

走査トンネル顕微鏡の疲労研究への応用

松 岡 三 郎*

Application of Scanning Tunneling Microscope to Metal Fatigue

Saburo MATSUOKA

1. はじめに

走査トンネル顕微鏡 (STM) は新しい装置で、最初の論文が発表されてから7年しかたっていない¹⁾。一方、金属疲労の研究は100年以上たっているが、未解決な部分が多く、現在でも破壊事故の主因となっている²⁾。本報告では疲労破壊研究へのSTMの応用の可能性について述べる。

2. 疲労破壊

Fig. 1のように、荷重を負荷すると、試験片表面にはすべり変形により新生面が生じる。同時に新生面には酸素や水分子が吸着し、酸化が進む。荷重除荷では逆すべりが起こるが、新生面の酸化のために変形の不可逆性が生じる³⁾。荷重を繰り返すと、不可逆変形が累積し、疲労き裂が発生する。

Fig. 2は5083-0アルミ合金の疲労特性を80%RH(相対湿度)の湿潤大気と0.0003%RHの乾燥大気中で調べた結果である⁴⁾。大気のような温和な環境下でも疲労特性は湿度に依存し、平滑と切欠き丸棒試験片ともに疲

労寿命は湿潤大気中のほうが短いことがわかる。また、真空、海水、高温などの異なる環境下では疲労特性が異なることは知られている。

したがって、疲労破壊の研究においては従来から検討が多くされてきたすべり変形などの形状変化の観察と同時に新生面の酸化の評価が重要であると考えられる。この点、STMは顕微鏡と分析装置の両方の能力を有し、種々の環境で使用できるので、疲労メカニズムの解明に対して極めて有力な武器と成りえる可能性がある。

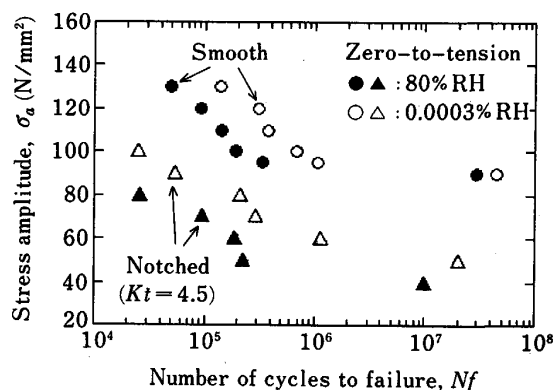


Fig. 2. S-N diagram for 5083-0 aluminium alloy.

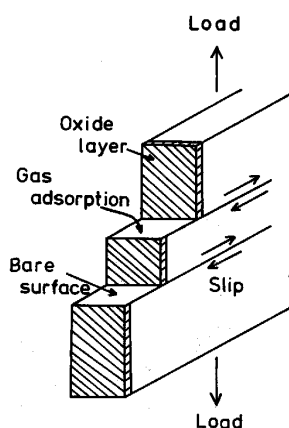


Fig. 1. Schematic illustration of slip deformation at specimen surface.

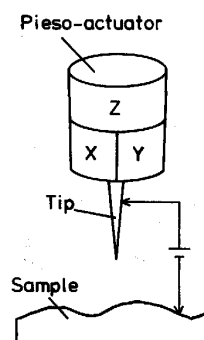


Fig. 3. Schematic illustration of Scanning Tunneling Microscope (STM).

平成元年1月30日受付 (Received Jan. 30, 1989) (依頼技術トピックス)

* 金属材料技術研究所 工博 (National Research Institute for Metals, 2-3-12 Nakameguro Meguro-ku, Tokyo 153)

Key words: scanning tunneling microscope; metallic materials; fatigue; slip; oxidation.

3. 走査トンネル顕微鏡 (STM)

3.1 原理

Fig. 3 に示すように, STM では電気伝導体 (探針)-絶縁体-電気伝導体 (試料) の間に数十 mV の電圧を負荷してトンネル電流を測定することを基本としている¹⁾. そこで, トンネル電流を一定に制御したもとの, 高性能のピエゾアクチュエータで探針を X と Y 方向に走査し, Z 方向の変位を測定すると, 試料表面の形状を原子レベルの分解能で観察することができる. 一方, Z 方向の変位を固定したもとの, バイアス電圧を変えてトンネル電流を測定すると分析が可能となる. さらに, 絶縁体としては真空のみならず大気, 純水, オイル, 液体ヘリウムなどが対象となるため, 多くの環境下で測定ができる. このように, 走査型電子顕微鏡 (SEM) などの従来の装置に比べて STM は優れた特徴を有している. しかし, 探針と試料表面の間隔を数十 nm とする必要があるため, 試料表面が厚い酸化物で覆われていると観察不可能になる欠点がある.

3.2 観察結果

STM を疲労メカニズムの解明に応用する第一歩として, 各種金属の研磨面, すべり面, 破面を STM で観察した結果を示す. 観察は定電流モードのもとで大気中で行った (トンネル電流 = 1 nA, バイアス電圧 = 15 mV).

3.2.1 研磨面

疲労過程を STM で調べるには, 通常のパフ研磨面や電解研磨面で安定な観察ができることが出発点となる. Fig. 4 に純鉄のパフ研磨面の STM 像を示す. 最終仕上げは 0.05 μm のアルミナで行ったが, このアルミナの粒径に対応した凹凸が観察できた. Table 1 には 8 種類の純金属と 3 種類の実用金属で観察した結果をまとめているが, 白丸印は Fig. 4 と同様な像が得られ, 観察可能であったことを示し, 黒丸印は Z 方向の変位が不規則に変化し, 安定な像が得られなかったことを示している. また, 銅の場合にはパフ研磨後にりん酸液中で電解

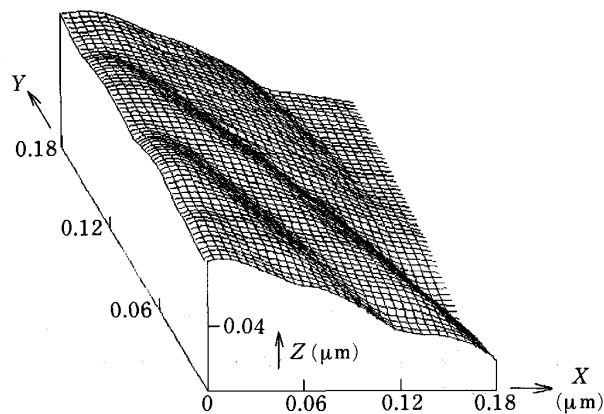


Fig. 4. STM image of specimen surface polished by alumina of 0.05 μm for iron.

研磨を行ったが, アルミナによる凹凸が消え, 平坦な面が観察できた. なお, パフと電解研磨においてはともに試料表面に酸化膜が形成されることから, 観察可能な場合でも酸化膜の影響は存在することになる.

3.2.2 すべり面

Fig. 5 に金のパフ研磨面に曲げで導入したすべりステップの STM 像を示す. X 軸に平行にほぼ 0.3 μm の凹凸が観察できるが, これは最終パフ仕上げの前に 0.3 μm のアルミナで研磨した傷と対応している. 一方, 斜めのすべり面上では凹凸が薄れ, ほぼ 0.2 μm のステップが形成されていた.

Fig. 6 と Photo. 1 は銅の多重すべりを STM と SEM で観察した結果である. 従来の研究⁵⁾によると, 金や銅のような fcc 金属ではひずみ量が増すと, すべり間隔は約 2 μm , ステップ量は約 0.2 μm で飽和する. 同様な寸法は Fig. 5 と 6 の STM 像でも得られている.

Fig. 7 と 8 は bcc 金属の鉄, hcp 金属の亜鉛のすべり面の STM 像である. これらのすべり面の観察結果は Table 1 にまとめたが, とくにアルミニウムでもパフ研磨面に金蒸着を行うことによってすべり面の観察は可能

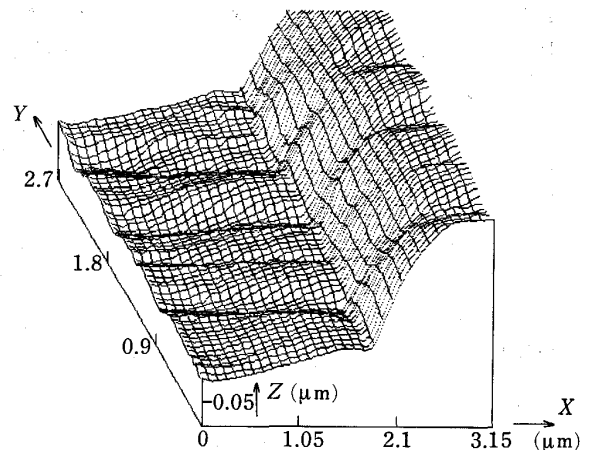


Fig. 5. STM image of single-slip for gold.

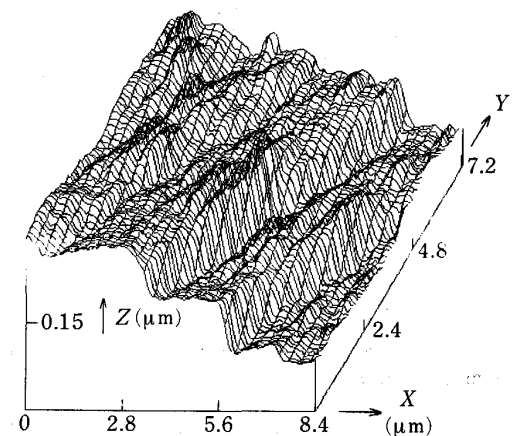


Fig. 6. STM image of multi-slip for copper.

となる。

したがって、すべり変形は疲労破壊の初期過程であることを考えると、STM を疲労研究に応用できる可能性は大きいことがわかる。さらに、今後すべり面上の酸化が STM により評価できるようになると、第2章で述べた逆すべりに及ぼす酸化の影響などに関する新しい知見が得られることが期待できる。これに関しては、すでに Ni (100) 面上の NiO 酸化物の存在を STM で分析した結果が報告されている⁶⁾。また、応力腐食割れやぜい性破壊もすべり変形を伴うので、これらの破壊現象に STM を応用できる可能性は大きい。

3・2・3 破面

STM による破面観察は SUS304 鋼と Ti-6Al-4V チタン合金の疲労破面とクロムのぜい性破面で行ったが、ここでは特徴ある結果の得られたクロムのぜい性破面について示す。

Fig. 9 の STM 像で左下から右上に延びているステップはリバーパターンに対応するものと考えられる。また、Photo. 2 の SEM 観察では平坦であると思われる破面上にも STM 観察では小さな凹凸があることがわかる。このように、STM は従来不足していた高倍率でのフラクトグラフィを集積するのにも役立つ可能性がある。



Photo. 1. SEM micrograph of multi-slip for copper.

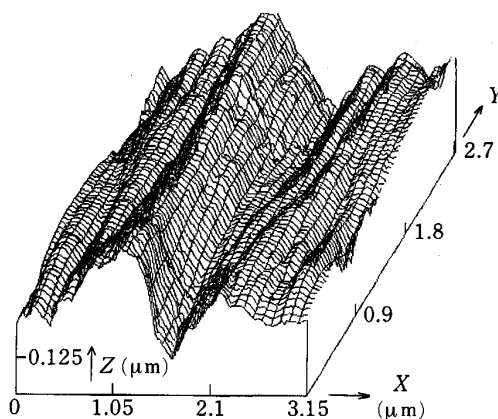


Fig. 8. STM image of multi-slip for zinc.

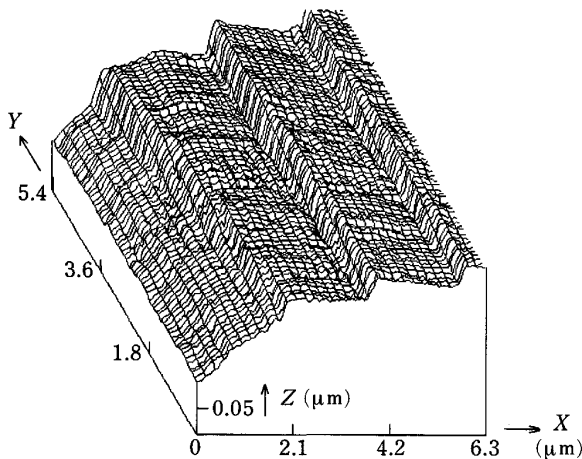


Fig. 7. STM image of multi-slip for iron.

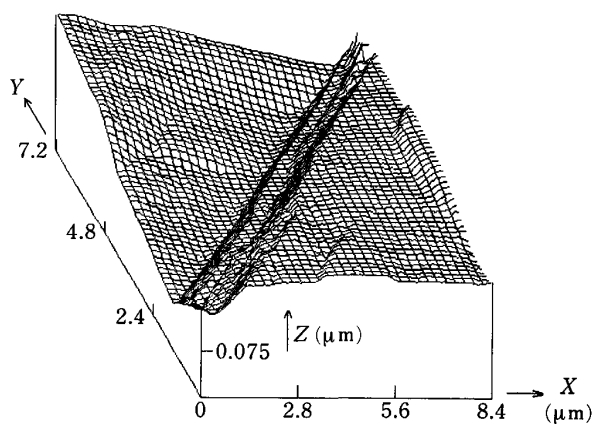


Fig. 9. STM image of brittle fracture surface for chromium.

Table 1. Summary of STM observation.

Surface conditions	Pure metals								Steels		Alloy
	Au	Cu	Pb	Ni	Fe	Cr	Zn	Al	SUS 304	SB 42	Ti-6Al-4V
Alumina polished	○	○	●	○	○	○	○	●	○	○	●
Electro. polished	—	○	—	—	—	—	—	—	—	—	—
Slip	○	○	—	○	○	—	○	○	○	○	—
Fracture	—	—	—	—	—	○B	—	—	○F	—	○F

○ : Observable ● : Not observable B : Brittle F : Fatigue



Photo. 2. SEM micrograph of brittle fracture surface for chromium.

4. 終 わ り に

STM を疲労破壊研究に応用することに関しては、すべり面 (すなわち新生面) 上での吸着や酸化反応を分析

することをはじめとして解決すべき問題は多くあるが、極めて有望である。また、材料が宇宙などの極限環境下で使用される機会が増えることを考えると、今後の疲労をはじめとした破壊研究の方向としては、力学と物理や化学などの異分野との境界領域における基礎研究を推進すべきであると考え。STM は顕微鏡と分析装置の両方の能力を有しているので、この方向の研究に適しており、積極的に導入する必要があると思う。

文 献

- 1) G. BINNING, H. ROHER and E. WEIBEL: *Physical Review Letter*, **49** (1982), p. 57
- 2) 総合材料強度講座 6, 疲労強度学 (西谷弘信編) (1984) [オーム社]
- 3) F. E. FUJITA: *Fracture of Solids*, **20** (1963), p. 657
- 4) S. MATSUOKA, S. NISIJIMA and H. HIRUKAWA: *Proc. 4th Int. Conf. on Aluminium Weldments, Tokyo* (1988), p. 3
- 5) B. JAOUJ: 金属の塑性 (1969) [丸善]
- 6) G. BINNING and H. ROHRER: *IBM J. Res. Develop.*, **30** (1986), p. 355