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

高木 秀有¹ 道 明² 藤原 雅美¹

¹日本大学工学部総合教育科物理学教室

²マサチューセッツ工科大学工学部材料科学科

J. Japan Inst. Metals, Vol. 76, No. 10 (2012), pp. 597–606

© 2012 The Japan Institute of Metals

Prediction of the Constitutive Equation for Uniaxial Creep of a Power-Law Material through Microindentation Testing and Modeling

Hiddenari Takagi¹, Ming Dao² and Masami Fujiwara¹

¹Division of Applied Physics, Department of General Education, College of Engineering, Nihon University, Fukushima 963-8642

²Department of Materials Science and Engineering, School of Engineering, Massachusetts Institute of Technology, Massachusetts 02139, USA

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 $\dot{\epsilon}_{in(s)}$, 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 point 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 $\dot{\epsilon}_r$ at this point is found to be $\dot{\epsilon}_{in(s)}/3.6$ in the case that the creep stress exponent is 3. The stress exponent and the activation energy for creep extracted from the results of Al-5.3 mol% Mg solid-solution 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 $\dot{\epsilon}_r$ 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.

(Received June 4, 2012; Accepted July 30, 2012; Published October 1, 2012)

Keywords: indentation, conical indenter, finite element method, creep, pseudo-steady state, control volume, representative point, stress exponent, activation energy, creep-rate controlling mechanism

1. 緒 言

押し込み硬さ試験法は、試料表面に剛体圧子を一定荷重で押し込んだときの圧痕の大小によって材料強度を評価する試験法であり、百年有余の歴史をもつ^{1,2)}。最近のナノおよびミクロスケール領域での力学物性研究の進展とその周辺技術の進歩に伴って、従来の硬さ試験法を発展させた計装化押し込み試験法(Instrumented indentation testing technique)に関心が寄せられている³⁻⁵⁾。この試験法では、尖鋭な圧子を種々の荷重モードで押し込んだときの荷重と押し込み変位の時間変化を測定し、ヤング率やクリープ特性値(応力指数や活性化エネルギーなど)を調べる。押し込み深さの程度によって、ナノインデンテーション(NIn)試験⁴⁾とマイクロインデンテーション(MIn)試験⁵⁾とに分類される。前者は薄膜材料やナノ構造体などの室温力学特性の調査に用いられ、また後者は微

小材料や傾斜機能材料などの高温力学特性を調べるのに有用である。

高温で使用する構造材料についてはクリープの構成式(一般に、クリープ速度、応力、温度、組織の関係)を求めることが重要であるが、それには1温度について最低3応力の引張クリープ試験を行わなければならない、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などのように、微小なサンプルしか採取できず通常の引張クリープ試験ができないような場合には、MIn試験を実施して引張クリープの構成式を得ることができれば大変便利である。

まずMIn試験によるクリープ研究の動向を調べ、この分野の状況を知ると共に、本研究と他の研究者による先行論文との関連性を確認しておく。(1)クリープ特性値の抽出を主な目的としたものとして、次の報告がある。MulhearnとTabor⁶⁾は荷重時間を変えたときの圧痕寸法の変化から押し

みクリープ速度($\equiv \dot{d}/d_0$, d_0 : 球形圧子の直径, $\dot{d}$: 圧痕直径の時間変化率)を知り, これと硬さ値との間にベキ乗則が成り立つと仮定して, 低融点金属のクリープ特性値を求めた.

Chu と Li⁷⁾ は一定荷重下で円柱形圧子の押込み変位が連続的に測定可能な押込み試験機を用い, 圧子の押込み速さと押込み圧力との間にベキ乗則が成り立つと仮定して, 錫単結晶のクリープ特性値を求めた. これらの論文では, 圧子下の歪み勾配を全く考慮せずに, 引張クリープの定常状態変形で成り立つことが知られているベキ乗則をクリープ解析の前提条件としている. この問題点を解決するために, Sargent と Ashby⁸⁾ は圧子下における歪みの等高線パターンが幾何学的な自己相似性を維持するような場合について検討した. 押込みクリープ速度($\equiv \dot{u}/\sqrt{A}$, $\dot{u}$: 圧子の押込み速さ, A : ピッカース圧痕の水平投影面積)は圧子下の相当塑性歪み速度 $\dot{\epsilon}$ に比例し, 硬さ値は圧子下の相当応力 $\bar{\sigma}$ に比例すると仮定して, 押込みクリープの構成式を導いた. しかし, $\dot{\epsilon}$ と $\bar{\sigma}$ が圧子下の何処の値を指すのかは曖昧なままであった(これが後述の比例定数 C_1 と C_2 に関係する). 我々の研究室では 1000 K 近くまで使用できる押込みクリープ試験機を開発し⁹⁾, 純金属, 共晶合金, 固溶体合金, 析出強化合金について円錐形圧子による一定荷重押込み試験や荷重急変試験を実施した¹⁰⁻¹³⁾. また, ベキ乗則材料に対する円錐形圧子の押込み過程を有限要素法(FEM)でシミュレーションし, 押込み圧力 p = 一定, 押込みクリープ速度 $\dot{\epsilon}_m$ = 一定が実現するとき, 圧子下の $\dot{\epsilon}$ の等高線パターンは自己相似性を保ちながら拡がることを提示した¹⁴⁾. (2)押込み荷重の与え方については, 次の報告がある. Lucus と Oliver¹⁵⁾ は, 荷重を指数関数的に増大させたとき, 押込み圧力が時間の経過と共にある一定値に漸近することを示した. また, Cheng と Cheng¹⁶⁾ は三角形圧子をベキ乗則材料に押し込む場合について次元解析し, Lucus らと同様な結果を得た. (3)MIn 試験の結果から引張クリープの構成式を予測することを主な目的としたものとして, 次の報告がある. Hyde ら¹⁷⁾ は一定荷重下で円柱形圧子をベキ乗則材料に押し込む問題を FE シミュレーションし, $\bar{\sigma} = C_1 p$ と $\dot{\epsilon} = C_2 \dot{\epsilon}_m$ における比例定数 C_1 と C_2 について数値評価した(ここでは本報告の記号法に合わせた). 彼らは C_1 と C_2 が応力指数に依存しないと仮定して各々の値を求めた. 一方, Bower ら¹⁸⁾ は同じ問題について理論解析と FE シミュレーションを行い, 圧子下の相当塑性歪み速度が $\dot{\epsilon} = \dot{u}/a$ (a : 圧子の真の接触半径)で表すことができると仮定して C_1 と C_2 の値を求めた. 彼らの方法では, Hyde らとは全く異なり, 両方とも応力指数に依存することになる. このように, 現状では二つの比例定数 C_1 , C_2 の導出方法は確立しておらず, 押込みクリープ試験によって引張クリープの構成式(クリープ定数も含む)を正しく予測できるまでには至っていない.

本研究の目的は, 一定圧力押込みクリープ試験の結果から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, 押込みクリープの擬定常状態変形に関する構成式を理論的に導出し, MIn 試験と FE シミュレーションを実行し, 次の 6 項目について検討していく.

① FE シミュレーションにより, 円錐形圧子を一定圧力で押し込んだときに圧子直下の所で擬定常状態変形が生じることを明らかにする.

② 圧子の押込み速さを実質的に決定している領域: コントロールボリューム(CV)の大きさを推定する. また, その大きさに影響を及ぼす因子について検討する.

③ CV 内の変形挙動を代表する点を決定し, この CV 代表点における相当応力と相当塑性歪み速度を求め, 押込み圧力, 押込みクリープ速度との対応関係を調べる.

④ ベキ乗則材料に関する押込みクリープの構成式を導き, MIn 試験の結果から CV 代表点付近に存在している試料部分のクリープ特性値を抽出する方法について検討する.

⑤ Al-Mg 固溶体合金をモデル材料として MIn 試験を実施する. この合金のクリープ特性値を求め, 他の研究者によって報告されている引張クリープ試験結果と比較する.

⑥ MIn 試験と FE シミュレーションの結果から引張クリープ或いは単軸クリープの構成式を導出し, 他の研究者によって報告されている引張クリープの構成式と比較する.

2. 実験方法

2.1 弾塑性有限要素シミュレーション

押込みクリープの FE シミュレーションが, 汎用非線形 FE 解析プログラム ABAQUS Standard (SIMULIA 製)に自作のサブルーチンを組み込んで実行された. 弾完全塑性体の円柱モデル(半径 3 mm, 高さ 3 mm)が四節点軸対称要素を用いて作成され, その上面中央に円錐形の剛体圧子(頂角 136°)が垂直に押し込まれた. 圧子の最大押込み深さを 0.15 mm (円柱モデルの高さの 5% 相当)とした. また, 圧子と試料表面との間に摩擦はないとした. 有限要素には弾性変形とベキ乗則クリープ($\dot{\epsilon} = B\bar{\sigma}^n$, $\dot{\epsilon}$: 相当塑性歪み速度, B : 材料定数, $\bar{\sigma}$: 相当応力, n : 応力指数)が生じるとし, Al-5.3 mol% Mg 固溶体合金の弾性定数(ヤング率 $E = 37.8$ GPa¹⁹⁾, ポアソン比 $\nu = 0.345$ ²⁰⁾)とクリープ特性値($B = 10^{-6}$ MPa⁻³ s⁻¹, $n = 3.0$)¹²⁾が設定された. FE モデルの詳細は他で報告している¹²⁾.

2.2 押込みクリープ試験

Al-5.3 mol% Mg 合金(高純度科学研究所製)の鋳塊を 773 K (0.85 T_m , T_m : 絶体融点)のアルゴン雰囲気中で 86.4 ks 保持する均質化処理を行った. 5 mm × 10 mm × 5 mm 直方体に切断後, 5 mm × 10 mm 試験面と下面が平行になるようエメリー研磨で調整した. その後, 773 K で 3.6 ks 保持する焼鈍を行った. 押込みクリープ試験の直前, 試料表面層を電解研磨で約 40 μ m だけ除去した. 試料作製の詳細は他で報告している¹³⁾.

押込みクリープ試験は, マイクロインデンター(アルバック理工製)にダイヤモンド製の円錐形圧子(頂角 136°)を取り付けてアルゴン雰囲気中で実施された. 試験温度は 636 ~ 773 K (0.70 T_m ~ 0.85 T_m)であり, 試験中の温度変動は ± 1 K 以下であった. 押込み荷重は電磁力(最大 4.90 N, 精度 10^{-2} N)で与えられ, 押込み変位は差動トランス(精度 10^{-7}

m)によって測定された。各測定値の時間変化はサンプリングレート 10 s^{-1} で PC に記録された。

3. 押し込みクリープの構成式

3.1 拘束係数

円錐形圧子を押し込み荷重 F で試料表面に対して垂直に押し込んだとき、表面の隆起・沈下や摩擦などの影響が無視できるとすると、押し込み圧力 p は次式で表すことができる。

$$p = \frac{F}{\pi u^2 \tan^2 \theta} \quad (1)$$

ここで、 u は押し込み変位(元の表面からの押し込み深さ)、 θ は圧子半頂角である。 F が一定の場合、圧子は押し込み荷重と変形抵抗力が釣り合った所で静止することになる。

Hill ら²²⁾は剛完全塑性体(降伏応力 Y)の二次元半無限ブロックに三角形圧子を押し込んだ場合についてすべり線場法によって解析し、 $\theta = 68^\circ$ のとき $Y = C_1 p$ において $C_1 \cong 1/2.4$ であることを示した。Cheng と Cheng²³⁾ は C_1 値がヤング率 E 、降伏応力 Y 、加工硬化係数 N に依存するとして次元解析し、剛完全塑性体($Y/E \rightarrow 0$, $N = 0$)では $C_1 \cong 1/2.8$ であることを示した。また工藤²⁴⁾は圧子と試料との間に摩擦がある場合についても解析し、静止摩擦係数が $0.1 \sim 0.2$ のとき $C_1 \cong 1/2.9 \sim 1/2.8$ となった。Tabor ら²⁾はビッカース硬さ値 H と引張歪み $\varepsilon = \varepsilon_0 + 0.08(\varepsilon_0$: 初期歪み)に対応する変形応力 Y との間に $Y \cong H/3$ が成り立つことを見出した。中村ら²⁵⁾は圧縮歪み $\varepsilon = 0.08$ に対応する変形応力 Y との間に $Y \cong H/2.8$ が成り立つことを示し、このときの Y 値は圧子下に生じた組合せ応力の平均値に対応するとした。上記のように、押し込み変形問題に関する理論および実験において、硬さ値(押し込み圧力)は変形応力に比例することが見出されている。本報告においても、押し込み圧力 p と圧子下の代表的な相当応力 $\bar{\sigma}_r$ との間に $\bar{\sigma}_r = C_1 p$ が成り立つとし、 $C_1 = 1/3$ とする。以後、 C_1 を拘束係数と呼ぶことにする。

3.2 コントロールボリューム

圧子の押し込み速さを実質的に決定している領域をコントロールボリューム(CV)といい、この領域のクリープ挙動を代表する所を CV 代表点と呼ぶことにする。ここでは CV 内で相当応力の値が $p/3$ の所を CV 代表点と定義し、この応力値を代表応力 $\bar{\sigma}_r$ と呼ぶことにする。

$$\bar{\sigma}_r = p/3 \quad (2)$$

また、この点における相当塑性歪み速度を代表歪み速度 $\dot{\varepsilon}_r$ と呼ぶことにする。

円錐形圧子を押し込んだとき、圧子直下の所で相当塑性歪みの等高線パターンが自己相似性を保ちながら拡がっていく場合を考える。これは、押し込み変位が 2 倍になると、等高線パターンの形は不変なままで、その拡がりの大きさが 2 倍になるような場合である。このスケーリング則に従って CV が拡がるときの速さの目安を与える量としての押し込みクリープ速度 $\dot{\varepsilon}_{in}$ は、圧子の押し込み変位を u 、そのときの押し

み速さを $\dot{u}$ で表すと、

$$\dot{\varepsilon}_{in} = \dot{u}/u \quad (3)$$

で与えられる^{23,26)}。また、歪み速度の連続性により

$$\dot{\varepsilon}_r = C_2 \dot{\varepsilon}_{in} \quad (4)$$

と書くことができるはずである。ここで、 C_2 は代表歪み速度を求めるための変換係数である。

3.3 擬定常状態変形とクリープ特性値

一般に結晶性材料の定常状態変形では、相当応力 $\bar{\sigma}$ と相当塑性歪み速度(クリープ速度) $\dot{\varepsilon}$ との間に、次のベキ乗則(Norton 則)が成り立つことが知られている。

$$\dot{\varepsilon} = A_1 \left(\frac{\bar{\sigma}}{E} \right)^n \quad (5)$$

ここで、 $A_1 = A_0 \exp(-Q/RT)$ 、 A_0 : クリープ定数、 Q : クリープの活性化エネルギー、 R : 気体定数、 T : 試験温度、 E : 各温度のヤング率、 n : クリープの応力指数である。したがって、押し込みクリープの構成式は次のように書くことができる。

$$\dot{\varepsilon}_{in} = A_2 \left(\frac{p}{E} \right)^n = A_3 \left(\frac{F}{Eu^2} \right)^n \quad (6)$$

ここで、 $A_2 = A_1 C_1^n / C_2$ 、 $A_3 = A_2 / (\pi \tan^2 \theta)^n$ である。

押し込みクリープ中の CV 内において歪み硬化率と回復速度が釣り合うとき、 p = 一定、 $\dot{\varepsilon}_{in}$ = 一定の条件下で変形が進行する。前者では $F \propto u^2$ となり、後者では $\dot{\varepsilon}_{in} = d \ln u / dt = \alpha$ (一定)となる。両方が成り立つには、押し込み荷重 F を次式で与える必要がある。

$$F = F_0 \exp(2\alpha t) \quad (7)$$

ここで、 F_0 : 初期荷重、 α : 荷重増分パラメーター、 t : 荷重時間である。式(6)と式(7)から、押し込み変位 u の時間変化、つまり押し込みクリープ曲線は

$$u = \sqrt{\frac{F_0}{E} \left[\frac{A_3}{\alpha} \{ \exp(2\alpha t) - 1 \} \right]^{1/n}} \quad (8)$$

と表すことができ、押し込み変位は A_3 を通じて温度が高いほど大きくなることが理解できる。押し込みクリープ速度 $\dot{\varepsilon}_{in}$ は

$$\dot{\varepsilon}_{in} = \frac{\alpha}{1 - \exp(-2\alpha t)} \quad (9)$$

と表すことができ、こちらは温度に依存しないことが分かる。また、押し込み圧力 p は

$$p = E \left[\frac{\alpha}{A_2 \{ 1 - \exp(-2\alpha t) \}} \right]^{1/n} \quad (10)$$

と表すことができ、押し込み圧力は A_2 を通じて温度が高いほど低くなる。式(9)と式(10)より、 $\dot{\varepsilon}_{in}$ と p はある時間が過ぎると一定値に漸近すること、また、 n 値が大きいかほど短時間で一定値になることが分かる。各々の一定値を $\dot{\varepsilon}_{in(s)}$ と p_s

で表記すると、次のように書くことができる。

$$\dot{\epsilon}_{\text{in(s)}} \cong \alpha \quad (11)$$

$$p_s/E \cong (\alpha/A_2)^{1/n} \quad (12)$$

これから分かるように、 $\dot{\epsilon}_{\text{in(s)}}$ は温度に依存しないが、 p_s/E は温度が高いほど低い値になる。

一定な押し込み圧力 p_s と押し込みクリープ速度 $\dot{\epsilon}_{\text{in(s)}}$ で圧子が押し込まれるとき、CV 内では後述のように擬定常状態変形 (Pseudo-steady state deformation) が実現する。このときの代表応力 $\bar{\sigma}_r$ と代表歪み速度 $\dot{\bar{\epsilon}}_r$ は、式(2)と式(4)より $\bar{\sigma}_r = C_1 p_s$ と $\dot{\bar{\epsilon}}_r = C_2 \dot{\epsilon}_{\text{in(s)}}$ で与えられる。したがって、CV 代表点付近に存在している試料部分のクリープの応力指数 n は、式(5)より

$$n = \left. \frac{\partial \ln \dot{\epsilon}_{\text{in(s)}}}{\partial \ln (p_s/E)} \right|_T \quad (13)$$

Fig. 1 Time dependence of indenter displacement obtained from FE simulations (open circles) and the indentation creep curve (solid line) derived from the pseudo-steady state indentation theory. The FE model is shown schematically at the lower right.

また、クリープの活性化エネルギー Q は

$$Q = -R \frac{\partial \ln \dot{\epsilon}_{\text{in(s)}} (E/p_s)^n}{\partial (1/T)} \quad (14)$$

で与えられる。

4. 結果と考察

4.1 押し込みクリープの FE シミュレーション

FE シミュレーションによって、円錐形圧子をベキ乗則材料に押し込んだときの変形の様子が調べられた。押し込み荷重は $F = F_0 \exp(2\alpha t)$ とし、 $F_0 = 0.29 \text{ N}$, $\alpha = 2.5 \times 10^{-4} \sim 4.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ とした。Fig. 1 に、 $\alpha = 5.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ のときの結果を○印で示す。ここでは表記の都合上、100 s 毎のデータだけを記載している。負荷直後、圧子直下の領域における弾塑性変形により瞬間押し込み変位 u_0 が生じる。その後、押し込み

Fig. 2 Time dependence of indentation pressure and indentation creep rate. These approach constant values of p_s and $\dot{\epsilon}_{\text{in(s)}}$, respectively, after a certain loading duration.

Fig. 3 (a) Contours of equivalent plastic strain $\bar{\epsilon}$. Loading time is 1600 s. (b) Tracing of a contour line for $\bar{\epsilon} = 1.0 \times 10^{-1}$. The short straight lines on the contour line for 1600 s indicate the direction of the maximum compressive stress at the corresponding points.

Fig. 4 Contours of (a) equivalent stress and (b) equivalent plastic strain rate. The contour lines expand toward the undeformed region while maintaining the geometrical self-similarity.

変位は荷重時間の経過と共に S 字状に増加していく。図中には、式(8)から得られた押し込みクリープ曲線を太線で示す。ここでは、 $A_1 = 5.40 \times 10^7 \text{ s}^{-1}$, $C_1 = 1/3$, $C_2 = 1/3.6$ (後述)とした。この曲線は剛完全塑性体の計算結果であるが、弾完全塑性体の FE シミュレーション結果(○印)とよく一致している。このことは、押し込みクリープ曲線に及ぼす弾性変形の影響が非常に小さいことを示している。

Fig. 2 に、前記の押し込みクリープ曲線から得られた押し込みクリープ速度と押し込み圧力の時間変化を○印で示す。両者とも、初めの 500 s 間で急速に低下するが、1000 s を過ぎる頃から各々の一定値 $\dot{\epsilon}_{in(s)}$ と p_s に近づくことが分かる。この場合、 $\dot{\epsilon}_{in(s)} \cong 5.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ であり、式(11)の $\dot{\epsilon}_{in(s)} \cong \alpha$ が成り立っている。また、 $p_s \cong 15.6 \text{ MPa}$ であり、これは式(12)の $p_s \cong E(\alpha/A_2)^{1/n} = 15.5 \text{ MPa}$ とよく一致している。この結果は、式(11)と式(12)が妥当であることを示しており、FE シミュレーションによって $\dot{\epsilon}_{in(s)}$ と p_s の対応関係を知ることで、式(13)から FE モデルに設定した応力指数($n=3.0$)を正しく抽出できることを示唆している。実際、 $\dot{\epsilon}_{in(s)}$ と p_s/E を両対数プロットしたときの直線グラフの勾配から、FE モデルに設定した応力指数と同じ値が得られることを確認している¹⁴⁾。上記の知見は、一定圧力押し込みクリープ試験の実験結果から、式(13)と式(14)を用いて CV 代表点付近に存在している試料部分のクリープ特性値を正しく抽出できることを示している。

4.2 相当塑性歪みの等高線パターンの自己相似性

Fig. 3(a)に、Fig. 1 の $t=1600 \text{ s}$ のときに圧子下に生じた相当塑性歪み $\bar{\epsilon}$ の等高線パターン(右半分)を示す。一点鎖線は円錐形圧子の先端を通る中心線であり、斜めの直線は円錐形圧子の外形を表す。押し込みクリープ中、圧子直下の所では

$\bar{\epsilon} \geq 2.0 \times 10^{-1}$ という大きな歪みが発生しているが、圧痕の中心からその半径の 3 倍以上離れると $\bar{\epsilon} \leq 5.0 \times 10^{-3}$ となり、押し込みによる変形は圧子直下周辺の極めて限られた範囲に集中していることが分かる。

Fig. 3(b)は、Fig. 3(a)における $\bar{\epsilon} = 1.0 \times 10^{-1}$ の等高線の動向を追跡したものである。荷重時間が $t=1200 \sim 2000 \text{ s}$ まで経過するにつれて、その等高線は水面に生じた波紋のように試料内部に向かって広がっていく。 $t=1600 \text{ s}$ の等高線上には各点の主方向が短い直線で表されており、この方向に沿って最大圧縮歪みが生じる。この等高線上の点 Q と、それと同じ主方向をもつ $t=1200 \text{ s}$ の点 P と $t=2000 \text{ s}$ の点 R とを結び、直線 RQPF を引く。図中には、このようにして得られた 4 本の直線が破線で示されている。この直線はその勾配が緩やかなほど原点 O(中心線と元の表面との交点)に近い所で中心線と交わっている。擬定常状態変形するとき F などの交点は不動化するため、 $\bar{\epsilon}$ の等高線パターンの拡がり方に規則性が生まれることになる。次に、この拡がり方と押し込み変位との関係について調べてみよう。圧子先端の位置は、 $t=1200 \text{ s}$ のときを S, $t=1600 \text{ s}$ のときを T, $t=2000 \text{ s}$ のときを U とする。 $t=1200 \text{ s}$ に対する各時点の押し込み変位の比 β を求めると $\beta = \overline{SU}/\overline{ST} = 2.33$ となる。これに対応する等高線の移動距離の比 $\gamma = \overline{PR}/\overline{PQ}$ を求め、他の 3 本の直線についても同様に求めると $\gamma = 2.33 \pm 0.05$ となる。この結果から、測定誤差内で $\beta = \gamma$ が成り立つことが分かる。このことは、擬定常状態変形中、 $\bar{\epsilon}$ の等高線パターンが押し込み変位の増大に応じて幾何学的な自己相似性を保ちながら広がっていくことを示している。また、押し込みクリープ速度が式(3)で記述できることを裏付けている。

Fig. 5 Contours of (a) equivalent stress and (b) equivalent plastic strain rate. The thick curve shows the location of the representative point for the CV. These points are found on the curved surface having a finger-bowl-like shape in real space.

4.3 擬定常状態変形

Fig. 4 の上段 (a) は, Fig. 1 の $t=1200$ s, $t=1600$ s, $t=2000$ s における相当応力 $\bar{\sigma}$ の等高線パターンであり, 下段 (b) は同じ時点での相当塑性歪み速度 $\dot{\bar{\epsilon}}$ の等高線パターンである. 圧子の押し込み変位と各々の等高線パターンの拡がり方との関係について調べてみると, $t=1600$ s に対する各時点での押し込み変位の比 κ は, $t=1200$ s では $\kappa=0.82$, $t=2000$ s では $\kappa=1.2$ である. 次に, $t=1600$ s の等高線パターンを κ だけ縮小又は拡大し, それを該当する等高線パターンの上に重ねると完全に一致することが確認できる. このようなスケール則が成り立つとき, 圧子先端を原点とし, 押し込み変位を座標目盛の単位にとると, 押し込みクリープ試験中, 各座標点における $\bar{\sigma}$ と $\dot{\bar{\epsilon}}$ は同じ値を保ち続けることになる. つまり, 押し込みクリープ試験において押し込み圧力と押し込みクリープ速度が一定値をとるとき, 円錐形圧子の周囲では擬定常状態変形が実現することが分かる.

4.4 コントロールボリュームと代表点

Fig. 5(a) は, Fig. 1 の $t=1600$ s のときの相当応力のうち $\bar{\sigma}=5.0\sim 5.4$ MPa の等高線だけを画いたものである. 前記のように, このときの押し込み圧力は $p_s=15.6$ MPa である. 式 (2) より, CV の代表応力は $\bar{\sigma}_r=5.2$ MPa である. 図中に, $\bar{\sigma}_r$ 値が発生している所, つまり CV 代表点の集合を太い曲線によって示す. 実際には, 圧子直下の領域にフィンガーボウル状の CV 代表面 (太い曲線を中心線の回りに一周させたもの) が存在することになる. Fig. 5(b) は, Fig. 5(a) と同じ領域の相当塑性歪み速度のうち $\dot{\bar{\epsilon}}=1.2\times 10^{-4}\sim 1.6\times 10^{-4}$ s $^{-1}$ の等高線だけを画いたものである. 図に示すように, CV 代表点における相当塑性歪み速度, つまり代表歪み速度は $\dot{\bar{\epsilon}}_r=1.4\times 10^{-4}$ s $^{-1}$ である. 押し込みクリープ速度は $\dot{\epsilon}_{in(s)}\cong 5.0\times 10^{-4}$ s $^{-1}$ であるから, 式 (4) の変換係数 C_2 は次のようになる.

$$C_2=1/3.6 \quad (\text{ただし, 応力指数 } n=3.0 \text{ のとき}) \quad (15)$$

ここで, C_2 値は応力指数に依存するが温度などの試験条件には依存しない. この詳細は他で述べることにする.

CV の大きさを評価するために, 次のような変形条件を設

Fig. 6 Contours of equivalent plastic strain rate $\dot{\bar{\epsilon}}$ at 1600 s. The CV is the area in gray. The dashed line shows the contour line for equivalent plastic strain $\bar{\epsilon}=2\times 10^{-3}$.

定して FE シミュレーションを実行した.

$$\left. \begin{aligned} \bar{\sigma} &> \left(\frac{\eta \dot{\bar{\epsilon}}_r}{A} \right)^{1/3.0} && \text{では } \dot{\bar{\epsilon}} = A \bar{\sigma}^{3.0} \\ \bar{\sigma} &\leq \left(\frac{\eta \dot{\bar{\epsilon}}_r}{A} \right)^{1/3.0} && \text{では } \dot{\bar{\epsilon}} = 0 \end{aligned} \right\} \quad (16)$$

上式において, $\eta=0$ では圧子下の全域でクリープが生じ, $\eta=1$ ではフィンガーボウル状の CV 代表面の内側だけでクリープが生じることになる. FE シミュレーションの結果は, Fig. 1 の押し込みクリープ曲線 ($\eta=0$) では $t=2000$ s のとき $u=85$ μm であるが, $\eta=1$ にすると $t=2000$ s のとき $u=68$ μm であった. したがって, このときの相対誤差率は $r=20\%$ である. なお, 擬定常状態変形するとき ($t\geq 1000$ s), r 値は荷重時間によらず同じ値をとる. ここでは便宜上, $\eta=1$ のときの r 値の 1/10, つまり押し込み変位の相対誤差率が 2% になる $\eta=0.02$ を用いて CV の大きさを見積もることにする. 結果的に, CV 領域は次式で表すことができる.

$$\dot{\bar{\epsilon}} \geq \alpha/180 \quad (17)$$

CV の大きさは, 押し込みクリープ速度 ($\dot{\epsilon}_{in(s)}\cong \alpha$) が速いほど小さくなることが分かる. また, 応力指数が大きいほど $\dot{\bar{\epsilon}}$ の

勾配が急になるので CV の大きさは小さくなる。

4.5 コントロールボリューム内の平均歪み

Fig. 6 は、 $\alpha = 5.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, $t = 1600 \text{ s}$ のときの相当塑性歪み速度 $\dot{\bar{\epsilon}}$ の等高線パターンである。図中には、 $\dot{\bar{\epsilon}} = \eta \dot{\bar{\epsilon}}_r$, $\dot{\bar{\epsilon}}_r = 1.4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, $\eta = 1, 0.1, 0.02$ の 3 本の等高線が実線で画かれている。 $\eta = 1$ のときの等高線は CV 代表点の場所に対応する。また、 $\eta = 0.02$ のときの等高線は CV の外縁を表し、CV 内が灰色で表されている。このときの圧子接触投影面積の直径は $d_0 = 344 \mu\text{m}$ 、試料表面における CV の直径は $d = 1389 \mu\text{m}$ であり、擬定常状態変形するとき ($t \geq 1000 \text{ s}$)、常に $d \cong 4d_0$ が成り立つ。

次に、圧子押し込みによって導入される歪みの代表値について検討してみる。 $\eta = 1$ のときの等高線上にある各要素の長さとその部分の $\bar{\epsilon}$ の積の総和を等高線の全長で除して平均値を求めると、 $\langle \bar{\epsilon} \rangle_{\eta=1} = 0.14$ である。 $\eta = 0.1$ の場合は $\langle \bar{\epsilon} \rangle_{\eta=0.1} = 0.07$ である。また、CV 内の各要素の面積とその部分の $\bar{\epsilon}$ の積の総和を CV の全面積で除して平均値を求めると、 $\langle \bar{\epsilon} \rangle_{\text{CV}} = 0.04$ である。上記の各平均値は、擬定常状態変形中、荷重時間の経過と共に変わることはない。Branch ら²⁷⁾ は線形硬化材料の硬さ試験について FE シミュレーションを行い、ピッカース圧子直下の塑性変形領域 ($\bar{\epsilon} \geq 2.0 \times 10^{-3}$) における相当塑性歪みの平均値 (代表歪み) を算出し、 $\bar{\epsilon}_r \cong 0.035$ を得た。Fig. 6 において $\bar{\epsilon} = 2.0 \times 10^{-3}$ の等高線 (破線) と $\eta = 0.02$ のときの $\dot{\bar{\epsilon}}$ の等高線の位置がほぼ同じことから、彼らが得た $\bar{\epsilon}_r$ 値は $\langle \bar{\epsilon} \rangle_{\text{CV}} = 0.04$ とほぼ一致している。一方、Tabor は²⁾ ピッカース圧子の押し込みで導入される代表歪みを $\bar{\epsilon}_r = 0.08$ とした。Chaudhri²⁸⁾ は $\bar{\epsilon}_r = 0.25 \sim 0.36$ とした。また、Dao ら²⁹⁾ は NIn 試験によって導入される代表歪みを $\bar{\epsilon}_r = 0.033$ と見積もった。このように研究者によって代表歪みの値が異なる理由の一つは、その定義が各人各様で異なるためである。本報告では、圧子の押し込み速さを実質的に決定している CV 内の相当塑性歪みの平均値 $\langle \bar{\epsilon} \rangle_{\text{CV}}$ をもって代表歪みと定義する。得られた代表歪み $\langle \bar{\epsilon} \rangle_{\text{CV}} = 0.04$ は、Branch らや Dao らによって報告されている値に近い。

Fig. 7 Indentation creep curve for Al-5.3 mol% Mg solid-solution alloy. As shown in the inset, the semilogarithmic plots of Eu^2 versus T_m/T at the fixed loading time fall on a straight line.

4.6 押し込みクリープ試験

一定圧力押し込みクリープ試験が、Al-5.3 mol% Mg 固溶体合金について、マイクロインデンターを用いて実施された。押し込み荷重は $F = F_0 \exp(2\alpha t)$ とし、 $F_0 = 0.29 \text{ N}$, $\alpha = 2.5 \times 10^{-4} \sim 4.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ とした。Fig. 7 に、 $\alpha = 5.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ のときの各温度における押し込みクリープ曲線を示す。これらは、Fig. 1 の FE シミュレーションによる結果と同様な形をしている。挿入図のように、ある荷重時間における Eu^2 対 T_m/T を片対数グラフで表示すると、実験点 (○印) は直線の上に乗る。この関係は、擬定常状態変形 ($t \geq 1000 \text{ s}$) において常に成り立つ。式 (8) より、この直線グラフの勾配は $-Q/2.3nRT_m$ に相当し、クリープの活性化エネルギー Q と応力指数 n の比に依存する。すべての実験点が平行な直線上に乗るという実験事実は、押し込みクリープがある一つの変形律速機構によって支配されていることを示唆する。

Fig. 8(a) に、各温度における押し込みクリープ速度の時間変化を示す。これらの曲線が温度によらずに一つにまとまるのは、式 (9) に温度の項が含まれないことに対応する。押し込みクリープ速度は負荷直後から急速に低下し、 $t \geq 1000 \text{ s}$ になると一定値 $\dot{\epsilon}_{\text{in(s)}} \cong \alpha$ に近づく。このことは、式 (11) に

Fig. 8 (a) Time dependence of indentation creep rate. These results agree with the FE simulation results in Fig. 2. (b) The indentation pressure approaches a constant value p_s after a certain loading duration. As shown in the inset, the semilogarithmic plots of p_s/E versus T_m/T fall on a straight line.

一致する. Fig. 8(b)に, 押し込み圧力の時間変化を示す. 式(12)から予想されるように, 押し込み圧力は各温度で定まる一定値 p_s に漸近する. この値を挿入図のように整理すると, 実験点(○印)は一本の直線の上に乗る. この直線グラフの勾配 Δ は $Q/2.3nRT_m$ に相当し, Δ と n の値が既知ならば Q 値を推定することができる. この場合は $\Delta = 2.14$ であるから, $n=3$ なら $Q=112$ kJ/mol と推定される. なお, $\alpha = 2.5 \times 10^{-4} \sim 4.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ の範囲で押し込みクリープ試験を行うと, $\dot{\epsilon}_{in(s)} \cong \alpha$ が常に成り立ち, p_s は α の値が大きいほど高く, 温度が高いほど低くなることが確認された. 前述のように, 押し込みクリープ試験で $\dot{\epsilon}_{in} \rightarrow \dot{\epsilon}_{in(s)}$, $p \rightarrow p_s$ となると, 圧子下では擬定常状態変形が実現していると考えられる.

4.7 クリープ特性値

Fig. 9 は, $p_s = 13.9 \sim 159$ MPa の一定圧力押し込みクリープ試験から得られた $\dot{\epsilon}_{in(s)}$ と p_s/E の両対数プロットである. ○印は 3 個の実験点の平均値を表し, 各々は温度ごとに異なる 1 本の直線の上に乗っている. 式(13)より, この直線グ

Fig. 9 Relationship of indentation creep rate $\dot{\epsilon}_{in(s)}$ versus normalized indentation pressure p_s/E , both on logarithmic scales. All data fall on a group of parallel straight lines at each test temperature, and the slope of these lines corresponds to the creep stress exponent n .

Fig. 10 Arrhenius plots of $\dot{\epsilon}_{in(s)} (E/p_s)^n$, where $n=3.2$. The activation energy for creep can be determined from the slope of this straight line.

ラフの勾配は応力指数 n に相当する. 本実験では, $\bar{\sigma}_r = 4.6 \sim 53$ MPa のとき, $n = 3.2 \pm 0.1$ となる. この結果は, 他の研究者による引張クリープ試験の結果 (Al-5.1 mol% Mg 固溶体合金: $T = 601 \sim 734$ K, $\sigma = 4.9 \sim 24.6$ MPa のとき $n = 2.8 \sim 3.0$ ³⁰⁾, Al-5.5 mol% Mg 固溶体合金: $T = 673$ K, $\sigma = 9.8 \sim 49.0$ MPa のとき $n = 3.1$ ³¹⁾) とほぼ一致している.

Fig. 10 は, Fig. 9 のデータ(○印)のアレニウスプロットである. 式(14)より, この直線グラフの勾配は $-Q/2.3RT_m$ に相当する. この勾配からクリープの活性化エネルギーを求めると $Q = 122$ kJ/mol である. この結果は, 他の研究者による引張クリープ試験の結果 ($Q = 135 \sim 144$ kJ/mol³⁰⁾, $Q = 140$ kJ/mol³¹⁾) と, アルミニウム母相中のマグネシウム原子の拡散に関する活性化エネルギーの値 ($Q_d = 130$ kJ/mol)^{20,21)} に近い. 本研究で得られた 2 種のクリープ特性値 ($n = 3.2 \pm 0.1$, $Q = 122$ kJ/mol) から判断すると, この実験条件 ($T = 636 \sim 773$ K, $\bar{\sigma}_r = 4.6 \sim 53$ MPa, $\dot{\epsilon}_r = 6.9 \times 10^{-5} \sim 1.1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) において, Al-5.3 mol% Mg 固溶体合金のクリープ速度は溶質雰囲気を引きずる転位の粘性運動によって支配されていると考えられる^{32,33)}.

4.8 単軸クリープ構成式の予測

Fig. 11 は, 押し込みクリープ試験の結果から引張クリープ或いは単軸クリープの構成式を導くための手順を説明したフローチャートである. (a) 一定圧力押し込みクリープ試験を行い, 押し込みクリープ曲線 $u = f(t)$ を得る. この曲線を解析してクリープの応力指数 n と活性化エネルギー Q を求め, 押し込みクリープに関する構成式 $\dot{\epsilon}_{in(s)} = A (p_s/E)^n \exp(-Q/RT)$ を得る. (b) FE シミュレーションを実施し, 押し込みクリープ曲線 $u = g(t)$ を得る. FE モデルはベキ乗則クリープ ($\dot{\epsilon} = B\bar{\sigma}^n$) を生ずるとし, このときの n 値には (a) の実験結果を設定する. また, $g(t) \cong f(t)$ となるように適切な B 値を選定する. (c) 相当応力の等高線パターンから CV の代表応力 $\bar{\sigma}_r = C_1 p_s$ ($C_1 = 1/3$) が生じる所を見出し, その相当塑性歪み速度, つまり代表歪み速度 $\dot{\epsilon}_r$ を調べる. そして, $\dot{\epsilon}_r = C_2 \dot{\epsilon}_{in(s)}$ における C_2 値を決定する. なお, C_2 値は温度には依存しないが, $n=3$ のとき $C_2 = 0.28$, $n=5$ のとき $C_2 = 0.67$ などのように応力指数 n によって変化する. したがって, 事前に n 対 C_2 の対応表が入手できれば, (b) の FE シミュレーションを省くことができる. (d) p_s から $\bar{\sigma}_r$ の値を, また $\dot{\epsilon}_{in(s)}$ から $\dot{\epsilon}_r$ の値を算定することにより, 引張クリープ或いは単軸クリープに関する構成式 $\dot{\epsilon}_r = A_0 (\bar{\sigma}_r/E)^n \exp(-Q/RT)$ が得られる.

Fig. 12 の縦軸は Z パラメーター ($Z_{in(s)} = \dot{\epsilon}_{in(s)} \exp(Q/RT)$) 又は $Z_r = \dot{\epsilon}_r \exp(Q/RT)$, $Q = 122$ kJ/mol) であり, 横軸は p_s 又は $\bar{\sigma}_r$ を各温度のヤング率 E で規格化したものである. ○印は Fig. 9 のデータをプロットしたものであり, 直線 A で表せることが示されている. この直線上の p_s/E 値に拘束係数 $C_1 = 1/3$ を乗じると, $Z_{in(s)}$ 対 $\bar{\sigma}_r/E$ を表す直線 B になる. 更に, この直線上の $Z_{in(s)}$ 値に変換係数 $C_2 = 1/3.6$ を乗じると, Z_r 対 $\bar{\sigma}_r/E$ を表す直線 C となる. そして, 引張クリープ或いは単軸クリープに関する構成式

Fig. 11 Flow chart for predicting the constitutive equation for conventional uniaxial creep from the results of carefully designed indentation creep tests.

$$\dot{\epsilon}_r = 1.12 \times 10^{16} \left(\frac{\bar{\sigma}_r}{E} \right)^{3.2} \exp \left(-\frac{122[\text{kJ/mol}]}{RT} \right) [\text{s}^{-1}] \quad (18)$$

を得る。図中の点線と破線で表した2本の直線は、他の研究者によって報告されている引張クリープ試験の結果である^{30,31}。これから明らかなように、直線Cは引張クリープ試験の結果とよく一致している。この実験事実、本論文の方法を用いることにより、一定圧力押し込みクリープ試験の結果から引張クリープ或いは単軸クリープに関する構成式が十分な精度で予測できることを示している。

本報告において、押し込みクリープ中に擬定常状態変形が生じるときのCV代表点を定義し、実験結果を適切に処理すると、引張クリープ試験の結果によく一致することを示した。押し込みクリープ試験結果から引張クリープに関する構成式を予測できることは基礎研究のみならず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. 結 言

計装化押し込み試験法によって引張クリープに関する構成式が予測できることを示すために、Al-Mg 固溶体合金をモデル材料とした押し込みクリープ試験とFEシミュレーションを

Fig. 12 Logarithmic plots of the Z-parameter versus p_s/E or $\bar{\sigma}_r/E$. All data (open circles) on line A are a redrawing of the results in Fig. 9, which is obtained from line A through line B, is in close agreement with the tensile creep results (shown by dotted and dashed lines) reported by other researchers.

実行して、次のような結果を得た。

(1) 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 ($p \rightarrow p_s, \dot{\epsilon}_{in} \rightarrow \dot{\epsilon}_{in}(s), \alpha$) のとき、相当応力 $\bar{\sigma}$ と相当塑性歪み速度 $\dot{\epsilon}$ 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．

(2) 圧子の押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，その領域は $\dot{\epsilon} \geq \alpha/180$ と見積もられる． α の値が大きいほど CV の大きさは小さい．

(3) 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 $\bar{\sigma}_r = p_s/3$ であり，代表歪み速度は $n=3.0$ のとき $\dot{\epsilon}_r = \alpha/3.6$ で与えられる．また，CV 内の相当塑性歪みの平均値は $\langle \bar{\epsilon} \rangle_{CV} = 0.04$ である．

(4) 一定圧力押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クリープの応力指数と活性化エネルギーの値は，従来の引張クリープ試験の結果とよく一致する．

(5) 一定圧力押込みクリープ試験の結果を適切に処理することにより，引張クリープ或いは単軸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．

本研究における押込みクリープ試験と FE シミュレーションは，日本大学大学院工学研究科大学院生の佐藤泰史君と池村圭司君の協力を得て実施された．また，この実験研究の一部は，科学研究費補助金(基盤研究(C) : No. 22560660)の支援を得て実施された．

文 献

- 1) H. O'Neill: *The hardness of metals and its measurements*, (Chapman and Hall, London, 1934).
- 2) D. Tabor: *The Hardness of Metals*, (Oxford University Press, Oxford, 1951).
- 3) A. Gouldstone, N. Chollacoop, M. Dao, J. Li, A. M. Minor and Y.-L. Shen: *Acta Mater.* **55** (2007) 4015–4039.
- 4) A. C. Fischer-Cripps: *Nanoindentation*, (Springer-Verlag, New York, 2004).
- 5) P. J. Blau and B. R. Lawn: *Microindentation Techniques in Materials Science and Engineering*, (ASTM, Philadelphia, 1986).
- 6) T. O. Muehler and D. Tabor: *J. Inst. Metals* **89** (1960) 7–12.
- 7) S. N. G. Chu and J. C. M. Li: *Mater. Sci. Eng.* **39** (1979) 1–10.
- 8) P. M. Sargent and M. F. Ashby: *Mater. Sci. Technol.* **8** (1992) 594–601.
- 9) M. Fujiwara: Japanese patent, No 4096034.
- 10) M. Fujiwara: *J. JILM* **52** (2002) 282–290.
- 11) M. Fujiwara and M. Otsuka: *Mater. Sci. Eng. A* **319–321** (2001) 929–933.
- 12) H. Takagi, M. Dao, M. Fujiwara and M. Otsuka: *Philos. Mag.* **83** (2003) 3959–3976.
- 13) H. Takagi, M. Dao, M. Fujiwara and M. Otsuka: *Mater. Trans.* **47** (2006) 2006–2014.
- 14) H. Takagi, M. Dao and M. Fujiwara: *Acta Mech. Solida Sinica* **21** (2008) 283–288.
- 15) B. N. Lucas and W. C. Oliver: *Metall. Mater. Trans. A* **30** (1999) 601–610.
- 16) Y. T. Cheng and C. M. Cheng: *Philos. Mag. Lett.* **81** (2001) 9–16.
- 17) T. H. Hyde, K. A. Yehia and A. A. Becker: *Int. J. Mech. Sci.* **35** (1993) 451–462.
- 18) A. F. Bower, N. A. Fleck, A. Needleman and N. Ogbonna: *Proc. R. Soc. London, Ser. A* **441** (1993) 97–124.
- 19) K. Abe, Y. Tanji, H. Yoshinaga and S. Morizumi: *J. JILM* **27** (1977) 279–281.
- 20) E. A. Brandes and G. B. Brook: *Smithells Metals Reference Book*, (Oxford, Butterworth-Heinemann, 1992) Chap. 15 p. 2.
- 21) E. A. Brandes and G. B. Brook: *Smithells Metals Reference Book*, (Oxford, Butterworth-Heinemann, 1992) Chap. 13 p. 7.
- 22) R. Hill: *Mathematical Theory of Plasticity*, (Oxford Univ. Press, Oxford, 1950).
- 23) Y. T. Cheng and C. M. Cheng: *Int. J. Solids Struct.* **36** (1999) 1231–1243.
- 24) H. Kudo: *Soseigaku*, (Morikitashuppan, Tokyo 1968).
- 25) M. Nakamura: *Katasasiken no riron to sonoriyouhou*, (Kougyochoosakai, Tokyo, 2007).
- 26) H. M. Pollock, D. Maugis and M. Barquins: *Microindentation Techniques in Materials Science and Engineering*, ed. by P. J. Blau and B. R. Lawn, (ASTM, Philadelphia, 1986) pp. 47–71.
- 27) N. A. Branch, G. Subhash, N. K. Arakere and M. A. Klecka: *Acta Mater.* **58** (2010) 6487–6494.
- 28) M. M. Chaudhri: *Acta Mater.* **46** (1998) 3047–3056.
- 29) M. Dao, N. Chollacoop, K. J. Van Vliet, T. A. Venkatesh and S. Suresh: *Acta Mater.* **49** (2001) 3899–3918.
- 30) R. Horiuchi and M. Otsuka: *Trans., JIM* **13** (1972) 284–293.
- 31) K. Kuchanova, I. Saxl and J. Cadek: *Acta Metall.* **22** (1974) 465–472.
- 32) J. Cadek: *Creep in Metallic Materials*, (Elsevier, Amsterdam, 1988).
- 33) M. E. Kassner: *Fundamentals of Creep in Metals and Alloys*, (Elsevier, Amsterdam, 2009).