

PS-21 Sulfur Deconation 法による高温酸化スケールの保護性の評価

金属材料技術研究所

池田雄二, 新居和義

緒言: 高温酸化スケールにノジュールを生じたり、それが激しい時は *breakaway* を起したりするのはしばしば経験するところである。したがって、スケールの割れとそのヒーリングは耐酸化性を考える上で重要な因子である。しかし、これまでスケールの割れを評価する適当な試験法がなかった。そこで我々はスケールの割れや、ガスが通り得るマイクロチャンネルを検出する方法を開発した。この方法により、ガス侵入の程度が分れば、*breakaway* や、複合雰囲気中の腐食性ガスの侵入による加速酸化などが起きる可能性を予測することができよう。

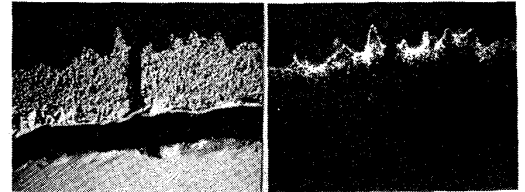
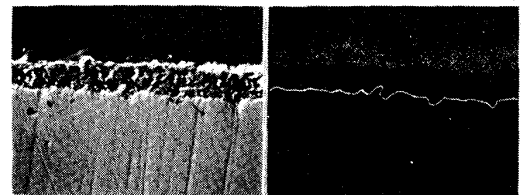
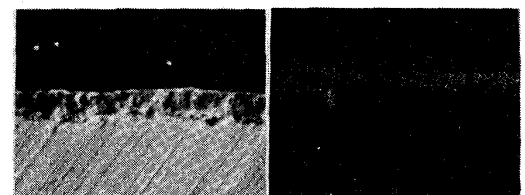
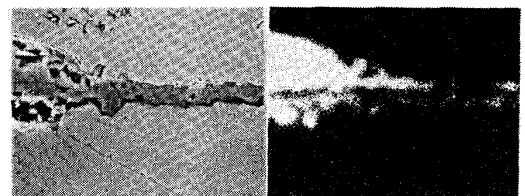
方法: クラック検出法の原理は、通常の方法で酸化した後、試料を酸化温度に保ったまま、1 min 程度 H_2S によって硫化するというものである。クラックがなければ表面が硫化されるだけであるが、あればそれに沿って硫化が起きるであろう。そこで、 O_2 , $Ar(P_{O_2} \sim 10 Pa)$, $H_2-0.2\% H_2O$ または $O_2-10\% H_2O$ 中で、数種の Fe-Cr 合金を 1023 または 1173 K で酸化後、軽く硫化して、それらの断面についてスケール中の S の分布を EPMA で測定した。

結果: 写真1は Fe-5Cr を O_2 中で酸化した場合であるが、硫化されたのは表面だけである。SEM 像には明瞭なクラックが認められるが、そこに S の侵入はない。したがって、このクラックは冷却過程以後に生じたものであることが分る。この称に SEM や光学顕微鏡で観察されるクラックが、酸化過程でも存在していたかを判定できるのが、この方法の大きな特徴である。写真2は Fe-30Cr を O_2 中で酸化した場合である。S 像にはスケール～合金界面が描き込んで

あるが、S の分布は表面だけで、内部への侵入はない。しかし、合金の種類、酸化温度、酸化時間によって、しばしば S の侵入が認められるから、クラックの発生は決して無視できない。ただし、 O_2 中ではクラックが発生しても、比較的塞がり易い称である。写真3は Fe-30Cr を Ar 中で酸化したものである。S 像はガスがスケールを通過して侵入し得ることを示している。低酸素ポテンシャル下で生じたスケールには、この称にガスの通り得るマイクロチャンネルがほとんど常に認められた。したがって、不純 He 中では、 O_2 や空気中よりも、かえって脱炭が起き易いことがあるのも、このマイクロチャンネルを通過して CO などが逃げるからではないかと思われる。写真4は Fe-20Cr を O_2-H_2O 中で酸化した場合である。ノジュールが発生し、S の侵入が激しいが、スケールの薄い部分でも、合金との界面に達する侵入がある。 O_2 や空気中に水蒸気を加えると、酸化が著しく加速されることが多いのはよく知られているが、この様にガスの侵入が多ければ当然である。

SEM

S 像

写真1 Fe-5Cr. O_2 中 1173K. 25h写真2 Fe-30Cr. O_2 中 1173K. 200h写真3 Fe-30Cr. Ar 中 1173K. 75h写真4 Fe-20Cr. O_2-H_2O 中 1173K. 25h