くもりの量に対応する。したがって変形による EE の発生および増加はすべり線による新生面の発生および増加に起因する。

(4) フィルターの使用により光電子放射を起こす短波長の光を遮蔽すると、EE の量は著しく低下するが相対的な変化はフィルターなしの場合と同様であり、ここで測定している量は光電子放射の一部である可能性が高い。

(5) 変形途上および破壊後に EE は減衰するが、その挙動は大きく異なり、前者は減衰が遅く雰囲気の影響をほとんど受けないが、後者は著しい雰囲気依存性がある。変形途上の EE はすべり線からのものであり、破壊後のそれはほとんどが破面からのものである。したがってすべり線と破面とでは EE 活性が異なると考えられ、それが最大荷重後に大気中と真空中で挙動に差が出る原因となる。

(6) 破壊後の EE の減衰途上で紫外線照射を休止すると EE 活性は回復し、その回復量は休止時間が長いほど多い。この現象は真空中では現われない。

本研究にあたり、装置の製作をしていただいた本学科機械工場の各位、実験に協力された学生 志村登志雄、斎藤伸明の両氏ならびに有益なご助言をいただいた本学科金属材料研究室の各位に深く感謝いたします。

本研究の一部は文部省科学研究費によったことを付記し、謝意を表する。

文 献

- (1) A. Bohun (Ed.): *Proceedings of the 4th 1973 International Symposium on Exoelectron Emission and Dosimetry*, (Pub. 1974).
- (2) 斎藤安俊, 品田 豊, 菅原康夫: 金属学会誌, **37** (1973), 1293.
- (3) 斎藤安俊, 品田 豊, 長谷川吉樹: 金属学会誌, **38** (1974), 1006.
- (4) 斎藤安俊, 品田 豊, 持田裕美, 富永 成: 金属表面技術, **26** (1975), 128.
- (5) W.D. von Voss and F.R. Brotzen: *J. Appl. Phys.*, **30** (1959), 1639.
- (6) V.M. Hempel, A. Kochendörfer and A. Tietze: *Arch. Eisenhütt.*, **35** (1964), 1353.
- (7) W.J. Baxter: *Vacuum*, **22** (1973), 571.
- (8) W.J. Baxter and S.R. Rouze: *J. Appl. Phys.*, **44** (1973), 4400.
- (9) D.R. Arnott and J.A. Ramsey: *Surface Sci.*, **28** (1971), 1.
- (10) W.J. Baxter: *J. Appl. Phys.*, **45** (1974), 4692.
- (11) W.J. Baxter and S.R. Rouze: *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **8** (1975), 100.
- (12) B.W. Thomas: *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **7** (1974), L 57.
- (13) J. Rohff: *Z. Phys.*, **146** (1956), 436.
- (14) J.A. Ramsey: *Surface Sci.*, **8** (1967), 313.
- (15) T.F. Gesell, E.T. Arakawa and T.A. Callcott: *Surface Sci.*, **20** (1970), 174.
- (16) E.E. Huber, Jr. and C.T. Kirk, Jr.: *Surface Sci.*, **5** (1966), 447.
- (17) T.F. Gesell and E.T. Arakawa: *Surface Sci.*, **33** (1972), 419.
- (18) W.J. Baxter: *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **8** (1975), L 21.

エキソ電子放射測定によるアルミニウム多結晶の疲労損傷の検出*

本間恒夫** 品田 豊** 斎藤安俊***

Tsuneo Homma, Yutaka Shinata and Yasutoshi Saito: Detection of Fatigue Damage of Polycrystalline Aluminum by Exoelectron Emission Measurements. The optically stimulated exoelectron emission from the annealed pure polycrystalline aluminum was continuously measured in air at room temperature during the fatigue process under the reversed bending stress using a picoammeter. The surface of the fatigued specimen at various stages was examined by means of metallographic techniques and scanning electron microscopy.

The exoelectron emission (EE) increased with the number of fatigue cycles during the early stages, and then reached a peak at about 10~20% of the fatigue life. Increase of EE corresponded to the exposure of the fresh surface produced by persistent slip bands. EE showed a peak when the rate of EE decay exceeded that of the fresh surface formation. An incipient crack was observed immediately after the peak, where the marked surface damage was saturated. Since the relative peak position normalized to the fatigue life was almost the same independent of the applied stress, the fatigue failure was predicted at about 10~20% of the life by measuring EE.

This method might have a possibility of applying to other pure metals and alloys.

(Received December 17, 1976)

** 秋田大学鉱山学部金属材料学科 (Department of Metallurgy, Mining College, Akita University, Akita)

*** 秋田大学鉱山学部金属材料学科, 現在: 東京工業大学工業材料研究所 (Department of Metallurgy, Mining College, Akita University, Akita. Present address: Research Laboratory of Engineering Materials, Tokyo Institute of Technology, Tokyo)

* 1975 年 10 月金属学会札幌大会および 1976 年 4 月東京大会に一部発表

I. 緒 言

疲労破壊の特徴は寿命のかかなり早期において、試料表面の異常すべり帯(つき出し、入り込み)から、微視的(ミクロ)な初期疲労割れを発生し、これがしだいに試料内部へ成長、伝播して最終的な破断が突如、予告なしに起る点である。一方エキソ電子放射(exoelectron emission; 以下 EE と記す)は試料表面の変化に敏感であり、とくにその強度は新生面の露出によって著しく増加する⁽¹⁾。したがって疲労中の試料表面より発生する EE を連続的に測定することにより、疲労損傷を知る手がかりが得られるものと考えられる。そのような立場からの研究報告が二、三あるが^{(2)~(4)}、いずれも測定が計数ガス中あるいは超高真空中であり、さらに物理的意味が不明確なこともあって、実用的な方向へ応用範囲を広げてゆくには問題が多い。

今回著者らが開発した金属表面からの EE 測定による検出方法は原理的にみて†、またその操作方法においてかなり妥当であり一般性を持つものと思われるので、以下にその実験結果を紹介する。

II. 実 験

1. 測定原理

測定方法は引張りの場合と全く同様であり、Hoenigら⁽⁵⁾の方法を改良したものであるが、とくに原理的な部分のみを抜き出して示したのが Fig.1 である。すなわちアース電位にある試料に紫外線を照射し、その際に放出される EE を正電圧を印加した集電極に集め、極微量電流計で測定するという極めて簡単なものである。この方法は試験片にセンサーを取り付ける必要のない非接触型であるため、くり返し曲げ、引張圧縮、回転曲げなどのほとんどの疲労試験に適用できるほか、大気中や真空中を問わず連続的に

Fig.1 Principle for measuring exoelectron emission.

† 疲労割れは必ず表面から発生する。したがって表面の変化や割れに最も感受性の高い方法が有利である。

しかも定量的に追跡可能なことなど、数々のすぐれた特徴を有すると思われる。

2. 試 料

実験した試料は 99.99% の純アルミニウムインゴットを鍛造、圧延、切削の工程で作製した。試験片形状は Fig.2 に示すような厚さ 4 mm の短冊形板状で、平行部中央に 0.4φ の穴を持つ切欠き試験片である。焼鈍は大気中で 350°C、2 hr 行った。その後表面処理として、過塩素酸とアルコールの混合液による電解研磨して実験に供した。また表面は平行部のみを残して遮蔽し、情報源を絞ることにより分解能の向上を心がけた。

Fig.2 Shape and dimensions of fatigue specimens.

3. 実験方法

疲労試験は著者の一人が前に試作した真空高温疲労試験機⁽⁶⁾により、振幅一定型の繰返し曲げ疲労を 650 cpm で行った。試料の上方に 60 メッシュのニッケル集電極があり、それに +135 V を印加した。水銀ランプからの紫外線は試験片上部から照射し、ニッケル網を通して試料を励起する。極微量電流計(タケダ理研, TR 8651)で測定した EE は記録計に接続されるが、同時に疲労試験中の曲げモーメントの変化を動歪計で測り、ペン書きオシロに自記させて EE 測定曲線と対応させた。なお EE 放射電流は $10^{-11} \sim 10^{-12}$ A 程度と非常に少なく、室温変化や実験室内への人の出入りなどが、雑音やベースライン変化の原因となるため、実験中は一定時間ごとに紫外線を機械的に遮蔽し、零点をチェックした。

また疲労試験中の各段階で試験を中止し、光学および走査電子顕微鏡観察をしたほか、試料表面に生ずる変化がどの程度まで継続するか調べるために、疲労試験→表面観察→電解研磨→表面観察→疲労試験の繰返しも行った。

III. 結果および考察

1. 疲労過程における EE

Fig.3 に疲労過程にともなう典型的な EE 放射曲線を繰返し曲げモーメントとともに示す。これによると疲労初期(寿命の数%以内)の繰返し加工硬化(cyclic work

Fig.3 Typical curves for (a) bending moment amplitude and (b) exoelectron emission during the fatigue deformation in air. 68800 cycles broken.

Fig.4 Typical curves for (a) bending moment amplitude and (b) exoelectron emission during the fatigue deformation in vacuum (3×10^{-5} Torr). 301800 cycles broken.

hardening) に対応して EE も最初急激な増加を示し、曲げモーメントが一定値になった後も、しだいに増加しながら寿命の 10~20% で極大値をとる。その後寿命の大半を占める繰返し加工硬化の飽和期間で、EE は徐々に減少を続けるが、疲労末期(寿命の 80~90% 以上)における曲げモーメントの、ゆるやかな低下に対応して、EE の減少はやや速くなり、破断に至る。このように曲げモーメントの変化と EE 挙動は必ずしも対応しない。それは曲げモーメントが試料のバルクの力学的性質の変化を知る目安であるのに対し、EE が試料表面の変化のみを測定しているためと考えられる。大気中での疲労過程における EE については、Hoenig ら⁽⁵⁾もほぼ同様な方法で実験を行っているが、彼らは連続的に追跡していないためこのような結果を得ていない。

Fig.4 は真空中での EE 曲線を示したものである。応力などの試験条件が Fig.3 の場合と同様のため純粋に雰囲気の効果のみを表わしており、寿命が著しく伸びているにもかかわらず相対的な挙動はほとんど変わらない。したがって EE の放出に関与する表面での微細な変化は、正規化した寿命の関数であるといえる。このことは繰返し数が同じでも雰囲気によって表面に生ずる損傷の程度が異なることを意味する。

2. 表面観察の結果との対応

疲労の進行による EE の変化と対応させるため、寿命の各段階で実験を休止して表面観察を行った。結果の一例を Photo.1 に示す。(a)は 0.5% 寿命における表面の光学顕微鏡写真である。これによると危険断面付近ではすでに全面にすべり線の生成が認められ、肉眼観察では前報⁽¹⁾と同様くもりとして観察される。なお写真を横切っている平行な条痕は圧延の疵で、試料軸を正確に示している。(b)は 10% 寿命の場合であるが、その後の繰返し数の増加にともなって、すべり線は増加していることが明瞭に認められる。このようなすべり線は、引張変形によるものとは明らかに異なり、凹凸の多い、いわゆる異常すべり帯である。その後表面に顕著な変化は現われなくなるが、このことは(c)と(d)の比較により示される。すなわち(c)は寿命

Photo.1 Optical microphotograph of fatigued specimen. (a) 0.5% life, 350 cycles, (b) 10% life, 7000 cycles, (c) 10% life→electropolished, (d) 20% life, 14000 cycles.

の10%で表面を電解研磨したもので、それを20%まで疲労させたものが(d)である。このように固執すべり帯にはほとんど変化がなく、全体に細かいすべり線のわずかな増加が認められるのみである。さらに寿命の40%まで疲労させても大きな変化はなく、割れはすでにかなり進行している。同様のことを40%寿命で電解研磨し、60%, 80%で行ったが、この段階でも顕著な変化は認め難く、したがって疲労の中期から後期にかけては、表面に大きな変化がないといえる。

Fig.5は初期のEEの立上りを曲げモーメントの変化とともに示したものである。すなわち(a)はバルクの加工硬化の目安を与える曲げモーメントの変化を示しており、数百サイクルではほぼ飽和している。これに対して(b)に示すEEの方は加工硬化の飽和と無関係に、どんどん増加を続けている。したがってこれらの結果とPhoto.1(a), (b)との対比によって、EEの立上りは疲労初期のすべり線の生成による新生面の増加に起因すること、および加工硬化をともなわない疲労特有のすべり線の増加があることがわかる。

Fig.5 Recording chart for (a) bending moment amplitude and (b) exoelectron emission at initial fatigue stage in air.

$\sigma_{\text{nominal}} : \pm 4.1 \text{ kg/mm}^2$, 70000 cycles broken

3. EE ピークの意味について

前節までにEEの増加は異常すべり帯の生成にともなう新生面の増加であることを示した。しかし新生面の量は初めは繰り返し数とともに単調に増加し、やがて途中で飽和する傾向にある。そのためEEも同様な挙動をとると考えるのが普通であるが、実際にはFig.3のようにピークを持つ。この点を解明するための実験結果がFig.6である。これはEEがピークを示した後に繰り返しを中止し、その後再び疲労させたものである。応力を除くとEEは最初急

Fig.6 Effect of interrupting cyclic work on exoelectron emission.

Photo.2 Scanning electron microphotograph of fatigued specimen.

$\sigma_{\text{nominal}} : \pm 4.1 \text{ kg/mm}^2$, 20% life, 18000 cycles

激に、やがて徐々に減衰する。EEの減衰については前報⁽¹⁾でも詳しく述べてあるが、ここでの減衰の意味は新生面が現われてEEが増加しては減衰するという過程の繰り返し、積分された形で観測されている。したがって新生面が現われる速度よりも減衰の方が優先した時期がEEのピークとなる。Photo.2はピークを過ぎた直後の走査電子顕微鏡写真であるが、この時点では応力集中の大きい切欠部の試料軸の45°方向付近で、すでに初期クラックの発生が認められる。すなわちEEピークの付近から損傷は内部に進展してゆき、表面に起る変化はほぼ飽和するといえる。

4. S-N 曲線との対応

前節でEEピークの意味について考察した。ここではそのピーク位置に着目し、応力振幅を変化させた場合、疲労寿命とEEピークに関連があるかどうか調べた。その結果をFig.7に示す。これによるS-N曲線とピーク位置は非常に良い対応を示しており、いずれの場合も寿命の10~20%にピークがあることがわかる。したがって逆にEEピークの位置が測定されれば寿命のおおよその予測ができることになる。なお最近駒井⁽⁷⁾は、耐食アルミニウム合金焼鈍材について、 $1 \sim 2 \times 10^{-5}$ Torrの真空中で、疲労試験

Fig.7 Comparison S-N curve with exoelectron emission peaks.

と電子増倍管によるエキソ電子放射の同時測定を行ない、Fig.7と同様の挙動を示すことを報告しており、材料あるいは測定方法の違いなどを考慮すれば大変興味深い。

5. 工学的応用の可能性

一般の使用状況下における疲労破壊は、突如予告なしに起るのが普通である。したがって初期疲労割れの検出方法が工学的には非常に重要な問題となってくる。従来、実験室的に初期疲労割れの発生点を予測するには、一般に疲労損傷曲線によるのが普通である。しかしこの方法は多数の試料と長時間を要し、また試料ごとの疲労寿命のばらつきを考慮すれば、かなり困難な実験といえる。そのためこの損傷曲線の検出、あるいはそれに対応する物理量の変化を見出そうという種々の試みが古くからなされてきた。すなわち(1)光学的方法、(2)電気抵抗の変化、(3)機械的性質の変化、すなわち(a)内耗測定、(b)衝撃値の変化、(4)めっき応力測定法⁽⁸⁾、(5)Acoustic Emissionの測定⁽⁹⁾⁽¹⁰⁾などがあり、それぞれ一長一短を有する。

本実験結果の特徴は

(A)得られたEE曲線のピーク値(そのサイクル数)が、そのまま表面での疲労損傷の飽和点にほぼ対応することであり、同じ表面観察でも光学的方法に比べてはるかに定量性がある。

(B)非接触型であり、被測定面積が広く、大気中で操作が簡単であり、長時間の連続測定に向いている。

という点に要約される。EEのピーク値が損傷曲線とどのように対応するかについては、今後検討する必要があるが、EE測定法は疲労損傷の評価に、かなりすぐれた方法といえる。

なおEE感受性の低い金属あるいは合金の場合にも、危険断面にアルミニウム箔を歪ゲージのように張り付け、そのEEを連続的に測定することにより、損傷の程度を把握し、寿命を予知することが可能であると考えられる。

IV. 結 言

純アルミニウム焼鈍状態の疲労損傷にともなうEEを大気中にて極微量電流計で測定し、表面観察の結果と対比させた。その結果EEは初期に繰返し数とともに増加し、寿命の10~20%でピークを示した。EEの増加は繰返しによって表面に生ずる異常すべり帯の生成による新生面の増加に対応し、EEの減衰が新生面の生成速度を上まわった時点でピークを生ずる。ピーク位置直後では初期クラックの生成が認められ、表面組織の顕著な変化の飽和点に対応する。このピーク位置は繰返し応力に依存せず、したがってEEを追跡することにより、寿命の10~20%で疲労破壊を予知することができる。またこの方法は純アルミニウム焼鈍状態以外の、純金属、合金などの疲労損傷の評価に拡張し得る可能性がある。

本研究にあたり、試料の調製および疲労試験にご協力いただいた本学大学院生 本田正春氏、ならびに実験にあたり便宜をはかっていただいた本学金属塑性加工工学研究室の方々に深く感謝いたします。

本研究の一部は文部省科学研究費によったことを付記し、謝意を表する。

文 献

- (1) 品田 豊, 斎藤安俊, 本間恒夫 : 金属学会誌, **41** (1977), 517.
- (2) C.Chr.Veerman : Mater.Sci.Engng., **4** (1969), 329.
- (3) W.J.Baxter : Vacuum, **22** (1973), 571.
- (4) W.J.Baxter : Met.Trans., **6 A** (1975), 749.
- (5) S. A. Hoenig, C. A. Savitz, W. A. Ott, T. A. Russel and M. T. Ali : ASTM Special Technical Publication 515, (1972), 107.
- (6) 竹内 栄, 本間恒夫 : 金属学会誌, **29** (1965), 843.
- (7) 駒井謙治郎 : 金属学会誌, **40** (1976), 964.
- (8) 大久保 隆 : 銅めっき応力測定法, 朝倉書店, (1964), 11.
- (9) 今中拓一, 佐野謙一, 清水真人 : 金属学会会報, **12** (1973), 871.
- (10) 羽田野 甫 : 材料, **24** (1975), 974.