

令和 2 年 6 月 17 日現在

機関番号：15101

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2017～2019

課題番号：17K06118

研究課題名(和文) Ni-P-Bめっきを用いた高温繰返し応力測定法に関する研究

研究課題名(英文) Study on cyclic stress measurement method in high temperature environment using Ni-P-B plating

研究代表者

小野 勇一 (ONO, Yuichi)

鳥取大学・工学研究科・教授

研究者番号：50335501

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,700,000円

研究成果の概要(和文)：まず、インコネルにNi-P-Bめっきを施した試験片に対して、雰囲気温度350～450℃において、加熱時間と粒成長との関係を調査した。加熱時間と加熱温度の増加とともに粒成長が促進されることが確認できた。次いで、平滑試験片を用いて、400℃の雰囲気温度において繰返し負荷試験を実施した。ひずみ振幅の増加とともに結晶粒径が大きくなることが確認できた。また、繰返し数を増加させても同様の傾向が確認できた。この粒径は繰返し負荷時間と同じ時間だけ加熱のみを施した場合の粒径に比べて大きいことから、繰返し負荷により粒成長が促進され、400℃の雰囲気温度においてひずみ振幅を計測できることを示すことができた。

研究成果の学術的意義や社会的意義

従来の手法では不可能である高温環境下(400℃程度)における微視的領域のひずみを金属薄膜の粒成長に着目することで計測できる見通しが得られた。したがって、今後、較正試験を実施すれば、粒径からひずみ振幅を計測することが可能となり、有限要素法などの計算結果の妥当性の検証にも利用でき、より安全な機械の設計に役立つといえる。さらに、この応力測定技術は、機械工学分野だけでなく、航空宇宙、土木分野など他分野や社会への波及効果も期待できる。

研究成果の概要(英文)：First, nickel-base superalloys were plated with Ni-P-B and heat-treated at an ambient temperature of 350 to 450 °C. The grain size of the plating layer was determined by EBSD analysis and the relationship with the heating conditions was investigated. It was confirmed that grain growth was promoted as the heating time and temperature increased. Next, cyclic loading tests were conducted at an ambient temperature of 400 °C using a nickel-base superalloy plated with Ni-P-B. The grain size increased as the strain amplitude increased. A similar tendency was also confirmed even when the number of cycles was increased. The particle size after this cyclic loading test is larger than the particle size when only heating is applied for the same time as the cyclic loading time. Therefore, it was found that the strain amplitude could be measured at an ambient temperature of 400 °C, if the relationship between the grain size and the loading conditions was calibrated in advance.

研究分野：材料力学，機械設計学

キーワード：実験応力解析 応力・ひずみ計測 めっき法 金属疲労 電子線後方散乱回折法

## 様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

### 1. 研究開始当初の背景

機械を構成する各種要素は、高性能化・軽量化などの要求にこたえるために、益々過酷な環境下で使用されるようになってきている。このような機械要素が破壊されることなく安全に使用されるためには、作用する繰返し応力を正確に把握して設計に反映させる必要がある。実験的な応力測定法として最も広く利用されている電気抵抗線ひずみゲージは、出力線が必要なため、回転体などに容易には利用できない。また、市販品の箔ゲージでは、350℃程度の雰囲気温度が測定の上限となっている。一方、実験的方法とは別に、有限要素法などの数値計算手法を利用して応力を計算する方法もあるが、実際の機械要素が受ける外力や拘束条件などが複雑であるため、境界条件を仮定して計算することになる。このため、必ずしも正確な解が得られるとは限らず、最終的には実験的検証が必要となる場合も少なくない。

このような観点から、我々は、微視的領域の応力が計測できる手法として電着により作製した銅薄膜とニッケル薄膜を利用した方法について、研究を進めてきた。この方法は、繰返し負荷により発生する粒子の密度と結晶学的な特徴を利用するため、外部への出力線が不要なため、回転体などに容易に適用できる。成長する粒子は数十μmであるため、微視的な応力の計測ができるという特徴を有している。しかしながら、粒子成長は熱的再結晶と同様な現象であるため、薄膜の再結晶温度以下で使用する必要があり、銅薄膜では、80℃以下、ニッケル薄膜では250℃以下の雰囲気温度に使用が制限される。しかしながら、ジェットエンジンの圧縮機のように250℃以上の高温にさらされる機械要素も存在する。このような機械要素に対しても、めっき法が適用できるようになれば、微視的領域の応力を計測できる特徴を損なうこともないので、疲労強度設計に役立つと期待できる。

### 2. 研究の目的

本研究では、ニッケルめっきに添加剤を加えることで再結晶を抑制したニッケル合金めっきを用いて、250℃以上の高温雰囲気における応力測定の可能性について検討した。まず、ニッケル合金めっきの粒成長の有無を確認するために、加熱炉を用いて種々の条件で加熱処理を施した。加熱処理後、XRD法とEBSD法によりめっき表面を解析し、XRD法の結果からScherrerの式により結晶粒径を推定するとともに、EBSD法からも結晶粒径を求め、初期結晶粒と比較した。また、得られた結果を用いて、加熱温度、加熱時間と結晶粒径の関係を表す実験式を導出した。次に、ニッケル基超合金にニッケル合金めっきを施した試験片を用い、350~450℃の高温雰囲気において片振り引張試験を実施した後、EBSD法により結晶粒径を計測した。最後に、得られた結果に基づいて、応力振幅、繰返し数と結晶粒径の関係を表す較正式を加熱試験と同様な方法により導出した。

### 3. 研究の方法

#### (1) 試験片および試験機

本研究では、融点が高く、めっき浴の安定性が良好なニッケル合金めっきを採用した。このめっきは微結晶であり、加熱処理により結晶化が進むが、析出物が発生しないため、結晶方位解析も比較的容易であると考えられる。

次に、試験片素材には、耐熱材料として広く使用されているニッケル基超合金を用いた。加熱試験には、円柱状試験片(10×h4)を用い、繰返し負荷試験には、平滑試験片を用いた。試験後に結晶方位解析を行うため、いずれの試験片表面にも鏡面仕上げを施した。研磨後、表面にニッケル合金めっきを施した。めっき層の厚さは約10μmである。

加熱試験には電気炉(ヤマト科学 FO3010)、片振り引張試験には、油圧制御式疲労試験機(MTS, Model 810)を用いた。また、成長した粒子の結晶学的特徴はX線回析装置(RIGAKU, RINT-TTRIII)と電界放出形SEM-EBSD装置(JEOL, JSM-7001FA)を用いた。さらに、EBSD解析の前処理として、振動研磨機(BUEHLER, Vibromet2)を用いて、表面をコロイダルシリカにより2h研磨した。

#### (2) 加熱試験

まず、ニッケル合金めっきの再結晶の有無を確認するために、350℃×120h、400℃×120h、450℃×120hの3条件で加熱処理を施した後、めっき表面をXRD法とEBSD法により解析した。XRD法による結果から、結晶粒径をScherrerの式から見積もるとともに、EBSD法による結果と比較した。なお、EBSD解析は、倍率5000、解析領域10μm×10μm、解析ステップ0.02~0.04μmで行った。次に、350℃、400℃、450℃の加熱温度において、加熱時間を種々に変えた試験を行い、粒成長の時間的変化を調査し、加熱温度、加熱時間および結晶粒径の間の関係を求めた。

#### (3) 繰返し負荷試験

試験周波数を $f=1$ Hzとし、350℃、400℃、450℃の雰囲気温度のもとで繰返し負荷試験を実施した。なお、応力の繰返し数は $N=0.7\sim 13\times 10^5$  cycleとした。試験片を高周波加熱装置で所定の温度に加熱するとともに、K型熱電対を耐熱紐で試験片に固定し、試験片周辺部の雰囲気温度を所定の値に保つようにした。試験終了後、EBSD法により結晶粒径を計測するとともに、高温環境下での応力測定の可能性について検討を加えた。

#### 4. 研究成果

##### (1) 加熱試験による粒成長の確認

まず、加熱時間を 120 h として、350 °C、400 °C、450 °C の 3 つの温度で加熱処理を施した試験片の逆極点図を図 1(a) ~ (c) に示す。このニッケル合金めっきは、加熱前には EBSD 法で解析できないほど微結晶(結晶粒径 $<0.02\mu\text{m}$ )であるため、いずれの加熱条件でも粒成長が確認できる。また、加熱温度の上昇とともに粒成長が促進され、結晶粒径が大きくなっていることも確認できる。また、図 1(d)には、450 °C $\times$ 750 h の逆極点図を示す。加熱温度が同じでも、加熱時間の増加とともに粒子の成長が促進していることがわかる。したがって、本研究で採用したニッケル合金めっきも、他の金属めっきと同様に、加熱温度と加熱時間に依存した再結晶が起こることが明らかとなった。

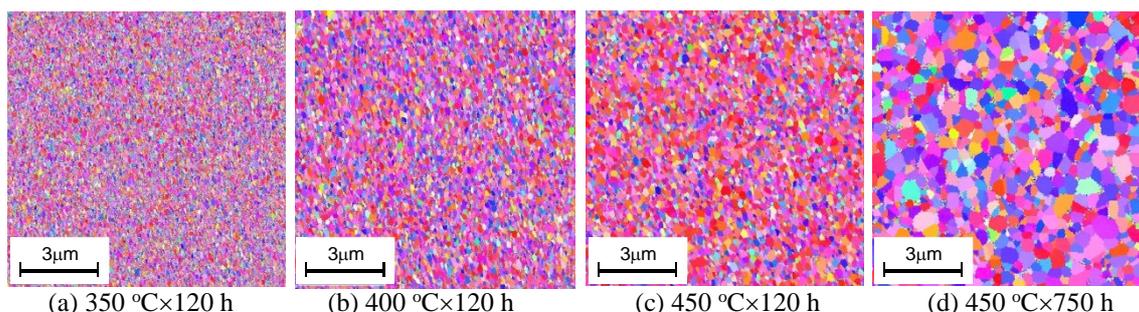


図 1 加熱処理後のニッケル合金薄膜の逆極点図 (  $\times 5000$  )

次に、図 1(a) ~ (c) に対応する加熱処理した試験片の XRD 法による解析結果を図 2 に示す。なお、図には加熱処理を施していない状態の結果も示した。加熱処理を施していない場合、ブロードな状態であるが、加熱処理によりピークが明瞭に表れ、加熱温度の上昇とともにそれが顕著となるのがわかる。したがって、この結果からも加熱処理によるニッケル合金めっきの粒成長を確認できる。この XRD 解析結果を基に、Scherrer の式により結晶粒径  $d_s$  を計算し、EBSD 法により得られた結晶粒径の相対度数分布図に重ねると、図 3 となる。Scherrer の式から計算した結晶粒径  $d_s$  と EBSD 法によって得られた結晶粒径の相対度数分布におけるピーク値がおおよそ一致していることから、EBSD 法を用いなくても、XRD 法による解析でも成長した粒子の結晶粒径を見積もることができることが示唆された。

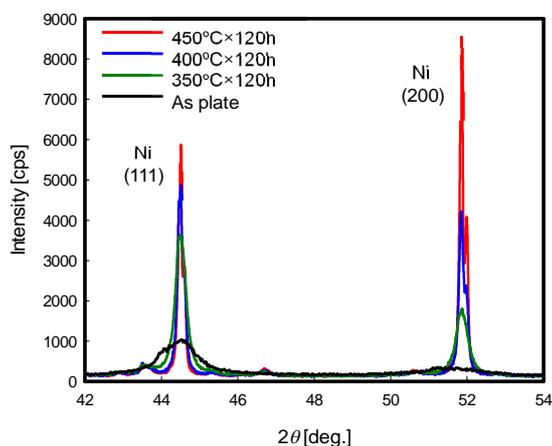
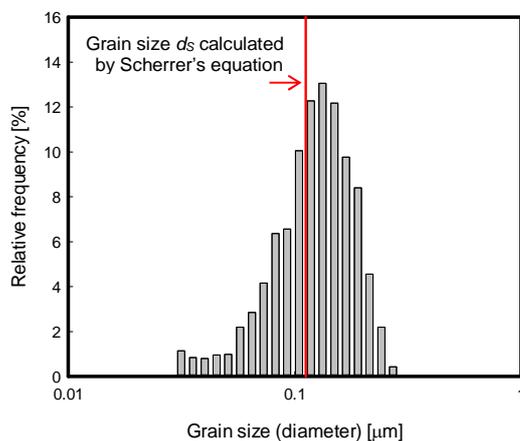
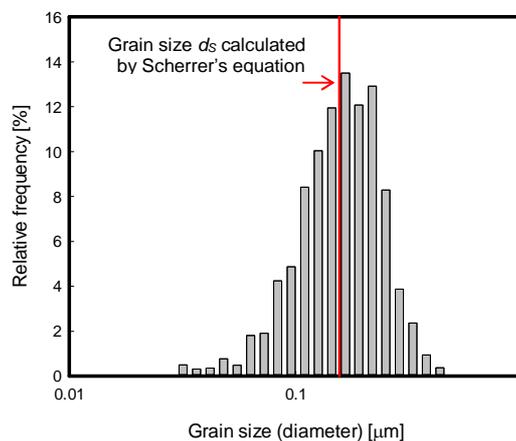


図 2 加熱処理後のニッケル合金薄膜の XRD 解析結果



(a) 400 °C $\times$ 120 h



(b) 450 °C $\times$ 120 h

図 3 加熱処理後のニッケル合金薄膜の結晶粒径分布 ( EBSD 解析結果 )

##### (2) 加熱時間と結晶粒径の関係

ニッケル合金めっきも 350 °C~450 °C の加熱処理により粒子が成長することが確認できたので、加熱温度を 350 °C、400 °C、450 °C とし、加熱時間を変えることで、加熱時間と結晶粒径の

関係を調査した。各加熱条件に対して、XRD 解析を実施し、Scherrer の式から得られた結晶粒径  $d_s$  を図 4 に示す。なお、 $400\text{ }^\circ\text{C}\times 2\text{ h}$  ( $120\text{ min}$ ) と  $350\text{ }^\circ\text{C}\times 27.5\text{ h}$  ( $1,650\text{ min}$ ) の条件は、解析結果がブロードであったため、粒成長していないと判断した。加熱温度の上昇とともに粒成長が促進されることがわかる。すなわち、 $450\text{ }^\circ\text{C}$  では約  $2\text{ h}$  ( $120\text{ min}$ ) で粒成長が起こるのに対し、 $400\text{ }^\circ\text{C}$  では約  $30\text{ h}$  ( $1,800\text{ min}$ )、 $350\text{ }^\circ\text{C}$  では約  $120\text{ h}$  ( $7,200\text{ min}$ ) の加熱時間を要することがわかる。また、加熱時間の増加とともに粒子も成長するが、ある程度の加熱時間を超えると、結晶粒径が一定値に収束しているのがわかる。しかしながら、一般的には、結晶粒径が一定値に収束することは考えにくいので、図 4 の条件の中で最も粒成長すると考えられる  $750\text{ h}$  ( $4,500\text{ min}$ ) の試験片に対して、EBSD 法で解析し、Scherrer の式で求めた結晶粒径と比較すると、EBSD 解析結果のほうが明らかに結晶粒径は大きくなるのが認められた。前節の結果から、 $120\text{ h}$  の加熱時間の場合、Scherrer の式と EBSD 法から求めた結晶粒径は比較的良好一致したが、 $750\text{ h}$  の場合は一致しない結果となった。この原因は、Scherrer の式は完全結晶の大きさとそれに対応する逆格子サイズの関係を示しており、結晶粒が粗大になれば転位などの欠陥が入り、それらによる応力やひずみが原因で結晶よりも細かい結晶子が生じてピークのブロードと結晶粒が合わなくなるためであると考えられる。以上のことから、XRD 法は粒成長の有無を確認することはできるが、成長した粒子の結晶粒径を正確に求めるためには、EBSD 法で解析する必要があるといえる。しかしながら、図 3 に示したように  $120\text{ h}$  の結果は、Scherrer の式と EBSD 法の結果がよく一致していたので、結晶粒径が  $0.16\text{ }\mu\text{m}$  程度までは Scherrer の式は有効と判断し、 $750\text{ h}$  の結果のみを EBSD 法による平均結晶粒径  $d$  を採用して、図 4 を修正すれば、図 5 となる。図から、いずれの加熱温度に対しても、加熱時間の増加とともに結晶粒径が増加しているのが確認できる。実験により得られた結果をもとに、加熱温度、加熱時間および結晶粒径の関係を表す較正式を導き、図 5 に破線で示した。実験値と較正曲線はおおよそ一致しているため、得られた較正式を用いれば、種々の加熱条件に対する結晶粒径を予測できる。以上の結果から、ニッケル合金めっきを用いれば、従来よりも高温雰囲気中で応力測定ができることが示唆されたといえる。

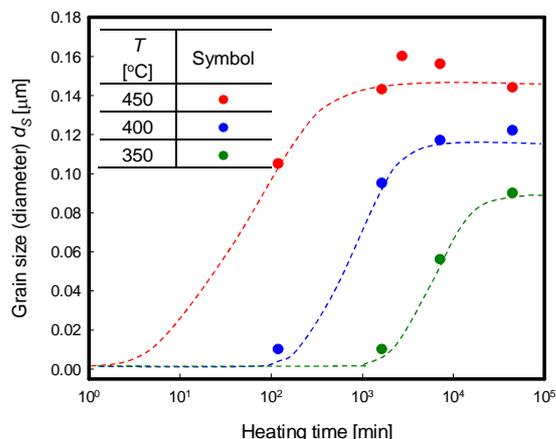


図 4 加熱時間による粒径変化 (XRD)

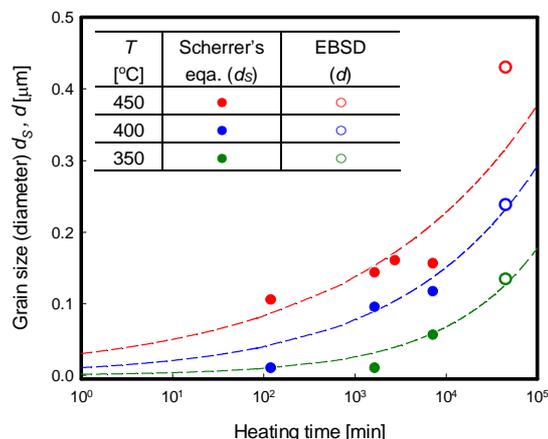


図 5 加熱時間による粒径変化 (XRD と EBSD)

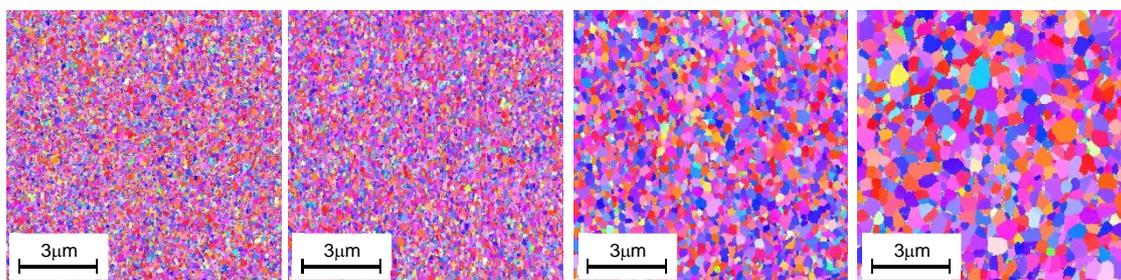
### (3) 繰返し負荷試験

ニッケル合金めっきを用いた応力測定の可能性が示唆されたので、本節では繰返し負荷試験を実施した。試験周波数は  $f=1\text{ Hz}$  とし、応力の繰返し数は  $N=0.7\sim 1.3\times 10^5\text{ cycle}$  とした。この場合、試験時間は約  $28\text{ h}$  ( $1,667\text{ min}$ ) となり、図 5 の結果から  $350\text{ }^\circ\text{C}$  で粒成長が起こり始める時間に相当する。これに繰返し負荷による力学的エネルギーが作用して粒成長が促進され、結晶粒径を用いた応力測定が可能であるか検討した。

まず、応力振幅  $\sigma_a=200\text{ MPa}$  の試験後に得られた逆極点図を図 6~8 に示す。初期結晶粒は EBSD 法で解析できないほど微結晶 (結晶粒径  $<0.02\text{ }\mu\text{m}$ ) であるため、いずれの試験条件でも粒成長が確認できる。試験温度が同じ場合、繰返し数が増加すれば粒成長が促進されていることが確認できる。また、繰返し数が同じ場合 ( $N=1.0\times 10^5\text{ cycle}$ )、試験温度の上昇とともに粒成長が促進されることも確認できる。すなわち、繰返し負荷により成長する粒子には、繰返し数と試験温度依存性があることが確認できる。さらに、図 9 には、 $\sigma_a=150\text{ MPa}$ 、 $T=450\text{ }^\circ\text{C}$  の結果も示す。図 8 と比較すると、繰返し数が同一でも  $\sigma_a$  が大きいと粒成長が促進されることがわかる。したがって、粒成長の応力振幅依存性も確認することができる。

繰返し負荷による成長粒子の結晶粒径には、図 6~9 に示したように、繰返し数、加熱温度および応力振幅依存性があることが確認できた。そこで、EBSD 法による解析から得られる平均結晶粒径を用いた応力測定の可能性について検討した。 $400\text{ }^\circ\text{C}$ 、 $450\text{ }^\circ\text{C}$  の各加熱温度に対して、平均

結晶粒径  $d$  と繰返し数  $N$  の関係を図 10 に示す．なお，図には前節で得られた加熱処理に対する較正式を用いて計算した結晶粒径（加熱処理のみを施した場合の結晶粒径）も示した．いずれの加熱温度  $T$  に対しても繰返し負荷試験の結果は，前節で得られた較正式から得られる結晶粒径よりも大きな値であることがわかる．したがって，繰返し負荷試験により成長した粒子は，熱エネルギーに加えて力学的エネルギーによって成長が促進されたと判断できる．また，各加熱温度  $T$  に対して，応力振幅  $\sigma_a$  と繰返し数  $N$  が大きくなれば，粒成長が促進されていることがわかる．さらに，繰返し数と応力振幅が同じであれば，加熱温度の増加とともに粒成長が顕著となることも確認できる．すなわち，粒成長の応力振幅，繰返し数および加熱温度依存性が図 10 から確認できる．これらの関係を較正すれば，応力測定を行えらる．そこで，実験結果に基づいて得られた較正曲線を図 10 に破線で示した．この式は，4.2 節で求めた加熱試験の較正式において，加熱温度  $T$  と加熱時間  $t$  をそれぞれ応力振幅  $\sigma_a$  と繰返し数  $N$  に置き換えた式となっている．実験値と較正曲線はよく一致しているので，この較正式を用いれば，所定の雰囲気温度  $T$  において，結晶粒径  $d$  を計測することで，応力振幅  $\sigma_a$  を計測できるといえる．したがって，ニッケル合金めっきを用いれば，これまでの銅めっきやニッケルめっきよりも高温での応力測定の可能性が示唆された．しかしながら，較正に用いた実験値は十分とはいえないので，今後はさらに実験値を追加して較正式の精度を向上させる必要があるといえる．



(a)  $N=1.0 \times 10^5$  cycle (b)  $N=1.3 \times 10^5$  cycle

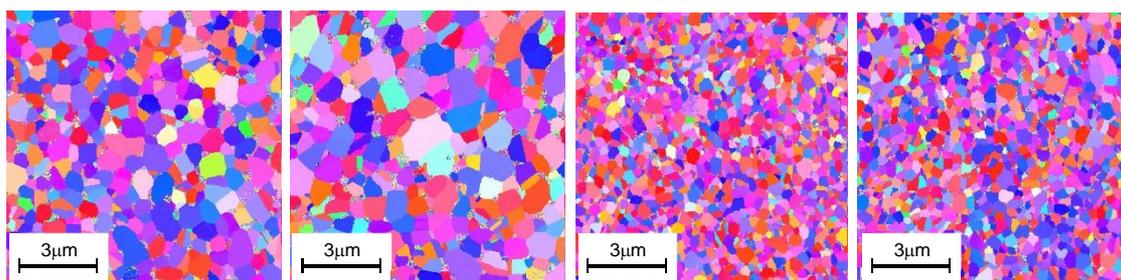
図 6 繰返し負荷試験後の逆極点図

( $T=350$  °C,  $\sigma_a=200$  MPa,  $\times 5000$ )

(a)  $N=0.7 \times 10^5$  cycle (b)  $N=1.0 \times 10^5$  cycle

図 7 繰返し負荷試験後の逆極点図

( $T=400$  °C,  $\sigma_a=200$  MPa,  $\times 5000$ )



(a)  $N=0.7 \times 10^5$  cycle (b)  $N=1.0 \times 10^5$  cycle

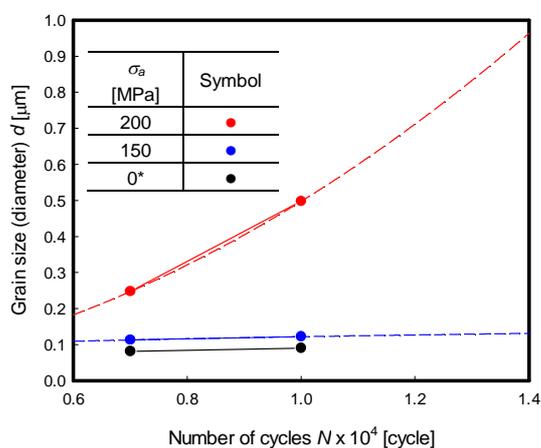
図 8 繰返し負荷試験後の逆極点図

( $T=450$  °C,  $\sigma_a=200$  MPa,  $\times 5000$ )

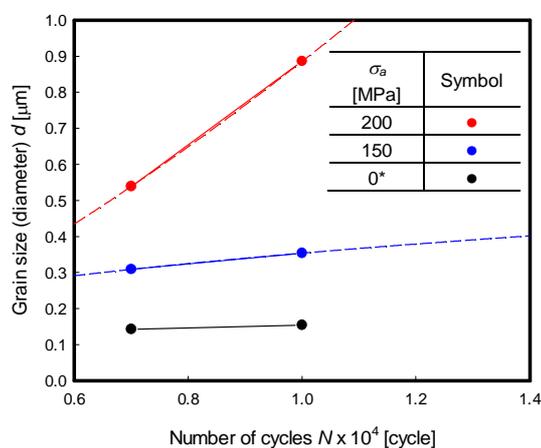
(a)  $N=0.7 \times 10^5$  cycle (b)  $N=1.0 \times 10^5$  cycle

図 9 繰返し負荷試験後の逆極点図

( $T=450$  °C,  $\sigma_a=150$  MPa,  $\times 5000$ )



(a)  $T=400$  °C



(b)  $T=450$  °C

図 10 繰返し負荷による粒径変化 (\*: 加熱のみの粒径)  
(EBSD)

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計1件（うち査読付論文 1件 / うち国際共著 0件 / うちオープンアクセス 0件）

1. 著者名 小野勇一, 野村武弘, 森戸茂一	4. 巻 18
2. 論文標題 ニッケル合金薄膜を利用した高温繰返し応力測定法に関する基礎的研究	5. 発行年 2018年
3. 雑誌名 実験力学	6. 最初と最後の頁 176-183
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.11395/jjsem.18.176	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

〔学会発表〕 計2件（うち招待講演 0件 / うち国際学会 0件）

1. 発表者名 武内健一, 井上紗矢香, 野村武弘, 小野勇一
2. 発表標題 ニッケル合金薄膜を用いた繰返し応力測定法に関する基礎的研究
3. 学会等名 日本実験力学会2017年度年次講演会
4. 発表年 2017年

1. 発表者名 武内健一, 藤原義巨, 小野勇一, 野村武弘
2. 発表標題 ニッケル合金めっきを用いた高温繰返し応力測定法
3. 学会等名 日本機械学会中国四国支部第56期総会・講演会
4. 発表年 2018年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
研究分担者	森戸 茂一  (MORITO Shigekazu)  (00301242)	島根大学・学術研究院理工学系・教授    (15201)	