



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2019-0109456
 (43) 공개일자 2019년09월25일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B22F 1/00 (2006.01) *B22F 3/105* (2006.01)
B33Y 10/00 (2015.01) *B33Y 70/00* (2015.01)
- (52) CPC특허분류
B22F 1/0014 (2013.01)
B22F 3/1055 (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2019-7023978
- (22) 출원일자(국제) 2018년01월03일
 심사청구일자 2019년08월14일
- (85) 번역문제출일자 2019년08월14일
- (86) 국제출원번호 PCT/EP2018/050130
- (87) 국제공개번호 WO 2018/145824
 국제공개일자 2018년08월16일
- (30) 우선권주장
 17155228.4 2017년02월08일
 유럽특허청(EPO)(EP)

- (71) 출원인
헤레우스 어디티브 매뉴팩처어링 게엠베하
 독일 63450 하나우 헤레우스슈트라쎄 12-14
- (72) 발명자
프로츠만 팀
 독일 63607 배흐터스바흐 랑가쎄 28
쿤츠 마르틴
 독일 76337 발드브론 슐레헨베그 14
엘젠 알렉산더
 독일 63456 하나우 암 비젠그룬트 20
- (74) 대리인
김태홍, 김진희

전체 청구항 수 : 총 14 항

(54) 발명의 명칭 적층 제조 프로세스에서의 사용을 위한 분말

(57) 요약

본 발명은 10 μm 이상의 d_2 값, 200 μm 이하의 d_9 값 및 0.8 kJ/(kg* μm) 이하의 $E_{L,aw}/d_{50}$ 비를 갖는, 적층 제조 방법을 위한 분말에 관한 것이고, $E_{L,aw}$ 는 애벌런치 에너지(avalanche energy)를 나타내고, d_{50} 은 평균 입자 직경을 나타낸다. 본 발명은 청구된 분말을 이용한 적층 제조에 의해 부품을 생산하는 방법에 더 관한 것이다.

(52) CPC특허분류

B33Y 10/00 (2013.01)

B33Y 70/00 (2013.01)

B22F 2003/1057 (2013.01)

B22F 2301/25 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

적층 제조 프로세스(additive manufacturing process)를 위한 분말로서,

- a) 10 μm 이상의 d_2 값;
- b) 200 μm 이하의 d_{90} 값;
- c) 0.8 kJ/(kg* μm) 이하의 $E_{L,aw}/d_{50}$ 비

를 포함하고,

$E_{L,aw}$ 는 애벌런치 에너지(avalanche energy)이고, d_{50} 은 평균 입자 직경인 것인 분말.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 분말은 0.65 kJ/(kg* μm) 이하, 특히 0.5 kJ/(kg* μm) 이하의 $E_{L,aw}/d_{50}$ 값을 포함하는 것인 분말.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 재료는 금속인 것인 분말.

청구항 4

제3항에 있어서, 상기 금속은 귀금속(precious metal) 또는 비귀금속(base metal)으로 이루어진 그룹으로부터 선택되는 것인 분말.

청구항 5

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 금속은 합금인 것인 분말.

청구항 6

제1항 내지 제5항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 합금은 티타늄-알루미늄 합금, 구리-주석 합금, 알루미늄 합금, 강철 합금 및 니켈 기반 합금으로 이루어지는 그룹으로부터 선택되는 것인 분말.

청구항 7

제1항 내지 제5항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 금속은 비정질 금속인 것인 분말.

청구항 8

제7항에 있어서, 상기 비정질 금속은, 지르코늄 기반 비정질 금속, 구리 기반 비정질 금속 및 철 기반 비정질 금속으로부터 선택된 것인 분말.

청구항 9

제1항 내지 제8항 중 어느 한 항에 있어서, 입자의 적어도 80%는 $0.8 \leq d_{min}/d_{max} \leq 1.0$ 의 조건을 충족하고, 상기 d_{min} 은 입자의 최소 직경이고 상기 d_{max} 는 입자의 최대 직경인 것을 특징으로 하는 분말.

청구항 10

적층 제조를 위한 분말 베드 기반 프로세스(powder bed-based process)에서의 제1항 내지 제9항 중 어느 한 항에 따른 분말의 용도.

청구항 11

제10항에 있어서, 상기 적층 제조를 위한 프로세스는 선택적 레이저 용융, 선택적 레이저 소결 및 전자 빔 용융 으로부터 선택되는 것인 용도.

청구항 12

적층 제조에 의한 부품의 생산을 위한 프로세스로서,

- a) 10 μm 이상의 d_2 값, 200 μm 이하의 d_{90} 값 및 0.80 kJ/(kg* μm) 이하의 $E_{\text{L,aw}}/d_{50}$ 비를 포함하는 분말을 제공하는 단계;
- b) 상기 분말로부터 상기 부품을 적층 제조하는 단계를 포함하는 것인 프로세스.

청구항 13

제12항에 있어서, 단계 a)는, 다음의 하위 단계, 즉

- a1) 분말을 제공하는 단계;
- a2) 입자 크기 분포가 $d_2 \geq 10 \mu\text{m}$ 및 $d_{90} \leq 200 \mu\text{m}$ 를 충족하도록 상기 분말을 크기별로 분류하는 단계;
- a3) 0.80 kJ/(kg* μm) 이하의 $E_{\text{L,aw}}/d_{50}$ 비를 갖는 분말을 선택하는 단계를 포함하는 것인 프로세스.

청구항 14

제12항 또는 제13항에 있어서, 단계 b)는, 다음의 하위 단계, 즉

- b1) 상기 분말의 층을 도포하는 단계;
- b2) 레이저 또는 전자 방사선에 의해 상기 분말의 적어도 일부를 소결 온도 및/또는 용융 온도로 가열하고, 이어서 가열된 상기 분말을 냉각시키는 단계를 포함하는 것인 프로세스.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 적층 제조 프로세스(additive manufacturing process)는 기존의 생산 프로세스에 혁신을 일으키고 있다. 적층 제조 프로세스는 복잡한 3차원 기하학적 구조를 갖는 부품을 직접 제조하는 데 사용될 수 있다. 적층 제조는 디지털 3D 구축 데이터에 기초하여 재료의 층별 부착(layer-by-layer deposition)을 통해 부품이 형성되는 프로세스를 나타내는 데 사용된다.

배경 기술

[0002] 분말 베드 기반 프로세스(powder bed-based process)는 적층 제조 프로세스의 한 형태이다. 초기에, 상기 분말 베드 기반 적층 제조 프로세스에서는 구축 플랫폼에 얇은 분말층이 도포된다. 에너지가 풍부한 방사선 형태의 충분히 높은 에너지 공급에 의해, 예를 들어, 레이저 또는 전자 방사선을 통해, 분말은 컴퓨터가 생성한 구축 데이터에 의해 미리 결정된 사이트(site)에서, 적어도 부분적으로, 용융되거나 소결된다. 그 다음, 분말층의 선택적으로 조사된 사이트는 냉각되어 경화된다. 이어서, 구축 프레임이 하강되고, 분말의 다른 도포가 뒤따른다. 또한, 다음 분말층도, 적어도 부분적으로, 용융되거나 소결 온도 이상으로 가열되어, 선택적으로 가열된 사이트에서, 그 아래에 놓이는 층에 연결된다. 이러한 단계들은 최종 형상의 부품이 얻어질 때까지 많은 연속하는 층들로 반복된다.

[0003] 최근에, 특히, 적층 제조에 의해 처리될 수 있는 재료의 수에 관하여 많은 진보가 성취되었다. 따라서, 플라스틱 재료뿐만 아니라, 예를 들어, 금속 또는 세라믹과 같은, 높은 용융점을 갖는 재료를 인쇄하는 것이 이제 가

능하다.

[0004] 특히, 알려진 서브트랙티브 프로세스(subtractive process)(예를 들어, CNC 밀링)로 획득될 수 있는 부품에 필적하거나 그보다 훨씬 더 나은 물성을 포함하는 복잡한 기하학적 구조를 갖는 부품을 생산하는 것이 적층 제조 프로세스의 목적이다. 따라서, 예를 들어, 부품의 인장 강도는 다공도(porosity)에 직접 관련된다. 재료가 더 조밀하게 인쇄될 수 있을수록, 완성된 부품의 인장 강도는 더 높아진다. 완성된 부품의 다른 관련된 특성은, 예를 들어, 높은 에지 샤프니스(edge sharpness)와 가능한 최대로 낮은 가능 표면 거칠기를 포함한다.

[0005] 가능한 최대로 높은 기계적 안정성을 특징으로 하는 부품을 획득하기 위하여, 밀도가 높은 분말 베드를 가지는 것이 바람직하다. 이를 획득하기 위하여, 분말층의 벌크 밀도(bulk density)는 적어도 50%, 특히 적어도 60%인 것이 바람직하다. 한편, 분말이 닥터 블레이드(doctor blade)에 의해 도포될 수 있도록 적절히 조절되는, 예를 들어, 유동성(flowability)과 같은, 분말의 동적 특성을 가지는 것이 분말 베드 기반 프로세스에 유리하다.

[0006] 실제 적용에 있어서, 분말 도포 및 실제 제조 단계 모두에 대하여 동시에 분말 특성을 최적화하는 것은 매우 어렵다는 것이 명백하다. 흔히, 소정의 특성(예를 들어, 유동성)의 개선은 (예를 들어, 완성된 부품의 밀도와 같은) 다른 특성의 대가로 획득된다. 그러나, 이에 따라 분말이 낮은 다공도(porosity)의 치밀한 부품으로 처리될 수 있는지 여부를 예측하기 위하여 측정된 값을 이용하는 것은 지금까지 불가능하였다. 오히려, 이에 따라 지금까지는 인쇄된 부품의 물성을 사후에 평가하기 위하여 각각의 잠재적으로 적합한 분말을 이용하여 광범위한 인쇄 실험을 수행하는 것이 필요하였다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0007] 높은 상대 밀도(즉, 낮은 다공도)를 갖는 복잡한 부품이 적층 제조에 의해 제조될 수 있는 분말을 제공하는 것이 본 발명의 하나의 과제이다. 선택적으로는, 분말로부터 생산될 수 있는 부품은 또한 가능한 최대로 높은 에지 샤프니스 및/또는 가능한 최대로 낮은 표면 거칠기를 포함할 것이다.

과제의 해결 수단

[0008] 본 발명의 과제는 독립 청구항 1을 통해 충족된다.

[0009] 분말이 다음의 특징들, 즉 10 μm 이상의 d_2 값, 200 μm 이하의 d_{90} 값 및 0.8 kJ/(kg $\cdot\mu\text{m}$) 이하의 비(Q)[Q는 애벌런치 에너지(avalanche energy)($E_{L,av}$)를 평균 입자 직경(d_{50})으로 나눈 비($E_{L,av}/d_{50}$)임]를 포함한다면, 놀랍게도, 연속하는 분말층의 선택적 용융 및/또는 소결에 의한 적층 제조에 대하여 분말이 특히 잘 맞다는 것이 명백해졌다.

[0010] 본 발명에 따른 분말의 파라미터의 사양은 적층 제조 프로세스에서의 사용을 위한 분말의 적합성에 관한 신뢰성 있는 설명을 할 수 있게 한다. 후속하는 기계적 시험을 통한 광범위한 인쇄 시험이 생략될 수 있으며, 이는 엄청난 편리를 제공하는 것이다.

[0011] 본 발명의 분말은, 바람직하게는, 소결되고 그리고/또는 용융될 수 있는 재료로부터 선택된다. 본 발명의 범위에서, 소결되고 그리고/또는 용융될 수 있는 재료는, 프로세스에서 사용되는 조건에 있어서, 적층 제조 프로세스에서 열적 분해를 겪지 않는 재료인 것으로 이해되어야 한다. 본 발명에 따라, 분말은 개별 입자로 이루어진다. 분말은 입자 크기 분포를 가질 수 있다.

[0012] 분말의 입자는, 바람직하게는, 실온과 대기압에서 고체인 재료로 이루어진다. 바람직한 실시예에서, 재료는 분해 온도 미만의 용융 온도를 포함한다. 선택적으로는, 재료는 유리 전이 온도를 포함할 수 있다. 재료의 용융 온도 및/또는 유리 전이 온도(유리 전이 온도가 있는 경우)는, 바람직하게는 100 $^{\circ}\text{C}$ 초과, 특히 300 $^{\circ}\text{C}$ 초과이다. 유리 전이 온도는, 예를 들어, 동역학 분석을 이용하거나 또는 DSC(dynamic differential scanning calorimetry)에 의해 결정될 수 있다.

[0013] 본 발명에 따른 분말은 다수의 재료를 포함할 수 있다. 분말은, 금속, 세라믹, 유리 및 유리 세라믹으로 이루어지는 그룹으로부터 선택되는 적어도 하나의 재료를 포함할 수 있다. 바람직한 실시예에서, 분말은 위에서 특정된 재료 중 하나로 이루어진다. 바람직한 실시예에서, 분말은 상이한 재료들의 분말의 혼합물일 수도 있다.

[0014] 여기서, "금속"은 순금속(pure metal)뿐만 아니라 금속 합금을 모두 의미하는 것으로 이해되어야 한다.

- [0015] 본 발명에 따른 분말은, 금속으로서, 순금속, 다수의 종류의 순금속, 한 종류의 금속 합금, 다수의 종류의 금속 합금 또는 이들의 혼합물을 포함할 수 있다.
- [0016] 본 발명의 범위 내에서, "순금속(pure metal)"이라는 용어는 원소 형태로 존재하고 붕소와 원소의 주기율표의 동일한 주기에 있지만 붕소의 왼쪽에 있고, 실리콘과 동일한 주기에 있지만 실리콘의 왼쪽에 있고, 게르마늄과 동일한 주기에 있지만 게르마늄의 왼쪽에 있고, 안티몬과 동일한 주기에 있지만 안티몬의 왼쪽에 있는 화학 원소 및 55보다 큰 원자 번호를 갖는 모든 원소를 지칭할 것이다.
- [0017] "순금속"이라는 용어는 불순물을 포함하는 금속을 배제하지 않는다. 바람직하게는, 불순물의 전체 양은, 순금속의 전체 양에 대하여, 1 중량% 이하, 특히 0.1 중량% 이하, 훨씬 더 바람직하게는, 0.01 중량% 이하이다. 특히 바람직한 실시예에서, 순금속은 고의적으로 첨가된 원소를 함유하지 않는다.
- [0018] 바람직한 실시예에서, 순금속은 귀금속(precious metal)일 수 있다. 특히 바람직한 실시예에서, 귀금속은 플래티넘 금속, 금 또는 은이다. 플래티넘 금속은, 플래티넘, 이리듐, 팔라듐, 루테튬, 로듐 및 오스뮴으로 구성되는 그룹으로부터 선택될 수 있다.
- [0019] 다른 바람직한 실시예에서, 순금속은 내화 금속일 수 있다. 내화 금속은 4족(예를 들어, 티타늄, 지르코늄 및 하프늄), 5족(예를 들어, 바나듐, 니오븀 및 탄탈륨) 및 6족(크롬, 몰리브덴 및 텅스텐)의 원소로부터 선택될 수 있다.
- [0020] 다른 바람직한 실시예에서, 순금속은 비철 금속 또는 철일 수 있다. 비철금속은 카드뮴, 코발트, 구리, 니켈, 납, 주석 및 아연으로 이루어진 그룹으로부터 선택될 수 있다.
- [0021] 일 실시예에 따르면, 금속은 금속 합금일 수 있다. 본 발명에 따르면, 금속 합금은 적어도 하나가 금속인 적어도 두 개의 원소의 금속성 혼합물인 것으로 이해되어야 한다. 이와 연계하여, "금속성(metallic)"은 참여하는 원소들 사이에 금속 결합이 있다는 것을 의미하는 것으로 이해되어야 한다.
- [0022] 바람직한 실시예에서, 금속 합금은 귀금속 합금일 수 있다. 특히 바람직한 실시예에서, 귀금속 합금은 플래티넘 금속, 금 및 은으로 이루어진 그룹으로부터 선택된 원소를 함유한다.
- [0023] 귀금속 합금에서의 바람직한 플래티넘 금속은 플래티넘, 이리듐, 팔라듐, 루테튬, 로듐 및 오스뮴으로 이루어진 그룹으로부터 선택될 수 있다. 또 다른 바람직한 실시예에서, 귀금속 합금은 플래티넘 금속(예를 들어, 플래티넘-이리듐 합금 또는 플래티넘-로듐 합금)의 적어도 2개의 합금일 수 있다.
- [0024] 바람직하게는, 금속 합금은 내화 금속, 비철금속, 철뿐만 아니라 적어도 2개의 상기 금속의 조합으로부터 선택된 원소를 함유할 수 있다.
- [0025] 또한, 특히 바람직한 금속 합금은 고온 용례를 위하여 알루미늄 합금, 니켈 기반 합금, 코발트 기반 합금, 티타늄-알루미늄 합금, 구리-주석 합금, 스테인리스 강 합금, 공구 강(tool steel) 합금 및 초합금으로부터 선택될 수 있다.
- [0026] 특히 바람직한 실시예에서, 금속 합금은 비정질 금속일 수 있다.
- [0027] 비정질 금속은 금속 결합 특징 그리고 이와 동시에 비정질, 즉 비결정질 상(non-crystalline phase)을 포함하는 합금인 것으로 이해되어야 한다. 비정질 금속은 종종 매우 단단하기 때문에 특수한 성질을 가질 수 있지만, 또한 가소성으로 변형 가능하고(연성이고) 고도의 탄력성을 가질 수 있다. 비정질 금속은 티타늄 기반, 지르코늄 기반, 철 기반, 니켈 기반, 코발트 기반, 팔라듐 기반, 백금 기반, 구리 기반, 금 기반, 마그네슘 기반, 칼슘 기반 및 알루미늄 기반의 합금으로 이루어진 그룹에서 선택될 수 있다. 이와 연계하여, "~ 기반(based)"은 각각의 원소가 합금의 중량에 대해 가장 큰 분율을 나타내는 것을 의미하는 것으로 이해되어야 한다. 비정질 금속을 형성하는 합금의 특히 바람직한 예는, NiNbSn, CoFeTaB, CaMgAgCu, CoFeBSiNb, FeGa(Cr, Mo)(P, C, B), TiNiCuSn, FeCoLnB, Co(Al, Ga)(P, B, Si), FeBSiNb, Ni(Nb, Ta)ZrTi로 이루어지는 그룹으로부터 선택된다. 구체적으로는, 비정질 금속은 ZrCuAlNb 합금일 수 있다. 바람직하게는, 상기 ZrCuAlNb 합금은 지르코늄에 더하여, 23.5 내지 24.5 중량%의 구리, 3.5 내지 4.0 중량%의 알루미늄 및 1.5 내지 2.0 중량%의 니오븀을 포함할 수 있다(Heraeus Deutschland GmbH로부터 AMZ4[®] 라는 이름으로 상업적으로 입수할 수 있음).
- [0028] 원칙적으로, 금속 분말의 제조에 적합한 프로세스는 당해 기술분야에서의 통상의 기술자에게 알려져 있다. 바람직하게는, 금속 입자로부터의 분말의 생산은 무화 프로세스(atomization process), 특히 플라즈마 무화, 원심(centrifugal) 무화 또는 도가니 없는 무화(crucible-less atomization)에 의해 수행된다.

- [0029] 일 실시예에서, 본 발명에 따른 분말의 재료는 세라믹 재료일 수 있다. 본 발명과 연계하여, 세라믹은 금속 성질을 가지지 않는 결정질 무기 재료인 것으로 이해되어야 한다. 바람직한 실시예에서, 세라믹 재료는 천연 재료를 포함할 수 있다. 세라믹 재료는 산화물 세라믹, 질화물 세라믹, 탄화물 세라믹 및 상기 세라믹들 중 적어도 2개의 혼합된 형태로 이루어진 그룹으로부터 선택될 수 있다.
- [0030] 산화물 세라믹은, 바람직하게는, 마그네슘, 칼슘, 알루미늄, 실리콘, 티타늄, 지르코늄 및 아연으로 이루어진 그룹으로부터 선택된 원소의 산화물을 포함할 수 있다. 산화물 세라믹 재료는 순원소 산화물(pure element oxide) 또는 혼합 산화물을 포함할 수 있다. 바람직한 실시예에서, 순원소 산화물은 마그네슘 산화물, 칼슘 산화물, 알루미늄 산화물, 실리콘 산화물, 티타늄 산화물, 지르코늄 산화물 및 아연 산화물로 이루어진 그룹으로부터 선택된다. 다른 바람직한 실시예에서, 혼합 산화물은 마그네슘, 칼슘, 알루미늄, 실리콘, 티타늄, 지르코늄 및 아연으로 이루어진 그룹으로부터 선택되는 원소들 중 적어도 2개를 함유한다. 선택적으로는, 혼합 산화물은 원소 주기율표의 주요 3족 내지 6족의 원소로 이루어진 그룹으로부터 선택된 추가 원소를 함유할 수 있다. 상이한 형상 및 크기의 세라믹 분말은 당해 기술분야에서의 통상의 기술자에게 알려진 프로세스에 의해, 예를 들어, 그라인딩에 의해 생산될 수 있다.
- [0031] 일 실시예에서, 본 발명에 따른 분말의 재료는 유리일 수 있다. 본 발명의 범위 내에서, 유리는 금속 결합 특성을 포함하지 않는 무기 비결정 재료로 이해되어야 한다. 유리는 산화물 유리일 수 있다. 산화물 유리는 규산염 유리, 붕산염 유리, 인산염 유리로 이루어진 그룹으로부터 선택될 수 있다. 상기 바람직한 산화물 유리의 명칭은 각각 중량에 대하여 어느 성분이 우세한지를 나타낸다. 예를 들어, 규산염(SiO_4^{4-})은 규산염 유리의 가장 일반적인 성분이다. 특정 종류의 유리 각각은 산화물의 형태로 추가 원소를 함유할 수 있으며, 상기 추가 원소는, 예를 들어, 알칼리 금속, 알칼리 토금속, 알루미늄, 붕소, 납, 아연 및 티타늄으로부터 선택될 수 있다.
- [0032] 유리 분말은 당해 기술분야에서의 통상의 기술자에게 알려진 프로세스에 따라, 예를 들어, 그라인딩 또는 화학적 합성[예를 들어, 침전(precipitation), 졸-겔(sol-gel) 프로세스]에 의해 생산될 수 있다.
- [0033] 일 실시예에서, 분말은 유리 세라믹 재료를 함유할 수 있다. 유리 세라믹은 금속 특성을 포함하지 않는 무기 재료이고, 비결정 상 및 결정질 상을 모두 포함한다.
- [0034] 바람직하게는, 입자의 적어도 80%는 다음의 조건을 충족한다.
- [0035] $0.8 \leq d_{\min}/d_{\max} \leq 1.0$
- [0036] 여기에서, d_{\min} 은 입자의 최소 직경이고, d_{\max} 는 입자의 최대 직경이다.
- [0037] 파라미터 d_2 , d_{50} 및 d_{90} 이 본 발명에 따른 분말과 연계하여 참조되는 한, 이러한 파라미터들은 다음과 같이 결정될 수 있다. 측정은 ISO 13320:2009에 따른 레이저 회절 입자 크기 분석에 의해 건식 분산으로서 대응하는 분말에서 수행될 수 있고, 측정된 데이터로부터 누적 부피 분포 곡선이 결정될 수 있다. ISO 9276-2:2014에 따르면 d_2 , d_{50} 및 d_{90} 의 값은 부피 분포 곡선에서 계산될 수 있다. 이와 연계하여, 예를 들어, " d_2 "는 입자의 2 부피%가 이 값보다 작은 직경을 갖는다는 것을 의미한다.
- [0038] 본 발명에 따른 분말은 10 μm 이상, 특히 20 μm 이상, 특히 바람직하게는 30 μm 이상의 d_2 값을 가진다. 더욱이, 본 발명에 따른 분말은 200 μm 이하, 바람직하게는 150 μm 이하, 특히 100 μm 이하 및 특히 바람직하게는 65 μm 이하의 d_{90} 값을 가진다. 통상적인 분말은, 예를 들어, 10 - 32 μm , 10 - 45 μm , 20 - 63 μm , 45 - 100 μm , 45 - 150 μm 의 범위의 입자 크기 분포를 포함한다. 이와 연계하여, 하이픈 앞에 오는 값은 각각 d_2 값을 나타내고 하이픈 다음의 값은 d_{90} 값을 나타낸다.
- [0039] 더욱이, 본 발명에 따른 분말은 0.8 kJ/(kg* μm) 이하의 비(Q)를 포함하며, Q는 애벌런치 에너지(E_{Law})와 평균 입자 직경(d_{50})의 비($Q = E_{\text{Law}}/d_{50}$)이다. 바람직한 실시예에서, 비(Q)는 0.65 kJ* μm /kg 이하, 특히 0.5 kJ* μm /kg 이하의 값을 취한다. 본 발명의 범위 내에서, 애벌런치 에너지(E_{Law})는 회전 분말 분석(revolution powder analysis)에 의해 결정될 수 있다. 회전 분말 분석 절차는 "측정 방법" 섹션에서 설명된다.
- [0040] 본 발명의 분말은 다음의 일련의 단계를 특징으로 하는 프로세스를 통해 발견될 수 있다.
- [0041] a) 용융 및/또는 소결될 수 있는 재료로 이루어진 분말을 제공하는 단계.

- [0042] b) 입자 크기 분포가 조건 $d_2 \geq 10 \mu\text{m}$ 및 $d_{90} \leq 200 \mu\text{m}$ 를 충족하도록 분말을 크기별로 분류하는 단계.
- [0043] c) 회전 분말 분석에 의해 유동성을 결정하고, ISO 13320:2009에 따른 레이저 회절 분석에 의해 d_{50} 값을 결정하는 단계.
- [0044] d) E_{Law}/d_{50} 비를 계산하는 단계.
- [0045] e) $0.8 \text{ kJ}/(\text{kg}*\mu\text{m})$ 이하의 E_{Law}/d_{50} 비를 갖는 분말을 선택하는 단계.
- [0046] 위에서 특정된 프로세스의 사용을 통해, 적층 제조 프로세스에서, 특히, 예를 들어, 선택적 레이저 용융과 같은 분말 베드 기반 프로세스에서 사용될 수 있는 분말을 식별하는 것이 가능하다.
- [0047] 단계 b)에서, 분말은 적어도 하나의 크기 분류 프로세스를 거치게 된다. 스크리닝(screening) 및 체질(sifting)이 바람직한 크기 분류 프로세스이다. 스크리닝은, 예를 들어, 텀블 스크린(tumble screen), 회전하는 스크린 또는 진동하는 스크린에 의해 이루어질 수 있다. 일반적으로, 스테인리스 강으로 이루어진 보통의 스크리닝 메시가 스크리닝을 위하여 사용된다. 분말을 위한 체질 프로세스는 당해 기술분야에서의 통상의 기술자에게 일반적으로 알려져 있다. 체질은, 예를 들어, 바람 체질(wind sifting)에 의해 이루어질 수 있다.
- [0048] 마찬가지로, 가능한 한 정확하게 조절될 수 있는 입자 크기 분포를 획득하기 위하여 상기 스크리닝 프로세스 중 2 이상이 연속으로 수행될 수 있다. 예를 들어, 초기에, 하나 이상의 스크리닝 프로세스가 수행되고, 이어서, 하나 이상의 체질 프로세스가 수행될 수 있다. 이와 연계하여, 분말은 $10 \mu\text{m}$ 보다 작은 입자 크기 직경을 포함하는 입자가 대체로 제거될 수 있고(즉, $d_2 \geq 10 \mu\text{m}$), $200 \mu\text{m}$ 보다 큰 입자 크기 직경을 포함하는 입자가 대체로 제거될 수 있다(즉, $d_{90} \leq 200 \mu\text{m}$).
- [0049] 체질에 이어, 애벌런치 에너지(E_{Law})가 회전 분말 분석에 의해 결정될 수 있고, d_{50} 값이 레이저 회절 분석에 의해 결정될 수 있다. 이 목적으로 사용되는 측정 방법은 아래에서 설명된다.
- [0050] 이에 따라 결정된 값을 이용하여, 애벌런치 에너지(E_{Law})와 평균 입자 직경(d_{50})의 비(Q)가 결정될 수 있다($Q = E_{Law}/d_{50}$).
- [0051] 그 다음, 단계 e)에서, $0.8 \text{ kJ}/(\text{kg}*\mu\text{m})$ 이하의 비(Q)를 포함하는 분말이 선택될 수 있다. 바람직한 실시예에서, Q는 $0.65 \text{ kJ}*\mu\text{m}/\text{kg}$ 이하, 특히 $0.5 \text{ kJ}*\mu\text{m}/\text{kg}$ 이하이다. 분말이 필요한 값을 충족하지 않으면, E_{Law}/d_{50} 값을 충족하기 위하여 더 처리될 수 있거나, 분말이 폐기 및/또는 재활용될 수 있다.
- [0052] 비(Q)는 분말의 유동성 기준이다. 당해 기술분야에서의 통상의 기술자는 생산 프로세스 이후에 분말의 유동성에 더 영향을 미치는 방법을 기본적으로 알고 있다. 분말의 유동성은, 예를 들어, 분말의 생산 동안, 후처리에 의해 또는 이 양자의 조합을 통해 영향을 받을 수 있다. 구형 입자는 생산 프로세스 동안 더 나은 유동성에 대해 유리하다. 유동성은, 예를 들어, 분말의 수분 함량을 조절함으로써 변화될 수 있다. 또한, 예를 들어, 온도 처리 또는 그라인딩을 통해 입자 표면을 개질시킴으로써 분말 제조 후 유동성을 개질시키는 것이 가능하다. 하나의 가능한 실시예에서, 위에서 특정된 기준은 Q에 대한 조건을 충족시키지 않는 이러한 분말의 유동성을 변화시키는 데 사용될 수 있다.
- [0053] 더욱이, 본 발명은, 다음의 단계들을 포함하는, 적층 제조에 의한 부품의 생선을 위한 프로세스에 관한 것이다.
- [0054] a) 입자 크기 분포가 $10 \mu\text{m}$ 이상의 d_2 값, $200 \mu\text{m}$ 이하의 d_{90} 값 및 $0.8 \text{ kJ}/(\text{kg}*\mu\text{m})$ 이하의 E_{Law}/d_{50} 비를 포함하는 분말을 제공하는 단계.
- [0055] b) 단계 a)로부터의 분말을 이용하여 부품을 적층 제조하는 단계.
- [0056] 단계 a)에서 제공된 분말은 단계 b)에서 부품을 적층 제조하기 위하여 사용된다. 본 발명의 범위 내에서, 적층 제조 프로세스는 적어도 하나의 분말층이 선택적으로 소결 및/또는 용융 온도로 가열되는 것으로 이해되어야 한다. 상기 적층 제조 프로세스는 분말 베드 기반 프로세스로도 불린다. 가열된 층은, 예를 들어, 냉각에 의해, 고형화된 층으로 변환될 수 있다. 바람직한 실시예에서, 적어도 2개의 고형화된 층이 각각 분말 베드(즉, 분말층)로부터 서로 위로 생성된다. 상기 적층 제조 프로세스는, 원칙적으로, 당해 기술분야에서의 통상의 기술자에게 알려져 있다.

- [0057] 선택적 레이저 소결[selective laser sintering(SLS)], 선택적 레이저 용융[selective laser melting(SLM)] 및 선택적 전자 빔 용융[selective electron beam melting(EBM)]은 지금 예시적인 목적으로 언급될 것이다. 바람직한 실시예에서, 적층 제조 프로세스를 기계 가공 프로세스와 결합시키는 것이 가능하다.
- [0058] 본 발명에 따른 프로세스의 단계 b)에 따른 적층 제조의 바람직한 절차는 다음의 하위 단계들을 포함할 수 있다.
- [0059] b1) 본 발명에 따른 분말층을, 예를 들어, 구축 패널(building panel)에 도포하는 단계.
- [0060] b2) 레이저 또는 전자 방사선에 의해 소결 및/또는 용융 온도까지 제1 분말층의 적어도 일부를 가열하고, 이어서 가열된 분말을 냉각시키는 단계.
- [0061] 선택적으로는, 프로세스는 다음의 단계들을 더 포함한다.
- [0062] b3) 본 발명에 따른 다른 분말층을 이전에 생성된 층 상에 도포하는 단계.
- [0063] b4) 레이저 또는 전자 방사선에 의해 소결 및/또는 용융 온도까지 추가 분말층의 적어도 일부를 가열하고, 이어서 가열된 분말을 냉각시키는 단계.
- [0064] 단계 b3) 및 단계 b4)와 유사하게, 완성된 부품이 획득될 때까지, b4)에 이어 임의의 개수의 추가 층이 상하로 도포될 수 있다.
- [0065] 선택적으로는, 추가 단계들은, 단계들의 순서가 유지되는 한, 단계 b1) 내지 b4) 사이에서 각각 행해질 수 있다.
- [0066] 단계 b1)에서, 본 발명에 따른 제1 분말층이 구축 패널 상으로 도포된다. 바람직하게는, 구축 패널은 평평하고, 높은 열 전도도를 포함한다. 바람직하게는, 구축 패널은 금속으로 이루어진다. 분말층은, 바람직하게는, 닥터 블레이드를 이용하여 도포된다. 제1 층의 도포는 폐쇄된 조립 공간에서 행하는 것이 바람직하다. 선택적으로는, 조립 공간은 단계 b1) 전에 진공 처리되거나 불활성 기체(예를 들어, 질소 또는 비활성 기체)로 채워진다.
- [0067] 단계 b2)에서, 제1 분말층의 적어도 일부는 레이저 또는 전자 방사선에 의해 소결 및/또는 용융 온도로 가열된다. 가열은 분말의 입자의 소결 온도 및/또는 용융 온도가 초과되도록 적절히 이루어진다. 소결 온도는, 예를 들어, 입자 표면을 따르는 표면 확산에 의해, 이웃하는 입자의 접촉 사이트로의 입자의 원자 확산이 가능하게 되는 온도인 것으로 이해되어야 한다.
- [0068] 에너지가 풍부한 방사선이 분말층에 작용하여 분말층이 가열되는 영역에 관한 제어는, 바람직하게는, 컴퓨터 제어에 의해 가정된다. 다수의 가상 부분으로 분해되는 제조 대상 부품의 3D 모델이 이 목적을 위하여 사용될 수 있다. 그 다음, 3D 모델의 상기 가상 부분 각각은 가열될 도포된 분말층의 영역을 위한 템플릿 역할을 할 수 있다.
- [0069] 가열된 영역은, 가열 후에, 용융 및/또는 소결 온도 아래로 냉각된다. 프로세스에서, 이전에 가열된 분말층은 경화 및/또는 고형화된다.
- [0070] 단계 b3)에서, 본 발명에 따른 추가 분말층이 이전에 생성된 층 상에 도포된다.
- [0071] 단계 b4)에서, 추가 분말층의 적어도 일부는, 이전과 같이, 분말 입자의 소결 또는 용융 온도로 가열된다. 소결 또는 용융 온도를 넘어 가열되는 입자 때문에, 입자의 재료는 동일한 층의 이웃하는 입자의 재료 및 이전에 생성된 층의 이웃하는 입자의 재료 모두에 연결되게 될 수 있다.
- [0072] 일단 부품의 제조가 완료되면, 소결되지 않은 그리고/또는 용융되지 않은 느슨한 분말이 제거될 수 있다. 이러한 제거는, 예를 들어, 샌드 블래스팅 또는 흡인(aspiration)에 의해 이루어질 수 있다.
- [0073] 선택적으로는, 상기 부품은 적층 프로세스 이후에 후처리를 거칠 수 있고, 후처리는 연삭 처리(ablative treatment)[예를 들어, 그라인딩, 폴리싱, 밀링, 드릴링, 에칭 레이저 또는 플라즈마 애블레이션(ablation)과 같은 처리], 빌드업 처리(build-up treatment)(예를 들어, 코팅, 페인팅, 스퍼터링, 용접, 납땀과 같음), 열처리(예를 들어, 가열 및 냉각), 전기적 처리[전기 용접, 전기 도금, 부식(eroding)], 압력 변화(압력 증가, 압력 감소), 기계적 변형(프레싱, 롤링, 스트레칭, 성형) 및 이들 중 적어도 2개의 임의의 조합을 포함할 수 있다.

발명의 효과

- [0074] 적층 제조 프로세스에서의 본 발명에 따른 분말의 사용으로 인해, 높은 상대 밀도(즉, 매우 낮은 다공도)를 갖

는 부품이 제조될 수 있다. 홀(hole)이나 보이드(void)가 잠재적인 균열 사이트가 될 수 있기 때문에, 특히, 기계적으로 안정된 부품을 획득하기 위하여, 높은 상대 밀도는 중요하다. 더욱이, 열적으로 절연성인 기체를 포함하는 것도 또한 열 전도도를 손상시킬 수 있다. 재료 내의 상기 절연 영역은, 특히, 부품이 높은 열 전도도를 갖도록 요구되는 경우, 불리할 수 있다.

[0075] 더욱이, 본 발명에 따른 프로세스는 90%보다 큰, 바람직하게는 95%보다 큰 상대 밀도를 갖는 부품이 획득될 수 있게 한다.

[0076] 제조된 부품은, 예를 들어, 냉각 요소, 최적화된 토폴로지를 갖는 경량 부품, 의료 기기 또는 맞춤형 임플란트일 수 있다.

[0077] 본 발명에 따른 분말의 사용은 복잡하거나 섬세한 구조를 갖는 부품이 제조될 수 있게 한다. 본 발명에 따른 프로세스는, 특히, 복잡한 기하학적 형상으로 인해, 예를 들어 밀링과 같은 종래의 서브트랙티브 프로세스를 통해 제조될 수 없는 부품의 제조에 매우 적합하다.

도면의 간단한 설명

[0078] 도 1은, 분말로 이루어진 인쇄된 부품의 광현미경 이미지를 예시적으로 도시한 것이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0079] 측정 방법

[0080] 본 명세서에서 기준이 특정되는 한, 관련된 언급은 출원일자에 유효하였던 양태를 지칭한다.

[0081] 입자 크기 분포

[0082] 입자 크기 분포는 "Helos BR/R3" 장치(Sympatec GmbH, 독일)를 이용하여 ISO 13320:2009에 따라 레이저 회절에 의해 결정될 수 있다. 분말에 존재하는 입자 크기에 따라, 여기에서의 측정 범위는 0.9 내지 875 μm 이다.

[0083] 건식 분산 시스템인, 진동 공급 유닛(VIBR)(벤츨리 노즐을 구비함)을 갖는 RODDS/M(Sympatec GmbH, 독일)이 분말 입자를 분산시키기 위하여 사용될 수 있다. 본 상황에서의 샘플 양은 5g이다. 프로세스에서 사용된 레이저 방사선의 파장은 632.8 nm이다. 분석은 Mie 이론에 기초하여 수행될 수 있다. 입자 크기는 부피 분포의 형태로 획득된다. 즉, 입자 크기 분포는 본 발명의 범위 내에서 부피 분포 함께 곡선의 형태로 결정된다.

[0084] d_2 , d_{50} 및 d_{90} 값은 ISO 9276-2:2014에서 설명된 바와 같은 레이저 회절(부피 분포)에 의해 측정된 입자 크기 분포로부터 계산될 수 있다.

[0085] 애벌런치 에너지

[0086] 본 발명에 따른 분말의 애벌런치 에너지($E_{L_{90}}$)를 결정하기 위해, 분말은 본 명세서에 설명된 회전 분말 분석에 의해 특성화될 수 있다. 예를 들어 *Revolution Version 6.06* 소프트웨어를 실행하는 Revolution Powder Analyzer 모델 Rev2015 (미국 뉴튼 소재의 Mercury Scientific Inc.)가 애벌런치 에너지를 측정하는 데 사용될 수 있다. 본 발명의 범위 내에서, 애벌런치 에너지를 측정하기 위해 다음의 절차가 사용된다.

[0087] 벌크 중량(bulk weight) 및 벌크 부피(bulk volume)가 분말의 벌크 밀도를 결정하는 데 사용된다. 원통형 측정 드럼은 100 ml의 분말로 채워진다. 측정 드럼의 100 mm의 직경과 35 mm의 깊이를 가진다. 측정 드럼은 수평으로 배향된 실린더 축을 중심으로 분당 0.3 회전의 일정한 속도로 회전한다. 원통형 측정 드럼 내에 채워진 파우더를 함께 둘러싸는 실린더의 2개의 전면 중 하나는 투명하다. 측정이 시작되기 전에, 측정 드럼은 60초 동안 회전된다. 실제 측정을 위하여, 카메라가 초당 10개 이미지의 이미지 레이트로 측정 드럼의 회전축을 따라 회전하는 동안 분말의 사진을 촬영하는 데 사용된다. 이와 연계하여, 카메라 파라미터는 분말-공기 계면에서 가능한 최대로 높은 콘트라스트가 달성되도록 적절하게 선택된다. 측정 드럼의 회전 동안, 분말은 드럼의 하부로 역류하기 전에 특정 높이까지 중력에 반하여 끌린다. 역류는 일반적으로 갑작스런 움직임(불연속)으로 발생하며, 애벌런치라고도 한다. 150번의 애벌런치의 저하(slippage)가 기록되면 측정은 완료된다.

[0088] 이어서, 측정된 분말의 이미지가 디지털 이미지 분석에 의해 분석된다. 이미지는 동일한 크기의 픽셀로 세분된다. 픽셀의 면적과 수는 사용되는 카메라에 의존한다. 어두운 픽셀은 분말에 할당되고 밝은 픽셀은 분말 위에 있는 공기 부피에 할당된다. 분말에 할당된 각각의 픽셀에 대하여, 대응하는 부피(픽셀 영역*드럼 깊이) 및 분말의 밀도가 픽셀의 질량 계산을 위해 사용된다.

- [0089] 더욱이, 각각의 이미지에서 각각의 픽셀에 대하여 베이스라인까지의 거리(h)가 결정된다. 베이스라인은 측정 드럼의 둘레 아래의 수평 접선으로서 측정된 분말의 외부에 위치된다.
- [0090] 이 데이터는 각각의 픽셀의 위치 에너지를 계산하기 위한 수학적식 $E_{potPixel} = m \cdot g \cdot h$ 에 사용된다. 이미지마다 계산된 $E_{potPixel}$ 의 합계가 기록 당시의 전체 분말의 위치 에너지($E_{potPulv}$)를 계산하는 데 사용된다(m = 질량[kg], g = 중력 가속도[$m \cdot s^{-2}$], h = 기준선 위의 높이[m]). 분말의 특정 위치 에너지($E_{potSPulv}$)는 이렇게 얻어진 $E_{potPulv}$ 를 사용된 분말의 질량으로 나눔으로써 계산된다. 각각의 이미지의 시간에서의 분말의 특정 위치 에너지가 기록된다. 드럼의 회전 동안 분말이 끌릴 때, 위치 에너지가 최대값으로 증가하고 애벌런치의 저하 후에 최소값으로 감소한다. 애벌런치의 상기 주기적인 저하 때문에, $E_{potSPulv}$ 는 측정 동안 소정의 한계 내에서 변동한다.
- [0091] 각각의 $E_{potSPulv}$ 피크와 후속 $E_{potSPulv}$ 저점 사이의 차이가 계산되고, 이에 의해 각각의 애벌런치의 위치 에너지(E_{Law_single})가 결정된다. 애벌런치 에너지의 평균(E_{Law})이 개별적으로 결정된 모든 애벌런치 에너지(E_{Law_single})의 값으로부터 계산된다.
- [0092] 다공도
- [0093] 다공도는 다음 수학적식에 의해 설명된다.
- [0094] 다공도(P)(% 단위) = $(1 - (\rho_{geo} / \rho_{th})) \times 100\%$
- [0095] 여기에서, ρ_{geo} 는 부품의 기하학적 밀도이고, ρ_{th} 는 부품의 이론적 밀도이다. 기하학적 밀도는, 예를 들어, 정수압 스케일(hydrostatic scale)을 이용하여, 아르키메데스의 원리에 따라 결정될 수 있다. 부품의 이론적 밀도는 부품을 이루는 재료의 이론적 밀도에 대응한다. 상대 밀도(D_{rel})(% 단위)는 $(\rho_{geo} / \rho_{th}) \times 100\%$ 에 따른다.
- [0096] 예시적인 실시예
- [0097] 용융 및/또는 소결될 수 있는 다양한 재료로 제조된 분말이 스크리닝에 의해 크기별로 분류되었다(표 1). 독일 Retsch GmbH의 AS 200 유닛이 스크리닝을 위하여 사용되었다. 메시 폭이 10 μm , 20 μm , 45 μm , 63 μm 및 140 μm 인 스테인리스 강 스크린이 사용되었고, 대략 100 g의 분말이 2 내지 5분 동안 서로 다른 진폭으로 변형되었다.
- [0098] 크기별로 분류된 분말의 d_2 및 d_{90} 값이 결정되었다. 값들이 조건, 즉 d_2 값 $\geq 10 \mu m$ 및 d_{90} 값 $\leq 200 \mu m$ 를 충족시키지 못하는 경우, 스크리닝 후에, 입자 크기 분포가 특정 한계 이내가 될 때까지 추가적인 크기 분류 단계가 수행되었다. 당해 기술분야에서의 통상의 기술자는 정의된 범위 밖에 있는 분말로부터 입자를 제거하기 위해 다양한 스크린의 메시 폭을 적절하게 선택하는 방법을 알고 있다.
- [0099] 분말이 특정 조건, 즉 d_2 값 $\geq 10 \mu m$ 및 d_{90} 값 $\leq 200 \mu m$ 를 충족하면, 분말의 d_{50} 값 및 애벌런치 에너지가 또한 측정되었고 (E_{Law}/d_{50}) 비가 계산되었다.
- [0100] 측정에 사용된 모든 분말은 독일의 ConceptLaser GmbH의 모델 MLab의 설비를 사용하여 "선택적 레이저 용융"(SLM)에 의해 10 mm의 예지 길이를 갖는 입방체를 생산하는 데 사용되었다. 전체에 걸쳐 동일한 프로세스 파라미터(레이저 출력: 95W, 레이저 속도: 150 mm/s, 라인 거리: 0.09mm)가 사용되었다.
- [0101] 획득된 부품의 기하학적 밀도 및 상대 밀도가 전술한 바와 같이 결정되었다.
- [0102] 분말과 이로부터 제조된 부품의 결과는 표 1에 요약된다.

표 1

재료	실험	d ₅₀	E _{Law} /d ₅₀	상대 밀도
----	----	-----------------	-----------------------------------	-------

[0103]

CuSn8	1	31	0.29	양호
	2	46.53	0.13	양호
	3	33.94	0.27	양호
	4	46.9	0.19	양호
	5	66.87	0.07	양호
	6	75.75	0.07	양호
	7	24.03	0.48	양호
CuSn10	8	27.18	1.23	불량
	9	25.3	0.56	양호
Ti6Al4V	10	91.81	0.27	양호
	11	33.93	1.49	불량
	12	39	0.33	양호
AlSi10Mg	13	25.11	0.72	양호
	14	23.85	2.55	불량
AMZ4 (ZrCuAlNb)	15	87	0.31	양호
	16	46	1.10	불량
Al ₂ O ₃	19	79	0.10	양호
세라믹	20	4	2.40	불량

- [0104] [표 1: 특성화된 분말 및 이로부터 제조된 바디에 관한 개괄. 인쇄된 부분의 품질: 양호 = 상대 밀도 > 95%, 불량 ???]
- [0105] 평균 입자 직경(d_{50})이 단독으로는 적합한 입자를 위한 적합한 선택 기준이 아니라는 것이 표 1로부터 명백하다. 이것은, 특히, 인식될 완성된 부품의 품질 측면에서 어떠한 추이도 허용하지 않는 표 1에서의 실험 3, 실험 5 및 실험 13의 입자 크기의 비교에 의해 명백하다.
- [0106] 도 1은, 분말(8 및 9)로 이루어진 인쇄된 부품의 광현미경 이미지를 예시적으로 도시한다. 명백한 바와 같이, 분말(9)은 분말(8)보다 명확하게 더 낮은 다공도를 포함한다.

도면

도면1

