

令和 5 年 4 月 26 日現在

機関番号：15101

研究種目：基盤研究(C)（一般）

研究期間：2020～2022

課題番号：20K04239

研究課題名（和文）XRD法を用いた金属薄膜による繰返し応力測定法に関する研究

研究課題名（英文）Research on cyclic stress measurement method using metal foil applying XRD analysis

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） 3,300,000円

研究成果の概要（和文）：電着金属薄膜（銅薄膜、ニッケル薄膜）が繰返し負荷を受けることにより発生する成長粒子を利用した応力測定法において、成長粒子をXRD法により解析して得られる結晶学的特徴を利用した主応力測定法を新たに提案した。すなわち、成長粒子の配向度が二軸応力状態に依存して変化することをロットゲーリングファクターにより定量化して、主応力測定のための較正式を確立した。本手法は応力集中箇所などの微視的な領域の応力測定に有効な手法といえる。

研究成果の学術的意義や社会的意義

繰返し負荷により金属薄膜に発生する成長粒子をXRD法により詳細に解析した報告はこれまでになく、配向性が二軸応力に依存するという新たな知見が得られた。この結果はEBSD法により解析した結果とよく一致しており、妥当な結果であるといえる。この結晶学的特徴を応力測定に応用するという考え方が独創的であり、新規性があると考えられる。また、応力集中箇所などの微視的な領域の繰返し応力を本手法により計測できるようになれば、安全・安心な機械の設計に貢献できるので、社会的意義も高いと言える。

研究成果の概要（英文）：A new principal stress measurement method was proposed using the crystallographic features of grains grown by cyclic loading of electrodeposited metal foils (copper and nickel foils). That is, the grown grains were analyzed by the XRD method and quantified by the Lotgering factor, and a calibration equation for principal stress measurement was established. This method is effective for stress measurement in microscopic areas such as stress concentration points.

研究分野：材料力学，機械設計学

キーワード：応力・ひずみ測定 実験応力解析 金属疲労 めっき法

## 様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

### 1. 研究開始当初の背景

近年、高性能化・軽量化の要求にこたえるために、機械要素は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することなく安全に使用されるためには、応力集中箇所などの微視的領域に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ことが重要となる。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、出力線が必要となるため、回転体などには容易に利用できない。また、主応力測定にはロゼットゲージを用いる必要があるが、市販されている最小のものでゲージベースの直径は 5mm (測定領域 20mm<sup>2</sup>) であり、応力集中箇所への適用には必ずしも十分とは言えない。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は複雑であるため、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、微視的領域の繰返し応力が計測できる手法として電着により作製した金属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を利用するため、(i)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、(ii)成長する粒子(粒径:数十 $\mu\text{m}$ )は光学顕微鏡の視野内で観察できるため、微視的領域の応力の計測ができるという特徴を有している。この成長粒子は力学的エネルギーの付与による再結晶と考えられており、転位の移動と直接関係する最大せん断応力に支配される。したがって、粒子の密度、最大せん断応力および応力繰返し数との関係を予め較正しておくことで、成長粒子の密度に基づいて微視的領域の最大せん断応力の計測が可能となる。

また、応力集中箇所では最大せん断応力に加えて主応力も重要となる。そこで、我々は成長粒子の結晶学的な特徴を利用して主応力を測定する手法を提案してきた。すなわち、成長粒子のすべり方向と最大せん断応力の作用方向はよく一致するので、電子線後方散乱回折 (EBSD) 法により結晶学的な特徴を取得することで、主応力が計測できる。しかしながら、この方法は基準となる軸(モーメント等の作用軸)が既知であることが前提であるとともに、解析には薄膜表面の研磨が必要であるため、必ずしも簡便な方法とは言えない。

### 2. 研究の目的

本研究では、金属薄膜を用いた応力測定法において、これまでのような制約がなく、より簡便に主応力を計測する手法を確立することを目的とした。この目的を達成するために、二軸応力比  $C$  (=第2主応力/第1主応力) が -1 から 0 に近づくにつれて、面内のせん断応力成分に対する面外のせん断応力成分の割合が高くなるため、成長粒子の配向が(220)面から(111)面にシフトする点に着目し、配向度を表すロットゲーリングファクターを XRD 法により計算する方法を検討した。従来の EBSD 法に比べて XRD 法を用いることにより、表面の精密な研磨が不要となる利点もある。

### 3. 研究の方法

#### (1) 銅薄膜を用いた XRD 解析

電着により銅薄膜を作製し、現有の疲労試験機に曲げ-ねじり治具を取り付け、種々の二軸応力比  $C$  ( $-1 < C < 0$ ) にて繰返し負荷試験を常温で実施した。試験終了後、成長粒子が発生した銅薄膜を XRD 法により解析し、成長粒子の配向を調査し、ロットゲーリングファクターを計算した。すなわち、成長粒子の配向は二軸応力比  $C$  が -1 から 0 になるにつれて、(220)面から(111)面にシフトするので、(220)面の配向度は  $C$  が -1 から 0 になるにつれて低下する。そこで、ロットゲーリングファクターと二軸応力比との関係を調査して、較正式を導いた。

#### (2) 銅薄膜を用いた EBSD 解析

成長粒子が発生した銅薄膜を EBSD 法により解析し、結晶学的特徴を調査した。ロットゲーリングファクターが二軸応力比依存性を示すのは、面外方向のせん断応力の影響であると考えられるので、この考察を裏付けるために、EBSD 解析結果に基づいて逆極点図を作成すれば、二軸応力比  $C$  が -1 から 0 になるにつれて面外方向のせん断応力の影響を受けて(111)面に配向する粒子の数が増加すると考えられる。この点を明らかにし、ロットゲーリングファクターを用いることの妥当性を示した。

#### (3) ニッケル薄膜を用いた XRD, EBSD 解析

銅薄膜の結果を踏まえて、同様の研究をニッケル薄膜にも実施した。ニッケル薄膜は銅薄膜よりも高温雰囲気で使用可能な特徴を有しているので、雰囲気温度を 200°C に設定して、繰返し負荷試験を種々の二軸応力比において実施した。試験終了後、XRD 法により薄膜を解析してロットゲーリングファクターを計算し、二軸応力比依存性を明らかにした。さらに、EBSD 解析を用いて成長粒子の配向度の二軸応力比依存性の妥当性を検証した。

#### (4) 測定精度の検証

新たに提案した応力測定法について、その測定精度を検証した。すなわち、測定誤差を計算するとともに、従来法と比較して、その有用性を明らかにした。

#### 4. 研究成果

##### (1) 銅薄膜を用いた XRD 解析

図1には、二軸応力比  $C=-1, -0.52, 0$  の条件により発生した成長粒子を XRD により解析した結果の一例を示す。  $C$  が  $-1$  から  $0$  へ増加するのに伴い、回折強度のピークは  $(220)$  から  $(111)$  へ遷移するのがわかる。すなわち、成長粒子の配向度には二軸応力比依存性が確認できる。そこで、成長粒子の配向度を定量化するために、次式で表されるロットゲーリングファクター  $LF$  を採用した。

$$LF = \frac{p - p_0}{1 - p_0} \quad (1)$$

ここで、 $p_0$  と  $p$  は、それぞれ初期電着銅と成長粒子が発生した銅薄膜における特定面の回折強度の割合であり、 $1$  に近いほど、特定面が優勢であることを示す。本研究では、特に  $(220)$  面が顕著

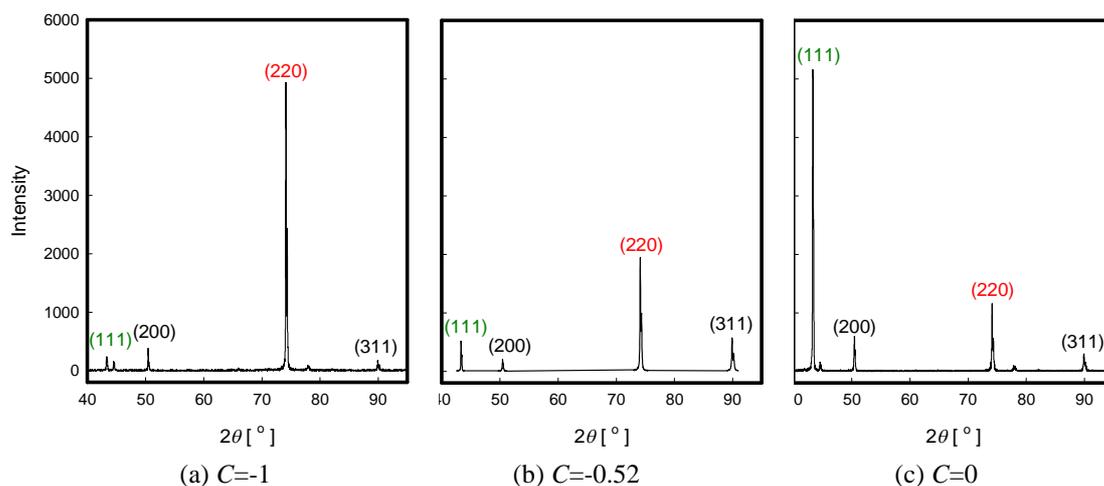


図1 銅薄膜に発生した成長粒子の XRD 解析結果

に二軸応力比依存性を示すので、特定面には  $(220)$  面を採用して、式(1)からロットゲーリングファクターを計算した。また、成長粒子の配向性は面内方向の主せん断応力  $\tau_1$  と面外方向の主せん断応力  $\tau_2$  の影響を受けるため、二軸応力比  $C (= \sigma_1 / \sigma_2)$  の代わりに主せん断応力比  $C^* (= \tau_2 / \tau_1 = 1 / 1 - C)$  を用いて  $LF$  を整理すると、すべての実験条件に対して図2となる。図から  $LF$  は主せん断応力  $\tau_1$  の大きさによらず、 $C^*$  のみに依存することがわかる。また、 $0.5 < C^* < 0.69$  の範囲では、 $LF$  に明確な差は認められないが、 $0.69 < C^* < 1.0$  では  $LF$  が徐々に低下するのが確認できる。すなわち、 $C^* > 0.69$  になると、面外方向の主せん断応力  $\tau_2$  が粒成長に影響を及ぼすようになり、成長粒子の優先方位が  $(220)$  面から  $(111)$  面へ遷移するため、 $(220)$  面に着目して計算した  $LF$  が低下するといえる。

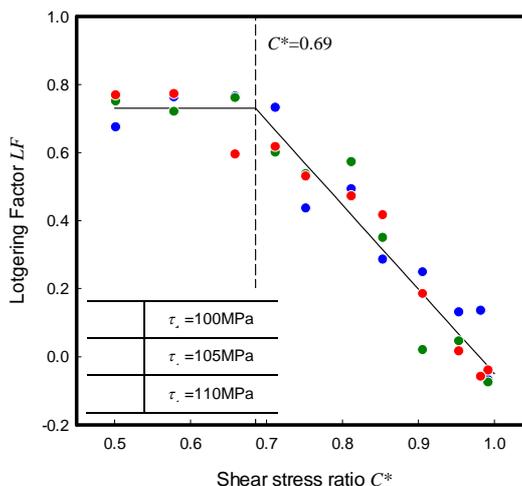
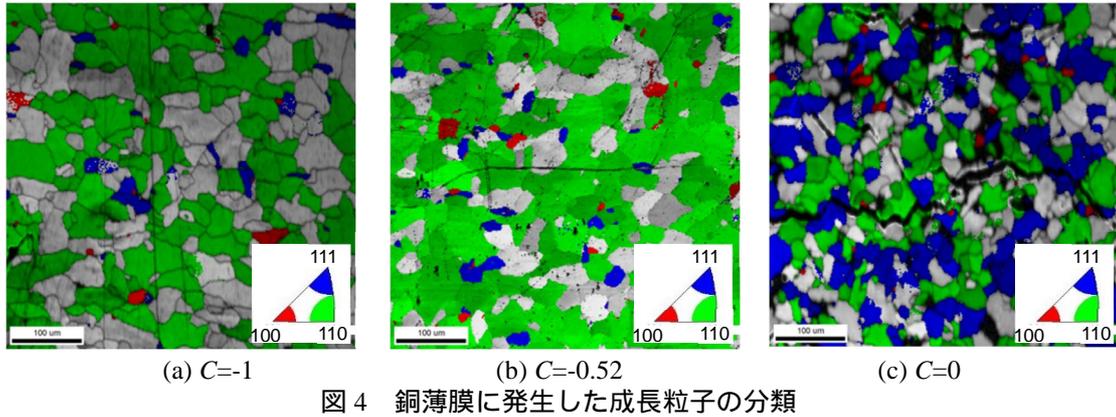
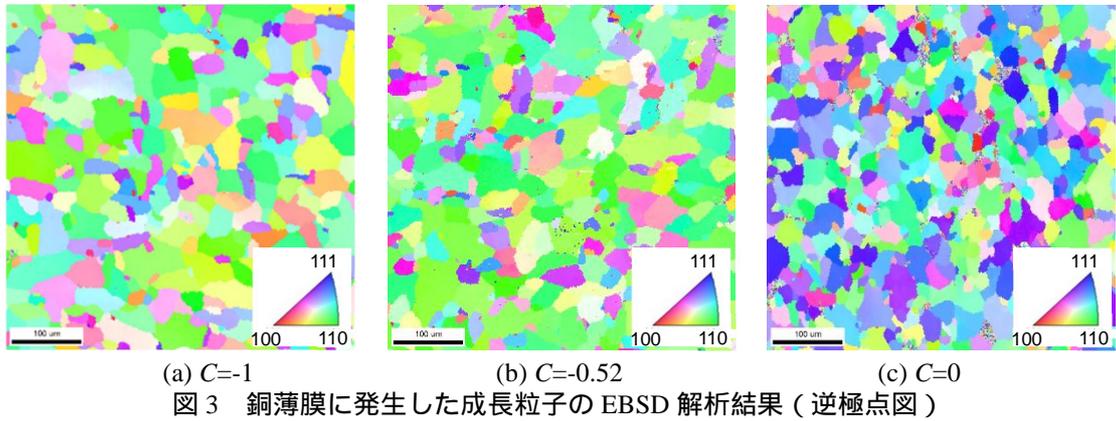


図2 ロットゲーリングファクターと主せん断応力比の関係

##### (2) 銅薄膜を用いた EBSD 解析

(1) で得られた XRD 法による結晶学的特徴の妥当性を検証するために、成長粒子を EBSD 法により解析した。図1に対応させて、 $C=-1, -0.52, 0$  の条件に対して得られた逆極点図を図3に示す。図から  $C=-1$  では多くの成長粒子が  $(110)$  面を示すのに対して、 $C=0$  では、 $(111)$  面を示す粒子の割合が増加しているのがわかる。これは、図1の結果とよく対応した結果である。そこで、図4に示すように、図3の個々の成長粒子を  $(100)$  面、 $(110)$  面、 $(111)$  面に配向が近い粒子に分類して、それぞれの配向を示す粒子の面積を求めて、 $(110)$  の配向を示す粒子の面積割合  $r_{110}$  を計算した。図5には、すべての実験により得られた  $r_{110}$  と  $C^*$  との関係を示す。この図からも  $0.5 < C^* < 0.69$  の範囲では、 $r_{110}$  に明確な差は認められないが、 $0.69 < C^* < 1.0$  では  $r_{110}$  が徐々に減少し、 $(111)$  面の粒子の割合が増加しており、図2に示した XRD 解析結果とよく一致していることがわかる。すなわち、XRD 解析結果は妥当な結果であることが裏付けられた。



XRD法によるロットゲージングファクターが妥当であることから、図2の関係を次式で近似した。

$$LF = \text{const.} \quad (0.5 \leq C^* \leq 0.69) \quad (2)$$

$$LF = aC^* + b = a \frac{1}{1-C} + b \quad (0.69 \leq C^* \leq 1.0) \quad (3)$$

ここで、 $\text{const.}$ 、 $a$ 、 $b$ は定数であり、 $LF$ に $C^*$ 依存性がない範囲( $0.5 < C^* < 0.69$ )は一定値( $\text{const.}$ )、 $C^*$ 依存性がある範囲( $0.69 < C^* < 1.0$ )は線形近似(傾き $a$ 、切片 $b$ )した。なお、図2には式(2)、(3)の関係を実線で示したが、実験値とよく一致する。したがって、 $LF$ に $C^*$ 依存性が認められる $0.69 < C^* < 1.0$ ( $-0.45 < C < 0$ )の範囲においては、XRD法により $LF$ を計算すれば、式(3)から $C$ を決定できる。ここで、本研究のような曲げとねじりを受けて二軸応力状態となる機械要素表面において、主応力 $\sigma_1$ 、 $\sigma_2$ は次式で表される。

$$\sigma_1 = \frac{2\tau_1}{1-C}, \quad \sigma_2 = C\sigma_1 \quad (4)$$

ここで、主せん断応力 $\tau_1$ はこれまでの研究により、成長粒子の密度に基づいて計測可能である。したがって、本研究で新たに提案した式(3)により二軸応力比 $C$ を決定すれば、式(4)から主応力の計測が可能となる。一方、 $0.5 < C^* < 0.69$ ( $-1.0 < C < -0.45$ )の範囲では、 $LF$ に $C^*$ 依存性がないことから、 $C^*$ (または $C$ )を決定することができない。すなわち、 $LF = \text{const.}$ であれば、 $C^*$ は $0.5 < C^* < 0.69$ の範囲にあるということだけわかる。この範囲の主応力を正確に計測できるようにするのは今後の検討課題である。

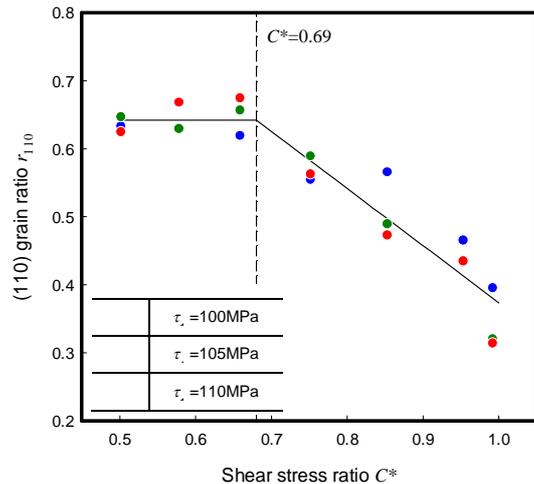


図5 (110)面を示す成長粒子の面積割合と主せん断応力比の関係

(3) ニッケル薄膜を用いた XRD, EBSD 解析

ニッケル薄膜についても、銅薄膜と同様な検討を実施した。XRD 解析結果, EBSD 解析結果も銅薄膜と定性的には同様な傾向を示した。図 6 には一例として  $C=-0.52, -0.17, 0$  の条件に対して EBSD 解析により得られた逆極点図を示す。C が  $-0.52$  から  $0$  へ増加するにつれて、(110)面を示す粒子の割合が減少し、(111)面に近い方位を示す粒子の割合が増加するのがわかる。これは銅薄膜の結果と同様の結果である。なお、ニッケル薄膜に関しては、銅薄膜に比べて実験データが少ないので、較正式の精度を向上させるためにはさらなるデータの蓄積が必要である。

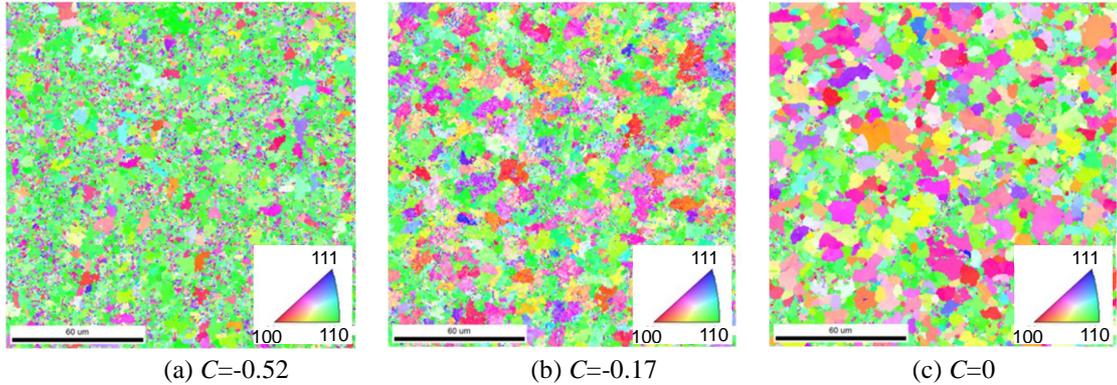


図 6 ニッケル薄膜に発生した成長粒子の EBSD 解析結果 (逆極点図)

(4) 測定精度の検証

銅薄膜に対して、本研究で新たに提案した式(3)と式(4)を用いて疲労強度で特に重要となる第一主応力 $\sigma_1$ を計算し、従来から広く用いられているひずみロゼットを用いた結果と比較した。得られた結果を銅薄膜とニッケル薄膜に対して表 1 に示す。銅薄膜の測定誤差は、平均 2.1%、最大 6.9%であり、従来の EBSD 法による計測法と比較しても同程度である。EBSD 法は電解研磨が必要となるため、測定の簡便さの観点では XRD 法のほうが有利であるといえる。ニッケル薄膜の測定誤差は、平均 14.8%、最大 24.8%であり、銅薄膜に比べて誤差が大きい。これは較正に用いた実験値が銅薄膜に比べて少ないためであり、実験値を増やして精度の高い較正式を確立することが今後の課題であるといえる。

表 1 提案手法 (XRD 法) による第一主応力 $\sigma_1$ の測定精度

(a) 銅薄膜										(b)ニッケル薄膜			
C	$\tau_1=100[\text{MPa}]$			$\tau_1=105[\text{MPa}]$			$\tau_1=110[\text{MPa}]$			$\tau_1=120[\text{MPa}]$			
	$\sigma_1[\text{MPa}]$		Error [%]	Error [%]									
	Strain rosette	XRD		Strain rosette	XRD		Strain rosette	XRD		Strain rosette	XRD		
-0.41	142.3	140.1	1.6	149.5	151.4	1.3	156.6	160.1	2.2	-0.52	158.1	137.1	13.3
-0.33	150.4	160.7	6.9	157.9	160.3	1.5	165.4	168.5	1.9	-0.33	180.5	198.2	9.8
-0.23	162.3	159.1	2.0	170.5	158.7	6.9	178.6	173.6	2.8	-0.17	204.8	208.7	1.9
-0.17	170.6	172.7	1.2	179.2	176.0	1.8	187.7	178.5	4.9	-0.05	228.8	285.6	24.8
-0.10	181.2	182.7	0.9	190.2	192.3	1.1	199.3	198.2	0.5	0	238.1	180.7	24.1
-0.05	190.7	185.2	2.9	200.2	201.5	0.7	209.7	213.8	1.9				
-0.02	196.5	199.0	1.3	206.3	203.5	1.3	216.1	218.2	1.0				
0	198.4	201.0	1.3	208.3	211.7	1.6	218.3	218.7	0.2				

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計0件

〔学会発表〕 計8件（うち招待講演 0件 / うち国際学会 2件）

1. 発表者名 和泉周良, 山本雄太, 小野勇一
2. 発表標題 XRD 法を利用した電着銅薄膜による繰返し二軸応力測定法
3. 学会等名 2021年度 非破壊検査総合シンポジウム講演概要集
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 山本雄太, 和泉周良, 小野勇一
2. 発表標題 電着銅薄膜を用いた繰返し応力測定法（X線回折環を用いた主応力の測定）
3. 学会等名 日本非破壊検査協会第52回応力・ひずみ測定と強度評価シンポジウム
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 和泉周良, 山本雄太, 谷村拓海, 小野勇一
2. 発表標題 電着金属薄膜を用いた繰返し応力測定法（XRD法を用いた主応力測定）
3. 学会等名 日本機械学会中国四国支部第60期総会・講演会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 K. CHENG, Y. YAMAMOTO, T. TANIMURA, Y. ONO
2. 発表標題 Biaxial Stress Measurement using Electrodeposited Copper Foil
3. 学会等名 IWAEM ' 22 ( 国際学会 )
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 K. CHENG, Y. YAMAMOTO, T. TANIMURA, Y. ONO
2. 発表標題 Cyclic Stress Measurement using XRD Analysis of Grains in Electrodeposited Copper Foil
3. 学会等名 ICMR2022 (国際学会)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 山本雄太, 谷村拓海, 程 可, 小野勇一
2. 発表標題 XRD法を利用した電着銅薄膜による繰返し主応力測定法
3. 学会等名 日本実験力学会2022年度年次講演会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 小野勇一, 程 可, 山本雄太
2. 発表標題 電着銅薄膜に発生する成長粒子のXRD解析を利用した主応力測定法
3. 学会等名 日本非破壊検査協会第53回応力・ひずみ測定と強度評価シンポジウム
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 山本雄太, 程 可, 谷村拓海, 福田晟也, 小野勇一
2. 発表標題 XRD 法を利用した電着金属薄膜による繰返し二軸応力測定法
3. 学会等名 日本機械学会中国四国支部第61期総会・講演会
4. 発表年 2023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)	

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------