研究

電着銅単結晶薄膜の疲れき裂に関する研究*

萩生田 善明** 松 永 正 久**

Fatigue Cracks in Electrodeposited Copper Single Crystal Film

Yoshiaki HAGIUDA, Masahisa MATSUNAGA

In order to investigate the fracture process of electrodeposited metal film and the mechanism of crack initiation, fatigue tests of the electrodeposited copper single crystal film were performed. The electrodeposited single crystals with crystal orientation of {001}, {110} and {111} were prepared by vacuum evaporation and electrodeposition. The crack initiation was originated at extrusion and intrusion, whose cross-sections cut by an ultramicrotome were observed by electron microscope. A unique pattern in thin film was found in which the extrusion and intrusion initiated along the common slip plane on the surface and on opposite sides. Initiation form of fatigue cracks can be roughly estimated from the crystal orientation. However, as is seen in the specimen with {110} plane and $\langle 001 \rangle$ stress axis, crack growth was sometimes remarkably suppressed due to action of Cottrell's sessile dislocation. The growth rate of cracks propagated from a notch by shearing stress was found to be constant. Crack initiation process accorded with stochastic process, and frequency of initiating cracks depended upon crystal orientation.

1. 緒 言

金属をプラスチックに電着した複合材料の機械的性質は電着金属の強さに多く依存する。先に ABS プラスチックに微細な結晶粒の銅を電着した材料の疲れ試験を行い、均等な応力の試験片の金属表面に様に分布した直線状のき裂の発生を観察しこの材料の破壊機構を考察した¹⁾²⁾。き裂の形態に及ぼす因子のうち結晶粒度の影響が認められ電着単結晶の疲れ挙動と比較する必要があるが、従来は実験が行われていない。本報告では電着銅単結晶を作製しプラスチックに接着して先の実験と類似の力学的条件の下で疲れ試験を行い、き裂の発生機構、方位依存性、応力集中源との関係などを検討した。

電着単結晶は転位密度が大きく双晶も含まれ、完全性は他の方法による結晶に劣るが、一様な厚さの薄膜が得られ、ミクロトーム超薄切片法の試料作製に適している。本実験ではこれを利用してバルクの試験片ではみられない結果も得られた。双晶のき裂発生に及ぼす効果はその境界近くの固執すべり帯の形成などであり、すべりによるき裂と類似しているといわれ、その差異の解明には透過薄膜による電顕観察が必要であるが、ここでは触れなかった。Sard ら³⁾は、KCl を種結晶として真空蒸着と

電着によって {001} 面の銅単結晶を作製し、引張試験による機械的性質と塑性変形後の結晶構造を調べている。

本実験ではこの方法を応用して、{001} 面のほか、{110} および {111} 面をもつ結晶の疲れ試験片を作製し応力軸を自由に選択して広範囲な実験を可能にした。

2. 実験方法

2.1 電着銅疲れ試験片

疲れ試験片は、図 1 のような形状の ABS プラスチック平面曲げ試験片の固定端より 25 mm の位置に電着銅単結晶を固定した。単結晶の寸法は {001} 面で 10×10 mm, {110} 面で 10×14 mm の四辺形, {111} 面では一边が 14 mm の三角形である。固定法は、種結晶 KCl を {001} 面はへき開し, {110} と {111} 面に対しては研摩 (若島の方法⁴⁾) により所定の面を創成して真空中で 340°C に加熱して銅を蒸着した。次に徐冷して KCl をつけたまま銅面をプラスチック試験片に接着し水中で KCl を溶かした後その面に電着した。浴組成は CuSO_4 80 g/

図 1 試験片形状 (単結晶寸法は {110} の場合を示す)

* 原稿受付 昭和 52 年 5 月 6 日。昭和 51 年度 精機学会春季大会学術講演会 (昭和 51 年 4 月 6 日) にて発表。

** 正 会 員 東京大学生産技術研究所 (東京都 港区 六本木 7-22-1)

1, H_2SO_4 15 ml/l, 電流密度 2 mA/cm^2 とした. 電着面は特有な凹凸を形成するので電解研磨により平坦にした. 電着厚さは超薄切片法試片では数 μm ~10 μm , その他の場合は 20 μm である.

2.2 疲れ試験

板ばね疲れ試験機 (カム駆動 210 c. p. m.) を使用し, ひずみ振幅 $\epsilon_a = 0.69 \sim 1.50 \times 10^{-3}$, 平均ひずみ $\epsilon_m = 0$, 繰返し数 $N = 1 \times 10^5 \sim 3 \times 10^6$ である. この条件で試験片のプラスチック部分は破断せず金属部分のみ損傷をうける.

試験した試料の結晶面と応力軸の組合せは, $\{001\}$ 面に対し $\langle 100 \rangle$, $\langle 210 \rangle$, $\langle 110 \rangle$, $\{110\}$ 面に対し $\langle 110 \rangle$, $\langle 001 \rangle$, $\langle 211 \rangle$, $\langle 111 \rangle$, $\{111\}$ 面に対し $\langle 110 \rangle$, $\langle 211 \rangle$ である.

2.3 き裂の観察, ミクロトーム超薄切片法

き裂の形態は, 光学顕微鏡及びレプリカ法とミクロトーム超薄切片法を用いた電子顕微鏡により観察した. 超薄切片法は, き裂の発生した試片をゼラチンカプセル中に液状のエポキシで埋込み重合固化してトリミングの後, き裂の断面をもつ 500~1000 Å の厚さの切片として検鏡するものである.

3. 実験結果及び考察

3.1 疲れによるすべりと, き裂の発生

金属に繰返し負荷を与えると, 疲れ硬化が進み固執すべり帯に伴って突出し (extrusion) と入り込み (intrusion) が形成される. これらは結晶のすべり面に沿って表面に層状の凹凸を生じるが, すべり又はき裂として明確な定義を与えることはかなり困難である. 電着単結晶の疲れ挙動も同様な過程を経るが, レプリカ観察により前駆現象としての微細なすべりととの関係が比較的明りょうに示され, 後述の断面観察とあわせて, 突出しと入り込みをき裂の発生として取扱うことが妥当と考えられる.

図2は, $\{001\}$ 面結晶を $[100]$ 応力軸で試験した場合のレプリカ観察である. 母地に $[110]$ 及び $[1\bar{1}0]$ 方向の 90° で交差した 500 Å 前後の等間隔のグリッド状のすべり線が現れる. これは繰返しすべりの非可逆な部分の蓄積によるもので, 結晶面と応力軸の組合せにより形態と間隔に差異がある. Basinski ら⁵⁾ は, バルクの銅単結晶のすべり線を観察し, 発生の際のひずみは均等であり, 1 方向の変形によるすべりよりも微細であるとしている. また, 固執すべり帯を含む突出しと入り込みは, このすべり線からの連続的過程として同じ方向に形成される. 図の凹凸の黒い部分は突出しの盛上がりの斜面を示し, 白い部分は入り込みに相当し, 見掛け上母地と不連続な様相を現す. この形態は下部構造の転位セルは周囲

図2 疲れによるすべりと突出し, 入り込みの形成 (レプリカ)

図3 突出しと入り込み (ミクロトーム切片法)

と不均衡な高い塑性ひずみをもち, 転位双極子の運動によるものとされているが, レプリカ観察では不明な部分もあり断面観察が必要である.

3.2 超薄切片法による突出しと入り込みの観察

突出しと入り込みの観察は, 斜め切断法, レプリカ法, 走査電顕などが用いられ多くの知見が得られている. Forsyth⁶⁾ は, 最初に 0.1 μm の舌状の突出しのみを示し, Laufer ら⁷⁾ や, その後の多くの観察では突出しと入り込みの一对が隣接してつくられるとされている. 本実験で用いた超薄切片法は他の手法より形態のゆがみが少なく, 入り込みの細部をかなり明確にとらえることができる. これによって種々の型について検討し薄膜特有の形態も見出した. いずれの場合も形成機構に本質的差異はないと考えられるが 3 種に分類して考察する.

1) 普通型 バルクの材料の表面で一对として現れる突出しと入り込みを普通型とする. 薄膜では 10 μm 以上の厚さの場合に多くみられた. 図3は, $\{110\}$ 試片表面を $(1\bar{1}0)$ で表し応力軸を $[110]$ とした場合の典型的な突出しと入り込みを示す. すべり面は (111) と $(1\bar{1}\bar{1})$,

(a) 断面は $(1\bar{1}0)$, 入り込みのすべり面は $(11\bar{1})$ (b) 方位関係, 一次すべり系 $[101]$, $[10\bar{1}]$ $\epsilon_a = 1.35 \times 10^{-3}$, $N = 1.5 \times 10^{-5}$, (001) - $[210]$ 応力軸

図4 突出し入り込み (マイクローム切片法)

表面のき裂方向は $[11\bar{2}]$ と $[\bar{1}12]$ で, そのいずれかの断面をとると試片表面に垂直に現れる (図10, 11 参照) 突出しの根元の幅は $0.5 \mu\text{m}$, 先端は微細な層状を示す. また, 図4(a) は (001) - $[210]$ 応力軸の場合で, 傾斜した部分と母地の間は等傾角干渉縞が不連続であり面内で異なった結晶方位を示す. この部分の幅は Lukáš⁹⁾ が示した固執すべり帯のはしご型の転位構造とほぼ同寸法であり下部構造の幅を示すものと考えられる. 図4(b) はこの場合の方位関係と形態を模式的に示す. 入り込みは一次すべり系の $(11\bar{1})$ $[101]$ に沿って形成される. すべり帯の A と B の部分において B の部分のすじがもう一つの一次すべり系 (111) $[10\bar{1}]$ のすべりを表し不連続な面を形成するものと考えられ, 二次すべり系の $[110]$ と $[\bar{1}10]$ の作用も加わって複雑な形態を示す. このように突出しと入り込みは結晶面と応力軸の組合せによって多様に形成される.

2) Cottrell 型 Cottrell⁹⁾ は, 突出しの生じる面に対して傾いた他の面上に入り込みが生じるモデルを提案したが, その存在は立証されていない. 本実験では少数例であるがこの形態が観察された. 図5は (001) - $[100]$ 応力軸の場合で, 離れた位置に突出しと入り込みが生じており, やや完全性を欠くが各々のすべり面が結晶内で交差してモデルの示した形になる. 試片表面の $[1\bar{1}0]$ 方向のき裂を垂直に切断すると突出しの面は (111) , 入り込みの面は $(11\bar{1})$ になる. この形態は, Schmid 因子が等しく, 試片表面に交差する対称のすべり系

$\epsilon_a = 1.2 \times 10^{-3}$, $N = 3 \times 10^5$, (001) - $[100]$ 応力軸

図5 Cottrell のモデルに類似の突出し入り込み

$\epsilon_a = 1.2 \times 10^{-3}$, $N = 3 \times 10^5$, (001) - $[100]$ 応力軸

図6 薄膜型の突出しと入り込み (マイクローム切片法)

に現れる.

3) 薄膜型 材料の薄い場合には転位双極子の運動が表裏に貫通する可能性がある. 数 μm の単結晶薄膜において表面と裏面に相似の突出しと入り込みが形成するのが十分な再現性をもって観察され, これを薄膜型とした. 図6は (001) - $[100]$ 応力軸において, $\epsilon_a = 1.2 \times 10^{-3}$, $N = 3 \times 10^5$ の段階で生じたもので, 入り込みの深さは $0.6 \mu\text{m}$, 幅は $500 \text{ \AA}$ で 10^2 転位双極子に相当する. 寸法は非常に微小であるが, 形態の上からこれをすべりとせずき裂とする根拠の一つになる. また突出しは根元が厚く先端がとがっており, すべりが中心から徐々に外側に移行する経過を示す. 下部構造を形作るセルの中の転位双極子の柱は, May¹⁰⁾ が述べているように必ずしも同じ面を通らずに左右にランダムウォークの運動をすると思われるが, 一旦突出した先端部分は外部応力が及ばず自由表面と根元が交差する応力集中部分に転位が堆積し後続の転位が抑止されると上昇運動が交差すべりにより隣接した外側のすべり面を選択して突出しが進むと考えられる.

以上の3種の分類において薄膜型の形成機構が最も単純にみえるが, 他の場合も同等であり, 普通型のバルクの材料では転位の運動が表面に限定され平行なすべり面であり入り込みの部分の転位が交差すべりにより突出しの部

表1 (001) 面単結晶のすべり系と応力軸
および Schmid 因子

き裂 方向	すべり系		応力軸に対する Schmid 因子		
	すべり面	すべり 方向	[100]	[210]	[110]
[110]	(111)	[101]	0.408	0.492	0.408
		[110]	0.408	0.262	0
		[011]	0	0.223	0.408
[110]	(111)	[101]	0.408	0.492	0.408
		[110]	0.408	0.262	0
		[011]	0	0.226	0.408
[110]	(111)	[110]	0.408	0.262	0
		[101]	0.408	0.179	0
		[011]	0	0.083	0
[110]	(111)	[110]	0.408	0.262	0
		[101]	0.408	0.179	0
		[011]	0	0.083	0

注 き裂方向は Schmid 因子が対応するすべり面と (001) 面との交線になる

図7 (001) 面単結晶方位関係

分に移動し, またき裂の長手方向の転位の移動も生じるものと考えられる。

3.3 き裂形成の方位依存性

単結晶の疲れき裂発生に関しては明確な方位依存性があり面心立方金属では塑性変形の場合と同様 {111} 面において Schmid 因子の最大となる方向が一次すべり系としてき裂の発生に有利である。一次すべり系と二次すべり系の差が大きいと一次すべり系のみなき裂が現れ, Schmid 因子が等しく応力軸に対してすべり系が対称的

$\epsilon_a = 1.35 \times 10^{-3}$
 $N = 1.5 \times 10^5$

(001)-[210] 応力軸

図8 き裂の発生 (レプリカ)

になるとき交差したき裂を生じる。しかし転位の配置により特異な形態を現す場合もある。多結晶の試験片表面は一定の応力軸に対して個々の粒子は種々の方位をもち, き裂は発生しやすい粒子から開始される。それゆえ, 単結晶の方位依存性を検討することは意義がある。

3.3.1 {001} 面単結晶

(001) 面単結晶について, 応力軸に対するすべり面, すべり方向, Schmid 因子及びき裂方向を表1に, これらの関係の模式図を図7に示す。

1) [100] 応力軸——一様に分布した交差き裂 各すべり方向の Schmid 因子は等しく, き裂は試片表面とすべり面との交線 [110] 及び [110] に交差し, 常に一様に分布して現れる。き裂長さは5~10 μm である。図2はこれらのき裂 (突出しと入り込み) の例を示す。

2) [210] 応力軸——1方向に優勢なき裂 応力軸を [100] から $26^\circ 34'$ 回転した方向が [210] である。表1と図4(b) から, すべてのすべり方向がき裂発生に関与しており, 一次すべり系は (111) [101] と (111) [101] で, Schmid 因子は最大であり二次すべり系との差が最も大きいので, 一次すべり系と試片表面との交線である [110] に顕著なき裂が現れる。図8は, この方向に伸びたき裂の形態を示す。広い面積では分布して発生し, これに垂直な [110] 方向にもわずかに現れる。

3) [110] 応力軸——1方向の波状すべりき裂 この応力軸では (111) と (111) 面のすべり系と試片表面との交線 [110] 方向のみにき裂が生じる。図9のように波状すべりを伴うのが特徴で, き裂方向が応力軸と垂直であるため形態がひずむものと考えられる。

3.3.2 {110} 面単結晶

試片表面を (110) とした場合の応力軸に対するすべり面, すべり方向, Schmid 因子及びき裂方向を表2に示す。図10は, これらの関係の模式図である。

1) [110] 応力軸——伸長した交差き裂 明確な方

$$\epsilon_a = 1.2 \times 10^{-3}$$

$$N = 1.5 \times 10^5$$

(001)-(110) 応力軸

図9 き裂の発生 (レプリカ)

表2 (110)面単結晶のすべり系と応力軸
および Schmid 因子

き裂 方向	すべり系		応力軸に対する Schmid 因子			
	すべり面	すべり 方向	[110]	[001]	[112]	[111]
[112]	(111)	[110]	0	0	0	0
		[011]	0.408	0.408	0.272	0
		[101]	0.408	0.408	0.272	0
[112]	(111)	[101]	0.408	0.408	0	0.272
		[110]	0	0	0	0
		[011]	0.408	0.408	0	0.272
[110]	(111)	[110]	0	0	0.272	0.272
		[101]	0	0.408	0.136	0
		[011]	0	0.408	0.408	0.272
	(111)	[101]	0	0.408	0.408	0.272
		[011]	0	0.408	0.136	0
		[110]	0	0	0.272	0.272

注 き裂方向は Schmid 因子が対応するすべり面と
(110)面との交線になる

位依存性があり、対称的なき裂が交差して現れる。図11は光学顕微鏡による典型的なき裂を示し、その方向は試片表面と(111)及び(111)面との交線[112]と[112]となり、交角は $70^\circ 32'$ 、応力軸に対して $54^\circ 44'$ である。レプリカ観察では300 Å前後の等間隔のすべり線に沿って発生し、間隔はせまく長く伸びる傾向がある。発生の下限値は、 $\epsilon_a = 0.69 \times 10^{-3}$ において $N = 1 \times 10^5$ であった。

2) [001] 応力軸——Cottrellの不動転位の作用

前項の[110]応力軸を 90° 回転し[001]応力軸とすると表2により Schmid 因子は同値で関与するすべり方向は8となる。き裂は[112]と[112]のほか[110]方向にも生じるはずであるが、 $\epsilon_a = 1.38 \times 10^{-3}$ 、 $N = 3 \times 10^6$ としてもき裂らしいものは現れず、他の応力軸の場合と全く異なった様相を示した。図12の光学顕微鏡観察によ

図10 (110)面単結晶方位関係

$$\epsilon_a = 1.2 \times 10^{-3}$$

$$N = 1 \times 10^5$$

(110)-(110) 応力軸

図11 き裂の発生 (光学顕微鏡)

$$\epsilon_a = 1.38 \times 10^{-3}$$

$$N = 1.5 \times 10^6$$

図12 (110)-[001] 応力軸の場合の疲れ試験後の
試片表面 (光学顕微鏡)

ると亜粒界をもつ二次元的な曲面のセルを形成しているようにみえる。その理由はこの結晶面と応力軸の組合せでCottrellの不動転位の反応によりすべりが阻止される条件にあるためと考えられる。図10を参照するとすべり面(111)と(111)上の転位はそれぞれ $a/2 [101]$ と

($\bar{1}10$)-[111] 応力軸
図 13 き裂の発生 (レプリカ)

(111)-[112] 応力軸
図 14 き裂の発生 (レプリカ)

$a/2[011]$ のバーガスベクトルをもち、その各々が $a/6[112]$ と $a/6[1\bar{1}2]$ に分解し、さらに ($\bar{1}10$) 面上でエネルギーの最も小さい $a/6[110]$ のバーガスベクトルをもつ転位となり、すべりを生じないといわれる¹¹⁾。この相互作用の結果、転位の高密度な亜粒界を生じると推定される。透過電顕の観察はしていないが、レプリカ観察では局部的に 500 Å 前後のすべりが $[112]$ と $[1\bar{1}2]$ 方向で直線状に $[110]$ 方向で波状に現れているのみである。

3) $[112]$ 応力軸——1 方向の整列と波状き裂
Schmid 因子の最大な $[011]$ 及び $[101]$ と試片表面との交線 $[110]$ 方向に優勢なき裂とすべりが生じる。光学顕微鏡観察では 1 方向に直線状に整列し、微弱的二次の $[11\bar{2}]$ のき裂が混在する。レプリカ観察では二次すべり系との相互作用により波状すべりが現れる。

4) $[111]$ 応力軸——2 方向に不均衡な形態のき裂
表 2 と図 10 を参照すると、Schmid 因子の等しい 6 方向がき裂の発生に関与するが、応力軸に対して ($\bar{1}11$) と ($1\bar{1}1$) は対称で ($11\bar{1}$) は非対称なので種々の複雑な様相を現す。図 13 はそのうち比較的単純なすべりの形態を示す。 $[110]$ 方向のき裂はすべり面が試片表面と $35^\circ 16'$ 傾いており、また $[112]$ 方向のき裂の干渉をうけ不均衡で波状のすべりを伴ったき裂となる。 $[112]$ 方向のき裂はすべり面が試片表面と垂直であり直線状に現れ、 $[110]$ のき裂と $54^\circ 44'$ の角度をもつ。

3.3.3 $\{111\}$ 面単結晶

(111) 面結晶に対し $[10\bar{1}]$ 及び $[11\bar{2}]$ 応力軸について実験を行ったが、いずれの場合も 60° の交角のすべり及びき裂を生じる。図 14 は $[11\bar{2}]$ 応力軸によるもので Schmid 因子の大きい二つの方向にすべりを生じ、これに沿ってき裂が現れる。

3.4 応力集中源からのき裂伝ば

疲れき裂の発生と伝ばの過程について、Forsyth¹²⁾は

($\bar{1}10$)-[110] 応力軸
図 15 応力集中源からのき裂伝ば (光学顕微鏡)

図 16 電着銅単結晶き裂伝ば速度

段階 I、段階 II に分類し、段階 I ではき裂は結晶学的すべり面上の最大せん断応力方向に形成され、次いで段階 II で最大引張応力に垂直に方向を転じて伝ばするとしている。結晶粒の微細な電着銅多結晶の応力集中源からのき裂は段階 II の様式で伝ばする²⁾。

(110)-[001] 応力軸

図 17 応力集中源からのき裂伝ば (光学顕微鏡)

電着単結晶のき裂は、平滑試片では結晶のすべり面に沿って伝ばし段階 I に相当する過程がかなり永続する。応力集中源のある試片では結晶面と応力軸の組合せにより差異があるが、多くの場合すべり面に沿った段階 I き裂が進展し、ある段階で交差すべりにより徐々に方向を変え段階 II に遷移する傾向を示す。図 15 は (110)-[110] 応力軸の試片のピットに生じたき裂で [112] 方向に沿って進展し若干のずれを生じながら方向を変えるが、明確な段階 II に至らずせん断応力によるき裂進展の様式を示す。このようなき裂の伝ば速度を調べるため、(001) 面の 10×10 mm の試片に 0.2×0.2 mm の四辺形の小孔をあけ [210] 応力軸として試験した結果、き裂はほぼ [110] 方向に進展し図 16 に示すように伝ば速度は他き裂との干渉の起こらない範囲では 4 Å/cycle 前後で一定であった。McEvily ら¹³⁾ はアルミニウムの単結晶の切欠きからの段階 I き裂の伝ば速度は一定であることを示した。

一方、図 17 に示す (110)-[001] 応力軸の試片の場合に、ピットから生じるき裂は最大引張応力に垂直な方向に一致した [110] 方向に進展する。この方向は前述のように Cottrell の不動転位の作用によりすべりが生じにくいので、き裂はせん断の形態をとらず、電着多結晶の場合と同様段階 II の様式をとり、[112] と [112̄] の微細なすべりを伴いながら波状に開口して進展するのがみられる。

3.5 き裂発生過程

電着銅多結晶の表面に分布して形成するき裂の発生過程には統計的法則性が認められている²⁾¹⁴⁾。単結晶の場合には特に結晶面と応力軸の組合せにより差異がある。いま、き裂が分布して発生しやすい (001) 面の試片において [100], [210] 及び [110] を応力軸とし一定の繰返し数ごとに顕微鏡写真をとり、2 μm 以上のき裂の発生数を読取ると図 18 の実線で示すような発生数の推移を表す

曲線が得られる。

一方、宮本¹⁴⁾ は、き裂発生過程について確率論的研究を発表した。この理論によると、繰返しひずみが進み、硬化が飽和した段階でき裂形成に従事する転位の区画が一定数存在すると考え、その数を m とする。この区画が限界深さ Z_c に達したものがき裂として伝ばし始める。ここで $Z_c = rb \cdot x_c$ とし、 Z_c を rb を単位にして無次元量 x_c で表す (b : バーガースペクトル, r : 正整数)。繰返し数 N において試片表面に見出されるき裂数を

$$\nu = m F_N(x) \quad (1)$$

で表す。 $F_N(x)$ は N において限界値 x に達する確率で、

$$F_N(x) \approx 2\{1 - \Phi(x/\sqrt{N})\} \quad (2)$$

で表す (Φ : 正規分布関数)。

これらの関係を実験結果に適用するには図 18 においてき裂相互の干渉の起こらない基準繰返し数 N_s 及びこれに対応する基準き裂数 ν_s を実験値から求め、 x_c を仮定して式 (1), (2) を用いると転位の区画数 m が定まる。次に N より前の繰返し数に対する ν を順次求めると破線の理論曲線となる。図 18 (a) は [100] 応力軸の場合で、 $N_s = 1.2 \times 10^5$, $\nu_s = 592$ を読取り、 $x_c \approx 350$ とすると初期以外は実験値に一致する。図 18 (b) は [210] 応力軸、図 18 (c) は [110] 応力軸の場合で、部分的不一致もあるが、電着単結晶のき裂は一定の確率過程によって発生することがわかる。またこれらの曲線から発生数に関して定性的に次のことが推定される。

- (1) 各応力軸について、基準繰返し数におけるき裂発生速度を $\nu_s - \nu_{s-1} / N_s - N_{s-1} \equiv \Delta\nu / \Delta N$ (個/1×10⁴/0.1 mm²) として算定すると、 $\Delta\nu / \Delta N[100] = 41.5$, $\Delta\nu / \Delta N[210] = 1.060$, $\Delta\nu / \Delta N[110] = 369$ となる。Schmid 因子が最大の [210] のき裂発生速度が大きく、飽和き裂数と共に方位依存性が大きいことを示す。

- (2) 宮本・千葉理論では x_c が小さい程き裂発生数は

大きくなる。電着厚さが小さいと転位の運動の深さが制限されて x_c が小さく発生数が大きくなるであろう。Schmid 因子の等しい [100] と [110] の試片

のき裂発生速度と飽和き裂数に差があるのは、負荷状態の相違もあるが、試片作製の際、電着厚さが [100] は $24 \mu\text{m}$ ($x_c \equiv 350$ とした), [110] は $10 \mu\text{m}$ ($x_c \equiv 250$ とした) と差が生じたためと思われる。

4. 結 論

電着銅単結晶薄膜の疲れき裂発生過程において観察される種々の現象を検討し次の結論を得た。

- (1) 電着銅単結晶のき裂は突出しと入り込みとして発生する。断面の観察によると、電着厚さが大きいと普通は試片表面に一对が隣接して形成されるが、Cottrell のモデルによる型も観察された。電着厚さが数 μm の場合には、同一すべり面に沿って表面に突出し、裏面に入り込みが生じる型が見い出され、転位の運動による形成機構を示唆した。また結晶面と応力軸により形態が異なる。
- (2) 試片表面でみるき裂は明確な方位依存性があり、Schmid 因子により対称あるいは 1 方向などに種々の形態を現すが、Cottrell の不動転位が作用する場合はすべりき裂はみえず亜粒界をもつ表面を形づくる。
- (3) 応力集中源からのき裂はすべり面に沿って段階 I として進展し、次いで段階 II に遷移する傾向を示すが、せん断応力によるき裂進展の様式をとり、伝ば速度は一定である。また応力軸により段階 II の形態を示す場合もある。
- (4) き裂の発生過程を示す統計の実験値は、宮本・千葉の確率論による理論値に一致し、確率過程であることが示された。また、き裂発生数にも方位依存性があり電着厚さの影響がある。

終わりに、種々御教示を賜った、東大工学部・宮本博教授、日立製作所・千葉矩正博士、東大生研・石田洋一助教授、並びに御援助をいただいた内藤敏氏、輪竹千三郎氏に深甚な謝意を表します。また実験に協力された上野洋司氏、佐藤孝氏に感謝いたします。本研究は文部省科学研究費の援助によるものであり謝意を表します。

文 献

- 1) 松永正久, 萩生田善明: メッキした ABS 樹脂の疲れ特性, 金属表面技術, **21**, 12 (1970) 648.
- 2) 松永正久, 萩生田善明: プラスチックにメッキした表面の疲れ分布き裂に関する実験的研究, 日本機械学会講演論文集, 720-1 (1972) 125.
- 3) R. Sard and R. Weil: Structure of Electrodeposited Copper Single Crystals—I: Before Plastic Deformation, —II: After Plastic Deformation, Electrochimica Acta, **15**, (1970) 1977, 1991.

- 4) K. Wakashima, M. Fukamachi and M. Nagakura: Preparation of Step-free Single Crystal Metal Films with Desired Surface Orientations by Means of Vacuum Evaporation, Japan. J. Appl. Phys., 8, (1969) 1167.
- 5) S. J. Basinski, Z. S. Basinski and A. Howie: Early Stages of Fatigue in Copper Single Crystals, Phil. Mag., 19, (1969) 899.
- 6) P. J. E. Forsyth: Slip-band Damage and Extrusion, Proc. Roy. Soc., A 242, (1957) 198.
- 7) E. E. Laufer and W. N. Roberts: Dislocations and Persistent Slip Bands in Fatigued Copper, Phil. Mag., 14, (1966) 65.
- 8) P. Lukáš, M. Klesnil and J. Krejčí: Dislocations and Persistent Slip Bands in Copper Single Crystals Fatigued at Low Stress Amplitude, Phys. Stat. Sol., 27, (1968) 545.
- 9) A. H. Cottrell and D. Hull: Extrusion and Intrusion by Cyclic Slip in Copper, Proc. Roy. Soc., A 242, (1957) 211.
- 10) A. N. May: A Model of Metal Fatigue, Nature, 185, 4709, (1960) 303.
- 11) 例えば, 鈴木秀次: 転位論入門, アグネ (1967) 178.
- 12) P. J. E. Forsyth: A Two Stage Process of Fatigue Crack Growth, Proc. Crack Propagation Symp. 1, Cranfield, (1961) 76.
- 13) A. J. McEvily, Jr. and R. C. Boettner: On Fatigue Crack Propagation in F. C. C. Metals, Acta Metall., 11, (1963) 725.
- 14) 宮本 博, 千葉矩正: ランダムウォークによる疲労き裂発生モデル, 日本機械学会講演論文集, 720-1 (1972) 41, 720-9 (1972) 13, 730-7 (1973) 187.

—表紙写真説明—

高分解能電子マイクロメータ デジタルゲージ EC-5502

特長

本機はセンサーとして原理的に無限の分解能を持つ差動トランスを組込んだゲージヘッドを採用し, その特性を新設計の同期検波モジュール, アナログ-デジタル変換用 LSI, マイクロプロセッサ, 大型 LED 表示といった最新の電子技術を最大限に活かし, $0.01 \mu\text{m}$ の分解能と $0.1 \mu\text{m}$ の安定した測定を可能にした。

変位量を直接カウントするエンコーダ式は構造的に分解能が $1 \mu\text{m}$ 程度が限界であるのに対し, 差動トランス式は機械的変位量をより安定に電気的变化に変換した後, 最新のデータ処理技術を駆使して可能な限りの分解能を得ることができる。直線性の向上, 長期の安定性, 高い信頼性, 確実な選択機能と多くの面での性能 UP と共に, オプションも RC-IB, IEC-IB, BCD 出力, アナログ出力と豊富で, 検査や研究に, 生産ラインの自動計測や品質管理にと新しい計測システムをになう電子マイクロメータの最新作。

性能諸元

種 類	EC-5501	EC-5502
指示範囲	$\pm 1999 \mu\text{m}$	$\pm 199.9 \mu\text{m}$ $\pm 19.99 \mu\text{m}$
目 量	$1 \mu\text{m}$	$0.1 \mu\text{m}$ $0.01 \mu\text{m}$
精度	$\pm 0.2\%$	$\pm 0.3\%$ $\pm 0.5\%$
	$\pm 1 \text{digit (at } 25^\circ\text{C)}$	同左 同左
ゼロ安定度	電源投入 10 分以後	0.1%
増幅度安定度	電源投入 10 分以後	0.1%
温度ドリフト		$0.01\%/^\circ\text{C}$
応答速度	30 msec	繰返し 2 回/sec
電氣的ゼロ調整範囲	C coarse $100 \mu\text{m}$ Fine $7 \mu\text{m}$ min	
演算モード	+A, +B, -A, -B, +A+B, +A-B, -A+B, -A-B	
選択設定範囲	———	上限, 下限とも ± 1999
選択設定ステップ	———	各レンジとも目量と同じ
選択判別出力	———	+NG, G6, -NG (表示及び信号出力)
外形	約 $200\text{W} \times 99\text{H} \times 270\text{D}$	約 $280\text{W} \times 99\text{H} \times 270\text{D}$
重量	約 3.6 kg	約 5.5 kg
使用条件	温度 $0^\circ \sim +40^\circ\text{C}$	湿度 max 90%RH
電源	AC $100\text{V} \pm 10\%$	50/60 Hz 共用
適合ゲージヘッド	GT21/GT22/GT31/GT41/GT42	

オプション

- 001 RC-IB インターフェイスユニット
- 002 IEC-IB インターフェイスユニット
- 003 BCD 出力ユニット
- 005 アナログ出力ユニット (フルスケール $\pm 10\text{VDC}$)

主要製品

- * コンピュータシステムエンジニアリング
- * コンピュータインタフェイス
- * 電子計測システム
- * データ収集及び分析システム

DIGITAL 技術の極限を追究する!

EECC 栄城エレコン株式会社
EIJO ELECTRONIC CONSULTANT CO. LTD.

東京都調布市富士見町2-10-18
〒182 TEL (0424) 85-4858 (代表)