

3D積層造形法による金属複合材の製作

戸羽 篤也, 鈴木 逸人, 平野 繁樹*

Production of a Metallic Composite Material Used by Additive Manufacturing.

Atsuya TOBA, Hayato SUZUKI, Shigeki HIRANO*

抄 録

金属粉末積層造形において脆性金属材料を対象とする場合、造形時の溶融・凝固で生じる熱応力による亀裂や崩壊などが発生し易く、積層造形が困難である。筆者らは、脆性金属粉末と低融点金属粉末を混合した金属混合粉末に対してレーザーを照射し、低融点金属のみを溶融させ、脆性金属材料と結合金属の複合材を製作する方法を考案した。本報では、主金属にMn-Fe系合金、結合金属にSnを使用した場合について検討を行った。Mn-Fe系合金粉末にSn粉末を10wt%混合させた場合、エネルギー密度 $10\text{J}/\text{mm}^3$ 以上、レーザー集光径 0.2mm 以下で造形可能となることがわかった。また、結合金属の配合比を変えて製作した造形物の主金属、結合金属、空隙の容積占有率を計測した結果、結合金属の配合量に応じて空隙率が減少することがわかった。

キーワード：金属3D造形, 付加工, 複合粉末, 脆性金属, 結合金属

Abstract

In metal powder additive manufacturing of brittle metallic materials, it was difficult to perform additive manufacturing due to cracks and fractures caused by local rapid heating and cooling during modeling. The new method of three-dimensional modeling was developed by using a mixed powder of brittle metal powder and low melting point metal powder to melt only the low melting point metal to produce a composite material. In this paper, the mixed powder with Mn-Fe alloy as the main metal and Sn as the binder metal was examined by the laser beam powder bed fusion. In 10wt% of Sn powder was mixed with Mn-Fe alloy powder, it was possible to make a shape with the laser conditions in energy density of $10\text{J}/\text{mm}^3$ or more and a laser spot diameter of 0.2mm or less. In addition, the specimen porosity of the mixed powder with Sn powder of 10, 20 and 30wt% was measured. As a result, the porosity decreases according to the amount of the binder metal compounded.

KEY-WORDS : Metal 3D-Printing, Additive Manufacturing (AM), Composite Powder, Brittle Metal Material, Binder Metal

1. はじめに

金属三次元積層造形法（以下「金属3D造形」という）は、三次元形状データから複雑な形状や内部構造をもつ金属製品の製作を可能とする新たな金属加工法としてその利活用が注目されている¹⁻³⁾。その造形機構は、金属の微粉末にレーザー光などの熱線を照射して溶融し、直下の既造形材と溶接して所望の立体形状になるように堆積する方式である。したがって、金属3D造形では、造形時に急激な加熱と冷却が繰り返されることで、造形物内部に熱応力が残留したり、その応力

による変形が生じたりしやすい。

造形対象とする金属材料には、マルエージング鋼やステンレス鋼など鉄鋼系合金のほか、ニッケル基合金、チタン系合金、アルミ基合金、銅合金などの非鉄金属などが用いられる。このほか、粉末として供給可能な金属であれば造形に供することが可能で、製品に付与したい機能性に合わせて材料を自由に選択することができる。

しかし、材質が硬く脆い金属や、熱影響を受けて性質が変化する金属は、その造形機構の特徴から金属3D造形を適用しにくい。筆者らは、このような難造形金属材料の粉末に低

*近畿大学, *Kindai University, Faculty of Science and Engineering

事業名：経常研究

課題名：金属3D造形による実用金型製造のための加工・熱処理プロセス技術の開発（平成29～令和元年度）

融点の結合金属粉末を混合した複合粉末を用いることにより、結合金属のみを溶融して目的の金属粉末どうしを固着する造形手法を考案した⁴⁾。

本報は、この金属3D造形手法による複合金属部材製作への適用可能性を検証するため、具体的な材料を選定して造形試験を実施したので、そこで得た技術知見を報告する。

2. 複合金属粉末積層造形法

金属粉末を用いる3D造形法は、粉末床溶融結合（PBF; Powder Bed Fusion）法と指向性エネルギー堆積（DED; Direct Energy Deposition）法の2つに大別され、これらは用途や製作目的に応じて使い分けられる。構造的に複雑で精細な金属部材を製作する場合は、前者のPBF方式が優位である。

PBF方式では、金属粉末を水平に敷き、その上からレーザー光などの熱線を所定位置に照射し、その最上層の粉末と下層の既造形材表面を溶融して溶接することを繰り返して立体形状を造形する。このとき、対象とする金属材料が脆い性質の場合、造形時の急激な加熱と冷却で発生する大きな熱応力によって、造形中に亀裂が生じたり、崩壊してその後の造形が不能になったりするため、通常の積層造形方法では立体を作り上げることが困難である。

この種の金属材料で、均質かつ緻密組織であることを必要とせず、その金属特有の機能性を活かした立体構造物の製作が目的であれば、必ずしも単一材質金属粉末の溶融と凝固による造形ではなく、結合材を用いて粉末どうしを固着させることで造形を可能とする方法が考えられる。我々は、その具体的な手法として、目的の金属（以下「主金属」という）粉末より融点の低い金属粉末を結合材（バインダ）として混合した複合粉末による造形方法を考案した⁴⁾。

通常の金属3D造形は、レーザー光等の熱線を照射して造

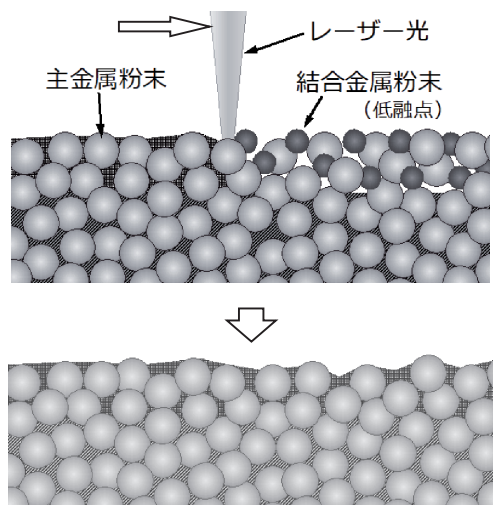


図1 複合金属粉末積層造形法の模式図

形対象とする金属粉末を溶融し、既造形材表面上に溶接・堆積して緻密な組織を形成する。これに対して考案した複合金属粉末3D造形法は、図1に示すように、主金属粉末に低融点の結合金属粉末を一定量混合して既造形層上面に敷き詰め、与熱量を制御したレーザー光照射により、結合金属粉末のみを溶融して、主金属粉末間に浸透・結合する。これにより、造形時の急激な加熱・冷却によって生じる熱応力を緩和し、造形中に崩壊することなく立体を製作することができる。また、主金属のみで造形する場合に比較して与熱量を抑えられるので、造形中の昇温で変質するような材料に対して、その影響を小さくすることができる。

3. 試験方法

3.1 供試材

試験に供した金属材料は、磁気熱量効果⁵⁾をもつマンガン-鉄系合金（以下「Mn-Fe合金」という）を選定した⁶⁾。この材料は、硬質で脆い材質のため、この材料単独で積層造形すると造形時の加熱・冷却で生じる熱応力で造形材に亀裂が発生し、図2に示すように、約1mmの造形高さに至る前に崩壊して立体を製作することができなかった。また、この材料の組成を変えることで磁気熱量効果が最も大きく作用する温度を制御するが、造形時に大きな熱影響を受けるとこの温度が遷移し、設計どおりの機能が得られなくなる。

これらの特徴を有するMn-Fe合金で複雑形状の熱交換部品を製作する試験において、この材料単独では通常の金属3D造形法で造形できないことが判明したため、複合粉末造形法の適用を試みることにした。

結合金属には、当初、熱伝導性、耐熱温度、強度などの観点からアルミ合金粉末を選んで造形試験を行ったが、造形中に炭素鋼製造形基板の鉄とアルミニウムとの化合物が生成して造形動作に不具合を生じたため、これを採用できなかった。次に、低融点に着目して純スズ（Sn）粉末を結合金属材料に選定して造形試験を行ったところ、造形中の不具合も生じず、造形材断面組織観察でも良好な結合性を確認したため、本研究では、純スズを結合金属材料として実験に供した。

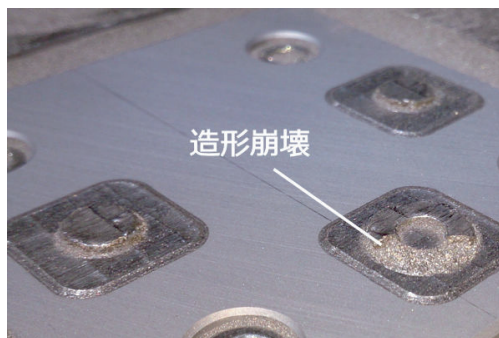


図2 Mn-Fe系合金粉末による造形試験例

3.2 造形試験片の製作

金属3D造形による試験片の製作は、金属粉末積層造形装置 (LUMEX Avance-25/㈱松浦機械製作所製) を使用した。図3にその外観を示す。造形試験片は、125mm×125mm×厚さ10mmの炭素鋼製基板の上に、縦横15mm間隔で7列、高さ約3mmに造形した。ただし、装置の造形テーブルに基板を固定するための4隅のネジ穴部には試験片を造形できないので、外周4辺の列は5個ずつの試験片のみとした(図4)。試験片の形状および寸法は図5に示すとおりとし、左半分を塊状造形部、右半分を描画形状部とした。実際の造形では、造形中のスキージングブレードで最上面の金属粉末を水平に



図3 金属粉末積層造形装置の外観
(㈱松浦機械製作所製 LUMEX Avance-25)

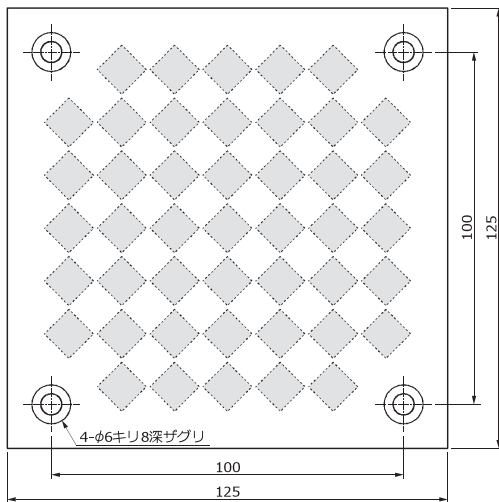


図4 試験に供する鋼製基板(ベースプレート)の寸法

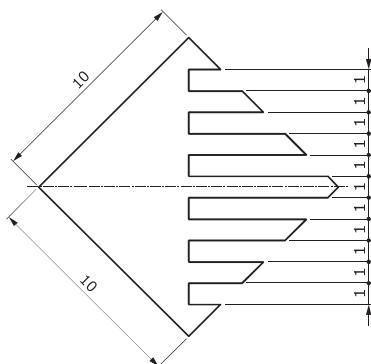


図5 試験片の形状と寸法

敷きながら際に既造形物を破損しないように、上面から見て時計回りに15°傾けて試験片を配置した。

造形試験に用いるレーザー光照射条件は、これまでの金属粉末造形試験等を参考に、レーザー出力 P [W]、レーザー集光径 D [mm]、レーザー光走査速度 v [mm/s]および走査間隔 e [mm]を適宜調整した。また、造形1層あたりの厚さ d [mm]は0.05mm/層で一定とした。

3.3 造形試料の評価

金属3D造形試験で製作した試験片は、造形直後の外観観察の後、鋼製基板から切り離し、樹脂埋め、エメリー紙研磨し、その鉛直断面の光学顕微鏡観察を行った。

造形材内部の空隙率の計測は、倍率×100で5視野以上の断面組織写真を撮影し、その写真の2値化画像から画像計測ソフトQuickGrain(㈱イノテック製)で開口面積率を計測し、その材料内部の空隙率推定値を計算した。

造形材料中の空隙、主金属、結合金属の容積構成比率の評価は、試料断面の研磨直後の組織写真と、研磨面を塩化銅(Ⅱ)でエッチングした後の組織写真を撮影し、エッチングで結合金属(スズ)の腐食による顕微鏡観察写真の色合いの変化を利用してそれぞれ画像解析時の2値化水準を変えて面積占有率を計測し、前者から空隙の面積率を、後者から主金属の面積率を、これらの差分から結合金属の面積率を求めて、それぞれの容積占有率の推定値を計算した。

3.4 金属複合材製作への応用試験

複合金属粉末を使用した3D造形法による金属複合材製作への応用可能性を検証するため、適当な部材を選んで造形試験を行った。造形試験に供する粉末材料は、Mn-Fe合金と純スズ粉末を混合した複合粉末を用い、造形条件は前項までの試験の結果を参考に選定した。造形品質の評価に関しては、造形物の外観および断面マイクロ組織を観察した。

また、結合金属粉末配合量の造形試料金属組織への影響を調べるため、複合粉末供試材の純スズ粉末配合比を10wt%、20wt%、30wt%の3水準に変化させて造形試験を行い、造形試料鉛直断面の光学顕微鏡観察を行ってそれらを比較した。

4. 実験結果と考察

4.1 予備造形試験

Mn-Fe合金(主金属)と純スズ(結合金属)とを混合した複合粉末積層造形の適用可能性を確かめるため、Mn-Fe合金粉末に純スズ粉末を10wt%混合した複合粉末を用意して造形試験を行った。造形に供したMn-Fe合金粉末と純スズ粉末の粒度構成を図6に示す。造形試験の当初において適当な造形条件を得ておらず、この予備試験では通常の鉄鋼系粉末材に適用する与熱量の20%程度に相当するレーザー照射

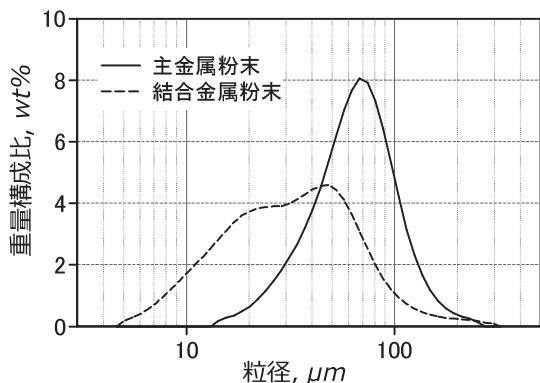


図6 供試粉末の粒径分布構成

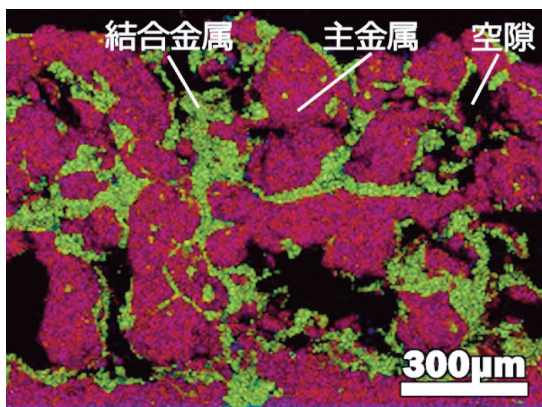


図7 複合粉末による造形試料の元素分布分析

射条件を設定した。

図7に、複合粉末造形法により、レーザー出力 $P=120\text{ W}$ 、レーザー集光径 $D=\phi 0.5\text{ mm}$ 、レーザー走査速度 $v=600\text{ mm/s}$ 、走査間隔 $e=0.2\text{ mm}$ の造形条件で製作した試料断面のEDS分析による元素分布解析結果の例を示す。

Mn-Fe合金粉末粒子の間にスズが存在し、両者は良好に接合されている状態が確認された。造形物の内部には多くの空隙が見られるが、これはMn-Fe合金粉末が破碎・分級工程を経て製作されたもので、粉末粒形が不定形であるため充填密度を高めても容積比3割程度の空隙率が想定されるのに対して、これらの空隙を埋めるに十分な量の結合金属を配合していないことによるものと考えられる。

4.2 純スズ粉末による造形試験

予備造形試験で製作した試験片の断面観察で、主金属供試粉末の粒径が $70\text{ }\mu\text{m}$ ピークであったことを考慮すると、造形試料の主金属粒径がかなり大きく観察されており、この造形条件では主金属粉末の一部が溶融したと推定される。そこで、スズを結合金属とした複合粉末で、主金属材への熱影響を抑えて造形するため必要かつ十分な熱量を見積もるため、純スズ粉末のみで造形試験を行った。

金属の溶融に要する熱量は、金属材料の融点を $T_M[\text{ }^\circ\text{C}]$ 、融解潜熱を $q_M[\text{ kJ/kg}]$ 、比熱を $C_S[\text{ kJ/kg}\cdot\text{K}]$ とすると、室温 T_R から金属を溶融するまで昇温するのに要する熱量 $Q[\text{ kJ/kg}]$ は、

表1 鉄およびスズの主な物性値

主な物性		鉄	スズ
融点	[$^\circ\text{C}$]	1,540	232
沸点	[$^\circ\text{C}$]	2,750	2,270
融解潜熱	[kJ/kg]	270	59.6
密度	[kg/m^3]	7,870	5,800
比熱	[$\text{kJ/kg}\cdot\text{K}$]	0.449	0.222
熱伝導率	[$\text{W/m}\cdot\text{K}$]	80.3	66.6

$$Q = C_S(T_M - T_R) + q_M \tag{1}$$

で計算される。これを、鉄およびスズに適用すると、それぞれの溶融に要する熱量は、表1に示す物性値から、

$$Q_{Fe} = 0.449(1540 - 20) + 270 \approx 952.5 [\text{kJ/kg}] \tag{2}$$

$$Q_{Sn} = 0.222(232 - 20) + 59.6 \approx 106.7 [\text{kJ/kg}] \tag{3}$$

と計算され、スズの溶融に要する熱量は、鉄のほぼ10分の1となる。

これまでの鉄鋼系粉末材料を用いた金属3D造形試験により、良好な造形品質を得るのに要する与熱量は概ね 100 J/mm^3 以上の知見を得ている^{7,8)}。造形時の粉末材料の充填率が0.7程度とすると、単位容積あたりの見かけ重量 ρ_{Fe} は、

$$\rho_{Fe} = 0.7 \times 7.870 \approx 5,500\text{ kg/m}^3 \tag{4}$$

と計算されるので、 $100\text{ J/mm}^3 (= 100 \times 10^6\text{ kJ/m}^3)$ の与熱量を単位重量あたりの与熱量に換算すると、約 $1.82 \times 10^4\text{ kJ/kg}$ と見積もることができ、これは式(2)で推定した鉄粉末の溶融所要熱量の約19倍の値である。

これについて、金属3D造形時の熱収支モデルを図8の模式図に示すように考える。造形時の与熱量は、図のレーザー出力 $P[\text{ W}]$ を単位時間あたりの照射領域に存在する粉末材料と既造形材に対して与える熱量である。この熱量によって、

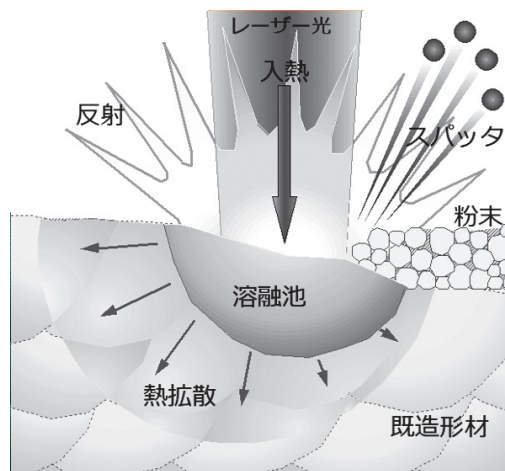






図8 レーザー加工における熱収支 (模式図)

金属粉末および既造形材が昇温し、その一部が熔融する。このとき、レーザー照射に対して、光の反射で材料そのものに入熱しなかったり、粉末間隙に存在する雰囲気急熱・急膨張によって昇温あるいは融解した金属粉末の一部が弾き飛ばされる“スパッタ”が生じたり、あるいは熱伝導率の高い材料では多くの熱量が広い範囲に拡散してしまったりというように、与えた熱量に対して金属粉末および既造形材の昇温と融解に消費されない熱損失が一定の割合で存在する。

与熱量に対する熱損失の割合がどの程度かは、造形条件や金属材料の物性によって異なると考えられるが、スズ粉末で造形する場合にも、造形時の与熱量に対して一定割合の熱損失があるはずである。この割合を正確に求めることは困難な

表2 スズ粉末の造形試験のレーザー照射条件

	D 0.10 v 1600 e 0.10	D 0.10 v 2000 e 0.10	D 0.10 v 2667 e 0.10	D 0.10 v 2000 e 0.10	D 0.10 v 2286 e 0.10	
D 0.20 v 1333 e 0.10	D 0.20 v 1067 e 0.15	D 0.20 v 1000 e 0.20	D 0.20 v 1067 e 0.25	D 0.20 v 2000 e 0.10	D 0.20 v 1524 e 0.15	D 0.20 v 1333 e 0.20
D 0.25 v 889 e 0.15	D 0.25 v 800 e 0.20	D 0.25 v 800 e 0.25	D 0.25 v 889 e 0.30	D 0.25 v 1333 e 0.15	D 0.25 v 1143 e 0.20	D 0.25 v 1067 e 0.25
D 0.30 v 889 e 0.15	D 0.30 v 800 e 0.20	D 0.30 v 800 e 0.25	D 0.30 v 889 e 0.30	D 0.30 v 1333 e 0.15	D 0.30 v 1143 e 0.20	D 0.30 v 1067 e 0.25
D 0.35 v 889 e 0.15	D 0.35 v 800 e 0.20	D 0.35 v 667 e 0.30	D 0.35 v 667 e 0.40	D 0.35 v 1333 e 0.15	D 0.35 v 1143 e 0.20	D 0.35 v 889 e 0.30
D 0.40 v 889 e 0.15	D 0.40 v 800 e 0.20	D 0.40 v 667 e 0.30	D 0.40 v 667 e 0.40	D 0.40 v 1333 e 0.15	D 0.40 v 1143 e 0.20	D 0.40 v 889 e 0.30
	D 0.50 v 640 e 0.25	D 0.50 v 667 e 0.30	D 0.50 v 667 e 0.40	D 0.50 v 800 e 0.25	D 0.50 v 889 e 0.30	
q_v 12.0	q_v 10.0	q_v 8.0	q_v 6.0	q_v 16.0	q_v 14.0	q_v 12.0

レーザー出力: P=80W, 積層厚さ: d=0.05mm

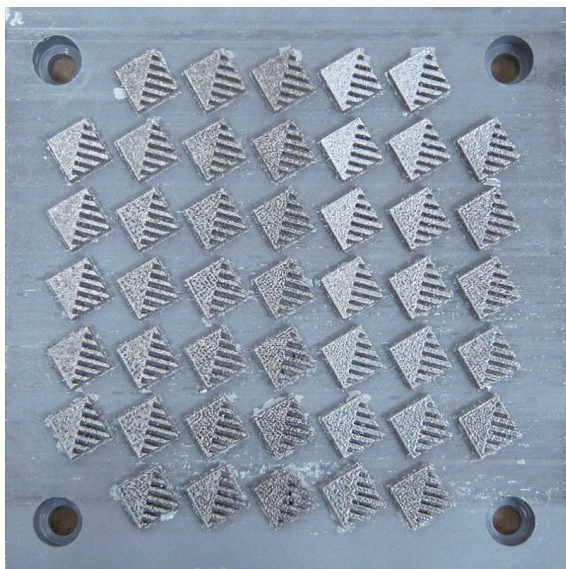


図9 純スズ粉末による造形試験片の外観

ため、純スズ粉末を用いた造形試験において造形条件を変化させて造形試験を行い、その結果から適切な造形と熱量を得ることとした。

純スズ粉末に対する造形条件は、これまでの鉄鋼粉末による造形試験で得た値と、スズの熔融所要熱量が鉄の10分の1であることを考慮し、与熱量 q_v が $6 \sim 12 \text{ J/mm}^3$ の範囲となるように設定した。造形条件は、レーザー出力 $P=80 \text{ W}$ 、1層あたりの積層厚さ $d=0.05 \text{ mm}$ を固定とし、レーザー集光径 $D [\text{mm}]$ 、レーザー光走査速度 $v [\text{mm/s}]$ 、走査間隔 $e [\text{mm}]$ は、試験片部位ごとに表2に示すとおりとした。試験片のうち、右3列は、一度レーザー光を照射した後、粉末材料を追加せずに同条件でレーザー光を再照射して造形した。

図9に、純スズ粉末による造形試験で製作した試験片の外観写真を示す。1層当たりのレーザー光照射量(=与熱量)が小さい中央列と右端列で、造形が一部不完全な部位が認められたが、概ね設定した条件で立体が製作できることを確認した。

4.3 複合粉末造形における最適造形条件の把握

純スズ粉末による造形試験の結果を得て、Mn-Fe合金粉末にスズ粉末を10wt%配合した場合の造形に要する最適な与熱量を見積もった。造形に際して、造形時の昇温目標を、スズのみが熔融して主金属粉末どうしを結合するのに必要かつ十分な温度として $T_m=250^\circ\text{C}$ に設定した場合、主金属粉末を室温 T_R から T_m に昇温するのに要する単位重量あたりの熱量 Q_{Fe} と、スズを熔融し液相の温度を T_m まで昇温するのに要する単位重量あたりの熱量 Q_{Sn} は、

$$Q_{Fe} = 0.449(250 - 20) \approx 103.3 [\text{kJ/kg}] \quad (5)$$

$$Q_{Sn} = 0.222(250 - 20) + 59.6 \approx 110.7 [\text{kJ/kg}] \quad (6)$$

と計算される。ただし、式(6)はスズの比熱を個体と液体とで同値としているため、厳密には誤差を含んでいる。スズ粉末の配合比率を10wt%とすると、この複合粉末の造形に要する単位重量あたりの熱量 Q_{Cp} は、

$$Q_{Cp} = 0.9Q_{Fe} + 0.1Q_{Sn} \\ = 0.9 \times 103.3 + 0.1 \times 110.7 \approx 104.0 [\text{kJ/kg}] \quad (7)$$

と計算される。複合材料の単位重量あたりの容積 V_{Cp} は、

$$V_{Cp} = 0.9/\rho_{Fe} + 0.1/\rho_{Sn} \quad (8)$$

で計算されるので、複合粉末の見かけ密度 ρ_{Cp} は、造形時の充填率を0.7程度として、

$$\rho_{Cp} = 0.7/V_{Cp} \\ = 0.7 \times 7,870 \times 5,800 / (0.1 \times 7,870 + 0.9 \times 5,800) \\ \approx 5,320 [\text{kg/m}^3] \quad (9)$$

と計算される。

スズ粉末の造形に要する容積あたりの与熱量 q_{Sn} は、粉末

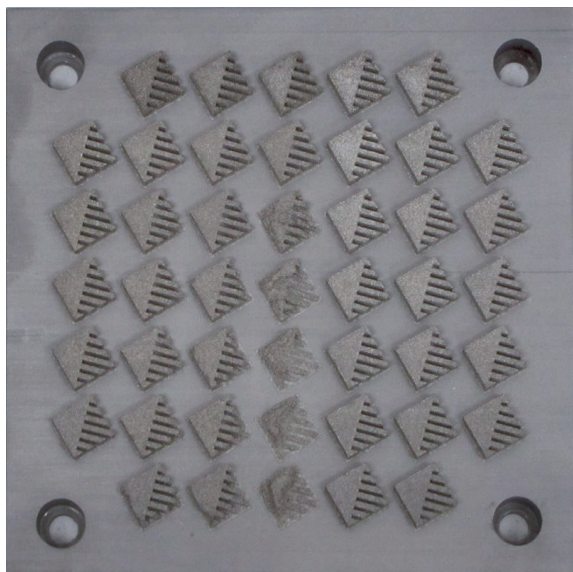


図10 複合金属粉末による造形試験片の外観

充填率 0.7 の見かけ比重を $4,060 \text{ kg/m}^3$ とすると、式(6)から $4.49 \times 10^5 \text{ kJ/m}^3$ と計算されるのに対して、Mn-Fe合金とスズの複合粉末造形に要する単位容積あたりの与熱量 q_{cp} は、式(7)と式(9)から $5.53 \times 10^5 \text{ kJ/m}^3$ と計算され、純スズ粉末と比較して2割以上大きい与熱量が必要になる。ここで造形対象とするMn-Fe合金は造形時の熱影響によって機能性に影響を及ぼすとされるので、可能な限り与熱量を抑えること求められる。これを考慮し、スズ粉末による造形条件が複合粉末でも適用可能かを調べるため、表2で示したのと同じ造形条件で複合粉末の造形試験を行った。

造形試験で得られた試験片の外観を図10の写真に示す。中央列の造形与熱量 $6 \text{ J/mm}^3 (= 6.0 \times 10^6 \text{ kJ/m}^3)$ で造形した試料と、その左側の $8 \text{ J/mm}^3 (= 8.0 \times 10^6 \text{ kJ/m}^3)$ で造形した試料の一部で造形不良が認められた。また、これらの与熱条件で製作した試料について、同じ与熱量であっても、上段の小さな集光径、細かい走査ピッチで造形した試験片は造形できているのに対して、下段の大きな集光径、広い走査ピッチで造形した試験片は造形不良がみられる。

金属3D造形の与熱量は、一般にレーザー出力 P [W]、レーザー走査速度 v [mm/s]、走査間隔 e [mm]、および1層あたりの厚さ d [mm] をパラメータとして、

$$q_v = P / ved \quad [\text{J/mm}^3] \quad (10)$$

で定義されるが、パラメータにレーザー集光径 D [mm] が含まれない。これはレーザー光の面走査エネルギー密度の考え方を基本に、レーザー光照射によって造形表面に与える単位面積あたりの総エネルギー量(面光熱密度) q [J/mm^2] を

$$q = P / ve \quad [\text{J/mm}^2] \quad (11)$$

と定義し、これを1層あたりの造形厚さ d で除して便宜的に用いている指標である。筆者らは、金属3D造形においてレー

ザー集光径 D が造形品質に大きく影響することを見だし、もう一つのエネルギー密度の考え方として、1本のレーザー光照射ごとに材料に与える単位面積あたりの熱量(単光熱密度) q_s を以下のように定義して用いている⁹⁾。

$$q_s = P / vD \quad [\text{J/mm}^2] \quad (11)$$

例えば、造形試験の中央列上段と同下段の与熱量に注目すると、面光熱密度は、

$$q = 80 / (2,667 \times 0.1) \approx 0.30 \quad [\text{J/mm}^2] \quad (\text{上段})$$

$$q = 80 / (667 \times 0.4) \approx 0.30 \quad [\text{J/mm}^2] \quad (\text{下段})$$

と同値であるが、単光熱密度は、

$$q_s = 80 / (2,667 \times 0.1) \approx 0.30 \quad [\text{J/mm}^2] \quad (\text{上段})$$

$$q_s = 80 / (667 \times 0.5) \approx 0.24 \quad [\text{J/mm}^2] \quad (\text{下段})$$

と、下段の方が20%ほど低い。また、単光熱密度が同じであっても、レーザー集光径が小さい場合は、造形時の材料が狭く深く溶融するのに対して、レーザー集光径が大きい場合はそれが広く浅くなる傾向がある。同じ与熱量において異なるレーザー光照射条件で造形の成否に差ができるのはこれらの条件が影響すると考える。

以上の造形試験の結果から、Mn-Fe合金粉末にスズ粉末を10wt%混合した複合金属粉末の3D造形に最適とする造形条件に関して、与熱量については 10 J/mm^3 以上、レーザー集光径については $\phi 0.2 \text{ mm}$ 以下を選定すべきとの知見を得た。

4.4 複合粉末による部材製作

複合粉末による適正な造形条件が明らかになったので、これを応用し、Mn-Fe合金粉末にスズ粉末を10wt%混合した複合金属粉末で機能性部品を製作した。製作した部材は磁気熱気効果を活用したヒートポンプ装置の開発実験に供する磁気熱作業部品で、外観は図11の製作CAD図に示すような内部に微小孔を有する円柱状の試験片である。図12に詳細な寸法を示す。試験片の外径は $\phi 13.8 \text{ mm}$ 、高さ 10 mm とし、その中に直径 $\phi 0.8 \text{ mm}$ の微小孔を85個配置した構造である。

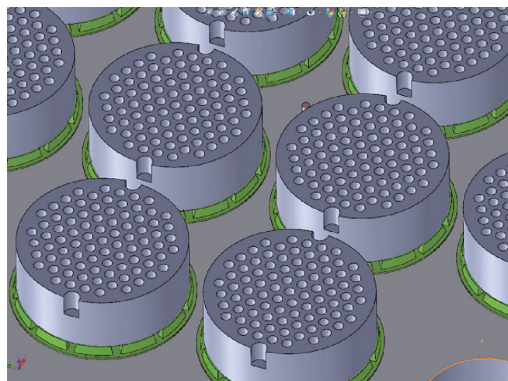


図11 造形試験片の3D-CADモデル

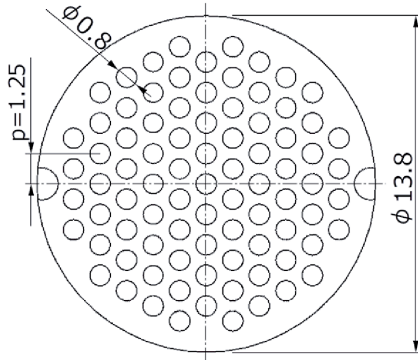


図12 造形試験片の微小孔面寸法

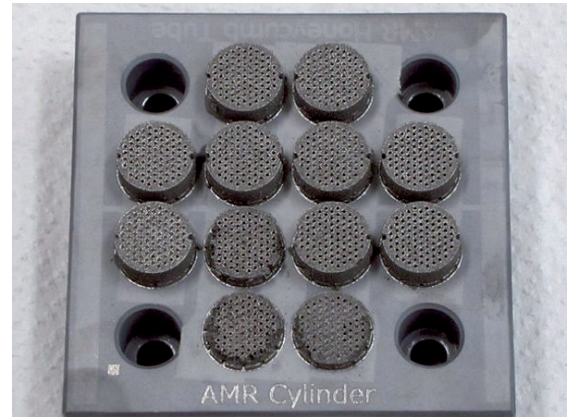


図13 複合金属粉末による造形試験片の外観

表3 磁気熱試験片の造形条件

	#31	#32	
	D 0.20 v 1067 e 0.15 qv 10.0	D 0.20 v 767 e 0.15 qv 13.9	
#20	#21	#22	#23
D 0.15 v 1455 e 0.10 qv 11.0	D 0.20 v 967 e 0.15 qv 11.0	D 0.20 v 889 e 0.15 qv 12.0	D 0.15 v 1333 e 0.10 qv 12.0
#10	#11	#12	#13
D 0.15 v 1333 e 0.10 qv 12.0	D 0.30 v 667 e 0.20 qv 12.0	D 0.20 v 967 e 0.15 qv 11.0	D 0.15 v 1600 e 0.10 qv 10.0
	#01	#02	
	D 0.30 v 571 e 0.20 qv 14.0	D 0.20 v 1067 e 0.15 qv 10.0	

レーザー出力： $P=80W$ ，積層厚さ： $d=0.05mm$

造形条件は、レーザー出力 $P=80W$ ，積層厚さ $d=0.05mm$ とし、そのほかのレーザー照射条件は、この試料形状における適合性を確認するため、与熱量 $10\sim 14J/mm^3$ の範囲になるように表3に示すレーザー集光径 D ，レーザー走査速度 v ，レーザー走査間隔 e を設定した。また、照射回数は重複照射を行わず、1層ごとに1回の照射とした。

製作した試験片の外観を図13に示す。一部の部材について造形途中で崩壊が確認されたため、その破片が他の部材の造形に悪影響を及ぼすのを防ぐため、崩壊が生じた部材についてはその時点で造形を中断した。目視で著しい造形不良が認められるのは、試験片番号#01，#02，#11の3つである。このうち試験片#01と試験片#11は、造形時のレーザー集光径が $\phi 0.3mm$ と他に比べて大きい条件で造形したもので、レーザー光照射による結合金属の溶解深さの不足による造形不良と理解できる。一方、試験片#02は、造形時の与熱量が $10.0J/mm^3$ と低く抑えた条件設定だが、この条件は製作が完了した試験片#31と同じ設定であることから、造形の成否の差は、粉末を敷くスキージング動作のときに隣の試験片#01で

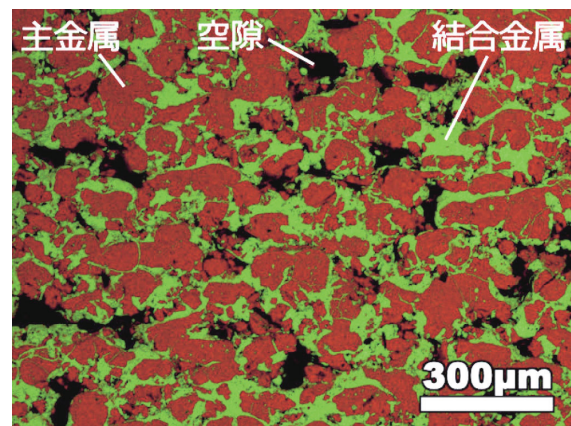


図14 複合金属粉末による造形試験片の外観

造形崩壊が生じた破片による物理的な荷重によって崩壊が連鎖したためと考える。

これらの条件で造形した試験片断面組織のEDS分析による元素分布写真を図14に示す。Mn-Fe合金（主金属）粉末がスズ（結合金属）により固着されている様子が確認できる。また、図7で示した予備造形試験片の断面組織解析結果と比較してMn-Fe合金粉末の粒径が微細であり、供試粉末の粒度分布で示した $10\sim 300\mu m$ の範囲と認められることから、Mn-Fe合金粉末自体は熔融せず、純スズ粉末のみが熔融してMn-Fe合金粉末どうしを固着して造形されていることが確認された。

4.5 結合金属配合量の造形組織への影響

複合粉末による造形試料の断面観察において、造形材内部に多くの空隙が観察される。これは、前述のとおり、主金属粉末の形状により充填状態で一定割合の空隙が存在し、これを埋めるだけの結合金属粉末を配合していないことによるものであるが、粉末粒形不定形状の場合は造形時の流動性が悪いためスキージング動作だけでは十分な充填率が得られないなど、主金属粉末間に大きな割合で空隙が生じる可能性が高い。また、この造形法は、通常の方法で造形できない金属

に対して、その材料の有する機能性を活かした三次元立体を製作することが目的であるから、この金属以外の材料の混入は可能な限り少ない方がよい。

一方、用途によっては主金属材の特性が多少劣化しても機械的特性を求める場合も考えられるが、材料内部の空隙の存在は造形材の機械的性質の劣化に大きく影響し、機械的性質を向上させるためには、造形材内部の空隙を少なくする必要はある。

そこで、Mn-Fe合金粉末に配合する純スズ粉末の比率を10wt%～30wt%に変化させた複合粉末を用いて造形試験を行い、結合金属の配合量と造形材内部の空隙率との関係性を調べた。

純スズ粉末の配合比を変えた場合の造形条件は、式(7)～式(9)の純スズ配合比に関わる数値を変えて計算した値をもとに設定する必要がある。これらの式で、純スズ配合率を変えたときの粉末物性および造形に必要な与熱量の値を表4に示す。純スズ粉末の配合比を10wt%から30wt%に増やすと、造形に要する与熱量は約5%減少するが、実際の造形試験では95%程度の熱損失があることを考慮し、いずれも12J/mm³の与熱量で造形試験を行った。

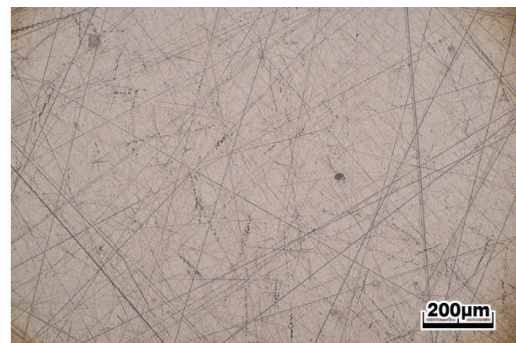
図15に純スズ粉末の配合比を変えて造形した試験片の断面組織写真を示す。図15-a)は、純スズ粉末のみで造形した試料の断面組織であり、ほとんど内部空隙のない緻密な組織となった。図15-b)～図15-d)は、それぞれスズ粉末を10wt%、20wt%、30wt%配合した複合粉末による造形試料の断面組織を示す。いずれの試料断面観察でも、空隙の存在が認められた。純スズ10wt%配合の造形試料ではMn-Fe合金粉末間隙にわずかにスズの存在が見られた程度であるのに対して、スズの配合比を20wt%、30wt%と増やしていくと、Mn-Fe合金粉末間隙にスズの占める面積が次第に増大する傾向が確認された。Mn-Fe合金粉末の充填相対密度は、その粒形と粒度分布から0.7以下と予測されるので、理論上、残り3割に相当する量のスズを添加すれば、空隙のかなりの部分がスズで埋められる。鉄とスズの密度の差から計算すると、スズを30wt%配合した場合のスズが占める容積比は36.8%と計算され、Mn-Fe合金粉末間隙をほぼ埋めるのに足りることになる。しかし、図16-d)の組織観察写真には、まだかなりの割合で空隙が観察される。

表4 結合金属配合量に対する造形条件見積もり

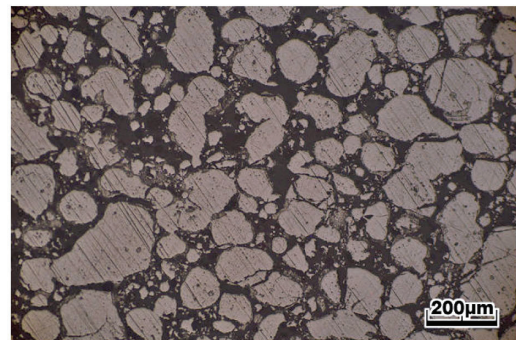
主な物性	10wt%	20wt%	30wt%
造形所用熱量 [kJ/kg]	104.0	104.8	105.5
比容積 [cc/kg]	131.6	136.1	140.7
見掛け密度 [kg/m ³]	5,319	5,142	4,976
所用与熱量 [J/mm ³]	11.06	10.78	10.50

造形材中の空隙が期待したより減少しなかった理由は、造形時の粉末充填率が最密とならないこと、造形時の与熱量を小さく抑えているので結合金属が主金属間隙に浸透するに十分な液相状態になっていないこと、スパッタ等が生じることにより造形中に材料の一部が失われることなどが考えられる。

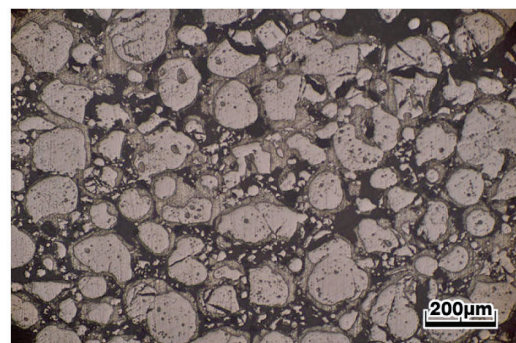
このうち、造形中の与熱量が小さいことで主金属粉末間隙に液相が浸透しにくいとする観点について検証するため、造



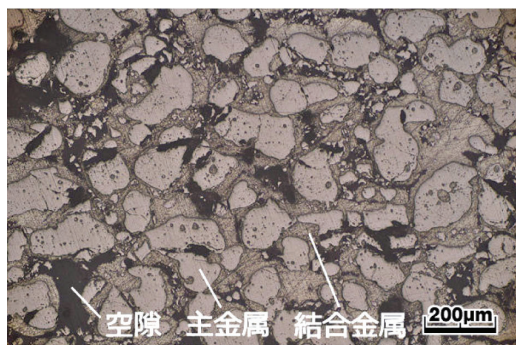
a) Sn 100wt%



b) Sn 10wt%



c) Sn 20wt%



d) Sn 30wt%

図15 結合金属配合量を変えて造形した試験片の組織

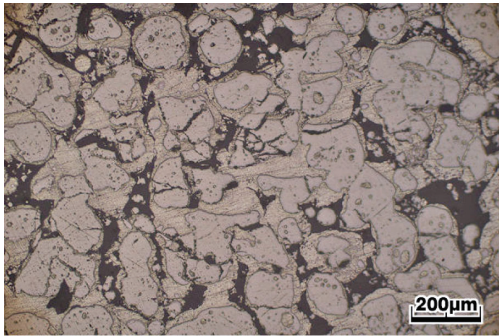


図 16 余熱量を増大して造形した試験片の組織
(Sn 30wt% / $q=18 \text{ J/mm}^3$)

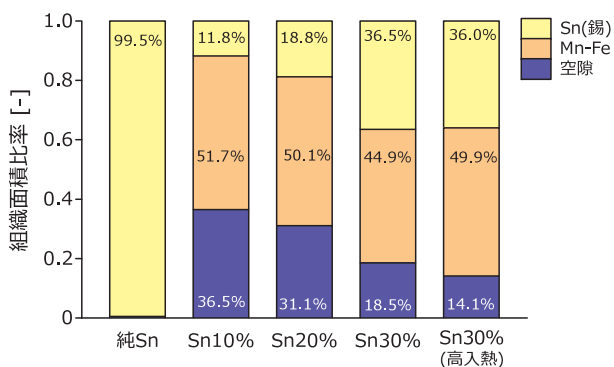


図 17 複合粉末造形材の材料および空隙の構成比率

形と熱量を1.5倍の 18 J/mm^3 にして造形試験を行った。図16は、その造形試料断面の観察写真である。純スズ配合比が同じ30wt%で、 12 J/mm^3 で造形した試料の断面と比較すると、造形材中の空隙が幾分か縮小しているように見えるが、与熱量の増大による空隙率の減少効果は限定的であった。

これらの断面組織写真から、画像計測法により、主金属、結合金属、空隙の占める面積比率を計測し、その計測結果を図17のグラフに整理した。なお、組織断面の面積比率は、計測に用いる写真サンプル数を十分に多く採れば、三次元立体内の容積比率に同値と考えて良い。

造形物のスズの構成容積は、造形に用いた複合粉末に配合した量に比例して増加しており、その容積比率は、ほぼ重量配合比率と同じであった。Mn-Fe合金粉末の構成容積比は、45~50 vol% であり、スズの配合量と明確な相関は認められない。その分、空隙の占める容積割合 (=空隙率) は、配合したスズの量にしたがって減少した。

造形時の与熱量を1.5倍に増大した条件で造形した試験片の容積比率構成は、スズの容積比にほとんど変化はなく、空隙が若干減少するにとどまった。

5. まとめ

通常の金属 3 D 造形の方法では造形が困難な脆性金属や、熱影響によりその機能性が変化する金属材料に対して、容易に複雑な形状や内部構造を製作することのできる積層造形法

の優位性を活かした製作手法を適用するための方策として、対象とする金属粉末にこれを結合・固着させるための結合金属粉末を混合した複合粉末による造形法を提案し、その具体的な造形条件等の検討を行った。

本手法の用途を参考に、主金属に磁気熱量効果を有する Mn-Fe 合金を選定し、一方の結合金属には鉄系材料とのぬれ性が良く、低融点のスズ (Sn) を選定した。スズ単独粉末および Mn-Fe 合金とスズとの混合粉末について熱収支を計算し、これまでに試験で蓄積した造形条件に関する知見をもとに金属 3 D 造形に必要かつ十分な与熱量を見積もった。これに基づいて造形試験を行い、Mn-Fe 合金粉末に10wt%程度のスズ粉末を混合した複合粉末による造形に際しての最適な与熱量として 12 J/mm^3 程度の値を特定し、加えて造形時のレーザー集光径は $\phi 0.2 \text{ mm}$ 以下とするのが適当との知見を得た。これらの知見に基づいて具体的な試験部材の製作を行い、その断面組織観察により、スズ粉末のみを溶解して主金属粉末を固着する造形法の有効性を確認した。

謝辞

本研究における Mn-Fe 系磁性材料の利用に際し、大電株式会社の大西孝之氏、副島 慧氏、大坪健佑氏の三氏には多大なるご協力を戴きました。ここに記し感謝の意を表します。

参考文献

- 1) 山口修一ほか：「産業用 3 D プリンターの最新技術・材料・応用事例」, シーエムシー出版 (2015.5)
- 2) 京極秀樹：「最近のレーザー積層造形技術の開発状況」, 近畿大学次世代基盤技術研究所報告 Vol. 1 (2010)
- 3) 前田寿彦：「レーザー焼結型 AM システムのマニファクチャリングへの活用について」, 素形材 Vol.53 No. 2 (2012)
- 4) 公開特許公報：「三次元造形方法及び三次元造形物」, 特開2018-003078 (2018)
- 5) 川南 剛：「磁気熱量効果を利用したノンフロン冷凍システムの研究開発」, 日本機械学会誌 Vol.112, No.1082 p50 (2009)
- 6) 和田裕文：「巨大磁気熱量効果を示す一次相転移磁性体の熱伝導度研究」, 科学研究費助成事業研究成果報告 (2016~2018)
- 7) 戸羽篤也・鈴木逸人・平野繁樹, 長船康裕, 葛西勝明・葛西健央：「3 D 積層造形法で製作したマルエージング鋼材の金属組織」, 北海道立総合研究機構工業試験場報告No.316, pp.69-76 (2017)
- 8) 戸羽篤也・鈴木逸人：「鉄系粉末を用いた積層造形法による内部三次元構造を有する金属部材の製作」, 鑄造工

学Vol.91 No.9, pp.652-658 (2019)

- 9) 戸羽篤也・中村勝男・平野繁樹・稲野浩行：「金属粉末積層造形による内水冷式金型の製作」, 北海道立総合研究機構工業試験場報告No.314, pp.67-76 (2015)