

© 1992 ISIJ

# 論文 53Fe-26Ni-15Cr 系合金における $\gamma'$ 相および $\eta$ 相の析出と成長

草開 清志\*・高沢 裕真\*<sup>2</sup>・大岡 耕之\*Precipitation and Growth of  $\gamma'$  and  $\eta$  Phases in 53Fe-26Ni-15Cr Alloy

Kiyoshi KUSABIRAKI, Yushin TAKASAWA and Takayuki OOKA

**Synopsis :**

The nucleation and growth behavior of  $\gamma'$  and  $\eta$  precipitates in A286 was investigated by micro-Vickers hardness test and transmission electron microscopy. The morphology and the crystallography of them were also discussed.

The obtained results are as follows :

(1) The hardness of A286 aged at 893-1073 K for durations up to 720 ks closely related to the mean size of  $\gamma'$  precipitates.

(2) The growth kinetics of the  $\gamma'$  precipitate in  $\eta$ -phase free region was explained by Lifshitz-Slyozov-Wagner's theory for diffusion controlled growth at 993-1073 K. The activation energy for the growth of the  $\gamma'$  precipitates was estimated to be 283 kJ/mol.

(3) The interlamellar spacing of  $\eta$ -phase in each precipitates was inversely proportional to the degree of undercooling from the equilibrium temperature of  $\gamma$ /( $\gamma$ + $\eta$ )-phase boundary.

(4) On the basis of the theory of diffusion controlled eutectoidal growth, the equilibrium temperatures of the cellular and the Widmanstätten precipitation were estimated to be 1218 and 1210 K, respectively. These values were consistent with the experimental results.

**Key words :** iron base superalloy; precipitation; morphology; gamma prime; Ostwald ripening; cellular eta-phase; Widmanstätten eta-phase; interlamellar spacing.

## 1. 緒 言

析出硬化型 Fe-Ni 基耐熱合金 A286 は約 920 Kまでの高温強度、耐食性に優れ、しかも熱処理が容易であるなどの特徴をもつたため、ジェットエンジンのローター、耐熱ボルト等に使用されてきた。この合金における主な析出強化相は L1<sub>2</sub> 型規則格子を有する  $\gamma'$  [Ni<sub>3</sub>(Al, Ti) : fcc] 相である<sup>1)~3)</sup>。A286 における析出粒子の成長速度は合金の強化機構と密接に関係することから、合金中の  $\gamma'$  相の挙動を明白にすることは極めて重要である。一般に微細分散粒子の成長は Ostwald 成長と呼ばれる拡散律速型成長で説明されることが多く、 $\gamma'$  相の成長に Lifshitz-Slyozov<sup>4)</sup>-Wagner<sup>5)</sup> (以後 LSW と呼ぶ) の理論を適用して成長速度を解析することがしばしば試みられている。また、析出した  $\gamma'$  相は時効時間の経過と共に漸次 DO<sub>24</sub> 型の  $\eta$  (Ni<sub>3</sub>Ti : hcp) 相に移行する傾向があり、 $\eta$  相の析出はクリープ破断強さの低下をもたらす等の原因となることから、 $\eta$  相の析出挙動についても明白にすることが切望されている。

本研究では、A286 について時効硬化と微視組織変化を、硬さの測定と電顕組織観察に基づいて、析出した  $\gamma'$  相に LSW の理論を適用して速度論的な解析を行い、 $\gamma'$  相の成長が LSW の理論でほぼ説明される結果を得た。また  $\eta$  相の析出傾向を明らかにすると共に、2種類の形態をとる  $\eta$  相の層間隔を測定し、それぞれの  $\eta$  相の析出に共析反応の拡散律速型変態理論を適用し、実験結果と矛盾しない結果を得た。

## 2. 実験方法

供試材は A286 に相当する耐熱合金である。化学組成を Table. 1 に示す。供試材は、150 kg の合金を真空溶解後所定の大きさに切断し、表面研削後、圧下率 25% で圧延し、厚さ 0.4 mm の冷延板にしたものである。この冷延板を 15 × 15 × 0.4 mm<sup>3</sup> に切断後、1253 K で

平成4年2月17日受付 平成4年9月4日受理 (Received on Feb. 17, 1992; Accepted on Sep. 4, 1992)

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

\*<sup>2</sup> 富山大学大学院 (Graduate School, Toyama University)

Table 1. Chemical composition of specimen (mass%).

Fe	Cr	Ni	V	Ti	Al	Mo	Si	Mn	C	B	P	S	N	O
53.34	15.06	26.05	0.28	2.10	0.20	1.30	0.31	1.30	0.050	0.0112	0.003	0.0006	0.0020	0.0032

1.8 ks 真空加熱後水冷の固溶化熱処理を行い、これを真空中、893-1 073 K で最大 720 ks の時効処理を施して試料とした。時効した試料を化学研磨および耐水研磨紙で片面 0.1 mm 研磨し、さらにバフ研磨した。これをマイクロビッカース試験機で室温の硬さを測定し、硬さと時効時間の関係を明らかにした。

試料の電顕組織写真の撮影と析出物の同定を行うため、加速電圧 200 kV の透過型電子顕微鏡を使用した。試料は水(20) + 過酸化水素水(20) + 硝酸(5) + 塩酸(7) + フッ酸(6)の混合液による化学研磨で厚さ 80  $\mu\text{m}$  程度にした後、耐水研磨紙で 50  $\mu\text{m}$  以下まで薄くした。これをツインジェット電解研磨装置を用いて電解研磨(55V, 0.04 A/cm<sup>2</sup>)し、薄膜試料とした。電解液には酢酸(90) + 過塩素酸(10)混合液を用いた。

$\gamma'$  相の粒子径は、各熱処理温度、時間ごとの電顕組織写真(明視野像)4~5 視野ずつについて、各視野につき約 100 個の  $\gamma'$  相粒子の直径を読み取り、その平均から求めた。

$\eta$  相は  $\{111\}_{\gamma'}$  に平行な板状( $\{110\}_{\gamma'}$  には垂直ないしは 0.6154 rad の角度をなす。)に析出する特徴がある。そこで  $\eta$  相の層間隔を求めるため、試料面 //  $\{110\}_{\gamma'}$  かつ電子線の入射方向 //  $\langle 110 \rangle_{\gamma'}$  の条件を満たす各熱処理温度、時間、析出形態ごとの電顕組織写真を 4~5 視野ずつ撮影し、 $\eta$  相の真の層間隔を読み取り、その平均から層間隔を決定した。

### 3. 実験結果および考察

#### 3.1 時効硬化

固溶化熱処理後、893-1 073 K で時効した試料の硬さと時効時間の関係を Fig. 1 に示す。893 K では硬化は極めて徐々に進行し、720 ks 経過しても十分に硬化しない。

943 K の硬化速度は 893 K に比べ増加し、約 720 ks 後には最高硬さ HV 約 320 に達する。993 K ではさらに短時間で硬化し、約 360 ks 後に最高硬さに達する。しかし、さらに時間が経過すると軟化する。1 033 K 以上では硬さの上昇は大きくなない。

#### 3.2 組織観察

993 K における 0.36 : A, 3.6 : B, 36 : C および 360 ks : D 時効材の電顕組織を Photo. 1 に示す。0.36 ks

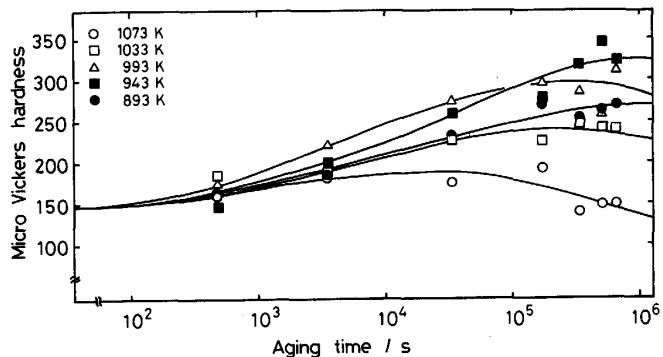


Fig. 1. Variations in micro Vickers hardness with aging time.

時効材 : A では析出相の有無は明瞭ではない。B → D と時効時間の経過と共に、漸次析出のあることを暗示する組織になる。析出相の大きさはこの倍率では明瞭ではない。Photo. 1 には示していないが、制限視野電子回折(SAED)によると、時効材は析出の明瞭でない A を含め、いずれの場合も  $\gamma'$  相が析出していることを示した。時効に伴い析出が起こることは Fig. 1 の時効硬化曲線とよい対応がある。

1 073 K 時効材の電顕組織を Photo. 2 に示す。 $\gamma'$  相は時効時間の経過と共に 993 K 時効材より速く成長し、粗大化する。Fig. 1 に示した時効硬化曲線と対比すると、36 ks : C 以上の時効時間が経過したものは、過時効の組織に相当する。360 ks 時効材 : D では、 $\gamma'$  粒子の直径は約 50 nm にまで成長する。36 ks 時効材 : C の写真左部および 360 ks 時効材 : D の写真左上部に認められるように、析出した  $\gamma'$  相は時効時間の経過に伴い、漸次 Cell 状ないしは Widmanstätten 状の板状析出相に移行する現象が観察された。これらの板状析出相は光顕でも明瞭に観察され、970-1 150 K 程度までは高温ほど短時間で析出するが、これより高温では析出に長時間を要するようになった。1 233 K 以上では 180 ks 時効しても、 $\eta$  相の析出は認められなかった。

1 033 K, 360 ks 時効材の電顕組織と SAED を Photo. 3 に示す。粒内には球状の析出相が均一に析出しており、典型的な組織を示している。SAED によると母相の回析斑点以外に  $\gamma'$  相の存在を示す (011) $_{\gamma'}$  などの超格子斑点が検出され、析出相が  $\gamma'$  相であることを示している。

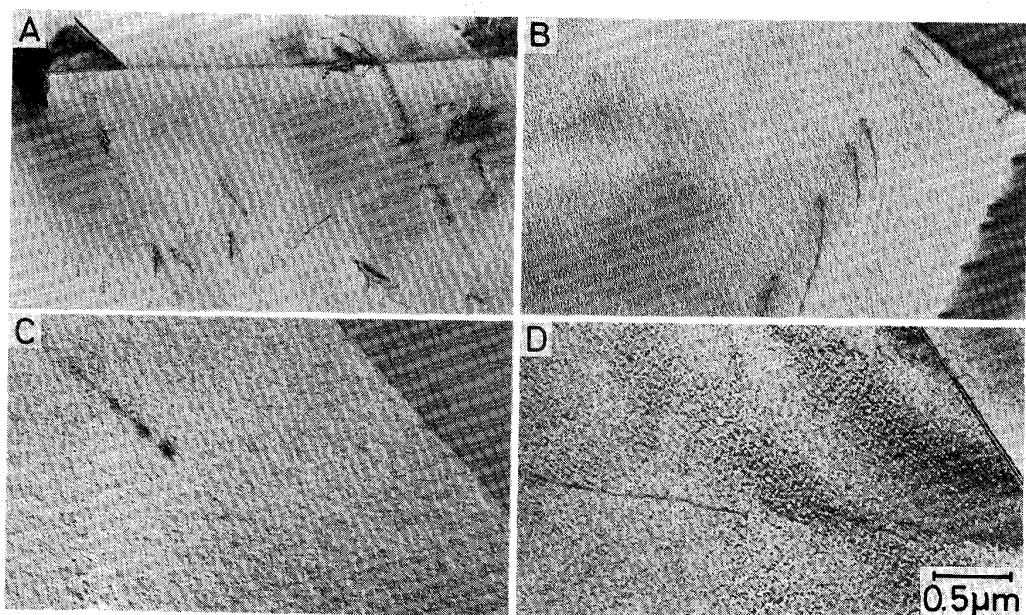


Photo. 1. Transmission electron micrographs of A286 aged at 993 K for 0.36 : A, 3.6 : B, 36 : C and 360 ks : D.

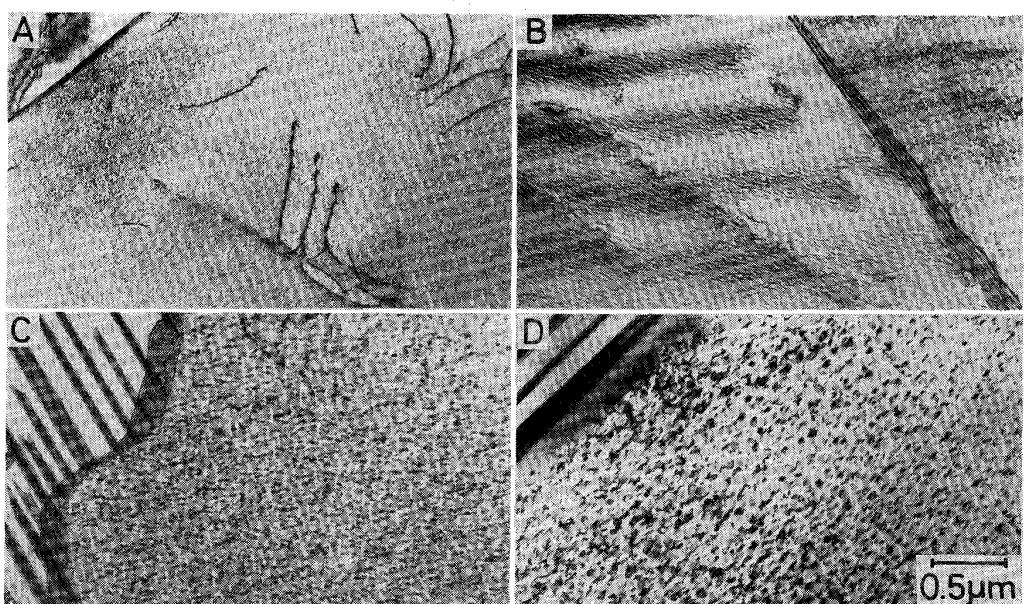


Photo. 2. Transmission electron micrographs of A286 aged at 1073 K for 0.36 : A, 3.6 : B, 36 : C and 360 ks : D.

1033 K, 540 ks 時効材について  $\gamma'$  相粒子の占める体積率を求めたところ、8.6% を得た。この値は Thompson ら<sup>6)</sup>による 990 K, 7.2 ks および 360 ks 時効材のそれぞれ 9.5%, 10.7% に近い値であった。

ところで、他の Ni 基耐熱合金では、 $\gamma'$  相が球状のまま成長する合金、析出初期に球状であり、ある程度の大きさまで成長すると立方体状に移行する合金、立方体状に析出し、そのまま成長する合金等がある<sup>7)</sup>。この  $\gamma'$

相の形状は母相との格子ミスマッチに密接に関係し、格子ミスマッチが 0~0.2% で球状、0.5~1.0% で立方体状、1.25% 以上で板状になると言われている<sup>8)</sup>。しかし、A286 の  $\gamma'$  相と母相の格子ミスマッチは短時間の時効材で 0.45%，長時間の時効材で 0.5% 程度と報告<sup>6)</sup>されているが、本合金では、Photo. 3 の電顕写真からもわかるように  $\gamma'$  相は球状であり、粒子径が 70 nm 以下では立方体状に移行することはなかった。この

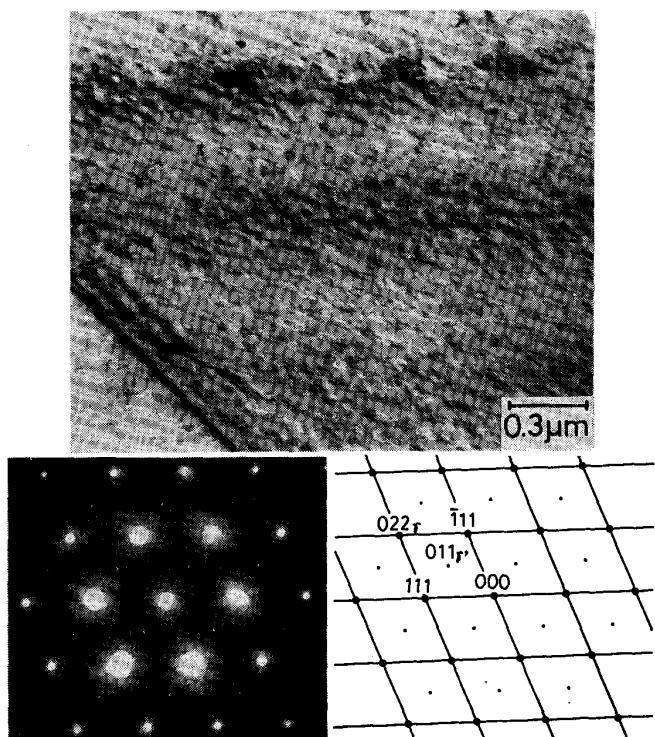


Photo. 3. Transmission electron micrograph and its selected-area electron diffraction pattern of A286 aged at 1033 K for 360 ks. Beam along  $[011]_{\gamma}$ .

ことは、従来の報告<sup>6)9)</sup>と一致していた。

1073 K, 720 ks 時効材の Cell 状及び Widmanstätten 状析出相の  $[1\bar{1}0]_{\gamma}$  方位で撮影した電顕組織と SAED を Photo. 4 および Photo. 5 に示す。析出相はいずれもほぼ一定の間隔で析出している。SAED によると、両組織共、母相の回折斑点以外に  $\eta$  相の存在を示す  $(010)_{\eta}$  などの斑点が現われており、析出相が  $\eta$  相であることを示している。両  $\eta$  相は母相  $\gamma$  の  $\{111\}_{\gamma}$  に晶癖面を持ち、母相と  $\{111\}_{\gamma}/\{001\}_{\eta}, \langle 110 \rangle_{\gamma}/\langle 010 \rangle_{\eta}$  の結晶学的方位関係があった。このような関係は従来の報告<sup>3)9)10)</sup>と矛盾しないものであった。なお、Cell 状  $\eta$  相は Cell 状反応によって母相  $\gamma$  の粒界付近から核生成し、クラスター状に成長する特徴を示した。Widmanstätten 状  $\eta$  相は母相粒内で成長し、まったく異なる方位で交差する場合がしばしばあるうえに、直線的で各相の平行度が極めて良い特徴を示した。

### 3・3 $\gamma'$ 相の平均粒子径と硬さの増加量との関係

時効硬化挙動は Fig. 1 に示したとおりであるが、この結果は時効による  $\gamma'$  相の微細析出による硬化とその後の粗大化による軟化および  $\eta$  相の析出による影響が複合されたものである。そこで、 $\gamma'$  相の析出と成長のみによる硬化挙動を明らかにするため、 $\eta'$  相の析出の

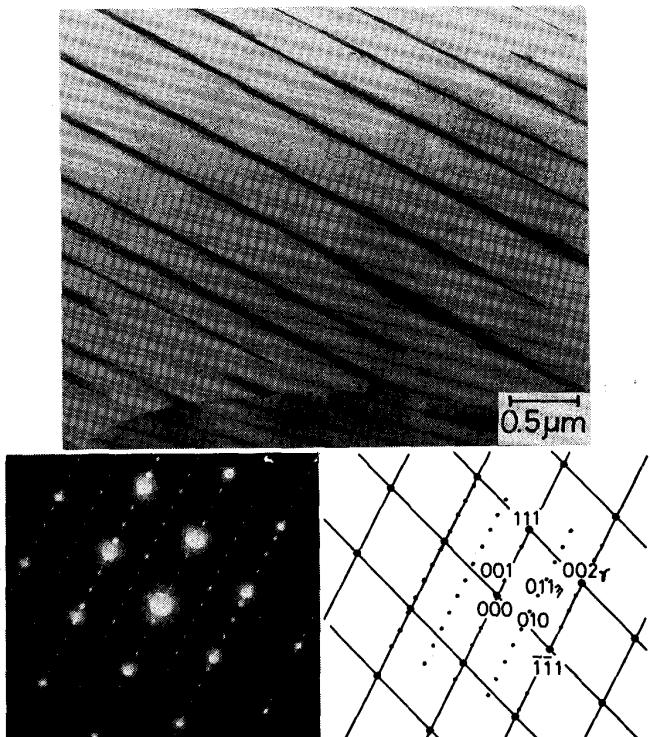


Photo. 4. Transmission electron micrograph of cellular  $\eta$  precipitates in A286 aged at 1073 K for 720 ks. Beam along  $[110]_{\gamma}$  and  $[100]_{\eta}$ .

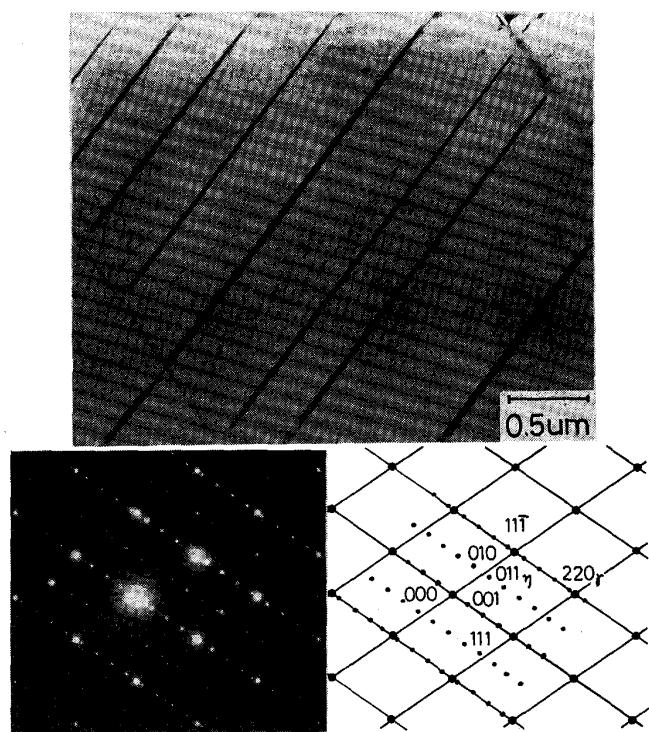


Photo. 5. Transmission electron micrograph of Widmanstätten  $\eta$  precipitates in A286 aged at 1073 K for 720 ks. Beam along  $[110]_{\gamma}$  and  $[100]_{\eta}$ .

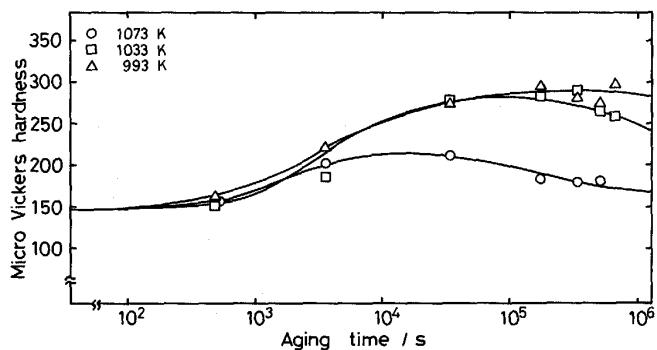


Fig. 2. Variations in micro Vickers hardness of  $\gamma'$  precipitated area with aging time.

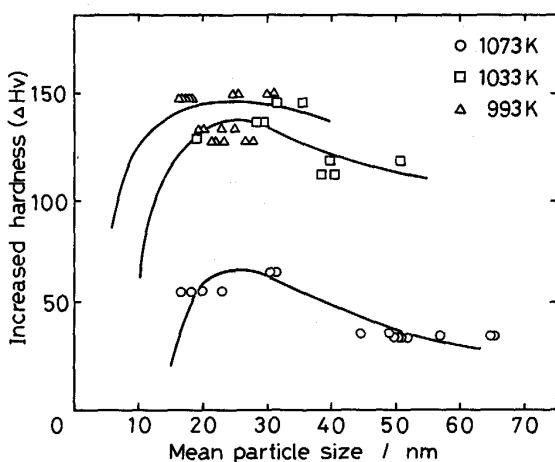


Fig. 3. Relations between increased hardness and mean diameter of  $\gamma'$  precipitates.

無い領域の硬化曲線を求めた。結果を Fig. 2 に示す。993 K 時効材では Fig. 1 と大差はないが、1033 および 1073 K 時効材では Fig. 1 に比べて硬化の程度は大きいことを示した。これらの温度ではいずれも最高硬さに到達後、 $\gamma'$  相の粗大化により軟化することを示した。

Fig. 2 の結果から時効に伴う硬さの増加量と各時効温度で析出した  $\gamma'$  相の平均粒子径の相関を検討したところ、Fig. 3 に示す結果を得た。曲線のうち、実測値のない小さな粒子径の領域については、後述する Fig. 4 の外挿値から得た粒子径に基づいて描いた。 $\gamma'$  相は粒子径が小さい範囲では硬化への寄与は小さいが、粒子径の増加と共に寄与が大きくなり、25 nm 付近で最も硬化した。その後、 $\gamma'$  相が粗大化するにつれて硬化能は低下した。このことは、析出硬化型合金に認められる一般的な傾向と一致していた。高温時効の方が低温時効に比較して硬さの上昇量が小さいのは、高温時効では  $\gamma'$  相の核生成頻度が小さいために析出密度が低いこと、また、母相の固溶量が増すために同一粒子径であっても析出量

が少ないためと考えられる。

なお、Silcock<sup>1)</sup>、Thompsonら<sup>6)</sup>によると、A286 が最も硬化するのは  $\gamma'$  相の粒子径が 10-18 nm の時であると報告しているが、本研究ではこれより大きいことを示した。この相違はこれまでの報告では  $\gamma'$  相の読み取りに暗視野像を用いたのに対して、本研究では明視野像を用いたことに由来するのかもしれない。

### 3・4 $\gamma'$ 相の成長速度

固溶化熱処理で得た過飽和固溶体を時効処理すると、析出が起こり母相の濃度が平衡に達する。平衡に達した後に起こる析出物の粗大化は、析出相と母相との間の界面エネルギーを減少させる力を駆動力として起こると言われている。

球状析出相の成長が体積拡散律速に基づいた LSW の理論<sup>4)5)</sup>に従う場合、分散析出粒子の成長には式(1)が成立する。

$$\bar{d}^3 - \bar{d}_0^3 = \frac{64\sigma DC_e V_m^2}{9RT} t = K' t \quad (1)$$

ここで、 $\bar{d}_0$ 、 $\bar{d}$  はそれぞれ成長開始時および時間  $t$  後の析出相の平均粒子径である。 $\sigma$  は析出相と母相との間の界面エネルギー、 $D$  は母相中の溶質原子の拡散係数、 $C_e$  は無限大の大きさを有する粒子と平衡する母相中の溶質原子の濃度、 $V_m$  は析出相のモル容積、 $R$  は気体定数、 $T$  は絶対温度、 $K'$  は成長速度定数である。 $D_0$  を頻度因子、 $E$  を拡散の活性化エネルギーとした場合、拡散係数は  $D = D_0 \exp(-E/RT)$  で表わされる。したがって、式(1)の  $K'$  は式(2)で表わされる。

$$K' = \frac{64\sigma D_0 C_e V_m^2}{9RT} \exp(-E/RT) \quad (2)$$

式(2)における  $\sigma$ 、 $C_e$ 、 $V_m$  の温度依存性が小さく、993-1073 K の範囲ではほぼ一定であると仮定すると、式(2)の Arrhenius プロットの直線の勾配から粒子の成長に関する活性化エネルギー  $E$  を求めることができます。

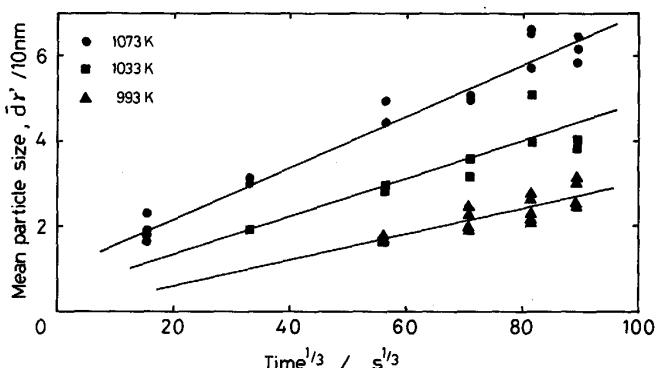


Fig. 4. Variation in mean diameter of  $\gamma'$  precipitates with  $(\text{aging time})^{1/3}$ .

る。

A286 に析出する  $\gamma'$  相の成長速度の解析に、式(1)を適用した。得られた平均粒子径と時効時間の  $1/3$  乗の関係を Fig. 4 に示す。993-1 073 K の範囲ではいずれの温度で時効した場合でも、(時間) $^{1/3}$  と  $d_{\gamma'}$  の間には直線関係が成立することを示した。これは Silcock ら<sup>1)</sup>、Thompson ら<sup>6)</sup>、Clark ら<sup>9)</sup>による 973-1 123 K の結果とも矛盾せず、A286 中の  $\gamma'$  相の成長は、駆動力が  $\gamma/\gamma'$  相の界面エネルギーの減少による Ostwald 成長機構に従い、体積拡散律速による成長であることを示唆している。ただし、高温ほど大きな値を示した  $d_0$  については析出初期の成長速度の相違に由来するものか解析の誤差によるものか明らかではない。

Fig. 4 の各直線の勾配から各時効温度における  $\gamma'$  相の成長速度定数を求め、Arrhenius プロットした結果を Fig. 5 に示す。比較のために同図には、母相中に  $\gamma'$  相を生成する他の Ni 基合金のこれまで報告されている結果も併せて示した。A286 の成長速度定数  $K'$  は、他の合金と比較して幾分小さい傾向があった。直線の勾配から求められた  $\gamma'$  相の成長の見掛けの活性化エネルギーを他の合金で得られている結果と共に Table 2 に示す。A286 の  $\gamma'$  相の成長の見掛けの活性化エネルギーは、

283 kJ/mol であった。

一般に  $\gamma'$  相は  $Ni_3(Al, Ti)$  が主体であるが、Fe, Cr, Mo 等も  $\gamma'$  相の形成に関与し得る元素である<sup>19)</sup>。A286 合金中の各元素の拡散に関する報告がないために厳密なことは言えないが、 $\gamma$ -Fe 中の Al, Ti, Ni の拡散の活性化エネルギーはそれぞれ 234, 251 (1 433-1 593 K), 313 kJ/mol (1 403-1 633 K)、また、Fe, Cr, Mo についてはそれぞれ 275 (1 273-1 622 K), 292 (1 223-1 673 K), 323 kJ/mol (1 223-1 573 K) と報告<sup>20)</sup>されている。これによると、 $\gamma'$  相の成長の活性化エネルギーは  $\gamma'$  相の成長に関与し得る元素の  $\gamma$ -Fe 中の拡散のそれにはほぼ一致していると言える。

### 3・5 $\eta$ 相の生成と成長

組織観察の項で述べたように、A286 には Cell 状あるいは Widmanstätten 状の 2 種類の形態の  $\eta$  相が析出

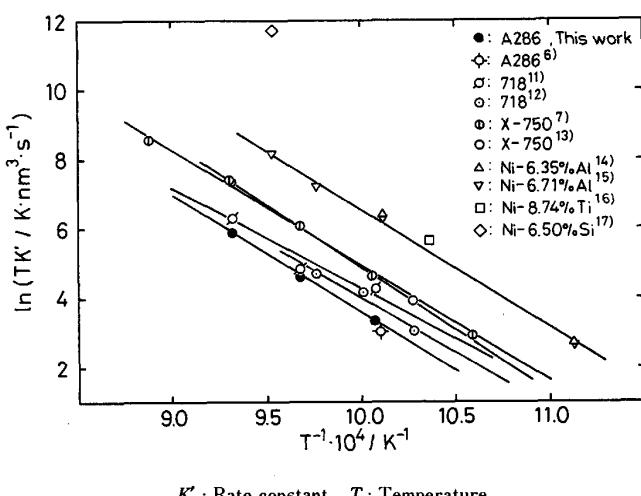


Fig. 5. Arrhenius plots for determination of the activation energy for growth of  $\gamma'$  precipitates in Fe and Ni base alloys.

Table 2. Activation energies for the growth of  $\gamma'$  precipitates in Fe and Ni base alloys (kJ/mol).

Precipitates \ Alloy	This work A 286	Inconel X-750	Inconel 718	Ni-Al	Ni-Ti	Ni-Si	Co-Ni-Cr-Ti
$\gamma'$	283	281 <sup>11)</sup> 290 <sup>13)</sup>	245 <sup>11)</sup> 271 <sup>12)</sup>	269 <sup>15)</sup>	282 <sup>16)</sup>	262 <sup>17)</sup>	298.9 $\pm 28.9^{18)}$

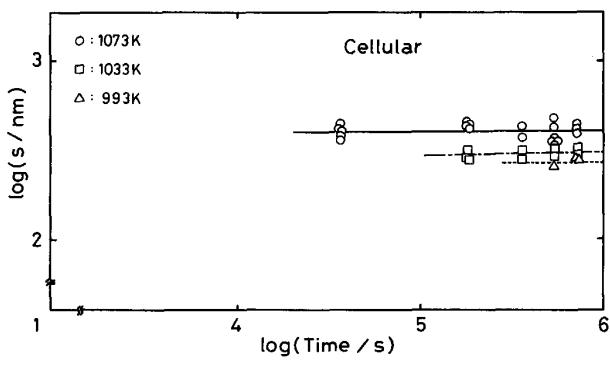


Fig. 6. Interlamellar spacing of cellular  $\eta$ -phase as a function of aging time.

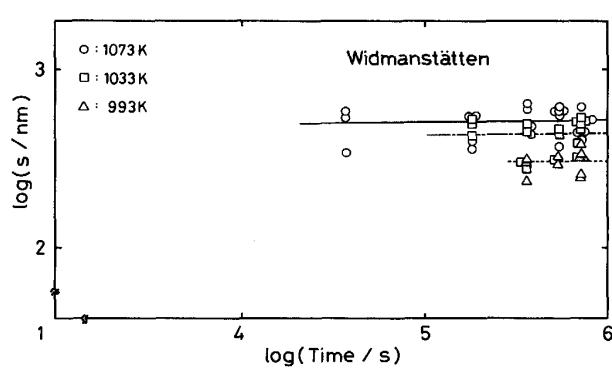


Fig. 7. Interlamellar spacing of Widmanstätten  $\eta$ -phase as a function of aging time.

した。そこで時効温度と時効時間を変えて、これらの力相の生成と成長についてさらに検討を加えた。

電顕組織観察では、Cell状あるいはWidmanst tten状の $\eta$ 相はほぼ規則的な間隔で析出していたことから、両 $\eta$ 相の層間隔 $s$ と時効時間の関係を時効温度別に調査した。結果をそれぞれFig. 6およびFig. 7に示す。いずれの $\eta$ 相についても、層間隔は時効時間の違いによる顕著な変化は無く、時効温度のみに依存して高温ほど大きな $s$ を示した。これまでの報告では、Fe-30%Ni-6%Ti合金<sup>10)</sup>のCell状 $\eta$ 相では、 $s = 52\text{--}91\text{ nm}$ (1023-1123 K), A286<sup>9)</sup>のそれについては、 $s = 75\text{--}120\text{ nm}$ (同温度)と報告されてきた。このような値は本測定値のそれぞれ1/6-1/7および1/4-1/5に過ぎない。この相違は従来の測定はいずれも $s$ を試料断面の表面レプリカから、読み取れる最小層間隔を層間隔したことから、 $s$ を過小評価したものと考えられる。

前報<sup>21)</sup>でも述べたように、析出相の成長が共析反応型の拡散律速型変態理論に従う場合、層間隔の逆数  $s^{-1}$  と過冷度 ( $T_E - T$ ) の間には式(3)の関係の成立することが知られている<sup>22)</sup>。

ここで、 $\sigma$ は析出相と母相との間の単位面積当たりの界面エネルギー、 $\Delta H$ は変態に伴う単位体積当たりのエンタルピー変化、 $T$ は温度、 $T_E$ は平衡温度である。

Speich<sup>10</sup>, Clark ら<sup>9</sup> は Cell 状  $\gamma$  相で式(3)の成立することを報告している。 $\gamma$  相の析出は共析反応とは言えないが、本研究でも近似的に式(3)を適用してみることにした。測定した各  $\gamma$  相の  $s^{-1}$  と時効温度の関係を Fig. 8 に示す。Cell 状あるいは Widmanstätten 状のいずれの  $\gamma$  相についても両者の間には直線関係が成立した。そこで、式(3)中の  $\Delta H / 4\sigma$  を実験定数として取

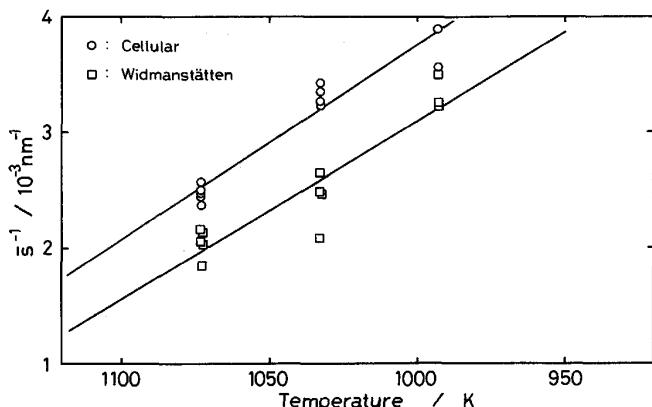


Fig. 8. Relations between reciprocal of interlamellar spacing  $\bar{s}$  of  $\eta$ -phase and aging temperature.

扱い、Fig. 8 の直線の勾配から母相  $\gamma$  から  $\eta$  相が析出する平衡変態温度を導出したところ、Cell 状  $\eta$  相については  $T_E = 1218\text{ K}$ 、Widmanstätten 状  $\eta$  相については  $T_E = 1210\text{ K}$  を得た。

得られた値の妥当性を検討するため、算出した平衡温度付近の 1 203, 1 214, 1 223 および 1 233 K で時効することにより相の析出の有無を調査した。なお、この温度付近では、 $\eta$  相の析出の有無は温度に強く依存する傾向を示したことから、最大時効時間を 180 ks とした。1 203 および 1 214 K の時効では両  $\eta$  相が観察され、1 223 K の時効では Cell 状  $\eta$  相のみ、1 233 K ではいずれの  $\eta$  相も生成しないことが確認された。このような結果は計算で得た変態温度と矛盾のないものであった。

論 護

Fe-Ni 基耐熱合金 A286 の時効硬化と微視組織の変化を調査し、析出した  $\gamma'$  相に Ostwald 成長機構に基づく Lifshitz-Slyozov-Wagner の理論を適用して、 $\gamma'$  相の成長を速度論的に解析した。また、 $\gamma'$  相から移行する  $\gamma$  相の生成および成長過程についても調査した。本研究で得られた結果を要約すると次のようになる。

(1) 固溶化熱処理後 943 K 付近で時効した場合には、720 ks 程度で最高硬さ (HV 約 320) に達する。この温度ではさらに長時間経過しても過時効の現象は現われない。973 K 以上で時効した場合には  $\alpha$  相が析出し始め、1 033 K 以上では  $\alpha$  相の析出が著しいため硬さの上昇は大きくない。

(2) 時効に伴う析出強化相は  $\gamma'$  相であり、 $\gamma'$  相粒子の占める体積率は、1033 K, 540 ks 時効材で 8.6% であった。 $\gamma'$  相粒子は析出初期からほぼ球状で成長し、平均粒子径が 25 nm 付近で最も硬化した。

(3)  $\gamma'$  相の成長に LSW の理論を適用し、成長が拡散律速に基づいた Ostwald 成長機構に従う結果を得た。成長の見掛けの活性化エネルギーとして  $283 \text{ kJ/mol}$  を得た。これは  $\gamma'$  相の成長に関与し得る溶質原子の  $\gamma\text{-Fe}$  中での拡散の活性化エネルギーに近い値であった。

(4)  $\eta$  相は Cell 状および Widmanstätten 状の 2 種類の析出形態をとり、970-1 150 K の温度範囲では高温ほど短時間で析出し、これ以上の温度では長時間を要するようになった。1 233 K 以上では  $\eta$  相の析出は起こらない。

(5)  $\gamma'$  相を吸収して成長する  $\eta$  相は、規則的な間隔をもって析出する傾向がある。層間隔は Cell 状および Widmanstätten 状のいずれの  $\eta$  相においても時効時間

の違いによる相違は認められず、時効温度にのみ依存した。

(6)両  $\eta$  相の成長に共析反応型の拡散律速型変態理論を適用したところ、層間隔の逆数と時効温度の間には直線関係が成立した。Zener による関係式から算出された平衡変態温度は Cell 状  $\eta$  相については 1218 K, Widmanstätten 状  $\eta$  相については 1210 K であった。これらの平衡変態温度は、実験で確認された変態温度にはほぼ一致した。

最後に研究試料の作製に御協力頂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。また本研究が(財)実吉奨学会平成 3 年度研究助成金の援助を得て実施されたことを記し、感謝の意を表します。

## 文 献

- 1) J. M. Silcock and N. T. Williams: *J. Iron Steel Inst.*, **204** (1966), p. 1100
- 2) D. Raynor and J. M. Silcock: *Met. Sci.*, **4** (1970), p. 121
- 3) C. T. Sims, N. S. Stoloff and W. C. Hagel: *Superalloys II, Hightemperature Materials for Aerospace and Industrial Power* (1987), p. 165 [John Wiley & Sons]
- 4) M. Lifshitz and V. V. Slyozov: *J. Phys. Chem. Solids*, **19** (1961), p. 35
- 5) C. Wagner: *Z. Electrochem.*, **65** (1961), p. 581
- 6) A. W. Thompson and J. A. Brooks: *Acta Metall.*, **30** (1982), p. 2197
- 7) 草開清志, 長浜秀信, 王 理, 大岡耕之: *鉄と鋼*, **75** (1989), p. 1354
- 8) W. C. Hagel and H. J. Beattie: *Iron and Steel Inst. Special Report*, London, **64** (1959), p. 98
- 9) B. R. Clark and F. B. Pickering: *J. Iron Steel Inst.*, **205** (1967), p. 70
- 10) G. R. Speich: *Trans. Metall. Soc. AIME*, **227** (1963), p. 754
- 11) 草開清志, 王 理, 大岡耕之, 山田廣一: *鉄と鋼*, **76** (1990), p. 1341
- 12) Y. Han, P. Deb and M. C. Chaturvedi: *Met. Sci.*, **16** (1982), p. 555
- 13) C. Castani and V. Lupinc: *La metallurgia italiana* 7/8 (1977), p. 306
- 14) A. J. Ardell and R. B. Nicholson: *Acta Metall.*, **14** (1966), p. 1295
- 15) A. J. Ardell and R. B. Nicholson: *J. Phys. Chem. Solids*, **27** (1966), p. 1793
- 16) A. J. Ardell: *Metall. Trans.*, **1** (1970), p. 525
- 17) P. K. Rastogi and A. J. Ardell: *Acta Metall.*, **19** (1971), p. 321
- 18) M. Chaturvedi and D. W. Chung: *J. Inst. Met.*, **101** (1973), p. 253
- 19) O. H. Krieger and J. M. Baris: *Trans. ASM*, **62** (1969), p. 195
- 20) 第 3 版 *鉄鋼便覧 I 基礎* (日本鉄鋼協会編) (1981), p. 287 [丸善]
- 21) 草開清志, 新家伸一, 早川 到, 大岡耕之: *鉄と鋼*, **78** (1992), p. 1745
- 22) C. Zener: *Trans. Metall. Soc. AIME*, **167** (1946), p. 550