

平成21年5月14日現在

研究種目：若手研究（B）
 研究期間：2007～2008
 課題番号：19760075
 研究課題名（和文） 微小領域の弾塑性評価技術の構築と環境助長割れ機構解析への適用
 研究課題名（英文） A methodology to evaluate local elastoplastic property and its application for mechanistic study on environmental assisted cracking
 研究代表者
 米津 明生（YONEZU AKIO）
 大阪大学・大学院工学研究科・助教
 研究者番号：40398566

研究成果の概要：本研究では、微小圧子力学（剛体圧子接触による材料の変形と破壊の力学）に基づいた局所弾塑性特性（応力ひずみの構成則）の評価技術を開発した。この技術は、従来の引張試験などと比較して、簡便かつ短時間で実施できるうえ、微小な圧子を利用することから、所望の局所領域を非破壊的に測定できる特徴を有する。本研究では、新しい評価法を開発し、様々な力学現象の解明や材料・製品評価への応用を試みた。すなわち、弾塑性特性ならびにその異方性の評価技術を開発し、微小薄膜材料や塑性加工品の評価と環境助長割れ機構解析へ適用した。本報告では、開発内容を要約するとともに、その適用例と今後の展望を示す。

交付額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2007年度	1,700,000	0	1,700,000
2008年度	1,600,000	480,000	2,080,000
年度			
年度			
年度			
総計	3,300,000	480,000	378,000

研究分野：材料力学

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：押し込み法，局所弾塑性特性評価，微小薄膜材料，環境助長割れ

1. 研究開始当初の背景

設計寿命を超えた高経年劣化の問題を抱える大型設備や構造物は、力学因子のみならず周囲環境の影響も重畳した、いわゆる環境助長割れが問題となり、これらの設備を設計寿命を超えても長期的に維持・管理するためには、非破壊検査（NDI）と材料の力学評価技術の高度化が重要である。近年の損傷許容設計の導入により、欠陥（き裂）形状計測（サイジング）技術が開発されているが、正確に材料の寿命予測（信頼性の確保）するためには、その微小き裂先端の支配力学因子を決定する評価技術の開発が必要である。従来は、

NDIによって欠陥形状を決定したのちに、設計時（納入時）における材料の塑性特性に基づいて欠陥進展速度や寿命を予測するが、前述のとおり供用中の材料は周囲環境（電気化学、高温、中性子、水素など）の影響により、き裂近傍における材料（塑性）特性も変化していることが予想される。したがって、環境因子によって助長されたき裂先端のような局所領域における弾塑性特性を評価できる技術の開発が必要と本課題申請当時は考えた。さらに、近年の電子デバイス・製品の小型化に伴い、構造体の寸法も小さくなるため、そのような微小材料の評価も重要になりつ

つある。以上のような社会・産業的背景から、本研究課題である「局所領域における弾塑性特性の評価技術の開発」を思い立った。

2. 研究の目的

前述の「1. 研究開始当初の背景」に基づき、本課題での目的は

- (1) 微小圧子力学（押し込み法）に基づく弾塑性特性評価技術の開発
- (2) 微小薄膜材料評価への適用
- (3) 塑性加工材の評価への適用
- (4) 環境助長割れ機構解析への適用

を設定した。なお、平成19年度（2007年度）は(1)および(2)、平成20年度（2008年度）は(3)および(4)を実施した。

3. 研究の方法

- (1) 評価技術の開発：はじめに、有限要素法 (FEM) のパラメトリック解析により、広範囲な材料特性に対する押し込み曲線を計算した。なお、FEM 解析を実施するにあたり、本補助金により汎用非線形構造用解析プログラム ABAQUS および MARC を導入した。そして、FEM より得られた結果（押し込み応答：押し込み曲線と圧痕形状）と材料の弾塑性特性を関連付ける新たな次元解析を提案した。このように、押し込み曲線と材料の弾塑性特性を関連付ける無次元関数をあらかじめ構築することで、実際の試験から得られる押し込み試験の結果をこの関数に代入し、材料の塑性特性を逆解析的に推定できる。なお、この研究に関連した既往研究（例えば、M. Dao et al, *Acta Mater.* 49, 3899, 2001, J. L. Bucaille et al., *Acta Mater.* 51, 1663, 2003）では、材料の塑性特性を反映しにくい（塑性特性を抽出しにくい）押し込み除荷過程を使うこと、また代表応力-ひずみ点から間接的に塑性特性を推定するアルゴリズムであるなどの問題点があった。これらの従来法は、数値実験（FEM 上の Closed Form）では数%以内の精度で逆解析推定が実施できることを報告しているが、実材料へ適用すると試験結果の誤差（ばらつき）の影響を受けやすく、評価法のロバスト性や安定性に欠けるといった問題が指摘されている（例えば、B. Guelorget et al. *J. Mater. Res.* 22, 1512, 2007, Jiang et al. *J. Mater. Res.*, 24, 1045, 2009）。さらに、2つの圧子（2回の押し込み試験）から推定する方法もあるが、試験の面倒さや同一箇所における測定が不可能であることから、ひとつの圧子を用いた評価法の開発が必要であった。そこで、本研究では一つの試験で評価でき、かつ押し込み除荷過程を使用しないで、直接的に塑性特性

を評価するアルゴリズムを提案した。その一例として、有効降伏応力 ($\sigma_Y^* = (\sigma_Y \times K)^{0.5}$: 降伏応力 $\sigma_Y \times$ 強さ係数 K) を定義し、それをパラメータとして、押し込み試験結果とを関連付ける無次元関数を作成したところ、押し込み負荷過程のみから塑性特性を評価できた。また、この結果を4種類の材料（黄銅、高速度工具鋼、ステンレス鋼、炭素鋼）に適用した結果、従来法よりも精度の良い推定結果が得られた。さらに、本手法を拡張し、圧子先端の磨耗などの問題が無い球状圧子に対しても評価できるように改良した。具体的な成果については、下記の「4. 研究成果」で述べる。

- (2) 微小薄膜材料の評価：本手法を微小薄膜材料（ダイヤモンドライクカーボン DLC 膜）の評価へ適用した。耐摩耗性や耐食性に優れた DLC 膜は、接触部材等の保護膜として使用されるが、実用の観点からその変形特性ならびに破壊特性の把握が重要である。本研究では、評価対象が μm オーダーと比較的薄い DLC 膜の力学特性評価を行った。なお、押し込み法は接触破壊現象を再現できるため、その破壊特性の把握やクライテリオンも決定できる。
- (3) 塑性加工材の評価：本手法を塑性加工材の塑性特性評価ならびにその分布測定へと展開した。一方、塑性加工材では材料の加工硬化によって機械的性質が変化するため、塑性加工プロセスを最適化するためには塑性特性評価が必要である。そこで、本手法を用いて局所的な塑性特性（降伏応力、加工硬化指数、引張強度、予ひずみ量）を推定した。また、本手法は同一材料に対して、簡便に複数箇所の特性を評価できるので、塑性特性の分布（マッピング）測定技術としても有用である。
- (4) 環境助長割れ機構解析：本手法を環境助長割れのメカニズムおよびその評価研究へ適用した。この研究は、現在も継続中であるが、環境助長割れのひとつである水素ぜい化割れの問題を取り上げた。そのメカニズムを議論するためには、き裂発生および進展を支配する変形特性（弾塑性特性）と水素の関係を明らかにする必要がある。本研究の一部では、水素ぜい化割れの端緒となるナノ変形特性に着目し、吸蔵水素量とナノ塑性特性の関係を調べた。具体的には、ナノ領域における塑性変形の開始と進行に対する吸蔵水素量の影響を議論した。さらに、本研究を遂行するにあたり、水素を吸蔵した高強度鋼に大荷重の押し込み試験を実施すると、圧痕周辺からき裂が発

生ずることを発見した。このき裂長さは吸蔵水素量に依存するため、本手法は新たな水素ぜい化感受性評価技術になりうる。現在は、その開発に着手している。

4. 研究成果

- (1) 局所弾塑性特性評価技術の開発： 前述の「3. 研究方法」で述べたように、押込み試験結果と関連付ける弾塑性特性パラメータにあたりし有効降伏応力 (Effective yield stress) を採用することで、従来法よりも安定した評価法を構築でき、実材料評価の適用性を検討した。そのほかにも異なる圧子形状や負荷法についても検討を加えて、評価技術を改良した。その適用例等については、下記の項目を参照されたい。
- (2) 微小薄膜材料評価への適用： 局所接触負荷が行える押込み法を用いて、比較的薄い (数 μm オーダー) DLC 薄膜の変形および破壊特性を評価した。固体への局所接触負荷では、複雑な3軸応力状態になるため、破壊のクライテリオンを決定することは容易ではない。しかし、本研究では軟質基材を用い、また接触圧子径を大きくすることで、薄膜に曲げ変形を負荷するコンセプトを提案した。この方法では、破壊に至る応力状態は曲げ変形が支配的になるため、比較的単純に力学解析が行える。このように、本研究では「Film Bending Effect」を積極的に利用した薄膜破壊強度評価を構築した。しかし、破壊に至るまでの変形特性は基材の弾塑性特性に支配される。そのため、前述(1)の方法を用いて、あらかじめ基材の弾塑性特性を推定し、その推定値を以下の局所破壊試験における FEM 解析に入力することで、薄膜破壊特性を評価する。また、破壊などの限界値は実験から決定する必要があるため、本補助金によりアコースティック・エミッション (AE) 技術を導入し、その破壊イベントと FEM より推定した内部応力から DLC 膜の強度特性を評価した。得られた結果は、従来法 (例えば Wang et al. *Thin Solid Films* 325, 163, 1998) から評価した結果とほぼ一致したため、本評価法の有効性を示すことができた。
- (3) 塑性加工材の評価への適用： 本評価法を塑性加工材の評価へ適用した。塑性加工は強制的に材料を塑性変形させて新たな形状を創製するため、材料の塑性特性は大きく変化すること、また大きな塑性ひずみを内在するなどの問題が生じる。さらに、塑性加工品の形状が複雑になるほど、その分布特性も複雑になる。このように、塑性加工品の強度信頼性を確保

するためには、所望の位置に対する定量評価が重要で、本研究では前述の(1)で述べた技術を適用した。一例として丸棒の引き抜き加工材に適用して、その塑性特性と分布測定を実施した。また、同一材料から微小引張試験片を取り出し、参照データとして塑性特性を別途評価した。その結果、押込み試験の推定結果は、引張試験結果と良く一致し、本評価技術の有効性を示した。さらに、最近では圧延材の評価などにも展開し、より実用に近い材料や製品の評価への応用を目指している。また、その評価精度は従来法のそれ (例えば, Herbert et al., *Philosophical Magazine*, 86,33,5521,2006) と比較して向上していることを示せた。

- (4) 塑性異方性評価技術の開発： 前述(3)の研究において、塑性異方性が生じる場合、圧痕周辺にその特性が反映することを見出した。実際に塑性加工材や複合材料などでは、このような塑性異方性が生じる場合があり、しばしば問題となる。なお、通常の評価法は、一例として各方向へ引張試験を実施するが、本研究では1回の押込み試験で各方向の塑性特性評価が行える技術を開発した。具体的には、前述(1)のコンセプトを応用し、試験後の圧痕変形状の異方性、すなわちその変形量と材料の塑性異方性特性を関連付ける無次元関数を作成した。これにより、実験から得られた圧痕形状を無次元関数に代入することによって、逆解析的に塑性異方性を評価できる。なお、従来法 (例えば Nakamura et al. *Mechanics of Materials* 39, 340, 2007) では、試験をお行う度に、並行して FEM による順解析を実施するため、塑性特性の推定に労力を要する問題があるが、本研究では多項式の無次元関数のみで構築されているため、直接的に推定できる利点がある。現在までは、この方法の確立と数値実験上での手法の有効性を検証したので、今後は実際の塑性異方性材料へ適用する予定である。
- (5) 環境助長割れ機構解析への応用： 前述のとおり、環境助長割れのひとつの水素ぜい化割れを本研究では取り上げた。成果としては、押込み法による水素ぜい化感受性評価技術の開発があり、この技術開発においては接触負荷時における材料の変形と破壊特性の評価が重要である。変形特性では前述(1)の技術を用い、破壊特性については前述(2)で導入した AE 法を用いることで、実験と FEM から水素ぜい化に関する強度信頼性評価技術の開発を進めている。なお、この研究に類似した既往研究は見当たらない。

- (6) まとめ： 以上のように、本研究では申請研究計画のとおり、局所領域の弾塑性特性評価技術を開発し、それを微小薄膜材料および塑性加工材の評価、さらに環境助長割れ機構解析の研究へ展開した。このように比較的広範囲な項目を本研究では取り扱えた理由として、簡便かつ短時間に実施できる押し込み法（微小圧子力学）に基づいているためと考えられる。また、申請段階では計画されていなかったが、本手法を塑性異方性材料に対しても適用できるように拡張できたこと、水素ぜい化感受性評価の基礎研究へ発展できたことなども、本研究の成果として挙げられる。したがって、本補助金によって構築できた微小圧子力学に基づいて、今後も様々な力学現象の解明に関する研究やその評価技術の開発が実施できると期待している。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕（計4件）

- ① 長秀雄, 米津明生, 鈴木裕晶, 竹本幹男, 石油貯蔵タンク底板腐食に対するAE計測における信号とノイズの分別, 材料, 57, pp. 1101-1107, 2008. 査読有り
- ② Akio Yonezu, Hiroyuki Hirakata, Kohji Minoshima, An Algorithm to Determine Plastic Properties of Metals Based on Loading Data in Single Sharp Indentation, Fundamentals of Nanoindentation and Nanotribology IV, Materials Research Society Symposium Proceedings, Volume 1049, pp. 117-122, 2008. 査読有り
- ③ 米津明生, 中山朝之, 小川武史, 「接触負荷を受けるダイヤモンドライクカーボン膜の破壊メカニズム」, 材料, Vol. 57, No. 5, pp. 474 - 480, 2008. 査読有り
- ④ Akio Yonezu, Takeshi Ogawa and Mikio Takemoto, Evaluations of Elasto-Plastic Properties and Fracture Strength using Indentation Technique, Key Engineering Materials, Vols. 353-358, pp. 2223-2226, 2008. 査読有り

〔学会発表〕（計15件）

- ① 近藤俊之, 米津明生, 平方寛之, 箕島弘二, ナノ塑性特性に及ぼす吸蔵水素の影響, 日本機械学会関西支部第84期定時総会講演会, 2009年3月16日, 近畿大学.
- ② 米津明生, アコースティックエミッション・電位揺動同時計測による腐食モニタリングと材料の健全性評価, 日本材料学会腐食防食部門委員会第57回研究集会, 2008年12月16日, 大阪市.

- ③ Akio Yonezu, Indentation with In-situ Damage Monitoring System to Brittle Solids for Fracture Mechanism and Strength Evaluation, 2008 ASME International Mechanical Engineering Congress & Exposition, 2008年11月3日, Boston, MA, USA.
- ④ 米津明生, 桑原克毅, 米田敬詞, 平方寛之, 箕島弘二, 単一球状圧子による面内塑性異方性の評価法, 日本材料学会第4回マイクロマテリアルシンポジウム, 2008年9月24日, 東京大学.
- ⑤ 米津明生, 桑原克毅, 米田敬詞, 平方寛之, 箕島弘二, 押し込み法による局所塑性異方性評価手法の提案, 日本機械学会M&M2008材料力学カンファレンス, 2008年9月17日, 立命館大学.
- ⑥ 箕島弘二, 米津明生, 桑原克毅, 崎原雅之, 河本陽二, 押し込み法と微小引張試験法による塑性加工材の局所機械的特性の評価, 日本機械学会2008年度年次大会講演論文集, 2008年8月5日, 横浜国立大学.
- ⑦ 桑原克毅, 米津明生, 平方寛之, 崎原雅之, 箕島弘二, 押し込み法による引抜き加工材の弾塑性特性評価, 日本機械学会関西支部第83期定時総会講演会, 2008年3月14日, 大阪大学.
- ⑧ Akio Yonezu, Tomoyuki Nakayama, Takeshi Ogawa, Study on Contact Fracture Mechanism of Diamond Like Carbon Film using Acoustic and Electrochemical Measurements, 日本機械学会2008 M&M International Symposium for Young Researchers, 2008年3月9日, 和歌山県白浜温泉.
- ⑨ Akio Yonezu, Hiroyuki Hirakata and Kohji Minoshima, An Algorithm to Determine Plastic Properties using Single Sharp Indenter and Its Application for Thin Film, 2007 MRS Fall Meeting, 2007年11月27日, Boston, MA, USA.
- ⑩ 長秀雄, 吉田真一郎, 米津明生, 竹本幹男, AEを用いたDLC薄膜の水素バリア性の評価, 日本非破壊検査協会第16回アコースティック・エミッション総合コンファレンス, 2007年9月27日, 電気通信大学.
- ⑪ 中山朝之, 米津明生, 小川武史, インデンテーション法におけるDLC膜の破壊メカニズム, 日本機械学会創立110周年記念2007年度年次大会, 2007年9月10日, 関西大学.
- ⑫ 箕島弘二, 河本陽二, 桑原克毅, 崎原雅之, 米津明生, 微小引張試験片を用いた塑性加工異方性の評価, 日本機械学会創

立 110 周年記念 2007 年度年次大会, 2007 年 9 月 10 日, 関西大学.

- ⑬ 箕島弘二, 近藤俊之, 平尾健一郎, 崎原雅之, 米津明生, ナノインデンテーションにおける高強度鋼の変形特性に及ぼす水素の影響, 日本機械学会創立 110 周年記念 2007 年度年次大会, 2007 年 9 月 10 日, 関西大学.
- ⑭ 箕島弘二, 平尾健一郎, 近藤俊之, 崎原雅之, 米津明生, 高強度鋼のナノ変形特性と水素吸蔵量との関係, 日本材料学会, 第 56 期学術講演会講演会, 2007 年 5 月 20 日, 名古屋大学.
- ⑮ 米津明生, 近藤俊之, 箕島弘二, 押込み法による弾塑性特性の評価法, 日本材料学会第 56 期学術講演会, 2007 年 5 月 20 日, 名古屋大学.

[その他]

ホームページ等

大阪大学:

[http://www.dma.jim.osaka-u.ac.jp/kg-portal/aspi/RX0011D.asp?UNO=16315&page=](http://www.dma.jim.osaka-u.ac.jp/kg-portal/aspi/RX0011D.asp?UNO=16315&page=Read)

Read 研究開発総合支援ディレクトリ:

http://read.jst.go.jp/public/cs_ksh_012/EventAction.do?action4=event&lang_act4=J&judge_act4=2&code_act4=5000068268

6. 研究組織

(1) 研究代表者

米津 明生 (YONEZU AKIO)

大阪大学・大学院工学研究科・助教

研究者番号: 40398566

(2) 研究分担者

(3) 連携研究者