

技術解説



金属積層造形用粉末の製造プロセスと特性

奥村鉄平*, 関本光一郎*

Manufacturing Processes and Characteristics of Metal Powders for Additive Manufacturing

Tepei OKUMURA and Koichiro SEKIMOTO

Synopsis

Metal powders suitable for the additive manufacturing have four properties: high purity, flowability, high bulk density and correct particle size distribution. Metal powders used for metal additive manufacturing are spherical in order to achieve uniform thickness and high bulk density of powder layers in powder-bed-based processes. To control the powder shape spherically, various atomization, classification and surface modification processes have been developed. To advance metal additive manufacturing technology, the characteristics of the metal powders that affect process stability and quality of build parts are investigated and controlled.

1. はじめに

積層造形技術は、既存の除去、成形加工に続く第三のものづくりに成り得る技術として注目を集めている。近年は高強度、高機能部材への適用を目的にレーザーや電子ビームを熱源とした金属の積層造形技術開発が世界中で進められている。現状は高付加価値で小ロット、多品種部材の製造が志向されているため、航空宇宙、医療、軍事および嗜好品の分野から実用化が進んでいるが、造形速度の高速化や装置、材料のコスト低減が実現されれば、自動車、電機などへ用途が拡大されていくことが期待されている^{1), 2)}。

Table 1 に金属積層造形技術の特徴を示す。金属積層造形技術の強みは、超精密な部品の製造、部品の一体成形、モバイルプリンティング、トポロジーの最適化およびバイオニックデザインが可能なことにより、海外の大手メーカーは金属積層造形の要素技術となる設計、ソフト、材料（原料粉末）および造形装置を統合した技術開

Table 1. Features of additive manufacturing technology.

Strength	Weakness
<ul style="list-style-type: none"> ✓Increased design freedom <ul style="list-style-type: none"> • Lattice design • Bionic design • Topology optimization ✓Mobile printing ✓Several parts built in one ✓Shorter lead time ✓No tools needed ✓Production parts in small series ✓Create new materials 	<ul style="list-style-type: none"> ✓Part size is limited ✓Low productivity ✓Material choice is limited ✓Low quality <ul style="list-style-type: none"> • Lacks of fusion and pores • Cracks • Surface roughness ✓High production cost <ul style="list-style-type: none"> • Machine • Powder ✓Difficulty of optimization

発の推進と事業化を進めている³⁾。一方造形装置の性能（造形速度、精度および造形物のサイズ制約など）やコスト（装置や粉末の価格）などに関する多くの課題を抱えており、革新的なものづくりのツールと成り得るが、現在はまだ技術課題が多い状況にある。

金属積層造形には原料として粒径数十から数百 μm の純金属および合金粉末が使用されており、さまざまなプロセスで製造された粉末が造形に使用されている。原料

2018年3月7日 受付

* 大同特殊鋼(株)技術開発研究所 (Corporate Research & Development Center, Daido Steel Co., Ltd.)

粉末の特性は造形プロセスの安定性や造形部品の品質に影響をおよぼす。例えば円形度の小さい粉末を粉末床溶融結合方式（PBF：Powder bed Fusion）の積層造形装置で用いると、パウダーベッドが形成されにくく、ベッドの嵩密度が低下するため、造形物に内部欠陥が現れやすいと考えられている。また造形装置の開発は萌芽期にあり、粉体の搬送や溶融方法が造形装置により異なっているため、造形機で安定的に積層造形をおこなうことが可能な粉末の仕様（適正粒径や形状）が異なる。また現在高密度な造形物を製造するための最適な造形レシピ（熱源の走査スピード、パターンおよび出力など）の作成に莫大な時間を要することが大きな課題となっているが、さらに粉末の仕様を変更したときは、新たにレシピを作る必要がある場合が多い。

今後、金属積層造形技術を普及させていくためには、装置ごとの造形プロセスの安定性と造形物の品質に寄与する粉末特性を明らかにし、機能の制御された粉末を作り込み、造形装置へ提供していく技術が必要となる。本解説では金属積層造形用粉末の製造方法と粉末の特性に関して紹介する。

2. 金属粉末の製造方法と特徴

工業的な金属粉末の製造プロセスと製造粉末の特徴をTable 2に示す。金属粉末の製造方法は、熔融金属にエネルギーを印加して液滴に分断する方法、固体金属に機械的にエネルギーを印加して粉砕や合金化する方法、化学反応で粉末を生成させる方法の3つに分類される。製造プロセスにより生産性と粉末の粒径、形状、純度および

Table 2. Industrial production method and characteristics of metal powders.

Classification	Process	Shape	Material
Mechanical processing of molten metal	Gas atomization	Spherical	Ni, Co, Ti
	Water atomization	Irregular	Fe
	Melt drop into water	Spherical	Pb, Sn
	Centrifugal atomization	Flaky	Sn, Al
Mechanical comminution of solid metal	Stamp mill	Angular	Fe, Zn, Sn
	Ball mill	Platy	
	Vibrating	Irregular	
Chemical reaction	Reduction	Sponge	W, Ni, Pt
	Thermal decomposition	Spherical	Fe, Ni
	Electrolysis of compounds	Dendritic	Fe, Cu, Ta
	Evaporate solidification	Spherical	Zn

び結晶粒径などの特性が異なり、用途に応じてプロセスが選択されている。

金属積層造形用の粉末は、造形装置での粉体搬送における粉末の流れやすさ（流動性）と敷き詰められた粉末床を高充填密度とするために、一般的に球状粉末が使用されている。次項では積層造形用球状粉末の製造プロセスを紹介する。

3. 積層造形用粉末の製造方法

3. 1 ガスアトマイズ

ガスアトマイズは、一般的に高周波誘導加熱炉で溶解した金属をタンディッシュと呼ばれる容器の底に配置されたオリフィスから出湯させ、窒素、アルゴンなどの溶湯と反応しにくい不活性噴霧ガスを衝突させることにより、出湯流を分裂させ凝固させることにより粉末を製造するプロセスである。噴霧媒体が比較的冷却速度の遅いガスであるため、分裂した出湯流は、噴霧室内で表面張力により球状になり凝固する。一般的な鉄、ニッケル、銅合金などの溶解には、坩堝として耐火物や黒鉛が用いられており、ガス成分の少ない高純度粉末を製造する場合には、真空や不活性雰囲気での溶解が可能な設備構成が選択される。Fig. 1に一般的なガスアトマイズ装置の概略図を示す。

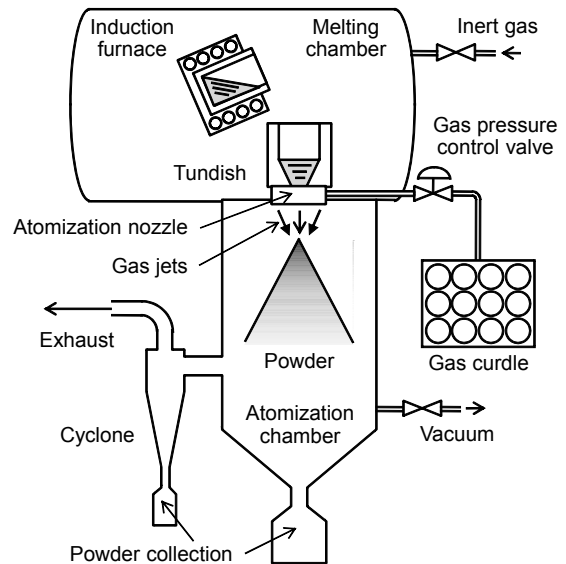


Fig. 1. Schematic view of gas atomization.

本プロセスは大型溶解炉との組合せが可能であり、低コストで粉末を製造できるため、工業的に広く普及している積層造形用の金属粉末を製造する最も一般的な方法であり、Ni基超合金、マルエージング鋼、ステンレス

鋼などの金属粉末が製造されている。

耐火物坩堝と反応しやすい Ti-6Al-4V (mass%) 合金などの溶解には特殊溶解法が用いられ、ガスアトマイズと組み合わせたプロセスが開発されている。

電磁誘導溶解式ガスアトマイズを Fig. 2 に示す^{4), 5)}。低速回転する棒状原料を外側に配置した誘導コイルによりジュール発熱、溶解させ、先端で形成される連続的な出湯流にアルゴンガスを衝突させることにより金属粉末を製造する。本プロセスは坩堝を用いないプロセスであり、汚染のない高純度粉末の製造が可能である。

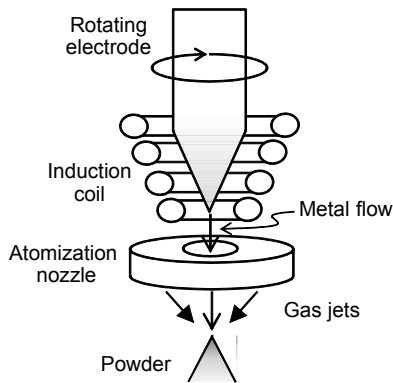


Fig. 2. Schematic view of induction melting atomization.

Fig. 3 に耐火物の代わりに水冷銅坩堝を用いた誘導加熱炉であるレビテーション溶解・ガスアトマイズ装置⁶⁾、Fig. 4 に本プロセスで製造された Ti-6Al-4V (mass%) 合金粉末の SEM 写真を示す。高温の熔融金属が水冷銅に接触すると、熔融金属自体が急冷されて直ちに薄い凝固層（スカムと呼ばれる）が形成され、熔融金属はこの凝固層の内側に保持される状態となるため、熔融金属が坩堝からの汚染を受けないことが大きな特徴である。溶解原料の形状自由度が高く、電磁力による溶湯の攪拌力が大きいため、合金の溶解に適している。現在 TRAFAM では本プロセスを用いたチタン合金をはじめとした高融点活性金属粉末の製造プロセス開発が進められている⁷⁾。

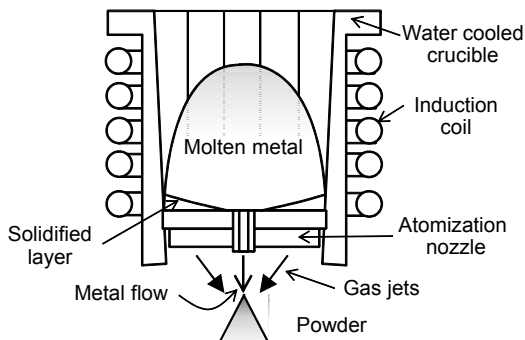


Fig. 3. Schematic view of levitation melting and gas atomization.

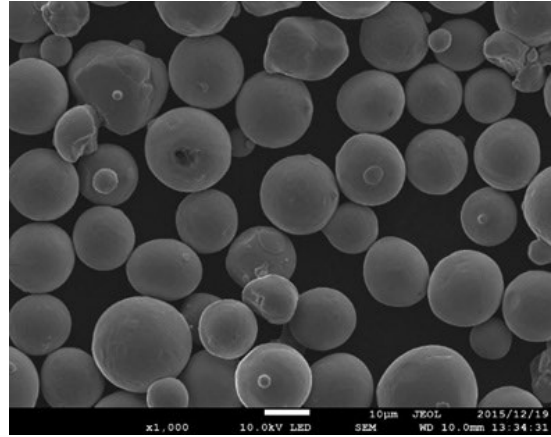


Fig. 4. SEM image of Ti-6Al-4V (mass%) powder (15/45 μm).

3. 2 プラズマアトマイズ

Fig. 5 にプラズマアトマイズ装置、Fig. 6 に本プロセスで製造した Ti-6Al-4V (mass%) 合金の SEM 写真を示す。

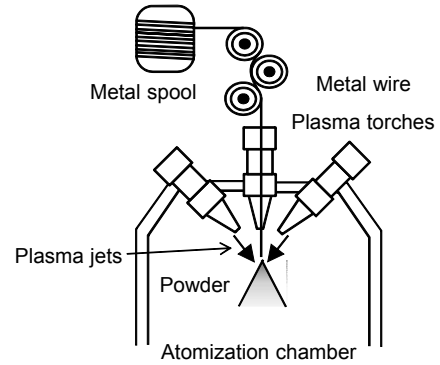


Fig. 5. Schematic view of plasma atomization.

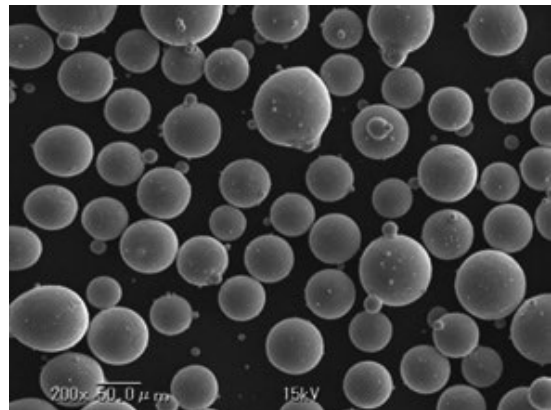


Fig. 6. SEM image of Ti-6Al-4V (mass%) powder (45/105 μm).

円錐状に3本配置されたプラズマトーチの中心に、金属の線材を供給し、プラズマの熱とジェットの運動エネルギーで溶湯を分裂させることにより粉末を製造する。

細径の線材を使用するため、粉碎される溶湯の供給量が少なく、噴霧室内の粉末密度が低くなり、ガスアトマイズ粉末対比、粉末の衝突に起因するサテライトの付着（粉末の凝集）が少ない非常に円形度の高い粉末が製造可能である。課題は線材が作製できない合金の粉末が作製できないこと、生産性が低いことが挙げられる。付加価値の高いチタン、ニッケル基合金の製造に主に使用されている。

3. 3 遠心力アトマイズ

ガスおよびプラズマアトマイズの溶湯を分裂させる駆動力は噴霧媒体の運動エネルギーであるのに対し、遠心力アトマイズは遠心力を用いる。

Fig. 7にディスクアトマイズ装置を示す。溶解した金属をタンディッシュ底に配置されたオリフィスから連続的に出湯させ、下方に配置された高速回転するディスク上に落下させる。溶湯はディスク上で濡れ拡がり、遠心力で外周方向に移動し、ディスクのエッジで分裂後、表面張力により球状となり凝固する。

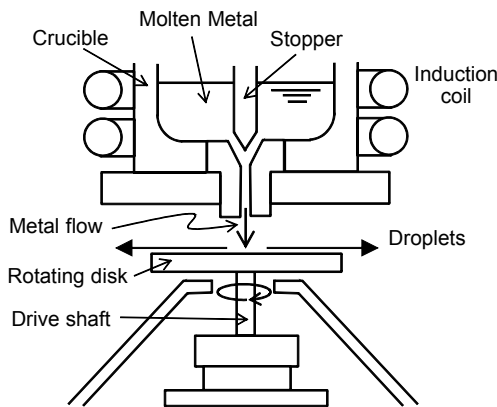


Fig. 7. Schematic view of rotating disk atomization.

溶湯に均一な遠心力を印加するため、製造された粉末は粒径が比較的均一であり、緩冷却が可能であるため円形度の高い球状粉末を製造することが可能である。また噴霧ガスを使用せず、噴霧室内の粉末密度が低くなるため、粉末へのサテライトの付着が少ない。

安定的に粉末を製造するには、細孔からの溶湯出湯技術が必要であり、低融点合金であるはんだ粉末を製造するプロセスとして使用されてきた⁸⁾が、近年積層造形用のFe、NiおよびAl基合金への適用が検討されている。

課題は生産性が低いことと、ディスクと溶湯の濡れや反応を制御するため、ディスク材質の選定が難しいことが挙げられる。

Fig. 8にプラズマ回転電極法を示す⁹⁾。溶解原料とな

る金属の電極を高速で回転させ、電極へプラズマアークを当て電極を溶解する。溶湯は遠心力で電極の外周方向へ移動し、分裂後球状化し凝固する。ディスクアトマイズと同様に製造された粉末は粒径が比較的均一になる。また電極を直接溶解することが可能であるため、溶解プロセスでの汚染がなく、高純度なチタンなどの活性金属粉末を製造することが可能である。粉末粒径は電極の周速に比例して減少するが、電極直径と回転速度には限界があり、現状100 μm以下の粉末を高収率で製造することが難しいこと、電極が製造できない金属に適用できないことが課題として挙げられる。

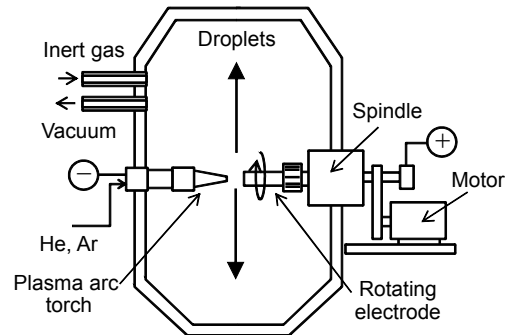


Fig. 8. Schematic view of plasma arc torch atomization.

3. 4 分級および二次加工技術

分級とは粉粒体を粒子径に代表される特性の差によって分離する（大小の粒子グループに分ける）ことの総称である。製造された粉末はプロセスに応じた粒度分布を有しており、積層造形用粉末として使用する場合には適切な粒度分布にするため分級をおこなう。

一般的な積層造形用金属粉末の現状の適正粒度は、PBF方式では熱源がレーザーのときは10～45 μm、電子ビームのときは45～105 μm、指向性エネルギー堆積方式（DED：Directed energy deposition）では45～150 μmであるが、今後装置の高速化、高精度化および表面粗度の低下のためにより微細な粉末が使用されていくと考えられている。

金属積層造形用として主に用いられているガスアトマイズ粉末は、粉末表面の汚染を抑制する観点から乾式分級がおこなわれる。一般的な金属粉末の篩分けには、装置コストや汎用性を考慮して篩式分級が用いられているが、微粉が分級できない、分離精度が低いなどの問題がある。

本問題を解決できるプロセスは気流分級である。高精度に分級粒度を設定することや目標粒度分布から外れる粉末の分離精度を上げることにより、粉末の流動性を向

上できる。本項では粒径5～50 μmの粉末に適した強制渦方式の気流分級装置の紹介をおこなう。

Fig. 9に強制渦流式気流分級機を示す¹⁰⁾。強制渦方式の気流分級では、分級ローターが回転することにより粒子に生じる遠心力と、ガス流により生じる抗力が等しい粒径が分級点となる^{11), 12)}。ローター回転数とガス流量により分級点を制御し、分級ローターの回転数の増加、ガス流量の低下に伴い分級点は小さくなる。

粉体の表面に二次加工として物理的、化学的処理を施して表面の性質を変えることを表面修飾と言う。表面修飾の方法は造粒などの機械的 surface 処理法とめっきなどの湿式 surface 処理法がある。

粉体が重力により流動するときの、流動へ影響する粒子間相互作用について述べる。粉体の粒子径を小さくしていくと、粒子の比表面積は増加し、粒子間相互作用が重力に対して大きくなり、粉体の流動が阻害される。Table 3に粒子間相互作用の支配力と支配因子、Fig. 10に粒子に働く力と粉末粒径の関係を示す¹³⁾。粒子間相互作用は主にファンデルワールス力、静電付着力、液架橋付着力で構成され、これらの付着力を減少させることにより粉体の流動性は向上する。

粉体の表面修飾には流動制御以外にも機能発現が期待されており、溶解性、耐酸化性、接合性および材料複合化などの検討が進むことが今後期待される。

4. 積層造形用粉末の特性

金属積層造形で使用される原料となる粉末は、造形物の機械特性や造形プロセスの安定性に大きな影響をおよぼす。ここでは金属粉末が起因する積層造形でのトラブルについて述べる。PBFにおいてパウダーベッドが不均一に形成されたときは、造形物表面に凹凸ができやすく、造形物内部に欠陥が発生しやすい。Fig. 11に造形物の内部欠陥例¹⁴⁾を示す。一般的に層状の欠陥は粉末の未熔融やメルトプールの形成不良により生成される造形プロセス起因、円形の欠陥は粉末内部に残存したガス気泡もしくは造形室の雰囲気ガスの巻き込みと考えられている。部品が加熱および冷却されるときには熱応力によりクラックが発生する場合がある。また粒度分布や形状などの粉末の品質が安定していないときは、同じレシピで造形をおこなっても造形物の寸法精度や内質の再現性が得られない。Fig. 12にSLMにおける造形物密度に粉末平均粒径がおよぼす影響を示す¹⁵⁾。造形物密度はエネルギー密度の増加に伴い大きくなるが、造形物密度の最大値は粉末平均粒径に依存しており、高密度化のためには最適な粉末粒径があることを示している。

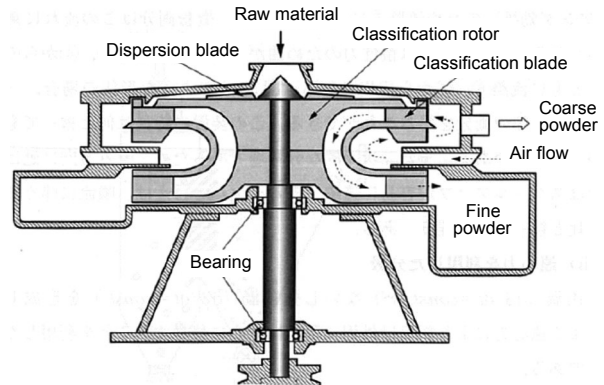


Fig. 9. Cross section of forced vortex type centrifugal air classifier.

Table 3. Classifications and control factors of interparticle interaction.

Interparticle interaction	Classification	Control factor
Adhesive force	Van der Waals force	<ul style="list-style-type: none"> • Compositions • Surface roughness • Particle density • Particle shape
	Liquid bridge adhesive force	• Humidity
	Electrostatic adhesive force	• Electrification

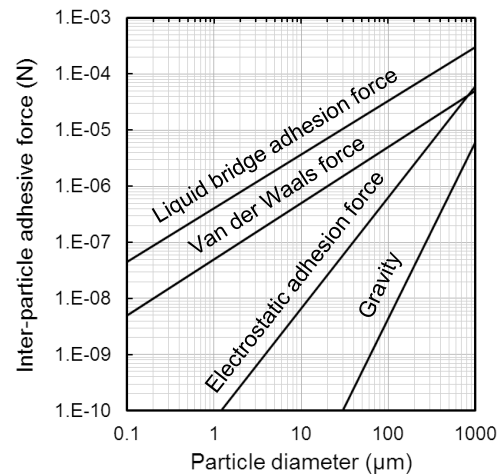


Fig. 10. Relation between inter-particle adhesive force and particle diameter.

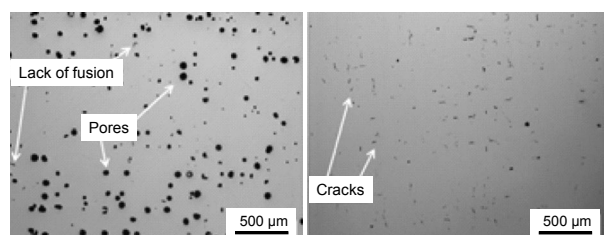


Fig. 11. Defects that can be found in parts manufactured by SLM.

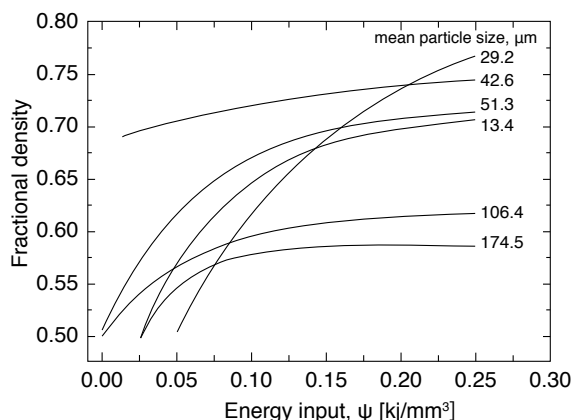


Fig. 12. Energy input and powder density as a function of mean particle size¹⁵⁾.

現在、金属積層造形技術は開発途上であり、造形部品を製造するためのコストや生産性を考慮して航空宇宙、医療用途で用いられるハイエンド部品での実用化が検討されている。現在、積層造形で使用されている主な金属および合金粉末材料を以下に示す。

- ・ ステンレス鋼：SUS304, SUS316L, 17-4PH
- ・ 金型用鋼：マルエージング鋼, ステライト
- ・ ニッケルおよびコバルト合金：インコネル 625, 718, CoCr 合金
- ・ チタンおよびチタン合金：Ti6Al4V, CPTi
- ・ アルミニウム合金：AlSi10Mg, A7075

また実用化を目指して研究開発が進められている粉末材料を以下に示す。

- ・ 銅合金
- ・ マグネシウム合金
- ・ 高融点金属（タングステン、モリブデンなど）

金属積層造形用粉末には主に4つの特性が必要と考えられている。1つ目は造形物が鋳造、塑性加工した材料と同等の材料特性を得るための組成の均一性と純度である。2つ目は積層造形プロセスでの粉体搬送を安定化させるための粉末の流動性である。ホッパーからの粉体の排出、パウダーベッド方式でのスキージング（敷き詰め）しやすさは、一般的に流動度や安息角で評価されているが、積層造形装置での粉体搬送方法は複雑であり、さまざまなシチュエーションでの搬送しやすさ（流動性）を定量的に評価する方法や装置が開発されている。また粉末の流動性には粒度分布、形状および表面状態が大きな影響をおよぼすことが知られており、現象理解のために粉末の高精度な解析がおこなわれている^{16), 17)}。3つ目は固体のパウダーベッドが熱源（レーザーや電子ビーム）により熔融し冷却により凝固する際の凝固収縮

を抑制するための粉末の充填性である。一般的に粉末の高密度は粒度分布幅と粉末の円形度が大きくなるに伴い増加する。一方、粒度分布幅を小さくするに伴い流動性は向上するため、積層造形装置ごとに最適な粒度分布の調整がおこなわれている。4つ目は所定の出力、直径および速度で移動する熱源により粉末の熔融を可能とするための粉末粒径である。パウダーベッド方式では、レーザービームの適正出力は電子ビーム対比小さい。微細な粉末は低出力での熔融が可能であるため、レーザービームでは比較的微細な粉末が使用されている。

5. おわりに

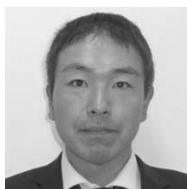
金属積層造形技術開発は黎明期にあり、今後技術を開発、普及させていくためには、造形プロセスの安定性と造形物の品質を向上させるために必要な粉末の特性を明らかにし、特性を制御するための製造プロセス開発が必要となる。また粉末を安定的に搬送するための造形装置開発も重要となる。実用化に向けて装置、材料が一体となった技術開発を推進する必要がある。

(文 献)

- 1) 京極秀樹：溶接学会誌, **83**(2014), 4, 250.
- 2) 千葉晶彦：機械技術, **63**(2015), 8, 64.
- 3) 京極秀樹, 池庄司敏孝, 米原牧子：近畿大学次世代基盤技術研究所報告, **8**(2017), 55.
- 4) S. Pleier, M. Hofmann, W. Goy and B. Schaub: Proceedings of the EuroPM2004, (2004), 89, Viena, Austria.
- 5) 大西隆, 大橋善久：チタン, **65**(2017), 4, 165.
- 6) T. Okumura, T. Shibata and N. Okochi: Proceedings of the EPM2006, Sendai, Japan, (2006), 784.
- 7) 技術研究組合次世代3D積層造形技術総合開発機構：シンポジウム講演集, (2015), 46.
- 8) 草加勝司, 清水孝純, 洞田亮, 中村清, 大河内敬雄：電気製鋼, **62**(1991), 2, 89.
- 9) 時実正治, 磯西和夫：資源処理技術, **37**(1990), 4, 215.
- 10) 粉体工学会編：粉体工学叢書 第3巻 気相中の粒子分散・分級・分離操作(日刊工業新聞社, 2006).
- 11) 佐藤勇一, 山田幸良：粉体工学会誌, **24**(1987), 11, 693.
- 12) 佐藤勇一, 永嶺拓夫, 山田幸良：粉体工学会誌, **27**(1990), 4, 225.
- 13) 粉体工学会編：粉体工学叢書 第1巻 粉体の基礎物性(日刊工業新聞社, 2005).

- 14) European powder metallurgy associations: Introduction to additive manufacturing technology 2nd edition, (2017).
- 15) A. Simchi: Metallurgical and Materials Transactions B, 35B(2004), 937.
- 16) Freeman: AMPM2015 Conference, (2015), San Diego, USA.
- 17) S. Hall, U. M. Attia, B. A. Szost, J. Dawes and H. G. C. Hamilton: EuroPM2017 Conference, (2017), Milano, Italy.

この解説は、日本材料科学会誌「材料の科学と工学」53巻(2016)4号(金属積層造形技術開発の最前線)に掲載された“金属積層造形用粉末の製造プロセスと特性”, pp.108-111の内容を加筆修正したものである。



奥村鉄平



関本光一郎