

透過電子顕微鏡法による硬質材料のその場引張破断過程の観察

In situ tensile fracture observation of hard material in TEM

住友電工¹, 北野精機²

○中山 陽次郎¹, 山本 裕史¹, 畠山 達彦²

Sumitomo Electric Industries, Ltd.¹, KITANO SEIKI CO., LTD.²,

°Yojiro Nakayama¹, Hirofumi Yamamoto¹, Tatsuhiko Hatakeyama²,

E-mail: nakayama-yojiro@sei.co.jp

背景・目的

WC-Co をはじめとした硬質材料の高強度化にはその破壊メカニズムの解明が必要である。破壊メカニズムの解明にはナノメートル(nm)レベルの微細構造を観察する透過電子顕微鏡(TEM)法が有効であるが、これまで硬質材料の破断過程を TEM で観察した報告は少ない。これは、TEM 装置の試料スペースが mm 程度のため、試料を引張る構造や手法が少ないこと、電子線が透過できる数 100 nm の薄い領域が必要といった制限が多いためと考えられる。そこで、TEM 装置内で硬質材料を引張観察でき、さらに高温時でも引張観察ができるように加熱機構も追加した新規 TEM ホルダーを開発し、破断過程の微細構造の変化を観察することを目指した。

取り組み

観察試料は、バルク試料から切断と研磨により厚み 100 μm 程度の短冊試料を作製し、観察領域はあらかじめイオン加工等により TEM 観察が可能な厚み 300 nm 以下に薄片化させた。課題となる試料の引張方法については、より簡便で汎用性の高い手法として、短冊試料の両端を治具で挟み込んで引張る機構を採用した。また加熱手法については、電子線透過用窓を設けた小型のドーナツ型ヒータを設置した。

結果

開発したホルダーを用いて、WC-Co 合金のその場引張 TEM 観察を実施した。試料を引張ると Co 相内から亀裂が進展し、その過程では面欠陥が発生/増大し、最終的に破断する挙動を捉えた。本実験は室温で行ったが、開発したホルダーでは 600°C まで加熱できることを確認しており、高温時の破壊過程の観察を試みていきたい。更に、試料温度を更に高温化することを目指してホルダーの検討を進めたいと考えている。

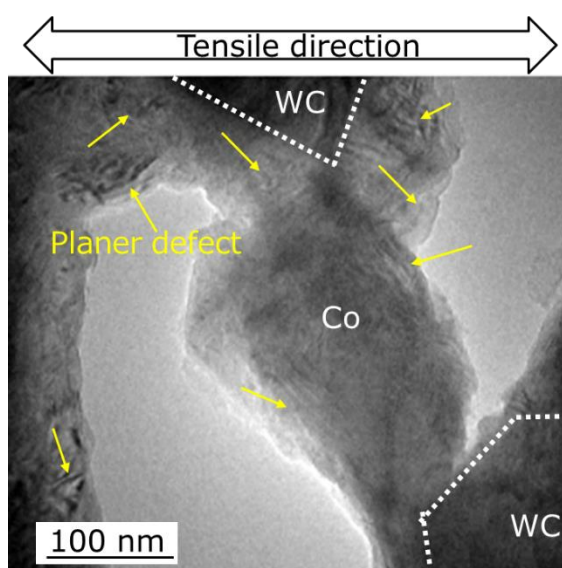


Fig. 1. TEM image of fractured WC-Co cemented carbide