

研究成果報告書

研 究 題 目		EBSD を用いた銅薄膜の疲労すべり線解析	実 施 年 度
			23,24 年度
代 表 研 究 者	所 属	鳥取大学 大学院工学研究科 機械宇宙工学専攻	
	氏 名	小 野 勇 一	印
1. 研究の目的・背景 発電プラントなどの機器の安全性を保障するには、構成要素の疲労寿命評価が不可欠である。疲労破壊に至るには、き裂の発生過程と進展過程を経ることになるが、最近の材料は高強度化が進んでいるため、脆性的挙動を示し、材料に疲労き裂が発生するとすぐに進展して破壊にいたる場合も少なくない。したがって、き裂の発生過程において材料表面に現れるすべり線の発生機構を明らかにすることが重要となる。そこで、EBSD を利用して材料の結晶方位を解析して、すべり線発生に影響を及ぼす因子を明らかにする。 本研究課題では、基礎研究として、比較的単純な集合組織をもつ材料に発生するすべり線を解析する。すなわち、我々は電着により作製した銅薄膜に繰返し負荷を加えると、粒子成長が生じ、その粒子は負荷応力に依存した優先方位をもつことを既に明らかにした。したがって、この優先方位をもつ薄膜に発生するすべり線を解析すれば、結晶方位とすべり線との関係が比較的解析しやすくなると期待できる。そこで、優先方位をもって成長した粒子を EBSD により解析し、面心立方晶である銅のすべり面が試験片表面にすべり線となって現れる角度を Euler 角から計算する。ただし、1つの結晶に対してすべり面は4つ存在するので、計算結果は4つ得られることになる。そこで、どのすべり面が実際に活動してすべるのか決定するために、Schmid 因子などのパラメータを計算する。4つのすべり面のうち、計算したパラメータが最大となるすべり系をもつすべり面が実際にすべり線となって現れるとして計算した角度と実験結果と比較し、どのパラメータが実験結果とよく一致するか検討する。また、計算したパラメータが大きい結晶ほど、すべり線が発生しやすいと考えられるので、パラメータの値とすべり線が発生するまでの繰返し数との関係も調査する。この関係に基づけば、材料の結晶方位を EBSD により解析することで、すべり線が発生するまでの寿命を推定できることになる。試験条件としては、ねじり負荷と曲げ負荷について検討する。			

2. 研究成果及び考察（申請時の計画に対する達成度合を織込む）

【1 年目】

（1）優先方位をもつ銅薄膜の作製

硫酸銅を主体とするめっき浴を用いてステンレス板に銅めっきを施し、めっき部をステンレス板より剥離したものを銅薄膜とした。この銅薄膜に既存の疲労試験機を用いて繰返し負荷を加え、集合組織を有する薄膜を作製した（達成度 100%）。

（2）EBSD 解析

作製した銅薄膜の結晶方位を EBSD により解析した。結晶方位解析ソフトにより個々の結晶の Euler 角が求まるので、これからすべり面の法線ベクトルが計算した。ただし、一つの結晶について 4 つのすべり面が得られる。（達成度 100%）

（3）すべりを支配する因子の検討

比較的単純な負荷形式であるねじり試験を実施した。EBSD による解析が終わった後、銅薄膜に繰返しねじり負荷を加えて、すべり線を発生させ、すべり線の角度を既存の光学顕微鏡と画像処理ソフトを用いて計測した。また、外部応力から個々の結晶のすべり系の Schmid 因子を計算し、(2)で解析した 4 つのすべり面のうち、Schmid 因子が最大となるすべり系を含むすべり面を決定した。このすべり面が表面に現れるときの角度を計算して、実際に計測した角度と比較した。この結果、ねじり負荷では、ほとんどの結晶に対して、Schmid 因子が最大となるすべり系が活動して、疲労すべり線が発生することが明らかとなった。（達成度 90%）

【2 年目】

（4）負荷応力として、曲げ試験を実施した。曲げの場合、Schmid 因子が最大値のすべり系の他に、2～4 番目に高い値をもつすべり系も活動して疲労すべり線が発生することが明らかとなった。これは、曲げの場合、Schmid 因子の上位の値の差が小さいことがその原因の一つであると考えられる。さらに、ねじり負荷の場合、Schmid 因子が最大となるすべり系が活動することが明らかとなったので、すべり線が発生するまでの繰返し数とすべり方向の分解せん断応力の関係を調査した。すべり線が発生するまでの繰返し数は分解せん断応力の増加とともに小さくなる傾向は認められたが、ばらつきも大きいから、すべり線の発生には Schmid 因子に加えて、他の追加的因子が影響を及ぼすことが明らかとなった。そこで、幾何学的パラメータであるすべり方向と試験片表面とのなす角度を計算した結果、この角度が大きいほうが試験片表面で突出しや入込みのすべり線発生機構が活発化して、すべり線が発生しやすいことが明らかとなった。（達成度 90%）

3. 経費の使用状況（申請時の計画に対する実績を記述）

設備備品の結晶方位解析ソフトは、個人の研究費で購入する予定であったが、当初予定より研究費が少なかったため、本助成金で購入させていただいた。また、疲労試験機のファンクションジェネレーターが故障したため、新規に購入した。消耗品に関しては、ほぼ計画通りに使用できた。ただし、備品を購入したために、実績は予定より少なくなっている。特に、SEM 関係の消耗品の多くは、別の予算を利用した。また、旅費も計画通りに使用できた。旅費の内訳としては、島根大学へ EBSD 装置を借用（3 回）、学会での成果発表（4 回）である。

4. 将来展望（今後の発展性、実用化の見込み等について記述）

本研究課題では、基礎的研究として、比較的単純な優先方位をもつ粒子で構成された銅薄膜を対象にして、その疲労すべり線の発生を支配する因子について検討した。この結果、ねじり、曲げともに Schmid 因子が高いすべり系が活動してすべり線が発生することが明らかとなった。さらに、Schmid 因子に加えて、幾何学的なパラメータであるすべり方向と試験片表面とのなす角度が大きいことも、すべり線の発生に影響を及ぼすことがわかった。このような、基礎的知見をもとに、今後は、実際の機械材料に対して、すべり線の発生を支配する因子について検討を行っていく予定である。すなわち、銅薄膜と同様に、結晶学的・力学的パラメータである Schmid 因子と幾何学的なパラメータであるすべり方向と試験片表面とのなす角度の両者が疲労すべり線の発生を支配すると考えられるので、これまでと同様な方法により、この点を明らかにしていきたい。これにより、金属材料に関する疲労損傷の初期段階をうまく評価できれば、機械の信頼性を保証できるようになると考えられる。

5. 成果の発表（学会での発表、学術誌への投稿等を記載。予定を含む）

1. 査読付論文

- (1) Investigation into Early Fatigue Damage in Electrodeposited Copper, *International Journal of Fatigue*, in press, 2013.
- (2) EBSD を用いた銅めっき層の初期疲労損傷に関する研究, 小野勇一, 芝壮太郎, 井上裕也, 日本機械学会論文集(A 編), 掲載可, 2013.

2. 学会発表

- (1) 銅薄膜に発生する疲労すべり線成長挙動の EBSD 解析, 小野勇一, 芝壮太郎, 井上裕也, 日本機械学会第 24 回計算力学講演会, CD-ROM, 2011.
- (2) EBSD を用いた銅めっきの初期疲労損傷評価, 応力・ひずみ測定と強度評価シンポジウム講演論文集, No.43, 167-172, 2012.
- (3) EBSD を用いたねじりと曲げにおける銅薄膜の初期疲労損傷評価, 芝壮太郎, 小野勇一, 井上裕也, 香川愛智, 日本機械学会中国四国支部講演論文集, CD-ROM, 2012.
- (4) EBSD を利用した銅めっき薄膜の初期疲労損傷評価, 小野勇一, 芝壮太郎, 井上裕也, 日本材料学会第 307 回疲労部門委員会研究討論会資料, 21-27, 2012.