

連携記事

積層造形用金属粉末の製造方法

Manufacturing Processes of Metal Powders for Additive Manufacturing

大同特殊鋼(株) 技術開発研究所 粉末技術研究室 副主任研究員 関本光一郎 Koichiro Sekimoto

大同特殊鋼(株) 技術開発研究所 副所長 鈴木寿穂 Toshio Suzuki

1 はじめに

レーザーや電子ビームを熱源とした金属粉末の積層造形技術は、1980年代の後半に始まり、現在は高強度、高機能部材への適用を目的に、盛んに技術開発が進められている。積層造形は、既存の加工技術(切削、成形)と比べて、主に次の利点を有している。

- (1) 複雑形状の造形が可能であり、設計の自由度が高いため、部品点数の削減や軽量・高強度化ができる。
- (2) 原料粉末から1工程で最終形状の部品を製作できるので、試作・評価のサイクルが加速される。
- (3) 原料粉末と部品の形状データがあれば、場所を問わず同一の部品を製作できる。

造形物の実用化は、航空宇宙、医療といった一部の小ロット高付加価値な分野で進んでいる。今後は、造形物の形状精度、サイズ制約、生産性(造形速度)、装置および原料粉末のコスト、造形条件の最適化といった種々の課題に対する開発が進むことで、自動車、電機などのより広い用途へ拡大する

ことが期待されている^{1,2)}。
ここで、積層造形に用いられる主な金属材料をTable1に示す。造形物に求める特性に応じて、様々な材質が用いられている。

金属積層造形装置は、国内外のメーカー各社から市販されており、金属粉末を敷き詰めて選択的に熔融するパウダーベッド方式(Powder Bed Fusion、PBF)、金属粉末とレーザー等の熱源を造形部分に同時に照射するデポジション方式(Directed energy deposition、DED)など、様々な方式が存在する。また、同じ方式であっても各社の装置構成が異なるため、粉末を貯蔵して造形場所に搬送する方法、パウダーベッドの敷き詰め方法、更には熱源の走査パターン、出力といった造形条件(造形レシピ)に非常に多くの組合せが存在する。

このような使用環境において、造形用粉末には、造形する場所へきちんと供給されること、熔融して凝固する際には均一で空洞欠陥が無い造形物を形成することが求められる。よって、それぞれの使用環境に適した粉末特性を把握して使用することが、造形プロセスおよび造形物の品質にとって非常に重要となる。

本解説では、金属積層造形に用いられる造形用金属粉末の必要特性、製造方法、評価技術について紹介する。

2 造形用金属粉末の必要特性

造形用金属粉末には、次に示す4つの特性が必要と考えられている。

- (1) 粉末の組成が均一で、不純物や空孔欠陥が少ない
- (2) 適切な粉末サイズ
- (3) 高い流動性
- (4) 高い充填性

組成が均一で、かつ不純物や欠陥が少ないことは、切削や成形加工で製造される材料と同等以上の材料特性を満たすた

Table1 Metals for additive manufacturing.

Stainless steel	SUS304
	SUS316L
	17-4PH
Mold steel	Maraging steel
	Stellite
Ni-based alloy	ALLOY 625
	ALLOY 718
Co-based alloy	Co-Cr alloy
Al-based alloy	AlSi10Mg
	A7075
Ti-based alloy	Ti-6Al-4V
	CP-Ti
Others	Cu-alloy, Mg-alloy, Refractory metals (W,Mo,etc)

めに必要となる。Fig.1に積層造形物内部の欠陥の例を示す。円形の欠陥は、主に造形用粉末中に残存したガス気泡、もしくは造形プロセス中に巻き込まれた雰囲気ガスによるものと考えられている。また、異形状の欠陥は主に造形プロセスに起因すると考えられ、例えば、熱源によりメルトプールが適切に形成されず、溶かしきれなかった粉末などが欠陥要因として挙げられる。

粉末サイズは、小さいほど積層（1層）の厚みを小さくすることができ、造形物の表面粗度を小さくできることが期待されるため、微粉が求められる。しかし、一般的に微粉であるほど後述する流動性が悪化するため、適切な粉末サイズの選定が重要となる。熱源の種類によっても適切な粉末サイズが異なり、出力の大きい電子ビームを熱源に採用する造形機では比較的大きい百 μm 前後の粉末、低出力のレーザーを熱源に採用したものは数十 μm の粉末が使用されることが多い。

流動性は、積層造形装置の内部で粉末を安定的に、繰り返し搬送するために必要となる。流動性が悪い粉末を使用した場合には、粉末を貯蔵するホッパーからの排出、機械的機構や気流による粉末の輸送において、粉詰まりを起こしてしまう。また、パウダーベッド方式の装置においては、粉末の敷き詰め（スキージング）の際に、粉がスムーズに動かず、滑らかなベッドを形成できない。このため、粉末の溶融が均一にならず、造形物内部に欠陥が生じやすい。この粉末の流動性には、粉末のサイズ分布（粒度分布）、形状（丸さ）、表面状態などが影響を及ぼす。

充填性は、パウダーベッド方式の装置において特に重要となる。ベッドの一部をレーザー等で選択溶融したとき、粉末間の空隙に溶融金属が入り込み、溶融プール面が沈降することを抑えるために粉の充填性が重要となる。一般的に粉末の粒度分布の幅が広く、粉末が真球状であるほど充填性の指標

である嵩密度が増加する。

また、上記に述べた4つの粉末特性が安定していない場合、当然ながら、同じレシピで造形を行ってもプロセスの再現性が得られないため、特性の安定も要求される。

3 造形用金属粉末の製造方法と特徴

工業的な金属粉末の製造方法と粉末の特徴^{3,4)}をTable2に示す。製造方法は主に（1）溶融金属にエネルギーを加え、液滴への分断を経て凝固させ、固体粉末を得る手法、（2）固体金属の機械的な破碎、（3）化学反応により粉末を生成する手法の3種類に分けられる。

これらの製法は、生成する粉末のサイズ（粉末粒径）、粉末を構成する結晶のサイズ（結晶粒径）、粉末形状や純度、生産性（価格、流通量）が各々異なるので、用途によって選択される。積層造形用途の粉末は前項で述べた通り、高い流動性と充填性が要求されるため、球状粉が好まれることが多い。次項では球状粉末の製造方法を紹介する。

3.1 ガスアトマイズ

Fig.2にガスアトマイズ装置の構成例³⁾を示す。金属材料を高周波誘導加熱などで溶解し、タンディッシュと呼ばれる容器に出鋼する。タンディッシュ底には小孔が設けられており、そこから溶融金属を流下させる。そこに窒素や不活性ガスのアルゴン等の高圧ガスを吹き付け、運動エネルギーを印加することで、溶融金属流を分断する。分断された溶滴は、

Table2 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 pulverizing of solid metal	Stamp mill	Angular	Fe,Zn,Sn
	Ball mill	Platy	
	Vibrating mill	Irregular	
Chemical reaction	Reduction	Sponge	W,Ni,Pt
	Thermal decomposition	Spherical	Fe, Ni
	Electrolysis of compounds	Dendritic	Fe,Cu,Ta
	Evaporate solidification	Spherical	Zn

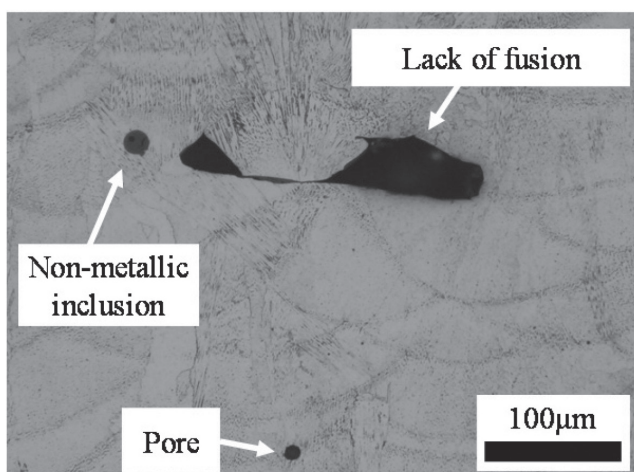


Fig.1 Defects in ALLOY 718 parts manufactured by SLM.

表面張力によって球状化し、凝固を経て球状金属粉として回収される。溶解部分の大型化が容易なため、低コストで球状粉末を製造する手法として広く用いられる。

小規模のガスアトマイズ装置では、金属を溶解する容器の底に予め開けた小孔に出鋼ストッパーを設置し、タンディッシュに出鋼することなく、ストッパーの引き抜きにより熔融金属を流下させる方式も一般的である。

設備構成は、取り扱う金属材料の種類や要求される純度によって異なる。鉄、ニッケル、銅合金などの比較的不活性な金属は、セラミックスや黒鉛製の耐火物容器内で、大気中で溶解することも可能である。

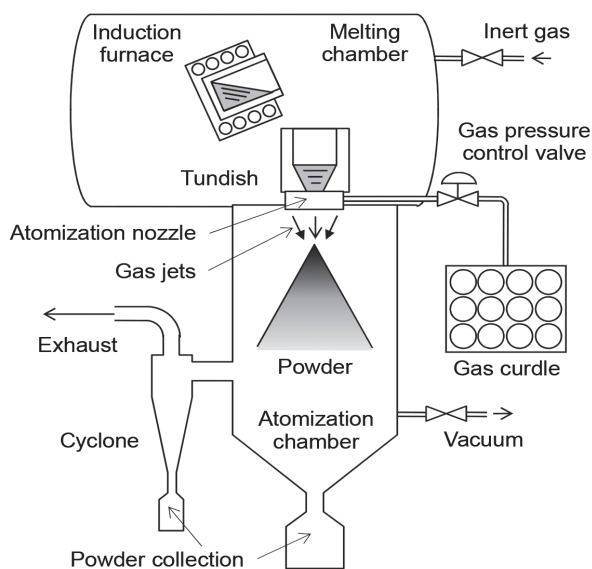


Fig.2 Schematic view of the induction melting gas atomizer.

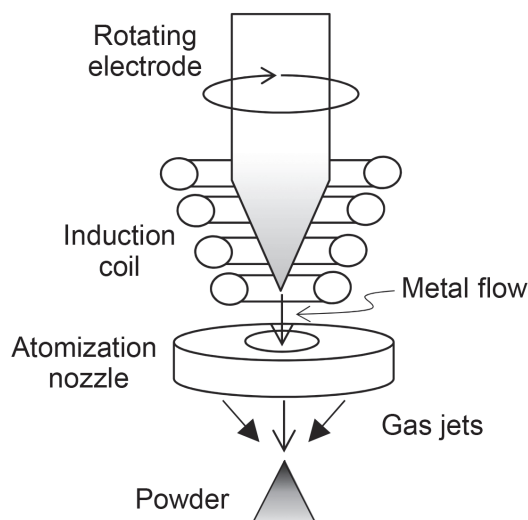


Fig.3 Example of a process scheme of an electrode induction melting gas atomizer.

一方で、比較的不活性な金属であっても、酸素、窒素などの大気に含まれる不純物ガス元素の少ない高純度な粉末が要求される場合、真空や不活性雰囲気下で溶解から粉末の回収まで行う設備構成が選択される。

チタン合金のような活性な金属を扱う場合は、耐火物容器と活性金属の反応に伴う粉末中不純物の増加を抑制するため、特殊溶解法が採用される。

Fig.3に示す電極誘導溶解式ガスアトマイズ装置^{3,6)}では、低速で回転する棒状の合金原料を高周波誘導コイルで連続的に溶解し、溶融合金流を形成する。そこに不活性ガスを吹き付け、溶滴への分断を経て凝固させ、金属粉末を得る。熔融金属が直接容器類に接触しないため、高純度な粉末が得られる特徴を持つ。

Fig.4に示すレビテーション溶解・ガスアトマイズ装置^{3,7)}は、耐火物容器の代わりに、水冷銅容器内で高周波誘導加熱により金属を溶解する。電磁力により熔融金属を内側に保持する力が生じるため、容器側面と熔融金属の直接接触を抑制できる。また熔融金属が水冷銅容器に接触した場合においても、熔融金属が冷却されて凝固層が形成されるので、実質的に熔融金属と同材質の容器内で溶解が進行する。これらの効果により、熔融金属は容器との接触による汚染を受けることがない。また、水冷銅容器底面の小孔から出鋼することが可能であり、他のガスアトマイズ手法と同様に溶融合金流にガスを吹き付けて粉化することで、高純度の金属粉末を得ることができる。原料の形状制約が少なく、電磁力による溶融合金の攪拌力が大きいので、活性金属合金の粉末製造に適する特徴を持つ。Fig.5に本手法で製造されたTi-6Al-4V合金粉末のSEM写真³⁾を示す。

3.2 プラズマアトマイズ

Fig.6にプラズマアトマイズ装置の構成例を示す^{3,8)}。

円周状に配置されたプラズマトーチの中心に金属ワイヤー

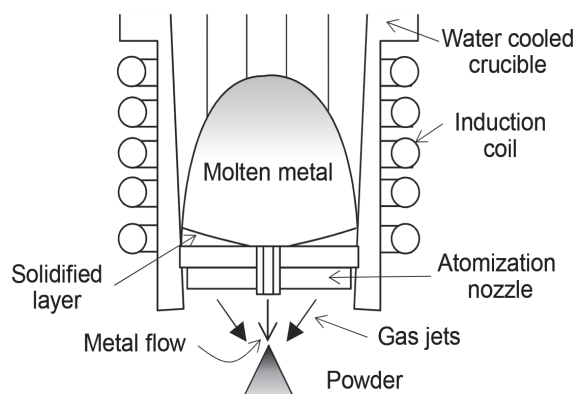


Fig.4 Schematic of the levitation melting gas atomizer.

を供給し、プラズマジェット運動エネルギーにより熔融金属を液滴に分裂させ、凝固を経て金属粉末を得る。金属ワイヤーを製造できる材料に限られるが、熔融金属を細孔から供給する方式と比べ、材料の供給速度を遅くすることが可能となる。その結果、アトマイズチャンバー内の溶滴密度が低くなるので、粉末の衝突に起因する凝集粉の形成を抑制できる。また、前述のガスアトマイズ法と比較し、高温のプラズマジェットで粉化するため、より緩やかに液滴は凝固する。そのため、液滴が表面張力により球状化するまでの時間が長く、より真球に近い粉末が得られる⁸⁾。Fig.7に本手法で製造されたTi-6Al-4V合金粉末のSEM写真³⁾を示す。

3.3 遠心力アトマイズ

熔融金属を遠心力で分断する手法であり、Fig.8にその一例であるディスクアトマイズ装置の構成例を示す^{3,9)}。熔融金属を小孔から高速回転するディスク上に流下させ、濡れ広がらせる。濡れ広がった熔融金属は、ディスク端から分裂して溶滴となり、表面張力によって球状化した後に凝固し、球状粉末となる。

ディスクに働く均一な遠心力により溶滴を分断するため、比較的均一なサイズの粉末が得られるほか、分断後は冷却媒体と接触しないので、緩冷却により真球状の粉末が得られる。

Fig.9に示すプラズマ回転電極法^{3,10)}は、ディスクアトマイズと異なり、金属材料の電極自身が高速回転する。プラズマ

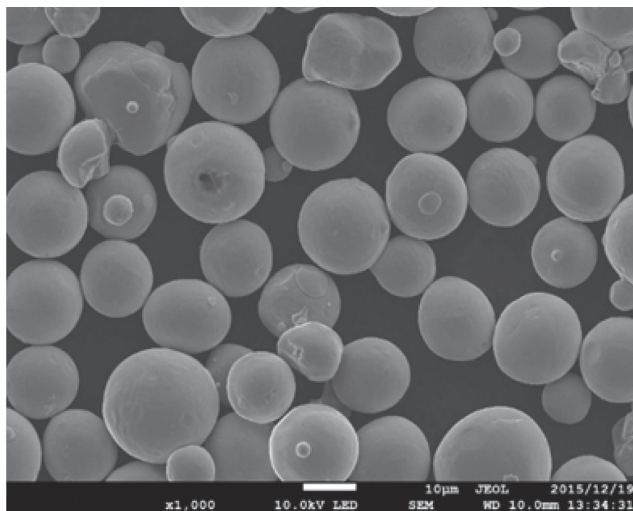


Fig.5 SEM photograph of Ti-6Al-4V (mass %) powder (+15/-45 μ m) by a cold-crucible levitation melting gas atomizer.

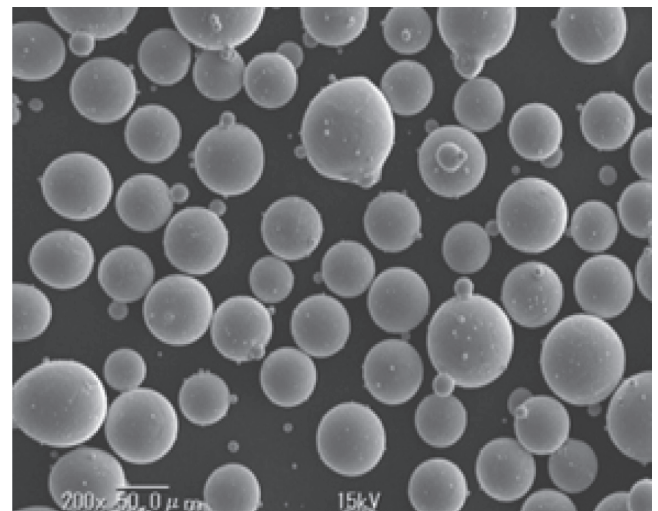


Fig.7 SEM photograph of Ti-6Al-4V (mass %) powder (+45/-105 μ m) by a plasma atomizer.

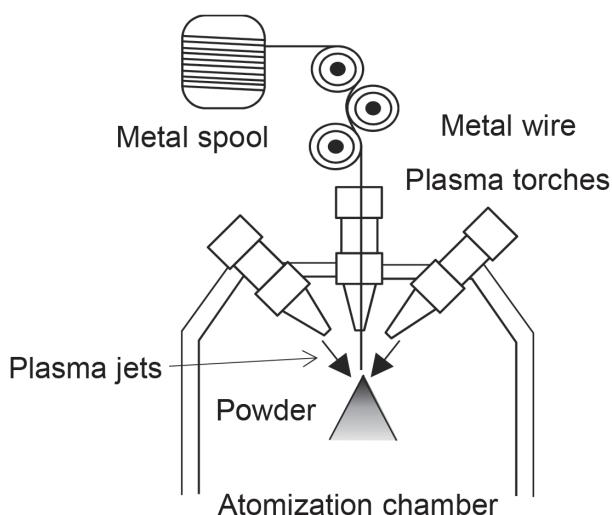


Fig.6 Example of a process scheme of a plasma atomizer.

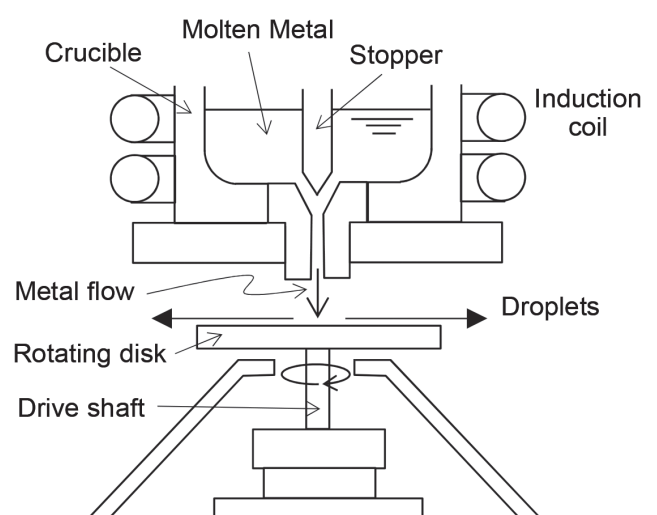


Fig.8 Schematic view of the rotary disk atomizer.

アークにより熔融された電極外周部から遠心力によって液滴が分裂し、凝固することで金属粉末を得る。熔融金属が凝固するまでに周囲の構造物と接触しないため、汚染されずらく、高純度な金属粉末を製造できる。

4 金属粉末の分級技術

分級は、粉末をその特性の差によって分離する操作の総称であり、一般的に粉末サイズ、密度や成分によって分離する。本項では、粉末サイズの差による分離（大小様々な粉末から特定サイズの粉末を選り分ける）を目的とした分級技術について説明する。

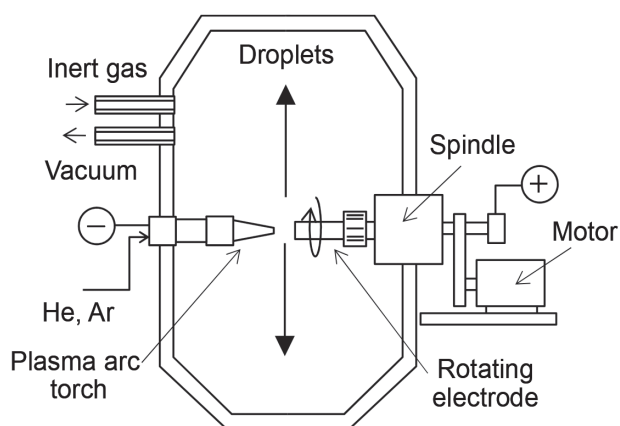


Fig.9 Main components of the plasma rotating electrode process.

粉末は、製造方法に応じた粒度分布を持つ。積層造形用粉末の場合、各メーカーの造形機や粉末の材質に対応した必要粉末特性となるよう、分級で選り分けられた一部のサイズの粉末を使用する場合が多い。具体例としては、パウダーベッド方式 (PBF) の装置で、熱源がレーザーの造形機では10-45 μm 、熱源が電子ビームの造形機では45-105 μm 、デポジション方式 (DED) の装置では45-150 μm の粉末が使用されることが多い。造形プロセスの高速化、造形物の表面の平滑化のため、今後はより微細な粉末が使用されると推測される。

金属粉末の分級には、コストを考慮して乾式の篩分級が用いられることが多い。しかし、40 μm 以下の粉末を対象とした分級では、篩が目詰まりを起こし、適切な分級が行えない場合がある。近年では、篩への超音波振動の印加、気流を吹き付けるなどして、目詰まりを抑制し、微粉の処理能力を向上させた篩分級装置も扱われている。

より微粉の分級に適した技術として、気流分級がある。その方式に応じて、大量処理に向くものから、サブミクロン領域までの微粉分級が可能なものまで存在する。ここでは、積層造形用粉末の分級 (5-50 μm) を得意とする、強制渦方式の気流分級装置¹¹⁻¹³⁾を紹介する。

Fig.10に装置の概念図を示す。分級対象の粉末は、ガスと共に、高速回転する分級ロータへ供給される。分級ロータによって、粗く質量の大きい粉末ほど、強い慣性力（遠心力）が付加される。一定以上の慣性力を持つ粉末は、分級ロータ外周の設備内壁面と衝突するなどし、自由落下を経て、粗粉として容器へと回収される。

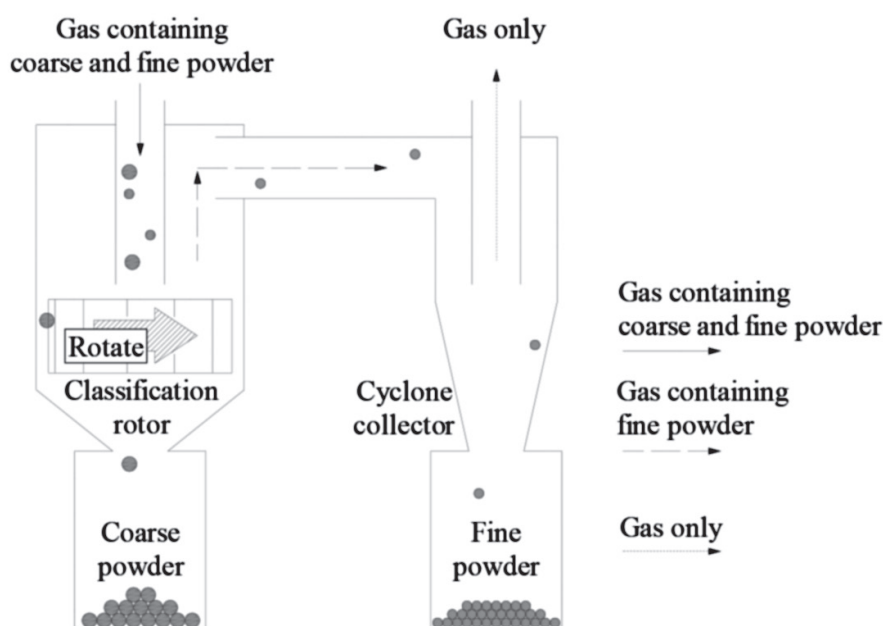


Fig.10 Schematic of the forced vortex type classifier.

慣性力の小さい微粉は、ガスにより、サイクロン捕集機へと運ばれる。微粉はサイクロン集塵機によりガスと分離され、容器へと回収される。

強制渦方式の気流分級装置においては、分級ロータの回転数と供給ガス量を調整することで、粉末に付与する慣性力とガスによる搬送力を容易に制御し、任意の粒度で粉末を篩い分けることができる。また高速回転するロータにより、小さい粉末にも大きな慣性力を与えることができ、微粉領域においても高い精度で分級することが可能である。

5 金属粉末の表面改質技術

表面改質とは、粉末の表面に処理を施して表面の性質を変えることであり、親水・疎水化、活性化、あるいは流動性の向上などの目的で行われる。処理方法は様々なものが存在し、有機物のコーティング、微粉末の吸着・複合化、粉末表面での種々の化学反応などが挙げられる。本項では、特に金属粉末の流動性と表面状態の関係について説明する。

粉末の流動を障害する粉末間の相互作用力には、主なものとしてファンデルワールス力と水による吸着力（液架橋付着力）が挙げられる¹⁴⁾。力の大きさの計算例をFig.11に示す。粉末粒径が小さくなるにつれ、粉末に働く重力よりも粉末間の相互作用力が相対的に大きくなるため、微粉ほど流動性が低下する。

ファンデルワールス力は粉末表面の材質や凹凸状態、液架橋付着力は粉末表面の疎水性・親水性に影響を受ける。そのため、粉末表面を改質し、粉末間の相互作用力を小さくすることで、流動性を向上させることができる。

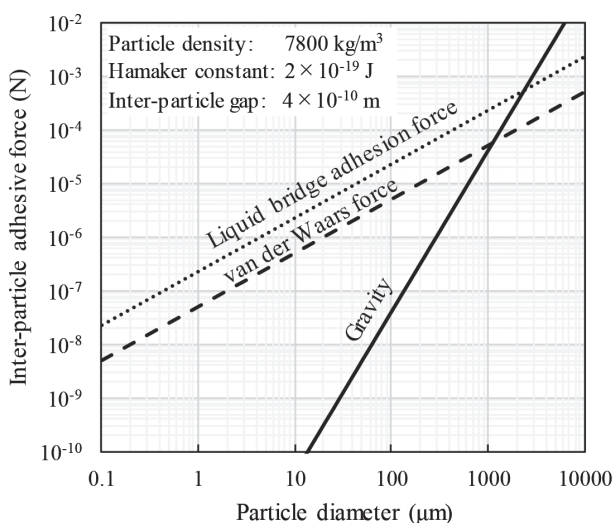


Fig.11 Relation between the inter-particle adhesive force and the particle diameter.

6 金属粉末の特性評価技術

一般的な金属粉末の特性評価技術をTable3⁴⁾に示す。多くの測定法がJISやISOで規定されている。本項では、特に粉末の粒度分布、形状、流動性に関する評価技術について紹介する。

粒度分布の評価には、篩い分け法やレーザー回折法が用いられることが多い。前者は、上から目開きの大きい順に篩を重ね、試験対象の粉末を上部から投入し、所定回数・条件の振動を加えた後、各々の篩に残留した粉末の重量から粒度分布を算出する。比較的サンプル量が多く、ばらつきの少ない測定が行える特徴を持つが、篩で分離できる粒径が分解能の下限となる。

レーザー回折法は、気中または液中に分散した粉末にレーザーを当て、その回折・散乱光のパターンを解析し、粒度分布を算出する手法である。迅速に測定結果が得られる特徴を持つほか、近年では数十ナノメートルオーダーの微粉まで計測できる装置も市販されている。

粉末形状の評価は、光学顕微鏡や電子顕微鏡で得られる写真の画像解析により行われる。近年の装置では、光学顕微鏡とXYテーブルの組み合わせ、あるいは固定されたカメラで流路を流れる粉末を高速撮影する手法が用いられる¹⁵⁾。この手法では、連続的に画像解析するといった自動処理も可能となり、数千～数十万個の粉末形状の情報を高速処理する装置

Table3 Evaluation methods of metal powders

Characteristic	Evaluation method	JIS Z	ISO
Melting point	TG-DTA		
Crystal structure	XRD		
Surface property	SEM		
Micro-structure	EPMA, AES		
Chemical composition	ICP, XRF		
Particle size distribution	Sieving	2510	4497
	Laser diffraction	8825	13320
Morphology	SEM Image analysis		
Density	Apparent density	2504	3923-1
	Tap density	2512	3953
Specific surface area	BET	8830	9277
Flowability	Flow rate Angle of repose Powder rheometer RPA	2502	4490

も市販されている。画像から粉末のサイズも得られるため、前述の粒度分布計測を兼ねることも可能である。

金属粉末の流動性は、試験漏斗からの排出速度を評価するもの（流動度、JIS Z 2502）や、粉末が山を成すときの稜線の角度（安息角）で評価されることが多い。しかし粉末の流動は、圧縮や気体の巻き込みなどを含む複雑な現象であり、様々な状況ごとに異なる。積層造形プロセスにおいても、ホッパーに貯蔵された粉末の排出、輸送、敷き詰め（スキージング）等の異なる流動現象が存在する。そのため、多面的に流動性を評価する装置や、動的な環境における流動性を評価する装置も市販されている^{16,17)}。現時点では、積層造形用粉末の流動性評価手法は規格化されておらず、研究機関や企業で研究が続けられている。

7 おわりに

金属の積層造形は、その適用先を増やしながら世界的に市場が拡大しており、今後も大幅な成長が見込まれている。その中で、装置技術、造形技術と共に、材料技術としての金属粉末の開発は、造形プロセスの安定性、製造コストの削減、造形物の品質向上といったニーズを満たす上で、益々重要になってくる。今後も、造形物に求められる特性、それを作り上げる造形方法および装置を把握した上で、積層造形用金属粉末を開発することが求められる。

参考文献

- 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) 奥村鉄平, 関本光一郎：電気製鋼, 89 (2018), 13.
- 4) 奥村鉄平：軽金属溶接, 56 (2018), 31.
- 5) S.Pleier, M.Hofmann, W.Goy and B.Schaub : Proceedings of the Euro PM2004, (2004), 89.
- 6) 大西隆, 大橋善久：チタン, 65 (2017) 4, 165.
- 7) T.Okumura, T.Shibata and N.Okochi : Proceedings of the EPM2006, (2006), 784.
- 8) A.Alagheband and C.Brown : Metal Powder Report, 53 (1998) 11, 26.
- 9) 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.
- 10) 時実正治, 磯西和夫：資源処理技術, 37 (1990) 4, 215.
- 11) 粉体工学叢書, 粉体工学会編, 3 (2006)
- 12) 佐藤勇一, 山田幸良：粉体工学会誌, 24 (1987) 11, 693.
- 13) 佐藤勇一, 永嶺拓夫, 山田幸良：粉体工学会誌, 27 (1990) 4, 225.
- 14) 粉体工学叢書, 粉体工学会編, 1 (2005)
- 15) J.H.Tan, W.L.E. Wong and K.W.Dalgarno : Additive Manufacturing, 18 (2017), 228.
- 16) A.Amado, M.Schmid, G.Levy and K.Wegener : Proceedings of Solid Freedom Fabrication, (2011)
- 17) R.Freeman : Powder Technology, (2006), 9.

(2019年8月20日受付)