

## 白色マイクロビーム波長分散型 X 線回折を用いた水素吸収・放出の材料組織構造に及ぼす影響その場分析技術の検討(2)

### Investigation of in situ Observation Technique of Structural Changes with Hydrogen Absorption and Desorption in Steels using White X-ray Microbeam (2)

土井 教史<sup>a</sup>, 佐藤 眞直<sup>b</sup>  
Takashi Doi<sup>a</sup>, Masugu Sato<sup>b</sup>

<sup>a</sup>新日鐵住金(株), <sup>b</sup>(公財)高輝度光科学研究センター  
<sup>a</sup>NSSMC, <sup>b</sup>JASRI

鉄鋼材料にとって、腐食環境下で進行する水素脆化は重要な問題である。水素脆化は、水素が鋼材中に侵入することで進行する。その侵入挙動は鋼材内部応力の分配状況および部位、例えば粒内、粒界、により影響をうけるものと考えられる。鋼材内部の局所構造が、水素侵入によりどのように変化するか、X線回折法で検討した。その結果、 $\gamma$ 相のNi基合金では、組織中の部位により、水素侵入による格子膨張状況が異なる可能性が得られた。

**キーワード：** 水素脆性、構造材料、白色 X 線回折

#### 背景と研究目的：

省資源、環境保護の観点から輸送用機器や社会インフラ分野において、高強度鉄鋼材料の利用が切望されている。高強度鉄鋼材料の普及のためには、環境からの侵入水素による脆性破壊を克服する必要がある。この水素脆化に至る過程には不明な点が多く、現状は、荷重と使用環境からの侵入水素量の関係から適用可否を判断し、使用制限をかけている。高強度鋼の普及のためにも、耐水素脆化感受性に優れた鋼材の開発が切望されている。

水素脆化の進行は、水素が鋼材中に侵入することで進行する。その侵入挙動には、鋼材の内部応力分配状況が大きく影響をおよぼすと考えられている。鋼材への水素侵入状況を再現、制御したうえで、残留応力状況が異なると考えられる鉄鋼材料組織各部、粒内、粒界、における水素侵入挙動を $\gamma$ 相組織を有するNi基合金および、 $\alpha$ 相組織を有する純鉄試料に対して実施した。測定は、2016A1543と同様[1]、BL28B2において白色マイクロビーム X 線を用い、開発した電気化学セル中での電気化学的水素チャージ条件のもとで実施した。

#### 実験：

試料には、Fe(99.99%,ニラコ)および、Ni-40Cr材を用意した。Fe試料の結晶粒サイズは300  $\mu\text{m}$ 程度、Ni-40Cr材は30  $\mu\text{m}$ 程度である。いずれも30  $\mu\text{m}$ 厚さに調整した。

測定にはBL28B2の回折計を用い、電気化学的水素チャージできる電気化学セルを設置し、pH8.6のホウ酸緩衝溶液中、電気化学的に水素チャージしながらXRD変化を測定した。水素チャージは、定電位電解により行った。

電気化学セル中に入れた試料を、ステージ上に透過配置で設置した。入射ビームは4象限スリットを用いて10  $\mu\text{m}$ サイズに成形した白色 X 線を使用した。検出器には2次元検出器フラットパネルセンサー(FPS)と半導体検出器(SSD)を併用した。

光学顕微鏡を利用したビーム照射位置を制御する試料位置制御システムを用い、特に粒界近傍を中心に測定部位を決定した後、測定試料各部からの回折 X 線はそのラウエパターンをFPSを用いて画像データとして測定し、そのパターンから検出された回折線の回折角を導出した。その後、SSDを導出された回折角の位置に移動させて回折線のエネルギーを分析し、得られたエネルギーと回折角から回折格子面の面間隔(d値)を精密化した。こうして導出した各結晶粒のd値を、水素チャージ下および、解放下で測定し、水素が侵入した時の微細組織の構造を評価した。

## 結果：

Fe,Ni-40Cr 材を用い、水素チャージ前、チャージ中、チャージ後での測定を実施した。前回(2016A1543)測定した Fe 試料[1]では、水素チャージ前後で有効な差異が得られなかった。その理由の一つに、試料厚さの厚い 300  $\mu\text{m}$  のものを使用した可能性が考えられたことから、今回の測定では、30  $\mu\text{m}$  のものを用意した。しかしながら、解析では有効な差が得られなかったことから、Ni-40Cr 材の解析結果のみ示す。

Fig.1 に、Ni-40Cr 材のチャージ前後で測定した XRD から算出された各測定点での d 値の変化量をチャージ後からの差として示した。前回測定では、チャージ前後で、格子定数に対して、0.1-0.2% の差異が認められた。一方、今回の測定では、それ以上の差異が認められた。前回測定では、粒内中心のみ計測を行ったが、今回は、主に粒界近傍を計測している。その測定部位の差が、検出結果として得られたものと考えている。すなわち、組織内では、水素侵入は均一には生じず、特に結晶粒界で水素侵入量が多いことが指摘できる。組織内の部位と格子定数変化の対応は今後詳細に解析する。

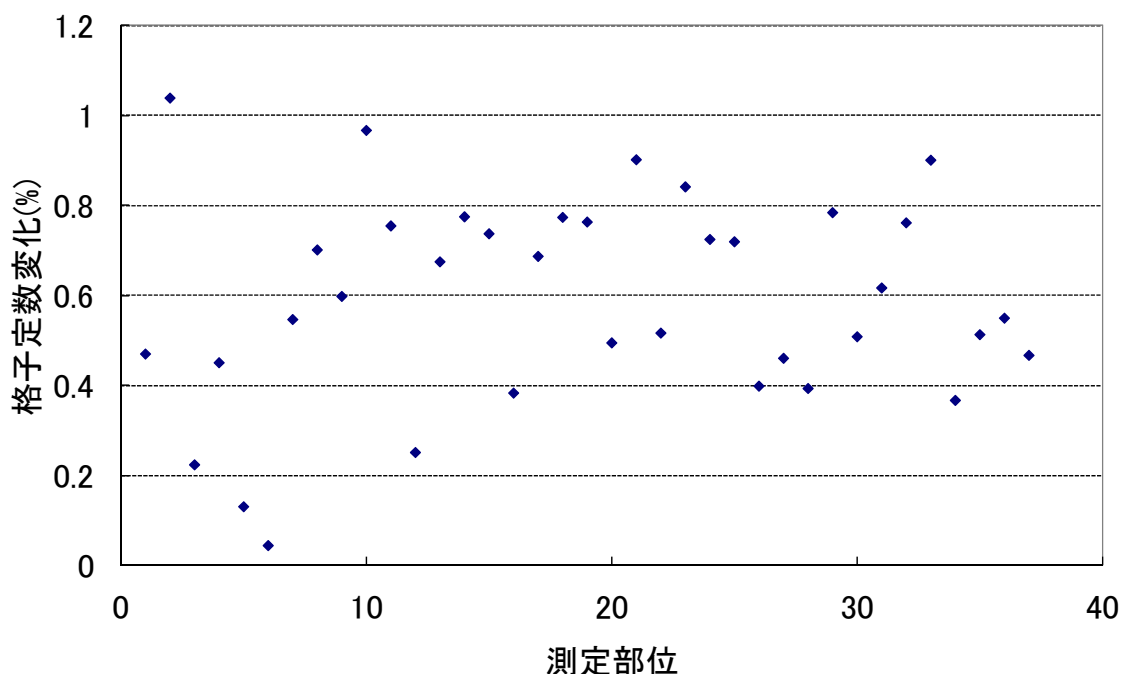


Fig.1. 各測定点で抽出された XRD スペクトルから解析された測定各点での水素チャージ前後での格子定数差。

## まとめ：

水素チャージによる材料中の局所構造変化を XRD 法で追跡した。結果、水素チャージ中に格子に侵入した水素により格子が膨張すること、格子定数の変化挙動が、組織内の部位により異なることから、水素侵入は、組織内部位により異なる可能性が高いことが明らかとなった。

## 参考文献：

[1] 土井教史 他、平成 28 年度 SPring-8 産業新分野支援課題・一般課題(産業分野)実施報告書(2016A)、2016A1543.