

# TEM *in-situ* ナノインデンテーション法による圧入変形挙動の観察

物質・材料研究機構 新構造材料センター 大村 孝仁 Zhang Ling 関戸 薫子 津崎 兼彰  
物質・材料研究機構 ナノ計測センター 原 徹

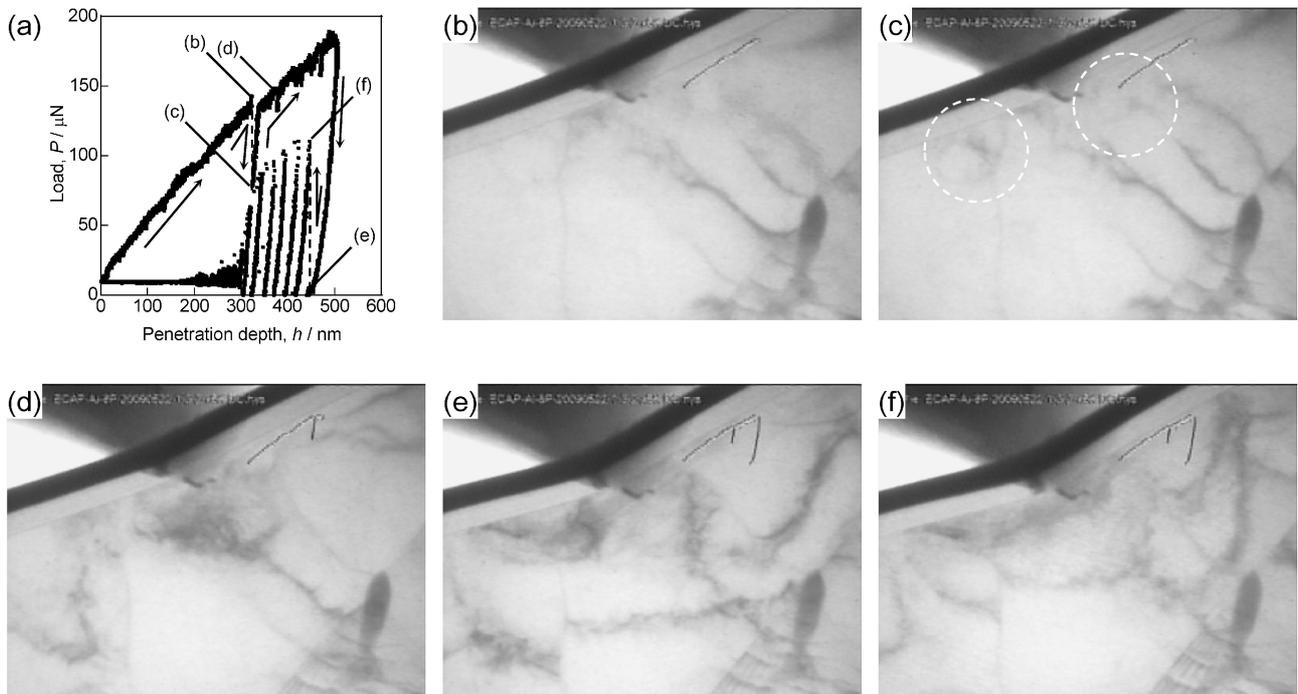


Fig. 1 超微細粒 Al の圧入変形挙動その場観察で得られた(a)荷重-変位曲線と、(b)~(f) TEM 像(荷重-変位曲線上に示された各変形段階に対応)。

500 nm

ナノインデンテーション(Nanoindentation)法は、微小領域の機械的性質を直接的に評価できる手法として種々の材料への適用が進められている。これに関連した先進的な手法の一つとして、TEM その場インデンテーション法が開発され、種々の材料の変形素過程挙動の解析に応用されている<sup>(1)(2)</sup>。本研究は、この技術を微細組織材料へ応用し、圧入変形その場観察を行った結果を示す。

Fig. 1 は、強ひずみ加工を施して得られた純 Al 超微細粒材料における圧入変形挙動のその場観察で得られた(a)荷重-変位曲線、(b)~(f) TEM 像である。荷重-変位曲線上には、(b)~(f)が観察された場面が示されている。TEM 像において、圧子は図の左上に配置されており、試料表面に対してほぼ垂直に右下に向かって押し込まれる位置関係である。図中の右上には、TEM 像の取り込みと同期させて記録した荷重-変位のリアルタイムデータが示されている。(b)から(c)においては、塑性変形の開始と考えられる挙動が観察される。(c)では、圧子の直下や付近の粒界近傍に新たに導入された転位が観察されるのに対し(破線円

内)、直前の(b)では観察されない。これと同時に、荷重-変位曲線上には急激な荷重の低下が観察されることから、塑性変形を担う転位が圧入で導入された結果、変形抵抗が急に低下したものと考えられる。(d)は、さらに塑性変形が進行した様子で、圧子直下の転位密度が増加しているのが観察される。除荷過程の(e)から(f)においては、(b)(c)間と同様に急激な荷重変化が現れた。荷重-変位曲線上では、(e)において荷重値が一旦 0 付近まで低下し、その直後の(f)では荷重が再び上昇している挙動が確認できる。圧子の駆動は変位制御で行っているため、この荷重の上昇は、圧子変位に対して何らかの理由で遅れていた試料の変形が急激に圧子変位に追いついて圧子を持ち上げたために、再び荷重を検出したものと考えられる。

## 文 献

- (1) A. M. Minor, S. A. S. Asif, Z. Shan, E. A. Stach, E. Cyranowski, T. J. Wyrobek and O. L. Warren: Nature Materials, 5(2006), 697.
- (2) Z. W. Shan, R. K. Mishra, S. A. S. Asif, O. L. Warren and A. M. Minor: Nature Materials, 7(2008), 115.

(2009年7月24日受理)

TEM *in-situ* Observation of Indentation-induced Deformation Behavior; Takahito Ohmura\*, Ling Zhang\*, Kaoru Sekido\*, Kaneaki Tsuzaki\*, Toru Hara\*\* (\*Structural Metals Center, \*\*Advanced Nano Characterization Center, National Institute for Materials Science, Tsukuba)

Keywords: transmission electron microscopy, nanoindentation, *in-situ* observation, dislocation, indentation-induced deformation behavior, load-displacement curve

TEM specimen preparation: FIB TEM utilized: JEM-2010F (200 kV)

Observation condition: BF