
電着銅薄膜を用いた主応力測定法と
組合せ応力下における金属疲労挙動
に関する研究

A Research on Principal Stress Measurement Method
Using Electrodeposited Copper Foil and Fatigue Behavior
under Combined Stress Condition

2011 年 1 月

李 成

目 次

本論文で使用する主な記号.....	v
第 1 章 緒 論.....	1
1.1 応力測定的重要性	1
1.2 疲労挙動の把握に必要な応力状態.....	1
1.3 銅めっき応力測定法の特徴	3
1.4 本論文の構成.....	6
第 2 章 粒子成長方向を利用した二軸応力比の符号判定方法.....	9
2.1 緒 言.....	9
2.2 二軸応力比の符号判定方法	10
2.3 実験装置および実験方法	10
2.3.1 電着銅薄膜の作製	10
2.3.2 試験片および試験機	12
2.3.3 粒子成長方向の測定方法	15
2.4 実験結果および考察	15
2.4.1 粒子成長方向を利用した二軸応力比の符号判定方法	15
2.4.2 成長粒子発生面積の増加速度	21
2.5 結 言.....	22
第 3 章 粒子成長方向を利用した主応力測定方法	25
3.1 緒 言.....	25
3.2 二軸応力の計測方法	26
3.3 実験装置および実験方法	28
3.3.1 試験片および試験機	28
3.3.2 実験方法.....	28
3.4 実験結果および考察	29
3.4.1 粒子成長方向を利用した二軸応力測定法	29
3.4.2 測定対象粒子数の検討	34
3.5 結 言.....	36

第 4 章 成長粒子の結晶方位に着目した二軸応力測定方法	39
4.1 緒 言	39
4.2 二軸応力の測定方法	40
4.3 実験装置および実験方法	40
4.3.1 実験条件	40
4.3.2 SEM-EBSD による結晶方位の測定	41
4.4 実験結果および考察	43
4.4.1 成長粒子の結晶方位	43
4.4.2 ステレオ投影法による{110}極点図の作成	43
4.4.3 {110}極点図を利用した二軸応力測定	45
4.4.4 結晶方位マッピング図を利用した二軸応力測定	47
4.5 結 言	51
第 5 章 ひずみの主軸が変動する負荷への銅めっき応力測定法の適用 （回転曲げに静的ねじり負荷が重畳した場合）	53
5.1 緒 言	53
5.2 異種類の静的負荷の重畳による主ひずみ方向の変動	54
5.3 実験装置および実験方法	54
5.3.1 平面曲げ疲労試験機および試験片	56
5.3.2 回転曲げ - 静的ねじり組合せ負荷試験機および試験片	57
5.3.3 試験機の較正実験	60
5.4 実験結果および考察	64
5.4.1 繰返し平面曲げ試験	64
5.4.2 回転曲げ - 静的ねじり組合せ試験	66
5.4.3 最大せん断応力面の変動が粒子の成長へ及ぼす影響	70
5.5 結 言	72
第 6 章 繰返し曲げと静的ねじり負荷が重畳する平板に発生した表面 き裂の進展挙動	75
6.1 緒 言	75
6.2 実験装置および実験方法	76
6.2.1 試験片および試験機	76

6.2.2	実験方法.....	78
6.3	実験結果および考察.....	78
6.3.1	き裂進展方向.....	78
6.3.2	き裂進展速度.....	81
6.3.3	き裂開口変位.....	84
6.4	結 言.....	88
第7章	結 論.....	91
謝 辞	95
参考文献	97
関連報告	103



本論文で使用する主な記号

A_{red}	: 結晶方位マッピング図上の{100}面に近い成分の面積
A_{green}	: 結晶方位マッピング図上の{110}面に近い成分の面積
A_{blue}	: 結晶方位マッピング図上の{111}面に近い成分の面積
a_1	: 正弦関数の振幅を表す係数
b_1	: 正弦関数の周期を表す係数
c_1	: 正弦関数の初期位相を表す係数
a	: き裂半長
b	: き裂深さ
α	: ワイブル関数の形状母数
β	: ワイブル関数の尺度母数
$\sqrt{\text{area}}$: 欠陥投影面積の平方根
C	: 二軸応力比
C^*	: せん断応力比 ($\tau_{\text{max}1-3}/\tau_{\text{max}1-2}$)
COD	: き裂開口変位
COD_{50}	: き裂先端から $r=50\mu\text{m}$ のき裂開口変位
da/dN	: き裂進展速度
dr^*/dN	: 成長粒子面積の増加速度
δ	: $\bar{\theta}^*$ と θ^*_m の差
E	: 縦弾性係数 (ヤング率)
F_I	: モード I 応力拡大係数の補正係数
ε_x	: x 軸方向の垂直ひずみ
ε_ξ	: ξ 軸方向の垂直ひずみ
HV	: ビッカース硬さ
I_x	: x 軸に対する断面二次モーメント
I_y	: y 軸に対する断面二次モーメント
I_{xy}	: 断面相乗モーメント
k	: 応力拡大係数の応力二軸性を表すパラメータ

m	: θ^* の計測に用いた成長粒子の数
m^*	: m 個の粒子より任意に抽出した数
K_I	: モード I の応力拡大係数
K_{II}	: モード II の応力拡大係数
ΔK_I	: モード I の応力拡大係数幅
$K_{I \max}$: モード I の最大応力拡大係数
$K_{I \Sigma \max}$: 等価応力 Σ を用いたモード I の最大応力拡大係数
M_B	: 曲げモーメント
M_T	: ねじりモーメント
N	: 荷重繰返し数
θ	: ξ 軸の x 軸に対する傾角
θ_σ	: 混合モードにおけるき裂進展角度
θ_c	: σ_a と直交する方向とき裂進展方向とのなす角度
θ	: 第 1 主応力の作用方向
θ^*	: 最大せん断応力の作用方向
θ^*	: 粒子の成長方向
θ^*_{peak}	: θ^* の相対度数分布のピーク
$\overline{\theta^*}$: m 個の成長粒子の θ^* の平均
θ^*_m	: m^* 個の粒子の θ^* の平均
r	: き裂先端からの距離
r^*	: 成長粒子発生密度
R	: 応力比 (最小応力/最大応力)
s	: θ^* の標準偏差
σ_1	: 第 1 主応力
σ_2	: 第 2 主応力
σ_3	: 第 3 主応力
σ_a	: 垂直応力振幅
σ_w	: 単軸荷重における疲労限度
σ_m	: 単軸平均応力
σ_{op}	: き裂開口応力

σ_{top}	: き裂先端開口応力
Σ	: 等価応力
τ_{max}	: 最大せん断応力
$\tau_{\text{max}1-2}$: σ_1 - σ_2 平面上の最大せん断応力
$\tau_{\text{max}1-3}$: σ_1 - σ_3 平面上の最大せん断応力
τ_{m}	: 静的せん断応力
τ_{p}	: 成長粒子発生の限界応力
T_{m}	: 静的ねじりモーメント
φ	: 試験片の取り付け角
Ψ	: $\{110\}$ 極点図上の成長粒子の $\langle 110 \rangle$ 方向と試験片の長手方向がなす角度



第1章 緒論

1.1 応力測定的重要性

機械や構造物が静的荷重で破壊することは稀であり，ほとんどの破壊原因が繰返し荷重の作用による金属疲労である^(1.1)．したがって，機械・構造物に対する設計には，損傷許容設計^(1.2)やフェイルセーフ設計^(1.2)などに代表されるように，繰返し荷重が作用しても構成要素が破壊しない設計法が多く取り入れられている．このような設計法を有効に機能させるためには，破壊力学，構造材料の疲労き裂進展特性，非破壊検査技術などの知識が不可欠であり^(1.3)，稼働中の部材に作用する繰返し応力の把握が必要となる．また，金属材料の疲労破壊は，応力集中部などの局所的な領域から発生した疲労き裂が，繰返し数の増加とともに進展して最終的に破壊に至る場合がほとんどである．したがって，疲労き裂の発生起点となる応力集中部などの微視的領域の繰返し応力を把握することが重要となる．さらに，構成要素表面の応力集中部は二軸応力状態となることが多く^(1.4)，この場合，材料の疲労強度は，せん断ひずみエネルギー説^(1.5)や最大せん断応力説^(1.6)に基づく等価応力^(1.7)を用いて評価されるため，主応力と最大せん断応力を求めることが必要である．

このような応力やひずみを求める手段としては，実験的手法と計算的手法がある．最近では，FEM（Finite Element Method）に代表されるシミュレーション技術が飛躍的に向上しており，設計時の強度計算にも多くの場合で取り入れられている．しかしながら，FEMでは設定したモデルの境界条件を把握する必要があるが^(1.8)，多くの機械要素では，それが正確に決定できない場合もある．したがって，境界条件を仮定して得られたFEMによる解析結果の妥当性を検証する場合でも，実験的手法により応力やひずみを計測する必要がある．

以上の観点から，機械要素に作用する応力やひずみを実験的に計測することは，機械・構造物の安全な使用のために重要な課題であるといえる．

1.2 疲労挙動の把握に必要な応力状態

多くの疲労損傷が機械要素表面近くの結晶内で最大せん断応力に支配されて発生する疲労すべり線から始まるという事実から，特に要素表面の応力状態が

重要となる。また、実際稼働している機械のほとんどの部材は曲げ - ねじり組合せ負荷を受ける。一例として図 1.1 に示す円周溝を有するシャフトは、溝から離れた表面では式 (1.1) で表す二軸応力状態となるが、溝部などの形状変化をともなう表面では、式 (1.2) に示す二軸応力状態となることが多い^(1.9)。

$$\begin{cases} \sigma_1 > \sigma_3 = 0 > \sigma_2, & (C < 0) & (1.1) \\ \sigma_1 > \sigma_2 > \sigma_3 = 0, & (C > 0) & (1.2) \end{cases}$$

上述の二つの応力状態の最大の違いは、第 1 主応力 σ_1 と第 2 主応力 σ_2 が同符号か異符号かである。この違いは一般的に二軸応力比 $C (= \sigma_2 / \sigma_1)$ の正負で表されることが多い。

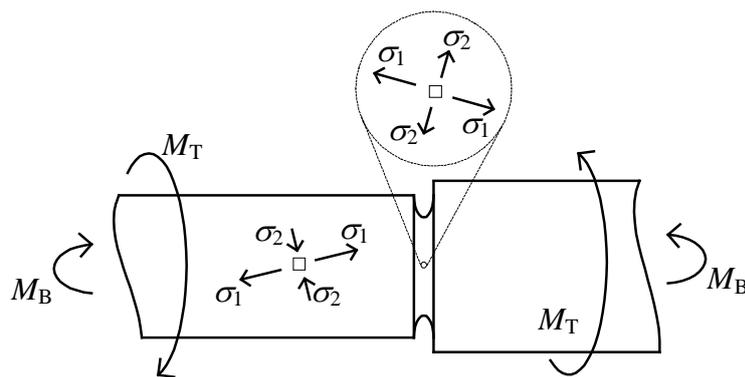


Fig.1.1 Biaxial stress condition of a grooved shaft

例えば、 σ_1 、 σ_2 の絶対値の大きさが同じであっても、 C の正負によりき裂進展速度や疲労寿命に差異が現れることが報告されている^(1.10)。 $C < 0$ の場合に対しては、 σ_1 が同じでも、 σ_2 の影響によってき裂進展速度が大きくなることから、 σ_2 を考慮したき裂進展速度の評価モデルを構築している報告も多く見られる^{(1.11) ~ (1.17)}。一方、 $C > 0$ の場合は、 σ_2 が大きくなるにつれて、き裂進展速度が小さくなることが報告されている^{(1.10) (1.18)}。したがって、まず機械要素表面の応力状態が式 (1.1)、(1.2) のどちらに当てはまるか判断することが応力測定では重要となる。その上で、部材に生じる主応力 σ_1 、 σ_2 を用いて、Mises 等価応力^(1.7)などを求め、材料の疲労強度と比較して安全性の評価を行うことにな

る。

また、図に示すシャフトはトルク伝動部材として利用されることも多く、その場合は回転曲げ - 静的ねじり組合せ負荷を受けることもある^{(1.19) (1.20)}。この場合、回転曲げにより繰返し曲げ（垂直）応力が、静的ねじりにより静的せん断応力が生ずることになる。繰返し曲げ応力に静的曲げ応力が重畳する場合のような疲労試験は、現在まで多くなされておらず、Goodman 線図のような疲労寿命を評価する方法が提案されている^(1.21)。一方で、繰返し曲げ応力に静的せん断応力のような異種の静的負荷が重畳する試験は、あまり行なわれていない。このような負荷に対する試験結果では、材料の疲労強度はあまり変わらない^(1.20)、あるいは低下する^(1.22)という報告もある。また、疲労き裂の発生方向^(1.23)、成長モードき裂への遷移時期や遷移時のき裂長さ^(1.24)にも静的応力が影響することが報告されている。すなわち、異種の静的負荷は疲労き裂に何らかの影響を及ぼす可能性が高いといえる。このような負荷条件に対し、損傷許容設計などを適用するためには、き裂進展速度を調査し、その評価方法を確立する必要がある。しかしながら、き裂進展速度に着目して調査した報告はあまり見られない。

以上のことをまとめると、疲労に対する安全性を確保するために、以下のことが求められる。

- ◆ 種々の応力状態において、材料の疲労挙動に影響を及ぼす応力成分を把握する。
- ◆ 応力測定では、 C の正負により疲労挙動が異なるため、 C の正負を判別することが必要となる。
- ◆ 応力測定では、疲労安全性評価において重要となる最大せん断応力 τ_{\max} と主応力 σ_1 、 σ_2 を検出できなければならない。
- ◆ 機械要素表面の局所領域に作用する応力を正確に把握する。すなわち、応力測定法としては、高い分解能が必要となる。

1.3 銅めっき応力測定法^(1.25)の特徴

機械要素の応力やひずみを把握するために様々な実験的応力解析法が開発されている^(1.26)。その中で、電気抵抗線ひずみゲージは、動的ひずみの測定や記

録が容易であることから、現在最も広く利用されている。しかしながら、電気抵抗線ひずみゲージは以下の短所もある。①シャフトのような回転体の応力を測定する場合、スリップリングなどの煩雑な素子を用いてゲージとひずみ計を接続する必要がある。②曲げ-ねじり組合せ応力状態に対し測定を行うためには、主応力方向が未知であるため、3個のひずみゲージを組み合わせたひずみロゼットを用いる必要がある。したがって、この場合には測定領域の増加につながるため、き裂の発生起点となるような応力集中箇所などの局所的な応力測定には必ずしも有効であるとはいえない。

一方、このような欠点を補うことが可能であると考えられるのが銅めっき応力測定法である。本手法は厚さ $10\mu\text{m}\sim 20\mu\text{m}$ の銅めっきを施した機械要素、あるいは電着銅薄膜を接着した機械要素に繰返し荷重が作用すると、電着銅に組織変化、すなわち再結晶現象が生ずることを利用する。この再結晶粒子は銅薄膜に電解研磨とエッチングを施すことより図 1.2 に示すように光学顕微鏡を通じて肉眼で観察でき、熱的再結晶粒子と区別するため成長粒子と呼ばれる。粒子の粒径が $10\mu\text{m}\sim 100\mu\text{m}$ であるため、応力集中部などの局所的な領域に対する適用性が優れており、また、銅薄膜厚さも非常に薄いため、応力集中箇所の複雑な形状変化に対する追従性も高い。すなわち、本手法は機械要素表面の局所領域の応力測定に適しているといえる。

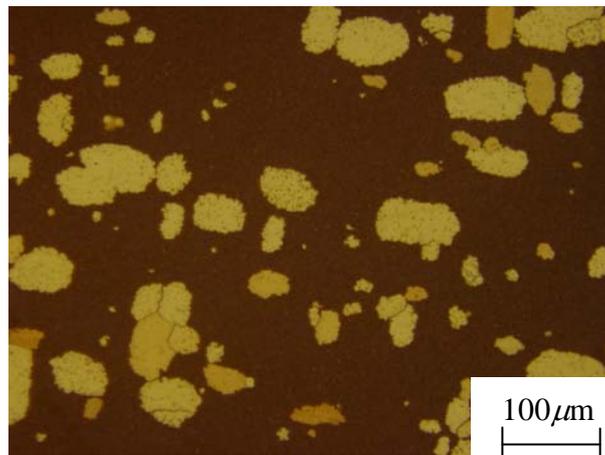


Fig.1.2 Grown grains appeared in electrodeposited copper foil

従来の研究から、粒子の成長過程は速度過程^(1.27)に従うことが明らかにされている^(1.28)^(1.29)。すなわち、電着銅は格子欠陥といった転位組織を比較的多く有するが、繰返し荷重が与えられることにより、転位組織が移動し、電着銅を構成する原子が元の状態からより安定な配列に移行することで再結晶を起こす。転位の移動を支配するのが最大せん断応力 τ_{\max} であることから、成長粒子発生密度 r^* と τ_{\max} の関係を速度過程で表せることが明らかにされている^(1.29)。図 1.3 に種々の曲げ - ねじり組合せ状態における繰返し数 N と成長粒子の発生密度 r^* の関係を示す。なお、グラフ中の破線は速度過程より導かれる構成式^(1.29)であり、実線は最小二乗法による近似直線である。この結果は、任意の繰返し数 N

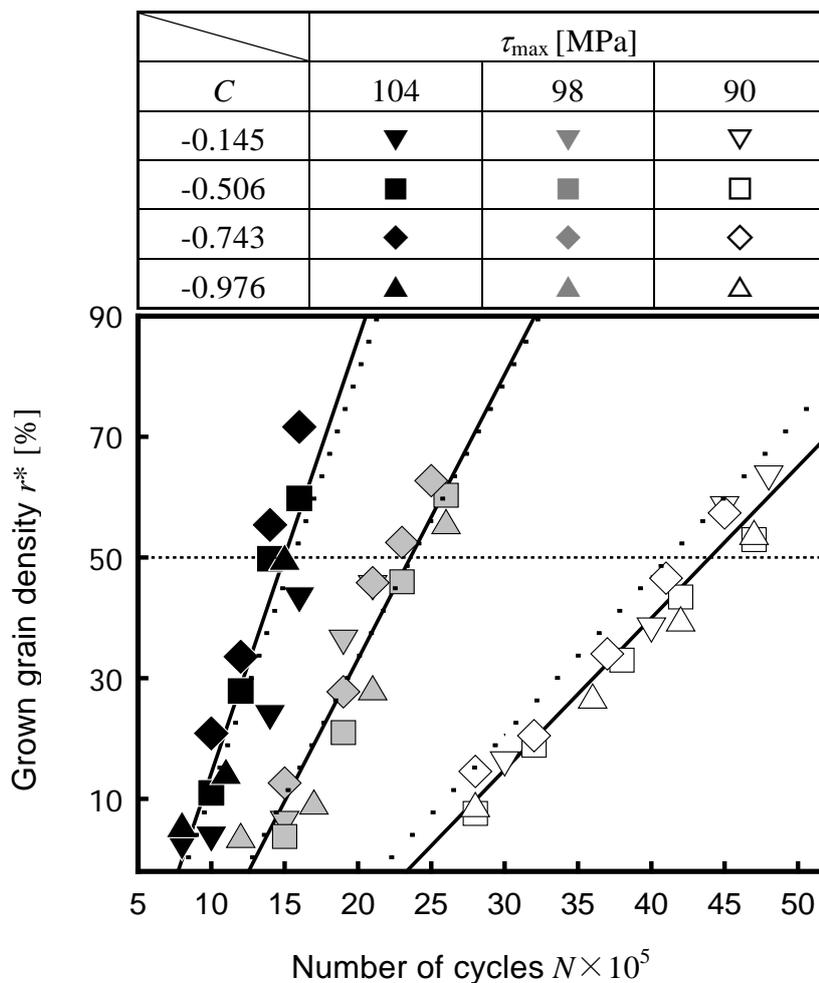


Fig.1.3 Relationship between r^* and N (SUS430)

に対し、粒子の発生密度 r^* を計測すれば、 τ_{\max} を正確に検出できることを示している。

以上のことから、銅めっき応力測定法の特徴をまとめると以下のようになる。

- 成長粒子の平均粒径が $10\mu\text{m}\sim 100\mu\text{m}$ であるため、局所領域の応力測定に適している。
- 疲労すべり挙動を支配する最大せん断応力 τ_{\max} の検出が可能である。
- 材料の疲労初期段階に起こるすべり線の発生は、材料の転位の移動より起こるので、転位の移動により発生する成長粒子の挙動を観察すれば、材料の初期疲労の程度を把握することができる。

銅めっき応力測定法は上述の利点を有するが、以下のような問題点もある。

- 式 (1.1), (1.2) に示す C の符号判定ができない。
- $r^*-\tau_{\max}-N$ 関係は、ほとんどの場合 $C<0$ の負荷条件で行なわれており、 $C>0$ の負荷に関しては検証されていない。すなわち、成長粒子は 3 次元的に成長するものであり、成長粒子発生密度 r^* による二次元的なパラメータを用いることが必ずしも妥当であるとは考えられない。
- τ_{\max} の検出は可能であっても、き裂の進展を支配する主応力 σ_1 , σ_2 の検出が不可能である。

1.4 本論文の構成

本論文では、まず銅めっき応力測定法の問題点を解決し、利点を発展させるために研究を行った。次に、回転曲げ - 静的ねじり組合せ負荷に対し、銅めっき応力測定法ならびに新たに提案した手法を適用させるための研究を行なった。最後に、繰返し曲げ - 静的ねじり組合せ負荷に対し、切欠きから発生した表面疲労き裂の進展挙動を調査し、き裂進展速度を支配する破壊力学パラメータについて検討した。

本論文はこれらの内容に、緒論、結論を合わせて 7 章からなっている。

第 1 章は緒論であって、本論文の目的および概要を述べている。

第 2 章^(1.30) は、銅めっき応力測定法において、 C の符号を判定できるようにする研究を行った。すなわち、 C が正・負の両場合における 3 次元的な応力状態によって粒子成長方向に差異が生ずることを利用し、 C の符号判定を行った。

次に、 C が正・負の両場合に対し、 $r^*-\tau_{\max}-N$ 関係を調査し、 r^* に及ぼす C の符号の影響について検討を行なった。

第 3 章^(1.31) は、銅めっき応力測定法の欠点の一つである主応力 σ_1 , σ_2 の検出が不可能である問題を解決する方法を提案した。粒子成長方向が最大せん断応力 τ_{\max} の作用方向と一致することに着目し、 C が負の場合に対し、 σ_1 , σ_2 の検出を可能にした。次に、統計的手法により、本手法を用いて主応力を測定する際に必要とする測定領域についても検討を行い、局所領域の応力測定が行なえる銅めっき法の特徴を失うことなく、 σ_1 , σ_2 を検出できることを示した。

第 4 章^(1.32) は、EBSD (Electron back scatter diffraction) 法を用いた二軸応力の測定方法を提案した。粒子成長が最大せん断応力 τ_{\max} に支配されることから、成長粒子は外部応力に依存した集合組織をもつ可能性が高い。したがって、 C が負の場合に対し、成長粒子の結晶方位を EBSD 法より観察することで、成長粒子のすべり方向の C 依存性を明らかにし、結晶方位から C を検出する方法を示した。また、微小領域の結晶方位解析において最も分解能の高い EBSD 法を用いたことで、局所領域の応力測定に適している特徴を格段と発展させた。

第 5 章^(1.33) は、回転曲げ負荷に静的ねじり負荷が重畳した場合に対し、銅めっき応力測定法を適用させるために研究を行なった。このような負荷は時間とともにせん断応力が最大となる面が変動する特徴があり、非比例負荷^{(1.34)~(1.36)}のように疲労すべり挙動が活性化する可能性がある。すなわち、疲労すべり挙動と関連性の深い成長粒子の発生状況に影響を及ぼす可能性がある。したがって、静的ねじり負荷が成長粒子の発生および成長に及ぼす影響を調査し、銅めっき応力測定法がこのような負荷条件に適用できることを明らかにした。

第 6 章^(1.37) は、繰返し曲げ負荷に静的ねじり負荷が重畳した場合に対し、表面に発生した疲労き裂の進展挙動について調査し、異種の静的負荷がき裂進展速度に及ぼす影響を明らかにした。その上で、このような負荷に対し安全性評価を行うために、破壊力学的パラメータを用いたき裂進展速度の評価方法を提案した。

第 7 章は結論であり、各章で得られた結果を総括した。



第 2 章 粒子成長方向を利用した二軸応力比の符号

判定方法^(2.1)

2.1 緒言

機械要素表面は通常自由表面であり、この面は $\sigma_3=0$ の二軸応力状態となる^(2.2)。また、緒論でも述べたように、二軸応力比 C の正負によって疲労挙動が異なることから^(2.3)、応力測定を行なう上で二軸応力比 C を知ることが非常に重要となる。ここで、両応力状態における主応力 σ_1 、 σ_2 の基礎式は次式となる。

$$\sigma_1 = \frac{2}{1-C} \tau_{\max}, \quad \sigma_2 = C \sigma_1, \quad (C \leq 0) \quad (2.1)$$

$$\sigma_1 = 2\tau_{\max}, \quad \sigma_2 = C \sigma_1, \quad (C \geq 0) \quad (2.2)$$

材料の疲労強度評価で特に重要となるのは σ_1 であるが、 $C>0$ の場合は τ_{\max} が求まれば、直ちに σ_1 を求めることができる。このことから、銅めっき応力測定法は成長粒子の発生密度 r^* より τ_{\max} の測定が可能であるため^(2.4)、 C の符号さえ判別できれば、 σ_1 も検出できることになる。また、 σ_2 は疲労損傷にあまり寄与しないため^(2.3)、必ずしも検出する必要はない。一方、 $C<0$ の場合は、 σ_2 はき裂進展速度に大きく寄与するため^(2.3)、検出する必要があるが、 τ_{\max} に加えて、 C を検出しなければ σ_1 、 σ_2 の測定が不可能である。

また、 τ_{\max} を測定するために必要な成長粒子の面積増加速度は、 $C<0$ となる場合において調査されている場合がほとんどであり、 $C>0$ となる場合の試験はほとんど行われていない。しかしながら、後述のように C の符号の正負により τ_{\max} の作用方向が異なれば、粒子の成長方向が異なり、面積増加速度にも差異が生じると考えられる。

以上の観点から、本研究では、粒子の成長方向に着目し、 C の符号を判定する手法について研究を行なった。さらに、粒子成長方向の差異が成長粒子の面積増加速度に及ぼす影響を明らかにした。

2.2 二軸応力比の符号判定方法

機械要素表面に接着する電着銅薄膜は厚さが非常に薄いため、薄膜の応力状態は $\sigma_3=0$ の平面応力状態と見なせる。図 2.1 に C が正と負となる両応力状態のモールの応力円を、図 2.2 に薄膜の応力状態と粒子の成長モデルを示す。モールの応力円から、 $C<0$ の場合、最大せん断応力 τ_{\max} は σ_1 と σ_2 が作用する薄膜の平面内に生じるのに対し、 $C>0$ の場合は σ_1 と σ_3 が作用する薄膜の厚さ方向に生じることがわかる^(2.5)。したがって、 τ_{\max} の作用方向に粒子成長が起こるとすれば、 C の正負により粒子成長方向が異なることになる。すなわち、図 2.2 の概略図に示したように、繰返し負荷後、銅薄膜表面に電解研磨とエッチングを施せば、 $C<0$ の場合には銅薄膜の平面内に粒子が成長し、その成長軸は 90° の位相をもった形で現れると考えられるが、 $C>0$ の場合は銅薄膜の厚さ方向に 90° の位相をもって成長するため、平面内では位相をもたないと考えられる。したがって、この成長方向の違いを利用することで C の符号が判断できる可能性が非常に大きい。

また、成長粒子の発生密度 r^* を利用して、式(2.1)、(2.2)中の τ_{\max} を測定するための基礎式は次式で与えられる^(2.4)。

$$\tau_{\max} = p \log \sqrt{\frac{dr^*}{dN}} + q \quad (2.3)$$

ここで、 dr^*/dN は、成長粒子の面積増加速度であり、 p 、 q は薄膜に固有の定数である。図 2.2 のように粒子成長方向が異なれば、同じ τ_{\max} に対しても C の正負により dr^*/dN に差が生じ、式(2.3)の p 、 q の値が異なる可能性がある。したがって、応力測定を実施するには、この点も明らかにしておく必要がある。

2.3 実験装置および実験方法

2.3.1 電着銅薄膜の作製

銅薄膜は表 2.1 に示す条件より、硫酸銅浴中で鏡面仕上げを施したステンレス板にめっきを施し、電着部を剥離したものとした。後述の各章においても同様な手法により銅薄膜を作製した。この銅薄膜を切り出し、ひずみゲージ用瞬

間接着剤 (KYOWA CC33A) より試験片に接着し、実験に用いた.

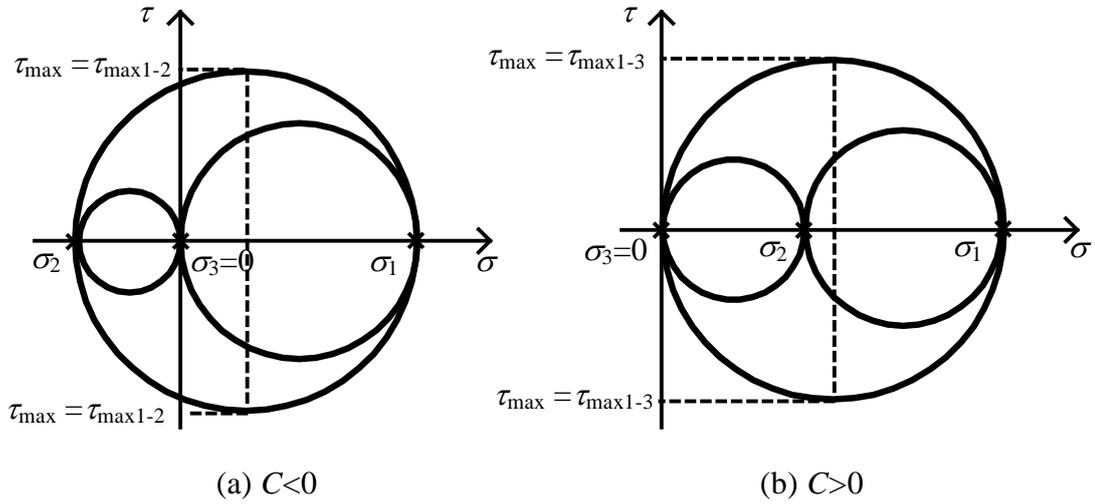


Fig.2.1 Stress state in copper foil depicted by Mohr's stress circle

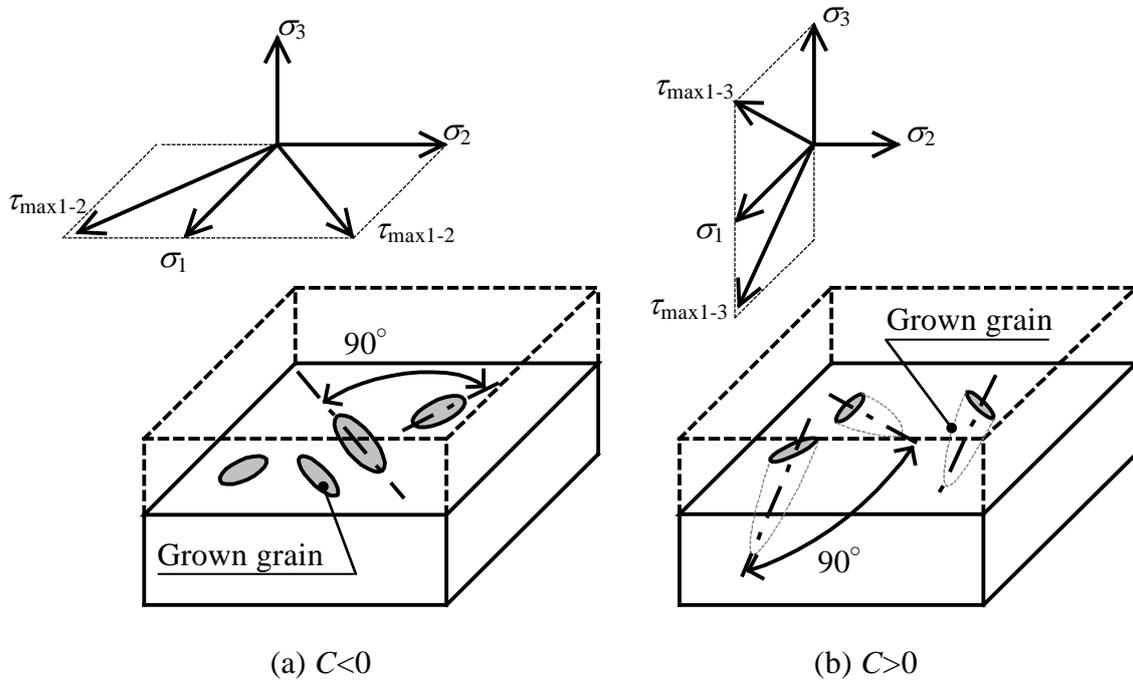


Fig.2.2 Schematic diagram of grain growth in copper foil

Table 2.1 Composition of plating solution and plating condition

Copper sulfate 5hydrate $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	250 g
Sulfuric acid H_2SO_4	80 g
Distilled water H_2O	1000 g
Current density	176 A/m^2
Bath voltage	0.8 V
Plating time	40 min
Thickness	$22 \mu\text{m}$

2.3.2 試験片および試験機

試験片は表 2.2 に示す機械的性質をもつチタン合金より作製した。図 2.3 に $C < 0$ の場合の試験片の形状と銅薄膜の接着位置を示す。 $C < 0$ の試験は、本試験片を用いて、図 2.4 に示す曲げ - ねじり治具が取付けられたシェンク式疲労試験機により、完全両振り（応力比 $R = \sigma_{\min} / \sigma_{\max} = -1$ ）、周波数 60Hz にて実施した。ここで、試験片表面を二軸応力状態にするために、試験片の取付け角度 ϕ を変えることにより、 $C < 0$ となる種々の二軸応力比 C を実現した。

Table 2.2 Mechanical properties of Ti-6Al-4V alloy

Proof stress [MPa]	Tensile strength [MPa]	Elongation [%]
946	1033	15.2

一方、 $C > 0$ となる試験は、円板の軸対称曲げ^(2.6)を参考にし、図 2.6 に示す試験治具に図 2.5 の円板状試験片を取付けて、電気油圧制御式疲労試験機により下から大きな曲率の凸形状を有するポンチで円板を圧縮するようにした。この場合、 C は円板の中心からの距離により異なるため^(2.6)、銅薄膜接着箇所は $C=1$ となる円盤の中心部と、 $C=0.8$ となる中心から 10mm 離れた場所とした。

いずれの試験片に対しても、予め銅薄膜接着箇所の応力状態をひずみロゼットにより計測した。表 2.3 は、各実験条件に対して得られた C の値を示す。な

お、いずれの試験機でも試験周波数は 60Hz としたが、応力比 R はシェンク式疲労試験機 ($C < 0$) で、 $R = -1$ (完全両振り) であるのに対し、電気油圧制御式疲労試験機 ($C > 0$) では、 $R = 0$ (完全片振り) と異なる。しかしながら、成長粒子の発生と増加に及ぼす平均応力の影響はほとんどないことが明らかにされていることから^(2.7)、本実験でも R の影響はないと判断した。

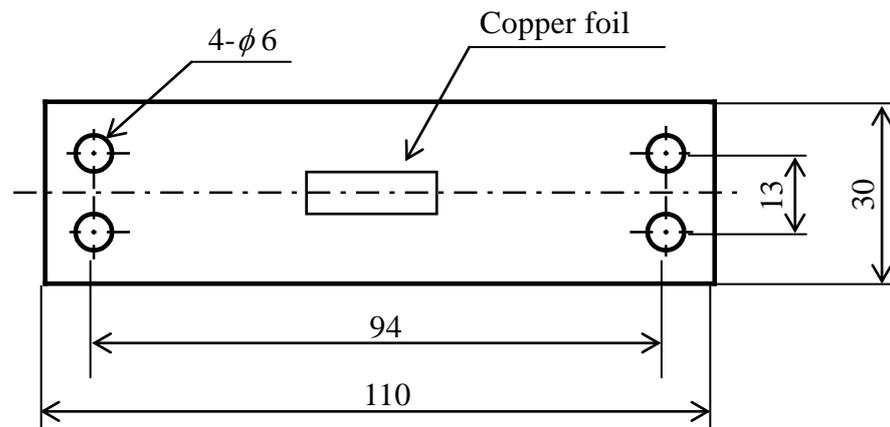


Fig.2.3 Geometry and dimensions of smooth specimen

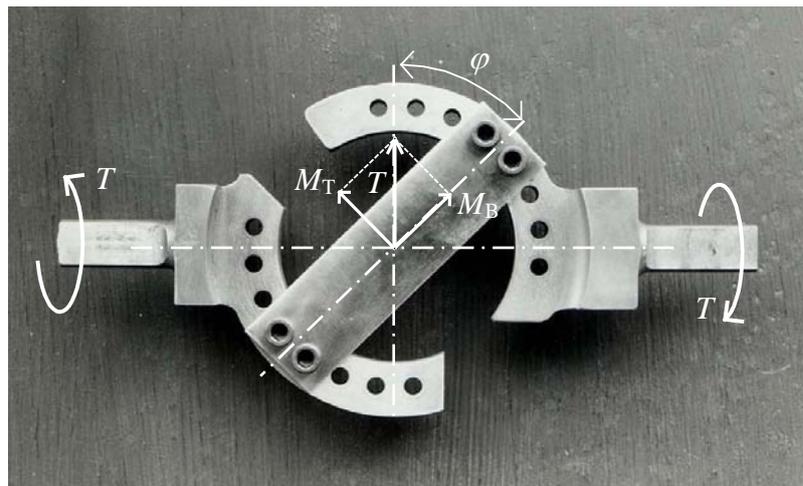
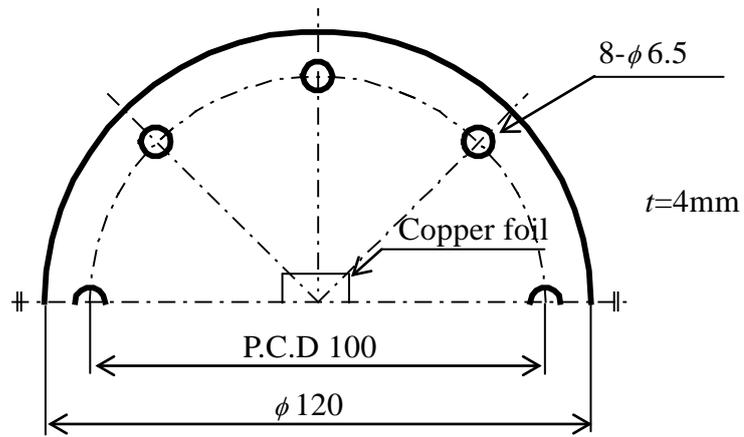


Fig.2.4 Bending-torsion apparatus



Smooth specimen ($C > 0$)

Fig 2.5 Geometry and dimensions of test specimen

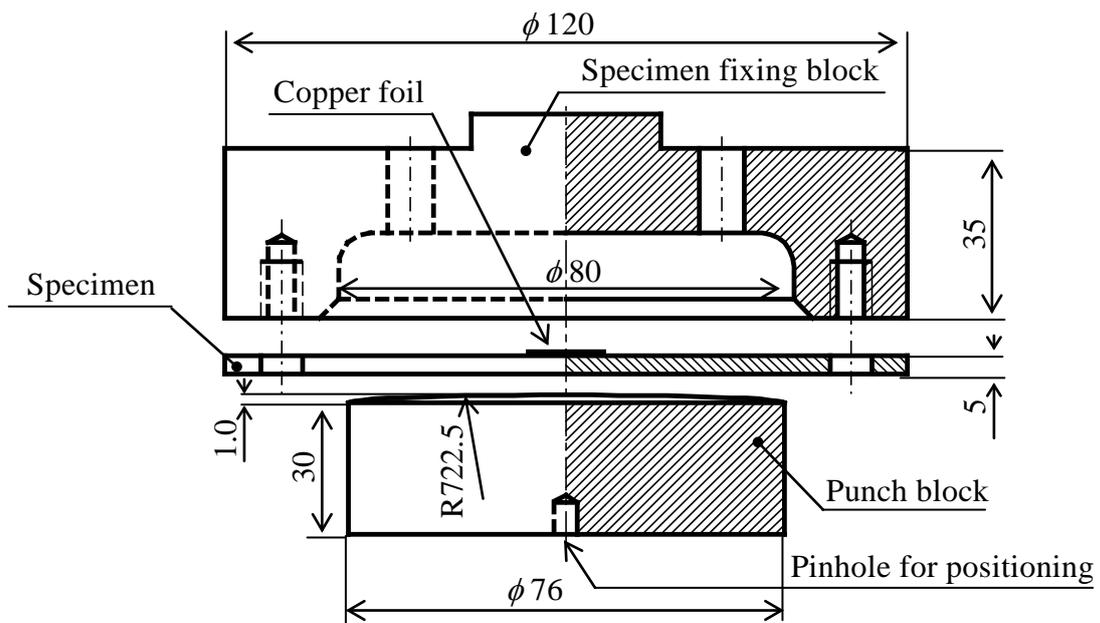


Fig.2.6 Axial bending of disk type specimen

Table 2.3 Biaxial stress ratio for each experimental condition

Machine type	Shenck type			Servo hydraulic	
$\varphi [^\circ]$	30	60	90		
C	-0.16	-0.52	-1		

2.3.3 粒子成長方向の測定方法

表 2.3 に示す各 C に対して，試験片に作用する最大せん断応力 τ_{\max} と繰返し数 N を種々に設定して，繰返し負荷試験を実施した．試験終了後，銅薄膜に電解研磨とエッチングを施した画像を光学顕微鏡（200 倍）にて撮影した．この原画像を画像処理ソフト（MITANI Corp. WinROOF）により二値化処理を施して粒子成長方向 θ^* と成長粒子の発生密度 r^* を計測した．

図 2.7 に θ^* の測定モデルを示す．多くの粒子は楕円形に近い形状に成長するため， θ^* は画像を取り込む際の基準軸（ $C < 0$ の場合は組合せ応力の作用方向， $C > 0$ の場合は半径方向）と成長粒子の主軸（断面二次モーメントが極小値となる軸）とのなす角度（ $0 \leq \theta^* \leq \pi$ ）と定義した．すなわち， θ^* は次式で表される^(2.8)．

$$\theta^* = \frac{1}{2} \tan^{-1} \frac{-2I_{xy}}{I_x - I_y} \quad (2.4)$$

ここで， I_x ， I_y は各軸の断面二次モーメント， I_{xy} は断面相乗モーメントである．なお， θ^* の測定は，成長粒子の発生密度 r^* が 10% 前後の画像を用い，他の粒子と結合していない粒子を測定対象とした．

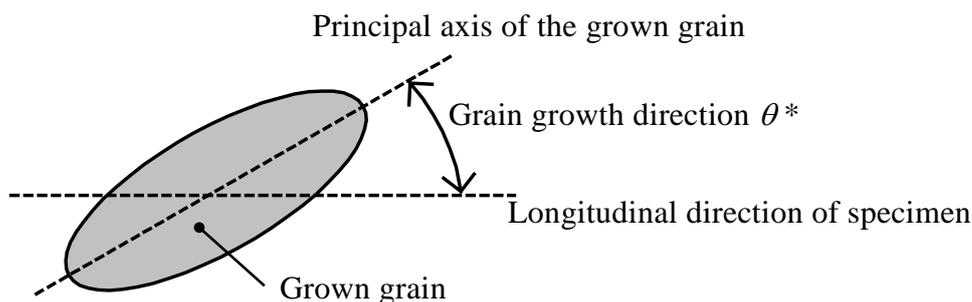


Fig.2.7 Definition of grain growth direction θ^*

2.4 実験結果および考察

2.4.1 粒子成長方向を利用した二軸応力比の符号判定方法

図 2.8 には発生した成長粒子の一例を示す． $C < 0$ の場合，最大せん断応力 τ_{\max}

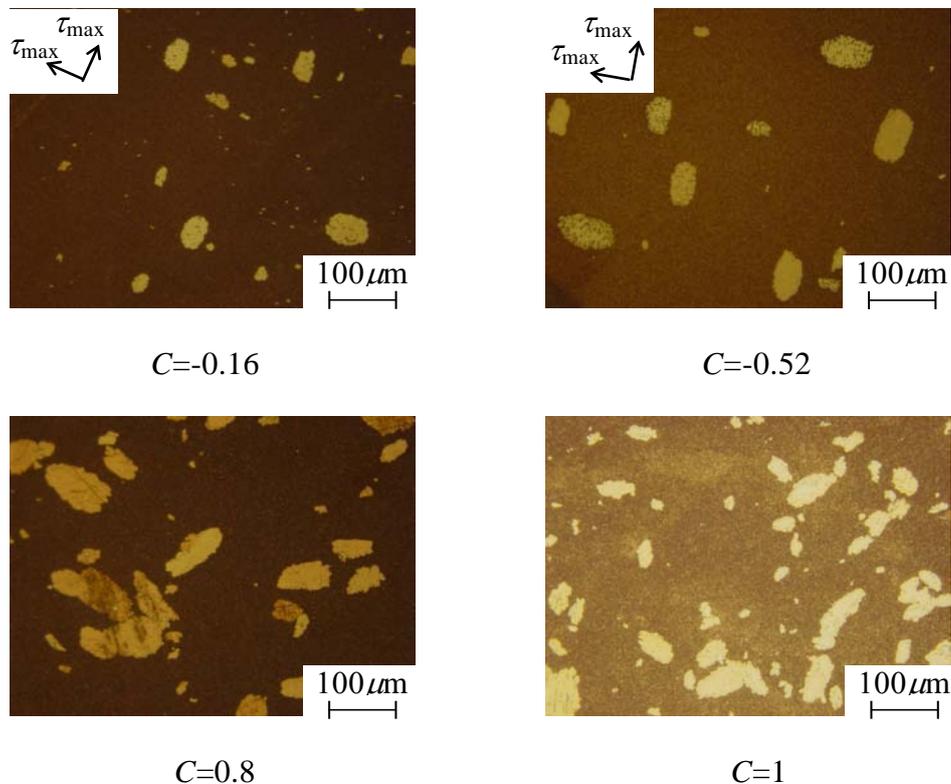
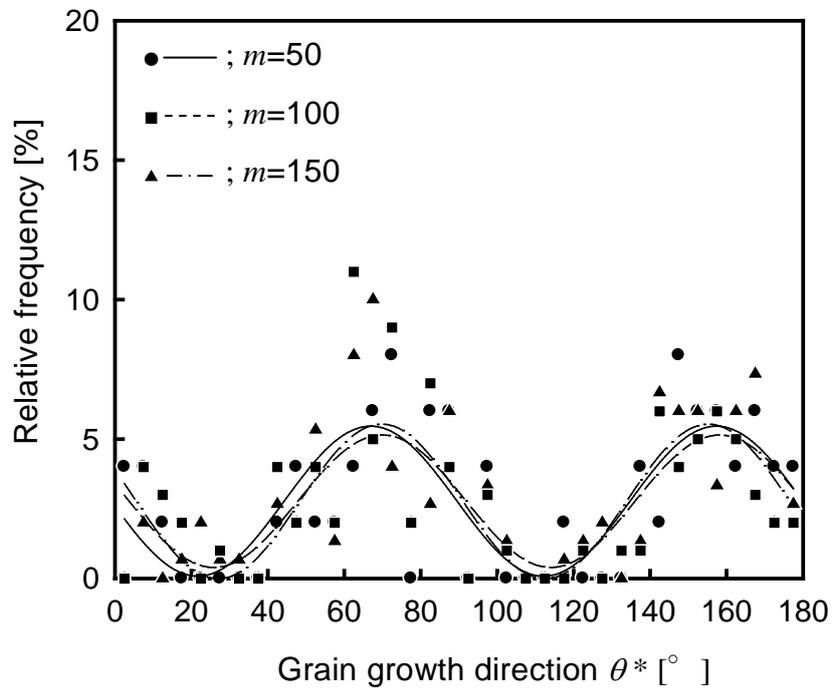


Fig.2.8 Grown grains occurred in the copper foil

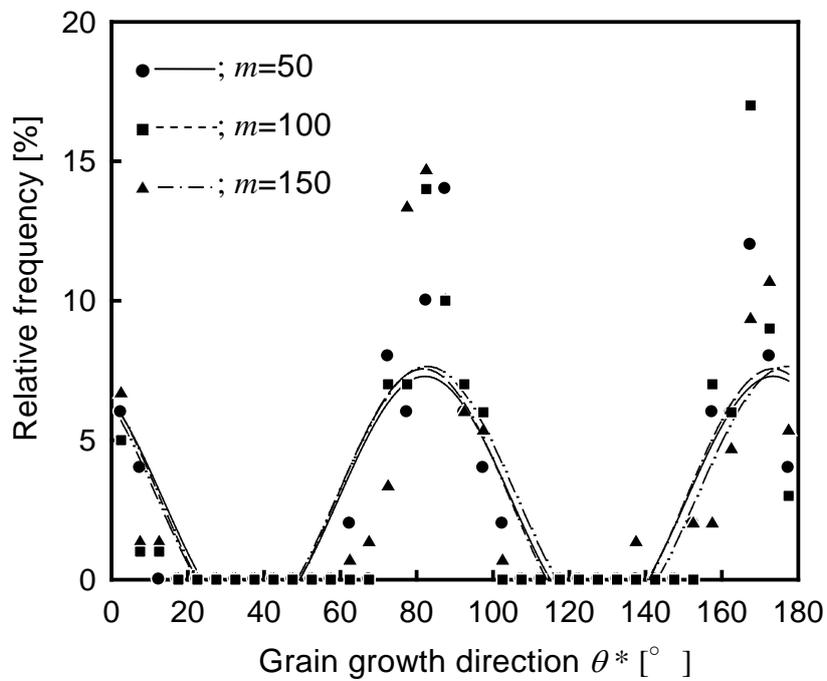
の作用方向も図示した．図から $C < 0$ の場合，多くの粒子は二つの τ_{\max} の方向に成長し，成長軸は 90° の位相をもっていることが確認できる．一方， $C > 0$ の場合，成長粒子に方向性はあるものの，明確な成長軸の位相差は認められない．

そこで，各場合に対する θ^* の相対度数分布を図 2.9，図 2.10 に示す．図には測定対象とする成長粒子の個数 m も示した． $C < 0$ の場合は，応力状態が平板の中央で一様となり，比較的広範囲で成長粒子の観察が行えるため， $m = 150$ 個の計測も可能である．しかしながら， $C > 0$ の場合の応力状態は軸対象となるため，応力状態がほぼ同じとなる領域は小さくなる．したがって，成長粒子が同程度発生する領域も小さくなるので， $C < 0$ と同程度の m の値にするために，複数回の試験を実施した．

図から， $C < 0$ の場合，ピーク値が 90° 毎に発生する分布となることがわかる．また， $m = 50 \sim 150$ の範囲では，分布形に特に大きな差は認められない．このような傾向は， $C < 0$ の他の実験条件に対しても確認できた．一方， $C > 0$ の場合で

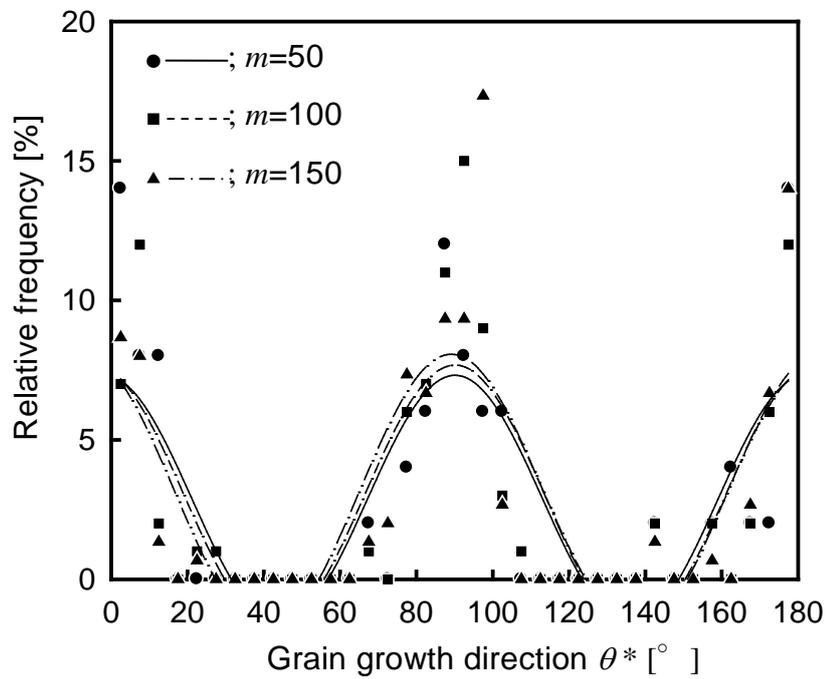


(a) $C=-0.16$



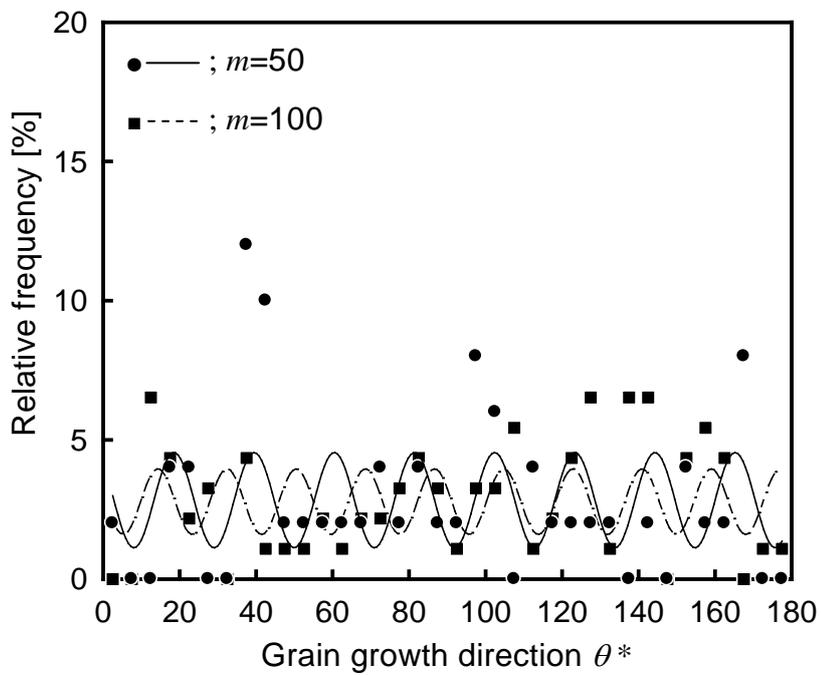
(b) $C=-0.52$

Fig.2.9 Relative frequency distribution of grain growth direction ($C<0$)



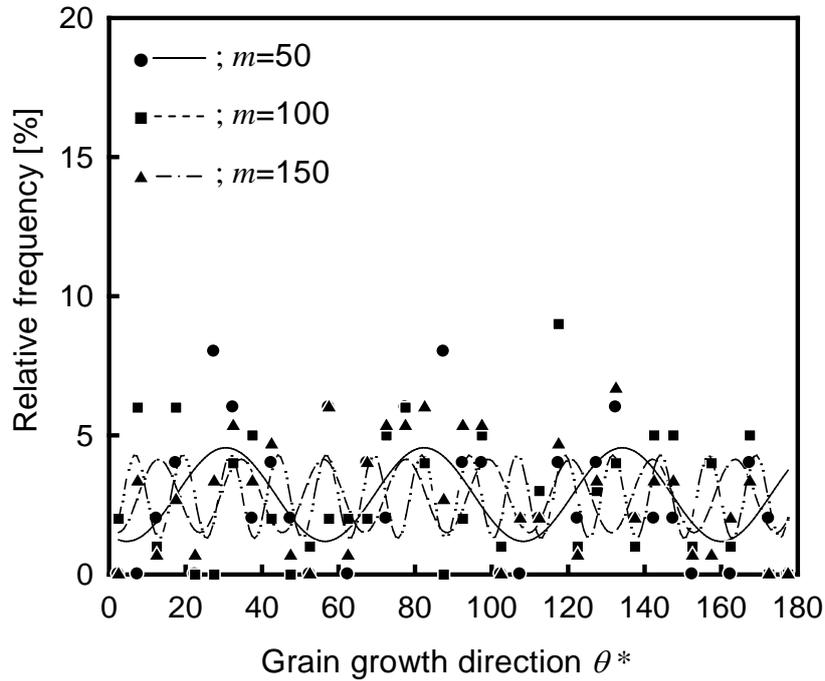
(c) $C=-1$

Fig.2.9 Relative frequency distribution of grain growth direction ($C<0$)



(a) $C=0.8$

Fig.2.10 Relative frequency distribution of grain growth direction ($C>0$)



(b) $C=1$

Fig.2.10 Relative frequency distribution of grain growth direction($C>0$)

は、 $C<0$ のときのような分布の特徴は認められず、おおよそ一様な分布となる。図 2.2 に示したような厚さ方向への粒子成長の相違を調査することは、薄膜の厚さが非常に小さいため困難であるが、最大せん断応力の作用方向の相違が主な原因で、このように分布の特徴に差が生じたと推測できる。

図 2.9, 図 2.10 の結果をもとに、定量的に C の符号を判定する方法を検討した。 $C<0$ の場合の θ^* の分布の周期性を表現するために、分布形を次の正弦関数で近似する。

$$f(\theta^*) = a_1 \sin\left(\frac{2\pi}{b_1} \theta^* + c_1\right) + f_0 \quad (2.5)$$

ここで、 $f(\theta^*)$ は θ^* の相対度数 [%], a_1 は振幅を表す定数 [%], b_1 は周期を表す定数 [°], c_1 は初期位相 ($\theta^*=0$ のときの位相) を表す定数 [rad], f_0 は縦軸方向へ関数の平行移動量 [%] である。

図 2.9, 図 2.10 には, 式 (2.5) により得られる曲線を表示した. 図から $C < 0$ の場合, 近似式は θ^* の相対度数分布の周期性をうまく近似できているとみなせ, $m = 50 \sim 150$ ではほぼ同じ曲線となる. 各実験条件に対して得られた係数 a_1 , b_1 の値を表 2.4 に示す.

まず, b_1 の値に注目すれば, $C < 0$ の場合, いずれもほぼ 90° に近い値となっている. 一方, $C > 0$ の場合は, m がいずれの場合においても, 90° とかなり異なる値となった. また, 明確な周期性が表れる $C < 0$ の場合は, $C > 0$ の場合と比較して a_1 の値も大きくなる. この a_1 と b_1 の特徴は, $m = 50$ の場合でも十分に確認できる. ここで, C の符号を判定するために有効なパラメータは, a_1 と b_1 であると考えられる. 本測定法の基礎となる r^* の計測は, 通常 5 箇所画像の平均値が採用される. 前述したとおり, 1 つの画像から最低 10 個程度の粒子の成長方向が調査できるので, 測定に必要な画像は, 5 枚程度で十分ということになる. すなわち, 応力測定に必要な領域は従来と同じであり, 微小領域の計測ができる本手法の特徴を損なうことはない.

以上の結果から, C の符号の判定は以下ようになる. 本実験の範囲では, $C < 0$ の場合, すべての b_1 の値が $90^\circ \pm 15^\circ$ の範囲内に入ることが確認できた. したがって, C の正負が未知の場合の測定値に対し, まずこの範囲内に b_1 の値があるか確認する. これを外れるようであれば, $C > 0$ と判断できる. また, $C > 0$ の場合でも b_1 の値が偶然に 90° 程度になる場合もありえる. そこで, 次に a_1 の値を比較して, 表 2.4 に示すような高い値 ($a_1 > 2.5$) であれば, $C < 0$ であり, そうでなければ, $C > 0$ と判断できる. なお, 本実験では, $C < 0$ の場合, θ^* を計測するときの基準軸を試験片の長手方向に固定したが, 上述のようにピークの

Table 2.4 Experimental coefficients in equation (2.5)

m	$C = -0.16$		$C = -0.52$		$C = -1$		$C = 0.8$		$C = 1$	
	a_1	b_1	a_1	b_1	a_1	b_1	a_1	b_1	a_1	b_1
50	2.82	85.89	4.45	91.32	4.44	91.88	1.71	20.96	1.68	51.80
100	2.77	85.45	4.70	91.63	4.66	94.61	1.18	18.08	1.32	21.52
150	2.69	90.46	4.66	94.44	4.93	96.57			1.49	12.49

程度 a_1 とピーク間隔 b_1 を調べるだけであれば，基準軸を任意の方向に選んでも差し支えないことになる．このように，本手法により C の符号が判定できるので，式 (2.2) により主応力 σ_1 の計測も可能となり，銅めっき応力測定法の適用範囲を向上させたといえる．

2.4.2 成長粒子発生面積の増加速度

次に， C が正と負の各場合に対して得られた成長粒子の発生密度 r^* と繰返し数 N との関係を図 2.11 に示す．図から， $C < 0$ の場合，従来から報告されているように， r^* は最大せん断応力 τ_{\max} と繰返し数 N に支配され， r^* - N 関係は C の如何に関わらずほぼ一つの直線で表される^(2.4)．

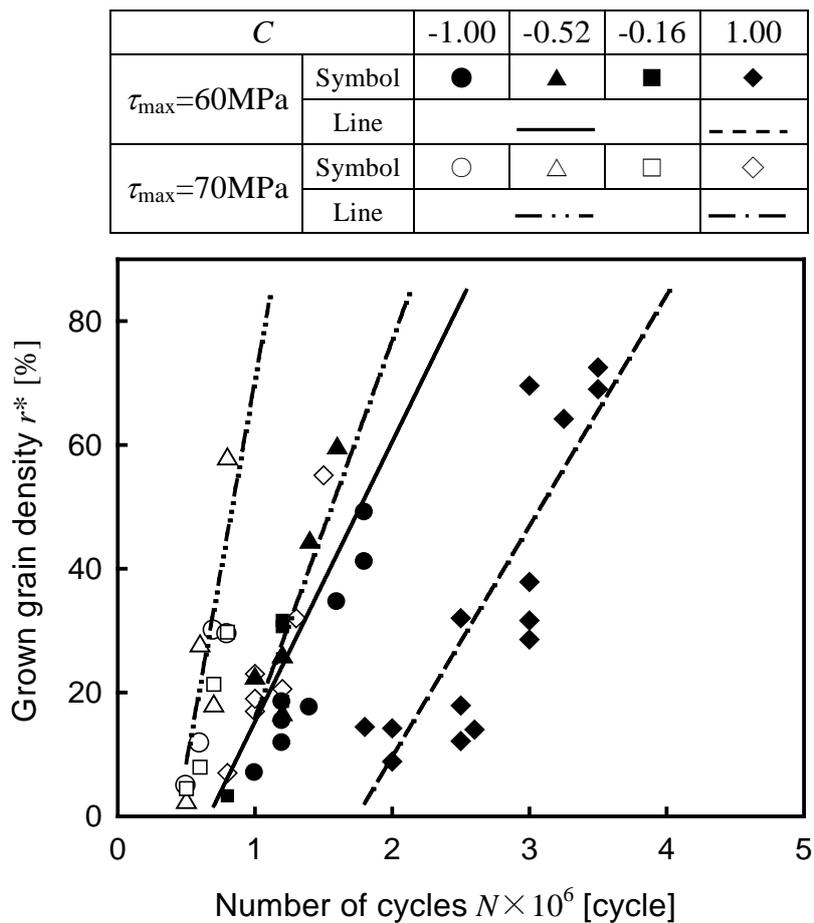


Fig. 2.11 Relationship between r^* and N

ここで、 C が正と負の両場合の $r^*-\tau_{\max}-N$ 関係より、 dr^*/dN の平方根と τ_{\max} の関係を片対数紙により図 2.12 に示す。図から、 τ_{\max} が同じでも、 $C>0$ と $C<0$ では、面積増加速度 dr^*/dN は $C>0$ のほうが $C<0$ よりも小さくなることがわかる。すなわち、面積増加速度は $C<0$ の場合、成長粒子は薄膜の平面内に成長するため、成長速度も大きいものに対して、 $C>0$ の場合では、薄膜の厚さ方向に成長するため、平面内での成長速度も小さくなると考えられる。したがって、応力測定を精度よく実施するためには、まず、 C の符号判定を行なった上で、 $C<0$ と $C>0$ の各場合に対し、式 (2.3) 中の定数 p , q の値をそれぞれ求めておく必要がある。

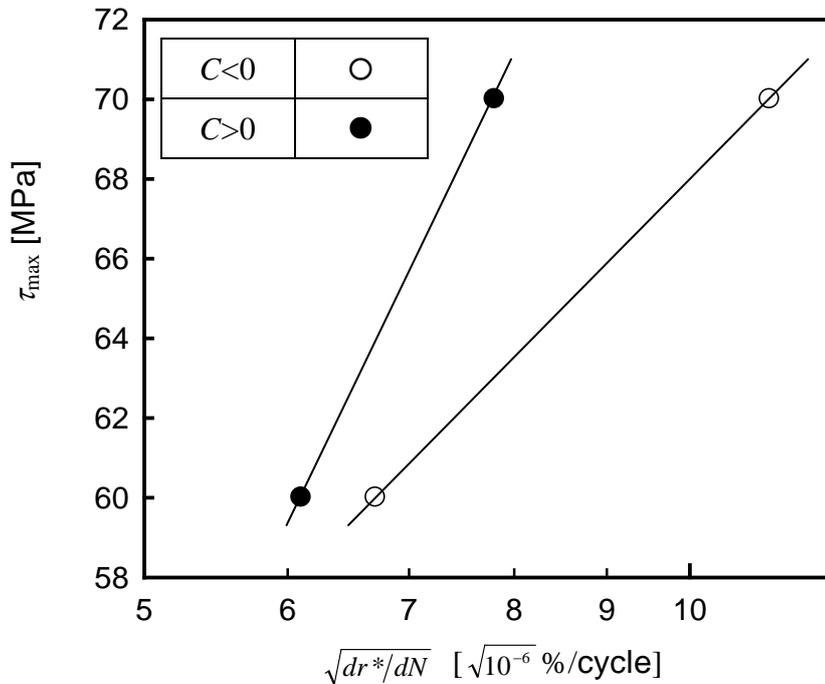


Fig. 2.12 Relationship between τ_{\max} and $\sqrt{dr^*/dN}$

2.5 結 言

銅めっき応力測定法について、二軸応力比 C の符号を判定するために、薄膜内に発生する粒子の成長方向に着目した方法について検討した。また、 C の符号が相違した場合の成長粒子の面積増加速度を調査し、粒子成長方向の相違が及ぼす影響について検討した。得られた結果を要約すれば、以下のようなになる。

-
-
- (1) $C < 0$ の場合、粒子成長方向 θ^* の相対度数分布は、ピーク値が 90° 毎に発生する分布となるが、 $C > 0$ の場合、おおよそ一様な分布となる。
 - (2) $C < 0$ の場合の相対度数分布を正弦関数で近似し、近似式中の係数 a_1 と b_1 を利用すれば、 C の符号を判定できる。
 - (3) C の符号を判定するために対象とする成長粒子の個数 m は 50 個程度で十分である。
 - (4) τ_{\max} が同じ場合、 $C > 0$ と $C < 0$ では、成長粒子が発生し始める繰返し数はほぼ同じであるが、面積増加速度 dr^*/dN は $C > 0$ のほうが $C < 0$ よりも小さくなる。これは、粒子成長方向の相違によるものであると考えられる。



第3章 粒子成長方向を利用した主応力測定方法^(3.1)

3.1 緒言

機械・構造物の疲労損傷には最大せん断応力と主応力が大きく関与することから^{(3.2)~(3.4)}, 疲労に対する安全性を評価するには主応力の検出が欠かせない. 前章では二軸応力比 C の符号が異なる応力状態に対し, 粒子成長方向に生じる差異を利用することで, C の符号判定を可能にした. したがって, $C > 0$ の場合, 成長粒子の発生密度 r^* より, 最大せん断応力 τ_{\max} を測定すれば, 主応力 σ_1 の検出も可能となる^(3.5).

一方, $C < 0$ に対しては, 前章で示したように τ_{\max} に加えて C を測定する必要がある. このため, 微小な円孔を銅薄膜に作製し, 円孔縁から発生する成長粒子を利用することで主応力振幅を計測する方法が提案されている^{(3.6) (3.7)}. しかしながら, この方法で主応力振幅を検出するためには, 次のような問題点がある. ①複数個の円孔を対象とするので, 十数平方 mm の測定領域 (分解能) が必要となる. これは成長粒子の大きさに比較してかなり大きな領域といえる. ②円孔から離れた箇所に発生する成長粒子の密度と円孔縁に発生する成長粒子の分布形状 (または発生割合) を同時に計測する必要があり, 測定の簡便さの観点から十分とはいえない. そこで, 本章では $C < 0$ に対し, 上述の問題点を克服するため, 円孔のない薄膜のみを用いて主応力振幅を計測できる新しい方法を提案した.

粒子の成長過程はせん断応力に支配されるため, 粒子は最大せん断応力の作用方向に優先的に成長すると考えられる. したがって, 次節で詳しく述べるように最大せん断応力の作用方向と主応力の間には弾性学的に固有の関係が成立することから, 粒子成長方向から最大せん断応力の作用方向を検出すれば, 主応力振幅の測定が可能となる. この方法では, 円孔が不要なため, 従来よりも小さい領域の応力を計測でき, また 1 枚の画像のみで成長粒子の密度と成長方向を同時に計測できるので, 先に述べた問題点①, ②を克服するための有力な手段であるといえる.

以上の観点から, 本章では, 種々の二軸応力比のもとで, 銅薄膜に繰返し負

荷試験を実施し，粒子成長方向を画像処理ソフトにより計測し，粒子成長方向から主応力を検出する方法を提案した．さらに，実用的観点から，主応力を検出するために必要な測定領域を統計的手法により求めることで，本手法による分解能の向上について検討した．

3.2 二軸応力の計測方法

$C < 0$ の場合，主応力 σ_1 ， σ_2 と最大せん断応力 τ_{\max} の関係は前章で示したように C を用いて次式で表される．

$$\sigma_1 = \frac{2}{1-C} \tau_{\max}, \quad \sigma_2 = C \sigma_1 \quad (C \leq 0) \quad (3.1)$$

すなわち， $C < 0$ では τ_{\max} に加えて C を決定しなければ，主応力 σ_1 ， σ_2 を求めることができない．一方，銅めつき応力測定法は成長粒子の発生密度 r^* より τ_{\max} の測定が可能であるため^(3.8)，主応力の検出は C を決定することに帰着する．

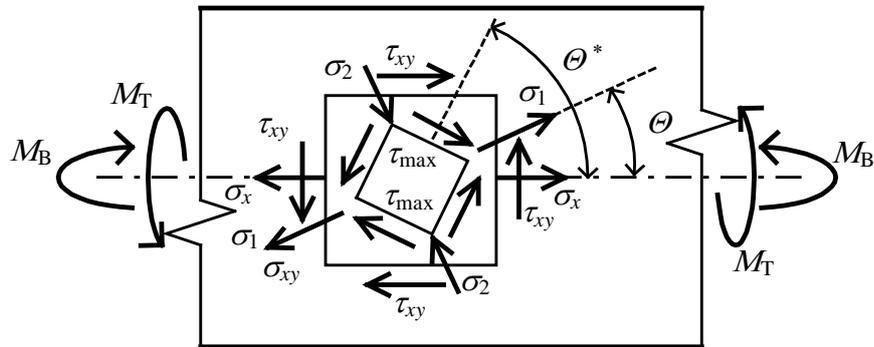
図 3.1 に実際の機械要素に多く作用する曲げ - ねじり組合せ応力状態^(3.9) とそのモールの応力円を示す．組合せ応力の作用方向（機械要素の長手方向）と σ_1 の作用方向とのなす角度を Θ とすれば， Θ と C との関係は次式で表される．

$$\Theta = \frac{1}{2} \cos^{-1} \frac{1+C}{1-C} \quad (3.2)$$

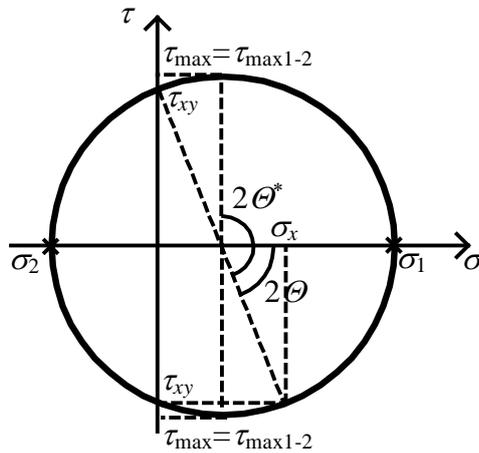
さらに，組合せ応力の作用方向と τ_{\max} の作用方向とのなす角度を Θ^* とすれば，モールの応力円より常に次式が成立することがわかる．

$$\Theta^* = \Theta + \frac{\pi}{4}, \Theta + \frac{3}{4}\pi, \quad (0 \leq \Theta^* \leq \pi) \quad (3.3)$$

ここで，成長粒子の発生は冷間加工された銅の熱的再結晶と同様の現象であり，



(a) Biaxial stress state of bending and torsion ($C < 0$)



(b) Mohr's stress circle of biaxial stress state ($C < 0$)

Fig.3.1 Biaxial stress state of machine element

転位の移動により生ずる現象であると考えられている^(3.10). すなわち、粒子成長は転位の移動を支配するせん断応力に依存し、その成長速度はめっき層に作用する3次元最大せん断応力の方向に最も大きいと考えられる。 $C < 0$ の場合、図3.2に示すように3次元最大せん断応力は主応力 σ_1 、 σ_2 の方向を二分する薄膜の平面内に生ずるので、多くの粒子はこの方向に成長し、 90° の位相をもつと考えられる。したがって、粒子成長方向より θ^* を検出できれば、式(3.1)、(3.2)、(3.3)より C および σ_1 、 σ_2 を検出できる。

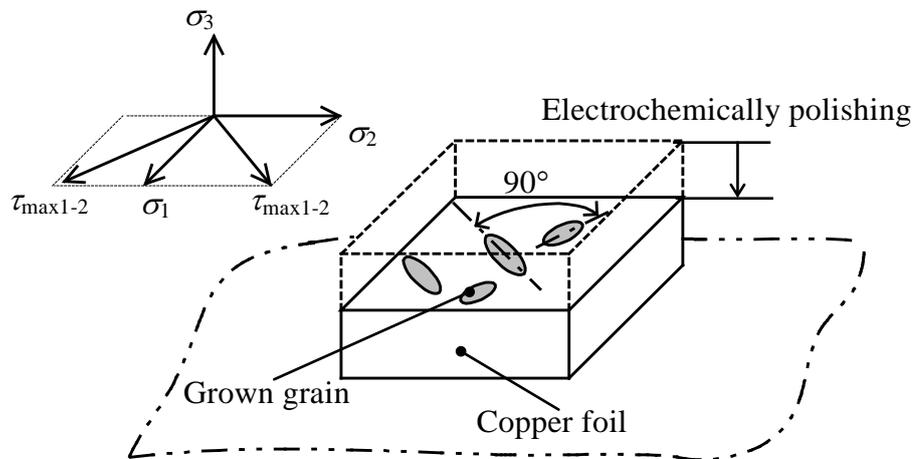


Fig.3.2 Schematic diagram of grain growth in copper foil

3.3 実験装置および実験方法

3.3.1 試験片および試験機

本章においても前章の $C < 0$ の場合と同じ試験片 (図 2.3), 疲労試験機を用いて, 完全両振り (応力比 $R = \sigma_{\min}/\sigma_{\max} = -1$), 周波数 60Hz にて繰返し負荷試験を実施した. ここで, 試験片表面を二軸応力状態にするために, 前章と同じように曲げ - ねじりジグ (図 2.4) を疲労試験機に取り付け, 試験片の取付け角度 φ を変えることにより, 種々の二軸応力比 C を再現した. 表 3.1 には, ひずみロゼットにより得られた試験片取付け角度 φ に対する二軸応力比 C の値を示す.

Table 3.1 Biaxial stress ratio for each attachment angle

φ [°]	15	30	45	60	75	90
C	-0.05	-0.16	-0.33	-0.52	-0.72	-1.0

3.3.2 実験方法

表 3.1 に示す二軸応力条件において, 試験片に作用する最大せん断応力 $\tau_{\max} = 55\text{MPa}$ とし, 粒子成長が起こる適度な繰返し数 N を設定し, 繰返し負荷試験を実施した. 試験終了後, 銅薄膜に電解研磨とエッチングを施し, 光学顕微鏡

(200 倍)にて画像を撮影した．この原画像を画像処理ソフトにより二値化処理を実施し，粒子の成長方向 θ^* を測定した．

3.4 実験結果および考察

3.4.1 粒子成長方向を利用した二軸応力測定法

図 3.3 に発生した成長粒子の一例を示す．図には，最大せん断応力の作用方向も示した．図からほとんどの粒子が τ_{\max} の作用方向に成長しているのが確認できる．すなわち，成長粒子は核生成後の成長段階において τ_{\max} の作用方向に大きく依存するといえる．ここで，粒子成長方向 θ^* の τ_{\max} の作用方向依存性を定量的に評価するため，各 C の実験結果に対して， θ^* の相対度数分布を調査した．図 3.4 には得られた結果の一例を示す．図には測定対象とした粒子数 m と表 3.1 の C および式 (3.2)，(3.3) より得られる θ^* も示した．図からいずれの C に対しても θ^* の相対度数分布のピーク値が θ^* の付近に発生することが確認できる．また，ピーク値の位相はほぼ 90° であることも確認できる．したがっ

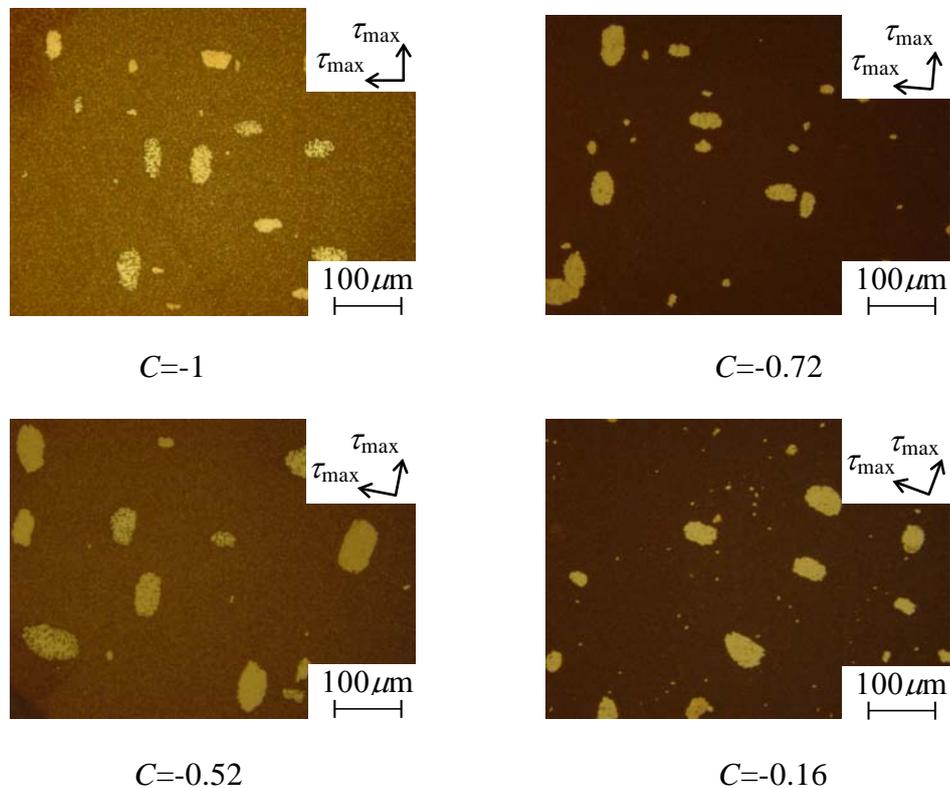
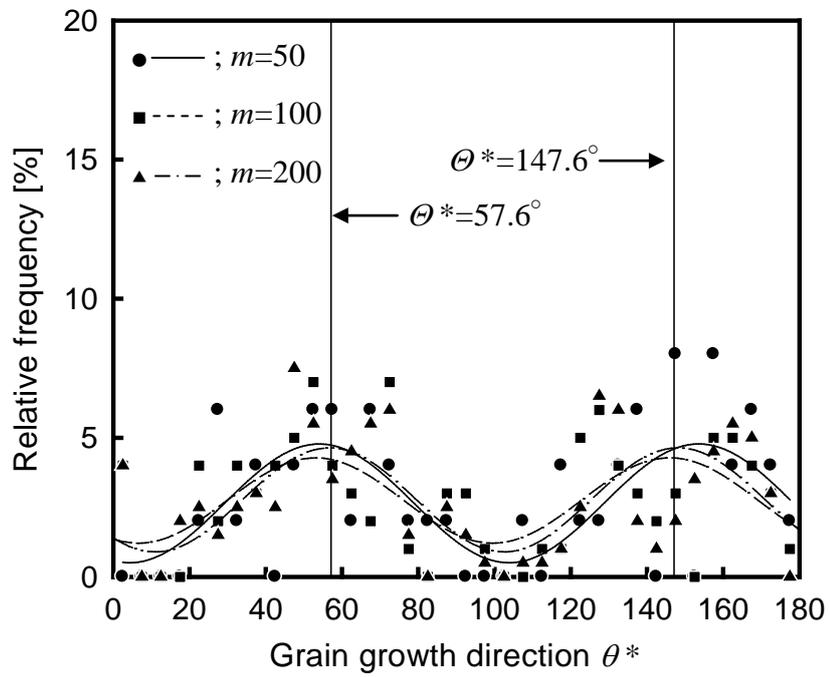
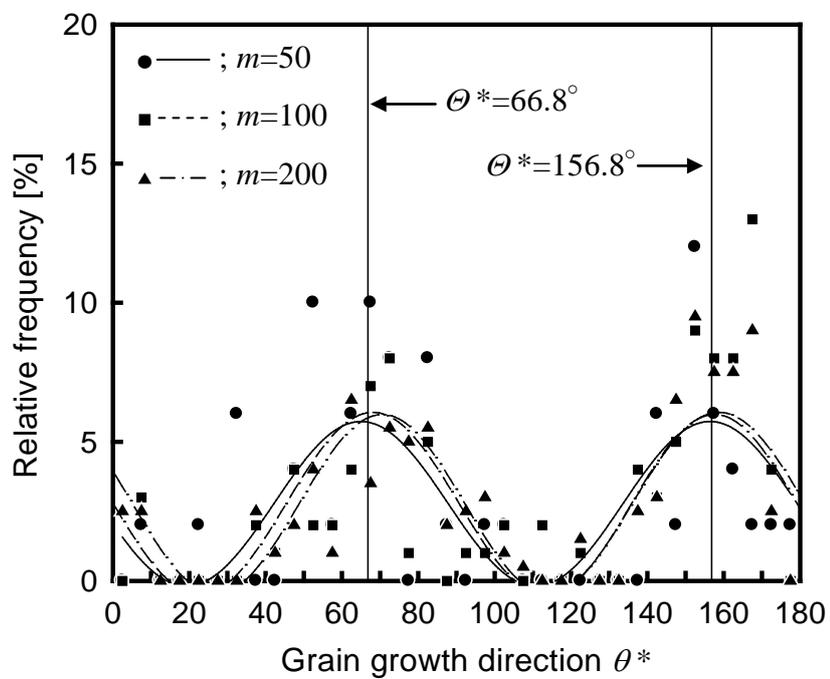


Fig.3.3 Grains grown in the copper foil

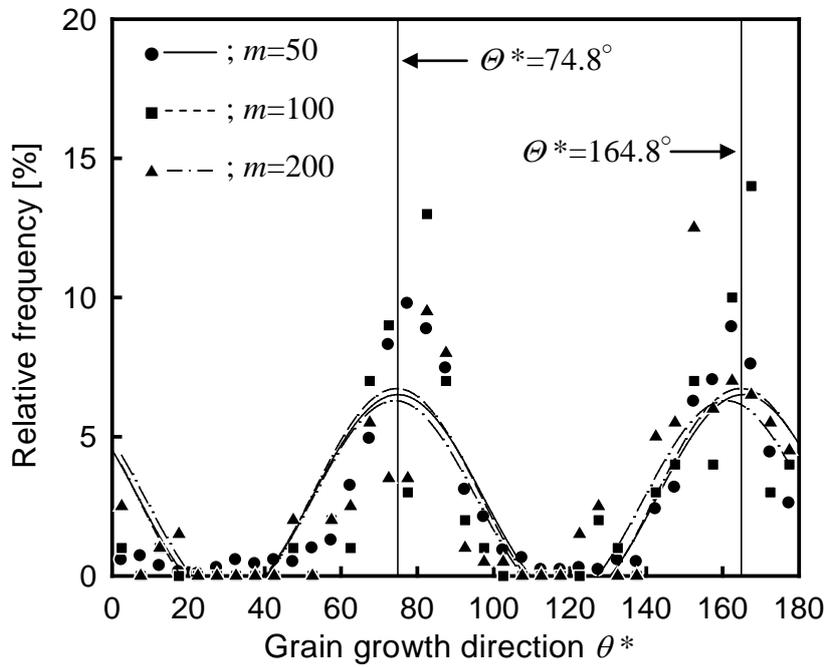


(a) $C = -0.05$

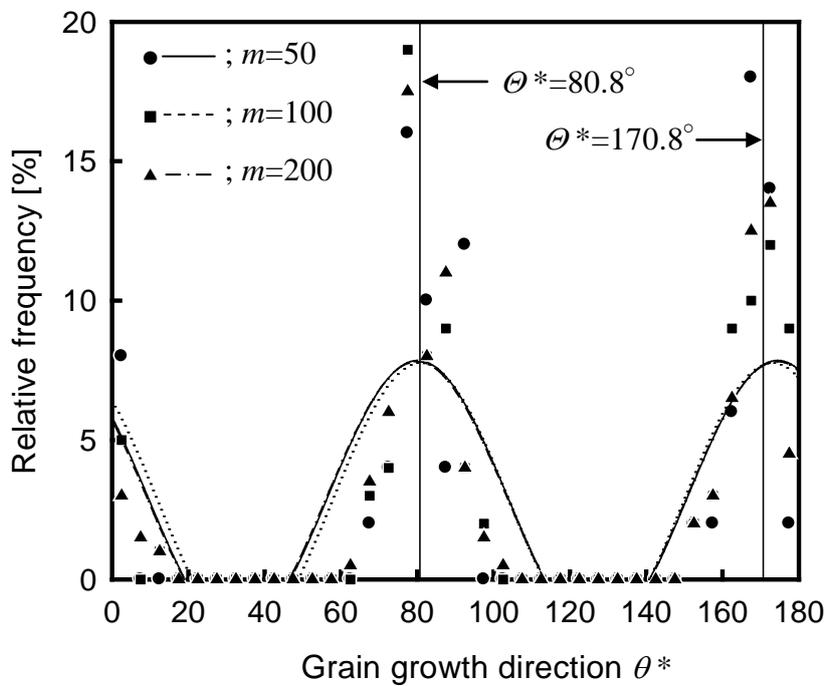


(b) $C = -0.16$

Fig.3.4 Relative frequency distribution of grain growth direction ($C < 0$)

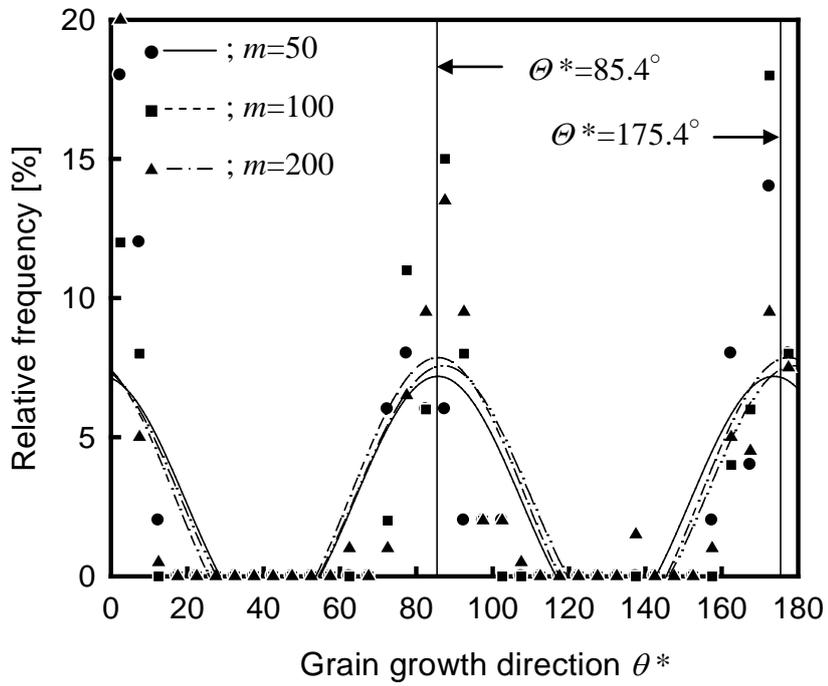


(c) $C = -0.33$

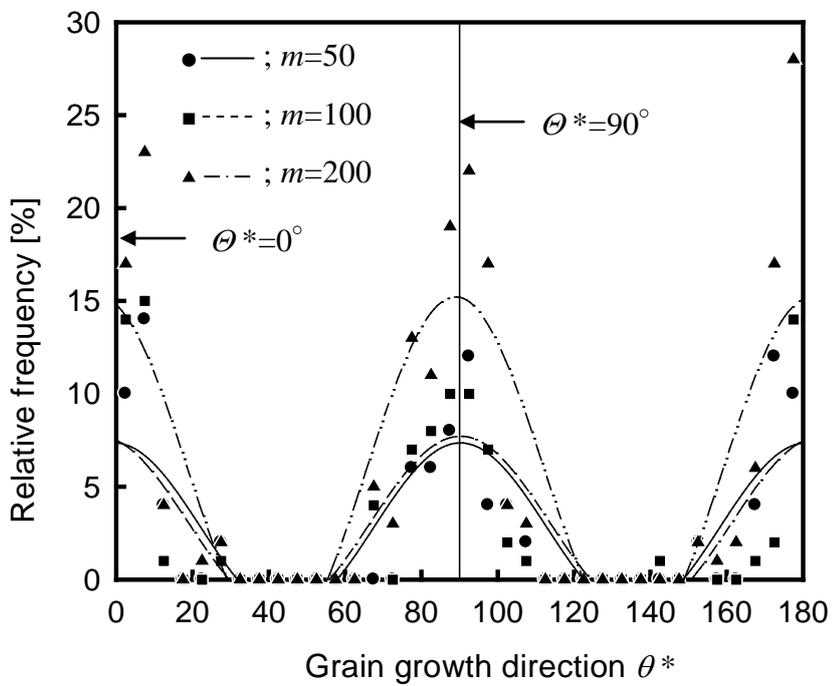


(d) $C = -0.52$

Fig.3.4 Relative frequency distribution of grain growth direction ($C < 0$)



(e) $C = -0.72$



(f) $C = -1$

Fig.3.4 Relative frequency distribution of grain growth direction ($C < 0$)

て、 θ^* の相対度数分布のピーク値を定量的に求めて、これを Θ^* に等しいとみなせば、式(3.2)、(3.3)より C を求めることができる。そこで、相対度数分布の周期性を表すため、前章と同じように分布形を次の周期関数で近似する。

$$f(\theta^*) = a_1 \sin\left(\frac{2\pi}{b_1}\theta^* + c_1\right) + f_0 \quad (3.4)$$

表3.2に各 C に対するそれぞれの定数の値を示す。また、図3.4には式(3.4)による近似曲線を示してある。図に認められるように、式(3.4)による近似曲線のピーク値は Θ^* とよく一致することが確認できる。したがって、式(3.4)を θ^* に関して微分し、その式をゼロとした次式を用いれば、 θ^* のピーク値 θ^*_{peak} を求めることができる。

$$\theta^*_{\text{peak}} = \frac{b_1}{2\pi} \left(\frac{4n+1}{2} \pi - c_1 \right) \quad (n=1, 2, 3, \dots) \quad (3.5)$$

Table 3.2 Experimental coefficients in equation (3.4)

C	-0.05	-0.16	-0.33	-0.52	-0.72	-1.0
a_1	1.59	2.09	3.64	4.26	4.64	4.77
b_1	92.40	87.77	86.29	93.91	93.61	94.22
c_1	4.11	2.91	2.47	2.57	2.08	1.83
f_0	2.75	2.77	2.72	2.91	2.96	3.00

図3.5には、 $C < 0$ となる各二軸応力比 C に対して上式より得られた θ^*_{peak} を示す。図には、式(3.2)、(3.3)による Θ^* の理論曲線も示した。図から、 θ^*_{peak} は Θ^* の理論曲線とよく一致していることがわかる。したがって、本手法を用いれば、 C を精度よく見積もることができ、その結果、各主応力振幅 σ_1 、 σ_2 も精度よく求めることが可能となる。

3.4.2 測定対象粒子数の検討

前節で述べた手法により θ^* を計測する場合、測定対象とする粒子数 m が多いほど精度が高くなる。しなしながら、微小領域の計測ができる本手法の特徴を損なうことなく、簡便に測定を実施するためには、できるだけ少ない m により必要な精度を維持するのが望まれる。そこで、本節では統計的手法により計測に必要な粒子数について検討した。図 3.4 に示す相対度数分布のピーク値を中心に左右 45° の範囲内の領域に着目する。すなわち、 θ^* の相対度数分布の周期が 90° であることから、この領域の範囲内の実験データを一つの母集団と考えた。そこで、この領域内の累積相対度数を正規確率紙により図 3.6 に示す。なお、測定対象とした粒子数はそれぞれの C に対して $250 \sim 1300$ 個であり、分布の特徴が十分に表される数とした。図から、いずれの C に対しても、 θ^* の累積相対度数が正規確率紙上で線形に近いことから、領域内のデータは次式の確率密度関数 f_{normal} で表される正規分布とみなすことができる。

$$f_{\text{normal}} = \frac{1}{s\sqrt{2\pi}} \exp\left\{-\frac{1}{2s^2}(\theta^* - \bar{\theta}^*)^2\right\} \quad (3.6)$$

ここで、 s 、 $\bar{\theta}^*$ は母集団の標準偏差と平均である。正規分布に従う母集団から m^* の標本を抽出した場合、 m^* 個の標本の平均 θ^*_{m} の分布形は母集団と同様に正規分布となり、その平均と標準偏差はそれぞれ $\bar{\theta}^*$ 、 $s/\sqrt{m^*}$ となる^(3.11)。したがって、 $\bar{\theta}^*$ を基準とした場合、 θ^*_{m} の誤差が $\delta[\%]$ とすると、 θ^*_{m} が $\bar{\theta}^* \times (1 \pm 0.01\delta)$ の範囲内にある確率を求めることができる^(3.12)。例えば、信頼係数を 95% とすれば、 m^* は次式により求めることができる。

$$1.96 \frac{s}{\sqrt{m^*}} = \bar{\theta}^* \times 0.01\delta \quad (3.7)$$

表 3.3 には、 $\delta=3, 5, 7\%$ において得られた m^* の値をまとめて示す。

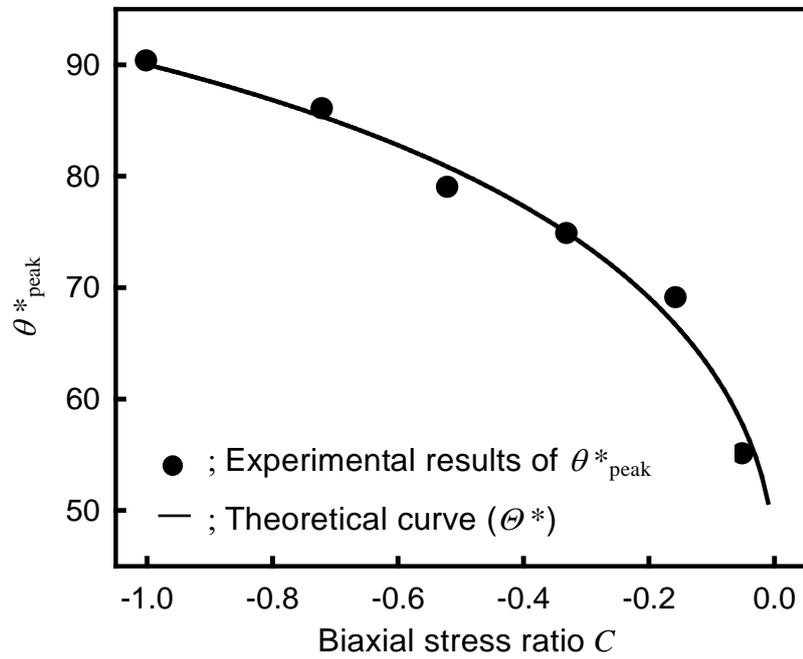


Fig.3.5 Relationship between θ^*_{peak} and C

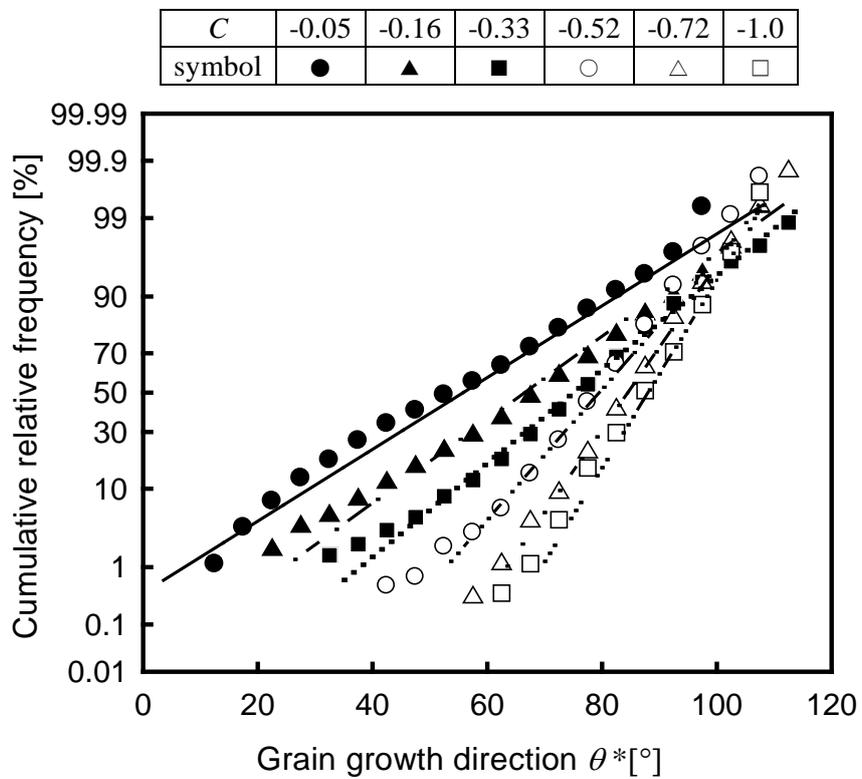


Fig.3.6 Grain growth direction plotted on normal probability paper

Table 3.3 Number of necessary grains m^* (Confidence value: 95%)

C		-0.05	-0.16	-0.33	-0.52	-0.72	-1.0
δ [%]	3	601	330	182	71	48	44
	5	217	117	66	26	18	16
	7	111	61	34	13	9	8

そこで、表 3.3 に示した m^* 個のデータをランダムに抽出し、その算術平均 θ^*_m を θ^* と見なして、式 (3.1), (3.2), (3.3) より主応力 σ_1 を求めると、図 3.7 となる。なお、式 (3.1) の τ_{\max} は繰返し負荷試験中に設定した 55MPa とした。図には、 $\bar{\theta}^* \times (1 \pm 0.01\delta)$ から得られる σ_1 の誤差範囲も示した。さらに、 $\tau_{\max} = 55\text{MPa}$ の場合に対する式 (3.1) の理論曲線も表示した。図から、上述の統計的手法により得られた粒子数 m^* を用いて求めた σ_1 の測定結果が指定した誤差範囲内にあることが確認できる。また、理論曲線ともよく一致している。したがって、表 3.3 に示す測定対象粒子数 m^* を用いれば、指定した精度で主応力振幅を測定することが可能であるといえる。また、 m^* が最も大きい $C = -0.05$ 、 $\delta = 3\%$ の場合でも、おおよそ 9mm^2 の測定領域しか必要とせず、従来の円孔を用いた手法の約半分の大きさの銅薄膜で主応力振幅を計測できる。

3.5 結 言

電着銅薄膜を利用した応力測定法について、従来では薄膜に円孔を作製しなければ主応力振幅を計測することができない場合（二軸応力比 $C < 0$ ）に対し、粒子成長方向に着目することで、円孔を作製しなくても主応力振幅が検出できる手法について検討した。また、粒子成長方向から主応力振幅を求めるために必要な粒子数について検討した。得られた結果を要約すれば、以下のようになる。

- (1) 粒子成長方向 θ^* は最大せん断応力の作用方向 Θ^* に依存し、 θ^* の相対度数分布は、ピーク値が 90° 毎に発生する周期性を示す。
- (2) 相対度数分布を正弦関数で近似し、そのピーク値を求めることにより、

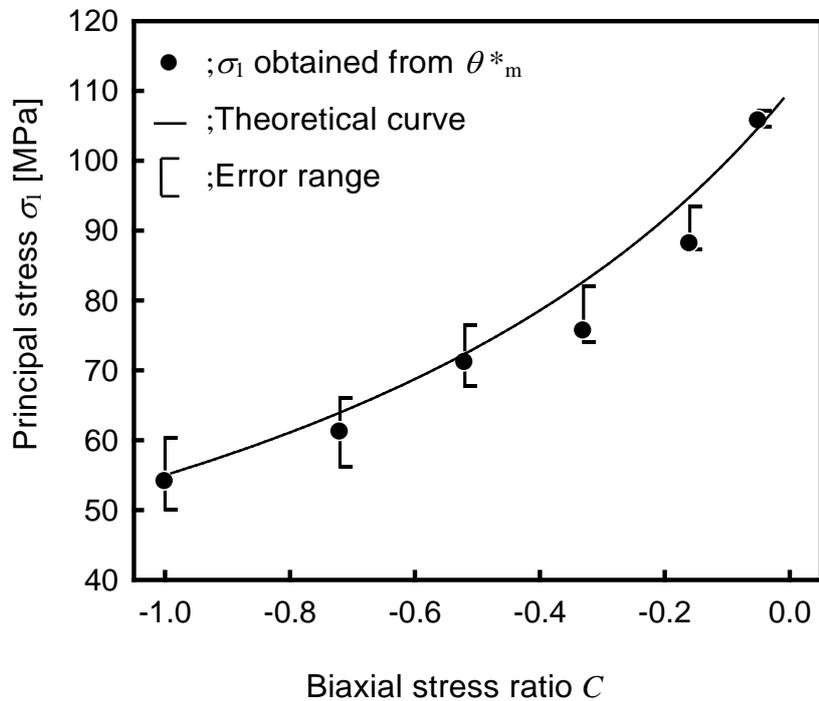


Fig.3.7 Relationship between σ_1 and C ($\delta=3\%$)

高精度で二軸応力比 C を求めることができる。

- (3) 粒子成長方向 θ^* の相対度数分布のピーク値を中心に左右 45° の範囲内の領域は正規分布に従う。したがって、所定の誤差と信頼係数に対して、測定に必要な粒子数を見積もることができる。
- (4) 統計的手法により求めた測定に必要な粒子数を用いて主応力振幅を求めると、指定した測定誤差の範囲内に収まった。すなわち、表 3.3 に示す粒子数を用いれば、主応力振幅を高精度で検出することができる。
- (5) 本手法により主応力を測定する際に、最大で必要な領域が $C=-0.05$, $\delta=3\%$ でおおよそ 9mm^2 であり、従来の微小円孔を用いた手法に比べ、半分以下の領域で主応力を計測でき、応力測定法の分解能を大幅に向上させた。



第 4 章 成長粒子の結晶方位に着目した二軸応力測

定方法 (4.1)

4.1 緒言

第 2 章では、二軸応力比 C の正負によって粒子成長方向の度数分布に差異が生ずることを利用して二軸応力比 C の符号の判定を行うとともに、 $C > 0$ の場合には主応力 σ_1 を測定できることを示した。次に、第 3 章では、 $C < 0$ の場合に対し、粒子成長方向を測定することで、高精度で主応力が検出できることを明らかにした。この方法より、 $3\text{mm} \times 3\text{mm}$ の領域の主応力が測定できる。ここで、 $C < 0$ の場合に主応力を計測するには、①薄膜に発生する成長粒子の発生密度 r^* から最大せん断応力 τ_{\max} を計測し、②粒子の成長方向を利用して二軸応力比 C を計測すればよいことになる。この中で、①の成長粒子発生密度は $500\mu\text{m} \times 500\mu\text{m}$ 程度の領域における τ_{\max} が測定できるので、第 3 章で提案した②の測定領域をさらに縮小できれば、 1mm^2 以下の微視的領域における主応力の計測が行なえることになる。したがって、MEMS などに代表される微小機械や応力集中部などの応力測定に対して有力な測定法になると期待できる。

ところで、第 3 章で示したように粒子が τ_{\max} の作用方向に成長するということは、成長粒子が外部応力に依存した集合組織をもつことを示唆している。したがって、EBSD (Electron back scatter diffraction) により個々の粒子の結晶方位を解析すれば、そのすべり方向は τ_{\max} の作用方向と一致すると期待できる。したがって、第 3 章と同様な方法よりモールの応力円から主応力振幅を計測できると考えられる。さらにこの方法は個々の成長粒子の方位を解析するため、 1mm^2 以下の微視的応力の測定も十分可能であるといえる。

そこで、本章では、まず、 $C < 0$ となる種々の C に対して発生した成長粒子を EBSD より解析し、外部応力との関係を調査した。次に、結晶方位を利用した新しい応力測定法を提案した。

4.2 二軸応力の測定方法

本章における二軸応力測定の方法は、第3章に述べた手法とほぼ同様である。ただし、最大せん断応力 τ_{\max} の作用方向 θ^* を求めるために、粒子成長方向を利用するのではなく、成長粒子の結晶方位を利用する点異なる。したがって、薄膜に作用する応力状態の基礎式(式(2.1), (2.2)), および θ^* を求める基礎式(式(3.2), (3.3))は既述のものと同じである。

本節では、二軸応力比 C の相違による主せん断応力の大きさと方向について検討する。図4.1には $C < 0$ 薄膜の応力状態、図4.2にはモールの応力円を示す。まず、 $C > 0$ と $C < 0$ の場合を比べると、 $C < 0$ の場合は薄膜に作用する最大せん断応力は $\tau_{\max 1-2}$ となり、これは σ_1 と σ_2 が作用する平面(薄膜の平面)を二分する方向に生ずるのに対し、 $C > 0$ の場合は最大せん断応力が $\tau_{\max 1-3}$ となり、これは σ_1 と σ_3 が作用する平面(薄膜の厚さ方向)を二分する方向に生ずることがわかる。第2章では、この最大せん断応力の方向の差異によって、粒子成長方向が異なることを示した。したがって、成長粒子の結晶方位も $C > 0$ と $C < 0$ の応力状態によって異なると考えられる。

次に、図4.2に示した $C < 0$ となる二つの場合において、 C が0に近づくにつれて、 $\tau_{\max 1-3}$ の大きさが $\tau_{\max 1-2}$ に近づいていくことがわかる。すなわち、 $\tau_{\max 1-3}$ と $\tau_{\max 1-2}$ の大きさの差が小さくなるにつれて、 $\tau_{\max 1-3}$ が粒子成長に与える影響が増加すると考えられる。したがって、 $C < 0$ の場合においても、 $C = 0$ に近づくにつれて結晶方位に差異が現れる可能性がある。したがって、この特徴を利用すれば、 $C < 0$ となる場合に、二軸応力比 C を予測することが可能になると考えられる。

4.3 実験装置および実験方法

4.3.1 実験条件

本実験では、第2, 3章と同じ試験機、試験片及び実験条件において繰返し負荷試験を実施した。銅薄膜にほぼ100%成長粒子を発生させた後、電解研磨を施し、SEM-EBSD(Scanning electron microscope- Electron back scatter diffraction)測定装置を用いて結晶方位を解析した。なお、方位解析は、組合せ負荷の作用方向(試験片の長手方向)がSEMのモニタ画面の上下方向となるようにして

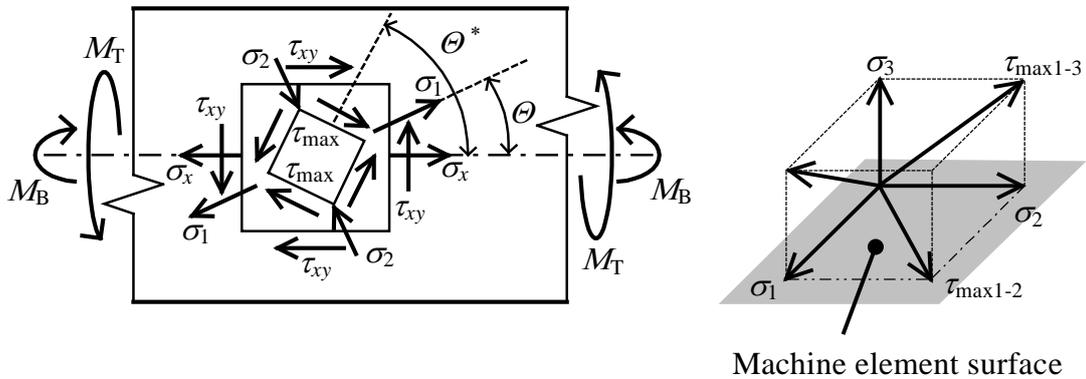


Fig.4.1 Biaxial stress state on machine element ($C < 0$)

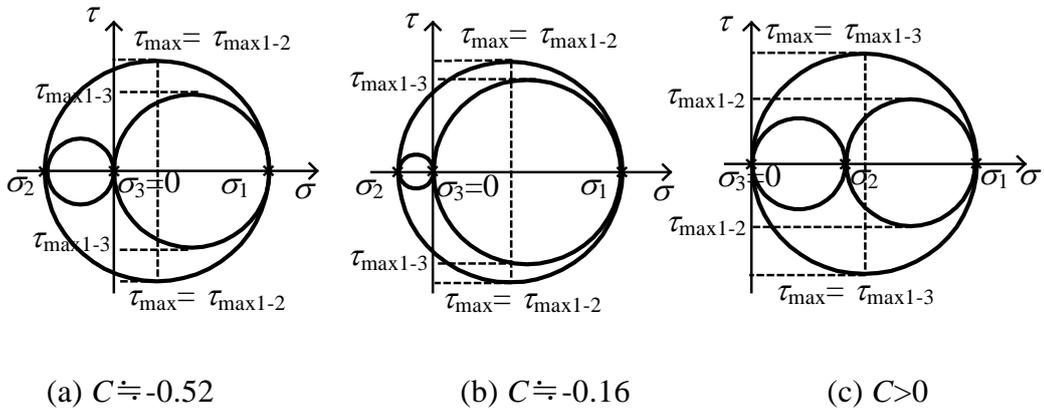


Fig.4.2 Stress state in copper foil depicted by Mohr's stress circle

行なった. なお, 解析領域と間隔はそれぞれ $500\mu\text{m} \times 500\mu\text{m}$, $7\mu\text{m}$ である.

4.3.2 SEM-EBSD による結晶方位の測定

走査型電子顕微鏡 (Scanning electron microscope : SEM) の中で, 電子線後方散乱により得られる回折パターンを解析し結晶方位測定を行なうEBSD法は, 方位解析精度が $0.5 \sim 1^\circ$, 空間分解能が数十nm程度と従来から用いられた方位解析法に比べて, 微小領域における結晶方位解析に適している^(4.2). また, 結晶組織の方位情報と位置的情報を同時に再現できる結晶方位マッピング図を容易に作り上げ, 結晶方位を定量的に議論できることもEBSD法の大きな特徴である. 本研究で用いたSEM-EBSD装置を図4.3に, システム構成を図4.4に示す. 本装置はSEM (HTACHI S-3100H), OIM結晶方位測定装置 (Orientation imaging

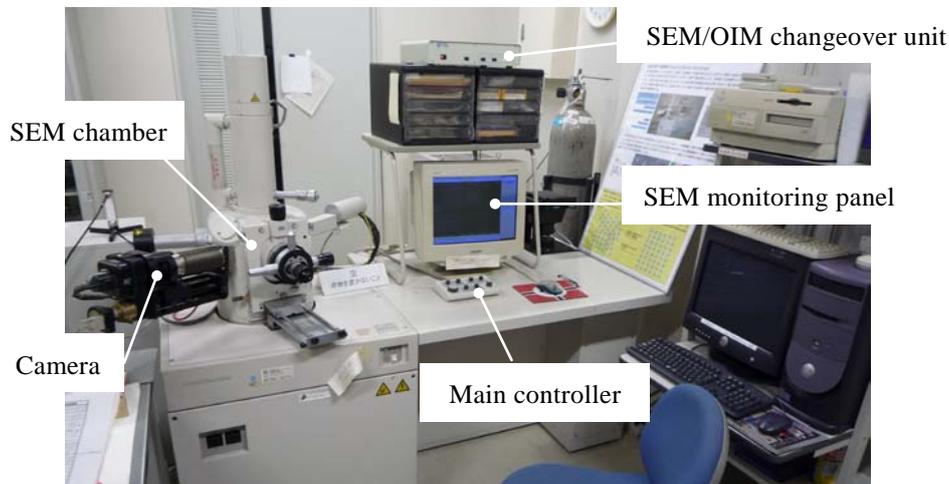


Fig.4.3 SEM-EBSD equipment

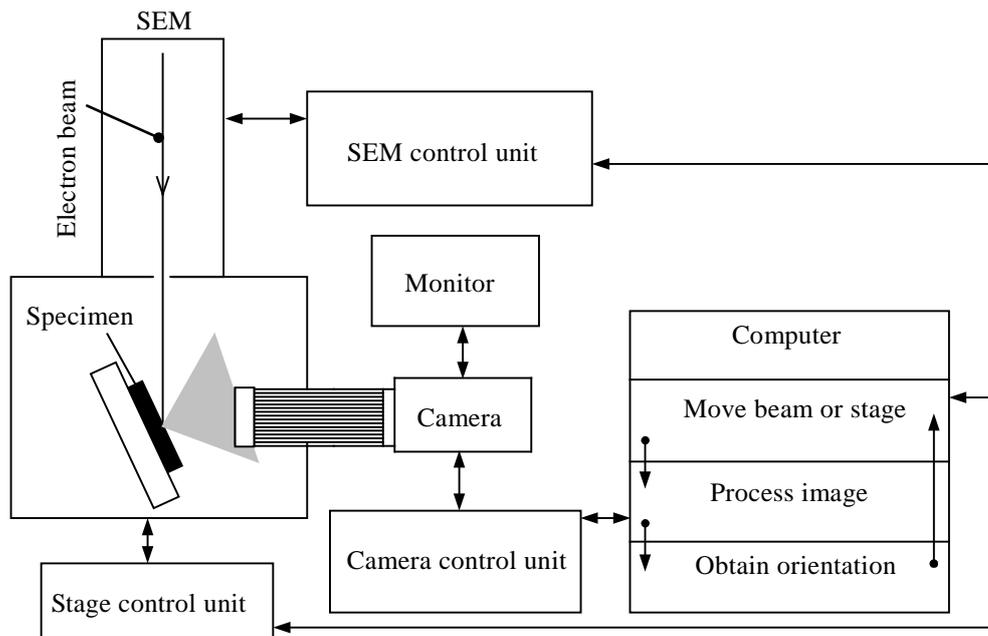


Fig.4.4 Schematic diagram of SEM-EBSD system

microscopy, TexSEM Laboratories Inc.) ならびに解析ツールを組み込んでいる。SEM の中で試料表面の 1 点に電子線を入射させ、電子線後方散乱により得られる Kikuchi 線^(4.3) 回折図形をもとに微小領域の結晶方位測定を行う。OIM 装置を組み込むことにより、一定間隔で繰り返し電子線を走査させ、測定面全体の方位情報と位置情報を正確にマッピングし、材料組織を再構築できるのも大き

な利点でもある。

4.4 実験結果および考察

4.4.1 成長粒子の結晶方位

本節では、まず $C < 0$ の場合の一例として、 $C = -1$ の結晶方位について検討する。図 4.5 には結晶方位マッピング図を示す。ここで、LD, TD, ND はそれぞれ試験片の長手方向、横方向そして法線方向を示している。まず、ND の方位マッピング図から、ほとんどの粒子が緑色を示すことがわかる。これは、ほとんどの粒子の $\{110\}$ 面が薄膜平面（試験片の表面）と平行であることを現している。ここで、二つの粒子 A, B に注目すると、粒子 A は ND で緑、LD で緑、TD で赤を示している。一方、粒子 B は ND で緑、LD で赤、TD で緑を示している。また、ほとんどの粒子が A か B のどちらかの結晶方位を有していることがわかる。これは、粒子が二つの優先方位をもつことを示している。図 4.5 に示した A と B の二つの結晶方位から、成長粒子は図 4.6 に示すモデルのように成長することになる。ここで、銅結晶が FCC 構造であることから^(4.4)、そのすべり方向は $\langle 110 \rangle$ 方向である。このすべり方向の一つを図 4.6 に示した。図から、粒子 A はすべり方向の一つが LD と一致し、粒子 B はすべり方向の一つが TD 方向と一致する。したがって、すべり方向は $C = -1$ の場合の最大せん断応力 τ_{\max} の作用方向と一致することになる。すなわち、転位の移動によって成長した粒子は、成長段階で最大せん断応力が作用する方向に優先的に成長したことを現す。

4.4.2 ステレオ投影法による $\{110\}$ 極点図の作成

前節では $C = -1$ において、ほとんどの粒子の $\langle 110 \rangle$ 方向（すべり方向）が薄膜に作用する最大せん断応力 τ_{\max} の作用方向と一致することが確認できた。すなわち、粒子の $\langle 110 \rangle$ 方向を計測できれば、第 3 章で提案した手法と同様な方法で機械要素に作用する主応力振幅 σ_1, σ_2 を検出することが可能となる。ここで、FCC 構造では $\{110\}$ 面の法線ベクトルが $\langle 110 \rangle$ 方向と一致することから、結晶方位の $\{110\}$ 極点図を利用し、 $\langle 110 \rangle$ 方向を計測する方法を提案した。まず、極点図を作成するには、図 4.7 に示すステレオ投影法（Stereographic Projection）^(4.3)

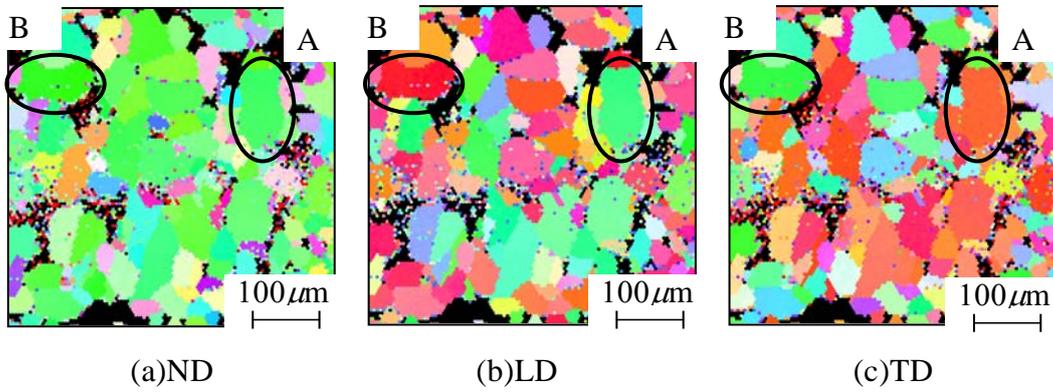


Fig.4.5 Orientation imaging map of grown grains ($C=-1$, $\tau_{\max}=55\text{MPa}$)

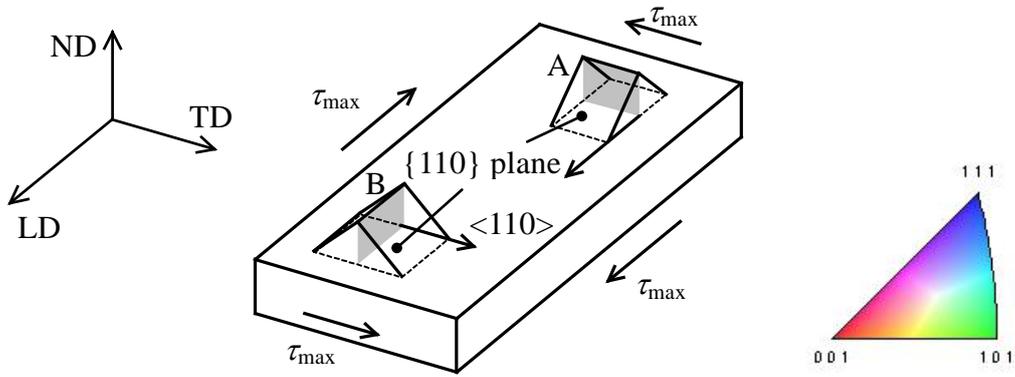


Fig.4.6 Slip plane and slip direction of grain A and grain B

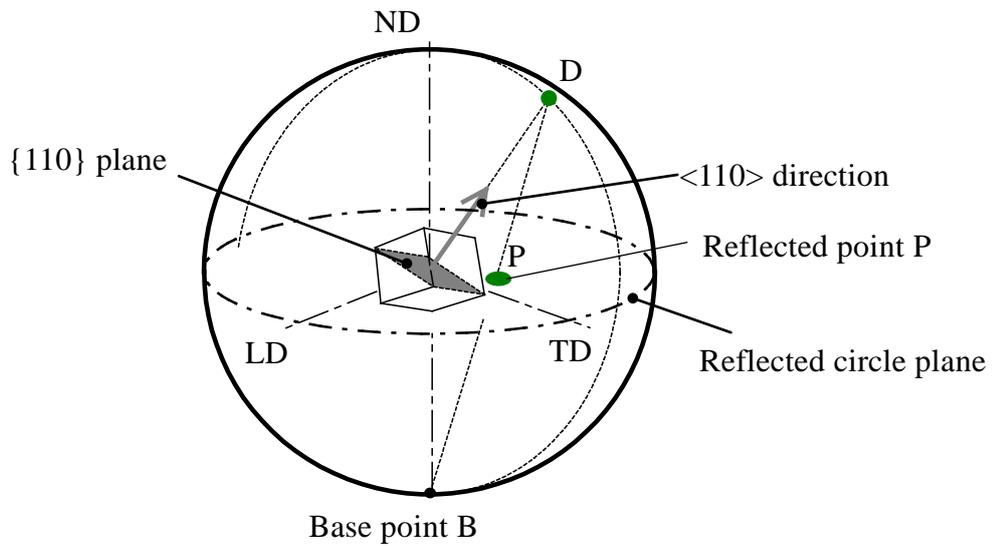


Fig.4.7 Schematic diagram of $\{110\}$ pole figure by using stereographic projection

を用いた。図中の立方晶は測定対象であり，本研究では，銅薄膜に生成した成長粒子の結晶となる。EBSD法では結晶の $\{110\}$ 面の法線ベクトルと球面の交差点Dを反対側の極点と直線で結ぶことで，投影点Pを決定する。解析領域内においてP点の集合を求めれば， $\{110\}$ 極点図となる。この手法によれば，図4.6の粒子Aおよび粒子Bの $\{110\}$ 極点図のモデルは図4.8のようになる。 τ_{\max} の作用方向を求めるのに有用なのは，投影面と垂直な $\{110\}$ 面が反射し，投影面の外周に投影される反射濃度の高い領域である。

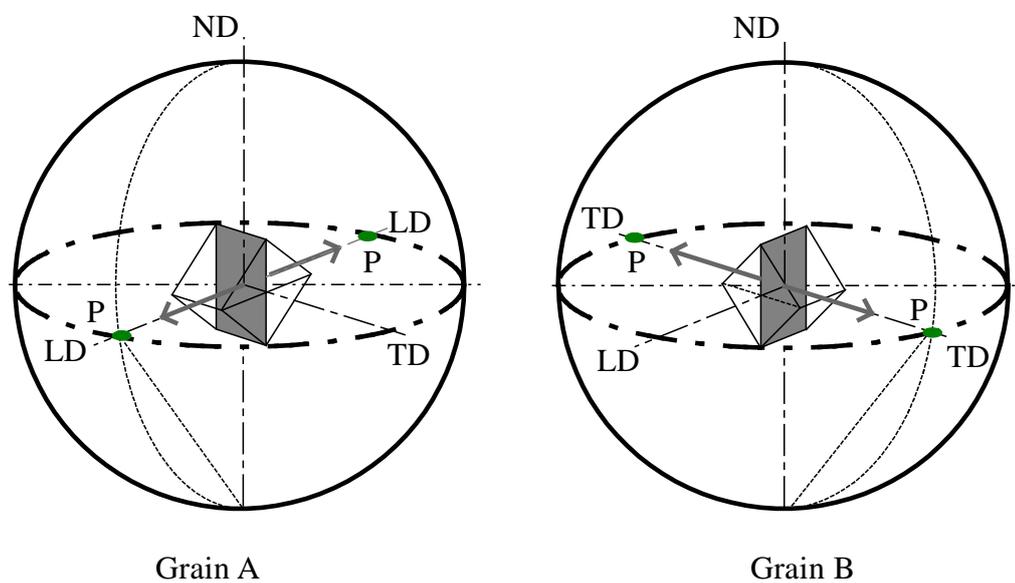


Fig.4.8 $\{110\}$ pole figure of grain A and grain B

4.4.3 $\{110\}$ 極点図を利用した二軸応力測定

図4.9に $C \leq 0$ となる種々の C における $\{110\}$ 極点図を示す。図から， $C=0$ の場合を除いて，投影面の外周付近に反射濃度の高い領域が4つ存在することが確認できる。すなわち，これらの点を結んだ直線が互いに直交する2つの最大せん断応力方向に対応する。したがって，二つの直線とLDとのなす角度 Ψ を求めることで， τ_{\max} の作用方向 θ^* を求めることができる。

図4.10に Ψ と C の関係を示す。なお，図中の曲線は，式(3.3)による θ^* の理論曲線である。理論式と実験値がよく一致することから，本手法により τ_{\max} の作用方向 θ^* を精度よく検出ができることが明らかとなった。また，粒子成長方向を利用する手法に比べ，本手法は， $500\mu\text{m} \times 500\mu\text{m}$ の領域に対して測定が

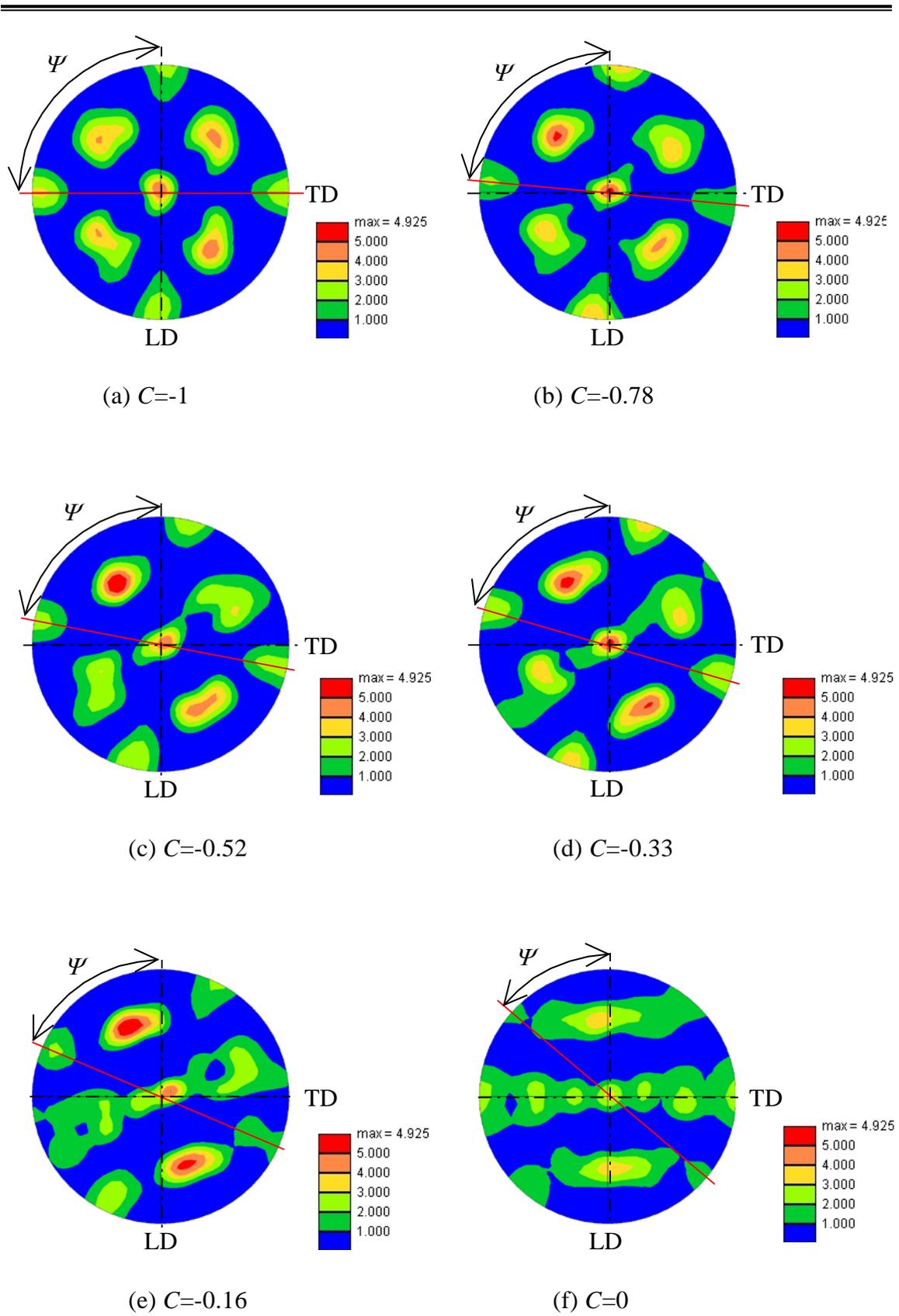


Fig.4.9 {110} pole figure of grown grains

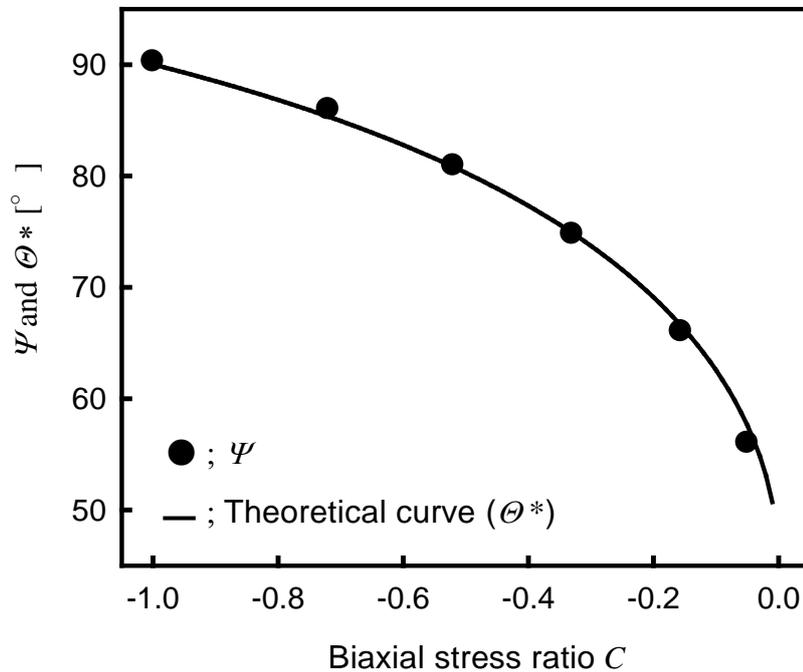


Fig.4.10 Relationship between Ψ and C ($\tau_{\max}=55\text{MPa}$)

行えるため、他の応力測定法と比較してもかなり高い分解能を有するといえる。しかしながら、この方法は、第3章で述べた方法と同様に基準軸からの角度を計測するため、この方向が未知となる場合、応力測定が行えない欠点があるといえる。

4.4.4 結晶方位マッピング図を利用した二軸応力測定

粒子の成長が最大せん断応力振幅 τ_{\max} のみに支配されるのであれば、図 4.9 に示す極点図は最大せん断応力方向 Θ^* の回転に伴い、図形が投影面上で回転するだけで、高密度領域はほぼ同じ形状になると考えられる。しかしながら、実際の極点図からは、二軸応力比 C が 0 に近づくとともに、高密度領域が帯状に広がることが認められた。これは、粒子の成長が単に τ_{\max} だけではなく、他のせん断応力の影響も受けていることを示唆している。すなわち、4.2 節で述べたように、 C が 0 に近づくとつれて $\tau_{\max 1-3}$ の大きさが $\tau_{\max 1-2}$ に近づき、 $C > 0$ においては、 $\tau_{\max 1-3}$ が $\tau_{\max 1-2}$ より大きくなることから、粒子成長は $\tau_{\max 1-3}$ の影響を大

大きく受けるため、極点図に違いが出ると考えられる。この仮説を検証する方法として、各二軸応力比 C における ND の方位マッピング図を調査した。

図 4.11 に各 C における ND の方位マッピング図を示す。図から、 C が -1 から 0 に近づくにつれて、 $\{110\}$ 面を現す緑の粒子が少なくなっていくことがわかる。また、 $C=1$ では、 $\{110\}$ 面を現す粒子がほとんど見られない。4.2 節で示したように $\tau_{\max 1-2}$ と $\tau_{\max 1-3}$ の作用方向は異なるため、 $\tau_{\max 1-3}$ と $\tau_{\max 1-2}$ により成長する粒子の結晶方位は異なることになる。 $C=-1$ の場合、 $\tau_{\max 1-3}$ が $\tau_{\max 1-2}$ に比べて極端に小さく、粒子は主に $\tau_{\max 1-2}$ に支配され成長するため、ほとんどの粒子は緑色となり、 C が 0 に近づくにつれて、 $\tau_{\max 1-3}$ が次第に大きくなるため、緑色と異なるピンク色に近い粒子が現れたと考えられる。 $C=1$ の場合、 $\tau_{\max 1-2}=0$ となるため、緑色の粒子がほとんど現れなかったと考えられる。したがって、上述の特徴を利用すれば、図 4.9 の極点図を利用した方法と別の方法より C を求めることができると考えられる。

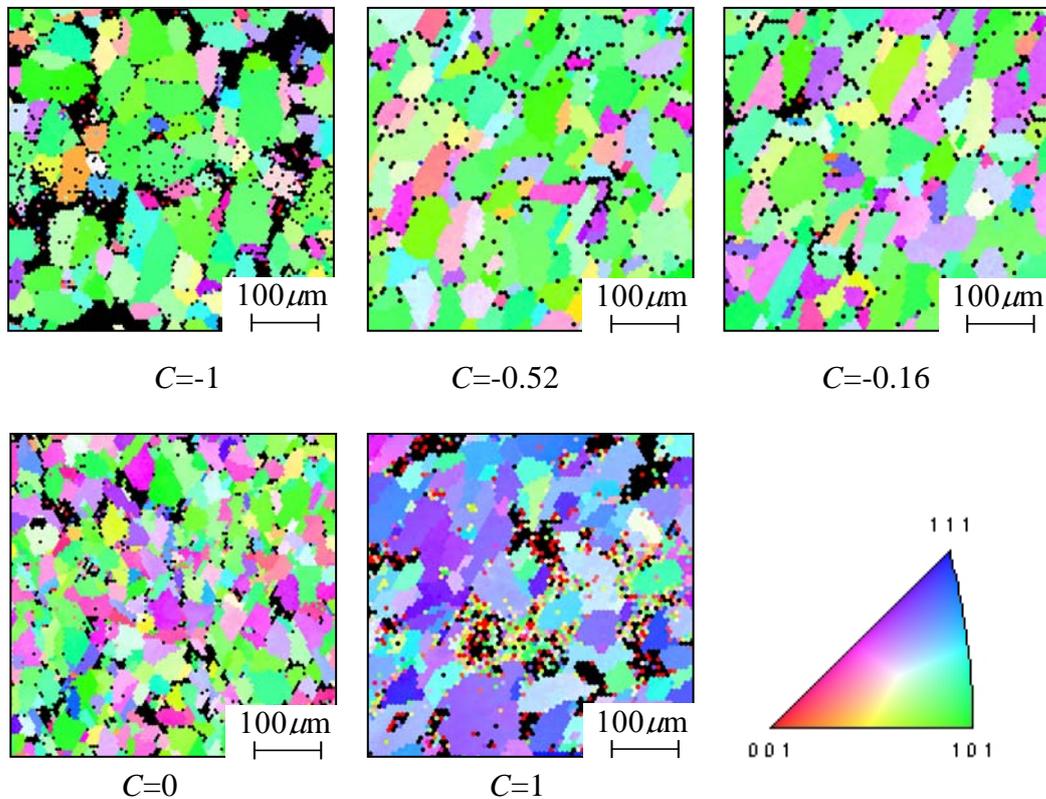


Fig.4.11 Orientation imaging maps of grown grains (ND, $\tau_{\max}=55\text{MPa}$)

まず、画像処理ソフトを用いて ND の方位マッピング図に対し、RGB 分離を行い、赤、緑、青の粒子の面積 A_{red} , A_{green} , A_{blue} を求めた。次に、全体の粒子の面積に対する $A_{\text{red}}+A_{\text{blue}}$ の割合 $r_{\text{r+b}}$ を式 (4.1) から求めた。

$$r_{\text{r+b}} = \frac{A_{\text{red}} + A_{\text{blue}}}{A_{\text{red}} + A_{\text{green}} + A_{\text{blue}}} \times 100[\%] \quad (4.1)$$

得られた $r_{\text{r+b}}$ と二軸応力比 C の関係を図 4.12 に示した。なお、図中の各点は 8 個の測定領域のデータの平均値である。図から、 $C=-1$ から $C=-0.32$ の範囲内では、 $r_{\text{r+b}}$ の値がおおよそ一定となる。一方、 C が -0.32 より高い場合、 $r_{\text{r+b}}$ は急激に増加する。これは、 C が 0 に近づくにつれて、 $\tau_{\text{max1-3}}$ の影響が顕著に現れたためであると考えられる。さて、 $\tau_{\text{max1-3}}$ の影響を考慮したせん断応力比 C^* ($=\tau_{\text{max1-3}}/\tau_{\text{max1-2}}$) を用いてデータを再整理する。まず、 $\tau_{\text{max1-2}}$ 及び $\tau_{\text{max1-3}}$ は次式で現される。

$$\tau_{\text{max1-2}} = \frac{\sigma_1 - \sigma_2}{2} \quad (4.2)$$

$$\tau_{\text{max1-3}} = \frac{\sigma_1 - \sigma_3}{2} = \frac{\sigma_1}{2} \quad (4.3)$$

したがって、 C^* は式 (4.4) となる。

$$C^* = \frac{1}{1-C} \quad (4.4)$$

ここで、 $-1 \leq C \leq 0$ の範囲の値であるため、 $0.5 \leq C^* \leq 1$ となる。 $r_{\text{r+b}}$ と C^* の関係を図 4.13 に示す。図から、 $C^* \approx 0.75$ を越えると、 $r_{\text{r+b}}$ がほぼ線形的に増加する。言い換えれば、 $\tau_{\text{max1-3}}$ が $\tau_{\text{max1-2}}$ の 75% を超える場合、結晶方位に影響を及ぼすと考えられる。したがって、本研究では $r_{\text{r+b}}$ と C^* の関係を近似的に次式で表した。

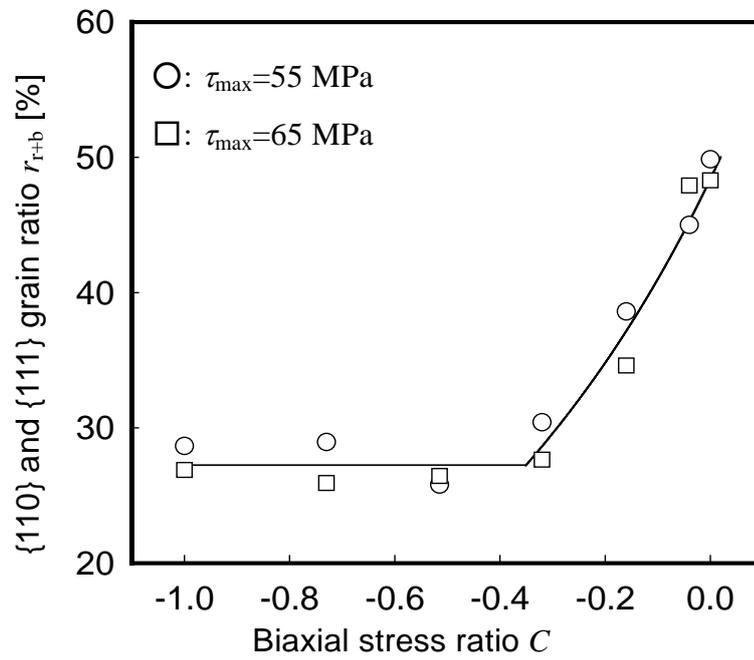


Fig.4.12 Relationship between r_{r+b} and C

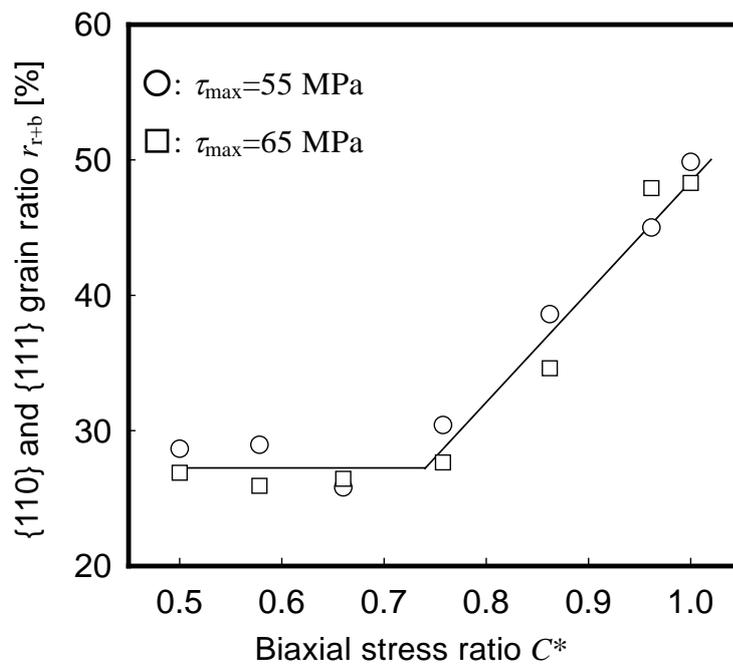


Fig.4.13 Relationship between r_{r+b} and C^*

$$r_{r+b} = \text{const.} \quad (0.5 \leq C^* \leq 0.75) \quad (4.5)$$

$$r_{r+b} = m_1 C^* + n_1 \quad (0.75 \leq C^* \leq 1.0) \quad (4.6)$$

ここで、 const 、 m_1 、 n_1 は定数で、図 4.12 よりそれぞれ、 $\text{const.}=27.2\%$ 、 $m_1=81.5\%$ 、そして $n_1=-33.1\%$ となる。したがって、 $0.75 \leq C^* \leq 1.0$ の範囲において、 r_{r+b} に C^* の依存性が認められる。また、逆に r_{r+b} がわかれば、式 (4.6) から C^* を得ることができる。その結果、 C は式 (4.4) を用いて求めることが可能であるので、微視的領域の主応力振幅の計測が行なえることになる。この方法は $0.75 \leq C^* \leq 1$ の範囲に制限されるが、前節で述べた方法のように基準軸を必要としない特徴を有している。

4.5 結 言

種々の二軸応力状態において、繰返し負荷により電着銅薄膜に発生した成長粒子の結晶方位を EBSD 法により調査することで、結晶方位の C 依存性を明らかにした。次に、 $\{110\}$ 極点図と ND における結晶方位マッピング図を利用した応力測定法を提案した。以下得られた結果を要約する。

- (1) $C < 0$ の場合、ほとんどの粒子の $\{110\}$ 面は薄膜平面と平行であり、それらの粒子の $\langle 110 \rangle$ 方向の一つは薄膜に作用する最大せん断応力の作用方向と一致する。
- (2) $\{110\}$ 極点図の外周における濃度の高い点を結ぶ直線と試験片の長手方向とのなす角度を計測することで、最大せん断応力 τ_{\max} の作用方向 Θ^* を正確に求めることができる。したがって、主応力の測定も可能となる。
- (3) C が 0 に近づくにつれて、ND の方位マッピング図に現れる $\{110\}$ 面の割合が減少する。これは、 C が 0 に近づくにつれて $\tau_{\max 1-3}$ の粒子成長に及ぼす影響が増加するためであると考えられる。
- (4) ND の方位マッピング図より、 $\{110\}$ 面と異なる方位を示す粒子の割合 r_{r+b} を測定することで、 $-0.32 \leq C \leq 0$ の範囲内で C を検出することが可能である。この方法は、組合せ応力の作用方向が未知の場合でも、 C の検出が可能である特徴を有している。

(5) 本手法を用いれば、 $500\mu\text{m} \times 500\mu\text{m}$ の領域の主応力が測定できる。これは、他の応力測定法と比較しても優れた分解能を有するといえる。

第5章 ひずみの主軸が変動する負荷への銅めっき 応力測定法の適用（回転曲げに静的ねじり負荷が重 畳した場合）^(5.1)

5.1 緒言

前章までの結果から、電着銅薄膜に発生する成長粒子の発生密度、成長方向あるいは結晶方位を計測すれば、微視的領域の主応力を計測できることが明らかとなった。これらの実験は応力比 R (=最小応力/最大応力) = -1 の条件で行なわれている。すなわち、平均応力は作用していない。ここで、動的曲げ応力（垂直）に静的曲げ応力（垂直）が重畳する場合のように同種の応力成分（平均応力）が作用する場合、静的応力成分は粒子成長にほとんど影響を及ぼさないことが明らかにされている^(5.2)。したがって、このような平均応力の作用下では、前章までの結果をそのまま適用できる。しかしながら、動的曲げ応力（垂直）に静的せん断応力が重畳する場合のような異種の応力成分が作用する場合における粒子成長挙動はまだ明らかにされていない。このような繰返し荷重に異種の静的負荷が重畳する場合、次節で詳しく述べるようにせん断応力が最大となる方向が時間とともに変動することになる。このように負荷の下での材料の疲労試験では、重畳する異種の静的負荷が疲労寿命に及ぼす影響が軽微であると報告されているが^(5.3)^(5.4)、せん断応力が最大となる方向の変動により、繰返し硬化挙動に影響する報告もある^(5.5)。また、せん断応力が最大となる方向変動する非比例負荷では、疲労すべり挙動が明らかに異なることから^(5.6)^(5.7)、転位の移動により発生する粒子の成長挙動にも影響する可能性がある。

したがって、前章までで述べてきた測定法をこのような負荷に適用させるには、せん断応力が最大となる方向の変動が粒子発生へ及ぼす影響を調査し、いかなる応力成分が粒子の発生と成長に支配的であるかを明らかにする必要がある。

以上の観点から本研究では、まず回転曲げに静的ねじり負荷を重畳させるこ

とができる疲労試験機を作製した。作製した試験機を用いて組合せ負荷における $r^* - \tau_{\max} - N$ を調査し、平面曲げ疲労試験の結果と比較することで、成長粒子発生に及ぼす静的ねじり負荷の影響について検討した。また、成長粒子の形状に着目し、せん断応力が最大となる方向の変動がすべり面の活性化に及ぼす影響について検討を加えた。

5.2 異種類の静的負荷の重畳による主ひずみ方向の変動

図 5.1 に回転曲げと静的ねじり組合せ負荷を受ける棒材と表面に位置する微小要素を示す。棒材の回転に伴い微小要素の応力状態の時間的変動は次式で表すことができる。

$$\begin{cases} \sigma_x = \sigma_0 \sin \omega t \\ \tau_{xy} = \tau_m \end{cases} \quad (5.1)$$

図 5.2 に微小要素の各時間における応力状態とそのモールの応力円を示す。図に示すように、この場合において微小要素の主応力方向（主軸）が時間とともに変動することが分かる。したがって、せん断応力が最大となる方向も時間とともに変動する。

5.3 実験装置および実験方法

本研究では、まず前章までで用いたシェンク式疲労試験機を用いて、平面曲げ疲労試験を実施し、銅薄膜に成長粒子が発生する限界応力 τ_p および $r^* - \tau_{\max} - N$ 関係を調査した。

次に、回転曲げ - 静的ねじり組合せ試験を行うために、回転曲げ - 静的ねじり組合せ試験機を作製した。作製した試験機を用いて、回転曲げに三種類の大きさの静的ねじりを重畳させた疲労試験を行なった。その結果を平面曲げの試験結果と比較することにより、静的ねじり負荷が成長粒子発生状況に及ぼす影響を調査した。

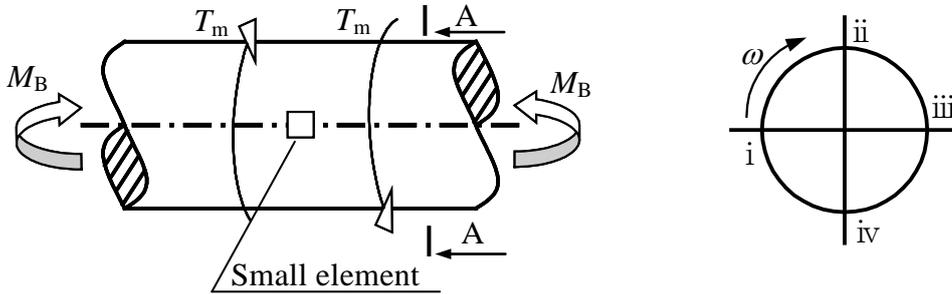
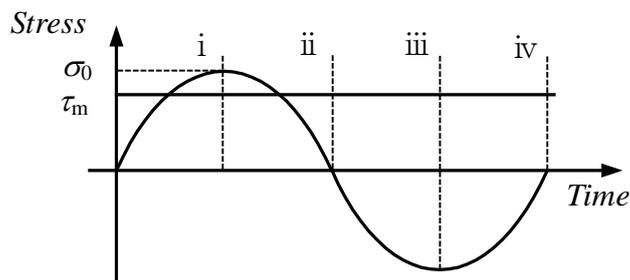
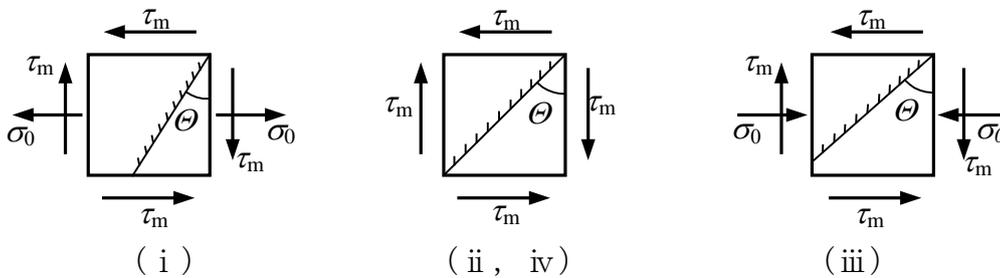


Fig.5.1 Round bar subjected to rotary bending and static torsion

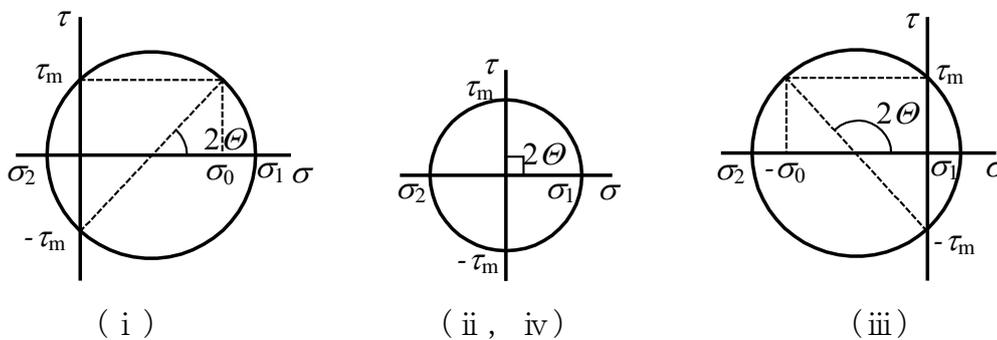


(a) Stress cycle

//// : Principal stress plane



(b) Stress state of small element



(c) Mohr's stress circles

Fig.5.2 Stress state of combination of rotary bending and static torsion

5.3.1 平面曲げ疲労試験機および試験片

本研究では A7075 アルミニウム合金を試験片の素材とした。その機械的性質を表 5.1 に示す。平面曲げ疲労試験では、図 5.3 に示す形状・寸法のテーパ付試験片を用いて $\tau_p - N$ 関係を求めた。また、 $r^* - \tau_{\max} - N$ 関係を求めるには図 5.4 に示す平滑試験片を用いた。

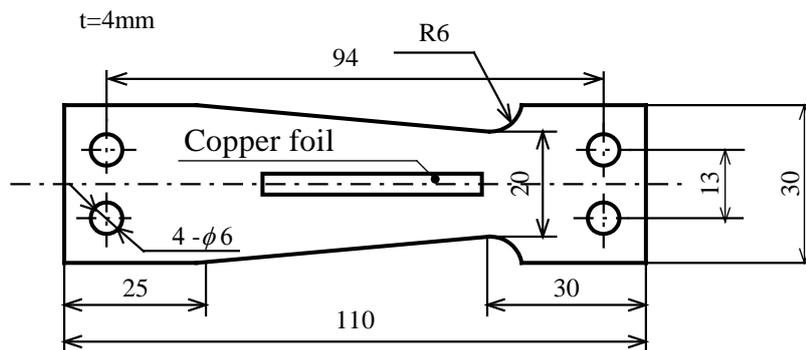


Fig.5.3 Geometry and dimensions of taper specimen

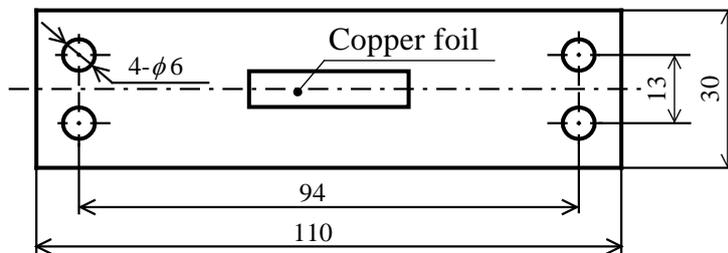


Fig.5.4 Geometry and dimensions of smooth specimen

Table 5.1 Mechanical properties of A7075 aluminum alloy

Young's modulus(GPa)	71.7
Poisson's ratio	0.3
Tensile strength(MPa)	601
Proof stress(MPa)	569

5.3.2 回転曲げ - 静的ねじり組合せ負荷試験機および試験片

5.3.2.1 試験機の作製

曲げ応力を発生させるため，図 5.5 に示すような両端固定の不静定問題をモデルとした．上述のモデルでは， y 方向に与える変位 y_0 に対し，棒材の軸方向の位置 x_0 に発生する表面での曲げ応力 σ_{x_0} は，次式で求められる．

$$\sigma_{x_0} = \frac{3Ey_0d(l-2x_0)}{l^3} \quad (5.2)$$

ここで， E はヤング率， d は棒材の直径， l は棒材の長さである．上述の関係式は，変位 y_0 が一定の時，軸方向の位置 x_0 に発生する曲げ応力 σ_{x_0} と x_0 の間に比例関係が成り立つことを示している．したがって，種々の y_0 において， σ_{x_0} と x_0 の較正式を作っておけば，所定の応力振幅が発生する位置 x_0 を求めることができる．

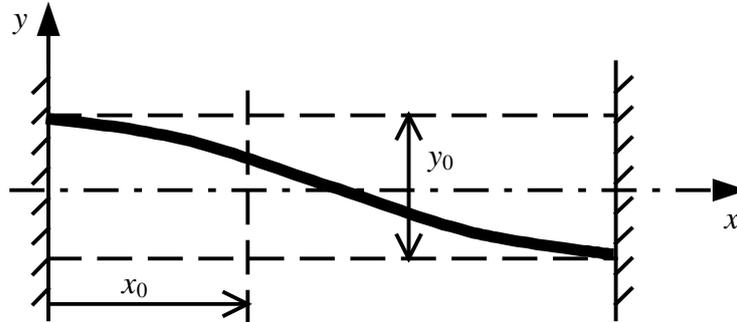


Fig.5.5 Model for rotary bending – static torsion testing machine

図 5.6 と図 5.7 に作製した試験機の概略図と写真を示す．まず，曲げ応力は試験機つかみ部の一つを y 方向に強制的に変位させることにより与えた．次に，回転曲げに重畳させる静的ねじり負荷は PHT-5D 型トルクコントローラにより発生させた．つまり，モーターの駆動力により試験片を通じてトルクコントローラを回転させることで，試験片に一定のねじり負荷を与えた．トルクコントローラの性能を表 5.2 に示す．また，回転速度はスピードコントローラ（0～3600rpm）にて設定し，繰返し数は図 5.7 に示すロータリーエンコーダにより検

出できるようにした。また、所定の繰返し数にて試験機が自動停止できるように、カウンタも設置した。

Table 5.2 Performance of torque controller

Torque range (Nm)		0.05~0.75	
Maximum slip speed (r/min)		1800	
Allowable slip advantage (W)		15	
Torque	Minimum	Medium	Maximum
Ta/Tm	1.28	0.31	0.21

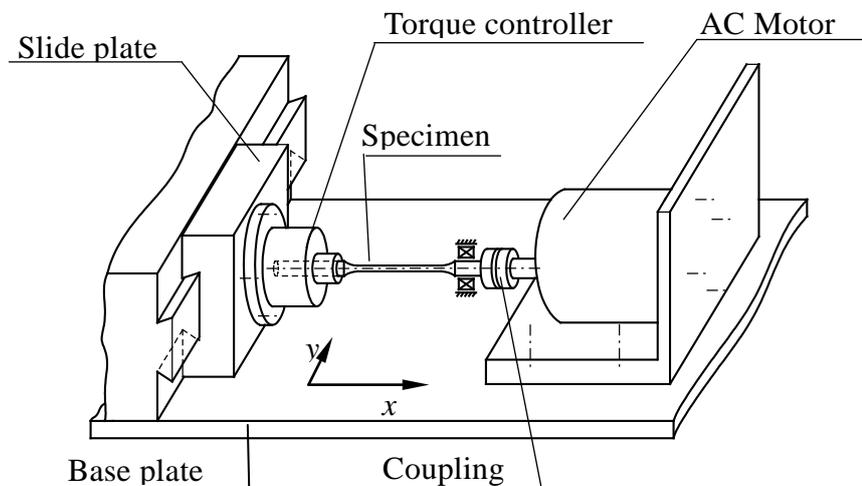
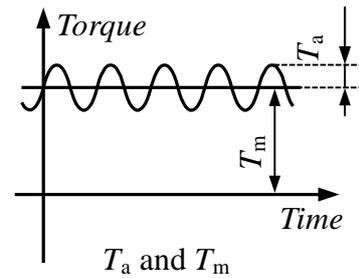


Fig.5.6 Model for rotary bending – static torsion testing machine

5.3.2.2 試験片

作製した試験機には、A7075 アルミニウム合金の棒材から、図 5.8 に示す形状寸法に加工した試験片を用いた。ここで、試験片の平行部の直径 d は、4mm, 2.5mm, 2mm の三種類を使用し、同一のトルクに対してせん断応力を変えられるようにした。また、図の右側に示すように、位置決め用のボス部を設けた。



Fig.5.7 Rotary bending – static torsion testing machine

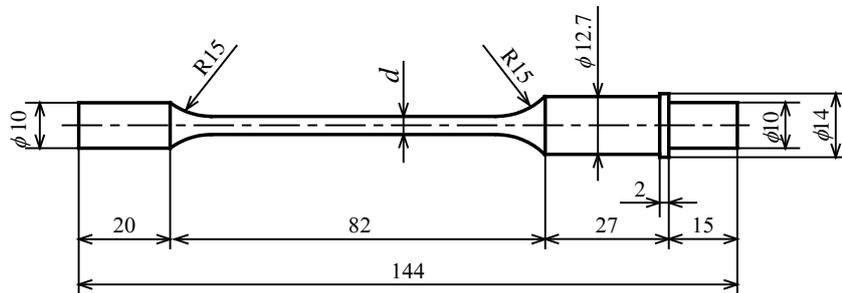


Fig.5.8 Geometry and dimensions of rotary bending specimen

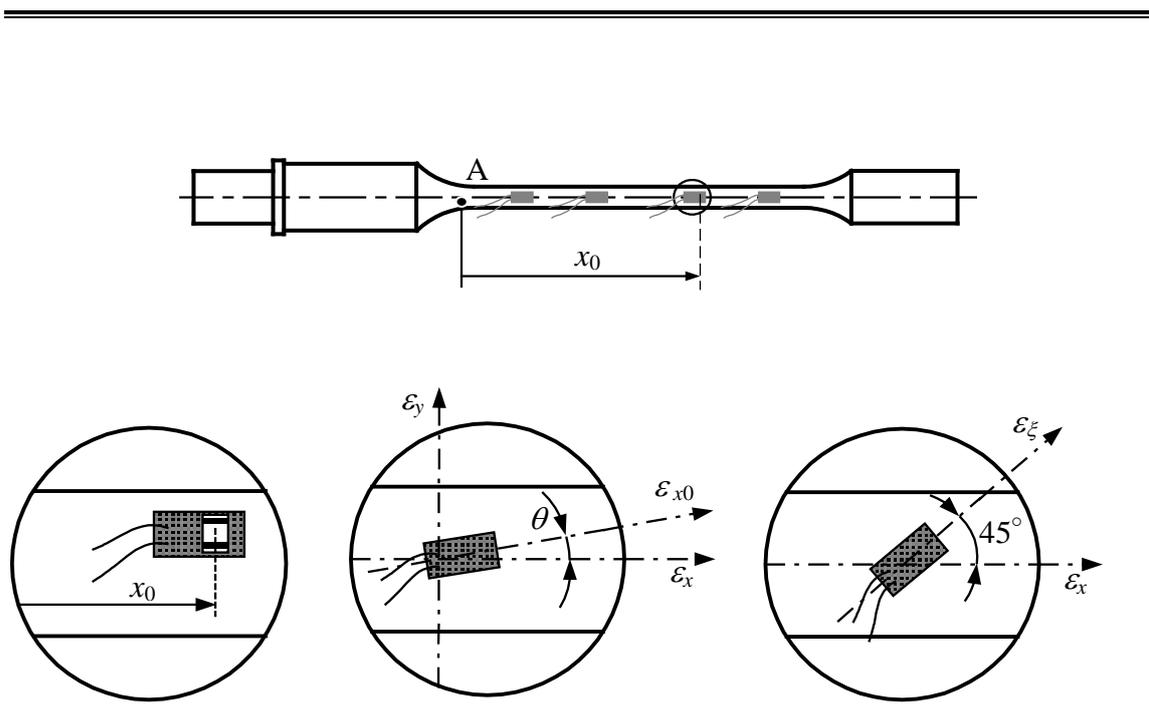
5.3.3 試験機の較正実験

5.3.3.1 曲げ応力の較正実験

作製した試験機の応力発生状況を調査するため、スリップリングを用いて校正実験を行った。曲げ応力の測定には、スリップリングに用いるひずみゲージ（ゲージ長 0.2mm）を試験片の軸方向とひずみゲージの軸方向が一致するように試験片の平行部に接着し、試験機に取り付け、20Hz にて作動中に発生したひずみを測定した。図 5.9 にはひずみゲージの接着状況を示す。軸方向の位置 x_0 は図 5.9 (a) に示すように試験片の平行部の点 A からひずみゲージの測定部の中心までの距離とした。ひずみゲージを接着する際に試験片の軸方向とひずみゲージの軸方向の間に図 5.9 (b) のように角度 θ のずれが発生することによって、ひずみ計測に誤差が発生する。したがって、式(5.3)を用いて補正を行い、測定したひずみ ε_{x0} を用いて、試験片の軸方向のひずみ ε_x を算出した。

$$\varepsilon_x = \frac{1 + \cos 2\theta}{2} \varepsilon_{x0} \quad (5.3)$$

図 5.10 には、スリップリングにより作動中の試験片の軸方向に発生するひずみ振幅を測定し、補正を行った結果の一例を示す。軸方向のひずみ ε_x の最大値と最小値の絶対値の平均値を求めて、各 x_0 における曲げひずみ振幅 ε_a とした。なお、軸方向の位置 x_0 に発生する曲げ応力振幅 σ_{x0} および最大せん断応力振幅 τ_{\max} ($=\sigma_{x0}/2$) は ε_a を用いて計算した。種々の変位 y_0 において得られた試験片に発



(a) Rotary bending test (b) Strain correction (c) Static shearing test

Fig 5.9 Bonding condition of strain gauge

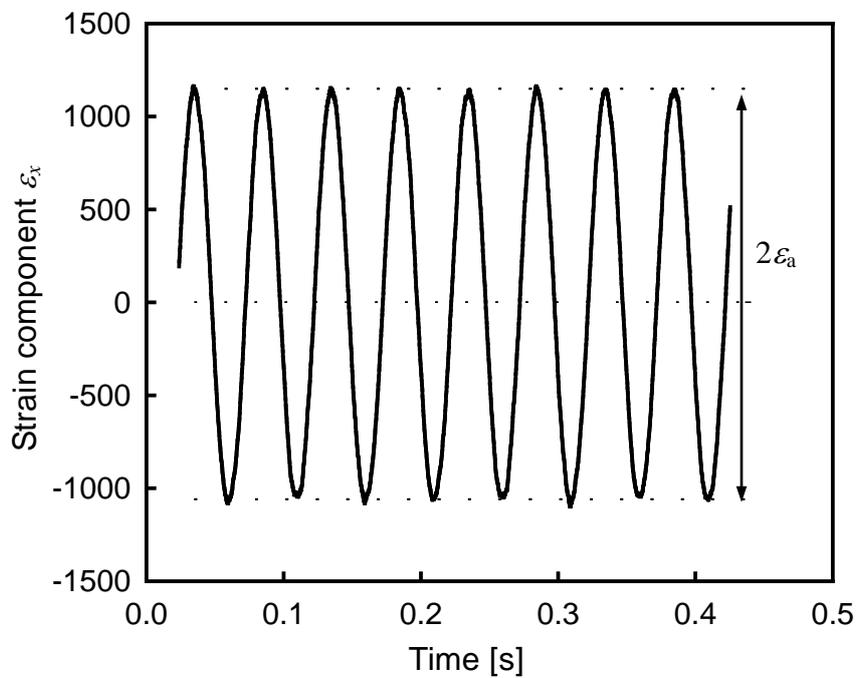


Fig.5.10 Measured waveform of longitudinal strain amplitude

生するせん断応力振幅を図 5.11 に示す. 図から, 種々の y_0 に対し, 軸方向の位置 x_0 に発生する最大せん断応力振幅 τ_{\max} と x_0 との間に比例関係が確認できる. また, y_0 の増加とともに τ_{\max} も大きくなっており, 式 (5.2) と同じ関係が得られている. 実験データを最小二乗法により線形近似することで τ_{\max} - x_0 関係式を求めた. この較正式を用いて, 所定のせん断応力振幅が発生する軸方向の位置を求め, その位置に銅薄膜を接着し回転曲げ実験を行った.

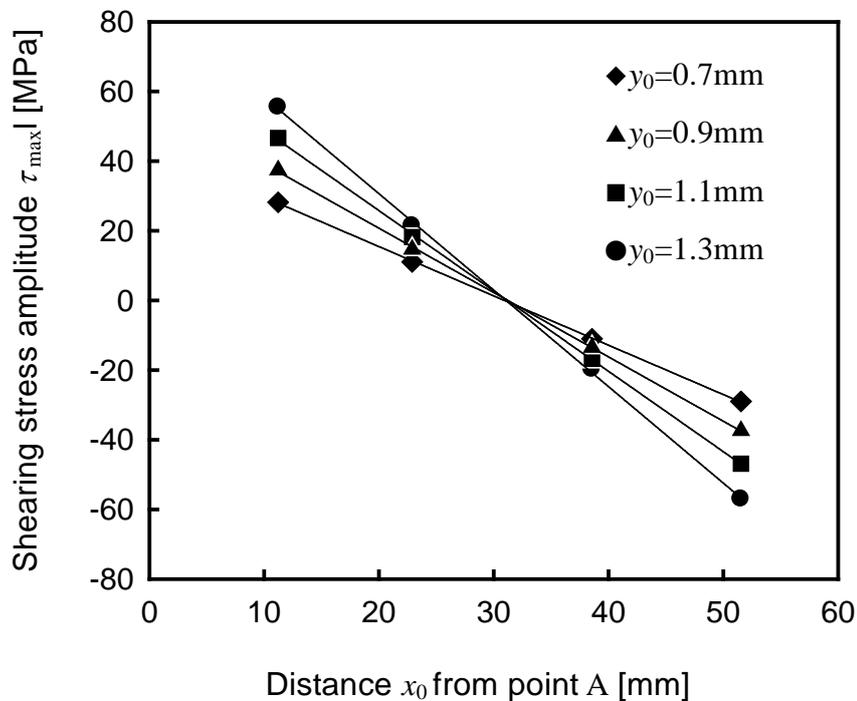


Fig.5.11 Relationship between y_0 and τ_{\max}

5.3.3.2 静的せん断応力の較正実験

トルクコントローラにより発生する静的せん断応力の較正実験を行った. 図 5.9 (c) のようにひずみゲージの軸方向と試験片の軸方向が 45° および 0° となすように, x_0 が等しい試験片の表と裏に接着したひずみゲージを用いて, 作動中のトルクコントローラが発生する静的せん断ひずみを測定した. y 方向の変位量 $y_0 \doteq 0$, トルクコントローラが発生するねじり負荷 T_m を 0.2Nm に設定し, 直径 2mm の試験片を用いて 20Hz にてスリップリングによりひずみ成分を測定

した．その結果を図 5.12 に示す．図 5.9 (c) に示すように， ε_{ξ} は試験片の軸方向と 45° 傾いた方向に接着したひずみゲージにより測定したひずみ成分であり， ε_x は試験片の軸方向に発生したひずみ成分である．また，それぞれの平均を静的ひずみ $\varepsilon_{\xi m}$ ， ε_{xm} とした．軸方向の垂直ひずみ成分 ε_{xm} が 0 に近いことから，静的負荷が純せん断状態に近いと判断し，式 (5.4) を用いて静的せん断応力を計算した．

$$\tau_m = \frac{E\varepsilon_{\xi m}}{1+\nu} \quad (5.4)$$

また，トルクコントローラが与える静的ねじり負荷 0.2Nm を用いて，次式より静的せん断応力 τ_m を計算した．

$$\tau_m = \frac{16T_m}{\pi d^3} \quad (5.5)$$

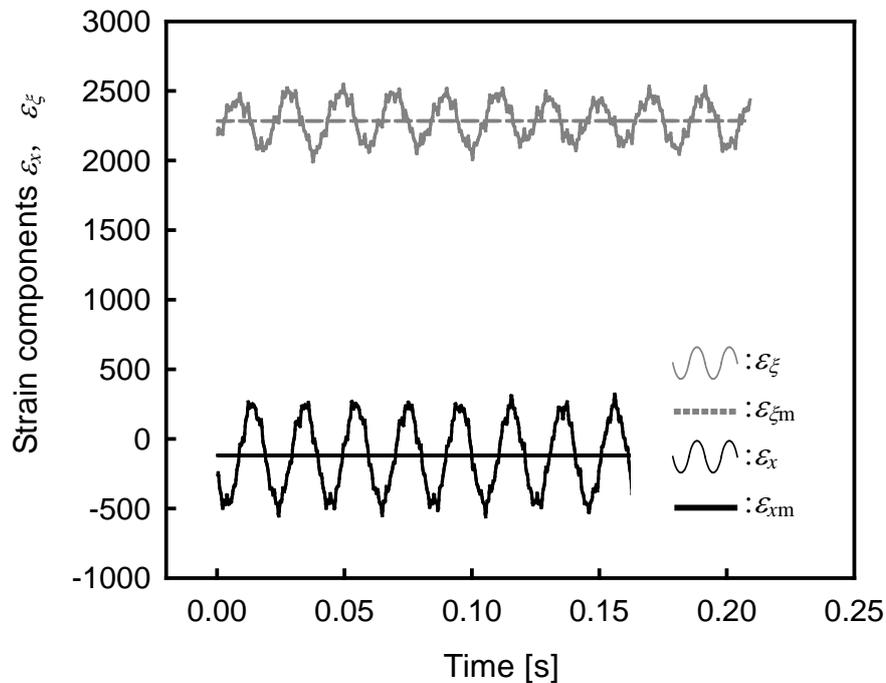


Fig.5.12 Measured wave form of strain components ε_x and ε_{ξ}

両方法による静的せん断応力の計算値は、ひずみゲージによる測定値が、126MPa, 式 (5.5) による測定値が 127.4MPa と近い値が得られた。したがって、本実験では静的ねじり負荷を 0.2Nm とし、直径 d のみが異なる三種類の試験片を用いて回転曲げ - 静的ねじり組合せ試験を行った。各試験片の直径と、その試験片に発生する静的せん断応力を表 5.3 に示す。

Table 5.3 Relationship between d and τ_m

d (mm)	4	2.5	2
τ_m (MPa)	16	65	127

5.4 実験結果および考察

5.4.1 繰返し平面曲げ試験

図 5.13 に、平面曲げ試験により得られた r^* - τ_{\max} - N 関係を示す。従来の研究より、成長粒子発生密度の増加速度の平方根は速度過程に従い^(5.8)、次式で表せる。

$$\sqrt{\frac{\partial r^*}{\partial N}} = A \exp\left(\frac{U(\sigma)}{kT}\right) \quad (5.6)$$

ここで、 k はボルツマン定数、 T は絶対温度、 $U(\sigma)$ は活性化エネルギーである。応力の作用による疲労などの速度過程において、 $U(\sigma)$ は式 (5.7) が成り立つ場合が多い^(5.9)。

$$U(\sigma) = U_0 - a_0 \sigma \quad (5.7)$$

疲労現象の一種である成長粒子の発生は、最大せん断応力振幅 τ_{\max} に依存することから、式 (5.7) の σ の代わりに τ_{\max} を用いて、 $U(\sigma)$ は次式で表される。

$$U(\sigma) = U_0 - a_0 \tau_{\max} \quad (5.8)$$

式 (5.6), (5.8) より, $\tau_{\max} - \partial r^* / \partial N$ の関係と $r^* - \tau_{\max} - N$ の関係は次のようになる.

$$\tau_{\max} = p \log \sqrt{\frac{\partial r^*}{\partial N}} + q \quad (5.9)$$

$$r^* = 10^{2(\tau_{\max} - q)/p} N + D_m \quad (5.10)$$

ここで, p, q, D_m は銅薄膜に固有の定数である.

図 5.13 における各応力での成長粒子発生密度 r^* と繰返し数 N の関係を最小二乗により線形近似することで, 近似直線の勾配により成長粒子面積の増加速度 $\partial r^* / \partial N$ を求め, $\partial r^* / \partial N$ の平方根とせん断応力振幅の関係を片対数紙により図 5.14 に示す. 式 (5.9) の関係から, 両者の関係を最小二乗法により線形近似を行い, p, q を求めた. また, D は, 図 5.13 の $r^* - N$ 近似直線の切片に対応するため, 各応力に対して求めた D の平均値を D_m とし, 得られた定数の値を表 5.4 にまとめて示す.

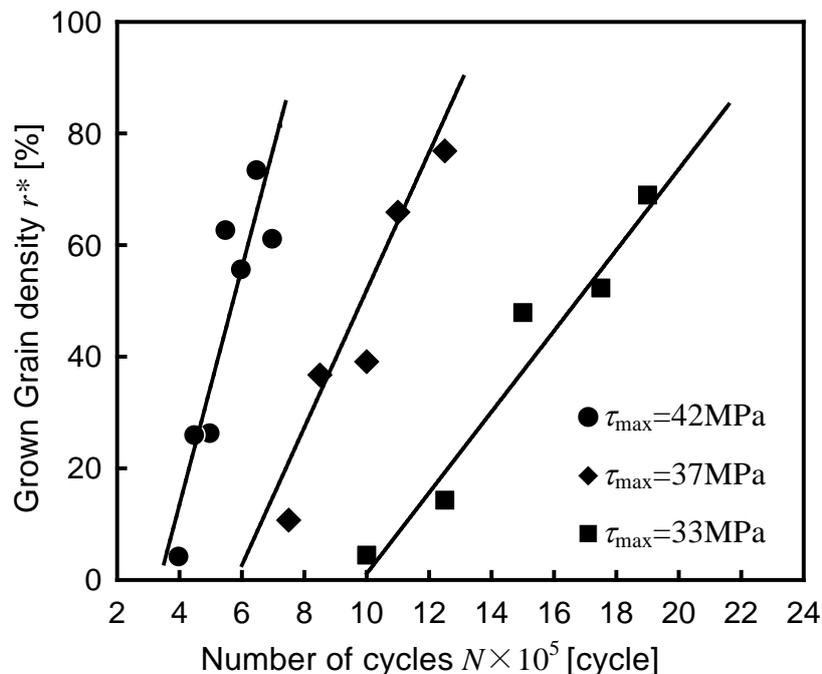


Fig.5.13 Relationship between r^* and N for cyclic bending tests

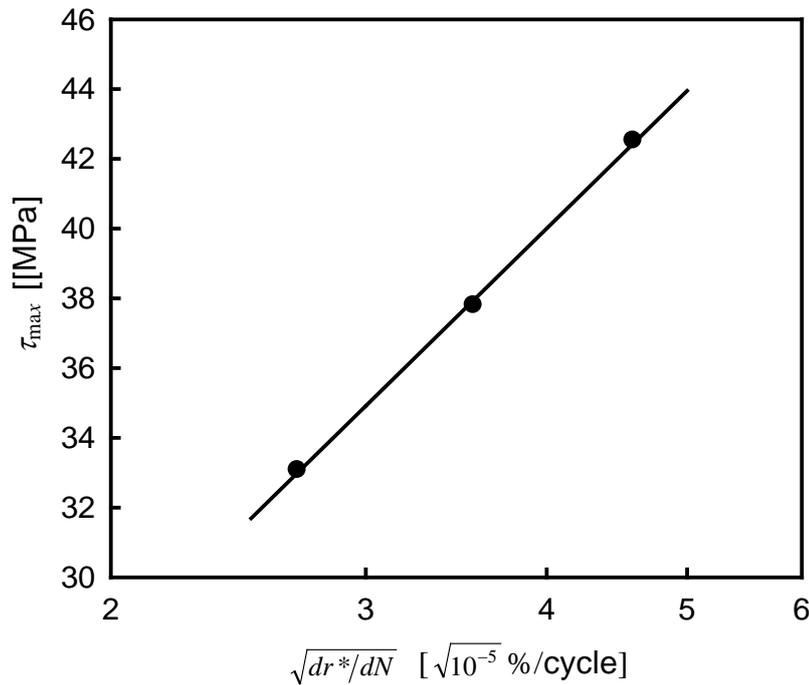


Fig.5.14 Relationship between τ_{max} and $\sqrt{\partial r^* / \partial N}$

Table 5.4 Coefficient p , q and D_m

p	q	D_m
44.02	35.96	-71.33

5.4.2 回転曲げ - 静的ねじり組合せ試験

図 5.15 に作製した試験機 (20Hz) を用いて回転曲げ-静的ねじり組合せ疲労試験によって得られた成長粒子発生の限界応力 τ_p と繰返し数 N の関係を示す. 比較のため, 平面曲げ疲労実験による τ_p - N 関係も示す. 図から, 静的ねじり負荷が成長粒子発生の限界応力に及ぼす影響は認められなかった. また, 図 5.16 には各応力振幅における r^* - τ_{max} - N の関係を示す. 図中の直線は, 平面曲げ疲労試験より得られた定数 p , q , D_m および較正式 (5.10) を用いて, 各応力振幅における成長粒子発生密度 r^* を求めた較正直線であり, 各記号が静的ねじりを加えた実験結果である. この図から, 静的ねじり負荷の大きさに関係なく, 成長粒子発生密度は, 較正式に近い値が得られている. すなわち, 本実験の範

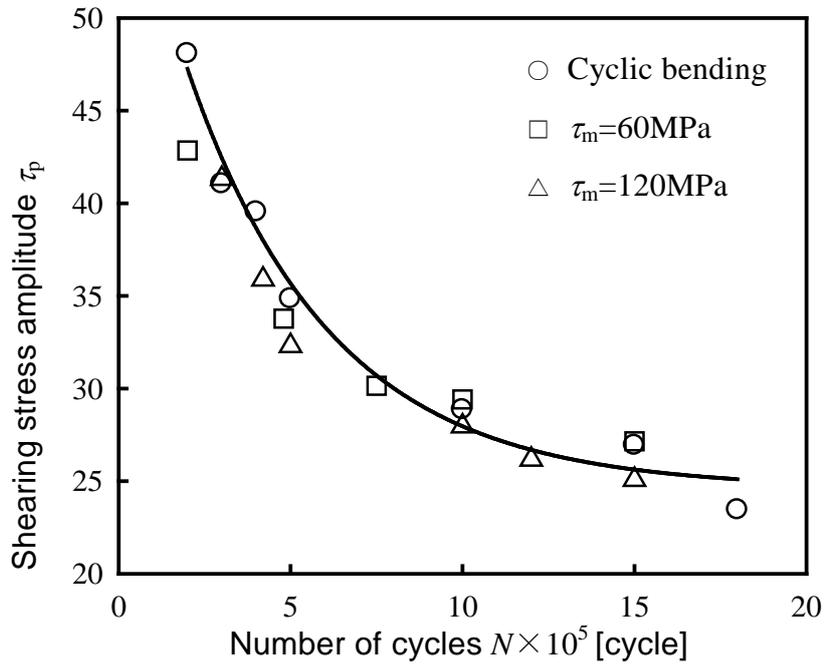


Fig.5.15 Relationship between τ_p and N

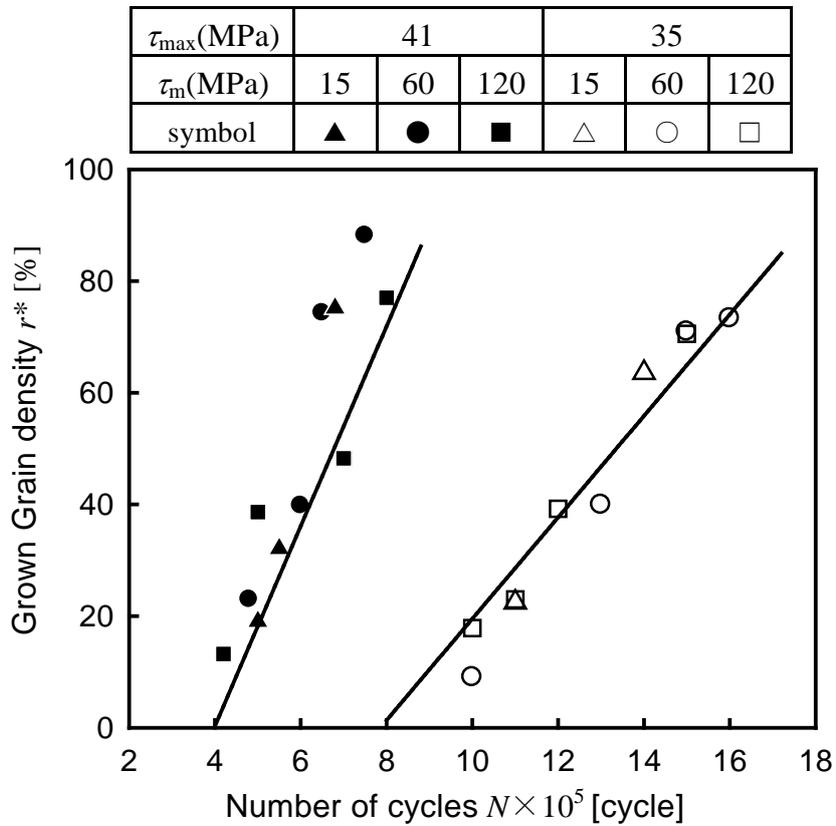


Fig.5.16 Relationship between r^* and N
(Superposing rotary bending on static torsion)

囲内では、静的ねじり負荷の作用による成長粒子の発生と増加への明瞭な影響は確認されなかった。この原因について以下の考察を行った。

図 5.17 に純せん断要素とそのモールの応力円、曲げとせん断の組合せ要素とそのモールの応力円を示す。要素のある面から任意の角度 θ 傾いた面上のせん断応力は、両要素においてそれぞれ次式で表すことができる。

$$\tau_1 = \tau_m \cos 2\theta \quad (5.11)$$

$$\tau_2 = \sqrt{\left(\frac{\sigma_0}{2}\right)^2 + \tau_m^2} \sin 2(\Theta + \theta) \quad (5.12)$$

ただし、

$$\tan 2\Theta = 2\tau_m / \sigma_0 \quad (5.13)$$

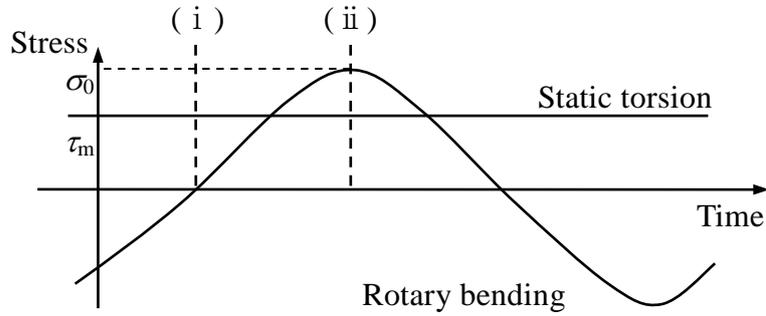
本試験では、両負荷状態が繰返されるため、 θ 傾いた面上のせん断応力振幅は次式で表すことができる。

$$\tau(\theta) = |\tau_2 - \tau_1| \quad (5.14)$$

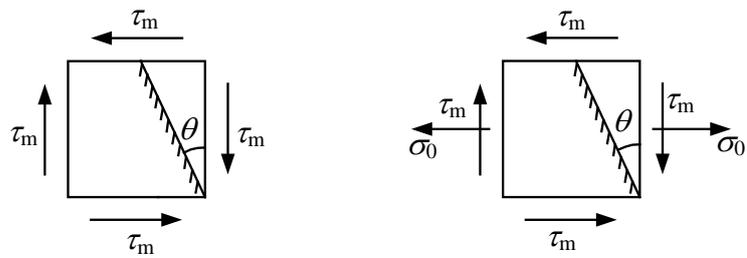
そこで、せん断応力振幅が最大となる面を次式によって求める。

$$\frac{d\tau(\theta)}{d\theta} = 0 \quad (5.15)$$

これより、 $\theta = \pi/4$ 、 $\tau_{\max} = \sigma_0/2$ となり、静的なせん断応力がない場合と同じ面上に同じ大きさの最大せん断応力振幅が作用することになる。したがって、本実験から、ひずみの主軸が変動する場合でも、成長粒子の発生密度が要素に作用する最大応力振幅に支配されることが明らかとなった。

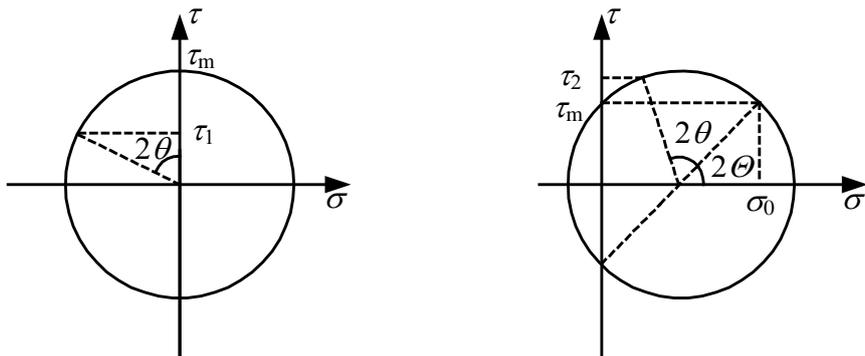


(a) Stress cycle



(i) Pure shear (ii) Bending and shear

(b) Stress state of small element



(i) Pure shear (ii) Bending and shear

(c) Mohr's stress circle

Fig.5.17 Stress state of pure shear and combination of bending and torsion

5.4.3 最大せん断応力面の変動が粒子の成長へ及ぼす影響

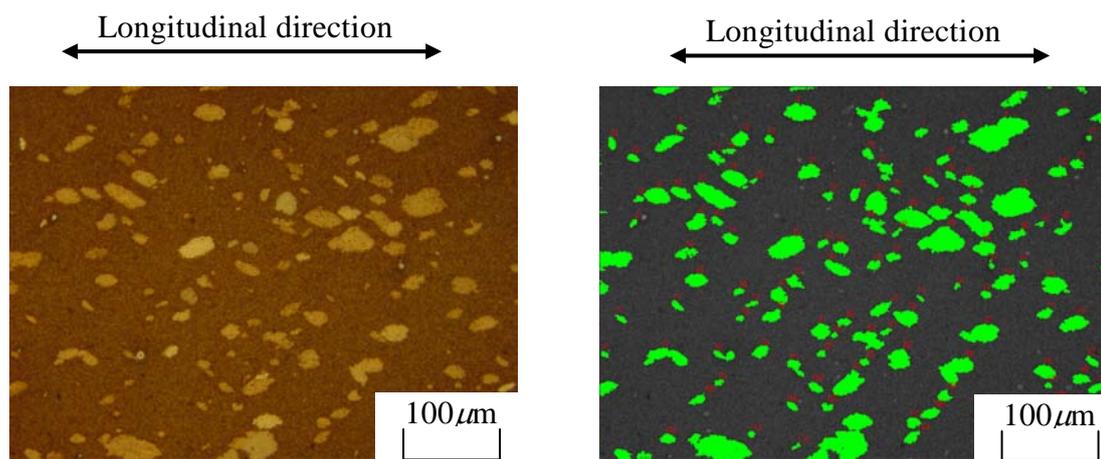
前節の実験結果より、繰返し負荷に異種類の静的負荷が重畳する際、成長粒子発生密度は最大せん断応力振幅のみに支配され、異種類の静的負荷の r^* への影響は認められなかった。このことから、せん断応力が最大となる面が変動しても、すべり面が活性化しなかったと考えられる。最大せん断応力面の変動によりすべり面が活性化する場合、成長粒子がより多くのすべり面上の転位の移動によって成長するため、最大せん断応力面の変動のない荷重と比べ、粒子の形状が異なると考えられる。そこで、成長粒子の形状を調査することで、最大せん断応力面の変動によるすべり面の活性化について検討を行った。

図 5.18 は平面曲げ試験後、電着銅薄膜に電解研磨とエッチングを施し、光学顕微鏡（200 倍）にて取り込んだ電着銅薄膜の成長粒子発生状況である。図中の成長粒子は、細長い楕円に近い形状を有することがわかる。せん断ひずみエネルギーが付与されて発生する再結晶現象の一種である成長粒子は、最大せん断応力の方向が変動しない場合、第 2 章で示したように粒子成長段階において転位などの格子欠陥が移動・消滅しやすい最大せん断応力振幅面に従って成長する。一方、最大せん断応力の方向が変動する場合、最大せん断応力振幅面以外のすべり面が活性化して、成長粒子は多方向に成長するとともに、楕円から円形に近づく特徴を示すと考えられる。したがって、本研究では、薄膜に発生した粒子を楕円に近似したときの短長軸比 k_i に注目した。短長軸比 $k_i (=b_i/a_i)$ は、図 5.19 に示すように一つの粒子を楕円近似したときの楕円の短軸 b_i と長軸 a_i の比とした。画像処理ソフト Win ROOF より、成長粒子発生密度が 5% 前後の粒子間の結合が少ない薄膜について二値化処理し、 k_i の計測を行った。なお、画像の境界と隣接した粒子は計測の対象から除外した。粒子の成長段階は、疲労現象の一種であり、式 (5.16) に示す 2 母数ワイブル分布^(5.10) に従うと考えられる。

$$F(k_i) = 1 - \exp\left\{-\left(\frac{k_i}{\beta}\right)^\alpha\right\} \quad (5.16)$$

ここで、 α 、 β はそれぞれ形状パラメータ、尺度パラメータである。

図 5.20 に平面曲げ疲労試験と回転曲げ-静的ねじり組合せ負荷試験における成長粒子の短長軸比 k_i をワイブル確率紙にプロットした結果を示す. さらに, 表 5.5 は形状パラメータ α と尺度パラメータ β の値を示す. すべての実験結果において, 楕円短長軸比 k_i はワイブル分布に従い, 累積相対度数が 63.2% に対応する分布の代表値 β は, 各実験条件においては近い値が得られた. また, β の静的ねじり負荷の増加に伴う上昇傾向は見られず, 静的ねじり負荷による成長粒子の形状への明確な影響は認められなかった. すなわち, 静的ねじり負荷の重畳によるすべり面の活性化が発生しないことが確認された. したがって, 異種の静的応力は, 粒子成長へほとんど影響を与えないと考えられるので, このような負荷に対しても, 前章までで示した応力測定法は適用できるといえる.



(a) Original image

(b) Binary image

Fig.5.18 Measurement method of configuration of grown grains

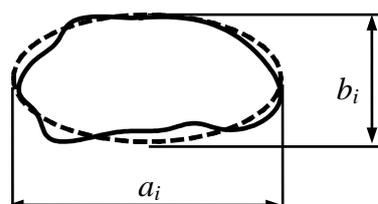


Fig.5.19 Ratio of minor axis and major axis of equivalent ellipsoid (k_i)

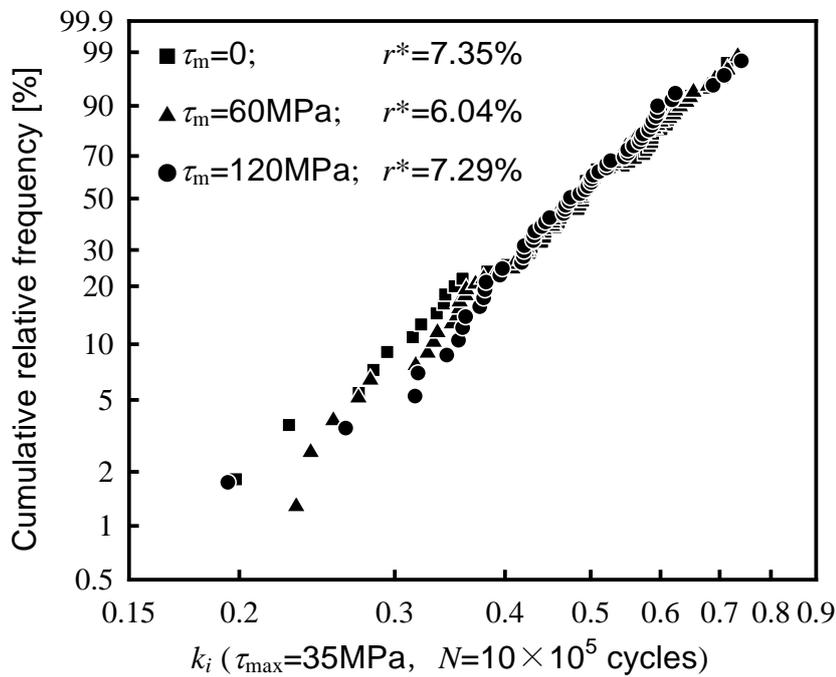


Fig.5.20 Weibull distribution diagram of k_i

Table 5.5 Two parameter of Weibull distribution
($\tau_{\max}=35\text{MPa}$, $N=10 \times 10^5$ cycles)

τ_m (MPa)	0	60	120
Scale parameter β	0.53	0.52	0.53
Shape parameter α	4.11	4.69	4.79

5.5 結 言

本章では、繰返し負荷に異種類の静的負荷が重畳する場合、最大せん断応力の作用方向の変動が成長粒子の発生状況に及ぼす影響を成長粒子の発生の限界応力、成長粒子発生密度および成長粒子の形状に着目して、前章までで提案した応力測定法がこのような負荷に適用できるか検討した。得られた結果を要約すると以下になる。

- (1) 平面曲げ試験と回転曲げ - 静的ねじり組合せ負荷試験において、同じ繰返し数における成長粒子発生の限界応力 τ_p には差異が認められなかった。

したがって、異種類負荷の重畳は成長粒子の核生成段階に影響を及ぼさないことが明らかとなった。

- (2) 両試験の r^* - N - τ_{\max} 関係から、同じ N , τ_{\max} における成長粒子発生密度 r^* にも差異が認められなかった。すなわち、異種類の静的負荷は成長粒子増加速度にも影響を及ぼさないことが確認され、このような負荷の下でも、前章までで述べた測定法は、このような負荷に対しても適用可能となる。
- (3) 繰返し負荷に異種類の静的負荷が重畳する場合においても最大せん断ひずみ振幅が作用する面は繰返し負荷のみ作用する時と同じ面となり、最大せん断ひずみ振幅の大きさも変わらない。したがって、このような負荷条件においても r^* は最大せん断応力振幅に支配されることが確認された。
- (4) 平面曲げ試験および回転曲げ - 静的ねじり組合せ疲労試験において、成長粒子の形状に明確な差異が認められなかった。すなわち、異種類の静的負荷の重畳により、せん断応力が最大となる面が変動してもすべり面の活性化は起らないことが確認された。



第6章 繰返し曲げと静的ねじり負荷が重畳する平

板に発生した表面き裂の進展挙動^(6.1)

6.1 緒言

前章の結果より、繰返し応力に重畳する異種の静的負荷が、電着銅薄膜に発生する成長粒子の粒子発生および成長にほとんど影響しないことが明らかとなった。すなわち、粒子成長は転位の移動により発生することから、繰返し応力に重畳する異種の静的負荷が疲労の初期段階のすべり挙動にあまり影響しないと考えられる。本章では、このように異種の静的負荷が重畳する場合における機械要素の表面疲労き裂進展挙動について調査した。

一般に、機械・構造物の構成要素は、曲げとねじりの組合せ応力下にある場合が多く^(6.2)、表面の微小な欠陥などから発生した疲労き裂が進展して破壊に至る可能性がある。したがって、このような負荷に対して表面き裂の発生・進展挙動を調査することは構成要素の強度評価を行う上で重要となる^(6.3)^(6.4)。また、作用応力には一般に静的成分と動的成分があり、動的曲げ応力に静的曲げ応力(平均応力)が重畳する場合の疲労試験は現在までに多く行われている^(6.5)。一方、動的曲げ応力に静的せん断応力が重畳する場合のように異なる応力成分が動的と静的に生ずるとき、疲労寿命に及ぼす静的応力の影響は軽微であるとする報告もあるが^(6.6)^(6.7)、疲労き裂の発生方向^(6.8)、成長モードき裂への遷移時期や遷移時のき裂長さ^(6.9)に静的応力が影響するとの報告もある。すなわち、異種の静的負荷は疲労き裂進展に何らかの影響を及ぼす可能性が高いことを示唆しているが、このような負荷条件に対し、材料表面から発生した疲労き裂の進展過程に着目した研究はあまり行われていない。

また、動的曲げ応力に静的せん断応力が重畳する場合では、時間とともに二軸応力比 C が変動する^(6.10)。したがって、有限要素法などの数値計算より応力拡大係数 K などの破壊力学パラメータを求めるには、時間とともに境界条件が異なる問題もある。

以上の観点から、本研究では、A7075 アルミニウム合金を対象として、繰返

し曲げ応力に静的なせん断応力が重畳する疲労試験を実施し、静的せん断応力が表面き裂の発生と進展に及ぼす影響を調査した。また、き裂進展速度を破壊力学パラメータである応力拡大係数 K を用いて整理し、静的応力がき裂進展速度に及ぼす影響について検討した。さらに、き裂開口変位 COD を測定し、静的せん断応力が及ぼすき裂進展速度への影響について検討を加えた。

6.2 実験装置および実験方法

6.2.1 試験片および試験機

試験片素材にはアルミニウム合金 (A7075P-T651 JIS H4000) を用いた。この理由は、鋼などと比較してヤング率が小さいため、同じ応力に対するき裂先端近傍の変位量が大きくなり、 COD の精度向上が期待できることと、A7075 材は静的強度も大きいため、き裂先端に生ずる塑性域寸法も小さくでき、小規模降伏条件を満足できることによる。表 6.1 に機械的性質を示す。本素材は、方向性を有するので、圧延方向とこれと直交する方向ではき裂進展速度に差が生ずる可能性がある。しかしながら、本実験のような組合せ応力下ではき裂の進展方向が予測困難なため、圧延方向が試験片の長手方向と一致するようにして作製した図 6.1 に示す形状・寸法の試験片を用いて、後述する試験ジグにより予備実験を実施し、き裂の進展方向を計測した。この結果に基づいて、き裂の進展が圧延方向と直交するように試験片を改めて図 6.1 のように切り出し、き裂進展曲線を調査した。なお、試験片表面は耐水研磨紙で研磨した後、試験片中央部にマイクロボール盤を用いて直径 0.3mm、深さ 0.3mm の切欠きを作製した。最後に、ダイヤモンドペーストにより表面に鏡面仕上げを施した。

図 6.2 には、本試験で用いた試験ジグを示す。図に示すように試験片取付け部を γ だけ傾斜させた一組のジグを用い、試験片をネジで固定するとき強制

Table 6.1 Mechanical properties of A7075P-T651

Proof stress $\sigma_{0.2}$ [MPa]	Tensile strength σ_{TS} [MPa]	Elongation [%]
539	596	11.6

6.2.2 実験方法

試験片を図 6.2 に示す試験ジグに取付け、曲げ応力 $\sigma_a=162\text{MPa}$ 、応力比 R ($=\sigma_{\min}/\sigma_{\max}$) = -1 の条件で、疲労試験を実施した。き裂長さの測定にはレプリカ法を採用し、光学顕微鏡で 200 倍に拡大して行った。図 6.3 には、発生したき裂の一例を示す。切欠きを含む全長を $2a$ とした。またき裂深さ b は、試験片を強制的に破断させた後、光学顕微鏡にて観察した。COD の計測は、以下の手順により求めた^(6.11)。まず、図 6.4 に示すように微小硬度計を用いてき裂先端近傍にき裂を挟んでビッカース圧痕を作製した。次いで、レーザ顕微鏡のステージ上で疲労試験時と同じ応力状態を再現した。最後に、図 6.5 のように得られた画像の圧痕間距離を 5 箇所計測し、無負荷状態の同一測定箇所との差を求めてその平均を COD とした。

6.3 実験結果および考察

6.3.1 き裂進展方向

図 6.3 に示すように、切欠きから発生した疲労き裂は、 σ_a の作用方向と直交する方向から傾斜して成長し、巨視的にほぼ直線状に進展するのが確認できた。ここで、図に示すように σ_a と直交する方向とき裂進展方向とのなす角度を θ_c とすると、各静的せん断応力 τ_m に対して表 6.3 に示す値となった。なお、表中の値は各条件に対して 6 回の試験を実施し、円孔から左右にそれぞれ角度を計測した値である。 τ_m の増加とともに θ_c も大きくなる。き裂が巨視的にほぼ直線状に進展するのは、モード I 成分が支配的であることを示す結果であると考えられる。すなわち、最大主応力基準を採用すると、き裂の進展角度 θ_σ (図 6.3 参照) は次式を満足する^(6.12)。

$$\sin \theta_\sigma K_I + (3 \cos \theta_\sigma - 1) K_{II} = 0 \quad (6.1)$$

本研究では、き裂は巨視的にほぼ直線状に進展するので、 $\theta_\sigma=0$ であり、これは K_{II} 成分がほぼゼロであり、 K_I 成分のみが支配的であることを示唆した結果であるといえる。

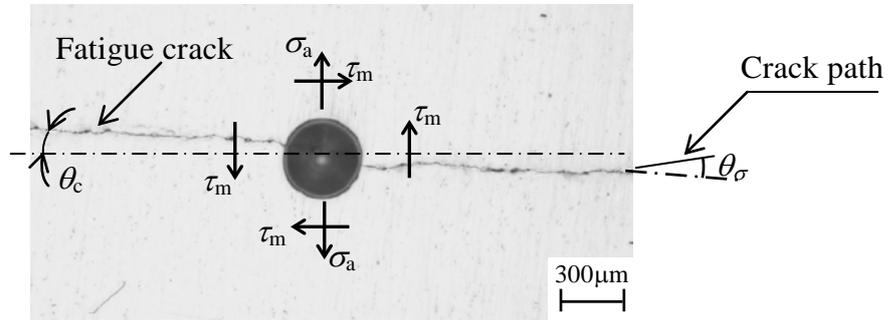


Fig. 6.3 Appearance of crack propagation ($\gamma=1.5^\circ$)

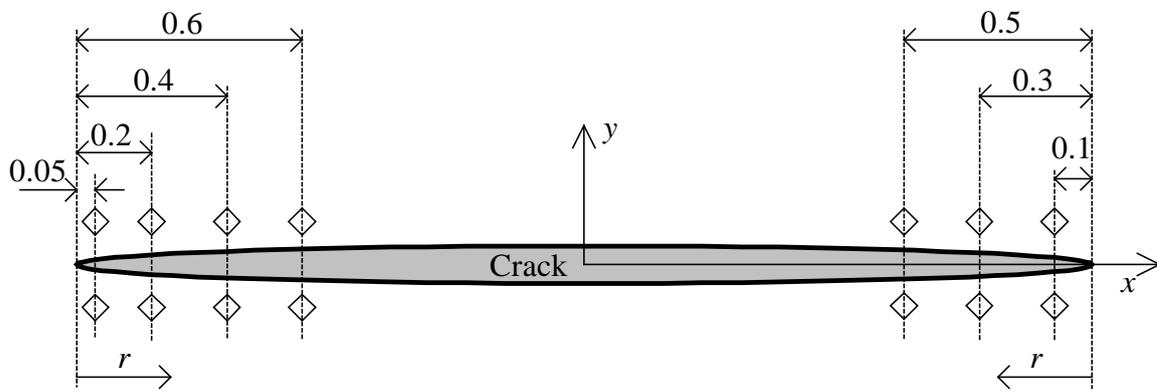
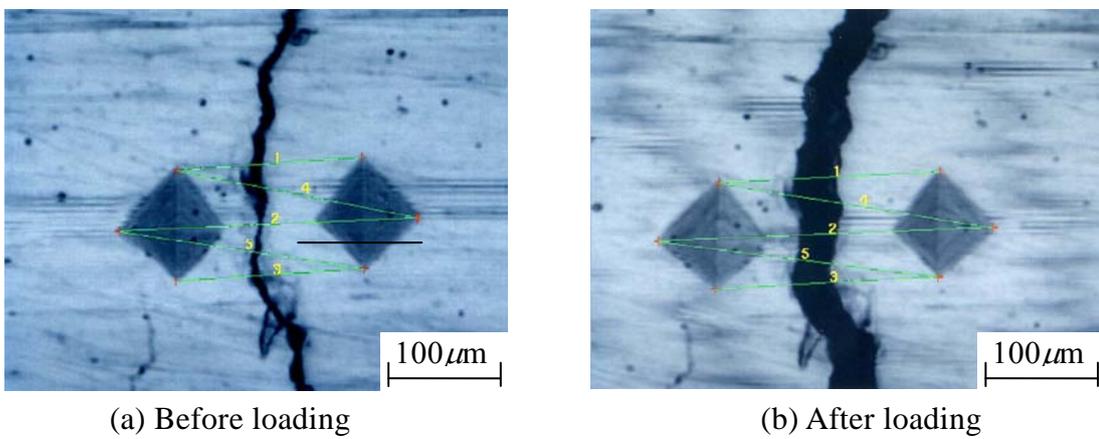


Fig.6.4 Illustration of *COD* measurement site



(a) Before loading

(b) After loading

Fig.6.5 An example of *COD* measurement

ここで、き裂の発生方向について検討するために、モード I き裂の進展下境界条件が支配的であると仮定し、多軸と単軸の疲労強度を結びつける遠藤らの提案したクライテリオンを採用する^(6.8)。図 6.6 のように試験片の長手方向を y 軸にとり、切欠きから発生したき裂の法線方向と接線方向をそれぞれ ξ , η とする。

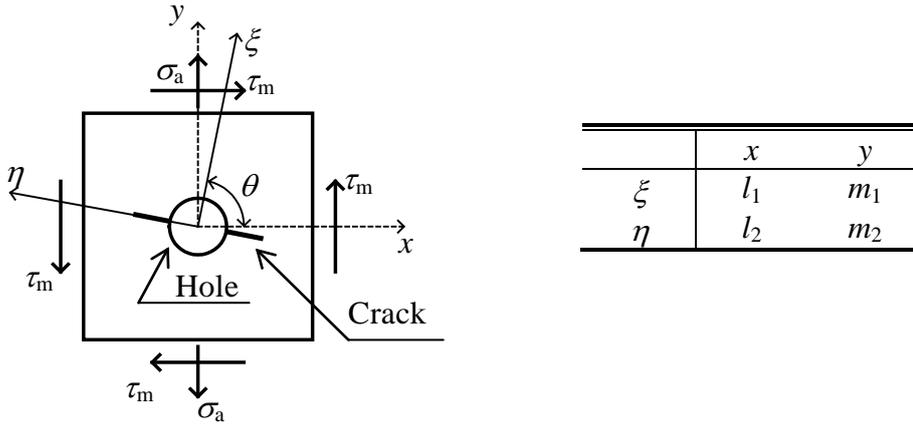


Fig6.6 Definition of ξ - η coordinate and direction cosines

垂直応力 σ_y とせん断応力 τ_{xy} の時間的变化は、次式で表される。

$$\sigma_y = \sigma_a \sin \omega t, \quad \tau_{xy} = \tau_m \quad (6.2)$$

したがって、座標変換により、等価応力 Σ ($=\sigma_\xi + k\sigma_\eta$; $k \cong -0.18$) の時間的变化は次式で表される。

$$\Sigma = \Sigma_a \sin \omega t + \Sigma_m \quad (6.3)$$

$$\begin{cases} \Sigma_a = A\sigma_a, & \Sigma_m = B\tau_m \\ A = m_1^2 + km_2^2, & B = 2(l_1m_1 + kl_2m_2) \end{cases}$$

ここで、 l_1 , l_2 , m_1 , m_2 は図 6.6 に定義される方向余弦であり、次式で表される。

$$l_1 = m_2 = \cos \theta, \quad -l_2 = m_1 = \sin \theta \quad (6.4)$$

単軸応力下と二軸応力下において、両者をつなぐクライテリオンは、次式となる。

$$\Sigma_a = \sigma_w \quad \text{かつ} \quad \Sigma_m = \sigma_m \quad (6.5)$$

ここで、 σ_w と σ_m は単軸荷重における疲労限度と平均応力である。

まず、 σ_w と σ_m の関係を考える。 \sqrt{area} パラメータを用い、平均応力の影響を考慮した疲労強度予測式は次式で表される^(6.13)。

$$\sigma_w = \frac{1.43(HV + 120)}{(\sqrt{area})^{1/6}} \cdot \left[\frac{(1-R)}{2} \right]^\rho \quad (6.6)$$

ここで、 HV はビッカース硬さ、 \sqrt{area} は最大曲げ方向に垂直な面上への欠陥の投影面積の平方根(μm)、 R は応力比 ($(\sigma_m - \sigma_w) / (\sigma_m + \sigma_w)$)、 $\rho = 0.266 + HV \times 10^{-4}$ である。なお、本実験では、 $HV=202$ 、 $\sqrt{area}=277\mu\text{m}$ となる。図 6.7 には、縦軸に σ_w 、横軸に σ_m をとり、式 (6.6) による曲線を実線で示す。また、式 (6.6) は $\pm 15\%$ の誤差範囲で疲労限度の予測を行うため^(6.13)、この誤差を破線で示した。この破線で囲まれる範囲が疲労限度の予測範囲であり、曲線の上側で疲労破壊が起こることになる。次に、多軸下での疲労強度を求めるために、式 (6.4) の θ を $-\pi/2$ から $\pi/2$ まで変化させたときの式 (6.3) の Σ_a と Σ_m の値を求めると図 6.7 中の一点鎖線で示した楕円となる。したがって、図の一点鎖線で示した楕円に実線で示した曲線が接するような角度 θ を求めることができる。このようにして求めたき裂進展方向 ($=\pi/2 - \theta$) を表 6.3 に併記した。表 6.3 の値を比較すると、予測値は実際のき裂の進展方向 θ_c よりもやや大きい値となるが、かなり近い予測結果であるといえる。したがって、動的曲げ応力に静的せん断応力が重畳する場合に対して、このクライテリオンは妥当なき裂進展方向を予測できるといえる。

6.3.2 き裂進展速度

図 6.8 にき裂長さの半長 a とき裂深さ b との関係を示す。なお、図には A2017

アルミニウム合金などの表面き裂に対して得られた近似曲線^(6.14)とそのばらつきの幅を破線で示した。図から、今回の実験値は以前のデータの範囲内でばらついており、 τ_m の影響はあまり認められない。したがって、図中の近似曲線を用いれば、任意の a に対する b を求めることができる。

Table 6.3 Crack propagation angle θ_c and θ

τ_m [MPa]	0	52	118	162
θ_c [°]	0	3.8±1.0	5.9±0.7	8.5±2.8
$\pi/2-\theta$ [°]	0	5	9	11

き裂進展速度に最も差が認められると予想される $\tau_m=0$, $\tau_m=162\text{MPa}$ に対して、 $\sigma_a=162\text{MPa}$ としてき裂進展曲線を求めた結果、明らかに $\tau_m=162\text{MPa}$ が存在する場合のき裂進展速度が大きくなった。すなわち、静的せん断応力はき裂の進展に有害に寄与することになる。この結果から、 $da/dN - K$ 関係を求めてみた。まず、 τ_m が作用する場合、 σ_a の開口成分（モード I 成分）が支配的であり、モード II 成分は軽微であるとして無視し、次式により応力拡大係数幅 ΔK_I を求めた。

$$\begin{cases} \Delta K_I = F_I \Delta \sigma_I \sqrt{\pi a} \\ \Delta \sigma_I = \frac{\sigma_a}{2} (1 + \cos 2\theta_c) \end{cases} \quad (6.7)$$

補正係数 F_I は、図 6.8 に示したき裂断面のアスペクト比 b/a に基づき、Newman & Raju の計算式^(6.15)により決定した。次に、 τ_m が重畳した場合、 τ_m のき裂に垂直な開口応力成分が静的に作用すると考えられるので、次式により最大応力拡大係数 $K_{I \max}$ を求めた。

$$\begin{cases} K_{I \max} = F_I \sigma_{I \max} \sqrt{\pi a} \\ \sigma_{I \max} = \tau_m \sin 2\theta_c + \frac{\sigma_a}{2} (1 + \cos 2\theta_c) \end{cases} \quad (6.8)$$

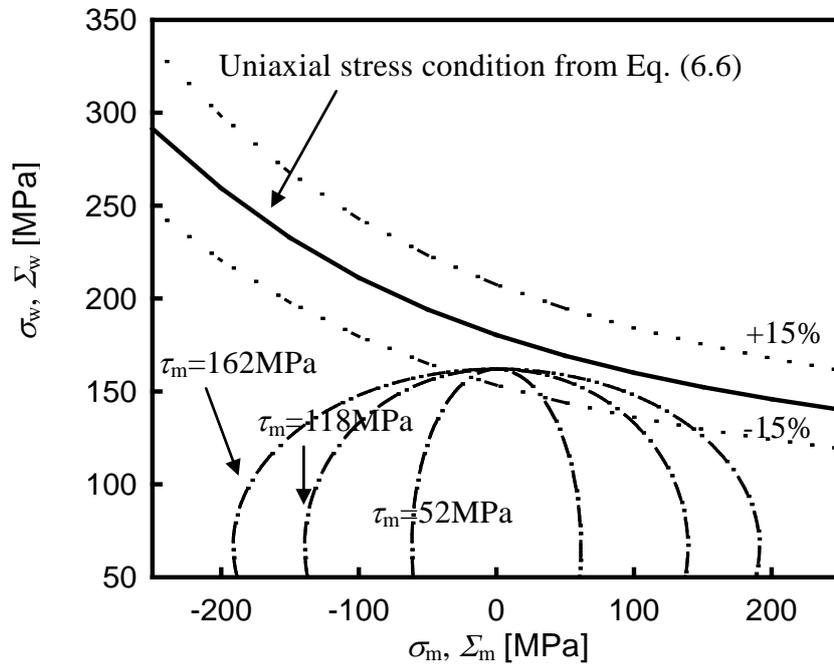


Fig.6.7 Estimation of crack propagation direction

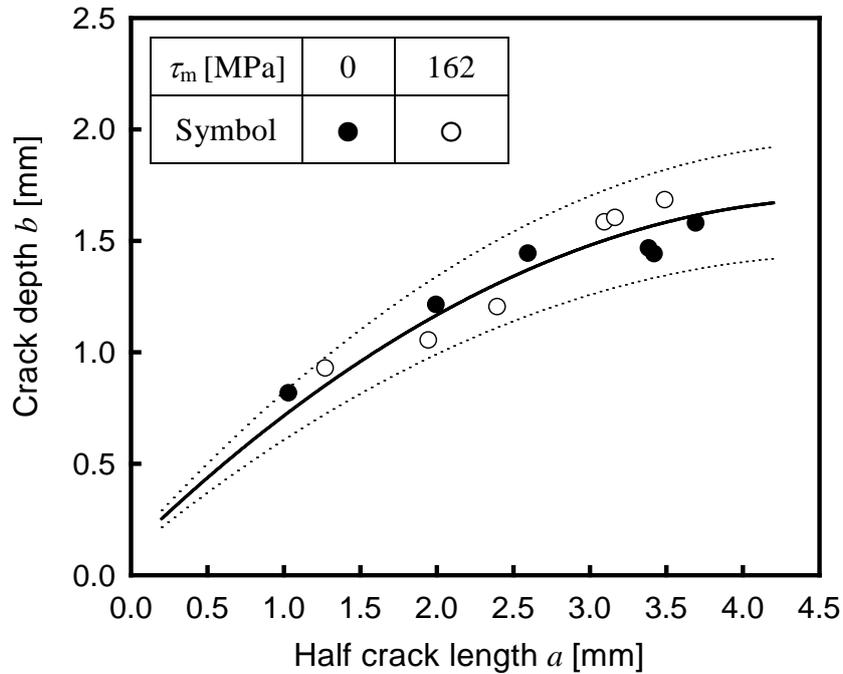


Fig.6.8 Shape of crack section

$\tau_m=0$ の場合, $\Delta K_I=K_{I\max}$ である. 式 (6.7), (6.8) から求めた ΔK_I と $K_{I\max}$ を用いてき裂進展速度 da/dN を整理すると, 図 6.9 となる. 図から, ΔK_I よりも $K_{I\max}$ の用いたほうが τ_m の影響は軽減するが, $da/dN - K$ 関係には静的応力依存性が認められ, 統一的に da/dN を整理できないことがわかる. 次に, 前項で求めた Σ_a と Σ_m を用いて応力拡大係数を求めてみた. すなわち, き裂進展方向が 11° のとき, 図 6.7 から, $\Sigma_a=155.0\text{MPa}$, $\Sigma_m=71.6\text{MPa}$ となるので, 最大応力拡大係数 $K_{I\Sigma\max}$ は次式で表されると考えられる.

$$K_{I\Sigma\max} = F_I \sigma_{I\Sigma\max} \sqrt{\pi a} \quad (6.9)$$

$$\begin{cases} \sigma_{I\Sigma\max} = \sigma_a & (\tau_m=0) \\ \sigma_{I\Sigma\max} = \Sigma_m + \Sigma_a & (\tau_m=162\text{MPa}) \end{cases}$$

この $K_{I\Sigma\max}$ を用いてき裂進展速度を整理すると, 図 6.10 となる. 図 6.9 と比較して静的応力依存性はかなり軽減されることがわかる. これは, き裂に平行な応力 (σ_η) がき裂進展速度に関与することを示唆した結果である.

6.3.3 き裂開口変位

図 6.11 に $\tau_m=0, 162\text{MPa}$ の各場合に対するき裂に垂直方向の開口変位 (COD) を示す. すなわち, (a) $\tau_m=0$ の場合の無負荷時と $\sigma_a=162\text{MPa}$ を作用させたときのき裂開口量 ($\tau_m=0, \sigma_a=162\text{MPa}$), (b) $\tau_m=162\text{MPa}$ の場合の無負荷時と傾斜ジグ取付け時のき裂開口量 ($\tau_m=162\text{MPa}, \sigma_a=0$) と無負荷時と傾斜ジグに取付け, $\sigma_a=162\text{MPa}$ 作用させたときのき裂開口量 ($\tau_m=162\text{MPa}, \sigma_a=162\text{MPa}$) を示す. なお, r はき裂先端からの距離である. $\sigma_a=162\text{MPa}$ が作用する場合, COD と $\sqrt{r/a}$ の間には線形関係が認められ, a の増加とともに同じ $\sqrt{r/a}$ に対する COD は大きくなる. ここで, 平面応力に対して, COD は次式で表される^(6.14).

$$COD = \frac{8K_I}{E} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} = \frac{8F_I \sigma a}{E} \sqrt{\frac{r}{2a}} \quad (6.10)$$

ここで, E はヤング率である. 本実験のような表面き裂に対しても, 式 (6.10)

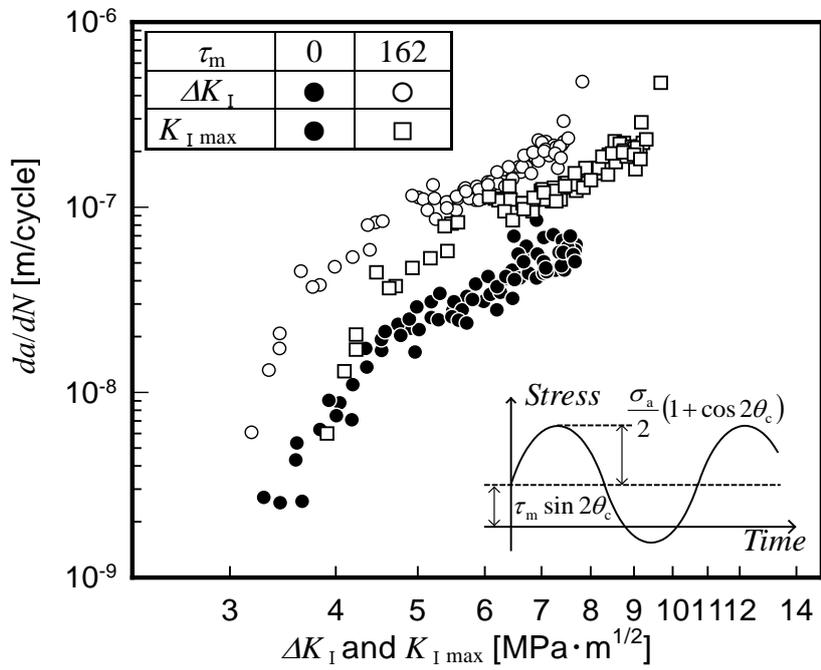


Fig.6.9 Relationship among da/dN , ΔK_I and $K_{I \max}$

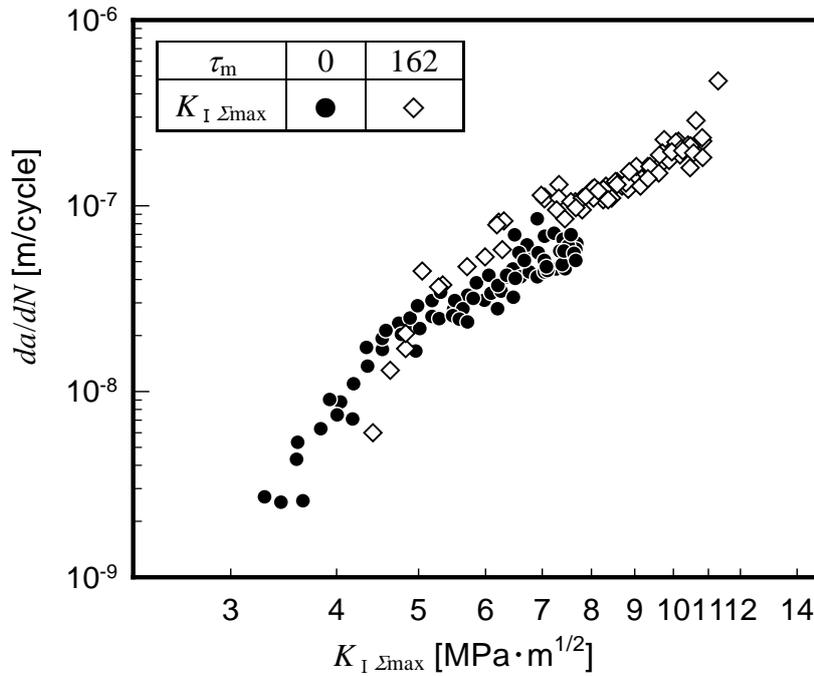


Fig.6.10 Relationship between da/dN , $K_{I \Delta \max}$

に類似した関係が成立するため、上述の結果が得られたと考えられる。そこで、図 6.11 の関係を線形近似し、 $r=50\mu\text{m}$ における値を COD_{50} とし、 $K_{I\Sigma\text{max}}$ と COD_{50} の関係を式 (6.10) に類似した次式で近似してみた。

$$COD_{50} = \alpha^* \frac{K_{I\Sigma\text{max}} \sqrt{r}}{E} \quad (6.11)$$

ここで、 α^* は比例定数である。 $E=72\text{GPa}$ として、 COD_{50} から α^* を求めれば、すべての条件でおおよそ同じ値となり、 $\alpha^*=2.6 \pm 0.4$ となった。この値は、式 (6.10) の値 ($=8/\sqrt{2\pi} \cong 3.19$) よりも小さい。これは、き裂先端での圧縮残留応力によるためであると考えられる^(6.16)。また、(a) と (b) の $\sigma_a=162\text{MPa}$ が作用する場合を比較すると、 τ_m が作用している場合のほうが同じ a に対する COD も増加するのが認められる。さらに、(b) の $\tau_m=162\text{MPa}$ のみが作用する場合でも、き裂の先端から離れた箇所では若干き裂が開口するのが確認できる。これらの結果は、 τ_m のき裂に垂直な開口応力成分によるためであるといえる。ここで、疲労き裂では、その先端に圧縮残留応力が存在するため、き裂先端開口応力 σ_{top} 以下ではき裂先端は閉口することが知られている^(6.17)。そこで、 σ_{top} を外挿法^(6.11)により求めた。すなわち、まず、種々の応力 σ に対する COD を計測し、 σ - COD 関係を各 COD 測定箇所に対して求める。この関係を線形近似し、 $COD=0$ へ外挿した σ をき裂開口応力 σ_{op} とし、各 COD 測定箇所に対して求める。次に得られた σ_{op} と各 COD 測定箇所における r との関係を線形近似し、 $r=0$ へ外挿した σ_{op} を σ_{top} として求めることができる。得られた σ_{top} を表 6.4 に示す。表より、 τ_m の開口応力成分 ($\tau_m \sin 2\theta_c \cong 47\text{MPa}$) と σ_{top} の値は近い値であるので、(b) の $\tau_m=162\text{MPa}$ のみが作用する場合、き裂の先端はまだ閉口したままであると考えられる。しかしながら、き裂先端から離れるにつれてき裂開口応力は先端の値よりも低下するので、 $\sqrt{r/a}$ の増加と共にき裂が開口する結果が得られたと考えられる。さらに、(b) $\tau_m=162\text{MPa}$ の場合、 $\tau_m \sin 2\theta_c \cong \sigma_{\text{top}}$ とみなせるので、図 6.9 に示した応力波形より、き裂を開口させる応力範囲 σ_{eff} は、 $\sigma_a(1+\cos 2\theta_c)/2=0.98\sigma_a \cong \sigma_a$ と考えることができる。一方、(a) $\tau_m=0$ の場合、 $\sigma_{\text{eff}} = \sigma_a - \sigma_{\text{top}}$ で表され、一般に $\sigma_{\text{top}} > 0$ なので、 $\tau_m=162\text{MPa}$ の場合のほうの σ_{eff} が大

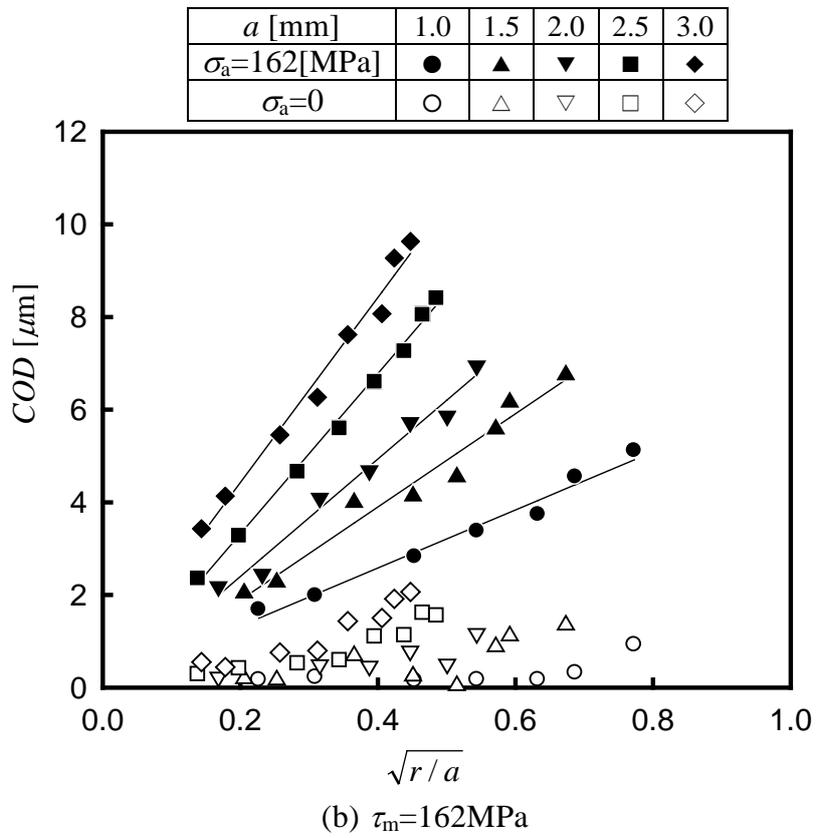
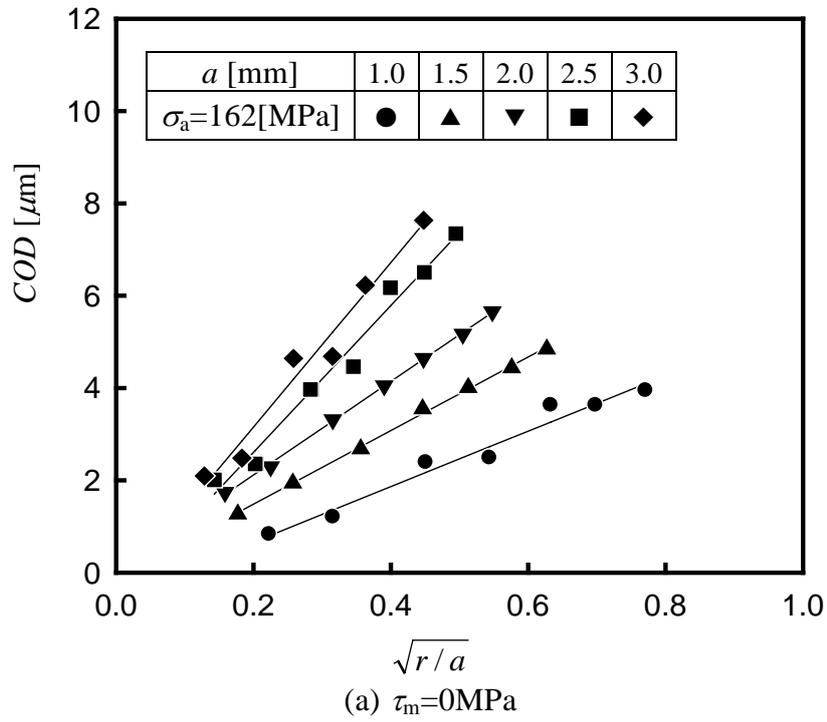


Fig.6.11 Relationship between COD and $\sqrt{r/a}$

きくなる。したがって、 COD の増加がき裂進展速度の増加を引き起こした原因であると考えられる。そこで、き裂先端近傍の開口量 COD_{50} を用いて、 da/dN を整理すれば、図 6.12 となる。図より、き裂先端近傍の開口量を利用すれば、 da/dN は τ_m の有無によらず、ほぼ一つの直線で表されることがわかる。したがって、 $K_{I\Sigma\max}$ や COD_{50} は τ_m の作用下でもき裂進展速度を統一的に整理できる有効な破壊力学パラメータであるといえる。

Table 6.4 Crack tip opening σ_{top}

a [mm]	1.0	1.5	2.0
σ_{top} [MPa]	52.6	48.7	33.6

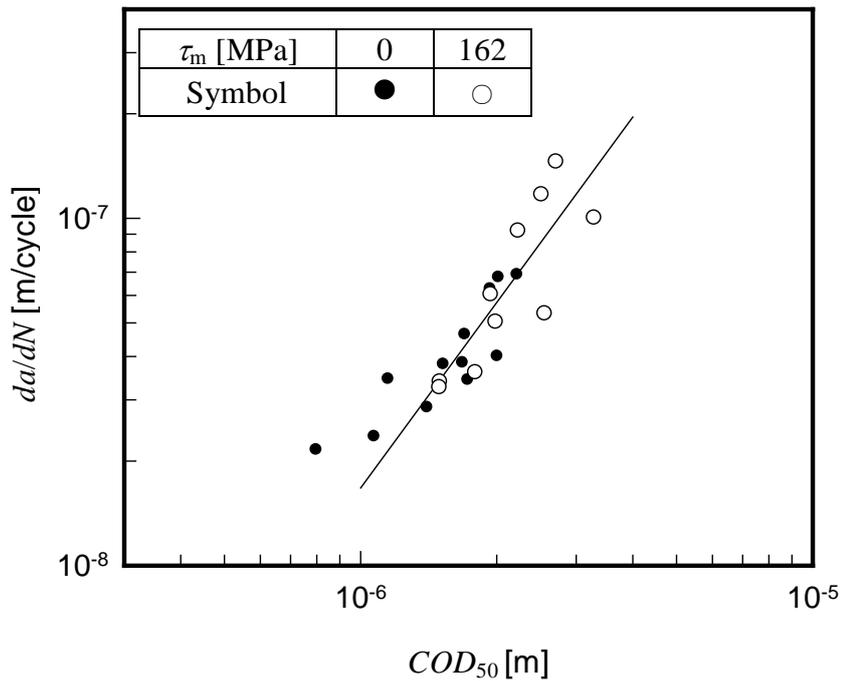


Fig.6.12 Relationship between da/dN and COD_{50}

6.4 結 言

A7075 アルミニウム合金を対象とし、繰返し曲げ応力に静的せん断応力が重畳する疲労試験を実施した。表面に作製した切欠きから発生する疲労き裂の発

生・進展角度と進展速度を調査し、破壊力学パラメータを用いてこのような負荷におけるき裂進展速度の評価方法を提案した。得られた結果を要約すれば、以下のようなになる。

- (1) 切欠きから発生した疲労き裂は、繰返し曲げ応力 σ_a の作用方向と直交する方向から傾斜して成長し、巨視的にはほぼ直線状に進展する。この傾斜角は静的せん断応力 τ_m の増加とともに大きくなる。
- (2) 等価応力 Σ を用いたクライテリオンを採用すれば、ほぼ妥当なき裂進展方向を予測できる。
- (3) き裂長さの半長 a とき裂深さ b との関係には、 τ_m の影響はほとんど認められないが、き裂進展速度は τ_m の存在により大きくなる。
- (4) き裂の進展に支配的な応力成分がモード I 成分であるとして求めた ΔK_I と $K_{I \max}$ よりも、 Σ_a と Σ_m を用いた最大応力拡大係数 $K_{I \Sigma \max}$ のほうが、き裂進展速度 da/dN を統一的に整理できる。
- (5) τ_m の存在は、 COD の増加を引き起こす。これは τ_m のき裂に垂直な開口応力成分によると考えられる。
- (6) き裂先端から $50\mu\text{m}$ における開口量 COD_{50} を用いて、き裂進展速度を整理すれば、 da/dN は τ_m の有無によらず、ほぼ一つの直線で表される。



第7章 結 論

実験応力解析法の一つである銅めっき応力測定法は、銅めっきを施した機械要素、あるいは電着銅薄膜を接着した機械要素が繰返し負荷を受けると、電着銅薄膜に発生する成長粒子面積の増加速度 dr^*/dN が最大せん断応力振幅 τ_{\max} に支配される点を利用し、応力測定を行なう。本測定法は、粒子の粒径が $10\mu\text{m}$ ~ $100\mu\text{m}$ であるため、局所的な領域に対する適用性に優れている。一方、本測定法は以下のような問題点もある。①二軸応力比 $C (= \sigma_2 / \sigma_1)$ が正と負の両応力状態において、主応力振幅 σ_1, σ_2 を求める基礎式が異なるため、材料の疲労挙動を評価する上で重要な σ_1, σ_2 を測定するには、従来の方法では、 C の符号が判定できない。② $C < 0$ となる場合、主応力 σ_1, σ_2 を検出するためには、 τ_{\max} に加えて C を測定する必要がある。このため、従来の方法では、銅薄膜に円孔を作製する必要があるが、測定の簡便さや分解能の観点から十分とはいえない。

本論文では、上述のような従来銅めっき応力測定法の問題点を解決することで、機械要素表面に作用する主応力 σ_1, σ_2 の検出を可能にし、また局所領域の応力測定に適している特長を一段と発展させた。さらに、動力伝動シャフトなどによく作用する繰返し曲げ - 静的ねじり組合せ負荷などのように異種の静的応力が作用する場合に、提案した手法が適用できるか検討を加えた。異種の静的負荷が重畳することで、せん断応力が最大となる方向が時間とともに変動することになり、材料の疲労すべり挙動が明らかに異なる報告があることから、本手法を適用させるためには、このような負荷における成長粒子の発生および成長挙動を調査する必要がある。最後に、このような負荷において、表面に発生した疲労き裂進展速度に着目して調査した報告がほとんど見当たらないことから、静的ねじり負荷がき裂進展速度に及ぼす影響を調査し、破壊力学パラメータを用いた裂進展速度の評価方法を提案した。

本論文の研究結果を総括すると以下ようになる。

第1章では、本研究の目的、意義ならびに研究内容の概要を述べた。

第2章では、銅めっき応力測定法の二軸応力比 C の符号判定が不可能である問題点に対し、成長粒子の粒子成長方向 θ^* を利用した C の符号判定方法を提案した。すなわち、 C が負と正の両場合において、 τ_{\max} がそれぞれ銅薄膜の平面

内と厚さ方向に作用することから、 θ^* に生ずる差異を調査した。その結果、 θ^* の相対度数分布は、 $C < 0$ の場合90度ごとにピークが現れるのに対し、 $C > 0$ の場合は一様な分布となった。したがって、その分布形を正弦関数で近似し、近似式中の振幅を表す係数 a_1 と周期を表す係数 b_1 を利用すれば、 C の符号を判定できることを明らかにした。また、符号判定を行なう際に測定必要な粒子数はおおよそ50程度であり、局所領域の応力測定の特徴を失うことなく符号判定が可能であることを明らかにした。さらに、最大せん断応力 τ_{\max} を測定するために必要な成長粒子面積の増加速度 dr^*/dN は、 $C > 0$ のほうが $C < 0$ より小さくなることを明らかにした。この原因は、 C が正負の場合に生じる粒子成長方向が異なるためであると考えられる。

第3章では、 $C < 0$ の場合に対し、粒子成長方向 θ^* 利用した主応力 σ_1 、 σ_2 測定方法を提案した。本研究から、 θ^* は最大せん断応力の作用方向 Θ^* に支配され、その相対度数分布はピーク値が90°毎に発生する周期性を示すことが明らかになった。したがって、正弦関数を用いて分布形を近似し、そのピーク値を求めることで Θ^* を検出できることを可能にした。また、 Θ^* と主応力 σ_1 、 σ_2 の間には弾性学的に固有な関係が成立することから、本手法より σ_1 、 σ_2 を検出できることになる。さらに、 θ^* の相対度数分布において、ピーク値を中心に左右45°の範囲内の領域は正規分布に従うことから、所定の誤差と信頼係数に対して、測定に必要な粒子数を見積もることができる。その結果、統計的手法により主応力を測定する際に、最大で必要な領域を見積もった結果、 $C = -0.05$ 、測定誤差 $\delta = 3\%$ でおおよそ 9mm^2 であり、従来の円孔を用いた手法に比べ、応力測定法の分解能を大幅に向上させた。

第4章では、EBSD (Electron back scatter diffraction) 法を用いた二軸応力の測定方法を提案した。本手法より、 $C < 0$ の場合、粒子成長が τ_{\max} に支配されるため、すべり方向 $\langle 110 \rangle$ の一つが τ_{\max} の作用方向 Θ^* と一致することが明らかとなった。したがって、 $\{110\}$ 極点図より $\langle 110 \rangle$ 方向を計測することで、 Θ^* の検出を可能にし、 C および σ_1 、 σ_2 を検出できることを明らかにした。また、 C が0に近づくにつれて、厚さ方向のせん断応力 $\tau_{\max 1-3}$ が粒子成長に及ぼす影響が増加し、NDの方角マッピング図に現れる $\{110\}$ 面の割合が $-0.32 \leq C \leq 0$ 範囲内で急激に減少することが明らかとなった。その結果、 C がこの範囲内の場合、ND

の方位マッピング図において、{110}面を示す粒子の割合を用いれば、組合せ応力の方向が未知でも C の検出が可能となった。特に、微小領域の結晶方位解析において最も分解能の高い EBSD 法を用いたことで、本手法による分解能は $500\mu\text{m} \times 500\mu\text{m}$ になった。これは他の応力測定法と比べても優れた分解能を実現した。

第 5 章では、回転曲げ - 静的ねじり組合せ負荷に対し、4 章までで提案した新しい手法の適用について検討した。本章では、 dr^*/dN および成長粒子発生の限界応力 τ_p について調査した結果、異種の静的負荷の重畳による成長粒子の発生および成長過程に静的せん断応力がほとんど影響しないことを明らかにした。また、このような負荷の最大せん断応力振幅が作用する面を調査した結果、繰返し曲げのみ作用する時と同じ面となることが明らかとなり、 dr^*/dN および τ_p がこのような負荷においても、せん断応力振幅成分に支配されることが示された。さらに、成長粒子の形状は、平面曲げ試験および回転曲げ - 静的ねじり組合せ疲労試験において、明確な差異が認められなかった。すなわち、せん断応力が最大となる面の変動が、粒子成長にほとんど影響しないことを示した。したがって、前章までで提案した手法はこのような負荷においても適用でき、疲労損傷に主に寄与する繰返し応力成分を正確に検出できることが明らかとなった。

第 6 章では、A7075 アルミニウム合金を対象とし、繰返し曲げと静的ねじりが重畳する平板に発生した表面き裂の進展挙動について検討した。切欠きから発生した疲労き裂は、繰返し曲げ応力 σ_a と直交する方向から傾斜して成長し、巨視的にはほぼ直線上に進展する。すなわち、き裂進展はモード I 成分に支配されており、また重畳した静的せん断応力 τ_m がき裂進展に影響することが明らかとなった。すなわち、 τ_m のき裂に垂直な開口応力成分より、き裂開口変位 COD が増加し、き裂進展速度 da/dN が大きくなることがわかった。したがって、このような負荷に対し、遠藤らが提案した等価応力 Σ を用いることで、き裂の進展方向の予測できることを明らかにした。さらに、最大応力拡大係数 $K_{I\Sigma\text{max}}$ を用いることで、き裂進展速度 da/dN を統一的に整理できることを明らかにした。

以上、本研究により、従来の銅めっき応力測定法の問題点を解決し、その特徴を発展させることで、材料の疲労過程を支配する最大せん断応力と主応力を

精度よく測定でき、かつ高度な分解能を有する応力測定手法を提案した。また、本手法は回転曲げ - 静的ねじり組合せ負荷を受ける動力伝達シャフトのような機械要素にも適用でき、疲労損傷に主に寄与する応力振幅成分を検出できることを明らかにした。さらに、動的応力に異種の静的応力が重畳する場合に対し、静的応力の有無にかかわらず、表面に発生した疲労き裂の進展速度を評価する手法を提案し、損傷許容設計などに有用な資料を提供した。

謝 辞

本論文をまとめるにあたり，懇切なる御指導を賜りました鳥取大学大学院工学研究科 小畑良洋教授に深く感謝いたします。

また，本論文をまとめるにあたり，貴重な御意見と御助言を賜りました鳥取大学大学院工学研究科 宮近幸逸教授，小出隆夫准教授に深く御礼を申し上げます。

さらに，本研究を遂行するにあたり，長年始終熱心な御指導と御鞭撻を贈りました鳥取大学大学院工学研究科 小野勇一助教に深く感謝申し上げます。

また，留学当初より始終熱心な御指導と熱い励ましを贈りました鳥取大学名誉教授 北岡征一郎先生に深く感謝申し上げます。

なお，本研究の遂行にあたって，SEM - EBSD 装置を利用させていただきました島根大学総合理工学部物質科学科 森戸茂一准教授に感謝の御礼を申し上げます。

また，実験を遂行するにあたり，卜蔵将司氏（現 NTN 株式会社），日野大輔氏，丸久徹氏をはじめとする機械宇宙工学専攻固体力学研究室の卒業生ならびに在學生に大いに御協力頂きました。ここに記して感謝の意を表します。

最後に，私の留学の意思を尊重し，長年私を支えてくださいましたご家族に感謝する次第であります。



参考文献

- (1.1) Ralph I. Stephens, Ali Fatemi, Robert R. Stephens and Henry O. Fucks, *Metal Fatigue in engineering (2nd Edition)*, (2001), 3-4, John Wiley & Sons.
- (1.2) 朝田泰英, 鯉渕興二, 総合材料強度学講座 8 機械構造強度学, (1984), 41-62, オーム社.
- (1.3) 機械工学辞典, (1997), 770, 日本機械学会.
- (1.4) 材料力学ハンドブック (応用編), (2008), 9, 日本機械学会.
- (1.5) 例えば, 北岡征一郎, 材料力学, (1999), 195, 養賢堂.
- (1.6) 例えば, 中沢一, 固体の強度, (1976), 32, 共立出版.
- (1.7) 材料力学ハンドブック (応用編), (2008), 12, 日本機械学会.
- (1.8) 岡村弘之, 総合材料強度学講座 3 強度解析学[1], (1985), 191, オーム社.
- (1.9) 真武友一, 今井康文, 組合せ応力を受ける切欠き試験片の疲労限, 日本機械学会論文集, 45-397, A(1979), 975-982.
- (1.10) 北川英夫, 結成良治, 東郷敬一郎, 角田義秋, 面内二軸荷重を受ける高張力鋼平板中の疲労き裂成長の破壊力学研究, 日本機械学会論文集, 45-395, A(1979), 707-714.
- (1.11) S.R.Joshi, and J. Shewchuk, Fatigue-crack propagation in a Biaxial-stress Field, *Experimental Mechanics*, Vol.10, No.12, (1970), 529-533.
- (1.12) P. M. Toor, On Fracture Mechanics under Complex Stress, *Engineering Fracture Mechanics*, Vol.7, No.2, (1975), 321-329.
- (1.13) K. J. Miller, Fatigue under Complex Stress, *Metal Science*, Vol.11, No.8, (1977), 432-438.
- (1.14) C. D. Hopper and K.J. Miller, Fatigue Crack Propagation in Biaxial Stress Fields, *Journal of Strain Analysis*, Vol.12, No.18, (1977), 23-28.
- (1.15) T. Hoshide, K. Tanaka and A. Yamada, Stress-Ratio Effect of Fatigue Crack Propagation in Biaxial Stress Fields, *Fatigue of Engineering Materials & Structures*, Vol.4, No.4, (1981), 355-366.
- (1.16) 北岡征一郎, 御厨照明, 曲げ・ねじり組合せ二軸応力下のモード I 表面き裂進展, 日本機械学会論文集, 56-532, A(1990), 2399-2404.

-
-
- (1.17) 北岡征一郎, 御厨照明, 尾崎裕二, 曲げ・ねじり組合せ二軸応力下のモード I 表面き裂の進展に及ぼす板厚の影響, 日本機械学会論文集, 58-552, A(1992), 1513-1518.
- (1.18) 坂根正男, 大南正瑛, 久野高男, 伊津村武史, 十字型試験片を用いた高温二軸低サイクル疲労に関する研究, 材料, 37-414, (1988), 94-100.
- (1.19) 朝田泰英, 鯉淵興二, 総合材料強度学講座 8 機械構造強度学, (1984), 114, オーム社.
- (1.20) Ralph I. Stephens, Ali Fatemi, Robert R. Stephens and Henry O. Fucks, *Metal Fatigue in engineering*, (2nd Edition), (2001), 325-328, John Wiley & Sons.
- (1.21) 大南正男, 材料強度学, (1988), 日本材料学会, 104-105.
- (1.22) 上田太郎, 朝倉健二, 鋼線の疲労に関する研究(第6報), 材料試験, 10-94, (1961), 523-531.
- (1.23) 遠藤正浩, 石本勲, 組合せ荷重下における微小穴材の疲労強度に及ぼす位相差と平均応力の影響の予測, 日本機械学会論文集, 71-711, A(2005), 1500-1507.
- (1.24) 程 序, 大川功, 三角正明, 中炭素鋼のねじり疲労強度に及ぼす平均応力の影響, 材料, 53-2, (2004), 199-206.
- (1.25) 久保肇, 銅めっき応力測定法, (1965), 朝倉書店.
- (1.26) たとえば, 北岡征一郎, 菅野良弘, 田中喜久昭, 戸伏壽昭, 加藤章, 長岐滋, 材料力学 - 強度設計への応用, (1999), 265-266, 養賢堂.
- (1.27) 大路清嗣, 総合材料強度学講座 5 破壊強度学, (1985), 104-106, オーム社.
- (1.28) 北岡征一郎, 御厨照明, 細野喜久雄, 電着銅の成長粒子発生密度変化を利用した応力測定法, 日本機械学会論文集, 57-534, A(1991), 222-228.
- (1.29) 北岡征一郎, 小野勇一, 中川政章, 微小円孔を有する電着銅薄膜の成長粒子発生密度を利用した二軸応力検出法, 日本機械学会論文集, 69-679, A(2003), 65-73.
- (1.30) 小野勇一, 李 成, 電着銅薄膜を利用した二軸応力測定法, 日本機械学会論文集, 75-759, A(2009), 178-183.
- (1.31) 李 成, 小野勇一, 日野大輔, 粒子成長方向を利用した電着銅薄膜によ

-
- る二軸応力測定法, 日本機械学会論文集, 76-765, A(2010), 41-46.
- (1.32) 小野勇一, 丸久徹, 李 成, EBSD 法を利用した電着銅薄膜による主応力測定法, 日本機械学会 2010 年度年次大会講演論文集, No.10-1, (2010), S0304-1-2, 263-264.
- (1.33) 小野勇一, 李 成, 北岡征一郎, ひずみの主軸が変動する要素への銅めつき応力測定法の適用, 日本機械学会論文集, 74-748, A(2008), 1550-1556.
- (1.34) Ralph I. Stephens, Ali Fatemi, Robert R. Stephens and Henry O. Fucks, *Metal Fatigue in engineering, (2nd Edition)*, (2001), 318-323, John Wiley & Sons.
- (1.35) 小野勇一, 日野大輔, 李 成, 非比例負荷を受ける電着銅薄膜の粒子成長挙動, 日本機械学会 2010 年度年次大会講演論文集, No.10-1, (2010), S0305-6-3, 173-174.
- (1.36) 伊藤隆基, 坂根政男, 大南正瑛, 飴山恵, 積層欠陥エネルギーの非比例繰返し構成関係に及ぼす寄与に関する考察, 材料, 41-468, (1992), 1361-1367.
- (1.37) 小野勇一, 李 成, 卜蔵将司, 繰返し曲げと静的ねじり負荷が重畳する平板に発生した表面き裂の進展挙動, 日本機械学会論文集, 76-768, A(2010), 68-73.
- (2.1) 文献(1.30)に同じ
- (2.2) 西谷弘信, 材料力学ハンドブック (応用編), (2008), 3, 日本機械学会.
- (2.3) 文献(1.10)に同じ
- (2.4) 文献(1.29)に同じ
- (2.5) David Broek, *Elementary Engineering Fracture Mechanics*, (1974), 103, Noordhoff International Publishing.
- (2.6) 清家政一郎, 材料力学, (1978), 131, 共立出版.
- (2.7) 文献(1.25)に同じ
- (2.8) 尾崎弘, 谷口慶治, 画像処理, (1983), 215-218, 共立出版.
- (3.1) 文献(1.31)に同じ
- (3.2) 文献(1.16)に同じ
- (3.3) 文献(1.17)に同じ

-
-
- (3.4) 北岡征一郎, 小野勇一, 辻敦義, 宇田康弘, アルミナ粒子強化複合材料のモード I 表面き裂の進展に及ぼす第二主応力の影響, 日本機械学会論文集, 65-631, A(1999), 628-634.
- (3.5) 文献(1.30) に同じ
- (3.6) 北岡征一郎, 江上登, 細野喜久雄, 松井博司, 微小円孔を有する電着銅薄膜による二軸応力検出法, 日本機械学会論文集, 57-538, A(1991), 158-163.
- (3.7) 北岡征一郎, 大嶋和彦, 微小円孔を有する電着銅薄膜による二軸応力検出法, 日本機械学会論文集, 59-560, A(1993), 148-153.
- (3.8) 文献(1.29)に同じ
- (3.9) Au, N. M. and Liu, S. R., *Mixed Mode Crack Propagation*, (1981), 55, Noordhoff International Publishing.
- (3.10) 加藤章, 銅めっきによる応力測定に関する基礎的研究, 日本機械学会論文集, 49-446, A(1983), 1344-1349.
- (3.11) ガットマン, S. S. ウィルクス, 工学系のための統計概論, (1968), 110, 培風館.
- (3.12) 和田秀三, 確率統計の基礎, (1991), 74, サイエンス社.
- (4.1) 文献(1.32)に同じ
- (4.2) 釜谷昌幸, 電子後方散乱回折による結晶方位差分布の測定, 日本機械学会論文集, 74-739, A(2008), 315-322.
- (4.3) 古林英一, 再結晶と材料組織, (2000), 77-84, 内田老鶴圃.
- (4.4) 黒木剛司, 大森宮次, 友田陽, 金属の強度と破壊, (1986), 74-76, 森北出版.
- (5.1) 文献(1.33)に同じ
- (5.2) 文献(1.25)に同じ
- (5.3) 文献(1.20)に同じ
- (5.4) 文献(1.22)に同じ
- (5.5) 文献(1.24)に同じ
- (5.6) 文献(1.34)に同じ
- (5.7) 文献(1.36)に同じ

-
-
- (5.8) 文献(1.29)に同じ
- (5.9) 文献(1.27)に同じ
- (5.10) 大路清嗣, 総合材料強度学講座 5 破壊強度学, (1985), 111-113, オーム社.
- (6.1) 文献(1.37)に同じ
- (6.2) 米山聡, 小林陽介, 小川武史, き裂先端部近傍の変位場を用いた混合モード応力拡大係数評価法, 日本機械学会論文集, 72-719, A(2006), 59-66.
- (6.3) Kitaoka, S. and Mikuriya T., The Propagation Behavior of Mode I Surface Cracks under Biaxial Stresses by the Combination of Plane Bending and Cyclic Torsion, *Transactions of JSME*, Series I, Vol.34, No.4 (1991), 483-489.
- (6.4) 藤田慎治, 松岡三郎, 村上敬宜, 軸受け鋼の動的ねじり - 静的圧縮軸荷重下でのモードII疲労強度と組織変化に及ぼす水素の影響, 日本機械学会論文集 75-750, A(2009), 67-76.
- (6.5) Ralph I. Stephens, Ali Fatemi, Robert R. Stephens and Henry O. Fuchs, *Metal Fatigue in Engineering*, (2nd Edition), (2001), 74, John Wiley & Sons.
- (6.6) 文献(1.20)に同じ
- (6.7) 文献(1.22)に同じ
- (6.8) 文献(1.23)に同じ
- (6.9) 文献(1.24)に同じ
- (6.10) 文献(1.33)に同じ
- (6.11) 文献(1.16)に同じ
- (6.12) 西谷弘信, 材料力学ハンドブック (応用編), (2008), 38, 日本機械学会.
- (6.13) 村上敬宜, 金属疲労 (微小欠陥と介在物の影響), (1993), 103-104, 養賢堂.
- (6.14) 文献(3.4)に同じ
- (6.15) Newman, J. C. Jr. and Raju, I. S., An Empirical Stress-Intensity Factor Equation for the Surface Crack, *Engineering Fracture Mechanics*, 15, 1-2(1981), 185-192.

-
- (6.16) 難波浩一, 鳥居太始之, 清水憲一, 山本孝樹, 表面き裂の開口変位分布計測に基づく応力拡大係数と疲労き裂伝ば速度の評価, 日本機械学会論文集, 70-692, A(2004), 78-85.
- (6.17) Elber, W., ASTM STP 486, (1971), 230.

関連報告

【2章】

- (1) 小野勇一, 李 成, 電着銅薄膜を利用した二軸応力測定法, 日本機械学会論文集, 75-759, A(2009-11), 178-183.

【3章】

- (2) 李 成, 小野勇一, 日野大輔, 粒子成長方向を利用した電着銅薄膜による二軸応力測定法, 日本機械学会論文集, 76-765, A(2010-5), 41-46.
- (3) Y. ONO, C.LI and D.HINO, Cyclic Biaxial Stress Measurement Method Using the Grain Growth Direction in Electrodeposited Copper Foil, EURASIP Journal on Advances in Signal Processing, Vol.2010, ID928216, (2010).

【4章】

- (4) 小野勇一, 丸久徹, 李 成, EBSD 法を利用した電着銅薄膜による主応力測定法, 日本機械学会 2010 年度年次大会講演論文集, No.10-1, (2010-9), S0304-1-2, 263-264.

【5章】

- (5) 小野勇一, 李 成, 北岡征一郎, ひずみの主軸が変動する要素への銅めっき応力測定法の適用, 日本機械学会論文集, 74-748, A(2008-12), 1550-1556.
- (6) Y. ONO, C.LI, Cyclic Stress Measurement Method Using Electrodeposited Copper Foil (Static Stress Effect on Grain Nucleation and Grain Growth), Journal of JSEM, Special Issue, Vol.9, (2009-9), 112~111.

【6章】

- (7) 小野勇一, 李 成, 卜蔵将司, 繰返し曲げと静的ねじり負荷が重畳する平板に発生した表面き裂の進展挙動, 日本機械学会論文集, 76-768, A(2010-8), 68-73.