

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 5月31日現在

機関番号：17401

研究種目：基盤研究(B)

研究期間：2009～2011

課題番号：21360343

研究課題名（和文） 階層的微視組織のマイクロ材料試験とマルチスケール材料設計への展開

研究課題名（英文） Micromechanical Testing of Hierarchical Constituents in Micro-structure and Its Application to Multiscale Material Design

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）：

金属材料の機械的性質は、微視組織要素の特性に支配されている。したがって、強度、靱性、信頼性に優れる材料を開発するためには、材料を構成している各微視組織要素の機械的性質を計測し、それに基づいて材料組織の階層的な設計をマルチスケール的に行うことが重要となる。本研究では、金属材料中の階層的な構成組織要素の中で、目的とする微小領域からミクロンサイズの超微小試験片を切り出して、その機械的性質を評価する試験法を開発するとともに、複相合金（ラメラ構造を有する TiAl 基合金、Mg-Zn-Y 合金、複相組織鋼）の構成組織ならびに相界面の機械的性質を明らかにした。本研究で得られた結果は、金属材料のマルチスケール強化設計にきわめて有用なものである。

研究成果の概要（英文）：

The mechanical properties of metallic materials are dominated by their microstructure, including grain boundaries, and precipitates. Therefore, to develop materials with superior mechanical properties, it is important to examine the mechanical properties of each microstructural constituent. We have developed a testing machine that enables the measurement of mechanical properties of micro-sized materials. The mechanical properties of micro-sized specimens prepared from microstructural constituents of multiphase alloys, including lamellar structured TiAl alloys, Mg-Zn-Y alloys and steels have been measured. This testing method is useful for multiscale material design.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2009年度	7,200,000	2,160,000	9,360,000
2010年度	3,800,000	1,140,000	4,940,000
2011年度	2,700,000	810,000	3,510,000
年度			
年度			
総計	13,700,000	4,110,000	17,810,000

研究分野：材料工学

科研費の分科・細目：構造・機能材料

キーワード：機械的性質、組織、強度、破壊、マイクロ材料試験

1. 研究開始当初の背景

材料の機械的性質は、原子構造ならびにその欠陥構造（点欠陥、転位、積層欠陥等）に

由来するナノメートルスケールにおける材料固有の強度に加えて、マイクロメートルスケールにおける微視組織要素（結晶粒界、析出物、

第二相やそれらと母相との界面など)の特性に支配されている。したがって、強度、靱性、信頼性に優れた材料を開発するためには、材料を構成している各微視組織要素の機械的性質を計測し、それに基づいて材料組織の階層的な設計をマルチスケール的に行うことが、実用材料の迅速な開発のためにきわめて重要である。しかしながら、これまで階層的な微視組織と材料特性(特に、機械的性質)の関係に対しては、特性予測が行えるようなレベルにはない。この一因としては、材料の構成組織のような微小領域の機械的性質(強度、靱性、疲労特性)を測定する標準的な試験法が確立していないためである。

研究代表者らは、MEMS デバイスやマイクロマシン用材料の機械的性質を評価するために、ミクロンサイズの超微小試験片に対して、引張、圧縮、曲げ試験が行える材料試験機ならびに試験法を世界に先駆けて開発するとともに、薄膜材料に対する引張試験の国際規格を策定してきた。これまでに開発した試験装置や試験規格は、MEMS デバイス用微小寸法材料の破壊靱性、疲労き裂伝播挙動の解明に大きな威力を発揮してきた。一方、この試験法を応用することで、材料内部の微視組織からミクロンサイズの超微小試験片を切り出し、その機械的性質を直接評価することが可能となる。すなわち、このような計測手法が開発できれば、材料の組織から機械的性質の予測が可能になり、材料開発の迅速化に大きく寄与できる。

2. 研究の目的

本研究では、金属材料を構成する微視組織の機械的性質を評価するため、(1)材料中の階層的な構成組織要素の中で、目的とする微小領域からミクロンサイズの超微小試験片を切り出して、その機械的性質を評価する試験法を開発する。また、(2)開発した手法を用いて、複相合金(ラメラ構造を有する TiAl 基合金、Mg-Zn-Y 合金、マルテンサイト組織鋼)の構成組織ならびに相界面の機械的性質(主として強度)を明らかにすることを目的とする。

3. 研究の方法

本研究では、上述の目的を達成するため、以下の方法で研究を進めた。まず、材料の階層的微視組織から目的とする微小領域から試験片を採取する方法として、紫外線レーザー加工と収束イオンビーム(FIB)加工を組み合わせた手法の開発を行った。次に、この手法で採取した微小試験片について複相合金(TiAl 基合金、Mg 合金、鉄鋼材料)の組織から切り出した微小引張試験片の機械的性質評価を行った。以下に具体的な実験方法を示す。

(1) 目的とする微視組織から試験片を切り出す手法の開発

マイクロサイズの材料試験において、最も重要なポイントは、試験片の作製プロセスを確立させることである。特に、ミクロンサイズの微小試験片を切り出す際には、目的とする組織から如何に微小試験片を切り出すかということと、微小試験片に損傷を与えないことが要求される。本研究では、この条件を満足させるために、紫外線レーザー加工と収束イオンビーム(FIB)加工を組み合わせた新しい試験片採取法を確立した。

(2) 階層的な材料組織の機械的性質計測法

試料には、ラメラ組織に調整した TiAl 基合金、LPSO 相で強化した Mg 合金、マルテンサイト組織鋼組織鋼を用いる。各材料を厚さ約 20 μm の箔になるように機械研磨を行う。その後、(1)で開発した手法により、平行部幅 20 μm 、平行部長さ 50 μm の引張試験片を作製する。試験片の作製にあたっては、FIB 加工機の走査イオン像(SIM 像)で組織を確認しながら、目的の構成組織から切り出す。これらの試験片に対して、我々の研究室で開発したマイクロ材料試験機を用いて機械的性質評価を行う。

4. 研究成果

(1) 試験片作製法の確立

試料には我々の研究室でこれまで試験をこころみてきた TiAl 基合金の PST 結晶を用いた。まず、機械研磨によって厚さ 20 μm の箔状にし、FIB を用いて、SIM 像で組織を同定しながら、試験片の荒削り用のマーキングを最初に行った。次に、試料を取り出し、FIB で付けたマーキングを基にレーザー加工により粗削りを行う。波長 355nm の紫外線レーザーを用いると約 10 μm の熱損傷域が形成されることがわかっており、この損傷域を除去し、FIB によって試験片を最終形状に仕上げた。この手法によって作製した試験片の形状を図 1 に示す。表面形状には問題なく、本研究で確立した手法で微小寸法の試験片を作製できることを確認した。

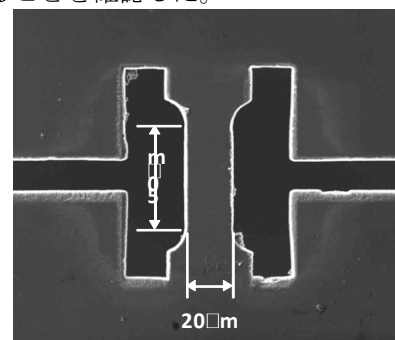


図 1 本研究で確立した手法で作製したマイクロ試験片

(2) 階層的材料組織の機械的性質

①ラメラ構造を有する TiAl 基合金

試料には一方向凝固法により作製した Ti-48 at.% Al PST 結晶を用いた。α₂相の体積分率は約 5vol.%で、5.3 μm の平均ラメラ間隔を有している。ここでは、荷重軸に対してラメラが平行な 0° 試験片と垂直な 90° 試験片を準備し、変形挙動を調査した。

図 2 に得られた応力-ひずみ曲線を示す。90° 試験片の応力-ひずみ曲線は破断までほぼ直線関係を示した。引張強さは約 1000MPa であった。0° 試験片では、90° 試験片に比べて低い応力で降伏が起り、10 %前後の破断伸びを示した。0° 試験片の破面には α₂ 間隔に対応する箇所にラメラに平行な delamination が観察された。一方、90° 試験片は平坦な破面を呈していた。いずれの破壊においても、γ/α₂ 界面が関与していた。α₂ 相における塑性変形能の結晶方位依存性がマイクロ引張挙動において重要な役割を果たすと考えられる。また、γ/α₂ 界面での delamination による micro-composite 挙動が 0° 試験片の延性を高めたと考えられる。

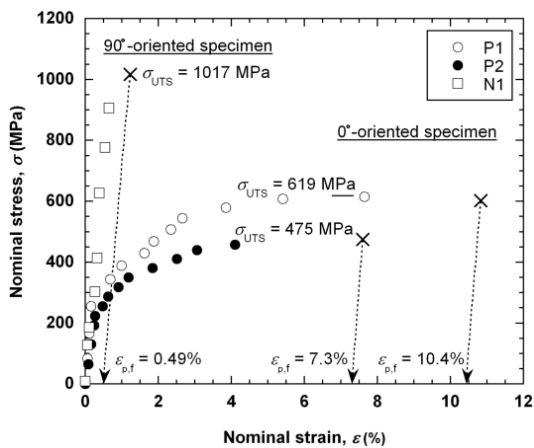


図 2 ラメラ構造を有する TiAl 基合金より切り出したマイクロ材料試験片の応力-歪曲線 (P: 0° 試験片、N: 90° 試験片)

②Mg-Zn-Y 合金

供試材には Mg_{99.2}Zn_{0.2}Y_{0.6} 合金 (ほぼ α-Mg 単相), Mg₉₇Zn₁Y₂ 合金 (α-Mg 母相と LPSO 相の 2 相組織) 及び Mg₈₈Zn₅Y₇ 合金 (ほぼ LPSO 相単相) の铸造押出材を用いた。それぞれ引張方向が押出方向に垂直な試験片 (V-type 試験片) と平行な試験片 (P-type 試験片) を切り出した。

各試験片で得られた応力-変位曲線を図 3 に示す。α-Mg 単相試験片における引張強さは、V-type で約 180 MPa、P-type で約 220 MPa であるのに対して、LPSO 単相試験片では V-type で約 290 MPa、P-type で約 450 MPa と LPSO 単相試験片の方が高い引張強さを示した。2 相試験片の引張強さは、V-type では約 230 MPa、P-type では約 280 MPa と各単相試

験片の間の値を示した。また、α-Mg 単相試験片が最も延性的に、LPSO 単相試験片が最も脆性的に破壊したことから、LPSO 相の体積分率が増加するほど引張強さは増加するが、延性は低下することがわかった。また、どの試験片も P-type 試験片の方が高い引張強さを示す結果となった。ここで、P-type 試験片と V-type 試験片の引張強さの比: UTS_{P-type}/UTS_{V-type} を取ると、LPSO 単相試験片が 1.6 で最も高く、α-Mg 単相試験片が 1.2 と最も低い。この原因として、LPSO 相中に生じる集合組織の影響が考えられる。供試材に対して TEM 観察を行うと、底面が押出材の円周方向に揃う集合組織が確認された。集合組織の配向と引張方向を考慮すると、P-type 試験片では常に引張方向と LPSO 相の c 軸は垂直の関係にあり、LPSO 相は c 軸に対して垂直方向への引張時に高い引張強さを示すということが推測される。引張破断部付近の TEM 観察を行った結果、a 転位が観察された。a 転位は LPSO 相よりも α-Mg 相で多数観察されたことから、本合金の変形は主に α-Mg 相領域が担っていることが推察される。マイクロ引張試験法を用いて Mg-Zn-Y 合金の各構成相の機械的性質及び変形挙動を調査することによって、本合金のバルク材における強化設計の指針を得ることができた。

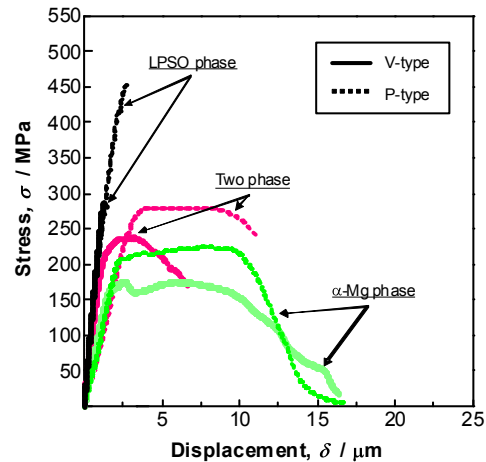


図 3 Mg-Zn-Y 合金から切り出したマイクロ試験片の応力-変位曲線

③マルテンサイト組織鋼

鋼のマルテンサイトは、鉄鋼材料の主要な強化組織であり、鋼の強化設計は、マルテンサイト組織を有効に利用して行われている。ところで、マルテンサイト組織は階層的な沿組織形態となっており、特に、低炭素鋼のラスマルテンサイトには、旧々境界、パケット、ブロックなどの細分化された組織から構成されている。したがって、マルテンサイトによる強化設計を考える上で、これらの階層的微視組織が強度にどのような影響を及ぼし

ているかを知ることが重要となる。そこでラスマルテンサイト組織よりマイクロ試験片を切り出し、機械的特性と階層構造の関係を調査した。

試料には完全ラスマルテンサイト組織とした WT780C 鋼を用いた。これより、SIM 像と EBSD の結果をもとに、平行部に旧 γ 粒界、複数のパケット、単一パケットを含む試験片をそれぞれ作製した。

図 4 に各試験片の引張試験結果を示す。破断時の歪は、バルク材のそれ(約 6%)と比較し、最大で約 46%ときわめて大きな値を示した。また、各試験片の破面はどれも大きくくびれたチゼルポイント状となっており、非常に延性的な様相を呈していた。これらのことから、マルテンサイト鋼は局部的に見ると大きな塑性変形能を有していることが判明した。試験片表面における塑性変形の様相と組織の関係を比較すると、バリエーション境界において塑性変形様相の変化が観察された。その中でも、隣り合うバリエーションへの塑性変形の伝播を完全に阻害したものとそうでないものが存在し、主として前者はパケット境界、後者はブロック境界であった。したがって、マルテンサイト鋼が塑性変形する上で、バリエーション境界がその障害となり、特に、パケット境界においてその効果が強いと考えられる。ここで、パケット境界が塑性変形の伝播を特に強く阻害したのは、隣り合うバリエーション同士のマルテンサイトラスの成長方向が他の境界と比較し大きいため、「ラス拘束」の効果により、すべり変形の伝播が生じづかったことが原因であると思われる。また、OIM により、各試験片のシュミット因子マップを作成した結果、大きく塑性変形した部位は、その領域中に最も大きなシュミット因子を持つバリエーションが含まれており、さらに、引張試験中のその場観察において、同領域から明確な塑性変形が生じる事が確認された。

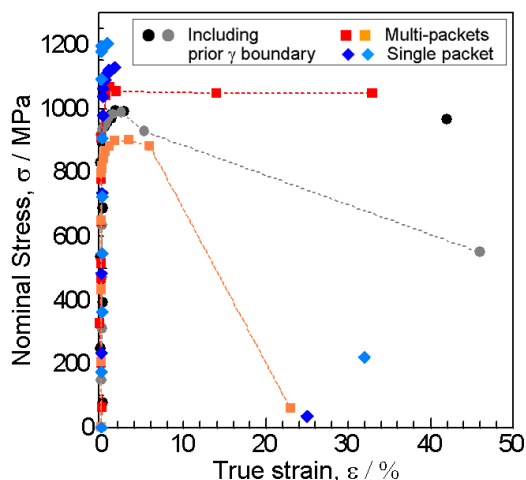


図 4 ラスマルテンサイト組織から切り出したマイクロ試験片の応力-歪曲線

このことはマルテンサイト鋼内のシュミット因子が高いバリエーションが、塑性変形(破壊)の起点となっている可能性が高いことを示している。

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 6 件)

- ① 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
- ② 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
- ③ Y. Mine, H. Fujisaki, M. Matsuda, M. Takeyama, K. Takashima, Micro-Tension Behaviour of TiAl Polysynthetically-Twinned Crystals with 0° - and 90° - Oriented Lamellae, Scr. Mater. vol. 65, 2011, 707-710. 査読有
- ④ Y. Mine, S. Ando, K. Takashima, Crystallographic Fatigue Crack Growth in Titanium Single Crystals, Mater. Sci. Eng. A, vol. 528, 2011, 7570-7578. 査読有
- ⑤ K. Kwak, M. Otsu, K. Takashima, Resonant Bending Fatigue Tests on Thin Films, Sensors and Materials, vol. 22, 2010, 51-59, 査読有
- ⑥ M. Nishida, M. Matsuda, Y. Shimada, K. Takashima, K. Ishikawa, K. Aoki, Microstructural and Mechanical Characterizations of Rapidly Solidified Nb-TiNi Hydrogen Permeation Alloy, J. Physics: Conference Series, vol. 144, 2009, 012106. 査読有

[学会発表] (計 6 5 件)

- ① 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、第 163 回日本鉄鋼協会春季大会、2012. 3. 29、横浜国立大学(横浜)
- ② 高島大樹、平下皓一、松田光弘、高島和希、鉄鋼材料におけるマルテンサイト組織のマイクロスケール引張試験、第 150 回日本金属学会春期大会、2012. 3. 28、横浜

- 国立大学 (横浜)
- ③ 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，第 150 回日本金属学会春期大会，2012. 3. 28，横浜国立大学 (横浜)
 - ④ K. Takashima，H. Oda，M. Yamasaki，Y. Kawamura，Micro-Tensile Tests of Long Period Stacking Ordered Structured Phase in Mg-Zn-Y Alloys，2011 MRS Fall Meeting，2011.12.1，Boston (U. S. A.)
 - ⑤ H. Fujisaki，Y. Mine，M. Matsuda，M. Takeyama，K. Takashima，Microscale Tensile Testing of TiAl PST Crystals，2011 MRS Fall Meeting，2011.12.1，Boston (U. S. A.)
 - ⑤ K. Takashima，Fracture Properties of Mg-Zn-Y Alloys，6th Pan-Yellow Sea Rim International Symposium on Magnesium Alloys，2011.11.24，ソウル (韓国)
 - ⑥ 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，第 149 回日本金属学会秋期大会，2011.11.8，沖縄コンベンションセンター (沖縄)
 - ⑦ K. Takashima，Mechanical Characterization of Microstructural Constituents in Materials by Microscale Mechanical Testing，HERMEC' 2011，2011.8.1，Vancouver (Canada)
 - ⑧ K. Takashima，M. Matsuda，M. Otsu and M. Takeyama，Microscale Fracture Testing of TiAl-Based Alloys，2010 MRS Fall Meeting，2010.11.30，2010，Boston (U. S. A)
 - ⑨ H. Yoshimura，S. Matsuyama，M. Matsuda，M. Otsu，K. Takashima，Microfracture Test of Mg₁₂ZnY Intermetallic Compound in Mg-Zn-Y Alloys。Hajime Yoshimura，Shun Matsuyama，2010 MRS Fall Meeting，2010.11.30，2010，Boston (U. S. A)
 - ⑩ K. Hirashita，M. Matsuda，M. Otsu，K. Takashima，Micromechanical Characterization of Multilayered Steel Composites，2010 MRS Fall Meeting，2010.11.30，2010，Boston (U. S. A)
 - ⑪ 高島和希，大津雅亮，松山瞬，永富裕一，吉村肇，河村能人，Mg-Zn-Y 合金のマイクロスケール材料評価とその強化設計への展開，第 147 回日本金属学会秋期大会，2010.9.25，北海道大学 (札幌)
 - ⑫ 高島和希，大津雅亮，松田光弘，マイクロスケール引張試験による粒子分散鋼の微視的変形挙動の観察，日本鉄鋼協会シンポジウム:マルチスケールのアプローチによる鉄鋼材料の変形限界支配因子の解明，2010.3.29，筑波大学 (つくば)

- ⑬ 平下皓一，松田光弘，大津雅亮，高島和希，マイクロスケール引張試験による複層鋼板構成層の機械的性質評価，第 146 回日本金属学会春期大会，2010.3.28，筑波大学 (つくば)
- ⑭ 宮口大輔，松田光弘，大津雅亮，高島和希，竹山雅夫，ラメラ構造を有する TiAl 基合金のマイクロスケール破壊試験，第 145 回日本金属学会秋期大会，2009.9.17，京都大学 (京都)
- ⑮ 高島和希，大津雅亮，坂本哲也，松山瞬，永富裕一，Mg-Zn-Y 合金のマイクロスケール材料試験，M&M2009 材料力学カンファレンス，2009.7.26，札幌コンベンションセンター (札幌)

[その他]

ホームページ等

http://saiya.msre.kumamoto-u.ac.jp/~ms/inv_sentan.html

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

大津 雅亮 (OTSU MASAOKI)

熊本大学・大学院自然科学研究科・准教授

研究者番号：20304032

(平成 21 年度～22 年度)

松田 光弘 (MATSUDA MITSUHIRO)

熊本大学・大学院自然科学研究科・助教

研究者番号：80332865

(平成 23 年度)