

(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8月18日(18.08.2016)



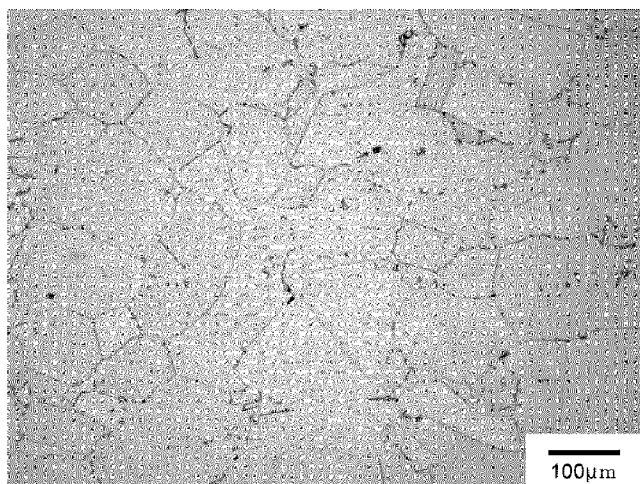
(10) 国際公開番号  
WO 2016/129485 A1

- (51) 国際特許分類:  
C22F 1/10 (2006.01) C22F 1/00 (2006.01)  
C22C 19/05 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2016/053243
- (22) 国際出願日: 2016年2月3日(03.02.2016)
- (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 2015-025245 2015年2月12日(12.02.2015) JP
- (71) 出願人: 日立金属株式会社(HITACHI METALS, LTD.) [JP/JP]; 〒1080075 東京都港区港南一丁目2番70号 Tokyo (JP). 国立大学法人東北大学(TO-HOKU UNIVERSITY) [JP/JP]; 〒9808577 宮城県仙台市青葉区片平二丁目1番1号 Miyagi (JP).
- (72) 発明者: 韓 剛(HAN Gang); 〒6928601 島根県安来市安来町2107番地2 日立金属株式会社 冶金研究所内 Shimane (JP). 佐藤 光司(SATO Koji); 〒6928601 島根県安来市安来町2107番地2 日立金属株式会社 冶金研究所内 Shimane (JP). 上野 友典(UENO Tomonori); 〒6928601 島根県安来市安来町2107番地2 日立金属株式会社 冶金研究所内 Shimane (JP). 千葉 晶
- (74) 代理人: 特許業務法人浅村特許事務所(ASAMURA PATENT OFFICE, P.C.); 〒1408776 東京都品川区東品川2丁目2番24号 天王洲セントラルタワー 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,

[続葉有]

(54) Title: METHOD FOR MANUFACTURING Ni-BASED SUPER-HEAT-RESISTANT ALLOY

(54) 発明の名称: Ni基超耐熱合金の製造方法



(57) Abstract: The invention of the present application facilitates hot working of a steel  $\gamma'$ -containing Ni-based super-heat-resistant alloy by a method for manufacturing a Ni-based super-heat-resistant alloy that comprises: a first cold working step for cold working a Ni-based super-heat-resistant alloy ingot, which has a composition in which the  $\gamma'$  mole ratio is at least 40%, at a working ratio of 5% to less than 30%; and a first heat treatment step for heat-treating the cold worked material, on which the first cold working was performed, at a temperature exceeding the  $\gamma'$  solid solution temperature. It is preferable that the manufacturing method also comprises a second cold working step for performing, after the first heat treatment step, a second cold working on the heat-treated material at a working ratio of at least 20%, and a second heat treatment step for heat-treating the second cold worked material, on which the second cold working has been performed, at less than the  $\gamma'$  solvus temperature.

(57) 要約:

[続葉有]



WO 2016/129485 A1



MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, 添付公開書類:  
TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, — 国際調査報告 (条約第 21 条(3))  
KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

---

本願発明は、 $\gamma$ モル率を40%以上となる組成を有するNi超基耐熱合金インゴットを加工率5%以上30%未満で冷間加工を行う第1冷間加工工程と、第1冷間加工を行った冷間加工材に $\gamma$ 固溶温度を超える温度で熱処理する第1の熱処理工程とを含むNi超基耐熱合金の製造方法により、鋼 $\gamma$ 含有Ni超基耐熱合金の熱間加工を容易とする。また、上記製造方法は、第1の熱処理工程後の熱処理材に、加工率20%以上で第2の冷間加工を行う第2冷間加工工程と、第2冷間加工を行った第2冷間加工材に $\gamma$ ソルバス温度未満で熱処理する第2の熱処理工程をさらに含むことが好ましい。

## 明 細 書

発明の名称：Ni基超耐熱合金の製造方法

### 技術分野

[0001] 本発明は、Ni基超耐熱合金の製造方法に関するものであり、特に、分塊用中間素材の製造方法に関するものである。

### 背景技術

[0002] 航空機エンジンや発電用のガスタービンに耐熱部品として、例えば、718合金のようなNi基超耐熱合金が多く用いられている。ガスタービンの高性能化と低燃費化に伴って、高い耐熱温度を有する耐熱部品が求められる。Ni基超耐熱合金の耐熱性を向上させるには、Ni<sub>3</sub>(Al, Ti)などの組成で示される金属間化合物の析出強化相であるガンマプライム（以下 $\gamma'$ と記す）相の量を増やすことが最も有効である。今後、高耐熱性・高強度を満足させるために、Ni基超耐熱合金の $\gamma'$ モル率がますます高めることが求められる。

しかし、 $\gamma'$ 相の増加は、熱間加工時の変形抵抗が高くなり、鍛造加工が困難になる。また、 $\gamma'$ モル率が高いほど、鑄造凝固時の偏析傾向が強くなり、インゴットでの高温不安定相や鑄造欠陥が多くなり、インゴットの熱間鍛造性が低下する。その上、 $\gamma'$ 生成元素であるAl、Tiの大量添加は合金の固相線温度低下、再結晶温度上昇も起こして、熱間鍛造温度領域を狭くさせる（一般に熱間鍛造は固相線温度以下、再結晶温度以上で行われる）。従来 $\gamma'$ モル率が40%以上では事実上鍛造できる温度範囲がほぼ存在せず、熱間鍛造が困難とされている。そのため、 $\gamma'$ モル率が高いNi基超耐熱合金の製造には、鍛造加工の困難を避けて、鑄造ままで使用する鑄物や、初期インゴットを粉末焼結で製造する粉末冶金法などの提案がある（例えば、特開平10-46278号公報（特許文献1））。

### 先行技術文献

### 特許文献

[0003] 特許文献1：特開平10-46278号公報

## 発明の概要

### 発明が解決しようとする課題

[0004] 前述した特許文献1の方法のように、鑄造のまま部品として使用する鑄造材は、粗大鑄造組織や合金元素の鑄造偏析、鑄造欠陥が存在するため、力学性能や信頼性が限られるため、例えば、タービンディスクのような高い信頼性が求められる部品には適用できない。粉末冶金法は高い $\gamma'$ モル率の合金を焼成材として製造可能であるが、溶解・鍛造法に比べて、工程プロセスが複雑であり、製造工程における不純物の混入防止のために高度な管理が不可欠であり、製造コストが高い課題がある。そのため、鑄造材や焼成材は一部の特別用途に限定されている。

本発明の目的は、高 $\gamma'$ 相含有Ni基超耐熱合金を製造する際に問題となっていた、熱間加工を容易とするNi基超耐熱合金の製造方法を提供するものである。

### 課題を解決するための手段

[0005] 本発明の一観点によれば、 $\gamma'$ モル率を40%以上となる組成を有するNi基超耐熱合金インゴットを準備する工程と、

前記Ni基超耐熱合金インゴットを加工率5%以上30%未満で冷間加工を行う第1の冷間加工工程と、

前記第1の冷間加工を行った冷間加工材に $\gamma'$ 固溶温度（以下、 $\gamma'$ ソルバス温度と記す）を超える温度で熱処理する第1の熱処理工程とを含むNi基超耐熱合金の製造方法が提供される。

前記第1の熱処理を行う温度が、ガンマプライム固溶温度プラス40℃以下かつ前記Ni基超耐熱合金の固相線温度未満であることが好ましい。

[0006] 一具体例によれば、前記製造方法は、

前記第1の熱処理工程を施された熱処理材に加工率20%以上で第2の冷間加工を行う第2冷間加工工程と、

前記第2の冷間加工を行った第2冷間加工材に $\gamma'$ ソルバス温度未満の温

度で熱処理する第2の熱処理工程をさらに含むことが好ましい。

前記第2の熱処理を行う温度が、ガンマプライム固溶温度マイナス80℃以上であることが好ましい。

本発明の一具体例では、前記第1の冷間加工または前記第2の冷間加工は、鍛造、延伸加工、噴射加工の何れかまたは2種以上の組合わせであることが好ましい。

本発明の一具体例では、Ni基超耐熱合金の組成は質量%で、C：0.001～0.250%、Cr：8.0～22.0%、Co：28.0%以下、Mo：2.0～7.0%、W：6.0%以下、Al：2.0～8.0%、Ti：0.5～7.0%、Nb：4.0%以下、Ta：3.0%以下、Fe：10.0%以下、V：1.2%以下、Hf：1.0%以下、B：0.001～0.300%、Zr：0.001～0.300%を含み、残部はNi及び不純物からなることが好ましい。

### 発明の効果

[0007] 本発明により、従来、熱間鍛造等の熱間加工が困難とされていた $\gamma'$ モル率40%以上の難加工Ni基超合金の分塊鍛造等の熱間加工を容易に行うことができる。これにより、高 $\gamma'$ 相含有Ni基超耐熱合金を用いて、例えば、航空機用や発電用高性能タービンディスク製造を可能とすることができる。

[0008] 以下の非限定的な具体例の説明および添付の図面を参照することにより、本発明の他の利点、特徴及び詳細が明らかになるであろう。

### 図面の簡単な説明

[0009] [図1]No. A合金に第1の冷間加工工程と第1の熱処理工程を適用した本発明の製造方法により製造したNi基超耐熱合金（No. 1）の金属組織写真である。

[図2]No. A合金に第1の冷間加工工程と第1の熱処理工程を適用した本発明の製造方法により製造したNi基超耐熱合金（No. 2）の金属組織写真である。

[図3] N o. A合金に第1の冷間加工工程と第1の熱処理工程を適用した本発明の製造方法により製造したNi基超耐熱合金(N o. 7)の金属組織写真である。

[図4] N o. A合金に第1の冷間加工工程と第1の熱処理工程を適用した本発明の製造方法により製造したNi基超耐熱合金(N o. 8)の金属組織写真である。

[図5] N o. A合金の比較例(N o. 14)の金属組織写真である。

[図6] N o. B合金に第1の冷間加工工程と第1の熱処理工程を適用し、更に第2の冷間加工工程と第2の熱処理工程を適用した本発明の製造方法により製造したNi基超耐熱合金の金属組織写真である。

[図7] N o. C合金に第1の冷間加工工程と第1の熱処理工程を適用し、更に第2の冷間加工工程と第2の熱処理工程を適用した本発明の製造方法により製造したNi基超耐熱合金の金属組織写真である。

[図8] 径方向からの圧縮する冷間加工を説明するための模式図である。実線が加工前、点線が加工後の素材形状を示す。

[図9] 軸方向据え込圧縮の冷間加工を説明するための模式図である。実線が加工前、点線が加工後の素材形状を示す。

### 発明を実施するための形態

[0010] 以下に、本発明の製造方法の各工程と、その条件の限定理由を述べる。

#### <インゴット>

本発明製造方法に適用するNi基超合金は $\gamma'$ モル率が40%以上となる組成を有するインゴットを準備する。インゴットの製造方法は、真空溶解と真空アーク再溶解やエレクトロスラグ再溶解等の常法を適用すれば良い。なお、後述する本発明の製造方法は、特に、従来の熱間鍛造分塊技術で対応できない $\gamma'$ モル率が60%~70%Ni基超合金の加工に好適である。

[0011] <第1の冷間加工工程>

本発明では、先ず、上記インゴットに冷間で加工を行う。冷間加工と再結晶熱処理における再結晶のメカニズムはまだ完全解明に至っていないが、本

発明で冷間加工を適用した理由は、まず、熱間鍛造加工に比較して、加工過程での回復や動的再結晶が行われず、塑性加工によるひずみエネルギーを最も有効に材料に導入できるためである。次に、インゴットのままでは不均一に分布する共晶 $\gamma'$ 相、炭化物、他析出相が存在し、 $\mu\text{m}$ オーダーのマイクロ塑性変形の不均一性を利用して、ひずみ勾配が高いポイントを作るのに有利であるからである。ひずみ勾配が高いサイトは再結晶核生成起点になりやすい。この冷間加工を適用することで、低い冷間加工率と後述する適切な熱処理により首尾よく再結晶組織を得ることができる。

[0012] 前述の冷間加工として、本発明では第1の冷間加工工程の加工率を5%以上、30%未満とする。原理的に、塑性変形した材料の再結晶はひずみ量の増加と共に容易になることがある。加工率が5%未満ではインゴットへのひずみの導入が不足し、後に行う熱処理を適用しても再結晶を起こすことはできない。そのため、第1の冷間加工工程の加工率の下限を5%とする。再結晶組織をより確実に得るには、第1の冷間加工工程の加工率の下限を8%とするのが好ましい。

一方、加工率が高いほど、後に行う熱処理にて再結晶が容易になり、再結晶粒を微細とすることができるため、第1の冷間加工工程の加工率は高い方が好ましい。しかし、鑄造ままのインゴットあるいはソーキング熱処理を行ったインゴットはデントライトの粗大組織を呈し、インゴット中に凝固偏析や鑄造欠陥などが存在して、冷間加工延性が限られる。そのため、冷間加工時の欠陥発生リスクを考慮し、第1の冷間加工工程の加工率の上限を30%未満とする。好ましい第1の冷間加工工程の加工率の上限は20%であり、さらに好ましくは15%である。

[0013] なお、代表的な加工方法としては、図8に示すような径方向からの圧縮方式と図9に示す据え込み鍛造のような径の長さが殆ど変化せず、長さ方向に圧縮する加工方法がある。図8および図9ではいずれも矢印の方向に圧縮力が加えられる。

例えば、図8に示す径方向圧縮の加工率は下記の式(1)で定義する。

$$\text{加工率(\%)} = ((L0 - L1) / L0) \times 100\% \dots (1)$$

ここで、L0は冷間加工前の径であり、L1は径方向からの圧縮加工後の寸法である。

なお、例えば、径方向からの圧縮としては、鍛伸のように径の断面積を小さくして、素材の長さを長尺とする加工方法があり、その場合は、鍛伸前の径と鍛伸後の径とで加工率を求めると良い。また、本発明を適用する場合、後述の実施例1に示すような加工方法がある。例えば、素材の長さ方向を拘束した丸棒材に対して、軸方向に所定の角度の回転と、その都度径方向の圧縮を繰り返す方法である。この方法によれば、長さ方向と径方向は結果として殆ど変化しないが、材料自体に均一に歪を加えることができる。この場合の加工率は、1パス毎の径方向の変化で上記(1)式を用いて計算する。

なお、図9に示す据え込み圧縮の加工率は式(2)で定義する。

$$\text{加工率(\%)} = ((L2 - L3) / L2) \times 100\% \dots (2)$$

ここで、L2は圧縮加工前の長さ(高さ)、L3は加工後の長さ(高さ)である。

#### [0014] <第1の熱処理工程>

次に本発明による製造方法では、前述の第1の冷間加工を行った冷間加工材に対して、第1の熱処理を行う。第1の熱処理工程の温度は被加工Ni基超耐熱合金の $\gamma'$ ソルバス温度を超える温度とする(スーパーソルバス熱処理)。本発明者の検討によれば、第1の冷間加工を行った冷間加工材に対して熱処理を行うと、熱処理温度の上昇により再結晶が進行することが分かった。特に $\gamma'$ ソルバス温度上下では挙動が大きく変わることを知見した。 $\gamma'$ ソルバス温度以下では低ひずみ変形の健全な再結晶組織を得られないが、 $\gamma'$ ソルバス温度を超える温度域では、95%以上の再結晶組織が得られた。そのため、第1の熱処理工程をNi基超耐熱合金の $\gamma'$ ソルバス温度を超える温度で行う。より健全な再結晶組織を得るための好ましい第1の熱処理温度の下限は $\gamma'$ ソルバス温度プラス5℃であり、より好ましくは $\gamma'$ ソルバス温度プラス10℃である。

[0015] なお、健全な再結晶組織を維持するための第1の熱処理温度の上限はNi基超耐熱合金の固相線未満である。固相線以上に加熱するとNi基超耐熱合金の一部が溶解し始めて、熱処理とは呼べなくなる。また、第1の熱処理温度が過度に高くなると再結晶粒の成長を促進して、結晶粒の粗大化を促進することがあるため、第1の熱処理温度の上限は $\gamma'$  ソルバス温度プラス40℃とするのが好ましい。ただし、その温度と固相線温度の低い方とする。さらに好ましくは、第1の熱処理温度の上限は $\gamma'$  ソルバス温度プラス20℃である。ただし、その温度と固相線温度の低い方とする。

この第1の冷間加工工程と、第1の熱処理工程の組合せにより、Ni基超耐熱合金に熱間加工を適用することが可能な、再結晶率を90%以上とすることができる。

インゴットは鑄造組織を有し、結晶粒径が粗大である。また、冷却方向に依存する異方性を持つ柱状晶が存在することが多い。このような鑄造組織は熱間変形時にmmオーダーのマクロ塑性変形が不均一となり、熱間加工時に早期の割れが発生しやすい。再結晶で作る結晶組織は等軸結晶であり、結晶粒径を微細にすることができるため、熱間変形が均一となり、局所的な転位の蓄積が起こり難い。そのため、熱間加工時に割れの発生が抑制され、熱間加工性に優れている。

[0016] <第2の冷間加工工程と第2の熱処理工程>

本発明では、上述した第1の冷間加工工程と第1の熱処理工程の組合せにより、熱間加工を容易にするのに必要な再結晶粒を得ることができるが、この再結晶組織を微細とするには、更に第2の冷間加工工程と第2の熱処理工程を行うことが好ましい。

本発明は第2の冷間加工工程の加工率を20%以上とし、第2の熱処理工程の温度は $\gamma'$  ソルバス温度未満（サブソルバス熱処理）とする。上述したように冷間での加工率が高いほど後に行う第2の熱処理工程で再結晶率が高く、再結晶粒径が微細になる。健全な再結晶組織を得て、後工程の熱間鍛造で十分な加工延性を得るために、第2の冷間加工工程の加工率の下限を20

%とする。より微細均一な再結晶組織を作るための好ましい第2の冷間加工工程の加工率の下限は30%であり、より好ましくは40%である。一方、加工率の上限は特に設定しないが、第2の冷間加工工程で割れが発生しないことを目安とすると、80%の加工率を上限とするのが現実的である。

[0017] また、第2の熱処理工程の温度を $\gamma'$  ソルバス温度未満とする理由は下記のとおりである。 $\gamma'$  ソルバス温度を超えるスーパーソルバス熱処理は再結晶が容易であるが、再結晶粒径が粗大である。一方、サブソルバス熱処理では再結晶の進行が遅いが、得られる再結晶組織が微細である。第2の冷間加工工程とサブソルバス熱処理の第2の熱処理工程とを組み合わせることにより、再結晶組織の微細化が図れる。そのため、本発明で行う第2の熱処理工程は $\gamma'$  ソルバス温度未満とする。再結晶組織をより確実に微細化するための第2の熱処理工程の好ましい温度の上限は $\gamma'$  ソルバス温度マイナス10℃であり、より好ましくは $\gamma'$  ソルバス温度マイナス20℃である。一方で、第2の熱処理温度が低すぎると再結晶率が低くなる場合があるため、第2の熱処理温度の下限は $\gamma'$  ソルバス温度マイナス80℃とすると良い。より好ましい第2の熱処理温度の下限は $\gamma'$  ソルバス温度マイナス50℃であり、更に好ましくは $\gamma'$  ソルバス温度マイナス40℃である。

再結晶の結晶粒をさらに微細化させることにより、局所的な転位の蓄積を抑制する効果を向上させ、熱間変形の均一性をさらに向上させ、熱間加工性が一層向上することができる。

[0018] 上述する冷間加工の方法は、プレスや鍛伸等の鍛造、スエジング等の延伸加工、ショットブラストやショットピーニング等の噴射加工を適用すると良い。冷間加工はNi基超耐熱合金インゴットにひずみを導入するために行う。基本的にはひずみを導入できる方法のすべてが適用できるが、素材がインゴットであることを考慮すると、鍛造、延伸加工、噴射加工を適用するのが好ましい。このうち、噴射加工単独で5%以上の加工率で冷間加工を行うのは困難であるため、鍛造や延伸加工を組み合わせるのが好ましい。噴射加工は主としてインゴット表面に対してひずみを導入するものであり、インゴット

の割れの発生が表面を起点として発生するため、特に割れやすいNi基超耐熱合金製のインゴットへの冷間加工には好適である。また、加工効率とコストの観点から、ひずみ導入の量やひずみ速度が制御しやすく、ひずみエネルギーが効率的に材料に蓄積できる加工方法としては、例えば油圧プレス（鍛造）を適用するのが好ましい。

[0019] 次に本発明の製造方法で用いるNi基超耐熱合金の好ましい組成について説明する。本発明は、 $\gamma'$  モル率が40%以上になる組成であれば、広く適用できるが、中でも以下の組成が特に好適である。なお、組成の単位は質量%である。

<C : 0.001~0.250%>

Cは、結晶粒界の強度を高める効果を有する。この効果は、0.001%以上で現れるが、Cを過剰に含有した場合は、粗大な炭化物が形成され、強度、熱間加工性を低下させるため、0.250%を上限とする。好ましい下限は0.005%であり、より好ましくは0.010%である。また、好ましい上限は0.150%であり、より好ましくは0.110%である。

[0020] <Cr : 8.0~22.0%>

Crは、耐酸化性、耐食性を向上させる元素である。その効果を得るには、8.0%以上が必要である。Crを過剰に含有すると、 $\sigma$ 相などの脆化相を形成し、強度、熱間加工性を低下させるので、上限は22.0%とする。好ましい下限は9.0%であり、より好ましくは9.5%である。また、好ましい上限は18.0%であり、より好ましくは16.0%である。

[0021] <Co : 28.0%以下>

Coは、組織の安定性を改善し、強化元素であるTiを多く含有しても熱間加工性を維持することを可能とする。他元素との組み合わせにより、28.0%以下の範囲で含有することができる選択元素の一つである。Co含有量を高めると熱間加工性は向上し、特に難加工性のNi基超耐熱合金においては、Coの添加は有効である。一方で、Coは高価であるため、コストが上昇する。熱間加工性を向上させる目的でCoを添加する場合の好ましい下

限は8.0%とすると良い。更に好ましくは10.0%である。また、Coの好ましい上限は18.0%とする。より好ましくは16.0%である。なお、 $\gamma'$ 生成元素やNiマトリックス生成のバランスにより、Coを無添加レベル（原料の不可避不純物レベル）としても良い場合は、Coの下限を0%とする。

[0022] <Fe : 10.0%以下>

Feは、高価なNi、Coの代替として用いる選択元素の一つであり、合金コストの低減に有効である。この効果を得るには、他元素の組み合わせで添加するかどうかを決定すると良い。ただし、Feを過剰に含有すると $\sigma$ 相などの脆化相を形成し、強度、熱間加工性を低下させるので、Feの上限は10.0%とする。好ましい上限は9.0%であり、より好ましくは8.0%である。一方、 $\gamma'$ 生成元素やNiマトリックス生成のバランスにより、Feを無添加レベル（原料の不可避不純物レベル）としても良い場合は、Feの下限を0%とする。

[0023] <Mo : 2.0~7.0%>

Moは、マトリックスの固溶強化に寄与し、高温強度を向上させる効果がある。この効果を得るためには、2.0%以上が必要であるが、Moが過剰となると金属間化合物相が形成されて高温強度を損なうため、上限を7.0%とする。好ましい下限は2.5%であり、より好ましくは3.0%である。また、好ましい上限は5.0%であり、より好ましくは4.0%である。

[0024] <W : 6.0%以下>

Wは、Moと同様に、マトリックスの固溶強化に寄与する選択元素の一つである。Wが過剰となると有害な金属間化合物相が形成されて高温強度を損なうため、上限を6.0%とする。好ましい上限は5.5%であり、より好ましくは5.0%である。前述のWの効果をより確実に発揮させるには、Wの下限を1.0%とすると良い。また、WとMoとを複合添加することにより、より固溶強化効果が発揮できる。複合添加の場合のWは0.8%以上の添加が好ましい。なお、Moの十分な添加により、Wを無添加レベル（原料

の不可避不純物レベル)としても良い場合は、Wの下限を0%とする。

[0025] <V : 1.2%以下>

Vは、マトリックスの固溶強化、炭化物生成による粒界強化に有用な選択元素の一つである。このVの効果をより確実に発揮させるには、Vの下限を0.5%とすると良い。ただし、Vの過度の添加は製造過程の高温不安定相の生成を招き、製造性および高温力学性能に悪影響を招くので、Vの上限を1.2%とする。好ましい上限は1.0%であり、より好ましくは0.8%である。なお、合金中の他合金元素のとのバランスにより、Vを無添加レベル(原料の不可避不純物レベル)としても良い場合は、Vの下限を0%とする。

[0026] <Al : 2.0~8.0%>

Alは、強化相である $\gamma'$  ( $\text{Ni}_3\text{Al}$ )相を形成し、高温強度を向上させる必須元素である。その効果を得るためには最低2.0%が必要であるが、過度の添加は熱間加工性を低下させ、加工中の割れなどの材料欠陥の原因となるので、2.0~8.0%に限定する。好ましい下限は2.5%であり、より好ましくは3.0%である。また、好ましい上限は7.5%であり、より好ましくは7.0%である。

[0027] <Ti : 0.5~7.0%>

TiもAlと同様に $\gamma'$ 相を形成し、 $\gamma'$ 相を固溶強化して高温強度を高める必須元素である。その効果を得るためには最低0.5%必要であるが、過度の添加はガンマプライム相が高温で不安定となって高温での粗大化を招くとともに有害な $\eta$ (イータ)相を形成し、熱間加工性を損なうのでTiの上限を7.0%とする。他の $\gamma'$ 形成元素やマトリックスのバランスを考慮すると、Tiの好ましい下限は0.7%であり、より好ましくは0.8%である。また、好ましい上限は6.5%であり、より好ましくは6.0%である。

[0028] <Nb : 4.0%以下>

Nbは、AlやTiと同様に $\gamma'$ 相を形成し、 $\gamma'$ 相を固溶強化して高温

強度を高める選択元素の一つである。このNbの効果をもっと確実に発揮させるには、Nbの下限を2.0%とすると良い。ただし、Nbの過度の添加は有害な $\delta$ （デルタ）相を形成し、熱間加工性を損なうのでNbの上限を4.0%とする。好ましい上限は3.5%であり、より好ましくは2.5%である。他の $\gamma'$ 形成元素の添加により、Nbを無添加レベル（原料の不可避不純物レベル）としても良い場合は、Nbの下限を0%とする。

[0029] <Ta : 3.0%以下>

Taは、AlやTiと同様に $\gamma'$ 相を形成し、 $\gamma'$ 相を固溶強化して高温強度を高める選択元素の一つである。このTaの効果をもっと確実に発揮させるには、Taの下限を0.3%とすると良い。ただし、Taの過度の添加はガンマプライム相が高温で不安定となって高温での粗大化を招くとともに有害な $\eta$ （イータ）相を形成し、熱間加工性を損なうのでTaの上限を3.0%とする。好ましくは2.5%以下である。一方、TiやNbなどの $\gamma'$ 形成元素添加やマトリックスのバランスにより、Taは無添加レベル（原料の不可避不純物レベル）としても良い場合は、Taの下限を0%とする。

[0030] <Hf : 1.0%以下>

Hfは、合金の耐酸化性向上、炭化物生成による粒界強化に有用な選択元素の一つである。このHfの効果をもっと確実に発揮させるには、Hfの下限を0.1%とすると良い。ただし、Hfの過度の添加は製造過程の酸化物生成、高温不安定相の生成を招き、製造性および高温力学性能に悪影響を招くので、Hfの上限を1.0%とする。なお、合金中の他合金元素とのバランスにより、Hfは無添加レベルの原料（不可避不純物レベル）としても良い場合は、Hfの下限を0%とする。

[0031] <B : 0.001~0.300%>

Bは、粒界強度を向上させ、クリープ強度、延性を改善する元素である。この効果を得るには最低0.001%が必要となる。一方でBは融点を低下させる効果が大いこと、また、粗大なホウ化物が形成されると加工性が阻害されることから、0.300%を超えないように制御すると良い。好まし

い下限は0.003%であり、より好ましくは0.005%である。また、好ましい上限は0.20%であり、より好ましくは0.020%である。

[0032] <Zr: 0.001~0.300%>

Zrは、Bと同様に粒界強度を向上させる効果を有しており、この効果を得るには最低0.001%とする。一方でZrが過剰となると、やはり融点の低下を招き、高温強度、熱間加工性が阻害されるため、上限は0.300%とする。好ましい下限は0.005%であり、より好ましくは0.010%である。また、好ましい上限は0.250%であり、より好ましくは0.200%である。

以上、説明する元素以外の残部はNiとするが、当然、不可避免的な不純物は含まれる。

**実施例**

[0033] (実施例1)

以下の実施例で本発明を更に詳しく説明する。

Ni基超耐熱合金を真空溶解し、ロストワックス精密鑄造でNi基超耐熱合金Aのインゴット(φ40mm×200mmL)を作製した。Ni基超耐熱合金Aの化学組成を表1に示す。Ni基超合金は平衡状態で析出できるγ'の量やγ'ソルバス温度は原理的にその合金組成で決められる。Ni基超耐熱合金Aのγ'ソルバス温度とγ'モル率は市販計算ソフトJMatPro (Version 8.0.1、Sente Software Ltd.社製品)を用いて計算し、γ'ソルバス温度は1188℃であり、700℃のγ'モル%は69%であった。

得られたNi基超耐熱合金Aのインゴットからインゴットの長手方向と平行の方向からφ13mm×100mmLの圧縮試験用サンプルを採取した。

[0034] [表1]

(mass%)									
C	Cr	Mo	Al	Ti	Nb	Fe	Zr	B	残部
0.11	13.30	4.40	6.10	0.85	2.34	1.18	0.06	0.011	Ni及び不可避免的不純物

[0035] 第1の冷間加工は、φ13mm×100mmLの圧縮サンプルを径方向か

ら複数パスの圧縮を行った。異なる圧縮パスの圧縮方向は下記のように行った。

1 パス目：径方向の任意方向で第 1 回目の圧縮。

2 パス目：第 1 回目の圧縮の方向を基準に、 $90^\circ$  方向に回転させて第 2 の圧縮。

3 パス目：第 1 回目の圧縮の方向を基準に、プラス  $45^\circ$  方向に回転させて圧縮。

4 パス目：第 1 回目の圧縮の方向を基準に、マイナス  $45^\circ$  方向に回転させて圧縮。

5 パス目：第 1 パス方向を基準に、プラス  $22.5^\circ$  方向に回転させて圧縮。

6 パス目：第 1 パス方向を基準に、マイナス  $22.5^\circ$  方向に回転させて圧縮。

7 パス目：第 2 パスの方向を基準に、プラス  $22.5^\circ$  方向に回転させて圧縮。

8 パス目：第 2 パスの方向を基準に、マイナス  $22.5^\circ$  方向に回転させて圧縮。

上記の順番で 2 パス目～8 パス目までそれぞれ実施した。それぞれの加工パス数を表 2 に示す。表示の仕方は、例えば、2 パス目まで実施したものは加工パス数を 2、8 パス目まで実施したものは加工パス数を 8 というように表記した。

なお、加工率の計算は、上記の (1) 式の通り、加工 (圧縮) 率 (%) =  $(L_0 - L_1) / L_0 \times 100\%$  として計算し、 $L_0$  と  $L_1$  はパス毎の径方向の圧縮前後寸法である。圧縮加工温度は室温、圧縮のひずみ速度はいずれも  $0.1 / s$  であった。

[0036] 上記第 1 の冷間加工工程を行った材料は所定温度と保持時間の第 1 の熱処理工程を施した。第 1 の冷間加工工程の条件を表 2 に示す。第 1 の熱処理工程として表 2 に示す「サブソルバス処理」の熱処理条件は、 $1150^\circ\text{C} \times 3$

0分であり、「スーパーソルバス処理（A）」の熱処理条件は1200℃×5分、「スーパーソルバス処理（B）」の熱処理条件は1200℃×30分である。なお、熱処理後はいずれのサンプルも空冷を行った。

また、第1の熱処理工程後の丸棒から厚み5mmのマイクロ観察用サンプルを切り出し、丸棒の軸方向から光学顕微鏡観察を行った。組織観察の腐食液はKalling液、再結晶率の算出は再結晶組織の面積率で算出した。再結晶率の測定結果を表2に併せて示す。実施例および比較例のマイクロ写真を図1～図5に示す。

[0037] [表2]

No.	冷間加工条件		再結晶面積率(%)			備考
	加工率 (%)	加工パス数	サブソルバス処理	スーパーソルバス熱処理(A)	スーパーソルバス熱処理(B)	
1	5	8	—	100%	—	本発明
2	8	2	—	100%	—	本発明
3	8	4	—	100%	—	本発明
4	15	2	—	100%	—	本発明
5	5	8	—	—	100%	本発明
6	8	2	—	—	100%	本発明
7	8	4	—	—	100%	本発明
8	15	2	—	—	100%	本発明
11	2.5	8	—	0%	0%	比較例
12	4	3	—	3%	4%	比較例
13	8	4	0%	—	—	比較例
14	15	2	0%	—	—	比較例

[0038] 表2及び図1～5の結果から、本発明で規定する第1の冷間加工工程（加工率5%以上）と第1の熱処理工程（スーパーソルバス熱処理）を適用したものは、十分な再結晶組織が得られることが分かる。一方、第1の冷間加工工程の加工率が5%未満であったり、第1の熱処理工程（スーパーソルバス熱処理）の温度に満たない温度領域で熱処理を行ったものは50%以上の再結晶組織は得られなかった。

[0039] （実施例2）

Ni基超耐熱合金を真空溶解し、Ni基超耐熱合金Bのインゴット（φ100mm×110mmL）を作製した。Ni基超耐熱合金Bの化学組成を表

3に示す。Ni基超耐熱合金Bの $\gamma'$  ソルバス温度と $\gamma'$  モル率は市販計算ソフトJMatProで計算し、 $\gamma'$  ソルバス温度は1162℃であり、700℃の $\gamma'$  モル率は46%であった。

得られたNi基超耐熱合金Bのインゴットの1/4直径位置からインゴットの軸方向と平行方向で $\phi 22\text{ mm} \times 55\text{ mm L}$ の圧縮試験用サンプルを採取した。

[0040] [表3]

(mass%)										
C	Cr	Mo	W	Co	Al	Ti	Nb	Fe	Zr	B
0.0193	15.72	3.02	1.21	15.04	2.58	4.96	<0.01	0.01	0.031	0.013

※残部はNi及び不可避免の不純物である。

[0041] 第1の冷間加工工程は、 $\phi 22\text{ mm} \times 55\text{ mm L}$ の丸棒を軸方向から据え込み方式とし、加工率10%で冷間加工を行った。なお、加工率の計算は、上記(2)式の通り、第1の冷間加工(圧縮)は圧縮加工率(%) =  $(L2 - L3) / L2 \times 100\%$ で定義し、L2とL3はそれぞれ圧縮加工前と後の長さ(高さ)である。なお、第1の冷間加工工程において加工率40%で加工した圧縮試験用サンプルには割れが発生したため、その後の第1の熱処理工程は行わなかった。

次に、第1の熱処理工程を実施した。第1の熱処理工程の条件は、保持温度1180℃×8時間保持後、60℃/hの冷却速度で500℃まで冷却し、500℃で熱処理炉からサンプルを取り出して空冷した。

[0042] 第1の冷間加工工程と第1の熱処理工程を施した後、実施例1と同様な方法でマイクロ組織を評価し、再結晶率が100%であることを確認した。なお、再結晶粒径サイズをASTM法で評価したところ、平均粒径は320 $\mu\text{m}$ であった。

第1の冷間加工工程と第1の熱処理工程を経た圧縮試験後のサンプルに、さらに、第2の冷間加工工程として、軸方向から据え込み圧縮で加工率30%の冷間加工を行った後、第2の熱処理工程を施した。第2の熱処理工程の条件は、保持温度1130℃×30分保持後空冷した。

第2の冷間加工工程と第2の熱処理工程を施した圧縮試験後のサンプルを長さ方向の中心線を通るように切断し、 $1/4D$  ( $D$ は直径)位置のミクロ組織を観察した。腐食は電解腐食を採用した(電解腐食液:10%シュウ酸水溶液、腐食電圧:4V、腐食時間2秒)。これで得られた組織を図6に示し、その平均粒径は $10.6\mu\text{m}$ (ASTM#9.7)であった。

この結果から、本発明で規定するNi基超耐熱合金の製造方法を適用することにより、結晶粒の微細化が十分に図れることがわかる。

[0043] (実施例3)

Ni基超耐熱合金を真空溶解し、Ni基超耐熱合金Cのインゴット( $\phi 100\text{mm} \times 110\text{mmL}$ )を作製した。Ni基超耐熱合金Cの化学組成を表4に示す。Ni基超耐熱合金Cの $\gamma'$ ソルバス温度と $\gamma'$ モル率は市販計算ソフトJMatProで計算し、 $\gamma'$ ソルバス温度は $1235^\circ\text{C}$ であり、 $\gamma'$ モル%は72%であった。

得られたNi基超耐熱合金Cのインゴットの $1/4$ 直径位置からインゴットの軸方向と平行方向で $\phi 22\text{mm} \times 55\text{mmL}$ の圧縮試験用サンプルを採取した。

[0044] [表4]

(mass%)										
C	Cr	Mo	V	Co	Al	Ti	Nb	Fe	Zr	B
0.0149	9.80	2.93	0.67	15.12	5.48	4.55	<0.01	0.10	0.046	0.013

※残部はNi及び不可避免的不純物である。

[0045] 第1の冷間加工工程は、 $\phi 22\text{mm} \times 55\text{mmL}$ の丸棒を軸方向から据え込み方式とし、加工率10%で冷間加工を行った。加工率は上記の(2)式の通りである。なお、第1の冷間加工工程において加工率40%で加工した圧縮試験用サンプルには割れが発生したため、その後の第1の熱処理工程は行わなかった。

次に、第1の熱処理工程を実施した。第1の熱処理工程の条件は、保持温度 $1250^\circ\text{C} \times 8$ 時間保持後、 $60^\circ\text{C}/\text{h}$ の冷却速度で $500^\circ\text{C}$ まで冷却し、 $500^\circ\text{C}$ で熱処理炉からサンプルを取り出して空冷した。

[0046] 第1の冷間加工工程と第1の熱処理工程を施した後、実施例1と同様な方法でミクロ組織を評価し、再結晶率が100%であることを確認した。なお、再結晶粒径サイズをASTM法で評価したところ、平均粒径が290 $\mu$ mであった。

第1の冷間加工工程と第1の熱処理工程を経た圧縮試験後のサンプルをさらに、第2の冷間加工工程として、軸方向から加工率30%の冷間加工を行った後、第2の熱処理工程を施した。第2の熱処理工程の条件は、保持温度1200 $^{\circ}$ C $\times$ 30分保持後空冷した。

第2の冷間加工工程と第2の熱処理工程を施した圧縮試験後のサンプルを長さ方向の中心線を通るように切断し、1/4D（Dは直径）位置のミクロ組織を観察した。腐食は電解腐食を採用した（電解腐食液：10%シュウ酸水溶液、腐食電圧：4V、腐食時間1.5秒）。これで得られた組織を図7に示す。その平均粒径は9.8 $\mu$ m（ASTM#10）であった。

この結果から、本発明で規定するNi基超耐熱合金の製造方法を適用することにより、結晶粒の微細化が十分に図れることがわかる。

[0047] （実施例4）

真空溶解してNi基超耐熱合金Dのインゴット（ $\phi$ 100mm $\times$ 110mmL）を作製した。Ni基超耐熱合金Dの化学組成を表5に示す。本合金の $\gamma'$ ソルバス温度と $\gamma'$ モル率は市販計算ソフトJMatProで計算し、 $\gamma'$ ソルバス温度は1159 $^{\circ}$ Cであり、700 $^{\circ}$ C $\gamma'$ モル%は47%であった。

[0048] [表5]

(mass%)										
C	Cr	Mo	W	Co	Al	Ti	V	Fe	Zr	B
0.016	15.78	3.02	1.24	15.08	2.56	4.97	0.01	0.03	0.032	0.013

※残部はNi及び不可避免的不純物である。

[0049] 得られたNi基超耐熱合金Dのインゴットの1/4直径位置からインゴットの軸方向と平行方向で $\phi$ 22mm $\times$ 35mmLの圧縮用サンプルを採取した。

第1の冷間加工工程は、 $\phi 22\text{ mm} \times 35\text{ mm L}$ の丸棒を軸方向から据え込み鍛造した。鍛造の加工率10%であった。加工率は式(2)に従って算出した。次に、第1の熱処理工程を実施した。第1の熱処理工程の条件は、保持温度 $1180^{\circ}\text{C} \times 8$ 時間保持後、 $60^{\circ}\text{C/h}$ の冷却速度で $500^{\circ}\text{C}$ まで冷却し、 $500^{\circ}\text{C}$ で熱処理炉からサンプルを取り出して空冷した。

上記熱処理材料から引張試験片を採取し、引張試験を行った。引張試験片はASTM標準の縮小版を採用した。試験全長30mm、標点距離7mm、直径2mmであった。なお、歪み速度は $0.1/S$ であり、引張試験温度は室温( $22^{\circ}\text{C}$ )と $800^{\circ}\text{C}$ で行った。なお、試験温度 $800^{\circ}\text{C}$ は分解鍛造等の熱間加工を模擬したものである。また、比較例として、鑄造ままの材料から引張試験片を採取して、同様な引張条件で引張試験を行った。その結果を表6に示す。

[0050] [表6]

No	第1の冷間加工工程と 第1の熱処理工程	22°C		800°C		備考
		伸び(%)	絞り(%)	伸び(%)	絞り(%)	
1	なし	13.1	15.4	10.4	10.9	比較例
2	あり	19.4	19.2	32.1	59.3	本発明

[0051] 表6に示すように本発明の第1の冷間加工工程と第1の熱処理工程により、 $\gamma'$  モル%40%以上の難加工Ni基超耐熱合金の高温延性が大幅に向上したことが分かる。

通常、 $1050 \sim 1100^{\circ}\text{C}$ での熱間加工では、絞りの値が60%程度確保できれば十分に熱間加工ができるものである。表6に示すように、本発明では、 $800^{\circ}\text{C}$ という比較的低い温度であっても絞りが約60%に達成できた。通常、熱間加工は $800^{\circ}\text{C}$ より高い温度で行うことから本発明方法の適用により、熱間加工を容易に行えることが分かる。

[0052] 以上、説明する本発明のNi基超耐熱合金の製造方法を、例えば、分塊用中間素材の製造に適用すると、従来、熱間鍛造等の熱間加工が困難とされていた $\gamma'$  モル率40%以上の難加工Ni基超合金の分塊鍛造等の熱間加工を容易に行うことができる。これにより、高 $\gamma'$  含有Ni基超耐熱合金を用い

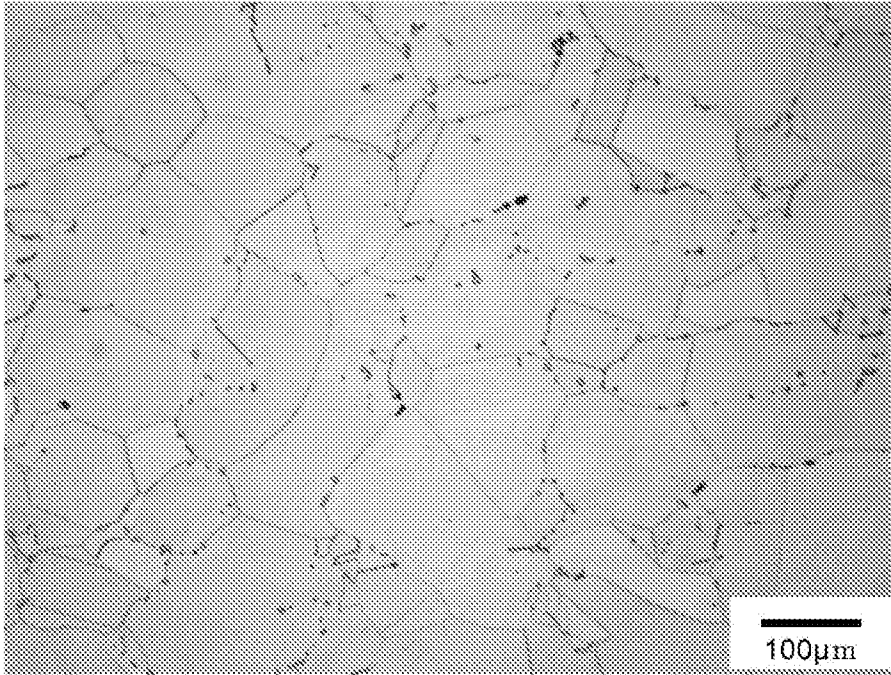
て、例えば、航空機や発電用高性能タービンディスク製造を可能とすることができる。

## 請求の範囲

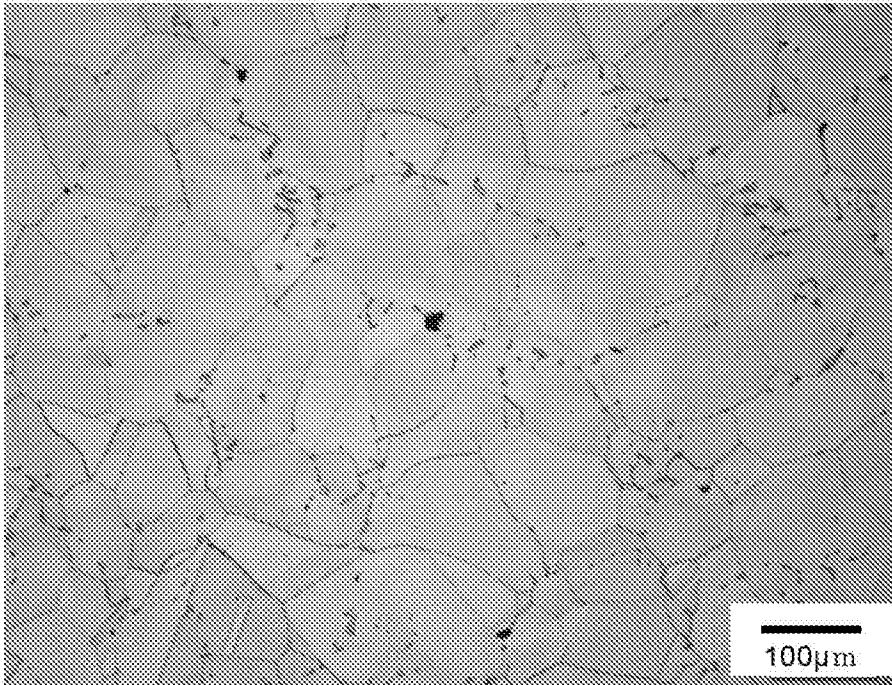
- [請求項1]           ガンマプライム ( $\gamma'$ ) 相が40モル%以上となる組成を有するNi基超耐熱合金インゴットを準備する工程と、  
                  前記Ni基超耐熱合金インゴットを加工率5%以上、30%未満で冷間加工を行う第1の冷間加工工程と、  
                  前記第1の冷間加工を行った冷間加工材にガンマプライム固溶温度を超える温度で熱処理する第1の熱処理工程と  
                  を含む、Ni基超耐熱合金の製造方法。
- [請求項2]           前記第1の熱処理を行う温度が、ガンマプライム固溶温度プラス40°C以下、かつ前記Ni基超耐熱合金の固相線温度未満である請求項1に記載のNi基超耐熱合金の製造方法。
- [請求項3]           前記第1の熱処理を施された熱処理材に加工率20%以上で第2の冷間加工を行う第2の冷間加工工程と、  
                  前記第2の冷間加工を行った冷間加工材にガンマプライム固溶温度未満の温度で熱処理する第2の熱処理工程と  
                  をさらに含む請求項1または2に記載のNi基超耐熱合金の製造方法。
- [請求項4]           前記第2の熱処理を行う温度が、ガンマプライム固溶温度マイナス80°C以上である請求項3に記載のNi基超耐熱合金の製造方法。
- [請求項5]           前記第1の冷間加工は、鍛造、延伸加工、噴射加工の何れかまたは2種以上の組み合わせである請求項1または2に記載のNi基超耐熱合金の製造方法。
- [請求項6]           前記第1の冷間加工または前記第2の冷間加工は、鍛造、延伸加工、噴射加工の何れかまたは2種以上の組み合わせである請求項3または4に記載のNi基超耐熱合金の製造方法。
- [請求項7]           前記Ni基超耐熱合金の組成が、質量%で、C: 0.001~0.250%、Cr: 8.0~22.0%、Co: 28.0%以下、Mo: 2.0~7.0%、W: 6.0%以下、Al: 2.0~8.0%、

Ti : 0.5 ~ 7.0%、Nb : 4.0%以下、Ta : 3.0%以下、Fe : 10.0%以下、V : 1.2%以下、Hf : 1.0%以下、B : 0.001 ~ 0.300%、Zr : 0.001 ~ 0.300%を含み、残部はNi及び不純物からなる請求項1乃至6の何れかに記載のNi基超耐熱合金の製造方法。

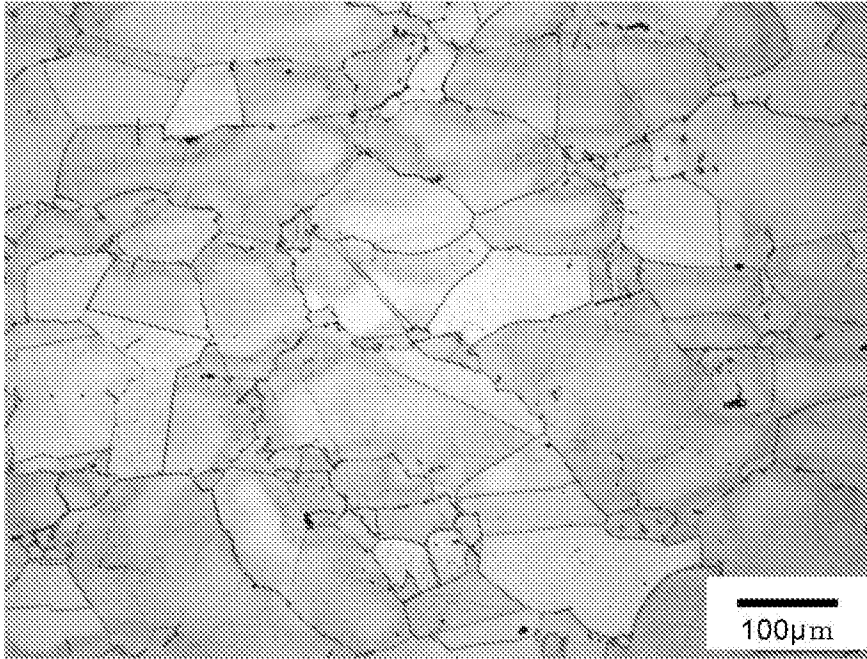
[図1]



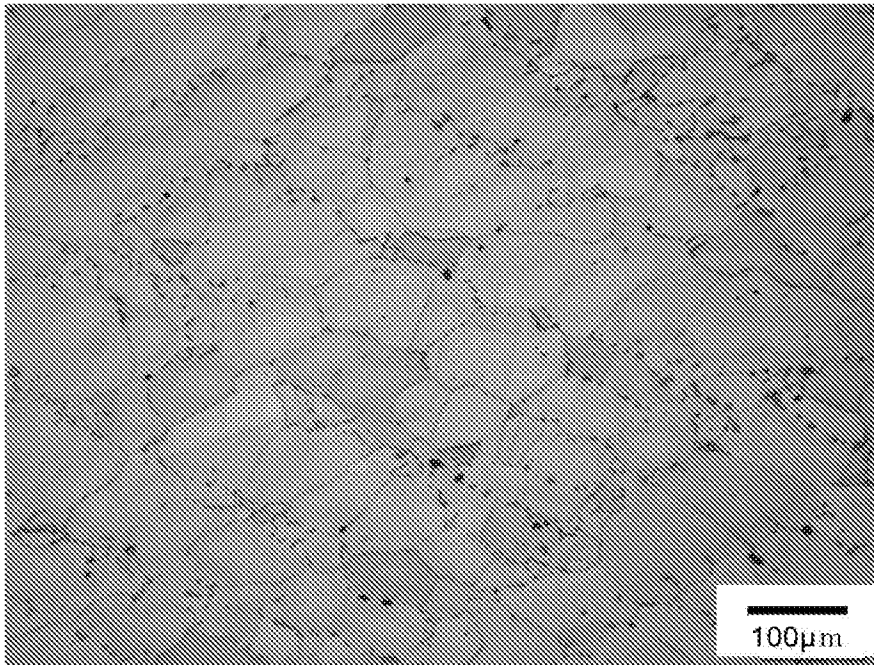
[図2]



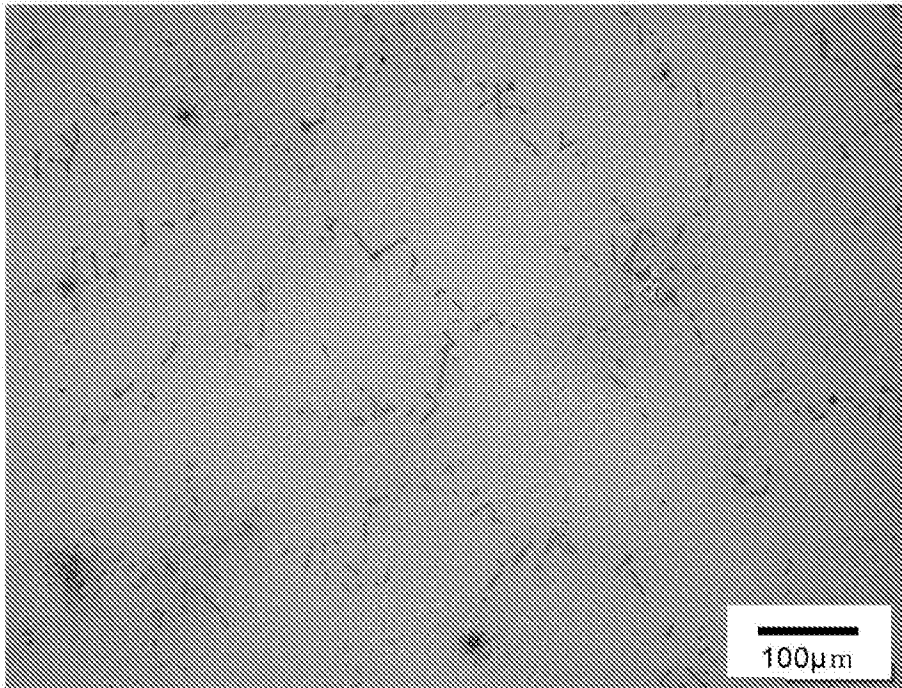
[図3]



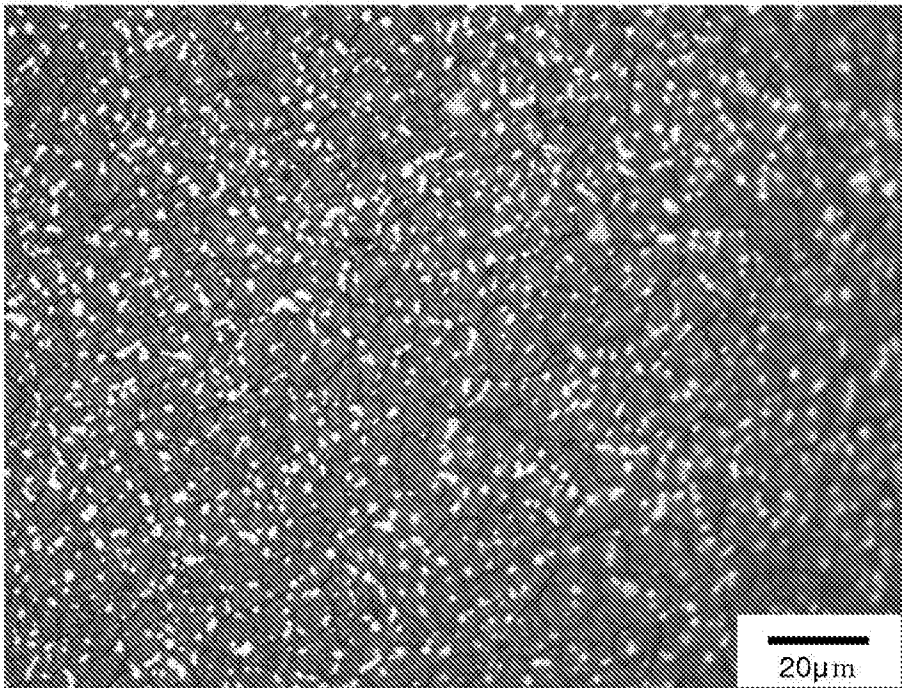
[図4]



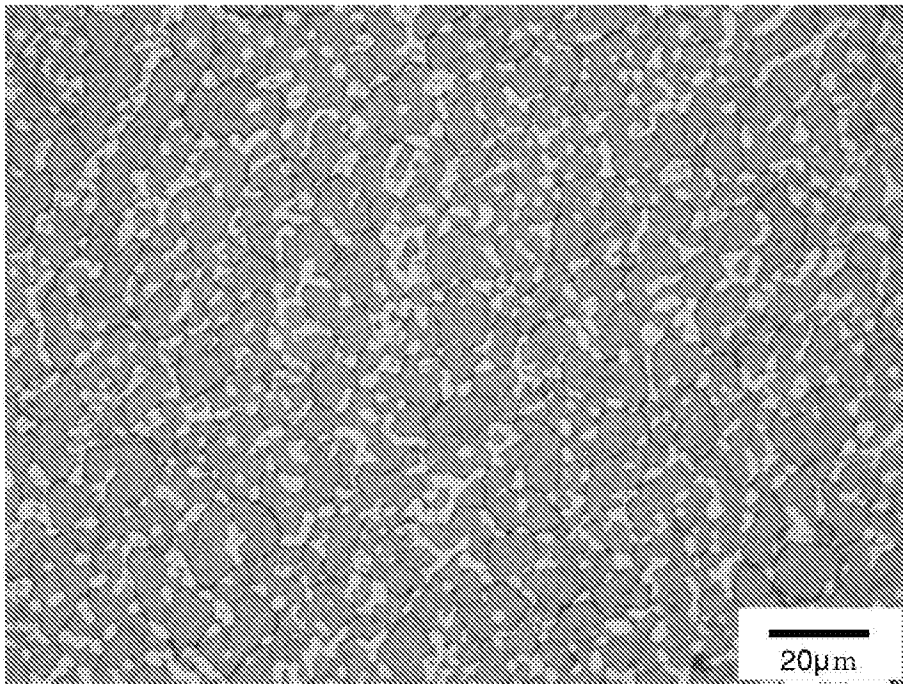
[図5]



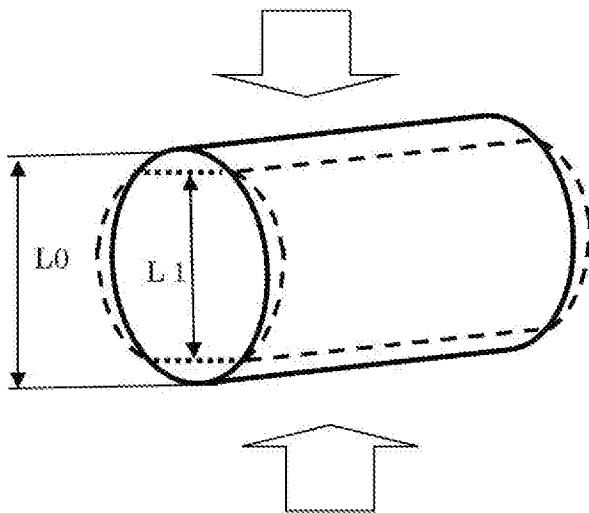
[図6]



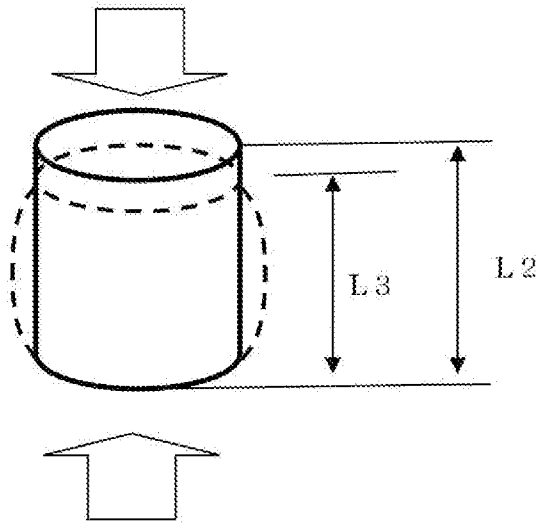
[図7]



[図8]



[図9]



**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

International application No.  
PCT/JP2016/053243

**A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**  
C22F1/10(2006.01)i, C22C19/05(2006.01)i, C22F1/00(2006.01)n

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)  
C22F1/10, C22C19/05, C22F1/00

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

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2016
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2016	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2016

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.
A	JP 2001-512785 A (Integran Technologies, Inc.), 28 August 2001 (28.08.2001), & US 6129795 A & WO 1999/007902 A1 & EP 1007745 A & DE 69803194 D & AU 8620398 A & CA 2299430 A & MX PA00001284 A & AT 212069 T & DK 1007745 T & ES 2167919 T & PT 1007745 E	1-7
A	WO 2015/008343 A1 (Mitsubishi Hitachi Power Systems, Ltd.), 22 January 2015 (22.01.2015), & CN 105189794 A	1-7
P, A	JP 2015-59239 A (Tohoku University), 30 March 2015 (30.03.2015), (Family: none)	1-7

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 12 April 2016 (12.04.16)	Date of mailing of the international search report 26 April 2016 (26.04.16)
---	--

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. C22F1/10(2006.01)i, C22C19/05(2006.01)i, C22F1/00(2006.01)n

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. C22F1/10, C22C19/05, C22F1/00

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	1971-2016年
日本国実用新案登録公報	1996-2016年
日本国登録実用新案公報	1994-2016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
A	JP 2001-512785 A (インテグラン・テクノロジーズ・インコーポレ ーテッド) 2001.08.28, & US 6129795 A & WO 1999/007902 A1 & EP 1007745 A & DE 69803194 D & AU 8620398 A & CA 2299430 A & MX PA00001284 A & AT 212069 T & DK 1007745 T & ES 2167919 T & PT 1007745 E	1-7
A	WO 2015/008343 A1 (三菱日立パワーシステムズ株式会社) 2015.01.22, & CN 105189794 A	1-7

☑ C欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ 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

の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

12.04.2016

国際調査報告の発送日

26.04.2016

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)

川村 裕二

電話番号 03-3581-1101 内線 3435

4K

3349

C (続き) . 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
P, A	JP 2015-59239 A (国立大学法人東北大学) 2015. 03. 30, (ファミリーなし)	1-7