

(680) トリチウム・シミュレーションによる鉄中の水素のトラッピングエネルギーの評価について 第2報 —純鉄のオートラジオグラフィ—

富山大学工学部 工博草開清志 (院)久保孝 (学)竹田美緒子 工博大岡耕之
トリチウム科学センター 松山政夫 工博渡辺国昭

1. 緒言

前報⁽¹⁾では鉄中の各種構造欠陥に捕捉された水素の熱活性過程を解明するために、トリチウムを用いた昇温脱離法を確立したことを報告した。そして、純鉄中で水素の捕捉に有効に機能するサイトは少なくとも4種類存在することを明白にし、それぞれの脱離エネルギーを評価した。本研究ではこれらの結果と鉄の微視組織との対応を明確にする目的で、純鉄では難しいとされていたオートラジオグラフィの感光手法をほぼ確立したので報告する。

2. 実験方法

a) 試料へのトリチウムの導入——供試材の組成を Table 1 に示す。試料は70%冷間圧延したものと、これをさらに1123 Kで1.8 ks (0.5h)焼なまししたものと2種類であり、大きさは10×10×0.6 mm³でバフ研磨が施されている。試料へのトリチウムの導入はZr-V-Fe水素貯蔵合金に予め軽水素で30倍に希釈した2 Ciのトリチウムガスを吸蔵させておき、これを真空装置内で所定の温度に加熱して脱離させ、473 K、7.2 ks (2h)間試料に接触させ、トリチウムを吸収させる。取り出した試料は室温で0.18 Ms (50h)程度保存して、拡散性のトリチウムを脱離させた後、オートラジオグラフィに使用する。

b) オートラジオグラフィ——操作手順を Fig. 1 に示す。試料表面に5% NaNO₂水溶液で30倍に希釈した写真乳剤を塗布し、乾燥させ、試料表面に直接乳剤膜を作る。露出中は冷暗所に保存し、0.086 ~ 1.3 Ms (1 ~ 15日)間の露出後、試料とともに現像、定着処理を行なう。この際の定着液中にもNaNO₂を添加してある。水洗、乾燥の後、光顕、SEMを用いて、乳剤膜中に析出した現像銀粒子を純鉄組織と同時に観察する。

3. 結果及び考察

圧延組織及び焼なまし組織におけるオートラジオグラフィの1例を Fig. 2 に示す。いずれの写真においても、試料中のトリチウムのβ線によって感光した1μm程度の球状の銀粒子が全面にわたって分布しているのが観察された。両組織とも結晶粒界に沿って銀粒子が高密度に析出していること、ならびに試料中の介在物のうち、Mg珪酸塩上に銀粒子の選択的な析出が観察されたことから、これらの箇所が水素の捕捉サイトとして重要な機能を果していることが明瞭となった。このように純鉄試料

に乳剤を密着させたまま現像処理する手法が確立されたことから、今後はさらに他の各種欠陥とそこに析出する銀粒子との相関を明らかにし、昇温脱離実験との対応を明白にすることにより、鉄中での水素の挙動を解明する有力な知見が得られると期待できる。

文献(1) 草開、久保、大岡、松山、渡辺；鉄と鋼 70 (1984) 5542。

Table 1 Chemical composition of sample. (wt.ppm)

C	Si	Mn	P	S	N
20	60	100	30	26	64

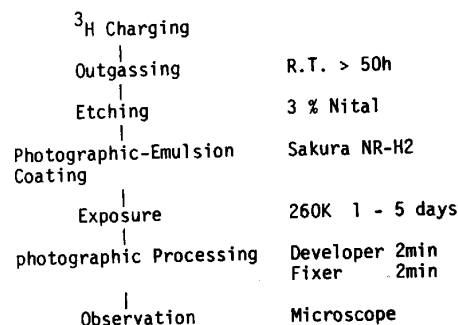


Fig.1 Autoradiographic process.

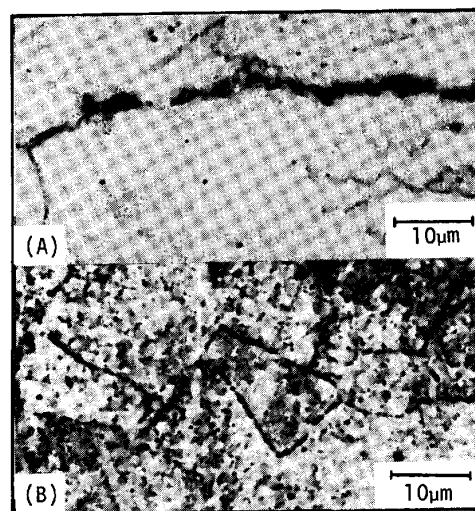


Fig.2 Autoradiographs of a cold rolled (A) and an annealed sample (B).