

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2017-1074

(P2017-1074A)

(43) 公開日 平成29年1月5日(2017.1.5)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
B 2 1 J 5/00 (2006.01)	B 2 1 J 5/00 B	4 E 0 8 7
C 2 2 C 30/00 (2006.01)	C 2 2 C 30/00	
C 2 2 F 1/10 (2006.01)	C 2 2 F 1/10 A	
C 2 2 F 1/00 (2006.01)	C 2 2 F 1/00 6 0 4	
	C 2 2 F 1/00 6 3 0 A	
審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 14 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号 特願2015-119897 (P2015-119897)
 (22) 出願日 平成27年6月15日 (2015.6.15)

(71) 出願人 000003713
 大同特殊鋼株式会社
 愛知県名古屋市東区東桜一丁目1番10号
 (74) 代理人 110002158
 特許業務法人上野特許事務所
 (72) 発明者 櫻井 信吾
 愛知県名古屋市南区大同町二丁目30番地
 大同特殊鋼株式会社 研究開発本部 内
 (72) 発明者 西本 孝志
 愛知県名古屋市南区大同町二丁目30番地
 大同特殊鋼株式会社 研究開発本部 内
 (72) 発明者 岡島 琢磨
 愛知県名古屋市南区大同町二丁目30番地
 大同特殊鋼株式会社 研究開発本部 内
 Fターム(参考) 4E087 AA01 BA03 CB01 DA04 DB17
 DB23

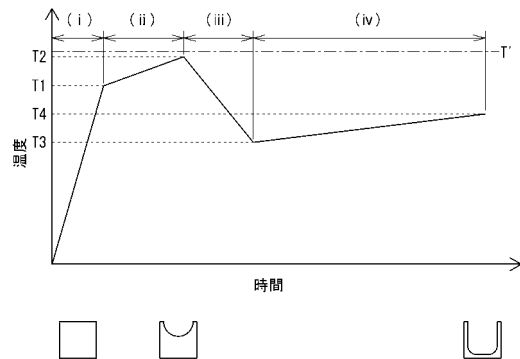
(54) 【発明の名称】 ニッケル基合金の鍛造方法

(57) 【要約】

【課題】ニッケル基合金を鍛造によって加工するに際し、加工形状が複雑であっても、結晶粒の粗大化を抑制することができるニッケル基合金の鍛造方法を提供すること。

【解決手段】ニッケル基合金を再結晶が起こる温度以上の初期加熱温度まで加熱する初期加熱工程と、ニッケル基合金に対して鍛造を行う第一鍛造工程と、初期加熱温度よりも低温になるまで、ニッケル基合金を冷却する冷却工程と、ニッケル基合金に対して、鍛造により、第一鍛造工程よりも精密な加工を施す第二鍛造工程と、をこの順に実行する。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

ニッケル基合金を再結晶が起こる温度以上の初期加熱温度まで加熱する初期加熱工程と、
 前記ニッケル基合金に対して鍛造を行う第一鍛造工程と、
 前記初期加熱温度よりも低温になるまで、前記ニッケル基合金を冷却する冷却工程と、
 前記ニッケル基合金に対して、鍛造により、前記第一鍛造工程よりも精密な加工を施す第二鍛造工程と、をこの順に実行することを特徴とするニッケル基合金の鍛造方法。

【請求項 2】

前記冷却工程は、空冷によって行うことを特徴とする請求項 1 に記載のニッケル基合金の鍛造方法。

10

【請求項 3】

前記ニッケル基合金は、質量%で、
 32.5% Ni 42.5%、
 10.0% Co 18.0%、
 3.8% Nb 5.8%、
 1.0% Ti 2.2%、
 0.05% Si 0.80%、
 Al 0.20%、
 C 0.20%

20

を含有し、残部 Fe および不可避的不純物よりなる成分組成 A を有し、

前記冷却工程において、前記ニッケル基合金を 1000 以下の温度になるまで冷却することを特徴とする請求項 1 または 2 に記載のニッケル基合金の鍛造方法。

【請求項 4】

前記ニッケル基合金は、前記成分組成 A を有し、

前記第一鍛造工程における前記ニッケル基合金のひずみ量を 0.12 以上とし、

前記第一鍛造工程完了時の前記ニッケル基合金の温度を 980 以上とすることを特徴とする請求項 1 から 3 のいずれか 1 項に記載のニッケル基合金の鍛造方法。

【請求項 5】

前記ニッケル基合金は、前記成分組成 A を有し、

前記第一鍛造工程における前記ニッケル基合金のひずみ量を 0.25 以上とし、

前記第一鍛造工程完了時の前記ニッケル基合金の温度を 900 以上とすることを特徴とする請求項 1 から 4 のいずれか 1 項に記載のニッケル基合金の鍛造方法。

30

【請求項 6】

前記第二鍛造工程におけるひずみ量を、前記第一鍛造工程におけるひずみ量よりも小さくすることを特徴とする請求項 1 から 5 のいずれか 1 項に記載のニッケル基合金の鍛造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、ニッケル基合金の鍛造方法に関し、さらに詳しくは、粗加工と精加工の 2 段階の鍛造工程を含んで、ニッケル基合金を所望の形状に加工する鍛造方法に関するものである。

40

【背景技術】

【0002】

ニッケル基合金は、高強度等、優れた特性を有するので、鍛造や切削等によって様々な形状に加工されて、機械部品等として利用されている。一般に、合金材料においては、結晶粒の大きさ等、組織の微細構造が強度等の物性や外観に大きく影響するが、ニッケル基合金は単相材料であるため、相変態を利用して結晶粒の大きさを制御することができない。よって、鍛造によって加工を行う際に、再結晶を利用して、結晶粒の大きさを制御する

50

ことが図られる。従来から、加熱温度等、鍛造時の条件を制御することで、再結晶の進行を制御し、所望の結晶粒径を達成することが図られてきた。例えば、下記の特許文献1において、ディスク形状品の鍛造加工において、目標とする結晶粒度の組織を得る観点から、鍛造時の条件が設定されている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0003】

【特許文献1】特開2014-210280号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

10

【0004】

ニッケル基合金に対して鍛造を行うに際し、ディスク形状のように、比較的単純な形状を得る場合には、鍛造時の温度等の条件を調整することで、結晶粒度の制御が比較的容易に達成できる。しかし、複雑な形状に加工する場合には、加工時の発熱が大きくなること等に起因して、結晶粒が粗大化する傾向が見られる。結晶粒の粗大化を回避するため、例えば、自由鍛造により、円柱形等、単純な形状のまま鍛造した材料から、切削によって、複雑な形状の製品を製造する方法が採られることもあるが、この場合には、切削量の多さのため、材料の歩留りが悪くなってしまふ。よって、鍛造工程自体において、ある程度複雑な形状への加工を行っても、結晶粒の粗大化を抑制することができ、切削による加工量を少量に留められるような加工法を構築することが求められる。

20

【0005】

本発明が解決しようとする課題は、ニッケル基合金を鍛造によって加工するに際し、加工形状が複雑であっても、結晶粒の粗大化を抑制することができるニッケル基合金の鍛造方法を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0006】

上記課題を解決するため、本発明にかかるニッケル基合金の鍛造方法は、ニッケル基合金を再結晶が起こる温度以上の初期加熱温度まで加熱する初期加熱工程と、前記ニッケル基合金に対して鍛造を行う第一鍛造工程と、前記初期加熱温度よりも低温になるまで、前記ニッケル基合金を冷却する冷却工程と、前記ニッケル基合金に対して、鍛造により、前記第一鍛造工程よりも精密な加工を施す第二鍛造工程と、をこの順に実行することを要旨とする。

30

【0007】

ここで、前記冷却工程は、空冷によって行うことが好ましい。

【0008】

また、前記ニッケル基合金は、質量%で、32.5% Ni 42.5%、10.0% Co 18.0%、3.8% Nb 5.8%、1.0% Ti 2.2%、0.05% Si 0.80%、Al 0.20%、C 0.20%を含有し、残部Feおよび不可避免的不純物よりなる成分組成Aを有し、前記冷却工程において、前記ニッケル基合金を1000以下の温度になるまで冷却することが好ましい。

40

【0009】

そして、前記ニッケル基合金は、前記成分組成Aを有し、前記第一鍛造工程における前記ニッケル基合金のひずみ量を0.12以上とし、前記第一鍛造工程完了時の前記ニッケル基合金の温度を980以上とするとよい。

【0010】

また、前記ニッケル基合金は、前記成分組成Aを有し、前記第一鍛造工程における前記ニッケル基合金のひずみ量を0.25以上とし、前記第一鍛造工程完了時の前記ニッケル基合金の温度を900以上とするとよい。

【0011】

そして、前記第二鍛造工程におけるひずみ量を、前記第一鍛造工程におけるひずみ量よ

50

りも小さくするとよい。

【発明の効果】

【0012】

本発明にかかるニッケル基合金の鍛造方法においては、第一鍛造工程による粗加工と、第二鍛造工程による精加工の2回の加工を経ることで、複雑な形状への加工を行うことができる。第一鍛造工程において、変形量が大きくなると、加工発熱も大きくなるが、第二鍛造工程を開始する前に、冷却工程を挟むことで、第一鍛造工程で発生した加工熱の少なくとも一部を除去することができる。これにより、第二鍛造工程での結晶の粗大化を抑制することができるので、第二鍛造工程を経た後に、所望の複雑な形状を有し、かつ微細な結晶粒を有する製品を得ることができる。

10

【0013】

ここで、冷却工程を、空冷によって行う場合には、冷却工程を、簡便に、効率的に実施することができる。

【0014】

また、ニッケル基合金が、上記の成分組成Aを有する場合に、冷却工程において、ニッケル基合金を1000以下の温度になるまで冷却すれば、第一鍛造工程において発生した加工熱を十分に除去し、第二鍛造工程を経た後に、微細な結晶組織を得やすくなる。

【0015】

同じく、ニッケル基合金が、成分組成Aを有する場合に、第一鍛造工程における前記ニッケル基合金のひずみ量を0.12以上とし、第一鍛造工程完了時のニッケル基合金の温度を980以上とすれば、また、第一鍛造工程におけるニッケル基合金のひずみ量を0.25以上とし、第一鍛造工程完了時のニッケル基合金の温度を900以上とすれば、第一鍛造工程完了後に、そして第二鍛造工程をさらに経ても、ASTM結晶粒度No.4以上の微細な結晶組織を得やすくなる。

20

【0016】

そして、第二鍛造工程におけるひずみ量を、第一鍛造工程におけるひずみ量よりも小さくすれば、第二鍛造工程における再結晶の進行が抑制されるので、第二鍛造工程を経ても、第一鍛造工程で得られた微細な結晶組織を維持しやすくなる。

【図面の簡単な説明】

【0017】

【図1】本発明の一実施形態にかかるニッケル基合金の鍛造方法におけるニッケル基合金の温度変化および形状変化の例を示す図である。

30

【図2】第一鍛造工程における条件決定のための試験の方法を示す図である。

【図3】圧下率12%で得られる結晶組織を示すSEM像である。

【図4】圧下率25%で得られる結晶組織を示すSEM像である。

【図5】保持時間と再結晶面積率の関係を示す測定結果であり、(a)は圧下率12%、(b)は圧下率25%の場合を示している。

【図6】保持時間と再結晶粒径の関係を示す測定結果であり、(a)は全体図、(b)は短時間領域の拡大図である。

40

【図7】シミュレーションで得られたASTM結晶粒度の分布を示す図であり、(a)、(b)は冷却を行わない場合、(c)、(d)は冷却を行った場合を示している。(a)、(c)は第二鍛造工程実施後、(b)、(d)は溶体化熱処理後の状態を示している。

【発明を実施するための形態】

【0018】

以下に、本発明の一実施形態にかかるニッケル基合金の鍛造方法について詳細に説明する。

【0019】

[ニッケル基合金の成分組成]

以下に説明する本発明の一実施形態にかかる鍛造方法は、ニッケル基合金に対して適用される。ニッケル基合金とは、概ねニッケルの含有量が30質量%以上の合金を指し、本

50

鍛造方法の適用対象となるニッケル基合金において、ニッケル以外の成分組成は、特に限定されるものではない。以下においては、次に述べる成分組成 A を有するニッケル基合金を中心例として説明を行う。

【0020】

成分組成 A においては、以下の各金属が含有され、残部 Fe および不可避的不純物よりなる。以下で、単位は質量%である。Al および C に関しては、不可避的不純物を除いて含有されない場合も含む。

- ・ 32.5% Ni 42.5%
- ・ 10.0% Co 18.0%
- ・ 3.8% Nb 5.8%
- ・ 1.0% Ti 2.2%
- ・ 0.05% Si 0.80%
- ・ Al 0.20%
- ・ C 0.20%

10

【0021】

より好ましい成分組成としては、以下の各金属が含有され、残部 Fe および不可避的不純物よりなるとよい。

- ・ 35.0% Ni 40.0%
- ・ 12.0% Co 16.0%
- ・ 4.3% Nb 5.2%
- ・ 1.3% Ti 1.8%
- ・ 0.25% Si 0.50%
- ・ Al 0.15%
- ・ C 0.06%

20

【0022】

[ニッケル基合金の鍛造方法]

本発明の一実施形態にかかるニッケル基合金の鍛造方法は、(i)初期加熱工程と、(ii)第一鍛造工程と、(iii)冷却工程と、(iv)第二鍛造工程と、をこの順に実施するものである。その後、適宜、溶体化熱処理工程等の熱処理や切削等の加工をはじめとして、(v)鍛造以外の工程を実施してもよい。これらの工程により、ニッケル基合金を所望の形状に加工するとともに、鍛造時の再結晶を利用して、結晶組織の微細化を図る。

30

【0023】

第一鍛造工程および第二鍛造工程においては、鍛造、好ましくは型鍛造によって、ニッケル基合金の形状を変化させる加工を行うが、第一鍛造工程においては粗加工を行うのに対し、第二鍛造工程においては第一鍛造工程よりも精密な精加工を行う。図1の下部に加工形状の例を示すが、コップ状の目標形状を得るに際し、素材である円柱状のピレットに対し、第一鍛造工程において、ピレットの中心部を窪ませるように圧縮する変形を行う。そして、第二鍛造工程において、さらに中央部を窪ませ、略均一な肉厚を有するコップ形状に近づける。その後、必要に応じて、切削やプレス等の加工を行い、最終的な製品において所望されるとおりの形状とすればよい。

40

【0024】

図1上部に、本ニッケル基合金の鍛造方法を、ニッケル基合金の温度変化に着目して示す。全工程を通じて、ニッケル基合金の温度は、上限温度 T' を超えないことが好ましい。上限温度 T' は、ニッケル基合金において局所的な溶融が始まる温度に定められ、最も高い場合に、加工対象のニッケル基合金の融点となる。上記成分組成 A の合金の場合、上限温度 T' を 1150 以下とすることが好ましい。

【0025】

以下に、本実施形態を構成する各工程について説明する。本実施形態においては、最終的に所望の形状に加工されたニッケル基合金において、結晶粒の粗大化を抑制する観点か

50

ら、各工程の条件を設定している。特に、成分組成 A の合金について、ASTM 結晶粒度 No. 4 以上、さらに望ましくは No. 5 以上の結晶粒度を得られる条件を、好適な条件として記載している。

【0026】

(i) 初期加熱工程

最初に、初期加熱工程において、素材となるニッケル基合金のピレットを、初期加熱温度 T_1 まで加熱する。初期加熱温度 T_1 は、ニッケル基合金において再結晶が起こる温度（再結晶温度）以上とする。種々のニッケル基合金において、おおむね再結晶温度は 900 以上であるので、少なくとも 900 以上に加熱することが好ましい。成分組成 A の合金の場合、980 以上に加熱することがさらに好ましい。

10

【0027】

(ii) 第一鍛造工程

次に、初期加熱温度 T_1 まで加熱したニッケル基合金のピレットに対して、第一鍛造工程を実施する。第一鍛造工程開始時の温度は、初期加熱温度 T_1 のままでも、再結晶温度以上となる範囲内で、初期加熱温度 T_1 よりも下げてもよい（図 2 参照）。第一鍛造工程においては、ピレットに大きな変形を加えることで、粗加工と再結晶による結晶組織の微細化を行う。上記のように、第一鍛造工程においては、ニッケル基合金は、最終的に所望される目標形状までは加工されないが、円柱形等のピレットを、その目標形状に近づけるように、大まかな変形を行う。

【0028】

20

第一鍛造工程においては、変形量が大きいため、鍛造中に大きな加工熱が発生し、ニッケル基合金の温度を上昇させる。よって、加工されるニッケル基合金全体において、第一鍛造工程の開始時の温度よりも、完了時の温度（第一鍛造後温度） T_2 が高くなっている。多くの場合、第一鍛造後温度 T_2 は、初期加熱温度 T_1 よりも高くなる。第一鍛造後温度 T_2 は、900 以上とすることが好ましい。なお、鍛造中のニッケル基合金の温度は、通常は材料表面において最も低くなっているため、第一鍛造後温度 T_2 が所定値以上になっていることを確認するに際し、材料表面の温度を基準とすればよい。

【0029】

第一鍛造工程において、鍛造中のニッケル基合金の温度を上げるほど、また、ひずみ量を大きくするほど、ニッケル基合金の再結晶が促進され、結晶粒の微細化が進行する。温度を上げることで、金属原子の拡散が促進され、ひずみ量を上げることで、再結晶の起点となる結晶核が多数生じるからである。ここで、高さ h_0 の柱状体の高さを鍛造によって h_1 とする際、圧下率 r を、

30

$$r = (h_0 - h_1) / h_0 \quad (1)$$

と表す。そして、ひずみ量 s を、

$$s = -\ln(1 - r) \quad (2)$$

と表す。

【0030】

成分組成 A の合金の場合、第一鍛造工程におけるひずみ量 s を 0.12 以上とすることが好ましい。また、第一鍛造工程全体のうち少なくとも完了時の温度（第一鍛造後温度 T_2 ）を、980 以上とすることが好ましい。第一鍛造工程において、このような第一鍛造後温度 T_2 およびひずみ量を採用することで、例えば、ASTM 結晶粒度にして No. 4 以上、さらに好ましくは No. 5 以上の微細な結晶粒を得やすくなる。第一鍛造後温度 T_2 およびひずみ量のいずれか一方が上記の値未満であると、結晶粒が微細化しにくく、ASTM 結晶粒度 No. 4 未満となりやすい。第一鍛造工程において得られた結晶粒度は、次に説明する冷却工程を挟むことで、第二鍛造工程、さらに必要に応じて溶体化熱処理工程を経ても、ほぼ維持される。

40

【0031】

後の実施例において示すように、成分組成 A の合金において、再結晶を促進する観点から、ひずみ量と第一鍛造後温度 T_2 の組み合わせとして、ひずみ量 s を 0.12 以上、第

50

一鍛造後温度 T_2 を980以上とする場合が好適である。鍛造時の温度や時間の条件を広範囲から選択できるようにする観点からは、ひずみ量 s を0.15以上、第一鍛造後温度 T_2 を900以上とする場合がとりわけ好適である。ひずみ量を大きくするほど、比較的低温、短時間でも、再結晶が進行し、結晶組織の微細化が起こるからである。ただし、再結晶が過度に進行した場合には、結晶成長によって、かえって結晶粒が粗大化する場合がある。そこで、ASTM結晶粒度No.4等、想定される上限の結晶粒度を超えて再結晶が進行しないように、第一鍛造工程における温度および時間を設定することが好ましい。

【0032】

第一鍛造工程においては、ニッケル基合金に大きな変形を与えるので、特に、複雑な形状に加工する場合には、変形が大きく、ひずみが不均一に集中した部位が局所的に生じる場合がある。すると、その部位において、局所的に大きな加工熱が発生することにより、結晶成長による結晶粒の粗大化が進行したり、さらには溶融が起こったりする可能性がある。上記のように、全工程を通じて、加工される材料全体を上限温度 T' 以下の温度に保つことが好ましいが、変形量の大きい第一鍛造工程においては特に、局所的な発熱による結晶成長や溶融を回避する観点から、局所的にであっても、上限温度 T' を超えないようにすることが好ましい。成分組成Aの合金の場合、上限温度 T' は、局所溶融を防止する観点から、1150以下とすることが好ましい。さらには、局所的な結晶粒の粗大化や表面の荒れを防止する観点から、1000以下とすることが好ましい。例えば、鍛造に用いる金敷の設計や圧下率の設定によって、第一鍛造工程において、各部が上限温度 T' を超えないようにすることが可能である。

10

20

【0033】

(iii) 冷却工程

第一鍛造工程完了時に、ニッケル基合金の温度は、第一鍛造後温度 T_2 となっているが、続く冷却工程において、冷却後温度 T_3 まで冷却する。冷却後温度 T_3 は、初期加熱温度 T_1 よりも低温に設定されている。また、第一鍛造工程開始時の温度が初期加熱温度 T_1 よりも低温に設定されている場合には、冷却後温度 T_3 はさらに、第一鍛造工程開始時の温度よりも低温であるとよい。

【0034】

上記のように、第一鍛造工程においては、ニッケル基合金に大きな変形を与えるため、加工熱の発生量が大きくなる。冷却工程においては、一旦ニッケル基合金を冷却し、第一鍛造工程で発生した加工熱の少なくとも一部を除去し(散逸させ)、そのうえで、続く第二鍛造工程に進む。冷却工程を省いて、第一鍛造工程完了後に、即座に第二鍛造工程を実施するとすれば、第一鍛造工程において発生した加工熱に、第二鍛造工程において発生する加工熱が累積され、結晶組織の粗大化につながる可能性がある。例えば、上記のように、温度やひずみ量等、第一鍛造工程の条件を制御することで、第一鍛造工程の完了時にASTM結晶粒度No.4以上が達成されたとしても、空冷工程を省略するとすれば、第二鍛造工程および溶体化処理工程を経た後に、再結晶がさらに進行し、結晶粒度がNo.4以下になってしまう可能性がある。しかし、空冷工程を実施することで、第二鍛造工程および溶体化処理工程を経ても、第一鍛造工程で達成されたNo.4以上の結晶粒度を維持しやすい。

30

40

【0035】

冷却工程は、簡便性および冷却効率性の観点から、空冷によって実施することが好ましい。空冷は、自然放冷によって行っても、ファン等を用いて冷風を供給する強制空冷によって行ってもよい。冷却工程の利便性の観点から、例えば、10~20秒程度で冷却工程を完了できるように、冷却方法を設定すればよい。

【0036】

十分にニッケル基合金の温度が下がった状態で第二鍛造工程を開始する観点から、成分組成Aの合金において、初期加熱温度 T_1 を1000以上としていた場合に、冷却後温度 T_3 は、1000以下とすることが好ましい。一方、冷却工程を短時間で完了する観

50

点、また第二鍛造工程における加工効率の観点から、冷却後温度 T 3 は 900 以上に留めておくことが好ましい。なお、材料の温度は、通常は表面で最も低くなっているため、冷却工程において所定の冷却後温度 T 3 まで冷却されているかについての評価は、材料の内部で測定した温度を基準として行うことが好ましい。ただし、温度測定の簡便性の観点からは、材料の表面の温度を代用することもでき、この場合には、内部との温度差を加味して、基準となる冷却後温度 T 3 を低めに設定しておくことが好ましい。

【0037】

(iv) 第二鍛造工程

次いで、冷却後温度 T 3 まで冷却されたニッケル基合金に対して、第二鍛造工程を実施する。第二鍛造工程においては、第一鍛造工程よりも精密な加工を行う。つまり、第一鍛造工程において目標の形状に大まかに近づけられた材料の形状を調整し、最終的な目標形状まで、あるいは切削等の追加加工による微調整を経て最終的な目標形状が得られる程度にまで、加工を行う。

10

【0038】

第二鍛造工程においては、第一鍛造工程よりも、変形量が小さく抑えられるので、ひずみ量も小さくなる。よって、第二鍛造工程においては、ニッケル基合金において再結晶が起こりにくく、第一鍛造工程で得られた結晶粒度が維持されやすい。第一鍛造工程で得られた微細な結晶粒を高度に維持し、それ以上の結晶の粗大化を低く抑える観点から、第二鍛造工程においては、ひずみ量および/または完了時の温度 T 4 が、ニッケル基合金の再結晶に必要な値を超えないことが好ましい。成分組成 A の合金の場合には、第二鍛造工程において、ひずみ量が 0.25 以下、さらに好ましくは 0.12 以下に抑えられるとよい。また、第二鍛造後温度 T 4 が、980 以下、好ましくは 900 以下に抑えられるとよい。

20

【0039】

さらに、第二鍛造工程においては、局所的な加工熱の発生による結晶粒の粗大化を防ぐ観点から、可能な限り均質な変形を行うことが好ましい。これは、例えば、第一鍛造工程との変形量の分配等、第二鍛造工程の実施条件の検討や、用いる金敷の設計によって達成することができる。

【0040】

(v) 他の工程

第二鍛造工程の後、最終製品に要求される形状や物性を得るために、適宜、加工や熱処理を追加することができる。例えば、鍛造だけでは最終的な目標形状までの加工が困難な場合に、切削やプレス加工を行って、形状の微調整を行えばよい。ここでは、第二鍛造工程で最終的な目標形状にかなり近い形状にまで加工してから、切削を行うので、型鍛造時の大変形による結晶粒の粗大化を回避する観点から、例えば自由鍛造によって円柱形等の単純な形状の材料を得た後、切削のみによって目標形状を得る従来の方法と比較して、切削による加工量を少なくすることができる。その結果、材料を有効に使うことができ、歩留まりが向上される。

30

【0041】

あるいは、強度等の物性を調整するために、ニッケル基合金の成分組成に応じて、溶体化熱処理や時効処理等の熱処理を行えばよい。成分組成 A の合金の場合、980 以上で 1 時間以上保持する溶体化熱処理を行えばよい。

40

【実施例】

【0042】

以下、実施例を用いて本発明をより具体的に説明する。

【0043】

[第一鍛造工程の条件の見積もり]

最初に、第一鍛造工程について、再結晶による結晶粒の微細化を達成することができる温度および圧下率の見積もりを行った。

【0044】

50

(試験方法)

質量%で、Ni：37.5%、Co：14%、Ti：1.55%、Nb：4.75%、C：0.05%、Si：0.35%を含有し、残部がFeおよび不可避免的不純物であるニッケル基合金よりなる15.00mm、高さ22.50mmの円柱を試料として、図2に示すような方法で、温度変化と圧延を行った。最初に、試料を5/sの速度で1150まで昇温し、60秒間その温度に維持した。その後、5/sの速度で、所定の加工・保持温度まで降温した。加工・保持温度は、800、900、1000、1100、1150より選択した。そして、その加工・保持温度にて、30秒間保持した後、試料の円柱形状を高さ方向に圧下する加工を行った。圧下後の高さは、18.00mmおよび16.88mmより選択した。それぞれ、圧下率にして12%および25%であり、ひずみ量にして0.128および0.288である。加工後、所定の保持時間の間、加工・保持温度にて、試料を保持した。保持時間は、3秒、30秒、300秒、5400秒から選択した。その後、試料を水冷した。

10

【0045】

次に、得られた試料について、圧延した円柱の中央部を、高さ方向に沿う方向に切断し、ピレラ腐食液を用いてエッチングを行ったうえで、走査型電子顕微鏡(SEM)によって、観察を行った。1視野内に結晶粒が20個以上含まれることを目安に観察倍率を選択し、1試料あたり6視野での観察を行った。

【0046】

得られた画像について、結晶粒の形状や大きさに基づいて、結晶粒の状態を評価した。そして、全面積に占める再結晶部の面積を算出することで、再結晶面積率を算出した。また、再結晶によって得られた結晶粒の平均粒径として、再結晶粒径を見積もった。さらに、画像中で規定面積を有する円に囲まれた領域において、結晶粒数を計数し、それをもとに、以下の式(3)、(4)のようにして、ASTM結晶粒度を見積もった。画像における結晶粒の状態の評価に際し、得られた結晶粒度の値を参照した。

20

$$[\text{公称粒径}] = ([\text{規定面積}] / [\text{結晶粒数}])^{1/2} \quad (3)$$

$$[\text{結晶粒度}] = \log_2(100,000 / [\text{公称粒径}]^2) - 3 \quad (4)$$

【0047】

(結果)

得られたSEM像を、図3(圧下率12%)および図4(圧下率25%)に、加工・保持温度および保持時間ごとに示す。撮影倍率は100倍であり、図では、試料の円柱の高さ方向、つまり圧下方向を上下に示している。

30

【0048】

図中には、結晶粒の状態をA～Dの記号で示している。記号と状態の対応関係は以下のとおりである。

- ・A：未再結晶
- ・B：混粒(未再結晶粒と再結晶粒の混合状態)
- ・C：再結晶完了(粒度No.4以上)
- ・D：再結晶後の結晶成長による粗大粒(粒度No.4未満)

40

【0049】

Aの未再結晶状態においては、例えば図3の加工・保持温度800、保持時間3秒の画像に典型的に見られるように、鍛造時の圧下によって横長に潰れて異方性が高くなった、比較的大きな結晶粒が観察される。Bの混粒状態においては、例えば図3の加工・保持温度1100、保持時間3秒の画像に典型的に見られるように、比較的大きな未再結晶粒の外縁をネックレス状に囲むように、微細な再結晶粒が観察される。Cの再結晶完了状態においては、例えば図3の加工・保持温度1150、保持時間30秒の画像に典型的に見られるように、異方性の小さい小径の結晶粒が緻密に詰まっている。Dの粗大粒が成長した状態においては、例えば図3の加工・保持温度1100、保持時間300秒の画像に典型的に見られるように、粗大な結晶粒が観察される。

【0050】

50

微細な結晶粒よりなる合金材料を得る観点から、Cの再結晶完了の状態、あるいはBの再結晶粒が未再結晶粒に混ざって生成している状態が得られるのが好ましい。この状態を達成することができる条件は、圧下率12%（ひずみ量0.128）で加工・保持温度1000以上、圧下率25%（ひずみ量0.288）で加工・保持温度900以上である。このことから、第一鍛造工程の条件として、ひずみ量0.12以上で温度980以上、ひずみ量0.25以上で温度900以上という条件を、好適に例示することができる。なかでも、広い範囲の温度および加工時間において再結晶を起こすことができるという点において、後者の条件の方が一層好ましい。さらに、Bの混晶状態よりも、Cの再結晶完了状態の方が好ましく、この状態を達成できる条件は、圧下率12%（ひずみ量0.128）で加工・保持温度1150以上、圧下率25%（ひずみ量0.288）で加工・保持温度1000以上となっている。

10

【0051】

図5に、SEM像から見積もった再結晶面積率を、圧下率、加工・保持温度ごとに、保持時間に対して示す。図中には、Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK) 理論に基づき、データ点を下記のモデル式(5)でカーブフィットした近似曲線も併せて示している。

$$X_{REX} = 1 - \exp \left\{ \ln 0.5 \left(\frac{t}{C_1 \varepsilon^{-C_2} \dot{\varepsilon}^{C_3} d_0^{C_4} \exp \left(\frac{Q}{RT} \right)} \right)^n \right\} \quad (5)$$

20

ここで、 X_{REX} は再結晶面積率、 t [s]は保持時間、 ε はひずみ量、 $\dot{\varepsilon}$ [s^{-1}]はひずみ速度、 d_0 は初期粒度、 Q [J]は活性化エネルギー、 R は気体定数、 T [K]は温度である。 $C_1 \sim C_4$ は定数である。式(5)において、 n 、 t をフィッティングパラメータとして、図5の各データ点のカーブフィッティングを行っている。

【0052】

図5によると、圧下率12%の場合には、900では、保持時間によらず、再結晶が起こっていないが、1000になると、再結晶が起こり始めている。一方、圧下率25%であれば、900でも、保持時間が長い領域で、近似曲線が立ち上がっており、再結晶を起こせることが分かる。

30

【0053】

さらに、少なくとも部分的に再結晶が起こっている加工・保持温度が1000以上のデータについて、再結晶している結晶粒に着目した粒径である再結晶粒径を時間に対してプロットしたものを図6に示す。(b)は(a)の拡大図である。図中には、下のモデル式(6)を用いた近似曲線も併せて示している。

$$D_{REX}^n = 8.8^n + C_1' t \cdot \exp \left(-\frac{Q}{RT} \right) \quad (6)$$

40

ここで、 D_{REX} は再結晶粒径 [μm]、 n は粒成長定数、 C_1' は係数である。図中には、ASTM結晶粒度No.3およびNo.4に対応する粒径も示してある(それぞれ125.0 μm および88.4 μm)。

【0054】

図6によると、再結晶によって生じた再結晶粒の粒度は、加工・保持温度1000以下においては、圧下率および保持時間によらず、ASTM結晶粒度No.4以上(細粒側)となっている。一方、加工・保持温度が1100および1150の場合には、それぞれ保持時間が80秒以下、40秒以下の領域で、ASTM結晶粒度No.4以上となっている。

50

【 0 0 5 5 】

以上のように、図 5 , 6 に結果を示したモデルを用いた解析によっても、上記で図 3 , 4 の S E M 画像における結晶粒の状態から直接見積もった第一鍛造工程の条件の妥当性が、確認された。

【 0 0 5 6 】

[冷却工程の効果の評価]

(評価方法)

次に、上記で見積もった範囲内の条件で第一鍛造工程を実施した後、冷却工程を実施するかどうかが結晶粒度に与える影響を、シミュレーションによって評価した。シミュレーションは、有限要素法によって行った。シミュレーションにおいては、上記第一鍛造工程の条件の見積もりに用いたのと同じ組成を有するニッケル基合金に対して、1000 まで初期加熱を行った後、コップ底部ひずみ 1 . 6 6、温度 1000 で第一鍛造工程を実施した。第一鍛造工程完了時の温度は 1050 であった。また、コップ底部ひずみ 0 . 1 3、温度 1080 で第二鍛造工程を実施した。最後に、980 で溶体化熱処理を行った。冷却工程を実施する場合には、第一鍛造工程の後に、1020 までの空冷を行った。

10

【 0 0 5 7 】

(結果)

図 7 に、シミュレーションによって得られた A S T M 結晶粒度の分布を材料断面において示す。(a) , (b) が冷却を行わなかった場合、(c) , (d) が冷却を行った場合を示している。(a) , (c) が第二鍛造工程実施後、(b) , (d) が溶体化熱処理後の状態を示している。

20

【 0 0 5 8 】

第二鍛造工程実施後の状態について、(a) 冷却を行わなかった場合と(c) 行った場合を比較すると、冷却を行うことで、A S T M 結晶粒度 No . 5 . 0 の領域が占める面積が大きくなっている。特に、図の上方の端縁に着目すると、(a) 冷却を行わなかった場合には、結晶粒度 No . 4 . 5 未満の領域が、大きな領域を占めているのに対し、(c) 冷却を行った場合には、わずかな領域しか占めていない。さらに溶体化熱処理を経ても、(b) 冷却を行わなかった場合には、結晶粒度 No . 5 . 0 未満の領域が無視できない程度に残存しているのに対し、(d) 冷却を行った場合には、断面のほぼ全域が結晶粒度 No . 5 . 0 となっている。このように、第一鍛造工程実施後に冷却を行うことで、結晶組織の微細化が達成されることが確認された。

30

【 0 0 5 9 】

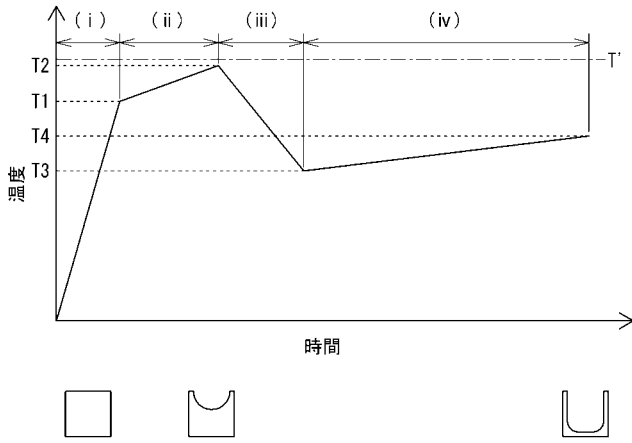
以上、本発明の実施形態および実施例について説明した。本発明は、これらの実施形態および実施例に特に限定されることなく、種々の改変を行うことが可能である。

【 0 0 6 0 】

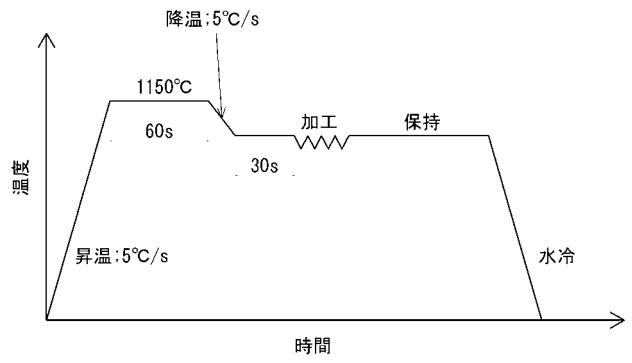
また、本発明の実施形態においては、第二鍛造工程を経た際の結晶粒の粗大化を抑制する観点から、第一鍛造工程の後に、冷却工程を実施したが、第二鍛造工程における加工熱の発生が大きくない場合には、第一鍛造工程における温度とひずみ量を適切に制御することで、必ずしも冷却工程を実施しなくても、結晶粒の粗大化を抑制できる可能性がある。例えば、成分組成 A の合金の場合に、第一鍛造工程完了時の温度を 980 以上とし、ひずみ量を 0 . 2 5 以上とするとともに、第二鍛造工程におけるひずみ量を 0 . 2 5 未満とし、両工程の間に意図的な冷却を行わない形態が考えられる。

40

【 図 1 】

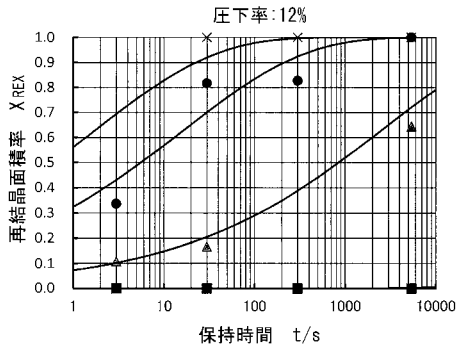


【 図 2 】

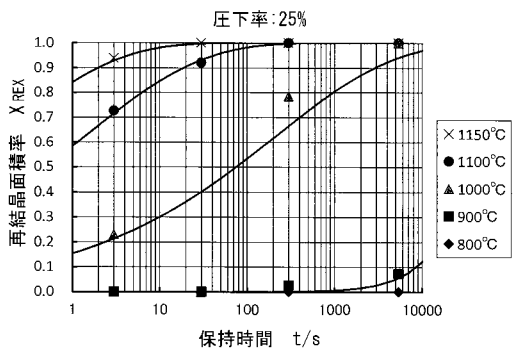


【 図 5 】

(a)

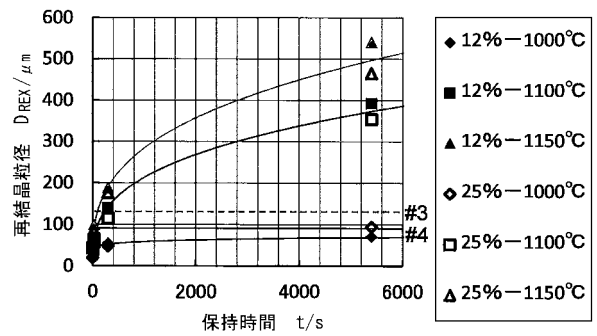


(b)

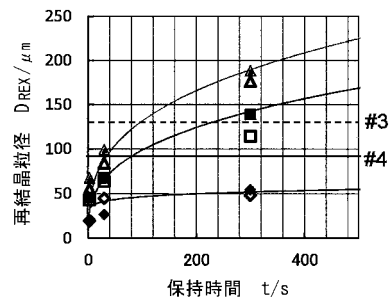


【 図 6 】

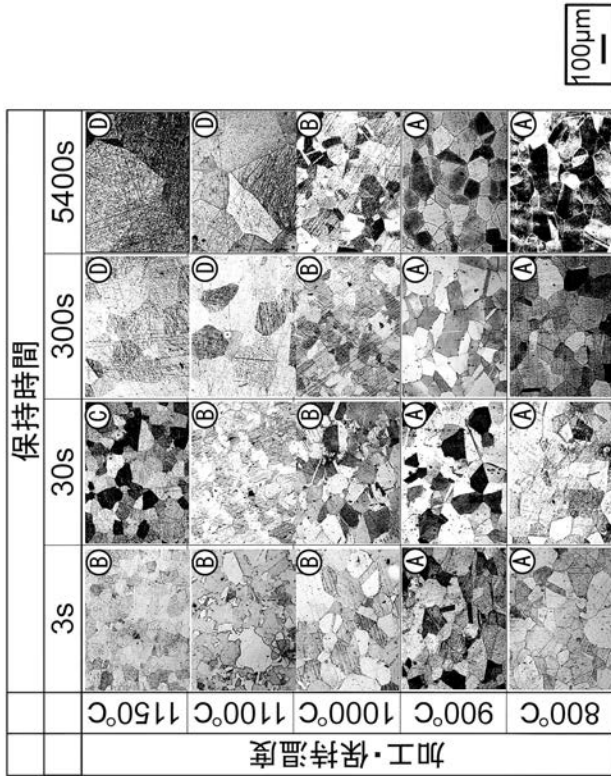
(a)



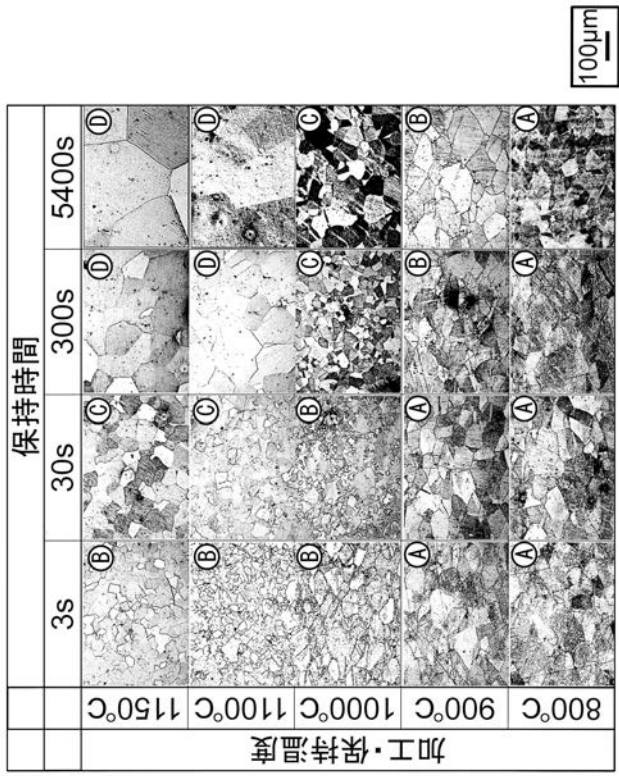
(b)



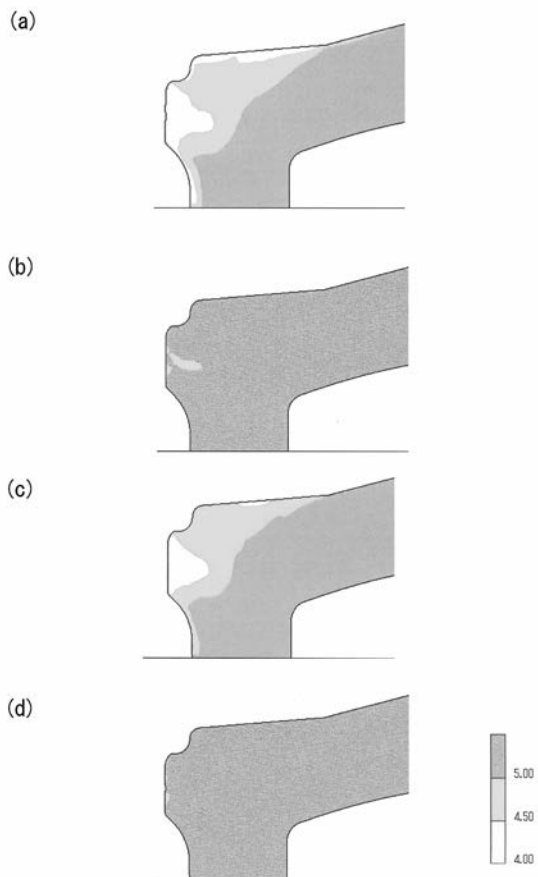
【 図 3 】



【 図 4 】



【 図 7 】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.

F I

テーマコード(参考)

C 2 2 F	1/00	6 8 3
C 2 2 F	1/00	6 9 1 A
C 2 2 F	1/00	6 9 1 B
C 2 2 F	1/00	6 9 1 C
C 2 2 F	1/00	6 9 2 A
C 2 2 F	1/00	6 9 2 B
C 2 2 F	1/00	6 9 4 A
C 2 2 F	1/00	6 9 4 B
C 2 2 F	1/00	6 9 4 Z