

複合ナノ構造の TEM 内その場ナノメカニクス評価法の研究開発

北海道大学エネルギー変換マテリアル研究センター 柴山環樹 浜田弘一 渡辺精一
北海道大学大学院生 松尾元一郎
室蘭工業大学もの創造系領域 岸本弘立 香山 晃

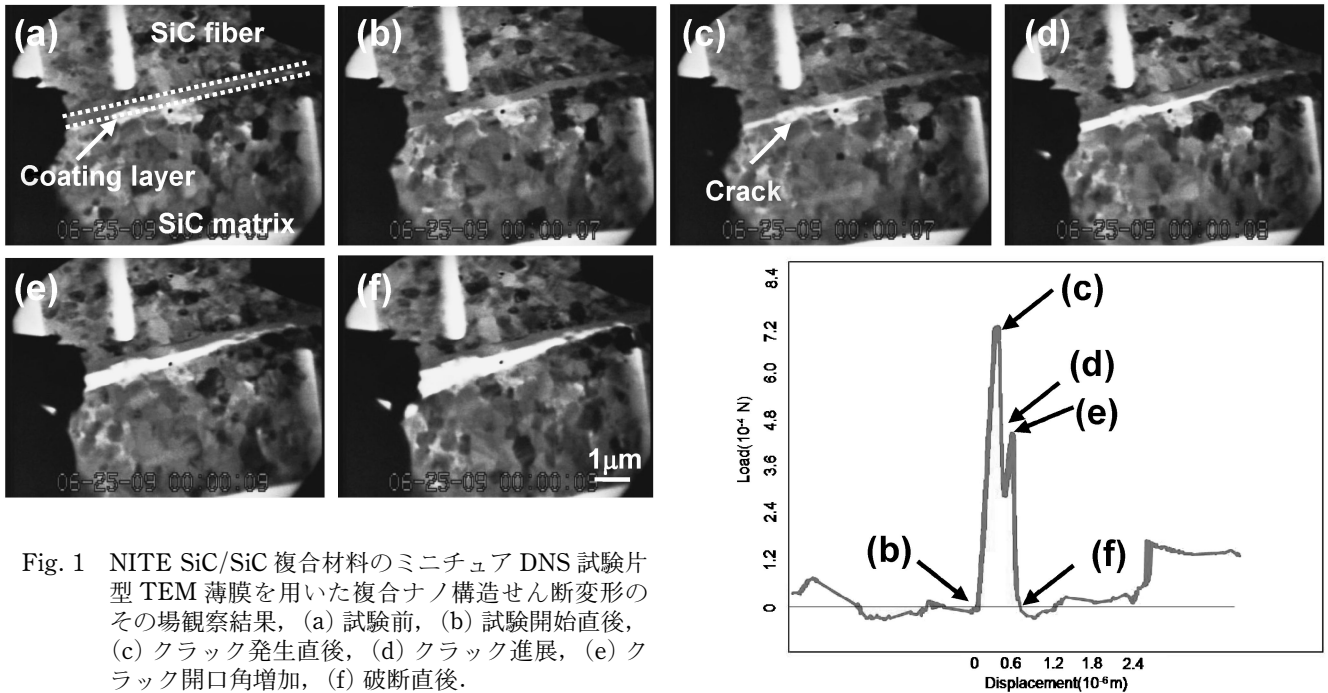


Fig. 1 NITE SiC/SiC 複合材料のミニチュア DNS 試験片型 TEM 薄膜を用いた複合ナノ構造せん断変形その場観察結果, (a) 試験前, (b) 試験開始直後, (c) クラック発生直後, (d) クラック進展, (e) クラック開口角増加, (f) 破断直後.

SiC/SiC 複合材料は、日本独自の SiC 長繊維を利用した耐熱・耐過酷環境下用機能材料として世界各国で研究開発が進められている。現在、state of the art な段階から工業化に向けて共著者らによって精力的に進められている⁽¹⁾。

SiC/SiC 複合材料の優れた機能の発現は、SiC 自身が有する機械的特性や材料物性だけでなく、SiC 長繊維表面のコーティング層や SiC マトリックス界面におけるナノスケールでの複合ナノ構造が重要な鍵を握っている。しかしながら、このような複合ナノ構造の局所的な破壊機構について評価する方法が存在しなかったことから、我々は、超高压電子顕微鏡を用い照射下でピエゾ(圧電)素子により任意の場所をナノスケールでせん断変形させクラックの進展をその場観察が可能な革新的解析技術であるナノメカニクス接合解析技術を開発した⁽²⁾。最近、我々はナノメカニクス接合解析ホルダー内に微小な荷重を測定できる機構を組み込み、TEM 内でミニチュア試験片による強度試験を行い、破壊の様子を照射下でその場観察しながら荷重/変位曲線を取得することが出来る複合ナノ構造の TEM 内その場ナノメカニクス評価法の研究開発に成功した。

NITE 法(Nano-powder Infiltration and Transient

Eutectic Process)による SiC/SiC 複合材料の SiC 長繊維/コーティング層/SiC マトリックス近傍を FIB にて TEM 薄膜とし、更に TEM 内でせん断変形試験が可能なミニチュア DNS (Double Notched Shear) 試験片の形状に加工した。ASTM C1292 に準拠し、界面に均一なせん断応力が分布するような試験片形状とした。**Fig. 1** は、クラックの発生と進展をその場観察した結果である。また、その場観察 TEM 像にそれぞれ対応する箇所を図示した荷重/変位曲線を示す。照射下でクラックの発生に伴う荷重の低下を検出しクラック発生の起点を同定することが初めて可能になると共に最終的な剥離が生じるまでの一連の破壊機構の解明に必要な知見が得られた。我々が開発した本評価方法は、半導体デバイス等の複合ナノ構造にも適用可能で今後の発展が期待される。

文 献

- (1) K. Shimoda, A. Kohyama and T. Hinoki: Composites Science and Technology, **69**(2009), 1623-1628.
- (2) 柴山環樹, 矢野康英, 岸本弘立, 香山 晃: まてりあ, **47**(2008), 628.

(2009年7月26日受理)

Research and Development on *In-situ* TEM Method for Nanomechanics Analysis to Nanostructured Composites; Tamaki Shibayama*, Koichi Hamada*, Seiichi Watanabe*, Genichiro Matsuo**, Hirotsu Kishimoto***, Akira Kohyama*** (*Center for Advanced Research of Energy Conversion Materials, Hokkaido University, Sapporo. **Graduate School of Engineering, Hokkaido University, Sapporo. ***College of Design and Manufacturing Technology, Muroran Institute of Technology, Muroran)

Keywords: nanostructured composites, in-situ, crack, initiation, propagation

TEM utilized: HVEM TEM Specimen preparation: FIB