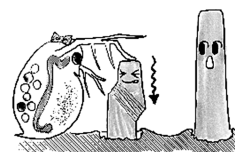


金属材料実験の手引き



2. 特性の計測評価

2-1 力学特性

2-1-4 圧縮試験

(マイクロピラー圧縮試験)

岸 田 恭 輔*

2-1-4-1 はじめに

材料の降伏強度や延性といった力学特性を評価する際には、一般的には引張試験が用いられます⁽¹⁾⁻⁽⁴⁾が、同様に広く用いられている他の比較的簡便な評価法の一つに圧縮試験(Compression Test)があります⁽¹⁾⁻⁽³⁾。本稿ではまず一般的な圧縮試験の特徴とその単結晶試料への適用例を概説し、さらに近年広く用いられるようになってきた特殊な圧縮試験法であるマイクロピラー圧縮試験について紹介します。

2-1-4-2 圧縮試験

(1) 圧縮試験に用いる装置

圧縮試験はその名前の示す通り、圧縮荷重が加えられた際の材料の変形挙動を調べるためのものです。圧縮荷重は単純に引張荷重と逆向きの荷重ですので、試験自体は引張試験に一般的に用いられる万能試験機(試験装置の設定次第で引張試験、圧縮試験、曲げ試験等様々な機械試験ができる装置)を用いて行うことができます。万能試験機には大別してねじ駆動式(変位を制御するタイプ・インストロン型)と油圧式(荷重を制御するタイプ・アムスラー型)の二種類がありますが、定ひずみ速度条件で試験を行うことが多い通常の引張・圧縮試験では一般的に前者が用いられています。ねじ駆動式の万能試験機の詳細については、本実学講座の2-1-1引張試験に詳しい記述がありますのでそちらを参照してください⁽⁴⁾。ねじ駆動式の万能試験機では、筐体(フレーム)とクロスヘッドの間に試験片を固定し、クロスヘッドを一定のひずみ速度(変位速度)で移動させることで、試験片に力を加えます。このとき試料の筐体側が固定端、クロスヘッド側が移動端となりますが、移動端の固定端に対する相対的移動方向を変えることで引張あるいは圧縮試験を行うことができます。

ただし引張試験と圧縮試験では荷重の方向以外に試験片を保持する部分が大きく異なります。引張試験では材料に力を伝えるために、試験片の形状に合わせた専用のつかみ具が必要となりますので、多くの場合つかみ具に合わせた材料の加工が不可欠となります。これに対して、圧縮試験では特殊なつかみ具等は必要なく、最も単純には筐体側とクロスヘッド側の両方に荷重軸方向に垂直な平面端(加圧板)を持つ押し具が準備されていれば良いことになります。加圧板の素材としては、試験をする材料よりも硬い(すなわち、強度が十分に高く、弾性率も高いもの)ものを用いなければなりませんので、工具鋼、軸受鋼、超硬合金、緻密質アルミナ、炭化ケイ素、C/C コンポジット等から試料の強度特性や試験条件に適合するものを選んで用いれば良いでしょう。試験する材料や条件によっては、加圧板が破損・劣化する場合がありますので、加圧板の部分が交換可能な仕様となっている方が便利です。

ねじ駆動式の万能試験機では、荷重はロードセルを用いて読み取ります。ひずみの評価に必要な変位の読み取りについては、試験片サイズが十分に大きい場合は引張試験と同様にクリップ型や貼付け型のひずみゲージといった接触式変位計やレーザー型やビデオカメラ型の非接触式変位計を用いることが可能ですが、試験片のサイズが比較的小さい場合はこれらの使用が困難となります。また後述のように圧縮試験では試験片と加圧板の間の摩擦に起因した不均一な形状変化も精密な形状変化の測定を困難なものにしています。このような精密測定の困難さと多かれ少なかれ生じる変形の不均一性のため、簡便にはクロスヘッドの移動距離を変位の代用として用いられます。ただし、クロスヘッドの移動距離を変位として用いる場合には、その変位の値に押し具や加圧板といった試料以外の部分の変位も不可避で含まれることに注意が必要です(たとえば応力-ひずみ曲線の弾性領域の傾きからヤング率を評価する際等)。しかしながら圧縮試験の主目的が降伏

* 京都大学大学院工学研究科材料工学専攻; 准教授(〒606-8501 京都市左京区吉田本町)

Experimental Guides for Metallic Materials 2. Measurement and Evaluation of Material Properties 2-1 Mechanical Properties 2-1-4 Compression Test (incl. Micropillar Compression); Kyosuke Kishida(Department of Materials Science and Engineering, Kyoto University, Kyoto)

Keywords: *compression test, single crystals, micropillar compression, size-dependent mechanical properties, hard materials*

2023年8月9日受理[doi:10.2320/materia.62.680]

強度の評価や活動変形モードの同定等、塑性ひずみ量が比較的小さい段階の力学特性評価に限定されるのであれば、クロスヘッドの移動距離を変位として用いてもそれほど大きな問題にはならないでしょう。変位の原点は試験片の形状(特に試験片の上下の面の平行度)や押し具が理想的な状態であれば、荷重がかかり始めたときのクロスヘッドの位置ということになりますが、実際の試験では変形の最初期段階において弾性域(変位と荷重が線形関係)があらわれる前に荷重-変位曲線の傾きが緩やかに増加する領域があらわれることがあります。この部分は主として試験片の加工精度(上下端の完全な平行状態からのわずかなずれや、加工後に残存する表面粗さのために、変形の最初期において荷重が試験片断面全体に均等にかかっていないことが反映されている段階と考えられます。このような場合には荷重の増加に伴い最初に荷重がかかった領域から順に局所的な変形が生じ、最終的に試験片断面全体に荷重がかかるようになりますので、それ以降がその圧縮試験片本来の弾性域であり、荷重-変位曲線では傾きが最も大きい線形の部分となります。したがってこのような荷重-変位曲線が得られた場合には、試料全体としての本来の弾性域を基準として変位の原点をとる、すなわち弾性域を荷重がゼロとなるところまで外挿したときのクロスヘッド位置を変位の原点とすればよいでしょう。

さて、一般的なねじ駆動式の万能試験機の基本構成は上述の通りですが、試験温度、雰囲気等を様々に変化させる必要がある場合には様々なオプション(外部装置)を組み合わせることで試験を行うことができます。通常、筐体とクロスヘッドのうち上側に位置するほうにロードセルが取り付けられ、ロードセルに圧縮用の押し具が取り付けられますが、温度や雰囲気を制御した圧縮試験が必要な場合は図1(a)に示すようにクロスヘッドにロードセルを取り付けた配置を用い、クロスヘッドと下側の押し具を筐体下部のテーブルの間の空間に加熱炉や、温度調整機能、雰囲気制御機能を備えた特殊チャンバー等を取り付けて試験を行うことができます。また液体窒素等の液体中での試験が必要な場合は、筐体の上部にクロスヘッドを取り付けた、クロスヘッド下部に吊り下げる形状の下

部押し具を用いることで実現できます(図1(b))。これらのチャンバーや特殊治具は万能試験機のメーカーのオプションとして用意されているものを利用することもできますし、用途に応じてユーザー独自に設計・作製して用いることも可能です。

(2) 試験片

前項で説明したような万能試験機を用いた一軸圧縮試験では、一様の太さを持つ柱形状(円柱形状あるいは四角柱形状)にさえ試料が加工されていれば良く、引張試験用の試験片の場合に必要な複雑な成形加工は不要です。このことは圧縮試験の大きな利点の一つであるため、焼き入れ鋼やセラミックス、金属間化合物材料等、複雑加工が困難な比較的脆い材料や、大きな試料の作製が困難な材料の力学特性(主として降伏強度や降伏点近傍の変形組織)の調査には一般に圧縮試験が用いられています。もちろんどのような材料の場合でも、精確な一軸圧縮試験の実施のためには、柱状試料の上下面(加圧板に触れる部分)の平行性と、上下面と側面の直交性がきちんと保たれていることが必要であることは言うまでもありません。

さて、試験片の形状は単純なものでよいのですが、そのことは必ずしも引張試験と同様のデータが簡単に取得できる、ということではありません。引張試験ではゲージ部(つかみ具の外側の平行部)の変形は比較的均質に生じますが、圧縮試験では加圧板と試料との間の摩擦力による拘束のため変形が不均一となり、変形量の増加に伴って、図2(a)に示すような試料の上下端に比べて中央部が膨らんだ樽形状の形状変化(バレルリング: Barreling)が顕著に生じるようになります。このような形状変化をすると、真応力を求めるのが困難となりますし、試料の上下端に未変形領域が形成されることも問題となります。このようなバレルリングの問題を避ける(抑制する)ためには加圧板と試料間の摩擦を軽減するような工夫(潤滑剤の塗布等)を施すことや、試料断面のサイズ(円柱試料では直径: d , 四角柱試料では正方形断面の一片の長

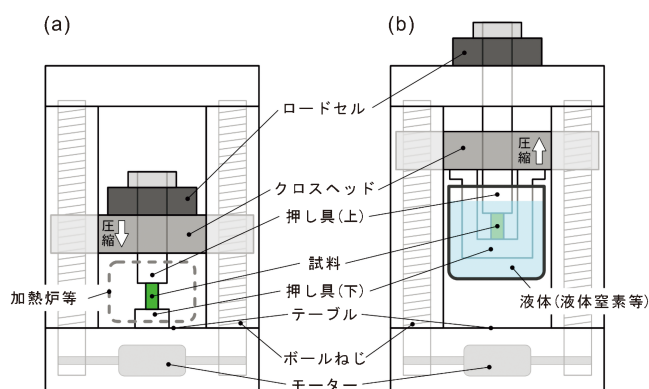


図1 ねじ駆動式万能試験機による圧縮試験の模式図。(a)筐体下部の空間を用いる配置、(b)クロスヘッド下部に取り付けた吊り下げ型の押し具を用いる配置。

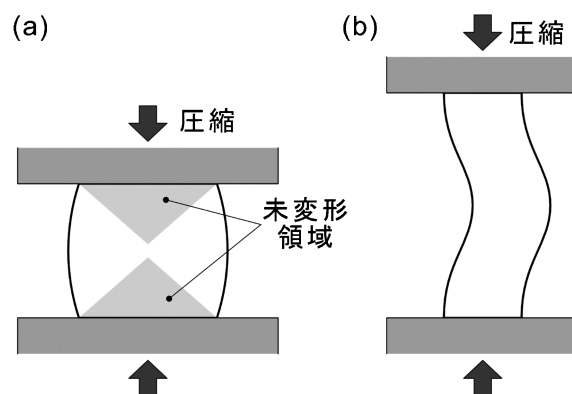


図2 圧縮試験時に生じる試料の形状変化の模式図。(a)樽形状の形状変化(バレルリング: Barreling), (b)座屈(バッキング: Buckling)。

さ： L)に対して，試料高さ h を十分に高くして，均質変形領域を増やす等の対策が有効となります．特に圧縮降伏応力の測定や降伏点近傍での変形組織の観察が主たる目的の場合は背の高い試料(h/d あるいは h/L がおおよそ2~2.5)を用いれば良いでしょう．ただし，あまり試料高さを高くしすぎると，材料によっては座屈(バックリング：Buckling)という別の問題が生じてしまうことにも注意が必要です(図2(b))．

もちろん，何らかの方法で加圧板と試料間の摩擦による拘束がなく，バレルングや座屈が生じずに試料の断面積が一様に増加するような理想的な状態が実現できた場合には，引張試験の場合と同様の方法で簡単に真応力-真ひずみ曲線を得ることができます．このような理想的な圧縮試験では，引張試験の際に問題となる塑性不安定やくびれの発生がありませんので，原理的には引張試験よりも広い塑性範囲でのデータの取得が見込めるはずで，ただし圧縮変形の進行に伴い加工硬化するだけではなく，試料断面積が増加し続けるため，塑性変形に必要な荷重は増加し続けることとなりますので，通常は試験機の許容荷重との兼ね合いで最大の変形量が制限されてしまうことにも注意が必要です．

なお，圧縮試験に用いる試験片の形状と推奨サイズ等に関しては米国規格(ASTM E9⁽⁵⁾およびE209⁽⁶⁾)に記載がありますので必要に応じて参照すると良いでしょう．

(3) 単結晶圧縮試験によるすべり系の同定

結晶性材料において活動可能な塑性変形モード(すべり系

や変形双晶系)の同定やそれらの活動条件(荷重軸方位，活動温度範囲，臨界分解せん断応力等)の詳細を調べるためには，単結晶を用いた機械試験が有効です．活動すべり系を実験的に決めるには，変形後の試料の表面に現れるすべり線のトレース解析を行うこととなりますが，このとき四角柱形状の試験片とステレオ投影図を用いるのが便利です⁽⁷⁾．結晶内の面や方向を立体的に表す方法にはいくつかありますが，複数の面や方向を同時に表す際には結晶儀という球体の表面に表す方法が有用です．その結晶儀表面に表した情報を2次元的に投影する方法の一つがステレオ投影法です．結晶儀とステレオ投影図との関係は，地球儀と地図の関係をイメージすればわかりやすいと思います．ステレオ投影法の詳細については結晶学や回折学の教科書を参照してください⁽⁷⁾⁽⁸⁾．

いま，荷重軸方位 $[uvw]$ にそって単結晶の圧縮変形した際に，2つの直交する側面1,2(ミラー指数： $(h_1 k_1 l_1)$ ， $(h_2 k_2 l_2)$)上に荷重軸からそれぞれ ϕ_1 ， ϕ_2 だけ傾いた直線状のすべり線が観察されたとします(図3(a))．図3(b)および(c)は側面1,2に垂直な方向からのステレオ投影図で，上下方向が荷重軸に平行な方向としてあります．試料側面に現れるすべり線は観察している試料側面とすべり面の交線に対応しますので，図3(b)ではステレオ投影図の中心を通り，荷重軸と ϕ_1 ， ϕ_2 の角度をなす直線としてあらわすことができます．(試料側面は結晶儀の中心を通る断面に，すべり線はその断面上の線にそれぞれ相当しますので，図3(b)では結晶儀断面上のトレースに対応するものを破線で，結晶儀表面

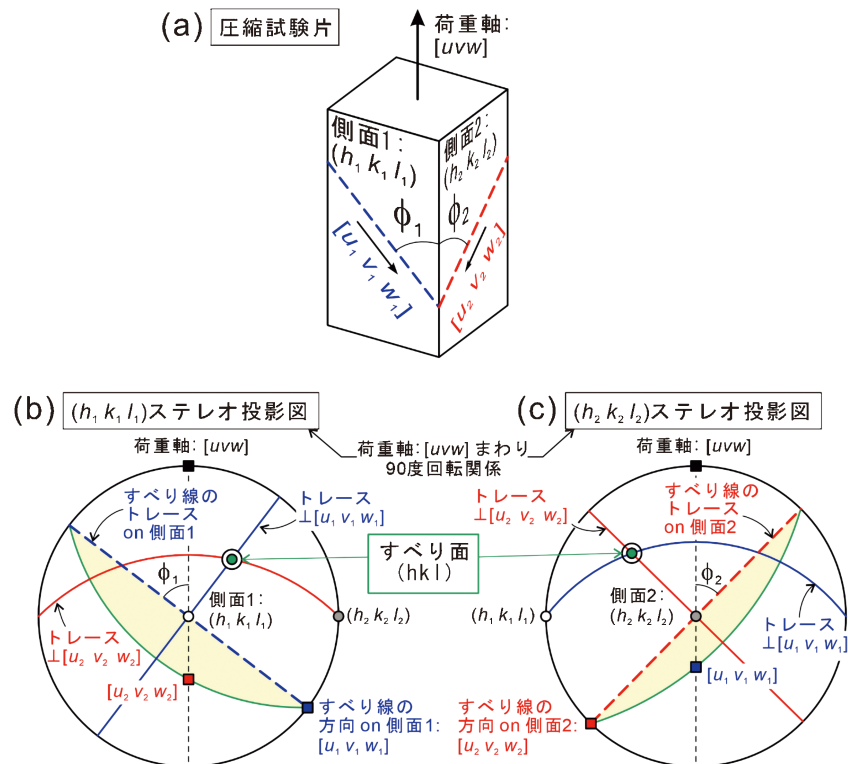


図3 トレース解析によるすべり面の同定．(a)圧縮試験片の側面に現れるすべり面のトレースと(b,c)2つの直交する側面1,2の法線方向からのステレオ投影図．ステレオ投影図中では試料側面に現れるトレース(結晶儀断面上のトレースに対応)を破線で，結晶儀表面に表示されるトレースに対応するものを実線で表して区別している．

に表示されるトレースに対応するものを実線で表して区別してあります。)このとき、破線として示したすべり線のトレースと観察している側面のトレースに対応するステレオ投影図外枠の大円との交点とその側面上でのすべり線方向となります。ここで側面1, 2上のすべり線方向をそれぞれ $[u_1 v_1 w_1]$, $[u_2 v_2 w_2]$ とします。側面1を例に考えてみると、側面1上で観察されたすべり線を含む面すべてがすべり面の候補となりますので、その候補は $[u_1 v_1 w_1]$ を晶帯軸とする晶帯に対応し、図3(b)の $(h_1 k_1 l_1)$ ステレオ投影図ではすべり線に対応する直線(破線)に垂直でステレオ投影図の中心を通る直線(実線)として表示されます。(必要なものはすべり面の候補となる晶帯だけです。晶帯をステレオ投影図上に図示するだけであれば、各側面上のすべり方向の指数を正確に求めることは必須ではありません。)同様の作図を図3(b)の $(h_2 k_2 l_2)$ ステレオ投影図に対しても行うことができます。これら二つの側面での観察結果、すなわち $[u_1 v_1 w_1]$, $[u_2 v_2 w_2]$ の晶帯を一つのステレオ投影図上に表示すれば、二つの晶帯の交点として、すべり面の法線を決定することができます。この方法は結晶系にかかわらず用いることができますが、立方晶の場合を除き、一般に結晶面を表すステレオ投影図と結晶方向を表すステレオ投影図は同一ではないことに注意が必要です。もちろん、側面1, 2上でのすべり方向の指数が十分正確に求められている場合には、これらの二つの方向の外積をとればすべり面の指数が直接求まることになりますが、実際にはすべり方向の指数付けの精度に依存して交点となるすべり面の指数に誤差が含まれることも考慮に入れてすべり面の指数付けをすると良いでしょう。

さて、すべり面については上述のトレース解析により決定

することができますが、すべり方向は単純には決めることができません。圧縮試験のみですべり方向を決定するには、候補となるすべり方向が一つの側面と平行となるように作製した圧縮試験片を用いるのが有効です。この場合、すべり方向を含まない側面では明瞭なすべり線が観察されるのに対し、すべり方向を含む側面上ではほとんどすべり線が観察されないはずですから、このようなすべり線の見え方の違いを利用できるようにあらかじめ試験片を作製しておけば、すべり方向の同定も可能となります。

通常、すべり線トレースの観察は光学顕微鏡あるいは走査電子顕微鏡(SEM)を用いて行いますが、そのためには圧縮試験前に試料の表面を材料に応じて電解研磨、バフ研磨、化学機械研磨等により鏡面に仕上げておくことが重要⁽⁹⁾です。一方、高温圧縮試験や腐食環境下での試験では、試験中あるいは試験後に表面に酸化膜や劣化層が形成され表面観察が困難な場合がありますが、このような場合には試料表面を再研磨したのちSEM内で電子チャネリングコントラストイメージング法を用いた転位列の観察を行うことにより、すべり線に相当するトレースを決定できる場合がありますので、表面性状に問題があり通常のすべり線観察が困難な場合には試してみるというでしょう^{(10)–(12)}。

(4) 単結晶の圧縮変形時の結晶回転^{(13)–(15)}

転位論や結晶塑性論の教科書には、単結晶の引張試験では変形の進行に伴い荷重軸がすべり方向に平行となるように変化し、圧縮試験では荷重軸がすべり面に垂直となるように回転が生じると書かれています。ここでは単結晶の圧縮変形時に単一のすべり系のみの活動により生じる結晶回転、ならび

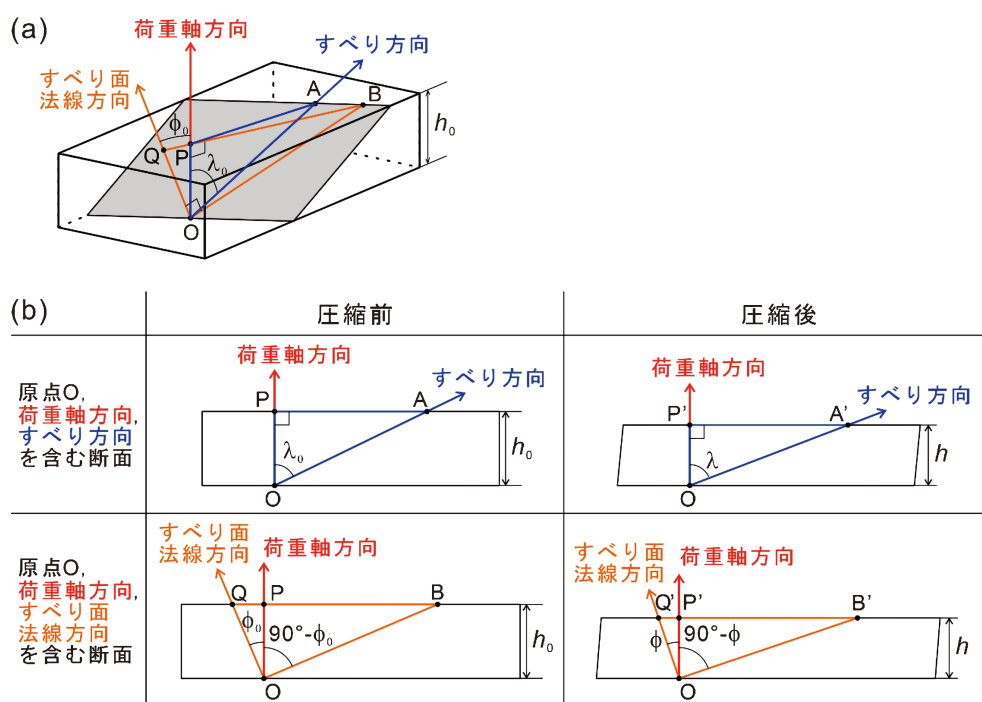


図4 単結晶試料の圧縮試験に伴う方位回転。(a)荷重軸方向、すべり方向、すべり面法線方向の幾何学的配置。(b)圧縮に伴う2種類の断面の変化。

にせん断応力とせん断ひずみについて詳しく見ていきましょう。

上述の単結晶試料の圧縮試験時の結晶回転は、Taylor の実験⁽¹⁶⁾をもとに幾何学的に導かれたものです。ここでは高さの低い板状の単結晶の圧縮変形時の方位回転を考え、また加圧板と試料間の摩擦がない理想的な変形が生じると仮定します。この場合、圧縮試験中は荷重軸が常に加圧板の表面に垂直となるということと、すべり面の形状は変わらない、ということが満たされるべき条件となります。変形前の試料の厚さ h_0 、荷重軸とすべり方向およびすべり面法線方向とのなす角度をそれぞれ λ_0 および φ_0 とし、これらの値が変形後にそれぞれ h 、 λ 、 φ へと変化したとします(図4)。すべり面の形状が不変ですので、すべり面上のすべり方向の長さは変形前後で当然変化しません(図4において $OA' = OA$)。このことから、

$$\frac{h}{\cos \lambda} = \frac{h_0}{\cos \lambda_0} \quad (1)$$

の関係が得られます。同様に試料厚さとすべり面法線方向と荷重軸のなす角度の間には以下の関係が成り立ちます。

$$\frac{h}{\cos(90^\circ - \varphi)} = \frac{h_0}{\cos(90^\circ - \varphi_0)} \quad (2)$$

一方で厚さ方向の垂直ひずみ ε は

$$\varepsilon = \frac{h - h_0}{h_0} \quad (3)$$

と表すことができますので、式(1)～(3)から以下の関係が得られます。

$$\frac{\cos \lambda}{\cos \lambda_0} = \frac{\sin \varphi}{\sin \varphi_0} = \frac{h}{h_0} = 1 + \varepsilon \quad (4)$$

厚さ方向の垂直ひずみ ε の変化に伴う角度 λ 、 φ の変化率は

$$\frac{d\lambda}{(-d\varepsilon)} = \cot \lambda \quad \text{および} \quad \frac{d\varphi}{(-d\varepsilon)} = -\tan \varphi \quad (5)$$

と表すことができます。ここで $(\lambda + \varphi) \geq 90^\circ$ であり、 $\cot \lambda \leq \cot(90^\circ - \varphi) = \tan \varphi$ ですから、

$$\left| \frac{d\varphi}{d\varepsilon} \right| \geq \left| \frac{d\lambda}{d\varepsilon} \right| \quad (6)$$

となります。式(6)からすべり面法線方向が荷重軸方向に回転するほうが早いことがわかります。また試料高さが h となった時のせん断ひずみ γ とせん断応力 τ は、その時の荷重 F 、圧縮面の初期面積 A_0 、とするとそれぞれ以下の式で与えられます。

$$\gamma = \frac{\sqrt{(h_0/h)^2 - \sin^2 \varphi_0} - \cos \varphi_0}{\cos \lambda_0} \quad (7)$$

$$\tau = \frac{F}{A_0} \left(\frac{h}{h_0} \right)^2 \cos \lambda_0 \sqrt{1 - \left(\frac{h}{h_0} \right)^2 \sin^2 \varphi_0} \quad (8)$$

もちろん、式(7)、(8)は単一すべり変形のみで変形する場合のもので、複数のすべり系が活動する場合には成り立たないことに注意してください。

(5) 特殊な圧縮試験—平面ひずみ圧縮試験⁽¹⁷⁾⁽¹⁸⁾

通常の圧縮試験は一軸圧縮試験であり、その結果、等方弾性体の場合には荷重軸方向に収縮するのに対して、荷重軸方

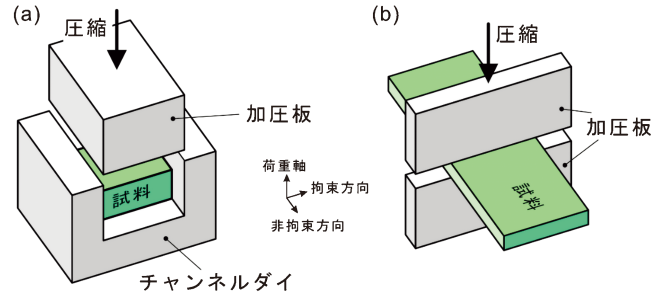


図5 2種類の平面ひずみ圧縮試験法。(a)チャンネルダイを用いる方法⁽¹⁷⁾、(b)板状試料を幅の狭い加圧板で圧縮する方法⁽¹⁸⁾。

向に垂直な方向に等方的に膨張するという形状変化をすることになります。このとき荷重軸に垂直な方向の一方向の変形を何らかの方法で拘束すれば、比較的簡単に平面ひずみ圧縮変形を行うことができます。平面ひずみ状態は圧延変形時のひずみ状態に相当しますので、平面ひずみ圧縮試験を圧延変形の模擬実験とみなすことができます。荷重軸に垂直な方向の一方向の変形を拘束する方法としては、①一方向の変形(膨張)を抑制するような壁を備えた治具(チャンネルダイ)を用いる方法⁽¹⁷⁾(図5(a))と②幅の広い板状試料に幅の狭い加圧板を用いて圧縮する方法⁽¹⁸⁾(図5(b))があります。平面ひずみ圧縮変形では外形拘束の影響が顕著に表れるひずみ量の大きい領域が重要となりますので、適切な潤滑剤(潤滑油やテフロンシート等)を用いて加圧板やチャンネルダイとの間の摩擦を十分に抑制することが必須となります。図6はNi₃Al単結晶を平面ひずみ圧縮した例⁽¹⁹⁾ですが、冷間圧延時にみられるものと同様の外形ならびに変形組織変化⁽²⁰⁾が観察されており、この手法が冷間圧延の模擬試験として有効であることがわかります。

2-1-4-3 マイクロピラー圧縮試験

(1) 概要

マイクロピラー圧縮試験法はその名の示す通り数 μm 程度のサイズの微小柱状試験片(マイクロピラー)を圧縮する試験方法であり、2000年代初頭に面心立方(FCC)金属や体心立方(BCC)金属を中心とした各種金属材料の数 μm 程度のサイズ領域での力学特性を調査する目的で新たに導入された機械試験法です^{(21)–(25)}。基本的には前項で説明した圧縮試験法をダウンサイジングしたものなのですが、その実現のためにはバルクサイズの圧縮試験時に利用しているものとは異なる様々な実験装置や実験手法を組み合わせる必要があります(表1)。

(2) 試験装置

マイクロピラー圧縮試験にはほとんどの場合、市販のナノインデンテーション装置が用いられます。通常のナノインデンテーション試験では角錐あるいは円錐形状の先端の尖った

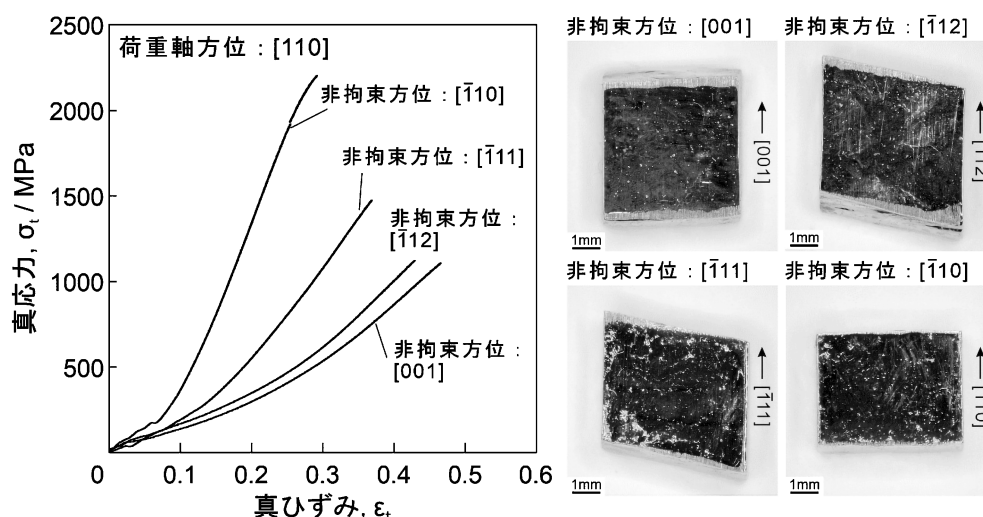


図6 単結晶試料の平面ひずみ圧縮(チャンネルダイ圧縮)試験の例⁽¹⁹⁾。拘束方向を変化させることにより加工硬化挙動に大きな変化がみられる。

表1 バルク圧縮試験とマイクロピラー圧縮試験の比較。

	バルク	マイクロピラー
試料	大型単結晶が必要	多結晶からでも作製可
結晶方位解析	X線ラウエ法, EBSD法	EBSD法
試験片作製	各種切断機, 放電加工機で切り出し・表面研磨・仕上げ	FIB加工による切り出しと側面仕上げ
圧縮試験	インストロン型試験機	ナノインデンテーション装置
組織観察	光学顕微鏡, SEM, TEM	SEM, TEM
TEM試料作製	電解研磨, イオンミリング	ナノマニピュレータ装備 SEM-FIB装置を用いた in-situ lift out

圧子を用いて主として試料の硬さや弾性率の評価を行います。圧子の先端を平坦に加工したフラットパンチ型の特殊圧子を用いることでマイクロピラー圧縮試験を行うことができます(図7)。多くの市販のナノインデンテーション装置では、電磁コイル型の荷重発生機構が備えられており、電磁コイルに流す電流量の制御により荷重を制御する荷重制御型の機械試験機となっています。この点が変位制御型万能試験機を用いる一般的なバルクサイズの機械試験とは異なっています。他にも静電気力を利用した荷重発生機構を備えたナノインデンテーション装置もありますが、こちらも同じく荷重制御型機械試験機です。これらのナノインデンテーション装置では荷重発生機構と圧子をつなぐ圧子軸に移動距離計測用の静電容量型変位センサーが取り付けられており、これにより荷重をかけた際の位置の変化(圧子の押し込み深さ)を十分に高い精度で計測できるようになっています。また最近のナノインデンテーション装置では、比較的単純な定荷重印加速度試験だけではなく、荷重と変位を高いサンプリングレートで

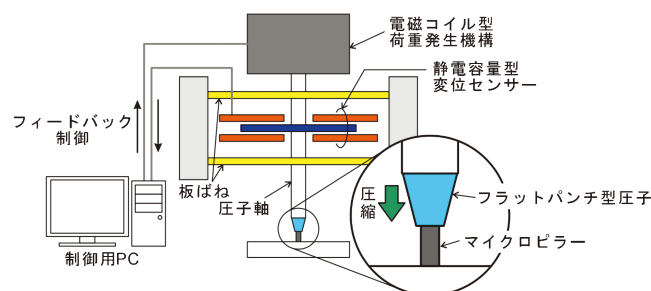


図7 マイクロピラー圧縮試験の模式図。

取得し、得られたデータをもとに精密に荷重印加速度を制御(フィードバック制御)することでバルク試験時と同様のひずみ速度一定(変位速度一定)の機械試験もできるようになっています。このような高精度制御が可能なナノインデンテーション装置が開発されたことが、マイクロピラー圧縮試験法の実現に最も重要な役割を果たしています。

また最近では SEM 内や透過電子顕微鏡内で使用可能なナノインデンテーション装置も市販されており、それらを用いることで圧縮変形挙動のその場観察実験も行えるようになっています。

(3) マイクロピラー試験片

次に重要なことは試料の作製方法です。現在のところ、数 μm 程度の大きさのマイクロピラー試験片の作製には主として集束イオンビーム(Focused Ion Beam: FIB)加工装置が用いられています。FIB加工はGa液体金属等をイオン源とする集束イオンビームを試料に照射して照射領域をスパッタリングすることで試料を加工する方法で、主に透過電子顕微鏡観察用の薄片試料の作製等に用いられています⁽²⁶⁾⁽²⁷⁾。たいていの装置の場合、加工する領域をソフトウェアで指定して、自動的に試料表面に任意形状の加工を施すことができま

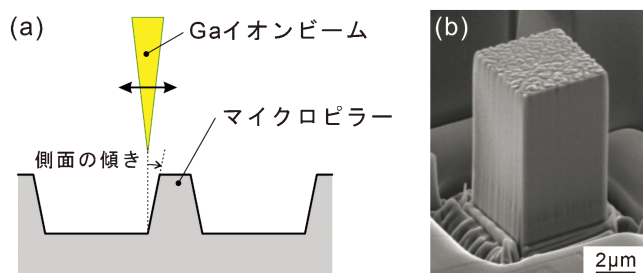


図8 FIB加工により作製したマイクロピラー。(a)ビームの拡がりにより生じる側面の傾き、(b)傾きの補正を行った四角柱形状のマイクロピラーの外観。

す。例えば円形の領域を残すように指定して加工した場合には、ほぼ円柱形状の試料を作製することができます。ただし通常のFIB装置ではビーム電流が増えるほどビーム径が大きくなり、ビームの裾の影響により側面の傾きが大きくなる傾向を示しますので、上記のような単純な設定で加工した場合には実際には完全な円柱形状は得られずに側面がイオンビームの入射方向から数度程度傾いた円錐台形状になってしまいます(図8(a))。このような円錐台形状の試料でも圧縮試験を行うことは可能ですが、応力、ひずみ分布が均一ではありませんので、活動変形モードの臨界分解せん断応力を求めたりする際に問題が生じてしまいます。このため側面が荷重軸方向と平行となるように、仕上げ加工の際にビーム電流を下げたり、試料をわずかに傾斜させたりすることで形状の補正を行う等することが必要となります⁽²⁶⁾(図8(b))。またFIB加工ではイオンビームの加速電圧が高いほど加工速度が速くなりますが、試料表面に不可避に形成される変質層厚さが厚くなりますので、粗加工の際は高い加工電圧(装置の最高加速電圧)を用い、仕上げ加工時には可能な限り加工電圧も下げるのが良いでしょう。また理想的な円柱形状のマイクロピラー試料の作製が必要な場合にはさらに工夫が必要で、精密なステージ自動制御機能を備えたFIB装置を用いる方法とその実施例がUchicら⁽²⁸⁾により報告されていますので、そちらを参考にしてみてください。

さて基本的にはマイクロピラー試験片は適当なサイズのバルク試料の表面から切り出します。バルク試料は単結晶の場合も多結晶の場合もありますが、試験するマイクロピラーは数 μm 程度の大きさであるため、たいていの場合単結晶となります。このため、マイクロピラー試験片をFIB加工により切り出す前に、試験片を切り出す結晶粒の結晶方位をX線ラウエ法あるいは後方散乱電子回折法(Electron Back-Scatter Diffraction, EBSD)により特定しておくことが重要となります。また、2-1-4 (3)項にて説明したものと同様に四角柱形状の単結晶マイクロピラー試験片を用いてトレース解析によるすべり系の解析を行う際には、EBSDの解析結果をもとに荷重軸だけでなく側面の結晶方位も考慮に入れて試料を加工すれば良いでしょう。

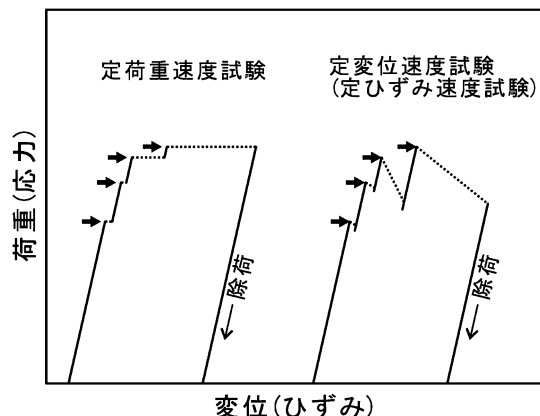


図9 マイクロピラー圧縮試験で得られる荷重-変位(応力-ひずみ)曲線の模式図。荷重-変位曲線の点線部分はストレインバースト現象に対応。

(4) 単結晶マイクロピラー圧縮試験でみられる特異な力学特性

ストレインバースト現象：単結晶マイクロピラー圧縮試験では、バルクサイズの単結晶の圧縮試験時には見られないような様々な現象が観察されます。一つ目は荷重-変位曲線(応力-ひずみ曲線)に現れるストレインバースト現象です⁽²¹⁾⁻⁽²⁴⁾。先端が尖った圧子や球径の圧子を試料表面に押し込む一般的なナノインデンテーション試験においてみられるpop-inと呼ばれる現象に相当します⁽³⁾。通常の金属材料に外力をかけると、もともと材料中に内包されていた転位源から転位がなだれのように大量に放出されることにより塑性変形が開始します⁽²⁹⁾。このような転位の急激な増殖に伴って局所的に塑性ひずみが急激に増大することになります。転位のなだれ現象はバルクサイズの試料ではとらえることが困難ですが、試料サイズがマイクロメートルサイズまで小さくなると、全体のひずみに対する個々の転位なだれ現象により生じるひずみの割合が十分に高くなるため、荷重-変位曲線上でストレインバースト現象として実験的にとらえることができるようになります。荷重-変位曲線上でのストレインバーストの見え方は、試験の際に用いる試験条件により異なります。定荷重速度条件で試験を行った場合には、図9中の左図の点線で示す水平線のように、一定の荷重で急激にひずみが増えたように記録されます。転位の増殖速度が十分に速い場合には実際には応力の低下を伴うと考えられますが、荷重制御型の装置で行う定荷重速度試験では応力の低下を捉えることはできないため、図のような荷重-変位曲線が得られることになります⁽²⁴⁾⁽³⁰⁾。十分に小さいサイズの単結晶マイクロピラーの圧縮試験では、一つのストレインバーストが一つの転位源の活性化に対応し、バーストひずみ量はその転位源から放出された転位の量と対応します。単一すべりが生じる荷重軸方位の単結晶マイクロピラー試験の変形初期段階において活性化した転位源が何らかの理由で活動を停止すると、荷重-変位曲線上に再び弾性変形領域が現れます。さらに荷

重を増加させ、次の転位源を活動させるのに必要な応力レベルに到達すれば次のストレインバーストが生じます。以降、このような過程が繰り返し生じることにより塑性変形が進行し、図9中の左のような階段形状の荷重-変位曲線が得られることになります。一方、十分に高速なフィードバック制御により定変位速度条件で試験を行った場合には、ストレインバースト発生時に変位速度が一定となるように荷重の除荷-再負荷が行われますので、荷重-変位曲線には鋸刃状の荷重変動として記録されることになります(図9右)。ただしフィードバック制御用のデータサンプリング速度よりも速い速度でストレインバーストが生じる場合には、定変位速度となるような制御ができず、その部分では定荷重速度条件と同じ状態(変位速度が局所的に速くなる)になってしまいますので、図9中の左のものと同様の形態の荷重-変位曲線が得られることになります。このような特徴のため、ストレインバースト現象が生じる荷重(応力)とバースト変位(ひずみ)量の相関の統計的な調査を行う場合には、定荷重速度条件で圧縮試験を行うほうがより適していると考えられます。またいずれの条件での圧縮試験の場合にもストレインバースト現象は塑性変形の開始点に対応しますので、降伏応力としては最初の明確なストレインバーストが発生した際の応力をとれば良いでしょう。

強度のサイズ依存性：次に単結晶マイクロピラー圧縮試験でみられる特徴的な現象は降伏応力(あるいは臨界分解せん断応力(Critical resolved shear stress, CRSS))の試験片サイズ依存性です。通常、単結晶マイクロピラー圧縮試験で得られるCRSSの値は同じ荷重軸方位を有するバルク単結晶の圧縮試験で得られる値よりもはるかに高く、マイクロピラー試験片のサイズが減少するに伴いCRSSが増加する傾向が観察されます⁽²¹⁾⁻⁽²⁵⁾。試験片サイズ(円柱形状のマイクロピラーでは断面の直径、四角柱形状のマイクロピラーでは断面の一片の長さ、 L)とCRSS(τ_{CRSS})の関係は、大まかにはべき乗則、 $\tau_{CRSS} \propto L^{-n}$ で近似され、べき乗指数 n は材料に

依存して0~1の範囲の値をとることが明らかにされています。べき乗指数はFCC金属では0.6~1、BCC金属では0.3~0.5、半導体やセラミックス、金属間化合物材料等では0~0.2程度の値となり、一般的にはCRSS値が高い材料ほどべき乗指数が小さくなる傾向を示します⁽²³⁾⁻⁽²⁵⁾⁽³¹⁾⁻⁽³⁷⁾(図10)。マイクロピラー圧縮試験でみられるCRSSのサイズ依存性を説明するモデルとしてこれまでに様々なものが提案されています。一般的なFCC金属材料等のバルク単結晶や、十分に大きい結晶粒からなる多結晶試料では、試料中に内包されるフランクリード転位源の活動により塑性変形が開始しますが、マイクロピラー試験片ではフランクリード転位源が試料表面で切断されることによりシングルアーム転位源となると考えられます⁽³⁸⁾⁻⁽⁴⁰⁾。シングルアーム転位源を活動させるのに必要なせん断応力は、その転位源の長さに反比例しますので、マイクロピラー試験片のサイズの減少に伴いシングルアーム転位源の長さが減少することになりますから、これによりCRSSが増加すると考えられます。このようなシングルアーム転位源(Single-Arm Source, SAS)モデルが単結晶マイクロピラーでみられるCRSSのサイズ依存性の発現機構として広く受け入れられています。このSASモデルはマイクロピラー試験片の内部に一つ以上の転位源が存在している場合、かつマイクロピラー試験片のサイズがフランクリード転位源のサイズより十分に小さい場合に適用可能であると考えられます。円柱形状のNi単結晶を使った研究では、円柱の直径がおよそ20~30 μm 付近までサイズ依存性が観察され、そのサイズ領域付近でバルク単結晶でのCRSSの値とはほぼ等しくなることが報告されています⁽²³⁾。

一方、マイクロピラー試験片内部に転位源が含まれない場合には、すべり変形を開始させるためには新しい転位を作り出す必要があります。理想的な単結晶試料では、新しい転位ループを試料内部で作り出すのに必要な応力よりも試料表面から半転位ループを作り出すのに必要な応力のほうが一般的に低くなると見積もられますので、試料表面において新しい転位が生み出されると考えるのが妥当でしょう。したがって

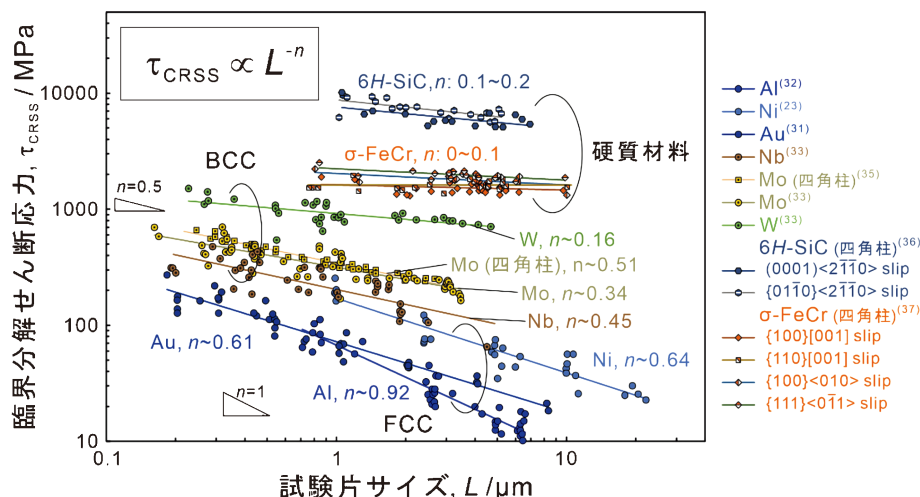


図10 単結晶マイクロピラー圧縮試験で見られる臨界分解せん断応力のサイズ依存性。

転位源が含まれない単結晶マイクロピラーに対しては、試料表面で新しい転位を作り出すのに必要な応力が CRSS に相当し、その応力が試験片サイズに依存する、という表面転位核生成モデルが提案されています^{(41)–(44)}。上記の SAS モデルが適用できる材料に関しても、試験片サイズが十分に小さいサイズ領域では、試料内部に転位源が 1 つも含まれない状態になりますので、その場合には表面転位核生成モデルへと遷移すると考えられています⁽⁴³⁾。ただしこれら以外にもマイクロピラー試験片の作製時に用いる FIB 加工により形成される表面変質層の影響の重要性が指摘される⁽⁴⁵⁾等、詳細なサイズ依存性の発現メカニズムについては実験および計算の両面から現在もお議論が進められている段階です。

サイズ減少に伴う硬質・脆性材料の早期破壊抑制効果：マイクロピラー圧縮試験法は FCC 金属や BCC 金属以外の材料にも幅広く適用され、通常バルクサイズの試料では室温で脆性的な性質を示す材料についても試験片サイズの減少に伴い塑性変形が観察されることが多数報告されています^{(36) (37) (46)–(53)}。硬質・脆性材料は一般にバルクサイズの試料の一軸圧縮試験では拡散が十分な速度で起きるような高温域でしか塑性変形を示さず、室温では非常に脆性的な性質を示します。低温で脆性的な性質を示す原因の一つとして、破壊靱性値そのものが低いため、試料表面の微小な傷あるいは試料内部の微小欠陥を起点とした早期破壊が生じやすいことが考えられています^{(54)–(56)}。脆性材料の圧縮試験において、荷重軸に平行な長さ l の微小欠陥からのクラック伝播に必要な臨界圧縮応力 σ_c は $CK_{IC}/(\pi l)^{1/2}$ で近似されます。ここで C は一桁のオーダーの定数、 K_{IC} は破壊靱性値です。あるすべり系を活動させるためには降伏応力 σ_y が臨界圧縮応力 σ_c よりも小さくなければなりません。言い換えると微小欠陥からのクラック伝播を起こさずに降伏応力 σ_y に到達させるためには、微小欠陥が $(CK_{IC}/\sigma_y)^2/\pi$ で近似される臨界サイズ l_c よりも小さい必要があります。図 11 に $6H$ -SiC 単結晶の a 軸圧縮の例 ($C=1$ と仮定) を示します。 $6H$ -SiC 単結晶マイクロピラーを a 軸圧縮した場合には 13 GPa 以上の降伏応力 σ_y で柱面すべりが活動しますので、この場合には微小欠陥のサイズは数 nm 以下である必要があることがわかります⁽²⁸⁾。このような微小欠陥をバルク試料で完全に排除することは不可能ですが、マイクロピラー試験片では微小欠陥が試料内部に含まれる確率が小さくなりますし、また FIB 加工による表面仕上げにより表面微小欠陥の残留を避けることができます。早期破壊は高静水圧下での圧縮試験やナノインデンテーション試験でも抑制できますが、前者における実験方法の複雑さや後者での応力状態の複雑さを考えると、硬質・脆性材料の塑性変形挙動の調査にはマイクロピラー圧縮試験法がより適した方法であるといえるでしょう。筆者の研究グループでは、上述の $6H$ -SiC や、超高融点の遷移金属シリサイドをはじめとする複雑結晶構造を有する金属間化合物材料、各種遷移金属炭化物に関して系統的な研究を行い、これまでに十分に明らかにされていなかった様々な新し

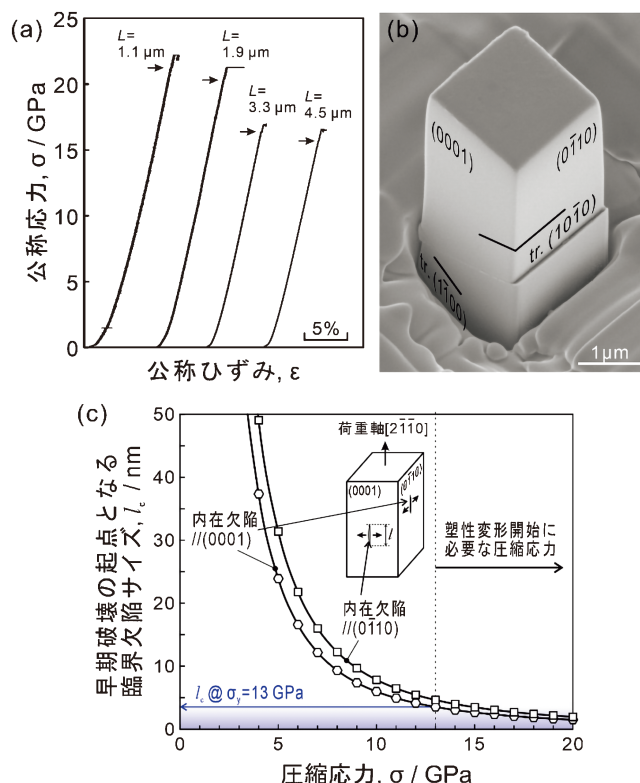


図11 単結晶マイクロピラー圧縮試験の一例($6H$ -SiC)。(a) 応力-ひずみ曲線、(b) すべり線観察、(c) 早期破壊の起点となる内在欠陥の臨界サイズの圧縮応力依存性。

い知見を得ることに成功しています^{(36) (37) (49)–(53)}。

2-1-4-4 おわりに

本稿では、金属系材料の力学特性評価法の一つである圧縮試験と、その発展形の一つであるマイクロピラー圧縮試験について紹介させていただきました。筆者は研究を始めたころから現在に至るまでは一貫して、比較的延性に乏しい結晶性材料の単結晶試料を用いた力学特性に関する実験研究を中心に行ってきましたので、記載内容は単結晶試料の圧縮試験かつ変形の初期段階に関するものに偏ってしまいましたが、ご容赦いただければ幸いです。またマイクロピラー圧縮試験に関しては、バルク単結晶を用いた機械試験では得られないような様々な貴重な知見を得ることができる実験手法であり、今後ますます活用される場面が増えてくるのではないかと思います。こちらに関しては精度よく実験を行うためにはバルクサイズの試料の試験の際よりもさらに様々な点に注意を払う必要があるのですが、各工程における注意点は研究対象の材料だけでなく使用する装置群の特性にも大きく依存しますので、本稿ではあえて詳細の記述は行いませんでした。各装置の使用法や結晶学等、身に着けておくべき基礎は多岐にわたりますが、それらをうまく組み合わせることができれば、これまで誰も明らかにしてこなかった様々な新しい知見を得ることができますので、ぜひチャレンジしてみてください。

文 献

- 

岸田恭輔

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★

1998年 京都大学大学院工学研究科博士後期課程修了
1999年10月 科学技術庁 金属材料技術研究所 研究員
2005年4月 京都大学大学院工学研究科材料工学専攻
助手
2007年4月 現職
専門分野：結晶物性学
◎構造用材料の力学特性，格子欠陥に関する研究に従事．微小試験片を用いた力学特性評価，透過電子顕微鏡法を用いた結晶・欠陥構造解析を中心に活動．

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★