

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-115917

(P2004-115917A)

(43) 公開日 平成16年4月15日(2004.4.15)

(51) Int. Cl. ⁷	F I	テーマコード (参考)
C 2 2 C 1/04	C 2 2 C 1/04	4 K O 1 8
B 2 2 D 19/00	B 2 2 D 19/00	
B 2 2 D 21/04	B 2 2 D 19/00	
B 2 2 F 3/02	B 2 2 D 21/04	
B 2 2 F 3/10	B 2 2 F 3/02	

審査請求 未請求 請求項の数 27 O L (全 14 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2003-336886 (P2003-336886)
 (22) 出願日 平成15年9月29日 (2003. 9. 29)
 (31) 優先権主張番号 10/260, 158
 (32) 優先日 平成14年9月27日 (2002. 9. 27)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

(71) 出願人 503354077
 ユニヴァーシティー オブ クイーンズラ
 ンド
 University of Queen
 sland
 オーストラリア国 4072 クイーンズ
 ランド州 クーパー ロード セイント
 ルシア キャンパス
 (74) 代理人 100073184
 弁理士 柳田 征史
 (74) 代理人 100090468
 弁理士 佐久間 剛

最終頁に続く

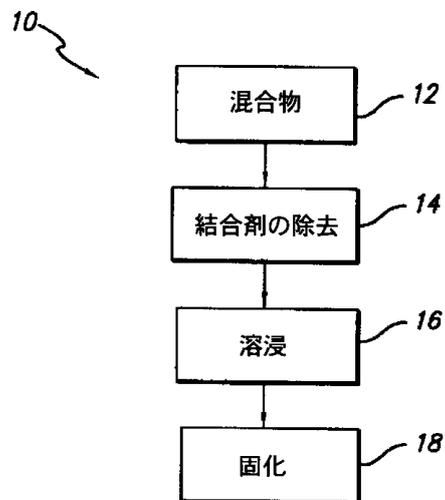
(54) 【発明の名称】 溶浸アルミニウムプリフォーム

(57) 【要約】

【課題】 三次元物体の製造において、第1のアルミニウムベースの材料の多孔質塊を溶融した第2のアルミニウムベースの材料により自発的に溶浸する方法により、アルミニウム合金の理論密度に近い密度を持ち、高レベルの寸法精度が可能な部品を得る。

【解決手段】 結合剤および少なくとも1つのアルミニウムまたは第1のアルミニウムベースの合金を含有する混合物を、未焼成複合体に形成する(12)。結合剤を未焼成複合体から除去して、多孔質プリフォーム構造体を形成する(14)。多孔質プリフォーム構造体を、溶融された第2のアルミニウムベースの合金である溶浸物により溶浸して、ほぼ理論密度に近い密度を持つ三次元物体を形成する(16)。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

三次元物体の製造方法であって、

(a) 結合剤および少なくとも 1 つのアルミニウムまたは第 1 のアルミニウムベースの合金を含有する混合物を、未焼成複合体に形成し、

(b) 前記結合剤を前記未焼成複合体から除去して、多孔質プリフォーム構造体を形成し、

(c) 前記多孔質プリフォーム構造体を、溶融された第 2 のアルミニウムベースの合金である溶浸物により溶浸して、ほぼ理論密度に近い密度を持つ三次元物体を形成する、各工程を有してなることを特徴とする方法。

10

【請求項 2】

前記第 1 のアルミニウムベースの合金が、銅、マグネシウム、ケイ素、亜鉛、チタン、クロム、ジルコニウム、ニッケル、鉄、マンガン、銀、およびこれらの混合物を有する合金であることを特徴とする請求項 1 記載の方法。

【請求項 3】

前記第 1 のアルミニウムベースの合金がケイ素を含む合金であることを特徴とする請求項 2 記載の方法。

【請求項 4】

前記第 1 のアルミニウムベースの合金が、ケイ素およびマグネシウムの組合せを含む合金であることを特徴とする請求項 3 記載の方法。

20

【請求項 5】

前記第 1 のアルミニウムベースの合金が、約 0.4 重量% から約 0.8 重量% のケイ素、約 0.15 重量% から約 0.40 重量% の銅、約 0.8 重量% から約 1.2 重量% のマグネシウム、約 0.04 重量% から約 0.35 重量% のクロムおよび残りの量のアルミニウム並びに混入が避けられない不純物を有してなることを特徴とする請求項 4 記載の方法。

【請求項 6】

前記結合剤が、窒素ベースの雰囲気中において約 300 から約 500 の温度で気体を実質的に分解するポリマーであることを特徴とする請求項 2 記載の方法。

【請求項 7】

前記結合剤がナイロンであることを特徴とする請求項 6 記載の方法。

30

【請求項 8】

前記混合物に脱酸素剤を添加する工程を含むことを特徴とする請求項 2 記載の方法。

【請求項 9】

前記脱酸素剤がマグネシウムであることを特徴とする請求項 8 記載の方法。

【請求項 10】

前記溶浸物が、銅、マグネシウム、ケイ素、亜鉛、チタン、ジルコニウム、鉄、銀、鉛、スズ、ビスマス、アンチモン、ストロンチウム、ナトリウム、ニッケル、またはこれらの混合物とアルミニウムの共晶またはほぼ共晶であることを特徴とする請求項 1 記載の方法。

40

【請求項 11】

前記溶浸物がケイ素およびマグネシウムを含有することを特徴とする請求項 10 記載の方法。

【請求項 12】

前記溶浸物が、13.8 重量% のケイ素、4.7 重量% のマグネシウムおよび残りの量のアルミニウム並びに混入が避けられない不純物からなる公称組成を有することを特徴とする請求項 11 記載の方法。

【請求項 13】

前記溶浸物が、約 53 重量% 未満の銅および残りの量のアルミニウム並びに混入が避けられない不純物からなる公称組成を有することを特徴とする請求項 11 記載の方法。

50

【請求項 1 4】

工程 (b) が約 3 0 0 から約 5 0 0 までの温度で行われ、工程 (c) が約 5 4 0 から約 5 4 0 を超えるが前記第 1 のアルミニウムベースの合金の溶融温度または固相線温度未満である温度までの温度で行われることを特徴とする請求項 1 記載の方法。

【請求項 1 5】

工程 (b) ~ (c) が、各々の工程にとって効果的な温度および時間がプログラムされた 1 つの炉内で行われ、それらの工程が窒素ベースの雰囲気内で行われることを特徴とする請求項 1 4 記載の方法。

【請求項 1 6】

前記工程 (b) の前に、前記多孔質プリフォーム構造体を多孔質支持構造体で取り囲む工程を含み、該多孔質支持構造体がセラミックおよび脱酸素剤の両方を含有することを特徴とする請求項 1 4 記載の方法。 10

【請求項 1 7】

前記脱酸素剤がマグネシウムであることを特徴とする請求項 1 6 記載の方法。

【請求項 1 8】

前記アルミニウムの一部を窒化アルミニウムに転化させ、それによって、前記未焼成複合体を所望の形状の剛性骨格を持つ前記多孔質プリフォーム構造体に転換する工程を含むことを特徴とする請求項 1 1 記載の方法。

【請求項 1 9】

低酸素分圧で窒素に露出することにより、前記多孔質プリフォーム構造体内に窒化物骨格を形成する工程を含むことを特徴とする請求項 1 8 記載の方法。 20

【請求項 2 0】

前記アルミニウムの一部の窒化アルミニウムへの転化工程が、約 5 0 0 から約 5 7 0 までの温度で行われることを特徴とする請求項 1 8 記載の方法。

【請求項 2 1】

前記アルミニウムの窒化アルミニウムへの転化が、該転化に効果的な温度および時間がプログラムされた 1 つの炉内で行われ、該転化が窒素ベースの雰囲気内で行われることを特徴とする請求項 2 0 記載の方法。

【請求項 2 2】

前記三次元物体がコンピュータ支援高速試作成形により形成されることを特徴とする請求項 1 記載の方法。 30

【請求項 2 3】

前記三次元物体が選択的レーザ焼結により形成されることを特徴とする請求項 2 2 記載の方法。

【請求項 2 4】

前記溶浸工程の後に、前記三次元物体が熱間等静圧圧縮成形によりさらに緻密にされることを特徴とする請求項 2 3 記載の方法。

【請求項 2 5】

前記溶浸工程の後に、前記三次元物体が滑らかに仕上げられることを特徴とする請求項 2 3 記載の方法。 40

【請求項 2 6】

前記溶浸工程の後に、前記三次元物体が熱処理されることを特徴とする請求項 2 3 記載の方法。

【請求項 2 7】

前記アルミニウムの窒化アルミニウムへの転化が行われることを特徴とする請求項 1 8 記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0 0 0 1】

本発明は、広く、アルミニウム合金部材の高速製造方法に関し、高速試作成形または高 50

速製造で行われているような生産数の限られた生産工程に特別な用途を持つ。本発明は、より詳しくは、アルミニウムまたはアルミニウム合金の多孔質プリフォームが所望の形状に形成され、高分子結合剤により支持される方法に関する。溶融温度の低い第2のアルミニウム合金が多孔質プリフォームに溶浸させられて、密な構造のしっかりした部材が形成される。

【背景技術】

【0002】

アルミニウム部材およびアルミニウム合金部材は、昔から、鋳造、機械加工、並びにこれらのプロセスの組合せにより製造されている。鋳造の場合、所望の部材の形状に形成された内部キャビティを持つ金型に溶融金属を充填する。溶融金属が冷めて固化した後、この部材は、最終的な形状（完成形状）またはほぼ最終的な形状（完成形状に近いが、追加の作業または機械加工をいくつか要する）のいずれかの形態で金型から取り出される。鍛造、展伸鍛錬、圧延、押出または打ち抜き加工のような機械加工を行う場合、鋳造金属片を所望の部材の形状に機械的に変形させる。鋳造には、所望の部材の形状に機械加工された金型が必要であり、一方で、機械的変形を行うのに用いられる工具には、要求される形状に形成されたダイが必要である。鋳造および機械加工の両方は、同じ形状の部材を経済的に大量生産するにはうまく適しているが、いずれも、少数の部材しか必要ない、またはその形状の様々な態様を部材ごとに変えるべき、特別な用途または試作成形に特に適しているわけではない。

10

【0003】

アルミニウム部材およびアルミニウム合金部材は、機械加工または鋳造されたかもしれない原材料から機械加工しても差し支えない。機械加工は時間がかかり、原料の利用効率が非常に悪く、熟練した作業員が必要である。したがって、機械加工された部材は高価であり、製造に時間がかかる。

20

【0004】

一連の独特の性質を利用するために、または最終的な形状の部品を安価に製造できるようにするために、アルミニウム粉末を用いて部品を製造することもできる。前者の場合には、粉末は、一般に、押出し、鍛造または熱間等静圧圧縮成形により固結される。最終的な形状の部品は、アルミニウム粉末を非常に高圧（公称で、30,000 psi（約 2.1×10^6 Pa））を超える）で硬質のワークキャビティ中にプレス成形して、95%ほど高い未焼成密度を達成することにより製造される。プレス成形後、この部品は、ダイから取り出され、いわゆる未焼成物体が炉内において、制御雰囲気、一般には、窒素雰囲気中の高温で焼結される。アルミニウム、およびアルミニウム合金は、個々の粉末粒子を不動態化して、さらなる酸化を制限する非常に安定なアルミナ（ Al_2O_3 ）表面膜を形成する傾向にある。この表面酸化物は、アルミニウム粉末プリフォームを完全に密なアルミニウム部材に焼結するのに必要な拡散機構を阻害する。この課題に対する解決策として、アルミニウム粉末業界は、アルミニウム粉末、表面酸化物還元剤、滑剤および焼結剤のブレンドを開発した。これらの技術の全てには、部品を形成するのに用いられる工具やダイが必要である。この工具は高価であり、製造するのに時間がかかる。これにより、新たな製品を導入するのに要する時間が遅れ、製品コストが上昇してしまう。

30

40

【0005】

代わりの製造戦略では、コンピュータ支援設計（CAD）データベースからのデータの操作により直接、三次元物体が製造される。特に、従来の機械加工のような減法プロセスとは反対に、加法プロセスを使用することにより、そのような部品を製造するための様々な技術が知られている。そのような部品製造のための重要な加法プロセスとしては、ステレオリソグラフィ、選択的レーザ焼結、積層物体製造、三次元プリンティングおよび溶融堆積造形が挙げられる。これらの高速試作成形技法および高速製造技法の全てに共通した特徴は、固体を製造するために一点にエネルギーおよび/または材料が分配されることである。次いで、三次元部品を製造するために形成される一連の層および断面層を製造するために、一連の線がたどられる。原則的に、表面に書いたり描いたりする様式と同じだ

50

け数多くの製造システムが潜在的にある。このように部材を製造することには、従来の製造プロセスより優れた重要な利点が数多くある。最も重要なことには、どのような形状の部品も、高価な工具や機械加工の必要なく、CADモデルから直接製造でき、これらの部品は、従来の製造操作に一般に要する時間と比較するとほんのわずかな時間で製造できる。

【0006】

選択的レーザー焼結がデカルド(Deckard)への特許文献1に詳細に記載されており、三次元プリンティングがブレット(Bredt)等の特許文献2に詳細に記載されている。これらの技法は、光硬化性樹脂、ナイロンやエチレン・ブタジエン・スチレンのような他のポリマー、有機ワックス、SiNのようなセラミック、および金属、最も一般的には、スチール

10

【0007】

最近、アルミニウム部品は、選択的レーザー焼結および押出自由形状製造により製造されている。これらのアルミニウム部品は、ポリマー/アルミニウム粉末の複合材料として製造され、粉末射出成形に用いられる様式と同じような様式で、ポリマーを燃え切れさせ、次いで、残留する金属粉末を完全かまたはほぼ完全な密度まで焼結させることにより後処理された。しかしながら、未焼成部品中の密度勾配および幾何学的制約のために、そのような粉末プリフォームの焼結中に寸法精度を維持することは非常に難しい。最初のCAD設計には均一な収縮を含めることができるが、不均一な収縮、すなわち、歪みは、再現可能に制御し、設計により適応することはずっと難しい。寸法精度はどの高速試作成形/拘束製造システムにとっても重要な基準であるので、大型部品を正確に焼結できないことは致命的である。現在、小型のアルミニウム部品だけがこのようにして製造できる。その制限は、約 1 cm^3 である。

20

【0008】

特許文献3には、浸透性セラミック塊が、少なくとも1重量%のマグネシウムを含有し、必要に応じてケイ素も含有する溶融アルミニウム合金により、自発的に溶浸されることが開示されている。「自発的溶浸」は、溶融金属が、圧力や真空をかけたり(外部に付けるか、または内部に生じさせるか)せずに、浸透性塊に溶浸することを意味する。

【特許文献1】米国特許第4863538号明細書

【特許文献2】米国特許第6416850号明細書

【特許文献3】米国特許第4828008号明細書

30

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0009】

形成される部材の寸法精度は、自発的、圧力補助または真空補助のいずれかの溶浸により相当改善される。ゆるく形成された粉末物体はかるく予備焼結されて多孔質塊が形成される。多孔質塊はその後、溶浸物(infiltrant)の融点とベース金属の融点との間の温度で液体金属により溶浸される。焼結はわずかしこ起こらないので、プリフォームと完成部品との間の寸法変化は無視できるほどである。今日まで、Fe-Cu、ステンレス鋼-ブロンズ、ZrB₂-CuおよびSiC-Mgを含む様々な系が、高速試作成形/高速製造/溶浸の経路により製造されている。アルミニウムおよびアルミニウムベースの合金は、これらの金属溶浸系が成功している中で、うまくいっていないのが目立っている。アルミニウム粒子およびアルミニウム合金粒子上のアルミナ表面膜が、多孔質アルミニウム部材の溶浸を妨げていたのであろうと理論付けられている。

40

【0010】

始めに、第1のアルミニウムベースの材料の多孔質塊を、溶融された第2のアルミニウムベースの材料により自発的に溶浸する方法が、依然として必要とされている。さらに、上述した欠点を持たないアルミニウム合金部品を製造する付加的な方法も必要とされている。この付加的な方法により、アルミニウム合金の理論密度に近い密度を持ち、寸法精度を高レベルなものとするところができる部品が得られるはずである。

50

【課題を解決するための手段】

【0011】

本発明の第1の実施の形態によれば、多孔質のアルミニウムベースのプリフォームの自発的溶浸方法が提供される。この方法は、結合剤および少なくとも1つのアルミニウムまたは第1のアルミニウムベースの合金を含有する混合物を未焼成複合体に形成し、未焼成複合体から結合剤を除去して多孔質プリフォーム構造体を形成し、この多孔質プリフォーム構造体に溶融された第2のアルミニウムベースの合金を溶浸して、理論密度に近い密度を持つ三次元物体を形成する各工程を有してなる。

【0012】

本発明の第2の実施の形態によれば、結合剤および少なくとも1つのアルミニウムまたは第1のアルミニウムベースの合金を含有する混合物を未焼成複合体に形成し、未焼成複合体から結合剤を除去して多孔質プリフォーム構造体を形成し、この多孔質プリフォーム構造体に溶融された第2のアルミニウムベースの合金を溶浸して、理論密度に近い密度を持つ三次元物体を形成する各工程を有してなる三次元物体の製造方法が提供される。この未焼成複合体は、コンピュータ支援高速試作成形、例えば、選択的レーザー焼結のような付加的プロセス、もしくはKeltool（登録商標）プロセスのような室温加硫プロセス、金属射出成形、押出成形、樹脂トランスファー成形、回転成形、またはプレス成形のような鋳造または成形プロセスにより形成してもよい。本発明の方法により、高い寸法安定性および高密度を与える高速試作成形または高速製造に有用な費用のかからない技法によりアルミニウム部材の製造が容易になる。

【0013】

第1の実施の形態または第2の実施の形態のいずれかに関し、プリフォーム強度および寸法安定性を増大させるために、アルミニウム粒子または第1のアルミニウムベースの合金粉末の粒子の表面に、窒化アルミニウム骨格を形成してもよい。

【0014】

本発明の1つ以上の実施の形態が、添付の図面および以下の説明に詳細に述べられている。本発明の他の特徴、目的および利点は、その説明および図面、並びに特許請求の範囲から明らかとなる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0015】

図1は、本発明の第1の実施の形態による一連のプロセス工程10を流れ図で示す。第1の工程12において、結合剤および少なくとも1つのアルミニウムまたは第1のアルミニウムベースの合金を含有する混合物が未焼成複合体に形成される。ここで用いているように、「アルミニウムベース」とは、合金が少なくとも50重量%のアルミニウムを含有することを意味する。

【0016】

好ましくは、前記混合物は最低で3つの粉末が互いにブレンドされたものを有してなる。1つの粉末は、全混合物の約80から約95体積%、より好ましくは、約85から約90体積%を構成する、アルミニウム合金6061のようなアルミニウム合金である。このベース金属は、どのようなアルミニウムベースの合金粉末であっても純粋なアルミニウム

【0017】

アルミニウムまたは第1のアルミニウムベースの合金は、任意の有効粒径の粉末形態にある。好ましくは、金属粉末の平均粒径は、約5から約150マイクロメートルの間にあり、より好ましくは、約10から約75マイクロメートルの範囲にある。好ましいアルミニウム合金の一例は、重量%で表して、約0.4%から約0.8%のケイ素、約0.15%から約0.40%の銅、約0.8%から約1.2%のマグネシウム、約0.04%から約0.35%のクロムおよび残りの量のアルミニウムと混入が避けられない不純物の公称組成を持つアルミニウム合金6061である。

【0018】

前記アルミニウムは、非限定的なリストとして、以下の元素、銅、マグネシウム、ケイ素、亜鉛、チタン、クロム、ジルコニウム、ニッケル、鉄、マンガンおよび銀の内の1つ以上との合金であってよい。

【0019】

混合物の第2の粉末成分は、全混合物の約0.1から約4重量%、好ましくは、約1.5から約2.5重量%を構成する。この第2の粉末は、混合物を取り囲む雰囲気清浄にし、アルミニウムベースの金属粒子上の酸化層を還元する、マグネシウムのような脱酸素剤を含む。脱酸素剤は、約5から約150マイクロメートルの平均粒径を持つ粒子形態にあり、好ましくは、平均粒径は約10から約75マイクロメートルの範囲にある。他の適切な脱酸素剤としては、ジルコニウム、リチウム、ベリリウム、カルシウム、セリウム、ランタン、ネオジウム、プラセオジウム、サマリウム、トリウム、ウランおよびミッシュ・メタルが挙げられる。

10

【0020】

以下に開示されるように、粉末混合物中に脱酸素剤を含むことには利点があるが、脱酸素剤を未焼成複合体の周りに形成された支持層中に含めた場合にも、効果的な溶浸が行われ、この場合には、脱酸素剤は粉末混合物からは除外してもよい。

【0021】

全ブレンドの約5体積%から約15体積%、好ましくは、約8体積%から約12体積%を構成する、混合物の第3の粉末成分としては、結合剤が挙げられる。結合剤は、ステアリン酸亜鉛のような金属結合剤、有機結合剤または無機結合剤であってもよいが、好ましくは、有機高分子結合剤である。有機高分子結合剤としては、ナイロン6、ナイロン11、ナイロン12、ナイロン12とナイロン6のコポリマー、ポリアセタール、ポリエチレン、ポリエチレンコポリマー、ポリメタクリレート、ポリプロピレン、およびポリエーテルブロックアミドのような、はっきりした融点を持つ熱可塑性物質が挙げられる。高分子結合剤粉末の平均粒径は一般に約1から約50マイクロメートルの範囲にある。結合剤は、窒素のような適切な雰囲気中で約300と約500の間の温度に加熱されたときに、炭素残留物が最小となる状態で気体に分解される材料に選択される。その粉末を形成するのに窒素が用いられる場合、窒素供給源は、純粋な窒素、窒素を含む気体の混合物、窒化物骨格を形成するための窒素を導き出す任意の窒素の豊富な結合剤材料、遷移金属窒化物または窒化マグネシウムのような金属窒化物が挙げられる。

20

30

【0022】

未焼成複合体は、部品を損傷し得る蒸気圧の局所的なポケットを蓄積させずに、開放されて結合された多孔により未焼成複合体からの結合剤の分解による蒸気の気体抜きを促進するように、毎分約1から約2のような速度で、比較的ゆっくりと加熱される。好ましい結合剤は、比較的低いメルト・フロー粘度(約25から145グラム毎10分)を持ち、300~500の範囲の温度に加熱されたときに、窒素、窒素化合物および他の気体に実質的に完全に分解される。適切な結合剤としては、上述したナイロン、より詳しくは、Orgasol(登録商標)2001 Nylon-12(17,400のグラム分子量、約25から約100グラム毎10分のメルト・フロー粘度、および約433から約481の分解温度)、Orgasol 3501EXD(6,500のグラム分子量、約25から約100グラム毎10分のメルト・フロー粘度、および約414から約472の分解温度)、およびOrgasol 3501UD(約25から約100グラム毎10分のメルト・フロー粘度、および約425から約472の分解温度)が挙げられる。上述したOrgasolのナイロン結合剤の全ては、フランス国、F-92800プトックス、ラ・ディフンス10、コース・ミッシェル、4-8(4-8, cours Michelet-La Defense10-F-98200 Puteaux)所在のアトフィナ社(Atofina SA)から市販されている。

40

【0023】

混合物に加えてもよい他の粉末成分としては、以下に制限されるものではないが、スズ、鉛、ビスマス、アンチモン、インジウムまたはカドミウムのような湿潤剤が挙げられる。

50

【0024】

所望の形状を持つ粉末の均質な未焼成複合体は、金型内の堆積により、または上述したような任意の高速試作成形技法を用いることにより形成される。樹脂結合プリフォームは、未焼成複合体を、熱または紫外線のような適切な硬化開始手段に露出することにより形成される。この樹脂結合プリフォームは、アルミニウム合金の理論密度の約50%から約70%の密度を持ち、構造的には、プリフォームを通して延在する気孔の相互連結した網状構造を有する。

【0025】

図1に参照番号14により示したように、次に、結合剤は、高圧蒸気のポケットが形成されないように十分に遅い加熱速度で、約300 から約500 の範囲の温度まで加熱することにより、熱分解により除去される。高分子結合剤を除去すると、部品の一体強度が一時的に弱まる。これに支持を与えるために、処理条件下で部品に結合しない支持粉末によりプリフォームを取り囲ませる。適切な支持粉末としては、マグネシウムのような脱酸素剤と混合された、アルミナ、炭化ケイ素および窒化ホウ素のようなセラミックが挙げられる。上述したように、支持粉末中に脱酸素剤を含ませることは、未焼成複合体を形成する粉末の混合物中に脱酸素剤を含ませる必要がなくなるほど十分に効果的であろう。

10

【0026】

脱酸素剤は、支持粉末の約0.1体積%から約10体積%の量、より好ましくは、約0.5体積%から約5体積%の量で存在する。セラミック支持粉末と混合してもよい他の金属粉末としては、マグネシウムまたはマグネシウムの代替物のいずれかと組み合わせられた、チタン、ジルコニウム、リチウム、ベリリウム、カルシウム、セリウム、ランタン、ネオジム、プラセオジム、サマリウム、トリウム、ウラン、およびミッシュ・メタル並びにそれらの混合物が挙げられる。

20

【0027】

結合剤を一旦除去したら、この温度を、低酸素分圧で窒化アルミニウムの形成を促進するのに効果的であるが、前記溶浸物を溶融するほどは高くない温度まで上昇させる。図5および6に見られる窒化アルミニウム骨格36が、アルミニウムベースの合金粉末の表面に形成される。窒化アルミニウム骨格36は、剛性であり、複合体の強度を著しく増加させる。しかしながら、この骨格は剛性であるので、過剰に厚い骨格は、延性が低下してしまいうために望ましくない。その結果、延性を向上させるためには、処理温度の低い高分子結合剤が好ましい。適切な温度プロファイルの1つは、窒素雰囲気中での約540 での約2時間である。剛性骨格は寸法安定性を与えるので、液体溶浸物により攻撃されないであろう。

30

【0028】

合金添加剤も窒化物骨格の成長に影響を与える。窒化物の形成速度は、純粋なアルミニウムで最高であり、xが0から9までである6xxxシリーズのアルミニウム合金と称される、ケイ素およびマグネシウムの添加剤を含有するアルミニウムでは低くなる。5xxxシリーズのアルミニウム合金と称される、ケイ素を含まずにマグネシウムの添加剤を有するものは、窒化物形成速度を著しくは阻害しないようである。

【0029】

アルミニウム合金6061に加えて、以下のアルミニウム合金は、窒化物の形成速度を減少させることが示されており、好ましい第1のアルミニウムベースの合金の例である：6063、Al-0.7重量%のMg-0.4重量%のSiの公称組成；6082、Al-0.9重量%のMg-1.0重量%のSi-0.7重量%のMnの公称組成；6106、Al-0.6重量%のMg-0.45重量%のSi-0.25重量%のCuの公称組成；および6351、Al-0.6重量%のMg-1.0重量%のSi-0.6重量%のMnの公称組成。

40

【0030】

溶浸物は、骨格形成に必要な温度よりも高い温度で溶融しなければならない。溶浸物は、粉末混合物の溶融温度よりも低い温度で溶融しなければならない。さらに、溶浸物は、

50

複合体の相互連結した気孔中を流動するほど十分に低い粘度および十分な流動性を持たなければならない。さらに、溶浸物のビーズと骨格との間の接触角は、良好な湿潤性を援助するほど十分に小さくしなければならない。90°より大きい接触角が一般に非湿潤性と見なされ、90°未満の接触角が湿潤性と見なされる。接触角が0°に近いほど、溶浸がより効果的である。さらなる検討事項は、液体溶浸物中のアルミニウム合金粉末の溶解度およびアルミニウム合金粉末と溶浸物との組合せの相図である。多数の相または多数の遷移相 (transient phases) は望ましくない。何故ならば、固化した複合体に異質部分が生じ得るからである。

【0031】

溶浸に適した合金は、共晶またはほぼ共晶のアルミニウムベースの合金である。ほぼ共晶とは、共晶の約5%以内を意味し、例えば、二成分のアルミニウムと銅の共晶は約33重量%の銅を含み、ほぼ共晶は約28重量%から約33重量%の銅を含む。溶浸物は、銅、マグネシウム、ケイ素、亜鉛、チタン、ジルコニウム、鉄、銀、鉛、スズ、ビスマス、アンチモン、ストロンチウム、ナトリウムおよびニッケルの内の1つ以上を含有するアルミニウムベースの合金であってよい。アルミニウムベースの合金以外に、約53重量%までの銅合金を含むアルミニウムも許容できる。

10

【0032】

排他的なリストではないが、以下の合金が溶浸物として有用である。全ての組成は重量パーセントで表されている。各々の組成は、上述した溶浸物の性質に実質的に影響を与えない量で他の特定されない元素を含有してもよい。

20

【0033】

(具体例1)

ケイ素 8% ~ 18%

マグネシウム 3% ~ 7%

アルミニウム 残りの量

557 の公称 (Al-13.8%Si-4.7%Mg) 溶融温度

(具体例2)

銅 28% ~ 38%

アルミニウム 残りの量

548.2 の公称 (Al-33%Cu) 溶融温度

30

(具体例3)

ケイ素 8% ~ 12%

亜鉛 8% ~ 12%

ニッケル 3% ~ 8%

アルミニウム 残りの量

549 の公称 (Al-10.5%Si-10%Zn-5.5%Ni) 溶融温度

(具体例4)

ケイ素 8% ~ 18%

アルミニウム 残りの量

577±1 の公称 (Al-12%Si) 溶融温度

40

溶浸物の溶融温度より一般に約10 高い溶浸温度に一旦なったら、図1に参照番号16により示すように、溶融した溶浸物のプリフォーム中への完全な溶浸に効果的な時間に亘り、例えば、約1から約15時間、好ましくは、約2時間から約10時間に亘り、前記部品をこの温度に保持する。図1に参照番号18により示すように、部品を、一般に約1 毎分から約5 毎分、公称では2 毎分の速度で冷却して、固化させる。

【0034】

固化後、部品の強度は、溶浸部品を熱処理することにより増大させてもよい。適切な熱処理の1つは、約1から約24時間に亘る約500 から約550 までの温度への加熱であり、その後、水による急冷が行われる。追加の強度は、室温 (自然時効) または高温で、一般に、約100 から約200 で、完全な硬化を促進するのに効果的な時間に亘

50

り、時効硬化により行われる。

【0035】

他の固化後処理としては、残留した多孔を塞ぐための熱間等静圧圧縮成形および部品を滑らかに仕上げるための研磨またはサンドブラストが挙げられるであろう。

【0036】

本出願人がアルミニウム合金を異なるアルミニウム合金でうまく自発的に溶浸した機構は、以下のものであると考えられる。これは、本出願人が本出願の出願時点でこのプロセスを最も理解していることを示す。図2を参照する。アルミニウム合金粉末20は、アルミニウム合金6061について公称Al-1重量%のMg-0.6重量%のSi-0.25重量%のCu-0.25重量%のCrのような、金属コア22を有する。薄く、化学的および熱的に安定なアルミナ膜24がコア22を取り囲んでいる。図3を参照する。粉末のブレンド混合物26が形成されている。混合物26は、アルミニウムまたはアルミニウム合金粉末20（アルミナ膜が存在するが、図3に示されないほどは薄くない）、マグネシウムのような脱酸素剤粒子28、およびナイロン12のような高分子結合剤30を含有する。公称量として、約2重量%の脱酸素剤および約10体積%の結合剤が含まれ、残りの量がアルミニウム合金粒子である。

10

【0037】

図4を参照する。図3の粉末のブレンドが、高速試作成形等により所望の最終形状に近い形状に形成され、必要に応じて、アルミナ粉末およびマグネシウム粉末の混合物のような支持層（図示せず）により囲まれる。公称Al-13.8重量%のSi-4.7重量%のMgのような所望の溶浸物32が、粉末ブレンドと接触するように配置される。次いで、このアセンブリ34は、不活性雰囲気中、好ましくは、窒素を含有する雰囲気、より好ましくは、実質的に窒素のみの雰囲気中で、金属成分（アルミニウム合金粉末20、脱酸素剤28および溶浸物32）のいずれをも溶融せずに、高分子結合剤30を溶融するのに効果的な温度まで加熱される。ナイロン12について、この温度は、約150 から約300 の範囲にある。

20

【0038】

図5を参照する。図3の粉末ブレンドが、例えば、窒素中において約300 から約540 の温度範囲で加熱されるにつれ、高分子結合剤30は分解し始める。高分子結合剤30がナイロン12の場合には、この結合剤は、炭質残留物である - カプロラクタム（ $C_6H_{11}NO$ ）並びにHCN、 N_2O および NH_3 のような気体状不揮発性窒素種に分解される。COおよび CO_2 のような気体状炭素種も形成される。

30

【0039】

このアセンブリを、所望の熱露出を行うために異なる炉に移動させてもよいが、アセンブリを、各々のプロセス工程を連続して行うのに十分な温度および期間がプログラムされた1つの雰囲気制御炉内に留めることが好ましい。

【0040】

図5を参照する。結合剤を除去した後、部品は、窒化アルミニウム化合物が形成される温度と、溶浸が行われる温度との間の温度に保持される。この温度帯域において等温に保持し、十分に低い酸素含有量を提供することにより、アルミニウムの窒化アルミニウム化合物への部分転化が生じる。窒化アルミニウム化合物が成長すると、剛性骨格36が形成される。保持時間は、この骨格36を過剰ではなく十分に形成できるようなものであるべきである。一般に、約540 での約2時間の保持時間が用いられる。一旦骨格36が形成されたら、溶浸物が溶融して、部品の自発的すなわち圧力をかけない状態での溶浸が行える温度よりも高い温度まで上昇させる。部品は、図6に示したように、液体を確実に完全に浸透させるのに十分に長い間、一般には、約2から約4時間に亘り溶浸温度に保持される。

40

【0041】

以下、実施例を参照して本発明をより詳しく説明する。

【実施例1】

50

【0042】

アトフィナ社から市販されていると先に述べたナイロン結合剤の各々を用いて、6061粉末、2重量%のMgおよび10体積%のナイロン結合剤を含有する粉末混合物の選択的レーザ焼結により、未焼成複合体を作製した。Al-13.8重量%のSi-4.9重量%のMgの組成を持つ溶浸物をプリフォームと接触するように配置した。溶浸物の量は、気孔の容積をちょうど満たすのに十分であった。次いで、このアセンブリを坩堝内に配置し、1体積%のMg粉末を含有するアルミナからなる支持粉末により被覆した。次いで、坩堝を窒素雰囲気炉内に配置し、540の温度まで約90毎時の速度で加熱し、2時間に亘り保持して、骨格を形成させた。次いで、炉の温度を同じ速度で570まで上昇させ、4時間に亘り保持して、プリフォーム全体に自発的な溶浸を行った。次いで、部品を、温度が200未満となるまで炉内で冷まし、次いで、炉から取り出して、空冷した。部品から支持粉末を除去し、サンドブラストした。各々の部品の密度は、アルミニウムベースの合金の理論密度に近かった。

10

【0043】

以下の実施例2から7までで述べたプロセスにより、同様に成功した溶浸物を得た。

【実施例2】

【0044】

溶浸物の組成がAl-33重量%のCuであることを除いて、実施例1のように合金を作製し、処理した。

【実施例3】

20

【0045】

溶浸物の組成がAl-10.5重量%のSi-10重量%のZn-5.5重量%のNiであることを除いて、実施例1のように合金を作製し、処理した。

【実施例4】

【0046】

溶浸物の組成がAl-12重量%のSiであり、590の溶浸温度を用いたことを除いて、実施例1のように合金を作製し、処理した。

【実施例5】

【0047】

最初の粉末混合物が6061粉末および10体積%のナイロン結合剤からなるものであったことを除いて、実施例1のように合金を作製し、処理した。

30

【実施例6】

【0048】

最初の粉末混合物がアルミニウム粉末、2重量%のMgおよび10体積%のナイロン結合剤からなるものであったことを除いて、実施例1のように合金を作製し、処理した。

【実施例7】

【0049】

アトフィナ社から市販されていると先に述べたナイロン結合剤の各々を用いて、6061粉末、2重量%のMgおよび10体積%のナイロン結合剤を含有する粉末混合物からなる未焼成物体を、粉末混合物を金型内に配置し、これを、ナイロンの融点よりも高い温度まで加熱することにより、作製した。冷却してから、樹脂体未焼成物体を金型から取り出し、実施例1のように処理した。

40

【0050】

本発明の方法は他の材料および組成物にも適用できることに留意されたい。当業者には、ここに記載した合金、ブレンドの比率、粒径、および温度が、実例として上げられたものであり、本発明を制限するものではないことが分かるであろう。

【図面の簡単な説明】

【0051】

【図1】多孔質のアルミニウムベース合金のプリフォームの溶融されたアルミニウムベース合金により溶浸のプロセスを示す流れ図

50

【図2】本発明の実施の形態により多孔質塊を形成するために用いられるアルミニウム合金粒子の断面図

【図3】本発明の実施の形態による粉末のブレンドの断面図

【図4】図3に示した粉末ブレンドへの初期加熱の効果を示す断面図

【図5】図3に示した粉末ブレンドへのさらなる加熱の効果を示す断面図

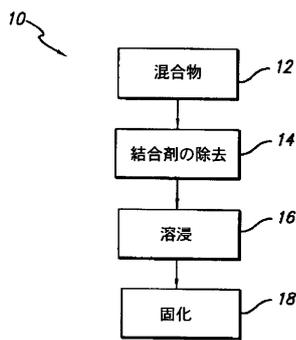
【図6】図3に示した粉末ブレンドへのまたさらなる加熱の効果を示す断面図

【符号の説明】

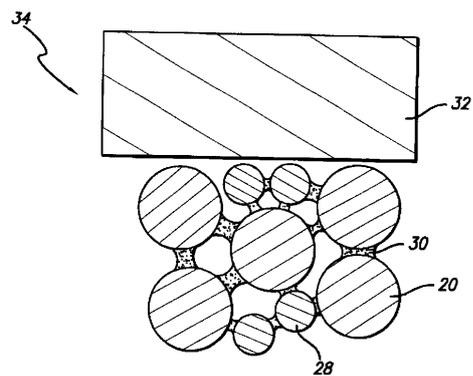
【0052】

- 20 アルミニウム合金粉末
- 22 コア
- 24 アルミナ膜
- 26 混合物
- 28 脱酸素剤粒子
- 30 高分子結合剤
- 32 溶浸物
- 34 アセンブリ
- 36 剛性骨格

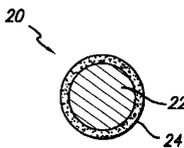
【図1】



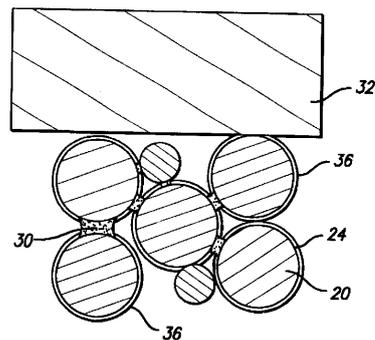
【図4】



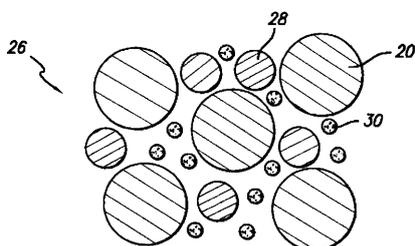
【図2】



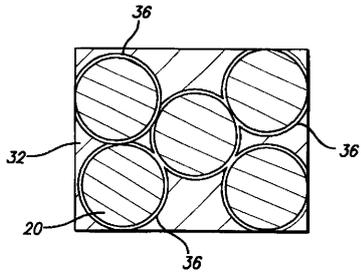
【図5】



【図3】



【 図 6 】



フロントページの続き

(51) Int.Cl. ⁷	F I	テーマコード(参考)
B 2 2 F 3/105	B 2 2 F 3/10	C
B 2 2 F 3/24	B 2 2 F 3/105	
B 2 2 F 3/26	B 2 2 F 3/24	1 0 1 Z
C 2 2 C 9/01	B 2 2 F 3/26	C
C 2 2 C 21/00	C 2 2 C 9/01	
C 2 2 C 21/02	C 2 2 C 21/00	E
C 2 2 C 21/06	C 2 2 C 21/02	
C 2 2 C 21/12	C 2 2 C 21/06	
	C 2 2 C 21/12	

(72)発明者 ティモシー バリー サークーム
 オーストラリア国 4 0 6 7 クイーンズランド州 ブリスベイン セイント ルシア ブリスベ
 イン ストリート 1 / 2 9

(72)発明者 グラハム バリー シェイファー
 オーストラリア国 4 0 7 2 クイーンズランド州 ブリスベイン フィッグ トゥリー ポケッ
 ト フィッグ トゥリー ポケット ロード 4 9 9

Fターム(参考) 4K018 AA15 AC01 CA09 DA03 DA23 FA05 FA06 FA08 FA35 JA32
 KA63