インデンテーション法による材料の力学物性評価

藤原 雅美*

Journal of Japan Institute of Light Metals, Vol. 52, No. 6 (2002), pp. 282-290

Characterization of mechanical properties in materials through instrumented indentation

Masami FUJIWARA*

Keywords: aluminum, indentation, creep, high-temperature deformation, rate-controlling process, Young's modulus

1. はじめに

材料の力学的性質を調べるには、標準規格に準拠した多数の試験片を用意する必要がある。先進材料では大きな試料を作成するのが難しく、ときには小さな試験片しか用意できないこともある。このような理由から、少量の小さな試験片で力学物性評価の可能なマイクロメカニカルテストの確立が望まれてきた^{1),2)}。

ここで述べるインデンテーション法(押し込み試験法)とは、硬い圧子が試料表面から100 μm 程度の深さまで押し込まれる過程を連続的に記録し、そのときの押し込み速度の変化を解析して材料の力学的性質を調べる試験法をいう。これまでの硬さ試験法³⁾とは異なり、この試験法ではその目的に応じて荷重を様々なモードに制御する。三角錐圧子、四角錐圧子、円錐圧子などの自己相似形圧子 (self-similar indenter) を用いることが多い。円柱圧子を用いるときはインプレッション法と呼んで区別する研究者もいる⁴⁾。

一般に圧痕の大きさによって、ナノ、マイクロ、マクロインデンテーションに分類される。図1にこれらをキーワードに含む最近5か年の論文数の推移を示す。インデンテーション法による材料研究は、ここにきて活発になっていることが見て取れるであろう。インデンテーションクリープ(以後、押し込みクリープ)に関するレビューがPrakashによって報告されている⁵⁾。インプレッション法についてはLiによるレビューがある⁶⁾。インデンテーション問題の計算機シミュレーションに関する最近の論文目録がMackerleによってまとめられている⁷⁾。

インデンテーション法は次のような特長をもっている⁸⁾；

- 試料は小さくて単純な形でよい
- 選んだ場所の力学物性値が得られる
- 試験時間が比較的短い
- 負荷機構の応答性がよい
- 高温、高応力が容易に実現できる
- 真空、不活性ガスの試験環境が容易に作れる

図1 ナノ、マイクロ、マクロインデンテーションに関する論文数の推移

この解説では、私たちの研究室で得られた純アルミニウム、アルミニウム固溶体合金、アルミニウム基粒子分散強化合金の押し込みクリープ試験結果とNi基超合金単結晶のヤング率の温度依存性を調べた結果について紹介する。インデンテーション法による結果と従来の試験法による結果との比較を通して、この新しい方法の利点と留意点について言及する。なお、高温変形機構に関しては深く立入っていないので他の文献^{9)~13)}を参照していただきたい。

2. マイクロインデンタ

図2にマイクロインデンテーションスタ(通称、マイクロインデンタ)^{*1)}の概要図を示す。この試験機の基本仕様は、最大荷重4.9 N、最高温度1273 K、変位測定精度 0.05×10^{-6} mである。試験は高温のアルゴンガス中で行い、温度変動は ± 1 K程度である。押し込み棒はソレノイドで発生する

*1 マイクロインデンタは日本大学のTLO(技術移転機関)による国内初の技術移転によってアルバック理工(株)から製品化されている。

* 日本大学工学部 (〒963-8642 福島県郡山市田村町)。College of Engineering, Nihon University (Tamuramachi, Koriyama-shi, Fukushima 963-8642)。

受理日：平成14年3月18日

図2 マイクロインデンタの概要図

1: ソレノイド 2: 差動トランス 3: 押し込み棒
4: 円錐圧子 5: 熱電対 6: 試験片 7: ヒータ

電磁力によって釣合いの位置から真下に移動し、その先端のダイヤモンドまたはcBN製の円錐圧子（頂角：136°）が高温の試料表面に押し込まれる。圧子の押し込み深さは押し込み棒の移動量を変位検出器で測定して求める。荷重や押し込み深さなどの測定データはPCに送られ、押し込み深さの時間的変化を表すところの押し込みクリープ曲線などが描出される。

表1にマイクロインデンタで可能な力学物性試験を示す。高温硬さ試験はもちろんのこと、押し込みクリープ試験、荷重急変試験、荷重緩和試験、押し込み疲労試験などが行える¹⁴⁾。これと似た試験機に薄膜などの力学物性評価に用いられるナノインデンタがある。この試験機には高い精度と安定性が要求されるので、今のところ室温でしか使用できない^{15),16)}。

3. 押し込みクリープの構成式

高温の試料表面に硬い圧子が押し込まれると、圧子下では塑性域が少しずつ広がっていき、それとともに圧子が内部に進入していく。このような現象を押し込みクリープという。円錐圧子を押込んだ際に加工硬化が無視できるような場合、塑性域の発達に自己相似性が維持されることが知られている^{17),18)}。このときの押し込みクリープに関する構成式は

$$\dot{u} = A_1 u \left(\frac{F}{Eu^2} \right)^n \left(\frac{b}{d} \right)^q \exp \left(-\frac{Q_c}{RT} \right) \quad (1)$$

となる^{8),19)}。 $\dot{u}$ は押し込み速度、 A_1 は時間の逆次元をもつ定数、 u は押し込み変位、 F は押し込み荷重、 E はヤング率、 b はバースペクトルの大きさ、 d は結晶粒径、 R は気体定数、 T は試験温度。ここで応力指数 n 、粒径指数 q 、クリープの活性化エネルギー Q_c はクリープの律速過程で決まる材料特性値である。一定荷重の押し込みクリープ試験中に d が変わらない場合、ある律速過程が優勢して支配するときの応力指数 n は

$$n = \frac{1}{2} \left[1 - \frac{\partial \ln \dot{u}}{\partial \ln u} \right]_{T,d} \quad (2)$$

で与えられる。式(1)で $K = \dot{u}(Eu^2/F)^n/u$ とすると

$$K = A_1 \left(\frac{b}{d} \right)^q \exp \left(-\frac{Q_c}{RT} \right) \quad (3)$$

表1 マイクロインデンタで可能な力学物性試験

制御方式	試験名	試験内容
荷重制御	一定荷重試験	一定な荷重 F で圧子を押込む
	荷重急変試験	荷重を試験中に F_1 から F_2 に急変する
	一定荷重速度試験	一定荷重速度 $\dot{F}$ で圧子を押込む
	荷重速度急変試験	荷重速度を試験中に $\dot{F}_1$ から $\dot{F}_2$ に急変する
	荷重保持試験	ある荷重速度で押込んだ後、荷重値を一定保持
	一定比荷重速度試験	$\dot{F}/F$ が一定となる条件で圧子を押込む
	荷重制御ヒステリシス試験	荷重速度を制御して荷重の増減を繰り返す
	荷重制御押し込み疲労試験	荷重制御で押し込み疲労試験を行う
変位制御	荷重制御混合モード試験	上記の試験を組合せた試験
	一定押し込み速度試験	一定な押し込み速度 $\dot{u}$ で圧子を押込む
	押し込み速度急変試験	押し込み速度を試験中に $\dot{u}_1$ から $\dot{u}_2$ に急変する
	荷重緩和試験	試験中のある時点で圧子の位置を一定保持する
	変位制御ヒステリシス試験	押し込み速度を制御して荷重の増減を繰り返す
	変位制御押し込み疲労試験	変位制御で押し込み疲労試験を行う
	変位制御混合モード試験	上記の試験を組合せた試験

であるから、試験温度範囲で d が一定な場合のクリープの活性化エネルギー Q_c は

$$Q_c = -R \left[\frac{\partial \ln K}{\partial (1/T)} \right]_d \quad (4)$$

となる。ところで押し込みクリープ速度 $\dot{\epsilon}_{in}$ を

$$\dot{\epsilon}_{in} = \frac{d \ln u}{dt} = \frac{\dot{u}}{u} \quad (5)$$

によって定義することが多い²⁰⁾。これは無限体内の空洞が自己相似性を維持しながら広がっていく（このときの変形過程を表す特徴長さを u とする）ときの膨張ひずみ速度に相当する。押し込み荷重を圧痕の水平投影面積で除した値を平均押し込み圧力 $\bar{p}$ 、圧子直下の塑性域における相当応力を $\bar{\sigma}$ とすると、圧子との摩擦が小さいときは

$$\bar{\sigma} \cong \frac{\bar{p}}{3} \quad (6)$$

という関係がある^{21)~23)}。式(1)と式(5)、(6)から

$$\dot{\epsilon}_{in} = A_2 \left(\frac{\bar{\sigma}}{E} \right)^n \left(\frac{b}{d} \right)^q \exp \left(-\frac{Q_c}{RT} \right) \quad (7)$$

となる。 A_2 は時間の逆次元をもつ定数。したがって、押し込みクリープ試験中に d が変わらないときの応力指数は

$$n = \left[\frac{\partial \ln \dot{\epsilon}_{in}}{\partial \ln (\bar{\sigma}/E)} \right]_{T,d} \quad (8)$$

で与えられる。また式(7)で $Z = \dot{\epsilon}_{in} \exp(Q_c/RT)$ とすると、試験温度範囲で d が一定な場合の応力指数は

図3 Al-Mg 固溶体合金の押し込みクリープ曲線

図4 Al-Mg 固溶体合金の押し込み変位, 相当応力, 押し込み速度の時間的変化

$$n = \left[\frac{\partial \ln Z}{\partial \ln (\bar{\sigma}/E)} \right]_d \quad (9)$$

と表せる。

4. 固溶体合金の押し込みクリープ

押し込みクリープ試験はダイヤモンド製の円錐圧子を一定荷重で高温の試料に押し込むことによって行う。試験片は10 mm × 5 mm × 5 mm 程度の小さな直方体である。事前に電解研磨などで加工変質層や酸化膜等を除去しておく必要がある。

図3に Al-5.3 mol%Mg 固溶体合金の押し込みクリープ曲線を示す。一定荷重を加えると圧子は試料内部に進入していき、押し込み変位は降伏によって瞬間的に増大する。その後、圧子直下では力の釣合いの下で押し込みクリープが起こる。押し込みクリープ曲線における接線の勾配から圧子の押し込み速度が得られる。図4に、一例として773 K の圧子直下の相当応力 $\bar{\sigma}$ と押し込み速度 $\dot{u}$ の時間的変化を示す。この図からわかるように、押し込みクリープ試験では連続的に減少する相当応力下でのクリープ応答を測定する。これは連続的なクリープ応力急減試験に相当する。ただし、応力が連続的に減少するので、ゼロクリープを生じることなく押し込みクリープ速度は一樣に減少することになる。ある条件下では、押し込みクリープは一軸クリープと同じ機構で律速される可能性が報告されている²⁴⁾。

図5は押し込み変位 u に対する押し込み速度 $\dot{u}$ の変化を両対数

図5 Al-Mg 固溶体合金の押し込み速度と押し込み変位の両対数プロット

プロットしたものである。負荷直後の遷移段階と変位検出器の測定限界を超えたところを除いて、データは温度ごとに一本の直線に乗っている。この直線部分が式(1)の成立範囲であり、その勾配は式(2)から $1-2n$ に相当する。図中の直線群は互いに平行である。したがって、この温度範囲では応力指数 n は3.2という一定値をとる。この直線部分の相当応力を計算すると、573 K では41.9~72.2 MPa, 773 K では3.6~13.5 MPa, その中間の590~726 K では6.3~58.6 MPa である。上記の結果は、Al-5.3 mol%Mg 固溶体合金の押し込みクリープ速度がこの温度と相当応力の条件下で応力の3.2乗に比例することを示している。

Al-Mg 固溶体合金のように固溶硬化が大きく積層欠陥エネルギーの大きな材料では、応力指数は応力範囲によって異なる値をとることが知られている²⁵⁾。応力指数が $n \cong 3$ となる応力範囲を M 領域といい、それよりも低応力側で $n \cong 5$ となるところを L 領域、高応力側で $n \cong 5$ となるところを H 領域という。このような3つの領域の存在は、運動転位の速度とコットレル雰囲気を形成する溶質原子の拡散の速さとの関係から発現すると考えられている²⁶⁾。

図6は Al-5.3 mol%Mg 固溶体合金の573~636 K の押し込みクリープ試験結果と Al-5.5 mol%Mg 固溶体合金の623 K の引張クリープ試験結果²⁷⁾を比較したものである。ただし、前者では縦軸を押し込みクリープ速度で表し、横軸を相当応力で表している。両者で溶質濃度が少し異なっていることを勘案すると、これらの試験結果は M 領域でよく一致していると言える。

図7は図5の直線部分の K パラメータの値を求めてアレニウスプロットしたものである。横軸は融点で規格化した温度の逆数で表している。このように整理すると、データは1本の直線で代表させることができる。式(4)によれば、この直線の勾配は $-Q_c/2.3RT_m$ に相当する。こうして得られたクリープの活性化エネルギーの値は123 kJ/mol であり、これは Mg 溶質原子の固有拡散の活性化エネルギー (130 kJ/mol)²⁸⁾ にほぼ等しい。つまり、押し込みクリープ速度は溶質原子の拡散係数に比例する。このことは、Al-5.3 mol%Mg 固溶体合金の M 領域の押し込みクリープが溶質雰囲気の拡散によって律速されることを示唆している。

図6 Al-Mg 固溶体合金の押し込みクリープ試験結果と引張クリープ試験結果の比較

図7 Al-Mg 固溶体合金における K パラメータのアレニウスプロット

図8 純アルミニウムの押し込み速度と押し込み変位の両対数プロット

図9 純アルミニウムにおける K パラメータのアレニウスプロット

5. 純金属の押し込みクリープ

図8は純アルミニウム (99.99 mol%Al) の試験結果を両対数プロットしたものである。このときの直線の勾配は560 K 付近を境に大きく変化している。513～541 K の低温域の直線は互いに平行であり、応力指数は6.4である。一方、588～700 K の高温域の応力指数は4.6である。このように、純アルミニウムでは560 K ($0.60T_m$, T_m は融点) 付近の温度を境にして応力指数が約2だけ変化する。図9は図8の直線部分の K パラメータの値を求めてアレニウスプロットしたものである。 K 値は2本の直線で代表させることができる。低温域 (513～541 K, □印) の直線の勾配から求めたクリープの活性化エネルギーは $Q_c = 89$ kJ/mol であり、この値は転位芯拡散の活性化エネルギーにはほぼ等しいと考えられる^{*2}。一方、高温域 (588～700 K, ○印) の Q_c 値は141 kJ/mol であり、これは格子拡散の活性化エネルギー (144 kJ/mol)²⁸⁾ に相等しい。このように純アルミニウムのクリープの活性化

エネルギーは、560 K ($T_m/T = 1.67$) 付近の温度を境に89 kJ/mol から141 kJ/mol に大きく変化する。押し込みクリープの活性化エネルギーと応力指数の値が560 K 付近でそろって変化するとは、この温度付近でクリープの律速機構が変わることを示唆している。

純金属において格子拡散と転位芯拡散による律速機構が独立に働くような場合、式(1)は次のように書き表せる⁸⁾；

$$\dot{\epsilon} = A_3 u \left(\frac{F}{Eu^2} \right)^n \left(\frac{b}{d} \right)^q \left[D_1 + \alpha \left(\frac{F}{Eu^2} \right)^2 D_p \right] \quad (10)$$

A_3 と α は定数、 D_1 は格子拡散係数、 D_p は転位芯拡散係数である。上式で $D_1 \gg D_p$ となる高温域では応力指数は n 、クリープの活性化エネルギー Q_c は格子拡散の活性化エネルギーに等しくなる。一方、 $D_1 \ll D_p$ となる低温域では応力指数は $n+2$ 、 Q_c 値は転位芯拡散の活性化エネルギーに等しくなる。このような理由で、純アルミニウムの押し込みクリープ速度は高温域では格子拡散支配によって律速され、低温域では転位芯拡散支配によって律速されることが考えられる。

図10は純アルミニウムの変形機構領域図³⁰⁾に押し込みクリープ試験条件と結果を記入したものである。横軸は融点で規格化した温度の逆数、縦軸は剛性率で規格化した応力である。

*2 純アルミニウムの粒界拡散の活性化エネルギーは86 kJ/mol と見積もられていて、これと転位芯拡散の活性化エネルギーの値はほぼ等しいと考えられる²⁹⁾。

図10 純アルミニウムの変形機構領域図

P(c): 低温べき乗則クリープ, P(l): 高温べき乗則クリープ, S(l): 超塑性 (格子拡散律速), D(b): 拡散クリープ (粒界拡散律速), D(l): 拡散クリープ (格子拡散律速)
 押し込みクリープ試験の結果を各データ記号 (□: 低温域, Δ: 遷移域, ○: 高温域) で表す

押し込みクリープの高温域のデータ ($n=4.6$, $Q_c=141$ kJ/mol, ○印) は高温べき乗則クリープ領域 (P(l): $n=4.4$, $Q_c=143$ kJ/mol) に入っており, 低温域のデータ ($n=6.4$, $Q_c=89$ kJ/mol, □印) は低温べき乗則クリープ領域 (P(c): $n=6.4$, $Q_c=86$ kJ/mol) にある。押し込みクリープ試験の結果は, 遷移温度付近のデータ (△印) を除いて, 引張クリープ試験の結果をまとめた変形機構領域図によく対応している。

6. 粒子分散強化合金の押し込みクリープ

Al-Be 共晶合金は共晶温度直下の高温でも母相への固溶量がわずかなので, 純アルミニウム母相中に硬いベリリウム粒子を分散させた状態になる。この合金系は粒子分散強化合金のモデル材料として好都合なため, これまでに多くの引張クリープ試験による研究が行われてきた^{31), 32)}。

図11は, 前述の純アルミニウムと, Al-1.1 vol%Be 粒子分散強化合金の Z パラメータをヤング率で規格化した相当応力に対して両対数プロットしたものである。純アルミニウムのデータは高温域 (588~700 K) と低温域 (513~541 K) について各々 1 本の直線で代表させることができる。式(9)によれば, この直線の勾配は応力指数 n に相当する。高温域で $n=4.6$, 低温域で $n=6.4$ となり, 式(2)から求めた値と同じになる。この 2 本の直線が表す純アルミニウム (この合金の母相金属) の相当応力に 1 本の縦線によって表したしきい応力を単純に加算したものが右側の 2 本の曲線である。各々の曲線は高温域と低温域のものに対応する。このようにして適当なしきい応力の値を選ぶと, 各温度域の曲線を Al-Be 粒子分散強化合金の各温度域のデータに一致させることができる。2 本の曲線が $\bar{\sigma}/E=1.52 \times 10^{-4}$ 付近に収束することは, この合金の押し込みクリープには温度と負荷応力に依存しない一つのしきい応力が存在することを示唆している。

粒子分散強化合金の負荷応力 $\bar{\sigma}$ が母相金属の応力に分散粒子によるしきい応力 σ_{th} を単純に加算して評価できるとす

図11 純アルミニウムと Al-Be 粒子分散強化合金の Z パラメータとヤング率で規格化した相当応力の両対数プロット

ると, 式(7)は次のように書くことができる;

$$\dot{\epsilon}_{in} = A_2 \left(\frac{\bar{\sigma} - \sigma_{th}}{E} \right)^{n'} \left(\frac{b}{d} \right)^q \exp \left(-\frac{Q_c}{RT} \right) \quad (11)$$

Q_c は母相金属のクリープの活性化エネルギー。 n' は有効応力指数であり各温度域の母相金属の応力指数と同じ値である。この場合の応力指数 n と有効応力指数 n' には, 式(8)と(11)から次の関係が導かれる;

$$n = n' \frac{\bar{\sigma}}{\bar{\sigma} - \sigma_{th}} \left(1 - \frac{\partial \sigma_{th}}{\partial \bar{\sigma}} \right) \quad (12)$$

ここで $\sigma_{th} \neq f(\bar{\sigma})$ のとき, $\bar{\sigma}$ が大きくなると n は n' に漸近するが, $\bar{\sigma}$ が σ_{th} に近づくとき n は無限大になる。このように粒子分散強化合金の応力指数 n は負荷応力 $\bar{\sigma}$ に依存する。

粒子分散強化合金におけるしきい応力の発現機構として, オロワン機構, 転位上昇機構, スロロビッツ機構³³⁾が提案されている。吉永らは, 電子顕微鏡観察結果を踏まえて Al-Be 粒子分散強化合金ではスロロビッツ機構が実験結果を最もよく説明すると報告している³²⁾。この機構では, 運動転位が硬い非整合粒子の手前で留まっている間に粒子近傍で生じる拡散などによって転位の応力場が緩和されると, 転位はそこから前進することができる。転位が粒子表面に接触すると応力場の緩和はさらに促進される。完全に緩和すると粒子に接触した転位部分は消滅したと見なせる。これは転位が空洞に接触したのと同じであって, 転位は鏡像力によって粒子表面と直角に交わるようになる。この転位が粒子から離脱するのに要する応力はボイド強化応力 σ_v であり

$$\sigma_v = A_v \frac{bEM}{4\pi(1+\nu)\bar{\lambda}} \left[\ln \left(\frac{\bar{D}}{r_0} \right) + B \right] \quad (13)$$

で与えられる^{32), 34)}。 A_v と B は転位の性質で決まる無次元定数, M はテーラー因子で FCC 金属では約 3.1, ν はポアソン比, r_0 は転位芯半径, $\bar{D}$ はすべり面上での平均粒子直径の平

図12 (a)測定原理図, (b)力学モデル, (c)圧痕の投影接触面積

均値 $\bar{d}_s$ と粒子表面間平均距離 $\bar{\lambda}$ との調和平均である。

Al-1.1 vol%Be 合金を観察したところ、アルミニウム母相中に直径 0.30×10^{-6} m 程度のベリリウム粒子 ($\bar{d}_s = 0.25 \times 10^{-6}$ m, $\bar{\lambda} = 2.51 \times 10^{-6}$ m) がほぼ均一に分散していた。この合金のボイド強化応力を式(13)から求めると $\sigma_v/E = 1.24 \times 10^{-4} \sim 1.66 \times 10^{-4}$ となり、押し込みクリープ試験から推定した $\sigma_{th}/E = 1.52 \times 10^{-4}$ にほぼ一致している。このことは、この合金の押し込みクリープで発現したしきい応力がボイド強化応力であることを示唆している。負荷応力がボイド強化応力よりも小さいとき転位クリープは生じない。少なくとも同じ変形機構によるクリープは生じないことになる。逆に負荷応力がボイド強化応力よりも大きければ、転位はスロロビツ機構によって障害物を通過できることを意味する。

7. マイクロインデンタによる荷重急変試験

7.1 力学系の弾性変形

マイクロインデンタによる荷重急変試験において、弾性変形量だけを分離して求めることが必要な場合がある。以下では、この弾性変形量を求める方法について説明する。

図12(a)にマイクロインデンタの原理図を示す。図(b)のように、試験機-圧子-試料からなる力学系は直列連結しているので、この力学系のコンプライアンスは C は

$$C = C_f + \frac{1}{2\alpha E_r} \sqrt{\frac{\pi}{A}} \quad (14)$$

となる^{35), 36)}。ここで C_f は試験機のコンプライアンス、 E_r は複合ヤング率、円錐圧子では $\alpha = 1$ であり³⁷⁾、 A は図(c)に示す投影接触面積である。圧子の接触深さ u_c は弾性接触理論により

$$u_c = u - C_f F - \beta(C - C_f)F \quad (15)$$

と表せる。円錐圧子では $\beta = 0.72$ 。また、投影接触面積と接触深さの関係は次式で表せることが知られている³⁵⁾；

$$A = a_0 u_c^2 + \sum_{i=1}^8 a_i u_c^{1/2i-1} \quad (16)$$

円錐圧子では $a_0 = 19.25$ 、補正係数 a_1, a_2, A, a_8 は実験から求

める。マイクロインデンテーションでは接触深さが圧子先端の曲率半径と比べて十分に大きいので上式の補正項を省略できる。このとき投影接触面積は

$$A = 19.25[u - C_f F - 0.72(C - C_f)F]^2 \quad (17)$$

となる。また、圧子-試料系の複合ヤング率 E_r は

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} + \frac{1 - \nu_s^2}{E_s} \quad (18)$$

で与えられる³⁸⁾。 E_i, ν_i および E_s, ν_s は圧子および試料のヤング率とポアソン比である。式(14)、(17)および式(18)から、次の2次方程式を得る；

$$-3.56F(C - C_f)^2 + 4.95(u - C_f F)(C - C_f) - \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} - \frac{1 - \nu_s^2}{E_s} = 0 \quad (19)$$

これに材料定数 (E_i, ν_i, E_s, ν_s) と実験結果 (C_f, F, u) を代入してコンプライアンス C を求める。なお、 C_f 値は圧子と試料をマイクロインデンタから外した状態で測定した荷重-変位曲線の勾配から求める。

7.2 荷重急変時の瞬間変形挙動

図13に純アルミニウムと Al-Mg 固溶体合金の押し込みクリープ曲線を示す。細い曲線は 0.39 N, 0.49 N, 0.59 N の一定荷重の場合であり、このときの純アルミニウムの応力指数は、 $n = 4.6$ 、Al-Mg 固溶体合金では $n = 3.2$ である。太い曲線は試験の途中で荷重を 0.49 N から 0.59 N に、または 0.49 N から 0.39 N に急変したときのものである。荷重を急変すると、押し込みクリープ曲線は遷移段階を経て一定荷重の曲線に漸近していく。このことは、定常段階の押し込み速度は荷重経路に依存することなく押し込み変位に対して一義的に定まることを意味する。図14は荷重急変部分を拡大したものである。純アルミニウムでは荷重を急増したときの瞬間押し込み変位 Δu^+ は荷重急減時の値 Δu^- よりも大きい。一方、Al-Mg 固溶体合金では $\Delta u^+ \cong \Delta u^-$ となることが示されている。また、純アルミニウムでは荷重急増時の押し込み変位が正遷移型に増すのに対して、Al-Mg 固溶体合金では逆遷移型 (S 字状) になっている。同様な瞬間変形挙動が M 領域における

図13 押し込みクリープにおける荷重急変試験

図15 瞬間押し込み変位と荷重変化量の関係

図14 押し込みクリープにおける荷重急変時の瞬間変形挙動

図16 CMSX-4 の荷重-押し込み変位曲線

引張クリープの応力急変試験においても観察されている³⁹⁾。

図15は瞬間押し込み変位 Δu が荷重変化量 ΔF を増減するとどのように変化するかを示している。横軸は初期荷重0.49 Nからの荷重変化量であり、正は増加を負は減少を表す。縦軸は瞬間変形量であり、正は押し込み方向、負はその逆方向を表す。純アルミニウム、Al-Mg 固溶体合金ともに荷重を急減したときの Δu は ΔF に比例して減少する。一方、荷重を急増したときの Δu の変化は両者において大きく異なっている。Al-Mg 固溶体合金の Δu は ΔF のある範囲内では負側と同じ直線に沿って増大する。しかし、純アルミニウムでは荷重をわずかに増加しても Δu は直線から大きく外れるような瞬間変形挙動を呈している。

荷重急減時の瞬間押し込み変位が荷重変化量に比例して減少することは次のように説明できる。試験機-圧子-試料からなる力学系の弾性変形量は、図15において勾配が C の直線によって表すことができる。詳細は省くが、式(19)に材料定数 (E_i, ν_i, E_s, ν_s) と実験結果 (C, F, u) を代入すると、純アルミニウムでは $C = 2.55 \times 10^{-6} \text{ m/N}$ 、Al-Mg 固溶体合金では $C = 2.61 \times 10^{-6} \text{ m/N}$ となる。図15に C の勾配をもった直線を実線と破線で示す。荷重を急減したときのデータは2本の直線上にある。このことは荷重急減時の瞬間押し込み変位が主として力学系の弾性変形によるものであることを示している。

これを前提にすると、この直線よりも上側の部分は瞬間塑性変形を表すことになる。図15はAl-Mg 固溶体合金ではある範囲内で荷重を急増すると弾性変形だけを生じるが、純アルミニウムでは荷重をわずかに増加しても瞬間塑性変形を生じることを示している。このような瞬間変形挙動の差異は、純アルミニウムでは荷重を急増したとき多くの転位がピン留めを外れて一齐に運動するのに対して、Al-Mg 固溶体合金では刃状転位がコトレル雰囲気を伴っているため荷重を急増してもその直後では運動できないことによると考えられる。別の表現を使うと、このような差異は転位運動に対する有効応力の有無に起因していると言える。引張クリープ試験における応力急変試験においても同様なことが見出されている^{40),41)}。

7.3 ヤング率の測定

マイクロインデンタによるヤング率の測定は、高温のアルゴンガス中でcBN製の円錐圧子を試料表面に押し込み、荷重を急減することによって行う。このマイクロインデンタでは測定部と試料部が離れているので、高温でのヤング率が測定できる。

図16はNi基超合金単結晶 (CMSX-4) の(110)面に円錐圧子を押し込んだときの荷重-押し込み変位曲線である。荷重を0.98 mN/sの速度で加えていき、荷重が0.98 Nに達したらし

図17 CMSX-4におけるヤング率の温度依存性

ばらく保持する。ゼロクリープ状態になったことを確認して、今度は荷重を -9.8 mN/s の速度で減らしていく。荷重を減らした直後のもどり変形が弾性変形と見なせるとき、このときの勾配は力学系のコンプライアンス C の逆数を表すので

$$C^{-1} = \left. \frac{dF}{du} \right|_{\text{unloading, } F_{\max}} \quad (20)$$

であり、これにより C 値が得られる。

試料のヤング率 E_s は、式(14)、(17)および式(18)から

$$E_s = \frac{1 - \nu_s^2}{4.95(C - C_f)[u_{\max} - C_f F_{\max} - 0.72(C - C_f)F] - (1 - \nu_s^2)/E_i} \quad (21)$$

となる。この式に C , $F_{\max}$, $u_{\max}$ および C_f の値を代入して試料のヤング率を求める。この方法から得られた CMSX-4 の 1073 K における〈110〉方向のヤング率は 174 GPa であった。ただし $\nu_s = 0.25$ と仮定したので、この E_s 値は $\pm 5\%$ 程度の誤差を含む可能性がある。図17はマイクロインデンタを用いて求めた CMSX-4 のヤング率の温度依存性を示す。高温になるにつれてヤング率は一様に減少する傾向を呈している。図中の曲線は通常の共振法によって得られている結果である⁴²⁾。インデンテーション法から得たヤング率の温度依存性は、これまでに報告されている結果とほぼ一致している。このように、マイクロインデンタを用いて選んだ場所の高温でのヤング率が測定できる。この応用として、傾斜機能材料における領域ごとのヤング率の測定などが考えられる。

8. おわりに

FEM 解析によれば、アルミニウム表面に円錐圧子を押込んだとき圧子直下の塑性域で相当応力は最も高く、圧子先端から遠いほど小さい。また、相当応力が等しい面は荷重軸に対して対称的であり、ほぼ半球形状になることが報告されている⁴³⁾。このように圧子下の応力場は様でない。圧子下では場所によって異なるクリープ機構で変形している可能性があるが、いくつかの独立なクリープ機構が働いているとき、押し込みクリープはその中の最速な機構で律速されるという報告がある²⁴⁾。これによれば、押し込みクリープは相当応力の最も高い圧子直下の塑性域 (control volume) のクリープ機構

によって律速されることになる。

高温の試料表面に円錐圧子を押込んだとき、押し込み変位は降伏によって瞬間的に増大する。この変形過程において、圧子下ではその場の相当応力に応じた転位下部組織が形成される。その後の押し込みクリープ過程では相当応力の分布の形は変わらずに、クリープによって塑性域が時間とともに自己相似的に発達する^{43), 44)}。Prakash によれば、押し込みクリープ速度は定常な転位下部組織を有する control volume のクリープをスナップショットのように次々と記録することになる。それ故に押し込みクリープ解析から得られた特性値は、同じ温度、応力条件下の一軸クリープ試験結果と一致することになると説明している⁵⁾。押し込みクリープの構成式は前出の式(1)である。したがって、押し込み変位と押し込み速度の関係を両対数プロットしたときの直線部分が control volume の定常クリープを記録した部分に相当する。

純金属、固溶体金属、粒子分散強化合金について、押し込みクリープ試験による結果は引張クリープ試験の結果とよい一致を示すことを述べた。また、マイクロインデンタを用いてヤング率の温度依存性を調べることができることを例示した。このようにインデンテーション法は多くの可能性をもった力学物性評価法である。しかし、圧子下の変形挙動については多くの未解明な点が残されている。三次元押し込み問題を塑性力学や接触力学で扱うにはおのずと限界がある。近年、この問題に対して FEM や BEM シミュレーションを用いた研究が活発に行われているが、今後はこうした結果を踏まえた変形モデルを構築し、実験事実と照らし合わせながら懸案事項を明らかにしていく必要があるであろう。

最後に、マイクロインデンタを試作し実験を遂行した日本大学の大学院生坪井健一君、岡野雅志君、高木秀有君に感謝の意を表す。また、この解説の内容について有益な御助言を賜った芝浦工業大学の太塚正久教授に対して厚くお礼申し上げます。

参 考 文 献

- 1) シンポジウム予稿集「ミニチュア試験片による試験法の確立」, 日本金属学会, (1984).
- 2) シンポジウム予稿集「マイクロメカニカルテストの展望」, 日本金属学会, (1988).
- 3) H. Chandler: Hardness Testing, ASM International, OH, (1999), 1.
- 4) S. N. G. Chu and J. C. M. Li: J. Mater. Sci., **12** (1977), 2200.
- 5) O. Prakash: Proc. The Johannes Weertman Symposium, (eds. R. J. Arsenault et al), The Minerals, Metals & Materials Society, PA, (1996), 155.
- 6) J. C. M. Li: Mater. Sci. Eng., **A322** (2002), 23.
- 7) J. Mackerle: Finite Elements in Analysis and Design, **37** (2001), 811.
- 8) 藤原雅美, 太塚正久: 日本金属学会誌, **63** (1999), 760.
- 9) W. Blum, H. Munch and P. D. Portella: Proc. Symp. on the Structure and Properties of Crystal Defects, (eds. V. Paidar and L. Lejcek), Elsevier, Amsterdam, (1984), 131.
- 10) 吉永日出男: 日本金属学会会報, **32** (1993), 312.
- 11) 丸山公一, 中島英治: 高温強度の材料科学, 内田老鶴圃, (1997).
- 12) J. C. Gibeling: Deformation, Processing, and Properties of Structural Materials, (eds. E. M. Taleff, C. K. Syn and D. R. Lesuer), The Minerals, Metals & Materials Society, PA, (2000), 131.
- 13) 及川 洪: まてりあ, **40** (2001), 442.
- 14) 藤原雅美: 金属, **71** (2001), 256.

- 15) 田中紘一, 古口日出男: トライボロジスト, **40** (1995), 193.
- 16) J. L. Hay and G. M. Pharr: ASM Handbook Vol. 8, Mechanical Testing and Evaluation, (eds. H. Kuhn and D. Medlin), ASM International, OH, (2000), 232.
- 17) R. Hill: The Mathematical Theory of Plasticity, Oxford Classics Series, Oxford University Press, Oxford, (1998), 213.
- 18) P. M. Sargent and M. F. Ashby: Mater. Sci. Tech., **8** (1992), 594.
- 19) M. Fujiwara and M. Otsuka: Mater. Sci. Eng., **A319-321** (2001), 929.
- 20) Y. T. Cheng and C. M. Cheng: Phil. Mag. Let., **81** (2001), 9.
- 21) D. Tabor: The Hardness of Metals, Oxford Classics Series, Oxford University Press, Oxford, (2000), 95.
- 22) B. Roebuck and E. A. Almond: J. Mater. Sci. Let., **1** (1982), 519.
- 23) A. Juhasz, P. Tasnadi, P. Szaszvari and I. Kovacs: J. Mater. Sci., **21** (1986), 3287.
- 24) W. B. Li, J. L. Henshall, R. M. Hooper and K. E. Easterling: Acta Metall., **39** (1991), 3099.
- 25) P. Yavari and T. G. Langdon: Acta Metall., **30** (1982), 2181.
- 26) J. Cadek: Creep in Metallic Materials, Elsevier, Amsterdam, (1988), 170.
- 27) M. Pahutova and J. Cadek: Phys. Stat. Solidi. (a), **56** (1979), 305.
- 28) E. A. Brandes and G. B. Brook: Smithells Metals Reference Book, Butterworth-Heinemann, Oxford, (1992), **13-16**, **13-10**.
- 29) F. A. Mohamed and T. G. Langdon: Mater. Sci. Eng., **32** (1978), 103.
- 30) H. Oikawa: Scripta Metall., **13** (1979), 701.
- 31) 大塚正久, 野末 章, 堀内 良: 日本金属学会誌, **46** (1982), 353.
- 32) 葉 英華, 中島英治, 栗下裕明, 後藤正治, 吉永日出男: 日本金属学会誌, **52** (1988), 1246.
- 33) D. J. Srolovitz, M. J. Luton, R. Petokovic-Luton, D. M. Barnett and W. D. Nix: Acta Metall., **7** (1984), 1079.
- 34) R. O. Scattergood and D. J. Bacon: Acta Metall., **30** (1982), 1665.
- 35) W. C. Oliver and G. M. Pharr: J. Mater. Res., **7** (1992), 1564.
- 36) G. M. Pharr, W. C. Oliver and F. R. Brotzen: J. Mater. Res., **7** (1992), 613.
- 37) R. B. King: Int. J. Solids. Structures, **23** (1987), 1657.
- 38) K. L. Johnson: Contact Mechanics, Cambridge University Press, Cambridge, (1985), 92.
- 39) H. Oikawa and K. Sugawara: Scripta Metall., **12** (1978), 85.
- 40) H. Oikawa and H. Yoshinaga: Strength of Metals and Alloys, (eds. P. O. Kettunen, T. K. Lepisto and M. E. Lehtonen), Pergamon Press, Oxford, (1988), 147.
- 41) H. Oikawa, M. Nakata and S. Ito: Trans. JIM, **29** (1988), 208.
- 42) W. Hermann, H. G. Sockel, J. Han and A. Bertram: Superalloys 1996, (eds. R. D. Kissinger et al.), The Minerals, Metals & Materials Society, PA, (1996), 229.
- 43) A. K. Bhattacharya and W. D. Nix: Int. J. Solids Structures, **27** (1991), 1047.
- 44) K. L. Johnson: J. Mech. Phys. Solids, **18** (1970), 115.