

Zr-2.5Nb 合金における bcc 析出物の組成に及ぼす加工熱処理の影響調査

Effects of Thermo-mechanical History on the Composition of BCC Precipitates in Zr-2.5Nb Alloys

*大熊 一平¹, 松川 義孝¹, 牟田 浩明², 楊 会龍³, 外山 健¹,

山中 伸介², 佐藤 裕樹¹, 阿部 弘亨³

¹東北大学・金研,²大阪大学,³東京大学

Zr-Nb 合金の析出物の組成に及ぼす加工熱処理の影響をモデル合金を使って系統的に調査した。

キーワード: 燃料被覆管, 析出物

【背景及び目的】本研究は、Nb 添加によって Zr 合金の耐食性が向上するメカニズムを解明することを目的とした研究の一環として行った、サブテーマである。最新の研究結果[1]では、耐食性向上の原因の一つの可能性として、bcc-Nb 析出物が酸化によって特殊な物性を有する化合物（アモルファス Nb₂O₅）に相変態した影響が示唆された。このシナリオの妥当性を検証するために、研究の第二段階として、析出物の組成をコントロールしたモデル合金の腐食実験を行うことを予定している。同じ組成の合金（Zr-2.5Nb）を二つ用意し、一方は Nb-rich な bcc 析出物のみを分散させ、もう一方には Zr-rich な bcc 析出物のみを分散させる。後者は腐食の際に析出物がアモルファス Nb₂O₅ にならない可能性が高い。そのようなモデル合金を作成するためには、組織制御のノウハウを蓄積することが必要不可欠である。本研究では、析出物の組成やサイズ分布に及ぼす加工熱処理の影響を系統的に調査した[2]。

【実験方法】高純度の純金属地金をアーク溶解することによって Zr-2.5Nb 合金のインゴットを作成した。石英管に真空封入した合金を 1273 K にて二時間均質化した後、水中へクエンチした。石英管から取り出した合金をさらに室温にて冷間加工し、中間温度で時効した。検討したパラメータは、クエンチ速度（石英管を水中で割る条件と割らない条件）、時効温度（773 K と 853 K）、時効時間（2 hr と 24 hr）、冷間加工と時効の回数（冷間加工なしと冷間加工 3 回）などである。分析には XRD、EBSD、STEM-EDS を使用した。

【実験結果】析出はクエンチした段階で既に開始していることが明らかとなった。XRD では bcc 析出物の回折ピークが、クエンチ速度の違いによらず、ほぼ同じ 2θ 位置に検出された。Vegard 則に基づいて格子定数から算出した析出物の組成は Zr-rich (~23 at.% Nb) であった。クエンチ速度が速い場合は、直径 2 nm 以下の微細な析出物が試料全体に均一に分散していたのに対し、クエンチ速度が遅い場合は、マルテンサイトの界面に Nb が偏析（析出物が局在）していた。その後の冷間加工と時効によって析出物の組成とサイズは変化した。高温時効では Zr-rich (~27 at.%Nb) のままであったが、低温時効では Nb-rich (~91 at.%Nb など) に転ずることが XRD で確認された。析出物の回折強度はクエンチ直後の方が時効後よりも大きかった。これらは、(1) 析出の核形成はクエンチ直後の段階で既に完了しており、その後の時効熱処理ではオストワルド成長が主であること、(2) オストワルド成長の過程で析出物は Zr を放出することを意味する。

参考文献

[1] Matsukawa, Y. et al. Acta Mater. **127**, 153–164 (2017).

[2] Matsukawa, Y. et al. Acta Mater. **126**, 86–101 (2017).

* Ippei Ohkuma¹, Yoshitaka Matsukawa¹, Hiroaki Muta², Huilong Yang³, Takeshi Toyama¹, Shinsuke Yamanaka², Yuhki Satoh¹ and Hiroaki Abe³

¹Tohoku Univ., ²Osaka Univ., ³Univ. Tokyo