

修士論文

フラクタル解析を用いた
金属破断面の特性化と
金属破壊機構解明への応用

1p ~ 96p 完

平成 12 年 2 月 10 日 提出

指導教官 酒井 信介 教授

86205 山際 謙太

目次

記号表	8
第 1 章 序論	9
1.1 研究の背景	10
1.1.1 破面解析	10
1.2 本研究の目的	12
1.3 本論文の構成	13
第 2 章 理論的背景	14
2.1 緒言	15
2.2 フラクトグラフィ	16
2.2.1 走査型電子顕微鏡による破面観察法	16
2.2.2 マクロフラクトグラフィ	16
2.2.3 マイクロフラクトグラフィ	16
2.3 破断面の 3 次元形状測定	19
2.3.1 走査型電子顕微鏡 (SEM) について	19
2.3.2 凹凸測定装置の動作原理	22
2.3.3 装置の構成	22
2.3.4 SEM による 3 次元形状解析の際の問題点	22
2.4 フラクタル解析	25
2.4.1 フラクタルの定義	25
2.4.2 フラクタルの例	25
2.4.3 フラクタル次元	26
2.4.4 フラクタルパワー則	27
2.5 金属破断面のフラクタル解析方法	29

2.6	TiAl 金属間化合物	31
2.6.1	構造材料としての TiAl 金属間化合物	31
2.6.2	TiAl 金属間化合物についての研究課題	31
第 3 章 提案するフラクタル解析手法		33
3.1	緒言	34
3.2	従来行われてきたフラクタル解析	35
3.3	破面のフラクタル性	36
3.4	提案するフラクタル解析手法	38
第 4 章 解析方法		39
4.1	緒言	40
4.2	試験片	41
4.2.1	TiAl 金属間化合物	41
4.2.2	TiAl の高温域破壊機構	42
4.3	装置	48
4.3.1	3次元解析機能付走査型電子顕微鏡	48
4.4	観察例	49
4.5	フラクタル次元の算出方法	53
4.5.1	算出方法の種類	53
4.5.2	ボックスカウンティング法	53
4.5.3	ボックスカウンティング法の 3次元化	53
4.5.4	解析用ソフトウェアの作成	54
第 5 章 解析結果		60
5.1	緒言	61
5.2	破面の形状測定結果	62
5.3	ボックスカウンティング法実行結果	63
5.4	フラクタル解析結果	66
第 6 章 解析手法の検討		76
6.1	フラクタル次元と倍率の関係	77
6.1.1	DEN 試験片破面のフラクタル次元と観察倍率の関係	77

6.1.2	CT 試験片破面のフラクタル次元と観察倍率の関係	78
6.2	フラクタル次元の破壊機構解明への応用	79
第 7 章 結論		80
7.1	結論	81
付録 A 機器の仕様一覧		82
A.1	SEM(ERA-4000) の概観	83
A.2	SEM(ERA-4000) の仕様	83
A.2.1	主性能	83
A.2.2	主機能	83
A.2.3	仕様性能	84
A.2.4	装置寸法	89
あとがき		91
	著者近影	93

目次

2.1	Effect of reflected electron	20
2.2	Effect of secondary electron	21
2.3	Principle of measure	23
2.4	Device construction	24
2.5	Koch curve	26
2.6	Sierpinski gasket	28
2.7	Cantor curtains	28
2.8	General idea of dimension	28
3.1	Fractal surface	36
3.2	Relation between the length of scale and the length of coastline and the circle	36
4.1	Test piece of DEN	43
4.2	Test piece of CT	43
4.3	Appearance of test piece of DEN (Creep)	43
4.4	Appearance of test piece of DEN (Creep fatigue)	43
4.5	Appearance of test piece of CT (800°C)	44
4.6	Appearance of test piece of CT (850°C)	44
4.7	Creep fracture surface of test piece of DEN	45
4.8	Creep fatigue fracture surface of test piece of DEN	45
4.9	Creep fracture surface of test piece of CT (800°C)	46
4.10	Creep fatigue fracture surface of test piece of CT (850°C)	46
4.11	Fracture model of TiAl transgranular fracture	47
4.12	Fracture model of TiAl intergranular fracture	47
4.13	Fracture model of TiAl intergranular fracture	47

4.14	Photo of Elionix SEM device	48
4.15	Photo of SEM probe	48
4.16	TiAl fracture surface(Creep \times 25)	49
4.17	TiAl fracture surface(Creep \times 100)	49
4.18	TiAl fracture surface(Creep \times 1000)	51
4.19	TiAl fracture surface(Creep \times 10000)	51
4.20	TiAl fracture surface(Creep \times 25)	51
4.21	TiAl fracture surface(Creep \times 100)	51
4.22	TiAl fracture surface(Creep \times 1000)	51
4.23	TiAl fracture surface(Creep \times 10000)	51
4.24	TiAl fracture surface(Creep fatigue \times 300)	52
4.25	TiAl fracture surface(Creep fatigue \times 1000)	52
4.26	TiAl fracture surface(Creep fatigue \times 10000)	52
4.27	Box counting method	57
4.28	Outline of Box Counting Method	57
4.29	Profile data obtained by SEM	57
4.30	Simplified algorithm for box-counting method	58
4.31	Simplified algorithm for box-counting method(3D)	59
5.1	TiAl creep fracture surface (CG)	62
5.2	TiAl creep fatigue fracture surface (CG)	62
5.3	TiAl creep fracture surface (CG)	62
5.4	Result of box counting method	63
5.5	Fracture surface applied box counting method	63
5.6	Fracture surface	65
5.7	Fracture surface	65
5.8	Result of box counting method	65
5.9	Relation between fractal dimension of creep fracture surface and magnification of observation (DEN)	66
5.10	Relation between fractal dimension of creep fracture surface and scale (DEN)	67
5.11	Relation between fractal dimension of creep fatigue fracture surface and magnification of observation (DEN)	68

5.12 Relation between fractal dimension of creep fatigue fracture surface and scale (DEN)	69
5.13 Relation between fractal dimension of creep fracture surface and magnification of observation (CT)	70
5.14 Relation between fractal dimension of creep fracture surface and Scale (CT)	71
5.15 Relation between fractal dimension of creep fracture surface and magnification of observation (CT)	72
5.16 Relation between fractal dimension of creep fracture surface and scale (CT)	73
5.17 Relation between fractal dimension of creep fracture surface and magnification of observation (CT)	74
5.18 Relation between fractal dimension of creep fracture surface and scale (CT)	75
A.1 Appearance of ERA-4000 SEM device	83
著者近影	93

表目次

4.1	Chemical composition(wt%)	41
4.2	Condition of fracture experiment(wt%)	43
4.3	Property of SEM	48

記号表

F_d フラクタル次元

η ボックスカウンティング法を行う際に使用するボックスのサイズ

第 1 章

序論

1.1 研究の背景

1.1.1 破面解析

従来の破面解析研究

金属破断面には破壊の進行状況を示す特徴的な模様が残されている。従って金属材料の破壊機構の解明や破壊原因の推定は、破断面の形状から情報を得ることによって行う事が多く、この手法をフラクトグラフィと言う。通常、肉眼および低倍率の光学顕微鏡を用いた破面解析をマクロフラクトグラフィと呼び、それ以上の倍率の解析をマイクロフラクトグラフィと呼ぶ。具体的にフラクトグラフィとは、破断面を肉眼や光学顕微鏡による観察、さらに高倍率で観察を行う為には、走査型電子顕微鏡 (SEM) を用いる観察により破断面の観察と解析を定性的に行う事である [5]。

従来の研究において、特に破面観察に対して言えることであるが、破面観察による破面解析には、ある程度熟練した技術が必要であると言う事が指摘されている。従って、観察による破壊機構の推定は、観察者の主観による評価と言う定性的解析の域を脱することができないと言われている。近年のフラクトグラフィの研究においては、破面の数値化を行い、その情報を解析する事により定量的に破壊機構を調べる研究が行われている。

破面の定量的評価

金属破断面を定量的に評価する方法には大きく分類すると次の 2 種類の系統に分類することができる [21]。

- 2次元画像処理を用いて行う破面解析
- 3次元トポロジー情報を用いて行う破面解析

2次元画像処理を用いて行う破面解析手法には、以下の手法が例として挙げられる。

- エッジ・線検出による手法
- テクスチャ解析による手法
- 破面形状の自動判別

3次元トポロジー情報を用いて行う破面解析手法には、以下の手法が例として挙げられる。

- 破面の画像を用いた 3次元像の再構築
- 破面あらかの直接測定
- ディンプル模様とストレッチゾーン幅の 3次元定量評価
- 破面形状のフラクタル解析

3次元トポロジー情報を用いた破面解析による破面の定量的評価は、破面形状の立体形状の直接観察が可能になるだけでなく、2次元では利用することができなかった高さ方向の情報を生かした解析になる為、今までにない破面解析手法をフラクトグラフィに提供するものとして注目を浴びている。

従来のフラクタル解析

3次元トポロジー情報を用いた破面解析の例はで述べたものがある。破面粗さの直接測定等は破壊と密接な関係を持つ為、解析手法としても確立されている。また、解析手法として確立されていない手法には、Mandelbrot が 1977 年に提出した概念である、フラクタルと呼ばれる概念 [15] を用いたフラクタル解析と呼ばれる手法がある。

2.4で詳細を述べるが、破面のフラクタル解析とはフラクタル幾何学の概念を破面の形状に応用することにより、破面の特性化さらには破壊機構解明を行うことを目的とした解析手法である。具体的には、フラクタル次元と呼ばれる値を用いて解析を行う手法である。これまでも金属破断面にフラクタル次元を適用する事により破壊機構の特性化を行う研究は数多く行われている [15]。しかし、現在までにはっきりとした研究手法が確立されている訳ではなく、また、フラクタル解析が破面解析の手法として有効であるのか否かも明確になっていないのが現状である。むしろ、フラクタル解析には否定的な意見も多い。

1.2 本研究の目的

本研究の目的を以下に挙げる。

1. 破壊機構特性化の手法として、フラクタル解析に着目し、破断面を特徴づける手法を提案する。
2. 提案した手法を用いて TiAl クリープ・クリープ疲労破面に対し、フラクタル解析を行い、破壊機構特性化を行う。その結果を用いて提案した手法の妥当性を検討する。

1.3 本論文の構成

本論文の構成を以下に挙げる。

第 1 章では、従来の破面解析と、フラクタル解析の研究について述べた。

第 2 章では、本研究を行う際に背景となる理論について述べる。

第 3 章では、本研究で提案するフラクタル解析の手法について説明する。

第 4 章では、解析方法について述べる。

第 5 章では、第 4 章の手法を用いて解析した結果を述べる。

第 6 章では、第 5 章の結果を用いて、提案したフラクタル解析の手法についての有効性を検討する。

第 7 章では、本研究の結論について述べる。

第 2 章

理論的背景

2.1 緒言

本章では、本研究を行う上で必要となる理論的背景について以下のことについて述べる。

- フラクトグラフィ
- 破断面の 3 次元形状測定
- フラクタル解析
- 金属破断面のフラクタル解析方法
- TiAl 金属間化合物

2.2 フラクトグラフィ

2.2.1 走査型電子顕微鏡による破面観察法

走査型電子顕微鏡は試料を電子線で走査し、これと同期して走査される、ブラウン管の輝度を試料から放出される 2 次電子や反射電子などの輝度の変化量に応じて変調させ、ブラウン管上に試料像を得るものである。これは、レプリカを作成して観察する透過型電子顕微鏡には分解能はおとる。しかし、レプリカのような面倒な手順を踏むことなく、破面自体を観察することができる。また、倍率の可変領域も大きく数十倍から 10 万倍まで連続観察が可能である。そのため、マクロとミクロの対応が付けやすく、連続写真やマッチング写真を簡単にとることができる。さらに凹凸が激しくレプリカ作成が困難な破面でも、容易に観察できるという特徴を持っている。しかし、レプリカでは試料を傷つけることなく観察できるが、走査型電子顕微鏡の場合には、試料を試料室に収まる大きさに切断しなければならないなどの問題点もある。

2.2.2 マクロフラクトグラフィ

マクロフラクトグラフィは、フラクトグラフィの第一歩で、事故解析の場合はこれによりおおよその見当がつく場合も多い。

一般に、破壊をそれに伴う塑性変形の大小により破壊を区別し、塑性変形の大きい破壊を延性破壊、塑性変形の小さい破壊を脆性破壊と呼ぶ。それぞれの破壊により出来る破面は特徴的模様を持つ。破壊はまた、結晶粒内をき裂が貫通する粒内破壊 (transgranular fracture) と粒界に沿ってき裂が伝播する粒界破壊 (intergranular fracture) に分かれる。粒界破壊は、巨視的には脆性的様相を呈するのが普通である。

2.2.3 マイクロフラクトグラフィ

電子顕微鏡で見た破面には、破壊過程に対応する種々の特徴的模様が観察され、破壊機構や破壊原因を解析するための有力な手がかりを与える。特徴的模様のミクロ観察を行なうのが、フラクトグラフィの基本である。特徴的模様を大別すると、結晶粒を横切って破壊の起こる粒内破壊と、結晶粒界に沿って破壊する粒界破壊に分けられる。以下に主な破面観察例を示す。

微小空洞の合体

延性を有する材料が大きな塑性変形を受ける場合に材料中の介在物や析出物などの第 2 相粒子を核として、微小空洞が発生し、やがてそれらが成長合体し破壊に至る。破面には至るところにディンプルと呼ばれる穴が観察でき、その底には、第 2 相粒子が存在することがある。このディンプルの大きなものを観察するとその穴の壁面に滑べり模様が見られることがある。これは、蛇行すべりあるいは、ストレッチングと呼ばれ、ディンプルが滑べり面分離によって成長したことを示している。ディンプルの形状は作用応力の大きさによって、決まってくる。単軸引張応力の場合には、等軸ディンプルができ、せん断変形が起きる時は、せん断方向に引き延ばされた、伸長ディンプルが作られる。また、引きさきの場合にも同様な伸長ディンプルが形成されるがその成長方向が異なる。

へき開

へき開は、ほとんど変形を伴わず原子間の結合がきれて、引張分離するものである。破面は結晶粒にほぼ対応するファセットと呼ばれる面からなっている。このファセットの上には平坦で無特徴な面とそれらの面を分離している段が表れる。これは、破壊がいくつかのへき開面にまたがって破壊がおこるため、平行なへき開面に沿ってへき開段が形成されるためである。そして、段の合体模様はリバーパターンと呼ばれている。また、へき開破壊のように特徴的なリバーパターンが見られるがその形が変形しているものがある。このような破面を擬へき開という。

すべり面分離

すべり面分離によって生じた破面は、さざ波状の模様や蛇がうねったような模様の蛇行すべりあるいは無特徴な領域などで形成される。そこでは、蛇行すべり、さざ波状のリップル、リップルが平滑になったストレッチングなどの様相を示す。

ストライエーション

疲労破壊でき裂が伝播する際に繰返し応力の 1 サイクルに対応して形成されるしま模様がストライエーションである。ストライエーションには、延性ストライエーションと脆性ストライエーションの 2 つがある。一般には、延性ストライエーションが観察できる。これは、き裂の微視的伝播方向にほぼ直角に形成される。

ストレッチゾーン

疲労に予き裂を入れた試験片に、静的に負荷をすると、予き裂の先端にすべり面分離によって生じた蛇行すべりやさざ波状模様が帯状に形成される。この帯状模様がストレッチゾーンと呼ばれている。

粒界分離

結晶粒界では原子配列が不規則で、析出物や不純物が集積しやすいために粒界強度が低下し、粒界割れが生じることがある。粒界割れは、疲労、応力腐食割れ、水素脆化割れ、クリープ、焼きもどいし脆化割れ、焼割れ、研削割れなどにおいて見られる。粒界ファセット上には、擬へき開、タング、ディンプル、ストライエーション模様、なめらかな無特徴模様などが形成されている。粒界に形成される、ディンプルはアルミ合金や高強度の延性破面、クリープ破面などで見られる。これらのディンプルのうち、延性や疲労および長時間で破壊したクリープ破面には、粒界に析出した第 2 相粒子が起点となっている場合が多いのに対し、高温・高応力が作用するクリープでは、粒界三重点などを起点とした微小空洞が発生し成長してディンプルが形成されると考えられており、起点に析出物が存在しないのが一般的である。

2.3 破断面の 3 次元形状測定

2.3.1 走査型電子顕微鏡 (SEM) について

動作原理

SEM は、試料表面の形状をブラウン管 (以下 CRT と記す) 上に拡大して表示する装置である。試料表面を縦・横 880×1152 の方眼に分割し、 $880 \times 1152 = 1,000,000$ 個の画素に分ける。

この画素を 1 画素ずつ電子線で照射し、試料表面から発生する二次電子量をブラウン管上の対応する画面に画素の明るさと位置を表示させる。

このようにして得られる像が SEM の二次電子像になる。

分解能

SEM の分解能は試料を照射する電子線の太さで決まる。仮に、5000 倍の拡大像を CRT 画面上の 100mm 四方に表示しているとする。

観察下にある試料表面の大きさは $100 \times 1/5000 = 20\mu\text{m}$ 四方となる。これを縦、横 880×1152 本に分割すると、1 画素の大きさは $20\mu\text{m} \times 1/1152 = 20\text{nm}$ となる。すなわち、5000 倍の鮮明な像を得るためには、試料表面からの二次電子発生領域の大きさは約 20nm 四方でなければならない。この事は試料を照射する電子線の太さを 20nm 程度にすることにより達成される。

高倍率で高解像度の像を得るためには試料を照射する電子線を十分に細く絞ることが必要となる。CRT 画面上で、 100mm 四方を縦、横 880×1152 本に分割すると CRT 画面の 1 画素の大きさは $100 \times 1/1152 = 0.1\text{mm}$ 四方となる。

人間の目の分解能は $0.1 \sim 0.2\text{mm}$ であるので、CRT 画面上の像は連続的な像として感じられ、モザイク画のように見えなくなり、不自然さはなくなる。

二次電子像と反射電子像

二次電子とは入射電子により試料表面付近から出た低エネルギーの電子である。これを正の高電圧 (約 10KV) を有する検出器で集束させ、シンチレータ (電子線のエネルギーを光に変換する素子) を発光させる。この光を光電子増倍管で増幅し電気信号とする。この電気信号を CRT の制御電極に印加して CRT 画面上の輝度変化として、二

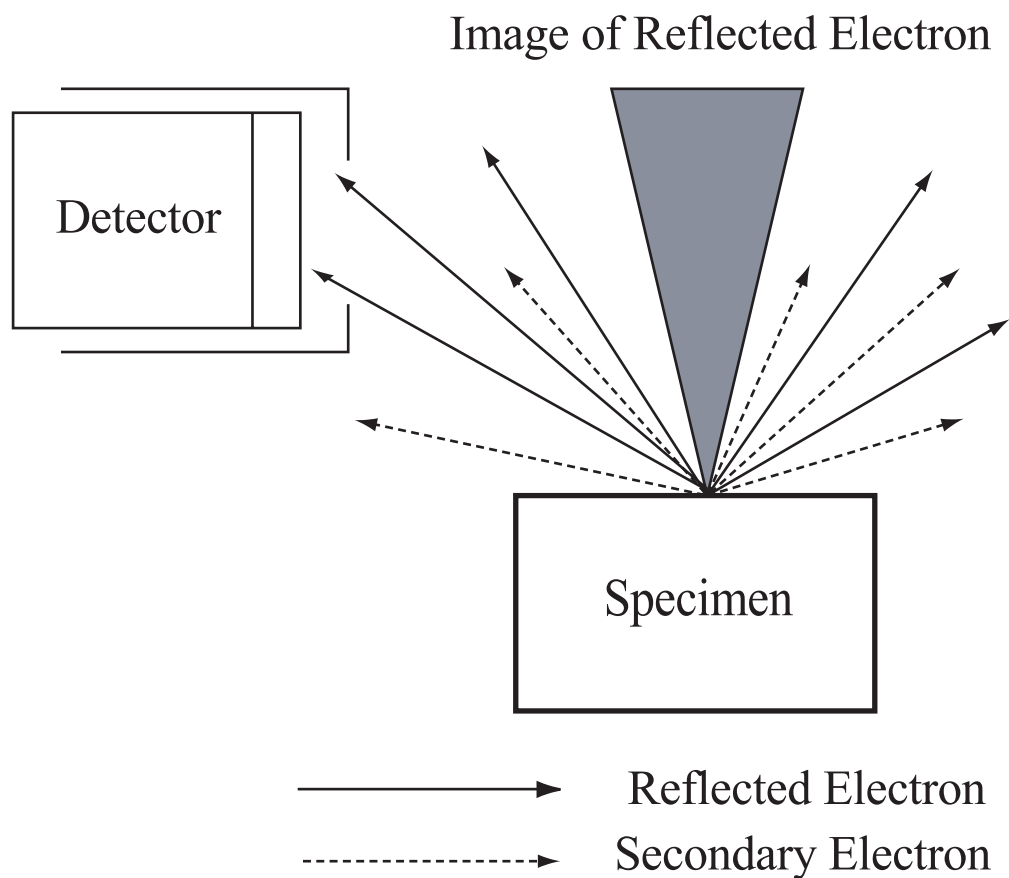


Fig 2.1: Effect of reflected electron

次電子量と対応させ像を得ている。

試料から放射される反射電子は照射エネルギーと同エネルギーを持つため、照射点から放射状に直進する。従って、検出器から見て試料の凹凸の陰にあたる部分で放射される電子は検出されないため、ちょうど検出器から証明された試料を電子プローブ方向から眺めたようなコントラストの像になる (Fig2.1)。

これに対して二次電子像では試料を眺める方向は変わらないが、コントラストのつき具合は変わってくる。二次電子はエネルギーが低く、そのまま検出器に入っても検出器に感じないので二次電子を集め、これを加速するための電位が与えられている。そこでプローブの照射点からあらゆる方向に放射される二次電子は一様に検出器に集まり、反射電子の時に見られたような照明効果はなく、単に放射量の変化に基づくコントラストのみを得る像となる (Fig2.2)。

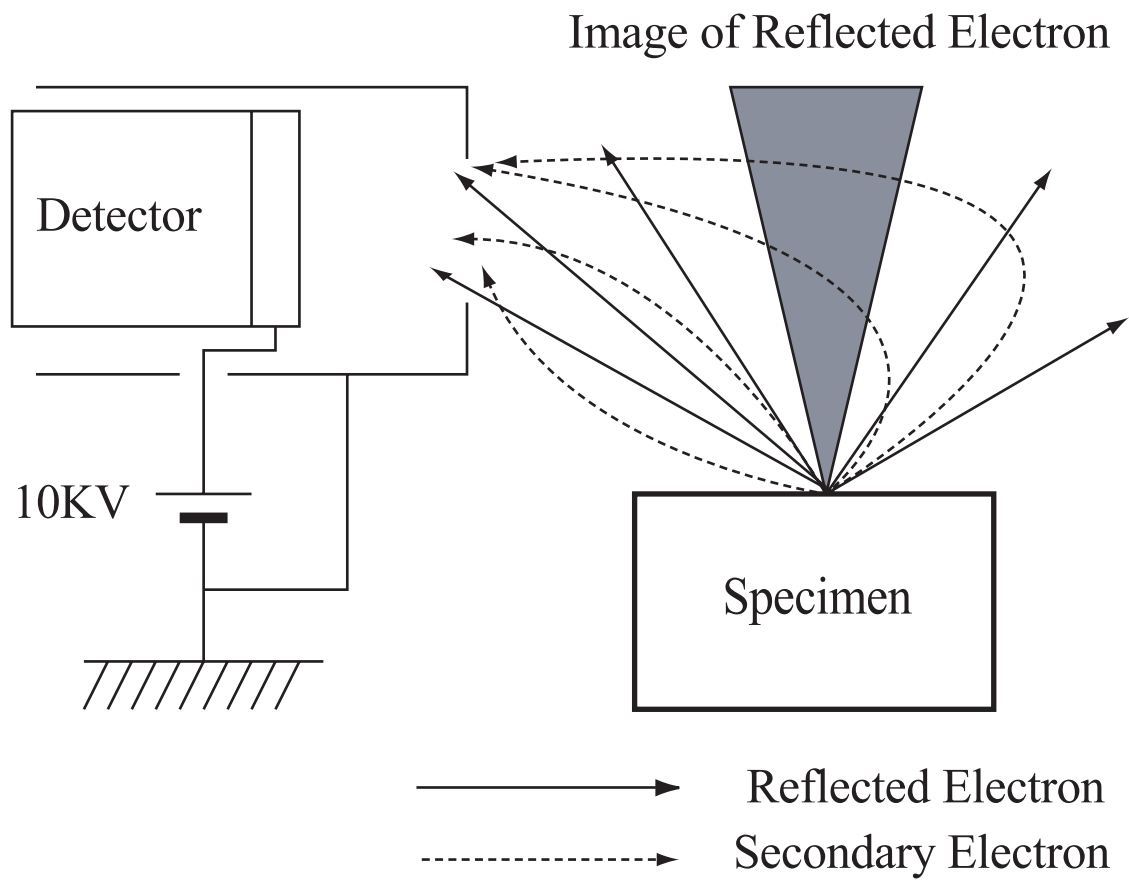


Fig 2.2: Effect of secondary electron

2.3.2 凹凸測定装置の動作原理

動作原理 1

試料面を電子線で照射した場合に発生する二次電子放出強度は、入射角の増大とともに、単調に増大する。また、その放出強度の角度分布も入射角度とともに変化し、その表面形状計測を行うために差分信号が必要となるため A、B、一对の二次電子検出器を備えている。入射角 θ における A、B 両検出器からの出力信号強度を a 、 b 、垂直入射における出力信号強度をそれぞれ a_n 、 b_n 、 K は定数とすると 2.1 で θ が 75 度以上の時に良い近似を示す。

$$\tan \theta = K \times \frac{a^2 - b^2}{(a_n + b_n)^2} \quad (2.1)$$

2.1 は SEM の通常の動作条件 (加速電圧 1 ~ 25KV) において、一般的に成り立つ。

動作原理 2

初期条件設定操作によって、なるべく等しい値に設定された a_n 、 b_n をあらかじめ電算機に取り込み、測定点における両検出器からの出力信号 a 、 b に対して演算を施せば、 $x - z$ 平面内における入射角 θ が算出される。

このようにして求められた試料の傾斜を積分していくことにより、 x 軸方向の表面形状を計測することができる。この測定原理を図 2.3 に模式図的に示す。

2.3.3 装置の構成

表面形態観察機能 (凹凸測定機能) 部の装置構成を図 2.4 に示す。

2.3.4 SEM による 3 次元形状解析の際の問題点

まず、試料を試料室に収まる大きさに切断しなければならないという問題がある。そして、SEM の性質上、中に入り組んだような形状のプロファイルがある破断面の場合、その入り組んだところまでは観察できないので、ただの穴としか認識されない。そうやって走査されたプロファイルのデータをフラクタル解析するため、どうしてもフラクタル次元の低下は避けることが出来ないものとなっている。この解決策としては、現在の観察では真上から観察しているが、これを試料ステージを傾けて様々な角度から観察してみるという手段が考えられる。

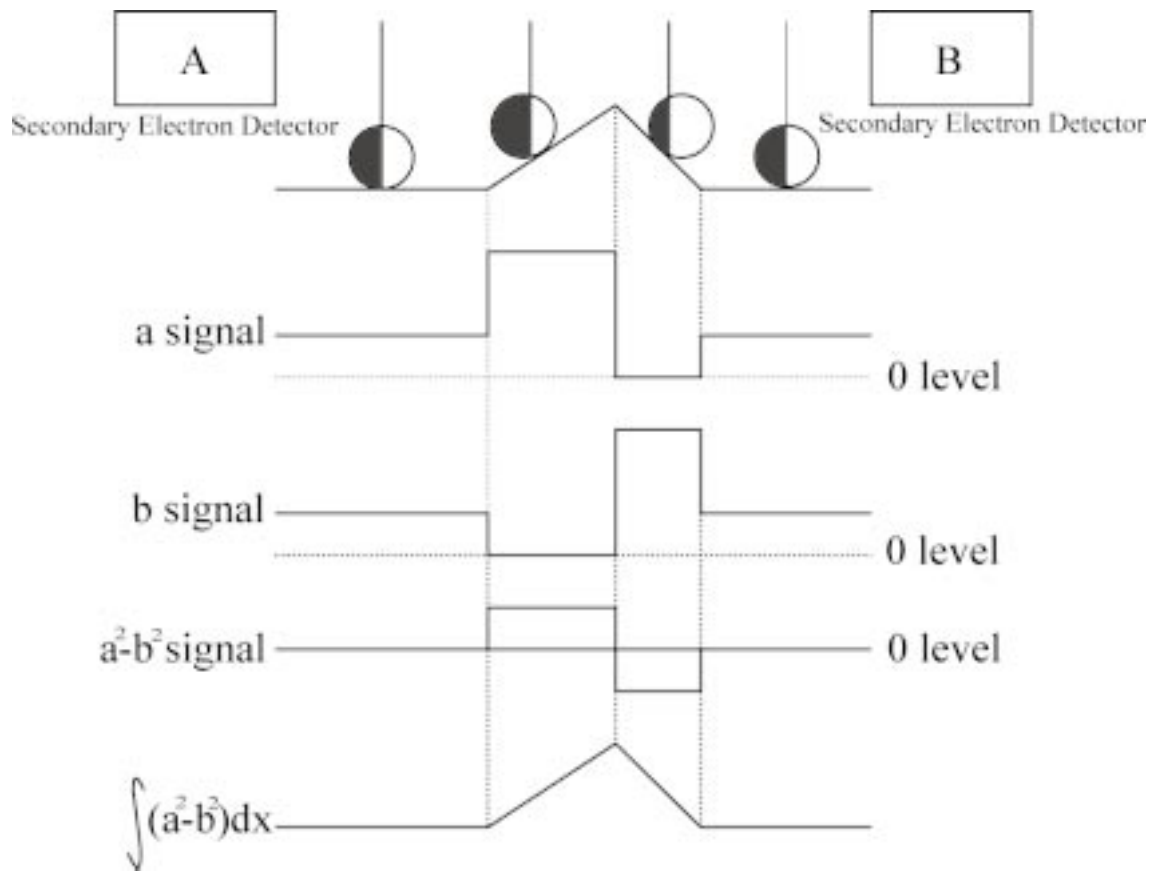


Fig 2.3: Principle of measure

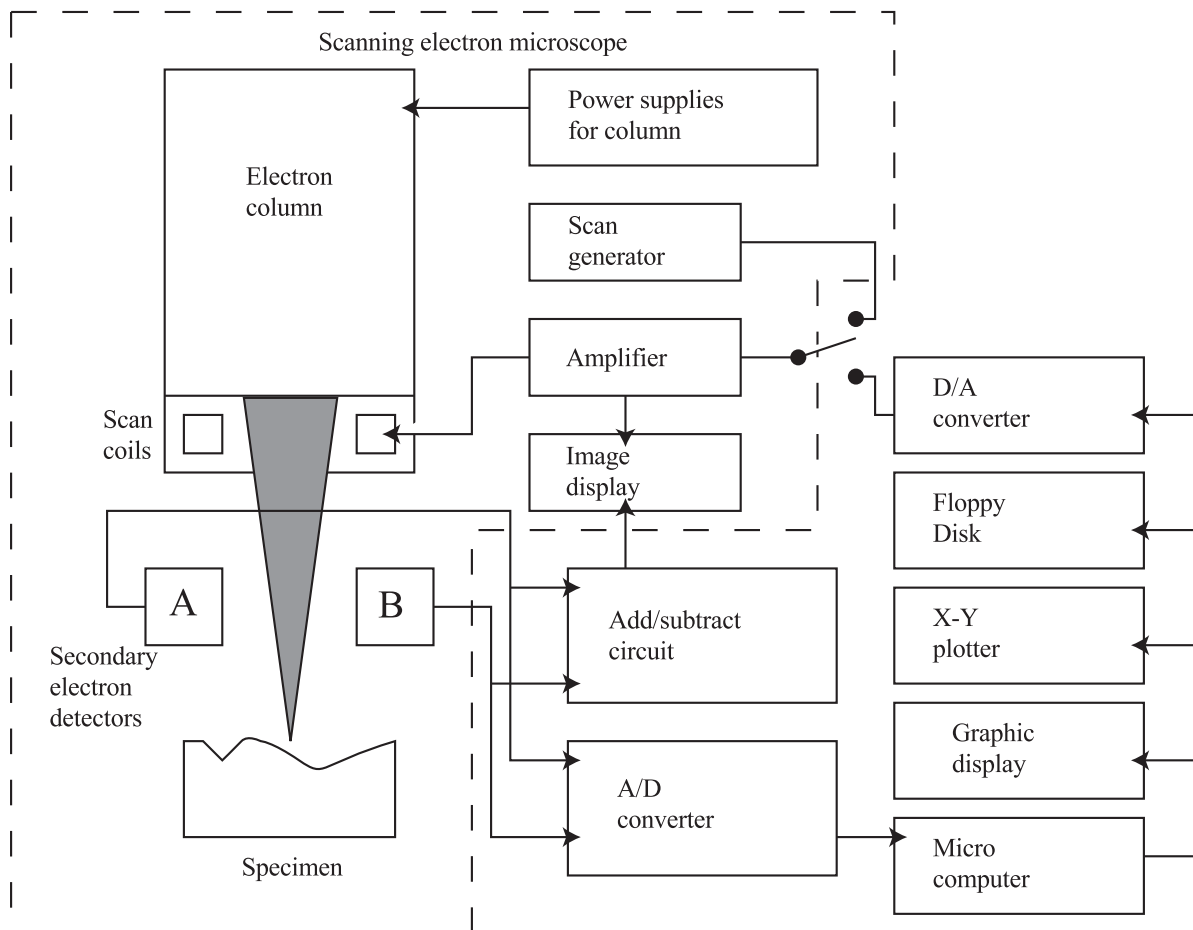


Fig 2.4: Device construction

2.4 フラクタル解析

2.4.1 フラクタルの定義

自然界に存在する物の形状は、おおまかに分類すると 2 種類に分類する事が可能である。それは、特徴的な長さを持つ形状と特徴的な長さを持たない形状という分類方法である。特徴的な長さと言うのは、対象とする物の形状を語る上でその物が持つ大きさの中で代表的な長さの事である。例えば、球であれば直径や半径が特徴的な長さである。特徴的な長さを持つ形状と言うのは、一般的に幾何学的に単純な形状を用いて近似する事により、その形状を構成する事が可能な形状である。一方、特徴的な長さを持たない形状と呼ばれる物は、幾何学的に単純な形状を用いることにより近似することが非常に困難な形状の物である。具体的には雲や、海岸線等が挙げられる。フラクタルとは、特徴的な長さを持たない形状や構造・現象の総称である。フラクタルという言葉自体は、Mandelbrot がラテン語の fractus(こわれた) という言葉から造った造語である。また、特徴的な長さを持たない図形の大切な性質は、自己相似性である。自己相似性とは、対象としている図形の一部が、全体と同じような形になっている図形の事である。さらに、自己相似性を持つ形状の特徴としては、縮尺に関わらず、同様の図形が観察されること、連続であるにも関わらず、あらゆる位置で微分不可能の曲線であることが挙げられる。

2.4.2 フラクタルの例

具体的に幾何学におけるフラクタルの例を挙げる。幾何学的にフラクタルである図形の例を Fig2.5に挙げる。

Fig2.5はコッホ曲線と呼ばれる曲線である。フラクタルを表すうえで代表的な曲線である。各ステップ毎を見てみると、 i 番目のステップは $i - 1$ 番目のステップを 4 箇所含んでいる事がわかる。これを繰り返す事により生成される図形は、任意の場所において切り取られた図形は全体と相似形にあることがわかる。さらに、このステップを無限に繰り返すことにより、連続かつ微分不可能な曲線を作成する事が可能になる事がわかる。その他、フラクタルを表す代表的な図形を Fig2.6,2.7に示す。

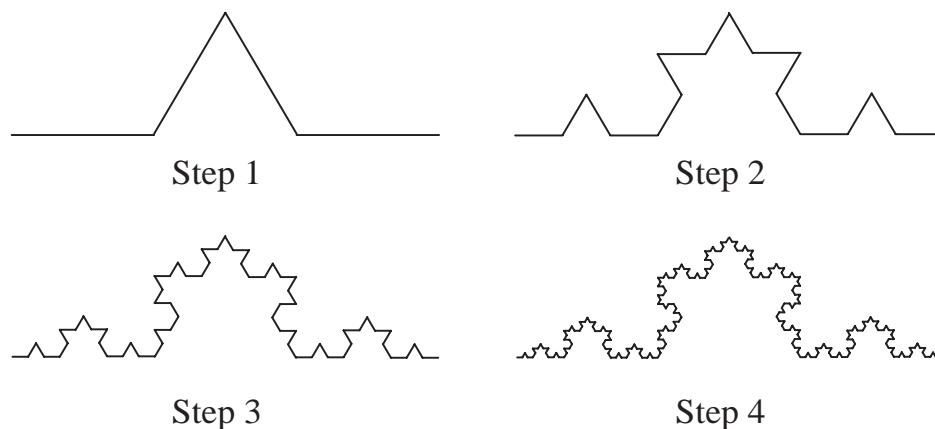


Fig 2.5: Koch curve

2.4.3 フラクタル次元

2.4.1, 2.4.2で示した通り、ある図形が特徴長さを持たない図形、すなわちフラクタルであるならば、必ずその図形は自己相似性を持ち、連続かつ微分不可能な関数で示される図形であることがわかる。フラクタル図形はフラクタル次元と呼ばれる値を用いることにより、定量的に評価することができる。

Fig2.8に次元の一般的なイメージを表した図を示す。通常、 n 次元と言う考え方は、点は0次元、直線は1次元、平面は2次元という考え方をする。これは、空間を表現する際に必要な独立変数の数であり、その空間の自由度と呼ばれるものである。また、 n は一般に非負の整数である。

フラクタル次元は、さらにこの考えを非負の実数にまで拡張した次元である。次元を実数 F_d で表すならば、曲線や曲面は次の様に表すことが可能である。

- curve $\Rightarrow 1 \leq F_d < 2$
- curved surface $\Rightarrow 2 \leq F_d < 3$

この様に、次元という概念を非整数の領域にまで発展させることにより、フラクタル図形を定量的に評価する事が可能となった。また、Fig2.8から、フラクタル次元は、図形の形状の複雑さを表していると考えられる。さらに、形状が複雑であるほど、フラクタル次元は大きくなるという性質がある。

2.4.4 フラクタルパワー則

フラクタル次元の基本的な概念は、2.4.3で述べた。次にフラクタル次元を具体的に表すフラクタルパワー則について述べる。以下、 F_d はフラクタル次元である。

まず、自然の海岸線の長さを測ることを考える。2点間の距離を求める時、その測るスケールによって海岸線の長さは変わってくる。一般に測るスケールを小さくしていくと、その距離は長くなっていく。ここには、

$$L = C\Delta^{1-F_d} \quad (2.2)$$

の関係が成り立つ。ここで L は Δ で測った時の海岸線の長さで、 C と F_d は測定とは独立な定数である。ここで、 Δ_0 を使って記述すると

$$\log \frac{L}{L_0} = (1 - F_d) \log \frac{\Delta}{\Delta_0} \quad (2.3)$$

ここで、 F_d は、海岸線のフラクタル次元と呼ばれていて、異なる海岸線だと異なるフラクタル次元を持っている。 $F_d = 1$ は、幾何次元と呼ばれる。もし、 $F_d = 1$ だと、直線は測る長さの影響は受けないということになる。この規則は、地理学だけでなく、機械、物理、化学の分野でも成り立つと言われている。

この、パワー則は、非整数を用いて

$$\frac{P}{P_0} = \left(\frac{\Delta}{\Delta_0} \right)^{d_r - F_d} \quad (2.4)$$

と書くことができる。ここで、 P は Δ で測った大きさである。

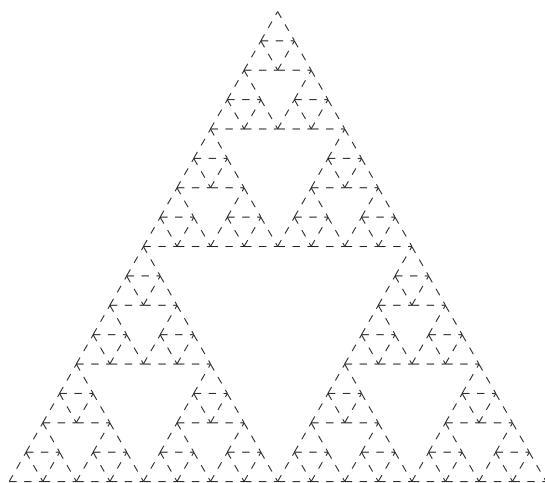


Fig 2.6: Sierpinski gasket

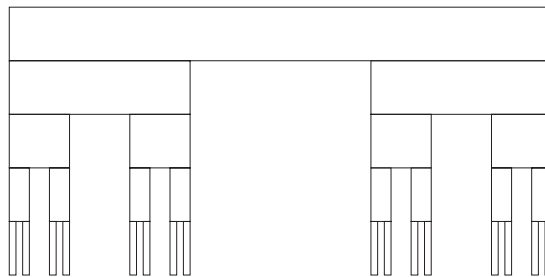


Fig 2.7: Cantor curtains

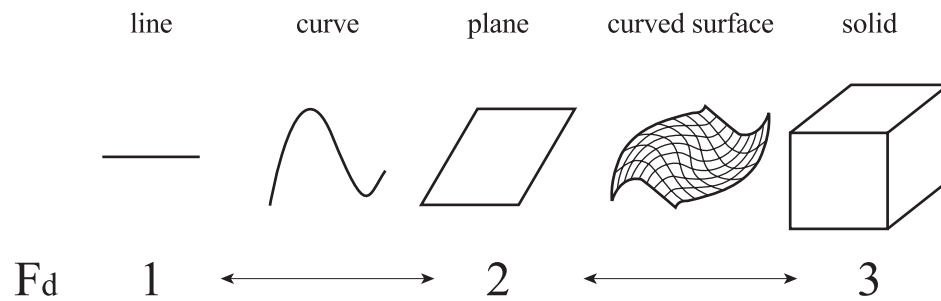


Fig 2.8: General idea of dimension

2.5 金属破断面のフラクタル解析方法

金属の破断面のフラクタル解析方法には主に 3 種類の方法がある。

1. スリットアイランド法
2. 垂直断面を解析して求める方法
3. プロファイルのフーリエ解析から求める方法

それぞれについて簡単に説明する。

スリットアイランド法

破面を平行な平面でカットし表れる島の形状の周囲の長さ P とその島の面積 S を両対数グラフにプロットしていく。このプロットした点を最小 2 乗近似して求めた傾きからフラクタル次元を求めることができる。

フラクタル次元 d_f は

$$d_f = \text{slope} + 1 \quad (2.5)$$

の関係式が成り立ち、この式からフラクタル次元を求めることができる。。一般にこの解析はベークライトなどで型どりしたものを、小さな島が出てくるまで削り、その部分を写真などにとってイメージ処理して解析する。

垂直断面を解析して求める方法

破面の垂直断面に現れる高さ曲線のことをプロファイルと言う。この方法は、プロファイルの長さで測定するスケールとの関係を求めるものである。信頼できる値を求めるためにいくつかの違った角度でプロファイルをとって解析をする。プロファイルの長さ L と測定スケールの ϵ の関係はフラクタルパワー則に従う。

$$L(\epsilon) = C_0 \epsilon^{-(d_f-1)} \quad (2.6)$$

プロファイルの長さではなく粗さの指標である $R_L(\epsilon) = \frac{L(\epsilon)}{L'}$ を用いて表すことができる。ここで、 L' はプロファイルを破面に平行な面に投影した長さである。

この粗さの指標を用いると

$$R_L(\epsilon) = C \epsilon^{-(d_f-1)} \quad (2.7)$$

という関係がある。この $d_f - 1$ の値は $\log L$ と $\log \epsilon$ あるいは $\log R_L$ と $\log \epsilon$ をプロットしてその傾きを求めることで得られる。

また、このプロファイルの粗さの指標 R_L と、表面粗さ R_s の関係は次式のようになる。

$$R_s = \frac{4}{\pi}(R_L - 1) + 1 \quad (2.8)$$

ここで、表面粗さの指標 R_s は、測定した表面積の投影した面積に対する割合である。しかし、これは破面が荒れて来た時には当てはまらないともいわれている。

プロファイルのフーリエ解析から求める方法

プロファイルについてフーリエ解析しそのスペクトル S と周波数 f の関係が 2.9 で表されることがある。

$$S(f) \propto f^{-\beta} \quad (2.9)$$

スペクトルがこのようにべきの形をしている時に、べきの指数 β とフラクタル次元 d_f の間には以下の関係がある。

$$\beta = 5 - 2d_f \quad (2.10)$$

従って、スペクトルの傾きから、上式を使ってフラクタル次元を求めることができる。

2.6 TiAl 金属間化合物

2.6.1 構造材料としての TiAl 金属間化合物

材料の用途としては、機能材料や構造材料がある。構造材料は変形や破壊に対する抵抗力が主として利用される。これまで、構造材料の主流は鉄やアルミニウムなどの金属であった。しかし、典型的な金属材料の特性は開発され尽くしたともいわれている。たとえば、耐熱材料の研究はいろいろと行なわれ 1000°C で使用できるニッケル基耐熱合金が開発された。けれども現在では、 1050°C の耐熱温度を達成するためには単結晶化など高度でかつ特殊な手法を取り入れない限り、困難になっている。

このような、情勢のなか様々な構造用新素材が登場してきた。複合材料、セラミックス、そして、金属間化合物である。今現在どの材料も発展段階で、さらなる研究が必要な状況である。金属間化合物は数十年前までは、脆いという理由で構造材料としては使用できないとされていた。一方で、温度が上昇するほど耐力が大きくなるという逆温度依存性が発見されていたが、脆性改善策が見つからないため、利用には至らなかった。その後、添加物を加えることで、改良できることが発見され注目されるようになった。TiAl も、有用な軽量耐熱材料になり得る可能性が示され着目されるようになった。TiAl は 1000°C で使用をのぞみ得る材料とされている。密度は、 $3.8\text{g}/\text{cm}^3$ 、融点は 1480°C で長所は、比強度であり、高温では超合金に匹敵するヤング率と耐力を持っていながら比重は半分以下なのである。欠点是对酸化性といわれている。 800°C を越えれば低下するが、表面処理や表面被覆が有効で第三元素添加により改善できるので 1000°C まで、使用できる。その他この材料の難点は高温塑性加工に高度技術を要すること、幅広い用途を開拓するには常温延性が十分でないこと、比強度に換算しても超合金を上回らないことなどがある。現在もこの点を改良するために組織制御などが研究され改良されている。

2.6.2 TiAl 金属間化合物についての研究課題

2.6.1 節で述べたように、TiAl 金属間化合物は、軽量で耐熱性に優れている。そのため各種エンジンやガス・タービンの部品への適用が考えられている。特に航空機用エンジンに使用される時には大きなメリットがあると考えられている。しかし、破壊靱性やクリープ特性を向上させると引張特性が低下するのが一般的である。この相反する関係は完全には理解されていない。このことが高温材料として広く用いられるに至

らない一因である。現在解決すべきことからは、

1. 熱間加工性や最終特性に及ぼす組成や組織の不均一性
2. 制御組織の工学的な設計
3. 各組織構成相の特定性質に及ぼす影響
4. 機械的性質を改善するための合金組成や組織の最適化

などがあげられる。さらに実際のタービンエンジンへの全般的な利用のためには完全層状組織の特性を劇的に向上させる必要がある。これらの組織を有する材料の欠点は

1. 引張特性と破壊/クリープとの間の逆向きの関係
2. タービンエンジン部品として 1225K まで使用する場合の強度の低さ
3. 1125K 以上における耐酸化性に対する懸念

現在は、開発段階で組織の形成、層状組織における変形や破壊の異方性、組織と性質の関係、破壊の挙動などについての深い理解を必要としている。

第 3 章

提案するフラクタル解析手法

3.1 緒言

本章では、本研究において提案するフラクタル解析手法について述べる。従来のフラクタル解析の問題を指摘し、提案する手法の着眼点とその手法について述べる。

3.2 従来行われてきたフラクタル解析

不規則現象の定量解析法については、従来より多くの手法が開発されており、それぞれの現象に応じて固有の解析方法が応用されている。フラクタル解析も不規則現象の定量解析法として提案されたものの一つである。

フラクタル解析は、不規則性を定量的に表す量としてフラクタル次元を用いるが、フラクタル解析に関する基礎理論は、現在まだ発展途上にあり、十分に体系化されていない。また、フラクタル次元に関してもいくつかの定義を持っており、統一された定義は存在しない。

従来のフラクタル解析に関する研究は、破面の試験条件とフラクタル次元の関係を求めることにより、破面の特性化を行うという主旨の研究が多く、観察倍率等の観察条件や2.4.3で述べるフラクタル次元を算出する際の解析条件に対して考察を述べた研究は少ない[25]。しかし、4章で述べるように、実際にフラクタル解析を行い破壊機構の特性化を行う際には、観察倍率等の破面観察条件、またフラクタル次元を算出する条件がフラクタル次元の値を左右する為、観察条件に関しては慎重に決定する必要があると考える。

3.3 破面のフラクタル性

これまでのフラクトグラフィ研究の成果から、金属材料の破壊機構は、微視レベルにおける引張分離に対応するへき開、せん断分離に対応する微小空洞の成長、すべり面分離の3つに大別されることがわかっている。従って、破面はこれらの破壊機構の集合であることがわかる。金属破断面を電子顕微鏡を用いて観察してみると、破面の形状が複雑な形状から、徐々に観察倍率を高倍率にするに伴い、ファセットやへき開面等が強調された単純な形状へと変化して行くことから、このことは容易に理解できる (Fig3.1)。

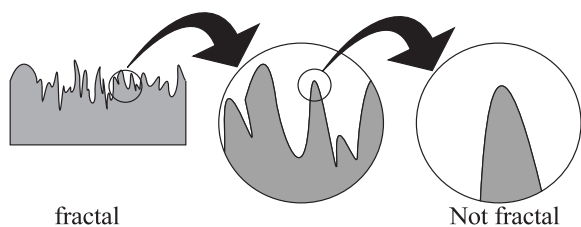


Fig 3.1: Fractal surface

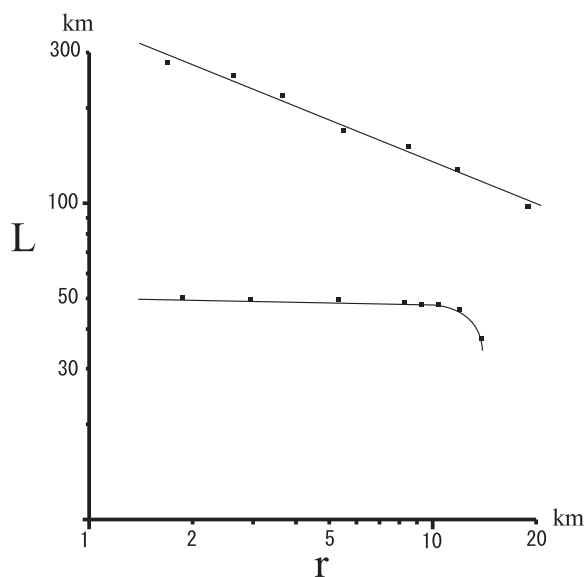


Fig 3.2: Relation between the length of scale and the length of coastline and the circle

フラクタル図形というものは、観察する縮尺にとらわれずどこまでも自己相似に複雑でなければならず、従ってフラクタル次元が一定であるという性質をもつが、破面は観察倍率を高倍率にすることで、単純な形状に変化することから破面はフラクタル図形に近い形であって、厳密にフラクタル図形ではない [15] ことがわかる。

2.4.1で述べたが、フラクタル図形でない図形の特徴は、特徴長さを持つ図形であるということである。これは、破面に置き換えて考えると、ファセットの大きさやへき開面の大きさ等が挙げられる。

フラクタル次元は、2.4.4で述べた手法で求めることが可能である。また、4.5.2で述べる方法でも求めることが可能である。Fig3.2に海岸線と円にフラクタルパワー則を適用した例を示す。Fig3.2上、上側の直線は海岸にフラクタルパワー則を適用した例であり、下側の曲線が半径 8km の円にフラクタルパワー則を適用した例である [1]。

海岸線の形状はフラクタルであるため、フラクタルパワー則が成立し両対数グラフ上できれいに直線の上に点が並ぶ。しかし、フラクタル図形で無い円は r が小さい範囲では直線上に点が並ぶものの、 r が大きい範囲では円の特徴長さである半径 (8km) の辺りからフラクタルパワー則が成立しなくなっている。

式 2.2より、Fig3.2上での傾きを a とすると、フラクタル次元 F_d は、

$$a = 1 - F_d \quad (3.1)$$

によって求めることができる。ここで円のケースに着目すると、特徴長さに近付くにつれ、 a の値は大きくなる為、フラクタル次元 F_d が小さくなることがわかる。従って、同様に厳密にフラクタルでは無い図形にフラクタルパワー則を適用すると、特徴長さの近くで、フラクタル次元が急激に減少するという予想をすることができる。

3.4 提案するフラクタル解析手法

本研究は、以下に述べるフラクタル解析手法を提案する。

- 破面の観察倍率とフラクタル次元の関係にはファセット等破壊の特徴長さと思われる領域でフラクタル次元が減少するという関係がある。
- フラクタル次元が減少する観察倍率から、破面の形状における特徴長さをとらえることができ、その結果として、破壊の最小単位を知ることが可能である。
- 破壊の最小単位を知ることによって、フラクタル解析を用いて破面の定量的な評価が可能となり、破壊機構の特性化が可能である。

第 4 章

解析方法

4.1 緒言

本章では、解析の際に用いた試験片に関する破壊試験の条件、観察に使用した走査型電子顕微鏡 (SEM)、SEM を用いた破面の観察例、フラクタル解析を行う際に使用するソフトウェアの作成について述べる。

4.2 試験片

4.2.1 TiAl 金属間化合物

TiAl 金属間化合物は、粒径 $10\mu \sim 40\mu mm$ の等軸粒から構成される複相組織と、板状要素から構成され、粒径は $0.3mm \sim 1.5mm$ 程度の大きさであるラメラ組織を持つ種類に大別される。本論文ではラメラ組織を有するものを用いた。TiAl 試験片の化学成分を Table4.1に示す。

試験片の形状を Fig4.1,4.2に示す。本研究に使用した破面を作成する破壊試験では、平板 DEN 試験片と CT 試験片を用いている。DEN 試験片は、温度 $850^{\circ}C$ 、応力 $87.75MPa$ 、繰返し速度 $0.05Hz$ の疲労試験および同温、同応力でクリープ試験を行なっている。試験後の試験片の写真を Fig4.3,4.4に示す。CT 試験片は、温度 $800^{\circ}C$ 、荷重 $17.0kN$ の力でクリープ試験および温度 $850^{\circ}C$ 、同応力でクリープ試験を行っている。試験後の試験片の写真を Fig4.5,4.6に示す。破壊試験の条件をまとめたものを Table4.2に示す。なお破面は、東北大学工学部横堀研究室において行われた破壊試験ものを提供していただいたものである。

DEN 試験片の破面全体の様子を Fig4.7,4.8に示す。CT 試験片の破面全体の様子を Fig4.9,4.10に示す。

Table 4.1: Chemical composition(wt%)

Al	Ti	C	Si	Mn	V
33.4	Bal.	0.008	0.01	0.01	<0.01
Fe	Ni	Cu	Nb	Cr	[O]
0.04	0.01	<0.01	<0.01	<0.01	0.029
[N]	[H]				
0.002	0.0006				

4.2.2 TiAl の高温域破壊機構

ラメラ組織を有する TiAl の高温域におけるクリープ破壊は、3 種類の破壊モードを持つと言われている [13]。一つは、Fig5.4に示す様にラメラ粒の粒界を伝播する粒界破壊、もう一つは Fig4.12に示す様にラメラ粒内部の層状組織を伝播する粒内破壊、さらに Fig4.13に示す様に粒界や層状組織に依存しない破壊の 3 種類の破壊モードである。

Table 4.2: Condition of fracture experiment(wt%)

Test piece	DEN		CT	
	Creep	Creep fatigue	Creep	Creep
Temp(°C)	850	850	800	850
Stress(Mpa)	87.75	87.75	87.75	87.75
Frequency	-	0.05	-	-
Wave form	-	∧	-	-

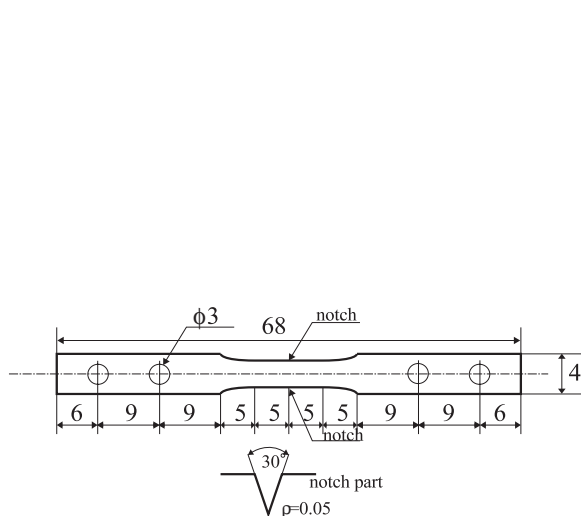


Fig 4.1: Test piece of DEN

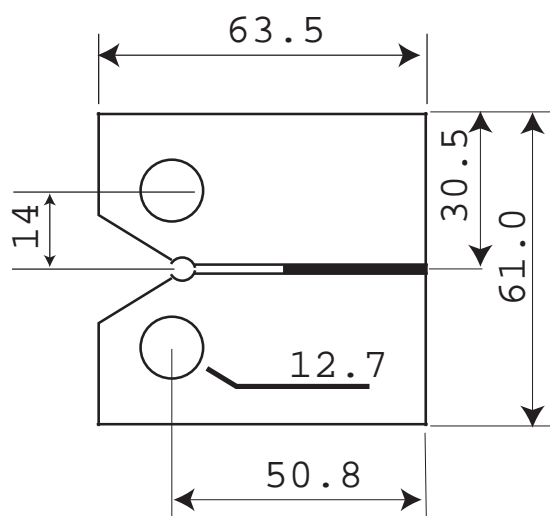


Fig 4.2: Test piece of CT

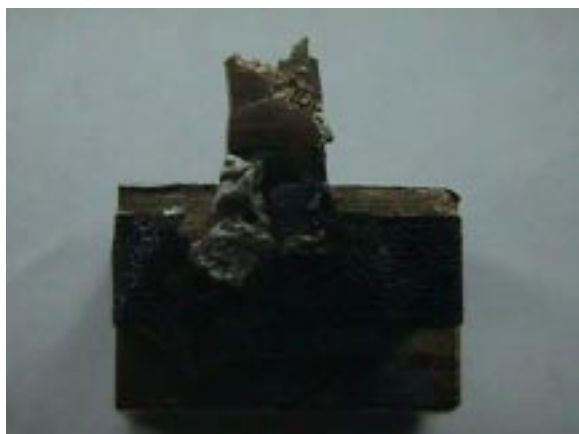


Fig 4.3: Appearance of test piece of DEN (Creep)



Fig 4.4: Appearance of test piece of DEN (Creep fatigue)

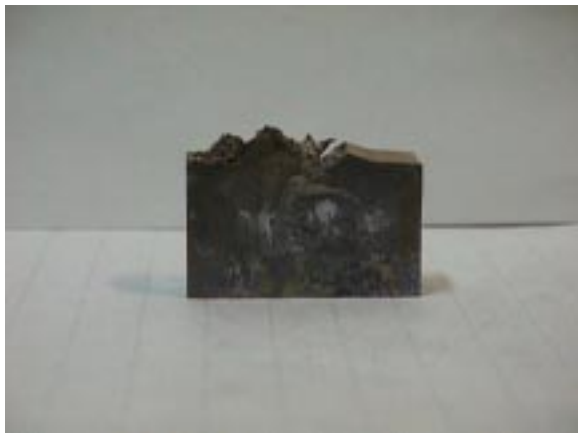


Fig 4.5: Appearance of test piece of CT
(800°C)



Fig 4.6: Appearance of test piece of CT
(850°C)

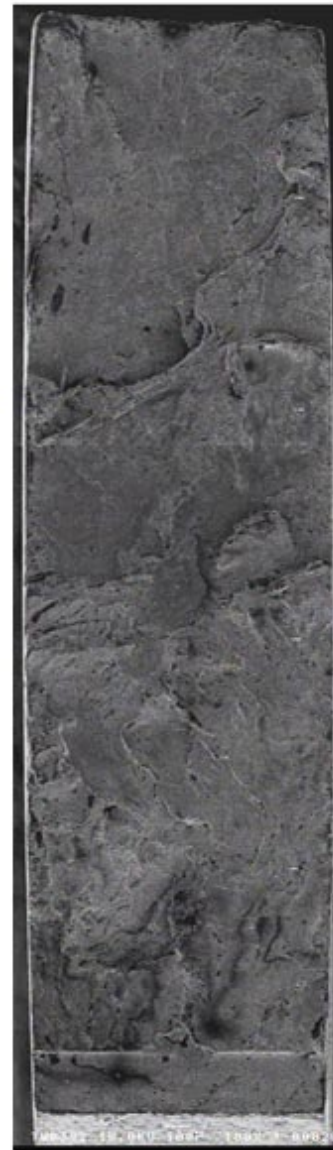
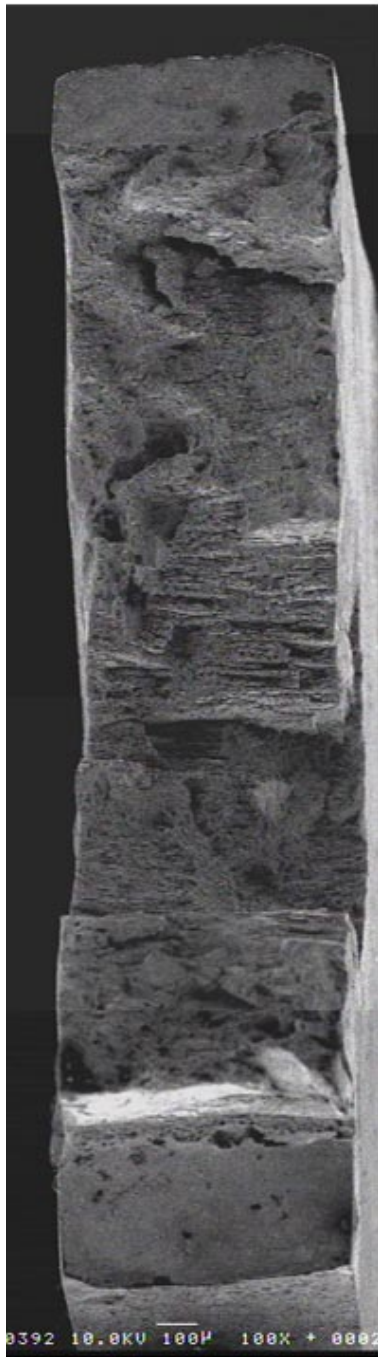


Fig 4.7: Creep fracture surface of test piece of DEN Fig 4.8: Creep fatigue fracture surface of test piece of DEN

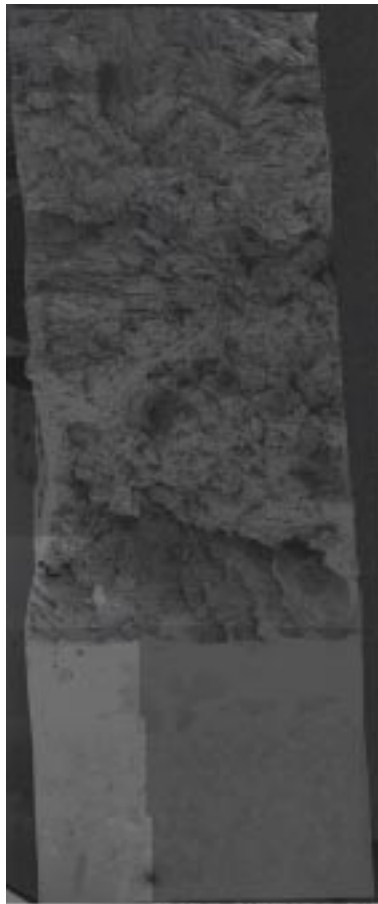


Fig 4.9: Creep fracture surface of test piece of CT (800°C)



Fig 4.10: Creep fatigue fracture surface of test piece of CT (850°C)

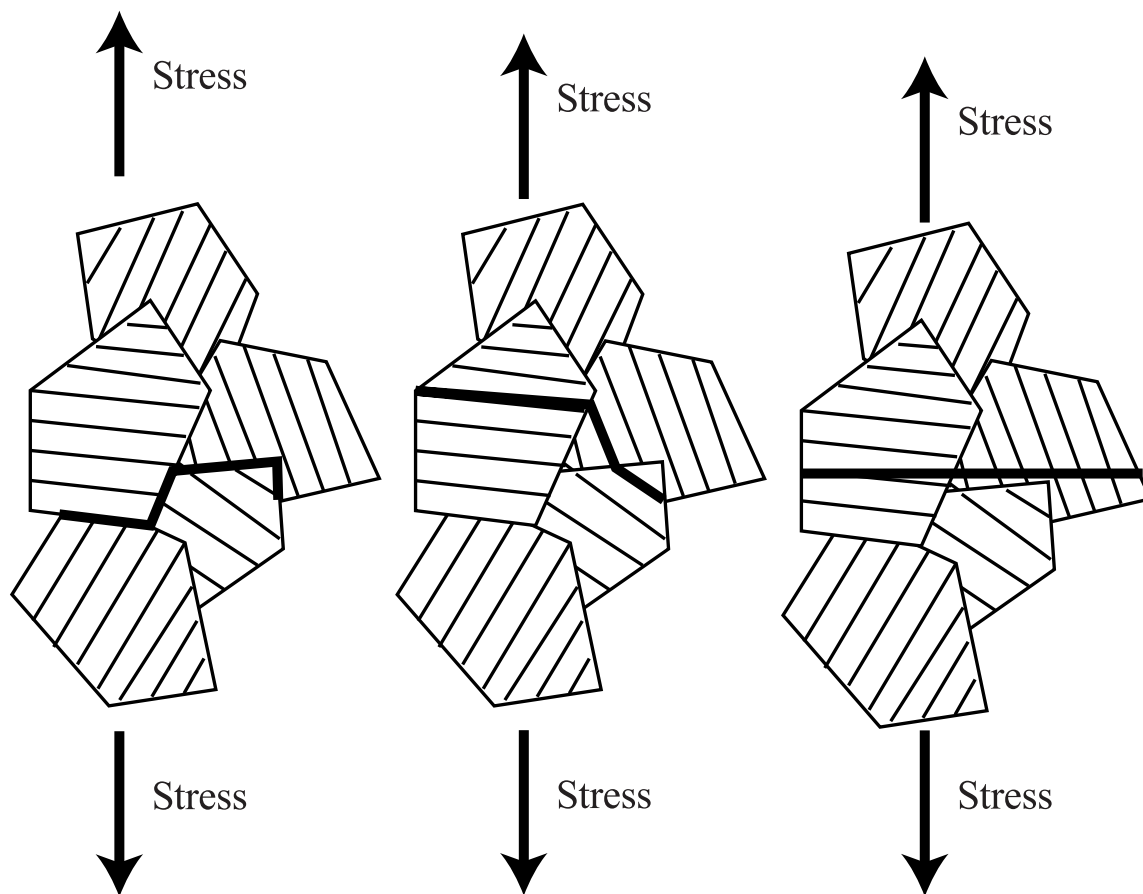


Fig 4.11: Fracture model of Fig 4.12: Fracture model of Fig 4.13: Fracture model of
 TiAl transgranular fracture TiAl intergranular fracture TiAl intergranular fracture

4.3 装置

4.3.1 3次元解析機能付走査型電子顕微鏡

本実験に用いた走査型電子顕微鏡 (SEM) は、エリオニクス社製 ERA-4000 である。この電子顕微鏡は、通常の 2 次電子像の観察機能に加えて、表面形状解析のための凹凸二次電子信号も得ることができるのが特徴である。凹凸二次電子信号は Fig4.14 に示すように、二対のプロープの差信号から算出している。

電子顕微鏡の能力を Table4.3 に示す。観察倍率は 20 倍から 3.0×10^5 まで変化させることが可能である。また、高さ方向 (Z 方向) の分解能は 1nm であり、縦方向・横方向 (XY 方向) の分解能は 4.5nm である。



Fig 4.14: Photo of Elionix SEM device



Fig 4.15: Photo of SEM probe

Table 4.3: Property of SEM

Magnification	$25 \sim 3.0 \times 10^5$
Resolution of Z direction	1 nm
Resolution of XY direction	4.5 nm

4.4 観察例

DEN 試験片と CT 試験片のそれぞれに対して、破面観察と 3 次元形状のデータを SEM を用いて収集した。観察倍率は DEN 試験片は、300 倍 ~ 1.0×10^4 倍、CT 試験片は 25 倍から 1.0×10^4 倍である。各倍率に対して 6 破面のデータを収集した。クリープ破壊の中でも、クリープき裂進展速度の速い破壊後半の部分の破面を Fig4.16,4.17,4.18,4.19 に示す。クリープき裂進展速度の遅い破壊前半部分の破面を Fig4.20,4.21,4.22,4.23 に示す。クリープ疲労破面を Fig4.24,4.26,?? に示す。

観察例の破面は観察倍率を 25,100,1000,10000 倍にしたものである。

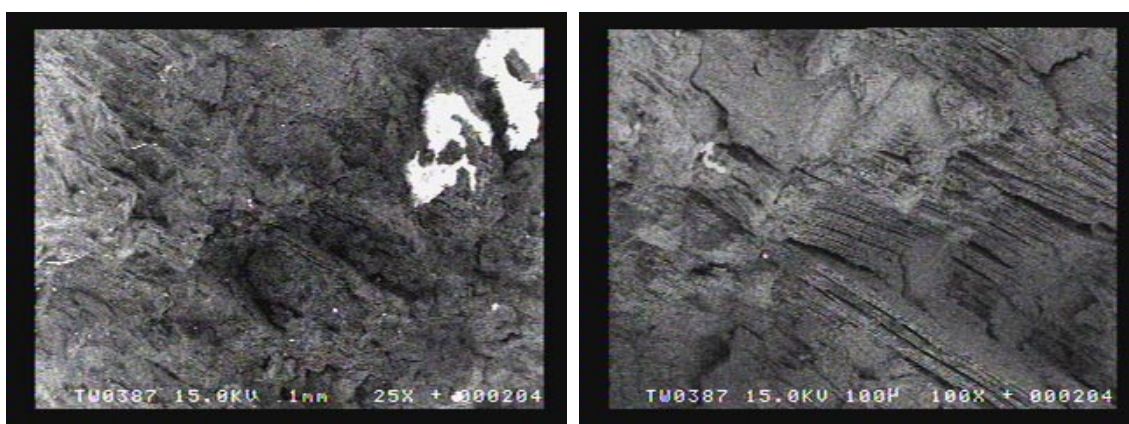


Fig 4.16: TiAl fracture surface(Creep × 25) Fig 4.17: TiAl fracture surface(Creep × 100)

Fig4.17,4.18からクリープ破面の中でクリープき裂進展速度の速い場所の破面は、破面の表層部に層状組織が観察される。また、若干のファセットの部分も観察されることから、これは 4.2.2で述べた 3 種類の破壊モードの中で、Fig5.4,4.13に相当する破壊が混在して起きていると考えることができる。

Fig4.21,4.22からクリープ破面の中でクリープき裂進展速度の遅い場所の破面は、ファセットが観察されるため粒界破壊が起きていることがわかる。すなわち、4.2.2で述べた 3 種類の破壊モードの中で、Fig5.4に相当する破壊が起きていると考えることができる。

Fig4.24からクリープ疲労破面は表面にラメラ粒内の層状組織の表層が観察される。従って、ラメラ粒内の層上組織の層に沿って破壊が進展していると考えれる。

Fig4.7,4.8,4.9,4.10 と、Fig4.16 ~ 4.26までを併せて考えると、DEN 試験片のクリープ破面は、Fig4.13に相当するクリープき裂進展速度の速い粒内破壊が支配的であり、DEN 試験片のクリープ疲労破面は Fig4.12に相当する粒内破壊が支配的であると考えられる。一方 CT 試験片は破壊試験温度に関わらず、ノッチ付近は、Fig5.4に相当する粒界破壊が支配的であり、破壊後半の部分では、Fig4.13に相当する粒内破壊と Fig5.4に相当する粒界破壊が混在した破面であると考えることができる。

また、Fig5.4に相当する破壊は、Fig4.20 ~ 4.23より、全体的に複雑な形状をしているため、フラクタル次元はあまり変化しないことが予想される。Fig4.12に相当する破壊は、Fig4.24 ~ ??より、単調な形状であるため、フラクタル次元は大きく減少することが予想される。Fig4.13に相当する破壊は Fig4.16 ~ 4.19より、観察倍率が 1000 ~ 10000 倍の間でフラクタル次元が大きく減少することが予想される。

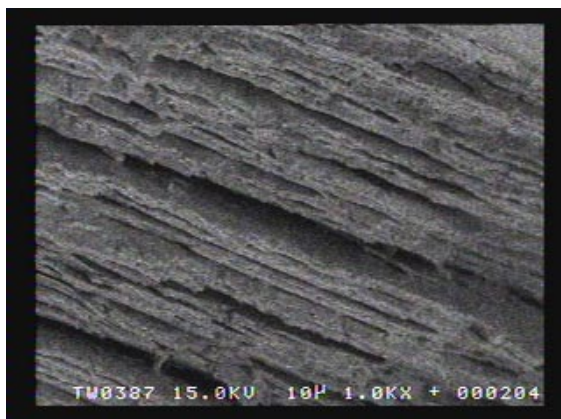


Fig 4.18: TiAl fracture surface(Creep × 1000)



Fig 4.19: TiAl fracture surface(Creep × 10000)

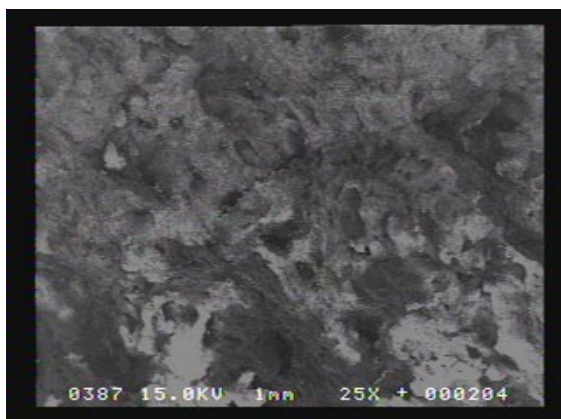


Fig 4.20: TiAl fracture surface(Creep × 25)

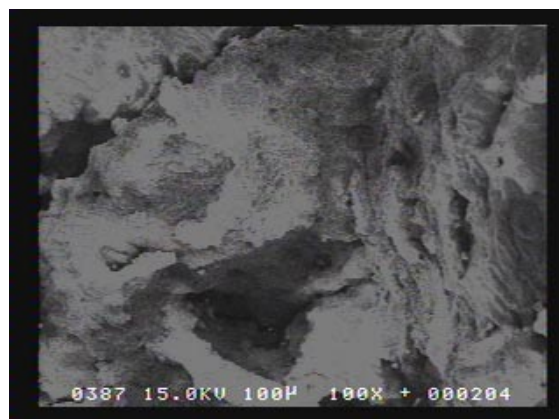


Fig 4.21: TiAl fracture surface(Creep × 100)

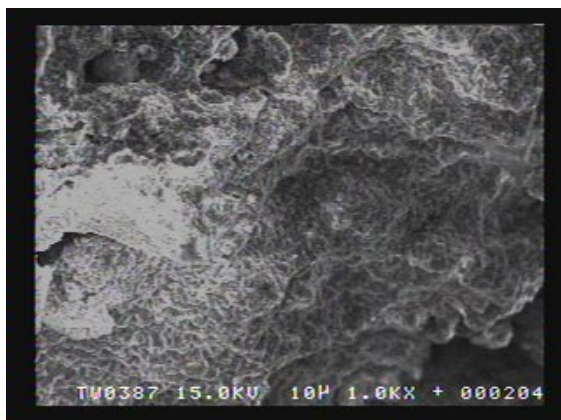


Fig 4.22: TiAl fracture surface(Creep × 1000)

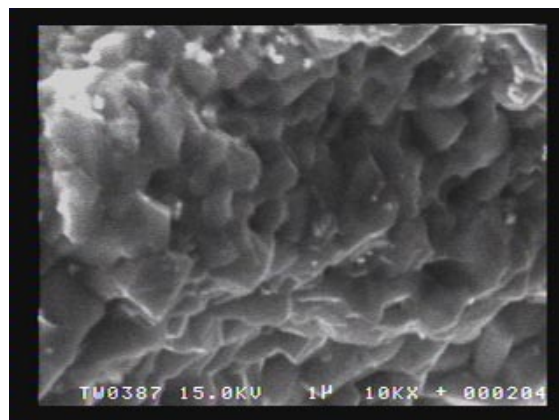


Fig 4.23: TiAl fracture surface(Creep × 10000)

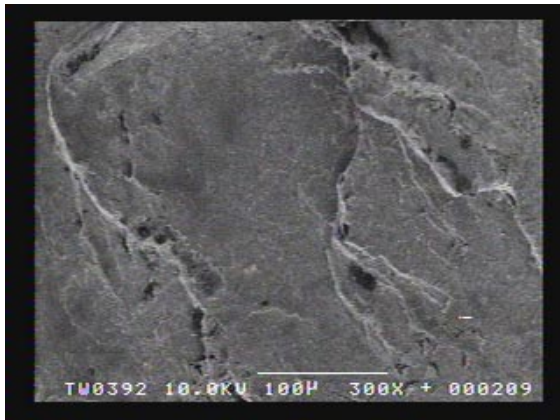


Fig 4.24: TiAl fracture surface(Creep fatigue $\times 300$)

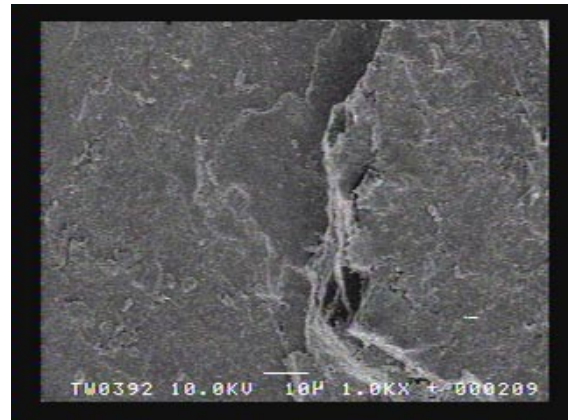


Fig 4.25: TiAl fracture surface(Creep fatigue $\times 1000$)

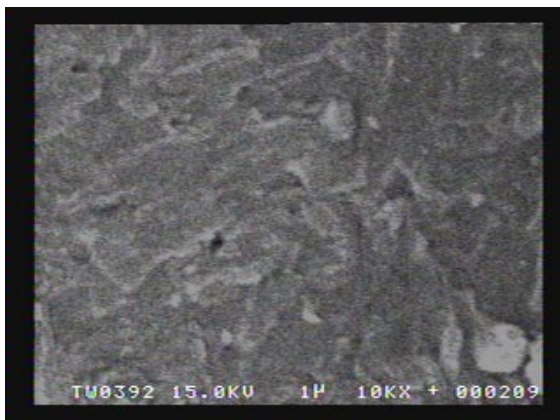


Fig 4.26: TiAl fracture surface(Creep fatigue $\times 10000$)

4.5 フラクタル次元の算出方法

4.5.1 算出方法の種類

フラクタル次元の算出方法には、次の 5 つの方法がある。

1. 粗視化の度合を変える方法
2. 測度の関係より求める方法
3. 相関関数より求める方法
4. 分布関数より求める方法
5. スペクトルより求める方法

本研究では、破面解析に最も用いられている、粗視化の度合を変えて求める方法により、フラクタル次元を算出した。

4.5.2 ボックスカウンティング法

破面解析において、フラクタル次元を算出する方法はボックスカウンティング法と呼ばれる手法が一般的である。ボックスカウンティング法とは、対象とする図形の粗視化の度合を変えてフラクタル次元を求める手法の一つで、Fig4.28に示すように、対象とする図形に正方形の網目をかぶせ、正方形の一辺の長さを η とし、図形が通過する網目の数を $N(\eta)$ を求める。このとき、 η と $N(\eta)$ の間に式 4.1 の関係があれば、 D がフラクタル次元として算出される。式 4.1 が成立するのであれば、フラクタル次元 D は、両対数グラフに η を x 軸 $N(\eta)$ を y 軸とした時にグラフ上の直線の傾きである。

$$N(\eta) = C\eta^{-D} \quad (4.1)$$

本研究では、ボックスカウンティング法を 3 次元に拡張することで、破面のフラクタル解析を行った。

4.5.3 ボックスカウンティング法の 3 次元化

ボックスカウンティング法を 3 次元に拡張すると、対象とする曲面が存在する空間を大きさ η の立方体で区切り、曲面が通過する立方体の個数 $N(\eta)$ を求めること

になる。また、算出されるフラクタル次元の値は、2.4.3で述べたように、 $2 \leq F_d < 3$ となる。本研究では、測定した SEM の 3 次元形状データから直接データを読み込み、ボックスカウンティング法を使用してフラクタル次元を算出するソフトウェアを作成した。

4.5.4 解析用ソフトウェアの作成

ボックスカウンティング法の概念を 3 次元に拡張した解析を行うソフトウェアとボックスカウンティング法を実装したアルゴリズムについて述べる。まず、簡単に理解する為に 2 次元のボックスカウンティング法の実装したアルゴリズムについて述べる。

ボックスカウンティング法は、原理的には非常に簡単であるものの、計算機処理や解析ソフトウェア構築に当たっては以下の問題を含んでいる。

1. Fig4.28からも明らかな通り、丸印で表示される離散点のみから判定するとプロフィールが通過するボックス (灰色部) について数え洩れがおきる事がある。このような計数ミスをなくすためには、各ボックスが既に数えられたのか否かの判別子をコンピュータのメモリー上に確保し、その上で計数値を積算していくことが考えられる。しかし、このような単純なアルゴリズムでは常にそのボックスを数えたか否かを既に数えたボックスの中から検索せねばならず、ボックスが増えると膨大な計算時間が必要になり、解析には好ましくない。
2. 式 (4.1) の評価は、両対数上での直線関係を仮定しているが、しばしば両対数上で折れ線になることが観察される。この場合、観察したい現象のスケールを考慮した上で、解析領域を慎重に決定する必要がある。
3. 通常フラクタル次元の解析は、1 視野の画像に対して代表的な 1 本について解析して議論することが多いが、一般に破面には複数の特徴を有する領域が混在しており、何らかの統計処理を導入する必要がある。従って、多量のフラクタル次元の値が必要となり、このためには、次に述べるような効率的なボックスカウンティング法の開発が不可欠である。

Fig4.28のように複雑に入り組んだプロフィール形状に対して厳密にボックスカウンティング法を適用するには、上記問題点 1 が生ずる。ところが、一般に材料の破断面の電子顕微鏡観察像は、このように内側に凹となるような形状を形成することは考えにくく、また例えこのような形状が存在していたとしても SEM では像として観察でき

ないので、SEM で得られるプロファイルを対象とする場合、凹部の存在しない Fig4.29 のような形状を仮定することが可能である。

このような、仮定が成立する範囲において著しく解析効率を改善する方法を考案した。以下にその手順を示す。なお、Fig4.29において、離散化データの間のプロファイルについては線形に内挿して処理することとする。

手順

1. あるボックス長 h に対する解析を行なうとき、Fig4.30 のように左端から x 座標が h の i 倍の位置 ih とその右隣の $(i+1)h$ の位置の間で計数されるボックス数 n_i を計数することを考える。
2. $x = ih$ の直線とプロファイルとの交点、 $x = (i+1)h$ との交点、および、この領域内でのプロファイルの離散化データのうち y 座標の最大値 y_{max} と最小値 y_{min} を求める。この評価は容易に行なえる。
3. これらのデータ点の間ではプロファイルデータが連続していることと、凹になうような複雑な形状は出てこないことを考慮すると、 ih と $(i+1)h$ の間で計数されるボックス数 n_i は、次式によって容易に評価できる。

$$n_i = \frac{H_{max} - H_{min}}{h} \quad (4.2)$$

ただし、 H_{max}, H_{min} は、Fig4.30中に示すように、 y_{max} を含むボックスの上辺の y 座標と、 y_{min} を含むボックスの下辺の y 座標である。

4. これらの操作を x 軸の左端から右端まで順番に行なっていく、最終的に下式から総ボックス数を積算によって求める。

$$N = \sum_{i=1}^m n_i \quad (4.3)$$

ここで、 m は、 x 軸方向のボックスの分割数である。

この操作により、各ボックスに対応した作業領域を確保する必要がなく、しかも高速処理実現が可能になった。この結果、走査線本数 420 本、1 走査線上のデータ 560 点で構成される 1 視野の 2 次元のフラクタル解析において、全走査線の次元解析に要する計算時間を SUN SS5 クラスのワークステーションにおいて、約 7 秒程度 (開発言語 C++) であり、統計処理まで含めた解析も容易に行なうことが可能となった。

本研究ではこのアルゴリズムをさらに 3 次元に拡張することでフラクタル解析を行った。3 次元に拡張した際のアルゴリズムを Fig4.31 に沿って説明する。

1. まず、 xy 平面に一辺の長さ η の正方形メッシュを作成する。一つの正方形を選択し、4 点をそれぞれ x_1, x_2, x_3, x_4 とする。
2. 破面のデータの中で、 x, y 座標が点 x_1 の周囲を囲む物を求める。これを a_1, a_2, a_3, a_4 とする。
3. a_1, a_2, a_3, a_4 から最小 2 乗近似で得られる平面をもとめ、その平面の x_1 における z 座標を求める。これを Z_1 とする。
4. 2 に戻り、 x_2, x_3, x_4 についても同様のことを繰り返し、 z_2, z_3, z_4 を算出する。
5. z_1, z_2, z_3, z_4 から最大値と最小値を求め、値をそれぞれ H_{max}, H_{min} とする。
6. 式 (4.2) を適用することにより、 x_1, x_2, x_3, x_4 の範囲において曲面が通過するボックスの数を求める。
7. 以上の動作を xy 平面に作成したすべてのメッシュに適用することにより、曲面全体が通過するボックスの数 $N(\eta)$ を算出することが可能となる。

本研究では、このアルゴリズムをソフトウェアに実装し、ボックスカウンティング法を行い、フラクタル次元の算出を行った。

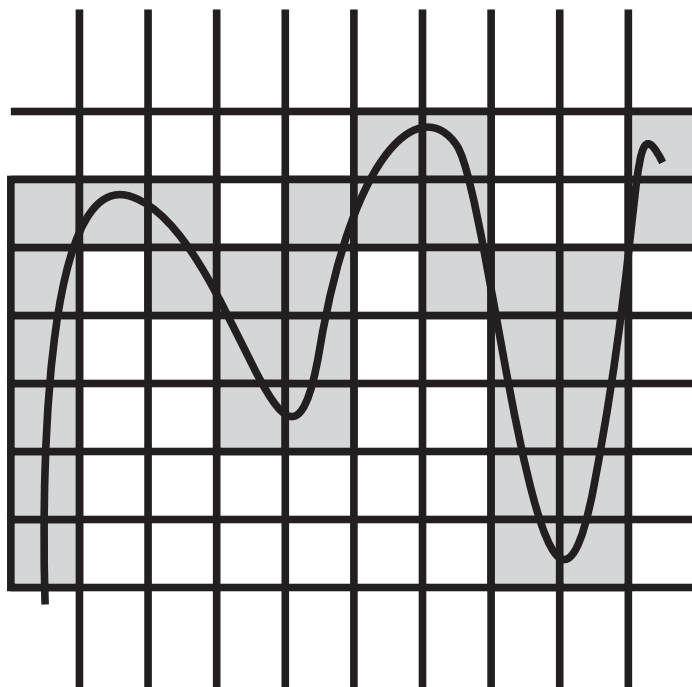


Fig 4.27: Box counting method

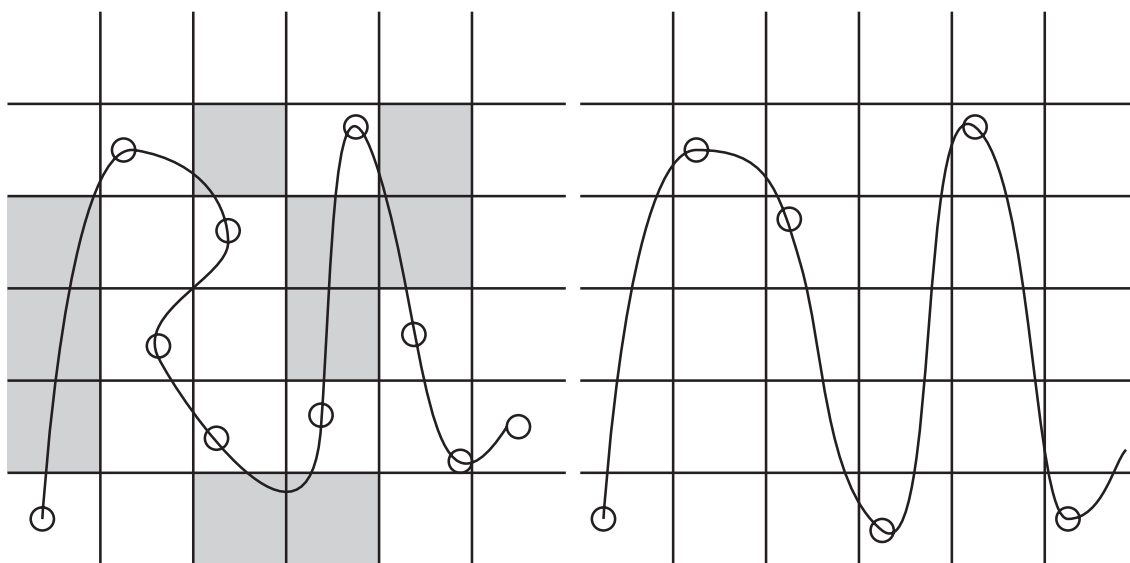


Fig 4.28: Outline of Box Counting Method Fig 4.29: Profile data obtained by SEM

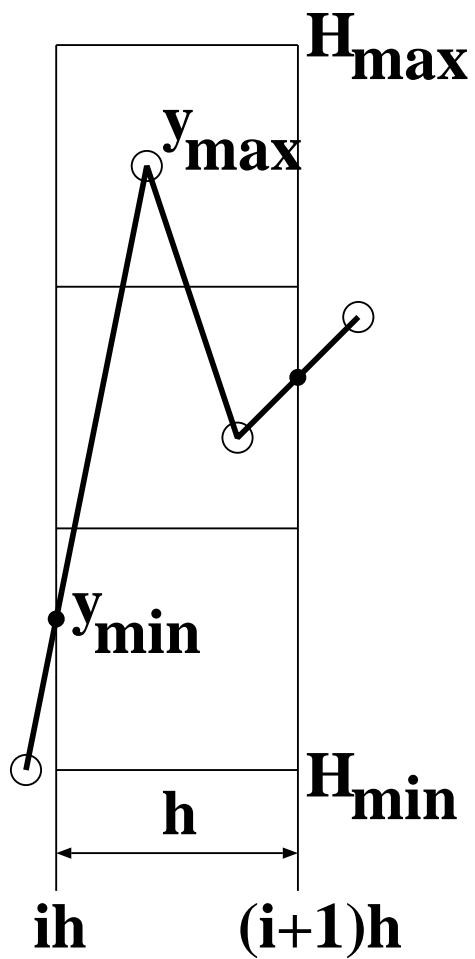


Fig 4.30: Simplified algorithm for box-counting method

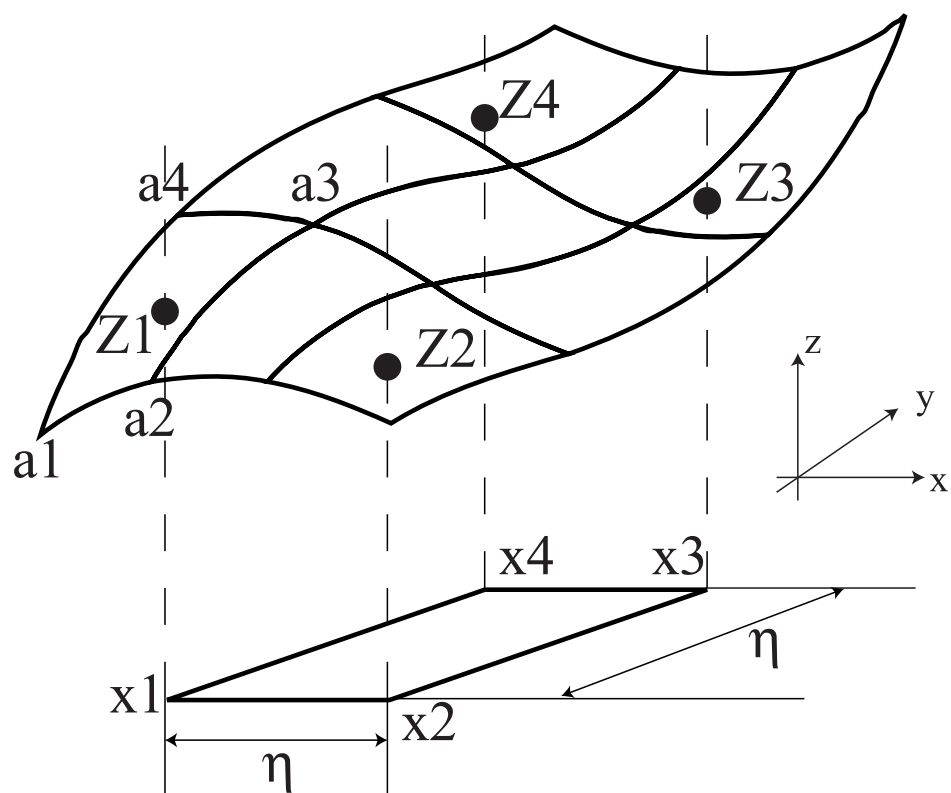


Fig 4.31: Simplified algorithm for box-counting method(3D)

第 5 章

解析結果

5.1 緒言

本章は、測定した破面に対しフラクタル次元を算出した結果を示す。まず、測定した破面のデータをコンピュータ上で再構築した画像の例を示す。次に、ボックスカウンティング法を行った際に算出される、ボックスサイズ η とボックス数 $N(\eta)$ との関係をしめす。これが式 (4.1) に示されるように、両対数グラフ上で直線になることを確認する。次に傾きからフラクタル次元を求め、フラクタル次元の倍率による変化を調べた結果を示す。

5.2 破面の形状測定結果

4.3で述べた電子顕微鏡を用いて、破断面の測定を行った結果を示す。ERA-4000 は最高解像度 x 方向 561 点・y 方向 421 点の解像度を持つ。本研究は解像度をすべて最高解像度 (561×421) にして破面の形状測定を行った。

Fig5.1は、クリープき裂進展速度の速い部分での破面の 3 次元形状測定結果であり、Fig4.13に示す破壊モードを表す画像である。Fig5.1は、クリープき裂進展速度の遅い部分での破面の 3 次元形状測定結果であり、Fig5.4に示す破壊モードを表す画像である。Fig5.1は、クリープ疲労破面の 3 次元形状測定結果であり、Fig4.12に示す破壊モードを表す画像である。

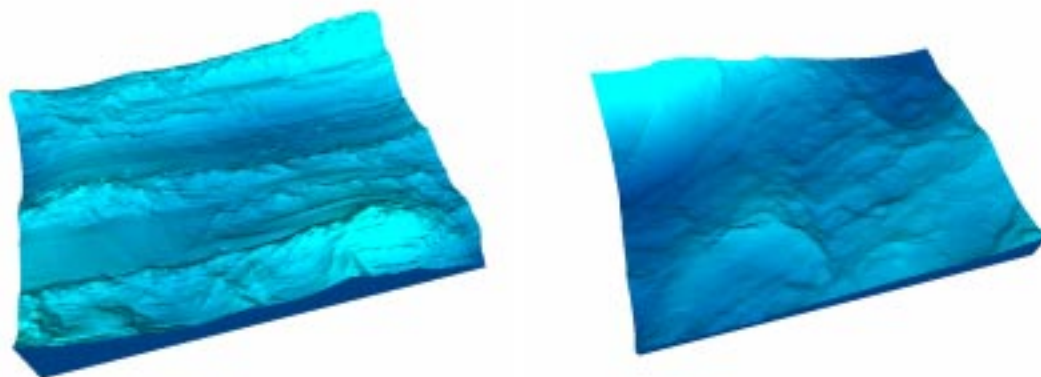


Fig 5.1: TiAl creep fracture surface (CG) Fig 5.2: TiAl creep fatigue fracture surface (CG)

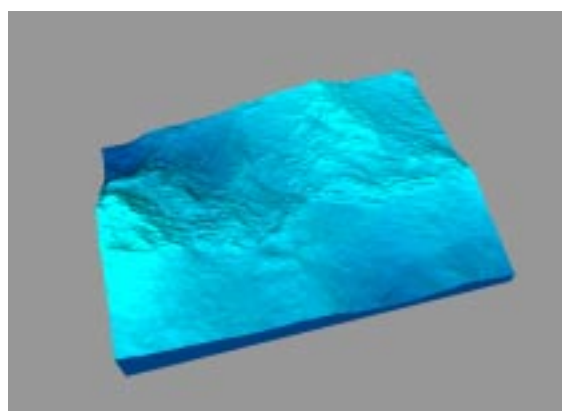


Fig 5.3: TiAl creep fracture surface (CG)

5.3 ボックスカウンティング法実行結果

測定したデータに対して、ボックスカウンティング法を適用した。一つの破面に対して実行した結果を Fig5.4に示す。また、ボックスカウンティング法を適用した破面を Fig5.5に示す。ボックスカウンティング法を適用する際のボックスサイズ η の範囲は、破面の大きさが $400\mu\text{m} \times 300\mu\text{m}$ 、高さデータの xy 方向データ間隔が $0.714\mu\text{m}$ の条件で測定した破面に対し、 $0.1\mu\text{m} \leq \eta \leq 100\mu\text{m}$ の範囲を使用した。

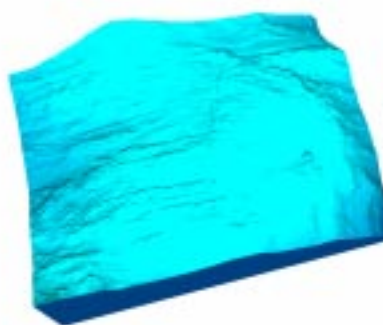
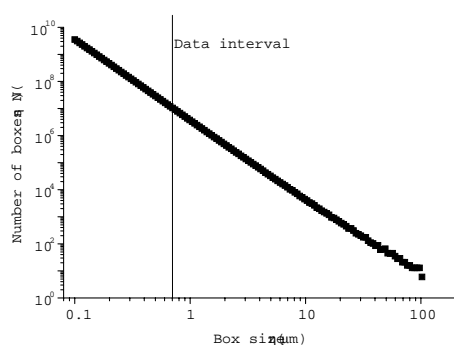


Fig 5.4: Result of box counting method Fig 5.5: Fracture surface applied box counting method

Fig5.4から、破面にボックスカウンティング法を適用すると式 4.1を満たす直線に近い両対数グラフ上のプロットを得ることができることがわかる。しかし、 η の値が大きくなるにつれ、直線からはずれていくことがわかる。これは、破面のフラクタル性をとらえることのできない η の範囲であることがわかる。

Fig5.6,5.7は Fig5.5の破面の形状を間引いて表示させたものである。Fig5.6はデータを 10 個おきに表示させたものである。Fig5.7はデータを 100 個おきに表示させたものである。二つの図からも明らかであるが、Fig5.6は元の Fig5.5の形状の特徴をかるうじとらえているものの、Fig5.7は元の形状をとらえているとは言いがたい。

ボックスカウンティング法を行う際のボックスサイズ η の範囲に関しては、明確な理論は無いものの、対象とする図形の特徴を損なわない範囲で行うべきであると考え、本研究では、破面の 3 次元形状データのデータ間隔の 1 倍から 10 倍までをボックスカウンティング法の η の範囲として適用することを決めた。適用する範囲で行ったボック

スカウンティング法の結果を Fig5.8に示す。Fig5.8のデータの点と直線との相関を示す決定係数は、0.99997 であり、プロットされた点はほぼ直線に並んでいることがわかる。

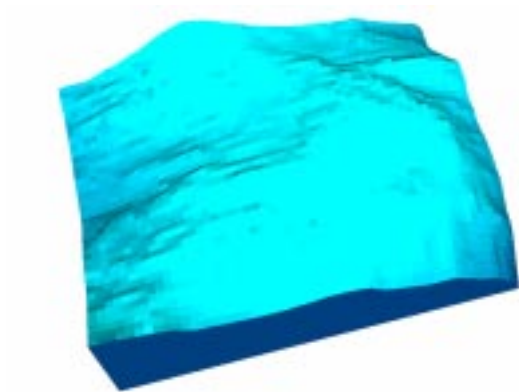


Fig 5.6: Fracture surface

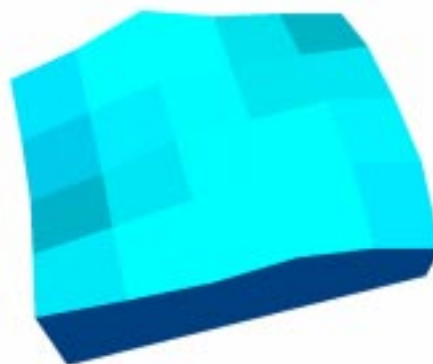


Fig 5.7: Fracture surface

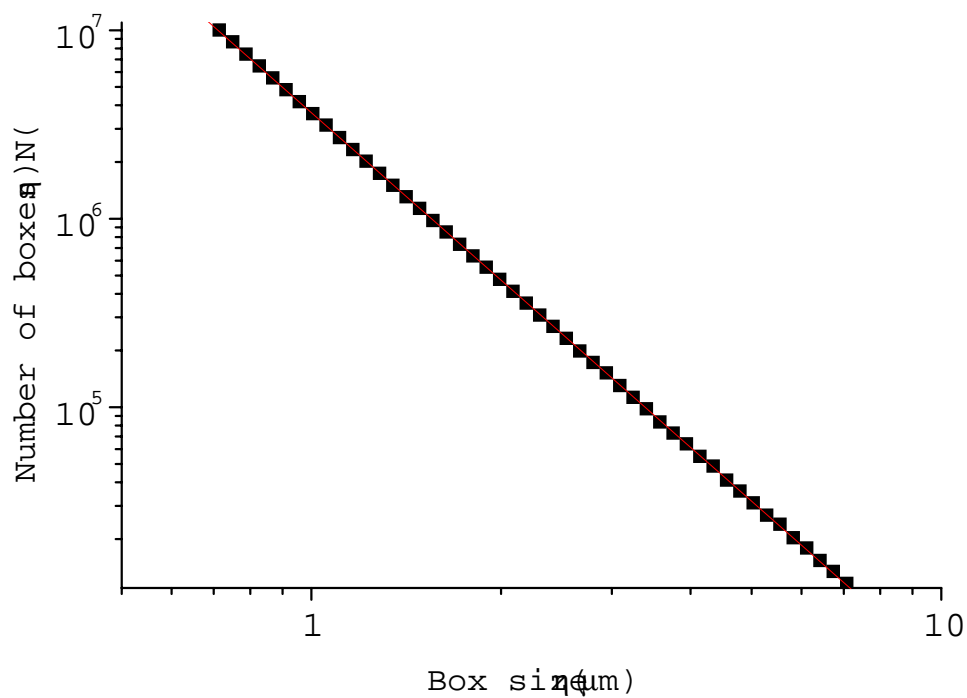


Fig 5.8: Result of box counting method

5.4 フラクタル解析結果

5.3で決定した η の範囲を用いて、形状を測定した破面にボックスカウンティング法を適用した。その結果を Fig5.9,5.11,5.13,5.15,5.17 に示す。グラフはすべて横軸に観察倍率、縦軸にフラクタル次元をとる。また、 は各倍率毎に算出されるフラクタル次元の平均を表している。破面の形状は各倍率毎 6 破面のデータを測定した。

Fig5.10,5.12,5.14,5.16,5.18 は、Fig5.9,5.11,5.13,5.15,5.17 の結果に対し x 軸を各観察倍率毎の破面データの x 方向の長さ (以下観察スケール) に置換したグラフである。

Fig5.9は、DEN 試験片のクリープ破面のフラクタル次元と観察倍率の関係を示している。Fig5.10は、DEN 試験片のクリープ破面のフラクタル次元と観察スケールの関係を示している。この破面の破壊モードは、Fig4.13が支配的である。

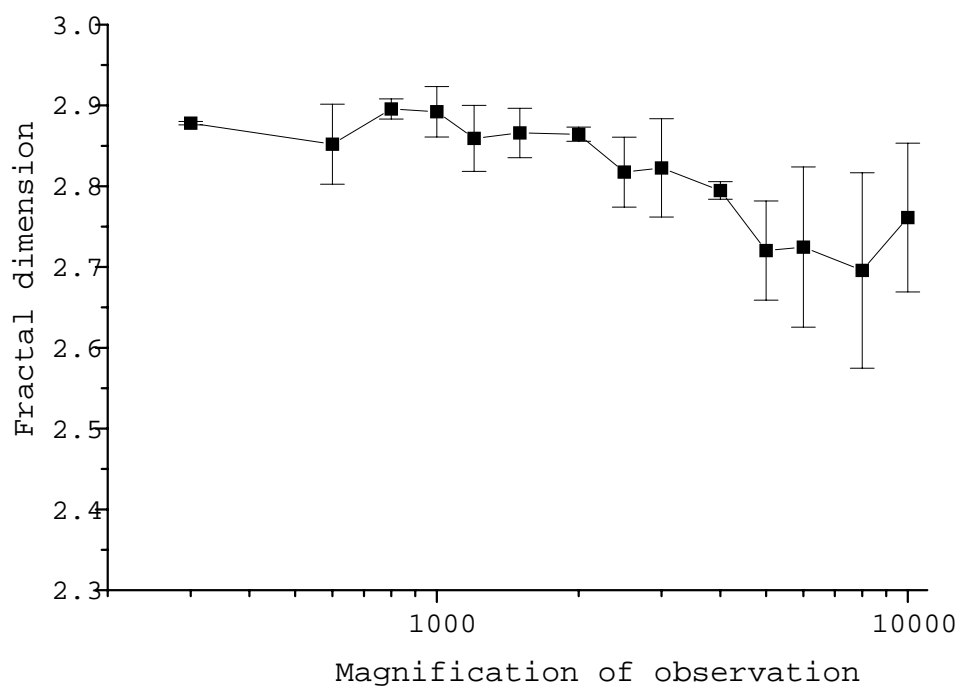


Fig 5.9: Relation between fractal dimension of creep fracture surface and magnification of observation (DEN)

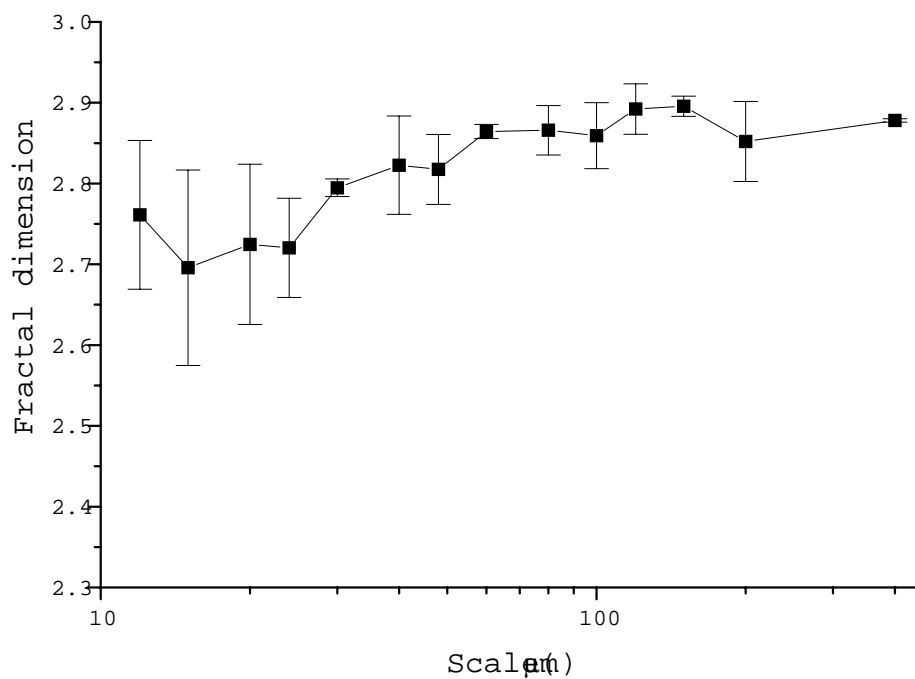


Fig 5.10: Relation between fractal dimension of creep fracture surface and scale (DEN)

Fig5.11は、DEN 試験片のクリープ疲労破面のフラクタル次元と観察倍率の関係を示している。Fig5.12は、DEN 試験片のクリープ疲労破面のフラクタル次元と観察スケールとの関係を示している。この破面の破壊モードは、Fig4.12が支配的である。

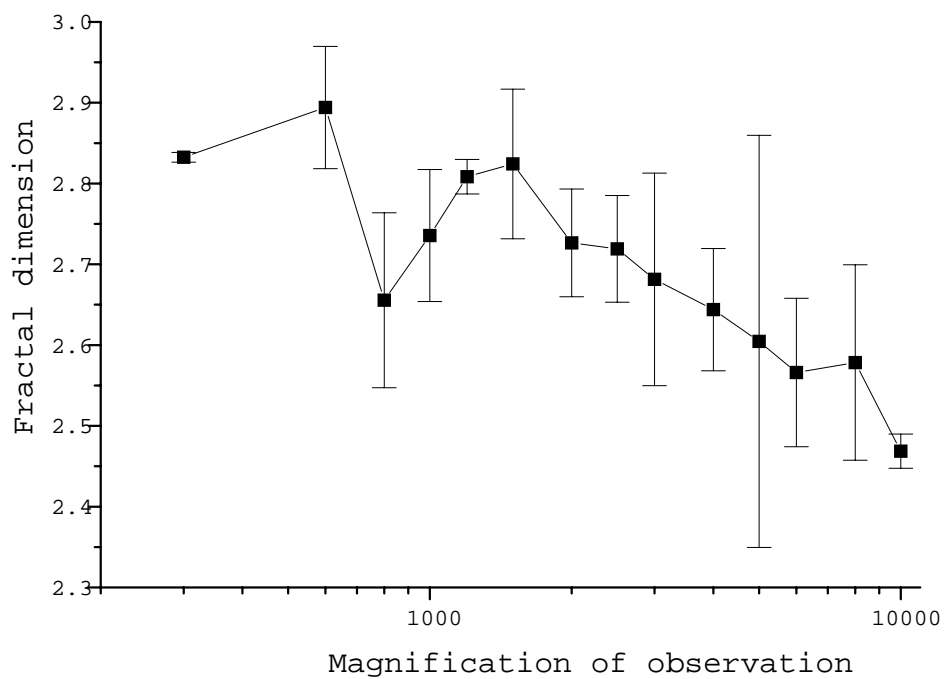


Fig 5.11: Relation between fractal dimension of creep fatigue fracture surface and magnification of observation (DEN)

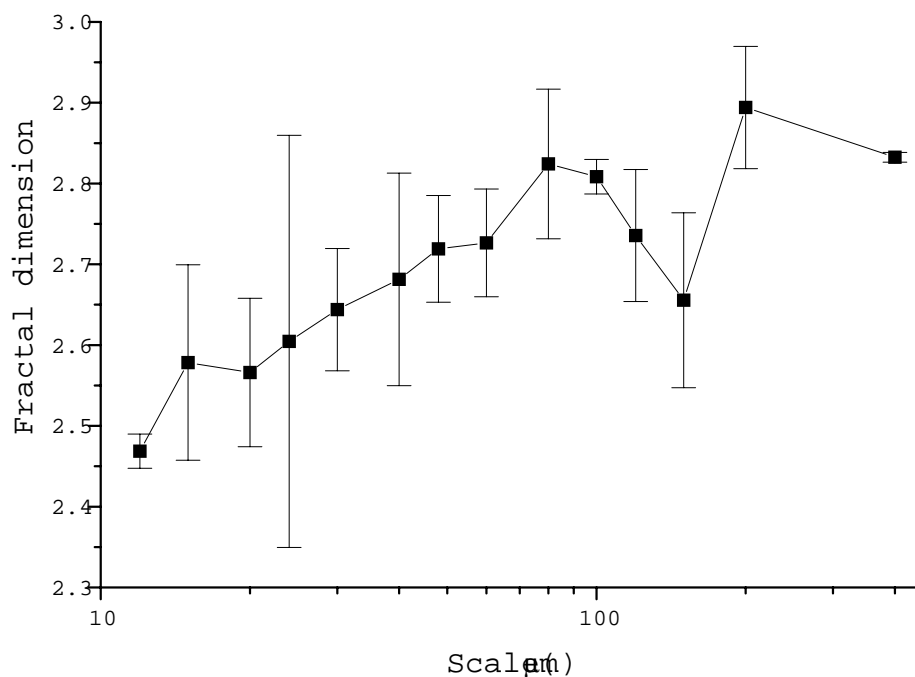


Fig 5.12: Relation between fractal dimension of creep fatigue fracture surface and scale (DEN)

Fig5.13はCT試験片(試験温度 800°C)のクリープ破面のフラクタル次元と観察倍率の関係を示している。Fig5.14はCT試験片(試験温度 800°C)のクリープ破面のフラクタル次元と観察スケール(μm)の関係を示している。この破面はCT試験片の破面の破壊後半部を測定しているため、Fig4.13に示す破壊が支配的である。

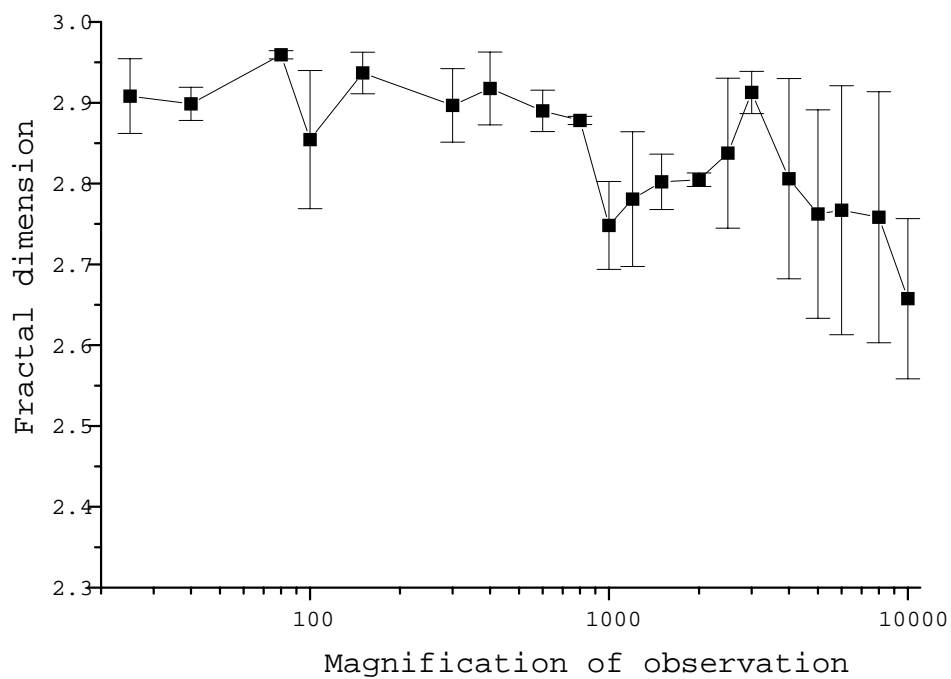


Fig 5.13: Relation between fractal dimension of creep fracture surface and magnification of observation (CT)

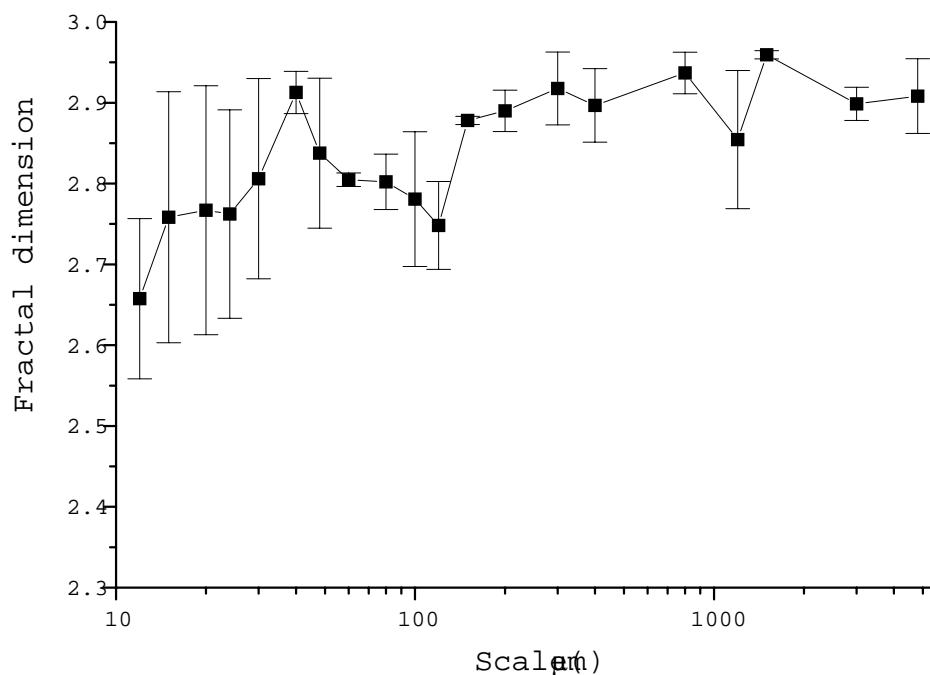


Fig 5.14: Relation between fractal dimension of creep fracture surface and Scale (CT)

Fig5.15はCT試験片(試験温度 850°C)のクリープ破面のフラクタル次元と観察倍率の関係を示している。Fig5.16はCT試験片(試験温度 850°C)のクリープ破面のフラクタル次元と観察スケール(μm)の関係を示している。この破面はCT試験片の破面の破壊後半部を測定しているため、Fig4.13に示す破壊が支配的である。

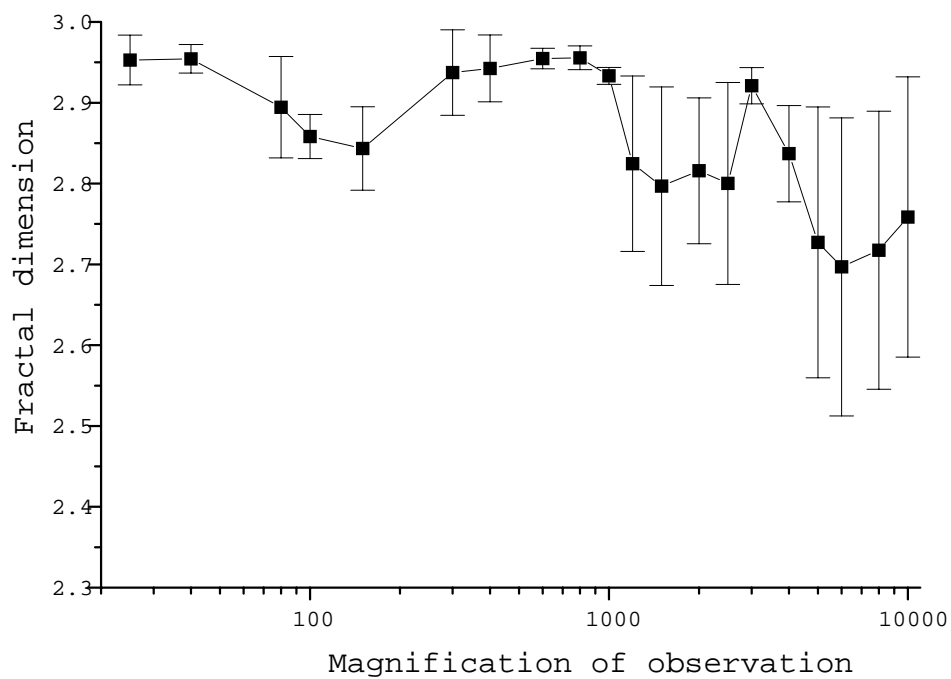


Fig 5.15: Relation between fractal dimension of creep fracture surface and magnification of observation (CT)

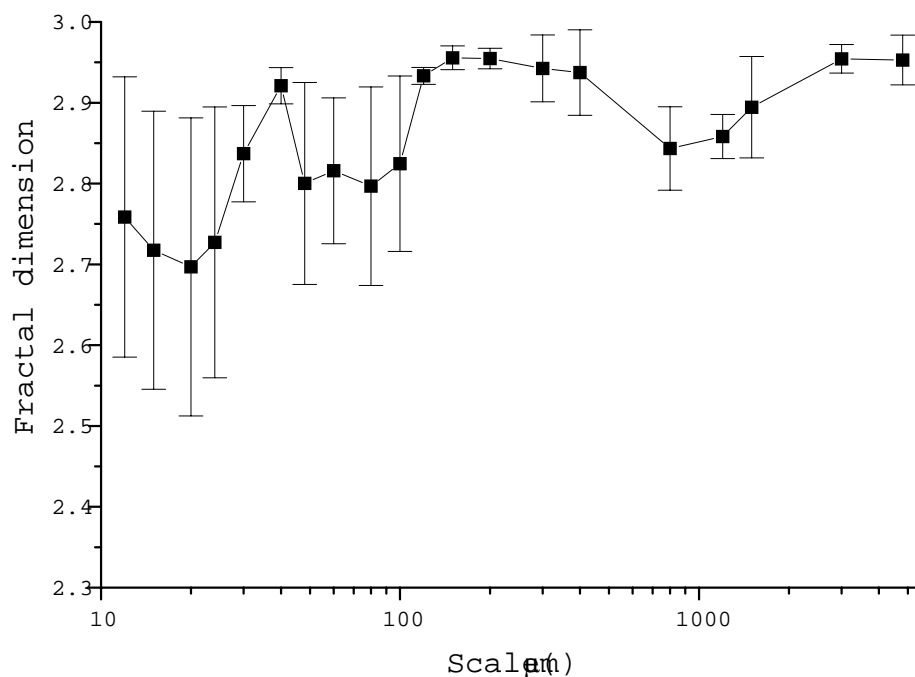


Fig 5.16: Relation between fractal dimension of creep fracture surface and scale (CT)

Fig5.17は CT 試験片 (試験温度 850°C) のクリープ破面のフラクタル次元と観察倍率の関係を示している。Fig5.18は CT 試験片 (試験温度 850°C) のクリープ破面のフラクタル次元と観察スケールの関係を示している。この破面は CT 試験片の破面の破壊前半部を測定しているため、Fig に示す破壊が支配的である。

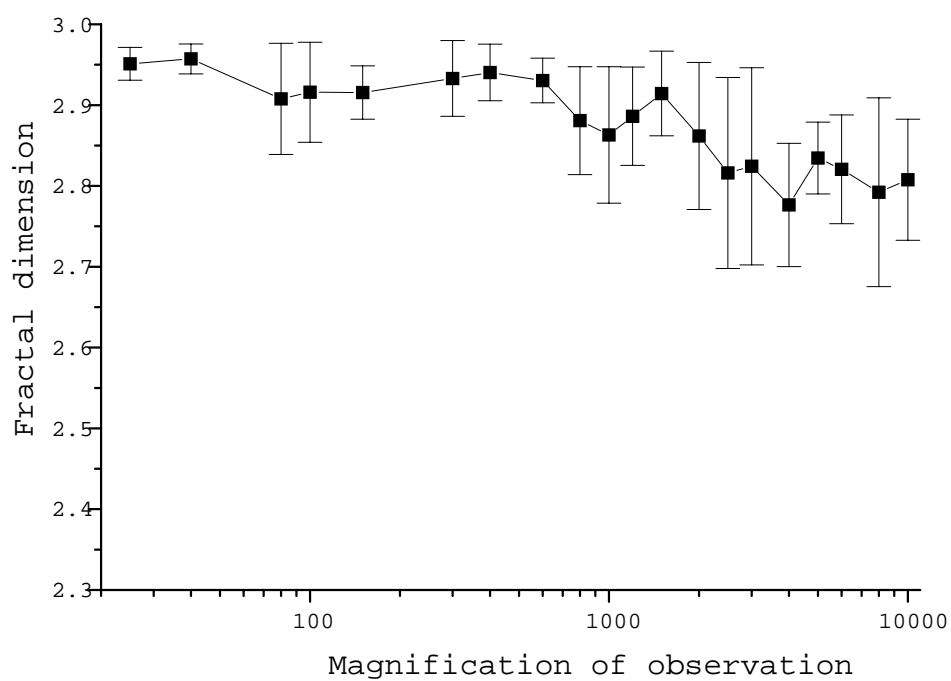


Fig 5.17: Relation between fractal dimension of creep fracture surface and magnification of observation (CT)

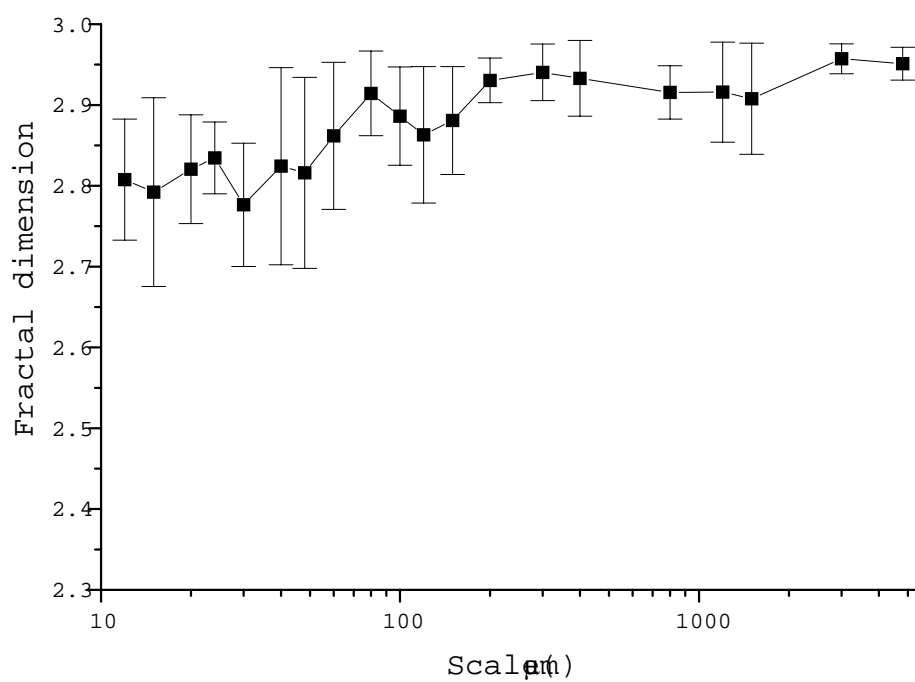


Fig 5.18: Relation between fractal dimension of creep fracture surface and scale (CT)

第 6 章

解析手法の検討

6.1 フラクタル次元と倍率の関係

??章からわかるように、観察した 3 種類の破壊形態にかかわらず、観察倍率が増加するにつれ、フラクタル次元は減少していくことがわかる。これは、3.3に示した通りである。また、観察倍率が増加するにつれ、フラクタル次元の標準偏差が大きくなることがわかった。巨視的に破面を観察する時は様々な破壊形態が一つの破面の中に入り、結局フラクタル次元が大きくなると考えることができ、逆に観察倍率が増加し微視的観察を行うにつれ、破壊の様相が各データごとに明確に異なる為、同倍率においてもフラクタル次元の差が明確に出て来ると考える。

6.1.1 DEN 試験片破面のフラクタル次元と観察倍率の関係

DEN 試験片破面のフラクタル次元は、Fig5.9,5.11が示すように、クリープ疲労破面のフラクタル次元は、観察倍率の増加に伴いクリープ破面のフラクタル次元と比較して観察倍率 800 倍を境界にフラクタル次元が 2.8 を下回り、大幅に減少することがわかる。

Fig4.12に示されたクリープ疲労破壊の破壊機構を考えると、フラクタル次元が減少する観察倍率 800 倍より高倍率における観察では、層状組織の平坦な部分のみが視野に入り単純な形状のみがとらえられ、フラクタル次元の変化に影響していると考えることができる。800 倍という倍率は Fig5.12から $200\mu\text{m}$ くらいの大きさのものを解析の対象としてとらえていることになり、これは 4.2.1で述べたラメラ粒のサイズに近いものがある。従って、破壊の特徴的な大きさをとらえた為、フラクタル次元が減少したと考えることができる。

一方、Fig5.9に示される DEN 試験片クリープ破壊の場合、フラクタル次元が減少する観察倍率 2000 倍より高倍率における観察では、ラメラ粒界の表面に露出した層状組織が 5~6 層分のみ視野に入る特徴的かつ単純な形状のみがとらえられる為、フラクタル次元が変化すると考えられる。これは、Fig5.10から、 $30\mu\text{m}$ くらいの大きさをとらえていることになり、層状組織の大きさをとらえていると考えることができる。従って、これも破壊の特徴的な大きさをとらえていると考えることができる。

また、DEN 試験片 / CT 試験片に関係なくクリープ破壊はクリープ疲労破壊よりも非常に入り組んだ複雑な形状をしている。従って、SEM で観察と形状測定を行ったデータは、元の形状よりも単純化されていると考えることができる。(Fig4.28,4.29参照) 従って、クリープ破壊の入り組んだ形状まで考慮したフラクタル次元は、SEM で

測定した形状のフラクタル次元よりも若干大きいことを考慮に入れなければいけない。フラクタル次元の変化を考えると、形状測定の際に SEM という装置の特性を受けていることを考えなければならない。

6.1.2 CT 試験片破面のフラクタル次元と観察倍率の関係

Fig5.13 ~ 5.16はどちらも Fig4.13に示す破壊が支配的な破面のデータである。従ってどちらもフラクタル次元の変化は似た傾向がある。さらに倍率 2000 倍近辺からフラクタル次元が減少して行くのは、DEN 試験片のクリーブ破壊と同様である。このことから、破壊の特徴的な大きさをとらえた為にフラクタル次元が減少すると考えることができる。

また、Fig5.17は、Fig5.4に示す破壊が支配的な破面のデータである。この破面は、Fig4.23が示す様に観察倍率が 10000 倍になっても十分に複雑である。ただ、Fig4.20と比較するとフラクタル次元は減少しているのは、ファセットと思われる部分が肉眼で確認できる倍率にまで観察倍率が上がっているからであると考えることができる。しかし、観察倍率 20 倍から 10000 倍にわたり、大幅にフラクタル次元が減少することは無く、常にフラクタル次元は 2.8 ~ 3 の間の値を取っていることがわかる。これは、破壊の特徴的な大きさをとらえる範囲が観察倍率 10000 倍以上にあるからであると推測できる。

6.2 フラクタル次元の破壊機構解明への応用

3章で述べた通り、観察倍率とフラクタル次元の変化の関係を調べると、観察倍率を増加させたとき、破壊の特徴的な形状をとらえる倍率になるとフラクタル次元が減少することがわかった。従って、3で提案したこの手法は破壊の特徴的な形状のスケールを知ることとして十分に有効であると考えることができる。

本研究では、提案したフラクタル解析を TiAl の粒界・粒内破壊に適用した。破壊に関してその他、破壊について特徴的な大きさにはディンプルやストレッチゾーンの間隔等がある。本研究で提案したフラクタル解析によりディンプルの大きさやストレッチゾーンの間隔等を検出する事が可能であると考えられる。

第 7 章

結論

7.1 結論

本研究は、まず、3章において、フラクタル次元と観察倍率の関係を調べることにより、破面の定量的な評価と特性化が可能となるという解析手法を提案し、その手法の妥当性を検討した。

結果、フラクタル次元と観察倍率の関係を調べると、3章で述べたとおり、ある観察スケールを境にフラクタル次元が減少することがわかった。その境界が破壊機構の特徴的な大きさを示していたため、提案した手法の有効性を示すことができた。以上を本研究の結論とする。

付録 A

機器の仕様一覧

A.1 SEM(ERA-4000) の概観



Fig A.1: Appearance of ERA-4000 SEM device

A.2 SEM(ERA-4000) の仕様

A.2.1 主性能

- 1) Z 方向分解能 (凹凸測定時) $1nm$
- 2) XY 方向分解能 (SEM 観察時) $4.5nm$

A.2.2 主機能

A.2.3 仕様性能

A. 電子光学系

1. 電子銃	タングステンヘヤピン
2. 加速電圧	0.5 ~ 30kV(0.1kV ステップアップ)
3. 二次電子像分解能	4.5nm
4. レンズ	3 段磁界レンズ
5. ワーキングディスタンス	8 ~ 40mm
6. 倍率	×10 ~ ×300,000
7. 視野移動	±30μm
8. 焦点非点合わせ	オートフォーカス&スティグ及び手動

B. 画像

- | | |
|-----------------|---|
| 1. 走査モード | FRAME,REDUCED FRAME,SPOT,LINE X,LINE Y,
CB-MONITOR |
| 2. 走査速度 | TV,0.2,5,20,40,80,160 秒/フレーム |
| 3. 走査方向 | 360 °回転可能 |
| 4. 画像種類 | A,B,A+B,A-B,EXT |
| 5. 画像記憶 | SEM 像
576 × 440 …… 2 フレーム |
| 6. 画像寸法 | 観察用 …… 165 × 125mm
撮影用 …… 120 × 90mm |
| 7. 画像記録 (オプション) | イメージプリンタ 100 × 75mm
ポラロイドフィルム 118 × 89mm
ブローニフィルム 60 × 70mm |
| 8. スーパーインポーズ | a. ミクロンマーカー, フィルムナンバー
(オートカウント), タイマー (年月日)
b. 電源電圧値
c. コメント
d. 試料位置
e.+字線 |
| 9. 積分画像 (オプション) | 積分回数 1 ~ 255 回
積分スキャンスピード Rapid(0.2 秒) |

C. 試料ステージ

1. 試料寸法 最大径 $\phi 125 \times H10mm$
 最大厚 $\phi 50 \times H30mm$
 小試料 $\phi 10 \times H10mm$
2. X - Y 移動 $30 \times 68mm$ モーター駆動
3. Z 移動 $8 \sim 40mm$
4. 回転 360° エンドレス モーター駆動
5. 傾斜 $0 \sim 60^\circ$ (但し、試料大きさ、Z-位置
 により制限あり。)
6. 試料交換 大気解放
7. ステージ送り 最少ピッチ $5\mu m$
8. 位置表示 X, Y 位置 4桁、回転 1° 単位
9. 送り速度 倍率連動

D. 排気系

1. 操作 完全自動排気
2. 試料交換時間 4分以内
3. 到達真空度 $2.6mmPa$
4. 真空ポンプ 油拡散ポンプ
 油回転ポンプ (直結型)

E. その他

1. 架台 密封式エアーマウント
2. 保護機能 対停電、対断水、対真空劣化

F. 三次元表面解析機能

1) プロファイル測定

- | | |
|----------------|--|
| (1) ビーム走査 | デジタル走査 |
| (2) 測定方向 | 二次電子画像の X 方向、Y 方向切換 |
| (3) 測定位置表示 | CRT 上+字マークによる。 |
| (4) 測定の長さ | X 方向 $2.4\mu m \sim 60\mu m$
Y 方向 $1.8\mu m \sim 45\mu m$ が適切である。
(測定長は画像倍率で設定する。) |
| (5) 測定点設定 | 最大 4096 点/1 ライン (1 ライン測定)
最大 4096 点/1 ライン (エアロビュー)
* 但し、ライン × 測定点は 250,000 以下 |
| (6) 測定ライン数設定 | 2 ~ 4096 ライン (エアロビューの時設定) |
| (7) Z/X, Z/Y 比 | 0.1 ~ 1000 倍 |
| (8) 傾斜補正 | 1 ライン測定時 オート・マニュアル
エアロビュー オート |
| (9) 測定データ及び記録 | |
| 1. 凹凸プロファイル | カラー CRT ディスプレイ |
| 2. ズーム機能 | 1 ライン測定の一部を拡大して
カラー CRT ディスプレイ |
| 3. エアロビュー | カラー CRT ディスプレイ |
| 4. 二点間測定 | カーソルにより 1 ライン上の相互の 2 点を
指定し、2 点の距離、高さの差、角度を
測定できる。 |
| 5. 記憶 | フロッピーディスク及びハードディスク |
| 6. CRT 表示記録 | カラーハードコピー (オプション) による。 |

2) 三次元粗さ解析

- (1) 測定方向 X 方向及び Y 方向
- (2) 入力データ数 最大 4096 点/ライン
最大 4096 点/ライン/フレーム
(ライン × 測定点 = 250,000 以内)
- (3) 記憶 ハードディスク (100MB 以上) 及び
フロッピーディスク
- (4) メモリー 1.6MB + 8MB
- (5) 解析機能 解析結果はカラー CRT にディスプレイすると
共に、カラーハードコピーが可能である。

解析機能

1. 等高線表示

指定されたスレッショールド値とステップ数により、同じ高さの場所を地図のように結ぶ。スレッショールド値を順次変えながらその時の切口の形状を表示することにより画像化する。

2. 切断面の面積率

指定した切断面の総面積の全測定面積に対する比率を算出、表示する。また、スレッショールド値と切断面積との関係をヒストグラムで示すことが出来る。

3. 指定面積あたりの山数

指定した切断面の切口の数 (山の数) を算出、表示する。(但し、切口形状が単純形状の場合に限る。) また、スレッショールド値と切口の数 (山の数) との関係をヒストグラムで示すことが出来る。

4. 粒度

切断面の総面積を切口の数 (山の数) で割ったもの、つまり切断面の平均面積を算出、表示する。また、スレッショールド値における粒度をヒストグラムで表示する。

5. 各切断面の最大高さ

各切断面の切口の最大高さ (山の高さのばらつき) を算出する。

6. 表面粗さの三次元パラメータ

表面粗さの三次元パラメータ R_a, R_z, R_{max} を算出する。

- R_a …… 中心線平均粗さ
- R_z …… 10 点平均粗さ
- R_{max} …… 最大高さ

R_a, R_z については、平均値、最大値、最小値を算出する。また、グラフにすることも出来る。

7. 表面積代替値

測定された形状データから表面積を計算する。また、二次元平面 (測定面) の面積との比をとることも出来る。(表面積率)

8. データのフィルタリング機能

測定された形状データに対し指定した周波数による高域、低域、中域フィルタリングをかけることが出来、結果のデータは 1~8 の解析にかけることが出来る。

9. 鳥瞰図表示

鳥瞰図表示を行なうことが出来る。 Z 方向倍率、視野 (角度) は入力により設定することができる。

10. BATCH 処理

解析を 1 個ずつ実行するのではなくて、処理順序を決めた FILE を作成し、その FILE に従って順次解析を連続的に行なっていく機能である。無人で長時間の処理をいくつか行なう時に便利である。(ただし、解析データは全てハードディスク上に FILE されている必要がある。)

処理順序はユーザーが自由に作成、変更、削除することができる。

A.2.4 装置寸法

1. 本体	$W540 \times D750 \times H1350mm$	265kg
2. 操作	$W1000 \times D750 \times H1200mm$	90kg
3. 油回転ポンプ	$W500 \times D260 \times H410mm$	30kg

- 1) 2次電子線像機能 イメージプロセッサによるモード切替
 - (1) 差信号による凹凸2次電子像
 - (2) 和信号による組成2次電子像
 - (3) 通常の2次電子像
- 2) 3次元表面解析機能 (1) $X-Z, Y-Z$ 断面形状測定
 - (2) 3D 断面形状測定
 - (3) $X-Z, Y-Z$ 表面粗さ解析
 - (4) 3D 表面粗さ解析

あとがき

謝辞

本研究は2年間の長きにわたり酒井信介先生の御指導のもとに進められました。とにかく見当違いの方向に研究を進めて行く私に適切なアドバイスを頂けた事をこの場をお借りして感謝致します。

高野助手、浅川技官、泉助手には研究室での何気ない会話から研究に対する適切なアドバイスをいただけたことに感謝しております。ありがとうございました。

そして、この2年間、私と仲良く接して下さった、先輩方、同僚の丹野君、後輩諸君、ありがとうございました。

そして、最後になりましたが、慣れない電子顕微鏡の取り扱いを忙しい中大学まで足を運んで頂いたエリオニクスの佐々木さん、ありがとうございました。

以上、簡単ではありますが、私からの謝辞とさせていただきます。今後も、どうぞ宜しくお願い致します。

著者近影



著者近影

参考文献

- [1] 高安秀樹. “フラクタル”. 朝倉書店, 1986.
- [2] 高安秀樹. “フラクタル科学”. 朝倉書店, 1987.
- [3] 中川徹・小柳義夫. ” 最小二乗法による実験データ解析 プログラム SALS”. 東京大学出版会, 1982.
- [4] Francesco Mainardi Alberto Carpinteri. ” *FRACTALS AND FRACTIONAL CALCULUS IN CONTINUUM MECHANICS*”. SpringerWienNewYork, 1997.
- [5] 小寺沢良一. “フラクトグラフィとその応用”. 日刊工業新聞社, 1981.
- [6] 池田政隆. “金属破断面トポロジーの解析手法の開発および金属破断面の特性化への応用”. Master’s thesis, 東京大学大学院, 1998.
- [7] 池庄司敏孝. “材料の破壊における延性脆性遷移と破面のフラクタル性の関係についての研究”. PhD thesis, 東京大学大学院, 1998.
- [8] 鈴木秀人・沼田真一・片平和俊・菊池紀彦. ” 複合組織型 tial 合金に発生する分布疲労き裂のフラクタルモデルと余寿命評価”. 日本機械学会第 75 期通常総会講演会講演論文集 (II), pp. 646–647, 1998.
- [9] 池庄司 敏孝・塩谷義. ” 脆性-延性遷移と破断面のフラクタル次元の変化”. 日本機械学会第 4 回機械材料・材料加工技術講演会講演論文集, pp. 49–50, 東京, 1996.
- [10] 数値的破面解析法に関する研究分科会. ディンプル・リバーパターン破面のフラクタル性とカオス性, 11 1998.
- [11] 酒井 達雄・酒井 孝・上野明. 金属材料の引張破面性状不規則性の定量評価におけるフラクタル解析の適用. 第 48 期学術講演会講演論文集, pp. 265–266. 社団法人日本材料学会, 5 1999.

- [12] 柴田真之. “tial 金属間化合物の高温クリープき裂成長機構における予き裂および切欠きの効果”. Master’s thesis, 東北大学大学院, 1997.
- [13] 横堀壽光・柴田真之. In situ 観察による tial 金属間化合物の高温クリープおよび疲労破壊機構. 日本材料強度学会学術講演会講演論文集, p. 5, 1997.
- [14] 富田佳宏. “数値弾塑性力学 有限要素シミュレーション-基礎と応用 “. 養賢堂発行, 1990.
- [15] Benoit B.Mandelbrot. Fractal character of fracture surfaces of metals. *NATURE*, Vol. 308, , April 1984.
- [16] 東京大学教養学部統計学教室. 統計学入門. 基礎統計学 I. 東京大学出版会, 1991.
- [17] Young-Won Kim. Tial alloys as turbine engine materials? 日本金属学会会報, Vol. 32, No. 2, pp. 73–77, 1993.
- [18] 酒井信介 池田政隆山際謙太. Tial 高温域破壊機構の破面画像処理. 先端材料強度のナノ・巨視融合技術シンポジウム講演論文集, 3 1999.
- [19] Tadao Suginuma. Measurement of surface topography using sem with two secondary electron detectors. *J.Electron Microsc.*, Vol. 34, No. 4, pp. 328–337, 1985.
- [20] 日野幹雄. スペクトル解析. 朝倉書店, 1977.
- [21] 駒井謙治郎. 構造材料の環境強度設計. 養賢堂, 1993.
- [22] 奥村晴彦. C 言語による最新アルゴリズム事典. 技術評論社, 1991.
- [23] 長沼伸一郎. 物理数学の直観的方法. 通商産業研究社, 1987.
- [24] 日本機械学会. 機械工学便覧. 日本機械学会, 1934.
- [25] F.HAUBENSAK R.H.DAUSKARDT and R.O.RITCHIE. On the interpretation of the fractal character of fracture surfaces. *Aeta metall mater*, Vol. 38, No. 2, pp. 143–159, 1990.

以上

1～96 ページ 完

修士論文

平成 11 年 2 月 12 日 提出

86205 山際 謙太