走査電子顕微鏡による疲労損傷についてのミクロな定量的測定*

菊 川 真** 城 野 政 弘** 安 井 一 雄**
安 達 正 晴*** 稲 田 裕****

Microscopic Measurement of Fatigue Damage by Scanning Electron Microscopy

by

Makoto KIKUKAWA, Masahiro JONO, Kazuo YASUI,
Masaharu ADACHI and Yutaka INADA
(Department of Mechanical Engineering, Osaka University, Suita)

There exist two types of fatigue damage caused by the cyclic plastic strain. One is the damage which is accumulated in the form of a surface irregularity such as slip bands or random notches on the specimen surface and is considered to control the crack initiation life of an unnotched specimen. The other is the decrease of fracture ductility which is found to control the fatigue life at the very high cyclic strain region. So the latter type of damage may contribute to the propagation of the crack at the tip of which the high cyclic strain appears.

In this paper, therefore, in order to obtain some microscopic information about fatigue damage, direct observation of fatigue damage on the specimen surface has been made. Furthermore, new techniques for measuring the amount of the surface irregularity and also the local strain distribution of the very small portion of the specimen has been developed using a scanning electron microscope (SEM). The new techniques have the following characteristics: (1) Electron signals due to the back scattered electrons which depend on the gradient of the reflection surface are analyzed and integrated along a single scanning line with aid of an A-D convertor and a mini-computer to give the profile of that section, and (2) a micro grid of about $1\sim 2\mu\text{m}$ spacing is printed on the specimen surface by so-called "the electron beam exposure of the photo-resist" technique by means of the SEM. Using this grid the microscopic strain distribution within a grain or at the tip of crack can be measured.

(Received Apr. 22, 1974)

1 緒 言^{1)~3)}

筆者らはこれまでに疲労の累積損傷則¹⁾、繰返し速度温度依存性など一連の研究により、疲労試験中試験片の標点間においてマクロに検出測定される繰返し塑性ひずみが、応力因子よりも疲労損傷に直接つながり、疲労を支配する主なマクロ因子であることを明らかにした。一方低繰返し数領域で繰返し表面除去、真空焼準を加えて残留破断延性、疲労寿命の回復を調べた実験より次のことがわかった。疲労損傷にはすべり帯、extrusion, intrusion など、試験片表面の微小な幾何学的形状の変化による表面損傷と、残留破断延性を低下させる bulk な変化である内部損傷との二つがあ

り、極低繰返し数領域を除く通常の場合には表面疲労損傷から発生した疲労き裂が伝ばすることにより、残留破断延性が0になるより先に試験片が破断するので、前者が疲労寿命を直接支配することになるが、疲労き裂が伝ばする際にはその先端部ではひずみがきわめて大きくなることもあり、ある条件では後者の損傷が関与しているのではないと思われる。しかし、いづれにせよ繰返し塑性ひずみにより生ずる疲労損傷は非常に局所的なものであり、本来局所的な破壊現象である疲労の問題をマクロな因子と定量的に結びつけて工学的な要求を満たすためにはミクロな現象の定量的な測定とその統計的な処理が必要となる。したがって、本報では疲労に直接関係し、定量的に測定すべきミクロな現象として、前者の平滑材の疲労寿命を支配する表面損傷については、すべり帯などにより生ずる表面の

* 原稿受理 昭和49年4月22日

** 正 会 員 大阪大学工学部 吹田市山田上

*** 学生会員 大阪大学大学院 吹田市山田上

**** 大阪大学大学院 吹田市山田上

① Specimen chamber of SEM ② Specimen ③ Load cell ④ Piston ⑤ Cylinder
⑥ Servo-valve ⑦ AC-motor ⑧ Worm gear ⑨ Specimen grip

Fig. 1. Mechanical portion of fatigue testing apparatus.

凹凸および試験片表面の結晶粒内のミクロなひずみ分布をとりあげ、後者に関してはき裂先端の微小部の繰返しひずみの分布の測定を考えると、これらのミクロな定量的測定の新しい方法を開発したので、これらの研究のためとくに設計試作した走査型電子顕微鏡の試料室内で疲労試験をしながら試験片表面を直接観察できる小形疲労試験装置とあわせて報告する。

2 疲労試験装置

試験に用いた疲労試験装置をFig. 1に、装置のブロック線図をFig. 2に示す。これは走査型電子顕微鏡（日本電子製 JSM-U3）の試料室内で、たとえばFig. 3 (a)に示す直径3 mm程度の平滑試験片の引張圧縮疲労試験を行ないながら直接表面観察ができるようにし

Fig. 2. Block diagram of fatigue testing apparatus.

(a) Unnotched specimen
(b) Shape and dimension of notch

Fig. 3. Test specimen.

たもので、二系統の駆動装置をもつ 負荷容量±600 kg の引張圧縮試験装置である。一つは電気油圧サーボ方式で0~数十Hzの繰返し速度で試験が可能であり、もう一つは負荷しながらあるいは負荷サイクルの任意の位置で停止して高倍率の観察ができるように可変速モータ⑦を歯車減速器およびウォーム歯車⑧にて減速し、3.2 mm/min から 0.02 mm/min の極低速まで任意の速度でごく滑らかに繰返し負荷できるネジ式のものである。荷重は試験片と直列なロードセル③により検出し、ひずみは試験片両端のつかみ部の変位をひずみゲージを貼った片持梁形式の変位計で検出するが、試験片中央部のひずみを走査電子顕微鏡で直接測定し校正できる。検出した荷重あるいはひずみは増幅した後測定のため出力されるとともにサーボ増幅器へもフィードバックされ閉ループを構成する。なおモータ駆動の場合は、もとより手動でも、正逆転、停止の切り換えを行なえるが、増幅されたひずみ出力でモータ逆転用リミッタを働かせ繰返し負荷を行なうこともできる。さらに試験機全体を試験片軸を中心として回転させることができ、また試験片の位置は軸方向に ±20 mm 左右に ±10 mm、上下に ±15 mm 程度滑らかに移動でき観察を容易にしている。なお観察中試験片は試料室内の真空中 (6×10^{-5} mmHg) で試験されるが、4本の取り付けボルトを抜けば簡単に試験機全体を走査型電子顕微鏡から取りだし、別に用意した真空室あるいは大気中でも試験をできる。走査型電子顕微鏡を用いた観察ではときとして振動が問題となるが、本試験装置では油圧源からの振動を充分シャ断し高倍の観察にも支障のないようにした。

3 表面凹凸の測定

3.1 測定方法

疲労試験中すべり帯などにより生ずる表面の凹凸の

形状を斜めに入り込んだ凹部まで完全に調べるには、斜め切断法などどうしても実際に試料を切断しなければならず、この方法によると試験中連続して変化を追跡することは当然できない。この点不完全とはなるが試験中連続してレプリカを表面から採取し、適当な処理後斜め切断を行なうか、あるいは走査電子顕微鏡にて撮影したステレオ写真の解析を行なえば連続した測定が可能である。筆者らも後者の方法で疲労試験中連続して同一場所のすべりによる凹凸を定量的に測定し、繰返し数とともに凹凸の高さの分散が増加することを報告した⁶⁾。しかしこれらの方法は非常に手間を要し多量の測定を行なうには無理があるのでデータ数が少なく疲労寿命との関係を明らかにするには至らなかった。そこでここには、前述の疲労試験装置を用いて走査電子顕微鏡で表面を直接観察しながら広い範囲の凹凸の測定とその統計的処理を行ない、これらの統計量と疲労寿命の関係あるいはマクロな因子との関係をまず求めることを目的とし、試験中オンラインにしかも自動的に広範囲の表面凹凸の測定が可能な方法として、試料表面の傾斜角度の情報を含む反射電子線の強度を半導体検出器により検出し、これをA-D変換後ミニコンピュータ (HITAC-10 II) で以下に示すような適当な演算処理を行なうことにより表面形状を得る方法を考えた。もとより試料を実際に切断しないこの方法では斜めに入り込んだ凹部の形状を求めることはできないが、これについては比較的少数の試料について別に斜め切断法などにより調べ、上記の統計量との関係を

明らかにしておけばよいと考えられる。

検出器の配置、演算処理方法などは種々考えられるが、ここでは反射電子線の強度が走査方向の傾き（したがって考えている断面内の試料表面の傾き）のみならず走査直角方向の傾きによっても影響されるので Fig. 4 に示すように走査電子顕微鏡の対物レンズ周辺に取りつけた走査方向およびそれと直角方向で相対する四つの半導体検出器を用いてこれを検出した。しかしながら個々の検出器出力と試料傾斜角との関係は Fig. 5 に実線にて走査直角方向に傾きのない場合の検出器 1 の出力を一例として示すごとく、必ずしも一対一対応が得られない。またこの出力は傾斜角度のみならず、試料材質、電子ビーム強度などにも依存するため、傾斜角度の因子のみを取り出し、しかも角度と一対一対応をつけるために、各検出器出力を四つの検出器出力の総和で割り無次元化して用いることとし、それらを検出器 1～4 の出力に対応し RT1～4 で表わす。

Fig. 4. Schematic illustration of arrangement of solid detectors.

Fig. 5. Relation between the out-put of detector 1 and the gradient of a reflection surface.

Fig. 5 の破線は先と同じ条件での RT 1 と試料傾斜角の関係を示したもので角度と出力の一対一対応が得られることがわかる。このようにしてあらかじめ RT 1～4 と Fig. 4 の下部に示す試料面の法線の角度、 θ 、 φ の関係を求めておけば、検出器出力から試料面の角度を求めうることになるが、実際には四つの検出器の対称性から、RT 1 と 2、RT 3 と 4 の大小から符号を判定すれば全範囲の $\frac{1}{4}$ の θ と φ に対して校正曲線を求めておけばよいことになる。このようにして求めた RT 2 (または 1) RT 4 (または 3) と θ 、 φ の関係を Fig. 6 に示す。

表面形状を求めるには、試料上を電子線ビームを走査させ四つの検出器出力を発振器で全サンプリング数が適当な値、たとえば 1000 個になるように同期させながら A-D 変換し、ミニコンピュータで RT 1 と 2、RT 3 と 4 の大小関係を判定して θ 、 φ の符号を求め、大きい方の二つの出力から Fig. 6 を用いて補間により、

Fig. 6. Calibration curves of θ for detector output ratios RT2 and RT4.

両者の出力に対し同じ ϕ を与える試料表面の走査面内の角度 θ の値を求める。しかる後この傾きを走査方向に積分すれば、考えている断面の形状が求まるので、これをD-A変換し、X-Yレコーダに出力する。その後の統計的処理、たとえば高さの分散、頻度などは、計算結果がコンピュータの中に記憶されているので適当なプログラムにより容易に求めることができる。

(a) Photograph of grooves scratched with diamond cone (Secondary electrons image)
(b) Profile along A-A (c) Profile along B-B

Fig. 7. Examples of measurement of surface topography.

この方法により求めた表面形状の一例をFig. 7に示す。これは円すい角 136° のダイヤモンドコーンの引っかかり傷の断面形状で(b)は $\phi=0^\circ$ の場合、(c)は試料を 45° 回転させ、 ϕ が変化する場合であるが、高さ方向に4倍に拡大しているので換算すると(b)の場合対面角は 63° 、(c)の場合は 97° となる。これに対し測定例では、 66° 、 98° となっており、両者とも実際の形状とほぼ合っていると考えられる。

3・2 試験片表面の凹凸の測定例

Fig. 8にFig. 3(a)で示した形状の SAE 1010 低炭素鋼平滑試験片の疲労試験後の表面凹凸の測定例を示す。試験は塑性ひずみ幅4%になるよう全ひずみを制御して行なったもので、破断繰返し数 $N_f=300$ 回後の破断面近傍の試験片表面の凹凸を求めたものである。

(a) Photograph of the specimen surface (Back scattered electrons image)
(b) Profile along A-A

Fig. 8. An example of measurement of surface topography of the fatigue damaged specimen.

(a)は測定場所の反射電子像の写真であり、A-A間を一回走査して、凹凸を計算し、X-Yレコーダに記録したものが(b)である。反射電子像は実際の凹凸に対応して陰影を生ずるが、図に見られる破断時の影響によると思われる大きな溝を含め、測定例の(b)はよく対応していると考えられる。

4 微小ひずみの測定

結晶粒内でのひずみ分布を問題としうる程度にミクロなひずみを測定する方法としては、フォトリソグラフィによるモアレ用格子を用いることが考えられるが、光学的な方法では光の分解能の極限もあり 1000 本/cm が限度で、粗大結晶粒を対象とした変形の測定にはとにかく多結晶粒内のひずみを測定しようとする現

在の目的には不十分である。そこで今回は、市販のフォトレジストを感光剤として走査型電子顕微鏡により電子ビーム露光を行なうことにより試験片表面に間隔 $1\sim 2\mu$ の超微小格子を描く方法を試みた。

4・1 電子ビーム露光による微小格子の作成

感光剤として市販の Kodak 社製のネガタイプフォトレジスト KPR, KPR-3, KMER, KTFR, Shipley 社製のポジタイプ AZ-1350 および電子ビームに対して感光性をもつプラスチックポリマ PMMA (ポリメチルメタアクリレート) などを用いて、予備実験として濃度、露光時間、吸収電流値、加速電圧を変え、超微小格子作成に最適な最も細い線が描ける条件を求めた結果、今回の実験では PMMA が最も良く、ついで KPR-3 であったが、PMMA は作成時の温度制御などに問題があったためか再現性に少し難点があったので、ここには KPR-3 を用いることにした。一例としてこの場合の線幅と与えた電荷密度の関係を Fig. 9 に示す。最適条件は感光剤を試料表面へ 3 000 rpm の速度で回転塗布を行なった場合で、濃度 25%, 加速電圧 25 KV, 電荷密度 $3.8\times 10^{-8}\text{C}/\text{cm}^2$ であり線幅は 0.3μ を得たが、電子ビーム自体の分解能はさらに一桁程度余裕があるので電子ビーム露光用の感光剤の選択改良によりかなりの向上の余地があると思われる。

Fig. 9. Relation between line width of grid and charge density.

Fig. 10. Examples of micro-grid produced by electron beam exposure of photo-resist on the specimen surface.

電子ビーム露光は走査型電子顕微鏡を用い、格子線は一回の掃引で露光するように水平、垂直掃引回路に手を加え、露光に適当な電荷密度に対する掃引速度と所要の格子線間隔を得るために外部に超低周波発振器を付加して掃引速度の範囲を広くとりうるように改造した。直交格子を得るには試験片を 90° 回転してもよいが水平偏向コイルと垂直偏向コイルを切り換えることにより行なった。ここに示す実験例では 300 倍の拡大倍率で約 0.4mm 四方の格子 (格子間隔 2μ) を描かせた。平行格子の例を Fig. 10(a) に、直交格子の例を (b) に示す。ネガタイプの場合、露光後現像液で未感光部のフォトレジストを除去すると、残留したレジストの格子線は特にエッチしなくとも二次電子線の放出を妨げるので直接走査型電子顕微鏡にて黒い線としてみることができる。感光膜はこすればはがれるなど機械的には必ずしも丈夫ではないが薄いためか試験片によく密着し $20\sim 30\%$ の表面ひずみに対してもはく離することなく観察できる。しかも結晶粒界をみるためナイタル等で腐食してもはく離しない。

4・2 平滑材のマイクロなひずみの測定例

まずひずみを測定するため基準格子として Fig. 11 に示す 0 点について写真撮影し、ついで繰返し数を加えた後の Fig. 11 の任意の点で試験装置を停止させ、写真撮影を行ない、基準格子のネガフィルムと試験後のネガフィルムを拡大投影機にかけ、格子間距離の変化を試料台の送りのマイクロメータで読みとり、直交格子の場合には応力軸方向ひずみ ϵ_y 、周方向ひずみ ϵ_x 、対角線ひずみ ϵ_{xy} より主ひずみ、最大せん断ひずみを、平行格子の場合は ϵ_y のみを求めた。

3・2 の例と同じ塑性ひずみ幅 4% で行なった試験についての測定例を以下に示す。繰返し数 $n=1, 6, 12, 30, 61, 120, 180, 240$ および破断繰返し数 $N_f=300$ 回で直接観察およびひずみ測定を行なった。一つの結晶粒内でも隣接する結晶粒の拘束が異なるためか、引張りにより変形しやすい部分と圧縮により変形

Fig. 11. Observation points on the stress-strain hysteresis loop.

(a) $n=0$, Measuring position

(b) Strain of (a) vs. cycle ratio

Fig. 12. An example of variation of the strain within a grain.

しやすい部分があることが観察されたが、Fig. 12 には一例として引張りにより変形しやすい部分の例を示す。(a)は測定点を示し、(b)はFig. 11で示した T_0 および C_0 点における ϵ_y の変化を繰返し数比に対して示したものである。また、試験片周方向 180μ にわたり、標点距離を 10μ として 10μ 間隔ごとに T_0 、 C_0

での ϵ_y を、各繰返し数にて測定しひずみ分布を求めたが、一例として $n=61$ 回のもをFig. 13に示す。(b)は(a)に示した測定点に対するひずみ分布を示したものである。Fig. 14 はこれらのひずみならびに両者の差 (Range) および平均を正規確率紙上にプロットしたもので、これよりひずみ分布はほぼ正規分布していると考えられ、また Range すなわち塑性ひずみ幅の平均は巨視的な塑性ひずみ幅である 4 % にほぼ等しい。同様に他の繰返し数においても調べた結果繰返し数が増加するにつれてひずみの分散が増加する傾向が認められた。

10μ (a) Measuring position

(b) Strain distribution

Fig. 13. Strain distribution within a grain at $n=61$.

Fig. 14. Plots of the strain distribution on normal probability diagram.

4・3 疲労き裂先端の直接観察およびひずみ測定

Fig. 3(a)の試験片中央部にFig. 3(b)に示した幅 0.5

Fig. 15. Examples of direct observations of fatigue crack and measurement of the strain distribution at the crack tip.

mm, 深さ 0.3 mm の U 字形切欠きを入れた切欠き試験片を用い, 応力 12 kg/mm^2 で 1×10^6 回繰返し疲労き裂を発生させた後, ペーパーおよびバフ研摩にて表面を仕上げ, き裂先端に微小格子を描き, 塑性ひずみ幅 1.5 % で疲労試験を行ない直接観察およびひずみ測定を行なった例を Fig. 15 に示す. (a) は基準格子, (b), (d) は $n=1$ および 2 回目の最大引張応力での写真を(c), (e) は $n=1, 2$ での最大圧縮応力での写真を示す. (f) は(b)の場合のひずみ分布の測定例であり, 応力軸と 45° 方向すなわち最大せん断方向に大きなひずみを生じていることがわかる.

5 結 言

走査電子顕微鏡試料室内で直接疲労試験を行ない

る小形引張圧縮試験機を試作し, 疲労試験中の試験片表面を連続して観察を行ないながら, ミクロな疲労損傷を定量的に測定しようする方法を開発し若干の測定を行なった. すなわちミクロな疲労損傷として平滑材のき裂発生寿命を支配すると思われるマクロな繰返しひずみにより生じるすべり帯などの試験片表面凹凸を考え, 走査電子顕微鏡を用いて, 試料面傾斜角度に依存する反射電子を検出し, A-D 変換器, ミニコンピュータにより解析, 演算を行ない走査線に沿う試料表面のミクロな断面形状を求めた. さらに試験片表面に塗布したフォトレジストを走査電子顕微鏡を用い電子ビーム露光することにより, 間隔 $1 \sim 2 \mu$ の超微小格子を作成し, 結晶粒内のミクロなひずみ分布ならびに疲労き

裂先端部のマイクロなひずみの測定を可能とした。

これらの測定法は疲労試験を行ないながらオンラインにしかも自動的に行なうことができるので広範囲にわたるマイクロな定量的測定が可能であり疲労を支配するマクロな因子とマイクロな因子を結ぶための有力な手段となると思われる。

フォトレジストの電子ビーム露光に関し有益なご助言およびご便宜をはかっていただいた日本電信電話公社武蔵野電気通信研究所、北條英典部長、木鉛馨室長に厚くお礼申し上げる。実験に当たって当時大阪大学学生であった石倉 明君の協力を得た。記して謝意を表わす。

(昭和48年11月21日 シンポジウム「疲労における最近の諸問題」にて講演)

参 考 文 献

- 1) 菊川 真, 大路清嗣, 鎌田敬雄, 城野政弘, 日本機械学会誌, **70**, 1495 (1967).
- 2) 菊川 真, 大路清嗣, 城野政弘, 溝口孝遠, 日本機械学会論文集, **35**, 2020 (1969).
- 3) 菊川 真, 城野政弘, 宋 智浩, 材料, **21**, 753 (1972).
- 4) 菊川 真, 城野政弘, 梶尾義広, 日本機械学会論文集, **39**, 3223 (1973).
- 5) 菊川 真, 大路清嗣, 大久保尚義, 横井玉雄, 森川 隆, 日本機械学会論文集, **38**, 8 (1972).
- 6) 菊川 真, 城野政弘, 森川 隆, 安達正晴, 日本機械学会講演論文集, **714-2**, 93 (1971).