

当社の3Dプリンティング用粉末関連技術

Metal Powder-Technologies of Sanyo Special Steel for 3D Printing

相川 芳和*

AIKAWA Yoshikazu

1. はじめに

金属3Dプリンティング（金属3D造形）は複雑形状の部品や金型等を効率的に製造する加工技術として、航空・宇宙、自動車、エネルギー、生体材料等様々な分野で注目を集めている。当初の3Dプリンティングは原料が樹脂に限定されていたが、レーザーや電子ビームといった高エネルギーの熱源を用いる3D造形機の開発に伴い、金属粉末を用いた工業製品としての3Dプリンティングの適用が本格的に指向されることとなった¹⁾。

金属3Dプリンティングの最大の特徴は、従来の加工法では困難であった3次元複雑形状部品の作製が可能になるということである²⁾。このことは、後述する最適形状設計（トポロジー最適化）による新たな製品デザインの可能性も示唆しており³⁾、次世代加工技術として世界各国が官民挙げて各種アプリケーションへの適用に向けた技術開発を推進している。

一方、3Dプリンティングは、以下2点の理由からCO₂排出削減の観点での期待も大きい⁴⁾。

第一の理由として、3Dプリンティングによりニアネットシェイプ化とそれに伴うプロセス簡略化が可能となるため、部品作製に必要な材料消費量、エネルギー消費量その

ものが削減できることが挙げられる。プロセス簡略化については、鍛造、金型作製、熱処理、切削等、従来の金属部品作製に必要とされていた工程が、3Dプリンティングの活用により大幅に省略（短縮）可能となることに起因する。

第二の理由として、3Dプリンティングの適用による部品軽量化の効果が挙げられる。強度と軽量化を兼ね備えた最適形状設計により、従来の工法では作製困難であった複雑な構造体でも3Dプリンティング技術であれば作製可能となるためである。

軽量化の効果については、特に化石燃料を使用する乗り物にとっては大きなCO₂削減効果が期待できる。例えば、GEアビエーションでは航空機エンジン部品への3Dプリンティング適用を前提とした最適形状設計を推進した結果、エンジン部品のおよそ半分を3Dプリンティングで製造できるようになり、900点にも及ぶ部品を16点に減少したことに加え、従来品よりも40%の軽量化に成功したとの報告がなされている⁵⁾。

以上の通り、3Dプリンティングは、主に工程短縮と軽量化の観点からCO₂削減効果が大きいエコプロダクトとして位置付けられており、日本でも資源エネルギー庁が提案する『脱炭素化に向けた次世代技術・イノベーション』で

表1 山陽特殊製鋼のアトマイズ装置

装置	溶解能力/バッチ	用途
ガスアトマイザー	2 kg	開発用
	30 kg	試作・少量量産用
	50 kg	試作・少量量産用
	200 kg	量産用
	300 kg	量産用
	2,000 kg	量産用
ディスクアトマイザー	5 kg	開発用
	30 kg	開発用

* 粉末事業部 粉末技術部長

重要施策テーマの一つとなっている⁶⁾。

この金属3Dプリンティングに使用される粉末は、クリーン度の高い球状粉末が求められており、現状はガスアトマイズ法により作製された合金粉末が広く使用されている。

当社では、1989年に粉末事業を立ち上げて以来、各種規模のガスアトマイザーを導入してきた。2017年には、さらにハイクリーンな粉末製品への要望に対応すべく第2粉末工場を建設し、最新鋭のガスアトマイザー2基とディスクアトマイザー1基も導入している（表1参照）。特に3Dプリンティングは、その市場期待性、ガスアトマイズ粉末とのマッチング、いずれの観点からも非常に期待できる分野であると同時に、政府が提唱する2050年に向けたカーボンニュートラルへの取り組みにも貢献できる当社の『エコプロダクト』アイテムの一つとして開発に注力している。

本報では、当社の3Dプリンティング用粉末関連技術を紹介するにあたり、初めに、金属3Dプリンティングに関する基本的な情報として、各種造形方式の概略とガスアトマイズ法の特徴について解説する。

次に3Dプリンティング用粉末に関する当社の技術的な取り組み内容について紹介する。

2. 金属3Dプリンティングの造形方式と適用合金粉末^{7,8)}

図1に金属3Dプリンティングの造形方式を示す。造形方式は粉末床溶融結合法（パウダーベッド）と指向性エネルギー積層法（パウダーデポジション）に大別される。パウダーベッド法は、さらに直接積層と間接積層に分類される。

図2に直接積層型のパウダーベッド装置の概略図を示す。金属粉末を粉末供給部からリコータと呼ばれるブレード・刷毛等で積層造形部へ引き伸ばすことで、粉末を薄く一定厚さで敷き詰める。その後、積層造形部内の必要部位へ熱源を照射し、選択的に溶融させて造形する。冒頭述べた通り、樹脂を用いず金属をそのまま溶融する直接造形法の開発により、高密度な造形体が得られるようになったことで金属3D市場の可能性は大きく広がったと言える。

間接積層法はバインダージェット法とも呼ばれ、樹脂を混合した粉末、もしくは粉末に樹脂を噴霧するなどバインダーを介して造形する方式で、造形後に脱脂、焼結工程を必要とする点で金属射出成形（MIM）に近い工法と言える。

図3にパウダーデポジション装置の概略図を示す。本方式では、ノズルから金属粉末を噴射しながらレーザー照射により金属を溶融して堆積させることにより造形される。レーザー肉盛溶接としての使用も可能で、金型や部品の補修などにも期待されており、日本でも多数のメーカーが装置をリリースしている。

このように3Dプリンティングでは、タンクからの原料粉末の供給やノズルからの噴射など粉末を搬送する機構が多く、これらを安定的に行うために流動性の高い粉末が求められる。

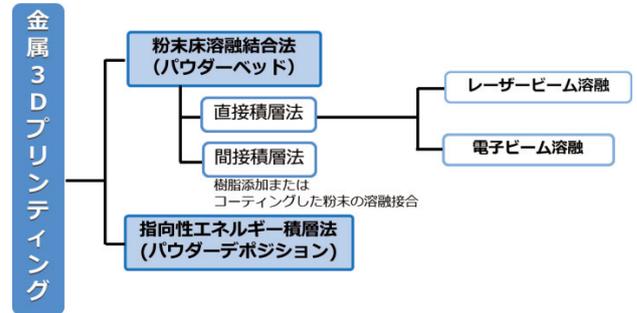


図1 金属3Dプリンティングの造形方式

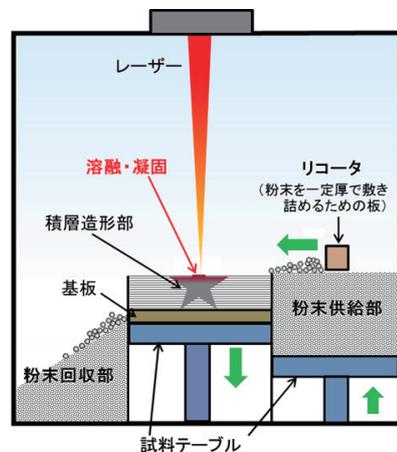


図2 パウダーベッド方式の模式図

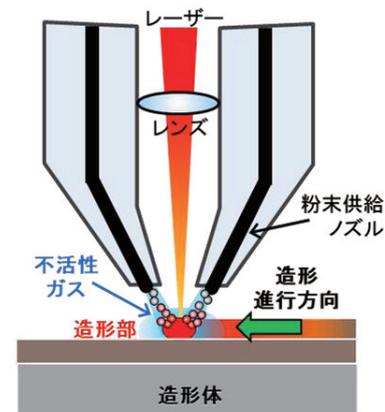


図3 パウダーデポジション方式の模式図

現在、3Dプリンティング用として使用されている主な合金材料と用途を表2に示す。SUS630、マルエージング鋼、TiAlV合金等、多くが析出強化タイプの合金であるということが特徴として挙げられる。

これらの合金は、造形時には強度（硬度）が低く、造形後の時効処理により所定の化合物が析出し強化される。このため、造形時にはクラック等の欠陥が発生しにくく健全

な造形が可能であり、造形後の熱処理によって所定の強度が得られるため、3Dプリンティングには都合のよい材料とも言える。一方、3Dプリンティングは急冷凝固プロセスであることから、高炭素を含む鉄系材料などは、造形時のマルテンサイト変態による、いわゆる“焼き割れ”が発生しやすく、現時点で広くは使用されていない。

表2 3Dプリンティングに使用されている主な合金とその用途

合金系	材料	用途例
Fe基	SUS316L	耐食部品
	SUS630	耐食部品・金型等
	マルエージング鋼	金型等
Ni基	Ni基超合金	高温・耐食材料
Co基	CoCrMo合金	生体材料
Cu基	純銅, 銅合金	伝熱性材料
Ti基	Ti-6Al-4V	生体材料
Al基	Al-Si-Mg	自動車・航空機部品

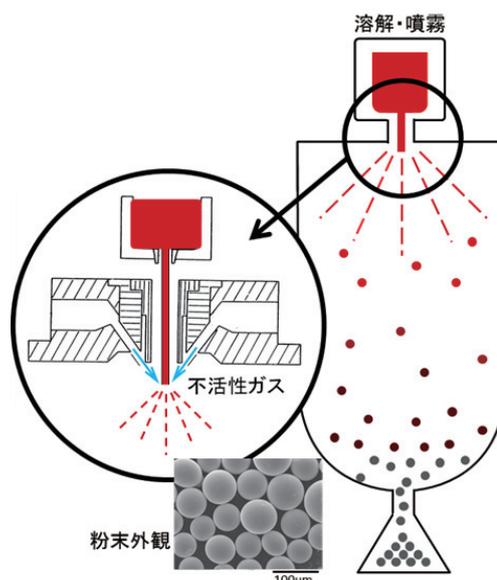


図4 ガスアトマイズ装置の概略図と得られる粉末の外観例

4. 3Dプリンティング用粉末に関する技術的取り組み内容^{7,10)}

当社は、合金粉末メーカーとして素材開発・製造の強みを有しており、更に造形技術を得ることで最終部品の設計までを可能とし、顧客へのトータルソリューションとしての提案を推進している。この考えのもと、当社では他社素材メーカーに先駆けて、3D造形機（EOS社製：M280、M290各1台）、および造形体の非破壊検査装置としてX線CTスキャン（ニコン社製：MCT225）を導入し、顧客における製品性能を意識した素材開発を行っている。

本報では、3Dプリンティング技術および金属粉末において特に求められる技術として、下記3点に関して当社の取り組み事例を紹介する。

- ・粉末の流動性
- ・造形時の割れ抑制
- ・3Dプリンティングに適した新規合金開発（Cu合金）

4.1 粉末の流動性

パウダーベッド方式の場合、粉末をリコータで一定厚さ（20～60 μm）に敷き詰める工程において、流動性が悪い粉末を使用すると均一な厚さで敷くことができず、供給不足となる個所が生じ造形不良を起こす場合がある¹¹⁾。また、デポジション方式では、粉末をホッパーで供給部に搬送する工程において、流動性が悪い粉末を使用するとホッパー内で粉末が詰まり供給できないことがある。

このような理由から3Dプリンティング用金属粉末の流動性を確保するために、当社では球形度の高い、すなわち流動性の高い粉末の開発として、ガスアトマイズ条件の最適化及びアトマイズ後の後加工に関する検討を行っている。

3. ガスアトマイズ法の特徴⁸⁾

図4にガスアトマイズ装置の概略図と、得られる粉末の外観例を示す。なお、Ti合金のような活性な金属は、坩堝と接触しないアトマイズを採用しているケース⁹⁾もあるが、本報ではFe、Ni、Cu基等で用いられる汎用的な坩堝接触型の装置について紹介する。

一般的にガスアトマイズ装置は、原料溶解部（坩堝）、噴霧部、冷却タワー、粉末回収部からなる。

所定の原料を坩堝内で溶解後、溶湯をノズルから鉛直下方に落下させ、高圧の不活性ガスを噴霧することにより液滴に分断する。液滴は冷却タワーを落下する過程で凝固することにより金属粉末が得られる。噴霧ガスには通常アルゴンガスもしくは窒素ガスが選定される。工業的に安価である窒素ガスが広く用いられる一方、窒化物の生成を避ける必要がある場合、より高品位な粉末が求められる場合等にはアルゴンガスが使用されるケースも多い。

一般的にガスアトマイズ法で得られる金属粉末は球形状であり、粉砕法や水アトマイズ法等で得られる不定形状粉末と比較して、流動性、充填性が優れていることが特徴である。このことは、造形時のハンドリング性や造形体の高密度化の観点で3Dプリンティング用として有利であると言える。

図5に海外製粉末の外観例を示す。50 μm前後の粉末にサテライト粒子と呼ばれる微細な粉末が付着していることが分かる。このサテライトの存在は粉末の流動性を大きく損なうため、除去することが望ましい。

図6に当社で導入しているサテライト除去工程の模式図を示す。空気流によって金属粉末を加速した後、金属粉末同士及び金属粉末と流路壁面との衝突によりサテライト粒子を分離する。その後、分散された粉末に環状空気流を付与することで、慣性の大きな粗大粒子（粗粉）は遠心力により、慣性の小さな微細粒子（微粉）は抗力により分級され、目的とする粒度領域の粉末を得ることが可能となる¹²⁾。

図7に海外製粉末と当社粉末の粉体特性の比較例を示す。球形度は粒子画像解析装置を用いて真球を1とした場合の球形率を測定した。流動度はJIS Z 2502:2012 に準じてオリフィスからの流出時間を測定した。当社材はガスアトマイズ条件を最適化することにより、前述のサテライト除去を施さない場合においても海外材と比較してサテライトは少なく、その結果、球形度と流動度ともに海外材よ

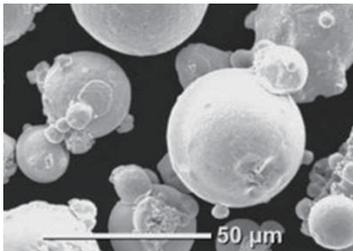


図5 海外製ガスアトマイズ粉末の外観例

りも優位であることが分かる。サテライト除去工程を施すことにより、さらに球形度と流動度は改善しており、顧客要求、造形装置仕様に応じた工程設計が可能となっている。

4.2 造形時の割れ抑制

金属3Dプリンティングで広く使用される材料の1つにNi基超合金がある。中でも、Alloy 718は国内外問わず多くの3Dプリンティング装置でパラメータレシピが開発されている。

一方、これらの超合金では、Alloy 718よりもさらに高温強度が優れている材料としてAlloy 713Cへの3Dプリンティング適用の期待も大きい。しかしながら、Alloy 713CはAlを約6%含有しており、Alloy 718 (Al量：約0.6%)と比較して顕著に高い。また、溶製材における870℃での引張強度はAlloy 718が約330 MPaに対して、Alloy 713Cは約730 MPaと2倍以上である¹³⁾。このような高Al含有・高強度材料は熔融状態から急冷凝固する際の割れ感受性が高いため、これまで造形が困難とされていた。これに対し、当社では①造形体の割れ部解析、②造形条件の最適化によって、割れの無い、健全なAlloy 713Cの造形体作製に取り組んだ。

4.2.1 造形体の割れ部解析

図8に、Alloy 713C造形体に見られたクラック部近傍におけるEPMAによる反射電子像(a)、及びSのマッピング像を示す。この結果から、クラック近傍にSが濃縮して

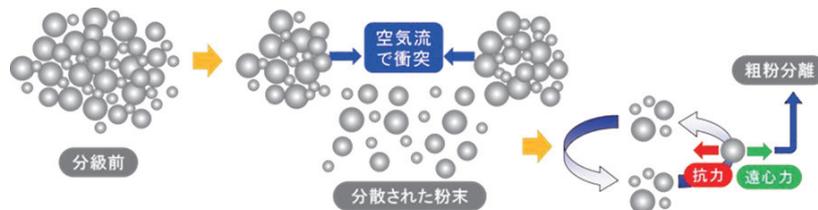


図6 サテライト除去工程の模式図

	海外材	当社材 (サテライト除去工程なし)	当社材 (サテライト除去工程あり)
外観			
球形度	0.85~0.89	0.89~0.91	0.91~0.93
流動度 (s/50 g)	16.5~17.5	15.5~16.5	14.5~15.5

図7 海外製粉末と当社粉末の粉体特性の比較

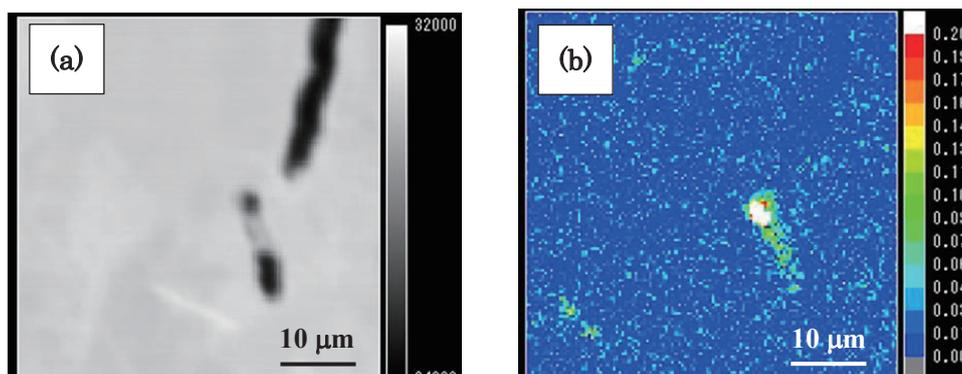


図8 Alloy 713C造形体のクラック近傍部の反射電子組成像(a)およびEPMAによるSマッピング像(b)

いることが判明した。破面のSEM観察の結果からは、クラックに明瞭な起点が無く、凝固組織が確認できたことから、Sが凝固割れの起点であると推測された。

4.2.2 造形条件の最適化

レーザー照射時の積層1層分の単位体積当りに入熱されるエネルギー密度は、(1)式のように表される。

$$E = P/vdt \quad \dots (1)$$

ここで、 $E(\text{J}/\text{mm}^3)$ はエネルギー密度、 $P(\text{W}=\text{J}/\text{s})$ はレーザー出力、 $v(\text{mm}/\text{s})$ はレーザー走査速度、 $d(\text{mm})$ はレーザーの走査ピッチ幅、 $t(\text{mm})$ は積層厚さである。これら各パラメータを変化させることにより、最適な造形条件を見出すこととした。

図9に通常のAlloy 713C、S低減材、およびS低減に加えて造形条件を最適化した造形体の断面組織及び相対密度を示す。偏析の起因となる不純物の制御と、最適な造形条件との組み合わせにより、従来から造形が困難とされていたAlloy 713Cにおいても高密度な造形体の作製が可能となった。

4.3 3Dプリンティングに適した新規合金開発¹⁴⁾

3D造形に用いる金属粉末に関する研究開発は近年盛んに行われており、造形に適した成分開発という観点からも種々の報告がなされている¹⁵⁾。当社でも各業界のユーザーへのヒアリングから素材的な課題を有するアイテムに

対して新規合金の開発も進めている。

本報では、当社開発材の一例として高密度・高熱伝導性に優れたCu合金について紹介する。

4.3.1 Cu合金開発の背景

Cuは水冷管、ヒートシンク等、複雑形状で使用する場合が多く、各種アプリケーションで3Dプリンティング適用の期待が大きくなっている。CO₂排出量削減という観点からも、Cu製品の3Dプリンティング適用により形状最適化が可能となれば、工程短縮や軽量化のみならず冷却効率の向上による使用エネルギーの原単位低減に寄与することも期待できる。しかしながら、現行のファイバレーザー（波長：約1060 nm）を搭載した造形機では、高熱伝導率、高光反射率のCuに対して溶融に必要な熱を与えることができず造形が困難とされている。

当社では、従来のファイバレーザーを用いた3D造形機においても高密度な造形体を作製でき、最終造形物において電気や熱の伝導性を損なわないCu合金粉末の開発を行った。

4.3.2 造形性に優れたCu合金の設計思想とその特性

3Dプリンティング用Cu合金粉末の開発については、ガスアトマイズ法が有する特徴を活用できると考えた。ガスアトマイズ法は溶融した金属を高圧ガスで急速に凝固できるため、Cuへの固溶限が小さい合金元素でもCuマトリク

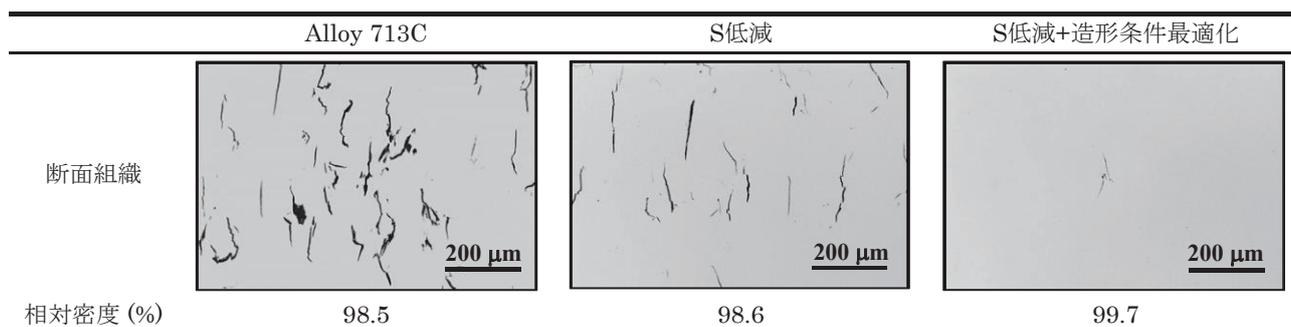


図9 Alloy 713C造形品のクラック性及び相対密度に対するS低減と造形条件最適化の効果

ス内に過飽和に固溶できる点に着目した。合金元素が多量に固溶することで、Cuの導電率は低下し、レーザー吸収率が大きく向上することで造形性の改善が期待できる。造形後は、熱処理により過飽和に固溶した合金元素を、Cuのマトリクスから排出することで導電性と熱伝導性が純Cuに近いレベルに回復し、かつ排出された化合物による析出強化も期待できる。

以上のコンセプトのもと、3D造形に最適な合金元素とその配合量を検討した結果、高いレーザー吸収率を有し、造形後の熱処理で純Cuに準ずる優れた導電性・熱伝導性と純Cu以上の強度を引き出せる合金系としてCuZrを見出した。

図10にCuZr合金造形体の1073 K時効処理後における相対密度、導電率、引張強さとZr量の関係を示す。相対密度はZr量に伴って増加し、Zr=1.6%で相対密度が99.9%まで向上することが分かった。

これは、CuZr合金のアトマイズ粉末において、ZrがCuマトリクス中に強制固溶されていることによりレーザー吸収率が改善すると同時に、粉末間の熱伝導性が抑制された効果と考えられる。一方、造形体の時効処理後の導電性は、Zr=0.8%まではZr量に伴って増加し、0.8%以降はZr量に伴い低減した。Zr=0.8%までは、相対密度の増加による導電パスの増大が導電率増加の理由と考えられる。一方、Zr=0.8%以上では相対密度はほぼ100%となっているため高密度化による導電パス増大の効果が飽和し、時効処理によるCuZr化合物析出による効果で、導電パスが阻害されることにより導電率が減少したと考えられる。

また、引張強さについては本実験条件範囲内ではZr量に伴って増加した。これは、Zr量の増加に伴う相対密度の向上と化合物による析出強化の両方の効果と考えられる。なお、造形体の熱伝導性に関しては、ウィーデマン・フランツ則¹⁶⁾により導電率と同等の挙動を示すものと考えられる。

以上、当社で開発したCuZr系合金はZrの添加量に応じ

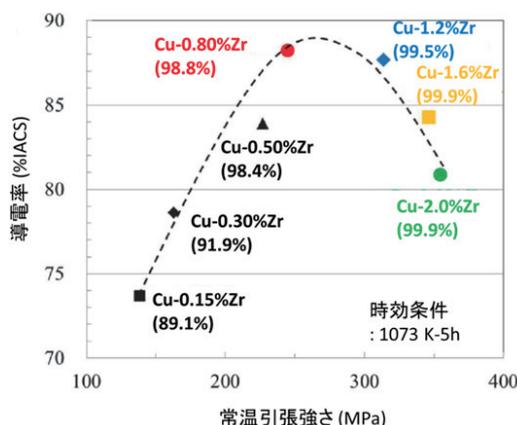


図10 Cu-Zr合金造形体の時効処理後における引張強さ、導電率、相対密度とZr量の関係 (図中カッコ内は相対密度を示す)

て、密度、導電率（熱伝導率）、強度を制御することが可能であり、用途に応じて最適な粉末を提供することができる。

5. 終わりに

本報では、3Dプリンティング用粉末に関する当社の技術的な取り組み内容の概略を紹介した。3Dプリンティングビジネスは、その形状自由度、工程簡略化、小ロット生産の観点で今後ますますの発展が見込める有望市場である。同時に、工程短縮と軽量化の観点からCO₂削減効果が大きいエコプロダクトとしての期待も大きい。当社の取り組みが、3Dプリンティング市場の更なる拡大、市場創生に繋がれば幸甚である。

参考文献

- 1) 柳谷彰彦：特殊鋼，65(2016)4，2-5.
- 2) 技術研究組合次世代3D積層造形技術総合開発機構：金属積層造形技術入門，(2016)，10.
- 3) 竹澤晃弘：日本機械学会誌，117(2014)1151，697.
- 4) i-maker HP，(2014-04-22)，<https://i-maker.jp/blog/3d-print-co2-reduction-3122.html>，(accessed 2021-4-1).
- 5) GE Reports HP，(2017-04-24)，<https://www.gereports.jp/additive-manufacturing/>，(accessed 2021-4-1).
- 6) 経済産業省 資源エネルギー庁，「脱炭素化に向けた次世代技術・イノベーションについて」(2018-02-19)，https://www.enecho.meti.go.jp/committee/studygroup/ene_situation/006/pdf/006_011.pdf，(accessed 2021-4-1).
- 7) 西川俊一郎：山陽特殊製鋼技報，27(2020)1，25-28.
- 8) 西面由夏：山陽特殊製鋼技報，27(2020)1，29-32.
- 9) 奥村鉄平，芝田智樹，大河内敬雄：電気製鋼，77-4(2006)，261-268.
- 10) 久世哲嗣：山陽特殊製鋼技報，27(2020)1，33-39.
- 11) 山田慎之介，高橋信幸：大同特殊鋼技報，88-1(2017)，51-58.
- 12) 社河内敏彦：ターボ機械，24-11(1996)，661-666.
- 13) 長谷川正義：ステンレス鋼便覧，日刊工業新聞社，III編 実用材料，(1973)，559.
- 14) 久世哲嗣，坂田将啓：山陽特殊製鋼技報，27(2020)1，40-46.
- 15) JX金属株式会社：積層造形用銅合金粉末，積層造形物の製造方法及び積層造形物，特開2019-035134，2019-03-07.
- 16) Charles Kittel：新版固体物理学入門(上)，丸善，(1968)，210-211.