

## (249) 高温He ガス中酸化耐熱合金のスケール構造 (He 冷却高温ガス炉用材料の研究 才2報)

住友金属工業(株)中央技術研究所 理博白岩俊男, 工博諸石大司

松野二三朗, 志田善明

○原田武男

### I 緒言

前報で報告したように, 不純物含有He中において加熱した耐熱合金に生成するスケールは, 最表面の針状酸化物, その下の密着性酸化物および内部酸化生成物から成る。

これらのスケールの組成, 特にCoの含有の有無は, スケール剥離が生じた場合, 放射化の問題で重要であるのでX線回折, 電子線回折, EPMA分析により詳細な検討を行った。

### II 試験方法

前報で報告した不純物含有He中において, 1050°C×115hrの酸化によって生成したインコネル617, インコロイ800, 807 およびハステロイXのスケールを供試材として以下の調査を行った。

- (1) X線回折による生成酸化物の同定。
- (2) 針状酸化物の電子顕微鏡による形態観察, 電子線回折による同定およびEPMAによる組成調査。
- (3) 密着性酸化物層, 内部酸化生成物のEPMAによる組成調査。

### III 試験結果

X線回折で同定を行ったところ, 各サンプルとも共通してスピネル型酸化物と $\text{Cr}_2\text{O}_3$ が検出されスケールはこの二つの酸化物から成ることがわかった。針状酸化物を密着性酸化物と分離して調べるため, ブランクレプリカ法で抽出し電子顕微鏡で観察したところ, 合金によって種々の形態の針状酸化物が観察された。(写真1)電子回折の結果これらの個々の酸化物は各合金ともスピネル型酸化物であることを確認した。電顕観察に用いたサンプルをそのままEPMAで調査したところ, これら酸化物の組成はCr-Mn-Oが主成分であり $\text{MnO} \cdot \text{Cr}_2\text{O}_3$ と同定された。針状酸化物中のCoは12%Co含有のインコネル617の場合でも0.002%以下であり少なかった。

密着性酸化物層はMn含有量の少ないインコネル617を除いてメタル/Cr-Al-Ti-O〔A〕/Cr-Mn-O〔B〕となっていた。〔A〕は $\text{Cr}_2\text{O}_3$ 型酸化物, 〔B〕はスピネル型酸化物と考えられる。インコネル617の場合〔A〕のみで〔B〕は認められない。Coは〔A〕内に母材の $\frac{1}{2}$ ~ $\frac{1}{4}$ の濃度で存在することが認められた。内部酸化生成物は $\text{Al}_2\text{O}_3$ であった。以上の結果をまとめると図1のようになる。



ハステロイ X

インコネル 617

1 μ

写真 1. 針状酸化物の電顕観察結果

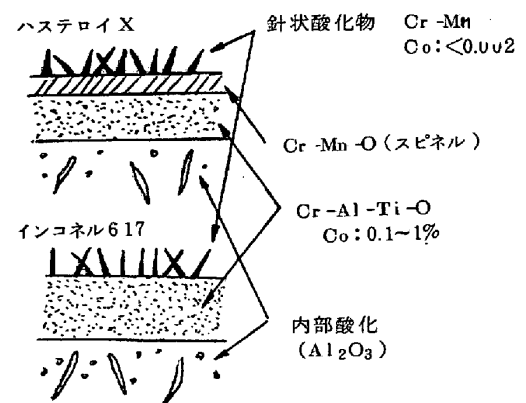


図 1. He 中酸化スケールの構造