

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第6826821号
(P6826821)

(45) 発行日 令和3年2月10日 (2021.2.10)

(24) 登録日 令和3年1月20日 (2021.1.20)

(51) Int. Cl.

F I

B 2 2 F 3/16 (2006.01)

B 2 2 F 3/16

B 2 2 F 3/105 (2006.01)

B 2 2 F 3/105

B 2 2 F 3/24 (2006.01)

B 2 2 F 3/24

C

B 2 2 F 3/115 (2006.01)

B 2 2 F 3/115

C 2 2 F 1/10 (2006.01)

C 2 2 F 1/10

H

請求項の数 3 (全 8 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2016-96238 (P2016-96238)
 (22) 出願日 平成28年5月12日 (2016.5.12)
 (65) 公開番号 特開2017-203195 (P2017-203195A)
 (43) 公開日 平成29年11月16日 (2017.11.16)
 審査請求日 平成30年11月8日 (2018.11.8)

前置審査

(73) 特許権者 000006208
 三菱重工業株式会社
 東京都千代田区丸の内三丁目2番3号
 (74) 代理人 100205350
 弁理士 狩野 芳正
 (72) 発明者 田村 知子
 東京都港区港南二丁目16番5号 三菱重
 工業株式会社内
 (72) 発明者 平松 範之
 東京都港区港南二丁目16番5号 三菱重
 工業株式会社内
 (72) 発明者 榊原 清勝
 東京都港区港南二丁目16番5号 三菱重
 工業株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 金属部材の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

アディティブ・マニファクチャリングにより、Ni 基合金で構成される金属部材の成形を行う工程と、

前記金属部材に対して溶体化処理を行う工程と、

前記溶体化処理に続いて前記金属部材に対する析出硬化処理を行う工程とを具備し、

前記溶体化処理を行う工程は、

($T_c - 100$) 以上、($T_c - 50$) 以下の温度範囲 (T_c は、前記 Ni 基合金の固相線温度) の温度での熱処理を、常圧の不活性ガスの雰囲気又は真空雰囲気で行う工程を含み、かつ、前記温度範囲より高い温度での熱処理を含んでおらず、

前記析出硬化処理を行う工程は、

600 以上、800 以下の温度範囲の温度での熱処理を行う工程を含む

金属部材の製造方法。

【請求項 2】

請求項 1 に記載の金属部材の製造方法であって、

前記 Ni 基合金が、析出硬化型の Ni - Cr 系 Ni 基合金である

金属部材の製造方法。

【請求項 3】

請求項 1 または 2 に記載の金属部材の製造方法であって、

前記溶体化処理を行う工程は、

前記 ($T_c - 100$) 以上、($T_c - 50$) 以下の温度範囲の温度での熱処理が行われた前記金属部材に対して急冷する処理を行う工程をさらに含む

金属部材の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、金属部材の製造方法に関し、特に、アディティブ・マニファクチャリング (additive manufacturing) を用いて金属部材を製造するための製造方法に関する。

【背景技術】

10

【0002】

アディティブ・マニファクチャリングとは、3Dモデルデータに基づいて材料を順次に積層することで構造体の成形を行う技術である。例えば、3Dプリンタは、アディティブ・マニファクチャリングにより構造体を成形する最も典型的な装置である。アディティブ・マニファクチャリングは、複雑な3次元形状を有する構造体を、迅速に且つ安価に成形することが可能な技術として注目を集めている。アディティブ・マニファクチャリングは、金属部材の製造にも適用されており、金属部材の製造に適用可能なアディティブ・マニファクチャリングとしては、粉末焼結積層造形法及び熱溶解積層法が知られている。

【0003】

20

アディティブ・マニファクチャリングにより作製された金属部材は、鍛造や鋳造で製造された金属部材とは異なる材料特性を有している。第1に、アディティブ・マニファクチャリングにより作製された金属部材は、微細結晶で構成される組織を有している。第2に、溶融と凝固のプロセスを経るので、相当な残留応力を有している。このため、アディティブ・マニファクチャリングにより作製された金属部材は、鍛造や鋳造で製造された金属部材とは異なる挙動を示す。

【0004】

金属部材は、しばしば、耐久性の確保が重要な課題になることがあり、これは、アディティブ・マニファクチャリングにより作製された金属部材にも当てはまる。発明者が特に着目しているのは、クリープ特性と低サイクル疲労特性である。これらの特性は、例えば航空宇宙分野で使用される金属部材においては非常に重要である。

30

【0005】

良好なクリープ特性と低サイクル疲労特性を実現するための一つの手法としては、熱処理が考えられる。鍛造や鋳造で成形された金属部材では、良好なクリープ特性と低サイクル疲労特性の確保のために、様々な熱処理が検討されている。しかしながら、アディティブ・マニファクチャリングにより成形された金属部材は、鍛造や鋳造で成形された金属部材とは異なる挙動を示すので、鍛造や鋳造で成形された金属部材と同様の熱処理は、必ずしも最適ではない。

【0006】

従って、アディティブ・マニファクチャリングにより成形された金属部材について、良好なクリープ特性と低サイクル疲労特性とを確保する技術の提供には、技術的なニーズが存在する。

40

【0007】

なお、特開2013-96013号公報は、アディティブ・マニファクチャリングにより成形された金属部材の熱処理について開示している。この公報は、インコネル738LC (IN738LC) で成形された材料の熱処理に言及しており (インコネルは登録商標である)、(1) 1250 / 3時間の熱処理、及び、(2) 1260 / 3時間 + 1180 / 4時間 + 1120 / 2.5時間 + 850 / 24時間の熱処理により、かなりの結晶粒の粗大化が生じたことを開示している。なお、インコネル738LCは、融点範囲が1230 - 1315 である、即ち、固相線温度が1230 であり、液相線温度

50

が 1 3 1 5 である材料である。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0008】

【特許文献1】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】

【0009】

したがって、本発明の目的の一つは、アディティブ・マニファクチャリングにより作成された金属部材について、実用上十分なクリープ特性と低サイクル疲労特性とを確保する技術を提供することにある。本発明の他の目的は、下記の開示から当業者には理解されるであろう。

10

【課題を解決するための手段】

【0010】

本発明の一の観点では、金属部材の製造方法が、アディティブ・マニファクチャリングにより、Ni基合金で構成される金属部材の成形を行う工程と、金属部材に対して溶体化処理を行う工程とを具備する。溶体化処理においては、 $(T_c - 100)$ 以上、 $(T_c - 50)$ 以下の温度範囲 (T_c は、Ni基合金の固相線温度) の温度での熱処理が行われる。

【0011】

20

一実施形態では、該金属部材が、析出硬化型のNi-Cr系Ni基合金で構成される。この場合、当該製造方法は、更に、前記溶体化処理がなされた金属部材に対して析出硬化処理を行う工程を具備する。

【発明の効果】

【0012】

本発明によれば、アディティブ・マニファクチャリングにより成形された金属部材について、十分なクリープ特性と低サイクル疲労特性とを確保することができる。

【図面の簡単な説明】

【0013】

【図1】一実施形態における金属部材の製造方法を示すフローチャートである。

30

【図2】規格で定められたインコネル718の化学組成を示す表である。

【図3】実施例と比較例の試験片のクリープ特性を示すグラフである。

【図4A】長さ方向が造形方向と同一であるように作製された、実施例と比較例の試験片の低サイクル疲労特性を示すグラフである。

【図4B】長さ方向が造形方向と45°の角度をなすように作製された、実施例と比較例の試験片の低サイクル疲労特性を示すグラフである。

【図4C】長さ方向が造形方向と90°の角度をなすように作製された、実施例と比較例の試験片の低サイクル疲労特性を示すグラフである。

【図5】実施例と比較例の試験片の組織写真を示す図である。

【発明を実施するための形態】

40

【0014】

以下、添付図面を参照しながら、本発明の実施形態について説明する。

【0015】

本実施形態では、Ni基合金で構成される金属部材、より具体的には、析出硬化型のNi-Cr系合金で構成される金属部材が、アディティブ・マニファクチャリングを用いて製造される。析出硬化型のNi-Cr系合金としては、例えば、インコネル718、インコネル735、インコネル738LC、インコネルX-750等が挙げられる。

【0016】

図1は、一実施形態における金属部材の製造方法を示すフローチャートである。

【0017】

50

まず、アディティブ・マニファクチャリングにより、金属部材の成形が行われる（ステップ S 0 1）。最も典型的には、熱溶解積層法により、所望の 3 次元形状の金属部材が形成される。

【 0 0 1 8 】

続いて、溶体化処理が行われる（ステップ S 0 2）。当業者に周知であるように、溶体化処理とは、金属の合金成分が固溶体に溶解する温度以上に加熱して、十分な時間保持し、急冷する処理のことである。

【 0 0 1 9 】

本実施形態では、ステップ S 0 2 の溶体化処理における熱処理が、 $(T_c - 100)$ 以上、 $(T_c - 50)$ 以下の温度範囲で行われる。ここで、 T_c は、当該金属部材を構成する材料（即ち、Ni 基合金）の固相線温度である。例えば、インコネル 7 1 8 については、融点範囲が $1260 \sim 1335$ であり、固相線温度が 1260 であるから、溶体化処理における熱処理は、 1160 以上、 1210 以下の温度範囲で行われる。この温度範囲は、鍛造や鋳造によって成形された Ni 基合金の金属部材の溶体化処理において一般的に用いられる温度範囲よりも相当に高い温度範囲であることに留意されたい。溶体化処理の熱処理時間は、1 時間以上、12 時間以下であることが好ましく、2 時間以上 4 時間以下であることが更に好ましい。溶体化処理は、常圧の不活性ガスの雰囲気又は真空雰囲気で行われる。

【 0 0 2 0 】

続いて、析出硬化処理が行われる（ステップ S 0 2）。析出硬化処理とは、析出硬化（時効硬化）を人工的に行う熱処理であり、過飽和固溶体から金属間化合物などの異相が析出させて材料を硬化させるためのものである。析出硬化処理は、 600 以上、 800 以下の温度範囲での比較的長時間（例えば、12 時間以上 24 時間以下）の熱処理によって行われる。

【 0 0 2 1 】

本実施形態の金属部材の製造方法においては、溶体化処理が、 $(T_c - 100)$ 以上、 $(T_c - 50)$ 以下（ T_c は、固相線温度）という、比較的高いが固相線温度から少し離れた温度範囲で行われることに留意されたい。このような温度範囲で溶体化処理を行うことにより、アディティブ・マニファクチャリングにより成形された金属部材について、実用上十分なクリープ特性と低サイクル疲労特性とを確保することができる。以下では、本発明の具体的な実施例について説明する。

【実施例】

【 0 0 2 2 】

本実施例では、アディティブ・マニファクチャリングにより、より具体的には、熱溶解積層法により、インコネル 7 1 8 で構成される金属部材の成形が行われた。

【 0 0 2 3 】

図 2 は、規格で定められたインコネル 7 1 8 の化学組成を示す表である。図 2 から理解されるように、インコネル 7 1 8 は、ニッケルを主成分（最も多い成分）とする Ni - Cr - Fe 系合金である。インコネル 7 1 8 は、融点範囲が $1260 \sim 1335$ であり、固相線温度が 1260 である。

【 0 0 2 4 】

アディティブ・マニファクチャリングによる成形が行われたインコネル 7 1 8 の金属部材に対して溶体化処理が行われた。溶体化処理が下記の 2 つの条件の熱処理で実施された金属部材がそれぞれ用意された。

実施例：1180、3 時間

比較例：955、1 時間

溶体化処理は、常圧の不活性ガスの雰囲気又は真空雰囲気で行われた。

【 0 0 2 5 】

なお、実施例の金属部材の溶体化処理の温度は、 $(T_c - 100)$ 以上、 $(T_c - 50)$ 以下（ T_c は、固相線温度）の温度範囲内である。また、比較例の金属部材の溶体

10

20

30

40

50

化処理の温度は、鍛造及び鋳造で成形されたインコネル 7 1 8 の金属部材について一般的に行われる溶体化処理の温度であり、この温度範囲外の温度である。

【 0 0 2 6 】

溶体化処理の後、析出硬化処理が行われた。析出硬化処理においては、7 2 0 、 8 時間の熱処理が行われ、その後、6 2 0 、 1 0 時間の熱処理が行われた。

【 0 0 2 7 】

析出硬化処理の後、実施例及び比較例の金属部材から試験片が切り出された。試験片は、長さ方向が造形方向（アディティブ・マニファクチャリングにおける積層方向）と同一であるもの、造形方向に対して 4 5 ° の角度をなすもの、及び、造形方向に対して 9 0 ° の角度をなすものの 3 種類が作製された。なお、後に提示する図 3 ~ 図 5 において、「造形方向 0 ° 。」という凡例は、長さ方向が造形方向と同一の試験片を意味している。同様に、「造形方向 4 5 ° 。」という凡例は、長さ方向が造形方向と 4 5 ° の角度をなす試験片を意味しており、「造形方向 9 0 ° 。」という凡例は、長さ方向が造形方向と 9 0 ° の角度をなす試験片を意味している。

10

【 0 0 2 8 】

以上のようにして得られた各試験片（実施例の試験片と比較例の試験片）について、クリープ試験、低サイクル疲労試験、及び、組織写真の撮影が行われた。

【 0 0 2 9 】

図 3 は、クリープ試験の結果を示すグラフである。なお、クリープ試験は、7 0 5 の温度で 4 5 0 M P a の引っ張り応力を印加することによって行われた。図 3 から理解されるように、比較例の試験片（溶体化処理の温度が 9 5 5 ）は、破断時間が長くても 3 0 時間であり、劣悪なクリープ特性を示した。一方、実施例の試験片（溶体化処理の温度が 1 1 8 0 ）については、比較例の試験片と比較して、良好なクリープ特性を示した。実施例の試験片については約 2 0 0 時間の破断時間が得られており、この破断時間は、鍛造によって作製された金属部材よりはやや劣るものの、鋳造によって作製された金属部材と同等のものであった。

20

【 0 0 3 0 】

この結果は、本実施形態の金属部材の製造方法により、実用上十分なクリープ特性が得られることを示している。

【 0 0 3 1 】

30

図 4 A ~ 図 4 C は、低サイクル疲労試験の結果を示すグラフである。詳細には、図 4 A は、長さ方向が造形方向と同一である試験片の低サイクル疲労試験の結果を示しており、図 4 B は、長さ方向が造形方向と 4 5 ° の角度をなす試験片の低サイクル疲労試験の結果を示しており、図 4 C は、長さ方向が造形方向と 9 0 ° の角度をなす試験片の低サイクル疲労試験の結果を示している。

【 0 0 3 2 】

比較例の試験片は、いずれの造形方向についても、良好な低サイクル疲労特性を示した。比較例の試験片の低サイクル疲労特性は、鍛造によって作製された試験片とほぼ同等であった。

【 0 0 3 3 】

40

一方、実施例の試験片は、比較例の試験片と比較すると低サイクル疲労特性において劣っていた。しかしながら、実施例の試験片においても、実用上十分な低サイクル疲労特性を示した。

【 0 0 3 4 】

上記されたクリープ試験及び低サイクル試験の結果は、実施例の試験片においては結晶粒の粗大化が発生しているためと理解された。図 5 は、実施例の試験片と比較例の試験片の組織写真を示している。図 5 から理解されるように、比較例の試験片には微細結晶の組織が形成されていた。一方、実施例の試験片では、結晶粒の粗大化が認められた。

【 0 0 3 5 】

アディティブ・マニファクチャリングで作製された金属部材には、基本的には微細結

50

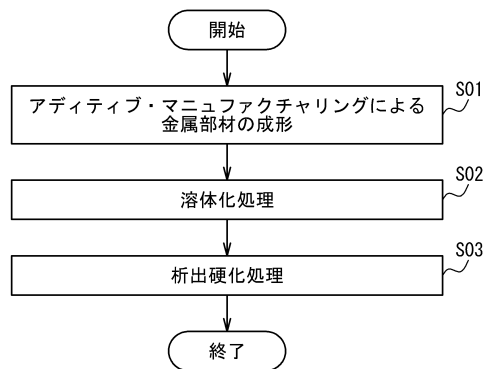
晶の組織が形成される。これは、良好な低サイクル疲労特性を発現させる一方で、クリープ特性を劣化させる要因となる。しかしながら、一般的に用いられる溶体化処理の温度よりも相当高いが固相線温度よりも少し低い温度範囲で溶体化処理が行われた実施例の試験片については、実用上十分なクリープ特性及び低サイクル疲労特性が得られた。これは、溶体化処理により、結晶粒の粗大化が発生したためであると考えられた。

【 0 0 3 6 】

以上には、本発明の実施形態及び実施例が具体的に記述されているが、本発明は、上記の実施形態及び実施例に限定されると解釈してはならない。本発明が様々な変更と共に実施され得ることは、当業者には自明的であろう。

10

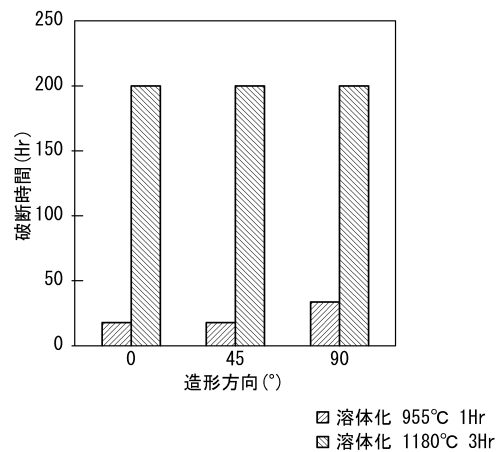
【 図 1 】



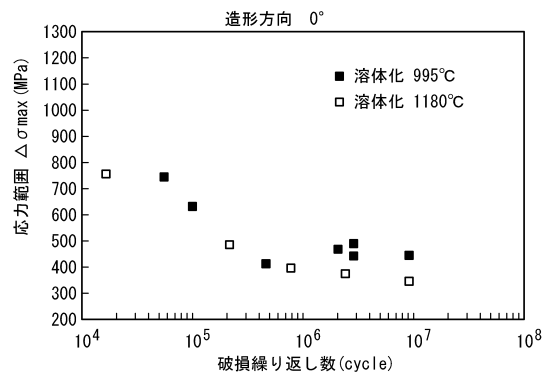
【 図 2 】

	重量 %
ニッケル(及びコバルト)	50.00-55.00
クロム	17.00-21.00
鉄及び不可避免の不純物	残部
ニオブ(及びタンタル)	4.75-5.50
モリブデン	2.80-3.30
チタン	0.65-1.15
アルミニウム	0.25-0.80
コバルト	最大1.00
炭素	最大0.08
マンガン	最大0.35
シリコン	最大0.35
リン	最大0.015
イオウ	最大0.015
ボロン	最大0.006
銅	最大0.30

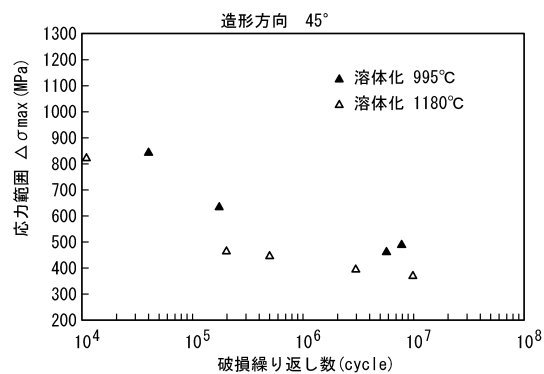
【図 3】



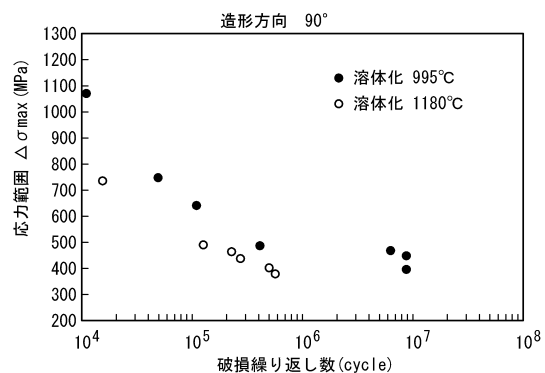
【図 4 A】



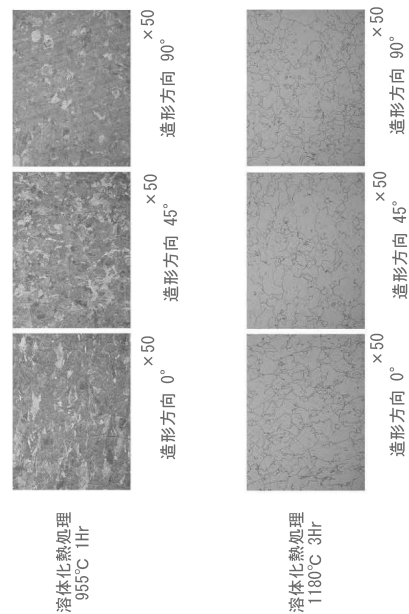
【図 4 B】



【図 4 C】



【図 5】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.			F I		
B 3 3 Y	10/00	(2015.01)	B 3 3 Y	10/00	
C 2 2 F	1/00	(2006.01)	C 2 2 F	1/00	6 0 2
C 2 2 C	19/05	(2006.01)	C 2 2 F	1/00	6 0 5
			C 2 2 F	1/00	6 2 8
			C 2 2 F	1/00	6 3 0 G
			C 2 2 F	1/00	6 5 0 A
			C 2 2 F	1/00	6 8 7
			C 2 2 F	1/00	6 9 1 B
			C 2 2 F	1/00	6 9 1 C
			C 2 2 C	19/05	Z

審査官 田代 吉成

(56)参考文献 特開 2 0 1 3 - 9 6 0 1 3 (J P , A)
 特開 2 0 1 1 - 1 2 3 4 6 (J P , A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

B 2 2 F 3 / 1 6
 B 2 2 F 3 / 1 0 5
 B 2 2 F 3 / 1 1 5
 B 2 2 F 3 / 2 4
 B 3 3 Y 1 0 / 0 0
 C 2 2 F 1 / 1 0
 C 2 2 C 1 9 / 0 5
 C 2 2 F 1 / 0 0