

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2016年3月3日(03.03.2016)



(10) 国際公開番号
WO 2016/031279 A1

- (51) 国際特許分類:
B22F 3/105 (2006.01) B22F 3/16 (2006.01)
B22F 1/00 (2006.01) B29C 67/00 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2015/057972
- (22) 国際出願日: 2015年3月18日(18.03.2015)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2014-172169 2014年8月27日(27.08.2014) JP
- (71) 出願人: 株式会社日立製作所 (HITACHI, LTD.)
[JP/JP]; 〒1008280 東京都千代田区丸の内一丁目
6番6号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: 桑原 孝介 (KUWABARA Kousuke); 〒
1008280 東京都千代田区丸の内一丁目6番6号
株式会社日立製作所内 Tokyo (JP). 加藤 隆彦
(KATO Takahiko); 〒1008280 東京都千代田区丸の
内一丁目6番6号 株式会社日立製作所内
Tokyo (JP). 山賀 賢史 (YAMAGA Kenji); 〒1008280
東京都千代田区丸の内一丁目6番6号 株式会
社日立製作所内 Tokyo (JP). 青田 欣也 (AOTA
Kinya); 〒1008280 東京都千代田区丸の内一丁目
6番6号 株式会社日立製作所内 Tokyo (JP). 高
橋 勇 (TAKAHASHI Isamu); 〒1008280 東京都千

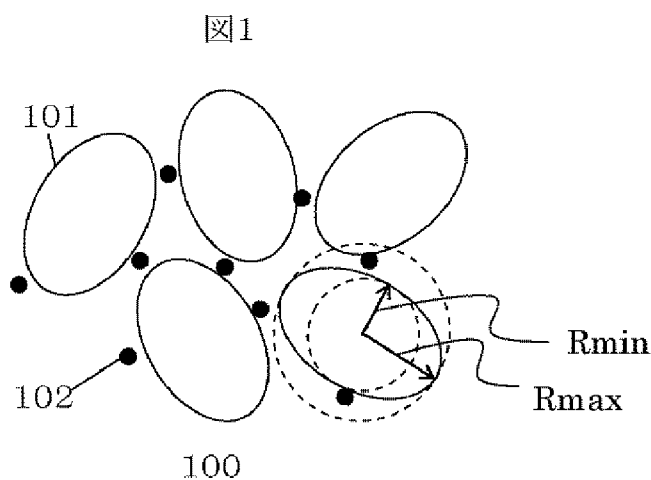
代田区丸の内一丁目6番6号 株式会社日立製
作所内 Tokyo (JP). 藤枝 正 (FUJIEDA Tadashi); 〒
1008280 東京都千代田区丸の内一丁目6番6号
株式会社日立製作所内 Tokyo (JP). 佐竹 弘之
(SATAKE Hiroyuki); 〒1008280 東京都千代田区丸
の内一丁目6番6号 株式会社日立製作所内
Tokyo (JP).

- (74) 代理人: 井上 学, 外 (INOUE Manabu et al.); 〒
1008220 東京都千代田区丸の内一丁目6番1号
株式会社日立製作所内 Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保
護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA,
BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN,
CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES,
FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN,
IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR,
LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX,
MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH,
PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK,
SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA,
UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保
護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW,
MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユー
ラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨー

[続葉有]

(54) Title: POWDER FOR LAYER-BY-LAYER ADDITIVE MANUFACTURING, AND PROCESS FOR PRODUCING OBJECT BY LAYER-BY-LAYER ADDITIVE MANUFACTURING

(54) 発明の名称: 積層造形用粉体及び積層造形体の製造方法



(57) Abstract: The present invention improves the flowability of a powder including a powder having a low degree of sphericity. Provided is a powder for use in producing an object by layer-by-layer additive manufacturing by repeating the steps of spreading a powder in a layer, irradiating the layer with a beam to melt the powder, and forming a solidified layer, said powder being characterized by comprising 99 vol% or more first metal powder that has an average diameter of 10-200 μm and less than 1 vol% second powder that has a higher degree of sphericity than the first metal powder and has an average diameter not larger than 1/10 the average diameter of the first metal powder.

(57) 要約:

[続葉有]

WO 2016/031279 A1

ロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:
— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))
— 補正された請求の範囲及び説明書 (条約第 19 条(1))

真球度の低い粉体を含んでも粉体の流動性を向上させる。解決手段は以下の通りである。層状に敷き詰めた粉体にビームを照射して熔融させ、凝固層を形成することを繰り返して積層造形物を製造するために用いられる積層造形用粉体において、平均直径 $10\ \mu\text{m}$ 以上 $200\ \mu\text{m}$ 以下の第一の金属粉体を体積分率 99% 以上含み、前記第一の金属粉体よりも真球度が高く、平均直径が前記第一の金属粉体の $1/10$ 以下である第二の粉体を体積分率 1% 未満含むことを特徴とする積層造形用粉体。

明 細 書

発明の名称：積層造形用粉体及び積層造形体の製造方法

技術分野

[0001] 本発明は積層造形用粉体及び積層造形体の製造方法に関する。

背景技術

[0002] 金属粉体を原料とする積層造形法は3次元形状を有する部材を直接得られる手法として知られている。その方式は大別すると予め層状に形成した粉末(粉末床)をレーザー、電子線などの熱源により局所溶融・凝固または焼結する事によって形状を得る粉末溶融積層法と、粉末を噴射しながら熱源によって溶融・凝固する溶融堆積法に大別され、何れにおいても粉末の溶融・凝固または焼結により3次元積層造形体を形成することができる。

[0003] 積層造形法では金属粉体を層状に形成する、または噴射するというように粉体の流動性が要求され、例えば特許文献1の積層造形法では、粉体表面を界面活性剤で被覆し、粉体の凝集を防ぐことで粉体の流動性を改善することが開示されている。

先行技術文献

特許文献

[0004] 特許文献1：特表2005-533877号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0005] しかし、粉体は製法によって真球度が大きく異なる。ガスアトマイズ法により形成された粉体は真球に近く流動性に優れるが、水アトマイズ法や電気分解、破碎等により形成された粉体は真球度が低くなりやすい。上記特許文献では、真球度の低い粉体を含む場合の流動性を十分考慮していないという課題がある。

[0006] 本発明の目的は、真球度の低い粉体を含んでも粉体の流動性を向上させることである。

課題を解決するための手段

[0007] 上記目的を達成するために、例えば特許請求の範囲に記載の構成を採用する。

発明の効果

[0008] 本発明によれば、真球度の低い粉体を含んでも粉体の流動性を向上させることができる。

図面の簡単な説明

[0009] [図1]本実施形態の積層造形用粉体の概念を示す図である。

[図2]本実施形態の積層造形用粉体を用いる積層造形法の概念を示す図である。

[図3]本実施形態の積層造形用粉体を用いる積層造形法の一連の製造方法を示す図である。

発明を実施するための形態

[0010] 以下、本発明の実施形態について、図面を参照しながらより詳細に説明する。なお、本発明はここで取り上げた実施形態に限定されることはなく、要旨を変更しない範囲で適宜組み合わせや改良が可能である。

[0011] 本実施形態で用いる積層造形用粉体100の構成を図1に示す。本実施形態の積層造形用粉体は、平均直径が $10\mu\text{m}$ 以上 $200\mu\text{m}$ 以下である第一の金属粉体と、第一の金属粉体よりも真球度が高く、平均直径が第一の金属粉体の $1/10$ 以下である第二の粉体の混合物であり、第一の金属粉体は全粉体の体積分率99%以上を占め、第二の粉体は体積分率1%未満である。

[0012] なお、本願では真球度を最も流動性の高い真球からの形状の狂いの指標として用いる。具体的には粉体表面の最小二乗平均球面の中心をその中心とする、最小外接球面半径 R_{max} と最大内接球面半径 R_{min} の比率 $R_{\text{min}}/R_{\text{max}}$ にて表わす。完全な球では真球度は1であり、楕円状、扁平状のような形状となり球から歪んでいくと、この値は0と1の間でより低い値となる。

- [0013] 第一の金属粉体101の材質は、積層造形物や後に示す積層造形方法に合わせて選択する。例えば、Al、Co、Cr、Fe、Ni等を含む合金等が挙げられ特に限定されない。積層造形用粉体100のほとんどは第一の金属粉体101が占めるため、造形後の造形物の組成は、ほぼ第一の金属粉体101の組成となる。
- [0014] 本実施形態では、積層造形物の主成分として用いられる第一の金属粉体101がいびつで真球度が低い場合でも、以下で述べる第二の粉体102を混合することで第一の金属粉体101の流動性を高めることができ、積層造形に適用できる第一の金属粉体101を増やす事が出来る。
- [0015] 第一の金属粉体の平均直径は直径10 μ m以上200 μ m以下が好ましい。第一の粉体の平均直径が10 μ m以上であれば、合金粉末の巻き上がりや浮遊が抑制されたり、金属の酸化反応性が抑えられたりして、粉塵爆発等の恐れが低くなるためである。一方で、第一の粉体の平均直径が200 μ m以下であれば、積層造形において形成される凝固層の表面が平滑になり易い。凝固層の表面が平滑になると、凝固層上に粉体を敷き詰めやすくなる点で有利である。また、合金粉末を溶融させるための加熱手段の出力を抑えることが可能になり、合金粉末の溶融速度や合金粉末を局所加熱する際の被加熱領域の範囲の制御が容易になるため、合金構造体の造形精度や凝固組織の均一性を確保し易くすることができる。
- [0016] 第一の金属粉体101の平均直径とは、1つの粉体の実測直径（1つの粉体の実際の表面に接する平行二平面間の距離）の最大値と最小値の算術平均値とする。第一の金属粉体の真球度は0.4以上であることが好ましい。
- [0017] 粉末の製造方法はアトマイズ法、メルトスピニング法、回転電極法、粉碎法、還元法、電解法、化学合成法などがあり、用いる第一の金属粉体101の材質や直径、製造量等に応じて適切に選択される。
- [0018] 第二の粉体102の平均直径は第一の金属粉体101の1/10以下とし、真球度は第一の金属粉体101よりも高くする。第二の粉体の平均直径も第一の粉体の平均直径と同様に定義する。第二の粉体102の平均直径を第

一の金属粉体101の1/10以下とすることで、第一の金属粉体101間に自然に存在する間隙に入り易くなる。間隙に入り込んだ第二の粉体102の真球度が第一の金属粉体101よりも高いことで、第二の粉体102が第一の金属粉体101間の摩擦を軽減し、第一の金属粉体101が滑りやすくなり、流動性を改良することができる。

[0019] 第二の粉体102の真球度は、0.8以上1以下であることが好ましい。真球度が0.8以上であれば、第一の金属粉体101の間隙に第二の粉体102が侵入した際に真球度の高い第二の粉体102の転がりの作用が顕著に現れて摩擦を軽減するために好適である。また、第二の粉体102がセラミックスであると、表面が滑らかな粉体を形成しやすいため、第一の金属粉体101の流動性の改良には好ましい。

[0020] 第二の粉体102の添加量は、体積分率0.001%以上1%以下とする。0.001%以上であれば、流動性の改良効果が十分であり、1%以下であれば、第二の粉体102の巻き上がりや浮遊を抑制することができる。

[0021] このような粉末の製造方法にはアトマイズ法、メルトスピニング法、回転電極法、化学合成法(ゾルゲル法、懸濁重合法など)があり、用いる第二の粉体102の材質や直径、製造量等に応じて適切に選択される。第二の粉体102の材質としては上記の条件を満たせば、無機物、金属、樹脂材料など、第一の金属粉体101と同一の材料を含めて様々な材料を用いることが出来るが、例えば熔融法やゾルゲル法などにより得られる高真球度酸化物、懸濁重合法により得られる高分子微粒子などが好適に用いられる。特に、第一の金属粉体101よりも融点の高いアルミナやシリカを用いて第一の金属粉体101だけを熔融させて造形物を形成すると、造形物中にも真球度の高い微細分散体として分布して強度や耐熱性を改善する効果も得られるために好適である。

[0022] 第一の金属粉体101と第二の粉体102はミキサ、ホモジェナイザ、ボールミルなどを用いて均一に混合することで積層造形用粉体100とする。この混合工程は積層造形前の何れかの段階で施せば良い。

[0023] 本実施形態における積層造形体103の製造方法を、粉末溶融積層法を例として図2に示す。積層造形体103は積層造形用粉体100を加熱手段104によって局所溶融して溶融部105を形成し、その後に凝固するという工程を繰り返すことで形成する。加熱手段104を走査して、所望の位置にある積層造形用粉体100を溶融、凝固することで周囲と一体化し、積層造形体103の形状を規定する。この一連の局所溶融、凝固プロセスは積層造形装置106を用いて行う。

[0024] 本実施形態における積層造形体103の製造方法を工程ごとに分けて図3に示す。

[0025] 本実施形態に係る積層造形体の製造方法では、図3(a)から(g)に順に示す積層造形工程を繰り返し行って積層造形体の立体造形を行う。積層造形工程は、従来から一般的に利用されている金属用の粉末積層造形装置を用いて行うことが可能である。粉末調製工程で調製された第一の金属粉体101と第二の粉体102の混合物(合金粉末10)は、このような積層造形工程の原料粉末として用いられる。積層造形装置に備えられる加熱手段としては、例えば、電子線加熱、レーザ加熱、マイクロ波加熱、プラズマ加熱、集光加熱、高周波加熱等の適宜のビームの加熱原理によるものが用いられる。これらの中では電子線加熱又はレーザ加熱による積層造形装置が特に好適である。電子線加熱又はレーザ加熱によると、熱源の出力や、合金粉末10の被加熱領域の微小化や、積層構造体の造形精度等の制御を比較的容易に行えるためである。

[0026] 積層造形工程は、詳細には、粉末展延工程、凝固層造形工程を含んでなる。積層造形工程では、図3(a)から(g)に順に示されるような工程を経て、層状の凝固組織(凝固層)を形成し、層状の凝固組織(凝固層)の形成を繰り返すことで、凝固組織の集合からなる積層構造体を造形する。

[0027] 積層造形装置には、図3(a)に示すように、上端に基材載置台21を有する昇降可能なピストンが備えられている。この基材載置台21の周囲には、ピストンに連動しない加工テーブル22が備えられており、加工テーブル

22上に合金粉末10を供給する不図示の粉末フィーダ、供給された合金粉末10を展延するリコータ23、合金粉末10を加熱する加熱手段24が備えられている。加工テーブル22上の合金粉末10を除去するエアブラスト、調温器等を備えていてもよい。加工テーブル22やこれらの機器類は、チャンバに收容されており、チャンバ内の雰囲気は、加熱手段24の種類に応じて真空雰囲気又はアルゴンガス等の不活性ガス雰囲気とされ、雰囲気圧力や温度が管理されるようになっている。積層造形を行うに際しては、基材載置台21にあらかじめ基材15が載置され、基材15の被造形面（上面）と加工テーブル22の上面とが面一となるように位置合わせされる。

[0028] 基材15としては、加熱手段24による加熱に対する耐熱性を備えていれば適宜の材料を用いることができる。この積層構造体の製造方法においては、基材15の被造形面上に対して積層構造体の積層造形が行われることで、基材15と積層構造体とが一体化した状態の造形物が得られることになる。そのため、基材15としては、切断加工等により積層構造体から分離することを想定して、平板状等の適宜の形状の基材15を用いることができる。或いは、基材15と積層構造体とを一体化した状態で機能させることを想定して、被造形面を有する任意形状の構造部材、機構部材等を基材15として用いることもできる。

[0029] 粉末展延工程では、調製された合金粉末10を被造形面上に展延する。すなわち、積層造形における初回の粉末展延工程では、積層造形装置に載置された基材15に合金粉末10を展延する。合金粉末10の展延は、図3（b）に示すように、不図示の粉末フィーダによって加工テーブル22上に供給された合金粉末10（図3（a）参照）を、リコータ23が被造形面（基材15）上を通過するように掃引して、合金粉末10を薄層状に敷き詰めることによって行うことができる。本実施形態の合金粉末10は、積層構造体の主成分となる第一の金属粉体の真球度が低くても、この第一の金属粉体を滑りやすくする第二の粉体が混合されているので、第一の金属粉体のみの場合よりも展延し易くなる。形成される合金粉末10の薄層の厚さは、合金粉末

10を溶融させる加熱手段の出力や、合金粉末10の平均粒子径等に応じて適宜調節することができるが、好ましくは10 μ m以上1000 μ m以下程度の範囲とする。

[0030] 凝固層造形工程では、展延された合金粉末10を局所加熱して溶融させた後に凝固させ、局所加熱による被加熱領域を合金粉末10が展延された平面に対して走査することによって凝固層40を造形する。後記の凝固層40（図3（e）参照）の造形は、製造しようとする積層構造体の立体形状を表す3次元形状情報（3D-CADデータ等）から得られる2次元形状情報にしたがって、加熱手段24による被加熱領域を走査することで行われる。

[0031] 合金粉末10の局所加熱は、図3（c）に示すように、加熱手段24によって、展延された合金粉末10上の被加熱領域を限定して行い、展延された合金粉末10の一部を微小な溶融池（溶融部20）が形成されるように選択的に溶融させることにより行う。合金粉末10を溶融させて形成する溶融部20の大きさは、好ましくは直径1mm以下とする。溶融部20をこのような微小な大きさに制限することで、積層構造体の造形精度や、凝固組織における元素組成の均一性が高められるようになる。

[0032] 合金粉末10の局所加熱による被加熱領域は、図3（d）に示すように、被造形面に平行に移動するように走査させる。被加熱領域の走査は、加熱手段24の本体の走査のほか、ガルバノミラー等による熱源の照射スポットの走査により行うことも可能であり、ラスタ走査のような適宜の方式で実施する。このとき、複数の線源によるオーバーラップ走査を行い、照射されるエネルギー密度を平坦化させてもよい。そして、被加熱領域の走査によって、合金粉末10が未だ溶融していない領域の局所加熱を新たに行うと共に、合金粉末10が既に溶融して溶融部20が形成された領域の加熱を止めて、溶融部20を雰囲気温度の下で冷却して凝固させる。溶融部20が凝固することで形成される凝固部30は、基材や既に形成されている凝固部30と一体化しつつ凝固部30の緻密な集合を形成することになる。

[0033] 加熱手段24の走査速度、出力、エネルギー密度、走査幅は、合金粉末10

の元素組成、粒度分布、基材 15 の材質、溶融部 20 と凝固部 30 との位置関係、チャンバ温度等から推定される熱伝導や熱放射に基いて適宜調整すればよい。また、溶融部 20 を冷却する冷却温度は、積層構造体の元素組成に応じて寸法変化、熱歪等を考慮して設定すればよい。溶融部 20 の大きさや、溶融速度や、冷却速度や、溶融及び冷却の時間間隔等を所定の範囲に維持して走査を行うことによって、造形される積層構造体の強度分布を均一化したり、残留応力や表面粗さを低減させたりすることが可能である。

[0034] 図 3 (c) から (e) に示すように、基材載置台 21 に載置された基材 15 上で、合金粉末 10 の溶融と凝固とを繰り返し凝固部 30 の集合を形成することで、所定の 2 次元形状と厚さとを有する凝固層 40 が形成される。凝固層 40 の形成後、凝固層 40 の周囲や上面に残存している未溶融の合金粉末 10 をエアブラストによって除去してもよい。図 3 (f) に示すように、基材載置台 21 を、形成された凝固層 40 の厚さに相当する高さ下降させて、凝固層 40 の上面の新たな被造形面と加工テーブル 22 の上面とが面一となるように位置合わせする。

[0035] 位置合わせを行った後、図 3 (a) から (b) と同様にして粉末展延工程を行い、図 3 (g) に示すように、既に形成されている凝固層 40 の上面に新たに供給された合金粉末 10 を展延する。2 回目以降の粉末展延工程は、既に展延された粉末上または凝固層上で行われる。これらは基板よりも表面の凹凸が大きくなるため、真球度が低い第一の金属粉体はその凹凸に引っ掛かり易くなるが、本実施形態では第二の粉体が混合されているので第一の金属粉体は滑りやすくなり、第一の金属粉体のみの場合よりも展延し易くなる。

[0036] その後、図 3 (c) から (e) と同様にして凝固層造形工程を行い、次層の凝固層 40 の積層を行う。積層される凝固部 30 は下層の凝固層 40 の一部と一体化して緻密に焼結することになる。以降、同様にして、形成された凝固層 40 の上面を被造形面とした粉末展延工程及び凝固層造形工程を繰り返すことで、所望の形状寸法の積層構造体を積層造形することができる。

[0037] このような積層造形工程を繰り返し行って立体造形を行う積層構造体の製造方法によれば、積層構造体を微小な凝固組織の集合によって所望の形状寸法で製造することができる。また、微小な凝固組織（凝固部30）のそれぞれの元素組成は、用いた合金粉末の元素組成を良好に反映しているため、元素組成分布の均一性及び機械的強度の分布の均一性が高い固溶相を形成することができる。さらには、一方向からの加熱によって凝固組織（凝固部30）を形成し、結晶成長方向が略一方向に配向した凝固組織（凝固層40）を積層することができるため、異方性が高い積層構造体を形成することができる。

[0038] 本実施形態にて開示する積層造形体103は積層造形用粉体100の流動性が改善されるために造形精度に優れる。また、第二の粉体102の少なくとも一部が第一の金属粉体101が溶解・焼結されて生成する金属組織中の微細分散体として存在するため、高温強度や疲労強度に優れた造形体とすることができる。このような特性は各種機械部品、金型、医療用インプラントなど様々な用途に好適であり、各部材の寸法精度や強度の改善に寄与することができる。

[0039] 以下、図面を用いて実施例及び比較例を説明する。

（実施例）

実施例1～5は、第一の金属粉体にアトマイズ法で形成したステンレス粉（SUS316L粉末、ヘガネスジャパン）を用いた。粒径が50 μ mから100 μ mに分布するものに限定し、平均直径が約70 μ mのものを使用した。第二の粉体には平均直径約0.03 μ mのシリカ微粒子（日本アエロジル）を用いた。真球度は第一の金属粉体の平均値が約0.7、第二の粉体が約0.8であり、第二の粉体の平均直径は第一の金属粉体の1/10よりも小さく、真球度は優れていることを確認した。第一の金属粉体と第二の粉体を表1に示す体積分率で混合し、Vミキサによって1時間攪拌することで積層造形用粉体とした。

[0040] レーザ溶融積層造形装置（EOS社 M270）に積層造形用粉体と基材

(100mm×100mm×10mmの炭素鋼(S45C)板材)を組み込み、積層造形用粉体の供給、窒素雰囲気下でレーザからなる加熱手段104による局所溶融と凝固、冷却を繰り返すことで円筒状(直径10mm、高さ50mm)の積層造形体を形成した。その後、基材から積層造形体を切断した。

(比較例)

比較例1は第二の粉体を混合しておらず、比較例2～4は、第二の粉体の平均直径と第二の粉体の体積分率(混合比)が実施例1と異なる。その他の条件は実施例1と同一とした。なお、比較例3,4で用いた平均直径12 μ mのシリカ微粒子(電気化学工業)の真球度は実施例1に示したシリカ微粒子と同じく0.9以上であった。

(実施例)

実施例6～10では第一の金属粉体に電解法で形成した銅粉末(ヘガネスジヤパン)を用いた。粒径が50 μ mから100 μ mに分布するものに限定し、平均直径が約60 μ mのものを使用した。第二の粉体には平均直径0.3 μ mのアルミナ粒子(電気化学工業)を用いた。真球度は第一の金属粉体の平均値が約0.4、第二の粉体が約0.9であり、第二の粉体の直径は第一の金属粉体の1/10よりも小さく、真球度は優れていることを確認した。第一の金属粉体と第二の粉体を表2に示す体積分率で混合し、Vミキサによって1時間攪拌することで積層造形用粉体とした。

[0041] レーザ溶融積層造形装置(EOS社 M270)に積層造形用粉体と基材(100mm×100mm×10mmの炭素鋼(S45C)板材)を組み込み、積層造形用粉体の供給、窒素雰囲気下でレーザからなる加熱手段による局所溶融と凝固、冷却を繰り返すことで円筒状(直径10mm、高さ50mm)の積層造形体を形成した。その後、基材から積層造形体を切断した。

(比較例)

比較例5は第二の粉体を混合しておらず、比較例6は、実施例6に用いた第一の金属粉体と第二の粉体の混合比を表1に示すように設定し、その他の実施形態は実施例6と同一とした。

(結果の比較)

各実施例、比較例で得られた各積層造形体を中心線を通る面にて切断し、得られた断面において観察された空隙率と第二の粒子の体積分率とを表1に示す。第二の粉体の体積分率は、第二の粉体が造形体中に均一に分散すると仮定し、前記断面における第二の粉体の面積分率の値を用いた。なお、実施例1-5、比較例2では第二の粉体の平均直径が0.03 μmと小さく、比較例3, 4では第二の粉体が均一には分散しなかったため、積層造形体中の第二の粉体の体積分率を評価していない。積層造形体空隙率は5%未満に抑制できた場合を良、それ以外を不良と判定した。

[0042] [表1]

		実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5
積層造形体用粉末	第二の粉体の平均直径(μm)	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03
	第二の粉体の体積分率(%)	0.001	0.01	0.05	0.10	0.5
積層造形体空隙率(%)		3.5	1.0	0.7	0.6	0.7
判定		良	良	良	良	良

		比較例1	比較例2	比較例3	比較例4
積層造形体用粉末	第二の粉体の平均直径(μm)	-	0.03	12	12
	第二の粉体の体積分率(%)	0	1.0	0.01	0.1
積層造形体空隙率(%)		8.0	7.5	8.5	12.0
判定		不良	不良	不良	不良

[0043]

[表2]

		実施例6	実施例7	実施例8	実施例9	実施例10
積層造形用粉末	第二の粉体の平均直径(μm)	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
	第二の粉体の体積分率(%)	0.01	0.02	0.05	0.10	0.40
積層造形体	第二の粉体の体積率(%)	0.002	0.010	0.038	0.075	3.2
	空隙率(%)	4.0	2.2	1.2	1.3	1.8
判定		良	良	良	良	良

		比較例5	比較例6
積層造形用粉末	第二の粉体の平均直径(μm)	—	0.3
	第二の粉体の体積分率(%)	0	1.0
積層造形体	第二の粉体の体積率(%)	—	0.94
	空隙率(%)	8.6	10.2
判定		不良	不良

[0044] 表1、2に示されたように、本実施例の手法を適用して得た実施例1から10の積層構造体は、比較例1、5に示した第二の粉体を含まない粉体と比較して粉体の流動性が改善することで造形前の粉体における空隙を低減し、結果として積層造形体における空隙率を低い値に収める事が出来た。また、各材料の組織中には分散した第二の粒子が微量に含まれており、分散強化の効果が期待される。

[0045] 一方、比較例2、6に示したように第二の粉体を1%以上含めた条件では空隙率が増加した。第二の粉体の比重が第一の金属粉体よりも低いために、第二の粉体を過剰に用いると、粉体供給時に積層造形粉体の粉体上部に浮き上がり、造形時にまきあげ効果によって欠損部を生じるものと考えられる。

また、比較例 3, 4 に示すように第二の粉体が第一の金属粉体の直径の 1 / 10 よりも大きい場合には第一の金属粉体の粉体間に第二の粉体が一様に入らず、空隙率は増加することが判った。以上のように、本実施例に示した積層造形用粉体は積層構造体の造形精度を改善し、積層構造体中に強化層として有効な微粒子分散体を形成できることが確認された

符号の説明

- [0046] 10 合金粉末
- 15 基材
- 20 熔融部
- 21 基材載置台
- 22 加工テーブル
- 23 リコータ
- 24 加熱手段
- 30 凝固部
- 40 凝固層
- 100 積層造形用粉体
- 101 第一の金属粉体
- 102 第二の粉体
- 103 積層造形体
- 104 加熱手段
- 105 熔融部
- 106 積層造形装置
- 107 凝固部
- 108 基材
- 109 非熔融部

請求の範囲

- [請求項1] 層状に敷き詰めた粉体にビームを照射して溶融させ、凝固層を形成することを繰り返して積層造形物を製造するために用いられる積層造形用粉体において、
- 平均直径 $10\ \mu\text{m}$ 以上 $200\ \mu\text{m}$ 以下の第一の金属粉体を体積分率 99% 以上含み、
- 前記第一の金属粉体よりも真球度が高く、平均直径が前記第一の金属粉体の $1/10$ 以下である第二の粉体を体積分率 1% 未満含むことを特徴とする積層造形用粉体。
- [請求項2] 請求項1において、前記第二の粉体の真球度が 0.8 以上であることを特徴とする積層造形用粉体。
- [請求項3] 請求項1において、前記第二の粉体がセラミックスであることを特徴とする積層造形用粉体。
- [請求項4] 請求項1において、前記第二の粉体がシリカ又はアルミナであることを特徴とする積層造形用粉体。
- [請求項5] 請求項1において、前記第一の金属粉体の真球度が 0.4 以上であることを特徴とする積層造形用粉体。
- [請求項6] 平均直径 $10\ \mu\text{m}$ 以上 $200\ \mu\text{m}$ 以下の第一の金属粉体を体積分率 99% 以上含み、前記第一の金属粉体よりも真球度が高く、平均直径が前記第一の金属粉体の $1/10$ 以下である第二の粉体を体積分率 1% 未満含む積層造形用粉体を層状に敷き詰める工程と、
- 敷き詰められた前記積層造形用粉体にビームを照射して溶融部を形成し、前記溶融部を凝固させ凝固層を形成する工程と、を備え、
- 前記積層造形用粉体を層状に敷き詰める工程と前記凝固層を形成する工程とを繰り返して複数の層状の凝固層を形成することを特徴とする積層造形物の製造方法。

補正された請求の範囲
[2015年12月25日(25.12.2015)国際事務局受理]

- [請求項1] (削除)
- [請求項2] (削除)
- [請求項3] (削除)
- [請求項4] (削除)
- [請求項5] (削除)
- [請求項6] (補正後) 平均直径 $10\ \mu\text{m}$ 以上 $200\ \mu\text{m}$ 以下の第一の金属粉体と、前記第一の金属粉体よりも真球度が高く、平均直径が前記第一の金属粉体の $1/10$ 以下である第二の粉体を含む積層造形用粉体を層状に敷き詰める工程と、
敷き詰められた前記積層造形用粉体にビームを照射して熔融部を形成し、前記熔融部を凝固させ、前記第二の粉体の少なくとも一部が前記第一の金属粉体が溶解・焼結されて生成する金属組織中の微細分散体として存在する凝固層を形成する工程と、を備え、
前記積層造形用粉体を層状に敷き詰める工程と前記凝固層を形成する工程とを繰り返して複数の層状の凝固層を形成することを特徴とする積層造形物の製造方法。
- [請求項7] (追加) 請求項6に記載の積層造形物の製造方法において、前記第二の粉体の真球度が 0.8 以上であることを特徴とする積層造形物の製造方法。
- [請求項8] (追加) 請求項6に記載の積層造形物の製造方法において、前記第二の粉体がセラミックスであることを特徴とする積層造形物の製造方法。
- [請求項9] (追加) 請求項6に記載の積層造形物の製造方法において、前記第二の粉体がシリカ又はアルミナであることを特徴とする積層造形物の製造方法。
- [請求項10] (追加) 請求項6に記載の積層造形物の製造方法において、前記第一の金属粉体の真球度が 0.4 以上であることを特徴とする積層造形物の製造方法。
- [請求項11] (追加) 金属組織中にセラミックス、シリカ及びアルミナのうちの少なくとも一つを含む粒子が分散しており、空隙率が 4.0 以下であることを特徴とする積層造形物。

条約第19条(1)に基づく説明書

1. 補正の内容

請求項1～11を補正します。

請求項1～5を削除し、請求項7～11を追加します。

請求項6、9の補正の根拠は本願の[0021]にあります。

請求項7、8の補正の根拠は本願の[0019]にあります。

請求項10の補正の根拠は本願の[0040]にあります。

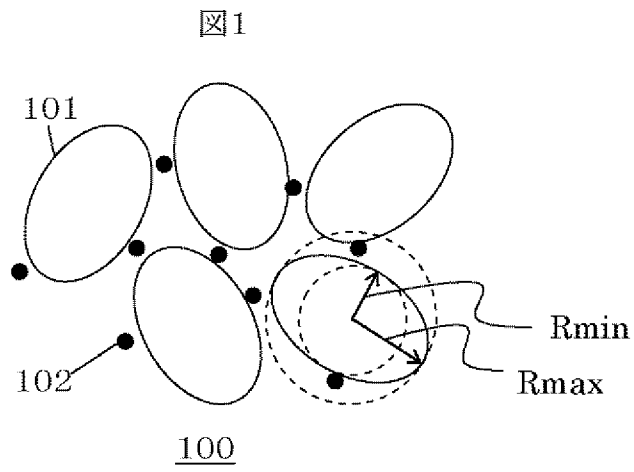
請求項11の補正の根拠は本願の[0019]、[0021]、[0041]～[0043]にあります。

2. 説明

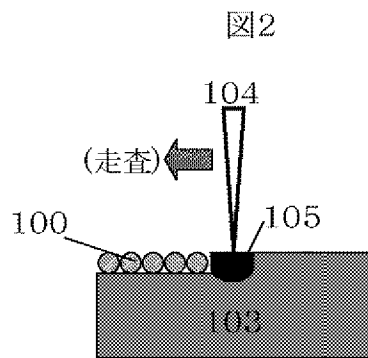
文献1、2は本発明の特徴「前記第二の粉体の少なくとも一部が前記第一の金属粉体が溶解・焼結されて生成する金属組織中の微細分散体として存在する凝固層を形成する工程」または「金属組織中にセラミックス、シリカ及びアルミナのうちの少なくとも1つを含む粒子が分散しており、空隙率が4.0以下であることを特徴とする積層造形物」を開示も示唆もしていません。

以上

[図1]



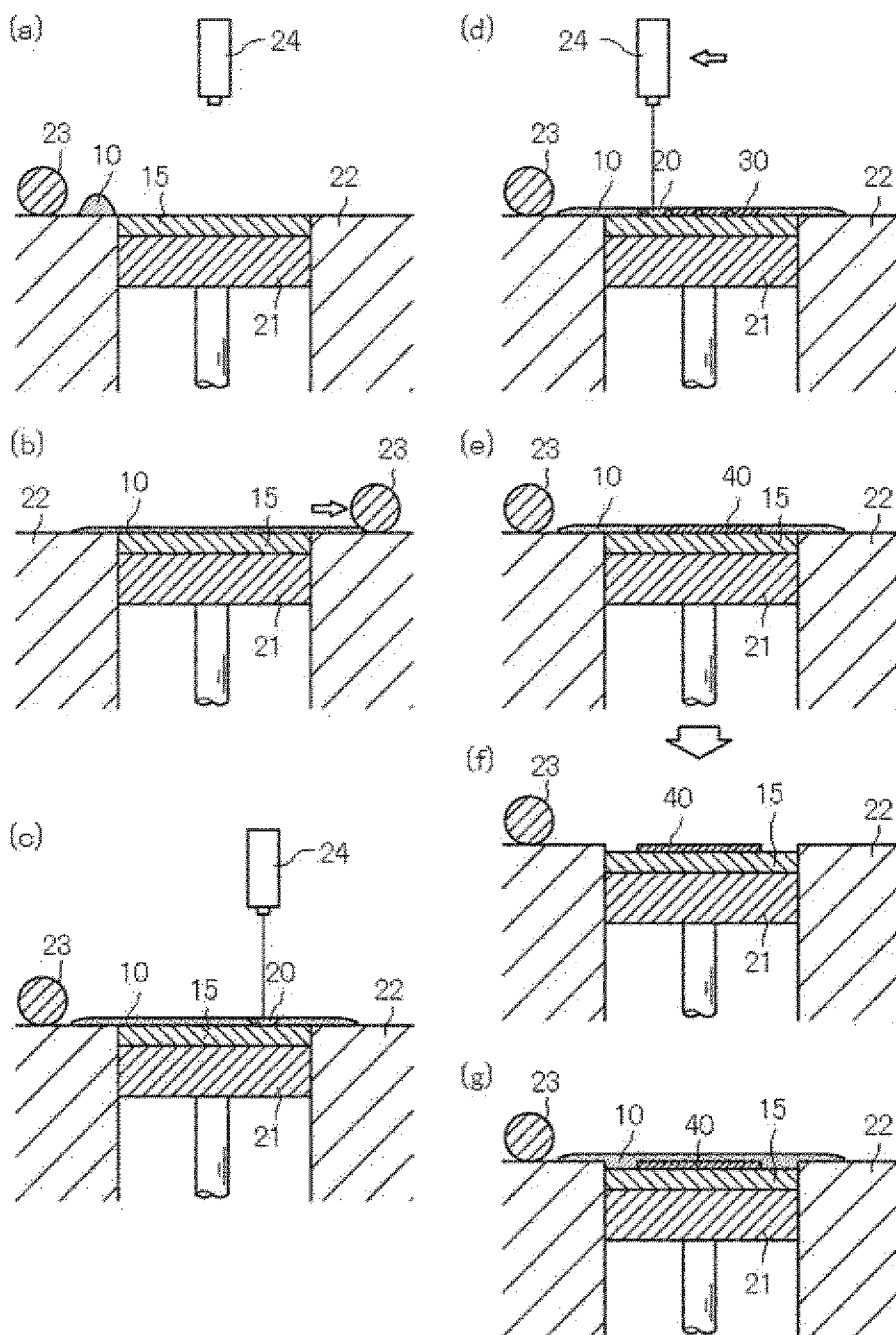
[図2]



106

[図3]

図3



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2015/057972

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
B22F3/105(2006.01)i, B22F1/00(2006.01)i, B22F3/16(2006.01)i, B29C67/00(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
B22F3/105, B22F1/00, B22F3/16, B29C67/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

<i>Jitsuyo Shinan Koho</i>	<i>1922-1996</i>	<i>Jitsuyo Shinan Toroku Koho</i>	<i>1996-2015</i>
<i>Kokai Jitsuyo Shinan Koho</i>	<i>1971-2015</i>	<i>Toroku Jitsuyo Shinan Koho</i>	<i>1994-2015</i>

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2010-202928 A (Hyogo-Ken), 16 September 2010 (16.09.2010), claims; paragraphs [0022], [0024] (Family: none)	1-6
Y	JP 2011-184708 A (Kobe Steel, Ltd.), 22 September 2011 (22.09.2011), paragraph [0013] (Family: none)	1-6

Further documents are listed in the continuation of Box C. See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search 04 June 2015 (04.06.15)	Date of mailing of the international search report 16 June 2015 (16.06.15)
--	---

Name and mailing address of the ISA/ Japan Patent Office 3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915, Japan	Authorized officer Telephone No.
--	---

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC）） Int.Cl. B22F3/105(2006.01)i, B22F1/00(2006.01)i, B22F3/16(2006.01)i, B29C67/00(2006.01)i		
B. 調査を行った分野 調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC）） Int.Cl. B22F3/105, B22F1/00, B22F3/16, B29C67/00		
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの 日本国実用新案公報 1922-1996年 日本国公開実用新案公報 1971-2015年 日本国実用新案登録公報 1996-2015年 日本国登録実用新案公報 1994-2015年		
国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）		
C. 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
Y	JP 2010-202928 A（兵庫県）2010.09.16, 特許請求の範囲、第0022段落、第0024段落（ファミリーなし）	1-6
Y	JP 2011-184708 A（株式会社神戸製鋼所）2011.09.22, 第0013段落（ファミリーなし）	1-6
<input type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。		
* 引用文献のカテゴリー 「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの 「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す） 「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願日の後に公表された文献 「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの 「&」同一パテントファミリー文献		
国際調査を完了した日 04.06.2015	国際調査報告の発送日 16.06.2015	
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁（ISA/J P） 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	特許庁審査官（権限のある職員） 米田 健志 電話番号 03-3581-1101 内線 3477	4 X 8 9 2 4