

科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成24年6月11日現在

機関番号：12701

研究種目：若手研究(A)

研究期間：2009～2011

課題番号：21686062

研究課題名（和文）走査型プローブ顕微鏡によるセラミックスのき裂進展素過程のその場観察

研究課題名（英文）In-situ observation of crack propagation behavior of ceramics by scanning probe microscope

研究代表者

多々見 純一（TATAMI JUNICHI）

横浜国立大学・環境情報研究院・准教授

研究者番号：30303085

研究成果の概要（和文）：走査型プローブ顕微鏡に付設可能な小型試験機を開発した。安定破壊を目的として、片側シェブロンノッチ試験片を用いた。Si₃N₄セラミックスでは、き裂は連続的に進展するとは限らず、先端あるいはき裂近傍にマイクロクラックを生成しながら、それらが連結して不連続に進展していくことが観察された。また、磁歪材料である Terfenol-D では、き裂の進展に伴いき裂近傍の磁区構造が変化していく様子が確認された。

研究成果の概要（英文）：Small testing machine installed in scanning probe microscope was developed. A one-sided Chevron notched specimen was used for stable fracture. A crack in the Si₃N₄ ceramics did not always propagate continuously from the tip of the crack. It was also observed that some of the micro cracks discontinuously formed and they connected. In Terfenol-D, which is a magnetostrictive material, magnetic domain structure near the crack tip was changed with crack propagation.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2009年度	11,600,000	3,480,000	15,080,000
2010年度	4,100,000	1,230,000	5,330,000
2011年度	4,200,000	1,260,000	5,460,000
年度			
年度			
総計	19,900,000	5,970,000	25,870,000

研究分野：先進セラミックス

科研費の分科・細目：材料工学・無機材料・物性

キーワード：セラミックス、破壊、窒化ケイ素、走査型プローブ顕微鏡、その場観察、磁歪材料

1. 研究開始当初の背景

材料の微構造のナノ化および材料自身の小型化により、ナノスケールでの破壊の解析に対する要求が高まってきている。セラミックスの破壊は、多様な素過程（原子間結合の切断、電子・イオン・光子等の放出、転位の生成・運動に起因した塑性変形、き裂の偏向・分岐・わん曲、マイクロクラッキング、

応力誘起相転移・ドメインスイッチング、プロセスゾーンウェイクにおける破面架橋等）からなる複合過程である。申請者は、走査型電子顕微鏡等と比較して、より高分解能で破壊の素過程を評価可能な手法として、走査型プローブ顕微鏡によるナノスケールでのき裂および破面観察・解析（ナノフラクトグラフィー）を提案し、その有効性を明らか

にしてきた。しかし、これまでのナノフラクトグラフィーでは、破面、あるいは、ピッカース圧子圧入等により導入されたき裂しか観察の対象にできない点が課題であった。

2. 研究の目的

セラミックスの破壊の本質を明らかにするためには、材料に荷重が作用している際のき裂進展素過程のダイナミックな観察が必要不可欠である。本研究では、ナノスケールでの破壊挙動の新規評価手法として走査型プローブ顕微鏡によるセラミックスのき裂進展素過程のその場観察を行うことを目的とした。

3. 研究の方法

本研究では、まず、走査型プローブ顕微鏡に付設可能なき裂進展素過程のその場観察装置を開発した(図1)。この試験機を用いて矩形試験片に対して3点曲げを行い、荷重をモニタリングしながらき裂進展挙動のその場観察を行った。ただし、き裂を安定的に進展させるために、頂角30°の片側シェブロンノッチを加工した試験片を用いた。

対象とした試験片は Si_3N_4 セラミックスおよびTerfenol-Dである。 Si_3N_4 セラミックスは焼結助剤に Y_2O_3 を5wt%、 Al_2O_3 を3wt%添加したY系、 Lu_2O_3 を5wt%、 Al_2O_3 を3wt%添加したLu系、 La_2O_3 を5wt%、 Al_2O_3 を3wt%添加したLa系の3種類を作製した。試験片表面を鏡面研磨した後、上述のノッチ加工を施して観察に供した。また、粒界を際立たせるためのプラズマエッチング処理を行った試験片についても同様に実験に供した。観察は、走査型プローブ顕微鏡のタッピングモードで行った。

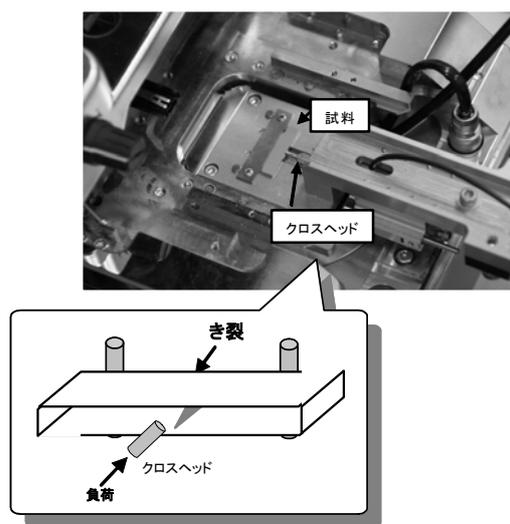


図1 装置の外観図

Terfenol-Dは、市販の試料であり、 $20 \times 2.8 \times 1.05 \text{mm}$ に加工し、 $20 \times 2.8 \text{mm}$ の面には鏡面研磨を行った。さらに、鏡面研磨した試料に片側シェブロンノッチを導入した。試料の長手方向はTerfenol-Dの磁化容易方向 $\langle 111 \rangle$ であり、鏡面研磨面は $(2\bar{1}\bar{1})$ である。従って、片側シェブロンノッチ試験片の破面は (111) である。観察は、走査型プローブ顕微鏡のモードの一つである磁気力顕微鏡で行った。また、高精度の観察を行うため、カンチレバーのQ値をアクティブ制御した。

4. 研究成果

(1) Si_3N_4 セラミックスのき裂進展挙動

図2に、 Si_3N_4 セラミックス(Y系)のき裂進展挙動のその場観察結果(時系列順に(a)→(d))を示す。 Si_3N_4 セラミックスは安定破壊し、き裂が徐々に進展していく様子が観察される。図2(a)で矢印先端にあったき裂は図2(b)の矢印の方に進展するが、その後き裂先端後方が連結(図2(c)矢印)し、さらに、き裂先端でない場所から新たなき裂が発生(図2(d)矢印)して進展した。すなわち、 Si_3N_4 セラミックス中のき裂は先端が必ずしも連続的に進展せず、き裂後方から新たなき裂が発生・連結しながら不連続にき裂が進展していることが明らかとなった。これは、 $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ 柱状粒子によるき裂先端での応力集中の低下などに起因していると考えられる。

図3にき裂進展前後のY系 Si_3N_4 セラミックスの表面の走査型プローブ顕微鏡写真(形状像)を示す。ただし、観察面はプラズマエッチング面である。また、下図は上図のA-BあるいはC-Dに対応する断面プロファイルである。図中白い領域はプラズマエッチングで残存した粒界ガラス相で、その高さは約2nmである。また、図中の矢印はき裂先端を示している。き裂は Si_3N_4 セラミックス中の粒界に沿って安定的に進展していることがわかる。特に、き裂進展前後の断面プロファイルの比較から、き裂は $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ 粒子と粒界ガラス相の界面を進展していることが明らかとなった。これは、粒界ガラス相と $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ 粒子の界面の強度(あるいは破壊靱性)が粒界ガラス相自身よりも低いことを示唆している。

一方、図4にLu系の Si_3N_4 セラミックス中のき裂進展挙動のその場観察結果を示す。観察面はプラズマエッチング面である。き裂先端は図中の矢印の位置にある。Y系と同様に粒界ガラス相による隆起部の端で破壊が起こっており(断面A-B、C-D)、また別の領域の断面でも同じ傾向が見られた(図4中、断

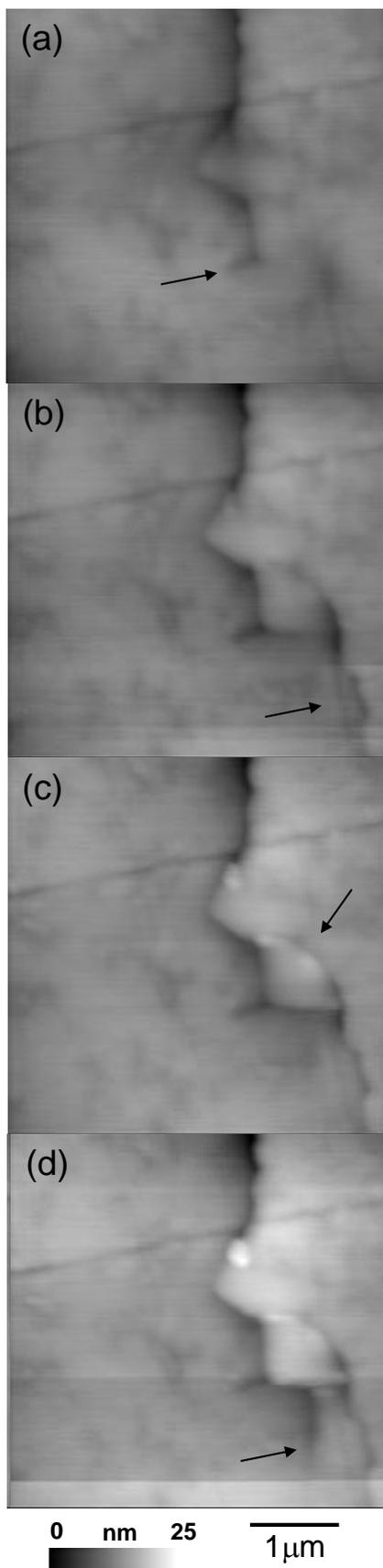


図2 Y系 Si_3N_4 セラミックスのき裂進展挙動のその場観察結果（鏡面研磨面）時系列 (a) →(d)

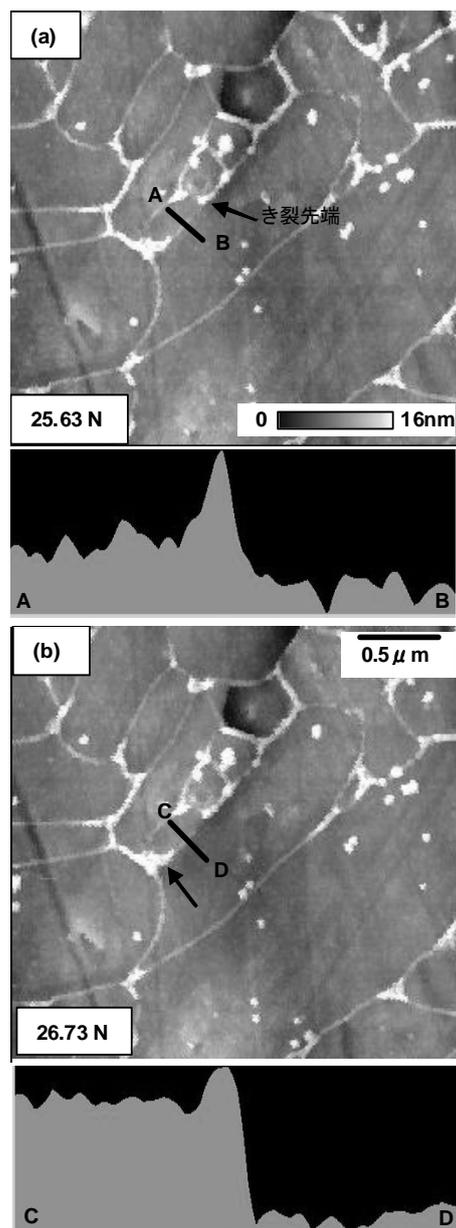


図3 Y系 Si_3N_4 セラミックスのき裂進展挙動のその場観察結果（プラズマエッチング面）

面 E-F、G-H)。また、図5に、より拡大した観察結果を示す。この場合には、き裂が β - Si_3N_4 粒子の内部を進展している様子が観察された。これは Y 系よりも Lu 系の方が粒界ガラス相と β - Si_3N_4 粒子の結合強度が高いことを示唆している。

(2) Terfenol-D のき裂進展挙動

本節では、弾性変位量の大きさ、応答性に優れた超磁歪材料であり、自動車、航空宇宙、海洋や地質の探査、生産機械、半導体といった分野で活躍が期待される Terfenol-D を試料として用いた。図6に研磨面の磁気力顕微鏡像を示す。

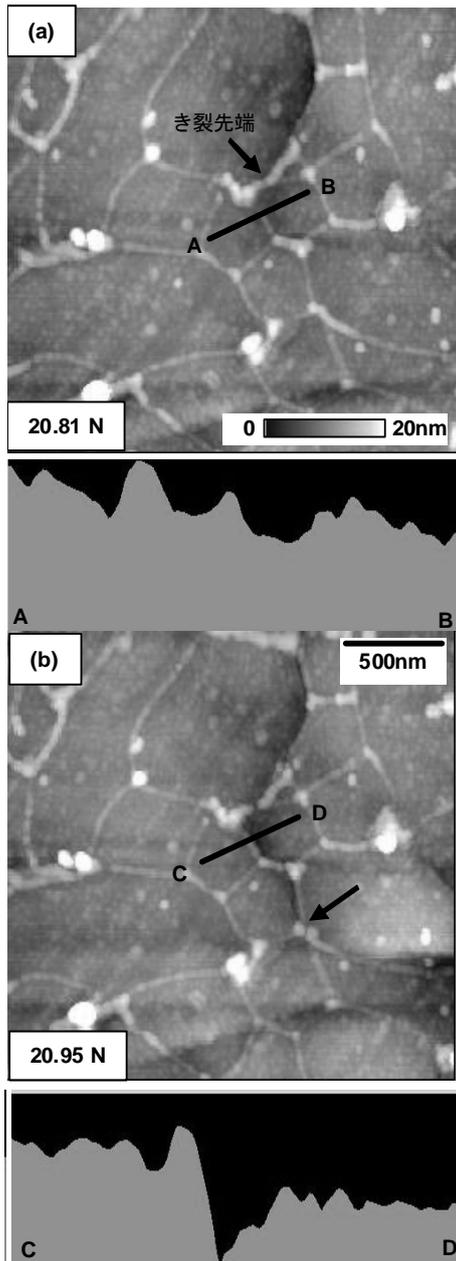


図4 Lu系 Si_3N_4 セラミックスのき裂進展挙動のその場観察結果（プラズマエッチング面）

色分けした通り磁区構造が観察されるが、その割合から等方的な磁区構造を有していることが分かる。一方図7に示した破面では、不均一で1つの方向に偏った磁区構造を有していることが分かる。これは破壊時に作用したき裂先端の局所応力による逆磁歪効果によるものと考えられる。図8にき裂進展に伴う磁気力顕微鏡像を示す。ただし、図8は位相像に色彩処理を施し、形状と重ね合わせたものである。き裂の進展に伴いき裂近傍の磁区構造が変化していく様子が観察された。

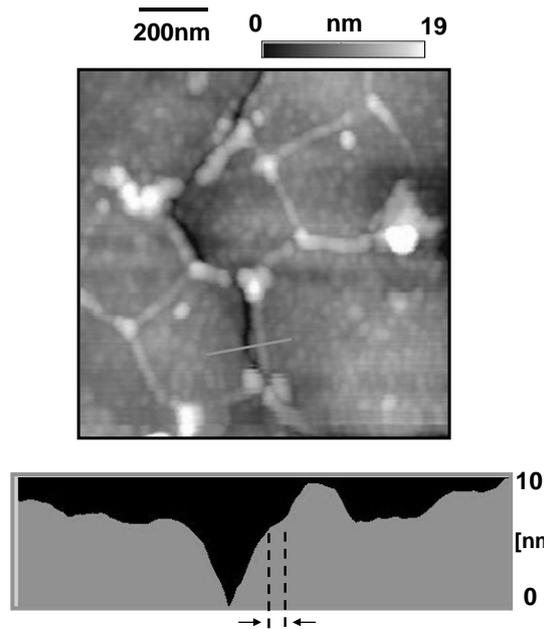


図5 Lu系 Si_3N_4 セラミックスのき裂進展挙動のその場観察結果（図4の拡大図）

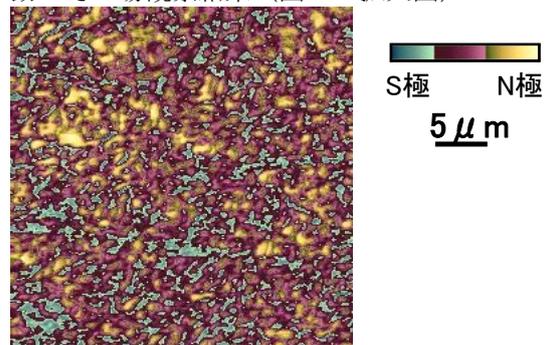


図6 Terfenol-Dの鏡面研磨面の磁気力顕微鏡像

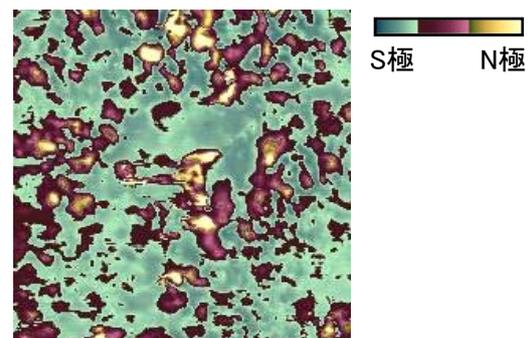
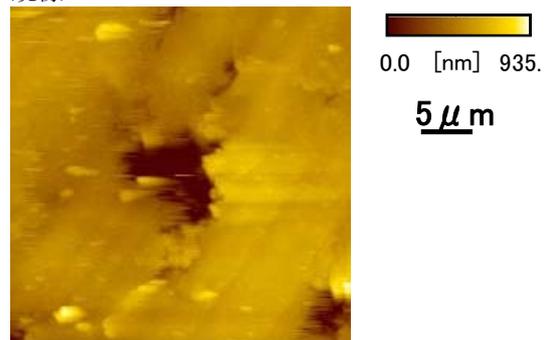


図7 Terfenol-Dの破面の磁気力顕微鏡像

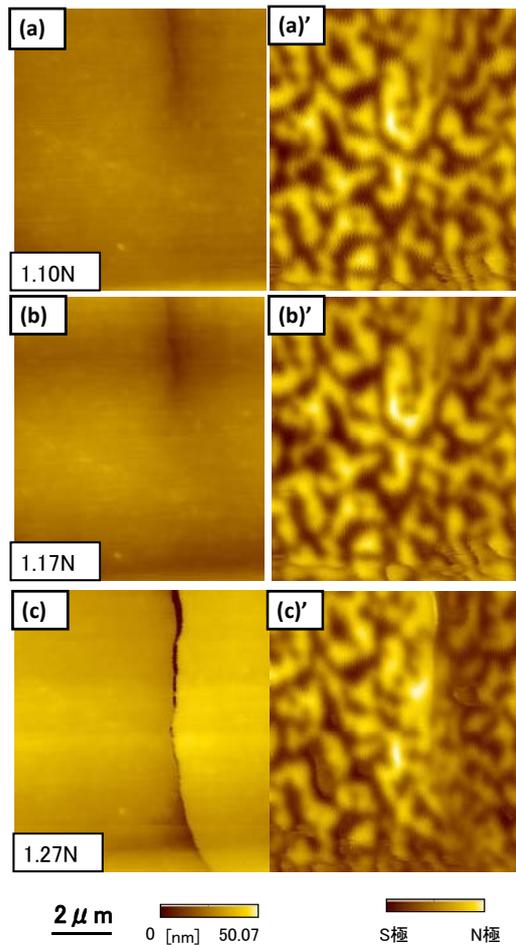


図8 Terfenol-Dのき裂進展挙動のその場観察結果

5. 主な発表論文等

〔学会発表〕(計11件)

1. Junichi Tatami, Masahiro Onishi, Toru Wakihara, Takeshi Meguro and Katsutoshi Komeya, In-situ observation of crack propagation behavior of Si₃N₄ ceramics by scanning probe microscope, The 35th International Conference and Exposition on Advanced Ceramics and Composites, 2011年1月23～28日 Daytona Beach, U.S.A. (米国セラミック学会 Engineering Ceramics Division - Technical Poster Presentation Awards 受賞)
2. Junichi Tatami, Toru Wakihara, Katsutoshi Komeya, Nanofractography of Ceramics by Scanning Probe Microscopy (招待講演), 3rd International Congress on Ceramics, 2010年11月14～18日, 大阪

6. 研究組織

(1) 研究代表者

多々見 純一 (TATAMI JUNICHI)

