

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 26 年 6 月 17 日現在

機関番号：14401

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2011～2013

課題番号：23656432

研究課題名(和文) インデンテーション法を応用した結晶粒レベルのミクロ残留応力測定

研究課題名(英文) Measurement of Microscopic Residual Stress by Using Indentation Method

研究代表者

望月 正人 (MOCHIZUKI, Masahito)

大阪大学・工学(系)研究科(研究院)・教授

研究者番号：10304015

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 2,900,000円、(間接経費) 870,000円

研究成果の概要(和文)：結晶構造を持つ材料の不均質性と強度特性との関係を残留応力の面から把握することは、疲労やSCCに代表されるき裂発生進展ならびに破壊挙動などの力学的挙動に関するメカニズムの解明や材料設計を行う際に有益な情報をもたらす。このことから本研究では、結晶粒内や界面近傍でのミクロンオーダーでの残留応力分布を把握するため、インデンテーション試験時における圧子の形状として四角錐、さらには菱形形状など先端部が鋭利な形状を用いることにより、得られた荷重変位曲線から応力成分の影響を考慮することができる高精度なミクロンオーダーでの残留応力測定手法を構築した。

研究成果の概要(英文)：Residual stress is an important parameter for evaluating fracture phenomena such as fatigue, stress-corrosion cracking, or brittle fracture. Relationship between heterogeneity in microscopic region of crystal structures and residual stress distribution affects fracture characteristics. Microscopic residual stress evaluation is therefore effective for materials design and mechanism study of fracture behavior, by using not only numerical analysis approach but also direct measurement. We challenge indentation technique for microscopic residual stress measurement. Both of Vickers-type and Knoop-type indenters are used for obtaining load-displacement relationship during whole loading and unloading processes, then residual stress is theoretically calculated. Directions and components of residual stress are precisely evaluated by using the proposed method.

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学(構造・機能材料)

キーワード：残留応力 結晶粒 圧子 インデンテーション 荷重・変位曲線

1. 研究開始当初の背景

金属材料などの結晶構造を持つ材料の強度および破壊特性には、巨視的な残留応力はもちろんのこと、微視組織の不均質性に起因する結晶粒レベルでのミクロな残留応力の影響が顕著である。もちろん、生体材料や無機材料などの構造材料の場合でも、均質で連続的な組織はあり得ず、不均質性の考慮が重要である。

ここで、鉄鋼材料を例に挙げれば、近年の自動車産業を軽量化・高剛性化の両面から支える Dual-Phase 鋼などに代表される軟質相と硬質相が混合された鋼材組織では、両相の降伏応力や硬度などの変形強度比や、体積分率や結晶粒径、組織の存在形態といった因子の不均質性により、鋼材特性が影響を受けている。また、組織の残留応力は、脆性破壊や疲労、応力腐食割れといった破壊挙動にも大きな影響を及ぼす。

特に近年では、高強度材料開発のため、結晶粒径や介在物、さらには混合組織の存在形態を制御するような方法など、微視組織制御の観点からの検討が盛んに行われており、巨視的な強度特性、製品性能に大きく影響する結晶粒レベルでの機械的特性、なかんずく残留応力の評価方法に対する重要性が高まっていた。

2. 研究の目的

微小領域における機械的特性を評価する有効な方法の一つとして、ナノインデンテーション試験を利用した硬度測定が行われている。この方法では、数 mN 程度の押込み荷重で、押込み深さが数 nm 程度となるような試験機を利用することにより、微小領域での硬度が評価可能となっている。組織の微視的不均質性を考慮した強度特性・残留応力評価のためには、結晶粒間あるいは組織間の力学的相互作用を考える必要があり、そのためには硬度だけではなく弾塑性特性を考慮する必要がある。

ここで、研究代表者らは、残留応力の有無によりインデンテーション時の変形状態が変化することを定量的に見出しており、この特性を利用することにより、残留応力の測定・推定が可能になると考え、本研究では、結晶粒内や界面近傍でのミクロオーダーでの残留応力分布ならびに強度特性を把握するため、インデンテーション試験時における圧子の形状を四角錐や菱形形状などと言った先端部が鋭利な形状を用い、押込み方向を回転させることにより応力成分の影響を考慮することができる高精度な残留応力測定手法の開発に挑戦した。

3. 研究の方法

本研究では、結晶粒レベルでのミクロオーダーの応力・ひずみ特性ならびに残留応力分布の測定方法の開発と、その適用による機械的特性の不均質性と巨視的な強度特性との

関係についての検討・検証を行った。

まず、微小領域での応力・ひずみ特性の推定方法として、これまでに、球圧子によるインデンテーション試験で得られる荷重・押込み深さ曲線から応力・ひずみ特性を推定する方法が提案されている。この方法では、除荷過程における曲線の傾きからヤング率を決定し、試験片と球圧子との接触半径や接触圧力を、材料の加工硬化指数と関連づけることにより加工硬化指数を決定するが、球圧子では試験片との接触領域が大きくなるため、決定したヤング率や加工硬化指数がマクロな平均的な値となってしまふ。また、押込み荷重を小さくすれば接触領域を小さくすることができが、荷重が小さくなると測定中の振動の影響が大きく現れるため、精度の良い荷重・押込み深さ曲線を得るには測定装置の大幅な改良等が必要となる。

本研究では、個々の結晶粒内や界面の両側に対するミクロンオーダーでの機械的特性の分布を測定することを目指するため、圧子の形状を三角錐や四角錐など先端部が鋭利な形状を用いることを試み、得られた荷重・押込み深さ曲線から応力・ひずみ特性を測定する方法に挑戦した。三角錐圧子を用いた応力・ひずみ特性の測定に関しては、複数の三角錐圧子による荷重・押込み深さ曲線とインデンテーション試験を模擬した FEM 解析から降伏応力や加工硬化指数を同定する方法と、球圧子での理論を応用した方法、すなわち、三角錐圧子で得られる圧痕からそれに相当する球圧子を仮定することによる方法をハイブリッド的に組み合わせた測定方法の開発を進めた。

次に、ミクロンオーダー残留応力の測定では、材料に残留応力が存在する場合には圧子による変形特性が異なってくる特性を利用することにより、引張および圧縮残留応力下での荷重・押込み線図を得ることにより残留応力の測定・推定が可能とした。さらに、圧子の形状として四角錐や菱形形状など先端部が鋭利な形状を用い、押込み方向を回転させることにより結晶方位の影響を考慮した異方性を有する残留応力分布特性を数値解析を併用して測定・推定した。また、得られた知見から、機械的特性の不均質性が巨視的な強度特性に及ぼす影響について理論的な検討を行うとともに、研究代表者らによって開発されている機械的特性のバラツキを考慮した数値シミュレーションにより解析的な検討を進めた。

4. 研究成果

(1) インデンテーション法による応力・ひずみ特性および残留応力測定方法の確立

応力・ひずみ特性測定方法の検討

従来の球圧子による推定方法では試料との接触面積が大きくなるため、個々の結晶粒や界面近傍に対する応力・ひずみ特性を推定するのは困難であり、また、より微細な結晶

粒や界面近傍でのナノ領域において応力・ひずみ特性を測定するには、圧子先端部が鋭利である三角錐圧子や四角錐圧子が有利と考えられる。そこで、球圧子による推定法と同様に、荷重・押し込み深さ曲線を三角錐圧子や四角錐圧子、さらには菱形形状を有する圧子を用いて測定し、このデータからマイクロオーダーでの応力・ひずみ特性を測定する方法を検討した。

残留応力測定方法の基礎検討

残留応力測定方法の開発に当たり、単結晶を対象に引張・圧縮荷重を付与した状態での測定・校正を行った。さらに、インデンテーション試験を模擬したFEM弾塑性解析を行い、解析結果として得られる圧痕形状を実際の試験で得られた形状と比較することにより、応力成分の影響に関する基本的知見を得ることができた。

圧子形状による影響に関する検討

圧子形状により測定精度に差が生じるかを検証し、評価対象に応じた適正な形状の圧子を決定するため、一般的には、三角錐や四角錐、円錐が圧子形状として利用されるが、これらに加えて菱形形状を有する圧子を用いて荷重・押し込み深さ曲線を測定し、それぞれの特性を比較した。ここで、対象とする材料の結晶粒径が微小になるしたがって圧子の寸法精度が要求されるため、この点も踏まえた総合的な判断を行った。

(2) 機械的特性ならびに残留応力分布に関する検討

マイクロオーダー・サブマイクロオーダー領域での分布についての検討

同一の結晶粒内や界面からでも、中心付近と結晶粒界近傍とでは機械的特性や残留応力に差がある。また、結晶粒界や界面近傍では変形の不マッチが生じ破壊挙動の起点になることが多いが、この変形の不マッチはマイクロ領域での機械的特性や残留応力分布の差により生じる。したがって、このような界面近傍などのマイクロ領域での機械的特性のバラツキを把握することは、微視的観点から巨視的な強度特性を評価したり、また、破壊特性など力学的挙動のメカニズムを解明する上で有益な情報を得るために重要となる。

そこで本研究で検討するインデンテーション試験による測定方法を、界面近傍のマイクロ・ナノ領域内の複数の位置に対して適用することにより、機械的特性および残留応力のナノ的分布を求めた。ただし、特定の位置に狙いを定めて圧子を押し込むことは困難であるため、測定点数を増やすことにより信頼度を高めた。その場合、対象とする材料の界面近傍の組織形態を測定しておき、数値シミュレーション手法を併用・駆使して逆問題的に条件を同定することにより、微小領域の特

異性を考慮した測定間隔や押し込み荷重などの条件を決定できた。

異方性の影響に関する検討

同一組織であっても測定するナノ領域によって異なる機械的特性をもち、それが不均質に分布することにより巨視的な強度特性に影響を与えることが考えられることから、この機械的特性の相違を、結晶方位の違いと関連づけて検討した。

まず、インデンテーション試験を実施した試験片に対しEBSP (Electron Back Scatter Diffraction Pattern) 解析を行い、圧痕が残っている各々の場所およびその近傍における結晶方位を調べ、結晶方位の差によって機械的特性に差異が生じているかを検討した。さらに、得られたEBSP解析データから、結晶粒内の残留応力や残留ひずみ分布を同定する手法についても合わせて検討を進めた。また、これらの異方性の影響を数値シミュレーションによっても同時に検討し、パラメトリックな解析結果をデータベースとして、得られた実験結果の異方性に対する考察を深めた。

(3) 機械的特性の不均質性が巨視的な強度特性に及ぼす影響に関する検討

以上の検討で得られた知見を参考にして、機械的特性の不均質性が巨視的な強度特性に及ぼす影響について理論的な検討を行うとともに、マクロとマイクロ・ナノを連成させた数値解析モデルを用いて解析的な検討を加えた。すなわち、従来は、FEM解析において結晶粒内での機械的特性や同一組織の機械的特性を一様と仮定した解析が主になされているが、本研究で得られた手法を用いて計測した機械的特性の分布を考慮した形で数値シミュレーション解析を実施すれば、より精緻な残留応力・ひずみ分布を評価することができるようになった。

今後、微視的不均質性に起因した応力集中などを考慮した上での残留応力を測定することにより、ナノ領域における破壊挙動などのメカニズム解明やナノ組織を考慮した材料開発への応用に繋げていくことが可能になる。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計 4 件)

K. Oda, Y. Mikami and M. Mochizuki, "Estimation of Three-dimensional Microscopic Strain Components by Digital Image Correlation and Crystal Orientation Analysis," Quarterly Journal of Japan Welding Society, Vol. 31, No. 4, pp. 163s-167s (2013) 査読有。

M. Miyabe, M. Iyota, S. Okano and M. Mochizuki, "Semi-Destructive Method for Evaluation of Local Mechanical Properties in the Notch-Tip Region using an

Indentation Technique,” Quarterly Journal of Japan Welding Society, Vol. 31, No. 4, pp. 114s-118s (2013) 査読有.

Y. Mikami, K. Sogabe, T. Hashimoto, S. Nishikawa and M. Mochizuki, “Evaluation of Residual Stress Distribution in Ni Base Alloy Clad Welds by Numerical Simulation and X-Ray Stress Measurement,” Science and Technology of Welding and Joining, Vol. 18, No. 2, pp. 114-119 (2013) 査読有.

T. Sakai, Y. Mikami and M. Mochizuki, “Effect of Columnar Grain Shape Modeling on the Microscopic Stress Distribution at the Clad Weld Metal Surface of Ni Base Alloy,” Journal of Physics, Conference Series, Vol. 379, No. 012046 (2012) 査読有.

DOI:10.1088/1742-6596/379/1/012046

〔学会発表〕(計 6 件)

Y. Mikami and M. Mochizuki, “Numerical Simulation of Microscopic Stress in Polycrystalline Materials Considering Hardening due to Irradiation,” 3rd International Conference on Material Modelling incorporating the 13th European Mechanics of Materials Conference, Palace of Culture and Science (Warsaw, Poland), No. 114-1-2 (2013年9月8日)査読有.

岡野成威, 望月正人, “無応力下での基準荷重を必要としない圧子押し込み法による非等軸残留応力場の準非破壊計測”, 日本保全学会第10回学術講演会, ホテル阪急エキスポパーク (大阪府吹田市) (2013年7月25日) 査読無.

小田和生, 三上欣希, 望月正人, “デジタル画像関連法に基づく多結晶金属の多重すべりを考慮した微視的変形挙動推定手法の提案”, 日本保全学会第10回学術講演会, ホテル阪急エキスポパーク (大阪府吹田市) (2013年7月25日) 査読無.

三上欣希, 堺貴洋, 望月正人, “炉内構造部材における中性子照射による硬化を想定した局所応力分布特性の数値解析” 日本保全学会第10回学術講演会, ホテル阪急エキスポパーク (大阪府吹田市) (2013年7月25日) 査読無.

宮部美紗, 伊與田宗慶, 岡野成威, 望月正人, “鋼構造物の劣化診断に向けた圧子押し込み試験による塑性損傷の評価手法の開発”, 日本保全学会第10回学術講演会, ホテル阪急エキスポパーク (大阪府吹田市) (2013年7月25日) 査読無.

Y. Mikami, K. Oda and M. Mochizuki, “Experimental Evaluation of Microscopic Strain Distribution by Digital Image Correlation Incorporating Crystalline Orientation,” 65th Annual Assembly of the International Institute of Welding, Denver, USA, IIW Doc. X-1707-12 (2012年

7月8日)査読無.

〔図書〕(計 1 件)

三上欣希, 望月正人 (共著・分担執筆), “EBSD データを活用した微視的ひずみ解析”, 新版 溶接・接合部組織写真集, 溶接学会 溶接冶金研究委員会編, 黒木出版社, pp. 708-716 (2013).

〔その他〕

ホームページ等

http://www7.mapse.eng.osaka-u.ac.jp/Pro-M_Lab_Home.html

6. 研究組織

(1)研究代表者

望月 正人 (MOCHIZUKI, Masahito)
大阪大学・大学院工学研究科・教授
研究者番号：10304015

(2)研究分担者

三上 欣希 (MIKAMI, Yoshiki)
大阪大学・大学院工学研究科・助教
研究者番号：40397758