

科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成25年6月3日現在

機関番号：15301

研究種目：基盤研究(C)

研究期間：2010～2012

課題番号：22560081

研究課題名（和文）

EBSD（電子線後方散乱回折）法を用いた超微小領域ひずみ計測手法の開発

研究課題名（英文）

Development of strain measurement system in microscopic area using EBSD method

研究代表者

清水 憲一 (Kenichi SHIMIZU)

岡山大学・大学院自然科学研究科・助教

研究者番号：50294434

研究成果の概要（和文）：

本研究では、0.5mmの切欠き穴を開けた厚さ100 μ mの純銅膜材を疲労させ、すべり発生挙動を観察した。さらに、局所結晶方位差と方位差軸をEBSD（電子線後方散乱回折）法によって得られた結晶方位行列から算出した。その結果、銅膜材のほぼすべての結晶粒で、疲労に伴って局所結晶方位差が増加した。すべり線が発生した結晶粒では、疲労試験によって方位差軸が同じ方向に傾いた。一方、静的負荷では方位差軸が分散した方向に変わった。方位差軸成分の変化から、方位差軸は負荷方向に対する直交方向および膜材に直面する方向に向かって傾く。その後、軸は負荷方向に傾いてすべり線が発生した。

研究成果の概要（英文）：

In this study, the pure copper film of 100 μ m thickness with a 0.5mm notch hole was fatigued and the fatigue damage such as a slip initiation was observed. Moreover, a misorientation and a misorientation axis were computed from crystal orientation matrices obtained by using the EBSD (Electron Backscatter Diffraction) method. As a result, a misorientation angle increased with fatigue testing in almost all the grains of the copper film. In the crystal grain in which slip lines are generated, misorientation axes are inclined to the same direction by fatigue testing, while those turn to a scattering directions for the static loading. From the change of a misorientation axis element, the misorientation axes are inclined toward the transverse direction to the loading direction and in face of the film. Subsequently, the axes tended to the loading direction and the slip lines were initiated.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2010年度	1,200,000	360,000	1,560,000
2011年度	1,800,000	540,000	2,340,000
2012年度	500,000	150,000	650,000
総計	3,500,000	1,050,000	4,550,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：機械工学・材料力学
キーワード：ひずみ，金属膜材，EBSD，疲労

1. 研究開始当初の背景

非破壊・非接触の応力測定法としては，X線応力測定法が広く用いられているが，本研究では，X線応力測定法と同程度の精度を有する微小領域の応力（ひずみ）測定法の開発を目指す．具体的には，走査型電子顕微鏡（SEM：Scanning Electron Microscope）内で，材料に電子線を照射し，回折・散乱した電子によって形成された回折像（Kikuchiパターン）を解析することによって，照射位置の結晶方位を求めるEBSD法を用いて，材料に応力が負荷されたときの結晶方位の回転量を定量的に評価する方法を開発する．このとき，電子線の照射スポットの大きさは $1\mu\text{m}$ 以下なので，理想的には， $1\mu\text{m}$ 以下の超微小領域の応力（ひずみ）を測定することができるようになる．

2. 研究の目的

本研究の目的は，微小領域の応力（ひずみ）分布を，非破壊的かつ非接触で計測する手法を開発することである．今回，種々の応力を負荷しながら電子線後方散乱回折（EBSD：Electron Backscatter Diffraction）法を用いて結晶方位を測定することで，結晶方位の変化と材料の応力状態との対応が明らかになることが期待できる．これは，電子線照射スポットの大きさ（ $1\mu\text{m}$ 以下）の超微小領域における三次元的な応力（ひずみ）状態を非接触かつ非破壊的に測定できることを示しており，従来の代表的な非接触計測法であるX線応力測定法と比較すると，極めて局所的な領域の応力が測定できることを意味している．

3. 研究の方法

厚さ $100\mu\text{m}$ の純銅膜材を用いて，疲労き裂発生箇所を限定するために，図1に示すように，中央に直径 0.5mm の切欠き穴をあける．その後，

①無負荷，②最大引張，③除荷後の3通りの条件下でEBSD結晶方位解析装置による計測を行う．これより，切欠き底周辺で結晶方位の変化が大きい箇所と小さい箇所の分布が得られる．

その後，引張・圧縮疲労試験機を用いて母材に動的な繰返し負荷を与え，切欠き底からの疲労き裂の発生および伝ばの過程を，デジタルマイクロスコープを用いて詳細に観察する．疲労き裂は，最大せん断応力の変動幅が大きい箇所から発生することが予測されるので，実際の疲労き裂発生箇所と，結晶方位の変化が大きく，せん断応力が大きいと予想される箇所の対応について検討する．そして疲労き裂が発生した後に，無負荷の条件下で切欠き底の結晶方位を測定する．得られた結果を，疲労試験前の無負荷の条件下の結晶方位測定結果と比較して結晶方位の変化を求める．

このようにして得られる結晶方位の変化は，疲労によって生じた変形すなわち疲労損傷に対応していると予想される．仮に，この方法で疲労損傷を定量的に評価できることが示されれば，極めて微小な領域の疲労損傷を非破壊的かつ非接触で測定できる画期的な方法が開発されることになる．

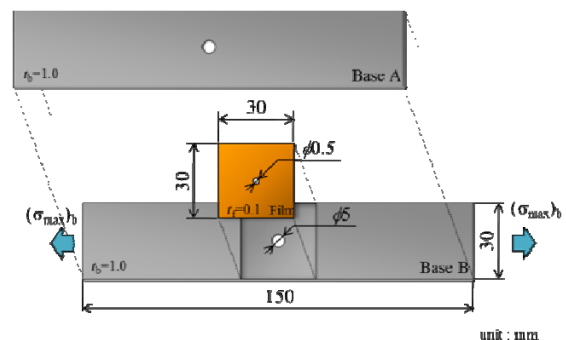


図1 試験片

4. 研究成果

(1) 図2に、繰返し数4万回において切欠き底に発生したすべり線と、結晶方位マッピング図を示す。すべりが発生した結晶粒“A”では、図3に示すように、疲労試験に伴って局所結晶方位差が増大した。また、繰返し数4万回において静的引張負荷を加えた場合でも、図4のように局所結晶方位差の増大が見られた。図3と図4を比較すると、図3では、すべりが発生した結晶粒“A”以外の結晶粒でも方位差が同じように増加していたが、図4では、特に結晶粒“A”において結晶方位差が増加していることがわかる。

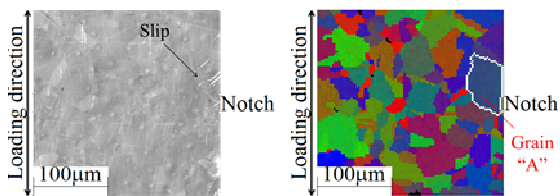


図2 切欠き底に発生したすべり線と、結晶方位マッピング図

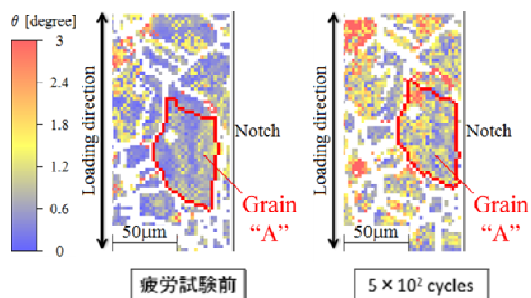


図3 疲労に伴う局所結晶方位差の増加

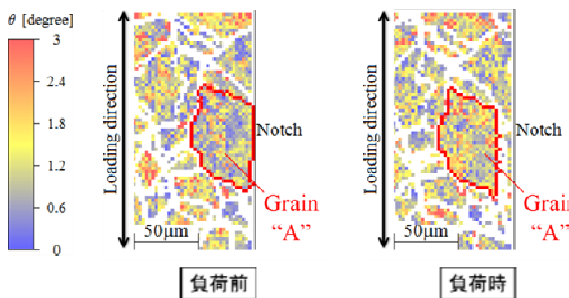


図4 引張負荷に伴う局所結晶方位差の増加

(2) 図5および図6に結晶方位差の回転軸分布を示す。すべりが発生した結晶粒に注目すると、疲労試験によって同じ方向を向いた方位差軸が増大した。一方、静的引張負荷を加えた場合では、同じ方向を向いた方位差軸が減少した。これは、疲労に伴って局所結晶方位差が一方向に湾曲したのに対して、静的引張負荷では一つの結晶粒内において様々な方向に湾曲が生じたことを示している。

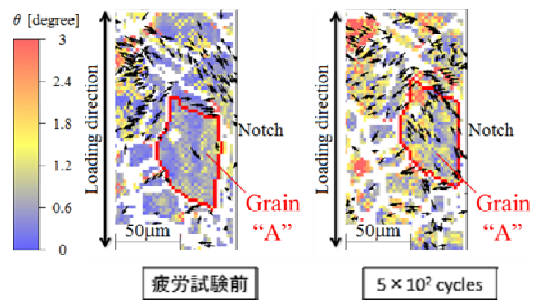


図5 疲労に伴う回転軸の変化

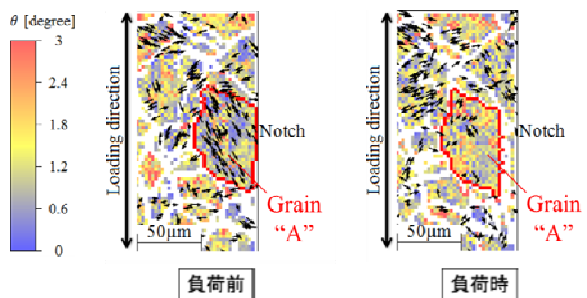


図6 引張負荷に伴う回転軸の変化

(3) 図7に疲労に伴う回転軸の方位変化を示す。繰返し数4万回において、回転軸が[312]方位に配向していることがわかる。[312]方位は銅(面心立方格子)のすべり面{111}面内に含まれ、すべり方向{110}の直交する方向なので、局所結晶方位差の変化は、すべり変形すなわち塑性ひずみを示していることが明らかとなった。これより、局所結晶方位差を測定すれば、疲労すべりおよび疲労き裂発生の時期や箇所を予測できると期待される。

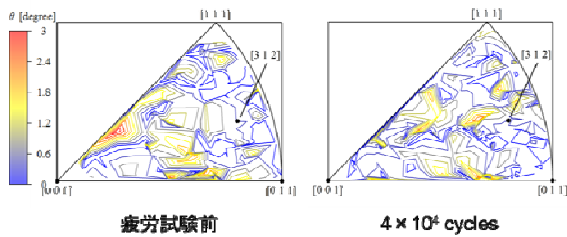


図7 疲労に伴う回転軸の方位変化

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計6件)

- ① Tashiyuki Torii, Koki Ishida*, Mohamed. K. Hassan** and Kenichi Shimizu (*Uchiyama Manufacturing Corp., **South Valley University, Egypt), Fatigue Damage Behavior depending on the Bonding Interface Layer in Copper Film Bonded to Base Metals, Key Engineering Materials Vols. 452-453, pp. 253-256, 2011, 査読有,
(<http://www.scientific.net/KEM.452-453.253>)
- ② Kenichi Shimizu and Tashiyuki Torii, Effects of grain size on fatigue crack propagation in copper film, Key Engineering Materials Vols. 452-453, pp. 289-292, 2011, 査読有,
(<http://www.scientific.net/KEM.452-453.289>)
- ③ 石田浩規*, 鳥居太始之, 清水憲一* (*内山工業), 銅膜材の疲労破壊挙動に及ぼす樹脂接着効果とその支配要因(疲労過程のSEM観察と平均応力の影響に注目して), 材料システム, 29 巻, pp. 61-67, 2011, 査読有
- ④ Mohamed. K. Hassan*, Tashiyuki Torii, Koki Ishida** and Kenichi Shimizu (*South Valley University, Egypt, **Uchiyama Manufacturing Corp.),

Fatigue Fracture Behavior of MEMS Cu Thin Films, 18th European Conference on Fracture, Fracture of Materials and Structures from Micro to Macro Scale, pp. 209-216, 2010, 査読有

- ⑤ 清水憲一, 鳥居太始之, 丸山賢司* (*マツダ), 銅膜材の屈折疲労き裂伝ば挙動に及ぼす圧延方向の影響(混合モード膜疲労試験とき裂に沿う不連続変位分布計測に基づいて), 日本機械学会論文集(A編), 76 巻768 号, 2010, pp. 1068-1075, 査読有

[学会発表] (計7件)

- ① 棗田善貴, 清水憲一, 皿井孝明, EBSD 法を用いた銅膜材切欠き底の結晶方位測定と疲労損傷評価, 日本機械学会中国四国支部第51期総会・講演会講演論文集, 講演番号103, pp. 104-108, 2013. 3. 8, 高知
- ② 清水憲一, 棗田善貴, 結晶方位差に基づく銅膜材の切欠き底疲労損傷評価とき裂発生, 日本材料学会第31 回疲労シンポジウム講演論文集, 講演番号24, pp. 104-108, 2012. 11. 21, 横浜
- ③ 清水憲一, 棗田善貴, 結晶方位差に基づく疲労き裂先端の損傷評価, 日本材料学会第61 期学術講演会講演論文集, 講演番号734, 2012. 5. 27, 岡山
- ④ Kenichi Shimizu, Yoshiki Natsumeda and Hiroaki Chikaishi* (* Sanyo Electric Co. Ltd.), Evaluation of Fatigue Crack Propagation Behavior in Copper Films Based on Measurement of Crack Opening Displacement Distribution, International Conference on Advanced Technology in Experimental Mechanics 2011 (ATEM' 11), OS12-4-3, 2011. 9. 20,

神戸

- ⑤ 近石浩章, 清水憲一, 鳥居太始之, 銅膜材の疲労特性に及ぼす結晶粒径の影響, 徳島講演会 [中国四国支部・九州支部合同企画] 講演論文集, No. 105-2, 講演番号103, pp. 5-6, 2010. 10. 16, 徳島
- ⑥ 清水憲一, 鳥居太始之, 近石浩章, 銅膜材のき裂開口変位計測に基づく疲労き裂伝ば挙動の評価, 日本機械学会2010 年度年次大会講演論文集, Vol. 8, No. 10-1, 講演番T0302-3-2, pp. 267-268, 2010. 9. 7, 名古屋
- ⑦ 清水憲一, 鳥居太始之, 山口徹也, 常保健太* (*日立造船), 銅膜材における斜めき裂の破面接触と屈折疲労き裂伝ば挙動, 日本材料学会第59 期学術講演会講演論文集, 講演番号412, pp. 127-128, 2010. 5. 22, 札幌

[図書] (計0件)

[産業財産権]

○出願状況 (計0件)

名称:
発明者:
権利者:
種類:
番号:
出願年月日:
国内外の別:

○取得状況 (計0件)

名称:
発明者:
権利者:
種類:
番号:
取得年月日:
国内外の別:

[その他]

6. 研究組織

(1) 研究代表者

清水 憲一 (Kenichi SHIMIZU)

岡山大学・大学院自然科学研究科・助教

研究者番号: 50294434