クリープ変形過程の走査型電子顕微鏡その場観察技術

Deveropment of the lectron filter for SEM in-situ creep testing

千葉工大，°(M1)石毛大智，池田一貴，菅洋志

CIT，°Daichi Ishige ， Ichitaka Ikeda， Hiroshi Suga

E-mail:hiroshi.suga@it-chiba.ac.jp

背景・目的

火力発電所の配管やジェットエンジンのタービンといった高温環境下で荷重の加わる構造物では，クリープ変形を主原因とした破損が問題となっている．[1] クリープ変形は高温環境で材料に一定の荷重が加わることで，弾性限度未満の応力であっても時間の経過とともに塑性変形が進行する現象として知られているが，クリープ変形の発生予測技術は確立されておらず，走査型電子顕微鏡(以下 SEM)を用いた変形過程の微視的観察がクリープ変形の発生を予見する手法として期待されている．しかし，クリープ変形が生じるような高温状態の材料表面からは熱電子が放出され，SEM 像検出時のノイズとなるため，クリープ変形の鮮明な走査型電子顕微鏡観察は困難であると考えられていた．[2] そこで本研究では，SEM を用いたクリープ変形過程のその場観察技術確立を目的に，線材試料を利用したクリープ変形試験方法，及び，試料付近に配した円筒形の二分割電極による熱電子除去フィルタの効果を検証し，クリープ変形走査型電子顕微鏡その場観察を行う．

実験方法

直径 0.1 mm のニッケルワイヤを試料とし，通電加熱で熱を加える機構を製作した．通電加熱を用いる事で加熱用ヒータを省き熱量を抑制する．また，アクチュエータではなくバネの復元力を用いて引張荷重を加える事で荷重を負荷した際のドリフトを抑制した．図 1 に熱電子除去フィルタの電子線解析結果を示す．熱電子発生源の周囲に円筒形を二分割した電極を配置し，その電極に 100 V 程度の電位差を与えることで熱電子を吸収できる．これらの機構を製作し，SEM 内で φ0.1 mm のニッケルワイヤ試料を約 600 ℃に加熱，25 MPa と 12 MPa の引張応力を加え，試料表面を SEM 観察した．

結果・考察

図 2 に引張応力 25 MPa，12 MPa それぞれのニッケルワイヤ表面 SEM 像を経過時間毎に示す．引張応力 25 MPa では時間が経過する毎に結晶粒界で亀裂が生じ，成長している．引張応力 12 MPa では同時間経過後も表面に亀裂は発生していない．クリープ変形が降伏応力の 1/2 から 1/3 以上の応力で発生することから，降伏応力 58 MPa のニッケルにおいて引張応力 25 MPa で発生した亀裂は，クリープ変形と考えられる．図 3 に熱電子フィルタを用いた場合の、加熱試料の SEM 像を示す．熱電子フィルタを用いることで試料表面の分解能が向上した．これは，熱電子フィ ルタにより熱電子ノイズが除去されたためと考えられる．以上より，線材試料を利用したクリープ変形試験法，及び，円筒形を二分割電極による熱電子除去フィルタの効果を検証し，SEM 内でクリープ変形を観察した．

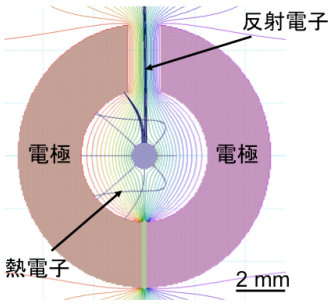

図 1 電子線解析結果

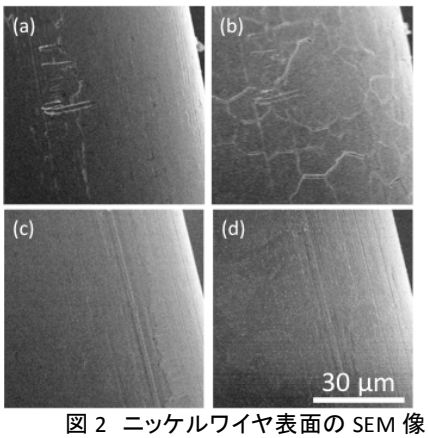

図 2 ニッケルワイヤ表面の SEM 像
(a)0 h, 25 MPa (b) 96 h, 25 MPa (c) 0 h, 12 MPa (d) 96 h, 12 MPa

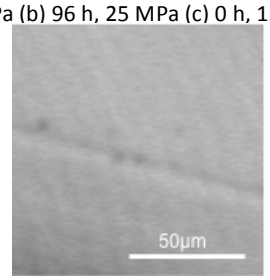

図 3 加熱試料の SEM 像

参考文献

1) 荒井正行，緒方隆志，電力中央研究所　調査報告，T92032(1993).
2) 緒方隆志，溶接学会誌 67， p151 (1998).