

# 水蒸気酸化によって形成された皮膜中の水素分析

(Analysis of Hydrogen of Scale Formed in H<sub>2</sub>O-Containing Atmospheres.)

北大院工 山内 啓 黒川一哉 高橋英明

## 1. 緒言

ステンレス鋼の高温酸化においては、水蒸気存在により酸化が加速されることが知られている。酸化初期には誘導期が見られ、その期間では保護性Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>皮膜が形成されるため質量増加は小さい。しかし、時間の経過とともに皮膜の一部にノジュール状酸化物が発生し、その後急激な質量増加を伴って二層構造スケールを形成する。このようなCr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>皮膜の保護性の劣化は、Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>皮膜の機械的性質の低下によるクラックの発生、あるいはCr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>皮膜と水蒸気との反応による皮膜の減肉に起因していると考えられる。本研究においては、Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>皮膜への水素の固溶の程度を調べるために、TDS(昇温脱離)法を用いて水素の放出挙動を測定した。これらの結果を基に、Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>皮膜の劣化に及ぼす水蒸気の影響について考察を行った。

## 2. 実験方法

試料には、フェライト系ステンレス鋼であるSUS430を使用した。ファインカッターにより切断し、湿式及びバス研磨により鏡面とした15 × 15 × 1.5 (× 10<sup>-3</sup>m)のサイズの試料を酸化実験に供した。酸化条件は973-1173 K、N<sub>2</sub>-3%O<sub>2</sub>、(N<sub>2</sub>-3%O<sub>2</sub>)-X%H<sub>2</sub>O (X=6.9, 19.7, 45.4)、N<sub>2</sub>-19.7%H<sub>2</sub>O雰囲気、酸化時間は3.6-32.4 ksとした。TDSの昇温パターンは室温から1023 Kまで毎秒0.5 Kで昇温し、1023 Kで300 s保持した。

## 3. 結果及び考察

種々の条件(条件 : 未酸化の試料をTDS測定, 条件 : 水蒸気酸化した試料をTDS測定, 条件 : 条件 に用いた試料の酸化皮膜を除去した後TDS測定, 条件 : 水蒸気酸化した試料の酸化皮膜を除去した後TDS測定)で作成した試料をTDS測定した結果をまとめたのがFig.1である。水素脱離速度のピークは3つに分類できる。693Kと1023Kにおけるピークは酸化皮膜を除去した条件から得られており、このピークは合金内部に存在する水素に因ると推察される。一方、823Kのピークはすべての条件から得られる。酸化皮膜が残存している試料を用いた条件 のピークが他のピークと比べて大きく、このピークは酸化皮膜に起因する水素と推察された。また、N<sub>2</sub>-3%O<sub>2</sub>と(N<sub>2</sub>-3%O<sub>2</sub>)-19.7%H<sub>2</sub>O雰囲気酸化したSUS430試料表面に対してマイクロピッカー試験を行った結果、水蒸気酸化することによる皮膜の硬さの増加や脆性する傾向は全く認められなかった。以上の結果から、水蒸気酸化によって形成されたCr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>皮膜に水素が存在することが確認されたが、水素が皮膜の機械的性質に及ぼす影響については確認できなかった。

本発表においては、以上の結果に加え、皮膜中の水素脱離速度の酸化時間依存性及び温度依存性について報告する予定である。

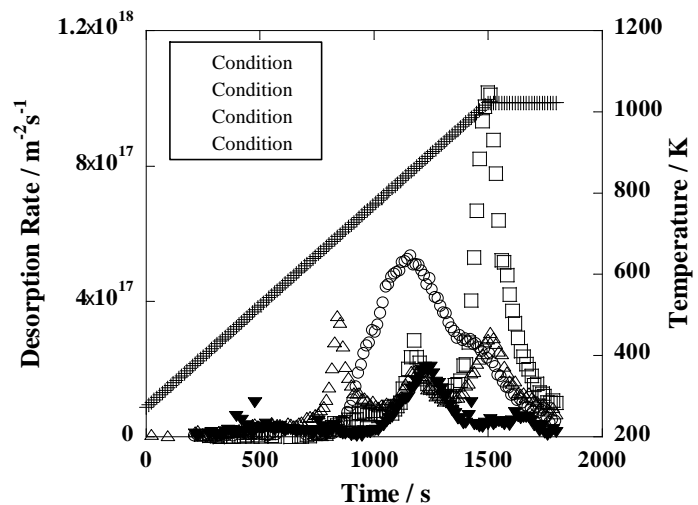


Fig.1 Thermal desorption spectra of SUS430 that produced on various conditions.