

研究種目：基盤研究（C）
 研究期間：2007～2008
 課題番号：19560670
 研究課題名（和文）：ナノ及びマイクロインデンテーションにおける定常変形実現に関する検討とその応用
 研究課題名（英文）：Experimental and computational study on steady-state deformation during nano- and micro-indentation and its application
 研究代表者：
 藤原 雅美（FUJIWARA MASASMI）
 日本大学・工学部・教授
 研究者番号：40156930

研究成果の概要：

高温の試料表面に圧子を押し込んだとき、その深さが時間と共に増していく現象を押し込みクリープという。圧子直下の領域において応力と歪み速度の等高線が圧子深さに応じて自己相似性を保ちながら拡がるとき、圧子は同領域内の擬定常変形状態にある代表点の応力と歪み速度を検知していると見なせる。この方法により、少量の試料、米粒ほどの試片からクリープ特性値を抽出できること、引張クリープの構成式を予測できることを明らかにした。

交付額

(金額単位：円)

実施年度	直接経費	間接経費	合計
平成19年度	2,300,000	690,000	2,990,000
平成20年度	1,100,000	330,000	1,430,000
年度			
年度			
年度			
総計	3,400,000	1,020,000	4,420,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学・金属物性

キーワード：計装化押し込み試験、高温材料、力学物性、クリープ特性、律速機構

1. 研究開始当初の背景

本研究課題は、少量の試料、米粒ほどの小さな試片から弾性定数、降伏応力、クリープ特性値などを、また材料組織内のピンポイントにおける力学特性を精密に抽出する方法の確立を企図するものである。当初、一定荷重押し込み試験法によってクリープの活性化エネルギー、応力指数、活性化体積、律速過程の遷移応力などが得られることは知られていたが、重要な未解決の問題が残されてい

た。それは圧子直下の領域（コントロールボリューム）では押し込みクリープ中に応力と歪み速度が徐々に低下するため、定常変形状態が実現されていないということである。この試験法において擬定常変形状態が発現するための条件を確立することは積年の課題であり、これが解決できれば少量しか入手できない先進材料のための力学試験法となり得るので、大きな波及効果が期待できると考えた。これに関連した国内外の研究を分類する

と、押し込み硬さ計を用いたものと計装化押し込み試験機による研究とに分けられるが、本研究課題に関連した未解決問題を取り扱った論文は皆無であった。

2. 研究の目的

本研究の到達目標は、少量の試料、米粒ほどの小さな試片からクリープ特性値などを精密に抽出可能な計装化押し込み試験法を確立することである。それを実現するために以下の具体的事項を設定した。

(1) 自己相似形圧子の押し込み速度を支配する圧子直下の変形領域（コントロールボリューム）において、相当応力及び相当塑性歪み速度の等高線が圧子深さに応じて自己相似性を維持する負荷条件を導出する。

(2) この負荷条件で円錐形圧子を試料表面に押し込んだとき、当該領域で擬定常変形状態が実現することを有限要素（FE）シミュレーションによって明示する。

(3) コントロールボリューム内の代表点を定義し、この点に関するクリープの構成式を導出し、クリープの活性化エネルギーと応力指数を抽出できるようにする。

(4) Al-Mg 固溶体について計装化押し込み試験を行い、クリープの活性化エネルギー、活性化体積、応力指数などを求め、従来の引張クリープ試験による結果と比較することにより本試験法の妥当性を明らかにする。

(5) 押し込みクリープ試験により、引張クリープに関する構成式が予測できることを理論と実験によって示す。

3. 研究の方法

高温の試料表面に円錐形圧子を押し込んだとき、その直下の変形領域において擬定常変形状態が実現する方法について、理論、FE解析、実験によって検討する。

(1) 擬定常押し込みクリープに関する構成式を導出する。

(2) FE解析によって、圧子直下の領域における擬定常変形状態の様子を把握する。

(3) マイクロインデンターによる押し込みクリープ試験を実施する。

(4) 押し込みクリープ試験によって得られた結果と引張クリープ試験結果とを比較する。

4. 研究成果

押し込みクリープ曲線（押し込み深さの時間依存性）を解析することにより、高温力学特性値を抽出できることをFEシミュレーション及び実験により明らかにした。なお、この測定原理は、材料組織の影響がなければ、ナノインデンテーションにおいても成り立つものである。以下に、主な研究成果を列記する。

(1) 押し込み荷重を圧子深さの自乗に比例するように制御すると、圧子直下の領域では相当塑性歪みの等高線が圧子深さに応じて自己相似性を保ちながら未変形領域に広がっていく。

(2) 相当応力と相当塑性歪み速度の等高線も自己相似性を維持することから、圧子深さを単位とする等価な座標点において相当応力と相当塑性歪み速度は各々ある値を保ち続けることになる。圧子は擬定常変形状態の中に置かれていると言える。

(3) 圧子の押し込み速度を支配している領域をコントロールボリューム（CV）といい、その試料表面における直径は圧痕直径の4倍程度と見積られる。

(4) 圧子はCVの代表点における情報（相当応力と相当塑性歪み速度）を検知していると見なすことができる。

(5) ビッカース硬さ値 H と変形応力 Y との間に成り立つ関係（ $H=3Y$ ）の類推から、押し込み圧力を p とし、圧子直下の領域で相当応力（以後、代表応力） $\bar{\sigma}_r$ が $C_1 p$ （ $\because C_1=1/3$ ）なる所をCVの代表点と定義する。この点の相当塑性歪み速度（以後、代表塑性歪み速度） $\dot{\bar{\epsilon}}_r$ と圧子の押し込み歪み速度 $\dot{\epsilon}_{in}$ との間には $\dot{\bar{\epsilon}}_r = C_2 \dot{\epsilon}_{in}$ （ $\because C_2 \cong 1/3.6$ ）という関係がある。ただし、 C_2 値は圧子形状や応力指数などで決まる定数である。

(6) FEシミュレーションによれば、代表点における相当塑性歪みの平均値は $\langle \bar{\epsilon} \rangle = 0.14 \pm 0.06$ であり、CV内における相当塑性歪みの平均値は $\langle \bar{\epsilon} \rangle \cong 0.04$ である。

(7) ベキ乗則材料では代表点において $\dot{\epsilon}_{in} = A_1 (\bar{\sigma}_r / E)^n = A_2 (F / Eu^2)^n$ が成り立つ。荷重を $F = F_0 \exp(\lambda t)$ とするとき（ λ : 定数）、ある時間が経過すると $\dot{\epsilon}_{in} \cong \lambda / 2$ となる。こ

のとき $\dot{\epsilon}_r \cong \lambda/7.2$, $\bar{\sigma}_r \cong E(\lambda/2A_1)^{1/n}$ となる. 上記の理論による結果と FE 解析の結果はよく一致する.

(8) 押し込みクリープ曲線からクリープの応力指数 n を求めると, FE モデルに設定した応力指数 n' と完全に一致する. この事実は, この試験法によってクリープ特性値を正しく抽出できることを示唆している.

(9) Al-5.3mol%Mg 固溶体合金について, マイクロインデンターによる押し込みクリープ試験を実施した. 実験から得られた応力指数は $n=3.1$ である. また, クリープの活性化エネルギーは $Q=128\text{kJ/mol}$ であり, これは同合金の相互拡散の活性化エネルギー (130kJ/mol) に近い値である. この結果は, 従来の引張クリープ試験から得られている値にほぼ一致している.

(10) 擬定常押し込み試験法から得られた $p-\dot{\epsilon}_m$ の関係を $\bar{\sigma}_r-\dot{\epsilon}_r$ の関係に書き直すと, 定常引張クリープ試験法による結果とほぼ一致する. この事実は, 押し込みクリープ試験結果から引張クリープの構成式を予測できることを示している.

この試験法の確立によって, 小さな試片からクリープ特性値を抽出することが可能となり, また材料組織内のピンポイントにおける特性値を評価できるようになった. この研究成果は, 少量しか入手できない先進材料の開発に対して大きな波及効果が期待できると思われる.

しかしながら, 擬定常押し込みクリープ試験法に関する研究はその緒についたばかりであり, 未検討な箇所も残っている. 今後の研究の更なる進展を必要としている.

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4件)

① H. Takagi and M. Fujiwara : Creep characterization of power-law materials through pseudo-steady indentation tests, Materials Science Forum, 561-565 (2007), 2063-2066. 【査読有】

② 藤原雅美 : マイクロインデンテーションによる擬定常クリープ状態の実現と応用, 金

属, 78 (2008), 252-257. 【査読無】

③ H. Takagi, M. Dao and M. Fujiwara: Analysis on Pseudo-Steady Indentation Creep, Acta Mechanica Solida Sinica, 21 (2008), 283-288. 【査読有】

④ H. Takagi, M. Dao and M. Fujiwara: Computational Study of Pseudo-Steady Indentation Creep, Extended Abstracts of the 8th International Conference on Fundamentals of Fracture, 2008, 58-59. 【査読有】

〔学会発表〕(計17件)

① 長瀬晶俊, 高木秀有, 藤原雅美, 東田賢二, 河村能人 : 積層構造相を有するマグネシウム合金の組織安定性と硬さの温度及び荷重時間依存性, 日本金属学会春期大会, 2009年3月30日, 東京工業大学.

② 池村圭司, 高木秀有, 藤原雅美, 小林義和, 白井健二 : 擬定常押し込みクリープにおける圧子下の変形挙動に関する有限要素シミュレーション, 精密工学会春季大会, 2009年3月12日, 中央大学.

③ 藤原雅美 : 高温用マイクロインデンターの測定原理とその応用 (招待講演), 日本材料学会高温強度部門委員会, 2009年2月18日, 東北大学 東京分室.

④ 池村圭司, 高木秀有, 藤原雅美, 小林義和, 白井健二 : 擬定常押し込みクリープに関する有限要素シミュレーション, 計測自動制御学会東北支部講演会, 2008年11月19日, 福島大学.

⑤ 高木秀有, 藤原雅美 : 擬定常押し込みクリープの構成式と有限要素解析, 日本金属学会秋期大会, 2008年9月24日, 熊本大学.

⑥ 長瀬晶俊, 高木秀有, 藤原雅美, 東田賢二, 河村能人 : 長周期積層構造型マグネシウム合金の高温ビッカース硬さ, 日本金属学会秋期大会, 2008年9月24日, 熊本大学.

⑦ 藤原雅美 : マイクロインデンターによる微小領域の力学特性評価—押し込み

クリープの構成式の決定と応用－（招待講演），溶接学会マイクロ接合研究委員会，2008年9月5日，東京自動車会館。

⑧ 藤原雅美：ナノ／マイクロインデンテーションにおける擬定常変形状態の実現とその応用（基調講演），日本金属学会 先進材料の高温強度と組織研究会，2008年8月8日，日本大学軽井沢研修所。

⑨ 高木秀有、藤原雅美：擬定常押し込みクリープにおける圧子下の応力と歪み速度の時間変化，日本金属学会先進材料の高温強度と組織研究会，2008年8月9日，日本大学軽井沢研修所。

⑩ 長瀬晶俊，高木秀有，藤原雅美：長周期積層構造型マグネシウム合金における硬さの温度依存性，日本金属学会先進材料の高温強度と組織研究会，2008年8月9日，日本大学軽井沢研修所。

⑪ 高木秀有，藤原雅美：押し込み荷重急変法による内部応力と活性化体積の評価，日本金属学会春期大会，2008年3月27日，武蔵工業大学。

⑫ 藤原雅美：計装化押し込み試験法の開発と材料科学への応用（招待講演），日本材料学会東北支部講演会，2008年1月29日，日本大学。

⑬ H. Takagi, M. Dao and M. Fujiwara: Computational study of pseudo-steady indentation creep, The Eighth International Conference on Fundamentals and Fracture (ICFF 8), 2008年1月6日, Hong Kong, China.

⑭ 池村圭司，高木秀有，藤原雅美，小林義和，白井健二：有限要素法による擬定常押し込みクリープに関するコンピューターシミュレーション，計測自動制御学会東北支部集会，2007年11月16日，日本大学。

⑮ H. Takagi and M. Fujiwara: Creep characterization of power-law materials through pseudo-steady indentation tests, The Sixth Pacific International Conference on advanced Materials and Processing (PRICM 6), 2007年11月9日, Cheju Island, Korea.

⑯ 長瀬晶俊，高木秀有，藤原雅美：擬定常押し込みクリープのFEシミュレーション，

日本金属学会秋期大会，2007年9月19日，岐阜大学。

⑰ 高木秀有・藤原雅美：擬定常押し込みクリープを支配するコントロールボリュームの特定，日本金属学会 先進材料の高温強度と組織研究会，2007年8月31日，高知工科大学。

〔その他〕

ホームページ：

<http://kenkyu-web.cin.nihon-u.ac.jp/scripts/websearch/>

<http://www.ge.ce.nihon-u.ac.jp/~fujiwara/>

6. 研究組織

(1) 研究代表者

藤原 雅美 (FUJIWARA MASASMI)

日本大学・工学部・教授

研究者番号：40156930

以上