

様 式 C - 1 9、F - 1 9 - 1、Z - 1 9 （共通）

## 科学研究費助成事業

## 研究成果報告書



令和 6 年 6 月 1 1 日現在

機関番号：80122

研究種目：若手研究

研究期間：2021～2023

課題番号：21K14063

研究課題名（和文）金属基とセラミックス複合材料の両方を実現する精密混合粉末を用いたPBF法の開発

研究課題名（英文）Development of PBF method using SUS316L/Al203 precision mixed powder to realize metal-ceramic composite materials

研究代表者

鈴木 逸人（SUZUKI, Hayato）

地方独立行政法人北海道立総合研究機構・産業技術環境研究本部 工業試験場・主査

研究者番号：00759350

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 3,600,000 円

研究成果の概要（和文）：Laser-powder bed fusion（L-PBF）により金属セラミックス複合材料の造形を実現するため、高速気流中衝撃法を用いたSUS316L/Al203 複合化粉末の製作条件およびL-PBF造形条件について検討を行った。高速気流中衝撃法を用いることで粒子残存が無く、球形で均一な複合化粉末を製作できることがわかった。また、この粉末に対してL-PBFで高密度な造形体を得られる造形条件を明らかにした。さらに、基地組織がAl203粒子分散型SUS316Lで形成され、基地組織周辺にAl203層が空間的に分布した複雑組織からなる新たな金属セラミックス複合材料の製作方法を開発した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

Additive manufacturing 技術のひとつであるレーザー粉末床溶融結合法において、高速気流中衝撃法を用いた複合化粉末を用いて積層造形を行うことで、Al203粒子分散型SUS316Lと空間的にAl203層が分布した複雑組織を有する新たな金属セラミックス複合材料の製作方法を開発した。

研究成果の概要（英文）：This study used the SUS316L/Al203 precision mixed powder prepared by the dry impact blending method that is a method in which material powder is dispersed in a high-speed air flow and the powder is mixed by mechanical impact force. This study investigated L-PBF laser conditions suitable for the precision mixed powder and evaluated the microstructure of products. As a result, it was found that a powder suitable for L-PBF with a single peak particle size distribution was produced in performed for 300 seconds or more with weight ratio as SUS316L : Al203 = 1 : 0.1. And, several laser conditions suitable for the precision mixed powder were clarified. Furthermore, the microstructure by L-PBF using the precision mixed powder formed a complex structure in which the Al203 layer was spatially distributed around the base structure of the Al203 particle-dispersed SUS316L matrix composites.

研究分野：Additive manufacturing

キーワード：Additive manufacturing レーザー粉末床溶融結合法 金属セラミックス複合材料 高速気流中衝撃法 複合化粉末

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

金属セラミックス複合材料は、金属をバインダーとして金属とセラミックスの粉末を金型で焼結等を行うことで成形する高機能材料であり、セラミックス分散金属基複合材料と金属分散セラミックス基複合材料がある。しかし、金型で焼結可能な形状に限定され、複雑な形状を用いることは困難であった。一方、積層造形技術 (Additive manufacturing; AM) の発展により、金型を使用することなく、複雑形状の実現が可能となった。

申請者は、金属/金属 (Mn 合金/Sn)、金属/セラミックス (SUS316L/ $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) の混合粉末による LB-PBF 造形を試みてきた。これまで、同程度の粒子の混合粉末を用いて研究した結果以下のことが明らかになった。金属/金属では、バインダー金属のみが融点に達する適切なレーザー照射条件を用いることで、マトリックスを生じさせることができる。金属/セラミックス (SUS316L/ $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) では、SUS316L で高密度体を得られるレーザー照射条件であっても、白色セラミックス粉末のレーザー反射率が高く、金属溶解量が不足し空隙が発生する、もしくは、セラミックス表面にぬれることができず複合材料とならない。

この結果は、同程度の粒径の金属粉末とセラミックス粉末を単純に攪拌、混合するだけでは、LB-PBF による造形が不可能であることを示唆するものであった。この解決案として、精密混合粉末を用いる方法を発想した。大きさの異なる粉末の精密な混合状態には、オーダードミクスチャー (OM) と複合化の 2 種類の状態がある。OM 状態は、母粒子表面に、微粒子 (以下、子粒子) が静電的に付着被膜した状態である。ボールミルや乳鉢で混合した状態は、この OM 状態である。OM 状態においては、理論的に母粒子表面に単一層で子粒子が付着可能な最大量を計算することができる。混合量を変化させることで、母粒子表面に付着する子粒子の量を制御することができる。複合化状態は、OM 状態にさらに衝撃力、剪断力等の機械的作用を繰返し加え母粒子に子粒子が固定、成膜された状態である。これまでの LB-PBF による金属セラミックス複合材造形に関する報告では、OM 粉末を用いた金属基複合材料に関してまでであった。一方、OM 粉末では組み合わせにより高密度化が困難な場合があり、解決方法について研究を行う必要があった。これまで複合化粉末で検討した報告はなく、OM 粉末よりも効果的な LB-PBF における高密度体造形法の解決方法となる可能性が高い。これまで、SUS316L/ $\text{Al}_2\text{O}_3$  で LB-PBF 造形を行った報告はなく、精密混合粉末により高密度造形が可能であるかは未知である。

## 2. 研究の目的

本研究は、LB-PBF による SUS316L/ $\text{Al}_2\text{O}_3$  複合材料造形において、精密混合粉末を用いて高密度体造形が可能な混合割合および造形条件、混合状態が生成組織、接合状態、力学特性に与える影響を明らかにすることを目的とした

## 3. 研究の方法

- (1) 母粒子としてガスアトマイズ法で製作された L-PBF 用 SUS316L 粉末 (平均粒子径  $23\ \mu\text{m}$ )、子粒子として  $\alpha$ -アルミナ粉末 (平均粒子径  $3.8\ \mu\text{m}$ ) を用いた。高速で回転するローター内で複合化処理を行う高速気流中衝撃法装置 (ハイブリダイゼーションシステム NHS-1、奈良機械製作所) により複合化処理を行った。母粒子に対する子粒子の質量比を母粒子 ( $W_b$ ): 子粒子 ( $W_d$ ) = 1:0.1、1:0.4 (単一ピーク粒子の場合の理論最大混合比)、処理時間 ( $t$ ) 60-900 秒、ローター周速 100m/s について検討を行い、粉末評価を行った。
- (2) L-PBF に適した混合状態が得られた複合化粉末に対して、レーザー粉末床熔融結合法造形装置 (Lumex Avance-25、松浦機械製作所) を用いて、レーザー出力 160W、積層厚さ 0.05mm においてレーザー集光径 0.1、0.2mm、レーザーエネルギー密度 20、40、60、80、100 J/mm<sup>3</sup> および、レーザー走査重複率 (既にレーザーが走査した領域に対して隣接したレーザー照射領域を重複させる割合) 0、25、50% の場合について造形の可否を検討した。
- (3) 造形可能であった試験体の断面に対してビッカース硬さ試験を行い、アルミナ粉末複合が造形体にあたえる影響を検討した。

## 4. 研究成果

- (1) 本研究の混合系では OM 粉末の製作は困難であるが、高速気流中衝撃法を用いることで、母粒子表面に子粒子が均一に付着した複合化粉末を製作可能であることがわかった (図 1)。子粒子残存のない L-PBF に適した複合化粉末の本研究の混合系における最大混合量および混合条件は、母粒子 (SUS316L) に対する子粒子 ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) の質量比が母粒子 ( $W_b$ ): 子粒子 ( $W_d$ ) = 1:0.1、処理時間 300 秒以上またはとなることを明らかにした。図 2 に  $W_b:W_d=1:0.1$ 、処理時間 600 秒で製作した複合化粉末の外観および粉体断面の成分分析結果を示す。高速気流中衝撃法を用いることで、SUS316L 粉末の表面に  $\text{Al}_2\text{O}_3$  が均一に付着した精密混合粉末を製作可能であることが明らかになった。この複合化粉末を用いて、造形試験を行った。
- (2) 造形試験の結果の結果を図 3 に示す。レーザー集光径 0.2mm、レーザーエネルギー密度 60J/mm<sup>3</sup> 以上で造形体を得ることができた。図 4 に造形可能であった 6 条件の試験体断面の観察結果

を示す。また、試験体断面の詳細な観察結果を図5に示す。光学顕微鏡観察画像の黒色領域は、成分分析の結果、主にAlとOで構成されており、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ が形成されていることがわかった。灰色領域は、金属組織と1  $\mu\text{m}$ 以下の黒色点が全体に分布した組織で形成された。マップ分析の結果、灰色領域はSUS316Lで形成され、黒色点は $\text{Al}_2\text{O}_3$ であった。造形された他の条件の試験片も同様の分析結果となった。SUS316L粒子表面に $\text{Al}_2\text{O}_3$ 粒子を複合化させた複合化粉末をL-PBFで造形した場合、基地組織として $\text{Al}_2\text{O}_3$ 粒子分散型SUS316Lを基地組織とし、基地組織周辺に $\text{Al}_2\text{O}_3$ 層が存在する複雑組織が形成されることがわかった。 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 粒子分散型SUS316Lを基地組織中に空隙が観察されず、基地組織周辺に $\text{Al}_2\text{O}_3$ 層に若干の空隙がみられるが、当初目標とした空隙の少ない高密度な造形物が得られており、目標を達成したと考えられる。

(3) 造形体の断面に対して力学特性を調査するため、ビッカース硬さ試験を行った。比較のため、SUS316Lのみの造形体についても硬さ試験を実施した。試験の結果、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 粒子分散型SUS316L組織の硬さが238HV、基地組織周辺の $\text{Al}_2\text{O}_3$ 層が1497HV、SUS316Lのみの造形体が239HVであった。 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 粒子分散型SUS316L組織は、セラミックス分散による力学的な強化は発現されていなかった。一方で、造形体全体に非常に硬いセラミックス層が3次的に分布していることから、耐摩耗性の向上が示唆された。

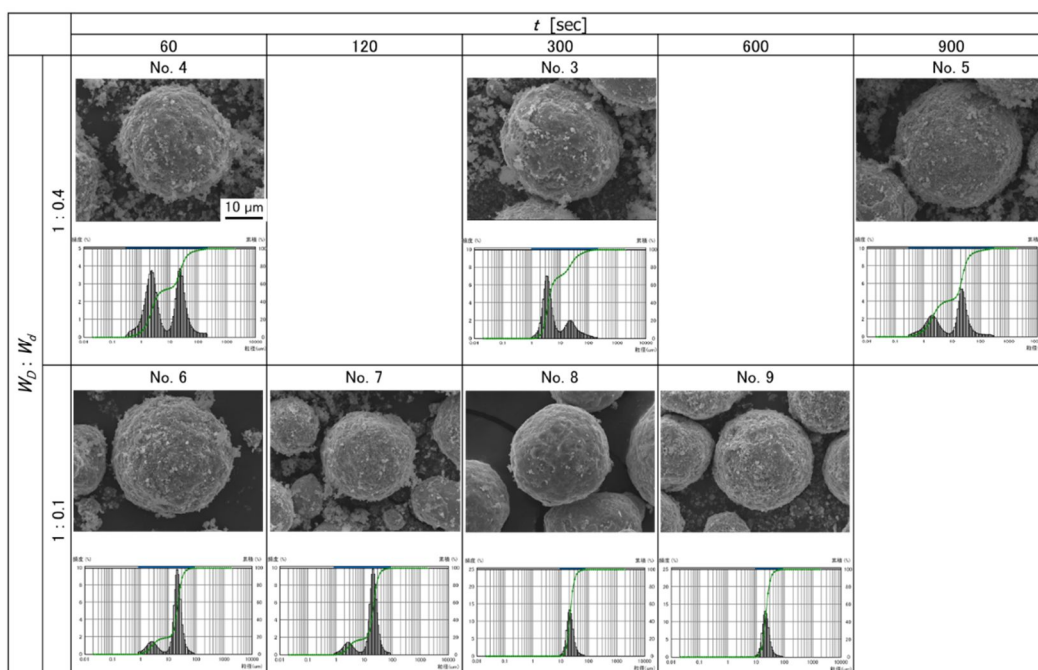


図1 各処理条件における複合化粉末外観および粒度分布測定結果

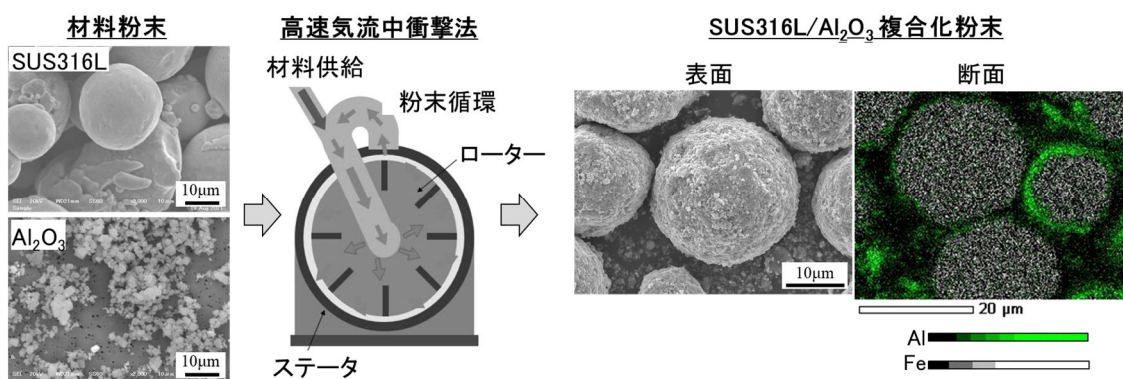


図2 高速気流中衝撃法で作製した SUS316L/ $\text{Al}_2\text{O}_3$  の複合化粉末



図3 造形試験結果



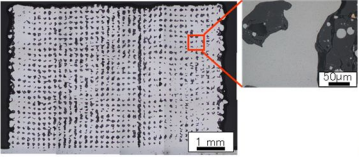
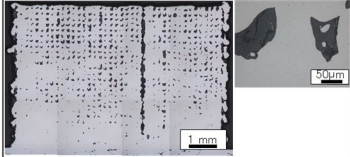
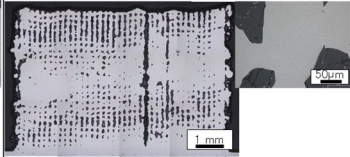
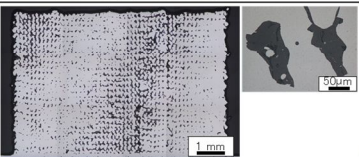
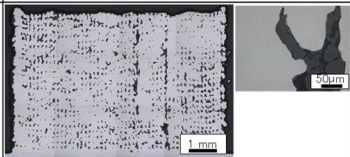
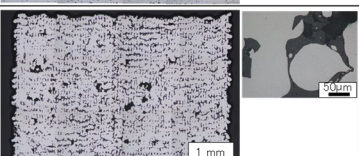
レーザー 集光径 0.2mm		レーザーエネルギー密度 [J/mm <sup>3</sup> ]		
		60	80	100
レーザー走査重複率 [%]	0			
	25			Impossible
	50		Impossible	Impossible

図 4 造形体断面光学観察結果

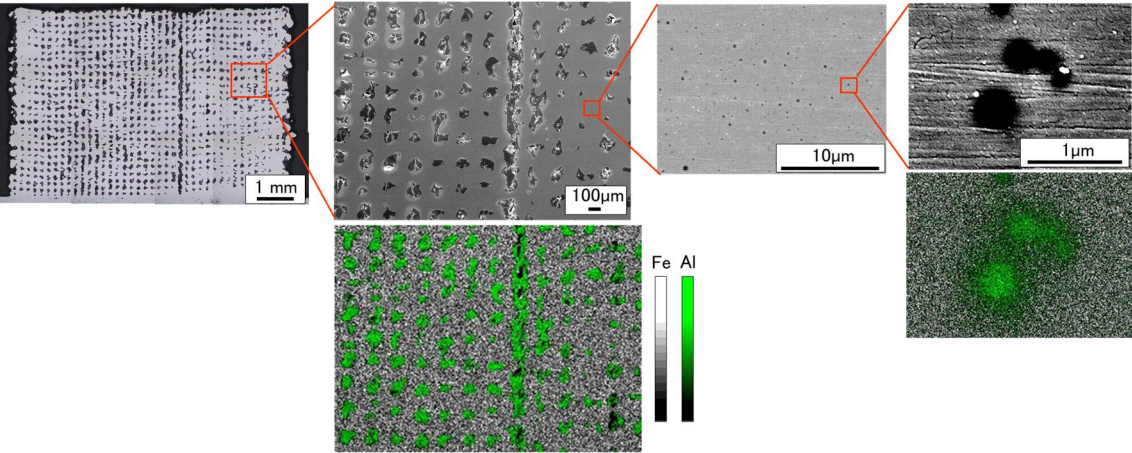


図 5 試験体断面 SEM 観察および EDS 分析結果

5. 主な発表論文等

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

1. 著者名 鈴木逸人, 戸羽篤也, 植竹亮太	4. 巻 2022
2. 論文標題 高速気流中衝撃法による金属AM用金属/セラミックス複合化粉末製作方法の基礎検討	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 日本機械学会2022年度年次大会講演論文集	6. 最初と最後の頁 J131-10
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1299/jsmemecj.2022.J131-10	査読の有無 無
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4件（うち招待講演 1件／うち国際学会 0件）

1. 発表者名 鈴木逸人, 戸羽篤也, 植竹亮太
2. 発表標題 高速気流中衝撃法による金属AM用金属/セラミックス複合化粉末製作方法の基礎検討
3. 学会等名 日本機械学会2022年度年次大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 鈴木逸人
2. 発表標題 SUS316L/AI203 複合材料の金属AM 造形に適した複合化粉末製作法の検討
3. 学会等名 公益社団法人化学工学会第88年会（招待講演）
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 鈴木逸人, 植竹亮太
2. 発表標題 高速気流中衝撃法で作製した精密混合粉末を用いたL-PBFにおけるSUS316L/AI203複合材料造形体の評価
3. 学会等名 日本機械学会第30回機械材料・材料加工技術講演会(M&P2023)
4. 発表年 2023年

1．発表者名 鈴木逸人
2．発表標題 高速気流中衝撃法で作製した複合化粉末を用いたレーザー粉末床溶融結合法におけるSUS316L/Al203複合材料造形の基礎検討
3．学会等名 材料技術研究協会討論会2023
4．発表年 2023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
---------	---------