

平成21年6月3日現在

研究種目：基盤研究(C)

研究期間：2007～2008

課題番号：19560072

研究課題名（和文）ミクロンスケール塑性論の体系化

研究課題名（英文） Systematization of the theory of plasticity at the micron scale

研究代表者

黒田 充紀 (KURODA MITSUTOSHI)

山形大学・大学院理工学研究科・教授

研究者番号：70221950

研究成果の概要：マイクロメートル領域における金属材料の機械的性質の寸法依存性を実験により系統的に調査するとともに、材料物理に基づく塑性理論の構築を目指して研究を行った。実験研究においては、板厚の異なる純アルミニウム箔材を用いて、引張・曲げ試験を行った。引張試験では板厚減少につれて降伏応力のみが上昇するが、ひずみ勾配を伴う曲げ試験では降伏応力とひずみ硬化係数が共に上昇することを確認した。高次ひずみ勾配効果を考慮した結晶塑性理論を整備し、数値解析により現象の再現を試みた。

交付額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2007年度	1,300,000	390,000	1,690,000
2008年度	1,300,000	390,000	1,690,000
総計	2,600,000	780,000	3,380,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：機械工学 機械材料・材料力学

キーワード：連続体力学，結晶塑性，連続分布転位論，格子欠陥

1. 研究開始当初の背景

金属材料の機械的性質は、総じて 'Smaller is stronger' に象徴される寸法依存性を示す。この現象は、ミクロンスケール領域において極めて顕著になる。微細結晶粒材料、MEMS等の微細構造物、ますます微小化するエレクトロニクス製品の繰り返し応力下での寿命・信頼性予測等の分野において極めて基本的かつ重要研究課題であるにもかかわらず、この現象に対する正しい物理的解釈ならびに理論整備は遅れている。

ミクロンスケール領域は、分子動力学や転位動力学を用いて解くにはやや大き過ぎ、古典的連続体力学にとっては小さ過ぎという、厄介な領域であり、解析には工夫が必要である。有力視されているのは、連続体近似を踏襲しながら、より小さな寸法階層にお

る材料物理情報を利用して理論を構築する方策である。この分野の研究は、この十数年間その重要度から材料力学系の中央誌において、世界の主要研究者が活発に議論してきている。

従来の固体力学では、材料構成式はひずみに対する応力応答を記述するものであったが、各種の新しい寸法依存性理論ではひずみに加えてひずみの空間勾配も応力応答に影響を与えたとしている。しかし、ひずみ勾配がどのように応力応答に影響を及ぼすかについては、諸説があり、様々な考え方・モデルが乱立しているというのが現在の状況である。これは断片的実験事実に理論研究者が翻弄されている結果であると見ることもでき、これまでの実験研究が理論構成の立場からの要請に十分応えうるものなかったこと

を如実に示している。このような状況を鑑みて、確実な実験事実に基づいて一から理論を再構築し、ミクロンスケール領域に適用可能な力学論を再構築する必要がある。

2. 研究の目的

マイクロメートル寸法領域における塑性ひずみ勾配がどのように材料の力学応答に寄与するかを系統的に調べるとともに、材料物理に立脚した理論構築を行い「ミクロンスケール塑性論の体系化」をはかることを目的とする。具体的には次のとおりである。

(1) 板厚を変化させたアルミニウム箔材料の引張試験とマイクロ曲げ試験を実施し、塑性ひずみ勾配の大きさと力学特性変化の関係の調査する。

(2) 転位論に立脚した塑性構成式の構築を中心に、ミクロンスケール塑性論の体系化をはかる。

(3) 整備した理論による数値解析結果と実験結果を比較し、理論の予測精度を検証する。

3. 研究の方法

(1) アルミニウム箔材料の準備

供試材は、板厚 50 μm に圧延後、O 材処理した多結晶純アルミニウム箔である（純度 99.98~99.99%）。アルミニウム箔の N.D.面および T.D.面の組織観察写真を Fig. 1 (a)(b)に示す。Fig. 1 (a)に示す組織観察写真から供試材は O 材処理により再結晶していることがわかる。Fig. 1 (a)より線分法にて求めたアルミニウム箔の平均結晶粒径は 48 μm である。Fig. 1 (b)は T.D.面（箔板厚方向の横断面）の写真である。箔厚と結晶粒径がほぼ同等であるため、結晶粒は試験片横断面板厚方向に一つ程度存在している。

Fig. 1(c)(d) は EBSD により測定したアルミニウム箔の {111} 極点図と $\phi_2=45^\circ$ の ODF である。極点図と ODF より、このアルミニウム箔には圧延集合組織と再結晶集合組織の双方が存在していることがわかる。

(2) 板厚の異なる箔試験片の作成

試料の力学的挙動への厚さの効果を調査するため、電解研磨によりアルミニウム箔の板厚を変更した。電解研磨では、機械研磨におけるような加工ひずみが発生しない。研磨時間を変化させ、板厚 50~24 μm の試験片を作成した。研磨液にはエタノールと過塩素酸を 4 対 1 に混合したものをを用いて、研磨液温度 16 $^\circ\text{C}$ 、電圧 14V で研磨を行った。

試料は板厚変更後、放電加工機 (FANUC ROBOCUT α -iC) により R.D.方向に平行な短冊状試験片を切り出した。幅は全て 2.5mm とし、引張試験片の長さは 26mm、マイクロベンドの試験片の長さは 10mm または 6mm である。

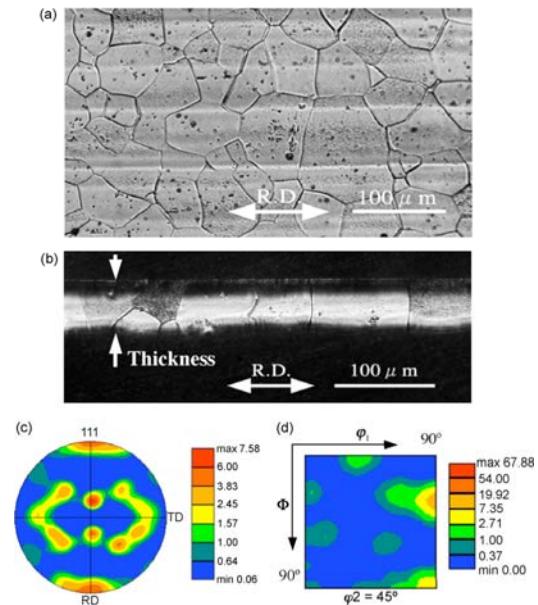


Fig. 1. Microstructure of the polycrystalline pure aluminum foil. Optical micrographs showing the rolling plane (a) and a cross section in the normal direction–rolling direction plane (b); (c) {111} pole figure; (d) section of the orientation distribution function at $\phi_2=45^\circ$.

(3) 引張試験の実施

単軸引張試験から得られる公称応力-公称ひずみ関係を基に寸法依存性を評価する。単軸引張試験には、AUTO GRAPH AG5kNE（島津製作所）を使用した。荷重測定には 50N ロードセルを使用し、変位はクロスヘッド移動量より算出した。公称ひずみ速度は $5.2 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ 、サンプリング周期 10Hz で荷重データを収集した。

(4) マイクロベンド試験

① 実験理論

微小寸法材料の曲げ試験は Stölken と Evans (1998) が提唱したマイクロベンド試験を参考にした。弾性変形範囲内であれば箔試験片に発生する曲げモーメントと曲率半径の関係は次式で表される。

$$M = \frac{\bar{E}I}{R}, \quad I = \frac{bh^3}{12} \quad (1), (2)$$

ここに、 M は曲げモーメント、 \bar{E} は平面ひずみ状態に換算したヤング率、 R は板厚中心における試験片の曲率半径、 I は断面二次モーメント、 b は試験片の板幅、 h は板厚である。材料の等方性を仮定すれば、平面ひずみ状態での換算縦弾性係数は次式で求められる。

$$\bar{E} = \frac{E}{1-\nu^2} \quad (3)$$

ここに、 E はヤング率、 ν はポアソン比である。

式(1)(2)より以下の式が導かれる。

$$\frac{M}{bh^2} = \frac{\bar{E}h}{12R} \quad (4)$$

本試験では、箔試験片を丸棒に沿わせるように塑性曲げ変形させ、丸棒と同じ曲率半径を与える。曲げ変形後、除荷することで、試験片が弾性回復によりスプリングバックし、曲率半径が増大する。塑性負荷時の曲げモーメントは丸棒で与えた曲率と弾性除荷後の曲率の差により以下の式で評価できる。

$$\frac{M}{bh^2} = \frac{\bar{E}h}{12} \left(\frac{1}{R_0} - \frac{1}{R_f} \right) \quad (5)$$

ここに、 R_0 は丸棒により試験片に与えた曲率半径、 R_f は除荷後の試験片の曲率半径である。

また、試験片の換算表面ひずみ ε_s 、換算表面塑性ひずみ ε_s^p を以下の式で定義する。

$$\varepsilon_s = \frac{h}{2R_0}, \quad \varepsilon_s^p = \frac{h}{2R_f} \quad (6),(7)$$

②マイクロ曲げ試験機の製作

本研究で設計・製作した実験装置を Fig. 2 に示す。試作 1 号機では、箔試験片に沿わせて変形させるための円弧部に市販のタングステン棒を用いたが、改良型ではこの部分を放電加工により高精度に加工した(Fig. 3)。

③曲率半径の測定

実体顕微鏡にデジタルカメラを取り付け、弾塑性曲げ変形している状態とスプリングバックした状態の試験片を箔厚直角方向から撮影して画像をパソコン上に取り込む。これらの画像をグラフィックソフトで画像処理することにより試験片の曲率半径を測定することができる。負荷中における曲率半径測定用の画像を Fig. 3 に示す。

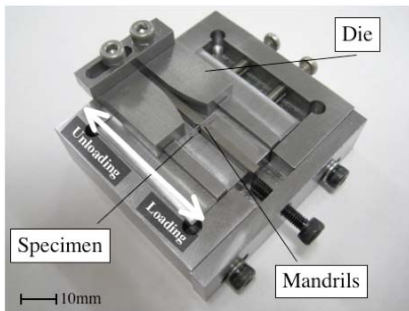


Fig. 2. microbend testing machine

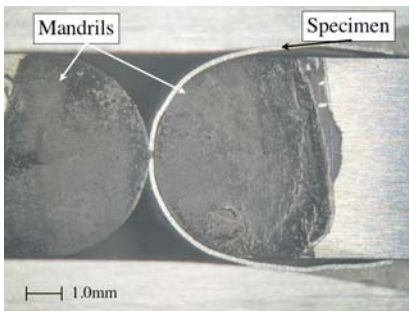


Fig. 3. Measurement for radius of curvature.

(5) 高次勾配結晶塑性理論の構築と数値解析
材料物理に基づくひずみの高次勾配結晶塑性モデルを構築し、箔材の純曲げ変形による力学挙動解析を行う。

①高次勾配結晶塑性理論の構築

微小変形に限定し平面ひずみ状態を仮定する。 \dot{u}_i を変位速度として、全ひずみ速度 $\dot{\varepsilon}_{ij}$ を弾塑性分解する。

$$\dot{\varepsilon}_{ij} = \left(\frac{\partial \dot{u}_i}{\partial x_j} \right)_{sym} = \dot{\varepsilon}_{ij}^e + \dot{\varepsilon}_{ij}^p \quad (8)$$

ここに、上付きの e と p は、弾性部分と塑性部分を表す。弾性ひずみ速度 $\dot{\varepsilon}_{ij}^e$ は、速度形の Hooke 則で与えられるものとする。

$$\dot{\varepsilon}_{ij}^e = C_{ijkl}^{-1} \dot{\sigma}_{kl} \quad (9)$$

ここに、 σ_{ij} は応力テンソル、 C_{ijkl} は弾性係数テンソルである。塑性ひずみ速度は各すべり系($\beta=1, 2, \dots, N$)に生じるすべり $\dot{\gamma}^{(\beta)}$ により、次式で与えられる。

$$\dot{\varepsilon}_{ij}^p = \sum_{\beta} \dot{\gamma}^{(\beta)} P_{ij}^{(\beta)}; \quad P_{ij}^{(\beta)} = \frac{1}{2} (s_i^{(\beta)} m_j^{(\beta)} + m_i^{(\beta)} s_j^{(\beta)}) \quad (10)$$

ここに、 $s_i^{(\beta)}$ と $m_i^{(\beta)}$ は共に単位ベクトルで、それぞれ、すべり方向とすべり面法線方向を表す。 $P_{ij}^{(\beta)}$ はシュミットテンソルである。

幾何学的必要 (GN) 転位密度に空間勾配がある場合、それが背応力として転位運動に影響を及ぼすことが転位論的に考察されている。この考えに立脚すれば、各すべり系のすべり速度 $\dot{\gamma}^{(\beta)}$ は、従来の結晶塑性理論におけるすべり速度の式の拡張として次のように表現できる。

$$\dot{\gamma}^{(\beta)} = \text{sgn}(\tau^{(\beta)} - \tau_b^{(\beta)}) \dot{\gamma}_0 \left(\frac{|\tau^{(\beta)} - \tau_b^{(\beta)}|}{\tau_0} \right)^{1/m} \quad (11)$$

上式で、 $\tau^{(\beta)} = m_i^{(\beta)} \sigma_{ij} s_j^{(\beta)} = \sigma_{ij} P_{ij}^{(\beta)}$ 、 $\dot{\gamma}_0$ 、 τ_0 、 m は材料定数である。また、 $\tau_b^{(\beta)}$ は背応力であり、幾何学的必要 (GN) 転位密度の空間勾配によって次式のように与えられる。

$$\tau_b^{(\beta)} = B \frac{\partial \rho_G^{(\beta)}}{\partial x_j} s_j^{(\beta)} \quad (12)$$

ここに、 B は背応力係数、 $\rho_G^{(\beta)}$ は刃状 GN 転位密度であり、 \vec{b} を Burgers ベクトルの大きさとして次式を満たす。

$$\rho_G^{(\beta)} + \frac{1}{\vec{b}} \frac{\partial \gamma^{(\beta)}}{\partial x_j} s_j^{(\beta)} = 0 \quad (13)$$

式(12)(13)より、背応力 $\tau_b^{(\beta)}$ はすべり $\gamma^{(\beta)}$ の空間 2 次勾配で与えられることになる。係数 B の値が材料の固有寸法を反映する。

応力の釣り合い式は、慣性効果と物体力を無視すると、

$$\frac{\partial \sigma_{ji}}{\partial x_j} = 0 \quad (14)$$

式(14), (13)をそれぞれ弱形式で表すと次のように表せる.

$$\left. \begin{aligned} \int_V \sigma_{ij} \delta \epsilon_{ij} dV &= \int_S T_i \delta u_i dS, \\ \int_V \rho_G^{(\beta)} \delta w dV &= \frac{1}{b} \int_V \gamma^{(\beta)} s_j^{(\beta)} \frac{\partial \delta w}{\partial x_j} dV - \frac{1}{b} \int_S \gamma^{(\beta)} s_j^{(\beta)} n_j \delta w dS \end{aligned} \right\} (15)$$

ここに, δu_i は仮想変位速度, $\delta \epsilon_{ij}$ は δu_i による仮想ひずみ速度, T_i は表面力, V は体積, S は表面積, δw は重み関数, n_j は S の単位法線ベクトルである. 式(15)₁, (15)₂ を用いてそれぞれ, 変位速度場解析, GN 転位密度場解析を行う. また, 式(15)₂ ではすべりと GN 転位密度の境界条件の設定が必要である. すべりの境界条件として, 本解析では, 転位非貫通条件 ($\gamma^{(\beta)} s_j^{(\beta)} n_j = 0$) 又は自由表面条件 ($\rho_G = 0$) を考える.

② マイクロ曲げ試験の数値解析

純曲げを受ける多結晶金属薄膜を考える. 板厚方向には1結晶粒のみ存在すると仮定し, 粒界を含む理想的な結晶を1つ取り出しモデル化する. 自由表面には $\rho_G = 0$ 条件を, 粒界には転位非貫通条件を与える. 板厚は 24, 35, 50 μm の3種類の値を用いる.

4. 研究成果

(1) 箔材の引張試験による知見

引張試験より得られた公称応力-公称ひずみ関係を Fig. 4 に示す. 公称応力 20MPa 以下は高純度アルミニウムのヤング率 69GPa を用いて補正を行った. Fig. 5 は, Fig. 4 から求めた真応力-真塑性ひずみ関係より評価したひずみ硬化係数と真塑性ひずみの関係である. Fig. 4 より板厚が薄くなる程, 応力レベルが上昇する傾向にあるが, Fig. 5 よりひずみ硬化係数の変化は小さいことがわかる.

(2) 箔材のマイクロ曲げ試験による知見

マイクロベンドテストの結果を Fig. 6 に示す. 縦軸は曲げモーメントを板厚で正規化した値, 横軸は試験片に残留した換算表面塑性ひずみを表す. ここで, 各プロット点は3回行った試験のデータの平均値を表しており, その実験値における最大値, 最小値をエラーバーで示している. Fig. 6 における各直線は各板厚のプロット点を最小二乗法で直線近似したものである. これらの直線の傾きはひずみ硬化係数と見ることができる. Fig. 6 に示す結果より, 電解研磨による板厚減少に伴って $M/(bh^2)$ 値が上昇していくのがわかる. 引張試験においても同様に板厚減少に伴って応力レベルが上昇している. 引張試験結果と異なる点は, 引張ではひずみ硬化係数が板厚減少により変化しないのに対して, 曲げ試験では, 板厚減少とともに硬化係数の明らかな上昇が確認された点である.

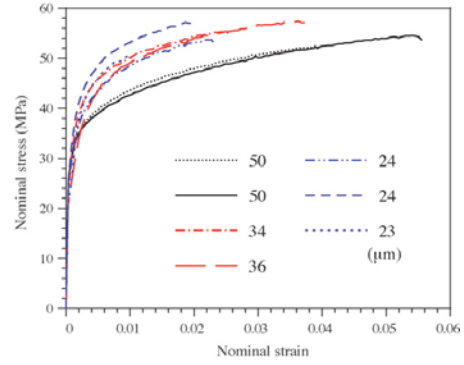


Fig. 4. Nominal stress–nominal strain curves measured for polycrystalline aluminum foil specimens with different thicknesses.

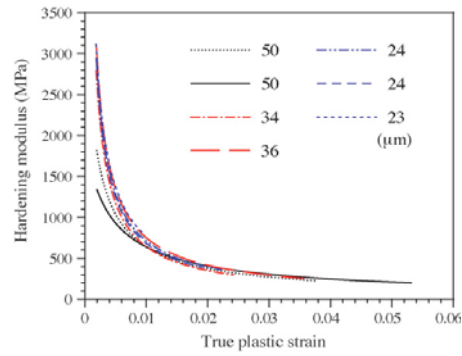


Fig. 5. Curves of strain-hardening modulus versus true plastic strain for different thicknesses.

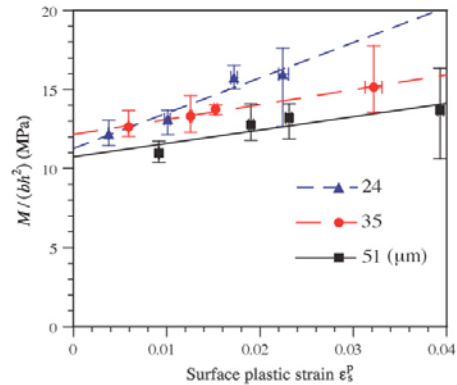


Fig. 6. Plots of bending moment versus surface plastic strain for the aluminum foil specimens.

(3) 構築した高次勾配結晶塑性理論に基づくマイクロ曲げ試験の解析から得られた知見

解析による曲げモーメント-表面ひずみ関係及び GN 転位密度分布を, Fig. 7 に示す. 板厚減少に伴いひずみ硬化が増大するタイプの寸法依存性が実験と同様に現れている. 板厚が薄くなるほど自由表面付近で大きな GN 転位密度勾配が発生し, これが大きな背応力を誘発することにより, 寸法効果が現れることが判明した.

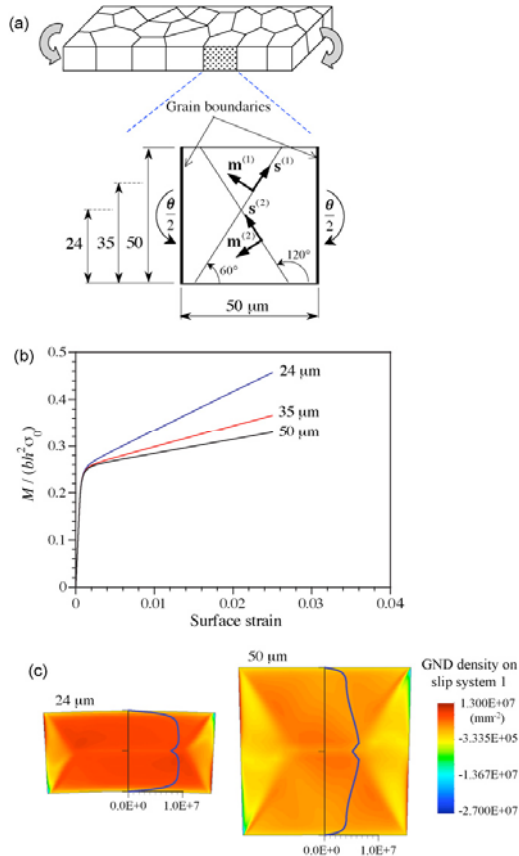


Fig. 7. (a) Simplified model of a grain that is part of a polycrystalline foil subjected to pure bending. (b) Nondimensionalized bending moment–average surface strain curves and (c) GND density distributions on slip system 1 at an average surface strain of 0.025, which are predicted by finite element simulations using a higher-order gradient crystal plasticity theory.

(4) まとめ

純アルミニウム多結晶箔を用いた実験の結果、箔厚を減少させるに伴って、引張試験では単純に降伏応力のみが上昇するのに対し、ひずみ勾配を含む曲げ試験では降伏点上昇に加えてひずみ硬化係数も上昇することを確認した。また、塑性ひずみ勾配場を成立させるために必要な「幾何学的必要転位」が作る内部応力が転位の運動速度に及ぼす影響を考慮した高次勾配結晶塑性理論を整備・提案した。

同様な実験手法を、粒界の影響を含まない単結晶箔(熱処理によって得た粗大結晶粒から試験片を取り出す)に対しても適用したが、単結晶においても多結晶の場合と類似の寸法依存性が現れた。単結晶箔マイクロ曲げ試験については、一方向曲げ試験に加えて、反転曲げ試験を実施した。その結果、反転後の降伏応力が小さくなるバウシinger効果が観察された。単結晶箔については、実験数が限られており、今後の追試験によりここで得られた知見の確認が必要である。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)
〔雑誌論文〕(計2件)

- ①. K. Suzuki, Y. Matsuki, K. Masaki, M. Sato, M. Kuroda, Tensile and microbend tests of pure aluminum foils with different thicknesses. *Materials Science and Engineering A*, Vol. 513–514, 77–82 (2009) 査読有.
- ②. Kuroda, M., Tvergaard, V., A finite deformation theory of higher-order gradient crystal plasticity. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, Vol. 56, 2573-2584 (2008) 査読有.

〔学会発表〕(計6件)

- ①. M. Kuroda, M. Sato, Y. Matsuki, Size effects in single crystal thin foils, The 15th International Symposium on Plasticity & Its Current Applications –Plasticity 2009–, 2009年1月7日, St. Thomas, U.S. Virgin Islands.
- ②. 佐藤真澄・黒田充紀, 単軸引張を受ける純アルミニウム箔の降伏挙動に及ぼす箔厚の影響、日本機械学会第21回計算力学講演会、2008年11月3日、琉球大学(那覇市)
- ③. 松木祐平・黒田充紀, 曲げ変形を受ける純アルミニウム箔の降伏挙動に及ぼす箔厚の影響、日本機械学会第21回計算力学講演会、2008年11月3日、琉球大学(那覇市)
- ④. 鈴木克哉・松木祐平・黒田充紀, 単軸引張りにおける多結晶材料金属薄膜強度の寸法依存性、日本機械学会第20回計算力学講演会、2007年11月28日、同志社大学(京田辺市)
- ⑤. 松木祐平・鈴木克哉・黒田充紀, 曲げ変形における多結晶金属薄膜強度の寸法依存性、日本機械学会第20回計算力学講演会、2007年11月28日、同志社大学(京田辺市)
- ⑥. 正木幸一・黒田充紀, 高次ひずみ勾配結晶塑性モデルによる多結晶薄膜の力学挙動解析、日本機械学会第20回計算力学講演会、2007年11月28日、同志社大学(京田辺市)

6. 研究組織

(1)研究代表者

黒田 充紀 (KURODA MITSUTOSHI)
山形大学・大学院理工学研究科・教授
研究者番号：70221950

(2)研究協力者

Viggo Tvergaard, The Technical University of Denmark, DK-2800, Denmark.