

オペランド水素顕微鏡の開発

Keywords: 水素の可視化, 透過, 金属系構造材料, 水素環境材料

原子構造物性分野 表界面物理計測グループ

板倉 明子

ITAKURA.Akiko@nims.go.jp | https://samurai.nims.go.jp/profiles/itakura_akiko?locale=ja



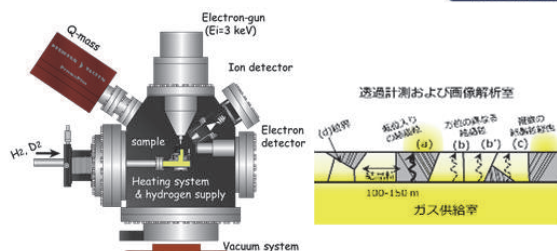
研究の背景

- 水素フィルター・水素吸蔵合金・構造材料の水素透過の可視化のニーズがある
- 水素エネルギーをはじめとする水素社会における周辺材料の脆化現象の解明が求められている
- バリア膜や改質表面の機能診断は実験的制約が多く、信頼性確保が難しい

研究の狙い

- 実時間で水素透過を可視化し、目的に合わせた水素透過量を実測, 材料開発に貢献する
- 脆化起点となる水素のトラップサイトを特定、脆化抑制研究を加速化する
- バリア膜・封止デバイス・改質表面からのガス放出を実測・積算し、信頼性を確保する

最先端研究トピックス

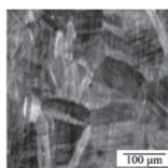


左: オペランド水素顕微鏡の装置模式図

右: 透過のイメージ図

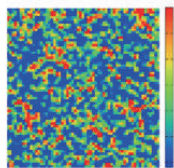
超高真空電子顕微鏡(SEM)に水素ラインを導入し、試料薄板で蓋をし、試料を介して超高真空環境に透過する水素を、電子遷移誘起脱離法(Desorption Induced by Electronic Transition: DIET)で測定する。

EBSD像やSEM像



~ 300μm×300μm

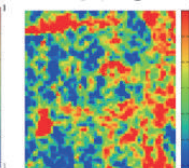
DIET 水素像①



透過開始2時間

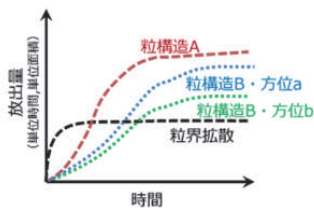
* 粒界多重点との一致

DIET 水素像②



50時間積算像

* 転位粒との一致



各結晶粒や粒界の水素拡散

SEMおよびオペランド水素顕微鏡を用いたSUS316板の水素透過の時間分解測定例、および透過解析の模式図。

DIET水素像①ではオーステナイトの水素透過時間より早く、粒界の位置に水素が現れたが、②の長時間の積算後には、粒からの透過水素に埋没する。各位置の水素量をSEM像やEBSD(Electron Back Scatter Diffraction)像と対応させ、グラフ化することで、各構造・方位での拡散係数をはじめとする水素挙動を把握することができる。

文献

- ・N. Miyauchi et al., "2D Mapping of Hydrogen Permeation from a Stainless Steel Membrane" Scripta Materialia **144** (2018) 69-73
- ・板倉 明子他, 「水素計測電子顕微鏡の開発」配管技術 **59** (2017) 14-18
- ・中村(板倉)明子他「水素透過拡散経路観測装置及びそれを用いて試料を透過する水素イオンを計測する方法」特開2017-187457
- ・中村(板倉)明子他「イオンの測定装置及びそれを用いた点欠陥の位置検出方法」出願日2018年2月16日 出願番号2018-26518

応用分野と今後の展開

- 水素周辺金属材料中の水素挙動の調査
- 水素制御の改質表面の欠陥確認
- 水素以外の気体・金属以外の材料への展開

実用化へ向けた課題

- 高分解能測定用電子線源へ改良(SEM機種の変更)
- 汎用性を高める/特定試料に特化した試料ホルダー
- 構造解析との比較、拡散モデルと材料開発への反映