

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6101708号

(P6101708)

(45) 発行日 平成29年3月22日(2017.3.22)

(24) 登録日 平成29年3月3日(2017.3.3)

(51) Int.Cl.

G 0 1 N 3/00 (2006.01)

F I

G O 1 N 3/00

P

請求項の数 9 (全 20 頁)

|               |                               |           |                          |
|---------------|-------------------------------|-----------|--------------------------|
| (21) 出願番号     | 特願2014-552733 (P2014-552733)  | (73) 特許権者 | 514181831                |
| (86) (22) 出願日 | 平成25年1月17日 (2013.1.17)        |           | ユニヴェルシタ・デグリ・ストゥディ・ローマ・トレ |
| (65) 公表番号     | 特表2015-504170 (P2015-504170A) |           | イタリア・１－００１５４・ローマ・ヴィ      |
| (43) 公表日      | 平成27年2月5日 (2015.2.5)          |           | ア・オスティエンセ・１５９            |
| (86) 国際出願番号   | PCT/IB2013/050440             | (74) 代理人  | 100108453                |
| (87) 国際公開番号   | W02013/108208                 |           | 弁理士 村山 靖彦                |
| (87) 国際公開日    | 平成25年7月25日 (2013.7.25)        | (74) 代理人  | 100064908                |
| 審査請求日         | 平成27年11月16日 (2015.11.16)      |           | 弁理士 志賀 正武                |
| (31) 優先権主張番号  | RM2012A000017                 | (74) 代理人  | 100089037                |
| (32) 優先日      | 平成24年1月18日 (2012.1.18)        |           | 弁理士 渡邊 隆                 |
| (33) 優先権主張国   | イタリア (IT)                     | (74) 代理人  | 100110364                |
|               |                               |           | 弁理士 実広 信哉                |

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 材料のポアソン比および残留応力を測定するための方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

表面残留応力場を有する材料でのポアソン比および残留応力を測定するための方法において、前記方法が、

- － 表面残留応力場を有する材料試料（１）を事前に配置する段階と、
- － x 軸および y 軸によって規定される直交デカルト平面が規定されている前記材料試料（１）の表面から材料の２つの第１の平行ストリップ（２ a、２ b）を除去する段階と、
- － 前記表面上で前記材料試料（１）の少なくとも前記 x 軸に沿った歪み（ $\Delta \varepsilon^{(1)}_x$ ）および前記 y 軸に沿った歪み（ $\Delta \varepsilon^{(1)}_y$ ）を測定する段階と、
- － 前記材料試料（１）の前記表面から前記２つの第１の平行ストリップ（２ a、２ b）に垂直な材料の２つの第２の平行ストリップ（３ a、３ b）を除去する段階と、
- － 前記表面上で前記材料試料（１）の少なくとも前記 x 軸に沿った歪み（ $\Delta \varepsilon^{(11)}_x$ ）および前記 y 軸に沿った歪み（ $\Delta \varepsilon^{(11)}_y$ ）を測定する段階と、
- － 上述の表面残留応力の完全緩和の後に、すなわち 1．２よりも大きい  $h/d$  の値について、次式、

【数 1】

$$\frac{\Delta \varepsilon_x^{(II)}}{\Delta \varepsilon_x^{(I)}} \Big|_{\frac{h}{d} > 1.2} = \frac{1}{1 + \nu}$$

10

ただし、 $\nu$ 、 $h$ 、および  $d$  が、ポアソン比、前記第 1 及び第 2 の平行ストリップ（2 a、2 b、3 a、3 b）のそれぞれの高さ、および前記 2 つの第 1 の平行ストリップ（2 a、2 b）間の距離をそれぞれ表す、を用いて前記材料試料（1）のポアソン比を計算する段階と、

を順番に含むことを特徴とする方法。

【請求項 2】

前記 2 つの第 1 の平行ストリップ（2 a、2 b）間の前記距離は、それらの高さと同じ程度のサイズであり、それらの長さは、それらの前記距離よりも大きいことを特徴とする、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

20

前記 2 つの第 1 の平行ストリップ（2 a、2 b）間の前記距離は、それらの高さと同じ程度のサイズであり、それらの長さは、それらの前記距離よりも少なくとも 3 倍大きいことを特徴とする、請求項 2 に記載の方法。

【請求項 4】

前記 2 つの第 1 の平行ストリップ（2 a、2 b）間の前記距離は、それらの高さと同じ程度のサイズであり、それらの長さは、それらの前記距離よりも少なくとも 10 倍大きいことを特徴とする、請求項 3 に記載の方法。

【請求項 5】

前記 2 つの第 2 の平行ストリップ（3 a、3 b）間の距離は、それらの高さと同じ程度のサイズであり、それらの長さは、それらの前記距離以上であることを特徴とする、請求項 1 から 4 のいずれか一項に記載の方法。

30

【請求項 6】

前記 2 つの第 1 の平行ストリップ（2 a、2 b）を除去する段階の後に、上述の表面上で前記材料試料（1）の歪みを測定する前記段階がまた、x 軸および y 軸に関して  $45^\circ$  に向いている方向に沿って前記材料試料（1）の歪みを測定する段階も含むことを特徴とする、請求項 1 から 5 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 7】

前記 2 つの第 2 の平行ストリップ（3 a、3 b）を除去する段階の後に、上述の表面上で前記材料試料（1）の歪みを測定する前記段階がまた、x 軸および y 軸に関して  $45^\circ$  に向いている方向に沿って前記材料試料（1）の歪みを測定する段階も含むことを特徴とする、請求項 1 から 6 のいずれか一項に記載の方法。

40

【請求項 8】

もし前記材料が、表面コーティング材料であるならば、前記 2 つの第 1 の平行ストリップ間の前記距離と前記表面コーティングの厚さ  $t$  との間の比は、1.0 よりも小さいことを特徴とする、請求項 1 から 7 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 9】

前記 2 つの第 1 の平行ストリップ間の前記距離と前記コーティングの前記厚さ  $t$  との前記比は、0.8 よりも小さい（ $d/t < 0.8$ ）ことを特徴とする、請求項 8 に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

50

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明の主題は、バルク材料の形であろうとまたは表面コーティングの形であろうと、任意の材料、すなわち金属、セラミック、ポリマー、結晶質または非晶質の材料のポアソン比および残留応力を測定するための方法である。

## 【背景技術】

## 【0002】

文献で現在利用できる技法は、実験的な実現の観点から非常に複雑であり、それらは、しばしば真値よりも100%高い、測定の不確実性を伴い、それらは、弾性率の知識を必要とする。

10

## 【0003】

特に、本明細書で提案される方法は、基板および外側のコーティングで、より具体的には薄いコーティングで構成されているシステムについてのポアソン比の測定のための技法に関して非常に重要な前進を表す。

## 【発明の概要】

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0004】

本発明の目的は、従来技術の利用可能な技法に関して述べられた不都合および欠点を克服するまたは少なくとも低減することを可能にする、ポアソン比および残留応力を測定するための方法を提供することである。

20

## 【課題を解決するための手段】

## 【0005】

この目的は、表面残留応力場を有する材料でのポアソン比および残留応力を測定するための方法において、その方法が、表面残留応力場を有する材料試料を事前に配置する段階と、x軸およびy軸によって規定される直交デカルト平面が規定されている試料の表面から材料の2つの第1の平行ストリップを除去する段階（ステップI）と、前記表面上で材料試料の少なくともx軸に沿った歪み（ $\Delta \varepsilon^{(I)}_x$ ）およびy軸に沿った歪み（ $\Delta \varepsilon^{(I)}_y$ ）を測定する段階と、前記2つの第1の平行ストリップに直交する材料の2つの第2の平行ストリップを試料の前記表面から除去する段階（ステップII）と、前記表面上で材料試料の少なくともx軸に沿った歪み（ $\Delta \varepsilon^{(II)}_x$ ）およびy軸に沿った歪み（ $\Delta \varepsilon^{(II)}_y$ ）を測定する段階と、上述の表面残留応力の完全緩和の後に、すなわち1.2よりも大きいh/dの値について、次式、

30

## 【0006】

## 【数1】

$$\frac{\Delta \varepsilon_x^{(II)}}{\Delta \varepsilon_x^{(I)}} \bigg|_{\frac{h}{d} > 1.2} = \frac{1}{1 + \nu}$$

(eq. 1)

40

## 【0007】

、ただし $\nu$ 、h、およびdが、ポアソン比、前記ストリップのそれぞれの最大高さ、および2つの第1の平行ストリップ間の距離をそれぞれ表す、を用いて材料試料のポアソン比を計算する段階と、を順番に含むことを特徴とする、方法によって完全に達成される。

## 【0008】

歪みの測定のために利用される技法は、本方法が適用される寸法のスケールに依存するものとする。切り込みの特徴的寸法が数マイクロメートルの程度である薄膜での測定の場合には、走査型電子顕微鏡（SEM）下で得られる画像についてのデジタル画像相関（DIC）が、歪みの測定に利用できる唯一の技法である。

## 【0009】

50

前の方程式の適用可能性のためのさらなる条件は、(i) 2つの第1の平行ストリップの長さLが、測定される歪みへの境界効果を避けるために、それらの間の距離dよりも大きい(好ましくは少なくとも3倍大きい( $L > 3 \cdot d$ ))、より好ましくは少なくとも10倍大きい( $L > 10 \cdot d$ ))ということ、および(ii) コーティングの場合には、第1の2つのストリップ間の距離とコーティングの厚さtとの間の比が、測定される歪みへの基板効果を避けるために、少なくとも1.0よりも小さい、好ましくは0.8よりも小さい( $d/t < 0.8$ )ということである。

#### 【0010】

これらの条件は、有限要素シミュレーションを用いて検証されており、それは、本明細書で挙げられた2つの条件について方程式(1)の完全な妥当性を実証した。

10

#### 【0011】

もしこれらの2つの後の条件が、確認されないならば、応力の完全緩和の仮説は、実証されないことになり、ポアソン比は、方程式(1)を使用して計算されないこともあり得る。

#### 【0012】

それにもかかわらず、本発明の根底にある原理(すなわち、2つの緩和歪み間の比 $\Delta \varepsilon^{(I I)}_x / \Delta \varepsilon^{(I)}_x$ は、ポアソン比の一意的関数であるということ)は、全く妥当なままであり、ポアソン比の計算が、本明細書で以下に述べられる補正因子を利用する有限要素シミュレーションを用いて実行されなければならない、方程式(1)の直接利用によってではないという唯一の違いがある。

20

#### 【0013】

従って、本明細書で上に挙げた2つの条件は、満たされることが好ましいが、しかし必ずしも必要でない。

#### 【0014】

4つのストリップの連続した除去はまた、一定量ずつ、すなわち侵入深さのわずかの増加の連続の実現によって実行されてもよく、そのことは、ステップIおよびステップIIと述べられたのと同じ最終効果につながる。漸進的試行の実現は、大幅により多くの実験点を解析することを可能にし、この場合には緩和プロファイルの補間を用いて得られる歪み測定結果( $\Delta \varepsilon^{(I)}_x$ 、 $\Delta \varepsilon^{(I I)}_x$ 、 $\Delta \varepsilon^{(I)}_y$ 、 $\Delta \varepsilon^{(I I)}_y$ )により高い統計的妥当性を与える。

30

#### 【0015】

特徴および利点は、純粹に限定されない例として添付の図面で例示される、好ましいが排他的でない実施形態の次の説明からより明瞭に現れることが判明するであろう。

#### 【図面の簡単な説明】

#### 【0016】

【図1A】等二軸性応力の条件下で本発明の方法が適用されることになる材料試料の上面図である。

【図1B】材料除去の第1のステップの後に図1Aに現れる材料試料の上面図である。

【図1C】材料除去の第2のさらなるステップの後に図1Bに現れる試料の上面図である。

40

【図2A】本発明による方法を受けることになる、基板およびコーティングで構成されているシステムの斜視図である。

【図2B】材料除去の第1の段階の後に図2Aに現れるシステムの斜視図である。

【図2C】材料除去の第2のさらなる段階の後に図2Bに現れるシステムの斜視図である。

【図3】本発明による方法を受けた、基板およびコーティングで構成されているシステムの上面図であり、有限要素シミュレーションで使用される幾何学量のいくつか、強調表示されている。方程式(1)で報告される解析的(かつ漸近的)解の完全な妥当性を確認するために、2つの長手方向ストリップの長さLが、それらの間の距離よりも大きく(好ましくは少なくとも3倍大きく、より好ましくは少なくとも10倍大きく)なければなら

50

ないということを強調することは、重要である。

【図4 a】制御された材料除去の第1の段階（図1 Bで示すような）の後の基板および窒化クロム（CrN）のコーティングで構成されているシステムでの図3のx軸に沿った緩和歪みのプロファイルを示す図であり、歪み値は、パラメータ $E/(1-\nu^2)$ に関して規格化され、侵入深さは、2つのストリップ間の距離dに関して規格化される。

【図4 b】制御された材料除去の第2のさらなる段階（図1 Cで示すような）の後に図4 aに現れるシステムでの図3のx軸に沿った緩和歪みのプロファイルを示す図であり、歪み値は、二軸性弾性率Mに関して規格化され、侵入深さは、2つのストリップ間の距離dに関して規格化される。

【図4 c】 $(1+\nu)$ に関して規格化される緩和歪み間の比対相対侵入深さ $h/d$ のプロットを示す図である。

10

【図5 A】走査型電子顕微鏡（SEM）を用いて取得され、物理的気相堆積（PVD）技法を使用して得られた3  $\mu$ mの厚さを有する窒化クロム（CrN）の薄いコーティングへの本発明による方法の実施に係る画像を示す図であり、制御された材料除去は、集束イオンビーム顕微鏡法（FIB）を使用して実現される。

【図5 B】走査型電子顕微鏡（SEM）を用いて取得され、物理的気相堆積（PVD）技法を使用して得られた3  $\mu$ mの厚さを有する窒化クロム（CrN）の薄いコーティングへの本発明による方法の実施に係る画像を示す図であり、制御された材料除去は、集束イオンビーム顕微鏡法（FIB）を使用して実現される。

【図5 C】走査型電子顕微鏡（SEM）を用いて取得され、物理的気相堆積（PVD）技法を使用して得られた3  $\mu$ mの厚さを有する窒化クロム（CrN）の薄いコーティングへの本発明による方法の実施に係る画像を示す図であり、制御された材料除去は、集束イオンビーム顕微鏡法（FIB）を使用して実現される。

20

【図6 A】漸進的試行の過程で得られるような、コーティングでの緩和歪みの連続を示すグラフである。図5 A、図5 B、および図5 Cに対応する臨界点もまた、材料除去の第1の段階（ステップI）の終わりおよび材料除去の第2のさらなる段階（ステップII）の後に対応して、図6 Aで識別される。

【図6 B】解析されるCrNのコーティングについて行われる8つの試験の組を示す図である（ステップIについての歪みデータだけが、報告される）。

【図7】図5 A、図5 B、図5 C、および図6に現れるコーティングの断面の顕微鏡画像を示す図である。

30

【発明を実施するための形態】

【0017】

本発明によるポアソン比および残留応力を測定するための方法は、任意の材料のポアソン比および残留応力を半破壊的方法で測定することを可能にする。

【0018】

本方法の適用可能性のために必要とされる条件は、調査すべき材料での表面残留応力場の存在にあり（図1 Aを参照）、それはしかしながら、表面コーティングの場合には系統的に生じる。

【0019】

40

図1 A、図1 Bおよび図1 Cでは、数字「1」は、ポアソン比および残留応力が、本明細書で以下に述べられる幾何学量および手順に従って、材料の規定された体積の制御された除去を用いて測定されることになる材料試料を示す。

【0020】

制御された材料除去は、2つの連続するステップ、すなわち第1のステップおよび第2のステップに従って行われる。

【0021】

第1のステップは、材料試料1の表面について2つの平行ストリップ2 a、2 bの除去を提供する（図1 Bを参照）。

【0022】

50

2つのストリップ間、すなわち2つの切り込み2 a、2 b間の距離は、各切り込みの高さと同じ程度のサイズであり、一方それらの長さは、どんな境界効果とも無関係である緩和を提供するために、ストリップ間の距離よりも大きい、好ましくは少なくとも3倍大きい、より好ましくは少なくとも10倍大きいものとする。

#### 【0023】

いずれにしても、もし2つの切り込みの長さがそれらの間の距離よりもはるかに大きいという唯一の条件が、維持されるとすれば、本明細書で提案される方法は、実現される切り込みの寸法、および制御された材料除去のために採用される技法と全く無関係である。もしこのことが、事実でないならば、ポアソン比の測定は、方程式(1)で報告される漸近的解を使用する代わりに、適切な有限要素モデルを使用することによってどんな場合でも可能であることになる。

10

#### 【0024】

材料除去の後に、2つのストリップの内部領域での残留応力の解放から結果として生じる緩和歪み場の測定が、進められる。

#### 【0025】

緩和歪みの測定は、任意の従来技法または非従来技法を用いて、例えばデジタル画像相関を用いて行われてもよい。特に、歪みの測定のために利用される特定の技法は、本方法が適用される寸法のスケールに依存するものとする。切り込みの特徴的寸法が数マイクロメートルの程度である薄膜での測定の場合には、歪みの測定のために利用されてもよい唯一の技法は、走査型電子顕微鏡(SEM)下で得られる画像についてのデジタル画像相関(DIC)である。

20

#### 【0026】

いったん直交デカルト基準系が、定義され、実現された2つのストリップに直交する軸が、x軸と特定されたならば、x軸に沿った歪み( $\Delta \varepsilon^{(1)}_x$ )およびy軸に沿った歪み( $\Delta \varepsilon^{(1)}_y$ )が、測定され、両方の歪みは、上述の第1のステップの後に生じている。

#### 【0027】

必要なときは、2つのxおよびy基準軸に関して45°に向いている第3の軸に沿った歪みの測定もまた、行われる。

#### 【0028】

30

第1のステップはまた、一定量ずつ、すなわち切り込みを多くの中間ステップに細分化し、緩和歪みを徐々に測定することによって実行されてもよい。このように実行される手順は、材料内の残留応力のプロファイルを得ることを可能にすることになる。

#### 【0029】

第2のステップは、第1のステップの間に実現されたストリップ2 a、2 bと交差しかつそれらに垂直である2つの追加の平行ストリップ3 a、3 bの除去を提供する(図1Cを参照)。

#### 【0030】

これらの2つの追加のストリップ3 a、3 b間の距離は、切り込みの高さと同じ程度のサイズであり、一方それらの長さは、同じストリップ間の距離以上でなければならない。

40

#### 【0031】

この手順は、入れられた切り込みの中心において底部でのみ拘束された平行六面体の分離につながり、第1のステップに関して緩和歪みの追加の場を伴う。

#### 【0032】

第1のステップの後に行われる測定と同様に、x軸に沿った歪み( $\Delta \varepsilon^{(11)}_x$ )およびy軸に沿った歪み( $\Delta \varepsilon^{(11)}_y$ )の測定が、行われ、両方とも、第2のステップの後に生じる。

#### 【0033】

必要なときは、2つのxおよびy基準軸に関して45°に向いている第3の軸に沿った歪みもまた、測定される。

50

【0034】

本説明において以下で詳細に実証されるように、歪み  $\Delta \varepsilon^{(I)}_x$  と  $\Delta \varepsilon^{(II)}_x$  との間の比は、材料のポアソン比の一意的関数、すなわち、

【0035】

【数2】

$$\frac{\Delta \varepsilon^{(I)}_x}{\Delta \varepsilon^{(II)}_x} = f(\nu) \quad (\text{eq. 2})$$

10

【0036】

である。

【0037】

緩和歪み  $\Delta \varepsilon^{(II)}_x$  は常に、調べるべき材料の初期状態に関して、すなわち切り込みの形成より前に計算される。

【0038】

さらに、第1のステップの後に測定される緩和歪みの場および第2のステップの後に測定される場合は、弾性率の値の知識または仮定を条件として、材料に存在する残留応力を測定することを可能にする。

【0039】

20

モデルの根底にある基本的考え方を試験するために、実験的キャンペーンが、広範囲の材料特性について材料除去の連続を忠実に再現する目的で、有限要素シミュレーション法(FEM)を使用して実行された。

【0040】

まず初めに、基板およびコーティングで構成されているシステムのより一般的な場合が表された三次元モデルが、設計された。

【0041】

選択された幾何学的パラメータは、

$$- d/t = 0.8 \quad (< 1.0)$$

$$- L = 10 \cdot d$$

$$- h_{max} = t$$

30

を含み、ただし、dは、ストリップ間の距離を表し、tは、コーティングの厚さであり、Lは、ストリップの長さであり、hは、切り込みの高さである。

【0042】

上述のモデルは、材料の挙動が均質でかつ等方的であると仮定され、微細構造型のパラメータがその中に導入されなかったという点において、考えられる特徴的スケールと無関係である。

【0043】

しかしながら、多結晶構造、相転移の可能性、および機械的挙動へのスケール因子などの、弾性異方性効果および／または微細構造的パラメータは、モデルに導入されてもよい。

40

【0044】

考えられる材料の組み合わせは、

$$- E_R = 70 \text{ GPa}, 200 \text{ GPa}, 350 \text{ GPa}$$

$$- \nu_R = 0.25, 0.35, 0.42$$

$$- E_S = 70 \text{ GPa}, 200 \text{ GPa}, 350 \text{ GPa}$$

$$- \nu_S = 0.25, 0.35, 0.42$$

を含み、ただし  $E_R$  および  $E_S$  は、コーティングおよび基板の弾性率をそれぞれ表し、一方  $\nu_R$  および  $\nu_S$  は、それぞれコーティングおよび基板のポアソン比である。

【0045】

50

- 本機械的モデルは、順番に実行されることになる次の段階、
- － 基板およびコーティングで構成されているシステム全体に温度変化を単に適用することによって実行される、残留応力についての校正定数の適用の段階と、
  - － 第1のステップの幾何学特徴に従って実際の漸進的材料除去をシミュレーションする漸進的要素除去の段階と、
  - － 切り込みの高さ  $h$  に基づいた緩和歪み  $x$  および  $y$  の計算の段階と、
  - － 第2のステップの幾何学特徴に従って材料除去をシミュレーションする漸進的要素除去の段階と、
  - － 切り込みの高さ  $h$  に基づいた緩和歪み  $x$  および  $y$  の計算の段階とを提供する。

【0046】

10

図4aを参照すると、シミュレーションされた緩和歪みプロファイルは明らかに、量  $E / (1 - \nu^2)$  に関してデータを規格化した、あらゆる種類の材料について普遍的である緩和曲線の形状を示す。 $d/t = 0.8$  の場合について基板の特性と無関係の緩和プロファイル、ならびに  $h/d > 1.2$  の値について残留応力の緩和での飽和の達成もまた、同じ図4aから推測される。

【0047】

シミュレーションはまた、 $y$  方向での緩和歪み  $\Delta \varepsilon^{(I)}_y$  が、

【0048】

【数3】

20

$$\Delta \varepsilon_y^{(I)} = 0$$

(eq. 3)

【0049】

を得るように、材料除去の第1のステップの後でゼロであることも確認した。

【0050】

シミュレーションされた曲線での完全な飽和の証拠は、除去の第1のステップの後で  $x$  方向での応力の完全緩和があること、すなわち、

【0051】

【数4】

30

$$\Delta \sigma_{xx} \Big|_{\frac{h}{d} > 1.2} = -\sigma_R$$

(eq. 4)

【0052】

を実証し、ただし  $\Delta \sigma_{xx}$  は、制御された材料除去の第1のステップの後の  $x$  方向での応力の緩和を表す。

【0053】

第1の除去ステップの後の応力の一般的緩和は明らかに、

40

【0054】

【数5】

$$\Delta \varepsilon_{xx}^{(I)} = \frac{1}{E} (\Delta \sigma_{xx} - \nu \Delta \sigma_{yy})$$

$$\Delta \varepsilon_{yy}^{(I)} = 0 = \frac{1}{E} (\Delta \sigma_{yy} - \nu \Delta \sigma_{xx})$$

(eq. 5)

50

【0055】

として一般化されるフックの法則によって述べられてもよく、ただしシミュレーションによって確認されたように、 $\Delta \varepsilon^{(I)}_y = 0$ が、仮定される。連立方程式(5)の解は、次の表式、

【0056】

【数6】

$$\Delta \sigma_{yy} = \nu \Delta \sigma_{xx}$$

(eq. 6a)

$$\Delta \varepsilon_{xx}^{(I)} = \frac{1}{E} (1 - \nu^2) \Delta \sigma_{xx}$$

(eq. 6b)

10

【0057】

につながる。

【0058】

方程式(3-4-5)の結合は、歪み $\Delta \varepsilon^{(I I)}_x$ を材料に既存の二軸性応力の状態に明白に結び付ける次の関係式、

【0059】

【数7】

$$\Delta \varepsilon_{xx}^{(I)} \Big|_{\frac{h}{d} > 1.2} = -\frac{1}{E} (1 - \nu^2) \cdot \sigma_R$$

(eq. 7)

20

【0060】

につながる。

【0061】

図4b(第2の除去ステップ)を今から参照すると、シミュレーションされた緩和歪みプロファイルは明らかに、量 $E / (1 - \nu)$ に関して、すなわち材料の二軸性弾性率Mに関してデータを規格化した、あらゆる種類の材料にとって普遍的である緩和曲線の形状を示す。図4bはまた、 $d / t = 0.8$ の場合について基板の特性と無関係の緩和プロファイル、ならびに $h / d > 1.2$ の値について残留応力の完全緩和(曲線の飽和)も示す。

【0062】

従って、材料に存在する残留応力はまた、次の方法、

【0063】

【数8】

$$\Delta \varepsilon_x^{(II)} \Big|_{\frac{h}{d} > 1.2} = -\sigma_R \cdot \frac{1 - \nu}{E}$$

(eq. 8)

30

40

【0064】

で、材料除去の第2のステップの後に計算されてもよい。

【0065】

シミュレーションはまた、第2のステップの後、y方向での緩和歪み $\Delta \varepsilon^{(I I)}_y$ が、x方向での緩和歪み $\Delta \varepsilon^{(I I)}_x$ と同一であることも確認した。

50

【0066】

この後の同等性は、両方向での歪みの解析を用いて実験的実行で容易にチェックできる。

【0067】

先に得られた次の2つの方程式、

【0068】

【数9】

$$\Delta \varepsilon_{xx}^{(I)} \Big|_{\frac{h}{d} > 1.2} = -\frac{1}{E} (1 - \nu^2) \cdot \sigma_R$$

$$\Delta \varepsilon_x^{(II)} \Big|_{h \gg d} = -\sigma_R \cdot \frac{1 - \nu}{E}$$
10

【0069】

を組み合わせると、材料のポアソン比の計算のための表式、すなわち、

【0070】

【数10】

$$\frac{\Delta \varepsilon_x^{(II)}}{\Delta \varepsilon_x^{(I)}} \Big|_{\frac{h}{d} > 1.2} = \frac{1}{1 + \nu}$$
20

【0071】

が得られる。

【0072】

この後の表式は、応力の完全緩和の後でのみ、すなわち  $h/d > 1.2$  についてのみ妥当である。

【0073】

いずれにしても、ポアソン比はまた、有限要素シミュレーションを使用することによって、 $h/d < 1.2$  の値についても容易に計算できる。

30

【0074】

図4cを今から参照すると、明らかに弾性率とは無関係である、そこで表される曲線は、 $h/d$  のそれぞれの値についてのポアソン比の計算のために普遍的グラフとして使用されてもよい。

【0075】

例えば、機器に関連した理由のために、たかだか  $h/d = 0.4$  の高さを有する切り込みが、入れられてもよく、測定される2つの歪み間の比が、

$$\Delta \varepsilon^{(II)}_x / \Delta \varepsilon^{(I)}_x = 0.84$$

であると仮定しよう。

40

【0076】

この後の場合には、 $h/d = 0.4$  についての普遍的曲線を入力し、次の方程式、

【0077】

【数11】

$$\frac{\Delta \varepsilon_x^{(II)}}{\Delta \varepsilon_x^{(I)}} \Big|_{\frac{h}{d} > 1.2} = F \cdot \frac{1}{1 + \nu}$$

(eq. 9)

【0078】

で使用されることになる倍率 F を見積もる（この場合 F = 0.95）だけで十分である。

【0079】

明らかに、その結果は、 $h/d > 1.2$  について  $F = 1$  である（残留応力の完全緩和）。

【0080】

本明細書で提案される方法はまた、非等二軸性残留応力の場合の、すなわち、 $\sigma_x \neq \sigma_y$  のときのポアソン比の計算のために利用されてもよい。

10

【0081】

この場合には、x および y 方向での不均質緩和歪みが、得られる。

【0082】

例えば、材料除去の第 1 のステップの後で、 $h/d > 1.2$  である場合を考えると、その結果は、x 方向での一軸性緩和歪みだけであり、y 軸に沿った歪みは、材料がその方向になお全体的に拘束されているから、ゼロである。

【0083】

従って、（方程式 5～6 に基づくと）その結果は、

【0084】

【数 12】

20

$$\Delta \varepsilon_x^{(I)} = -\frac{\sigma_x}{E} (1 - \nu^2)$$

$$\Delta \varepsilon_y^{(I)} = 0$$

(eq. 10)

【0085】

である。

【0086】

30

材料除去のための第 2 のステップの後で、x 方向での緩和歪みが、起こり、y 方向での緩和歪みが、起こり、それらは、次式、

【0087】

【数 13】

$$\Delta \varepsilon_x^{(II)} = -\frac{\sigma_x}{E} + \nu \frac{\sigma_y}{E}$$

$$\Delta \varepsilon_y^{(II)} = -\frac{\sigma_y}{E} + \nu \frac{\sigma_x}{E}$$

(eq. 11)

40

【0088】

で一般化されるようなフックの法則を使用して容易に計算できる。

【0089】

上で報告された方程式の 2 つを組み合わせると、材料のポアソン比の計算のための表式、すなわち、

【0090】

【数 1 4】

$$\frac{\Delta \varepsilon_X^{(II)}}{\Delta \varepsilon_X^{(I)}} = \frac{1}{1 - \nu^2} \left[ 1 - \nu \frac{\sigma_Y}{\sigma_X} \right]$$

(eq. 12)

【0 0 9 1】

またはフックの法則をもう一度使用すると、

【0 0 9 2】

10

【数 1 5】

$$\frac{\Delta \varepsilon_X^{(II)}}{\Delta \varepsilon_X^{(I)}} = \frac{1}{1 - \nu^2} \left[ 1 - \nu \frac{\Delta \varepsilon_Y^{(II)} + \nu \cdot \Delta \varepsilon_X^{(II)}}{\Delta \varepsilon_X^{(II)} + \nu \cdot \Delta \varepsilon_Y^{(II)}} \right]$$

(eq. 13)

【0 0 9 3】

と一般化されるような表式が、この場合にも同様に得られる。

【0 0 9 4】

20

この方程式は、ポアソン比の計算のために解かれてもよい。

【0 0 9 5】

$\sigma_x = \sigma_y$  である等二軸性応力の場合には、この後の方程式は、上で指定された方程式、

【0 0 9 6】

【数 1 6】

$$\frac{\Delta \varepsilon_x^{(II)}}{\Delta \varepsilon_x^{(I)}} \Big|_{\frac{h}{d} > 1.2} = \frac{1}{1 + \nu}$$

30

【0 0 9 7】

に還元されることに留意することが、重要である。

【0 0 9 8】

汎用関数、

$$z = z(x_1, x_2, \dots, x_p) \quad (\text{方程式 1 4})$$

を所与として、ただし  $z$  は、導出量であり、 $x_1, x_2, \dots, x_p$  は、実験的に測定される  $n$  個の変数であり、各変数についての平均二乗誤差、

【0 0 9 9】

【数 1 7】

40

$$\mu_{x_j} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_{ji} - \bar{x}_j)^2}{n - 1}}$$

(eq. 15)

【0 1 0 0】

を所与とすると、導出量での伝搬誤差は、

【0 1 0 1】

【数 1 8】

$$\mu_x = \sqrt{\sum_{j=1}^p \left(\frac{\partial z}{\partial x_j}\right)^2 \mu_{x_j}}$$

(eq. 16)

【0 1 0 2】

10

であるものとする。現在の場合は、ポアソン比を計算するために利用される方程式は、次の通りに、

【0 1 0 3】

【数 1 9】

$$v = \frac{\Delta \varepsilon_x^{(I)}}{\Delta \varepsilon_x^{(II)}} \Big|_{\frac{h}{d} > 1.2} - 1$$

(eq. 17)

20

【0 1 0 4】

と書かれてもよく、それ故に、次の種類の関数、

【0 1 0 5】

【数 2 0】

$$z = \frac{x_1}{x_2}$$

(eq. 18)

【0 1 0 6】

30

を伴い、ただし、

$$\begin{aligned} z &= v \\ x_1 &= \Delta \varepsilon^{(I)}_x \\ x_2 &= \Delta \varepsilon^{(II)}_x \end{aligned}$$

である。

【0 1 0 7】

従って、もし

【0 1 0 8】

【数 2 1】

$$\mu_z = \sqrt{\left(\frac{1}{x_2}\right)^2 \mu_{x_2} + \left(\frac{x_1}{x_2^2}\right)^2 \mu_{x_2}} \sim \mu_{x_2} \sqrt{\left(\frac{1}{x_2}\right)^2 + \left(\frac{x_1}{x_2^2}\right)^2}$$

(eq. 19)

40

【0 1 0 9】

であるならば、その結果は、

【0 1 1 0】

【数 2 2】

$$\mu_{x_1} \sim \mu_{x_2}$$

【0 1 1 1】

である。

【0 1 1 2】

従って、相対誤差に関しては、

【0 1 1 3】

【数 2 3】

10

$$\frac{\mu_z}{z} = \mu_{x_1} \sqrt{\frac{1}{x_1^2} + \frac{1}{x_1^2}}$$

(eq. 20)

【0 1 1 4】

または、実記号に戻ると、

【0 1 1 5】

20

【数 2 4】

$$\frac{\mu_v}{v} = \mu_{\Delta\varepsilon} \sqrt{\left(\frac{1}{\Delta\varepsilon^{(I)}_x}\right)^2 + \left(\frac{1}{\Delta\varepsilon^{(II)}_x}\right)^2}$$

(eq. 21)

【0 1 1 6】

が得られる。

30

【0 1 1 7】

例えば、現在の測定技法で完全に達成可能である  $10^{-5}$  に等しい歪み測定での不確実性、および  $100\text{ MPa}$  程度の残留応力状態に対応する  $10^{-3}$  程度の測定された歪み値があるという仮説によると、その結果は、

【0 1 1 8】

【数 2 5】

$$\frac{\mu(v)}{v} \sim 1.4\%$$

(eq. 22)

40

【0 1 1 9】

であることになる。

【0 1 2 0】

原理的には、本明細書で提案される方法は、制御された材料除去のための、機械的であろうとまたは非機械的であろうと、任意の手段の援助によって、かつ緩和歪みの測定のための、接触式であろうとまたは非接触式であろうと、任意の種類の方法を用いて実現されてもよい。

【0 1 2 1】

薄いコーティング膜への本方法の適用は、この種の構造についてのポアソン比を測定す

50

るための技法が、現在は非常に制限され、これらの特性の日常測定での応用にとって全く不適切であるから、産業界にとって最も興味のある場合を表す。

【0122】

加えて、残留応力値は、基板および薄いコーティング膜で構成されているシステムの機械的設計において基本となるパラメータである。

【0123】

コーティングは一般に、もしその全体の厚さが  $10\text{ }\mu\text{m}$  よりも小さいならば「薄い」と定義される。

【0124】

本方法の場合には、条件  $d/t < 1.0$  は、測定される緩和歪みへの基板の弾性特性の影響を避けるために必要であることが判明しており、 $d/t < 0.8$  が、好ましい条件である。

【0125】

ポアソン比を計算するための方程式、

【0126】

【数26】

$$\frac{\Delta \varepsilon_x^{(II)}}{\Delta \varepsilon_x^{(I)}} \bigg|_{\frac{h}{d} > 1.2} = \frac{1}{1 + \nu}$$

【0127】

の使用のためのさらなる条件は、 $h/d > 1.2$  である。

【0128】

このことは、薄いコーティングの場合の切り込みの特徴的寸法  $d$  が、数ミクロンの程度でなければならず、従ってマイクロメートル以下の分解能を有する機械加工および歪み測定の方法が、使用されなければならないということを暗示する。

【0129】

薄いコーティングの場合のポアソン比を計算するための方法は、集束イオンビーム顕微鏡法 (FIB) を使用し、測定人工物の低減のための革新的手順を採用してマイクロメートル寸法の切り込みを実現する段階と、走査型電子顕微鏡 (SEM) 技法を使用してその場で高分解能顕微鏡写真を実現する段階と、デジタル画像相関 (DIC) 技法を使用して緩和歪みを解析する段階と、ナノ圧痕技法を使用して弾性率を測定する段階と、本明細書で上に挙げたようなモデルを通じてポアソン比および残留応力を計算する段階とを含む。

【0130】

物理的気相堆積 (PVD) 技法を使用して得られる、 $3\text{ }\mu\text{m}$  の厚さの窒化クロム (CrN) の薄いコーティングへのこの方法の実施の例は、図 5 A、図 5 B および図 5 C で表される。

【0131】

さらに詳細には、今しがた論じられた本方法は、以下の段階を含む。

— 白金の一般に「パッド」と呼ばれる薄層を電子ビームまたはイオンビーム支援化学的気相堆積を用いてその場で堆積させ、イオンビーム微細加工を用いてその上にマトリクス状の穴を実現する段階 (図 5 A を参照)。白金「マット」および相対的マトリクス状の穴によって行われる機能は、緩和歪み測定プロセスの分解能を高める機能である。矩形リムもまた、その後の微細加工プロセス FIB の過程で除去される材料の再堆積を低減する目的で、マットの全周の周りに堆積される。

— 基準面の高分解能 SEM 画像、または漸進的試行の場合には一組のそのような SEM 画像でさえ取得する段階 (図 5 A を参照)。

— 本明細書の上で先に述べた本方法の第 1 のステップに対応する 2 つの平行切り込みを実現する段階 (図 5 B を参照)。

－ 基準面の第2の高分解能SEM画像、または漸進的試行の場合には第2の組のそのようなSEM画像でさえ取得する段階（図5Bを参照）。

－ 本明細書の上で先に述べた本方法の第2のステップに対応する2つの平行切り込みを実現する段階（図5Cを参照）。

－ 基準面の第3の高分解能SEM画像、または漸進的試行の場合には第3の組のそのようなSEM画像でさえ取得する段階（図5Cを参照）。

－ 前に取得された3つのSEM画像、または3つの組のSEM画像が、例えばJohns Hopkins UniversityおよびKarlsruhe Institute of TechnologyのDigital Image Correlation (DIC) Matlab (C) 関数などの、利用できる商用ソフトウェアプログラムの中のいずれか1つを使用して、デジタル画像相関(DIC)プロセスならびにxおよびy歪みの計算のために、もし必要ならばデジタルノイズ除去プロセスの後に利用される段階。このようにして得られた緩和歪みは、応力の二軸性を評価し、それ故に歪みの計算に使用するためにどの方程式を解くかを選択することを可能にする。

－ 従来のナノ圧痕技法を用いてコーティングの弾性率を測定する段階。

－ 本明細書の上で報告した方程式を使用して残留応力およびポアソン比を計算する段階。

【0132】

我々は今から、図6Aおよび図6B、ならびに次の表、

【0133】

【数27】

$$\Delta \varepsilon_x^{(I)} = 0.0169 \pm 0.001$$

$$\Delta \varepsilon_x^{(II)} = 0.0136 \pm 0.0007$$

$$\nu = 0.248 \pm 0.007$$

$$\sigma_R = -5.04 \pm 0.22 \text{ GPa}$$

【0134】

を参照するものとし、それらは、CrNのコーティングに関して行われる調査の結果を強調する。

【0135】

計算は、同様の材料について文献で利用できるデータと極めてよく一致するポアソン比値、ならびにx線回折(XRD)を用いて測定される残留応力値と完全に一致する残留応力値を示す。

【0136】

加えて、データの標準偏差値は、他の従来の測定技法を使用して通常得られる標準偏差値と比較して大幅な改善を示す。

【0137】

追加の付随的な必要性を満たすために、当業者は、ポアソン比および残留応力を測定するための上述の方法に多数の追加の変形および変更を導入してもよいが、しかしながらそれらはすべて、添付の請求項によって規定されるような本発明の保護の範囲内に含まれる。

【0138】

本発明の方法は、試料の微細構造または幾何学的形状と関連付けられるどんな制限もなく、結晶質材料であろうとまたは非晶質材料であろうと、バルク材料であろうとまたは表面コーティングであろうと、どんな材料にも適用可能である。

【0139】

前述の実施の形（異種基板への薄いコーティング）は、本方法の最も重要な適用の1つを表し、その方法は、表面残留応力の状態を有する任意の種類の材料、例えばビーズを吹付けられた金属、焼き入れをしたまたは窒化したスチール、曲げによって塑性変形した金属、鋳造金属、金属ガラス、強化ガラスに適用されてもよい。

【符号の説明】

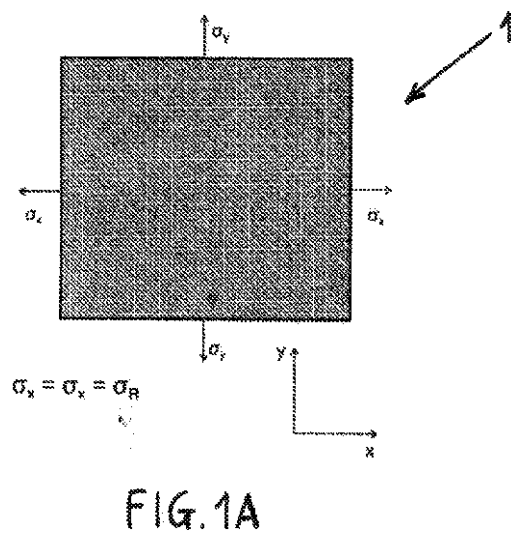
【0140】

- 1 材料試料
- 2a ストリップ、切り込み
- 2b ストリップ、切り込み
- 3a 追加のストリップ
- 3b 追加のストリップ
- d ストリップ間の距離
- h 切り込みの高さ
- L ストリップの長さ
- M 材料の弾性率
- t コーティングの厚さ
- $\sigma_x$  x方向の応力
- $\sigma_y$  y方向の応力
- $\sigma_R$  等二軸性応力
- $\nu$  ポアソン比

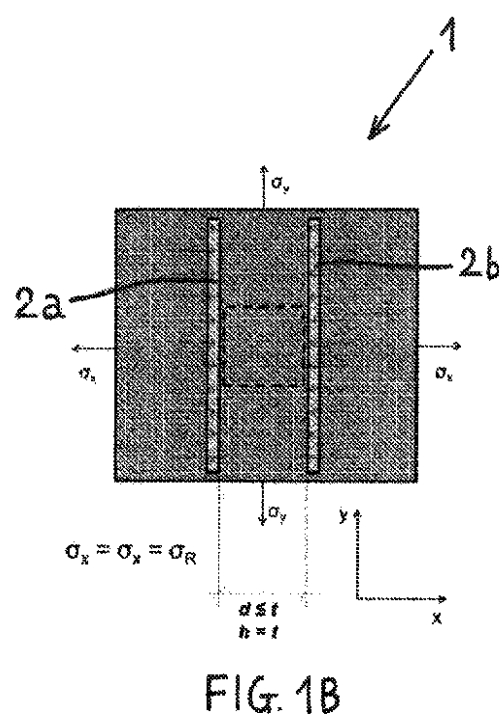
10

20

【図1A】



【図1B】





【図 5 b】

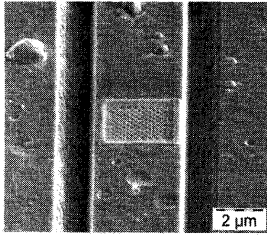


FIG. 5b

【図 5 c】

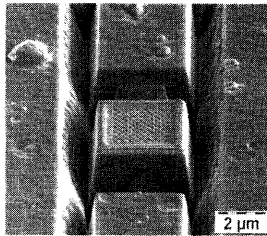


FIG. 5c

【図 7】

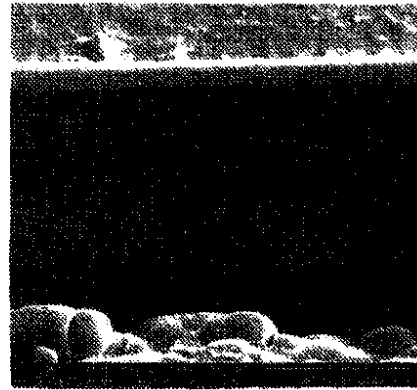
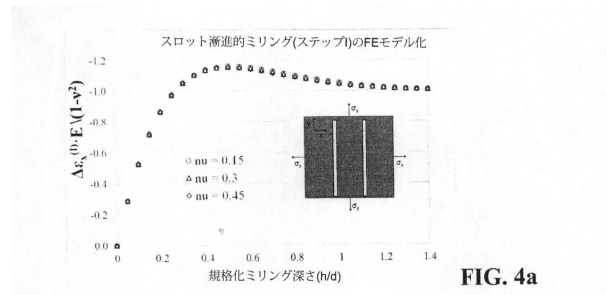
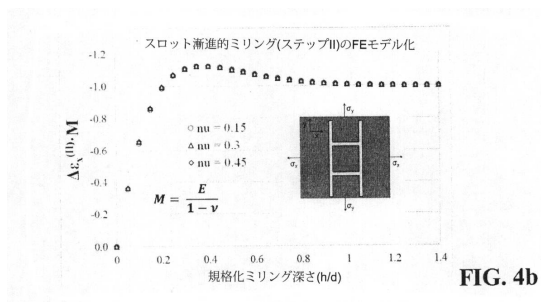


FIG. 7

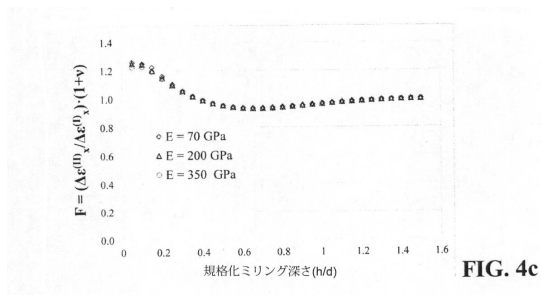
【図 4 a】



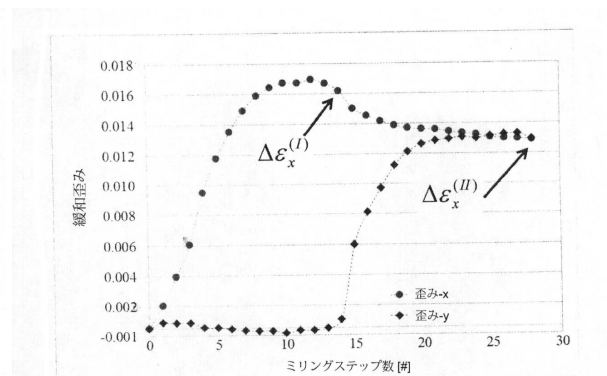
【図 4 b】



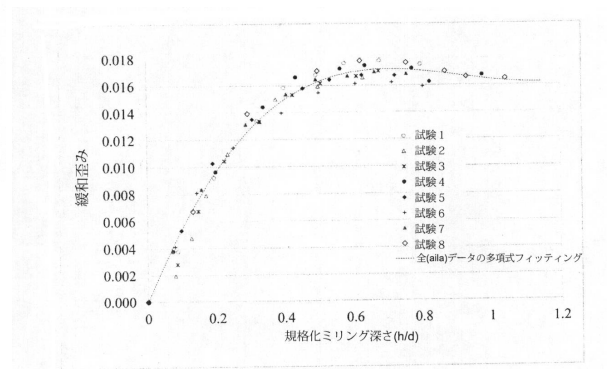
【図 4 c】



【図 6 A】



【図 6 B】



---

フロントページの続き

- (72)発明者 マルコ・セバスティアーニ  
イタリア・I-00146・ローマ・ヴィア・デッラ・ヴァスカ・ナヴァーレ・79
- (72)発明者 エドアルド・ベンボラッド  
イタリア・I-00146・ローマ・ヴィア・デッラ・ヴァスカ・ナヴァーレ・79

審査官 渡邊 吉喜

- (56)参考文献 米国特許第04823607 (US, A)  
特開2003-232709 (JP, A)  
特開平11-227204 (JP, A)  
特表2007-528998 (JP, A)  
Choi S, Residual stresses in polyethylene pipe, Soc Plast Eng Annu Tech Conf, 1983年, Vol.41st, p.378-379  
Alexander M. Korsunsky, Residual stress evaluation at the micrometer scale: Analysis of thin coatings by FIB milling and digital image correlation, Surface & Coatings Technology, 2010年12月25日, Vol.205, No.7, p.2393-2403
- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)  
G01N3/00-3/62