

令和 5 年 6 月 12 日現在

機関番号：17401

研究種目：挑戦的研究（萌芽）

研究期間：2021～2022

課題番号：21K18832

研究課題名（和文）FIB照射誘起マルテンサイト変態を活用した微小機械部材の局所的強化法の開発

研究課題名（英文）Development of Local Strengthening Method for Micro Mechanical Components Using FIB Irradiation Induced Martensitic Transformation

研究代表者

高島 和希（Takashima, Kazuki）

熊本大学・国際先端科学技術研究機構・卓越教授

研究者番号：60163193

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 4,800,000円

研究成果の概要（和文）：本研究では、304オーステナイト系ステンレス鋼の微小領域に集束イオンビーム（FIB）を照射させることにより形成されるマルテンサイト及びそのバリエーションの関連を検討するとともに、照射領域の機械的性質を計測した。FIBの照射電流が3 nA以上で、オーステナイト相からマルテンサイト相への相変態が生じた。生成したマルテンサイトのバリエーションは、照射した結晶面の方位により異なっていた。このことはFIBの照射方向を変えることで、形成されるマルテンサイト晶の方位を制御できることを示している。照射領域の硬さ試験を行った結果、押し込み抵抗の上昇が認められ、FIBを照射した微小領域の強度を向上できることを確認した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

耐久性、信頼性に優れるMEMS等の集積機械デバイスの開発のためには、使用される材料の強化法の開発が必要とされる。しかしながら、マイクロスケール材料の強化法に関する研究は現在までほとんど行われていない。本研究は、世界的に見ても手がつけられていない微小材料の強化機構の一つを提案するものであり、本研究の成果は、我が国がこの分野において世界的なプライオリティを確保するために重要となる。加えて、本研究の成果は現在育ちつつある我が国のMEMS等の微小機械デバイス関連の産業発展に大きく寄与するとともに、新しい産業基盤の育成にもつながるものである。

研究成果の概要（英文）：The relationship between the crystal orientation of martensite and its variants induced by focused ion beam (FIB) irradiation of a small area of 304 austenitic stainless steel was investigated and evaluate the mechanical properties of the irradiated area. At FIB irradiation currents of 3 nA or higher, phase transformation from austenite to martensite occurred. The martensitic variants produced varied depending on the orientation of the irradiated crystalline plane. This indicates that the orientation of the martensite formed can be controlled by changing the FIB irradiation direction. Hardness tests were conducted in the irradiated area and an increase in indentation resistance was observed, confirming that FIB irradiation can improve the strength of the micro-region.

研究分野：材料科学

キーワード：集束イオンビーム オーステナイトステンレス鋼 マルテンサイト変態 材料強化 微小材料 MEMS

1. 研究開始当初の背景

MEMS(Micro Electro Mechanical Systems)を始めとした超小型の集積機械デバイスは、情報通信及びバイオ・医療関連機器として、社会実装化を目指した研究が進められている。このような微小デバイスを構成する部品のサイズは数 μm から数 100 μm 程度であり、デバイスの信頼性、耐久性を向上させるには、そのようなマイクロデバイス材料に対する材料強化法の開発が必要となる。これまで MEMS 等の集積機械デバイスには、半導体の製造プロセスとの整合性から Si が主として用いられてきたが、信頼性、耐久性の向上、経済効率の観点から既存の金属材料の適用が検討されている。特に、オーステナイト系ステンレス鋼は、耐食性に優れることから、体内を含む腐食環境下で使用されるデバイスの候補材料の一つとなっている。そこで、研究代表者もオーステナイト系ステンレス鋼の微小試験片に対して、機械的性質の検討を進めてきた。その際、集束イオンビーム加工 (FIB) を用いて試験片の切り出しを行ってきたが、オーステナイト系ステンレス鋼に FIB 照射を行うと、加工条件によってはマルテンサイトが形成されることが知られている [1]-[3]。そこで、これまではマルテンサイトが形成されても強度に影響を及ぼさないような条件で微小試験片の作製を行ってきた。しかし、マルテンサイトは材料の強化に有効であることから、オーステナイト系ステンレス鋼の強化が必要な微小領域のみに FIB 照射を行い、マルテンサイトを選択的に形成させることができれば、微小部材の強化が行える可能性がある。

2. 研究の目的

本研究では、微小機械デバイス材料の一つとして期待されているオーステナイト系ステンレス鋼に対して、集束イオンビーム照射によりマルテンサイトを形成させ、照射条件(ビームの強度や照射方向)と誘起されるマルテンサイトの結晶方位やそのバリエーション(同時に形成される方位の異なるマルテンサイト晶)の関連について調べることで、強化に最適な照射条件を決定するとともに、照射領域の機械的性質について検討を行う。

3. 研究の方法

供試材としては、市販の SUS304 オーステナイト系ステンレス鋼を用い、1400 K で 4 時間溶体化処理を行い、結晶粒を粗大化させたものを用いた。溶体化処理後の結晶粒径は約 100 μm であった。その後、表面をエメリー研磨、電解研磨を行うことで、鏡面仕上げしたものを供試材とした。次に、EBSD(電子線後方散乱回折)を用いて、試料表面の結晶粒の面方位表面を調べ、代表的な結晶面である (001)、(101)、(111) の結晶粒を選択し、結晶粒内の微小領域 (10 $\mu\text{m} \times 10 \mu\text{m}$) に対して、Ga イオンを用いた集束イオンビーム(FIB)照射を行った。照射条件としては、照射電圧を 40 kV、照射時間を 0.6 s、Dwell Time を 3 μs と一定にし、照射電流を 1 nA ~ 65 nA と変化させた。照射後の照射面を EBSD と走査型電子顕微鏡 (SEM) により観察した。また、どのような照射条件において、どのような方位のマルテンサイト及びそのバリエーションが形成されるかを EBSD により解析した。最後に、本研究で提案する強化機構を検証するため、照射領域に対して微小硬さ試験を行った。

4. 研究成果

(1) 照射電流と生成されるマルテンサイトの関係

図 1 に (001) 方位の試料に対して、ビームを垂直方向から照射させたときの表面の SEM 写真と EBSD の解析結果 (Phase map) を示す。すべての照射電流で相から相へのマルテンサイト変態が生じた。照射電流 1 nA では照射領域の一部のみで変態が生じていたが、照射電流 3 nA 以上では照射領域全体にわたってマルテンサイトが生成されていた。ただし、3 nA 以上の照射電

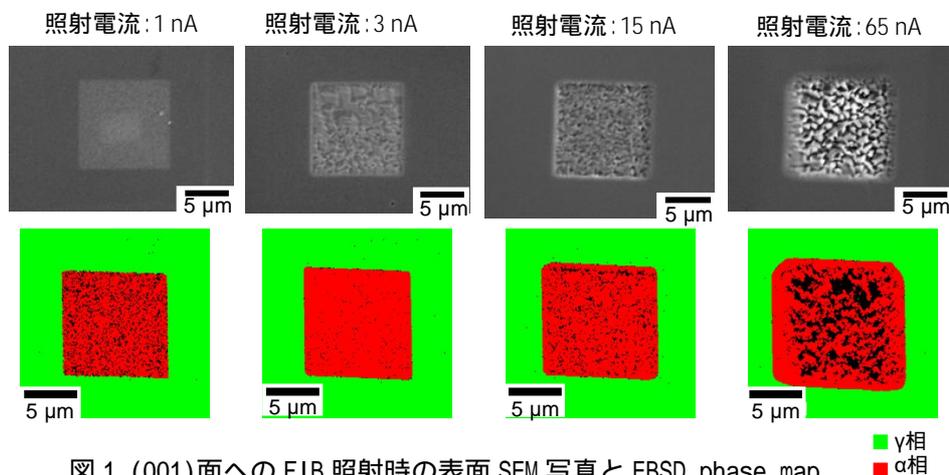


図 1 (001)面への FIB 照射時の表面 SEM 写真と EBSD phase map

■ γ 相
■ α 相

流では、照射に伴うスパッタリングにより表面が大きく損傷を受けていた。また、それに伴い、EBSD 解析における解析不良領域も増大している。(101)面、(111)面への照射においても(001)面と同様の結果であったが、表面の損傷は(101)面が最も大きく、(111)面が最も小さくなっていった。これは、照射面によりスパッタリングの状況が大きく異なるためである。したがって、すべての結晶面において、照射電流 3 nA のときに、照射領域全体にわたって均一にマルテンサイト変態が生じ、しかも表面の損傷も少なかったことから、照射電流 3 nA が最適な条件と考えられる。

(2) 照射面と形成されるマルテンサイトの方位関係と形成されるバリエーション

次に、最適な条件と考えられる照射電流 3 nA の時に生成されるマルテンサイトのバリエーションについて検討した。図 2 (a)~(c)に 各表面方位の試料に対して照射電流 3 nA で照射を行ったときの EBSD 解析により求めた逆極点図 (IPF) 方位マップ、Image Quality (IQ) マップと極点図を示す。図 2 に示すようにすべての面方位について、FIB 照射により形成されたマルテンサイトは、複数のバリエーションから構成されていた。通常、鋼のマルテンサイトにおいては、母相である α 相と β' 相との間に Kurdjumov-Sachs (K-S) の関係あるいは Nishiyama-Wassermann (N-W) の関係がある。K-S の関係においては、24 通りのバリエーション、N-W の関係では 12 通りのバリエーションが形成される。本試料においては、極点図から考えると N-W の関係が成立していた。そこで、結晶方位差 5 度以上の領域に異なる色をつけて、バリエーションの解析を試みた。

図 2 (a)は(001)面に照射を行ったときの EBSD 解析結果 (IPF マップ、着色した IQ マップ及び極点図)である。(001)面の照射により形成されたマルテンサイトは、 α 相と β' 相において(001)面が共通になるため IPF マップでは同色で表されている。一方照射領域の極点図を見ると、4 つの晶癖面から V3, V9, V6, V12 のバリエーションが形成されているのが明瞭に観察され、それらの割合はほぼ均等であった。また、1 つのパケットからは、1 種類のバリエーションのみが形成されていた。

図 2 (b)は(101)面に照射したときの EBSD 解析結果である。2 つの晶癖面から V2, V5, V6, V3 のバリエーションが形成されていた。また、1 つのパケットからは、2 つのバリエーションが形成されていた。なお、各バリエーションの割合は均等ではなく、照射電流によってバラツキが見られた。

図 3 (c)は(111)面に照射したときの EBSD 解析結果である。(111)面への照射では、上記 2 方位と異なり、V4, V5, V6 の 3 つのバリエーションのみが形成されていた。また、1 つのパケットから 3 つのバリエーションが観察された。各バリエーションの割合は照射電流 3 nA ではほぼ均等であったが、照射電流が増大すると、その割合に変化が見られた。

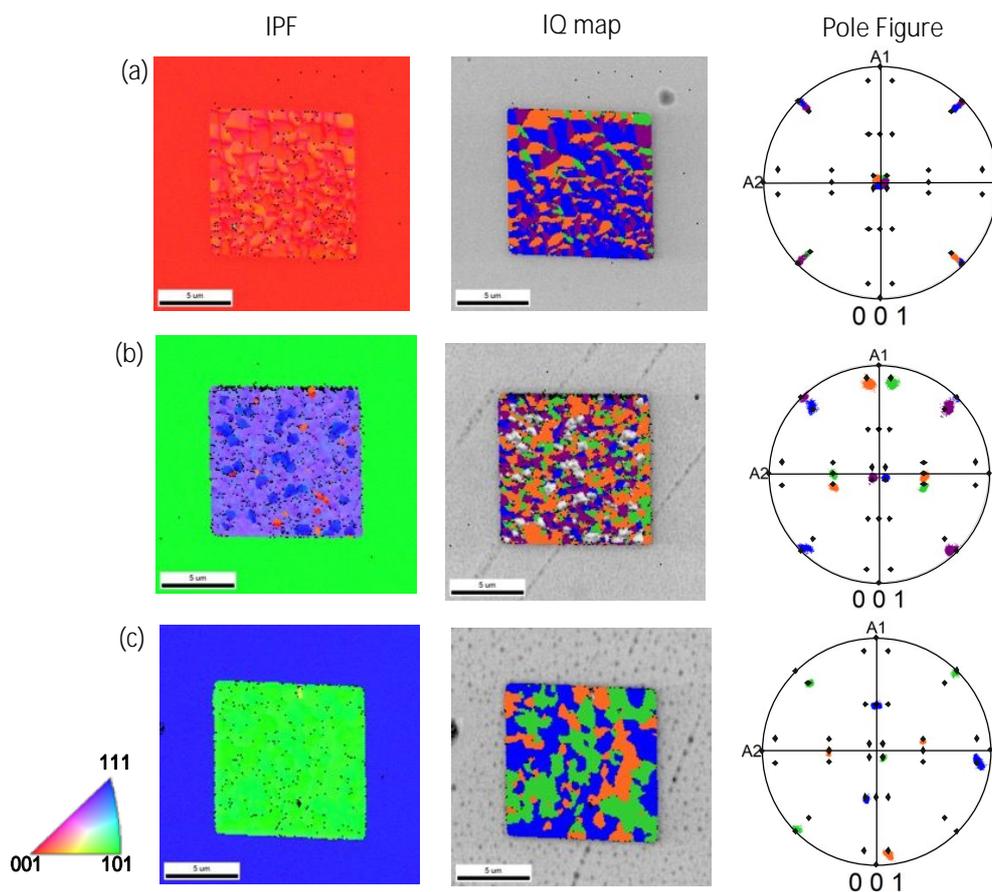


図 2 各照射面に対する逆極点図(IPF)、IQ マップ及び極点図
(a) (001)面への照射、(b) (101)面への照射、(c) (111)への照射

(3) 照射方向を変えたときに形成されるマルテンサイトバリエーション

オーステナイトステンレス鋼において、マルテンサイトは 相の(111)に沿って形成されることから、マルテンサイトは FIB によって(111)面上に誘起されるせん断力により変態が誘起されると考えられる。また、(2)で示したように、照射面によって形成されるマルテンサイトのバリエーションが異なっていた。このことは FIB の照射方向を変えることで、形成されるバリエーションを制御できることを示唆している。そこで、各照射面に対してビームの照射方向を変えて、形成されるバリエーションの状況を調べた。その際の照射方向としては、照射面から見たある特定の(111)面の [110] 方向、[11-2] 方向と平行になるように設定した。

その結果、形成されるバリエーションは照射面と照射方向の組み合わせにより大きく変化したが、図 3 に示すように、ある特定の(111)面の [11-2] 方向に照射したときには、1 つのバリエーションのみが優先的に生成していた。これはオーステナイトステンレス鋼のマルテンサイトは、相の(111)面、[11-2] 方向へのせん断によって形成されることから、その方向へ FIB を照射したときに対応する 1 つのバリエーションが優先的に発生したためと考えられる。このことは、FIB の照射面、照射方向を調整することで、発生するバリエーションの制御が行えることを示唆している。ただし、すべての照射条件において、相の(111)面、[11-2] 方向へのせん断力のみで説明ができない場合もあることから、今後の検討が必要とされる。

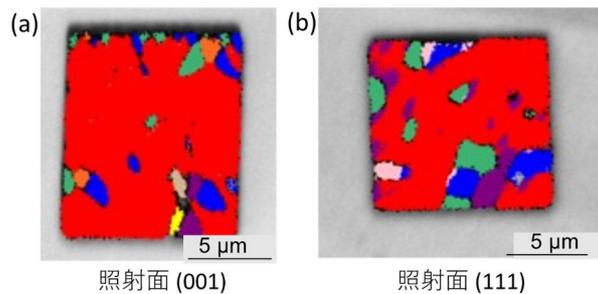


図3ある特定の(111)面の[11-2]方向へFIBを照射したときのバリエーションの形成状況

(4) 照射領域の機械的性質

照射に伴い形成されたマルテンサイトにより機械的性質がどのように変化するのかを検討するために、実際に 10 μm サイズの片持ち梁試験片を FIB により作製し、曲げ試験片を作成した。しかしながら、上記の(1)に示したように照射電流を使用した FIB 装置の最小値である 1 nA に減少させても、マルテンサイトが発生していた。そこで代替措置として照射領域と非照射領域の微小押し込み抵抗の計測を行った。その結果、照射領域において押し込み抵抗の上昇が認められ、FIB 照射により微小領域の強度を向上できることを確認した。しかしながら、FIB 照射により Ga イオンが材料中に注入され、それによって強度が上昇したとも考えられる。そこで、照射領域における Ga 量を調査したところ、照射面によって異なるが、2~5 at% の Ga の含有が確認された。したがって、今回の結果は、マルテンサイトによる強度上昇に加え、Ga も機械的性質に影響を与えている可能性もあり、今後の詳細な検討が必要である。

<参考文献>

- [1] K.E. Knipling, D.J. Rowenhorst, R.W. Fonda, G. Spanos: "Effects of focused ion beam milling on austenite stability in ferrous alloys", *Materials Characterization*, 61 (2010) pp. 1-6.
- [2] R. P. Babu, S. Irukuvarghula, A. Harte, M. Preuss: "Nature of gallium focused ion beam induced phase transformation in 316L austenitic stainless steel", *Acta Materialia*, 120 (2016) pp. 391-402.
- [3] E. J. Seo, L. Cho, J. K. Kim, J. Mola, L. Zhao, S. Lee, B. C. De Cooman: *Journal of Alloys and Compounds*, 812 (2020) 152061.

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計4件（うち査読付論文 4件/うち国際共著 1件/うちオープンアクセス 0件）

1. 著者名 Ueki Shohei, Koga Kaoru, Mine Yoji, Takashima Kazuki	4. 巻 108
2. 論文標題 Crystallographic Characterisation of Hydrogen-induced Twin Boundary Separation in Type 304 Stainless Steel Using Micro-tensile Testing	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 Tetsu-to-Hagane	6. 最初と最後の頁 97~106
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.2355/TETSUTOHAGANE.TETSU-2021-086	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -
1. 著者名 Kwak Kwangsik, Mayama Tsuyoshi, Mine Yoji, Ohishi Katsuhiko, Ueno Tomonori, Takashima Kazuki	4. 巻 836
2. 論文標題 Multiscale mechanical characterization of 601 nickel-based superalloy fabricated using wire-arc additive manufacturing	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 Materials Science and Engineering: A	6. 最初と最後の頁 142734~142734
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1016/j.msea.2022.142734	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -
1. 著者名 D. Bayoumy, K. Kwak, T. Boll, S. Dietrich, D. Schliephake, J. Huang, J. Yi, K. Takashima, X. Wu, Y. Zhu, A. Huang	4. 巻 103
2. 論文標題 Origin of non-uniform plasticity in a high-strength Al-Mn-Sc based alloy produced by laser powder bed fusion	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 Journal of Materials Science and Technology	6. 最初と最後の頁 121-133
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1016/j.jmst.2021.06.042	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 該当する
1. 著者名 K. Kwak, Y. Okamura, Y. Mine, K. Takashima, S. Koseki, S. Ando, K. Kuwabara	4. 巻 840
2. 論文標題 Micro-mechanical characterisation of slip behaviour and precipitation strengthening in CoCrFeNiTiMo alloy additively manufactured by laser powder bed fusion	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 Materials Science and Engineering A	6. 最初と最後の頁 142970
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1016/j.msea.2022.142970	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

〔学会発表〕 計5件（うち招待講演 0件 / うち国際学会 2件）

1. 発表者名 峯洋二, 松下彩, 松下彩, 高島和希
2. 発表標題 ナノ双晶SUS304鋼における組織発達に伴う疲労き裂進展
3. 学会等名 日本鉄鋼協会第182回秋季講演大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 高島和希
2. 発表標題 マイクロ材料試験による疲労き裂伝播初期過程の解明
3. 学会等名 科学技術未来戦略ワークショップ
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 Y. Tampa, Y. Mine, M. Ohta, K. Takashima, S. Ueki
2. 発表標題 Micro-tension testing of Fe-based amorphous and ultrafine-grained alloys
3. 学会等名 MSE (Materials Science and Engineering) Congress 2022 (国際学会)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 郭 光植, 岡村祐希, 峯 洋二, 高島和希, 安藤慎輔, 桑原孝介
2. 発表標題 選択的レーザー溶融法により作製したCoCrFeNiTiMo合金のマイクロ引張試験
3. 学会等名 日本金属学会2022年秋期講演大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 K. Takashima
2. 発表標題 Localized Mechanical Characterization of Microstructures in Metallic Materials
3. 学会等名 CSIRO Manufacturing Seminar (国際学会)
4. 発表年 2023年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

熊本大学国際先端科学技術研究機構 https://iroast.kumamoto-u.ac.jp

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
---------	---------