Development of in-situ AFM observation system
for environmentally induced damage under dynamic loading conditions

正 箕島 弘二 (京大工) 〇学 尾家 圭亮 (京大院)
正 駒井 謙治郎 (京大工)

Kohji MINOSHIMA, Yoshiaki OIE and Kenjiro KOMAI
Department of Mechanical Engineering, Kyoto University,
Yoshida-Honmachi, Sakyo-ku, Kyoto 606-8501

In order to clarify the fracture and damage mechanism of machines and structure, in-situ observation by atomic force microscopy (AFM) is effective because AFM is capable of visualizing nanoscopic three-dimensional shapes in various environments - air, vacuum, solution and so on. In this investigation, the in-situ AFM observation system for environmentally induced damage under dynamic loading conditions has been developed. The system was applied to nanoscopic damage observations of environmentally induced cracking of a high-strength martensitic stainless steel. The in-situ nanoscopic observation of cracking process was thereby possible. These observations show that the crack tips of environmentally induced cracking, i.e. stress corrosion cracking (SCC), dynamic SCC and cyclic SCC was sharper than those of fatigue crack in dry air.

Key Words : Atomic force microscopy, In-situ observation, Stress corrosion cracking, Crack opening displacement, High-strength stainless steel

1. 緒言

機械・構造物などの損傷の多くは、環境の影響を受け材料が劣化して腐食疲労や応力腐食割れ(SCC)破壊を生じることに因っている。これらの破壊機構を解明するためには、腐食き裂や表面損傷発生過程を空間的・経時的にかつ高倍率観察を行うことが必要である。原子間力顕微鏡(AFM)は、垂直方向の分解能が特に優れており、nm オーダの3次元形状を測定することができ、また、大気中のみならず、真空中、液中など様々な環境中で観察を行うことができるという特徴を有している。そこで本研究では、AFM と環境対応型動的試験装置を組み合わせることにより、各種環境中で動的荷重を負荷した条件下において、環境ぜい化損傷のその場 AFM 観察を行うことができる環境質制御動的応力下 AFM その場観察装置を開発した。また、これを用いて高強度ステンレス鋼における疲労き裂、環境ぜい化き裂の進展過程をその場観察し、本装置の有用性を確認した。

2. 環境質制御動的応力下 AFM その場観察装置

開発した環境質制御動的応力下 AFM その場観察装置の概観図を Fig.1 に示す。本装置は環境対応型 AFM と環境質制御動的試験装置を組み合わせることにより、各種環境中で動的試験を行いながら、き裂をはじめとする損傷のその場 AFM 観察を行うことができるように設計されている。用いた環境対応型 AFM(Molecular imaging 社製 Pico SPM)は、従来の AFM のようなステージと一体型のもではなく、AFM 探針の走査を行うピエゾ素子が探針の上方に位置している型式のため、動的試験装置等に設置するための十分に広いスペースを確保できる特徴がある。環境質制御動的試験装置は、アクチュエータ、環境質チャンバ、X-Y-Z ステージ等からなる。アクチュエータ(最大荷重:±100N, 最大変位:±2mm)は横型電磁力方式を用いており、正弦波、三角波、パルス波などの任意の応力波形を試験片に負荷することができる。また、環境質チャンバ内に試験機本体を設置してい

るため、真空や乾燥空気など環境質を制御することができる。X-Y-Z ステージは、AFM 観察を行うために試験片位置を移動させる目的に使用されるものである。Z 軸には分解能 0.5 μ m の高精度ステージを用いており、これにより AFM の探針を試験片に接近させている。AFM その場観察を行うにあたって最も重要な点は、外部からの振動を除去することであり、本装置では除振装置を導入することによって、安定したその場観察像が得られるようにした。

Fig.1 In-situ observation system for environmentally induced damage under dynamic loading conditions.
a: Actuator, b: Dynamic testing machine controller, c: Power amplifier for actuator, d: Environment chamber, e: Sample, f: High precision Z axis positioning stage, g: X-Y positioning stage, h: X-Y-Z positioning stage controller, i: AFM

3. 環境ぜい化き裂のその場 AFM 観察

本開発装置の性能および有用性を確認するために、疲労き裂および環境ぜい化き裂進展過程のその場 AFM 観察を行った。用いた材料は高強度ステンレス鋼 HSL180 であり、その化学成分を Table1 に、機械的特性を Table2 に示す。試験片は厚さ 2mm の DCB 試験片であり、深さ 1mm のサイドグループを試験片の片側だけに加工し、き裂進展のその場観察はサイドグループと反対側の表面に対して行った。

Table 1 Chemical composition (mass %).

C	Si	Mn	P	S	Ni
0.20	0.52	0.56	0.012	0.004	0.99
Cr	Mo	Co	N	Fe	
12.83	2.04	15.67	0.0040	Bal.	

Table2 Mechanical properties.

0.2%Yield strength	Tensile strength	Elongation	Reduction in area
1384MPa	1806MPa	17.9%	48.1%

疲労き裂は、正弦波波形、応力比 $R=0.1$ 、繰返し速度 $f=3\text{Hz}$ で、乾燥空气中(水分含有量 30ppm)において導入した。環境ぜい化き裂については 3% NaCl + 3g/L NH_4SCN 水溶液中の自然腐食条件下の、一定荷重条件下の静 SCC、一定荷重に高繰返し速度の微小振動荷重を重畳させた条件下の動 SCC(正弦波波形, $R=0.9$, $f=30\text{Hz}$)および低繰返し速度の大変動応力下の繰返し SCC(最大荷重負荷時間: 最小荷重負荷時間=9:1 となる負パルス波波形, $R=0.1$, $f=0.1\text{Hz}$)き裂を対象として観察した。静 SCC については電流密度 10A/m^2 のカソードチャージ条件下の観察も行った。AFM 観察は、静 SCC では荷重を負荷したまま、その他の条件では最大応力を一定に保って行った。

疲労と静 SCC き裂先端部の AFM 像の代表例を Figs.2, 3 に示す。Fig.2 より、疲労き裂先端部では塑性変形が生じてくぼんでいるが、Fig.3 の静 SCC き裂では疲労と比べて $K_{\max}$ がほぼ等しいにもかかわらず、き裂先端部のくぼみは小さいことが分かる。動 SCC き裂の AFM 像の代表例を Fig.4 に示す。Fig.4(a)では Fig.3 に示した静 SCC き裂と同様にき裂先端部のくぼみが小さいが、Fig.4(b)で示した場合はき裂の先端部に大きくくぼみが観察された。このように、動 SCC き裂の形態は 2 種類に分類できた。

つぎに、き裂先端から $2\mu\text{m}$ 後方の開口量をき裂先端開口量(CTOD)と定義し、これと $K_{\max}$ の関係を Fig.5 に示す。

Fig.2 AFM image of fatigue crack. ($K_{\max}=14.0\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)

Fig.3 AFM image of static SC crack. ($K_I=14.2\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)

CTOD は、疲労き裂ではばらつきが小さく $K_{\max}$ の増大とともに大きくなる。一方、環境ぜい化き裂では CTOD の値は疲労き裂に比べて小さく、しかも大きくばらつくことが分かる。これは、環境ぜい化き裂では組織や環境等の影響を受けて、き裂が鈍化、再鋭化を繰返ししながら進展するためである。

結言 参考文献 省略

謝辞

本研究は、文部科学省科学技術振興調整費「環境脆化における水素の機能に関する研究」の補助を受けた。また、高強度ステンレス鋼 HSL180 は株式会社住友精鋭工業、仲摩信人氏より提供を受けた。記して謝意を表する。

Fig.4 AFM image of dynamic SC crack. ($K_{\max}=13.0\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)

Fig.5 Relationship between $K_{\max}$ and CTOD.