

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号

特許第7141967号

(P7141967)

(45)発行日 令和4年9月26日(2022.9.26)

(24)登録日 令和4年9月14日(2022.9.14)

(51)国際特許分類

F I

B 2 2 F 10/28 (2021.01)

B 2 2 F 10/28

B 2 2 F 10/43 (2021.01)

B 2 2 F 10/43

B 2 2 F 3/24 (2006.01)

B 2 2 F 3/24

C

B 2 2 F 1/00 (2022.01)

B 2 2 F 1/00

M

C 2 2 C 19/05 (2006.01)

C 2 2 C 19/05

C

請求項の数 5 (全13頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願2019-44899(P2019-44899)
 (22)出願日 平成31年3月12日(2019.3.12)
 (65)公開番号 特開2020-147782(P2020-147782
 A)
 (43)公開日 令和2年9月17日(2020.9.17)
 審査請求日 令和4年1月13日(2022.1.13)
 (出願人による申告)平成26年度、独立行政法人新
 エネルギー産業技術総合開発機構「SIP(戦略的イノ
 ベーション創造プログラム)/革新的設計生産技術 三次
 元異方性カスタマイズ化設計・付加製造拠点の構築と地
 域実証/航空・エネルギー機器用難加工性耐熱高強度部
 品の開発」委託研究、産業技術力強化法第19条の適用
 を受ける特許出願

(73)特許権者 000000974
 川崎重工業株式会社
 兵庫県神戸市中央区東川崎町3丁目1番
 1号
 (74)代理人 110000556
 特許業務法人 有古特許事務所
 (72)発明者 岡田 竜太郎
 兵庫県神戸市中央区東川崎町3丁目1番
 1号 川崎重工業株式会社内
 (72)発明者 野村 嘉道
 兵庫県神戸市中央区東川崎町3丁目1番
 1号 川崎重工業株式会社内
 (72)発明者 井頭 賢一郎
 兵庫県神戸市中央区東川崎町3丁目1番
 1号 川崎重工業株式会社内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 造形体製造方法、中間体および造形体

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

ガンマプライム析出強化型Ni基合金からなるパウダーを用いたパウダーベッドフュー
 ジョンにより中間体を作製する作製工程と、

前記中間体を熱処理する熱処理工程と、を含み、

前記Ni基合金は、質量百分率で、10～16%のCr、4.5～7.5%のAl、2
 .8～6.2%のMo、0.8～4%のNb+Ta、0.01～2%のTi、0.01～
 0.3%のZr、0.01～0.3%のCを含有し、

前記作製工程において、前記パウダーからなる層上に互いに平行な複数の走査線に沿っ
 てレーザを照射する際に、前記複数の走査線の間隔をレーザスポット径で割ったときの値
 を0.6以上1.0以下とする、

造形体製造方法。

【請求項2】

前記熱処理工程で行う熱処理は、HIP処理を含む、請求項1に記載の造形体製造方法。

【請求項3】

Ni基合金からなる、樹枝状結晶組織の柱状結晶粒を有する中間体であって、

前記Ni基合金は、質量百分率で、10～16%のCr、4.5～7.5%のAl、2
 .8～6.2%のMo、0.8～4%のNb+Ta、0.01～2%のTi、0.01～
 0.3%のZr、0.01～0.3%のCを含有し、

前記樹枝状結晶組織の一次樹枝状結晶の枝の間隔が3μm未満であり、

10

20

前記柱状結晶粒の長手方向と直交する切断面における $\{100\}$ 面の配向率が 40% 以上である、中間体。

【請求項 4】

Ni 基合金からなる、非樹枝状結晶組織の柱状結晶粒を有する造形体であって、
前記 Ni 基合金は、質量百分率で、10～16%の Cr、4.5～7.5%の Al、2.8～6.2%の Mo、0.8～4%の Nb+Ta、0.01～2%の Ti、0.01～0.3%の Zr、0.01～0.3%の C を含有し、

前記柱状結晶粒の長手方向と平行な切断面で観測される各柱状結晶粒の形状を同面積の楕円形に近似したときの短軸長の平均に対する長軸長の平均の比であるアスペクト比が 4.0 以上である、造形体。

10

【請求項 5】

Ni 基合金からなる、非樹枝状結晶組織の柱状結晶粒を有する造形体であって、
前記 Ni 基合金は、質量百分率で、10～16%の Cr、4.5～7.5%の Al、2.8～6.2%の Mo、0.8～4%の Nb+Ta、0.01～2%の Ti、0.01～0.3%の Zr、0.01～0.3%の C を含有し、

前記柱状結晶粒の長手方向と直交する切断面における $\{100\}$ 面の配向率が 40% 以上である、造形体。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

20

本発明は、造形体を製造する方法、ならびにその方法の途中段階および最終段階で得られる中間体および造形体に関する。

【背景技術】

【0002】

従来から、Ni 基合金からなるパウダーを用いたパウダーベッドフュージョンにより中間体を作製し、この中間体を熱処理することにより造形体を製造する方法が知られている（例えば、特許文献 1 参照）。このような製造方法で製造された Ni 基合金からなる造形体は、例えばガスタービンエンジンなどの高温部品として使用される。

【0003】

パウダーを構成する Ni 基合金としては、ガンマプライム析出強化型 Ni 基合金が用いられることがある。ガンマプライム析出強化型 Ni 基合金とは、熱処理によって強度強化用のガンマプライム ($\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$) 相が析出するように組成が調製された Ni 基合金である。

30

【先行技術文献】

【特許文献】

【0004】

【文献】特開 2013-96013 号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

40

上述したようなガンマプライム析出強化型 Ni 基合金からなるパウダーを用いた場合には、通常のパウダーベッドフュージョンではクリープ特性に優れた造形体を製造することが難しい。

【0006】

そこで、本発明は、クリープ特性に優れた造形体を製造することができる造形体製造方法、およびこの造形体製造方法により得られる造形体を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0007】

前記課題を解決するために、本発明の発明者らは鋭意研究の結果、パウダーからなる層上に互いに平行な複数の走査線に沿ってレーザを照射するパウダーベッドフュージョンに

50

においてそれらの走査線の間隔をレーザスポット径で割ったときの値と造形体のクリープ特性とに関連性があることを見出した。本発明は、このような観点から成されたものである。

【0008】

すなわち、本発明の造形体製造方法は、ガンマプライム析出強化型Ni基合金からなるパウダーを用いたパウダーベッドフュージョンにより中間体を作製する作製工程と、前記中間体を熱処理する熱処理工程と、を含み、前記Ni基合金は、質量百分率で、10～16%のCr、4.5～7.5%のAl、2.8～6.2%のMo、0.8～4%のNb+Ta、0.01～2%のTi、0.01～0.3%のZr、0.01～0.3%のCを含有し、前記作製工程において、前記パウダーからなる層上に互いに平行な複数の走査線に沿ってレーザを照射する際に、前記複数の走査線の間隔をレーザスポット径で割ったときの値を0.6以上1.0以下とする、ことを特徴とする。

10

【0009】

上記の構成によれば、クリープ特性に優れた造形体を製造することができる。

【0010】

前記熱処理工程で行う熱処理は、HIP（熱間等方圧加圧法）処理を含んでもよい。特に、熱処理としてHIP処理を行えば、造形体のクリープ特性を格段に向上させることができる。

【0011】

本発明の中間体は、Ni基合金からなる、樹枝状結晶組織の柱状結晶粒を有する中間体であって、前記Ni基合金は、質量百分率で、10～16%のCr、4.5～7.5%のAl、2.8～6.2%のMo、0.8～4%のNb+Ta、0.01～2%のTi、0.01～0.3%のZr、0.01～0.3%のCを含有し、前記樹枝状結晶組織の一次樹枝状結晶の枝の間隔が3μm未満であり、前記柱状結晶粒の長手方向と直交する切断面における{100}面の配向率が40%以上である、ことを特徴とする。なお、{100}面とは、格子結晶中における結晶面や方向を記述するミラー指数によって指定されるものである。

20

【0012】

パウダーベッドフュージョンにより作製された中間体は、樹枝状結晶の柱状結晶粒を有する。鑄造により製造された造形体では樹枝状結晶組織の一次樹枝状結晶の枝の間隔が約40μmを超えと大きいのにに対し、熱源としてレーザを用いたパウダーベッドフュージョンにより作製された中間体では樹枝状結晶組織の一次樹枝状結晶の枝の間隔が3μm未満と小さい。また、上述したようにパウダーベッドフュージョンにおいて複数の走査線の間隔をレーザスポット径で割ったときの値を0.6以上1.0以下とすれば、特定切断面（柱状結晶粒の長手方向と直交する切断面）における{100}面の配向率が40%以上となる。

30

【0013】

本発明の1つの側面からの造形体は、Ni基合金からなる、非樹枝状結晶組織の柱状結晶粒を有する造形体であって、前記Ni基合金は、質量百分率で、10～16%のCr、4.5～7.5%のAl、2.8～6.2%のMo、0.8～4%のNb+Ta、0.01～2%のTi、0.01～0.3%のZr、0.01～0.3%のCを含有し、前記柱状結晶粒の長手方向と平行な切断面で観測される各柱状結晶粒の形状を同面積の楕円形に近似したときの短軸長の平均に対する長軸長の平均の比であるアスペクト比が4.0以上である、ことを特徴とする。

40

【0014】

また、本発明の別の側面からののは、Ni基合金からなる、非樹枝状結晶組織の柱状結晶粒を有する造形体であって、前記Ni基合金は、質量百分率で、10～16%のCr、4.5～7.5%のAl、2.8～6.2%のMo、0.8～4%のNb+Ta、0.01～2%のTi、0.01～0.3%のZr、0.01～0.3%のCを含有し、前記柱状結晶粒の長手方向と直交する切断面における{100}面の配向率が40%以上である、ことを特徴とする。

50

【 0 0 1 5 】

上述したような中間体を熱処理すると、樹枝状結晶組織が消失する。熱処理によっては、特定切断面と直交する切断面における柱状結晶粒のアスペクト比が4.0以上の場合もあるし、特定切断面における配向率が40%以上のままの場合もある。すなわち、上述したような構成の造形体は、クリープ特性に優れた造形体である。特に、熱処理がHIP処理を含む場合は柱状結晶粒のアスペクト比が4.0以上となるので、この構成の造形体はクリープ特性が格段に向上された造形体である。

【 発明の効果 】

【 0 0 1 6 】

本発明によれば、クリープ特性に優れた造形体を製造することができる。

10

【 図面の簡単な説明 】

【 0 0 1 7 】

【 図 1 】 パウダーベッドフュージョンにより中間体を作製する作製工程を説明するための図である。

【 図 2 】 特定切断面における { 1 0 0 } 面の配向率を説明するための図である。

【 図 3 】 熱処理工程の一例を示す図である。

【 図 4 】 クリープラプチャー試験で使用した試験片の側面図である。

【 図 5 】 実施例 1 A ~ 3 A および比較例 1 A ~ 4 A の中間体の配向率とクリープラプチャー試験での破断時間との関係を示すグラフである。

【 図 6 】 実施例 1 B ~ 3 B および比較例 1 B ~ 4 B の中間体の配向率とクリープラプチャー試験での破断時間との関係を示すグラフである。

20

【 図 7 】 実施例 1 B , 2 B および比較例 1 B ~ 4 B の造形体における柱状結晶粒のアスペクト比とクリープラプチャー試験での破断時間との関係を示すグラフである。

【 発明を実施するための形態 】

【 0 0 1 8 】

本発明の一実施形態に係る造形体製造方法は、パウダーベッドフュージョンにより中間体を作製する作製工程と、作製された中間体を熱処理する熱処理工程を含む。以下、それぞれの工程について詳細に説明する。

【 0 0 1 9 】

< 作製工程 >

30

パウダーベッドフュージョンでは、ガンマブライム析出強化型Ni基合金からなるパウダーを用いる。パウダーベッドフュージョンではパウダーを溶融させる熱源が電子ビームである場合もあるが、本実施形態では熱源がレーザーである。

【 0 0 2 0 】

パウダーベッドフュージョンでは、図1に示すように、プラットフォーム1上にパウダーからなる層3を形成し、その層3上に互いに平行な複数の走査線4に沿ってレーザーを照射する。レーザーは、層3の表面近傍で集光するように照射される。各走査線4の位置、形状および長さは、作製すべき中間体（最終的な造形体と同一形状）の断面形状によって決定される。例えば、走査線4は、直線であってもよいし曲線であってもよい。

【 0 0 2 1 】

40

図1は、四角柱状の中間体を作製する例である。図1では隣り合う走査線4でレーザーの走査方向が互いに逆向きであるが、全ての走査線4でレーザーの走査方向が同じ向きであってもよい。

【 0 0 2 2 】

層3上へのレーザーの照射によりその層3の一部または全てが溶融および固化する。その後、プラットフォーム1を層3の厚さ分だけ下げ、直前に形成した層（以下、直前層）3上にパウダーからなる新たな層（以下、最上層）3を形成し、その最上層3上に互いに平行な複数の走査線4に沿ってレーザーを照射する。なお、直前層3の上に最上層3が形成された既造形部および未溶融パウダーを含むものがベッド2である。

【 0 0 2 3 】

50

最上層 3 と直前層 3 とでは、走査線 4 の向きが同じであってもよいし、異なってもよい。最上層 3 と直前層 3 とで走査線 4 の向きが異なる場合は、直前層 3 の走査線 4 に対する最上層 3 の走査線 4 の角度（以下、走査回転角）は、適宜決定可能である。例えば、図 1 では、走査回転角が 90 度である。

【0024】

上記の作業を繰り返し、最後に未熔融パウダーをベッド 2 から取り除くことにより、中間体が作製される。このような中間体は、樹枝状結晶の柱状結晶粒を有する。また、その樹枝状結晶組織の一次樹枝状結晶の枝の間隔は 3 μm 未満と小さい。中間体柱状結晶粒の長手方向は、中間体の作製時の積層方向（図 1 の上下方向）である。

【0025】

パウダーベッドフュージョンで用いられるパウダーの粒子径分布は、例えば 10 ~ 60 μm であるが、10 ~ 45 μm であることが望ましい。層 3 の厚さは、例えば、パウダーの粒子径分布の中央値以上、パウダーの粒子径分布の中央値の 3 倍以下である。

【0026】

パウダーを構成する Ni 基合金は、Ni 以外の必須成分として、質量百分率で（以下同じ）、10 ~ 16 % の Cr、4.5 ~ 7.5 % の Al、2.8 ~ 6.2 % の Mo、0.8 ~ 4 % の Nb + Ta、0.01 ~ 2 % の Ti、0.01 ~ 0.3 % の Zr、0.01 ~ 0.3 % の C を含有する。また、Ni 基合金は、0.001 ~ 0.03 % の B を必須成分として含有してもよい。このような Ni 基合金としては、IN713C（IN はインコネル（登録商標）の略である、以下同様）や IN713LC などとあげられる。なお、Nb および Ta に関しては、Ni 基合金は Nb と Ta の一方を含有しなくてもよい。

【0027】

各必須成分の含有量は、より望ましくは、Cr : 11 ~ 14 %、Al : 5.5 ~ 6.5 %、Mo : 3.8 ~ 5.2 %、Nb + Ta : 1.65 ~ 2.65 %、Ti : 0.5 ~ 1.0 %、Zr : 0.05 ~ 0.15 %、C : 0.02 ~ 0.2 % である。

【0028】

Ni 基合金は、その他の選択的成分として、1 % 未満の Co、0.5 % 未満の Cu、0.5 % 未満の Fe、0.5 % 未満の Si の少なくとも 1 つを含有してもよい。Ni 基合金の上述した成分以外の残部は、Ni および不可避免的な不純物である。

【0029】

本実施形態では、各層 3 上にレーザを照射する際に、走査線 4 の間隔 L をレーザスポット径 D で割ったときの値（ L/D ）を 0.6 以上 1.0 以下とする。レーザスポット径 D とは、レーザの強度がピーク値から $1/e^2$ まで落ちた位置（換言すれば、ピーク値の約 13.5 % となる位置）でのビーム直径である。レーザを用いるパウダーベッドフュージョン装置には、レーザスポット径が装置ユーザにより設定できるものもあるし設定できないものもある。

【0030】

レーザスポット径 D は、例えば 0.02 ~ 0.20 mm であるが、0.05 ~ 0.15 mm であることが望ましい。走査線 4 の間隔 L は、例えば 0.05 mm ~ 0.08 mm である。望ましくは、 L/D は 0.6 以上 0.9 以下である。

【0031】

レーザ走査速度は、例えば 500 ~ 3000 mm/s であるが、600 ~ 2000 mm/s であることが望ましく、700 ~ 1500 mm/s であることがより望ましい。レーザ出力は、例えば 100 ~ 400 W であるが、130 ~ 350 W であることが望ましく、150 ~ 300 W であることがより望ましい。

【0032】

上記のように各層 3 上にレーザを照射する際の走査線 4 の間隔 L をレーザスポット径 D で割ったときの値（ L/D ）を 0.6 以上 1.0 以下とすることにより、柱状結晶粒の長手方向と直交する切断面（以下、特定切断面）における {100} 面の配向率が 40 % 以上（条件によっては 50 % 以上）となる。

10

20

30

40

50

【0033】

ここで、「{100}面の配向率」とは、図2に示すように、測定面の法線方向（図2の上方向）と測定面内の結晶粒の{100}面の法線方向との角度差が15度以内の結晶粒が占める面積率を、EBSD（Electron Backscatter Diffraction）法により計算したものである。参考として、鑄造体においては、一般に、{100}面に垂直な向きにクリープ荷重をかけると、クリープ破断寿命が長くなる。

【0034】

<熱処理工程>

熱処理工程で行われる熱処理は、例えば、図3に示すように、HIP処理、溶体化処理および時効処理を含む。ただし、HIP処理が省略されてもよいし、HIP処理と溶体化処理の双方が省略されてもよい。

10

【0035】

HIP処理では、中間体を不活性ガスで充填された炉内に投入し、炉内を所定時間だけ加熱および加圧する。不活性ガスとしては、例えばアルゴンが挙げられる。加熱・加圧時間は、例えば0.5～6時間であるが、1～3時間であることが望ましい。加熱温度は、例えば1150～1270である。加圧時の圧力は、例えば80～150MPaであるが、90～120MPaであることが望ましい。

【0036】

溶体化処理では、中間体を大気または真空または不活性ガス雰囲気中で所定時間加熱し、その後に冷却する。冷却方法は、空冷（ガスファン冷却を含む）、水冷、油冷のいずれであってもよい。加熱時間は、例えば0.5～6時間であるが、1～3時間であることが望ましい。加熱温度は、例えば1150～1270である。

20

【0037】

時効処理では、中間体を大気または真空または不活性ガス雰囲気中で比較的長い所定時間加熱し、その後に冷却する。冷却方法は、空冷（ガスファン冷却を含む）、水冷、油冷、炉冷のいずれであってもよい。加熱時間は、例えば2～24時間であるが、10～20時間であることが望ましい。加熱温度は、例えば700～1000である。必要に応じて、時効処理は複数条件に分けて行うこともできる。

【0038】

以上の作製工程および熱処理工程により、造形体が製造される。熱処理によって樹枝状結晶組織が消失するため、造形体は非樹枝状結晶組織の柱状結晶粒を有する。

30

【0039】

熱処理工程における熱処理がHIP処理を含まない場合は、特定切断面における配向率が40%以上のままである。一方、熱処理がHIP処理を含む場合は、柱状結晶粒のアスペクト比が4.0以上となる。アスペクト比は、柱状結晶粒の長手方向と平行な切断面（特定切断面と直交する切断面）で観測される各柱状結晶粒の形状を同面積の楕円形に近似したときの短軸長の平均に対する長軸長の平均の比である。なお、柱状結晶粒のアスペクト比は、6.0以下であってもよいし、5.0以下であってもよい。

【0040】

本実施形態の製造方法により得られる造形体は、クリープ特性に優れた造形体である。特に、熱処理がHIP処理を含む場合は柱状結晶粒のアスペクト比が4.0以上となるので、この構成の造形体はクリープ特性が格段に向上された造形体である。

40

【実施例】

【0041】

以下、本発明を実施例により説明するが、本発明は以下の実施例に限定されるものではない。

【0042】

（実施例1A，1B）

IN713C相当の合金成分を有するパウダーを用いたパウダーベッドフュージョンにより積層方向に長い直方体状（10mm×10mm×60mm）の中間体を作製した。パ

50

ウダーの粒子径分布は $16 \sim 45 \mu\text{m}$ であった。また、パウダーの合金成分を分析すると、Ni以外の成分の含有量が、Cr: 12.41%、Al: 5.94%、Mo: 4.36%、Nb: 1.94%、Ta: 0.009%、Ti: 0.68%、Zr: 0.11%、C: 0.06%、B: 0.01%、Co: 0.18%、Cu: 0.02%、Fe: 0.20%、Si: 0.03%であった(不可避的不純物の含有量については省略)。

【0043】

パウダーベッドフュージョン装置としては、EOS社製のEOS M290を用いた。この装置では、レーザスポット径Dがメーカー側で0.08mmに設定されている。中間体を製造する際の各層の厚さを $40 \mu\text{m}$ 、各層上にレーザを照射する際の走査線の間隔を0.05mm、レーザ走査速度を 1000 mm/s 、レーザ出力を180W、走査回転角を90度とした。

10

【0044】

実施例1Aとして、上記の中間体を溶体化処理および時効処理して造形体を得た。溶体化処理では、中間体をアルゴン雰囲気中で加熱し、加熱時間を2時間、加熱温度を1176とした。時効処理では、中間体をアルゴン雰囲気中で加熱し、加熱時間を16時間、加熱温度を925とした。

【0045】

実施例1Bとして、上記の中間体をHIP処理、溶体化処理および時効処理して造形体を得た。HIP処理では、不活性ガスとしてアルゴンを用い、加熱・加圧時間を2時間、加熱温度を1200、加圧時の圧力を98MPaとした。溶体化処理および時効処理は実施例1Aと同じである。

20

【0046】

(実施例2A, 2B)

各層上にレーザを照射する際の走査線の間隔を0.06mmとした以外は実施例1A, 1Bと同様にして造形体を製造した。つまり、実施例2AはHIP処理を行わなかったもの、実施例2BはHIP処理を行ったものである。

【0047】

(実施例3A, 3B)

各層上にレーザを照射する際の走査線の間隔を0.07mmとした以外は実施例1A, 1Bと同様にして造形体を製造した。つまり、実施例3AはHIP処理を行わなかったもの、実施例3BはHIP処理を行ったものである。

30

【0048】

(比較例1A, 1B)

各層上にレーザを照射する際の走査線の間隔を0.03mmとした以外は実施例1A, 1Bと同様にして造形体を製造した。つまり、比較例1AはHIP処理を行わなかったもの、比較例1BはHIP処理を行ったものである。

【0049】

(比較例2A, 2B)

各層上にレーザを照射する際の走査線の間隔を0.04mmとした以外は実施例1A, 1Bと同様にして造形体を製造した。つまり、比較例2AはHIP処理を行わなかったもの、比較例2BはHIP処理を行ったものである。

40

【0050】

(比較例3A, 3B)

各層上にレーザを照射する際の走査線の間隔を0.09mm、レーザ走査速度を 1250 mm/s 、レーザ出力を270Wとした以外は実施例1A, 1Bと同様にして造形体を製造した。つまり、比較例3AはHIP処理を行わなかったもの、比較例3BはHIP処理を行ったものである。

【0051】

(比較例4A, 4B)

各層上にレーザを照射する際の走査線の間隔を0.11mm、レーザ走査速度を960

50

mm/s、レーザ出力を285W、走査回転角を67度とした以外は実施例1A、1Bと同様にして造形体を製造した。比較例4AはHIP処理を行わなかったもの、比較例4BはHIP処理を行ったものである。

【0052】

実施例1A～3A、1B～3Bおよび比較例1A～4A、1B～4Bの造形体の製造条件を表1に示す。また、表1には、走査線の間隔Lをレーザスポット径Dで割ったときの値(L/D)も示す。

【0053】

【表1】

	走査線間隔 L (mm)	L/D	レーザ走査 速度 (mm/s)	レーザ出力 (W)	走査回転角 (度)
実施例1A、1B	0.05	0.625	1000	180	90
実施例2A、2B	0.06	0.75	1000	180	90
実施例3A、3B	0.07	0.875	1000	180	90
比較例1A、1B	0.03	0.375	1000	180	90
比較例2A、2B	0.04	0.5	1000	180	90
比較例3A、3B	0.09	1.125	1250	270	90
比較例4A、4B	0.11	1.375	960	285	67

【0054】

(中間体の配向率の計算)

実施例1A～3A、1B～3Bおよび比較例1A～4A、1B～4Bの中間体を長手方向(積層方向)と直交する面で切断し、その切断面における{100}面の配向率を計算した。この計算には、EBSD装置として、日立製作所社製SEM-SU5000およびEDAX/TSL社製Pegasus Digiview5を用いるとともに、解析ソフトウェアとしてEDAX/TSL社製OIM Data Collection/OIM Analysis ver.8を用いた。

【0055】

(造形体における柱状結晶粒のアスペクト比の計算)

実施例1、2Bおよび比較例1B～4Bの造形体を長手方向(積層方向)と平行な面で切断し、その切断面で観測される各柱状結晶粒の形状を同面積の楕円形に近似したときの短軸長の平均に対する長軸長の比であるアスペクト比を計算した。この計算には、配向率の計算に用いたものと同じEBSD装置および解析ソフトウェアを用いた。結晶粒界の同定にあたっては、閾角度の設定を15度とした。短軸長の平均および長軸長の平均の算出にあたっては、近似された楕円の面積により重みづけされた平均とした。

【0056】

実施例1A～3A、1B～3Bおよび比較例1A～4A、1B～4Bの中間体の配向率を表2に示し、実施例1B、2Bおよび比較例1B～4Bの造形体における柱状結晶粒のアスペクト比を表3に示す。

【0057】

10

20

30

40

50

【表 2】

	中間体の 配向率 (%)
実施例 1 A, 1 B	50.1
実施例 2 A, 2 B	65.1
実施例 3 A, 3 B	67.5
比較例 1 A, 1 B	5.6
比較例 2 A, 2 B	7.1
比較例 3 A, 3 B	32.3
比較例 4 A, 4 B	33.3

10

【 0 0 5 8 】

【表 3】

	造形体中の 柱状結晶粒 のアスペクト比
実施例 1 B	4.20
実施例 2 B	4.36
実施例 3 B	—
比較例 1 B	3.95
比較例 2 B	3.58
比較例 3 B	3.49
比較例 4 B	3.21

20

【 0 0 5 9 】

表 3 から明らかなように、各層上にレーザを照射する際の走査線の間隔を調整して L/D を 0.6 以上 0.9 以下（すなわち、0.6 以上 1.0 以下）とした実施例 1 B, 2 B の造形体では、柱状結晶粒のアスペクト比が 4.0 以上であった。これに対し、 L/D を 0.6 未満または 1.0 超えとした比較例 1 B ~ 4 B の造形体では、柱状結晶粒のアスペクト比が 4.0 未満であった。

【 0 0 6 0 】

上記のアスペクト比の相違は、中間体の配向率に起因するものと推定される。すなわち、実施例 1 A ~ 3 A, 1 B ~ 3 B の中間体では配向率が 50 % 以上（すなわち、40 % 以上）であるのに対し、比較例 1 A ~ 4 A, 1 B ~ 4 B の中間体では配向率が 40 % 未満であった。

40

【 0 0 6 1 】

また、熱処理として HIP 処理を行わなかった実施例 1 A ~ 3 A の造形体でも配向率を確認すると、中間体の配向率と殆ど同じであった。一方で、熱処理として HIP 処理を行った実施例 1 B ~ 3 B の造形体は、実施例 1 A ~ 3 A の造形体と全く異なり完全にランダムな結晶組織を有していた。

【 0 0 6 2 】

（クリーププラブチャー試験）

実施例 1 A ~ 3 A, 1 B ~ 3 B および比較例 1 A ~ 4 A, 1 B ~ 4 B の造形体から、図 4 に示すような棒状の試験片を削り出し、この試験片を長手方向に引っ張り、試験片が破

50

断するまでの時間を測定した。試験片の温度は 9 8 0 とし、引張応力は 9 0 M P a とした。

【 0 0 6 3 】

表 4 にクリープラプチャー試験の結果を示す。また、図 5 に実施例 1 A ~ 3 A および比較例 1 A ~ 4 A の中間体の配向率とクリープラプチャー試験での破断時間との関係を示し、図 6 に実施例 1 B ~ 3 B および比較例 1 B ~ 4 B の中間体の配向率とクリープラプチャー試験での破断時間との関係を示す。

【 0 0 6 4 】

【表 4】

	破断時間 (hr)		破断時間 (hr)
実施例 1 A	100.8	実施例 1 B	393.2
実施例 2 A	125.2	実施例 2 B	657.9
実施例 3 A	135.6	実施例 3 B	612.1
比較例 1 A	21.9	比較例 1 B	130.0
比較例 2 A	37.4	比較例 2 B	123.3
比較例 3 A	29.0	比較例 3 B	108.6
比較例 4 A	28.9	比較例 4 B	44.7

10

20

【 0 0 6 5 】

表 4 および図 5 , 6 から明らかなように、H I P 処理を行わなかった実施例 1 A ~ 3 A では破断時間が 1 0 0 ~ 1 4 0 時間であった。これに対し、H I P 処理を行った実施例 1 B ~ 3 B では、破断時間が 3 9 0 ~ 6 6 0 時間であった。これは、H I P 処理によってクリープ特性が格段に向上したことを示す。

【 0 0 6 6 】

また、図 7 に、実施例 1 B , 2 B および比較例 1 B ~ 4 B の造形体における柱状結晶粒のアスペクト比とクリープラプチャー試験での破断時間との関係を示す。図 7 から、柱状結晶粒のアスペクト比が大きくなるほど破断時間が長くなっていることが分かる。

30

【符号の説明】

【 0 0 6 7 】

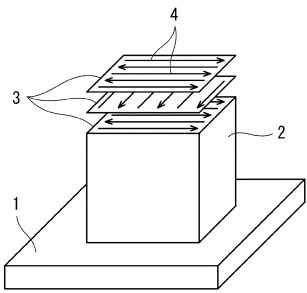
- 1 プラットフォーム
- 2 ベッド
- 3 層
- 4 走査線

40

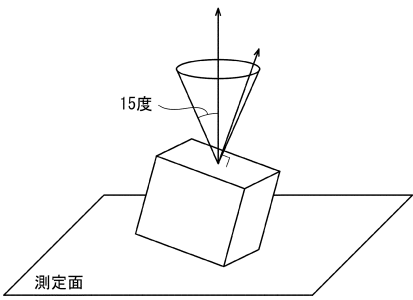
50

【図面】

【図 1】

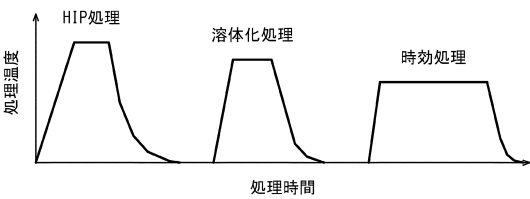


【図 2】

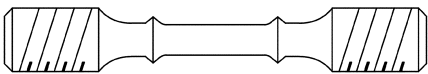


10

【図 3】

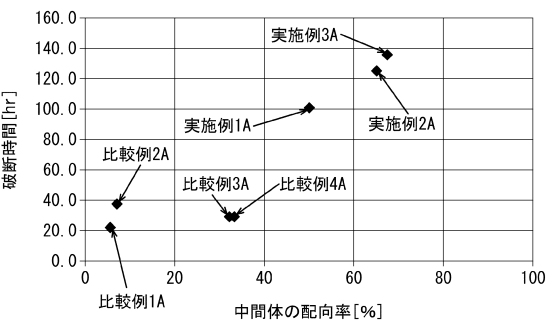


【図 4】

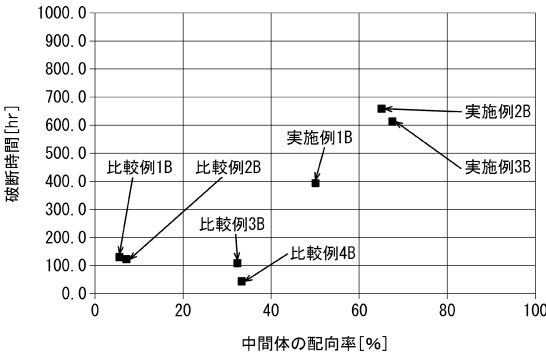


20

【図 5】



【図 6】

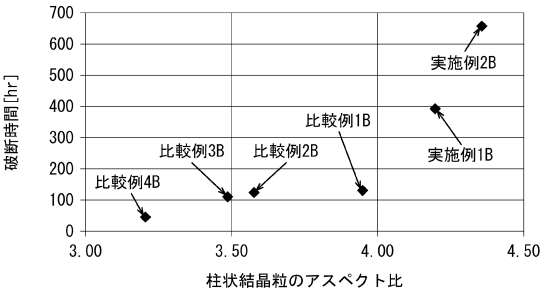


30

40

50

【図 7】



10

20

30

40

50

フロントページの続き

(51)国際特許分類	F I		
<i>B 3 3 Y 10/00 (2015.01)</i>	B 2 2 F	3/24	F
<i>B 3 3 Y 80/00 (2015.01)</i>	B 3 3 Y	10/00	
<i>B 2 2 F 10/47 (2021.01)</i>	B 3 3 Y	80/00	
<i>B 2 2 F 10/366 (2021.01)</i>	B 2 2 F	10/47	
<i>B 2 2 F 10/364 (2021.01)</i>	B 2 2 F	10/366	
	B 2 2 F	10/364	

審査官 松岡 徹

(56)参考文献 特開 2 0 1 7 - 1 3 7 5 6 7 (J P , A)

(58)調査した分野 (Int.Cl. , D B 名)

B 2 2 F	1 / 0 0 - 1 2 / 9 0
C 2 2 C	1 / 0 4 - 3 3 / 0 2