

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7696141号
(P7696141)

(45)発行日 令和7年6月20日(2025.6.20)

(24)登録日 令和7年6月12日(2025.6.12)

(51)国際特許分類

F I

B 2 2 F	1/00	(2022.01)	B 2 2 F	1/00	M
C 2 2 C	19/05	(2006.01)	C 2 2 C	19/05	C
C 2 2 C	14/00	(2006.01)	C 2 2 C	14/00	Z
C 2 2 C	1/05	(2023.01)	B 2 2 F	1/00	R
B 3 3 Y	70/00	(2020.01)	C 2 2 C	1/05	D

請求項の数 7 (全21頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願2021-551481(P2021-551481)
 (86)(22)出願日 令和2年10月2日(2020.10.2)
 (86)国際出願番号 PCT/JP2020/037543
 (87)国際公開番号 WO2021/066142
 (87)国際公開日 令和3年4月8日(2021.4.8)
 審査請求日 令和5年9月4日(2023.9.4)
 (31)優先権主張番号 特願2019-182842(P2019-182842)
 (32)優先日 令和1年10月3日(2019.10.3)
 (33)優先権主張国・地域又は機関
 日本国(JP)

(出願人による申告)平成28年度、国立研究開発法人科学技術振興機構、戦略的創造研究推進事業「積層造形向け高品位金属粉末の開発と積層造形材の組織解析・機械的特性評価」委託研究、平成29年度、国立研究開発法人科学技術振興機構、戦略的創造研究推進事業「
 最終頁に続く

(73)特許権者 305027401
 東京都立大学法人
 東京都新宿区西新宿二丁目3番1号
 (73)特許権者 504173471
 国立大学法人北海道大学
 北海道札幌市北区北8条西5丁目
 (74)代理人 110004370
 弁理士法人片山特許事務所
 (72)発明者 寛 幸次
 東京都八王子市南大沢1-1 東京都立大学 南大沢キャンパス内
 (72)発明者 林 重成
 北海道札幌市北区北8条西5丁目 国立大学法人北海道大学内
 (72)発明者 郭 妍伶

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 耐熱合金、積層造形用の耐熱合金粉末、耐熱合金積層造形成形体およびその製造方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

Niの含有量は50.0質量%以上かつ55.0質量%以下、
 Crの含有量は17.0質量%以上かつ21.0質量%以下、
 Feの含有量は11.0質量%以上かつ25.0質量%以下、
 Moの含有量は2.8質量%以上かつ3.3質量%以下、
 Nbの含有量は4.75質量%以上かつ5.50質量%以下、
 Alの含有量は0.20質量%以上かつ0.80質量%以下、
 Tiの含有量は0.65質量%以上かつ1.15質量%以下、
 Cuの含有量は0.3質量%以下、
 Mnの含有量は0.35質量%以下、
 Cの含有量は0.08質量%以下、
 Siの含有量は0.35質量%以下、および
 Oの含有量は0.002質量%より大きくかつ0.1質量%以下であり、
 残部はFeであり、
 Yを含有し、
 Yの少なくとも一部はイットリアとして含有され、
 Oの質量換算の含有量に対するYの質量換算の含有量の比は、前記イットリアにおける
 比の理論値である3.9より大きくかつ4.0以下である耐熱合金。

【請求項2】

Oの含有量は0.005質量%以上かつ0.02質量%以下である請求項1に記載の耐熱合金。

【請求項3】

Yの含有量は0.026質量%以上かつ0.5質量%未満である請求項1または2に記載の耐熱合金。

【請求項4】

Oの質量換算の含有量に対するYの質量換算の含有量の比は5.2以上かつ40以下である請求項1から3のいずれか一項に記載の耐熱合金。

【請求項5】

請求項1から4のいずれか一項に記載の耐熱合金からなる、積層造形用の耐熱合金粉末。 10

【請求項6】

請求項1から4いずれか一項に記載の耐熱合金からなる、耐熱合金積層造形成形体。

【請求項7】

金属Yを添加した溶湯を用い請求項1から4のいずれか一項に記載の耐熱合金からなる耐熱合金粉末を形成する工程と、

前記耐熱合金粉末を成形することにより成形体を形成する工程と、を含む耐熱合金積層造形成形体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】 20

本発明は、耐熱合金、積層造形用の耐熱合金粉末、耐熱合金積層造形成形体およびその製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

航空機のエンジン等に耐熱合金が用いられている。耐熱合金の成形体の形成方法として積層造形法が知られている（例えば特許文献1）。柱状晶を有する合金における結晶粒内および結晶粒界にY（イットリウム）等を有するセラミックス粒子を分散させることが知られている（例えば特許文献2）。Ni（ニッケル）基合金に、Yを添加することが知られている（例えば非特許文献1および2）。

【先行技術文献】 30

【特許文献】

【0003】

【文献】特開2018-83959号公報

【文献】特開2019-60006号公報

【非特許文献】

【0004】

【文献】日本金属学会誌 第70巻 第4号 (2006), pp.380-383.

【文献】Materials Science and Engineering A 551 (2012), pp.236-240

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】 40

【0005】

例えば積層造形法を用い形成した合金の成形体にはO（酸素）が多く含まれる。酸素が多く含まれる合金では合金の性能が劣化することがある。特許文献2、非特許文献1および2には、合金にYを添加することが記載されているが、Oとの関係については記載されていない。

【0006】

本発明は上記課題に鑑みなされたものであり、酸素とイットリウムとの比を特定することにより合金の性能を向上させることを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0007】 50

本発明は、Al、Ti、Ni、CrおよびMoの少なくとも1つの元素、OおよびYを含有し、Oの質量換算の含有量に対するYの質量換算の含有量の比は0.5以上かつ100以下である耐熱合金である。

【0008】

上記構成において、Niの含有量は40.0質量%以上であり、Oの含有量は0.002質量%以上かつ0.1質量%以下である構成とすることができる。

【0009】

上記構成において、Niの含有量は50.0質量%以上かつ55.0質量%以下、Crの含有量は17.0質量%以上かつ21.0質量%以下、Feの含有量は11.0質量%以上かつ25.0質量%以下、Moの含有量は2.8質量%以上かつ3.3質量%以下、Nbの含有量は4.75質量%以上かつ5.50質量%以下、Alの含有量は0.20質量%以上かつ0.80質量%以下、Tiの含有量は0.65質量%以上かつ1.15質量%以下、およびOの含有量は0.002質量%以上かつ0.1質量%以下である構成とすることができる。

10

【0010】

上記構成において、Niの含有量は58.0質量%以上、Crの含有量は20.0質量%以上かつ23.0質量%以下、Moの含有量は8.0質量%以上かつ10.0質量%以下、Nbの含有量は3.15質量%以上かつ4.15質量%以下、およびOの含有量は0.002質量%以上かつ0.1質量%以下である構成とすることができる。

【0011】

上記構成において、Niの含有量は41.0質量%以上かつ54.0質量%以下、Crの含有量は20.5質量%以上かつ23.0質量%以下、Moの含有量は8.0質量%以上かつ10.0質量%以下、Feの含有量は17.0質量%以上かつ20.0質量%以下、Wの含有量は0.2質量%以上かつ1.0質量%以下、Coの含有量は0.5質量%以上かつ2.5質量%以下、およびOの含有量は0.002質量%以上かつ0.1質量%以下である構成とすることができる。

20

【0012】

上記構成において、Tiの含有量は50質量%以上、またはTiの含有量は30質量%以上かつAlの含有量は3質量%以上であり、Oの含有量は0.05質量%以上かつ1.0質量%以下である構成とすることができる。

30

【0013】

上記構成において、Tiの含有量は56.0質量%以上かつ64.0質量%以下、Alの含有量は33.0質量%以上かつ35.0質量%以下、Crの含有量は2.2質量%以上かつ2.7質量%以下、Nbの含有量は4.5質量%以上かつ5.1質量%以下、およびOの含有量は0.06質量%以上かつ1.0質量%以下である構成とすることができる。

【0014】

上記構成において、Oの質量換算の含有量に対するYの質量換算の含有量の比は2.0以上かつ4.3以下である構成とすることができる。

【0015】

上記構成において、Yの少なくとも一部はイットリウムとして含有する構成とすることができる。

40

【0016】

本発明は、上記耐熱合金を含む耐熱合金粉末である。

【0017】

本発明は、上記耐熱合金を含む耐熱合金成形体である。

【0018】

本発明は、上記耐熱合金粉末を成形することにより成形体を形成する工程を含む耐熱合金成形体の製造方法である。

【発明の効果】

【0019】

50

本発明によれば、合金の性能を向上させることができる。

【図面の簡単な説明】

【0020】

【図1】図1(a)～図1(f)は、実施例1及び比較例1で得られた成形体のSTA処理サンプルの走査型電子顕微鏡画像であり、図1(a)～図1(c)は実施例1の成形体の画像、図1(d)～図1(f)は比較例1の成形体の画像である。

【図2】図2は実施例1で得られた成形体を1180 から1040 まで50 /hの徐冷熱処理したサンプルにおけるY2O3粒子を透過型電子顕微鏡で拡大して観察した画像である

【図3】図3(a)および図3(b)は、実施例1及び比較例1で得られた成形体のそれぞれクリープ特性と酸化特性とを示すグラフである。 10

【図4】図4(a)および図4(b)は、それぞれ実施例2及び比較例2で得られたHIP焼結成形体の走査型電子顕微鏡画像である。

【図5】図5は、実施例2及び比較例2で得られたHIP焼結成形体のクリープ特性を示すグラフである。

【図6】図6は、各酸化物のエリンガムダイアグラムを示す図である。

【図7】図7(a)は、実施例3における直交方向サンプルのクリープ特性を示す図、図7(b)は、Y含有量に対するクリープ寿命およびクリープ延性を示す図である。

【図8】図8(a)は、実施例3における積層方向DA(直接時効処理)サンプルのクリープ特性を示す図、図8(b)は、Y含有量に対するクリープ寿命およびクリープ延性を示す図である。 20

【図9】図9は、実施例3におけるHIP焼結成形体の応力ひずみ曲線を示す図である。

【図10】図10(a)は、実施例4および比較例4におけるクリープ特性を示す図、図10(b)は、応力ひずみ曲線を示す図である。

【図11】図11(a)および図11(b)は、実施例5および比較例5の成形後の直交方向および積層方向におけるクリープ特性を示す図である。

【図12】図12(a)および図12(b)は、実施例5および比較例5の溶体化処理(ST)後の直交方向および積層方向におけるクリープ特性を示す図である。

【図13】図13は、実施例6における放電プラズマ焼結(SPS)成形体のFE-EPMAを用いた元素マッピングを示す図である。 30

【図14】図14は、比較例6におけるSPS成形体のFE-EPMAを用いた元素マッピングを示す図である。

【図15】図15は、耐熱合金成形体の製造方法の例を示す図である。

【発明を実施するための形態】

【0021】

以下、本発明の実施形態をさらに詳細に説明する。本実施形態の耐熱合金材料は、レーザー又は電子ビームで積層造形可能な耐熱合金材料であって、主成分金属とYとを含有することを特徴とする。以下、詳細に説明する。

【0022】

<主成分金属>

上記主成分金属としては、Ni、Ti(チタン)、Al(アルミニウム)、Fe(鉄)、Cr(クロム)、Co(コバルト)、Nb(ニオブ)、Cu(銅)、Mn(マンガン)、Mo(モリブデン)、Ta(タンタル)、W(タングステン)、Re(レニウム)、Ru(ルテニウム)、Hf(ハフニウム)、Zr(ジルコニウム)等の金属元素、NiO、TiO、Al₂O₃、Cr₂O₃等の金属酸化物等を挙げることができ、使用に際してはそれぞれ単独もしくは2種以上の混合物として用いることができる。本実施形態においては、特に、上記主成分金属が、Ni、Ti、Al及びこれらの酸化物(NiO、TiO、Al₂O₃)並びにこれらの混合物を好ましく用いることができる。

【0023】

本実施形態の耐熱合金材料を用いてなる成形体において、これらの主成分金属、特に金 50

属酸化物は、耐酸化皮膜または酸化物分散強化相として成形体に含有されるのが好ましい。主成分金属における各成分の配合量は、組成により任意であるが、例えばNiを主成分とする場合には、Niを合金材料全体において40質量%以上含有するように配合するのが好ましい。また、Niを用いずにAlとTiとを主成分とする場合には、AlとTiとを合計で耐熱合金材料全体において50質量%以上、更には90質量%以上含有するように配合し、且つ両者共に5質量%以上含有するように配合するのが好ましい。

【0024】

また、上記主成分金属として用いる各成分は粒子状の形態（すなわち粉末）にて使用に供するのが好ましい。その平均粒子径は特に制限されず、所望の粒子径にて使用することができる。

（平均粒子径の測定法）

上記平均粒子径は、透過電子顕微鏡で確認される粒子径を目視により計測し、平均をとることで求めることができる。また、走査電子顕微鏡反射電子像で粒子の分布密度を計測して、平均を求めることもできる。

【0025】

< Y (イットリウム) >

Yとしては、純度99.9%以上のものを好ましく用いることができ、この純度を満足するものであれば市販の金属Yを添加元素として特に制限なく用いることができる。また、Yは、Oと結びついて Y_2O_3 粒子状であるのが好ましく、その平均粒子径は、好ましくは、10~200nmであるのが好ましく、50~150nmであるのが更に好ましい。また、この際の平均粒子径は、上記の方法と同様にして求めることができる。

【0026】

金属を用いた積層造形法は、金属粉末を平面上に載置し、その必要箇所だけにレーザー照射を行い、溶融凝固させることにより造形する方法である。この際、粉末表面の酸素の残存がそのまま造形品に固溶および残存して焼結材の特性を劣化させてしまうリスクがある。また、酸素は、強化元素であるAlと結合してアルミナを形成して、Alを消耗して合金の高温強度や耐酸化性を劣化させるという問題もある。この点、Y（イットリウム）はAlよりも酸素と結びつき安く、安定な酸化物（ Y_2O_3 ）を形成する。このため、酸素の混入が不可避のレーザーを用いた積層造形法において、Yを必須成分として含有することにより、得られる成形体の耐熱性や耐酸化性を向上させることができる。

【0027】

また、Yの酸化物である Y_2O_3 （イットリア）は、酸化物として高温強化に寄与する。しかし、イットリア粒子を使用するメカニカルアロイング法（固体の状態で機械的に混合して合金を作る方法）は、コストが極めて高いことや、複雑形状の素材を成形することが不可能であり、極めて限定的な用途のみの適用となっていた。しかし、選択的レーザー溶融法では、固溶酸素の存在によりYの化合物であるイットリア粒子が後述する密度で均一に微細分散させた複雑形状素材を成形可能である。

【0028】

また、合金粉末を用いる積層造形法以外の特殊溶解精錬プロセスを経た鋳造法（鋳造後鍛造する鍛造法も含む）においては、酸素量が20ppm以下と低いために、Yを添加すると、Yは酸素と結びつかずに、他の合金元素と結合して有害なTCP（Topologically Close Packed）相を形成する（非特許文献1参照）。また、多結晶合金においてもYはほとんど酸素と結合しないで、偏析して主として合金元素と結合して有害な化合物を形成し、生成が不均一で成形体全体に亘ってYの酸化物が生成しない（非特許文献2）。しかし、本実施形態のようにYを予め添加元素とした合金粉末材料を、レーザーを用いる積層造形法によって成形体とすることで、Yの酸化物を均一に微細生成させることができる。

【0029】

< 配合割合 >

上記主成分金属とYとの配合割合は、Yの配合割合が得られる成形体において Y_2O_3 酸化物として、混入酸素3原子に対しYが2原子となるように配合するのが好ましい。具

10

20

30

40

50

体的には、合金材料全体中 0.005 質量%以上、1.0 質量%未満となるように調整するのが好ましく、0.01 ~ 0.5 質量%とするのが更に好ましい。

【0030】

また、上記主成分金属が Ti および Al となる、Ti 合金および Ti Al 合金である場合には、Y の配合割合が、合金材料全体中 0.01 質量%以上、1.0 質量%未満となるように調整するのが好ましく、0.05 ~ 0.7 質量%とするのが更に好ましく、0.1 ~ 0.5 質量%とするのが最も好ましい。

【0031】

下限未満であると十分に性能の向上が得られず、0.5 質量%以上添加すると、最終的に得られる成形物に劣化が見られるので、上記範囲内とするのが好ましい。このように添加量によって得られる効果に差が生じるのは、積層造形の場合、真空中で造形しても微量な酸素量を抑えるのが難しく、積層造形するに際して不要な酸化物が生成して耐熱性や耐酸化性を低下させるが、Y を上述の添加量で含有することにより、 Y_2O_3 が他の金属元素の酸化物よりも早く生成し、Ti 合金および Ti Al 合金では固溶酸素量を下げ、組織を安定化し基材の脆化を防ぎ、INCONEL (登録商標) 718 合金 (以下 IN718) では有害な (デルタ) 相の量と大きさが減少し、結果各特性を高くすることができる。また、酸素の量を考慮しても Y の添加量を上述の範囲内とすることで添加した Y が、合金元素と化合物を生成するのを抑制して、効果的に O を Y_2O_3 に転換することができる。

【0032】

<他の成分>

また、本実施形態においては、耐熱合金材料に、通常この種の耐熱合金材料において用いられる添加元素を適宜混合して用いることができる。上記添加元素としては、例えば、C (炭素)、Si (シリコン)、B (ボロン)、Ta、Re、Ru、Hf、Zr 等を挙げることができる。とくに、Hf、Zr は、Al および Ti よりも安定な酸化物を形成することから、Y と同様な効果を有する。

【0033】

<耐熱合金材料の製造方法及び使用方法 (成形体)>

本実施形態の耐熱合金材料は、上記主成分金属と Y とを公知の手法により混合して、使用に供することができる。具体的には例えば Y 元素を添加した溶湯を噴霧するアトマイズ法等の手法を用いて耐熱合金の粉末 (耐熱合金材料) を得ることができ、この粉末を、各種成形体を形成するための耐熱合金材料として用いることができる。なお、本発明の耐熱合金材料は、積層造形法に好適に使用できるのであって、積層造形法以外に使用できないわけではなく、熱間等方圧加圧法 (HIP: Hot Isostatic Pressing) 法等の他の方法にも適用可能である。

【0034】

すなわち、本実施形態の成形体は、上述の本実施形態の耐熱合金材料の粉末を用いて、レーザー又は電子ビームによる積層造形を行って得られる成形体である。レーザーは Ar (アルゴン) 等の希ガス雰囲気下で、また電子ビームは真空中にて行うのが通常である。

【0035】

本実施形態の成形体は、上記耐熱合金材料を用いて形成されているので、上記主成分金属、上記主成分金属の酸化物及び Y_2O_3 により構成されており、且つ Y_2O_3 が成形体全体に亘って均一に生成し、分散された状態で存在するものである。このような成分構成は後述する実施例において示すように定性的には確認することができるが、定量的に数値化等して正確に示すことはできない。したがって、上述のように方法的に表すことが妥当なものである。

【0036】

また、本実施形態の成形体においては、 Y_2O_3 粒子および Y 粒子が 30 個 / μm^2 以上の密度で微細分散しているのが好ましい。

【0037】

10

20

30

40

50

ここで、本実施形態の成形体の製造法について、詳細に説明すると、本実施形態の成形体の製造方法は、上記耐熱合金材料の粉末を均一に分散混合した後、積層造形装置の所定箇所において所定厚さに散布し耐熱合金材料の粉体層を形成する層形成工程と、上記粉体層の所定位置にレーザーを照射する照射工程と、層形成工程と照射工程を繰り返す工程と、最終に不要な粉体状の耐熱合金材料を除去する除去工程を行うことにより実施することができる。

【0038】

上記層形成工程における分散混合は、通常の粉体の混合において用いられる手法を特に制限なく用いることができる。また、積層造形装置は特に制限なくレーザー照射により粉体を溶融固化させ得る装置であればよい。用いるレーザーとしては、高出力のYbファイバーレーザー等を挙げることができる。上記所定箇所は、装置に依存するものであり、用いる装置におけるレーザー照射可能な場所を意味する。また所定厚さは、レーザーの出力により任意であるが、 $20 \sim 50 \mu\text{m}$ とするのが溶融固化を所望の効果を得る程度に行う観点から好ましい。

10

【0039】

上記照射工程におけるレーザーの照射条件は、その出力が $100 \sim 400 \text{W}$ であり、走査速度が $1 \sim 7 \text{m/s}$ であるのが好ましい。上記繰り返す工程は、成形体が完成するまで行うことになる。レーザー照射及び積層の好ましい条件は以下である。

レーザー出力： $200 \text{W} \sim 400 \text{W}$

レーザー照射径： $100 \mu\text{m}$

照射速度： $< 7 \text{m/s}$

積層ピッチ： $20 \mu\text{m}$

積層厚： $40 \mu\text{m}$

20

上記除去工程は、通常公知の粉体の除去に際して用いられる手法、例えばサンドブラスター等を特に制限なく用いて行うことができる。

【実施例】

【0040】

以下、実施例及び比較例により本実施形態を具体的に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

【0041】

〔実施例1〕

実施例1は、Ni基合金としてIN(INCONEL(登録商標))718合金の例である。下記表1に示す組成で耐熱合金材料の粉末を調製した。なお、粉末の調製は通常の方法を用いた。用いた金属粉末及び他の添加剤は、Y、Ni、Fe、Cr、Co、Al、Nb、Cu、Mn、Ti、Mo、C、およびBである。

ガスアトマイズ法により得られた耐熱合金粉末から成形体を作製した。成形体は、粉体にレーザーを照射する積層造形装置を用いて作製した。成形体の厚さは 45mm の塊状ブロックである。ブロックから平行部寸法 $19.6 \text{mm} \times 2.8 \text{mm} \times 3.0 \text{mm}$ の試験片を切り出した後、成形体に溶体化時効処理(STA: Solution Treatment and Aging)を行った。処理条件は、 980 において1時間の溶体化熱処理、空冷後 718 において8時間の第1段時効熱処理、熱処理炉内で冷却後 621 において10時間の第2段時効熱処理、その後空冷である。

30

40

【0042】

得られた成形体についてSEM(Scanning Electron Microscope)およびTEM(Transmission Electron Microscope)を用い断面を観察した。また、以下に示す条件でクリープ特性と酸化特性とを測定した。

クリープ特性：温度が 650 において 550MPa の応力を加え、時間に対する伸びを調べるクリープ試験を行った。

酸化特性：大気中において 800 の温度で酸化試験を行った。酸化時間に対する成形体の質量増加は電子天秤を用い測定した。

50

【 0 0 4 3 】

〔 比較例 1 〕

Y を添加しない以外は実施例 1 と同様にして耐熱合金材料を調整し、且つ成形体を作製した。得られた成形体について、実施例 1 と同様に、SEM 観察を行い、クリープ特性および酸化特性を測定した。

【 0 0 4 4 】

実施例 1 および比較例 1 における耐熱合金粉末の各元素組成を表 1 に示す。

【 表 1 】

成分	実施例1 (質量%)	比較例1 (質量%)
Y	0.07	-
Ni	52.07	52.59
Fe	バランス	バランス
Cr	18.93	19.63
Co	<0.01	0.03
Al	0.61	0.46
Nb	5.22	5.05
Cu	<0.01	0.05
Mn	0.16	0.02
Ti	0.84	1.10
Mo	3.06	2.85
C	0.048	0.04
Si	0.16	0.02
S	0.001	0.004
P	0.002	<0.010
B	50 ppm	20 ppm
O	70 ppm	190 ppm
N	75 ppm	-

10

20

30

【 0 0 4 5 】

図 1 (a) ~ 図 1 (f) は実施例 1 および比較例 1 における成形体の S T A 処理後サンプルの SEM 観察の画像を示す図である。図 1 (a) から図 1 (c) は実施例 1 の SEM 画像であり、図 1 (a) から図 1 (c) に行くにしたがい、倍率が大きくなっている。図 1 (d) から図 1 (f) は比較例 1 の SEM 画像であり、図 1 (d) から図 1 (f) に行くにしたがい、倍率が大きくなっている。図 1 (a) ~ 図 1 (c) と、図 1 (d) ~ 図 1 (f) と、の倍率はそれぞれほぼ同じである。

【 0 0 4 6 】

図 2 は、実施例 1 における成形体の TEM 観察画像を示し、成形体を積層造形後、1180 から 1040 まで 50 / h (時間) の冷却速度で除冷却する熱処理後の TEM 画像である。図 3 (a) は、実施例 1 および比較例 1 における成形体の S T A 処理後サンプルのクリープ特性を示す図、図 3 (b) は、酸化特性を示す図である。図 3 (a) は、時間に対するひずみ (strain) を示し、図 3 (b) は、時間に対する質量増加 (Mass Gain) を示す図である。図 3 (b) では、ドットが測定点であり、曲線は近似曲線である。

40

【 0 0 4 7 】

(実施例 1 の考察)

図 1 (a) ~ 図 1 (f) に示す結果から明らかなように本実施形態の耐熱合金材料を用いて形成された実施例 1 の成形体では強度を低下させる要因となる有害相 相の密度と量

50

が低下し、アルミ酸化物等の酸化物が比較例 1 の成形体のように発生していないことがわかる。また、実施例 1 の成形体では強度等の諸性能を向上させる Y_2O_3 が均一に分散された状態で生成していることがわかる。

【0048】

図 2 に示すように、1180 から 1040 まで 50 / h の徐冷熱処理によりはっきりとした輪郭を有する Y_2O_3 粒子を形成しているのがわかる。また、図 3 (a) に示すように、比較例 1 ではクリープ寿命 (Creep life) を示す破断時間 (Rupture time) が 134 時間であり、クリープ延性を示す破断点のひずみは 1.29 % である。実施例 1 では、クリープ寿命は 396 時間であり、クリープ延性は 5.76 % である。図 3 (b) に示すように、酸化による質量増加は比較例 1 に比べ実施例 1 では小さい。以上のように、実施例 1 では比較例 1 に比べ、クリープ寿命、クリープ延性および耐酸化性が著しく向上した。

10

【0049】

〔実施例 2〕

実施例 1 及び比較例 1 で得られた表 1 に示す組成の耐熱合金材料の粉末をステンレス製カプセルに真空封入して 1180 の温度および 175 MPa の圧力の条件で 4 時間熱間等方圧加圧法 (HIP) 焼結をそれぞれ行い、成形体を得た。得られた成形体について、実施例 1 と同様にして SEM 写真を撮影し、クリープ特性を測定した。

【0050】

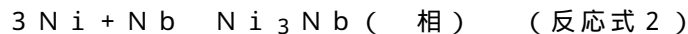
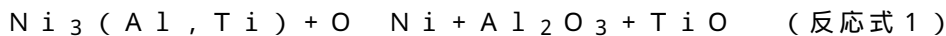
図 4 (a) および図 4 (b) は、それぞれ実施例 2 および比較例 2 における成形体の SEM 画像を示す図である。図 5 は、実施例 2 および比較例 2 における成形体のクリープ特性を示す図である。図 4 (a) に示すように、実施例 2 では、旧粒子界面に白いラーベス (Laves) 相および炭化物が観察されるが、 Al_2O_3 は観察されない。これに対し、図 4 (b) に示すように、比較例 2 では旧粒子界面に沿って白いラーベス相と微細な Al_2O_3 が観察される。図 5 に示すように、比較例 2 では、クリープ寿命が 20.4 時間であり、クリープ延性は 0.13 % である。実施例 2 では、クリープ寿命が 322.5 時間であり、クリープ延性は 0.68 % である。このように、実施例 2 ではクリープ特性が比較例 2 に比して改善されているのがわかる。

20

【0051】

比較例 1 において、図 1 (d) ~ 図 1 (f) における細長く明るい領域は 相 (Ni_3Nb) である。暗い点状の領域は Al_2O_3 である。IN718 合金において 相と Al_2O_3 相が形成される反応式は以下と考えられる。

30



【0052】

実施例 1 において、図 1 (a) ~ 図 1 (c) のように、明るい 相はほとんど観察されない。図 1 (c) における灰色の領域には、FE-EPMA (Field Emission Electron Probe Micro Analysis) の元素マッピングにより、主に Y と O が存在することが分かっている。これにより、灰色の領域は Y_2O_3 相であると考えられる。

【0053】

実施例 1 においてクリープ特性および耐酸化性能が向上した理由は、実施例 1 では Y を含有することから、反応式 1 の反応が抑制され、代わりに Y が酸化し Y_2O_3 が生成されたためと考えられる。

40

【0054】

図 6 は、各酸化物のエリンガムダイヤグラムを示す図であり、温度に対する標準生成ギブス自由エネルギーを示す図である。図 6 に示すように、Ni、Cr、Al、Ti の酸化物 NiO 、 Cr_2O_3 、 Al_2O_3 および TiO の標準生成ギブス自由エネルギーに対し、Ca、Hf および Y の酸化物 CaO 、 HfO_2 および Y_2O_3 の標準生成ギブス自由エネルギーは低い。特に、 Y_2O_3 の標準生成ギブス自由エネルギーは最も低い。このため、合金中に含まれる O は主に Y の酸化に用いられ、Ni、Cr、Ti および Al の酸化に用い

50

られない。これにより、実施例 1 では、有害相である 相の生成が抑制され、クリープ特性および耐酸化性能が向上したものと考えられる。

【 0 0 5 5 】

〔実施例 3〕

IN718 合金において、O の含有量に対し、Y の適切な含有量を調べるため、Y の含有量の異なる IN718 合金を作製した。成形体の作製方法は実施例 1 と同じあり、積層造形法を用い成形体を形成し、その後 STA 処理を行った。積層造形装置として EOS (Electro Optical Systems) 社製 M280 を用いた。表 2 は、サンプル A ~ E における合金粉末の元素組成を示す表である。サンプル A は比較例 1 であり、サンプル C は実施例 1、サンプル B、D および E は実施例 3 である。サンプル B' は、サンプル B を用いて成形した成形体である。Min および Max はそれぞれ合金の組成規格の最小値及び最大値である。Bal. は Balance であり残部を示す。以下の実施例の元素組成を示す表も同じである。Fe の含有率は他の元素の含有率から換算した。

【表 2】

サンプル		Y/O	含有量 [質量%]							
			Y	Ni	Cr	Fe	Mo	Nb	Al	Ti
A	比較例1	0	0	52.59	19.63	18.4	2.85	5.05	0.46	1.10
B	実施例3	5.2	0.026	52.45	18.87	18.7	3.02	5.11	0.60	0.87
C	実施例1	10.0	0.07	52.07	18.93	18.8	3.06	5.22	0.61	0.84
D	実施例3	45.7	0.32	52.44	19.28	17.9	3.09	5.10	0.63	0.91
E	実施例3	40.8	0.58	52.56	19.13	17.2	3.08	5.13	0.63	0.86
B'	成形後	4.6	0.025	52.64	18.90	18.5	3.09	5.04	0.59	0.87
	Min	-	-	50.0	17.0	Bal.	2.8	4.75	0.20	0.65
	Max	-	-	55.0	21.0	Bal.	3.3	5.50	0.80	1.15

サンプル		含有量 [質量%]				含有量 [ppm]		
		Cu	Mn	C	Si	B	O	N
A	比較例1	0.05	0.02	0.040	0.02	20	190	-
B	実施例3	<0.01	0.15	0.046	0.14	44	50	50
C	実施例1	<0.01	0.16	0.048	0.16	56	70	75
D	実施例3	<0.01	0.14	0.050	0.14	40	70	50
E	実施例3	<0.01	0.14	0.050	0.16	40	142	54
B'	成形後	0.01	0.14	0.046	0.16	50	54	49
	Min	-	-	-	-	-	-	-
	Max	0.3	0.35	0.080	0.35	60	-	-

【 0 0 5 6 】

Y/O は、酸素の質量換算の含有量に対するイットリウムの質量換算の含有量の比を示す。Y₂O₃ における Y/O の理論値は 3.9 である。Y/O が理論値 3.9 のとき、全ての Y が Y₂O₃ となったとき、合金内の O はほとんど Y₂O₃ に消費される。比較例 1 のサンプル A では Y/O は 0 である。実施例 3 のサンプル B では Y/O は 5.2 であり、ほぼ理論値である。実施例 1 のサンプル C では Y/O は 10.0 であり、理論値の約 3 倍、実施例 3 のサンプル D では Y/O は 45.7 であり理論値の約 10 倍である。実施例 3 のサンプル E では、Y 含有量が大きいものの O 含有量も大きいため、Y/O は 40.8 であり理論値の約 10 倍である。

【 0 0 5 7 】

サンプル B とサンプル B' を比較すると粉末と成形体では O を含め各元素の含有量はほ

ば同じである。これにより、粉末における各元素の含有量は成形体の各元素の含有量とほぼ同じと考えられる。

【 0 0 5 8 】

各サンプルにおいて、積層造形法の積層方向および積層方向と直交する方向のクリープ特性を測定するためのサンプルを作製した。クリープ方向（応力を加える方向）を積層方向とするサンプルを積層方向サンプル、クリープ方向を積層方向に直交する方向とするサンプルを直交方向サンプルとする。

【 0 0 5 9 】

図 7 (a) ~ 図 8 (b) において、各サンプルについて温度が 6 5 0 ° C において 5 5 0 M P a の応力を加えたクリープ特性を測定した。図 7 (a) は、実施例 3 における積層方向サンプルのクリープ特性を示す図、図 7 (b) は、Y 含有量に対するクリープ寿命およびクリープ延性（破断点でのひずみ）を示す図である。図 7 (a) および図 7 (b) に示すように、Y の含有量が大きくなるとクリープ寿命が長くなる。クリープ延性は Y 含有量が 0 . 0 7 質量 % のサンプル C が最も大きい。

10

【 0 0 6 0 】

図 8 (a) は、実施例 3 における直交方向サンプルのクリープ特性を示す図、図 8 (b) は、Y 含有量に対するクリープ寿命およびクリープ延性（破断点でのひずみ）を示す図である。図 8 (a) および図 8 (b) に示すように、積層方向のクリープ寿命を除き、クリープ寿命およびクリープ延性は Y 含有量が 0 . 0 7 質量 % のサンプル C が最も大きくなる。

20

【 0 0 6 1 】

以上のように、積層方向のクリープ寿命を除き、Y / O が 1 0 のサンプル C のクリープ寿命およびクリープ延性が最も大きい。Y / O が 5 . 2 のサンプル B のクリープ寿命及びクリープ延性は、サンプル C ほどは大きくないが比較例 1 のサンプル A よりは大きい。Y / O が 4 5 . 7 のサンプル D の直交方向のクリープ寿命およびクリープ延性並びに積層方向のクリープ延性は、サンプル C より小さいがサンプル A より大きい。サンプル E は、Y 含有量はサンプル D より大きい、Y / O はサンプル D と同程度である。サンプル E のクリープ寿命およびクリープ延性はサンプル D と大きく変わらない。このように、Y 含有量より Y / O がクリープ特性に影響すると考えられる。

【 0 0 6 2 】

サンプル A と C の粉末を用い、HIP 法により成形体を作製した。作製条件は、温度が 1 1 8 0 ° C において 1 7 5 M P a の圧力を 4 時間かけた。HIP 法を用い作製した成形体を STA 処理した。HIP 法による作製後と STA 処理後のサンプルについて、6 5 0 ° C において応力ひずみ曲線を測定した。

30

【 0 0 6 3 】

図 9 は、実施例 3 における応力ひずみ曲線を示す図である。引張ひずみ速度 $4 . 2 5 \times 1 0^{-4} \text{ 秒}^{-1}$ で試験を行った。図 9 において、a s - HIP は HIP により作製直後のサンプルであり、S T A は、S T A 処理後のサンプルである。図 9 に示すように、a s - HIP では、サンプル C はサンプル A に比べ耐力が低いものの延性が大きい。S T A 処理では、サンプル A および C とともに延性が小さくなる。サンプル C は破断する応力が高く、延性も大きい。このように、Y / O が 1 0 のサンプル C は比較例 1 のサンプル A より延性が大きくなる。

40

【 0 0 6 4 】

積層造形法により作製したサンプル B および D の F E - E P M A の元素マッピングの結果、サンプル B では、A l と O が存在する領域が観察され、A l₂O₃ が存在していると考えられる。サンプル D では N b と Y が存在する領域が観察され、N b と Y の化合物が存在すると考えられる。このように、Y / O が理論値のサンプル B では A l と結合する酸素が存在し、相も存在すると考えられる。Y / O が理論値の 1 0 倍のサンプル D では、Y が過剰となり N b と反応すると考えられる。

【 0 0 6 5 】

50

Y / O が 1 0 であり理論値の約 3 倍のサンプル C では、A l ₂ O ₃ がほとんど形成されず、かつ 相の大きさと量が減少したため、最もクリープ特性が向上するものと考えられる。

【 0 0 6 6 】

〔 実施例 4 〕

実施例 4 は I N 6 2 5 (I N C O N E L (登録商標) 6 2 5 合金 (以下 I N 6 2 5)) の例である。アトマイズ法を用い合金粉末を作製し、積層造形法を用い成形体を作製した。積層造形装置として E O S 社製 M 2 8 0 を用いた。その後 S T A 処理を行った。S T A 条件は、1 1 2 0 (図 1 0 (a) のクリープ特性用サンプル) または 9 8 0 (図 1 0 (b) の応力ひずみ曲線用サンプル) において 1 時間の熱処理、空冷後 7 1 8 において 8 時間の処理、熱処理炉内で冷却後 6 2 1 において 1 0 時間の熱処理、その後空冷である。

10

【 0 0 6 7 】

表 3 は、合金粉末における元素組成を示す表である。実施例 4 では Y / O は 2 . 5 3 である。比較例 4 には Y が含有していない。

【 表 3 】

	Y/O	含有量 [質量%]							
		Y	Ni	Cr	Fe	Mo	Nb	Al	Ti
比較例4	0	0	64.55	21.83	0.03	9.14	3.62	0.12	0.21
実施例4	2.53	0.056	63.84	21.81	0.03	9.00	3.59	0.13	0.20
Min		-	58.0	20.0	-	8.0	3.15	-	-
Max		-	Bal.	23.0	5.00	10.0	4.15	0.40	0.40

20

	含有量 [質量%]					含有量 [ppm]	
	Mn	C	Si	Co	S	O	N
比較例4	0.24	0.004	0.23	<0.01	0.002	180	42
実施例4	0.24	0.006	0.22	<0.01	0.002	257	46
Min	-	-	-	-	-	-	-
Max	0.5	0.1	0.5	1.0	0.015	-	-

30

【 0 0 6 8 】

実施例 4 および比較例 4 について、積層方向のクリープ特性を測定した。測定条件は温度が 6 5 0 であり応力が 5 5 0 M P a である。また、応力ひずみ曲線を測定した。測定温度は 6 5 0 である。

【 0 0 6 9 】

図 1 0 (a) は、実施例 4 および比較例 4 におけるクリープ特性を示す図 1 0 (b) は、応力ひずみ曲線を示す図である。図 1 0 (a) に示すように、実施例 4 は比較例 4 に比べクリープ寿命およびクリープ延性とも大きい。図 1 0 (b) に示すように、実施例 4 は、比較例 4 に比べ耐力が低下しているものの延性が向上している。実施例 4 において耐力が低下したのは 相の大きさおよび量が減少したためと考えられる。以上のように実施例 4 は比較例 4 に比べクリープ特性が向上し、延性が向上している。

40

【 0 0 7 0 】

〔 実施例 5 〕

実施例 5 は C r および M o を含む N i 基合金 H A S T E L L O Y (登録商標) X の例である。アトマイズ法を用い合金粉末を作製し、積層造形法を用い成形体を作製した。積層造形装置として E O S 社製 M 2 9 0 を用いた。熱処理として温度が 1 1 7 7 において 2 時間の溶体化処理 (S T : S o l u t i o n T r e a t m e n t) を行った。

【 0 0 7 1 】

50

表 4 は、合金粉末における元素組成を示す表である。実施例 5 では Y / O は 3 . 9 である。比較例 5 には Y が含有していない。Ni の含有率は他の元素の含有率から換算した。

【表 4】

	Y/O	含有量 [質量%]							
		Y	Ni	Cr	Fe	Mo	Nb	Al	Ti
比較例5	0	0	48.2	22.49	18.11	9.04	<0.01	<0.01	<0.01
実施例5	3.90	0.048	48.3	22.28	18.29	8.76	<0.01	<0.01	<0.01
Min		-	Bal.	20.5	17.0	8.0	-	-	-
Max		-	Bal.	23.0	20.0	10.0	-	0.50	0.15

10

	含有量 [質量%]				含有量 [ppm]	
	C	Si	Co	W	O	N
比較例5	0.063	<0.01	1.54	0.57	127	62
実施例5	0.082	<0.01	1.56	0.60	123	63
Min	-	-	0.5	0.2	-	-
Max	0.1	1.0	2.5	1.0	-	-

【0072】

20

実施例 5 および比較例 5 について、成形後と S T 処理後のサンプルについてクリープ特性を測定した。測定条件は温度が 900 であり応力が 80 MPa である。実施例 5 の成形後サンプルを EDS (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy) 法を用い元素マッピングを行ったところ、Y と O が偏在する領域が観察された。これにより Y₂O₃ 相が存在することがわかった。

【0073】

図 11 (a) および図 11 (b) は、実施例 5 および比較例 5 の成形後のそれぞれ積層方向および直交方向におけるクリープ特性を示す図である。図 12 (a) および図 12 (b) は、実施例 5 および比較例 5 の S T 処理後のそれぞれ積層方向および直交方向におけるクリープ特性を示す図である。

30

【0074】

図 11 (a) から図 12 (b) に示すように、成形体作製後、S T 処理後のいずれにおいても、積層方向および直交方向のいずれにおいても、実施例 5 は比較例 5 に比べクリープ寿命が長くクリープ延性大きい。このように、実施例 5 は比較例 5 に比べクリープ特性が向上する。実施例 5 のように、Nb、Al および Ti を含まない固溶強化合金においても Y を添加することで、クリープ特性が向上する。

【0075】

〔実施例 6〕

実施例 6 は TiAl 合金として TiAl4822 合金の例である。アトマイズ法を用い合金粉末を作製し、放電プラズマ焼結 (SPS : Spark Plasma Sintering) 法を用いて成形体を作製した。SPS 法は、機械的な加圧とパルス通電加熱とによって、被加工物を真空中で焼結する方法である。その後熱処理を行った。各条件は以下である。SPS 法における加圧力は 50 MPa、温度は 1075 で 10 分保持した。熱処理として、真空中で 1205 の温度で 5 時間の熱処理後、炉冷する均質化熱処理を行った。

40

【0076】

表 5 は、合金粉末における元素組成を示す表である。実施例 6 では Y / O は 2 . 63 である。比較例 6 では Y が含有していない。Ti の含有率は他の元素の含有率から換算した。

50

【表 5】

	Y/O	含有量 [質量%]							含有量 [ppm]	
		Y	Ti	Al	Cr	Nb	Fe	C	O	N
比較例6	0	0	57.5	34.7	2.46	5.31	0.05	0.007	700	10
実施例6	2.63	0.21	57.3	34.8	2.43	5.17	0.05	0.007	800	20
Min		-	Bal.	33.0	2.2	4.5	-	-	-	-
Max		-	Bal.	35.0	2.7	5.1	0.1	0.02	1200	300

【0077】

10

実施例6および比較例6について、FE-EPMAを用い元素マッピングを行った。図13は、実施例6におけるFE-EPMAを用いた元素マッピングを示す図、図14は、比較例6におけるFE-EPMAを用いた元素マッピングを示す図である。COMPPOはSEM反射電子組成画像である。図14に示すように、比較例6では、SEM画像に粗大な白い相が観察される。この相にはTiとOが多く含まれており、TiとOの偏析相である。図13に示すように、実施例6では、TiとOの偏析相は観測されなかった。このように、TiAl合金にYを添加することで、TiとOが偏析することが抑制され、組織安定性が向上する。

【0078】

20

〔実施例のまとめ〕

鑄造鍛造(C&W:Cast & Wrought)法、鑄造法および鍛造法を用い合金を製造すると、酸素濃度を低くすることができる。これらの方法では複雑な形状の成形体を製造することが難しい。レーザー光を用いるSLM(Selective Laser Melting)法および電子ビームを用いるEBM(Electron Beam Melting)法等の積層造形法、熱間当方圧加工(HIP:Hot Isostatic Pressing)法、粉末床溶融結合(PBF:Powder Bed fusion)法、並びに指向性エネルギー堆積(DED:Direct Energy Deposition)法を用い合金の成形体を形成する。これにより、複雑な形状の成形体を製造することができる。これらの方法は合金粉末から成形体を形成する。合金粉末は表面積が大きいため、酸素が合金に取り込まれやすくなる。これにより、合金粉末から形成された成形体内にも酸素が多く含まれる。

30

【0079】

耐熱合金粉末から成形された成形体以外の成形体でも酸素が多く含まれる場合がある。このような耐熱合金成形体はクリープ特性等の性能が劣化する。比較例1~6のように、Al、Ti、Ni、CrおよびMoの少なくとも一つの元素を含有する耐熱合金は、これらの元素が酸化することにより、有害相が形成され合金の性能が劣化する。そこで、図6のように、Al、Ti、Ni、CrおよびMoに比べ酸化物の標準生成ギブス自由エネルギーの低いYを合金に添加する。イットリア(Y_2O_3)の化学量論的な組成比におけるOの質量換算の含有量に対するYの質量換算の含有量の比Y/Oは3.9である。そこで、Y/Oを0.5以上かつ100以下とする。Al、Ti、Ni、CrおよびMoの少なくとも一つの酸化を抑制できる。よって、耐熱合金のクリープ特性等の性能を向上させることができる。

40

【0080】

有害相を抑制する観点から、Y/Oは1.0以上が好ましく、2.6以上がより好ましく、3.9以上がさらに好ましい。また、余剰なYを抑制する観点から、Y/Oは71以下が好ましく、40以下がより好ましく、10以下がさらに好ましい。

【0081】

実施例1~4のようなNi基合金においては、Niの含有量が40.0質量%以上であり、例えば50.0質量%以上である。Ni基合金では、鑄造鍛造法、鑄造法および鍛造法により作製した合金におけるO含有量は例えば5ppm~20ppmである。これに対し、合金粉末および合金粉末から成形した成形体におけるO含有量は例えば50ppm~

50

200 ppmである。合金におけるOの含有量が0.002質量%(20 ppm)以上の場合、鑄造鍛造法、鑄造法および鍛造法により作製した合金に比べ酸化物に起因した性能の劣化が生じる。よって、Yを添加することが好ましい。合金におけるOの含有量が0.005質量%(50 ppm)以上の場合合金の性能がより劣化する。よって、合金にYを添加することが好ましい。合金の性能を劣化させないため、合金におけるOの含有量は0.1質量%(1000 ppm)以下が好ましく、0.05質量%(500 ppm)以下がより好ましい。

【0082】

Ni基合金の場合、Al、Ti、CrおよびMoの少なくとも1つの元素の含有量が0.01質量%以上のとき、Al、Ti、CrおよびMoの少なくとも1つの元素が酸化し、合金の性能が劣化する。よって、Yを添加することが好ましい。Al、Ti、CrおよびMoの少なくとも1つの元素の含有量が0.1質量%以上のとき、Al、Ti、CrおよびMoの少なくとも1つの元素が酸化し、合金の性能がより劣化する。よって、Yを添加することが好ましい。

10

【0083】

IN718およびIN625のように、Ni基合金にAl、TiおよびNbが含まれると相が形成され、合金の性能が劣化する。よって、合金におけるAlおよびTiの少なくとも一方の元素の含有量は0.01質量%以上かつ1.0質量%以下であり、Nbの含有量は1.0質量%以上かつ10.0質量%以下である場合にYを添加することが好ましい。AlおよびTiの少なくとも一方の元素の含有量が0.05質量%以上、または0.1質量%以上のとき、Yを添加することがより好ましい。Nbの含有量が2.0質量%以上のときYを添加することがより好ましい。

20

【0084】

IN718合金では、主な元素の含有量は表2のように、
Niの含有量は50.0質量%以上かつ55.0質量%以下、
Crの含有量は17.0質量%以上かつ21.0質量%以下、
Feの含有量は11.0質量%以上かつ25.0質量%以下、
Moの含有量は2.8質量%以上かつ3.3質量%以下、
Nbの含有量は4.75質量%以上かつ5.50質量%以下、
Alの含有量は0.20質量%以上かつ0.80質量%以下、
Tiの含有量は0.65質量%以上かつ1.15質量%以下である。

30

【0085】

IN625合金では、主な元素の含有量は表3のように、
Niの含有量は58.0質量%以上、
Crの含有量は20.0質量%以上かつ23.0質量%以下、
Moの含有量は8.0質量%以上かつ10.0質量%以下、
Nbの含有量は3.15質量%以上かつ4.15質量%以下である。

【0086】

実施例5におけるHASTELLOY(登録商標) X合金のように、Ni基合金にCrおよびMoの少なくとも一方の含有量が1質量%以上の場合に、Yを添加することが好ましい。CrおよびMoの少なくとも一方の元素の含有量は5質量%以上がより好ましい。

40

【0087】

HASTELLOY(登録商標) X合金では、主な元素の含有量は表4のように、
Niの含有量は41.0質量%以上かつ54.0質量%以下、
Crの含有量は20.5質量%以上かつ23.0質量%以下、
Moの含有量は8.0質量%以上かつ10.0質量%以下、
Feの含有量は17.0質量%以上かつ20.0質量%以下、
Wの含有量は0.2質量%以上かつ1.0質量%以下、
Coの含有量は0.5質量%以上かつ2.5質量%以下である。

【0088】

50

Ti基合金では、Tiの含有量は50質量%以上であり、例えば60質量%以上である。TiAl合金では、Tiの含有量は30質量%以上であり、例えば50質量%以上である。Alの含有量は3質量%以上であり、例えば10質量%以上であり、例えば30質量%以上である。Ti基合金およびTiAl合金では、鑄造鍛造法、鑄造法および鍛造法により作製した合金におけるO含有量は例えば250ppm~500ppmである。これに対し、合金粉末および合金粉末から成形した成形体におけるO含有量は例えば700ppm~1100ppmである。合金におけるOの含有量が0.05質量%(500ppm)以上の場合、鑄造鍛造法、鑄造法および鍛造法により作製した合金に比べ酸化物に起因した性能の劣化が生じる。よって、Yを添加することが好ましい。合金におけるOの含有量が0.07質量%(700ppm)以上の場合合金の性能がより劣化する。よって、合金にYを添加することが好ましい。合金の性能を劣化させないため、合金におけるOの含有量は1.0質量%(10000ppm)以下が好ましく、0.2質量%(2000ppm)以下がより好ましい。

10

【0089】

TiAl4822合金では、主な元素の含有量は表5のように、Tiの含有量は56.0質量%以上かつ64.0質量%以下、Alの含有量は33.0質量%以上かつ35.0質量%以下、Crの含有量は2.2質量%以上かつ2.7質量%以下、Nbの含有量は4.5質量%以上かつ5.1質量%以下、である。

20

【0090】

また、Ti64合金にYを添加してもよい。Ti64合金では、主な元素の含有量は、Tiの含有量はba1であり、88.0質量%以上かつ91.0質量%以下、Alの含有量は5.5質量%以上かつ6.75質量%以下、Vの含有量は3.5質量%以上かつ4.5質量%以下、である。

【0091】

図15は、耐熱合金成形体の製造方法の例を示す図である。図15に示すように、まず、合金粉末を作製する(ステップS10)。合金粉末は、例えばアトマイズ法を用い作製する。次に合金粉末を成形することにより合金成形体を作製する(ステップS12)。合金成形体の作製には、例えば積層造形法、熱間当方圧加工法、粉末床溶融結合法および指向性エネルギー堆積法を用いることができる。次に成形体を熱処理する(ステップS14)。熱処理としては、例えば溶体化時効処理(STA)および直接時効処理(DA: Direct Aging)を用いることができる。

30

【0092】

耐熱合金はステップS10により作製された耐熱合金粉末でもよいし、ステップS12およびS14により作製された耐熱合金成形体でもよい。

【0093】

以上のように、本実施形態の耐熱合金は、高温強度特性および耐酸化性が改善されるため、航空機エンジン、ロケットエンジン、産業ガスタービンおよび自動車エンジン等の分野において有用である。

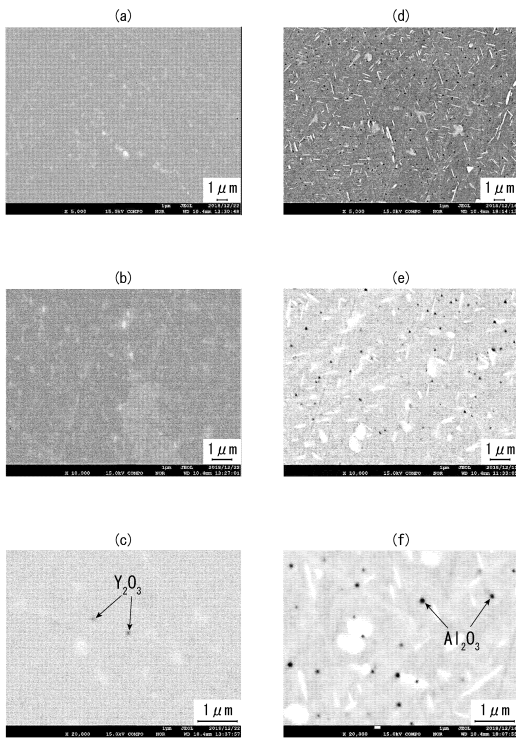
40

【0094】

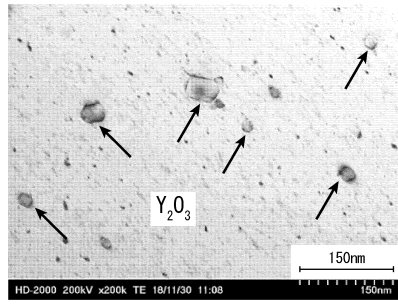
以上、本発明の好ましい実施形態について詳述したが、本発明は係る特定の実施形態に限定されるものではなく、特許請求の範囲に記載された本発明の要旨の範囲内において、種々の変形・変更が可能である。

【図面】

【図 1】



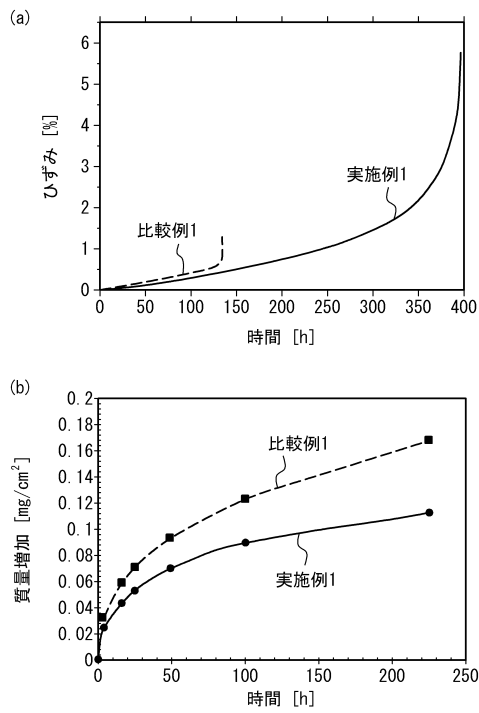
【図 2】



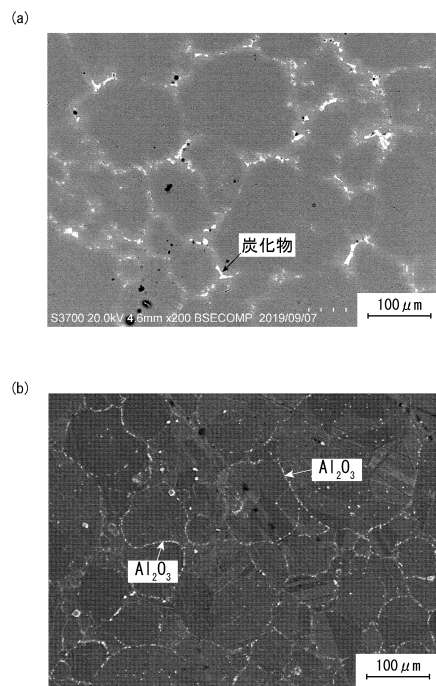
10

20

【図 3】



【図 4】

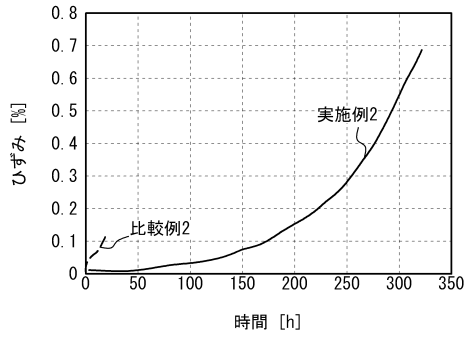


30

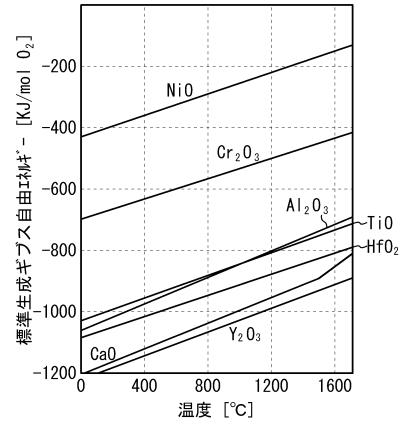
40

50

【図5】

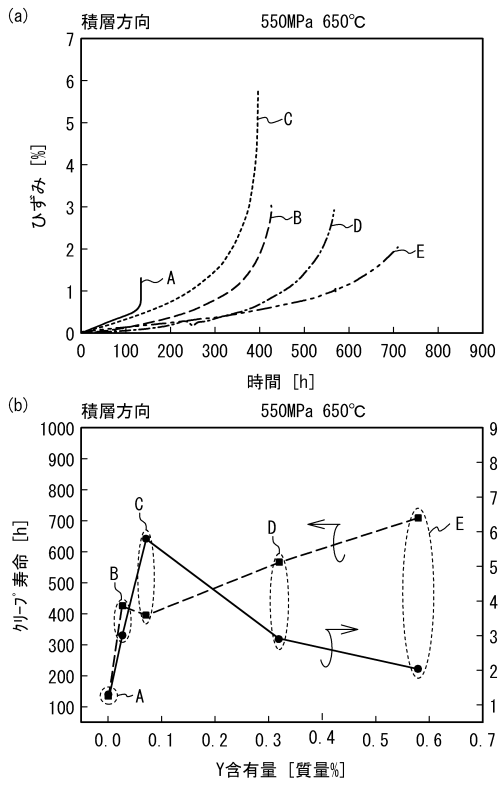


【図6】

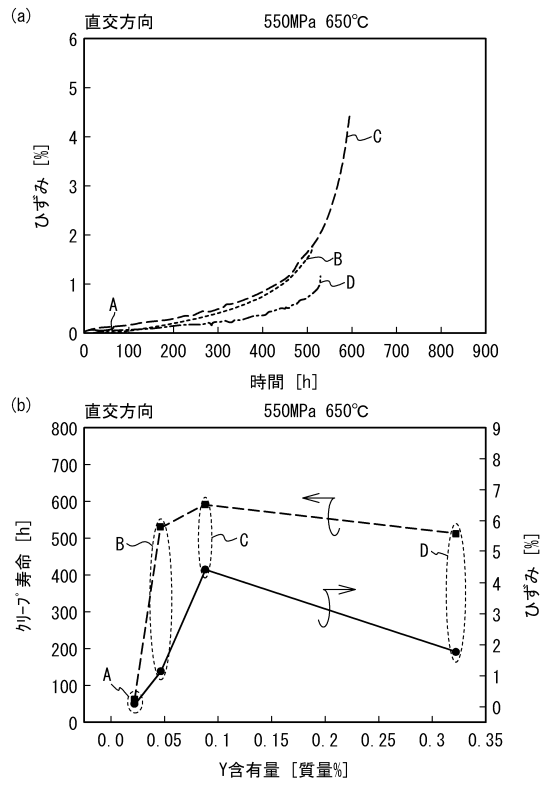


10

【図7】



【図8】



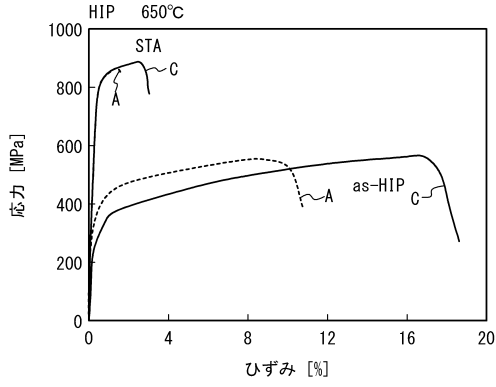
20

30

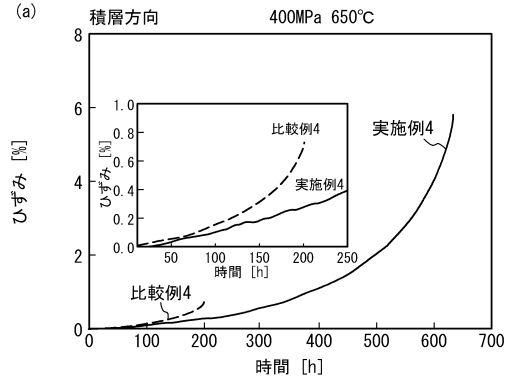
40

50

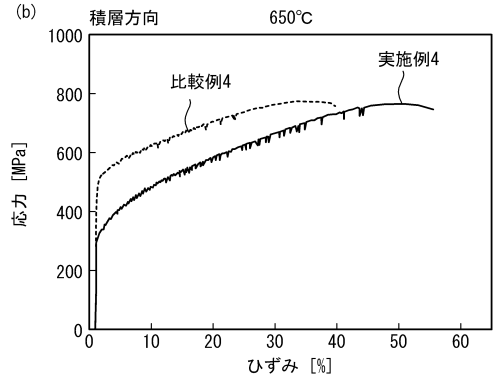
【図 9】



【図 10】

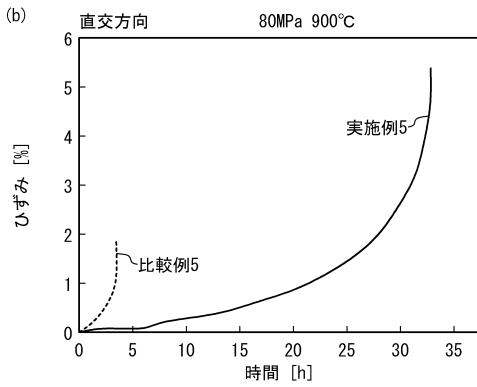
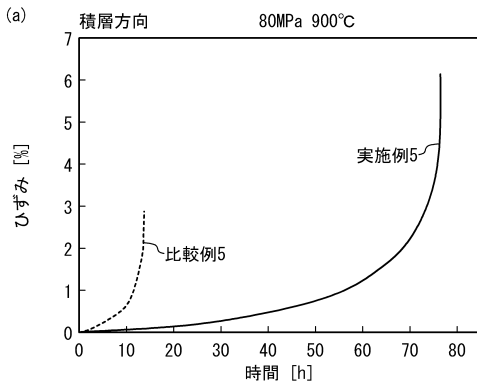


10

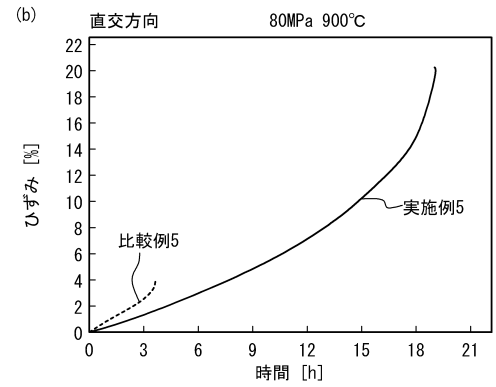
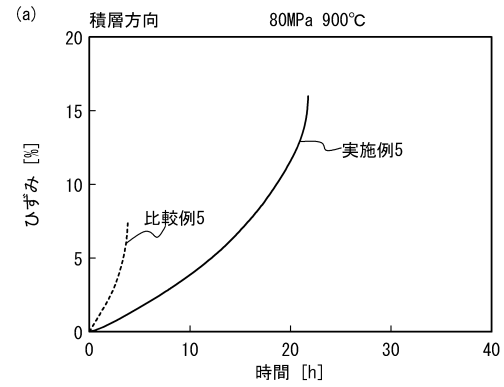


20

【図 11】



【図 12】

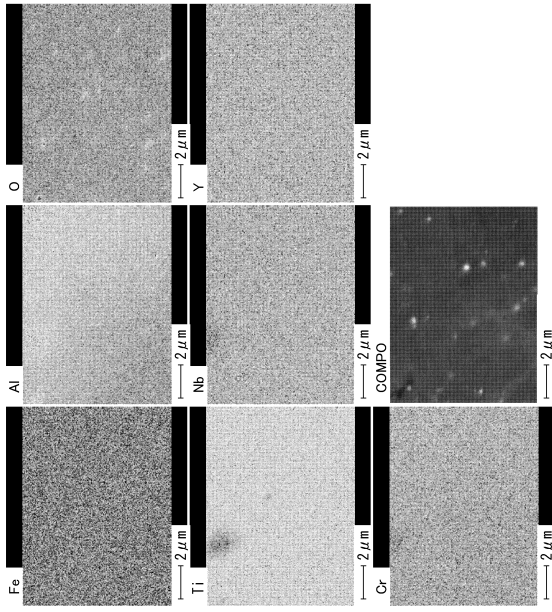


30

40

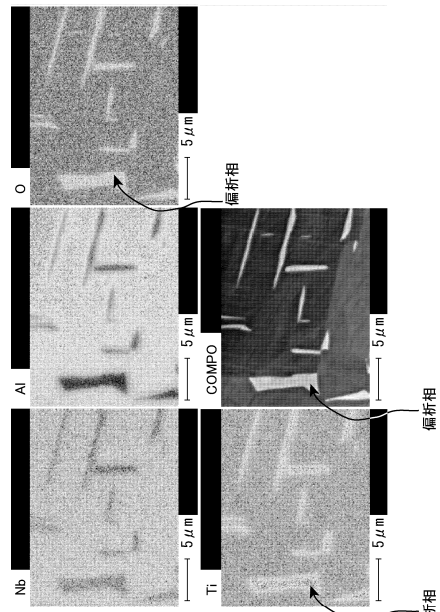
50

【 図 1 3 】



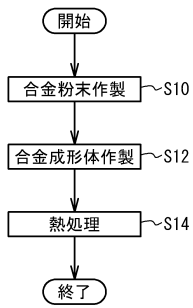
実施例 6

【 図 1 4 】



比較例 6

【 図 1 5 】



10

20

30

40

50

フロントページの続き

(51)国際特許分類	F I		
B 3 3 Y 10/00 (2015.01)	C 2 2 C	1/05	E
B 2 2 F 3/10 (2006.01)	B 3 3 Y	70/00	
B 2 2 F 3/105(2006.01)	B 3 3 Y	10/00	
B 2 2 F 3/16 (2006.01)	B 2 2 F	3/10	F
B 2 2 F 10/28 (2021.01)	B 2 2 F	3/105	
B 2 2 F 3/15 (2006.01)	B 2 2 F	3/16	
	B 2 2 F	10/28	
	B 2 2 F	3/15	M

積層構造材に使用される合金粉末の酸化および窒化挙動の解明」委託研究、産業技術力強化法第17条の適用を受ける特許出願

北海道札幌市北区北8条西5丁目 国立大学法人北海道大学内

審査官 河口 展明

- (56)参考文献
- 特開2003-027109(JP,A)
 - 特開平11-061303(JP,A)
 - 特開平04-228533(JP,A)
 - 特開平01-262048(JP,A)
 - 特開平10-251785(JP,A)
 - 国際公開第2015/020007(WO,A1)
 - 特表2017-529453(JP,A)
 - 国際公開第2018/125313(WO,A2)
 - 特開平01-290731(JP,A)
 - 国際公開第2005/078148(WO,A1)
 - 特開昭58-193335(JP,A)
 - 特開2019-112687(JP,A)
 - 国際公開第2019/146504(WO,A1)
 - 特開平03-197633(JP,A)
 - 特開平10-085804(JP,A)
 - 特開昭62-063626(JP,A)
 - 特開昭46-007855(JP,A)
 - 中国特許出願公開第101070570(CN,A)
 - 国際公開第2019/124344(WO,A1)

(58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)

B 2 2 F 1 / 0 0 - 1 / 1 8
 C 2 2 C 5 / 0 0 - 4 5 / 1 0
 C 2 2 C 1 / 0 4 - 1 / 0 5 9
 B 3 3 Y 7 0 / 0 0 - 8 0 / 0 0
 B 3 3 Y 1 0 / 0 0
 B 2 2 F 3 / 1 0、3 / 1 0 5、3 / 1 5、3 / 1 6
 B 2 2 F 1 0 / 0 0 - 1 2 / 9 0