新たな *In Situ* 圧子圧入法としての改良型顕微インデンテーション法の開発と応用*

峯田 才寛¹ 三浦 誠司² 岡 和彦¹ 宮島 達也³

¹弘前大学大学院理工学研究科

²北海道大学大学院工学研究院材料科学部門

³国立研究開発法人産業技術総合研究所

J. Japan Inst. Met. Mater. Vol. 84, No. 4 (2020), pp. 128-134

© 2020 The Japan Institute of Metals and Materials

Application of Modified Optical Indentation Microscopy as New *In Situ* Indentation Method

Takahiro Mineta¹, Seiji Miura², Kazuhiko Oka¹ and Tatsuya Miyajima³

¹Department of Mechanical Science and Engineering, Graduate School of Science and Technology, Hirosaki University, Hirosaki 036-8561

²Division of Materials Science and Engineering, Faculty of Engineering, Hokkaido University, Sapporo 060-8628

³National Institute of Advanced Industrial Science and Technology (AIST), Nagoya 463-8560

In the present study, a newly established *in situ* indentation technique by the use of an optically transparent indenter and an immersion liquid, so-called “modified optical indentation microscopy”, was applied for an investigation on the plastic deformation behavior of various samples during indentation. In this technique, the gap between the indenter and the specimen surface is filled with the immersion liquid such as silicone oil and kerosene to widely observe the specimen surface during indentation. In the *in situ* observations by this technique using polycrystalline pure Mg, the occurrence of various plastic deformation mechanisms and the increase of the anisotropic contact area during indentation can be recognized. Moreover, the increase and the decrease of the contact area which is corresponding to superelasticity during indentation were observed by this technique using the TiNi superelastic alloy. The results of the *in situ* observations were consistent with the analysis results based on the Hertz theory. [doi:10.2320/jinstmet.J2019051]

(Received December 26, 2019; Accepted January 7, 2020; Published March 25, 2020)

Keywords: optical indentation microscopy, *in situ* observation, magnesium, superelastic alloy, Hertz theory

1. 緒 言

インデンテーション法は種々の材料特性を同時に測定することが可能であり、また試験片サイズの制限も少ないという利点を有する。インデンテーションから得られる材料特性をより正確に測定するためには、押し込み深さ、負荷荷重、及び圧子-試験片間の接触領域面積等のインデンテーションパラメータを正確に決定する必要がある。またインデンテーション中における材料の変形挙動を理解するためには、上記インデンテーションパラメータと様々な変形痕(すべり線、双晶、sink-in, pile-up等)の関係を明らかにすることが重要となる。しかしながら、汎用的な *ex situ* インデンテーション法を用いて上記関係を明らかとすることは困難である。それゆえ、インデンテーション中における上記インデンテーションパラメータと変形痕を同時に *in situ* 観察することが可能なインデンテーション技術の開発が望まれてきた。

これまでに様々な *in situ* インデンテーション法の開発が行われてきている¹⁻¹⁴⁾。それらの *in situ* インデンテーション法

は以下の3つのグループに分類される(Fig. 1)。

(a) 光学的に透明な試験片を用いた *in situ* インデンテーション法(Fig. 1(a))¹⁻⁴⁾。

(b) 試験片表面に対して角度を付けた方向から観察する *in situ* インデンテーション法(Fig. 1(b))⁵⁻⁷⁾。

(c) 光学的に透明な圧子を用いた *in situ* インデンテーション法(Fig. 1(c))⁸⁻¹⁴⁾。

in situ インデンテーション法(a)では広範囲に渡る試験片の変形及び破壊挙動を観察可能である一方で、光学的に透明な試験片以外には適用ができないという問題点がある。*in situ* インデンテーション法(b)では各種電子顕微鏡観察技術と組み合わせることで高分解能の観察が可能となるが、観察可能な視野範囲が限られているために接触領域面積の決定が困難となる。一方で *in situ* インデンテーション法(c)は光学的に透明な試験片に限らず様々な試験片に適用が可能である。また手法(c)は圧子の接触領域周辺における変形挙動と押し込み深さ、負荷荷重及び圧子-試験片間の接触領域面積等のインデンテーションパラメータを同時に得ることが可能である。結果として、上記インデンテーションパラメータと接触領域周辺の変形痕の同時観察が可能であるという利点を有する。

光学的透明圧子を用いた *in situ* インデンテーションでは、

* Mater. Trans. 60(2019) 1416-1422 に掲載。Fig. 3 の Caption を一部修正。

圧子/大気の界面において入射光の屈折や全反射が起こり得る。これは、一般的に光学的透明圧子と大気の屈折率が大きく異なることに起因する。入射光の屈折は *in situ* 観察像の歪みを引き起こし、また全反射は観察像中における不可視領域が生じる原因となる。上記理由により、Miyajima 等^{8,9)}やFeng 等^{10,11)}により提案された光学的透明圧子を用いた *in situ* インデンテーション法においては、圧子接触領域周辺での可視領域は限られたものとなっている。Maslenikov 等は光の入射経路を制御するための新たな圧子形状を提案し、光の屈折に起因する *in situ* 観察像の歪みを回避することに成功している¹²⁾。しかしその技術では、圧子/大気の界面における光の全反射を回避することが困難となる。一方、我々は光の屈折と全反射の両方を低減することが可能な *in situ* インデンテーション法である改良型顕微インデンテーション法を開発した¹⁴⁾。改良型顕微インデンテーション法では、圧子と試験片表面間の空間を圧子に近い屈折率を有する液体(屈折率調整液)で満たすことにより、光の屈折と全反射の低減を可能としている。

本研究では、改良型顕微インデンテーション法により種々

の材料における変形挙動の *in situ* 観察を行った。また、上記試験から測定されるインデンテーションパラメータ及びヘルツの弾性接触理論に基づき変形挙動の考察を行った。本研究における改良型顕微インデンテーション法では、その対称性の高い圧子形状から半球状圧子(Brinell インデンテーション)を選択した。

2. 実験方法

2.1 改良型顕微インデンテーション法

Fig. 2 に (a) 改良型顕微インデンテーション装置の構成と (b) 試験中における光路の模式図を示す。改良型顕微インデンテーション法における光学モデルの詳細は先行研究に記す¹⁴⁾。光学的透明圧子を用いた *in situ* インデンテーションでは、圧子表面で入射光の屈折及び全反射が生じ得る。スネルの法則より、入射角 θ_i 、屈折角 θ_r 、臨界角 θ_0 、光学的透明圧子及び屈折率調整液の屈折率 n_i 及び n_r の関係は

$$\sin \theta_i = \frac{n_r}{n_i} \times \sin \theta_r \quad (1)$$

Fig. 1 Various previously proposed *in situ* indentation techniques.

Fig. 2 (a) Schematic illustration of modified optical indentation microscopy and (b) ray paths.

$$\sin \theta_0 = \frac{n_r}{n_i} \quad (2)$$

として表される. 式(1)及び式(2)より, 光学的透明圧子を用いた *in situ* インデンテーションでは屈折率比 n_r/n_i が 1 に近いほど入射角 θ_i と屈折角 θ_r の差が小さくなり且つ臨界角 θ_0 が 90° に近づくため, 良好な観察像が得られると言える. 本研究では, 光学的透明圧子の材料としてサファイア ($n_i = 1.77$, Vickers 硬度: 2000 HV^{15,16}) 及び石英ガラス ($n_i = 1.46$, Vickers 硬度: 1200 HV^{17,18}) を選択した. 圧子用材料の選定に関する詳細は先行研究に記す¹⁴⁾. また, 屈折率調整液としてシリコンオイル ($n_r = 1.51$) 及びケロシン ($n_r = 1.43$) を選択した. 改良型顕微インデンテーション試験中, 屈折率調整液は圧子と試験片表面の間の空間に表面張力で保たれた. Table 1 に本研究及び先行研究で用いた光学的透明圧子と屈折率調整液の組み合わせを示す⁹⁻¹²⁾. 本研究で用いた光学的透明圧子と屈折率調整液の組み合わせにおける屈折率比 n_r/n_i は先行研究におけるそれら ($n_r/n_i = 0.66, 0.56, 0.41$) に比べて 1 に近い. したがって, 改良型顕微インデンテーション法により圧子押し込み試験中における接触領域周辺の試験片表面を *in situ* 観察することが可能となる.

2.2 試験材料及び試験条件

2.2.1 Pure Mg 多結晶

本研究では, すべり変形及び双晶変形が共に生じ易い Pure Mg 多結晶を試験材料として選択した. 高純度 Mg (99.97%) を Ar 雰囲気にて高純度グラファイト坩堝内で高周波誘導溶解し, 鉄製鋳型に鑄造した. 厚さ 4 mm に切断した Pure Mg 試験片にエメリー紙及びコロイダルシリカ (粒子径 0.04 μm) を用いた機械研磨を施した後, $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ -4% HCl を用いたエッチングを行った. その Pure Mg 試験片をガラス管へ Ar 封入し, 773 K, 2 h の熱処理を施し水冷した. Pure Mg 試験片の押し込み試験は, 改良型顕微インデンテーション装置を用いて常温で実施した. 変位速度は 1 $\mu\text{m/s}$, 最大押し込み荷重は 9.8 N とし, 圧子-屈折率調整液の組み合わせとしてサファイア-シリコンオイル ($n_r/n_i = 0.85$, 圧子半径 $R = 500 \mu\text{m}$) を選択した. 試験後に, FE-SEM (field emission scanning electron microscopy; 日本電子(株)JSM 6500F) 及び EBSD (electron backscatter diffraction) 法による試験片表面観察を行った.

2.2.2 TiNi 超弾性合金

本研究における第 2 の試験材料として, TiNi 超弾性合金

を選択した. 高純度 Ti (99.99%) 及び高純度 Ni (99.99%) を Ar 雰囲気にて水冷 Cu ハース上でタングステン電極を用いてアーク溶解し, 47.6 at% Ti-52.4 at% Ni インゴットを作製した. 合金組成は蛍光 X 線分析 (日本電子(株)JSX-3220Z) を用いて測定した. 厚さ 4 mm に切断した TiNi 超弾性合金試験片にエメリー紙及びアルミナスラリー (粒子径 0.1 μm) を用いた機械研磨を施した. その TiNi 超弾性合金試験片をガラス管へ Ar 封入し, 673 K, 1 h の熱処理を施した後に水冷した. TiNi 超弾性合金試験片の押し込み試験は, 改良型顕微インデンテーション装置を用いて常温で実施した. 変位速度は 1 $\mu\text{m/s}$, 最大押し込み荷重は 49 N とし, 圧子-屈折率調整液の組み合わせとして石英ガラス-ケロシン ($n_r/n_i = 0.98$, 圧子半径 $R = 500 \mu\text{m}$) を選択した. 本研究で用いた TiNi 合金の超弾性特性を確認するために, $4 \times 4 \times 8 \text{ mm}^3$ の試験片を用いた圧縮試験をひずみ速度 $\dot{\epsilon} = 2.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, 常温の条件で行った.

3. 結果と考察

3.1 Pure Mg 多結晶

Fig. 3 に Pure Mg 多結晶における (a)-(f) *in situ* 観察像, (g)-(i) 画像処理ソフト (ImageJ ver. 1.45I) を用いた画像処理後の *in situ* 観察像, (j) 圧痕の光学顕微鏡観察像, (k) 試験後の EBSD 解析結果を示す. 画像処理は圧子と試験片の接触領域を明確化するために行った. 逆極点図マップ (Fig. 3(k)) における黒太線で示される界面は $\{10\bar{1}2\}$ 双晶界面を表す. 押し込み荷重の増加に伴う接触領域の拡張が観察された. Fig. 3 に示すとおり, 接触領域及び圧痕の形状は円形とはならず歪んでいることが確認された. これは Pure Mg における塑性異方性に起因するものであると考えられる^{13,14,19-21)}. また, 圧子押し込み過程におけるすべり線及び双晶の導入が観察された. 試験後の光学顕微鏡観察結果からも, 同様の塑性変形機構の活動が確認された. 試験後の EBSD 解析より, すべり線は底面すべりの活動によるものであり, また発生した双晶は $\{10\bar{1}2\}$ 双晶であることが確認された. 導入された $\{10\bar{1}2\}$ 双晶の多くは圧子と試験片の接触部から発生しているが, 一部の $\{10\bar{1}2\}$ 双晶は接触部から離れた位置で発生しているのも確認された (twin A in Fig. 3(b)). これは圧子押し込み時に生じた接触領域周辺の応力場に起因するものであると考えられる. 有限要素法等の計算機シミュレーションを用いることでこの現象をより詳細に理解できるものであると期待

Table 1 Indenters, immersion liquids and their refractive indices used in the present work and previous work⁹⁻¹²⁾.

Indenter	n_i	Immersion liquid	n_r	n_r/n_i
Silica glass	1.46	Kerosene	1.43	0.98
Sapphire	1.77	Silicone oil	1.51	0.85
BK7 [10]	1.52	No (air)	1.00	0.66
Sapphire [9,11]	1.77	No (air)	1.00	0.56
Diamond [9,12]	2.42	No (air)	1.00	0.41

される。

Pure Mg 多結晶における改良型顕微インデンテーション法により得られた荷重-変位曲線を Fig. 4(a) に示す。ヘルツの弾性接触理論を考えると、平坦な試料表面と球状圧子が弾性接触した場合、荷重 P と変位 h の関係は以下の式で示される²²⁾。

$$P = \frac{4}{3} R^{1/2} E^* h^{3/2} \quad (3)$$

ここで E^* は圧子と試料から成る系の合成ヤング率である。式(3)より、塑性変形が生じなければ $P \propto h^{3/2}$ の関係が成り立つ。Fig. 4(b) の $P - h^{3/2}$ 曲線に示す通り、 P が約 0.9 N 以下で P は $h^{3/2}$ に比例している。それゆえ、 $P = 0.9$ N 程度で塑性変形が生じたと推測される。これは $P = 1.0$ N において接触領域の端で $\{10\bar{1}2\}$ 双晶の活動が確認された結果と矛盾しない(Fig. 3(b))。

上記結果より、改良型顕微インデンテーション法により歪

Fig. 3 (a)–(f) *In situ* images, (g)–(i) processed *in situ* images, (j) an optical micrograph after testing, and (k) EBSD analysis results of polycrystalline pure Mg. The red circles in (b) indicate the twins.

Fig. 4 (a) A $P - h$ curve and (b) a $P - h^{3/2}$ curve obtained by modified OIM using polycrystalline pure Mg.

んだ接触領域の拡張過程と塑性変形機構の発生を *in situ* 観察することが可能であることが明らかとなった。 *in situ* 観察像とヘルツの弾性接触理論に基づく $P-h^{3/2}$ 曲線の解析結果は矛盾せず、本手法によりインデンテーション中における塑性変形挙動の解析が可能であると言える。改良型顕微インデンテーション法と有限要素法等の数値解析手法を組み合わせることでインデンテーション中における塑性変形挙動の更なる理解が可能であると期待される。

3.2 TiNi 超弾性合金

Fig. 5 に TiNi 合金の圧縮試験から得られた公称応力-ひずみ曲線を示す。公称ひずみは試験片の初期高さと試験機クロスヘッドの移動量から計算した。Fig. 5 に示す通り、本 TiNi 合金は室温において超弾性特性を示すことが確認された。Fig. 6 に TiNi 超弾性合金を用いた改良型顕微インデンテーション法における (a)-(c) 負荷過程及び (d)-(e) 除荷過程での *in situ* 観察像を示す。負荷過程における接触領域の拡張及び

Fig. 5 A nominal stress-indentation strain curve of TiNi superelastic alloy.

除荷過程におけるその縮小が共に観察された。この結果は本合金における超弾性特性に対応する。除荷過程における圧痕消失のため、従来の *ex situ* インデンテーションでは超弾性合金の接触領域面積(圧痕面積)を計測することはできない。一方で、本研究における改良型顕微インデンテーション法では接触領域面積と負荷荷重 P の関係を *in situ* 観察から直接的に求めることが可能である。Fig. 7 に TiNi 超弾性合金における (a) $P-h$ 曲線及び (b) $P-h^{3/2}$ 曲線を示す。Fig. 7(a) に示す通り、 $P-h$ 曲線では超弾性特性に起因するヒステリシスが確認された。これは超弾性合金における球状圧子を用いたインデンテーションで典型的な $P-h$ 曲線であり²³⁾、Fig. 6 に示す *in situ* 観察像とも矛盾しない。 $P-h^{3/2}$ 曲線より、負荷過程での約 15 N 以下の負荷荷重において P と $h^{3/2}$ が比例関係にあることが確認された。したがって、超弾性変形は $P=15$ N 程度で生じたと考えられる(式(3))。

改良型顕微インデンテーション法による *in situ* 観察像から接触領域面積を求めることが可能である。TiNi 超弾性合金における接触領域の半径 r を計測し、負荷荷重 P との関係を求めた。球状圧子を用いたインデンテーションにおいて、インデンテーション応力 σ_i 及びインデンテーションひずみ ε_i は以下の式で示される^{22,24)}。

$$\sigma_i = \frac{P}{\pi r^2} \quad (4)$$

$$\varepsilon_i = \frac{4}{3\pi} \frac{r}{R} \quad (5)$$

Fig. 8 に TiNi 超弾性合金におけるインデンテーション応力-ひずみ曲線を示す。インデンテーション応力-ひずみ曲線では明瞭なヒステリシスが確認された。Fig. 8 より、合成ヤング率は $E^* = 21$ GPa を見積もられた。インデーターと TiNi 合金のヤング率及びポアソン比を用いることで($E_i = 76.4$ GPa, $\nu_i = 0.17$, E_{TiNi} 及び $\nu_{\text{TiNi}} = 0.30$ ^{18,25)}), 合成ヤング率は以下の式で求められる^{22,24)}。

Fig. 6 (a)-(e) *In situ* images of TiNi superelastic alloy.

Fig. 7 (a) A $P-h$ curve and (b) a $P-h^{3/2}$ curve obtained by modified OIM using TiNi superelastic alloy.

Fig. 8 An indentation stress-indentation strain curve of TiNi superelastic alloy.

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1 - \nu_{\text{TiNi}}^2}{E_{\text{TiNi}}} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} \quad (6)$$

式(6)より, TiNi 合金のヤング率は $E_{\text{TiNi}} = 26.1 \text{ GPa}$ と見積もられた. E_i は E_{TiNi} の約 3 倍大きく, インデンターの弾性変形による影響は無視できる程度に小さいと考えられる. インデンテーション(Fig. 8)及び圧縮試験(Fig. 5)から求められた 0.2% 耐力はそれぞれ 1206 MPa 及び 648 MPa であった. ここで, Sakai 等はインデンテーションから求めた 0.2% 耐力は圧子半径に依存し, またその値は圧縮試験から求めた 0.2% 耐力より高いことを指摘している²⁶⁾. 上述の通り, 超弾性変形は約 $P = 15 \text{ N}$ において生じていた. 式(4)より, 負荷荷重 $P = 15 \text{ N}$ はインデンテーション応力 $\sigma_i = 1145 \text{ MPa}$ に対応し, その値はインデンテーションから求めた 0.2% 耐力と矛盾しない. Fig. 9 に Brinell 硬度 HB と押し込み荷重 P の関係を示す. ここで Brinell 硬度の計算に用いた接触領域半径 r は *in situ* 観察像から求めたものであり, それゆえ Fig. 9 の Brinell 硬度には弾性変形と超弾性変形の両方による寄与が含まれている. 破線はヘルツの弾性接触理論($E^* = 21 \text{ GPa}$)に基づき求めた Brinell 硬度であり, その時の接触領域

Fig. 9 A relationship between Brinell hardness and applied load P of TiNi superelastic alloy.

半径は以下の式より求めた⁹⁾.

$$2r = \left(\frac{6R}{E^*} \right)^{1/3} P^{1/3}. \quad (7)$$

超弾性変形に起因して, 負荷過程及び除荷過程における HB は明瞭に異なることが明らかとなった. また, 負荷荷重が 15 N 以下において負荷過程での曲線が破線で示されるヘルツの弾性接触理論とよく一致していた. したがって超弾性変形は約 $P = 15 \text{ N}$ において生じたと考えられ, この結果は Fig. 7(b) に示す $P-h^{3/2}$ 曲線ともよく一致する.

TiNi 超弾性合金のインデンテーション中における変形挙動を, *in situ* 観察像及び改良型顕微インデンテーション法から求めた種々のインデンテーションパラメータを用いて考察する. *in situ* 観察像の拡大図を Fig. 10 に示す. 変形前($P = 0 \text{ N}$, Fig. 10(a))及び負荷過程初期($P = 10 \text{ N}$, Fig. 10(b))の段階では, 試験片表面は平坦であった. 一方で, Fig. 10 中の黒矢印で示される表面起伏の発生が負荷過程後期($P = 20 \text{ N}$, Fig. 10(c))で確認された. また負荷荷重の増加に伴いこの表面起伏の拡張が確認された($P = 49 \text{ N}$, Fig. 10(d)). 除荷過程

Fig. 10 Magnified *in situ* images of TiNi superelastic alloy. The black arrows show the surface relief caused stress-induced martensitic transformation.

においてこの表面起伏が消滅することが明らかとなった($P = 10$ N, Fig. 10(e)). 表面起伏が生じた負荷荷重は上述した $P - h^{3/2}$ 曲線(Fig. 7(b))及び $HB - P$ 曲線(Fig. 9)から得られる解析結果とよく一致する。以上より、応力誘起マルテンサイト変態に起因するせん断ひずみにより表面起伏が生じたものであると考えられる。

上記の結果より、改良型顕微インデンテーション法は接触領域の拡大及び縮小過程を *in situ* 観察することが可能であり、結果として超弾性材料における Brinell 硬度の算出が可能となる。加えて、接触領域周辺における応力誘起マルテンサイト変態による表面起伏の導入が観察された。インデンテーション応力-ひずみ曲線において明瞭な超弾性特性が確認された。さらに、変形の *in situ* 観察結果はヘルツの弾性接触理論に基づく解析結果と矛盾しないことが明らかとなった。したがって、本手法は超弾性材料における特性評価及び変形挙動の理解に効果的であると期待される。

4. 結 論

改良型顕微インデンテーション装置を用いて、Pure Mg 多結晶及び TiNi 超弾性合金の押し込み変形挙動を *in situ* 観察した。

(1) Pure Mg 多結晶におけるすべり変形及び変形双晶の活動、並びに異方性接触領域の拡張過程が改良型顕微インデンテーション法により観察された。したがって、本手法により上記観察結果とインデンテーションパラメータの関係を明らかにすることができた。

(2) TiNi 超弾性合金における接触領域の拡張及び縮小過程が改良型顕微インデンテーション法により観察された。インデンテーション応力-ひずみ曲線は明瞭な超弾性特性を示すことが明らかとなった。インデンテーション中における応力誘起マルテンサイト変態が観察され、その結果は各種インデンテーションパラメータ及びヘルツの弾性接触理論に基づ

く解析とよく一致するものであった。

本研究は、公益財団法人天田財団一般研究開発助成を受けて遂行されました。ここに謝意を表します。

文 献

- 1) S. Yoshida, M. Kato, A. Yokota, S. Sasaki, A. Yamada, J. Matsuoka, N. Soga and C.R. Kurkjian: J. Mater. Res. **30** (2015) 2291-2299.
- 2) M. Sakai and Y. Nakano: J. Mater. Res. **17** (2002) 2161-2173.
- 3) R.F. Cook and G.M. Pharr: J. Am. Ceram. Soc. **73** (1990) 787-817.
- 4) D.J. Morris and R.F. Cook: J. Am. Ceram. Soc. **87** (2004) 1494-1501.
- 5) G. Laplanche, J. Pfitzing-Micklich and G. Eggeler: Acta Mater. **78** (2014) 144-160.
- 6) J.K. Deuschle, G. Buerki, H.M. Deuschle, S. Enders, J. Michler and E. Arzt: Acta Mater. **56** (2008) 4390-4401.
- 7) J. Michler, R. Rabe, J.-L. Bucaille, B. Moser, P. Schwaller and J.-M. Breguet: Wear **259** (2005) 18-26.
- 8) M. Sakai, N. Hakiri and T. Miyajima: J. Mater. Res. **21** (2006) 2298-2303.
- 9) T. Miyajima and M. Sakai: Philos. Mag. **86** (2006) 5729-5737.
- 10) C. Feng and B.S. Kang: Expe. Mech. **46** (2006) 91-103.
- 11) C. Feng and B.S. Kang: Expe. Mech. **48** (2008) 9-15.
- 12) I.I. Maslenikov, V.N. Reshetov, A.S. Useinov and M.A. Doronin: Instrum. Exp. Tech. **61** (2018) 719-724.
- 13) T. Mineta, S. Miura, K. Oka and T. Miyajima: J. Japan Inst. Met. Mater. **81** (2017) 196-205.
- 14) T. Mineta, S. Miura, K. Oka and T. Miyajima: Mater. Trans. **59** (2018) 602-611.
- 15) S. Kobayashi, S. Masui and S. Miura: J. Soc. Mater. Sci., Japan **51** (2002) 780-787.
- 16) P.J. Burnett and T.F. Page: J. Mater. Sci. **19** (1984) 3524-3545.
- 17) K. Oda and T. Yoshio: J. Ceram. Soc. Japan **97** (1989) 1493-1497.
- 18) T. Adachi and S. Sakka: J. Mater. Sci. **25** (1990) 4732-4737.
- 19) T. Mineta and S. Miura: MRS Proc. **1741** (2015) 47-52.
- 20) T. Mineta, S. Miura, T. Mukai, M. Ueda and T. Mohri: J. Japan Inst. Met. Mater. **77** (2013) 466-472.
- 21) T. Mineta and H. Sato: Mater. Sci. Eng. A **735** (2018) 418-422.
- 22) S.R. Kalidindi and S. Pathak: Acta Mater. **56** (2008) 3523-3532.
- 23) W. Yan, Q. Sun, X.-Q. Feng and L. Qian: Int. J. Solids Struct. **44** (2007) 1-17.
- 24) B.R. Donohue, A. Ambrus and S.R. Kalidindi: Acta Mater. **60** (2012) 3943-3952.
- 25) T. Namazu, A. Hashizume and S. Inoue: Sens. Actuator. A Phys. **139** (2007) 178-186.
- 26) M. Sakai and Y. Nakano: J. Mater. Res. **19** (2004) 228-236.