

令和元年6月11日現在

機関番号：12608

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2015～2018

課題番号：15K06496

研究課題名(和文) 共析反応を利用したラーベス相の析出制御技術に基づくフェライト系耐熱鋼の強化法構築

研究課題名(英文) Control of Laves Phase Precipitation Using Eutectoid Type Reaction for Strengthening Creep Resistant Ferritic Steels

研究代表者

小林 覚 (Satoru, Kobayashi)

東京工業大学・物質理工学院・准教授

研究者番号：60455847

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,800,000円

研究成果の概要(和文)：当該研究では、フェライト相の共析型分解反応を利用したLaves相の析出制御技術に基づいたフェライト系耐熱鋼の新たな強化法の構築を目指し、以下の成果を得た：(1)本反応経路においてLaves相の微細析出を可能とする相界面析出を生じさせるための金属学的手法を得た。(2)相界面析出により形成されるLaves相の微細分散により、組織の回復に対する抵抗の増加を通じて、高温低応力側条件におけるクリープ寿命が向上する。

研究成果の学術的意義や社会的意義

本研究は従来とは異なる新たな金属学的手法によりフェライト系耐熱鋼を強化する技術基盤の構築を目指した研究であり、得られた成果は金属材料の高温強化法の開発及び機構解明において役立つとともに、火力発電プラント等の熱機関の高効率化、長寿命化技術への発展が期待される。

研究成果の概要(英文)：We aim at strengthening creep resistant ferritic steels by controlling precipitation of Laves phase along the eutectoid type reaction path of delta ferrite phase, and have obtained the following results: (1) we have found a metallurgical way to have fine distribution of Laves phase through interphase precipitation, (2) we have found that the creep life improves at relatively low stress/high temperature conditions by introducing fine distribution of Laves phase through interphase precipitation, probably because of the increase in the resistance for the recovery and recrystallization against creep deformation.

研究分野：耐熱合金の組織制御

キーワード：組織制御 析出 状態図 回復・再結晶

様式 C - 19, F - 19 - 1, Z - 19, CK - 19 (共通)

### 1. 研究開始当初の背景

フェライト系耐熱鋼は、その優れたクリープ強度等のため、火力発電プラント等における高温高圧部材として広く使用されている。火力発電の効率化の要求に対し、その蒸気条件は年々高温高圧化し、それに伴いフェライト系耐熱鋼のクリープ強度が改良されてきた。現在、最高のクリープ強度を有するフェライト系耐熱鋼は、9~12重量%のCrを含む焼戻しマルテンサイト組織を素地とし、微細な $M_{23}C_6$ 型炭化物とMX型炭窒化物で分散析出強化と素地組織の安定化を図っているのが特徴である。しかし、最新の超々臨界圧火力発電プラントの主蒸気管等では材料温度が約600℃に達しており、1万時間を超える低応力・長時間のクリープ変形により、炭化物や炭窒化物の凝集・粗大化が生じ、フェライト系耐熱鋼のクリープ寿命が低下する問題が生じている。火力発電は今後も電力の主力を担うことが予想され、フェライト系耐熱鋼の長寿命化は我国の環境エネルギー問題において極めて重要な課題であるが、炭窒化物で強化する従来の設計手法ではクリープ特性の大きな飛躍は期待できない。

$A_2B$ 型金属間化合物であるLaves相は、フェライト系耐熱鋼において粗大な形状で析出するため一般的には有害相とみなされている。しかし、侵入型元素を含む炭化物や炭窒化物に比べて凝集・粗大化速度が遅いと考えられ、析出形態制御が可能となれば有効な強化相と成り得る。

申請者は最近Fe-Cr-M3元合金におけるLaves相の析出挙動を調べ、 $Fe_2Hf$ -Laves粒子が9%Cr濃度のフェライト母相中に微細点列状分散することを見出し、特許出願した。このLaves相の生成は、 $\delta \rightarrow \gamma + Laves(Fe_2M)$ への共析型の分解経路で生じる相界面析出反応により生じたものと理解され、従来のフェライト系耐熱鋼の強化方法として利用されるマルテンサイトの焼戻し反応により生じたものではない。そこで、この共析分解反応に着目して組織形成を調べた結果、Fe-Cr-Nb及びFe-Cr-Ta合金では $Fe_2Nb$ 及び $Fe_2Ta$ が先進界面の移動を伴うパーライト型の析出反応によりそれぞれ生成することを見出した。このように上記の共析分解反応を利用すればLaves相を微細点列状または層状に形態制御することが可能であり、この制御技術に基づいてLaves相の組織安定性、組織形態とクリープ強度の関係を理解することにより、フェライト系耐熱鋼の新たな強化技術基盤を構築できる。

### 2. 研究の目的

上記の研究背景を鑑み、当該研究では、 $\delta$ フェライト相の共析分解反応を利用したLaves相の析出制御技術に基づいたフェライト系耐熱鋼の新たな強化法の構築を目指し、具体的には以下の研究項目を実施した：

- (1) Fe-Cr-Hf系合金におけるLaves相の析出と溶質元素濃度の関係
- (2) 低応力クリープ強度に及ぼすLaves相の析出形態の影響

### 3. 研究の方法

上記の研究項目を遂行するために、下記の実験を実施した：

(1) Fe-Cr-Hf3元系において、Cr濃度またはHf濃度のどちらかを固定し、他方のみを変化させた3元合金を準備し、 $\delta \rightarrow \gamma + Fe_2Hf$ への共析型経路における等温時効実験を実施し、 $\delta \rightarrow \gamma$ 変態速度( $\delta/\gamma$ 界面の移動速度)およびLaves相の析出に及ぼす過飽和度の効果を調べた。

(2) Fe-Cr-Hf3元合金を用いて、申請者らが見出した相界面析出組織、焼入れ/焼戻し析出組織および無析出組織を準備し、クリープ変形・強度に及ぼす組織の影響を調べた。クリープ試験は650および700℃において種々の応力条件で実施した。

### 4. 研究成果

上記の研究項目において、下記の成果を得た：

(1) Cr濃度を9.5 at.%に固定し、Hf濃度を共析組成付近の0.06~0.12 at.%の範囲で意図的に変化させた検討では、TTT図を作製して相界面析出に及ぼすHf濃度の影響を調べ、Hf濃度の増加に伴い、 $\delta \rightarrow \gamma$ 変態の開始線は長時間側にシフトして $\delta \rightarrow \delta + Laves$ 析出反応が顕在化するとともに、相界面析出が生じる温度範囲が高温側に広がることを見出した(図1(a))。Hf濃度を約0.1%に固定してCr濃度のみを変化させた検討では、相界面析出反応に及ぼす変態の駆動力の影響を調べ、Cr濃度の減少により $\delta \rightarrow \gamma$ 変態速度が増加して $\delta \rightarrow \delta + Laves$ 析出反応が抑制されるが、Cr濃度を過剰に減少させると相界面析出が生じなくなることを示した(図1(b))。以上の結果より、本反応経路において相界面析出を顕在化させるためには、Laves相の析出に対するHf(Laves相形成元素)の過飽和度を高めるとともに $\delta \rightarrow \gamma$ 変態速度を適度に高める必要があることが示唆された。

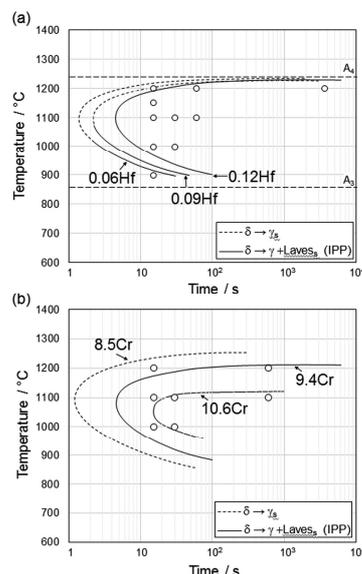


図1  $\delta \rightarrow \gamma + Laves$ 共析型反応経路における析出反応のHf (a)およびCr (b)濃度依存性

(2) 3種類の試料：相界面析出材，焼戻し析出材および無析出材の比較において，比較的低温高応力側では，焼戻し析出材において遷移域のクリープ速度および最少クリープ速度が最も低く，破断寿命が向上した（図2(a)）。焼戻し材のクリープ強度および破断強度が最も高かったのは，中断材の組織観察により，クリープ変形中に生じた析出物による転位の運動の妨害に起因することが示唆された。一方，高温低応力側では，相界面析出材が最も長寿命を示し（図2(b)），相界面析出粒子による変態組織の安定化に効果的であることが実験的に示された。

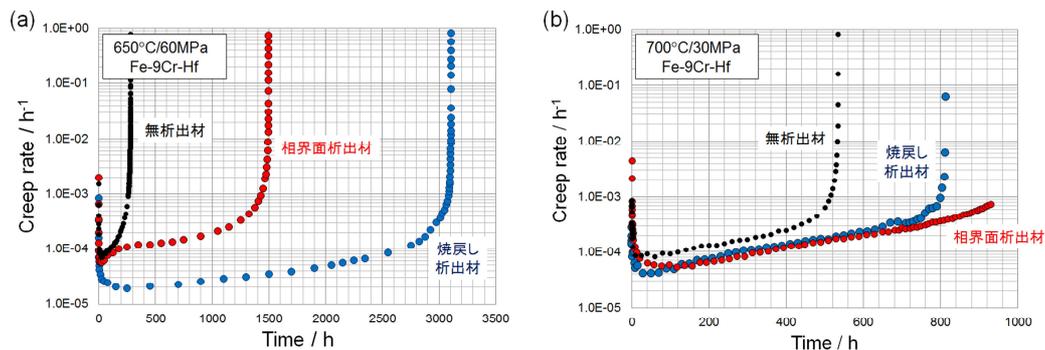


図2 Fe-9Cr-Hf 3元合金のクリープ強度に及ぼす組織依存性：(a) 650°C/60MPa, (b) 700°C/30MPa

## 5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計1件)

(1) [S. Kobayashi](#), K. Kimura, M. Takeyama: Creep Behaviors of High Cr Heat Resistant Ferritic Steels with Different Distribution/Morphology of Laves Phase Particles, Proc. of 4th international ECCC conference -Creep & Fracture Conference, (2017). 査読有

〔学会発表〕(計4件)

(1) 袁哲トウ, [小林覚](#), 竹山雅夫: Precipitation kinetics of Laves phase  $Fe_2M$  along the  $\delta-Fe \rightarrow \gamma-Fe+Fe_2M$  path in an Fe-Cr-Hf-Ta quaternary alloy, 日本鉄鋼協会秋季講演大会 (2017)

(2) 袁哲トウ, [小林覚](#), 竹山雅夫:  $\delta-Fe \rightarrow \gamma-Fe+Fe_2Hf$  共析型反応経路における組織形成に及ぼす Hf および Cr 濃度の影響, 日本鉄鋼協会秋季講演大会 (2018)

(3) Zhetao Yuan, [Satoru Kobayashi](#), Masao Takeyama: Effects of Hf and Cr contents on the formation of  $Fe_2Hf$  Laves phase through interphase precipitation in Fe-Cr-Hf ternary alloys, International workshop on Laves phases (2019).

(4) [Satoru Kobayashi](#): Design of ferritic heat resistant steels using Laves phase precipitation, International workshop on Laves phases (2019).

〔図書〕(計0件)

〔産業財産権〕

○出願状況 (計0件)

名称：  
発明者：  
権利者：  
種類：  
番号：  
出願年：  
国内外の別：

○取得状況 (計0件)

名称：  
発明者：  
権利者：  
種類：  
番号：  
取得年：  
国内外の別：

〔その他〕

ホームページ等

研究室ホームページ ( <http://steel.mtl.titech.ac.jp/cat15/ferrite.html> )

## 6 . 研究組織

### (1)研究分担者

研究分担者氏名：

ローマ字氏名：

所属研究機関名：

部局名：

職名：

研究者番号 ( 8 桁 ):

### (2)研究協力者

研究協力者氏名：袁 哲トウ

ローマ字氏名：Zetao Yuan

科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等については、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属されます。