

## 明 細 書

発明の名称：

### N i 基合金粉末およびこのN i 基合金粉末を用いた積層造形品の製造方法 技術分野

[0001] この発明は、N i 基合金粉末およびN i 基合金粉末を用いた積層造形品に関し、例えば、半導体製造に用いられる酸化炉や電子部品の焼成炉で使用する部材・部品に関するものである。

### 背景技術

[0002] 一般に、半導体製造に用いられる酸化炉や電子部品の焼成炉で使用する炉内に設置する部材・部品には、部材・部品から発生する酸化スケールの製品への混入を防ぐために、耐高温酸化性に優れたN i 基合金が使用されている。このような耐高温酸化性に優れたN i 基合金としては、例えば、特許文献1に示すように、質量%で（以下、%は質量%を示す）Al：3.6～4.4%を含有し、さらに必要に応じて、Si：0.1～2.5%、Cr：0.8～4.0%、Mn：0.1～1.5%の内の1種または2種以上を含有し、残部がN i および不可避不純物からなり、高温熱交換機用のフィン、チューブとして用いられる耐高温酸化性に優れたN i 基合金が提案されている。

[0003] 特許文献2には、Al：0.05～2.5%、Si：0.3～2.5%、Cr：0.5～3.0%、Mn：0.5～1.8%を含有し、かつ、 $Si/Cr < 1.1$ 以下とし、残部がN i および不可避不純物からなる耐熱性と耐食性に優れたN i 基合金が提案されている。

[0004] 特許文献3には、Al：3.1～4.3%、Si：0.5～1.5%、Cr：1～2%、Mn：0.45～0.65%、MgとCaの一種又は二種を0.005～0.05%含有し、残部がN i および不可避不純物からなる高温強度および耐火花消耗性に優れた点火プラグ電極材用のN i 基合金が提案されている。

[0005] 特許文献4には、Al：2.0～5.0%、Si：0.1～2.5%、C

r : 0.8 ~ 4.0%、Mn : 0.1 ~ 1.5%、B : 0.001 ~ 0.01%、Zr : 0.001 ~ 0.1%を含有し、残りがNiおよび不可避不純物からなる熱間鍛造性および耐高温酸化性に優れたNi基合金が提案されている。

[0006] 特許文献5には、Al : 2.0 ~ 5.0%、Si : 0.1 ~ 2.5%、Mn : 0.1 ~ 1.5%、B : 0.001 ~ 0.01%、Zr : 0.001 ~ 0.1%を含有し、残りがNiおよび不可避不純物からなる熱間鍛造性および耐高温酸化性に優れたNi基合金が提案されている。

## 先行技術文献

### 特許文献

[0007] 特許文献1 : 特開2003-262491号公報

特許文献2 : 特開平2-163336号公報

特許文献3 : 特開平06-017170号公報

特許文献4 : 特開2014-080675号公報

特許文献5 : 特開2015-045035号公報

## 発明の概要

### 発明が解決しようとする課題

[0008] 近年、半導体製品や電子部品の製造装置用部材・部品などの用途では、耐高温酸化性に優れ、かつ、ガス流路などの複雑形状が求められている。その複雑形状は板材・棒材や鍛造品を機械加工で実現するには困難になりつつあり、複雑形状を形成する手段として、合金粉末を用いた積層造形法が適していることが知られている。しかし、上記特許文献1~5のようなAl含有量が高いNi合金は溶接割れ感受性が非常に高い。積層造形法は個々の粉末の溶融と凝固を繰り返す溶融形態であるため、ミクロレベルでの溶接と類似する。その為、積層造形法においても、割れや欠陥が生じるなど、積層造形性に劣ることが容易に推察される。従って、上記特許文献1~5として示したNi基合金をそのまま積層造形用の粉末に転用しても、積層造形性あるいは耐

高温酸化性が十分とはいえず、積層造形性及び耐高温酸化性が要請される用途のNi基合金粉末として用いられるものではなかった。

[0009] そこで、本発明の目的は、積層造形品に割れや欠陥が生じることを抑制でき、且つ耐高温酸化性にも優れたNi基合金粉末およびこのNi基合金粉末を用いた積層造形品の製造方法を提供することである。

### 課題を解決するための手段

[0010] 本発明は、質量%で、Al : 3.5 ~ 4.5 %、Cr : 0.8 ~ 4.0 %、C : 0.0100 %以下、O : 0.001 ~ 0.050 %、N : 0.0001 ~ 0.0150 %を含有し、残りがNiおよび不可避不純物からなるNi基合金粉末である。なお、本明細書で、「~」を用いて表される数値範囲は「~」の前後に記載される数値を下限値及び上限値として含むものとする。また、以下で「%」は「質量%」を意味する。

[0011] また、前記Ni基合金粉末において、必要に応じて、Si : 1.80 %以下、Mn : 1.5 %以下、Mg : 0.050 %以下のいずれか1種以上を含有することができる。

[0012] また、前記Ni基合金粉末の粉末粒径は1 ~ 100  $\mu$ mの範囲にあることが好ましい。

[0013] また本発明は、前記Ni基合金粉末を用いて積層造形品を製造する積層造形品の製造方法である。

[0014] また、前記積層造形品は、欠陥率が1.2 %以下であり、全反射率が20 %以上である。

### 発明の効果

[0015] 本発明によれば、積層造形品に割れや欠陥が生じることを抑制でき、且つ耐高温酸化性にも優れたNi基合金粉末およびこのNi基合金粉末を用いた積層造形品の製造方法を提供することができる。

### 図面の簡単な説明

[0016] [図1]選択的レーザー溶融法の積層造形装置の構成および積層造形方法の例を示す断面模式図である。

### 発明を実施するための形態

[0017] 次に、この発明のNi基合金粉末について、その合金組成における各成分元素の数値限定理由について詳述する。その後、合金粉末の製造方法および積層造形法について説明する。

[0018] 本発明は、積層造形に適したNi基合金粉末と言えるもので優れた積層造形性を有している。このような積層造形用のNi基合金粉末は従来なかった。例えば、特許文献1においてAlとCrを選択した場合、質量%で、Al : 3.5 ~ 4.5%、Cr : 0.8 ~ 4.0%、残部がNiおよび不可避免純物からなる成分組成のNi基合金粉末を得ることは出来るが、積層造形性を得ることは出来ない。そこで、C : 0.0100%以下、O : 0.001 ~ 0.050%、N : 0.0001 ~ 0.0150%を意図的に含有することで積層造形性を発揮するものが本発明のNi基合金粉末である。

本発明のNi基合金粉末であれば、前記特許文献1に記載されるNi基合金と同等の耐高温酸化性を示した上に優れた積層造形性を備えるようになる。

[0019] (Al : 3.5 ~ 4.5%)

Alは、Ni基合金からなる積層造形品の表面にアルミナ皮膜を形成し、耐高温酸化性を向上させ、酸化スケールの発生を低減する作用があるので添加する。その含有量は、3.5%以上で十分なアルミナ皮膜が形成される。4.5%以下で個々のNi基合金粉末が熔融凝固していく過程が繰り返される積層造形時に微細割れが発生し難くなる。そのため、Alの含有量は3.5 ~ 4.5%と定めた。好ましいAlの上限は、4.4%であり、さらに好ましくは4.2%である。また、好ましいAlの下限は、3.6%であり、さらに好ましくは3.7%である。

尚、上記Alの含有量の上限値と下限値は任意に組み合わせることができる。また、以下に記載する元素においても上限値と下限値は任意に組み合わせることができる。

[0020] (Cr : 0.8 ~ 4.0%)

C rは、アルミナ皮膜を安定化させることで、耐高温酸化性を向上させる作用があるので添加する。その含有量を0.8%以上とすると、前記作用の向上効果を得られ、含有量を4.0%以下とすることで、アルミナ皮膜形成を阻害されにくくなるため、耐高温酸化性の低下を抑制することができる。そのため、C rの含有量は0.8~4.0%と定めた。好ましいC rの上限は、3.0%であり、さらに好ましくは2.3%である。また、好ましいC rの下限は、1.0%であり、さらに好ましくは1.6%である。

[0021] (C : 0.0100%以下)

Cは、凝固過程で引け巣発生防止に効果がある。積層造形品を造形する際に、個々のNi基合金粉末が溶融凝固していく過程が繰り返されるが、凝固過程で引け巣が発生すると、それら欠陥が微細な粉塵の発生源となるために、特にパーティクルを嫌う半導体製造装置用の部材・部品として用いる積層造形品としては好ましくない。そのため、0.0100%以下とすることで、炭化物の発生を抑制でき、積層造形品に形成されるアルミナ皮膜の形成が阻害されにくくできる。好ましいCの上限は、0.0080%であり、さらに好ましくは0.0050%である。また、好ましいCの下限は、0.0005%であり、より好ましくは0.0008%である。よりさらに好ましいは0.0010%である。

[0022] (O : 0.001~0.050%)

Oは、粉末製造時の溶湯霧吹き工程で凝固直後の高温状態で、主にAlと瞬時に結びつき、粉末表面に極薄くて強固な酸化皮膜を形成することで、それ以上の酸化の進行が抑制されるという効果がある。これにより、積層造形品に異物として混入してしまう粉末起源の酸化物の量が極めて低く抑制される。Oを0.001%以上含有することで、その効果を示すが、0.050%を超えて含有すると粉末表面の酸化物が積層造形品の欠陥を顕在化させてしまうこととなる。そのため、Oの含有量を0.001~0.050%とする。好ましいOの上限は、0.020%であり、さらに好ましくは0.010%である。また、好ましいOの下限は、0.002%であり、さらに好ま

しくは0.005%である。

[0023] (N : 0.0001~0.0150%)

Nは、ミクロ偏析を抑制する効果がある。積層造形する際、個々の粉末はレーザーにより瞬間的に溶湯となり、引き続き、急冷で凝固し、溶融・凝固を繰り返すことにより造形される。この工程でミクロ偏析が生じる懸念がある。ミクロ偏析に起因して、積層造形品に形成されるべきアルミナ皮膜が断続的になってしまう。これにより、全体として耐高温酸化性が劣化する原因となる。Nを0.0001%以上含有することで、ミクロ偏析を抑制する効果を示すが、0.0150%を超えて含有すると針状窒化物 $\text{AlN}$ を形成することで、積層造形品の耐高温酸化の劣化を顕在化させてしまうため好ましくない。そのため、Nの含有量を0.0001~0.0150%とする。好ましいNの上限は、0.0100%であり、さらに好ましくは0.0080%である。また、好ましいNの下限は、0.0005%であり、さらに好ましくは0.0010%である。

[0024] なお、C、O、Nの含有量について、例えば、真空中で溶解しアルゴンガスタトマイズにて雰囲気をコントロールすることにより制御できる。

[0025] (Si : 1.80%以下)

Siは、Cr同様に積層造形品に形成されるアルミナ皮膜を安定化することで耐高温酸化性を向上させる作用があるので、必要に応じて添加することができる。Siを添加する場合は、Siの含有量を0%超とすることで、前記作用を発揮することができる。

[0026] さらに、作用を効果的に発揮させるために、0.05%以上とすることが好ましい。一方、Siの含有量が1.80%を超えると、個々のNi基合金粉末が溶融凝固していく過程が繰り返される積層造形の工程で、凝固時に引け巣の発生がし易くなることから好ましくない。そのため、Siの含有量は、1.80%以下と定めた。好ましいSiの上限は、1.60%であり、さらに好ましくは1.50%である。また、好ましいSiの下限は、0.05%であり、さらに好ましくは0.10%である。よりさらに好ましくは0.

5%である。

[0027] (Mn : 1.5%以下)

Al含有によって凝固割れしやすくなる場所、Mnを添加することで凝固割れを抑制できる。例えば、積層速度を大きくすると、入熱が大きくなり凝固割れの発生頻度が高まってくる。積層速度を大きくしたい場合には、必要に応じて添加することができる。Mnを添加する場合は、Mnの含有量を0%超とすることで、前記作用を発揮することができる。さらに、作用を効果的に発揮させるために、Mnの含有量を0.1%以上とすることが好ましい。一方、Mnの含有量が1.5%を超えると、耐高温酸化性が低下する。そのため、Mnの含有量は1.5%以下と定めた。好ましいMnの上限は、1.0%であり、さらに好ましくは0.8%である。また、好ましいMnの下限は、0.1%であり、さらに好ましくは0.2%である。

[0028] (Mg : 0.050%以下)

Mgは、不可避不純物として含有してしまうSを固定化することにより、積層造形品に形成されるアルミナ皮膜を安定化することで耐高温酸化性を向上させる作用があるので、必要に応じて添加することができる。Mgを添加する場合は、Mgの含有量を0%超とすることで、前記作用を発揮することができる。さらに、作用を効果的に発揮させるために、Mgの含有量を0.001%以上とすることが好ましい。一方、その含有量が0.050%を超えると、積層造形工程で熔融凝固する際にミクロ偏析を助長させることになる。それにより、積層造形品の形成されるアルミナ皮膜の安定性を損ない耐高温酸化性を劣化させてしまう。そのため、Mgの含有量は0.050%以下と定めた。好ましいMgの上限は、0.040%であり、さらに好ましくは0.030%である。また、好ましいMgの下限は、0.001%であり、さらに好ましくは0.002%である。

[0029] (残部Niおよび不可避不純物)

このNi基合金粉末の成分組成は、以下の測定手法により求めることができる。後記する実施例でも述べるように、分級後の積層造形用の粉末を適切

な水溶液中で溶解し、この水溶液を高周波誘導結合プラズマ（ICP）分析することにより、所定の成分の含有量を測定した。なお、C、N、Oについては、燃焼法によるガス分析を行って、その含有量を求めることができる。

[0030] 不可避不純物について、例えば、その合計が1.0%以下であれば許容でき、個々の不可避不純物は、0.5%以下であれば良く、さらに好ましくは0.1%以下である。また、より具体的には、S、Pについては、0.01%以下が好ましく、Zr、Ti、Cu、Nb、Feについては、0.5%以下であることが好ましい。

[0031] [合金粉末の製造方法]

Ni基合金粉末（合金粉末）の製造方法としては、例えば、アトマイズ法を用いることができる。

アトマイズ法は、高圧噴霧媒体の運動エネルギーによって溶融金属を液滴として飛散させかつ凝固させて粉末を製造する。適用される噴霧媒体の種類によって、水アトマイズ法、ガスアトマイズ法およびジェットアトマイズ法等に区分される。いずれのアトマイズ法も採用できるが、ガスアトマイズ法は、噴霧媒体として高圧ガス、例えば窒素、アルゴンなどの不活性ガスあるいは空気が用いられる。ガスアトマイズによる粉末は、ガスによる冷却速度が水に比べて小さいことから液滴とされた溶融粒が凝固するまでに、表面張力により球状化し易い。この合金粉末は積層造形に用いるための強度を有しているのが好ましい。

[0032] また、造粒焼結粒子を合金化させることで合金粉末を製造することもできる。

この製造方法は、原料準備工程、原料混合工程、造粒工程、焼成工程および合金化工程を備えるもので、スプレードライヤーを用いて原料粉末を造粒した後に、焼成することにより造粒焼結粒子からなる合金粉末を得るものである。

[0033] 原料準備工程において、原料として、たとえば、Al粉末、Cr粉末、Ni粉末および必要に応じてSi粉末、Mn粉末、Mg粉末を、所望の合金粉

末の組成に応じて準備する。原料は、単体としての金属粉末に限るものではなく、たとえば、NiAl合金粉末などの合金粉末であってもよい。これら原料粉末の粒径は、得たい合金粉末の粒径に応じて適宜選択すればよい。

[0034] 次に、原料混合工程において、原料準備工程で準備した原料粉末をパラフィンなどのワックスと湿式で混合する。混合には、公知の機器、たとえば、アトライターを用いることができ、原料粉末、ワックスに加えて分散媒としての例えばエタノールをアトライターに投入して湿式混合して混合粉末のスラリーを得ることができる。

[0035] 次に、造粒工程において、原料混合工程で得られたスラリーをスプレードライヤーによって噴霧および乾燥させ、混合物の粉末を造粒する。

[0036] 次に、焼成工程において、造粒工程で造粒した混合物の粉末を乾燥炉に投入し、脱脂した後に焼成する。脱脂温度は、使用するワックスの除去が可能な温度であり、焼成温度は、混合物の粉末粒子を固化するための温度であればよい。

[0037] 合金化工程としては、例えば、プラズマなどの高温領域に通過させる熱プラズマ液滴精錬（PDR: thermal plasma-droplet-refining）を用いて、焼成工程を経た造粒粉末を合金化することができる。

[0038] PDRを用いた合金化処理であれば、造粒粉末は瞬時に熔融し凝固される。これにより、得られる合金粉末は、表面張力によって一つ一つの粒子が真球に近い形状となり、かつ、粒子表面が滑らかになる。また、この合金粉末は、積層造形に用いるための強度を有している。

[0039] (Ni基合金粉末の粒径:  $1 \sim 100 \mu\text{m}$ )

積層造形は、個々の粉末について熔融・凝固を繰り返すことにより形状付与をしていく造形法であるが、Ni基合金粉末の粒径が $1 \mu\text{m}$ 未満だと1回の熔融凝固に必要な容積が得にくくなるため、健全な積層造形品が得にくい。つまり、粒子径 $1 \mu\text{m}$ 未満の粉末が少ないことで粉末歩留まりが向上し、欠陥率の低減に寄与する。一方、Ni基合金粉末の粒径が $100 \mu\text{m}$ を超え

ると、1回の溶融凝固に必要な容積が大き過ぎ、健全な積層造形品が得にくい。つまり、粒子径 $100\mu\text{m}$ 超の粉末が少ないことでレーザーのパワー不足を抑えて、欠陥率の低減に寄与する。したがって、Ni基合金粉末の粒径の範囲（粒度分布）は、 $1\sim 100\mu\text{m}$ とするのが好ましい。より好ましくは、 $20\sim 80\mu\text{m}$ である。なお、球形形状が得られるガスアトマイズ法で得られた粉末が好ましい。また、粉末の粒径については、レーザー回折式粒度分布測定装置を用いて、粒度分布（例えば、 $D0$ と $D100$ の値）を測定することができる。

[0040] [積層造形法]

本発明では、積層造形装置、例えば、粉末床溶融結合方式の積層造形装置に、本発明のNi基合金粉末を供給し、粉末を敷いた領域にレーザービームや電子ビーム等の高エネルギーを照射して、合金粉末を選択的に溶融結合させることによって、所望形状の造形品を積層造形することができる。積層造形装置としては、積層造形品の形状等に応じて、粉末床溶融結合方式（PBF: Powder Bed Fusion）と指向性エネルギー堆積方式（DED: Directed Energy Deposition）に区分することができるが、本実施形態の積層造形品はいずれの方式でも造形でき、積層造形装置の形式等については特に制限されるものではない。

[0041] 上記粉末床溶融結合方式（パウダーベッド方式）は、金属粉末を敷き詰めて粉末床を準備し、造形する部分を熱源となるレーザービームや電子ビームで溶融・凝固（溶融と凝固）させる方法である。パウダーベッド方式には、以下のレーザービーム熱源方式と電子ビーム熱源方式がある。

レーザービーム熱源方式は、敷き詰められた金属粉材料にレーザービームを照射して、粉末床の造形する部分のみを溶融・凝固させて積層造形するものであり、選択的レーザー溶融法（Selective Laser Melting: SLM法）がある。また、粉末床の造形する部分溶融まではせずに焼結する方法として、選択的レーザー焼結法（Selective Laser Sintering: SLS法）が知られている。レーザービーム熱源

方式は窒素などの不活性雰囲気中で溶融・凝固がなされる。

電子ビーム熱源方式は、敷き詰められた粉末床の金属粉末に電子ビームを高真空中で照射し衝突させることで、運動エネルギーを熱に変換し粉末を溶融させる。電子ビーム方式は真空中で溶融・凝固がなされる。電子ビーム熱源方式は、選択的電子ビーム溶融法 (Selective Electron Beam Melting: SEBM法) あるいは単に電子ビーム溶融法 (EBM法) と称される。

[0042] 指向性エネルギー堆積方式 (Direct Energy Deposition: DED法) は、レーザメタルデポジッション方式 (Laser Metal Deposition: LMD法) と呼ばれ、レーザビームまたは電子ビームを移動させる方向の前方位置に金属粉末を連続的に噴射し、溶融領域に供給された金属粉末にレーザビームまたは電子ビームを照射して溶融・凝固させて造形する。

パウダーベッド方式は積層造形品の形状精度が高いという利点があるのに対して、メタルデポジッション方式は高速造形が可能であるという利点がある。

[0043] パウダーベッド方式の中でSLM法は、積層厚さが数十 $\mu\text{m}$ 単位の粉末床に対して、微細なレーザビームを用いて選択的に溶融・凝固させ、その凝固層を積層させることで造形する方法であり、他の積層造形法と比較して精密部品が造形可能であるという特徴を有している。例えば、レーザパワー400W以下、走査速度7000mm/s以下、走査ピッチ0.05~0.15mm、層厚さ0.03~0.1mmの条件から選定し、エネルギー密度を適宜設定して造形することができる。

[0044] 以下、SLM法による積層造形工程を説明する。図1は、SLM法の粉末積層造形装置100の構成を示す模式図である。積層造形しようとする造形部材101の1層厚さ分（例えば、約20~50 $\mu\text{m}$ ）でステージ102を下降させる。ステージ102の上面のベースプレート103に対し、パウダー供給用コンテナ104から合金粉末105を供給し、リコータ160によ

り合金粉末105を平坦化して粉末床107（粉末層）を形成する。

[0045] 次に、造形しようとする造形部材101の3D-CADデータから変換された2Dスライスデータに基づいて、レーザー発振器108から出力されるレーザービーム109を、ガルバノメーターミラー110を通してベースプレート103上に敷き詰められた未溶融の粉末床へ照射し、微小な溶融池を形成すると共に、溶融池を移動させながら逐次溶融・凝固させることにより、2Dスライス形状の凝固層112を形成する。なお、未溶融の粉末は回収用コンテナ111に回収される。次に、上記したステージ102を降下させ、新たな金属粉末を凝固層112の上に供給して新たな粉末床107を形成する。この新たな粉末床107に対し、レーザービーム109を照射して溶融・凝固させることにより新たな凝固層を形成する。以後、この操作を繰り返して積層することにより、造形部材101を製作する。

[0046] 尚、ここでは造形部材101は、ベースプレート103と一体となって製作され、未溶融の粉末に覆われた状態となっているので、取出し時には、レーザービームの照射が終了して粉末と造形部材101が十分に冷却された後に未溶融の粉末を回収し、造形部材101とベースプレート103を粉末積層造形装置100から取り出す。その後に造形部材101をベースプレート103から切断することで造形部材101を得ることができる。

[0047] 以上の積層造形工程を経ることで、Al：3.5～4.5%、Cr：0.8～4.0%、  
C：0.0100%以下、O：0.001～0.050%、N：0.0001～0.0150%を含有し、残りがNiおよび不可避不純物からなり、欠陥率が1.2%以下で、全反射率が20%以上である積層造形品であれば、例えば、半導体製造に用いられる酸化炉や電子部品の焼成炉で使用する部材・部品に好適である。

## 実施例

[0048] 以下に、本発明の実施例について説明する。

高純度溶解原料を準備し、通常の高周波真空溶解炉を用いて溶解し、母合

金をそれぞれ約10kg作製し、アルゴン雰囲気中、ガスアトマイズ法を用いて、表1に示される成分組成を有するNi基合金素粉末を製造した。

同様の方法で、表2に示される比較例に相当する成分組成を有するNi基合金素粉末を得るための素粉末を製造した。

[0049] 上記で得たガスアトマイズしたままのそれぞれの素粉末を、複数のふるい（メッシュサイズ200や600）を用いて、積層造形用の粒径20～80μmの粉末とそれ以外の粉末に分級した。これらの分級した粒径20～80μmの粉末をもって、それぞれ、本発明のNi合金粉末1～22（以下、「本発明合金粉末」という）および比較例のNi合金粉末1～8（以下、「比較合金粉末」という）とした。

[0050] 次に、粉末床溶融結合方式の積層造形装置（EOS社製EOS M290）により、本発明合金粉末1～22および比較合金粉末1～8を用いて積層造形品としての板材（30×30×5mm）を、各粉末につきそれぞれ5枚ずつ製作した。尚、積層造形時のレーザー出力は、事前検討を基に300Wに設定し、走査速度は1000mm/秒、走査ピッチは0.11mmとした。また、一層毎の積層厚みは約0.04mmに設定した。

[0051] 本発明合金粉末並びに比較合金粉末を用いて造形した積層造形品について以下の評価を行った。

＜微細な割れの有無＞

作製した積層造形品としての各5枚の板材について割れの有無を目視して確認した。1枚でも微細な割れが確認できれば「有」とし、「有」の場合は以降の試験は実施しなかった。表1に、本発明合金粉末1～22の結果を示し、表2に比較合金粉末1～8の結果を示す。

[0052] ＜欠陥率（面積%）の測定＞

積層造形品としての板材の断面を切断し、樹脂に埋め込み、耐水エメリー紙で#1500まで研磨後、さらに粒径1μmのダイヤモンドペーストにて研磨し、鏡面仕上げ面とした。上記鏡面仕上げ面を光学顕微鏡にて観察し、1mm×1mmの範囲内にある欠陥（空孔、巣）を画像解析により特定し、

その面積比率を欠陥率（面積％）として求めた。なお、解像度は $1024 \times 1280$  pixelで、画像解析ソフトにより、二値化処理をし、8 pixel以上の黒色部分を欠陥とした。表1および表2に、欠陥率（面積％）の値を示す。欠陥率が、1.2％以下であると良好と言える。

[0053] <全反射率（％）の測定>

積層造形品としての板材の表面を研磨し、最終的に耐水エメリー紙#400仕上げとし、アセトン中超音波振動状態に5分間保持し脱脂した。次いで、電気炉を用いて、大気中 $700^{\circ}\text{C} \times 10$ 時間の暴露試験を実施し、試験後の板材を反射率分光式膜厚測定により全反射率を測定した。光沢が見られない酸化スケールで覆われた場合には全反射率がゼロに近づく、酸化スケールが発生せず、変色があるものの光沢が維持されれば、全反射率が20％以上となり、耐高温酸化性が優れていることを示す。表1に本発明合金粉末1～22、表2に比較合金粉末1～8の測定結果を示す。尚、測定装置としてコニカミノルタ製分光測色計CM2500を用い、波長 $d$ が $360 \sim 740 \text{ nm}$ 、測定範囲が $\Phi 8 \text{ mm}$ の条件で光学反射特性を測定した。

[0054] 表1および表2に示される結果からも明らかなように、本発明合金粉末1～22を用いて製作した積層造形品は、微細割れは全て「無」、欠陥率も全て1.2％以下であった。即ち、積層造形に優れていることが確認できた。また、全反射率は全て20％以上に維持されており、耐高温酸化性も優れていた。本発明による積層造形品は、比較合金粉末1～8を用いて製作した積層造形品に比べて優れていることが確認できた。

[表1]

|    | 化学組成, 重量% |     |        |       |        |      |     |       |           | 微細割れの有無 | 欠陥率, % | 全反射率, % |
|----|-----------|-----|--------|-------|--------|------|-----|-------|-----------|---------|--------|---------|
|    | Al        | Cr  | C      | O     | N      | Si   | Mn  | Mg    | Fe+不可溶不純物 |         |        |         |
| 1  | 4.0       | 1.9 | 0.0011 | 0.008 | 0.0012 | -    | -   | -     | 残         | 無       | 0.6    | 22      |
| 2  | 3.5       | 2.0 | 0.0008 | 0.002 | 0.0022 | -    | -   | -     | 残         | 無       | 0.7    | 20      |
| 3  | 4.5       | 1.0 | 0.0018 | 0.010 | 0.0005 | -    | -   | -     | 残         | 無       | 0.6    | 23      |
| 4  | 3.8       | 0.9 | 0.0019 | 0.005 | 0.0016 | -    | -   | -     | 残         | 無       | 0.9    | 22      |
| 5  | 4.1       | 4.0 | 0.0021 | 0.007 | 0.0079 | -    | -   | -     | 残         | 無       | 0.7    | 22      |
| 6  | 4.2       | 1.6 | 0.0005 | 0.008 | 0.0045 | -    | -   | -     | 残         | 無       | 0.5    | 23      |
| 7  | 3.9       | 2.3 | 0.0099 | 0.019 | 0.0025 | -    | -   | -     | 残         | 無       | 0.7    | 22      |
| 8  | 4.0       | 1.8 | 0.0049 | 0.001 | 0.0014 | -    | -   | -     | 残         | 無       | 0.6    | 23      |
| 9  | 3.9       | 2.1 | 0.0022 | 0.050 | 0.0034 | -    | -   | -     | 残         | 無       | 0.6    | 22      |
| 10 | 3.9       | 2.2 | 0.0014 | 0.006 | 0.0001 | -    | -   | -     | 残         | 無       | 0.7    | 23      |
| 11 | 4.1       | 1.9 | 0.0012 | 0.008 | 0.0149 | -    | -   | -     | 残         | 無       | 0.6    | 23      |
| 12 | 4.1       | 2.0 | 0.0015 | 0.007 | 0.0099 | 0.05 | -   | -     | 残         | 無       | 0.7    | 25      |
| 13 | 4.0       | 1.7 | 0.0077 | 0.006 | 0.0029 | 1.79 | -   | -     | 残         | 無       | 0.6    | 26      |
| 14 | 3.6       | 3.0 | 0.0009 | 0.009 | 0.0033 | -    | 0.1 | -     | 残         | 無       | 0.6    | 21      |
| 15 | 4.4       | 1.9 | 0.0017 | 0.009 | 0.0029 | -    | 1.5 | -     | 残         | 無       | 0.7    | 22      |
| 16 | 3.7       | 1.8 | 0.0019 | 0.007 | 0.0061 | -    | -   | 0.001 | 残         | 無       | 0.6    | 23      |
| 17 | 4.2       | 1.9 | 0.0024 | 0.009 | 0.0012 | -    | -   | 0.050 | 残         | 無       | 0.8    | 24      |
| 18 | 4.1       | 1.9 | 0.0015 | 0.011 | 0.0019 | 1.4  | 0.5 | -     | 残         | 無       | 0.5    | 23      |
| 19 | 4.0       | 2.1 | 0.0017 | 0.009 | 0.0041 | -    | 0.4 | 0.007 | 残         | 無       | 0.7    | 22      |
| 20 | 3.9       | 2.1 | 0.0016 | 0.008 | 0.0011 | 1.6  | 0.5 | 0.005 | 残         | 無       | 0.4    | 23      |
| 21 | 3.9       | 1.8 | -      | 0.010 | 0.0019 | -    | -   | -     | 残         | 無       | 1.1    | 23      |
| 22 | 4.0       | 2.1 | 0.0018 | 0.032 | 0.0015 | -    | -   | -     | 残         | 無       | 1.2    | 23      |

[表2]

|   | 化学組成, 重量% |      |         |       |         |    |    |    |           | 微細割れの有無 | 欠陥率, % | 全反射率, % |
|---|-----------|------|---------|-------|---------|----|----|----|-----------|---------|--------|---------|
|   | Al        | Cr   | C       | O     | N       | Si | Mn | Mg | Fe+不可溶不純物 |         |        |         |
| 1 | 3.4*      | 2.0  | 0.0010  | 0.009 | 0.0015  | -  | -  | -  | 残         | 無       | 0.7    | 17      |
| 2 | 4.6*      | 1.9  | 0.0015  | 0.008 | 0.0028  | -  | -  | -  | 残         | 有       | -      | -       |
| 3 | 4.0       | 0.7* | 0.0017  | 0.008 | 0.0032  | -  | -  | -  | 残         | 無       | 0.7    | 19      |
| 4 | 3.9       | 4.1* | 0.0018  | 0.007 | 0.0025  | -  | -  | -  | 残         | 無       | 0.6    | 18      |
| 5 | 4.1       | 1.9  | 0.0105* | 0.009 | 0.0027  | -  | -  | -  | 残         | 無       | 0.6    | 18      |
| 6 | 3.9       | 1.9  | 0.0014  | -*    | 0.0021  | -  | -  | -  | 残         | 無       | 1.3    | 22      |
| 7 | 4.0       | 2.0  | 0.0016  | 0.007 | -*      | -  | -  | -  | 残         | 無       | 0.7    | 19      |
| 8 | 4.0       | 1.9  | 0.0017  | 0.008 | 0.0155* | -  | -  | -  | 残         | 無       | 0.6    | 16      |

\*は、本発明から外れたことを示す。

[0055] なお、Ni基合金粉末の用途は特に限定されない。Ni基合金粉末は、各種構造部材、電子部品等に用いることができる。また、積層造形法の他に各種粉末冶金法に用いることもできるし、粉末状態のまま使用することもできる。

## 符号の説明

[0056] 101 造形部材

102 ステージ

- 1 0 3 ベースプレート
- 1 0 4 パウダー供給用コンテナ
- 1 0 5 合金粉末
- 1 6 0 リコータ
- 1 0 7 粉末床
- 1 0 8 レーザ発振器
- 1 0 9 レーザビーム
- 1 1 0 ガルバノメーターミラー
- 1 1 1 回収用コンテナ
- 1 1 2 凝固層

## 請求の範囲

- [請求項1] 質量%で  
Al : 3.5 ~ 4.5 %、  
Cr : 0.8 ~ 4.0 %、  
C : 0.0100 %以下、  
O : 0.001 ~ 0.050 %、  
N : 0.0001 ~ 0.0150 %を含有し、  
残りがNiおよび不可避不純物からなるNi基合金粉末。
- [請求項2] 前記Ni基合金粉末が、1.80 %以下のSiをさらに含有することを特徴とする請求項1に記載のNi基合金粉末。
- [請求項3] 前記Ni基合金粉末が、1.5 %以下のMnをさらに含有することを特徴とする請求項1または請求項2に記載のNi基合金粉末。
- [請求項4] 前記Ni基合金粉末が、0.050 %以下のMgをさらに含有することを特徴とする請求項1 ~ 3のいずれか一項に記載のNi基合金粉末。
- [請求項5] 前記Ni基合金粉末の粉末粒径が、1 ~ 100  $\mu\text{m}$ の範囲にあることを特徴とする請求項1 ~ 4のいずれか一項に記載のNi基合金粉末。
- [請求項6] 請求項1 ~ 5のいずれか一項に記載のNi基合金粉末を用いて積層造形品を製造する積層造形品の製造方法
- [請求項7] 前記積層造形品は、  
欠陥率が1.2 %以下であり、  
全反射率が20 %以上である  
ことを特徴とする請求項6に記載の積層造形品の製造方法。