

AFM 下その場観察用小型疲労試験機の開発と
 α 黄銅の微小疲労き裂進展挙動その場観察*菅田 淳^{*1}, 植松 美彦^{*1}, 富田 圭太郎^{*2}
廣瀬 憲志^{*3}, 城野 政弘^{*4}Development of Fatigue Testing System for *In-situ* Observation
by an Atomic Force Microscope and
Small Fatigue Crack Growth Behavior in α -BrassAtsushi SUGETA^{*5}, Yoshihiko UEMATSU, Keitarou TOMITA,
Kenji HIROSE and Masahiro JONO^{*5} Department of Mechanical Engineering and Systems, Graduate School of Engineering, Osaka University,
2-1 Yamada-oka, Suita-shi, Osaka, 565-0871 Japan

A small in-plane bending fatigue testing machine for *in-situ* observation of small fatigue crack growth behavior by means of an atomic force microscope (AFM) was successfully developed. Laminated piezoelectric ceramics were adopted as an actuator in order to miniaturize the fatigue loading facility operating on the stage of an AFM. Small fatigue crack growth test under constant amplitude loading was then carried out on α -brass and successive observation of small fatigue crack growth behavior was performed by the AFM. The fatigue crack tended to grow along one slip direction with the highest Schmid factor, as the crack driving force of a small crack was not large enough to operate other slip directions with lower Schmid factors simultaneously. Frequent crack branching and kinking behavior were also observed during crack growth. It was considered that the constraint of slip deformation due to the cyclic strain hardening was mainly responsible for crack branching and kinking behavior. The intervals of branching or kinking were affected by the difference of mobility among slip planes.

Key Words: Atomic Force Microscope, *In-situ* Observation, Small Fatigue Crack, Crack Growth Behavior, Cross Slip, α -Brass

1. 緒 論

疲労き裂進展とは、繰返し荷重負荷によって進行するき裂先端近傍の局所的な損傷に起因するものであるために、その現象の本質的な理解や機構の解明にはき裂先端近傍損傷域の微視的な連続観察が不可欠である。従来の疲労き裂進展挙動に関する観察的研究においては、光学顕微鏡や走査型電子顕微鏡等が用いられてきたが、比較的マクロなすべり帯の観察やき裂先端近傍での変位場解析^{①-③}などに限られており、き裂先端での個々のすべりによる破壊挙動を検討するものではなかった。これに対して近年開発された走査型原子間力顕微鏡(AFM)は分解能が高く、個々のすべりによる変形、破壊挙動が観察可能であることから、材料強度の分野においても AFM を用いた研究が行われている。例えば著者らは、一方向性 3%ケイ素鋼板の疲労

き裂進展挙動を AFM にて詳細観察し、画像処理を援用することで個々のすべりの作動を確認し、疲労き裂進展モデルを提案している^{④, ⑤}。

しかし通常の AFM では観察試料のサイズに制約があることから、疲労試験片表面を直接観察することは困難である。そこで通常は試験片表面のレプリカを採取して観察が行われる^{⑥-⑦}が、疲労現象のように繰返し荷重とともに変化する局所的な事象に対しては、試験片表面の局所をその場観察することが重要と考えられる。例えば駒井らは、AFM に小型応力腐食割れ(SCC)試験機を組込んで SCC の進展過程をその場観察し、時間依存型のき裂進展機構の解明に対するその場観察の有効性を示している^{⑧, ⑨}。しかし、疲労き裂進展のその場観察に AFM が用いられた例はない。

そこで本研究では、AFM の観察ステージ上に組込み可能な小型平面曲げ疲労試験機を開発し、疲労き裂進展挙動の AFM その場観察が可能なシステムを構築した。また、同疲労試験装置によって微小切欠きを有する α 黄銅の平面曲げ疲労試験を行い、切欠き底近傍における微小疲労き裂挙動をその場観察した。

* 原稿受付 2003 年 4 月 14 日。

^{*1} 正員, 大阪大学大学院工学研究科(☎ 565-0871 吹田市山田丘 2-1)。^{*2} 旭硝子(株)(☎ 100-8405 東京都千代田区有楽町 1-12-1)。^{*3} オリンパス光学工業(株)(☎ 163-0914 東京都新宿区西新宿 2-3-1)。^{*4} 正員, フェロー, 大阪大学大学院工学研究科。

E-mail: sugeta@mech.eng.osaka-u.ac.jp

2. 試験装置の開発

本研究に用いた AFM (Digital Instruments 社製, Dimension 3100) は, 最大直径 200mm の大型試料を観察可能な大型ステージを有している. したがって試料の周辺にオープンスペースを確保することができ, 小型試験機の組込みが可能である. そこで本研究では, 図 1 に示すような AFM 内小型平面曲げ疲労試験機を開発した. 同試験機には, 荷重負荷用装置として積層圧電アクチュエータを用いている. 積層圧電アクチュエータは, セラミックスに電圧をかけることで変形する圧電 (ピエゾ) 効果を利用するもので, 試験機の小型化に有効である. 電気信号として入力された波形は積層圧電アクチュエータにより変位に変換され, 試験片に曲げモーメントを与える方式となっている. さらに図中のアクチュエータを固定している試験機フレームには, アルミ合金を用いることで軽量化し, 試験機をそのまま AFM の観察ステージ上に設置することを可能とした.

しかし, 一般にピエゾ効果による変形量は微小であり, 本試験機で用いた積層圧電アクチュエータの最大変位も無負荷状態で約 170 μ m に過ぎない. したがって試験片に対してアクチュエータにより直接変位を与えた場合, 疲労き裂の発生および進展に十分な荷重を加えることが困難である. そこで図 1 中で示しているような軽量高剛性のアルミ合金製加振用アームを用

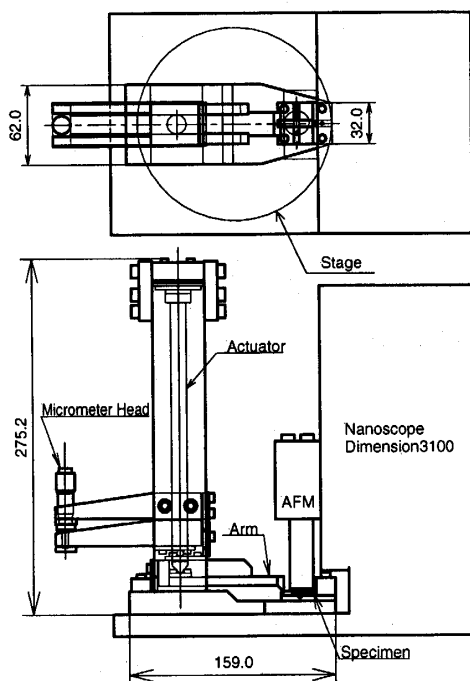


Fig. 1 Configuration of fatigue test machine for plane bending.

いて, アクチュエータの最大変位を 5 倍に増幅させ, さらに図 2 に示すように試験片中央下にコロを挟むことにより, き裂発生および進展に十分な負荷荷重を得た. また加振用アームにはひずみゲージを添付し, フィードバック用荷重信号として検出することで荷重制御下の疲労試験を可能としている.

AFM は高分解能な顕微鏡であるため, 観察時には試験片を完全に静止させなければ高精度の測定ができない. そこで観察時の荷重負荷方法としては, 電気的ノイズの影響を受ける積層圧電アクチュエータに変えて, 図 1 中のマイクロメータヘッドにより機械的に静的な変位を加振用アームに与える構造としている.

3. 供試材料および試験条件

供試材料は, すべり帯の観察が容易な α 黄銅 (CP2600-O) とした. 材料の化学成分を表 1, 機械的性質を表 2 にそれぞれ示す. 圧延材を中性塩浴中で 720°C, 1 時間焼鈍しを行った. 材料の組織写真を図 3 に示すが, 焼鈍しにより結晶粒を粗大化することで (平均結晶粒径 205 μ m), 粒内のき裂進展におよぼす結晶粒界の影響を小さくしている.

図 4 は試験片形状である. 試験片中央には放電加工により曲率半径 0.18mm の切欠きを設け, き裂の発

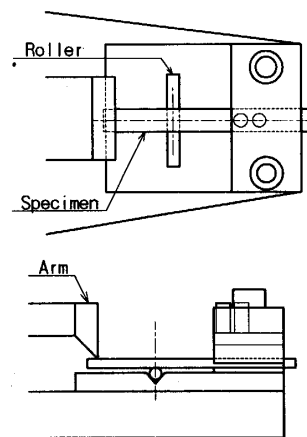


Fig. 2 Detail of specimen mount.

Table 1 Chemical composition of material (mass %).

Cu	Pb	Fe	Zn
68.8	0.004	0.002	Bal.

Table 2 Mechanical properties of material.

0.2% proof stress $\sigma_{0.2}$ [MPa]	Tensile strength σ_B [MPa]	Elongation δ [%]	Reduction in area ϕ [%]	Grain size [μ m]
105	290	74.3	78.8	205

生場所を限定している。ここで切欠き部における応力集中係数は 3.7 となっている。試験片表面はエメリー紙で研磨し、その後電解研磨により残留応力を除去して平坦な表面を得た。疲労試験は最大応力 $\sigma_{\max} = 130\text{MPa}$ 、応力比 $R=0.05$ 、繰返し周波数 $f=10\text{Hz}$ の正弦波により行った。切欠き底から疲労き裂が荷重軸直角方向に約 $38\mu\text{m}$ 進展した時点で AFM 観察を開始し、その後試験を適宜中断して疲労き裂先端近傍の直接観察を行った。

4. 試験結果および考察

4.1 き裂進展様相 図 5 に切欠き底から発生したき裂を光学顕微鏡により観察した例を示す。試験片表面には腐食液により結晶粒界を現出させているが、き裂は切欠き底に存在する結晶粒内で発生し、その結晶粒内を約 $180\mu\text{m}$ 進展した後、結晶粒界を抜けてさらに別の結晶粒内を約 $20\mu\text{m}$ 進展していることが分かる。AFM によるき裂進展挙動の微視的な観察は、き裂が切欠き底に存在している結晶粒内を進展している間に行った。き裂が切欠き底から約 $90\mu\text{m}$ 進展し、き裂先端が図 5 中の白四角破線内にある、繰返し数 $N=4.0 \times 10^5$ cycles における AFM 観察例を図 6 に示す。ここで AFM 観察は、静荷重 100MPa 負荷した状態でやっている。また以降に示す AFM 画像は、全て静荷重 100MPa 負荷状態のものとした。図中のグレースケールバーで示されるように黒い部分が最も低く、き裂部分となっている。き裂先端は図中の黒四角破線内に存在するが、静荷重負荷によるき裂の開口が微小であり、き裂先端の正確な位置をすべり変形による表面の凹凸と分離して確認することはできなかった。

図 6 の試験片表面では、荷重軸直角方向に対して約 72° と -50° の角度を有する 2 つのすべり系 (Slips A, B) の作動が確認された。これらのすべり系は、図中の白矢印で示すようにき裂近傍以外でも作動しており、き裂が進展している結晶粒内の全域で格子状の段差として観察された。すなわちこれらのすべり系は、き裂先

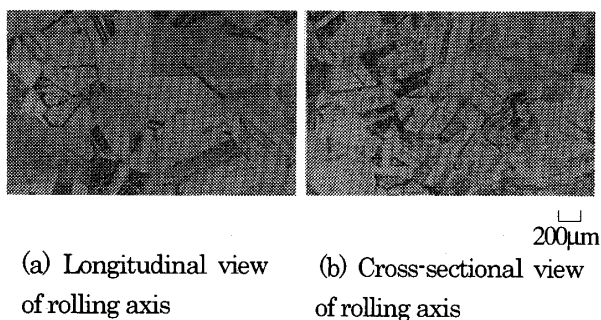


Fig. 3 Microstructure of material.

端近傍の高応力場とは無関係に、繰返し荷重負荷によって作動している。すべり系の試験片表面から内部方向への角度分布は不明であるが、これら A, B のすべり

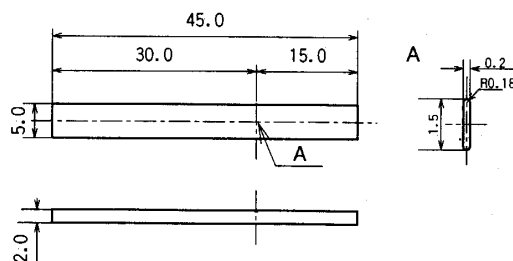


Fig. 4 Specimen configuration and dimensions (mm).

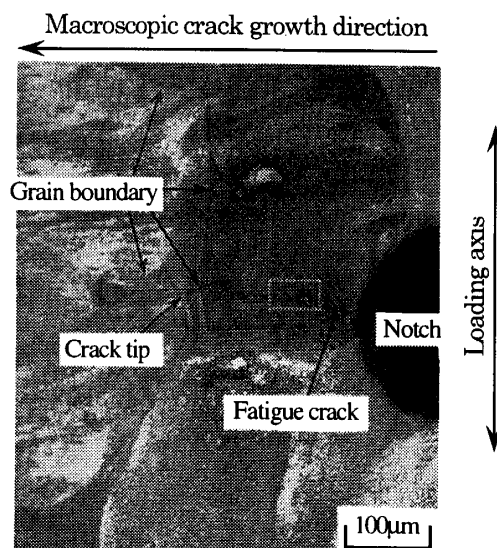


Fig. 5 Macroscopic fatigue crack growth paths at $N=1.3 \times 10^6$ cycles.

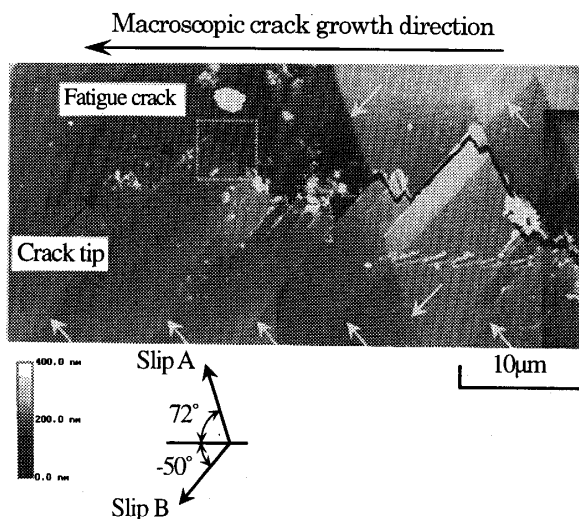


Fig. 6 AFM image at 100MPa of $N=4.0 \times 10^5$ cycles.

系ではシュミット因子が異なると考えられる。ここで、実際に試料表面で見られるすべり線の数や、以降のき裂先端近傍の微視的表面観察で確認されるすべり線の長さは、すべり A 面よりも B 面で長い。さらに B 面は負荷荷重に対する最大分解せん断応力方向に近い方向で表面に現れていることから、Slip B のシュミット因子が大きく、すべり A 面よりも B 面ですべりが作動しやすいと考えられる。ただし厳密には、最大分解せん断応力方向に対しては、切欠きの影響が存在する。図 6 に示すように、き裂は B 面に沿って進展した後屈曲して A 面上を進展し、再び屈曲して B 面上を進展するという挙動を繰返し、これら 2 つのすべり系に依存したき裂進展挙動が見られる。

4.2 微視的き裂屈曲様相 その 1 図 6 中の白枠領域内にき裂先端がある時点で、き裂進展過程を連続的に観察した結果を図 7(a)~(g)に示す。観察結果は $N = 3.47 \times 10^5 \text{cycles}$ からのものであり、観察間隔は $1,000 \sim 5,000 \text{cycles}$ とした。また同一の AFM 観察画像を 2 枚示し、一方の画像にはき裂を実線で、代表的なすべり線を破線で明示することによりそれらを判別しやすくしている。すなわち図(a)における左図は AFM 観察画像であり、右図は同一の画像に、き裂とすべり線を明記したものとなっている。ただし前述のように、き裂先端から作動しているすべり線と、き裂先端位置を正確に分離して測定することは困難である。したがって、図中実線で示しているき裂の先端は、き裂の断面形状測定などから概ねの位置を予測したものとなっている。

まず(a)は、き裂がすべり A 面に沿ってしばらく進展した後、屈曲して作動しやすい B 面上の Slip B₁ に沿って進展している状態である。き裂先端からは明瞭なすべり線、Slip B₁ が確認できる。本試験のようにき裂進展駆動力の小さい状態では、A、B 両方のすべり系が同時に作動することはない⁹⁾。したがって一方のすべり系が偏って作動し、このような一方向のすべり系に沿ったき裂進展が生じると考えられる。この時、作動しやすい B 面のすべり系に沿って、優先的にき裂が進展する様相が特に多く観察されている。次に 2,000cycles 後の(b)では、(a)に比べると Slip B₁ の先端位置、Point 1 にほとんど変化がなく、き裂が停留していることを示している。これは一つのすべり系、Slip B₁ に沿ってき裂が進展することにより、同一方向のすべり系が作動し続ける。その結果き裂進展方向のすべり系では繰返しひずみ硬化が生じ、き裂進展方向へのすべり変形が減少することで、き裂が停留すると考えられる。しかし(b)では、Slip B₁ の先端 (Point

1) より約 $3.5 \mu\text{m}$ 後方で、き裂先端よりもさらに後方の位置から A 面上で Slip A₁ が作動していることが分かる。今回の観察領域 ($5 \times 5 \mu\text{m}$) では直接確認できてはいないが、き裂が特定のすべり系に沿って進展している場合でも試料表面やき裂進展経路上には、すべり変形によって形成された微視的な段差や屈曲が、応力集中部として存在していることが予想される。Slip A₁ は、き裂が繰返しひずみ硬化によって停留することにより、そのようなき裂先端後方で応力集中部から作動したと考えられる。また Slip A₁ の先端からは、Slip B₂ が Point 2 まで作動しているのが分かる。Slip B₂ は、き裂先端が Slip B₁ 上にある時点から観察されていることから、Slip A₁ の先端からすべり B 面上を作動した交差すべりと考えられる。

次に(c)では、き裂先端よりも後方の Branching point 1 でき裂が分岐し、Slip A₁ 上を進展している。Slip B₁ に沿ったき裂は停留していることから、荷重の繰返しとともにき裂先端近傍で既に作動していた Slip A₁ 上での変形が大きくなり、Slip A₁ に沿ってき裂は分岐し、進展したと考えられる。さらに(d)ではき裂は Slip A₁ 上を進展し、Kinking point 1 で屈曲して交差すべりである Slip B₂ に沿って進展するのが確認された。一方(e)では、Slip B₂ の先端位置、Point 2 が(d)に比べてほとんど変化していない。すなわち Slip B₂ に沿ったき裂は、再び繰返しひずみ硬化の影響により停留していると考えられる。また Point 2 の後方約 $2.6 \mu\text{m}$ 、き裂先端よりも後方の位置から、(b)の場合と同様にすべり変形によって生じた応力集中部から Slip A₂ が作動し、Slip A₂ の先端からは交差すべり Slip B₃ が作動していることが分かる。さらに(f)で、荷重の繰返しとともに Slip A₂ 上の変形が大きくなるため、き裂先端よりも後方の位置、Branching point 2 においてき裂は分岐して Slip A₂ に沿って進展する。また(g)の Kinking point 2 において、交差すべり Slip B₃ に沿ってき裂は屈曲して進展するのが観察された。

以上の観察結果から、作動しやすいすべり B 面に沿ってき裂は優先的に進展するが、同一面上のすべり系が作動し続けることによって生じる繰返しひずみ硬化によって、き裂進展が停留すると考えられる。さらに、停留したき裂先端よりも後方の位置において、き裂縁よりすべり A 面にすべりが作動し、その先端からは B 面への交差すべりが形成される。そのような交差すべりに沿ったき裂の分岐と屈曲が、頻繁に生じることが確認された。

4.3 微視的き裂屈曲様相 その 2 前項で示した屈曲に比較すると、図 6 中の黒枠内では屈曲の間隔が

短い。そこでき裂先端がその黒枠内にある時点で、き裂先端近傍の連続観察を行った。この時の観察間隔は、2,000~7,000cycles である。図 8(a)~(g)に観察結果を示す。ここで(a)は、図 7(g)で Slip B₃ 上を進展していたき裂が、屈曲をせずにそのまま進展している状態である。また、図 7 と同様に同一の AFM 画像を 2 枚示し、一方の画像にはき裂と、代表的なすべり線をそれぞれ

それぞれ実線と破線で明示している。

(a)では Slip B₄ が見られるが、これは図中白矢印で示しているようなすべり線と同様で、繰返し荷重負荷によってき裂先端近傍の高応力場とは無関係に作動し、観察開始時には既に試験片表面に形成されていたすべり線である。すなわち図 6 中で、格子状の段差として確認されているすべり線の一部である。(a)と比較す

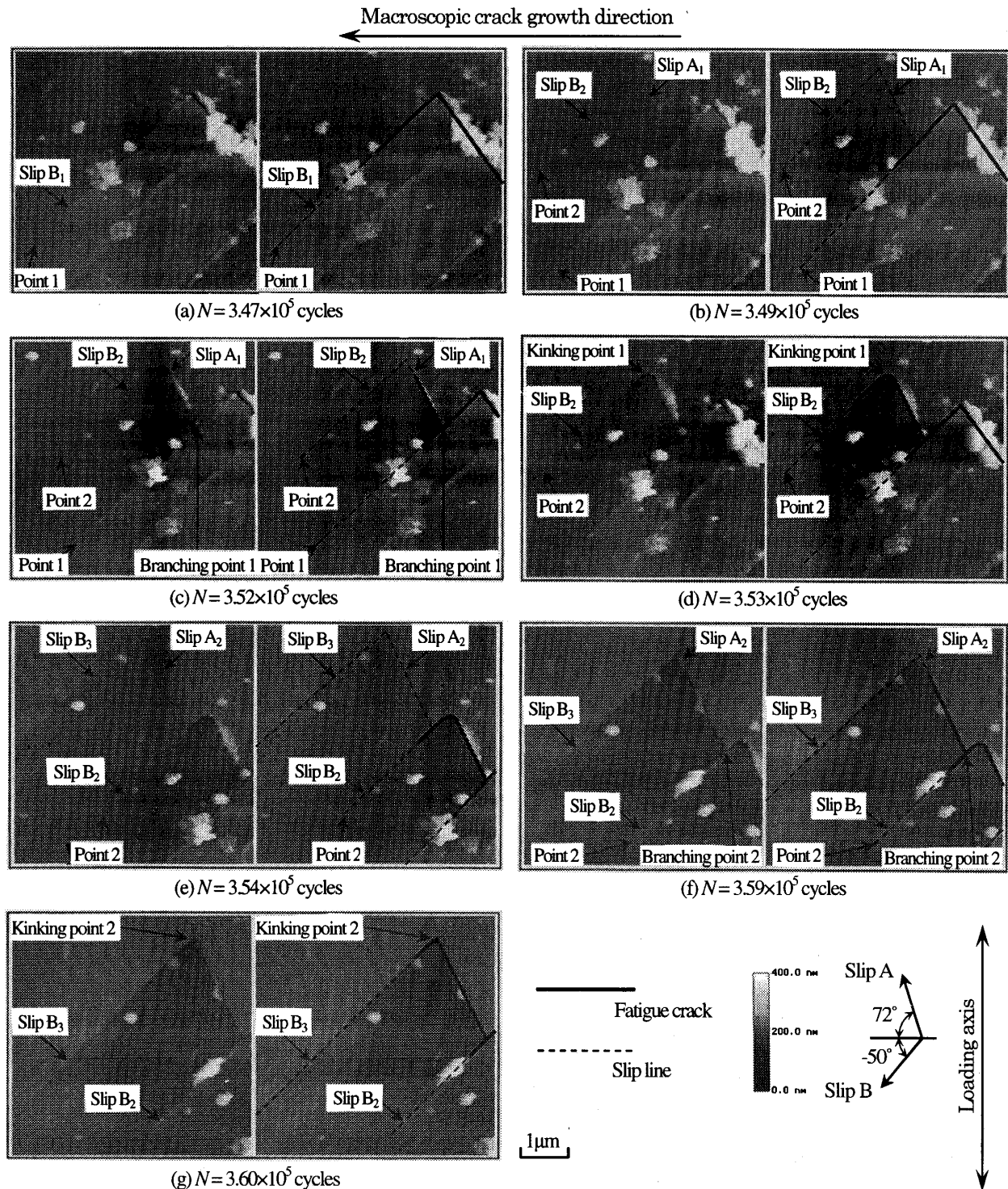


Fig. 7 AFM images of fatigue crack growth process.

ると、(b)では Slip B₃の先端位置 (Point 3) にほとんど変化が無いことから、Slip B₃ 上のき裂は繰返しひずみ硬化の影響によって、ほぼ停留していると考えられる。また停留したき裂の先端からすべり A 面上で Slip A₃が作動し、Slip B₄に達していることが分かる。さらに(c)では、き裂は Slip A₃と Slip B₅に沿って屈曲

しながら進展している。ここで図 8 では、図 7 のような明瞭な交差すべりは観察されず、き裂先端よりも後方における分岐挙動も見られなかった。すなわち図 8(a)~(c)における屈曲挙動には、交差すべりの影響はないと考えられる。なお(b)から(c)で、Slip A₃は Slip B₄を越えて作動し、き裂は Slip B₅に沿って屈曲して

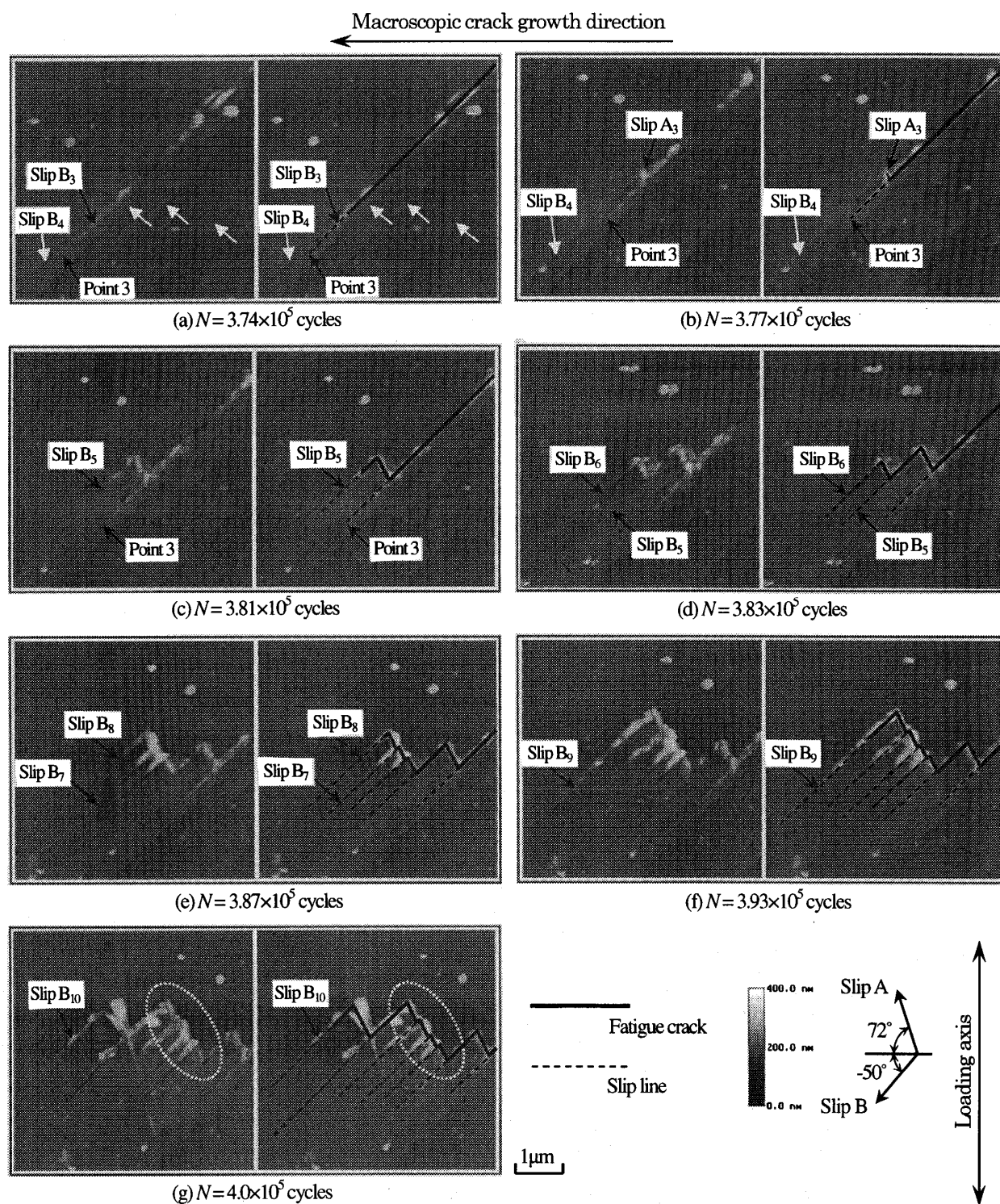


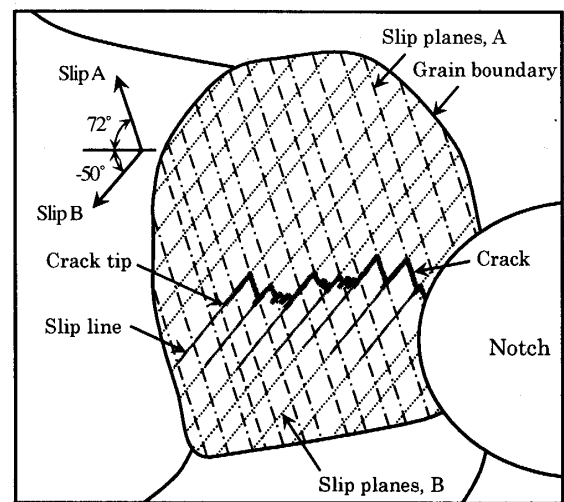
Fig. 8 AFM images of fatigue crack growth process.

いる。しかし、Slip B₄は前述のようにき裂先端近傍の高応力場とは無関係に形成されており、すべり B 面のすべり系の中でも特に作動しやすいすべり面と思われる。それにも係わらずき裂が Slip B₄に沿って進展しなかったのは、Slip B₄が既に繰返しひずみ硬化を生じている Slip B₃との間隔が狭く、Slip B₃上に堆積した転位群の影響により、Slip B₄のすべり変形が抑制されたためと考えられる。

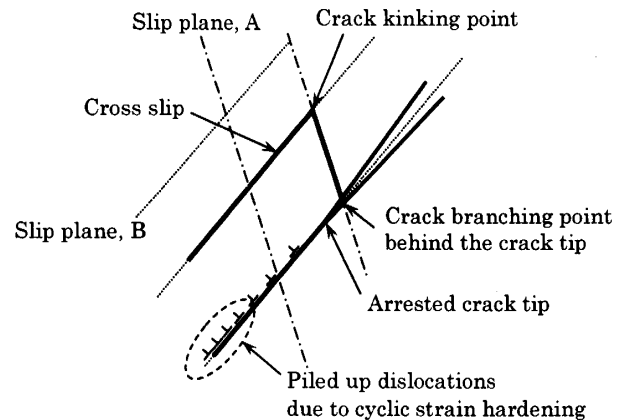
(a)~(c)で見られるような、交差すべりをともなわないき裂先端での屈曲挙動が(d)でも観察される。(e)~(g)においてもほぼ同様の屈曲挙動が観察されるが、すべり B 面上でのき裂進展量が短い部分では、(g)中の楕円で囲まれた領域のように、A 面上で一つのすべり系が作動しているように見える部分もある。しかし実際には、微小な領域で複数の屈曲が繰返されていることが分かる。このように B 面上を進展するき裂が、繰返しひずみ硬化により停留するまでの距離にはばらつきが存在し、周囲の転位密度などの影響を強く受けていると考えられる。

4.4 き裂屈曲モデル 以上のように、分岐、屈曲には間隔の異なる場合が見られた。すなわちき裂が交差すべりに沿って進展し、分岐・屈曲間隔の長くなる場合と、顕著な交差すべるときき裂先端後方での分岐が確認されず、屈曲間隔が短くなる場合である。このような相違が生じる理由として、次のような分岐、屈曲モデルが考えられる。図 6 中の白矢印で示したように、き裂が進展している結晶粒中にはすべり A、B 面でのすべり変形による段差が、ある間隔で存在している。これらの段差は、き裂先端近傍の高応力場とは無関係に繰返し荷重負荷によって形成されており、結晶粒内に存在する A、B 面のすべり系の中でも、特に作動しやすいすべり面が作動している部分である。すなわちこのような作動しやすい特定のすべり面は、図 9(a)中に模式的に示すように結晶粒中に格子状に存在しており、図 6 ではそのような特定のすべり面の一部分が作動し、段差として観察されていると考えられる。

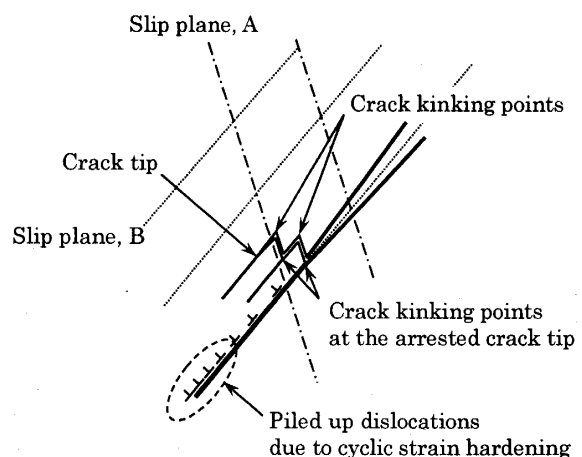
この結晶粒中ではすべり B 面でのシュミット因子が高く、き裂は B 面に沿って優先的に進展する。しかし、同一のすべり系が作動し続けることにより、そのすべり系では繰返しひずみ硬化が生じ、B 面に沿ったき裂の進展速度は次第に低下して停留する。この時図 9(b)に示すように、停留したき裂先端よりも後方において、き裂先端近傍に一点鎖線で表す作動しやすい特定のすべり A 面が存在する場合、その A 面上においてすべりが大きく作動し、破線で表す作動しやすい特定のすべり面上で B 面への交差すべりを誘起する。



(a) Schematic illustration of slip planes and crack growth path



(b) Crack growth with cross slip



(c) Crack growth without cross slip

Fig. 9 Schematic illustration of fatigue crack growth.

き裂先端近傍でこのような顕著な交差すべりが形成されると、き裂はその先端よりも後方で分岐し、交差すべりに沿って屈曲して進展するために、屈曲の間隔は長くなる。

一方図 9(c)に示すように、停留したき裂先端近傍のき裂面上に作動しやすい特定のすべり面が存在しない場合がある。このような場合は顕著な交差すべりが形成されずに、すべり B 面での繰返しひずみ硬化が生じる。その結果 A 面でのすべり変形が B 面に対して相対的に大きくなるために、き裂先端にて A 面上への屈曲が生じると考えられる。またこの A 面は、特定の作動しやすいすべり面ではないために図 9(b)に比べるとすべり変形量が小さく、特定のすべり B 面が存在しなければ交差すべりを誘起することもなく、すぐに作動しやすい B 面へ再びき裂は屈曲する。この場合の屈曲間隔は、B 面上の繰返しひずみ硬化により堆積した転位群の応力場に影響されるが、図 9(b)の場合より短くなる。また B 面も特定の作動しやすい面ではないため、B 面上での作動量も比較的短く、再び繰返しひずみ硬化の影響によって A 面上へき裂は屈曲すると考えられる。

5. 結 論

AFM 観察ステージ上に設置可能な、小型平面曲げ疲労試験機の開発を行った。開発した疲労試験機を用いて微小切欠きを有する α 黄銅の疲労き裂進展試験を行い、き裂先端近傍を AFM により連続観察することで、切欠き底近傍での微小疲労き裂進展機構について検討した。得られた結果を以下に示す。

(1) 積層圧電アクチュエータや、アルミ合金製フレームを用いることにより、AFM 観察ステージ上に設置可能な小型平面曲げ疲労試験機を開発した。

(2) AFM 観察により、き裂進展に関与する 2 つのすべり系が確認された。それらのすべり系ではシュミット因子が異なり、作動しやすさに相違がある。微小き裂のようにき裂進展駆動力が小さい場合には、作動しやすい一方のすべり系が偏って作動するため、そのすべり系に優先的に沿ったき裂進展が生じる。

(3) 一つのすべり系に沿ったき裂進展では、き裂先

端で一方のすべり系のみが作動することで繰返しひずみ硬化が生じる。繰返しひずみ硬化の影響によりき裂進展は停留し、き裂の分岐、屈曲が生じる。そのような分岐、屈曲挙動が微小き裂では頻繁に観察された。

(4) 同一の結晶粒内で、き裂進展に関与する 2 つのすべり系の中でも特に作動しやすい複数のすべり面が存在する。繰返しひずみ硬化により停留したき裂先端よりも後方において、き裂先端近傍にそのような特定のすべり面が存在する場合、そのすべりが大きく作動し、もう一方のすべり方向への交差すべりを誘起する。き裂はそのような交差すべりに沿って分岐、屈曲して進展するため屈曲間隔は長くなる。

(5) 停留したき裂先端近傍のき裂面上に、特に作動しやすいすべり面が存在しない場合、き裂進展方向のすべり系が繰返しひずみ硬化によって作動しにくくなり、もう一方のすべり系の変形量が相対的に大きくなることで、き裂先端において屈曲が生じる。この時の屈曲の間隔は、繰返しひずみ硬化により堆積した転位群の応力場に影響されるが、交差すべりが生じる場合よりは短くなる。

文 献

- (1) 菊川真, 城野政弘, 安達正晴, 材料, **27**-300 (1978), 853-858.
- (2) 菅田淳, 三浦康彰, 藤本信司, 原知宏, 城野政弘, 機論, **63**-613, A (1997), 1854-1859.
- (3) 菅田淳, 植松美彦, 藤本信司, 原知宏, 城野政弘, 機論, **63**-613, A (1997), 1860-1866.
- (4) 菅田淳, 植松美彦, 谷本憲史, 上南恵資, 橋本亜希桐, 城野政弘, 機論, **66**-646, A (2000), 1157-1164.
- (5) Jono, M., Sugeta, A. and Uematsu, Y., Fatigue and Fracture of Eng. Mat. and Struc., **24**-12 (2001), 831-842.
- (6) 尹祐根, 井上哲也, 野口博史, 東田賢二, 機論, **64**-622, A (1998), 1435-1442.
- (7) 中井善一, 大西健司, 楠川哲平, 機論, **65**-631, A (1999), 483-490.
- (8) 駒井謙治郎, 箕島弘二, 伊藤雅彦, 材料, **43**-486, (1994), 329-335.
- (9) 駒井謙治郎, 箕島弘二, 伊藤雅彦, 材料, **43**-486, (1994), 336-342.