

(19)日本国特許庁(JP)

(12)公開特許公報(A)

(11)公開番号  
特開2024-57982  
(P2024-57982A)

(43)公開日 令和6年4月25日(2024.4.25)

(51)国際特許分類		F I		テーマコード (参考)	
B 2 2 C	9/10 (2006.01)	B 2 2 C	9/10	J	3 G 2 0 2
B 2 2 C	9/04 (2006.01)	B 2 2 C	9/04	G	4 E 0 9 3
B 2 2 C	7/02 (2006.01)	B 2 2 C	9/10	D	
F 0 2 C	7/00 (2006.01)	B 2 2 C	9/10	F	
F 0 1 D	5/28 (2006.01)	B 2 2 C	9/04	D	
		審査請求	未請求	請求項の数	10
				O L	(全22頁)
				最終頁に続く	

(21)出願番号	特願2022-165027(P2022-165027)	(71)出願人	301023238
(22)出願日	令和4年10月13日(2022.10.13)		国立研究開発法人物質・材料研究機構
(出願人による申告)	令和3年度、防衛装備庁、安全保障技術研究推進制度、産業技術力強化法第17条の適用を受ける特許出願		茨城県つくば市千現一丁目2番地1
		(72)発明者	村上 秀之
			茨城県つくば市千現一丁目2番地1 国立研究開発法人物質・材料研究機構内
		(72)発明者	石田 章
			茨城県つくば市千現一丁目2番地1 国立研究開発法人物質・材料研究機構内
		(72)発明者	高森 晋
			茨城県つくば市千現一丁目2番地1 国立研究開発法人物質・材料研究機構内
		(72)発明者	大出 真知子
			茨城県つくば市千現一丁目2番地1 国立研究開発法人物質・材料研究機構内
			最終頁に続く

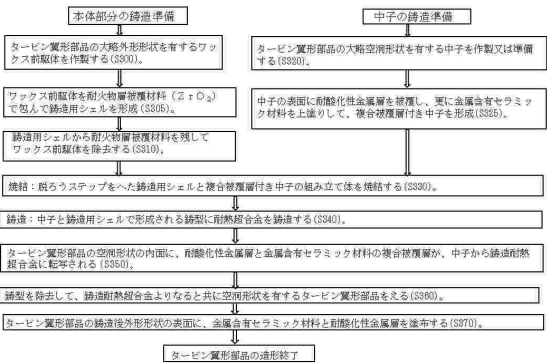
(54)【発明の名称】 タービン翼形部品の製造方法及びこれを用いたタービン翼形部品

(57)【要約】

【課題】タービン翼形部品の冷却通路のような空洞に耐酸化コーティング層を設ける製造方法を提供すること。

【解決手段】タービン翼形部品の大略外形形状を有するワックス前駆体を作製し、ワックス前駆体を耐火物層被覆材料で包んで鋳造用シェルを形成させ、鋳造用シェルから耐火物層被覆材料を残してワックス前駆体を除去し、タービン翼形部品の空洞形状を有する中子を作製し、耐酸化性金属層と金属含有セラミック材料層からなる複合被覆層付き中子を形成させ、鋳造用シェルと複合被覆層付き中子との組み立て体を焼結し、複合被覆層付き中子と鋳造用シェルで形成される鋳型に耐熱超合金の溶湯を注入して鋳造し、タービン翼形部品の空洞形状の内面に、耐酸化性金属層と金属含有セラミック材料層の複合被覆層が、複合被覆層付き中子から鋳造耐熱超合金に転写される。

【選択図】図3



## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

ガスタービンエンジン又はジェットエンジンに使用される空洞を有するタービン翼形部品を鑄造するための方法であって、

前記タービン翼形部品の大略外形形状を有するワックス前駆体を作製又は準備するステップと、

前記ワックス前駆体を耐火物層被覆材料で包んで鑄造用シェルを形成させるステップと、

前記鑄造用シェルから前記耐火物層被覆材料を残して前記ワックス前駆体を除去する脱ろうステップと、

前記タービン翼形部品の大略空洞形状を有する中子を作製又は準備するステップと、

耐酸化性金属層を前記中子の表面に被覆し、更に前記耐酸化性金属層の表面を金属含有セラミック材料層にて被覆して、複合被覆層付き中子を形成させるステップと、

前記脱ろうステップをへた前記鑄造用シェルと、前記複合被覆層付き中子との組み立て体を焼結するステップと、

前記耐火物層被覆材料並びに前記金属含有セラミック材料層及び前記耐酸化性金属層の複合被覆層を完全に溶解または破壊することなく、前記複合被覆層付き中子と前記鑄造用シェルで形成される鑄型に耐熱超合金の溶湯を注入して鑄造し、

前記タービン翼形部品の空洞形状の内面に、前記耐酸化性金属層と前記金属含有セラミック材料層の複合被覆層が、前記複合被覆層付き中子から鑄造耐熱超合金に転写され、

前記鑄型を除去して、前記鑄造耐熱超合金よりなると共に前記空洞形状を有する前記タービン翼形部品をえることを含む、

タービン翼形部品の製造方法。

## 【請求項 2】

前記タービン翼形部品の鑄造後外形形状の表面に、金属含有セラミック材料層を塗布し、さらに耐酸化性金属層を上塗りすることを含む、

請求項 1 に記載のタービン翼形部品の製造方法。

## 【請求項 3】

ガスタービンエンジン又はジェットエンジンに使用される空洞を有するタービン翼形部品を鑄造するための方法であって、

前記タービン翼形部品の大略外形形状を有するワックス前駆体を作製又は準備するステップと、

前記ワックス前駆体を耐火物層被覆材料で包むと共に、前記タービン翼形部品の外形形状に対応する内面には、耐酸化性金属層を被覆し、更に前記耐酸化性金属層の表面を金属含有セラミック材料層にて被覆して、鑄造用シェルを形成させるステップと、

前記鑄造用シェルから前記耐火物層被覆材料を残して前記ワックス前駆体を除去する脱ろうステップと、

前記タービン翼形部品の大略空洞形状を有する中子を作製又は準備するステップと、

耐酸化性金属層を前記中子の表面に被覆し、更に前記耐酸化性金属層の表面を金属含有セラミック材料層にて被覆して、複合被覆層付き中子を形成させるステップと、

前記脱ろうステップをへた前記鑄造用シェルと、前記複合被覆層付き中子との組み立て体を焼結するステップと、

前記耐火物層被覆材料並びに前記金属含有セラミック材料層及び前記耐酸化性金属層の複合被覆層を完全に溶解または破壊することなく、前記複合被覆層付き中子と前記鑄造用シェルで形成される鑄型に耐熱超合金の溶湯を注入して鑄造し、

前記タービン翼形部品の空洞形状の内面に、前記耐酸化性金属層と前記金属含有セラミック材料層の複合被覆層が、前記複合被覆層付き中子から鑄造耐熱超合金に転写されると共に、前記タービン翼形部品の外形形状の内面に、前記耐酸化性金属層と前記金属含有セラミック材料層の複合被覆層が、前記鑄造用シェルから前記鑄造耐熱超合金に転写され、

前記鑄型を除去して、前記鑄造耐熱超合金よりなると共に前記空洞形状を有する前記タ

10

20

30

40

50

ービン翼形部品をえることを含む、  
タービン翼形部品の製造方法。

【請求項 4】

前記金属含有セラミック材料層を前記中子の表面に被覆する際に、前記金属含有セラミック材料層又は前記耐酸化性金属層の少なくとも一方をペーストコーティングにより行う、請求項 1 乃至 3 の何れかに記載のタービン翼形部品の製造方法。

【請求項 5】

前記耐熱超合金は Ni 基あるいは Co 基の超合金であり、

前記耐酸化性金属層は Pt を主元素とする高融点金属層、若しくは Pt Ir 又は Ni Al から選択される高融点合金層であり、

前記金属含有セラミック材料層は  $Al_2O_3$  に耐酸化合金を 0 ~ 50 重量 % 含有するものである、

請求項 1 乃至 4 の何れかに記載のタービン翼形部品の製造方法。

【請求項 6】

前記耐酸化合金は、Pt、Pt Ir 又は Ni Al である請求項 5 に記載のタービン翼形部品の製造方法。

【請求項 7】

前記耐酸化性金属層は Pt を主元素とする合金であり、

前記金属含有セラミック材料層は  $Al_2O_3$  を主な組成成分とする

請求項 5 又は 6 に記載のタービン翼形部品の製造方法。

【請求項 8】

前記耐酸化性金属層は Pt の厚さが  $20 \mu m$  以下、

前記  $Al_2O_3$  層の厚さは  $20 \mu m$  以下とする

請求項 7 に記載のタービン翼形部品の製造方法。

【請求項 9】

鑄造により形成されるガスタービンエンジン又はジェットエンジンに用いられる、空洞を有するタービン翼形部品であって、

前記タービン翼形部品の空洞形状内面に固定保持された所定形状の金属含有セラミック材料層と耐酸化性金属層の耐酸化性膜構造と、

前記金属含有セラミック材料層に隣接する耐熱超合金と、

前記タービン翼形部品の外形形状の表面とを備え、

鑄造時に、熔融状態からの冷却で、前記金属含有セラミック材料層に接触して流動して凝固し、前記金属含有セラミック材料層と前記耐酸化性金属層の分解を生じさせることがない、

タービン翼形部品。

【請求項 10】

鑄造により形成されるガスタービンエンジン又はジェットエンジンに用いられる、空洞を有するタービン翼形部品であって、

前記タービン翼形部品の空洞形状内面に固定保持された所定形状の第 1 の金属含有セラミック材料層と第 1 の耐酸化性金属層の第 1 の耐酸化性膜構造と、

前記タービン翼形部品の外形形状の表面に固定保持された所定形状の第 2 の金属含有セラミック材料層と第 2 の耐酸化性金属層の第 2 の耐酸化性膜構造と、

前記第 1 の耐酸化性膜構造の第 1 の金属含有セラミック材料層に隣接する第 1 の面と、前記第 2 の耐酸化性膜構造の第 2 の金属含有セラミック材料層に隣接する第 2 の面を有する耐熱超合金と、

を備え、

鑄造時に、熔融状態からの冷却で、第 1 及び第 2 の金属含有セラミック材料層に接触して流動して凝固し、前記第 1 及び第 2 の金属含有セラミック材料層と前記第 1 及び第 2 の耐酸化性金属層の分解を生じさせることがない、

タービン翼形部品。

10

20

30

40

50

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、ガスタービンに供されている耐熱超合金の耐酸化コーティングに用いて好適なタービン翼形部品の製造方法及びこれを用いたタービン翼形部品に関し、特に鑄ぐるみ法による鑄造合金への耐酸化多層コーティングに用いて好適なタービン翼形部品の製造方法及びこれを用いたタービン翼形部品に関する。

## 【背景技術】

## 【0002】

タービン翼形部品は、ジェットエンジンやガスタービンなどのタービンブレードとして用いられているもので、例えばNi基超合金やCo基超合金が使用されている。近年、タービン用エンジンの高効率化のため、タービン入口温度を高くすることが求められる。

そこで、Ni基超合金の高温特性（クリープ特性や耐酸化性など）を改良する必要がある、Ni基超合金の表面に、Al、Cr、Ni-Al、Pt-Al、MCrAlYなどの耐酸化、耐腐食コーティング層が形成されていると共に、耐酸化、耐腐食コーティング層がNi基超合金に拡散するのを防止するために、拡散障壁コーティングを設けることが提案されている（特許文献1参照）。また、Ni基超合金の表面と基材の最表面のセラミックストップコートとの間に、Ni基超合金と熱力学的に平衡状態にある組成の耐酸化性ボンドコート層を設けることが提案されている（特許文献2参照）。

## 【0003】

また、タービン翼形部品は、Ni基超合金の溶融温度に近い高温の燃焼ガスがタービン入口に作用する為、Ni基超合金のような耐熱温度が高い材料であっても、冷却通路がタービン翼形部品の内部に形成されている。このような複雑な形状のタービン翼形部品の製造する為に、ロストワックス精密鑄造法（インベストキャスト法）によって、鑄型の造形、溶解と鑄込み、及び凝固制御という手順をへて製造されている（非特許文献1、2参照）。

耐酸化、耐腐食コーティング層の塗布は、タービン翼形部品の外表面に行われており、タービン翼形部品の内部に形成された冷却通路に対しては、従来は耐酸化、耐腐食コーティング層を設けることは行われていない。

## 【0004】

他方で、鑄型に異種材料や部材を置いて溶湯を流し込み鑄物と一体化させる鑄ぐるみ法は、アルミの鑄物などで広く使われている。

さらに、鑄ぐるみ法を利用して耐熱合金にセラミックスや高融点金属の耐酸化コーティングあるいは耐アブレーションコーティングを行う方法も、タービン翼形部品の外表面に形成することは開示されている（特許文献3）。

## 【先行技術文献】

## 【特許文献】

## 【0005】

【特許文献1】US 6 830 827 B2（特開2001-323332号公報）

【特許文献2】WO 2008/032806

【特許文献3】US 6 616 410 B2

## 【非特許文献】

## 【0006】

【非特許文献1】ロストワックス精密鑄造法（日本鑄造協会編、産業図書刊、2015年）造形法（9頁～78頁）、溶解と鑄込み（78頁～82頁）及び凝固制御（85頁～90頁）

【非特許文献2】“The Superalloys Fundamentals and Applications”（Roger C. Reedcho, Cambridge University Press, 2006）“3.1 Processing of turbine blading by Solidification Proces

10

20

30

40

50

s i n g ” ( 1 2 2 頁 ~ 1 4 7 頁 )

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【 0 0 0 7 】

しかしながら、近年のガスタービン温度の上昇に伴い、ガスタービン動翼などの部材内部に設けた冷却通路が高温に晒されて酸化損傷を受ける事例も報告されており、部材内部への耐酸化、耐腐食コーティング層を設けることが出来れば、ガスタービン動翼の信頼性向上に寄与する。

他方で、高融点を有する金属であっても耐熱合金のような鑄込み温度が 1 5 0 0 を超えるような鑄造では、鑄型に塗布した金属が鑄造時に鑄物内に拡散してしまつて鑄物表面に残留しないという課題がある。また、タービン翼形部品の冷却通路のような空洞に耐酸化、耐腐食コーティング層を設けるためには、複雑な形状のガスタービン動翼内部に形成された冷却通路に耐腐食コーティング層を塗布する必要がある、実用的なコストで安定した品質の耐腐食コーティング層をタービン翼形部品の冷却通路に設けることが非常に困難であるという問題があった。

【 0 0 0 8 】

本発明は、このような問題を解決するもので、タービン翼形部品の冷却通路のような空洞に耐酸化コーティング層を設けることが必要な場合に、鑄ぐるみ法を利用しつつ、高い鑄造温度でも耐酸化コーティングとして用いた高融点金属あるいは合金が鑄物内部に拡散することなく形成できるタービン翼形部品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】

【 0 0 0 9 】

[ 1 ] 本発明のタービン翼形部品の製造方法は、例えば図 2、図 3 に示すように、ガスタービンエンジン又はジェットエンジンに使用される空洞を有するタービン翼形部品の鑄造するための方法であつて、前記タービン翼形部品の略外形形状を有するワックス前駆体 1 1 0 を作製又は準備するステップ ( S 3 0 0 ) と、ワックス前駆体 1 0 0 を耐火物層被覆材料 (  $ZrO_2$  ) で包んで鑄造用シェル 1 2 0 を形成するステップ ( S 3 0 5 ) と、鑄造用シェル 1 2 0 から前記耐火物層被覆材料を残してワックス前駆体 1 1 0 を除去する脱ろうステップ ( S 3 1 0 ) と、

前記タービン翼形部品の略空洞形状を有する中子を作製又は準備するステップ ( S 3 2 0 ) と、耐酸化性金属層 1 0 2 a を中子の表面に被覆し、更に前記耐酸化性金属層の表面を金属含有セラミック材料層 1 0 2 b にて被覆して、複合被覆層付き中子 1 0 0 を形成するステップ ( S 3 2 5 ) と、前記脱ろうステップをへた鑄造用シェル 1 2 0 と複合被覆層付き中子 1 0 0 の組み立て体を焼結するステップ ( S 3 3 0 ) と、耐火物層被覆材料と金属含有セラミック材料層を完全に溶解または破壊することなく、複合被覆層付き中子 1 0 0 と鑄造用シェル 1 2 0 で形成される鑄型に耐熱超合金を鑄造するステップ ( S 3 4 0 ) と、前記タービン翼形部品の空洞形状の内面に、耐酸化性金属層 1 0 2 a と金属含有セラミック材料層 1 0 2 b の複合被覆層が、複合被覆層付き中子 1 0 0 から鑄造耐熱超合金に転写されるステップ ( S 3 5 0 ) と、前記鑄型を除去して、前記鑄造耐熱超合金よりなると共に前記空洞形状を有する前記タービン翼形部品のえるステップ ( S 3 6 0 ) を含むものである。

【 0 0 1 0 】

[ 2 ] 本発明のタービン翼形部品の製造方法 [ 1 ] において、好ましくは、前記タービン翼形部品の鑄造後外形形状の表面に、金属含有セラミック材料層 ( 拡散バリア層 ) を塗布し、さらに耐酸化性金属層 ( 耐酸化層 ) を上塗りするステップ ( S 3 7 0 ) を含むとよい。

[ 3 ] 本発明のタービン翼形部品の製造方法は、例えば図 4、図 5 に示すように、ガスタービンエンジン又はジェットエンジンに使用される空洞を有するタービン翼形部品の鑄造するための方法であつて、前記タービン翼形部品の略外形形状を有するワックス前駆体 1 1 0 を作製又は準備するステップ ( S 5 0 0 ) と、ワックス前駆体 1 1 0 を耐火物層

10

20

30

40

50

被覆材料 ( $ZrO_2$ ) で包むと共に、前記タービン翼形部品の外形形状に対応する内面には、耐酸化性金属層 112a を被覆し、更に耐酸化性金属層 112a の表面を金属含有セラミック材料層 112b にて被覆して、被覆済み鑄造用シェル 120 を形成するステップ (S505) と、被覆済み鑄造用シェル 120 から前記耐火物層被覆材料を残してワックス前駆体 110 を除去する脱ろうステップ (S510) と、

前記タービン翼形部品の略空洞形状を有する中子を作製又は準備するステップ (S520) と、耐酸化性金属層 102a を中子の表面に被覆し、更に前記耐酸化性金属層の表面を金属含有セラミック材料層 102b にて被覆して、複合被覆層付き中子 100 を形成させるステップ (S525) と、

前記脱ろうステップをへた鑄造用シェル 120 と、複合被覆層付き中子 100 との組み立て体を焼結するステップ (S530) と、 10

耐火物層被覆材料並びに金属含有セラミック材料層及び耐酸化性金属層の複合被覆層を完全に溶解または破壊することなく、前記複合被覆層付き中子と鑄造用シェル 120 で形成される鑄型に耐熱超合金の溶湯を注入して鑄造するステップ (S540) と、

前記タービン翼形部品の空洞形状の内面に、耐酸化性金属層 102a と金属含有セラミック材料層 102b の複合被覆層が、複合被覆層付き中子 100 から鑄造耐熱超合金に転写される (S550) と共に、前記タービン翼形部品の外形形状の内面に、耐酸化性金属層 112a と金属含有セラミック材料層 112b の複合被覆層が、鑄造用シェル 120 から鑄造耐熱超合金に転写されるステップ (S555) と、

前記鑄型を除去して、前記鑄造耐熱超合金よりなると共に前記空洞形状を有する前記タービン翼形部品をえるステップ (S560) とを含む。 20

#### 【0011】

[4] 本発明のタービン翼形部品の製造方法 [1] 乃至 [3] において、好ましくは、金属含有セラミック材料層 102b を前記中子の表面に被覆する際に、前記金属含有セラミック材料層 ( $Al_2O_3$ ) 又は耐酸化性金属層の少なくとも一方をペーストコーティングにより行うとよい。

[5] 本発明のタービン翼形部品の製造方法 [1] 乃至 [4] において、好ましくは、耐熱超合金は Ni 基あるいは Co 基の超合金であり、耐酸化性金属層は Pt を主元素とする高融点金属層、若しくは PtIr 又は NiAl から選択される高融点合金層であり、前記金属含有セラミック材料層は  $Al_2O_3$  に耐酸化合金を 0 ~ 50 重量 % 含有する層であるとよい。 30

[6] 本発明のタービン翼形部品の製造方法 [5] において、好ましくは、前記耐酸化合金は、Pt、Pt を主元素とする合金、PtIr、又は NiAl であるとよい。

[7] 本発明のタービン翼形部品の製造方法 [5] 又は [6] において、好ましくは、耐酸化性金属層は Pt を主元素とする合金であり、金属含有セラミック材料層は  $Al_2O_3$  を主な組成成分とするとよい。ここで、耐酸化性金属層での Pt を主元素とする合金とは、Pt を 50 質量 % 以上含むものをいい、好ましくは 80 質量 % 以上含むものであり、更に好ましくは 90 質量 % 以上含むものをいう。金属含有セラミック材料層での  $Al_2O_3$  を主な組成成分とすると、 $Al_2O_3$  を 50 質量 % 以上含むものをいい、好ましくは 70 質量 % 以上含むものであり、更に好ましくは 90 質量 % 以上含むものをいう。 40

[8] 本発明のタービン翼形部品の製造方法 [7] において、好ましくは、耐酸化性金属層は Pt の厚さが  $20\mu m$  以下、金属含有セラミック材料層 (拡散バリア層) は  $Al_2O_3$  の厚さは  $20\mu m$  以下とするとよい。

#### 【0012】

[9] 本発明は、鑄造により形成されるガスタービンエンジン又はジェットエンジンに用いられる、空洞を有するタービン翼形部品であって、

前記タービン翼形部品の空洞形状内面に固定保持された所定形状の金属含有セラミック材料層 102b と耐酸化性金属層 102a の耐酸化性膜構造と、

金属含有セラミック材料層 102b に隣接する耐熱超合金と、

前記タービン翼形部品の外形形状の表面とを備え、 50

鑄造時に、溶融状態からの冷却で、金属含有セラミック材料層 1 0 2 b に接触して流動して凝固し、金属含有セラミック材料層 1 0 2 b と耐酸化性金属層 1 0 2 a の分解を生じさせることがないものである。

〔 1 0 〕 本発明は、鑄造により形成されるガスタービンエンジン又はジェットエンジンに用いられる、空洞を有するタービン翼形部品であって、

前記タービン翼形部品の空洞形状内面に固定保持された所定形状の第 1 の金属含有セラミック材料層 1 0 2 b と第 1 の耐酸化性金属層 1 0 2 a の第 1 の複合被覆層構造と、

前記タービン翼形部品の外形形状の表面に固定保持された所定形状の第 2 の金属含有セラミック材料層 1 1 2 b と第 2 の耐酸化性金属層 1 1 2 a の第 2 の複合被覆層構造と、

前記第 1 の耐酸化性膜構造の第 1 の金属含有セラミック材料層 1 0 2 b に隣接する第 1 の面と、前記第 2 の耐酸化性膜構造の第 2 の金属含有セラミック材料層 1 1 2 b に隣接する第 2 の面を有する耐熱超合金とを備え、

鑄造時に、溶融状態からの冷却で、第 1 及び第 2 の金属含有セラミック材料層 ( 1 0 2 b 、 1 1 2 b ) に接触して流動して凝固し、第 1 及び第 2 の金属含有セラミック材料層 ( 1 0 2 b 、 1 1 2 b ) と第 1 及び第 2 の耐酸化性金属層 ( 1 0 2 a 、 1 1 2 a ) の分解を生じさせることがないものである。

【発明の効果】

【 0 0 1 3 】

本発明のタービン翼形部品の製造方法によれば、ロストワックス精密鑄造法によるタービン翼形部品の鑄造に、鑄ぐるみ法の利点を利用して中子を使ったタービン翼形部品の空洞形状内面へのコーティングとを組み合わせることで、耐酸化性複合被覆層をガスタービン動翼の冷却通路に製膜でき、当該冷却通路における酸化損傷を防ぐことができる。

また、鑄ぐるみ法をそのまま適用したのでは、鑄造時の鑄物内部への拡散によって消失する耐酸化コーティング層を、拡散バリア層を設けることで表面に残して、耐酸化性の機能を維持した耐熱合金用耐酸化多層コーティングを鑄物表面に転写することができる。

【 0 0 1 4 】

本発明のタービン翼形部品の製造方法〔 4 〕によれば、ペーストコーティングを用いることで、金属含有セラミック材料層 (  $Al_2O_3$  ) 及び耐酸化性金属層を用いた 2 層コーティングを簡便に安価で施す事が可能となる。

【 0 0 1 5 】

本発明のタービン翼形部品の製造方法〔 5 〕によれば、ガスタービンに使用される Ni 基あるいは Co 基超合金に適用することによって、高い鑄造温度にも耐えられる耐熱合金用耐酸化多層コーティングの性能を最大限に生かすことができる。

本発明のタービン翼形部品の製造方法〔 5 〕によれば、Pt あるいは Ni Al などの高融点でかつ耐酸化機能を有する耐酸化コーティング層の下に  $Al_2O_3$  - X 重量 % Pt ( X = 5 0 ~ 0 ) の拡散バリア層を設けることで金属元素の鑄造時の鑄物への拡散を防ぐことができる。

【 0 0 1 6 】

本発明のタービン翼形部品の製造方法〔 7 〕によれば、耐酸化層としての Pt の鑄物内部への拡散を  $Al_2O_3$  バリア層で効果的に防ぐことができ、一方向凝固などの長時間かつより高温での鑄造が可能になる。

本発明のタービン翼形部品の製造方法〔 8 〕によれば、Pt 層の厚さは 2 0  $\mu m$  以下、 $Al_2O_3$  層の厚さは 2 0  $\mu m$  以下とすることで加熱・冷却時の熱衝撃に耐えることができ、加熱・冷却を繰り返すガスタービン環境下での耐酸化性を向上させることができる。

【図面の簡単な説明】

【 0 0 1 7 】

【図 1】本発明のタービン翼形部品の製造方法に用いられる部材の説明図で、( A ) のセラミック中子、( B ) はタービン動翼の外観図、( C ) はタービン動翼内部に形成された冷却通路を示す切断図である。

【図 2】本発明のタービン翼形部品の第 1 の製造方法を示す、セラミック中子とタービン

10

20

30

40

50

動翼本体の鋳造用シェルを用いた説明図である。

【図 3】本発明のタービン翼形部品の第 1 の製造方法を示すフローチャートである。

【図 4】本発明のタービン翼形部品の第 2 の製造方法、セラミック中子とタービン動翼本体の鋳造用シェルを用いた説明図である。

【図 5】本発明のタービン翼形部品の第 2 の製造方法を示すフローチャートである。

【図 6 A】図 4 に示すタービン動翼本体の製造方法を用いて、単結晶試験片を製造する工程を示す図で、( A ) は金型の作成、( B ) はワックスの射出成型、( C ) はワックス前駆体の取り出し、( D ) は複合被覆層の塗布と乾燥、( E ) は鋳型の作成、( F ) は脱ろうを示している。

【図 6 B】図 4 に示すタービン動翼本体の製造方法を用いて、単結晶試験片を製造する工程を示す図で、( G ) は鋳型の脱バインダー処理と焼成処理、( H ) は鋳造、( I ) は鋳物である単結晶試験片の取り出しを示している。

【図 7 A】単結晶試験片における耐酸化性金属層と金属含有セラミック材料層の複合被覆層の詳細を説明する図で、( A ) は一方向凝固による単結晶試験片製造の説明図である。

【図 7 B】単結晶試験片における耐酸化性金属層と金属含有セラミック材料層の複合被覆層の詳細を説明する図で、( B ) は複合被覆層の光学写真、( C ) は組成元素の組成比の表面から厚み方向分布を表している。

【図 8】図 7 に示す単結晶試験片における表面から厚み方向の S E M 写真である。

【図 9】中子を利用した一方向凝固試験片の製造方法を示す図である。

【図 10 A】 $Al_2O_3$  チューブの上に施した 2 層コーティングに Ni - 10 原子 % の溶湯を鋳込んだ後の組織を示す図で、Pt 層 / Pt - 40 重量 %  $Al_2O_3$  層 ( 保持時間 7 分 ) であって、上段は S E M を用いた組織断面写真、下段は E D S を用いた元素分析結果を示している。

【図 10 B】Pt - Ir 層 / Pt - 40 重量 %  $Al_2O_3$  層 ( 保持時間 7 分 ) であって、上段は S E M を用いた組織断面写真、下段は E D S を用いた元素分析結果を示している。

【図 11 A】Pt 層 / Pt - 70 重量 %  $Al_2O_3$  層 ( 保持時間 7 分 ) であって、上段は S E M を用いた組織断面写真、下段は E D S を用いた元素分析結果を示している。

【図 11 B】Pt - Ir 層 / Pt - 70 重量 %  $Al_2O_3$  層 ( 保持時間 13 分 ) であって、上段は S E M を用いた組織断面写真、下段は E D S を用いた元素分析結果を示している。

【図 12 A】Pt 層 /  $Al_2O_3$  層 ( 保持時間 7 分 ) であって、上段は S E M を用いた組織断面写真、下段は E D S を用いた元素分析結果を示している。

【図 12 B】Pt - Ir 層 /  $Al_2O_3$  層 ( 保持時間 26 分 ) であって、上段は S E M を用いた組織断面写真、下段は E D S を用いた元素分析結果を示している。

【図 13 A】鋳型内壁から Ni 原子 % Al の鋳物に転写された 2 層コーティングの組織を示す図で、Pt 層 / Pt - 70 重量 %  $Al_2O_3$  層 ( 保持時間 5 分 ) であって、上段は S E M を用いた組織断面写真、下段は E D S を用いた元素分析結果を示している。

【図 13 B】Pt 層 /  $Al_2O_3$  層 /  $Al_2O_3$  層 ( 保持時間 5 分 ) であって、上段は S E M を用いた組織断面写真、下段は E D S を用いた元素分析結果を示している。

【図 14 A】表面に 2 層コーティングを転写した Ni - 10 原子 % Al の熱サイクル酸化試験後の断面を示す図で、Pt 層 / Pt - 70 重量 %  $Al_2O_3$  層 / Ni - 10 原子 % Al 合金であって、上段は S E M を用いた組織断面写真、下段は E D S を用いた元素分析結果を示している。

【図 14 B】Pt 層 /  $Al_2O_3$  層 / Ni - 10 原子 % Al 合金であって、上段は S E M を用いた組織断面写真、下段は E D S を用いた元素分析結果を示している。

【発明を実施するための形態】

【0018】

以下、実施例を示し、ニッケル - コバルト基合金およびニッケル - コバルト基合金製のタービン翼形部材についてさらに詳しく説明する。もちろん、本発明は、以下の例によって限定されることはない。

10

20

30

40

50



図 1 は、本発明のタービン翼形部品の製造方法に用いられる部材の説明図で、( A ) のセラミック中子、( B ) はタービン動翼の外観図、( C ) はタービン動翼内部に形成された冷却通路を示す切断図である。

セラミック中子は、タービン動翼内部に形成される冷却通路のネガ型の形状をしている。タービン動翼は、図 1 ( B ) に示すような、ガスタービンエンジンやジェットエンジンのタービン動翼一枚の外形形状を有している。タービン動翼内部に形成された冷却通路は、図 1 ( C ) に示すように、冷却通路のポジ型の形状を有している。

#### 【 0 0 1 9 】

図 2 は、本発明のタービン翼形部品の第 1 の製造方法を示す、セラミック中子とタービン動翼本体の鑄造用シェルを用いた説明図で、( A ) はセラミック中子、( B ) は鑄造用シェルとセラミック中子を組み立てた状態、( C ) はセラミック中子の耐酸化性金属層と金属含有セラミック材料層の被覆層が溶湯の凝固に伴い鑄造耐熱超合金に転写される状態、( D ) は鑄造されたタービン翼形部品の耐酸化性金属層と金属含有セラミック材料層の被覆状態を表している。

10

なお、図 2 は本発明の技術思想を説明する為のものであり、図面の寸法は現実に製造されるタービン翼形部材と正確に適合するものではなく、またセラミック中子の耐酸化性金属層と金属含有セラミック材料層の被覆層についての説明のために、鑄造用シェル、タービン翼形部品及びセラミック中子の一部を破断して説明してある。

#### 【 0 0 2 0 】

セラミック中子 1 0 0 は、タービン動翼内部に形成される冷却通路のネガ型の形状を大略有し、耐酸化性金属層 1 0 2 a と金属含有セラミック材料層 1 0 2 b の複合被覆層が塗布されている。鑄造用シェル 1 2 0 は、タービン翼形部品のネガ型の形状を大略有するもので、ロストワックス精密鑄造法の通例に従い、金型からワックス前駆体 ( ろう型 ) が造形され、ワックス前駆体の周囲にスタッコと呼ばれる砂の振りかけ、乾燥、スラリー浸漬を繰り返して製造され、脱ろう処理を経て焼成される。

20

#### 【 0 0 2 1 】

図 2 ( B ) に示す鑄造用シェル 1 2 0 とセラミック中子 1 0 0 を組み立てた状態は、鑄型とも呼ばれ、図 2 ( C ) に示すように、鑄型に溶湯を流し込むと、耐酸化性金属層 1 0 2 a と金属含有セラミック材料層 1 0 2 b の複合被覆層がセラミック中子 1 0 0 から凝固する鑄造耐熱超合金 1 4 0 に転写される。

30

#### 【 0 0 2 2 】

図 2 ( D ) に示すように、鑄造されたタービン翼形部品 1 4 0 には、一方向凝固鑄造、単結晶鑄造、普通鑄造の何れの過程においても、耐酸化性金属層 1 0 2 a と金属含有セラミック材料層 1 0 2 b の複合被覆層が転写される。一方向凝固や単結晶鑄造の過程で、耐酸化性金属層 1 0 2 a と金属含有セラミック材料層 1 0 2 b の複合被覆層が、基材である鑄造耐熱超合金に拡散して消滅することがないように、鑄造プロセスの条件が定められている。

#### 【 0 0 2 3 】

図 3 は、本発明のタービン翼形部品の第 1 の製造方法を示すフローチャートである。タービン翼形部品の第 1 の製造方法は、ガスタービンエンジン又はジェットエンジンに使用される空洞を有するタービン翼形部品の鑄造するための方法で、中子の拡散バリア層・耐酸化層形成を形成し、更に続いて鑄造本体の後付けによる括拡散バリア層・耐酸化層形成を行うものである。

40

#### 【 0 0 2 4 】

まず、タービン翼形部品の本体部分の鑄造準備として、タービン翼形部品の略外形形状を有するワックス前駆体 1 1 0 を作製する ( S 3 0 0 ) 。ロストワックス精密鑄造法では、鑄造後のタービン翼形部品の形状を得るためには、常温と溶湯との温度差に伴い、熱収縮を考慮してワックス前駆体 1 1 0 の形状を定める必要がある。そこで、『タービン翼形部品の略外形形状を有するワックス前駆体 1 1 0 』としている趣旨は、タービン翼形部品の外形形状を鑄造後に得られることを目標として、ワックス前駆体 1 1 0 の形状を定

50

めるからである。

【 0 0 2 5 】

続いて、ワックス前駆体 1 0 0 を耐火物層被覆材料で包んで鑄造用シェル 1 2 0 を形成し ( S 3 0 5 )、脱ろう処理で鑄造用シェル 1 2 0 から耐火物層被覆材料を残してワックス前駆体 1 1 0 を除去する ( S 3 1 0 )。耐火物層被覆材料は、例えば、 $ZrO_2$  であるが、ロストワックス精密鑄造法でスタッコに使用される他の造形用材料でもよい。

次に、中子の鑄造準備として、タービン翼形部品の大略空洞形状を有する中子を作製又は準備する ( S 3 2 0 )。ロストワックス精密鑄造法では、鑄造後のタービン翼形部品の形状を得るためには、常温と溶湯との温度差に伴い、熱収縮を考慮して中子の形状を定める必要がある。そこで、『タービン翼形部品の大略空洞形状を有する中子』としている趣旨は、タービン翼形部品の外形形状を鑄造後に得られることを目標として、中子の形状を定めるからである。

【 0 0 2 6 】

続いて、耐酸化性金属層 1 0 2 a を中子の表面に被覆し、更に前記耐酸化性金属層の表面を金属含有セラミック材料層 1 0 2 b にて被覆して、複合被覆層付き中子 1 0 0 を形成する ( S 3 2 5 )。耐酸化性金属層 1 0 2 a に用いられる材料は、典型的には Pt - Ir (イリジウム) の白金系金属元素であるが、これに限定されるものではなく、他の耐酸化合金 ( Pt , Ni Al 等であってもよい。金属含有セラミック材料層 1 0 2 b に用いられる材料は、典型的には  $Al_2O_3$  - ( Pt , Ir ) ) であるが、一方向凝固鑄造、単結晶鑄造、普通鑄造の何れの過程においても、鑄造の過程で耐酸化性金属層 1 0 2 a が鑄造されたタービン翼形部品 1 4 0 に拡散して消失するのを防止できるバリア層を形成するものであればよい。金属含有セラミック材料層 1 0 2 b に用いられる材料は  $Al_2O_3$  に耐酸化合金 ( Pt , Pt Ir , Ni Al 等 ) が 0 ~ 5 0 重量 % 含有する層であるものであってもよい。

【 0 0 2 7 】

続いて、鑄型の準備のために、脱ろうステップをへた鑄造用シェル 1 2 0 と複合被覆層付き中子 1 0 0 の組み立て体を焼結する ( S 3 3 0 )。耐火物層被覆材料と金属含有セラミック材料層を完全に溶解または破壊することなく、複合被覆層付き中子 1 0 0 と鑄造用シェル 1 2 0 で形成される鑄型を用いて、耐熱超合金を鑄造する ( S 3 4 0 )。すると、タービン翼形部品の空洞形状の内面に、耐酸化性金属層 1 0 2 a と金属含有セラミック材料層 1 0 2 b のが、複合被覆層付き中子 1 0 0 から鑄造耐熱超合金に転写される ( S 3 5 0 )。最後に、鑄型を除去して、鑄造耐熱超合金よりなると共に空洞形状を有するタービン翼形部品をえる ( S 3 6 0 )。

【 0 0 2 8 】

続いて、タービン翼形部品の鑄造後外形形状の表面に、金属含有セラミック材料層 ( 拡散バリア層 ) を塗布し、さらに耐酸化性金属層 ( 耐酸化層 ) を上塗りする ( S 3 7 0 ) とよい。この後で、このタービン翼形部品にタービン動翼の製造規格に従って、鑄造された単結晶試験片に、適宜の熱処理、例えば溶体化処理や時効処理を加える。

【 0 0 2 9 】

図 4 は、本発明のタービン翼形部品の第 2 の製造方法、セラミック中子とタービン動翼本体の鑄造用シェルを用いた説明図で、( A ) はワックス前駆体 ( ろう型 )、( B ) はセラミック中子、( C ) は鑄造用シェルとセラミック中子を組み立てた状態、( D ) はセラミック中子の耐酸化性金属層と金属含有セラミック材料層の被覆層が溶湯の凝固に伴い鑄造耐熱超合金に転写される状態、( E ) は鑄造されたタービン翼形部品の耐酸化性金属層と金属含有セラミック材料層の被覆状態を表している。

なお、図 4 は本発明の技術思想を説明する為のものであり、図面の寸法は現実に製造されるタービン翼形部材と正確に適合するものではなく、またセラミック中子、ワックス前駆体、鑄造用シェルの耐酸化性金属層と金属含有セラミック材料層の被覆層についての説明のために、ワックス前駆体、鑄造用シェル、タービン翼形部品及びセラミック中子の一部を破断して説明してある。

10

20

30

40

50

## 【 0 0 3 0 】

セラミック中子 1 0 0 は、タービン動翼内部に形成される冷却通路のネガ型の形状を大略有し、耐酸化性金属層 1 0 2 a と金属含有セラミック材料層 1 0 2 b の複合被覆層が塗布されている。

ワックス前駆体（ろう型）1 1 0 は、ロストワックス精密鑄造法の通例に従い、金型から造形される。ワックス前駆体 1 1 0 には、耐酸化性金属層 1 1 2 a と金属含有セラミック材料層 1 1 2 b の複合被覆層で被覆されている。鑄造用シェル 1 2 0 は、タービン翼形部品のネガ型の形状を有するもので、ワックス前駆体 1 1 0 の周囲にスタッコと呼ばれる砂の振りかけ、乾燥、スラリー浸漬を繰り返して製造され、脱ろう処理を経て焼成される。鑄造用シェル 1 2 0 には、ワックス前駆体 1 1 0 にあった耐酸化性金属層 1 1 2 a と金属含有セラミック材料層 1 1 2 b の複合被覆層が転写されている。

10

## 【 0 0 3 1 】

鑄造されたタービン翼形部品 1 4 0 には、一方向凝固、単結晶鑄造、多結晶鑄造の何れの過程においても、耐酸化性金属層 1 0 2 a、1 1 2 a と金属含有セラミック材料層 1 0 2 b、1 1 2 b の複合被覆層が転写される。一方向凝固や単結晶鑄造の過程で、耐酸化性金属層 1 0 2 a、1 1 2 a と金属含有セラミック材料層 1 0 2 b、1 1 2 b の複合被覆層が、基材である鑄造耐熱超合金に拡散して消滅することがないように、鑄造プロセスの条件が定められている。

## 【 0 0 3 2 】

図 4（C）に示す鑄造用シェル 1 2 0 とセラミック中子 1 0 0 を組み立てた状態は、鑄型とも呼ばれ、図 4（D）に示すように、鑄型に溶湯を流し込むと耐酸化性金属層 1 0 2 a と金属含有セラミック材料層 1 0 2 b の複合被覆層が、セラミック中子 1 0 0 から凝固する鑄造耐熱超合金 1 4 0 に転写される。また、鑄型に溶湯を流し込むと耐酸化性金属層 1 1 2 a と金属含有セラミック材料層 1 1 2 b の複合被覆層が、鑄造用シェル 1 2 0 から凝固する鑄造耐熱超合金 1 4 0 に転写される。図 4（E）に示すように、鑄造されたタービン翼形部品 1 4 0 には、一方向凝固、単結晶鑄造、多結晶鑄造の何れの過程においても、複合被覆層付き中子 1 0 0 と被覆済み鑄造用シェル 1 2 0 から、耐酸化性金属層 1 0 2 a、1 1 2 a と金属含有セラミック材料層 1 0 2 b、1 1 2 b の複合被覆層が転写される。

20

## 【 0 0 3 3 】

図 5 は、本発明のタービン翼形部品の第 2 の製造方法を示すフローチャートである。タービン翼形部品の第 2 の製造方法は、ガスタービンエンジン又はジェットエンジンに使用される空洞を有するタービン翼形部品を鑄造するための方法であって、中子と鑄造本体の一括拡散バリア層・耐酸化層形成を行うものである。

30

まず、タービン翼形部品の本体部分の鑄造準備として、タービン翼形部品の略外形形状を有するワックス前駆体 1 1 0 を作製し（S 5 0 0）、ワックス前駆体 1 1 0 を耐火物層被覆材料（ $ZrO_2$ ）で包むと共に、タービン翼形部品の外形形状に対応する内面には、耐酸化性金属層 1 1 2 a を被覆し、更に耐酸化性金属層 1 1 2 a の表面を金属含有セラミック材料層 1 1 2 b にて被覆して、被覆済み鑄造用シェル 1 2 0 を形成する（S 5 0 5）。そして、脱ろうステップにて、被覆済み鑄造用シェル 1 2 0 から前記耐火物層被覆材

40

料を残してワックス前駆体 1 1 0 を除去する（S 5 1 0）。次に、中子の鑄造準備として、タービン翼形部品の略空洞形状を有する中子を作製又は準備し（S 5 2 0）、耐酸化性金属層 1 0 2 a を中子 1 0 0 の表面に被覆し、更に耐酸化性金属層の表面を金属含有セラミック材料層 1 0 2 b にて被覆して、複合被覆層付き中子 1 0 0 を形成する（S 5 2 5）。

## 【 0 0 3 4 】

続いて、鑄型の準備のために、脱ろうステップをへた鑄造用シェル 1 2 0 と、前記複合被覆層付き中子との組み立て体を焼結する（S 5 3 0）。

次に、耐火物層被覆材料並びに金属含有セラミック材料層及び耐酸化性金属層の複合被覆層を完全に溶解または破壊することなく、前記複合被覆層付き中子と鑄造用シェル 1 2

50

0で形成される鋳型に耐熱超合金の溶湯を注入して鋳造する(S540)。すると、タービン翼形部品の空洞形状の内面に、耐酸化性金属層102aと金属含有セラミック材料層102bの複合被覆層が、複合被覆層付き中子100から鋳造耐熱超合金に転写される(S550)と共に、タービン翼形部品の外形形状の内面に、耐酸化性金属層112aと金属含有セラミック材料層112bの複合被覆層が、鋳造用シェル120から鋳造耐熱超合金に転写される(S555)。最後に、鋳型を除去して、鋳造耐熱超合金よりなると共に空洞形状を有するタービン翼形部品をえる(S560)。この後で、このタービン翼形部品にタービン動翼の製造規格に従って、鋳造された単結晶試験片に、適宜の熱処理、例えば溶体化処理や時効処理を加える。

#### 【0035】

10

図6A、図6Bは、図4に示すタービン動翼本体の製造方法を用いて、単結晶試験片を製造する工程を示す図である。図6Aでは、(A)は金型の作成、(B)はワックスの射出成型、(C)はワックス前駆体の取り出し、(D)は複合被覆層の塗布と乾燥、(E)は鋳型の作成、(F)は脱ろうを示している。図6Bでは、(G)は鋳型の脱バインダー処理と焼成処理、(H)は鋳造、(I)は鋳物である単結晶試験片の取り出しを示している。

#### 【0036】

図6(A)は単結晶試験片用の金型10の作成を示すものである。金型10は、上側金型12と下部金型14で構成され、上側金型12と下部金型14の間に位置する造形空間16が、鋳造する単結晶試験片のメス型となっている。造形空間16には、鋳造する単結晶試験片の形状に対応して、下部つかみ部22、上部つかみ部24、引張試験対象部26、セクタ部28が設けられている。引張試験対象部26は、下部つかみ部22と上部つかみ部24の間に位置する丸棒部で、引張試験の規格に応じた直線長と内径を有している。セクタ部28は、ニッケル基超合金の単結晶鋳造、一方向凝固等の凝固制御に用いられる。

20

#### 【0037】

図6(B)はワックスの射出成型を示すものである。金型10の造形空間16にワックス29が注入される。

図6(C)はワックス前駆体の取り出しを示すものである。ワックス29が固化すると、金型10が取り外されて、単結晶試験片のワックス前駆体30が取り出される。ワックス前駆体30は、造形空間16に対応して、下部つかみ部32、上部つかみ部34、引張試験対象部36、セクタ部38が設けられている。

30

#### 【0038】

図6(D)はワックス前駆体30への複合被覆層の塗布と乾燥を示すものである。ワックス前駆体30の引張試験対象部36に、金属含有セラミック材料層37bを被覆し、更に金属含有セラミック材料層37bの表面を耐酸化性金属層37aにて被覆して、被覆済みワックス前駆体30を形成する。

#### 【0039】

図6(E)は鋳型の作成を示すものである。鋳型の作成では、被覆済みワックス前駆体30に対して、ロストワックス精密鋳造法でスタッコと呼ばれる砂の振りかけ、乾燥、スラリー浸漬を繰り返して鋳造用シェル40が製造される。

40

図6(F)は、鋳造用シェル40の脱ろう処理を示すものである。脱ろう処理によって、ワックス前駆体30が鋳造用シェル40から除かれる。この時、鋳造用シェル40の引張試験対象部36に対応する内面に、金属含有セラミック材料層47bと耐酸化性金属層47aの複合被覆層が転写される。

#### 【0040】

図6(G)は鋳型の脱バインダー処理と焼成処理を示すものである。鋳型となる鋳造用シェル40には、鋳造する単結晶試験片のメス型を有する造形空間41が設けられる。

図6(H)は鋳造処理を示すものである。ニッケル基超合金では、単結晶鋳造、一方向凝固、普通鋳造等の凝固制御にあたり、真空高周波誘導溶解炉を用いている。真空高周波

50

誘導溶解炉のライニングにはジルコニアやアルミナが使用されている。鑄造温度は、鑄造合金の凝固開始温度の $+90 \sim 170$  で、鑄型の予熱温度は普通鑄造では $1000 \sim 1100$  、単結晶鑄造及び一方向凝固では $1400 \sim 1550$  である。

図6 ( I ) は鑄物である単結晶試験片の取り出しを示している。単結晶試験片50には、下部つかみ部52、上部つかみ部54、引張試験対象部56が設けられている。引張試験対象部56には、耐酸化性金属層57aと金属含有セラミック材料層57bの複合被覆層が設けられている。セレクトラ部に対応する部位は単結晶鑄造に必要な部位であり、単結晶試験片としては不要なので、除去されている。タービン動翼の製造規格に従って、鑄造された単結晶試験片に、適宜の熱処理、例えば溶体化処理や時効処理を加える。

#### 【実施例1】

10

#### 【0041】

図7に示すように、ニッケル基超合金である型名TMS138を用いた鑄型表面に、耐酸化特性に優れた材料であるPtをペースト法等で塗布し、その塗布層が鑄造時に鑄造材へ転写し、鑄造ままの状態耐酸化特性を付与できるような製造プロセスを用いて、予備実験として実施例1の実験を行った。その結果、ペーストコーティング転写によって鑄造材の表面に耐酸化特性に優れた元素の濃化層が得られることを予備実験によって確認した。

ここで、TMS138の公称組成は、質量%で、Co (コバルト) 5.8%、Cr (クロム) 3.2%、Mo (モリブデン) 2.8%、W (タングステン) 5.9%、Al (アルミニウム) 5.9%、Ti (チタン) 0.0%、Ta (タンタル) 5.6%、Hf (ハフニウム) 0.1%、Re (レニウム) 5.0%、Ru (ルテニウム) 2.0%、残余Ni (ニッケル) 及び不可避免的不純物である。

20

#### 【0042】

図7は、単結晶試験片における耐酸化性金属層と金属含有セラミック材料層の複合被覆層の詳細を説明する図で、(A)は一方向凝固による単結晶試験片製造の説明図、(B)は複合被覆層の光学写真、(C)は組成元素の組成比の表面から厚み方向分布を表している。

ニッケル基超合金による単結晶試験片製造では、真空高周波誘導溶解炉 (図示せず) を用いている。ニッケル基超合金の溶湯は、例えば $1560 \sim 1640$  であり、真空高周波誘導溶解炉に設置されたセラミック鑄型に注がれて、単結晶試験片の製造が行われる。セラミック鑄型の内周面には、耐酸化性金属層と金属含有セラミック材料層の複合被覆層が塗布されている。

30

#### 【0043】

図7 ( B ) の組織断面写真は、光学式顕微鏡で撮影されたものである。図中の表面改質層は、耐酸化性金属層と金属含有セラミック材料層の複合被覆層に対応しており、溶湯凝固部はニッケル基超合金の溶湯が凝固して形成された領域である。表面改質層の膜厚は $20 \mu\text{m}$ 程度であり、表面改質層と溶湯凝固部が相互拡散した領域が表面から $20 \sim 30 \mu\text{m}$ の領域に位置している。溶湯凝固部の本体部分は表面から $30 \mu\text{m}$ 超の深さの領域に位置している。

#### 【0044】

40

図7 ( C ) の組成元素の組成比分布図は、EDS (エネルギー分散型X線分光: Energy Dispersive X-ray spectroscopy) 法の元素分析装置を用いて計測されたものである。表面から $20 \mu\text{m}$ までの領域では、Ptが $30 \sim 40 \text{ at}\%$ 、Niが $30 \sim 50 \text{ at}\%$ 、Alが $6 \sim 20 \text{ at}\%$ 、Coが $2 \sim 6 \text{ at}\%$ 、Crが $2 \sim 4 \text{ at}\%$ 含有されている。表面から $20 \sim 30 \mu\text{m}$ の領域では、Ptが $40 \text{ at}\%$ から $4 \text{ at}\%$ まで深さに応じて減少するのに対して、Niが $40 \text{ at}\%$ から $75 \text{ at}\%$ まで深さに応じて増加している。表面から $30 \mu\text{m}$ 超の深さでは、Niが $75 \text{ at}\%$ 、Alが $6 \sim 10 \text{ at}\%$ 、Coが $8 \text{ at}\%$ 、Crが $4 \text{ at}\%$ 含有されているが、Ptは $0 \sim 1 \text{ at}\%$ に過ぎない。

図8は、図7に示す単結晶試験片における表面から厚み方向のSEM写真である。図8

50

の組織断面写真は、走査式電子顕微鏡で撮影されたものである。

【実施例 2】

【0045】

中子を模した  $Al_2O_3$  セラミックチューブの表面に Pt ペーストあるいは Pt - 20 重量% Ir ペーストを塗布して乾燥させた後、さらに Pt ペースト表面に  $Al_2O_3$ 、Pt - 70 重量%  $Al_2O_3$ 、Pt - 40 重量% のいずれかの粉末ペーストを重ねて塗って乾燥させた。その後、塗布した粉末ペーストを中温度域で脱バインダー処理をした後、高温で焼成処理を行って 2 層からなるコーティングを形成させた。このコーティングした  $Al_2O_3$  チューブを鋳型の内部に配置して一方向凝固を行った。

【0046】

図 9 は中子を利用した一方向凝固試験片の製造方法を示す図である。超合金のモデル合金として Ni - 10 原子% Al を用い、溶湯温度 1500 で 1500 に保持した鋳型に鋳込んだ後、一定速度で鋳型を下方に引き下げて一方向凝固を行った。異なる位置で試料を切断して断面観察用試料を作製したため融体から凝固までの時間は異なり、凝固までの時間をコーティングが融体に接している時間（保持時間）とした。

【0047】

図 10 A、10 B、11 A、11 B、12 A、12 B は凝固後の各コーティング層の組織と組成分析結果を示す図である。

図 10 A、10 B、11 A、11 B、12 A、12 B は、 $Al_2O_3$  チューブの上に施した 2 層コーティングに Ni - 10 原子% の溶湯を鋳込んだ後の組織を示す図である。図 10 A は Pt 層 / Pt - 40 重量%  $Al_2O_3$  層（保持時間 7 分）で、上段は SEM を用いた組織断面写真、下段は EDS 法を用いた元素分析結果を示している。図 10 A、11 A、12 A では、元素分析の対象としては、Pt、Ni、Al、O の 4 元素としている。

【0048】

図 10 B は Pt - Ir 層 / Pt - 40 重量%  $Al_2O_3$  層（保持時間 7 分）で、上段は SEM を用いた組織断面写真、下段は EDS を用いた元素分析結果を示している。図 10 B、11 B、12 B では、元素分析の対象としては、Pt、Ir、Ni、Al、O の五元素としている。

図 11 A は Pt 層 / Pt - 70 重量%  $Al_2O_3$  層（保持時間 7 分）で、上段は SEM を用いた組織断面写真、下段は EDS を用いた元素分析結果を示している。図 11 B は Pt - Ir 層 / Pt - 70 重量%  $Al_2O_3$  層（保持時間 13 分）で、上段は SEM を用いた組織断面写真、下段は EDS を用いた元素分析結果を示している。

図 12 A は Pt 層 /  $Al_2O_3$  層（保持時間 7 分）で、上段は SEM を用いた組織断面写真、下段は EDS を用いた元素分析結果を示している。図 12 B は Pt - Ir 層 /  $Al_2O_3$  層（保持時間 26 分）で、上段は SEM を用いた組織断面写真、下段は EDS を用いた元素分析結果を示している。

【0049】

Pt - 40 重量% Al を拡散バリア層として用いた場合（図 10 A、図 10 B）、鋳物合金から外層への Ni の外方拡散と Pt あるいは Pt - Ir の外層から合金内部への Pt の内方拡散が起きて、外層に Pt が残っていない。

Pt - 70 重量%  $Al_2O_3$  層（図 11 A、図 11 B）では 7 分の保持後ではバリア層内に Ni の侵入が見られるものの、外層の Pt 層には至っておらず、耐酸化層である Pt コーティングは健全な状態で表面に残っている。しかし、13 分後には Ni の拡散はバリア層を貫いて外層の Pt - Ir 層まで達しており、外層は Ni に置き換わって Pt はほとんど残っていない。

【0050】

一方、 $Al_2O_3$  をバリア層として用いた場合（図 12 A、図 12 B）は、切断位置が最も高い 26 分後の試料でもバリア層への Ni 及び Pt の拡散は認められず、Pt あるいは Pt - Ir 合金の耐酸化層と  $Al_2O_3$  の拡散バリア層からなる 2 層のコーティング層が Ni - 10 Al 鋳物合金の表面に形成される。なお、拡散バリア層がなく、直接、Pt

10

20

30

40

50

あるいはI rなどの高融点金属がN i - 1 0原子% A lの溶湯に接する場合はいずれもN i - 1 0原子% A lへの急速な溶け込みと拡散が起きてこれらの元素の表面濃化層はみられない。

### 【実施例3】

#### 【0051】

酸化試験片試料を作製するために、一方向凝固炉の鋳型の内壁にP tペーストを塗布して乾燥させた後にP t - 7 0重量% A l<sub>2</sub>O<sub>3</sub>ペーストあるいはA l<sub>2</sub>O<sub>3</sub>ペーストを塗布し、脱バインダー処理と焼成処理を行って2層コーティングを施した。酸化試料はこれらの2層コーティングを施した鋳型にモデル合金としてのN i - 1 0原子% A l合金を1 5 0 0 で鋳込むことによって作製した。

10

#### 【0052】

図1 3 A、図1 3 Bは鋳型内壁からN i原子% A lの鋳物に転写された2層コーティングの組織を示す図である。図1 3 AはP t層 / P t - 7 0重量% A l<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層（保持時間5分）で、上段はS E Mを用いた組織断面写真、下段はE D Sを用いた元素分析結果を示している。図1 3 BはP t層 / A l<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層 / A l<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層（保持時間5分）で、上段はS E Mを用いた組織断面写真、下段はE D Sを用いた元素分析結果を示している。

いずれのコーティングも鋳造によって鋳型から鋳物に健全な形で転写されている。コーティングの耐酸化性は、大気中で室温から1 1 5 0 まで加熱して1時間の酸化を行った後に室温まで冷却する熱サイクル酸化試験を1 0 0回繰り返すことによって評価した。

#### 【0053】

20

図1 4 A、図1 4 Bは表面に2層コーティングを転写したN i - 1 0原子% A lの熱サイクル酸化試験後の断面を示す図である。図1 4 AはP t層 / P t - 7 0重量% A l<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層 / N i - 1 0原子% A l合金で、上段はS E Mを用いた組織断面写真、下段はE D Sを用いた元素分析結果を示している。図1 4 BはP t層 / A l<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層 / A l<sub>2</sub>O<sub>3</sub>層 / N i - 1 0原子% A l合金で、上段はS E Mを用いた組織断面写真、下段はE D Sを用いた元素分析結果を示している。

P t / P t - 7 0重量% A l<sub>2</sub>O<sub>3</sub>ではクラックが見られるものの、図1 4 A、図1 4 Bいずれの試料も目立った酸化は認められず、耐酸化コーティングとして機能することが確認できる。なお、これらのコーティングでは耐酸化層と耐拡散バリア層の2層で構成されているが、基本構成としてこれら2層のコーティングがあれば、各層の密着性を高めるために傾斜組成層が設けられて2層以上の多層コーティングとしてもよい。

30

### 【産業上の利用可能性】

#### 【0054】

本発明のタービン翼形部品の製造方法によれば、ロストワックス精密鋳造法によるタービン翼形部品の鋳造に、鋳ぐるみ法の利点を利用して中子を使ったタービン翼形部品の空洞形状内面へのコーティングとを組み合わせることで、耐酸化性複合被覆層をガスタービン動翼の冷却通路に製膜でき、当該冷却通路おける酸化損傷を防ぐことができ、ガスタービンやジェットエンジンのタービン動翼の製造に用いて好適である。

### 【符号の説明】

#### 【0055】

40

1 0、1 2、1 4 金型

1 6 造形空間

2 0 ワックス前駆体用空間（単結晶用試験片鋳造用）

2 2、3 2、5 2 試験片下部つかみ部

2 4、3 4、5 4 試験片上部つかみ部

2 6、3 6、5 6 伸び試験部

2 8、3 8 セレクタ部

2 9 充填ワックス

3 0 ワックス前駆体（単結晶用試験片鋳造用）

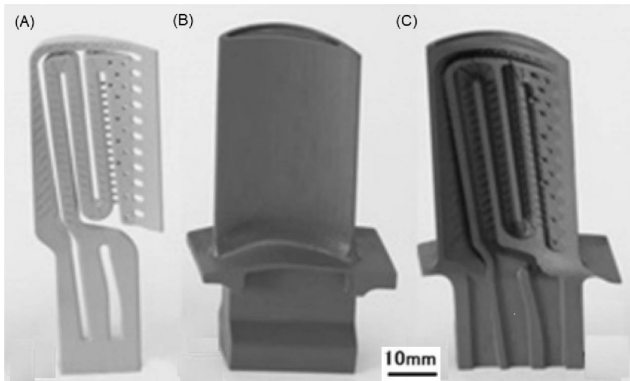
3 7 a、4 7 a、5 7 a 耐酸化性金属層（P t - I r）

50

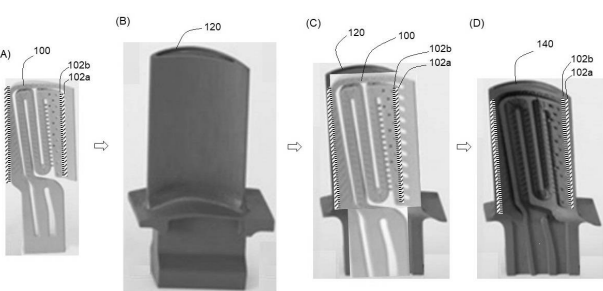
3 7 b、4 7 b、5 7 b 金属含有セラミック材料層（ $Al_2O_3 - (Pt, Ir)$ ）  
4 0 铸造用シェル（単結晶用試験片铸造用）  
4 1 溶湯注入用空間（単結晶用試験片铸造用）  
4 9 溶湯  
5 0 単結晶用試験片（中子）  
1 0 0 中子、複合被覆層付き中子  
1 1 0 ワックス前駆体  
1 2 0 铸造用シェル  
1 4 0 タービン翼形部品  
1 0 2 a、1 1 2 a 耐酸化性金属層（ $Pt - Ir$ ）  
1 0 2 b、1 1 2 b 金属含有セラミック材料層（ $Al_2O_3 - (Pt, Ir)$ ）

【図面】

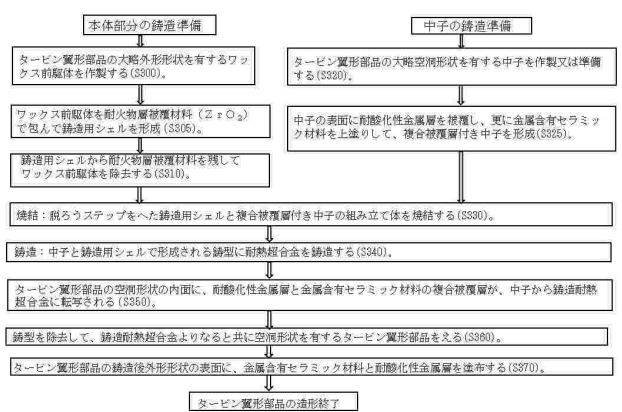
【図 1】



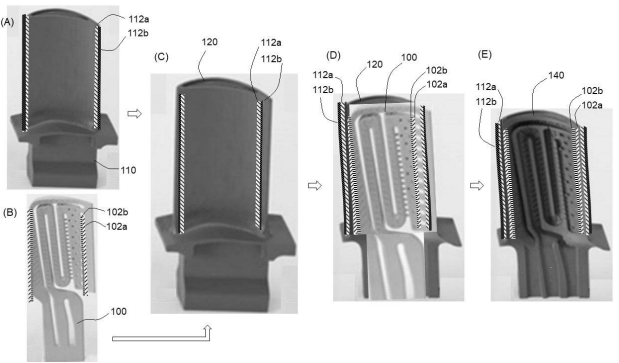
【図 2】



【図 3】

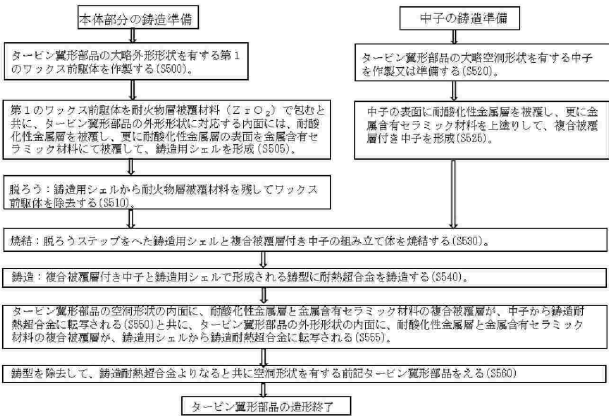


【図 4】

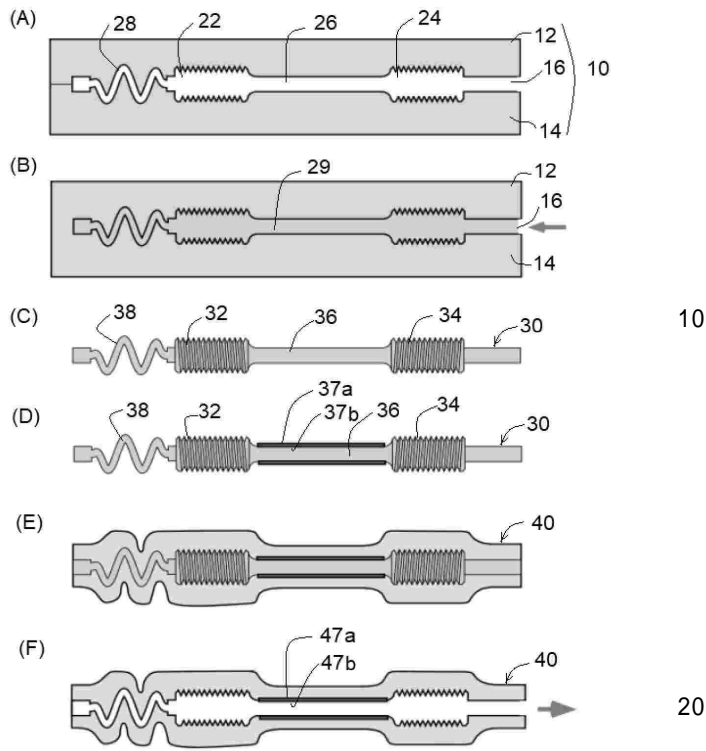




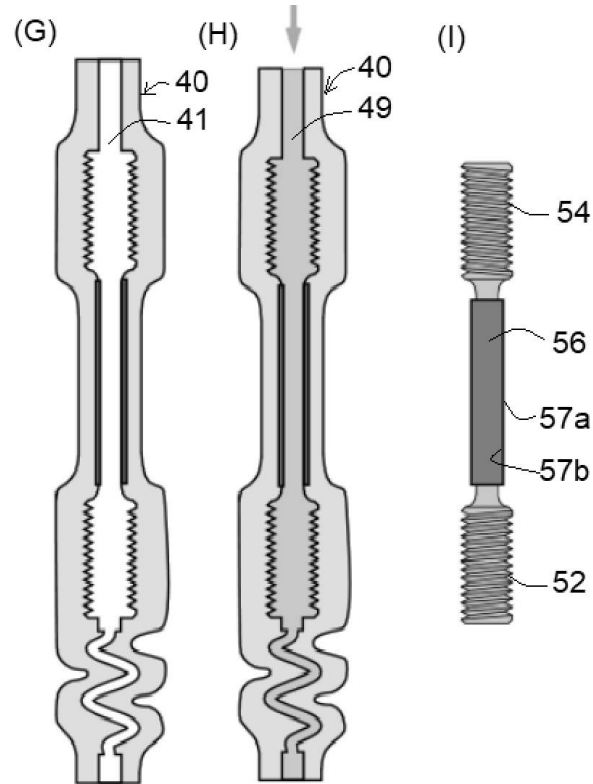
【図 5】



【図 6 A】



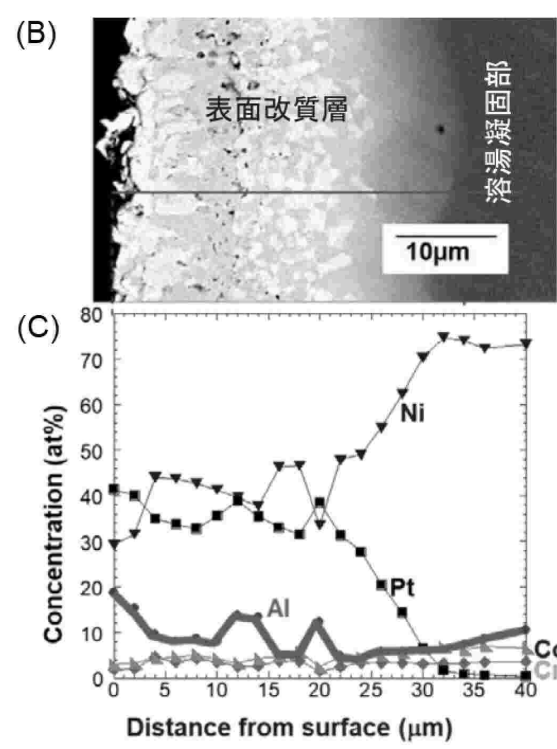
【図 6 B】



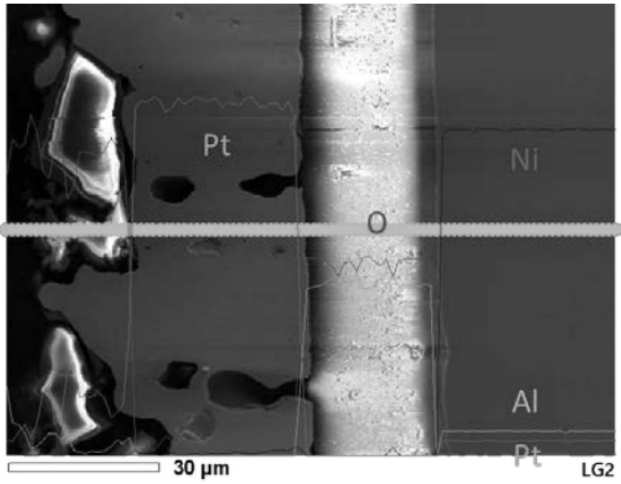
【図 7 A】



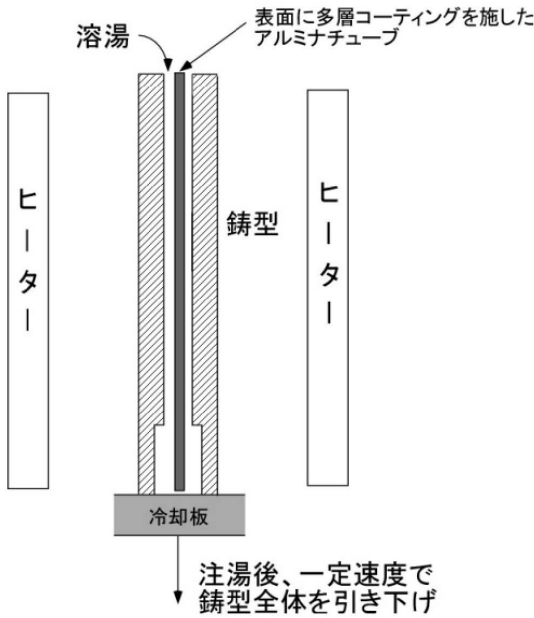
【 図 7 B 】



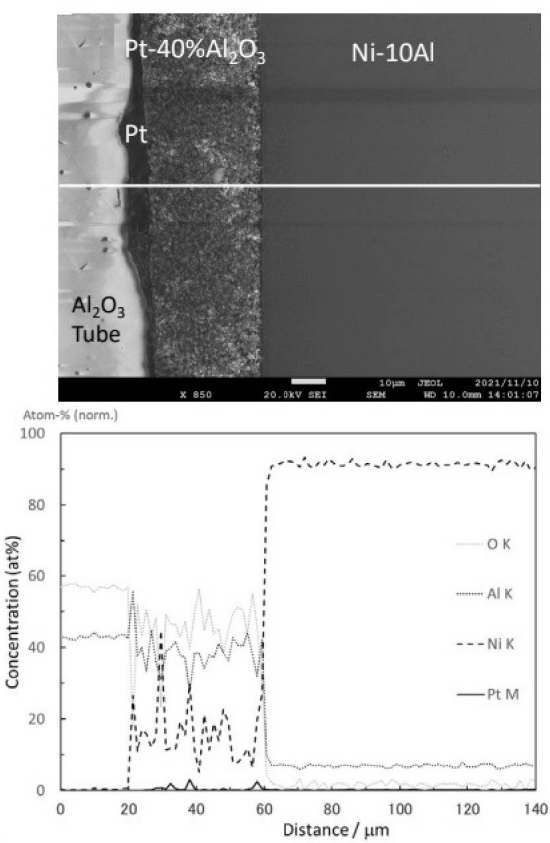
【 図 8 】



【 図 9 】



【 図 1 0 A 】



10

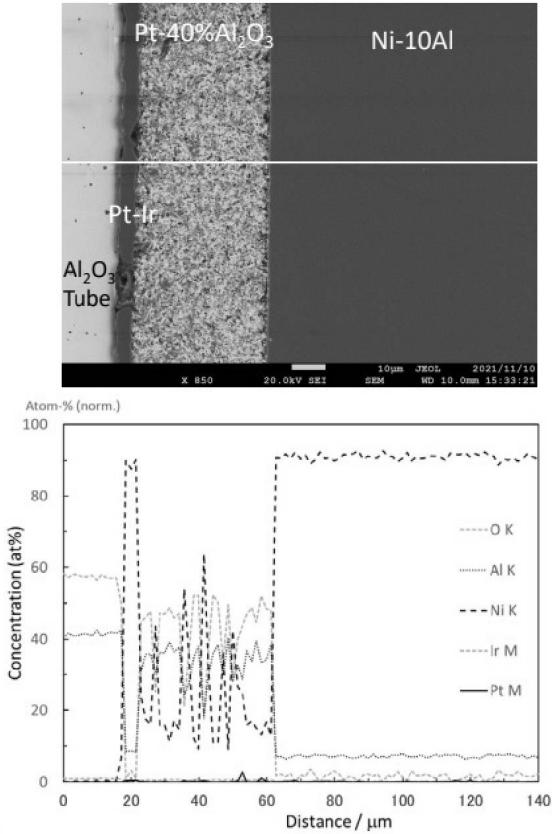
20

30

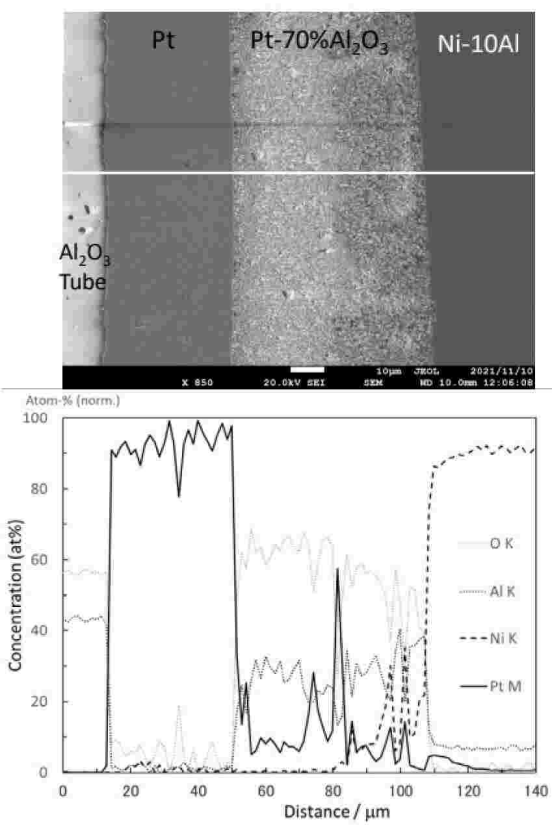
40

50

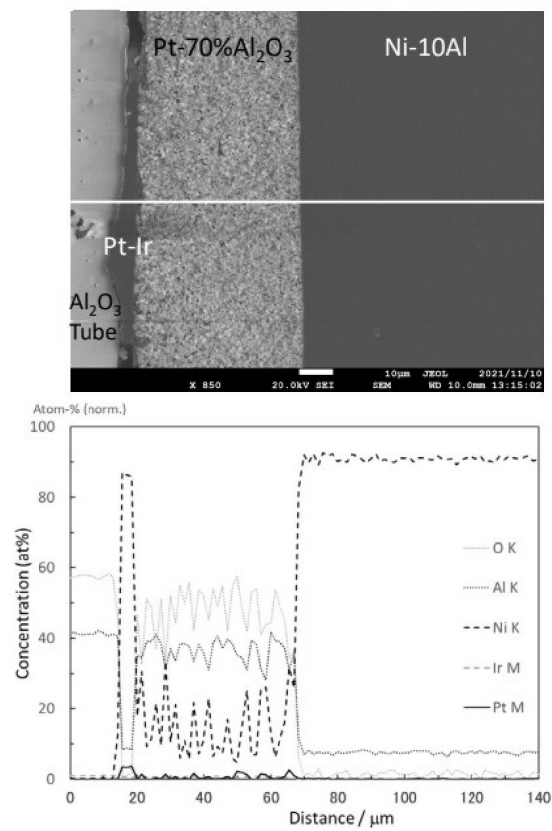
【 図 1 0 B 】



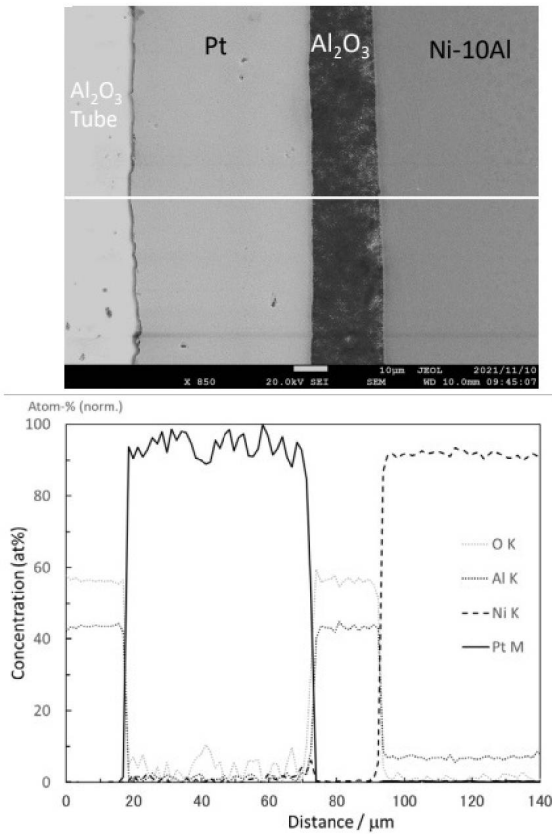
【 図 1 1 A 】



【 図 1 1 B 】



【 図 1 2 A 】



10

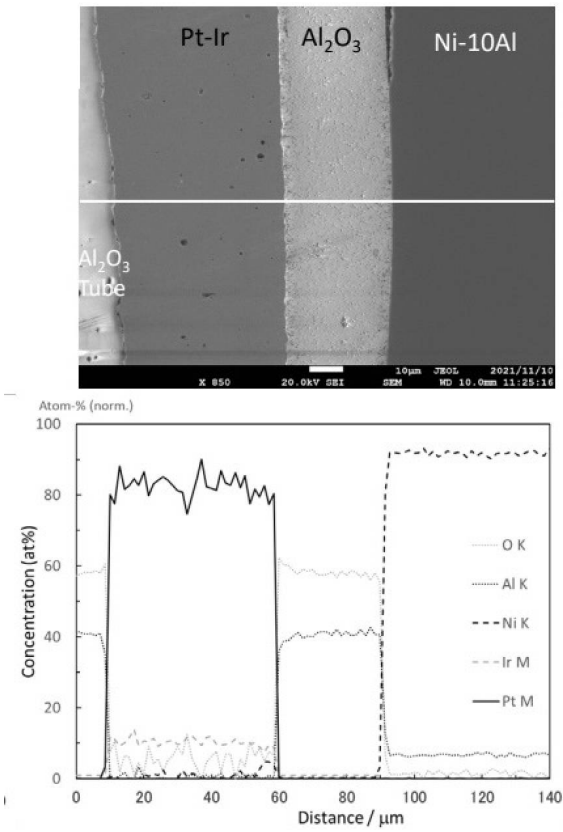
20

30

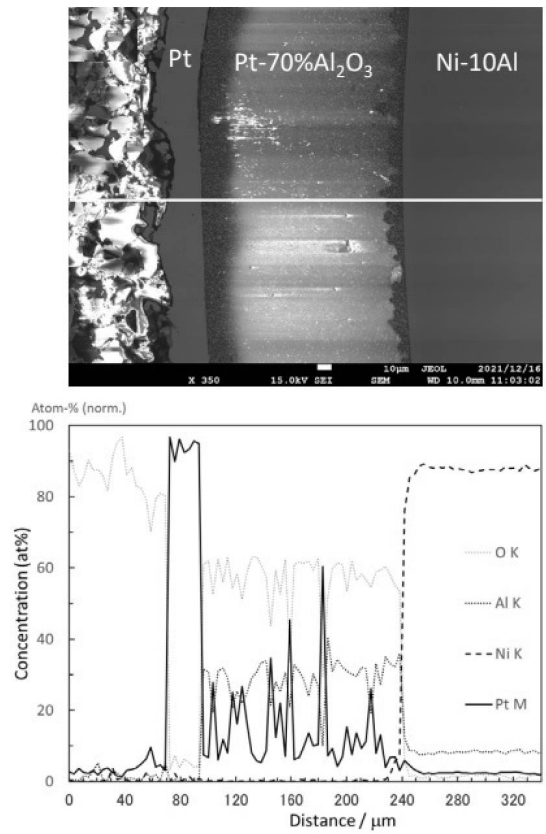
40

50

【図 1 2 B】



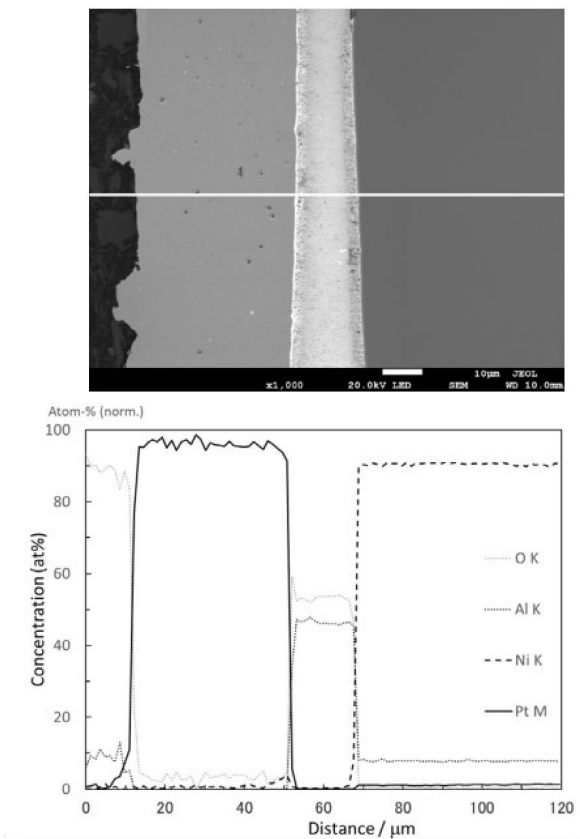
【図 1 3 A】



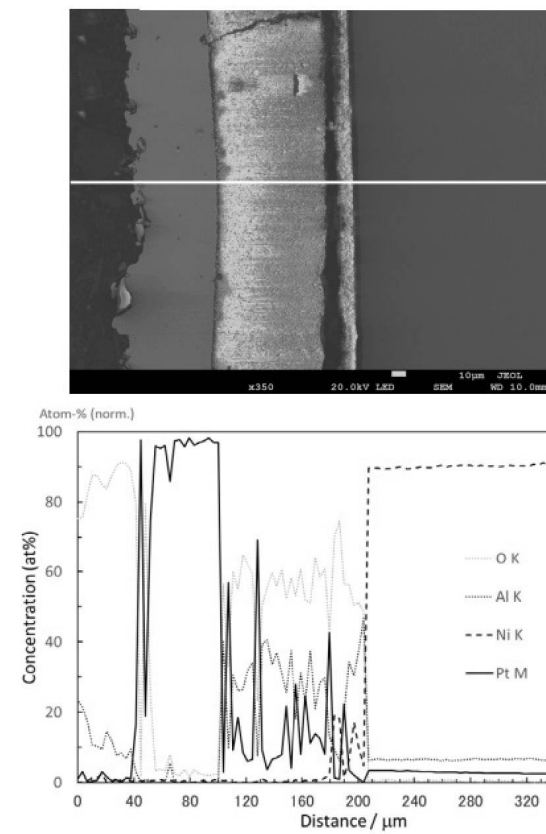
10

20

【図 1 3 B】



【図 1 4 A】

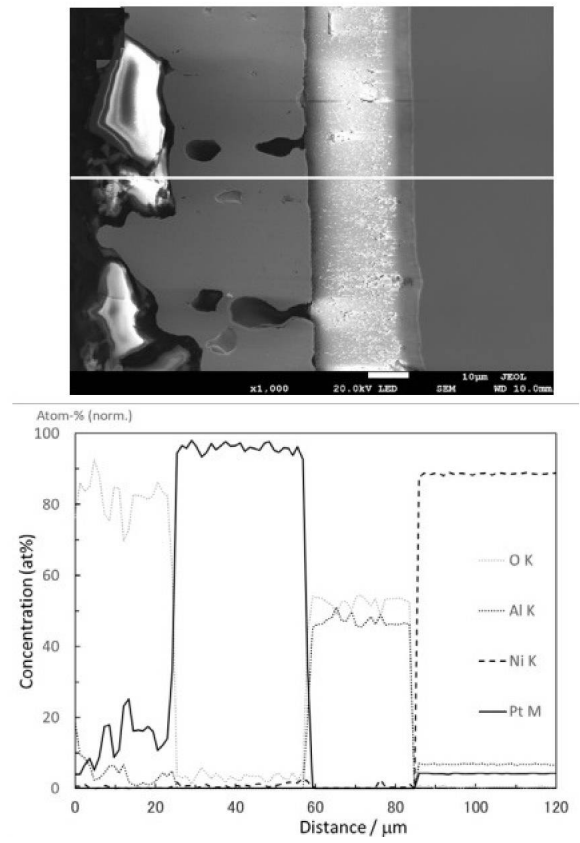


30

40

50

【 図 1 4 B 】



10

20

30

40

50

フロントページの続き

(51)国際特許分類	F I	テーマコード (参考)	
	B 2 2 C	9/04	C
	B 2 2 C	7/02	1 0 2
	F 0 2 C	7/00	D
	F 0 1 D	5/28	

- (72)発明者

高田 裕治

茨城県つくば市千現一丁目 2 番地 1 国立研究開発法人物質・材料研究機構内
- (72)発明者

江阪 久雄

茨城県つくば市千現一丁目 2 番地 1 国立研究開発法人物質・材料研究機構内
- F ターム (参考)

3G202 CA11

4E093 GA02 GA10 GB10 GB11 GC14 MB01 QB01