

3D プリンターを活用した低熱膨張材料の構造設計技術

Design Technology for Low Thermal Expansion Materials using 3D Printer

大山 伸幸 OYAMA Nobuyuki 日本 Casting 企画管理部 部長・博士 (工学)
朝比奈充輝 ASAHINA Mitsuki 日本 Casting 素形材開発技術部
半田 卓雄 HANDA Takuo 日本 Casting 素形材開発技術部 特別主席格

要旨

自動車の電動化とそれに伴う通信量の増加により、半導体装置に必須の低熱膨張材料の需要が増加している。さらに、低熱膨張性のみならず、高熱伝導性と両立した製品も切望されている。また、金属の積層造形技術は、容易に製造できなかった複雑形状を有する製品の製造を可能としたが、これまで低熱膨張材料の積層造形特性に関する報告はなかった。そこで、本稿では、低熱膨張材料の積層造形物の特性を報告し、さらに、積層造形技術の適用事例として、製品の軽量化事例と各材料の適正配置により低熱膨張性と高熱伝導性を両立した材料の事例を紹介する。

Abstract:

Demand for low thermal expansion materials is increasing due to the electrification of automobiles and the increase in communication volume. Furthermore, products that have high thermal conductivity as well as low thermal expansion properties have been earnestly desired in recent years.

Metal additive manufacturing technology has made it possible to manufacture products having complicated shapes. However, there are still few reports of additive manufacturing technology using low thermal expansion materials.

The authors report the basic research results for the purpose of developing additive manufacturing technology for low thermal expansion metals. Furthermore, as an application example of the technology, we will introduce products that have the both low thermal expansion and high thermal conductivity by properly arranging position of each material.

1. はじめに

近年、光学機器分野や航空宇宙分野で高精度化の要求が高まっており、熱変形を抑える目的で装置の構成部材に低熱膨張材料を採用するケース¹⁾が増加している。特にインバー合金 (Fe-36wt% Ni 合金)、スーパーインバー合金 (Fe-Ni-Co 合金) は室温近傍で優れた低熱膨張特性を示すため、精密部品に広く利用されている。一方、これらの材料は Fe 基合金であるため比重が大きいことから、軽量化に向けた材料開発も進められている²⁾。

積層造形技術^{3,4)}は、切削加工や機械加工に続く第3の加工法と言われる。プロセスのデジタル化進展に伴い、積層造形技術には短納期化、複雑形状を有する製品の軽量化および材料特性の抜本的な改善が期待されており、これまでにいくつか報告例⁵⁾がある。

例えば、秋野ら⁶⁾は、SUS316Lの積層造形材料は、塑性加工材と比較し、溶融凝固界面に沿った欠陥に起因して延性が劣ることを報告している。また、Kimら⁷⁾は、マルエー

ジング鋼の積層造形物に熱処理を行うことによる硬度と引張強度の向上効果を報告している。Marunoら⁸⁾は、Ni-Cr-Fe 基合金であるインコネル 718 の積層造形材料の機械的特性を調査し、熱応力除去処理によりその異方性が緩和されることを報告している。しかし、対象金属は、SUS316 とマルエージング鋼とインコネル以外には Ti-6Al-4V⁹⁾ や Al-Si-Mg 系合金¹⁰⁾に限られており、低熱膨張材料の積層造形技術に関する報告例は少ない。

著者らは、当社で開発した熱膨張率の極めて小さい低熱膨張材料¹¹⁾ (以下、LEX-ZERO[®]) の粉末を用い、積層造形技術を適用し、熱膨張特性、機械的性質、異方性、切削性および経年変化などに関する基礎検討を行った。本稿ではそれらの結果および低熱膨張合金を活用した造形物事例を紹介する。

2. 実験方法

2.1 積層造形の基礎実験

2.1.1 実験に用いた試料および造形装置

表 1 に本研究で用いた LEX-ZERO 粉末の化学組成を示す。

また、今回実験で用いた表1の化学組成の LEX-ZERO 粉末の二次電子像を図1に、Ar によるガスアトマイズ法¹²⁾で製造した LEX-ZERO 粉末の粒度分布およびその円形度を図2に示す。円形度は(1)式で定義した。

$$C = 4\pi S / L^2 \dots\dots\dots (1)$$

C: Circularity (—) S: Particle cross section area (m²)
L: Particle perimeter (m)

図1と図2より、本研究で用いた LEX-ZERO 粉末の円形度は0.8程度であり、球形に近いものと考えられる。なお、

表1 試料の化学組成

Table 1 Chemical composition of sample (mass%)

C	Si	Mn	Ni	Co
≦0.05	≦0.4	≦0.5	32.5~34.5	2.0~4.5

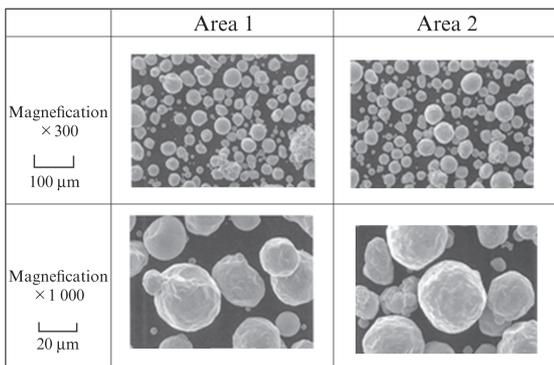


図1 LEX-ZERO[®]粉末の二次電子像

Fig. 1 SEM images of LEX-ZEROTM particles in the test

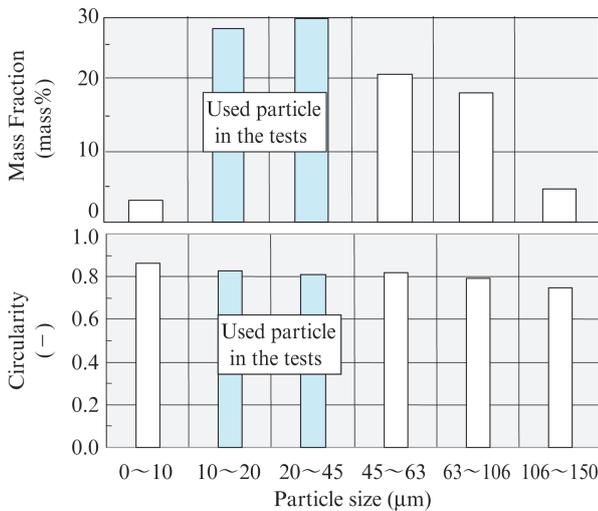


図2 ガスアトマイズ法¹²⁾で製造した LEX-ZERO[®]粉末の粒度分布およびその円形度

Fig. 2 Mass fraction and circularity for used LEX-ZEROTM particle produced by gas atomizer equipment

使用した粉末の粒度は、本研究で用いた SLM (Selective Laser Melting) 式の金属積層造形装置に適する 10~45 μm とした。

図3に実験に用いた造形装置の外観写真を示す。この装置には、出力 400 W 級の Yb 系ファイバーレーザー (ビームスポット径: 約 0.1 mm) を搭載している。

表2にレーザー照射条件の範囲を示す。図4に示すとおり、木村らの方法¹³⁾を参考にレーザー走査方向を1層ごとに 67° ずつ回転させて造形した。

2.1.2 測定方法

造形物の密度は、50 mm 角の立方体の重量と見掛け体積から算出した。熱膨張率は、JIS Z 2285 に従い、熱膨張計 (NETZSCH (株) 製 DIL 402 シリーズ) により 8 mm 径×50 mm 長の試験片を用いて測定し、平均熱膨張率は 10℃~40℃における変位の傾きより算出した。引張強度等の機械的性質は JIS Z 2201 に従い、ヤング率は 60 mm 長×10 mm 幅×2 mm 厚の試験片を用いて JIS Z 2280 (曲げ共振法) により測定した。熱伝導率は 10 mm 径×2 mm 厚の試験片を



図3 造形装置外観

Fig. 3 Appearance of 3D printer

表2 レーザー照射条件

Table 2 Laser irradiation conditions

Laser thickness (mm)	0.02-0.08
Laser power (W)	100-400
Scan speed (mm/s)	400-1 600
Scan interval (mm)	0.08-0.16

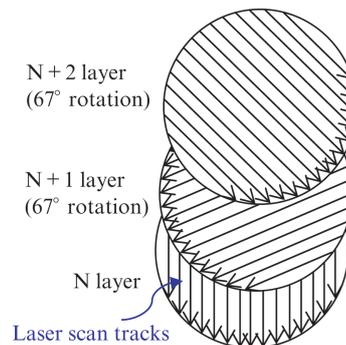


図4 レーザー照射パターンの模式図¹³⁾

Fig. 4 Schematic diagram of laser scanning pattern¹³⁾

用いてレーザーフラッシュ法（アルバック理工製 TC-9000）で、ポアソン比は静的試験法（曲げ試験）で、比熱は断熱連続法（真空理工製比熱測定装置 SH-3000M）により測定した。また、以前より指摘されている各種物性の異方性¹⁴⁾は、図4に示すN層目の積層造形方向に基づき、同方向（X軸方向）、直角方向（Y軸方向）および垂直方向（Z軸方向）の各種試験片を採取し測定した。切削性試験は湿式のエンドミル（10 mm 径×4 枚刃）を用いて実施した。

炭素の拡散減少による寸法の経年変化¹⁵⁾が指摘されていることから、積層造形品からブロックゲージを製作し、光波干渉計を用いて経年変化¹⁶⁾を測定した。

2.2 積層造形技術の適用実験

2.2.1 製品の軽量化の事例とその造形品の寸法精度

光学部品支持構造を想定したトラス構造部材について積層造形による軽量化製品を試作し、従来の通常加工品と比較した。また、各部位の寸法は、(株)ミットヨ製のCNC三次元測定機（精度：長さ200 mm に対して±2.3 μm）を用いて測定した。

2.2.2 積層造形品の構造設計による低熱膨張性と高熱伝導性の両立の検討

今回、低熱膨張性と高熱伝導性の両立を目的として、図5に示す低熱膨張材料の格子体を製造し、空隙中にCuを含浸させてサンプルを製造した。ここで、低熱膨張材料と高熱伝導材料（Cu）の体積比は55:45とした。サンプルは、2.1.2と同様の手法で熱膨張率及び熱伝導性を測定した。

3. 実験結果

3.1 低熱膨張合金の積層造形品の各種物性及びプロセスの影響

表3に積層造形（SLM）、鋳造、鍛造の各プロセスで製造

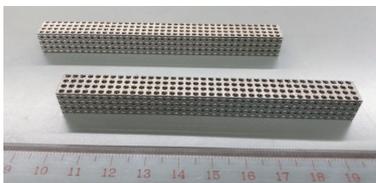


図5 LEX-ZERO[®]格子体サンプル外観

Fig. 5 Appearance of LEX-ZEROTM lattice sample

表3 製造プロセス毎の熱膨張性

Table 3 Thermal expansion property of product (N = 4)

Process	Apparent density (g/cm ³)	Average thermal expansion coefficient (ppm/°C) (10~40°C)	Martensitic transformation temperature (°C)
SLM product	8.10	0.00 ± 0.19	≤ -196°C
Casting product	8.09	0.00 ± 0.19	-30°C
Forging product	8.10	0.00 ± 0.19	-30°C

したもの（以下、積層造形品、鋳造品、鍛造品という）の、製造プロセス毎のLEX-ZEROの熱膨張率およびマルテンサイト相への転移温度（低温における組織安定性、低熱膨張率が継続可能な温度）を示す。これより、いずれの製造プロセスでも合金成分を適正化すれば極めて低い熱膨張率（0.00±0.19 ppm/K）を示すこと、積層造形品はマルテンサイト相への転移温度が液体窒素で測定可能な-196°Cまでは安定していることが確認できた。

図6に10°C~40°Cにおける熱膨張率とマルテンサイト相への転移温度の関係を示す。従来の鋳造法による低熱膨張材料は-30°C程度で低熱膨張性は消失していたが、今回の開発合金は室温から-196°Cまで熱膨張ゼロであることから、航空宇宙分野などへの活用も期待される。

表4に積層造形品、鋳造品、鍛造品の機械的性質を示す。積層造形品は、引張強度、0.2%耐力およびヤング率は鋳造品より優れ鍛造品とほぼ同等で、伸びと絞りは鋳造品および

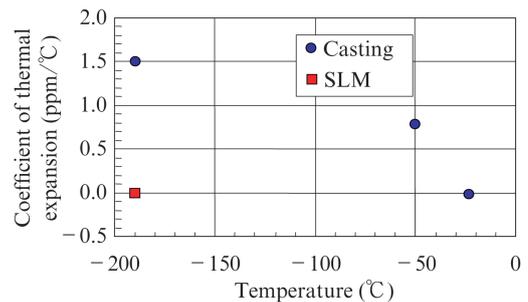


図6 熱膨張率とマルテンサイト相への転移温度の関係

Fig. 6 Relationship between transition temperature to martensite and coefficient of thermal expansion

表4 製造プロセス毎の機械的性質

Table 4 Mechanical property of product (N = 4)

Process	Tensile strength (MPa)	0.2% proof stress (MPa)	Elongation (%)	Aperture (%)	Young's modulus (GPa)
SLM product	479	323	45	82	131
Casting product	372	265	28	61	121
Forging product	487	334	39	75	133

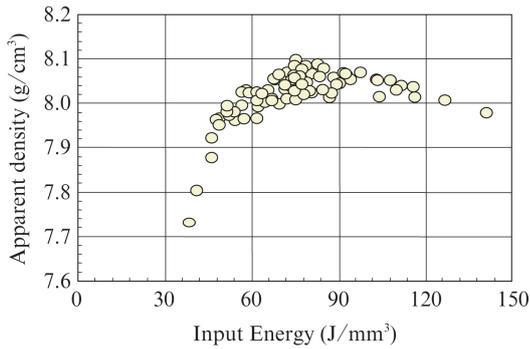


図7 エネルギー密度と見掛け密度の関係

Fig. 7 Relationship between input energy and apparent density

鍛造品より優れていることが確認できた。

また、見掛け密度は、表3に示すとおり積層造形品、鋳造品、鍛造品のいずれも 8.09~8.10 g/cm³ の間で推移しており、欠陥なく製造できていた。ここで、積層造形品における溶解される粉末の単位体積当たり投入されるエネルギー密度は(2)式で表される。

$$E = P / (v \cdot s \cdot t) \dots\dots\dots (2)$$

E: エネルギー密度 (J/mm³)
 P: レーザー出力 (W) v: レーザー走査速度 (mm/s)
 s: レーザー走査ピッチ (mm) t: 粉末積層厚 (mm)

図7にエネルギー密度と積層造形物の見掛け密度の関係を示す。今回の合金の真比重は 8.1 g/cm³ 程度と推定され、造形条件を適正に選択すれば、積層造形法でも内部欠陥なく製品化可能であることが確認できた。また、本検討で用いた粉末の造形密度はエネルギー量 60 J/mm³ 程度で飽和する傾向にあり、機械構造用炭素鋼 (S15C) と比較¹⁷⁾して積層造形しやすく、AlMg10Si合金に近い造形条件¹⁸⁾と考えられる。なお、粉末積層厚などの造形条件のみならず、粉末の管理方法(粉末安息角などの表面状態¹⁹⁾や繰り返し使用回数²⁰⁾なども円滑な造形には重要な要素である。

図8に、鋳造品と積層造形品のCo含有率と造形直後の10℃~40℃の平均熱膨張率との関係を示す。鋳造品と積層造形品のいずれもCo含有率の低下に伴い熱膨張率は低下する²¹⁾が、積層造形品ではその影響が小さく、Co含有率0%でも平均熱膨張率は0.0 ppm/℃であることが確認できた。Coは、1%以上含有する場合は発がん性や肺機能異常を引き起こすことなどが指摘され、特定化学物質として規制されている。また、CoはAu, Ta, W, Snとともに高リスク鉱物として取り上げられている。Co含有率を大きく削減しても低熱膨張性に影響を及ぼさないことは、持続可能社会の実現に向けても有益であると言える。

次に、鋳造、鍛造、積層造形の各プロセスによる製品の差異を調査するため、金属組織を観察した。

図9に鋳造品、鍛造品、積層造形品のマクロ組織の実態顕微鏡による観察結果、図10に二次電子像(SEM像)を示す。これらから、積層造形品の組織は緻密で均一化されていることが分かる。図11に図10から測定した二次デントライトーム間隔と冷却速度の実測値および計算値の関係を示す。積層造形法では、均一に粉末床に堆積された粉末がわずか0.01秒の間で約3000℃超まで昇降温の反応²²⁾を起こすため、図9に示す微細な均一組織を形成したものと推察される。積層造形時の熔融凝固反応の解明にはこれまでの数多くの研究²³⁾があるが、今後、低熱膨張材料に関する冶金学的研究²⁴⁾と合わせ、さらなる研究が必要と考える。

鋳造品、鍛造品および積層造形品の切削性を比較する目的で、図12に切削速度と切削抵抗の関係を示す。積層造形品は切削抵抗がわずかに低い傾向であるが、大きな差異は

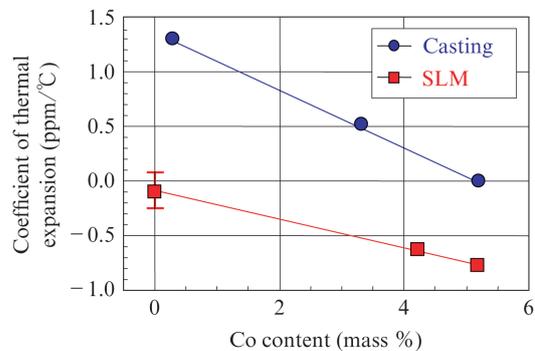


図8 鋳造品と積層造形品におけるCo含有率と平均熱膨張率との関係

Fig. 8 Relationship between Co content and a coefficient of thermal expansion

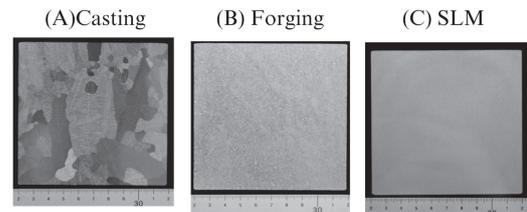


図9 鋳造品、鍛造品、積層造形品のマクロ組織比較
 Fig. 9 Comparison in macro texture with each process

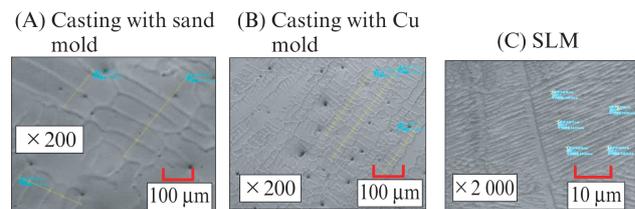


図10 鋳造品、鍛造品、積層造形品のSEM像比較
 Fig. 10 Comparison of in SEM image with each process

認められず、積層造形品は鍛造品、鋳造品と同程度の加工性を有することが確認できた。

図 13 に積層造形品の寸法の経年変化を示す。85 日が経過した段階で 0.07 ppm の寸法変化が生じているが、これは、低熱膨張剤合金の鋳造品とほぼ同等²⁵⁾である。

図 14 に積層造形品の熱膨張率や機械的性質（引張強度など）の異方性に関する測定結果を示す。投入エネルギーを 50 J/mm³ と 75 J/mm³ の 2 水準に設定し測定した。引張強度は、Z 軸方向で 2% 程度低いものの、鋳造品の引張強度 372 MPa よりも 25% 以上高いことから、実用上、大きな問題は生じないと考える。その他の熱膨張率、0.2% 耐力、ヤ

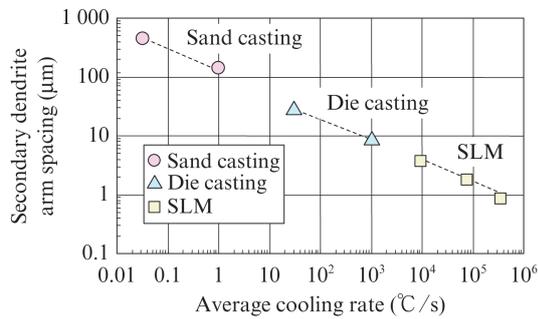


図 11 二次デントライトアーム間隔と冷却速度の関係

Fig. 11 Relationship between cooling rate and secondary dendrite arm spacing

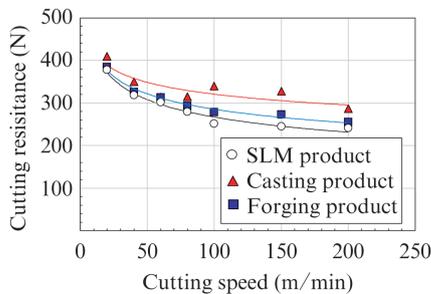


図 12 切削速度と切削抵抗の関係

Fig. 12 Relation between cutting speed and cutting resistance for the machinability

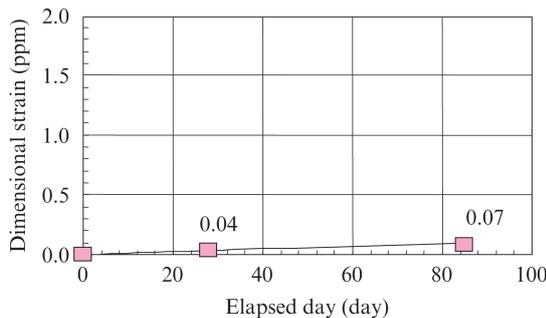


図 13 積層造形品の寸法の経年変化

Fig. 13 Change of dimensional strain with elapsed days

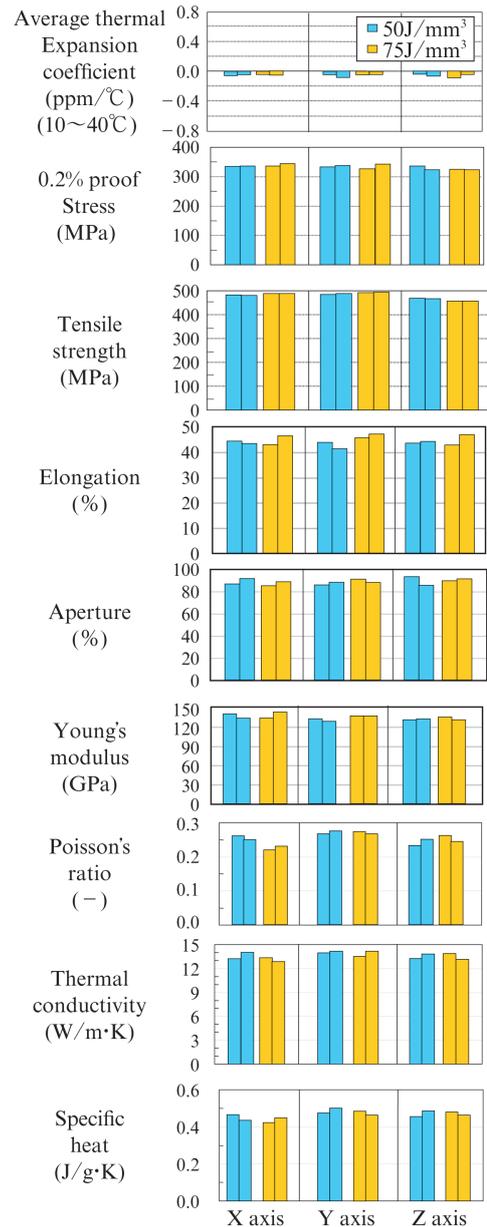


図 14 積層造形品の異方性測定結果

Fig. 14 Comparison in anisotropy of physical property for SLM products

ング率、伸び、絞り、ポアソン比、熱伝導率、および比熱には顕著な異方性は認められなかった。

3.2 低熱膨張合金の積層造形品の事例

図 15 に光学部品のトラス構造部材の積層造形による軽量化製品の試作事例を示す。パイプ部を Lattice 構造にすることで、機械加工品と比較して 40% の軽量化に成功した。

図 16 に今回、積層造形した各種製品の、目標とする設計寸法と積層造形した実測値の関係を示す。これより、中空部品および一体化構造製品のいずれも造形精度は ±200 μm 以下であったことから高精度に製造できることが確認でき、今後、一層設計の自由度が増すものと考えられる。さらに、

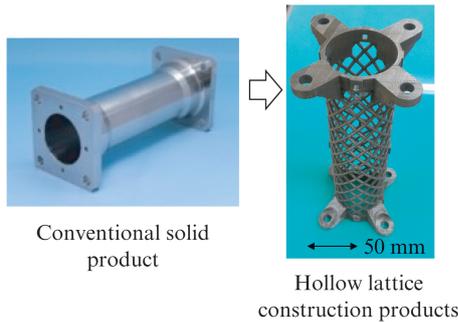


図 15 光学部品のトラス構造部材の積層造形による軽量化試作事例

Fig. 15 Selective laser melting products of flanges simulating forged products

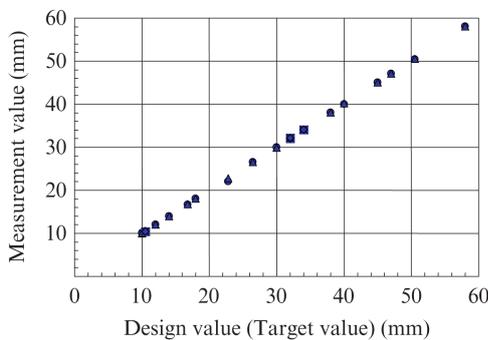


図 16 設計寸法と実測値比較

Fig. 16 Measurement results of dimensional accuracy of model products

このような小型製品では、従来の機械加工品と比較して納期やコストが大幅に低減できることが確認できた。

3.3 高機能材料の構造設計事例

図 17 に、図 5 に示す低熱膨張材料を積層造形した格子体に Cu を 1185°C で含浸させた結果を他の元素とともに示す。今回、積層造形した低熱膨張材料と高熱伝導材料である Cu

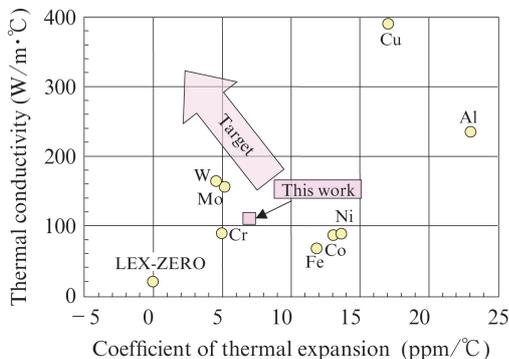


図 17 各素材の熱膨張率と熱伝導の関係

Fig. 17 Relationship between coefficient of thermal expansion and thermal conductivity

は体積比で 55:45 である。今後、体積比や含浸させる温度の適正を図ることで、勝谷ら²⁶⁾が報告した Mo-Cu や W-Cu を上回る特性を目指していきたい。

4. 結言

当社で開発した熱膨張率の極めて小さい LEX-ZERO[®]への積層造形技術の適用を検討した結果、下記の結論を得た。

1. 積層造形品は、寸法精度 $\pm 200 \mu\text{m}$ で造形可能であり、熱膨張特性は鋳造品、鍛造品に比べて優れ、機械的性質は鍛造品並みであった。また、伸び、絞りなどの延性に関しては、積層造形品は、鋳造品と鍛造品のいずれにも優ることが確認できた。
2. 低熱膨張材料を積層造形プロセスで製造することで、機械的強度と熱的物性の改善、軽量化が容易であり、複雑形状のものでも安価に製造可能であることが確認できた。
3. 積層造形品の各種物理特性に関して異方性はなく、寸法および熱膨張率の経年変化もほとんど確認されなかった。
4. 機械加工性に関して、積層造形品、鋳造品、鍛造品は大きな差異はなく、積層造形品はこれまでの鋳造品、鍛造品と同様に使用できるものと考えられる。
5. 積層造形技術を活用することで複雑形状の設計が可能となり、製品の軽量化を図ることができる。
6. 自動車の電動化に有効な低熱膨張性と高熱伝導性を両立する製品が製造できるなど、様々な高機能製品を生み出すことが可能であることが分かった。

参考文献

- 1) Jacobs, S. F. Dimensional stability of materials useful in optical engineering. *Journal of Modern Optics*. 1986, vol. 33, p. 1377-1388.
- 2) Stephenson, T.; Tricker, D.; Tarrant, A.; Michel, R.; Clue, J. Physical and mechanical properties of LoVAR: a new lightweight particle-reinforced Fe-36Ni alloy. *SPIE Optics + Photonics*. 2015, T04.
- 3) 京極秀樹. 金属 3D プリンタの最近の開発動向と将来展望. *ふえらむ*. 2019, vol. 24, no. 2, p. 697-701.
- 4) 池田博英, 升岡正. 宇宙開発における金属 Additive Manufacturing 技術の活用. *精密工学会誌*. 2016, vol. 82, no. 7, p. 639-642.
- 5) 久世哲嗣. 3D 積層造形装置 EOS M280 の紹介. *山陽特殊製鋼技報*. 2016, vol. 23, no. 1, p. 31-33.
- 6) 秋野一輝, 寛幸次. SUS316L ステンレス鋼積層造形材の強度と組織. *日本金属学会誌*. 2016, vol. 80, no. 12, p. 772-777.
- 7) Kim, D.; Kim, T.; Ha, K.; Oak, J. J.; Jeon, J. B.; Park, Y.; Lee, W. Effect of Heat Treatment Condition on Microstructural and Mechanical Anisotropies of Selective Laser Melted Maraging 18Ni-300 Steel. *Metals*. 2020, vol. 10, no. 3, p. 410-424.
- 8) Maruno, Y.; Kuwabara, K.; Pan, Wang.; Chen-Nan, S.; Hing Candice, A. K.; Jack, S. W.; Loon, A. B.; King, T. L.; Ling Sharon, N. M. A High Quality Alloy718 Powder for Powder Bed Fusion Additive Manufacturing. *Hitachi Metal Technical Review*. 2020, vol. 36, p. 48-57.
- 9) 佐藤直子, 瀬渡直樹, 清水透, 中野禪. 金属材料の積層造形における加工現象評価. *まてりあ*. 2017, vol. 56, no. 12, p. 695-698.
- 10) Knoop, D.; Lutz, A.; Maris, B.; Hehl, A. V. A Tailored AlSiMg Alloy for Laser Powder Bed Fusion. *Metals*. 2020, vol. 10, no. 4, p. 514-526.

- 11) 半田卓雄, 来栖直敏. 精密装置用超低熱膨張鋳造合金の開発. 素形材. 2014, vol. 55, no. 12, p. 28-33.
- 12) 奥平鉄平, 関本光一郎. 金属積層造形用粉末の製造プロセスと特性. 電気製鋼. 2018, vol. 89, no. 1, p. 13-19.
- 13) 木村貴広, 中本貴之. レーザ積層造形法により作製した工業用純アルミニウム造形体の熱的および機械的性質. 軽金属. 2016, vol. 66, no. 4, p. 167-173.
- 14) 荻原幸司, 石本卓也, 中野貴由. 金属積層造形法における形状・組織制御による異方性付与. まてりあ. 2018, vol. 57, no. 4, p. 145-149.
- 15) Steele, J. M.; Thompson, D. A.; Jacobs, S. F.; Bass, D. L. Temperature and Age Effects on Temporal Stability of In var. Proc. SPIE. 1992, vol. 40, p. 1752-1759.
- 16) 尾藤洋一. ブロックゲージの校正法とその不確かさ. 産総研計量標準報告. 2005, vol. 4, no. 1, p. 65-69.
- 17) 中本貴之. 金属粉末積層造形法における造形物の高性能化に関する研究. 京都大学 学位論文. 2010, 109p.
- 18) 京極秀樹, 池庄司敏孝, 米原牧子. Additive Manufacturing 技術の最新動向. 近畿大学次世代基盤技術研究所報告. 2018, vol. 9, p. 55-59.
- 19) 山田慎之介, 高橋信幸. 選択的レーザー溶融法の画像処理による粉末床評価技術の開発. 電気製鋼. 2017, vol. 88, no. 1, p. 51-58.
- 20) 石出孝, 藤谷泰之, 久我和義, 畑中雅哉, 篠木貴文, 成田竜一. 3次元金属積層造形技術実用化に向けた施工技術開発. 三菱重工技報. 2018, vol. 55, no. 2, p. 1-7.
- 21) 深道和明, 斎藤英夫. 不感磁性インバー合金, エリンバー合金 Cr 基合金を中心にして. 日本金属学会会報. 1976, vol. 15, no. 9, p. 553-562.
- 22) Calta, N. P.; Wang, J.; Kiss, A.; Depond, P.; Matthews, M. J. An instrument for in situ time-resolved X-ray imaging and diffraction of laser powder bed fusion additive manufacturing processes. Review of Scientific Instruments. 2018, vol. 89, p. 1-8.
- 23) 京極秀樹, 池庄司敏孝. Additive Manufacturing 技術の最新動向. 近畿大学次世代基盤技術研究所報告. 2019, vol. 10, p. 69-74.
- 24) 深道和明. インバー合金の種類と基礎物性. まてりあ. 1997, vol. 36, no. 11, p. 1064-1069.
- 25) 藤井啓道, 大野晴康. 宇宙へはばたくゼロ熱膨張合金. 金属. 2019, vol. 89, no. 11, p. 64-70.
- 26) 勝谷洋, 山形伸一, 中村泉. ヒートシンク製品の歴史と今後の展開. SEI テクニカルレビュー. 2016, vol. 188, p. 60-64.



大山 伸幸



朝比奈充輝



半田 卓雄