

## 科学研究費助成事業（学術研究助成基金助成金）研究成果報告書

平成25年 5月31日現在

機関番号：17401

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2011～2012

課題番号：23656434

研究課題名（和文） 白色干渉法を用いた複相金属材料の局所変形挙動観察装置の開発

研究課題名（英文） Development of Observation System for Microdeformation Behavior in Multi-Phase Material by White Light Interferometry

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（和文）：

金属材料の力学的性質は、結晶粒径・粒界、析出物、異相界面等の材料の構成組織要素と密接に関連しており、材料の機械的性質や変形挙動をマルチスケールのに解明するためには、組織構成要素の強度や界面での局所的な変形挙動を直接的計測する必要がある。本研究では、材料表面においてナノメートルレベルの変位・形状計測が可能な白色干渉計測技術を用いることで、複相組織から構成される金属材料の各構成相ならびにその界面における局所的な微小変形挙動を、大気中でその場観察できる装置の開発を世界で初めて行うとともに、この方法を利用してラスマルテンサイト組織鋼、Mg-Zn-Y合金における降伏から破壊までの局所変形挙動を調査した。

研究成果の概要（英文）：

The mechanical properties of materials are dominated by their microstructure, including grain boundaries, and precipitates. It is, therefore, important to examine the mechanical properties and deformation behavior of each microstructural constituent to develop materials with superior mechanical properties,. However, the measurement of mechanical properties and observation of the deformation behavior of each microstructural constituent are difficult because the size of microconstituents is on the order of microns. We have developed a testing machine that enables the measurement of mechanical properties and in-situ observation of deformation behavior of micro-sized materials. This testing machine is equipped with a white-light interferometer that can measure with a resolution of 0.1 nm the surface profile of a micro-sized specimen during its deformation. We have measured the mechanical properties and observed the deformation behavior of micro-sized specimens prepared from microstructural constituents of martensitic steel and Mg-Zn-Y alloy.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
交付決定額	3,000,000	900,000	3,900,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学・構造・機能材料

キーワード：構造・機能材料、機械的性質、微小材料試験、破壊、組織

## 1. 研究開始当初の背景

金属材料の力学的性質は基本的には転位の運動に基づいており、材料の強化設計も転位の運動を阻害する機構を導入することで達成されてきた。一方、バルク材の機械的性

質は、原子レベルの転位運動と関連はあるものの、局所変形が進行するくびれから破壊過程までの変形挙動とその強度を転位運動と直接関連付けて解析することは、特に、複相材料の場合、きわめて困難である。これは結

晶粒径、結晶粒界、析出物、異相界面等のメゾスケールの材料組織構成要素が、局所的な変形挙動に大きな影響を及ぼすからである。たとえば、 $10\mu\text{m}$  程度の単一析出物を利用した二相材料の変形においても、母相の変形挙動、析出相の変形挙動、母相と析出物界面の変形挙動がともに影響を及ぼすことによって、バルクスケールでの機械的性質と変形挙動を決定している。したがって、材料の機械的性質や変形挙動をマルチスケールの解明するためには、メゾスケールにおける微視組織構成要素の局所的な変形挙動を直接的計測する必要がある。

研究代表者らはこれまでに、 $10\mu\text{m}$  サイズの微小試験片に対する機械的性質の評価を行ってきた。この方法は MEMS や電子デバイス用薄膜の機械的性質の評価を行うためであったが、この方法における試験片サイズは材料を構成する微視組織サイズと同程度であることから、この方法を利用することで、構成組織（たとえば、 $\mu\text{m}$  サイズの析出相）の機械的性質の評価を行ってきた。しかしながら、これまでは引張強さや破壊強度のみの計測で、複相組織そのものや、それらの界面における変形挙動等についての計測は行っていない。これは試験片サイズがきわめて微小なため、局所領域における変位（歪）の計測ができなかったためである。

ところで、これまでも電子線リソグラフィにより、材料表面にグリッドを作製し、その変形を走査型電子顕微鏡で観察することにより、析出物界面や粒界での局所的な変形挙動が調べられている。しかしながら、グリッドの間隔により計測精度が決まるため、ナノメートルレベルでの計測は不可能で、しかも、平面内方向の変位は計測できても、平面に垂直方向の面外方向の変位計測は不可能である。さらに、作製したグリッドが機械的性質に影響を及ぼす懸念もある。また、AFM を用いた材料表面の形状観察も可能ではあるが、計測位置を同一箇所を設定することの困難さに加えて、数  $10\mu\text{m}$  の範囲を計測するためにはかなりの時間を必要とするため、一度負荷を止めた後計測を行う必要がある。ところで、近年、白色干渉技術を利用することにより、 $0.1\text{nm}$  の分解能で数  $10\mu\text{m}$  の範囲の表面形状を計測する手法が開発されている。この方法は基本的には静止物の微小形状を計測するものであり、計測手法の原理（対物レンズを面外方向へ走査する必要がある）から、1回の表面形状計測には1分以上の時間を要するが、非接触かつ大気中で計測が可能である。そこで、対物レンズの走査に伴う干渉データの取り込み・保存だけを高速で先に行い、その後、データの解析を行うことができれば、表面の形状変化をほぼリアルタイムで観察することが可能となる。したがって、

データの取り込みを高速で行う白色干渉技術と研究代表者らが開発した微小材料試験機を組み合わせることにより、材料中の微小局所領域の変位（歪）の動的（その場）計測が可能となる。

## 2. 研究の目的

本研究では、研究代表者が現有している微小材料試験機に白色干渉計を組み合わせることにより、局所変形挙動のその場観察が可能な装置の開発を行う。また、この計測法を利用して、ラスマルテンサイト組織鋼、Mg-Zn-Y 合金について、降伏、加工硬化、破壊までの局所変形挙動の測定を行い、金属材料の局所変形挙動を計測できる新しい測定手法としての確立を目指す。

## 3. 研究の方法

### (1) 試験機の改良と性能確認

本研究では白色干渉を利用したひずみ計測を行うため、まず、白色干渉計測が可能ないように既存の微小引張試験機の改良を行った。白色干渉計を用いて微小試験片の表面をナノメートルのオーダーで観察するためには、対物レンズに対する試験片の平行度がきわめて重要となる。これを達成するために、精密 X-Y-Z ステージに加え、3軸の精密回転ステージを組み合わせた。また、変形時の材料表面形状観察を動的に行うために、白色干渉データを高速でハードディスクへ保存するユニットを追加した。

改良した試験機の性能確認のために、塑性変形域までひずみの計測が行えるように、延性に優れた金テープを試験片として用いた。使用した金テープは冷間圧延した厚さ約  $10\mu\text{m}$  のもので、これを  $673\text{K}$  で  $1.8\text{ks}$  焼鈍して供試材とした。焼鈍後のテープより、微細レーザ及び集束イオンビーム(FIB)加工を用い、平行部長さ  $50\mu\text{m}$ 、幅  $20\mu\text{m}$  の引張試験片を作製した。その後、実際に開発した試験機に試料を固定し変位速度  $0.1\mu\text{m/s}$  にて引張試験を行った。また、微小な領域におけるひずみ分布の計測を試みるために、同じ金テープに FIB 加工で切欠きを導入し、応力集中部を形成した試験片も準備した。加えて、Sn 単結晶及び DP 鋼から切り出したマイクロ試験片についてもひずみ計測を試みた。

### (2) 局所変形挙動の計測

本研究では、局所変形挙動の観察試料として、ラスマルテンサイト組織鋼と Mg-Zn-Y 合金を用いた。まず、各試料を機械研磨により、厚さ約  $10\mu\text{m}$  程度の箔状とした後、集束イオンビーム加工機 (FIB) を用いて、走査イオン像で組織を同定しながら、平行部長さ  $20\mu\text{m}$ 、平行部長さ  $50\mu\text{m}$  の微小引張試験片を作製した。作製した試験片に対して、改良

した試験機を用いて微小引張試験ならびに試験片表面観察を行った。試験後に、保存した白色干渉データの解析を行い、表面変位の計測を行い、歪の算出と局所変形挙動について検討した。

#### 4. 研究成果

##### (1) 試験機の性能確認

開発した試験機を用いて、本研究で提案した新たなひずみ計測法で金テープから作製した微小試験片に対して引張試験を行った。白色干渉計測により得られた表面起伏プロファイルの変化を図1に示す。引張試験前の表面プロファイルで標点を設定し、荷重負荷に伴う標点の移動を連続的に追跡し、標点間距離の変位からひずみを計測した。ひずみ計測の結果、得られた応力-ひずみ曲線を図2に示す。弾性変形領域から算出されたヤング率は約70 GPaであり、多結晶金のヤング率78 GPaと近い値が得られた。また、複数の試験片に対して引張試験を行った結果、ほぼ同じ変形挙動が得られ、本計測法の妥当性が確認できた。次に、本計測法では標点を複数個設定することにより、微小領域におけるひずみの分布を計測することが可能であるか検証した。そこで、金テープに応力集中部を形成するために切欠きを導入して、引張試験を行い、その周りのひずみ分布の計測を行った。

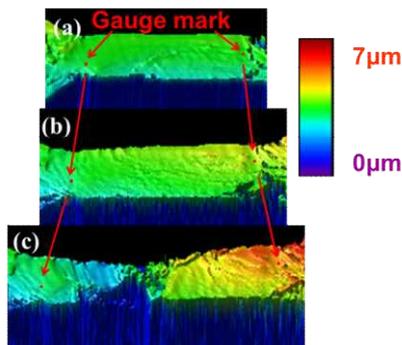


図1 金テープ微小試験片の引張試験に伴う表面プロファイルの変化

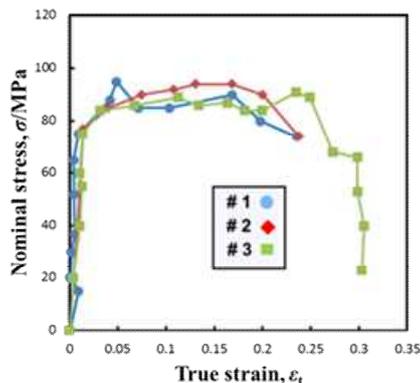


図2 金テープ微小試験片に対して得られた応力-ひずみ曲線

図3に切欠き先端からき裂が進展する直前の引張方向に対する垂直ひずみの分布を示す。切欠き先端におけるひずみの分布を明確に計測することができ、この結果から本計測法により、微小領域のひずみ分布計測が可能であることが示された。また、Sn単結晶及びDP鋼から切り出したマイクロ試験片についても同様な引張試験を行った結果、ひずみ及びその分布を計測することができた。

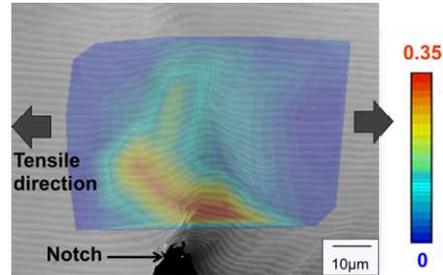


図3 切欠をつけた金テープ微小試験片のひずみ分布計測例

##### (2) 局所変形挙動解明

###### ① マルテンサイト組織の局所変形挙動

ラスマルテンサイトは鉄鋼材料の強化に重要な構成相であり、その変形機構を調べることが鉄鋼材料の強化設計にとって不可欠である。しかしラスマルテンサイトはラス、ブロック、パケット、旧オーステナイト( $\gamma$ )粒界といった微細な階層的組織から構成されているため、従来の材料試験法ではこれらの組織やその境界が変形挙動に与える影響を個別に調査することは困難である。そこで開発した試験手法を用いて、変形挙動に及ぼすマルテンサイトの階層的組織の影響について調査した。なお、試験片としては、旧 $\gamma$ 粒界を含む試験片(PG)、複数のパケットから構成される試験片(MP)、1つのパケットから構成される試験片(SP)の3種類を切り出した。

各試験片の引張試験結果を図4に示す。破断時のひずみは、全試験片において非常に大きな値を示した。また、各試験片の破面は延性的な破壊形態を呈していた。これらより、鋼のラスマルテンサイトは焼入れままであっても構成組織単位では大きな塑性変形能を有することが判明した。さらに、EBSD解析により塑性変形の様相と組織の関係を比較したところ、SP試験片、MP試験片において、ブロック境界およびパケット境界が塑性変形の伝播を阻害しており、特にパケット境界においては局部変形部との境界になっていた。加えて、変形したブロックにおいては、ブロック面に沿った面内すべりが優先的に活動している様子が観察された。PG試験片においては、旧 $\gamma$ 粒界が塑性変形を阻害しているものと、ほとんど阻害していないもの

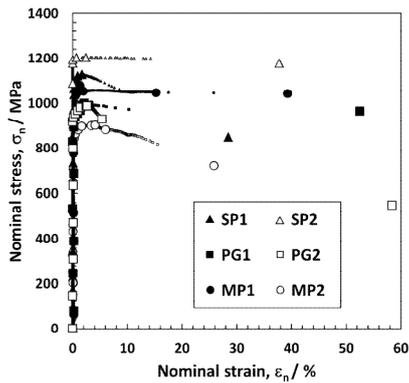


図4 ラスマルテンサイト組織から切り出したマイクロ試験片の応力-ひずみ曲線

が存在した。ここで、旧 $\gamma$ 粒界の回転角はランダムに分布していることに対し、パケット境界は約 $70^\circ$ 回転していることから、パケット境界が塑性変形を強く阻害することが考えられる。また、変形したブロック内のラス面方位のシュミット因子が高い試験片ほど降伏強さは低下していた。ここで、SP試験片が最も高い強度を示したことは、ブロック面が引張軸方向と平行であったために面外すべりが活動し、すべりがブロック境界によって阻害されたことに起因すると考えられる。

## ② Mg-Zn-Y合金の局所変形挙動

Mg-Zn-Y合金は高強度軽量耐熱合金として、その実用化に大きな期待が寄せられている。本合金は基本的には、 $\alpha$ -Mg相と長周期積層構造相(LPSO相)で構成されており、LPSO相が本合金の強化に大きな影響を及ぼすことが知られている。特に、本合金の铸造後に熱間押出成形を行うと、強度が大きく上昇するが、この際LPSO相中にキンク構造が導入されることから、これが本合金の強化機構の一つと考えられている。そのため、本合金の強化設計を構築するためには、LPSO相におけるキンクの形成過程ならびに強度上昇に及ぼすキンクの影響の解明が必要となる。この種の強化機構の解明のためには、単結晶を用いた研究が望ましい。しかし、本合金中に形成されるLPSO相は、組成及び作製条件を調整した一方向凝固プロセスを用いたとしても、粒径数 $100\ \mu\text{m}$ 程度のものしか作製できず、機械的性質を精度よく評価するには十分なサイズではない。そこでマイクロ材料試験法を用いて、本合金の局所変形過程を観察した。

試料は $\text{Mg}_{85}\text{Zn}_6\text{Y}_9$ 合金の一方向凝固材(DS材)を用いた。このDS材の1つの結晶粒から、FIB加工を用いて上記①で用いたものと同サイズのマイクロ引張試験片を切り出し

た。このとき、引張方向がLPSO相のすべり面である底面に対し約 $45^\circ$ になるようにした。また、DS材に圧縮負荷を行った後、キンクを導入した試料からも上記と同様のマイクロ試験片(キンク導入試験片)を作製した。さらに、この試料の未変形領域からマイクロ試験片(DS圧縮試験片)を作製した。

各試験片の応力-ひずみ曲線を図5に示す。キンクを導入していないDSまま試験片は $28\text{MPa}$ 付近で降伏を示し、緩やかに加工硬化し、最大応力 $51\text{MPa}$ を示した後、破断に至った。引張試験後の試験片側面にはLPSO相の底面すべりに対応するすべり線が観察され、 $76\%$ の大きな伸びを示した。DS圧縮試験片は、DSまま試験片よりも高い引張応力を示したが、DSまま試験片と同様、底面すべりのみの活動により大きい破断伸び( $98\%$ )を示した。一方、キンク導入試験片は約 $65\text{MPa}$ 付近で降伏後、急激に加工硬化し、最大応力 $82\text{MPa}$ を示したが、破断伸びは $22\%$ と小さく、破壊はやや脆性的に生じた。引張試験において、試験片平行部を白色干渉計で表面プロファイルの計測を行った結果、図6に示すように、キンク帯を挟む領域で不均一変形が生じており、試験片の湾曲が観察された。また、キンク帯の近傍では変形勾配

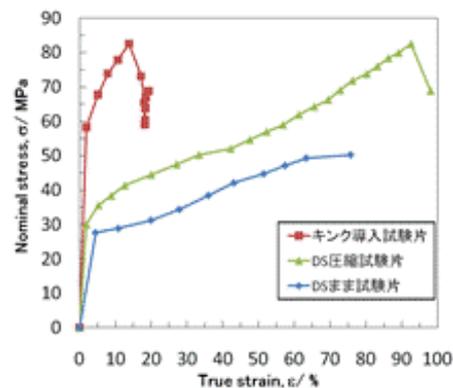


図5 Mg-Zn-Y合金LPSO相から切り出した微小試験片の応力-ひずみ曲線

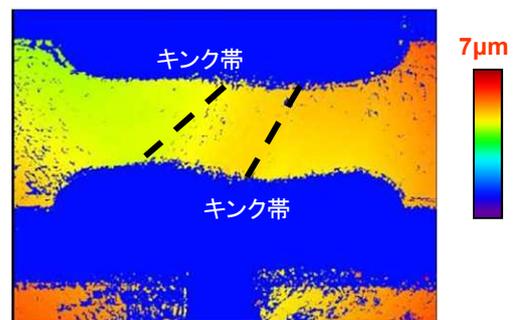


図6 Mg-Zn-Y合金の微小引張試験に伴う試験片平行部の表面起伏プロファイル

が生じており、引張過程においてキンク帯に転位が集積していると推定できた。このことは、LPSO 相中に存在するキンク帯が強度増加に寄与することを示しており、押出加工により形成されるキンク帯が Mg-Zn-Y 合金の強度発現機構にも大きく関与していることを示唆している。

#### 5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 8 件)

(1) Y. Mine, H. Yoshimura, M. Matsuda, K. Takashima, Y. Kawamura, Microfracture behaviour of extruded Mg-Zn-Y alloys containing long-period stacking ordered structure at room and elevated temperatures, Materials Science and Engineering A, Vol. 570, 2013, 63-69. [査読有]  
DOI: 10.1016/j.msea.2013.01.069

(2) Y. Mine, K. Hirashita, H. Takashima, M. Matsuda, K. Takashima, Micro-tension behaviour of lath martensite structures of carbon steel, Materials Science and Engineering A, Vol. 560, 2013, 535-544. [査読有]  
DOI: 10.1016/j.msea.2012.09.099

(3) Y. Shimada, Y. Kayamori, S. Nishida, M. Matsuda, K. Takashima, Micromechanical characterisation of microstructure in weld heat affected zone of structural steel, Key Engineering Materials, Vol. 525-526, 2012, 585-588. [査読有]  
DOI:10.4028/www.scientific.net/KEM.525-526.585

(4) K. Hirashita, M. Matsuda, M. Otsu, K. Takashima, Micromechanical characterization of multilayered steel composites, Materials Research Society Symposium Proceedings, Vol. 1296, 2011, 24-29. [査読有]  
DOI: 10.1557/opl.2011.1442

(5) H. Yoshimura, S. Matsuyama, M. Matsuda, M. Otsu, K. Takashima, Y. Kawamura, Microfracture test of Mg<sub>12</sub>ZnY intermetallic compound in Mg-Zn-Y alloys, Materials Research Society Symposium Proceedings, Vol. 1295, 2011, 273-278. [査読有]  
DOI: 10.1557/opl.2011.350

(6) Y. Mine, K. Hirashita, M. Matsuda, K. Takashima, Martensite Formation in Hydrogen-Containing Metastable Austenitic Stainless Steel during Micro-Tension

Testing, Metallurgical and Materials Transactions A, vol.42, 2011, 3567-3571. [査読有]

DOI: 10.1016/j.corsci.2010.10.019

(7) Y. Mine, K. Hirashita, M. Matsuda, M. Otsu, K. Takashima, Effect of Hydrogen on Tensile Behaviour of Micrometre-Sized Specimen Fabricated from a Metastable Austenitic Stainless Steel, Corrosion Science, vol. 53, 2011, 529-533. [査読有]  
DOI: 10.1016/j.corsci.2010.10.019

(8) Y. Mine, H. Fujisaki, M. Matsuda, M. Takeyama, K. Takashima, Micro-Tension Behaviour of TiAl Polysynthetically-Twinned Crystals with 0° - and 90° - Oriented Lamellae, Scripta Materialia, vol. 65, 2011, 707-710. [査読有]  
DOI: 10.1016/j.scriptamat.2011.07.012

[学会発表] (計 14 件)

(1) 小原直也, 峯洋二, 高島和希, 炭素鋼ラスマルテンサイトのマイクロ引張挙動, 日本鉄鋼協会第 165 回春季講演大会, 2013. 3. 28, 東京電機大学 東京千住キャンパス (東京)

(2) 高島和希, 峯洋二, Mg-Zn-Y 合金における長周期積層構造相のマイクロ引張挙動, 日本金属学会 2013 年春期講演大会, 2013. 3. 27, 東京理科大学 神楽坂キャンパス (東京)

(3) 高島大樹, 松田光弘, 峯洋二, 高島和希, 鋼のラスマルテンサイトにおけるマイクロスケール引張挙動, 日本金属学会 2012 年秋期講演大会, 2012. 9. 17, 愛媛大学, (松山)

(4) 西田昌平, 島田祐介, 萱森陽一, 松田光弘, 峯洋二, 高島和希, 溶接鋼板熱影響部のマイクロスケール引張試験, 日本金属学会 2012 年秋期講演大会, 2012. 9. 17, 愛媛大学, (松山)

(5) K. Takashima, M. Otsu, Micromechanical Characterization of LPSO Phase in Mg-Zn-Y Alloys, Mg2012: 9th International Conference on Magnesium Alloys and their Application, 2012. 7. 8, Sheraton Vancouver Wall Centre, (Vancouver, Canada)

(6) K. Takashima, Observation of Deformation Behavior in Micro-Sized Specimens by White-Light Interferometry, The 4th International Workshop on Materials Is-

sues for MEMS/MST Devices, 2012. 6. 4, Institute of Metal Research, CAS, (Shenyang, China)

(7) 高島和希, 荒井浩人, 松田光弘, 首藤洋志, 横井龍雄, 藤田展弘, マイクロ引張試験による DP 鋼打ち抜き部の機械的性質評価 (DP 鋼の打ち抜き大変形の定量化-4), 第 163 回日本鉄鋼協会春季講演大会, 2012. 3. 29, 横浜国立大学 (横浜)

(8) 平嶋聖吾, 倉原宏明, 伊東孝史, 松田光弘, 高島和希, 釘宮哲也, Sn 単結晶のマイクロスケール引張試験, 2012 年日本金属学会春期講演大会, 2012. 3. 28, 横浜国立大学 (横浜)

(9) 藤崎秀俊, 松田光弘, 高島和希, 峯洋二, 竹山雅夫, TiAl 基合金の引張挙動のその場観察, 2012 年日本金属学会春期講演大会, 2012. 3. 28, 横浜国立大学 (横浜)

(10) 吉村肇, 松田光弘, 河村能人, 高島和希, Mg-Zn-Y 合金の高温マイクロ破壊試験, 2011 年日本金属学会秋期講演大会, 2011. 11. 7, 沖縄コンベンションセンター (宜野湾)

(11) 倉原宏明, 松田光弘, 大津雅亮, 高島和希, 白色干渉を利用したマイクロスケールひずみ計測法の開発, 2011 年日本金属学会秋期講演大会, 2011. 11. 7, 沖縄コンベンションセンター (宜野湾)

(12) 西田昌平, 松田光弘, 大津雅亮, 高島和希, 島田裕介, 萱森陽一, 溶接鋼板熱影響部のマイクロスケール引張試験, 2011 年日本金属学会秋期講演大会, 2011. 11. 7, 沖縄コンベンションセンター (宜野湾)

(13) 島田裕介, 萱森陽一, 西田昌平, 松田光弘, 大津雅亮, 高島和希, 切欠きマイクロ引張試験による鉄鋼溶接熱影響部の局所破壊評価, 2011 年日本金属学会秋期講演大会, 2011. 11. 7, 沖縄コンベンションセンター (宜野湾)

(14) 小田浩明, 山崎倫昭, 河村能人, 大津雅亮, 高島和希, 東田賢二, Mg-Zn-Y 合金一方向凝固材における長周期積層構造相のマイクロスケール引張試験, 2011 年日本金属学会秋期講演大会, 2011. 11. 7, 沖縄コンベンションセンター (宜野湾)

[その他]

ホームページ等

<http://www.msre.kumamoto-u.ac.jp/~sentan/>

## 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

松田 光弘 (MATSUDA MITSUHIRO)  
熊本大学・大学院自然科学研究科・准教授  
研究者番号：80332865