



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 117358943 A

(43) 申请公布日 2024.01.09

(21) 申请号 202311349337.9

B22F 1/00 (2022.01)

(22) 申请日 2020.03.09

B33Y 10/00 (2015.01)

(30) 优先权数据

B33Y 70/00 (2020.01)

2019-044899 2019.03.12 JP

C22C 19/05 (2006.01)

(62) 分案原申请数据

B22F 1/142 (2022.01)

202080019962.5 2020.03.09

(71) 申请人 川崎重工业株式会社

地址 日本兵库县神户市

(72) 发明人 冈田龙太朗 野村嘉道

井头贤一郎

(74) 专利代理机构 上海瀚桥专利代理事务所

(普通合伙) 31261

专利代理人 曹芳玲

(51) Int.Cl.

B22F 10/28 (2021.01)

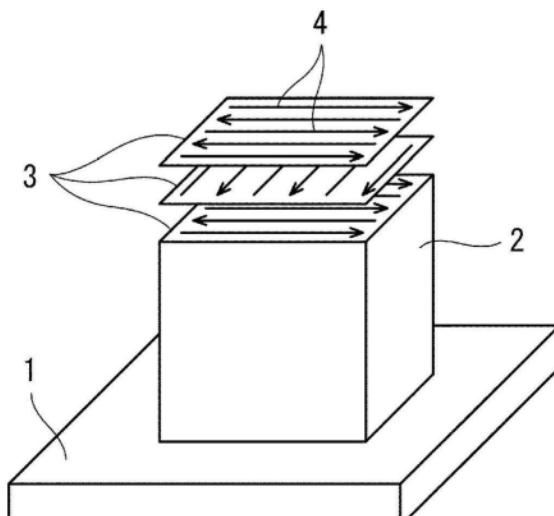
权利要求书1页 说明书8页 附图3页

(54) 发明名称

造形体的中间体及造形体

(57) 摘要

本申请涉及造形体的中间体及造形体，中间体是由Ni基合金构成，具有树枝状结晶组织的柱状结晶粒的中间体；所述Ni基合金含有质量百分率为10～16%的Cr、4.5～7.5%的Al、2.8～6.2%的Mo、0.8～4%的Nb+Ta、0.01～2%的Ti、0.01～0.3%的Zr、0.01～0.3%的C；所述树枝状结晶组织的一次树枝状结晶的枝的间隔小于3μm；与所述柱状结晶粒的长度方向正交的剖切面上的{100}面的取向率为40%以上度方向正交的剖切面上的{100}面的取向率为40%以上。



- 1.一种中间体,其特征在于,  
是由Ni基合金构成,具有树枝状结晶组织的柱状结晶粒的中间体;  
所述Ni基合金含有质量百分率为10~16%的Cr、4.5~7.5%的Al、2.8~6.2%的Mo、  
0.8~4%的Nb+Ta、0.01~2%的Ti、0.01~0.3%的Zr、0.01~0.3%的C;  
所述树枝状结晶组织的一次树枝状结晶的枝的间隔小于3μm;  
与所述柱状结晶粒的长度方向正交的剖切面上的{100}面的取向率为40%以上。
- 2.一种造形体,其特征在于:  
是由Ni基合金构成,具有非树枝状结晶组织的柱状结晶粒的造形体;  
所述Ni基合金含有质量百分率为10~16%的Cr、4.5~7.5%的Al、2.8~6.2%的Mo、  
0.8~4%的Nb+Ta、0.01~2%的Ti、0.01~0.3%的Zr、0.01~0.3%的C;  
与所述柱状结晶粒的长度方向正交的剖切面上的{100}面的取向率为40%以上。

## 造形体的中间体及造形体

[0001] 本申请是申请号为2020800199625(国际申请号为PCT/JP2020/010065)、申请日为2020年3月9日、发明名称为“造形体制造方法、中间体及造形体”的发明专利申请的分案申请。

### 技术领域

[0002] 本发明涉及制造造形体的方法、以及在该方法的中途阶段及最终阶段得到的中间体及造形体。

### 背景技术

[0003] 已知以往有通过使用由Ni基合金构成的粉末的粉末床熔融法(Powder bed fusion)来制造中间体,对该中间体进行热处理来制造造形体的方法(例如,参照专利文献1)。通过这种制造方法制造的由Ni基合金构成的造形体,例如用作燃气涡轮发动机等的高温零件。

[0004] 作为构成粉末的Ni基合金,有时会使用 $\gamma'$ (gamma prime)析出强化型Ni基合金。 $\gamma'$ 析出强化型Ni基合金是指对以通过热处理析出强度强化用的 $\gamma'$ ( $Ni_3(A1,Ti)$ )相的形式调制组成而得到的Ni基合金。

[0005] 现有技术文献:

专利文献:

专利文献1:日本特开2013—96013号公报。

### 发明内容

[0006] 发明要解决的问题:

上述使用由 $\gamma'$ 析出强化型Ni基合金所构成的粉末的情况下,如果是通常的粉末床熔融法很难制造出蠕变特性优异的造形体。

[0007] 因此,本发明的目的在于提供一种可以制造出蠕变特性优异的造形体的造形体制造方法,以及由该造形体制造方法得到的造形体。

[0008] 解决问题的手段:

为了解决上述问题,本发明发明人经过仔细研究发现在由粉末构成的层上沿互相平行的多条扫描线照射激光的粉末床熔融法中,这些扫描线的间隔除以激光点径时的值与造形体的蠕变特性存在关联性。本发明是鉴于上述观点作出的。

[0009] 即,本发明的造形体制造方法,其特征在于,包括:

通过使用由 $\gamma'$ 析出强化型Ni基合金构成的粉末的粉末床熔融法来制造中间体的制造工序;以及

对所述中间体进行热处理的热处理工序;

所述Ni基合金含有质量百分率为10~16%的Cr、4.5~7.5%的A1、2.8~6.2%的Mo、0.8~4%的Nb+Ta、0.01~2%的Ti、0.01~0.3%的Zr、0.01~0.3%的C;

所述制作工序中,在由所述粉末构成的层上沿着互相平行的多条扫描线照射激光时,所述多条扫描线的间隔除以激光点径的值为0.6以上1.0以下。

[0010] 根据上述结构,可以制造蠕变特性优异的造形体。

[0011] 所述热处理步骤中进行的热处理可以包括HIP(热等静压法)处理。尤其是,进行HIP处理作为热处理时,造形体的蠕变特性能显著提高。

[0012] 本发明的中间体,其特征在于,是由Ni基合金构成,具有树枝状结晶组织的柱状结晶粒的中间体;所述Ni基合金含有质量百分率为10~16%的Cr、4.5~7.5%的Al、2.8~6.2%的Mo、0.8~4%的Nb+Ta、0.01~2%的Ti、0.01~0.3%的Zr、0.01~0.3%的C;所述树枝状结晶组织的一次树枝状结晶的枝的间隔小于 $3\mu\text{m}$ ;与所述柱状结晶粒的长度方向正交的剖切面上的{100}面的取向率为40%以上。另,{100}面是由表征在晶格中的结晶面、方向等的密勒指数指定的。

[0013] 通过粉末床熔融法制作的中间体具有树枝状结晶的柱状结晶粒。通过铸造制造出的造形体中树枝状结晶组织的一次树枝状结晶的枝的间隔大至超过约 $40\mu\text{m}$ ,而通过将激光作为热源使用粉末床熔融法制作的中间体中树枝状结晶组织的一次树枝状结晶的枝的间隔小至不到 $3\mu\text{m}$ 。又,当如上所述粉末床熔融法中多条扫描线的间隔除以激光点径时的值为0.6以上1.0以下时,特定剖切面(与柱状结晶粒的长度方向正交的剖切面)中{100}面的取向率为40%以上。

[0014] 本发明的一个侧面的造形体,其特征在于,是由Ni基合金构成,具有非树枝状结晶组织的柱状结晶粒的造形体;所述Ni基合金含有质量百分率为10~16%的Cr、4.5~7.5%的Al、2.8~6.2%的Mo、0.8~4%的Nb+Ta、0.01~2%的Ti、0.01~0.3%的Zr、0.01~0.3%的C;将在与所述柱状结晶粒的长度方向平行的剖切面上观测到的各柱状结晶粒的形状近似为同面积的椭圆形时长轴长的平均值与短轴长的平均值的比即长径比为4.0以上。

[0015] 又,本发明的另一侧面的造形体,其特征在于,是由Ni基合金构成,具有非树枝状结晶组织的柱状结晶粒的造形体;所述Ni基合金含有质量百分率为10~16%的Cr、4.5~7.5%的Al、2.8~6.2%的Mo、0.8~4%的Nb+Ta、0.01~2%的Ti、0.01~0.3%的Zr、0.01~0.3%的C;与所述柱状结晶粒的长度方向正交的剖切面上的{100}面的取向率为40%以上。

[0016] 对上述那样的中间体进行热处理时,树枝状结晶组织消失。根据热处理,有时与特定剖切面正交的剖切面中的柱状结晶粒的长径比为4.0以上况,也有时特定剖切面中的取向率保持在40%以上的情况。即,上述结构的造形体是蠕变特性优异的造形体。尤其是,热处理包含HIP处理的情况下,柱状结晶粒的长径比为4.0以上,因此该结构的造形体是蠕变特性显著提高的造形体。

[0017] 发明效果:

根据本发明,可以制造蠕变特性优异的造形体。

## 附图说明

[0018] 图1是说明通过粉末床熔融法制作中间体的制作工序的图;

图2是说明特定剖切面中{100}面的取向率的图;

图3是示出热处理步骤的一例的图;

图4是蠕变断裂试验中使用的试片的侧面图;

图5是示出实施例1A～3A以及对比例1A～4A的中间体的取向率与蠕变断裂试验中的断裂时间的关系的图表；

图6是示出实施例1B～3B以及对比例1B～4B的中间体的取向率与蠕变断裂试验中的断裂时间的关系的图表；

图7是示出实施例1B、2B以及对比例1B～4B的造形体中的柱状结晶粒的长径比与蠕变断裂试验中的断裂时间的关系的图表。

## 具体实施方式

[0019] 本发明一实施形态的造形体制造方法包含通过粉末床熔融法制作中间体的制作工序和对制作出的中间体进行热处理的热处理工序。以下，分别对各工序进行详细说明。

[0020] <制作工序>

粉末床熔融法中使用 $\gamma'$ 析出强化型Ni基合金构成的粉末。粉末床熔融法中熔融粉末的热源有时是电子束，但本实施形态中热源是激光。

[0021] 粉末床熔融中，如图1所示，平台1上形成由粉末构成的层3，该层3上沿着互相平行的多条扫描线4照射激光。激光以在层3的表面附近聚光的形式照射。各扫描线4的位置、形状以及长度根据要制作的中间体（与最终的造形体为同一形状）的截面形状决定。例如，扫描线4可以是直线也可以是曲线。

[0022] 图1是制作四角柱状的中间体的例子。图1在相邻的扫描线4中激光的扫描方向彼此相反，但也可以是所有的扫描线4中激光的扫描方向为同一方向。

[0023] 通过向层3上照射激光，层3的一部分或者全部熔融以及固化。之后，平台1下降层3的厚度的程度，在最晚形成的层（以下称为最晚层）3上形成由粉末构成的新的层（以下称为最上层）3，在该最上层3上沿着互相平行的多条扫描线4照射激光。另外，含有在最晚层3上形成有最上层3的既造形部以及未熔融粉末的是床2。

[0024] 最上层3与最晚层3中，扫描线4的方向可以相同，也可以不同。最上层3与最晚层3中扫描线4的方向不同的情况下，可以适当决定最上层3的扫描线4相对于最晚层3的扫描线4的角度（以下称为扫描旋转角）。例如，图1中扫描旋转角为90度。

[0025] 重复上述作业，最后从床2去除未熔融粉末，由此制作出中间体。这种中间体具有树枝状结晶的柱状结晶粒。又，该树枝状结晶组织的一次树枝状结晶的枝的间隔小至不到3 $\mu\text{m}$ 。中间体柱状结晶粒的长度方向是中间体制作时的层叠方向（图1的上下方向）。

[0026] 粉末床熔融法使用的粉末的粒子径分布为例如为10～60 $\mu\text{m}$ ，理想是10～45 $\mu\text{m}$ 。层3的厚度例如在粉末的粒子径分布的中位数以上且粉末的粒子径分布的中位数的3倍以下。

[0027] 构成粉末的Ni基合金作为除Ni以外的必须成分，含有质量百分率为（以下相同）为10～16%的Cr、4.5～7.5%的Al、2.8～6.2%的Mo、0.8～4%的Nb+Ta、0.01～2%的Ti、0.01～0.3%的Zr、0.01～0.3%的C。又，Ni基合金也可以含有0.001～0.03%的B作为必须成分。作为这种Ni基合金，可列举IN713C（IN为Inconel（注册商标）的简称，以下相同）、IN713LC等。另外，关于Nb以及Ta，Ni基合金也可以不含有Nb与Ta中的一项。

[0028] 各必须成分的含有量更优选的是Cr：11～14%、Al：5.5～6.5%、Mo：3.8～5.2%、Nb+Ta：1.65～2.65%、Ti：0.5～1.0%、Zr：0.05～0.15%、C：0.02～0.2%。

[0029] Ni基合金中作为其他的选择性成分，可以含有低于1%的Co、低于0.5%的Cu、低于

0.5%的Fe、低于0.5%的Si中的至少一项。Ni基合金中除上述成分以外的剩余部分是Ni以及不可避免的杂质。

[0030] 本实施形态中，在各层3上照射激光时，使扫描线4的间隔L除以激光点径D时的值(L/D)为0.6以上1.0以下。激光点径D是指激光的强度从峰值降到 $1/e^2$ 的位置(换言之，峰值的大约13.5%的位置)处的射束直径。使用激光的粉末床熔融装置中，有些激光点径可以由装置使用者进行设定，也有的无法进行设定。

[0031] 激光点径D例如为0.02~0.20mm，理想是0.05~0.15mm。扫描线4的间隔L例如为0.05mm~0.08mm。理想的是L/D为0.6以上0.9以下。

[0032] 激光扫描速度为例如500~3000mm/s，理想是600~2000mm/s，更理想是700~1500mm/s。激光输出功率为例如100~400W，理想是130~350W，更理想的是150~300W。

[0033] 如上述那样通过使在各层3上照射激光时的扫描线4的间隔L除以激光点径D时的值(L/D)为0.6以上1.0以下，由此使与柱状结晶粒的长度方向正交的剖切面(以下称为特定剖切面)中的{100}面的取向率为40%以上(有些条件下为50%以上)。

[0034] 此处，“{100}面的取向率”是如图2所示通过EBSD(Electron Backscatter Diffraction；电子背散射衍射)法计算得到的测定面的法线方向(图2的上方向)与测定面内的结晶粒的{100}面的法线方向的角度差在15度以内的结晶粒所占的面积率。作为参考，铸造体中，一般在与{100}面垂直的方向上施加蠕变载荷时，蠕变断裂寿命变长。

#### [0035] <热处理工序>

热处理工序所进行的热处理，例如图3所示包括HIP处理、固溶化处理以及时效处理。但是，可以省略HIP处理，也可以省略HIP处理与固溶化处理。

[0036] HIP处理中，将中间体投入填充了惰性气体的炉内，对炉内进行规定时间的加热以及加压。作为惰性气体，例如可举例氩气。加热·加压时间为例如0.5~6小时，理想是1~3小时。加热温度为例如1150~1270℃。加压时的压力为例如80~150MPa，理想是90~120MPa。

[0037] 固溶化处理中，将中间体在大气或真空或惰性气体环境中加热规定时间，之后冷却。冷却方法可以是空冷(包含气扇冷却)、水冷、油冷的其中任一。加热时间为例如0.5~6小时，理想是1~3小时。加热温度为例如1150~1270℃。

[0038] 时效处理中，将中间体在大气或真空或惰性气体环境中加热较长的规定时间，之后冷却。冷却方法可以是空冷(包含气扇冷却)、水冷、油冷的其中任一。加热时间为例如2~24小时，理想是10~20小时。加热温度为例如700~1000℃。如有必要，时效处理可以分为多个条件进行。

[0039] 通过以上的制作工序以及热处理工序，制造造形体。通过热处理使树枝状结晶组织消失，因此造形体具有非树枝状结晶组织的柱状结晶粒。

[0040] 热处理工序中的热处理不包含HIP处理的情况下，特定剖切面中的取向率保持在40%以上。另一方面，热处理包含HIP处理的情况下，柱状结晶粒的长径比为4.0以上。长径比是将在与柱状结晶粒的长度方向平行的剖切面(与特定剖切面正交的剖切面)上观测到的各柱状结晶粒的形状近似为同面积的椭圆形时长轴长的平均值与短轴长的平均值的比。另外，柱状结晶粒的长径比可以是6.0以下也可以是5.0以下。

[0041] 通过本实施形态的制造方法得到的造形体是蠕变特性优异的造形体。尤其是，热

处理包含HIP处理的情况下,柱状结晶粒的长径比为4.0以上,因此该结构的造形体是蠕变特性显著提高的造形体。

[0042] 实施例

以下,通过本发明的实施例进行说明,但本发明不限于以下的实施例。

[0043] (实施例1A、1B)

通过使用具有与IN713C相当合金成分的粉末的粉末床熔融法制作层叠方向较长的长方体状(10mm×10mm×60mm)的中间体。粉末的粒子径分布为16~45μm。又,分析粉末的合金成分时,Ni以外的成分的含有量为Cr:12.41%、Al:5.94%、Mo:4.36%、Nb:1.94%、Ta:0.009%、Ti:0.68%、Zr:0.11%、C:0.06%、B:0.01%、Co:0.18%、Cu:0.02%、Fe:0.20%、Si:0.03%(省略不可避免的杂质的含有量)。

[0044] 作为粉末床熔融装置,使用EOS公司制的EOSM29。该装置中,激光点径D由制造商设定为0.08mm。制造造形体时各层的厚度为40μm,在各层上照射激光时扫描线的间隔为0.05mm,激光扫描速度为1000mm/s,激光输出功率为180W,扫描旋转角为90度。

[0045] 作为实施例1A,对上述的中间体进行固溶化处理以及时效处理得到造形体。固溶化处理中,将中间体在氩气环境中加热,加热时间为2小时,加热温度为1176℃。时效处理中,将中间体在氩气环境中加热,加热时间为16时间,加热温度为925℃。

[0046] 作为实施例1B,对上述的中间体进行HIP处理、固溶化处理以及时效处理得到造形体。HIP处理中,作为惰性气体使用氩气,加热·加压时间为2小时,加热温度为1200℃,加压时的压力为98MPa。固溶化处理以及时效处理与实施例1A相同。

[0047] (实施例2A、2B)

在各层上照射激光时扫描线的间隔设为0.06mm除此以外与实施例1A、1B同样的方法制造造形体。即,实施例2A不进行HIP处理,实施例2B进行HIP处理。

[0048] (实施例3A、3B)

除了在各层上照射激光时扫描线的间隔为0.07mm以外,与实施例1A、1B同样地制造造形体。即,实施例3A不进行HIP处理,实施例3B进行HIP处理。

[0049] (对比例1A、1B)

除了在各层上照射激光时扫描线的间隔为0.03mm以外,与实施例1A、1B同样地制造造形体。即,对比例1A不进行HIP处理,对比例1B进行HIP处理。

[0050] (对比例2A、2B)

除了在各层上照射激光时扫描线的间隔为0.04mm以外,与实施例1A、1B同样地制造造形体。即,对比例2A不进行HIP处理,对比例2B进行HIP处理。

[0051] (对比例3A、3B)

除了在各层上照射激光时扫描线的间隔为0.09mm、激光扫描速度为1250mm/s、激光输出为270W以外,与实施例1A、1B同样地制造造形体。即,对比例3A不进行HIP处理,对比例3B进行HIP处理。

[0052] (对比例4A、4B)

除了在各层上照射激光时扫描线的间隔为0.11mm、激光扫描速度为960mm/s、激光输出为285W、扫描旋转角为67度以外,与实施例1A、1B同样地制造造形体。对比例4A不进行HIP处理,对比例4B进行HIP处理。

[0053] 实施例1A～3A、1B～3B以及对比例1A～4A、1B～4B的造形体的制造条件如表1所示。另，表1中也示出了扫描线的间隔L除以激光点径D时的值(L/D)。

[0054] [表1]

	扫描线间隔 L (mm)	L/D	激光扫描速度 (mm/s)	激光输出 (W)	扫描旋转角 (度)
实施例 1A、1B	0.05	0.625	1000	180	90
实施例 2A、2B	0.06	0.75	1000	180	90
实施例 3A、3B	0.07	0.875	1000	180	90
对比例 1A、1B	0.03	0.375	1000	180	90
对比例 2A、2B	0.04	0.5	1000	180	90
对比例 3A、3B	0.09	1.125	1250	270	90
对比例 4A、4B	0.11	1.375	960	285	67

[0055] (中间体的取向率的计算)

以与长度方向(层叠方向)正交的面剖切实施例1A～3A、1B～3B以及对比例1A～4A、1B～4B的中间体，计算该剖切面上{100}面的取向率。该计算中作为EBSD装置使用日立制作所公司制SEM-SU5000以及EDAX/TSL公司制PegasusDigiview5，作为解析软件使用EDAX/TSL公司制OIMDataCollection/OIMAnalysisver.8。

[0056] (造形体中的柱状结晶粒的长径比的计算)

以与长度方向(层叠方向)平行的面剖切实施例1、2B以及对比例1B～4B的造形体，计算将在该剖切面上观测到各柱状结晶粒的形状近似为同面积的椭圆形时的长轴长与短轴长的平均值的比即长径比。该计算中，使用与取向率的计算所用的相同的EBSD装置以及解析软件。在确定晶粒边界(grain boundary)时，阈值角度设定为15度。计算短轴长的平均值以及长轴长的平均值时为近似的椭圆的面积加权的平均值。

[0057] 实施例1A～3A、1B～3B以及对比例1A～4A、1B～4B的中间体的取向率如表2所示，实施例1B、2B以及对比例1B～4B的造形体中的柱状结晶粒的长径比如表3所示。

[0058] [表2]

	中间体的取向率 (%)
实施例 1A、1B	50.1
实施例 2A、2B	65.1
实施例 3A、3B	67.5
对比例 1A、1B	5.6
对比例 2A、2B	7.1
对比例 3A、3B	32.3
对比例 4A、4B	33.3

[0059] [表3]

	造形体中的柱状晶粒的长径比
实施例 1B	4.20
实施例 2B	4.36
实施例 3B	-
对比例 1B	3.95
对比例 2B	3.58
对比例 3B	3.49
对比例 4B	3.21

[0060] 由表3可知,调节在各层上照射激光时扫描线的间隔使L/D为0.6以上0.9以下(即,0.6以上1.0以下)的实施例1B、2B的造形体中,柱状结晶粒的长径比为4.0以上。与此相对,L/D为小于0.6或超过1.0的对比例1B~4B的造形体中,柱状结晶粒的长径比小于4.0。

[0061] 上述长径比的不同推测是由中间体的取向率引起的。即,实施例1A~3A、1B~3B的中间体中取向率为50%以上(即40%以上),而对比例1A~4A、1B~4B的造形体中取向率小于40%。

[0062] 又,确认未进行HIP处理作为热处理的实施例1A~3A的造形体的取向率时,中间体的取向率大致相同。另一方面,进行HIP处理作为热处理的实施例1B~3B的造形体具有与实施例1A~3A的造形体全然不同的完全随机的结晶组织。

#### [0063] (蠕变断裂试验)

从实施例1A~3A、1B~3B以及对比例1A~4A、1B~4B的造形体中削出如图4所示的棒状的试片,将该试片在长度方向上拉伸,测定试片直到断裂为止的时间。试片的温度为980℃,拉伸应力为90MPa。

[0064] 蠕变断裂试验的结果如表4所示。另,实施例1A~3A以及对比例1A~4A的中间体的取向率和蠕变断裂试验中的断裂时间的关系如图5所示,实施例1B~3B以及对比例1B~4B的中间体的取向率和蠕变断裂试验中的断裂时间的关系如图6所示。

#### [0065] [表4]

	断裂时间 (hr)		断裂时间 (hr)
实施例 1A	100.8	实施例 1B	393.2
实施例 2A	125.2	实施例 2B	657.9
实施例 3A	135.6	实施例 3B	612.1
对比例 1A	21.9	对比例 1B	130.0
对比例 2A	37.4	对比例 2B	123.3
对比例 3A	29.0	对比例 3B	108.6
对比例 4A	28.9	对比例 4B	44.7

[0066] 从表4以及图5、6可知,未进行HIP处理的实施例1A~3A中断裂时间为100~140小时。与此相对,进行HIP处理的实施例1B~3B中断裂时间为390~660小时。这表示经过HIP处理使蠕变特性显著提高。

[0067] 又,实施例1B、2B以及对比例1B~4B的造形体中的柱状结晶粒的长径比与蠕变断裂试验中的断裂时间的关系如图7所示。从图7可知,柱状结晶粒的长径比越大断裂时间越长。

#### [0068] 符号说明:

- 1 平台；
- 2 床；
- 3 层；
- 4 扫描线。

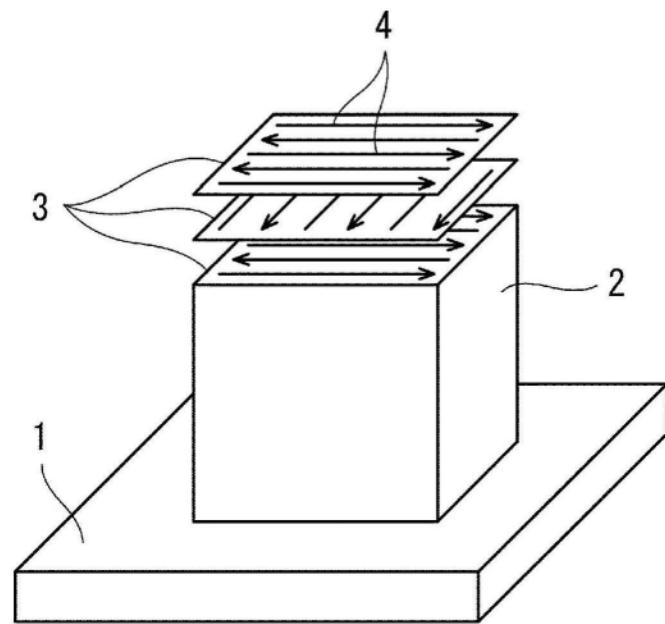


图1

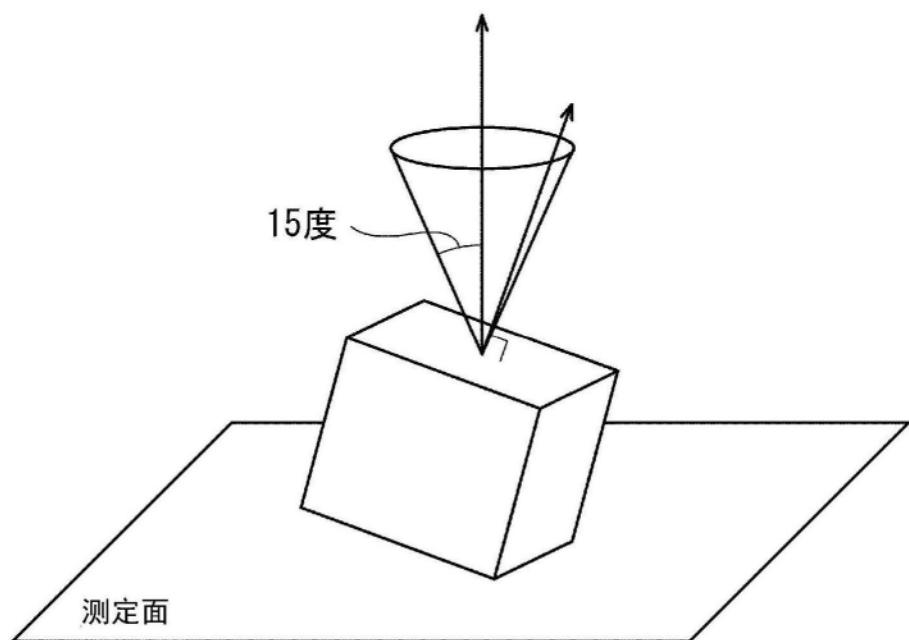


图2

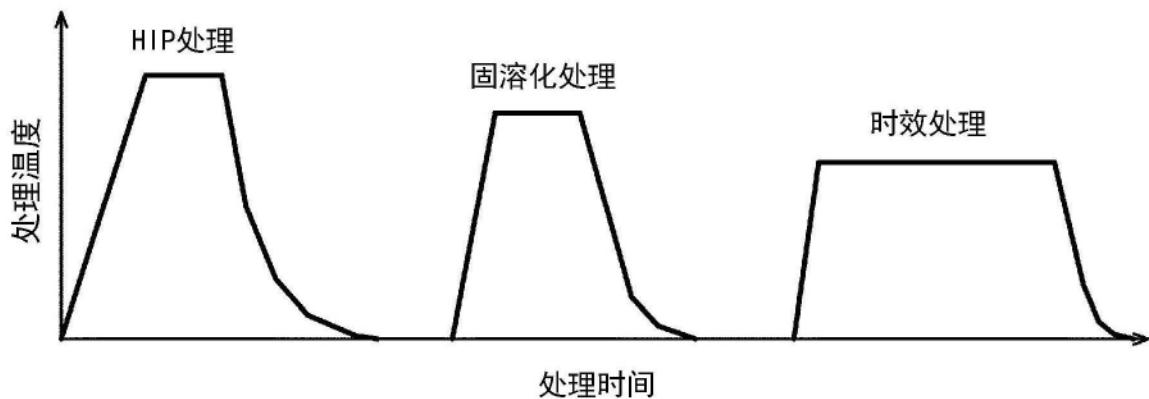


图3

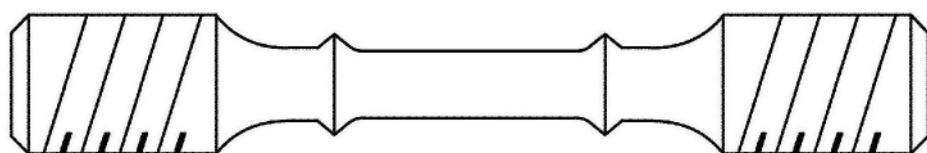


图4

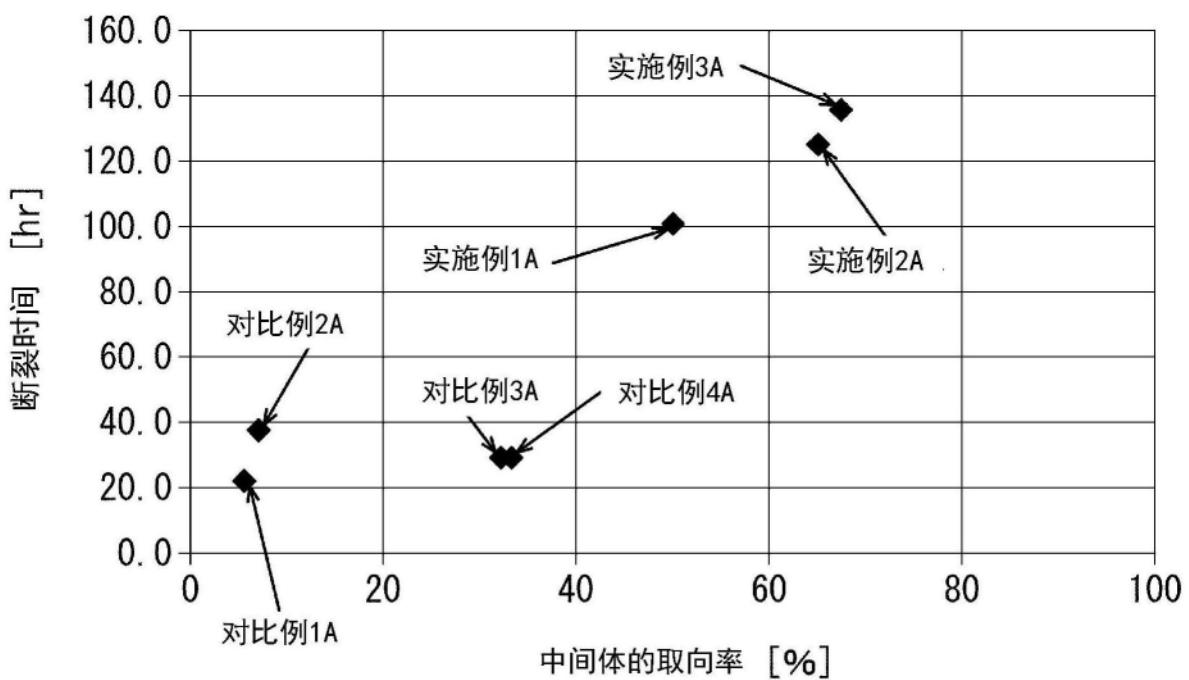


图5

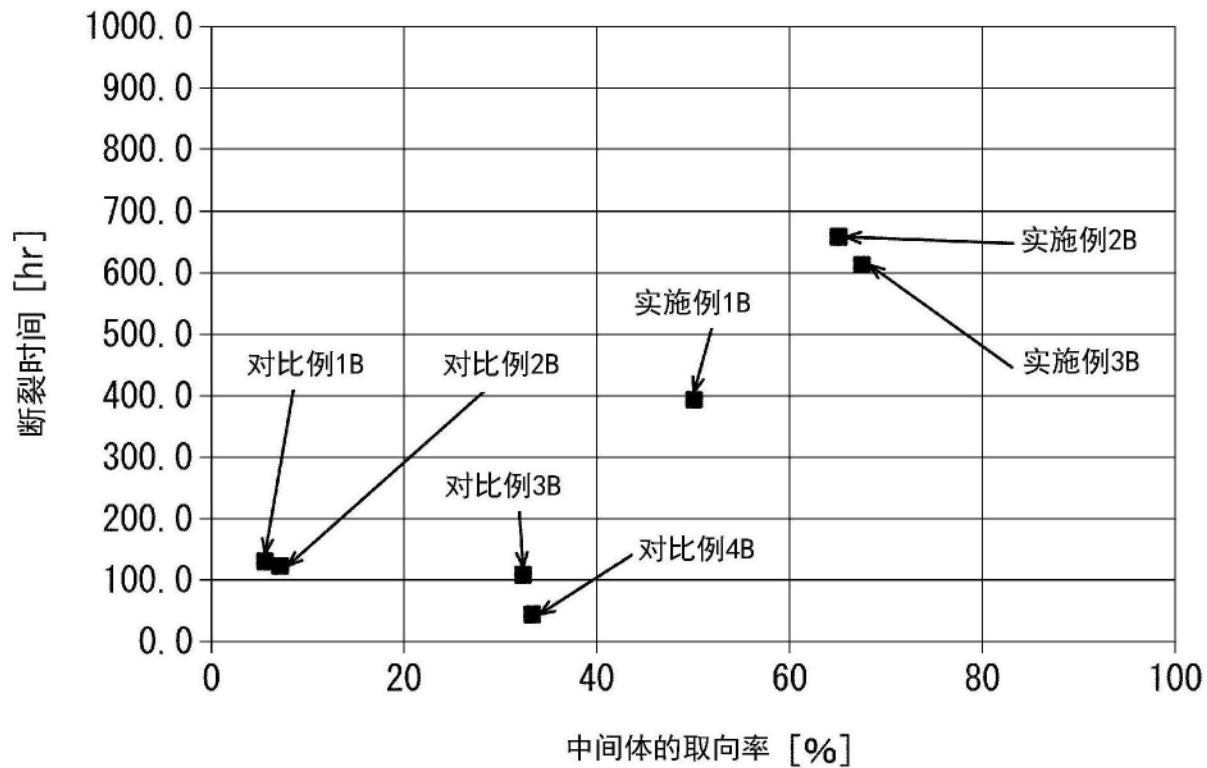


图6

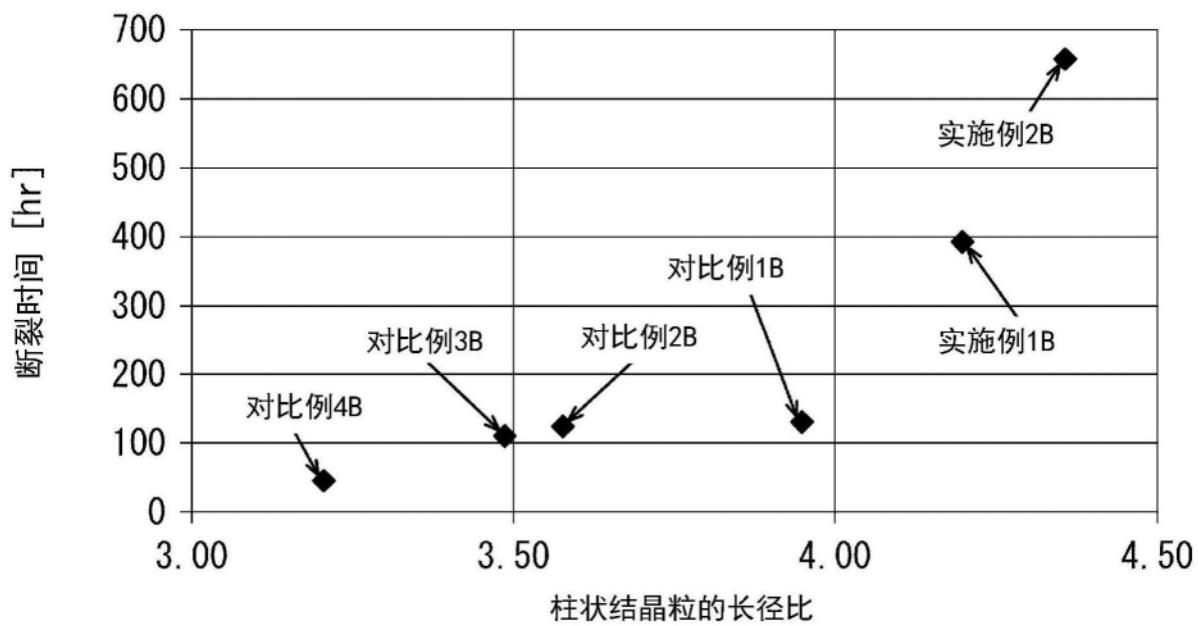


图7