走査電子顕微鏡による二次電子放出特性を用いた 立体像の構築とその応用*

村田 雅人**, 向井 喜彦**, 田口 佳男***, 堀田 昌直***

Construction of 3-dimensional Image by Using A Characteristics of Secondary Electron Intensity with SEM and It's Application

by Masato Murata**, Yoshihiko Mukai**, Yoshio Taguchi***
and Masanao Hotta***

Intensity of secondary electron induced by incident electron beam depends on a degree of inclination of surface. In the present work, 3-dimensional image for fracture surface was tried to constitute by applying this secondary electron property with improved type SEM equipment which had four secondary electron detectors to remove a image distortion caused by observing direction. As the results, we could obtain 3-dimensional image and measured direction depth of fracture surfaces by real time treatment with 32 bit personal computer. In the case, the calculation time for one fractograph analysis was about only 5 minutes.

Key Words: Secondary electron, SEM, 3-dimensional image Fractography, Personal computer

1. はじめに

溶接継手部の破壊は溶接欠陥、切欠効果、残留応力等が重畳して生じ、破壊原因の支配因子を特定することが困難であることが多い。破壊解析において破面の解析は、その破壊原因やメカニズムを知る上で最も有力な手段の一つであることは周知の通りであるが、その解釈については、尚、直感的な域をでない場合が多くみられる。破面観察から破壊原因を客観的立場から追求するには、破面を定量的に解析することが必要不可欠であるが、その第一段階は破面の厳密な形状を把握することであると言える。ここでは、その方法として、立体像の構築をソフトに依存するのではなく、従来の SEM を破面解析用に最適化することにより得ることを試みた。従来の研究から、SEM を用いた立体像の構築方法については二次電子や反射電子の放出特性を利用した方法が一部試みられ^{1),2)}、特に、反射電子像による方法は有用な結果が得られ³⁾、表面粗さ等の測定に実用化されている。しかし、破壊解析においては表面の微構造を測定することが必要⁴⁾であり、また、解像度の観点から二次電子を利用するほうが有効であると思われる。従って、破面における表面の微構造を解析するためには、二次電子による立体像の構築の方法を改善並びに確立する必要がある。そこで、本研究では、試料における二次電子の発生特性を考慮し^{1),2),3)}、二次電子検出の指向性を取る目的で4個の検出管を用い、破面（ファセット）の角度を定量し、それを距離で積分することによって立体像を得ることを試みた。特に、ここでは、その方法が簡便で、パーソナルコンピュータ程度の演算能力でリアルタイム処理できることを前提に、複雑な溶接部の破壊形態を解釈する上で必ずしも熟練によらず、客観的な情報を簡便に提供する手

2. 3次元立体像構築の原理

本研究で使用した SEM は ELIONIX ESM-3000 (特別仕様) であり、問題を単純化するために検出器を 2 個備えた場合¹⁾ についてその表面分析システムのブロック・ダイアグラムを Fig. 1 に示す。電子線が試料に照射されたとき、その照射点から二次電子が放出される。放出量は試料の表面形状により変化し、それが表面の傾斜方向に依存することは Lambert の余弦則として知られている。通常の SEM は二次電子の放出量のみを信号として利用しており、その角度分布というベクトル的な情報は無視している。しかし、二次電子は運動エネルギーが低い為にそのほとんどが検出器に誘導され、その全発生量を把握できることから比較的簡単に二次電子発生強度を対象物の角度に変換できる。

複数個の検出器を用いた場合の立体像の構築方法は次

Fig. 1 Schematic diagram of the surface profile measuring system

*原稿受付 平成2年8月30日 平成2年度春季全国大会で発表

*会 員 大阪大学工学部 Member, Faculty of Eng., Osaka Univ.

***非 会 員 (株)エリオニクス ELIONIX INC.

Fig. 2 Explanatory diagram of measurement of secondary electron intensity as a function of the incident angle of the primary beam

の通りである。A, Bふたつの検出器をX方向の両側に配置し、試料からの二次電子を信号として捕らえ、(1)式によりその点での試料表面の傾き dz/dx を算出する。

$$dz/dx = k(A_n^2 - B_n^2) / (A_0 + B_0)^2 \quad \dots\dots(1)$$

k: 定数 (補正係数),

A_n, B_n : 点 n での信号強度,

A_0, B_0 : 水平面での信号強度

両ディテクターに検知される二次電子量の和と差により角度の校正ができる。ラテックス粒子を用いた場合の断面形状と角度の精度を Fig. 2, Fig. 3 に示す。また、その結果を Fig. 4 に示す。

A, B: 各検出器で検知した試験片からの二次電子強度図からも明らかのように、試験片の傾斜角度は ± 75 deg 以内でなければ検知できず、それが限界条件となっている。

さて、上記の原理によると試料の傾きと検出器の方向に指向性を生じ、必ずしも良好な精度が得られないことが考えられる。そこで、指向性をできるだけ軽減させるために4方向に検出器を設け上述と同様の演算を行なった。その模式図を Fig. 5 に示す。検出器 a, c には多量の、b, d には少量の二次電子が検出される様子を描いたが、表面の傾斜が算出できれば、次の手順として、x 方向、y 方向に順次積分を行なっていけば試料の立体像が構築できる。

2次元での高さ分布を知るには、y 方向についても(1)式と同様の計算を行ない、次式により順次高さを求める。

$$z(i, j) = (1/3) * [z(i-1, j-1) + \{dz(i-1, j-1)/dy\}y + \{dz(i-1, j)/dx\}x + z(i, j-1) + \{dz(i, j-1)/dy\}y + z(i+1, j-1) + \{dz(i+1, j-1)/dy\}y - dz(i+1, j)/dx * x] \quad \dots\dots(2)$$

高さを求めるための具体例を Fig. 6 に示す。まず、試料表面を基盤状に番地付けを行ない左上から右へ(1, 1), (1, 2), (1, 3), ……、左上から下へ(1, 1), (2, 1), (3, 1), ……、とする。点(m, n)に電子線を照射してでてくる二次電子を4個の二次電子検出器で捕らえ、信号処理を行なって、その点でのx方向、y方向の傾斜を求める。傾斜×距離の式に実際の数値を入れて2点間の高さの差を算出する。例えば、(1, 1)を基準にして、(1, 1)の傾斜と点(1, 2)までの距離の積 a, (1, 2)での傾斜と(1, 1)からの距離の積 b, a, bの平均を c とすると(1, 1)を基準とし、cを増分として(1, 2)の高さを

$$\tan \theta = k \frac{A_n^2 - B_n^2}{(A_0 + B_0)^2}$$

Dependence of output signals on the incident angle of the primary beam.

Actual incidence angles of electron beams and the calculated values

Fig. 3 Accuracy of specimen angle calculated from the two detectors signals

Fig. 4 Surface profile of a latex particle obtained by integration of the measured angles

$$dz/dx = f(a, b, c, d)$$

$$dz/dy = g(a, b, c, d)$$

Fig. 5 Schematic view of detecting secondary electron with four detectors

Fig. 6 Illustration of calculation for 3 dimensional shape in fracture facets

Fig. 7 Method of preventing propagating of error in calculation process

Fig. 8 Principle of reconstruction of surface topography using a pair of secondary electron detectors

算出する。次に、(1, 2)を基準にして(1, 3)を算出し、次々に右の方に計算を進めてゆく。更に、y方向についても同様の操作を行なう。最終的には(i, j)の高さはFig. 7に示すように3種類の線で示すような三つの経路をたどって算出し、誤差が1方向に伝播するのを避けている。

更に、二次電子は材料が異なれば仕事関数が異なるためにその発生量が変化し、角度の精度が低下する。これを防ぐ方法として、試料表面に金を蒸着し、更に $\tan \theta$ を計算する式の分母に、二次電子強度を正規化する項を入れて、悪影響を除去している。

3. 各種破面における3次元立体像の構築

3.1 二相ステンレス鋼の水素脆化型破面

二相ステンレス鋼の水素脆化型破面において α 相では擬へき開、 γ 相では塑性変形を伴う破壊様相を呈する。Fig. 9(a)は γ 相の破壊様相を観察したものである。破面は比較的脆性的な破壊を示しているようであるが、同図

Fig. 9 HESCC fracture surface in SUS329J1 (Env.: $\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{As}_2\text{O}_3$, -2.0 V vs SCE)

(b)に示すように3次元立体像を構築すると γ 相において非常に凹凸が激しく、延性的な破壊であることがわかる。また、 α 相は平坦で局所的にstepが認められる。但し、図(b)においては(a)にみられる割れ部分の立体像が描かれていないが、これは前出の限界条件($\theta < \pm 75 \text{ deg.}$)を満たさないからである。

3.2 二相ステンレス鋼の母材並びに溶接継手部の疲労破面の解析

二相ステンレス鋼は主に α 相において明瞭なストライエーションが認められる。ここではそれらストライエーションの3次元立体像の構築を試みた。

Fig. 10(a)は母材におけるストライエーションの写真である。完全片振りにも関わらず開口比が低いために面が叩かれている。同図(b)はその3次元構築像であるが、ストライエーション模様は殆ど消滅している。これはストライエーションの深い溝が限界条件を満たさないために構築像に反映されなかったためである。一方、Fig. 11(a)は溶接継手部引張残留応力域でのストライエーションの写真である。開口比は1に近く、破面のいたみはほとんどない。それをもとに3次元像を構築すると同図(b)に示すごとくストライエーションが認められる。また、破面では殆どみられないストライエーションに垂直なうねりが明瞭にあらわれ、1枚の写真からだけでは見落とし

がちな形態があらわれているのに注目すべきである。

以上より、ストライエーションの3次元像の構築については比較的有望であると見なせる成果が得られ、今後、更に、本解析法を発展させることにより、疲労き裂進展の機構についてより重要な情報が得られるものと考えられる。

3.3 セラミックスの表面欠陥に関する解析

Al_2O_3 -PSZ 複合材の表面欠陥は球状欠陥であることが多く、その立体像について検討を行った。Fig. 12(a)にその代表例を示す。同図(b)はその解析例で、3次元像である。欠陥の深さはほぼ $4 \mu\text{m}$ 程度であり、表面上における直径が $13 \mu\text{m}$ であることから半球より少し底が浅くなっていることが分かった。このようなエッジ効果の比較的少ない単純な形状に対しては比較的良好に解析できるようである。セラミックスは特に表面欠陥がその強度を決定する第一因子となるので、その形態を正確に把握し、応力集中の計算など、実際面への応用に寄与し得ることが期待される。

4. 結 論

二次電子強度により、破面の立体像を構築するSEMの開発を行ない、次の結論を得た。

1) 二次電子放出強度を検知するために4つの二次電

Fig. 10 Fatigue fracture surface observed in the part of ferrite-phase in SUS329J2L (Base metal)

Fig. 11 Fatigue fracture surface observed in the part of ferrite phase in SUS329J2L (Welded Joint)

Fig. 12 Surface flaw in $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$

子検出器を設置した結果、良好な立体像が得られた。但し、面の角度が75 deg 以上傾斜しているものについては、立体像の精度は低下し、それが限界条件であることが明らかになった。

2) 破面の立体像を得るための演算時間は32 bit のパーソナルコンピュータを用いた場合、5分で可能であり、更に、解析に熟練を要しないことから十分な実用性を認めた。

3) 写真による解析ではなく、二次電子強度による解析であるから、写真による解析のような印画紙の収縮やコントラストの変化にともなう破面様相の不明確化など人為的なエラーを防ぐことができる。

4) 写真を用いたステレオ解析は詳細な破面形状を理解するのに最も優れた方法であるが定性的な域を出ず、また、一部にはステレオ観察がうまくできない人もおり、必ずしも破面を解釈する上で十分な方法ではない。本法を破面観察に用いた結果、直観的に破面の凹凸を知ることができ、更に、その深さの情報も得ることが可能であり十分な客観性をも同時に備えることができた。

5) 破面の深さ方向の情報が得られることから、より

厳密な事故解析や破壊の機構の検討が可能になるものと思われる。

5. 破面解析に対する問題点と展望

本法は、立体像の構築が5分程度で可能であり、かなりの実用性が認められる。また、リアルタイム処理によって写真を介さず、焼付け時の収差や印画紙のひずみ、変形などアーティファクトの介入を抑えることができ、簡便な3次元解析法として有望である。しかし、現段階においては解析できる角度に限界があるため立体像をより正確に把握するにはステレオ写真と併用するのが望ましい。これら諸点については更に詳細な検討を行い、破面解析に対する3次元立体解析 SEM の開発と最適化を行う予定である。

参考文献

- 1) T. Suganuma: Measurement of surface Topography Using SEM with Two Secondary Electron Detectors, J. Electron Microsc., Vol. 34, No. 4 (1985), 328
- 2) 佐藤, 大堀: 走査電子顕微鏡 (SEM) による表面粗さ測定の研

- 究, 日本機械学会論文集C編, 49-438 (昭58-2), 227
3) 大堀, 佐藤: 走査電子顕微鏡 (SEM) による表面形状測定の研究, 日本機械学会論文集C編, 52-483 (昭61), 2974

- 4) 菊川, 他: 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, 材料, 23-252, (昭49) 708

鉄系及びコバルト系非晶質合金箔のスポット溶接 (第2報)*

福島 貞夫**, 春日井孝昌**

Spot Welding of Iron-based and Cobalt-based Amorphous Alloy Foils (Report 2)*

Sadao Fukushima** and Takayoshi Kasugai**

Further examinations and considerations were carried out for Foil S of Fe-Si-B alloy, Foil A of Fe-Co-Si-B alloy, Foil B of Fe-Ni-Mo-B alloy and Foil C of Co-Fe-Ni-Mo-Si-B alloy.

Tensile shear strength of Foil B single spot-welded joints somewhat increased with the increase both in electrode force and in charging voltage, but fracture modes of these joints did not change so much. This result suggests that the increased electrode force could not suppress crystallization of Foil B weld nuggets.

Tensile shear strength of Foil C single spot-welded joints did not vary so much; these joints were welded at various capacitances up to 700 μ F and both at a constant peak welding current of 1118 A and at a higher electrode force of 83.1 N.

Crystallization temperature T_x and melting temperature T_m of these foils were estimated through DSC in the course of heating. The order of the ratio T_x/T_m fairly relates to the order of spot-weldability of these foils.

Weld nuggets of Foil C produced by irradiating a defocused Nd-YAG laser beam pulse maintained the amorphous state, whereas weld nuggets of the other foils crystallized under the same condition.

Key Words: Resistance spot welding, Laser beam spot welding, Fe alloy, Co alloy, Tensile shear strength, DSC

1. 緒 言

前報^{1),2)}において, Fe-Si-B (S箔), Fe-Co-Si-B (A箔), Fe-Ni-Mo-B (B箔), Co-Fe-Ni-Mo-Si-B (C箔)の4種類の非晶質合金箔について, コンデンサ式スポット溶接による接合の可能性を報告した。これらの実験範囲から明らかになったことは, C箔は広範囲の溶接条件においてナゲットの結晶化は阻止され良好な継手が得られるのに対し, A箔及びB箔ではナゲットが簡単に結晶化して脆化することである。S箔は限られた溶接条件においてナゲットの結晶化が阻止された。

すでに述べたように, 非晶質箔の接合にコンデンサ式スポット溶接を適用したのは, ナゲットを挟む両側に冷し金に相当する銅電極が存在すること及び瞬間的な大電流によって接合しようとする局部を溶融させることが可能であることの二つの理由による。

したがって, A箔及びB箔で結晶化が阻止し得ないのは冷し金に相当する電極の先端部とナゲット表面の接触が不十分であったためと考へて, 本実験ではB箔を対象に, 冷却板と熔融金属との接触面での熱抵抗を減じて冷却を促進することを目標として電極加圧力の効果を確認することとした。また, この方式のスポット溶接ではコ

ンデンサ容量の増加は放電(溶接)時間の増加につながるのので, 溶接条件に鈍感なC箔を対象にコンデンサ容量の影響をも確認することとした。本報では, これらの実験結果を踏まえて母材箔の特性がスポット溶接性に与える影響を考察した結果並びに短時間加熱が可能なパルスレーザによるスポット溶接の結果をも述べる。

2. 供試母材及び実験装置

供試母材は前二報において用いたものと同一のロットから採取した。

スポット溶接電源は整流部を改造して直流500 Vまで電圧可変としたが, コンデンサの動作電圧が350 Vであるため充電電圧の上限は345 Vに抑えてある。電極加圧力はピストン径を14 mmとしたことで106 Nまで適用しうる。電極の可動部分の質量は約82 gである。なお, 溶接作業は, まず電極間に母材を挟み, ついで, 加圧系統の電磁弁を開いて加圧シリンダーに空気を送り, 加圧シリンダー内の圧力が定常状態に達したのちに通電を行うという手順によった。

DSC (示差走査熱測定) は Netzsch 社製 DSC404 形装置を, また, パルスレーザ溶接はミヤチテクノス社製 ML-2220A 形装置 (Nd-YAG レーザ) を用いて実施した。

なお, 電極先端形状は前報までと同様上部はCF形(先端径約1.2 mm), 下部は平板である。

*原稿受付 平成2年10月31日 平成2年度秋季全国大会で発表

**正 員 金属材料技術研究所 Member, National Research Institute for Metals