

# Ni-15Cr-8Fe-6Nb合金における $\gamma$ および $\gamma''$ 相の格子定数と $\gamma''/\gamma$ 格子ミスマッチ

草開 清志\*・早川 到\*<sup>2</sup>・池内 執一\*<sup>3</sup>・大岡 耕之\*

Lattice Constants of  $\gamma$  and  $\gamma''$  Phases and  $\gamma''/\gamma$  Lattice Mismatches in Ni-15Cr-8Fe-6Nb Alloy  
Kiyoshi KUSABIRAKI, Itaru HAYAKAWA, Shuichi IKEUCHI and Takayuki OOKA

**Synopsis :** The lattice parameters of  $\gamma$  and  $\gamma''$  phases and the  $\gamma''/\gamma$  lattice mismatches in a nickel-base superalloy, a modified NCF 3 type alloy, were investigated by X-ray diffraction. The measurement on the  $\gamma''$  phase was carried out using  $\gamma''$  precipitates extracted from the alloy. The relationship between the morphology of the  $\gamma''$  phase and the lattice parameters of the  $\gamma$  and  $\gamma''$  phases and the  $\gamma''/\gamma$  lattice mismatches was discussed in detail.

With increasing aging time, the lattice parameter of the  $\gamma$  phase decreased and those of the  $\gamma''$  phase increased. The former after a certain aging time reached at a constant value at each aging temperature. The changes in the lattice parameters in various aging conditions suggest a change in the composition of the  $\gamma$  and  $\gamma''$  phases. The  $\gamma''/\gamma$  lattice mismatch in the direction normal to the plane of the  $\gamma''$  plate, i.e. parallel to the c axis was nearly twice greater than that in the plane. The dependence of the morphology of the  $\gamma''$  phase on the lattice parameters, the  $\gamma''/\gamma$  lattice mismatches and the axis ratio  $c_0/a_0$  for the  $\gamma''$  phase was not clear. The  $\gamma''$  phase precipitated at 1073K in a square plate-like morphology was incoherent with the matrix in the direction of the c axis, while that precipitated at up to 1033K in a near disc-shaped morphology was maintained to be coherent.

**Key words :** nickel-base alloy ; superalloy ; Ni<sub>3</sub>Nb ; gamma double prime phase ; morphology ; lattice constant ; lattice mismatch ; electrolytic extraction.

## 1. 緒言

Ni基耐熱合金はL<sub>2</sub>型結晶構造を有する $\gamma'$ 相 [Ni<sub>3</sub>(Al, Ti) : FCC] で強化されることが多い<sup>1)</sup>。一般に $\gamma'$ 相は母相 $\gamma$ と整合し、析出初期は球状であるが、 $\gamma'$ 相と $\gamma$ 相の格子ミスマッチが約0.5%を超す場合には、 $\gamma'$ 相の成長に伴い整合ひずみにより、形態が球状から立方体状に移行するとされている<sup>2)</sup>。このような形態変化を示す合金の例は多数報告されている<sup>3)~7)</sup>。合金の種類によっては、 $\gamma'$ 相はさらに長時間時効で立方体状から針状ないしは板状<sup>8)</sup>あるいは配列立方体群を経て、ついには樹枝状<sup>9)</sup>にまで変化する場合のことも報告されている。

一方、Ni基耐熱合金の中には析出強化相がDO<sub>22</sub>型結晶構造の $\gamma''$ 相 [Ni<sub>3</sub>Nb : BCT] である合金もいくつか知られている<sup>10)11)</sup>。 $\gamma''$ 相は母相 $\gamma$ と整合して析出することは $\gamma'$ 相と同様であるが、この場合は $\gamma''$ 相のc軸が板面に垂直な薄い板状で析出する特徴がある。 $\gamma''$ 相については $\gamma''$ 相の板面の母相との格子ミスマッチが約0.8%<sup>12)</sup>ないしは2.86%<sup>13)</sup>と見積もられることから、整合ひずみが $\gamma''$ 相の形態に影響するであ

ろうことは十分に考えられる。しかし、 $\gamma''$ 相の形態に関してはKirmanらの報告<sup>12)14)</sup>がある以外に、詳細な研究はほとんど行なわれていない。

著者らはNCF 3のAl, Tiの大部分をNbで置換した合金(以後X-750Mと呼ぶ)を試作し、合金中に $\gamma''$ 相の代わりに $\gamma'$ 相を析出させることを試みた。そして、既にX-750Mの時効硬化過程と $\gamma''$ 相の生成、成長、 $\gamma''$ 相から $\delta$ 相への移行ならびに $\gamma''$ 相の析出形態等を詳細に調査し、報告してきた<sup>15)~18)</sup>。このうち、X-750Mに析出する $\gamma''$ 相の形態に関するこれまでの研究によると、943-1033K時効材の $\gamma''$ 相は析出初期の粒子径が小さい時点では厚みの均一な薄い円板状であるが、時効時間の経過と共に成長し、形はしだいにいびつになり、板面は楕円板もしくは不定形板状に移行すること、ならびに1073K時効材では析出初期の円板状から時効時間の経過と共に急速に方形板状に移行することが確認されている。しかし、このような形態変化の生因については未だ説明がなされていない。

一般に整合した析出粒子の形態は、母相との格子ミスマッチに関連があると考えられていることから、本研究では

平成5年4月26日受付 平成5年10月8日受理 (Received on Apr. 26, 1993; Accepted on Oct. 8, 1993)

\* 富山大学工学部 (Faculty of Engineering, Toyama University, 3190 Gofuku Toyama 930)

\* 2 富山大学大学院生 (現: 日本高周波鋼業(株)) (Graduate Student, Toyama University, now Nippon Koshuha Steel Co., Ltd.)

\* 3 富山大学工学部学生 (現: 大学院生) (Student, Faculty of Engineering, now Graduate Student, Toyama University)

Table 1. Chemical composition of the alloy (mass%).

Ni	Cr	Fe	Nb	Ti	Al	Mo	Si
68.62	15.00	7.95	6.02	0.004	0.024	0.02	0.11

Mn	C	B	P	S	N	O
0.11	0.036	0.0001	0.005	<0.001	0.0010	0.0051

X線回折により、X-750Mの母相 $\gamma$ と $\gamma'$ 相の格子定数ならびに格子ミスマッチの時効時間依存性を調査して、 $\gamma'$ 相の形態変化との相関を検討することにした。

## 2. 実験方法

供試材はTable 1に示す化学成分をもつ合金である。この供試材の加工、熱履歴は既に報告<sup>15)</sup>したとおりである。

時効材ならびに析出した $\gamma'$ 相のX線回折を実施した。時効材は表面を化学研磨して実験に供した。 $\gamma'$ 相は電解抽出液として1%クエン酸+1%硫酸アンモニウム水溶液を用いて測定に十分な量の $\gamma'$ 相を電解抽出(3.5V, 0.27A/cm<sup>2</sup>)した後、抽出液を最大孔径0.1 $\mu$ mのメンブランフィルターでろ過し、残渣を蒸留水で十分に洗浄後、乾燥して測定に供した。

格子定数の測定はNiフィルターを用いたCu-K $\alpha$ X線により、Debye-Scherrer法により行なった。ゴニオメーター速度は $7.27 \times 10^{-5}$ rad/sで、回折ピーク位置はSi粉末を用いて補正し、格子定数はCohenの方法<sup>19)</sup>を用いて算出した。

## 3. 結果と考察

### 3.1 母相 $\gamma$ と $\gamma'$ 相の格子定数

時効時間と時効温度の相違によって、 $\gamma'$ 相の形態に違いが認められたことは既に報告した<sup>18)</sup>とおりである。

Fig. 1に固溶化熱処理後水冷材ならびに943, 993, 1033および1073K時効材の各時効時間における母相の格子定数の室温の測定結果を示す。純Niの格子定数 $a_0$ は0.3524nmである

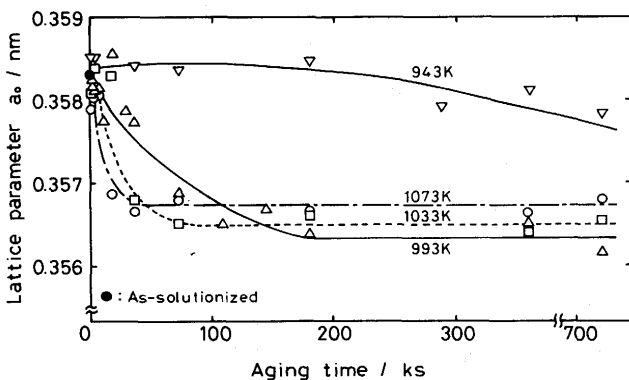


Fig. 1. Variations of lattice parameter  $a_0$  of matrix as a function of aging time.

が、X-750MはNiより原子半径の大きいCr, Fe, Nb等を多量に固溶しているため、固溶化熱処理のままでは、 $a_0$ は0.3583nmとなり、純Niより大きい。 $a_0$ は時効開始と共に漸減し、しかも高温時効ほど速く減少し、993, 1033および1073K時効材でそれぞれ約180, 72および36ks以上経過すると一定値に達した。各平衡到達値はそれぞれ $a_0 = 0.3564, 0.3565, 0.3567$ nmであり、Cr, Fe, Nb等の固溶の多い高温時効ほど大きな値を示した。943K時効材では720ks経過後も一定値に達しなかった。

Fig. 2は943K時効材の母相 $\gamma$ の格子定数 $a_0$ と $\gamma'$ の格子定数 $a_0$ および $c_0$ の時効時間依存性を比較して示したものである。母相 $\gamma$ の $a_0$ は36ks時効材で0.3584nmであったものが、720ks時効材で0.3578nmとなった。 $\gamma'$ 相の $a_0$ および $c_0$ は36ks時効材でそれぞれ0.3650, 0.7471nmであったが、時効時間の経過と共に漸増し、720ks時効材でそれぞれ0.3654, 0.7495nmになった。 $c_0$ の増加は $a_0$ のそれに比べて顕著であった。

Fig. 3は993K時効材の母相 $\gamma$ と $\gamma'$ 相の格子定数の時効時間依存性を示したものである。母相 $\gamma$ の $a_0$ は7.2ks時効材で0.3582nm, 720ks時効材で0.3562nmとなった。 $\gamma'$ 相の $a_0$ および $c_0$ は7.2ks時効材でそれぞれ0.3652, 0.7468nmであったが、時効時間の経過と共に漸増し、72ks時効材でそれぞれ0.3655, 0.7495nmになった。各値は943K時効材に比較していく分大きく、 $a_0$ に比べて $c_0$ の増加は一段と顕著であった。

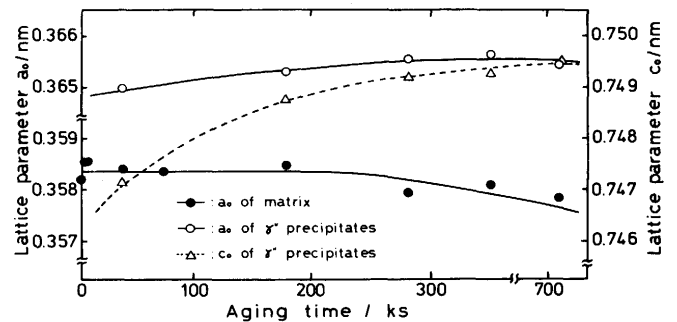


Fig. 2. Variations of lattice parameter  $a_0$  of matrix and  $\gamma'$  precipitates and  $c_0$  of  $\gamma'$  precipitates as a function of aging time at 943K.

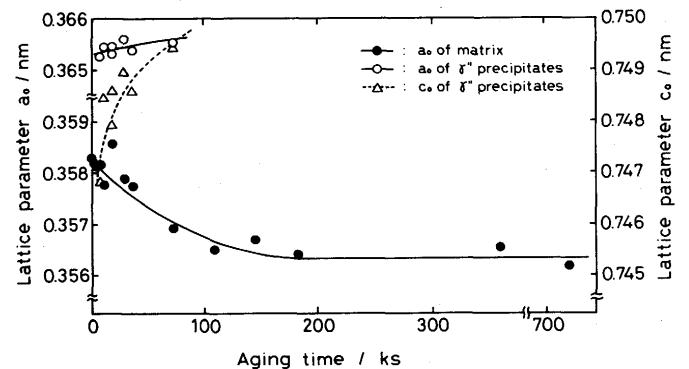


Fig. 3. Variations of lattice parameter  $a_0$  of matrix and  $\gamma'$  precipitates and  $c_0$  of  $\gamma'$  precipitates as a function of aging time at 993K.

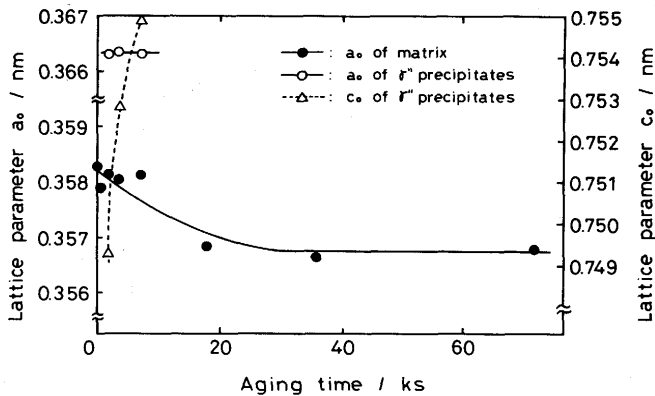


Fig. 4. Variations of lattice parameter  $a_0$  of matrix and  $\gamma''$  precipitates and  $c_0$  of  $\gamma''$  precipitates as a function of aging time at 1073K.

準安定相の $\gamma''$ 相は、この時効温度では72ks以上の時効時間の経過で大部分が安定相の $\delta$ 相に移行し、X線回折には $\gamma''$ 相の回折ピークは検出されなくなった。

Fig. 4は、1073K時効材の $\gamma$ と $\gamma''$ 相の格子定数の時効時間依存性を示したものである。 $\gamma''$ 相の $a_0$ および $c_0$ は1.8ks時効材でそれぞれ0.3663nm, 0.7493nmであったが、時効時間の経過と共に $a_0$ はほとんど変わらず、7.2ks時効材でも0.3663nmであった。しかし、 $c_0$ は急増して0.7549nmとなった。 $c_0$ の変化は943~993K時効材に増して顕著であった。

Fig. 1~4によると、母相 $\gamma$ の $a_0$ は時効に伴う $\gamma''$ 相の析出により、漸減したが、 $\delta$ 相の析出後はほとんど変化しないことを示した。他方、 $\gamma''$ 相の $a_0$ および $c_0$ は時効時間の経過と共に漸増することを示した。 $a_0$ の時効時間依存性は高温時効になるほど明瞭ではなくなったが、 $c_0$ は著しい依存性を示した。 $\gamma$ および $\gamma''$ 相の格子定数は以上のような時効時間と時効温度依存性を示したが、この結果は $\gamma''$ 相粒子が析出初期の極微細な状態から成長する過程で、 $\gamma''$ 相ならびに母相 $\gamma$ の組成に漸次変遷があること、ならびに時効温度によっても組成に相違があることを示唆するものと考えられる。

格子定数の変化は組成変化以外に規則性等の構造変化によっても起こる可能性があるが、時効材の透過電顕観察による制限視野電子回折、X線回折ならびに電解抽出した $\gamma''$ 相のX線回折には規則性の変遷を示唆する回折斑点(回折線)の生成、消滅が観察されないことから、この種の構造変化のある可能性は小さい。

Fig. 2~4によると、析出する $\gamma''$ 相が微細で、 $\gamma''/\gamma$ 相界面近傍の $\gamma''$ 相表面を構成する原子の $\gamma''$ 相全体に占める割合が大きい時点では、少なくとも界面近傍の $\gamma''$ 相の結晶構造は本来の安定な結晶構造とは異なり、母相 $\gamma$ と格子定数の近い原子配列を取っているものと推察される。格子定数が近接していることで、 $\gamma''/\gamma$ 相界面での格子ひずみエネルギーを低下させているものと思われる。粒子が成長して、 $\gamma''$ 相全体に占める表面の割合が減少した時点では、母相 $\gamma$ との格子定数の相違が大きくなり整合ひずみは増大するが、 $\gamma''$ 相

本来の安定な結晶構造に漸次移行するものと考えられる。一方 $\gamma$ にも $\gamma''$ 相の変化に対応した同様の変化が生じていると判断される。

母相と析出相の界面では溶質の偏析を伴い、整合ひずみエネルギーが低下している可能性があることはFineら<sup>20)</sup>も指摘している。この考え方に従うと、Fig. 2~4は、 $\gamma''$ 相の界面組成がバルクのそれとは異なることを示唆した結果といえる。ただし、本研究の結果からは組成に変化があるのは界面近傍のみの現象であるのか、 $\gamma''$ 相全体の現象であるのかは明確ではない。

$\gamma''$  ( $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ) 相の $\text{DO}_{22}$ 単位格子をFig. 5に示す。ここで○および●はそれぞれNiとNb原子を表わしている。ただし、NiおよびNbの位置は大部分がこれらの各原子が占める訳であるが、合金成分によってはNiとNbの一部は他の金属元素に置き換わる可能性がある。 $\gamma''$ 相におけるこの分野の研究はないが、 $\gamma''$ 相と挙動の類似した $\gamma'$ 相については多くの合金について調査したKriege等の詳しい報告がある<sup>21)</sup>。彼らの報告によると、 $\gamma'$ 相の場合、 $\text{A}_3\text{B}$ で表わされるAの位置はNi以外には少量のCo, Bの位置はTi, Al以外には少量のTa, Nbが置換する可能性がある。Mo, Fe, Crは両方の位置にわずかに置換する可能性がある。 $\gamma''$ 相についても類似の現象が生じる可能性があると考え、格子定数に時効時間ないしは時効温度依存性が現われたのは、 $\gamma''$ 相の成長過程ないしは時効温度でこれらの元素に移動があるためと考えられる。

そこで、 $\gamma$ 相の最近接原子間距離あるいは $\gamma''$ 相のNi(○)とNb(●)位置の最近接原子間距離を算出し、各最近接原子間距離の時効時間依存性を調査することにした。 $\gamma$ 相については面間隔 $d(110)_\gamma$ から、 $\gamma''$ 相については $d(110)_{\gamma''}$ および $d(102)_{\gamma''}$ の2種類の面間隔から評価することにした。解析例として、993K時効材の結果をFig. 6に示す。Fig. 6によると、 $\gamma$ 相の最近接原子間距離 $d(110)_\gamma$ は固溶化熱処理直後で0.2534nmであったものが、時効時間の経過と共に減少し、約180ks経過後はほぼ一定値(0.2520nm)に達して安定化

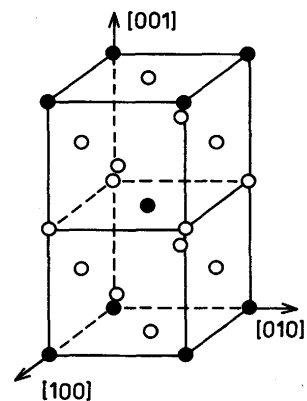


Fig. 5. The  $\text{DO}_{22}$  unit cell of the  $\gamma''$ - $\text{Ni}_3\text{Nb}$  phase. Closed and open circles represent niobium and nickel atoms, respectively.

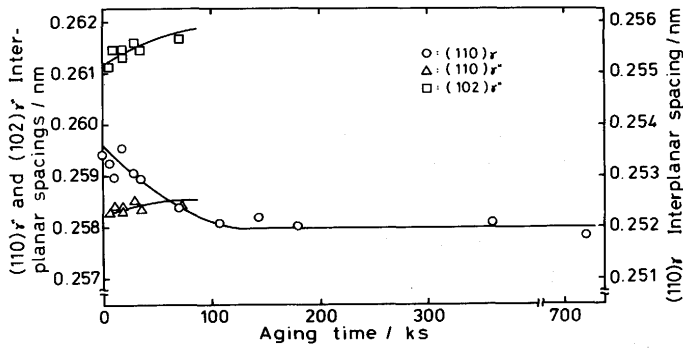


Fig. 6. Variations of  $(110)_{\gamma}$ ,  $(102)_{\gamma}$  and  $(110)_{\gamma}$  inter-planar spacings as a function of aging time at 993K.

した。一方、 $\gamma''$ 相の $d(110)_{\gamma''}$ および $d(102)_{\gamma''}$ は7.2ks時効材でそれぞれ0.2583および0.2611nmであったものが、72ks時効材で0.2585および0.2617nmに増加した。

943, 1033および1073K時効材についても同様の解析を行なったが、いずれも類似した傾向を示した。

これを構成元素の原子半径から考察してみる。X-750Mの主要構成元素のうち $\gamma''$ 相の形成に関与し得る元素としてはNi, Cr, Fe, Nbが挙げられる。それぞれの原子半径は0.124, 0.127, 0.126および0.146nmである。原子半径のみから判断すると、 $\gamma$ 相の時効時間の経過に伴う $d(110)_{\gamma}$ の減少は析出により固溶していたNb濃度が減少したことを反映したものと考えられる。 $\gamma''$ 相の $d(110)_{\gamma''}$ および $d(102)_{\gamma''}$ の時効時間の経過に伴う増加は、時効初期に析出した $\gamma''$ 相のNbの占めるべき位置にあったNb以外の元素(例えばCrやFe)がNbに置き換わることを意味していると思われる。このような推論は $\gamma''$ 相の成長速度の解析で、 $\gamma''$ 相の成長の活性化エネルギーとして397kJ/molが得られ、成長がNbの体積拡散によって律速されている可能性がある<sup>15)</sup>と指摘したことと矛盾がない。

以上のことは前述したように、析出初期の $\gamma''$ 相は $\gamma$ 相と格子定数が近く、両界面における整合ひずみエネルギーを緩和しているが、成長と共に界面の占める割合が減少すると、 $\gamma''$ 相本来の格子定数に移行するためであると考えられるし、あるいはまた、合金中でのNbの拡散が遅いために析出初期の $\gamma''$ 相はNbの占めるべき位置が一時的にNb以外の元素で構成され、時効時間の経過に伴いNbの拡散が進むと、本来の $\gamma''$ 相の結晶格子に移行するためとも考えられる。

### 3・2 $\gamma''/\gamma$ 格子ミスマッチ

次に母相 $\gamma$ と $\gamma''$ 相の格子ミスマッチの時効時間および時効温度依存性を調査することにした。

$\gamma''$ 相のa軸方向の $\gamma''/\gamma$ 格子ミスマッチ $\delta_a$ は式(1)で与えられる。

$$\delta_a = (a_0^p - a_0^m) / a_0^m \quad \dots\dots\dots (1)$$

ここで、 $a_0^m$ ,  $a_0^p$ はそれぞれ $\gamma$ および $\gamma''$ 相のa軸の格子定数である。 $\gamma''$ 相のc軸の格子定数 $c_0^p$ は $a_0^m$ の約2倍であるため、

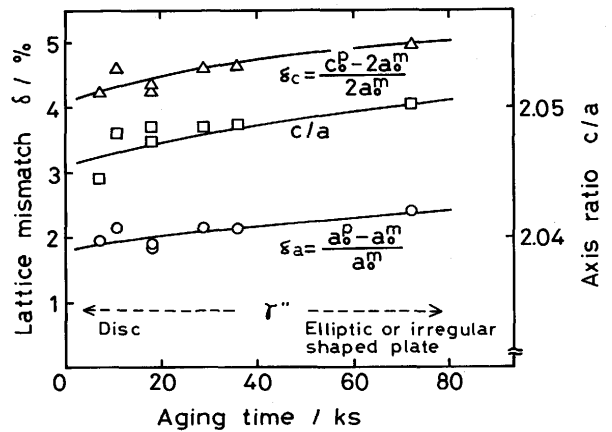


Fig. 7. Variations of lattice mismatch  $\delta$ , axis ratio  $c/a$  and morphology of  $\gamma''$  precipitates as a function of aging time at 993K.

c軸方向の格子ミスマッチ $\delta_c$ は式(2)で表わされる。

$$\delta_c = (c_0^p - 2a_0^m) / 2a_0^m \quad \dots\dots\dots (2)$$

なお、 $\gamma''$ 相は合金中では母相に拘束され周辺から圧縮応力を受けるため、真の $a_0^p$ ,  $c_0^p$ はFig. 2~4に示した値よりいく分小さい可能性があるが、合金内での値が得られていないことから、ここでは $a_0^p$ ,  $c_0^p$ に抽出残渣の測定値を用いて議論を進めることにする。

993K時効材の解析結果を $\gamma''$ 相の形態変化と併せてFig. 7に示す。 $\gamma''$ 相のa, c軸の母相 $\gamma$ との格子ミスマッチ $\delta_a$ および $\delta_c$ は7.2ks時効材でそれぞれ+1.979, +4.257%であったが、いずれも時効時間の経過と共に増加し、72ks時効材でそれぞれ+2.415, +4.993%になった。Hanら<sup>13)</sup>はインコネル718に析出する $\gamma''$ 相の $\delta_a$ は2.86%であるとし、またKirman<sup>12)</sup>は、55Fe-25Ni-14Cr-6Nb合金の1073K以下の時効材で、 $\delta_a$ は0.8%,  $\delta_c$ は2.5%であるとし、格子ミスマッチはc軸に集中していることを報告している。X-750Mの993K時効材ではa, c軸共にKirmanらの値より大きい<sup>14)</sup>が、格子ミスマッチは同じくc軸に集中していることを示した。 $\gamma''$ 相の軸比 $c_0/a_0$ は従来は2.04<sup>11)</sup>, 2.044あるいは2.026であると報告<sup>22)</sup>されている。X-750Mでは7.2ks時効材で2.045であった<sup>14)</sup>が、時効時間の経過と共に漸増し、72ks後には2.050に達した。

943K時効材についても同様の解析を行なったが993K時効材と大差のない結果が得られた。

Fig. 8は1073K時効材の解析結果である。 $\gamma''$ 相のa, c軸の $\gamma$ 相との間の $\delta$ は1.8ks時効材でそれぞれ+2.280%および+4.608%であった。7.2ks時効材では、 $\delta_a$ は+2.289%でほぼ一定であったが、 $\delta_c$ は+5.400%と増大した。 $c_0/a_0$ は2.046から2.061に著しく増加した。

格子ミスマッチに認められる以上の傾向は、既に述べたように両相の組成の変遷に由来し、母相と $\gamma''$ 相の整合ひずみに密接に関連したものと考えられる。

なお既述のように、1073Kの高温時効材では、943-1033K時効材とは異なり、析出初期では $\gamma''$ 相は円板状であるが、

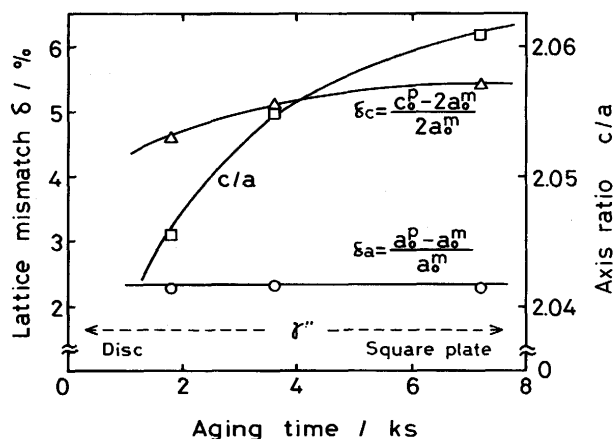


Fig. 8. Variations of lattice mismatch  $\delta$ , axis ratio  $c/a$  and morphology of  $\gamma''$  precipitates as a function of aging time at 1073K.

時効時間の経過と共に方形板状に移行する傾向があった。Fig. 9は993K, 3.6ks時効材の薄膜試料の電子線入射方向 $[010]$ の透過電顕(TEM)像とその制限視野電子回折像(SAD)である。この時効材では $\gamma''$ 相は円板状に析出することは既に述べたとおりである。SADによると、母相 $\gamma$ の(002), (202), (004)等の基本格子斑点以外に $\gamma''$ 相による(001), (101)等の超格子斑点が確認され、従来の報告と一致して、 $\gamma''$ 相は $\gamma$ 相に整合して析出することを示している。ところが、Fig.10は1073K, 7.2ks時効材の転位上に析出した $\gamma''$ 相の薄膜試料によるTEM像と右上端の大部分が縦に並んだ $\gamma''$ 相粒子近傍のSADを示したものである。この時効材では $\gamma''$ 相は方形板状に析出している訳であるが、Fig.10によると、 $\gamma''$ 相は母相 $\gamma$ と結晶方位が一致した状態にあることを示しているが、超格子斑点のストリークはほぼ消滅して $\gamma''$ 相のc軸方

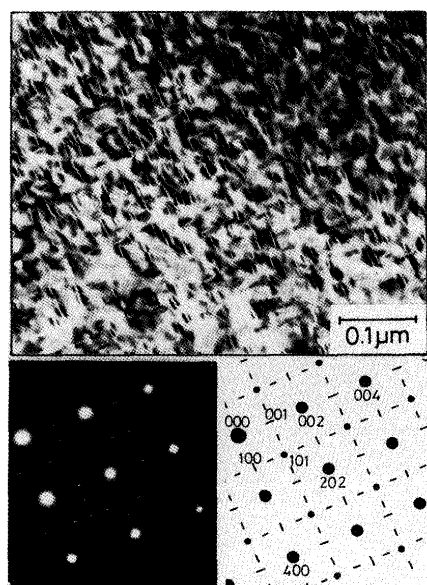


Fig. 9. Transmission electron micrograph and its selected-area electron diffraction pattern of the specimen aged at 993K for 3.6ks. Beam along  $[010]$ .

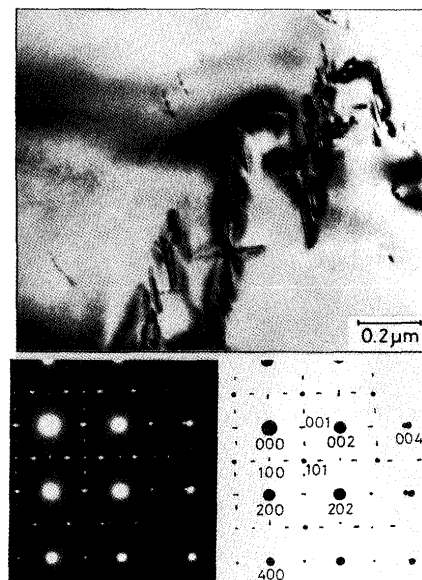


Fig. 10. Transmission electron micrograph and its selected-area electron diffraction pattern of the specimen aged at 1073K for 7.2ks. Beam along  $[010]$ .

向すなわち厚みがかなり厚くなっていることを示している。しかも、(004)斑点に注目すると、 $\gamma''$ 相による斑点位置は母相の基本格子斑点より明らかに内側に移動し、c軸方向の整合性が喪失した状態にあることを示している。 $\gamma''$ 相の $c_0$ の増大を示す結果は、先のX線回折の結果と一致している。 $\gamma''$ 相が円板状から楕円板状もしくは不定形板状に析出する943-1033K時効材ではいずれもFig. 9と同様のSADを示したが、Fig.10のSADは方形板状の $\gamma''$ 相に顕著に認められる現象であった。しかし、 $\gamma''$ 相が方形板状を呈するのは $\gamma''$ 相のc軸方向の整合性の喪失と関連があるか否かについては今後さらに検討する必要がある。

以上、X-750Mに析出する $\gamma''$ 相は時効時間と時効温度の相違によって前述のような形態変化を示す訳であるが、1073K時効材のSADで認められた現象を除いては、 $\gamma''$ 相および $\gamma$ 相の格子定数、 $\gamma''/\gamma$ 格子ミスマッチ、 $\gamma''$ 相の軸比には形状変化と明瞭に対応した変化を認めることはできなかった。 $\gamma''$ 相の形態変化の要因についても、今後成分の異なる合金についても調査し、さらに検討を深める必要がある。

#### 4. 結言

Ni基耐熱合金NCF 3の析出強化相である $\gamma''$ 相と他のNi基合金に見られる $\gamma''$ 相の時効強化に及ぼす相違を明白にするため、NCF 3のAl, Tiの大部分をNbで置換し、 $\gamma''$ 相が析出強化相の合金(X-750M)を作製した。この合金の時効材について母相 $\gamma$ と析出した $\gamma''$ 相の格子定数、 $\gamma''/\gamma$ 格子ミスマッチならびに $\gamma''$ 相の軸比 $c_0/a_0$ の時効時間依存性をX線回折により調査し、 $\gamma''$ 相の形態との相関を検討した。

本研究で得られた結果は次のとおりである。

- (1) 母相 $\gamma$ と $\gamma''$ 相の格子定数を測定したところ、母相の

格子定数は固溶化熱処理後は $a_0=0.3583\text{nm}$ であったが<sup>3</sup>, 時効時間の経過と共に減少し, 所定時間経過後は一定値に達した。一定値に達した後の母相の格子定数は時効温度が高いほど大きな値を示した。 $\gamma'$ 相の格子定数 $a_0$ および $c_0$ は時効時間の経過と共に漸次増加した。 $c_0$ の変化は $a_0$ の変化に比べてより顕著であった。

(2) 時効材の格子ミスマッチは時効時間の経過と共に増加した。例えば993Kの7.2ks時効材でa軸: +1.979%, c軸: +4.257%であったものが<sup>3</sup>, 72ks時効材ではa軸: +2.415%, c軸: +4.993%となった。

(3)  $\gamma'$ 相は時効時間の経過と共に成長し, 格子定数, 格子ミスマッチ, 軸比は変化したが<sup>3</sup>, 形態変化と対応した顕著な変化は認められなかった。

(4) 1073K時効材の方形板状に析出した $\gamma'$ 相の格子のa軸は母相 $\gamma$ との整合性が維持されていたが<sup>3</sup>, c軸は整合性が喪失した状態にあった。

最後に, 研究試料の溶製と加工に御協力いただきました新日本製鉄(株)光製鉄所技術研究部に深甚なる謝意を表します。

## 文 献

1) Superalloys II, High-Temperature Materials for Aerospace and Industrial Power, ed. by C.T.Sims, N.S.Stoloff and W.C.

- Hagel, (1987), p.165 [John Wiley & Sons]  
 2) W.C.Hagel and H.J.Beattie: Trans. AIME, **221** (1961), p.28  
 3) A.J.Ardell, R.B.Nicholson and J.D.Eshelby: Acta Metall., **14** (1966), p.1295  
 4) P.K.Rastogi and A.J.Ardell: Acta Metall., **19** (1971), p.321  
 5) A.K.Sinha and J.J.Moore: Metallography, **19** (1986), p.75  
 6) C.Hu and P.Ling: J. Mater. Sci. Lett., **6** (1987), p.1050  
 7) 草開清志, 長浜秀信, 王 理, 大岡耕之: 鉄と鋼, **75** (1989), p.1354  
 8) M.Do, T.Miyazaki and T.Wakatsuki: Mater. Sci. Engn., **67** (1984), p.247  
 9) R.A.Ricks, A.J.Porter and R.C.Ecob: Acta Metall., **31** (1983), p.43  
 10) E.L.Raymond: Trans. Metall. Soc. AIME, **239** (1967), p.1415  
 11) 草開清志, 王 理, 大岡耕之, 山田廣一: 鉄と鋼, **76** (1990), p.1341  
 12) I.Kirman: J. Iron Steel Inst., **207** (1969), p.1612  
 13) Y.Han, P.Deb and M.C.Chaturvedi: Metal Sci., **16** (1982), p.555  
 14) I.Kirman and D.H.Warrington: Metall. Trans., **1** (1970), p.2667  
 15) 草開清志, 新家伸一, 大岡耕之: 鉄と鋼, **78** (1992), p.650  
 16) 草開清志, 新家伸一, 早川 到, 大岡耕之: 鉄と鋼, **78** (1992), p.1745  
 17) 草開清志, 早川 到, 大岡耕之: 鉄と鋼, **79** (1993), p.1210  
 18) 草開清志, 早川 到, 大岡耕之: 鉄と鋼, **79** (1993), p.1369  
 19) B.D.Cullity著, 村松源太郎訳: 新版X線回折要論, (1980), p.332 [アグネ]  
 20) M.E.Fine, Y.Chen, J.Conley and J.Caputi: Scripta Metall., **20** (1986), p.743  
 21) O.H.Kriege and J.M.Baris: Trans. ASM, **62** (1969), p.195  
 22) M.C.Chaturvedi and D.W.Chung: Metall. Trans. A, **10A** (1979), p.1579