

(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2004-107777

(P2004-107777A)

(43) 公開日 平成16年4月8日(2004.4.8)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

C 2 2 C 19/05  
 C 2 1 D 6/00  
 C 2 2 C 38/00  
 C 2 2 C 38/50  
 C 2 2 C 38/54

F I

C 2 2 C 19/05 F  
 C 2 1 D 6/00 1 O 1 L  
 C 2 2 C 38/00 3 O 2 Z  
 C 2 2 C 38/50  
 C 2 2 C 38/54

テーマコード (参考)

3 G O O 2

審査請求 未請求 請求項の数 10 O L (全 13 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2002-275485 (P2002-275485)

(22) 出願日 平成14年9月20日 (2002.9.20)

(71) 出願人 000003078

株式会社東芝  
 東京都港区芝浦一丁目1番1号

(74) 代理人 100075812

弁理士 吉武 賢次

(74) 代理人 100091487

弁理士 中村 行孝

(74) 代理人 100094640

弁理士 紺野 昭男

(74) 代理人 100107342

弁理士 横田 修孝

(72) 発明者 津 田 陽 一

神奈川県横浜市鶴見区末広町2丁目4番地  
 株式会社東芝京浜事業所内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 オーステナイト系耐熱合金とその製造方法および蒸気タービン部品

(57) 【要約】

【課題】強度、高温引張強度、高温延性およびクリープ破断強度に優れたオーステナイト系耐熱合金、その製造方法および蒸気タービン部品の提供。

【解決手段】質量%で、C：0.10%以下、Cr：10.0～20.0%、Ni：37.0～47.0%、W：2.0～5.0%、Al：1.0～2.5%、Ti：0.4～1.5%、Nb：1.0～2.5%を含み、残部がFeおよび不可避免の不純物からなることを特徴とする、オーステナイト系耐熱合金、

上記オーステナイト系耐熱合金の熱処理工程において、素材の溶体化処理温度を950～1050℃としたことを特徴とする、オーステナイト系耐熱合金の製造方法、および上記オーステナイト系耐熱合金からなる蒸気タービン部品。

【選択図】 なし

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

質量%で、C：0.10%以下、Cr：10.0～20.0%、Ni：37.0～47.0%、W：2.0～5.0%、Al：1.0～2.5%、Ti：0.4～1.5%、Nb：1.0～2.5%を含み、残部がFeおよび不可避免的不純物からなることを特徴とする、オーステナイト系耐熱合金。

## 【請求項 2】

質量%で、Re：0.2～3.0%を含む、請求項 1 に記載のオーステナイト系耐熱合金。

## 【請求項 3】

質量%で、B：0.003～0.010%を含む、請求項 1 または請求項 2 に記載のオーステナイト系耐熱合金。

## 【請求項 4】

質量%で、Zr：0.005～0.100%およびHf：0.05～0.20%のうち一種または二種を含む、請求項 1～3 のいずれか 1 項に記載のオーステナイト系耐熱合金。

## 【請求項 5】

請求項 1～4 のいずれか 1 項に記載のオーステナイト系耐熱合金の熱処理工程において、素材の溶体化処理温度を950～1050℃としたことを特徴とする、オーステナイト系耐熱合金の製造方法。

## 【請求項 6】

溶体化処理後、素材を820～880℃の範囲で加熱保持し、引き続き時効処理を行う、請求項 5 に記載のオーステナイト系耐熱合金の製造方法。

## 【請求項 7】

素材の時効処理温度を700～760℃とする、請求項 5 または請求項 6 に記載のオーステナイト系耐熱合金の製造方法。

## 【請求項 8】

請求項 1～4 のいずれか 1 項に記載のオーステナイト系耐熱合金または請求項 5～7 のいずれか 1 項に記載の製造方法で製造されたオーステナイト系耐熱合金からなる、蒸気タービンロータ。

## 【請求項 9】

請求項 1～4 のいずれかに 1 項に記載のオーステナイト系耐熱合金または請求項 5～7 のいずれか 1 項に記載の製造方法で製造されたオーステナイト系耐熱合金からなる、蒸気タービンケーシング。

## 【請求項 10】

請求項 1～4 のいずれか 1 項に記載のオーステナイト系耐熱合金または請求項 5～7 のいずれか 1 項に記載の製造方法で製造されたオーステナイト系耐熱合金からなる、蒸気タービンボルト。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

## 【発明の属する技術分野】

本発明は、蒸気温度が650℃を超える高温で運転される蒸気タービンに使用される材料として好適な、高温強度および時効特性に優れるオーステナイト系耐熱合金とその製造方法および蒸気タービン部品に関する。

## 【0002】

## 【従来の技術】

従来、蒸気タービンは、蒸気温度610℃以下の蒸気を使用されることが多いことから、高温部品の材料としては低合金鋼や12%Cr系マルテンサイト系ステンレス鋼などが主として使用されてきた。

## 【0003】

## 【発明が解決しようとする課題】

10

20

30

40

50

近年、地球環境保護の観点から、蒸気タービンの蒸気条件を高温化し、熱効率を向上させる方向にある。この場合、蒸気温度が650℃を超える高温蒸気タービンにおいては、低合金鋼や12%Cr系マルテンサイト系ステンレス鋼はクリープ破断強度が低く、より優れた高温強度を持つ材料が必要となる。650℃を超える高温で優れた高温強度を持つ材料としては $\gamma'$ 相( $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ )や $\gamma''$ 相( $\text{Ni}_3\text{Nb}$ )によって強化されたオーステナイト系耐熱合金がある。

#### 【0004】

これらオーステナイト系耐熱合金のうち、Feを比較的多く含むNi-Fe基耐熱合金は大型部品の製造性も比較的良好で、高温蒸気タービン材料として好適である。しかし、Ni-Fe基耐熱合金は高温蒸気タービンの過酷な環境下で使用するにはクリープ破断強度が十分でないという問題がある。また、この種の材料には一般に溶体化処理、時効処理という2段階熱処理が行われるが、使用温度域が時効温度に近いと、使用中に時効が進行し、軟化が起こるという問題点がある。

#### 【0005】

本発明は、上述した問題点に鑑みてなされたもので、高温蒸気タービン用材料として好適な高温強度および時効特性に優れるオーステナイト系耐熱合金とその製造方法および蒸気タービン部品を提供することを目的とする。

#### 【0006】

##### 【課題を解決するための手段】

本発明のオーステナイト系耐熱合金は、質量%で、C:0.10%以下、Cr:10.0~20.0%、Ni:37.0~47.0%、W:2.0~5.0%、Al:1.0~2.5%、Ti:0.4~1.5%、Nb:1.0~2.5%を含み、残部がFeおよび不可避免的不純物からなるNi-Fe基合金で構成される。

#### 【0007】

また、上記Ni-Fe基合金においては、質量%で、Re:0.2~3.0%、B:0.003~0.010%、Zr:0.005~0.100%、Hf:0.05~0.20%のうち一種以上を添加することで、より高温強度の優れるオーステナイト系耐熱合金を構成することができる。

#### 【0008】

そして、本発明のオーステナイト系耐熱合金の製造方法は、上記のオーステナイト系耐熱合金の熱処理工程において、素材の溶体化処理温度を950~1050℃としたこと、を特徴とする。

#### 【0009】

##### 【発明の実施の形態】

以下に各元素の限定理由を説明する。

本発明によるオーステナイト系耐熱合金において、Cは、Crと化合して粒界に $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ として析出しやすい。この炭化物が析出すると粒界近傍のCr濃度が低下し、粒界近傍の耐食性が局所的に低下する。また、多量の $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ は延性や靱性にも悪影響を及ぼす。従って、Cは含有量が低いことが望ましい。後述するNbの添加により、Cは微細なNbC炭化物として固定され、 $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ として粒界析出することを防止できるが、この固定作用にも限度があるため、Cの上限を0.10%に制限する。

#### 【0010】

Crは、健全な耐酸化性皮膜を形成し、材料に耐酸化・耐腐食性を付与するのに有効な元素であるため、10.0%以上必要である。一方、20.0%を超えて添加すると高温で長時間使用に際し、脆化相である $\sigma$ 相を生成するため、添加量を10.0~20.0%とする。

#### 【0011】

Niは、オーステナイト安定化のために必要な元素であり、かつAl、Ti、Nbと結合して $\gamma'$ 相( $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ )、 $\eta$ 相( $\text{Ni}_3\text{Ti}$ )および $\delta$ 相( $\text{Ni}_3\text{Nb}$ )を形成して高温強度を高めるために必要な元素であり、Cr添加量とのバランスから37.0

0 %以上必要である。Ni 添加量は多いほど好ましいが、高価となるので採算上 47.0 %を上限とし、その添加量を 37.0 ~ 47.0 %とする。

【0012】

Wは、固溶強化元素として働いて高温強度を高めるとともに、高温使用中の各種元素の拡散を抑制して時効軟化を遅らせるために必要な元素であり、2.0 %以上添加する。一方、5.0 %を超えて添加するとオーステナイト母相を不安定にして高温延性を低下させるため、添加量を 2.0 ~ 5.0 %とする。

【0013】

Alは、Ni、Tiとともに $\gamma'$ 相( $Ni_3(Al, Ti)$ )を形成して高温強度を高めるために必要な元素であり、1.0 %以上添加する。一方、2.5 %を超えて添加すると延性や製造性を害するため、添加量を 1.0 ~ 2.5 %とする。 10

【0014】

Tiは、Ni、Alとともに $\gamma'$ 相( $Ni_3(Al, Ti)$ )や $\eta$ 相( $Ni_3Ti$ )を形成して高温強度を高めるために必要な元素であり、0.4 %以上添加する。一方、1.5 %を超えて添加すると過剰な $\eta$ 相が粒界から層状に析出して延性を低下させるため、添加量を 0.4 ~ 1.5 %とする。

【0015】

Nbは、不可避的不純物として含有されるCをNbC化合物として固定するとともに、 $\delta$ 相( $Ni_3Nb$ )を形成して高温強度を高めるために必要な元素であり、1.0 %以上添加する。一方、2.5 %を超えて添加すると過剰な $\delta$ 相が析出して延性を低下させるため、添加量を 1.0 ~ 2.5 %とする。 20

【0016】

Reは、強力な固溶強化元素として働いて高温強度を高めるとともに、高温使用中の各種元素の拡散を抑制して時効軟化を遅らせる元素であり、より優れた特性が必要な場合に添加する。0.2 %未満の添加ではその効果が十分でなく、3.0 %を超えて添加すると延性を害するため、添加量を 0.2 ~ 3.0 %とする。

【0017】

Bは、結晶粒界に偏析して粒界を強化する元素であり、より優れた高温強度が必要な場合に添加する。0.003 %未満の添加ではその効果が十分でなく、0.010 %を超えて添加すると熱間加工性を害するため、添加量を 0.003 ~ 0.010 %とする。 30

【0018】

Zr並びにHfは、粒界を強化して高温強度とともに高温延性を向上させるのに有効な元素であり、必要に応じて添加する。それぞれ0.005 %未満、0.05 %未満の添加ではその効果が十分ではなく、それぞれ0.100 %、0.20 %を超えて添加すると熱間加工性を害するため、添加量をZr: 0.005 ~ 0.100 %、Hf: 0.05 ~ 0.20 %とする。

【0019】

本発明のオーステナイト系耐熱合金の製造方法は、前記Ni-Fe基合金の熱処理工程において、素材の溶体化処理温度を950 ~ 1050 °Cとすることを特徴とする。

【0020】

溶体化処理は、本発明のオーステナイト系耐熱合金に優れた高温強度を付与するために必要な熱処理であるが、その温度が950 °C未満では溶体化処理中の各合金元素の固溶が十分に起こらず、引き続き時効処理を行っても $\gamma'$ 相( $Ni_3(Al, Ti)$ )、 $\eta$ 相( $Ni_3Ti$ )および $\delta$ 相( $Ni_3Nb$ )の析出が不足して所望の高温強度が得られない。また、溶体化処理温度が1050 °Cを超えるとオーステナイト結晶粒が著しく粗大化し、延性を低下させる。 40

【0021】

また、本発明のオーステナイト系耐熱合金の製造方法は、前記Ni-Fe基合金の熱処理工程において、溶体化処理後に素材を820 ~ 880 °Cの範囲で加熱保持し、引き続き時効処理を行うことを特徴とする。 50

## 【0022】

一般にオーステナイト系耐熱合金においては、溶体化処理および時効処理の２段階熱処理が行われるが、本発明のオーステナイト系耐熱合金では、溶体化処理と時効処理の間にも一つの加熱処理（安定化処理）を行い、 $\eta$ 相（ $\text{Ni}_3\text{Ti}$ ）および $\delta$ 相（ $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ）を粒界に析出させることにより、優れた高温強度が得られる。この加熱処理の温度が820℃未満では $\eta$ 相および $\delta$ 相の析出が十分に起こらず、一方880℃を超えると $\eta$ 相および $\delta$ 相が粗大化して逆に高温強度や高温延性が低下する。

## 【0023】

また、本発明のオーステナイト系耐熱合金の製造方法は、前記Ni－Fe基合金の熱処理工程において、素材の時効処理温度を700～760℃とすることを特徴とする。

10

## 【0024】

時効処理は、本発明のオーステナイト系耐熱合金に優れた高温強度を付与するために必要な熱処理であるが、その温度が700℃未満では主強化相である $\gamma'$ 相（ $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ ）の析出が十分に起こらず、一方760℃を超えると逆に $\gamma'$ 相が粗大化して、高温強度が低下するとともに時効中に軟化が生じてしまう。

## 【0025】

本発明のオーステナイト系耐熱合金は、例えば蒸気温度が650℃を超える高温蒸気タービン部品として好適である。例えば本発明のオーステナイト系耐熱合金をディスク形状に鍛造成型し、ボルト締め構造や溶接構造とすることによりタービンロータを構成できる。また、鍛造成型性に優れるため、長尺のボルトに対しても適している。更に、本発明のオーステナイト系耐熱合金を中空円筒形状に鍛造成型し、それらを溶接で接合してタービンケーシングとすることもできる。

20

## 【0026】

なお、本発明に係わる高温強度、延性などの特性は、以下に説明する引張試験、クリープ破断試験などによって評価することが出来る。

## 【0027】

引張試験は、供試材の引張強さ、耐力、伸び、絞りなどを求めることを目的とする材料試験である。引張強さおよび耐力は、供試材の引張強度を、伸びおよび絞りは供試材の延性を表し、それぞれの値が大きい方が特性としては優れている。

## 【0028】

クリープ破断試験は、供試材のクリープ破断強度などを求めることを目的とする材料試験である。クリープ破断強度はクリープ破断時間と対応する特性であり、クリープ破断時間が長ければ、それに応じてクリープ破断強度も高くなる。また、複数の試験片のクリープ破断試験結果（試験温度、試験応力、破断時間）をラーソン・ミラー・パラメータで整理することにより、種々の温度におけるクリープ破断強度（ $10^5$ 時間破断強度、等）を求めることができる。

30

## 【0029】

## 【実施例】

以下、本発明を実施例により説明する。

## &lt;実施例1&gt;

40

実施例1では、特に化学組成の影響について説明する。

表1に示す素材No. 1およびNo. 37の材料を200kg準備し、真空高周波誘導電気炉にて溶解・鋳造した後、プレス鍛造を行い、直径80mmの丸棒に鍛伸し、No. 1からNo. 37までの供試材を作製した。

## 【0030】

No. 1からNo. 23までの供試材は、本発明の範囲内のオーステナイト系耐熱合金である。また、No. 24、No. 25はそれぞれ現用の市販Ni－Fe基耐熱合金であり、No. 26からNo. 37までの供試材は、本発明の組成範囲外とした。

## 【0031】

これらの供試材について、表2に示す条件にて熱処理を行った後、700℃における引張

50

試験およびクリープ破断試験を実施し、また700℃で3000時間時効加熱後の硬さ低下測定（ビッカース硬さ）を実施した。これらの試験結果を表3に示す。

【0032】

表3において、まず本発明の実施例である供試材No. 1からNo. 23と現用の市販Ni-Fe基耐熱合金である比較例No. 24、25を比較する。本発明の実施例である供試材No. 1からNo. 23と、比較例No. 24、25は引張強さ、0.2%耐力、伸びおよび絞りはほぼ同等である。しかし、本発明の実施例である供試材No. 1からNo. 23に比べて、比較例No. 24、25はクリープ破断強度が同等以下であり、また時効後の硬さ低下が大きい。すなわち、本発明の実施例は現用の市販Ni-Fe基耐熱合金と同等または優れたクリープ破断強度を示し、また時効特性に優れている。なお、本発明の実施例のうちNo. 4からNo. 23はNo. 1からNo. 3に比較して優れたクリープ破断強度を示しており、Re、B、Zr、Hfの添加により更に高温強度を高められることが明らかである。

10

【0033】

次に、本発明の実施例である供試材No. 1からNo. 23と本発明の組成範囲外の比較例No. 26からNo. 37を比較する。本発明の実施例である供試材No. 1からNo. 23に比べて、比較例No. 28は引張強さおよび0.2%耐力の両方が大幅に低い。また、本発明の実施例である供試材No. 1からNo. 23に比べて、比較例No. 26、27、30、32、34、36、37は伸びおよび絞りが大幅に低い。また、本発明の実施例である供試材No. 1からNo. 23に比べて、比較例No. 27、28、29、31、33、35はクリープ破断強度が大幅に低い。すなわち本発明の組成範囲外の比較例は実施例に比べて、高温引張強度、高温延性、クリープ破断強度のいずれかにおいて、大幅に劣っている。

20

【0034】

従って、本実施例によれば、本発明の範囲内のオーステナイト系耐熱合金は、現用の市販Ni-Fe基耐熱合金と同等もしくは優れた引張強度およびクリープ破断強度を有し、更に現用の市販Ni-Fe基耐熱合金と比較して優れた時効特性を有しており、高温蒸気タービン用材料として好適であることを確認できた。

【0035】

【表1】

30

表1

|     | 試料<br>No. | 化 学 組 成 (質量%) |      |      |      |      |      |      |      |       |       |      |    |
|-----|-----------|---------------|------|------|------|------|------|------|------|-------|-------|------|----|
|     |           | C             | Cr   | Ni   | W    | Al   | Ti   | Nb   | Re   | B     | Zr    | Hf   | Fe |
| 実施例 | 1         | 0.04          | 16.7 | 42.3 | 3.81 | 1.62 | 0.85 | 1.94 | -    | -     | -     | -    | 残り |
|     | 2         | 0.06          | 13.8 | 38.9 | 4.25 | 2.07 | 0.93 | 1.52 | -    | -     | -     | -    | 残り |
|     | 3         | 0.02          | 18.2 | 45.1 | 3.37 | 1.53 | 0.69 | 2.11 | -    | -     | -     | -    | 残り |
|     | 4         | 0.04          | 15.5 | 40.5 | 2.64 | 1.39 | 0.76 | 1.74 | 0.87 | -     | -     | -    | 残り |
|     | 5         | 0.07          | 14.9 | 38.1 | 3.69 | 1.78 | 0.50 | 2.04 | 1.93 | -     | -     | -    | 残り |
|     | 6         | 0.03          | 16.8 | 44.0 | 4.30 | 1.57 | 0.83 | 2.30 | -    | 0.005 | -     | -    | 残り |
|     | 7         | 0.04          | 19.0 | 42.2 | 3.94 | 2.21 | 1.26 | 1.84 | -    | 0.008 | -     | -    | 残り |
|     | 8         | 0.05          | 13.2 | 46.7 | 4.16 | 1.94 | 1.03 | 2.08 | 0.59 | 0.009 | -     | -    | 残り |
|     | 9         | 0.06          | 15.4 | 41.1 | 3.14 | 1.73 | 0.91 | 1.73 | 1.43 | 0.005 | -     | -    | 残り |
|     | 10        | 0.05          | 15.9 | 45.3 | 3.51 | 1.65 | 1.38 | 1.30 | -    | -     | 0.011 | -    | 残り |
|     | 11        | 0.07          | 17.2 | 44.4 | 2.49 | 1.79 | 1.14 | 2.27 | -    | -     | 0.045 | -    | 残り |
|     | 12        | 0.02          | 16.8 | 42.8 | 3.80 | 1.36 | 0.86 | 1.76 | -    | -     | -     | 0.09 | 残り |
|     | 13        | 0.04          | 18.4 | 39.4 | 4.63 | 1.60 | 0.81 | 1.81 | -    | -     | -     | 0.14 | 残り |
|     | 14        | 0.04          | 17.5 | 40.7 | 3.27 | 1.87 | 0.95 | 1.63 | -    | -     | 0.026 | 0.10 | 残り |
|     | 15        | 0.07          | 17.9 | 43.6 | 3.75 | 1.52 | 1.04 | 1.99 | -    | -     | 0.068 | 0.08 | 残り |
|     | 16        | 0.05          | 15.6 | 43.9 | 3.51 | 1.98 | 0.68 | 1.28 | 2.43 | -     | 0.035 | -    | 残り |
|     | 17        | 0.08          | 16.7 | 41.2 | 2.98 | 2.12 | 0.93 | 1.76 | 1.76 | 0.006 | 0.075 | -    | 残り |
|     | 18        | 0.02          | 14.2 | 40.9 | 4.65 | 1.72 | 1.16 | 1.94 | 1.56 | -     | -     | 0.11 | 残り |
|     | 19        | 0.03          | 19.1 | 38.0 | 3.76 | 1.65 | 1.03 | 2.18 | 0.93 | 0.004 | -     | 0.12 | 残り |
|     | 20        | 0.02          | 16.9 | 43.6 | 4.23 | 1.38 | 1.27 | 1.59 | 1.25 | -     | 0.037 | 0.09 | 残り |
|     | 21        | 0.04          | 17.3 | 41.4 | 4.38 | 1.80 | 0.88 | 1.96 | -    | 0.007 | 0.042 | -    | 残り |
|     | 22        | 0.06          | 14.9 | 45.2 | 3.74 | 2.17 | 1.00 | 1.66 | -    | 0.005 | 0.040 | 0.10 | 残り |
|     | 23        | 0.05          | 16.3 | 43.0 | 4.02 | 1.68 | 0.76 | 1.97 | 2.07 | 0.006 | 0.032 | 0.14 | 残り |
| 比較例 | 24        | 0.03          | 16.2 | 41.1 | -    | 0.26 | 1.67 | 2.83 | -    | 0.004 | -     | -    | 残り |
|     | 25        | 0.04          | 18.7 | 51.4 | -    | 0.56 | 0.88 | 4.89 | -    | 0.003 | -     | -    | 残り |
|     | 26        | 0.13          | 16.9 | 42.8 | 3.93 | 1.78 | 0.91 | 2.05 | -    | -     | -     | -    | 残り |
|     | 27        | 0.05          | 21.4 | 40.6 | 4.08 | 1.64 | 0.88 | 1.72 | -    | -     | -     | -    | 残り |
|     | 28        | 0.03          | 18.0 | 35.4 | 3.60 | 1.53 | 0.69 | 1.87 | -    | -     | -     | -    | 残り |
|     | 29        | 0.06          | 15.6 | 42.4 | 1.75 | 1.69 | 1.04 | 1.81 | -    | -     | -     | -    | 残り |
|     | 30        | 0.06          | 17.0 | 41.8 | 5.46 | 1.44 | 0.93 | 1.79 | -    | -     | -     | -    | 残り |
|     | 31        | 0.03          | 17.7 | 39.9 | 3.86 | 0.87 | 0.84 | 1.56 | -    | -     | -     | -    | 残り |
|     | 32        | 0.04          | 17.4 | 40.7 | 4.14 | 2.79 | 0.91 | 1.97 | -    | -     | -     | -    | 残り |
|     | 33        | 0.07          | 16.6 | 42.0 | 3.96 | 2.03 | 0.31 | 1.85 | -    | -     | -     | -    | 残り |
|     | 34        | 0.04          | 17.0 | 41.3 | 3.88 | 1.96 | 1.80 | 1.90 | -    | -     | -     | -    | 残り |
|     | 35        | 0.08          | 16.8 | 41.9 | 3.79 | 1.88 | 0.97 | 0.79 | -    | -     | -     | -    | 残り |
|     | 36        | 0.03          | 17.9 | 42.0 | 3.95 | 1.85 | 0.85 | 2.68 | -    | -     | -     | -    | 残り |
|     | 37        | 0.07          | 15.8 | 40.8 | 3.87 | 1.72 | 0.89 | 1.81 | 3.24 | -     | -     | -    | 残り |

10

20

30

【表 2】

表2

|     | 試料<br>No. | 溶体化処理       | 安定化処理       | 時効処理                     |
|-----|-----------|-------------|-------------|--------------------------|
| 実施例 | 1         | 980°C×2h→急冷 | 850°C×3h→空冷 | 730°C×8h→空冷              |
|     | 2         | 980°C×2h→急冷 | 850°C×3h→空冷 | 730°C×8h→空冷              |
|     | 3         | 980°C×2h→急冷 | 850°C×3h→空冷 | 730°C×8h→空冷              |
|     | 4         | 980°C×2h→急冷 | 850°C×3h→空冷 | 730°C×8h→空冷              |
|     | 5         | 980°C×2h→急冷 | 850°C×3h→空冷 | 730°C×8h→空冷              |
|     | 6         | 980°C×2h→急冷 | 850°C×3h→空冷 | 730°C×8h→空冷              |
|     | 7         | 980°C×2h→急冷 | 850°C×3h→空冷 | 730°C×8h→空冷              |
|     | 8         | 980°C×2h→急冷 | 850°C×3h→空冷 | 730°C×8h→空冷              |
|     | 9         | 980°C×2h→急冷 | 850°C×3h→空冷 | 730°C×8h→空冷              |
|     | 10        | 980°C×2h→急冷 | 850°C×3h→空冷 | 730°C×8h→空冷              |
|     | 11        | 980°C×2h→急冷 | 850°C×3h→空冷 | 730°C×8h→空冷              |
|     | 12        | 980°C×2h→急冷 | 850°C×3h→空冷 | 730°C×8h→空冷              |
|     | 13        | 980°C×2h→急冷 | 850°C×3h→空冷 | 730°C×8h→空冷              |
|     | 14        | 980°C×2h→急冷 | 850°C×3h→空冷 | 730°C×8h→空冷              |
|     | 15        | 980°C×2h→急冷 | 850°C×3h→空冷 | 730°C×8h→空冷              |
|     | 16        | 980°C×2h→急冷 | 850°C×3h→空冷 | 730°C×8h→空冷              |
|     | 17        | 980°C×2h→急冷 | 850°C×3h→空冷 | 730°C×8h→空冷              |
|     | 18        | 980°C×2h→急冷 | 850°C×3h→空冷 | 730°C×8h→空冷              |
|     | 19        | 980°C×2h→急冷 | 850°C×3h→空冷 | 730°C×8h→空冷              |
|     | 20        | 980°C×2h→急冷 | 850°C×3h→空冷 | 730°C×8h→空冷              |
|     | 21        | 980°C×2h→急冷 | 850°C×3h→空冷 | 730°C×8h→空冷              |
|     | 22        | 980°C×2h→急冷 | 850°C×3h→空冷 | 730°C×8h→空冷              |
|     | 23        | 980°C×2h→急冷 | 850°C×3h→空冷 | 730°C×8h→空冷              |
| 比較例 | 24        | 980°C×2h→急冷 | 850°C×3h→空冷 | 730°C×8h→<br>620°C×8h→空冷 |
|     | 25        | 980°C×2h→急冷 | 850°C×3h→空冷 | 730°C×8h→<br>620°C×8h→空冷 |
|     | 26        | 980°C×2h→急冷 | 850°C×3h→空冷 | 730°C×8h→空冷              |
|     | 27        | 980°C×2h→急冷 | 850°C×3h→空冷 | 730°C×8h→空冷              |
|     | 28        | 980°C×2h→急冷 | 850°C×3h→空冷 | 730°C×8h→空冷              |
|     | 29        | 980°C×2h→急冷 | 850°C×3h→空冷 | 730°C×8h→空冷              |
|     | 30        | 980°C×2h→急冷 | 850°C×3h→空冷 | 730°C×8h→空冷              |
|     | 31        | 980°C×2h→急冷 | 850°C×3h→空冷 | 730°C×8h→空冷              |
|     | 32        | 980°C×2h→急冷 | 850°C×3h→空冷 | 730°C×8h→空冷              |
|     | 33        | 980°C×2h→急冷 | 850°C×3h→空冷 | 730°C×8h→空冷              |
|     | 34        | 980°C×2h→急冷 | 850°C×3h→空冷 | 730°C×8h→空冷              |
|     | 35        | 980°C×2h→急冷 | 850°C×3h→空冷 | 730°C×8h→空冷              |
|     | 36        | 980°C×2h→急冷 | 850°C×3h→空冷 | 730°C×8h→空冷              |
|     | 37        | 980°C×2h→急冷 | 850°C×3h→空冷 | 730°C×8h→空冷              |

10

20

30

【表 3】

表3

|     | 試料<br>No. | 引張強さ<br>(kgf/mm <sup>2</sup> ) | 0.2%耐力<br>(kgf/mm <sup>2</sup> ) | 伸び<br>(%) | 絞り<br>(%) | 700℃、10 <sup>5</sup> 時間<br>クリープ破断強度<br>(kgf/mm <sup>2</sup> ) | 時効後の<br>硬さ低下<br>(HV) |
|-----|-----------|--------------------------------|----------------------------------|-----------|-----------|---------------------------------------------------------------|----------------------|
| 実施例 | 1         | 87.8                           | 78.6                             | 25.6      | 58.8      | 13.8                                                          | 25                   |
|     | 2         | 88.5                           | 78.9                             | 23.6      | 57.5      | 14.6                                                          | 24                   |
|     | 3         | 86.5                           | 77.3                             | 24.8      | 57.8      | 14.0                                                          | 27                   |
|     | 4         | 90.2                           | 81.3                             | 24.9      | 56.2      | 15.3                                                          | 18                   |
|     | 5         | 91.2                           | 81.5                             | 23.9      | 56.6      | 16.0                                                          | 20                   |
|     | 6         | 88.3                           | 79.0                             | 24.7      | 58.0      | 15.7                                                          | 25                   |
|     | 7         | 87.8                           | 78.4                             | 25.5      | 57.2      | 16.4                                                          | 26                   |
|     | 8         | 89.9                           | 80.0                             | 26.0      | 55.3      | 16.9                                                          | 19                   |
|     | 9         | 91.7                           | 83.0                             | 24.7      | 56.0      | 17.1                                                          | 20                   |
|     | 10        | 88.5                           | 78.9                             | 24.4      | 55.6      | 15.6                                                          | 28                   |
|     | 11        | 86.9                           | 77.2                             | 25.0      | 58.2      | 16.5                                                          | 26                   |
|     | 12        | 88.3                           | 78.7                             | 24.8      | 57.4      | 15.3                                                          | 24                   |
|     | 13        | 87.5                           | 79.4                             | 25.3      | 57.8      | 15.8                                                          | 26                   |
|     | 14        | 88.8                           | 79.9                             | 23.9      | 57.8      | 17.6                                                          | 25                   |
|     | 15        | 87.0                           | 78.4                             | 24.7      | 55.7      | 17.5                                                          | 27                   |
|     | 16        | 90.3                           | 82.0                             | 24.2      | 57.4      | 17.0                                                          | 17                   |
|     | 17        | 91.4                           | 83.6                             | 25.4      | 57.0      | 18.0                                                          | 21                   |
|     | 18        | 92.0                           | 83.9                             | 25.8      | 56.6      | 17.2                                                          | 18                   |
|     | 19        | 91.4                           | 81.7                             | 24.7      | 57.6      | 18.6                                                          | 17                   |
|     | 20        | 90.6                           | 81.6                             | 26.0      | 55.7      | 18.3                                                          | 18                   |
|     | 21        | 87.5                           | 78.6                             | 24.1      | 57.4      | 17.7                                                          | 25                   |
|     | 22        | 88.0                           | 79.1                             | 24.5      | 56.8      | 18.8                                                          | 25                   |
|     | 23        | 92.2                           | 84.0                             | 24.0      | 57.2      | 19.6                                                          | 17                   |
| 比較例 | 24        | 86.1                           | 77.6                             | 24.7      | 57.1      | 13.6                                                          | 36                   |
|     | 25        | 87.6                           | 78.5                             | 24.9      | 56.3      | 14.1                                                          | 38                   |
|     | 26        | 88.4                           | 79.2                             | 14.3      | 31.5      | 14.2                                                          | 27                   |
|     | 27        | 87.8                           | 77.9                             | 17.9      | 43.7      | 11.6                                                          | 24                   |
|     | 28        | 73.4                           | 61.4                             | 26.3      | 59.6      | 11.3                                                          | 26                   |
|     | 29        | 88.7                           | 79.3                             | 25.0      | 57.4      | 12.1                                                          | 26                   |
|     | 30        | 87.6                           | 78.3                             | 13.7      | 34.2      | 13.8                                                          | 27                   |
|     | 31        | 83.5                           | 74.3                             | 24.3      | 56.3      | 10.3                                                          | 25                   |
|     | 32        | 86.6                           | 78.1                             | 12.4      | 30.8      | 14.3                                                          | 24                   |
|     | 33        | 82.6                           | 73.1                             | 26.0      | 58.8      | 9.9                                                           | 23                   |
|     | 34        | 88.7                           | 79.6                             | 11.2      | 28.6      | 13.8                                                          | 26                   |
|     | 35        | 84.1                           | 74.0                             | 25.6      | 59.4      | 11.7                                                          | 24                   |
|     | 36        | 89.5                           | 79.5                             | 13.2      | 32.6      | 13.9                                                          | 26                   |
|     | 37        | 91.5                           | 82.0                             | 9.7       | 25.7      | 15.3                                                          | 18                   |

## &lt; 実施例 2 &gt;

実施例 2 では、特に溶体化処理温度の影響について説明する。

素材として、本発明のオーステナイト系耐熱合金である表 1 の実施例のうち、No. 1、9、23 を用い、1190℃まで加熱してプレス鍛造を行い、直径 80mm の丸棒に鍛伸し、供試材を作製した。これらの供試材について、それぞれ溶体化処理温度を変化させて保持時間 2 時間の溶体化処理を行い、引き続き 850℃で 3 時間の安定化処理と 730℃で 8 時間の時効処理を行った後、700℃における引張試験とクリープ破断試験を実施した。溶体化処理温度は 920℃、950℃、980℃、1010℃、1050℃、1080℃とした。これらの試験結果を表 4 に示す。

## 【0036】

表 4 によれば、溶体化処理温度が 950℃未満になると引張強さ、0.2%耐力およびクリープ破断強度が低下する。一方、溶体化処理温度が 1050℃を超えると伸びおよび絞りが低下する。

10

20

30

50

## 【0037】

従って、本実施例によれば、本発明のオーステナイト系耐熱合金の熱処理工程において、溶体化処理温度を950℃以上、1050℃以下に制御することにより、高い高温引張強度、高温延性およびクリープ破断強度を同時に得ることができ、高温蒸気タービン用材料として好適なものが得られることが確認できた。

## 【0038】

## 【表4】

表4

| 試料<br>No. | 溶体化処理温度<br>(℃) | 引張強さ<br>(kgf/mm <sup>2</sup> ) | 0.2%耐力<br>(kgf/mm <sup>2</sup> ) | 伸び<br>(%) | 絞り<br>(%) | 700℃、10 <sup>5</sup> 時間<br>クリープ破断強度<br>(kgf/mm <sup>2</sup> ) |
|-----------|----------------|--------------------------------|----------------------------------|-----------|-----------|---------------------------------------------------------------|
| 1         | 920            | 78.7                           | 66.8                             | 30.5      | 68.4      | 9.6                                                           |
|           | 950            | 85.8                           | 76.0                             | 25.3      | 58.6      | 13.4                                                          |
|           | 980            | 87.8                           | 78.6                             | 25.6      | 58.8      | 13.8                                                          |
|           | 1010           | 88.5                           | 79.6                             | 24.6      | 57.4      | 14.3                                                          |
|           | 1050           | 87.9                           | 77.9                             | 23.5      | 55.7      | 14.2                                                          |
|           | 1080           | 88.4                           | 79.8                             | 13.5      | 32.6      | 14.5                                                          |
| 9         | 920            | 76.5                           | 65.6                             | 31.4      | 67.8      | 10.3                                                          |
|           | 950            | 90.3                           | 81.6                             | 25.3      | 57.4      | 16.5                                                          |
|           | 980            | 91.7                           | 83.0                             | 24.7      | 56.0      | 17.1                                                          |
|           | 1010           | 91.4                           | 83.0                             | 24.7      | 55.4      | 16.8                                                          |
|           | 1050           | 92.0                           | 83.6                             | 24.4      | 56.6      | 17.3                                                          |
|           | 1080           | 92.4                           | 83.4                             | 11.5      | 29.8      | 17.6                                                          |
| 23        | 920            | 79.5                           | 67.3                             | 24.4      | 58.5      | 9.8                                                           |
|           | 950            | 91.5                           | 83.0                             | 25.2      | 56.5      | 18.7                                                          |
|           | 980            | 92.2                           | 84.0                             | 24.0      | 57.2      | 19.6                                                          |
|           | 1010           | 91.8                           | 82.7                             | 24.5      | 57.8      | 19.8                                                          |
|           | 1050           | 92.5                           | 84.3                             | 23.7      | 55.3      | 19.4                                                          |
|           | 1080           | 92.9                           | 83.6                             | 10.5      | 28.8      | 20.0                                                          |

10

20

## &lt;実施例3&gt;

実施例3では、特に安定化処理温度の影響について説明する。

30

素材として、本発明のオーステナイト系耐熱合金である表1の実施例のうち、No. 1、9、23を用い、1190℃まで加熱してプレス鍛造を行い、直径80mmの丸棒に鍛伸し、供試材を作製した。これらの供試材について、980℃で2時間の溶体化処理を行い、引き続き安定化処理温度を変化させて保持時間3時間の安定化処理を行い、更に730℃で8時間の時効処理を行った後、700℃における引張試験とクリープ破断試験を実施した。安定化処理温度は800℃、820℃、850℃、880℃、900℃とした。なお、安定化処理を行わない供試材も合わせて700℃における引張試験とクリープ破断試験を実施している。これらの試験結果を表5に示す。

## 【0039】

表5によれば、安定化処理温度が820℃未満になると、引張強さ、0.2%耐力およびクリープ破断強度が低下する。一方、安定化処理温度が880℃を超えると伸びおよび絞りが低下する。

40

## 【0040】

従って、本実施例によれば、本発明のオーステナイト系耐熱合金の熱処理工程において、安定化処理温度を820℃以上、880℃以下に制御することにより、高い高温引張強度、高温延性およびクリープ破断強度を同時に得ることができ、高温蒸気タービン用材料として好適なものが得られることが確認できた。

## 【0041】

## 【表5】

表5

| 試料<br>No. | 安定化処理温度<br>(℃) | 引張強さ<br>(kgf/mm <sup>2</sup> ) | 0.2%耐力<br>(kgf/mm <sup>2</sup> ) | 伸び<br>(%) | 絞り<br>(%) | 700℃、10 <sup>5</sup> 時間<br>クリープ破断強度<br>(kgf/mm <sup>2</sup> ) |
|-----------|----------------|--------------------------------|----------------------------------|-----------|-----------|---------------------------------------------------------------|
| 1         | なし             | 86.5                           | 77.6                             | 24.7      | 56.7      | 11.7                                                          |
|           | 800            | 87.2                           | 78.9                             | 25.2      | 57.4      | 11.8                                                          |
|           | 820            | 87.5                           | 78.3                             | 25.6      | 57.4      | 13.4                                                          |
|           | 850            | 87.8                           | 78.6                             | 25.6      | 58.8      | 13.8                                                          |
|           | 880            | 87.3                           | 79.0                             | 23.6      | 55.4      | 13.9                                                          |
|           | 900            | 88.7                           | 79.7                             | 13.6      | 34.6      | 12.9                                                          |
| 9         | なし             | 90.6                           | 81.6                             | 25.4      | 57.2      | 13.7                                                          |
|           | 800            | 92.3                           | 83.5                             | 24.3      | 56.6      | 14.2                                                          |
|           | 820            | 91.4                           | 82.8                             | 24.6      | 57.0      | 16.8                                                          |
|           | 850            | 91.7                           | 83.0                             | 24.7      | 56.0      | 17.1                                                          |
|           | 880            | 92.4                           | 83.2                             | 25.0      | 55.4      | 17.5                                                          |
|           | 900            | 92.9                           | 83.7                             | 11.6      | 30.6      | 17.3                                                          |
| 23        | なし             | 91.6                           | 82.5                             | 24.7      | 57.3      | 14.4                                                          |
|           | 800            | 91.9                           | 82.1                             | 25.0      | 58.9      | 14.7                                                          |
|           | 820            | 92.7                           | 83.4                             | 24.3      | 55.6      | 19.4                                                          |
|           | 850            | 92.2                           | 84.0                             | 24.0      | 57.2      | 19.6                                                          |
|           | 880            | 92.5                           | 83.9                             | 23.6      | 56.8      | 19.1                                                          |
|           | 900            | 93.3                           | 84.6                             | 12.4      | 32.7      | 19.8                                                          |

10

20

#### <実施例 4>

実施例 4 では、特に時効処理温度の影響について説明する。

素材として、本発明のオーステナイト系耐熱合金である表 1 の実施例のうち、No. 1、9、23 を用い、1190℃まで加熱してプレス鍛造を行い、直径 80 mm の丸棒に鍛伸し、供試材を作製した。これらの供試材について、980℃で 2 時間の溶体化処理と 850℃で 3 時間の安定化処理を行い、その後、時効温度を変化させて 8 時間の時効処理を行った後、700℃における引張試験とクリープ破断試験を実施した。時効処理温度は 680℃、700℃、730℃、760℃、780℃とした。これらの試験結果を表 6 に示す。

30

#### 【0042】

表 6 によれば、時効処理温度が 700℃未満になると引張強さ、0.2%耐力およびクリープ破断強度が低下する。一方、安定化処理温度が 760℃を超えると引張強さ、0.2%耐力およびクリープ破断強度が低下する。

#### 【0043】

従って、本実施例によれば、本発明のオーステナイト系耐熱合金の熱処理工程において、時効処理温度を 700℃以上、760℃以下に制御することにより、高い高温引張強度、高温延性およびクリープ破断強度を同時に得ることができ、高温蒸気タービン用材料として好適なものが得られることが確認できた。

#### 【0044】

40

#### 【表 6】

表6

| 試料<br>No. | 時効処理温度<br>(°C) | 引張強さ<br>(kgf/mm <sup>2</sup> ) | 0.2%耐力<br>(kgf/mm <sup>2</sup> ) | 伸び<br>(%) | 絞り<br>(%) | 700°C、10 <sup>5</sup> 時間<br>クリープ破断強度<br>(kgf/mm <sup>2</sup> ) |
|-----------|----------------|--------------------------------|----------------------------------|-----------|-----------|----------------------------------------------------------------|
| 1         | 680            | 75.8                           | 64.6                             | 30.5      | 68.4      | 8.7                                                            |
|           | 700            | 87.5                           | 78.9                             | 25.2      | 57.9      | 13.4                                                           |
|           | 730            | 87.8                           | 78.6                             | 25.6      | 58.8      | 13.8                                                           |
|           | 760            | 88.1                           | 79.4                             | 24.6      | 57.2      | 13.6                                                           |
|           | 780            | 81.3                           | 71.3                             | 27.6      | 62.7      | 11.4                                                           |
| 9         | 680            | 75.1                           | 63.6                             | 31.7      | 69.2      | 9.6                                                            |
|           | 700            | 90.6                           | 81.8                             | 24.2      | 56.6      | 17.3                                                           |
|           | 730            | 91.7                           | 83.0                             | 24.7      | 56.0      | 17.1                                                           |
|           | 760            | 91.3                           | 82.4                             | 25.0      | 58.4      | 17.7                                                           |
|           | 780            | 83.6                           | 74.0                             | 28.2      | 64.0      | 14.6                                                           |
| 23        | 680            | 76.4                           | 65.2                             | 30.6      | 69.6      | 9.3                                                            |
|           | 700            | 91.6                           | 82.9                             | 24.3      | 56.4      | 19.2                                                           |
|           | 730            | 92.2                           | 84.0                             | 24.0      | 57.2      | 19.6                                                           |
|           | 760            | 92.9                           | 83.8                             | 24.7      | 56.8      | 20.1                                                           |
|           | 780            | 83.9                           | 74.2                             | 27.4      | 62.2      | 15.5                                                           |

10

## 【0045】

## 【発明の効果】

20

上記実施例にて明らかなように、本発明によれば、高温蒸気タービン用材料として好適な強度、高温引張強度、高温延性およびクリープ破断強度に優れたオーステナイト系耐熱合金その製造方法を提供できる。このオーステナイト系耐熱合金は高温高効率化された蒸気タービンのロータ、ボルト、ケーシングなどの部品として長時間にわたり高い信頼性を発揮し、蒸気タービンの性能、信頼性の向上に貢献できるなど、産業上有益な効果がもたらされる。

フロントページの続き

| (51)Int.Cl. <sup>7</sup> | F I           | テーマコード (参考) |
|--------------------------|---------------|-------------|
| C 2 2 F 1/10             | C 2 2 F 1/10  | H           |
| F 0 1 D 5/02             | F 0 1 D 5/02  |             |
| F 0 1 D 5/28             | F 0 1 D 5/28  |             |
| F 0 1 D 25/00            | F 0 1 D 25/00 | L           |
| F 0 1 D 25/24            | F 0 1 D 25/24 | N           |
| // C 2 2 F 1/00          | C 2 2 F 1/00  | 6 0 2       |
|                          | C 2 2 F 1/00  | 6 0 4       |
|                          | C 2 2 F 1/00  | 6 3 0 A     |
|                          | C 2 2 F 1/00  | 6 3 0 K     |
|                          | C 2 2 F 1/00  | 6 3 0 M     |
|                          | C 2 2 F 1/00  | 6 3 1 A     |
|                          | C 2 2 F 1/00  | 6 3 1 Z     |
|                          | C 2 2 F 1/00  | 6 4 0 A     |
|                          | C 2 2 F 1/00  | 6 4 0 B     |
|                          | C 2 2 F 1/00  | 6 5 0 A     |
|                          | C 2 2 F 1/00  | 6 5 1 B     |
|                          | C 2 2 F 1/00  | 6 5 1 Z     |
|                          | C 2 2 F 1/00  | 6 8 2       |
|                          | C 2 2 F 1/00  | 6 8 3       |
|                          | C 2 2 F 1/00  | 6 9 1 B     |

(72)発明者 石 井 龍 一

神奈川県横浜市鶴見区末広町2丁目4番地 株式会社東芝京浜事業所内

(72)発明者 山 田 政 之

神奈川県横浜市鶴見区末広町2丁目4番地 株式会社東芝京浜事業所内

Fターム(参考) 3G002 AA07 AA11 AA13 AB00 EA06