

## 科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成25年 5月31日現在

機関番号：32665

研究種目：基盤研究（C）

研究期間：2010～2012

課題番号：22560660

研究課題名（和文）計装化押し込み試験とモデリングによるクリープ構成式の予測

研究課題名（英文）Prediction of the constitutive equation for uniaxial creep of power-law materials through instrumented indentation testing and modeling

研究代表者

藤原 雅美 (FUJIWARA MASAMI)

日本大学・工学部・教授

研究者番号：40156930

研究成果の概要（和文）：高温で使用する構造材料についてはクリープの構成式（一般的には、クリープ速度、応力、温度、組織の関係式）を求めることが重要であるが、それにはある程度の試料サイズが必要となる。しかし、実機構造部材として使用中又は開発中の耐熱材料のように、微小なサンプルしか採取できず、引張クリープ試験ができないような場合には、計装化押し込み試験を実施してクリープの構成式を得ることができれば有益である。本研究の目的は、一定圧力押し込みクリープ試験の結果を用いて引張クリープ或いは単軸クリープの構成式が十分な精度で予測できることを示すことである。これを達成するために、押し込みクリープの擬定常状態変形に関する構成式を導出し、Al-Mg 固溶体合金をモデル材料とした計装化押し込み試験と FE 解析を実行して、次のような結果を得た。円錐形圧子による押し込み圧力  $p$  と押し込みクリープ速度  $\dot{\epsilon}_{in}$  が一定 ( $p = p_s$ ,  $\dot{\epsilon}_{in} = \alpha$ ) のとき、圧子直下の領域における相当応力  $\bar{\sigma}$  と相当塑性歪み速度  $\dot{\bar{\epsilon}}$  の等高線パターンは幾何学的な自己相似性を保ちながら広がっていく。このとき擬定常状態変形が実現する。圧子の押し込み速さを実質的に決定しているクリープ変形領域をコントロールボリューム(CV)といい、応力指数が  $n = 3.0$  の場合、この領域の大きさは  $\dot{\bar{\epsilon}} \geq \alpha / 180$  と見積もられる。この領域のクリープ挙動を代表する所を CV 代表点といい、この点における代表相当応力は  $\bar{\sigma}_r = p/3$  であり、代表相当歪み速度は  $\dot{\bar{\epsilon}}_r = \alpha / 3.6$  である。また、CV 内の相当塑性歪みの平均値は約 0.04 である。Al-5.3mol%Mg 固溶体合金や Mg 基二相合金の押し込み試験結果について、この方法で整理したところ、引張クリープに関する構成式（クリープ定数を含む）を十分な精度で予測することができることが示された。

研究成果の概要（英文）：Indentation creep tests and finite element simulations were performed on a model material to show that a constitutive equation for conventional uniaxial creep can be derived using the instrumented indentation testing technique. When the indentation pressure and the indentation creep rate maintain constant values of  $p_s$  and  $\alpha$ , respectively, the contours of the equivalent stress and the equivalent plastic strain rate in the region beneath the conical indenter expand according to the increase in the indenter displacement while maintaining the geometrical self-similarity. These findings indicate that a pseudo-steady state deformation takes place around the indenter tip. The representative points exhibiting the creep behavior within the limited region, which actually determines the indenter velocity, is defined as the location where the equivalent stress  $\bar{\sigma}_r$  is equal to  $p_s/3$ . The equivalent plastic strain rate  $\dot{\bar{\epsilon}}_r$  at the corresponding point is found to be  $\alpha/3.6$  in the case that the creep stress exponent is  $n = 3.0$ . The stress exponent and the activation energy for creep extracted from the results of Al-5.3mol%Mg solid-solution alloy and Mg-based dual phase alloy indentation tests are in close agreement with those of tensile creep tests reported in the literature. In addition, the values for  $\bar{\sigma}_r$  and  $\dot{\bar{\epsilon}}_r$  agree well with the values for the applied stress and the corresponding creep rate in tensile creep tests at the same temperature. The above results show not only that the creep characteristics of advanced materials, which are often available in minute quantities or as small-volume specimens, can be obtained from carefully designed indentation creep tests, but also that the constitutive equation for tensile creep can be predicted with sufficient precision through indentation creep test results.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2010年度	1,400,000	420,000	1,820,000
2011年度	1,000,000	300,000	1,300,000
2012年度	1,000,000	300,000	1,300,000
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：力学特性

1. 研究開始当初の背景

現在、計装化押込み試験機を高度化することによって、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を正しく抽出できることが示されている（高木秀有，道明，藤原雅美，大塚正久：日本金属学会誌，69(2005)，348. [日本金属学会論文賞受賞]）。しかしながら，一定荷重で円錐形圧子を押し込んだ場合，押し込みクリープ中に圧子直下の領域における相当応力と相当歪み速度が徐々に低下するため，定常変形状態が実現しない可能性が危惧されていた。藤原は，この点について基盤研究（C）

（H19～H20）「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」において検討し，荷重に対する荷重速度の比を一定値  $2\alpha$  に保つと，ある遷移時間が経過すると押し込みクリープ速度（ $\dot{\epsilon}_{in} \cong \alpha$ ）と押し込み圧力（ $p \propto \alpha^{1/n}$ ， $n$  は応力指数）が一定になることを理論的に導き，FEシミュレーションによって圧子直下の領域で擬定常変形状態が実現することを明らかにした（H.Takagi and M.Fujiwara：Mater. Sci. Forum 561-565(2007)，2063.）。この試験法の利点は，少量の試料しか入手出来ない開発中の材料について，微小試片から芥子粒ほどの領域を選び，その場所の力学物性値を抽出できることである。クリープの応力指数や活性化エネルギーの値は得ることができたが，クリープ定数を求めることはできなかった。その理由は，圧子直下の変形領域における相当応力と押し込み圧力の関係，相当歪み速度と押し込み歪み速度の関係が不明であったことに依る。本研究では，圧子直下の変形領域が擬定常変形状態にあるとき，この領域の変形状態を代表する点を塑性力学により定

義し，この代表点における相当応力と相当塑性歪み速度について検討し，クリープ構成式の予測を試みる。これが可能となれば，少量の試料で変形機構領域図を描くことができ，試作段階で高温変形律速機構を推定することが可能となる。材料強度物性学の見地からも普遍性があり，学術的な波及効果が期待できる。

2. 研究の目的

米粒ほどの微小試片を用いて引張クリープの構成式（クリープ速度  $\dot{\epsilon}$ ，応力  $\sigma$ ，温度  $T$  の間の関係）を予測する方法を見出すことは，学術的な波及効果だけでなく，希土類元素を含む先進材料では喫緊の課題であり，社会的に大きな意味をもつと言える。この十年，計装化押込み試験法は，ナノ材料，薄膜材料，及び MEMS 向けの力学物性試験法として発展してきたが，この方法を用いて上述の構成式（ $\dot{\epsilon} = A(\sigma/E)^n \exp(-Q/RT)$ ， $A$ ：クリープ定数， $n$ ：応力指数， $Q$ ：活性化エネルギー， $E$  と  $R$  は通常の意味）の予測を試みた論文は皆無であった。そこで本研究では，この方法の確立のために単相合金で擬定常押し込みクリープ試験を行い，コントロールボリュームと代表点という新概念を使って実験式を導出し，アルミニウム固溶体合金の引張クリープの構成式（既報）と一致することを確認する。その後，この方法を二相合金（次世代軽量耐熱合金）に適用し，構成式の予測，高温変形律速機構の解明を試みる。

3. 研究の方法

本研究の目的を達成するために，研究代表者，連携研究者，海外共同研究者，大学院生からなる研究組織をつくり，三カ年計画で実

施する。初年度はクリープの構成式を予測するための理論の構築，それを補完するための有限要素シミュレーションを実施する。次年度以降は，高温用計装化押し込み試験機で Al-Mg 固溶体合金の押し込み試験を実施し，その結果を引張クリープの構成式（既報）と比較するなどして，この方法の妥当性を検証する。また，次世代耐熱 Mg 合金として期待の高い LPSO 相を含む Mg-Zn-Y 合金を試験し，クリープの構成式の予測，高温変形律速機構の解明を試みる。

#### 4. 研究成果

円錐形圧子による押し込み圧力  $p$  と押し込みクリープ速度  $\alpha$  が一定値のとき，圧子直下の領域における相当応力と相当塑性歪み速度の等高線パターンは幾何学的な自己相似性を保ちながら広がっていく。このとき擬定常状態変形が実現する。圧子の押し込み速さを実質的に決定している圧子直下の変形領域をコントロールボリューム (CV) といい，応力指数が  $n = 3.0$  の場合，その領域の大きさは  $\dot{\epsilon} \geq \alpha/180$  と見積もられる。CV 内のクリープ挙動を代表する所を CV 代表点といい，この点における代表応力は  $p/3$  であり，代表歪み速度は  $\alpha/3.6$  で与えられる。また，CV 内の相当塑性歪みの平均値は約 4% である。一定圧力押し込みクリープ試験で擬定常状態変形が実現するとき，この方法から得られた結果を適切に処理することにより，引張クリープに関する構成式（クリープ定数を含む）を十分な精度で予測することができる。この方法によって引張クリープに関する構成式を予測できることは実用的にも重要であり，試作段階にあって，少量しか入手できないような次世代耐熱軽量構造材料などの開発研究に役立つことが期待できる。

#### 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 5 件)

- ① H. Takagi, M. Dao and M. Fujiwara: Creep characterization of power-law materials through pseudo-steady indentation tests and numerical simulations, Journal of Physics, 240/012064 (2010), 1-4.
- ② H. Takagi, M. Dao and M. Fujiwara: Pseudo-steady indentation creep, International Journal of Modern Physics B, 24 (2010), 227-237.

- ③ 高木秀有, 道明, 藤原雅美: 押し込み試験とモデリングによるベキ乗則材料の単軸クリープに関する構成式の予測, 日本金属学会誌, 76 (2012), 597-606.
- ④ H. Takagi and M. Fujiwara: Relationship between indentation creep rate and strain rate at representative points of deformed region in power-law materials, Proceedings of International Conference on the Strength of Materials (ICSMA), 2012, 51/CD-ROM.
- ⑤ Y. Zhang, H. Zhu, M. Fujiwara, J. Xu and M. Dao: Low-temperature creep of SnPb and SnAgCu solder alloys and reliability prediction in electronic packaging modules, Scripta Materialia, 63(2013), 607-610.

[学会発表] (計 19 件)

- ① 竹田大介, 高木秀有, 藤原雅美: Mg-Zn-Y 押し込み合金の押し込みクリープ特性, 日本金属学会高温強度と組織形成の材料科学研究会 (大分), 2010 年 8 月.
- ② 竹田大介, 高木秀有, 藤原雅美, 東田賢二, 河村能人: 押し込み試験法による Mg97-Zn1-Y2 押し込み合金の高温硬さとクリープ特性評価, 日本金属学会秋期大会 (札幌), 2010 年 9 月.
- ③ 藤原雅美: 押し込みクリープ試験とモデリングによるクリープ構成式の予測【特別講演】, 日本材料学会高温強度部門委員会 (京都), 2011 年 1 月.
- ④ 竹田大介, 高木秀有, 藤原雅美, 東田賢二, 河村能人: LPSO 相を含むマグネシウム基合金押し込み材のインプレッションクリープ, 軽金属学会春期大会 (名古屋), 2011 年 5 月.
- ⑤ 千葉健太郎, 竹田大介, 藤原雅美, 高木秀有, 東田賢二, 河村能人: LPSO 型マグネシウム合金の高温における組織安定性と力学特性, 日本金属学会高温強度と組織形成の材料科学研究会 (香川), 2011 年 8 月.
- ⑥ 竹田大介, 高木秀有, 藤原雅美, 東田賢二, 河村能人: Mg97-Zn1-Y2 合金押し込み材の 600~673K におけるクリープ特性値の抽出と変形律速機構の検討, 日本金属学会秋期大会 (沖縄), 2011 年 11 月.
- ⑦ 竹田大介, 高木秀有, 藤原雅美, 東田賢

- 二、河村能人：計装化押込み試験法による LPSO 型マグネシウム合金の高温クリープ特性評価，軽金属学会秋期大会（東京），2011 年 11 月。
- ⑧ 渡邊貴久，竹田大介，高木秀有，藤原雅美：マグネシウム基延性二相合金押出材の等ひずみ速度変形モデル，日本金属学会春期大会（横浜），2012 年 3 月。
- ⑨ 渡邊貴久，竹田大介，藤原雅美，高木秀有，東田賢二，河村能人：二相等ひずみ速度変形モデルによる Mg-Zn-Y 合金押出材のクリープ特性評価，軽金属学会 2012 春期大会（福岡），2012 年 5 月。
- ⑩ 山梨直紀，高木秀有，藤原雅美：押込み試験法による微細結晶粒 Al-Mg 固溶体合金のクリープ特性評価，軽金属学会春期大会（福岡）2012 年 5 月。
- ⑪ H.Takagi and M.Fujiwara: Relationship between indentation creep rate and strain rate at representative points of deformed region in power-law materials, International Conference on the Strength of Materials (Bangalore), Aug. 2012.
- ⑫ 山梨直紀，高木秀有，藤原雅美：押込み試験による超微細結晶粒 Al-Mg 固溶体合金のクリープ挙動，日本金属学会高温強度と組織形成の材料科学研究会（富山），2012 年 8 月。
- ⑬ 千葉健太郎，藤原雅美，高木秀有，東田賢二，河村能人：シンクロ型 LPSO 構造を有するマグネシウム合金の強度に及ぼすシンクバンドの影響，日本金属学会秋期大会（愛媛），2012 年 9 月。
- ⑭ 渡邊貴久，藤原雅美，高木秀有，東田賢二，河村能人：Mg97-Zn1-Y2 合金押出材のクリープ挙動に及ぼす LPSO 相の影響，日本金属学会秋期大会（愛媛），2012 年 9 月。
- ⑮ 高木秀有，山梨直紀，藤原雅美：超微細結晶粒 Al-Mg 固溶体合金における押込み挙動とクリープ特性評価，日本金属学会秋期大会（愛媛），2012 年 9 月。
- ⑯ H.Takagi, T.Watanabe and M.Fujiwara: Influence of LPSO phase on creep behaviors of Mg<sub>97</sub>Zn<sub>1</sub>Y<sub>2</sub>

(mol%) extruded alloy, International Symposium on Long-Period Stacking Ordered Structure and Its Related Materials 2012 (Sapporo), Oct. 2012.

- ⑰ 渡邊貴久，高木秀有，藤原雅美：Mg97-Zn1-Y2 (mol%) 押出合金のクリープ挙動に及ぼす LPSO 相の影響，軽金属学会秋期大会（千葉），2012 年 11 月。
- ⑱ 渡邊貴久，藤原雅美，高木秀有，東田賢二，河村能人：等歪み速度変形モデルによる Mg97-Zn1-Y2 (mol%) 合金押出材の高温変形律速機構に関する検討，日本金属学会春期大会（東京），2013 年 3 月。
- ⑲ 山梨直紀，高木秀有，藤原雅美：超微細結晶粒 Al-Mg 固溶体合金における荷重急変時の押込みクリープ挙動，日本金属学会春期大会（東京），2013 年 3 月。

[その他]  
ホームページ等  
<http://www.ge.ce.nihon-u.ac.jp/~fujiwara/>

#### 6. 研究組織

##### (1) 研究代表者

藤原雅美 (60)  
日本大学・工学部・教授  
研究者番号：40156930

##### (2) 研究分担者

( )

研究者番号：

##### (3) 連携研究者

高木秀有 (35)  
日本大学・工学部・専任講師  
研究者番号：40409040

以上