

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4106113号

(P4106113)

(45) 発行日 平成20年6月25日(2008.6.25)

(24) 登録日 平成20年4月4日(2008.4.4)

(51) Int.Cl.

F I

C 2 2 F 1/10 (2006.01)

C 2 2 F 1/10 H

C 2 2 F 1/00 (2006.01)

C 2 2 F 1/00 6 O 2

C 2 2 F 1/00 6 5 O A

C 2 2 F 1/00 6 5 1 B

C 2 2 F 1/00 6 9 1 B

請求項の数 6 (全 7 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平9-316608
 (22) 出願日 平成9年11月4日(1997.11.4)
 (65) 公開番号 特開平10-140306
 (43) 公開日 平成10年5月26日(1998.5.26)
 審査請求日 平成16年10月27日(2004.10.27)
 (31) 優先権主張番号 19645186.8
 (32) 優先日 平成8年11月2日(1996.11.2)
 (33) 優先権主張国 ドイツ(DE)

(73) 特許権者 500001035
 アルストム
 A L S T O M
 フランス国、ルヴァルワーペレ セデック
 ス 9 2 3 0 9、イモーブル セクスタン
 、アヴニユ アンドレ・マルロー 3
 (74) 代理人 100061815
 弁理士 矢野 敏雄
 (74) 代理人 100094798
 弁理士 山崎 利臣
 (74) 代理人 100099483
 弁理士 久野 琢也
 (74) 代理人 100114890
 弁理士 アインゼル・フェリックス＝ライ
 ンハルト

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 耐高温性鉄ニッケル超合金からなる材料体のための熱処理法および熱処理された材料体

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

タイプ I N 7 0 6 の耐高温性鉄ニッケル超合金からなる材料体のための熱処理法において、以下の工程：9 6 5 ～ 9 9 5 で 5 ～ 2 0 時間の溶体化処理、空気を用いての毎分 0 . 5 から毎分 1 0 の冷却速度での、またはオイルを用いての毎分 2 から毎分 2 0 の冷却速度での、少なくとも 3 0 0 までの冷却、7 7 5 ～ 8 3 5 で 5 ～ 1 0 0 時間の安定化焼き鈍し、空気中での毎分 0 . 5 から毎分 1 0 の冷却速度での室温への冷却、並びに 7 1 5 ～ 7 4 5 で 1 0 ～ 5 0 時間の析出硬化および 5 9 5 ～ 6 2 5 で 1 0 ～ 5 0 時間の析出硬化を含むことを特徴とする、耐高温性鉄ニッケル超合金からなる材料体のための熱処理法。

【請求項 2】

安定化焼き鈍しを 1 0 ～ 2 0 時間行う、請求項 1 に記載の熱処理法。

【請求項 3】

安定化焼き鈍しを 8 2 0 で行う、請求項 1 に記載の熱処理法。

【請求項 4】

材料体を、7 1 5 ～ 7 4 5 での析出硬化と 5 9 5 ～ 6 2 5 での析出硬化との間で、毎分 0 . 5 から毎分 1 0 の冷却速度で少なくとも 3 0 0 に冷却する、請求項 1 ～ 3 までのいずれか 1 項に記載の熱処理法。

【請求項 5】

タイプ I N 7 0 6 の耐高温性鉄ニッケル超合金からなる熱処理された材料体において、

該材料体が、毎時 0 . 0 5 mm を下回る亀裂の成長を示しおよび / または 6 0 0 の温度で毎時 0 . 0 5 % の一定伸び率で亀裂なしに 2 . 5 % の最低延伸率を示すことを特徴とする、タイプ I N 7 0 6 の耐高温性鉄ニッケル超合金からなる熱処理された材料体。

【請求項 6】

毎時 0 . 0 1 mm を下回る亀裂の成長を示す、請求項 5 に記載の熱処理された材料体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、請求項 1 の上位概念によるタイプ I N 7 0 6 の鉄ニッケル超合金からなる熱処理された材料体のための熱処理法に関する。同様に、本発明は、殊に熱処理装置のロータ 10
中での使用のための、タイプ I N 7 0 6 の耐高温性鉄ニッケル超合金からなる熱処理された材料体に関する。

【0002】

【従来の技術】

この場合、本発明は、例えば J. H. Moll 他 “Heat Treatment of 706 Alloy for Optimum 1200 ° F Stress-Rupture Properties” Met. Trans. 1971、第 2 巻、第 2 1 5 3 ~ 2 1 6 0 頁に記載されているような公知技術水準に関連している。

【0003】

前記の公知技術水準から、合金 I N 7 0 6 の温度負荷された部材用の材料としての使用のために重要な性質、殊に耐熱性および延性が、適当に実施された熱処理法によって定めら 20
れることは公知である。典型的な熱処理法には、合金 I N 7 0 6 から鍛造された出発体の構造に応じて、例えば以下の処理工程が含まれている：

温度 9 8 0 で 1 時間に亘る出発体の溶体化処理、溶体化処理された出発体の空気を用いる冷却、温度 8 4 0 で 3 時間に亘る析出硬化、空気を用いる冷却、温度 7 2 0 で 8 時間に亘る析出硬化、毎時約 5 5 の冷却速度での 6 2 0 への冷却、温度 6 2 0 で 8 時間に亘る析出硬化および空気を用いる冷却または例えば温度ほぼ 9 0 0 で 1 時間に亘る出発体の溶体化処理、空気を用いる冷却、7 2 0 で 8 時間に亘る析出硬化、毎時約 5 5 の冷却速度での 6 2 0 への冷却、6 2 0 で 8 時間に亘る析出硬化および空気を用いる冷却。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】

本発明には、簡単な方法で、十分に高い耐熱性、大きな延性およびできるだけ緩徐な亀裂の成長を示すようなタイプ I N 7 0 6 の合金から材料体を得ることができるとい 30
う課題が課されている。

【0005】

【課題を解決するための手段】

本発明によれば、前記課題は、請求項 1 の特徴部によって達成される。

【0006】

また、本発明の中核は、ほぼ 9 6 5 ~ 9 9 5 で 5 ~ 2 0 時間の溶体化処理、ほぼ 7 7 5 ~ 8 3 5 で 5 ~ 1 0 0 時間の安定化焼き鈍し並びに 7 1 5 ~ 7 4 5 で 1 0 ~ 5 0 時間の析出硬化および 5 9 5 ~ 6 2 5 で 1 0 ~ 5 0 時間の析出硬化である。 40

【0007】

本発明による方法は、就中、簡単に実施され、かつ脆弱になるよう作用する析出物の形成を回避することによって顕著である。更に、極めて低い亀裂の成長が、こうして熱処理された材料体中で達成される。6 0 0 の温度で毎時 0 . 0 5 % の一定速度で材料体に延伸を施した場合、亀裂なしに少なくとも 2 . 5 % の全延伸が達成される。更に、本発明方法により製造された材料体は、常用の化学組成の場合に、応力をかけた際の粒間酸化によって亀裂が生じないことによって顕著である。

【0008】

従って、本発明方法により製造された材料体は、大きなガスタービンの熱的および機械的 50

に大きな負荷をかけられたロータの仕上げの際に出発材料として特に好適である。

【 0 0 0 9 】

本発明の有利な実施例およびこれにより達成可能な他の利点は、以下に詳細に説明される。

【 0 0 1 0 】

更に、本発明の他の有利な実施態様は、従属請求項から明らかである。

【 0 0 1 1 】

図面中には、I N 7 0 6 からなる材料体が記載されている。

【 0 0 1 2 】

【発明の実施の形態】

合金 I N 7 0 6 からなる多数の市販により入手可能な鍛造された出発体を、それぞれ炉の中に入れ、かつ種々の熱処理法 E、F、G および H を施した。出発体は、それぞれ、同じ構造および同じ化学組成を有しており、この場合、出発体の組成は、以下の限界範囲内で変動することができる。

【 0 0 1 3 】

炭素	最大	0 . 0 2 5	
珪素	最大	0 . 1 2	
マンガン	最大	0 . 3 5	
硫黄	最大	0 . 0 0 2	
燐	最大	0 . 0 1 5	
クロム		1 5	~ 1 8
ニッケル		4 0	~ 4 3
アルミニウム		0 . 1	~ 0 . 3
タンタル	最大	0 . 1	
チタン		1 . 5	~ 1 . 8
銅	最大	0 . 3 0	
ニオブ		2 . 8	~ 3 . 2
ホウ素	最大	0 . 0 1	
鉄		残量	

出発体の熱処理法 E、F、G および H は、以下に表で記載されている。

【 0 0 1 4 】

【表 1】

10

20

30

熱 処 理 法	E	F	G	H
980±15℃で炉中で5～15時間の溶体化処理	×	×	×	×
空気を用いる冷却		×	×	×
オイル等を用いる室温への冷却	×			
820±15℃で炉中で10～100時間保持 845℃で炉中で10時間保持 780℃で炉中で10時間保持	×		×	
空气中で室温に冷却	×	×	×	
730±15℃で炉中で10～50時間保持	×	×	×	×
空气中で室温に冷却	×	×	×	×
610±15℃で炉中で5～20時間保持	×	×	×	×
空气中で室温に冷却	×	×	×	×
材 料 体	E'	F'	G'	H'

10

20

30

【0015】

析出硬化の第一工程を、溶体化処理された出発体が種々の温度で硬化するようなもう1つの安定化作用する熱処理工程の前に接続した。

【0016】

この場合、熱処理法Hは、専ら比較例として用い、前記方法の場合に、安定化焼き鈍しを省略した。

【0017】

この場合、出発体E、FおよびGの室温への冷却は、該出発体を室温または少なくとも300℃を下回るよう冷却したことを意味する。この場合、空気中での冷却速度は、出発体の大きさに応じて、700℃を上回る温度範囲内で、毎分約0.5℃から毎分10℃およびオイルを用いて毎分2℃から毎分20℃である。

40

【0018】

この場合、停止時間は、上記の範囲内で変動することができ、この場合、停止時間および冷却速度は、本質的に、処理すべき材料の大きさによって影響を及ぼされる。このことは、より大きな材料の場合、材料に完全に透熱させることができるようにするためには、停止時間は長くされなければならないことを意味する。730℃および610℃での2つの硬化灼熱工程の間での室温への冷却は、不要にすることができる。

【0019】

熱処理法によって結果として生じる材料体E'、F'、G'およびH'から、以下に記載される試験のための試験体を製造し、その材料データは、以下に表で記載されている。

50

【 0 0 2 0 】

【表 2】

材 料 体	E ′	F ′	G ′	H ′
600℃での引張強さ [MPa]	970	1005	1000	1070
破断時の伸び [%]	20.5	16	14	14.5
室温での切裂きエネルギー [J]	39	42	19	70
600℃および応力強さ係数 $K = 40 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$ [mm/h]での亀裂拡大速度 da/da	0.001	—	—	> 1

10

【 0 0 2 1 】

材料体 E については、600℃での引張り強さは確かに若干低い、しかし、600℃での破断時の伸びは明らかに大きいことが明らかである。更に、材料体 E は、毎時 0.05 mm を下回る極めて少ない亀裂拡大速度を示しており、これは、前記材料種については並外れて良好な値であり、かつ前記材料は、特に熱処理装置のロータの場合の使用に特に適している。

20

【 0 0 2 2 】

更に、この材料体には、いわゆる CSR 試験（英語で：constant strain rate）を施した。この場合、材料を、600℃の温度で、毎時 0.05 % の一定伸び率で延伸させる。材料体に、亀裂なしに少なくとも 2.5 % の延伸を施すことができる条件を、材料体 E および F が充足した。

【 0 0 2 3 】

図 1 および 2 中には、安定化焼き鈍しをしないの材料体の破断面画像中に、例えば H は、材料体に応力が負荷された場合に生じるいわゆる SAGBO 亀裂（英語で；stress accelerated grain boundary oxidation）を認めることができる。

30

【 0 0 2 4 】

図 3 によれば、845℃で 5 時間の安定化焼き鈍しの場合に、材料 G に相応して、望ましくない針状の相が生じている。より長い停止時間またはより高い温度の場合、前記の針状の相は、なおはっきりと存在している。切り裂きエネルギー端、前記の針状の相によって明らかに減少している。

【 0 0 2 5 】

図 4 によれば、820℃で 10 時間の安定化焼き鈍しの場合に、材料 E に相応して、望ましくない針状の相はもはや生じておらず、また、停止時間を増大させ、かつ温度を低下させる場合、例えば 780℃で 100 時間の安定化焼き鈍しの場合であっても生じていない。

40

【 0 0 2 6 】

従って、組成が上記の限界範囲内で変動し、かつ溶体化処理の後および析出硬化の前に 775 ~ 835℃、殊に 820℃で 5 ~ 100 時間、有利に 10 ~ 20 時間の安定化焼き鈍しを施された出発体は、極めて低い亀裂の成長、CSR 試験の際に亀裂なしに 2.5 % の最小伸び率を示し、SAGBO 亀裂を示さず、かつ室温で以下の性質を示している。

【 0 0 2 7 】

【表 3】

特性値	単位	
引張り強さ R_m	N / mm^2	≥ 1000
弾性限度 R_{eH} または0.2%の伸びの限界 $R_{p0.2}$	N / mm^2	≥ 750
伸び率 A_5	%	≥ 10
横断面積減少率	%	≥ 12
吸収された衝撃エネルギー	J	≥ 30

10

【0028】

勿論、本発明は、図示されかつ記載された実施例に制限されるものではない。

【図面の簡単な説明】

【図1】安定化焼き鈍しをせずに、負荷によって促進された粒間酸化による材料体の亀裂を示す100倍に拡大した走査電子顕微鏡写真。

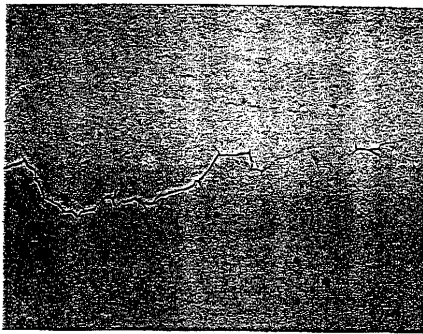
20

【図2】図1からの亀裂の表面を示す300倍に拡大した走査電子顕微鏡写真。

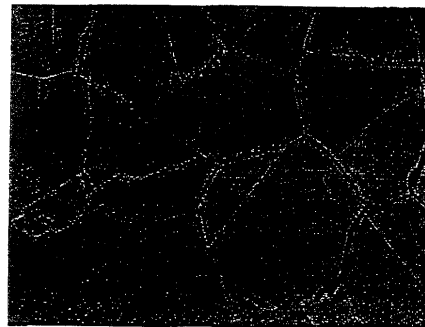
【図3】845で5時間、安定化焼き鈍しを施した材料体の構造の500倍に拡大した微小写真。

【図4】820で10時間、安定化焼き鈍しを施した材料体の500倍に拡大した微小写真。

【図1】



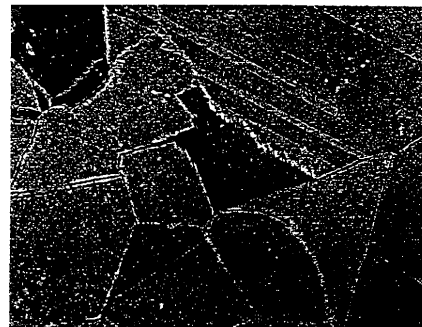
【図3】



【図2】



【図4】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.

F I

C 2 2 F 1/00 6 9 1 C

C 2 2 F 1/00 6 9 2 B

(72)発明者 ヴェルナー パールバッハ

スイス国 ヴューレンリンゲン フリーダーヴェーク 5

(72)発明者 グナー ヘルケゴルト

スイス国 ウンターズィッゲンタール ニーダーヴィースシュトラッセ 13 ベー

(72)発明者 ライナー レーデッカー

ドイツ連邦共和国 ホーエンテンゲン アプベルガーシュトラッセ 13

審査官 鈴木 毅

(56)参考文献 特開平05-295497(JP,A)

特開平06-240427(JP,A)

特開平08-209315(JP,A)

特開平09-170016(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C22F 1/10