

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6252704号
(P6252704)

(45) 発行日 平成29年12月27日 (2017.12.27)

(24) 登録日 平成29年12月8日 (2017.12.8)

(51) Int. Cl.	F I
B 2 1 J 5/00 (2006.01)	B 2 1 J 5/00 B
B 2 1 J 1/06 (2006.01)	B 2 1 J 1/06 Z
B 2 1 J 13/02 (2006.01)	B 2 1 J 13/02 M
C 2 2 C 19/05 (2006.01)	C 2 2 C 19/05 C
C 2 2 F 1/10 (2006.01)	C 2 2 F 1/10 H
請求項の数 3 (全 13 頁) 最終頁に続く	

(21) 出願番号 特願2017-508429 (P2017-508429)
 (86) (22) 出願日 平成28年3月24日 (2016.3.24)
 (86) 国際出願番号 PCT/JP2016/059414
 (87) 国際公開番号 W02016/152982
 (87) 国際公開日 平成28年9月29日 (2016.9.29)
 審査請求日 平成29年5月30日 (2017.5.30)
 (31) 優先権主張番号 特願2015-62842 (P2015-62842)
 (32) 優先日 平成27年3月25日 (2015.3.25)
 (33) 優先権主張国 日本国(JP)

早期審査対象出願

(73) 特許権者 000005083
 日立金属株式会社
 東京都港区港南一丁目2番70号
 (74) 代理人 110001416
 特許業務法人 信栄特許事務所
 (72) 発明者 小林 信一
 島根県安来市安来町2107番地2 日立
 金属株式会社 冶金研究所内
 (72) 発明者 上野 友典
 島根県安来市安来町2107番地2 日立
 金属株式会社 冶金研究所内
 (72) 発明者 大野 文博
 島根県安来市安来町2107番地2 日立
 金属株式会社 冶金研究所内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 Ni基超耐熱合金の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

所定の温度に加熱された金型を用いてNi基超耐熱合金でなる熱間加工用素材を熱間加工するNi基超耐熱合金の製造方法において、

前記熱間加工用素材は、質量%で、C:0.001~0.050%、Al:1.0~4.0%、Ti:3.0~7.0%、Cr:12~18%、Co:12~30%、Mo:1.5~5.5%、W:0.5~2.5%、B:0.001~0.050%、Zr:0.001~0.100%、Mg:0~0.01%、Fe:0~5%、Ta:0~3%、Nb:0~3%、残部はNi及び不純物からなる組成を有し、

前記熱間加工用素材を950~1150の温度範囲で1時間以上の加熱保持を行う熱間加工用素材加熱工程と、

800~1150の温度範囲に加熱された金型を用いて前記熱間加工用素材を熱間加工する熱間加工工程と、

を含み、

前記熱間加工用素材は溶解法により得られたものであり、

前記熱間加工工程は、歪み速度0.005/秒以上0.05/秒以下で加工を行い、熱間加工終了時の前記熱間加工用素材の表面温度を前記熱間加工用素材の加熱温度に対して0~マイナス200の範囲とすることを特徴とするNi基超耐熱合金の製造方法。

【請求項2】

前記熱間加工工程は、熱間加工終了時の前記熱間加工用素材の表面温度を前記熱間加工

10

20

用素材の加熱温度に対して0～マイナス100の範囲とすることを特徴とする請求項1に記載のNi基超耐熱合金の製造方法。

【請求項3】

前記熱間加工工程は、雰囲気が大気中であり、前記金型の少なくとも作業面に固溶強化型Ni基超耐熱合金を有することを特徴とする請求項1または2に記載のNi基超耐熱合金の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、Ni基超耐熱合金の製造方法に関するものである。

10

【背景技術】

【0002】

航空機エンジンや発電用ガスタービンの耐熱部材には、Al、Tiなどの合金元素を多く含む、 γ' （ガンマプライム）相析出強化型のNi基超耐熱合金が利用されている。

タービンの部品のうち、高強度と信頼性が要求されるタービンディスクには、Ni基鍛造合金が利用されてきた。ここで鍛造合金とは、鑄造凝固組織のまま使用される鑄造合金に対比して用いられる用語であり、溶解・凝固させて得られたインゴットを、熱間加工することで所定の部品形状にするプロセスで製造される材料である。熱間加工によって、粗大で不均質な鑄造凝固組織が、微細かつ均質な鍛造組織に変化することで、引張特性や疲労特性などの機械的特性が改善する。航空機用エンジン部材や発電用ガスタービン部材は、タービン運転中に各部材で曝される温度や負荷される応力の程度が異なっており、それぞれの部材に対する負荷状況に合わせて、素材の降伏強度や疲労強度、クリープ強度のバランスを最適化しておく必要がある。一般に、このバランスの最適化にはNi基超耐熱合金のマトリックスとなる γ （ガンマ）相の結晶粒径を、用途に合わせて制御できることが重要とされている。降伏強度や疲労強度を高めるにはマトリックスの結晶粒径を微細化することが重要とされるが、その一方で、製品素材が大型化するほど、結晶粒径を厳密に制御するのは非常に困難とされる。

20

エンジン効率向上のためには極力高温でタービンを運転させることが有効とされており、そのためには各タービン部材の耐用温度を高めることが必要である。Ni基超耐熱合金の耐用温度向上には γ' 相の量を高めることが有効であるため、鍛造合金においても高強度が求められる部材には、 γ' 相の析出量が多い合金が用いられる。 γ' 相はNi₃Alで構成される金属間化合物で、TiやNb、Taに代表される元素がこの γ' 相に固溶することで材料強度がより高まる。しかしこのような γ' 相の形成元素であるAlやTi、Nb、Taの量が高まると、強化相である γ' 相の量が過剰となるために、プレス鍛造に代表される熱間加工が困難になり、製造中の熱間加工用素材の割れの原因となる。従って、Al、Tiなどの強化に寄与する成分は、熱間加工によらない鑄造合金に比べて限定されるのが一般的である。現時点で最も高い強度を有するタービンディスク材料としては、Udimet 720 Li（Udimet（R）はスペシャルメタルズ社の登録商標）が挙げられるが、Al、Ti量はそれぞれ質量%で、2.5%、5.0%であり、 γ' 相の量は760で約45%である。Udimet 720 Liは高強度ながら、 γ' 相の量が多いために熱間加工が最も困難なNi基超耐熱合金の一つとして数えられている。

30

40

【0003】

このように、タービンディスクに利用される鍛造合金では、強度と熱間加工性を両立することが大きな材料課題であり、これを解決する合金成分、製造方法の開発が行われている。

例えば特許文献1では、従来の溶解・鍛造プロセスによって製造可能な、高強度合金の発明が開示されている。Udimet 720 Liに比べて、Tiを多く含む成分でありながら、Coを多く添加することによって組織安定性を高め、熱間加工も可能である。ただし、この合金も γ' 相の量が45%～50%とUdimet 720 Liと同様に多いため、熱間加工が極めて難しい。

50

一方、製造プロセスによって熱間加工性を改善する試みもみられる。非特許文献1では、Udimet 720 Liの鍛造品について、1110 に昇温した後の冷却速度が遅くなるほど熱間加工性が向上する実験結果が示されている。熱処理によって熱間加工性が改善されることは重要な知見であるが、実際の熱間加工工程においては熱間加工用素材を加熱炉から出した後には、外気や熱間加工装置の金型との接触によって熱間加工用素材の表面温度は著しく低下する。この際、材料表面が冷却される過程において析出する γ' 相によって変形抵抗が増大し、表面の熱間加工割れを招きやすいという課題が残る。

【0004】

AlおよびTi等の γ' 相形成元素の多いNi基超耐熱合金を熱間加工する場合、熱間加工中の材温低下に伴って生じる γ' 相の析出により、熱間加工用素材の熱間加工性が著しく低下し、しばしば加工に伴って熱間加工用素材に割れが生じることが知られている。このため、このようなNi基超耐熱合金を熱間加工しようとする場合、熱間加工時における材料の温度低下を抑制しようとする様々な試みがなされる。

10

例えば、加工速度を上げて材料温度が低下する前に加工を終えてしまう方法や、1回の加工量を減らし、複数回の再加熱を施すことで熱間加工を行う方法が考えられる。しかし前者のように加工速度を上げると、加工発熱による金属組織の変質、すなわちマトリックス相の結晶粒粗大化やマトリックス粒界の部分溶融が生じやすく、また後者では、一回の熱間加工量を小さくせざるを得ず、製造に要するエネルギーが大きくなることや、複数回の熱間加工により不均一な変形が生じやすいために狙いの製品形状が得難いことや、金属組織の均質性が失われやすいと言った欠点がある。

20

【先行技術文献】

【特許文献】

【0005】

【特許文献1】国際公開第WO2006/059805号パンフレット

【非特許文献】

【0006】

【非特許文献1】プロシーディングス オブ ザ イレブンス インターナショナルシンポジウム オン スーパーアロイズ(ティーエムエス, 2008) 311 - 316 ページ

【発明の概要】

30

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

上述のUdimet 720 Liや特許文献1で示されている合金は、鍛造合金として非常に優れた特性を有しているが、 γ' 相が多いために加工が可能な温度範囲が狭く、一回あたりの加工量を小さくせざるを得ないため、何度も加工と再加熱を繰り返す製造プロセスが必要になると推測される。また γ' 相が多いために変形抵抗が大きく、また結晶粒界の部分溶融温度が低いために、加工速度を高めた場合には、熱間加工装置への負荷が大きいことや合金の結晶粒界が部分溶融して材料内部の割れに繋がるおそれがある。

しかしこのような合金の熱間加工を安定して行うことができれば、製造に要する時間、エネルギーを低減することが可能となり、材料の歩留まりも向上する。その結果として、良質で高強度のNi基超耐熱合金を安定して得ることが出来、航空機エンジンや発電用ガスタービン用途の製品の安定した供給が可能となる。

40

本発明は、航空機エンジンや発電用ガスタービンに使用される高強度なNi基合金において、熱間加工性に乏しいNi基超耐熱合金が熱間加工の対象であっても、良好な熱間加工性が維持されるNi基超耐熱合金の製造方法を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0008】

本発明者らは、 γ' 相を多量に析出する組成を有する種々の成分の合金について製造方法の検討を行ったところ、熱間加工用素材の適切な加熱工程と、熱間加工装置に使用する金型の金型表面温度と、熱間加工における歪み速度と、をいくつかバランス良く選定する

50

ことで、熱間加工用素材の熱間加工中に生じる温度変化を少なくし、 γ' 相の析出を抑制するとともに、適正な加工速度を保つことで、熱間加工中の熱間加工用素材に生じる加工発熱による金属組織の結晶粒の粗大化や部分溶解を抑制できることを見出した。この結果として、作製される熱間加工用素材は温度低下による表面割れや、加工発熱による結晶粒の粗大化および部分溶解を伴わない良質な熱間加工用素材を得ることが出来ることを知見し本発明に到達した。

すなわち本発明は、所定の温度に加熱された金型を用いてNi基超耐熱合金でなる熱間加工用素材を熱間加工するNi基超耐熱合金の製造方法において、前記熱間加工用素材は、質量%で、C：0.001～0.050%、Al：1.0～4.0%、Ti：3.0～7.0%、Cr：12～18%、Co：12～30%、Mo：1.5～5.5%、W：0.5～2.5%、B：0.001～0.050%、Zr：0.001～0.100%、Mg：0～0.01%、Fe：0～5%、Ta：0～3%、Nb：0～3%、残部はNi及び不純物からなる組成を有し、前記熱間加工用素材を950～1150の温度範囲で1時間以上の加熱保持を行う熱間加工用素材加熱工程と、800～1150の温度範囲に加熱された金型を用いて前記熱間加工用素材を熱間加工する熱間加工工程と、を含むNi基超耐熱合金の製造方法である。

好ましくは、前記熱間加工工程は、歪み速度0.1/秒以下で加工を行い、熱間加工終了時の熱間加工用素材の表面温度を、熱間加工用素材の加熱温度に対して0～マイナス200の範囲とするNi基超耐熱合金の製造方法である。

さらに好ましくは、前記熱間加工工程の歪み速度を0.05/秒以下、前記前記熱間加工終了時の熱間加工用素材の表面温度を熱間加工用素材の加熱温度に対して0～マイナス100の範囲とするNi基超耐熱合金の製造方法である。

より好ましくは、前記熱間加工工程は、雰囲気が大気中であり、前記金型の少なくとも作業面に固溶強化型Ni基超耐熱合金を有するNi基超耐熱合金の製造方法である。

【発明の効果】

【0009】

本発明によれば、航空機エンジンや発電用ガスタービン等に使用される高強度なNi基超耐熱合金において、作製される熱間加工用素材が温度低下による表面割れを伴わないため、従来の製造方法よりも材料の歩留まりが向上する。加えて加工発熱による結晶粒の粗大化や部分溶解を伴わない均質な金属組織を有する熱間加工用素材を得ることが出来る。また、従来利用されてきた合金に比べて高強度であるため、上記のような熱機関に用いることで、運転温度を上昇させることが可能となり、高効率化に寄与することが期待される。

【図面の簡単な説明】

【0010】

【図1】熱間加工用素材の温度低下と破断絞りの関係を示す図である。

【図2】本発明の実施形態におけるNi基超耐熱合金の熱間加工後の外観写真である。

【図3】本発明の実施形態におけるNi基超耐熱合金の金属組織を示す光学顕微鏡写真である。

【図4】本発明の実施形態における熱間加工用素材Cのマクロ組織写真である。

【図5】本発明の実施形態における熱間加工用素材Cの外観写真である。

【発明を実施するための形態】

【0011】

本発明の特徴は、従来の方法では熱間加工が困難、あるいは熱間加工に多大な時間、エネルギーを要するようなNi基超耐熱合金に関して、熱間加工用素材の適切な加熱工程と、熱間加工装置に使用する金型の金型表面温度と、熱間加工における歪み速度と、をいくつか適切に管理することで、温度低下による著しい表面割れや、加工発熱による結晶粒の粗大化および部分溶解を伴わない、良質な熱間加工用素材を得ることにある。以下に、本発明の構成要件を説明する。

まず、本発明で規定した合金成分範囲の限定理由について述べる。以下の成分値は質量

10

20

30

40

50

%である。

C : 0.001 ~ 0.050 %

Cは結晶粒界の強度を高める効果を有する。この効果は0.001%以上で現れるが、Cを過剰に含有した場合は、粗大な炭化物が形成され、強度、熱間加工性を低下させるため、0.050%を上限とする。Cの効果をより確実に得るための好ましい範囲は0.005 ~ 0.040%であり、さらに好ましくは0.01 ~ 0.040%であり、より好ましくは0.01 ~ 0.030%である。

Cr : 12 ~ 18 %

Crは耐酸化性、耐食性を向上させる元素である。その効果を得るには、12%以上が必要である。Crを過剰に含有すると、(シグマ)相などの脆化相を形成し、強度、熱間加工性を低下させるので、上限は18%とする。Crの効果をより確実に得るための好ましい範囲は、13 ~ 17%であり、より好ましくは13 ~ 16%である。

【0012】

Co : 12 ~ 30 %

Coは組織の安定性を改善し、強化元素であるTiを多く含有しても熱間加工性を維持することを可能とする。この効果を得るには、12%以上が必要である。Coが多くなるほど熱間加工性は向上する。しかし、Coが過剰になると、相や(イータ)相といった有害相が形成されることで強度、熱間加工性が低下するため、上限は30%とする。強度と熱間加工性の両面で好ましい範囲は13 ~ 28%であり、より好ましくは14 ~ 26%である。

Al : 1.0 ~ 4.0 %

Alは、強化相である'(Ni₃Al)相を形成し、高温強度を向上させる必須元素である。その効果を得るためには最低1.0%必要であるが、過度の添加は熱間加工性を低下させ、加工中の割れなどの材料欠陥の原因となるので、1.0 ~ 4.0%に限定する。Alの効果をより確実に得るための好ましい範囲は1.5 ~ 3.0%、さらに好ましくは1.8 ~ 2.7%であり、より好ましくは1.9 ~ 2.6%である。

Ti : 3.0 ~ 7.0 %

Tiは、'相のAlサイトに置換することで、'相を固溶強化させ、高温強度を高める必須元素である。その効果を得るためには最低3.0%必要であるが、過度の添加は'相が高温で不安定となって高温での粗大化を招くとともに有害な相を形成し、熱間加工性を損なうのでTiの上限を7.0%とする。Tiの効果をより確実に得るための好ましい範囲は3.5 ~ 6.7%、さらに好ましくは4.0 ~ 6.5%であり、より好ましくは4.5 ~ 6.5%である。

【0013】

Mo : 1.5 ~ 5.5 %

Moはマトリックスの固溶強化に寄与し、高温強度を向上させる効果がある。この効果を得るためには、1.5%以上が必要であるが、Moが過剰となると相などの脆化相を形成し高温強度を損なうため、上限を5.5%とする。Moの効果をより確実に得るための好ましい範囲は2.0 ~ 3.5%であり、さらに好ましくは2.0 ~ 3.2%であり、より好ましくは2.5 ~ 3.0%の範囲である。

W : 0.5 ~ 2.5 %

Moと同様に、マトリックスの固溶強化に寄与する元素であり、本発明では0.5%以上が必要である。Wが過剰となると有害な金属間化合物相が形成されて高温強度を損なうため、上限を2.5%とする。Moの効果をより確実に得るための好ましい範囲は0.7 ~ 2.2%であり、さらに好ましくは1.0 ~ 2.0%である。

B : 0.001 ~ 0.050 %

Bは粒界強度を向上させ、クリープ強度、延性を改善する元素である。この効果を得るには最低0.001%が必要となる。一方でBは融点を低下させる効果が大いこと、また、粗大なホウ化物が形成されると加工性が阻害されることから、0.05%を超えないように制御する必要がある。Bの効果をより確実に得るための好ましい範囲は0.005

10

20

30

40

50

～ 0.04 であり、さらに好ましくは 0.005～0.03% であり、より好ましくは 0.005～0.02% である。

Zr : 0.001～0.100%

Zr は B と同様に粒界強度を向上させる効果を有しており、この効果を得るには最低 0.001% が必要である。一方で Zr が過剰となると、やはり融点の低下を招き、高温強度、熱間加工性が阻害されるため、上限は 0.1% とする。Zr の効果をより確実に得るための好ましい範囲は 0.005～0.06% であり、さらに好ましくは 0.010～0.05% である。

Mg : 0～0.01%

Mg は、粒界に偏析し熱間延性を阻害する不可避の不純物である S を、硫化物として固定することで、熱間延性を向上させる効果がある。このため必要に応じて添加しても良い。ただし、添加量が多くなると、余剰の Mg が熱間延性を阻害する因子となるので、上限を 0.01% とする。

【0014】

Fe : 0～5%

Fe は、安価な元素であり、この Fe の含有を許容することで、熱間加工用素材の原料コストを下げるのが可能であるので、必要に応じて含有しても良い。ただし、Fe の過剰な添加は、 δ 相の析出を容易にし、機械的性質を劣化させる原因となるので、上限は 5% とする。

Ta : 0～3%

Ta は、Ti と同様に、 δ 相の Al サイトに置換することで、 δ 相を固溶強化させ、高温強度を高める元素である。従って Al の一部を Ta で置換することで、その効果を得ることが可能であるので、必要に応じて添加しても良い。ただし、過度の添加は δ 相が高温で不安定となって、有害な δ 相や (δ) 相を形成し、熱間加工性を損なうので Ta の上限を 3% とする。

Nb : 0～3%

Nb は Ti や Ta と同様に、 δ 相の Al サイトに置換することで、 δ 相を固溶強化させ、高温強度を高める元素である。従って Al の一部を Nb で置換することで、その効果を得ることが可能であるので、必要に応じて添加しても良い。ただし、過度の添加は δ 相が高温で不安定となって、有害な δ 相や (δ) 相を形成し、熱間加工性を損なうので Nb の上限を 3% とする。

【0015】

以下に、本発明の各工程と、その条件の限定理由を述べる。

< 熱間加工用素材加熱工程 >

先ず、上記の成分を有する Ni 基超耐熱合金でなる熱間加工用素材を準備する。本発明で規定する組成を有する熱間加工用素材は、他の Ni 基超耐熱合金と同様に真空溶解によって製造することが好ましい。これによって Al、Ti といった活性元素の酸化を抑制し、介在物を低減することが可能となる。より高品位なインゴットを得るために、エレクトロスラグ再溶解、真空アーク再溶解といった 2 次、3 次溶解を行っても良い。

前述のインゴットを熱間加工用素材とすることも可能であるが、前記の溶解の後に、ハンマ鍛造、プレス鍛造、圧延、押出などの塑性加工を施した中間素材を本発明の熱間加工用素材とすることも可能である。

次に本発明では、前記の熱間加工用素材を熱間加工するために、熱間加工用素材を高温で保持する。この熱間加工用素材を高温で保持することによって、 δ 相などの析出物を固溶させ、熱間加工用素材を軟化させる効果がある。また、熱間加工用素材が中間素材の場合には、事前の加工によって付与された加工歪を除去することで、その後の加工を容易にする効果も有している。

これらの効果は、熱間加工用素材の熱間変形抵抗が低くなる 950 以上の温度とすることにより顕著になる。加熱温度が高くなりすぎると、結晶粒界で部分溶融が生じる可能性が高くなり、その後の熱間加工で割れが生じる原因となるため、上限は 1150 とす

10

20

30

40

50

る。好ましい加熱工程の温度の下限は1000 であり、さらに好ましくは1050 である。また、好ましい加熱工程の上限は1140 であり、さらに好ましくは1135 である。

また、上記の効果を得るに必要な加熱時間は最低でも1時間が必要となる。好ましくは2時間以上である。加熱時間の上限は特に規定しないが、20時間を超えると効果が飽和し、結晶粒の粗大化といった特性を阻害する要因が出てくるため、20時間を上限とすると良い。

【0016】

<熱間加工工程>

本発明においては、熱間加工に供する金型の温度も重要となる。熱間加工装置の金型は、熱間加工工程中に生じる熱間加工用素材の、金型への抜熱を抑制するため、熱間加工用素材に近い温度とすることが必要である。この効果は、金型温度を800 以上とすることで顕著な効果が得られるが、一方で金型を高温に維持するためには、大規模な加熱機構や保温機構、多大な電力消費を伴うので、上限温度は1150 とする。なお、前記の金型の温度とは、熱間加工用素材を加工する金型の作業面の表面温度である。好適な金型の加熱温度は、前記熱間加工用素材加熱工程で加熱した熱間加工用素材表面温度プラスマイナス300 以内である。

そして本発明では、前記の加熱された被熱間鍛造材と金型とを用いて熱間加工を行う。ここで言う熱間加工とは、航空機エンジンや発電用ガスタービンに使用される用途であれば、例えば、熱間鍛造（熱間プレスを含む）や熱間押し出し等である。このうち、特に本発明を適用するのに好適なのは、加熱した金型を用いるホットダイ鍛造や恒温鍛造である。この場合、熱間鍛造の中でも熱間プレスへの適用が好適である。

本発明では、ホットダイ鍛造や恒温鍛造などの熱間加工中に局所的な加工発熱を伴わせないことが重要であるので、歪み速度の上限を0.1/秒として局所的な加工発熱を抑制することが好ましい。この局所的な加工発熱が生じると部分的に結晶粒径が変化する。これをより確実に抑制するには、歪み速度の上限を0.05/秒とするのが好ましい。なお、歪み速度の下限については、0.001/秒とし、より好ましくは0.003/秒とするのが好ましい。熱間鍛造中の被加工材は、放冷された場合と同様、徐々に温度低下を生じるが、前記の好ましい歪み速度の下限を満足することにより、熱間鍛造中に生じる加工発熱によって、熱間鍛造中の被加工材の温度の低下を防止することができる。

さらに本発明では熱間加工終了温度も重要である。具体的には、熱間加工用素材における初期の加熱時（熱間加工用素材加熱工程時の加熱時の温度）と熱間加工終了時の温度差が小さければ小さいほど、その材料は安定した塑性変形を生じたこととなり、加工後の素材全体が均質に変形したと言え、材料温度低下による表面割れのリスクを排除し、均質な金属組織を得ることが出来る。このため加熱温度と熱間加工終了温度の差は小さいほど好ましく、熱間加工用素材の加熱温度と加工終了温度との差が0 （熱間加工用素材の加熱温度と加工終了温度が同じ）～マイナス200 の範囲であることが好ましい。より好ましくはこの温度差が0 ~100 の範囲である。なお、熱間加工終了時の熱間加工用素材の温度は表面温度である。

【0017】

ところで、前記の金型の材質を適切な合金とすることにより、大気中でホットダイ鍛造や恒温鍛造を行うことができる。前述のように、ホットダイ鍛造や恒温鍛造等の熱間加工に用いる金型の加熱温度は800~1150 という高温である。これに用いる金型としては、少なくとも熱間加工用素材を加工する金型の作業面に高温強度に優れる合金を備えておくことが好ましい。これは、例えば、一般的に用いられる熱間金型用鋼では、焼戻し温度を超える温度範囲であるため、熱間鍛造中に金型が軟化する。また、析出強化型Ni基超耐熱合金であっても強度低下のおそれがある。そのため、固溶強化型Ni基超耐熱合金を用いることが好ましい。例えば、作業面に固溶強化型Ni基超耐熱合金を肉盛しても構わないが、作業面を備える金型自体を固溶強化型Ni基超耐熱合金とするのが好ましい。

具体的な固溶強化型Ni基超耐熱合金としては、例えば、前述した本発明で規定する合金、ハステロイ（Haynes International社の商標）合金、本願出願人が特開昭60-221542号公報や特開昭62-50429号公報で提案した固溶強化型Ni基超耐熱合金の使用が好ましい。中でも特に本願出願人の提案による固溶強化型Ni基超耐熱合金は大気中での恒温鍛造に好適であり、特に好ましい。

【実施例】

【0018】

（実施例1）

本発明の効果を、大型のNi基超耐熱合金の熱間加工用素材において確認するため、2つの熱間加工用素材AおよびBを用意した。熱間加工用素材AはUdimet 720Liに相当するNi基超耐熱合金であり、熱間加工用素材Bは特許文献1に相当するNi基超耐熱合金である。熱間加工用素材AおよびBは、熱間鍛造用の超耐熱合金において、相量の観点から最も熱間加工が困難とされる化学組成を有する合金であり、これらは工業的な溶解法である真空アーク再溶解法を用いて作製した円柱状のNi基超耐熱合金インゴットに、熱間鍛造および機械加工を施した。熱間加工用素材AおよびBは、寸法203.2mm×400mmLの形状へと成形したものである。これら熱間加工用素材AおよびBの化学成分を表1に示す。

【0019】

【表1】

素材	(mass%)												
	C	Al	Ti	Nb	Ta	Cr	Co	Fe	Mo	W	Mg	B	Zr
A	0.015	2.6	4.9	0.04	0.01	15.9	14.6	0.15	3.0	1.1	0.0003	0.02	0.03
B	0.014	2.3	6.3	<0.01	<0.01	13.5	24.0	0.40	2.9	1.2	0.0002	0.02	0.04

・残部はNi及び不可避免的不純物である。

【0020】

熱間加工用素材AおよびBについて、実際の大型部材の熱間加工工程を模擬した、高速引張試験を実施した。すなわち、熱間加工用素材の加熱温度よりも温度の低い金型を用いて熱間加工を行った場合には、熱間加工用素材の外気と接している自由表面および金型との接触面からの抜熱が著しく、温度低下に伴って強化相である γ' 相の急速な析出が生じるので、急激な熱間延性の低下が生じる。そこで熱間加工用素材AおよびBについて、実際に温度低下がどの範囲までならば、安定した熱間加工が可能かを確認するために、材料の低下温度と熱間加工性との関係を調査した。試験条件と熱間延性の評価結果を表2および図1に示す。

本発明の合金の熱間加工温度は、おおよそ1000～1130の範囲が適切であるので、代表として第一加熱温度を1100とし、加熱温度を等温に保ったまま引張試験を行い、熱間延性を評価したものが試験No. A1およびB1である。次に、第一加熱温度を1100として、熱間加工用素材の熱間加工中に生じる抜熱を模擬するため、200/分の冷却速度にて、それぞれ1000、950、900まで温度を降下させた後、試験温度安定のために5秒間の待機時間を設けてからの引張試験を実施したものが、試験No. A2、A3、A4およびB2、B3、B4である。なおすべての高速引張試験の歪み速度は、一般的な熱間加工の歪み速度である0.1/秒を採用した。

【0021】

【表 2】

試験 No.	被熱間加工材	第一加熱工程	冷却条件 (°C/分)	第二加熱工程	温度低下 (°C)	歪み速度 (1/秒)	破断絞り (%)
A1	A	1100°Cx10分	なし	なし	0	0.1	99
A2	A	1100°Cx10分	200	1000°Cx5秒	100	0.1	69
A3	A	1100°Cx10分	200	950°Cx5秒	150	0.1	27
A4	A	1100°Cx10分	200	900°Cx5秒	200	0.1	24
B1	B	1100°Cx10分	なし	なし	0	0.1	98
B2	B	1100°Cx10分	200	1000°Cx5秒	100	0.1	76
B3	B	1100°Cx10分	200	950°Cx5秒	150	0.1	70
B4	B	1100°Cx10分	200	900°Cx5秒	200	0.1	61

10

【0022】

加工割れを伴わないような安定的な熱間加工を行うためには、一般的に高速引張試験の破断絞りが60%以上であることが好ましいとされる。一方、本合金のように相析出量が多い合金系は、温度低下に伴って多量の相が析出するために、変形抵抗が増大して熱間延性が大幅に低下する。表2および図1の結果に示される通り、温度低下が進むに従い、熱間延性は低下していることがわかる。熱間加工用素材Bの場合では温度低下が200までならば良好な熱間延性を確保できる。よって安定的な熱間加工を行うためには、材料温度は加熱温度に対してマイナス200以内とすることが好ましいことが分かる。また熱間加工用素材Aの場合では、加熱温度に対してマイナス100以内であれば広い組成範囲に対して破断絞り60%以上を確保できる。よって、より好ましくは材料温度は加熱温度に対してマイナス100以内とすることである。

20

【0023】

(実施例2)

本発明の効果を確認するため、熱間加工用素材AおよびBについて、実用製品と同等の寸法を有するパンケーキ状のディスク材を作製する成形作業を行った。これらを大気炉にて1100まで加熱した後、金型温度を900とした自由鍛造プレス機にて歪み速度0.01/秒の条件下で80%の圧下を加えることで、外径約470mm高さ80mmのパンケーキ状ディスクへと成形した。以下の表3に鍛造工程における加熱温度と鍛造終了時のディスク表面温度を示す。

30

【表 3】

素材	熱間加工用素材加熱温度 (°C)	鍛造終了時の材料表面温度 (°C)	素材寸法 (mm)	鍛造後寸法 (mm)
A	1100	1009	Φ203.2×400	Φ477×80.5
B	1100	1002	Φ203.2×400	Φ477×80.0

40

【0024】

表3より加熱温度と鍛造終了温度の温度差が100程度と非常に小さいことから、加工発熱による発熱と金型からの抜熱が釣り合っていることが示唆される。その結果として、図2に熱間加工用素材AおよびBの外観写真を示すが、外観キズの全くない実規模寸法のパンケーキ状ディスクが作製できている。また、図3に熱間加工用素材AおよびBのディスク成形前と成形後の金属組織写真を示す。

図3に示すように、ディスク成形後も素材ピレットの微細組織を維持した、非常に微細

50

な組織となっており、降伏強度や疲労強度の低下を招く結晶粒の粗大化や部分溶解を一切伴っていないことが分かる。

【0025】

続いて、本発明の効果をより確かに確認するため、熱間加工用素材Cについてパンケーキ状のディスク材を作製する成形作業を行った。熱間加工用素材Cは熱間鍛造工程を経ているが、熱間加工用素材AおよびBと比較して、加工率を大幅に下げた素材であり、結果として粗大な金属組織を有したままの素材である。熱間加工用素材Cの組成を表4に示す。

なお、熱間加工用素材Cは特許文献1に相当するNi基超耐熱合金である。熱間加工用素材Cは、熱間鍛造用の超耐熱合金において、相量の観点から最も熱間加工が困難とされる化学組成を有する合金であり、工業的な溶解法である真空アーク再溶解法を用いて作製した円柱状のNi基超耐熱合金インゴットに、熱間鍛造および機械加工を施し熱間加工用素材寸法 203.2mm×200mmLの形状の熱間加工用素材Cを得た。

【0026】

【表4】

(mass%)													
素材	C	Al	Ti	Nb	Ta	Cr	Co	Fe	Mo	W	Mg	B	Zr
C	0.014	2.1	6.1	<0.01	<0.01	13.4	24.9	0.11	2.8	1.1	0.0001	0.01	0.03

・残部はNi及び不可避免的不純物である。

【0027】

熱間加工用素材Cの断面マクロ組織を図4に示す。図4に示す通り、熱間加工用素材Cは粗大な組織を有していることがわかる。これに本発明の熱間加工を施すことで、本発明が金属組織が微細でない熱間加工用素材を用いても、外観割れやキズなく熱間加工できることを確認することとした。この熱間加工用素材Cを大気炉にて1100℃まで加熱した後、金型温度を900℃とした自由鍛造プレス機にて歪み速度0.01/秒の条件下で60%の圧下を加えることで、外径約321mm高さ80mmのパンケーキ状ディスクへと成形した。表5に鍛造工程における初加熱温度と鍛造終了時のディスク表面温度を示す。

【0028】

【表5】

素材	熱間加工用素材 加熱温度 (°C)	鍛造終了時の 材料表面温度 (°C)	素材寸法 (mm)	鍛造後寸法 (mm)
C	1100	1011	Φ203.2×200	Φ321×80

【0029】

表5に示す通り、上記表3と同様、加熱温度と鍛造終了温度の温度差が100℃程度と非常に小さいことから、加工発熱による発熱と金型からの抜熱が釣り合っていることが示唆される。図5に熱間加工用素材Cの鍛造後の外観写真を示すが、図3と同様、外観キズのない実規模寸法のパンケーキ状ディスクが作製できていることがわかる。このことから、本発明が、粗大な金属組織を有する超耐熱合金であっても、十分な熱間加工が可能となる製造方法であることが示唆される。

【0030】

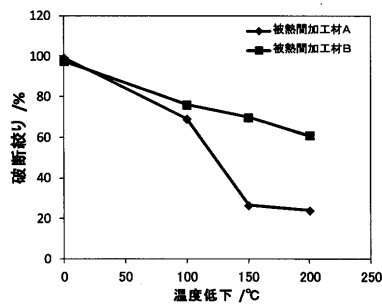
以上より、温度低下に伴う熱間加工性の著しい低下が生じるようなNi基超耐熱合金であっても、本発明を適用し、熱間加工用素材の温度変化を殆ど生じさせないことによって、極めて安定的に熱間加工が行えることが分かった。これにより析出強化型のNi基超耐熱合金製である航空機エンジンや発電用ガスタービン用途の製品を安定した供給が可能であることが示された。

【産業上の利用可能性】

【 0 0 3 1 】

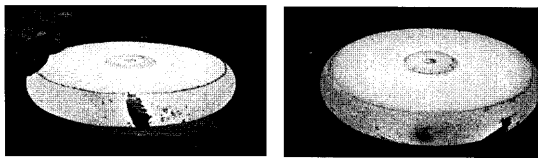
本発明のNi基超耐熱合金の製造方法は、航空機エンジン及び発電用ガスタービンの鍛造部品、特にタービンディスクに使用される高強度合金の製造に適用することが可能である、高い強度と優れた熱間加工性を有するNi基超耐熱合金を製造することができる。

【 図 1 】



被熱間加工材の温度低下と破断伸びの関係

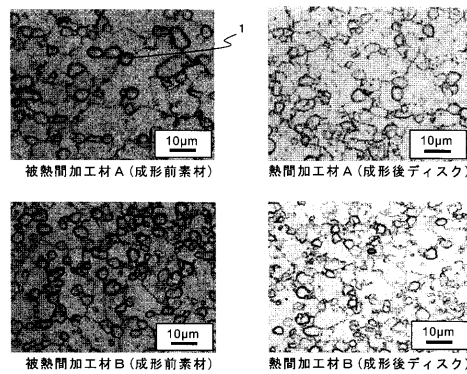
【 図 2 】



被熱間加工材 A

被熱間加工材 B

【 図 3 】



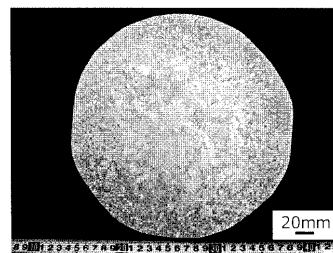
被熱間加工材 A (成形前素材)

熱間加工材 A (成形後ディスク)

被熱間加工材 B (成形前素材)

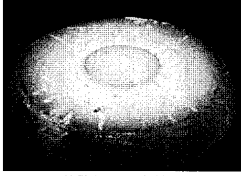
熱間加工材 B (成形後ディスク)

【 図 4 】



熱間加工用素材 C のマクロ組織写真

【 図 5 】



熱間加工用素材 C

フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I		
C 2 2 F	1/00	(2006.01)	C 2 2 F	1/00 6 2 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 5 1 B
			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
			C 2 2 F	1/00 6 9 1 C
			C 2 2 F	1/00 6 9 4 B

審査官 豊島 唯

(56)参考文献 特開平03 - 174938 (JP, A)
 国際公開第2006/059805 (WO, A1)
 国際公開第2014/157144 (WO, A1)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
 B 2 1 J 5 / 0 0
 B 2 1 J 1 / 0 6
 B 2 1 J 1 3 / 0 2
 C 2 2 C 1 9 / 0 5
 C 2 2 F 1 / 0 0 - 1 / 1 0