



受賞記念講演：第 60 回研究功績賞（2021 年度）

粉末床溶融結合型金属積層造形技術における金属粉末の流動性と電気的特性の関係： 表面酸化皮膜の影響

千葉 晶彦^{1,2*}¹ 東北大学未来科学技術共同研究センター，〒980-8577 仙台市青葉区片平 2-1-1.² 島根大学先端マテリアル研究開発協創機構，〒690-8504 松江市西川津町 1060.

The Relationship between the Flowability and Electrical Properties of Metal Powders in Powder Bed Fusion Metal Additive Manufacturing: The Influence of Surface Oxide Films

Akihiko CHIBA^{1,2*}¹New Industry Creation Hatchery Center, Tohoku University, 2-1-1 Katahira, Aoba-ku, Sendai 980-8577, Japan.²Institute of Advanced Materials Research and Development, Shimane University, 1060 Nishikawatsu-cho, Matsue 690-8504 Japan.

Received June 5, 2024; Revised June 22, 2024; Accepted June 27, 2024; J-STAGE Advance Published date: July 5, 2024

ABSTRACT

This paper investigates the relationship between the flowability and electrical properties of metal powders in powder bed fusion – electron/laser beam melting (PBF-E/LBM) technology, with a focus on the impact of naturally formed oxide films on powder surfaces. Additive manufacturing (AM) technology is crucial in industries like aerospace, automotive, and medical, where forming a high-density, uniform powder bed is essential for product quality. Flowability is influenced by factors such as powder shape, particle size distribution, and surface characteristics, including the oxide film.

The study compares powders produced by gas atomization (GA), plasma atomization (PA), and the plasma rotating electrode process (PREP), specifically examining Inconel 718 alloy powder and SUS304 steel powder. It analyzes their electrical properties and flowability to understand the impact on powder recoating performance. The research utilizes particle image velocimetry (PIV) to visualize powder flow during recoating and discusses the electrical properties and thermal stability of the surface oxide film, especially under mechanical strain.

The goal is to enhance understanding of powder flowability in the PBF-AM process and contribute to better manufacturing techniques for high-quality metal components.

KEY WORDS

additive manufacturing, powder flowability, powder surface oxide film, electrical properties, recoating performance

1 はじめに

積層造形（Additive Manufacturing, AM）は、金属部品の製造において広く利用されている先端技術であり、その高精度な製造能力から航空宇宙、自動車、医療などの多岐にわたる産業で重要な役割を果たしている。本稿では、特に粉末床溶融結合方式（Powder Bed Fusion, PBF）に焦点を当て、粉末の流動性とその特性の関係について詳しく検討する。

PBF-AM プロセスにおいては、粉末床（パウダーベッド）の高密度で均一なリコートが製品の品質を左右する重要な要素となる。均一なパウダーベッドを形成するためには、粉末の高い流動性が求められるが、その流動性は単に粉末の形状（円形度および球形度）だけでなく、ナノスケールでの表面特性、特に粉末表面に形成される（自然）酸化皮膜の存在に大きく影響されることが筆者らの研究グループで明らかにされた¹⁾。粉体の凝集力が強くなるほど均一で高密度のパウダーベッドが形成しにくくなると考えられるが、粉末の凝集力は従来、毛細管力、電磁力、ファンデルワールス力、静電力など、いくつかの要因によって説明されることが多い²⁾。

* Corresponding author, E-mail: akihiko.chiba.d3@tohoku.ac.jp

本論文は CC BY-NC-ND ライセンスによって許諾されています。
ライセンスの内容を知りたい方は、
<https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/deed.ja> でご確認ください。

しかし、それぞれの要因が粉体の流動性やパウダーベッド形成の際のリコート性にどのような役割を果たしているのかについては明確にされていない。

筆者の研究グループがこれまで明らかにしてきた金属粉末に関する電気的応答として、金属粉末の電気的特性が半導体あるいは誘電体的なふるまいをすること³⁾、その交流インピーダンス測定から帰結する電気的等価回路が明瞭な Cole-Cole プロットで記述されることが明らかにされた³⁻⁹⁾。このことは、粉末の電気的特性がその流動性やリコート性にどのように影響を与えるかを理解する上で重要な示唆を提供している。

本稿では、特にインコネル 718 合金粉末および SUS304 鋼粉末を対象に、ガスアトマイズ (GA) 法、プラズマアトマイズ (PA) 法、プラズマ回転電極 (PREP) 法といった異なる製造プロセスで製造された粉末の電気的特性と流動性を比較分析し、その結果を基に粉末のリコート性に与える影響について詳述する。また、粉末の流動性に影響を与える主要な要因である粉末形状、表面特性、および静電相互作用についても考察し、これらの要因がパウダーベッドの品質に及ぼす影響を総合的に検討する。

本稿を通じて、PBF-AM プロセスにおける粉末流動性の向上に関する知見を提供し、より高品質な金属部品の造形技術の確立に貢献することを目指し、解説を試みる。

2 粉末の流動性と粉末特性の関係

金属積層造形技術における粉末の流動性は、製品の品質に直接的な影響を与える重要な要素である。流動性は単に粉末の形状や粒度分布に依存するだけでなく、表面特性や電気的特性にも大きく左右される。本章では、粉末の流動性に関連するこれらの特性について詳しく探求し、特に粉末形状と流動性、そして電気的特性が流動性に与える影響について考察する。

2.1 粉末形状と粉末の流動性

2.1.1 粉末の高い流動性の重要性

粉末特性として、粒度分布、粉末形状などが考えられる。粉末の粒度分布 (Particle Size Distribution, PSD) や形状は、パウダーベッドの溶融・凝固挙動に影響を与え、製品品質を決定づける重要な要素である。パウダーベッド溶融結合方式の電子ビーム積層造形法 (PBF-EBM) では一般に 40~120 μm 、レーザー積層造形法 (PBF-LBM) では 10~45 μm と、AM の方式に合った最適な粒度が採用されている。

均一なパウダーベッドを形成することは、製品の内部に欠陥が生じないようにするための基本的なステップである。そのためには、粉末の高い流動性が必要になる。粉末の形状が真球 (円形度と球形度が 1) に近いほど、流動性が高くなるとされている。しかし、形状が真球に近いだけでは流動性が必ずしも高いとは限らず¹⁾、他の要因も考慮する必要がある。特に、粉末-粉末間に作用する凝集力の大きさによって流動性が影響を受ける。たとえば、粉末の表面の粗さや湿潤性、粉末間の静電相互作用など、流動性に影響を及ぼす要因は多

岐にわたる。したがって、流動性を最適化するには、PSD や粒子形状だけでなく、これらの他の物理的性質も考慮に入れることが必要である。

2.1.2 粉末の形状と流動性の関係

Fig. 1¹⁾ はインコネル 718 合金の GA 法、PA 法、PREP 法で製造された粉末の走査電子顕微鏡 (SEM) 画像を示している。GA 粉末は不規則な粒子形状でサテライト粒子が付着していることが観察される。円形度 (Circularity) の高さは粉末の流動性に関連しており、Fig. 2 (a) によれば、PREP 粉末が最も高い円形度を持ち、次いで PA 粉末が続く、GA 粉末が最も低い値を示している。PA 粉末と PREP 粉末は円形度が高く、真球形状に近い粒子でサテライトの付着も少ない。さらに、これらの粉末の PSD は Fig. 2 (b) で示されている。PSD のピーク位置や分布の幅に多少の違いはあるが、全体としては GA 粉末、PA 粉末、PREP 粉末の PSD はほぼ同じ範囲に収まっている。

動的安息角の測定結果によると、GA 粉末と PA 粉末は似たような安息角を示しており、形状や円形度が大きく異なるにもかかわらず、動的安息角に大きな違いがないことがわかる。しかし、PREP 粉末はより小さい動的安息角を示し、こ

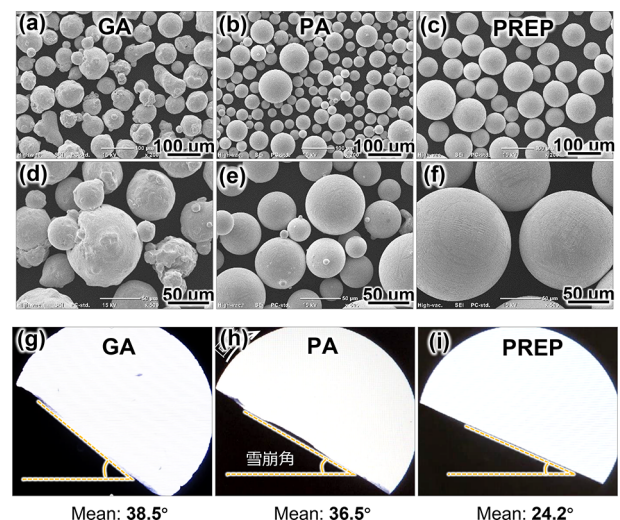


Fig. 1¹⁾ SEM images of Inconel 718 alloy powders: (a)(d) gas atomized (GA), (b)(e) plasma atomized (PA), and (c)(f) plasma rotating electrode processed (PREP) powders. Results of the rotating drum flowability test showing the dynamic repose angle for (g) GA powder, (h) PA powder, and (i) PREP powder.

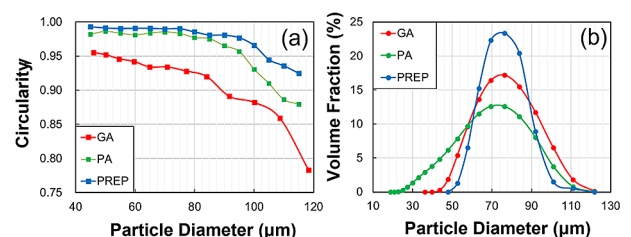


Fig. 2¹⁾ (a) Circularity and (b) particle size distribution of Inconel 718 alloy powders (GA, PA, PREP). Particle size distribution (PSD) of GA powder, PA powder, and PREP powder.

れはPREP粉末の流動性がGA粉末やPA粉末よりも明らかに高いことを意味している。円形度が高いPA粉末は動的安息角がGA粉末と同じくらい大きい値を示し、これは形状が真球に近くても流動性が必ずしも高いわけではないことを示している。

以上のように、PREP粉末が最も高い流動性を示す主な理由は、高い円形度と真球に近い形状を持つことに加え、表面特性が流動性に良い影響を与えていると考えられる。また、GA粉末とPA粉末の流動性は、形状や円形度だけではなく、粉末間の静電相互作用や他の物理的性質も考慮する必要がある。さらに、形状や円形度だけでは粉体の流動性を完全に評価できないため、総合的な特性評価が必要である。

2.1.3 粉体の流動性に関与する複数の要因と粉末表面酸化皮膜

このように、粉体の流動性は複数の要因が関与しており、形状や円形度だけでなく、粉末の表面特性や静電相互作用なども重要な役割を果たしていることが示唆される。

金属粉末の表面には数ナノメートル程度の自然酸化皮膜が形成されており、これがコンデンサの誘電体として働くことで、粉体が輸送される際に粉末同士や粉末と輸送機器の表面が擦れ合い、電荷が移動して表面酸化皮膜と金属の界面に静電気が蓄積される現象（トライボエレクトリック帯電）が発生する。これが粉体凝集力の起源となる可能性がある。静電気の蓄積は、粉末の流動性や取扱いに影響を与えることがある。例えば、粉末が容器の壁に付着したり、輸送中に凝集したりすることがある。また、蓄積された静電気は火花を発生させ、爆発や火災のリスクを引き起こすことがある。そのため、金属粉末は本来金属であり電気的には中性であるべきであるが、粉末表面に形成される自然酸化皮膜の存在により、絶縁体的な粒子として振る舞う可能性があることに注意が必要である。これを理解するためには、粉末の電気的特性と流動性の関係を明らかにすることが重要である。

そこで、次節では、Fig. 3に示されるSUS304鋼のGA粉

末とPREP粉末の直流および交流の電気抵抗測定を行った結果について紹介し、粉末の電気的特性が流動性に与える影響を考察する。

2.2 金属粉末の電気特性と流動性

前節では、金属粉末の形状や円形度が粉末の流動性に与える影響について詳しく検討した。その結果、粉末の形状や円形度が高い流動性を示す主な要因であることが確認されたが、形状や円形度だけでは粉末の流動性を完全には説明できないことが明らかになった。特に、GA粉末とPA粉末の動的安息角が類似していることから、流動性には他の重要な要因が存在することが示唆される。

本節では、金属粉末の電気的特性が粉末の流動性に与える影響について議論する。金属粉末表面の電気的特性、特にキャパシタンスと抵抗は、静電気の蓄積や粉末間の静電相互作用に大きな影響を及ぼす。これらの電気的特性が粉末の凝集力を変化させ、結果として流動性に影響を与える可能性がある。粉末の電気的特性を詳細に解析することで、流動性の向上に向けた新たな視点を提供し、より均一で高品質なパウダーベッドを形成するための手法を探ることができる。本節では、金属粉末の電気的特性と流動性の関係性について、理論的背景および実験の結果を基に総合的に考察する。

2.2.1 金属粉末の形態と粒度分布

粉末の電気的特性が粉末の流動性に与える影響について議論する対象として、SUS304鋼のGA（ガスアトマイズ）粉末とPREP（プラズマ回転電極法）粉末を取り扱う。Fig. 3⁹⁾は、SUS304鋼のGA粉末とPREP粉末の粒子形態とサイズ分布を示している。これらの粉末の形態や特性の違いについて理解したうえで、粉末床溶融結合型積層造形（PBF-AM）プロセスにおける粉末リコートメカニズムに与える影響について考える。

Fig. 3 (a)はGA粉末の粒子形態を示すSEM画像である。粉末粒子は主に球形（Fig. 3 (a)）であるが、表面には小さ

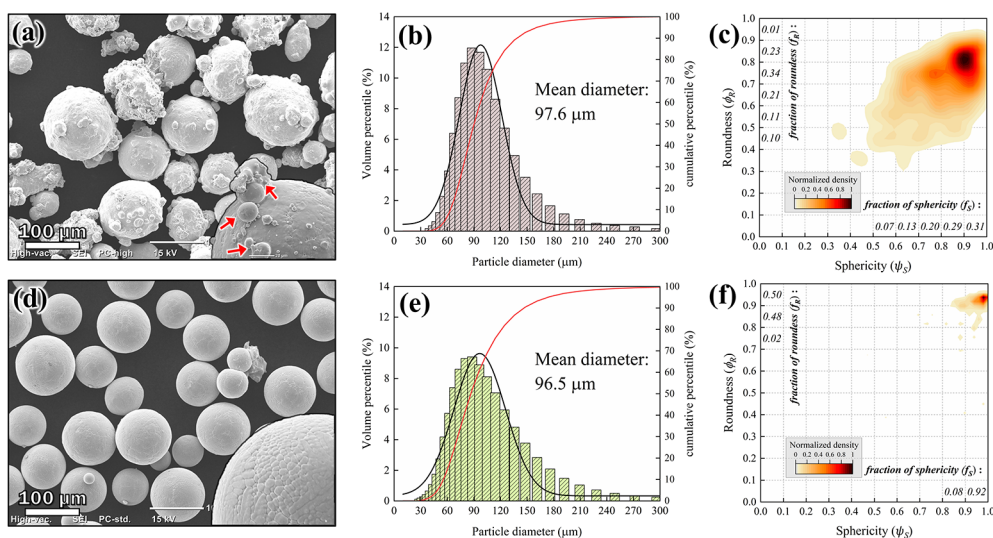


Fig. 3⁹⁾ (a), (d) Particle morphology images (with magnified surface), (b), (e) particle size distribution (PSD), (c), (f) particle morphology density maps. (a), (b), (c) GA SUS304 powder, (d), (e), (f) PREP SUS304 powder. (Red arrows indicate satellites adhered to the surface).

なサテライト粒子が付着している。Fig. 3 (d) はPREP 粉末のSEM 画像である。粉末粒子はより均一な球形であり、表面のサテライト粒子はほとんど認められない。一方、GA 粉末およびPREP 粉末の粒子サイズ分布 (Particle Size Distribution: PSD) は、それぞれFig. 3 (b) および Fig. 3 (e) に示されるが、両粉末のPSD はほぼ同じであり、平均粒径もGA 粉末 (平均粒径: $97.6 \mu\text{m}$) とPREP 粉末 ($96.5 \mu\text{m}$) ではほぼ同じ値を有している。縦軸を粒子の円形度 (Roundness: ϕ_R) とし、横軸を粒子の球形度 (Sphericity: ψ_S) にとって示した粒子形態密度 (particle morphology density: PMD) マップを見ると、GA 粉末のPMD マップ (Fig. 3 (c)) においては、分布が広がっており、粒子の形状が不規則であり、異なる形態の粒子が混在していることが分かる。一方、PREP 粉末のPMD マップ (Fig. 3 (f)) からは、分布は ϕ_R と ψ_S が0.9 以上の領域に分布していることから、粒子形態はより真球に近く均一であることが分かる。

2.2.2 GA 粉末と PREP 粉末の電気的特性

2.2.2.1 直流電気比抵抗の測定結果

Fig. 4 (a) は、Fig. 3 に示されるGA 粉末とPREP 粉末の直流比抵抗を示している。この測定は室温において、インセットに示したようにアルミナチューブに粉末を詰めて、両端の電極によって粉末を挟んで、一定電流を流し、端子間の電位差を読み取るという疑似四端子法を用いて行ったものである。GA 粉末の直流比抵抗は $5710.5 \Omega \cdot \text{m}$ であり、PREP 粉末の $23.2 \Omega \cdot \text{m}$ に比べて約246 倍も高い値を示している。これはGA 粉末の表面に厚い酸化皮膜が形成されているため、電気的に絶縁体として機能しやすいことを示している。PREP 粉末の表面酸化皮膜がGA 粉末のそれに比べて薄いことはAFM 観察¹⁾や、XPS を用いた表面皮膜分析⁹⁾によって確認されている (5.3.1 項で詳述する)。

2.2.2.2 交流インピーダンス測定の結果

Fig. 4 (b)⁹⁾ は、交流インピーダンス測定によって得られたGA 粉末とPREP 粉末のナイキストプロット (測定周波数: $1 \sim 2 \times 10^6 \text{ Hz}$) を示している。ナイキストプロットは、低周波数域でのインピーダンスの実部が金属内部 (Core) 抵抗 (R_m) と表面酸化皮膜 (Shell) (R_o) の和 ($R_m + R_o$) を示し、

高周波数域でのインピーダンスの実部が表面酸化皮膜の抵抗 (R_o) を示す。この関係から、 R_m と R_o の値を求めることができる。また、インピーダンスの虚部が最大となる特性周波数 ω_c を求めることで、キャパシタンス C_o を求めることができる。GA 粉末は周波数に応じて半円形のインピーダンス応答 (この場合のナイキストプロットはCole-Cole plot (コール・コールプロット) として表される) を示し、一方PREP 粉末では明確な半円形の応答が見られない。PREP 粉末のインピーダンス応答は、原点付近に小さなアクトランスと抵抗成分を持ち、全体として非常に低いインピーダンス値を示している。挿入図は、このPREP 粉末のインピーダンス応答の拡大図を示している。GA 粉末の金属内部抵抗 (R_m) は 483.2Ω で、PREP 粉末の 472.7Ω とほぼ同じであるが、表面酸化皮膜の抵抗 (R_o) はGA 粉末が 90152.7Ω で、PREP 粉末の 569.2Ω に比べてはるかに高い値を示している。

以上のように、Core と Shell を敢えて定義した理由について説明を加えると、インピーダンス測定における金属粉末の特性解析において、内部構造と表面状態の違いが電気的特性に大きく影響を与えるためである。特に、金属内部 (Core) と表面酸化皮膜 (Shell) は、それぞれ異なる抵抗成分を持ち、それらがインピーダンスに及ぼす影響を明確に区別することが重要である。Core と Shell を定義することで、測定結果の解析がより精確になり、各粉末の内部抵抗と表面抵抗の寄与を個別に評価することができる。また、この定義により、異なる製造プロセス (GA 粉末とPREP 粉末) による金属粉末の特性の違いをより明確に比較できるようになる。これにより、粉末の特性評価や製造プロセスの改善における具体的な指針を得ることができる。

金属粉末のインピーダンス応答をコール・コールプロットで表現した具体的な研究は、筆者の研究グループ以外にはほとんど存在しない。電気的に中性であるべき金属の粉末が電荷を蓄積することは電磁気学的には考えにくい現象であるが、実際には金属粉末においては表面酸化皮膜の存在により、静電気が蓄積され、粉末の流動性や取扱いに影響を与えることがある。これは冒頭で言及した通りである。

接触帯電による帯電は、粉体全体が同一の電荷を持つ訳で

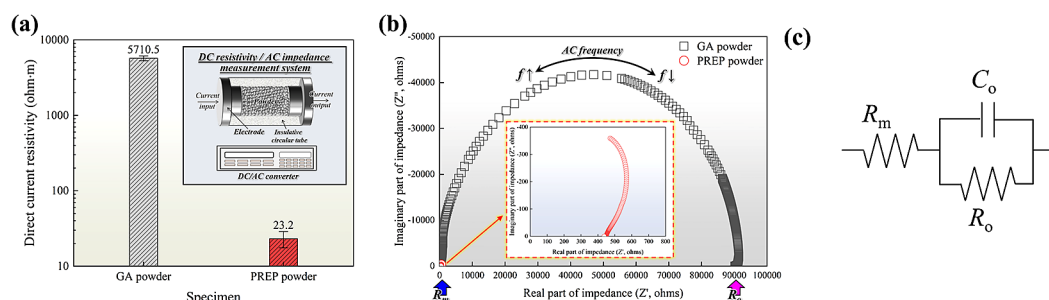


Fig. 4⁹⁾ (a) Measurement results of DC resistivity of GA and PREP powders. The DC resistivity of GA powder is $5710.5 \Omega \cdot \text{m}$, and that of PREP powder is $23.2 \Omega \cdot \text{m}$. The inset shows a schematic diagram of the DC/AC resistivity and impedance measurement system. (b) Nyquist plots of GA and PREP powders obtained from AC impedance tests. In the low-frequency region, the resistance of the metal bulk (R_m) is indicated, and in the high-frequency region, the resistance of the surface oxide film (R_o) is indicated. The GA powder shows a semicircular impedance response depending on the frequency, but this response is not observed in the PREP powder. The inset shows an enlarged view of the PREP powder. (c) Equivalent circuit model of the impedance of GA powder. This model is used to understand the electrical properties of the powder.

はなく、むしろ、粒子間の接触や摩擦によって電荷が移動し、一部の粒子が正の電荷を持ち、一部が負の電荷を持つ結果となる。この異なる電荷が粒子間の静電気力を発生させ、粉体の凝集や分散に影響を与える。このため、静電気力が粉体の凝集力の起源となりうると考えられる。

GA 粉末と PREP 粉末の表面酸化皮膜の化学組成を XPS (X 線光電子分光法) によって分析した結果については、本稿では詳細には触れないが、GA 粉末と PREP 粉末の表面酸化皮膜厚さはそれぞれ 18.9 nm および 11.4 nm であることが判明している⁹⁾。この結果は、Core と Shell の概念を考慮する上で重要である。具体的には、GA 粉末の強いインピーダンス応答は、隣接する粒子間の電荷の拡散を抑制する厚い表面酸化皮膜 (Shell) に起因する可能性が示唆される。これより、酸化皮膜が粉末の電気的特性および流動性に与える影響を理解する上で、Core と Shell の役割が重要であることが示唆される。

特に、GA 粉末の高い比抵抗と強い静電気力が、厚い表面酸化皮膜 (Shell) によるものであることを強く示唆している。酸化皮膜 (Shell) の厚さとその化学組成は、粉末全体の電気的特性や流動性、粉体凝集力に直接的に影響を与える重要な要素である。このように、Core (粉末の金属部分) の電気抵抗は酸化皮膜の影響を受けないものの、酸化皮膜 (Shell) の特性が粉末の外部特性 (表面酸化皮膜厚さや組成、表面電荷、表面粗さ) や取り扱い特性 (流動性、凝集性、帯電性、分散性) に大きな影響を及ぼす。これにより、粉末材料の電気的特性や取り扱い特性の理解が深まり、製造プロセスの最適化や製品品質の向上につながると考えられる。

次に、GA 粉末および PREP 粉末のインピーダンス応答について詳しく考察する。

2.2.2.3 インピーダンス応答の解析

a. GA 粉末のインピーダンス応答の解析

GA 粉末のインピーダンス応答は、Fig. 4 (c) に示されるように、Cole-Cole plot (コール・コールプロット) として表される。この場合、単一の RC (抵抗とキャパシタンスの並列) 回路として等価回路モデルを構築できる。表面酸化皮膜の抵抗 (R_o)、およびキャパシタンス (C_o) の並列回路から構成される。この等価回路を用いることで、GA 粉末の高い比抵抗と強い静電気力の原因を説明することができる。

具体的には、GA 粉末のインピーダンス ($Z(\omega)$) は以下の式で表される：

$$Z(\omega) = R_m + \frac{R_o}{1 + j\omega R_o C_o} \quad (1)$$

ここで R_m は金属内部抵抗、 R_o は表面酸化皮膜の抵抗、 C_o は表面酸化皮膜のキャパシタンス、 ω は角周波数 ($\omega = 2\pi f$)、 j は虚数単位である。このプロットの形状は、単一の時定数 τ を持つシステムのインピーダンス応答として取り扱うことが可能である。その理由を以下に説明する。

Fig. 4 (c) のように、抵抗 (R_o) とキャパシタンス (C_o) が並列に接続された回路において、両方のコンポーネントに同じ電圧 $V(t)$ がかかり、それぞれ異なる電流 $I_R(t)$ および $I_C(t)$ が流れ

る。キルヒホッフの法則に従うと、全電流 $I(t)$ は抵抗を通る電流 $I_R(t)$ とキャパシタを通る電流 $I_C(t)$ の和として表される：

$$I(t) = I_R(t) + I_C \quad (2)$$

ここで、

$$I_R(t) = \frac{V(t)}{R} \text{ はオームの法則に従う抵抗を通る電流、}$$

$$I_C(t) = C \frac{dV(t)}{dt} \text{ はキャパシタを通る電流である。}$$

したがって、全電流 $I(t)$ は次のように表される：

$$I(t) = \frac{V(t)}{R} + C \frac{dV(t)}{dt} \quad (3)$$

この微分方程式を解くことで、並列 RC 回路における電圧応答 $V(t)$ を以下のように求めることができる。

$$V(t) = (V_0 - I_0 R) e^{-\frac{t}{R_o C_o}} + I_0 R \quad (4)$$

この解は、時間 t に対する電圧の指数関数的な変化を示しており、初期電圧 V_0 および定常電流 I_0 に依存している。

ここで、指数関数的な減衰を示す項 (4 式の右辺第 1 項) を考慮すると、並列 RC 回路における時定数 τ は次のように定義される：

$$\tau = R_o C_o \quad (5)$$

これは、回路の抵抗 R とキャパシタンス C の積であり、回路の応答速度を決定するパラメータである。時定数 τ は、回路が電圧変化にどのくらいの速さで応答するかを示す指標であり、指数関数的な応答の特徴を表す。

GA 粉末の高い比抵抗と強い静電気力は、厚い酸化皮膜によるものである。この酸化皮膜は電気的に絶縁体であり、電荷の移動を防ぐため、粉末は電気的に絶縁体として振る舞う。これにより、粉末は静電気を蓄積しやすくなり、粉体の凝集性が高まる。

以上、説明したように、GA 粉末のインピーダンス特性がコール・コールプロットであらわすことができるということは、粉末表面の酸化皮膜が、電気的に絶縁体であることを前提として成り立つものであり、インピーダンス応答を解析することで得られる GA 粉末の具体的な粉末特性を以下のようにまとめることができる。

a.1 高い抵抗とキャパシタンス：

GA 粉末の抵抗 (R_o) とキャパシタンス (C_o) は、それぞれ 90152.7 Ω と 36.4 pF である。この高い抵抗値とキャパシタンス値は、粉末が金属であるにも関わらず、電気的に絶縁性の高い材料であることを示している。金属粉末は、表面酸化皮膜が絶縁体であれば、その粉末は電気的に絶縁体として振る舞う。

a.2 酸化皮膜の厚さ：

GA 粉末の酸化皮膜の厚さは 18.9 nm であり、これが電荷の移動を抑制し、高いキャパシタンスを生み出す要因となっている。この酸化皮膜が電気的に絶縁体であるため、電荷が皮膜を通過することなく表面に蓄積される。

a.3 電荷の蓄積と時定数（放散時間）：

電荷の放散時間が長い (3.28×10^{-6} s) ことは、表面の酸化皮膜が電氣的に絶縁体であり、電荷が簡単に移動しないことに対応する。

以上を総合的に考察すると、GA 粉末の粉体は静電気を蓄積する能力があると言える。高いキャパシタンス、大きな時定数 τ （長い電荷放散時間）、および表面酸化皮膜の絶縁性が、この静電気蓄積能力を裏付けしている。したがって、GA 粉末は静電気を蓄積し、これは粉末の高い凝集力を引き起こす主要な要因となると考えられる。

b. PREP 粉末のインピーダンス応答

粉末表面特性によっては、複数の時定数 τ や他の要因が関与するため、インピーダンス応答が半円形から大きく異なる場合がある。PREP 粉末の場合がこれに当てはまり、Fig. 4 (b) の挿入図に示されるインピーダンス応答のように、半円から大きく逸脱し、その Nyquist plot（ナイキストプロット）は厳密にはコール・コールプロットでは描けず、Fig. 4 (c) に示される単一の抵抗とキャパシタンスの並列回路として等価回路モデルを構築することができない。したがって、PREP 粉末のインピーダンス応答は、異なるメカニズムや複雑な挙動が関与していると考えられる。これは、次のような理由で説明できる。

b.1 表面酸化皮膜の薄さと金属的特性：

PREP 粉末の表面酸化皮膜が薄く、キャパシタンスが小さいため、酸化皮膜は電氣的に金属的な性質を持つ。さらに、インピーダンス応答は主に抵抗成分によって支配される。結果として、ナイキストプロットは単純な半円形を描かず、低いインピーダンス値を示す。

b.2 複数の時定数の存在：

キャパシタンスが小さいため、インピーダンス応答において複数の時定数の影響を受けることになる。このため、ナイキストプロット（インピーダンスプロット）が複雑な形状を示す。

以上、これまでの分析から、GA 粉末と PREP 粉末の電気的特性がそれぞれの粉末の静電気蓄積能力や凝集力に与える影響を理解した。次章では、これらの電気的特性がパウダーベッドの流動性にどのように影響を与えるかを詳細に考察する。特に、リコートプロセス中の粉末の流動挙動と、その最適化に向けた知見を得るための実験結果を紹介する。

3 パウダーベッドのリコート性に対する粉末電気的特性の関係

GA 粉末と PREP 粉末の電気的特性に関する詳細な分析は、これらの粉末の静電気蓄積能力や表面酸化皮膜の影響を明らかにした。特に、GA 粉末は高い比抵抗とキャパシタンスを示し、これが静電気蓄積能力を高め、粉末の凝集力を強化する要因となっていると推察できる。一方、PREP 粉末は薄い酸化皮膜と低キャパシタンスを持ち、電氣的にはより金属的な特性を示すと考えられる。

これらの電気的特性は、パウダーベッドでの粉末の流動性に直接的な影響を与える。GA 粉末の高い凝集力は、粉末の均一な広がり性（リコート性）を妨げ、流動性を低下させる可能性がある。逆に、PREP 粉末はより良好な流動性を示すことが予想される。

本章では、これらの電気的特性がパウダーベッドの流動性に与える影響について詳しく考察する。具体的には、粉末のリコート性、凝集挙動、および流動性の測定結果を示し、それぞれの粉末がどのようにパウダーベッド中で挙動するかを解析する。これにより、粉末の電気的特性が実際のパウダーベッドリコートプロセスにおいてどのように影響を及ぼすかを明らかにする。

3.1 パウダーリコートプロセスのその場観察—PIV（粒子画像流速測定）法の適用

パウダーベッド形成プロセス（リコートプロセス）での粉末流動挙動を可視化することにより、均一なパウダーベッド形成に必要な粉末特性を明確化することができる。本節は、リコートプロセスを可視化する方法とその結果について紹介する。

3.1.1 リコートプロセスの可視化装置

Fig. 5 は、PIV を用いてパウダーリコートプロセスを可視化するために開発したパウダーリコート装置 (Fig. 5 (a))⁹⁾ とその場観察のために開発された粒子画像流速計測 (Particle Image Velocimetry; PIV) システムの模式図を (Fig. 5 (b))⁹⁾ 示している。Fig. 5 (a) に示すパウダーリコート装置はステンレス鋼製のブレード (Spreading blade)、基板 (Base plate)、粉末供給システムなどで構成されている。基板の両側は、リコートプロセス中の粉末の流れを観察するためにフレキシブルガラス (Flexible glass) で密閉し、基板とフレキシブルガラスの隙間からリコート中の粉末が漏れ出さないようにしている。ステンレス鋼ブレードと基板のギャップ高さ（ブレー

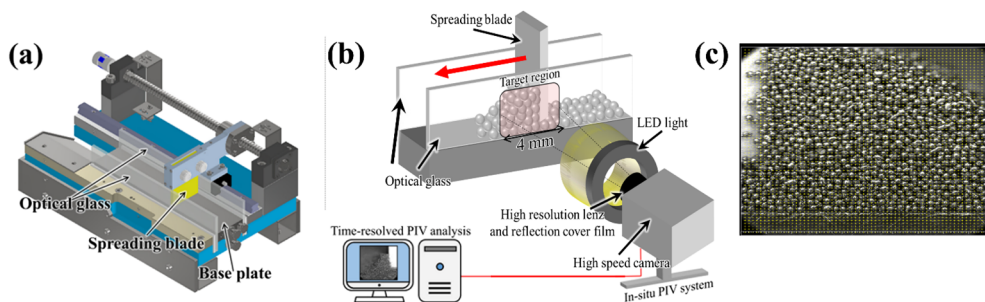


Fig. 5⁹⁾ (a) Schematic diagram of the powder recoating experimental apparatus and (b) the Particle Image Velocimetry (PIV) system for in-situ observation. (c) Example of high-resolution image division into 1024×1024 pixels.

ド高さ)の調整は、 $300\text{ }\mu\text{m}$ (これは標準のPBF-AMプロセスの有効層厚さに対応している)の標準試料を用いて校正している。粉末 (20 g) は、漏斗を使用してリコートブレードの前に投入し、GA粉末およびPREP粉末を用いて 50 mm/s のブレード送り速度でリコート実験を行っている。

パウダーリコート実験のその場観察は、特別に設計された粒子画像流速計測 (Particle Image Velocimetry: PIV) システムを使用して行っている (Fig. 3b)⁹⁾。PIVは、対象観察領域内の流体の速度と変位を効果的に計算する飛行時間計測技術の一種である¹⁰⁾。高速度カメラ (Phantom T4040, Vision Research Inc., USA) と複数の発光ダイオードシステムを用いて、マイクロ秒スケールで粒子の動きを観察できる。高焦点解像度レンズと内蔵ライトを使用して、パウダーリコートプロセスの微小動態を観察した。記録する高解像度画像を 1024×1024 ピクセルに分割し、粒子の速度と変位を各時間ステップで計算するためのインタロゲーションウィンドウ (Interrogation Window) 領域を選択した。ここで、インタロゲーションウィンドウ (Interrogation Window) とは、PIVにおいて、流体中の粒子の動きを解析するために画像を小さなサブセットに分割する領域のことである (一例をFig. 5 (c)に示す)。このウィンドウ内で粒子の移動を追跡し、速度ベクトルを計算することで、各時間ステップでの粒子の速度と変位を計算することが可能になる。標準FFTクロスコレーションを使用して、Koncerto IIソフトウェア (Seika Digital Image Corp., Japan) を用いて各インタロゲーションウィンドウの相関面を取得した。各インタロゲーションウィンドウで検出されたピークデータを使用して、粒子の変位と速度を校正した。PIV解析の詳細なアルゴリズムについては、参考文献 (11) に詳細が説明されている。

データ解析は、高速度カメラで撮影された画像とPIV解析を組み合わせ、粉末の速度と変位を詳細に解析した。ブレードの高さやリコート速度などの実験条件を正確に制御することで、信頼性の高いデータを取得することができる。このシステムにより、粉末の流動性、リコートメカニズム、パウダーベッドの品質など、PBF-AMプロセスにおける重要な要素を詳細に研究することが可能となる。

3.1.2 PIVによるリコートプロセスにおける粉末流動速度分布の可視化

Fig. 6⁹⁾は、Fig. 3に示したGA粉末を用いたリコートプロセスの、高速度カメラ画像 (スナップショット) とPIV解析による速度分布を可視化したものである。GA粉末の山 (パウダーパイル) は時間ステップに応じて前部 (Fig. 6 (a): 80 ms)、中央部 (Fig. 6 (b): 160 ms)、および末端部 (Fig. 6 (c): 240 ms) の3つの部分に分けて観察した。これらの画像は、粉末がブレードによって押し出され、広がる様子を示しており、時間が経過するにつれて、粉末が前進し、ブレードの影響を受けて広がる様子が見られる。Fig. 6 (d)は前部 (時間ステップ 80 ms)、Fig. 6 (e)は中央部 (160 ms)、Fig. 6 (f)は末端部 (240 ms) でのPIV解析による速度分布を示している。Fig. 6 (e)内にある青色の矢印はパウダーパイル中の速度が減少する方向を示しており、パウダーパイルの上層から下層になるにつれて粉末の速度は減速することが分かる。青色 (A1領域: 低速度領域) は、速度が最も低い領域を示しており、粒子がほとんど動いていないか、非常に低速で動いていることを示す。緑色 (A2領域: 中速度領域) は中間速度の領域を示している。粉末粒子が適度な速度で動いていることを示す。赤色 (A3領域: 高速度領域) の領域は速度が最も高い領域を示しており、粉末粒子が非常に速く動いているこ

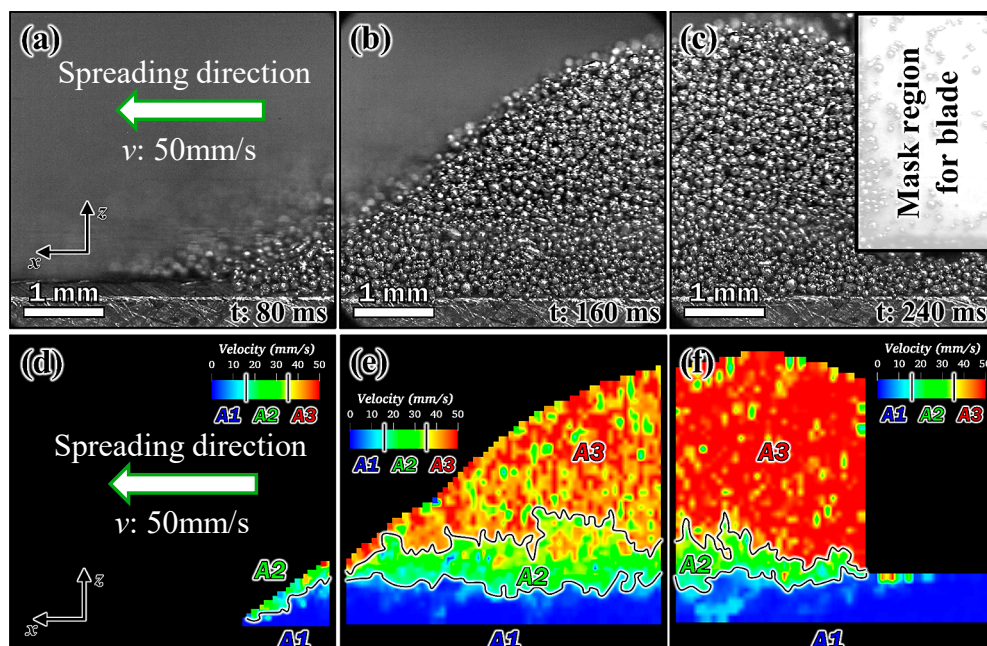


Fig. 6⁹⁾ High-speed camera images of GA powder during the recoating process at different time steps: (a) 80 ms , (b) 160 ms , and (c) 240 ms . Velocity distributions calculated by PIV analysis at different time steps: (d) 80 ms , (e) 160 ms , and (f) 240 ms . (Blue arrows indicate the direction of velocity reduction in the powder pile).

とを示している。また、各図には速度スケールが付してあり、速度の範囲が色で表現されている。例えば、Fig. 6 (e) のスケールでは、青色は 0-10 mm/s、緑色は 20-30 mm/s、赤色は 40-50 mm/s の速度範囲を示している。

パウダーパイルの前部 (Fig. 6 (d) : 時間ステップ 80 ms) に示すリコート初期段階では、粒子の速度が低く、青色と緑色の領域が広がっていることが分かる。低速度領域 (A1 として示される) が底部で確認され、中速度領域 (A2 として示される) が斜面で観察される。パウダーパイルの中央部 (Fig. 6 (e) : 時間ステップ 160 ms) では、粉末が広がり、速度が増加して、緑色と赤色の領域が広がっている。これにより、粒子がブレードに押し出されることで加速される様子がわかる。ブレードによって供給された運動エネルギーのために上部で高速度領域 (A3 として示される) が観察されるが、パウダーパイルの高さが減少するにつれて粒子速度は A2 および A1 に減速している。パウダーパイルの末端部 (Fig. 6 (f) : 時間ステップ 240 ms) では、広がりがさらに進み、粒子の速度が速くなり、上部で赤色の A3 領域が最も広がり、設定された層厚 (約 300 μm) に沿って A2 領域が観察されることが分かる。これにより、粒子が広範囲にわたって高速度で動いていることが分かる。この結果は、粒子内の運動エネルギー供給が層厚より低い約 300 μm の高さに急速に緩和して、主に A2 領域において隣接する粒子との複数の相互作用を通じて運動エネルギーが減少することを示している。

以上のように、これらの色分布は、パウダーパイルのリコートプロセス中の粒子速度の変化を色の変化によって表すことが可能となり、その結果分かったことは、ブレード前面領域にあるパウダーパイル (A3 領域) はブレードの移動速度 (この場合は 50 mm/s) と同じ速度で移動しているという

ことである。つまり、ブレードに固定した座標系で考えると、A3 領域の粉末はブレードに対しては動いていないことを意味している。このことから、ブレードによって効率的に押し出されているためとも考えられるが、同じ速度で動く理由として、A3 領域の粉体には、粉末間に何らかの固着力や凝集力が働いている可能性も考えられる。これらの力が粉末間の結束を強化し、一体となって動くことを助けているとも考えられる。この点をさらに調査することで、新たな知見が得られる可能性がある。

3.1.3 PIV によるリコートプロセスにおける粉末流動の粉末速度ベクトルの可視化

Fig. 7⁹⁾ は、Fig. 6 で示した GA 粉末のリコートプロセスにおける時間ステップごとの粉末粒子の速度分布を速度ベクトルとして示したものである。矢印 ($\rightarrow$) は粉末粒子の速度ベクトルを示し、速度の大きさは色で表している (矢印の長さには対応していない)。

Fig. 7 (a) は 80 ms での粉末粒子速度ベクトルを示し、前部では粒子が傾斜方向に整列し、底部ではランダムに分布している。A1 領域では、粒子がブレードの進行方向と逆の $-x$ 方向に整列している。Fig. 7 (b) は 160 ms での粒子速度ベクトルを示し、中央部の上部では粒子が高速度で x 方向に整列し、A2 領域では粒子の速度分布がカオスな状態を示している。Fig. 7 (c) は 240 ms での粒子速度ベクトルを示し、A1 領域では $-x$ 方向に整列し、A2 領域では回転状態が見られる。

Fig. 7 (d) から (f) は Fast Lagrangian Approach (高速ラグランジュ法)¹²⁾ を用いた修正後の粒子速度ベクトルを示している。高速ラグランジュ法は、粒子の動きを高精度に解析し、視覚化する場合に用いられる。粒子追跡のための計算技術であり、特に高勾配の流れを研究するために用いられる。

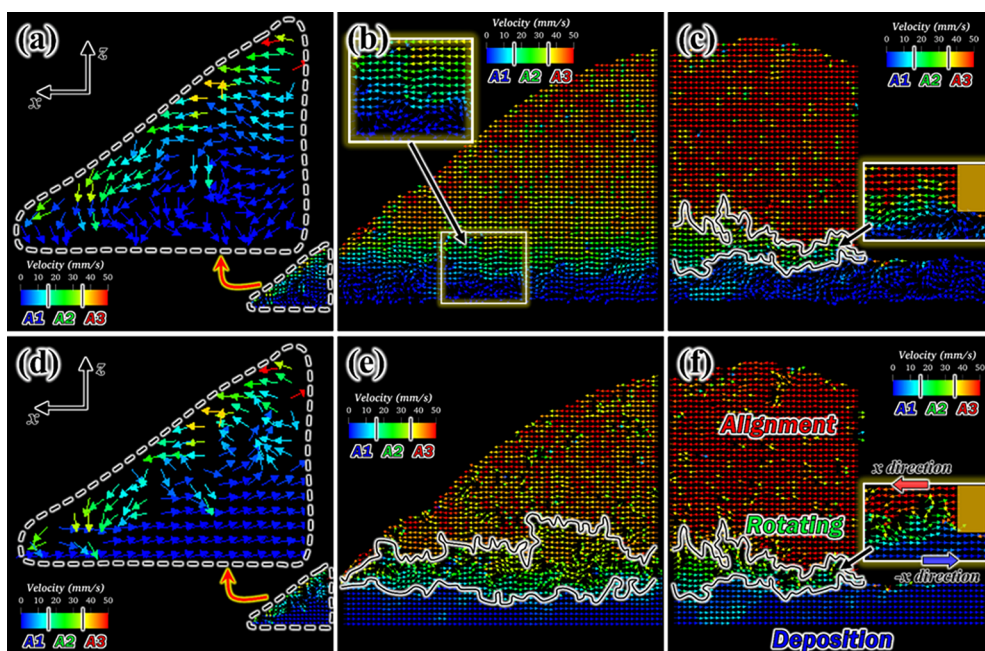


Fig. 7⁹⁾ Particle velocity vectors of the GA powder pile obtained by PIV analysis at different time steps: (a) 80 ms, (b) 160 ms, and (c) 240 ms. Particle velocity vectors corrected using the fast Lagrangian method at different time steps: (d) 80 ms, (e) 160 ms, and (f) 240 ms.

Fig. 7 (d) は逆方向に整列した粒子の動きを示し, Fig. 7 (e) は中間部のカオス的な分布を示し, Fig. 7 (f) は上部の粒子 (A3 領域) が x 方向に整列 (Alignment) し, 中間部 (A2 領域) が回転状態 (Rotating), 下部 (A1 領域) が堆積状態 (Deposition) を示している. このように, パウダーパイルの流動はベースプレートからブレード高さ ($300\text{ }\mu\text{m}$) 以上に位置するパウダーパイルの領域 (A3 領域) の粉体のほとんどがブレードと同じ速度 (この場合は 50 mm/s) と方向に整列し移動していることが明確になった.

これらの結果から, 粉末粒子の流動メカニズムは以下のように分類される. A1 領域: 堆積 (Deposition), A2 領域: 回転 (Rotating), A3 領域: 整列 (Alignment) に分類される. これにより, リコートプロセス中の粉末の動態を詳細に理解することができる.

高速ラグランジュ法を用いることで, 粒子の角変位を捉え, 動きを詳細にモデル化できる. この方法により, 粉末の

流動特性がより正確に理解される. Fig. 7 の分析結果は, リコートプロセスの最適化や粉末床の品質向上に重要な知見を提供する. Fig. 7 は, GA 粉末のリコートプロセス中の粒子変位を詳細に示しており, PIV 解析と高速ラグランジュ法を組み合わせることで, 異なる流動メカニズムが存在していることが明らかになった.

3.1.4 GA 粉末と PREP 粉末のリコートプロセスにおける粉末流動機構の比較解析

Fig. 8 は, GA 粉末と PREP 粉末のリコートプロセスにおける粉末流動機構の違いを示している. 各時間ステップ (0 s , 25 ms , 50 ms) での速度分布と高速ラグランジュ法を用いて修正された粒子速度ベクトルを比較している.

Fig. 8 (a) と Fig. 6 (g) は 0 s での速度分布を示している. GA 粉末 (Fig. 8 (a)) は斜面に沿って整列 (Alignment) し, ブレード高さより上層のパウダーパイルが高速度 (A3 領域) である. PREP 粉末 (Fig. 8 (g)) は斜面上部で整列 (Alignment)

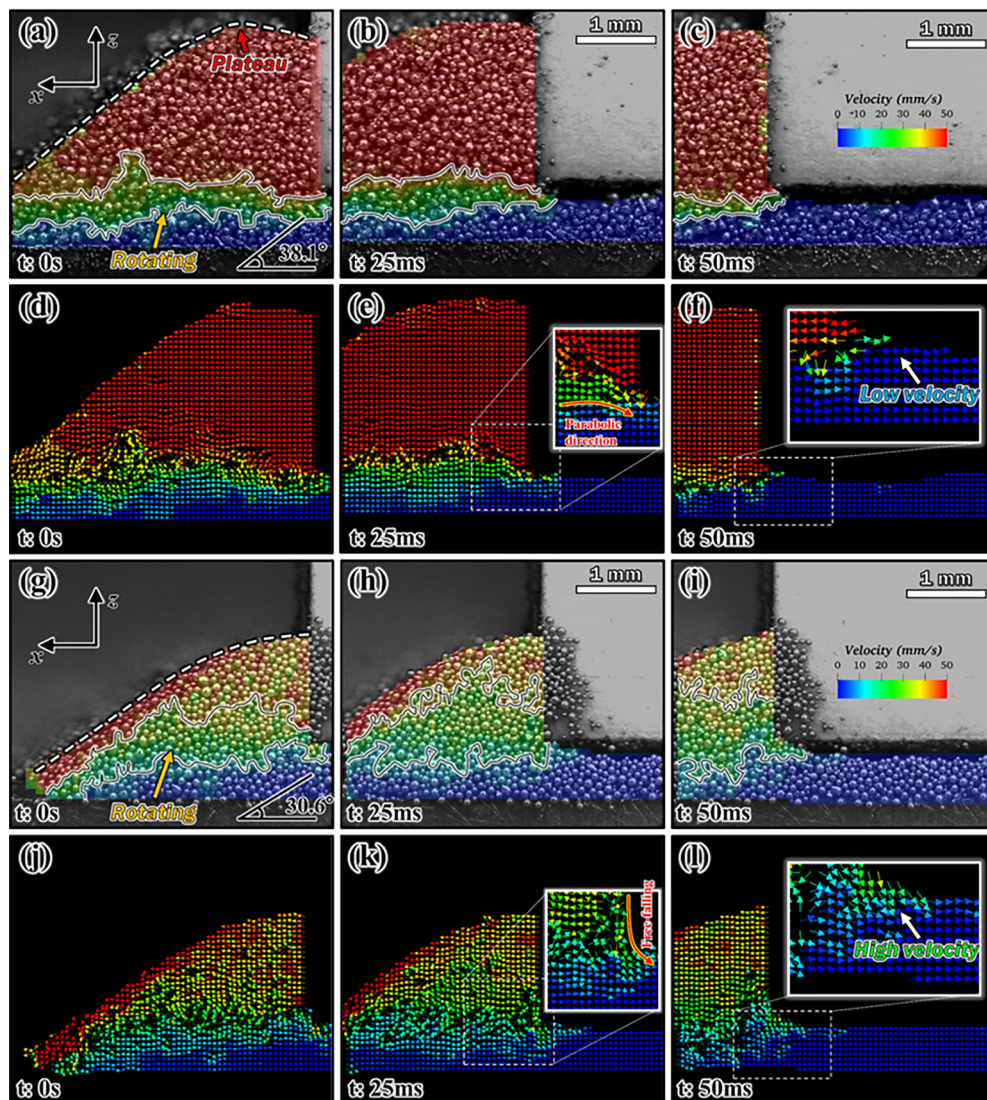


Fig. 8⁹⁾ Snapshots of velocity distributions of GA powder and PREP powder at different time steps. (a)-(f) show snapshots of GA powder. (g)-(l) show snapshots of PREP powder: (a) and (g) 0 s , (b) and (h) 25 ms , (c) and (i) 50 ms . Velocity vectors obtained using the fast Lagrangian method for GA powder and PREP powder at different time steps: (d) and (j) 0 s , (e) and (k) 25 ms , (f) and (l) 50 ms .

しているが、速度は中程度である。Fig. 8 (b) と Fig. 8 (h) は 25 ms での速度分布を示している。GA 粉末 (Fig. 8 (b)) は高速度で整列 (Alignment) しているが、PREP 粉末 (Fig. 8 (h)) は中速度で広がっている。Fig. 8 (c) と Fig. 8 (i) は 50 ms での速度分布を示しており、GA 粉末 (Fig. 8 (c)) はプレート高さより下層で低速度の堆積 (Deposition) が見られるが、PREP 粉末 (Fig. 8 (i)) は斜面上部から下部にかけて速度が連続的に減少している。

Fig. 8 (d) と Fig. 8 (j) は 0 s での Fast Lagrangian 法を用いた修正後の粒子速度ベクトルを示している。GA 粉末 (Fig. 8 (d)) は主に x 方向に整列 (Alignment) し、高速度である。PREP 粉末 (Fig. 8 (j)) は粒子速度ベクトルが広範囲に分布している。Fig. 8 (e) と Fig. 8 (k) は 25 ms での修正後の粒子速度ベクトルを示している。GA 粉末 (Fig. 8 (e)) は高速度で整列 (Alignment) し続けており、PREP 粉末 (Fig. 8 (k)) は中速度で回転 (Rotating) し、自由落下する粒子が観察される。Fig. 8 (f) と Fig. 8 (l) は 50 ms での修正後の粒子速度ベクトルを示しており、25 ms の時と同様の流動機構を示している。

GA 粉末は、整列 (Alignment) 領域 (A3 領域) が高速度で広がり、斜面上部にプラトー (Plateau) 状の粒子配置が見られる。粒子は主に x 方向に整列し、凝集力が高いため集合して動く傾向がある。堆積 (Deposition) 領域 (A1 領域) では、速度が低下し、主に -x 方向に整列する。一方、PREP 粉末は中速度で回転 (Rotating) しながらかかり、斜面上部から下層に向かって自由落下する粒子が観察される。粉末粒子はランダムに独立して動く傾向があり、堆積 (Deposition) 領域 (A1 領域) でも広がり続ける。

以上のように、Fig. 8⁹⁾ は、GA 粉末と PREP 粉末のリコートプロセス中の流動機構の違いを明確に示している。GA 粉末は整列 (Alignment) と凝集が特徴であり、PREP 粉末は回転 (Rotating) と独立した粒子移動が特徴である。この違いは、粉末の物理的特性や表面特性、特に表面酸化皮膜の厚さや構造に起因している。GA 粉末の厚い酸化皮膜と高い比抵抗は、粒子間の電荷の移動を抑制し、強い静電気力を発生させる結果、粒子が一体となって整列しやすくなる。一方、PREP 粉末の薄い酸化皮膜と低い比抵抗は、粒子間の電荷移動を許容しやすく、粒子が個々に独立して動くことを可能にする。

これらの知見は、リコートプロセスの最適化やパウダーベッドの品質向上において重要である。具体的には、粉末の流動性を向上させるために、粉末の表面処理や酸化皮膜の厚さを調整することが有効であることが示唆される。また、粉末の電気的特性を制御することで、静電気力による凝集を防ぎ、均一なパウダーベッドの形成を促進することができる。

これらの点をさらに詳細に調査することで、リコートプロセスの効率向上や製品品質の安定化に寄与する新たな手法を開発する可能性がある。

3.2 GA 粉末と PREP 粉末のリコート実験—パウダーベッドの均質性比較

3.2.1 リコート実験の目的とパウダーベッドの高さプロファイル

次に、これらの粉末流動機構の違いがパウダーベッドの品質にどのような影響を与えるかを調べた結果を述べる。Fig. 9⁹⁾ は、GA 粉末と PREP 粉末を用いたリコート実験によって形成されたパウダーベッドのスナップショットと対応する高さプロファイルを示している。これにより、各粉末の堆積特性とパウダーベッドの均質性を比較し、リコートプロセスの効果を明らかにする。Fig. 9 (a) と Fig. 9 (b) は、それぞれ GA 粉末と PREP 粉末を用いたリコート実験によって形成されたパウダーベッドのスナップショットを示している。Fig. 9 (c) と Fig. 9 (d) は対応するパウダーベッドの高さ (厚さ) プロファイルを示しており、GA 粉末 (Fig. 9 (c)) では厚さが不規則に変動し、ベースプレート表面が露出している、すなわち粉末が敷かれていない領域が不均一に存在する。その時の表面粗さ (Sa) は 22.3 μm である。一方、PREP 粉末 (Fig. 9 (d)) ではパウダーベッドの厚さは均一であり、全体的に粉末が敷かれていない領域は見当たらず、表面粗さ (Sa) は 18.1 μm と GA 粉末より低い値である。

3.2.2 パウダーベッドの充填密度、供給特性と粒子速度の影響

PREP 粉末のパウダーベッドの充填密度は 48.5% であり、GA 粉末のパウダーベッドの 43.8% よりも高い。この違いは、PREP 粉末の方が自由落下による粒子供給が高速度で行われ、均一な粒子供給が可能であることに起因している。また、GA 粉末のパウダーベッドでは高さの不規則な変動と高い表面粗さが観察され、粉末の堆積が均一ではないのに対し、PREP 粉末のパウダーベッドでは均一な高さ変動と低い表面粗さが観察され、均一な粉末堆積が行われていることが示されている。

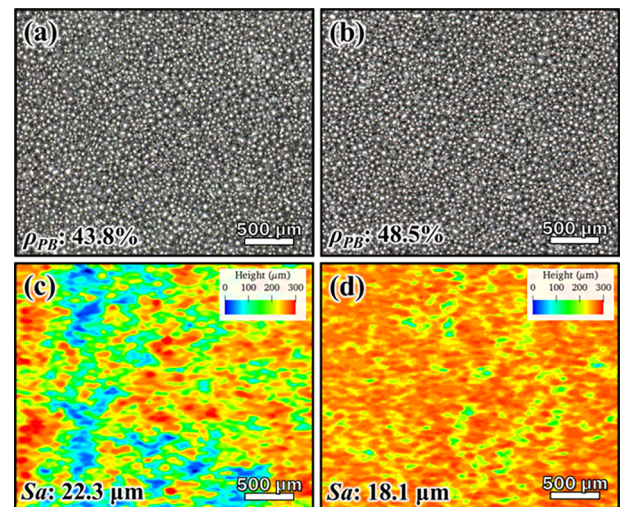


Fig. 9⁹⁾ Snapshots of the powder bed surface after the recoating experiment using the powder recoating experimental apparatus shown in Figure 5: (a) GA powder, (b) PREP powder. Corresponding height profiles: (c) GA powder, (d) PREP powder.

3.2.3 ギャップ領域での粒子速度とパウダーベッドの品質

さらに、Fig. 8の結果と一致するように、PREP粉末はギャップ領域での速度がGA粉末よりも高く、自由落下する粒子がパウダーベッドの品質に与える影響が確認された。この結果は、ギャップ領域を通過した後のPREP粉末の粒子が持つ残留運動エネルギーが少ないため、パウダーベッドの品質に大きな悪影響を与えないことを示している。具体的には、PREP粉末は速い速度で均一に供給されるため、粒子が滑らかに堆積し、結果として均一で平坦なパウダーベッドを形成する。一方、GA粉末では、粒子の速度が低いものの、供給時の乱流や相互作用により、粒子間の衝突が多く発生しやすく、不規則な高さ変動や高い表面粗さが生じる。

3.2.4 粉末供給メカニズムの比較とパウダーベッド品質への影響

Fig. 9は、GA粉末とPREP粉末の堆積プロセスにおける粉末供給と堆積の違いを明確に示しており、PREP粉末は均一な高さ変動と高い充填密度を持ち、GA粉末は不規則な高さ変動と低い充填密度を示している。これにより、粉末のギャップ領域への供給メカニズムがパウダーベッドの品質に与える影響が理解される。具体的には、PREP粉末の方が粒子供給速度が高く、均一な粒子供給が可能であるため、均一で平坦なパウダーベッドを形成することができる。一方、GA粉末は供給時に乱流や粒子間の衝突が多く発生し、不規則な高さ変動や表面粗さが増加するため、パウダーベッドの品質が低下する。

以上の結果より、金属粉末の直流および交流の電気抵抗測定を行うことにより、金属粉末の静電気蓄積能力を示す表面酸化皮膜の抵抗成分とキャパシタンス成分の評価が可能である。この抵抗成分とキャパシタンス成分の積で得られる時定数 τ の値は、粉体の流動性およびパウダーベッドのリコート性を評価するための指標となり得る。

4 粉末表面酸化皮膜の電気的特性と熱的安定性 —力学的ひずみ導入の効果

PBF-EBM (Powder Bed Fusion - Electron Beam Melting) では、パウダーベッドの溶融プロセスの前にパウダーベッドの予備加熱を行う。これは、電子ビーム (EB) を加熱されていないパウダーベッドに照射すると、粉末が溶融する前に飛散して煙状に舞い上がり (これを「スモーク」と呼んでいる)、パウダーベッドが消失して正常な造形ができなくなるためである。このスモーク発生の原因は、金属粉末粒子の表面酸化皮膜 (Shell) の電気的性質が絶縁体的であり、キャパシタンスとしてEB照射による電荷を蓄積する結果、負の電荷を蓄積した個々の粉末粒子がその自重を上回るクーロン斥力の発生によって、粉末が飛散する現象である。粉末を高温に保持することで電気抵抗が低下し、キャパシタンスが消失するため、高温では電子ビームを照射してもスモークが発生せず、粉末を溶融することが可能となる。これが、PBF-EBMのプロセスではパウダーベッドの予熱が必ず必要とされる理由である。

しかし、表面酸化皮膜 (Shell) を絶縁体から金属的に遷移させることで、パウダーベッドは電荷を蓄積しなくなるため、予熱しなくてもスモークが発生せず溶融することが可能になる^{3,4,7)}。スモークの発生は、粉末の表面酸化皮膜の時定数 τ が大きいほど発生しやすい (スモーク感受性が高くなる)。この関係は粉体の流動性にも同様であり、上述したように、表面酸化皮膜が大きな時定数 τ を有する粉末ほど流動性が悪いことがわかっている。スモーク発生の回避も流動性の改善も、粉末の電気的特性に関連しており、時定数 τ を減少させる粉末処理によって実現できる。

この粉末の表面酸化皮膜の絶縁体—金属遷移は、粉末の表面酸化皮膜に力学的な刺激 (具体的には、ボールミル処理) を与えることで簡単に引き起こすことができる³⁾。これは、表面酸化皮膜層に力学的ひずみを与えることで電子間相互作用により絶縁体が金属に変わる Mott 転移¹³⁾ による可能性がある。または、酸化皮膜層に酸素欠損が発生することによる伝導性の回復などが考えられる。このようなボールミル効果は、粉末の流動性を高める効果を発揮することも明らかにされている^{6,7)}。

本章では、粉末の表面酸化皮膜の特性とそれに関連する物理的および化学的变化を包括的に理解するため、一例として、インコネル 718 合金粉末の室温から高温における直流および交流の電気抵抗の変化を調べる。また、ボールミル処理を施すことによる力学的ひずみが粉末の電気的特性に与える影響についても詳しく探る。これにより、粉末の表面酸化皮膜の特性が粉末の流動性やリコート性に与える影響を明確にし、PBF-E(L)BM プロセスの効率向上に寄与するための知見を得る。

4.1 粉末の直流抵抗の温度依存性とボールミル処理効果³⁾

4.1.1 未使用粉末の直流電気比抵抗

金属粉末の静電気蓄積は粉体の凝集力を高め、粉末の流動性やリコート性能を劣化させる⁹⁾。したがって、表面酸化皮膜の電気的特性を把握することは粉末の流動性を予測する上で重要である。

Fig. 10は、インコネル 718 合金の未使用および大気中で行ったボールミル処理 (10, 30, および 60 min) した PA 粉末の直流 (DC) 電気比抵抗が、室温と 800°C の間の加熱および冷却中にどのように変化するかを示している³⁾。室温で

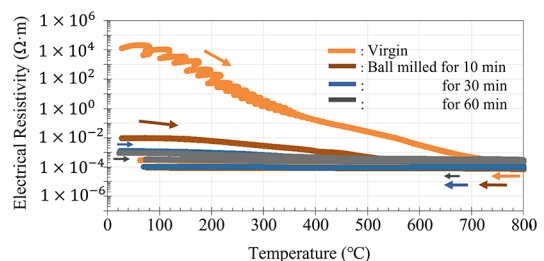


Fig. 10³⁾ Changes in the DC electrical resistivity of virgin and ball-milled (10, 30, and 60 minutes) Inconel 718 PA powder during heating (→) and cooling (←) between room temperature (23°C) and 800°C.

は、未使用粉末の電気比抵抗は高く、絶縁体（誘電体）の電気比抵抗に匹敵する。この高い電気比抵抗は、表面酸化皮膜（Shell）を介した隣接する粉末粒子間の間接的な接触に起因する。温度が上昇するにつれて、未使用粉末の電気比抵抗は低下し、 $10^{-4} \Omega \cdot m$ のオーダーに収束する。この比抵抗値は金属的な電気伝導に相当し、粉末の電気伝導は、絶縁体（半導体）から金属に転移することを示唆する。酸化物（絶縁体）の電気比抵抗は加熱すると減少するが、金属の電気比抵抗は反対に増加する。したがって、未使用粉末の電気比抵抗の温度依存性は、主に金属粉末粒子のバルク特性ではなく、表面酸化皮膜（Shell）の特性に起因するものと考えられる。しかし、 800°C で1時間保持した後、 800°C から室温まで冷却すると、未使用粉末の比抵抗はわずかに増加するだけで、室温に戻った後も依然として $10^{-4} \Omega \cdot m$ のオーダーにとどまる。この値は、加熱前の未使用粉末よりも8桁低いものであり、加熱曲線と冷却曲線には大きなヒステリシスが見られる。これは、表面酸化皮膜（Shell）の熱的安定性が低く、加熱により不安定化（皮膜の酸素のバルク金属側への拡散）し、絶縁体から金属的な電気伝導特性へと変化することを示している。

4.1.2 ボールミル処理粉末の直流電気比抵抗

一方、ボールミル処理（10 min）を施した粉末の室温での直流電気比抵抗は、加熱前の未使用粉末のそれよりも6桁低い。30 min および 60 min のボールミル処理を施した粉末では、室温の比抵抗はさらに7桁低下し、 $10^{-3} \Omega \cdot m$ のオーダーになる。ボールミル処理後の表面酸化皮膜は、大気中で行ったボールミル処理によってむしろ厚さが増しており、XPS 分析結果³⁾からも表面酸化皮膜の厚さが増加していることが示されている。したがって、この大幅な比抵抗の低下は、ボールミル処理によって粉末表面の酸化皮膜が剥離して金属地肌が露出し、粉末間の電気伝導が直接金属-金属の接触により起こるためではない。ボールミル処理後も変わらず粉末の表面酸化皮膜（Shell）は安定に存在している。このことより、ボールミル処理によって粉末の金属部分（Core）と表面酸化皮膜（Shell）に塑性ひずみが導入され、これにより表面酸化皮膜（Shell）の電気的特性が絶縁体から金属に転移したためであると推察される。

4.1.3 絶縁体-金属転移（Mott 転移）¹³⁾

インコネル 718 合金粉末の表面酸化皮膜の主成分は Cr_2O_3 であり³⁾、Cr のような 3d 遷移金属の酸化物は電子間相互作用が強いので、電気的には絶縁体（Mott 絶縁体）¹³⁾ となる。しかし、ボールミル処理による非対称性の格子ひずみの導入により、表面酸化皮膜の電子の移動度が増加し、金属的な電気伝導に回復する絶縁体-金属転移（Mott 転移）¹³⁻¹⁵⁾ が起きると考えられる。

これらの実験結果から、粉末のボールミル処理は表面酸化皮膜（Shell）の電気的特性を絶縁体（Mott 絶縁体）から金属に転移させる方法として簡便かつ効果的な粉末の表面処理法として有効である。

4.2 合金粉末の交流インピーダンスの温度依存性とボールミル効果³⁾

4.2.1 インコネル 718 合金 PA 粉末の交流インピーダンス測定結果

Fig. 11 は、Fig. 10 と同じインコネル 718 合金 PA 粉末の、室温（RT）、 50°C 、 100°C 、 200°C から 100°C 間隔で 800°C までの温度での交流インピーダンス測定結果（ナイキストプロット）を示したものである³⁾。室温から 200°C までは半円状のコール・コールプロットが得られることが分かる。これは Fig. 4 (b) に示される SUS304 の GA 粉末と同様の結果であることから、式 (1) を用いた解析を行うことで、インコネル 718 合金 PA 粉末の表面酸化皮膜（Shell）の電気的特性として、キャパシタンス：251 pF、抵抗：113,000 Ω 、時定数 τ ： 28.4×10^{-6} s を求めることができる。また、測定温度が 300°C 以上になると Fig. 10 (b) に示されるように、ナイキストプロットは昇温と共にキャパシタンス成分と抵抗成分は小さくなり原点に向かって収束する。Fig. 9 の直流抵抗の温度依存性と同様に、交流インピーダンス測定結果からもインコネル 718 合金粉末は温度上昇とともに電気的特性は絶縁体から金属に遷移することが分かる。

4.2.2 ボールミル処理粉末のナイキストプロット

一方、ボールミル処理（10 min, 30 min, および 60 min）した粉末のナイキストプロットを Fig. 12 に示す。すべてのボールミル処理粉末について、ナイキストプロットは縦軸の原点の下に表示されている。これは、容量性リアクタンス成分（キャパシタンス）が消失し、誘導性リアクタンス（インダクタンス）成分に見かけ上変化したことを示している。しかし、実際の測定回路では、配線やコンポーネントのリード線（接続部分）などに寄生するインダクタンス成分が存在し、特に高周波数領域で無視できない値を持つため、これらのインダクタンス成分として現れたものと考えられる。すなわち、Fig. 12 のインピーダンス応答の意味するところは、ボールミル処理により粉末の容量成分は完全に消失することである。これは、ボールミル処理により金属粉末の表面酸化皮膜（Shell）が絶縁体から金属に転移することを示している。Fig. 10 に示された直流抵抗におけるボールミル効果の発現機構として説明されている Mott 転移を支持する明確な実験的証拠を提供している。

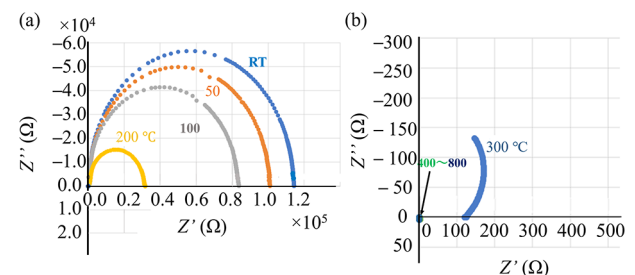


Fig. 11³⁾ Nyquist (Cole-Cole) plots of the AC impedance of Inconel 718 PA powder. (a) At room temperature (RT), 50°C , 100°C , and 200°C . (b) From 300°C to 800°C at 100°C intervals.

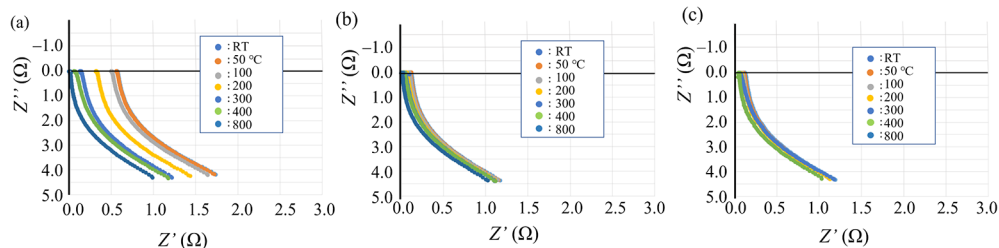


Fig. 12³⁾ Nyquist plots of ball-milled Inconel 718 PA powder measured by AC impedance method at room temperature (23°C) and 50, 100, 200, 300, 400, and 800°C: ball-milling time (a) 10 minutes; (b) 30 minutes; (c) 60 minutes.

4.2.3 温度依存性の変化

10 分間ボールミル処理した粉末 (Fig. 12 (a)) では、温度が室温から 800°C に上昇するにつれて、ナイキストプロットは水平方向 (←) に原点に向かって移動する。これは、温度が上昇するにつれて抵抗成分が小さくなることを示している。30 min と 60 min のボールミル処理時間 (Fig. 12 (b), (c)) では、ナイキストプロットの形状は、ボールミル処理時間が 10 min の粉末の場合とほぼ同じである。ただし、ナイキストプロットの位置は測定温度によってほとんど変化しない。つまり、ボールミル処理時間が長くなると、抵抗成分の温度依存性がなくなることを示している。抵抗成分の温度依存性が小さくなることは、材料が金属的な電気伝導性を持つようになったことを示している。通常、絶縁体や半導体は温度に依存して電気抵抗が変化するが、金属は一定の温度範囲内で電気抵抗が比較的一定である。ボールミル処理によって、粉末の表面酸化皮膜 (Shell) の特性が変化し、絶縁体から金属的な性質に変わったことを示唆している。具体的には、表面酸化皮膜 (Shell) に非対称性の格子ひずみの導入により、酸化皮膜の電子移動度が増加し、Mott 転移が起きて金属的な電気伝導に変化したと考えられる。より長時間のボールミル処理により、材料の電気的特性が安定し、温度変化に対する抵抗の変動が少なくなることを示している。これは、材料が一定の温度範囲内で安定した電気的挙動を示すようになったことを意味している。

4.2.4 ボールミル処理の実用的応用

ボールミル処理によってインコネル 718 合金粉末の表面酸化皮膜 (Shell) が金属的な性質を帯びようになり、電気抵抗が温度に対して安定するという現象を観察している。これにより、処理された粉末は高温環境でも安定した電気的特性を保持することができるようになり、実用的な応用が広がる可能性がある。すなわち、ボールミル処理によって得られる粉末は高い粉末流動性を示し、高い充填密度と均一なパウダーベッド形成能を示すため、PBF-AM プロセスにおいて安定かつ精密な部品製造を可能にする。また、PBF-EBM プロセスでは、スモークを抑制する効果を発揮するため、パウダーベッドが仮焼結状態とならない程度の予熱加熱温度 (インコネル 718 合金粉末の場合で 500°C 程度) に設定して造形できるため、冷却孔などの内部構造を有する複雑な形状の部品を高精度で製造でき、軽量化や性能向上が図れる。さらに、均一なパウダーベッド形成により、欠陥の少ない高品質な製

品が得られるため、製造コストの削減と歩留まりの向上が期待できる。

5 粉体凝集力の起源についての一考察

粉体の凝集力は、粉末流動性に直結し、積層造形プロセスの成功に不可欠な要素である。これまでの章で述べたように、粉末の流動性は単に粒子の形状 (円形度、球形度) だけでなく、ナノスケールでの表面の形態や化学特性にも大きく影響される。本章では、粉体の凝集力の起源について深く考察し、そのメカニズムを明らかにする。

5.1 粉末流動性に影響を与える要因

前章まで、粉末の流動性は、単に粒子の形状 (円形度) に依存するのではなく、ナノスケールでの表面の形態や酸化皮膜を含む表面特性によっても大きく影響を受けることを例証した。形状 (円形度) が 1 に近い PA 粉末と PREP 粉末を比較した場合でも、PREP 粉末の方が流動性が高いという結果を示している。これは、粉末の表面の粗さや化学的特性、特に酸化皮膜が粒子間の相互作用に直接影響するため、流動性にとって重要な要素であることを示唆している。

粉末流動は、流体力学的な力と重力、粒子間の凝集力のバランスによって決定される。そのパウダーベッド形成 (リコーティング) プロセスにおける流動性に影響する粉末間に働く相互作用、すなわち凝集力 (cohesive force) は、どのような力が働いているかを考える。従来、毛細管力、電磁力、ファンデルワールス力、静電力など、いくつかの要因によって説明されることが多い²⁾。

5.1.1 毛細管力と湿度の影響

Cordova らは、湿度が高い環境下で毛細管力による金属粉末の凝集力が強く増加するが、湿度が 65% を超えると顕著になると報告している¹⁶⁾。粉体の表面に水分が存在する場合、粒子間に毛細管ブリッジが形成されることがある。すなわち、相対湿度が 65% 以上になると、粒子間のギャップにおける液体の毛細管凝縮 (capillary condensation) が起こる可能性があるとして述べている。これは、ファンデルワールス力に追加される力を生み出し、粒子間の引力を増加させる。具体的には、完全に濡れる粒子表面を持つ半径 R の 2 つの滑らかな球形粒子に対して、この力は以下の式で表される：

$$F_H = 2\pi\gamma R \quad (6)$$

ここで、 γ は液体の表面張力である。このように、高湿度

環境では、毛細管力が粒子間の凝集力を大きくする要因として働くことが示される。この水分が粒子間に橋渡しをすることで、粒子同士が引き寄せられ、より強く結合（毛細管力）すると考えられる。しかし、これは、特に湿度が高い環境や粉体が露出されている場合に顕著であり、湿度管理されている環境に置かれた粉体においてはいつでも無視できる効果であると言える。

5.1.2 電磁力とその寄与の評価

また、Du らは、電磁力がPBF-LBMプロセス中のパウダリーコートとメルトプール対流に影響を与えることができるが、高いローレンツ力を得るためには強い磁場（ $>0.14\text{ T}$ ）が必要であると指摘した¹⁷⁾。したがって、一般的なりコーティング条件下での毛細管力と静磁力の寄与は無視できると考えられる。

5.1.3 ファンデルワールス力の影響

一方、ファンデルワールス力について考える。これは分子間の一般的な引力によるものであり、真空中および液体環境中で作用し、液体環境で減少する力である。ファンデルワールス力は、粒子間の距離が分子のサイズ（ $0.2\sim 1\text{ nm}$ 程度）のオーダーで近づいた場合にのみ顕著になり、その大きさは粒子のサイズが $10\text{ }\mu\text{m}$ 未満の場合に無視できないほど大きくなるが、PBFのパウダリーコーティングで使用する粉末粒子サイズ（平均粒径 30 から $80\text{ }\mu\text{m}$ 以上）の粉末では無視できる力である。

ファンデルワールス力は、二つの球体間の分子相互作用に関連し、電気的に中性な材料における自発電気分極によって引き起こされる。分子や原子が非常に接近した際に働く引力で、主に次の三つの相互作用によって成り立つとされる。

- ・分散力（ロンドン分散力）：原子や分子の一時的な双極子が引き起こす引力。
- ・誘起双極子力：永久双極子が近傍の非極性分子に双極子を誘起し、その結果生じる引力。
- ・双極子-双極子力：永久双極子間に働く引力。

上記の相互作用はいずれも、量子力学的効果が重要な役割を果たしている。特にロンドン分散力（分散力）に基づいたファンデルワールス力は、分子間距離が非常に短くなるときに顕著に現れる量子力学的な引力であり、全ての分子間に普遍的に存在する。

ファンデルワールス力は次のように表される¹⁸⁾。

$$F_v = \frac{HR^*}{6d_s^2} \quad (7)$$

ここで H は材料のハマカー定数、 R^* は $R^* = \frac{R_1 R_2}{R_1 + R_2}$ で表される等価半径、 d_s は粒子間の距離である。金属粉末のハマカー定数は次のように表される¹⁹⁾。

$$H = \pi^2 C_p N_1 N_2 \quad (8)$$

式(7)で C_p は相互作用する原子対のポテンシャル係数であり、 N_1 と N_2 はそれぞれの物質の分子密度（界面単位体積あたりの原子数）である。したがって、ファンデルワールス力

の大きさは界面間の距離に非常に敏感であり、リコーティング過程で粒子間に凝集力を引き起こす可能性は無視できない。しかし、粗い粉末表面はマイクロおよびナノスケールで考えると多くの突起（アスペリティ）から形成されており、粉末同士の接触はこれらのナノスケールでのアスペリティーアスペリティの接触によるものであるため、相互作用領域は極めて小さい。そのため、粉末粒子間のファンデルワールス力は減少する。これにより、粉末の流動性が向上し、パウダーベッドの均一性が保たれ、安定したリコーティングプロセスが可能となる。つまり、粉末表面の特性により、ファンデルワールス力はある程度無視できるレベルに抑えられ、実用上問題とならないと考えられる。

5.2 粉末表面粗さと酸化皮膜がファンデルワールス力に及ぼす影響

上述のように、粉末粒子の表面が粗くなることで、粒子間実際に接触して相互作用を起こす面積が減少する。粉末粒子の表面が滑らかであれば、粒子間で広い接触面を持ち、より多くの分子が互いに近接して相互作用することができる。これによりファンデルワールス力が強まり、粒子間の凝集が促進される。一方で、表面が粗い粉末では、表面の凹凸によって粒子間の接触面積が実質的に小さくなる。粗い表面の粒子が互いに接近しても、接触点は限られた局所的な領域に限られ、多くの場合、表面の凹凸が接触を妨げるため、全体的なファンデルワールス力は減少する。これにより、表面の粗い粉末では相互作用領域が減少し、ファンデルワールス力を起源とする粒子間の凝集力も弱まると考えられる。

このことから、PREP粉末とGA粉末に働くファンデルワールス力を考察すると、GA粉末の表面粗さやサテライトの存在がファンデルワールス力を減少させ、凝集力を低下させている可能性がある。したがって、ファンデルワールス力が凝集力の主な要因であるとすれば、GA粉末の方が流動性が高いと考えられる。しかし、実験結果では、Fig. 1に示すように、回転ドラム式流動性試験機の結果ではPREP粉末の方が流動性が高く、Fig. 8からもPREP粉末の方が凝集力が低いことが確認されている。これらのことは、ファンデルワールス力が粉末の凝集力への寄与が小さいことを示唆している。実際の金属粉末の表面には自然酸化皮膜があり、これが粒子間のファンデルワールス力として現れる。酸化皮膜は金属表面を保護し、腐食を防ぐ役割を果たすが、同時に粒子間の相互作用にも影響を与える。酸化皮膜の化学組成や構造が粒子間の引力に影響し、酸化皮膜の表面粗さが実際の接触面積を減少させることで、ファンデルワールス力が弱まる。さらに、酸化皮膜の凹凸がナノメートルレベルで存在すると、接触面積が減少し、粒子間の距離が増加する。これにより、ファンデルワールス力が減少する。

5.3 粉体凝集力におけるファンデルワールス力と他の要因の影響

5.3.1 粉末粒子表面形態と粗さ

Fig. 13¹⁾は、Fig. 1に示した、インコネル718合金のGA、PA、およびPREP粉末の粒子表面形態と粗さを示したものである。

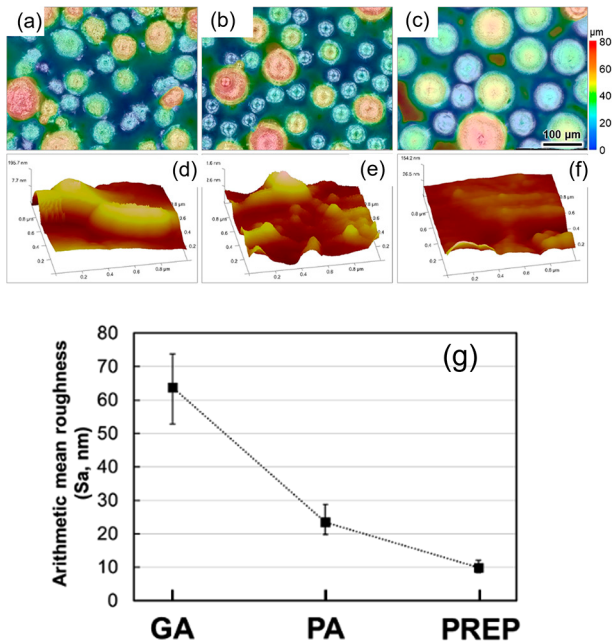


Fig. 13¹⁾ Optical 3D imaging representing particle surface topography of (a) GA, (b) PA, and (c) PREP Inconel 718 powders. Atomic Force Microscopy (AFM) imaging showing representative particle surface profiles at the nanoscale for (d) GA, (e) PA, and (f) PREP powders. (g) Quantitative data of particle surface roughness (area roughness: Sa, arithmetic mean roughness) obtained from multiple AFM measurements.

(a), (b), および(c)は、それぞれGA粉末、PA粉末、およびPREP粉末の粒子表面のトポグラフィーを示す光学3次元イメージングである。これらの画像から、粒子表面の高さ分布が視覚的に確認できる。色の違いは粒子表面の高さの違いを示しており、赤色が高い領域、青色が低い領域を表している。

(d), (e), および(f)は、GA粉末、PA粉末、およびPREP粉末の代表的な粒子表面プロファイルを示す原子間力顕微鏡 (AFM) イメージングである。このAFMイメージは、各粉末の表面をナノメートルスケールで表面の微細な凹凸を覗いたもので、表面の酸化皮膜の表面性状を示していると考えてよい。Fig. 13 (d), (e), (f)に示されるAFMイメージ3Dプロファイルは、各粉末の粒子表面に形成された酸化皮膜の凹凸や粗さを示している。これらの3Dプロファイルから、GA粉末は粗い表面酸化皮膜を持ち、PA粉末は中程度の粗さ、PREP粉末は滑らかな表面酸化皮膜によって覆われていることがわかる。(g)は、複数のAFM測定によって得られた粒子表面粗さ(面積粗さ: Sa, 算術平均粗さ)の定量的データを示している。GA粉末の表面粗さは最も高く、平均約70 nmである。PA粉末は約40 nmの表面粗さを持ち、PREP粉末は最も低く、約20 nmであることが示されている。

5.3.2 粉末表面の粗さとファンデルワールス力の関係

この図から、GA粉末は他の粉末に比べて非常に粗い表面を持ち、PREP粉末は最も滑らかな表面を持つことが確認できる。前述したように、酸化皮膜の表面粗さが実際の接触面積を減少させることで、ファンデルワールス力が弱まるため、GA粉末が最もファンデルワールス力による凝集力が弱

く、PREP粉末が最も強い凝集力を持つことになるが、実際はその逆である。

5.3.3 粉末粒子の動き、凝集力の観察と粒子サイズの影響

Fig. 8に示される、in situでのGA粉末およびPREP粉末の速度分布観察によると、PREPパウダーパイルの粉末粒子は絶えず動いていて中速度で回転しながら広がり、斜面上部から下層に向かって自由落下する粒子が観察される。粉末粒子は独立してランダムな方向に動く傾向があり、堆積領域(A1領域)でも広がり続ける。凝集体を形成しない(Fig. 8 (g)-(i))。一方でGAパウダーパイルのほとんどの領域の粉末粒子は整列(Alignment)して凝集し全体が一斉にブレードと同じ速度で動く(Fig. 8 (a)-(c))。このように、GA粉末は、凝集力が高いため集合して動く傾向があることが分かる。

一般的に、金属粉末におけるファンデルワールス力はリコートプロセスで粒子サイズが小さくなると重力を超える凝集力となると考えられているが、これは粒子サイズが20 μm以下の場合に考慮すべき作用である²⁾。しかし、上述したように、GAパウダーパイルのほとんどの領域の粉末粒子の動きは整列して全体が一斉にブレードと同じ方向に動いて(Alignment: 整列)おり、粉末全体が何かの力により凝集していることをうかがわせる動きをしている。ファンデルワールス力の及ばない平均粒径97.6 μm以上の粉体でもこのような凝集する傾向が見られた(Fig. 8 (a)-(c))。この結果は、リコートプロセスでGA粉末の凝集力にファンデルワールス力の寄与が重要でないことを示唆している。

以上の考察の結果から、PBF-AMプロセスにおける粉体の凝集力を決める主要因はファンデルワールス力ではなく、他の要因としての酸化皮膜と関係する静電気力が大きく影響していることが示唆される。

6 おわりに

本稿では、PBF-AMプロセスにおける粉末の流動性と電気的特性の関係について解説し、以下の重要な知見を提供した。

まず、粉末の円形度と球形度が高いほど流動性が向上する傾向があるが、流動性は形状だけでなく表面酸化皮膜の特性にも大きく依存することが示された。特に、粉末の表面酸化皮膜の厚さとその電気的特性が流動性に重要な影響を及ぼすことが明らかになった。また、金属粉末の表面酸化皮膜が電気的に絶縁体的であると、粉体の静電気の蓄積が増加し、粉末の凝集力が高まる。これにより、粉末のリコート性が低下し、均一なパウダーベッドの形成が困難になることが分かった。

次に、ボールミル処理を施すことで粉末の表面酸化皮膜に力学的ひずみが導入され、絶縁体から金属へのMott転移が引き起こされる可能性について論じた。これにより、粉末の電気的特性が変化し、流動性が向上することが確認された。粉末の電気的特性がリコートプロセスに与える影響についても検討し、静電気力による凝集がリコート性に与える負の影響を明らかにした。特に、GA粉末とPREP粉末の比較において、PREP粉末の方が良好な流動性を示し、より均一なパウダーベッドを形成することが確認された。これは、製粉時

に液滴凝固過程において酸化される程度の少ない製粉プロセスほど流動性の高い粉末を製造することができることを示している。

さらに、PIV（粒子画像流速測定）を用いることで粉末の流動パターンや速度分布を高精度に可視化することができた。これにより、粉末がリコートプロセス中にどのように動くか、どの部分で凝集が起りやすいかなど、従来の方法では把握しにくかった詳細な挙動を明らかにすることができた。PIVを使用して、PBF-AMのリコートプロセスにおけるGA粉末の大規模整列（Alignment）を初めて可視化し、それが静電気力によるものであることを強く示唆するエビデンスを提供することができた。

また、粉末の直流および交流の電気抵抗測定を行うことにより、金属粉末の静電気蓄積能力を示す表面酸化皮膜の抵抗成分とキャパシタンス成分の評価が可能である。この抵抗成分とキャパシタンス成分の積で得られる時定数 τ の値は、粉体の流動性およびパウダーベッドのリコート性を評価するための指標となり得る。

さらに、粉末の凝集力の起源についても考察し、PBF-AMプロセスにおいて粉末の凝集力を決める主な要因はファンデルワールス力ではなく、表面酸化皮膜と関係する静電気力が大きく影響することを示唆した。

これらの知見は、PBF-AMプロセスにおける粉末の選定や処理方法、リサイクル粉末の再生法などの粉末プロセスの最適化に寄与するものであり、より低コストで高品質な金属部品の製造を実現するための基盤を提供するものである。今後の研究では、さらに詳細な粉末特性の解析を進め、PBF-AMプロセスの効率向上と製品品質の向上に貢献することが期待される。

謝 辞

本稿で紹介した研究成果の一部は、経済産業省「三次元造形技術を核としたものづくり革命プログラム（次世代型産業用3Dプリンタ技術開発）」プロジェクトならびにNEDO「次世代型産業用3Dプリンタの造形技術開発・実用化事業」による研究成果である。ここに、経済産業省、NEDO、ならびに技術研究組合次世代3D積層造形技術総合開発機構（TRAFAM）の皆様へ感謝の意を表す。また、本稿は、筆者が東北大学金属材料研究に在籍していた際、筆者の研究室において実施したPBF-AMに関する研究成果の一部を基礎

としてまとめたものである。本稿に係る共同研究者の任勝均氏、趙宇凡氏、青柳健大氏、山中謙太氏、卞華康氏、崔玉傑氏に対し、深く感謝の意を表す。

文 献

- 1) Y. Zhao, Y. Cui, Y. Hasebe, H. Biana, K. Yamanaka, K. Aoyagi, T. Hagiwara, A. Chiba: Powder Technol., **393** (2021) 482-493.
- 2) J. Visser: Powder Technol., **58** (1989) 1-10.
- 3) A. Chiba, Y. Daino, K. Aoyagi, K. Yamanaka: Mater., **14** (2021) 4662.
- 4) S. Yim, H. Bian, K. Aoyagi, K. Yanagihara, S. Ichi Kitamura, H. Manabe, Y. Daino, Y. Hayasaka, K. Yamanaka, A. Chiba: Addit. Manuf., **51** (2022) 102634.
- 5) S. Yim, H. Bian, K. Aoyagi, K. Yamanaka, A. Chiba: Addit. Manuf., **49** (2022) 102489.
- 6) S. Yim, K. Aoyagi, H. Bian, Y. Cui, A. Chiba: Powder Technol., **412** (2022) 117996.
- 7) S. Yim, K. Aoyagi, K. Yanagihara, H. Bian, A. Chiba: J. Mater. Sci. Technol., **137** (2022) 36-55.
- 8) S. Yim, H. Bian, K. Aoyagi, K. Yamanaka, A. Chiba: Addit. Manuf., **72** (2023).
- 9) S. Yim, K. Yamanaka, J. Sun, K. Minowa, A. Chiba: Addit. Manuf., **78** (2023) 103823.
- 10) R. D. Keane, R. J. Adrian: Appl. Sci. Res., **49** (1992) 191-215.
- 11) W. Thielicke, R. Sonntag: J. Open Res. Softw., **9** (2021) 1-14.
- 12) D. Violato, P. Moore, F. Scarano: Exp. Fluids, **50** (2011) 1057-1070.
- 13) N. Mott: Proc. Phys. Soc. Sect., A, **62** (1949) 416-422.
- 14) N. F. Mott: Rev. Mod. Phys., **40**(4) (1968) 677-683.
- 15) M. Imada, A. Fujimori, Y. Tokura: Reviews of Modern Physics, **70**(4) (1998) 1039-1263.
- 16) L. Cordova, T. Bor, M. de Smit, M. Campos, T. Tinga: Addit. Manuf., **32** (2020) 101082.
- 17) D. Du, L. Wang, A. Dong, W. Yan, G. Zhu, B. Sun: Int. J. Mach. Tools Manuf., **183** (2022) 103965.
- 18) H. C. Hamaker: Physica, **4** (1937) 1058-1072.
- 19) S. Lee, W. M. Sigmund: Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects, **204** (2002) 43-50.