

研究種目：若手研究 (A)
 研究期間：2006～2008 年度
 課題番号：18686053
 研究課題名 (和文) セラミックスのハイブリッドナノフラクトグラフィー
 研究課題名 (英文) Hybrid nanofractography of ceramics
 研究代表者 多々見 純一 (TATAMI JUNICHI)
 (横浜国立大学・大学院環境情報研究院・准教授)
 研究者番号：30303085

研究成果の概要：チタン酸バリウムやフェライトなどの機能性セラミックスのき裂および破面を走査型プローブ顕微鏡で観察し、ナノスケールでの破壊形態の三次元的評価と表面近傍の物性の同時測定による破壊挙動の解析 (ハイブリッドナノフラクトグラフィー) を行った。これらの材料には電気的あるいは磁気的分極の異なる領域からなるドメインが存在することが知られていたが、本研究のハイブリッドナノフラクトグラフィーにより、機能性セラミックスのき裂先端近傍および破面にはき裂先端の特異応力場に起因して通常のバルク体とは異なるドメイン構造があらわれることをはじめて明らかにした。

交付額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2006 年度	15,200,000	4,560,000	19,760,000
2007 年度	4,100,000	1,230,000	5,330,000
2008 年度	4,100,000	1,230,000	5,330,000
年度			
年度			
総計	23,400,000	7,020,000	30,420,000

研究分野：工学

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、強誘電体、圧電体、磁性体、走査型プローブ顕微鏡、磁気力顕微鏡、走査型非誘電率顕微鏡

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。このような破壊に関する研究は、大型構造部材やベアリングなどの構造要素として用いられているアルミナや窒化ケイ素等の構造用セラミックスはもとより、アクチュエーターなどに用いられてきている圧電・強誘電性材料や磁歪材料等の機能性セラミックスにおいても、構造要素としての長寿命化や高信頼性が

不可欠なものとなってきている。特に、後者の電気-機械相互作用など物性と応力が相互作用する機能性材料については、部材の小型化が著しい反面、信頼性の向上に関する要求は極めて高くなっているにもかかわらず、破壊に関する研究は十分行われているとはいえなかった。

2. 研究の目的

本研究では、申請者のこれまでのセラミックスの機械的特性に関する研究成果、特に構

造用セラミックスのナノフラクトグラフィー評価に関する研究を圧電性、強誘電性、磁性材料に拡張し、誘電率、圧電応答、磁気力などの物性と破壊形態のナノスケール同時観察であるハイブリッドナノフラクトグラフィー評価を行うことを目的とした。

3. 研究の方法

(1)ハイブリッドナノフラクトグラフィー評価装置

本研究では、強誘電体のハイブリッドナノフラクトグラフィー評価のために必要な局所的な誘電率差を画像化するための走査型非線形誘電率顕微鏡(SNDM)ユニットを導入した。このSNDMユニットは圧電応答顕微鏡(PFM)ユニットも含むため、圧電体の評価も可能である。また、磁気力顕微鏡観察においてカンチレバーのQ値制御が可能な高分解能観察ユニットも導入して観察を行った。

(2)各種機能性セラミックスのハイブリッドナノフラクトグラフィー評価

代表的な機能性セラミックスである ZnO、PZT、BaTiO₃、Mn-Zn フェライトを用意し、これまでに培った走査型プローブ顕微鏡による構造用セラミックスのナノフラクトグラフィー評価手法のノウハウを活かして、新たに導入した上記の装置を用いてハイブリッドナノフラクトグラフィー評価を行った。また、これまでの構造用セラミックスのナノフラクトグラフィー評価において、単結晶の利用は多結晶体の破壊挙動を理解する上で有用な情報が得られることがわかっている。そこで、各種単結晶も購入し、そのハイブリッドナノフラクトグラフィー評価を行った。

4. 研究成果

本研究で得られた成果は以下の通りである。破壊に伴ってナノスケールでのドメインスイッチングが生じることなど、極めて新しい知見を得ることができた。これらの知見は、セラミックスの破壊に関する研究分野において先導的な研究である。今後、これらの知見により、微構造、物性とき裂先端の応力場の相互作用に関する基礎的知見を得るとともに、これらの材料の長寿命・高信頼性化設計指針を提案が可能になると考えられる。さらに、走査型プローブ顕微鏡中でのき裂進展挙動のその場測定などによる知見を併せて、ナノスケールで微構造制御された材料やMEMSなどの微小部材の破壊に対応できる『ナノ破壊力学』の構築が期待される。

(1)BaTiO₃

単結晶及び多結晶体におけるき裂進展挙動観察から、き裂の左右で異なるドメインス

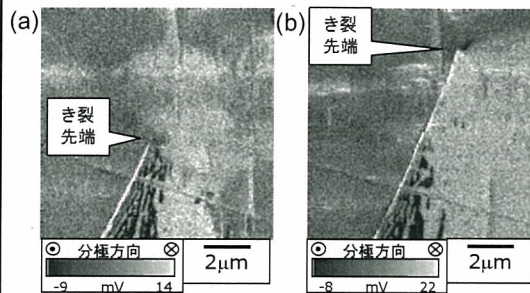


Fig. 1 BaTiO₃ 単結晶のき裂進展前(a)および後(b)のPFM像

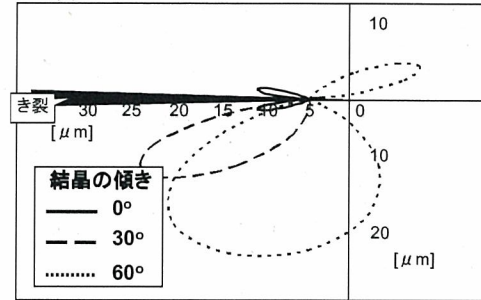


Fig. 2 線形破壊力学により計算したき裂先端近傍のドメインスイッチング領域の結晶方位依存性

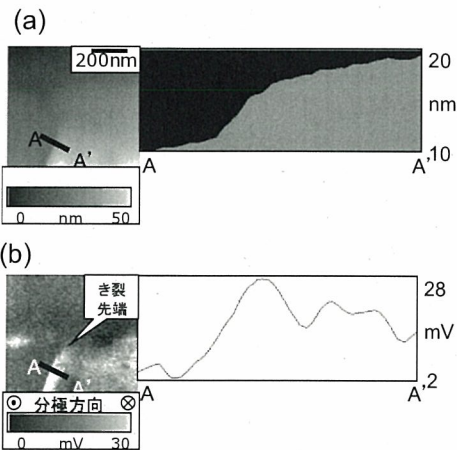


Fig. 3 BaTiO₃ セラミックス中のき裂の(a)形状像と(b)PFM像

スイッチング挙動を示すことがわかった(Fig.1). これは線形破壊力学による解析から、き裂に対し結晶格子が角度を有している場合、き裂の左右の結晶に対する偏差応力の差異に起因する可能性が示唆された(Fig.2). さらに、き裂は応力を負荷しているにも関わらず閉じており、断面周辺に強い圧電応答を示す領域の存在が確認された(Fig.3). この領域はき裂進展時にき裂先端の極近傍でのみ、特異なドメインスイッチングの発生を示唆している。

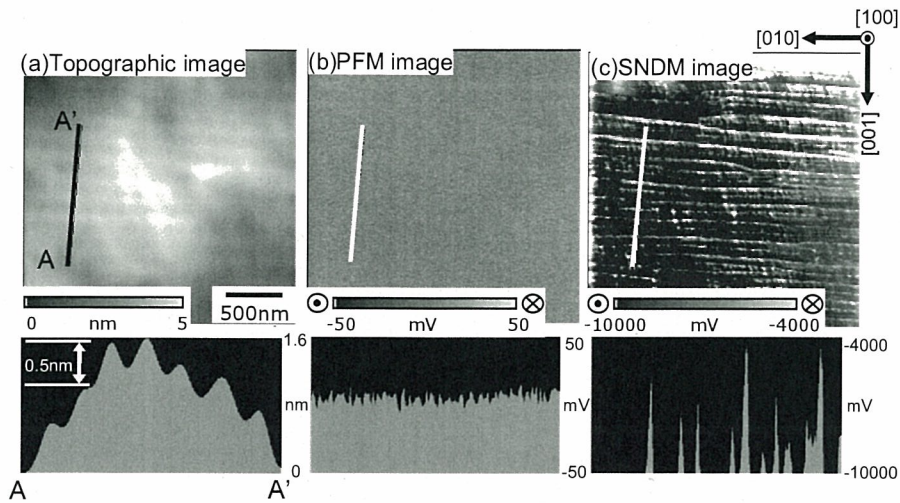


Fig. 4 BaTiO₃ 単結晶の破面の(a)形状像、(b)PFM 像、(c)SNDM 像

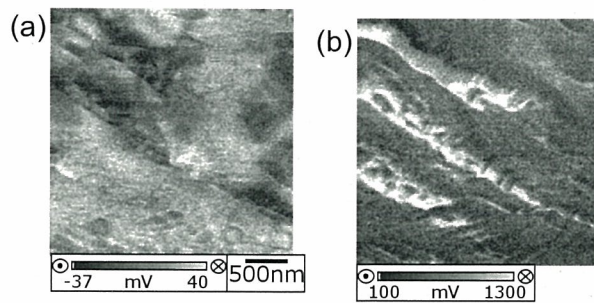


Fig. 5 BaTiO₃ セラミックスの破面の(a)PFM 像と(b)SNDM 像

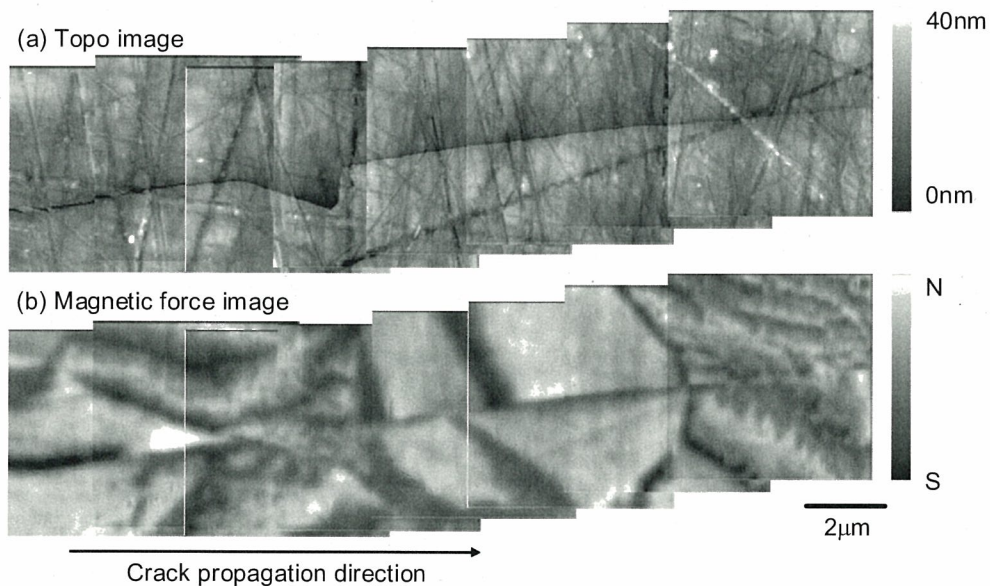


Fig. 6 Mn-Zn フェライトに導入されたき裂の(a)形状像と(b)磁気力顕微鏡像

Fig.4に BaTiO₃ 単結晶の破面の形状像, PFM 像および SNDM 像を示す. 破面の形態 (Fig.4(a)) は平坦であるが, 断面プロフィールから高さ 0.2~0.5nm, 幅 100nm 程度の規則的なステップが観察された. また, PFM 像 (Fig.4(b)) では信号はほとんど 0 であり, 破面に平行な分極を示していた. これに対して同

位置の SNDM 像 (Fig.4(c)) では, 破面に上向き分極を示す強い応答が縞状に観察された. PFM よりも SNDM の方がより表面に近い領域からの情報が得られることから, BaTiO₃ 単結晶の破面近傍でのみ特異な分極構造を形成していることがわかった. 破面表層での PFM と SNDM における異なるコント

ラストは多結晶体でも同様に確認された (Fig.5). このような破壊に伴う特異なドメイン構造の形成は、き裂先端の応力集中による局所的なドメインスイッチングなどを含めた BaTiO₃ に特有の破壊の素過程に起因するものであると考えられる。

(2) Mn-Zn フェライト

Fig. 6 に Mn-Zn フェライトにビッカース圧子圧入により導入されたき裂の磁気力顕微鏡写真を示す。Fig. 6 (a) に示すように、形状像から写真中央にき裂が進展している様子が確認される。断面図から、このき裂は開口しておらずき裂を挟んで試料表面にわずかな段差を生じている様子も観察された。Fig. 6 (b) に Fig. 6 (a) と同時観察した磁気力顕微鏡像を示す。明るいコントラストの領域は N 極、暗いコントラストの領域は S 極を示している。き裂との相互作用がないと考えられる領域では一般的な強磁性体で観察される磁区構造が確認されたが、き裂近傍ではき裂から約 1 μ m の領域で片方のき裂面の領域のみ極性が反転している様子が確認された。これは、き裂進展に伴って生成したき裂を挟んだ同じ極性の領域に起因した磁気エネルギーを局所的に磁気モーメントが反転することにより安定化したことに起因すると考えられる。(本研究成果は、MS&T08 において、米国セラミック学会より Ceramographic Award を受賞した。)

(3) PZT

Fig.7 に PZT セラミックスの破面の形状像、PFM 像、SNDM 像を示す。PFM では破面に対して正負の応答、すなわち、垂直上下向きのドメイン構造が観察された。PFM では粒径程度の深さからの情報が得られていることを考慮すると、粒子全体で縞状のドメインを形成していることがわかった。一方、SNDM ではすべて破面に下向きの分極を示す正の応答のみが観察された。SNDM では深さ数十 nm 程度の情報が得られることから、特異なドメインスイッチングは破面の極表面で生じていると考えられ、破壊時のき裂先端での局所的な応力により誘起されたものと推測される。

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)

[学会発表] (計 18 件)

- ① 松永章弘、中田悟史、田崎智子、多々見純一、脇原徹、米屋勝利、目黒竹司、走査型プローブ顕微鏡によるチタン酸ジルコン酸鉛の破壊挙動観察、日本セラミッ

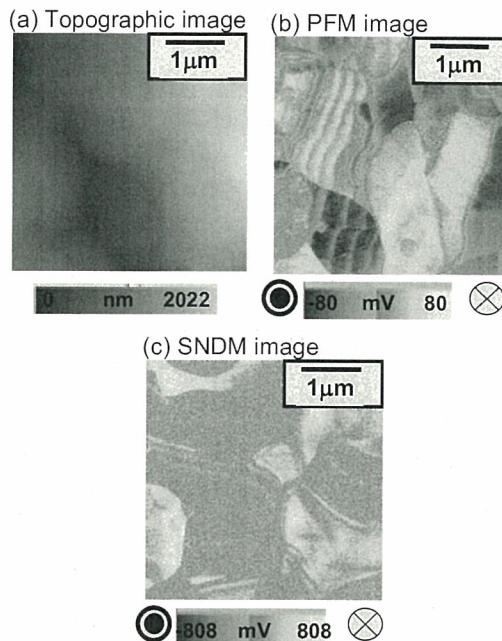


Fig. 7 PZT セラミックスの破面の (a)形状像、(b)PFM 像、(c)SNDM 像

クス協会 2009 年年会予稿集、p176、2009 査読無し

- ② 多々見純一、中田悟史、田崎智子、脇原徹、米屋勝利、目黒竹司、走査型プローブ顕微鏡による BaTiO₃ 単結晶のハイブリッドナノフラクトグラフィ、日本セラミック協会 2009 年年会予稿集、p.278、2009、査読無し
- ③ J. Tatami, S. Nakada, S. Tasaki, T. Wakihara, K. Komeya, T. Meguro, Observation of fracture behavior of BaTiO₃ single crystal by scanning probe microscopy, Abstract for IUMRS2008, 2008; 査読無し
- ④ J. Tatami, S. Nakada, S. Tasaki, T. Wakihara, K. Komeya, T. Meguro, Observation of Fracture Behavior of BaTiO₃ Single Crystal by Scanning Probe Microscopy, Abstract book of MS&T 08, 2008, 査読無し
- ⑤ 中田悟史、田崎智子、多々見純一、脇原徹、米屋勝利、目黒竹司、BaTiO₃ の破壊挙動の走査型プローブ顕微鏡観察、日本セラミック協会秋季シンポジウム予稿集、2008、査読無し
- ⑥ J. Tatami, Y. Tatsumi, T. Wakihara, K. Komeya, T. Meguro, Hybrid nano-fractography of Mn-Zn ferrite by magnetic force microscopy, Fractography of Advanced Ceramics, 2008, 査読無し
- ⑦ J. Tatami, S. Nakada, S. Tasaki, T. Wakihara, K. Komeya, T. Meguro, Hybrid Nanofractography of BaTiO₃ ceramics by Scanning Probe Microscope, Fractography of Advanced Ceramics, 2008, 査読無し

- ⑧ J. Tatami, S. Nakada, S. Tasaki, T. Wakihara, K. Komeya, T. Meguro, Hybrid Nanofractography of BaTiO₃ ceramics by Scanning Probe Microscope, STAC-2, 2008, 査読無し
- ⑨ 中田悟史、田崎智子、多々見純一、脇原徹、米屋勝利、走査型プローブ顕微鏡による BaTiO₃ セラミックスのき裂進展挙動観察、日本セラミックス協会 2008 年年会予稿集、2008、査読無し
- ⑩ 田崎智子、多々見純一、脇原徹、米屋勝利、走査型非線形誘電率顕微鏡による酸化亜鉛セラミックスの局所的電気特性の観察、日本セラミックス協会第 20 回秋季シンポジウム予稿集、2007、査読無し
- ⑪ 中田悟史、田崎智子、多々見純一、脇原徹、米屋勝利、チタン酸バリウムセラミックスのハイブリッドナノフラクトグラフィ、日本セラミックス協会第 20 回秋季シンポジウム予稿集、2007、査読無し
- ⑫ 多々見純一、辰巳唯、脇原徹、米屋勝利、磁気力顕微鏡による Mn-Zn フェライトのハイブリッドナノフラクトグラフィ、日本セラミックス協会第 20 回秋季シンポジウム予稿集、2007、査読無し
- ⑬ J. Tatami, S. Nakada, S. Tasaki, T. Wakihara, K. Komeya, Hybrid Nanofractography of BaTiO₃ Ceramics by Scanning Probe Microscope, PRICM-6, 2007, 査読無し
- ⑭ 多々見純一、中田悟史、田崎智子、脇原徹、米屋勝利、走査型プローブ顕微鏡によるセラミックスのハイブリッドナノフラクトグラフィ、第 15 回機械材料・材料加工技術講演会 (M&P2007) 予稿集、2007、査読無し
- ⑮ S. Tasaki, J. Tatami, T. Wakihara, K. Komeya, T. Meguro, Observation of ZnO ceramics by scanning nonlinear dielectric microscope, 10th International Conference and Exhibition of the European Ceramic Society, 査読無し
- ⑯ S. Nakada, S. Tasaki, J. Tatami, T. Wakihara, K. Komeya, T. Meguro, Hybrid Nanofractography of BaTiO₃ Ceramics by Scanning Probe Microscope, 10th International Conference and Exhibition of the European Ceramic Society, 2007, 査読無し
- ⑰ 田崎智子、多々見純一、脇原徹、米屋勝利、目黒竹司 非線形誘電率顕微鏡による ZnO セラミックスの微構造観察、日本セラミックス協会 2007 年年会講演予稿集、2007、158、査読無し
- ⑱ 中田悟史、田崎智子、多々見純一、脇原徹、米屋勝利、目黒竹司、走査型プローブ顕微鏡による BaTiO₃ セラミックスのハイブリッドナノフラクトグラフィ、日本セラミックス協会 2007 年年会講演予稿集、2007、156、査読無し

6. 研究組織

(1) 研究代表者

多々見 純一 (TATAMI JUNICHI)
 横浜国立大学、大学院環境情報研究院・
 准教授
 研究者番号：30303085

(2) 研究分担者

(3) 連携研究者