

KFM測定による二相ステンレス鋼の侵入・透過水素モニタリング

仮屋園, 美和 / KARIYAZONO, Miwa

(出版者 / Publisher)

法政大学大学院理工学研究科

(雑誌名 / Journal or Publication Title)

法政大学大学院紀要. 理工学研究科編

(巻 / Volume)

65

(開始ページ / Start Page)

1

(終了ページ / End Page)

2

(発行年 / Year)

2024-03-24

(URL)

<https://doi.org/10.15002/00030647>

KFM 測定による二相ステンレス鋼の 侵入・透過水素モニタリング

MONITORING OF HYDROGEN PENETRATION AND PERMEATION IN DUPLEX STAINLESS STEEL BY KFM MEASUREMENT

仮屋園美和

Miwa KARIYAZONO

指導教員 明石孝也

法政大学大学院理工学研究科応用化学専攻修士課程

Hydrogen penetration and permeation behavior of duplex stainless steel was monitored by Kelvin force microscopy (KFM). The ferrite phase on the hydrogen-charged surface shifted to a less noble potential, confirming the presence of hydrogen penetration. On the other hand, permeated hydrogen was detected in a small part of the ferrite phase and at the heterophase boundary. KFM measurements can reveal microstructure-dependent hydrogen penetration and permeation behavior in nano- and micro-scale.

Key Words : hydrogen detection, KFM measurement, duplex stainless steel

1. 緒言

自動車の CO₂ 排出量削減の解決方法として車両の軽量化が要求され、鉄鋼材料のさらなる高強度化が望まれている。その一方で高強度化に伴う水素脆化感受性の増大が懸念され、より高強度で耐水素脆性に優れた鉄鋼材料の開発のためにはナノ・ミクロスケールにおける水素モニタリング技術の開発が必要である[1]。近年、ナノ・ミクロスケールにおける水素検出ツールとしてケルビンフォース顕微鏡 (KFM: Kelvin force microscopy) が注目されている。KFM は探針と金属材料との仕事関数の差によって生じる接触電位差を測定できる顕微鏡である。水素の存在領域において局所的に電位は卑となるため、KFM 測定によって水素存在領域を明らかにできる[2]。

本研究では、結晶組織や元素の分布を明らかにした SUS329J4L について陰極水素チャージを行い、大気環境下において KFM によって電位の経時変化を測定した。本研究は、酸化皮膜に覆われた鉄鋼材料における侵入・透過水素モニタリングを実証し、ナノ・ミクロスケールの材料組織に依存する侵入・透過水素挙動を明らかにすることを目的とした。

2. 実験方法

(1) 試料

供試材には市販の SUS329J4L ステンレス鋼を使用した。組成を Table1 に示す。厚さ 0.2 mm と 0.9 mm で直径 16 mm の円板試料を作製し、鏡面研磨仕上げを行った。試料作製後レーザーマーキングを行い、測定目印としたのち

に SEM-EBSD-EDS 観察を行った。

Table1 Composition of SUS329J4L [%]

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	N	Fe
0.03	1.00	1.50	0.04	0.03	7.50	26.0	3.50	0.30	bal.

(2) 水素チャージ試験

Fig. 1 に本実験で用いた陰極水素チャージセルの模式図を示す。陰極水素チャージ条件は、室温、0.1 M NaOH 水溶液で試料をカソードとして、定電流 0.5 mA/cm² で 5 時間行った。水素チャージ後の試料は蒸留水で洗浄し、真空デシケータにて保管した。

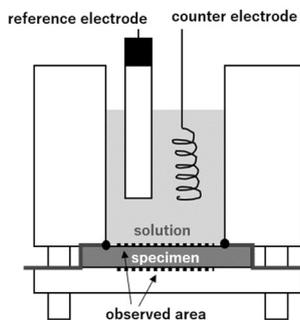


Fig. 1 Schematic drawing of electrochemical set up for hydrogen charging.

(3) KFM 測定

KFM 測定前に、試料表面の平滑化及び SEM-EBSD-EDS

による焼け跡除去のためにイオンミリング処理を行った。KFM 測定は室温、大気環境下で実施した。

3. 結果と考察

(1) SEM-EBSD-EDS 観察結果

SUS329J4L はフェライト相とオーステナイト相からなる二相ステンレス鋼であり、フェライト相には Cr, Mo, オーステナイト相には Ni が濃化していた。また、試験片断面観察から、フェライト相とオーステナイト相が層状に重なり合った微細構造をとることが分かった。

(2) 大気環境下における KFM 連続測定結果

大気環境下での不働態皮膜の形成による電位への影響を調べるため、イオンミリング直後から連続 KFM 測定を行った。時間経過とともにフェライト相の電位は貴へ変化した。これはフェライト相に Cr と Mo が濃化していることから、この Cr と Mo に由来する安定した不働態皮膜が形成され、フェライト相の電位は貴へ変化したと考えられる[3]。

(3) 水素侵入面での連続 KFM 測定結果

厚さ 0.2 mm 試料のチャージ面における電位変化を測定した。水素チャージ直後にフェライト相は 24 mV 卑となり、時間経過とともに相間の電位差は小さくなった。これは、フェライト相に優先的に水素が侵入し、時間経過とともに試料表面の水素濃度が低下したためと推察される。

(4) 水素透過面での連続 KFM 測定結果

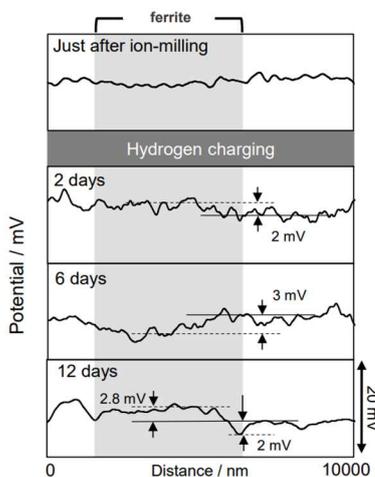


Fig. 2 Surface potential change of a 0.2 mm thickness specimen due to permeated hydrogen.

Fig. 2 に厚さ 0.2 mm 試料の水素透過面における電位の経時変化測定結果を示す。水素チャージから 2 日後にはフェライト相の電位は貴となるが、6 日後には卑に転じた。これは、水素チャージから 2 日後まではフェライト相に形成した不働態皮膜により電位上昇し、6 日後にはフェライト相に透過水素の影響が生じたためと考えられる。また 12 日後まで異相境界の電位は卑な値を示しており、これは異相境界での水素残留による電位の低下が示唆され

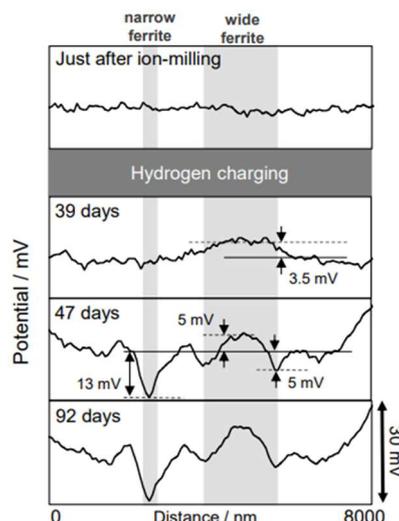


Fig. 3 Surface potential change caused of a 0.9 mm thickness specimen due to permeated hydrogen.

Fig. 3 に厚さ 0.9 mm の水素透過面における電位の経時変化測定結果を示す。チャージ後、不働態皮膜形成によってフェライト相電位は貴へ転じ、その後の透過水素による卑な電位への変化はごく一部の異相境界とフェライト相のみに確認された。また、この卑な電位は長時間維持されていた。これは、試料が多くの層状組織から構成されているために水素の透過経路が限定的であったことが考えられる。

4. 結言

二相ステンレス鋼 SUS329J4L に陰極水素チャージを行い、大気環境下でチャージ面と透過面の KFM 連続測定を行った結果、以下の結論を得た。

- 1) 未チャージ試料では、Cr と Mo が濃化したフェライト相に安定的な不働態皮膜が形成し、電位は貴へ変化した。
- 2) 水素チャージ面ではフェライト相で電位が卑に転じ、侵入水素が確認された。
- 3) チャージ試料の透過面では、一部のフェライト相と異相境界で電位が卑に転じ、透過水素が確認された。この透過水素挙動は試料内部の結晶構造に依存すると推定される。
- 4) KFM 測定は鉄鋼材料のナノ・ミクロスケール水素脆化研究において非常に有力な手法の一つである。

参考文献

- [1] 山川宏二, Boshoku Gijutsu, **34**, p. 200-201 (1985).
- [2] Stefan Evers, Ceylan Senöz, Michael Rohwerder, STAM, **14**, p. 1-12 (2013).
- [3] Jizheng Yao, Zhenhui Qi, Chaofang Dong, Electrochemistry Communications, **137**, p. 1-6 (2022).