

投稿解説

電子顕微鏡観察により得られる材料科学的知見

†天野忠昭*

Scientific Information Obtained by Electron Microscopy

by

†Tadaaki AMANO*

(Received Aug. 7, 2020; Accepted Sep. 7, 2020)

要 約

耐熱合金上に生成する酸化皮膜の表面，酸化皮膜/合金界面，並びにそれらの経時変化を走査電子顕微鏡および透過電子顕微鏡を用いて詳細に観察した。その結果，酸化皮膜の表面形態・成長方向・成長速度が明らかになり，耐熱合金の寿命予測を可能にすると共に，さらには酸化物の相変態とそれに伴う形態変化との関連性を明らかにすることができる。一方，走査電子顕微鏡に付属装置を付加することにより，酸化皮膜の形態と組成との関連性を明確にし，これらのデータから材料開発にとっての新しい知見を得ることができる。

キーワード：走査電子顕微鏡，透過電子顕微鏡，酸化皮膜の形態変化・相変態・組成変化，寿命予測

1. はじめに

酸化前後の合金表面を走査電子顕微鏡で観察し，それらの形態を比較検討することにより，酸化後の酸化皮膜形態から酸化前の合金表面形態が予測可能になる場合がある。本解説では一例として耐熱合金を取り上げ，この合金上に生成する酸化皮膜の剥離がどこから生じやすいか，密着性の良い酸化皮膜形態はどのような経時変化をたどるか，相変態を伴う酸化皮膜の表面形態は酸化温度の上昇並びに経時変化と共にどのように変化するか等について考えてみたい。またさらに，酸化皮膜/合金界面の微細構造・形態並びに元素濃度分布等の観察から酸化皮膜の成長方向・厚さ・密着性等を検討し，これらのデータから高温で高寿命な耐熱合金の開発にとっての基礎的知見を得る。

2. 酸化皮膜の表面形態

2.1 酸化皮膜の剥離

令和2年8月7日受付

* SAS テクニカルセンター：神奈川県平塚市北金目 4-1-1 東海大学湘南キャンパス J 館 4 階
Technical Center, Society of Advanced Science (SAS): Hall J, Tokai University Shonan Campus, Hiratsuka, Kanagawa 259-1292, Japan

†：連絡先/Corresponding author

合金表面に生成する酸化皮膜の剥離は酸化皮膜そのものの物理的性質や機械的性質にもよるが，酸化皮膜の厚さと冷却過程で生ずる酸化皮膜と合金の熱膨張係数の差異が主な原因と考えられる。一方，酸化皮膜/合金界面の合金粒界三重点における熱腐食も酸化皮膜の剥離を助長しているものと思われる。図 1 に Fe-20Cr-4Al(4ppmS)合金の酸素中，1373K，18ks 間酸化により生成した酸化皮膜の表面形態を示す¹⁾。酸化皮膜の剥離は冷却過程における粒界三重点(図 1(a))，その後合金粒界に沿って生ずることがわかる(図 1(b))。

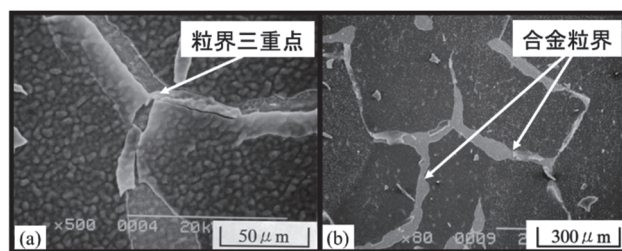


図 1 Fe-20Cr-4Al(4ppmS)合金の酸素中，1373K，18ks 間酸化後の表面形態¹⁾。(a) 粒界三重点。(b) 粒界に沿う酸化皮膜の剥離。