

# レーザー顕微鏡による 「その場」インデンテーション法の展開

北海道大学 大学院工学研究院 材料科学部門

教授 三浦 誠司

(平成 28 年度 一般研究開発助成 AF-2016018)

キーワード：変形その場観察，ブリネル硬さ試験，ビッカース硬さ試験

## 1. 研究の目的と背景

応力-ひずみ曲線に代表される材料の力学的応答情報取得法の一つとして、変形中の表面などの動的観察、すなわち「その場観察試験」(*In-situ* 試験)がある。変形に伴う内部変化の表出として表面に出現するすべり線や凹凸の試験後の表面観察(*Ex-situ* 試験)によってもこれまで重要な知見を得てきているが、負荷中に観察する *In-situ* 試験からは現象の前後関係や可逆性など、時間依存の情報も得られることから、現象のさらなる理解に大きな寄与が期待できる。例えば、塑性変形機構と粒界の相互作用や、複数の塑性変形機構の活性化の順序が異なることによる変形集中の相違等は、塑性変形に伴う亀裂形成等の理解に繋がると期待され、ひいては合理的な塑性加工手順の確立に大きな寄与をなし得る。

ビッカース試験やブリネル試験などの表面硬さ測定法は機械的性質の簡便な評価法として長い歴史を有している。局所的な負荷によって生じた変形から物質・材料の強度を明らかにする手法であり、高い簡便性・再現性から広く用いられている。圧子押し込み中の圧子接触面や圧子周辺での塑性変形の直接観察は透明な試料に対して以外はこれまでほとんど行なわれてこなかったが、この手法の簡便性を生かしつつ高度な応力応答情報の取得を目指して、硬さ試験の *In-situ* 試験化(顕微インデンテーション)と、併せて計装化を試みた<sup>(1)</sup>。圧子後背面からの観察は圧子がダイヤモンドやサファイアなどの透明な物質であることから不可能ではないが、これら高硬度の透明圧子の屈折率は空気と比べて遥かに大きく、光路が大きく曲げられて観察画像が歪み、また焦点が合わない。この問題に対して、高屈折率液体 (Refractive Index Matching liquid)

の導入という簡単なアイデアで解決することを着想し、装置作製を行なって実験的に確認を行なった。図1に、顕微インデンテーション装置の概要を、図2に異なる高屈折率液体導入による観察結果を示す。ここでは上部に固定した透明圧子(サファイアもしくは石英半球、半径 500  $\mu\text{m}$ )に対してピエゾアクチュエータによって試料を押し上げることで硬さ試験を実施した。図2から判るように、ブリネル半球素材と、周辺を埋める媒質(空気や高屈折率液体)の間の屈折率の違いが圧子周辺部に不可視領域を形成する。このような光学的アプローチに基づき、ビッカース試験において圧子形状を工夫することでさらに広い視野や有用な結果を得られることを期待して、新規形状の透明圧子の試作を行なうこととした。さらに、種々の多結晶試料での「その場」インデンテーション試験を実施し、応力応答の理解や、亀裂形成挙動観察に向けた検証を行った。

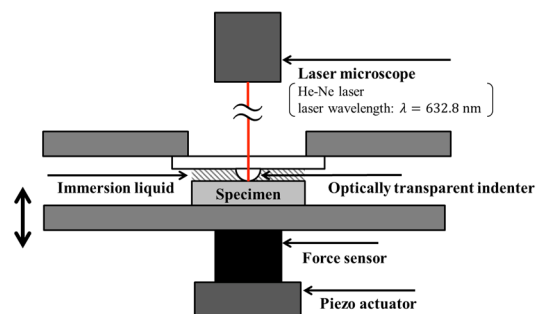


図1 顕微インデンテーション装置概略図

## 2. 研究方法

### 2.1 顕微ブリネルインデンテーションによる超弾性合金の変形挙動の調査<sup>(2)</sup>

超弾性合金は適切な荷重下では圧痕が残らず、強度や変形挙動を通常の硬さ試験で明らかにすることはできない。計装化した顕微インデンテーションでは、負荷に対しての圧痕形状変化を逐一観察できることから、この問題を解決することができる。ここでは、顕微ブリネル試験用の試験片として超弾性 NiTi 合金を用いることとした。高純度 Ni と高純度 Ti から非消耗型 W 電極アーク溶解炉を用いてアルゴン雰囲気中で溶製した約 15 g のインゴットを石英管

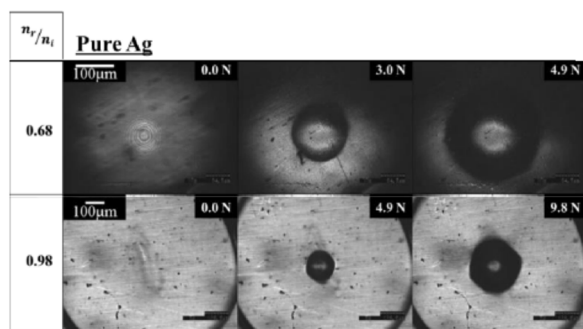


図2 高屈折率液体／圧子の屈折率比 ( $n_r/n_i$ ) と圧子周辺の観察結果。上段と比べ、屈折率比が1に近い下段は広い領域が観察可能となり、また画像の歪みも小さいが、視野外辺部（中心から250ミクロン）に円形状の不可視領域（黒い円状の領域）がわずかに存在する。

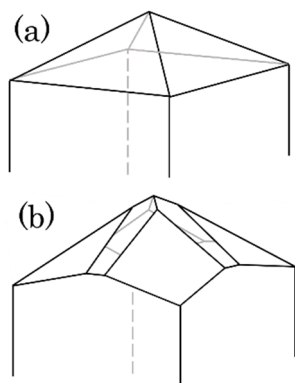


図4 顕微インデンテーションのためのビッカース圧子先端形状の改良

に真空封入して均質化熱処理を施し、切断後に観察面をエメリー紙およびアルミナ粉末で研磨して硬さ試験試料とした。押し込み速度は  $1 \mu\text{m/s}$  とし、常温・大気中で実施した。最大押し込み荷重は  $9.8 \text{ N} \sim 49.0 \text{ N}$  とし、負荷時と除荷時の試料表面変化については録画を行った (30fps)。

### 2.2 亀裂形成過程の観察のためのビッカース圧子形状の改良<sup>(3)</sup>

ビッカース圧子形状を有する角錐型透明圧子を基礎として、亀裂形成過程の観察に特化した圧子の設計・製作を試みた。脆性な物質にビッカース圧子押し込みを実施すると、図3のように圧痕の四隅（コーナー）から亀裂が形成される。

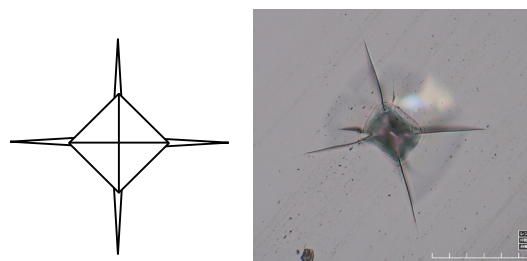


図3 顕微ビッカースインデンテーション周辺での亀裂発生の様式図と観察結果

Indentation Fracture 法では、この亀裂長さに基づいて破壊靱性値を算定する。しかしながら、亀裂の発生を動的観察した報告はほとんどない。特に多相合金において、亀裂が異相界面において偏向する過程などの詳細な観察は、靱化機構の理解解明に欠かせない。亀裂形成過程を直接観察することで、材料毎の荷重—亀裂長さの違いを明らかにし、さらに亀裂伝播を組織との関連において理解することが期待できる。一方、ビッカース圧子の形状の特性から、コーナー部分から進展する亀裂は圧子の稜の直下となる。さらにこの部分には隣接する二つの斜面を通して光が落射することから、光学的観察結果の解釈は若干の困難を伴う。このような困難を避け、明快な結論を得るために、図4(b)のように、稜部を削り落として斜面とし、観察を容易にすることを試みた。

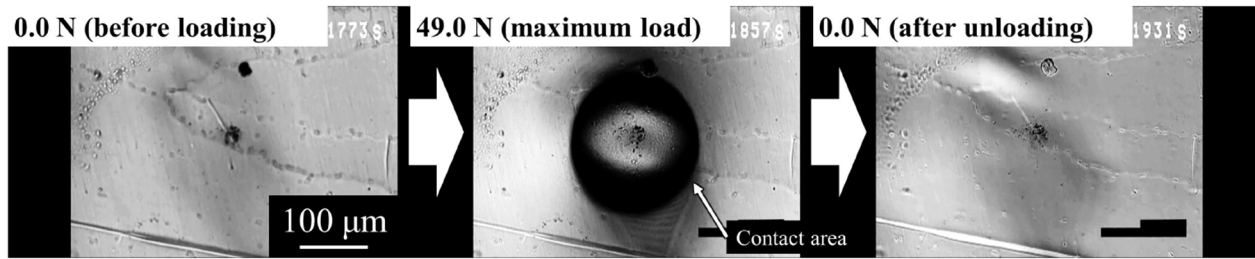


図5 NiTi合金における負荷-除荷観察結果

### 3. 研究成果

#### 3.1 顕微ブリネルインデンテーションによる超弾性合金の変形挙動の調査結果

図5に負荷-除荷過程での試料表面変化を示す。荷重がかかっている場合は圧子形状と同じ凹みが形成されたが、除荷後は完全に平坦となり、復旧していることがわかる。このことから、引張試験や圧縮試験によらずに超弾性挙動の有無やその程度を評価できることが示された。

図6に本試験における負荷-除荷曲線例を示す。いずれもわずかなヒステリシスを示して負荷前の状態に復帰していることがわかる。

硬さ試験は試験後に残された圧痕の形状・サイズから試験片の力学的特性を調査する。よって、超弾性合金が示すような可逆的な変形過程の調査には一般的には向いていない。本試験法では負荷-除荷過程における圧痕形状の時間変化を追跡可能であることから、変形が可逆的である対象に対してはその力学的特性を調査することが可能となる。

硬さ試験における圧痕サイズは負荷された荷重に対しての弾性変形+塑性変形に対応する。超弾性合金において、超弾性挙動を示す荷重範囲内では塑性変形は存在せず、本質的には圧縮試験や引張試験のような一軸応力下における応力-ひずみ曲線に対応した負荷-除荷曲線を示すことが期待される。しかし図6では、応力-ひずみ曲線との単純な対応は一見すると得られていない。一方、球状圧子におけるHertz弾性変形においては、荷重 $P$ は押し込み深さ $h$ の $2/3$ 乗に比例することから、図7のように整理し直すことで、二つの高負荷荷重試験では弾性変形を超えて変形が加えられており、それにもかかわらず除荷によって変形が回復していること、すなわち超弾性挙動が16N付近で発現することが判る。

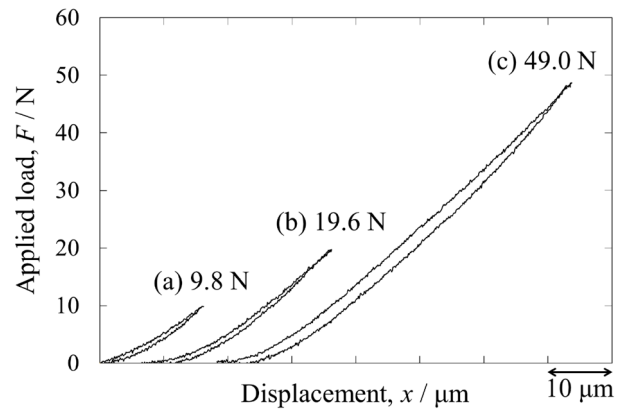


図6 NiTi合金における負荷-除荷曲線

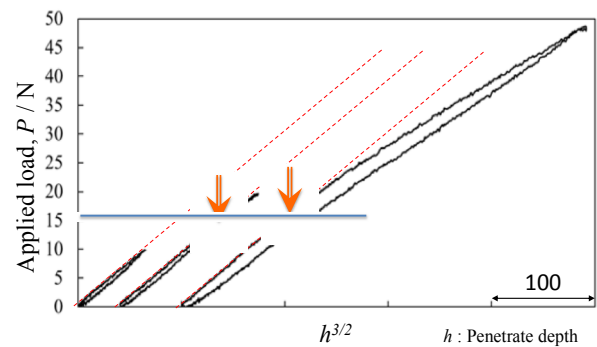


図7 NiTi合金における負荷と押し込み深さ $h$ の関係

本試験は通常の硬さ試験と同様に、セッティングから数分で終わることが可能である。よって多数試料の多数箇所の情報を短時間で簡便に得ることが可能であり、画像情報と応力応答情報を組み合わせることで試料の局所的な組成変動などを考慮に入れた高精度のデータ解析も可能になると考えられる。このようなハイスループットな力学的応答情報の収集によって、スクリーニングなどを通じた材料開発の迅速化に寄与すると期待される。

### 3.2 ビッカース圧子形状の改良による亀裂形成過程の観察

図8に、加工後のビッカース圧子を示す。圧痕をつけるためのビッカース圧子は中央「x」形状部分であり、その対角長さは約100  $\mu\text{m}$ である。この圧子を用いた顕微ビッカースインデンテーションの一例を図9に示す。対象として脆性材料であるガラス、Si単結晶を用いた。いずれも負荷過程では明瞭な亀裂の進展は確認できず、除荷過程で亀裂が発生し進展することが分かった。

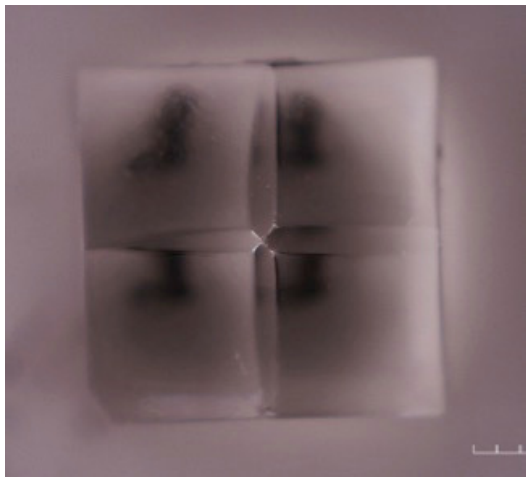
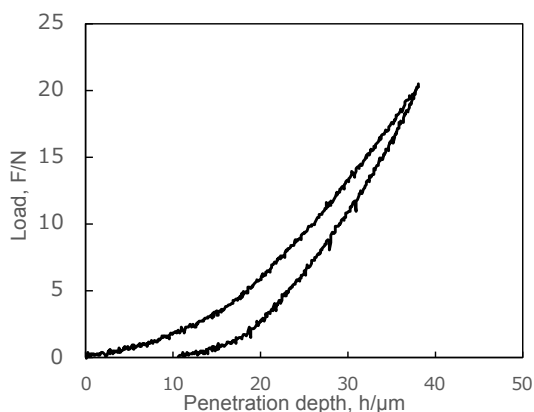


図8 加工したビッカース圧子

この現象は、除荷過程における $h = 30 \mu\text{m}$ 付近での荷重急減と同時に起きていることが確認された。破壊に伴う応力緩和が計測されたことになり、亀裂長さとの関係などから、破壊に伴う弾性エネルギー放出との関連を明らかにするなどが期待される。なお、動的観察によって亀裂進展速度決定を試みたが、1フレーム以内で進展していることが判明した。より高速度のカメラによる観察を必要とすることが確認された。



### 4. 結言

これまでに類例のない、硬さ試験中の圧痕周辺の同時観察を試み、装置を作製した。生体材料等への応用が期待されている超弾性合金等では除荷時に圧痕が消滅してしまうが、このような特殊な変形挙動に関しても本手法によって高精度かつハイスループットでの観察が可能であることが示された。

亀裂形成過程の追求による組織と靱性の関係を、顕微ビッカース試験によって追求するための基礎として、圧子形状の改良を試み、その有効性を確認した。

### 謝 辞

本研究成果は、公益財団法人天田財団一般研究開発助成を受けて行ったものであることを付記して謝意を表します。

### 文 献

- (1) 峯田才寛、三浦誠司、岡和彦、宮島達也、日本金属学会誌、Vol. 81 (2017) pp. 196-205.
- (2) 三浦 誠司、峯田 才寛、岡 和彦、宮島 達也、第84回日本熱処理講演大会講演概要集、P67-68、(2017)
- (3) 仲野暁登、三浦誠司、池田賢一、日本金属学会日本鉄鋼協会両北海道支部サマーセッション概要集(2019)、北見工業大学
- (4) 逆井 基次、「圧子力学 - ミクロ・ナノ領域における材料物理学」、<https://www.indentpt.com/download/>

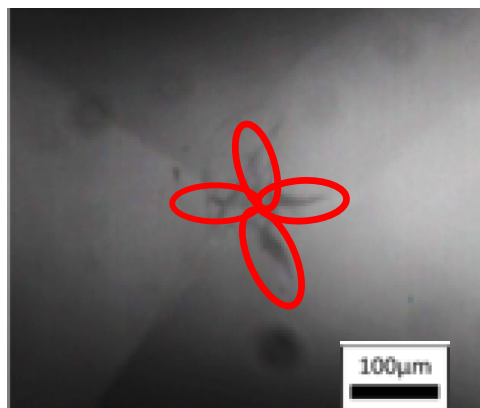


図9 ガラスの負荷-除荷曲線と動的に観察された亀裂（赤枠内）