

(730) SiO₂ をコーティングした Inconel 617 の不純ヘリウム雰囲気
での腐食挙動

金属材料技術研究所 浜波支所 坂井義和 田邊龍考 鈴木正

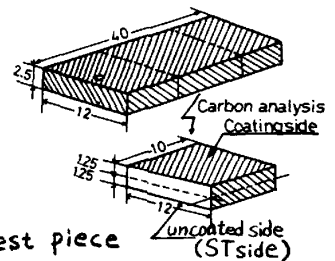
1. 緒言

高温ガス炉熱交換器用耐熱合金は冷却材であるヘリウム中に含まれる不純物により、低酸化ポテンシャル雰囲気特有の過酷な腐食をうける。材料表面近傍では、脱炭、浸炭あるいは固溶強化元素の一つであるCrの選択酸化による欠乏などが生じ、高温での材料強度に著しい影響を与える。本報告は従来の合金中でクリーブ破断強さが優れかつ製管しうる材料として Inconel Table.1 Impurity levels of Helium (ppm) 617 (西ドイツでは熱交用候補合金) を用いて Fig.1 に示すような試料の片面に活性化R.Fマグネトロンスパッター装置により Si₃N₄ 及び SiO_x を被覆し不純ヘリウム中での腐食挙動を調べた結果である。

H ₂	CO	CH ₄	CO ₂	N ₂	O ₂
300	100	15	1	5	N.D.

2. 実験方法

Fig.1 に試料寸法及び炭素分析片の採取位置を示す。Table.1 にヘリウム雰囲気中の不純物濃度を示す。腐食試験は 900 °C 及び 1000 °C でそれぞれ 200 h 行なった。



3. 結果

Substrate temp. 300~350 °C の条件で sputter gas である (Ar + O₂) 中の酸素濃度を 0~60 % まで変化させて試料の片面に Si₃N₄ 及び SiO_x 膜を被覆した。皮膜の組成及び膜厚を Table.2 に示す。腐食後 Fig.1 に示すように試料の中央付近から炭素分析用の試片を切出し、被覆した面 (Coating side) となにも被覆していない反対の面 (ST side) とに中央から切断し、各々について炭素含有量の変化を調べた。その結果を Fig.2 に示す。ST side は図中に破線で示すように、900 °C では 260 ppm, 1000 °C では 350 ppm 程度浸炭している。一方 Coating side では sputter gas 中の酸素濃度が 30% を境として顕著な浸炭量の差がある。すなわち 30% 以下ではむしろ ST side より浸炭傾向を示す。しかし 30% 以上では 1000 °C で若干浸炭するが、ほとんど炭素濃度の変化はなく良好な耐浸炭性を示す。これは Table.2 に示すように、皮膜の組成の違いによる。すなわち sputter gas 中の酸素濃度が 30% 以上の場合、SiO₂ の安定な膜が生成し、30% 以下の場合には SiO_x の x が 2 に満たない膜が生成し、腐食中に膜中に Ni, Cr を含んだシリサイドが生成して膜の形態が非常に多孔質になる。また皮膜中の Si が合金中に拡散し合金表面近傍で Mo-Si 炭化物を析出する。腐食後の重量変化を調べると、SiO₂ 組成の膜を被覆した試料は、なにも被覆していない試料と比較して、重量増加が 1/2 になっており、このことから被覆面ではほとんど酸化が進行していないことが解る。また腐食後の SiO₂ 皮膜のはく離はほとんど認められなかった。

Fig.1 Test piece Table.2 Sputtered films

O ₂ content in sputter gas (%)	Composition of sputtered films	Thickness of sputtered films (μm)
0	Si	6
10	SiO _{0.75}	34
20	SiO _{1.3}	40
30	SiO ₂	14
40	SiO ₂	14
50	SiO ₂	9
60	SiO ₂	6

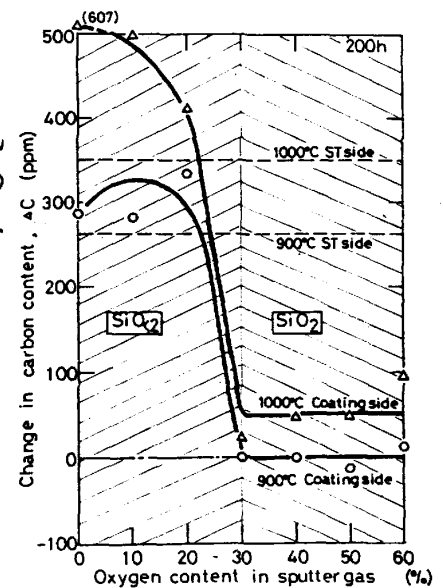


Fig.2 Change in carbon content