

セラミックス材料に対するマイクロカンチレバー試験の 数値シミュレーション

Numerical simulation of microcantilever testing for ceramic materials

犬塚康介¹⁾, 村本真悠子²⁾, 松井和己³⁾, 山田貴博⁴⁾, 多々見純一⁵⁾

Kosuke Inuzuka, Mayuko Muramoto, Kazumi Matsui, Takayuki Yamada, and Junichi Tatami

1) 横浜国立大学 理工学部(工) (〒240-8501神奈川県横浜市保土ヶ谷区常盤台79番5号, E-mail: ko1205suke@gmail.com)

2) 横浜国立大学 理工学部(化) (〒240-8501神奈川県横浜市保土ヶ谷区常盤台79番5号)

3) 横浜国立大学 環境情報研究院 准教授 (〒240-0081 神奈川県横浜市保土ヶ谷区常盤台79番7号)

4) 横浜国立大学 環境情報研究院 教授 (〒240-0081 神奈川県横浜市保土ヶ谷区常盤台79番7号)

5) 横浜国立大学 環境情報研究院 准教授 (〒240-0081 神奈川県横浜市保土ヶ谷区常盤台79番7号)

In this study, the simulation models for so-called "micro cantilever beam testing" are developed to determine the material properties of ceramic materials considering their anisotropic crystal structures. After some V&V processes to the FE models, such as observation of exact dimension of the each specimens, mesh resolutions, simplification for loading condition or boundary conditions, the response surface would be evaluated against 6 elastic-plastic material parameters. Then, optimization problems to minimize the gaps in mechanical responses between the experiments and simulations, could be solved as typical inverse problems.

Key Words : Ceramics material, FEM, Anisotropy, Optimization by Response Surface

1. 緒言

セラミックス材料は、多結晶体の微細構造を有することが特徴で、バルク材の力学挙動はそれらの微細構造における力学現象に支配される。この材料は、巨視的には等方的であるとみなしてモデル化することが多い。なぜなら、結晶方位一つ一つがランダムな方位を向いていることを想定すればバルクレベルの結晶粒の集合体では、単結晶がもつ異方的な特性を打ち消すからである。しかしながら、ごく僅かな結晶しか存在しないようなスケールで現象をモデル化する際には、それぞれの結晶粒が持つ異方的な機械特性が支配的となることが考えられる。

そこで本研究では、問題として立方晶の結晶構造をとりうる8YSZ (8mol%Y2O3添加安定化ZrO2) に対し、単結晶から構成される約 $10\mu\text{m}$ のマイクロカンチレバー試験¹⁾を設定し、材料の結晶構造に起因する機械的特性の異方性を考慮したFEMによるシミュレーションモデルを作成する。

さらに、実験で得られた荷重変位曲線から異方性弾性パラメータ及び塑性パラメータを逆推定し、解析結果と実験データを比較し、シミュレーションモデル及び逆推定手法の妥当性を確認することを目的とする。

2. 異方性を考慮した材料構成則

異方性の弾性挙動は一般化フックの法則をもちいて次のようにモデル化する。

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl}\varepsilon_{kl} \quad (1)$$

ここで、 σ_{ij} は応力テンソル、 ε_{kl} はひずみテンソル、 C_{ijkl} は剛性(弾性)テンソルである。

本研究で用いている8YSZは立方晶系の結晶構造を持つことがわかっており²⁾、ノイマンの原理に基づく点群と対称性により、剛性マトリクス C は、次式のように3つの独立した弾性定数のみで示すことができる²⁾。

$$\begin{bmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \\ \sigma_4 \\ \sigma_5 \\ \sigma_6 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{12} & C_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \varepsilon_3 \\ \varepsilon_4 \\ \varepsilon_5 \\ \varepsilon_6 \end{bmatrix} \quad (2)$$

さらに立方晶系の結晶構造の対称性を考慮し、降伏関数は次のようなHillの異方性条件式⁴⁾を採用する。

$$f(\sigma, \sigma_y) = \frac{3}{2} \{ (\sigma_{22} - \sigma_{33})^2 + (\sigma_{33} - \sigma_{11})^2 + (\sigma_{11} - \sigma_{22})^2 \} + \frac{3}{R_{12}} (\sigma_{23}^2 + \sigma_{31}^2 + \sigma_{12}^2) - \sigma^0 = 0 \quad (3)$$

加工硬化挙動には、非線形等方硬化を仮定して、べき乗硬化則によって次のように記述する。

$$\frac{\sigma_y}{\sigma_0} = \left(\frac{\sigma_y}{\sigma_0} + \frac{3C_{44}}{\sigma_0} \varepsilon^{pl} \right)^n \quad (4)$$

式(1)~(4)より、立方晶系単結晶の弾塑性変形は、3つの弾性定数 C_{11} , C_{12} , C_{44} と初期降伏応力 σ_y , 硬化指数 n , 降伏応力比 R_{12} の6つの独立したパラメータで表現できることになる。

3. マイクロカンチレバー法に基づく現象のモデル化

本研究の対象とするマイクロカンチレバービーム法¹⁾は、セラミックスの局所的な機械的特性を推定する手法であることが知られており、本研究では、多々見教授に実験を依頼した。

試料には、表面に(110)結晶面を持つ市販の単結晶 8YSZ 基板を使用する。加工観察装置(FIB-SEM)を使用して、断面が $2.5 \times 1.5 \mu\text{m}$ の五角形で長さが約 $12 \mu\text{m}$ のマイクロカンチレバー試験片を試料表面に作製した。代表的な試験片形状を Fig.1 に示す。梁の上面が試料表面の(110)結晶面、梁の中立軸が<001>結晶方位となるようなマイクロカンチレバーを作成する。さらに<001>方向に対する中立軸の向きを変化させた 6 種類 ($0, 5, 10, 20, 30, 54.7^\circ$) のマイクロカンチレバーを作成した。作成した試験片に対してナノインデンテーション装置を用いて、載荷と除荷を行った。実験データとして、荷重変位データおよび SPM 像によって観察した梁の断面形状寸法および梁の根本から荷重点の距離を取得した。

シミュレーションモデルの基本形状はマイクロカンチレバー試験の基本寸法を踏襲するが、以下の点については結果に与える影響が大きいと考え、慎重に検討した。

(1) 梁には実寸法を適用する

実際の試験片には加工による寸法のばらつきが生じるため、すべての試験片に対して寸法を計測し、それに基づいてジオメトリを $1/1000 \mu\text{m}$ 単位で修正する。

(2) 載荷点周辺の単純化

実験で曲げ試験をする際には、ダイアモンド圧子を使って梁の先端付近に荷重を与えるため、めり込みが発生する。その影響を評価するため、同じ材料に対して通常のナノインデンテーション試験⁶⁾を行った。このとき観察されためり込み量は梁のたわみ量の $1/100$ 程度であったので、マイクロカンチレバー試験におけるめり込みの影響は小さいと判断した。したがって、梁の根元付近に生じる応力状態を評価するためのシミュレーションモデルでは、載荷点周辺の詳細は考慮せず、載荷点を通る断面に直接面荷重を定義することにした。

(3) 固定位置の検討

マイクロカンチレバー試験片は試料表面に作成するため、実際の固定位置は試料底部である。モデル規模を小さくするために、モデル寸法を変化させながら梁の変形に影響を及ぼさない範囲を特定した。

さらに、梁の中立軸方向の結晶方位と梁の上面の結晶面方位を再現した局所座標軸を作成し、異方性弾塑性モデルの主軸として定義した。

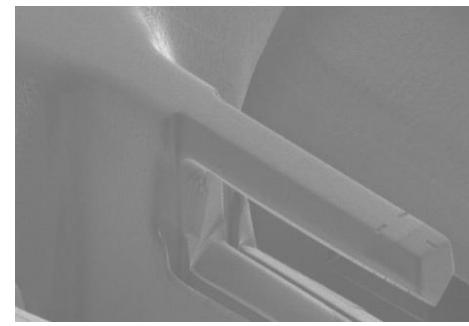


Fig.1 Typical microcantilever specimen prepared by FIB method.

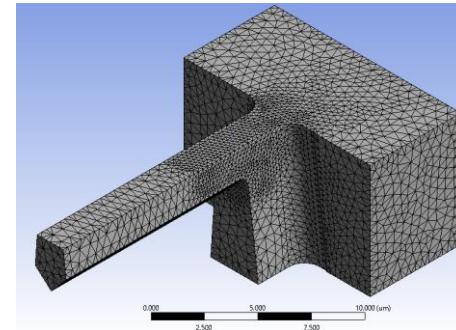


Fig.2 Typical FEM mesh created for a microcantilever.

4. Verification

ジオメトリを複数のソリッドに分割し、接続面のトポロジーを共有することで、メッシュ形状を6面体2次要素で離散化した。メッシュサイズは、最大応力が発生すると考えられる梁の根元部分を最小で設定した。そのメッシュサイズを変化させながら梁の変形および根本の応力状態に影響を及ぼさず計算時間もかかりすぎないサイズを検討したところ $0.2 \mu\text{m}$ であった。

後述する逆解析を行う際は、四面体2次要素を用いて離散化し、Fig.2に示すようなFEMメッシュを作成した。章の見出し

5. 弾塑性パラメータ推定

(1) 最適化法による逆推定

実験結果から弾塑性パラメータを逆推定するためには、2章で定義した弾塑性パラメータ6つを入力値として数値シミュレーションを1試験あたり30回繰り返し、その解析結果から遺伝的集合アルゴリズム⁵⁾で応答曲面を作成した。次に、弾塑性パラメータを先端の変位の計算における残留誤差を減らすため、多目的遺伝的アルゴリズム(MOGA)⁵⁾用いて最適化をした。最適化した弾塑性パラメータを使って入力した荷重に対する変位を計算し、一例を Fig.3 に示した。

(2) パラメータの面内方位による変化

試験片ごとに最適化したパラメータを6試験片同時に最適化したもので正規化した、方位による変

動をFig.4に示し、方位とパラメータの相関を得た。平均値である1から大きくばらついている箇所は信頼性が低いと考える。

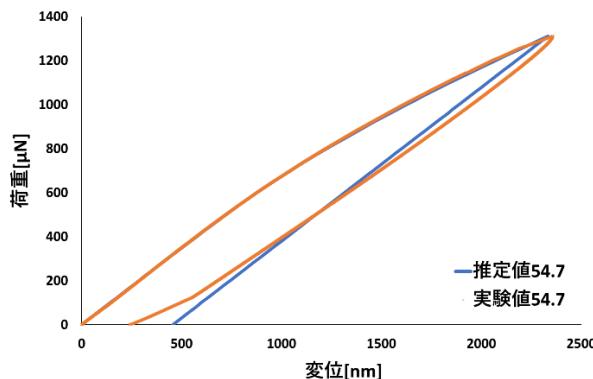


Fig.3 Comparison of calculations using experimental and estimated values at 54.7°.

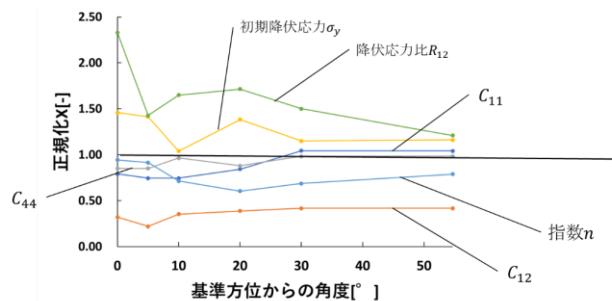


Fig.4 Variation of normalized estimated parameters with respect to crystal orientation

6. 結論

マイクロカンチレバー試験から得られた荷重変位データを用いて弾塑性係数を逆推定する手法を確立し、その手法の妥当性を確認した。推定した弾塑性パラメータそれぞれの信頼性は、扱う試験片の持つ結晶方位によって変化する。

そのため、求めたい弾塑性パラメータにより、結晶方位を使い分けることで、信頼性の高い逆解析を行うことができる。

参考文献

- 1) J. Tatami, at el. Local fracture toughness of Si₃N₄ ceramics measured using single-edge notched microcantilever beam specimens. *J. Am. Ceram. Soc.*, 98, pp. 965-971, 2015.
- 2) Mikhail A. Borik, at el. Single crystal solid state electrolytes based on yttria, ytterbia and gadolinia doped zirconia. *Materials Chemistry and Physics*. Volume 277, 125499, 2022
- 3) 今野 豊彦, 物質の対称性と群論, 東京: 共立出版, 2001.
- 4) Cheng Luo, Huang Yuan. Determination of elastoplastic properties in anisotropic materials with cubic symmetry by instrumented indentation. *Mechanics of Materials*. Volume 174, November, 104461, 2022.
- 5) ANSYS Inc: Design Exploration User's Guide. Canonsburg, 2013.
- 6) G.M. Pharr, W.C. Oliver. Measurement of thin film mechanical properties using nanoindentation. *MRS Bull.*, 17, pp. 28-33, 1992.