

論文 / 著書情報  
Article / Book Information

題目(和文)	Ni基合金における金属間化合物相の粒界析出制御
Title(English)	
著者(和文)	井田駿太郎
Author(English)	Shuntaro Ida
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10761号, 授与年月日:2018年3月26日, 学位の種別:課程博士, 審査員:竹山 雅夫,小林 覚,中村 吉男,藤居 俊之,村石 信二
Citation(English)	Degree:Doctor (Engineering), Conferring organization: Tokyo Institute of Technology, Report number:甲第10761号, Conferred date:2018/3/26, Degree Type:Course doctor, Examiner:,,,,,
学位種別(和文)	博士論文
Category(English)	Doctoral Thesis
種別(和文)	論文要旨
Type(English)	Summary

# 論文要旨

THESIS SUMMARY

専攻： Department of	材料工学	専攻	申請学位 (専攻分野)： Academic Degree Requested	博士 Doctor of	(工学)
学生氏名： Student's Name	井田駿太郎		指導教員 (主)： Academic Supervisor(main)	竹山雅夫	
			指導教員 (副)： Academic Supervisor (sub)	小林寛	

## 要旨 (和文 2000 字程度)

Thesis Summary (approx.2000 Japanese Characters)

本論文は「Ni 基合金における金属間化合物相の粒界析出制御」と題し、7 章から構成されている。第 1 章「緒論」では、環境負荷低減およびエネルギーの安定供給を実現するには高効率次世代火力発電の要素技術開発が喫緊の課題であり、その実現には新たな高性能耐熱 Ni 基合金が求められていることおよびその材料開発の現状と高強度化に対する考え方について述べている。しかし、Ni 基合金のさらなる高性能化には、従来の Ni<sub>3</sub>Al- $\gamma$ ' 相 (L1<sub>2</sub> 構造) による粒内析出ではなく、熱力学的に安定な TCP (Topologically Close-packed) 相および GCP (Geometrically Close-packed) 相という 2 種類の金属間化合物相の利用による新たな粒界組織設計が重要となることを指摘し、これらの粒界析出の原理を明らかにするには、Ni-Nb-M 3 元系状態図を用い、Ni<sub>3</sub>Nb (GCP) 相を固定した上で、Nb-M 2 元系および Ni-M 2 元系においてそれぞれ TCP 相を形成する Type I と Type II に分けて行う必要があることを述べた上で、本研究の意義、目的および構成を述べている。

第 2 章「Ni-Nb-Fe 3 元系における A1 相と平衡する D0<sub>a</sub> 相 (Ni<sub>3</sub>Nb) の粒界析出」では、これまでに構築した Ni-Nb-Fe 3 元系状態図に基づいてモデル合金 (Type I) を選定し、A1 (fcc Ni 固溶体) 母相からの Ni<sub>3</sub>Nb- $\delta$  相 (D0<sub>a</sub> 構造) の粒界析出挙動を調べている。その結果、D0<sub>a</sub> 相は粒界に優先的に核生成し、ノーズ温度以上では連続析出する一方、ノーズ温度以下では不連続析出することを見出し、D0<sub>a</sub> 相の粒界析出にはノーズ温度以上での時効が重要であることを述べている。しかし、ノーズ温度以上において粒界に核生成した D0<sub>a</sub> 相は粒内に板状に成長し、粒界毎の被覆率 ( $\rho$ ) は 30~100 % まで大きく変化し、その平均の被覆率 ( $\bar{\rho}$ ) は 70 % 程度であることを示している。 $\rho$  の大きな変化は、D0<sub>a</sub> 相が母相と結晶学的方位関係、( $\{111\}_{A1} // (010)_{D0a}, <\bar{1}10>_{A1} // [100]_{D0a}$ ) をもって成長し、その成長が析出に対する母相の晶癖面 ( $\{111\}_{A1}$ ) と粒界面とのなす角に依存するためであると推察している。以上の知見から、 $\bar{\rho}$  を増加させる手法として核生成のみを利用した多段階時効を試みた結果、 $\rho$  の変化は僅かに減少するものの、粒内への成長は抑制できず、 $\bar{\rho}$  の向上の効果は小さいと述べている。

第 3 章「Ni-Nb-Co 3 元系における A1/GCP/TCP 3 相間の相平衡」では、TCP 相の粒界析出挙動を調べる目的で、既報の文献から A1/C15 (TCP) 2 相域が存在する Ni-Nb-Co 3 元系モデル合金 (Type I) を選択したが、この系において A1 相は C15 相と平衡しないことを見出し、1473~1373 K における相平衡を再検討している。その結果、A1 相と平衡する TCP 相は Co-rich 側に存在する mC18 型構造の Co<sub>7</sub>Nb<sub>2</sub> 相となること、また、この系における GCP 相は D0<sub>a</sub> 相に加えて D0<sub>19</sub> 相 ((Co, Ni)<sub>3</sub>Nb) も存在することを新たに見出し、A1/mC18/D0<sub>19</sub> 3 相共存領域を特定している。

第 4 章「Ni-Nb-Co 3 元系における A1 相と平衡する TCP 相の粒界析出」では、前章の知見に基づいて、mC18 相のみが析出するモデル合金を Nb の過飽和度を考慮して選定し、mC18 相の粒界析出挙動を調べている。その結果、ノーズ温度以上において、mC18 相は粒界に優先的に核生成すること、また、さらに時効すると粒界析出相は粒内には成長せず、 $\bar{\rho}$  は 90% を超えること、一方、粒内では ( $\{111\}_{A1} // (001)_{mC18}, <\bar{1}10>_{A1} // [010]_{mC18}$ ) の方位関係をもってウィドマンステッテン状に析出することを見いだしている。粒界に核生成した mC18 相が、D0<sub>a</sub> 相とは異なり、粒内に向かって成長せず高い  $\bar{\rho}$  を示すのは、mC18 相の優先成長方位における母相との格子ミスフィットが 4.9% と D0<sub>a</sub> 相のそれ (0.7%) に比べて著しく大きく、粒内への成長に先んじて粒界に核生成するためであると推察している。

第 5 章「Ni-Nb-Co 3 元系における A1 相と平衡する GCP 相および TCP 相の粒界析出」では、3 章に

て得られた知見から、TCP および GCP 両相が析出するモデル合金を両相の析出に対する過飽和度が同じになるように選定してその析出挙動を調べ、各相が単独で析出する場合（第2章および第4章）と比較検討している。その結果、両相の析出はほぼ同時に生じ、D0<sub>19</sub>相は不連続析出により粒界から粒内に向かってラメラ状に、一方、mC18相は連続析出によって粒界上で核生成・成長し、前者の粒界での $\rho$ は低く、後者の粒界での $\rho$ は高く、それぞれ単独に析出する場合の特徴を有することを確認している。また、不連続析出した粒界での $\rho$ の低減は、D0<sub>19</sub>相の析出が非平衡タイラインに沿って生じることにより mC18相の析出のための Nb の過飽和度が大きく減少するためと推察している。

第6章「Ni 基合金における GCP 相および TCP 相を用いた粒界組織制御」では、前章で示した非平衡タイラインに沿った GCP 相析出の考え方の妥当性を検証する目的で、GCP 相の析出により TCP 相の過飽和度が増加するモデル系として、Ni-Nb-Cr 3 元系合金 (Type II) を選定し、両相の析出挙動を調べている。なお、この系では、A2 相を TCP 相とみなしている。その結果、まず粒界に優先的に核生成した D0<sub>a</sub>相および A2 相ともに粒内に成長せず、粒界毎の $\rho$ の変化は約 10%に抑制され、 $\bar{\rho}$ は 90%以上となることを明らかにし、非平衡タイラインに基づいた考え方の有用性を検証している。以上の知見から、GCP 相を強化相として用いる場合においても TCP 相の選択により両相を用いた粒界組織制御が可能であると述べている。

第7章「結論」では、各章で得られた知見を総括している。

以上要するに、本論文は、Ni 基合金における GCP 相および TCP 相の粒界における核生成、成長挙動を平衡論及び速度論の観点から調べ、これら金属間化合物相を用いた粒界析出制御の指針を見出したものであり、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。

備考：論文要旨は、和文 2000 字と英文 300 語を 1 部ずつ提出するか、もしくは英文 800 語を 1 部提出してください。

Note: Thesis Summary should be submitted in either a copy of 2000 Japanese Characters and 300 Words (English) or 1 copy of 800 Words (English).

注意：論文要旨は、東工大リサーチリポジトリ(T2R2)にてインターネット公表されますので、公表可能な範囲の内容で作成してください。

Attention: Thesis Summary will be published on Tokyo Tech Research Repository Website (T2R2).

(博士課程)  
Doctoral Program

## 論文要旨

THESIS SUMMARY

専攻 : Department of	材料工学	専攻	申請学位 (専攻分野) : Academic Degree Requested	博士 Doctor of	( 工学 )
学生氏名 : Student's Name	井田駿太郎		指導教員 (主) : Academic Supervisor(main)	竹山雅夫	
			指導教員 (副) : Academic Supervisor(sub)	小林寛	

要旨 (英文 300 語程度)

Thesis Summary (approx.300 English Words )

The objective of this study is to clarify the precipitation principle for GCP (Geometrically Close-packed) and TCP (Topologically Close-packed) phases on grain boundary (GB) in Ni-based alloys. The precipitation behavior of GCP and TCP phases are investigated using 2 types of Ni-Nb-M (M: Fe, Co, Cr) ternary system. GCP phase is fixed as the  $\delta$ -Ni<sub>3</sub>Nb phase with the D0<sub>a</sub> structure. Type I forms TCP phase in Nb-M binary system and Type II forms it in Ni-M binary system. In A1+D0<sub>a</sub> two phase region, the D0<sub>a</sub> phase nucleates on GB prior to grain interior (GI). It is difficult for the phase to cover the GB, because it grows towards GI with crystal orientation relationship with A1 phase ( $\{111\}_{A1} // (010)_{D0a}$ ,  $\langle 1\bar{1}0 \rangle_{A1} // [100]_{D0a}$ ) above the nose temperature and discontinuous precipitation takes place below the temperature. The area fraction on a GB ( $\rho$ ) changes from 30~100 % by GB and the average area fraction ( $\bar{\rho}$ ) reaches only 75 %. In the Ni-Nb-Co ternary system (Type I), it was found that the TCP phase in equilibrium with A1 phase is the Co<sub>7</sub>Nb<sub>2</sub> phase with *mC18* structure and the GCP phase in equilibrium with A1 phase is D0<sub>19</sub> phase ((Co, Ni)<sub>3</sub>Nb) together with D0<sub>a</sub> phase. In A1+*mC18* two phase region, the *mC18* nucleates on GB preferentially and don't grow toward GI although it precipitates with widmanstatten morphology with crystal orientation relationship ( $\{111\}_{A1} // (001)_{mC18}$ ,  $\langle 1\bar{1}0 \rangle_{A1} // [010]_{mC18}$ ) within GI. Then, the variation of  $\rho$  by GB becomes below 10 % and  $\bar{\rho}$  reaches above 90 %. On the other hand, the  $\rho$  on GB where GCP phase nucleates earlier than TCP phase decreases in the A1+*mC18*+D0<sub>19</sub> three-phase region. It is inferred that the supersaturation of Nb for *mC18* phase decreases by precipitation of D0<sub>19</sub> phase along non-equilibrium lie line. It is verified by using the Ni-Nb-Cr ternary system (Type II). Based on these results, the GB microstructure design principle for covering GB using both the TCP and GCP phases is proposed in the system where the supersaturation for TCP phase increases by precipitation of GCP phase.

備考 : 論文要旨は、和文 2000 字と英文 300 語を 1 部ずつ提出するか、もしくは英文 800 語を 1 部提出してください。

Note : Thesis Summary should be submitted in either a copy of 2000 Japanese Characters and 300 Words (English) or 1copy of 800 Words (English).

注意 : 論文要旨は、東工大リサーチリポジトリ(T2R2)にてインターネット公表されますので、公表可能な範囲の内容で作成してください。

Attention: Thesis Summary will be published on Tokyo Tech Research Repository Website (T2R2).