

岡山大・工 ○岡田 成敏, 魏 彦林, 高田 潤
 岡山理大・理 平岡 裕
 (財) 応用科研 桑原 秀行

1. 緒 言

MoやWなどの高融点材料は、核融合炉壁材料、航空宇宙用材料などとして有望視されている。なかでもMoは、核的性質、物理的性質（高融点、高電気伝導度、高熱伝導度、低熱膨張率など）、化学的性質、機械的性質などの総合的評価で他の材料に比較すると優れている。しかし、従来のMo材料は通常粉末冶金法によって作製されるが、粒界の脆弱さに起因した低温脆性を示すことが知られている。

粉末冶金モリブデン熱延板をある臨界温度以上の高温で一定時間加熱した場合、異常粒成長すなわち2次再結晶が起こり巨大結晶あるいは単結晶が得られる¹⁾。単結晶は、高温で長時間保持しても金属組織の変化がないために、材料劣化を起こさない材料である。また、結晶粒界が存在しないために、低温脆性が顕著に改善されるだけでなく、粒界すべりが低減することにより優れたクリープ特性をも期待できる。ただし、粒成長を起こして巨大結晶あるいは単結晶になった場合、かなり柔らかくなり表面にキズ等がつき易くなると言う欠点がある。

本研究では表面改質による硬化を図るために粒成長させたMoおよびMo-Ti合金の窒化を行い、試料表面近傍での窒化物層の形成と硬さ変化を検討した。

2. 実験方法

本研究に用いた試料は、純Mo（以下Pure Mo）およびMo-0.5mass%Ti合金（以下Mo-0.5Ti）である。これらの材料は、以下の方法で作製した。高純度のMo粉末あるいはTiC粉末を原材料として圧粉体を作製し、これを2073Kの水素雰囲気中で焼結を行って焼結体とした。次に熱間・温間圧延、さらに冷間圧延を経て板を得た。これらの板より角棒状試料（Pure Mo:幅2.5mm,長さ30mm,厚さ2.5mmおよびMo-0.5Ti:幅2.5mm,長さ23mm,厚さ3.0mm）を切り出した。試料表面をエメリー紙600番により研磨後、真空中で2073K,3.6ksの熱処理により粒成長させた。

表面硬化法として本研究ではアンモニア(NH₃)ガス窒化を適用した。代表的な窒化条件は1atm, NH₃ガス気流中1373K, 14.4ksである。窒化処理した試料を約5mmの長さに切断し、組織観察、硬さ試験およびX線回折に供した。まず最初

に、試料表面をエメリー研磨した後、村上試薬でエッチングしたものを光学顕微鏡により観察した。硬さ測定は、微小ビッカース硬さ試験機により行い、試料表面から内部方向への硬さ分布を調べた。試験条件は、印加重さは0.098N, 印加時間は30sとした。X線回折測定は、試料表面および表面層を約100μmだけ研磨除去したものに対して行った。また、試験片を液体窒素温度で曲げ破断後、その破断面を走査型電子顕微鏡(SEM)を用いて観察した。

3. 結果および考察

Fig.1に窒化したPure MoおよびMo-0.5Ti試料の断面の光学顕微鏡写真を示す。図中Sは試料表面、Iは表面層ともとの金属との境界を示す。いずれの試料においても表面に厚さ20~30μmの均一な層(S-I間の領域)が観測できる。境界Iは平滑である。

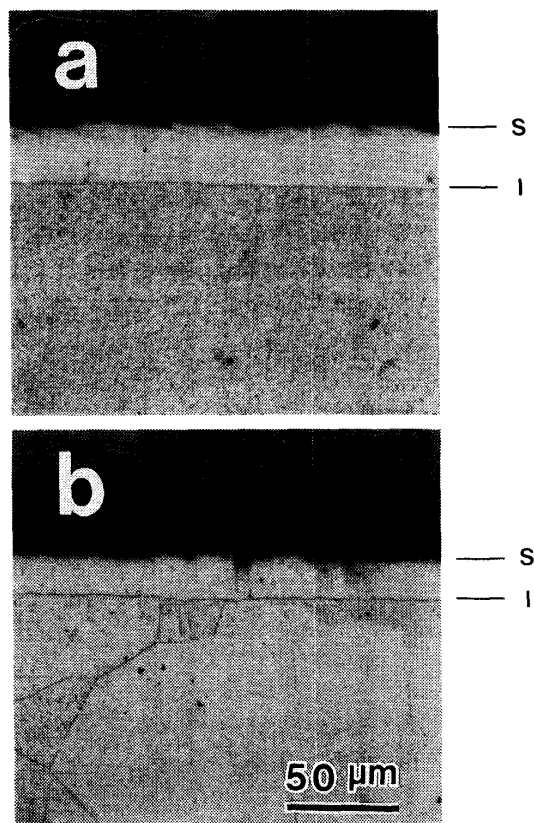


Fig.1 Typical microstructure of pure Mo (a) and Mo-0.5Ti (b) nitrided at 1327K for 14.4ks. S and I correspond to the specimen surface and the interface between surface layer and original metal.

Fig.2に試料表面でのX線回折結果を示す。この結果からFig.1で見られた表面層は、主として Mo_2N であった。 Mo-0.5Ti の場合、Tiが低濃度であるためにTiNのピークは認められない。また、これらの試料の表面層を約 $100\mu\text{m}$ だけ研磨除去した場合、Moのピークだけが認められた。

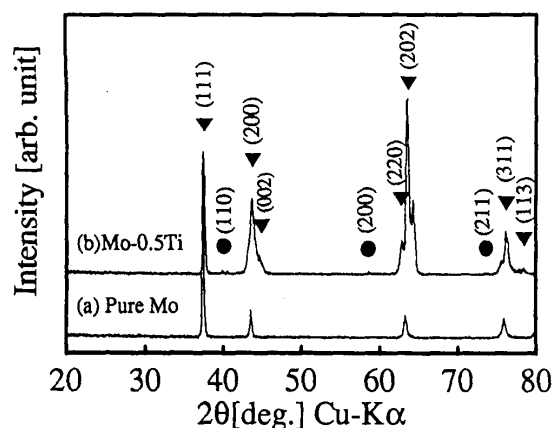


Fig.2 XRD patterns of pure Mo (a) and Mo-0.5Ti (b) nitrided at 1327K for 14.4ks. ●: Mo and ▼: Mo_2N .

Fig.3に板厚方向での硬さ試験結果を示す。Fig.1で見られた表面窒化層は、 $H_v=1400\sim 1600$ を示し窒化前の硬さ ($H_v\sim 170$) より著しく高い値を示した。また窒化層内では硬さはほぼ一定であった。Pure Moでは表面窒化層と未窒化層とで硬さの急激な変化が認められる。一方、Mo-0.5Tiでは、表面窒化層の内部に約 $250\mu\text{m}$ に渡って硬さが緩やかに変化する領域が認められた。この領域は、Fe-Cr合金での内部窒化層²⁾と類似しており、Tiが優先窒化されTiN粒子がMo母相中に微細に分散したものと推察される。

文 献

- 1) T.Fujii, R.Watanabe, Y.Hiraoka, and M.Okada: J. Less-Common Met., **96**(1984), 297.
- 2) 高田潤, 松本宏之, 桑原秀行: 粉体および粉末冶金, **39**(1992), 312.

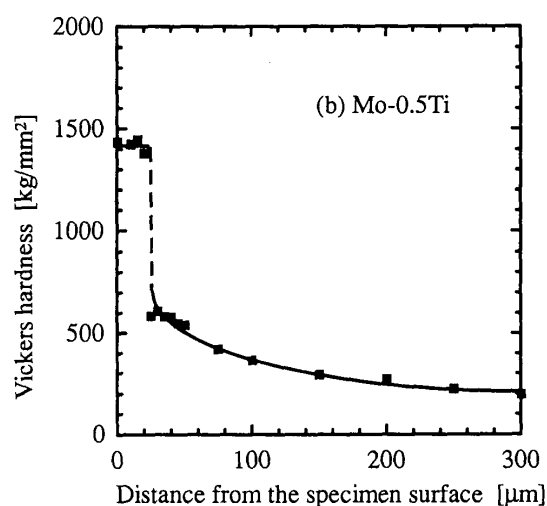
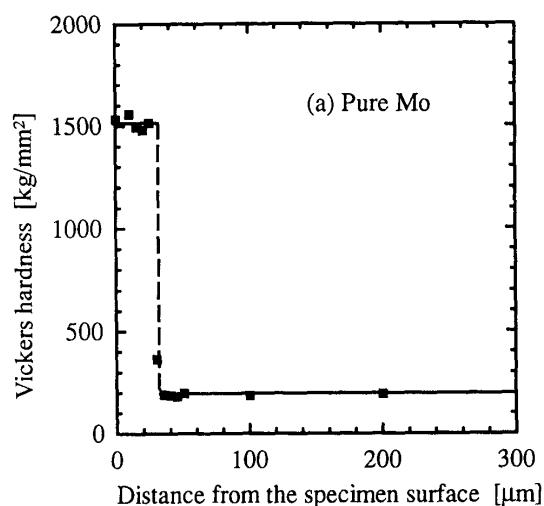


Fig.3 Variation of hardness of pure Mo (a) and Mo-0.5Ti (b) nitrided at 1327K for 14.4ks as a function of distance from the specimen surface