

SEM 中の局所プラズマ照射による水素脆化き裂発生過程の観察

Observation of hydrogen embrittlement cracking by local plasma irradiation in SEM

高知工科大¹, 日本製鉄² °八田 章光¹, 富松 宏太², 大村 朋彦², 小林 憲司², 青木 貴浩²

Kochi Univ. Technol.¹, Nippon Steel Corp.², °Akimitsu Hatta¹, Kota Tomatsu²,

Tomohiko Omura², Kenji Kobayashi², Takahiro Aoki²

E-mail: hatta.akimitsu@kochi-tech.ac.jp

1. 背景と目的

水素脆化を抑制する材料開発において、水素脆化き裂の発生・進展過程を高倍率でその場観察する手法が求められている。本研究は、走査電子顕微鏡 (SEM) の高真空試料室で試料に局所ガスジェットによる水素放電マイクロプラズマを照射して脆化を促進し、き裂の発生・進展過程をその場で SEM 観察することを目的とする。

2. 実験方法

SEM の試料室に、先端がマイクロオリフィスであるステンレス製ノズルを通して、水素ガスを局所的にジェット状に供給し、試料室に取り付けたターボポンプで差動排気して水素ガスを流しながら高真空での SEM 観察を行う。ノズルにパルス高電圧を印加してノズル (陽極) と試料 (グラウンド・陰極) 間で局所的なマイクロ放電水素プラズマを生成する[1]。

3. 結果と考察

Fig. 1 は水素プラズマ照射しながら SEM 観察を行って、撮影した動画から、き裂の進展の様子を取り出した写真を示している。約 25 秒の間にき裂が進展していることが確認できる。写真の中央部の横向きの白線は、パルス放電によるノイズである。SEM の走査と同期し、電子ビームが観察領域から外れたタイミングで間欠パルスの放電させることにより、放電ノイズを避けて SEM 観察を行った。

SEM の画質を確保するため走査周波数を 0.04Hz の低速スキャンモードとしており、Fig. 1 の 2 枚の写真は、連続した 2 フレームである。水素マイクロプラズマは水素脆化を実験観察可能な時間で促進する効果が確認されたが、さらなる分析に、高画質と高速スキャンの両立が課題である。

4. まとめ

SEM 中の局所水素プラズマ照射によって、水素脆化のき裂発生を SEM 中でその場観察することが可能となった。

参考文献

[1] Kota Tomatsu, et al.; Rev. Sci. Instrum. 94 (2023) 023707. <https://doi.org/10.1063/5.0129618>

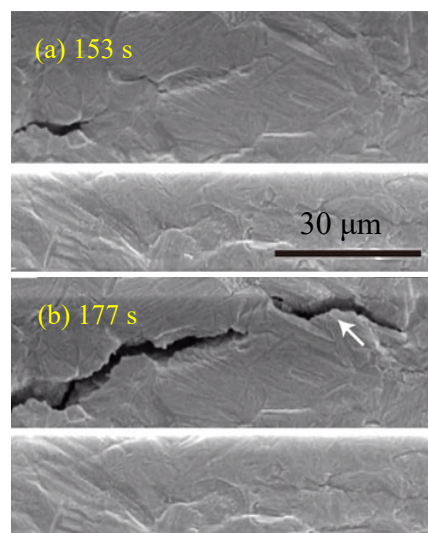


Fig. 1. SEM images of hydrogen embrittlement cracking observed after plasma irradiation for (a) 153 s and (b) 177 s.