidized powder improved the continuity of the molten beads and enabled the dispersion of fine oxides in the build. However, there was no significant change in the proof stress or tensile strength obtained by tensile testing, and it was found to cause a decrease in ductility.

研究分野：材料工学

キーワード：積層造形用ステンレス鋼粉末 粉末リサイクル レーザ吸収 酸化物分散

科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等については、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属します。

## 1. 研究開始当初の背景

金属粉末を用いた **Additive Manufacturing (AM)** は、**3次元複雑形状**を金型鑄造や切削加工を行うことなく形状付与を行うことのできる新しい金属部品の加工法として注目を集めており、特に複雑な冷却流路を持つ金型や軽量化による燃費向上が求められる航空機部品、患者個人の病状に対応できるテーラーメイド医療分野において適用されつつある。特に、粉末床溶融結合法(**PBF**)においては、**3次元形状データ**より得られたスライスデータに基づいてレーザーまたは電子ビームを粉末床に照射することで溶融・凝固させるため、溶解されない部分の粉末は再利用でき、高い歩留まりが達成できることが長所の一つである。しかし実際には、造形プロセスを繰り返すことにより粉末が熱影響により徐々に酸化され、数回の使用後に廃棄し未使用粉末と入れ替えるという経験的な運用がなされている。

これは、新しいプロセスは適用するが、材料特性は従来材のままとして使用する、「製造プロセスの置き換え」により応用が進められているために生じる問題である。それでは、基本的な材料特性はそのまま形状のみが新しくなるという構造・デザインに由来した機能が現れるのみで、製品コストが高いという **AM** のデメリットが顕在化する。この **AM** で起こる問題点を転換し、**AM** のそれぞれの過程で材料が高機能を発揮することができれば、形状メリットにプラスして **AM** プロセス全体で多くのメリットを創出することができる。これを実現するために、レーザー吸収率が上昇し、繰り返し使用が可能で造形性も向上し、造形体の強度も上昇する粉末を提案する。

## 2. 研究の目的

本研究では、レーザー積層造形法において繰り返し使用することができ、かつ造形過程においては造形性を向上し、造形体は高強度となる高機能ステンレス鋼粉末を開発することを目的とする。新たに設計したステンレス鋼粉末に酸化処理を行うことにより、粉末のリサイクル性の向上、レーザー吸収率の向上、造形性の向上、造形体の強度向上を一度に達成することを目指す。

## 3. 研究の方法

(1) ジルコニウムを添加したステンレス鋼粉末をガスアトマイズ法により作製し、酸化処理を施した際の粉末特性変化を、粒度分布、崩落角、レーザー吸収率、接触角の観点から評価する。

(2) 酸化処理を施したステンレス鋼粉末を用いてレーザー積層造形法により造形体を作製し、造形パラメータが及ぼす造形体への影響を調べる。

(3) 引張試験により酸化処理粉末が及ぼす積層造形体への機械的性質への影響を明らかにする。

## 4. 研究成果

(1) **316L** ステンレス鋼粉末と、これを基にジルコニウムを添加した **2種類**の粉末の合計 **3種類**の粉末を準備した。以降、それぞれの粉末をジルコニウム添加量(重量%)を用いて **0%Zr, 0.08%Zr, 0.27%Zr** と呼称する。いずれの粉末もほぼ球形の形状を示しており、若干のサテライトの付着が観察された。これらの粉末を大気中にて **550**、1時間の条件で熱処理を施したところ、酸化前と同等の粒度分布をもち、酸素濃度が4-6倍異なる粉末を得ることができた。粉末

## の断面 TEM

により表面近傍を観察したところ、**0%Zr**, **0.08%Zr** では断続的な酸化被膜が、**0.27%Zr** では連続的な酸化被膜がそれぞれ形成した。酸化前後におけるレーザ吸収率の変化を波長 **1070nm** 付近で調べた結果、いずれの粉末においてもレーザ吸収率が上昇した。これは酸化被膜と下地金属との界面でレーザが多重反射を起こすことで下地金属にレーザが吸収されたものと考えられる。次に、酸化前後における流動性の変化を調べた結果を述べる。**Zr** 添加量に関わらず、酸化処理により崩落角および崩落エネルギーが低下した。これは酸化処理により粉末流動性が向上したことを示している。また、酸化前後の粉末を **1723K** 周辺まで昇温した際の、**Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>** 基板上での溶融挙動を調べた結果、**Zr** 添加および酸化処理を施すことにより基板との接触角が低下することがわかった。

(2) **500** で酸化処理した **316L** ステンレス鋼粉末を用いて積層造形を行った結果について述べる。積層造形体表面を **SEM** により観察した結果、レーザ走査速度が遅くハッチ間隔が狭い場合には、溶融ビードが太くなりお互いに重なり合うことで造形体は緻密化する。逆に、レーザ走査速度が速くハッチ間隔が大きい場合には、溶融ビードの重なりが小さくなりメッシュ状の形態となる。この傾向は酸化処理前後で同じである。しかし、走査速度が高い場合の溶融ビードを観察すると、酸化後粉末を用いた場合には酸化前に比べて連続的なビードが観察される。このことは溶融ビードの表面張力が低下したことに起因すると考えられ、酸化粉末を溶融させた際の濡れ角が低下したこと一致する。酸化粉末を用いた積層造形体の組織観察を **TEM** により行った結果を紹介する。造形体内部にはセル状の転位のネットワークと、**Si** と **Mn**, **O** を主成分とする **100nm** 球形酸化物が観察された。つまり、酸化により粉末表面に形成した酸化物がレーザの照射により溶融し、溶融池内部に発生するマランゴニ対流により攪拌されて微細分散したのと考えられる。

(3) **500** で酸化処理した **316L** ステンレス鋼粉末を用いて作製した積層造形体を用いて、引張試験を行った結果について述べる。丸棒形状の試験片（ゲージ部直径 **3mm**, 長さ **15mm**）を準備し、室温において引張試験を行った。引張方向は造形体の高さ方向とした。酸化前粉末を用いて造形した試料と比較して、ヤング率、**0.2%**耐力、引張強さは同等の値を示した。しかし、伸びについては酸化処理造形体は約 **11%**低い値を示した。微細酸化物分散は一般的に強度上昇に寄与すると考えられるが、今回観察された酸化物は **Si**, **Mn** を主成分としたアモルファス状の球形粒子であり、粒子自体の強度が低く、かつ粒子と母相界面における強化も作用しなかったと考えられる。伸びの低下については粗大な酸化物粒子が破断面に観察されたことから、これらが破壊の起点となって伸びに影響を与えたものと考えられる。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計2件（うち査読付論文 2件／うち国際共著 0件／うちオープンアクセス 1件）

1. 著者名 Zhou Weiwei, Takase Nina, Dong Mingqi, Watanabe Naoki, Guo Suxia, Zhou Zhenxing, Nomura Naoyuki	4. 巻 221
2. 論文標題 Elucidating the impact of severe oxidation on the powder properties and laser melting behaviors	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 Materials and Design	6. 最初と最後の頁 110959 ~ 110959
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1016/j.matdes.2022.110959	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている（また、その予定である）	国際共著 -

1. 著者名 渡邊直樹, 周 偉偉, 野村直之	4. 巻 12
2. 論文標題 粉末酸化がL-PBF用Zr添加316L粉末に与える影響	5. 発行年 2023年
3. 雑誌名 スマートプロセス学会誌	6. 最初と最後の頁 202-207
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） なし	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

〔学会発表〕 計6件（うち招待講演 0件／うち国際学会 0件）

1. 発表者名 渡邊直樹, 周偉偉, 野村直之
2. 発表標題 レーザ積層造形法により作製した316L造形体に及ぼす粉末酸化の影響
3. 学会等名 日本鉄鋼協会第184回秋季講演大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 渡邊直樹, 周偉偉, 野村直之
2. 発表標題 ステンレス鋼積層造形体内部における酸化物の制御
3. 学会等名 粉体粉末冶金協会 秋季大会（第130回）
4. 発表年 2022年

1．発表者名 野村直之，周 偉偉
2．発表標題 積層造形用ステンレス鋼粉末の諸特性におよぼす酸化の影響
3．学会等名 第79回日本歯科理工学会学術講演会
4．発表年 2022年

1．発表者名 渡邊 直樹，周 偉偉，野村 直之
2．発表標題 粉末酸化がおよぼすステンレス鋼造形体の表面と内部への影響
3．学会等名 粉体粉末冶金協会 秋季大会（第128回）
4．発表年 2021年

1．発表者名 渡邊直樹，周偉偉，野村直之
2．発表標題 酸化被膜形成と酸化物分散を実現するステンレス鋼積層造形体の作製
3．学会等名 日本金属学会春期講演大会（第168回）
4．発表年 2021年

1．発表者名 Weiwei ZHOU, Naoyuki NOMURA
2．発表標題 Effect of severe oxidation on the powder properties and melting behaviors of stainless-steels for laser powder bed fusion
3．学会等名 日本金属学会春期講演大会（第170回） 2022年3月17日
4．発表年 2022年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
--	---------------------------	-----------------------	----

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------