

材料の新しい評価方法-2

# 超微小試験片を用いた機械的特性評価法とその応用

## Mechanical Properties Evaluation Method using Ultra-microsized-specimen and its Application

肥後 矢吉  
Yakichi Higo

東京工業大学 精密工学研究所  
先端材料部門 教授

### 1 はじめに

超微小試験片は「微小でなければできないか、あるいは微小である必要がある材料」を評価するためのものである。この微小という言葉には1次元の微小化(薄膜)、2次元の微小化(細線)と3次元の微小化がある。1次元と2次元の微小化された材料の評価法は既に標準化(規格化)されたものがある。3次元の微小化は粉末など単純な形状の物が知られている。しかし、近年半導体製造技術を駆使してマイクロあるいはサブマイクロの複雑な3次元形状を加工することが可能となった。これを利用してMEMS (Micro-Electro Mechanical System) と呼ばれるマイクロのメカトロニクスデバイスの製造技術が発展した。これは薄膜を積層してマイクロ寸法の可動部を持つ微小な機械と電子回路をSi基板上に集積するので、半導体の次の分野として盛んに研究されている。携帯電話に組み込まれているGPS、3次元加速度センサー、ジャイロスコープやスイッチなどからプロジェクター用の結像素子、赤外線画像センサーからゲーム機に至るまで多くが既に実用化されている。これらの微小機械の部材寸法は数十ミクロンであり、一般の機械部品の1/1000から1/10000である。しかも、一般にフォトリソグラフによる微小形状のパターニングとスパッタ、エッチングを繰り返して作成される。そのため、同一化学組成の物質であってもバルクの材料とは特性が異なることが多い。しかも、微細化に伴って表面積の体積に占める割合が極端に大きくなる寸法効果と言われる現象を伴っており、弾性定数や機械的特性など多くの物理定数が見かけ上変化する。また、従来の材料では無視できる欠陥も強度、特に疲労強度などの耐久性に大きく影響するようになる。従って従来得られている材料定数もプロセス条件によって変化するため、MEMSを設計するのに必要な材料定数から耐久性まで新たに求める必要が出てきた。しかし、従来のような材料試験機や試験方法は存在せず、ましてやISOや

IECなどの関連する国際規格もJISやASTMなどの国内規格も無かった。

そこでこれらの材料や微小な部材を評価するための試験機から試験方法、更には国際規格を新たに作る必要が出てきた。ところがこのような超微小寸法の材料試験機、試験方法と国際標準ができ上がってくると、従来の材料試験方法では組織の集合体としてしか求められなかった材料の特性を微小な単一組織のみを取り出し、純粋な単一組織の特性を求めることが可能になってきた。

本解説は超微小寸法試験片を評価する試験機と試験方法をトピックスを例に挙げて概説するとともに、従来材料の研究への応用例を示す。

### 2 試験片と試験機

超微小寸法試験片の1例をFig.1に、この試験片を人の髪の毛と比較したものをFig.2に示す。試験片の形状は長さ $50\mu\text{m}$ 、幅 $10\mu\text{m}$ 、厚さ $12\mu\text{m}$ の片持ち梁で、MEMSデバイスの可動部品を模擬する。これは、通常サイズの曲げ試験片(たとえば、シャルピー試験片)の約1/1000の大きさである。試験片には固定端から $10\mu\text{m}$ の位置に切欠底半径 $0.25\mu\text{m}$ の切欠が入れてある(この切欠半径も、標準シャルピー試験片の切欠底半径である $0.25\text{mm}$ の1/1000としている)。このような寸法の試験片の引張試験、疲労試験、破壊靱性試験から高温や腐食疲労などの環境試験を従来の材料試験と同様に行う試験機と試験方法が存在しなかった。そこでFig.3に示すような従来の万能材料試験と疲労試験が行える微小試験片用の万能材料試験機と試験方法を開発した。試験機の仕様をTable 1に示す。

この試験機は3方向からCCDカメラで試験片の位置を確認しセットするとともに3000倍のCCDカメラ画像を処理することにより試験片のひずみを計測する。本装置の一番目の

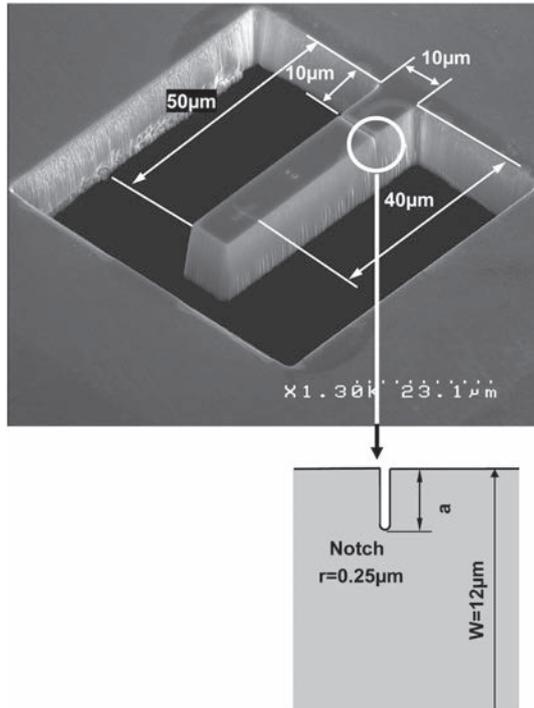


Fig.1 Micro-sized cantilever type specimen with notch

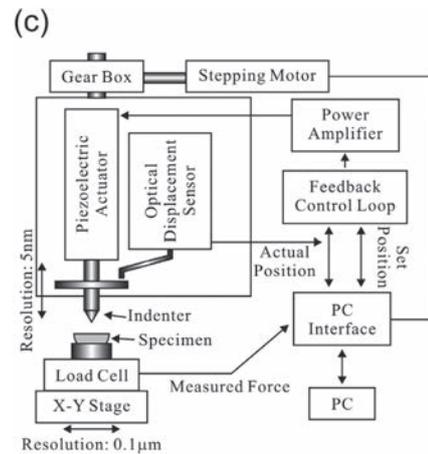
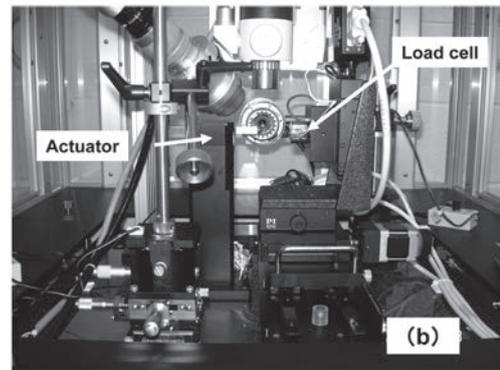
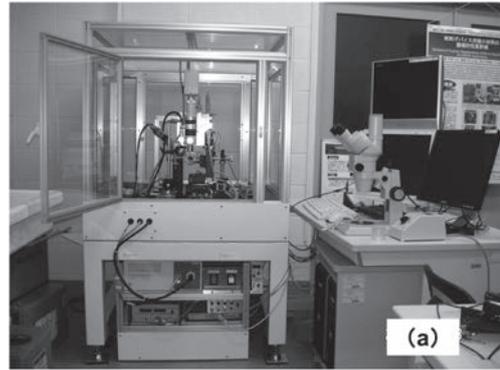


Fig.3 Testing machine for micro sized specimen with almost same function as traditional machine for mechanical properties; (a) photograph of Equipment and controller, (b) actuator and stage with load cell and (c) block diagram of the test machine

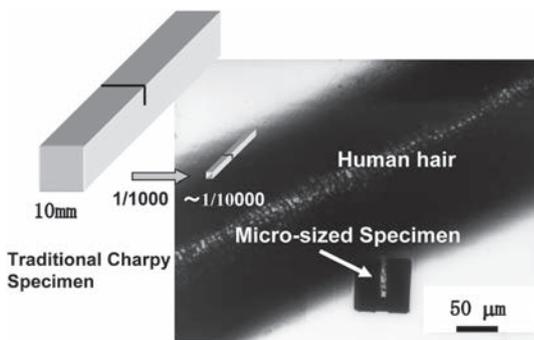


Fig.2 The micro sized specimen showed in Fig.1 compare with human hair for demonstrate the size difference

Table 1 Speculation of testing Machine for micro-sized specimen

- ・従来の標準試験片の1/1000~1/10000 サイズ試験片で精度よく荷重、変位が計測
- ・最大荷重：100mN（ロードセルの交換により2kNまで可能）
- ・荷重分解能：100µN（最大荷重の1/1000）
- ・最大変位：±10µm（アクチュエーターの交換により±100µm以上）
- ・変位分解能：5nm以上（アクチュエーターの交換により最大0.5nm）
- ・引張、圧縮、曲げ負荷が可能
- ・静的、動的（繰り返し負荷）試験が可能
- ・変位制御、荷重制御試験が可能
- ・試験片の取り付けならびに負荷位置調整のために精密な位置決め機構を有する
- ・試験片の把持ジグがFIB、SEMと共通
- ・高温ならびに環境試験が行える

特長は、試験片ホルダーにある。本試験装置では、TEM用の3mmの円盤をジグに取り付け、試験片の加工、材料試験、試験後のSEM、TEM 試料作成から観察までの一連の過程を、試験片ホルダーを共有化することにより試験片を一度取り付ければその後取り外すことなく、すべての評価が行えるようにしている。二番目の特長は、精密な位置合わせ機構である。ミクロンサイズの微小試験片に対して精度の高い材料試験を行うためには、荷重負荷位置を正確に合わせる必要がある。これを実現させるために、試験片ホルダーを繰り返し位置決め精度0.1 $\mu$ mの精密X-Yステージに取り付け、これによって試験片の位置合わせを実現している。試験機は熱膨張と床振動の影響を取り除くため、黒御影石の定盤を防振装置の上に載せた構造となっている。さらに、室内のわずかな空気の流れによる荷重計測誤差を防ぐために、試験は風防箱の内部で行われる。これにより、きわめて精度の高い微小材料試験が可能となっている。この試験機により引張試験、曲げ試験、破壊靱性試験、疲労試験、高温試験、腐食疲労試験など通常の材料試験機で行われている材料の機械的特性の評価が可能である<sup>1-4)</sup>。

### 3 機械的強度試験 (破壊靱性試験)

本試験機による機械的特性を求めたものとして数ミクロンの結晶粒を持つ304 ステンレス鋼の疲労試験等がある<sup>1-3)</sup>。ここでは特に破壊靱性試験において Fig.1 に示した先端曲率半径が0.25 $\mu$ mのノッチを導入した試験片と亀裂先端に疲労予亀裂を導入した場合を比較をした結果を示す<sup>4-6)</sup>。材料は等方等質と考えられるNi-12% Pアモルファス合金である。

疲労予亀裂は Far Field Compression 法を用いて導入した。この手法は、Fig.4 に示すように切欠のついた試験片に対して、試験片長手方向から繰り返し圧縮荷重を負荷すると切欠先端近傍のみが亀裂が閉じて塑性変形し、除荷すると切

欠先端以外のひずみは零となる。そのため、切欠先端部は周囲から亀裂が開く力を受けることになり、き裂先端には繰り返し引張応力が加わり、モード I の疲労き裂が導入される。Fig.5 に試験片と導入時の写真を示す。疲労予亀裂を導入した後は試験片を90度回転して倒し、曲げ荷重を負荷する。破壊した試験片のSEM写真を Fig.6 に示す。試験結果の荷重-変位曲線を Fig.7 に示す。試験片の寸法が小さくなくても疲労予亀裂の効果は明瞭であり、亀裂先端の曲率半径が小さくなくても試験片寸法が相対的に小さくなった場合はノッチはやはりノッチであり、自然亀裂としては扱えない。

このような試験を行った結果、試験片寸法が相似形で縮小された場合は材料力学や破壊力学で求められる応力場計算などは数ミクロンまでは適用できるようであり、破壊特性の評価に関しては、ミクロンサイズまでは破壊力学的な考えが適用できることが示された。しかしながら、き裂先端の塑性域

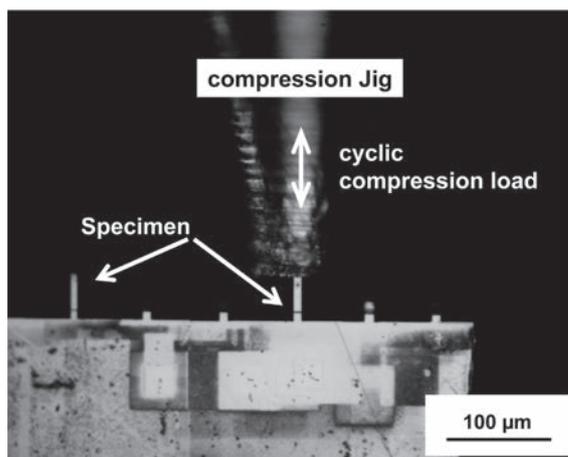


Fig.5 Cyclic compression load added to micro-sized specimen

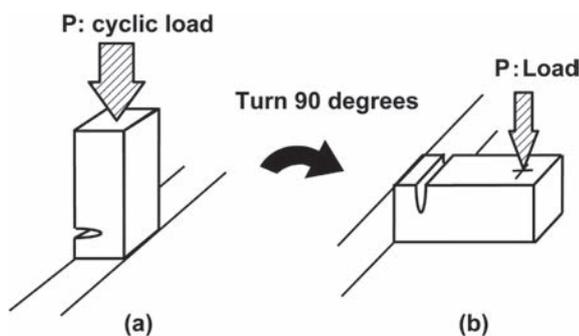


Fig.4 (a) Introduction of fatigue pre-crack by far-field cyclic compression technique  
(b) Fracture toughness test by bending

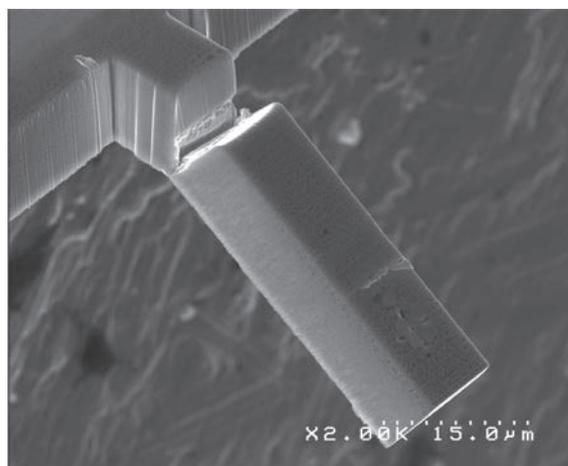


Fig.6 Specimen appearance after fracture test

サイズは、降伏応力とき裂先端の応力拡大係数(K) 値のみで決定され、試験片の寸法に依存せず決まる。このことは、通常サイズ材料では小規模降伏状態を満足できる材料でも、マイクロサイズでは寸法条件を満たすことがきわめて困難になる場合があることを示している<sup>5,6)</sup>。

## 4 超微小試験片の従来材料研究への応用

材料の強度や耐久性の研究は理論的な材料設計に基づいて行われてきた。しかし、材料の破壊は材料の大きさにかかわらず材料中で最も弱い一点からおきる。たとえば疲労破壊に例をとれば Fig.8 に示すように材料を疲労試験し、破壊後に疲労源を SEM 等で求め、分析し原因を同定する。このよ

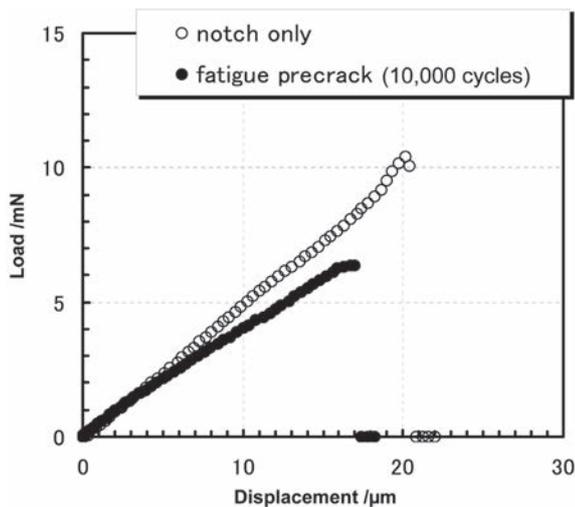


Fig.7 Load-displacement curve for micro-sized specimen with a notch only and with a fatigue pre-crack specimen. The fracture loads are 10.7 mN for with notch only and 6.4 mN for with a pre-crack specimen

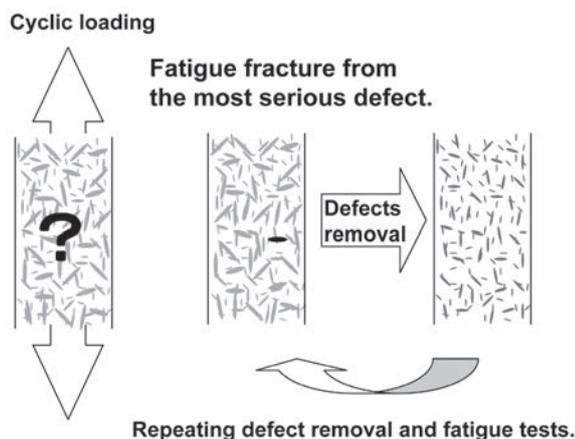


Fig.8 Development of materials are repeat of fracture source investigation and its removal

うな原因となる欠陥を除いても新たな欠陥が見つかる。材料は次第に改良されてくるが、常に「疲労試験→原因の究明→欠陥の除去」の繰り返しである。これは大きな試験片では試験片中に複雑な組織が大量に存在するため平均的な結果しか得られず、破壊の原因となる欠陥そのものを直接試験することにより欠陥となるものの特性を定量的に求めることができないためである。従って結晶粒界の粒界すべりと粒内すべりの関係、ラメラ組織のラメラ間あるいは析出物と母相間の剥離強度などを直接その部分だけを試験し材料設計やシミュレーションに必要な純度の高い定量化された情報を得る必要がある。このような目的で超微小試験片が応用され始めている。ここでは幾つかの研究例を紹介する。

### 4.1 Ti-Al 耐熱合金のラメラ組織の強度<sup>7-8)</sup>

Ti-Al 耐熱合金は Fig.9 (a) に示すようなラメラ組織である。本研究に用いたラメラのコロニー径は平均で  $75\mu\text{m}$  であった。そこで厚さ  $20\mu\text{m}$  の TEM ディスクを作成し、Fig.9 (b) に示すように単一のコロニーから  $10\times 10\times 50\mu\text{m}$  の片持ち梁曲げ試験片を FIB で切り出した。試験片は Fig.10 に示すように 3 種類作成し、Fig.1 に示したと同様のノッチを導入し試験した。Fig.11 にインターラメラとラメラが  $30^\circ$  傾斜したトランスラメラ試験片の破面を示す。インターラメ

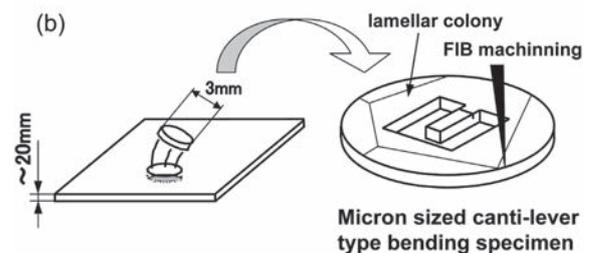
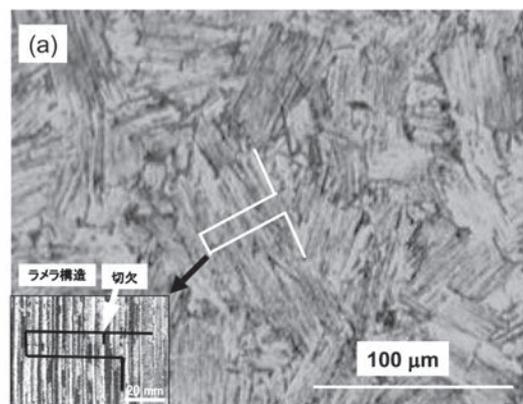


Fig.9 Ti-Al alloy with average lamellar colony size of 75  $\mu\text{m}$   
(a) Specimen machined from one colony and  
(b) specimen preparation method

ラ試験片では破壊はラメラ境界できれいに剥離していた。

#### 4.2 Fe-23mass% Ni 合金ラスマルテンサイトの局所変形<sup>9)</sup>

マルテンサイトは長い研究の歴史がある微細組織の代表であろう。このマルテンサイトにはその組織形態から幾つかの微細組織に分割されている。マルテンサイトの変形機構と変形に伴う組織変化は鉄鋼の強化機構とあまって重要な課題であるが、単一の組織に単一のすべり変形が生じたときの組

織変化は捉えるのが困難であった。本研究は Fe-23mass% Ni 合金を 1473K で焼鈍後水焼入れして得られた微細なラスマルテンサイト組織 (Fig.12 (a)) から低角粒界のみを含むブロック内から Fig.12 (b) (c) に示すような  $10 \times 10 \times 50 \mu\text{m}$  の微小片持ち梁曲げ試験片を FIB で切り出した。この試験片を曲げ試験した前後の写真を Fig.13 (a) (b) に、変形部分の拡大 SEM 写真を Fig.13 (c) に示す。非常に明瞭なすべりステップがみとめられる。しかも曲げ試験であるため、試験片厚さ  $10 \mu\text{m}$  のほぼ半分の  $5 \mu\text{m}$  で引張変形はゼロとなり圧縮変形に変わる。このことは一本のすべりステップを辿っていくと

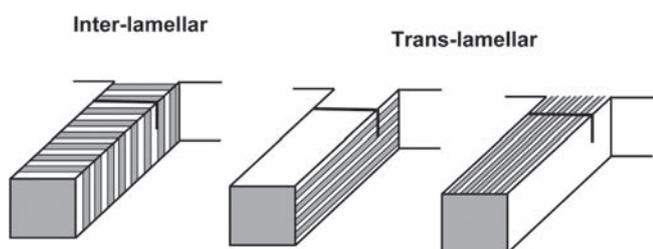


Fig.10 Micron sized canti-lever type bending specimen of Ti-Al lamellar structure with a notch

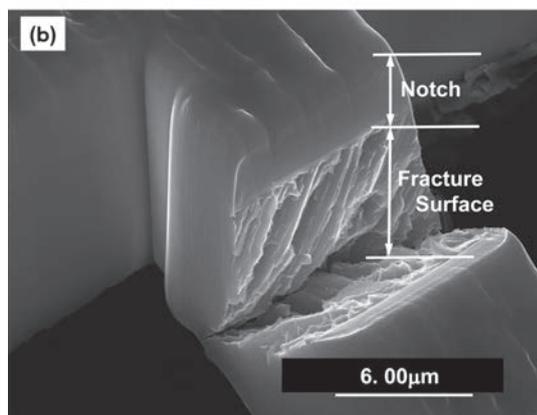
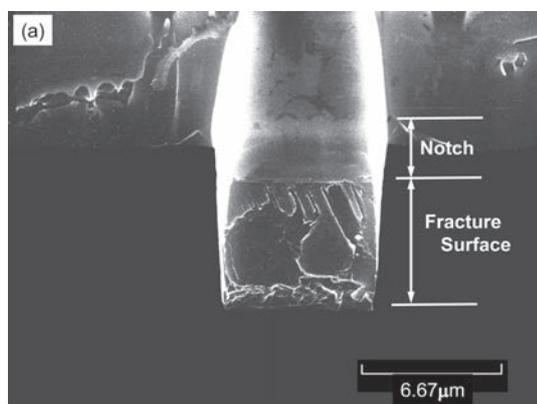


Fig.11 Inter-lamellar fracture surface on micron sized cantilever type bending specimen of Ti-Al,  
(a) Interlamellar and  
(b) 30° Translamellar fracture

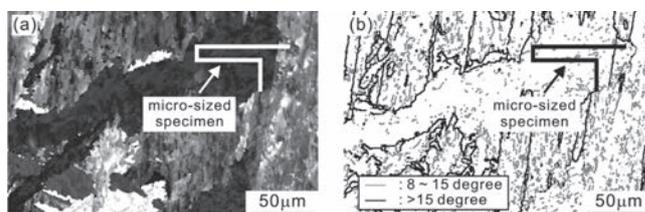


Fig.12 (a) orientation map of lath martensite in the Fe-23Ni alloy obtained by EBSD measurement,  
(b) corresponding boundary map (gray and black lines represent the boundaries with misorientation of 8-15 degree, and with misorientation above 15 degree, respectively),  
(c) SEM image of fabricated micro-sized specimen

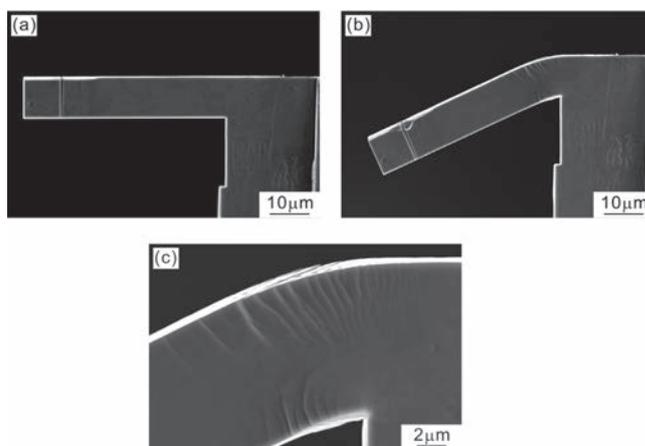


Fig.13 (a), (b) SEM image of micro-sized specimen in the Fe-23Ni alloy before and after deformation, respectively  
(c) High magnification SEM image of near the specimen surface in (b)

塑性歪の変化と組織変化が対応付けて観察できる事を示している。試験片表面にFig.13 (c) に示すようにタングステンでデポジットして表面を保護した後、FIBでTEM用の薄膜試料を作成した。Fig.14にTEM写真を示す。すべりステップに沿って歪がゼロになる近傍まで組織観察した結果、試験片表面近傍では小傾角粒界が明瞭ではなくなることが明らかとなった。これは塑性変形によって転位と小傾角粒界の相互作用により、幾つかの小傾角粒界が消失したことによると考えられる。

このような観察は一つのレンズマルテンサイトプレートのみの変形、表面へのイオン注入の効果、金属ガラスやポリマーなどについても行われている<sup>10-12)</sup>。

## 5 おわりに

超微小試験片を用いる材料評価は従来の材料評価の歴史に比べると評価法や計測法もほとんど標準化されていない未だ始まったばかりの青銅器時代であろう。MEMSの分野で今後必要となるマイクロ材料の評価法として開発したこの評価方法がはからずも従来材料の新しい研究手段として利用され始めた。特に従来平均的な情報しか得られなかった介在

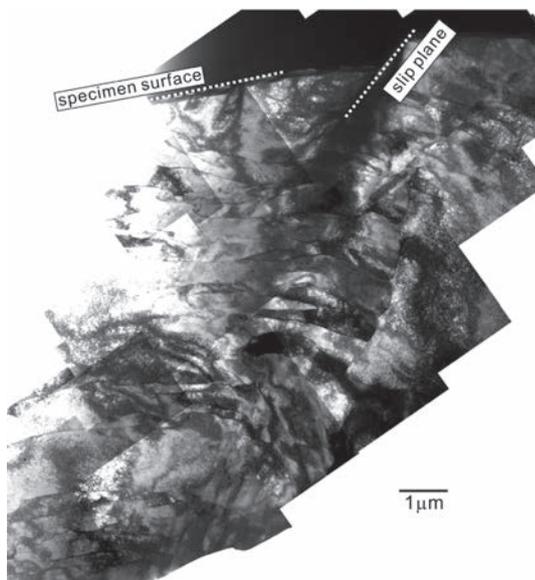


Fig.14 TEM image showing the deformation microstructure in the Fe-23Ni alloy. The strain increases from lower (near the neutral plane) to upper regions (the specimen surface)

物、析出物、粒界、相境界などの直接的かつ定量的な解析に利用され始め、新たな材料設計のデータとなっていくことが今後益々盛んになることを期待している。

ただし、従来の試験片を1/1000に微小化していくとその寸法や荷重計測精度はnmや $\mu\text{N}$ のオーダーになり、既に現在の技術では計測限界に近づいている。今後超微小試験片の評価方法は新たな計測法開発との戦いであろう。特に非接触な計測方法は計測技術において最も重要となろう。その限界が克服されるに従って今まで我々が知っていた特性と異なる特性が現れてくる。今後益々新たな、思いもかけない特性が発見され、新しい材料が開発されてくることを期待する。

## 参考文献

- 1) S.Maekawa, K.Takashima, M.Shimojo, Y.Higo, S.Sugiura, B.Pfister and M.V.Swain : Jpn.J.Appl.Phys., 38 (1999) 7194, 7198.
- 2) K.Takashima, Y.Higo, S.Sugiura and M.Shimojo : Mater. Trans., 42 (2001) 68, 73.
- 3) G.P.Zhang, Kazuki Takashima and Yakichi Higo : Mater. Sci.Eng.A426 (2006) 95,100.
- 4) S.Koyama, K.Nakai, K.Takashima and Y.Higo : Trans. Mat.Res.Soc.Japan, 28 (2003), 695,698.
- 5) S.Koyama, K.Takashima and Y.Higo : Key Engineering Materials, 297-300 (2005), 292-298.
- 6) Takashima, S.Koyama, K.Nakai and Y.Higo : MRS Symp.Proc., 741 (2003) 35, 40.
- 7) T.P.Halford, K.Takashima, Y.Higo and P.Bowen : 286 (2005) 95, 701.
- 8) T.P.Halford, D.Rudinal, K.Takashima and Y.Higo : Key Engineering Materials, 297-300 (2005) 2416, 2422.
- 9) A.Shibata, Y.Ogawa, M.Sone and Y.Higo : Mater.Sci. Forum, accepted.
- 10) K.Yamada, S.Watanabe, K.Takashima and Y.Higo : Trans.Mat.Res.Soc.Japan, 28 (2003) 755, 758.
- 11) C.Ishiyama, M.Sone and Y.Higo : Key Engineering Materials, 45-346 (2007) 1185, 1188.
- 12) Y.-H.Lee, J.-S.Park, Y.Higo and D.Kwon, : Materials Science and Engineering, 449-451 (2007) 945, 948.

(2009年7月10日受付)