

高温微小押し込み試験による耐熱合金の 高温力学特性の簡易評価手法の開発

物質・材料研究機構 構造材料研究拠点
主幹研究員 渡邊 育夢

(2018年度 奨励研究助成(若手研究者) AF-2018035-C2)

キーワード：微小押し込み試験，耐熱合金，簡易力学特性評価

1. 研究の目的と背景

計装化押し込み試験は硬さ試験を拡張した力学特性の試験方法であり，規定の圧子を試料に押し付ける際の押し込み荷重-深さ関係を計測する。この押し込み荷重-深さ関係を基に，等価弾性剛性および硬さを評価できる^{1,2)}。また，硬さ試験と同様に荷重を微小とすることで材料微視構造スケールの局所力学特性を評価でき³⁻⁵⁾，引張/圧縮試験が難しい微小スケールの力学特性を評価する方法として，科学的にも工業的にも有用な試験方法である。例えば，Watanabe et al.⁶⁾は複相積層造形体の不均一力学特性分布を評価し，評価結果を直接的に用いて数値シミュレーションを行った。また近年，合金元素が分布した拡散対試料へ適用することで，効率的に材料データベースを取得する研究が取り組まれている^{7,8)}。

この簡易力学特性評価手法である計装化押し込み試験を用いて，引張/圧縮試験相当の応力-ひずみ関係を評価しようとする取り組みが長年取り組まれている⁹⁻¹⁶⁾。一般的な三角錐や四角錐形状の圧子を用いた単一の試験だけでは，唯一解として応力-ひずみ関係を導くことができないため^{9,10)}，先端角の異なる複数の圧子^{11,12)}や断面積-深さ関係が非線形となる球圧子^{13,14)}を用いた手法が開発された。また，Goto et al.^{15,16)}は圧痕まわりの盛り上がり加工硬化係数と相関があることを利用して，三角錐圧子を用いた単一の押し込み試験だけで応力-ひずみ関係を評価

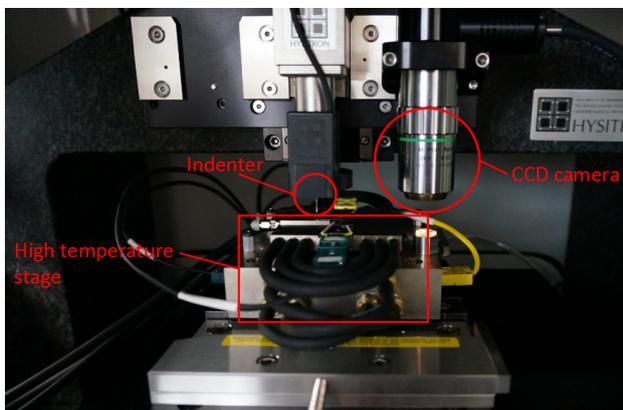
する手法を開発した。

耐熱合金を対象とした力学特性評価は応力-ひずみ関係の温度依存性を含むため，材料データベースの構築には多数の材料試験を必要とする。引張/圧縮試験を用いる場合，試験片加工や試験実施などに多大な時間・コスト・労力を要する。そこで，本研究では高温評価が可能な微小押し込み試験機を用いて，耐熱合金の高温力学特性を効率的に評価できる手法の開発に取り組んだ¹⁶⁾。

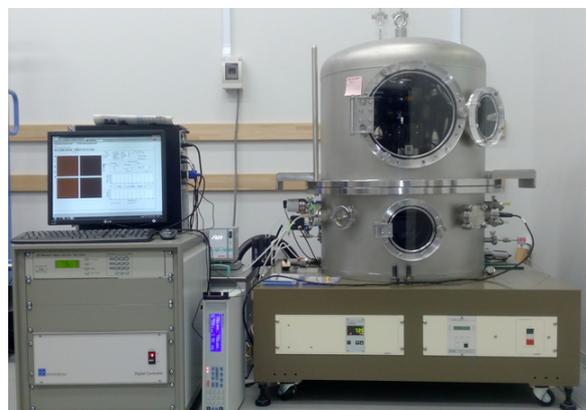
2. 実験装置・方法

高温域における押し込み試験では，圧子の加熱方法，試験片の表面酸化が特に問題となる。本研究では，図1の微小押し込み試験装置を真空容器内に設置した装置を用いて，容器内をArガスで置換して評価を行う。押し込み試験を置換雰囲気下で実験することで，ヒーターによる圧子の間接的な加熱およびダイヤモンド圧子の使用が可能となる。また，ヒーターは試験片を加熱するように設置されているため，押し込み試験前に圧子を試験片に十分に近づけ，圧子温度が評価試料と同等の温度になるまで保持する必要がある。

本装置では，室温から800℃まで評価できる。高温下の評価ではクリープが顕著となるため，押し込み試験負荷・除荷速度および最高荷重での保持時間を目的に合わせて定義しなければならない。



(a) 押し込み試験装置



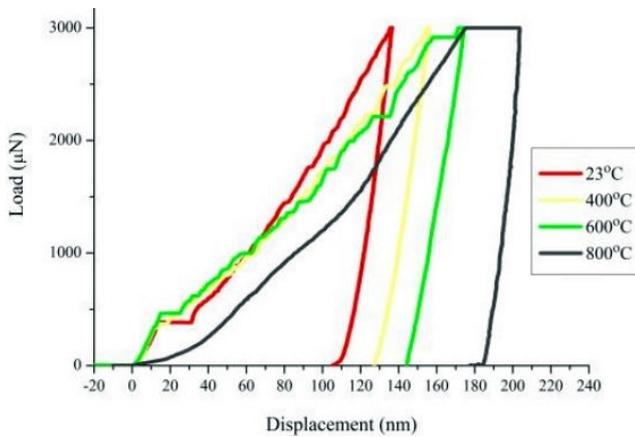
(b) 外観

図1 高温微小押し込み試験装置

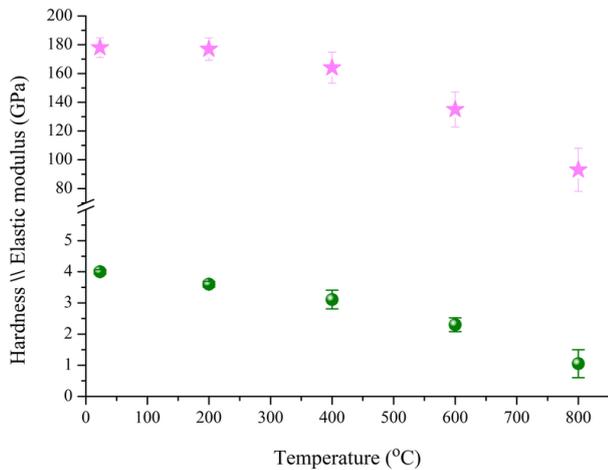
3. 実験結果

本研究では、試験片としてNi基超合金の γ 相単相単結晶試料を用意し、室温から800°Cまでの微小押し込み試験を行った。ここでは、最大荷重を3,000 μN 、負荷・除荷速度を300 $\mu\text{N}/\text{秒}$ 、最大荷重での保持時間を10秒とした。

室温から800°Cまでの押し込み荷重-変位関係を図2(a)に示す。ここでは、負荷・除荷速度を速く、最大荷重での保持時間を短く設定しているが800°Cではクリープ変形が顕著となる。また、他の温度では不連続な塑性変形挙動であるポップインが多数確認されるが、この温度では見られない。図2(b)に負荷・除荷曲線から計算される弾性剛性および硬度を示す。これらは評価温度の上昇とともに連続的に減少することが確認できる。



(a) 荷重-深さ関係の温度依存性



(b) 弾性剛性・硬さの温度依存性

図2 微小押し込み試験による温度依存性評価

また、図3のように600°C以上の高温で長時間保持するとArガス置換雰囲気であっても、試験片の表面酸化が進み表面粗さが増加する。さらに、室温での評価と比較して高温での評価は圧子の損傷が激しく、数千回程度の押し込み試験で圧子の先端が劣化することが確認された(図4)。

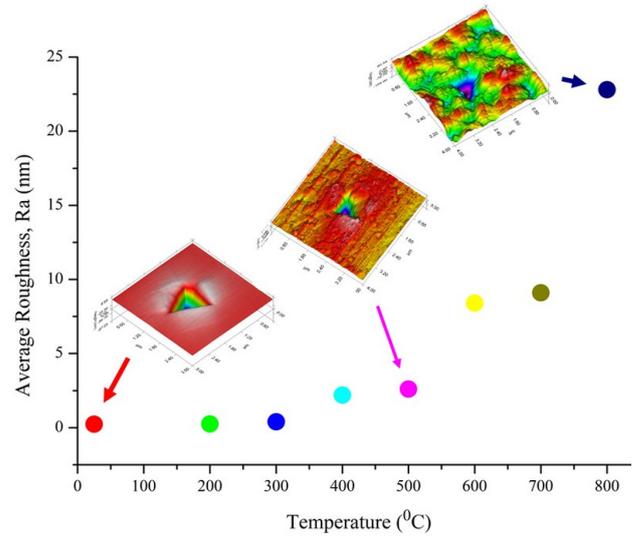
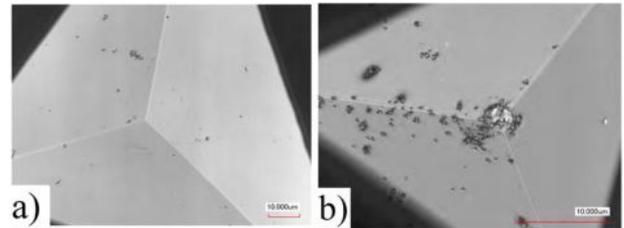


図3 試験片表面の状態 (対象温度にて3時間保持)



(a) 初期状態 (b) 3000回以上使用

図4 圧子先端の状態変化

4. 結言

本研究では、室温から800°Cまでの温度域において微小押し込み試験が可能な装置を用いて、耐熱合金の単相単結晶サンプルに対して試験を行った。本研究で確立した試験方法によって、高温域でも微小押し込み試験は可能であるが、室温と比較して、試験条件や試験片や圧子の状態に注意を払う必要がある。今回使用した試験片ではダイヤモンド圧子を使用できたが、反応性の高い試験片ではサファイヤ圧子など、より化学的に安定な材料の圧子を使用する必要がある。

また、高温域におけるひずみ速度依存性を考慮して引張/圧縮試験相当の応力-ひずみ関係を評価する手法について、開発を進めており、近日中に報告できる見込みである。

謝辞

本研究は、SIP革新的構造材料においてポスドク研究員のDr. Jovana Ruzicと取り組んだ内容を引き継いで、実施した。実験実施にあたり、物質・材料研究機構 長田俊郎氏にNi基超合金単相単結晶試料を提供いただいた。また、装置の利活用において物質・材料研究機構 大村孝仁氏、村上秀之氏の支援を受けた。

参考文献

- 1) ISO 14577-1. Metallic Materials -- Instrumented indentation test for hardness and materials parameters -- Part 1: Test method, second edition (2015).
- 2) W.C. Oliver and G.M. Pharr, *Jour. Mater. Research* 19 (2004) 3.
- 3) J. Ruzic, S. Emura, X. Ji, and I. Watanabe, *Mater. Sci. Eng. A* 718 (2018) 48.
- 4) T. Matsuno, R. Ando, N. Yamashita, H. Yokota, K. Goto, and I. Watanabe, *Int. J. Mech. Sci.* 180 (2020) 105663.
- 5) R. Ando, T. Matsuno, T. Matsuda, N. Yamashita, H. Yokota, K. Goto, and I. Watanabe, *ISIJ Int.* 61 (2021) 473-480.
- 6) I. Watanabe, Z. Sun, H. Kitano, and K. Goto, *Sci. Tech. Adv. Mater.* 21 (2020) 461-470.
- 7) Y. Chen, E. Hintsala, N. Li, B.R. Becker, J.Y. Cheng, B.W.J. Nowakowski, D. Stauffer, N.A. Mara, *JOM.* 71 (2019) 3368.
- 8) A. Ikeda, K. Goto, T. Osada, I. Watanabe, and K. Kawagishi, *Scripta Mater.* 193 (2021) 91.
- 9) Y. Cheng and C. Cheng, *J. Mater. Res.* 14 (1999) 3493.
- 10) K.K. Tho, S. Swaddiwudhipong, Z.S. Liu, K. Zeng and J. Hua, *J. Mater. Res.* 19 (2004) 2498.
- 11) M. Futakawa, T. Wakui, Y. Tanabe, and I. Ioka, *J. Mater. Res.* 16 (2001) 2283.
- 12) N. Chollacoop, M. Dao, and S. Suresh, Depth-sensing instrumented indentation with dual sharp indenters. *Acta Mater.* 51 (2003) 3713.
- 13) B. Taljat, T. Zacharia, and F. Kosel, *Int. J. Solids Struct.* 35 (1998) 4411.
- 14) J.-H. Ahn and D. Kwon, *J. Mater. Res.* 16 (2001) 3170.
- 15) K. Goto, I. Watanabe, and T. Ohmura, *Inter. Jour. Plast.* 116 (2019) 81.
- 16) K. Goto, I. Watanabe, and T. Ohmura, *Mater. Des.* 194 (2020) 108925.
- 17) J. Ruzic, I. Watanabe, K. Goto, and T. Ohmura, *Mater. Trans.* 60 (2019) 1411.