

(様式第5号)

軟 X 線 XAFS によるフェライト系耐熱鋼の化学状態評価 Chemical state analysis of ferritic heat-resistant steel

西堀麻衣子・古谷ゆう子・波多聡・中島英治

Maiko NISHIBORI, Yuko FURUTANI, Satoshi HATA, Hideharu NAKASHIMA

九州大学
Kyushu University

- ※1 先端創生利用（長期タイプ、長期トライアルユース、長期産学連携ユース）課題は、実施課題名の末尾に期を表す（Ⅰ）、（Ⅱ）、（Ⅲ）を追記してください。
- ※2 利用情報の公開が必要な課題は、本利用報告書とは別に利用年度終了後2年以内に研究成果公開（論文（査読付）の発表又は研究センターの研究成果公報で公表）が必要です。（トライアルユース、及び産学連携ユースを除く）

1. 概要（注：結論を含めて下さい）

窒素固溶強化および炭素固溶強化したフェライト鋼を対象として、鋼中に含まれる窒素および炭素の化学状態の軟 X 線 XAFS 解析を試みた。特に、電子収量法と蛍光収量法を同時に測定することで、表面とバルクにおける存在状態を区別して評価した。その結果、表面に酸化物層が形成されていること、および Ar スパッタリングを用いた表面酸化物除去処理により鋼中から炭素が脱炭することが明らかとなった。

Chemical state of nitrogen and carbon in ferritic heat-resistant steel was investigated by soft x-ray absorption spectroscopy. We have distinguished the difference of the chemical state between the surface and bulk of the steel by the simultaneous measurement of electronic yield and fluorescence yield. As a result, it is clearly suggested that the decarbonization of the surface was generated by using Ar sputtering.

2. 背景と目的

火力発電のエネルギー変換効率は、発電運転時の蒸気条件を高温・高圧化することで向上する。現在の最高蒸気温度600°Cで運転する石炭火力発電プラントの発電効率は42%であり、蒸気温度700°Cで運転できれば、発電効率は46%に向上する。しかし、火力発電ボイラに用いられている現行のフェライト系耐熱鋼では、蒸気温度700°Cでの使用は困難である。これは、材料強化を担う炭化物が700°Cになると急速に粗大化して強化能を失い、十分な高温強度を維持できなくなるためである。そこで申請者らの研究グループは、炭化物よりも熱的に安定な窒化物をフェライト（ α -Fe）母相中に微細に分散させることによって強化した新規フェライト系耐熱鋼の開発を進めている。開発鋼の評価においては、力学試験とともに微細組織解析が重要であり、鋼中窒素の挙動を定量的に把握することで窒素による材料強化の機構と強化量を示すことが可能となる。そこで本課題では、窒素添加したフェライト系耐熱鋼の固溶窒素の存在状態（化学状態）の解明を目的として、N-K吸収端NEXAFS測定を行い、窒素による鉄鋼材料の強化機構の本質的な理解を目指した。

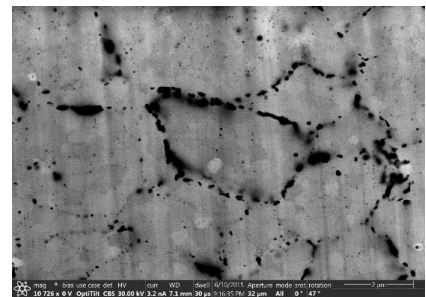


図1 標準試料として用いたFe₃CのSEM像

3. 実験内容（試料、実験方法、解析方法の説明）

実用鋼を模擬し窒素あるいは炭素を固溶したフェライト鋼、および標準試料としてセメントイト（Fe₃C、図1）に対し、N-K吸収端、C-K吸収端NEXAFS測定を実施した。なお、薄膜試料を空気雰囲気下で晒すことによる表面酸化の影響を防ぐため、測定直前まで試料を不活性ガス中に保持すると

もに、Arスパッタリングによる表面酸化除去を実施した。

4. 実験結果と考察

図2および図3に標準試料として測定した Fe_3C のC-K吸収端NEXAFSスペクトルを示す。蛍光収量法で得られたスペクトルは、シミュレーションで求めた Fe_3C のC-K吸収端NEXAFSスペクトルと一致しており、本手法で鋼中炭素の状態を正しく評価できることがわかった。一方で、Arスパッタリングによる表面処理を施した試料からは、炭素の吸収が全く見られていないことが明らかであり、鋼中炭素が脱炭することが示唆された。

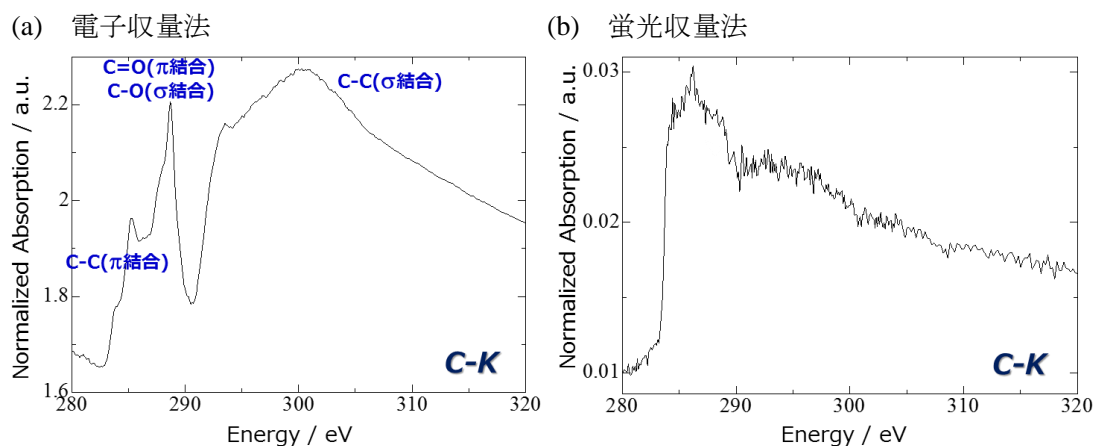


図2 as preparedの Fe_3C から得られたC-K吸収端NEXAFSスペクトル

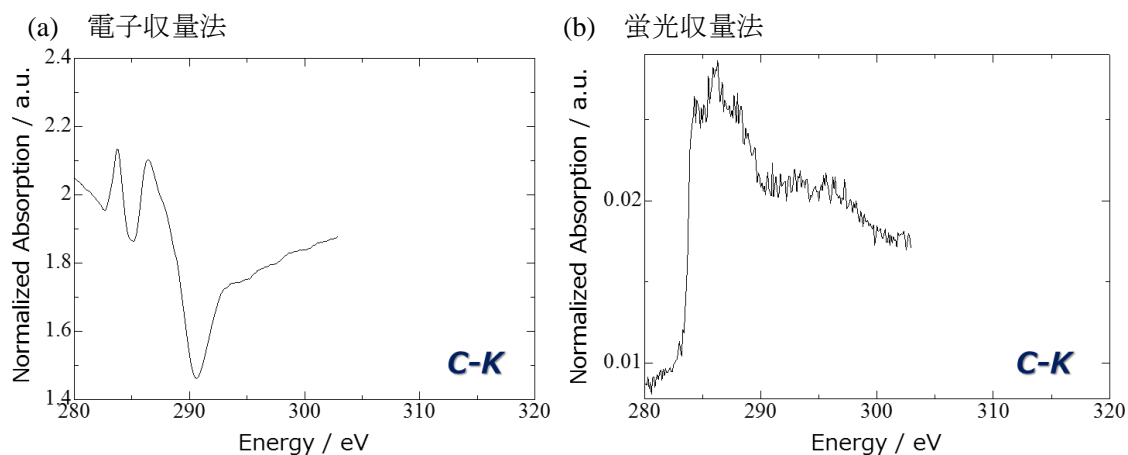


図3 Arスパッタ処理を施した Fe_3C から得られたC-K吸収端NEXAFSスペクトル

5. 今後の課題

表面酸化物を除去するために行なったArスパッタリング処理では、鋼中表面の炭素が脱炭することが明らかとなった。このことは、通常行われているArイオンミリングで作製したTEM観察用試料についても脱炭の影響を考慮すべきであること、また、炭素固溶鉄鋼材料に対するXPS測定が困難であることを示している。今後は、蛍光収量法による表面酸化物の影響を含んだバルクの状態評価を実施するとともに、表面酸化物の影響を除去する方法を検討する必要がある。

6. 参考文献

無し

7. 論文発表・特許 (注：本課題に関連するこれまでの代表的な成果)

無し

8. キーワード

フェライト系耐熱鋼、軟X線XAFS、固溶窒素、固溶炭素、化学状態評価

9. 研究成果公開について

① 論文 (査読付) 発表の報告 (報告時期： 2018年 3月)