

マテリアル先端リサーチインフラ利用報告書

ARIM User's Report

[Release : 2023.07.28] [Update : 2023.05.24]

課題データ / Project Data

課題番号 Project Issue Number	22TU0156
利用課題名 Title	表面酸化物の分析
利用した実施機関 Support Institute	東北大学 / Tohoku Univ.
機関外・機関内の利用 External or Internal Use	外部利用/External Use
ARIM半導体基盤PF 関連課題 Related to ARIM-SETI	指定なし / No Designation
横断技術領域 Cross-Technology Area	計測・分析/Advanced Characterization
重要技術領域 Important Technology Area	高度なデバイス機能の発現を可能とするマテリアル/Materials allowing high-level device functions to be performed
キーワード Keywords	Ni基合金, 腐食, 電子顕微鏡/Electron microscopy, 集束イオンビーム/Focused ion beam

利用者と利用形態 / User and Support Type

利用者名 (課題申請者) User Name (Project Applicant)	垣谷 健太
所属名 Affiliation	三菱重工業株式会社 総合研究所 化学研究部 化学第三研究室
共同利用者氏名 Names of Collaborators Excluding Supporters in the Hub and Spoke Institutes	庄子哲雄, 橋本篤
ARIM実施機関支援担当者 Names of Supporters in the Hub and Spoke Institutes	
利用形態 Support Type	技術代行/Technology Substitution

利用した主な設備 / Equipment Used in This Project

利用した主な設備 Equipment ID & Name	TU-504 : 超高分解能透過電子顕微鏡 TU-507 : 集束イオンビーム加工装置
---------------------------------	--

報告書データ / Report

概要（目的・用途・実施内容） Abstract (Aim, Use Applications and Contents)	発電プラント等の厳しい腐食環境に曝される金属材料の健全性を保つためには、金属表面の酸化皮膜の保護性が重要である。本研究では、発電プラントの複数の運転モードを模擬した試験環境でNi基合金表面に形成した酸化皮膜を透過型電子顕微鏡（TEM）で分析することによって、運転モードが皮膜の性状に及ぼす影響を考察した。
実験 Experimental	発電プラントの運転環境を模擬した試験液にNi基合金を1000時間浸漬し、合金表面に酸化皮膜を形成した。酸化皮膜の層構造をTEM分析する目的で、試料表面の断面の薄膜試料を集束イオンビーム（FIB、装置名：Versa3D, Thermo Fisher Scientific社）によって作製した。TEM分析には、収差補正機能が付いた装置であるJEOL-ARM200F（日本電子株式会社製）を用い、電子線加速電圧200 kVとして試験を行った。TEM観察像は、走査透過顕微鏡（STEM）モードの高角散乱環状暗視野（HAADF）で撮影した。組成分析は、エネルギー分散型X線分光法（EDS）によって行い、結晶構造分析は、TEMモードで電子線回折法によって行った。
結果と考察 Results and Discussion	発電プラントの運転環境を模擬した試験環境中でNi基合金表面に形成した酸化皮膜のHAADF像およびEDSマッピング像の一例を図に示す。酸化皮膜は、膜状の内層皮膜と粒状の外層酸化物から成る層構造を有していた。内層皮膜は比較的Crの濃度が高いスピネル酸化物であり、外層酸化物は比較的Niリッチであった。興味深いことに、発電プラントの運転モードによって内層皮膜の厚みや組成が変化することが明らかになった。これは運転モードが酸化皮膜の保護性に影響し得ることを示唆していると考えられる。今回得られた知見を今後のプラント運転条件の適性化に活かすことを目論んでいる。

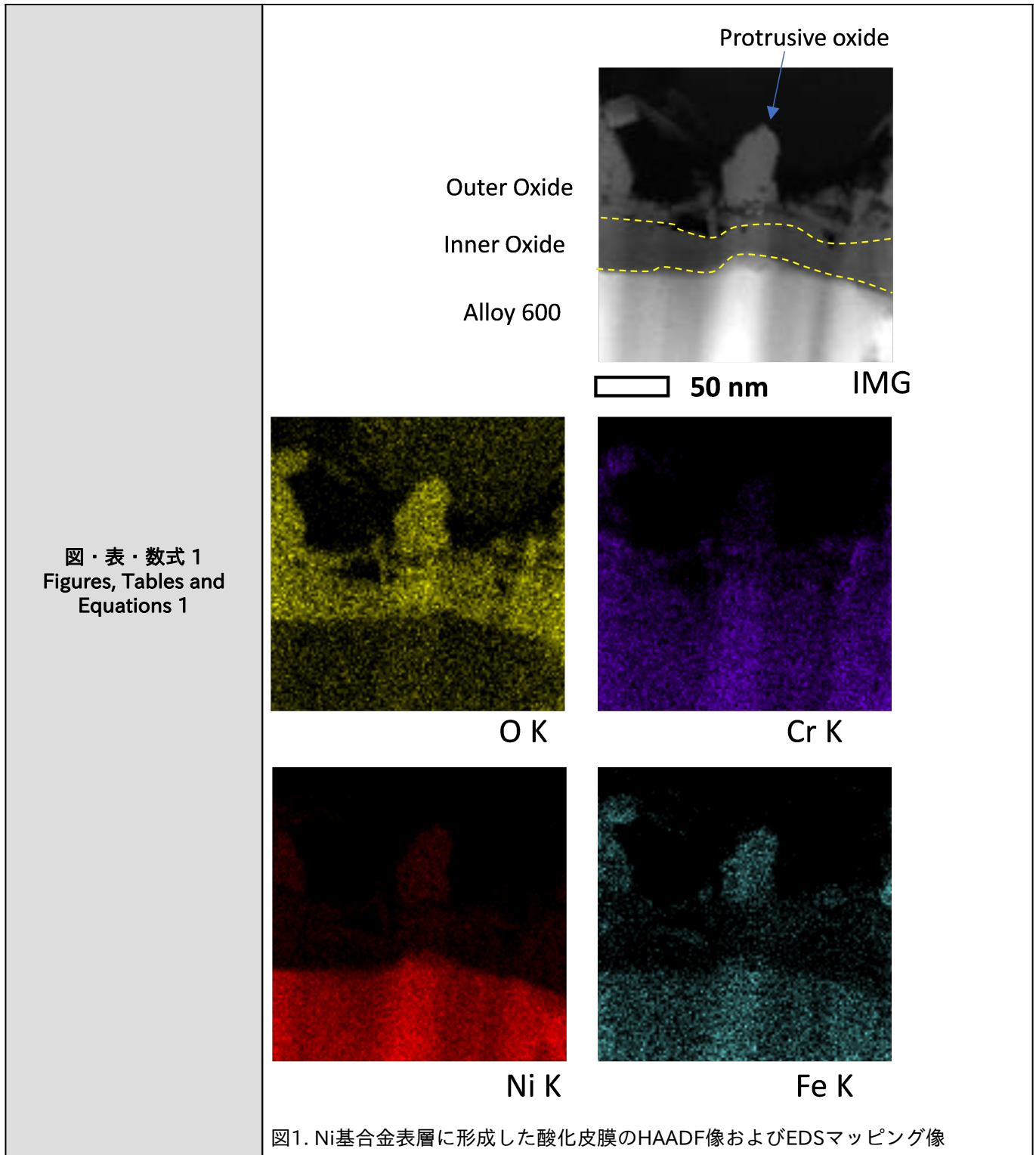


図1. Ni基合金表層に形成した酸化皮膜のHAADF像およびEDSマッピング像

その他・特記事項（参考文献・謝辞等）
Remarks(References and Acknowledgements)

成果発表・成果利用 / Publication and Patents

DOI（論文・プロシーディング）
DOI (Publication and Proceedings)

口頭発表、ポスター発表 および、その他の論文 Oral Presentations etc.	
特許出願件数 Number of Patent Applications	0件
特許登録件数 Number of Registered Patents	0件