様　式　Ｃ－１９、Ｆ－１９－１、Ｚ－１９　（共通）

科学研究費助成事業　　研究成果報告書

令和　２ 年　 ６ 月 １７ 日現在

機関番号：３４３１５
研究種目：基盤研究(C)（一般）
研究期間：2017～2019
課題番号：１７Ｋ０６０６８

研究課題名（和文）インデンテーション法によるクリープ係数および指数同定の解析的および実験的研究

研究課題名（英文）An analytical and experimental research for extracting creep exponents and coefficients from indentation creep tests.

研究代表者
坂根　政男（Sakane, Masao）

立命館大学・総合科学技術研究機構・上席研究員

研究者番号：２０１１１１３０

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費）　　3,600,000円

研究成果の概要（和文）：本研究では，ノートン則中のクリープ指数および同係数を球圧子押し込みクリープ試験から評価する手法を開発した．広範囲に材料定数を変化させた弾クリープ有限要素法解析を実施し，その結果の解析から圧子直下の材料の３つの主応力を求める手法を開発した．これら３つの主応力と多軸応力下でのクリープ構成式とを組み合わせることにより，圧子押し込み法からクリープ指数および同係数の評価式を導いた．導いた評価式は妥当なクリープ指数および同係数を評価できることが，有限要素法による押し込みシミュレーション解析検証およびSn37Pbはんだを用いた実験検証を通して，明らかになった．

研究成果の学術的意義や社会的意義
押し込みクリープ試験から得られたクリープ指数は単軸応力下のそれと一致することがこれまで経験的に知られてきたが，その力学的な根拠は明確ではなかった．本研究では，両者が一致することを圧子直下の材料の多軸クリープ応力解析を通して解析的に示した．併せて，押し込みクリープ試験から単軸応力下でのクリープ係数を求める手法を開発した．Sn37Pbはんだを用いて押し込みクリープ試験を実施し，開発した手法の実用性を検証した．
本研究で開発した手法は，連続的にクリープ変形特性が変化する高温配管等の溶接部や微小寸法の多い電子デバイス用材料のクリープ指数および係数評価法として社会インフラの信頼性向上に寄与する．

研究成果の概要（英文）：This study developed an extraction method of creep exponents and coefficients in Norton’s law from a ball indentation creep test. A method of estimating three principal stresses in material beneath the indenter was derived by analyzing the results of elastic-creep finite element analyses with widely ranging values of creep exponent and coefficient. Combining the method of estimating three principal stresses with the multiaxial creep constitutive equation, a method of extracting creep exponents and coefficients was derived from an indentation creep test. Values of creep exponents and coefficients extracted from the indentation creep test agreed well with those obtained by finite element simulation and in experiments.

研究分野：材料力学，とくに高温用材料の変形および強度評価法の評価

キーワード：高温強度　クリープ　インデンテーション　材料力学　多軸応力

※科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等については、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属されます。

様　式　Ｃ－１９、Ｆ－１９－１、Ｚ－１９（共通）

１．研究開始当初の背景

高温構造物や電子デバイスでは高温クリープが損傷の大きな一因となるため，それらの信頼性評価の高精度化のためには，クリープ材料定数を簡便に評価する手法の開発が望まれる．これまでの手法によると，クリープ材料定数を求めるためには，直径 5～6mm，長さ 100 mm 程度の寸法の材料が必要である．連続的にクリープ変形特性が変化する高温用配管溶接部や電子デバイス用はんだ接合部等の微小部分のクリープ材料定数を求める手法の開発が求められている．

２．研究の目的

本申請の研究ではクリープ材料定数を球圧子の押し込みクリープ試験から求める手法を開発することを目的とする．本稿ではクリープ材料定数とは，式（１）で示されるノートン則中におけるクリープ指数（β）とクリープ係数（α）を指す．

$$\dot{\bar{\varepsilon}} = \alpha \bar{\sigma}^{\beta} \tag{1}$$

式(1)で$\dot{\bar{\varepsilon}}$はミーゼス型の相当ひずみ速度，$\bar{\sigma}$はミーゼス型の相当応力である．具体的には，下記の 2 点を目的とする．

（１）　これまで，クリープ指数を圧子押し込みクリープから求める実験的研究があったが，実験的に一致することが経験的に確認されているのみであり，両者の一致の理論的根拠が明らかでなかった．両者が一致する理論的根拠を明確にすることを目的とする．

（２）　これまで，圧子押し込み法からクリープ係数を定量的・確定的に求める手法が存在しなかったので，圧子押し込み法からクリープ係数を求める手法を開発する．

これら 2 つの目的を達成できれば，材料のクリープ特性が連続的に変化する高温配管等の溶接部や電子デバイスのような微小な部品のクリープ材料定数を求めることができる．

３．研究の方法

本申請の研究では，クリープ指数を 3～11，同定数を10^{-12}から10^{-20}まで変化させた押し込みクリープ有限要素法解析を実施した．被試験材料の圧子直下部分の材料の応力解析を実施し，同部分の３つの主応力を求める手法を開発する．併せて，同部分での押し込み方向の主ひずみ速度を求める手法を開発する．多軸応力下でのクリープ構成式と，本申請の研究で新たに求めた３つの主応力および押し込み方向の主ひずみ速度を用いることにより，クリープ荷重と押し込み深さから式(1)でのクリープ指数および同係数を求める手法を開発する．

解析的に導いたクリープ指数および係数を求める手法の精度を実験的にも検証するため，Sn-Pb 系共晶はんだを用いて押し込みクリープ試験を 3 温度と 3 荷重で実施する．実験結果に導いた解析的手法を適用し，はんだのクリープ指数および係数を求める．圧子押し込み法から求めたクリープ指数と同係数を別途単軸クリープ試験結果のそれらとを比較することによって，解析的に導いた手法の実験的な妥当性を検証する．

４．研究成果

（１）クリープ指数および同係数を求める解析的手法

押し込み方向の主応力(σ_{Ind})は下記の式で評価することができる．

$$\sigma_{Ind} = \frac{P}{A} = \frac{P}{\pi h(2R - h)} \tag{2}$$

ここで，Pは押し込み荷重，Aは圧子接触面の投影面積，hは押し込み深さ，Rは球圧子半径である．また，押し込み方向のひずみ速度($\dot{\varepsilon}_{Ind}$)は次式で評価できる[1,2].

$$\dot{\varepsilon}_{Ind} = \left(\frac{1}{h}\right)\frac{dh}{dt} \tag{3}$$

3 つの主応力は下記の主応力比と押し込み深さ法から求めたクリープ指数から下記の式を用いて求めることができることを本研究の有限要素法解析を用いて誘導した．

$$\beta = 3448w_r^3 - 5580w_r^2 + 3024w_r - 546 \tag{4}$$

ここで，w_r，w_θ　は下記の式で定義される主応力比である．

$$w_r = \frac{\sigma_{rr}}{\sigma_{xx}}, \qquad w_\theta = \frac{\sigma_{\theta\theta}}{\sigma_{xx}} \tag{5}$$

σ_{xx}は押し込み方向の主応力，σ_{rr}は半径方向の主応力および $\sigma_{\theta\theta}$は接線方向の主応力である．押し込みクリープ試験から，式(2)および式(3)を用いて，$\dot{\varepsilon}_{Ind} - \sigma_{Ind}$の両対数表示を下式のように表示し，傾きからクリープ指数(β)を求めることができる．

$$\dot{\varepsilon}_{Ind} = \alpha(1-w)^{\beta}\sigma_{Ind}^{\beta} \tag{6}$$

クリープ係数については，式（7）を用いることによって求めることができる．

$$\alpha = \frac{\gamma}{(1-w)^{\beta}} \tag{7}$$

（２)解析的手法により求めたクリープ指数と同指数の有限要素法入力データとの比較

有限要素法による球圧子押し込みクリープ有限要素法シミュレーション結果をもとに，式(6)からクリープ指数を求め,それらと有限要素法に入力したクリープ指数との比較を図 1 に示す.図からわかるように，式(6)から求めたクリープ指数と有限要素用に入力したそれらとは係数1.1の範囲で一致しており,本申請の研究で開発したクリープ指数を求める手法は有限要素法の範囲では充分な精度を有していることがわかる．

図２に押し込みクリープ有限要素法解析結果から式(7)を用いて求めたクリープ係数と有限要素法に入力した同係数との比較を示す．図から明らかなように，数点のデータを除いて係数２の範囲でクリープ係数を推定することができた．

図 1 および図 2 に示したように，本研究で開発した解析的手法は，有限要素法解析のシミュレーション解析の範囲では，クリープ指数およびクリープ係数を精度良く推定することができることが明らかになった．したがって，本研究で開発した手法は，被測定材料が従来のクリープ理論に従う材料であり，その他の誤差要因がなければ，実験的にも充分に適用できる手法であることが推論できる．

（３）クリープ指数およびクリープ係数評価法の実験的検討

図3に試作した押し込みクリープ試験装置の模式図を示す．試験片は厚さが 10 mm, 直径 10 mm の形状を想定している．試験片は試験装置上部の昇温用の電気炉内

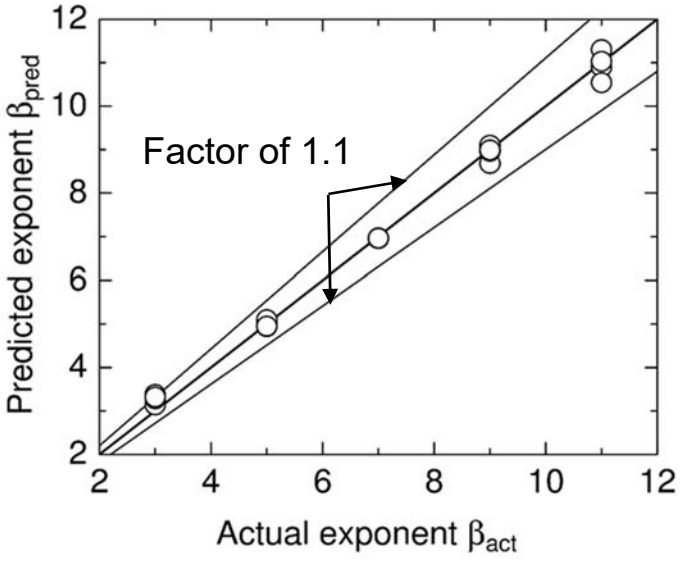

図 1　有限要素法解析結果と式(6)から求めたクリープ指数と入力したクリープ指数との比較

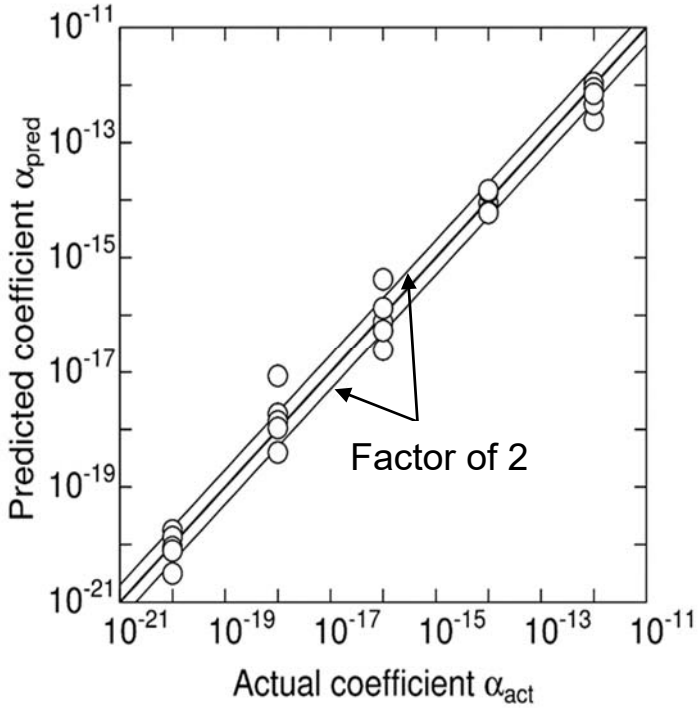

図 2　有限要素法解析結果と式(7)から求めたクリープ係数と入力したクリープ係数との比較

に置かれる．荷重負荷は装置下部に設置された皿に重りを載せる直荷式を採用した．押し込み深さは，圧子を取り付けたロッドの変位を差動変位系で計測する手法を採用した．押し込み深さはパソコンで自動計測するシステムとなっている．

図 4 に，図 3 に示した試験装置を用いて得られた，Sn37Pb 共晶はんだの応力―ひずみ速度線図（ノートン則）を示す．試験温度は 313K，試験荷重は 2.5N である．図中の黒丸は，式(2)から求めた応力と式(3)から求めたひずみ速度を図示したものである．また，点線および一点鎖線は単軸クリープから求めた応力とひずみ速度との関係である[3,4]. 三角印と丸印の 2 つのデータ群は，はんだの種類は同じ Sn37Pb であるが，別バッチのものである．2 つのバッチ間のクリープデータには差があるが，はんだの機械的性質は試験片作成のプロセスや熱処理等に影響を受ける材料であることを考慮すると，この程度のバッチ間のクリープデータのばらつきは許容できる範囲である．図中の黒丸で示される，式(2)および式(3)から計算されたクリープデータの傾きは単軸応力下のそれとほぼ一致している．本研究で導いた式(6)が，クリープ指数に関して経験的に知られてきた両者間の一致を解析的に検証していることがわかる．しかし，黒丸で示されたクリープデータの同一応力でのひずみ速度は，単軸応力下のそれらに比べて著しく小さい．このことは，式(2)および式(3)から得られたデータからは単軸クリープ係数を推定できないことを示している．この原因は，式(2)および式(3)が圧子直下での材料中の応力状態が単軸応力であると仮定していることによる．しかし，実際には圧子直下の材料の応力状態は高い多軸性を有している．圧子直下での材料の多軸応力を考慮して導いた式(7)を用いて算出した単軸応力―ひずみ速度を図 4 の実線で示してある．実線のデータは，両バッチ間のデータの中間に位置しており，式(7)での評価が妥当であることが実験的にも検証された．

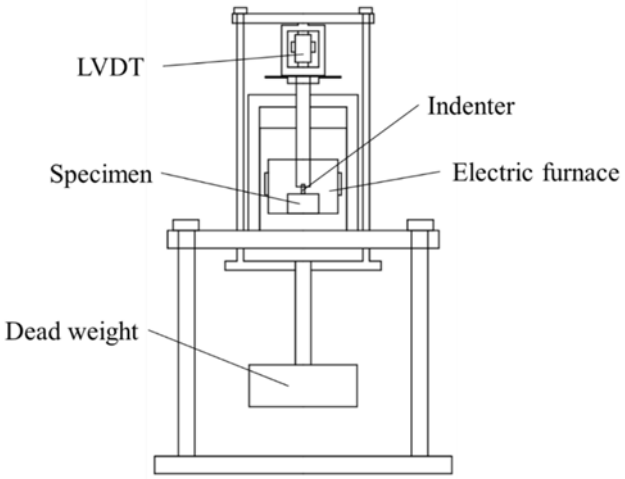

図 3　試作した押し込みクリープ試験装置の模式図

したがって，本研究で開発した圧子押し込みクリープ試験から，単軸応力下でのクリープ指数および同係数を評価する方法が高い精度で有効であることが解析的および実験的に検証された．

本研究を実施する中で浮上した新たな課題としては以下の二点がある．

・本研究では，ノートン則という定常クリープ変形のみを評価対象としているが，実際の材料のクリープ変形は，遷移クリープ，定常クリープおよび加速クリープの 3 つの変形領域から構成されている．これら 3 種類の変形領域におけるクリープ定数の推定法への本研究結果の拡張が課題である．

・本研究で対象としたノートン則では，図 4 で示したように，応力とひずみとの関係が両対数図上で直線である．この関係が必ずしも直線でない場合への，本研究成果の拡張が新たな課題である．

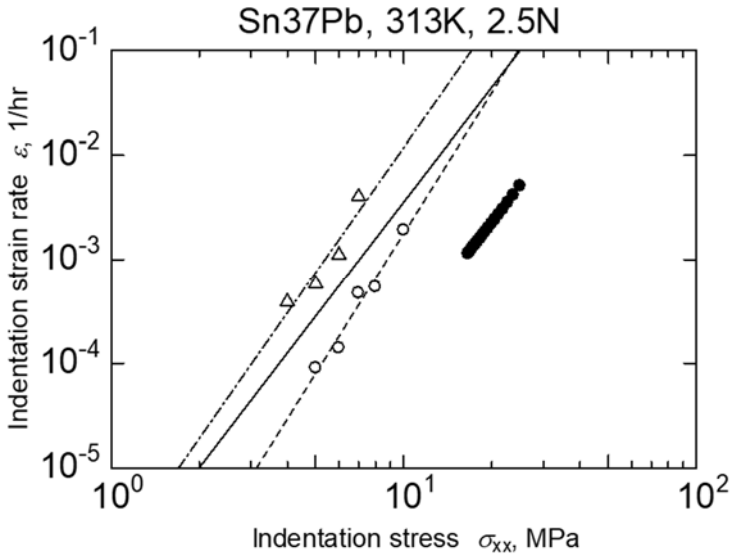

図 4　Sn37Pb の押し込みクリープ試験から得られた定常クリープ速度と単軸クリープ試験で得られた定常クリープ速度との比較

参考文献

[1] M.J. Mayo, W.D. Nix, A micro-indentation study of superplasticity in Pb, Sn, and Sn-38 wt% Pb, Acta Metall. 36 (1988) 2183–2192. doi:10.1016/0001-6160(88)90319-7.

[2] W.H. Poisl, W.C. Oliver, B.D. Fabes, The relationship between indentation and uniaxial creep in amorphous selenium, J. Mater. Res. 10 (1995) 2024–2032. doi:10.1557/JMR.1995.2024.

[3] Japan Society of Materials Science, Creep Standard Testing for Solders, (2004).

[4] Japan Society of Materials Science, Factual Database on Creep and Creep-Fatigue Properties of Sn-37Pb and Sn-3.5Ag Solders, Japan Society of Materials Science, 2004. http://www.jsms.jp/book/handacreepdb.htm (accessed March 23, 2019).

５．主な発表論文等

〔雑誌論文〕　計6件（うち査読付論文　5件／うち国際共著　0件／うちオープンアクセス　2件）

１．著者名 Hideyuki Kanayama, Yutaka Konishi, Fumio Ogawa, Takamoto Itoh, Masao Sakane, Mitsuo Yamashita, Hiroaki Hokazono	４．巻 116
２．論文標題 Effect of additional elements on the low-cycle-fatigue characteristics of Sn-1.0Ag-0.7Cu solder obtained using a miniature-sized specimen	５．発行年 2018年
３．雑誌名 International Journal of Fatigue	６．最初と最後の頁 180-191
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2018.06.023	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている（また、その予定である）	国際共著 －

１．著者名 Masao Sakane, Takamoto Itoh	４．巻 98
２．論文標題 A synthesis of cracking directions in tension-torsion multiaxial low cycle fatigue at high and room temperatures	５．発行年 2018年
３．雑誌名 Theoretical and Applied Fracture Mechanics	６．最初と最後の頁 13-22
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） https://doi.org/10.1016/j.tafmec.2018.09.003	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている（また、その予定である）	国際共著 －

１．著者名 Masahide SAWADA, Kazuya BANNAI, Masao SAKANE	４．巻 66
２．論文標題 Crack Propagation Direction of Type 304 Stainless Steel in Torsion Low Cycle Fatigue	５．発行年 2017年
３．雑誌名 材料	６．最初と最後の頁 682-687
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.2472/jsms.66.682	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 －

１．著者名 M. Sakane	４．巻 49
２．論文標題 Effect of multiaxial stress and strain on low cycle fatigue, creep and creep-fatigue lifetimes for type 304 steel cruciform and cubic specimens	５．発行年 2018年
３．雑誌名 Materials Science & Engineering Technology	６．最初と最後の頁 301-315
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1002/mawe.201700206	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 －

１．著者名 坂根政男,平野明彦,濱田直巳，穂谷友加里，岡高廣，古川正崇，伊藤隆基	４．巻 -
２．論文標題 押し込みクリープ試験によるクリープ定数同定法の開発	５．発行年 2019年
３．雑誌名 日本材料学会　第57回高温強度シンポジウム前刷り集	６．最初と最後の頁 84-88
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） なし	査読の有無 無
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 －

１．著者名 M. Sakane, A. Hirano, N. Hamada, Y. Hoya, T. Oka, M. Furukawa, T. Itoh	４．巻 107
２．論文標題 A new extraction method of creep exponents and coefficients from an indentation creep test by multiaxial stress analysis	５．発行年 2020年
３．雑誌名 Theoretical and Applied Fracture Mechanics	６．最初と最後の頁 -
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） https://doi.org/10.1016/j.tafmec.2020.102522	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 －

〔学会発表〕　計6件（うち招待講演　3件／うち国際学会　5件）

１．発表者名 Masao Sakane
２．発表標題 Creep Void Formation and Rupture Lifetime in Multiaxial Stress States
３．学会等名 2018 International Symposium on Structural Integrity（招待講演）（国際学会）
４．発表年 2018年

１．発表者名 坂根政男
２．発表標題 高温強度はおもしろい
３．学会等名 日本機械学会関西支部第94期定時総会・講演会（招待講演）
４．発表年 2019年

１．発表者名
Masao Sakane, Takamoto Itoh

２．発表標題
Cracking Directions in Multiaxial Low Cycle Fatigue at High and Room Temperatures

３．学会等名
THE CHALLENGES IN MULTIAXIAL FATIGUE WORKSHOP（国際学会）

４．発表年
2017年

１．発表者名
Masao Sakane

２．発表標題
Effects of multiaxial stresses on LCF, creep and creep fatigue

３．学会等名
Symposium on Stuructural Durability in Darmstadt(SoSDiD2017)（招待講演）（国際学会）

４．発表年
2017年

１．発表者名
Masao Sakane

２．発表標題
Material Dependence on Tension-Torsion Multiaxial Low Cycle Fatigue Life at Elevated Temperatures

３．学会等名
Eighth International Conference on Low Cycle Fatigue(LCF8)（国際学会）

４．発表年
2017年

１．発表者名
F. Ogawa 1, Y. Konishi 2, T. Itoh 1, N. Hiyoshi 3, M. Sakane

２．発表標題
Low Cycle Fatigue and Creep-fatigue Strength of Lead Free Solders Tested using Small Sized Specimen

３．学会等名
Eighth International Conference on Low Cycle Fatigue(LCF8)（国際学会）

４．発表年
2017年

〔図書〕　計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

―

６．研究組織

	氏名 （ローマ字氏名） （研究者番号）	所属研究機関・部局・職 （機関番号）	備考
研究分担者	伊藤　隆基 (Itoh Takamoto) (40242581)	立命館大学・理工学部・教授 (34315)	