

繰り返し疲労に優れたステンレス箔の開発

Development of Stainless Steel Foil with Superior Cyclic Fatigue Resistance

平賀 拓也*
Takuya HIRAGA

米村 光治
Mitsuharu YONEMURA

木村 圭一
Keiichi KIMURA

見澤 謙佑
Kensuke MISAWA

近藤 成美
Narumi KONDOH

隈 裕二
Yuji KUMA

抄 録

フォルダブルスマートフォン等のフレキシブルディスプレイパネル背面の補強板として使用される SUS301 箔の繰り返し曲げ耐久性に影響を与える因子の明確化のため、格子ひずみ、集合組織および表面粗さの観点で評価した。補強板の疲労亀裂を抑制する材料設計として、圧縮ひずみ、転位密度および γ/α' 界面ひずみの増大による疲労亀裂の抑制、集合組織制御による曲がり易い組織の形成、そして表面粗さ低減による応力集中の抑制が重要であることを見出した。本指針は製品の全体的なパフォーマンスと信頼性を強化し、競争力を高める鍵となり、次世代テクノロジーにおけるブレイクスルーになると確信する。

Abstract

In order to clarify the factors affecting the repeated bending durability of SUS301 foil, which is used as a reinforcement plate for the back of flexible display panels such as foldable smartphones, the material was evaluated in terms of lattice strain, texture, and surface roughness. It was found that the following material design factors are important to suppress fatigue cracking in reinforcement plates: (1) suppression of fatigue cracking by increasing compressive strain, dislocation density, and γ/α' interface strain; (2) formation of bendable microstructures by controlling texture; and (3) suppression of stress concentration by reducing surface roughness. We believe that this guideline will be a key factor in enhancing the overall performance and reliability of our products, increasing their competitiveness, and will be a breakthrough in next-generation technology.

1. 緒 言

近年、折りたたみ可能なスマートフォン（フォルダブルスマートフォン）が登場し、800ドル以上の高価格帯でのフォルダブルスマートフォンのシェアは2020年から2023年の4年間で約7%にも達し、市場は拡大傾向にある。フォルダブルスマートフォンは縦折りや横折りの様態があり、開くと大画面、閉じればコンパクトになる。画面に求められる機械的性質としては、可撓性、繰り返し曲げ耐久性、平坦性等がある。画面には有機ELパネルが採用されるが、それ自体は剛性に乏しく、パネル背面に補強板として金属箔やCFRP等が接着されて用いられる。筐体を折りたたんだ際の厚さを薄くするにはパネルを薄型化すると共に曲げ部分の曲率を小さくする必要がある。しかしながら、曲率

を小さくするほど曲げ部への応力が大きくなり、パネルの繰り返し曲げ耐久回数を低下させる。繰り返し曲げ耐久回数は10~20万回が目標とされ、パネル補強板の曲げ部分に千鳥状の開口部をパターンニングする等の手法により応力集中を低減した高耐久パネルの製造方法が特許査定されている^{2,3)}。本報では、パネル背面の補強板として使用される SUS301 箔の繰り返し曲げ耐久性に影響を与える因子を明らかにするため、格子ひずみ、金属集合組織および表面粗さの観点から評価した結果について述べる。

2. 実験方法

2.1 供試材

供試材として表1に示す化学成分の SUS301 を用いた。供試材は厚さ 30 μ m (圧下率 50%) および 40 μ m (圧下率 73

* 日鉄ケミカル&マテリアル(株) 金属箔応用商品事業部 金属箔製造部 生産技術グループ マネジャー (現 品質管理グループ マネジャー)
山口県光市島田 3434 〒743-0063

表 1 供試材の化学組成
Chemical component of SUS301

(mass%)							
C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Fe
0.10	0.47	0.57	0.029	0.003	6.64	16.51	Bal.

%)となるように冷間圧延を施し、圧延油除去のため脱脂洗浄した後、350～800℃の水素雰囲気中でテンションアニリング（以降はTAと表記）を実施した。試験片は長辺が圧延方向（Rolling direction:RD）と平行になるよう幅40mm×長さ150mmに切断した。曲げ稜線の両端部分からの亀裂を防止するため、切断面を#1500エメリー紙で研磨し試験片を準備した。

2.2 繰り返し曲げ耐久試験

繰り返し曲げ耐久試験にはユアサシステム機器(株)製の無負荷クラムシェル曲げ試験機DR11MRを用いた。試験片は長辺の中央が曲げ稜線方向になるように試験機に設置した。繰り返し曲げ試験は180°曲げ、1Hzの周波数で実施した。なお、180°曲げた際の曲げ稜線における板厚方向中立面のひずみが約0.75%となるように曲げ半径を調節した。繰り返し曲げ耐久試験は本文中に記載がない限り、試験片が完全に破断するまで実施した。

2.3 X線回折(XRD)

X線集中法で格子ひずみを測定した。封入管型Cu線源を用いて管電圧40kV、管電流40mAとした。また、母相であるオーステナイト(γ)相の他、回折強度の小さなマルテンサイト(α')相を観測するために、回折角(2 θ)を40～140°の範囲で、0.01°ステップで1°/minで次元測定した。分割型Voight関数フィッティングに因るラインプロファイル解析で、 $\{111\}_\gamma$ および $\{110\}_\alpha$ の面間隔と半値幅(FWHM: Full width at half maximum)を評価し、格子ひずみの指標とした。さらに、結晶配向の調査のためX線集組織を測定した。ローターターゲットのMo線源を用いて、管電圧40kV、管電流200mAとした。Ni粉でデフォーカス補正した後、 $\{111\}_\gamma$ 、 $\{200\}_\gamma$ 、 $\{220\}_\gamma$ 、 $\{311\}_\gamma$ を用いて全極点図と逆極点図を解析した。

2.4 表面粗さRzの測定

表面粗さRzの測定は、JIS B 0601:2001に従って、圧延方向と平行に実施した。測定条件は、測定長さ1.25mm、カットオフ(λ_c)0.25mm、カットオフ(λ_s)0.0025mm、触針の走査速さ0.3mm/s、測定荷重0.7mNであり、測定子は半径2 μ mR、先端開き角60°円錐を使用した。異なる箇所5か所以上計測し、その平均値を採用した。

3. 結果と考察

3.1 TA温度が与える耐久性への影響

耐久性（繰り返し曲げ耐久回数）は亀裂の停留に深く関係し、大きく分けて三つの要因がある⁹⁾。一つは亀裂先端の変形である。遠方応力に対する転位運動と亀裂先端の変形挙動が1サイクルの進展量に影響する。次に、亀裂閉口現象である。変形すると亀裂先端に塑性域が形成され、周囲は弾性変形領域で拘束されるので、塑性変形で伸長する代わりに弾性的に圧縮される。この圧縮場は除荷後も残留し開口を妨げる因子となる。この残留圧縮応力場は微小亀裂の進展と伴に大きくなり、亀裂の進展を阻止する。最後の因子は亀裂先端近傍の硬さ（塑性変形に対する抵抗）である。亀裂先端が硬いほど転位運動は阻害され、亀裂の開口を妨げる。つまり、金属箔の繰り返し曲げ耐久回数の改善には、転位移動の抑制、圧縮応力の制御、そして加工硬化（大きな転位密度）が必要である。

そこで、耐久性に影響する組織パラメータの定量化のためにX線集中法を用いて、面心立方格子である γ 相の圧縮ひずみの指標として $\{111\}_\gamma$ 面間隔、そして転位密度の指標として $\{111\}_\gamma$ 半値幅を評価した⁹⁾。図1に示すように、TA温度の上昇と共に、面間隔が増大する（圧縮ひずみの減少）。約550℃では、図中透過電子顕微鏡(TEM)写真に示すように、微細な $M_{23}C_6$ の多量の析出で γ 相のCr濃度が低下し、面間隔が僅かに減少する。その後、面間隔は格子ひずみの緩和で増大するが、700℃では、体心立方格子である加工誘起 α' 相の消滅(γ 相への逆変態)で γ 相にCrが供給され、 $M_{23}C_6$ が成長する。同時に、体積収縮により面間隔が僅かに減少する。また、半値幅は転位回復により約400℃から大きく減少し、550℃で極大が現れる。これは、 $M_{23}C_6$ の析

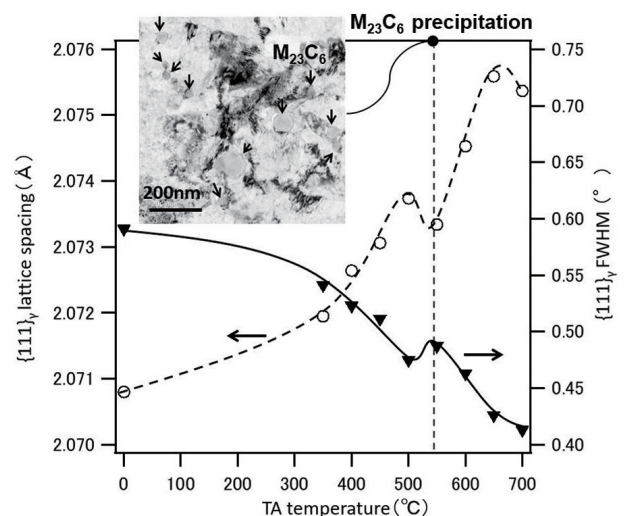


図1 30 μ m箔のTA温度に伴う面間隔、半値幅の変化 (TEM写真の矢印は $M_{23}C_6$ を示す)
Lattice spacing and FWHM as a function of TA temperature for 30 μ m thick specimens (The $M_{23}C_6$ precipitates are shown by arrows in the TEM image.)

出により軟化した γ 相への張力による転位導入と推察される。この結果、図2に示すように、 $\{111\}_\gamma$ 面間隔と $\{111\}_\gamma$ 半値幅は繰返し曲げ耐久回数に明瞭に相関した。つまり、面間隔の減少(圧縮ひずみの増大)と半値幅の増大(転位密度の増大)で繰返し曲げ耐久回数は増加する。

次に、曲げ癖(金属箔が一定の力を受けて曲がった後、力の除去後も元の形状に戻らない特性)に関して種々検討し、 γ/α' 界面の整合格子ひずみの影響を見出した。図3に挿入したX線ラインプロファイルに示すように、 γ 相に加えて α' 相が明瞭に観測され800℃以下ではRIR(Reference Intensity Ratio: 参照強度比)法⁶⁾に因る体積分率で約20%存在する。また、図3に示すように、 γ 相と α' 相の面間隔比 $\{111\}_\gamma/\{110\}_{\alpha'}$ (整合格子ひずみ)はTA温度と共に増大し約700℃で最大となる。この挙動は、繰返し曲げ2万回で測定した曲げ癖角度の変化に対応する。したがって、図4に示すように面間隔比 $\{111\}_\gamma/\{110\}_{\alpha'}$ と曲げ癖角度には曲線

関係が得られTA温度では550℃に対応する1.022に変曲点が存在する。これは、上述した $M_{23}C_6$ の増大による $\{111\}_\gamma$ 面間隔の減少の影響と推察される。この γ/α' 整合格子ひずみによる γ/α' 界面近傍の内部応力は、転位移動を抑制し破壊起点となる介在物への応力集中を抑制することが期待される。さらに、ひずみの大きさに応じた加工誘起 α' 相による転位セルサイズの増大が報告されており、この繰返し曲げ試験中の転位セル形成による組織軟化が曲げ癖に影響すると推察される。結果として700℃で最も γ/α' 整合格子ひずみが大きくなると共に、曲げ癖角度は最小となる。言い換えれば、 γ/α' 整合格子ひずみの増大は、塑性変形の抑制、つまり転位移動の抑制を意味し、本知見は、耐久性が向上する要因の一つと考えられる。

3.2 切り出し角度が与える耐久性への影響

図5に示すように、切り出し角度の変更で繰返し曲げ

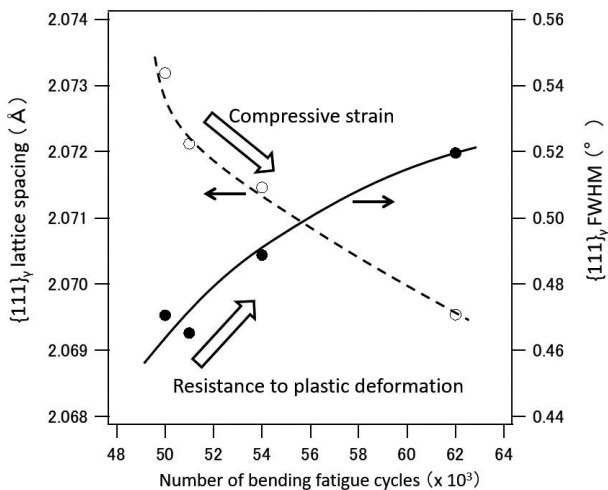


図2 30 μm 箔の面間隔, 半値幅と曲げ疲労回数の関係
Relationship between the number of bending fatigue cycles and the lattice spacing and FWHM of $\{111\}$ for 30 μm thick specimens

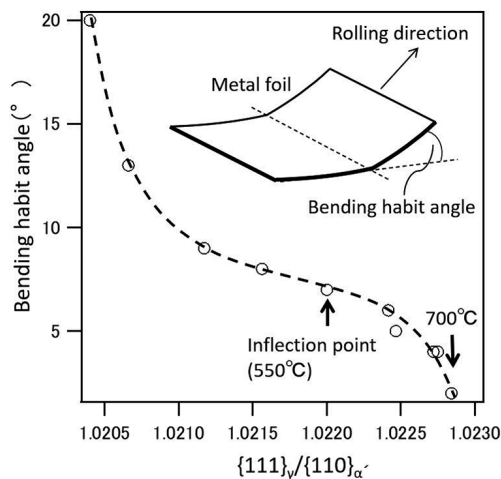


図4 40 μm 箔の曲げ癖角度と $\{111\}_\gamma/\{110\}_{\alpha'}$ 面間隔比の関係
Relationship between the bending habit angle and the fraction of $\{111\}_\gamma/\{110\}_{\alpha'}$ lattice spacing for 40 μm thick specimens

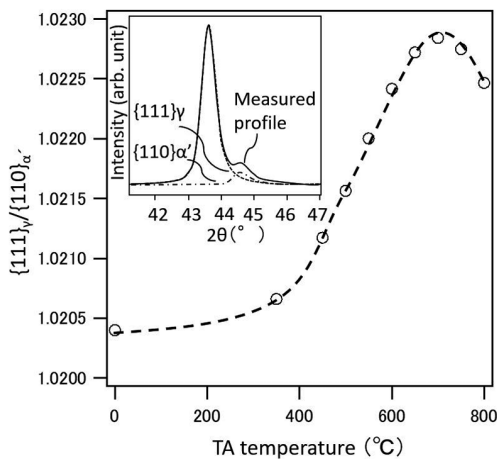


図3 40 μm 箔のTA温度と $\{111\}_\gamma/\{110\}_{\alpha'}$ 面間隔比の関係
Relationship between the TA temperature and the fraction of $\{111\}_\gamma/\{110\}_{\alpha'}$ lattice spacing for 40 μm thick specimens

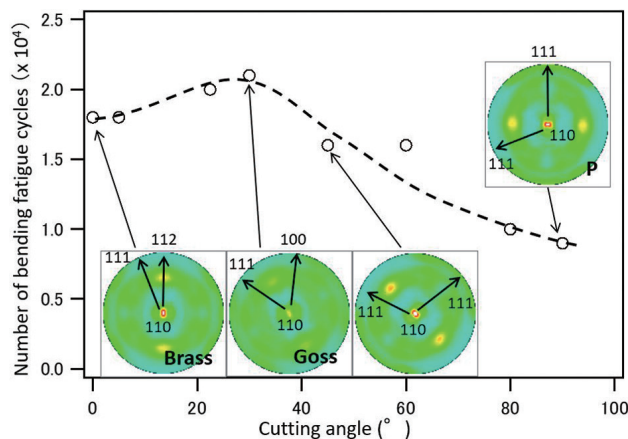


図5 40 μm 箔の切り出し角と曲げ疲労回数の関係
(挿入図はX線(110)全極点図)

Relationship between the cutting angle and the number of bending cycles with the X-ray (110) pole figure for 40 μm thick specimens

耐久回数の改善を見出した。図中の X 線 (110) 全極点図と比較すると、圧延方向に平行(0°)では Brass 方位 {110}<112> であり、すべり面である {111} に対して垂直もしくは平行から 20° または 90° 傾斜した方位である。繰り返し曲げ耐久回数が最大の 30° は、Goss 方位 {110}<100> に近い方位であり、{111} が約 55° で対称に存在する。Schmid 因子で知られる臨界分解せん断応力が最大となる 45° に近い {111} 面が多いため、すべり変形が律速し、繰り返し曲げ耐久回数が最大になったと推察される。さらに、90° は、{111} が垂直もしくは平行に近い方位であり、すべり変形し難く、そのためへき開破壊が律速となり繰り返し曲げ耐久回数が低下したと推察される。つまり、圧延方向から切り出し角 30° 付近で最も繰り返し曲げ耐久回数が増えるのは、集合組織的にすべり変形し易いためである。

前述のように疲労亀裂を抑制する組織設計として、圧縮ひずみ、転位密度の増大、そして転位運動を抑制する γ/α' 界面ひずみを検討した。一方で、切り出し角は、“曲がり易さ”の観点であり、“割れ難さ”に繋がる。つまり、すべり面が応力の方向と垂直または平行では、すべり難いため、へき開破壊し(割れ易い)、応力方向に対してすべり面が傾斜すると、すべり易い(割れ難い)。

次に切り出し角が良好な集合組織を定量的に示すために、切り出し角で大きく変化する RD の逆極点図の集積度(体積分率)に注目した。切り出し角度を変えた場合の RD の逆極点図の例を図 6 に示す。(a) Brass 方位からの角度 0° では、<112> 方向に結晶方位の集積が観られ、{110}<112> の逆極点図を示す。(b) Brass 方位からの角度 35° になると <001> へ集積し、Goss 方位 {110}<001> の逆極点図を示す。(d) 90° では <111> への集積度が大きくなり、<111> が曲げ方向に平行になる。等価な <111> も垂直に近くなるため、90° に近づくほどへき開破壊が大きくなる。繰り返し曲げ耐久回数が最も多いのは、35° 付近で <001> への集積が観られ、長手方向から <111> が比較的大きく傾斜した領域である。つまり、<001> の割合の増大で繰り返し曲げ耐久回数は増加する。

以上のように切り出し角度を変える、つまり集合組織制御による曲がり易い組織の形成によって、繰り返し曲げ耐久回数を改善できることが明らかとなった。

3.3 表面粗さが与える耐久性への影響

圧延ロールの表面粗さを変更することにより表面粗さの異なる 30 μm 厚の箔を圧延した。その後、650°C で TA した箔材料を用いて、繰り返し曲げ耐久回数 6 万回における亀裂発生個数を評価した。亀裂発生個数は $N=12$ の積算値とし、材料端部より進展した亀裂を除いた 1mm 以上の亀裂個数を集計した。図 7 に示すように亀裂発生個数は表面粗さ R_z が大きくなると増大し、表面平滑性が亀裂発生に与える影響は大きいことがわかる。亀裂の起点を確認する

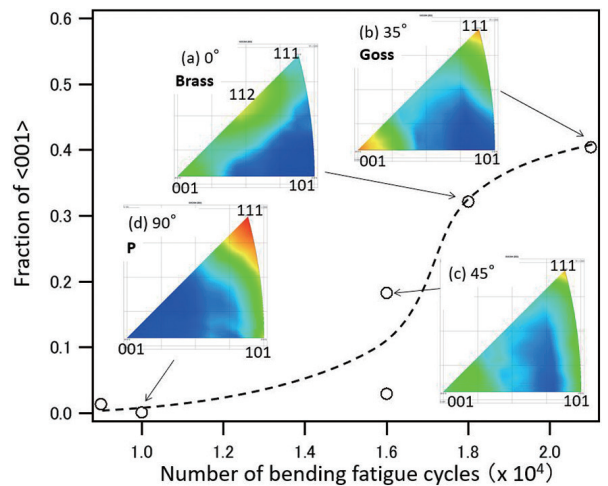


図 6 40 μm 箔の繰り返し曲げ耐久回数と <001> 方位の分率の関係 (図中の逆極点図は RD)

Relationship between the number of repeated bending durability cycles and the fraction of <001> with inverse pole figures in the rolling direction for 40 μm thick specimens

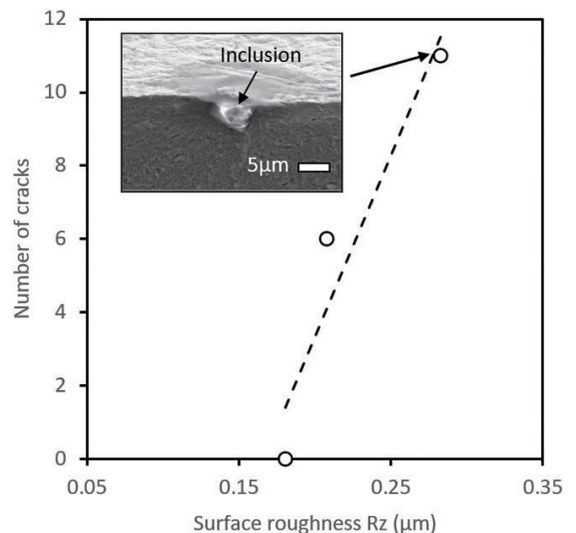


図 7 30 μm 箔における表面粗さ R_z と亀裂発生個数の関係 (挿入図は SEM により観察した破壊起点の様子)

Relationship between surface roughness R_z and the number of cracks for 30 μm thick specimens (Inset shows the fracture origin observed by SEM.)

ため、亀裂発生部を折り曲げて縦断面を SEM 観察すると、表面近傍の介在物を起点にした破壊が観察された。表面凹凸への応力集中および表面近傍の介在物への応力集中⁸⁾の両方が複合して亀裂の発生を加速させると考えられるため、繰り返し曲げ耐久性を高めるには表面を平滑にするだけでなく、介在物のサイズ、個数および分布も重要な因子になると推察される。

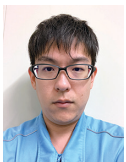
4. 結 言

金属箔の繰り返し曲げ耐久性の改善は、技術革新に不可欠な要素で、製品寿命を延ばしてコストを削減する。この達成には圧縮ひずみ、転位密度および γ/α' 界面ひずみの増

大による疲労亀裂の抑制，集合組織制御による曲がり易い組織の形成，そして表面粗さと介在物数の低減による応力集中の抑制が重要である。これらの要因は亀裂の初期形成と進展を防ぎ，金属箔の繰り返し曲げ耐久性を向上させる設計指針を提供する。また本指針は製品の全体的なパフォーマンスと信頼性を強化し，競争力を高める鍵となる。金属箔の機械的性質を改善するための研究と開発は継続的に求められ，次世代テクノロジーにおけるブレークスルーになると確信する。

参考文献

- 1) 中田充：映像情報メディア学会誌. 74 (4), 635-639 (2020)
- 2) Cai et al.: US20210325929 A1 (Oct. 21, 2021). Support Backplate and Method for Manufacturing the Same, and Foldable Display Apparatus.
- 3) Yee et al.: US20210104694 A1 (Apr. 8, 2021). Display Apparatus and Method of Manufacturing the Same.
- 4) 小山元道：まてりあ. 56, 458-461 (2017)
- 5) 鉄鋼協会第5版鉄鋼便覧委員会編：鉄鋼便覧第5版第4巻 X線回折. 2014
- 6) Chung, F. H.: J. Appl. Cryst. 7, 519-525 (1974)
- 7) Das, A. et al.: Philo. Mag. Lett. 91, 664-675 (2011)
- 8) 堀 ほか：精密機械. 49, 13-18 (1983)



平賀拓也 Takuya HIRAGA
日鉄ケミカル&マテリアル(株)
金属箔応用商品事業部 金属箔製造部
生産技術グループ マネジャー
(現 品質管理グループ マネジャー)
山口県光市島田3434 〒743-0063



見澤謙佑 Kensuke MISAWA
日本製鉄(株)
先端技術研究所 新材料研究部
先進材料研究室 研究第一課 主任研究員



米村光治 Mitsuharu YONEMURA
日本製鉄(株)
先端技術研究所 主席研究員
リーディングリサーチャー 博士(工学)



近藤成美 Narumi KONDOH
日本製鉄(株)
先端技術研究所 新材料研究部
複合材料研究室 研究第二課 主任研究員



木村圭一 Keiichi KIMURA
日本製鉄(株)
先端技術研究所 新材料研究部 主幹研究員
博士(工学)
(現 日鉄ケミカル&マテリアル(株)
総合研究所 新材料開発センター
無機機能材料開発グループ 主任研究員)



隈 裕二 Yuji KUMA
日鉄ケミカル&マテリアル(株)
金属箔応用商品事業部 金属箔製造部
生産技術グループ グループリーダー
(現 金属箔工場 工場長)