

平成 30 年 5 月 30 日現在

機関番号：12601

研究種目：基盤研究(B) (一般)

研究期間：2015～2017

課題番号：15H03942

研究課題名(和文) 走査型電子顕微鏡下における微小構造体の疲労試験・観察の一貫システムの構築

研究課題名(英文) Consistent system for fatigue test and observation of micro structures with scanning electron microscope

研究代表者

土屋 健介 (Tsuchiya, Kensuke)

東京大学・生産技術研究所・准教授

研究者番号：80345173

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 12,800,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では、微小構造体の疲労試験を電子顕微鏡観察下で行う一貫システムを構築した。微小構造体はマクロ構造体とは違う疲労特性を持つと言われていたが、観察、加振、応力-ひずみ測定が困難であることから、微小構造体の疲労試験はこれまでほとんど行われてこなかった。本研究では、微小力センサを有する多軸のマイクロマニピュレータを用いることで、荷重方向、加振条件を自由に設定し、様々な条件の疲労試験を可能にした。また、疲労試験自体を電子顕微鏡観察下で行い、疲労破壊にいたるまでの材料のミクロ構造の変化と、構造体の挙動をその場で観察・分析することで、微小構造体の疲労破壊に特有のメカニズムを詳細に解明した。

研究成果の概要(英文)：We developed a micro-scale tensile fatigue test system, which allows testing micro specimens fabricated from bulk materials. The system consists of a probe attached to a micro-manipulator, a micro-manipulator for accurate initial positioning and applying tensile stress, and a scanning electron microscope for observation. This paper reports the design of the system and the result of tensile tests and tensile fatigue tests on the specimens which are made of coarse-grained magnesium alloy. The tensile tests suggests that the system can apply accurate tensile stress to the micro specimens and its tensile strength is much larger than that of bulk materials. In addition the tensile fatigue test indicates that the system can apply intended cyclic tensile stress.

研究分野：機械工学

キーワード：疲労試験 微小構造体 電子顕微鏡 マイクロマニピュレータ カセンサ

1. 研究開始当初の背景

スマートフォンなどの情報機器や、カプセル内視鏡などの医療機器は、より小さく、軽く、高集積へという方向で発展している。その結果、それらを構成する構造部材は微細化の一途をたどっている。これらのシステムの信頼性を評価する際、特に疲労特性が重要な項目となる。なぜなら、機械の破壊原因に占める疲労破壊の割合が高いためである。しかし、構造体の疲労特性はその寸法が10 μm 以下まで小さくなると一般的な寸法でのそれとは異なることが知られている。その理由は二つある。一つは疲労破壊の起点となる初期亀裂の発生メカニズムに起因する。初期亀裂は、材料内部の転位が構造表面近傍に移動し、それが蓄積して発生する、転位自体の発生は構造の体積に比例するため、寸法が小さくなればなるほどたまりにくくなり、初期亀裂が発生しにくくなる。もう一つの理由は、結晶粒や初期亀裂と構造体との大小関係に起因する。それらは概ね3~10 μm 程度の大きさであり、構造体の寸法が小さくなくても変わることはないため、構造体に対して相対的に大きくなる。つまり、構造体が結晶粒数個程度(あるいは単結晶)で構成されていて、それに対して初めから大きいサイズの初期亀裂が発生するのである。このように、10 μm 程度以下の微小構造体の疲労特性は、マクロのそれに対して質的に違うのである。しかし、微小構造体の疲労試験は、これまでほとんど行われてこなかった。その主な理由は以下のとおりである。

- ・試験体を高精度で再現性よく製作することが困難なこと。
- ・試験体が微小なため、所望の荷重を正確に与え続けることが困難なこと。
- ・微小な力を高分解能、高サンプリング周期で測定することが困難であること。
- ・試験中および試験後に、微小な試験体を観察装置へ移動・分析しなければならず、分析能率が著しく低下すること。

これらは一言で言えば量的な問題であり、近年の加工・技術の向上によって解決可能と考える。その着想に至った経緯は、申請者らがこれまで約20年、電子顕微鏡観察下における組立システムの開発を行ってきたことにある。当初は実用的マイクロマシンの製作をターゲットとして加工・組立・接合・調整・検査などの作業ツールを開発していたが、近年は未知の物体を解体・分析することで研究ツールとしての用途が広がることに着目し、切断・破壊・力計測などの作業を重点的に実現してきた。たとえば、電子顕微鏡下で5 μm の染色体を解体して内部構造を観察したり、直径30nmの酸化タングステンワイヤの破壊試験を通して物性を評価したりした。これらの技術を応用することで、微小構造体の疲労試験に関する諸問題は解決できると

考えた。

以上の背景から、本研究では、微小構造体の疲労試験を電子顕微鏡観察下で行う一貫システムを構築する。微小力センサを有する多軸のマニピュレータを用いることで、荷重方向、加振条件を自由に設定し、様々な条件の疲労試験を可能にする。また、疲労試験自体を電子顕微鏡観察下で行うことで、疲労破壊にいたるまでの材料のミクロ構造の変化と、そのときの構造体の挙動を逐次観察・分析する。繰り返し荷重の付与から試験体の観察までを一貫して行うことができるため、マイクロ~ナノ領域における疲労特性の分析の効率が飛躍的に向上する。以上のことから、微小構造体における亀裂の発生と進展のメカニズムを詳細に解明することが可能になる。

2. 研究の目的

本研究では、微小構造体の疲労試験を電子顕微鏡観察下で行う一貫システムを構築する。微小構造体の疲労特性はマクロ構造体のそれとは違うと言われているが、観察、加振、応力・ひずみ測定が困難であることから、微小構造体の疲労試験はこれまでほとんど行われてこなかった。そこで、本研究では、微小力センサを有する多軸のマニピュレータを用いることで、荷重方向、加振条件を自由に設定し、様々な条件の疲労試験を可能にする。また、疲労試験自体を電子顕微鏡観察下で行うことで、疲労破壊にいたるまでの材料のミクロ構造の変化と、そのときの構造体の挙動をその場で観察・分析することができる。これらによって、微小構造体の疲労破壊に特有のメカニズムを詳細に解明する。

3. 研究の方法

まず、微小構造体の疲労試験システムを実現すべく、(a)微小試験体製作、(b)試験体のハンドリング、(c)加振、(d)力の計測、(e)画像の記録の要素技術を同時並行で開発し、各要素技術の確立した。

(a) 微小試験体製作

本研究で用いる試験体は、初期亀裂や結晶粒の寸法と同等かそれ以下を目指したため、2 \times 3 \times 20 μm の大きさとした。微小試験体の製作は、集束イオンビーム(FIB)を用いた多方向加工によって行った。試験材料のバルク素材を、一面から加工した後、方向を変えて再度加工を行うことで、必要な形状の微細加工を行った。このとき、表面近傍の加工変質層やガリウムイオンのドーブを最小限に抑えるように、ビーム強度や加工順序の最適化を図った。

(b) 試験体のハンドリング

試験体をハンドリングするためには多軸で高分解能なマイクロマニピュレータが必

要であるが、もっとも重要なのはその先端部分の形状である。単純な針形状の先端を用いる限り、試験片を引っ張ることができず、単純な圧縮あるいは曲げ程度の荷重しか与えられない。本研究では、上記以外に、圧縮・引張・曲げについて片振り・両振りできるような先端形状を設計し、これまで不可能だった荷重条件を実現した。

(c) 加振

加振に必要な変位は、本研究で用いる試験体の寸法が $3\mu\text{m}$ 程度であるため、圧電素子に正弦波形を加えることで実現した。疲労試験の条件設定上の理由から、変位一定の加振と荷重一定の加振との両方が必要になるが、いずれの場合も後述するように (d) で計測する力をフィードバックして入力振幅を逐次修正しながら加振を行うように制御した。 $10^6 \sim 10^7$ 回で疲労破壊することを想定し、約 1 日で試験が完了するように 10Hz の周期で加振した。なお、圧電素子を 10^9 回以上稼働させるため、予圧した状態で加振した。

(d) 力の計測

本研究では、試験片に加える応力を 10 ~ 200MPa 程度を想定したため、計測する荷重は $1\text{mN} \sim 10\mu\text{N}$ 程度と想定した。これは市販の力センサでは測定できる力の 100 ~ 1000 分の 1 であるため、力センサを新たに開発した。微小な平行平板を用いて荷重を微小変位に変換し、その変位を渦電流センサを用いて非接触で検出した。また、所望の変位・荷重を与えるために、圧電素子の変形量とセンサの変形量を同時に測定し、高速でフィードバックする必要がある。本研究では、圧電素子の駆動パターンが周期的かつ長時間であることを活かし、各周期のピーク値だけを取り出してフィードバックする、いわば“緩やかな”制御によって、上記フィードバックを簡便に実現した。

(e) 画像の記録

本研究では、現有の電界放射型走査電子顕微鏡 (日本電子製、JSM6301F) を用いて、微小試験体の詳細を観察した。これによって、光学顕微鏡よりも鮮明な画像で詳細を観察することが可能になる。数時間 ~ 数日間におよぶ疲労試験のすべてを記録するのは非現実的であるため、本研究では、荷重と変位の関係から疲労破壊のタイミングを予測し、その直前から疲労破壊までの挙動を記録することを試みた。

4. 研究成果

本研究では、微小構造体の疲労試験を電子顕微鏡観察下で行う一貫システムを構築した。微小力センサを有する多軸のマイクロマニピュレータを用いることで、荷重方向、加振条件を自由に設定し、様々な条件の疲労試験を可能にした。また、疲労試験自体を電子顕

微鏡観察下で行い、疲労破壊にいたるまでの材料のミクロ構造の変化と、構造体の挙動をその場で観察・分析することで、微小構造体の疲労破壊に特有のメカニズムを詳細に解明した。その結果、以下の知見を得た。

- ・ Mg 合金 AZ31 について、微小試験片はバルク材に比べ引張強さが 2 ~ 3 倍の値を示した。
- ・ 計算による破断面の線角度と Schmidt 因子の値、試験片の破断面観察により作動面を特定できる。また、引張強さはすべり面の Schmidt 因子の値から推測可能である。
- ・ 微小試験片の疲労限は引張強さに依存し、バルク材に比較して 2 ~ 3 倍の値を示した。
- ・ 試験片の破断面から、疲労破壊は断面の大部分を塑性変形面に沿って進行し、最終的には脆性的に破断する。

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 0 件)

[学会発表](計 6 件)

- [1] 早川 直樹, 土屋健介, 藤澤 竜太郎, 柿内 利文, リアルタイムでの観察と荷重計測を可能とする微小試験片の曲げ試験システムの開発, 日本機械学会 2015 年度年次大会講演論文集, No.15-1, CD-ROM#J2210402. (2015 年 9 月, 札幌)
- [2] Naoki Hayakawa, Kensuke Tsuchiya, Ryutaro Fujisawa and Toshifumi Kakiuchi, Development of micro-scale bending fatigue test system for real time observation and accurate load measurement, Proc. ASPE Annual meeting 2015, Vol. 62, (2015) pp. 237-240.
- [3] 藤村 康平, 早川 直樹, 土屋健介, 柿内 利文, 植松美彦, 電子顕微鏡観察下における微小試験片の単軸引張試験システムの開発, 日本機械学会 2016 年度年次大会講演論文集, No.16-1, CD-ROM#J2210102. (2016 年 9 月, 福岡)
- [4] Naoki Hayakawa, Kensuke Tsuchiya, and Toshifumi Kakiuchi, Development of Micro-Scale Tensile Fatigue Test System, Proceedings of the 11th IEEE Annual International Conference on Nano/Micro Engineered and Molecular Systems (NEMS), (2016) pp. 289-293 (全 5 頁).
- [5] Kensuke Tsuchiya, Naoki Hayakawa, Kouhei Fujimura, Toshifumi Kakiuchi, and Yoshihiko Uematsu, Micro-Scale Tensile Fatigue Test System using a Micro-Manipulator with Scanning Electron Microscope, Proc. 4M/IWMF 2016 Conference, 2016, pp. 295-298.

- [6] Kensuke Tsuchiya, Tensile Fatigue Testing System of Micro Specimens Using a Micro Manipulator, 2017 MRS Fall Meeting & Exhibit (招待講演)(国際学会), 2017.

〔図書〕(計 0件)

〔産業財産権〕

出願状況(計 0件)

取得状況(計 0件)

〔その他〕

6. 研究組織

(1)研究代表者

土屋 健介(TSUCHIYA KENSUKE)
東京大学・生産技術研究所・准教授
研究者番号：80345173

(2)研究分担者

柿内 利文(KAKIUCHI TOSHIFUMI)
岐阜大学・工学部・准教授
研究者番号：20452039

(3)連携研究者

なし

(4)研究協力者

なし