



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本

(11)公開編號：TW 201718884 A

(43)公開日：中華民國 106 (2017) 年 06 月 01 日

(21)申請案號：104138071

(22)申請日：中華民國 104 (2015) 年 11 月 18 日

(51)Int. Cl. : C22C1/00 (2006.01) C22C1/02 (2006.01)
 C22F1/10 (2006.01) C22C19/05 (2006.01)

(71)申請人：中國鋼鐵股份有限公司(中華民國) CHINA STEEL CORPORATION (TW)
 高雄市小港區中鋼路 1 號

(72)發明人：李名言 LI, MINGYEN (TW)；郭世明 KUO, SHIHMING (TW)；賴建霖 LAI,
 CHIENLIN (TW)；潘永村 PAN, YUNGCHUN (TW)

(74)代理人：李世章；秦建譜

申請實體審查：有 申請專利範圍項數：10 項 圖式數：4 共 28 頁

(54)名稱

鎳基合金及其製造方法

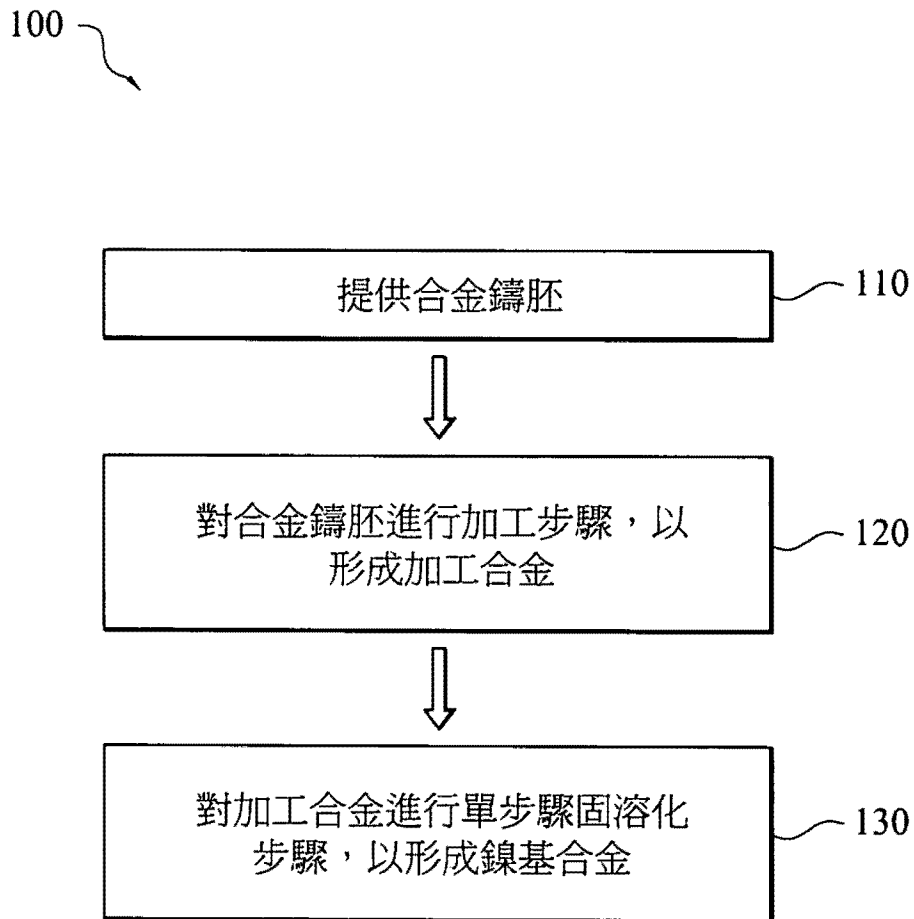
NICKEL-BASED ALLOY AND METHOD OF PRODUCING THEREOF

(57)摘要

本發明之鎳基合金的製造方法係先提供合金鑄胚，其包含 40 重量百分比(wt.%)至 70wt.%的鎳、12wt.%至 25wt.%的鉻、8wt.%至 20wt.%的鉬、3wt.%至 40wt.%的鐵、2wt.%至 8wt.%的鎢、0.003wt.%至 0.03wt.%的碳、0.06wt.%至 0.6wt.%的鈦以及不大於 5wt.%的其他雜質。其中，上述鈦/碳的含量比值可為 20 至 30。接下來，對合金鑄胚進行加工步驟，以形成加工合金。再來，對加工合金進行單步驟固溶化步驟，以形成前述鎳基合金。前述單步驟固溶化步驟可於 1120°C 至 1200°C 之單一溫度下進行 5 分鐘至 120 分鐘。此外，所製得之鎳基合金可具有 15μm 至 70μm 之平均晶粒粒徑。

The method of producing a nickel-based alloy is to provide an alloy ingot, in which the alloy ingot comprises 40-70 wt. % of nickel, 12-25 wt. % of chromium, 8-20 wt. % of molybdenum, 3-40 wt. % of iron, 2-8 wt. % of tungsten, 0.003-0.03 wt. % of carbon, 0.06-0.6 wt. % of titanium and less than 5 wt. % of other substances. A ratio of the amount of titanium and carbon can be 20 to 30. Next, a processing step is performed to form a processed alloy. Then, a one-step solution treatment is performed to form the nickel-based alloy. The one-step solution treatment is performed under 1120 °C to 1200 °C for 5 to 120 minutes. The obtained nickel-based alloy has an average particle size of crystalline within 15μm to 75μm.

指定代表圖：



符號簡單說明：

100 . . . 方法

110 . . . 提供合金鑄胚

120 . . . 對合金鑄胚進行加工步驟，以形成加工合金

130 . . . 對加工合金進行單步驟固溶化步驟，以形成鎳基合金

圖 1

【中文發明名稱】鎳基合金及其製造方法

【英文發明名稱】NICKEL-BASED ALLOY AND
METHOD OF PRODUCING THEREOF

【中文】

本發明之鎳基合金的製造方法係先提供合金鑄胚，其包含 40 重量百分比(wt. %)至 70 wt. %的鎳、12 wt. %至 25 wt. %的鉻、8 wt. %至 20 wt. %的鉬、3 wt. %至 40 wt. %的鐵、2 wt. %至 8 wt. %的鎢、0.003 wt. %至 0.03 wt. %的碳、0.06 wt. %至 0.6 wt. %的鈦以及不大於 5 wt.%的其他雜質。其中，上述鈦/碳的含量比值可為 20 至 30。接下來，對合金鑄胚進行加工步驟，以形成加工合金。再來，對加工合金進行單步驟固溶化步驟，以形成前述鎳基合金。前述單步驟固溶化步驟可於 1120°C 至 1200°C 之單一溫度下進行 5 分鐘至 120 分鐘。此外，所製得之鎳基合金可具有 15 μ m 至 70 μ m 之平均晶粒粒徑。

【英文】

The method of producing a nickel-based alloy is to provide an alloy ingot, in which the alloy ingot comprises 40-70 wt. % of nickel, 12-25 wt. % of chromium, 8-20 wt. % of molybdenum, 3-40 wt. % of iron, 2-8 wt. % of tungsten, 0.003-0.03 wt. % of

carbon, 0.06-0.6 wt. % of titanium and less than 5 wt. % of other substances. A ratio of the amount of titanium and carbon can be 20 to 30. Next, a processing step is performed to form a processed alloy. Then, a one-step solution treatment is performed to form the nickel-based alloy. The one-step solution treatment is performed under 1120 °C to 1200 °C for 5 to 120 minutes. The obtained nickel-based alloy has an average particle size of crystalline within 15 μm to 75 μm.

【指定代表圖】圖1

【代表圖之符號簡單說明】

100：方法

110：提供合金鑄胚

120：對合金鑄胚進行加工步驟，以形成加工合金

130：對加工合金進行單步驟固溶化步驟，以形成鎳基合金

【特徵化學式】(無)

【發明說明書】

【中文發明名稱】 鎳基合金及其製造方法

【英文發明名稱】 NICKEL-BASED ALLOY AND
METHOD OF PRODUCING THEREOF

【技術領域】

【0001】 本發明是有關於一種鎳基合金及其製造方法，且特別是一種有關於利用特定鈦含量所製得之鎳基合金及其製造方法。

【先前技術】

【0002】 由於添加了較大量的鎳及其他耐蝕元素(例如：鎳 ≥ 40.0 wt.%、鉻 ≥ 12.0 wt.%、鉬 ≥ 1.0 wt.%以及鎢 ≥ 1.0 wt.%)，故鎳-鉻-鉬(Ni-Cr-Mo)合金之鎳基合金主要為面心立方(Face center cubic；FCC)的沃斯田鐵相(austenitic structure)結構，且其是現代金屬材料中最耐蝕的合金之一。此外，由於上述鎳基合金可使用於氧化介質及還原介質，因此在工業界中被廣泛地應用。特別是，鎳基合金常用於嚴苛環境之化學製程，例如：化工、石油、脫硫、造紙、環保等領域均有應用。

【0003】 上述鎳基合金中包含如鎢、鉬等的固溶元素。由於上述固溶元素與鎳、鐵等基材原子半徑差異大，使晶格應變能提高而有較佳之強化作用，故可使鎳基合金具有高強度與高硬化率，進而可應用於高溫腐蝕環境且需要受到機械

應力的場合。常見之應用溫度可從室溫至約900°C，然而，上述鎳基合金在550°C至1060°C的敏化溫度區間，容易在沃斯田鐵相晶界析出含富含鉬、鉻、鎢等元素之碳化物或介金屬化合物，進而造成敏化與晶間腐蝕。因此，在鍛造、軋延等加工步驟或成型步驟後，需要經過約1000°C至1200°C之溫度的固溶化步驟，來形成穩定的沃斯田鐵結構，以確保較佳的耐蝕性能。

【0004】 一般而言，固溶溫度需超過1120°C，才能將上述碳化物或介金屬化合物回溶，使材料具有良好之耐蝕性與機械性質。然而，上述的固溶溫度容易使沃斯田鐵相晶粒快速成長，造成晶粒粗大化，而弱化材料之機械強度。此外，若為克服上述問題而縮短固溶化步驟的時間，則會縮小熱處理製程窗口，導致生產不易。

【0005】 另一方面，若使用較低的固溶溫度(1050°C至低於1120°C)，雖能維持合適之晶粒尺寸，但造成前述固溶元素所形成的析出物(例如：碳化物或介金屬化合物)無法完全回溶，使所製得的鎳基合金溶質含量降低，亦造成鎳基合金整體機械性質與耐蝕性能的下降。再者，低溫固溶會大幅增長固溶時間，將增加生產成本並降低產率。

【0006】 因此目前亟需提出一種可以克服前述種種問題之鎳基合金及其製造方法，其可在較短的製程時間內，製得具有良好機械強度的鎳基合金，以符合產業界的需求。根據如式(1)所示之Hall-Petch方程式，鎳基合金的平均晶粒粒徑越小，則鎳基合金產生形變所需的應力越大：

$$\sigma_y = \sigma_0 + k/d^{1/2} \quad (I)$$

其中 σ_y 為鎳基合金變形所需的應力， σ_0 為鎳基合金的初始強度(即差排起始移動的應力)， k 為常數，以及 d 為平均晶粒粒徑。因此若能控制所得之鎳基合金的平均晶粒粒徑，應可合理提升鎳基合金的機械強度。

【發明內容】

【0007】 因此，本發明之一態樣是在提供一種鎳基合金的製造方法，其係以特定組成之合金鑄胚，進行加工步驟和單步驟固溶化步驟而形成。

【0008】 本發明之另一態樣是在提供一種鎳基合金，其係以上述方法製得，且所製得之鎳基合金具有特定的平均晶粒粒徑，並具有特定組成及平均粒徑的析出物。

【0009】 根據本發明之上述態樣，提出一種鎳基合金的製造方法。在一實施例中，首先提供合金鑄胚，其包含40重量百分比(wt. %)至70 wt. %的鎳、12 wt. %至25 wt. %的鉻、8 wt. %至20 wt. %的鉬、3 wt. %至40 wt. %的鐵、2 wt. %至8 wt. %的鎢、0.003 wt. %至0.03 wt. %的碳、0.06 wt. %至0.6 wt. %的鈦以及不大於5 wt.%的其他雜質。其中，上述鈦/碳的含量比值可為20至30。接下來，對合金鑄胚進行加工步驟，以形成加工合金。再來，對加工合金進行單步驟固溶化步驟，以形成前述鎳基合金。前述單步驟固溶化步驟可於1120°C至1200°C之單一溫度下進行5分

鐘至120分鐘。此外，所製得之鎳基合金可具有 $15\mu\text{m}$ 至 $70\mu\text{m}$ 之平均晶粒粒徑。

【0010】 依據本發明之一實施例，前述合金鑄胚可利用熔煉步驟所形成。

【0011】 依據本發明之一實施例，前述熔煉步驟可包含燃料加熱爐熔煉、非真空電弧爐(Electric Arc Furnace ; EAF)熔煉或真空感應爐(Vacuum Induction Furnace ; VIF)熔煉。

【0012】 依據本發明之一實施例，於熔煉步驟與加工步驟之間，可更進行精煉步驟，以形成前述之合金鑄胚。

【0013】 依據本發明之一實施例，前述精煉步驟可包含氬氣吹氧脫碳(Argon Oxygen Decarburization ; AOD)、真空吹氧脫碳(Vacuum Oxygen Decarburization ; VOD)、電渣重熔(Elctroslag Remelting ; ESR)或真空電弧重熔(Vacuum Arc Remelting ; VAR)。

【0014】 依據本發明之一實施例，鎳基合金可具有 $27\mu\text{m}$ 至 $48\mu\text{m}$ 之平均晶粒粒徑。

【0015】 依據本發明之一實施例，鎳基合金可具有析出物。

【0016】 依據本發明之一實施例，析出物可包含碳化鈦(TiC)、氮化鈦(TiN)或其組合。

【0017】 依據本發明之一實施例，析出物可具有 $0.1\mu\text{m}$ 至 $5\mu\text{m}$ 之平均粒徑。

【0018】 根據本發明之上述態樣，更提出一種鎳基合金，其係使用前述之鎳基合金的製造方法所製得。其中，鎳基合金可具有 $15\mu\text{m}$ 至 $70\mu\text{m}$ 之平均晶粒粒徑，鎳基合金可具有析出物，其包含碳化鈦(TiC)、氮化鈦(TiN)或其組合。此外，前述析出物也可具有 $0.1\mu\text{m}$ 至 $5\mu\text{m}$ 之平均粒徑。

【0019】 應用本發明之鎳基合金及其製造方法，可藉由特定含量的鈦以及特定的鈦/碳含量比值，使得經單步驟固溶化步驟所製得之鎳基合金，可在常溫和高溫下皆具有良好的機械性質。

【圖式簡單說明】

【0020】 為讓本發明之上述和其他目的、特徵、優點與實施例能更明顯易懂，所附圖式之詳細說明如下：

[圖1]係繪示根據本發明之一實施例所述之鎳基合金的製造方法之部分流程圖；

[圖2A]至[圖2C]係分別繪示根據本發明之一實施例之鎳基合金的掃描式電子顯微鏡圖，其比例尺分別為 $100\mu\text{m}$ 、 $50\mu\text{m}$ 和 $2\mu\text{m}$ ；

[圖2D]係繪示如圖2A至圖2C之鎳基合金上的析出物之能量色散X-射線光譜圖；

[圖2E]係繪示如圖2A至圖2C之鎳基合金上的析出物之穿透式電子顯微鏡圖(右)之選區繞射圖樣(Selected area diffraction pattern; SADP)(左)，其中穿透式電子顯微鏡圖之比例尺為 100nm ；

[圖3]係繪示比較例之掃描式電子顯微鏡圖，其比例尺分別為 $100\mu\text{m}$ ；

[圖4A]至[圖4B]分別係繪示另一比較例之掃描式電子顯微鏡圖，其比例尺分別為 $10\mu\text{m}$ 和 $1\mu\text{m}$ ；以及

[圖4C]係繪示如圖4A至圖4B之鎳基合金上的析出物之能量色散X-射線光譜圖。

【實施方式】

【0021】本發明之一目的是在提供一種鎳基合金及其製造方法。在上述製造方法中，提供具有特定鈦含量以及鈦/碳含量比值之合金鑄胚，經加工步驟以及單步驟固溶化步驟後，可形成在常溫以及高溫下皆具有良好機械性質的鎳基合金。以下將詳細說明之。

合金鑄胚

【0022】本發明此處所稱之合金鑄胚係以合金原料，經熔煉步驟及/或精煉步驟後所形成。關於熔煉步驟和精煉步驟之詳細說明請容後述。

【0023】在一實施例中，合金鑄胚可包含40重量百分比(wt.%)至70 wt.%的鎳、12 wt.%至25 wt.%的鉻、8 wt.%至20 wt.%的鉬、3 wt.%至40 wt.%的鐵、2 wt.%至8 wt.%的鎢、0.003 wt.%至0.03 wt.%的碳、0.06 wt.%至0.6 wt.%的鈦以及不大於5 wt.%的其他雜質。此外，合金鑄胚中的鈦/碳含量比值可為20至30。上述之其他雜質可例如為錳、矽、鋁、銅。

【0024】 上述合金鑄胚所含之鈦可於後續製程中形成均勻分布於晶粒內的析出物。析出物包含碳化鈦、氮化鈦或其組合(或以Ti(C,N)表示)，且其平均粒徑可為0.1 μ m至5 μ m。上述析出物屬於二次相的析出物，其溶解溫度高於合金鑄胚中所欲消除之其他碳化物或介金屬化合物(例如位於晶界之含鉬、鉻或鎢的碳化物或介金屬化合物)。因此於單步驟固溶化步驟中，析出物可有效牽制晶界的移動、抑制晶粒的快速成長，故可使所製得之鎳基合金具有適當的平均晶粒粒徑。

【0025】 因此，若上述之合金鑄胚中的鈦含量低於0.06 wt. %或鈦/碳含量比值低於20，則無法有效形成前述之析出物，更無法藉此牽制晶界的移動控制所製得之鎳基合金的平均晶粒粒徑，以使鎳基合金具有良好的機械性質。另一方面，若合金鑄胚中的鈦含量高於0.6 wt. %或鈦/碳含量比值高於30時，會使鈦在前述之熔煉步驟或精煉步驟中，因過高的鈦含量而產生過多的鈦氧化物及/或鈦氮化物，而造成所形成的合金鑄胚有缺陷。此外，過高的鈦含量也不利於熔煉步驟或精煉步驟的進行。

形成合金鑄胚

【0026】 如前所述，可對具有如前述組成之合金原料進行熔煉步驟及/或精煉步驟，以形成預定的合金鑄胚。所述之合金原料可為單一金屬或合金的粉體、塊體、其類似物或其組合之混合物。在一實施例中，前述熔煉步驟可包含燃料加熱爐熔煉、非真空電弧爐(Electric Arc Furnace ; EAF)

熔煉或真空感應爐(Vacuum Induction Furnace ; VIF)熔煉。

【0027】 在一實施例中，可僅利用上述熔煉步驟，並經冷卻後形成合金鑄胚。然而，在另一實施例中，為使合金鑄胚的組織均勻、無粗大的介在物，可在熔煉步驟後選擇性進行精煉步驟，以形成無偏析且具有高清靜度(Cleanliness)的合金鑄胚。此外，經過精煉步驟而形成的合金鑄胚的加工性良好，有利於後續的加工步驟(如鍛造處理或軋延處理)。在一例子中，前述精煉步驟可包含氬氣吹氧脫碳(AOD)、真空吹氧脫碳(VOD)、電渣重熔(ESR)或真空電弧重熔(VAR)。

【0028】 特別說明的是，由於本發明選擇特定鈦含量(0.06 wt. %至0.6 wt. %)和鈦/碳含量比值(20至30)之合金原料，因此可於非真空之環境下進行前述熔煉步驟及/或精煉步驟。在一例子中，熔煉步驟及精煉步驟可分別為非真空電弧爐熔煉和真空吹氧脫碳。然而，在另一例子中，前述熔煉步驟及精煉步驟可分別為非真空電弧爐熔煉和電渣重熔，其中電渣重熔係於非真空的環境下進行。

【0029】 在上述例子中，為避免合金原料中的鈦在電渣重熔的過程中燒毀，可使用含有3 wt. %至20 wt. %之二氧化鈦的精煉渣。在一例子中，前述精煉渣的成分包含氟化鈣(CaF_2)、氧化鈣(CaO)、氧化鎂(MgO)、氧化鋁(Al_2O_3)、二氧化矽(SiO_2)、二氧化鈦及/或上述之組合。

【0030】 特別說明的是，於本技術領域具有領域應可了解，在經過上述熔煉步驟及/或精煉步驟後，需進行第一冷卻步驟以使合金原料可成型為合金鑄胚。第一冷卻步驟可例如水冷或其他習知之技術手段，然所使用之技術手段應為熟悉此技術的人員可輕易得知和了解，故此處不另贅述。

製備鎳基合金

【0031】 接下來請參考圖1，其係繪示根據本發明之實施例所述之鎳基合金的製造方法的流程圖。在一實施例中，如圖1之步驟110所示，先提供合金鑄胚。關於合金鑄胚的組成及特定的含量已於前述內容說明，故此處不另贅述。

【0032】 接下來，如步驟120所示，對合金鑄胚進行加工步驟，以形成加工合金。此處所稱之加工步驟可例如表面處理、冷加工處理或熱加工處理。前述表面處理係視合金鑄胚的表面情況而可進行裁切、研磨、削皮等工序。而前述冷加工處理或熱加工處理的具體例子可為鍛造、軋延、抽線等。視前述所進行的加工步驟的類型，加工合金可例如為合金板材、合金捲材、合金線材、合金棒或合金管。

【0033】 然後，如步驟130所示，對加工合金進行單步驟固溶化步驟，以形成鎳基合金。其中，單步驟固溶化步驟係於1120℃至1200℃之單一溫度下，進行5分鐘至120分鐘。此處所稱之單步驟固溶化步驟係指在同一溫度下持溫特定時間後，即完成固溶化步驟，因此其不涉及在不同溫度階段下持溫的步驟。單步驟固溶化步驟後，可進行第二冷卻步驟以使所得之鎳基合金降溫。所述第二冷卻步驟可為水冷。

【0034】 特別說明的是，由於本發明之合金鑄胚選擇特定含量的鈦以及特定的鈦/碳含量比值，因此可於高溫(不低於1120℃)下進行前述之單步驟固溶化步驟，而不使所製得的鎳基合金的晶粒粗大化。因此，利用本發明之鎳基合金的製造方法可製得於常溫和高溫下皆具有良好機械性能的鎳基合金(容後詳述)。

【0035】 若上述單步驟固溶化步驟的溫度低於1120℃，則會使合金鑄胚中含鉬、鉻及/或鎢等固溶元素之碳化物或介金屬化合物無法完全回溶，致使所形成的鎳基合金的耐蝕性和機械強度不佳。另一方面，若上述單步驟固溶化步驟的溫度高於1200℃，則會因溫度過高而使鎳基合金的晶粒粗大化，進而影響其機械強度。

鎳基合金

【0036】 利用上述製造方法所形成的鎳基合金，可具有均勻分布於鎳基合金晶粒中的析出物，其包含碳化鈦、氮化鈦及其組合，且其屬於二次相之析出物。其中，析出物可具有0.1μm至5μm之平均粒徑。承前所述，藉由上述析出物可在進行單步驟固溶化步驟時，有效牽制晶界的移動，因此所製得之鎳基合金可具有15μm至70μm之平均晶粒粒徑。較佳地，上述之平均晶粒粒徑可為27μm至48μm。

【0037】 若前述析出物的平均粒徑小於0.1μm，則無法有效牽制晶界的移動。若前述之析出物的平均粒徑大於5μm，則表示含鈦之碳化物及/或氮化物過度聚集，也會影

響鎳基合金的耐蝕性。此外，若前述之平均晶粒粒徑大於70 μm ，則鎳基合金的晶粒粗大化而影響其機械性質。

【0038】 接下來將以數個實施例與比較例對本發明之鎳基合金及其製造方法，進行詳細實施方法及評價結果的說明。

實施例1

【0039】 首先提供具有56.95 wt. %的鎳、16.5 wt. %的鉻、16.3 wt. %的鉬、6.1 wt. %的鐵、3.1 wt. %的鎢、0.16 wt. %的鈦、0.007 wt. %的碳、20 ppm的硫、0.8 wt. %的錳以及0.09 wt. %的矽之合金鑄胚。其中，實施例1的合金鑄胚係以非真空電弧爐熔煉和電渣重熔所形成，其進行方式為熟悉此技術之人員所熟知，故此處不另贅述。對上述之合金鑄胚進行熱軋延，以得到厚度為8mm之合金板。接下來，在1150 $^{\circ}\text{C}$ 下對所得之合金板進行單步驟固溶化步驟達20分鐘，以製得實施例1之鎳基合金。實施例1所使用的製程參數以及評價結果如表1所示。

實施例2至3和比較例1至2

【0040】 實施例2至3和比較例1至2係以與實施例1相同的製造方法進行，不同的是，實施例2至3和比較例1至2改變合金鑄胚的組成及/或製程條件，其詳細參數以及評價結果悉如表1所示，此處不另贅述。特別說明的是，比較例1和2係使用鎳基16Cr-16Mo-3W之鎳鉻鉬超合金板材作為合金鑄胚。

評價方式

1.析出物平均粒徑

【0041】 本發明此處所稱之析出物平均粒徑係指所製得之鎳基合金中所含之富鈦析出物的平均尺寸。析出物之平均粒徑較佳為本發明前述之範圍。

2.平均晶粒粒徑

【0042】 本發明此處所稱之平均晶粒粒徑係指經過單步驟固溶化步驟之鎳基合金的晶粒之平均尺寸。若上述之平均晶粒粒徑過大，會造成鎳基合金的機械強度不佳，故此處所稱之平均晶粒粒徑係越小越佳。

3.機械強度

3.1 抗拉強度(Tensile Stress)

【0043】 此處所稱之抗拉強度係指拉伸時，鎳基合金可承受不斷裂之最大應力。抗拉強度越強表示鎳基合金之機械強度越佳。

3.2 降伏強度 (Yield Stress)

【0044】 此處所稱之降伏強度係指拉伸時，鎳基合金產生塑性形變時所承受之應力。降伏強度越強表示鎳基合金之機械強度越佳。

3.3 伸長率(Elongation)

【0045】 此處所稱之伸長率係指拉伸鎳基合金時的伸長量，其也代表鎳基合金的延性。伸長率越大表示機械強度越佳。

【0046】 上述評價方式的進行方法應屬本技術領域具有通常知識者熟知，故此處不另贅述。

【0047】 接下來請參考表1及圖2A至圖2E，其中圖2A至圖2C係本發明實施例1之鎳基合金於不同倍率下的掃描式電子顯微鏡(SEM)圖，圖2D為本發明實施例1之鎳基合金上的析出物的能量色散X-射線光譜(EDX)圖，而圖2E為本發明實施例1之鎳基合金上的析出物的穿透式電子顯微鏡圖(右)之選區繞射圖樣(左)。如圖2A所示，在 $100\mu\text{m}$ 之比例尺下，實施例1之鎳基合金的平均晶粒粒徑約為 $35\mu\text{m}$ ，且晶界之碳化物與介金屬化合物可完全經由固溶化處理回溶消失。接下來，如圖2B和圖2C所示，分別在 $50\mu\text{m}$ 和 $2\mu\text{m}$ 的比例尺下，可看出實施例1之固溶後鎳基合金主要之二次相析出物的平均粒徑約為 $0.5\mu\text{m}$ (粒徑分布約 $0.2\mu\text{m}$ 至約 $3.0\mu\text{m}$)，且大都分布於晶粒內部。再來，將上述析出物以能量色散X-射線光譜進行分析，如圖2D所示，上述析出物為富鈦析出物。然後，如圖2E所示，進一步以穿透式電子顯微鏡(右)之選區繞射圖樣(Selected area diffraction pattern; SADP)(左)，確認析出物為Ti(C,N)，其係分布於鎳基合金的晶粒內，且其形狀近於球狀。

【0048】 在表1中，實施例2之析出物平均粒徑為 $0.5\mu\text{m}$ ，而其粒徑分布約於 $0.1\mu\text{m}$ 至 $2.5\mu\text{m}$ 之範圍。實施例3之析出物平均粒徑為 $5\mu\text{m}$ ，而其粒徑分布約於 $0.5\mu\text{m}$ 至 $13\mu\text{m}$ 之範圍。

【0049】 然後，請參考圖3，其係比較例1之鎳基合金的掃描式電子顯微鏡(SEM)圖，其比例尺為 $100\mu\text{m}$ 。如圖3所示，比較例1之鎳基合金具有許多大於 $100\mu\text{m}$ 或約 $100\mu\text{m}$ 之晶粒，故可明顯發現比較例1之鎳基合金的晶粒嚴重粗大化。

【0050】 接下來請參考圖4A至圖4C，其中圖4A至圖4B係比較例2之鎳基合金於不同倍率下的掃描式電子顯微鏡(SEM)圖，而圖4C為比較例2之鎳基合金上的析出物的能量色散X-射線光譜(EDX)圖。在圖4A中，比較例2雖然可具有約 $50\mu\text{m}$ 之平均晶粒粒徑。然而，如圖4B所示，比較例2之鎳基合金的晶界出現明顯的析出物(例如碳化物與介金屬化合物)。針對比較例2之析出物進行分析，其結果如圖4C所示，比較例2之析出物多為富鉬、鉻、鎢等固溶元素之碳化物或介金屬化合物。

【0051】 再來，請參考表2，其係詳列本發明之實施例1與比較例1的機械強度之評價結果。根據表1可知，本發明之實施例1在常溫至高溫下(25°C 至 900°C)可具有不小於 367MPa 的抗拉強度、不小於 163MPa 的降伏強度以及不小於 58.4% 的伸長率，故其機械強度佳。然而比較例1之鎳基合金的抗拉強度、降伏強度及伸長率在各個溫度下的表現都較差，故其機械強度不足。

【0052】 補充說明的是，上述實施例1僅為例示，於本技術領域具有通常知識者應了解於本發明所主張之含量範圍

及尺寸範圍(例如：鈦含量、鈦/碳含量比值、析出物平均粒徑以及平均晶粒粒徑)內的實施例，配合前述所提之Hall Petch方程式(平均晶粒粒徑越小，鎳基合金產生形變所需的應力越大，故機械強度越強)，可具有與實施例1類似的功效。

【0053】 應用本發明之鎳基合金及其製造方法，可藉由特定鈦含量和特定鈦/碳含量比值之合金鑄胚，經過加工步驟和單步驟固溶化步驟，以製得鎳基合金。其中所含的鈦會形成析出物，以於單步驟固溶化步驟中，牽制晶界的移動，因此可有效控制鎳基合金的平均晶粒粒徑，使其不至粗大化，故所製得的鎳基合金可具有良好的機械性質。再者，可使用非真空電弧爐熔煉以及電渣重熔的方式，以形成前述合金鑄胚，因此不需使用真空環境的設備，可有效降低鎳基合金的製造成本。

【0054】 雖然本發明已以數個實施例揭露如上，然其並非用以限定本發明，在本發明所屬技術領域中任何具有通常知識者，在不脫離本發明之精神和範圍內，當可作各種之更動與潤飾，因此本發明之保護範圍當視後附之申請專利範圍所界定者為準。

【符號說明】

【0055】

100：方法

110：提供合金鑄胚

120：對合金鑄胚進行加工步驟，以形成加工合金

130：對加工合金進行單步驟固溶化步驟，以形成鎳基合金

表1

			實施例			比較例	
			1	2	3	1	2
合金鑄胚 組成(重量 百分比)	鎳		56.95	57.08	56.7	57.99	57.99
	鉻		16.5	16.3	16.5	16.2	16.2
	鉬		16.3	16.1	16.5	15.9	15.9
	鐵		6.1	6.1	6.1	6.1	6.1
	鎢		3.1	3.2	3.2	3.1	3.1
	碳		0.007	0.003	0.021	0.008	0.008
	鈦		0.15	0.06	0.592	-	-
	其他雜質	硫	20(ppm)	20(ppm)	20(ppm)	20(ppm)	20(ppm)
		矽	0.09	0.1	0.07	0.1	0.1
		錳	0.8	0.8	0.8	0.6	0.6
鈦/碳含量比			21.43	20.0	28.2	-	-
製程條件	單步驟固 溶化步驟	溫度(°C)	1150	1150	1150	1150	1110
		時間(分)	20	20	20	20	40
評價方式	析出物平均粒 徑(μm)		0.5	0.1	5	非富鈦 析出物	非富鈦 析出物
	平均晶粒粒徑 (μm)		35	48	27	>120	50

表2

	實施例1			比較例1		
	平均晶粒粒徑：35 μm			平均晶粒粒徑：120 μm		
溫度(°C)	抗拉強 度(MPa)	降伏強 度(MPa)	伸長率 (%)	抗拉強 度(MPa)	降伏強 度(MPa)	伸長率 (%)
25	760	359	67.1	738	304	67.2
200	737	354	67.3	633	227	68.3
300	712	477	67	609	202	69.1
400	626	322	69.6	589	179	69.3
500	672	460	68.8	567	171	68.7
600	653	372	62.3	534	158	60.6
700	612	304	65.3	478	162	57
800	491	352	58.4	395	171	52
900	367	163	80.3	250	163	72

【發明申請專利範圍】

【第 1 項】一種鎳基合金的製造方法，包含：
提供一合金鑄胚，包含：

40 重量百分比(wt. %)至 70 wt. %的鎳；

12 wt. %至 25 wt. %的鉻；

8 wt. %至 20 wt. %的鉬；

3 wt. %至 40 wt. %的鐵；

2 wt. %至 8 wt. %的鎢；

0.003 wt. %至 0.03 wt. %的碳；

0.06 wt. %至 0.6 wt. %的鈦；以及

不大於 5 wt. %的其他雜質，

其中該鈦與該碳之一含量比值為 20 至 30；

對該合金鑄胚進行一加工步驟，以形成一加工合金；

以及

對該加工合金進行一單步驟固溶化步驟，以形成該鎳基合金，其中該單步驟固溶化步驟係於 1120°C 至 1200°C 之一單一溫度下進行 5 分鐘至 120 分鐘，且該鎳基合金具有 15 μ m 至 70 μ m 之一平均晶粒粒徑。

【第 2 項】如申請專利範圍第 1 項所述之鎳基合金的製造方法，其中該合金鑄胚係以一熔煉步驟所形成。

【第 3 項】如申請專利範圍第 2 項所述之鎳基合金的製造方法，其中該熔煉步驟包含一燃料加熱爐熔煉、一非

真空電弧爐(Electric Arc Furnace ; EAF)熔煉或一真空感應爐(Vacuum Induction Furnace ; VIF)熔煉。

【第 4 項】如申請專利範圍第 2 項所述之鎳基合金的製造方法，其中於該熔煉步驟與該加工步驟之間，更進行一精煉步驟，以形成該合金鑄胚。

【第 5 項】如申請專利範圍第 4 項所述之鎳基合金的製造方法，其中該精煉步驟包含氬氣吹氧脫碳(Argon Oxygen Decarburization ; AOD)、真空吹氧脫碳(Vacuum Oxygen Decarburization ; VOD)、電渣重熔(Electroslag Remelting ; ESR)或真空電弧重熔(Vacuum Arc Remelting ; VAR)。

【第 6 項】如申請專利範圍第 1 項所述之鎳基合金的製造方法，其中該鎳基合金具有 $27\mu\text{m}$ 至 $48\mu\text{m}$ 之該平均晶粒粒徑範圍。

【第 7 項】如申請專利範圍第 1 項所述之鎳基合金的製造方法，其中該鎳基合金具有一析出物。

【第 8 項】如申請專利範圍第 7 項所述之鎳基合金的製造方法，其中該析出物包含碳化鈦(TiC)、氮化鈦(TiN)或其組合。

【第 9 項】如申請專利範圍第 7 項所述之鎳基合金的製造方法，其中該析出物具有 $0.1\mu\text{m}$ 至 $5\mu\text{m}$ 之一平均粒徑。

【第 10 項】一種鎳基合金，其係以如申請專利範圍第 1 至 9 項中任一項之鎳基合金的製造方法所製得，其中該鎳基合金具有 $15\mu\text{m}$ 至 $70\mu\text{m}$ 之一平均晶粒粒徑，該鎳基合金具有一析出物，該析出物包含碳化鈦(TiC)、氮化鈦(TiN)或其組合，且該析出物具有 $0.1\mu\text{m}$ 至 $5\mu\text{m}$ 之一平均粒徑。

圖式

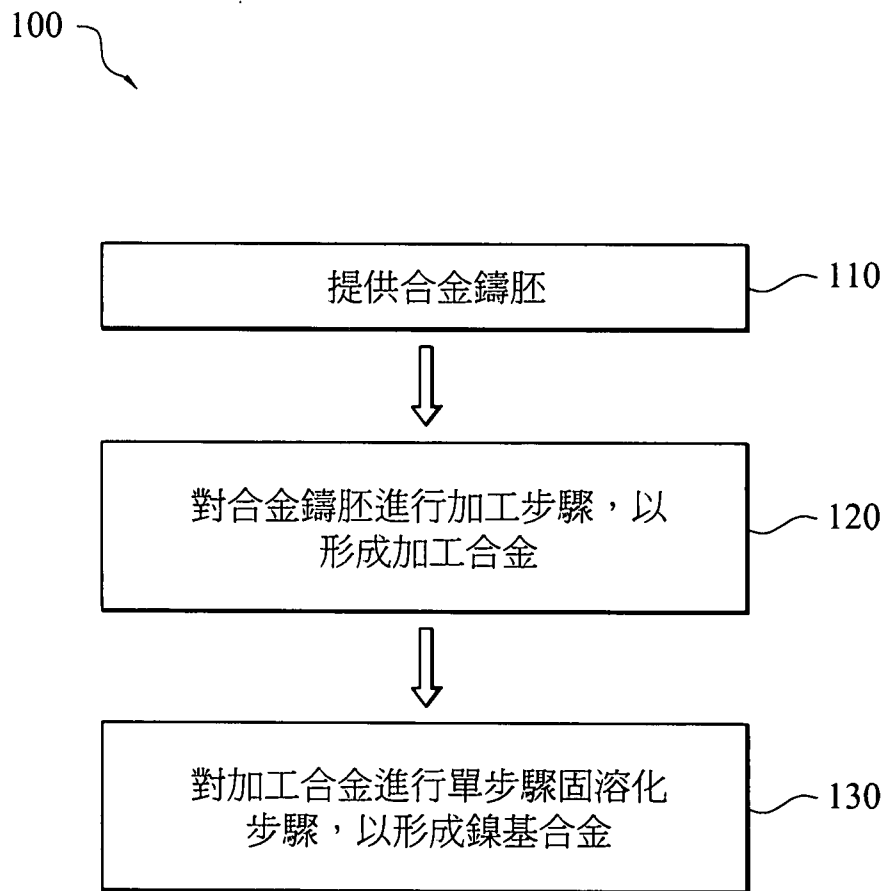


圖 1

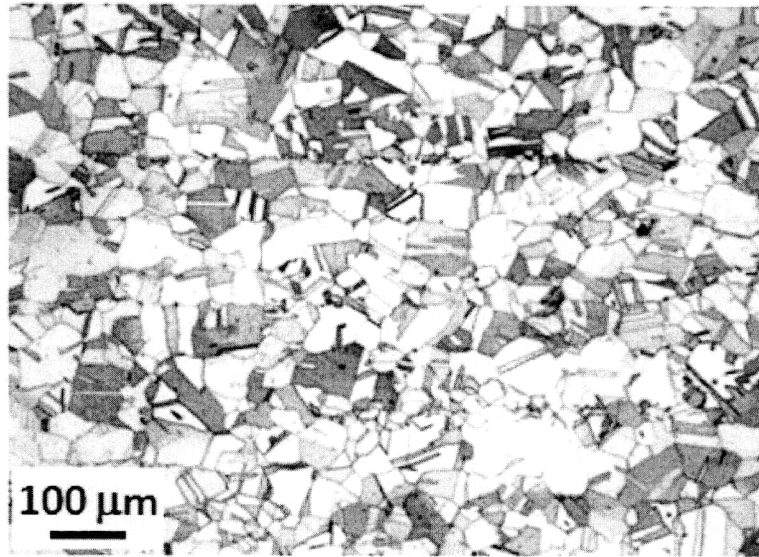


圖 2A

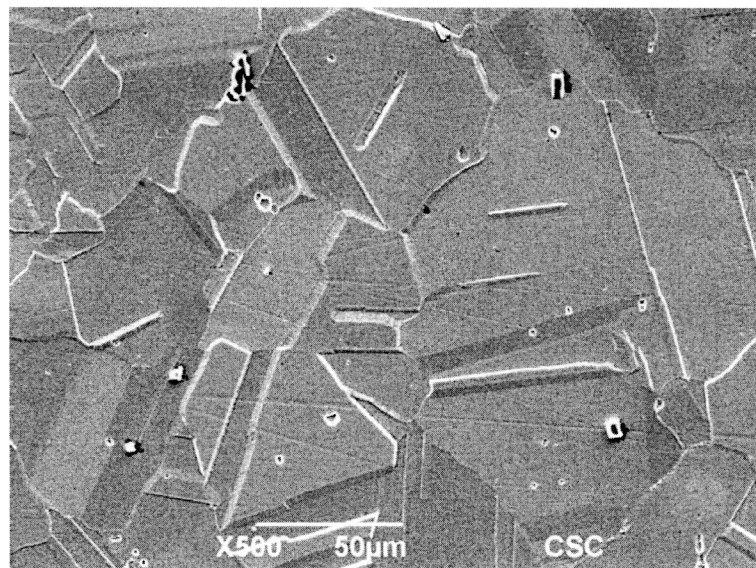


圖 2B

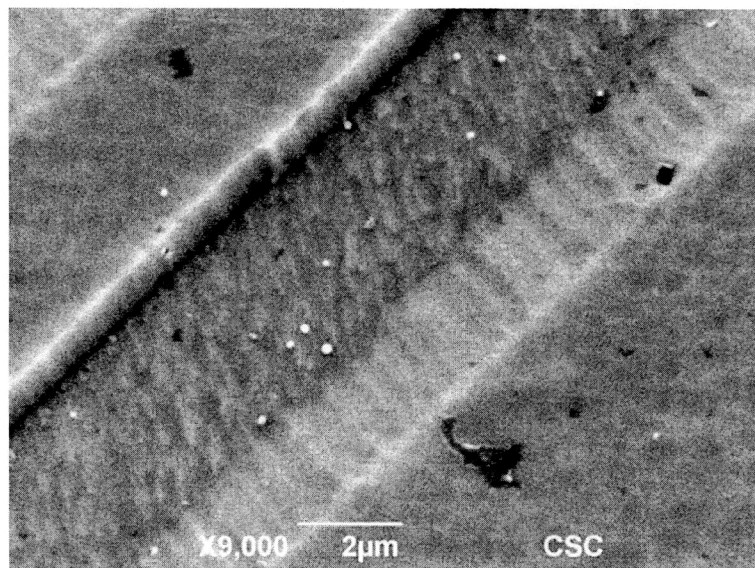
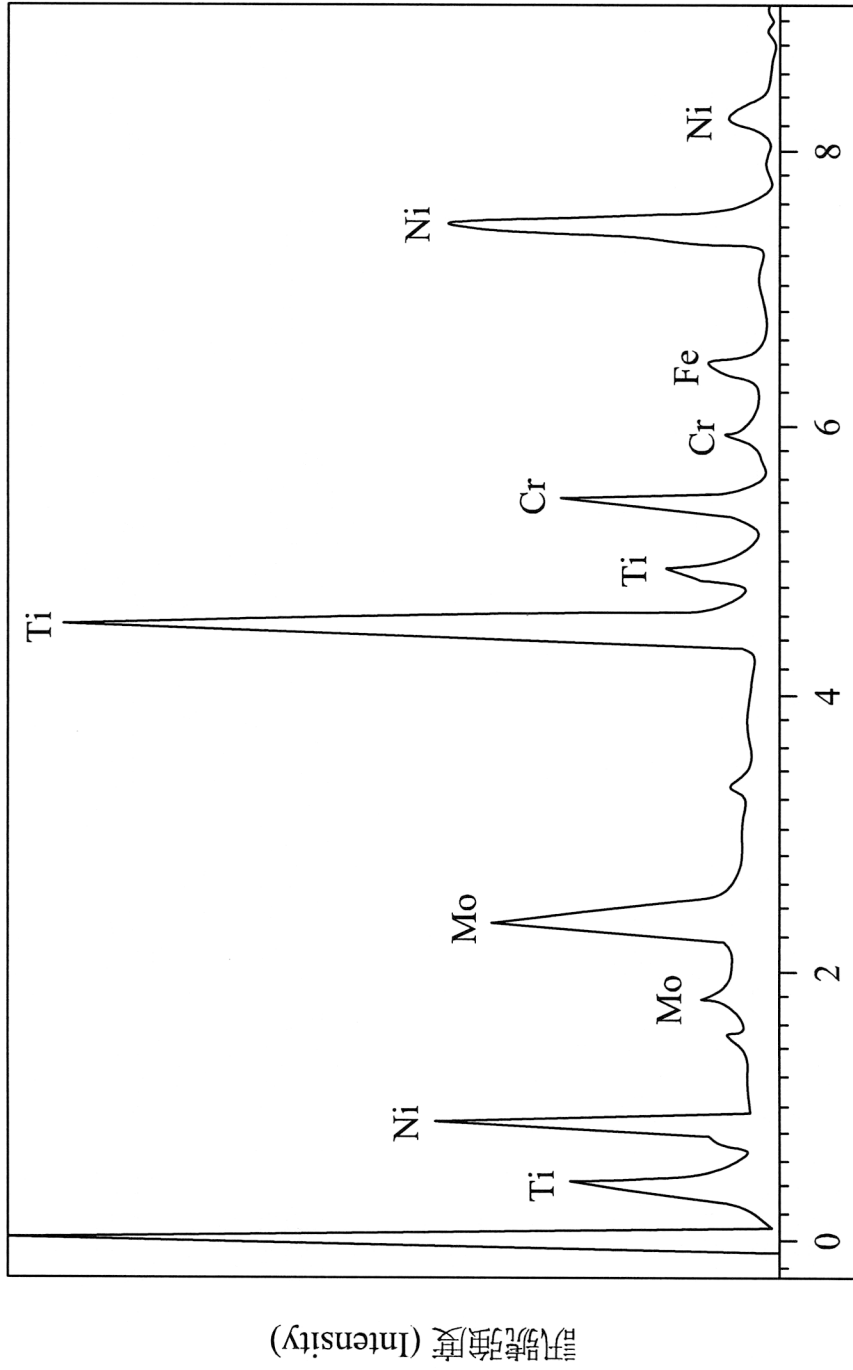


圖 2C



能量 (keV)

圖 2D

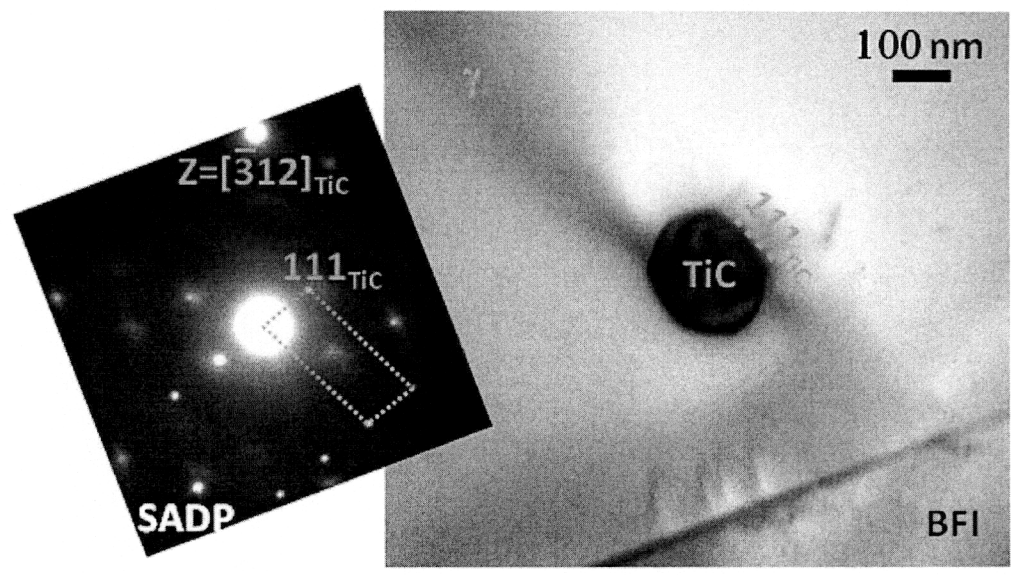


圖 2E

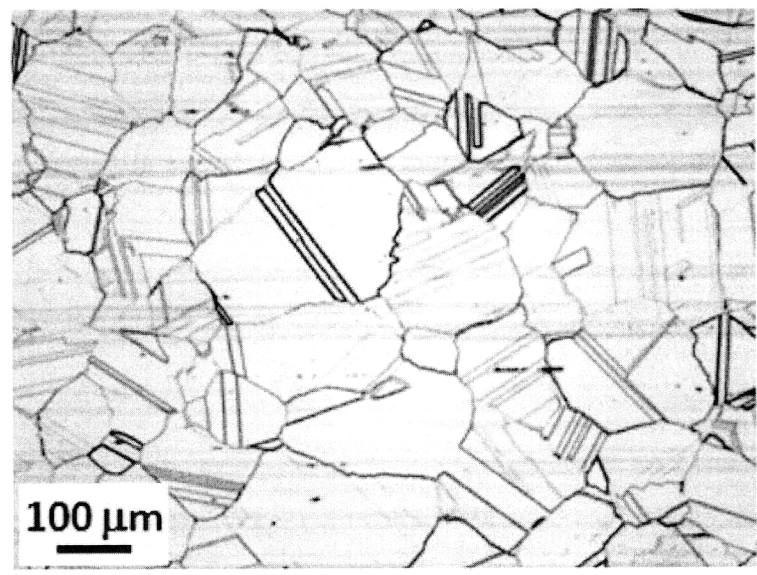


圖 3

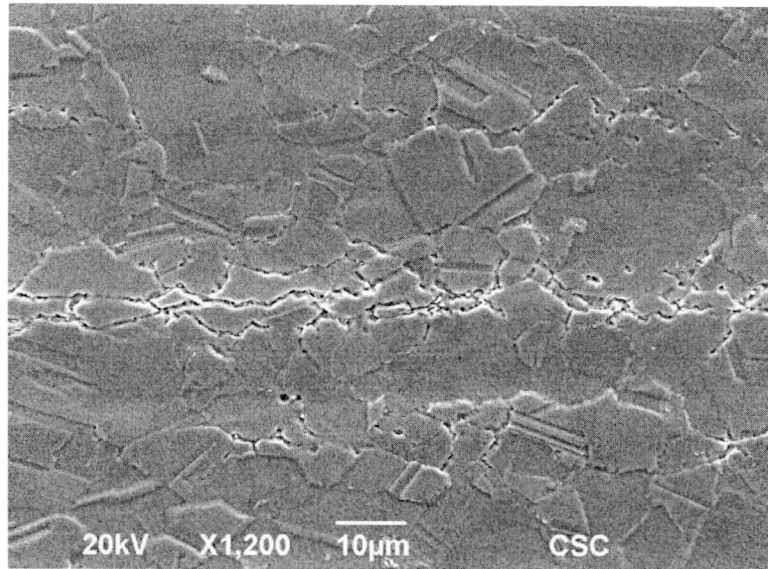


圖 4A

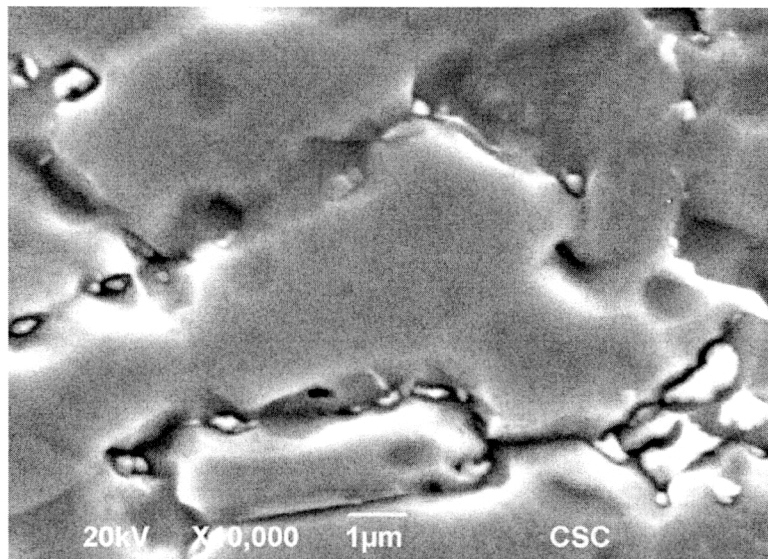
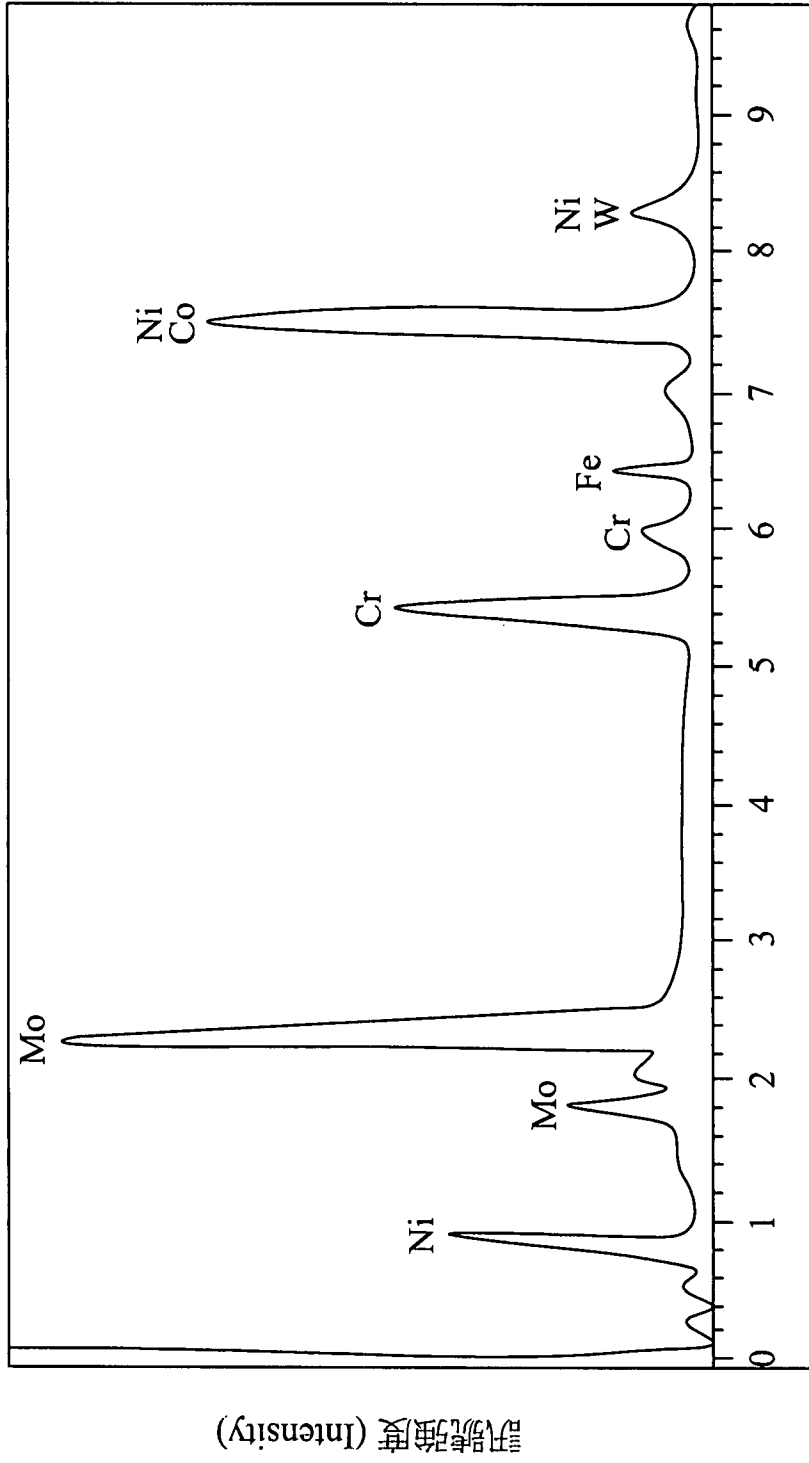


圖 4B



能量 (keV)

圖 4C