

物質材料研究機構<sup>1</sup>, 成蹊大学<sup>2</sup> ○板倉明子<sup>1</sup>, 宮内直弥<sup>1</sup>, 矢ヶ部太郎<sup>1</sup>, 青柳里果<sup>2</sup>,

水素は金属中を拡散し、水素脆化と呼ばれる金属の劣化・破壊を引き起こす。金属の腐食現象が長年深く研究されてきているのに対し、水素脆化や遅れ破壊の起点、水素と局所構造(結晶構造・結晶粒界・結晶方位など)との関係が、十分に解明されていないのは、水素が容易に可視化できないことが原因の一つである。

我々は表面科学分野で古くから利用されてきた電子衝撃脱離(Electron Stimulated Desorption : ESD)を材料研究に利用するため、試料背面から水素を供給しながら試料を透過して真空環境に漏れ出す水素を、電子顕微鏡下(SEMの電子線)でESDの二次元画像を取得するオペランド水素顕微鏡を開発した<sup>1)</sup>。この装置は試料を非破壊・非汚染で、長時間にわたって水素の位置情報を画像化することができる<sup>2)</sup>。

オペランド水素顕微鏡の測定例として、ステンレス鋼の水素透過現象を紹介する。真空容器材として使われるステンレス(SUS304鋼)を熱処理し、結晶粒サイズを50-150 $\mu$ mに調整したものに、冷間加工で加工変態を導入すると、母材のオーステナイト構造(FCC-like)にマルテンサイト構造(BCC-like)が共存する。厚さ100 $\mu$ mとしたこの試料の背面に0.1MPaの重水素を供給し、試料を介して計測室に湧き出す水素をESDで脱離させて画像化した。

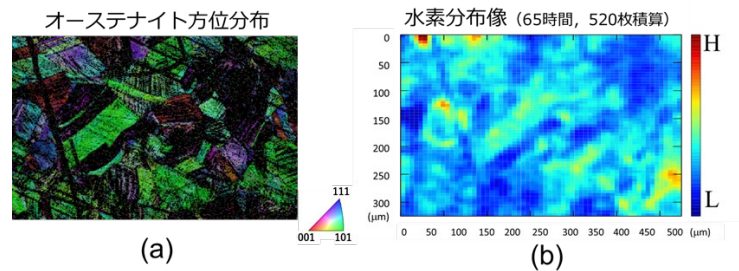


図1 構造と表面水素密度の積算値

SEMの電子線エネルギーは1 KeV、試料温度は473K(200 $^{\circ}$ C)、測定領域は複数の結晶相を含むおよそ300 $\mu$ m  $\times$  500 $\mu$ mとし、一枚の水素画像は400秒(インターバル50秒)で撮影した。

図1(b)は65時間で取得した520枚の水素画像を積算したものである。同位置の電子線後方散乱回折(Electron Back Scattered Diffraction, EBSD)の計測から(図1(a)), オーステナイト構造割合の高い領域では水素透過の積算量が大きく、マルテンサイト構造割合の高い領域では水素の拡散速度は速いものの積算透過量は小さかった。図1(a)で見られる結晶領域ごとに水素脱離量の時間応答性を取得し、Fickの拡散式でフィッティングした。オーステナイト構造起因であると考えられるComponent1と、マルテンサイト構造起因であると考えられるComponent2の二成分が抽出された<sup>3)</sup>。拡散係数と透過フラックスを構造割合で整理し(図2参照)、構造の分布および、界面の数で説明した。拡散係数の成分に関しては、マルテンサイト構造が直線状に存在したことから説明可能で、透過フラックスに関しては、構造割合のみではなく、オーステナイトとマルテンサイトの水素の溶解度を基準に、界面の透過確率を設定することで、シミュレーション結果と実測値が一致した<sup>3)</sup>。

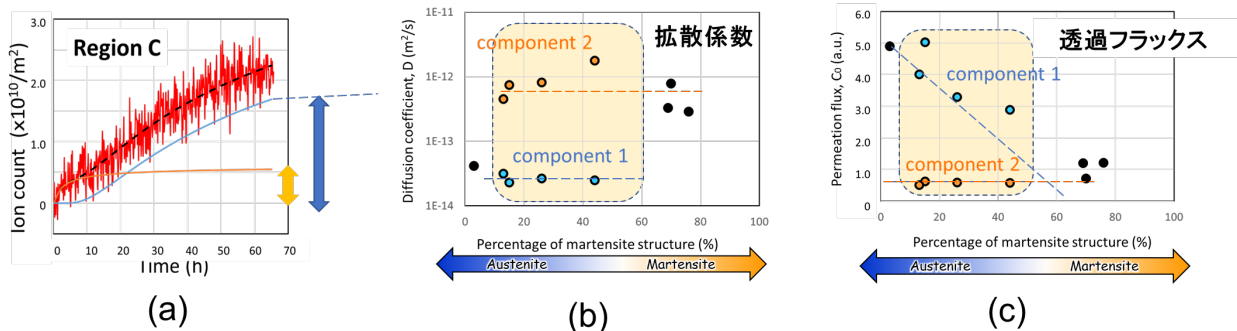


図2 表面水素量の時間変化と、フィッティング結果から算出した拡散係数、及び透過フラックス

参考文献

- 1) N. Miyauchi, et al., Scripta Materialia **144** (2018) 69-73
- 2) N. Miyauchi, et al., Applied Surface Science **492** (2019) 280-284
- 3) A. N. Itakura, et al., Scientific Reports **11**, 8553 (2021)