走査型白色干渉計を用いた引張負荷下における 微小構造体のひずみ分布測定

伊東孝史^{1,*} 峯 洋二¹ 大津雅亮² 高島和希¹

¹熊本大学大学院自然科学研究科産業創造工学専攻

²福井大学大学院工学研究科機械工学専攻

J. Japan Inst. Met. Mater. Vol. 80, No. 1 (2016), pp. 22-26

Special Issue on Frontier Researches Related to Nano/Microstructure, Microstructure Control and Mechanical Properties of Materials

© 2015 The Japan Institute of Metals and Materials

Strain Measurement of Micrometre-Sized Structures under Tensile Loading by Using Scanning White-Light Interferometry

Takashi Ito^{1,*}, Yoji Mine¹, Masaaki Otsu² and Kazuki Takashima¹

¹Department of Materials Science and Engineering, Graduate School of Science and Technology, Kumamoto University,
Kumamoto 860-8555

²Department of Mechanical Engineering, Graduate School of Engineering, University of Fukui, Fukui 910-8057

A scanning white-light interferometry (SWLI) technique was used to image the surface topography and measure the in-plane strain in micrometre-sized structures subjected to uniaxial tensile deformation. This technique was applied to observing the macro and local deformation behaviours in micrometre-sized Au specimens. Reproducible stress-strain curves were successfully obtained using SWLI during the intermittent tensile tests. The local strain distribution was also calculated from the movement of natural gauge marks that are characteristic of triangular elements. Combining this micro-tensile test with orientation imaging microscopy enables crystal plasticity of mesoscale structures to be revealed. [doi:10.2320/jinstmet.JB201510]

(Received July 30, 2015; Accepted September 9, 2015; Published November 6, 2015)

Keywords: scanning white-light interferometry, micro-tensile test, crystallographic orientation, slip deformation, crystal plasticity

1. 緒 言

MEMS/NEMS (Micro/Nano Electro Mechanical System) 技術の発展に伴い，その構成部材の機械的性質をマイクロ/ナノメートルオーダーで評価する技術やその規格が整備されてきている．そういった中で，ナノピラーを用いた圧縮試験に基づく研究は，単なる特性評価だけにとどまらず，微小構造体特有の寸法効果やその領域での変形機構の解明に展開されている¹⁻⁶⁾．一方，数十マイクロメートルの代表寸法を有するメゾスケールの引張試験では，前述の寸法効果も弱まる^{7,8)}．また，この寸法領域は従来の金属材料の結晶粒径や第2相粒子といった組織構成要素の寸法と丁度一致している．そのため，この試験法はバルク材料の変形挙動における各組織構成要素の役割を詳細に観察するのに適している．

一般に，引張試験における降伏は試験片平行部の局所で起こり，その領域が平行部全体に行きわたることで塑性変形が進行する．ここで，微小構造体の場合，降伏直後の段階ですでに変形領域は平行部の大きな割合を占めており，マイクロ

引張試験では，変形挙動の特徴が応力-ひずみ曲線に強調されて現れる^{9,10)}．また，微小試験片を用いた研究では，局所とマクロの変形挙動を同時に観察することが可能となる．そのため，個々の組織構成要素のマクロの変形過程への寄与を評価することができる．

従来のバルク試験片ではその表面にひずみゲージを貼り，電気抵抗の変化からひずみを測定するが，ひずみゲージを貼ることができない，メゾスケールの試験片においては，画像解析に基づくひずみ計測手法が採られてきた¹¹⁻¹⁵⁾．マイクロ引張試験の場合，蒸着や加工により試験片表面にゲージマークを付与することがあるが，その場合，微小構造体の変形および破壊挙動に影響を及ぼす恐れがある．本研究では，走査型白色干渉 (SWLI) 計を用いた精密な表面探査技術により，ゲージマークを付与することなく，微小構造体表面における高さ位置を光学的に認識させ，画像上の多点の位置情報を追跡することで，局所ひずみの分布測定法の開発を試みた．これにより微小構造体のマクロ変形と局所変形をつなぐ評価が可能となり，複雑な階層組織をもつ鉄鋼材料やチタン合金，マグネシウム合金の変形および破壊挙動の解析への応用が期待される．本研究では，材料物性が良く知られており，かつ環境の影響を受けにくい純 Au 箔を用いて，開発したマイクロ試験中のひずみ測定法について妥当性ならびに再

* 熊本大学大学院生，現在：熊本大学先進マグネシウム国際研究センター (Graduate Student, Kumamoto University, Present address: Magnesium Research Centre, Kumamoto University)

現性を評価した。

2. 実験方法

2.1 供試材料およびマイクロ引張試験

本研究では、厚さ $10\text{ }\mu\text{m}$ の純 Au (純度 99.99%) 冷間圧延箔を用いた。約 $10\text{ mm} \times 1\text{ mm}$ の短冊形状に切り出した Au 試料を、大気中にて 673 K の温度で 1.8 ks 保持した後、炉冷した。炉冷後の試料では、Fig. 1 に示すような (100) への集積度の高い集合組織が発達しており、約 $20\text{ }\mu\text{m}$ の亜結晶粒で構成されていた。Fig. 2 は、収束イオンビーム (FIB) 加工装置を用いて短冊試料に作製した、平行部寸法 $50\text{ }\mu\text{m}$ (長さ) $\times 20\text{ }\mu\text{m}$ (幅) $\times 10\text{ }\mu\text{m}$ (厚さ) の平滑引張試験片を示す。また局所ひずみ分布を計測するため、 10 mm (長さ) $\times 1\text{ mm}$ (幅) $\times 0.01\text{ mm}$ (厚さ) の寸法の薄片に $150\text{ }\mu\text{m}$ 深さの切欠きを FIB で導入した片切欠き (SEN) 試験片も準備した。Fig. 3 に、切欠き先端部の FIB 像を示す。マイクロ引張試験前

Fig. 1 An example of (100) pole figure of annealed Au tape exhibiting strong texture determined from the $180\text{ }\mu\text{m} \times 540\text{ }\mu\text{m}$ area by EBSD analysis.

Fig. 2 Scanning electron micrograph of micrometre-sized plain specimen, (thickness: $10\text{ }\mu\text{m}$). LD and TD represent the loading and transverse directions of the tensile specimen, respectively.

に、切欠き先端の結晶方位の同定を行うため、電子線後方散乱回折 (EBSD) 解析を行った。加速電圧 20 kV 、走査ステップサイズ $2\text{ }\mu\text{m}$ の条件でデータを取得し、TSL ソリューションズ株式会社製解析ソフトウェア OIM v.6.1.3 を用いて解析した。 5° 以上の結晶方位差を有する独立点はクリーンアップ処理により補正した。Fig. 4 にマイクロ試験の概念図を示す。引張試験は、試験片固定をマイクロ接着法¹⁴⁾により行い、変位速度 $0.1\text{ }\mu\text{m s}^{-1}$ で、室温、大気中にて実施した。Fig. 4 に示すように、試験片の平行部もしくは切欠きから約 1 mm 以上離れた両端を接着することにより試験部を装置に固定した。変位の制御には 10 nm の位置決め精度を有する圧電素子アクチュエータを用いた。試験荷重は 2 N 容量のロードセルを用いて計測した。試験は所定の変位で中断し、高さ分解能 0.1 nm を有する SWLI により平行部および切欠き先端部近傍の表面起伏と平面変位変化を計測した。

2.2 ひずみ分布の計測方法

たとえ細心の注意を払い研磨を行ったとしても、金属表面にはナノメートルオーダーの凹凸が存在する。これらの凹凸か

Fig. 3 Scanning ion micrograph showing subgrains at the notch tip in a single-edge-notched specimen. LD and ND represent the loading and notch directions, respectively.

Fig. 4 Schematic illustration of the process for sample mounting.

ら特徴点を選出し、標点と見なすことで、その移動量からマクロおよび局所ひずみが計測可能である。本研究では、引張負荷下における試験片の表面より取得した SWLI 像を基に、相互相関係数を用いたテンプレート照合によりパターン認識を行った。マクロひずみは、選択した 2 つの標点間距離の変化から引張方向の垂直ひずみを算出した。局所ひずみは、選択した標点で 3 角形要素を構成し、3 つの標点座標の重心移動量から算出した。荷重方向を基準(x)とした観察面(x - y)の面内ひずみ成分(長手方向垂直ひずみ ε_x 、横方向垂直ひずみ ε_y と剪断ひずみ γ_{xy})は式(1)で表される。

$$\begin{Bmatrix} \varepsilon_x \\ \varepsilon_y \\ \gamma_{xy} \end{Bmatrix} = \frac{1}{2A} \begin{pmatrix} y_2 - y_3 & 0 & y_3 - y_1 & 0 & y_1 - y_2 & 0 \\ 0 & x_3 - x_2 & 0 & x_1 - x_3 & 0 & x_2 - x_1 \\ x_3 - x_2 & y_2 - y_3 & x_1 - x_3 & y_3 - y_1 & x_2 - x_1 & y_1 - y_2 \end{pmatrix} \begin{Bmatrix} u_1 \\ v_1 \\ u_2 \\ v_2 \\ u_3 \\ v_3 \end{Bmatrix} \quad (1)$$

ここで(x, y)と(u, v)はそれぞれ各標点の座標と変位で、下付き文字は標点の序数を表している。その三角形要素の面積 A は式(2)で表される。

$$A = \frac{1}{2}(x_1y_2 + x_2y_3 + x_3y_1 - x_1y_3 - x_2y_1 - x_3y_2) \quad (2)$$

本論文では、剪断変形を評価するため式(3)で求められる最大剪断ひずみ $\gamma_{\max}$ を扱う。

$$\gamma_{\max} = \sqrt{(\varepsilon_x - \varepsilon_y)^2 + \gamma_{xy}^2} \quad (3)$$

局所ひずみ分布は複数の標点を用いて求めた。本論文の測定では対象範囲を切欠きを含む $71 \mu\text{m} \times 95 \mu\text{m}$ の領域とし、その領域を 32 の三角形要素に分割した。

3. 実験結果および考察

3.1 微小構造体の応力-ひずみ挙動測定

Fig. 5 に、平滑試験片を用いて引張試験を中断しながら採取した典型的な荷重-変位(P - δ)曲線を示す。 P - δ 曲線に

Fig. 5 Load-displacement plot obtained for the micrometre-sized plain specimen of annealed Au. The indexes correspond to those in Fig. 6.

は、引張試験を中断した各停止位置において荷重落下が見られる。これらは試験片と治具をつなぐ接着剤(Fig. 4 参照)における応力緩和によるものである。Fig. 6 は、平滑試験片の

Fig. 6 A series of contour maps of the stretched gauge part during uniaxial tensile loading measured by SWLI.

Fig. 7 Stress-strain curves for micrometre-sized plain specimens of annealed Au obtained by coupling the intermittent microtension test with SWLI.

試験を中断して採取した SWLI コンター図を示す(記号は Fig. 5 と対応). P - δ 曲線の初期段階では, 個々の荷重落下点間には線形関係が見られ(Fig. 5), SWLI 図では, 試験片平行部が均一に変形している様子がうかがえる(Fig. 6(a), (b)). 均一変形は応力が最大値に到達するまで持続する(Fig. 6(c)). $22.5\ \mu\text{m}$ の変位において表面形状が不均一になり始め(Fig. 6(d)), 最終的にそこでネッキングを生じる(Fig. 6(e)). このように, SWLI は, 微小構造体における変形の局在化過程の詳細な観察に適用できる.

Fig. 8 (a) Load-displacement plot, (b) (c) SWLI images and (d) local strain distribution map at the notch tip.

応力-ひずみ曲線を取得するために, 前記の要領で SWLI 像から 2 つの標点を選択し, 引張試験中の両点の位置を追跡した. Fig. 7 は 3 つの Au 微小構造体引張試験片についての応力-ひずみ曲線を示す. 引張試験の結果は, 降伏応力が $40\sim 60\ \text{MPa}$ で良好な再現性を示し, この値は過去に報告されている粗大粒 Au 材の結果から期待される値と一致している¹⁶⁾.

3.2 切欠き先端の微小変形挙動の観察と局所ひずみ分布測定

Fig. 8(a) に SEN 試験片の P - δ 曲線を, (b) および (c) に表面形状画像を, そして (d) に局所ひずみ分布を示す. 荷重-変位曲線 (Fig. 8(a)) における線形挙動の後, 切欠きの開口が開始し, 切欠き先端の左斜面がすべり線方向に沿って変位していく様子が観察された (Fig. 8(b)). マクロ変位 $70\ \mu\text{m}$ のところでは, 切欠き先端右斜面において表面の凹凸が大きくなっていく様子が観察される (Fig. 8(c)). マクロ変位 $20\ \mu\text{m}$ と $70\ \mu\text{m}$ における SWLI 画像の比較により作成した最大剪断ひずみの分布図では, 切欠き方向に対して約 47° , 52° ならびに -37° の角度でひずみが集中している様子が見られる (Fig. 8(d)). Fig. 9 に引張試験前に切欠き先端部で取得した EBSD 解析マップを結晶粒方位ごとに色づけたものとそのステレオ投影図を示す.

Fig. 3 に示すように, SEN 試験片の切欠き深さは $150\ \mu\text{m}$ で, 先端部は粒度約 $20\ \mu\text{m}$ の単結晶内部に位置している. この場合, 供試材が Au のため, その高い異方性がひずみの

Fig. 9 (a) Colour-coded map showing grains at the notch tip and (b) stereographic projection of the notch tip grain in the SEN specimen. LD and ND denote the loading and notch directions, respectively. White lines are drawn on the grain boundaries with misorientation angles between 2° and 15° , and black lines with misorientation angles larger than 15° .

Table 1 Relative shear stress, τ' , imposed on predicted slip systems.

Slip plane	Slip direction		
($\bar{1}\bar{1}1$)	[101]	[011]	[101]
	0.383	0.275	0.646
(111)	[101]	[$\bar{1}01$]	[0 $\bar{1}1$]
	0.321	0.620	0.335
($\bar{1}1\bar{1}$)	[101]	[011]	[110]
	0.611	0.348	0.282
($\bar{1}\bar{1}1$)	[0 $\bar{1}1$]	[101]	[110]
	0.403	0.607	0.211

方向性に影響を与えることが考えられる。しかし過去の報告¹⁷⁾では、結晶粒粒度に対し切欠き深さが大きく、切り欠き先端部が存在する結晶周辺に方向の異なる結晶が隣接している場合、材料の異方性が小さくなることが述べられている。また別の報告¹⁸⁾では、延性 FCC 単結晶の(010)面上に[$\bar{1}01$]方向に切欠きが存在する変形場を仮定し、モード I で面内ひずみのシミュレーションを行っており、切欠き側面に平行な応力 T-stress が 0 の場合、等方性の材料と類似した性質を示すことも述べられている。これらの報告を参考にし、本研究では等方性弾性体のモード I き裂開口を仮定して、次の式(4)、(5)、(6)、(7)で与えられるき裂先端の結晶におけるすべり系に作用する分解剪断応力を計算した。

$$\sigma_x = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \left(1 - \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \right) \quad (4)$$

$$\sigma_y = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \left(1 + \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \right) \quad (5)$$

$$\tau_{xy} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \sin \frac{\theta}{2} \cos \frac{3\theta}{2} \quad (6)$$

$$\sigma_z = 0 \quad (7)$$

ここで σ と τ はそれぞれ垂直応力と剪断応力で、下付き文字 x , y および z は切欠き方向、荷重負荷方向、 x - y 平面に対して垂直な方向をそれぞれ示しており、 r はき裂先端部からの距離、 θ は x - z 面上における切欠き方向からの角度、そして K_I は mode I 負荷における応力拡大係数である。Table 1 に規格化した分解剪断応力 $\tau' = \tau\sqrt{2\pi r}/K_I$ を示す。この結果から、変位 20 μm における表面起伏の傾斜と角度は、分解剪断応力が 1 番目と 2 番目に高い 2 つのすべり系($\bar{1}\bar{1}1$)[101]および(111)[$\bar{1}01$]のものと一致した。さらに変位 70 μm においては、($\bar{1}\bar{1}1$)[101]すべり系が活動したと考えられる(Fig. 8(c), (d)と Fig. 9(b))。このように、マイクロ引張試験技術とそのひずみ測定法を EBSD などの金属組織評価技術と組み合わせることにより、メゾスケール構造の結晶塑性を明らかにすることが可能になる。

4. 結 言

走査型白色干渉(SWLI)計を用いた、微小構造体のマイクロ引張試験における非接触ひずみ測定システムの開発を行った。本システムを用いて、引張試験中にマイクロサイズ試験片表面に存在する標点を追跡することでひずみ測定が可能となった。Au マイクロ試験片の引張試験における SWLI を用いたその場観察により、信頼性の高い応力-ひずみ曲線が得られることを確認した。また切欠き先端部における局所ひずみ分布は、切欠き先端での特異性から考えられるすべりの活動を描写していた。SWLI は、微小構造体の表面形状を詳細に分析でき、マクロひずみおよび局所ひずみの計測を行うための非常に有効なツールであるといえる。

本研究は JSPS 科研費 26630354 の助成を受けたものである。

文 献

- 1) M. D. Uchic, D. M. Dimiduk, J. N. Florando and W. D. Nix: Science **305**(2004) 986-989.
- 2) J. R. Greer, W. C. Oliver and W. D. Nix: Acta Mater. **53**(2005) 1821-1830.
- 3) R. Dou and B. Derby: Scr. Mater. **61**(2009) 524-527.
- 4) J. R. Greer and J. T. M. De Hosson: Prog. Mater. Sci. **56**(2011) 654-724.
- 5) O. Kraft, P. A. Gruber, R. Mönig and D. Weygand: Annu. Rev. Mater. Res. **40**(2010) 293-317.
- 6) D. Kaufmann, A. S. Schneider, R. Mönig, C. A. Volkert and O. Kraft: Int. J. Plasticity **49**(2013) 145-151.
- 7) D. Kiener, W. Grosinger, G. Dehm and R. Pippan: Acta Mater. **56**(2008) 580-592.
- 8) D. Kiener, W. Grosinger and G. Dehm: Scr. Mater. **60**(2009) 148-151.
- 9) Y. Mine, H. Fujisaki, M. Matsuda, M. Takeyama and K. Takashima: Scr. Mater. **65**(2011) 707-710.
- 10) Y. Mine, R. Maezono, H. Oda, M. Yamasaki, Y. Kawamura and K. Takashima: Mater. Trans. **56**(2015) 952-956.
- 11) G. Khatibi, R. Stickler, V. Gröger and B. Weiss: J. Alloy. Compd. **378**(2004) 326-328.
- 12) T.-S. Park, D.-C. Baek and S.-B. Lee: Sens. Actuators A **115**(2004) 15-22.
- 13) T. Tsuchiya, M. Hirata and N. Chiba: Thin Solid Films **484**(2005) 245-250.
- 14) T. Tsuchiya, M. Hirata, N. Chiba, R. Udo, Y. Yoshitomi, T. Ando, K. Sato, K. Takashima, Y. Higo, Y. Saotome, H. Ogawa and K. Ozaki: J. Microelectromech. Syst. **14**(2005) 1178-1186.
- 15) G. Simons, Ch. Weippert, J. Dual and J. Villain: Mater. Sci. Eng. A **416**(2006) 290-299.
- 16) R. D. Emery and G. L. Povirk: Acta Mater. **51**(2003) 2067-2078.
- 17) M. Kamaya and T. Kitamura: Int. J. Fract. **124**(2003) 201-213.
- 18) S. D. Patil, R. Narasimhan and R. K. Mishra: J. Mech. Phys. Solids **56**(2008) 2265-2286.