

論文 / 著書情報
Article / Book Information

題目(和文)	Fe-Cr-Ni-Nbオーステナイト系耐熱鋼における粒界Fe ₂ Nb Laves相の析出動力学と組織制御
Title(English)	Precipitation Kinetics and Microstructure Control of Fe ₂ Nb Laves Phase on Grain Boundaries in Fe-Cr-Ni-Nb Quaternary Austenitic Heat Resistant Steels
著者(和文)	高法剛
Author(English)	Fagang Gao
出典(和文)	学位:博士(工学), 学位授与機関:東京工業大学, 報告番号:甲第10302号, 授与年月日:2016年9月20日, 学位の種別:課程博士, 審査員:竹山 雅夫,小林 覚,史 蹟,村石 信二,上田 光敏
Citation(English)	Degree:., Conferring organization: Tokyo Institute of Technology, Report number:甲第10302号, Conferred date:2016/9/20, Degree Type:Course doctor, Examiner:,,,,,
学位種別(和文)	博士論文
Category(English)	Doctoral Thesis
種別(和文)	審査の要旨
Type(English)	Exam Summary

論文審査の要旨及び審査員

報告番号	甲第	号	学位申請者氏名	高 法剛	
論文審査 審査員		氏 名	職 名	氏 名	職 名
	主査	竹山雅夫	教授	村石 信二	准教授
	審査員	小林 寛	講師	上田 光敏	准教授
		史 蹟	教授		

論文審査の要旨 (2000 字程度)

本論文は、「Precipitation Kinetics and Microstructure Control of Fe₂Nb Laves Phase on Grain Boundaries in Fe-Cr-Ni-Nb Quaternary Austenitic Heat Resistant Steels」と題し、7章から構成されている。

第1章「General Introduction」では、東日本大震災以降の我が国の電力事情を述べ、火力発電プラントの発電効率の向上が喫緊の課題であること、そのためには973 K以上の蒸気温度における10万時間クリープ破断強度が100 MPa以上となるオーステナイト系耐熱鋼の開発が重要であることを述べている。その材料技術として、竹山らが提案した金属間化合物(Fe₂NbとNi₃Nb)相を強化相とする新たな700°C級のオーステナイト系耐熱鋼Fe-20Cr-30Ni-2Nb (at.%)が有望であり、その優れたクリープ強度がFe₂Nb Laves相による粒界析出に起因すること、また、この系の鋼の更なる許容温度(1073 K)の向上には、Nbを主構成元素とする2つの化合物相において粒界に析出するFe₂Nbの析出制御法の確立とそれを達成するための組成の最適化が重要であることを指摘し、本研究の意義及び目的について述べている。

第2章「Evaluation of Nb Supersaturation for the Precipitation of Grain-boundary Fe₂Nb Laves Phase」では、まず、Hasebeらが構築したFe-Cr-Ni-Nb 4元素の熱力学データベースに基づいて、 γ +Fe₂Nb+Ni₃Nb 3相共存領域とその温度依存性から、2種類の化合物相の体積率が1073 Kにおいて973 Kと等しくなる組成を計算し、モデル鋼としてFe-20Cr-35Ni-2.5Nb (at.%)を提案している。また、モデル鋼を用いて1073 Kにて最長3600 hまでの時効し、TTP図を構築するとともに、組織解析及び各相の組成分析を行い、3600 h時効材はほぼ平衡に達していること、Laves相は粒界及び粒内に析出すること、一方、Ni₃Nb相は粒内のみに析出し、粒界Laves相の被覆率 ρ は60%になることを示している。また、その析出に対するNbの過飽和度を算出する手法を提案し、合金のNbの全過飽和度1.5 at.%のうちFe₂Nb相の析出に使われる過飽和度は0.85 at.%、また、粒界Laves相の析出に対する過飽和度は0.35 at.%であることを明らかにしている。

第3章「Change in Nb Supersaturation for the Area Fraction of Grain-boundary Fe₂Nb Laves Phase」では、第2章での結果から、粒界Fe₂Nb相の析出に対するNbの過飽和度がNi及びNb濃度に依存することを指摘し、モデル鋼に対してNbを3 at.%及びNiを36 at.%にした鋼を準備し、第2章と同様の手法を用いてLaves相の粒界析出に対する過飽和度を求めている。その結果、0.5 at.%のNbの増加により、粒界Fe₂Nb相の過飽和度は0.2 at.%増加し、 ρ は80%となること、一方、1.0 at.%のNiの添加は粒内Ni₃Nb相の体積率の増加をもたらす、 ρ の増加には寄与しないことを見出している。これらの結果から、 ρ を100%とするには、少なくともその過飽和度を0.85 at.%とすべきであると提案している。

第4章「Effect of Nb Supersaturation on the Precipitation Kinetics of Grain-boundary Fe₂Nb Laves Phase」では、前章までの結果に基づいて、両化合物相の時効に伴う組織変化を解析し、両相の核生成と成長に及ぼす過飽和度の影響について調べている。その結果、まず粒界にFe₂Nb相が析出し、次に粒内に析出すること、その後、粒内にNi₃Nb相が準安定相として析出し、それが安定相へと変化することを見出している。また、Nb添加は、Fe₂Nb相の核生成の促進に、一方、Ni添加は、析出初期には粒界Lavesの核生成を促す効果はあるものの、結果的にはNi₃Nb相の核生成、成長を促進させ、Fe₂Nb相の ρ の増加には寄与しないことを見だしている。これらの結果から、粒界析出を促す4元素としての最適組成としてFe-20Cr-36Ni-3Nb (at.%)を提案している。

第5章「Nucleation and Growth Kinetics of Grain-boundary Fe₂Nb Laves Phase through 3D Analysis」では、Laves相の粒界析出に及ぼす粒界性格の影響を、核生成初期段階の1h時効材及び成長段階にある24 h時効材を用い、FIBを用いたslice & viewによる3次元組織観察と解析から調べている。その結果、低角粒界(<15°)および双晶界面でのFe₂Nb相の核生成は遅滞すること、一方、高角粒界では核生成が促進され、その形態には、約100 nmの粒状のLaves相が微細且つ高密度に生成してその形態が長時間維持される場合、および、数100 nmの粒子が比較的粗に分布してそれらが優先成長方位をもって成長する場合、の2種類が存在することを見だしている。これらの形態の違いは、粒界面と母相の{111}面との角度 θ に依存し、 θ が小さいほど後者になる傾向が強いこと、しかし、時効後期になると析出形態の粒界性格依存性は低減すると述べている。

第6章「Precipitation Control of Grain-boundary Fe₂Nb Laves Phase」では、前章までの結果に基づき、粒界Fe₂Nb相の析出を制御する指導原理を提案している。すなわち、1073 Kにおいて優れた強度を得るための理想組織は、平衡論の観点からは、全ての粒界がLaves相によって被覆され($\rho=100\%$)、粒内は時効硬化性のあるNi₃Nb相のみを析出させること、また、速度論の観点からは、まず、粒界にFe₂Nb相を析出させ、次に、粒内にNi₃Nb相を析出させることが望ましいと述べ、両相の析出に対するNbの過飽和度の効果に基づいて、Fe-20Cr-37Ni-3.5Nb (at.%)を提案している。

第7章「General Conclusions」では、本研究で得られた知見を総括している。

以上を要するに、本論文は、Nbを構成元素とする2種類の金属間化合物相強化型オーステナイト系耐熱鋼において、各相の粒界及び粒内の析出に対する過飽和度を平衡論及び速度論の観点から定量的に評価し、組織設計の指導原理を構築するとともに、その原理を用いて新たな鋼を提案したものであり、工学上並びに工業上貢献するところが大きい。よって本論文は博士(工学)の学位論文として十分な価値のあるものと認められる。