

## ナノ界面の疲労損傷と破壊

### FATIGUE DAMAGE AND FRACTURE AT NANO-INTERFACE

北村 隆行 (KITAMURA TAKAYUKI)

京都大学・大学院工学研究科・教授



#### 研究の概要

ナノ界面の疲労特性の解明を目的として、その疲労試験方法およびその場観察装置の開発を行うとともに、ナノ Cu の疲労による Cu/Si 界面端からの損傷と破壊について実験観察した。ナノスケール金属にも疲労現象は存在し、界面破壊することが明らかとなった。これは、疲労によって界面端近傍の Cu 中に緻密なすべり帯が形成されるためであることが判明した。

研究分野：材料強度学

科研費の分科・細目：機械工学 機械材料学・材料力学

キーワード：ナノ界面、疲労、損傷、破壊、ナノ金属、転位、界面端、ナノメカニクス

#### 1. 研究開始当初の背景

ミクロンまたはナノスケールのデバイスや機械には、きわめて小さな複数の材料が組み合わせて用いられている。一方、マクロな金属材料では、負荷の繰り返しに伴って数ミクロン大の転位構造が形成され、その部分から疲労き裂が発生し、それが進展して破壊に至る。しかし、本研究で対象とするナノ金属構造体内では、マクロ材料で見られる疲労損傷が発達するスペースがない。

一方、研究代表者らのグループの予備的実験はナノ金属の疲労による界面き裂発生現象の存在を示唆している。これは、ナノ材料においてマクロ材料とは異なるメカニズムによる疲労損傷の発達があり、応力集中しやすい界面において疲労破壊が生じることを暗示している。他方、ナノ界面の疲労破壊試験は技術的に多くの困難があり、その損傷・破壊過程は研究されることがない。

#### 2. 研究の目的

- (1) ナノ界面の疲労試験および詳細観察が可能である試験方法を開発すること。
- (2) それを用いた実験より疲労破壊特性を明らかにするとともに、ナノレベルの力学解析を行って、ナノ界面における疲労損傷・破壊のメカニクスを明らかにすること。

#### 3. 研究の方法

代表者らが行ってきたナノ構造体の静的強度試験のノウハウを発展させて、ナノ界面疲労試験体の作製方法および疲労試験方法を開発する。また、電子顕微鏡中での疲労試

験を可能にし、疲労破壊の過程を観察する。

開発した試験方法を用いて、ナノスケールの銅の疲労およびそれによる Cu/Si 界面端（応力集中部）のき裂発生機構を詳細観察する。また、ナノレベルの転位構造解析および数値シミュレーションを行い、ナノ疲労損傷・破壊のメカニクスを解明する。

#### 4. これまでの成果

集束イオンビーム (Focused Ion Beam: FIB) を用いて、ナノメートルスケールの界面を有する片持ち梁試験片を精密に作製する方法を開発した。また、疲労試験で重要な負荷点を明確にし、電子顕微鏡でその場観察が可能な疲労試験装置を完成した。本研究で開発した試験方法を用いてナノ界面の疲労試験に成功し、ナノ金属における疲労現象の存在、及び、それによってナノ界面に破壊が生じることを初めて明らかにすることができた。得られた 20nm スケールおよび 200nm スケール

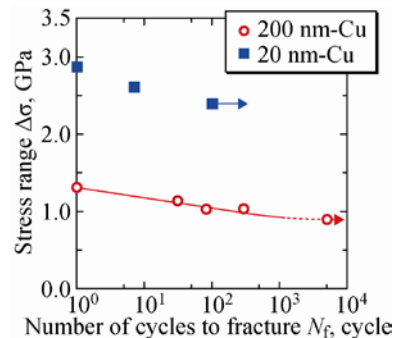


図1 ナノ界面疲労における  $S-N$  曲線

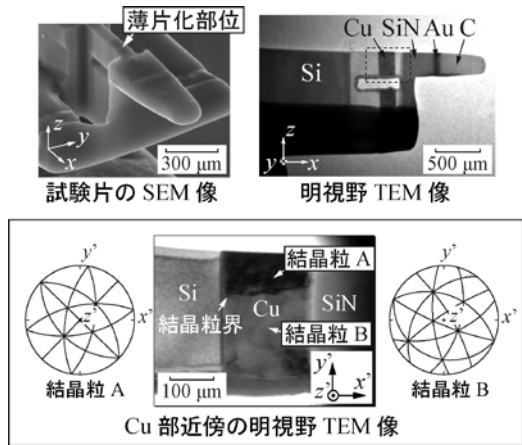


図 2 塑性領域の観察を可能にする透過曲げ試験片

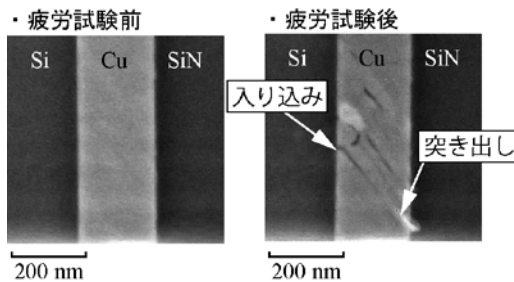


図 3 疲労試験後の表面に対する走査型電子顕微鏡観察像

の Cu における界面局所集中応力と疲労破壊繰返し数の関係 ( $S-N$  曲線) を図 1 に示す。これは、使用条件が厳しくなっている電子デバイスや MEMS/NEMS 材料においても疲労に対する信頼性が重要であることを示しており、工業的インパクトが大きい。

図 2 は、疲労試験中にナノ金属内部における塑性領域を透過観察するための試験片である。界面近傍の試験部を 100nm 以下にするとともに、負荷部の剛性や負荷時の座屈防止や面外変形防止に工夫を凝らしている。また、Cu は双結晶となるように切り出している。結晶粒形状だけではなく、電子線回折像から各々の結晶方位を試験前に同定することができる。すなわち、結晶粒・結晶粒界の情報を特定した試験が可能になっている。

疲労負荷によって界面端近傍 Cu 内部に板状の層になったナノスケールのきわめて緻密すべり構造が見られた (図 3)。この塑性変形が、界面端から Cu/Si 界面に沿ったき裂発生をもたらす原因である。

転位構造の負荷に対する安定性を厳密に評価する方法を提案し、離散転位動力学解析を用いてその有効性を示した。また、ランダ

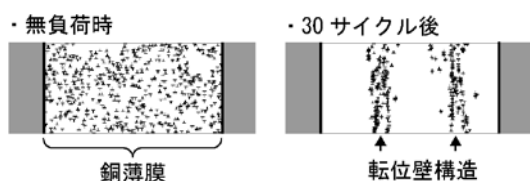


図 4 転位動力学による疲労転位構造解析結果

ムな初期転位配置から転位動力学手法によるシミュレーションを実施し、疲労負荷によって転位壁構造が形成されることを確認した (図 4)。膜厚が薄くなるとともにその疲労転位構造は形成されにくくなるが、負荷サイクル数が増加すると形成されやすくなる傾向がある。

## 5. 今後の計画

平成 24 年度は、多結晶 Cu を含むナノ試験片の界面疲労試験 (透過電子顕微鏡その場観察) と長寿命大規模疲労解析を予定している。なお、本研究は当初計画を上回って進行している。前者についてはすでに実験を開始し、後者についても基本的なプログラムは完成しており、両方とも準備ができている。

平成 25 年度は、それまでに行ってきた研究の総合評価および追加試験と解析、工業的応用の検討、さらに研究深化のための高温強度評価への試験方法拡張の模索を予定している。

## 6. これまでの発表論文等 (受賞等も含む)

・著書 (計 3 件)

T. Kitamura, H. Hirakata, T. Sumigawa, T. Shimada, *Fracture Nanomechanics*, Pan Stanford Publishing Pte. Ltd., (2011)  
(他 2 件)

・レビュー (計 5 件)

X. Li, I. Chasiotis, T. Kitamura, *In situ Scanning Probe Microscopy Nanomechanical Testing*, MRS Bulletin, Vol. 35, No. 5, pp. 361-367 (2010)  
(他 4 件)

・主な論文 (査読有: 計 34 件)

1. T. Sumigawa, T. Shishido, T. Murakami, T. Kitamura, *Interface Crack Initiation due to Nanoscale Stress Concentration*, Materials Science and Engineering A, Vol. 527, pp. 4796-4803 (2010)

2. 嶋田隆広, 近藤忠宏, 澄川貴志, 北村隆行, *離散転位動力学に基づく転位組織の力学的不安定性クライテリア*, 日本機械学会論文集A編, 76 巻, pp. 1721-1728 (2010)

3. 澄川貴志, 北川裕次郎, 北村隆行, *透視型電子顕微鏡を用いたナノスケール構造体中の塑性領域その場観察試験手法の開発*, 日本機械学会論文集A編, 76 巻, pp. 1713-1720 (2010)  
(他 31 件)

・このほか、3 年間に国際会議の特別講演 11 件、海外大学・研究所における特別講義 15 件を依頼によって行っている。

・受賞 (計 2 件)

1. 平成 23 年度 日本機械学会賞論文賞 (澄川貴志, 北川裕次郎, 北村隆行)

2. 平成 23 年度 日本機械学会賞論文賞 (梅野宜崇, 嶋田隆広, 北村隆行)

ホームページ:

<http://kitamura-lab.p1.bindsite.jp/kyoto-u/index.html>