

# インデンテーションに及ぼす変形場の影響

防衛大学校理工学研究科後期課程

装備・基盤工学系専攻 装備生産工学教育研究分野

上 剛司

平成 30 年 12 月

# 目 次

<b>第1章 序 論</b> .....	<b>1</b>
1.1 緒 言 .....	1
1.2 インデンテーションの変形場に関する先行研究 .....	5
1.2.1 先行研究における圧子の取扱い .....	5
1.2.2 インデンテーションの負荷曲率 .....	5
1.2.3 インデンテーションと単軸試験の関連性 .....	5
1.2.4 圧子直下のひずみ分布 .....	9
1.2.5 錐型圧子におけるひずみ分布の相似則 .....	13
1.2.6 インデンテーションの変形場の理解に向けた先行研究 .....	15
1.2.7 インデンテーションにおける識別不可材料と識別限界ひずみ .....	18
1.3 インデンテーションのひずみ速度に関する先行研究 .....	23
1.3.1 材料強度の温度およびひずみ速度依存性 .....	23
1.3.2 インデンテーションにおけるひずみ速度 .....	25
1.3.3 インデンテーションのひずみ速度の考え方に関する先行研究 .....	30
1.4 研究目的と論文構成 .....	33
<b>第2章 インデンテーションにおけるひずみ速度の影響</b> .....	<b>35</b>
2.1 緒 言 .....	35
2.2 解析条件および入力材料物性値 .....	35
2.3 圧子制御 .....	37
2.3.1 負荷速度一定 .....	37
2.3.2 押込ひずみ速度一定 .....	37
2.4 解析結果 .....	38
2.4.1 荷重－変位関係 .....	38
2.4.2 負荷曲率－変位関係 .....	39
2.5 考 察 .....	40
2.5.1 圧子直下のひずみ速度 .....	40
2.5.2 圧子直下のひずみ速度分布 .....	42
2.5.3 ひずみ速度分布に関する考察と課題 .....	43
2.6 結 言 .....	43
<b>第3章 セレーション挙動を用いたインデンテーションのひずみ速度の実験的検討</b> ...	<b>44</b>
3.1 緒 言 .....	44
3.1.1 セレーションの発生原因 .....	45
3.1.2 セレーションの挙動変化 .....	46
3.2 実験方法 .....	48
3.2.1 試 料 .....	48
3.2.2 単軸引張試験 .....	48

3.2.3 インデンテーション.....	49
3.3 実験結果.....	49
3.3.1 単軸引張試験.....	49
3.3.2 インデンテーション.....	51
3.4 考 察.....	53
3.4.1 インデンテーションの有効ひずみ速度.....	53
3.4.2 単軸試験のセレーションとインデンテーションの負荷曲率変動の比較.....	55
3.4.3 インデンテーションの有効ひずみ速度を決定する $\beta$ 値についての検討.....	58
3.5 結 言.....	59
<b>第4章 実験における識別限界ひずみの作用.....</b>	<b>60</b>
4.1 緒 言.....	60
4.2 実験方法.....	64
4.2.1 試料および熱処理条件.....	64
4.2.2 単軸引張試験.....	65
4.2.3 インデンテーション.....	65
4.3 実験結果.....	66
4.3.1 単軸引張試験.....	66
4.3.2 インデンテーション.....	68
4.4 考 察.....	69
4.4.1 インデンテーションのセレーションに及ぼすひずみ速度の影響.....	69
4.4.2 提案されている識別限界ひずみと本研究の識別限界ひずみの関係.....	71
4.4.3 時効現象に伴う識別限界ひずみと固溶 Mg 拡散の影響.....	73
4.4.4 ステップ負荷試験によるインデンテーション試験結果の考察.....	74
4.4.5 先行研究におけるセレーション理論.....	76
4.4.6 セレーション理論に基づく識別限界ひずみの考察.....	79
4.5 結 言.....	82
<b>第5章 結 論.....</b>	<b>83</b>
<b>謝 辞.....</b>	<b>86</b>
<b>参考文献.....</b>	<b>87</b>
<b>研究業績.....</b>	<b>95</b>

# 第1章 序 論

## 1.1 緒 言

材料の力学特性の取得は、一般的に圧縮や引張りによる単軸試験によって行われる。一方、簡便な力学特性評価として、硬さ試験も様々な分野で利用されている。硬さ試験は、古くは鋼球を試料に押し付けて永久的なくぼみを与え、与えた荷重とくぼみの大きさから硬さ ( $H$ ) を算出していた<sup>1,2)</sup>。現在は、硬さ試験から発展したインデンテーション（押し込み試験）と呼ばれる試験手法が開発されている。インデンテーションは、硬さの測定に加え、コンピュータ制御により圧子の押し込みに伴う荷重、変位の連続的測定が可能となっている<sup>3,4)</sup>。

インデンテーションは、ナノ、マイクロからミリオーダーといった幅広いスケールで材料特性が取得可能な試験手法である。このため、現在まで様々な分野に応用されている。例えば、金属<sup>2,5)</sup>やポリマー材<sup>6,7)</sup>等のバルク材を始め、電子部品<sup>8-11)</sup>や溶接接合部<sup>12,13)</sup>の工業的応用や、近年では、大腿骨、軟骨等<sup>14,15)</sup>といったバイオリジカルマテリアルの機械的特性を取得する目的で医療分野まで使用されている。また、インデンテーションは、材料の破壊靱性評価にも応用できることが知られている<sup>4)</sup>。

インデンテーションの使用用途は大きく2つに分類できる。1つ目は、インデンテーションによる評価を、ナノサイズ以下のごく微小な領域に焦点を絞り、転位導入の様子<sup>16,17)</sup>といった材料の変形メカニズム解明を図ろうとする研究である。例えば、ナノインデンテーションによる転位導入の様子を透過電子顕微鏡を用いてその場観察 (in situ TEM) を行っている例<sup>18,19)</sup>や、転位と結晶粒界の作用について調べている研究がある<sup>20)</sup>。先行研究では、ナノインデンテーションよりも小さいピコスケールのインデンテーションも報告されている<sup>21)</sup>。2つ目は、単軸試験で取得される機械的特性をインデンテーションにより取得するための使用方法である。インデンテーションは、微小領域の変形で材料特性の取得が可能であるため、単軸試験が行えない材料等にも応用されている。本論文では、後者のインデンテーションを用いた機械的特性の取得方法について研究対象とする。インデンテーションで使用される圧子の例を図 1-1 に示す。インデンテーションでは、図 1-1 に見られる圧子を利用し、材料に押し込み変形を与える試験である。

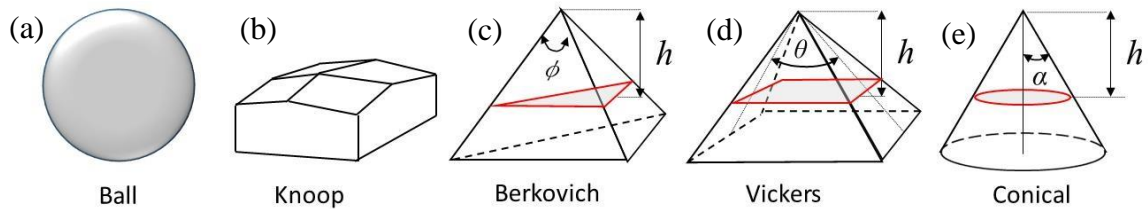


図 1-1 代表的な圧子の種類. (c)から(e)の  $\phi$ ,  $\theta$ ,  $\alpha$  は圧子角度 (先行研究<sup>1,4,22)</sup>の表示の仕方を準用),  $h$  は圧子の材料に対する押し込み量 (変位量).

インデンテーションから得られる硬さの一般的な式は下記式で与えられる.

$$H = \frac{P_{\max}}{A} \quad (1.1)$$

ここで,  $P_{\max}$  は最大荷重,  $A$  は圧痕の投影面積である. インデンテーションでは, 押し込み変形に起因した変形場が材料内部に分布する. 1950 年代に Tabor<sup>1,23,24)</sup>は, インデンテーションの変形場は単軸試験と異なることを認識した上で, 硬さと単軸試験の流動応力に相関関係があることを提案した. Tabor の報告以後, インデンテーションは, 材料の機械的特性を評価する一つの手法として頻繁に使用されるようになった.

インデンテーションの結果を単軸試験の結果に置き換えることは, 大きく2つの目的がある. 1つ目は単軸試験よりも簡易的に材料特性を取得したい場合, 2つ目は単軸試験が適切に行えない時に材料特性を得たい場合である. 1つ目の例は, 硬さ試験としてよく使用される分野であるが, 時効硬化型合金の時効硬化特性を得る場合である. 時効硬化特性の詳細な検討を行う場合, 時効温度や添加物等の様々な条件を考慮しなければならない. この場合, それぞれのパラメーターを変化させた試験片を準備する必要があるが, 微小領域で特性評価可能なインデンテーションは, 単軸試験と比較し, 少ない試験片の所要量で評価が可能である. このため, 時効現象を扱う研究<sup>25-27)</sup>では, インデンテーションがよく利用されている. 2つ目の例として, 試験片自体が小さいまたは試験片の加工が難しく, 単軸試験が適切に行えない材料の評価を行う場合である. 電子機器に使用されるナノ・マイクロメートルオーダーの厚さの薄膜等<sup>8-11,17)</sup>や, 医学分野において関心が高いバイオロジカルマテリアル<sup>15,28)</sup>がこれに当たる. 図1-2にSiの下地に複数のAlの薄膜を有する材料を, インデンテーションにて評価が行われている例<sup>29)</sup>を示す. インデンテーションの荷重-変位関係を利用し, Al薄膜の材料特性が評価可能と報告されている<sup>29)</sup>. その他に, 溶接接合部<sup>30)</sup>や微細結晶を有する金属<sup>31,32)</sup>の材料特性評価にもインデンテーションが用いられている.

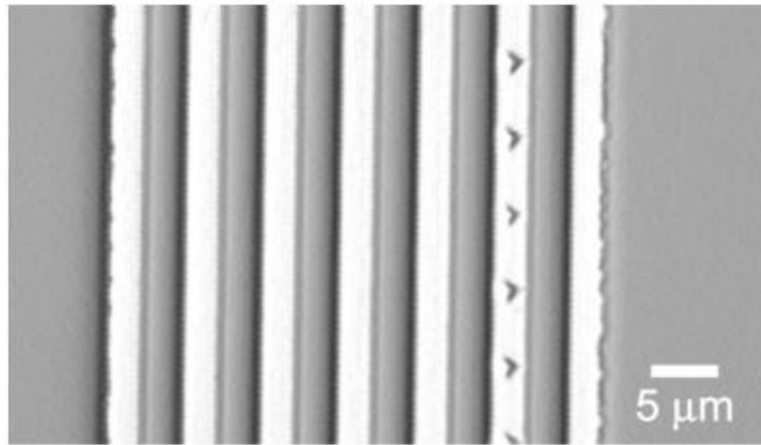


図1-2 Si基板（灰色）の間の複数のAl薄膜（白色の線）を有する材料に対して行われた Berkovich圧子によるインデンテーション例（右から2番目の白線の圧痕）<sup>29)</sup>。

上記に示したように、インデンテーションによる力学特性評価は、様々な工学分野で使用され、重要な材料特性評価手法と言える。インデンテーションは、材料が異なっても同様のインデンテーションの理論が使用できることがわかっている。近年、インデンテーションの研究が進み、各応用分野に適合する新しい理論<sup>33,34)</sup>も様々報告されているが、多くは金属バルク材で構築された従来の理論<sup>35,36)</sup>に基づいている。本研究は、インデンテーションの基礎研究として位置づけており、インデンテーションの変形場を理解することを目的としているため金属バルク材に焦点を当てる。

インデンテーションは、理論に加えて経験則が非常に発達している。ここで述べる経験則とは、メカニズムの解明に先行して経験的に導出された知恵である。経験則が先行しているがゆえに、著者ごとにインデンテーションの解釈の仕方が多種多様に存在する。例えば、インデンテーションの結果が単軸試験の結果と関連性が高いことは、既知の事実であるが、単軸試験とどのように関係しているのかについては著者ごとに様々な解釈があり、未だに議論が収束していない。また、インデンテーションは簡易的に使用できる材料特性評価手法であるが、一方で圧子直下の変形場であるひずみ分布は複雑である。このため、材料内部のひずみ分布についても様々な解釈がなされている。インデンテーションの変形場の理解に焦点を当てた研究は、インデンテーションの特性上、その変形場が材料内部に分布するため実験的に可視化できず、有限要素法などの解析的手法により議論が行われてきた。しかし、解析的なパラメトリックスタディが盛んに行われたため、解析で提案された概念が実験にて応用できない例<sup>22,37)</sup>も報告されている。このように、インデンテーションでは、解析的検討が先行することで実験結果との乖離が生じることがあり、万能な機械的特性評価方法への確立が阻まれていると言える。

一方、古くから材料特性は、ひずみ速度の影響を受けることが知られている。ひずみ速度を考慮した材料特性評価は、単軸試験において 1900 年代初頭から行われ歴史は古い<sup>38)</sup>が、インデンテーションでは近年 (2000 年代以降) 盛んに研究が行われている分野である。一方、既に述べた金属薄膜等のインデンテーションの応用分野等では、ひずみ速度の影響はほとんど考慮されていない。工学における実際の力学現象は、静力学問題は稀で、動力学問題が主である。よって、インデンテーションにおいてひずみ速度の影響が考察できるようになると、従来の材料特性評価を飛躍的に拡大できる。現在、インデンテーションのひずみ速度の影響は、理論構築が行われている段階である。インデンテーションのひずみ速度の影響は不明な点が多いにも関わらず、2011 年の報告<sup>31)</sup>では、インデンテーションの応用を重視しており、インデンテーションのひずみ速度を単に単軸試験のひずみ速度と同等として扱っている。しかし、インデンテーションのひずみ速度は、圧子の押込みに伴う変形場の影響を受けるため単軸試験のひずみ速度とは本質的に異なる。このため、インデンテーションのひずみ速度の取扱いには注意が必要である。インデンテーションのひずみ速度の分布については、先行研究の理論構築の際にも検討が行われていない。従来のインデンテーションの変形場の議論の際、ひずみ分布を考慮した理論構築が行われていたようにひずみ速度分布についても新たに議論を行う必要がある。

インデンテーションは、その試験法自体が単純であるため、幅広く応用されている。その一方で、インデンテーションの複雑な変形場に起因し現在まで明らかになっていない問題も多数存在する。また、近年のインデンテーションにおけるひずみ速度の影響は、未だ発展途上である。次項以降では、従来検討されてきたインデンテーションの変形場に関する先行研究と、近年報告されているインデンテーションにおけるひずみ速度の影響に関する先行研究を述べ、インデンテーションの変形場の影響を明らかにするため特に重要となる課題をまとめる。最後に課題解決に向けた本論文の研究目的、論文構成を述べる。

## 1.2 インデンテーションの変形場に関する先行研究

### 1.2.1 先行研究における圧子の取扱い

図1-1で述べたように、現在まで様々な圧子形状が存在している。錐型圧子の中で Berkovich, Vickers, 円錐圧子は、圧子角度 ( $\phi, \theta, \alpha$ ) を適切に選択した場合、同じ変位 ( $h$ ) 量を材料に押し込んだ時、赤線で囲った影部の投影面積が同じになる。このため、Berkovich, Vickers, 円錐圧子は、同等の圧子として扱えることが分かっている<sup>3,39,40</sup>。このため先行研究では、Berkovich, Vickers, 円錐圧子が幅広く使用され、これらの圧子に関する研究が盛んに行われている。

### 1.2.2 インデンテーションの負荷曲率

錐型圧子のインデンテーションでは、荷重 ( $P$ ) と変位 ( $h$ ) の関係は下記式で表される<sup>39,41</sup>。

$$P = Ch^2 \quad (1.2)$$

ここで、 $C$  は負荷曲率と呼ばれている。負荷曲率は、材料特性や圧子角度等に依存し、様々なパラメーターの関数となる<sup>42,43</sup>。

$$C = f(E, Y, n, \alpha) \quad (1.3)$$

ここで、 $E$  はヤング率、 $Y$  は降伏応力、 $n$  は加工硬化指数、 $\alpha$  は圧子角度である。負荷曲率の単位は Pa であり、流動応力と同じ次元である。負荷曲率は材料特性に密接に関係する値であり、インデンテーションの考察においてよく利用されている<sup>39,41</sup>。

### 1.2.3 インデンテーションと単軸試験の関連性

Tabor<sup>1,23,24</sup>)は、ひずみ速度を考慮しない条件のもと、単軸試験の流動応力と Vickers 圧子を使用したインデンテーションの硬さには相関関係があることを示し、硬さと関連する単軸試験の流動応力を、代表応力 ( $\sigma_r$ ) と定義することで以下の関係式を提案した<sup>1,23,24</sup>。

$$H \approx \Gamma \sigma_r \quad (1.4)$$

ここで、 $\Gamma$  はおよそ1~4の材料定数<sup>2,44,45</sup>、 $\sigma_r$  は単軸試験のひずみ0.08における流動応力である (図1-1のVickers圧子角度 $\theta=136^\circ$ の場合)。このひずみ量は、代表ひずみ ( $\epsilon_r$ ) と呼ばれている。Tabor<sup>23</sup>)は、鋼と銅の2種類の材料で検討し、式(1.4)を提案したが、類似



した関係は、様々な材料で成り立つことがわかっている<sup>1,2,23,24</sup>。例えば、式(1.4)は炭素鋼、アルミニウム、黄銅等の様々な材料で成り立つことが明らかにされている<sup>2</sup>。

式(1.4)はシンプルで使用が容易であるため、インデンテーションと単軸試験の結果を結び付ける指標としてよく利用されている<sup>46,47</sup>。式(1.4)の導出は、あくまで経験的に決められたものであり、なぜ式(1.4)が成立するのか明らかになっていない。先行研究では、単軸試験とインデンテーションの結果の関連性を求める際、式(1.4)の $\Gamma$ を簡易的に3と仮定している<sup>48-51</sup>。しかし、 $\Gamma$ に焦点を当てた研究<sup>45</sup>では、材料特性により $\Gamma$ は1~4まで変化する値であることが報告されている。このため、 $\Gamma$ が既知でない場合、式(1.4)は使用できない問題がある。また、現在まで式(1.4)の代表ひずみも物理的意味が明らかにされていない。先行研究<sup>52</sup>では、圧子角度が変わると、式(1.4)の代表ひずみ等の値は異なることが経験的に明らかにされている。Tabor<sup>23</sup>)は、代表ひずみと円錐の圧子角度との関係を下記式で表現している。

$$\varepsilon_r \approx 0.2 \cot 2\alpha \quad (1.5)$$

ここで、 $\alpha$ は図 1-1 の円錐の圧子角度である。Atkins と Tabor<sup>52</sup>)は、鋼と銅に対して円錐圧子の角度を変更した硬さ試験を行い、代表ひずみと圧子角度（円錐圧子角度  $\alpha$  の 2 倍の値）の関係は図 1-3 になることを示した。式(1.5)のように、代表ひずみが圧子角度と完全な線形な関係ではないものの、圧子角度が小さい（鋭い）円錐圧子では代表ひずみは高くなり、圧子角度が大きい（鈍い）円錐圧子では代表ひずみ値は低くなる傾向は一致している。Atkins と Tabor<sup>52</sup>)は、表 1-1 の各円錐圧子角度における様々な  $\Gamma$  値を利用し、鋼および銅の単軸試験の応力-ひずみ線図をインデンテーションにより予測している。しかし、Atkins と Tabor<sup>52</sup>)が提案した  $\Gamma$  値も、硬さと流動応力値のフィッティングが最もよくなるような値として導出されたものであり、物理的な意味がないことが課題である。

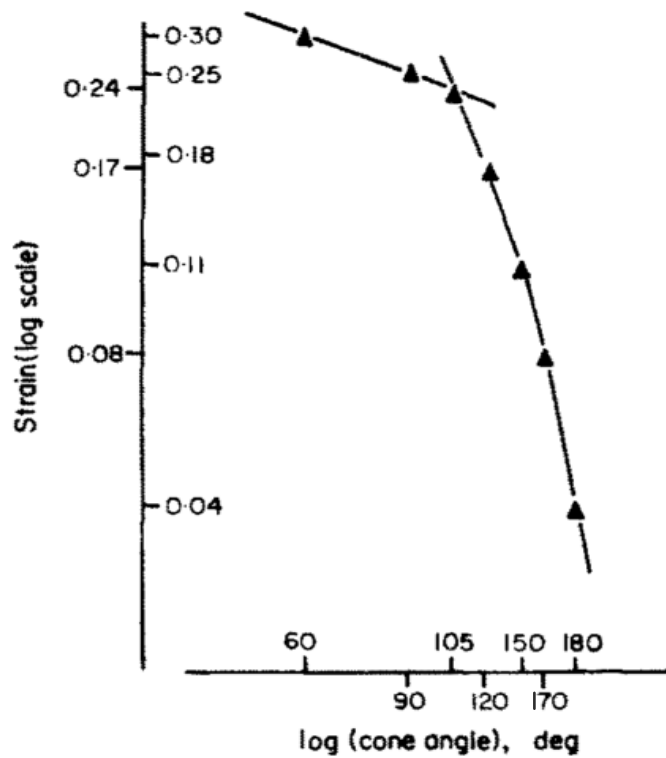


図 1-3 代表ひずみ（縦軸）と円錐圧子角度（横軸）の関係<sup>52)</sup>。（圧子角度は図 1-1 の  $\alpha$  の 2 倍）

表 1-1 Atkins と Tabor<sup>52)</sup>によって提案された各圧子角度における  $\Gamma$  値（圧子角度は図 1-1 の  $\alpha$  の 2 倍）.

Cone angle $2\alpha$	60°	90°	105°	120°	136°	150°	170°
$\Gamma$	2.87	2.88	2.35	2.42	2.54	2.7	2.5

Tabor<sup>23)</sup>は、式(1.4)の関係に加え、引張強さと硬さの相関関係も評価し、引張強さ ( $\sigma_m$ ) と硬さの比を加工硬化指数のみの関数で示している<sup>23)</sup>。

$$\frac{\sigma_m}{H} = \frac{1-n}{\Gamma} \left( \frac{12.5n}{1-n} \right)^n \quad (1.6)$$

Cahoon ら<sup>53)</sup>は、Tabor が使用した  $\Gamma=2.9$  のみではなく、 $\Gamma$  を 2.9~3.1 の間で変化させることで、式(1.6)がアルミニウム、鋼および黄銅等の様々な材料にて成り立つことを確認している。さらに別の論文で Cahoon<sup>54)</sup>は、Tabor が提案した式(1.6)を改良し、下記式を提案している。

$$\frac{\sigma_m}{H} = \frac{1}{2.9} \left( \frac{n}{0.217} \right)^n \quad (1.7)$$

上式では、Taborの結果を参考に $\Gamma=2.9$ としている。さらにCahoonは、式(1.6)と式(1.7)をO'Neillの実験結果<sup>55)</sup>と比較している(図1-4)。式(1.6)と式(1.7)は、Vickers圧子により与えられるひずみを0.08および $\Gamma$ 値を2.9と仮定し、最終的に引張強さは硬さと加工硬化指数の関数という条件のもと、構成式中の数字を変化させ導出したものであり、物理的な意味は不明である。特に引張強さと硬さの関係の導出に際して、代表ひずみを0.08、 $\Gamma$ 値を2.9とする仮定が、どの程度まで効果があるものなのか明確にされていない。

式(1.4)や式(1.7)が考えられていることからわかる通り、インデンテーションは既に単軸試験が行えない分野の材料特性評価手法の一端を担っている。

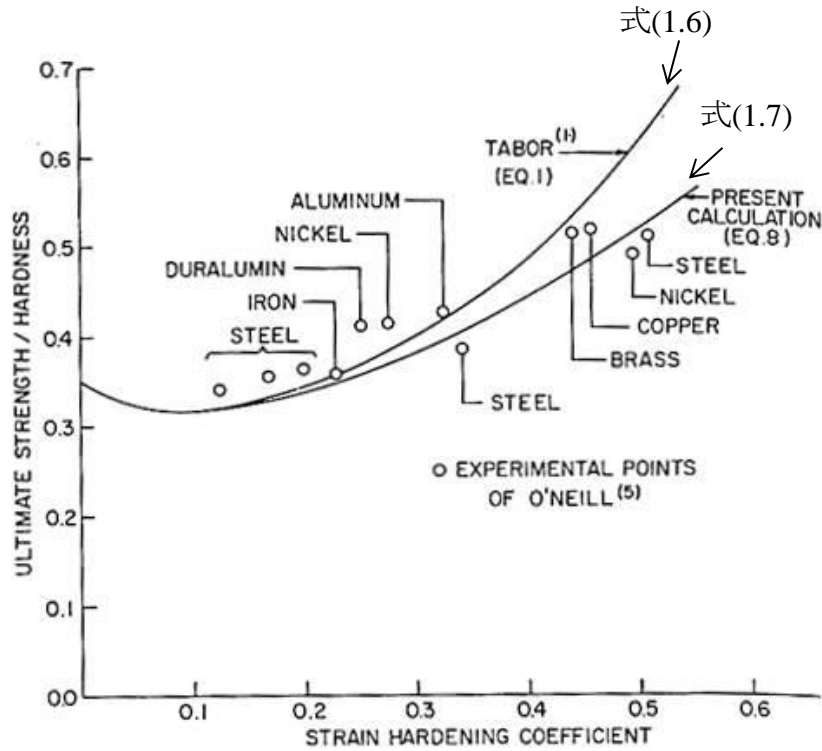


図1-4 引張強さと硬さの比と加工硬化指数の関係<sup>54)</sup>。

#### 1.2.4 圧子直下のひずみ分布

インデンテーションの特徴は、材料の変形場が材料内部に分布することである。先行研究では、インデンテーションの実験、有限要素法解析により、材料内部のひずみ分布が取得されている。インデンテーションの解析により、圧子の押し込みにより発生するひずみは、圧縮、引張り等の様々な成分のひずみが混在することがわかっている<sup>39)</sup>。このため、インデンテーションでは、相当塑性ひずみにて議論が行われている。圧子直下の相当塑性ひずみ分布の概要図を図1-5に示す。相当塑性ひずみは、圧子の先端で高ひずみを示し、材料内部に向かうにつれて徐々に低ひずみとなることがわかっている<sup>4)</sup>。また、圧子を材料に押し込むため、材料特性により圧子の縁で材料が沈み込むシンクイン (sinking in)、材料が盛り上がるパイルアップ (piling up) が観察される場合がある<sup>3,4)</sup>。

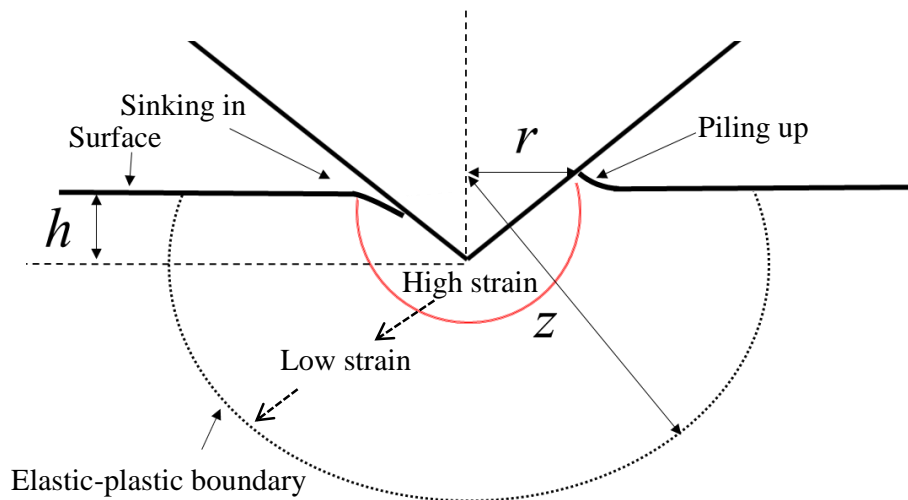


図 1-5 錐型圧子のひずみ分布の概要図。  $h$  は圧子の材料に対する押し込み量 (変位量)、  $r$  は圧子と材料の接触半径、  $z$  は弾塑性ひずみの境界までの半径。

また、実験におけるひずみ分布の取得は、単軸試験のひずみ値を利用して、間接的に取得されている。Prasadら<sup>56)</sup>は、まず、焼鈍銅に対して所望のひずみまでの単軸圧縮試験を行った後に、硬さを取得した。これを低～高ひずみにて複数回繰り返すことにより、単軸試験の各ひずみにおける硬さを取得した。これにより、硬さと単軸試験のひずみ値の相関関係が取得可能になる。次に、焼鈍銅に対してミリインデンテーションを行った後に材料を切断し、圧痕を含む切断面に複数のマイクロインデンテーションを行い (図1-6 (a), (b)), 事前に求めた硬さ-ひずみ関係と、切断後に得た圧痕周りの硬さを利用して、実験におけるひずみ分布を求めた (図1-6 (c) 右側)。その結果、有限要素法によ

り求めた相当塑性ひずみ（図1-6 (c) 左側）と，実験で得たひずみ分布がほぼ一致することを報告した．このため，有限要素法による材料内部のひずみ分布の検討は有効であると言える．また，先行研究では，単軸試験およびインデンテーションのひずみは相関性があると考えられている．一方，実験におけるひずみ分布の検討は，実験後に材料を半分に切断するため，図1-6 (c) 右側のひずみ分布は，厳密には残留ひずみの測定結果であるとともに，切断による余分なひずみが導入されている恐れもある．このため，インデンテーションの実験におけるひずみ分布等の検討には課題が残る．

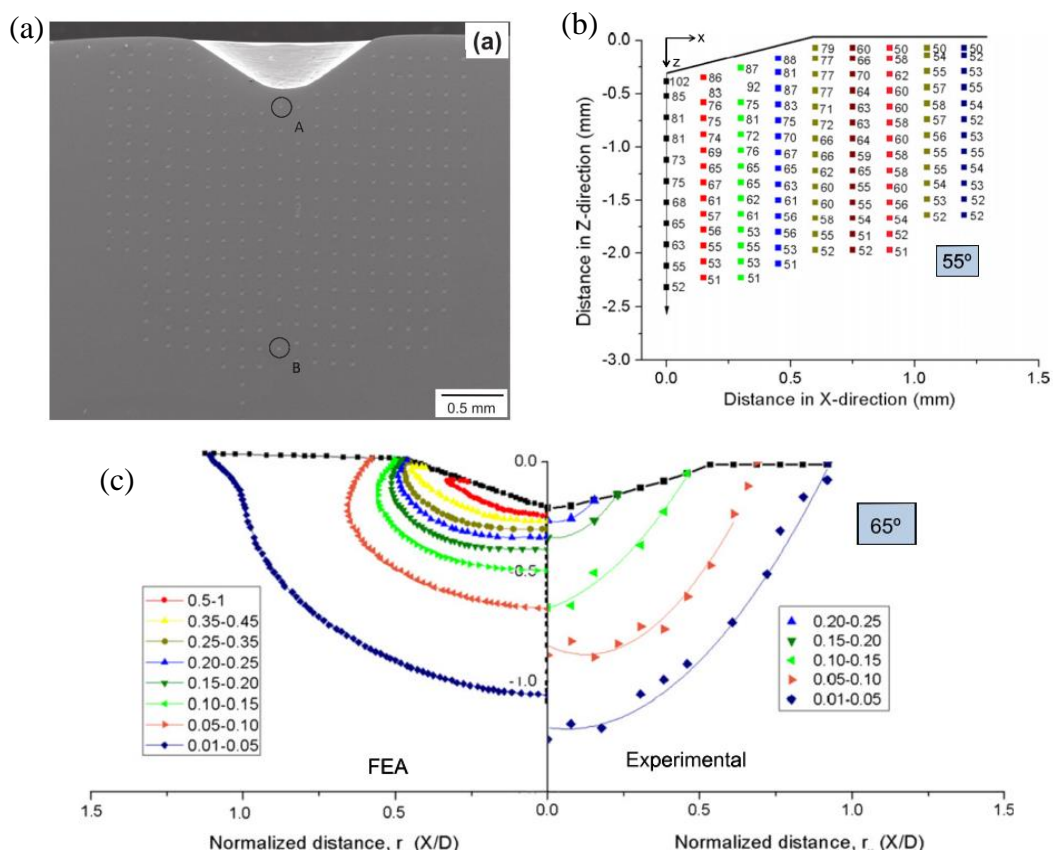


図 1-6 焼鈍銅に対するミリインデンテーションとマイクロインデンテーションを併用し材料内部のひずみ分布を求めた例<sup>56)</sup>。(a) ミリインデンテーションの圧痕と多数のマイクロインデンテーション圧痕，(b) (a) の模式図，(c) 圧子角度 65°（図 1-1 の a）における有限要素法解析結果（左図：FEA）と実験結果（右図：Experimental）の比較。

圧子直下のひずみ分布は，材料特性に依存することがわかっている．Mata ら<sup>57)</sup>は，有限要素法解析において，材料がべき乗硬化則に従うと仮定して，圧子直下の相当塑性ひずみ分布を求めた．べき乗硬化則は下記式で表される<sup>57,58)</sup>．

$$\sigma = E\varepsilon \quad \text{for } \varepsilon \leq \frac{Y}{E}$$

$$\sigma = R\varepsilon^n \quad \text{for } \varepsilon > \frac{Y}{E}$$
(1.8)

ここで、 $R$  は降伏応力、ヤング率および加工硬化指数で決定される材料定数、 $\varepsilon$  はひずみである。Mata ら<sup>57)</sup>が求めた材料特性を変化させた場合のひずみ分布の一例を図 1-7 に示す。図 1-7 (a) のひずみ分布は、概ね圧子先端を中心とした球形であるが、図 1-7 (b) (c) では球形がくずれたひずみ分布となっている。よって、ひずみ分布は材料特性に依存することがわかる。ひずみ分布が異なると、シンクイン等に影響を及ぼすことが知られている。Vickers 圧子の圧痕に及ぼすシンクインやパイルアップの影響を図 1-8 に示す。シンクインが発生した場合の投影面積  $A$  (図 1-8 (a) の影部の面積) は、発生しない場合の圧痕の投影面積  $A_s$  (点線の四角形) に比べて減少する。反対に、パイルアップが観察されると投影面積  $A$  は発生しない場合の圧痕の投影面積  $A_s$  よりも増加する。よって、シンクインおよびパイルアップは圧痕の投影面積決定の際の誤差要因となるため、硬さの測定に大きな影響を及ぼすことが報告されている<sup>4,10,59,60)</sup>。このため、硬さに代わり圧痕の投影面積の測定をする必要がない式(1.3)の負荷曲率が用いられる場合もある<sup>39,41)</sup>。

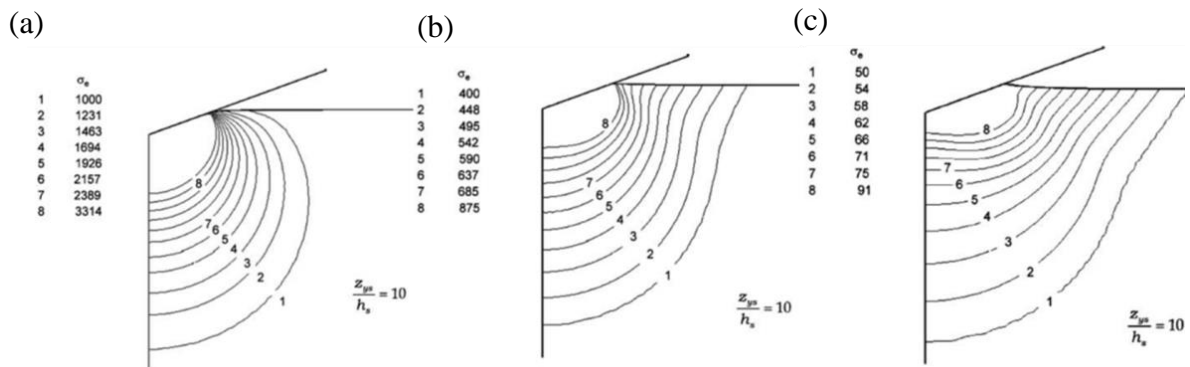


図 1-7 有限要素法解析により提案された材料特性を変更した場合における圧子直下の相当塑性ひずみ分布<sup>61)</sup>。(a)  $E=200\text{GPa}$ ,  $Y=1000\text{MPa}$ ,  $n=0.4$ , (b)  $E=200\text{GPa}$ ,  $Y=400\text{MPa}$ ,  $n=0.2$ , (c)  $E=200\text{GPa}$ ,  $Y=50\text{MPa}$ ,  $n=0.1$ 。

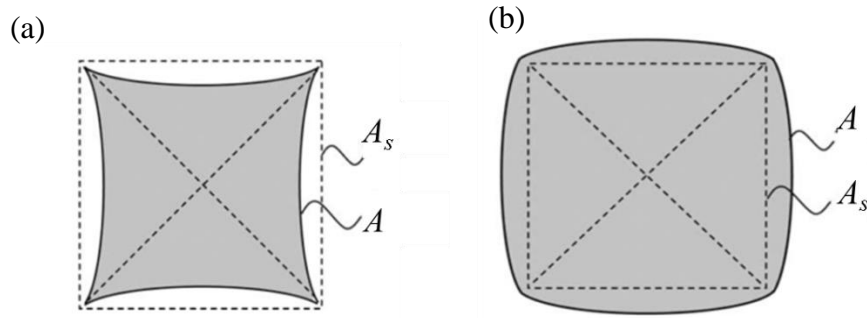


図 1-8 Vickers 圧子（四角錐）にて観察される (a) シンクイン, (b) パイルアップが発生した場合の圧痕の投影面積変化<sup>3)</sup>.  $A_s$  はシンクイン, パイルアップが発生しない場合の投影面積,  $A$  はシンクイン, パイルアップが発生した場合の投影面積.

また, 材料内部のひずみ分布は, 圧子形状, 圧子角度を様々変更して調べられている. 例えば Samuel と Mulherarn<sup>57)</sup> は, 焼鈍黄銅材に対して球圧子および Vickers 圧子によりインデンテーションを行い, 材料内部のひずみ分布を報告している. その結果を図 1-9 に示す. 圧子形状が異なっても, 圧子と材料の接触半径 (図 1-9 (a) の  $a_{ball}$  と  $a_{sharp}$ ) が同じ場合, 材料内部のひずみ分布は類似することを確認している (図 1-9 (b)). このため, 先行研究で提案されているインデンテーションの理論<sup>3,4,34,39,40,57,62)</sup> は, 圧子形状に依らず類似している. また, Prasad ら<sup>56)</sup> は, 材料内部のひずみ分布に及ぼす圧子角度の影響を調べている. その結果, 圧子角度が大きい円錐圧子は, 小さい角度のものより材料内部に広範囲のひずみ分布を付与することを示し, ひずみ値についても圧子角度ごとに影響を受けることを示した. しかし, 圧子角度等が異なっても, 変形場の理解は, 圧子角度の違いのみを考慮することで, 同様の理論が適用可能であることが明らかにされている<sup>4,39,62,63)</sup>. よって, 本研究では, まず変形場の影響の知見を得ることが重要であると考え, 一つの圧子角度に起因した変形場に焦点を当てる.

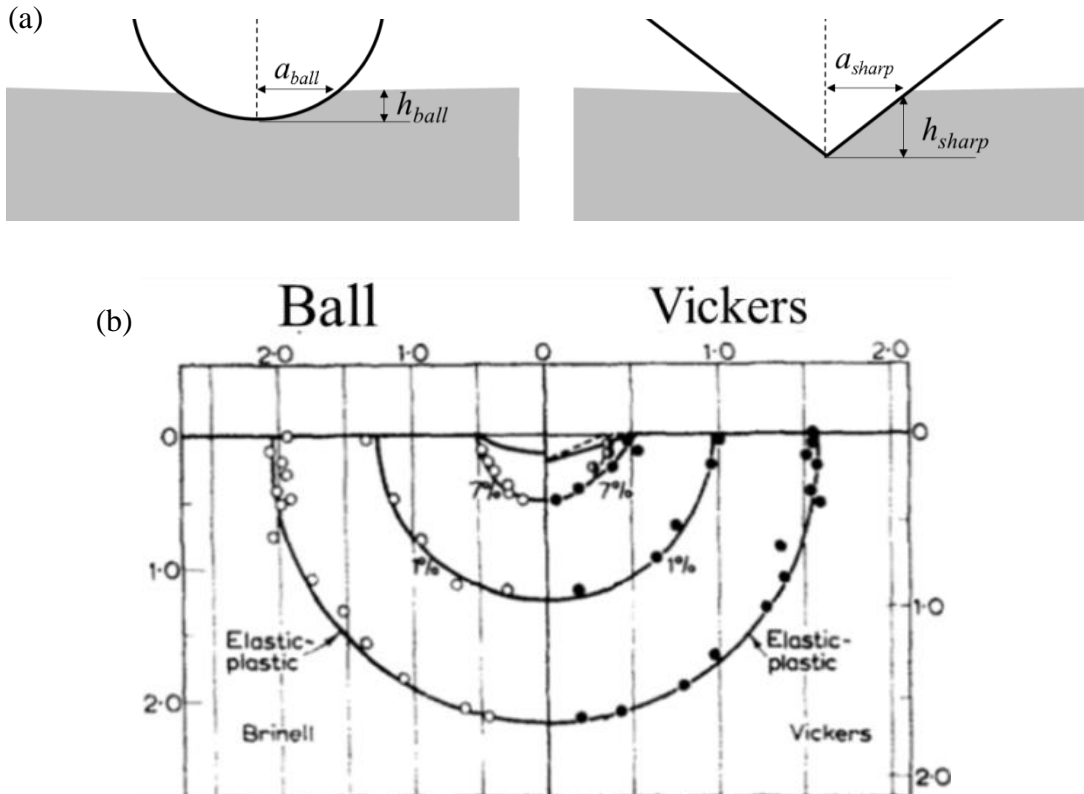


図 1-9 (a) 球圧子，錐圧子の模式図，(b) 球圧子，Vickers 圧子で行われた黄銅材内部のひずみ分布<sup>57)</sup>。

### 1.2.5 錐型圧子におけるひずみ分布の相似則

先行研究では，錐型圧子を用いる場合，ひずみ分布は変位に関係なく一定であることがわかっている<sup>4)</sup> (ひずみ分布の相似則)．図1-10に圧子の変位と接触半径の概要図を示す．材料に対する圧子の押込量(変位)を $h$ とすると，ある時の変位 $h_1$ において圧子と材料の接触半径 $a_1$ を得る．また，変位が $h_2$ に進むと新たな接触半径 $a_2$ を得る．錐型圧子では，変位と接触半径の比 ( $a_1/h_1=a_2/h_2$ ) が同じになるため，圧子直下のひずみ分布も変位に関わらず同じとなる．相似則の一例として，インデンテーションの有限要素法解析により導出された純アルミニウムのひずみ分布<sup>64)</sup>を図1-11に示す．変位が増加すると，相当塑性ひずみ分布自体の大きさには違いはあるが，分布の形および値に変化がないことがわかる．図1-11は円錐圧子の例であるが，Berkovich，Vickers圧子を用いても成立する<sup>40,63,65)</sup>．インデンテーションにおいて，円錐，Berkovich，Vickers圧子は，研究報告例が多い圧子である<sup>4)</sup>．この理由は，これらの圧子では相似則が適用可能であることに加え，



形状に依らず同じ理論が適用可能なためである。円錐，Berkovich，Vickers圧子は，深さごとの材料特性が重要となる薄膜<sup>9,29)</sup>や予ひずみ<sup>66,67)</sup>を有する材料の研究によく用いられている。本論文では，円錐圧子，Berkovich圧子に議論の焦点を絞る。

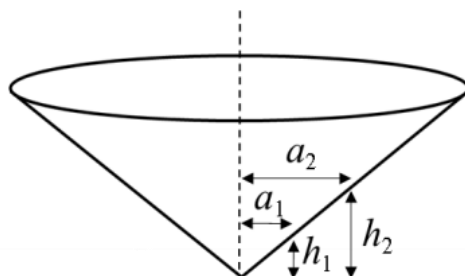


図 1-10 変位と接触半径の概要図<sup>4)</sup>。

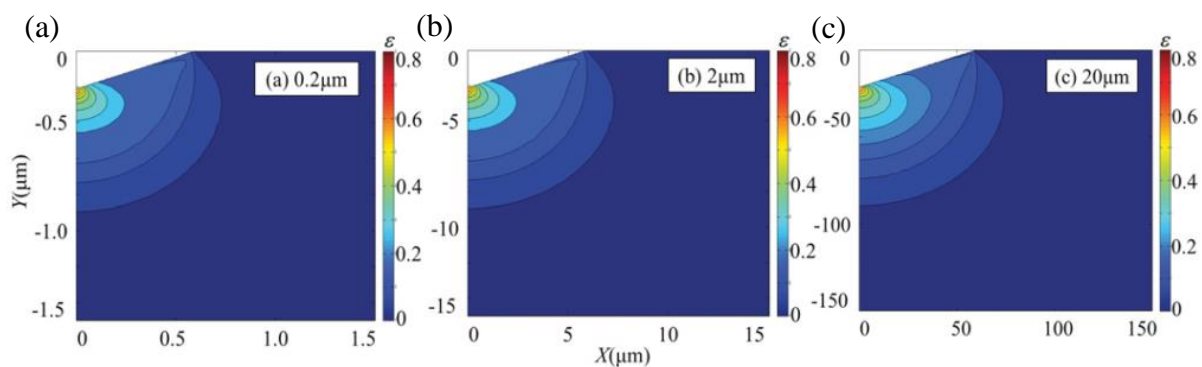


図 1-11 純アルミニウムの異なる変位  $h$  での圧子直下の相当塑性ひずみ分布<sup>64)</sup>。(a)  $h=0.2\mu\text{m}$ , (b)  $h=2\mu\text{m}$ , (c)  $h=20\mu\text{m}$ 。

### 1.2.6 インデンテーションの変形場の理解に向けた先行研究

本論文では、インデンテーションの変形場の理解を目的としているため、この点に焦点を当てている先行研究について詳しく述べる。先行研究では、Tabor が提案した式(1.4)の概念をベースとしながら、インデンテーションと単軸試験の関連性について実験および有限要素法により詳細な検討が進められてきた。特にインデンテーションの研究には、材料特性、圧子角度の影響等をパラメトリックに検討が可能な有限要素法がよく利用されている。解析にて使用される材料構成則は、材料強度のひずみ速度依存性を考慮せず、パラメーターの数が少ない式(1.8)のべき乗硬化則が用いられる場合が多い<sup>39,41,68</sup>。式(1.4)の $\Gamma$ は、先行研究では圧子角度のみに依存するという報告<sup>69</sup>と圧子角度に加え加工硬化指数に依存するという研究報告<sup>70</sup>があり、著者ごとに様々な $\Gamma$ 値が提案されている。

代表ひずみについても様々提案されている<sup>2,39-41,44</sup>。代表ひずみを考える上で重要なのは、代表ひずみが、実際に材料に与えているひずみ量ではない点である。インデンテーションにおいて、圧子直下のひずみ分布は高ひずみから低ひずみまで分布していることから、事実上は単軸試験で確認できるひずみを一度に付与していることになる。しかし、Tabor が提案した式(1.4)のインデンテーションと単軸試験の関連性からもわかる通り、代表ひずみ自体がインデンテーションと単軸試験の結果が最も一致するようフィッティングにて提案された概念<sup>46</sup>であるため、現在まで $\Gamma$ と同様に代表ひずみの物理的意味も明らかにされていない。式(1.4)を提案した Tabor<sup>1,24</sup>は、代表ひずみの物理的意味を検討しているが、実際のインデンテーションのひずみは分布するため、代表ひずみとひずみ分布の関連性の導出は難しいと結論づけている。しかし、Tabor は、硬さから流動応力値を見積もることができる式(1.4)は、簡易的な材料特性評価の際に有効な手段であると述べている<sup>24</sup>。先行研究<sup>2,39-41,44</sup>では、式(1.4)をベースとして、インデンテーションと単軸試験結果の相関関係を様々な視点で検討が行われている。

Mata ら<sup>47</sup>は、円錐圧子角度  $70.3^\circ$  (図 1-1 の  $\alpha$ ) にて材料定数  $E$  を  $70\sim 200\text{GPa}$ ,  $Y$  を  $50\sim 1000\text{MPa}$ ,  $n$  を  $0\sim 0.4$  まで変化させた解析を行い、代表ひずみ  $0.1$ ,  $\Gamma$  値  $2.7$  を提案した。Dao ら<sup>41</sup>は、 $E/Y$  が  $25\sim 700$  および  $n$  を  $0\sim 0.5$  まで変化させ、円錐圧子角度  $70.3^\circ$  を用いて有限要素法解析を行い、加工硬化指数に影響を受けない代表ひずみ  $0.033$  を提案した。さらに、Dao ら<sup>41</sup>は、この代表ひずみを用い、6061 アルミニウムおよび 7075 アルミニウムの荷重-変位関係から負荷曲率を求め、単軸試験の応力-ひずみ関係を予測する手法を提案している。この荷重-変位関係から応力-ひずみ関係を予測する手法は、逆解析法として知られている。逆解析法では、あらかじめ多くの材料特性を用いて

様々なケースの代表応力と負荷曲率の関係をデータベース化し、インデンテーションにより未知の材料の負荷曲率を求めることで、それに対応する単軸試験の代表応力値や応力-ひずみ関係を予測する。逆解析法の提案により、インデンテーションの利用価値は大きく拡大したと言える。しかし、Daoらは、数学的なパラメトリックスタディにより代表ひずみの提案を行ったため、代表ひずみを取り扱う他の研究<sup>71)</sup>では、Daoらの代表ひずみは、物理的な意味はなく、数学的トリックという指摘もある。Ogasawaraら<sup>39)</sup>は、インデンテーションにより付与されるひずみ分布を考慮し、円錐圧子角度 $70.3^\circ$ における代表ひずみを0.0115としている。圧子角度ごとの代表ひずみ値も提案し、3つの圧子角度のインデンテーションから得た負荷曲率を用いて逆解析を行うことで、加工硬化銅および焼鈍銅の応力-ひずみ線図をインデンテーションにより予測している(図1-12)。その他の先行研究では、式(1.4)の $\Gamma$ を任意に定めた上で、代表ひずみを提案した例もある<sup>46)</sup>。Hernotら<sup>72)</sup>は、様々な材料に対するインデンテーションの解析的検討の結果、代表ひずみは材料特性に依存するため、単一の値は存在しないと結論づけている。現在まで様々な値の代表ひずみが提案されている理由としてHernotら<sup>72)</sup>は、著者ごとに圧子の縁のピルアップ等を見逃している点を指摘している。

上記で述べた代表ひずみに関する研究は、有限要素法による検討結果、もしくは解析で得た結果を実験に適用した例であり、代表ひずみの意味を実験的に追求しようとした研究例は少ない。この原因として、実験で代表ひずみの意味を調べるためには、材料内部の不均一なひずみ分布を検討しなければならない点が指摘されている<sup>73)</sup>。

実験における代表ひずみの検討例を述べる。Chaudhri<sup>74)</sup>は、Vickers圧子を用いて焼鈍銅にミリインデンテーションを行った後、材料を切断し、マイクロインデンテーションを複数行うことで材料内部のひずみ分布を求めた(要領は図1-6と同様)。その結果、圧子直下で取得したひずみ値は、単軸試験のひずみ値に換算すると最大0.25~0.36と報告し、この圧子直下の高ひずみが、代表ひずみであると結論付けた。しかし、Chaudhri自身<sup>73)</sup>も様々な検討の結果、代表ひずみが圧子直下のひずみ分布の平均値なのか、または、分布の中のある代表的なひずみ値なのか結論づけることはできないとしている。Giannakopoulosら<sup>40,75)</sup>は、Chaudhriの代表ひずみ<sup>74)</sup>を参考に、提案式の中で代表ひずみを0.29~0.3とし、7075アルミニウム合金の単軸引張試験結果をインデンテーションにより予測している。同じ圧子を使用しているのにも関わらず、Giannakopoulosら<sup>40,75)</sup>らが提案している代表ひずみ0.29~0.3は、別の研究で提案されている代表ひずみ(例えば0.08<sup>23)</sup>)とひずみ0.2以上も異なっている。現在まで様々な代表ひずみが提案されていることからわかる通り、代表ひずみの議論は収束していない。しかし、先行研究<sup>50,51)</sup>では、代表

ひずみの意味を調べるよりも，その利便性が重視され，インデンテーションの結果から単軸試験結果の予測等の応用が頻繁に行われているのが現状である．

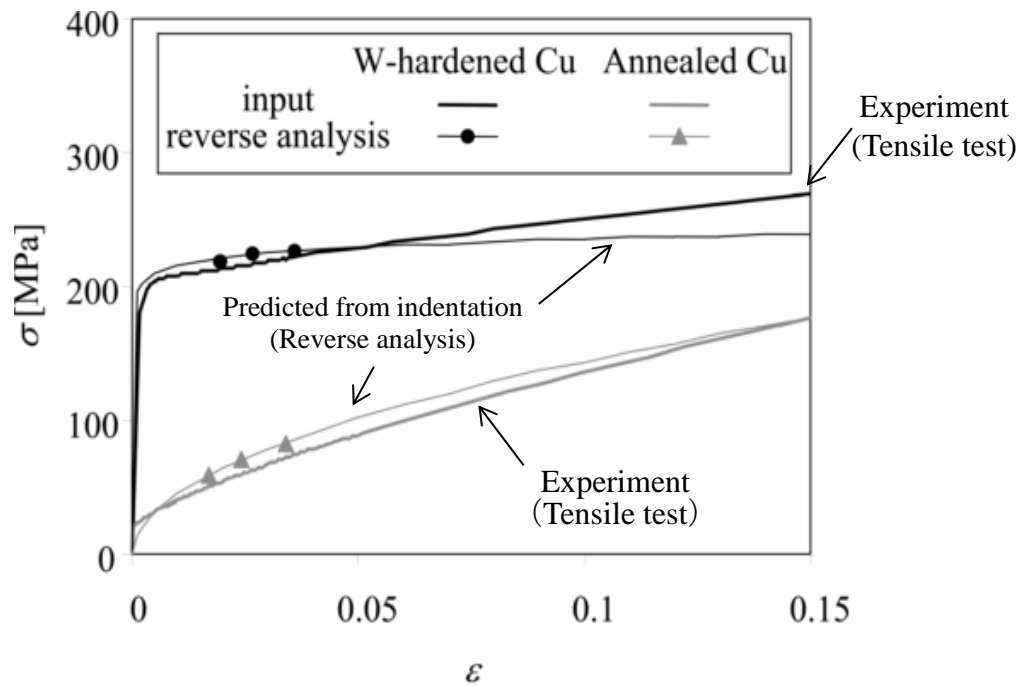


図1-12 インデンテーションを用いて加工硬化銅（W-hardened Cu）および焼鈍銅（Annealed Cu）の応力-ひずみ関係予測した例（inputは単軸引張試験結果，reverse analysisはインデンテーションの逆解析結果）<sup>39)</sup>．

### 1.2.7 インデンテーションにおける識別不可材料と識別限界ひずみ

代表ひずみに関する研究課題は、インデンテーションの結果が単軸試験結果とどのように関連するかである。インデンテーションより単軸試験結果を予測する逆解析法は、特にこの知見が重要となる。逆解析法によりインデンテーションの応用の可能性が拡大した一方で、インデンテーションの結果の解釈の難しさを示した報告がある。1999年に Cheng と Cheng は<sup>76)</sup>、べき乗硬化則に従う様々な解析材料に対して、インデンテーションのパラメトリックスタディを行ったところ、材料特性が異なるのにも関わらず荷重-変位関係が同一となる現象を報告した。これは、インデンテーションの荷重-変位関係により識別できない材料の存在を示唆しており、識別不可材料(indistinguishable material)と呼ばれている<sup>58,63,75-79)</sup>。識別不可材料は、その発生原因に不明な点が多いことから不可解な材料(mystical material)とも呼ばれている<sup>78)</sup>。

識別不可材料の発見により、従来のインデンテーションにおける変形場の理解およびインデンテーションと単軸試験との関連性について疑問が持たれるようになり、この課題に関する研究が、2000年以降に盛んに行われた。特に、識別不可材料は、Chenら<sup>78)</sup>によって詳細に検討が行われており、その例を図1-13(a)に示す。図1-13(a)の上側の図は、ある2つの入力解析材料であり、この2つの材料に対して円錐圧子(圧子角度 $70.3^\circ$ )でインデンテーションを行った例が図1-13(a)の下側の図である。2つの入力解析材料における荷重-変位関係が一致している。逆解析法は、荷重-変位関係を使用して、応力-ひずみ関係を予測するため、荷重-変位関係が同一となると逆解析を行えない。この問題に対応するため、圧子角度の異なる複数の圧子を用いた逆解析法<sup>63)</sup>が提案されている。Chollacoopら<sup>63)</sup>は、圧子角度が異なる2つの圧子を使用することで、識別不可材料を荷重-変位関係から識別することが可能となり、逆解析法を適用できるとした。その様子がわかるChenら<sup>78)</sup>の結果を図1-13(b)に示す。圧子角度が $70.3$ および $74^\circ$ の時はほぼ荷重-変位関係が重なっているが、圧子角度が $63.14$ および $75.79^\circ$ になると、荷重-変位関係に差異が現れている。Chenら<sup>78)</sup>は、識別不可材料に関してさらに検討を進め、様々な円錐圧子角度を用いても荷重-変位関係に差異が現れない識別不可材料も発見している(図1-13(c))。Chenら<sup>78)</sup>は、材料特性を様々変更し、数多くの識別不可材料を発見しているが、識別不可材料が存在する原因やそのメカニズムは明らかにしていない。

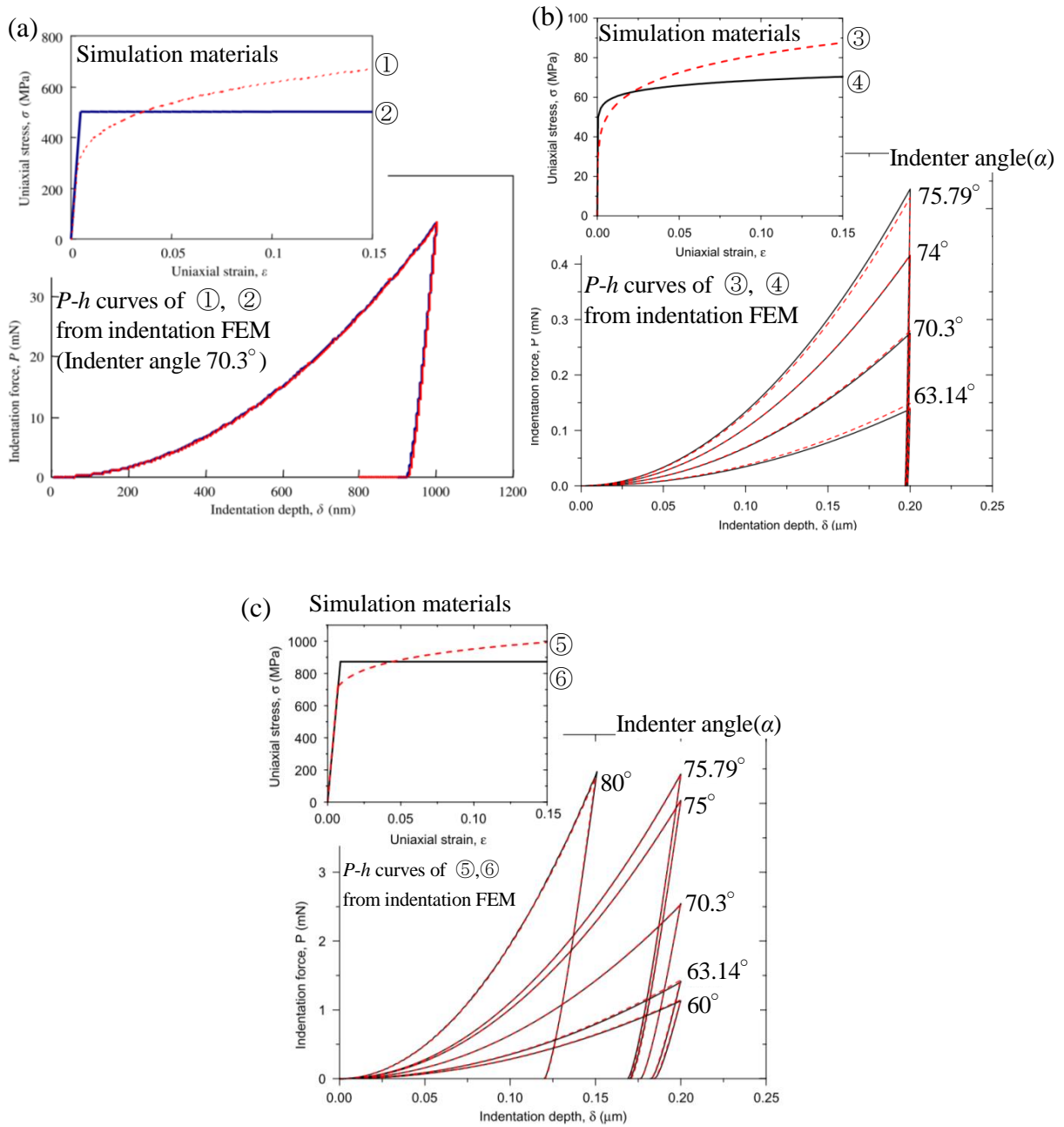


図 1-13 (a) 識別不可材料の解析材料と円錐圧子 70.3° (図 1-1 の a) のインデンテーション結果, (b) 識別不可材料の解析材料と様々な圧子角度におけるインデンテーション結果; 圧子角度が 63.14 および 75.79° になると, 荷重-変位関係に差異が現れている. (c) 圧子角度を変更しても荷重-変位関係に差異が確認できない識別不可材料例<sup>78)</sup>.

提案されている逆解析法<sup>39,41)</sup>は、識別不可材料の問題に加えて、他の問題点も指摘されている。逆解析法は、解析的に材料特性を変化させたデータベースをあらかじめ構築する必要があり、その構築の際は、材料の変形が式(1.8)のべき乗硬化則に従うと仮定し、検討が行われていた。小笠原ら<sup>22)</sup>は、ステンレス鋼 (SUS304)、加工硬化銅 (WH Cu) および焼鈍銅 (AN Cu) に対して、単軸引張試験、Berkovich 圧子を利用したインデンテーションを行い、逆解析法の検討を行った。その結果を図 1-14 に示す。図中の  $\phi$  は図 1-1 (c) の Berkovich 圧子角度である。べき乗硬化則に概ね従う加工硬化銅 (WH Cu) および焼鈍銅 (AN Cu) は、4 つの圧子による得た逆解析結果 (プロット) と引張試験の応力-ひずみ関係がほぼ一致しているが、べき乗硬化則に従わないステンレス鋼 (SUS304) は、高ひずみにおける誤差が大きいことがわかる。よって、材料の応力-ひずみ関係がべき乗硬化則で表せない場合、逆解析法が適用できないことを指摘している。

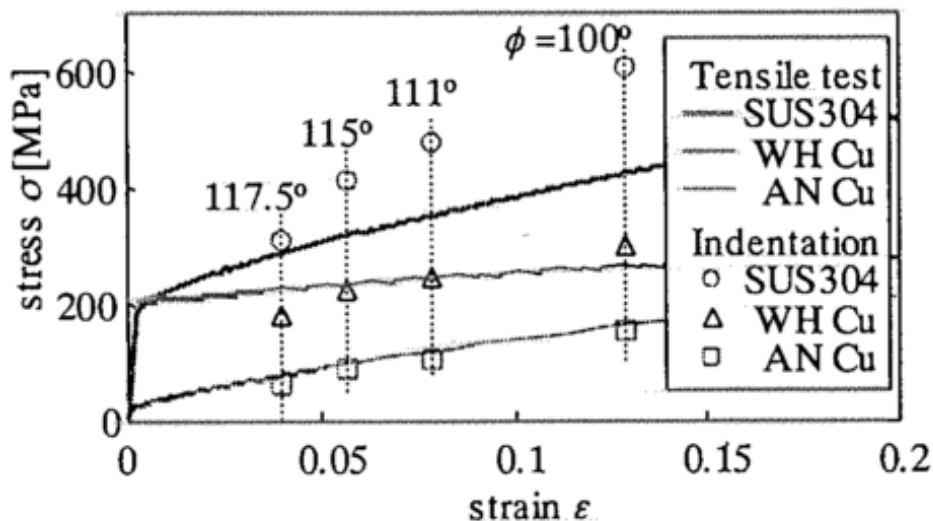


図1-14 ステンレス鋼 (SUS304)、加工硬化銅 (WH Cu) および焼鈍銅 (AN Cu) に対する引張試験 (実線) およびインデンテーションの逆解析結果 (○, △, □のプロット)<sup>22)</sup>。

Liuら<sup>62)</sup>は、小笠原らの研究<sup>22)</sup>のステンレス鋼で見られた逆解析法の誤差要因および既に述べた識別不可材料の問題を認識した上で、有限要素法解析にて単軸試験とインデンテーションの関連性を詳細に調べている。検討された様々な解析材料の代表例を図1-15 (a) に示した。解析材料の中でも、検討のベースとなるのは、べき乗硬化則により再現された解析材料 (①Original material) である。Liuらは、このOriginal materialのあるひずみ (修正ひずみ: Modification strain  $\epsilon_m$ ) から材料を修正した2種類の修正材料を用意した。

1つは、①のOriginalの材料をある修正ひずみ（低ひずみ）から加工硬化指数 $n$ を0に変化させた材料（②Modified material），もう1つは、高ひずみの修正ひずみから加工硬化指数 $n$ を0に変化させた材料（③Modified material）である．さらに、この修正ひずみを0.05～0.35まで変化させ、①～③のような特性をもつ様々な解析材料に対してインデンテーションを行った．圧子角度 $70.3^\circ$ における荷重－変位関係の模式図を図1-15（b）に示す．修正材料③のように、材料①の加工硬化指数を、高ひずみ（修正ひずみ0.2以上）で強制的に $n=0$ とすると、材料①と③の荷重－変位関係は、ほぼ一致することが見出されている（誤差は1%未満）．対照的に、修正材料②のように、材料①の加工硬化指数を低ひずみ（修正ひずみ0.2未満）で修正を行うと、荷重－変位関係が5～15%以上の差異が見られることが確認されている．つまり、インデンテーションにおいて修正ひずみ0.2以上の応力－ひずみ関係は、荷重－変位関係に影響を及ぼさないことを示唆している．この修正ひずみは、インデンテーションにおいて、応力－ひずみ関係の差異を識別できる上限のひずみの意味を持つため、識別限界ひずみ $\epsilon_c$ （Critical strain）と定義されている．

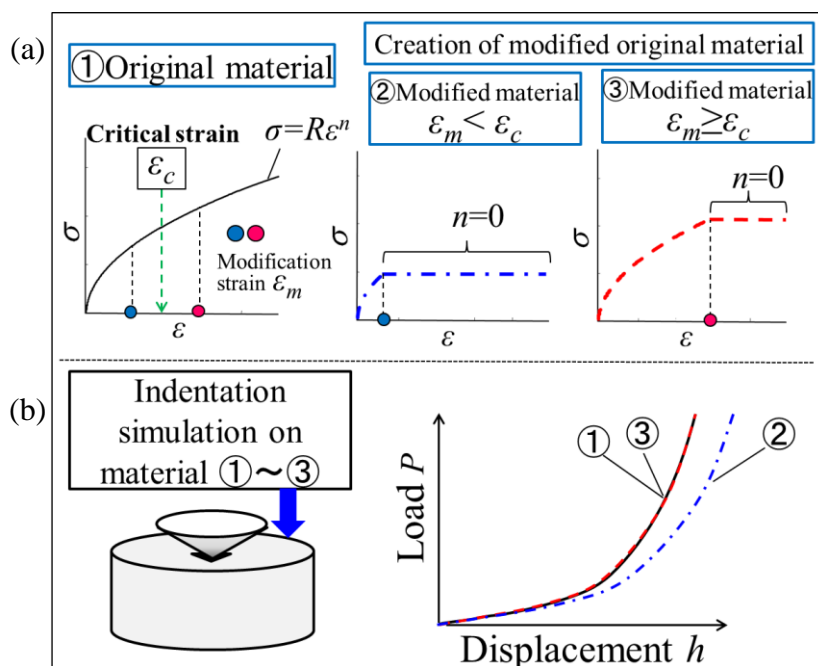


図1-15 Liuらの研究内容<sup>62)</sup>の概念図 (a) べき乗硬化則に従う解析材料（①Original material）と、任意の位置で加工硬化指数を0に修正した解析材料（Modified material）の一例．②の修正材料は、Originalの材料を、識別限界ひずみ未満の修正ひずみで、加工硬化指数を修正した一例、③の修正材料は、識別限界ひずみ以上の修正ひずみで加工硬化指数を修正した一例、(b) 材料①～③に対して、インデンテーションを行って得られる荷重－変位関係の模式図．材料①、③は荷重－変位関係が概ね一致するのに対して、材料①、②は、荷重－変位関係に差異が見られる．



識別限界ひずみが発生する原因について、Liu らは明らかに示していないが、インデンテーションでは少なくとも、入力材料の違いを識別できる上限界のひずみが存在すると報告<sup>62)</sup>している。よって、識別限界ひずみは、インデンテーションによる材料特性評価には、ある一定の評価限界が存在することを示している。この現象は、有限要素法を用いた他の論文<sup>80)</sup>においても確認されている。しかし、現在まで、識別限界ひずみの実験における影響は明らかになっていない。このため、先行研究<sup>13)</sup>では、実験結果を考察する際の指針として Liu ら<sup>62)</sup>の提案を利用している。De Bono ら<sup>13)</sup>は、識別限界ひずみが定義する単軸試験のひずみ 0.2 までの結果を利用して、インデンテーションの実験結果の考察を行っている。

識別限界ひずみの研究は、インデンテーションを理解する上で重要な概念であるが、識別不可材料の研究ほど盛んに議論が行われていないのが現状である。識別不可材料は、現実に存在する材料に似た特性を有し、かつ荷重-変位関係が一致するため、逆解析法の成立を直接揺るがす要因となることから、その対処法等が検討されてきた<sup>63)</sup>。しかし、識別限界ひずみは、図 1-15 (a) のようにあるひずみから急激に加工硬化指数が変化する材料を用いて検討されており、そのような材料は現実には存在しないことが、識別限界ひずみの議論が進展していない理由であると考えられる。

現在まで、インデンテーションは、様々な工学分野に応用され、非常に利用価値の高い試験手法として利用されてきた。しかし、インデンテーションでは、識別不可材料や識別限界ひずみといった概念が存在することからもわかる通り、複雑な変形場の影響を受けた荷重-変位関係と単軸試験の応力-ひずみ関係がどのように関連するののかについては、現在まで明らかにされていない。近年では、これらの問題については未解決のままインデンテーションのさらなる応用が進められているのが現状である。特に、Tabor が経験的に示した式(1.4)のインデンテーションの結果と単軸試験の関連性を利用し、インデンテーションの結果から材料強度のひずみ速度依存性等の有益な情報を引き出すとする研究が行われ始めている。しかし、Tabor の研究やその他現在まで検討されてきた代表応力、代表ひずみ等に見られるインデンテーションの経験則は、ひずみ速度を考慮してない場合に導出された知見である。このため、インデンテーションにおけるひずみ速度の考察に代表応力、代表ひずみの知見を使うためには、まずこれらがインデンテーションのひずみ速度を考慮しても使用可能かどうか検討する必要がある。次項では、まず材料の変形理論、単軸試験における温度、ひずみ速度の影響を触れた上で、インデンテーションのひずみ速度の影響を取り扱っている先行研究について述べる。

### 1.3 インデンテーションのひずみ速度に関する先行研究

金属材料の変形を考える上で、温度とひずみ速度の影響は重要である。先行研究<sup>81-85)</sup>では、材料の変形メカニズムを明らかにするため、単軸試験により材料特性に及ぼす温度、ひずみ速度の影響が調べられてきた。その結果、材料の変形理論が構築されるとともに、材料の変形を数学的に表現する様々な材料構成則が提案されている。材料構成則により材料の変形をモデル化できると、有限要素法に 응용が可能となるため、精度のよい材料構成則の構築が求められてきた<sup>82)</sup>。

上記のような研究の流れの中、近年ではインデンテーションにおいて温度、ひずみ速度の影響が着目され始めている<sup>48,86)</sup>。インデンテーションの近年の研究を述べるに当たり、まずは単軸試験において提案されている理論、先行研究を述べる。単軸試験では、材料の変形理論が確立しており、インデンテーションの変形場の影響の考察のため欠かせない概念となる。

#### 1.3.1 材料強度の温度およびひずみ速度依存性

応力は、複数のパラメーターの関数であることがわかっている<sup>82,87,88)</sup>。

$$\sigma = f(E, Y, n, \varepsilon, T, \dot{\varepsilon}_u) \quad (1.9)$$

ここで、 $T$ は温度、 $\dot{\varepsilon}_u$ は単軸試験のひずみ速度である。転位論<sup>83,88-91)</sup>によれば、応力は下記の2つの成分に分類できる。

$$\sigma = \sigma_a + \sigma_{th}(T, \dot{\varepsilon}_u) \quad (1.10)$$

ここで、 $\sigma_a$ は非熱的成分で温度およびひずみ速度に依存しない応力成分である。一方、 $\sigma_{th}$ は応力の熱的成分であり、温度、ひずみ速度に依存する。これは、転位運動の熱活性化理論として知られている。

この理論では、温度、ひずみ速度の影響を転位が障害物を乗り越えるために必要なエネルギーの増減として扱っている。Zener と Hollomon<sup>91)</sup>は熱活性化理論を応用し  $Z$  パラメーターとして下記式を提案した。

$$Z = \dot{\varepsilon}_u \exp\left(\frac{\Delta G}{RT}\right) \quad (1.11)$$

ここで、 $\Delta G$ は転位が障害物を乗り越えるために必要なエネルギー、 $R$ はガス定数であ

る。単軸試験においてひずみ ( $\epsilon$ ) およびひずみ速度 ( $\dot{\epsilon}_u$ ) は下記式で与えられる。

$$\epsilon_u = \frac{\Delta l}{l} \quad (1.12)$$

$$\dot{\epsilon}_u = \frac{d\epsilon_u}{dt} \quad (1.13)$$

ここで、 $l$ は試験片の初期長さ、 $\Delta l$ は試験片の伸びであり、ひずみ速度はひずみの時間微分である。ZenerとHollomon<sup>91)</sup>は、温度-95°C~20°C、ひずみ速度約 $10^{-5}$ ~ $10^3$ s<sup>-1</sup>のオーダーで鋼材の引張試験を行い、式(1.11)を用いて実験結果を考察した。引張強さおよびひずみ0.01における応力と式(1.11)のZパラメーターの関係を図1-16に示す。式(1.11)を用いると温度およびひずみ速度の影響は、一本の線にて表すことが可能であることがわかる。Zパラメーターを利用すれば、高ひずみ速度の結果を得たい場合、低温で試験を行なうことで取得可能となる<sup>91)</sup>。単軸試験のひずみ速度の影響に着目し先行研究<sup>89,92-96)</sup>を参照すると、既に様々な材料のひずみ速度の影響が報告されており、材料強度のひずみ速度の影響は関心が高い分野であることがわかる。

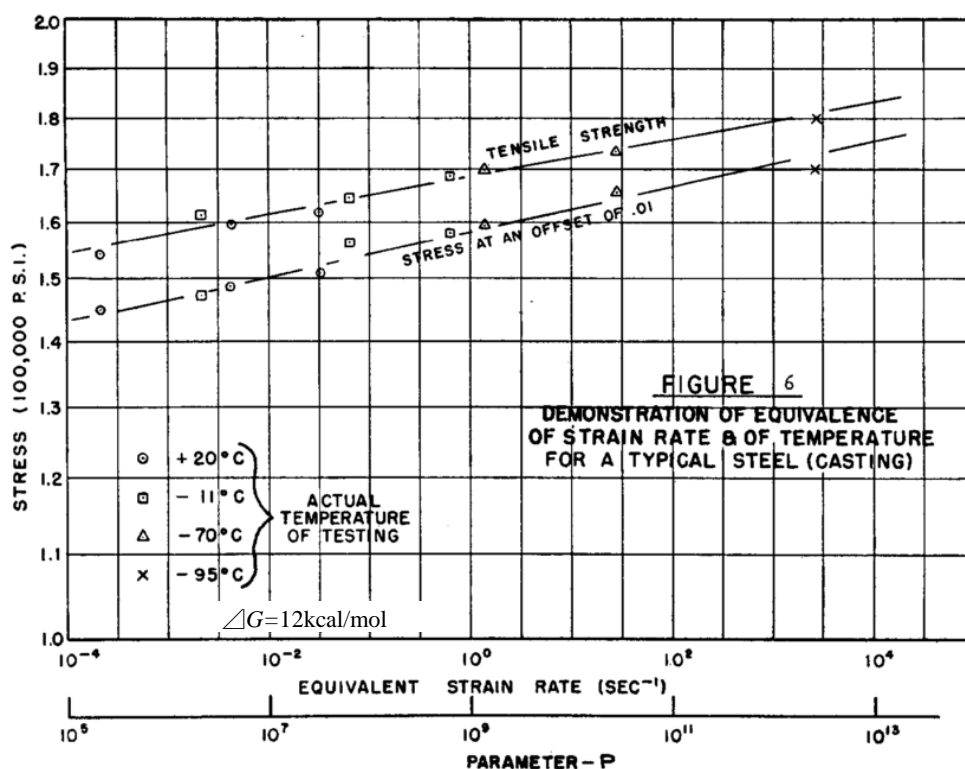


図1-16 鋼材の流動応力とZパラメーター（横軸parameter-P）の関係<sup>91)</sup>。式(1.11)の $\Delta G$ は12kcal/mol.

### 1.3.2 インデンテーションにおけるひずみ速度

近年、インデンテーションにおいて材料強度の温度、ひずみ速度の影響が検討され始めている。インデンテーションにおいて温度やひずみ速度を考慮した場合、式(1.3)の負荷曲率は、下記の通り温度とひずみ速度の関数となる。

$$C = f(E, Y, n, \alpha, T, \dot{\epsilon}) \quad (1.14)$$

従来の研究において、インデンテーションのひずみ分布の解釈に関する課題については前述の通りである。その時間変化であるインデンテーションのひずみ速度は、より大きな課題となることは明白である。また、不均一なひずみ分布に起因し、ひずみ速度についても分布することは自明だが、先行研究においては考慮されずにインデンテーションのひずみ速度の影響が報告されている。また、金属の変形を扱う場合、インデンテーションにおいても前述の熱活性化理論が適用可能である可能性が高い。しかし、インデンテーションにおいて温度、ひずみ速度の影響を考察するためには、まずひずみ速度分布の影響を明らかにする必要がある。よって、本論文ではインデンテーションのひずみ速度の影響に着目し議論を行うことにした。

インデンテーションにおいてひずみ速度の影響に関する課題を述べるため、まずは、先行研究において提案されているインデンテーションのひずみ速度の関係式等を述べる。Doerner と Nix<sup>35)</sup>は、焼鈍  $\alpha$  銅に対してナノインデンテーションを行い、硬さは深さの増加とともに減少すると報告した。この原因として、ひずみ速度の影響を指摘し、インデンテーションのひずみ速度 ( $\dot{\epsilon}_i$ ) を下記式で定義した。

$$\dot{\epsilon}_i = c \left( \frac{\dot{h}}{h} \right) \quad (1.15)$$

ここで、 $c$  は材料定数、 $\dot{h}$  は変位速度である。 $\dot{\epsilon}_i$  は単軸試験のひずみ速度と同じ次元であるが、式(1.15)のインデンテーションのひずみ速度は、単軸試験のひずみ速度のようにひずみの時間変化から導出されていない。このため、式(1.15)のインデンテーションのひずみ速度は、見かけのひずみ速度として扱われる場合<sup>97)</sup>もある。Lucas と Oliver<sup>98)</sup>は、上式を荷重制御に拡張し、以下の近似式を提案した。

$$\frac{\dot{h}}{h} \approx \frac{\dot{P}}{2P} \quad (1.16)$$

ここで、 $\dot{P}$ は負荷速度である．この関係は、インデンテーションのひずみ速度を検討する際によく使用される<sup>99,100</sup>．インデンテーションのひずみ速度の先行研究は、式(1.15)および式(1.16)で示されるように変位速度あるいは負荷速度の値を増加させることで行われている<sup>35,101,98,99</sup>．変位速度もしくは負荷速度により圧子を制御する手法は負荷（変位）速度一定試験と呼ばれる．また、近年、押しひずみ速度一定 ( $\dot{\epsilon}_{ic}$ ) と呼ばれる式(1.16)の $\dot{h}/h$ または $\dot{P}/P$ を一定に保つ手法が提案されている<sup>98,86</sup>．試験中、 $\dot{h}/h$ または $\dot{P}/P$ を一定にするためには、変位もしくは荷重と時間  $t$  の関係について、 $h=\exp(t)$ もしくは $P=\exp(t)$ を満たす必要がある<sup>86,98</sup>．図1-17に負荷速度一定および押しひずみ速度一定の試験法の概要図を示す．試験手法により大きく圧子の制御法が異なることがわかる．

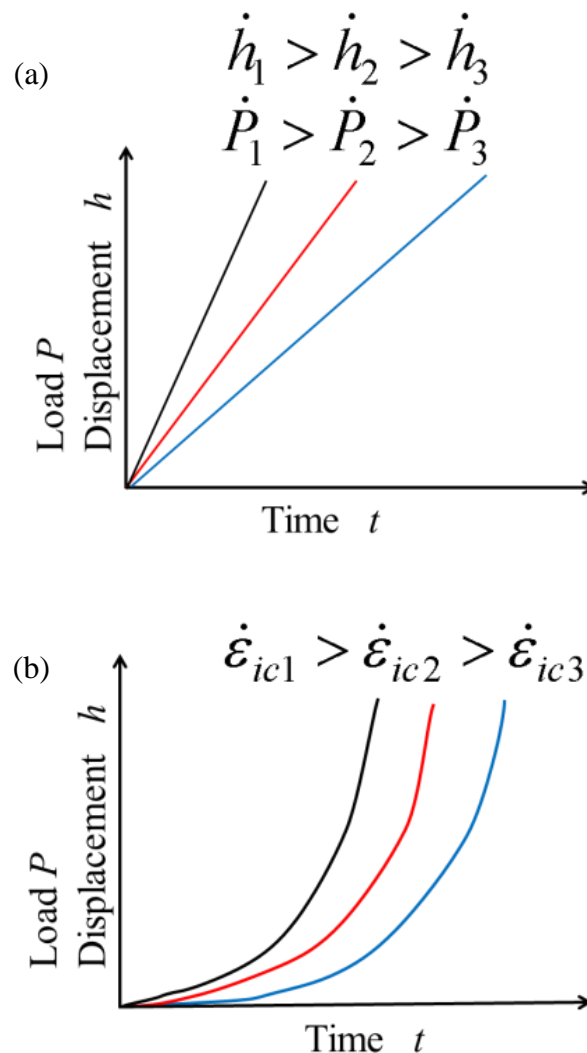


図 1-17 各圧子制御の時間履歴 (a) 負荷（変位）速度一定，(b) 押しひずみ速度一定．

Xin ら<sup>102)</sup>は、Sn-3.5Ag-0.75Cu 合金に対して Berkovich 圧子の負荷速度を変化させたインデンテーションを行い、負荷速度増加と共に荷重の増加を確認している。また、Schwaiger ら<sup>96)</sup>は、微細結晶 Ni 材料に対して負荷速度一定および押し込み速度一定にてインデンテーションを行った (図 1-18)。負荷速度一定では負荷速度が増加するほど、押し込み速度一定では押し込み速度が増加するほど、荷重値が増加している。同様の現象は、有限要素解析<sup>31,86)</sup>においても確認されている。図 1-18 に示したように異なる圧子速度制御の結果は類似しているが、圧子速度制御の違いがどのようにひずみ速度に影響を及ぼすのかについては現在まで明らかにされていない。

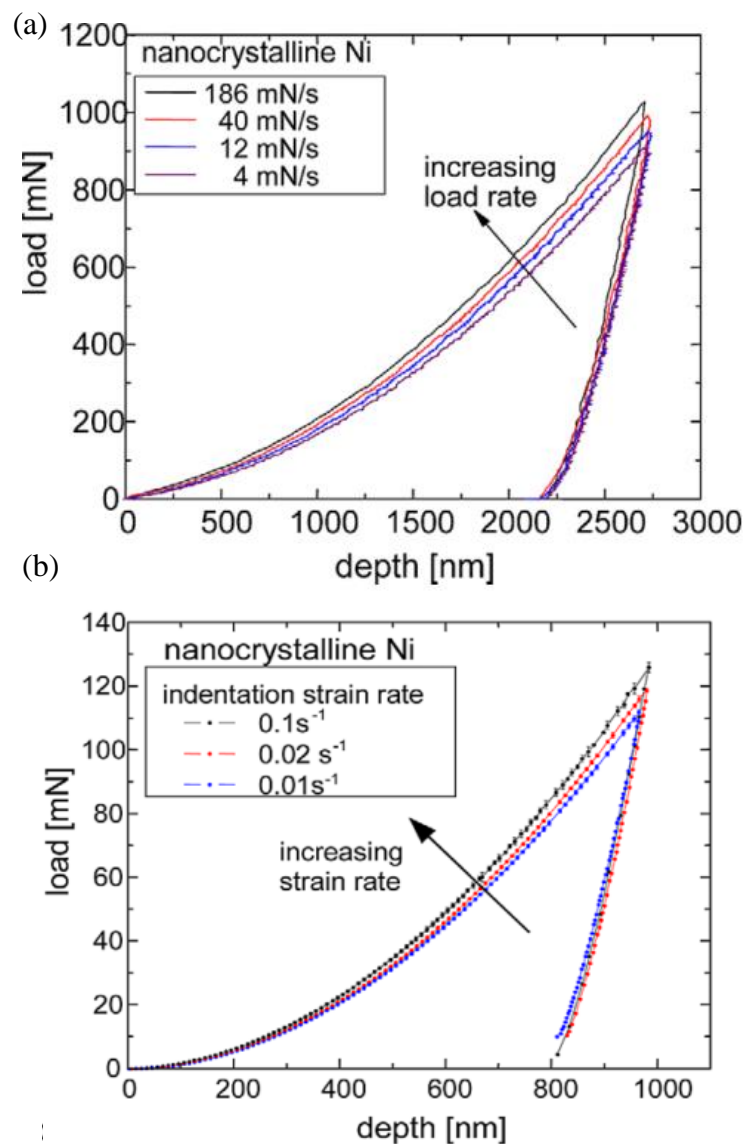


図 1-18 微細結晶 Ni のインデンテーション試験結果<sup>96)</sup> (a) 負荷速度一定, (b) 押し込み速度一定。

Maier ら<sup>31)</sup>は、微細結晶 Ni (NC) に対して試験途中で急に押しひずみ速度増加もしくは減少させる押しひずみ速度急変試験を行っている (図 1-19)。押しひずみ速度を増加させると荷重値が増加し、逆に押しひずみ速度を減少させると荷重値も減少している。Wheeler ら<sup>32)</sup>は、温度の影響を考慮したひずみ速度急変試験により微細結晶 Al のひずみ速度依存性を報告した (図 1-20)。ひずみ速度を増減させた変位で荷重も増減し、その傾向は温度の影響を受けており、前述の報告と合わせて、温度、ひずみ速度の影響がインデンテーションにおいて重要であることがわかる。

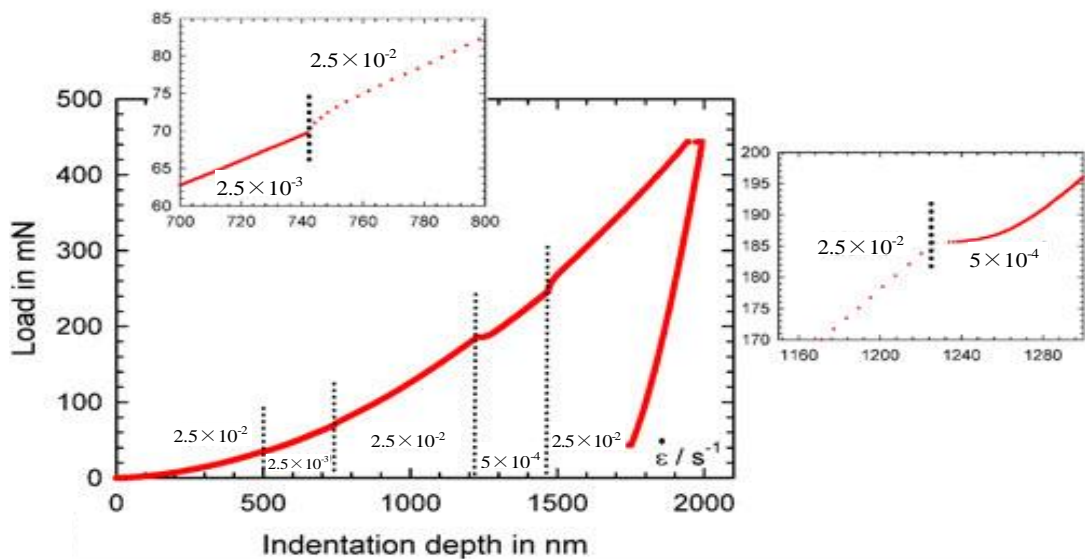


図1-19 微細結晶Ni (NC) の押しひずみ速度急変試験結果<sup>103)</sup>。

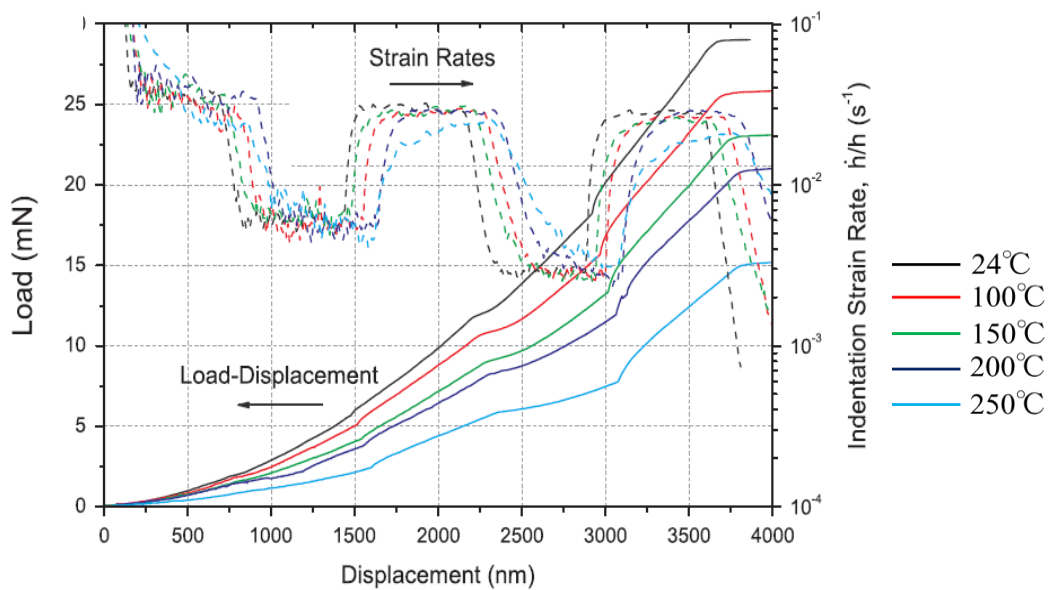


図 1-20 微細結晶 Al の押しひずみ速度急変試験結果<sup>32)</sup>。

これまで述べてきたインデンテーションに及ぼすひずみ速度の影響を扱う多くの論文<sup>89,92-96)</sup>では、単軸試験の試験結果との類似性が指摘されている。しかし、インデンテーションのひずみ速度は材料内部に分布するため、単軸試験のひずみ速度とは根本的に異なる問題である。ひずみ速度を考慮しない場合のインデンテーションは、実験的および解析的な様々な検討が行われ、インデンテーションの変形場の理解に努力が注がれてきた。その結果、インデンテーションはひずみ分布を有し単軸試験と異なる試験法であるが、両試験の関連性が提案されている。一方、インデンテーションのひずみ速度は、材料内部に分布することを述べたが、これまでの考え方に従えばインデンテーションのひずみ速度も単軸試験のひずみ速度と関連する可能性が高い。しかし、現在までインデンテーションのひずみ速度分布については、明らかにされておらず、単軸試験のひずみ速度とどのように関係するのかについても不明である。ここで、近年の研究におけるインデンテーションのひずみ速度の取り扱いと単軸試験のひずみ速度との関連性について述べる。



### 1.3.3 インデンテーションのひずみ速度の考え方に関する先行研究

Frost と Ashby<sup>104)</sup>は、単軸試験で得られる流動応力のひずみ速度依存性をべき乗則で表した下記式を提案している。

$$\sigma = K\dot{\epsilon}^m \quad (1.17)$$

ここで、 $K$  は材料定数、 $m$  はひずみ速度感受性指数である。単軸試験におけるひずみ速度感受性指数  $m$  は、流動応力とひずみ速度の関係から下記式で求められる。

$$m_{uniaxial} = \frac{d \ln \sigma}{d \ln \dot{\epsilon}_u} \quad (1.18)$$

先行研究では、式(1.17)や式(1.18)をインデンテーションに応用する試みがなされている。Cheng と Cheng<sup>58)</sup>は、インデンテーションと単軸試験の結果が関連すると仮定し、式(1.17)から硬さとインデンテーションのひずみ速度を用いて下記式を提案した。

$$H \approx \Pi(m, \alpha) K \left( \frac{\dot{h}}{h} \right)^m \quad (1.19)$$

ここで、 $\Pi$ は $m$ と圧子角度 $\alpha$  (図1-1の $\alpha$ ) に依存する無次元関数である。Cheng と Cheng<sup>58)</sup>は、インデンテーションのひずみ速度は、単軸試験のひずみ速度と同等として取り扱っている。この考え方は様々な先行研究<sup>98,99,103,105-107)</sup>でベースとなっているが、インデンテーションのひずみ速度は単軸試験のひずみ速度となぜ同等として扱えるのか理由は示されていない。さらに、インデンテーションのひずみ速度は単軸試験と異なる定義式であるため、最大変位にてインデンテーションのひずみ速度が算出される等の処置が行われており<sup>101)</sup>、単軸試験のひずみ速度との関連性は明らかにされていない。しかし、先行研究では、この関連性について検討を行わずに式(1.18)のひずみ速度感受性指数 $m$ をインデンテーションにおいて取得する応用研究が行われている。Maierら<sup>31)</sup>は、式(1.18)の材料のひずみ速度感受性指数 $m_{uniaxial}$ を硬さとインデンテーションのひずみ速度で表し、以下のように定義した。

$$m_i = \frac{d \ln H}{d \ln \frac{\dot{h}}{h}} \quad (1.20)$$

式(1.20)を利用することで、微細結晶 Ni (NC) のひずみ速度感受性指数  $m_i$  を取得し、単

軸試験のひずみ 0.08 におけるひずみ速度感受性指数  $m_{uniaxial}$  との関連性が示されている。しかし、このひずみ値は Tabor の代表ひずみ<sup>23)</sup>であり、ひずみ速度を考慮しない場合において算出されたものであるため、その適用性に疑問が残る。また、式(1.20)は、インデンテーションのひずみ速度をそのまま単軸試験のひずみ速度と置きかえているが、両試験のひずみ速度が関連する理由等は特に示されていない。式(1.20)は、インデンテーションにおけるひずみ速度の影響の応用例として用いられており、その他の研究では、式(1.20)の硬さを式(1.4)の代表応力に変更した提案式も示されている<sup>6,69,108)</sup>。代表応力を使用する際は式(1.4)の  $\Gamma$  の影響も重要となるが、先行研究<sup>108)</sup>では  $\Gamma$  を任意に 3 と仮定し、微細結晶 Al-Mg 合金のひずみ速度感受性指数の取得に、インデンテーションを応用した例もある。しかし、ひずみ速度の影響が考慮されていない  $\Gamma$  は、インデンテーションのひずみ速度の影響の考察に使用できる値であるかは不明である。

インデンテーションのひずみ速度は単軸試験のひずみ速度とは異なるという視点で、インデンテーションのひずみ速度を取り扱っている例もある。Kermouche ら<sup>7,69)</sup>は、インデンテーションのひずみ速度はそのまま単軸試験のひずみ速度としては扱えず、従来の代表ひずみの概念を参考に、代表ひずみ速度 ( $\dot{\epsilon}_r$ ) が存在するとした。インデンテーションにおいて、この代表ひずみ速度と単軸試験のひずみ速度が関連するとし、以下の代表ひずみ速度を提案している。

$$\dot{\epsilon}_r = 0.44 \exp\left(\frac{0.2}{m}\right) \cot(\alpha) \frac{\dot{h}}{h} \quad (1.21)$$

ここで、 $\alpha$  は圧子角度で図 1-1 の  $\alpha$  である。式(1.21)からわかる通り、代表ひずみ速度を使用する際は、材料のひずみ速度感受性指数  $m$  を事前に知る必要がある。Poisl ら<sup>48)</sup>は、式(1.4)の関係に習い、インデンテーションのひずみ速度は、単軸試験のひずみ速度と比例関係にあると予測している。変形を支配するインデンテーションのひずみ速度は、有効ひずみ速度 ( $\dot{\epsilon}_e$ ) として考えることができるとし、この有効ひずみ速度が単軸試験のひずみ速度と関連するとした。有効ひずみ速度は、下記関係式が提案されている。

$$\dot{\epsilon}_e = \beta \dot{\epsilon}_i \quad (1.22)$$

ここで、 $\beta$  は材料定数である。式(1.15)、式(1.16)および式(1.22)を考慮すると有効ひずみ速度は下記関係式で表すことができる。

$$\dot{\varepsilon}_e = \beta \left( \frac{\dot{h}}{h} \right) \approx \beta \left( \frac{\dot{P}}{2P} \right) \quad (1.23)$$

Poislら<sup>48)</sup>が提案している有効ひずみ速度は、Kermoucheらの提案と同様に、分布するインデンテーションのひずみ速度を単一の値として扱っている。有効ひずみ速度は、インデンテーションのひずみ速度分布の存在を念頭に置き、実際に変形を支配するひずみ速度として提案されているのに対し、代表ひずみ速度は従来の代表ひずみの存在に基づき導出されている。よって、代表ひずみ速度は、代表ひずみの問題を踏襲する可能性がある。しかし、提案されているそれぞれのひずみ速度の導出目的は同じであり、インデンテーションのひずみ速度と単軸試験のひずみ速度の関連性を明らかにすることである。

本論文では、具体的なインデンテーションのひずみ速度の影響に着目しているPoislらの有効ひずみ速度が、よりインデンテーションのひずみ速度の理解に繋がると考え、有効ひずみ速度を用いて検討を行うこととした。式(1.23)の $\beta$ 値について先行研究を参照してみると、様々な $\beta$ 値が採用されている。先行研究では、 $\beta$ 値を0.01<sup>109)</sup>、0.1<sup>49,101)</sup>と置く研究や、 $\beta$ 値の存在を認識はしているが $\beta=1$ とする場合<sup>106,107)</sup>がある。また、特に言及せずにインデンテーションのひずみ速度を単軸試験と同等として $\beta=1$ <sup>103,105)</sup>とする場合もある。よって、インデンテーションの有効ひずみ速度は不明な点が多い。先行研究<sup>48,109)</sup>では、 $\beta$ 値の決定の際にも、式(1.4)の $\Gamma$ が任意に決定された上で使用されている。しかし、インデンテーションのひずみ速度の考察において、明らかにされていない $\Gamma$ を使用することは適切ではなく、インデンテーションのひずみ速度は、ひずみ速度を取り扱っていない先行研究の概念と切り離して考察をすべきである。

## 1.4 研究目的と論文構成

これまで述べてきたように、インデンテーションは、材料特性を調べる上で非常に有効な試験方法である。インデンテーションでは、押込変形に起因し材料内部に不均一なひずみ分布が発生するため、単軸試験とは材料の変形が全く異なる。しかし、インデンテーションの結果と単軸試験で得た結果は密接に関係することは疑いようのない事実である。逆解析法によりインデンテーションの結果から単軸試験の結果を予測できるため、インデンテーションは今後も発展が見込める。従来のインデンテーションは、室温、準静的条件（ひずみ速度を考慮しない条件）で行うことが多かったため、今まで提案されているインデンテーションの理論、経験則等は温度とひずみ速度の影響を考慮していない場合が多い。インデンテーションにおいて温度とひずみ速度の影響が考慮できるようになると、材料特性評価手法として非常に有効な手段となる。

インデンテーションにおいて、特にひずみ速度の影響は重要な課題となる。従来のインデンテーションの研究は、ひずみ分布を考察しながらインデンテーションの代表ひずみ等の議論が行われ、インデンテーションが単軸試験とどのように関連するのかについて慎重に検討が進められていた。しかし、ひずみ速度というパラメーターが導入されると、ひずみ速度感受性指数の取得等の応用研究が盛んに行われるようになった。既に述べたように、インデンテーションのひずみ速度は明らかにされていない点が多い。式(1.15)のインデンテーションのひずみ速度は単軸試験のひずみ速度の定義式とは異なるため、インデンテーションのひずみ速度が何を表す物理量なのか明らかにしなければならない。また、材料内部のひずみ分布に起因し、インデンテーションのひずみ速度も分布するため、インデンテーションのひずみ速度の影響を取り扱うためには、まずは、ひずみ速度分布から議論を行うことが重要である。さらに、インデンテーションでは圧子速度制御がいくつか提案されており、圧子速度制御の違いがどのようにひずみ速度に影響を及ぼすのかについても検討する必要がある。

インデンテーションでひずみ速度の影響を考慮する際、式(1.4)の $\Gamma$ や代表ひずみのように、従来から物理的意味が解明されていない値が使用されているため、これらの値を使用せずにインデンテーションのひずみ速度を考察することが必要である。一方、Poislら<sup>69)</sup>が提案している式(1.23)の有効ひずみ速度は、ひずみ速度分布を意識しながら考案された概念であり、インデンテーションのひずみ速度を理解する上で重要な役割を果たすと考えられる。しかし、具体的にどのようなひずみ速度分布が圧子直下に影響しているのかについては現在まで明らかにされていない。有効ひずみ速度を利用すれば、ひずみ

速度分布を明らかにせずに簡易的にインデンテーションのひずみ速度を考察することも可能であるが、有効ひずみ速度を決定する際に重要となる式(1.23)の $\beta$ 値が未知であるため、まずは $\beta$ 値を求める必要がある。  $\beta$ 値を明らかにすることができれば、インデンテーションの有効ひずみ速度と単軸試験のひずみ速度を結び付けることができ、インデンテーションのひずみ速度の理解を深めることができる。

インデンテーションのひずみ速度を考えるのに合わせて、明らかにする必要あるのがインデンテーションの識別限界ひずみの問題である。インデンテーションの変形場は実験的取得が困難であるため、解析的検討がよく行われてきた。しかし、実験では調べられていない識別不可材料や識別限界ひずみのような解析に特化した概念も提案され、一部において解析と実験の乖離が見られる。解析では、実験で検討が難しい概念も考察が可能になる一方で、実験条件の完全な再現は難しい。このため、解析で得た知見がどの程度まで実験に応用できるのかについては慎重に検討しなければならない。特に、識別限界ひずみは、解析的に示されたインデンテーションの評価限界を示す概念であるため、実験事実として本当に存在する概念なのか明らかにする必要がある。

以上のことから、本論文ではインデンテーションの研究課題の中から特に重要と考える課題を以下の3点に絞る。

1. 圧子直下のひずみ速度分布はどのようにインデンテーションの結果に影響を与えるのか。
2. インデンテーションのひずみ速度と単軸試験のひずみ速度はどのように対応するのか。
3. 識別限界ひずみが事実であれば、実験においてどのように影響を及ぼすのか。

この3点を検討することにより、これまで不明な点が多かったインデンテーションの変形場、そしてそれに起因するインデンテーションのひずみ速度の影響の解明に繋がると考える。

上述した課題から、本研究では、インデンテーションに及ぼす変形場の影響の一端を明らかにすることを目的とする。以下に本論文の構成を示す。

2章では、有限要素法によりひずみ速度分布を求め、ひずみ分布がどのようにインデンテーションの結果に影響を及ぼすのかについて議論する。また、圧子制御の違いがひずみ速度に及ぼす影響についても検討を行う。3章では、Al-Mg系合金に見られるセレーション挙動を利用し、インデンテーションのひずみ速度の実験的考察を行う。4章では、Al-Zn-Mg合金のセレーション挙動と時効現象を利用し、実験的に識別限界ひずみの検討を行う。最後に、第5章で本研究の内容をまとめる。

## 第2章 インデンテーションにおけるひずみ速度の影響

### 2.1 緒言

1章にて述べたように、先行研究では、インデンテーションにおけるひずみ速度の効果が報告され始めている。また、従来の研究の流れと同様に、インデンテーションと単軸試験におけるひずみ速度の関連性が調べられている。しかし、これまで報告されているインデンテーションのひずみ速度は、単軸試験の定義式とは異なり、ひずみの時間変化で示されていない。よって、インデンテーションのひずみ速度は単軸試験と同じ次元を有するが、何を表す物理量なのか不明である。また、従来、ひずみ分布について議論が行われてきたが、ひずみ速度分布からの考察は行われていない。さらに、異なる圧子制御を利用し、インデンテーションのひずみ速度の影響が報告されているが、圧子制御の違いがどのようにインデンテーションのひずみ速度に影響を及ぼすのか明らかにする必要がある。そこで、本章では、異なる圧子制御におけるインデンテーションのひずみ速度について理解することを目的に有限要素法を用いて検討を行った。

### 2.2 解析条件および入力材料物性値

インデンテーションの解析には陰解法有限要素法ソフト ABAQUS/Standard (version 6.13, ABAQUS)を用いた。モデルは4節点軸対称モデルを使用した。モデルの概要図を図2-1 (a) に示す。拘束条件は、中心部は  $x$  方向、底面は  $y$  方向を拘束している。圧子は剛体の円錐であり、図2-1 (a) に示すように圧子角度は  $70.3^\circ$  である。この角度は、図1-1 (e) の影部で示す圧子の投影断面積が Vickers, Berkovich 圧子の投影断面積と同じになるため、幅広く使用されている<sup>1,2)</sup>。圧子と材料の摩擦係数は、ダイヤモンド圧子と金属の摩擦係数で報告されている0.15<sup>3)</sup>を使用した。この圧子角度において摩擦係数がインデンテーションの荷重に及ぼす影響は小さいことがわかっている<sup>4)</sup>。メッシュは圧子直下で最も細くなるようにモデルを作製し、最も小さいメッシュサイズは一辺  $0.08\mu\text{m}$  で、要素数は約5000である。

解析に材料強度のひずみ速度依存性（以下ひずみ速度依存性と称する）を考慮するため Cowper-Symonds 式を利用した<sup>5)</sup>。

$$\sigma(\varepsilon) = \sigma_s(\varepsilon) \left[ 1 + \left( \frac{\dot{\varepsilon}}{\gamma} \right)^m \right] \quad (2.1)$$

ここで、 $\sigma_s$  はひずみ速度が零の場合の仮想的な静的応力、 $m$  と  $\gamma$  は動的構成式定数であり、材料強度のひずみ速度感受性を表す値である。 $\gamma$  の次元は  $s^{-1}$  である。本研究では、純アルミニウム 5N 材（純度 99.999%）の準静的および衝撃試験<sup>6)</sup>より得た真応力-真ひずみ関係と式(2.1)の二乗誤差が最小になる  $m$  と  $\gamma$  値を決定し、得られた  $m$  と  $\gamma$  はそれぞれ 0.16,  $5000 s^{-1}$  であった。その他の材料特性は、ひずみ速度  $1.4 \times 10^{-4} s^{-1}$  の実験結果を適用した。

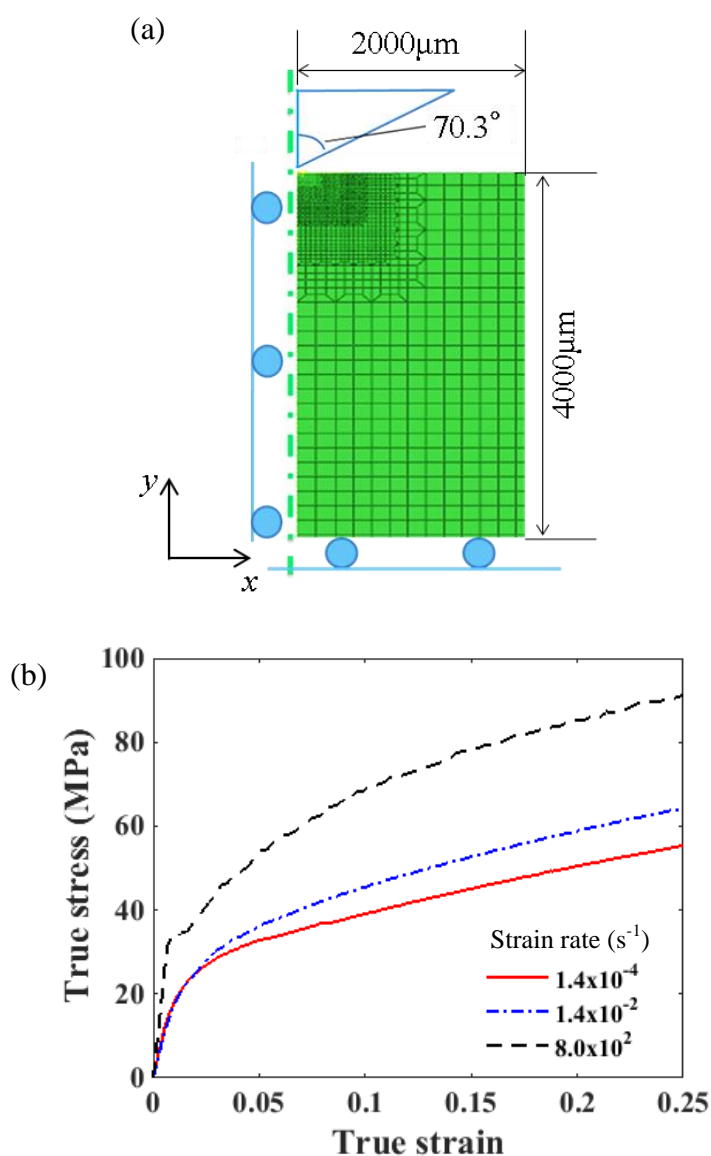


図 2-1 (a) 解析モデル, (b) 純アルミニウムの真応力-真ひずみ線図の実験結果<sup>6)</sup>。

## 2.3 圧子制御

先行研究では、負荷速度一定<sup>7-10)</sup>および押しひずみ速度一定<sup>9,11)</sup>と呼ばれる圧子制御が使用されている。図 1-18 で示したように、負荷速度および押しひずみ速度一定では、試験中の圧子の制御が異なるが、圧子制御の違いがひずみ速度に及ぼす影響は明確でない。また、圧子制御が異なると材料内部のひずみ速度分布にどのように影響を与えるのかは不明である。そこで本研究では、負荷速度一定および押しひずみ速度一定におけるインデンテーションのひずみ速度の影響について検討する。解析条件は、先行研究<sup>7-11)</sup>で使用されている条件を参考に決定した。

### 2.3.1 負荷速度一定

負荷速度一定では、負荷速度 $\dot{P}$ を 0.7mN/s から 350mN/s の範囲で 4 条件を選定し解析を行った。

### 2.3.2 押しひずみ速度一定

押しひずみ速度一定 $\dot{\epsilon}_{ic}$ は、インデンテーションのひずみ速度 ( $\dot{\epsilon}_i = \dot{h}/h$ ) を一定に保つ手法である。押しひずみ速度は、 $6 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$  から  $6 \times 10^0 \text{s}^{-1}$  の範囲で 4 条件を選定した。押しひずみ速度一定で試験を行うためには、初期変位を設定する必要があることがわかっている<sup>11,12)</sup>。先行研究で Andrew ら<sup>11)</sup>が押しひずみ速度一定での有限要素法解析を行っており、初期変位を約 1.2 $\mu\text{m}$  とし、この影響は小さいことを確認している。本研究では、初期変位を 0.5 $\mu\text{m}$  と設定した。初期変位までは Andrew ら<sup>11)</sup>に習い変位速度一定で行った。解析準備段階において、初期変位を任意に変更して解析を行ったが、後の結果に影響を与えないことを確認している。また、解析におけるひずみ速度依存性の効果を明確にするために負荷速度一定は 70, 350mN/s, 押しひずみ速度一定は  $6 \times 10^{-1}$  および  $6 \times 10^0 \text{s}^{-1}$  の条件について、ひずみ速度依存性を考慮しない解析も行った。



## 2.4 解析結果

### 2.4.1 荷重－変位関係

負荷速度一定および押しひずみ速度一定で得られた荷重－変位関係を図 2-2 に示す。ひずみ速度依存性を考慮しない解析結果は、負荷速度一定 (70, 350mN/s) および押しひずみ速度 ( $6 \times 10^{-1}$ ,  $6 \times 10^0 \text{s}^{-1}$ ) の後に **Independent** をつけて記している (例: 350mN/s (**Independent**))。ひずみ速度依存性を考慮した解析結果は、負荷速度値および押しひずみ速度値が大きくなるにつれて荷重値が大きくなった。対照的に、ひずみ速度依存性を考慮しない結果は、圧子速度が増加しても荷重値の増加は確認できなかった。これは、インデンテーションにおいて材料強度のひずみ速度依存性が確認できたことを意味している。

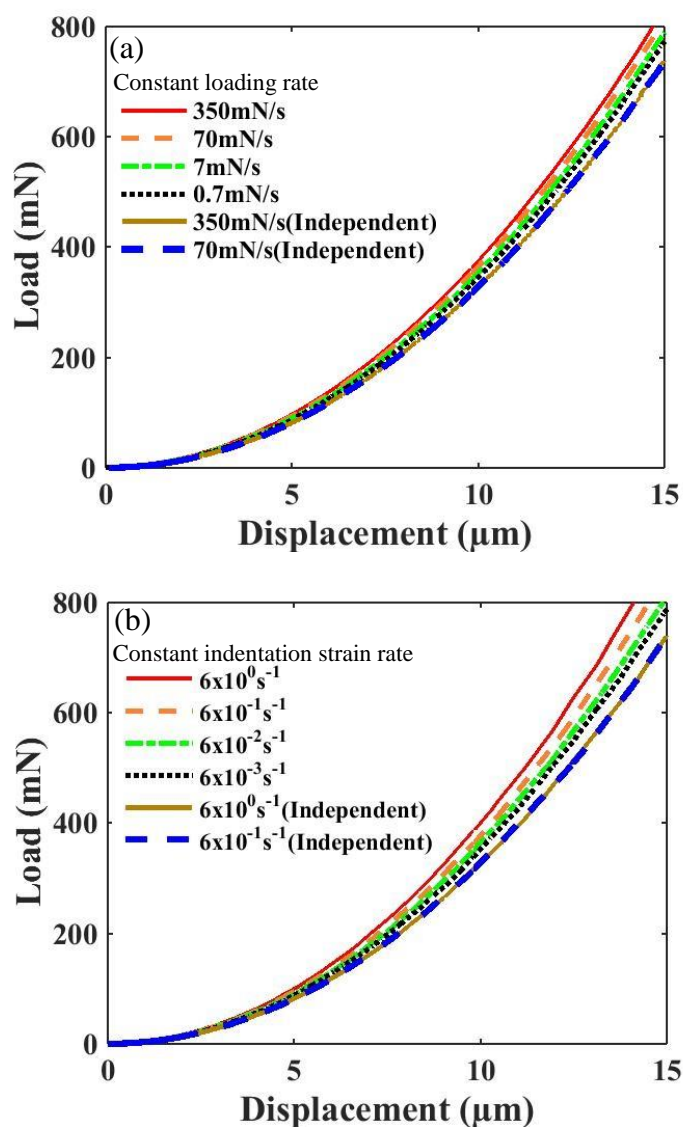


図 2-2 荷重－変位関係 (a) 負荷速度一定, (b) 押しひずみ速度一定.

## 2.4.2 負荷曲率－変位関係

式(1.2)の負荷曲率  $C$  は、荷重と変位を利用し、下記式で表される。

$$C = \frac{P}{h^2} \quad (2.2)$$

荷重－変位関係から負荷曲率－変位関係を求め、図 2-3 に示す。結果はひずみ速度感受性の有無により、大きく以下の 2 つに分けることができる。

### ①ひずみ速度感受性を考慮しない解析結果

両試験制御とも負荷曲率の値は変位に関わらず一定である。

圧子速度の増加に関わらず、負荷曲率は増加しない。

### ②ひずみ速度感受性を考慮した解析

両試験制御とも圧子速度の増加に伴い負荷曲率は増加する。

I 負荷速度一定において負荷曲率は変位の増加とともに減少する。

II 押しひずみ速度一定において負荷曲率は変位の増加に関わらず一定である。

上記結果より、負荷曲率の挙動は、圧子の制御方法の影響を受けることがわかった。

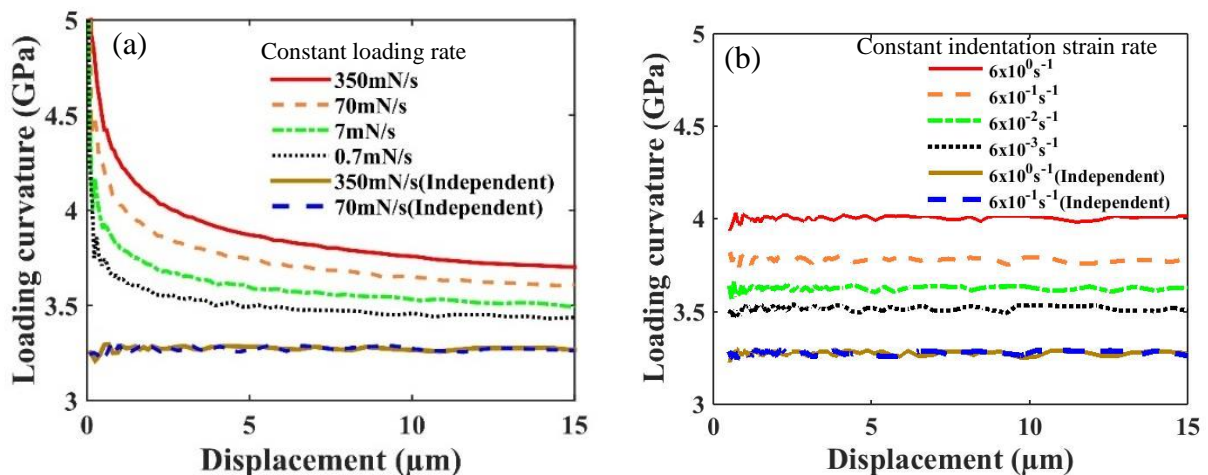


図 2-3 負荷曲率－変位関係 (a) 負荷速度一定、(b) 押しひずみ速度一定。

## 2.5 考 察

### 2.5.1 圧子直下のひずみ速度

図 2-2, 図 2-3 の原因を探るため, ひずみ速度から検討を行う. ひずみ速度は節点の相当塑性ひずみの時間変化より求め, 算出には以下の式を使用した.

$$\dot{\varepsilon} = \frac{d\varepsilon_{ep}}{dt} \quad (2.3)$$

ここで,  $\varepsilon_{ep}$  は相当塑性ひずみ,  $dt$  は解析の時間ステップであり本研究では  $dt \approx 30\text{ms}$  である. ひずみ速度は材料内部に広範囲に分布しているため, 本研究では, 円錐圧子の先端から発生すると予測される高ひずみ速度の影響に着目し, 任意の変位における圧子の先端から深さ方向のひずみ速度を取得した. その後, 取得したひずみ速度と相当塑性ひずみの関係を求めた. 負荷速度一定および押し込みひずみ速度一定でのひずみ速度と相当塑性ひずみの関係を図 2-4 に示す. 図 2-4 では横軸の相当塑性ひずみが高ひずみほど圧子の先端に近いひずみ速度を示しており, 低ひずみほど圧子先端から離れた材料内部のひずみ速度を示している. ひずみ速度は参照するひずみごとに大きく変化することがわかった. また, 圧子制御の違いに着目すると, 負荷速度一定では, 変位が進むにつれてひずみ速度は減少した. しかし, 押し込みひずみ速度一定では, 変位に関係なくひずみ速度は同一の値を示した.

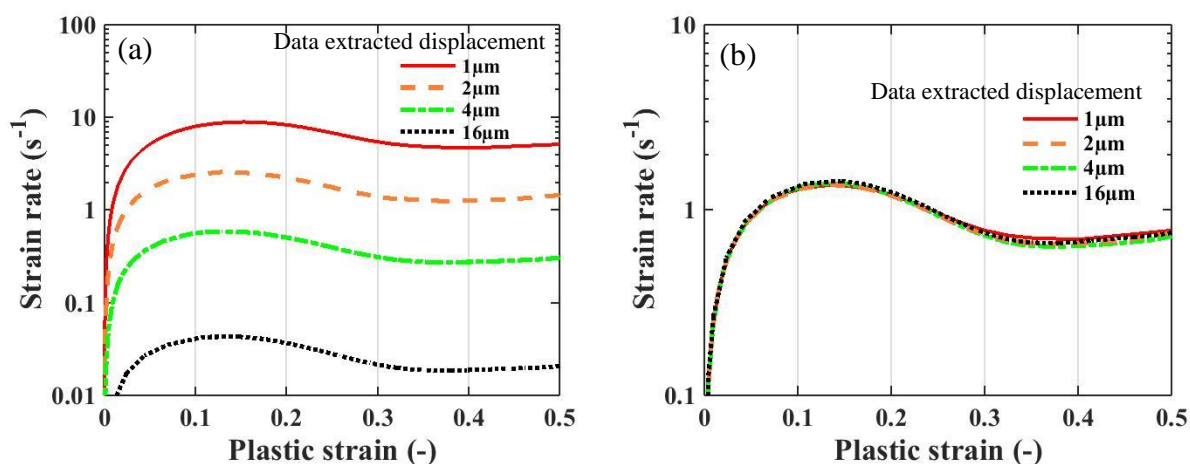


図 2-4 ひずみ速度—相当塑性ひずみ関係 (a) 負荷速度一定 350mN/s, (b) 押し込みひずみ速度一定  $6 \times 10^0 \text{s}^{-1}$ .

先行研究<sup>13)</sup>では、単軸試験のひずみ速度 ( $\dot{\epsilon}_u = d\epsilon/dt$ ) がひずみの時間変化であるのに対して、インデンテーションのひずみ速度 ( $\dot{\epsilon}_i = \dot{h}/h$ ) は、単軸試験のひずみ速度と次元は  $s^{-1}$  で同じであるが、ひずみの時間変化ではなく、インデンテーション特有の定義式である。このため、先行研究<sup>13)</sup>では、インデンテーションのひずみ速度  $\dot{\epsilon}_i$  に係数  $\beta$  をかけたインデンテーションの有効ひずみ速度  $\dot{\epsilon}_e$  が提案され、単軸試験のひずみ速度  $\dot{\epsilon}_u$  との関連性が提案されている。

$$\dot{\epsilon}_e = \beta \dot{\epsilon}_i \quad (2.4)$$

ここで、 $\beta$  は材料定数である。先行研究で提案されている  $\beta$  値は約  $0.1^{13,14)}$  が提案されている。式(2.4)を参考に、ひずみ速度が変位に依存しなかった押し込みひずみ速度一定の結果を用いて、相当塑性ひずみ速度とインデンテーションのひずみ速度の関係を求める。圧子深さ方向の最大ひずみ速度値を取得すると式(2.5)に示す関係を得た。

$$\dot{\epsilon}_{eqmax} = \beta_{point} \dot{\epsilon}_i \quad (2.5)$$

ここで、 $\dot{\epsilon}_{eqmax}$  は圧子深さ方向の最大ひずみ速度であり、 $\beta_{point}$  は圧子深さ方向の最大ひずみ速度とインデンテーションのひずみ速度を結びつける係数である。 $\beta_{point}$  の値は、押し込みひずみ速度の値に関係なく  $0.23$  であった。本研究で検討した  $\beta_{point}$  は式(2.4)の  $\beta$  値とは異なり、対象とする場所によって無数存在する。これは、先行研究<sup>15)</sup>の代表ひずみ導出時に指摘された問題と同じである。Tabor<sup>15)</sup>は、圧子直下のひずみ分布から代表ひずみを導出する際、代表ひずみは、厳密には圧子直下のひずみ分布の参照する場所によって値が異なることを指摘している。つまり、 $\beta_{point}$  のように局所的なひずみ速度値の議論は、先行研究の代表ひずみの検討手法と同じであるため、代表ひずみで生じた課題を踏襲してしまう可能性がある。このため、ひずみ速度の考察を有効に行うためには、ひずみ速度分布全体 ( $\beta_{all}$ ) で考察を行う必要がある。そこで、次項で圧子直下のひずみ速度分布の取得を行った。

## 2.5.2 圧子直下のひずみ速度分布

変位  $2\mu\text{m}$  および  $16\mu\text{m}$  における圧子直下のひずみ速度分布を求めた。負荷速度一定 ( $350\text{mN/s}$ ) の場合の結果を図 2-5 (a), (c) に、押しひずみ速度一定 ( $6\times 10^0\text{s}^{-1}$ ) の結果を図 2-5 (b), (d) にそれぞれ示す。圧子制御によらず、圧子直下の高ひずみ速度は、圧子縁で最も高く、材料内部に半円状に分布することがわかった。圧子の縁で高ひずみ速度が発生する理由は、ひずみが小さい表面付近の材料が、圧子の押し込みに伴い急激にひずみが増加し、単位時間あたりのひずみの変化が大きいと考えられる。

負荷速度一定では、変位が増加すると分布しているすべてのひずみ速度値が減少した。対照的に、押しひずみ速度一定では、変位に関係なくひずみ速度分布の値は一定となった。図 2-2 の荷重値の増加は、図 2-5 のひずみ速度場が原因である。しかし、高ひずみ速度から低ひずみ速度まで材料内部に分布しており、図 2-2 の結果がどのひずみ速度の影響を受けたものなのかについては本解析的検討のみでは明らかにできない。

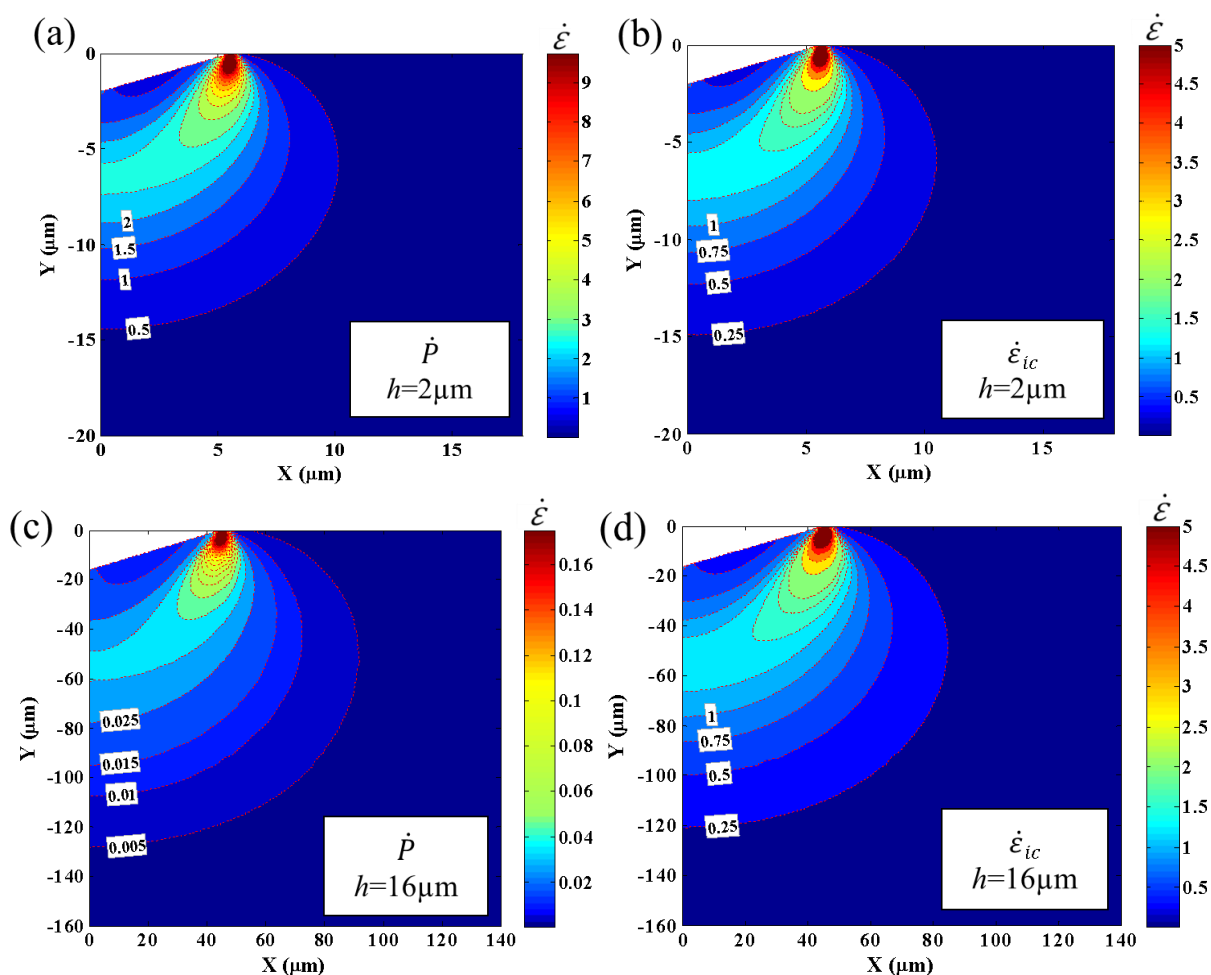


図 2-5 変位  $2\mu\text{m}$  と  $16\mu\text{m}$  における圧子直下のひずみ速度分布 (a), (c) 負荷速度一定  $350\text{mN/s}$ , (b), (d) 押しひずみ速度一定  $6\times 10^0\text{s}^{-1}$ .

### 2.5.3 ひずみ速度分布に関する考察と課題

ここで、圧子直下のひずみ速度分布の取り扱いについて考えてみる。1章で述べたように、インデンテーションの変形場は、材料内部に不均一に分布するため、変形場の物理的な意味を取得しようとする様々な試みが既に行われている。その一例として Branch ら<sup>16)</sup>の研究がある。Branch ら<sup>16)</sup>は、圧子直下の変形場から代表ひずみを導出する際、圧子直下のひずみ分布すべてを平均化して代表ひずみを求めた。この考えに基づけば、図 2-5 を利用し、圧子直下のすべてのひずみ速度値を平均した平均ひずみ速度の概念も重要になると考えられる。ひずみ速度分布を平均化すれば、式(2.4)の  $\beta$  値に関して解析的な議論も可能になる。しかし、Branch ら<sup>16)</sup>の研究も含め、従来、インデンテーションの変形場の理解は、解析的なパラメトリックスタディにより多く行われているが、実験における知見は少ない。このため、インデンテーションの変形場から生まれるひずみ速度の実験的検討は、重要な検討課題となる。特に、先行研究<sup>17,18)</sup>において実験におけるひずみ速度は、転位の移動速度に深く関係することがわかっている。このため、実験的にインデンテーションのひずみ速度を検討することが、よりひずみ速度の本質の理解に繋がると考え、次章では、ひずみ速度の実験的検討に焦点を当てる。

## 2.6 結 言

本章では、インデンテーションのひずみ速度を理解することを目的に、有限要素法により検討を行った。その結果、インデンテーションにおいてひずみ速度依存性を考慮すると荷重値および負荷曲率値が増加した。これは、圧子直下に存在するひずみ速度分布が原因である。圧子速度制御の違いについて着目すると、ひずみ速度分布については圧子速度制御に関わらず圧子の縁で高ひずみ速度を示し、材料内部に不均一に分布することがわかった。しかし、負荷速度一定の場合のひずみ速度は、変位が進むにつれて分布するすべてのひずみ速度値が減少し、押込みひずみ速度一定の場合のひずみ速度は、変位に関係なく一定であることがわかった。

本章で得られた結果より、インデンテーションのひずみ速度について以下の課題を得た。インデンテーションのひずみ速度と相当塑性ひずみ速度を結び付けるには、ひずみ速度分布全体で検討を行う必要がある。また、インデンテーションのひずみ速度分布がどのようにインデンテーションの結果に影響を及ぼすのか実験の面から調べる必要があることがわかった。次章では、これらの課題を認識しつつ実験的アプローチによりインデンテーションのひずみ速度の影響を明らかにする。

# 第3章 セレーション挙動を用いたインデンテーションのひずみ速度の実験的検討

## 3.1 緒言

前章より，インデンテーションで得られる結果は，ひずみ速度分布の影響を受けることがわかった．解析では，試験中のひずみ速度分布を求めることが可能であった．しかし，実験におけるひずみ速度分布は，物理的に取得困難である．このため，別の手法でひずみ速度分布の考察を行う必要がある．

本章では，インデンテーションのひずみ速度の影響を実験的に考察するため，Al-Mg系アルミニウム合金のセレーション現象を利用する．Al-Mg系合金（5000系アルミニウム合金）を室温環境下で引張試験等を行うと，応力-ひずみ関係に応力変動（セレーション）が現れることが知られている．セレーションの一例を図3-1に示す．セレーションは，転位が溶質原子の雰囲気から固着や開放されることで生じる現象であり Portevin-Le Chatelier 効果（PLC）とも呼ばれている<sup>1)</sup>．現在までセレーションの発生条件に関する研究は単軸試験により広く行われている<sup>2-4)</sup>．

本論文においてセレーションに着目した理由は，セレーション挙動がひずみ速度に依存する<sup>2-4)</sup>ためである．まず，次項にてセレーションの発生原因について述べた後，ひずみ速度がどのようにセレーション挙動に影響を及ぼすのかについてまとめる．

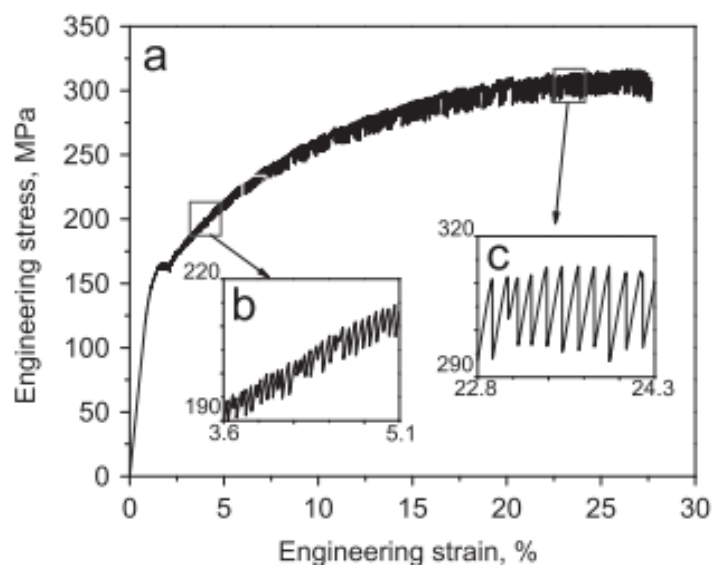


図 3-1 セレーション挙動の一例<sup>5)</sup>．

### 3.1.1 セレーションの発生原因

Al-Mg 系合金のセレーションは、大きく 2 つの段階を経て生じる。まず、固溶 Mg 原子が転位へ拡散し、転位を固着する。次に、転位が固溶 Mg 原子の固着、解放の作用を受けながら移動することで、セレーションが生じる。現在まで報告されている知見は、以下の通りである。

#### ①固溶 Mg が転位へ拡散および転位を固着

転位論<sup>6-8)</sup>では、1 つの刃状転位周りには、圧縮、引張の弾性応力場が存在することで知られている。その概要図を図 3-2 に示す。転位の上部には圧縮の弾性応力場、下部には引張の弾性応力場（以下、弾性応力場を単に応力場と称する）が生じる。また、Al-Mg 系合金において固溶している Mg 原子の原子半径は 0.160nm であり、Al の原子半径が 0.143nm に比べ大きい<sup>9,10)</sup>。このため、Mg が固溶することで Al の格子定数を変化させ、Mg 原子周りには圧縮の応力場が生じる。この応力場は、Mg 原子の雰囲気として知られている。固溶 Mg は、その圧縮の応力場を打ち消すように、刃状転位下部の引張応力場に引き寄せられる。これが、固溶 Mg が転位へ拡散する理由である。先行研究<sup>9)</sup>において、刃状転位周りには溶質原子の流れがあることがわかっており、刃状転位下部には引張および圧縮応力場は打ち消し合うため Mg が集まり、刃状転位上部では応力場の符号が同じため Mg は排斥される。この現象により刃状転位下部では固溶 Mg 原子濃度が高くなる<sup>11-13)</sup>。以後、刃状転位は単に転位と称する。固溶 Mg 原子が転位へ拡散し、留まると、転位の動きを止める作用が働く。この作用は固溶 Mg による転位の固着作用として知られている<sup>14)</sup>。

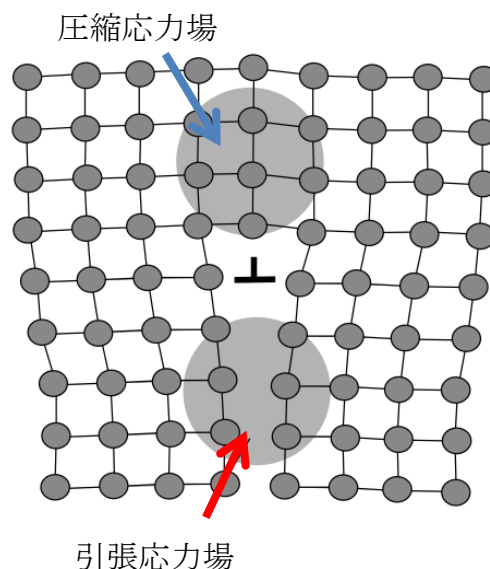


図 3-2 刃状転位 (L) まわりの応力場<sup>15)</sup>。



## ②転位が固溶 Mg の固着，解放の影響を受けながら移動

転位は移動しながら溶質 Mg と相互作用を起こす. Li ら<sup>13)</sup>は，移動する転位周りに集まる固溶 Mg を，原子シミュレーションにより再現した. その一例を図 3-3 に示す. 前述の応力場の違いにより，図 3-3 (a)の転位下部に固溶 Mg が集中していることがわかる. 転位が移動を開始すると，移動前に転位を固着していた固溶 Mg も転位に引きずられながら移動する. また，転位の移動により，移動前は転位の固着に参加していなかった固溶 Mg も新たに転位を固着する (図 3-3 (b)). 最終的に，転位は固溶 Mg 原子から解放される (図 3-3 (c)). しかし，すぐに転位は Mg に再度固着され，図 3-3 (a)の状態に戻る. セレーションは，転位が Mg 原子との間において固着，解放の一連の流れを繰り返すことで発生する. このため，セレーションは転位と溶質原子の相互作用に強く依存する. 先行研究では，Mg 量が多ければ，顕著なセレーションが確認され，Mg 量が減少するとセレーションは小さくなることがわかっている<sup>16)</sup>. また，セレーションは，単軸引張や圧縮試験<sup>17)</sup>，2 軸応力試験<sup>18,19)</sup>，ねじり<sup>20)</sup>等でも確認され，多結晶，単結晶に問わず確認されている<sup>16,21)</sup>.

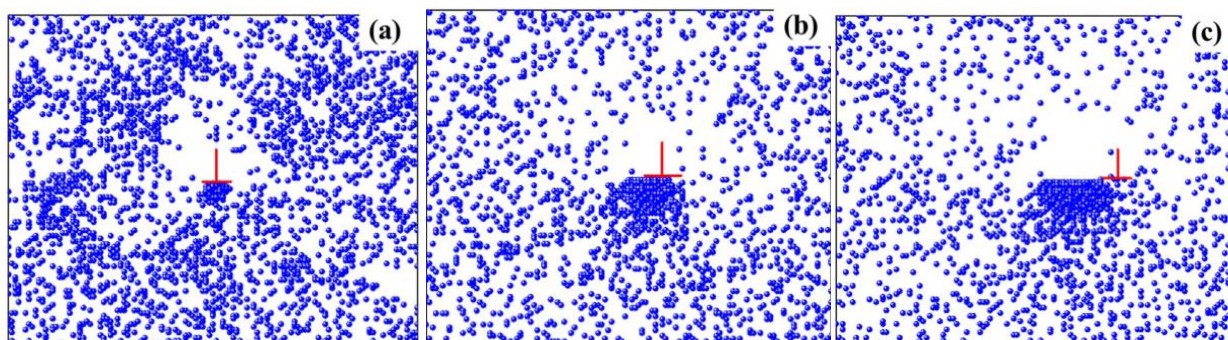


図 3-3 刃状転位 (赤線の⊥) 周りに集まる固溶 Mg 例 (青丸)<sup>13)</sup>. (a) Mg が刃状転位を固着，(b) 刃状転位の始動，(c) Mg の雰囲気から刃状転位の解放.

### 3.1.2 セレーションの挙動変化

セレーションは，ひずみ速度や温度の影響を受けることが知られている<sup>3,4,22)</sup>. 先行研究<sup>23-25)</sup>では，温度，ひずみ速度を様々変化させ，セレーションの発生条件が調査されている. Pink ら<sup>4)</sup>は，Al-5wt.%Mg合金の引張試験を行い，ひずみ速度を $10^{-5}$ から $10^{-2}\text{s}^{-1}$ の範囲，試験温度を約 $-70^{\circ}\text{C}$ から $80^{\circ}\text{C}$ まで変化させることで，試験条件によりセレーション挙動が変化することを報告している. これは，ひずみ速度は転位の移動速度に影響を与え，温度はMgの拡散速度に影響を与えるためである<sup>14)</sup>.

室温でのセレーション挙動<sup>4,26-28)</sup>は、図3-4のようにひずみ速度によって変化することがわかっている。先行研究<sup>2-4,22,26-33)</sup>で提案されている分類も図中に示す。比較的高ひずみ速度 ( $\dot{\epsilon}_A$ ) で発生する上昇および降下を繰り返す応力変動または波状の応力変動の A タイプ、中程度のひずみ速度 ( $\dot{\epsilon}_B, \dot{\epsilon}_{A+B}$ ) で発生する鋸歯状の応力変動の B タイプがある。セレーションは、挙動が併さった状態で現れる場合もある。例えば A と B タイプが混合した A+B タイプも報告されている<sup>4)</sup>。低ひずみ速度 ( $\dot{\epsilon}_C$ ) で確認されるセレーションは、応力が不定期に降下を繰り返す C タイプ (変動の頻度により  $C_A, C_B$  タイプ) に分類されている。また、ひずみ速度が、 $\dot{\epsilon} > \dot{\epsilon}_A$  もしくは  $\dot{\epsilon} < \dot{\epsilon}_C$  の場合は、セレーションは発生せず、滑らかな応力-ひずみ関係となる。

本章では、上記で述べたセレーションの挙動がひずみ速度ごとに顕著に変化を示すことに着目した。1章の課題で述べたように、これまで提案されているインデンテーションのひずみ速度 $\dot{h}/h$ は、単軸試験のひずみ速度のようにひずみの時間変化を表している値ではないため、インデンテーションのひずみ速度が実際にどのような影響を与えているのかは不明であった。しかし、図 3-4 に示すようなひずみ速度の変化に伴うセレーション挙動を利用できれば、インデンテーションのひずみ速度についてより具体的な知見を得ることができる可能性がある。このため、本章の目的を、室温における Al-Mg 系合金のセレーション挙動を利用し、インデンテーションのひずみ速度の影響を明らかにすることとした。

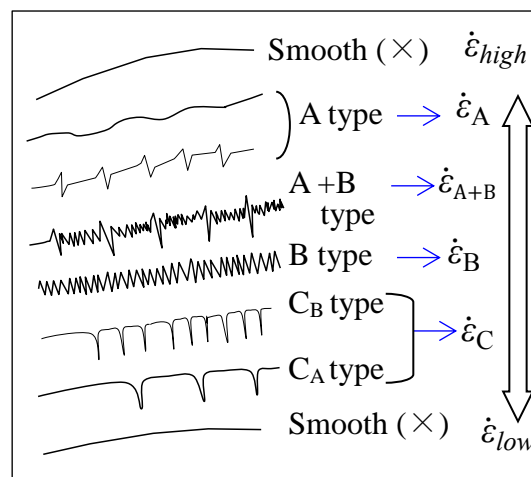


図 3-4 ひずみ速度の変化に伴うセレーション挙動の模式図.

## 3.2 実験方法

### 3.2.1 試料

試料は Al-Mg 系合金の一種である 5082 アルミニウム合金（以下 5082 合金と称する）を用いた。化学組成を表 3-1 に示す。先行研究では、同程度の Mg 量を含む材料でセレーションが観察されている<sup>4)</sup>。試料は、熱間圧延板材から旋盤加工により丸棒を作製し、圧延方向と丸棒の長さ方向を一致させた。偏光顕微鏡により得られた圧延方向に平行および直交する面の組織観察結果を図 3-5 に示す。結晶粒は概ね丸型から楕円形の結晶粒である。切片法で求めた平均結晶粒径は約 32 $\mu\text{m}$  であった。

表 3-1 5082 アルミニウム合金の化学組成 (wt.%)

Alloy	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Al
5082	0.11	0.2	0.02	0.14	4.5	0.06	0.02	0.01	Bal.

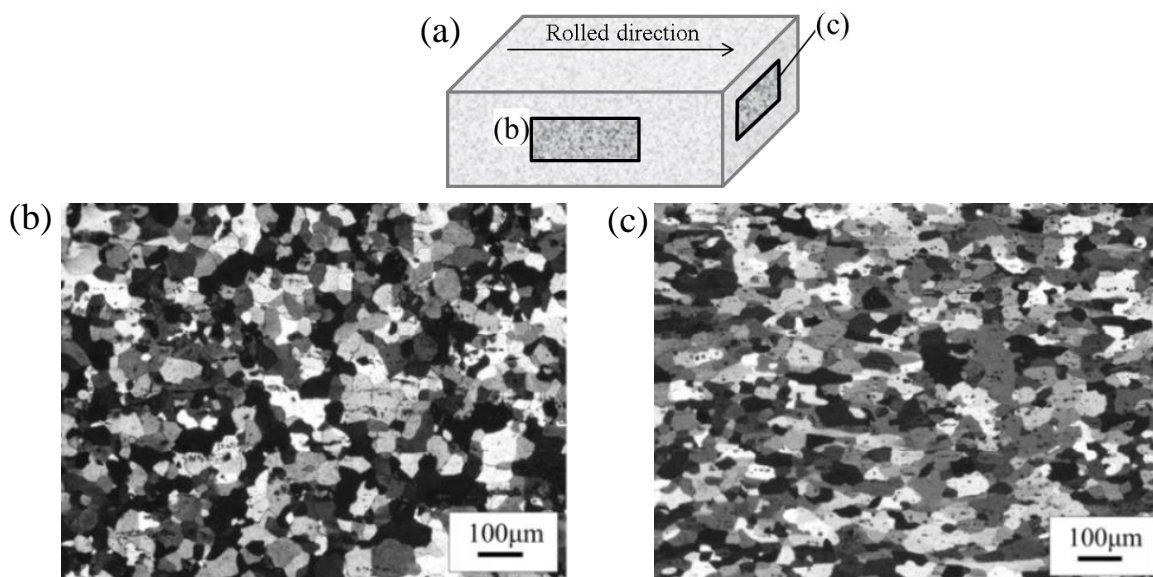


図 3-5 結晶粒の顕微鏡観察結果 (a) 観察方向の模式図, (b) 圧延方向に平行, (c) 圧延方向に直交。

### 3.2.2 単軸引張試験

上記の丸棒から旋盤加工により単軸引張試験用の試験片を作製した。試験片形状を図 3-6 に示す。平行部の長さは 8mm で長手方向が圧延方向になるように加工している。焼鈍処理を 618K で 2 時間行った。

準静的単軸引張試験は、室温で Instron 社製万能試験機（5500R 型）を用いて行った。また、試験は式(1.13)の初期ひずみ速度 $\dot{\epsilon}_u$ を $1 \times 10^{-4}$ から $1 \times 10^{-1} \text{s}^{-1}$ まで変化させて行った。

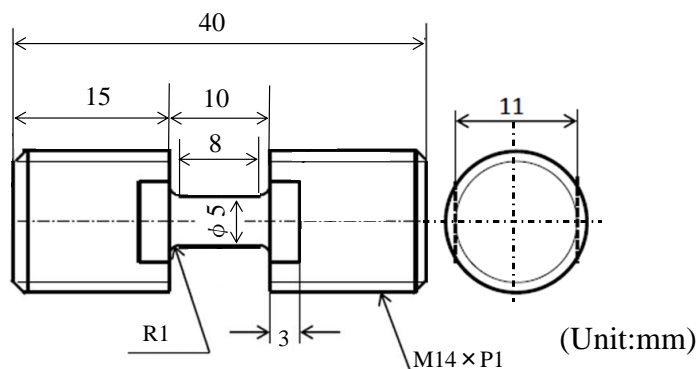


図 3-6 試験片の概要図.

### 3.2.3 インデンテーション

インデンテーションは、島津製作所製ダイナミック超微小硬度計（DUH-211S）を用いて行った。前項と同じ試料から円柱試験片（ $\phi 14 \text{mm} \times 14 \text{mm}$ ）を旋盤で切出し、エメリー研磨（#800, 1200, 2400）、バフ研磨（アルミナ粒径  $1 \mu\text{m}$  および  $0.3 \mu\text{m}$ ）により鏡面に仕上げた。

本インデンテーション装置は、変位量がマイクロメートルオーダーのため、この状態のままでは研磨による加工硬化層の影響を受けるため、618K で 2 時間の焼鈍処理を行った。圧子は図 1-1 に示すダイヤモンド製の Berkovich 圧子（ $\phi = 115^\circ$ ）を使用した。本研究では、荷重速度制御で負荷速度一定の  $0.7 \sim 350 \text{mN/s}$  の範囲で行い、最大荷重  $1900 \text{mN}$  で 30s 保持した後、同速度で除荷した。

## 3.3 実験結果

### 3.3.1 単軸引張試験

5000 系アルミニウム合金のセレーション挙動を扱う先行研究<sup>34,35)</sup>では、公称応力-公称ひずみ関係を用いて引張強さ前後のセレーション挙動が報告されている、このため、本研究においても公称応力-公称ひずみ関係を用いた。引張試験より得た 5082 合金の公称応力-公称ひずみ関係を図 3-7 (a) に示す。図中の破線で囲んだ領域の拡大図を図

3-7 (b) に示す. 引張強さはひずみ速度の増加に伴い減少し, 材料強度の負のひずみ速度依存性の傾向を示した. これは, 低ひずみ速度の試験では, 転位密度の増加に伴い Mg 原子が転位を強く固着し, 高ひずみ速度の試験では, 低ひずみ速度の試験に比べ, 転位の固着作用が弱いためである<sup>2)</sup>. また, すべてのひずみ速度域でセレーションが生じた. 図 3-4 に示した先行研究に基づき, 図 3-7 (a) の破線および点線部から抽出したセレーションとその分類をひずみ速度順に図 3-8 (a), (b) に示す. セレーションは先行研究で確認されているもの<sup>2-4,22,26-33)</sup>とほぼ同様であった.

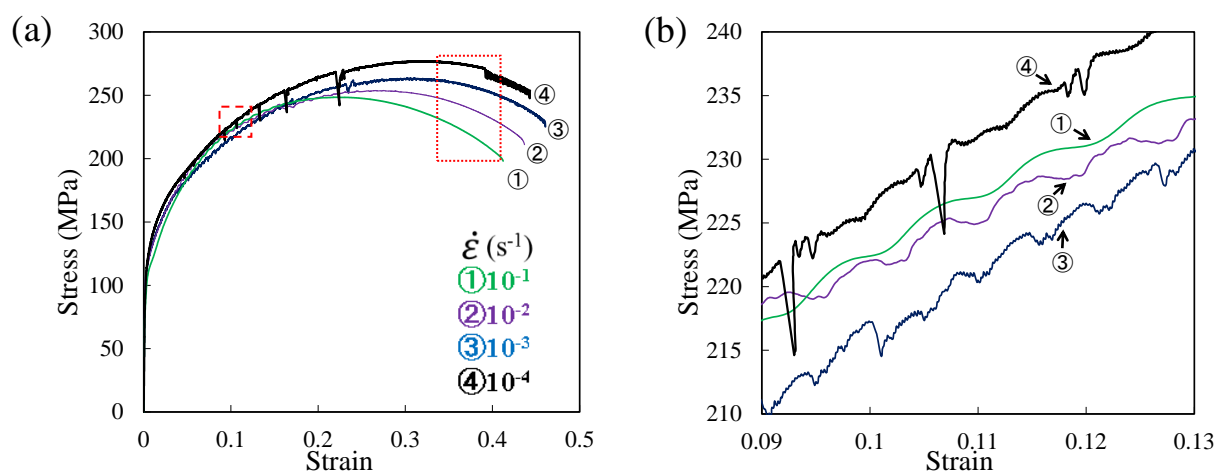


図 3-7 (a) 5082 アルミニウム合金の応力-ひずみ関係, (b) 破線部の拡大図.

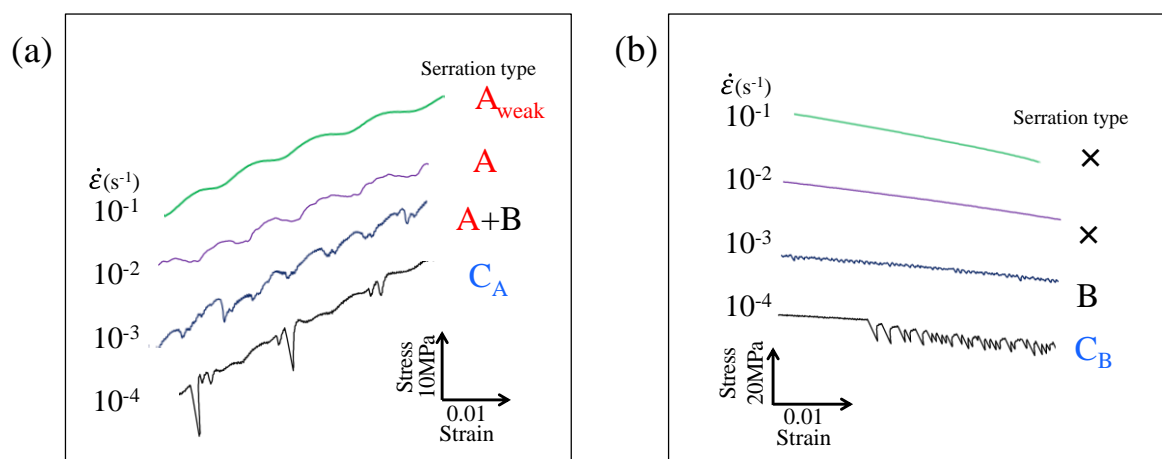


図 3-8 単軸試験にて確認できたセレーションの分類 (a) 破線部, (b) 点線部.

### 3.3.2 インデンテーション

インデンテーションにより得た負荷速度 0.7, 70 および 350mN/s における 5082 合金の代表的な荷重-変位関係を図 3-9 に示す. 0.7mN/s では階段状の荷重変動が確認できるのに対し, 70mN/s では変動の度合いが小さくなり, 350mN/s では変動は確認できなかった. 図 3-10 に荷重変動が確認できた負荷速度 0.7, 70mN/s の 3 回の試験結果を示す. 荷重変動の大きさは, 各試験でほぼ差異がないことを確認できる. 以上のことから, インデンテーションは, 負荷速度が遅くなるにつれて負荷過程における荷重が大きく変動することがわかった.

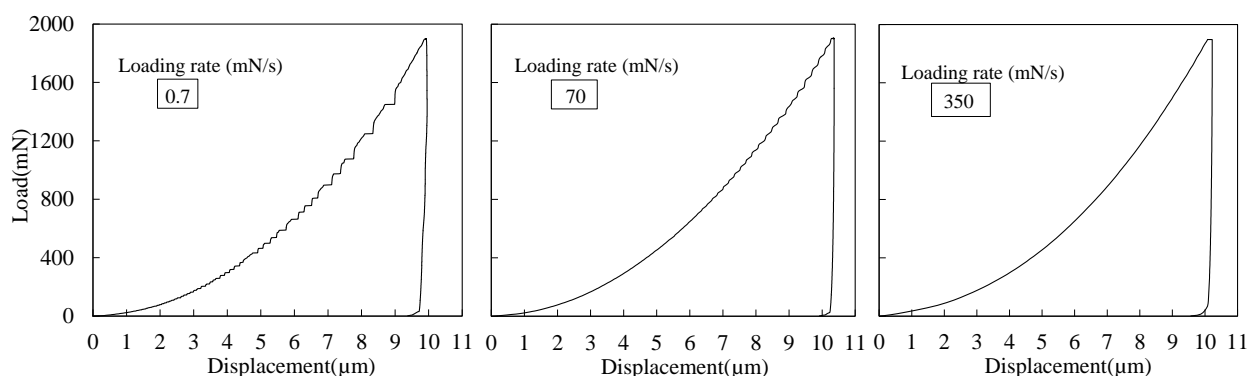


図 3-9 各負荷速度における荷重-変位関係.

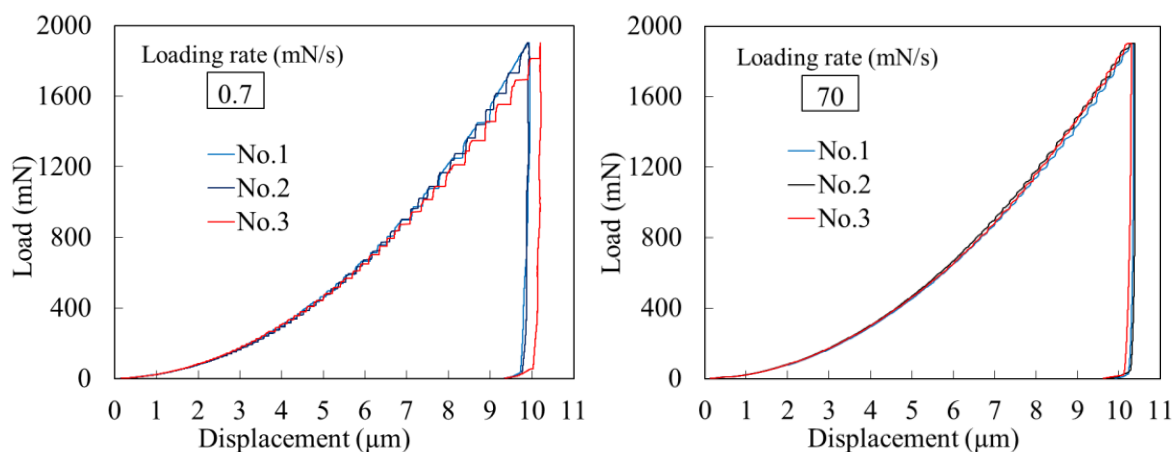


図 3-10 0.7mN/s と 70mN/s における n=3 の荷重-変位関係.

除荷後の圧痕周辺の起伏をレーザー顕微鏡 (キーエンス社製 VK-X260) にて観察を行った. 0.7mN/s における圧痕の観察結果例を図 3-11 (a) に示す. 図 3-11 (a) の図中に矢印で図 3-11 (b) のプロファイル方向を示した. 図 3-11 (b) からわかるように, 圧痕周辺では, アルミニウム合金で通常観察されるパイルアップ<sup>36)</sup>が観察された. すべ

での負荷速度で除荷後の圧痕面や圧痕周りのパイルアップの観察を行ったが、負荷速度の違いによる圧痕の変化は認められず、荷重変動の影響は確認できなかった。これは、インデンテーションのひずみ場は主に材料内部に分布しているため<sup>37)</sup>と考えられる。

圧子直下のひずみ分布に影響を受ける結晶粒について考える。インデンテーションは微小領域の変形であるが、図1-6に示す圧子直下のひずみ分布は広範囲に分布している。先行研究では、図1-6の接触半径 ( $r$ ) と弾塑性ひずみの境界の半径 ( $z$ ) の比  $z/r$  に関する報告例がある。同じ  $r$  の場合、 $z/r$  比が大きくなるほど、圧子直下のひずみ分布は大きくなる。先行研究では、Al-Zn-Mg系アルミニウム合金に対してインデンテーションが行われており<sup>38,39)</sup>、溶体化処理直後の圧子直下の  $z/r$  比は約2.5と提案されている。図3-11の三角錐圧子による圧痕から、材料と圧子の接触長さを求めると約66 $\mu\text{m}$ であった。ここで、簡易的に圧子を半径33 $\mu\text{m}$ の接触半径をもつ円錐圧子と置き換えて図1-6に示すひずみ分布の概算を行う。前述の  $z/r$  を2.5とすると、圧子直下のひずみ分布は、半径約80 $\mu\text{m}$ で材料内部に半円球状に広がっていると推測できる。仮に、試料の結晶粒を粒径約32 $\mu\text{m}$  (平均結晶粒形) の完全な球形、かつ圧子直下のひずみ分布は半円球状に分布すると仮定すると、インデンテーションにより発生した圧子直下のひずみ分布は、材料内部で約70個の結晶粒に影響を与えていると考えられる。よって、インデンテーションでは、圧子直下のひずみ分布が多数の結晶粒に影響を及ぼしていることから、インデンテーションと単軸試験で確認できたセレーションは類似する可能性がある。そこで、両試験結果のセレーション挙動に及ぼすひずみ速度の影響の考察を行う。

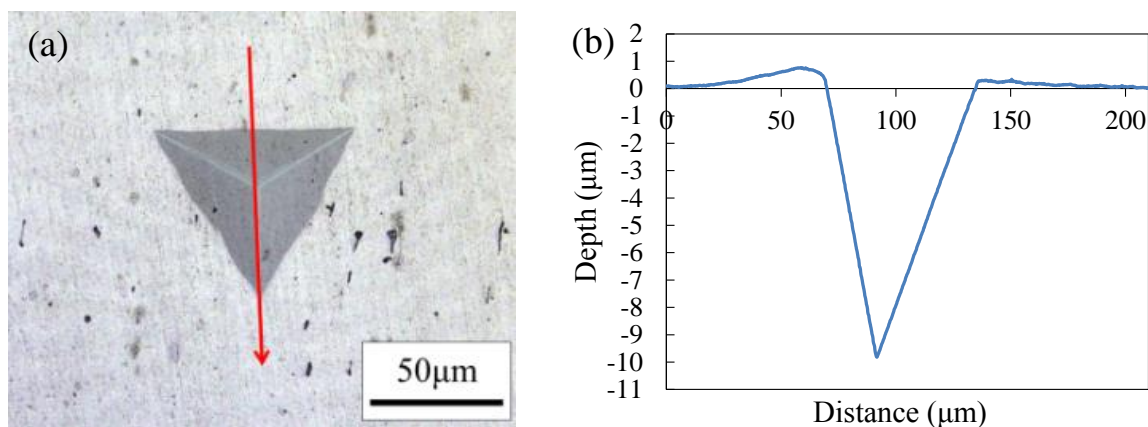


図 3-11 インデンテーション試験結果 (a) 圧痕例と (b) のプロファイル方向(赤矢印), (b) プロファイル結果.

### 3.4 考 察

#### 3.4.1 インデンテーションの有効ひずみ速度

1章で述べたように、インデンテーションのひずみ速度の影響は、未だに明らかにされていない。また、2章の結果より、インデンテーションは、圧子直下に不均一なひずみ速度分布を有する。先行研究では、このひずみ速度分布を考慮せずに、インデンテーションのひずみ速度と単軸試験のひずみ速度を関連させるため、インデンテーションの有効ひずみ速度 ( $\dot{\epsilon}_e$ )<sup>40-42)</sup>が提案されている。

$$\dot{\epsilon}_e = \beta \left( \frac{\dot{h}}{h} \right) \approx \beta \left( \frac{\dot{P}}{2P} \right) \quad (3.1)$$

ここで、 $\beta$ は材料定数、 $\dot{h}$ は変位速度、 $\dot{P}$ は負荷速度である。インデンテーションの有効ひずみ速度を考える上で、 $\beta$ 値はインデンテーションのひずみ速度と単軸試験のひずみ速度を関連づける重要な値となるが、本研究において5082合金の $\beta$ 値は未知である。そこで、Poislら<sup>40)</sup>が提案している値 ( $\beta=0.071\sim 0.286$ )を参考に、 $\beta$ 値を0.01~10まで任意に変化させ、インデンテーションの有効ひずみ速度の検討を行う。0.7mN/sにおける有効ひずみ速度と変位の関係を図3-12に示す。式(3.1)の定義式からもわかる通り、 $\beta$ 値に関わらず、変位が増加すると有効ひずみ速度が減少していることがわかる。

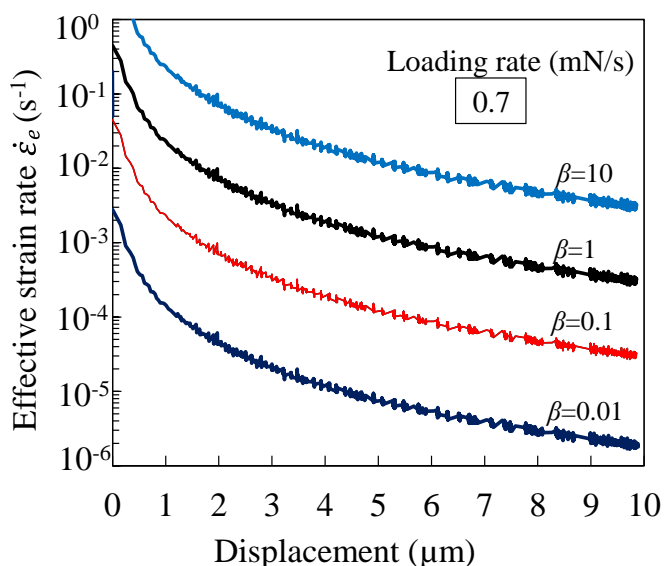


図 3-12 様々な  $\beta$  値における有効ひずみ速度と変位の関係。



本章では、負荷曲率と有効ひずみ速度 ( $\beta=0.01\sim 10$ ) の関係から、インデンテーションの結果を考察する。負荷速度0.7mN/sおよび70mN/sで得たインデンテーションの負荷曲率と変位の関係を図3-13に示す。セレーシヨンの確認を容易にするため、図中に負荷過程における負荷曲率の時間微分 ( $\dot{C}=dC/dt$ ) も併せて示した。有効ひずみ速度は、 $\beta$ が0.1の場合を示している。負荷速度0.7mN/sおよび70mN/sともに、変位が増加するにつれて、負荷曲率の変動の様子が変化することがわかった。例えば、図3-13 (d) で負荷曲率が変位約5.4 $\mu\text{m}$ において急に大きな変動を示した (図中矢印)。これは式(3.1)の定義式からもわかる通り、変位増加に伴い、有効ひずみ速度が減少することで、転位がMg原子に固着されやすいひずみ速度域になったためと考えられる。負荷速度0.7mN/sの有効ひずみ速度は、負荷過程間におよそ $10^{-2}$ から $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ まで幅広く変化し、70mN/sの有効ひずみ速度は、およそ $10^{-1}$ から $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ まで変化することがわかった。

インデンテーションの負荷曲率変動に変化が見られたため、以下の4つの領域に分類する。

- I 負荷曲率の変動が微小であり、主に負荷曲率の時間微分により変動が確認できる領域 (領域①<sub>weak</sub>)
- II 負荷曲率の変動が開始し上昇と降下を繰り返す領域 (領域①)
- III 負荷曲率が大きく鋸歯状に変動する領域 (領域②)
- IV 負荷曲率が降下および上昇を不規則の間隔で繰り返す領域 (領域③)

上記領域を図3-13の図中に示した。0.7, 70mN/sの結果を総合すると、有効ひずみ速度の減少に伴って、領域が①<sub>weak</sub>から③へ変化していることがわかる。

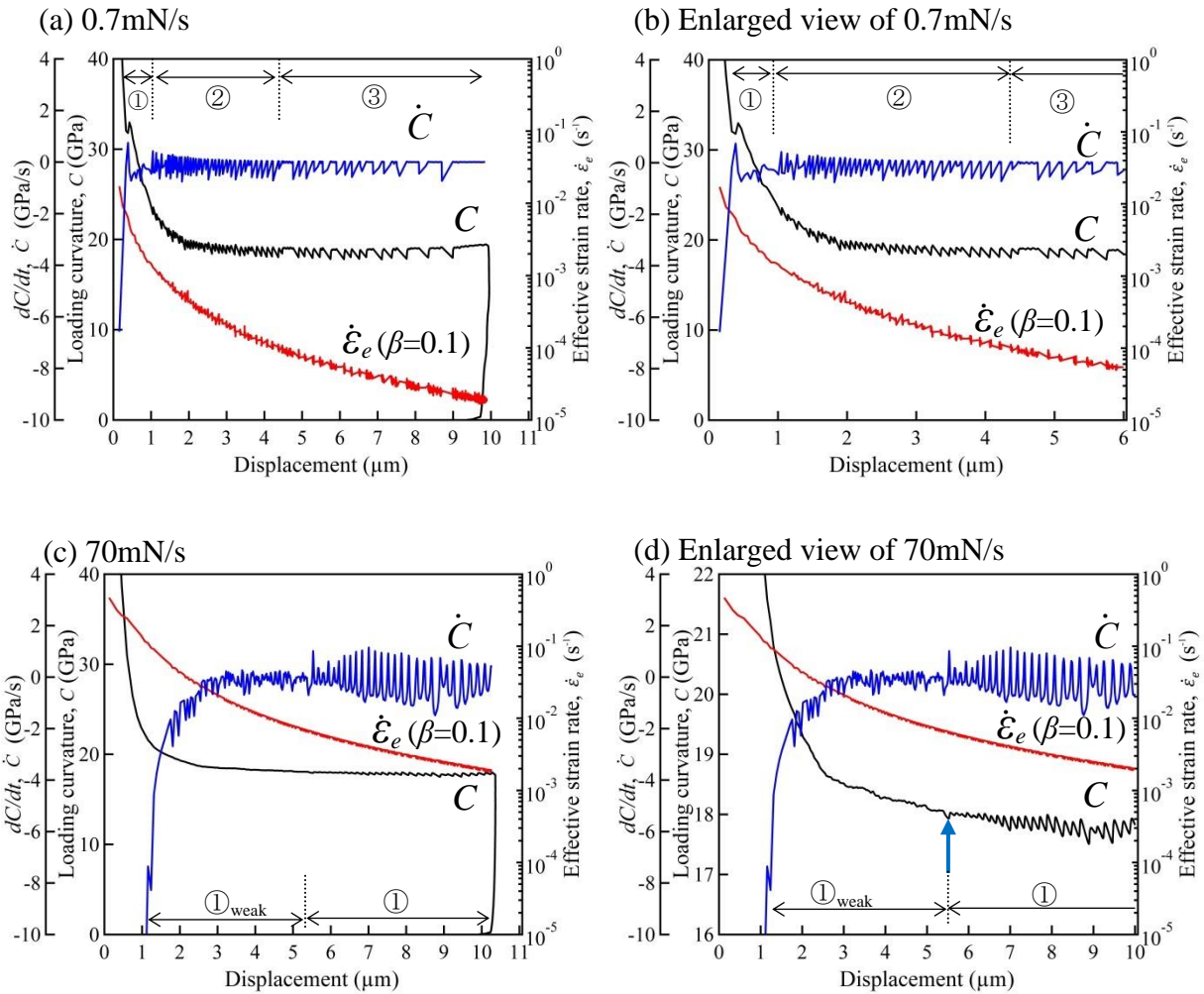


図 3-13 負荷曲率およびその時間微分と有効ひずみ速度－変位関係 (a) 0.7mN/s, (b) (a) の拡大図, (c) 70mN/s, (d) (c) の拡大図.

### 3.4.2 単軸試験のセレーションとインデンテーションの負荷曲率変動の比較

単軸試験で確認できた均一変形間のセレーションとインデンテーションの負荷曲率変動の比較を行う. 図 3-14 (a) に単軸試験の各初期ひずみ速度に対応するセレーションの分類を示し, 図 3-14 (b) に有効ひずみ速度の各  $\beta$  値 (0.01~10) における負荷曲率変動の分類を示した.  $\beta$  値が 0.1 の時が最も単軸試験の初期ひずみ速度とセレーションの関係と対応することがわかった. 試料として用いた 5082 合金の  $\beta$  値は, 未知であり比較できる先行研究がないため,  $\beta$  値を取り扱っている他の研究を参考に検討を行う. Poisl ら<sup>40)</sup>は, アモルファスのセレンウムに対するインデンテーションを行い, 単軸のクリープ速度に対応するインデンテーションのクリープ速度 (有効ひずみ速度) を求め,  $\beta$  値を 0.09 とした. また, Alkorta ら<sup>43)</sup>は材料のクリープ速度感受性指数を変化させ, 有

限要素法解析によりインデンテーションクリープ試験を行い、 $\beta$  値を 0.128 と提案している。他の論文では、簡易的に  $\beta \approx 0.1$  としてアモルファスの金属ガラス<sup>44)</sup>や結晶構造を持つ微細結晶 Mg<sup>45)</sup>に対するインデンテーションを行い、インデンテーションのひずみ速度と単軸試験とのひずみ速度との関連性が調査されている。本研究では、 $\beta$  値を任意に変化させた結果 ( $\beta = 0.01 \sim 10$ )、最も有効ひずみ速度と単軸試験のひずみ速度が関連する  $\beta$  は 0.1 であり、導出方法、材料は異なるが他の文献と近い値を示した。図 3-13 と同様の手順で負荷速度を 1.5 から 350mN/s の範囲で変化させ、負荷速度の変化に伴う負荷曲率変動を求めた (図 3-15)。有効ひずみ速度が増加するにつれて負荷曲率変動がなくなっていくのがわかる。

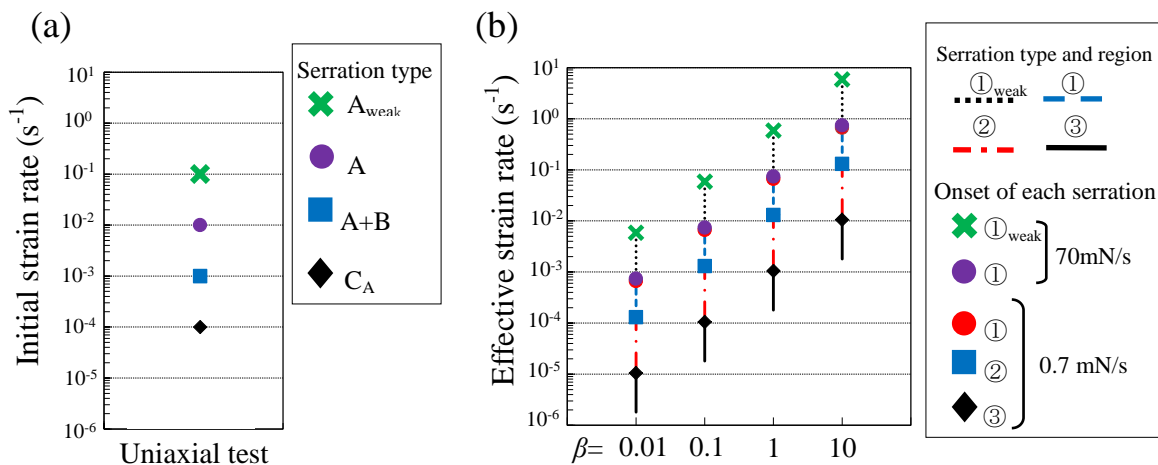


図 3-14 単軸試験のセレーションとインデンテーションのセレーションの関係。

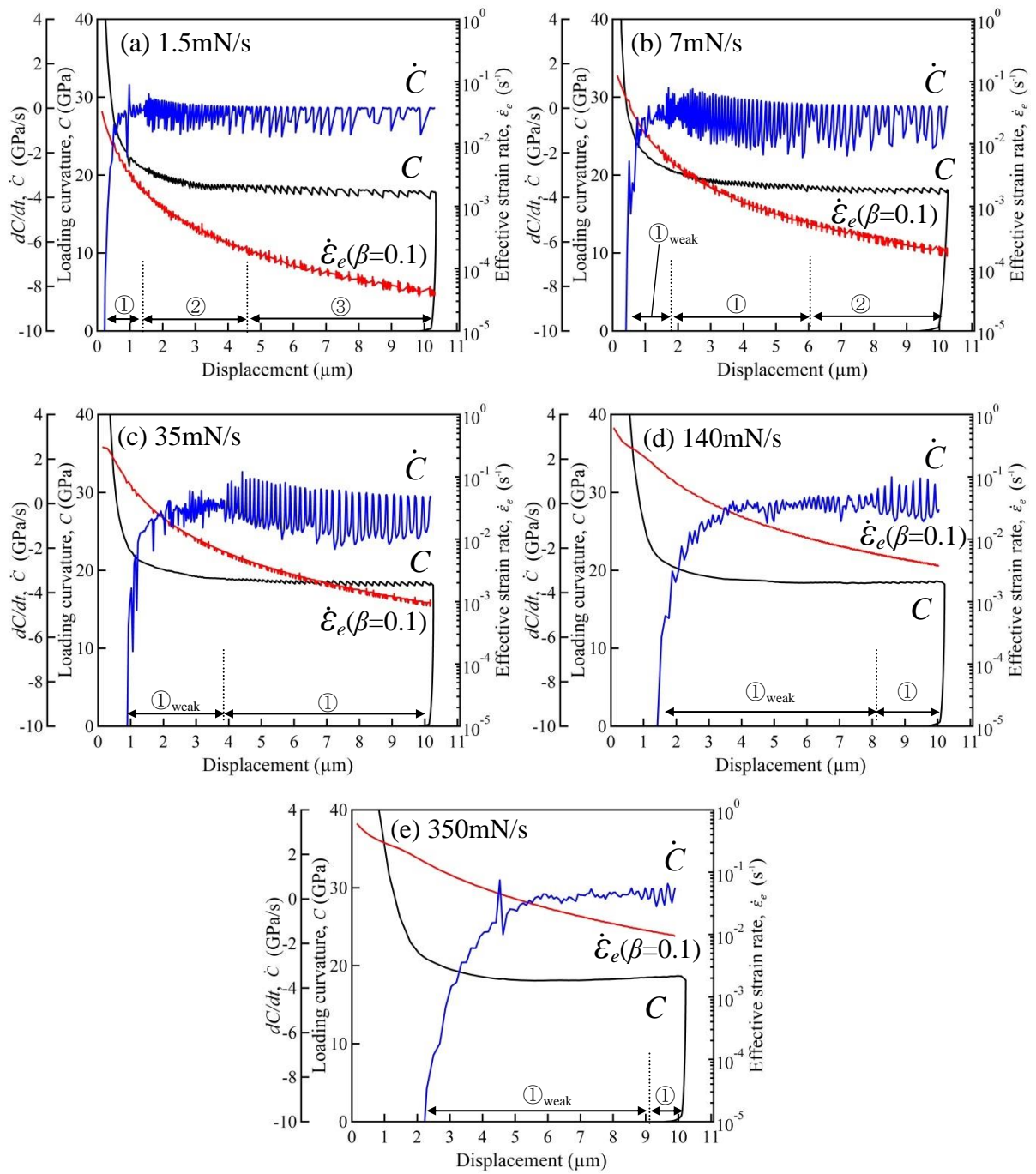


図3-15 各負荷速度における負荷曲率およびその時間微分と有効ひずみ速度－変位関係。

図 3-15 を利用し、各ひずみ速度に対応する単軸試験のセレーションとインデンテーションの負荷曲率変動の分類の比較を図 3-16 に示す。インデンテーションの有効ひずみ速度は試験中に変化するので、変化した範囲をあわせて図 3-16 の図中に示した。インデンテーションで得た負荷曲率変動の領域は、概ね単軸試験のセレーションタイプとひずみ速度の関係と一致している。このことから、5082 合金のセレーション挙動をインデンテーションの有効ひずみ速度と負荷曲率変動から評価が可能であることが明らかになった。また、セレーションを利用することでインデンテーションのひずみ速度を理解する上で重要な値となる  $\beta$  値が概算できた。これにより、単軸試験のひずみ速度に対応するインデンテーションの有効ひずみ速度を求めることができる。

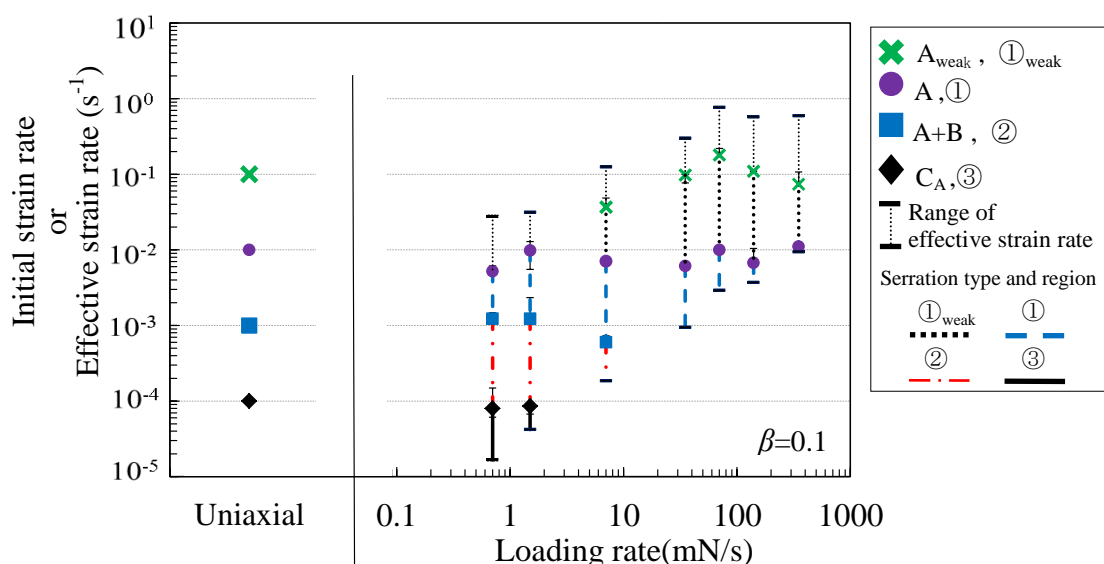


図 3-16 単軸試験のひずみ速度とセレーションの関係とインデンテーションの有効ひずみ速度とセレーションの関係。

### 3.4.3 インデンテーションの有効ひずみ速度を決定する $\beta$ 値についての検討

ここで、現在まで  $\beta$  値の物理的な意味は明らかにされていないため、 $\beta$  値の意味について考えてみる。まず、背景として先行研究<sup>46-49)</sup>よっては、インデンテーションのひずみ速度  $\dot{h}/h$  は、単軸試験のひずみ速度  $\dot{\epsilon}_u$  に相当するものと考えられていた ( $\dot{\epsilon}_i = \dot{h}/h \approx \dot{\epsilon}_u$ )。また、前章にてインデンテーションのひずみ速度の検討を行ったが、インデンテーションのひずみ速度は、圧子直下に分布しており、高ひずみ速度および低ひずみ速度がどのようにインデンテーションの結果に影響を及ぼしているのか不明であった。しかし、本研究で示したように、インデンテーションのひずみ速度  $\dot{h}/h$  は、そのまま単軸試験のひずみ

み速度 $\dot{\epsilon}_u$ と関連するのではなく、その 0.1 倍がインデンテーションにおいて有効に作用するひずみ速度（有効ひずみ速度  $\dot{\epsilon}_e$ ）である。この  $\beta$  値について、2 章の結果から考えると、高ひずみ速度から低ひずみ速度の影響すべてを集約した係数として作用すると推測できる。これは、インデンテーションのひずみ速度は高ひずみ速度から低ひずみ速度まで材料内部に分布するが、実際にインデンテーションの結果に影響を与えるひずみ速度は、局所的なひずみ速度ではなく、有効ひずみ速度のようなひずみ速度分布全体の影響が重要な意味を持つことを示唆している。例えば、負荷速度 0.7mN/s のように、低負荷速度においても押込変形によって生じる圧子直下のひずみ速度場は、2 章で示したような圧子の縁で高ひずみ速度が観察されるはずである。低負荷速度のインデンテーションにおいて、圧子の縁で高ひずみ速度の影響が強ければ、単軸試験におけるひずみ速度とセレーションの関係を考慮すると、観察されるセレーションは小さい、または観察されないはずである。しかし、実際、低負荷速度でインデンテーションを行うと、式(3.1)の  $\beta$  値が 0.1 のために、必然的に低ひずみ速度が変形を支配することになり、確認できたセレーションもこの傾向を支持している。このことから、インデンテーションにおいて、圧子の縁等の局所的な高ひずみ速度の影響は小さく、ひずみ速度分布の平均値が影響しているものと判断でき、 $\beta$  値についてはひずみ速度の平均値に密接に関係すると言える。また、本章の検討により、実験におけるひずみ速度分布の影響は、有効ひずみ速度の考え方で代用可能であることを示せたことから、より具体的なインデンテーションのひずみ速度の意義が明らかになったと言える。

### 3.5 結 言

本章では、Al-Mg系合金のセレーション挙動を指標にすることによりインデンテーションのひずみ速度が実際にどのような影響を与えているのかを実験的に検討した。その結果、2章で示したようにインデンテーションのひずみ速度は材料内部に分布するが、有効ひずみ速度を利用することにより単軸試験のひずみ速度と関連させることができた。また、本章の結果から、インデンテーションのひずみ速度分布を考慮する際、局所的なひずみ速度を考慮するのではなく、有効ひずみ速度のようなひずみ速度全体で考察することの重要性が明らかになった。

## 第4章 実験における識別限界ひずみの作用

### 4.1 緒言

本章では、図1-15の識別限界ひずみについて検討を行う。識別限界ひずみは、前述の通り、単軸試験の応力-ひずみ関係において、識別限界ひずみより大きなひずみでの応力-ひずみ関係は、インデンテーションの荷重-変位関係に影響を与えないことを示唆する概念であった。特に、識別限界ひずみの研究では、単軸試験における高ひずみの結果は、インデンテーションにほとんど影響を与えないと提案している<sup>1)</sup>。識別限界ひずみは、解析でよく検討されているが<sup>1,2)</sup>、実験にて識別限界ひずみの効果が確認できるのは、図1-14のステンレス鋼の高ひずみで逆解析結果の誤差が大きいという報告のみ<sup>3)</sup>である。このため、識別限界ひずみの存在が事実として実験結果に作用しているかは、未だ明らかにされていないとは言えない。そこで、実験により識別限界ひずみの存在を明確にする必要があるが、図1-15の識別限界ひずみの解析的検討法で用いられた加工硬化指数があるひずみで急激に変化する材料は、現実には存在しないため、実験的な検討に課題が残っていた。

3章で示した様に、単軸試験とインデンテーションの関連性を求める上で、セレーション挙動は非常に有効である。このため、本研究でもセレーション現象に着目する。先行研究<sup>4,6)</sup>では、時効硬化型合金の単軸試験において、高ひずみで顕著なセレーションが確認されている。詳細は後述するが、解析的に提案された識別限界ひずみの概念が、実験においても有効であるならば、高ひずみで確認できるセレーション挙動は、インデンテーションには影響を与えないことが予想され、実験的に識別限界ひずみを検討できると考えた。そこで本研究では、熱処理により時効硬化する Al-Zn-Mg 系合金のセレーション挙動に着目する。まずは、時効硬化型合金のセレーション挙動に関する先行研究を述べた後、本研究目的を述べる。

3章で述べた Al-Mg 系合金は、非熱処理硬化型であり、長時間人工時効（例えば 453°C で  $10^6$  秒（約 280 時間））しても有効な時効硬化現象は見られない<sup>7,8)</sup>。しかし、Mg 濃度が 10%に近い合金では、人工時効を施すと析出物 ( $\text{Al}_3\text{Mg}_2$ ) が形成され、時効硬化現象を起こすことが知られている<sup>7,9,10)</sup>。先行研究において、セレーションは、時効現象の影響を受けることがわかっている<sup>6,11-16)</sup>。Matsuura ら<sup>10)</sup>は、Al-8.6wt.%Mg 合金を 150°C

で溶体化処理後、20日までの各時間人工時効を施した場合のセレーション挙動を報告している（図4-1）。時効時間により材料強度およびセレーション挙動が変化していることがわかる。特に、時効時間4日および8日の結果は、セレーションが高ひずみで顕著に出現している。この原因として Matsuura らは、人工時効により固溶していた Mg が母相の Al と結びつき析出物  $\text{Al}_3\text{Mg}_2$  を形成したことを指摘している。

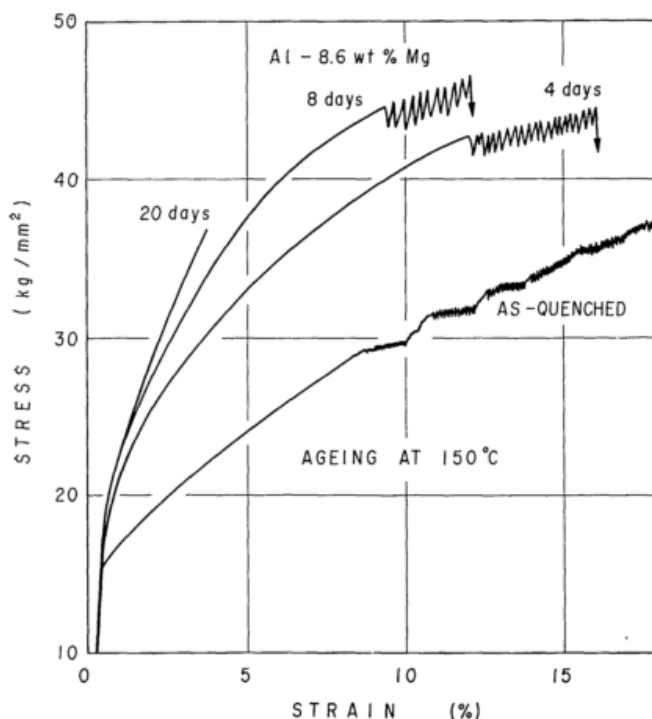


図4-1 Al-Mg合金の人工時効に伴うセレーション変化<sup>10)</sup>。

熱処理型合金である Al-Mg-Si 系合金や Al-Zn-Mg 系合金は、Al-Mg 合金と比べ短時間で時効現象が起きることが知られている<sup>17)</sup>。アルミニウムの時効硬化過程は下記の過程を経る<sup>18-22)</sup>。

過飽和固溶体→クラスター→GP ゾーン→中間相→安定相

クラスターや GP ゾーンは母相 Al と整合の関係をもち、溶質原子および空孔を含む原子集合体である<sup>18,20,23-25)</sup>。クラスターと GP ゾーンは明確に区別されておらず<sup>5)</sup>、主に自然時効で確認される<sup>24,26)</sup>。人工時効では半整合の中間相<sup>18,19)</sup>が形成し、最終的には母相と非整合の関係をもち安定相<sup>18,27)</sup>が析出する。

松本ら<sup>4)</sup>は、Al-6wt.%Mg 合金に3wt.%Zn を添加して Al-6wt.%Mg-3wt.%Zn 合金を作製し、引張試験を行っている。Al-6wt.%Mg-3wt.%Zn 合金は Al-Mg 系合金と Al-Zn-Mg 系合



金との中間の合金となり，わずかに時効特性を有する．Al-6wt.%Mg 合金を引張試験を行った結果，ひずみ初期からセレーションを確認できたのに対し，Al-6wt.%Mg-3wt.%Zn 合金の結果では，低ひずみ（約ひずみ15%以下）においてセレーションは観察されず，図4-1と同様に高ひずみで顕著なセレーションが確認されている．松本ら<sup>4)</sup>は，この理由として，セレーションの発生原因の Mg 原子が Zn 原子と結びつき，クラスタを形成したことが原因であると指摘している．また，別の論文にて松本ら<sup>5)</sup>は Al-6wt.%Mg-3wt.%Zn 合金のセレーションに及ぼす自然時効の影響も調査し，時効の経過と共にセレーションが高ひずみ側に移行したことを報告している．

時効初期に見られるクラスタやGPゾーンは，近年，時効硬化に影響を及ぼすことが見出され，盛んに調べられている<sup>5,6,13,28,29)</sup>．クラスタおよびGPゾーンは数nm程度の大きさであり，視覚化は容易ではないとされている<sup>19,20,29,30)</sup>．このため，分解能が数nmで検出可能な3次元アトムプローブ<sup>28)</sup>や高分解能電子顕微鏡（High resolution electron microscopy:HREM）<sup>31)</sup>が用いられる．図4-2に7012アルミニウム合金（Al-6.0Zn-2.0Mg-1.0Cu（wt.%））に自然時効を5.5か月間施したHREM像<sup>31)</sup>を示す．黒い丸みを帯びた像がクラスタもしくはGPゾーンで，直径約2nmと報告されている．有賀ら<sup>28)</sup>は，Al-Si-Mg系合金のクラスタに及ぼす自然時効の影響を，3次元アトムプローブにより調べた．その様子を図4-3に示す．時効時間が経過すると固溶原子が減少し，材料内部のクラスタの数が増加することを明らかにしている．時効により固溶Mgが減少すると，セレーション挙動に影響を与えることが知られている<sup>5,6,13)</sup>．

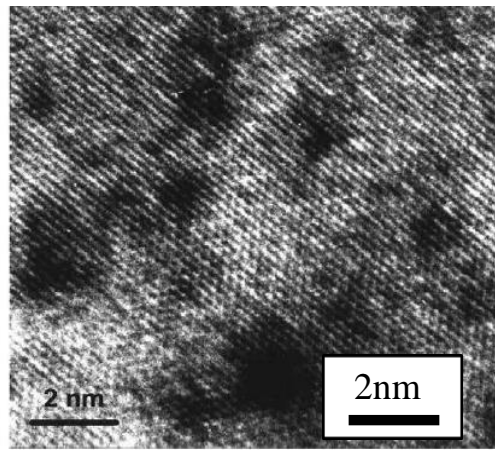


図 4-2 クラスタ, GP ゾーンの HREM 像<sup>31)</sup>.

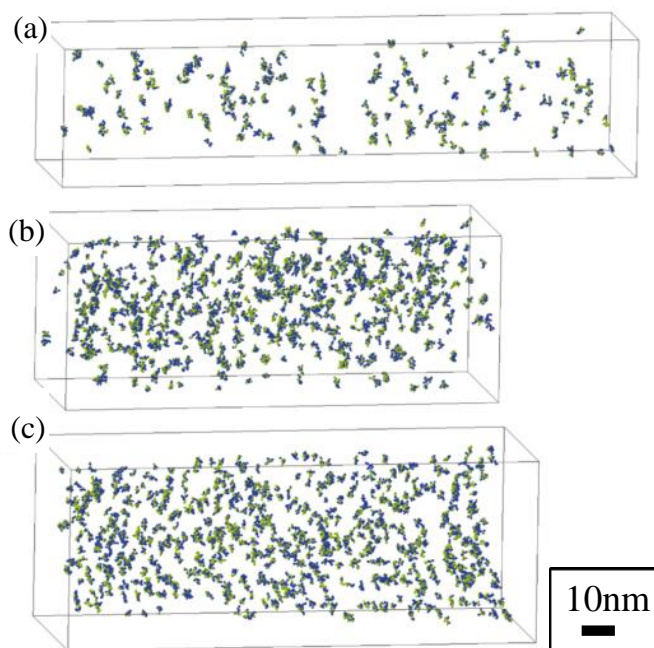


図 4-3 Al-Si-Mg 系合金の自然時効におけるクラスタの増加の様子を表した 3 次元アトムプローブ結果<sup>28)</sup>. (a) 自然時効 10.8ks (3h), (b) 360ks (100h), (c)  $2.8 \times 10^4$ ks (7800h). 緑色が Mg, 黄色が Si 原子で表示されているのは Mg-Si クラスタのみである.

前述の高ひずみで確認されているセレーションは、識別限界ひずみの概念に基づくと、インデンテーションでは影響を及ぼさないことになる。識別限界ひずみを扱った先行研究<sup>1,2)</sup>では、有限要素法解析のみで提案していることから、実験における影響は明らかにされていない。このため、実験において確認でき、ひずみ速度等に依存するセレーション挙動は、識別限界ひずみの実験的検討を行う上で有効に利用できると考えた。

本章では、時効による固溶Mg減少に伴うセレーション挙動を利用し、実験的に識別限界ひずみの検討を行うことを目的とする。本研究では、先行研究<sup>6)</sup>でセレーションが確認されている自然時効に焦点を絞った。また、試料は、時効硬化型合金の中からMg添加量が多い、Al-Zn-Mg系合金を選択し検討を行った。

## 4.2 実験方法

### 4.2.1 試料および熱処理条件

試料はAl-Zn-Mg系合金の一種である7075アルミニウム合金（以下7075合金と称する）を用いた。化学組成を表 4-1に示す。試料はJIS規格の7075アルミニウム丸棒（φ 15 mm）から単軸引張試験片とインデンテーションの試験片をそれぞれ取り出した。単軸引張試験用の試験片寸法を図4-4に示す。平行部の長さは8mm、φ 5mmの試験片を用いた。インデンテーションの試験片は円柱試験片（φ 15mm×15mm）とした。インデンテーションの試験片表面は、エメリー研磨（#800, 1200, 2400）、バフ研磨（アルミナ粒径1μmおよび0.3μm）により鏡面に仕上げた。

それぞれの試験片に対して溶体化処理を753Kで3.6ks行った後水冷した。自然時効は、室温（297K±2K）で0.6ks（10分）から86.4ks（24時間）の間で行った。

表 4-1 7075 アルミニウム合金の化学組成 (wt.%)

Alloy	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Zr	Al
7075	0.07	0.16	1.7	0.03	2.6	0.2	5.9	0.01	0.01	Bal.

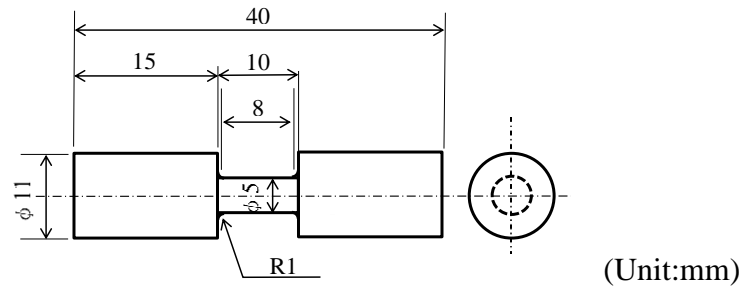


図 4-4 試験片寸法.

#### 4.2.2 単軸引張試験

準静的単軸引張試験は、室温で Instron 社製万能試験機（5982 型）を用いて行った。まず、時効時間の影響の調査を目的に、自然時効を 0.6~86.4ks で施した後、初期ひずみ速度  $1 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$  にて引張試験を行った。次にひずみ速度の影響の調査を目的に、時効時間 0.6ks の試験片に対し、初期ひずみ速度  $1 \times 10^{-4}$  から  $1 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$  の範囲で試験を行った。初期ひずみ速度の算出は前章と同様である。

#### 4.2.3 インデンテーション

インデンテーションは、3 章の試験結果を参考に試験条件を決定した。前章の結果から、負荷速度 1.5mN/s および 350mN/s の 2 つの負荷速度を利用すると、有効ひずみ速度が約  $10^{-4}$  から  $10^{-1} \text{s}^{-1}$  まで検討可能である。そこで、単軸試験と同様のひずみ速度範囲を考慮しつつ、インデンテーションにて時効現象の影響を明らかにするために、負荷速度 1.5mN/s および 350mN/s で試験を行った。また、ひずみ速度の影響を明らかにするため、時効時間が 0.6ks の試験片に対して、負荷速度を 1.5 mN/s から 350mN/s の範囲で検討を行った。

### 4.3 実験結果

#### 4.3.1 単軸引張試験

先行研究<sup>12,32)</sup>における Al-Zn-Mg 系合金の引張試験において、引張強さと破断強度がほぼ同じであるため、真応力-真ひずみ関係にてセレーション挙動が報告されている。本研究でも先行研究と同様の傾向を確認したことから真応力-真ひずみ関係を用いて検討を行う。図4-5 (a) にひずみ速度が $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ で時効時間が変化した場合の7075合金の真応力-真ひずみ関係を示す。時効時間の経過とともに流動応力が増加した。また、時効に伴う加工硬化指数の変化は小さい。時効時間が0.6ks から72.0ks の条件では破断前に明確なセレーションが観察できる。セレーションを確認しやすいように、図4-5 (a) の四角で囲った箇所から、時効時間ごと表示したものを図4-5 (b) に示した。セレーションはすべての時効時間 (~86.4ks) で確認できた。しかし、応力が降下する間隔は、時効時間の経過とともに長くなる傾向を示した。これは、自然時効によりクラスターや GP ゾーンが形成<sup>6,12,33)</sup>されたことが原因と考えられる。

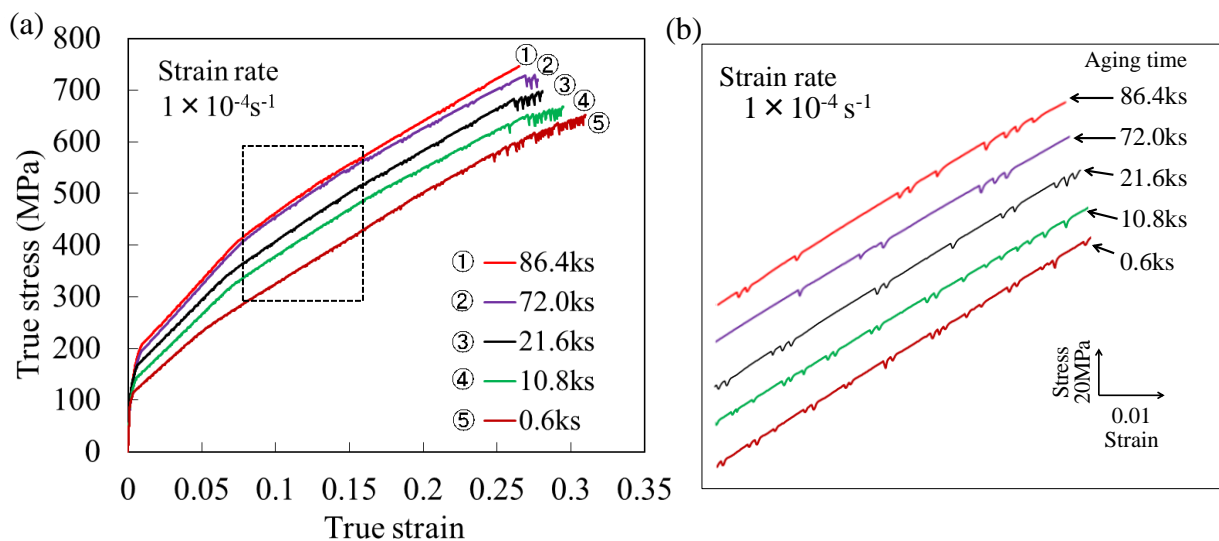


図 4-5 7075 アルミニウム合金の (a) ひずみ速度  $1.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  での時効時間の影響 (b) 各時効時間におけるセレーション挙動。

次に、自然時効 0.6ks を施した試料のひずみ速度の影響を図 4-6 に示す。時効の影響が小さい変形初期の流動応力は、ひずみ速度が増加するほど低くなる傾向を示した。これは、7075 合金が時効初期で負のひずみ速度依存性を有していることを示している。この傾向は、Al-Mg 系合金でよく確認されている挙動であり<sup>34,35)</sup>、時効初期の Al-Zn-Mg 系

合金でも同様の傾向が報告<sup>32)</sup>されている。セレーション挙動に着目すると、ひずみ速度により異なるセレーション挙動を示した。図 4-6 の四角枠内の拡大図を図 4-7 に示す。セレーション挙動は、先行研究の報告<sup>36-41)</sup>と類似しており、前章で確認できたひずみ速度とセレーションの関係と概ね同様であった。ひずみ速度  $1 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$  で、流動応力が滑らかな部分を間に挟み降下を繰り返す挙動を示した ( $C_A$  type)。ひずみ速度  $1 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$  で、鋸歯状のセレーションが見られた ( $B$  type)。ひずみ速度  $1 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$  のセレーションは図 4-7 (b) では、 $B$  type と  $C_A$  type が混合したセレーションが観察できた ( $B+C_A$  type)。図 4-7 (a) のひずみ速度  $1 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$  では、明らかなセレーションは観察できなかったため、 $\times$  or  $A_{\text{weak}}$  type とした。図 4-7 (b) では、ひずみ約 0.17 以降で波状のセレーション ( $A$  type) を示した。この現象は、他の試験 ( $n=3$ ) でもひずみ 0.16~0.18 の間の値 (平均値 0.17) で発生することを確認している。また、図 4-7 (c) では、すべてのひずみ速度に関して、破断前に短い間隔で応力が降下する顕著なセレーションを観察した。このセレーションは  $C_B$  type とした。

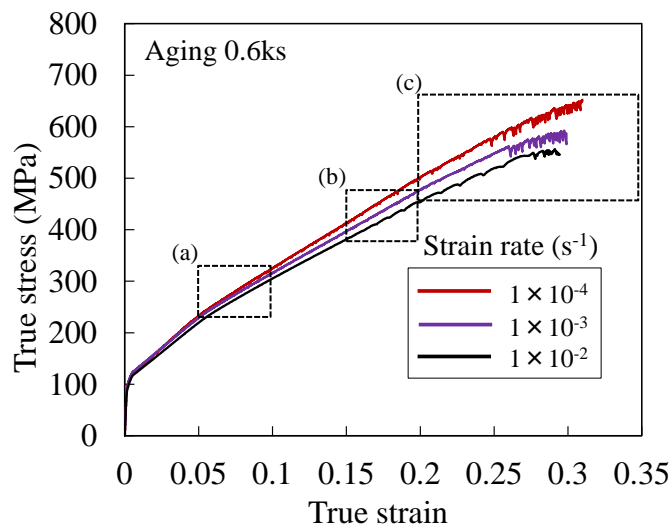


図 4-6 時効時間 0.6ks でのひずみ速度の影響。

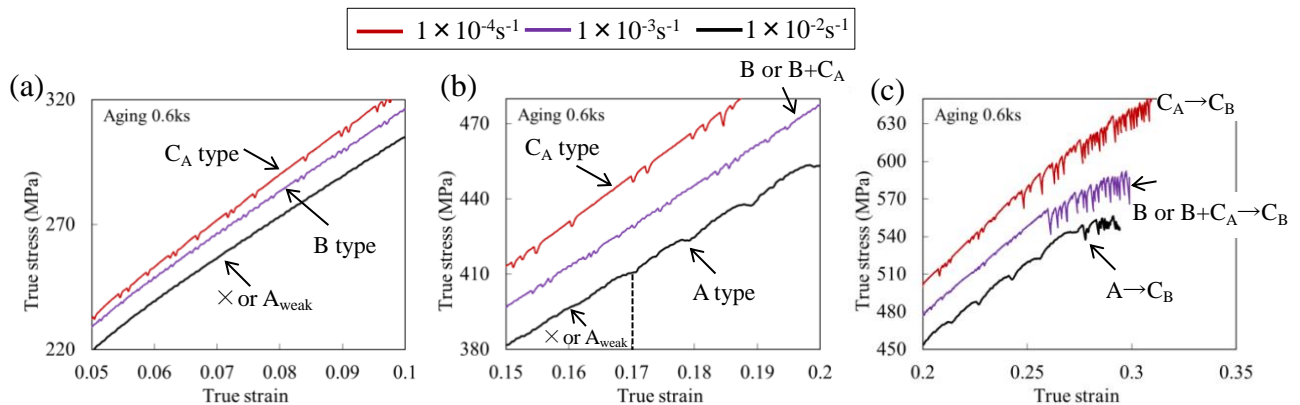


図 4-7 図 4-6 の各ひずみ範囲の拡大図, (a) 0.05 から 0.1, (b) 0.15 から 0.2, (c) 0.2 から 0.35。

### 4.3.2 インデンテーション

インデンテーションの負荷速度 1.5 および 350mN/s における荷重と変位の関係を図 4-8 に示す。両負荷速度とも単軸試験と同様に、時効時間の経過とともに荷重値が上昇した。しかし、明らかなセレーションが観察されたのは負荷速度 1.5mN/s の時効初期のみであった。

荷重-変位関係から負荷曲率を求め、図 4-9 に示す。時効時間の経過とともに負荷曲率が上昇した。また、負荷曲率変動は、負荷速度 1.5mN/s の時効初期のみ確認した。負荷曲率変動の様子は、変位が増加するにつれて変化した。例えば、時効時間 0.6ks に着目すると、変位が約 0.8 $\mu\text{m}$  から 3.2 $\mu\text{m}$  までは鋸歯状の負荷曲率変動であったが、変位 3.2 $\mu\text{m}$  以降では負荷曲率は滑らかな部分を間に挟みながら降下する挙動を示した。対照的に、負荷速度 350mN/s では負荷曲率変動は確認できなかった。

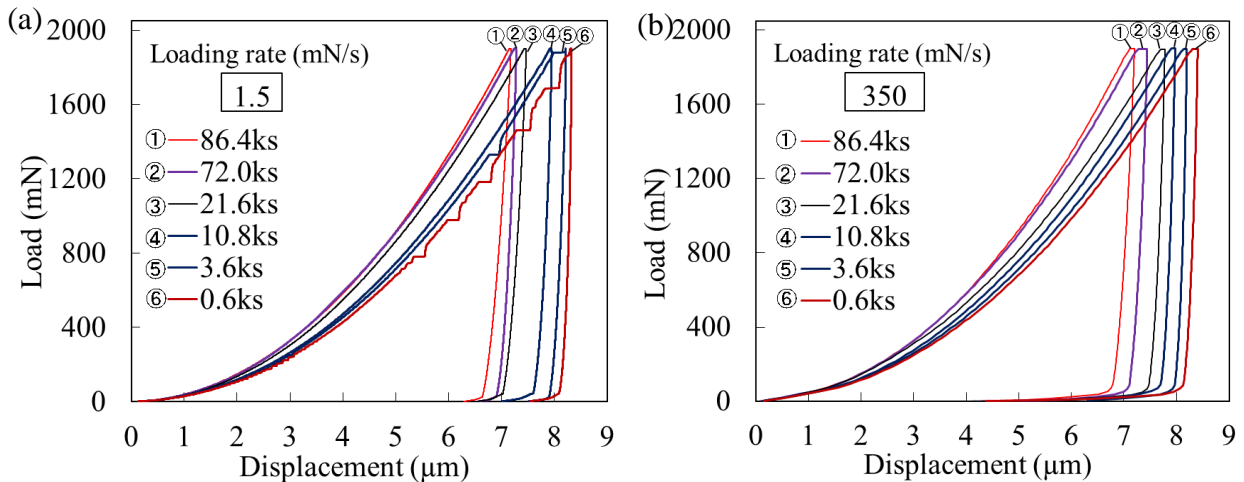


図 4-8 負荷速度(a) 1.5mN/s, (b) 350mN/s での荷重-変位関係。

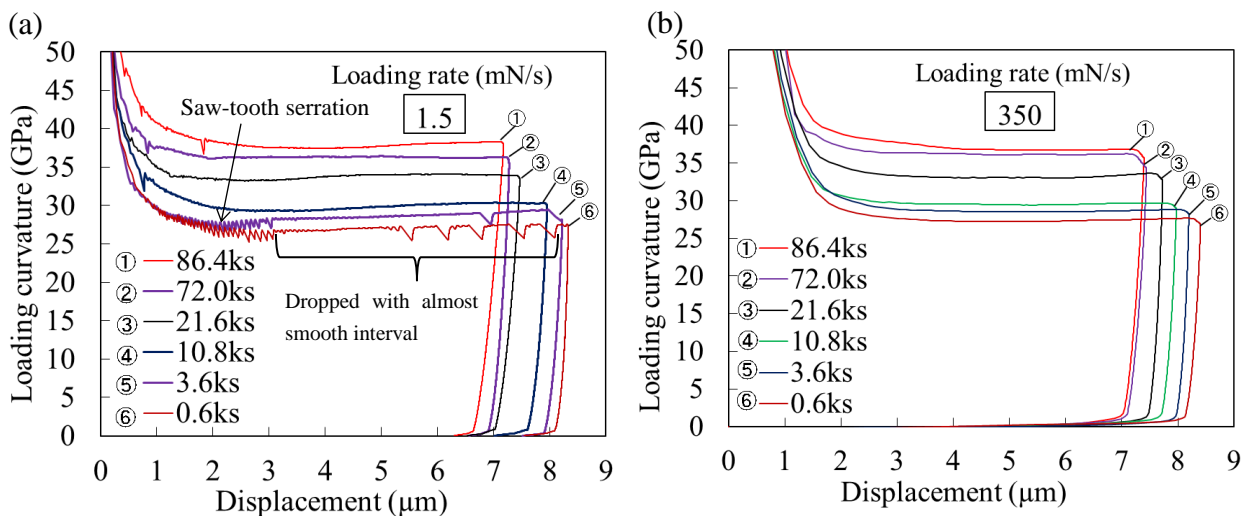


図 4-9 負荷速度(a) 1.5mN/s, (b) 350mN/s での負荷曲率-変位関係。

## 4.4 考 察

7075 合金の単軸試験で確認できたセレーション挙動はひずみ速度の影響を受けた。よって、インデンテーションのセレーション挙動をひずみ速度の影響から考察を行う。

### 4.4.1 インデンテーションのセレーションに及ぼすひずみ速度の影響

自然時効を0.6ks施した試料に対して、負荷速度1.5~350mN/sでインデンテーションを行い得た負荷過程における負荷曲率-変位関係を図4-10に示す。負荷曲率 $C$ の時間微分 $\dot{C}$ も併せて図中に示した。インデンテーションの有効ひずみ速度 $\dot{\epsilon}_e = \beta(\dot{P}/2P)$ を求める上で $\beta$ 値が重要になるが、7075合金の $\beta$ 値は現在まで明らかにされていない。このため、3章のAl-Mg系合金の結果を参考に、7075合金の $\beta$ 値を0.1として、有効ひずみ速度 $\dot{\epsilon}_e$ を求め、図4-10に併せて示した。3章で示したように、インデンテーションの有効ひずみ速度は、試験中に減少する。このため、負荷速度70mN/sにおいて有効ひずみ速度 ( $\dot{\epsilon}_{70}^*$ )  $5.3 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ で負荷曲率の変動を開始する。負荷速度1.5mN/sおよび35mN/sにおいても負荷速度70mN/sの結果と類似した現象が確認でき、有効ひずみ速度はそれぞれ $3.3 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$  ( $\dot{\epsilon}_{1.5}^*$ )と $6.6 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$  ( $\dot{\epsilon}_{35}^*$ )であった。有効ひずみ速度が減少すると、さらに負荷曲率変動は顕著になり、負荷速度1.5mN/sでは有効ひずみ速度 $3.2 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$  ( $\dot{\epsilon}_{1.5}^{**}$ )で負荷曲率が滑らかな部分と降下を繰り返す挙動を示した。この負荷曲率変動は、図4-7 (a), (b)で確認できた $C_A$ タイプと類似している。これは、7075合金のインデンテーションにおける溶質原子と転位の作用は、単軸試験と同等であることを示している。本章の試料である7075合金は3章で示した5082合金と化学組成は異なるが、概ね前章の考察と同様の考え方が利用可能であることがわかった。

両試験のセレーション挙動を比較した結果、単軸試験で確認できた一部のセレーション挙動は、インデンテーションの結果と差異があることがわかった。図4-7 (b)に示す単軸試験のひずみ速度  $1 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$ の結果では、ひずみ 0.17 以降で顕著な波状のセレーション (A type) が観察できた。しかし、インデンテーションの結果では、有効ひずみ速度  $10^{-2} \text{s}^{-1}$ ではこのような顕著な変動は確認できなかった。インデンテーションの有効ひずみ速度  $10^{-2} \text{s}^{-1}$ 付近の負荷曲率の挙動は、単軸試験のひずみ 0.17 以下における流動応力の挙動 (X or  $A_{\text{weak}}$  type) と類似していた (図4-10 (b), (c)に図示)。また、図4-7 (c)ではすべてのひずみ速度で小刻みに降下を繰り返す顕著なセレーション ( $C_B$  type) 観察できるが、インデンテーションの有効ひずみ速度  $10^{-4} \sim 10^{-2} \text{s}^{-1}$ では  $C_B$  type のようなセレーションは観察できなかった。これは、単軸試験の高ひずみにおけるセレーションがイ



ンデンテーションで観察できないことを示唆している．図 4-7 (b) の単軸試験結果において観察されたセレーション挙動が，インデンテーションのセレーション挙動に見られなかったことから，本研究における識別限界ひずみを 0.17 と決定した．

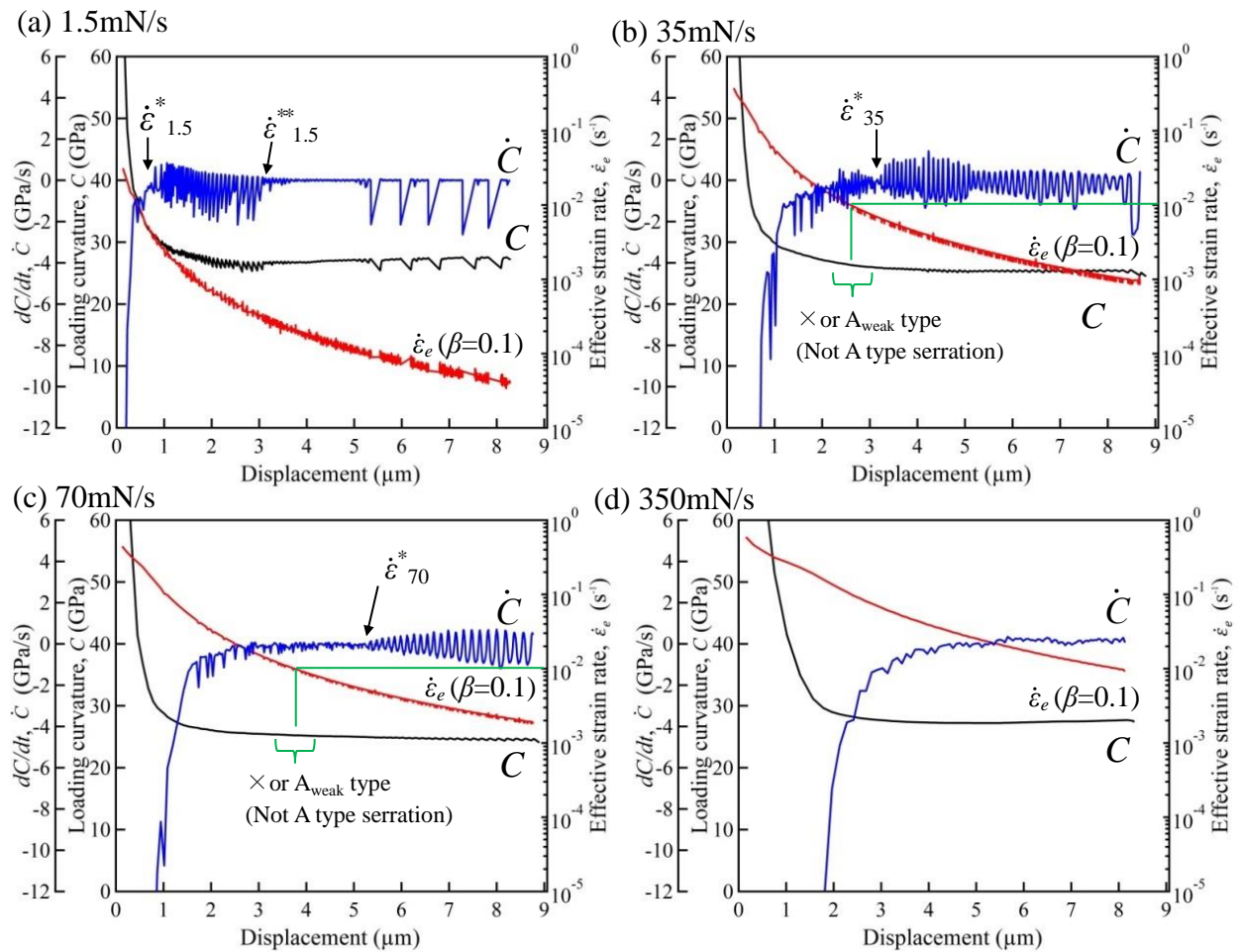


図 4-10 負荷曲率およびその時間微分と有効ひずみ速度－変位関係（時効時間 0.6ks）．

#### 4.4.2 提案されている識別限界ひずみと本研究の識別限界ひずみの関係

1章の図1-15で述べた識別限界ひずみは、単軸試験の材料特性を様々なひずみから加工硬化指数  $n$  が0になるように修正した解析材料に対して、インデンテーションを行い、負荷曲率の誤差が1%未満になるひずみを求めたものであった<sup>1)</sup>。識別限界ひずみは、解析により詳細に調べられている。Liu ら<sup>1)</sup>は、材料がべき乗硬化則に従うと仮定して、 $E/Y$  を100~2500、 $n$  を0.1~0.5、円錐圧子角度  $\alpha$  を60~80°まで変更し、識別限界ひずみ  $\varepsilon_c$  を下記式で提案した。

$$\varepsilon_c = 1.139 - 0.7615\alpha \quad (4.1)$$

ここで、 $\alpha$  は円錐圧子角度である。小笠原と山田<sup>2)</sup>は  $E/Y=1400\sim 5000$ 、 $n=0.1\sim 0.5$  円錐圧子角度  $\alpha=65\sim 80^\circ$  まで変更し、識別限界ひずみを調べている。その結果、識別限界ひずみは、加工硬化指数  $n$  と圧子角度  $\alpha$  に依存することを明らかにし、以下の式を提案した。

$$\varepsilon_c = A(\alpha - 88.4) \quad (4.2)$$

$$A = 2.3312n^2 - 0.312n - 0.9551$$

式(4.1)および式(4.2)は、識別限界ひずみの提案式であるが、その決定の仕方には差異がある。先行研究<sup>2)</sup>において、加工硬化指数が小さくなると識別限界ひずみは小さくなることがわかっている。識別限界ひずみはその定義上、単軸試験の応力-ひずみ関係で識別限界ひずみ以上のひずみでは、インデンテーションの結果に影響を与えないため、識別限界ひずみが小さいほど、インデンテーションの適用可能範囲（単軸試験と有効に関連する範囲）は狭くなる。式(4.1)および式(4.2)も加工硬化指数を変化させているが、式(4.1)はすべての加工硬化指数に適用できる識別限界ひずみを決定しているのに対し、式(4.2)は加工硬化指数の値ごとに識別限界ひずみを決定している。このため、式(4.1)は、様々な材料から導出された識別限界ひずみの最大値であり、すべての加工硬化指数に適用可能である。しかし、式(4.1)は、加工硬化指数によっては、識別限界ひずみを過大に評価する恐れがある。対照的に、式(4.2)は加工硬化指数ごとに識別限界ひずみを定義し、インデンテーションと単軸試験の関連性について狭い範囲を定義していることになる。式(4.1)から今回使用した Berkovich 圧子に相当する円錐圧子角度70.3°から識別限界ひずみを求めると0.2である。また、セレーションが小さかったひずみ速度  $1 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$  の単軸試験の結果から加工硬化指数  $n$  を求め ( $n=0.45$ )、式(4.2)から識別限界ひずみを求めると0.11が得られた。

上記の結果を総合すると図 4-11 のようになる。実験により求めた識別限界ひずみは式 (4.1)および式(4.2)の間の値に収まる結果を得た。前述の通り，式(4.1)はインデンテーションと単軸試験が関連する最大の識別限界ひずみであることから，実験で求めた識別限界ひずみは，式(4.1)の識別限界ひずみよりも式(4.2)のものに近づく傾向を示した。しかし，式(4.1)および式(4.2)の識別限界ひずみは，転位運動やひずみ速度の影響を考慮していない。このため，厳密には式(4.1)および式(4.2)は実験で実際に生じている力学現象を無視して導出されていると言える。しかし，本研究で示したように解析により予見された識別限界ひずみの影響は，実験においても確認できることがわかった。

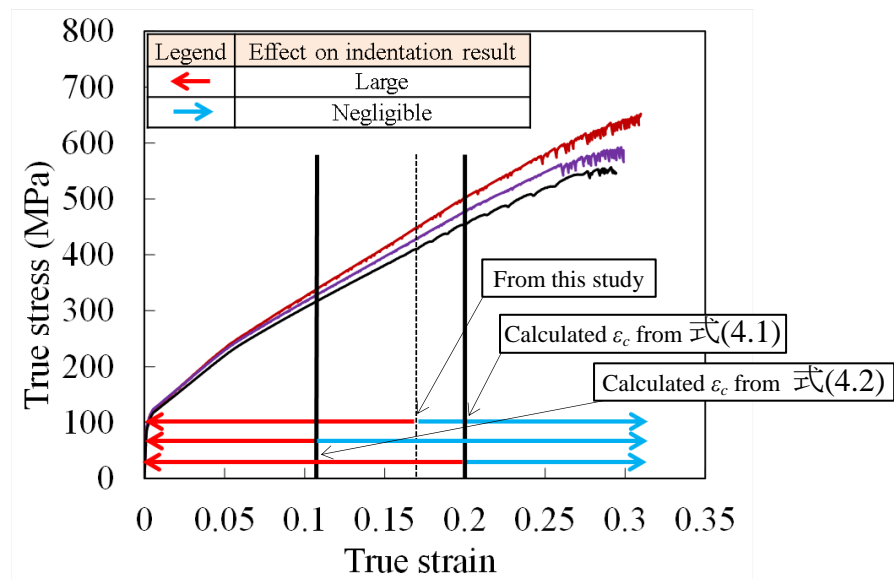


図 4-11 式(4.1)，式(4.2)および本研究における識別限界ひずみのまとめ。

#### 4.4.3 時効現象に伴う識別限界ひずみと固溶 Mg 拡散の影響

識別限界ひずみを、前節とは別の視点である時効現象から考察を行う。インデンテーションに及ぼす変形場の影響を考える上で、2章および3章で述べたひずみ速度の影響に加えて、材料の時効現象の影響も重要である。時効現象により固溶 Mg の量が減少すると、転位と固溶 Mg の相互作用は弱まるため、セレーションは確認できなくなることが知られているが<sup>6)</sup>、図 4-5 (b) の単軸試験の結果で考慮した時効時間の範囲では、時効時間が経過してもセレーションが観察されている。単軸試験のセレーション挙動を考慮すると、インデンテーションにおいても時効時間に関わらず負荷曲率変動が顕著に確認されるはずである。しかし、図 4-9 (a) の時効現象に伴うインデンテーションの負荷曲率変動について着目すると、時効時間が長くなるに伴い負荷曲率変動はほとんど見られなくなっている。この現象は単軸試験の結果と矛盾しており、時効に伴う固溶 Mg 減少の影響だけでは説明がつかない。前述の通り、時効の影響による固溶 Mg の減少は、セレーションをなくす方向に働く。このため、インデンテーションでセレーションが確認できなかった原因が固溶 Mg 原子の減少によるものなのか、あるいはインデンテーションには、識別限界ひずみに見られるような一定の評価限界があり固溶 Mg 原子の減少のような特殊な現象を追うことができないのかは、ここまでの考察で明確に断言できない。そこで、固溶 Mg の拡散の効果に着目し考察を行う。

先行研究において固溶 Mg 原子の拡散の効果を確認している例を述べる。中山ら<sup>42)</sup>は 318K で Al-Mg 合金の引張試験を行い、低ひずみではほとんどセレーションが観察されなかったものの、高ひずみではセレーションが確認できることを報告した。次に、中山らは、セレーションが確認できなかった低ひずみにて変位を一定時間保持し、その後試験を再開する試験を行った。その結果、保持後にセレーションを確認している。この理由として、保持中に固溶 Mg が拡散し、転位を固着したことが原因と考察している。また、保持後に発生したセレーションは、一定のひずみ間で継続した後、確認できなくなることから、Mg の拡散は、セレーション挙動に大きな影響を及ぼすことがわかる。上記の結果を参考に、時効により負荷曲率変動が確認できなくなった原因が、識別限界ひずみの作用なのかを明らかにするために、インデンテーションにおいて試験中に試験を中断するステップ負荷試験を行った。

#### 4.4.4 ステップ負荷試験によるインデンテーション試験結果の考察

インデンテーションのステップ負荷試験における時間履歴を図 4-12 に示す. 図中には負荷速度一定の試験の様子も示している. 最大荷重は負荷速度一定の試験と同様 1900mN で行っているが, ステップ負荷試験においては荷重値が 633.3, 1266.7mN において荷重を保持した. それぞれの保持時間は 150s である.

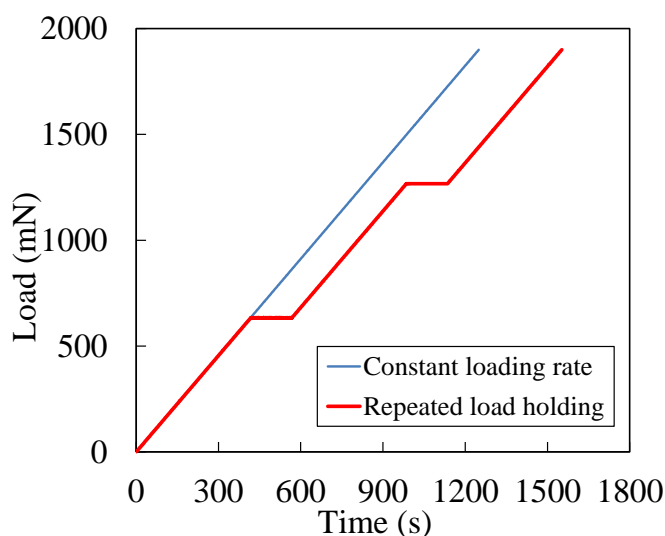


図 4-12 ステップ負荷試験および負荷速度一定試験の負荷過程における荷重時刻履歴.

ステップ負荷試験を行い荷重-変位関係を得た後, 前回と同様に負荷曲率-変位関係を求め, 図 4-13 に示す. 負荷曲率変動が時効時間の経過とともになくなるのは, 荷重を保持しない場合の結果 (図 4-9 (a)) と同様であった. しかし, 負荷曲率に保持の影響が確認できたため, 図 4-13 (a) の図中の枠内の拡大図を図 4-13 (b) に示す. 保持の影響は, 概ね中山ら<sup>42)</sup>の単軸試験の結果と類似したものであった. 本研究では, 中山ら<sup>42)</sup>が考慮していないひずみ速度の影響についても議論を行う. 保持の影響を説明するために図 4-13 (b) を 3 つに区分した.

- ①荷重を保持すると, 転位が消滅もしくは安定した配置に移動する回復現象が起きることが知られている<sup>43)</sup>. このため, 荷重保持中に変位は増加する. 変位が増加すると負荷曲率  $C$  は, その定義式 ( $C=P/h^2$ ) より減少する. また, 先行研究<sup>44)</sup>において, 固溶 Mg は, 転位に向かい拡散することがわかっているため, 保持中に固溶 Mg 原子は転位に拡散し, 転位を固着する.
- ②負荷を再開し, 転位が移動を開始するためには転位を固着している固溶 Mg 原子の

雰囲気乗り越える必要がある。このため、保持後の負荷曲率は、保持前の負荷曲率よりも高い値を示す。この挙動は、単軸試験で確認されている典型的なひずみ時効の効果である<sup>42,45)</sup>。

③固溶 Mg 原子は転位の移動を抑えることができなくなり、転位は移動を開始する。このため、セレーション（負荷曲率変動）が発生する。

図 4-13 (b) にて負荷曲率が大きく降下した後、小さく降下しているのが確認できる。同様の現象が図 4-14 の負荷速度 35mN/s の結果で顕著に確認できる。枠内の拡大図を図中に示している。保持後に負荷曲率変動が矢印で示した区間発生した後、滑らかな負荷曲率になっている。保持後の負荷曲率変動の発生回数は、1.5mN/s の結果の方が 35mN/s の結果より少ない傾向を示した。先行研究<sup>46)</sup>では、セレーションの数は転位の移動速度に依存することがわかっている。転位の移動が遅い場合、転位は固溶 Mg を引きずりながら移動することから、低ひずみ速度ではセレーションの数は少なくなる。図 4-13 (b) および図 4-14 の②の終わり (end of ②) における有効ひずみ速度を求めると負荷速度 1.5mN/s および 35mN/s ではそれぞれ  $5.7 \times 10^{-5} \text{s}^{-1}$  および  $1.3 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$  であったことから、両者の保持後の負荷曲率変動の違いは、有効ひずみ速度の違いによるものである。

以上の結果より、インデンテーションでは、試験の途中で保持過程を設けることで、保持後に負荷曲率変動（セレーション）が確認できることがわかった。しかし、保持を行わない場合、時効の経過に伴いセレーション挙動が確認できなくなる原因については、ここまでの考察からでは明らかにできない。このため、先行研究で提案されている理論を利用し、この原因の考察を試みる

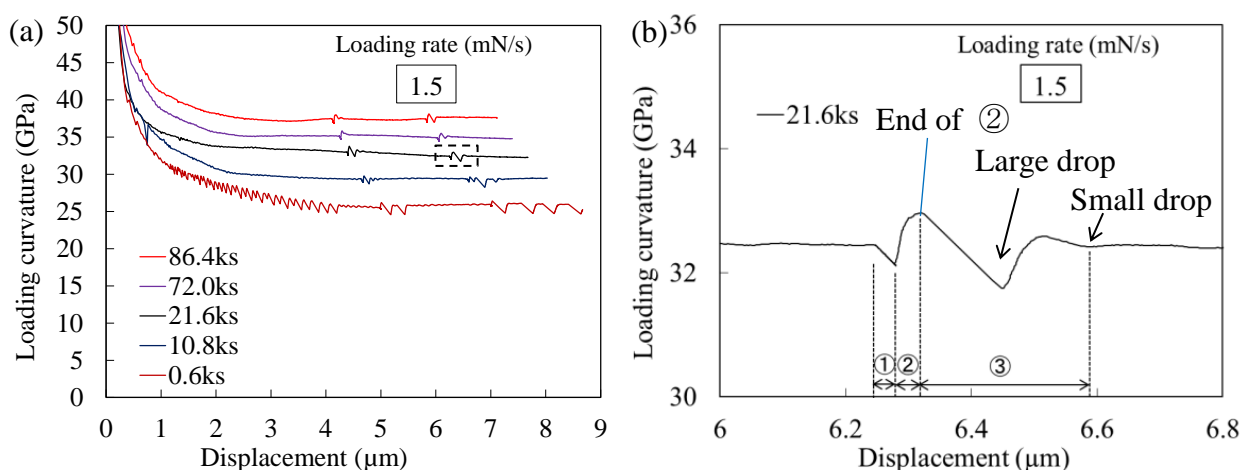


図 4-13 (a) ステップ負荷試験により得た負荷曲率－変位関係（負荷速度 1.5mN/s）、(b) 図中の枠内の拡大図。

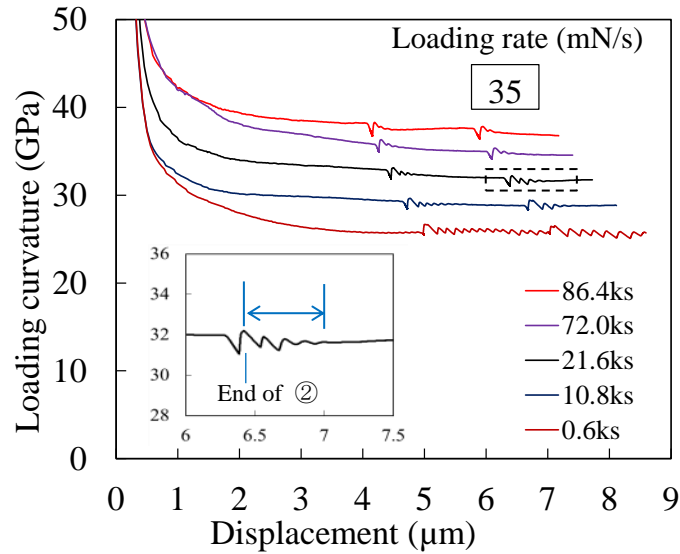


図 4-14 ステップ負荷試験により得た負荷曲率－変位関係（負荷速度 35mN/s）.

#### 4.4.5 先行研究におけるセレーション理論

現在まで提案されているセレーション理論を利用し、本研究における結果を考察する。先行研究<sup>47,48)</sup>において、転位は、材料内部の障害物で停滞、移動を繰り返すことで知られている。また、固溶 Mg は、障害物で停滞している転位に拡散し、転位を固着する。転位が障害物で停滞する時間（転位の停滞時間）を  $t_w$ 、固溶 Mg が転位を固着するのに必要な時間（転位固着時間）を  $t_a$  とした時、セレーションが発生するためには、転位の停滞時間  $t_w$  が、転位固着時間  $t_a$  よりも長い必要がある。

$$t_w \geq t_a \quad (4.3)$$

転位の停滞時間  $t_w$  は、下記式で与えられる<sup>47,48)</sup>。

$$t_w = \frac{\rho L b}{\dot{\epsilon}} \quad (4.4)$$

ここで、 $\rho$  は転位密度、 $L$  は障害物間の距離、 $b$  はバーガースベクトル、 $\dot{\epsilon}$  はひずみ速度である。あるひずみ速度 $\dot{\epsilon}$ の場合を考えると、バーガースベクトル  $b$  は定数であるため、転位密度  $\rho$ 、障害物間の距離  $L$  が、転位の停滞時間  $t_w$  に大きく作用することが知られている<sup>49)</sup>。転位密度  $\rho$  は、ひずみの増加とともに増加することで知られている<sup>18,20,23,24,49)</sup> ( $\rho \propto \epsilon$ )。また、障害物の間隔  $L$  は、時効による障害物の形成に伴い小さくなることが知

られている。Riley と McCormick <sup>49)</sup>は、Al-Mg-Si 合金の人工時効における析出物の形成がセレーションに及ぼす影響を調べた。彼らは、式(4.4)の転位密度  $\rho$ 、障害物間の距離  $L$  の影響を併せた  $\rho L$  の関係を単軸試験により調べており、その概要図を図4-15に示す。式(4.4)の  $\rho L$  は、ひずみが増加すると上昇するが、時効時間が増加すると減少することがわかる。本研究においても図4-15が成立すると仮定する。

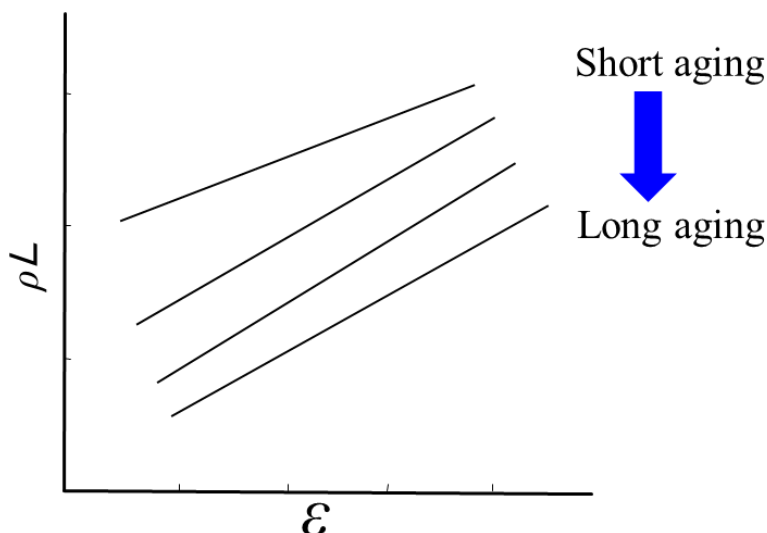


図 4-15 先行研究 <sup>49)</sup>で提案されている式(4.4)の  $\rho L$  とひずみの関係の概念図。

式(4.3)における固溶 Mg 原子が、停滞する転位を十分に固着するために必要な時間(転位固着時間)  $t_a$  は下記式で与えられる <sup>47,49-51)</sup>。

$$t_a = \left( \frac{C_1}{3C_0} \right)^{3/2} \frac{kTb^2}{3DU_m} \quad (4.5)$$

ここで、 $C_1$  はセレーションの発生に必要な固溶原子濃度、 $C_0$ は材料の固溶原子濃度(試料内の固溶 Mg 量)、 $k$  はボルツマン定数、 $T$ は温度、 $D$  は拡散速度、 $U_m$ は固溶原子と転位の結合エネルギーである。ボルツマン定数  $k$ 、バーガスベクトル  $b$  は定数であり、ある温度  $T$  において、セレーションの発生に必要な固溶原子濃度  $C_1$  と結合エネルギー  $U_m$  は一定として知られている <sup>18,20,23,24,49)</sup>。つまり、転位固着時間  $t_a$  は、材料の固溶原子濃度  $C_0$  と拡散速度  $D$  の影響を受けることがわかる。材料の固溶原子濃度  $C_0$  (固溶 Mg 濃度) は、時効時間が経過すると、析出物の形成に伴い減少するため、転位固着時間  $t_a$  は増加する。また、拡散速度  $D$  は、材料の空孔濃度  $C_v$  に依存することがわかっている ( $D \propto C_v$ ) <sup>45,47)</sup>。これは、固溶 Mg は、空孔の助けを借りて拡散できるためである。空孔



濃度  $C_v$  はひずみの関数であるため<sup>45,47)</sup> ( $C_v \propto \varepsilon$ ), 拡散速度  $D$  は, ひずみの増加と共に増加する ( $D \propto \varepsilon$ )<sup>47,52)</sup>. よって, 式(4.5)において, ひずみの増加とともに拡散速度  $D$  が増加すれば, 転位固着時間  $t_a$  は減少することになる. 単軸試験のひずみおよび時効時間が増加した時,  $t_w$  と  $t_a$  の変化の様子の模式図を図4-16 (a) に示す.

時効初期 (Aging Short) では, 材料内部に固溶 Mg 原子は豊富に存在する. つまり, 材料の固溶原子濃度  $C_0$  が高いため, 式(4.5)の  $t_a$  は小さい. このため, 式(4.3)の条件は  $t_w > t_a$  であり, セレーションが発生する. 単軸試験のひずみ増加が  $t_w$  および  $t_a$  に及ぼす影響は下記の通りである.

- ・ 転位の停滞時間  $t_w$  に及ぼす影響

ひずみが増加すると転位密度が増加するため ( $\rho \propto \varepsilon$ ), 式(4.4)の  $t_w$  は増加する.

- ・ 固溶 Mg の転位固着時間  $t_a$  に及ぼす影響

ひずみ増加とともに式(4.5)の  $D$  が増加するため ( $D \propto \varepsilon$ ),  $t_a$  は減少する.

このため, 高ひずみにおけるセレーションの条件は,  $t_w \gg t_a$  となる. 図 4-5 (a) の単軸試験の結果で, 高ひずみにて激しいセレーションが確認できたのは, 高ひずみにおいてセレーションの発生の条件を十分に満たしていたことが原因と考えられる. これは, 変形が進むと材料内部の転位密度は高くなるため, 必然的に固溶 Mg は転位を固着しやすくなることから理解できる.

次に, 時効時間の増加が  $t_w$  および  $t_a$  に及ぼす影響を考える. 時効が経過し, 時効中盤 (Aging Medium) になると, 析出物が形成し, 固溶 Mg は減少する.

- ・ 析出物が形成すると, 障害物の間隔  $L$  が減少し, 式(4.4)の転位の停滞時間  $t_w$  は減少する.
- ・ 固溶 Mg 減少に伴い, 式(4.5)の材料の固溶原子濃度  $C_0$  は減少し, 転位固着時間  $t_a$  は増加する.

このため, 時効が進むにつれ,  $t_w$  と  $t_a$  の差は小さくなり ( $t_w \rightarrow t_a$ ), セレーションは小さくなる. これが, 図 4-5 (b) で確認できた時効が進むとセレーションの間隔が小さくなった原因であると考えられる. さらに時効が進むと (時効終盤 (Aging Long)), 転位を固着できる Mg 原子量が減少するため, セレーションは確認できなくなることで知られている ( $t_w < t_a$ )<sup>6,49)</sup>.

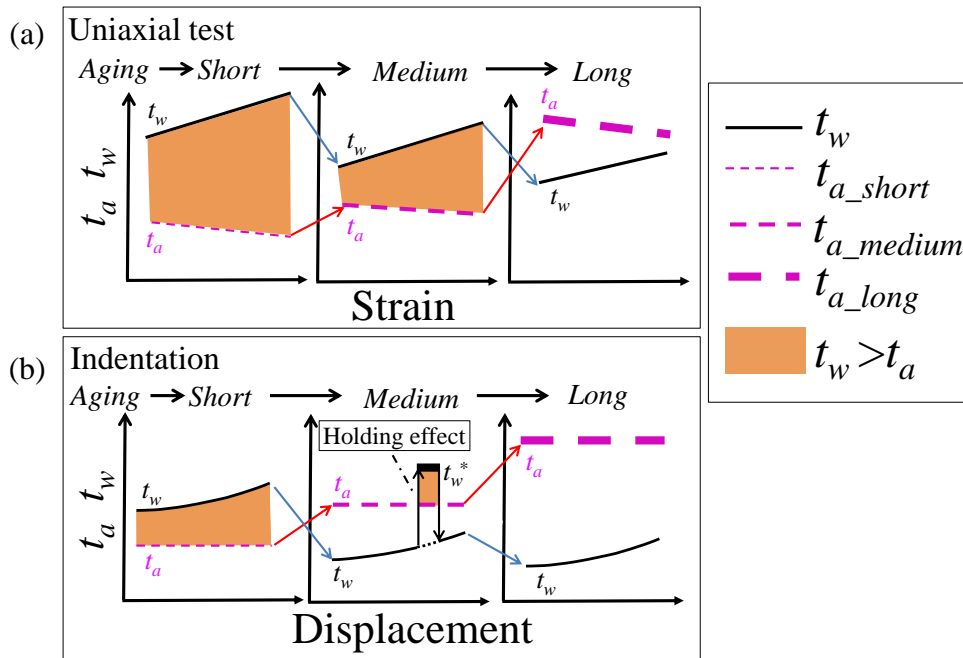


図 4-16  $t_w$  と  $t_a$  の変化の様子を表した概要図(a) 単軸試験, (b)インデンテーション.

#### 4.4.6 セレーション理論に基づく識別限界ひずみの考察

提案されているセレーション理論をインデンテーションに適用し, 識別限界ひずみの考察を試みる. インデンテーションでは, 相似則が成り立つため, 荷重-変位関係に影響を及ぼすひずみ分布は変位に関わらず一定であることが知られている<sup>53)</sup>. このため, インデンテーションに影響を与える転位密度  $\rho_{eff}$  (以下, 有効転位密度と称する) も一定となると考えられる. 式(4.4)を有効転位密度  $\rho_{eff}$  と有効ひずみ速度  $\dot{\epsilon}_e = \beta(\dot{P}/2P)$  を用いて表すと以下の式となる.

$$t_w = \frac{\rho_{eff} L b}{\dot{\epsilon}_e} = \frac{2\rho_{eff} L b P}{\beta \dot{P}} \quad (4.6)$$

ここで,  $\rho_{eff}$  はインデンテーションの有効転位密度である. 式(4.6)の障害物間の距離  $L$  とバーガスベクトル  $b$  は, 式(4.4)と同じ値であり,  $\beta$  は材料定数である. ある負荷速度  $\dot{P}$  の場合を考えると, 材料定数  $\beta$ , バーガスベクトル  $b$  は定数であるため, 有効転位密度  $\rho_{eff}$ , 障害物間の距離  $L$  および荷重  $P$  が転位の停滞時間  $t_w$  に影響を及ぼすと考えられる. 図 4-16 (b) に, インデンテーションにおける  $t_w$  と  $t_a$  の変化の様子の模式図を示した. 時効初期 (Aging Short) では固溶 Mg 原子濃度が高いため, 式(4.3)の条件は  $t_w > t_a$  であり, セレーションの条件を満たす. ここで, 変位の増加が  $t_w$  と  $t_a$  に及ぼす影響を考える.

- ・ 転位の停滞時間 $t_w$ に及ぼす影響

変位が増加（荷重の増加）すると、式(4.6)の転位の停滞時間 $t_w$ は増加する。

- ・ 固溶Mgの転位固着時間  $t_a$ に及ぼす影響

単軸試験では、ひずみが増加すると空孔濃度が増加するため、拡散速度 $D$ が増加する<sup>47,52)</sup> ( $D \propto \varepsilon$ )。しかし、インデンテーションでは、変位に関わらずひずみ分布の影響は一定であるため、拡散速度 $D$ も一定となり、図4-16 (b) に示すように式(4.5)の転位固着時間  $t_a$ は、変位に依存せず一定となると考えられる。

インデンテーションにおいても、時効が進むと、析出物が形成し、固溶 Mg は減少する。このため、時効時間の増加が  $t_w$  および  $t_a$  に及ぼす影響は、単軸試験と同様である。しかし、図 4-9 (a) で確認したようにインデンテーションでは、単軸試験と異なり時効時間が経過するとセレーションが確認できなくなる。このため、図 4-16 (b) に示すインデンテーションの時効中盤では、セレーションが確認できない条件 ( $t_w < t_a$ ) となったと考えられる。保持の影響も図 4-16 (b) の時効中盤に併せて示した。荷重保持は、転位の停滞時間  $t_w$  を増加させることになるので、新しい転位の停滞時間  $t_w^*$  は、 $t_w$  に保持時間を加えたものとなる ( $t_w^* = t_w + \text{保持時間}$ )。図 4-13 や図 4-14 で示したように、インデンテーションで荷重保持を行うと、保持後にセレーションが確認できた。これは、保持前はセレーションが発生しない条件 ( $t_w < t_a$ ) であったが、保持後に一時的に  $t_w^* > t_a$  となり、セレーションの発生条件を満たしたためと考えられる。上記より、インデンテーションでは、時効中盤で  $t_w < t_a$  となるため、時効経過とともにセレーションが見られなくなると考えられる。

ここで、なぜインデンテーションは、単軸試験と異なり、時効するとすぐにセレーションが発生しない条件 ( $t_w < t_a$ ) となるのかについて検討を行う必要がある。式(4.4)および式(4.6)の障害物間の距離  $L$  とバーガスベクトル  $b$  は、単軸試験およびインデンテーション共に同じであり、両試験で異なるパラメーターはひずみ速度 $\dot{\varepsilon}$ と転位密度 $\rho$ である。

インデンテーションのひずみ速度（有効ひずみ速度 $\dot{\varepsilon}_e$ ）は、本研究で既に明らかにした通り、単軸試験のひずみ速度と関連するパラメーターとして扱うことができる。

対照的に、転位密度 $\rho$ は、単軸試験とインデンテーションで大きく異なる。単軸試験においてひずみ $\varepsilon$ の増加は、転位密度 $\rho$ の増加を意味するため、変形が進むほど新たな転位が材料内部で生成され、固溶 Mg 原子が固着できる転位の数は、ひずみ増加とともに増加することになる。このため、単軸試験では、ひずみが増加するほど、セレーションが発生しやすい状態となる。一方、インデンテーションでは、変位に関わらず転位密度の影響 $\rho_{eff}$ は一定であるため、式(4.6)の転位密度 $\rho_{eff}$ の値が、インデンテーションの $t_w$

を支配することになる。インデンテーションでは、時効中盤にセレーションが確認できなくなったことから ( $t_w < t_a$ ),  $t_w$  に影響を与える転位密度  $\rho_{eff}$  の影響は小さいことが推察できる。転位密度の影響が小さいということは、転位密度とひずみの相関関係 ( $\rho \propto \epsilon$ ) より、インデンテーションのひずみ分布で有効に作用するひずみ (以下、有効ひずみと称する) も小さいことになる。

1章で述べたように先行研究では、インデンテーションはひずみ分布を有するため、代表ひずみのようにあるひずみ値が変形場を代表する値として議論が行われてきた。また、代表ひずみの物理的な意味等は現在まで不明であるが、代表ひずみはインデンテーションの結果が単軸試験結果と関連する有効なひずみ値として認識されており、有効ひずみとも呼ばれている<sup>54)</sup>。ゆえに、代表ひずみと有効ひずみは、呼称に違いはあるが、共にインデンテーションの変形場を代表している値と言える。ここで、先行研究<sup>54)</sup>に倣い、代表ひずみをインデンテーションにおいて有効に作用するひずみ (有効ひずみ) と考え議論を行う。

先行研究における有効ひずみは、現在まで低ひずみ (0.08<sup>55)</sup> や 0.1<sup>56)</sup>) から高ひずみ (0.29<sup>57)</sup>, 0.3<sup>58)</sup> や 0.35<sup>59)</sup>) まで様々提案されており、議論は収束していない。特に、有効ひずみが高ひずみであるという議論<sup>57-59)</sup>は、圧子直下には0.25~0.36の高ひずみ値が分布するという実験にて確認されている事実<sup>60)</sup> に基づいている。仮に、インデンテーションにおける有効ひずみが、先行研究<sup>57-59)</sup>で提案されているように高ひずみであるならば、ひずみと転位密度の相関関係により、転位密度  $\rho_{eff}$  の影響も大きくなる。転位密度  $\rho_{eff}$  の影響の増加は式(4.6)より  $t_w$  を増加させ、セレーション発生条件 ( $t_w > t_a$ ) を満たすように働くため、インデンテーションでも単軸試験同様に時効経過に関わらずセレーションが確認できるはずである。しかし、本研究のインデンテーションの結果では、時効経過とともにセレーションがなくなることを確認した。さらに、インデンテーションのセレーション挙動は、単軸試験の高ひずみで確認できたセレーションではなく、低ひずみで確認できたセレーションと類似していた。つまり、インデンテーションにおける変形場の影響は、低ひずみはその影響を支配していると言える。これは、低ひずみの応力-ひずみ関係がインデンテーションにおいて有効に作用するという識別限界ひずみの提案<sup>1)</sup>と一致する。

よって、本研究において時効現象に伴う固溶Mg減少およびセレーション挙動を利用することで、識別限界ひずみの存在を実験的に示すことができた。

## 4.5 結 言

本章では、時効による固溶 Mg 減少に伴うセレーション挙動を利用し、実験的に識別限界ひずみの検討を行った。7075 合金の単軸試験の結果で確認できたセレーションは高ひずみで顕著なセレーションを示した。インデンテーションの負荷曲率も単軸試験と類似したセレーション挙動を示したが、単軸試験の高ひずみで確認できた顕著なセレーションは、インデンテーションでは確認できなかった。また、時効現象による固溶 Mg 減少の影響に着目すると、単軸試験では時効時間が経過してもセレーションを確認できたのに対し、インデンテーションでは時効が経過するとセレーションは確認できなくなった。この原因を考察するために、荷重保持を伴うステップ試験を行った。時効時間が経過しても保持後にセレーションが確認できた。これは、保持中に固溶 Mg が転位へ拡散したことが原因であり、インデンテーションのセレーションは、固溶 Mg の拡散が重要な意味を持つことがわかった。先行研究で提案されているセレーション理論から識別限界ひずみの考察を行うと、インデンテーションの変形を支配する有効ひずみは、低ひずみであることがわかった。これは識別限界ひずみの概念と一致する。本研究により、時効現象に伴う固溶 Mg 減少およびセレーション挙動といった物理現象を利用することで、実験的に識別限界ひずみの存在を示すことができた。

## 第5章 結 論

1 章では、インデンテーションの先行研究および課題を述べた。これまで述べてきたように、インデンテーションを考える上で重要な点は、単軸試験とは異なりインデンテーションは圧子直下に特徴的な変形場を有することである。本来であれば、両試験は根本的に異なる試験手法となるが、先行研究では様々な試みにより、インデンテーションと単軸試験の関連性が求められていた。これにより、インデンテーションの特徴を活かして単軸試験を行うことが難しい材料に対しても、材料特性評価を行うことが可能とされている。インデンテーションの変形場は複雑であるため、その理解は容易ではなく、先行研究では理論に先行した経験則の発達や解析と実験の乖離等が一部で見られるなどインデンテーションの変形場の影響の理解には課題がある。特に、インデンテーションの解析的検討により提案された識別限界ひずみは、インデンテーションの評価限界を示唆する概念であるが、実験的な影響は明らかにされていない。

近年では、さらに応用が進み、材料強度のひずみ速度依存性の取得にインデンテーションが用いられるようになった。しかし、インデンテーションの変形場に起因するひずみ速度分布の影響については不明な点が多い。この影響を明らかにすることは、インデンテーションの変形場の影響の本質に迫れる可能性があり、材料特性評価を行う上で重要と考えた。そこで本論文は、インデンテーションの変形場の影響の一端を明らかにすることを目的に、インデンテーションのひずみ速度と識別限界ひずみの影響について検討を行い、以下に示す知見を得た。

2 章では、インデンテーションの有限要素法解析を行い、インデンテーションの圧子直下のひずみ速度の影響を考察した。ひずみ速度依存性を考慮した解析では、インデンテーションの圧子速度の増加に伴い、荷重が増加する傾向を示した。しかし、インデンテーションのひずみ速度から考察を行うと、負荷速度一定でひずみ速度は試験中に減少し、押込ひずみ速度一定でひずみ速度は変位に関係なく一定であった。圧子直下のひずみ速度分布を求めると、圧子制御に関わらず圧子の縁で高ひずみ速度を示し、材料内部に半円状に分布することがわかった。2章の検討により、インデンテーションの結果は、圧子直下のひずみ速度分布の影響を受けることがわかったが、分布内に高ひずみ速度から低ひずみ速度まで存在するため、どのひずみ速度が影響しているのかについては課題である。先行研究にてひずみ速度は転位運動と密接に関連することが明らかにされてい

るため、実験においてひずみ速度を検討することがインデンテーションのひずみ速度の本質に迫ることができると考えた。

3章では、2章の課題を受けて Al-Mg 系合金に見られるセレーション挙動を利用し、インデンテーションのひずみ速度の影響を実験的に検討した。5082 アルミウム合金に対して単軸引張試験およびインデンテーションを行った。単軸試験で確認できたセレーションは、ひずみ速度ごとに異なる挙動を示し、ひずみ速度が増加するとセレーションは小さくなった。インデンテーションでも同様の荷重変動を確認できた。また、負荷速度が増加するとインデンテーションにおいて負荷曲率変動がなくなる傾向を示した。これは、負荷速度の増加に伴いインデンテーションのひずみ速度が増加したためである。実験では、ひずみ速度分布の取得が困難であるため、インデンテーションにおいて変形を支配する有効ひずみ速度を利用した。有効ひずみ速度によりインデンテーションの結果を考察すると、有効ひずみ速度ごとに負荷曲率の挙動が変化することがわかった。これは、インデンテーションの有効ひずみ速度と単軸試験のひずみ速度は関連性があることを示唆している。インデンテーションのひずみ速度は、単軸試験のひずみ速度と定義式が異なるが、先行研究では、インデンテーションのひずみ速度と単軸試験のひずみ速度は、理由なく同等と仮定され考察が行われていた。しかし、本研究において単軸試験のセレーションとインデンテーションの負荷曲率変動の比較を行うと、インデンテーションのひずみ速度の 0.1 倍が有効ひずみ速度として作用し、単軸試験のひずみ速度と関連することがわかった。また、2章で得たひずみ速度分布から考察を行うと、圧子の縁にて観察される高ひずみ速度のような局所的なひずみ速度の効果はインデンテーションのセレーションにおいては観察されず、有効ひずみ速度にて簡易的に考察可能であることがわかった。これは、インデンテーションのひずみ速度を考える際、局所的な高ひずみ速度等に焦点を当てるのではなく、ひずみ速度分布の平均値が作用している可能性が高いことを示している。3章の研究により、インデンテーションのひずみ速度で実際に影響を与えているひずみ速度 (=有効ひずみ速度) に関する知見を得ることができ、より具体的にインデンテーションのひずみ速度の意義が明らかになった。

4章では、従来提案されていたインデンテーションの評価限界を表す識別限界ひずみについて焦点を当てた。識別限界ひずみは、解析にて任意に応力-ひずみ関係を変更して導出された概念であるため、実験的な意義および検討法に課題が残っていた。そこで4章では、識別限界ひずみの導出段階では考慮されていないひずみ速度および時効現象に伴う Mg 量の変化を考慮したセレーション挙動を利用し、実験的に識別限界ひずみの

検討を行った。その結果、インデンテーションのセレーションは単軸試験の低ひずみで見られるものとよく関連していた。これは、実験における識別限界ひずみの作用が原因である。また、ステップ負荷試験を行い Mg の拡散の効果および時効現象による Mg の減少の影響から試験結果の考察を行うと、インデンテーションの変形場において有効に作用するひずみ（有効ひずみ）は低ひずみであることがわかった。4 章の研究から時効現象による固溶 Mg 減少とセレーション挙動といった物理現象を考慮することで実験的に識別限界ひずみの存在を示すことができた。

本研究では、単軸試験では見られないインデンテーションの変形場から生まれる多くの課題の中から、特に重要性の高いひずみ速度および識別限界ひずみの影響に着目し、検討を行った。その結果、セレーションに見られる転位運動と溶質原子の作用を利用することにより、本来、材料内部に複雑に分布し考察が難しいひずみ速度分布や、解析のみの概念であった識別限界ひずみを実験的に考察することができた。本研究より、従来から経験的に理解されていた単軸試験とインデンテーションの関連性についてより具体的な知見を得ることができた。よって、本研究の成果は、インデンテーションに及ぼす変形場の影響の一端を解明したと言える。



## 謝 辞

本論文は、防衛大学校機械工学科 山田浩之准教授のご指導の下にまとめられたものです。山田先生には研究の進め方や科学的な考えの重要性についてだけではなく、論文の構成、学会における発表要領等、研究活動の終始に渡り懇切丁寧なご指導を賜りました。また、様々な学会で、山田先生のお知り合いである他大学の先生方とお話をする機会が多数あり、とても貴重な経験をすることができました。心より感謝申し上げます。

防衛大学校機械工学科 小笠原永久教授には、本科、研修生時代から修士、博士課程に至るまで、私の未熟な研究活動を温かく見守ってくださるとともに、有限要素法の基礎から応用まで様々なご助言、ご指導を頂きました。厚く御礼申し上げます。

大阪大学大学院基礎工学研究科 機能創成専攻 小林秀敏教授、防衛大学校機械システム工学科 由井明紀教授、機械工学科 山川淳也教授、同 熊谷達夫教授には、本研究をまとめる上で貴重なご意見を頂きました。また、ご多忙にもかかわらず審査委員を引き受けて頂き、心から御礼申し上げます。

Columbia 大学 Xi Chen 教授には、研究室在籍中にインデンテーションの有限要素法解析について、数多くのご助言を頂きました。また、文化等が異なる環境でしたが、安心して勉学、研究活動に集中することができました。心より感謝致します。

株式会社 UACJ 岡田峰光氏、森亮太氏には、5000 系アルミニウム合金の試験片の提供をして頂きました。ここに深く感謝申し上げます。

スペース・ダイナミックス研究所 小川欽也先生には、油圧試験装置の製作に際し、電気機器、油圧の配線等に関して様々な助言を頂きました。厚く御礼申し上げます。

機械工学科実習工場 斉藤雅史氏、小林浩明氏、杉澤勉氏、西田幸造氏、山田勇氏、山之内智晴氏には、試験体や実験器具の作製にあたり、数多くのアドバイスを頂くともに、多大なるご配慮をして頂きました。心から感謝申し上げます。

立命館大学 立山耕平助教には、防衛大学校理工学研究科後期課程ご在籍時に、様々な面で温かいご助言を頂きました。ここに深く感謝申し上げます。

防衛大学校研究科前期課程の中尾友紀さんには、博士論文の発表準備等を手伝ってもらいました。また、同本科 61 期島貫博斗君、62 期吉田テイラさん、63 期大谷光輝君の卒業研究に携わることでき、貴重な体験ができました。ここに深く感謝申し上げます。

末筆ながら、本研究の機会を与えてくださいました関係各位の皆様、三年間の研究を様々な面から支えて頂きました防衛大学校の皆様に深く感謝申し上げます。

# 参考文献

## 第1章 参考文献

- 1) D. Tabor, *Br. J. Appl. Phys.* **7**, pp.159–166, (1956).
- 2) 中村雅勇, 硬さ試験の理論とその利用法, 工業調査会, (2007).
- 3) O. Casals, J. Alcalá, *Acta Mater.* **53**, (13), pp.3545–3561, (2005).
- 4) A.C. Fischer-Cripps, *Nanoindentation Third Edition*, Springer, (2011).
- 5) J. Chen, Y. Shen, W. Liu, B.D. Beake, X. Shi, Z. Wang, Y. Zhang, X. Guo, *Mater. Sci. Eng. A.* **656**, pp.216–221, (2016).
- 6) G. Kermouche, J.L. Loubet, J.M. Bergheau, *Philos. Mag.* **86**, (33-35), pp.5667–5677, (2006).
- 7) G. Kermouche, J.L. Loubet, J.M. Bergheau, *Mech. Mater.* **39**, (1), pp.24–38, (2007).
- 8) X. Chen, J.J. Vlassak, *J. Mater. Res.* **16**, (10), pp.2974–2982, (2001).
- 9) S. Suresh, T.-G. Nieh, B.W. Choi, *Scr. Mater.* **41**, (9), pp.951–957, (1999).
- 10) X. Zhou, Z. Jiang, H. Wang, R. Yu, *Mater. Sci. Eng. A.* **488**, pp.318–332, (2008).
- 11) R. Saha, W.D. Nix, *Acta Mater.* **50**, (1), pp.23–38, (2002).
- 12) R. Pamnani, V. Karthik, T. Jayakumar, M. Vasudevan, T. Sakthivel, *Mater. Sci. Eng. A.* **651**, (October), pp.214–223, (2016).
- 13) D.M. De Bono, T. London, M. Baker, M.J. Whiting, *Int. J. Mech. Sci.* **123**, pp.162–176, (2017).
- 14) J.Y. Rho, P. Zioupos, J.D. Currey, G.M. Pharr, *J. Biomech.* **35**, (2), pp.189–198, (2002).
- 15) L. Cao, I. Youn, F. Guilak, L.A. Setton, *J. Biomech. Eng.* **128**, (5), pp.766–771, (2006).
- 16) T.P. Remington, C.J. Ruestes, E.M. Bringa, B.A. Remington, C.H. Lu, B. Kad, M.A. Meyers, *Acta Mater.* **78**, pp.378–393, (2014).
- 17) A. Gouldstone, N. Chollacoop, M. Dao, J. Li, A.M. Minor, Y.L. Shen, *Acta Mater.* **55**, (12), pp.4015–4039, (2007).
- 18) M.C.C. Fivel, C.F.F. Robertson, G.R.R. Canova, L. Boulanger, *Acta Mater.* **46**, (17), pp.6183–6194, (1998).
- 19) J.T.M. De Hosson, W.A. Soer, A.M. Minor, Z. Shan, E.A. Stach, S.A.S. Asif, O.L. Warren, *J. Mater. Sci.* **41**, (23), pp.7704–7719, (2006).
- 20) R. Fritz, D. Wimler, A. Leitner, V. Maier-Kiener, D. Kiener, *Acta Mater.* **140**, pp.176–187, (2017).
- 21) A. V. Kulkarni, B. Bhushan, *Mater. Lett.* **29**, (4-6), pp.221–227, (1996).
- 22) 小笠原永久, 巻口和香子, 千葉矩正, *日本機械学会論文集(A)*. **71**, (710), pp.1406–1412, (2005).
- 23) D. Tabor, *The Hardness of Metals*, Oxford University Press, (1951).
- 24) D. Tabor, *ASTM Int.* pp.129–159, (1986).
- 25) M. Werinos, H. Antrekowitsch, T. Ebner, R. Prillhofer, P.J. Uggowitzer, S. Pogatscher, *Mater. Des.* **107**, pp.257–268, (2016).

- 26) T. Ogura, S. Hirosawa, A. Cerezo, T. Sato, *Acta Mater.* **58**, (17), pp.5714–5723, (2010).
- 27) C. Cao, D. Zhang, X. Wang, Q. Ma, L. Zhuang, J. Zhang, *Mater. Charact.* **122**, (November), pp.177–182, (2016).
- 28) P.K. Zysset, X. Edward Guo, C. Edward Hoffler, K.E. Moore, S.A. Goldstein, *J. Biomech.* **32**, (10), pp.1005–1012, (1999).
- 29) Y. Choi, K.J. Van Vliet, J. Li, S. Suresh, *J. Appl. Phys.* **94**, (9), pp.6050–6058, (2003).
- 30) R.R. Ambriz, D. Chicot, N. Benseddiq, G. Mesmacque, S.D. De La Torre, *Eur. J. Mech. A/Solids.* **30**, (3), pp.307–315, (2011).
- 31) V. Maier, K. Durst, J. Mueller, B. Backes, H.W. Höppel, M. Göken, *J. Mater. Res.* **26**, (11), pp.1421–1430, (2011).
- 32) J.M. Wheeler, V. Maier, K. Durst, M. Göken, J. Michler, *Mater. Sci. Eng. A.* **585**, pp.108–113, (2013).
- 33) G. Huajian, C. Cheng-Hsin, L. Jin, *Int. J. Solids Struct.* **29**, (20), pp.2471–2492, (1992).
- 34) X.-L. Gao, X.N. Jing, G. Subhash, *Int. J. Solids Struct.* **43**, (7-8), pp.2193–2208, (2006).
- 35) M.F. Doerner, W.D. Nix, *J. Mater. Res.* **1**, (4), pp.601–609, (1986).
- 36) K.L. Johnson, *Contact Mechanics*, Cambridge University Press, (1985).
- 37) 小笠原永久, 山田浩之, 日本非破壊検査協会平成22年度秋季講演大会. pp.67–68, (2010).
- 38) B. Hopkinson, *Philos. Trans. R. Soc. London A Math. Phys. Eng. Sci.* **213**, pp.437–456, (1914).
- 39) N. Ogasawara, N. Chiba, X. Chen, *J. Mater. Res.* **20**, (08), pp.2225–2234, (2005).
- 40) P.L. Larsson, A.E. Giannakopoulos, E. Soderlund, D.J. Rowcliffe, R. Vestergaard, *Int. J. Solids Struct.* **33**, (2), pp.221–248, (1996).
- 41) M. Dao, N. Chollacoop, K.J. Van Vliet, T.A. Venkatesh, S. Suresh, *Acta Mater.* **49**, (19), pp.3899–3918, (2001).
- 42) Y.-T. Cheng, C.-M. Cheng, *Surf. Coatings Technol.* **133-134**, pp.417–424, (2000).
- 43) Y.-T. Cheng, C.-M. Cheng, *Int. J. Solids Struct.* **36**, (8), pp.1231–1243, (1999).
- 44) K.L. Johnson, *J. Mech. Phys. Solids.* **18**, (1), pp.115–126, (1970).
- 45) A. Clausner, F. Richter, *Eur. J. Mech. A/Solids.* **51**, pp.11–20, (2015).
- 46) N.A. Branch, G. Subhash, N.K. Arakere, M.A. Klecka, *Acta Mater.* **58**, (19), pp.6487–6494, (2010).
- 47) M. Mata, M. Anglada, J. Alcala, *J. Mater. Res.* **17**, (5), pp.964–976, (2002).
- 48) W.H. Poisl, W.C. Oliver, B.D. Fabes, *J. Mater. Res.* **10**, (08), pp.2024–2032, (1994).
- 49) H. Somekawa, T. Mukai, *Philos. Mag. Lett.* **90**, (12), pp.883–890, (2010).
- 50) G. Bolzon, G. Maier, M. Panico, *Int. J. Solids Struct.* **41**, (11-12), pp.2957–2975, (2004).
- 51) H. Takagi, M. Dao, M. Fujiwara, *J. Japan Inst. Met.* **76**, (10), pp.597–606, (2012).
- 52) A.G. Atkins, D. Tabor, *J. Mech. Phys. Solid.* **13**, (1965), pp.149–164, (1965).
- 53) J.R. Cahoon, W.H. Broughton, A.R. Kutzak, *Metall. Trans.* **2**, (7), pp.1979–1983, (1971).
- 54) J.R. Cahoon, *Metall. Trans.* **3**, (11), pp.3040–3041, (1972).
- 55) H. O'Neill, *The hardness of metals and its measurement*, Chapman & Hall, Ltd., (1934).

- 56) K. Eswar Prasad, N. Chollacoop, U. Ramamurty, *Acta Mater.* **59**, (11), pp.4343–4355, (2011).
- 57) L.E. Samuels, T.O. Mulhearn, *J. Mech. Phys. Solids.* **5**, pp.125–134, (1957).
- 58) Y. Cheng, C. Cheng, *Mater. Sci. Eng. R.* **44**, (5), pp.91–149, (2004).
- 59) A. Bolshakov, G.M. Pharr, *J. Mater. Res.* **13**, (4), pp.1049–1058, (1998).
- 60) B. Taljat, G.M. Pharr, *Int. J. Solids Struct.* **41**, pp.3891–3904, (2004).
- 61) M. Mata, O. Casals, J. Alcalá, *Int. J. Solids Struct.* **43**, (20), pp.5994–6013, (2006).
- 62) L. Liu, N. Ogasawara, N. Chiba, X. Chen, *J. Mater. Res.* **24**, (3), pp.784–800, (2008).
- 63) N. Chollacoop, M. Dao, S. Suresh, *Acta Mater.* **51**, (13), pp.3713–3729, (2003).
- 64) H. Yamada, M. Hotta, T. Kami, N. Ogasawara, X. Chen, *EPJ Web Conf.* **94**, pp.1–6, (2015).
- 65) A.E. Giannakopoulou, R. Vestergaard, **31**, (19), pp.2679–2708, (1994).
- 66) I.S. Choi, A.J. Detor, R. Schwaiger, M. Dao, C.A. Schuh, S. Suresh, *J. Mech. Phys. Solids.* **56**, (1), pp.172–183, (2008).
- 67) N.A. Branch, N.K. Arakere, G. Subhash, M.A. Klecka, *Int. J. Plast.* **27**, (5), pp.728–738, (2011).
- 68) M. Mata, M. Anglada, J. Alcala, *J. Mater. Res.* **17**, (5), pp.964–976, (2002).
- 69) G. Kermouche, J.L. Loubet, J.M. Bergheau, *Mech. Mater.* **40**, (4-5), pp.271–283, (2008).
- 70) H. Lan, T.A. Venkatesh, *Philos. Mag.* **94**, (1), pp.35–55, (2014).
- 71) M. Zhao, N. Ogasawara, N. Chiba, X. Chen, *Acta Mater.* **54**, (1), pp.23–32, (2006).
- 72) X. Hernot, C. Moussa, O. Bartier, *Mech. Mater.* **68**, pp.1–14, (2014).
- 73) M.M. Chaudhri, *Philos. Mag. Lett.* **67**, (2), pp.107–115, (1993).
- 74) M.M. Chaudhri, *Acta Mater.* **46**, (9), pp.3047–3056, (1998).
- 75) T.A. Venkatesh, K.J. Van Vliet, A.E. Giannakopoulos, S. Suresh, *Scr. Mater.* **42**, pp.833–839, (2000).
- 76) Y.-T. Cheng, C.-M. Cheng, *J. Mater. Res.* **14**, (9), pp.3493–3496, (1999).
- 77) N. Ogasawara, N. Chiba, X. Chen, *J. Solid Mech. Mater. Eng.* **2**, (5), pp.604–615, (2008).
- 78) X. Chen, N. Ogasawara, M. Zhao, N. Chiba, *J. Mech. Phys. Solids.* **55**, (8), pp.1618–1660, (2007).
- 79) Z.S. Ma, Y.C. Zhou, S.G. Long, X.L. Zhong, C. Lu, *Mech. Mater.* **54**, pp.113–123, (2012).
- 80) J.H. Lee, T. Kim, H. Lee, *Int. J. Solids Struct.* **47**, (5), pp.647–664, (2010).
- 81) H. Huh, K. Ahn, J.H. Lim, H.W. Kim, L.J. Park, *J. Mater. Process. Technol.* **214**, (7), pp.1326–1340, (2014).
- 82) Z. Xu, F. Huang, *Int. J. Impact Eng.* **79**, pp.65–74, (2015).
- 83) S. Nemat-Nasser, J.B. Isaacs, *Acta Mater.* **45**, (3), pp.907–919, (1997).
- 84) S. Nemat-Nasser, R. Kapoor, *Int. J. Plast.* **17**, pp.1351–1366, (2001).
- 85) G.Z. Voyiadjis, F.H. Abed, *Mech. Mater.* **37**, pp.355–378, (2005).
- 86) E.W. Andrews, A.E. Giannakopoulos, E. Plisson, S. Suresh, *Int. J. Solids Struct.* **39**, pp.281–295, (2002).
- 87) 中島英治, 高温強度の材料科学: クリープ理論と実用材料への適用, 内田老鶴圃, (2002).

- 88) 日本金属学会, 材料強度の原子論, 日本金属学会, (1985).
- 89) M.A. Meyers, *Dynamic Behavior of Materials*, Wiley, (1994).
- 90) H. Mecking, U.F. Kocks, *Acta Metall.* **29**, (11), pp.1865–1875, (1981).
- 91) C. Zener, J.H. Hollomon, *J. Appl. Phys.* **15**, (1), pp.22–32, (1944).
- 92) 小川欽也, 野島武敏, 材料. **37**, pp.41–47, (1988).
- 93) K. Ogawa, *J. Japan Inst. Light Met.* **52**, (3), pp.131–135, (2002).
- 94) K. Higashi, T. Mukai, K. Kaizu, S. Tsuchida, S. Tanimura, *J. Phys. IV Fr. Colloq. C3*. **1**, pp.341–346, (1991).
- 95) C.J. Maiden, S.J. Green, *J. Appl. Mech.* **33**, (3), pp.496–504, (1966).
- 96) R. Schwaiger, B. Moser, M. Dao, N. Chollacoop, S. Suresh, *Acta Mater.* **51**, (17), pp.5159–5172, (2003).
- 97) M. Haghshenas, L. Wang, R.J. Klassen, *Mater. Sci. Technol.* **28**, (9-10), pp.1135–1140, (2012).
- 98) B.N. Lucas, W.C. Oliver, *Metall. Mater. Trans. A.* **30A**, pp.601–610, (1999).
- 99) D. Pan, A. Inoue, T. Sakurai, M.W. Chen, *Proc. Natl. Acad. Sci. U. S. A.* **105**, (39), pp.14769–14772, (2008).
- 100) V. Maier-Kiener, K. Durst, *Jom.* **69**, (11), pp.2246–2255, (2017).
- 101) B.C. Wei, L.C. Zhang, T.H. Zhang, D.M. Xing, J. Das, J. Eckert, *J. Mater. Res.* **22**, (2), pp.258–263, (2007).
- 102) X. Ma, F. Yoshida, K. Shinbata, *Mater. Sci. Eng. A.* **344**, pp.296–299, (2003).
- 103) V. Maier, K. Durst, J. Mueller, B. Backes, H. Höppel, M. Göken, *J. Mater. Res.* **26**, (11), pp.1421–1430, (2011).
- 104) H.J. Frost, M.F. Ashby, *Deformation-mechanism maps: the plasticity and creep of metals and ceramics*, Pergamon Press, (1982).
- 105) N.R. Moody, S. A. D. Medlin, S. Guthrie, W.W. Gerberich, *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.* **522**, pp.281–286, (1998).
- 106) M. Haghshenas, *Mater. Sci. Eng. A.* **697**, pp.8–16, (2017).
- 107) M. Haghshenas, R.J. Klassen, *Mater. Sci. Eng. A.* **586**, pp.223–230, (2013).
- 108) M. Kawasaki, J. Il Jang, *Materials (Basel)*. **10**, (6), pp.1–15, (2017).
- 109) C.L. Wang, Y.H. Lai, J.C. Huang, T.G. Nieh, *Scr. Mater.* **62**, (4), pp.175–178, (2010).

## 第 2 章 参考文献

- 1) N. Ogasawara, N. Chiba, X. Chen, *J. Mater. Res.* **20**, (08), pp.2225–2234, (2005).
- 2) M. Dao, N. Chollacoop, K.J. Van Vliet, T.A. Venkatesh, S. Suresh, *Acta Mater.* **49**, (19), pp.3899–3918, (2001).
- 3) F.P. Bowden, D. Tabor, *The Friction and Lubrication of Solids*, Clarendon Press, Walton Street, Oxford OX2 6DP, UK, (1986).
- 4) J.L. Bucaille, S. Stauss, E. Felder, J. Michler, *Acta Mater.* **51**, (6), pp.1663–1678, (2003).
- 5) G.R. Cowper, P.S. Symonds, *Brown Univ., Div. Appl. Mech., Report.*, (28), (1957).

- 6) H. Yamada, M. Hotta, T. Kami, N. Ogasawara, X. Chen, *EPJ Web Conf.* **94**, pp.1–6, (2015).
- 7) M.F. Doerner, W.D. Nix, *J. Mater. Res.* **1**, (4), pp.601–609, (1986).
- 8) B.C. Wei, L.C. Zhang, T.H. Zhang, D.M. Xing, J. Das, J. Eckert, *J. Mater. Res.* **22**, (2), pp.258–263, (2007).
- 9) B.N. Lucas, W.C. Oliver, *Metall. Mater. Trans. A.* **30A**, pp.601–610, (1999).
- 10) D. Pan, A. Inoue, T. Sakurai, M.W. Chen, *Proc. Natl. Acad. Sci. U. S. A.* **105**, (39), pp.14769–14772, (2008).
- 11) E.W. Andrews, A.E. Giannakopoulos, E. Plisson, S. Suresh, *Int. J. Solids Struct.* **39**, pp.281–295, (2002).
- 12) J.L. Bucaille, E. Felder, G. Hochstetter, *J. Mater. Sci.* **37**, (18), pp.3999–4011, (2002).
- 13) W.H. Poisl, W.C. Oliver, B.D. Fabes, *J. Mater. Res.* **10**, (08), pp.2024–2032, (1994).
- 14) J. Alkorta, J.M. Martínez-Esnaola, J.G. Sevillano, *J. Mater. Res.* **23**, (1), pp.182–188, (2008).
- 15) D. Tabor, *ASTM Int.* pp.129–159, (1986).
- 16) N.A. Branch, G. Subhash, N.K. Arakere, M.A. Klecka, *Acta Mater.* **58**, (19), pp.6487–6494, (2010).
- 17) J. Friedel, *Dislocations*, Pergamon Press, (1964).
- 18) 日本金属学会, 材料強度の原子論, 日本金属学会, (1985).

### 第3章 参考文献

- 1) Y. Estrin, L.P. Kubin, E.C. Aifantis, *Scr. Metall. Mater.* **29**, (9), pp.1147–1150, (1993).
- 2) R.C. Picu, G. Vincze, F. Ozturk, J.J. Gracio, F. Barlat, A.M. Maniatty, *Mater. Sci. Eng. A.* **390**, (1-2), pp.334–343, (2005).
- 3) E. Pink, W.M. Weibernig, *Acta Metall.* **35**, (1), pp.127–132, (1987).
- 4) E. Pink, A. Grinberg, *Acta Metall.* **30**, (12), pp.2153–2160, (1982).
- 5) S.L. Xia, M. Ma, J.X. Zhang, W.X. Wang, W.C. Liu, *Mater. Sci. Eng. A.* **609**, pp.168–176, (2014).
- 6) 日本金属学会, 材料強度の原子論, 日本金属学会, (1985).
- 7) W.A. Curtin, D.L. Olmsted, L.G. Hector, *Nat. Mater.* **5**, pp.875–880, (2006).
- 8) R.C. Picu, D. Zhang, *Acta Mater.* **52**, (1), pp.161–171, (2004).
- 9) 中島英治, 高温強度の材料科学: クリープ理論と実用材料への適用, 内田老鶴圃, (2002).
- 10) 志鎌隆広, 吉原伸二, 相浦直, 李東善, 野口博司, 日本機械学会論文集. **76**, (767), pp.146–155, (2010).
- 11) 堀内, 良, 吉永日出男, 日本金属学会誌. **29**, (4), pp.351–358, (1965).
- 12) 中島英治, 吉永日出男, 日本金属学会誌. **56**, (3), pp.254–261, (1992).
- 13) Z. Li, N. Li, D. Wang, D. Ouyang, L. Liu, *Sci. Rep.* **6**, pp.1–9, (2016).
- 14) P.G. McCormick, *Acta Metall.* **20**, (3), pp.351–354, (1972).
- 15) F.C. Campbell, *Elements of Metallurgy and Engineering Alloys*, ASM International, (2008).
- 16) H. Fujita, T. Tabata, *Acta Metall.* **25**, (7), pp.793–800, (1977).

- 17) A. Balasundaram, A.M. Gokhale, S. Graham, M.F. Horstemeyer, *Mater. Sci. Eng. A.* **355**, (1-2), pp.368–383, (2003).
- 18) M. Li, D.J. Lege, *J. Eng. Mater. Technol.* **120**, (1), pp.48–56, (1998).
- 19) M. Cieslar, C. Fressengeas, A. Karimi, J.L. Martin, *Scr. Mater.* **48**, (8), pp.1105–1110, (2003).
- 20) J. Wood, P.G. McCormick, *Acta Metall.* **35**, (1), pp.247–251, (1987).
- 21) S. Miura, T. Mimaki, S. Moriwaki, N. Ono, *Mater. Trans.* **49**, (11), pp.2709–2713, (2008).
- 22) S.H. Fu, Q.C. Zhang, Q. Hu, M. Gong, P.T. Cao, H.W. Liu, *Sci. China Technol. Sci.* **54**, (6), pp.1389–1393, (2011).
- 23) J.K. Chang, K. Takata, K. Ichitani, E.M. Taleff, *Mater. Sci. Eng. A.* **527**, (16-17), pp.3822–3828, (2010).
- 24) H. Ait-Amokhtar, C. Fressengeas, *Acta Mater.* **58**, (4), pp.1342–1349, (2010).
- 25) 中山栄浩, 日本金属学会誌. **65**, (1), pp.1–5, (2001).
- 26) P. Lukhe, *Mater. Sci. Eng. A.* **234-236**, pp.786–789, (1997).
- 27) H. Ait-Amokhtar, C. Fressengeas, *Mater. Sci. Eng. A.* **631**, pp.209–213, (2015).
- 28) J. Balík, P. Lukáč, L.P. Kubin, *Scr. Mater.* **42**, (5), pp.465–471, (2000).
- 29) 池野進, 浦野寛幸, 上谷保裕, 多々静夫, 軽金属. **38**, (8), pp.473–478, (1988).
- 30) E. Samuel, J.J. Jonas, F.H. Samuel, *Metall. Mater. Trans. A.* **42**, (4), pp.1028–1037, (2011).
- 31) P. Rodriguez, *Bull. Mater. Sci.* **6**, (4), pp.653–663, (1984).
- 32) T.A. Lebedkina, M.A. Lebyodkin, *Acta Mater.* **56**, (19), pp.5567–5574, (2008).
- 33) N. Chibane, H. Ait-Amokhtar, C. Fressengeas, *Scr. Mater.* **130**, pp.252–255, (2017).
- 34) D. Zhemchuzhnikova, M. Lebyodkin, T. Lebedkina, A. Mogucheva, D. Yuzbekova, R. Kaibyshev, *Metals (Basel)*. **7**, (9), pp.1–13, (2017).
- 35) A. Mogucheva, D. Yuzbekova, R. Kaibyshev, T. Lebedkina, M. Lebyodkin, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* **47**, (5), pp.2093–2106, (2016).
- 36) 中村雅勇, 硬さ試験の理論とその利用法, 工業調査会, (2007).
- 37) H. Yamada, M. Hotta, T. Kami, N. Ogasawara, X. Chen, *EPJ Web Conf.* **94**, pp.1–6, (2015).
- 38) G. Srikant, N. Chollacoop, U. Ramamurty, *Acta Mater.* **54**, (19), pp.5171–5178, (2006).
- 39) Y. Tirupataiah, G. Sundararajan, **22**, (October), pp.2375–2384, (1991).
- 40) W.H. Poisl, W.C. Oliver, B.D. Fabes, *J. Mater. Res.* **10**, (08), pp.2024–2032, (1994).
- 41) D. Pan, A. Inoue, T. Sakurai, M.W. Chen, *Proc. Natl. Acad. Sci. U. S. A.* **105**, (39), pp.14769–14772, (2008).
- 42) V. Maier-Kiener, K. Durst, *Jom.* **69**, (11), pp.2246–2255, (2017).
- 43) J. Alkorta, J.M. Martínez-Esnaola, J.G. Sevillano, *J. Mater. Res.* **23**, (1), pp.182–188, (2008).
- 44) B.C. Wei, L.C. Zhang, T.H. Zhang, D.M. Xing, J. Das, J. Eckert, *J. Mater. Res.* **22**, (2), pp.258–263, (2007).
- 45) H. Somekawa, T. Mukai, *Philos. Mag. Lett.* **90**, (12), pp.883–890, (2010).
- 46) M. Haghshenas, *Mater. Sci. Eng. A.* **697**, pp.8–16, (2017).
- 47) M. Haghshenas, R.J. Klassen, *Mater. Sci. Eng. A.* **586**, pp.223–230, (2013).
- 48) V. Maier, K. Durst, J. Mueller, B. Backes, H. Höppel, M. Göken, *J. Mater. Res.* **26**, (11), pp.1421–1430, (2011).

- 49) N.R. Moody, S. A. D. Medlin, S. Guthrie, W.W. Gerberich, *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.* **522**, pp.281–286, (1998).

#### 第4章 参考文献

- 1) L. Liu, N. Ogasawara, N. Chiba, X. Chen, *J. Mater. Res.* **24**, (3), pp.784–800, (2008).
- 2) 小笠原永久, 山田浩之, *日本非破壊検査協会平成22年度秋季講演大会*. pp.67–68, (2010).
- 3) 小笠原永久, 卷口和香子, 千葉矩正, *日本機械学会論文集(A)*. **71**, (710), pp.1406–1412, (2005).
- 4) 株式会社神戸製鋼所, 公開特許公報 (A) 特許第2010-248454号, (2010).
- 5) K. Matsumoto, Y. Aruga, H. Tsuneishi, H. Iwai, M. Mizuno, H. Araki, *Mater. Trans.* **57**, (7), pp.1101–1108, (2016).
- 6) D. Thevenet, M. Mliha-Touati, A. Zeghloul, *Mater. Sci. Eng. A*. **266**, pp.175–182, (1999).
- 7) 中山栄浩, 鷹合徹也, 金大州, 山田雄司, *日本金属学会誌*. **61**, (1), pp.34–40, (1997).
- 8) 金大洲, 中山栄浩, 鷹合徹也, 山田雄司, *日本金属学会誌*. **60**, (2), pp.135–140, (1996).
- 9) 池野進, 浦野寛幸, 上谷保裕, 多々静夫, *軽金属*. **38**, (8), pp.473–478, (1988).
- 10) K. Matsuura, T. Nishiyama, S. Koda, *Trans. Japan Inst. Met.* **10**, pp.429–436, (1969).
- 11) E. Pink, W.M. Weibernig, *Acta Metall.* **35**, (1), pp.127–132, (1987).
- 12) R. Shabadi, S. Kumar, H.J. Roven, E.S. Dwarakadasa, *Mater. Sci. Eng. A*. **364**, (1-2), pp.140–150, (2004).
- 13) W. Kilpatrick, D. Brown, R.J. McMurray, a. G. Leacock, *Mater. Sci. Eng. A*. **527**, (29-30), pp.7557–7564, (2010).
- 14) 中山, 栄浩, 成毛康一郎, *軽金属*. **51**, (7), pp.346–350, (2001).
- 15) A. Rosen, S.R. Bodner, *Mater. Sci. Eng.* **6**, (5), pp.334–335, (1970).
- 16) A. Rosen, *Mater. Sci. Eng.* **7**, pp.191–202, (1971).
- 17) 軽金属学会, *アルミニウムの組織と性質*, 軽金属学会, (1991).
- 18) J. Buha, R.N. Lumley, A.G. Crosky, *Mater. Sci. Eng. A*. **492**, (1-2), pp.1–10, (2008).
- 19) L.K. Berg, J. GJones, V. Hansen, X.Z. Li, M. Kntson-Wedel, G. Waterloo, D. Schryvers, L.R. Wallenberg, *Acta Mater.* **49**, (49), pp.3443–3451, (2001).
- 20) T. Ogura, S. Hirose, A. Cerezo, T. Sato, *Acta Mater.* **58**, (17), pp.5714–5723, (2010).
- 21) G. Sha, A. Cerezo, *Surf. Interface Anal.* **36**, (56), pp.564–568, (2004).
- 22) G. Sha, A. Cerezo, *Acta Mater.* **52**, (15), pp.4503–4516, (2004).
- 23) J.C. Werenskiold, A. Deschamps, Y. Bréchet, *Mater. Sci. Eng. A*. **293**, (1), pp.267–274, (2000).
- 24) C. Cao, D. Zhang, L. Zhuang, J. Zhang, *J. Alloys Compd.* **691**, pp.40–43, (2017).
- 25) 矢島悦次郎, *電気製鋼*. **37**, (1), pp.27–32, (1966).
- 26) O.N. Senkov, S. V. Senkova, M.R. Shagiev, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* **39 A**, (5), pp.1034–1053, (2008).
- 27) F.C. Campbell, *Elements of Metallurgy and Engineering Alloys*, ASM International, (2008).



- 28) 有賀康博, 里達雄, 輕金屬. **67**, (5), pp.144–150, (2017).
- 29) L. Cao, P.A. Rometsch, M.J. Couper, *Mater. Sci. Eng. A.* **559**, pp.257–261, (2013).
- 30) M. Liu, J. Cizekek, C.S.T. Chang, J. Banhart, *Acta Mater.* **91**, pp.355–364, (2015).
- 31) R. Ferragut, A. Somoza, A. Tolley, I. Torriani, *J. Mater. Process. Technol.* **141**, (1), pp.35–40, (2003).
- 32) M. Hörnqvist, B. Karlsson, *Mater. Sci. Technol.* **22**, (2), pp.213–222, (2006).
- 33) A.G. Leacock, C. Howe, D. Brown, O.G. Lademo, A. Deering, *Mater. Des.* **49**, pp.160–167, (2013).
- 34) F. Kabirian, A.S. Khan, A. Pandey, *Int. J. Plast.* **55**, pp.232–246, (2014).
- 35) R.C. Picu, G. Vincze, F. Ozturk, J.J. Gracio, F. Barlat, A.M. Maniatty, *Mater. Sci. Eng. A.* **390**, (1-2), pp.334–343, (2005).
- 36) E. Samuel, J.J. Jonas, F.H. Samuel, *Metall. Mater. Trans. A.* **42**, (4), pp.1028–1037, (2011).
- 37) E. Pink, A. Grinberg, *Acta Metall.* **30**, (12), pp.2153–2160, (1982).
- 38) P. Rodriguez, *Bull. Mater. Sci.* **6**, (4), pp.653–663, (1984).
- 39) T.A. Lebedkina, M.A. Lebyodkin, *Acta Mater.* **56**, (19), pp.5567–5574, (2008).
- 40) N. Chibane, H. Ait-Amokhtar, C. Fressengeas, *Scr. Mater.* **130**, pp.252–255, (2017).
- 41) H. Ait-Amokhtar, C. Fressengeas, *Mater. Sci. Eng. A.* **631**, pp.209–213, (2015).
- 42) 中山榮浩, 吉田翔, 野村享平, 輕金屬. **57**, (7), pp.280–285, (2007).
- 43) J.R. Klepaczko, C.Y. Chiem, *J. Mech. Phys. Solids.* **34**, (1), pp.29–54, (1986).
- 44) Z. Li, N. Li, D. Wang, D. Ouyang, L. Liu, *Sci. Rep.* **6**, pp.1–9, (2016).
- 45) A.R.C. Westwood, T. Broom, *Acta Metall.* **5**, pp.249–256, (1957).
- 46) S.Y. Hu, J. Choi, Y.L. Li, L.Q. Chen, *J. Appl. Phys.* **96**, (1), pp.229–236, (2004).
- 47) P.G. McCormick, *Acta Metall.* **20**, (3), pp.351–354, (1972).
- 48) L.P. Kubin, Y. Estrin, *Acta Metall. Mater.* **38**, (5), pp.697–708, (1990).
- 49) D.M. Riley, P.G. McCormick, *Acta Metall.* **25**, pp.181–185, (1977).
- 50) J. Friedel, *Dislocations*, Pergamon Press, (1964).
- 51) G.G. Saha, P.G. McCormick, P.R. Rao, *Mater. Sci. Eng.* **62**, (2), pp.197–203, (1984).
- 52) M.C. Chen, L.H. Chen, T.S. Lui, *Metall. Mater. Trans. A.* **27A**, pp.1691–1694, (1996).
- 53) A.C. Fischer-Cripps, *Nanoindentation Third Edition*, Springer, (2011).
- 54) A.G. Atkins, D. Tabor, *J. Mech. Phys. Solid.* **13**, (1965), pp.149–164, (1965).
- 55) D. Tabor, *The Hardness of Metals*, Oxford University Press, (1951).
- 56) M. Mata, M. Anglada, J. Alcala, *J. Mater. Res.* **17**, (5), pp.964–976, (2002).
- 57) T.A. Venkatesh, K.J. Van Vliet, A.E. Giannakopoulos, S. Suresh, *Scr. Mater.* **42**, pp.833–839, (2000).
- 58) P.L. Larsson, A.E. Giannakopoulos, E. Soderlund, D.J. Rowcliffe, R. Vestergaard, *Int. J. Solids Struct.* **33**, (2), pp.221–248, (1996).
- 59) P.L. Larsson, *Int. J. Mech. Sci.* **43**, pp.895–920, (2001).
- 60) M.M. Chaudhri, *Philos. Mag. Lett.* **67**, (2), pp.107–115, (1993).

# 研究業績

## 学術論文<主要論文>

1. 上剛司, 山田浩之, 小笠原永久: Al-Mg 合金に対するインデンテーションの荷重変動に及ぼすひずみ速度の影響, *日本機械学会論文集*, Vol. 83, No.856, pp.1 -14, 2017.
2. Tsuyoshi Kami, Hiroyuki Yamada, Nagahisa Ogasawara, Xi Chen: Strain Rate Behavior of Pure Aluminum in Conical Indentation With Different Control Method, *International Journal of Computational Methods and Experimental Measurements*, Vol. 6, No.3, pp.515-526, 2018.
3. Tsuyoshi Kami, Hiroyuki Yamada, Nagahisa Ogasawara: Critical Strain of the Sharp Indentation Through Serration Behavior With Strain Rate, *International Journal of Mechanical Sciences*, Vol. 152, pp. 512-523, 2019.

## 学術論文<その他の関連論文>

1. 小笠原永久, 清水陽子, 上剛司, 山田浩之: 鋭い圧子押し込みで生じたひずみ場に与えるひずみ速度の影響, *材料*, Vol.64, No.10, pp.783-789, 2015.
2. Hiroyuki Yamada, Tsuyoshi Kami, Ryota Mori, Tomoyuki Kudo, Minemitsu Okada: Strain Rate dependence of Material Strength in 5xxx Series Aluminum Alloys and Evaluation of Their Constitutive Equation, *Metals*, Vol. 8, No.8, p.576, 2018.

## 国際会議録

1. Hiroyuki Yamada, Nagahisa Ogasawara, Midori Hotta, Tsuyoshi Kami, Xi Chen: Effect of Dynamic Strain-Rate on Micro-Indentation Properties of Pure Aluminum, EPJ Web of Conferences (11th International Conference on the Mechanical and Physical Behaviour of Materials under Dynamic Loading), (Switzerland, Lugano), Vol. 94, 04034, 2015.9.
2. Tsuyoshi Kami, Hiroyuki Yamada, Nagahisa Ogasawara, Xi Chen: Strain Rate Behavior of Pure Aluminum in Conical Indentation With Different Control Method, Proceedings of Materials Characterisation 2017, (Republic of Estonia, Tallinn), 2017.6. (Selected paper: 主要論文 2)

3. Tsuyoshi Kami, Hiroyuki Yamada, Nagahisa Ogasawara: Strain Rate Dependence of Serration Behavior for 5000 Series Aluminum Alloy in Uniaxial and Indentation, Proceedings of 16th International Conference on Aluminum Alloys, (Canada, Montreal), 2018.6.
4. Tsuyoshi Kami, Hiroyuki Yamada, Nagahisa Ogasawara: Dynamic Behavior of Al-Mg aluminum alloy at a wide range of strain rates, EPJ Web of Conferences(12th International Conference on the Mechanical and Physical Behaviour of Materials under Dynamic Loading), (French Republic, Arcachon), 2018.9.
5. Hiroto Shimanuki, Hiroyuki Yamada, Tsuyoshi Kami, Yoshihiro Yamasaki, Hiroshi Ikaida, Toru Kamita, Hiroaki Amakawa, Miki Nishimoto, Hidetoshi Kobayashi: Impact Tensile Properties of Notched Titanium Alloy Bolt For Fairing Separation of Launch Vehicle, EPJ Web of Conferences(12th International Conference on the Mechanical and Physical Behaviour of Materials under Dynamic Loading), (French Republic, Arcachon), 2018.9.

#### 国内学会発表

1. 上剛司, 山田浩之, 小笠原永久, Xi Chen : インデンテーションにおける圧子速度制御に起因したひずみ速度挙動, 日本機械学会 M&M2016 材料力学カンファレンス, (兵庫, 神戸市) , 2016.10.
2. 山田浩之, 立山耕平, 上剛司, 小笠原永久, 中川康, 紙田徹 : チタン合金製ノッチボルトの衝撃変形および破壊挙動, 第 54 回飛行機シンポジウム, (富山, 富山市) , 2016.10.
3. 上剛司, 山田浩之, 小笠原永久 : インデンテーションにおける 5000 系アルミニウム合金のセレーション挙動, 第 131 回軽金属学会秋期大会, (茨城, 水戸市) , 2016.11.
4. 上剛司, 山田浩之, 小笠原永久 : インデンテーションの負荷曲率変動を利用した 5082 アルミニウム合金のセレーション評価, 日本機械学会関東支部第 23 期総会・講演会 (東京, 葛飾区) , 2017.3.

5. 上剛司, 山田浩之, 岡田峰光, 小笠原永久: 5000系アルミニウム合金におけるインデンテーションの負荷曲率変動に及ぼすマグネシウム添加量の影響, 第132回軽金属学会春期大会, (愛知, 名古屋市), 2017.5.
6. 山田浩之, 島貫博斗, 上剛司, 小笠原永久, 伊海田皓史, 雨川洋章, 山崎祥弘: チタン合金製ノッチボルトにおける引張変形破壊の速度および温度依存性, 第59回構造強度に関する講演会, (福井, 福井市), 2017.8.
7. 雨川洋章, 山崎祥弘, 山田浩之, 上剛司, 伊海田皓史, 紙田徹, 西元美希: ロケットフェアリング分離機構向けチタン合金製ノッチボルトの衝撃破壊挙動の数値解析, 日本機械学会第30回計算力学講演会, (大阪, 東大阪市), 2017.9.
8. 山田浩之, 島貫博斗, 上剛司, 雨川洋章, 山崎祥弘, 伊海田皓史, 紙田徹, 西元美希: ロケットフェアリング分離機構向けチタン合金製ノッチボルトにおける衝撃破壊の温度依存性 (その1 SHPB法による衝撃試験), 日本機械学会 M&M2017 材料力学カンファレンス, (北海道, 札幌市), 2017.10.
9. 雨川洋章, 山崎祥弘, 山田浩之, 上剛司, 伊海田皓史, 紙田徹, 西元美希: ロケットフェアリング分離機構向けチタン合金製ノッチボルトにおける衝撃破壊の温度依存性 (その2 数値解析), 日本機械学会 M&M2017 材料力学カンファレンス, (北海道, 札幌市), 2017.10.
10. 上剛司, 山田浩之, 小笠原永久: 5000系アルミニウム合金の動的ひずみ速度域を含む引張特性, 材料学会第12回材料の衝撃問題シンポジウム, (京都, 京都市), 2017.10.
11. 上剛司, 吉田テイラ, 山田浩之, 小笠原永久: インデンテーションにおける7075アルミニウム合金の自然時効を考慮したセレーション挙動, 日本機械学会山梨講演会, (山梨, 甲府市), 2017.10.
12. 上剛司, 功刀紀宏, 山田浩之, 小笠原永久: チタン合金製ノッチボルトの破面形態に及ぼす引張速度の影響, 日本機械学会山梨講演会, (山梨, 甲府市), 2017.10.

13. 上剛司, 山田浩之, 小笠原永久 : 7075 アルミニウム合金のセレーション挙動に及ぼす自然時効の影響, 第 133 回軽金属学会秋期大会, (栃木, 宇都宮市) , 2017.11.
14. 吉田テイラ, 上剛司, 山田浩之, 小笠原永久 : インデンテーションにおける 7075 アルミニウム合金の自然時効に伴うセレーションの変化, 第 49 回応力・ひずみ測定と強度評価シンポジウム, (東京, 江東区) , 2018.1.
15. 上剛司, 山田浩之, 小笠原永久 : インデンテーションにおける 7075 アルミニウム合金の自然時効に及ぼす荷重保持の影響, 第 134 回軽金属学会春期大会, (熊本, 熊本市) , 2018.5.
16. 上剛司, 大谷光輝, 吉田テイラ, 山田浩之, 小笠原永久 : インデンテーションにおける自然時効 7075 アルミニウム合金の荷重保持効果, 日本機械学会山梨講演会, (山梨, 甲府市) , 2018.10.
17. 上剛司, 山田浩之, 小笠原永久 : 変位制御ミリインデンテーションに及ぼすひずみ速度の影響, 日本機械学会 M&M2018 材料力学カンファレンス, (福井, 福井市) , 2018.12.

## 受賞

1. 日本材料学会第 12 回材料の衝撃問題シンポジウム優秀講演賞 (2017 年 11 月)
2. 第 133 回軽金属学会秋期大会ポスター発表賞 (2017 年 11 月)