

ステンレス平板表面の酸化過程の in situ TREXS 観察

In situ TREXS Observation of Stainless Steel During the Oxidation Process

阪東恭子^{1*}, 小平哲也¹, 久保利隆¹, 阿部仁²

¹産業技術総合研究所, 〒305-8565 茨城県つくば市東 1-1-1

²高エネルギー加速器研究機構 物質構造科学研究所

〒305-0801 茨城県つくば市大穂 1-1

Kyoko K. BANDO^{1*}, Tetsuya KODAIRA¹, Toshitaka KUBO¹, and Hitoshi ABE²

¹National Institute of Advanced Industrial Science and Technology

1-1-1 Higashi, Tsukuba, Ibaraki 305-8565, Japan

²Institute of Materials Structure Science,

High Energy Accelerator Research Organization,

1-1 Oho, Tsukuba, Ibaraki 305-0801, Japan

1 はじめに

ステンレス (SUS) は、日用品や産業用部材として幅広く使用されている現代社会に必須な素材であるが、大気中のように酸素が共存する環境で高温にさらされると、ステンレスのバルク内部から Fe、Cr 等の金属種が大量に酸化物として表面に析出し、バルク内部に酸化が進行し脆化するブレイクアウェイ酸化を起こす。このようなステンレス表面の高温酸化を抑制する手法の一つとして、ベーマイト (AlO(OH)) ゼルをステンレス表面にコーティングする方法がある。ベーマイトは大気中で加熱されるとアルミナに相変化しつつ酸素バリア性能を持つ被膜となり耐酸化性を発揮する。本研究では、コーティング剤の耐酸化性能発揮の機構を解明するため、平滑な金属表面の表面数 nm の深さまでの情報が得られる、X 線全反射分光 (TREXS) を用いて検討した。コーティング剤の効果を検証するため、まず、コーティングを施さない SUS304 を大気中で加熱した時の表面状態の変化を in situ TREXS により観察した。

2 実験

サンプルは市販 (アズワン) の 50 mm X 100 mm, 厚さ 1 mm の SUS304 板をそのまま用いた。TREXS 測定は BL9C で Si (111) 二結晶分光器を用いた条件で実施した。入射 X 線は I₀ チャンバーの前で縦方向 80 μm に絞り、試料平面に対して入射角 2 mrad で照射し、全反射光を得た。検出器はイオンチャンバー (I₀: 100% N₂, I: 15% Ar+85% N₂) を使用し、5483 - 9480 eV の範囲を Quick モードでエネルギー スキャンして測定した。試料は in situ TREXS 用セル [1] にセットし、大気と同じ酸素濃度の 20% O₂/He ガスを 50 ml/min で流しながら、試料温度を 50 °C から 50 °C ずつ階段状に上げて、各温度で TREXS 測定を行った。データの解析は REX2000 (リガク) を用いた。

3 結果と考察

Figure 1 に Fe K-edge XANES に関して得られた結果を示す。セルのホルダーも SUS であり、加熱することで膨張し温度が上昇するたびに全反射条件を最適化するために高さ方向の調整が必要となった。また、セルの構造上加熱できる最高温度は 436 °C だった。Fig. 1 に示すように 250 °C まではメタリックな Fe に特徴的な XANES であったが、350 °C から酸化が進行することにより、ホワイトラインが強くなり、スペクトル形状の変化も見られた。

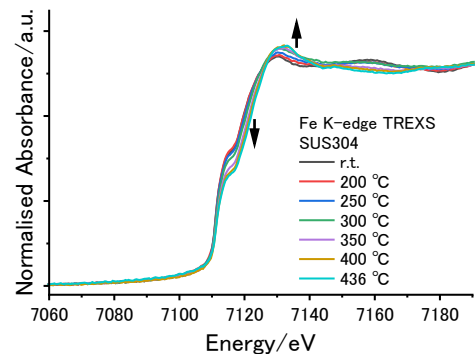


Figure 1 In situ Fe K-edge TREXS of SUS 304 at various temperature under a flow of 20% O₂/He.

また、別途高温で加熱処理した SUS304 の ex situ TREXS 測定の結果では、600 °C 処理した SUS304 では表面に析出した Cr, Mn, Cu の酸化物を確認できたが、ベーマイトゼルでコートした SUS304 では、これらの酸化物の析出が抑制されることがわかった。現在、より高温での in situ TREXS 測定実施のための検討を進めている。

参考文献

[1] H. Abe, *et al.*, AIP Conf. Proc., 2054, 040016 (2019).

*kk.bando@aist.go.jp