



研究ノート

エキソ電子と金属疲労初期症状

山本 幸佳*

Correlation between Exoelectron Emission and Metal Fatigue

Key Words : exoelectron, metal fatigue, plasma CVD, IVD, alumina

1. はじめに

原子力発電プラントなどの巨大システムが、構成材料の金属疲労が原因で事故に発展した事例は記憶に新しい。これらの事故はいずれも、金属疲労を初期段階で予知出来ておれば100%回避出来た筈であるが、現在の疲労検知技術では初期段階での予知は極めて困難である。疲労の初期段階から検知可能となるためには、疲労の兆候を表すシグナルと疲労度との間にリニアな相関関係が存在することが必要で、そのような探知法として熱刺激エキソ電子放射(TSEE: Thermally Stimulated Exoelectron Emission)が有力視されて来た。そこで母材金属の表面に絶縁性薄膜をコーティングし、その被膜からのエキソ電子放出量と母材の疲労度との間の相関を求めることを目的として種々の実験が行われて来た¹⁻³⁾。基板金属の疲労度と付加価値を高めるために表面にコーティングされた薄膜の損傷との間に1対1の対応関係が確認されれば、TSEEの計測は金属疲労の早い段階での予知法として極めて有望であると言える。

2. エキソ電子放射現象

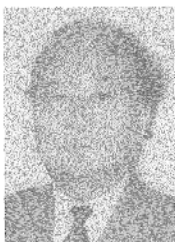
エキソ電子放射現象は大きく分けて熱刺激エキソ電子放射(TSEE)と光刺激エキソ電子放射(OSEE: Optically Stimulated Exoelectron Emission)が

あり、主として、絶縁物質のエネルギーレベルの禁制帯中において伝導帯のすぐ下付近に位置する多数の捕獲準位に、何らかの励起現象が原因でトラップされた電子が、熱または光で刺激することにより、表面から放出される現象である。表面近傍の情報を持って飛び出して来るため、表面解析の有望な手段となり得る。

熱刺激エキソ電子は一般に絶縁物質で結晶性の良いものから放出され易い。従って、その疲労度を検知したい金属の表面からは、直接には熱刺激エキソ電子は放出されない。そこで、疲労度を観測したい金属を基板として、その表面に絶縁性薄膜をコーティングし、基板金属の疲労度と表面薄膜からのTSEEとの相関関係を求めることにした。実際、ステンレス鋼にアルミナコーティングを施した場合、被膜が結晶質の場合はX線照射後熱刺激エキソ電子放射(TSEE)が観測される。基板金属と表面薄膜との接着性が良好であれば、基板金属の疲労の進展に応じて表面結晶性薄膜にミクロな損傷が増加し(顕微鏡で確認)、それがバンド構造の禁制帯内の捕獲レベルの増加をもたらすと考えられるため、疲労度とエキソ電子放出量との間にリニアな相関関係があると期待され、実際に、疲労度に対応したエキソ電子放射現象が観測された。

3. 成膜実験

基板金属として(SUS-304)試料片(90×10×2t)を選び、これにIVD(Ion Beam and Vapor Deposition)法及びプラズマCVD法によりアルミナ(Al₂O₃)膜のコーティングがなされた。プラズマCVD法で基板温度を900℃にしてアルミナコーティングを施すとエキソ電子放出が観測されるが、500℃でコーティングした場合には全く観測されなかった。この時の両者のX線回折パターンを図1に示す。前者の



* Takayoshi YAMAMOTO
1939年9月17日生
1963年大阪大学大学院工学研究科・
原子力工学専攻博士課程修了
現在、大阪大学ラジオアイソトープ
総合センター、教授、工学博士、
放射線応用物理学
TEL 06-6879-8823
FAX 06-6879-8825
E-Mail yamamoto@rirc.osaka-u.
ac.jp

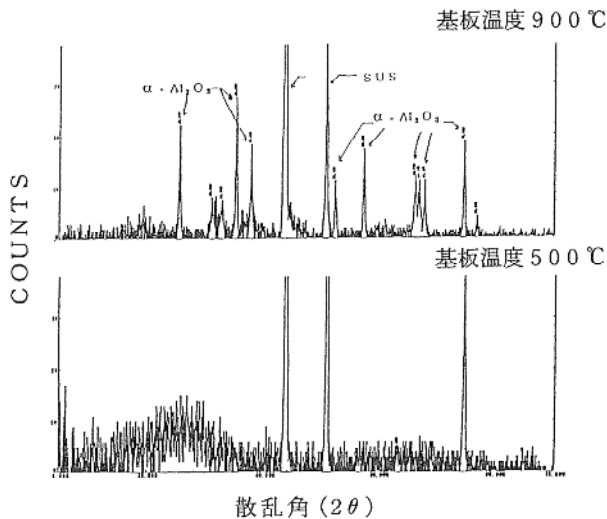


図1 プラズマCVD法により基板に蒸着されたアルミナからのX線回折像の基板温度依存

場合は α -アルミナのピークが顕著に現われているが、後者にはアルミナのピークが全くない。即ち、エキソ電子放出のために重要なことは α -アルミナ結晶の作成であり、 γ -アルミナとかアモルファスではエキソ電子は観測されなかった。

現状ではIVD法により Al_2O_3 結晶薄膜を形成するための最適化条件が確立されていないため、一般には Al_xO_y の形となり化学量論的組成にはなりにくい。従って、そのままではエキソ電子放射の観測は難しいが、酸素雰囲気中で 560°C に保ってアニールを行うとアルミナの結晶化が進み、疲労後エキソ電子放射が観測されるようになる。しかし、現実には高温でのアニーリングは試料を傷めることがあるため好ましくない。室温で薄膜形成ができることがIVD法の本来の特長であるため、IVD法のみによる結晶性薄膜の形成を目指して最適パラメータを見出すことが重要である。

4. 疲労度とエキソ電子放射との相関

一方、プラズマCVD法により Al_2O_3 を成膜した試料について、疲労度とTSEEとの相関について調べた。TSEEについては、一次励起としてX線(40kV, 5mA, W-target)を30min照射した後測定を行った。 Al_2O_3 を成膜した試料について、疲労させていない場合のTSEE放射は、約 500°C ～ 600°C の温度領域に若干ではあるがエキソ電子放射が認められた。

一方、種々の疲労試験を行った場合のTSEEグロー曲線を図2に示す。各グロー曲線は、疲労度を13.4%、33.4%、50%に変化させた場合の結果である。

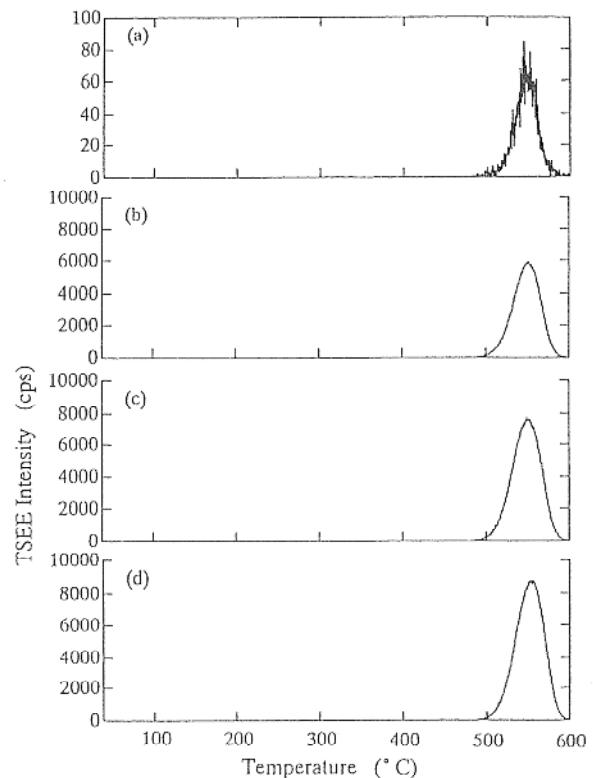


図2 プラズマCVD法により成膜した試料の各疲労度におけるTSEEグロー曲線 (a) 未疲労 (b) 疲労度13.4% (c) 33.4% (d) 50%

エキソ電子放出は、約 540°C 近傍に顕著なピークが現れ、疲労度とエキソ電子放出量の増加の傾向が一致している。したがって、ここで成膜に用いたプラズマCVD法により疲労度とEE放出量との相関が認められたことから、疲労の早期検知技術の実用化に一歩近づいたと考えられる。今後は、前述したようにIVD法による利点を有効に利用し、IVD法によって安定な Al_2O_3 薄膜の形成技術の確立が必要である。

5. ステンレス鋼の疲労強度に及ぼすアルミナ被膜の影響

金属疲労は一般に表面の微小クラックから成長して深部にも伝播し、やがて破壊に至ると言われている。その場合、本研究のように表面にセラミクス薄膜をコーティングすると、疲労強度にどのような影響を及ぼすのか興味あるところである。これまでの実験結果から言えることは、ステンレス鋼にアモルファス状アルミナ膜をコーティングした場合、その疲労限度が20%近く増加するということである。即ち、アモルファス状アルミナコーティングはステンレス鋼表面のすべり変形を抑制する働きがあること

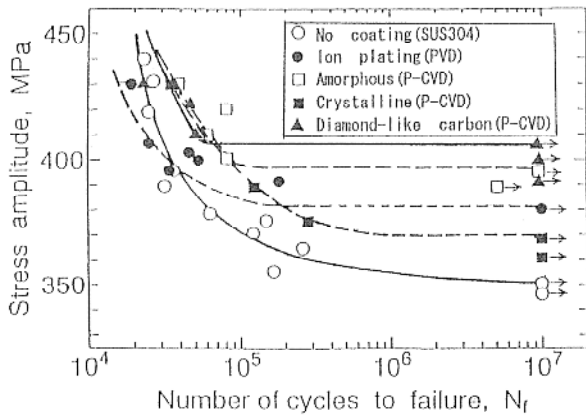


図3 繰り返し曲げ疲労における応力と曲げ回数(疲労度)との相関

がわかった。しかし、結晶質アルミナの場合は疲労限度の上昇は見られなかった。図3にその結果を示す。アルミナ被覆膜をアモルファス状にして疲労限度上昇という付加価値を持たせると、エキソ電子は放出されなくなるが、成膜法としてIVD法を採用することにより両方のメリットを取り入れることは可能であると考えられる。

6. 将来の展望

以上、金属表面に蒸着された絶縁性薄膜からのエキソ電子放射現象が、基板金属の疲労の初期の段階から検知に有益であることがTSEEによりクリアに実証されたが、最終的実用小型疲労検出器としては、可搬型ガスフローカウンターにする必要がある。コンパクトガスフロー型検出器は、TSEEに関しては充分期待もてる結果を得ているが、OSEEに関してはまだ未知数である。しかし、実用検出器としての感触は充分に得ているので、今後もデータの集積に努め、必要に応じて形状の改良なども検討して、

より現場で使い易い測定器の実現を目指すことは可能である。

一方、成膜法に関しては、疲労の初期検知という観点のみからは、基板温度の上昇を問題にしなければ、CVD法で良い結晶が得られるが、さらに付加価値を求めるならばIVD法が有力となる。しかし、IVDのみで満足すべき結晶が得られない場合は、基板全体をアニールするのではなく、表面のみをレーザー等でアニールする方法の採用も検討する必要がある。

また、DLC(Diamond-like Carbon)に関しては、疲労に対する金属材料の寿命延長という点からは薄膜の蒸着は大きな効果のあることが見い出されているが、現状の結晶性(大部分アモルファス)では、疲労の検知に利用できる程のエキソ電子放出量は得られていない。結晶性の改良が進めば、中間アモルファスの接着性の良さから、疲労検知のための有望な材料の候補と成り得るであろう。

参考文献

- 1) T.Yamamoto, T.Ikejiri, M.Nunogaki, K.Oda, K.Katagiri and J.F.D.Chubaci : Proc. 11th Inter. Symp. on Exoelectron Emission and Applications, Glucholazy (1994) 381.
- 2) T.Yamamoto, : Proc. 17th Karpacz Seminar on Exoemission and Related Phenomena, Turuwa (1996) 41.
- 3) T.Yamamoto, S.Awata, T.Tanaka, M.Watanabe, K.Sano and K.Katagiri : Proc. 12th Inter. Symp. on Exoemission and Its Applications, Polanica-Zdroj (1997) 81.

