

鍛造 Fe-Ni 基合金 HR6W における時効析出挙動

井和丸 新^{1,*1} 久澤大夢² 寺田芳弘^{1,*2}

¹東京工業大学物質理工学院材料系

²徳島大学社会産業理工学研究部

J. Japan Inst. Met. Mater. Vol. 83, No. 1 (2019), pp. 30-35

© 2018 The Japan Institute of Metals and Materials

Precipitation Behavior of Wrought Fe-Ni-Based Alloy HR6W

Arata Iwamaru^{1,*1}, Hiromu Hisazawa² and Yoshihiro Terada^{1,*2}

¹Department of Materials Science and Engineering, School of Materials and Chemical Technology, Tokyo Institute of Technology, Yokohama 226-8502

²Graduate School of Technology, Industrial and Social Sciences, Tokushima University, Tokushima 770-8506

Age-hardening behavior of Fe-Ni-based alloy HR6W was investigated at the temperature range between 973 K and 1073 K. Two-step increase in hardness is detected for the alloy at each temperature; the first increase in hardness results from the precipitation of $M_{23}C_6$ phase and the second one corresponds to that of Laves phase. The TTP (time-temperature precipitation) diagram for the alloy is established based on the results of hardness measurement and microstructure observation, where the precipitation of Laves phase is slower than that of $M_{23}C_6$ phase by three orders of magnitude and the nose temperature of Laves phase is above 1073 K. The $M_{23}C_6$ phase precipitates with plate-like morphology along grain-boundaries at the early stage of aging, followed by the precipitation of Laves phase with granular morphology with increasing aging time. It is found that the $M_{23}C_6$ and Laves phases are aligned under stress condition, due to their precipitation on the dislocations introduced during creep deformation. [doi:10.2320/jinstmet.J2018046]

(Received September 3, 2018; Accepted October 29, 2018; Published November 30, 2018)

Keywords: iron-nickel-based alloy, age-hardening, microstructure, Laves phase, time-temperature precipitation (TTP) diagram

1. 緒 言

二酸化炭素の排出削減に代表される環境負荷低減の観点から、近年、石炭火力発電設備の高効率化が社会的に要請されている¹⁾。発電プラントにおけるエネルギー変換効率の向上は、ボイラーにおける蒸気温度および蒸気圧力の上昇によって達成される²⁾。蒸気温度を700℃以上に設定した先進超々臨界圧(Advanced Ultra-Supercritical: A-USC)火力発電プラントでは、高温クリープ特性および高温水蒸気酸化特性の観点から、ボイラー配管用部材として、従来使用に供されてきたフェライト系耐熱鋼およびオーステナイト系耐熱鋼を適用することが困難である³⁾。A-USCボイラー配管用候補材料として、近年、Ni基超合金^{4,5)}およびFe-Ni基合金⁶⁻⁸⁾が注目されている。このような社会的背景の中、優れた加工性を有する低コストのFe-Ni基合金HR6W(Ni-23Cr-7W-25Fe)が開発された^{9,10)}。そして、実環境における使用を想定して、HR6Wにおける高温強度特性¹¹⁾および高温酸化特性¹²⁾がこれまでに調査されてきた。

HR6Wの使用が想定されている700~800℃の温度領域に

おいて、 $M_{23}C_6$ 炭化物相およびLaves相が主要な平衡相として存在することが、熱力学的計算により推定されている¹³⁻¹⁵⁾。しかし、使用想定温度領域における両相の析出の速度論は、これまで十分に明らかにされていない。本研究では、Fe-Ni基合金HR6Wの時効析出挙動について、以下の三点を明らかにすることを目的とする。第一に、HR6Wの時効硬化挙動および時効組織変化を調査することにより、主要な析出相である $M_{23}C_6$ 炭化物相およびLaves相における析出の速度論を明らかにし、本合金におけるTTP(Time-temperature precipitation)図を確立する。第二に、結晶粒界近傍における析出組織を調査し、HR6Wの結晶粒界上における組織変化の特徴を明らかにする。そして第三に、HR6Wのクリープ試験材について析出組織を観察し、析出組織に及ぼす応力負荷の影響を明らかにする。

2. 実験方法

供試合金はFe-Ni基合金HR6Wであり、その合金組成をTable 1に示す。主要成分としてCr, FeおよびWがそれぞれ23.23, 23.00および7.81 mass%含まれており、これに加えてTiおよびNbが微量添加されている。なお、C濃度は0.08 mass%であり、Ni量は約44 mass%と見積もられる。本合金は、真空誘導溶解(Vacuum Induction Melting: VIM)にて50 kgのインゴットを溶製した後、1173~1423 Kにて熱間鍛

*1 東京工業大学大学院生、現在：日本精工(株)(Graduate Student, Tokyo Institute of Technology, Present address: NSK Ltd.)

*2 Corresponding author, E-mail: terada.y.ab@m.titech.ac.jp

Table 1 Chemical composition of HR6W used in this study (in mass%).

Alloy	Cr	Fe	W	Ti	Nb	Mn	Si	C	Ni
HR6W	23.23	23.00	7.81	0.10	0.19	1.02	0.19	0.08	bal.

造および熱間圧延を行い、厚さ 15 mm のピレットに加工した。作製したピレットに対し、1493 K/0.5 h の溶体化熱処理を行った後、973~1073 K にて 1~10000 h の時効熱処理を施した。なお、本溶体化熱処理を行った時、合金試料の結晶粒径は約 120 μm となる。硬さはマイクロピッカース硬度計により測定した。硬さの測定にあたって、測定荷重は 9.8 N、荷重保持時間は 10 s としている。溶体化熱処理材および時効熱処理材について各試料 7 点の測定を行い、最大値と最小値を除いた 5 点の平均値から硬さを求めた。なお、本研究ではいずれの試料においても、結晶粒内に圧痕を落とすように留意している。また、溶体化熱処理材からフルサイズのクリープ試験片を切出し、973 K/120 MPa にて引張クリープ試験を実施し 2872 h にて試験を中断した試料を受入材として入手した。

溶体化熱処理材、時効熱処理材およびクリープ中断材について、電界放出形走査電子顕微鏡(Field Emission-Scanning Electron Microscopy: FE-SEM) および透過型電子顕微鏡(Transmission Electron Microscopy: TEM) による組織観察を行った。FE-SEM を用いた組織観察にあたっては、埋込んだ試料について標準的な機械研磨を施した後、過飽和クロム酸リン酸溶液を用いて熱湯浴中にて電解腐食を行った。電解腐食中における電流値は 40 mA、腐食時間は 30 s としている。FE-SEM 観察では、加速電圧 15.0~20.0 kV にて二次電子像(Secondary Electron Image: SEI) を撮影した。透過型電子顕微鏡を用いた組織観察にあたっては、試料より薄膜を切出し、直径 3 mm の円盤状とした。機械研磨により厚さを 150 μm とした後、円盤状試料を 10 vol% 過塩素酸-90 vol% エチルアルコール混合溶液中にてツイングジェット式電解研磨装置により電解研磨した。なお、混合溶液を作製するにあたり、60% 過塩素酸を用いている。電解研磨条件は、温度 243 K にて研磨電流を約 20 mA としている。電解研磨により孔をあけた薄膜試料について、加速電圧 200 kV にて透過型電子顕微鏡による微細析出組織観察を行った。

3. 実験結果および考察

3.1 HR6W における時効硬化挙動

HR6W の時効硬化挙動を明らかにするために、マイクロピッカース硬度計により硬さを計測した。HR6W の時効温度 973 K および 1073 K における時効硬化曲線を Fig. 1 に示す。なお、各プロットは、測定において採用した 5 点の硬さデータの平均値であり、データの分布幅をエラーバーとして記している。時効熱処理を施す前の溶体化熱処理材における硬さは Hv 158 である。時効温度が低い 973 K の場合、時効時間が 3 h から 10 h の間において硬さの増加が開始し、300 h にてピーク硬さ Hv 205 を示した後、300 h 以上の長時間側

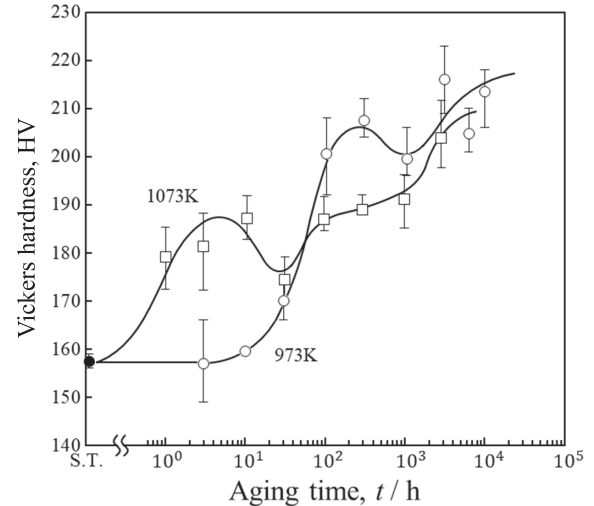


Fig. 1 Age-hardening behavior of HR6W at 973 and 1073 K.

では時効時間の増加に伴い硬さはわずかに減少し、1000 h において硬さは Hv 200 となる。さらに時効時間が増加すると硬さは再度上昇し、10000 h において硬さは Hv 213 となる。

時効温度が 1073 K と高まると、硬さの増加は 1 h 以下の短時間で開始し、4 h にてピーク硬さ Hv 187 を示した後、時効時間の増加に伴い硬さはいったん減少し、30 h において硬さは Hv 175 となる。時効時間の増加に伴い硬さは再度連続的に増加し、3000 h において硬さは Hv 203 となる。以上のように、HR6W における時効硬化曲線では、時効温度 973 K および 1073 K のいずれにおいても、短時間側と長時間側における二段階の硬さ増加が見られる。時効温度が高いほど、第一段階および第二段階の最大硬さは共に小さくなり、硬さの増加が生じる時間はいずれも短時間側に移行する。

3.2 結晶粒内の析出組織

時効硬化曲線において、硬さの増加は析出の開始に対応することが一般に知られている¹⁶⁾。HR6W の 1073 K における時効硬化曲線において、第一段階目のピーク硬さを示す 1073 K/3 h 時効材の SEM 二次電子像を Fig. 2 に示す。サイズが数十ナノメートル程度の非常に微細な粒状析出物が、粒内全面に均一に析出しているのが認められる。1073 K の時効硬化曲線において、第二段階目の硬さ増加を示す 1073 K/3000 h 時効材における SEM 二次電子像を Fig. 3 に示す。粒内に存在する粒状析出物のサイズは約 100 nm となり、これに加え長さ約 1~3 μm のロッド状析出物が新たに観察されるようになる。以上に示すように、HR6W の 1073 K 時効熱処理中には、短時間側において微細粒状析出物が最初に析出し、時効時間の増加に伴い微細粒状析出物の粒子サイズが増加し、長時間側においてロッド状析出物の析出が生じる。

HR6W の時効熱処理材において観察される微細粒状析出

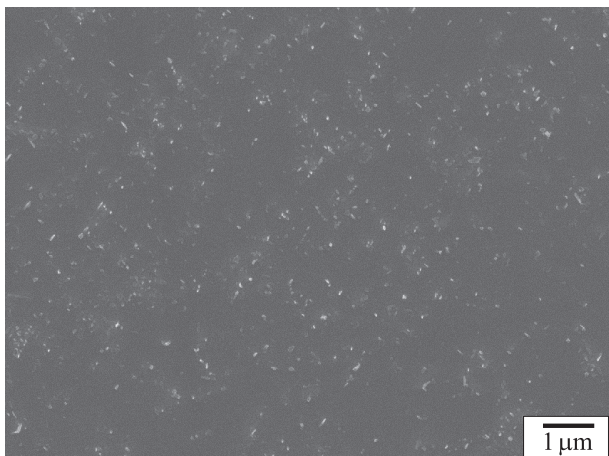


Fig. 2 SEM SEI of HR6W aged at 1073 K for 3 h.

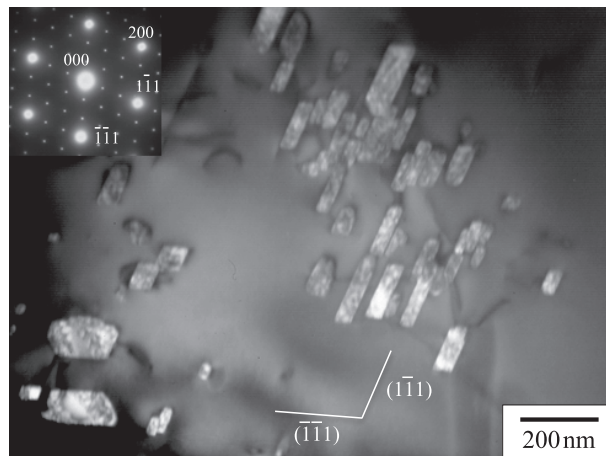


Fig. 4 TEM DFI of $M_{23}C_6$ carbides observed in HR6W aged at 1023 K for 10000 h, taken with $B = [011]$.

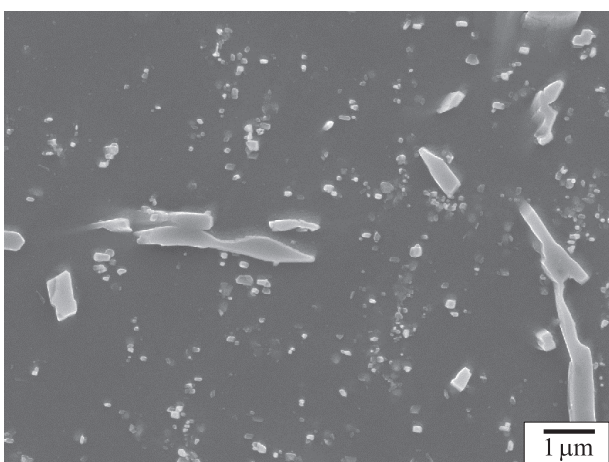


Fig. 3 SEM SEI of HR6W aged at 1073 K for 3000 h.

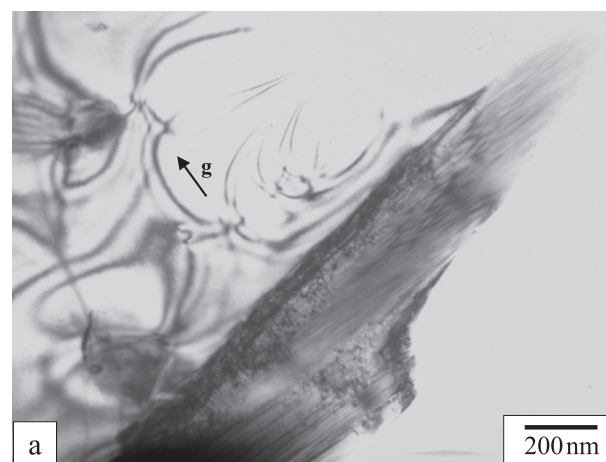


Fig. 5 TEM BFI (a) and corresponding SADP (b) of Laves phase observed in HR6W aged at 1023 K for 10000 h, taken with $B = [001]$ and $g = 200$. Schematic illustration of the SADP, together with the indices, is shown in (c).

物相およびロッド状析出物相について、透過型電子顕微鏡観察における電子回折図形から相同定を行った。微細粒状析出物相を十分に粗大化させた 1023 K/10000 h 時効材における TEM 暗視野像 (Dark Field Image: DFI) および制限視野回折図形 (Selected Area Diffraction Pattern: SADP) を Fig. 4 に示す。なお、電子線の入射ベクトルは母相 γ 相に対して $B = [011]$ としており、主な回折斑点に指数を付記している。本時効熱処理材において微細粒状析出物は長さ約 100 nm の直方体形状を呈する。また、微細粒状析出物相に由来する SADP の超格子反射から、以下の特徴が挙げられる。①母相/微細粒状析出物相の界面が γ 母相の $\{111\}$ 面上に位置する。②微細粒状析出物相の SADP は γ 母相のそれと相似であることから立方晶系の結晶構造を持ち、例えばこの相の $\{111\}$ 面は $\{111\}_\gamma$ と平行となる。③微細粒状析出物相に由来する回折斑点は、 γ 母相由来の回折斑点の三分の一の位置にあることから、微細粒状析出物相の格子定数は母相に対して 3 倍となる。これら三つの特徴は、 $M_{23}C_6$ 炭化物相が Ni 基超合金中に析出する際に観察される特徴と一致する^{17,18)}。この結果から、微細粒状析出物相は $M_{23}C_6$ 炭化物相であり、 γ 母相と $M_{23}C_6$ 炭化物相との間には、HR6W においても $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})_{M_{23}C_6} // (\bar{1}\bar{1}\bar{1})_\gamma$ および $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})_{M_{23}C_6} // (\bar{1}\bar{1}\bar{1})_\gamma$ の結晶方位関係があるものといえる¹⁹⁾。

ロッド状析出物における TEM 明視野像 (Bright Field Image: BFI) を SADP と共に Fig. 5 に示す。SADP を得るにあたり γ 母相の情報を極力含まないようにするために、TEM 薄膜試料の孔に突き出て存在するロッド状析出物に着目して観察を行った (Fig. 5(a))。電子線の入射ベクトルは $B = [001]$ であり (Fig. 5(b))、SADP 中における回折斑点の指数をあわせて示している (Fig. 5(c))。明視野像においてロッド状析出物の内部には、特徴的な積層欠陥が数多く認められる。これと対応して、SADP 中にはロッド状析出物相に由来する回折斑点において、積層欠陥に垂直な方向へのストリークが明確に見られる。この特徴は、高 Cr フェライト鋼中に析出する C14- Fe_2W 相の特徴と同一である^{20,21)}。この結果および指数付け

の結果から、HR6W の時効熱処理中に析出するロッド状析出物相は六方晶の結晶構造を有する C14-Laves 相であると同定される。なお、この指数付けに基づく fcc- γ 母相と C14-Laves 析出相の結晶学的方位関係は、 $(110)_\gamma // (0001)_{C14}$ および $[100]_\gamma // [\bar{1}100]_{C14}$ となる。

Fig. 1 に示す時効温度 973~1073 K における時効硬化曲線より、 $M_{23}C_6$ 炭化物相および Laves 相の析出開始時間を読み取り、これを 1023 K における結果と共に TTP 図として整理したものを Fig. 6 に示す。なお、硬さの増加が生じる時点を、析出の開始と判断している。また、Fig. 6 中には、各時効熱処理条件における析出物相の観察結果を示すプロットもあわせて記している。 $M_{23}C_6$ 炭化物相の析出開始時間は、時効温度 1073 K および 1023 K において 1 h 以下の短時間となる。時効温度の低下に伴い $M_{23}C_6$ 炭化物相の析出開始時間は長時間側にシフトし、本研究において最も温度の低い 973 K において析出の開始は 3 h と 10 h の間となる。これに対し、Laves 相の析出開始時間は 973 K において 1000 h と 3000 h の間となり、時効温度の上昇に伴い析出の開始が早まり 1073 K では 30 h と 100 h の間となる。なお、時効熱処理条件 1073 K/100 h および 1023 K/300 h では、Laves 相の析出開始直後の条件であるため、組織観察において Laves 相が明確に観察され難かったものと推察される。

以上の結果から、本研究において実験を行った 973~1073 K の時効温度において、Laves 相の析出開始は $M_{23}C_6$ 炭化物相の析出開始に比べ約 3 桁遅く、Laves 相の C 曲線におけるノーズ温度は 1073 K よりも高温に位置するものと考えられる。なお、Fig. 1 に示した 1073 K における時効硬化曲線では、1000 h と 3000 h の間で硬さの顕著な増加が認められる。これは、 $M_{23}C_6$ 炭化物相および Laves 相に続く第三番目の相の析出を示唆しているものと考えられるが、1073 K/3000 h 時効熱処理材 (Fig. 3) において、第三番目の析出相は観察されていない。本合金において、 $M_{23}C_6$ 炭化物相および Laves 相の析出のノーズ温度を明確化することは、今後の課題であるといえる。

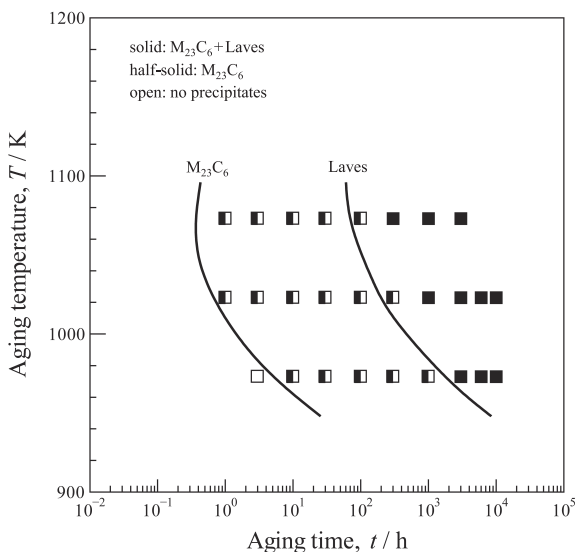


Fig. 6 TTP diagram of HR6W, showing the precipitation start time of the $M_{23}C_6$ and Laves phases in the matrix phase.

3.3 結晶粒界近傍における組織変化

前節では、HR6W 時効熱処理材の結晶粒内におけるピッカース硬さおよび析出組織を調査し、本合金における TTP 図を明らかにした。本節では、HR6W 時効熱処理材の結晶粒界近傍における組織変化を調査することとする。HR6W の 1073 K における時効硬化曲線において、第一段階目のピーク硬さを示す時効熱処理条件である 1073 K/3 h 時効材の粒界近傍における SEM 二次電子像を Fig. 7 に示す。同一時効熱処理材の結晶粒内 (Fig. 2) では、微細 $M_{23}C_6$ 炭化物相が粒内全面で認められるものの、その析出密度は小さい。これに対し、Fig. 7 に示す結晶粒界近傍では、長さ約 2 μm の析出物が粒界に沿って析出し、結晶粒界に隣接した領域では粒子径 100 nm 程度の微細粒状 $M_{23}C_6$ 炭化物相が高密度に析出している。結晶粒界とその近傍では、結晶粒内に比べ $M_{23}C_6$ 炭化物相が早期に析出するものと考えられる。 $M_{23}C_6$ 炭化物相の析出初期に対応する 973 K/10 h 時効材における、結晶粒界上に位置する $M_{23}C_6$ 炭化物相の TEM 暗視野像を Fig. 8 に示す。なお、電子線の入射方向は $\mathbf{B} = [001]$ としている。結晶粒界上の $M_{23}C_6$ 炭化物相は、析出初期において、結晶粒界を被覆するように平盤状に析出することが見て取れる。

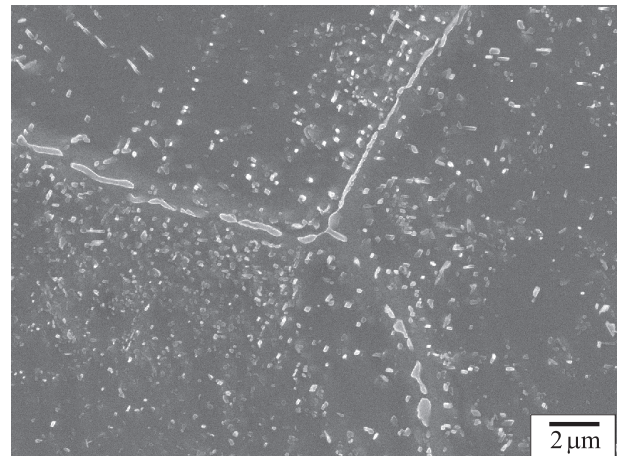


Fig. 7 SEM SEI around grain-boundaries of HR6W aged at 1073 K for 3 h.

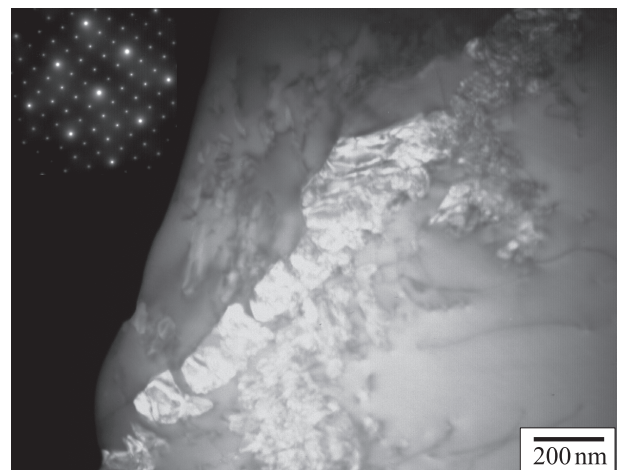


Fig. 8 TEM DFI of $M_{23}C_6$ precipitates at grain-boundaries of HR6W aged at 973 K for 10 h, taken with $\mathbf{B} = [001]$.

結晶粒界上に析出した $M_{23}C_6$ 炭化物相が、粒界を挟みいづれかの結晶粒に対して結晶方位関係を有しているか否かについて調査を行った。Fig. 8 に示した TEM 暗視野像に対し、時効時間をわずかに延長した 973 K/30 h 時効熱処理材における結晶粒界近傍の TEM 明視野像を Fig. 9 に示す。あわせて示す SADP は、結晶粒界のごく近傍において得られたものである。Fig. 9(a) および (b) は同一の視野であり、結晶粒界を挟んで上側 (a) および下側 (b) の結晶粒に対し、それぞれ晶帯軸をあわせて撮影した。なお、Fig. 9(a) における上側の結晶粒に対する電子線の入射ベクトルは $\mathbf{B} = [001]$ 、回折ベクトルは $\mathbf{g} = 200$ であり、Fig. 9(b) では下側の結晶粒に対し $\mathbf{B} = [\bar{1}10]$ 、 $\mathbf{g} = 111$ としている。上下いずれの結晶粒においても、粒界近傍にて多くの転位および $M_{23}C_6$ 炭化物相が認められる。各 SADP から、いずれの結晶粒においても、 $M_{23}C_6$ 炭化物相は母相に対して整合に析出していることが見て取れる。ここで、Fig. 9(a) および (b) において赤い矢印にて示すように、結晶粒界から結晶粒内へと伸長した形状の $M_{23}C_6$ 炭化物相が認められる一方、Fig. 9(b) 中の青い矢印にて示すように、結晶粒界に沿って平盤状の形態を有する $M_{23}C_6$ 炭化物相も認められる。以上の結果から、結晶粒界に析出する $M_{23}C_6$ 炭化物相は、一方の結晶粒と整合に析出し、整合した結晶粒の方向にのみ成長するものと推察される。

本研究において実施した時効熱処理の中で、最も高温でその最長時間である 1073 K/3000 h 時効材における、結晶粒界

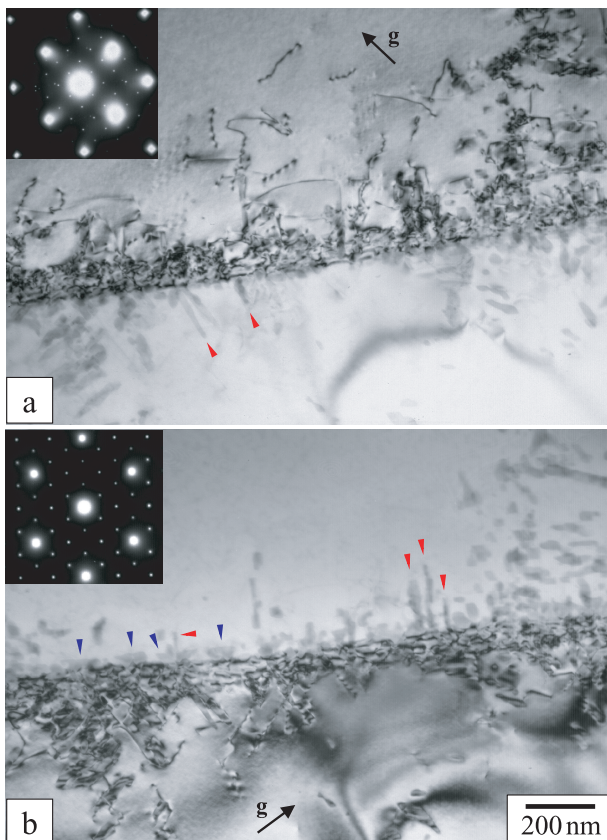


Fig. 9 TEM BFI of $M_{23}C_6$ precipitates around grain-boundaries of HR6W aged at 973 K for 30 h, taken with $\mathbf{B} = [001]$, $\mathbf{g} = 200$ (a) and $\mathbf{B} = [\bar{1}10]$, $\mathbf{g} = 111$ (b). Red arrowheads indicate the $M_{23}C_6$ precipitates within grains, while blue arrowheads are the $M_{23}C_6$ precipitates at grain-boundaries.

近傍の SEM 二次電子像を Fig. 10 に示す。Fig. 10 において黄色い矢印にて示した箇所は、結晶粒界に沿って平盤形状が維持されているのに対し、赤い矢印にて示す隣接する結晶粒界上析出物の形態は塊状となる。すなわち、HR6W の結晶粒界上では、時効熱処理初期において $M_{23}C_6$ 炭化物相が結晶粒界に沿って平盤状に析出し、時効時間の増加に伴い $M_{23}C_6$ 炭化物相に隣接して Laves 相が析出する。この時、 $M_{23}C_6$ 炭化物相は平盤形状を維持するのに対し、後から析出した Laves 相は塊状となるため、結晶粒界上では平盤状析出物と塊状析出物が混在するものと考えられる。

3.4 時効析出組織に及ぼす応力負荷の影響

HR6W の時効析出組織に及ぼす応力負荷の影響を明らかにするために、973 K/120 MPa のクリープ試験における試験中断材について組織観察を行った。クリープ中断時間 2872 h における SEM 二次電子像を Fig. 11 に示す。なお、HR6W の TTP 図 (Fig. 6) によると、973 K/2872 h の時効熱処理条件では $M_{23}C_6$ 炭化物相および Laves 相の両者が析出しているものと推定される。Fig. 11 において、平行な線状に析出が見ることが見て取れる。これは、クリープ変形により導入され

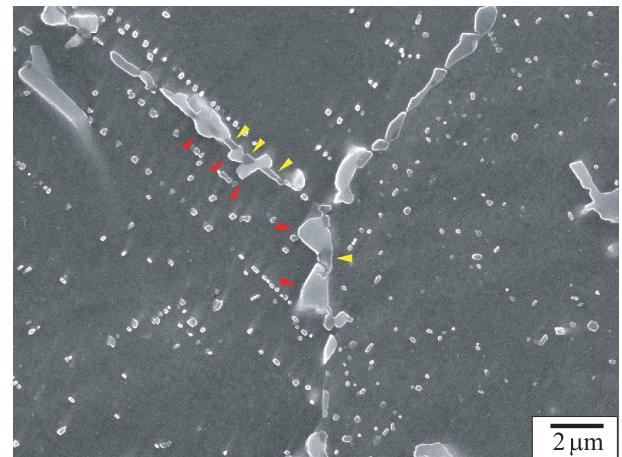


Fig. 10 SEM SEI around grain-boundaries of HR6W aged at 1073 K for 3000 h. Grain-boundary precipitates consist of the plate-like region (yellow arrowheads) and granular-shaped region (red arrowheads).



Fig. 11 SEM SEI of HR6W creep-interrupted at 973 K/120 MPa for 2872 h.

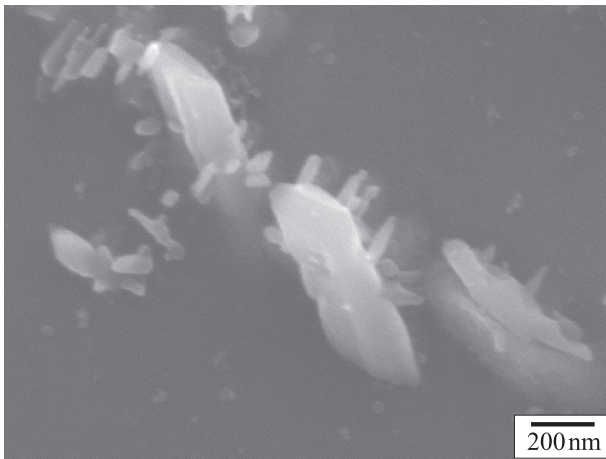


Fig. 12 Magnified view of intra-granular precipitates observed in HR6W creep-interrupted at 973 K/120 MPa for 2872 h.

た転位が析出サイトとして有効に働くことを示唆している。線状に析出した析出物を拡大して観察した時の二次電子像を Fig. 12 に示す。線状に析出している析出物を高倍率にて観察すると、長さ約 100 nm の微細粒状の析出物と、長さ約 600 nm の粗大ロッド状の析出物の二種類が互いに隣接していることが見て取れる。各析出物相のサイズおよび形態の特徴から、微細粒状析出物は $M_{23}C_6$ 炭化物相であり、粗大ロッド状析出物は Laves 相であるものと推察される。

クリープ中断材において、 $M_{23}C_6$ 炭化物相と Laves 相が互いに隣接して線状に析出する理由として以下の析出プロセスが考えられる。まず、①クリープ変形により結晶粒内に転位が導入される。このとき導入される複数の転位は同一の転位源から発生するため、転位は同一すべり面上に位置し互いに平行となる。つぎに、②短時間において $M_{23}C_6$ 炭化物相が転位上に析出し、 $M_{23}C_6$ 炭化物相のピン留めにより転位のすべり運動は停止する。ここで HR6W では、③ $M_{23}C_6$ 炭化物相中における W 濃度が高く¹³⁾、 $M_{23}C_6$ 炭化物相の成長および粗大化に伴い、炭化物相中に含まれる W の総量は増加する。④ Laves 相は転位上に析出し、 $M_{23}C_6$ 炭化物相中の W を取り込みながら成長粗大化する。以上の四つの段階を経ることによって、クリープ変形材では微細な $M_{23}C_6$ 炭化物相と粗大な Laves 相が互いに隣接して線状に析出するものと考えられる。

4. 結 言

Fe-Ni 基合金 HR6W の 973~1073 K 時効熱処理材およびクリープ中断材について、硬さ測定および微細組織観察を行った。本研究において得られた結果を以下に総括する。

(1) HR6W における時効硬化曲線では、時効温度 973~1073 K において、短時間側と長時間側における二段階の硬さ増加が見られる。時効硬化曲線における短時間側の硬さ増加は $M_{23}C_6$ 炭化物相の析出に対応し、長時間側の硬さ増加は Laves 相の析出に対応する。 $M_{23}C_6$ 炭化物相は直方体の形状を呈し、 γ 母相と $M_{23}C_6$ 炭化物相との界面は $\{111\}_\gamma$ 面に平行となる。Laves 相はロッド状の形状を示し、析出相内部に高密度の積層欠陥を含んでいる。

(2) HR6W における TTP 図を作成した。 $M_{23}C_6$ 炭化物相

の析出開始線は短時間側に位置するのに対し、Laves 相の析出開始線は $M_{23}C_6$ 炭化物相に比べ約 3 桁長時間側に位置する。Laves 相の C 曲線におけるノーズ温度は、1073 K よりも高温側に位置する。

(3) 結晶粒界上において $M_{23}C_6$ 炭化物相は、結晶粒界に沿うように平盤状に析出し、析出の開始は結晶粒内に比べ早期に生じる。時効時間の増加に伴い、結晶粒界上では Laves 相の析出が生じ、粒界上析出物は平盤状のものと塊状のものが混在する。

(4) クリープ中断材において、微細な $M_{23}C_6$ 炭化物相と粗大な Laves 相は隣接して線状に析出する。これは、クリープ変形により導入された転位上にまず $M_{23}C_6$ 炭化物相が析出して転位をピン留めし、その後、Laves 相が転位上に析出して $M_{23}C_6$ 炭化物相中の W を取り込みながら成長粗大化するためである。

本研究にて使用した合金試料は新日鐵住金株式会社にて作製されたものであり、同社より試料の提供を受けていることを明記すると共に厚く御礼申し上げます。本研究を進めるにあたり株式会社 IHI の久布白圭司氏に多大な御協力を頂いており、ここに御礼申し上げます。また、電子顕微鏡観察にあたり東京工業大学尾中晋教授、木村好里教授、金沢大学宮嶋陽司准教授に御協力頂いており、ここに感謝の意を表します。

文 献

- 1) D. Gandy and J. Shingledecker: *Advances in Materials Technology for Fossil Power Plants*, (ASM International, Materials Park, OH, 2014).
- 2) R. Viswanathan, J. F. Henry, J. Tanzosh, G. Stanko, J. Shingledecker, B. Vitalis and R. Purgert: *J. Mater. Eng. Perform.* **14** (2005) 281-292.
- 3) T. Ito, S. Yamasaki, M. Mitsuhashi, H. Nakashima, M. Nishida and M. Yonemura: *Tetsu-to-Hagané* **103** (2017) 434-442.
- 4) Q. Wu, H. Song, R. W. Swindeman, J. P. Shingledecker and V. K. Vasudevan: *Metall. Mater. Trans. A* **39** (2008) 2569-2585.
- 5) J. P. Shingledecker and G. M. Pharr: *Metall. Mater. Trans. A* **43** (2012) 1902-1910.
- 6) Z. H. Zhong, Y. F. Gu, Y. Yuan and Z. Shi: *Mater. Lett.* **109** (2013) 38-41.
- 7) F. Sun, Y. F. Gu, J. B. Yan, Z. H. Zhong and M. Yuyama: *Acta Mater.* **102** (2016) 70-78.
- 8) J. Yan, Y. Gu, H. Li, F. Yang, Y. Yuan, P. Zhang, X. Zhao, Y. Dang and Z. Yang: *Metall. Mater. Trans. A* **49** (2018) 1561-1570.
- 9) Y. Sawaragi, Y. Hayase and K. Yoshizawa: *Proc. of the Intern. Conf. on Stainless Steels (Stainless Steels '91)* (The Iron and Steel Institute of Japan, Tokyo, 1991) pp. 633-639.
- 10) Y. Sawaragi, M. Igarashi, H. Okada and H. Semba: *Report of the 123rd Committee on Heat-Resisting Materials and Alloys (JSPS)* **50** (2009) 331-345.
- 11) K. Nomura, K. Kubushiro, H. Nakagawa and Y. Murata: *J. Japan Inst. Met. Mater.* **79** (2015) 348-355.
- 12) B. Koscielniak, G. Smola, Z. Grzesik and A. Hernas: *High Temp. Mater. Process.* **37** (4) (2018) 341-350.
- 13) J. P. Shingledecker and N. D. Evans: *Int. J. Pressure Vessels Piping* **87** (2010) 345-350.
- 14) T. Tokairin, K. V. Dahl, H. K. Danielsen, F. B. Grumsen, T. Sato and J. Hald: *Mater. Sci. Eng. A* **565** (2013) 285-291.
- 15) H. Semba and H. Okada: *Materia Japan* **55** (2016) 453-456.
- 16) R. C. Reed: *The Superalloys, Fundamentals and Applications*, (Cambridge University Press, Cambridge, 2006).
- 17) H. Li, S. Xia, B. Zhou and J. Peng: *Mater. Charact.* **81** (2013) 1-6.
- 18) W. Sun, X. Qin, J. Guo, L. Lou and L. Zhou: *Mater. Design* **69** (2015) 70-80.
- 19) Z. Xu, Z. Ding and B. Liang: *Metall. Mater. Trans. A* **49** (2018) 836-841.
- 20) Q. Li: *Metall. Mater. Trans. A* **37** (2006) 89-97.
- 21) O. Prat, J. Garcia, D. Rojas, G. Sauthoff and G. Inden: *Intermetallics* **32** (2013) 362-372.