

戦略的創造研究推進事業 (ALCA)

技術領域(プロジェクト名)  
「耐熱材料・鉄鋼リサイクル高性能材料」

課題名  
「耐火金属基 BCC 高濃度固溶体をベースとした  
超耐熱材料創成」

終了報告書

研究開発期間 平成26年10月～令和2年3月

研究開発代表者: 三浦誠司  
(北海道大学大学院工学研究院、教授)

## ○報告書要約 (和文)

研究開発代表研究者：北海道大学大学院工学研究院 教授 三浦 誠司  
研究開発課題名：耐火金属基 BCC 高濃度固溶体をベースとした超耐熱材料創成

### 1.研究開発の目的

超高融点である耐火金属の高濃度固溶体母相(BCC)に対してケイ素化合物(T2)分散による強化とアルミニウム化合物(B2)コーティングによる耐酸化性付与を同時に実現し、高い基礎性能を持つ合金を設計する。これに基づいた耐熱合金の創成によって、CO<sub>2</sub>ガス排出量の少ない天然ガス発電時の燃焼ガス温度を向上させて燃料消費を抑制し、CO<sub>2</sub>ガス排出量のさらなる削減を目指した。

### 2.研究開発の概要

#### (1)内容:

耐火金属基 BCC 高濃度固溶体をベースとした超耐熱材料の創成をめざし、実験的および理論的研究を進める。既存の3元系状態図に基づき、4元系～6元系の候補材料探索を推し進めた。

T2 相、B2 相と平衡している BCC 相の強度評価を目指して、ナノインデンテーションによる多数点分析を統計的に解析する手法を確立した。また、マイクロカンチレバーによる化合物相単結晶の靱性値計測を行った。

多相合金における構成各相の相安定性を理解するための合金化学的研究を進め、脆性 Laves 相の相安定性支配要因理解とその多元系への拡張を、広く多元系状態図的知見ならびに第一原理計算の援用により追求した。

多元系 BCC 固溶体に対して相平衡する T2 シリサイド相を理解するため、Cr-Mo-Nb-Si-B などの五元系合金の構成相を実験的に求めた。

BCC 相に対して相平衡する高 Al 含有化合物相の選択とそのコーティング技術の確立を目指した。

#### (2)成果:

BCC 相の力学的特性情報収集のため、ナノインデンターを用いて多元系合金に 100 点程度の試験を実施し、組織学的観察と硬さ計測値の頻度分布から各相の硬さを求めた。さらにナノインデンテーションから評価される弾性定数も評価軸として利用し、硬さと弾性定数の両方の分布から、ハイスループットでありながら高い精度でデータを得る有効な統計的手法を確立した。またマイクロカンチレバーでの靱性評価を確立した。[北大 1G、東北大 G]

AB<sub>2</sub>型 Laves 相の安定性に及ぼす A-B 間の原子サイズ比の効果を明らかにし、さらにこれを用いて耐火金属基母相-B2 間の Laves 相形成抑制のための元素選択ルールを確立した。一方、BCC 中への Laves 相の析出形態と格子ミスフィットの関係を明らかにし、さらに BCC/BCC 二相合金への Laves 相の導入において、Laves 相の粗大化の抑制と、Laves 相中に発生した亀裂進展が周囲の BCC によって効果的に抑制されることを明らかにした。多元系における BCC-T2 相平衡に関して広い知見を得た [北大 1G、北科大 G]

耐酸化性付与のための「Pd 系めっき」+「Al 拡散処理」による B2 コーティング手法を確立した。[北大 1G、北大 2G]

#### (3)今後の展開:

脆性相形成を抑制した BCC-T2-B2 多相平衡合金の組成設計に基づき、高靱性-高強度-高耐酸化性を高いレベルで実現する組織設計を実施する。

## ○Report summary (English)

Principal investigator: Hokkaido University professor Seiji Miura

R & D title: Study on the development of Ultra-high temperature materials based on BCC refractory-metals.

### 1. Purpose of R & D

In order to reduce CO<sub>2</sub> emission for electric power production, materials suitable for high temperature combustion is required. The combustion temperature is increasing up to 1700 degree C, which is for above the melting point of Ni-based super alloys.

In this R&D, alloy design of BCC refractory metal-based alloys with both the high strength Silicide (T2) and high oxidation resistant Aluminide (B2) are intended. The alloys will reduce CO<sub>2</sub> emission by attaining high temperature combustion of natural gas.

### 2. Outline of R & D

#### (1) Contents:

BCC matrix composed of several refractory metals are pursued to obtain good balance of toughness and strength. The sample alloy compositions are decided by using the binary and ternary phase diagrams to avoid the formation of brittle phases.

Si, B and other elements are added to obtain the BCC-Silicide(T2)-Aluminide(B2) three-phase alloys. Nano-indentation is used to obtain the strength of each phases. Micro-cantilever method is also applied to evaluate the toughness of brittle intermetallic compounds.

The rule of the formation of brittle Laves phase is pursued in terms of atomic size factors.

The effect of Aluminide coating on the oxidation resistance are also performed.

#### (2) Achievements:

Multi-point nano-indentation testing are performed on various samples and it was found a statistical processing is effective to evaluate the hardness and elastic properties of each phases.

It is also found that the size difference between refractory elements is the key to form the Laves phase and also the BCC-BCC two-phase decomposition. The atomic size effect on the stability of Laves phase are found to be a good indicator to avoid the formation of ternary Laves phase between refractory matrix and B2-Aluminide.

The technique to coat the B2-based Aluminides on the base materials are established.

#### (3) Future developments:

Based on the composition design method of the three-phase alloys without brittle phase during this R&D, the microstructure design will be pursued for obtaining mechanical properties suitable for high temperature use to contribute to the CO<sub>2</sub> reduction.