

課題番号 :2014A-E26  
利用課題名（日本語） :高温酸化性ガス雰囲気中での合金表面の酸化挙動に関する研究(4)  
Program Title (English) :Characterization of initial oxidation process on Ni base alloy surfaces by real-time photoemission spectroscopy  
利用者名(日本語) :土井 教史<sup>1)</sup>, 西山 佳孝<sup>1)</sup>, 吉越 章隆<sup>2)</sup>, 寺岡 有殿<sup>2)</sup>  
Username (English) :T. Doi<sup>1)</sup>, Y. Nishiyama<sup>1)</sup>, Y. Teraoka<sup>2)</sup>, A. Yoshigoe<sup>2)</sup>  
所属名(日本語) :1) 新日鐵住金株式会社, 2) 日本原子力開発機構  
Affiliation (English) :1) Nippon Steel & Sumitomo Metal Corporation, 2) Japan Atomic Energy Agency  
キーワード :

### 1. 概要 (Summary)

耐熱材料などで広く使われる Ni 基合金の酸化挙動に及ぼす添加元素の効果を明らかとする目的で高温酸化の初期過程を XPS法を用いて検討した。Ni に Cu, Sb を添加した材料に対して 2つの酸化条件での酸化過程を観察した。組成、酸化条件ごとにそれぞれ特徴のある光電子スペクトルの変化が観測されたが、特に Cu では酸化条件によって生成する酸化物が異なる結果を得た。今後詳細に解析する。

### 2. 実験(目的,方法) (Experimental)

本研究は、耐熱材料などで広く使われている Ni 基合金の高温酸化ガス環境中での酸化劣化挙動に及ぼす添加元素の影響を調べ、高耐食材料の開発指針を得ることを目的とする。

Ni および Ni-2Sb, Ni-2Cu 合金を 650 度、O<sub>2</sub>分圧 5x10<sup>-4</sup>Pa の環境にさらし、その初期酸化挙動を BL23SU 表面化学ステーションにおいて SR-XPS 法で検討した。酸化条件は異なる 2種実施し、条件 1) 室温の状態であらかじめ O<sub>2</sub>分圧を 5x10<sup>-4</sup>Pa に調整してから昇温した場合と、条件 2) 真空度を 1x10<sup>-6</sup>Pa 以下に保持したまま 923K に昇温した場合の 2種実施し比較した。入射 X 線は 1486.6eV を使用し、光電子取出し角 30 度で測定した。

### 3. 結果と考察(Results and Discussion)

Ni, Ni-2Sb, Ni-2Cu 合金をそれぞれ同一の条件で酸化、加熱実験し、その表面状態の変化過程を XPS で追跡した。その結果、室温、O<sub>2</sub>分圧 5x10<sup>-4</sup>Pa の条件ではいずれの試料表面も NiO の生成が認められ大きな差異はなかった。一方、昇温後の 923K では主成分である Ni の表面状態について、2種の酸化条件で光電子スペクトルに微小ながら差異が認められてい

る。現在その理由を解析中である。また、添加元素である Sb, Cu の酸化状態にも酸化条件ごとの差が認められた。この Sb,Cu を添加された材料で、条件により酸化挙動が異なる理由のひとつには、Sb,Cu はともに Ni に対して高温で表面偏析する傾向であることが一因であると思われる。実際、条件 2 で先に 923K に昇温されることで、Sb や Cu が Ni に対して表面偏析し表面濃度が増加する様子が XPS スペクトルからも確認できた。表面偏析が進行する条件では、Sb や Cu は Ni に比べて酸化が進みにくいことから Ni の酸化を抑制する効果を発揮することが予想される。Sb, Cu の被覆率と Ni の酸化挙動については今後詳細な解析をすすめる。一方、スペクトルの詳細な構造を見ると、先に述べたとおり、Ni, Cu, Sb とも酸化条件ごとに特異な特徴を示し、例えば Cu では、条件 1 では Cu<sub>2</sub>O までしか酸化されなかったのに対して、条件 2 では CuO まで酸化された。

今後解析をすすめ、観察された挙動について詳しく検討する。

### 4. その他・特記事項 (Others)

なし