高速破壊現象の高解像撮影を目的とした レンズアシスティッド・パルスホログラフィー顕微鏡法*

鈴木 新一^{*1}, 金橋 祐輔^{*2}, 仲 神 竜 一^{*2}

A Method of Lens-Assisted Holographic Microscopy for High-Resolution Photography of Rapid Fracture Phenomena

Shinichi SUZUKI, Yousuke KANAHASHI and Ryuuichi NAKAGAMI

A method of lens-assisted holographic microscopy with high spatial resolution has been developed for taking microscopic photographs of rapidly propagating cracks, the speed of which is 200–600 m/s or more. The spatial resolution is more than 350 lines/mm, which is about three times as high as those of previous methods of pulsed holographic microscopy utilized in studies of dynamic fracture. One can apply the method to rapidly propagating cracks in PMMA, take microscopic photographs of them and, measure craze opening displacements which are less than 10 microns, the measurement of which has been difficult so far. The method will also be applicable to measuring the opening displacements of rapidly propagating cracks in ceramics, the displacements of which are about 10 microns or less.

Key Words: Fracture Mechanics, Brittle Fracture, Impact Strength, Crack Opening Displacement, Optical Engineering, Microscopy, Holography

1. ま え が き

セラミックなどの脆性材料が破壊する際には、秒速数百 m から数千 m の高速で進展するき裂が発生する。このような高速進展き裂による材料の破壊は、き裂先端近傍の微小な傾域で起こっている。したがって、き裂が高速進展しているときに、き裂先端部を顕微鏡観察することは、高速破壊現象の真の姿を理解する上で重要な知見をもたらすと考えられる。

高速破壊現象の顕微鏡撮影では、“直径 20 mm 程度の比較的広い視野にわたって、100 本/mm 以上の高い解像力を同時に確保すること”が要求される。現在のところ、パルスホログラフィー顕微鏡法^{(1)–(10)}は、この要求に答え得る唯一の方法である。これまで高速進展き裂の撮影に用いられてきたパルスホログラフィー顕微鏡法の解像力は約 130 本/mm である。この解像力は、高分子材料や高強度鋼板中のき裂の開口変位(COD)を測定するには十分であったが、セラミック中のき裂の開口変位測定や、分子量が比較的小さい高分

子材料中を進展するき裂のクレイズ開口変位を測定するには、不十分なものであった⁽⁵⁾⁽⁶⁾。

Briones ら⁽¹¹⁾は、微粒子計測を目的にパルスホログラフィー顕微鏡法の解像力に関する研究を行った。その中で彼らは、結像レンズの収差を補正する方法を用い、228 本/mm 以上の解像力が得られることを示した。

本研究は、Briones らの方法を基礎とし、350 本/mm(OTF の遮断周波数)以上の高い解像力を有するパルスホログラフィー顕微鏡法を実現する。また、その手法を用いて PMMA 中を高速進展するき裂先端を撮影し、10 μ m 以下のクレイズ開口変位の測定が可能であることを示す。

2. PMMA 試験片

本研究でき裂の撮影に用いた PMMA 試験片を図 1 に示す。試験片板厚は 3 mm である。試験片には引張荷重が負荷され、き裂は長さ 70 mm の切欠先端から発生する。そのき裂は観測領域に向かって数百 m/s の速度で進行し、観測領域中を高速進展しているときにホログラフィー記録を行う。

* 原稿受付 1996 年 4 月 22 日。

^{*1} 正員、豊橋技術科学大学第 1 工学系 (〒441 豊橋市天伯町雲雀ヶ丘 1-1)。

^{*2} 学生員、豊橋技術科学大学大学院。

3. 高解像パルスホログラフィー顕微鏡法

3・1 ホログラフィー記録用光学系 高速進展き裂の高解像撮影に用いるホログラフィー記録用光学系を図2に示す。き裂は試験片中を紙面に垂直な方向に進展する。き裂が観測領域の中を進展しているとき、パルスレーザーが1回発振する。レーザーから出た光はビームスプリッタ BS1 で二つに分けられる。BS1 で反射した光はレンズで広げられた後、平行光線になり、ホログラフィー乾板に入射角 θ で入射する。これが参照光である。ビームスプリッタ BS1 を透過した光は同様にレンズで広げられて平行光線になり、ビームスプリッタ BS2 を透過して試験片表面に垂直に入射する。試験片表面で反射した光は BS2 で反射し、結像レンズ L7 を通過してホログラフィー乾

Fig. 1 The PMMA specimen

Fig. 2 The optical system for recording a hologram of a rapidly propagating crack

板に入射する。これが物体光である。結像レンズ L7 は、約 3 倍に拡大されたき裂の実像 RI をホログラフィー乾板の手前に作る。このようにして高速進展き裂のある一瞬がホログラフィー記録される。

上記の記録用光学系では、これまで用いられてきたパルスホログラフィー顕微鏡法の光学系よりも、大きな開口数をもった結像レンズ (L7) を用いている。これにより、結像レンズの回折限界⁽¹²⁾ は、従来の約 130 本/mm から 400 本/mm 以上に引き上げられている。また、ビームスプリッタ BS2、結像レンズ L7、ホログラフィー乾板は、ひとつの回転テーブル上に設置されている。これは、後述するように、高解像再生を実現する上でたいせつな点である。

3・2 再生、顕微鏡撮影の概要 き裂実像の再生と顕微鏡撮影の方法を図3に示す。現像処理の後、ホログラムを再生光で照明する。再生光には連続発振 He-Ne レーザの平行光線を用いる。再生光は参照光の共役光⁽¹³⁾ であり、再生光と参照光の波長が等しい場合、再生光は参照光と同じ光路を再生光とは逆方向に進行する光である。再生光で照明されたホログラムは、物体光の共役光を再生する。再生された光は物体光と同じ光路を物体光とは逆方向に進行し、試験片があった位置にき裂と試験片の実像を形成する。これを顕微鏡拡大し、き裂に焦点を合わせて撮影する。

上記の方法では、ホログラムから再生された物体光の共役光が、結像レンズを物体光とは逆方向に通過する。したがってこの過程で、結像レンズの収差が補正され、結像レンズによる収差のないき裂像が再生される。

Fig. 3 Reconstruction method with correction of the aberrations of the imaging lens

比較のために、従来用いられてきた再生法を図4に示す。ホログラムを再生光で照明し、記録時に結像レンズが作ったき裂の実像を再生する。再生されたき裂像を顕微鏡拡大し、撮影する。この再生法では、結像レンズに収差があれば、その収差が再生像にそのまま現れる。

3・3 結像レンズ L7 これまでのパルスホログラフィー顕微鏡法では、再生像の解像力は、記録時に用いる結像レンズ L7 の回折限界によって制限されていた(130 本/mm)。より高い解像力を得るには、結像レンズの収差を抑えながら、より大きな開口数(N.A.)をもつ結像レンズを用いる必要がある。図3に示した再生法では、物体光の共役光がホログラムから再生される。物体光の共役光は、物体光と同じ光路を逆方向に進み、結像レンズを通過し、試験片のあった位置にき裂の実像を形成する。そのため、図3に示した再生法を用いれば、結像レンズの収差の大部分を補正することができる。したがって、特別な結像レンズを設計、製作することなく、市販の安価なカメラレンズの中から高い開口数をもつものを選び、それを結像レンズに用いることができる。本研究で用いた結像レンズの開口数は約 0.39 である。

3・4 記録と再生における波長の違い 再生光がホログラムに入射するときの入射角 θ' は次式によって与えられる⁽¹⁴⁾。

$$\sin \theta' = \frac{\lambda_H}{\lambda_R} \sin \theta \cdots \cdots (1)$$

ここで λ_R はルビーレーザーの波長(694 nm)、 λ_H は He-Ne レーザの波長(633 nm)である。前述のように、ホログラフィー記録の際にはルビーレーザーを光源に用い、再生時には連続発振 He-Ne レーザを光源に用いる。二つのレーザー光はわずかに波長が異なるため、再生像には前述の結像レンズによる収差のほかに、波長の違いによる収差も現れる。式(1)により与えられる θ' は、この波長の違いによる収差を最小にする角度である。

Fig. 4 The reconstruction method used up to now

上記のように、式(1)で与えられる θ' は、波長の違いによる収差を最小にする角度である。しかしこの角度 θ' は、結像レンズの収差を補正する上でも最適の角度である。再生光が記録時と同じ波長をもつ場合、再生光を参照光と同じ入射角 θ でホログラムに入射すれば、物体光の共役光がホログラムから再生される。物体光の共役光は物体光とまったく同じ光路を逆にたどるため、レンズ収差が打ち消される。しかし再生光の波長が記録光の波長と異なる場合には、そうはならない。ホログラムから再生される光は、再生光の一次回折光である⁽¹³⁾。He-Ne レーザの波長はルビーレーザーの波長よりも 10% 程度小さいため、再生される物体光の回折角は、ルビーレーザーによる再生の場合よりも小さくなる。そのため、参照光と同じ入射角 θ で再生光を入射しても、再生される光は、記録時の物体光の入射角とは異なる角度で、ホログラムから射出される。したがって、結像レンズの収差は補正されない。式(1)で与えられる再生光入射角 θ' は、記録時に乾板に垂直に入射した物体光を、乾板から垂直な方向に再生する角度になっている。これは、記録時に結像レンズ L7 の光軸に沿ってホログラムに入射した物体光が、再生時には、結像レンズの光軸に沿った方向に再生されることを意味している。したがって式(1)で与えられる再生光入射角 θ' は、記録時と再生時の波長の違いによる収差を最小にするだけでなく、結像レンズの収差を補正する上でも最適の角度である。

3・5 参照光入射角と再生光入射角の調整法 上記のように、高い解像度をもつ再生像を得るには、再生光を、式(1)で与えられる入射角 θ' で、正確にホログラムに入射させなければならない。Heflinger ら⁽¹⁵⁾は、調整版を用いる方法で参照光と再生光の入射角を調整し、これを実現した。本研究では、プリズムを用いた調整方法を示す。

図5(a)は、ホログラフィー記録時の光学系の調整方法を示している。き裂の記録の前に、乾板ホルダに直角プリズムを取付ける。このとき、プリズムの斜面の面ベクトルが回転テーブルの回転軸に直角になるようにプリズムを取付ける。次に参照光(ルビーレーザー光)を入射し、参照光がプリズムの斜面に垂直に入射するよう調整する。したがって参照光入射角 θ は、プリズムの斜面がプリズムの底面となす角と等しくなる。プリズムを取り除き、乾板ホルダにホログラフィー乾板を取付け、試験片を破壊して高速進展き裂を記録する。

再生用光学系の調整方法を図5(b)に示す。初めに、乾板ホルダにプリズムを取付ける。このとき、プリズ

Fig. 5 Adjustment of the angle of incidence with the prism

Fig. 6 The reconstructed image of the resolution chart (USAF 1951)

ムを記録時とは 180° 回転した状態に取付ける。次に、He-Ne レーザからの再生光がプリズムの斜面に垂直に入射するよう、調整する。これにより、再生光は参照光と同一の光路を、参照光と逆方向に進むことになる。最後に、再生光入射角が式(1)で与えられる θ' になるよう、回転テーブルを回転する。

本研究では、直角二等辺三角形のプリズムを用いた。したがって、参照光入射角 θ は 45.0° 、再生光入射角 θ' は 40.2° である。

このプリズムを用いた入射角調整法は、参照光と再生光の入射角がプリズムの形状によって一意的に定まってしまう、という特徴をもつ。したがってこの調整法を用いれば、異なる記録用光学系を用いてホログラムを記録したとしても、同一のプリズムを調整に用いる限り、参照光と再生光の入射角はいつも一定の角度になる。これは、異なる実験を繰返して多数のホログラムを蓄積していく上で有利な点である。

4. 解像力の測定

高速進展き裂の撮影に先立ち、上記のホログラフィ

(a) White light illumination
 (b) He-Ne laser illumination
 (c) The reconstructed image from the hologram of the diffraction grating. Ruby laser recording and He-Ne laser reconstruction

Fig. 7 The diffraction grating of 350 lines/mm

ー記録、再生法の解像力を測定した。記録用光学系(図2)の記録片の位置に分解能テストチャート(USAF 1951)を置き、ホログラフィー記録、再生、顕微鏡撮影する。その結果を図6に示す。テストチャート中の7-6の線群(線幅 $2.2 \mu\text{m}$ 、線間隔 $4.4 \mu\text{m}$ 、228本/mm)が十分再生されている。図7(c)は350本/mmの回折格子を同様の手順で記録、再生したものである。(a)、(b)は、比較のために、回折格子を白色光、または、He-Ne レーザ光で照明し顕微鏡で直接撮影したものである。図7からわかるように本研究の方法は、OTF(Optical Transfer Function)の遮断周波数⁽¹⁶⁾で350本/mm以上の解像力をもっている。

5. 高速進展き裂先端の撮影

PMMA 試験片中を 267 m/s の速度で進行していたき裂の顕微鏡写真を図8に示す。図8(a)はき裂の先端部を100倍に、図8(b)は500倍に拡大したもので

ある。いままでの高速進展き裂の写真^{(1)~(6)}に比べて、高い解像力の写真が得られている。

PMMA 中のき裂先端部の模式図を図 9 に示す。き裂先端にはクレイズ^{(3)(4)(17)~(21)}が存在する。クレイズ内では、二つのき裂面はすでに開いている。しかしクレイズ内では高分子の分子束はまだ切断されておらず、二つのき裂面の間に架橋しており、き裂面に対して引張応力(クレイズ応力)を及ぼしている。

ホログラフィー記録の際に試験片に入射した光は、試験片表面で反射され、き裂開口部やクレイズ開口部では反射されない。そのためき裂やクレイズの開口部は暗く撮影される。このことから、撮影されたき裂の先端は、クレイズ先端であると考えられる。

図 8 (b) の写真からわかるように、A 点を境にして上側と下側でき裂の様子が異なっている。

図 8 のき裂のき裂開口変位とクレイズ開口変位(両方とも COD)を測定した結果を図 10 に示す。横軸は

クレイズ先端からの距離 r 、縦軸は COD である。顕微鏡撮影による拡大率を 100 倍、300 倍、500 倍と変えて COD を測定した結果は、互いに一致している。図 10 は、本研究で示した手法が $10\text{ }\mu\text{m}$ 以下の COD を測定できることを示している。測定された最小の COD は約 $2.7\text{ }\mu\text{m}$ である。本研究では、クレイズ先端から約 7 mm のところまで COD を測定した。クレイズ先端から $200\text{ }\mu\text{m}$ 以上離れた領域では、COD はクレイズ先端からの距離 r の $1/2$ 乗に比例している。これは線形破壊力学の理論的結果に一致する。このことから、き裂の動的応力拡大係数 $K_I(v)$ を求めることができる。図 10 中の $\sqrt{r}$ の直線は、 $r > 2\text{ mm}$ の COD 測定データから最小二乗法により決定されたものである。 $r < 100\text{ }\mu\text{m}$ の領域では、COD は $\sqrt{r}$ の直線よりも小さな値を示している。これはクレイズ応力によるものであると考えられる。

鈴木ら⁽³⁾⁽⁴⁾ は、パルスホログラフィー顕微鏡法を用いて PMMA 中を高速進展するき裂のクレイズ開口変位を測定した。そこでは、 $r < 800\text{ }\mu\text{m}$ の領域で COD

(a) A microscopic photograph of a rapidly propagating crack in PMMA

(b) A photograph even more magnified than that in (a)

Fig. 8

Fig. 9 The craze layer at a crack tip in PMMA

が $\sqrt{r}$ の直線より小さくなることを示している。それに対して本研究の結果では、CODが $\sqrt{r}$ の直線から下にずれるのは $r < 100 \mu\text{m}$ の領域であり、文献(3)の結果よりも小さい領域に限られている。これは試験片に用いたPMMAの分子量の違いによるものと考えられる⁽⁶⁾。PMMA分子の長さは分子量に比例する。したがって、分子量が大きくなれば1分子の長さが長くなり、大きなCODのところでも分子束が架橋できる。そのためクレイズ領域の長さが長くなる。本研究で用いたPMMAの分子量は文献(3)で用いたPMMAの分子量よりも小さかったため、CODが $\sqrt{r}$ の直線からずれる領域が小さくなったものと考えられる。

図8(b)の写真からわかるように、クレイズ領域の中に明るい部分が存在している。これが何なのか現在のところ不明であるが、次の三つのことが考えられる。

(1) 高分子の分子束による光の反射。

(2) 試験片表面ではき裂面が開口しているものの、内部ではまだ開口していない。

(3) 試験片表面で主き裂の前方に微小なクレイズが発生し、それが主き裂と図中Aの位置で合体しようとしている。そのため、A点のところでは太い分子束が残っており、それが光を反射している。

図8(b)の写真から、クレイズ領域の長さは、およそ $65 \mu\text{m}$ と予想される。き裂速度が 267 m/s なので、き裂がクレイズ長さの分だけ進むのに要する時間は、 240 ns である。したがって、ひとつのき裂先端を 100 ns の時間間隔で追跡撮影⁽²²⁾ができれば、上記の問題に対する解答の糸口が得られるかも知れない。

上述のように、本研究で示した手法を用いることにより、 $10 \mu\text{m}$ 以下のCODを測定することができる。

Fig. 10 Crack and craze opening displacement versus r

これにより、これまで測定が困難であったセラミックス中の高速進展き裂のCOD⁽⁵⁾を、ある程度の精度で測定できるようになると予想される。

6. 結 論

(1) 結像レンズの収差補正を用いた高解像パルスホログラフィー顕微鏡法により、高速進展き裂先端部を約350本/mm以上の高い解像力で撮影することができる。そのときの視野直径は約20 mmである。

(2) 比較的分子量の小さい高分子材料中を進展するき裂のクレイズ開口変位は $10 \mu\text{m}$ 以下であり、これを測定することは、これまで困難であった。本研究で示した手法を用いることにより、 $10 \mu\text{m}$ 以下のクレイズ開口変位を測定することができる。

(3) 本研究の手法は、これまで測定が困難であったセラミックス中の高速進展き裂の開口変位を、ある程度の精度で測定できるものと予想される。

本研究の実施にあたり、本学学生、坂本純君(現在東レ)、吾妻健君、浅井寛志君、稲山篤君の協力を得た。ここに感謝する。

文 献

- (1) Suzuki, S., Homma, H. and Kusaka, R., *J. Mech. Phys. Solids*, **36-6** (1988), 631-653.
- (2) 鈴木新一・河内雅弘・中島卓郎, 機論, **55-520**, A (1989), 2402-2409.
- (3) 鈴木新一・河内雅弘・加藤宗寿・中島卓郎, 材料, **39-443**, (1990), 1157-1161.
- (4) Suzuki, S., *Proc. 9th Int. Conf. Exp. Mech.*, **5** (1990), 1833-1842.
- (5) 岸達義・鈴木新一, 機論, No. 910-71, A (1991), 352-354.
- (6) Suzuki, S. and Takeichi, T., *Proc. Int. Symp. Advanced Tech. in Exp. Mech.*, (1995), 311-316.
- (7) Suzuki, S. (Hyde, T. H. and Ollerton, E. 編), *Appl. Stress Analysis*, (1990), 26, Elsevier Applied Science.
- (8) 鈴木新一, 機論, **56-532**, A (1990), 2391-2398.

- (9) Suzuki, S. and Fukuchi, S. (Rossmannith, H. P. and Rosakis, A. J. 編), *Dynamic Failure of Materials ; Theory, Experiments and Numerics*, (1991), 219, Elsevier Applied Science.
 - (10) 鈴木新一・中根清, 機論, **59**-565, A (1993), 2113-2119.
 - (11) Briones, R. A., Heflinger, L. O. and Wuerker, R. F., *Appl. Opt.*, **17**-6 (1978), 944-950.
 - (12) Born, M. and Wolf, E., *Principles of Optics* 6th ed., (1980), 418, Pergamon Press.
 - (13) Smith, H. M., *Principles of Holography*, (1969), Chap. 2, John Wiley & Sons.
 - (14) Champagne, E. B., *J. Opt. Soc. Am.* **57**-1 (1967), 51-55.
 - (15) Heflinger, L. O., Stewart, G. L. and Booth, C. R., *Appl. Opt.*, **17**-6 (1978), 951-954.
 - (16) 村田和美, ホログラフィー入門, (1976), 48, 朝倉書店.
 - (17) 横堀武夫・成沢郁夫, 高分子材料強度学, (1982), 107, オーム社.
 - (18) Kambour, R. P., *J. Polym. Sci, Part A-2*, **4** (1966), 349-358.
 - (19) Brown, H. R. and Ward, I. M., *Polymer*, **14** (1973), 469-475.
 - (20) Imai, Y. and Ward, I. M., *J. Mater. Sci.*, **20** (1985), 3842-3852.
 - (21) Takahashi, K., *Poly. Eng. Sci.*, **27** (1987), 25-32.
 - (22) 鈴木新一・野崎康則・木村浩, 機論, **62**-604, A (1996), 掲載予定.
-