

**科学研究費助成事業 研究成果報告書**

平成 29 年 6 月 13 日現在

機関番号：15101

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2014～2016

課題番号：26420078

研究課題名(和文) Ni合金薄膜を用いた高温繰返し応力測定ゲージの開発

研究課題名(英文) Development of stress measurement gauge under high temperature range using nickel alloy foil

研究代表者

小野 勇一 (Yuichi, Ono)

鳥取大学・工学(系)研究科(研究院)・教授

研究者番号：50335501

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,800,000円

研究成果の概要(和文)：電着によりニッケル薄膜とニッケル合金薄膜を作製した。再結晶温度はニッケル薄膜よりもニッケル合金薄膜のほうが高いことが確認できた。また、繰返し負荷試験では、250℃の雰囲気温度においてニッケル薄膜に発生した成長粒子の密度と結晶方位を利用すれば応力が測定できることが明らかとなった。一方、ニッケル合金薄膜では、350℃の雰囲気温度で粒子の成長を確認できたが、応力を測定するための較正式の導出には至らなかった。

研究成果の概要(英文)：A nickel foil and a nickel alloy foil were produced by electroplating. It was confirmed that the recrystallization temperature of the nickel alloy foil was higher than that of the nickel foil. Cyclic loading tests were performed and it became clear that the stress can be measured from the density and crystallographic orientation of the grown grains of the nickel foil under the ambient temperature of 250℃. Although the grain growth of the nickel alloy foil could be confirmed at the ambient temperature of 350℃, we could not derive the calibration equation for measuring the cyclic stress.

研究分野：材料力学

キーワード：応力測定 金属疲労

1. 研究開始当初の背景

本研究の全体構想は、マイクロマシン、MEMS あるいは機械要素の破壊起点となる応力集中箇所などの微視的領域に発生する繰返し応力を実験的に計測できる手法を確立することである。その中で、本研究では、高温雰囲気中にある機械要素の応力測定に焦点を絞り、ニッケルをベースにした金属薄膜を電着により作製する。これを応力測定用素子として用い、繰返し負荷の作用により金属薄膜に発生・成長する粒子の密度と結晶方位に基づいて、これまで実験的に応力を測定することが不可能であった 500°C 程度の雰囲気温度に対する応力測定の可能性を検討する。

2. 研究の目的

(1) 研究の学術的背景

近年、機械は高性能化・軽量化などの要求にこたえるために、構成要素のスリム化が図られるとともに、より過酷な環境(雰囲気温度など)で使用されるようになってきている。また、微細加工技術を利用したマイクロマシン、MEMS などの新たな機械も登場してきた。このような機械が破壊す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、市販品では、350°C 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、①外部への出力線が不要であり、回転体などに容易に適用できる、②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°C 以下の雰囲気温度に使用が制限される。

そこで、本研究では、再結晶温度が銅に比較して高いニッケルをベースにした金属薄膜を応力測定用素子として用いることを検討する。すなわち、近年、タングステンを含むニッケル薄膜は、600°C で加熱しても非晶質を維持した報告があることから、まず、タングステンの含有量を調整した種々のニッケル合金薄膜を作製する。次いで、種々の雰囲気温度に対して作製した薄膜の繰返し負荷試験を実施し、粒子の発生・成長を確認する。さらに発生した粒子を電子

線後方散乱回折法(EBSD)により解析し、結晶学的な特徴を明らかにする。最後に、応力測定をするために必要な較正式を確立するとともに、どの程度の雰囲気温度まで応力測定が可能であるか明らかにする。

図 1 には、銅薄膜に対して応力測定が可能な雰囲気温度とせん断ひずみの範囲と本研究で目標とする範囲を示す。過酷な環境下で使用される機械要素を想定し、銅よりも高温・高ひずみ(応力)の計測を目標とする。

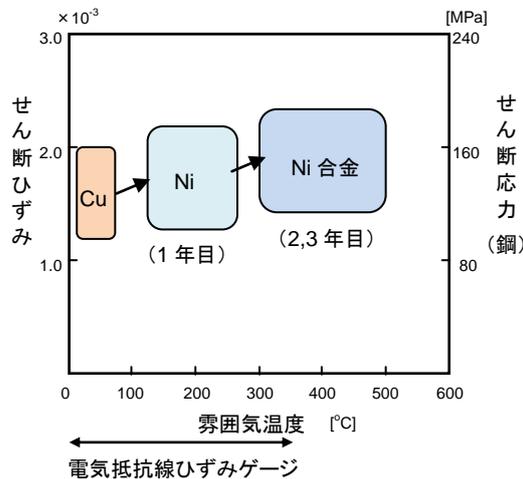
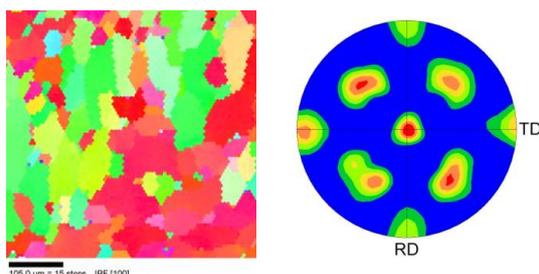


図 1 金属薄膜の適用対象

(2) 研究期間内に何をどこまで明らかにするのか

図 2 には、繰返しねじり試験に対して銅薄膜に発生した粒子の逆極点図と極点図を示す。極点図に非常に濃度の高い領域が認められ、優先方位をもって粒子が成長していることがわかる。更に詳細な解析から、粒子のすべり方向の一つと最大せん断応力の作用方向が非常によく一致することが明らかとなっている。したがって、銅薄膜に発生する粒子は最大せん断応力に支配され、発生した粒子の密度から最大せん断応力、EBSD による方位解析から主応力の計測が可能となる。

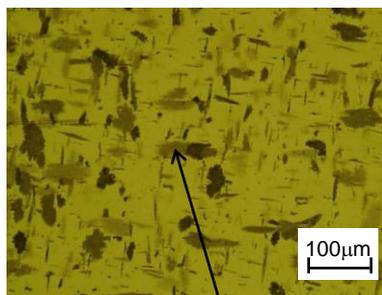
また、本年度に純ニッケル薄膜を作製し、銅薄膜では応力測定が不可能な 200°C の雰囲気温度に対して繰返し負荷試験を実施した結果、図 3 に示すような粒子の成長が確認できている。そこで、研究の初年度は、図 3 の粒子に対して、結晶方位を EBSD により解析し、銅薄膜と同じ特徴を有しているか確認する。また、応力測定



(a) 逆極点図(RD) (b) {110}極点図

図 2 銅薄膜に発生した粒子の EBSD 解析

に必要な較正式を導出するとともに、適用可能な雰囲気温度の上限を決定する。二年目は、元素(タングステン)を添加したニッケル合金薄膜を作製し、再結晶温度を調査する。また、このニッケル合金薄膜を高温環境下で繰返し負荷試験を実施し、粒子の成長を確認するとともに、その結晶学的な特徴を調査する。最終年度は、ニッケル合金薄膜による応力測定をするために必要な較正式を確立し、適用可能な雰囲気温度を決定する。



成長した粒子  
図3 ニッケル薄膜に発生した粒子(OM)

(3) 当該分野における本研究の学術的な特色・独創的な点及び予想される結果と意義

本研究課題では、材料力学や疲労などの力学的要素に加えて、研究分担者の専門分野(材料科学)の結晶学的要素を取り入れることで、金属薄膜に生ずる粒子成長を利用し、その密度と結晶方位を利用して、従来の手法では不可能である高温環境下(500°C程度)における微視的領域(1mm<sup>2</sup>以下)の応力を実験的に求めようとするに本研究の独創性がある。市販されている電気抵抗線ひずみゲージでも、適用可能な温度は350°Cであり、また、主応力の測定にはひずみロゼットを用いる必要があるが、最小のものでもベース直径は5mm(測定領域20mm<sup>2</sup>)ある。したがって、本手法による応力測定法が確立されれば、従来計測が不可能であった高温環境下における機械要素の微視的応力の測定が可能となると期待できるので、有限要素法などの数値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、土木、航空宇宙分野など他分野や社会への波及効果も期待できる。

### 3. 研究の方法

まず、粒子成長が確認できている純ニッケル薄膜に対して、繰返し負荷試験を種々の実験条件で実施し、応力測定が可能な雰囲気温度と最大せん断応力を決定する。次に、さらに高温環境下での測定を検討するために、添加元素の含有量が異なるニッケル合金薄膜を作製し、真空中で種々の加熱を施した後、X線回折装置により結晶化温度を求める。得られた結晶化温度を参考に、高温雰囲気中で繰返し負荷試験を実施し、どの程度の雰囲気温度と最大せん断応力において粒子が成長するか確認する。最後に、種々の実験条件に対して得られた結果から、最

大せん断応力を測定する較正式を導出するとともに、結晶方位を解析して主応力測定の可能性を検討する。

#### (1) 平成26年度

① 純ニッケル薄膜による最大せん断応力測定  
繰返し負荷により発生する機械要素の破壊(疲労破壊)には、最大せん断応力や主応力が重要な影響を及ぼすので、本研究でも、高い雰囲気温度における微視的領域の最大せん断応力と主応力の計測を目的とする。

まず、既存の疲労試験機とマントルヒータを用いて、種々の最大せん断応力、雰囲気温度に対して繰返し負荷試験を実施する。試験終了後、発生した粒子の密度を画像処理ソフトにより二値化して求める。雰囲気温度が同じであれば、粒子の密度は最大せん断応力と繰返し数の増加とともに大きくなるので、これらの関係を求める。実験データを蓄積することで、最終的には、粒子の密度、最大せん断応力、応力繰返し数および雰囲気温度の関係を銅薄膜と同様な方法により求める。この関係(較正式)を利用すれば、純ニッケル薄膜に発生する粒子の密度に基づいて最大せん断応力の計測が可能となる。

#### ② 純ニッケル薄膜による主応力測定

主応力の測定には、すべり方向が最大せん断応力の方向と一致するように粒子が成長する特徴を利用する。そこで、種々の二軸応力条件(第二主応力/第一主応力)において、発生した粒子をEBSDにより解析し、銅薄膜と同様な結晶学的特徴をもっているか確認する。

#### (2) 平成27年度

##### ③ ニッケル合金薄膜の作製

タングステンの含有量により結晶化温度が異なる報告があることから、含有量が異なるニッケル合金薄膜を電着により作製する。結晶化温度を調べるために、作製した薄膜を真空中で種々の加熱温度で熱処理する。加熱後、X線回折装置により結晶化温度を決定する。

##### ④ 高温試験の準備

まず、高温雰囲気での粒子成長が期待できることから、高温で疲労試験を実施できるように加熱炉を購入する。また、高温環境下では、薄膜が酸化する恐れがあるので、必要であれば、コーティング方法も検討する。さらに、現在高温下における接着剤がないことから、試験片に直接めつきする方法を採用し、③で得られた再結晶温度を参考に、ニッケル合金薄膜に繰返し負荷試験を実施し、どの程度の雰囲気温度とせん断ひずみで粒子成長するかおおよそ見極める。ただし、粒子の成長が必ずしも認められるとは限らないので、そのときは、他の添加元素(Coなど)により作製したニッケル合金薄膜についても同様の検討を加える。

#### (3) 平成28年度

④の結果を踏まえて、最大せん断応力と主応力の計測方法を検討する。まず、最大せん断応

力を計測するために、①と同様な方法で実験データを蓄積し、較正式を導出する。また、主応力を計測するために、種々の二軸応力条件に対して成長した粒子の結晶学的な特徴をEBSDにより解析し、銅薄膜と同様な傾向が認められるか確認する。

#### 4. 研究成果

##### (1) 純ニッケル薄膜を用いた応力測定法

雰囲気温度  $T$  を一定 ( $250^\circ\text{C}$ ) とし、最大せん断応力  $\tau_a$  を3種類に変化させて得られた成長粒子の発生密度  $r^*$  と繰返し数  $N$  の関係を図4に示す。また、最大せん断応力  $\tau_a$  を一定 ( $\tau_a=80\text{MPa}$ ) とし、雰囲気温度を4種類に変化させて得られた  $r^*$  と  $N$  の関係を図5に示す。なお、図中の直線は最小二乗法による近似直線であり、破線は後述の較正式である。図4から、最大せん断応力  $\tau_a$  が大きいほうが、少ない繰返し数  $N$  で粒子が発生し始め、増加速度も大きいことがわかる。また、図5から、同じ  $\tau_a$  でも、 $T$  が高い場合のほうが、粒子の発生と成長が促進されることもわかる。さらに、いずれの図でも、 $r^*=10\sim 70\%$  の範囲で  $r^*$  と  $N$  はほぼ線形関係とみなせる。得られた実験結果を基に、最大せん断応力を測定するための較正式は次式となった。

$$r^* = N10^{\frac{2}{Pr} \left( \frac{\tau_a - q_0}{T} - q_r \right)} + cT + d$$

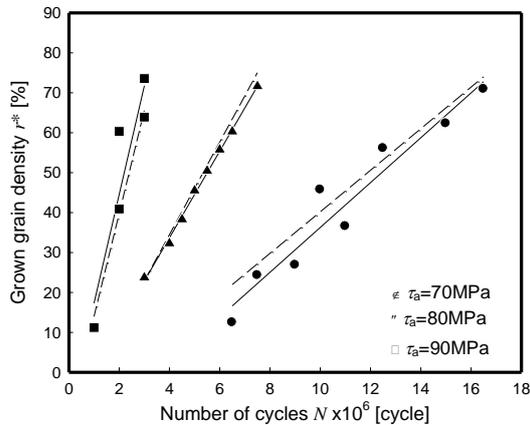


図4 成長粒子の発生密度と繰返し数の関係 (ねじり,  $T=250^\circ\text{C}$ )

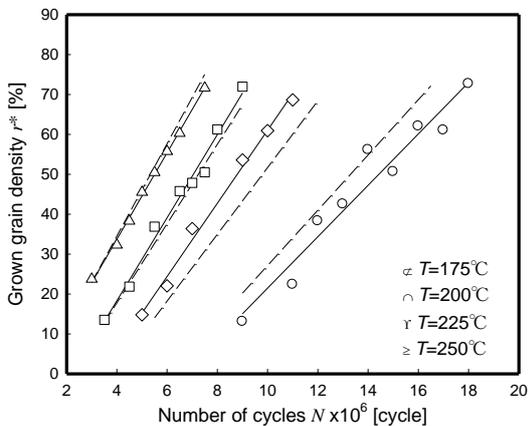


図5 成長粒子の発生密度と繰返し数の関係 (ねじり,  $\tau_a=80\text{MPa}$ )

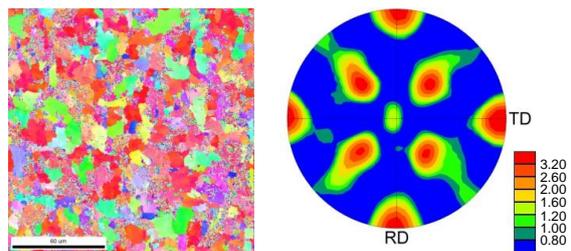
図4と図5における破線はこの較正式を表しており、実験値とおおよそ一致する。

次に、ねじり試験により成長粒子が薄膜全面に発生したニッケル薄膜の逆極点図と極点図を図6に示す。平均結晶粒径は  $20\mu\text{m}$  であり、初期結晶と比較して格段に大きくなっている。また、成長粒子の優先方位は  $\{100\}$  面が薄膜表面に平行となる傾向を示す。これは、初期電着層の優先方位が成長粒子にも反映されたためであると考えられる。また、負荷前の極点図と比較して明らかに数値が高いことから、成長粒子は明瞭な優先方位をもっているといえる。極点図の外周の濃度の高い領域を結んだ直線はすべり方向を表すため、この方向は最大せん断応力方向であるRDとTDに一致することが確認できる。

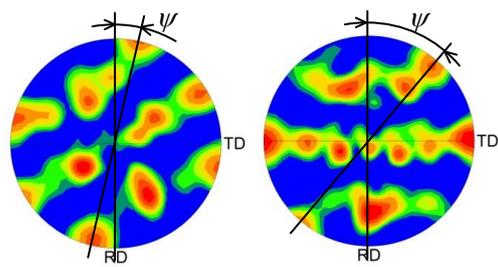
さらに、種々の二軸応力条件に対して、ニッケル薄膜全面に粒子が成長するまで繰返し負荷試験を実施した後、結晶方位を解析して得られた  $\{110\}$  極点図を図7に示す。  $C=0$  に近づくにつれて外周の濃度の高い領域を結ぶ直線が時計回りに回転していくことがわかる。そこで、図に示すようにRDと結晶のすべり方向を表わす外周の濃度の高い領域を結ぶ直線とのなす角度  $\psi$  を各二軸応力比  $C$  に対して計測すれば、図8となる。なお、図中の各点は複数の領域に対して得られた  $\psi$  の平均値である。また、銅薄膜に対して得られた同様の結果も示すとともに、最大せん断応力の作用方向  $\Theta^*$  を表す以下の理論曲線も示した。

$$\Theta^* = \frac{180}{\pi} \left( \frac{\pi}{4} - \frac{1}{2} \cos^{-1} \frac{1+C}{1-C} \right)$$

図から、銅薄膜と同様にニッケル薄膜も極点図から得られる  $\psi$  が最大せん断応力の理論曲線とよく一致していることがわかる。すなわち、 $\psi = \Theta^*$  が成立するので、成長粒子の結晶方位を解析することで得られる  $\psi$  を上式の  $\Theta^*$  に代入すれば、



(a) 逆極点図 (b)  $\{110\}$  極点図  
図6 ニッケル薄膜(成長粒子)のEBSD解析 (ねじり;  $C=-1$ )



(a)  $C=-0.34$  (b)  $C=0$   
図7 ニッケル薄膜(成長粒子)のEBSD解析

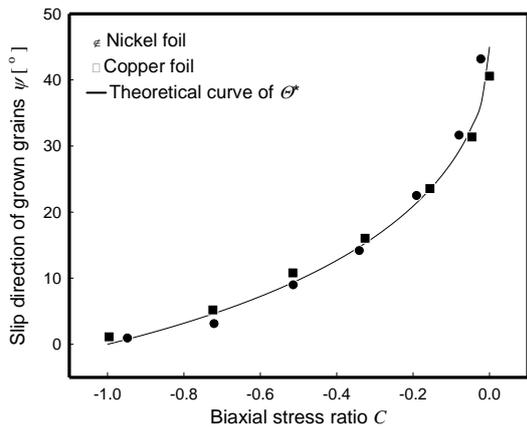


図 8 成長粒子のすべり方向と二軸応力比の関係

二軸応力比  $C$  が決定できる. ここで, 本実験で実施したような曲げとねじりの組合せ負荷を受ける機械要素の主応力  $\sigma_1, \sigma_2$  は次式となる.

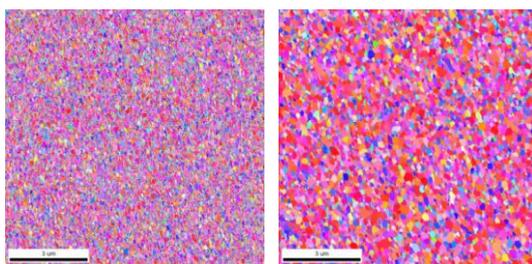
$$\sigma_1 = \frac{2}{1-C} \tau_a, \quad \sigma_2 = \frac{2C}{1-C} \tau_a (= C\sigma_1)$$

したがって, 成長粒子の発生密度に基づいて最大せん断応力  $\tau_a$  を計測するとともに, 結晶方位を解析することで得られる極点図に基づいて  $C$  を計測すれば, 上式から機械要素に生じる主応力の計測も可能であるといえる.

## (2) ニッケル合金薄膜を用いた応力測定法

当初予定したタングステンを添加したニッケル合金薄膜を作製し, 再結晶温度を示差熱分析計 DTA により計測した結果, タングステンの添加量の増加とともに再結晶温度も高くなることを確認できたが, 結晶粒が微細であるため, EBSD による結晶方位解析には適さないことが明らかとなった. そこで, 別の添加剤を用いたニッケル合金薄膜を作製した.

再結晶温度を確認するために, 加熱条件として,  $350^\circ\text{C} \times 120\text{h}$ ,  $400^\circ\text{C} \times 120\text{h}$  および  $450^\circ\text{C} \times 120\text{h}$  にて, 加熱処理を施した試験片に対して, EBSD 解析を行い, 得られた逆極点図を図 9 に示す. 加熱前の状態は, EBSD 法では解析できない粒径 (およそ  $0.02\mu\text{m}$  以下) の微結晶であるので, いずれの加熱処理に対しても粒子が成長していることが確認できる. さらに加熱温度の上昇とともに粒径が大きくなることも確認でき, 粒成長が促進されることがわかる. ただし, ニッケル薄膜の成長粒



(a)  $350^\circ\text{C} \times 120\text{h}$  (b)  $450^\circ\text{C} \times 120\text{h}$

図 9 ニッケル合金薄膜の EBSD 解析

子は数十  $\mu\text{m}$  の大きさであるので, ニッケル合金薄膜の粒子は成長してもそれほど大きくならないといえる.

次に, この試験片を XRD で解析した結果を図 10 に示す. なお, 図には, 加熱処理を施していないニッケル合金薄膜の結果も示す. 加熱処理を施していない場合, ブロードな形状となるが, 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, 加熱処理によりニッケル合金薄膜が粒成長することがわかる. ここで, EBSD 法により解析した結果から, 解析領域内の結晶粒径の相対度数を図 11 に示す. 図には XRD の解析結果から Scherrer の式を用いて計算した平均結晶粒径の値も赤い直線で示した. 相対度数が最大となる粒径と XRD 法の計算結果は完全には一致しないが, ほぼ Scherrer の式でも結晶粒径を把握できるといえる. すなわち, 結晶粒径を求めるだけであれば EBSD 解析を行わなくても XRD 解析で十分であるといえる.

ニッケル合金薄膜も加熱処理により粒子が成長すること, および結晶粒径は XRD 解析でも計算できることがわかった. そこで, 加熱温度と加熱時間を変えて, どの程度粒成長するか調査した. 図 12 にはニッケル合金

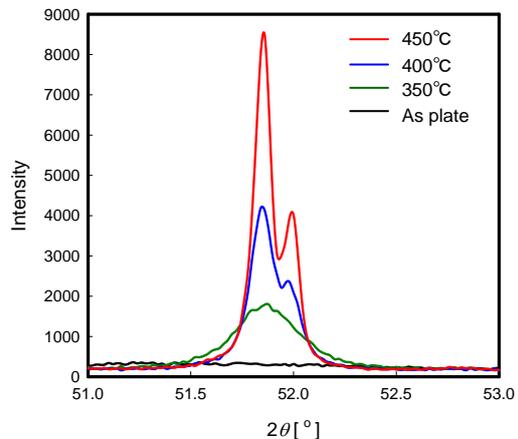


図 10 再結晶したニッケル合金薄膜の XRD 解析

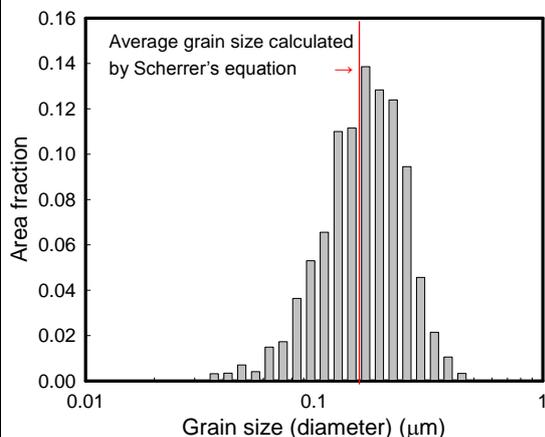


図 11 ニッケル合金薄膜の粒径の度数分布 ( $450^\circ\text{C} \times 120\text{h}$ )

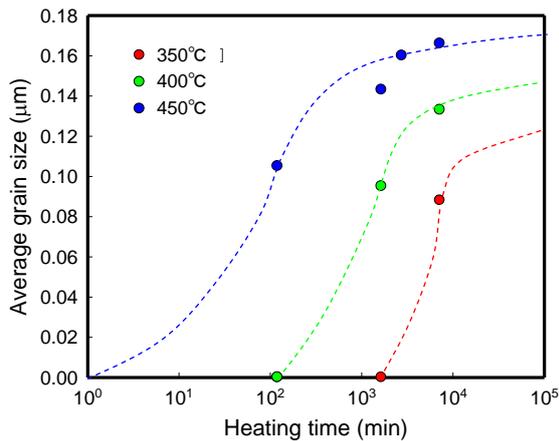


図 12 ニッケル合金薄膜の粒成長

薄膜に種々の温度と時間で加熱処理を施した後、XRD 解析結果から Scherrer の式により平均結晶粒径を求めた結果を示す。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大きくなるのがわかる。また、高温になれば粒成長が促進されることも確認できる。すなわち、450°Cでは約 2 時間の加熱時間で粒成長が起こるのに対し、400°Cでは約 30 時間、350°Cでは約 120 時間の加熱時間を要することがわかる。繰返し負荷を加えれば、粒成長はさらに促進されると思われるが、ニッケル合金薄膜は 350~450°C程度の雰囲気温度で粒成長するので、これまでの銅薄膜やニッケル薄膜よりも高温環境下での応力が測定できると期待できる。

片振り引張試験 ( $\sigma_a=200\text{MPa}$ ,  $T=350^\circ\text{C}$ ,  $f=1\text{Hz}$ ,  $N=1.0\times 10^5\text{cycle}$ ) 終了後、EBSD により結晶方位を解析し、平均結晶粒径を求めれば、 $0.11\mu\text{m}$ であった。さらに、XRD の解析結果から Scherrer の式を用いて計算した結晶粒径は約  $0.10\mu\text{m}$  でほぼ同じ値であった。本実験条件の場合、試験時間は約 28 時間となり、図 12 と比較して加熱処理だけでは粒成長が起こらないことから、繰返し負荷による力学的エネルギーによって粒成長が促進されたと判断できる。以上のことから、ニッケル合金薄膜に対しても 350°Cの雰囲気温度に対して繰返し負荷による粒成長が認められたので、これまでの銅やニッケル薄膜よりも高温での応力測定の可能性が示唆された。今後は、種々の負荷条件に対して結晶粒径を測定し、較正を行う必要があるといえる。

## 5. 主な発表論文等

[雑誌論文] (計 2 件) (査読あり)

- (1) 小野勇一, 電着ニッケル薄膜を用いた繰返し応力測定法 (計測可能な応力と雰囲気温度の検討), 実験力学, Vol.16, No.3, 2016, pp.215-220.
- (2) 小野勇一, 八木康行, 原田拓也, 電着ニッケル薄膜を利用した繰返し応力測定法 (成長粒子の発生密度と優先方位に着目

した方法) 実験力学, Vol.16, No.4, 2015, pp.282-288.

[学会発表] (計 6 件)

- (1) 小野勇一, 電着ニッケル薄膜を用いた高応力測定法, 日本実験力学会 分科会合同ワークショップ 2015 講演論文集, 34-42, 三国観光ホテル (福井県坂井市), 2015.12.13.
- (2) Ono, Y., Stress Measurement Using EBSD Analysis of Grown Grains in Electrodeposited Nickel Foil, ATEM'15 Abstract book, OS7-17., Loisir Hotel Toyohashi, Toyohashi (Japan), 2015.10.4-8.
- (3) 小野勇一, 電着金属薄膜に発生する成長粒子の EBSD 解析を利用した繰返し応力測定法 (銅薄膜とニッケル薄膜の結晶学的特徴の比較), 日本機械学会東海支部講演論文集, CD-ROM 125, 中部大学 (愛知県春日井市), 2015.3.13.
- (4) 原田拓也, 小野勇一, 宮近幸逸, 電着ニッケル薄膜に発生する粒子の結晶方位を利用した主応力測定法, 日本機械学会中国四国支部講演論文集, CD-ROM 106, 近畿大学 (広島県東広島市), 2015.2.27.
- (5) 小野勇一, 電着ニッケル薄膜に発生する成長粒子の結晶方位を利用した応力測定法, 応力・ひずみ測定と強度評価シンポジウム講演論文集, No.46, 93-98, 日本非破壊検査協会 (東京都江東区), 2015.1.10.
- (6) 小野勇一, 電着ニッケル薄膜を用いた繰返し応力測定法, 日本非破壊検査協会平成 26 年度秋季講演大会講演概要集, 91-94, 名古屋国際会議場 (愛知県名古屋市), 2014.10.28.

[図書] (計 0 件)

[産業財産権]

○出願状況 (計 0 件)

○取得状況 (計 0 件)

[その他]

特になし

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

小野 勇一 (ONO, Yuichi)

鳥取大学・大学院工学研究科・教授

研究者番号: 50335501

### (2) 研究分担者

森戸 茂一 (MORITO, Shigekazu)

島根大学・総合理工学研究科・准教授

研究者番号: 00301242