

学位論文題名

Study on Cold Rolling and Recrystallization in Oxide
Dispersion Strengthened Ferritic Steels

(酸化物分散強化型フェライト鋼の冷間圧延と再結晶に関する研究)

学位論文内容の要旨

Oxide-dispersion-strengthened (ODS) ferritic steels are considered to be promising candidates for cladding tubes in the advanced fast reactors, due to their excellent radiation resistance and better creep strength. During the manufacturing of ODS cladding tubes, processes containing multiple cold rolling and intermediate annealing are usually adopted, during which the microstructure of the materials are severely affected and different types of texture are produced. Analyses of the changes of microstructure and texture during cold rolling and annealing are essential for optimizing the fabrication procedure in order to obtain the materials with high performances.

Unlike the abundant research data in conventional ferritic steels, studies on recrystallization in cold rolled ODS ferritic steels have seldom been reported. Therefore, in this thesis, cold rolling and recrystallization behaviors in mechanical alloyed 15Cr-4Al-0.35Y₂O₃ ODS ferritic steels were systematically investigated, focusing on evolution of both the microstructure and texture. 15Cr-4Al ODS ferritic steels with different oxide particle sizes were subjected to two different processing routes: a. single cold rolling + annealing; b. 1st cold rolling + intermediate annealing + 2nd cold rolling + final annealing. Besides, the above experiments were also repeated in an 12Cr-0.3Ti-0.23Y₂O₃ ODS ferritic steel for comparison. Finally, effects of the oxide particle size were studied.

In the fine oxide particle 15Cr-4Al specimens after single 88% cold rolling, annealing at 1000°C generates a structure consisting of coarse grains with {110}<112> texture, while annealing at 1200°C produce fine grains with {111}<112> texture. This was ascribed to the

extensively existing of $\{100\}<110>$ deformed grains after high rolling reduction, which had low stored energy and limited growth of nuclei. Also it is found that a recovery annealing at 900°C prior to recrystallization annealing will retard recrystallization, which results in a structure of coarse grains with $\{110\}<112>$ texture even after the following annealing at 1200°C .

The fine oxide particle 15Cr-4Al specimens underwent two times 70% cold rolling. The recrystallization temperature of intermediate annealing is 950°C and the recrystallization texture is $\{111\}<112>$. On the other hand, in the final annealing, the recrystallization temperature increases to 1100°C , and the recrystallization texture changes to $\{111\}<110>$. These changes were ascribed to the different routes of crystalline rotation during 1st and 2nd cold rolling, which produced different cold rolling texture. Higher $\{100\}<110>$ content induced by 2nd cold rolling after intermediate recrystallization which has low stored energy increases the recrystallization temperature. And the difference in texture intensity along γ fibre after 1st and 2nd cold rolling results in different recrystallization texture.

On the contrary, in the coarse particle 15Cr-4Al specimens, both unique behaviors of two recrystallization texture after high rolling reduction and increasing of recrystallization temperature by 2nd cold rolling were not observed. Thermal dynamical calculations on stored strain energy and particle pinning force were applied to explain the phenomenon.

Based on the results of this study listed above, it was clarified that the nature of unique recrystallization behaviors in cold rolled ODS ferritic steels was the existence of both finely dispersed oxide particles and low stored energy $\{100\}<110>$ deformed texture. Fine oxide particles induce severe Zener pinning thus lower the driving force for recrystallization. Therefore, the effect of orientational hindering by $\{100\}<110>$ deformed grains becomes significant and determined the recrystallization process.

学位論文審査の要旨

主 査 教 授 鵜 飼 重 治
副 査 教 授 大 貫 惣 明
副 査 准教授 三 浦 誠 司

学 位 論 文 題 名

Study on Cold Rolling and Recrystallization in Oxide Dispersion Strengthened Ferritic Steels

(酸化物分散強化型フェライト鋼の冷間圧延と再結晶に関する研究)

高温強度と耐照射性に優れる酸化物分散強化型 (ODS) フェライト鋼は次世代高速増殖炉の燃料被覆管材料として期待されている。冷間圧延と熱処理を繰り返して製造される ODS フェライト鋼被覆管は最終的に再結晶組織で使用されるため、被覆管への加工熱処理や再結晶組織形成のための集合組織制御が重要となる。通常のフェライト鋼の冷間圧延-再結晶挙動は十分に研究され、成熟した技術として工業的にも実用化されている。一方、ナノサイズ酸化物粒子の分散状態に依存して再結晶挙動が複雑に変化する ODS フェライト鋼では、再結晶制御のための集合組織発達に関わる系統的な研究は現状全く行われていない。そこで本研究では 15Cr-4Al ベースの ODS フェライト鋼を中心に、加工熱処理条件の最適化を図ることを目的として、ODS フェライト鋼の冷間圧延-再結晶挙動を集合組織発達に着目して基礎的観点から材料学的に評価した結果を述べている。以下に本論文で得られた知見を要約する。

第 1 章は諸言であり、本研究の背景と位置付け、目的を示した。

第 2 章では、ODS フェライト鋼の冷間圧延で形成される集合組織を評価した結果を述べた。ODS フェライト鋼の特徴として、冷間圧延により {100} 面が圧延面で <110> 方位が圧延方向に揃った低歪エネルギーの変形組織が形成されやすいことを明らかにしている。

第 3 章では、ODS フェライト鋼を冷間圧延した後の熱処理で形成される再結晶集合組織を解析した結果を述べている。圧延組織中に {110} 面 <112> 方位と {111} 面 <112> 方位を有する再結晶核がすでに存在し、それらが高温熱処理中に周りの {100} 面 <110> 方位の変形粒内の蓄積エネルギーを駆動力として成長・粗大化することにより再結晶が進行する。{110} 面 <112> 方位と {111} 面 <112> 方位のどちらの再結晶核が支配的に成長するかは、周りの {100} 面 <110> 方位の変形粒との方位角度と温度に依存する粒界移動度で決まる。{110} 面 <112> 方位を有する再結晶核が成長するようにコントロールすることで数 μm の粗大な再結晶粒を形成できることを示している。

第 4 章では、実際の被覆管製造プロセスを模擬して、再結晶材に再度冷間圧延を施し、その後の熱処理による再結晶挙動を評価した結果を述べた。通常のフェライト鋼では繰り返し再結晶を行っても再結晶温度は変化しないが、ODS フェライト鋼では 2 回目の再結晶温度は 1 回目より 150 $^{\circ}\text{C}$ 上昇した。これは再結晶材を冷間圧延すると歪エネルギーの低い {100} 面 <110> 方位の変形粒がより支配的となり、駆動力が低下して再結晶核の成長

が抑制されるためであることを明らかにしている。さらに、{111} 面 $\langle 112 \rangle$ 方位を有する再結晶粒から、冷間圧延による結晶回転で安定方位である {100} 面 $\langle 110 \rangle$ 方位が形成される新たな方位回転ルートを発見している。

第 5 章では、ナノサイズ酸化物粒子の粒子間隔が 200nm と 300nm の 2 種類の ODS フェライト鋼を作製し、酸化物粒子が ODS フェライト鋼の再結晶挙動に及ぼす影響を評価した結果を述べている。酸化物粒子間隔が狭い場合には、再結晶温度が 200 °C 程度上昇するとともに、形成される再結晶集合組織は酸化物粒子間隔が広い場合とは異なることを示した。この相違は、ナノ酸化物粒子のピン止め力の相違が再結晶の駆動力差をもたらしたことに起因することを定量的に明らかにしている。

第 6 章では、ナノ酸化物粒子をより緻密に分散させた 12CrODS フェライト鋼の冷間圧延-再結晶挙動を評価し、第 5 章で述べた評価が妥当であることを検証したことが述べられている。

第 7 章ではこれらの成果を総括している。

これを要するに、著者は次世代高速増殖炉燃料被覆管の候補材である ODS フェライト鋼の最適な加工熱処理を行う上で重要な新知見を得たものであり、材料工学の発展に貢献するところ大なるものがある。よって著者は、北海道大学博士 (工学) の学位を授与される資格があるものと認める。