

γ' 析出型耐熱合金の高温強度特性におよぼす基質組成の影響*(γ' 析出型耐熱合金の系統的研究—I)

加 藤 正 一**

Influence of Matrix Compositions on High-Temperature Properties of Gamma-Prime Precipitated Heat-Resisting Alloys.

(Systematic studies on gamma-prime precipitated heat-resisting alloys—I)

Shōichi KATOH

Synopsis:

The series of eleven gamma-prime precipitated heat-resisting alloys of various matrix compositions were studied from the view point of correlation of high-temperature load-carrying ability and structural stability.

The matrix compositions of specimens were different between Ni-base alloys and Fe-base alloys. Air- and vacuum-arc melted and forged 16mm ϕ bars were used for solution annealing, age hardening, short-time tensile, high-temperature creep-rupture tests, X-ray diffraction and electron metallography.

The identification of precipitated phases were carried out with the specimens aged for 1,000 hours at 732 and 815°C, respectively.

The changes of matrix-lattice parameters by aging treatments, γ' -matrix lattice mismatch and the growth of γ' phase particles were also measured in these specimens. As the Co content in Ni-base alloys was enhanced increased, high-temperature strength properties and γ' -matrix lattice mismatch of these alloys were increased and the growth of γ' particles was delayed. High-temperature strength properties and lattice mismatch were decreased with these alloys, as the Fe content in Ni-base alloys was raised.

On the other hand, with Fe-base alloys high-temperature strength, age-hardening properties and lattice parameters of matrix in aged specimens were decreased markedly, as the Co content was increased.

It was found that the deterioration of high-temperature characteristics in Fe-base alloys was principally caused by a precipitation of massive β phase.

I. 結 言

数多くの耐熱合金の中で Ti+Al 添加によるいちじるしい析出硬化と高温強度の増加をねらった超合金は Ni 基合金に多く, Nimonic 80A, 90, 100 および Inconel X などあまりにも有名である。最近では M-252, Udimet 500, Inconel 700, Waspalloy および René 41 などのごとく, 一層すぐれた合金に改良発展すると同時に, 一方では Fe 基オーステナイト系合金においても同様の効果をねらった A-286, W-545 などがあらわれてきており, 一連のものとして考察してよいであろう。これら耐熱合金はいずれも数種の炭化物および金属間化合物などの諸相を析出するが, 主として $Ni_3(Al, Ti)$, すなわち γ' 相の析出がいちじるしい時効硬化性と高温強度の増加に寄与していることはあきらかであ

る。しかし Ni 基合金と Fe 基合金のごとく基質組成が異なつた場合に, この γ' がまったく同様の効果を与えているかどうかの系統的研究はまだなされていない。そこで筆者はこの点に着目し, Fe, Co を単独あるいは複合変化させ Ni 基合金から Fe 基オーステナイト系合金にいたるまで基質組成を変化させた各種合金に Ti および Al を, いずれも 2% 宛一定量添加した場合の析出硬化特性と高温強度特性との関係を究明しようと企図した。

II. 試料と実験方法

試料組成の選定は実用耐熱合金の基質組成を包含しつ

* 昭和36年4月本会講演大会にて発表

** 日本冶金工業株式会社川崎製造所, 研究課

Table 1. Chemical composition (%) of alloys studied.

Alloys	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Co	Fe	Ti	Al	N	O ×10 ⁻⁴
C0F2	0.052	0.49	0.85	0.007	0.010	16.70	77.05	—	0.86	1.83	1.95	0.016	30
C0F2	0.075	0.53	1.02	0.011	0.010	16.50	60.00	—	19.33	1.94	1.83	0.024	29
C0F4	0.063	1.16	0.92	0.004	0.012	16.21	35.41	—	42.10	1.90	1.95	0.028	19
C0F5	0.059	0.68	1.18	0.011	0.007	16.20	25.11	—	51.80	2.36	2.12	0.020	30
C1F0	0.057	0.52	1.12	0.007	0.010	16.43	67.80	10.12	0.70	1.84	1.68	0.018	26
C1F1	0.064	0.59	1.26	0.007	0.007	15.25	59.41	9.75	9.90	2.05	2.16	0.014	28
C1F3	0.052	0.79	1.32	0.012	0.010	16.27	40.85	9.88	26.60	2.35	2.20	0.013	41
C1F5	0.065	0.76	1.19	0.011	0.007	16.52	21.03	9.90	46.00	1.98	1.90	0.015	23
C2F0	0.057	0.49	1.43	0.009	0.010	16.17	56.80	19.65	1.90	2.13	1.94	0.024	41
C2F2	0.060	0.66	1.24	0.012	0.010	16.42	37.75	18.50	21.00	1.95	2.05	0.012	20
C2F4	0.061	0.78	1.25	0.012	0.007	16.36	20.80	19.44	37.10	1.95	2.20	0.015	17

つ、Ni 基合金から Fe 基オーステナイト系合金にいたるまで基質組成を変化させることにある。すなわち Fe-Ni-Cr 三元系および Fe-Ni-Cr-Co 四元系のオーステナイト組織内で変化させることが適当と考え、Cr を 16%一定とし、まず Co 0%, 10%, 20% の三系列を選び 1) Co 0% 系列では Fe を 0, 20, 40, 55%, 2) Co 10% 系列には Fe を 0, 10, 30, 50%, 3) Co 20% 系列では Fe 0, 20, 40% を加えた計 11 種の合金に、それぞれ Ti および Al を 2% ずつ一定量添加したものである。試料の化学組成を Table 1 にしめす。

試料の溶製は、いずれも純金属およびフェロアロイを用い、25kW 高周波誘導炉にて約 10kg 溶解し、40mm φ×1,000mm の金型に鋳込んだものを、2,000アンペア真空アーク溶解炉にて約 1μHg 下で二段溶解を行なった。得られた鋼塊は 16mm φ 丸棒にまで鍛伸し各種試験の供試材とした。

固溶化処理試験は 1,030~1,230°C 間を 50°C ごとに各 2h 処理後水冷して硬度を測定し、時効硬化試験は 1180°C にて十分固溶化処理水冷を行なった試料につき 650, 732, 815 および 900°C にて約 1,000h まで測定した。

また高温の機械的性質については、試片をいずれも 1,080°C, 15h 水冷後 732°C にて 20h 時効処理を行ない、常温、650, 732 および 815°C にて短時間高温引張試験、732 および 815°C にて約 1,000h までのクリープ・ラプチュア試験を行なった。

なお時効硬化特性と高温強度特性との関係を求めるためにとりあえず、732 および 815°C -1,000h 時効処理材につき X線回折および電子顕微鏡により基質および γ' 相の格子常数を測定し、抽出残渣による析出相の同定或は γ' 相粒子の生長性などについても検討を加えた。

III. 実験結果

1) 固溶処理硬度

Fig. 1 は各試料の固溶化処理温度と硬度との関係をしめす。Co 0, 10, 20% の各系列とも固溶化処理温度の上昇とともに固溶処理硬度は低下する。また各系列ともに Fe 含有量の増加とともに、いずれの固溶化処理温度においても硬度は低下している。固溶化処理十分と考えられる 1,180°C, 2h 後の硬度については Co のみ 20% まで単独添加すると、やや増加する傾向が認められるが Fe 含有量の増加は、Co 含有量に関係なく、各系列とも大巾に低下する。

2) 時効硬化特性

各系列とも 650°C. においては時効時間とともに時効硬度は、ほぼ直線的に増加し、1,000h 後においても V.H.N. 300~350 程度の値をしめし、なお増加の傾向をしめしている。(図表省略)。732°C の時効曲線は、

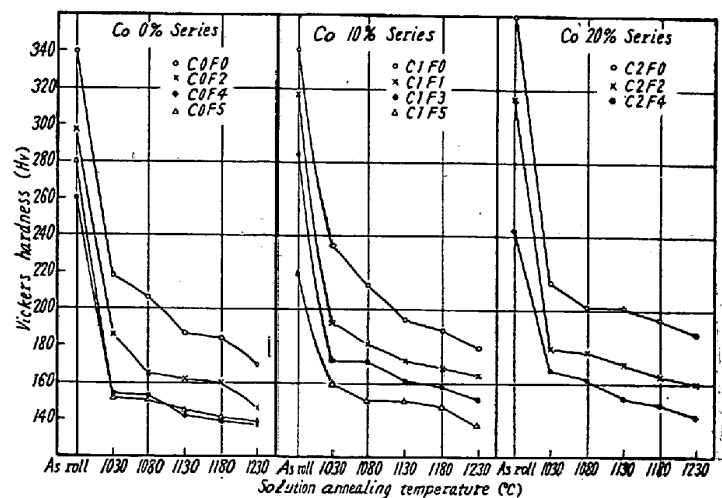
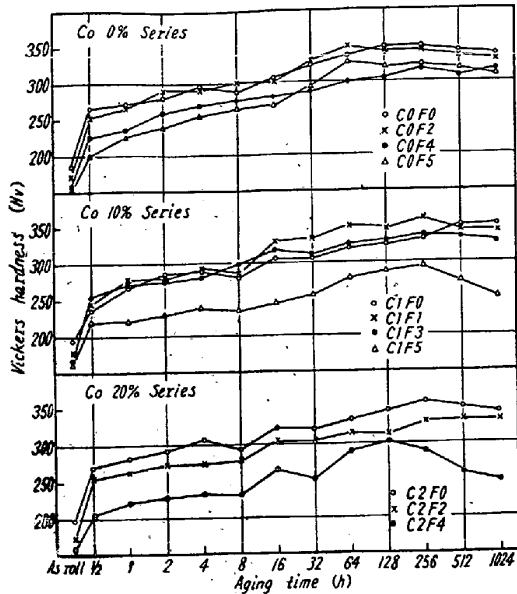
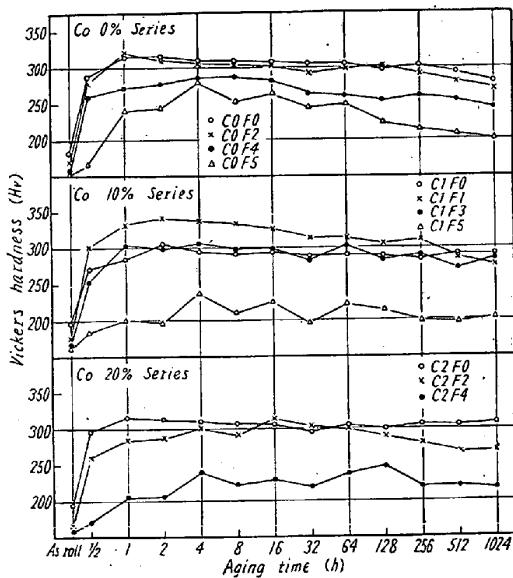


Fig. 1. Relationship between solution-annealing temperature and hardness. (Holding time, 2h)



註) 図中 As roll とあるは Sol. tr. の誤り
 Fig. 2. Effect of Fe contents on aging hardness at 732°C.



註) 図中 As roll とあるは Sol. tr. の誤り
 Fig. 3. Effect of Fe contents on aging hardness at 815°C.

Fig. 2 にしめすごとく、各系列とも1~2h程度の短時間で650°Cの場合よりもやや急激に硬化し V.H.N. 220~270 程度となり、その後はほぼ直線的に硬化し、100~200h で最高硬度 V.H.N. 300~350 に達する。その後は Co 0% 系列のものおよび Co 10, 20% 系列の中の Ni 含有量が約 35% 以上のものは、いずれも 1,000h まで最高硬度を維持しているが、C1F5, C2F4の2試料のみは、いずれも100~200h後はいちじるしい硬度低下をしめし、あきらかに過時効軟化現象をしめす。815°C においては Fig. 3 にしめすごとく、この傾向は一層顕著となる。すなわち Ni 含有量 35% 以上のものは、各

系列ともいずれも 1~2h の短時間に急激に硬化し V.H.N. 300~350 程度となり、その後時間の増加とともに、やや低下してくるが、1,000h 後も V.H.N. 250~300 程度の硬度を維持しており軟化の傾向は認められない。これに反し Co 0, 10, 20%各系列とも Fe 含有量の多い C0F5, C1F5 および C2F4 の3試料はいちじるしく異なつた硬化曲線をしめす。すなわちいずれも 4h 後に最高硬度に達するが V.H.N. 240~260 程度で低く、その後一つ二つ同程度の硬度の山をしめし、約 100h 以後は低下の一途をたどり、1,000h 後には V.H.N 200 程度の値まで低下しいちじるしい過時効現象をしめす。900°C の場合は Ni 含有量約 50% 以上と以下との二つのグループにわかれ、50% 以上の試料は前述の前者に属し、50%以下の試料は後者に属するような傾向が認められる(図表省略)。

このことは試料の基質組成の差によつて生ずる析出相の差、および基質に対する solubility limit の変化や基質の再結晶温度の差異などや、その他多くの因子が関係してくるためであろうと考えられる。

3) 短時間高温引張試験

Fig. 4 に各系列試料の短時間高温引張試験結果をしめす。各系列との試験温度の上昇とともに引張強さは低下するが、Fe 含有量の増加とともに温度増加に対する強度低下の割合が大きくなる。また時効硬化特性においていちじるしい過時効現象をしめした C1F5 および C2F4 の815°Cにおける引張強さは、C0F5 の Co を含まぬ試料よりも低く、破断後の伸びおよび絞りとともにいちじるしい増加をしめす。

4) クリープ破断試験

Fig. 5, 6 は全試料の 732 および 815°C におけるクリープ破断試験結果をしめす。図中に記入した数値は破断後の伸びをしめす。また Fig. 7 は全試料の 732 および 815°C における 1,000h 破断強度を Fe-Ni-Cr-Co 四元系の正三角錐を Cr 17.5% 一定 (Cr 16% を Fe, Ni, Cr, Co の主基質組成を 100 にした時の比に換算すると Cr 17.5% となる) で切断した正三角形の面上に記入し、等強度曲線を描いたものである。各系列ともに破断強度は Fe 含有量の増加とともに低下し、逆にクリープ速度および破断後の伸びは増加している。Co 0% 系列では C0F0 から C0F5 にいたるまで Fe 含有量が増加しても強度低下は少ないが、Co 10 および 20% 系列のものは Fe 添加による強度低下がいちじるしい。これは Co 10 および 20% 系列ともに、高 Ni 側では Co を 10, 20% と単独添加した C1F0 および

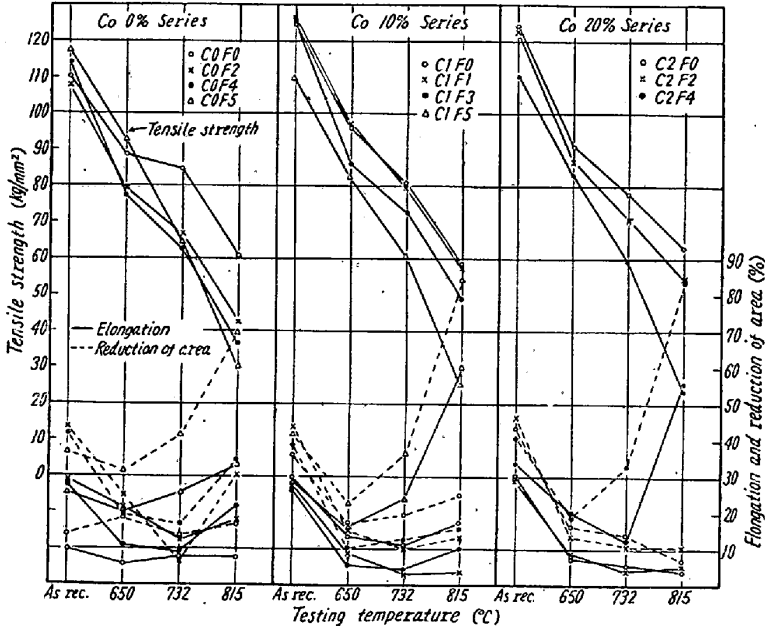


Fig. 4. Short-time high-temperature tensile properties of alloys.

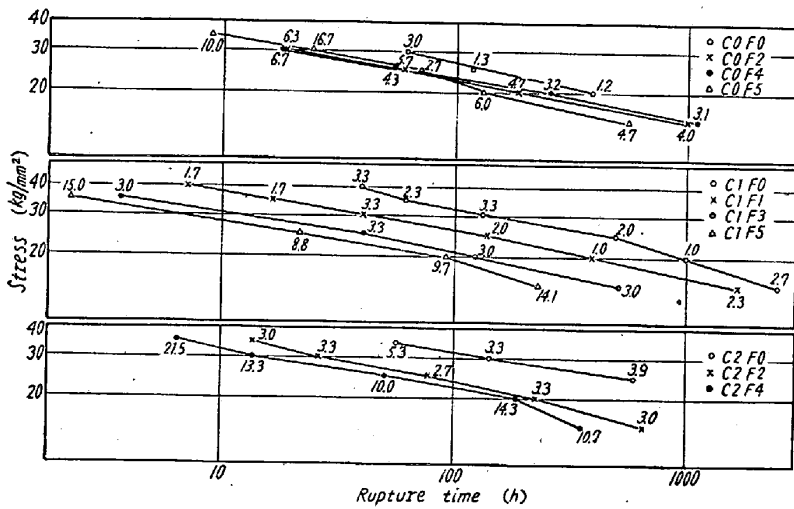


Fig. 5. Rupture-strength properties of alloys at 732°C.

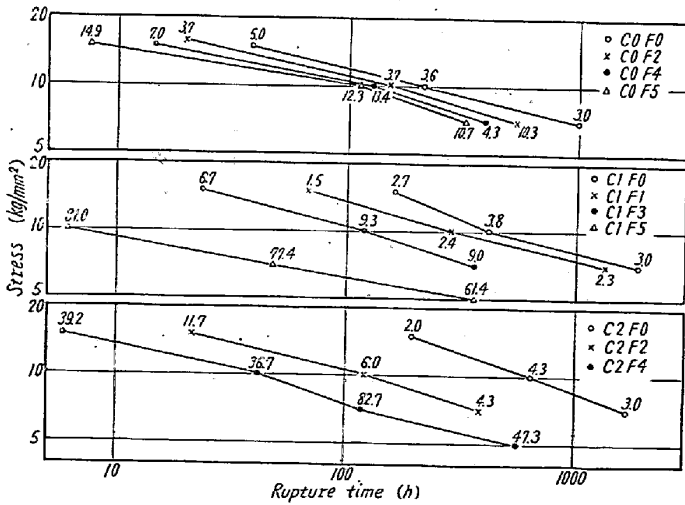


Fig. 6. Rupture-strength properties of alloys at 815°C.

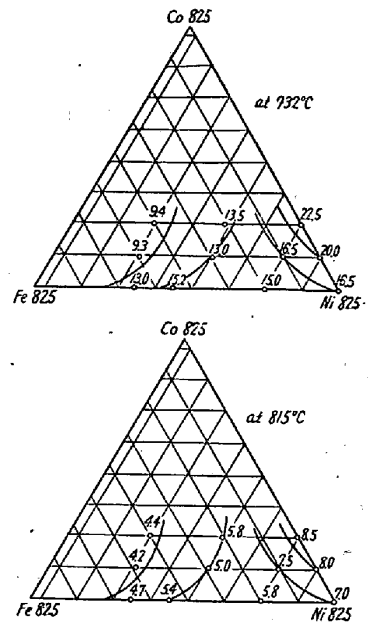


Fig. 7. Iso-strength contours for Fe-Ni-Cr-Co ternary systems indicating 1,000 h rupture strength at 732 and 815°C.

C2F0 は COF0 よりも強度増加をしめすのに反し、低 Ni 高 Fe 側で Co を 10, 20 % と加えた C1F5 および C2F4 は COF5 より強度低下をしめすためである。結局時効硬化試験時にいちじるしい過時効現象をしめし短時間高温引張試験において高温側で引張強さの低い C1F5 および C2F4 はクリープ破断強度も低い。

5) 析出相の同定

前述の時効硬化特性と高温強度特性との関係を詳細に調査するために、とりあえず 732 および 815°C において 1,000 h 時効処理を行なった試料について電解抽出を行ない、得られた残渣を X 線回折試験によつて析出相の同定を行なった。抽出条件としては電解液を 10% H₃PO₄ 水溶液と 1% ピクリン酸+5% HCl アルコール溶液の 2 種を選び、1) 10% H₃PO₄ 水溶液の場合は極間電位 2.2V, 電流密度 1.5 mA/cm², にて約 72 h, 2) 1% ピクリン酸+5% HCl アルコール溶液の場合は極間電位 3V, 電流密度 15~20mA/cm² にて約 24 h にて行なった。Table 2 は上記 2 条件によつて得られた析出相同定の総合結果であり、同時に X 線回折条件もしめす。

各時効温度において Ni 含有量の多い COF0, C1F0 および C2F0 はいずれも MC,

Table 2. Phases identified in specimens after 1,000 h aging treatments at 732 and 815°C.

	at 732°C	at 815°C
C0F0	M(N _C), M(C _N), M ₂₃ C ₆ , M ₇ C ₃ , γ'	M(N _C), M(C _N), M ₂₃ C ₆ , M ₇ C ₃ , γ'
C0F2	M(N _C), M(C _N), M ₂₃ C ₆ , γ'	M(C _N), M ₂₃ C ₆ , γ'
C0F4	M(C _N), M ₂₃ C ₆ , γ'	M(N _C), M(C _N), M ₂₃ C ₆ , γ' , σ
C0F5	M(N _C), M(C _N), γ' , σ	M(N _C), M(C _N), γ , σ , β
C1F0	M(C _N), M ₂₃ C ₆ , M ₇ C ₃ , γ'	M(C _N), M ₂₃ C ₆ , M ₇ C ₃ , γ'
C1F1	M(C _N), M ₂₃ C ₆ , γ'	M(C _N), M ₂₃ C ₆ , γ'
C1F3	M(C _N), M ₂₃ C ₆ , σ	M(N _C), M(C _N), σ , γ'
C1F5	M(N _C), M(C _N), σ , β	M(N _C), M(C _N), σ , β
C2F0	M(N _C), M(C _N), M ₂₃ C ₆ , M ₇ C ₃ , γ'	M(N _C), M(C _N), M ₂₃ C ₆ , M ₇ C ₃ , γ'
C2F2	M(N _C), M(C _N), M ₂₃ C ₆ , γ'	M(N _C), M(C _N), γ' , σ
C2F4	M(C _N), σ , β	M(C _N), σ , β

X-ray diffraction conditions:

Target CuK α , current 12mA, chart speed 1 cm/mn., filter Ni,
Teme const 2s, divergency 1°, 2 $1/2$ °, voltage 30 KVP,
Scanning speed 1°/mn., receiving 0.4mm.

Note: M(N_C)=N rich M(CN), M(C_N)=C rich M(CN),

M₂₃C₆, M₇C₃ および γ' 相を析出しているが, Fe が多量に入ってくると各系列ともに M₇C₃ が消え, σ および β 相の析出が認められる.

しかもこの β 相の析出は, いずれもいちじるしい過時効現象およびクリープ破断強度の低下をしめした試料にのみ認められている. 結局 C0F5 (Cr 16%, Ni 25% Fe Base 合金) に Co を 10, 20% と添加すると β 相の析出が容易となり, 高温強度特性を劣下させることになる. この β 相は Table 3 にしめす同定結果よりあきらかなごとく, 結晶系は CsCl 型の Body center cubic で, 格子常数は約 2.92 Å にして NiAl⁽¹⁾ の Ni に Fe あるいは Fe および Co が一部固溶し, Al に Ti が固溶したものと考えられる.

しかし Table 4 にしめす β 相の微量化学分析結果からは, むしろ Cu₂MnAl 型の Ni₂AlTi⁽²⁾ にほぼ一致しているところから, Ni, Fe および Co が cubic corner に, Al と Ti とが交互に cubic center に入った super lattice ではないだろうかとも推定される.

いずれにしてもいままでに Ti および Al を含む Fe-Ni-Cr 三元系または Fe-Ni-Cr-Co 四元系耐熱合金に

Table 3. β phase identified in C1F5 after 1,000 h aging treatment at 815°C.

2 θ	I/I ₀	d	h k l	a ₀ (Å)
30°61	4	2.918	100	2.919
43°83	100	2.063	110	
63°71	10	1.459	200	
80°52	16	1.192	211	
96°50	5	1.032	220	
113°04	6	0.9234	310	
132°06	3	0.8429	222	

X-ray diffraction conditions:

Target CuK α , current 12mA,
Divergency 1°, 2 $1/2$ °, filter Ni,
Scanning speed 1/8°/mn., receiving 0.2mm,
Voltage 30 KVP, chart speed 1/2cm/mn.,
Time const. 4 s.

この β 相を認めたという報告はない. Table 4 にしめすごとく C1F5 に認められた β 相の分子式を 1 例としてしめすと (Ni_{0.7}Co_{0.2}Fe_{0.1})(AlTi) となる. なおこの点に関しては詳細に検討中である.

6) 基質格子常数の時効にともなう変化

Table 5 は 732 および 815°C における 1,000 h 時効処理前後の基質格子常数の変化を測定した結果であ

Table 4. Chemical compositions (%) and atomic ratios of β phase in C1F5 after 1,000 h aging treatments at 732 and 815°C.

	Aging temp °C	Fe	Ni	Cr	Co	Al	Ti	Chemical formula
Weight %	732	6.9	34.8	1.4	12.1	12.6	20.3	(Ni _{0.7} Co _{0.2} Fe _{0.1})(Al Ti)
	815	8.0	40.4	1.5	11.2	12.9	19.6	
Atomic ratio	732	0.12	0.59	0.03	0.21	0.47	0.42	
	815	0.14	0.71	0.03	0.19	0.48	0.41	

る。格子常数の測定は Fe の $K\alpha$ により (111), (200), (220), (311) および (222) の各回折線より得られた結果を平均したものである。

まず固溶処理状態における格子常数は、各系列ともに Fe 含有量の多くなるにしたがって増加している。しかし Co を単独に 20% まで添加してもあまり格子常数の増加は認められない。これは γ -Fe の原子半径²⁾が Co

Table 5. Lattice parameters of matrix before and after 1,000 h aging treatments at 732 and 815°C.

	Sol. tr. 1,180°C 2h D (Å)	at 732°C		at 815°C	
		D'(Å)	$\frac{D'-D}{D}$ ×100%	D'(Å)	$\frac{D'-D}{D}$ ×100%
COF0	3.565	3.567	+0.02	3.566	+0.03
COF2	3.585	3.585	0	3.585	0
COF4	3.595	3.596	+0.03	3.594	-0.03
COF5	3.605	3.602	-0.09	3.599	-0.17
C1F0	3.566	3.565	-0.03	3.564	-0.06
C1F1	3.577	3.576	-0.03	3.576	-0.03
C1F3	3.591	3.592	+0.03	3.593	+0.06
C1F5	3.592	3.586	-0.17	3.584	-0.22
C2F0	3.565	3.567	+0.06	3.565	0
C2F2	3.584	3.586	+0.06	3.585	+0.03
C2F4	3.594	3.588	-0.17	3.589	-0.14

X-ray diffraction conditions:

Target Fe, current 7mA,
Filter —, full scale 500 c/s
Voltage 35 KVP, time const. 2 s,
Chart speed 1/2 cm/mn.,
Scanning speed 1/8° mn.,
Divergency 1°, 2 1/2°,
Receiving 0.2mm

のそれと比し大きいためであろうと考えられる。また Table 5 の基質格子常数の時効にともなう変化を時効硬化特性および析出相の同定結果と対比させて考えると、各系列ともに 732 および 815°C において高温強度に主として寄与する γ' 相が析出しているグループは、いずれも格子常数の変化は少なく且つたかい時効硬度を維持するのに反し、 β 相の析出が認められた COF5, C1F5 および C2F4 は 732 および 815°C いずれの時効処理材においても基質格子常数のいちじるしい低下と、長時間後の時効硬度低下による過時効現象とが対応することが認められた。

7) 基質と γ' 相の格子常数の差

Table 6 は 732 および 815°C における 1,000 h 時効処理後の基質と γ' 相の格子常数の差による mismatch の程度を測定した結果である。基質の格子常数は Table 5 の値を用いた。 γ' 相の格子常数は $CuK\alpha$ により (111), (200), (220), (311), (222), (331), (400) および (420) の各回折線より得られた値を平均したものである。なお X 線回折条件は Table 3, また抽出条件は Table 2 の 10% H_3PO_4 水溶液の場合と同様である。各系列とも 732 および 815°C のいずれの温度においても、Fe 含有量の増加にしたがって基質と γ' 相間の mismatch percent は減少する。しかし Co を単独に 20% まで添加した系列では COF0 C1F0 および C2F0 ともに 0.2~0.4 程度の mismatch percent を維持している。したがって本研究の範囲、すなわち Fe および Co の影響については、高温強度と mismatch percent との間に相関性が認められている。しかし Mo の影響に関する報告⁴⁾によると、以上のごとく簡単な相

Table 6. Relationship between matrix compositions and γ' -matrix lattice mismatch after 1,000 h aging treatments at 732 and 815°C.

	732°C			815°C		
	Matrix (Å)	γ' (Å)	Percent mismatch	Matrix (Å)	γ' (Å)	Percent mismatch
COF0	3.567	3.578	+0.25	3.566	3.578	+0.34
COF2	3.585	3.585	0	3.585	3.583	-0.06
COF4	3.596	3.597	+0.03	3.594	3.593	-0.03
COF5	3.602	3.601	-0.03	3.599	3.600 2.922	+0.03 (-18.8)
C1F0	3.565	3.578	+0.36	3.564	3.578	+0.39
C1F1	3.576	3.581	+0.14	3.576	3.583	+0.22
C1F3	3.592	3.591	-0.03	3.593	3.590	-0.08
C1F5	3.586	2.917	(-18.9)	3.584	2.919	(-18.5)
C2F0	3.567	3.579	+0.34	3.565	3.580	+0.42
C2F2	3.586	3.588	+0.06	3.585	3.588	+0.08
C2F4	3.588	2.911	(-18.9)	3.589	2.912	(-18.8)

Note: Gothic values denote lattice parameters and mismatch percents of β phases.

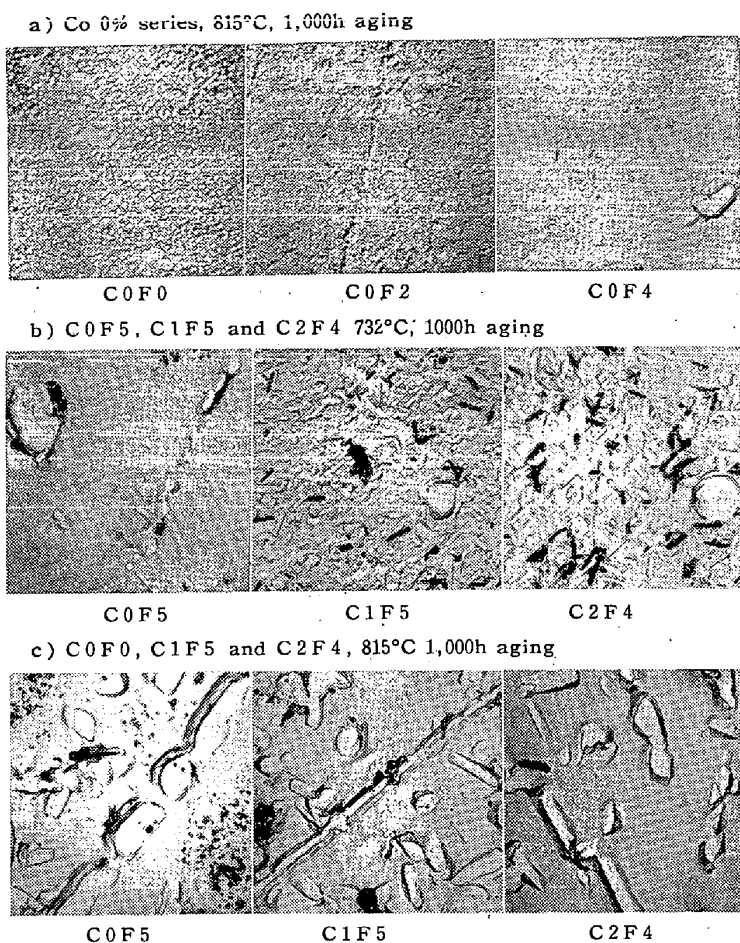


Photo. 1. Microstructure after 1000 h aging treatments at 732 and 815°C. (3/5)

関性は認められぬようである。

8) 組織と γ' 相粒子の生長性

Photo. 1 (a)(b)(c) にこれら時効試料の組織の 1 例をしめす。これらの電子顕微鏡組織は、いずれも腐食液は 20% H_3PO_4 水溶液, Cr の shadowing (30~40°) により得られたアセチル・セルローズカーボン二段レプリカによつて撮影した倍率約 2,500 倍の写真である。Photo. 1 (a) は Co 0% 系列の 815°C-1,000 h 時効試料の組織である。この組織からあきらかなごとく C0F0 に Fe 含有量が 20%, 40% と増すにしたがつて析出する γ' 相粒子は微細になる傾向が認められる。また Co 単独添加の場合もほぼ同様の傾向をしめす(写真省略, Fig. 8 参照)。

Photo. 1(b) は Fe 含有量の多い C0F5, C1F5 および C2F4 の 732°C-1,000 h 時効組織である。C0F5 は粒内に微細な γ' 相の析出が認められるが, Co 含有量を 10, 20% と増した C1F5 および C2F4 には粒内に massive な β 相の析出が認められる。しかし Photo. 1(c) のごとく, 815°C-1,000 h 時効組織では Co を含

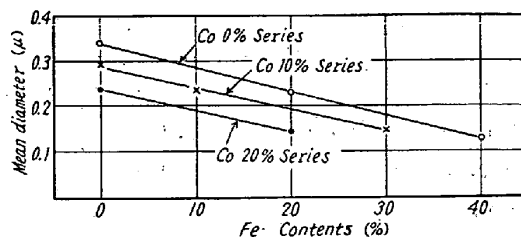


Fig. 8. Relations between γ' particle sizes and matrix compositions after 1,000 h aging treatment at 815°C.

まぬ C0F5 にも β 相の析出が認められる。またこの β 相の周囲には, γ' 相の depleted zone が認められる。しかし Co 10, 20% を含む C1F5 および C2F4 ではもはや γ' 相の析出が認められなくなっている。Fig. 8 は 815°C-1,000 h 時効処理材の組織から, 粒内に析出している γ' 相の粒子の大きさを測定し基質組成との関係を図示したものである。

γ' 相粒子の大きさは Photo. 1(a) よりあきらかなごとく, いずれもほぼまるい析出粒をなしているところから, 1 試料について任意に約 100 個の γ' 相粒子の縦横の直径を測定し, 平均した値でしめたものである。これによると γ' 相粒子の平均直径と基質組成との間に一定の関係が得られた。すなわち各系列とも Fe 含有量の増加にしたがつて γ' 相の平均直径は減少し, また Co 含

有量の増加も同様の傾向をしめす。これらの結果よりあきらかなごとく, 析出粒子が微細に分布していることだけが高温強度を維持する唯一の因子ではないと思われる。

IV. 総 括

1) Ni 基合金 C0F0 に Co を単独 20% まで添加することは, 固溶処理硬度をあげ, 時効硬化性をやや改善し, 高温短時間引張強度およびクリープ, ラプチュア強度をいちじるしく改善し非常に効果的である。同時に Co の添加による基質強化, γ' 相の析出粒子の生長の遅延, さらに γ' 相と基質間との格子常数の差による mismatch percent の増加などと強度改善との間に一定の相関性があることを認めた。

2) 各系列とも Fe が基質内に多量に加えられると, 固溶処理硬度は低下し, 時効硬化性および破断強度ともに低下し, かつ破断後の伸びは逆に増加する。また Fe 添加の場合の高温特性の劣化と基質- γ' 相間の格子常数の差による mismatch percent の減少との間に相関性

が認められる。

3) Ni 基合金に Co を添加することは、高温強度特性をいちじるしく改善するが、Fe 基合金 C0F5 に Co を 10, 20% と添加することは逆効果である。これは body-centered cubic の β 相を析出するためである。この β 相の格子常数は基質のそれといちじるしく異なり、また基質との coherency も保ちがたく、凝集傾向もいちじるしく、一方基質格子常数の低下による過時効現象をとまなうために、いちじるしい強度低下をきたす原因となると考えられる。

4) 本研究において認められた β 相は、Ni-Ti-Al 三元系合金にあらわれる NiAl または Ni₂AlTi と同様のもの、X線回折試験の結果から body-centered cubic (CsCl型)、格子常数約 2.92 Å と認められたが、微量化学分析結果からは Cu₂MnAl 型の Ni₂AlTi に近い。これらの詳細に関しては今後の研究にまきたい。この β 相の析出にともなって、 γ' 相の析出は減少する傾向が認められる。これは γ' 相中の Ti および Al を β 相が食つて生長するためであろうと考えられる。

5) γ' 相の析出を利用して高温強度を維持する Type の耐熱合金においては、 β 相の析出する範囲をさけた γ 相の基質組成を選ばねばならない。

6) 各試料における時効過程の析出反応と高温強度との関係については現在検討中で、追つて報告する次第である。

おわりに本研究に関し種々御指導をいただいた名古屋大学金属工学科、助教授永井直記博士に深甚の謝意を表する次第であります。 (昭和 36 年 5 月寄稿)

文 献

- 1) A. TAYLOR and R. W. FLOYD: J. Inst. Metals, 81 (1952~53) p. 25
- 2) W. B. PERSON: A Handbook of Lattice Spacing and Structure of Metals and Alloys (1958), Pergamon Press, London.
- 3) W. C. HAGEL and H. J. BEATTIE: Precipitation Process in Steel, Special Report No. 64, (1959), p. 98
- 4) 武田, 永井, 森本: Nimonic 系耐熱合金の析出物に関する研究 (第 1 報) (1959—4) 日本金属学会, 第 44 回講演大会にて発表

反射電子線回折における補助低速電子銃の応用*

成 田 貴 一**・森 憲 二**

Application of a Supplementary Low-Velocity Electron Gun to Electron-Diffraction Reflection.

Kiichi NARITA and Kenji MORI

Synopsis:

Utility of electron-diffraction reflection method has been shown by the present authors, for identification of the nonmetallic inclusions constituting sand-marks in steels.

However, when the nonmetallic inclusions are large enough to charge the electron on them, their electron diffraction patterns cannot be obtained because of irregular scattering of the diffracted electron beam. This phenomenon is usually observed in the electron-diffraction of a poor electrically conductive material.

To overcome this weak point of the electron-diffraction, it is adequate to apply the low-velocity electron bombardment on the specimen in operating the electron-diffraction. In the present work, it was recognized that good results were obtained by the electron-diffraction reflection method using the supplementary low-velocity electron gun to identify the macroscopic nonmetallic inclusions constituting sand-marks in steel, and the usefulness of this method were shown.

* 昭和 34 年 11 月本会講演大会にて発表 ** 株式会社神戸製鋼所中央研究所