修 士 学 位 論 文

二軸引張りにおける金属箔材の表面あれと延性破壊挙動のその場観察

指導教授　　　　　　真鍋　健一　教授

平成28年　1月　27日　　提出

首都大学東京大学院

理工学研究科　　　　　機械工学専攻

学修番号　14883326

氏　名　廣瀬　雄太郎

学位論文要旨（修士（工学））

論文著者名　廣瀬　雄太郎

論文題名：二軸引張りにおける金属箔材の表面あれと
延性破壊挙動のその場観察

医療・電子および情報通信をはじめとする様々な分野において，マイクロデバイスの需要が高まっている．これに伴い，従来のマクロスケールにおける塑性加工をマイクロスケールに適用したマイクロ塑性加工が注目されている．しかしながら，主な被加工材である金属箔材では延性破壊の寸法効果を示すことが問題であり，その解明が急務である．

金属箔材の延性破壊挙動に関しては，表面あれの寸法効果を考える必要がある．板厚の減少に伴い板厚に対する表面粗さの相対的割合は増加するため，表面粗さは板厚の不均一さとして表れる．また塑性変形の進行に伴い表面粗さは増大するため板厚の不均一さは増加し，くびれの早期発生といった板材と異なる延性破壊挙動を示すと考えられている．これまで延性破壊挙動に及ぼす表面あれの影響を扱った種々の研究が行われてきた．しかしながら成形限界と肌あれ限界の関係や表面あれ除去による成形限界ひずみの向上といった，表面あれと延性破壊挙動の一部の関係性を示すに留まっている．そのため表面あれ進展を起点にした延性破壊に至るまでの過程を詳細に観察した事例はなく，箔材の延性破壊メカニズムは明らかにされていない．このようなくびれの早期発生から延性破壊に至るまでの過程を観察するには，時々刻々に変形する箔材表面性状のその場観察を行う必要がある．また箔材を対象にした事例は単軸引張状態に限られ，マイクロ塑性加工で多く見られる二軸引張状態における研究はない．

そこで本研究では，張出し部のその場観察が可能な二軸張出し試験機を開発し，破壊に至るまでの時々刻々の箔材表面性状の変化を観察した．これにより，金属箔材の延性破壊挙動に及ぼす表面あれの影響を明らかにし，金属箔材の延性破壊メカニズムを解明する．

本論文は以下の 5 章から構成されている．

第 1 章の「緒論」では，金属箔材の延性破壊について，表面あれ進展挙動を考慮する必要性を述べる．さらに延性破壊挙動に及ぼす表面あれの影響を取り扱った過去の研究を踏まえて，本研究で行うその場観察の有用性を述べ，本研究の位置づけと目的を明らかにする．

第 2 章の「表面あれその場観察のための小型二軸張出し試験機の開発」では，

二軸引張りにおける金属箔材の表面あれおよび延性破壊挙動のその場観察を目的に開発した試験機について，試験機の概要と性能試験結果について述べる．試験機はISO規格にあるMarciniak法をマイクロスケールに適用して設計された二軸張出し試験機であり，小型かつ軽量に設計されている．このため共焦点レーザ顕微鏡の電動ステージ上に設置が可能であり，二軸引張り変形中の箔材張出し部全域をレーザ顕微鏡によってその場観察することができる．板厚50μmの純アルミニウムおよび純銅箔材を対象に性能試験を行い，Marciniak 法が金属箔材に適用可能であること，延性破壊および表面あれ進展挙動がその場観察可能であることを示し，試験機が開発目的を達することを確認した．また，同一の試験片からひずみ分布測定と表面あれ進展の観察を同時に実現可能なことを示した．

第 3 章の「供試材および実験方法」では，実験に用いた供試材，実験方法および評価方法について述べる．供試材およびドライビングプレートは 2 章で用いたものと同様の板厚50μmをもつ種々の金属箔材を用いた．実験方法では，張出し試験の条件，顕微鏡による観察条件について触れた．評価方法に関しては，顕微鏡で取得した画像を用いて行ったひずみ分布の測定および高さプロファイルの取得法と，試験後の箔材を用いた破断面観察法について述べている．

第 4 章の「実験結果および考察」では，延性破壊と表面あれ進展挙動に関する各々のその場観察結果を通して，延性破壊挙動に及ぼす表面あれの影響を示し，延性破壊メカニズムを考察する．延性破壊挙動については，変形の進行に伴って箔材の一部に帯状に変形が集中し，破壊に至る様子が観察された．さらに破断部では粗面化した表面の比較的凹な部分が変形の集中とともに進展していき，破壊に至ることがわかった．純銅箔の場合，帯状の凹部は変形経路によらず最大主ひずみに対して垂直な方向に生じた．凹部の発生時期を示す成形限界ひずみは板材のHillおよびS-R理論の成形限界に比べどの変形経路でも低かった．このため箔材では板材よりも早期に局所的なひずみの集中が生じていた．また破断面の SEM 像にはディンプルが見られなかったことからボイドの成長合体以外のメカニズムによって延性破壊していた．最後に表面あれと延性破壊の関係性を調べるため，成形限界ひずみと肌あれ限界の関係性を示した．どの経路も肌あれ限界が成形限界の下方に位置していた．くびれ幅 w=15mm および w=7.8mm では，相関しており凹部の成長開始を基点として破壊に至ったと考えられる．w1.0 ではその限りではなかった．

第 5 章の「結論」では，得られた成果を踏まえ，今後の展望と課題について述べている．

二軸引張における金属箔材の表面あれと延性破壊挙動のその場観察

【目次】

第１章

緒　論

1.1　マイクロデバイスとマイクロ塑性加工

近年，医療，電子，および情報通信をはじめとする分野において，超微細かつ高精密なマイクロデバイスの需要が高まっている．とりわけ MEMS (Micro Electro Mechanical Systems)デバイスは，プリンタヘッド，スマートフォン用加速度センサ，ジャイロスコープなど，半導体を内蔵する世のありとあらゆる製品に利用されている．近年では，自動車用途の採用部位の拡大，携帯電話・スマートフォンの急増，医療・健康・バイオ分野等での新規採用などを追い風に，MEMS 市場は急成長を続けている．[1)]

今後さらなる発展が期待されるマイクロデバイスおよび MEMS デバイス市場の傾向としては，さらなる超小型化・多機能集積化の傾向にあり，その実現にはそれら電子機器デバイスを構成する個々の構成部品に対する小型化・低価格化への要求がさらに厳しくなっている．それを受けて実生産現場では，高精度・高信頼性のものを高能率に製造する技術が求められている．

これまでのマイクロデバイスの製造には，半導体プロセス技術が多く用いられてきた．これはフォトレジストを用いてあるパターンをもったマスクを作るいわゆるフォトリソグラフィ技術に，エッチングや蒸着などの技術を組み合わせて微細形状を創成する物理・化学的な方法である．その特徴としては，大量生産が可能で微細な部品同士の組立てや電子回路の敷設が同時にできる点などが挙げられる．しかしその一方で半導体プロセス技術は，対象材料がシリコンやガラスなどに制限されること，厚みのある三次元構造製造に限界があること，大規模かつ非常に高価な生産設備が必要であることといった問題を抱えている．

そこで，量産性を上げ，材料の制約を少なくし，コストダウンを図るため，型を作製し，その型を元に金属や樹脂材料などで構造体を作る「マイクロ塑性加工」が注目されている．塑性加工には，圧延，押出し，鍛造，転造，打抜き，曲げ，深絞りなどの種々の方法があり，その製造対象によって，板，棒，管などの素材を製造する素材製造（一次加工製品）と，それ自体がほぼ最終製品となる製品製造（二次加工製品）に分類される．特にマイクロデバイス用構造部材としての数 μm から数十 μm の薄い金属箔材や細線，管は，IC チップのピンやファスナー，マイクロスクリュー，ソケットやその他多数の微細コネクタ部品等の電子機器部品において用途がある．既に超微細プレス加工として，中小企業等における実生産現場レベルで，マイクロデバイス用途やその他微小電子部品の生産が行われている[2-4)].

1.2　マイクロ塑性加工における材料に関する諸問題 [5)]

マイクロ塑性加工は，部品を高精度かつ大量に生産可能な特徴を有し，半導体プロセス技術と競合し得る優れた加工技術である．しかしながら，マイクロ塑性加工は材料，加工プロセス，金型と工具，装置に大別される様々な問題点を抱えており，従来のマクロスケールにおける塑性加工の知見をそのまま適用することはできない．ここでは，種々の問題のうち，材料に関連する問題について取り上げ，概説する．

材料が微小化すると，その横断面に含まれる結晶粒数が減少するとともに，材料の自由表面の割合が相対的に大きくなる．すると，結晶粒相互の拘束の影響が小さくなり，結晶粒個々の変形特性が支配的になる．このような現象は箔および細線における引張試験 [6) 7)]および圧縮試験 [8)]において観察されている．その結果，変形抵抗の低下，ヤング率の増大 [8)]，試験片間のばらつきが大きくなる [6) 7)]といったことが報告されている．金属箔材においては板厚野減少，すなわち板厚に対する結晶粒数の減少に伴う成形限界ひずみの低下 [9)]や，破断面におけるディンプルの消失(**Fig. 1.2.1**)[10)]といった報告がなされている．

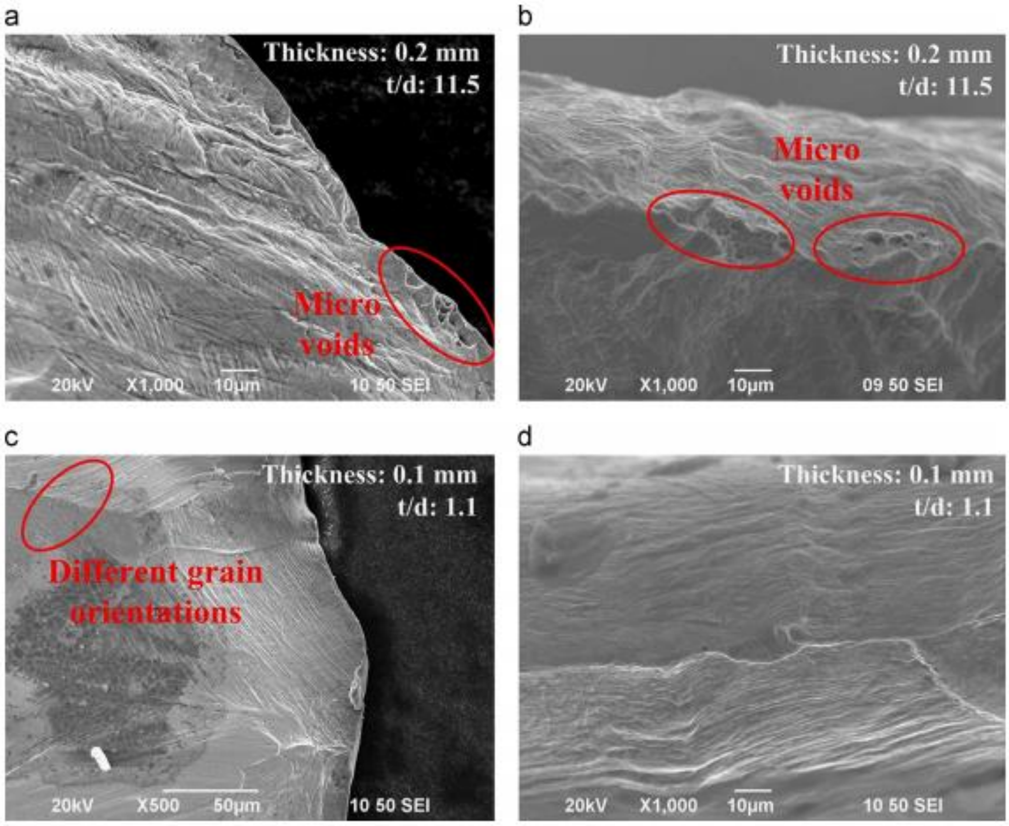


Fig. 1.2.1 SEM observation of fracture surfaces with different thickness *t* and ratio of the ratio of thickness to grain size *t/d* [10)]

1.3　表面あれに着目した延性破壊挙動に関する研究動向

前節では，マイクロ塑性加工における材料に関する諸問題を列挙した．その中で，板厚の減少に伴う，成形限界の低下や破断面からのディンプル消失など，延性破壊の寸法効果に関する問題を述べた．しかしながら，これらの報告は個々の現象を示すに留まっており，その発生メカニズムを解明するには至っていない．マイクロ塑性加工は材料の延性を利用した加工プロセスであり，加工限界と直結する延性破壊メカニズムの把握は必要不可欠であるため，この解明は急務である．

マイクロ塑性加工の延性破壊について考える場合，表面あれの寸法効果を考える必要がある．板厚の減少に伴い板厚に対する表面粗さの相対的割合は増加するため，表面粗さは板厚の不均一さとして表れる．また塑性変形の進行に伴い表面粗さは増大するため板厚の不均一さは増加し，くびれの早期発生といった板材と異なる延性破壊挙動を示すと考えられている．このような背景を受け，表面あれに着目し，延性破壊挙動の調査を行った種々の研究に関して，その動向をまとめる．

(1)　肌あれ限界と成形限界の関係 [11) 12)]

小林らはひずみに対して肌あれ高さR_{max}が急増する点である肌あれ限界の存在を実験的に見出した．**Fig. 1.3.1** にひずみ比$\beta = \varepsilon_x/\varepsilon_y$で表した各変形経路における肌あれ限界を示す．さらにこの肌あれ限界時のひずみと破断ひずみを取り出して各経路に対して図示すると，**Fig. 1.3.2** のようになる．このとき，肌あれ限界線は FLD と相似的で，低ひずみ側に存在している．このことから，肌あれ限界は実用上の変形限界となりうることを示した．

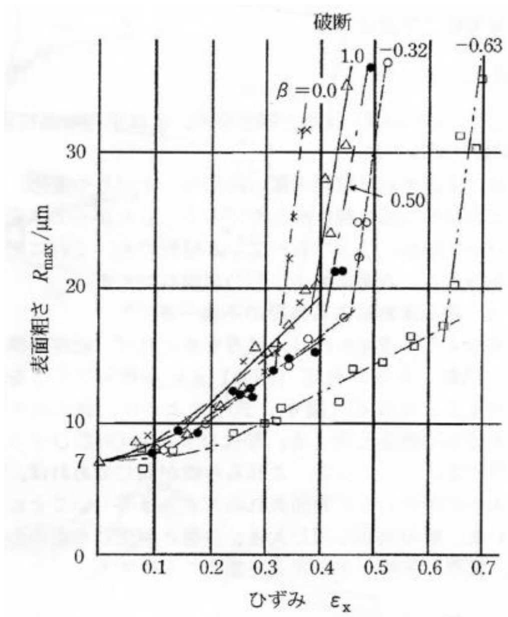


Fig. 1.3.1 Increase of surface roughness

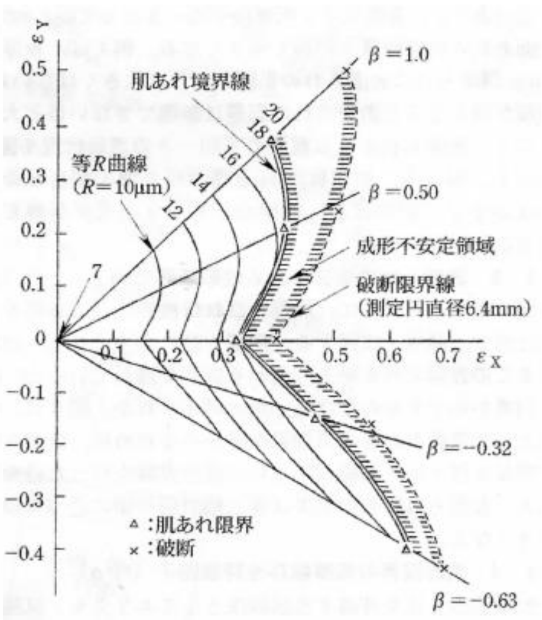


Fig. 1.3.2 Relationship between roughening limit and forming limit

(2)　表面あれ除去による成形限界の向上 [12)]

山口らは二軸張出し試験中に表面あれの除去を行い，成形限界が向上することを示した．**Fig. 1.3.3** は種々の変形経路$\beta = \varepsilon_x/\varepsilon_y$における成形実験結果を示している．また表面あれ除去の効果は等二軸引張り側に近づくほど大きくなることを示した．

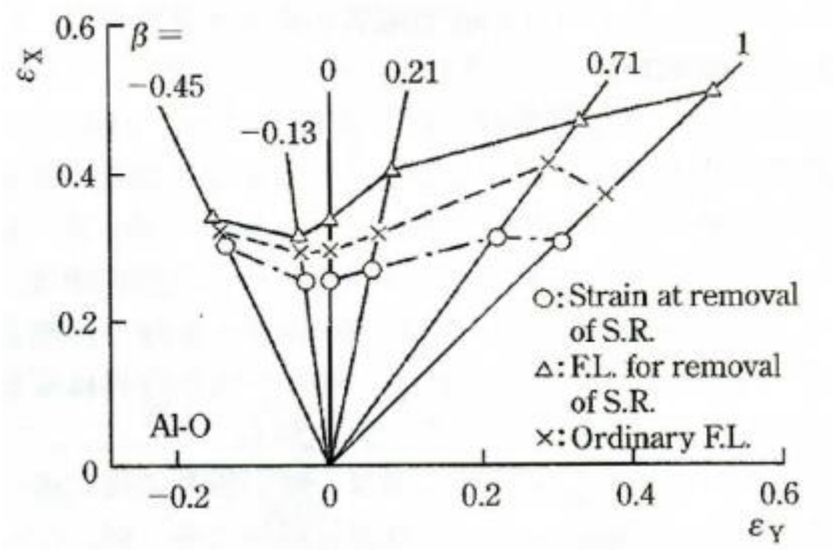


Fig. 1.3.3 Improvement of forming limit by removal of surface roughening

(3)　破断形態に及ぼす表面あれの影響

古島らは板厚 0.5, 0.3, 0.1, 0.05mm の純銅を対象に引張試験を行い，表面あれ進展挙動と延性破壊挙動を調査した．板厚 0.5mm 材にあらかじめ表面きずを設け，試験を行ったところ，**Fig. 1.3.4** のように板厚が薄い板厚 0.05mm の場合と同様に破断面からディンプルが消失した．このことから，破壊形態に及ぼす表面あれの影響を示唆した．

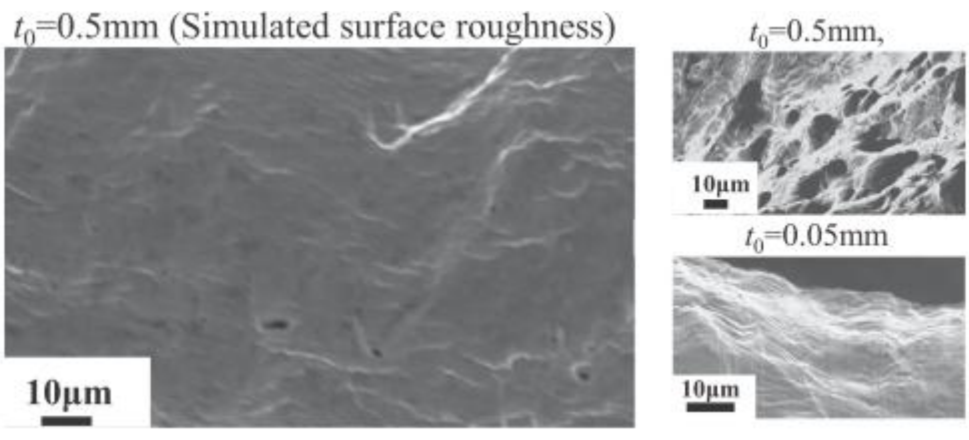


Fig. 1.3.4 Fracture surface of metal sheet with simulated surface roughness.

1.4　本研究の位置づけおよび目的

医療・電子および情報通信をはじめとする様々な分野において，マイクロデバイスの需要が高まっている．これに伴い，従来のマクロスケールにおける塑性加工をマイクロスケールに適用したマイクロ塑性加工が注目されている．しかしながら，主な被加工材である金属箔材では延性破壊の寸法効果を示すことが問題であり，その解明が急務である．

金属箔材の延性破壊挙動に関しては，表面あれの寸法効果を考える必要がある．板厚の減少に伴い板厚に対する表面粗さの相対的割合は増加するため，表面粗さは板厚の不均一さとして表れる．また塑性変形の進行に伴い表面粗さは増大するため板厚の不均一さは増加し，くびれの早期発生といった板材と異なる延性破壊挙動を示すと考えられている．これまで延性破壊挙動に及ぼす表面あれの影響を扱った種々の研究が行われてきた．しかしながら成形限界と肌あれ限界の関係や表面あれ除去による成形限界ひずみの向上といった，表面あれと延性破壊挙動の一部の関係性を示すに留まっている．そのため表面あれ進展を起点にした延性破壊に至るまでの過程を詳細に観察した事例はなく，箔材の延性破壊メカニズムは明らかにされていない．このようなくびれの早期発生から延性破壊に至るまでの過程を観察するには，時々刻々に変形する箔材表面性状のその場観察を行う必要がある．また箔材を対象にした事例は単軸引張状態に限られ，マイクロ塑性加工で多く見られる二軸引張状態における研究はない．

そこで本研究では，張出し部のその場観察が可能な二軸張出し試験機を開発し，破壊に至るまでの時々刻々の箔材表面性状の変化を観察した．これにより，金属箔材の延性破壊挙動に及ぼす表面あれの影響を明らかにし，金属箔材の延性破壊メカニズムを解明する．

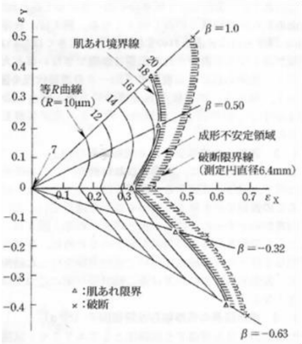
Target of this study

Ductile fracture mechanism of metal foil

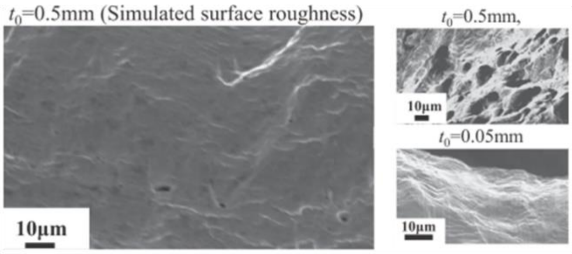
Previous studies and their problems

Researches on effect of surface roughening on ductile fracture behaviors

＜Roughening and forming limit＞[11)]



＜Simulated surface roughness and fracture surface＞[13)]



Detailed mechanism?

Only under uniaxial tension

Approach of this study

In-situ observation of metal foils under Biaxial tension

Fig. 1.4.1 Target of this study

1.5　本論文の構成

本論文は以下の 5 章から構成されている．

第 1 章の「緒論」では，金属箔材の延性破壊について，表面あれ進展挙動を考慮する必要性を述べる．さらに延性破壊挙動に及ぼす表面あれの影響を取り扱った過去の研究を踏まえて，本研究で行うその場観察の有用性を述べ，本研究の位置づけと目的を明らかにする．

第 2 章の「表面あれその場観察のための小型二軸張出し試験機の開発」では，二軸引張りにおける金属箔材の表面あれおよび延性破壊挙動のその場観察を目的に開発した試験機について，試験機の概要と性能試験結果について述べる．試験機は ISO 規格にある Marciniak 法をマイクロスケールに適用して設計された二軸張出し試験機であり，小型かつ軽量に設計されている．このため共焦点レーザ顕微鏡の電動ステージ上に設置が可能であり，二軸引張り変形中の箔材張出し部全域をレーザ顕微鏡によってその場観察することができる．板厚 50μmの純アルミニウムおよび純銅箔材を対象に性能試験を行い，Marciniak 法が金属箔材に適用可能であること，延性破壊および表面あれ進展挙動がその場観察可能であることを示し，試験機が開発目的を達することを確認した．また，同一の試験片からひずみ分布測定と表面あれ進展の観察を同時に実現可能なことを示した．

第 3 章の「供試材および実験方法」では，実験に用いた供試材，実験方法および評価方法について述べる．供試材およびドライビングプレートは 2 章で用いたものと同様の板厚 50μmをもつ種々の金属箔材を用いた．実験方法では，張出し試験の条件，顕微鏡による観察条件について触れた．評価方法に関しては，顕微鏡で取得した画像を用いて行ったひずみ分布の測定および高さプロファイルの取得法と，試験後の箔材を用いた破断面観察法について述べている．

第 4 章の「実験結果および考察」では，延性破壊と表面あれ進展挙動に関する各々のその場観察結果を通して，延性破壊挙動に及ぼす表面あれの影響を示し，延性破壊メカニズムを考察する．延性破壊挙動については，変形の進行に伴って箔材の一部に帯状に変形が集中し，破壊に至る様子が観察された．さらに破断部では粗面化した表面の比較的凹な部分が変形の集中とともに進展していき，破壊に至ることがわかった．純銅箔の場合，帯状の凹部は変形経路によらず最大主ひずみに対して垂直な方向に生じた．凹部の発生時期を示す成形限界ひずみは板材の Hill および S-R 理論の成形限界に比べどの変形経路でも低かった．このため箔材では板材よりも早期に局所的なひずみの集中が生じていた．また破断面の SEM 像にはディンプルが見られなかったことからボイドの成長合体以外のメカニズムによって延性破壊していた．最後に表面あれと延性破壊の関係性を調べるため，成形限界ひずみと肌あれ限界の関係性を示した．どの経路も肌あれ限界が成形限界の下方に位置していた．くびれ幅 w=15mm および w=7.8mm では，相関しており凹部の成長開始を基点として破壊に至ったと考えられる．w1.0 ではその限りではなかった．

第 5 章の「結論」では，得られた成果を踏まえ，今後の展望と課題について述べている．

第 2 章

表面あれその場観察のための小型二軸張出し試験機の開発

2.1　はじめに

前章で述べたように，本研究では二軸引張りにおける金属箔材の延性破壊挙動に及ぼす表面あれの影響を明らかにし，金属箔材の延性破壊メカニズムを解明することを目的としている．このために張出し部のその場観察が可能な二軸張出し試験機を開発し，破壊に至るまでの時々刻々の箔材表面性状の変化を観察した．

本章では，開発した試験機の概要および性能試験の結果に触れ，試験機が金属箔材の延性破壊に及ぼす表面あれの影響解明に対する有効性について検討を行った．

2.2　設計コンセプト

前節で述べた目的を達成するためには，金属箔材にどのように二軸引張り変形を与えるか，表面あれと延性破壊挙動のその場観察をどのように実現するかがポイントとなる．

板材に二軸引張り変形を与える試験法は，中島法，Marciniak 法 [14)]，二軸引張り試験などが知られている．このうち本研究では Marciniak 法を採用した．理由は以下による．

・張出し部が平坦であるため，曲げ変形の影響がなく，さらに観察が容易であること

・張出し部の表裏ともに自由表面であり，純粋な表面あれ挙動を観察できること

・試験片形状，試験機構造ともにシンプルであること

Marciniak 法は ISO 規格 [14)] が存在するため，これを開発した試験機のスケールに合わせて適用した．しかしながら，試験片の板厚の規定は 0.3mm から 4.0mm とあり，本研究で用いる板厚 50μmの箔材は適用外である．適用可能性の検討については本章で後述する．

また，表面あれのその場観察を実現するために，非接触で試料の 3 次元形状を観察可能な共焦点レーザ顕微鏡に着目し，そのステージ上に設置可能な小型かつ軽量な試験機とすることとした．

2.3　試験機の概要

Fig. 2.3.1 に試験機の概観写真を，**Table2.3.1** に設計仕様を示す．前節の設計コンセプト通り，試験機は Marciniak 法に基づき設計された二軸張出し試験機であり，図の右のように共焦点レーザ顕微鏡の電動 XY ステージ上に設置可能である. 顕微鏡のステージ上に設置するため，試験機は幅×奥行き×高さは約 270×120×130mm と小型であり，重量は約 4.95kg と軽量に設計されている．また，**Fig.2.3.2** に示すように，共焦点レーザ顕微鏡同様にデジタルマイクロスコープのステージ上に設置可能である．試験機の最小送り量は 10μm と微小であり，表面あれ進展および延性破壊挙動を細かに観察することができる．共焦点レーザ顕微鏡のステージはモータ駆動の電動ステージであり，専用のソフトウェアによって自動的に観察画像同士の連結が可能である．

箔材の張出し変形を行う金型および工具は **Fig. 2.3.1** 中の試験機最上段のプレート内部にある．**Fig. 2.3.3** に金型および工具の構造を示した模式図を示す．平頭パンチにより張出された箔材の張出し部を，共焦点レーザ顕微鏡で観察することができる．このとき，常にピ

ントが合った状態で観察を行うために，張出し部と対物レンズとの距離は常に一定となる構造になっている．すなわち，パンチは試験機下部に固定され，代わりにダイおよびブランクホルダーが材料のフランジ部にしわ抑え力を加えながら下降し，箔材を張出す．ダイおよびブランクホルダーは **Fig. 2.3.1** 中の試験機最上段プレートに固定されている．ハンドルを回すとウォームギアを介して台形ねじが回転しこのプレートが上下動する仕組みとなっていて，箔材を張出す機構を実現している．ウォームギアの減速比は 50，台形ねじのピッチは 2mm であるため，ハンドル 1 回転につき40μmだけ最上段プレートが上下動する．最上段プレートにダイヤルゲージをあて動作試験を行ったところ，10μm以下の送り精度を確認できた．

金型および工具の寸法を **Table 2.3.2** に示す．工具寸法はすべて ISO[14]規格に基づき，本研究で用いるブランク直径 1.5mm を基準に相似的に縮小したものである．しかしながら縮小した寸法が適正である保証はない．そこで金型寸法のうち，パンチ肩 R，ダイ肩 R，ドライビングプレートの板厚，ドライビングプレートの穴径各寸法については表に示すように数種類を用意した．パンチの材質は SKD 材であり，ダイおよびブランクホルダーは SK 材である．

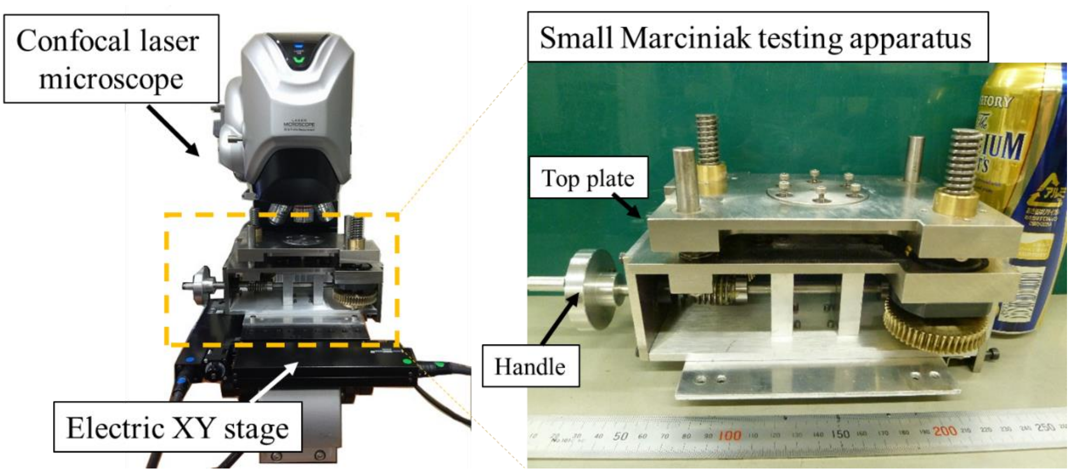


Fig. 2.3.1 Appearance of small Marcniak testing apparatus on confocal laser microscope

Table2.3.1 Design specifications of small Marciniak testing apparatus

Size of apparatus (mm)	270W × 120D × 130H
Limited blank thickness (μm)	100
Maximum stroke (μm)	10000
Minimum feed (μm)	10
Maximum punch force (kN)	4.0

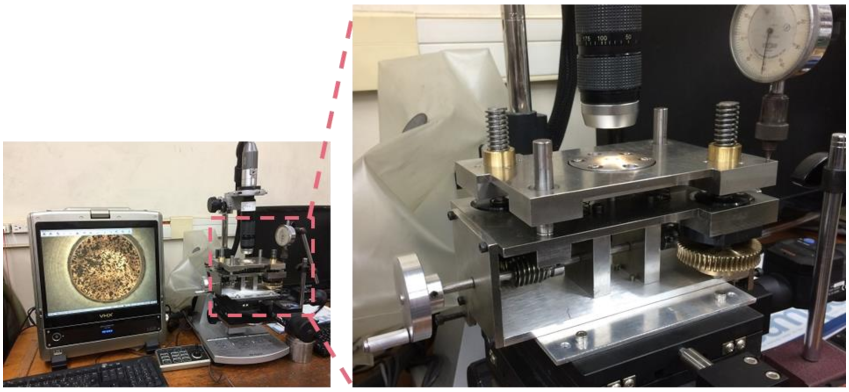


Fig. 2.3.2 Appearance of small Marcniak testing apparatus on confocal laser microscope

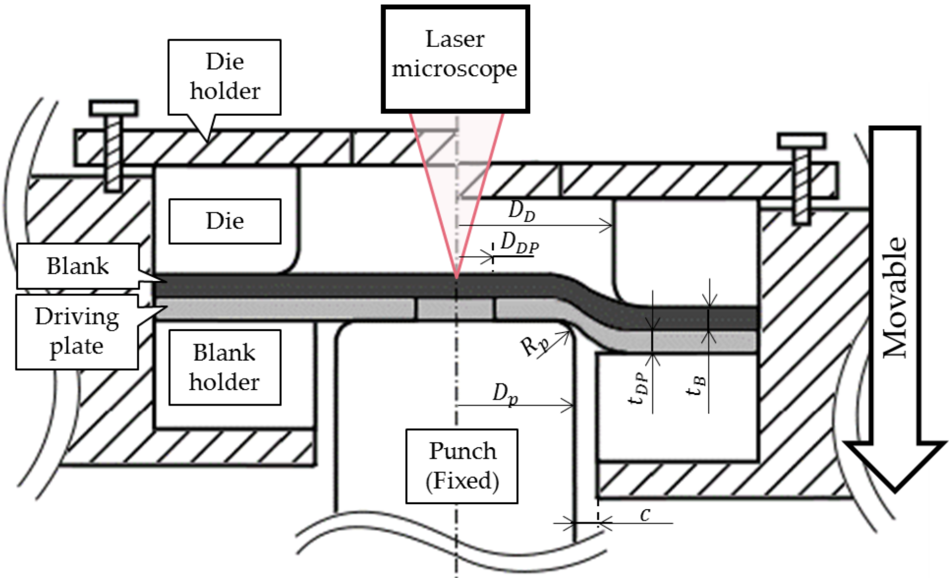


Fig. 2.3.3 Schematic illustration of dies and tools

Table 2.3.2 Dimensions of dies and tools

D_D (μm)	R_D (μm)	D_P (μm)	R_P (μm)	C (μm)	t_B (μm)	t_{DP} (μm)	D_{DP} (μm)
8120	1120 / 1500	7000	700 / 900 / 1000	80	50	50/ 100	1500 / 2380 / 3000

2.4　性能試験

この節では，開発した張出し試験機において，二軸引張りにおける金属箔材の表面あれと延性破壊挙動をその場観察するという開発目的が達せられているかどうか検討を行った．検討事項として，箔材に対して Marciniak 法が適用できるか，表面あれと延性破壊挙動がその場観察できるかの 2 点を調査した．さらに，同一の試験片からひずみ分布測定と表面あれ進展の観察を同時に行えるかを検討した．

2.4.1　供試材および実験方法

供試材として，板厚 50μmの純アルミニウム箔(1N30-O)と純銅箔(C1020R-O)を用いた．化学組成や組織写真，機械的特性などは 3.1 節を参照されたい．試験片形状を **Fig. 2.4.1** に示す．様々な二軸引張り変形経路を実現するため Marciniak 法にならい，計 9 種のくびれ幅 *w* を持つダンベル形状とした．圧延方向が図の向きとなるよう，切削加工によって仕上げた．*w*=1.0, 0.25mm の箔材についてのみ，切削加工後の端面を研磨した．研磨は#400→#800→#1200 のエメリー紙を用いた．また後に行うデジタル画像相関法(DIC 法)を用いたひずみ分布の測定のため，供試材表面にはあらかじめ黒色塗料によってスペックルパターンを塗布した．張出し部であるおよそ 2.4mm 径と微小な領域のひずみ分布を測定するため，黒色塗料は 1 粒当たり 2~3μm 程度と微細な粒を持つトナーの粉を用いた．トナーを塗布した後に供試材に定着させるため，電気ヒーター内で 150℃になるまで加熱した．トナーを定着させた後，アセトン溶液に浸しながら超音波洗浄を行い，膜厚の低減を図った．超音波洗浄については 2.4.4 で後述する．ドライビングプレートの形状を **Fig.2.4.2** に示す．ドライビングプレートは板厚 50μmまたは 100μmの微細粒ステンレス箔材(UFGSS)を用いた．パンチとの接触面はフッ素系潤滑剤を用いた．

開発した試験機を用いて張出し試験を行い，張出し部を共焦点レーザ顕微鏡またはデジタルマイクロスコープに用いて連続的に観察した．観察に用いた顕微鏡の詳細，観察条件，デジタル画像相関法(DIC 法)によるひずみ分布の測定条件は 3.1 節で述べる．

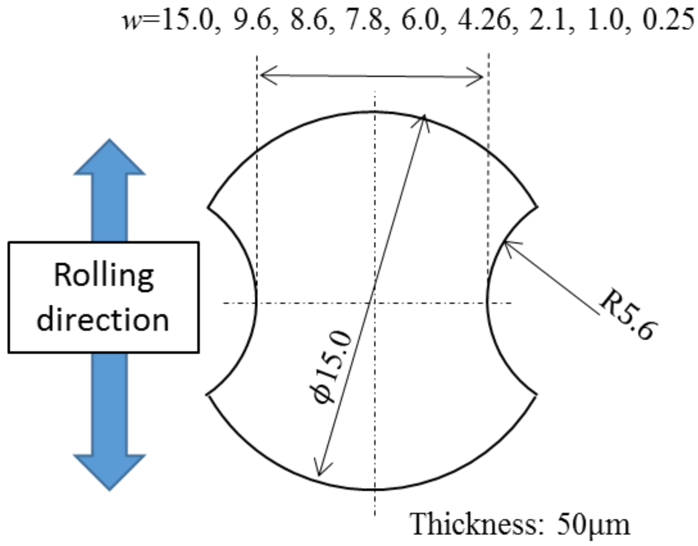


Fig. 2.4.1 Dimensions of blank with various widths

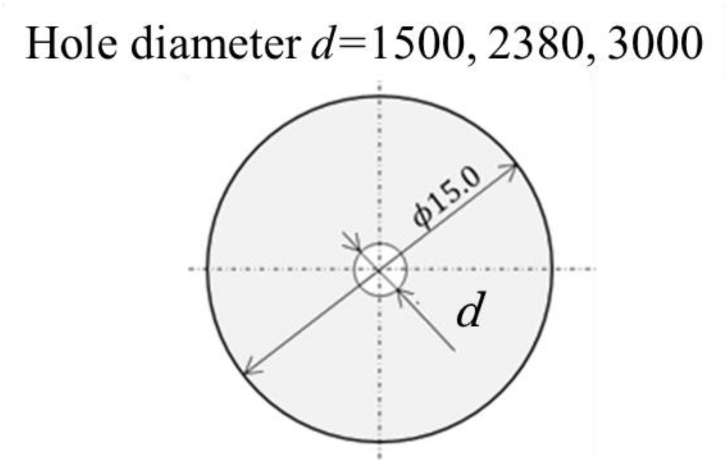


Fig. 2.4.2 Dimensions of driving plate

2.4.2　金属箔材における Marciniak 法の適用可能性

2.2 節で述べたように，本試験機は Marciniak 法の ISO 規格に基づき金型寸法が決定されているが，規格の適用外であり，所望の Marciniak 試験が行える保証はない．そこで本小節では箔材における試験の適用可能性を調査した．

Fig.2.4.3 および **Fig. 2.4.4** に試験後の箔材全体写真および顕微鏡で観察した張出し部を示したものである．張出し部に見られる円形の線または点線は，ドライビングプレートの穴淵位置を明示するためにあらかじめ試験片にペンで描いたものである．いずれもドライビングプレート穴内の位置で破断が生じていることがわかる．この時の各金型寸法は表の通りであった．金型寸法，またはパンチとドラインビングプレート間の潤滑が適正でないとパンチ肩，ダイ肩およびドライビングプレートの穴淵における破壊が見られた．これらの破壊はパンチ肩 R およびダイ肩 R を大きくし，ドライビングプレートとパンチ間の潤滑を適正化することで回避することができた．また試験片の全体写真を見ると，試験片のフランジ部にしわは発生しておらず，試験片の外径は元の 15mm とほとんど変わっていなかった．このことから，試験片のフランジ部は内部に流入しておらず，試験機のしわ抑え力は十分大きいことが確認できた．

Fig. 2.4.5 は w=15, 7.8, 1.0mm の純銅箔を対象に，破断直前における張出し部と，最大主ひずみ方向のオイラーひずみ分布を示したものである．変形領域はおよそ 2mm 四方と微小であるが，破断部におけるひずみ集中を感知できるほど十分細かいひずみ分布を測定できることがわかった．

Fig. 2.4.6 および **Fig. 2.4.7** に様々な幅の試験片におけるひずみ経路の測定結果を示す．グラフ中のひずみは測定したひずみ分布より，均一変形している箇所の平均をとり算出した．グラフより単軸引張状態から等二軸引張状態まで，様々な二軸引張りの比例負荷経路が得られていることがわかる．

以上の結果を踏まえ，箔材でも板材同様に Marciniak 法が適用可能であることがわかった．

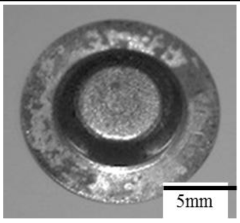
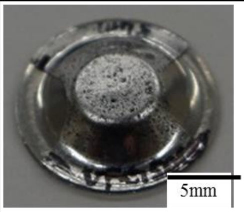
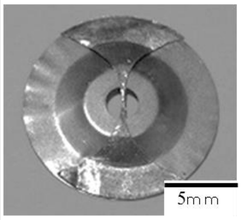
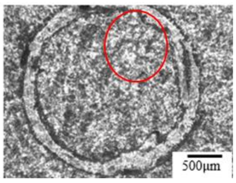
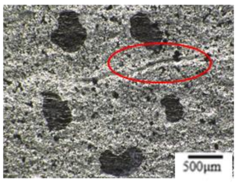
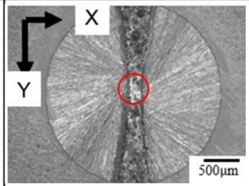
Width w	15mm	8.6mm	0.25mm
Tested specimen			
Images just after crack opening			
Die corner radius R_D	1120μm	1500μm	1120μm
Punch corner radius R_p	700μm	1000μm	700μm
Thickness of driving plate T_{DP}	50μm		
Hole diameter of Driving plate D_{DP}	2380μm		

Fig2.4.3 Images of tested pure aluminum foils with w=15, 7.8, 1.0mm and tool dimensions

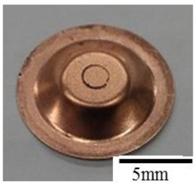
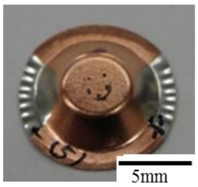
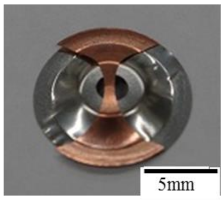
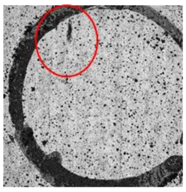
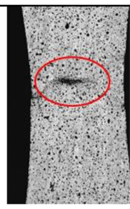
Width w	15mm	7.8	0.25mm
Tested specimen			
Images just after crack opening			
Die corner radius R_D	1500μm		
Punch corner radius R_p	1000μm		
Thickness of driving plate T_{DP}	50μm		
Hole diameter of Driving plate D_{DP}	2380μm		

Fig2.4.4 Images of tested pure copper foils with w=15, 7.8, 1.0mm and tool dimensions

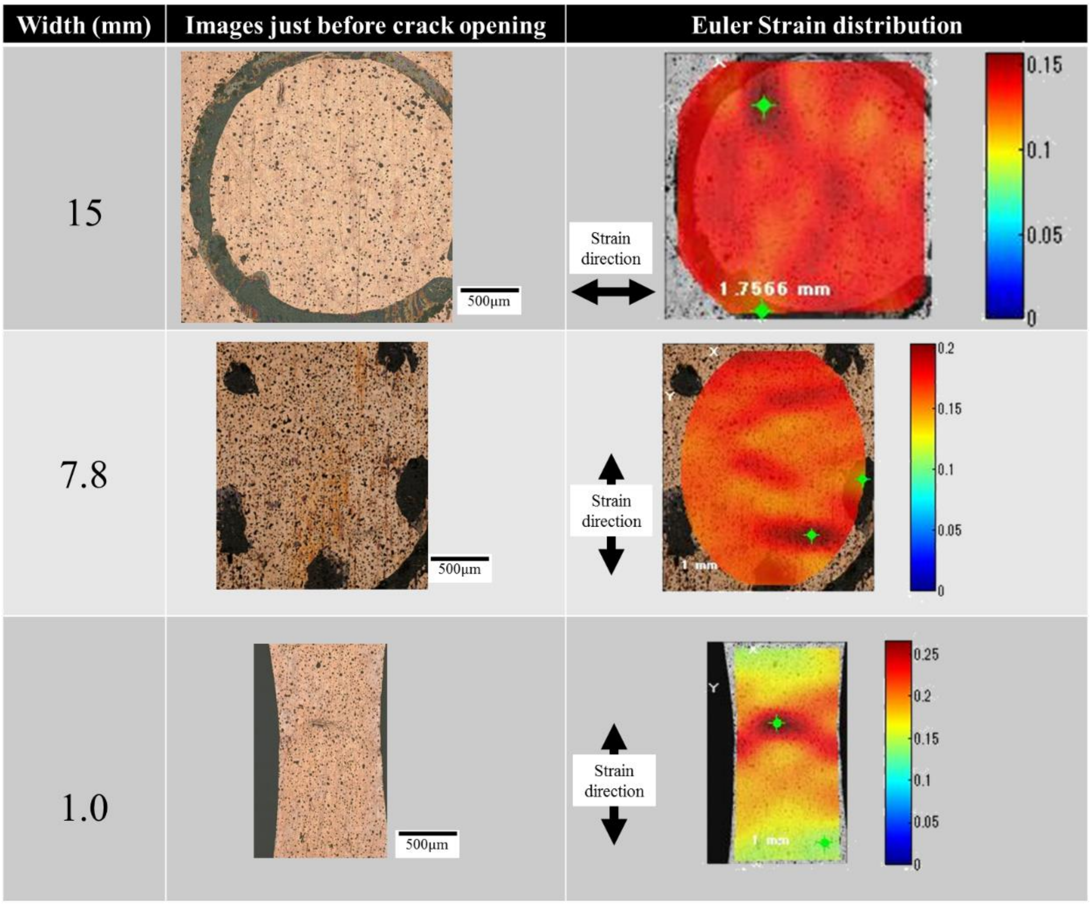


Fig. 2.4.5 Images just before crack opening and their strain distribution of pure copper with w=15, 7.8 and 1.0mm

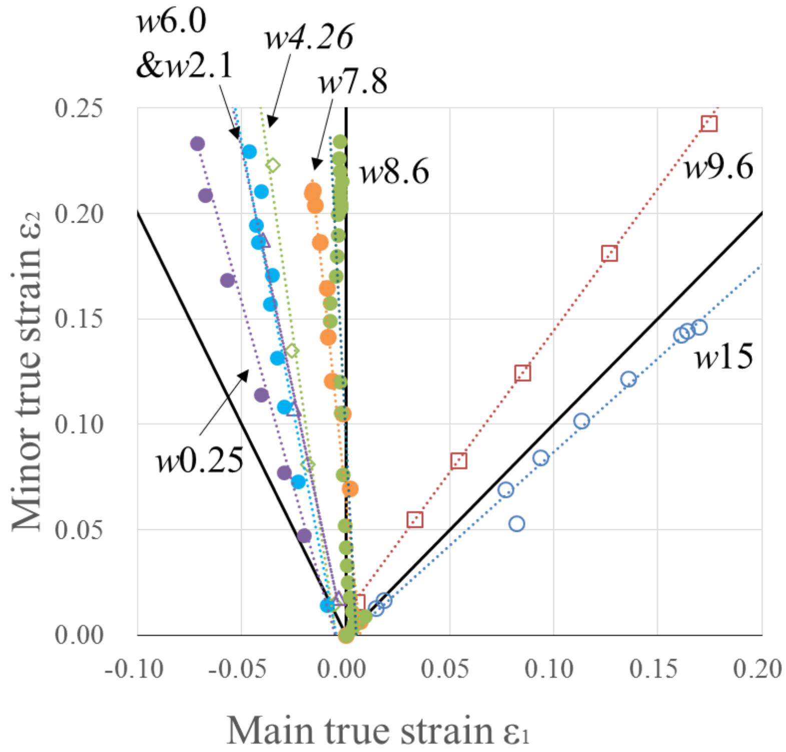


Fig2.4.6 Average strain paths of pure aluminum foils with various widths

Fig2.4.1 Strain ratio α of pure aluminum foils with various widths

width w (mm)	15	9.6	8.6	7.8	6.0	2.1	0.25
$\alpha = \frac{\varepsilon_2}{\varepsilon_1}$	1.13	0.74	0.05	-0.11	-0.14	-0.14	-0.28

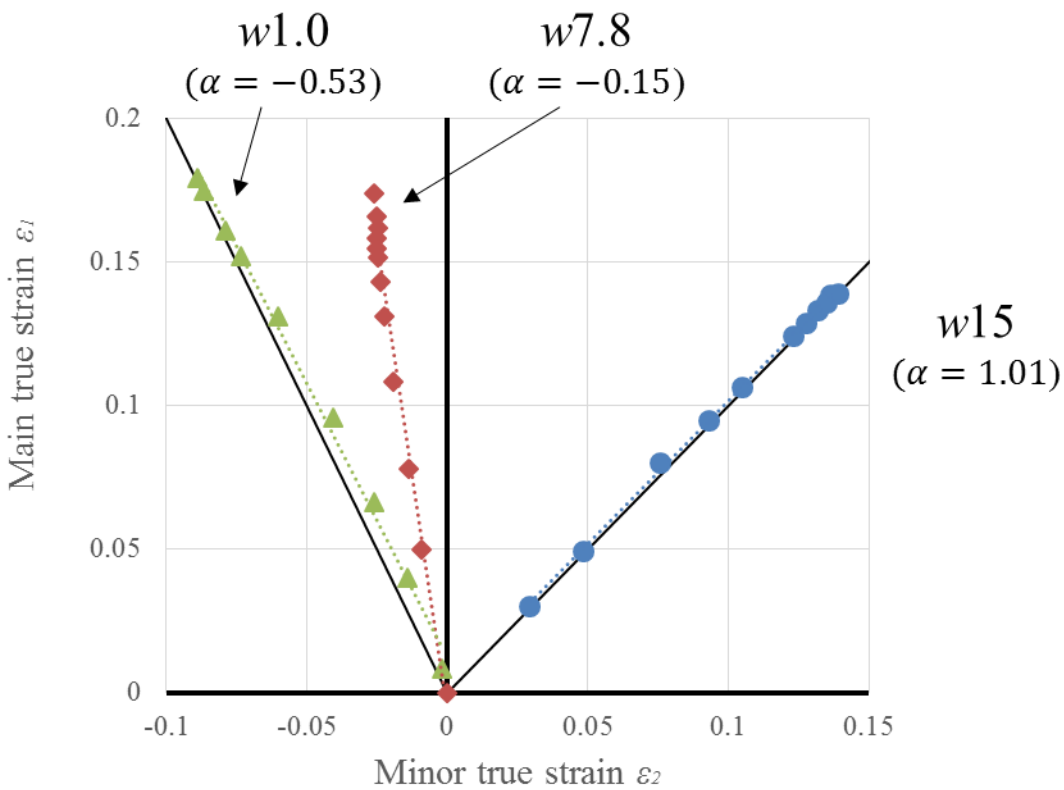


Fig. 2.4.7 Average strain paths of pure copper foils with various widths

Fig2.4.2 Strain ratio α of pure copper foils with various widths

width w (mm)	15	7.8	0.25
$\alpha = \frac{\varepsilon_2}{\varepsilon_1}$	1.01	-0.15	-0.53

2.4.3　表面あれその場観察

表面あれのその場観察可能性を調査するため，張出し変形中の箔材の表面プロファイルを取得した．**Fig2.4.8** に 7.8($\alpha = -0.15$)に対して表面プロファイルを取得した結果を示す．ストロークは **Fig2.3.1** の試験機最上段プレートにあてたダイヤルゲージより測定した．円形に並んだ点々は，ドライビングプレートの穴淵位置を示している．図より変形の進行に伴う表面プロファイルの変化を，同一箇所において観察できていることがわかる．

表面性状を把握するためには高倍率での観察が必要であり，通常一度に観察可能な視野は約 250μm 四方と狭くなる．そこで，本試験機では電動ステージを用いた自動連結機能を利用し，見かけ上の観察領域拡大を図っている．実際に，**Fig2.4.8** で得た画像の大きさは図より，約 1500μm 四方と拡大している．これにより割れはもとより，ドライビングプレート穴内に相当する張出し部を，包括するだけの十分に広い領域が観察できていることが確認できた．

Fig2.4.8 からは画像取得可能なストローク間隔が粗い印象を受けるが，実際には最小 10μm という微小な画像取得間隔が可能である．このストローク間隔では，ひずみの集中や凹部成長，割れが開く瞬間などは余裕をもって観察可能であった．観察した各挙動については 4 章で述べる．

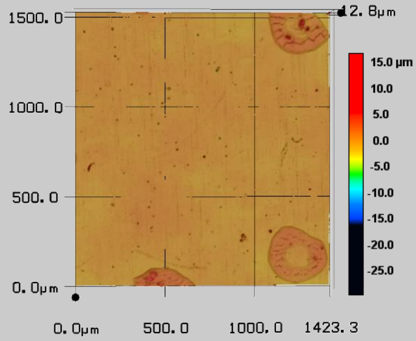
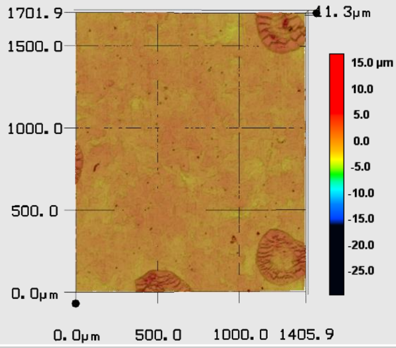
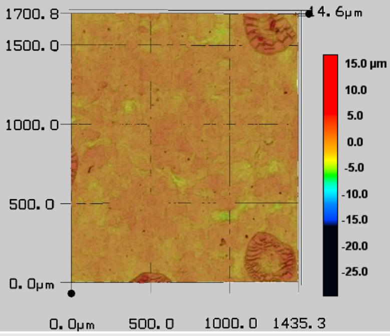
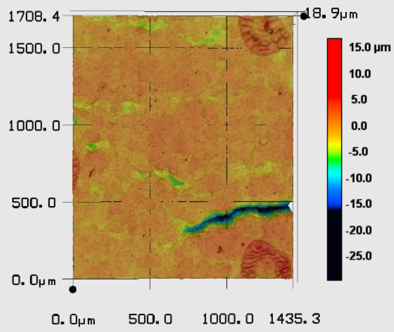
Stroke (μm)	Captured images	Height distribution
100		
2000		
2380		
2590		

Fig2.4.8 Captured images and their height distribution of copper foils with w=7.8mm

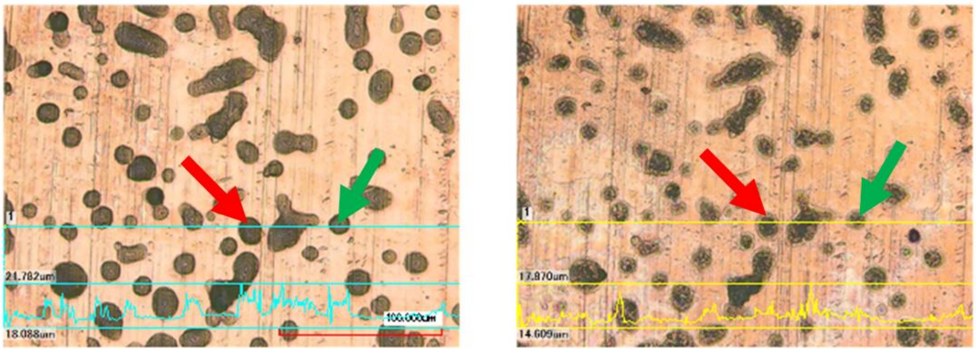
2.4.4　同一試験片におけるひずみ分布測定および表面あれ進展挙動観察

後にひずみ分布を測定した DIC 法では，あらかじめ試験片表面に黒色塗料によってスペックルパターンを施し，変形中のパターンの変化をもとにひずみ分布の測定を行う．しかし，塗料の持つ膜厚が表面あれ挙動の観察に影響を及ぼすことは容易に想像できる．そこで，本小節では塗料のもつ膜厚を低減し，一つの試験片からひずみ分布測定と表面あれ挙動の観察を行うことを検討した．

塗料の膜厚を低減するため，パターンが施された箔材に対してアセトン溶液を用いた超音波洗浄と光量しきい値を利用した画像処理の２つの処理を施した．

超音波洗浄は 1 時間行った．洗浄前後の変化を **Fig. 2.4.9 (a), (b)**に示す．また，ほぼ同一箇所における両者の高さ分布の比較を **Fig. 2.4.10** に示す．洗浄前 2~3μm 程度であった膜厚が最大半分程度まで低減されていることがわかる．特に矢印部でその結果が顕著である．

Fig. 2.4.11 に光量しきい値を利用した画像処理の様子を示す．母材と塗料の光量には明瞭な差があり，両者の光量分布の境界は図中のように分布の不連続な点として表れた．このため，この不連続点にしきい値を設ければ，図のように塗料の部分のみを抽出することができる．これを利用して塗料のみにカット処理を施した．すなわち，塗料部の高さデータを排除し，その周囲の高さデータによって補完する処理を行った．その結果を **Fig. 2.4.12-2.4.13** に示す．膜厚はさらに低減され 1μm 以下程度となった．これは図中緑矢印で示した母材固有の微細な凹凸とほぼ同等の大きさであった．以上の処理を施すことにより，表面あれ観察に及ぼす塗料膜厚の影響を最低限に抑制することができると考えられる．



(a) Before cleaning　　　　(b) After cleaning

Fig. 2.4.9 Patterned surface of copper foil before and after cleaning

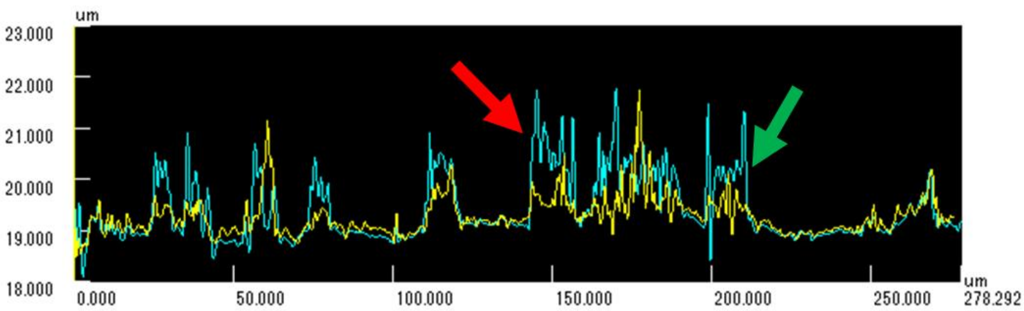


Fig. 2.4.10 Comparison of height profile between before and after cleaning

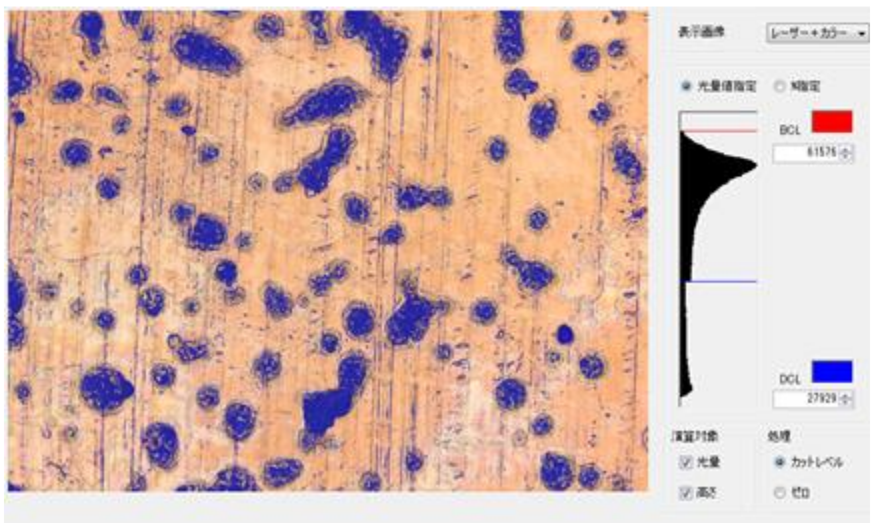
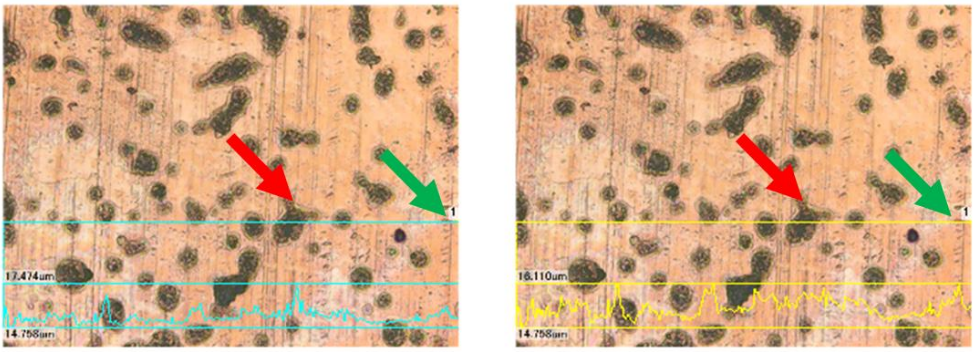


Fig. 2.4.11 DCL and BCL processing of toner painted specimen



(a) Before processing　　　　(b) After processing

Fig. 2.4.12 Comparison of height profile between before and after cleaning

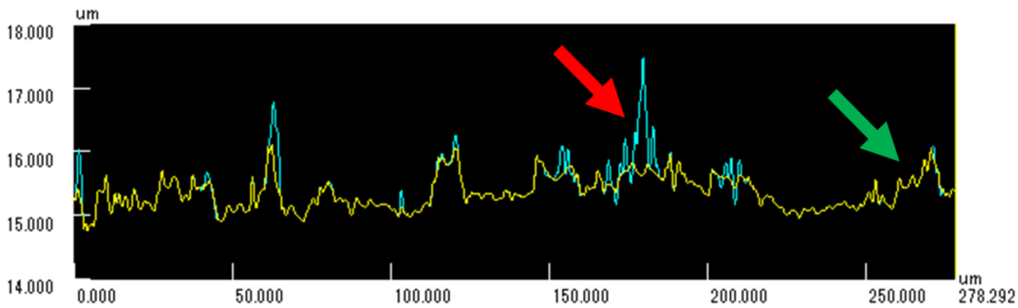


Fig.2.4.13 Comparison of height profile between before and after cleaning

第３章

供試材および実験方法

3.1　供試材およびドライビングプレート

供試材は板厚 t=50μmの純アルミニウム箔 1N30-O 材と純銅箔 C1020R-O 材を用いた．化学組成および組織写真を **Table 3.1.1-3.1.2** および **Fig. 3.1.1-3.1.2** に示す．また，結晶粒径を **Table 3.1.2-3.1.3** に示す．**Fig. 3.1.4** の引張試験片を用い，得られた応力ひずみ線図を **Fig. 3.1.5-3.1.6** に示す．得られた応力ひずみ線図が n 乗硬化則$\sigma = K\varepsilon^n$に従うとした場合，純銅箔の加工硬化指数は n=0.296 であった．ドライビングプレートは板厚 50μmの微細粒ステンレス鋼(UFGSS)を用いた．平均結晶径は 2.29μmで等軸な組織を持っており，ドライビングプレートに要求される均一な穴広げ変形が期待できる．その他，試験片へのスペックルパターンの施し方，潤滑方法などは 2.4.1 で述べた．

Table 3.1.1 Chemical composition of 1N30-O

Al	Cu	Si+Fe	Mg	Zn	Mn	Other
≧99.3	≦0.1	≦0.07	≦0.05	≦0.05	≦0.05	≦0.38

Table 3.1.2 Chemical composition of C1020R-O

Cu	Other
≧99.6	≦0.4

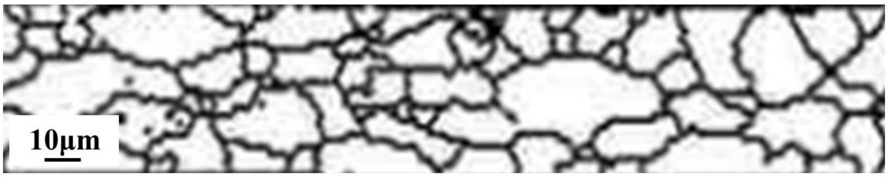
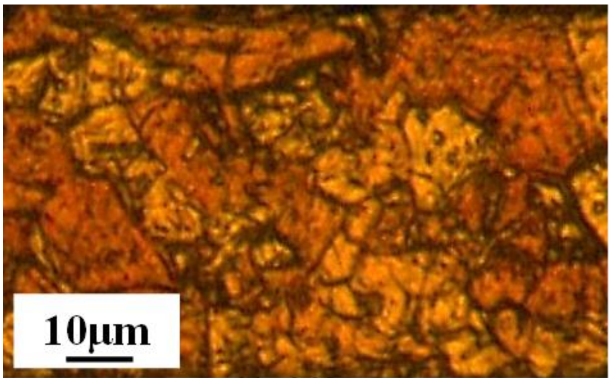


Fig. 3.1.1 Microstructure of 1N30-O



(a)t=0.05mm

Fig. 3.1.2 Microstructure of C1020R-O

Table 3.1.2 Grain size for 1N30-O

Thickness *t* μm	Grain size *d* μm	Number of grains in thickness t/d
50	11.3	4.4

Table. 3.1.3 Grain size for C1020R-O

Thickness *t* μm	Grain size *d* μm	Number of grains in thickness t/d
50	16.6	3.0

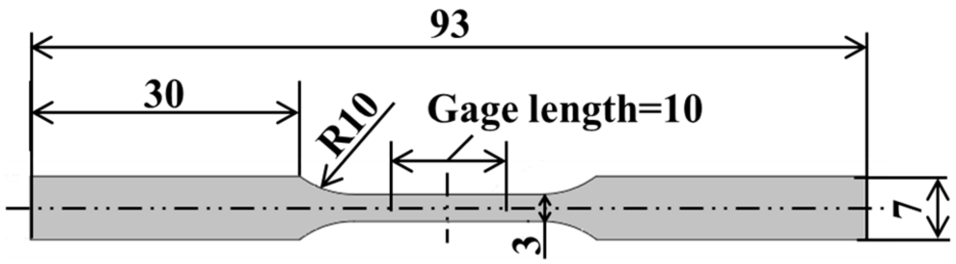


Fig. 3.1.3 Dimensions of specimen for uniaxial tensile test

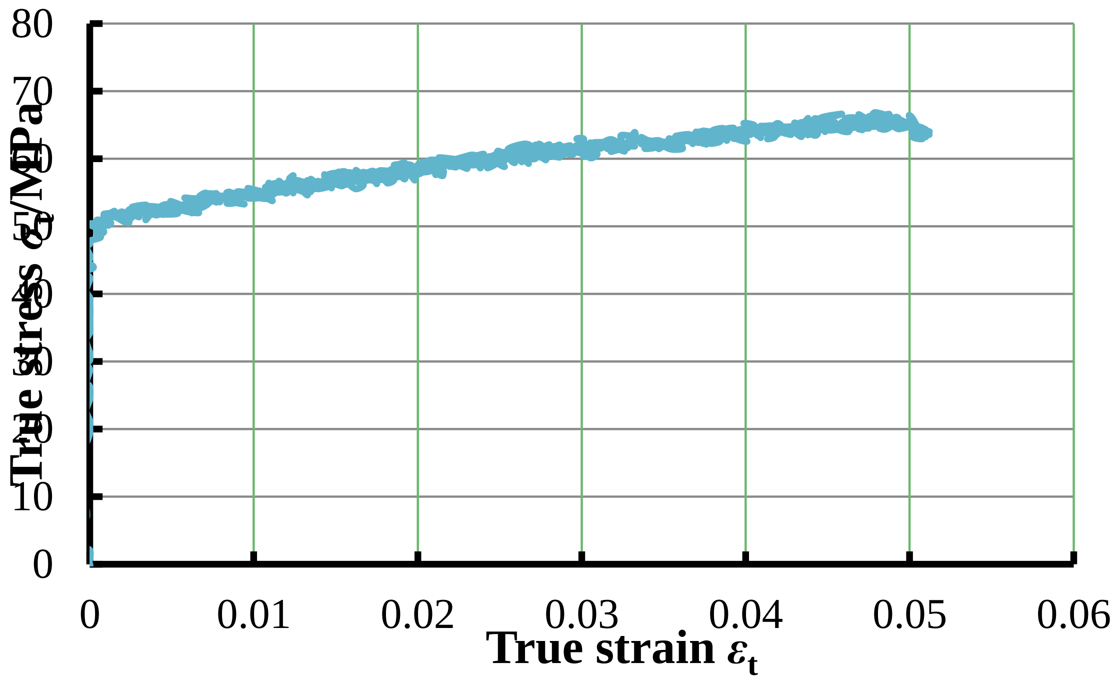


Fig. 3.1.4 True stress-true strain curve of 1N30-O

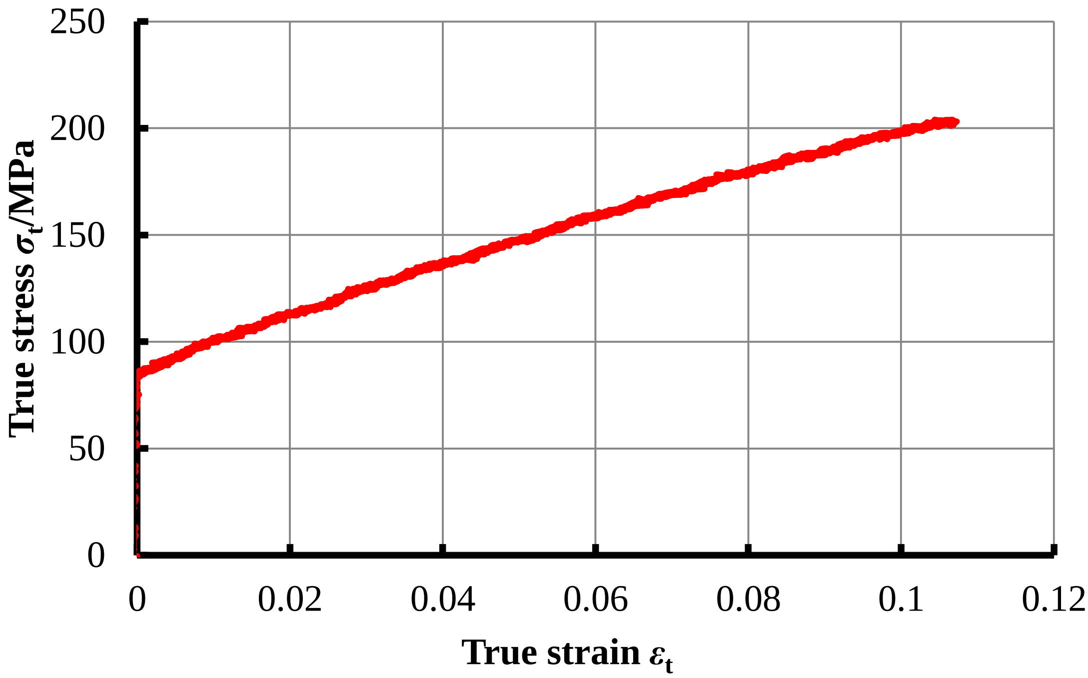


Fig. 3.1.5 True stress-true strain curve of C120R-O

3.2　実験方法

開発した試験機を用いて箔材の張出し試験を行う．試験機の構造や金型寸法等の詳細については 2.3 節で述べている．変形中は箔材の張出し部を，共焦点レーザ顕微鏡またはデジタルマイクロスコープの 2 種類の顕微鏡を用いてその場観察した．顕微鏡はともに(株)キーエンス製であり，共焦点レーザ顕微鏡，デジタルマイクロスコープによる観察条件や特徴を **Fig. 3.3.1** にまとめた．基本的にレーザ共焦点顕微鏡を用いたが，観察対象が延性破壊挙動のみで，時間コスト削減や一挙に広い観察領域を得たい場合などはデジタルマイクロスコープを用いた．

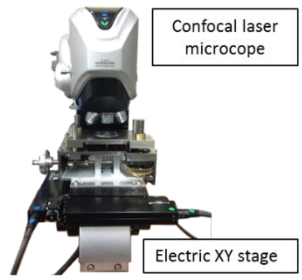
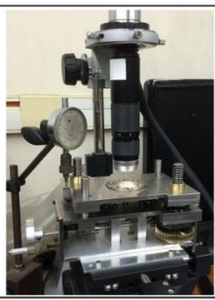
	Confocal laser microscope	Digital microscope
Measuring object	Ductile fracture / Surface roughening	Ductile fracture
Observation time	Long	Small
Appearance		
Observation area	Center of the stretched region	
Image size	≒2000 x 2000μm	2570 x 3420μm

Fig. 3.2.1 Observation conditions using confocal laser and digital microscope

3.3　評価方法

箔材の張出し変形をその場観察した後，取得した画像および試験後の試験片を用いて各種評価を行った．取得した画像からは主にひずみ分布の測定と高さプロファイルの取得を行った．

ひずみ分布はデジタル画像相関法(DIC 法)によって測定した．**Table 3.3.1** に DIC 法の測定条件を示す．ソフトは MATLAB 上で動作する Ncorr[15)]というソフトを用いた．DIC 法では，変形初期の画像に無数のサブセットと呼ばれる領域を定義し，変形後のサブセットを画像の明暗の分布で相関・追跡し，でひずみ分布を得る．Ncorr ではサブセットは円形状であり，Strain radius はその半径，Subset spacing は隣接サブセット同士の距離である．また，ひずみ分布を得た後，箔材の局部くびれ変形開始を評価するために，成形限界ひずみの測定を行った．成形限界ひずみは Marciniak 法の ISO 規格 [14)]に基づき測定した．すなわち，次の手順によった．

①破壊直前の画像を選ぶ．

②割れの長手方向に対して垂直に複数の線を引き，線上の最大主ひずみε_1分布を得る．

③複数のひずみ分布から，ε_1が最大となる分布を選ぶ．

④ε_1が最大を取る頂点付近のひずみをくびれ内部のひずみとして除外する

⑤残されたくびれ周囲のひずみ分布を放物線近似し，その極大点をε_1の成形限界ひずみ$\varepsilon_{1(f)}$とする．

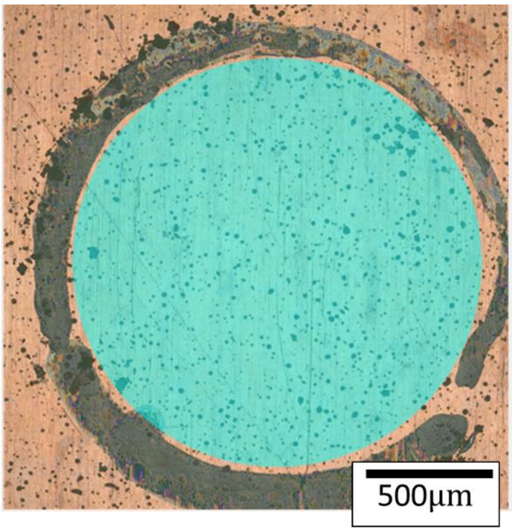
⑥同様にε_3（板厚方向の主ひずみ）の成形限界ひずみ$\varepsilon_{3(f)}$を得る．

⑦$\varepsilon_{2(f)} = -(\varepsilon_{1(f)} + \varepsilon_{3(f)})$により$\varepsilon_{2(f)}$を得る．

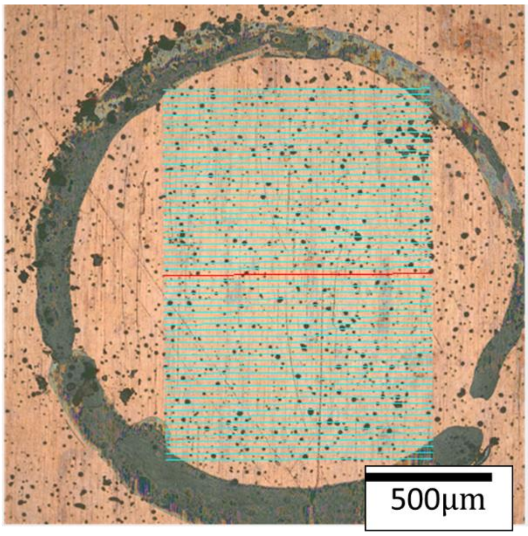
高さの分布は，共焦点レーザ顕微鏡専用のソフトウェアによってさまざまな処理が可能である．本研究では，3D コンター図の表示，線上の表面プロファイルの図示，表面粗さの測定を行った．表面粗さの測定領域を **Fig. 3.3.1** に示す．表面粗さは算術平均粗さ R_a および最大高さ R_z(s)を測定した．R_a は，表面あれの測定方向依存性を調べるため，圧延方向に対し 0°, 45°, 90°に引いた複数線の粗さ R_a(0), R_a(45), R_a(90)を測定した．複数線は 1 本 1500μm の直線 61 本からなり，間引き間隔は 16 本とした．

Table. 3.3.1 DIC parameters for measuring strain distribution

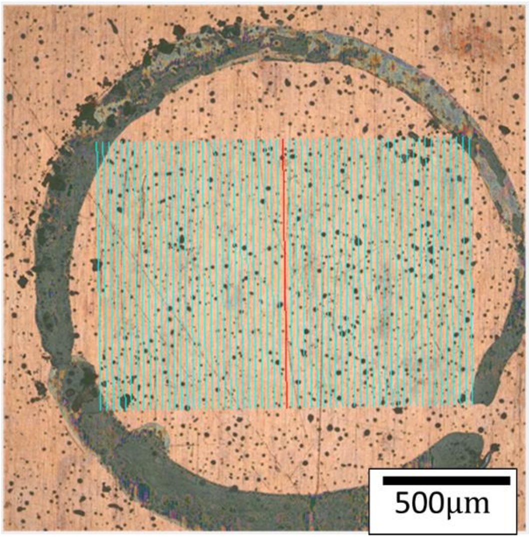
DIC software	Ncorr
Subset radius (μm)	≒85.6
Subset spacing (μm)	≒19.3
Strain radius (-)	15



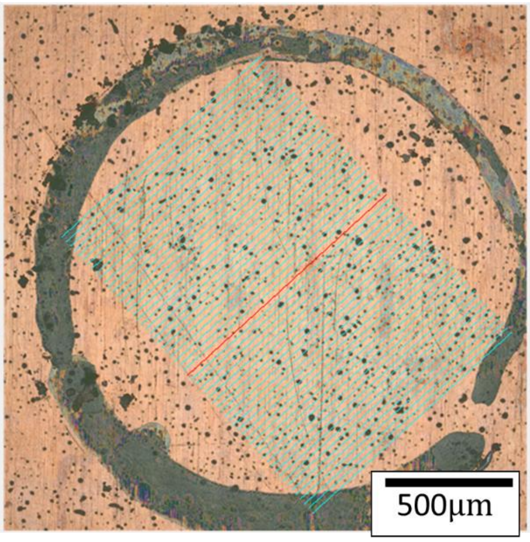
(a) Maximum height R_z (s)



(b) Arithmetic surface roughness R_a (0)



(c) Arithmetic surface roughness R_a (90)



(d) Arithmetic surface roughness R_a (45)

Fig. 3.3.1　Measurement area of surface roughness

第 4 章

実験結果および考察

4.1　金属箔材の延性破壊挙動

本節では，純銅箔および純アルミニウム箔材の延性破壊挙動の観察結果について述べる．本節はまず，破壊に至るまでの変形挙動を調査するため測定した面内ひずみ分布を示す．

4.1.1 変形および延性破壊挙動

試験片の変形挙動を調べるため，デジタル画像相関法(DIC 法)を用いた面内ひずみ分布の測定を行った．測定結果を **Fig.4.1.1-4.1.6** に示す．**Fig. 4.1.1-4.1.3** は純銅箔におけるそれぞれ w=15mm ($\alpha = 1.01$)，w=7.8mm ($\alpha = -0.15$)，w=1.0m ($\alpha = -0.53$) のひずみ状態について示してあり，**Fig. 4.1.3-4.1.6** は純アルミニウム箔におけるそれぞれ w=15mm ($\alpha = 0.96$)，w=7.8mm ($\alpha = -0.07$)，w=1.0m ($\alpha = -0.53$) の面内ひずみ測定結果を示している．ひずみは全てオイラーひずみであり，画像に対して水平方向（X 方向）と鉛直方向（Y 方向）それぞれのひずみをカラーコンター図で示している．図中で円上に描かれている黒い線あるいは点線はドライビングプレートの穴淵の位置を明示するために，あらかじめ試験片表面にペンで描いたものである．最大主ひずみ方向は，材料問わず w=15mm は X 方向，w=7.8, 1.0mm では Y 方向とほぼ垂直であった．各条件の最大主ひずみ方向のコンター図に着目する．どの条件においても，はじめ均一に変形したのち，帯状の変形集中部が現れ，破壊に至っていた．このとき，帯部は最大主ひずみ方向に対してほぼ垂直な方向であった．

Fig. 4.1.7 は純銅箔における w=15, 7.8, 1.0mm それぞれの割れ部の拡大写真，および破断面の SEM 像を示してる．割れ部に着目すると，w=15mm ($\alpha = 1.01$) の割れは鉛直方向に長手方向をとっている一方，w=7.8mm ($\alpha = -0.15$) および w=1.0m ($\alpha = -0.53$) では水平方向に細長い割れとなっていることがわかる．これらはいずれも最大主ひずみε_1に対して垂直な方向に一致しており，**Fig.4.1.1-4.1.6** で示した帯状の変形集中部に対応していた．また破断面の SEM 像を見ると，いずれの試験片においてもディンプルは観察されなかった．同材料の板厚 0.5mm および 0.3mm の板材の引張試験においてディンプルの存在が報告されている [13] ことから，ボイドの成長・合体機構以外のメカニズムによって延性破壊に至ったと考えられる．また，板材に擬似表面粗さを設けるとディンプルが消失すること [13] が報告されており，表面あれに起因した延性破壊が示唆される．

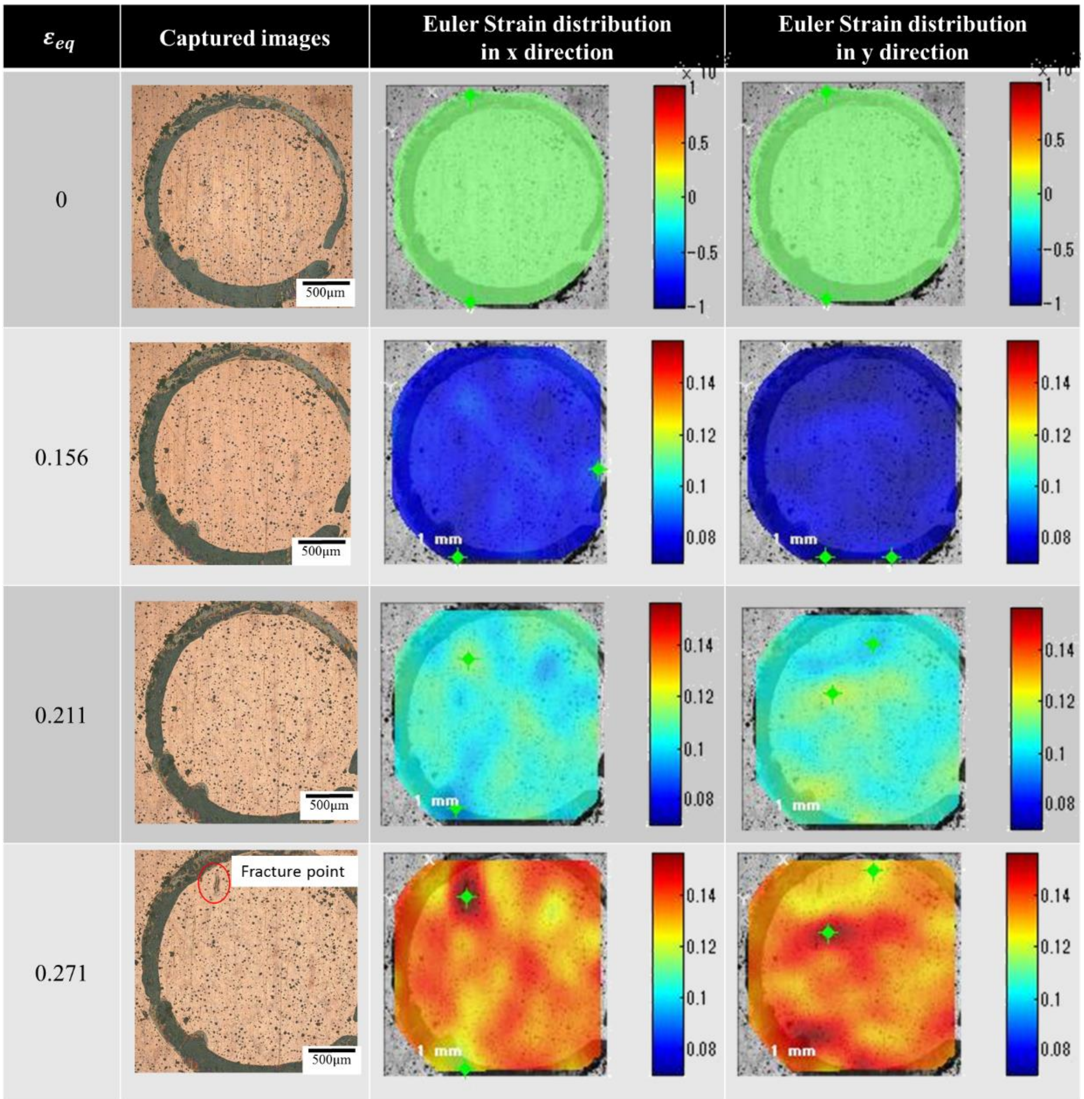


Fig.4.1.1 Captured images and measured strain distribution of pure copper foil with w=15mm (α = 1.01)

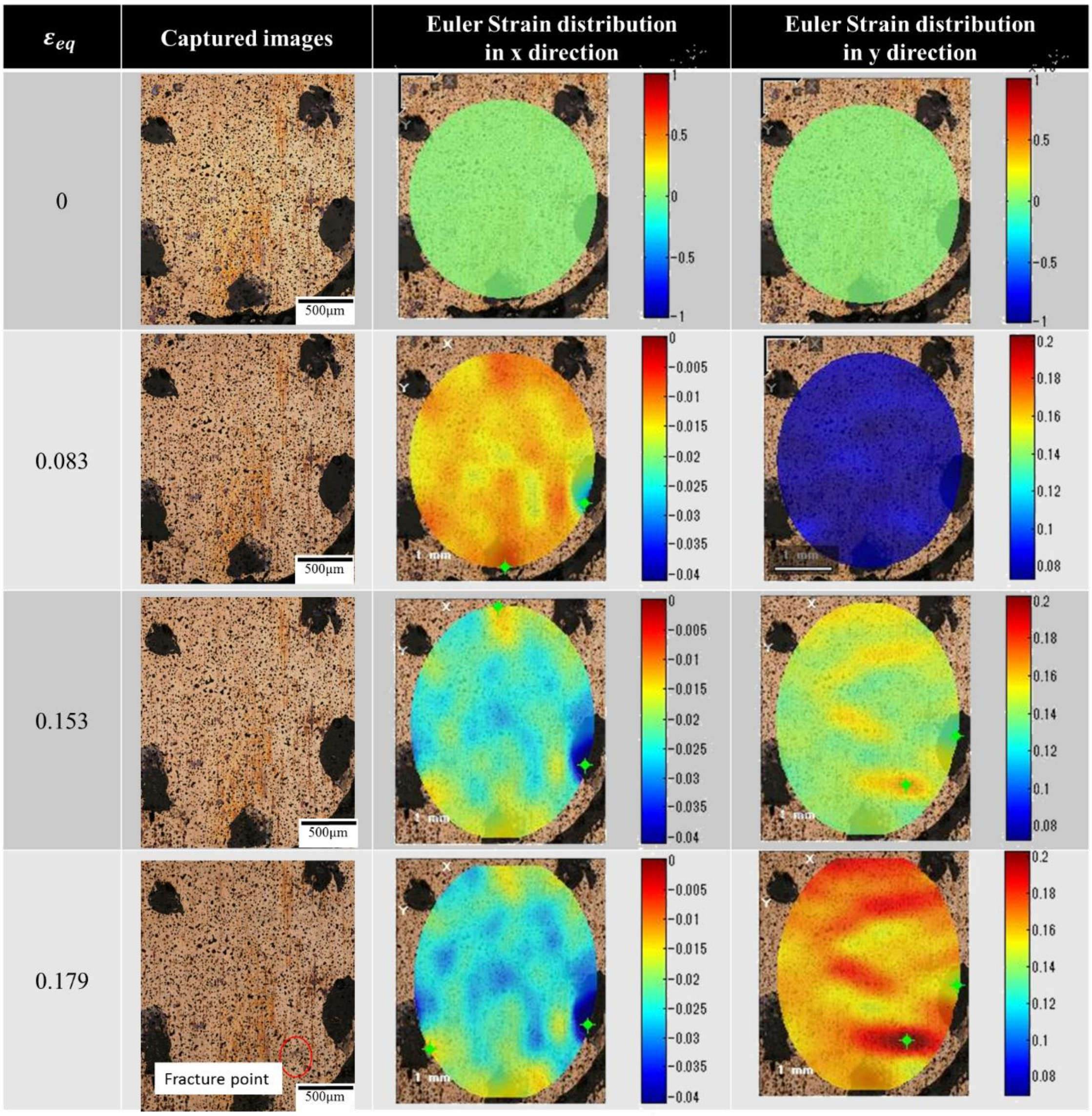


Fig.4.1.2 Captured images and measured strain distribution of pure copper foil with w=7.8mm ($\alpha = -0.15$)

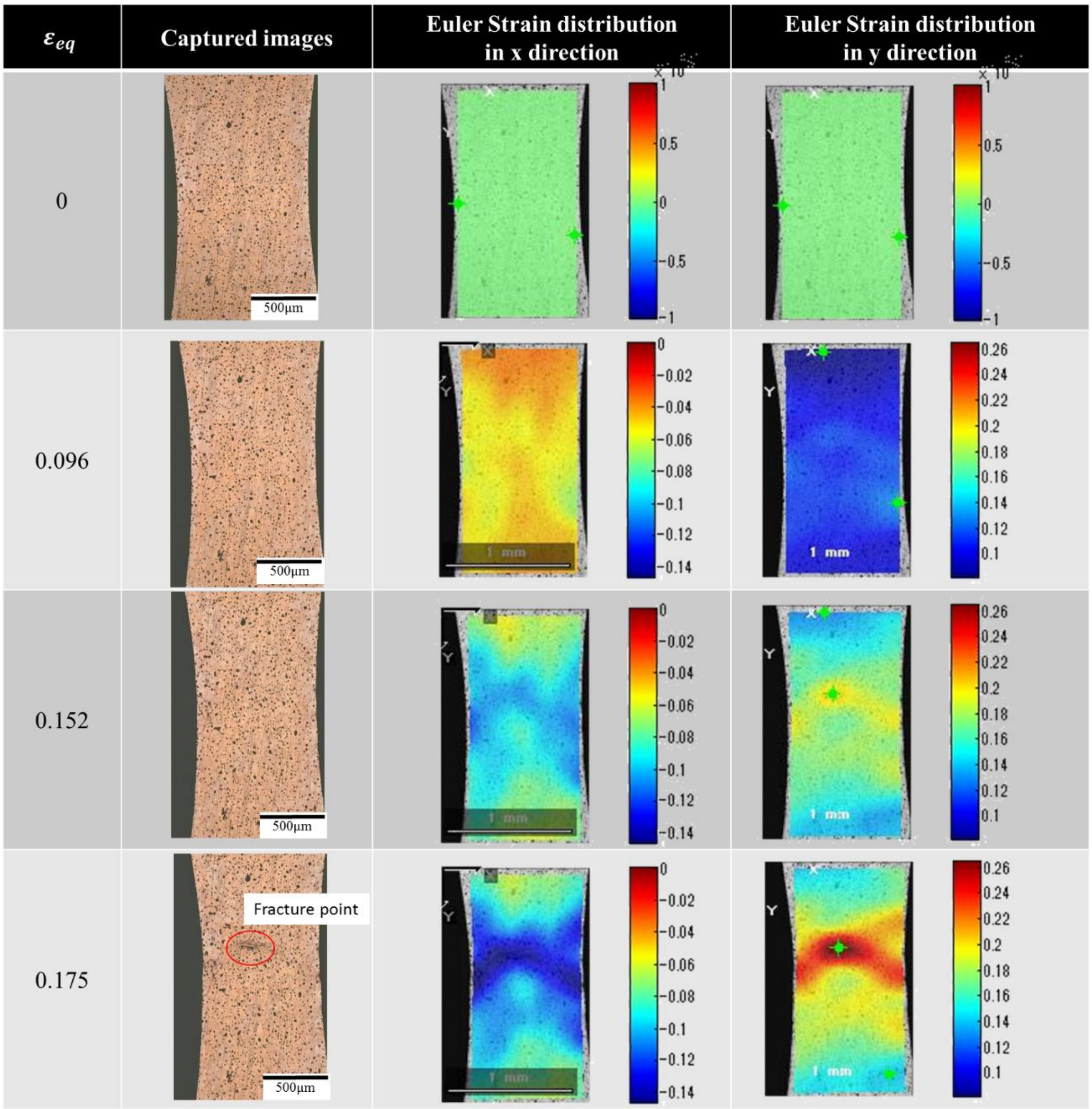


Fig.4.1.3 Captured images and measured strain distribution of pure copper foil with w=1.0mm ($\alpha = -0.53$)

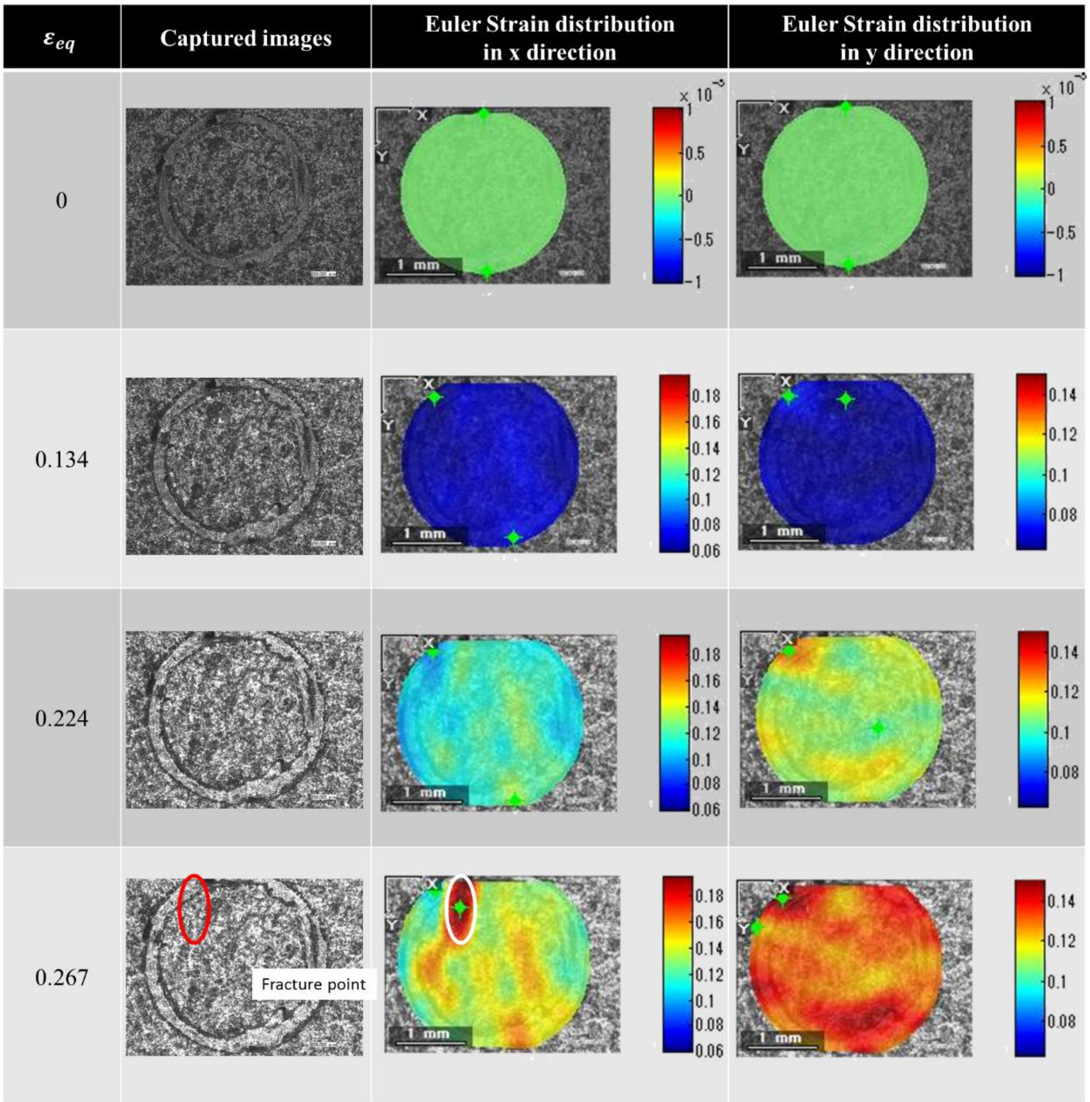


Fig.4.1.4 Captured images and measured strain distribution of pure aluminum foil with w=15mm (α=0.96)

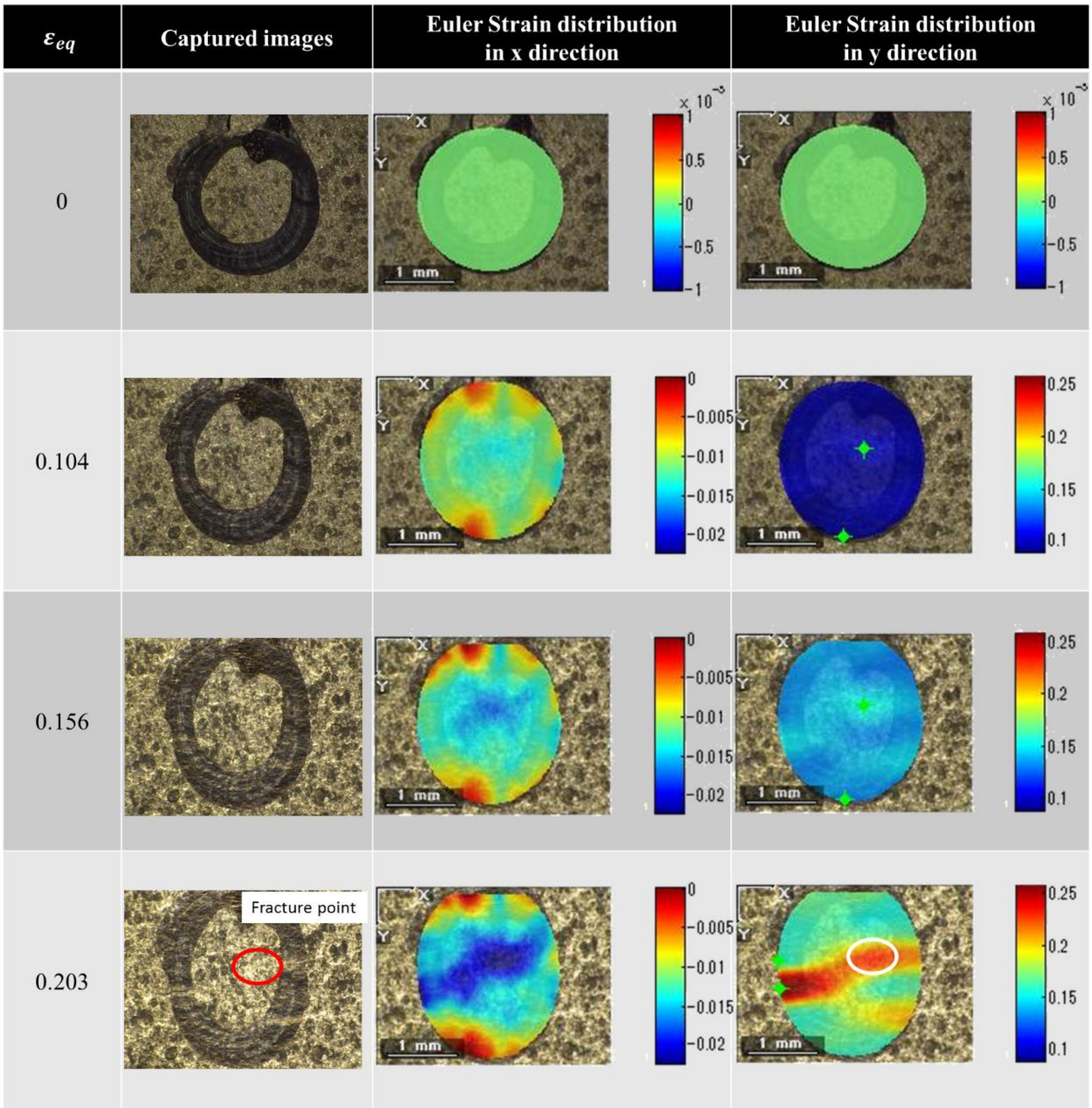


Fig.4.1.5 Captured images and measured strain distribution of pure aluminum foil with w=7.8mm (α=−0.07)

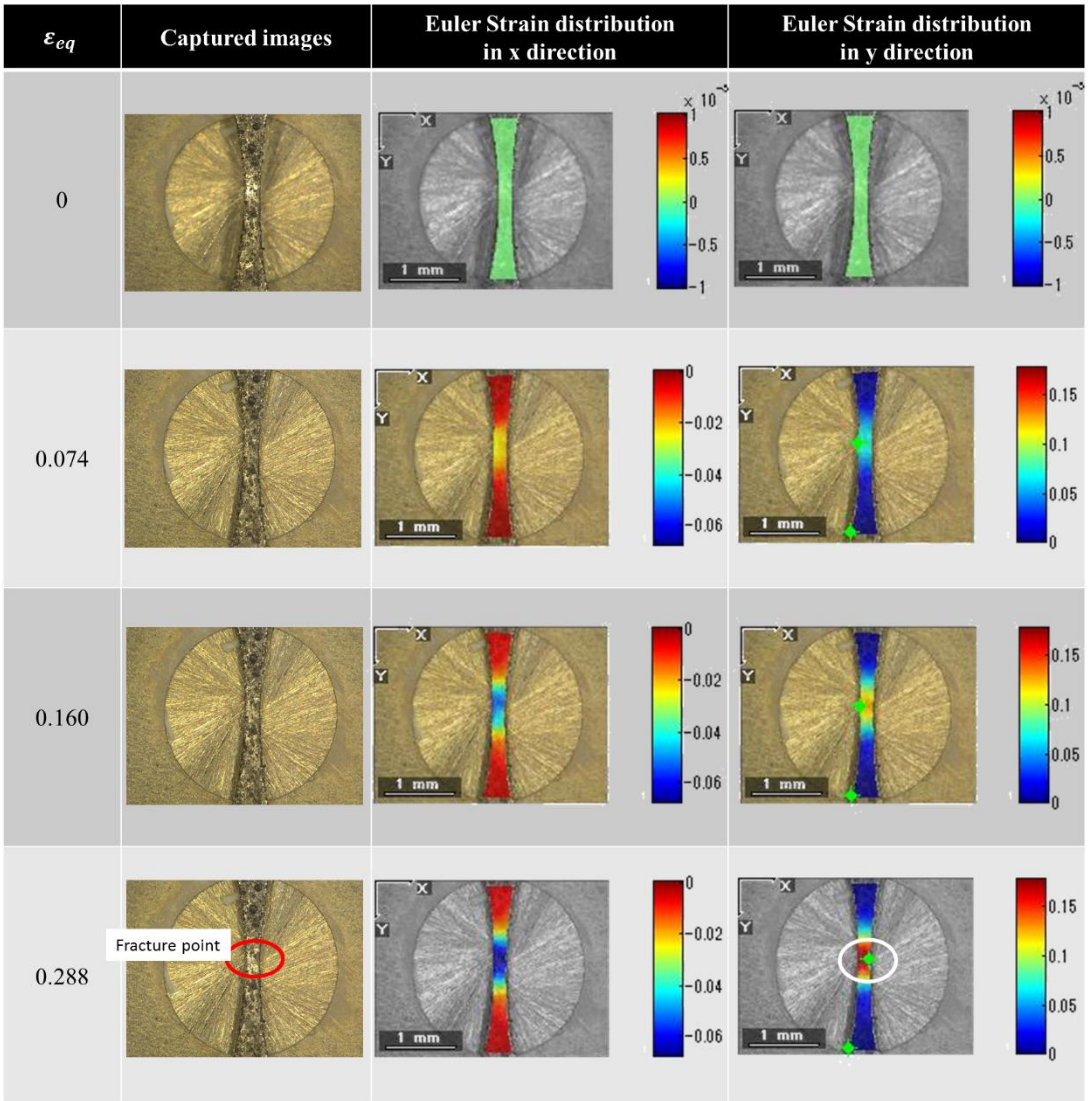


Fig.4.1.6 Captured images and measured strain distribution of pure aluminum foil with w=0.25mm (α=−0.24)

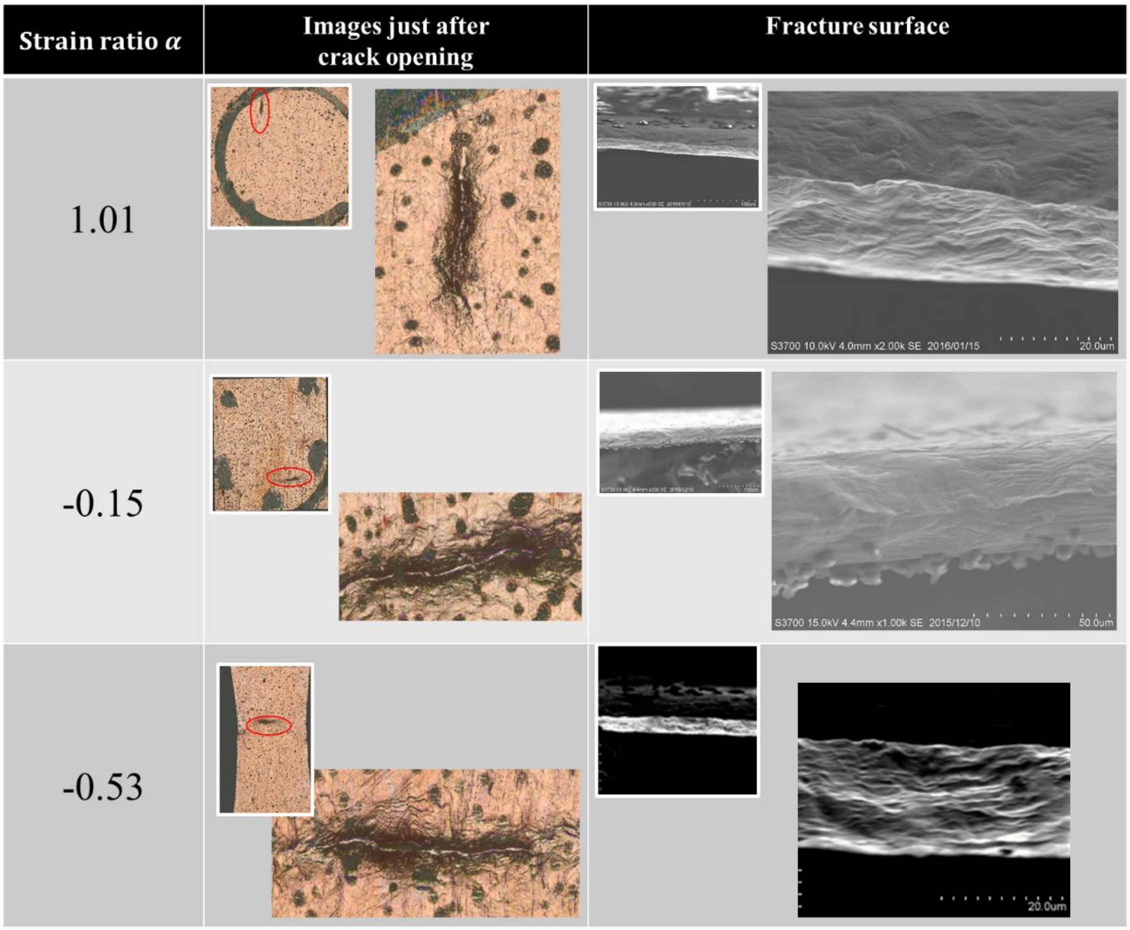


Fig.4.1.7 Opened crack and fracture surfaces of pure copper foils with w=15, 7.8 and 1.0mm ($\alpha = 1.01, -0.15$ and -0.53)

4.1.2　変形集中部の発生と進展過程

前小節において，変形の進行に伴いひずみが帯状に集中し，その領域で破壊に至ることがわかった．そこで本小節では，帯状の変形集中部の発生とその進展過程について述べる．

Fig.4.1.8-4.1.12 は，割れ部を横切るような線上の最大主ひずみ分布を示している．**Fig.4.1.8-4.1.10** は純銅箔のそれぞれ w=15mm ($\alpha = 1.01$), w=7.8mm ($\alpha = -0.15$), w=1.0m ($\alpha = -0.53$) の結果を，**Fig.4.1.11-4.1.12** は純アルミニウムにおけるそれぞれ w=15mm ($\alpha = 0.96$), w=7.8mm ($\alpha = -0.07$)の結果を示している．変形の進行に伴い，はじめ一様に変形するものの，あるひずみを超えると変形が局所的に集中し，進展していく様子がわかる．また，このとき変形集中部以外の領域はほとんど変形していない．

変形が集中し始める時点を調査するため，成形限界ひずみの測定を行った．成形限界ひずみは ISO 規格[14]に基づき測定した．具体的な測定方法は 3.3 節で述べた．**Fig. 4.1.13** および **Fig. 4.1.14** はそれぞれ純銅箔および純アルミニウム箔の成形限界ひずみ測定結果を示す．3 色に色分けしたプロット点は，それぞれ破断直前画像における最大のε_1を示した点を追跡し，破壊に至るまでのひずみ経路をとったものである．すべての条件において，成形限界を迎えたのち即座に破断には至らず，破壊まで多少の猶予があった．この間は **Fig.4.1.1-4.1.6** で示した帯状の領域にのみ変形が集中する時点に対応している．また純銅箔については，図中には比較対象として，板材の成形限界を示す基礎的な理論式である Hill[16] および Stören-Rice[17] 理論による成形限界曲線を示した．両理論による成形限界ひずみ$\varepsilon_{1(f)}$ を式(4-1)および(4-2)に示す．ただし比例負荷におけるn乗硬化則$\sigma = K\varepsilon^n$に従うミーゼス材を仮定している．

$$\varepsilon_{1(f)} = \frac{n}{1+\alpha}\ (\alpha \le 0) \tag{4-1}$$

$$\varepsilon_{1(f)} = \frac{\{3\alpha^2 + n(2+\alpha^2)\}}{2(2+\alpha)(1+\alpha+\alpha^2)}\ (0 \le \alpha \le 1) \tag{4-2}$$

ここに，n は加工硬化指数，αは$\alpha = \varepsilon_1/\varepsilon_2$のひずみ比である．入力変数の n 値および得られた応力ひずみ線図については 2 章を参照されたい．**Fig. 4.1.13** より，どの経路においても実験的に測定した成形限界は理論に比べ低い成形限界を示しており，とりわけ w=15mm ($\alpha = 1.01$) では他の 2 種に比べその差が大きかった．このため，板材の理論では無視することのできた板厚，表面あれ進展，結晶粒径，或はボイドの成長合体といった要素が成形限界に影響していると考えられる．このうち，ボイドの成長合体の影響については，前小節の SEM 像の結果より懐疑的である．

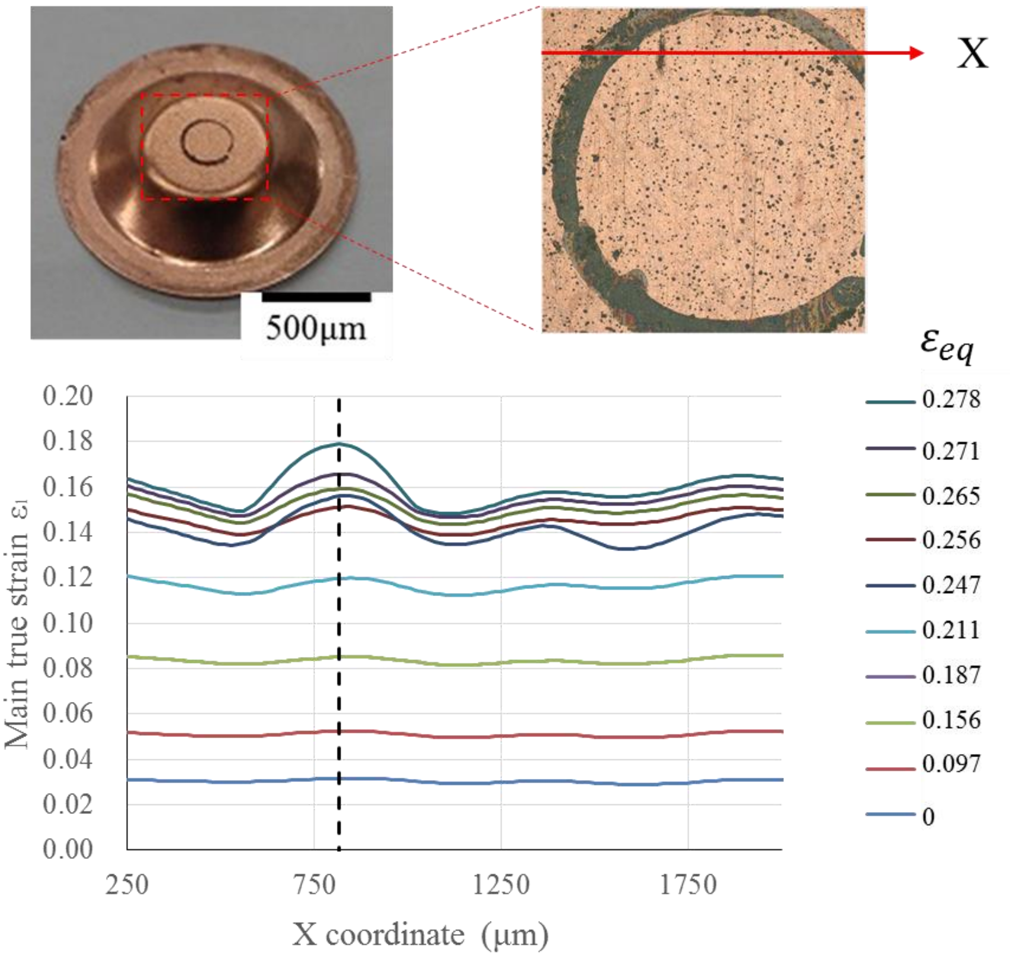


Fig.4.1.8 Main true strain distribution of pure copper with w=15mm across the crack

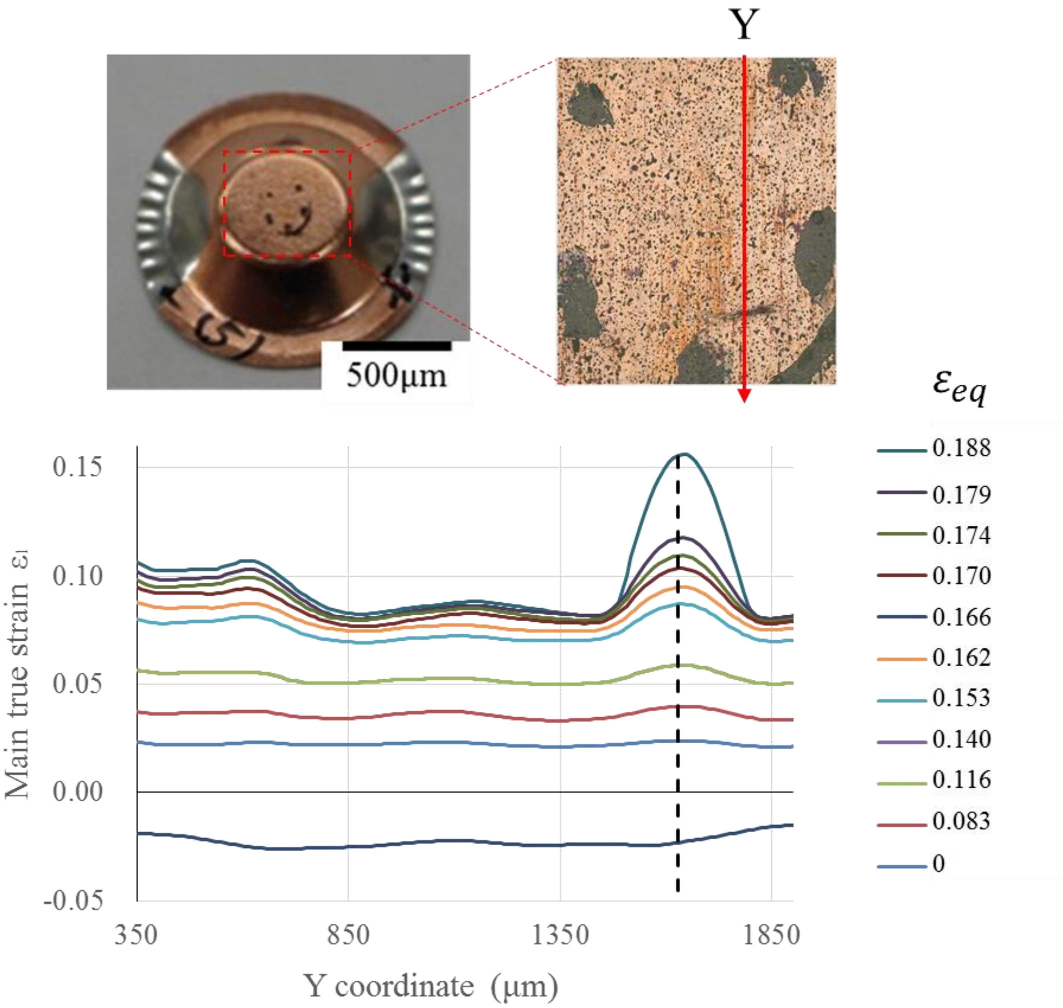


Fig.4.1.9 Main true strain distribution of pure copper with w=7.8mm across the crack

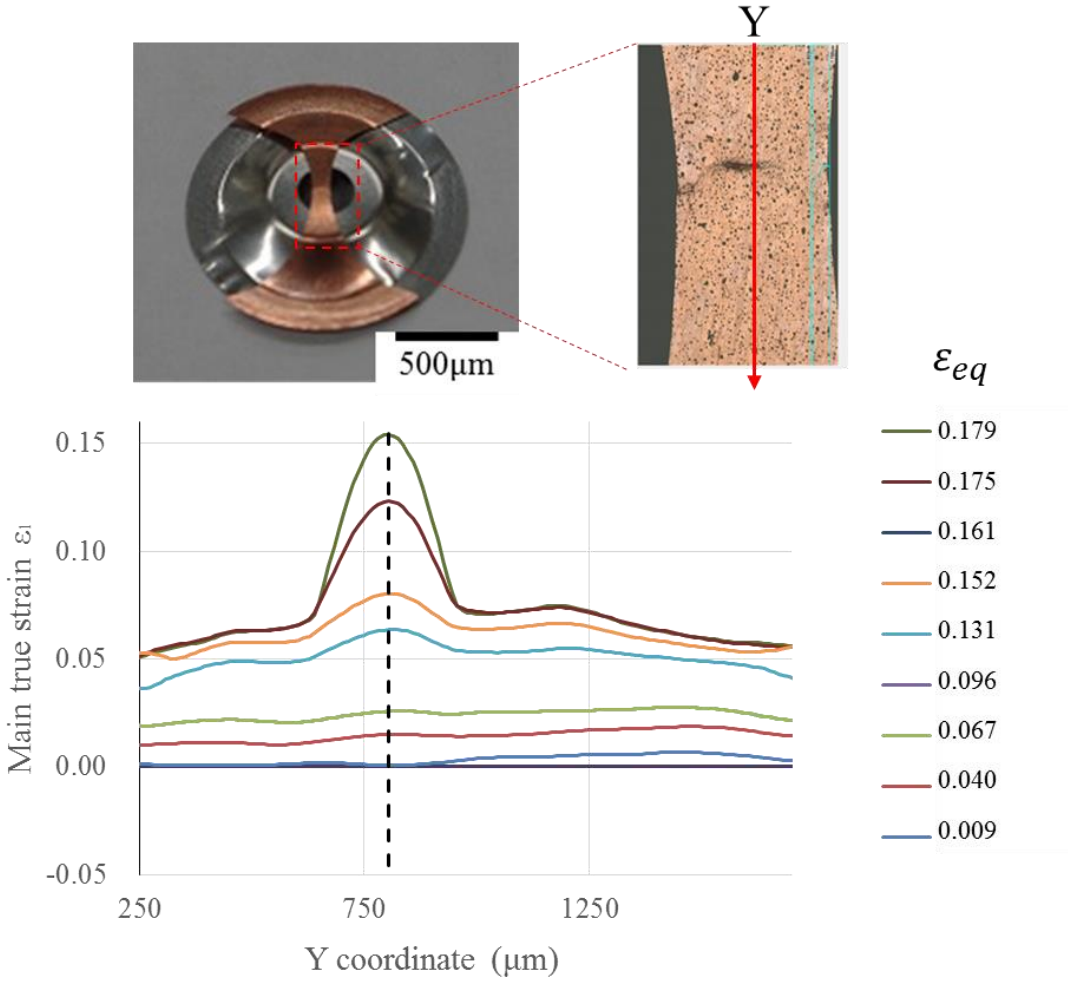


Fig.4.1.10 Main true strain distribution of pure copper with w=1.0mm across the crack

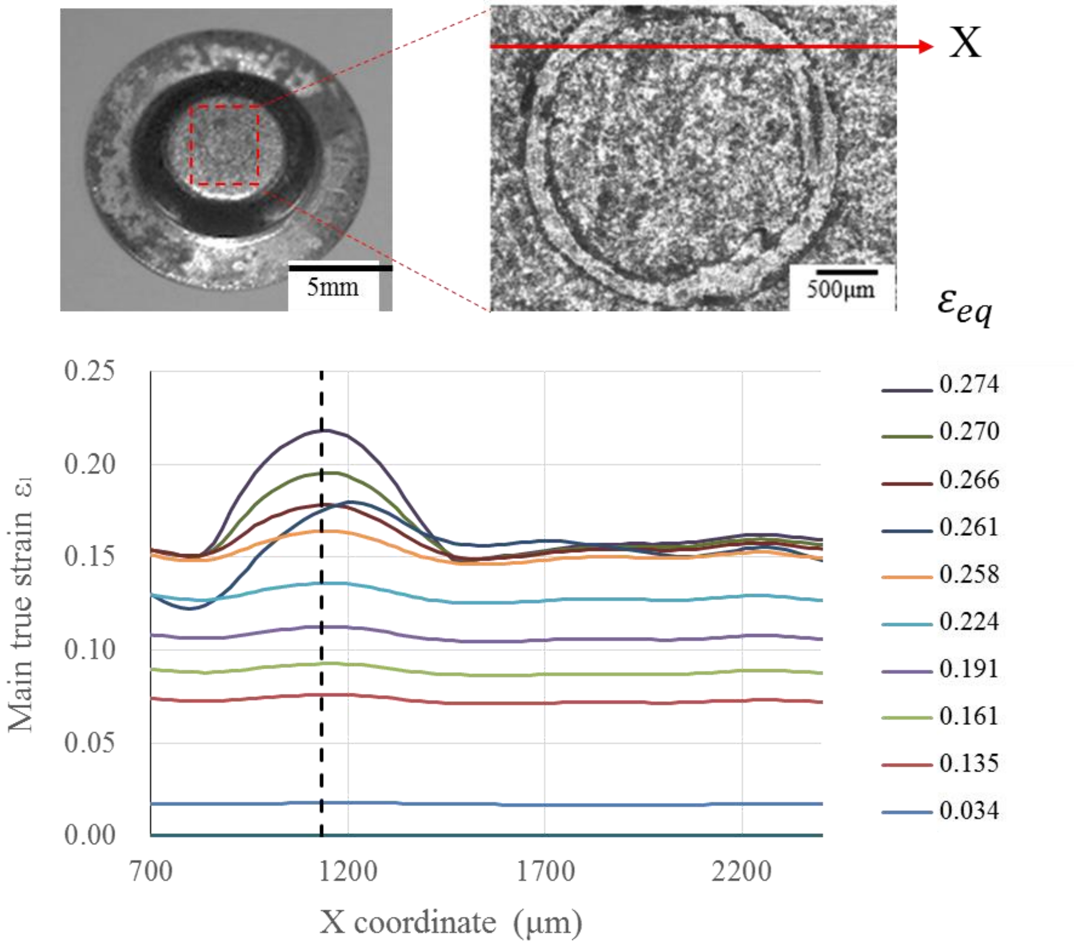


Fig.4.1.11 Main true strain distribution of pure aluminum with *w*=15mm across the crack

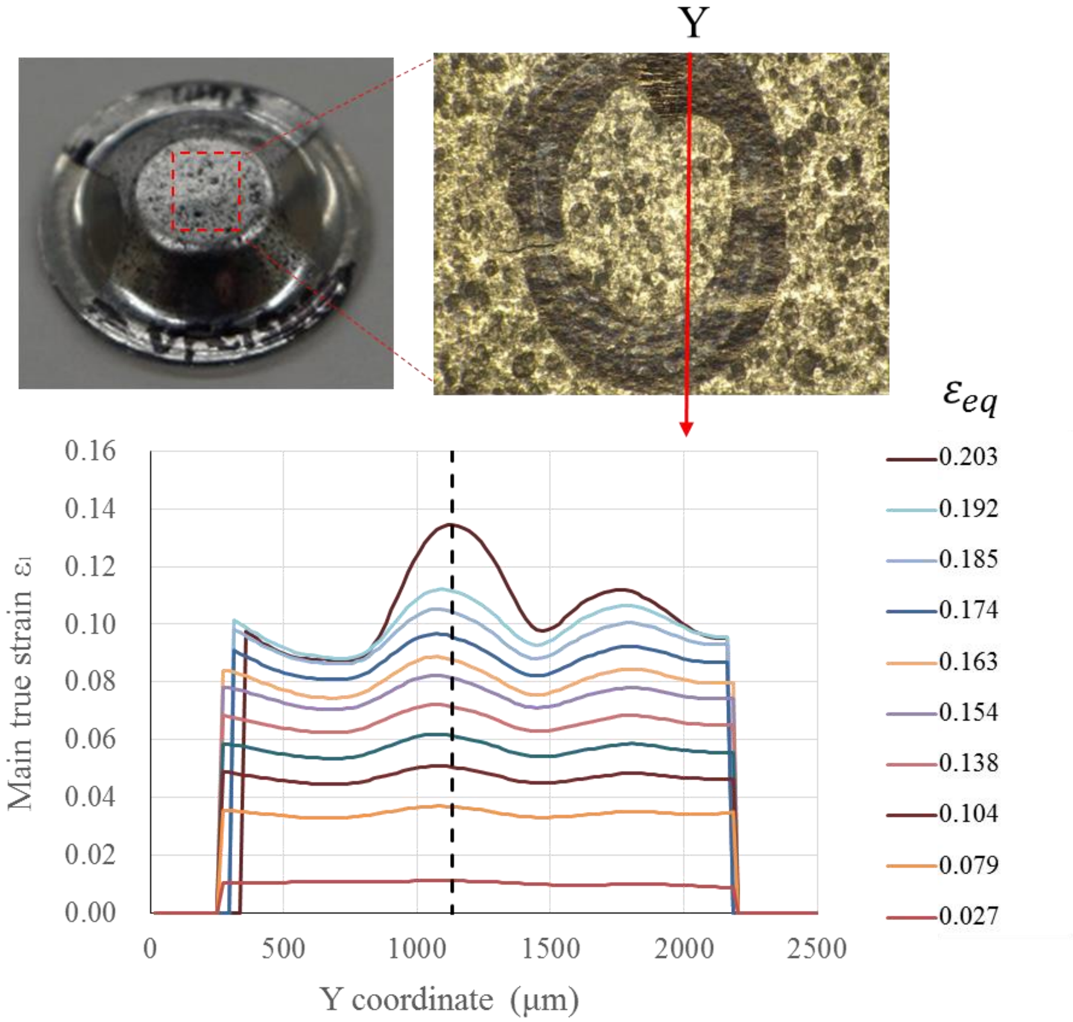


Fig.4.1.12 Main true strain distribution of pure aluminum with w=7.8mm across the crack

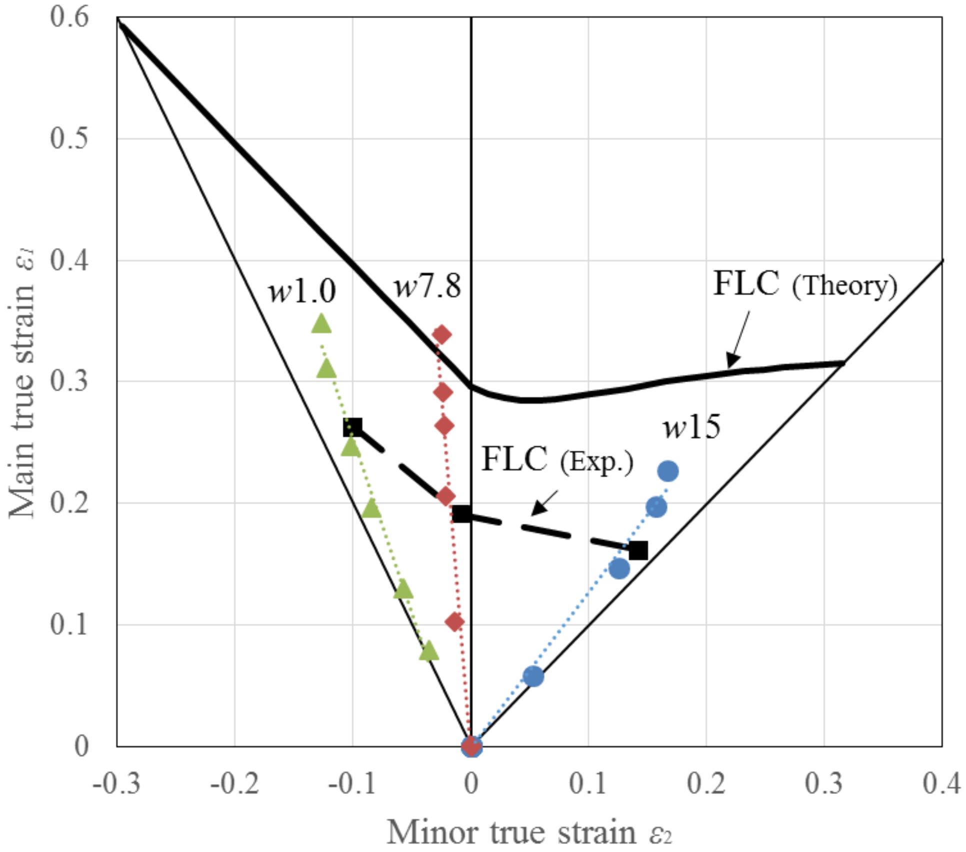


Fig.4.1.13 Forming limit curve of pure copper foil determined by experiment and theory

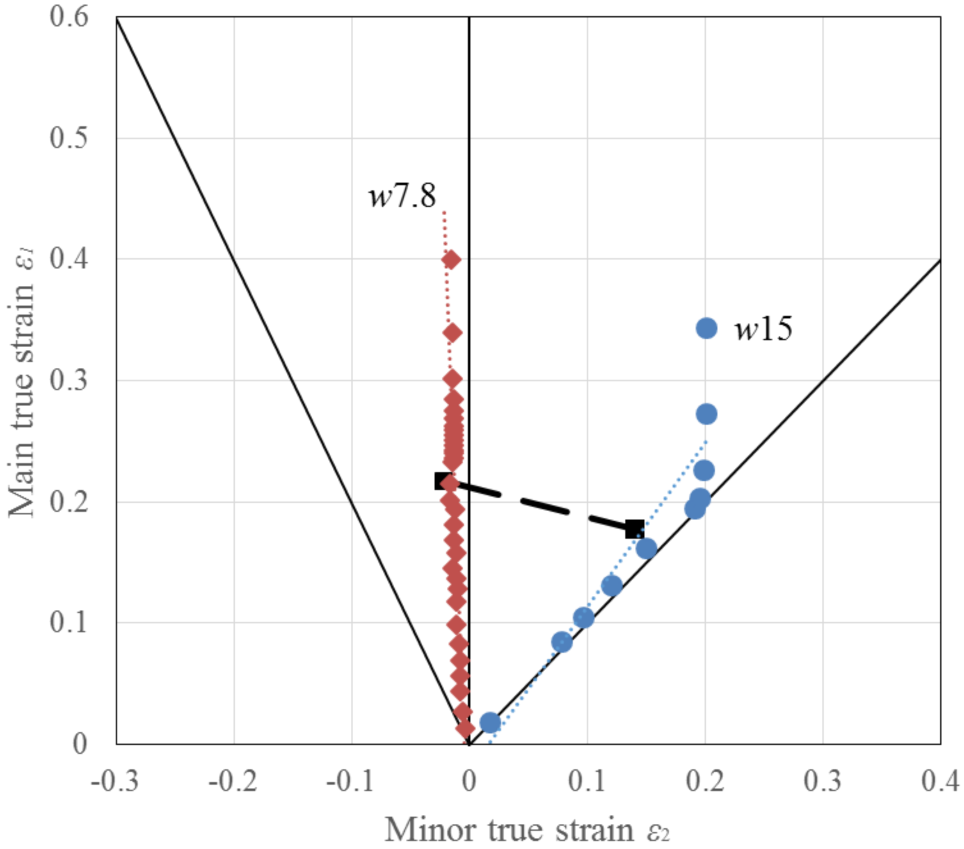


Fig.4.1.14 Forming limit curve of pure aluminum foil determined by experiment

4.2　金属箔材の表面あれ進展挙動

本節では純銅箔を対象に，表面あれ進展挙動を調査した．

4.2.1　表面プロファイル

Fig. 4.2.1 は，w=15mm ($\alpha = 1.01$) における水平方向のオイラーひずみ分布と高さ分布をそれぞれカラーコンター図で示している．高さの分布に着目すると，初期は均一に表面の凹凸が変化するものの，あるひずみを超えると周囲に比べひと際凹な部分が複数表れ，その部分のみが成長している．この部分はひずみが集中し，破壊に至る領域と対応しており，両者の関係性がうかがえる．最終的に複数ある凹部のうち 1 点ないし複数点のみが破壊に至った．

Fig. 4.2.2 は割れ部を横切るような線上の高さ分布を示している．$\varepsilon_{eq} = 0.164$の時点から凹部が急激に成長する様子がわかる．またこのとき周囲の高さ分布はほとんど変化していない．w=7.8mm ($\alpha = -0.15$) および w=1.0mm ($\alpha = -0.53$)における測定結果を，同様に **Fig. 4.2.3-4.2.4** および **Fig. 4.2.5-4.2.6** にそれぞれ示す．両者においてもやはり局所的な凹部の成長が見られ，同様の現象が観察された．

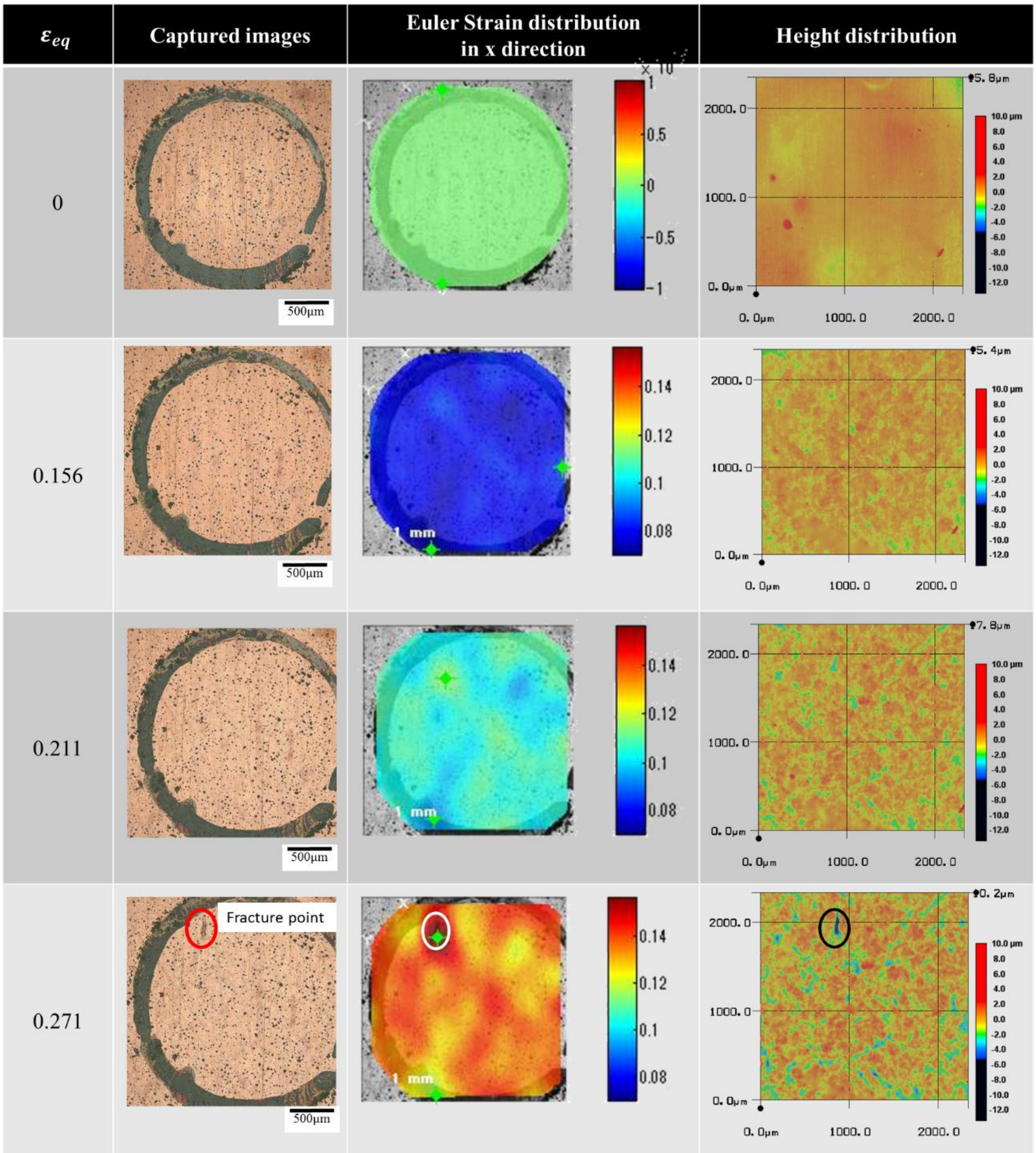


Fig.4.2.1 Strain and height distribution of pure copper foil with w=15mm (α=1.01)

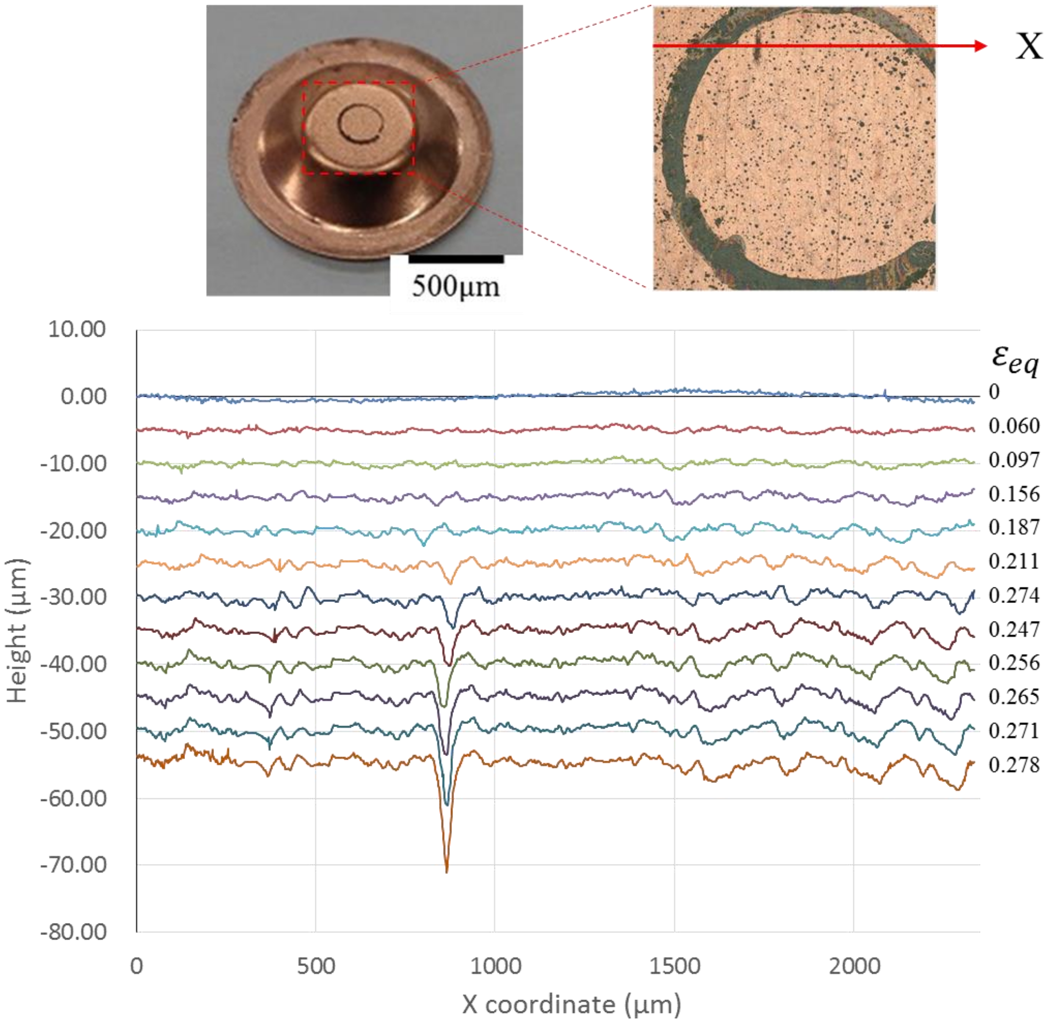


Fig.4.2.2 Height profile of pure copper foil withw=15mm (α=1.01) across the crack

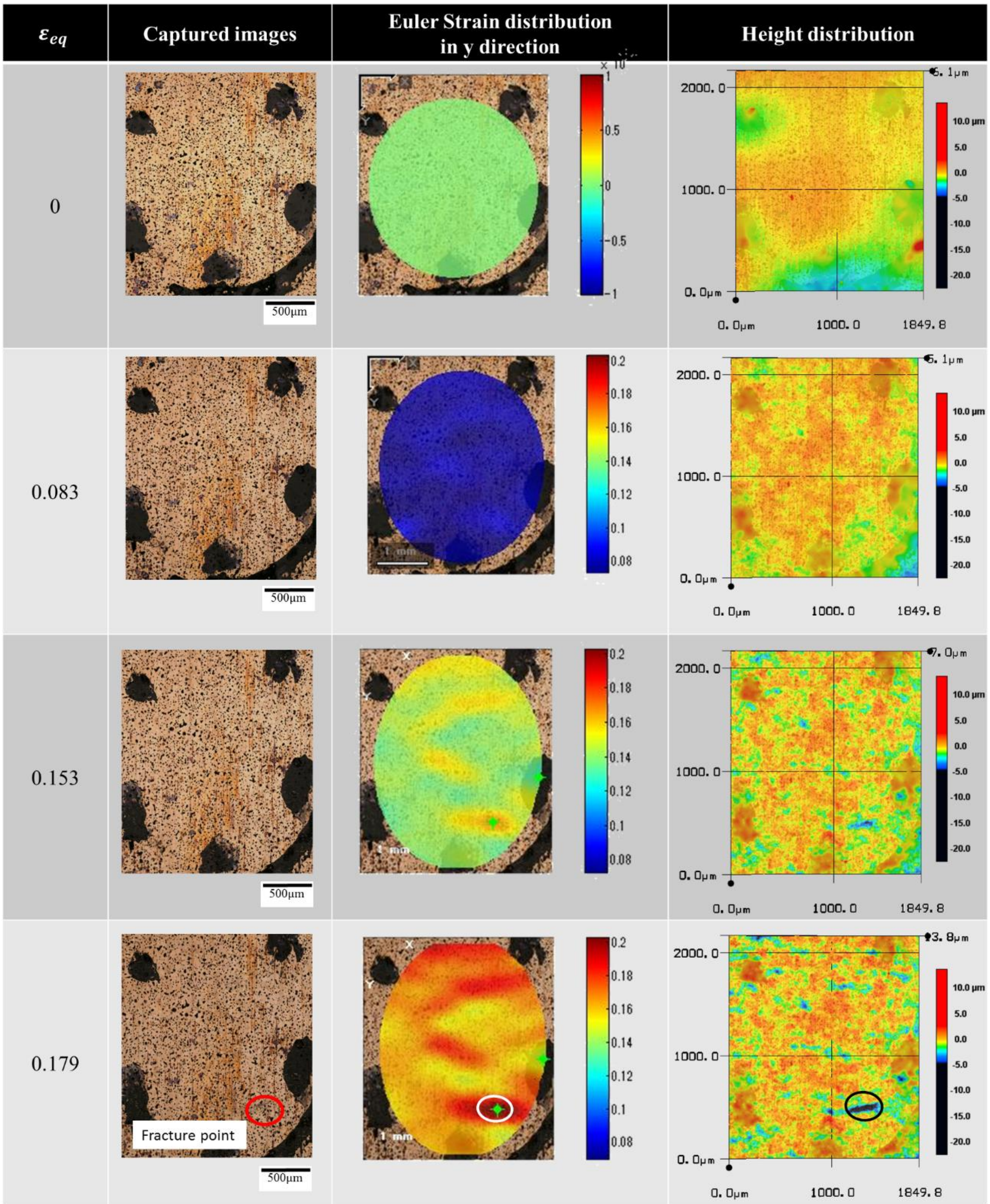


Fig.4.2.3 Strain and height distribution of pure copper foil with w=7.8mm (α=−0.15)

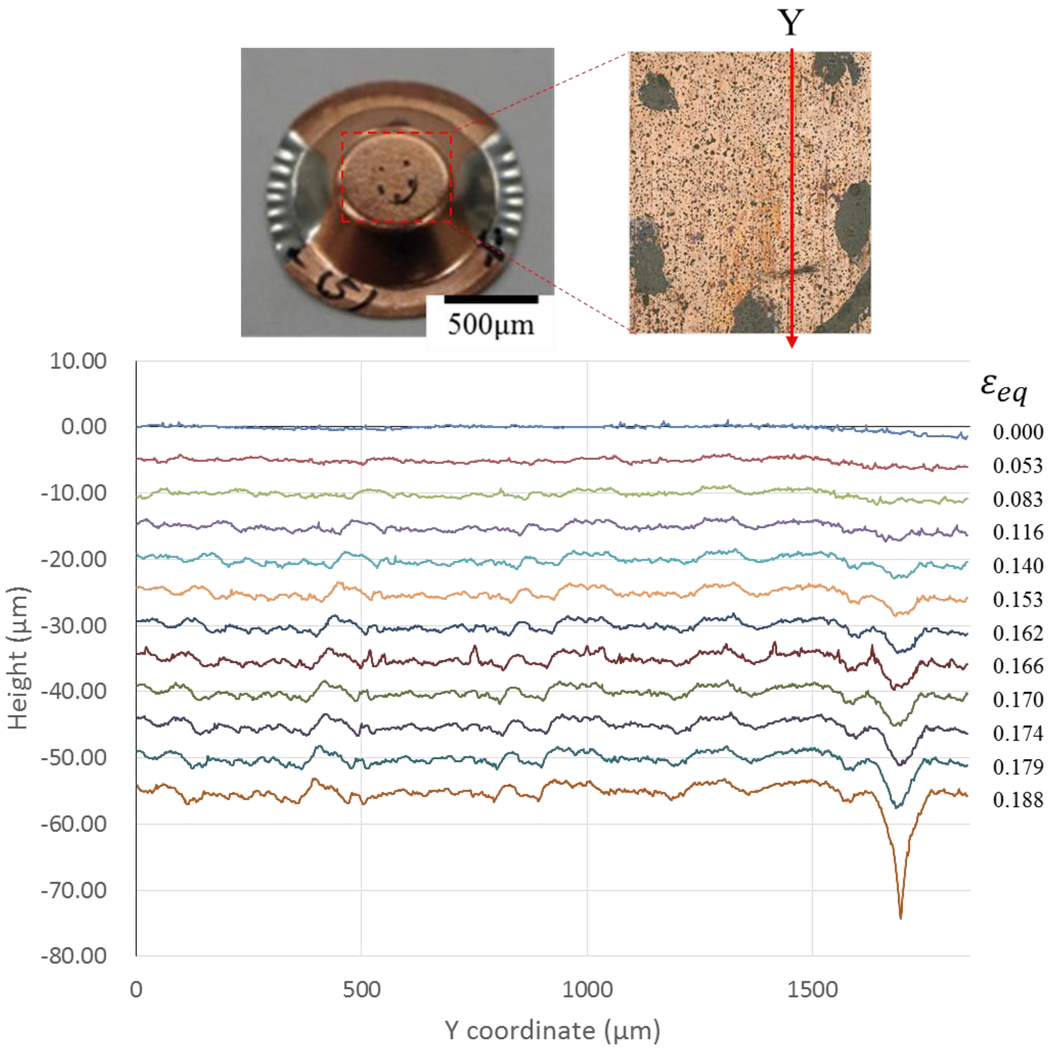


Fig.4.2.4 Height profile of pure copper foil with w=7.8mm (α=-0.15) across the crack

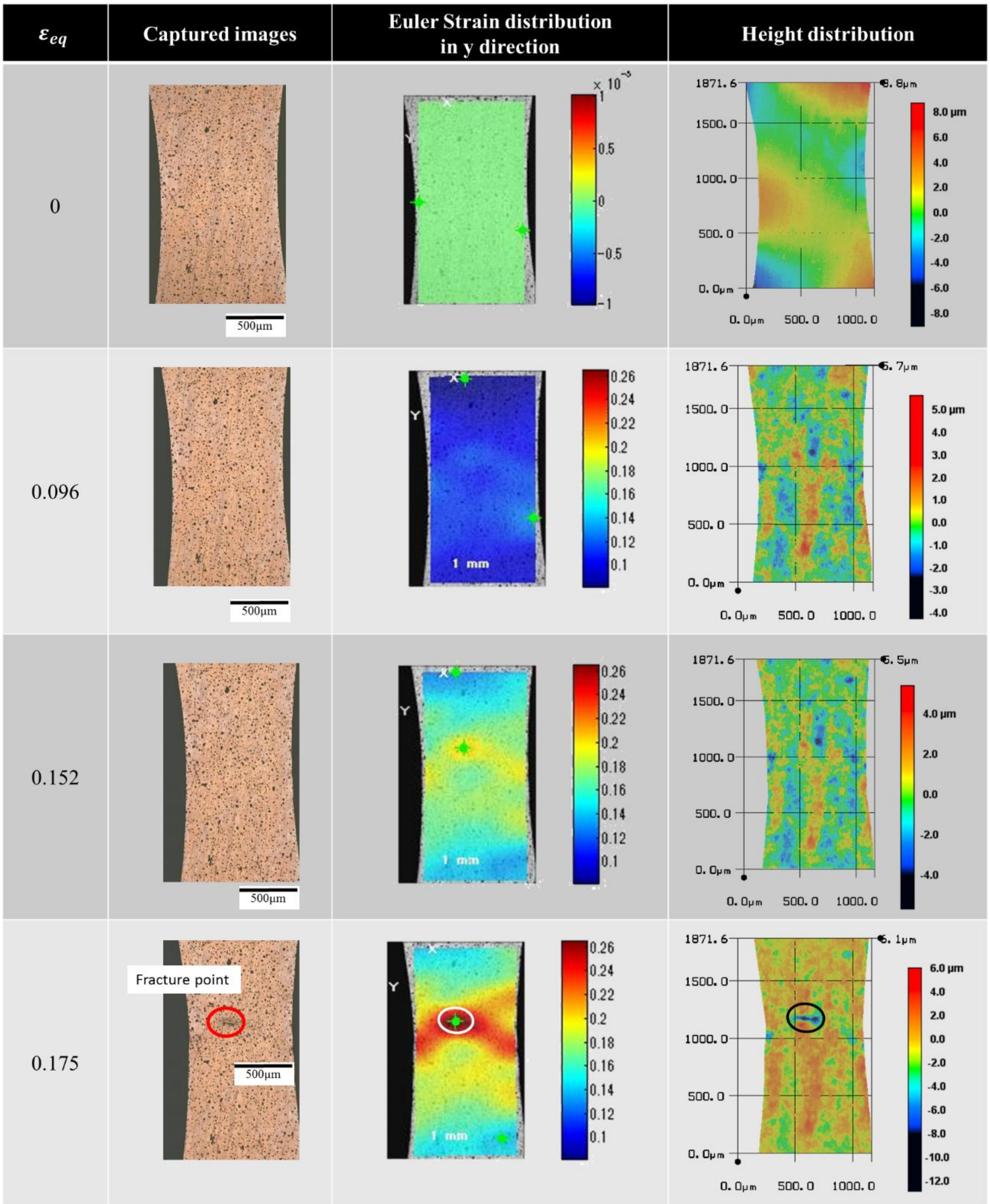


Fig.4.2.5 Captured images and measured strain distribution of pure copper foil with w=1.0mm (α=−0.53)

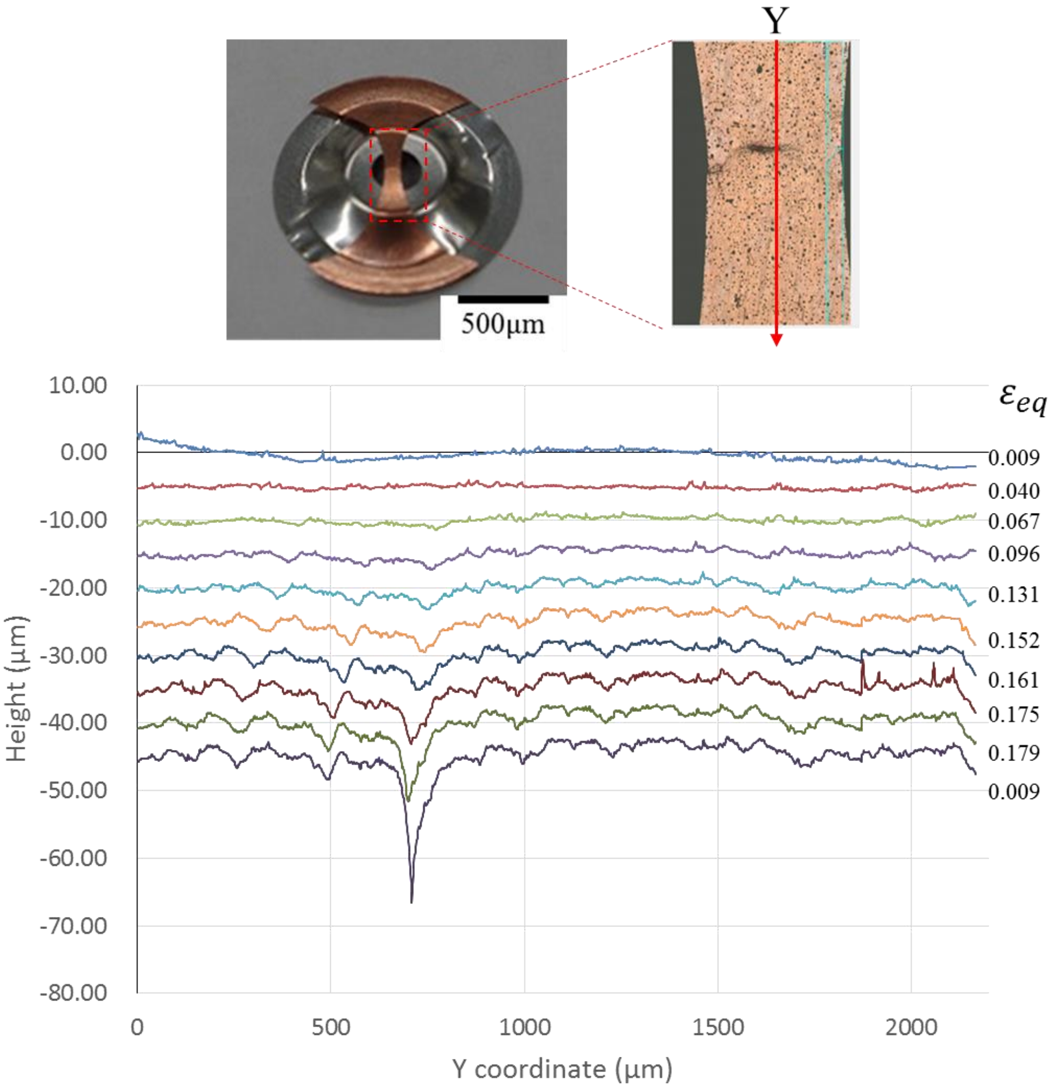


Fig.4.2.6 Height profile of pure copper foil with *w*=1.0mm (α=-0.53) across the crack

4.2.2　表面粗さと肌あれ限界

表面あれ進展の様子を表面粗さとして定量的に調査した．表面粗さは算術平均粗さR_aと最大高さR_zの 2 種類を算出した．算術平均粗さについては測定方向依存性を調査するために，箔材の圧延方向に対して$0°, 45°, 90°$の複数線粗さ$R_{a(0)}, R_{a(45)}, R_{a(90)}$，および面粗さ$R_{a(s)}$を測定した．最大高さについては面粗さ$R_{z(s)}$を測定した．

Fig. 4.2.7,-4.2.8 に *w*=15mm ($\alpha = 1.01$) における表面粗さの測定結果を示す．図に示すように， 4 種類の算術平均粗さ$R_{a(0)}, R_{a(45)}, R_{a(90)}, R_{a(s)}$ の増加傾向に明瞭な差異は見られなかった．このことから，測定方向に依存せず，等方的に表面あれが生じていることがわかった．最大高さR_zについても同様に$R_{a(0)}, R_{a(45)}, R_{a(90)}$ の増加傾向に測定方向依存性は見られなかった．$R_{z(s)}$はあるひずみにおいて急激に増加していることがわかる．このひずみは板材で報告されている肌あれ限界であると考えられる．**Fig.4.2.2** で凹部の進展挙動を示したが，肌あれ限界はこの凹部が急激に進展し始めるひずみとおおよそ一致している．このため，肌あれ限界は凹部が急激に成長し始める時点のひずみとみなすことができる．

同様に **Fig. 4.2.9,-4.2.10** に *w*=7.8mm ($\alpha = -0.15$) の測定結果を，**Fig. 4.2.11,-4.2.12** に *w*=1.0mm ($\alpha = -0.53$) の表面粗さ測定結果を示す．どちらも同様に明瞭な肌あれ限界が確認できた． *w*=7.8mm ($\alpha = -0.15$) では粗さの増加傾向に測定方向依存性はほぼなかったものの， *w*=1.0mm ($\alpha = -0.53$)では測定方向依存性が見られた．この原因としては，$R_{a(0)}, R_{a(45)}, R_{a(90)}$間の測定領域のズレが考えられる．**Fig. 4.2.5** に示すように， *w*=1.0mm ($\alpha = -0.53$) では所望の変形経路となる領域が他の条件に比べ狭いた，測定領域のズレによる影響を他の条件に比べ大きく受けたと考えられる．

変形経路間の粗さ進展の関係性を見るため，$R_{z(s)}$および$R_{a(0)}, R_{a(45)}, R_{a(90)}$それぞれを改めて 1 つのグラフ上にまとめた．**Fig. 4.2.13** は最大高さ$R_{z(s)}$を示しており，肌あれ限界時のひずみが変形経路によらずほぼ一定値であることがわかった．**Fig. 4.2.14** は算術平均粗さ$R_{a(0)}, R_{a(45)}, R_{a(90)}$を示している． *w*=15mm ($\alpha = 1.01$)および *w*=7.8mm ($\alpha = -0.15$) はほぼ同一の直線的な粗さ進展を示していることがわかる．一方， *w*=1.0mm ($\alpha = -0.53$)では測定方向依存性に加え，粗さの進展傾向も他の 2 経路と異なっていることが分かる．原因としては同様に測定領域のズレによる誤差が考えられる．

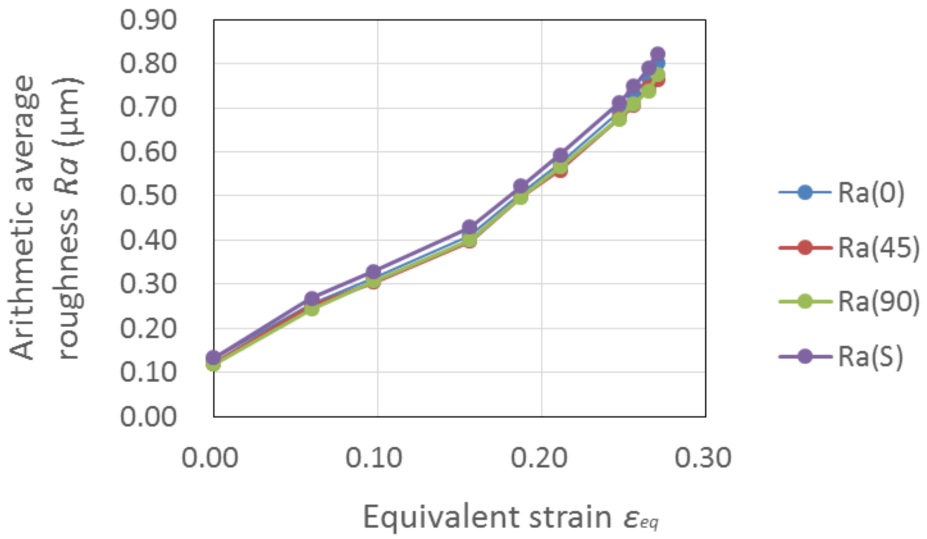


Fig.4.2.7 Arithmetic mean roughness of pure copper foil with w=15mm (α=1.01)

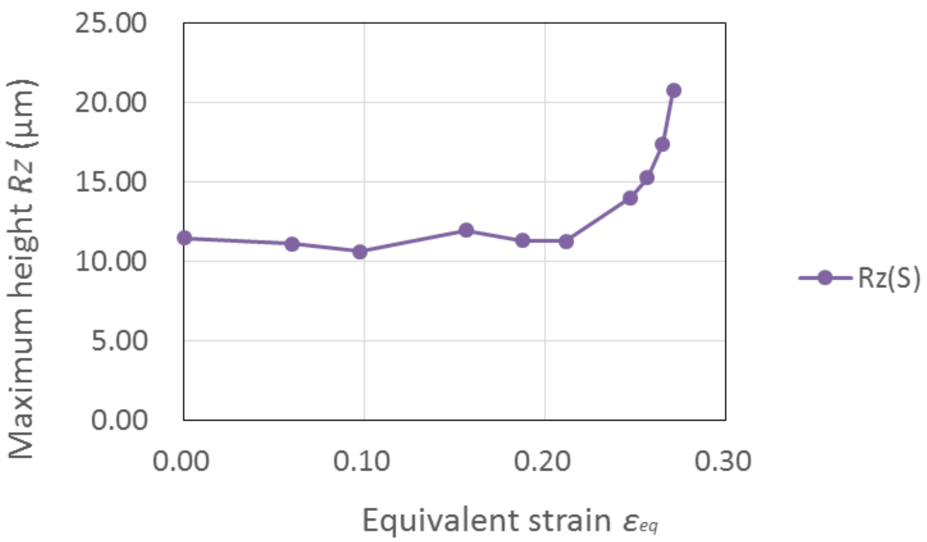


Fig.4.3.8 Ten point mean roughness of pure copper foil with w=15mm (α=1.01)

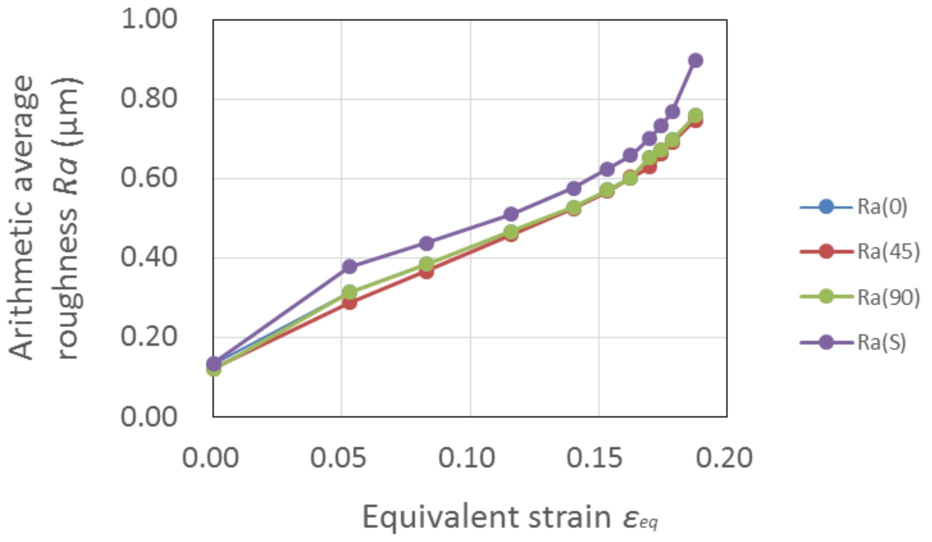


Fig.4.3.9 Arithmetic mean roughness of pure copper foil with w=7.8mm (α=-0.15)

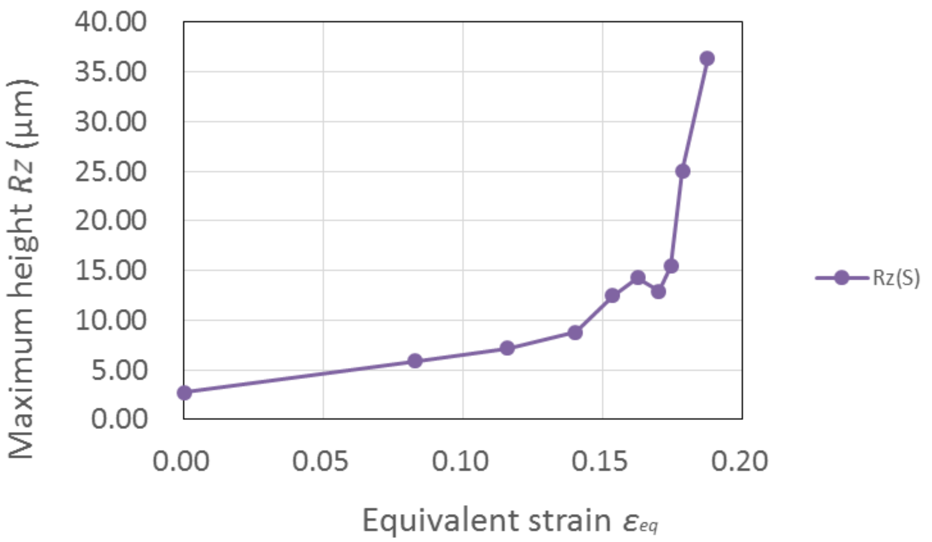


Fig.4.3.10 Ten point mean roughness of pure copper foil with w=7.8mm (α=-0.15)

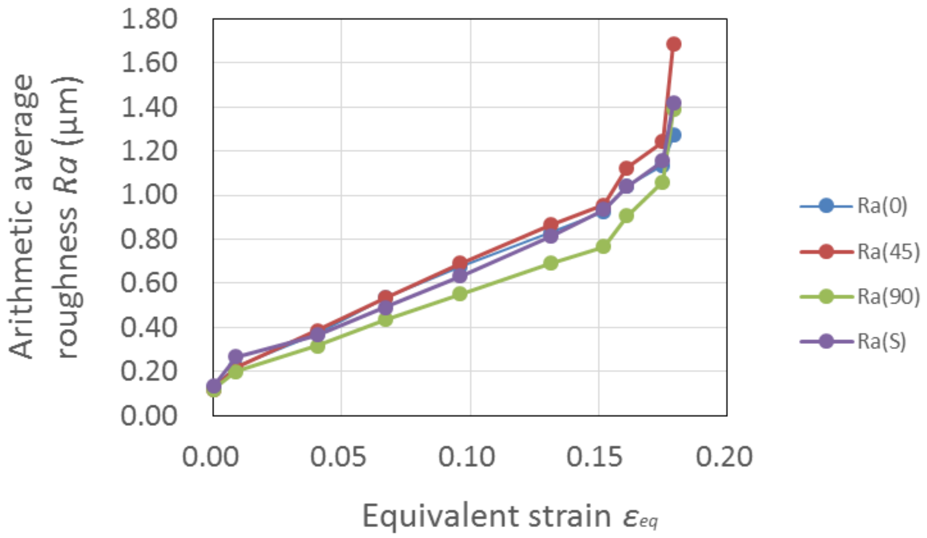


Fig.4.3.11 Arithmetic mean roughness of pure copper foil with w=1.0mm (α=-0.53)

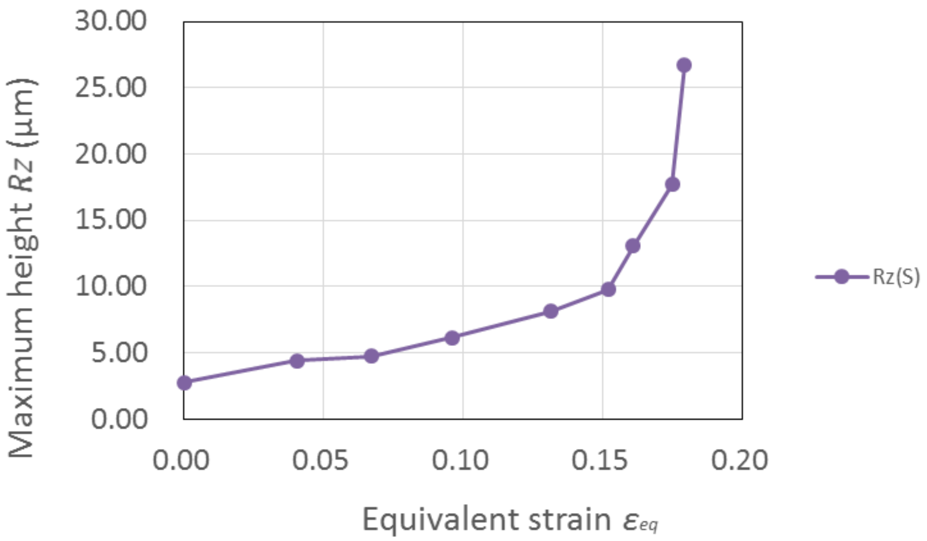


Fig.4.3.12 Ten point mean roughness of pure copper foil with w=1.0mm (α=-0.53)

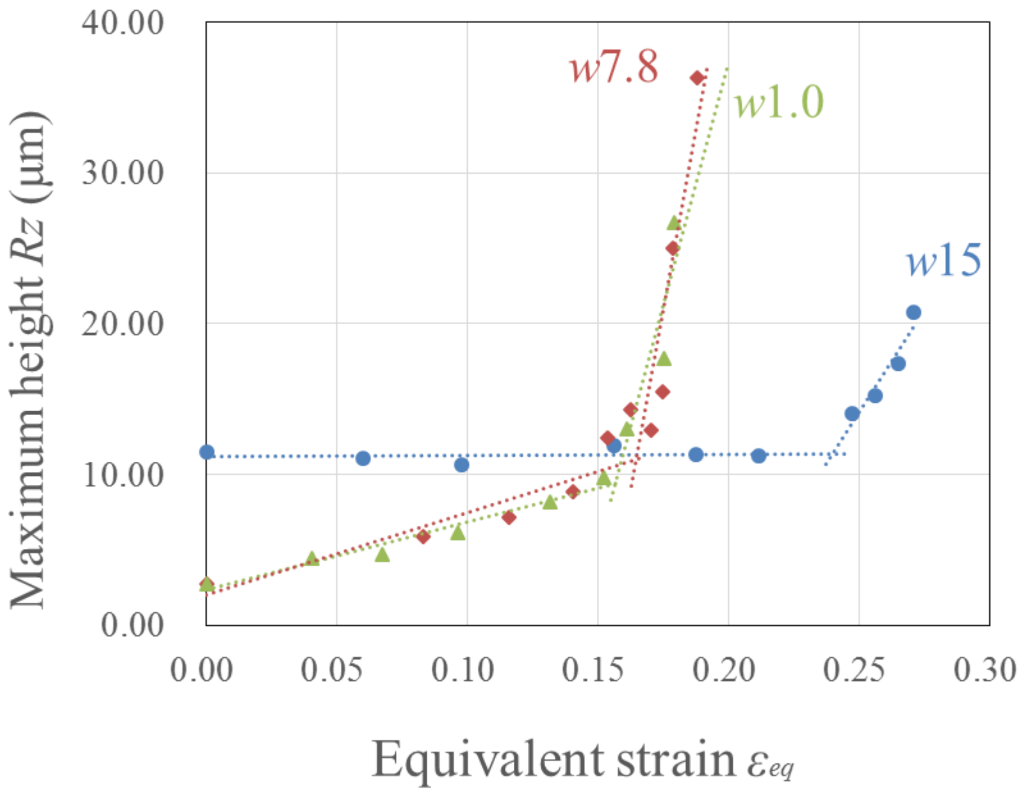


Fig.4.3.13 Ten point mean roughness of pure copper foil

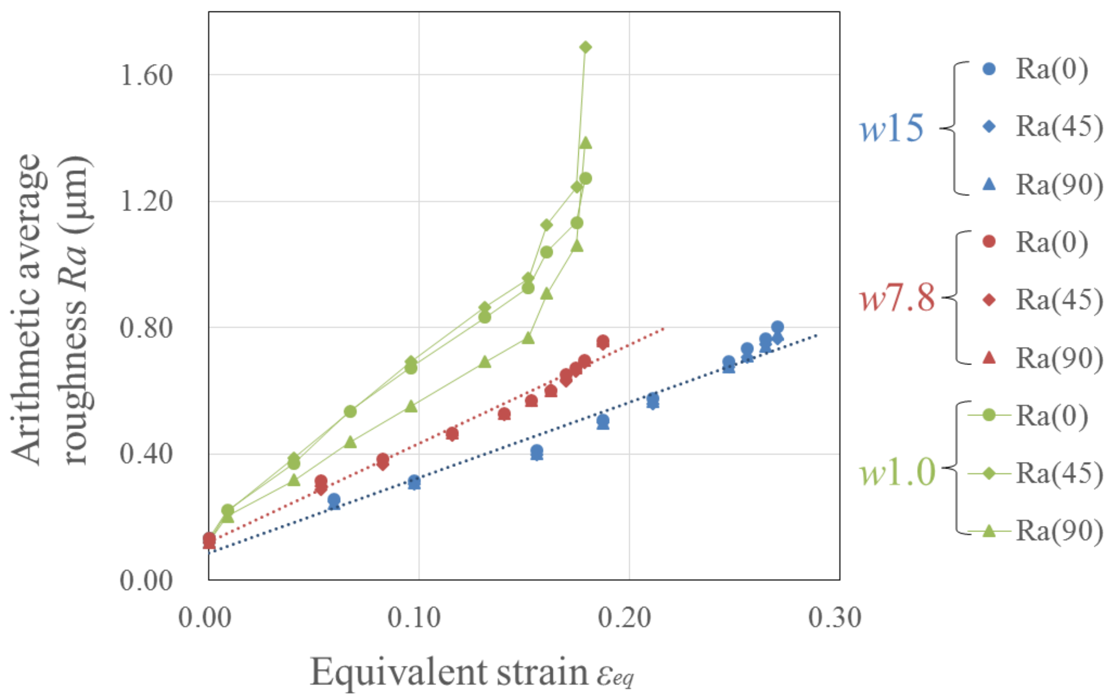


Fig.4.3.14 Arithmetic mean roughness of pure copper foil

4.3　成形限界と肌あれ限界

延性破壊挙動に及ぼす表面荒れの影響を調査するため，前の 2 節で測定した成形限界ひずみと肌あれ限界の関係性を，純銅箔を対象に調べた．前述のように成形限界ひずみは帯状に変形が集中し始めるひずみ，肌あれ限界は表面上の凹部が急激に成長し始めるひずみとみなすことができる．

Fig. 4.3.1 は **Fig. 4.1.13** で示した成形限界線図に加え，**Fig. 4.3.8, 4.3.10** および **4.3.12** で求めた $R_{z(s)}$の肌あれ限界時のひずみを示したものである．図よりどの変形経路でも，肌あれ限界は成形限界の下方に位置していることがわかる．さらに *w*=15 ($\alpha = -0.15$)および 7.8mm ($\alpha = -0.15$)では肌あれ限界を向かえた直後に成形限界を迎えている．このことから，凹部の成長はひずみ集中によるものではなく，はじめ凹部が成長し始めそれに伴いひずみが集中し，破壊に至ったと考えられる．凹部の急激な成長が表面あれによるものであると仮定すれば，破壊挙動に及ぼす表面あれの影響は無視できないものであったといえる．一方，*w*=1.0 ($\alpha = -0.53$)では肌あれ限界の後成形限界まで猶予があるため，凹部成長とひずみ集中の関係性は比較的低かったものと考えられる．

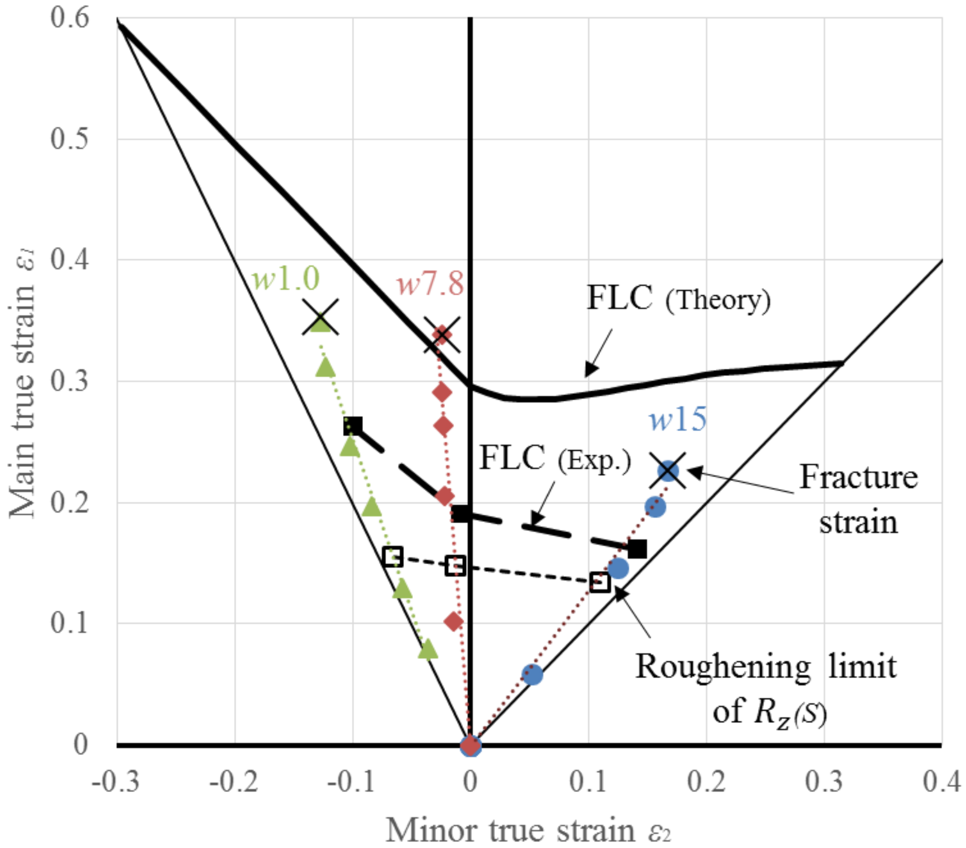


Fig.4.3.1 Forming limit and strain at rapid increase of R_z for pure copper foil

第 5 章

結　論

5.1　本研究の成果

金属箔材では延性破壊の寸法効果を示すことが知られ，そのメカニズム解明が急務である．金属箔材の延性破壊挙動に関しては，表面あれの寸法効果を考える必要がある．板厚の減少に伴い板厚に対する表面粗さの相対的割合は増加するため，表面粗さは板厚の不均一さとして表れる．また塑性変形の進行に伴い表面粗さは増大するため板厚の不均一さは増加し，くびれの早期発生といった板材と異なる延性破壊挙動を示すと考えられている．これまで延性破壊挙動に及ぼす表面あれの影響を扱った種々の研究が行われてきた．しかしながら成形限界と肌あれ限界の関係や表面あれ除去による成形限界ひずみの向上といった，表面あれと延性破壊挙動の一部の関係性を示すに留まっている．

そこで本研究では，張出し部のその場観察が可能な二軸張出し試験機を開発し，純アルミニウム箔および純銅箔を対象として，破壊に至るまでの時々刻々の箔材表面性状の変化を観察した．これにより，金属箔材の延性破壊挙動に及ぼす表面あれの影響を明らかにし，金属箔材の延性破壊メカニズムを解明することを目的とした．以下に本研究で得られ得た知見をまとめる．

【１】表面あれその場観察のための小型二軸張出し試験機の開発

１．金属箔材における Marciniak 法の適用可能性

開発した二軸張出し試験機において適正な金型寸法法を用いることによって，板厚 50μm の純銅箔および純アルミニウム箔材における Marciniak 法の適用可能性を示した．

２．金属箔材の表面あれと延性破壊挙動その場観察

開発した試験機を用い，表面あれと延性破壊挙動のその場観察が可能であることを確認した．

【２】金属箔材の延性破壊と表面あれ進展挙動

１．金属箔材の延性破壊挙動

・変形経路，材料によらず帯状にひずみが集中し，破壊に至った．

・純銅箔では変形経路を問わず破断面にディンプルは見られなかったため，ボイド成長合体以外の機構で破壊が生じていた．

２．金属箔材の表面あれ進展挙動

・帯状のひずみ集中部では，凹部が発達し，破壊に至るまで局所的に成長していた．

・表面粗さの進展挙動に際立った測定方向依存性は見られなかった．

・すべての変形経路において凹部の急成長開始時点を示す明瞭な肌あれ限界が測定でき，その時点のひずみは変形経路によらずほぼ一定値であった．

【３】金属箔材の成形限界に及ぼす肌あれ限界の影響

・変形経路を問わず，肌あれ限界が成形限界の下方に位置していた．

・$w15$ $(\alpha = 1.01)$および $w7.8$ $(\alpha = -0.15)$では，肌あれ限界の直後に成形限界に達していた．凹部の成長開始を基点としてひずみが集中し破壊に至ったと考えられる．

・$w1.0$ $(\alpha = -0.53)$では肌あれ限界に達した後成形限界まで一定の猶予があったため，凹部の急成長開始とひずみ集中開始の関係性は低いと考えられる．

5.2　今後の課題と展望

１．延性破壊メカニズムの解明

本研究の最終目的は，表面あれに着目した延性破壊メカニズムの解明であるが，成形限界と肌あれ限界の関係を示したにとどまっている．その関係性は表面あれと延性破壊挙動の一部の関係性を示しているにすぎない．

２．他の材料

表面あれは結晶構造の影響を受けるため，本研究で扱っていない体心立方格子や細密六法格子の結晶構造をとる金属も調査するべきである．

３．粒径・組織の影響

表面あれは結晶粒径にも影響するため，箔材の延性破壊挙動に影響を及ぼす可能性が高い．また，板厚に対する結晶粒の数が減少すると，結晶粒同士の不均一性あるいは結晶粒個々の特性が変形挙動に影響を及ぼすようになるため，延性破壊挙動が変化するため，更なる検証が必要である．

参 考 文 献

1) 株式会社メムス・コア HP： http://www.mems-core.com/service/mems.html

2) 青木勇： 超微細プレス加工の現状と将来，プレス技術, **41**-5 (2003), 18-23

3) 杉本公一： 超微細電子部品のプレス加工，プレス技術, **41**-5 (2003), 35-39

4) 森川明彦，飯村康治： 超微細プレス加工のトラブルとその対策, **41**-5, (2003), 47-51

5) 早乙女康典： マイクロ成形加工の現状と展望, **49**-570 (2008-7), 614-618

6) Miyazaki, S., Fujita, H. & Hiraoka, H.：Scripta Metallurgica, **13** (1979), 447-449

7) Fülöp, T., Brekelmans, W. A. M., Geers, M. G. D.：Journal of Material Processing Technology, **174** (2006), 1172-1179

8) Gau, J. T., Principe, C. & Yu, M.：Journal of Material Processing, **191** (200'), 7-10

9) Zhao Y. H., Guo Q., Topping T. D., Dangelewicz A. M., Zhu Y. T.：Influence of Specimen Dimension and Strain Measurement Method on Tensile Stress- strain Curves, Materials Science and Engineering A, **525**-1, (2009), 68-77

10) Z. T. Xu, L. F. Peng, X. M. Lai, M. W. Fu: Geometry and grain size effects on the forming limit of sheet metals in micro-scaled plastic deformation, Materials Science & Engineering A, **611** (2014), 345-353

11) 小林徳夫，石垣秀生： 塑性と加工, **15**-158 (1974), 197

12) 山口克彦： 金属薄板の成形限界に影響を及ぼす因子，塑性と加工 **49**-572 (2008-9), 851

13) Furusshima et al., Int. J. Mach. Tools Manuf, **76** (2014), 34-48

14) ISO 12004-2: Metallic materials- Sheet and strip- Determination of forming limit curves (2008)

15) J. Blaber, A. Antoniou: Ncorr v1.2, http://www.ncorr.com/index.php (2016/01/21)

16) R. Hill: A new method for determing the yield criterion and plastic potential of ductile metals, Journal of the Mechanics and Physics of solids, **1** (1953), 19

17) Stören S & Rice J. R: Journal of the Mechanics and Physics of Solids, **23** (1975), 421

質疑応答

吉葉正行教授

【１】結晶粒径に対する厚さや結晶方位などの材料的な因子を検討すべきではないか

ご指摘の材料的な因子についてはまだ検討を行えていない．結晶粒径の増大に伴い．表面粗さの増加割合が増加するなど，材料的な因子によって表面あれ進展および延性破壊挙動が変化することが知られているため，今後検討を行うべきだと考えている．

【２】本論中の用語「ディンプル」の用法は誤りではないか？

本論では，ボイドの成長合体に由来する破面上のくぼみを「ディンプル」と呼んでいる．宮川，坂木著の「金属学概論」によればディンプルはボイドの成長によって形成されるくぼみであり，中に介在物粒子が残っているとある．本研究で用いた材料は主に純度 99.96%以上の純銅であるが，わずかに内在する介在物がボイド成長の起点となりくぼみが形成されたと考えられるため，今回の用法は適切であると考えている．

筧幸次准教授

【１】今回使用した材料の材料記号を理解しているか.

本研究では次の２つの金属箔材を使用した．それぞれ材料記号の意味を述べる.

・純銅箔材: C1020R-O

C は銅合金を示す記号，1020 は合金番号，R は形状記号，-O は質別記号をそれぞれ示している．C1020 は無酸素銅を意味し，純度が 99.96%以上の純銅である．R はコイル状に巻かれた形状を意味している．最後の O は完全に再結晶したもの又は焼なまししたものを表す.

・純アルミニウム箔材: A1N30-O

A はアルミニウムおよびアルミニウム合金を意味し，1N30 は合金番号，O は質別記号をそれぞれ示している．1N30 の 1 は純アルミニウムであることを示し，N は日本独自の合金あるいは AA の規格以外の合金を示している．30 は合金系別制定準を 01~90 で示したものである．1N30 は純度 99.30%以上の純アルミニウムである.

髙橋智准教授

【１】提案された延性破壊メカニズムは単軸引張状態にもあてはまるか.

新たに提案した金属箔材の延性破壊メカニズムは, 3 種のひずみ状態における純銅箔材のその場観察結果を根拠に提案した．ひずみ状態には単軸引張状態に近いひずみ比$\alpha = -0.53$も含まれているため，純銅箔に限れば提案した延性破壊メカニズムは当てはまると考えられる.

謝辞

本研究を進めるにあたり，終始変わらぬ温かいご指導，ご教授いただきました本講座真鍋健一教授に厚く御礼申し上げます.

常に適切な助言をいただきました本講座古島剛助教に心から御礼申し上げます.

試験機の製作や実験の遂行にあたって，多大なるご尽力を頂いた多田一夫先生，さらに無理な依頼でもいつも快く引き受けて下さった本学工作施設の皆様には非常に感謝しております．また，本論文の副査をしていただいた吉葉正行教授，筧幸次准教授に御礼申し上げます.

研究生活において苦楽を共にした同期の眞野峻行さん，青砥康平さんに心から謝意を表します.

客員研究員の Haibo Xie さん，本講座修士 1 年生の中森友将さん，松下一希さん，増和尚輝さん，学部 4 年生の佐々木完太君，宿野啓太君，板井謙太君，日置まりさんにも厚く感謝しております.

最後に，研究生活に適した環境を与えてくれた両親に謝意を表します.