

修士論文

押し込みクリープ試験における  
クリープ律速機構の遷移と  
圧子直下の変形挙動に関する研究

P. 1 ~ P. 70 完

平成 17 年 2 月 10 日提出

指導教員 酒井信介 教授

36183 渡辺悠

# 目次

第1章	序論	8
1.1	研究の背景	8
1.2	従来の研究	9
1.3	本研究の目的	10
1.4	本論文の構成	10
第2章	理論	11
2.1	押し込みクリープ試験によるクリープ構成式推定法	11
2.1.1	クリープ構成式の導出	11
2.1.2	クリープ構成式推定法の課題	13
2.2	応力変換係数, ひずみ速度変換係数	14
2.3	クリープ律速機構の遷移	15
第3章	実験	17
3.1	有限要素解析	17
3.1.1	モデル	17
3.1.2	解析手法	19
3.2	押し込みクリープ試験	21
3.2.1	供試材及び試験片	21
3.2.2	試験機	23
3.2.3	試験手法	24
3.3	引張クリープ試験	25
3.3.1	供試材及び試験片	25
3.3.2	試験装置	25
3.3.3	試験手法	27
3.3.4	組織観察	27
3.4	試作試験機による押し込みクリープ試験	28
3.4.1	試験機	28
3.4.2	供試材および試験片	30
3.4.3	試験手法	31
第4章	実験結果	32

4.1	有限要素解析結果	32
4.1.1	弾性モデルおよび硬さ試験モデル解析結果	32
4.1.2	押し込みクリープ試験モデル解析結果	34
4.1.3	変換係数評価結果	40
4.2	押し込みクリープ試験結果	42
4.3	クリープ構成式推定結果	44
4.4	引張クリープ試験結果	47
4.5	試作試験機による押し込みクリープ試験結果	53
<b>第5章</b>	<b>考察</b>	<b>54</b>
5.1	有限要素解析について	54
5.1.1	変換係数の検証	54
5.1.2	圧子直下の応力分布について	56
5.2	低応力側のクリープ構成式推定手法について	57
5.2.1	推定構成式の検証	57
5.2.2	今後の展望	63
<b>第6章</b>	<b>結論</b>	<b>64</b>
<b>あとがき</b>		<b>65</b>
<b>参考文献</b>		<b>68</b>

## 図表目次

<i>Fig. 1.1</i>	<i>Illustration of indentation creep test</i>	9
<i>Fig. 2.1</i>	<i>Deformation mechanism maps[8]</i>	16
<i>Fig. 2.2</i>	<i>Fracture mechanism maps[8]</i>	16
<i>Fig. 3.1</i>	<i>FEM model of ANSYS</i>	18
<i>Fig. 3.2</i>	<i>Stress-Strain curve of Cr-Mo-V</i>	18
<i>Fig. 3.3</i>	<i>True stress-strain curve of Cr-Mo-V</i>	19
<i>Fig. 3.4</i>	<i>Linear relationships between <math>C</math> and <math>C_{in}</math> at constant <math>n</math></i>	20
<i>Fig. 3.5</i>	<i>Microstructures of Sn-3.5Ag aged at 160°C for (a)0hour, (b)1hour, (c)48hour</i>	22
<i>Fig. 3.6</i>	<i>Photograph of hot hardness testing machine, QM</i>	23
<i>Fig. 3.7</i>	<i>Specimen of tension creep test</i>	25
<i>Fig. 3.8</i>	<i>Photograph of tension creep testing machine</i>	26
<i>Fig. 3.9</i>	<i>Illustration of tension creep testing machine</i>	26
<i>Fig. 3.10</i>	<i>Illustration of indentation-test pilot machine</i>	29
<i>Fig. 3.11</i>	<i>Photograph of indentation-test pilot machine</i>	30
<i>Fig. 4.1</i>	<i>Deformation form of FEM model by hardness test</i>	32
<i>Fig. 4.2</i>	<i>Distribution of Mises equivalent stress beneath the indenter</i>	33
<i>Fig. 4.3</i>	<i>Distribution of Mises equivalent strain beneath the indenter</i>	33
<i>Fig. 4.4</i>	<i>Schematic of pile-up[14]</i>	34
<i>Fig. 4.5</i>	<i>Temperature-hardness relationship by FEM analysis</i>	34
<i>Fig. 4.6</i>	<i>Indentation creep curve by FEM analysis at <math>n=4, 8, 16</math></i>	35
<i>Fig. 4.7</i>	<i>Contours of Mises equivalent stress at <math>n=8</math> (a)<math>t=10</math>, (b)<math>t=100</math>, (c)<math>t=1000</math></i>	36
<i>Fig. 4.8</i>	<i>Contours of Mises equivalent stress at (a)<math>n=4</math>, (b)<math>n=8</math>, (c)<math>n=16</math></i>	37
<i>Fig. 4.9</i>	<i>Contours of creep equivalent strain at <math>n=8</math> (a)<math>t=10</math>, (b)<math>t=100</math>, (c)<math>t=1000</math></i>	38
<i>Fig. 4.10</i>	<i>Contours of creep equivalent strain at (a)<math>n=4</math>, (b)<math>n=8</math>, (c)<math>n=16</math></i>	39
<i>Fig. 4.11</i>	<i><math>n</math>-<math>\alpha</math> relationships by FEM analysis at constant <math>\gamma=1</math></i>	40
<i>Fig. 4.12</i>	<i><math>\gamma</math>-<math>n</math> relationships at variety of <math>\alpha</math></i>	41
<i>Fig. 4.13</i>	<i>Indentation creep curve of Sn-37Pb</i>	42
<i>Fig. 4.14</i>	<i>Indentation creep curve of Sn-3.5Ag</i>	43

<i>Fig. 4.15</i>	<i>Estimated constitutive law of Sn-37Pb</i>	<i>45</i>
<i>Fig. 4.16</i>	<i>Estimated constitutive law of Sn-3.5Ag</i>	<i>45</i>
<i>Fig. 4.17</i>	<i>Arrhenius plot for calculation of activation energy of Sn-37Pb by estimated constitutive law</i>	<i>46</i>
<i>Fig. 4.18</i>	<i>Arrhenius plot for calculation of activation energy of Sn-3.5Ag by estimated constitutive law</i>	<i>46</i>
<i>Fig. 4.19</i>	<i>Rupture curve of Sn-3.5Ag by tension creep test</i>	<i>47</i>
<i>Fig. 4.20</i>	<i>Creep strain-time curve of Sn-3.5Ag by tension creep test</i>	<i>48</i>
<i>Fig. 4.21</i>	<i>Creep rate-stress plot by tension creep test</i>	<i>48</i>
<i>Fig. 4.22</i>	<i>Arrhenius plot for calculation of activation energy of Sn-3.5Ag by tension creep</i>	<i>49</i>
<i>Fig. 4.23</i>	<i>Ruptured specimen by tension creep test</i>	<i>49</i>
<i>Fig. 4.24</i>	<i>Cross-section of the ruptured specimen</i>	<i>50</i>
<i>Fig. 4.25</i>	<i>Fracture surface of the ruptured specimen (<math>\sigma=15.2\text{MPa}</math>)</i>	<i>50</i>
<i>Fig. 4.26</i>	<i>Surface of the specimen before creep test</i>	<i>51</i>
<i>Fig. 4.27</i>	<i>Surface of the specimen after the rupture (<math>\sigma=15.2\text{MPa}</math>)</i>	<i>51</i>
<i>Fig. 4.28</i>	<i>Surface of the specimen after the rupture (<math>\sigma=9.4\text{MPa}</math>)</i>	<i>52</i>
<i>Fig. 4.29</i>	<i>Indentation curve of Cr-Mo-V steel by indentation-test pilot machine</i>	<i>53</i>
<i>Fig. 5.1</i>	<i>Comparison of estimation constitutive law and experimental data of Sn-3.5Ag at 40°C</i>	<i>55</i>
<i>Fig. 5.2</i>	<i>Comparison of estimation constitutive law and experimental data of Cr-Mo-V at 40°C</i>	<i>55</i>
<i>Fig. 5.3</i>	<i>Comparison of estimated and measured <math>\sigma-\dot{\epsilon}</math> plot of Sn-37Pb</i>	<i>57</i>
<i>Fig. 5.4</i>	<i>Comparison of estimated and measured <math>\sigma-\dot{\epsilon}</math> plot of Sn-3.5Ag</i>	<i>58</i>
<i>Fig. 5.5</i>	<i>Effect of sink-in and pile-up on the impressio[14]</i>	<i>59</i>
<i>Fig. 5.6</i>	<i>Sink-in and pile-up by FEM analysis of indentation creep test model (a)n=2, (b)n=7</i>	<i>59</i>
<i>Fig. 5.7</i>	<i>Impressio of Sn-37Pb at 10s</i>	<i>60</i>
<i>Fig. 5.8</i>	<i>Impressio of Sn-37Pb at 300s</i>	<i>60</i>
<i>Fig. 5.9</i>	<i>Impressio of Sn-37Pb at 3000s</i>	<i>61</i>
<i>Fig. 5.10</i>	<i>Impressio of Sn-37Pb at 10000s</i>	<i>61</i>
<i>Table 3.1</i>	<i>Chemical compositions of Sn-37Pb and Sn-3.5Ag (mass%)</i>	<i>21</i>
<i>Table 3.2</i>	<i>Spec of hot hardness testing machine, QM</i>	<i>24</i>
<i>Table 3.3</i>	<i>Spec of tension creep testing machine</i>	<i>27</i>

<i>Table 3.4</i>	<i>Spec of indentation-test pilot machine</i>	<i>29</i>
<i>Table 3.5</i>	<i>Chemical compositions of Cr-Mo-V steel bore part(mass%)</i>	<i>30</i>
<i>Table 4.1</i>	<i>n &amp; <math>\tilde{B}</math> by indentation creep test</i>	<i>44</i>
<i>Table 4.2</i>	<i>Estimation constitutive law by indentation creep test</i>	<i>44</i>

## 記号表

$A$	: 圧痕水平投影面積 ( $\text{mm}^2$ )
$B$	: 材料定数
$\tilde{B}$	: 材料定数
$C$	: Norton 則中の定数
$C_{in}$	: 押し込み構成式中の定数
$D$	: 定数
$E$	: ヤング率 (GPa)
$E^*$	: 混合ヤング率 (GPa)
$F$	: 押し込み荷重 (N)
$G$	: 剛性率 (GPa)
$H$	: ビッカース硬さ (Hv)
$h_p$	: 真の押し込み変位 (mm)
$h_t$	: 試料表面からの押し込み変位 (mm)
$n$	: 応力指数
$n_{in}$	: 押し込みクリープ試験の応力指数
$Q$	: クリープの活性化エネルギー (kJ/mol)
$R$	: ガス定数
$S$	: 圧痕表面積 ( $\text{mm}^2$ )
$T$	: 温度 (K, $^{\circ}\text{C}$ )
$t$	: 荷重保持時間 (s)
$u$	: 押し込み変位 (mm)
$\alpha$	: 応力変換係数
$\gamma$	: ひずみ速度変換係数
$\varepsilon$	: ひずみ
$\dot{\varepsilon}$	: 引張クリープひずみ速度 (/s)
$\dot{\varepsilon}_{in}$	: 押し込みクリープ速度 (/s)
$\sigma$	: 応力 (MPa)
$\theta$	: 圧子半頂角 ( $^{\circ}$ )
$\nu$	: ポアソン比

# 第1章 序論

## 1.1 研究の背景

我が国において火力発電プラントは今なお電力供給源として重要な役割を担っており、頻繁な起動、停止や負荷変動といった過酷な条件下で運用されている。これら火力発電プラントでは、当初見込まれた設計耐用寿命を越えた、いわゆる経年火力プラントと呼ばれるユニットが年々増加する傾向にある。このような状況において、経年火力発電プラントの寿命延伸を図り、安定な電力供給源として利用するには、ボイラ、タービンなど高温下で使用される機器の劣化損傷状態の的確な評価法の確立が必要である。高温下で問題になる損傷形態の主要なものとしてクリープが挙げられるが、クリープ損傷を評価する手法としては引張クリープ試験に代表される破壊法と、硬さ法やボイド観察法に代表される非破壊法とがある。破壊法である引張クリープ試験は、精度よくクリープを評価できる反面、試験片を作成するために対象材を大きく切り取らなければならない、サンプルの入手に難がある。一方、非破壊法については、適応できる材料や条件に制約があり、精度についてもまだ十分とはいえない。しかしながら、非破壊法であれば、破壊法と異なり、試験対象を測定した後も、補修を行うことなく使用できるという利点があり、実用上、精度のよい非破壊法を開発することには意義がある。

本論文で検討を行う押し込みクリープ試験とは、高温下で先端の尖った圧子を試料に押し込み、その変形量を測定していくことで材料のクリープ特性を評価するという試験である。常温で圧子を材料に押し込んだ場合には、押し込み面の直下では、基本的に材料は降伏し、加工硬化によって微視的な降伏応力と釣り合ったところで変形は終了する。しかしながら、高温下において押し込み試験を実施する場合には、材料の降伏現象に続いてクリープ変形が発生するため、圧痕から計測される見かけ上の硬さ値は時間とともに減少することになる。この時間-硬さ関係からクリープ特性が評価できる。押し込みクリープ試験の模式図を Fig. 1.1 に示す。押し込みクリープ試験は通常の引張クリープ試験に比べ、小さく、少量のサンプルで試験片を作成することができ、また短期間で試験が済むという利点がある。測定対象を、使用上問題がない程度に薄くカットして試験片を作ることによって、ほぼ非破壊的に検査を行うことができる可能性も考えられる。しかしながら、押し込みクリープ試験は従来のクリープ試験と比べると比較的最近に見出された試験であり、いまだ解明されていない点も多い。

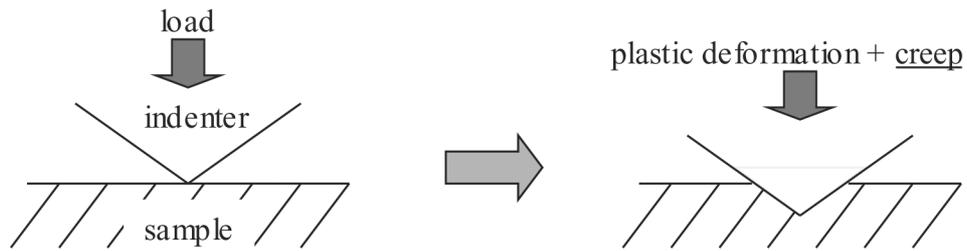


Fig. 1.1 Illustration of indentation creep test

## 1.2 従来の研究

押し込みクリープ試験については，Sargent と Ashby[1]が次元解析を行い，押し込みクリープから応力指数や活性化エネルギーを求める手法について述べている．Shen ら[2]や Kutty ら[3]はそれを実験により確認している．また，Li ら[4]は押し込みクリープ試験中のクリープ律速機構について調査を行い，いくつかの変形機構の中で最速なクリープ機構が変形を律速していると結論づけている．我が国における押し込みクリープ試験の研究例は少ないが，藤原[5]が押し込みクリープ用の試験機を作成し，押し込みクリープ試験によって種々の特性を得る方法について述べている．類似の試験として，先端の尖った圧子ではなく，円柱状のポンチを用いて押し込みを行うインプレッション法と呼ばれるものもあり，インプレッション法については Li[6]によるレビューが詳しい．しかしながら，円柱状圧子では，変形形状が自己相似性を保てない，変形量が小さい，接触面積が広くなるため試験片サイズを大きくしなければならないという問題点がある．

押し込みクリープ試験を実際の評価に用いるための手段として，村上[7]は押し込みクリープ試験から直接引張クリープ構成式を求める手法を提案した．この手法では，実機の使用時相当の温度で押し込みクリープ試験を行うことで，同温度での引張クリープ試験と同等のクリープ構成式を推定できる．しかし，問題点として，押し込みクリープ試験からだけではクリープ構成式を推定するのに必要なパラメータが一つだけ決定できず，引張クリープ試験を別途行わなければならないという欠点があった．また，実用材料はある遷移応力を境にクリープ律速機構および破壊機構が変化することが知られている[8]が，高応力側のデータしか確認できておらず，実用上重要な低応力側のデータをとることができるのかは解明されていない．

### 1.3 本研究の目的

そこで本研究では、押し込みクリープ試験によるクリープ構成式推定法をより実用的な手法とするため、押し込みクリープ試験のみからクリープ構成式を決定できるように、有限要素解析を用いてパラメータを決定することを試みる。また、応力によってクリープ変形機構が変わる材料に対して押し込みクリープ試験を実施し、押し込みクリープ試験でもその遷移現象が起こりうるのかを確認し、低応力側のクリープ構成式の推定法を提案する。

### 1.4 本論文の構成

本論文の構成を以下に挙げる。

**第1章 序論** では、研究の背景と、従来の研究について述べた。

**第2章 理論** では、本研究を行うにあたっての理論展開、および基礎となる理論について説明する。

**第3章 実験** では、本研究で行った実験および有限要素解析の手法について説明する。

**第4章 実験結果** では、実験および解析結果について説明する。

**第5章 考察** では、実験および解析から得られた結果について考察を行う。

**第6章 結論** では、本研究の結論について述べる。

## 第2章 理論

本章では、まず村上[7]の提案した押し込みクリープ試験によるクリープ構成式推定法の導出過程について簡単に説明したのち、その手法では評価することができなかった変換パラメータの評価法について述べる。また、クリープ律速機構の遷移現象についても解説と、低応力側のクリープ構成式推定法について説明を行う。

### 2.1 押し込みクリープ試験によるクリープ構成式推定法

#### 2.1.1 クリープ構成式の導出

高温下で材料に圧子を押込んだ場合、最初に降伏した後もクリープにより変形が進行するため、圧痕を測定することによって得られる硬さの値は時間依存性を示す。SargentとAshby[1]はその時の硬さと時間に以下のような関係があることを理論的、実験的に示した。

$$-n \ln H = \ln B - \frac{Q}{RT} + \ln t \quad (2.1)$$

ここで、 $n$ :応力指数、 $H$ :ビッカース硬さ、 $B$ :定数、 $Q$ :活性化エネルギー、 $R$ :気体定数、 $T$ :絶対温度、 $t$ :荷重保持時間である。この式から求められる $n$ や $Q$ の値は引張クリープ試験の結果とよく一致することが確認されている[2]。村上[7]は式(2.1)から以下のようにして一般的な引張クリープ特性を表すNorton型のクリープ構成式を導いた。

まず、式を以下のように変形して表現する。

$$-n \ln H = \ln \tilde{B} + \ln t \quad (2.2)$$

ただし、

$$\tilde{B} = B \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (2.3)$$

である。これより、

$$H^{-n} = \tilde{B} t \quad (2.4)$$

を得る。この両辺を時間 $t$ について微分し、整理すると

$$-n \frac{\dot{H}}{H} = \tilde{B} H^n \quad (2.5)$$

となる．ここで，硬さ $H$ は $D_1$ を定数， $F$ を荷重， $A$ を水平面投影面積として，

$$H = D_1 \frac{F}{A} \quad (2.6)$$

と表現でき，また， $A$ と垂直方向の押し込み変位 $u$ の関係は，幾何的条件から $D_2$ を定数として，

$$A = D_2 u^2 \quad (2.7)$$

と，表現できる．式(2.6)，(2.7)より，

$$H = D_3 \frac{F}{u^2} \quad (2.8)$$

となる．ただし， $D_3 = D_1 / D_2$ である．ここで，式(2.8)を式(2.5)に代入すると，

$$2n \frac{\dot{u}}{u} = \tilde{B} H^n \quad (2.9)$$

を得る．押し込みクリープでは，クリープひずみ速度 $\dot{\epsilon}_{in}$ は次式

$$\dot{\epsilon}_{in} = \frac{\dot{u}}{u} = -\frac{1}{2} \frac{\dot{H}}{H} \quad (2.10)$$

によって定義される[5]から，式(2.9)は

$$\dot{\epsilon}_{in} = \frac{1}{2n} \tilde{B} H^n \quad (2.11)$$

となる．ここで，ビッカース硬さ $H$ は $F$ ， $S$ をそれぞれ試験荷重(N)，圧痕の表面積(mm<sup>2</sup>)とすると，

$$H = 0.102 \frac{F}{S} \quad (2.12)$$

と，定義されている．また，押し込み試験では圧子直下の塑性域が自己相似的に発達するものとする，塑性域の相当応力 $\sigma$ には，

$$\sigma \propto \frac{F}{S} \quad (2.13)$$

という関係があることが知られている[5]．これらのことから， $\alpha$ を定数として，

$$H = \alpha \sigma \quad (2.14)$$

とおく．これを，式(2.11)に代入すると，

$$\dot{\epsilon}_{in} = \frac{1}{2n} \tilde{B} \alpha^n \sigma^n \quad (2.15)$$

となる．

ここで  $\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_{in}$ ， $C = \tilde{B} \alpha^n / 2n$  とおくことにより，最終的に以下のような Norton 型のクリープ構成式が導かれることになる．ここで  $\dot{\epsilon}$  は引張クリープ試験によるひずみ速度である．

$$\dot{\epsilon} = C \sigma^n \quad (2.16)$$

$t$ - $H$  関係の実験結果（以下，押し込みクリープ曲線と呼ぶ）が得られれば，これを両対数グラフにプロットすることにより，式(2.2)から，その勾配より  $n$  が決定される．次に  $t=1$  における  $H$  を読み取れば，式(2.2)をもとに  $\tilde{B}$  が決定される．しかし，式(2.16)の Norton 則を決定するためには，さらに係数  $C$  も評価しなければならない．式(2.15)との比較から， $\alpha$  に対する評価が必要になることがわかる．このため，別途行った引張クリープ試験結果から得られた応力  $\sigma$ ， $\dot{\epsilon}$  の値と  $n$ ， $\tilde{B}$  の値を式(2.15)に代入して  $\alpha$  の値を求める．

この手法であれば，引張クリープ試験のデータが 1 点のみ存在すれば，実機の使用時相当の温度下での押し込みクリープ試験の結果のみからクリープ構成式を推定することが可能となる．

## 2.1.2 クリープ構成式推定法の課題

上述のクリープ構成式推定法では，定数  $\alpha$  を求めるのに別途引張クリープ試験を行わなければならない，という欠点がある．また，押し込みクリープのひずみ速度を引張クリープのひずみ速度に等しいとして  $\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_{in}$  と置いているが，式(2.10)は押し込まれた圧子先端でのひずみを代表ひずみとして考えている[10]もので，厳密に引張のクリープひずみ速度と一致する保障はない．これを裏付ける検討は行われておらず，従って実際はある変換率  $\gamma$  を介して  $\dot{\epsilon} = \gamma \dot{\epsilon}_{in}$  という形になるものと考えられる．すなわち，式(2.15)は，

$$\dot{\epsilon} = \frac{\gamma}{2n} \tilde{B} \alpha^n \sigma^n \quad (2.17)$$

と書き直される．これら二つの定数  $\alpha$ ， $\gamma$  をあらかじめ解析的に求めることができれば，クリープ構成式推定法はより実用的なものになると思われる．その手法については次節

で説明する.

一方, 実用材料の場合, ある応力を境にクリープ律速機構が遷移するものが多い[8]. すなわち, クリープ構成式は低応力側と高応力側で異なる応力指数, 活性化エネルギーを示すことになる. タービン材である Cr-Mo-V 鋼もこの特性を示すことが確かめられている[9]. 村上[7]は押し込みクリープにおける圧子直下の相当応力は対象となる材料の降伏応力より高くなるため, 高応力側のデータしかとれない, としているが, 実際にタービンなどの余寿命評価などに応用する際に必要とされるのは低応力下でのクリープ構成式である. そのため押し込みクリープ試験で低応力側の構成式を推定する手法について検討を行う必要がある.

## 2.2 応力変換係数, ひずみ速度変換係数

式(2.14)中の定数  $\alpha$  を応力変換係数, 押し込みのひずみ速度を引張のクリープひずみ速度に変換するための変換率  $\gamma$  をひずみ速度変換係数と呼ぶこととする. これらの値を解析的に求める手法を以下に説明する.

式(2.16)のような引張クリープ特性を持つ材料に対して押し込みクリープ試験を実施した場合, 式(2.10)で定義される押し込みのひずみ速度を使って次のような構成式 (以下, 押し込み構成式と呼ぶ) を得ることが出来る.

$$\dot{\epsilon}_{in} = C_{in} H^{n_m} \quad (2.18)$$

ここで  $n_{in}$  は押し込みクリープ試験による応力指数,  $C_{in}$  は  $C$  及び  $n$  に依存する材料定数である. これに式(2.14)を代入し, 両辺に  $\gamma$  をかけると

$$\gamma \dot{\epsilon}_{in} = (\gamma C_{in} \alpha^{n_m}) \sigma^{n_m} \quad (2.19)$$

となる. よって  $n_{in}$  が Norton 則の応力指数  $n$  と一致する, すなわち  $n_{in} = n$  ならば, 式(2.16)と比較することにより,

$$\dot{\epsilon} = \gamma \dot{\epsilon}_{in} \quad (2.20)$$

$$C = \gamma C_{in} \alpha^n \quad (2.21)$$

という関係式が得られることになる. この式から  $\alpha$  は次式で求められる.

$$\alpha = \left( \frac{1}{\gamma} \frac{C}{C_{in}} \right)^{\frac{1}{n}} \quad (2.22)$$

また、同様にして $\gamma$ については、

$$\gamma = \frac{C}{C_{in}} \alpha^n \quad (2.23)$$

によって計算することができる。従って、 $\alpha$ か $\gamma$ のいずれかを定めれば、もう一方の値も評価できることになる。

$\alpha$ については、Chengら[10]がII理論による次元解析により、 $\alpha(n, \theta)$ という関数であることを示している（ $\theta$ は圧子の半頂角）。従って、 $\alpha$ については $n$ 依存性を明らかにしておく必要があると思われる。 $\gamma$ については、インプレッション法の結果[11]などより、材料に依存しない係数であると考えられている。すなわち、異なる $n$ の値に対して、式(2.23)が一定値になるように $\alpha$ を決定してやれば、 $\gamma$ が求められることになる。

## 2.3 クリープ律速機構の遷移

2.1.2 で述べたように、実用材料の多くは応力によってクリープ律速機構が変化する[8]。その変化の様子を一般的に示した変形機構領域図をFig. 2.1に示す。縦軸は剛性率 $G$ 、横軸は融点の絶対温度 $T_m$ で規格化したものである。この図に示すように、高温変形を律速する機構は転位すべり、転位クリープ（累乗則クリープ）、拡散クリープに大別され、温度、応力により変化する。またこの図にない変形機構として、超塑性やpower-law break[4]といったものの存在も確認されている。それぞれの変形機構により応力指数 $n$ の値は違い、一般に、低温累乗則クリープでは $n=5\sim 7$ 、高温累乗則クリープでは $n=3\sim 5$ 、拡散クリープでは $n=1$ となる。実用材などでは高応力下においてこれを超える高い応力指数を示すことがあるが、これは比熱的降伏応力を超えた領域でpower-law breakを生じているからであると考えられている。また、この際に破壊機構も遷移し、低応力下では粒界破壊をするのに対して、高応力指数での破壊時には粒内破壊をしている。破壊機構の遷移についての例として、Nimonic-80Aの破壊機構領域図をFig. 2.2に示す。一般的に、この図に示したように、高応力側では粒内破壊を、低応力側では粒界破壊を示すことが多い。

村上[7]は、押し込みクリープ試験ではクリープ変形は降伏による塑性変形終了時の応力、つまり微視的な降伏応力で開始し、その降伏応力は遷移応力よりも大きい値となっているから、押し込みによるクリープ変形は遷移応力以上の引張クリープ試験の場合と同様の変形機構によるクリープが生じており、高応力側のデータしかとれない、としている。

しかし、押し込みクリープ試験ではその性質上時間の経過とともに硬さの値は低下していくことになるため、式(2.14)の関係が成立しているとする、圧子直下の応力も減少

していくことになる。従って、長時間保持することで圧子直下の相当応力が遷移応力以下になったとき、押し込みクリープ曲線も遷移を起こすものと考えられる。遷移が生じた場合、遷移後の押し込みクリープ曲線のみデータから  $n$  および  $\tilde{B}$  を求め、有限要素解析によって得られた変換係数の値を用いることで、式(2.17)から低応力側のクリープ構成式を推定できる。

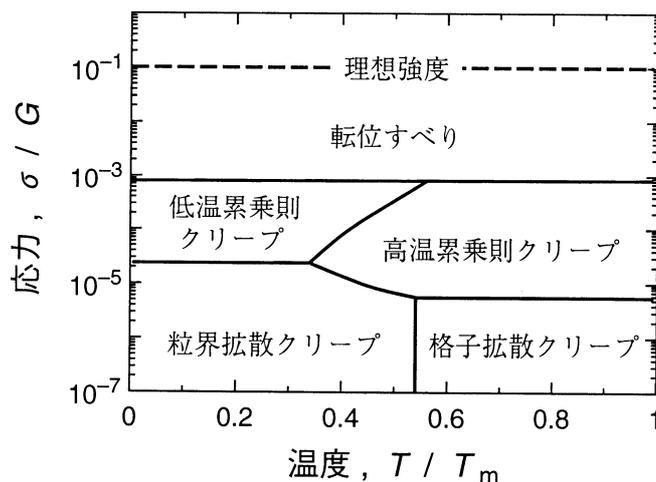


Fig. 2.1 Deformation mechanism maps[8]

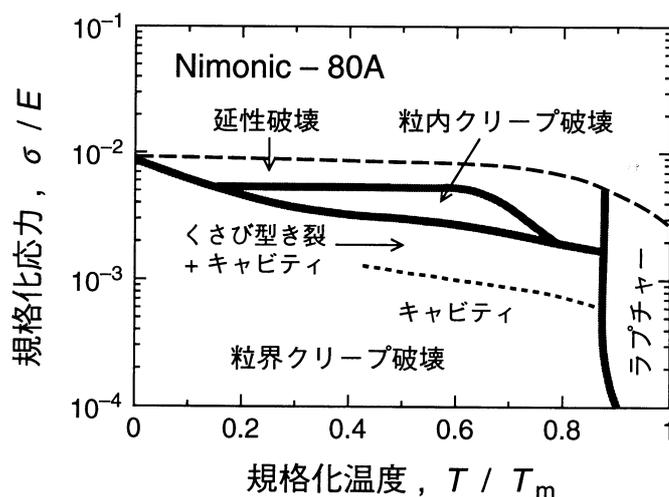


Fig. 2.2 Fracture mechanism maps[8]

## 第3章 実験

本章では、前章で説明した理論に基づき有限要素解析を用いて変換係数を求めるための手法について述べる。また、解析結果の検証のため、およびクリープ律速機構の遷移現象の確認のために行った各種試験、押し込みクリープ試験、引張クリープ試験、試作試験機による試験について実験手法を説明する。

### 3.1 有限要素解析

有限要素解析ソフトANSYS7.0<sup>®</sup>を用いて、応力変換係数 $\alpha$ とひずみ速度変換係数 $\gamma$ を評価することを試みた。入力したNorton則と押し込みクリープ試験から算出される押し込み構成式を比較することで、 $\alpha$ 、 $\gamma$ を求める。

#### 3.1.1 モデル

解析対象は押し込みクリープ試験を模擬したもので、下部の試料に対して上部から圧子を押し込むというものである。モデル詳細を Fig. 3.1 に示す。総節点数は 3304、要素数は 3285 で、要素は 4 辺形 4 節点 1 次要素 (PLANE182) を用いた。この要素は低減積分要素で、塑性、大変形、大ひずみおよび陰解法クリープをサポートしている。圧子と試料の間には面-面接触要素 (TARGE169 と CONTA172) を張ったが、面-面接触要素の接触判定点は、コンタクト面ガウス積分点を使用しているため、本モデルのように角で接触するような問題の場合、角部で大きな食い込みが生じやすくなる。そこで、先端部についてのみ点-面接触要素 (CONTA175) を用いた。

圧子はビッカース圧子と等価に扱える[14]半頂角  $70.3^\circ$  の円錐とした。この際、圧子はダイヤモンド製であるため、変形はほとんど生じないとして剛体として扱った。比較のため、圧子を弾性体とし、先端に半径  $0.1 \mu\text{m}$  の丸みを持たせたモデルでも解析を行ったが、結果に大きな変化は見られなかった。

本モデルは 2D 軸対称モデルで、試料は直径 10mm、高さ 5mm の円柱形とし、下部を XY 拘束、その他の面は自由境界とした。圧子直下(直径  $200 \mu\text{m}$ )のメッシュは  $2.5 \mu\text{m}$  ずつ細かく切って、その外側は粗く散らしてある。単位系は力が N、長さが mm である。

ポアソン比 $\nu=0.3$ 、摩擦係数は 0.15 とした。試料の物性値は Cr-Mo-V 鍛鋼の引張試験データ (Fig. 3.2) を真応力-真ひずみのデータに変換したもの (Fig. 3.3) を用いた。これは、実在の材料データを用いることで、より実際に近い材料挙動を模擬できることが期待でき、また解析結果を実験値と比較することで検証が行えるからである。材料の硬化則には等方硬化則を採用している。また、後述する押し込みクリープモデルによる解

析では、材料による違いを考慮するため、はんだ材である Sn-37Pb の物性値を用いたモデルでも解析を行った。Sn-37Pb の物性値については、王ら[12]のデータに基づき、ヤング率  $E=25$  (GPa), 降伏応力 30MPa の弾完全塑性モデルを応力ひずみ曲線として入力した。解析は全て非線形静的大変形モデルで行い、フルニュートンラプソン法を用いた。

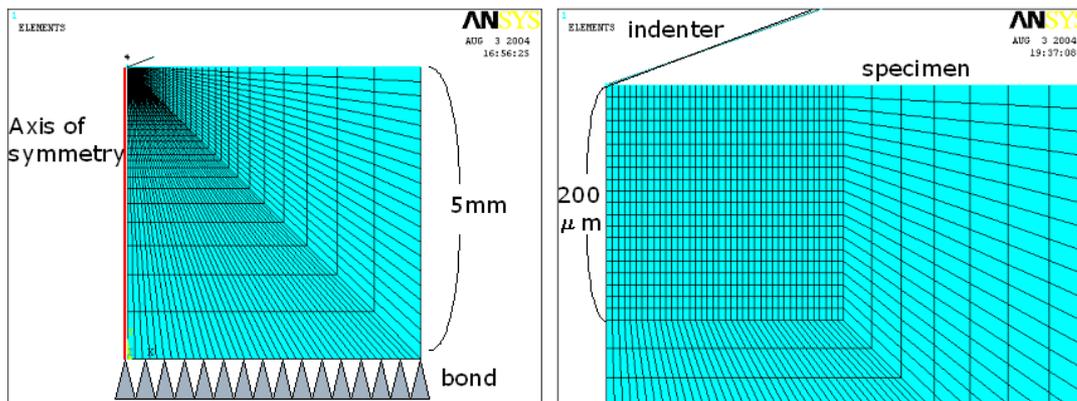


Fig. 3.1 FEM model of ANSYS

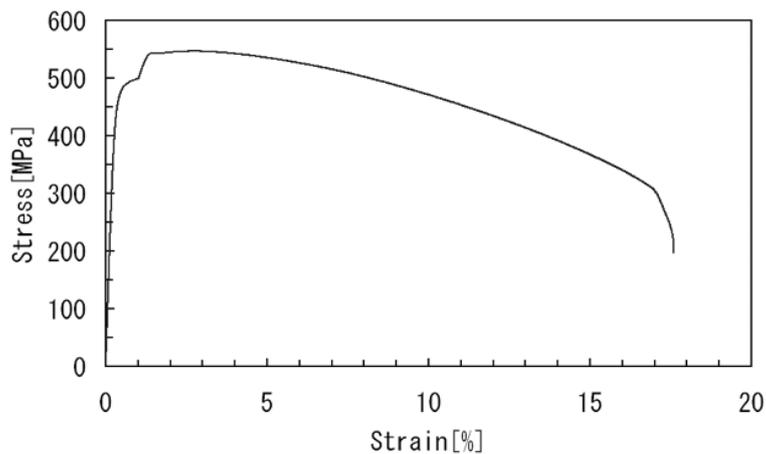


Fig. 3.2 Stress-Strain curve of Cr-Mo-V

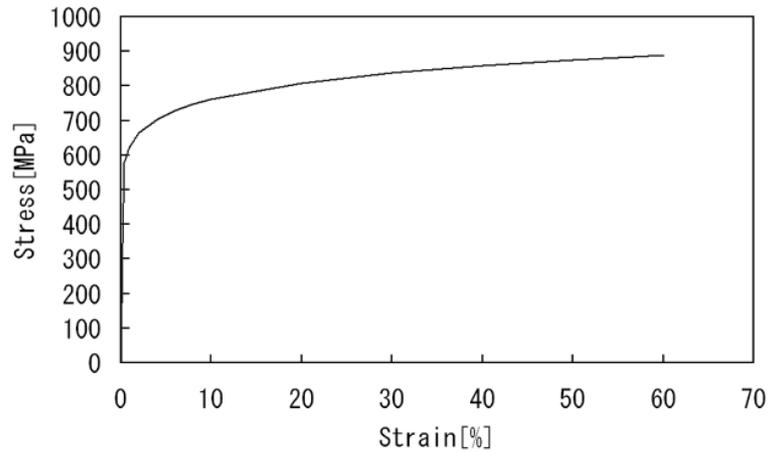


Fig. 3.3 True stress-strain curve of Cr-Mo-V

### 3.1.2 解析手法

#### (i) 弾性モデル

作成した有限要素モデルの妥当性を確かめるため、まず最初に塑性およびクリープを考慮しない、弾性体への押し込み解析を行った。弾性体への圧子の押し込みについては古くから研究されており、荷重 $F$  (N) と押し込み深さ $h_t$  (mm) の間の関係として次のような理論解が示されている[13].

$$F = \frac{2E^* \tan \theta}{\pi} h_t^2 \quad (3.1)$$

ここで、 $\theta$  は圧子の半頂角、 $E^*$  は剛性ヤング率で、圧子 (I) と物体 (S) の各々のヤング率およびポアソン比 $\nu$  から次式のように定義される。

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1-\nu_I^2}{E_I} + \frac{1-\nu_S^2}{E_S} \quad (3.2)$$

圧子は剛体とみなしているため、今回は式(3.2)の左辺は無視できる。荷重は4.9Nで一定とし、ヤング率を変化させて、 $h_t$ の値がこの理論解と一致するかどうかを確認した。

#### (ii) 硬さ試験モデル

次に、塑性変形を考慮に入れて、通常の硬さ試験を想定した解析を行った。弾性モデルでの検証とは違い、この解析では実験値と比較することで有限要素モデルの妥当性を

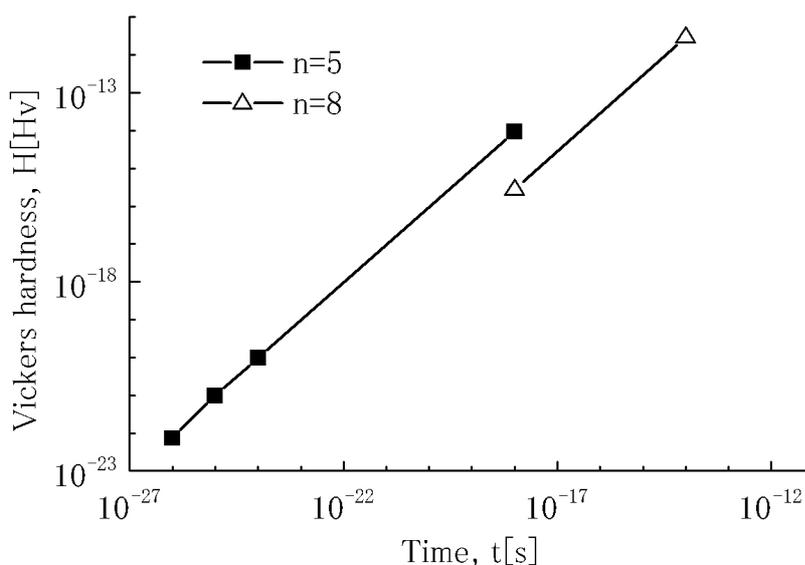
検証する。物性値は、上述のとおり Cr-Mo-V 鋼の応力-ひずみ曲線を入力し、荷重 4.9N (500gf) を加えて変形後の押し込み変位から各温度におけるビッカース硬さを求め、実験値と比較した。

(iii) 押し込みクリープ試験モデル

次にクリープを計算に組み入れて押し込みクリープ試験の解析を行った。クリープ構成式は Norton 則を用い、荷重 4.9N(500gf)を圧子上端にかけて 1~100000s 保持し、変形が終了したのち荷重を除去し、押し込み変位からビッカース硬さを測定した。同一のクリープ構成式について荷重保持時間を変えて 3 点以上で硬さを求め、押し込み構成式を求めた。

2.2 で示した手法で応力変換係数  $\alpha$  を求めるには、 $\gamma$  の値を仮定する必要がある。そこで、まず従来通り  $\gamma=1$  と仮定し、さらに  $n$  の値を 1 から 18 まで変化させて押し込み構成式(2.18)を求め、それを入力した引張クリープ構成式(2.16)と比較することで  $\alpha$  の値を求めた。次に、 $\alpha$  の値を変化させて  $\gamma$  の値を求めた。

解析を行うにあたり、入力するクリープ構成式は  $n$  を変数とし、 $C$  は定数とするのが理想であるが、 $C$  を一定の値にして解析を行うと、 $n$  の値によって変形量が小さく、もしくは大きくなりすぎて解析が行えないといった問題が生じる。ここで Fig. 3.4 に、入力する構成式の  $n$  を一定にして  $C$  のみを変化させた時の  $C_{in}$  の変化をプロットしたものを示すが、 $C_{in}$  は  $C$  に対して線形な関係にあることがわかる。従って、 $C$  の値は各  $n$  に対して適切に解析が行える値を選び、 $C_{in}$  の代わりに  $C_{in}^* = C_{in}/C$  として規格化したものを用いることで整理を行った。



## 3.2 押し込みクリープ試験

クリープ律速機構の遷移を確認し，低応力側のクリープ構成式の推定を試みるため，下記のような押し込みクリープ試験を行った．

### 3.2.1 供試材及び試験片

本試験では供試材としてニホンハンダ(株)製の Sn-37Pb 及び Sn-3.5Ag を用いた．化学成分を Table 3.1 に示す．公称の融点はそれぞれ 183°C 及び 221°C である．試験片はインゴットを直接切り出して，直径 7mm，高さ 7mm の円柱としたもので，1 つの面をラップ仕上げして試験面とした．インゴットは製作されてから充分時間が経っており，組織は既に安定化しているものと考えられるが，加工時の影響を取り除くため，Sn-37Pb は 100°C，Sn-3.5Ag は 160°C で恒温層中に 1 時間置いて熱処理を行った．熱処理後の冷却は常温での自然冷却とした．

また，熱処理による組織の影響を見るために，それぞれ熱処理なし，1 時間熱処理後，48 時間熱処理後の Sn-3.5Ag に対してエッチングを施して組織観察を行った．腐食液には HCl (10%) と少量の H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> を混合したものをを用いた．Fig. 3.5 にエッチング後の組織写真を示す．48 時間熱処理のもので多少組織に粗大化の傾向が見られるものの，熱処理なしと 1 時間熱処理のものではほとんど組織の粒径に差が無いことがわかる．すなわち，試験片は熱処理をしない状態で既にかなり組織の安定化が済んでいるといえる．実際，各熱処理時間の違う試験片に対し室温で硬さ試験を実施したところ，硬さの差はほとんど見られなかった．

Table 3.1 Chemical compositions of Sn-37Pb and Sn-3.5Ag (mass%)

Material	Sn	Pb	Sb	Bi	Zn	Fe	Cd	Ag
Sn-37Pb	62.93	37.02	0.034	0.003	0.0005	0.004	0.0003	non
Sn-3.5Ag	96.35	Non	0.020	non	0.0003	0.008	0.0005	3.62

(a)



(b)



(c)



Fig. 3.5 Microstructures of Sn-3.5Ag aged at 160°C for (a)0hour, (b)1hour, (c)48hour

### 3.2.2 試験機

押し込みクリープ試験には(株)ニコン製の高温顕微硬さ試験機 QM を用いて行った. 試験機の概観を Fig. 3.6 に, 仕様を Table 3.2 に示す.



Fig. 3.6 Photograph of hot hardness testing machine, QM

Table 3.2 Spec of hot hardness testing machine, QM

加熱温度	室温から 1600℃まで可能. ヒーターは 700w.
温度制御装置	干野 EH121-01 (調整記録計, 応答速度高速改造型) を使用.
雰囲気	真空 ( $3 \times 10^{-5}$ Torr) もしくは, アルゴンガス雰囲気が可能.
試料の移動範囲	X-Y テーブルにより左右上下とも 12mm 可動.
圧子	ダイヤモンド製ビッカース圧子. 他にサファイア製圧子, ヌープ圧子が使用可能.
荷重	50, 100, 200, 300, 500, 1000gf の 6 種類の切り替えが可能. また, 荷重保持時間を 0.1~999.9s まで 0.1s 刻みで設定できるデジタルタイマーが付属している.
顕微鏡倍率	100, 200, 400 倍の 3 通り.
その他	電源 : AC100V, 50 or 60Hz, 最大 30A 所要冷却水 : 1.5~2L/min 大きさ : 1600 (幅) × 800 (奥行き) × 1500 (高さ) mm 床面積 : 1600 (幅) × 800 (奥行き) mm 重量 : 300kg

### 3.2.3 試験手法

上述の高温硬さ試験機を用いて, 押し込みクリープ試験を行った. 試験温度は, 15℃および 40℃とした. 荷重は 1.96N (200gf) で, 荷重保持時間を 10s から最大 400000s まで変化させていき, 各々の荷重保持時間におけるビッカース硬さを測定して押し込みクリープ曲線を求めた. 圧子はダイヤモンド製ビッカース圧子, 試験雰囲気は大気中である.

### 3.3 引張クリープ試験

押し込みクリープ試験の結果と比較することで、有限要素解析により求めた $\alpha$ 、 $\gamma$ の値の妥当性を検証するため、試験機を製作し、下記のような引張クリープ試験を行った。

#### 3.3.1 供試材及び試験片

供試材には押し込みクリープ試験に使用したのと同じ Sn-3.5Ag のインゴットを用いた。試験片は丸棒型の引張試験片で、機械加工によって作成し、標点距離は 16mm、平行部直径は 3mm である。詳細寸法を Fig. 3.7 に示す。

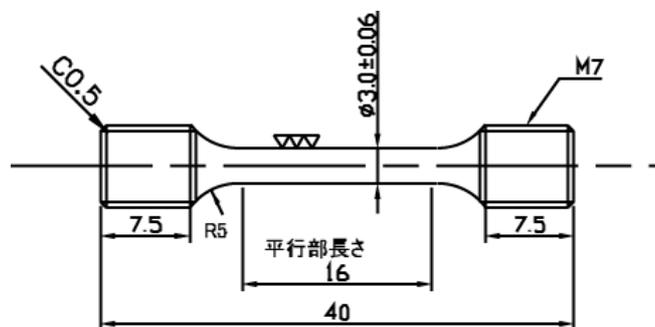


Fig. 3.7 Specimen of tension creep test

#### 3.3.2 試験装置

Sn-3.5Ag の引張クリープ試験は自作の引張試験機を用いて行った。装置概観を Fig. 3.8 に、装置説明図を Fig. 3.9 に示す。試験片はフックによって油槽内にピン支持されており、荷重は滑車上をとおしたワイヤーを通じてデッドロードとして与えられる。変位はインターバルタイマーを使用して撮影された試験片写真から、画像計測を行うことによって測定する。撮影に用いたカメラは Canon EOS-Kiss Digital で、撮影画素数は 600 万画素である。試験機の仕様を Table 3.3 に示す。



Fig. 3.8 Photograph of tension creep testing machine

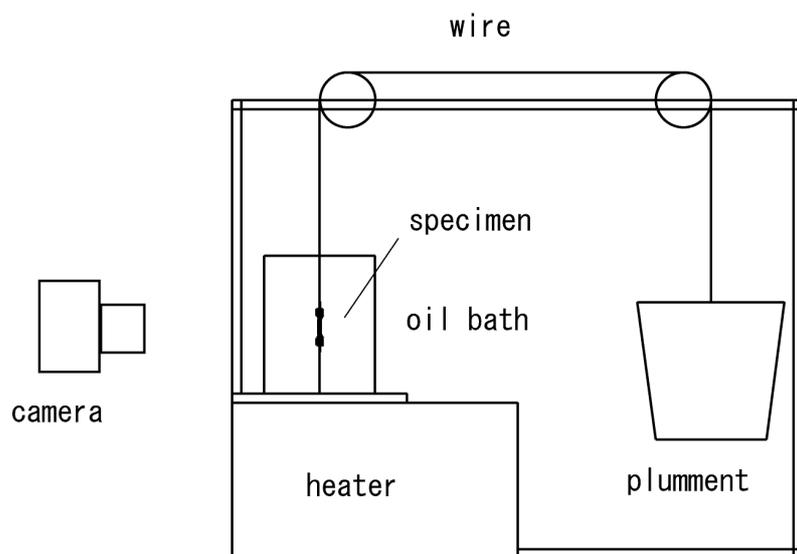


Fig. 3.9 Illustration of tension creep testing machine

Table 3.3 Spec of tension creep testing machine

加熱温度	室温～80℃（±3℃）
温度制御装置	ヒーターとアクリル製油槽を組み合わせ使用．オイルの温度を制御．オイルはシリコンオイルを使用．
荷重	5～15N（±2%）
変位	±22mm（±0.1%，分解能 0.02mm）

### 3.3.3 試験手法

上述の試験装置を用いて引張クリープ試験を行った．温度は 40, 60℃で，負荷荷重は 9.4, 12.3, 15.2MPa とした．試験片には予め油性ペンで二箇所マーキングを施し，その 2 点間の距離を撮影された画像のエッジから読み取って測定した．測定は画像計測用ソフト，Edge Scan を用いて行った．

### 3.3.4 組織観察

破壊した試験片の平行部表面および破断面について光学顕微鏡で観察を行った．平行部表面については破断部からおよそ 5mm 程度離れた部位を観察した．

## 3.4 試作試験機による押し込みクリープ試験

押し込みクリープ試験を行うにあたり、本研究で使用した高温顕微硬さ試験機は以下のような欠点がある。

- ①高温下ではヒーター寿命が極端に縮み、長時間の荷重保持を行えない。
- ②対象が酸化しやすい材料の場合、表面が変色して圧痕を測定できなくなる。
- ③押し込みクリープ曲線を得るのに、圧痕を付ける位置を変えて数点の試験を行わなければならない、試験片の部位による硬さのバラツキの影響を受けやすい。

これらの欠点を補うために、以下のような変位測定式の押し込みクリープ試験機を試作し、押し込みクリープ試験を行った。

### 3.4.1 試験機

本試験機では従来のように硬さを測定して押し込みクリープ曲線を求めるのではなく、変位をリアルタイムに測定していくことで押し込みクリープ曲線を測定する。この変位測定方式の押し込みクリープ試験ならば、押し込みクリープ曲線を得るのに圧痕の測定を行って硬さを求める必要が無く、上記②の問題が改善される。また、一箇所の試験点から一本のクリープ曲線を測定できるので、③の位置によるバラツキの影響を最大限に抑えることができると思われる。ヒーターについては長寿命のものを選定したため、①の問題も解消されている。

試験機概略図を Fig. 3.10 に、装置写真を Fig. 3.11 に示す。装置構成は以下のとおりである。

- ・ 負荷機構
- ・ 加熱装置および温度コントローラ、変位計測装置
- ・ ビッカース圧子
- ・ X-Y テーブル
- ・ 真空チャンバー

荷重は試験機上部の天秤上に置かれた錘により死荷重として与えられ、ロッドを通じて試験片に圧子が押し込まれることになる。荷重の荷重速度は上部モータにより一定で行えるようになっている。変位の測定はロッド中央上寄りに取り付けられた差動トランスにより行う。温度は試験片治具周りに取り付けられたヒーターにより加熱、制御される。試験片が取り付けられる治具は下部 X-Y ステージと繋がっており、高温を維持したまま別の試験点に押し込むことができる。装置の仕様について Table 3.4 に示す。

Table 3.4 Spec of indentation-test pilot machine

最高温度	最大 600°C (±3°C) 30V 100W ニクロム線 (シースヒータ) 岡崎製作所製
負荷荷重	0.5~5N (±1%)
変位	650 μm (±1%) 分解能 0.1 μm SCHAEVITZ 製 型式 025MHR
試験環境	99.999%Ar ガス中 (真空後ガス置換)
X-Y ステージ	±7.5mm 移動

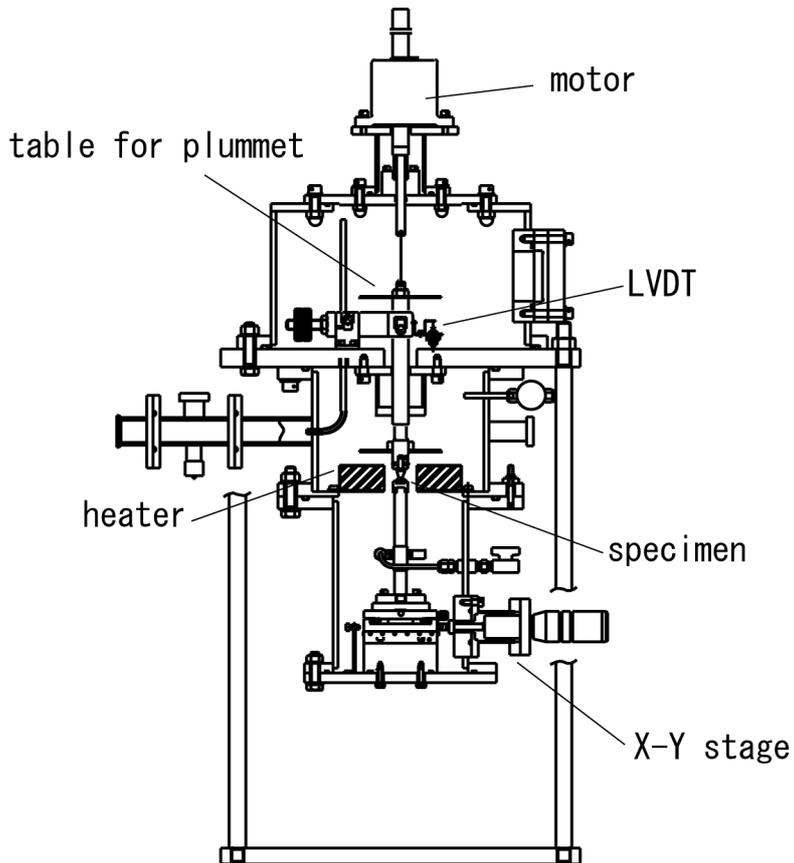


Fig. 3.10 Illustration of indentation-test pilot machine



Fig. 3.11 Photograph of indentation-test pilot machine

### 3.4.2 供試材および試験片

実験の供試材には村上[7]と同じく 1Cr-1Mo-0.25V 鍛鋼高中圧タービンロータの廃却材を用いた。実機使用時に約 538℃の高温であった中圧初段部の中心孔部 (bore 部) を 5×5×10mm に切り出し試験片とした。なお、5×10mm の面の 1 つに対し電解研磨を行い試験面としている。化学成分を Table 3.5 に示す。

Table 3.5 Chemical compositions of Cr-Mo-V steel bore part(mass%)

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo
Bore part	0.28	0.34	0.52	0.018	0.017	1.06	1.10
	V	Cu	Ni	As	Sn	Sb	
Bore part	0.290	0.12	0.37	0.017	0.013	0.003	

### 3.4.3 試験手法

600°Cにて上述した Cr-Mo-V 鋼試験片に対し押し込みクリープ試験を実施した。試験荷重は 9.8N (1kgf) である。当初は長時間保持による押し込み構成式の遷移が確認されるまで実験を行う予定であったが、試作段階ということで温度ドリフトによる変位データのバラツキが大きく、変位測定による押し込みクリープ曲線の評価ができなかった。そこで、従来の押し込みクリープ試験同様、荷重保持時間を変化させて押し込み試験を行い、圧痕を測定して硬さから押し込みクリープ曲線を求めた。この結果は有限要素解析で求めた  $\alpha$  および  $\gamma$  を評価する際に用いる。

## 第4章 実験結果

本章では第3章で行った有限要素解析, 押し込みクリープ試験および引張クリープ試験についての結果を示す.

### 4.1 有限要素解析結果

#### 4.1.1 弾性モデルおよび硬さ試験モデル解析結果

弾性体に対してヤング率を 50~200GPa で変化させて押し込みを行った結果, いずれの場合も解析結果と理論解は一致し, 本解析モデルが妥当なものであったことが確かめられた.

硬さ試験の有限要素解析結果として, Fig. 4.1 に変形後のモデル形状を, Fig. 4.2 に圧子直下の von-Mises 相当応力の分布を, Fig. 4.3 に von-Mises 相当塑性ひずみの分布を示す. Fig. 4.1 からわかるとおり, 押し込みによってできた圧痕 (くぼみ) の縁はわずかだけ盛り上がっている. これは pile-up と呼ばれる現象であり, その模式図を Fig. 4.4 に示す. ビッカース硬さは  $H=F/S$  ( $S$ : 圧痕表面積) で定義され, この pile-up した部分は接触しているため表面積として考慮に入れなければならない. そこで硬さは押し込み変位  $h_i$  と盛り上がり分の変位の合計値  $h_p$  から換算することで求めた. また, Fig. 4.2 から相当応力は同心円状で相似的に広がっていることがわかるが, これは従来の研究の結果[15]と一致する. Fig. 4.3 からは最大ひずみが圧子先端部に集中していることがわかる. Fig. 4.5 に硬さの有限要素解析結果と実験値を示す. 実験値は, Cr-Mo-V 鋼に対して高温硬さ試験を実施して得られた値である[7]. 各温度の計算値とも, 実験値とほぼ一致しており, 本解析の結果は妥当であると言える.

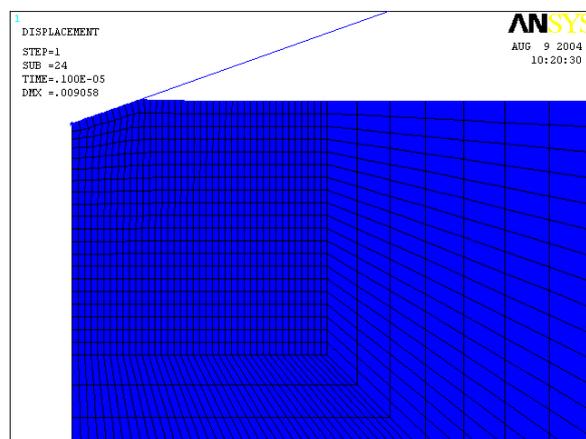


Fig. 4.1 Deformation form of FEM model by hardness test

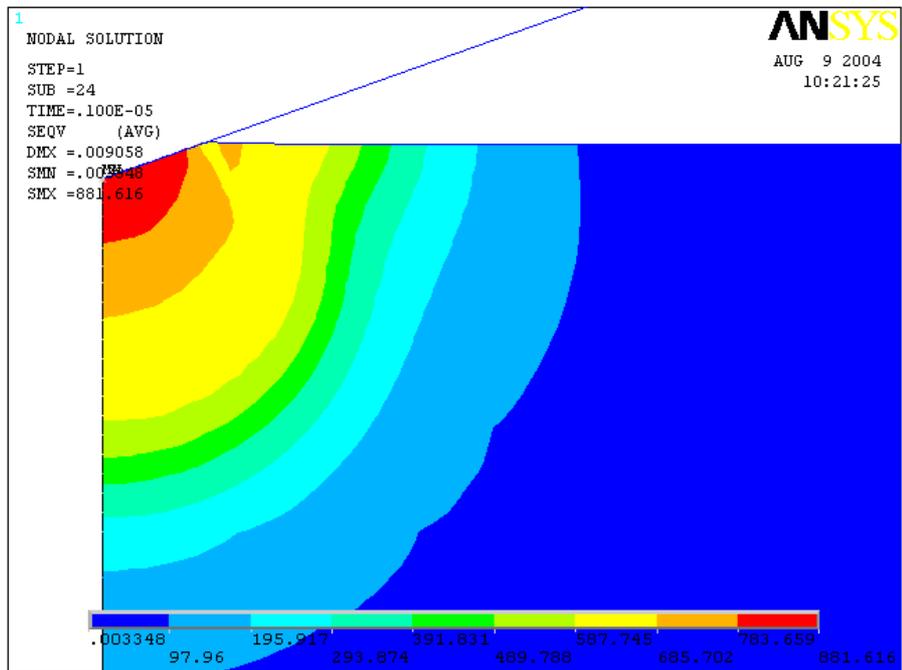


Fig. 4.2 Distribution of Mises equivalent stress beneath the indenter

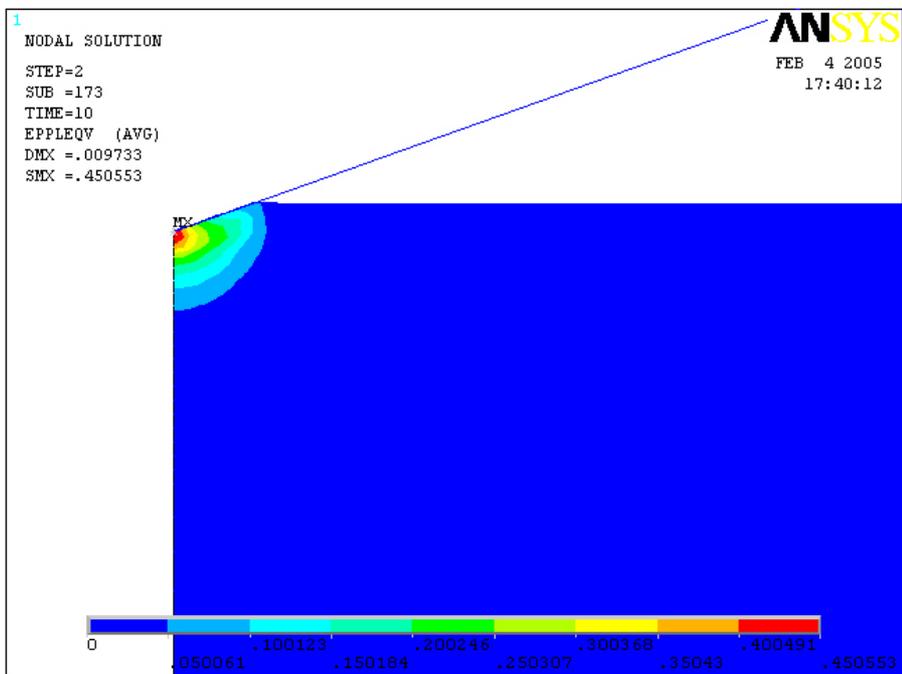


Fig. 4.3 Distribution of Mises equivalent strain beneath the indenter

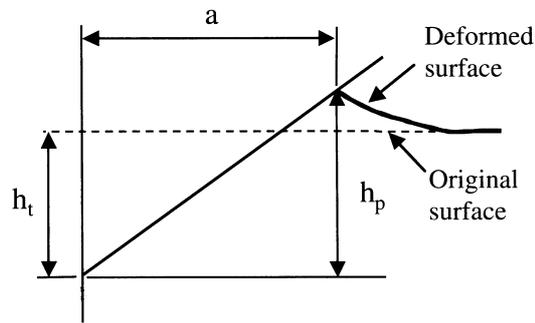


Fig. 4.4 Schematic of pile-up[14]

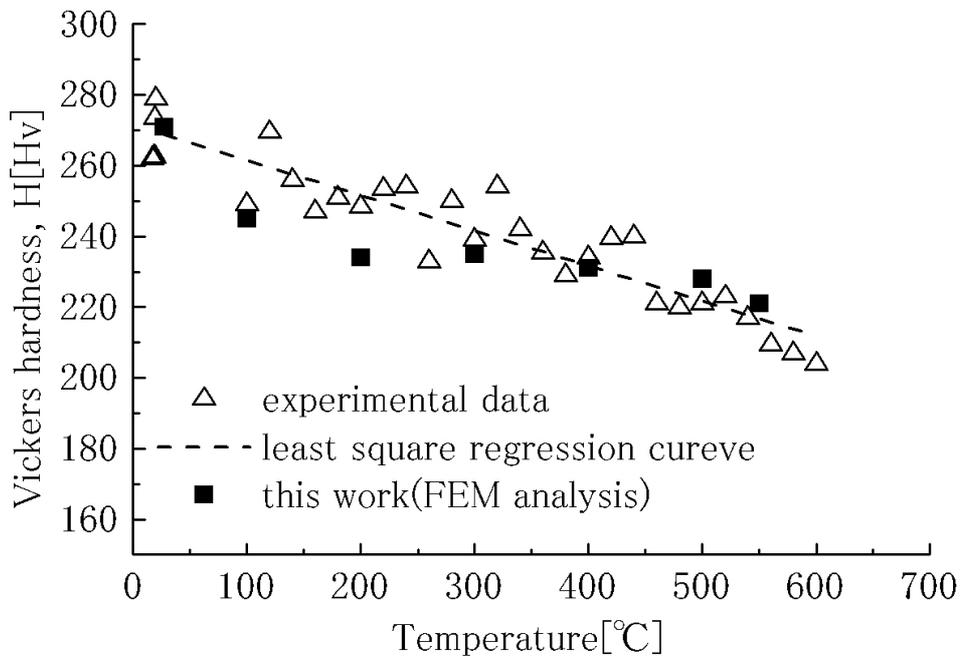


Fig. 4.5 Temperature-hardness relationship by FEM analysis

#### 4.1.2 押し込みクリープ試験モデル解析結果

Fig. 4.6 に  $n=4, 8, 16$  のとき荷重保持時間  $t$  と硬さ  $H$  の関係をプロットしたものを示す。いずれも直線にのっており、 $n$  の値が大きくなるに従い、直線の傾きは小さくなっている。また、いずれの  $n$  の値であってもある程度押し込み時間が経過した後は  $n_{in} \approx n$  となった。押し込み構成式はその時点の値で求めている。

Fig. 4.7 に  $n=8$  とした時の、荷重保持時間 10, 100, 1000s 時の圧子直下の相当応力の

分布を示す。硬さ試験モデルと同様、相当応力は同心円状で分布しているのが認められる。また、荷重保持時間が増加してもその分布の形状は変わらず、相似形を維持している。Fig. 4.8に  $n=4, 8, 16$  について硬さがほぼ同一 ( $H \approx 84$ ) 時の圧子直下の相当応力の分布を示す。 $n$  の値によって応力分布が異なることがわかる。 $n=4$  のときの最大相当応力は 378MPa,  $n=8$  のときは 318MPa,  $n=16$  のときは 292MPa である。 $n$  が小さい時は最大相当応力の値は大きくなるが、応力の高い領域は比較的圧子近傍に限られており、しかも圧子の先端付近よりも縁付近の方が応力が高くなっている。一方、 $n$  が大きくなると、最大相当応力の値は小さくなるが、高応力の領域が広がっている。次に、Fig. 4.9に  $n=8$  とした時の、荷重保持時間 10, 100, 1000s 時の圧子直下のクリープ相当ひずみの分布を示す。相当応力の分布同様、時間の経過に関わらず、分布の形状は相似形になっている。Fig. 4.10に Fig. 4.8 と同じく  $n=4, 8, 16$  について硬さがほぼ同一 ( $H \approx 84$ ) 時のクリープ相当ひずみの分布を示す。相当応力の分布とは逆に、最大ひずみの値は  $n$  が大きい方が高くなっており、ひずみ域は  $n$  が小さいほど広い。しかしながら、いずれも圧子縁部に最大のクリープひずみが発生しており、全体的な分布の形状はほぼ同じである。またクリープひずみの分布は Fig. 4.3 に示した von-Mises 相当塑性ひずみの分布とは異なる形をしていることがわかる。

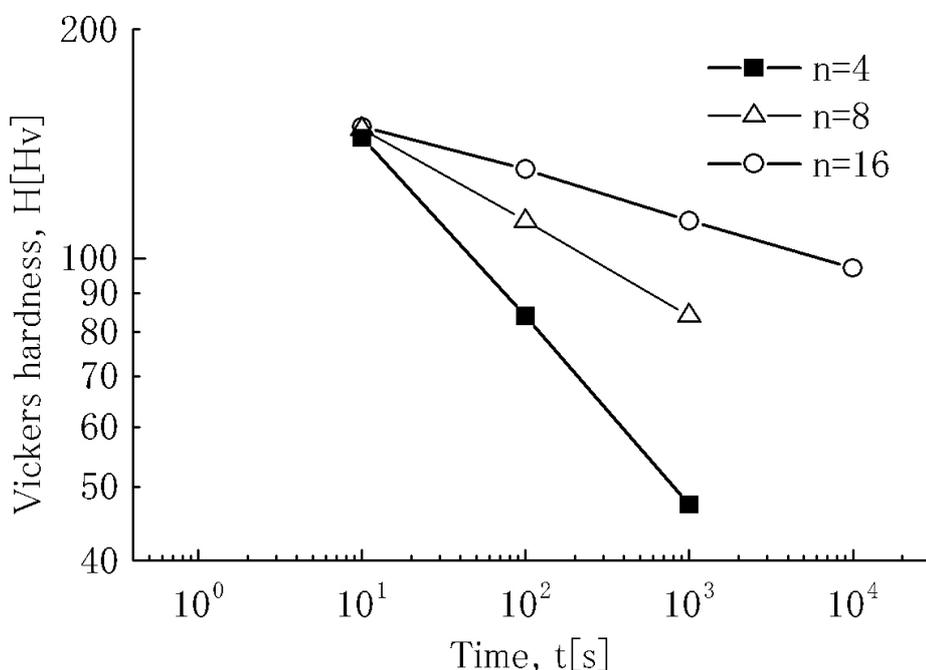


Fig. 4.6 Indentation creep curve by FEM analysis at  $n=4,8,16$

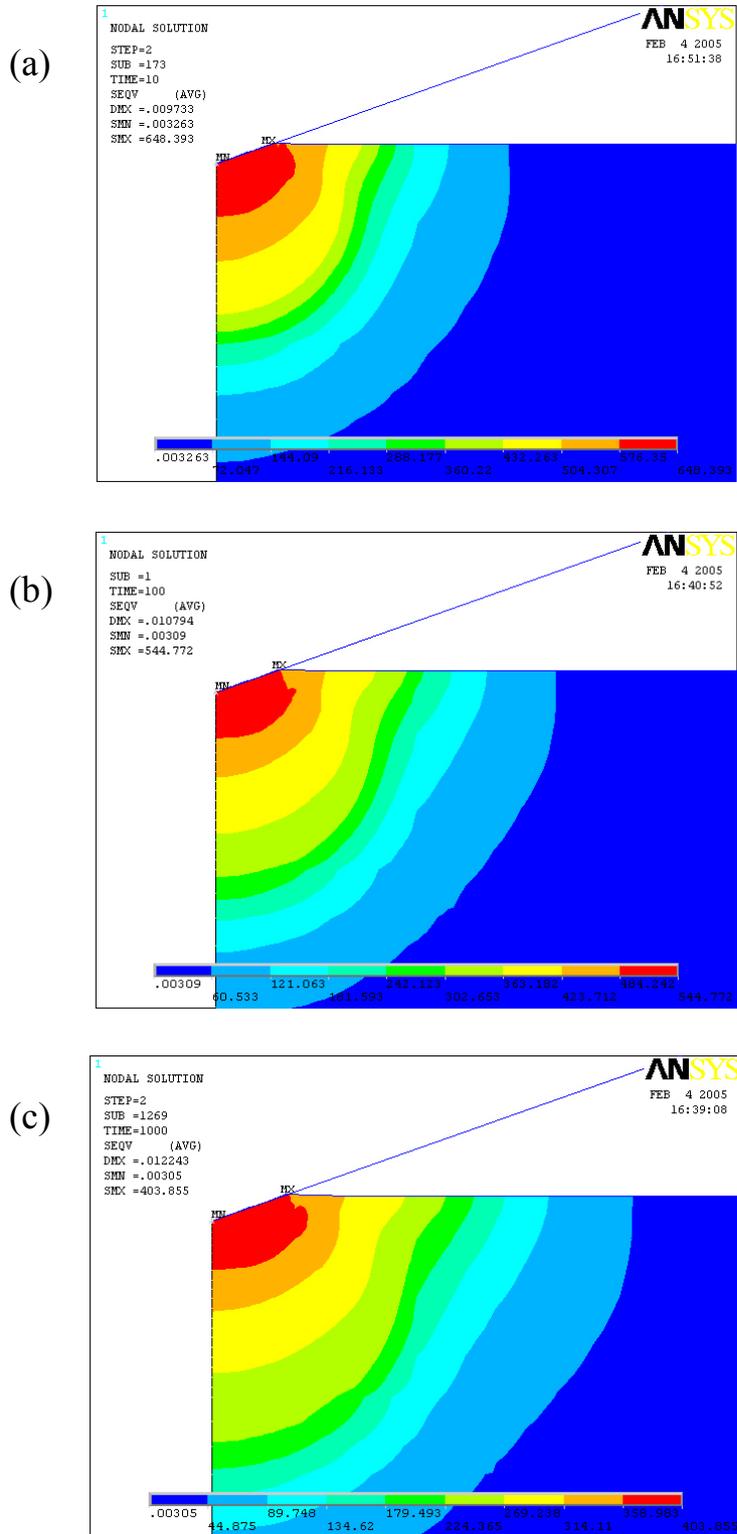


Fig. 4.7 Contours of Mises equivalent stress at  $n=8$  (a) $t=10$ , (b) $t=100$ , (c) $t=1000$

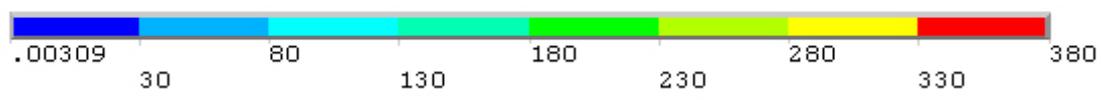
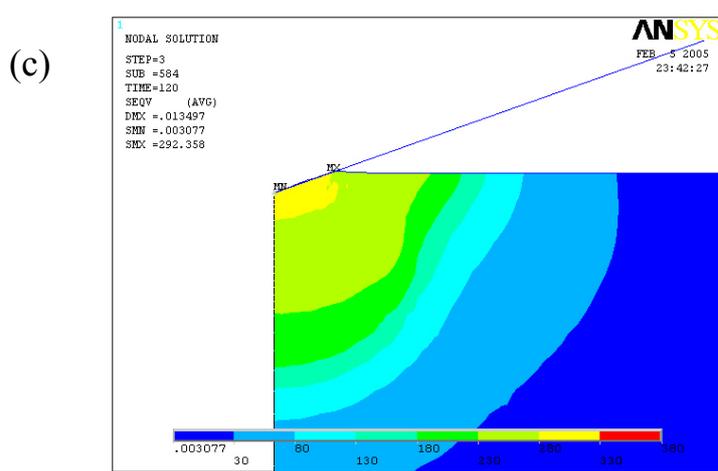
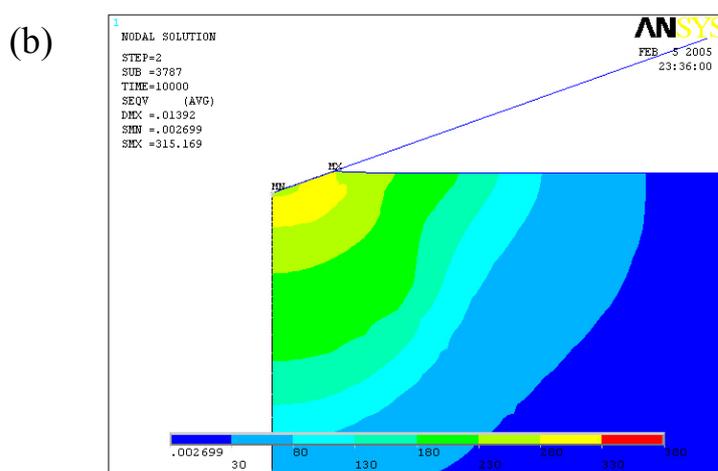
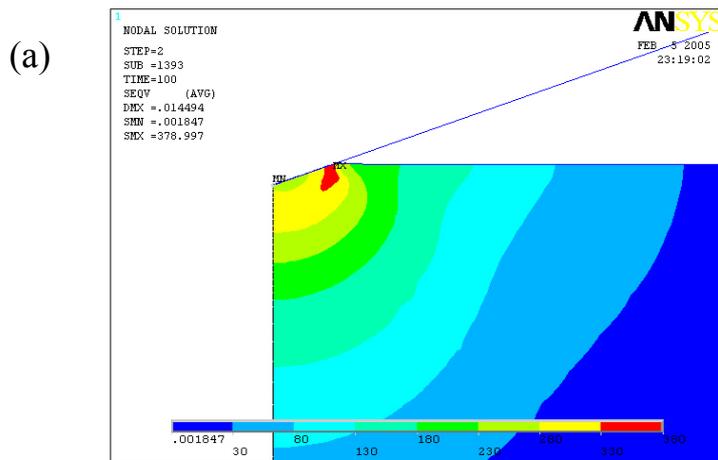


Fig. 4.8 Contours of Mises equivalent stress at (a) $n=4$ , (b) $n=8$ , (c) $n=16$

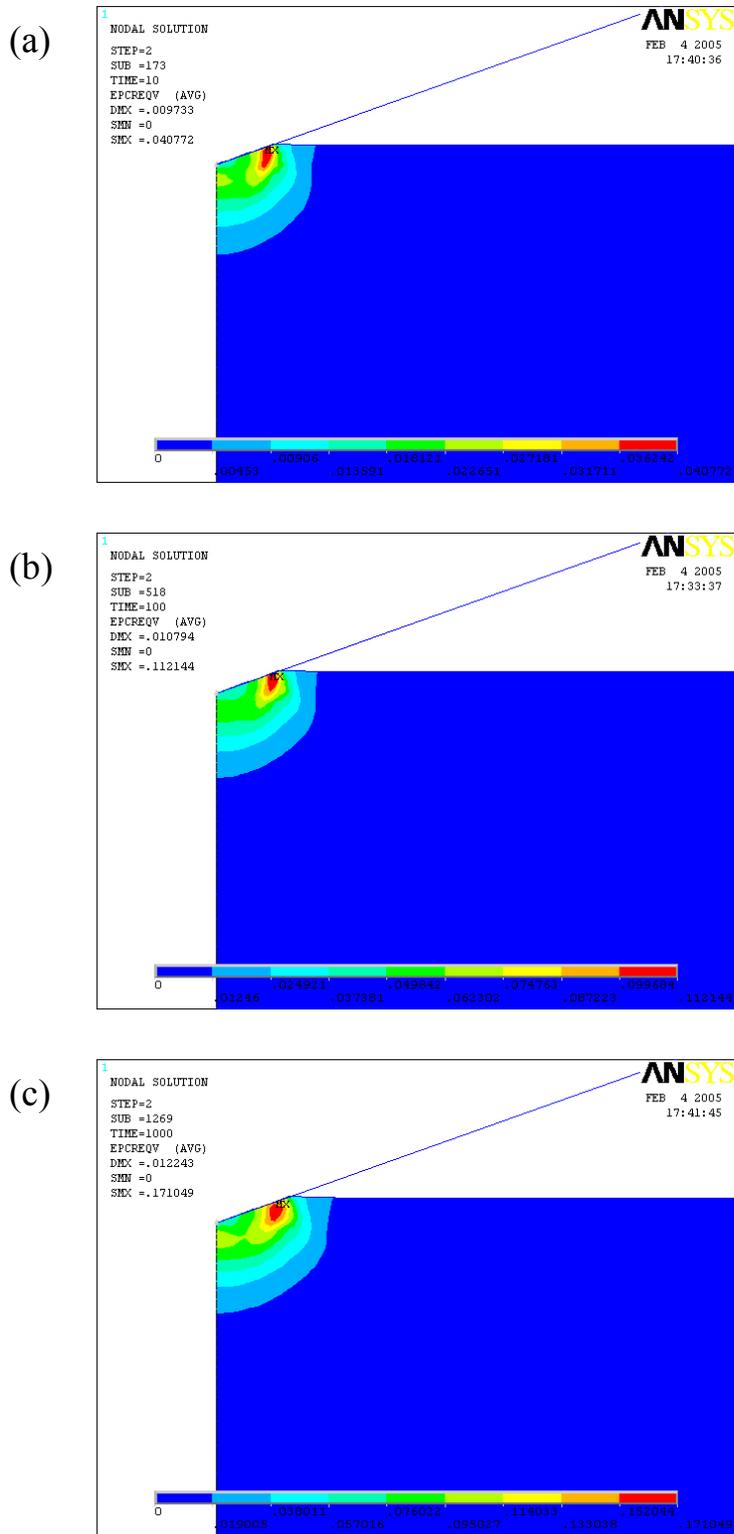


Fig. 4.9 Contours of creep equivalent strain at  $n=8$  (a) $t=10$ , (b) $t=100$ , (c) $t=1000$

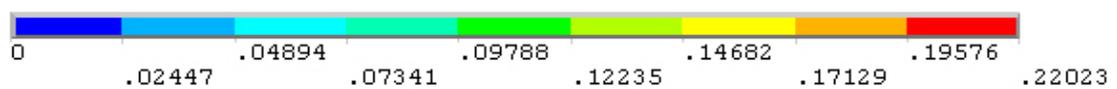
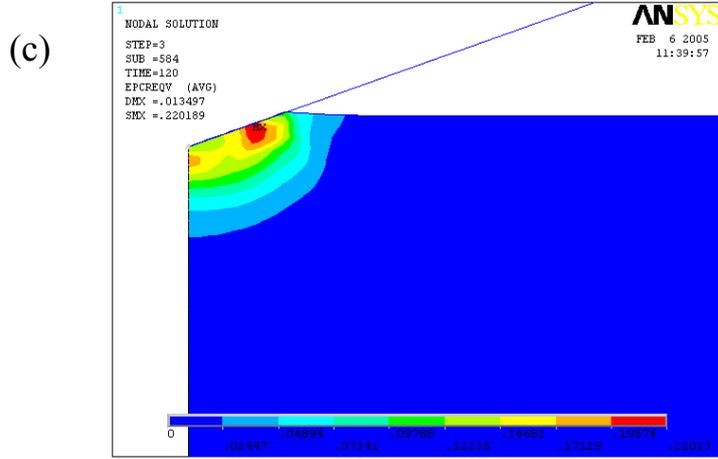
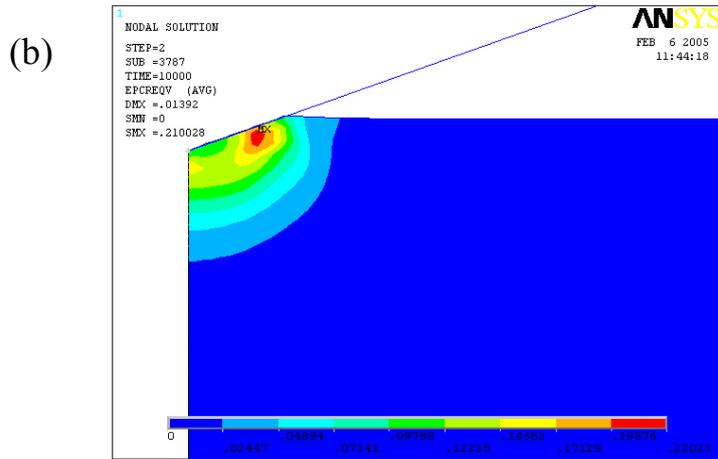
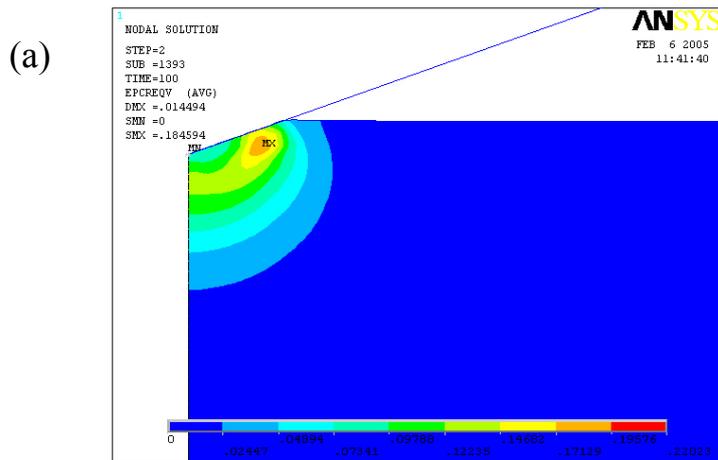


Fig. 4.10 Contours of creep equivalent strain at (a) $n=4$ , (b) $n=8$ , (c) $n=16$

### 4.1.3 変換係数評価結果

ひずみ速度変換係数  $\gamma=1$  と仮定して、各  $n$  の値における  $\alpha$  の値を求めた結果を Fig. 4.11 に示す。物性値として Cr-Mo-V 鋼の応力ひずみ曲線を入力したものと、Sn-37Pb のものを入力したものとに同じような傾向を示し、 $n>2$  の範囲では  $\alpha$  は  $n$  に依存せずほぼ一定の値をとることがわかる。 $n=2$  および  $n=1$  で  $\alpha$  の値が小さくなっているのは、pile-up とは逆の現象で、くぼみの縁付近が沈みこむ sink-in と呼ばれる現象が起きていることによるものと思われる。 $n>2$  の場合はいずれも pile-up を起こしていた。それに従い、 $n>2$  で  $\alpha$  の値の平均をとると、 $\alpha=0.31$  となった。また、 $n=2$  では  $\alpha=0.28$ 、 $n=1$  では  $\alpha=0.13$  となる。

一方、計算された押し込み構成式の定数を用いて、今度は  $\alpha$  の値を変化させて横軸に  $n$ 、縦軸に  $\gamma$  をプロットしたものを Fig. 4.12 に示す。いずれもデータは直線性を示し、 $\alpha$  が大きくなるほど負の方向に、小さくなるほど正の方向に傾きが増していることがわかる。上記で求めた  $\alpha=0.31$  とすると、 $\gamma$  は  $n$  の値に依存することなく、ほぼ  $\gamma \approx 1.1$  という一定値をとることになる。これは 2.2 で推測したとおりの結果で、上記で求めた  $\alpha$  の値が妥当であることを示すひとつの指標であると思われる。また、 $\gamma$  については従来の仮定どおり、 $\gamma=1$  という値を用いて評価しても問題は生じないことがわかった。

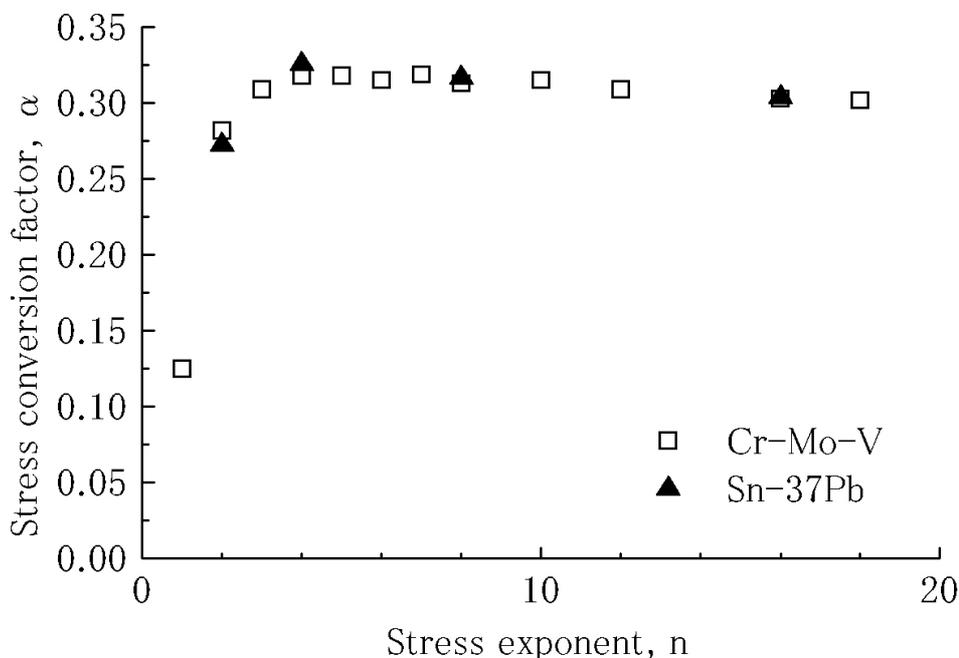


Fig. 4.11  $n$ - $\alpha$  relationships by FEM analysis at constant  $\gamma=1$

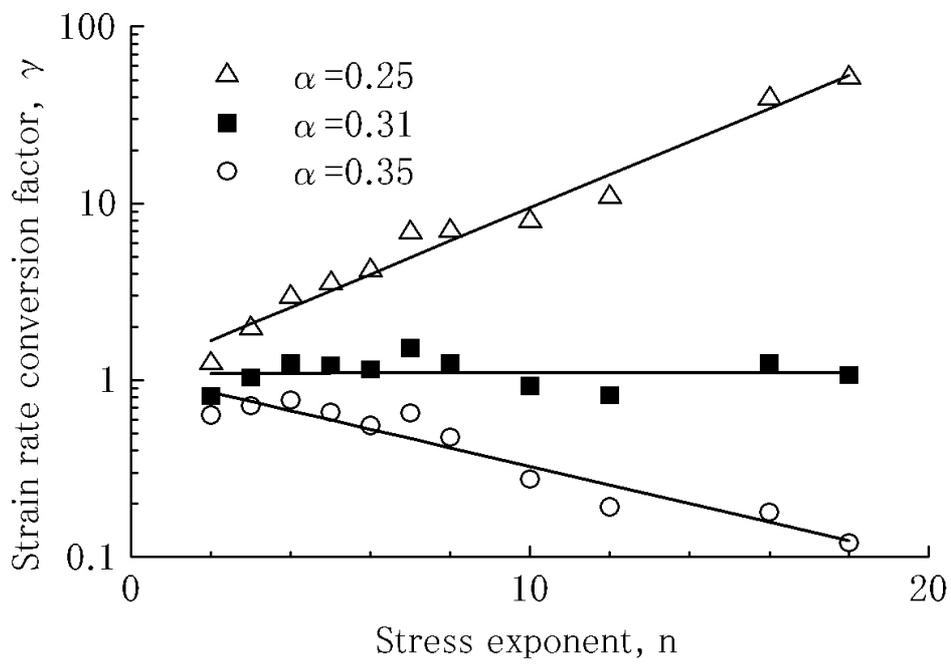


Fig. 4.12  $\gamma$ - $n$  relationships at variety of  $\alpha$

## 4.2 押し込みクリープ試験結果

Sn-37Pb, および Sn-3.5Ag について押し込みクリープ曲線を両対数プロットしたものを Fig. 4.13, Fig. 4.14 に示す. Fig. 4.13 に示すとおり, Sn-37Pb は 15°C の場合  $t=1000\text{s}$  付近で, 40°C の場合  $t=200\text{s}$  付近で傾きに変化している 2 直線として見てとれる. また, Sn-3.5Ag についても, 同様な傾向を示し, 40°C の場合  $t=30000\text{s}$  付近で, 15°C の場合  $t=10000\text{s}$  付近で傾きが遷移していることがわかる. いずれも直線性が成立していることから, 式(2.2)より直線の傾きから応力指数を求めることができる. 最小二乗法により遷移前と遷移後で異なる直線を引き, それぞれの応力指数を求めると, Sn-37Pb は短時間側で  $n=7.30$ , 長時間側で  $n=1.97$  (15°C 時), 短時間側で  $n=5.95$ , 長時間側で  $n=2.05$  (40°C 時) となり, Sn-3.5Ag の方は短時間側で  $n=11.1$ , 長時間側で  $n=4.39$  (40°C 時), 短時間側で  $n=10.48$ , 長時間側で  $n=3.86$  (15°C 時) となった.

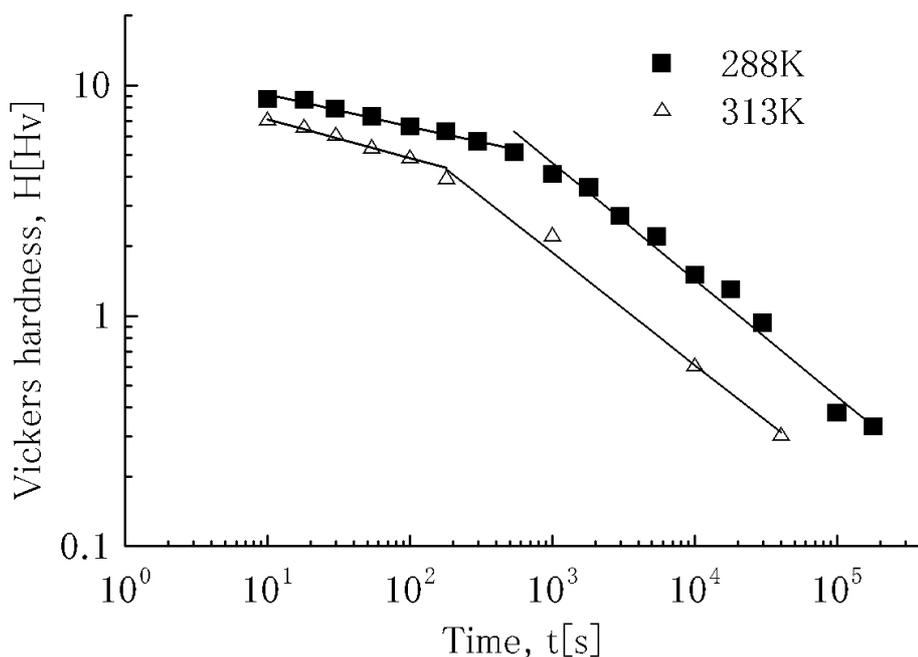


Fig. 4.13 Indentation creep curve of Sn-37Pb

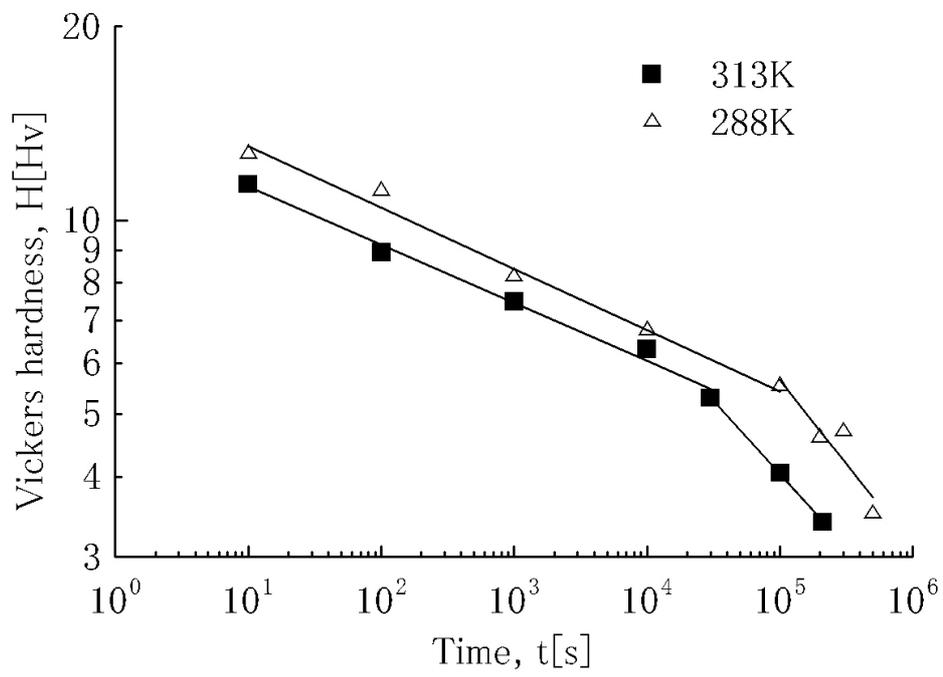


Fig. 4.14 Indentation creep curve of Sn-3.5Ag

### 4.3 クリープ構成式推定結果

上記の押し込みクリープ試験の結果から，2.1 の手法を用いてクリープ構成式を推定した．Sn-37Pb および Sn-3.5Ag における  $n$ ， $\tilde{B}$  の値を Table 4.1 に示す．これと 4.1 で示した有限要素解析結果をもとに  $\alpha=0.31$ ， $\gamma=1.1$  として式(2.17)に代入してクリープ構成式を推定すると，Table 4.2 に示す通りとなった．Sn-37Pb の結果を Fig. 4.15 に，Sn-3.5Ag の結果を Fig. 4.16 に図示する．Sn-37Pb，Sn-3.5Ag ともに 20MPa 付近でクリープ構成式の傾きが遷移している．

推定した構成式から，同一応力におけるクリープひずみ速度のアレニウスプロットを行ったもの（高応力側，低応力側でそれぞれ 2 点ずつ）を Fig. 4.17，Fig. 4.18 に示す．この傾きが  $-Q/R$  に相当することになり，クリープの活性化エネルギー  $Q$  を求めることができる[8]．Sn-37Pb は低応力側で  $Q=49\sim 53$  (KJ/mol)，高応力側で  $Q=62\sim 66$  (KJ/mol) となった．また，Sn-3.5Ag については，低応力側で  $Q=31\sim 37$  (KJ/mol)，高応力側で  $Q=38\sim 44$ (KJ/mol)となった．

Table 4.1  $n$  &  $\tilde{B}$  by indentation creep test

	Low stress region		High stress region	
	$n$	$\tilde{B}$	$n$	$\tilde{B}$
Sn-37Pb 15°C	1.97	$4.92 \times 10^{-5}$	7.30	$1.01 \times 10^{-8}$
Sn-37Pb 40°C	2.05	$2.75 \times 10^{-4}$	5.95	$8.69 \times 10^{-7}$
Sn-3.5Ag 15°C	3.86	$1.26 \times 10^{-8}$	10.48	$2.03 \times 10^{-13}$
Sn-3.5Ag 40°C	4.39	$2.19 \times 10^{-8}$	11.1	$2.11 \times 10^{-13}$

Table 4.2 Estimation constitutive law by indentation creep test

	Low stress region	High stress region
Sn-37Pb 15°C	$\dot{\epsilon} = 1.36 \times 10^{-6} \sigma^{1.97}$	$\dot{\epsilon} = 1.48 \times 10^{-13} \sigma^{7.30}$
Sn-37Pb 40°C	$\dot{\epsilon} = 6.65 \times 10^{-6} \sigma^{2.05}$	$\dot{\epsilon} = 7.61 \times 10^{-11} \sigma^{5.95}$
Sn-3.5Ag 15°C	$\dot{\epsilon} = 1.96 \times 10^{-11} \sigma^{3.86}$	$\dot{\epsilon} = 4.95 \times 10^{-20} \sigma^{10.48}$
Sn-3.5Ag 40°C	$\dot{\epsilon} = 1.60 \times 10^{-11} \sigma^{4.39}$	$\dot{\epsilon} = 2.37 \times 10^{-20} \sigma^{11.1}$

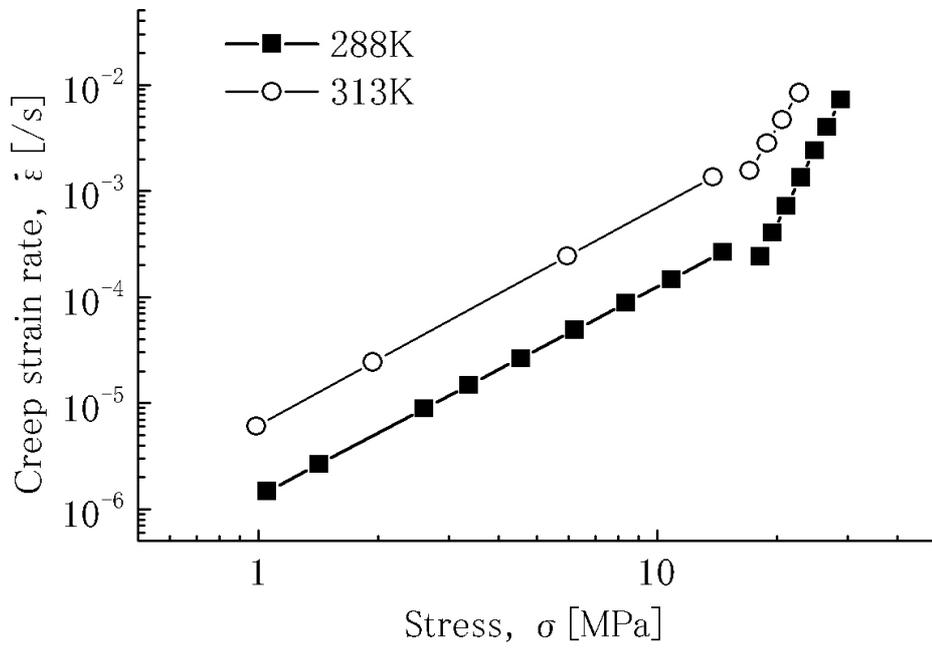


Fig. 4.15 Estimated constitutive law of Sn-37Pb

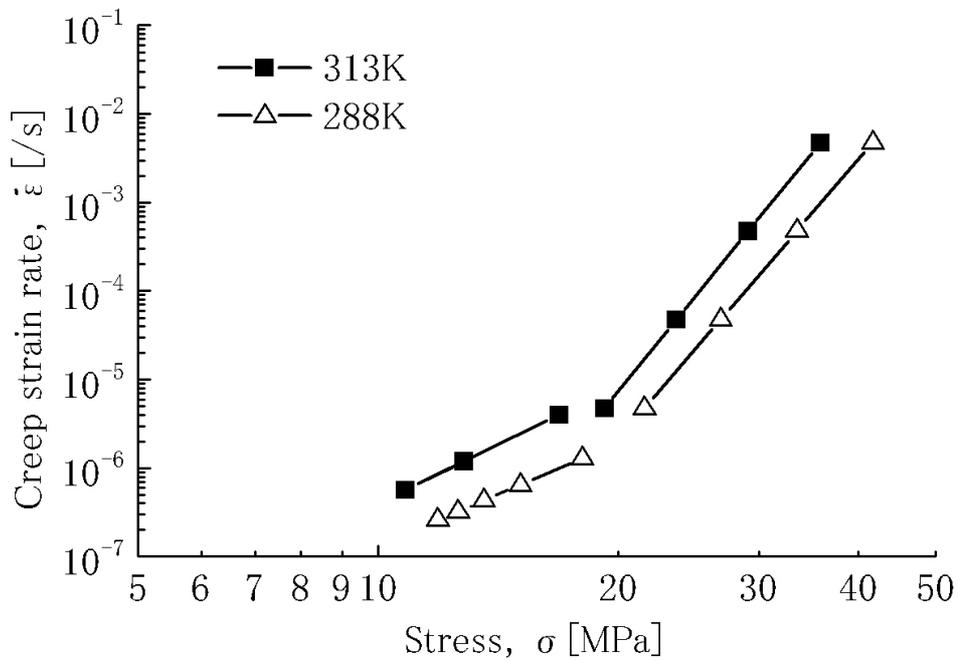


Fig. 4.16 Estimated constitutive law of Sn-3.5Ag

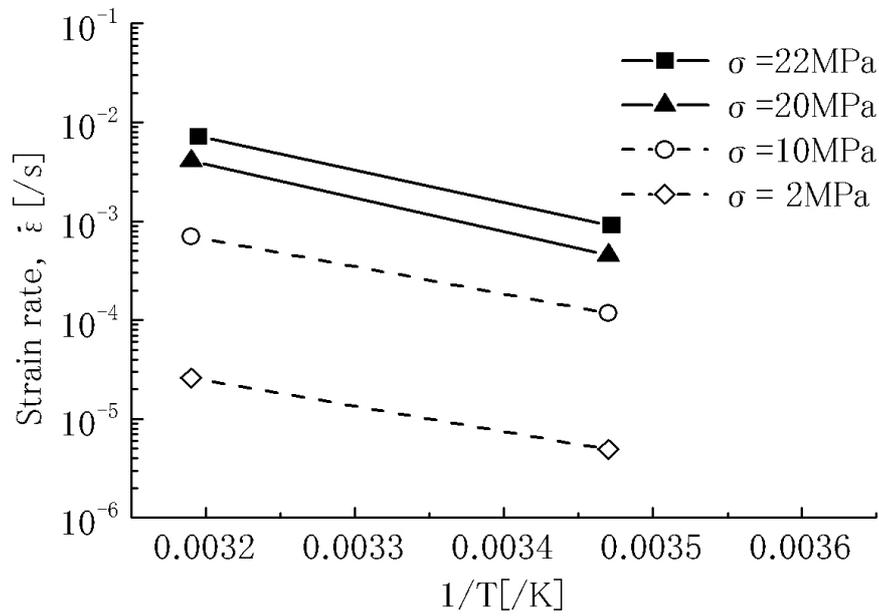


Fig. 4.17 Arrhenius plot for calculation of activation energy of Sn-37Pb by estimated constitutive law

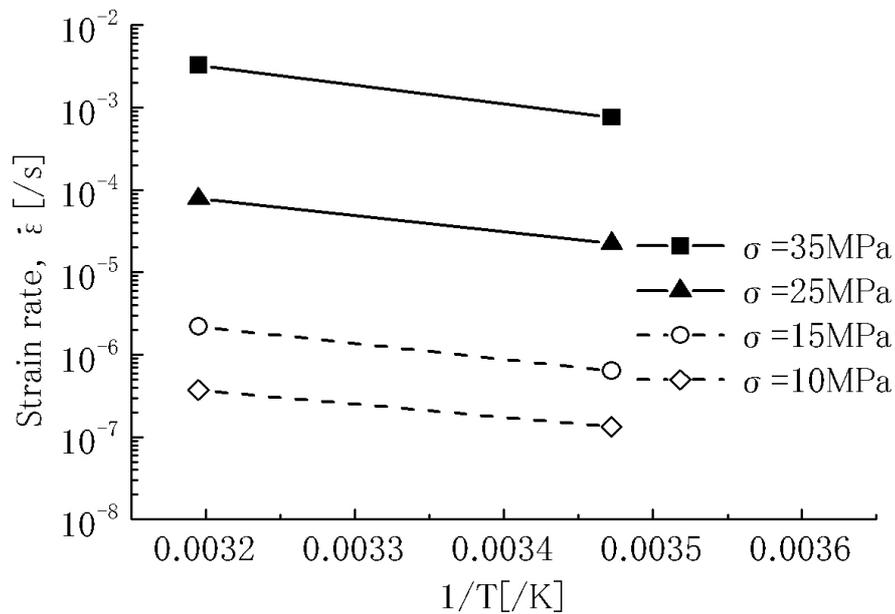


Fig. 4.18 Arrhenius plot for calculation of activation energy of Sn-3.5Ag by estimated constitutive law

## 4.4 引張クリープ試験結果

Sn-3.5Ag の引張クリープ試験の結果として、応力-破断時間関係をプロットしたものを Fig. 4.19 に、クリープひずみ-時間曲線を Fig. 4.20 に示す。いずれの試験データも一次クリープ域はほとんど観測されなかったが、二次クリープおよび三次クリープ域は現れている。二次クリープ域の最小クリープひずみ速度を求め、クリープひずみ速度-応力関係を両対数プロットしたものを Fig. 4.21 に示す。Fig. 4.21 に示したとおり、60°Cのデータは直線に乗っており、Norton 則に適合する。従って直線の傾きから応力指数が求まり、 $n=9.69$  となる。また、15.2MPa のクリープひずみ速度をアレニウスプロットすることで、活性化エネルギー $Q$ を求めると、 $Q=52(\text{KJ/mol})$ となった。これらは、Sn-3.5Ag の推定構成式の高応力側の値とほぼ同等の値である。

また、破断した試験片を Fig. 4.23 に、破断面の写真を Fig. 4.24, Fig. 4.25 に、試験片平行部の写真を Fig. 4.26, Fig. 4.27, Fig. 4.28 に示す。Fig. 4.26 は試験前の写真、Fig. 4.27 は 15.2MPa で、Fig. 4.28 は 9.4MPa で破断した後の写真である。15.2MPa で破断した試験片について見てみると、破断面には多数の空孔が見られ、また、試験片平行部表面にも大きなキャビティやき裂が確認された。従って試験片は粒内破壊をしたものと思われる。一方、9.4MPa で破壊した試験片表面には粒界三重点にくさび型き裂が確認でき、粒界破壊で破壊している可能性が高い。

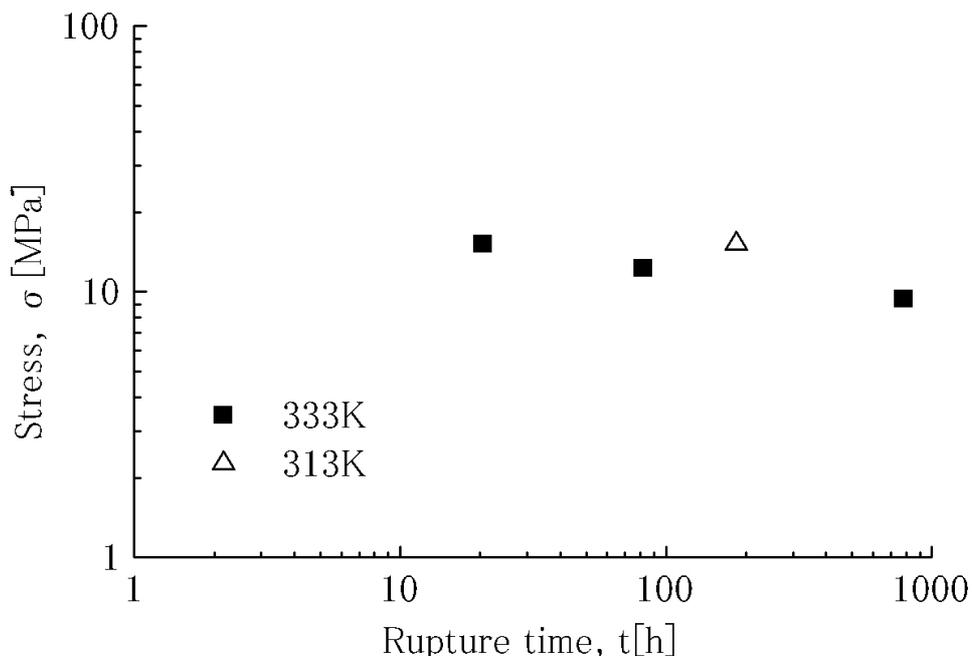


Fig. 4.19 Rupture curve of Sn-3.5Ag by tension creep test

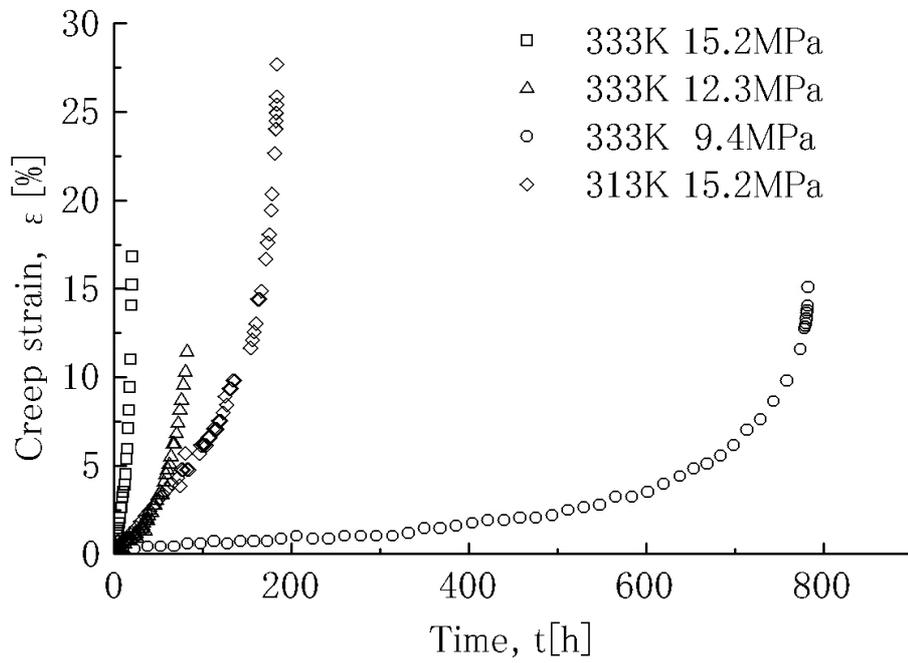


Fig. 4.20 Creep strain-time curve of Sn-3.5Ag by tension creep test

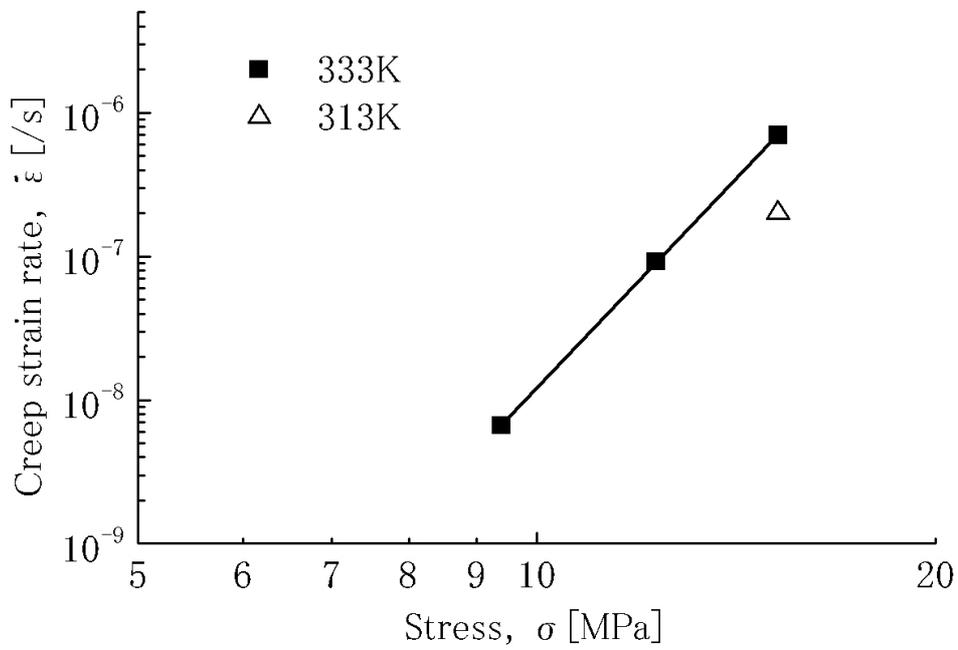


Fig. 4.21 Creep rate-stress plot by tension creep test

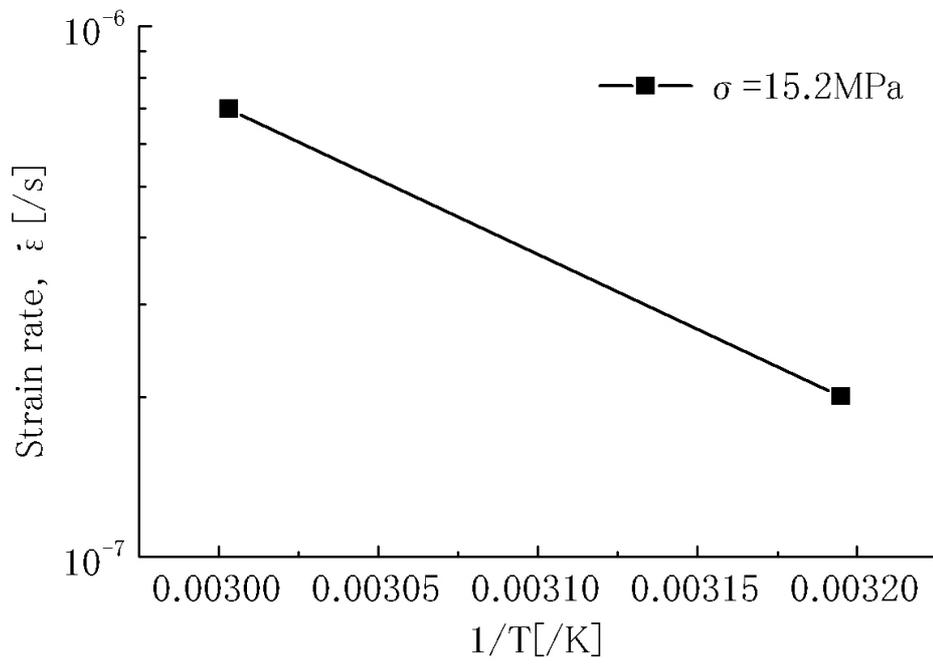


Fig. 4.22 Arrhenius plot for calculation of activation energy of Sn-3.5Ag by tension creep

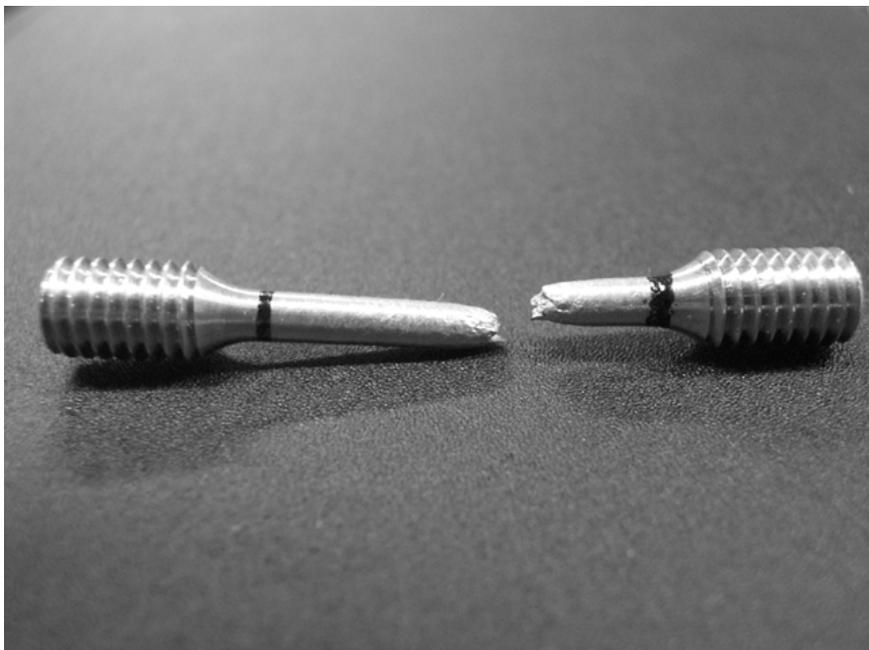


Fig. 4.23 Ruptured specimen by tension creep test



Fig. 4.24 Cross-section of the ruptured specimen

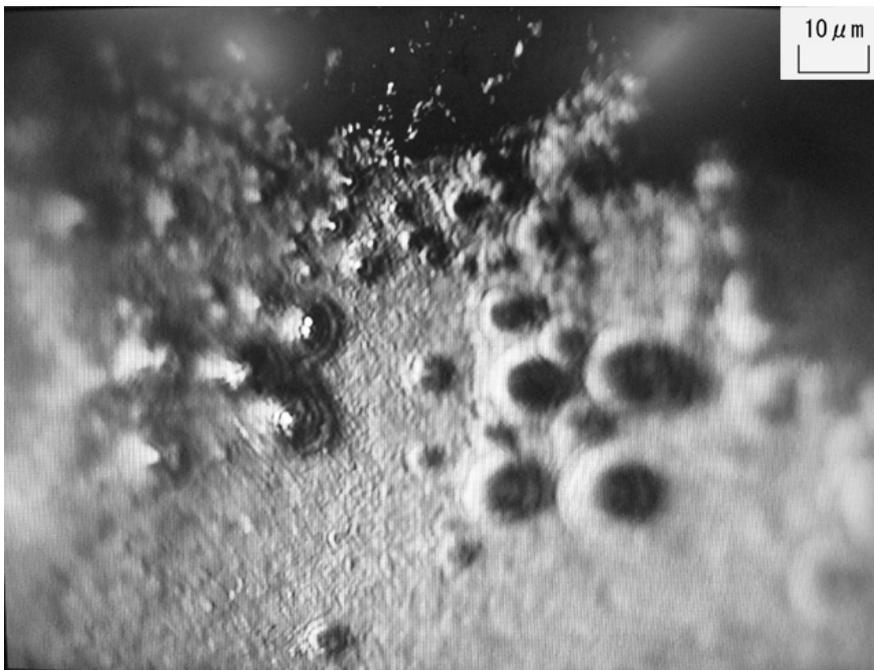


Fig. 4.25 Fracture surface of the ruptured specimen ( $\sigma = 15.2\text{MPa}$ )

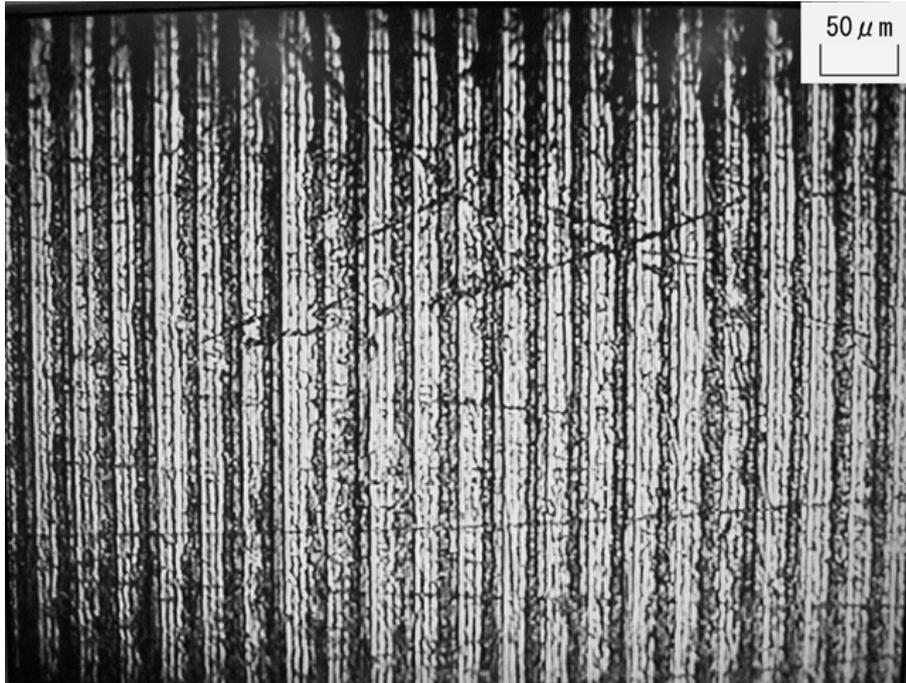


Fig. 4.26 Surface of the specimen before creep test

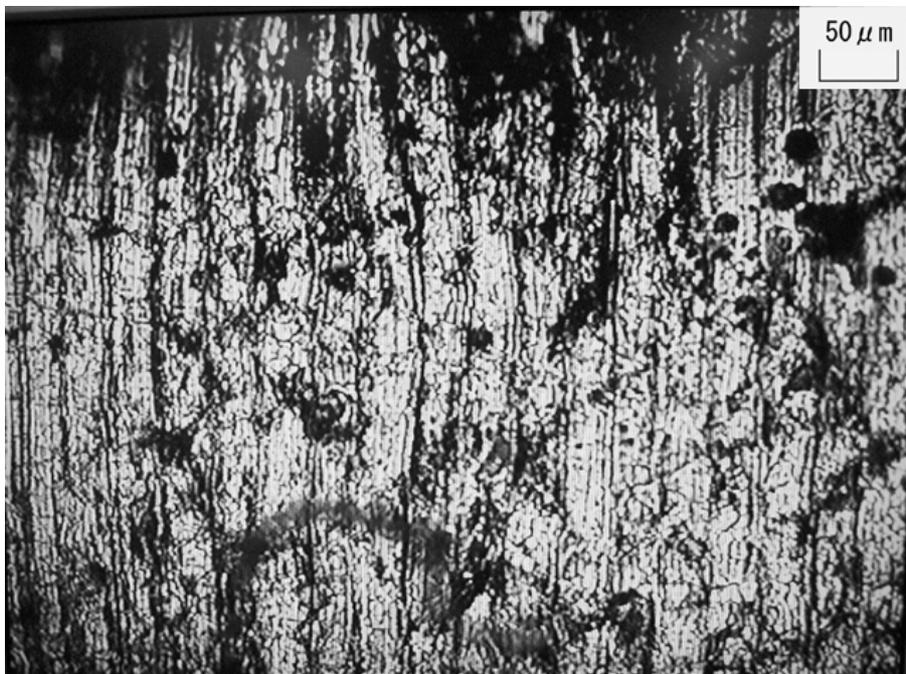


Fig. 4.27 Surface of the specimen after the rupture ( $\sigma = 15.2 \text{ MPa}$ )

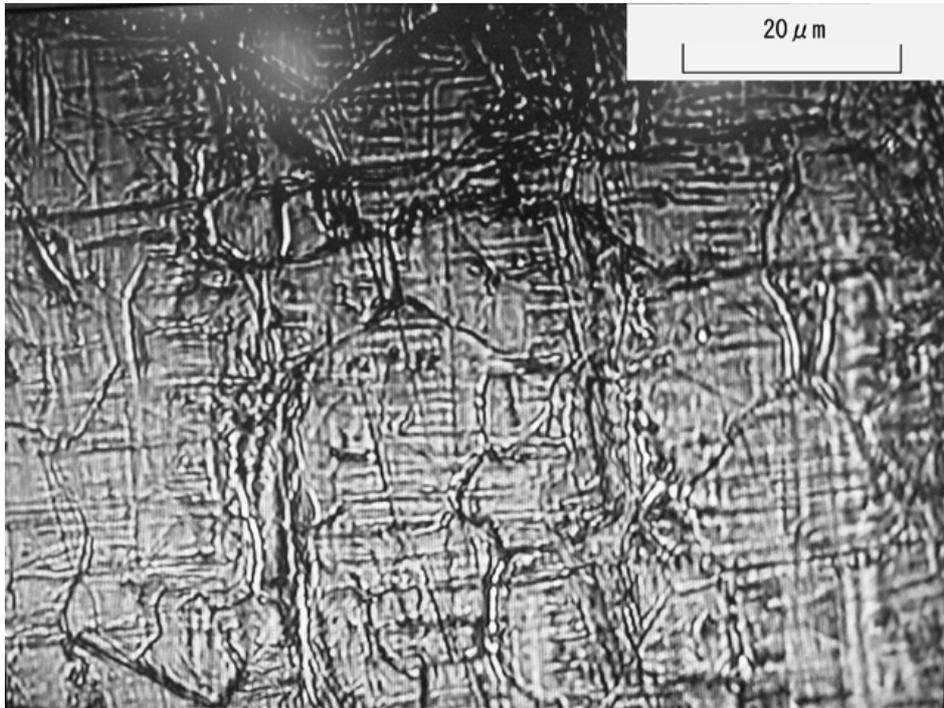


Fig. 4.28 Surface of the specimen after the rupture ( $\sigma = 9.4\text{MPa}$ )

## 4.5 試作試験機による押し込みクリープ試験結果

試作試験機により押し込みクリープ試験を行って得られた硬さ-時間関係を両対数プロットしたものを Fig. 4.29 に示す. 実験データは直線性を示しており, 式(2.2)から  $n$  を求めると,  $n=15.9$  となった. これは村上[7]の結果  $n=16.8$  とほぼ一致する.

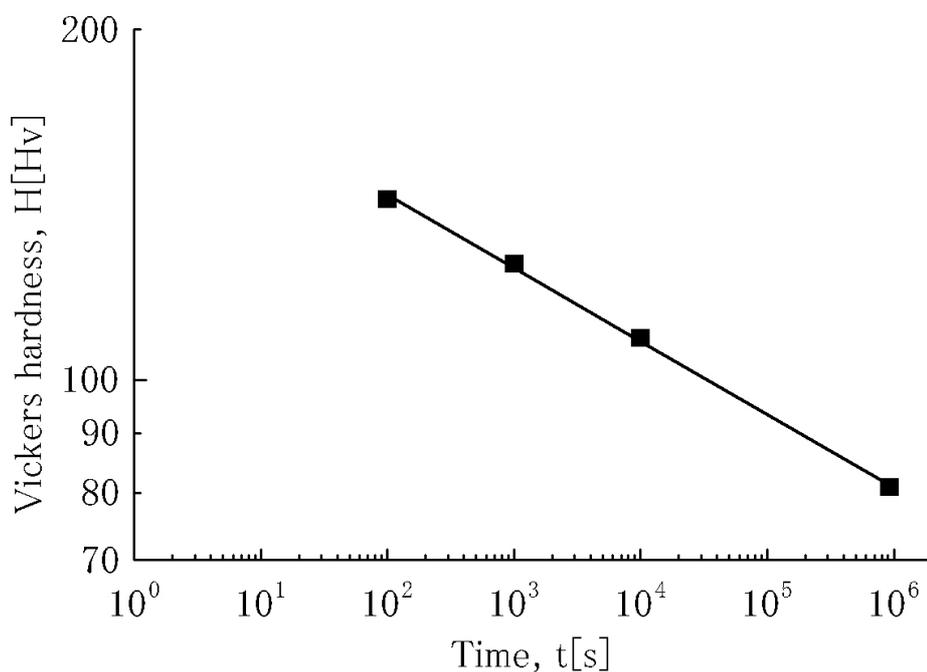


Fig. 4.29 Indentation curve of Cr-Mo-V steel by indentation-test pilot machine

## 第5章 考察

本章では第4章で得られた解析結果および実験結果について考察を行う。

### 5.1 有限要素解析について

#### 5.1.1 変換係数の検証

有限要素解析により、応力変換係数  $\alpha=0.31$ ，ひずみ速度変換係数  $\gamma=1.1$  と求められたが，この値の妥当性を検証する。

Table 4.1 に示した Sn-3.5Ag の高応力領域における  $n$  と  $\tilde{B}$  の値と，Fig. 4.21 の引張クリープ試験の結果 ( $\sigma$ ， $\dot{\epsilon}$  の値)，および  $\gamma$  の値から式(2.17)を使って  $\alpha$  の実験値を求めると， $\alpha=0.30$  となる。また，Fig. 4.29 に示した Cr-Mo-V の押し込みクリープ試験結果と，Fig. 5.2 に示す引張クリープ試験結果の最も高応力な点のデータを使って同様に  $\alpha$  を求めると  $\alpha=0.35$  となる。これらの値は有限要素解析で求めた値とほぼ一致している。

$\alpha=0.31$ ， $\gamma=1.1$  として求めた構成式と，それぞれの引張クリープ試験の結果を比較したものを Fig. 5.1，Fig. 5.2 に示す。Sn-3.5Ag については，推定構成式の延長上に引張クリープ試験のデータが乗っている。また，Cr-Mo-V の場合の方は，Sn-3.5Ag の場合に比べて  $\alpha$  の実験値と解析値の差異が大きい分，クリープひずみ速度を過小評価しているが，総じて高応力側のデータと良く対応している。よって，有限要素解析によって得られた  $\alpha$  および  $\gamma$  の値は妥当であり，引張クリープ試験を行うことなく，押し込みクリープ試験のみからクリープ構成式を推定することが可能となったといえる。

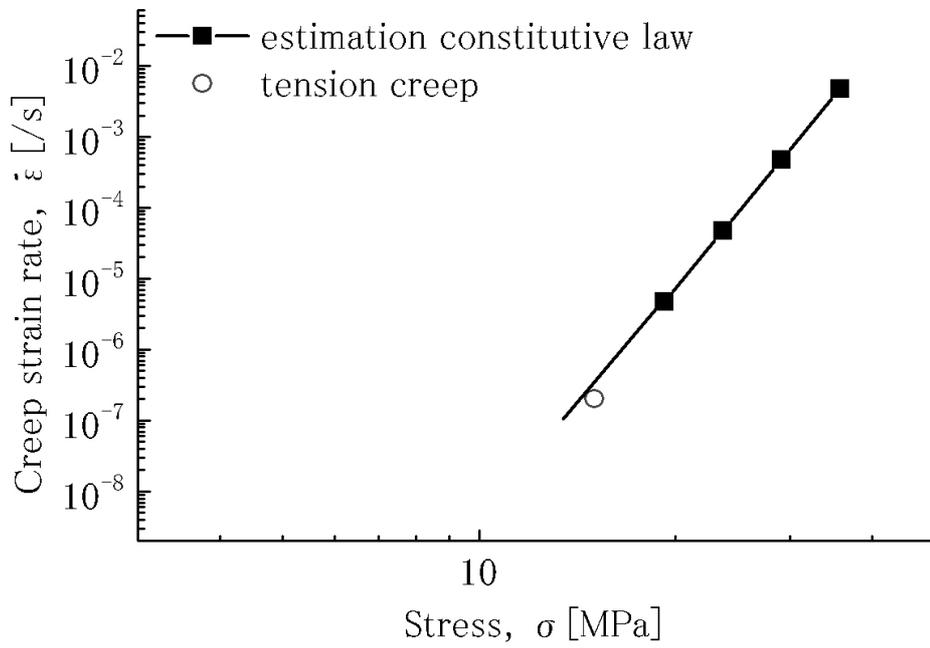


Fig. 5.1 Comparison of estimation constitutive law and experimental data of Sn-3.5Ag at 40°C

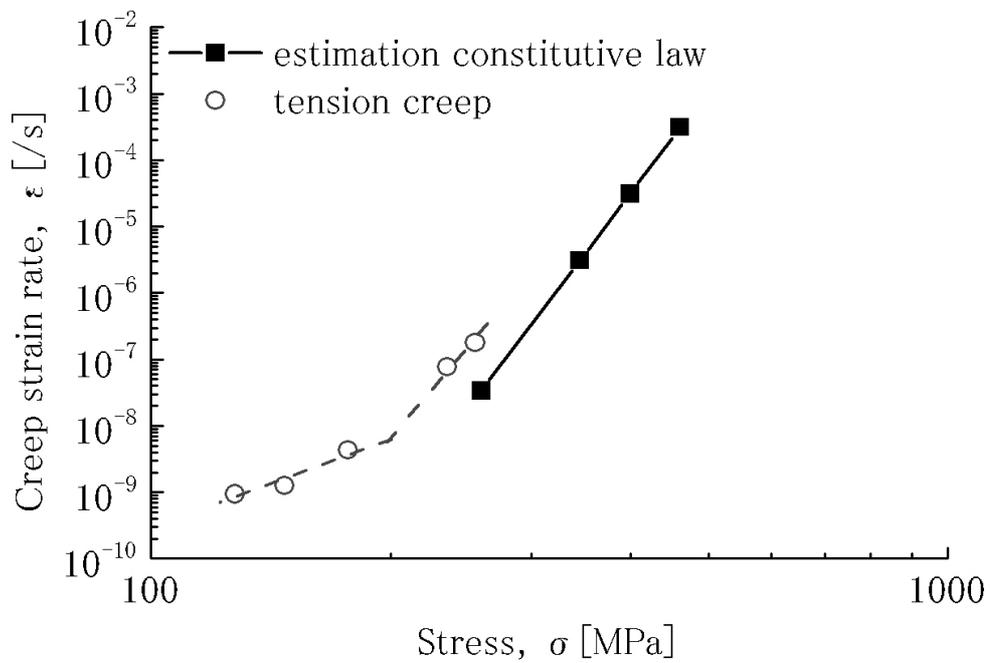


Fig. 5.2 Comparison of estimation constitutive law and experimental data of Cr-Mo-V at 40°C

### 5.1.2 圧子直下の応力分布について

有限要素解析の結果から、前項で検証した  $\alpha=0.31$  という結果について考察を行う。Fig. 4.7 に示したとおり、押し込みクリープ中の圧子直下の相当応力の分布形状は荷重保持時間が増加しても変化せず、同心円状で相似性を保っている。荷重保持時間 10, 100, 1000s について、それぞれ硬さが  $H=186, 148, 112$  (Hv) であるのに対し、圧子直下の最大相当応力は  $\sigma_{\max}=648, 545, 404$  (MPa) であり、最大相当応力に対する硬さの割合を計算すると、いずれの場合も  $H/\sigma_{\max} \doteq 0.28$  となる。このことから、式(2.14)中の  $\sigma$  はある応力分布における相当応力場の代表値として考えることができる。圧子直下の応力場は一様ではなく、微視的にみればそれぞれの部位によって異なるクリープひずみ速度を持つことになるが、Fig. 4.9 によるとクリープひずみは主に圧子直下縁付近に集中しており、押し込みクリープはこの領域のクリープ変形によって律速していると思われる。その領域の相当応力は、圧子接触部から離れていることで、最大相当応力よりも少しだけ低い値となっているため、 $\alpha=H/\sigma$  は 0.28 よりもわずかに大きな、0.3 程度の値になっているものと思われる。

## 5.2 低応力側のクリープ構成式推定手法について

### 5.2.1 推定構成式の検証

4.3 で推定したクリープ構成式の妥当性について検証するため、他の一軸引張クリープ試験およびジョイントによるクリープ試験の結果と比較を行った。Sn-37Pb についてはデータ数を多く採取できた 15°C のデータを、Sn-3.5Ag については、他の比較データと試験温度に近い 40°C のデータを用いた。Fig. 5.3 に Sn-37Pb の結果を、Fig. 5.4 に Sn-3.5Ag の結果を示す。実線が推定した構成式、破線が比較データである。比較データは、Sn-37Pb については Ross ら[16]、高橋ら[17]、高田ら[18]、Daveaux ら[19]の結果を、Sn-3.5Ag については Song ら[20]、Mathew ら[21]の結果および本研究で行った引張試験データを用いた。

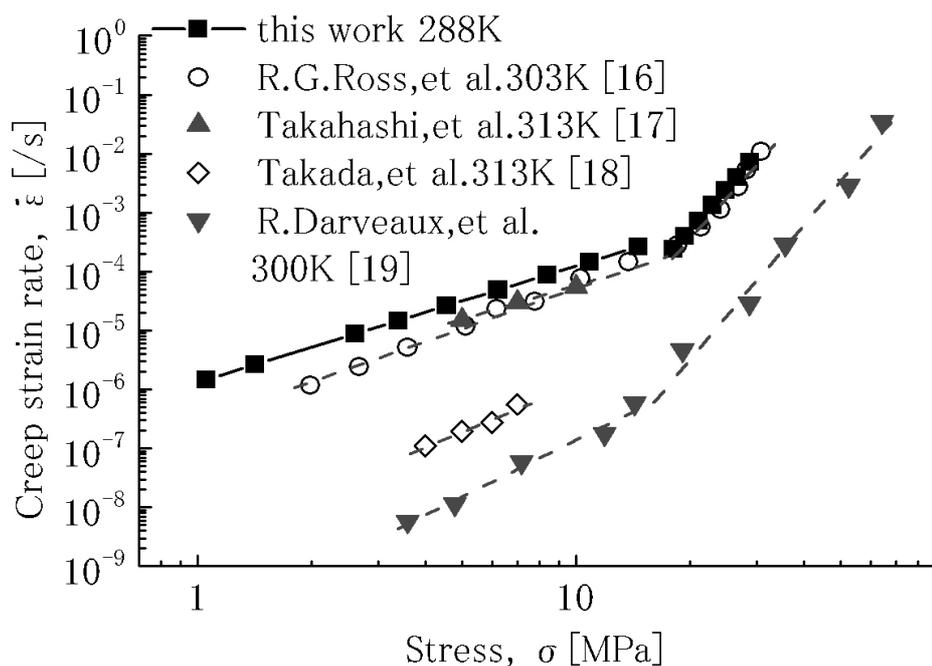


Fig. 5.3 Comparison of estimated and measured  $\sigma - \dot{\epsilon}$  plot of Sn-37Pb

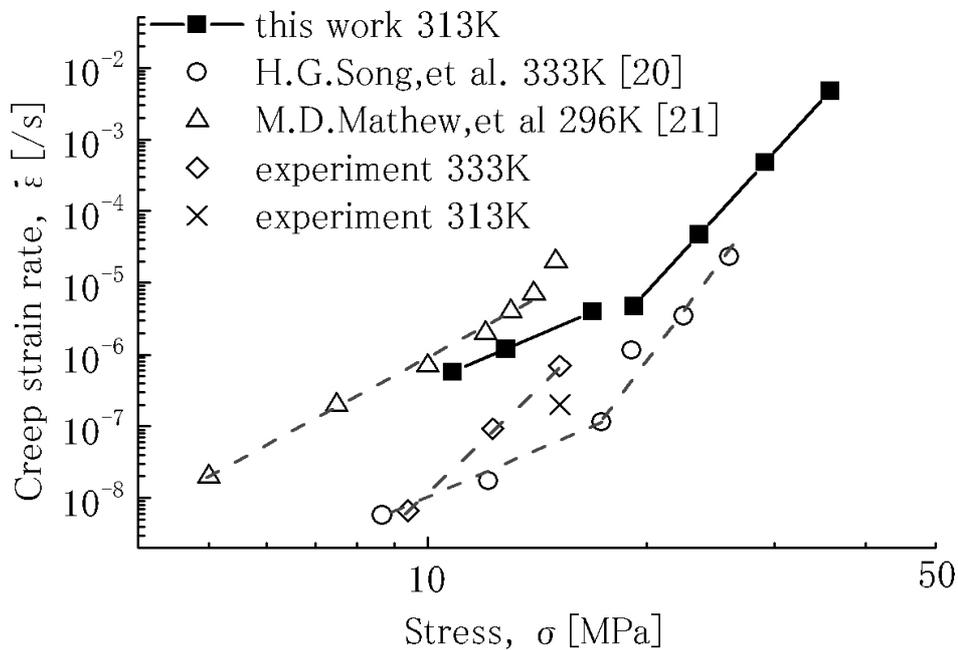


Fig. 5.4 Comparison of estimated and measured  $\sigma - \dot{\epsilon}$  of Sn-3.5Ag

(i) Sn-37Pb について

まず Sn-37Pb について見てみると、推定した構成式は Ross ら、高橋らのデータとはよい一致を示しているが、高田らや Daveaux らの結果とはクリープひずみ速度が異なる。しかし、Sn-37Pb は粒径の大きさによりクリープひずみ速度に大小の差が生じることが Avery と Backofen[22]によって示されており、推定構成式と他の試験結果とのクリープひずみ速度の違いはそのためによると考えられる。粒径の大きさは主に冷却速度および時効時間に依る。高田らの結果とは低応力側と応力指数、Daveaux らの結果とは遷移応力および各領域での応力指数の値がほぼ一致していることから、本研究での推定結果はクリープ構成式の遷移現象自体は正しく反映していると思われる。また、高橋らのデータについては本研究での試験と同一のはんだ材を使用して行われた試験結果であることから、推定した構成式の妥当性が示されたことになる。

推定構成式の低応力側の応力指数は  $n=1.97$  となっているが、 $n=2$  のときは超塑性変形でクリープ変形が進展しているということが知られている[8]。Sn-37Pb が低応力下において超塑性を示すという報告は多数あり[16][22]、本研究で推定した低応力側の結果の妥当性を示しているといえる。また、Fig. 5.7~Fig. 5.10 にそれぞれ荷重保持時間が 10, 300, 3000, 10000s 時の圧痕の光学顕微鏡写真を示すが、10s, 30s 時には圧痕の形状が樽型で pile-up の様相を呈しているのに対し、3000s, 10000s は圧痕の形状が鼓型で sink-in

している様子がわかる。pile-up, sink-in 時の圧痕の模式図を Fig. 5.5 に示す。図にあるように、pile-up 時は圧痕の形状は樽型に、sink-in 時は鼓型になる。この変化は 1000s 付近を境に生じており、押し込み構成式の遷移と対応している。また、4.1 で述べたように、sink-in が起こるのは応力指数が  $n=2$  以下となった時である。 $n=2$  および  $n=7$  時の有限要素解析による変形状を Fig. 5.6 に示す。これらのことから、押し込みクリープ試験中にクリープ律速機構が転位クリープから超塑性に遷移し、 $n$  が約 7 から 2 まで減少したことで、圧痕の形が pile-up から sink-in に変化したと考えることができる。従って、押し込みクリープ試験でも、クリープ律速機構の遷移が確かめられたといえる。

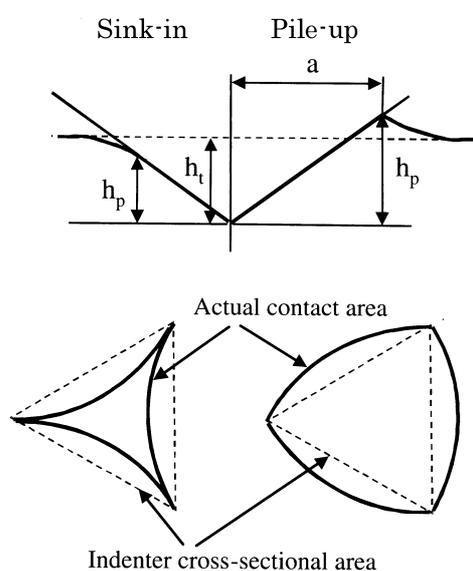


Fig. 5.5 Effect of sink-in and pile-up on the impressio[14]

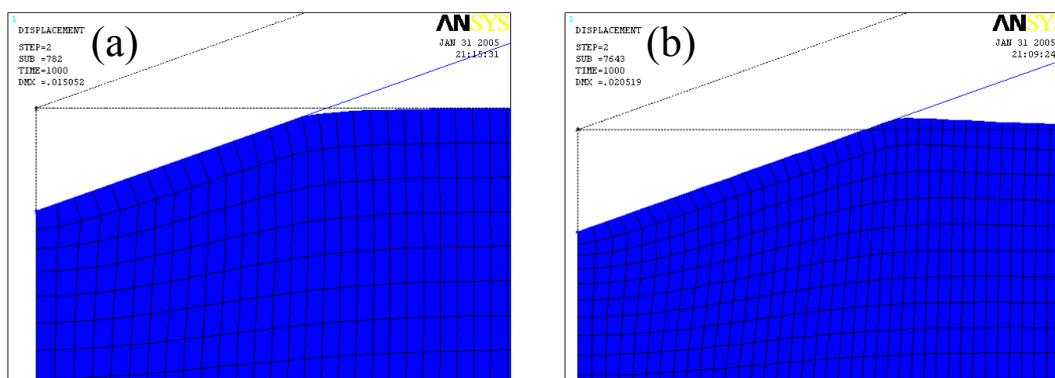


Fig. 5.6 Sink-in and pile-up by FEM analysis of indentation creep test model (a) $n=2$ , (b) $n=7$

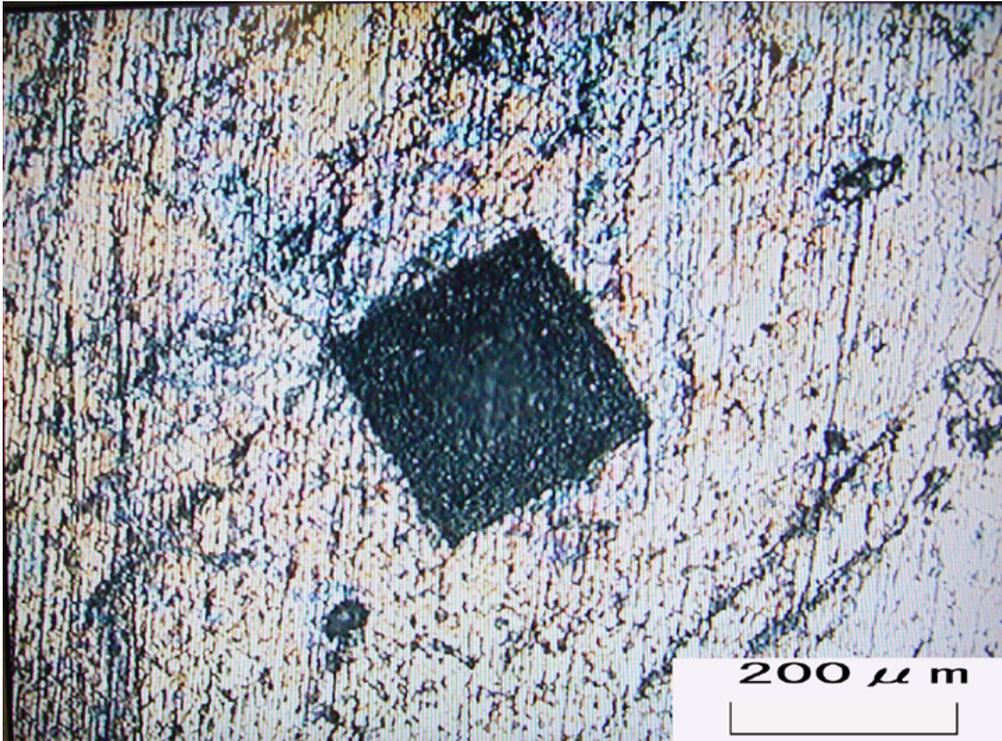


Fig. 5.7 Impressio of Sn-37Pb at 10s

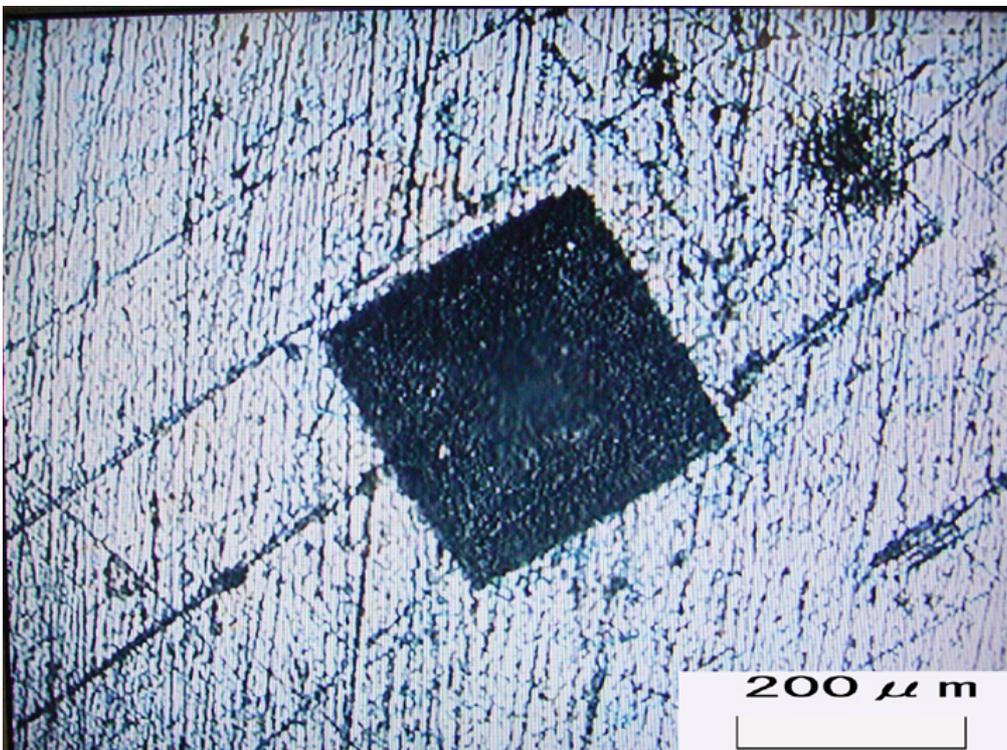


Fig. 5.8 Impressio of Sn-37Pb at 300s

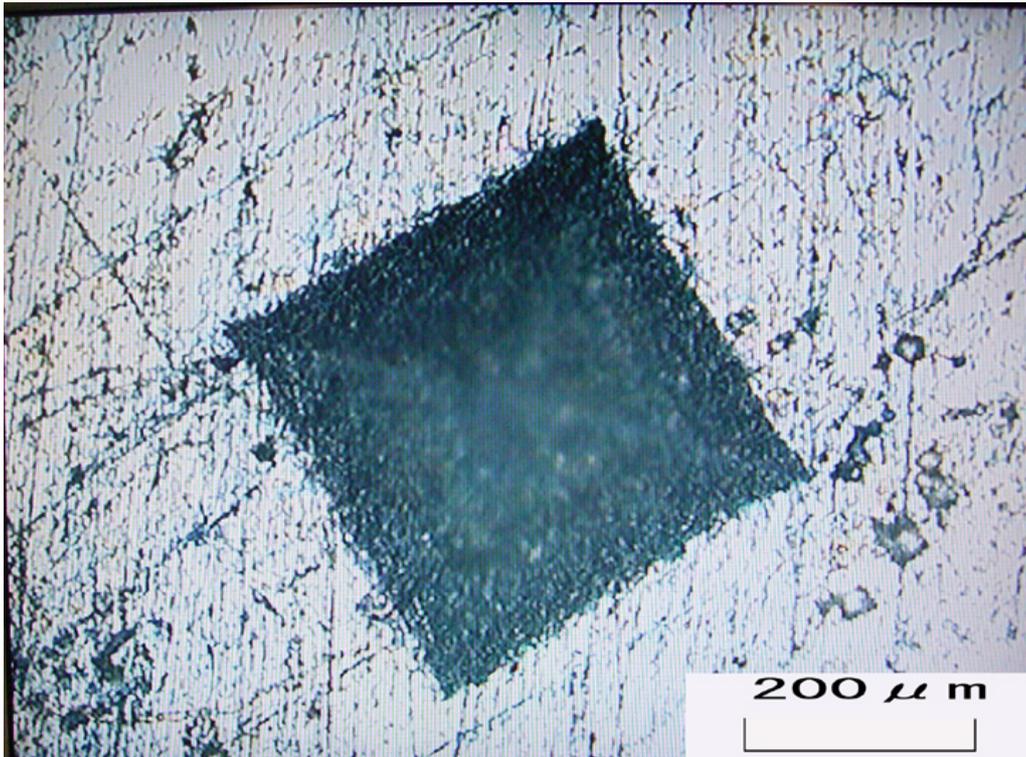


Fig. 5.9 Impressio of Sn-37Pb at 3000s

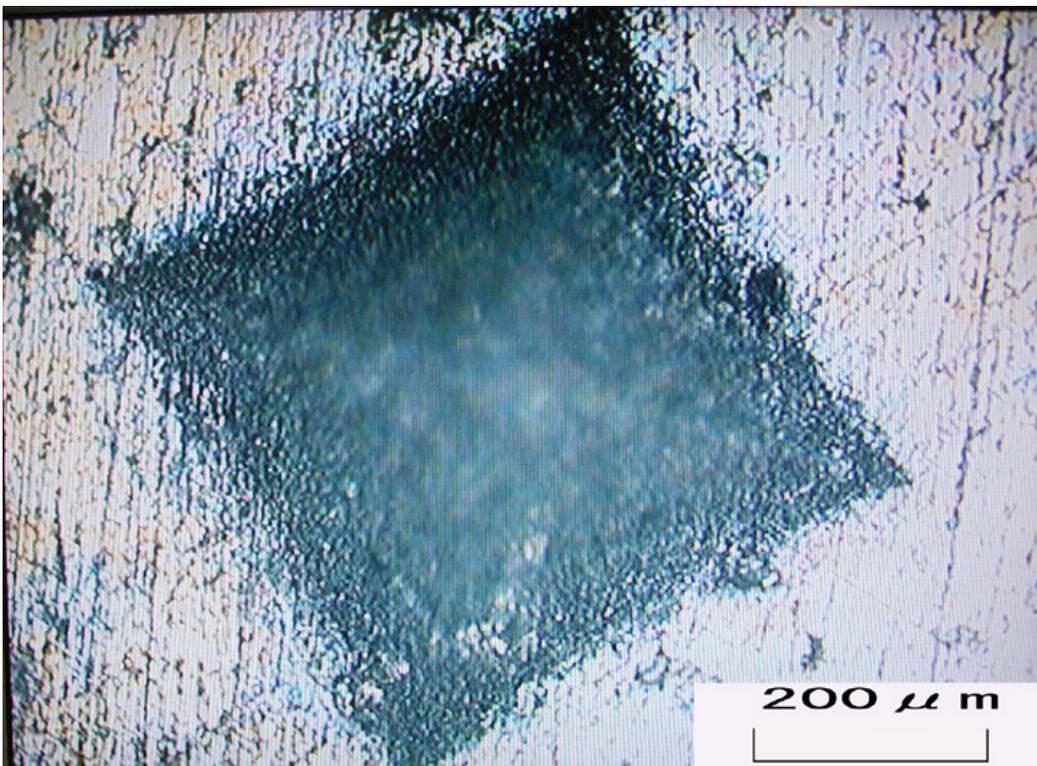


Fig. 5.10 Impressio of Sn-37Pb at 10000s

## (II) Sn-3.5Ag について

次に, Sn-3.5Ag について見ると, 推定した構成式は, 低応力側の結果は Mathew らと, 高応力側の結果は Song らの結果と良い一致を示している. また, クリープひずみ速度の絶対値については差が見られるものの, 遷移応力および応力指数については Song らとほぼ同じ結果となっている.

一方, 本研究で行った引張クリープ試験の結果と推定した構成式を比較すると, 推定構成式では既に遷移が起きている 20MPa 以下の領域であっても, 引張クリープ試験では応力指数が低くならず, 直線の傾きが急なままであった. 破断した試験片の観察の結果によると, 15.2MPa, 12.3MPa のデータでは粒内破壊をしており, 今回行った引張クリープ試験においてはこの領域も高応力側であったと思われる. しかしながら 9.4MPa の引張クリープ試験では粒界破壊の兆候が見られたことから, 折れ曲がり (遷移) はまだ見られなかったものの, Sn-3.5Ag はおおよそ 9MPa 前後で遷移点があるものと考えられる. 従って, 押し込みクリープ試験により推定された構成式と引張クリープ試験のデータでは遷移応力にずれが生じている可能性がある. これは, 押し込みクリープ試験が局所のクリープ特性を測定しているのに対し, 引張クリープ試験ではマクロ的なクリープ特性を測定していることになる, ということに問題があるものを思われる. ほんだについては, 微小試験片での試験と直径の大きいバルク材で試験結果が異なるという報告があり[19], 寸法効果を考慮した手法を開発する必要もあると考えられる.

## (III) まとめ

上記の考察結果から, クリープ律速機構の遷移に対応した現象は押し込みクリープ試験でも現れるものと思われる. 従って, 押し込みクリープ試験でも, 低応力側のクリープ構成式を推定できることがわかった. しかしながら, 遷移応力が一致するかどうかについては, 研究の余地がある.

## 5.2.2 今後の展望

本研究では、低応力側のクリープ構成式を推定する手法について検討を行ってきたが、今回ははんだ材の場合について可能であると示すにとどまった。今後の展望としては、実際に低応力側のクリープ構成式を必要とするような材料、例えばボイラ材やタービン材などに本手法を適応し、低応力側の構成式が推定可能であることを確かめる必要があると思われる。

タービン材である Cr-Mo-V 鋼については本研究でも長時間の押し込みクリープ試験を実施したが、約 240 時間経過後であっても構成式の遷移は生じていなかった。この時点での硬さの値は  $H=80$  であり、これから有限要素解析で求めた  $\alpha=0.31$  を使って、圧子下の相当応力の代表値  $\sigma$  を求めると、 $\sigma=H/\alpha=259$  (MPa) となる。Cr-Mo-V 鋼の遷移応力は 200MPa であるため[7][9], まだ遷移応力まで到達していなかったことがわかる。押し込みクリープ試験による硬さの低下の速度は、式(2.2)からわかるとおり、 $n$  の値が大きいくほど遅くなる。Cr-Mo-V 鋼の場合は高応力側で  $n=14\sim 20$  と特に高い値をとることから、単純に荷重を保持しているだけでは、なかなか遷移応力まで到達しない可能性がある。従って、Cr-Mo-V 鋼のように応力指数が高い材料に対しても、低応力側の構成式を短時間で得られるような、加速試験が提案できれば望ましい。また、インプレッション法[6]であれば、初期状態から低応力での試験を行うことも可能である。試作した変位測定式の押し込みクリープ試験機が完成すれば、圧子の交換によりインプレッション法、スモールパンチ試験などの各種押し込み試験が可能となるので、低応力側推定の試験手法についてさらなる展開も期待できるものと思われる。

また、Sn-3.5Ag については押し込みクリープ試験から推定した構成式と、引張のクリープ構成式で、遷移応力が異なった。これについては、径の大きい試験片での引張クリープ試験ではそもそも構成式の遷移が起きない、といった可能性も残っているため一概にいうことはできないが、調査を継続するなり、さらに異なる材料で調べるなどして確認が必要である。

## 第6章 結論

本研究では、現状の押し込みクリープ試験によるクリープ構成式推定法の問題点を解決するため、有限要素解析を行い、応力変換係数  $\alpha$  およびひずみ速度変換係数  $\gamma$  を求めることを試みた。また、応力レベルによってクリープ律速機構が遷移する材料に対して押し込みクリープ試験を行い、低応力側のクリープ構成式を推定できるかどうかの検討を行った。その結果を次に示す。

- 1) 有限要素解析を行うことにより、応力変換係数  $\alpha$ 、およびひずみ速度変換係数  $\gamma$  を求めた。実験によりこれらの値の妥当性が確かめられ、引張クリープ試験を行うことなくクリープ構成式の推定が可能となった。
- 2) はんだ材である Sn-3.5Ag と Sn-37Pb に対して押し込みクリープ試験を行い、クリープ律速機構の遷移と対応した遷移現象が押し込みクリープ試験でも現れることを確認し、低応力側のクリープ構成式推定の手法を示した。

# あとがき

## 謝辞

本研究は、東京大学工学部機械工学科、酒井信介教授の御指導のもとに遂行されたものであり、研究にいまひとつ適正の無い私に懇切丁寧にご教示して頂いた先生には本当に感謝の念に堪えません。また、時に厳しく、時に親身になって私を導いて下さった泉講師、実験の準備や設計について色々相談に乗って下さったり、研究室の環境を整えて下さった岩崎助手に心から感謝いたします。

酒井先生には、いろいろと忙しい中、電中研や青山大学、神戸工業試験場等と一緒に行っていただき、私の研究が滞りなく行えるようサポートをしていただきました。電力繋がりで、もしかしたらさらに将来に渡ってお世話になることになるかもしれませんが、その時はよろしく願いいたします。

修士になってからこの酒井・泉研究室に移ってきた私にとって、泉先生の指導の下に行われる毎週の研究会はなかなか刺激的でした。毎週何かしらの成果を報告しないとけない、というのは最初の頃こそ苦痛でしたが、最終的にはそれが研究するということなのだ、と感じるようになりました。自分の発表の回は毎回つらかったですが…。修士の自覚、というものを多少でも持つことができたのは、泉先生のおかげだと思っております。ぬるま湯につかったまま社会に出ることにならなくて本当に良かったです。

岩崎さんとは酒井研に来た時期で言えば同期とも言えるわけですが、それに加えて基本的に6階にいる、ということで、割と気軽に何でも相談できて助かりました。だんだんと研究室での発言力も増してきて重鎮になっていくことになるとは思いますが、来年以降は山登りもちゃんと参加して、そちらでも存在感を示してもらえば完璧だと思います。

ドクターの皆様には研究室の先輩ということで、いろいろ教えていただきました。特に部屋が同室だった原さん、熊谷さんには、2年間を通してお世話になりっぱなしだった気がします。ご自分の研究だけでも大変なのに、私を含め下の人たちへ細かな気配りをしていただき本当に感謝しています。

M1、四年生のみんなはそれぞれ優秀な人が多くて、突き上げを食らうこっちは大変でしたが、その分こっちも頑張らなければ、という気持ちにさせられました。来年度からも頑張って研究に精を出してください。

浅川さん、富永さんには高温硬さ試験機関連で大変お世話になりました。あの試験機

にはトラブル続きでなかなか泣かされましたが、お二人がいたからこそ何とか実験を完遂できたのだと思います。

電中研の新田様、楠元様、緒方様、柳瀬様には共同研究ということで色々協力してくださり、ありがとうございました。ボイラ材についてさしたる成果が出せなかったのが心残りです。

神戸工業試験場の皆様にも、特に南山様と高木様には大変お世話になりました。新しい試験機の立ち上げということで上手くいかないことも多かったです。そのたびに皆さんに励まされて何とかここまでやってくることができました。

最後に、2年間苦楽をともにした研究室の同期の村井君、山口君、そして岡島君にお礼申し上げます。2年間本当にどうもありがとうございました。

## 著者近影



冬の工場はホント寒いって…

## 参考文献

- [1] P.M.Sargent and M.F.Ashby, “Indentation creep”, *Materials Science and Technology*, **8**, 594(1992).
- [2] B.L.Shen, T.Itoi, T.Yamasaki and Y.Ogino, “Indentation creep of nanocrystalline Cu-Ti alloys prepared by mechanical alloying”, *Scripta Materialia*, **42**, 893(2000).
- [3] T.R.G.Kutty, T.Jarvis, C.Ganguly, “Hot hardness and indentation creep studies of Zr-1Nb-1Sn-0.1Fe alloy”, *Journal of nuclear materials*, **246**, 189(1997).
- [4] W.B.Li, J.L.Henshall, R.M.Hooper and K.E.Eastering, “The mechanisms of indentation creep”, *Acta metall. mater.*, **39**, 3099(1991).
- [5] 藤原雅美, “インデンテーション法による材料の力学物性評価”, *軽金属*, **52**, 282 (2002).
- [6] James C.M.Li, “Impression creep and other localized tests”, *Materials Science and Engineering A*, **322**, 23(2002).
- [7] 村上隆司, “Cr-Mo-V 鍛鋼タービンロータのクリープ損傷評価への高温硬さ試験の適用”, 修士論文, 東京大学大学院 (2002).
- [8] 丸山公一, 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 (1997).
- [9] 角屋好邦, 後藤徹, “Cr-Mo-V 鍛鋼のクリープ変形とクリープ破断特性”, *鉄と鋼*, **76**, 131 (1990).
- [10] Yang-Tse Cheng and Che-Min Cheng, “Scaling relationships in indentation of power law creep solids using self-similar indenters”, *Philosophical Magazine Letters*, **81**, 9(2001).
- [11] T.H.Hyde, K.A.Yehia and A.A.Becker, “Interpretation of impression creep data using a reference stress approach”, *Int. J. Mech. Sci.*, **35**, 451(1993).
- [12] 王樹波, 于強, 白鳥正樹, “表面実装部品はんだ接合部の弾塑性 - クリープ有限要素解析に関する研究”, *日本機械学会 A*, **62**, 229 (1996).
- [13] 田中紘一, 古田日出男, “ナノインデンテーションの弾性力学”, *トライボロジスト*, **40**, 193 (1995).
- [14] Anthony C. Fischer-Cripps, “Nanoindentation”, Springer(2002).
- [15] 村上敬宣, 松田健次, “有限要素法によるビッカース硬さの解析”, *日本機械学会論文集 A*, **57**, 201 (1991).
- [16] R.G.Ross,Jr., L.C.Wen, G.R.Mon, *J. Electron. Pack.*, **115**, 165(1993).
- [17] 高橋恭平, 小川武史, 大澤直, “細線はんだのクリープ特性に及ぼす寸法効果と組

- 織の影響”, 日本機械学会, M&M 2004 材料力学カンファレンス講演論文集, 425(2004).
- [18] 高田暁男, 坂根政男, 塚田裕, 西村秀夫, “63Sn-37Pb はんだのクリープ変形およびクリープ破断特性の定式化”, 日本機械学会論文集 A, 66, 589 (2000).
- [19] Robert Dauveax and Kingshuk Banerji, “Constitutive Relations for Tin-Based Solder Joints”, IEEE Transactions on Components, Hybrids, and Manufacturing Technology, 15, 1013(1992).
- [20] H.G.Song, J.W.Morris,Jr. and F.Hua, “Anomalous Creep in Sn-Rich Solder Joints”, Materials Transactions, 43, 1847(2002).
- [21] M.D.Mathew, Sashidhar Movva, Hong Yang and K.Linga Murty, “Creep of Sn, Sn-3.5Ag and Sn-5Sb solders for electronic packaging”, Creep Behavior of Advanced Materials, TMS, 51(1999).
- [22] D.H.Avery and W.A.Backofen, “A Structural Basis for Superplasticity”, Trans.ASM., 58, 551(1965).
- [23] Zhen Yang, Zhi-wen Wang, “Relationship between strain and central deflection in small punch creep specimens”, International Journal of Pressure Vessels and Piping, 80, 397(2003).

以上

P. 1 ~ P. 70 完

修士論文

平成 17 年 2 月 10 日提出

36183 渡辺悠