

論文の内容の要旨

論文題目 プローブ顕微鏡技術に基づいたナノインデンテーションによる
微小領域の力学特性評価法の確立と材料研究への応用

氏名 宮原 健介

最近、半導体デバイス等の配線や薄膜構造、あるいはマイクロマシンや構造材料の微細組織化など、材料分野における研究対象の微小化が進み、それに伴って微小領域の力学特性評価技術の重要性は年々高まってきている。圧子を試料に nm レベルで押し込むナノインデンテーションは、そうした $1\mu\text{m}$ 以下の微小領域において力学特性を評価することができる数少ない試験法の一つであるが、高分解能の観察能力を持たないため、複雑な微細組織を持つ試料に対しての応用は制限されている。

本研究の目的は、走査型トンネル顕微鏡(Scanning Tunneling Microscope: STM) および原子間力顕微鏡(Atomic Force Microscopy: AFM) などのプローブ顕微鏡技術に基づいて、高分解能の観察能力を備えたナノインデンテーション装置を開発し、材料研究へ応用することである。

著者は、まず STM を改良し、試料表面の任意の位置に深さ 10nm 程度の圧痕を形成することに成功した。しかし、STM によるナノインデンテーションでは、押し込み力が不明、押し込み過程が制御できないという問題があるため、次に AFM を用いたナノインデンテーションを試みた。AFM は押し込み力を直接制御できるため、機械的な加工が STM より容易に行える。著者は AFM/STM 複合装置を用いて、試料表面を大荷重で研削しながら表面の電気的特性を調べることにより、酸化

膜の膜厚測定が可能であることを、モリブデン酸化膜を対象に実証した。これは、AFMの持つ機械加工能力を積極的に活用したものであり、STMでは得られない利点である。しかし、ナノインデンテーションに関しては、通常の構成では押し込み過程での押し込み深さを精度良く求めることができないこと、片持ちレバーでは圧子を試料に垂直に押し込むことができないことから、AFMでは十分な測定を行うことができなかった。

そこで、著者はAFMを改良し、図1に示す独自のナノインデンテーション装置を自作・開発することに成功した。この装置では、両持ちレバーを採用し、また、圧子を試料に押し込むために追加のアクチュエータを用意することによって、前述の問題点を解決している。ダイヤモンド圧子を試料に押し込むナノインデンテーションに加えて、AFMとして高分解能の観察能力を持つ本装置は、複雑な微細組織を持つ材料を対象に、微小領域の力学特性を評価することが可能である。

開発した装置を材料研究へ応用するためには、現在ナノインデンテーションにおいて問題となっている硬さの寸法効果について検討する必要がある。硬さの寸法効果とは、試験荷重あるいは圧痕が小さい領域で硬さ値が上昇する現象であり、これまでも多くの研究者によって報告されている。著者はこの問題について検討し、金属単結晶による硬さ評価法を提案した。これは、タングステン、モリブデン、ニッケルなどの金属単結晶の電解研磨面を硬さ標準試料として用いるもので、均一な試料でマクロ硬さ試験およびナノインデンテーションを行うことによって、ナノ領域の硬さをマクロと同じビッカース硬さに換算して評価することを特徴としている。この評価法は経験的な方法であるため、実際に適用しその有効性を確認する必要があるが、前述の硬さの寸法効果に加えて、マクロ硬さ試験とナノインデンテーションにおける圧子形状の違いや、圧子先端の曲率などの影響などを含めて補正し、定量的な評価が可能になるという利点がある。

開発した装置および評価法の有効性を確認するため、微細な組織を持つ材料とし

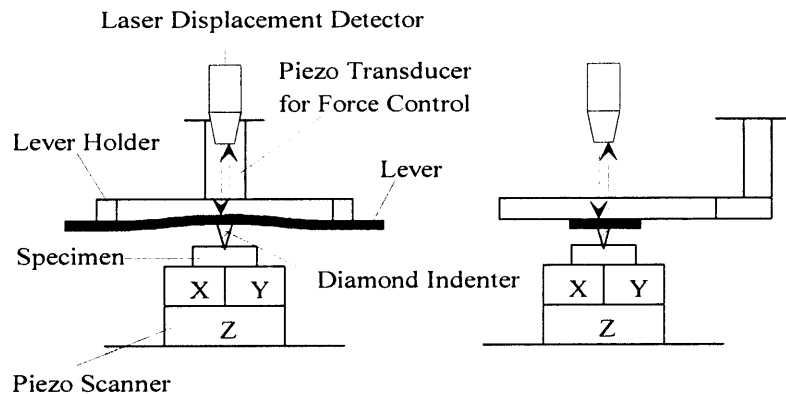


図1 本研究で開発したAFMに基づくナノインデンテーション装置

て、結晶粒サイズが1 μm程度の微細フェライト鋼を対象にナノインデンテーション試験を行い、その力学特性の評価を試みた。この材料は、実用鋼の高強度化を目指して、現在、研究・開発が進められているもので、マクロな特性のみならず結晶粒自体の力学特性を評価することによって、その強化メカニズムを深く理解することが期待できる。そのため、比較材として結晶粒サイズが30 μm程度の粗大フェライト鋼についても対象とした。

二つの材料について、圧痕サイズに対して硬さをプロットする「硬さの圧痕サイズ依存性」の結果を図2に示す。この図には、従来のマクロ硬さ試験機による測定結果と、ナノインデンテーションによる結果を合わせて示してある。粗大フェライト鋼では、圧痕サイズによらずほぼ一定の硬さとなるのに対し、微細フェライト鋼では、マクロなピッカース硬さ試験でHV210程度だった硬さが、圧痕サイズが小さくなるにつれて低下し、圧痕サイズが0.1 μmのナノインデンテーションでは、換算ピッカース硬さHV*130まで低下することが明らかになった。この結果は、微細フェライト鋼ではマクロな強度の一部が結晶粒の微細化強化によるものであることを示唆するものである。結晶粒微細化強化については、次のHall-Petchの関係がよく知られている。

$$\sigma_B = \sigma_0 + k d^{-1/2} \quad (1)$$

ここで、 σ_B 、 σ_0 、 k 、 d はそれぞれ引張強度、結晶粒径以外の強化による引張強度、ロッキングパラメータ、結晶粒径である。このうちロッキングパラメータ k は、材料の高強度化に関する重要なパラメータの一つである。 k や σ_0 を評価するためには、通常、結晶粒径 d の異なる複数の試料について引張強度 σ_B を求め、 σ_B と $d^{-1/2}$ のプロットをすることが必要になるが、ナノインデンテーションによる特性評価では直接 σ_0 に相当するナノ硬さを測定するため、一つの試料から k を評価することが可能となる。本論文で得られた微細フェライト鋼のロッキングパラメータ k は $2.6 \times 10^5 \text{ N/m}^{3/2}$ となり、この値は、従来の方法で求められた $k = 2.4 \times 10^5 \text{ N/m}^{3/2}$ とほぼ等しい。したがって、本研究で得られた硬さ評価法および硬さの圧痕サイズ依存性は、材料の強化メカニズムに関する重要な情報を提供し、材料研究分野へ貢献する有効な評価法であるといえる。

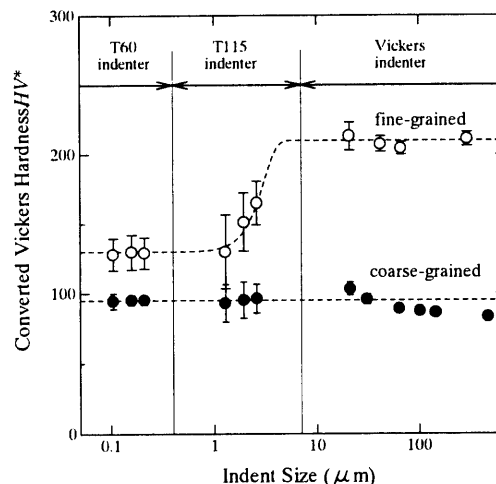


図2 微細フェライト鋼、粗大フェライト鋼における硬さの圧痕サイズ依存性

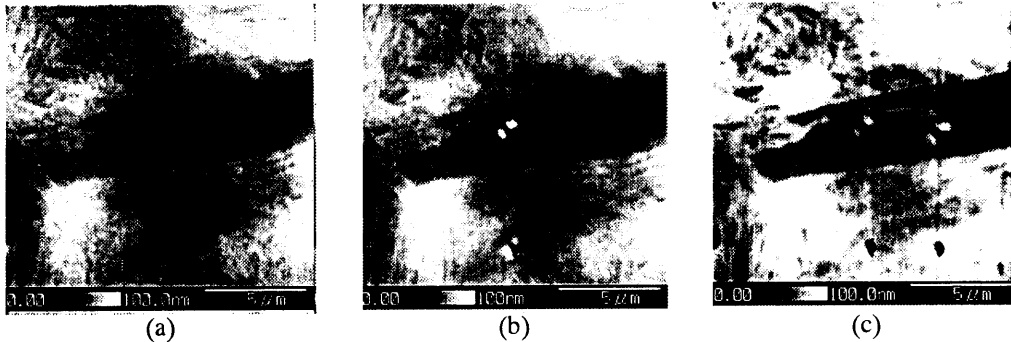


図3 SUP12 鋼通常熱処理材におけるナノインデンテーション試験前後のAFM像. 中央にある横に長い部分が不均一組織(下部ベイナイト)である.

別の応用として,高強度鋼の長期疲労特性を低下させる原因となっている内部破壊現象について取り上げた。内部破壊の原因の一つである介在物は微小化と軟質化で解決に向かいつつあり,現状では新たに組織起点の内部破壊が問題となっている。この組織起点の内部破壊に関しては,改良オースフォーム処理を施すことによって抑制されるという報告があり,本研究では,組織起点の内部破壊を生じるばね鋼 SUP12 通常熱処理材と,生じない改良オースフォーム材を対象にナノインデンテーションおよびAFM等による力学特性評価と組織観察から,その原因について検討した。その結果,極値統計解析から,通常熱処理材では試験片中に推定で最大19.7 μm 程度のサイズを持つ不均一組織が含まれており,最大7.7 μm の改良オースフォーム材より材料組織が不均一な状態になっていることを明らかにした。通常熱処理材の組織起点は平均約18 μm のサイズであり,不均一組織の推定最大寸法とほぼ一致する。さらに,高倍率観察によって,この不均一組織が通常熱処理材では主として下部ベイナイト,改良オースフォーム材ではフェライトであることを同定し,図3および4に示すナノインデンテーションによる結果から,不均一組織が素地より低い換算ビッカース硬さ HV*150 程度であることを明らかにした。以上の結果から,材料に含まれる不均一組織が,組織起点の内部破壊の原因である可能性が高いと結論し,高強度鋼の疲労特性を向上させるために,組織を均一化すべきであるという明確な材料設計指針を得ることができた。

以上をまとめると,本論文において,著者はプローブ顕微鏡技術に基づいたナノインデンテーション装置を開発するとともに,微小領域の硬さ評価法を提案し,材料研究への応用を実証したと結論できる。

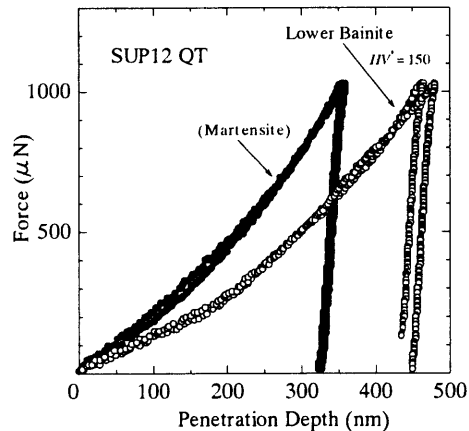


図4 通常熱処理材における素地(マルテンサイト)と不均一組織(下部ベイナイト)のナノインデンテーション