

平成 21 年 5 月 29 日現在

研究種目：基盤研究 (B)
 研究期間：2006～2008
 課題番号：18360334
 研究課題名(和文) マイクロ材料試験による階層的微視組織の機械的性質評価法の開発
 研究課題名(英文) Development of Mechanical Characterization Method for Micro-Structures in Materials by Micro Testing Technique
 研究代表者
 高島 和希 (TAKASHIMA KAZUKI)
 熊本大学・大学院自然科学研究科・教授
 研究者番号：60163193

研究成果の概要：

金属材料の機械的性質は、材料固有の強度に加えて、材料を構成する微視組織要素（粒界、析出物、第二相やそれらと母相との界面強度など）の特性に支配されている。したがって、材料を構成している微視組織要素の機械的性質を知ることが、材料の強化設計を考える上できわめて重要となる。本研究では、現実の材料組織からミクロンサイズの試験片を切り出し、その強度特性を計測する手法を開発し、TiAl 合金とパーライト鋼についてマイクロスケールの材料試験を行い、マクロな機械的性質との関連を調べた。

交付額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2006年度	7,800,000	2,340,000	10,140,000
2007年度	4,500,000	1,350,000	5,850,000
2008年度	3,100,000	930,000	4,030,000
年度			
年度			
総計	15,400,000	4,620,000	20,020,000

研究分野：材料工学

科研費の分科・細目：構造・機能材料

キーワード：材料評価、マイクロ材料試験、組織、破壊、き裂伝播

1. 研究開始当初の背景

材料の機械的性質は、その材料が持っている固有の強度に加えて、材料を構成する階層的な微視組織要素（結晶粒径、結晶粒界、析出物、第二相やそれらと母相との界面強度など）の特性に支配されている。したがって、強度、靱性、信頼性に優れた材料を開発するためには、材料を構成している各微視組織要素の機械的性質を計測し、それを基にして、材料組織の階層的な設計をマルチスケール

的に行うことが、実用材料の迅速な開発のためにきわめて重要である。しかしながら、これまで材料の加工プロセスと組織形成との関係については、多くの研究が行われてきたが、材料を構成している階層的な微視組織と材料特性（特に、機械的性質）の関係に対しては、特性予測が行えるようなレベルにはない。この一因としては、材料の構成組織のような微小領域の機械的性質（強度、靱性、疲労特性）を直接測定する試験機ならびに試験

法が存在しないためである。

研究代表者らは、MEMS デバイスやマイクロマシン用材料の機械的性質を評価するために、ミクロンサイズの超微小試験片に対して、引張、圧縮、曲げ試験が行える材料試験機ならびに試験法を世界に先駆けて開発した。これまで、この試験装置は、MEMS デバイス用超微小寸法材料の破壊靱性、疲労き裂伝播挙動の解明に大きな威力を発揮してきた。一方、この試験法を応用することで、材料内部の微視組織からミクロンサイズの超微小試験片を切り出し、その機械的性質を直接評価することが可能となる。すなわち、このような計測手法が開発できれば、材料の組織から機械的性質の予測が可能になり、材料開発の迅速化に大きく寄与できることになる。

2. 研究の目的

本研究では、金属材料を構成する微視組織の機械的性質（特に、最も基本的な機械的性質である引張特性）を評価するため、(1)材料中の階層的な構成組織要素の中からミクロンサイズの超微小サイズの試験片を切り出して、その機械的性質を評価する試験法を開発する。また、(2)開発した手法を用いて、ラメラ構造を有する TiAl 基合金中の一つのラメラコロニーの界面破壊強度を明らかにし、これとマクロレベルでの強度を比較することによって、マルチスケル的な強度設計の基礎を確立させるとともに、本合金に対する最適な組織形態を明らかにする。さらに、(3)鉄鋼材料の階層的組織構造と機械的性質の関係を確立させるために、一般炭素鋼の重要構成組織であるパーライトに注目し、一つのパーライトコロニーから、微小試験片を切り出して、その変形強度を定量的に計測し、鉄鋼材料の組織から強度予測が可能な解析手法の基礎を確立させる。

3. 研究の方法

(1) マイクロサイズ試験片作製法

マイクロサイズの材料試験において、最も重要なポイントは、試験片の作製プロセスを確立させることである。特に、ミクロンサイズの微小試験片を切り出す際には、試験片に損傷や負荷を与えることなく、しかも取り扱いが容易であることが必要とされる。本研究では、この条件を満足させるために、微細放電加工と収束イオンビーム (FIB) を組み合わせることで微小試験片を加工する。

(2) TiAl ラメラコロニーの破壊試験

試料には、一方向凝固によって作製された Ti-48at%Al の PST 結晶を用いた。まず、この試料から(1)に示した手法に基づいて、放電加工により厚さ 500 μm 程度の板状試料を切り出し、機械研磨により 20 μm 程度の薄片を作

製した。この薄片から集束イオンビーム加工機を用いて、微小片持ち梁試験片を作製した。作製した試験片の寸法は、長さ 50 μm 、幅 6~20 μm 、厚さ 10 μm である。さらに、試験片固定端から 10 μm の位置に幅 0.5 μm 、長さ 5 μm の切欠を導入した。切欠の導入方向は、Interlamellar 方向(切欠とラメラ界面が平行：以下 Interlamellar 試験片と呼ぶ)と Translamellar 方向(切欠とラメラ界面が垂直：以下 Translamellar 試験片と呼ぶ)とした。破壊靱性試験は、本研究室で開発したマイクロ材料試験機を用いて、室温大気中で行った。

(3) パーライト鋼の機械的性質評価

試料には、共析鋼を用いた。この試料を 1050 で 1 時間オーステナイト化処理を行った後、600 で 1 時間恒温変体処理を行い、その後空冷した。

まず、熱処理後の試料から、直径 3 mm の円盤状試料を切り出し、透過型電子顕微鏡試料作製の手順で、機械研磨、ジェット研磨により中央部を薄片化した。次に、円盤状試料を放電加工により半月状に切断し、その中央部に、微小引張試験片を微細放電加工により切り出した。さらに、この試験片の平行部中央部分に幅 20 μm で長さが 60 μm の平行部を収束イオンビーム (FIB) 加工によって作製した。作製したマイクロサイズ試験片に対して、本研究室で開発したマイクロ材料試験機を用いて、室温大気中で引張試験を行った。

4. 研究成果

(1) マイクロ試験片の作製

バルク材から薄片を切り出し、さらに機械研磨(材料によっては、電解研磨を併用)によって厚さ 10~20 μm の箔状試料を準備した。この箔状試料に対して、FIB の SIM 像で組織形態を観察しながら、マイクロスケールの片持ち梁試験片ならびに引張試験片を切り出すことに成功した。図 1(a)および(b)に作製したマイクロ片持ち梁試験片と引張試験片の走査電顕写真を示す。

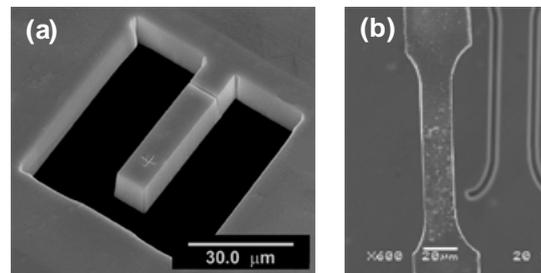


図 1 開発した手法により作製したマイクロスケール試験片

(2) TiAl ラメラコロニーの破壊試験

破壊靱性試験により得られた荷重-変位曲線を図2および図3に示す。Interlamellar試験片では、図2に示すように、ほとんどの試験片において、荷重と変位の関係はほぼ直線的な関係になっており、最大荷重に達した後、急激に低下した。一方、Translamellar試験片では、図3に示すように、大きく変形後に破壊した。これらの試験片について破壊靱性値を算出した。破壊靱性値は、片側切欠き片持ち梁曲げ試験片に対する応力拡大係数の算出式により求めた。本研究では、き裂開口変位を直接計測することができなかったため、最大荷重でき裂が進展を開始したとして、破壊靱性値を算出した。また、き裂長さは、破壊試験後の破面の走査電子顕微鏡写真から実測した。算出された破壊靱性値は図2および3中に示す。本試験片ならびに試験法はASTM E-399規格に準拠していないため、この数値に基づいて平面破壊靱性値の有効性を判定することは適当ではない。そこで、本研究では破壊靱性値を K_Q として標記した。

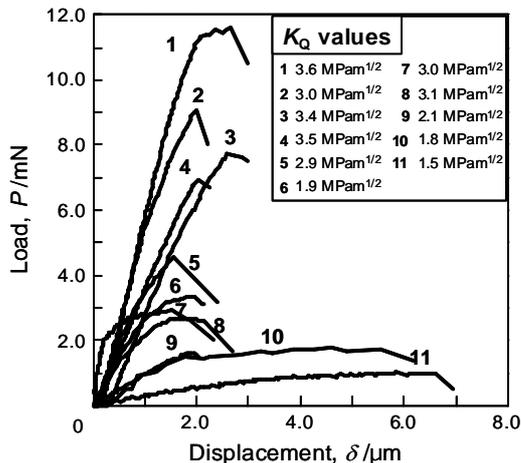


図2 TiAl PST合金 Interlamellar試験片の荷重変位曲線と K_Q 値

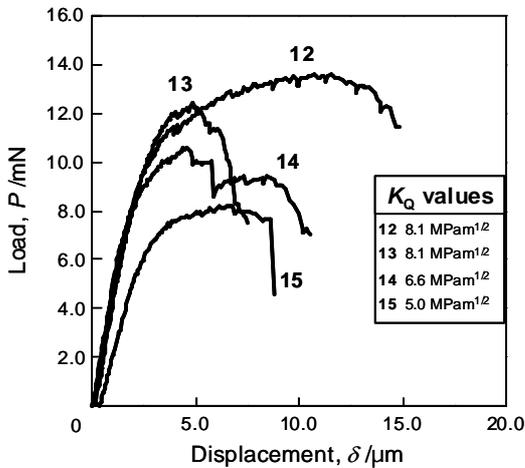


図3 TiAl PST合金 Translamellar試験片の荷重変位曲線と K_Q 値

Interlamellar試験片の K_Q 値は 1.5~3.6 MPam^{1/2} で、Translamellar試験片の K_Q 値は 5.0~8.0 MPam^{1/2} であり、バルク材料と同様に Translamellar試験片の K_Q 値が高かったが、 K_Q 値はバルク材で得られているものより低く、特に、Translamellar試験片の K_Q 値はバルク材の K_Q 値 (~20MPam^{1/2}) に比べて著しく低い値であった。

Interlamellar試験片の破面観察の結果、破壊はラメラ界面で生じていることが確認された。しかしながら、 K_Q 値は 1.5~3.6MPam^{1/2} とばらついていた。 K_Q 値の分布を見ると、約 3 MPam^{1/2} のグループと、約 1.8MPam^{1/2} のグループに分類できる。ところで、Interlamellarラメラ界面には α_2/γ 界面、双晶 γ/γ 界面、バリエーション γ/γ 界面、擬双晶 γ/γ 界面の4種類がある。それぞれの界面エネルギーに基づいて、理論的な破壊靱性値を計算した結果を表1に示す。これによると、わずかではあるが、 α_2/γ 界面と双晶界面の破壊靱性値が、バリエーション界面と擬双晶界面の破壊靱性値より高くなっていた。したがって、破壊靱性値に差が生じたのは、界面構造の違いによるものと推測されるが、今後の検討が必要である。

表1 TiAlのラメラ界面エネルギーより算出した破壊靱性値

Type of Interface	G_i / J/m ²	K_c / MPam ^{1/2}	
γ/γ	True-Twinned	4.44	1.25
	Variant	4.22	1.22
	Pseudo-twinned	4.23	1.22
α_2/γ		4.47	1.25

Translamellar試験片の破壊靱性値は最大で 8.1 MPam^{1/2} で、マクロサイズ試験片で得られている破壊靱性値 18 MPam^{1/2} に比べて極めて低い値となった。マクロサイズのラメラ組織では、き裂後端部分で Ligament Bridging などの Extrinsic toughening 機構 (き裂遮蔽効果) が、有効に作用することが知られている。この Extrinsic toughening 機構はき裂伝播とともにその寄与が増加し、それに伴いき裂伝播抵抗が急激に上昇する。しかし、マイクロサイズ試験片では、き裂の長さはわずか 2~3 μ m であり、き裂が発生するとすぐに最終破壊を起こす。つまり今回の実験結果は、マイクロサイズ試験片では Extrinsic toughening 機構が有効に働かないことを示している。このことが、Interlamellar試験片の破壊靱性値の寸法効果の原因と考えられる。このことは、マイクロスケール破壊試験を行うことで、その材料固有な Intrinsic な破壊靱性を計測できることを示している。

以上の結果は、TiAl合金のラメラ組織が

ら切り出したマイクロスケール試験片の破壊特性を評価した世界初の研究として、きわめて重要なものである。

(3) パーライト鋼の機械的性質評価

図4にパーライト微小試験片の引張試験における典型的な応力-変位曲線を示す。今回の計測では、歪の計測が行えなかったため、横軸は変位量で示している。図4に示すように、応力と変位はほぼ直線的な関係を示した後、破断した。破断応力は約700 MPaと高い値を示している。このように、一つのパーライトコロニーから切り出した試験片に対して世界で初めて計測を行なったものであり、一つのラメラコロニーだけを取り出した際に、このような力学的特性を示すことはきわめて興味深い。

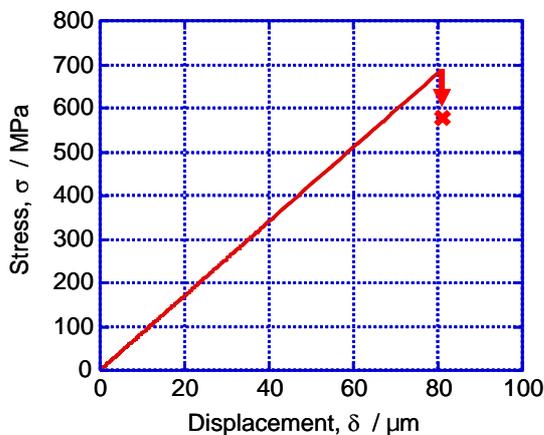


図4 パーライトラメラより切り出したマイクロスケール試験片の応力-変位曲線

図5(a)(b)に破断後の試験破面の走査型電子顕微鏡写真を示す。破面はあまり特徴の見られない様相を呈しているが、大きな塑性変形を伴わずに破壊に至っていることがわかる。また、一部の試料においてはディンプルと思われるパターンが認められる場合もあった。このような破面が現れる場合は、応力-変位曲線上で破断直前にわずかに塑性変形を示す挙動が見られたが、バルクのパーライトでしばしば観察されているような大きな塑性変形は認められなかった。

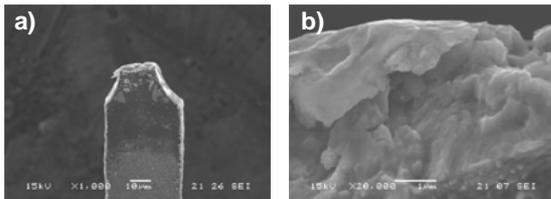


図5 (a)パーライトコロニーから切り出した引張試験後のマイクロ引張試験片と (b)その破面の走査電顕写真

これらの結果はパーライトコロニーのみでの引張試験では、セメントの拘束がきわめて大きいことを示唆している。このことは、微視組織の機械的性質から、マクロな材料の機械的性質の予測を行う際に、きわめて重要なものとなる。しかしながら、破面形態から、この要因を説明できる証拠は現時点では得られなかった。また、本研究では試験片の作製にFIBを利用しており、この場合、わずかではあるがGaイオンが試験片内に注入される。このGaイオンが試験片の力学物性に影響を与えとも考えられる。この点については、今後の研究が必要である。

5. 主な発表論文等

(雑誌論文)(計10件)

Daisuke Miyaguchi, Masaaki Otsu, Kazuki Takashima, Masao Takeyama, Microscale Fracture Toughness Testing of TiAl PST Crystals, Advanced Intermetallic-Based Alloys for Extreme Environment and Energy Applications, Mater. Res. Soc. Symp. Proc. Volume 1128, 1128-U05-14 (2009)、査読有

島田祐介, 松田光弘, 川上雄士, 大津雅亮, 高島和希, 西田稔, 石川和宏, 青木清, 液体急冷で作製したNb-TiNi水素透過合金膜のマイクロ破壊試験, 日本金属学会誌, 72巻, 1015-1020 (2008)、査読有

川上雄士, 田中徹, 円城寺隆志, 高島和希, 大津雅亮, パルス通電焼結法で作製されたSUS/WC表面硬化材料の微細領域における機械的性質の評価, 粉体および粉末冶金, 55巻, 239-243 (2008)、査読有 Eiji Taki, Yuji Kawakami, Masaaki Otsu and Kazuki Takashima, Fracture behavior of micro-sized Fe-3%Si alloy single crystals, J. Solid Mechanics and Materials Engineering, Vol.1, pp.779-786 (2007), 査読有

Yuji Kawakami, Fujio Tamai, Takashi Enjoji, Kazuki Takashima, Masaaki Otsu, Preparation of Tungsten Carbide / Stainless Steel Functionally Graded Materials by Pulsed Current Sintering, Solid State Phenomena, Vol. 127, 179-184 (2007), 査読有

Yuji Kawakami, Fujio Tamai, Takashi Enjoji, Noboru Shikatani, Tatsuya Misawa, Masaaki Otsu, Kazuki Takashima, In Situ Observations of Sintering Process during Pulsed Current Sintering of Al₂O₃, ZnO and WC ALLOY, Materials Science Forum, Vol. 534-536(2007), 査読有

Yuji Kawakami, Fujio Tamai, Takashi Enjoji, Kazuki Takashima, Masaaki Otsu, Wear Resistance Properties of Tungsten Carbide/ Stainless Steel Composite Materials Prepared by Pulsed Current Sintering, Materials Science Forum, V Vol. 534-536, 1573-1576 (2007), 査読有

瀧英士, 川上雄士, 大津雅亮, 高島和希, Fe-3mass%Si 合金単結晶の微小試験片における破壊挙動とその試験片寸法効果, 日本金属学会誌, 71 巻, 190-194 (2007), 査読有

川上雄士, 円城寺隆志, 毛利茂樹, 田中宏季, 高島和希, パルス通電焼結法を用いたバインダレス超硬合金の開発, 日本金属学会誌, 71 巻, 195-198 (2007), 査読有

Guang-Ping Zhang, Kazuki Takashima and Yakichi Higo, Fatigue Strength of Small-Scale Type 304 Stainless Steel Thin Films, Materials Science and Engineering, A, Vol. 426, 95-100 (2006), 査読有

[学会発表](計 61 件)

Daisuke Miyaguchi, Microscale Fracture Toughness Testing of TiAl PST Crystals, Materials Research Society Fall Meeting, (2008.12.2), Boston, U.S.A.

Kazuki Takashima, Mechanical Characterization of Micro/Nano-Scale Materials, 2008 International Symposium on Nano Science and Technology (2008.11.7), 南台科技大学, 台湾

高島和希, 金属材料における階層的微視組織要素の機械的性質評価, 日本機械学会 2008 年度年次大会, (2008.8.4), 横浜国立大学

宮口大輔, ラメラ構造を有する TiAl 基合金のマイクロスケール破壊試験, 日本機械学会 2008 年度年次大会, (2008.8.5), 横浜国立大学

大津雅亮, レーザスペックル法による薄膜材料の引張試験における歪計測, 日本機械学会 2008 年度年次大会, (2008.8.5), 横浜国立大学

高島和希, 複層鋼板の界面強度のマイクロスケール評価, 日本鉄鋼協会第 155 回春季講演大会シンポジウム「高強度複層鋼板の可能性と展開」, (2008.3.28), 武蔵工業大学

高島和希, 金属間化合物における階層的微視組織要素の機械的性質評価, 第 141 回日本金属学会秋期大会, (2007.9.21), 岐阜大学

Kazuki Takashima, Effects of Sample Size on the Fracture Behavior in Fe-3%Si Alloy Single Crystals, Materials Research Society Symp. (2006.11.27), Boston, U.S.A.

高島和希, 大津雅亮, ラメラ構造を有する TiAl 基合金のマイクロスケール破壊試験, 日本機械学会 2006 年度年次大会, (2006.9.19), 熊本大学

Kazuki Takashima, Application of Micro Fracture Testing to the Measurement of Intrinsic Crack Growth in a Lamellar Structured TiAl, Int. Conf. on Processing & Manufacturing of Advanced Materials, (2006.7.5), Vancouver, Canada

[その他]

ホームページ等

http://saiya.msre.kumamoto-u.ac.jp/~ms/inv_sentan.html

6. 研究組織

(1) 研究代表者

高島 和希 (TAKASHIMA KAZUKI)

熊本大学・大学院自然科学研究科・教授

研究者番号: 60163193

(2) 研究分担者

なし

(3) 連携研究者

大津 雅亮 (OTSU MASAAKI)

熊本大学・大学院自然科学研究科・准教授

研究者番号: 20304032

(平成 18 年度 ~ 平成 19 年度は研究分担者)