

科学研究費助成事業 研究成果報告書

令和 4 年 6 月 23 日現在

機関番号：10101

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2019～2021

課題番号：19K05026

研究課題名(和文) 顕微インデンテーション開発展開と多相合金破壊挙動の直接観察による組織設計原理確立

研究課題名(英文) Development of In-situ indentation method for the establishment of microstructure design principles through the observation of cracking of multi-phase alloys

研究代表者

三浦 誠司 (Miura, Seiji)

北海道大学・工学研究院・教授

研究者番号：50199949

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,400,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では、脆性相-延性相からなる多相合金の破壊挙動理解を目指す。亀裂進展の情報を簡便に取得するために、透明ダイヤモンド圧子押し込み時の試料の変形・亀裂進展を「その場観察」する装置(顕微インデンタ)を用いて、時間経過に伴う変形・亀裂進展挙動を詳細に追跡する。亀裂観察のために稜部分を研削し観察窓とした改良型ビッカース圧子を作製し、動画と荷重-変位曲線から亀裂進展と荷重の関係を抽出し、表面組織観察結果と組み合わせ、破壊挙動の情報化を進められることを明らかにした。

研究成果の学術的意義や社会的意義

本研究では、脆性相-延性相からなる多相合金の破壊挙動理解のために、亀裂進展の簡便な情報取得を目指した。ハイスループットな情報取得法として圧子押し込みによる破壊試験に、その場観察(in-situ)組み合わせることで、材料の弱点である破壊の本質に迫るために必須の情報を短時間で取得可能となり、新規合金・セラミックスや複合材料の開発期間短縮や工業製品の事故解析による安全・安心の拡張に大きく寄与する。

研究成果の概要(英文)：The aim of this research is to establish the experimental method for the in-situ observation of crack formation in multi-phase materials during the indentation through a transparent indent made of sapphire or diamond. This apparatus enables us to understand the time-dependent evolution of cracks and deformation around the indents.

研究分野：金属材料学

キーワード：その場観察 硬さ 破壊 組織制御

様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

1. 研究開始当初の背景

Vickers 硬さ試験およびその応用である IF (Indentation fracture) 法は、その試験装置の構造上、圧子圧入前後の試料表面変化のみ観察可能であり、試験中の試料表面変化の観察は不可能である。透明材料であるガラスにおいては Vickers 試験を試料裏から観察することにより、除荷過程に亀裂が発生進展することが報告されているが、不透明試料では実施できない。しかしながら、圧痕コーナー部から進展する亀裂や圧痕周辺表面の変形観察からは、材料の力学特性に関する重要な情報を得ることが出来ると期待される。

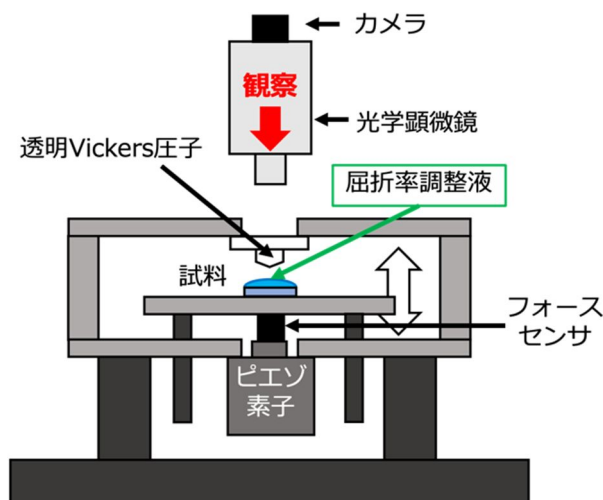
2. 研究の目的

Vickers 試験時の試料表面での亀裂の発生・進展経路を「その場」観察し、負荷荷重や亀裂の長さ、亀裂進展スピードなどとの関係を分析することにより、破壊の支配原因を調査することは、材料科学における破壊という問題の理解と解決に大きな意味を持つ。本研究ではそのために、透明な大型 Vickers 圧子を採用することで、試料表面の「その場」観察法の確立を目的とした。すなわち、IF 法を視野に入れて Vickers 圧痕角から進展する亀裂の「その場」観察を目指し、透明 Vickers 圧子を用いて圧子接触領域、またその近傍の Vickers 試験「その場」観察 (以後、in-situ Vickers インデンテーション) 確立を目指すこととした。

ここで、in-situ Vickers インデンテーションに押し込み深さ情報計測と荷重計測の計装化を組み合わせて計装化 in-situ Vickers インデンテーション法とし、インデンテーション実施中の荷重変化と試料表面の破壊挙動の対応の理解を試みた。これにより、Vickers インデンテーションという簡便な試験で亀裂や破壊に関する情報を得ることができれば、多数の試料に対して短時間で靱性や硬さを評価するハイスループットスクリーニングが可能となり、新規合金・セラミックスや複合材料の開発期間短縮や工業製品の事故解析による安全・安心の拡張に大きく寄与すると期待される。

3. 研究の方法

本研究ではサファイア製とダイヤモンド製の透明 Vickers 圧子を使用して in-situ Vickers インデンテーションを実施した。Si 結晶のような硬い材料に対しては、サファイア製圧子でも十分な耐久性は持ち得ず破壊されることが明らかとなった。そこで、特注のダイヤモンド製透明 Vickers 圧子を用いて、in-situ Vickers インデンテーションを実施することとした。図 1 に in-situ インデンテーション装置の装置構成の模式図を示す。観察にはデジタルマイクロスコブ (Hirox, RH-2000) を使い、動画撮影のフレームレートは 50fps とした。コンピュータで制御された piezo 素子 (Physik Instrumente GmbH & Co., N-214) により、試験片を設置した装置駆動部を上下に移動させることで試験片上面に対して押し込み試験を行い、その際の押し込み荷重はフォースセンサー (Kistler Instrumente AG, type 9193) により計測した。荷重計測は 10 points/s とした。透明圧子と大気の屈折率が著しく異なるため、それらの界面で光の大きな屈折が生じ、試験片表面の良好な観察像を得ることができなくなる。これを防止するために、試験片と圧子の間は屈折率調整液を導入した。



in-situ Vickers インデンテーション
試験機概略図

図 1

4. 研究成果

開発した装置の硬さ計測値の精度を確認するため、汎用 Vickers 試験機による Vickers 硬さ試験を、本装置を用いた in-situ Vickers インデンテーションを同一試験片に対して実施し、圧痕サイズから評価した硬さ値は 1% 程度の誤差で一致することを確認した。

次に、Si 結晶に対して in-situ Vickers インデンテーションを実施した。試料として板厚 3 mm の板面 {001} p 型 Si 単結晶プレートを用い、#180 ~ #1500 の耐水研磨紙による湿式研磨後、アル

ミナ粉(粒径:0.1 μm)でバフ研磨を施した。実験は室温大気中で実施した。圧痕対角線方向を<110>方向とし、最大負荷荷重 49 N、試料台昇降速度 1 μm/s、動画撮影条件 50 fps、荷重測定 10 points/s とした。動画で記録した負荷-除荷過程の表面観察結果からき裂形成・進展過程を調査したところ、除荷過程において、最大荷重負荷状態では確認されなかった亀裂の発生と進展が確認された。すなわち亀裂は、圧子が圧入していく負荷過程よりも、圧子を抜いていく除荷過程でより大きく進展することが確認された。この結果は、ソーダ石灰ガラスに対して Vickers 硬さ試験中の試料観察と有限要素計算を行った先行研究と定性的に一致している。また、Si 以外の脆性材料に対して試験を実施し、亀裂発生・進展に関する知見を得ることができた。

一連の研究で、ダイヤモンド圧子の耐久性がサファイアに比べて十分に高いことが示された一方で、屈折率が高いことから調節液で屈折率比が十分に調整できず、像が重なる領域が現れることが明らかとなった。この課題は、圧子形状の工夫および光学経路の再設計によって、ある程度の改善が可能となることを確認した。

得られて知見をいかに総括する。

・Vickers 試験による in-situ インデンテーション法の確立を目指して装置開発を行い、手法を確立した。

・Si 単結晶に対して負荷-除荷試験を実施し、き裂進展が除荷の際に大きいことを見出した。また、Si 以外の脆性材料に対しても試験を実施し、亀裂発生・進展に関する知見を得た。

・高硬度脆性材料を対象とした試験実施において、圧子材質としてはサファイアは不十分であり、ダイヤモンドが適切である。

・ダイヤモンド Vickers 圧子の形状の工夫により、in-situ 観察像の改善が可能であることを明らかにした。

・き裂観察は観察面の反射能に大きく依存しているが、光学経路の再設計で改善が可能であることが明らかとなった。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計0件

〔学会発表〕 計6件（うち招待講演 0件 / うち国際学会 0件）

1. 発表者名 仲野暁登、三浦誠司、池田賢一
2. 発表標題 計装化in-situ Vickers Indentation法の挑戦とSi結晶の異方性破壊挙動の理解
3. 学会等名 日本金属学会 微小領域の力学特性評価とマルチスケールモデリング研究会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 仲野暁登、三浦誠司、池田賢一
2. 発表標題 In-Situ Vickers Indentation による単結晶シリコンの異方性破壊挙動の観察
3. 学会等名 日本金属学会秋期(第167回)講演大会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 仲野 暁登
2. 発表標題 顕微インデンテーションに基づく表面「その場」破壊観察
3. 学会等名 日本金属学会日本鉄鋼協会両北海道支部サマーセッション
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 仲野 暁登
2. 発表標題 脆性材料におけるVickers試験その場観察による評価
3. 学会等名 日本金属学会・高温変形の組織ダイナミクス研究会「2019年度 夏の学校」
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 仲野 暁登
2. 発表標題 透明圧子を用いたVickers試験「その場」観察法の確立
3. 学会等名 日本金属学会研究会No. 82微小領域の力学特性評価とマルチスケールモデリング「2019年度研究会」
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 仲野 暁登
2. 発表標題 透明ダイヤモンド製Vickers圧子を用いたin-situ Vickersインデンテーション
3. 学会等名 日本金属学会春期大会
4. 発表年 2020年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関