

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号

特許第7141966号

(P7141966)

(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

C 2 2 C 19/05 (2006.01)

C 2 2 C 19/05

C

B 2 2 F 1/00 (2022.01)

B 2 2 F 1/00

M

B 3 3 Y 10/00 (2015.01)

B 3 3 Y 10/00

請求項の数 2 (全9頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願2019-44898(P2019-44898)

(22)出願日 平成31年3月12日(2019.3.12)

(65)公開番号 特開2020-147781(P2020-147781 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「S I P (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造形体を製造する方法であって、

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0.2以上1.0以下とする、

造形体製造方法。

【請求項2】

Ni基合金からなる、樹枝状結晶組織を含む造形体であって、

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、

EBSD法で測定した正極点図の極密度の最大値が6以上である、造形体。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、造形体を製造する方法、およびその方法により得られる造形体に関する。

【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造形体を製造する方法が知られている。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、製造された造形体を熱処理したときに強度強化用のガンマプライム(Ni₃(Al, 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。

【0004】

AlおよびTiを含むNi基合金に関しては、Al含有率の2倍とTi含有率の合計(2Al+Ti)が6%以上であると、溶接時にクラックが発生し易いことが知られている。パウダーベッドフュージョンでは、一例として、製造された造形体中に長さ数マイクロメータから数百マイクロメータを超えるようなマイクロクラックが形成され得る。

【0005】

ガンマプライム析出強化型Ni基合金の溶接時のクラックの発生を抑制する技術としては、例えば特許文献1には、Si含有率およびZr含有率のそれぞれを質量百分率で0.03%未満に制限することが記載されている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0006】

【文献】特表2017-508877号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

これに対し、Ni基合金中のSi含有率およびZr含有率を制限するか否かに拘わらずに、ガンマプライム析出強化型Ni基合金の溶接時のクラックの発生を抑制すること、特にパウダーベッドフュージョンにより製造される造形体中に形成されるクラックを低減することが望まれる。

【0008】

そこで、本発明は、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製造される造形体中に形成されるクラックを低減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】

【0009】

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中のクラックの形成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。

【0010】

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造形体を製造する方法であって、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、前記パウダーからなる層上に互いに平行

10

20

30

40

50

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0.2以上1.0以下とする、ことを特徴とする。

【0011】

上記の構成によれば、造形体中に形成されるクラックを低減することができる。

【0012】

また、本発明の造形体は、Ni基合金からなる、樹枝状結晶組織を含む造形体であって、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、EBSD (Electron Backscatter Diffraction) 法

10

【0013】

ここで、「正極点図の極密度」は、全ての結晶方位が均一な密度 (Uniform Density) で出現する状態 (つまり、完全ランダム配向の組織) を基準としたときに、測定面内の各結晶方位が、何倍の頻度で出現しているのかを計算することで求められるものであり、EBSD装置に附属するソフトウェアでの解析により、MUD (Multiples of a Uniform Density) として計算される。MUDが大きいほど、測定面の結晶方位が特定の結晶方面に偏っていることを示す。

【0014】

鑄造によりMUDが大きい鑄造体を製造する方法としては、一方向凝固鑄造や単結晶鑄造などが知られているが、それらの鑄造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。これに対し、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0.2以上1.0以下とすれば、EBSD法で測定した正極点図の極密度 (すなわち、MUD) の最大値が6以上となる。従って、上記の構成を有する造形体は、クラックの少ない造形体である。

20

【発明の効果】

【0015】

本発明によれば、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たパウダーベッドフュージョンにより製造される造形体中に形成されるクラックを低減することができる。

30

【図面の簡単な説明】

【0016】

【図1】パウダーベッドフュージョンにより造形体を製造する方法を説明するための図である。

【図2】実施例1～6および比較例1, 2のMUDの最大値およびクラック量を示すグラフである。

【図3】実施例4の顕微鏡写真である。

【図4】比較例1の顕微鏡写真である。

40

【発明を実施するための形態】

【0017】

本発明の一実施形態に係る造形体製造方法は、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たパウダーベッドフュージョンにより造形体を製造する方法である。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である。

【0018】

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に沿ってレーザを照射する。レーザは、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

50

状および長さは、製造すべき造形体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。

【0019】

図 1 は、四角柱状の造形体を製造する例である。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。

【0020】

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。

10

【0021】

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。

【0022】

上記の作業を繰り返し、最後に未溶融パウダーをベッド 2 から取り除くことにより、造形体が製造される。このような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 3 μm 未満と小さい。

20

【0023】

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。

【0024】

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 などがあげられる。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。

30

【0025】

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。

【0026】

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 および不可避免の不純物である。

40

【0027】

本実施形態では、各層 3 上にレーザーを照射する際に、走査線 4 の間隔 L をレーザースポット径 D で割ったときの値 (L/D) を 0.2 以上 1.0 以下とする。レーザースポット径 D とは、レーザー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。レーザーを用いるパウダーベッドフュージョン装置には、レーザー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。

【0028】

レーザースポット径 D は、例えば 0.02 ~ 0.20 mm であるが、0.05 ~ 0.15

50

mmであることが望ましい。走査線4の間隔Lは、例えば0.02mm～0.08mmである。望ましくは、 L/D は0.3以上0.9以下である。

【0029】

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

【0030】

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0.2以上1.0以下とすることにより、造形体中に形成されるクラックを低減することができる。そして、このようにして製造されたクラックの少ない造形体では、MUD(EBSD法で測定した正極点図の極密度)の最大値が6以上(条件によっては10以上)となる。

【実施例】

【0031】

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。

【0032】

(実施例1)

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一辺が10mmの立方体状の造形体を製造した。パウダーの粒子径分布は16～45μm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(不可避免的不純物の含有量については省略)。

【0033】

パウダーベッドフュージョン装置としては、EOS社製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。造形体を製造する際の各層の厚さを40μm、各層上にレーザを照射する際の走査線の間隔を0.03mm、レーザ走査速度を1000mm/s、レーザ出力を180W、走査回転角を90度とした。

【0034】

(実施例2)

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1と同様にして造形体を製造した。

【0035】

(実施例3)

各層上にレーザを照射する際の走査線の間隔を0.05mmとした以外は実施例1と同様にして造形体を製造した。

【0036】

(実施例4)

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1と同様にして造形体を製造した。

【0037】

(実施例5)

走査回転角を67度とした以外は実施例4と同様にして造形体を製造した。

【0038】

(実施例6)

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1と同

10

20

30

40

50

様にして造形体を製造した。

【0039】

(比較例1)

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1250mm/s、レーザ出力を270Wとした以外は実施例1と同様にして造形体を製造した。

【0040】

(比較例2)

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960mm/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1と同様にして造形体を製造した。

【0041】

実施例1～6および比較例1, 2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。

【0042】

【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1	0.03	0.375	1000	180	90
実施例2	0.04	0.5	1000	180	90
実施例3	0.05	0.625	1000	180	90
実施例4	0.06	0.75	1000	180	90
実施例5	0.06	0.75	1000	180	67
実施例6	0.07	0.875	1000	180	90
比較例1	0.09	1.125	1250	270	90
比較例2	0.11	1.375	960	285	67

【0043】

(試験)

実施例1～6および比較例1, 2の造形体を積層方向(図1の上下方向)と平行な面で切断し、その切断面の顕微鏡写真を撮影した。図3は実施例4の顕微鏡写真であり、図4は比較例1の顕微鏡写真である。そして、実施例1～6および比較例1, 2のそれぞれにおいて切断面で観察される単位面積あたりのクラックの長さをクラック量として算出した。

【0044】

また、実施例1～6および比較例1, 2のそれぞれに対し、造形体を積層方向と直交する面で切断した切断面においてEBSD法により正極点図の極密度を測定した。この測定には、EBSD装置として、日立製作所社製SEM-SU5000およびEDAX/TSLS社製Pegasus Digiview5を用いた。

【0045】

正極点図の極密度の測定に関し、より詳しくは、前準備として耐水研磨紙およびダイヤモンド砥粒を用いて切断面を機械研磨した後、コロイダルシリカを用いて研磨仕上げを行った。この前準備は、測定不能点を減らし測定精度を確保するためのものであり、Ni基合金に対して一般的に使用されるものである。ついで、切断面における300μm×300μmの領域に対して3μmのステップサイズで菊池線を測定し、解析ソフトウェア(EDAX/TSLS社製OIM Data Collection/OIM Analysis ver.8)を用いて解析して{100}極を投影した{100}極点図を得た。その正極点図からMUDを計算した。MUDの計算にあたっては、球面調和関数法を用い、展開次数を16、半値幅を5度とした。

【0046】

実施例 1～6 および比較例 1，2 の MUD の最大値およびクラック量を表 2 に示す。また、実施例 1～6 および比較例 1，2 の MUD の最大値およびクラック量を図 2 にグラフで示す。

【0047】

【表 2】

	MUD の 最大値	クラック量 (mm/mm ²)
実施例 1	12.9	0.20
実施例 2	15.7	0.18
実施例 3	10.0	0.25
実施例 4	11.0	0.08
実施例 5	11.3	0.11
実施例 6	10.0	0.24
比較例 1	5.1	0.64
比較例 2	4.5	0.95

10

【0048】

20

表 1 および図 2 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 0.08 mm より大きくした、すなわち L/D を 1.0 より大きくした比較例 1，2 ではクラック量が非常に多かった。これに対し、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 0.3 以上 0.9 以下（すなわち、0.2 以上 1.0 以下）とした実施例 1～6 では、クラック量が非常に少なかった。

【0049】

また、比較例 1，2 では MUD の最大値が 6 未満であるのに対し、実施例 1～6 では MUD が 10 以上（すなわち、6 以上）であった。従って、MUD の最大値が 6 以上の造形体は、クラックの少ない造形体である。

【符号の説明】

30

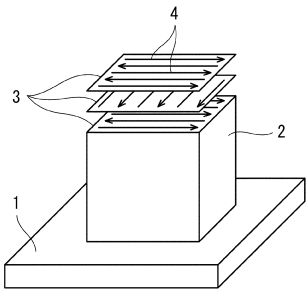
【0050】

- 1 プラットフォーム
- 2 ベッド
- 3 層
- 4 走査線

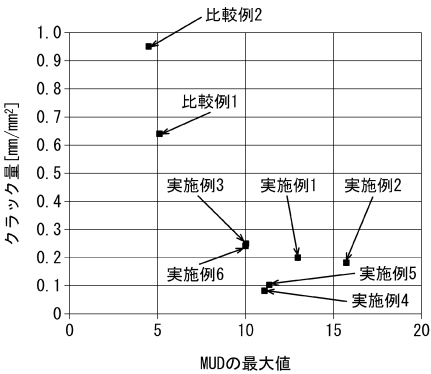
40

50

【図面】
【図 1】

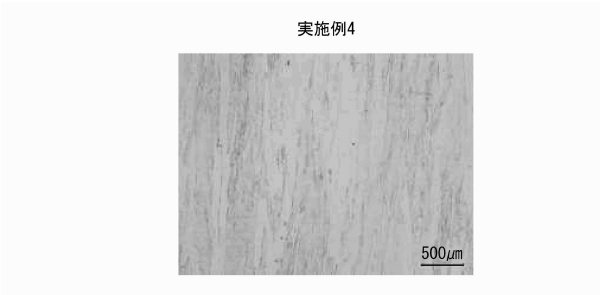


【図 2】

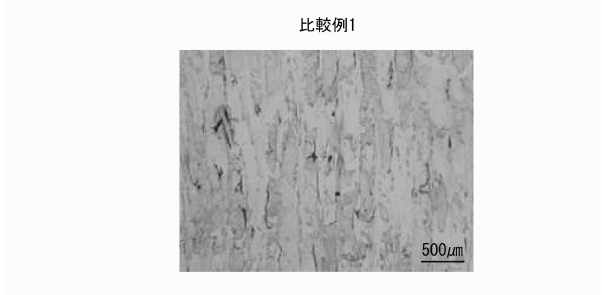


10

【図 3】



【図 4】



20

30

40

50

フロントページの続き

(51)国際特許分類

F I

B 3 3 Y 80/00 (2015.01)**B 3 3 Y 80/00****B 2 2 F 10/47 (2021.01)****B 2 2 F 10/47****B 2 2 F 10/366 (2021.01)****B 2 2 F 10/366**

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**