HOKKAIDO UNIVERSITY

| | |
|---|---|
| Title | 微小材料のクリープ特性評価のためのマイクロインデンテーション法に関する研究 |
| Author(s) | 瀧田, 敦子 |
| Degree Grantor | 北海道大学 |
| Degree Name | 博士(工学) |
| Dissertation Number | 甲第11883号 |
| Issue Date | 2015-03-25 |
| DOI | https://doi.org/10.14943/doctoral.k11883 |
| Doc URL | https://hdl.handle.net/2115/58598 |
| Type | doctoral thesis |
| File Information | Atsuko_Takita.pdf |

Hokkaido University Collection of Scholarly and Academic Papers : HUSCAP

# 微小材料のクリープ特性評価のための
# マイクロインデンテーション法に関する研究

Study on a Micro Indentation Method to Evaluate Creep Deformation of Small Materials

平成 27 年 3 月

瀧田　敦子

# 目　次

**第1章　　序　論 …… 1**

1.1 研究背景 1

1.2 従来の研究 3

1.3 本研究の目的および論文構成 5

**第2章　　インデンテーションクリープ試験 ……8……**

2.1 緒言 8

2.2 インデンテーションクリープ試験 8

2.3 試料およびインデンテーション試験機 11

2.3.1 試料作製 11

2.3.2 インデンテーション試験機 13

2.3.3 試験条件 16

2.4 引張クリープ試験 17

2.5 定常クリープ特性の比較 19

3.5.1 インデンテーションクリープ試験結果 19

3.5.2 定常クリープ特性評価 21

2.6 結言 23

**第3章　　インデンテーション試験に適した基準面積の提案…… 25**

3.1 緒言 25

3.2 FE モデル 25

3.2.1 モデル寸法 25

3.2.2 構成モデル 28

3.3 インデンテーションクリープ解析 31

3.4 インデンテーション試験の問題点 34

3.5 インデンテーション試験のための応力算出法 35

3.5.1 圧子押込み深さ保持試験による定常クリープ特性評価 35
3.5.2 インデンテーション試験における相当応力の定義 39
3.5.3 基準面積 $S_r$ の決定と定常クリープひずみの導出 42
3.6 結言 49
**第4章 主応力面を考慮したインデンテーション試験 …… 51**
4.1 緒言 51
4.2 圧子押込み深さ保持試験による基準面積導出の問題点 52
4.3 圧子押込みによる主応力 54
4.4 インデンテーション試験における主応力面の同定 56
4.5 インデンテーション試験に適した基準面積の決定 61
4.6 深さ保持工程における塑性深さの挙動 66
4.7 押込み深さ保持によるインデンテーション試験法 70
4.8 結言 74
**第5章 主応力面を考慮した基準面決定手法の適用性…… 76**
5.1 緒言 76
5.2 材料に対する汎用性 76
5.3 四角錘圧子への適用 81
5.3.1 FEM モデルと負荷条件 81
5.3.2 応力分布と接触状態の関係 83
5.3.3 定常クリープひずみの導出 85
5.4 結言 89
**第6章 圧子押込み深さ保持実試験による定常クリープひずみの導出…… 91**
6.1 緒言 91
6.2 試験条件 91
6.3 実測データに基づく塑性深さの導出 92

6.4 実測された荷重緩和曲線からの定常クリープ評価 96

6.5 結言 99

**第7章 総 括 …… 101**

7.1 結論 101

7.2 展望 106

**参考文献 …… 108**

**図表一覧 …… 113**

**発表論文リスト …… 117**

**謝 辞 …… 118**

# 主要記号一覧

$\mathrm{d}F/\mathrm{d}t$　：インデンテーションクリープ試験の荷重速度[N/s]

$F_{\mathrm{m}}$　：インデンテーションクリープ試験の目標荷重[N]

$h$　：押込み深さ[mm]

$t$　：時間[s, ks]

$t_{\mathrm{m}}$　：保持時間[s, ks]

$\dot{\bar{\varepsilon}}^{\mathrm{c}}$　：相当クリープひずみ速度[/s]

$\bar{\sigma}$　：ミーゼス型の相当応力[MPa]

$A$　：Norton 則の材料定数

$n$　：Norton 則の材料定数

$\mathrm{d}h/\mathrm{d}t$　：押込み速度[mm/s]

$\dot{\varepsilon}^{\mathrm{c}}$　：押込みクリープひずみ速度[/s]

$\sigma$　：押込み応力[MPa]

$F$　：押込み荷重[N]

$S_{\mathrm{c}}$　：圧子と試料の接触面積[$\mathrm{mm}^2$]

$E_0$　：ダイヤモンドのヤング率[GPa]

$\nu_0$　：ダイヤモンドのポアソン比

$\boldsymbol{\varepsilon}$　：全ひずみ

$\boldsymbol{\varepsilon}^{\mathrm{e}}$　：弾性ひずみテンソル

$\boldsymbol{\varepsilon}^{\mathrm{p}}$　：塑性ひずみテンソル

$\boldsymbol{\varepsilon}^{\mathrm{c}}$　：クリープひずみテンソル

$\mathbf{E}$　：弾性テンソル

$\boldsymbol{\sigma}$　：応力テンソル

$\Delta\boldsymbol{\varepsilon}^{\mathrm{p}}$　：塑性ひずみ増分テンソル

$\mathbf{s}$　：偏差応力テンソル

$H$ ：塑性接線係数

$\Delta\boldsymbol{\varepsilon}^{c}$ ：クリープひずみ増分テンソル

$\Delta t$ ：現計算ステップでの時間増分[s]

$\overline{\sigma}_{Y}$ ：降伏応力[MPa]

$E$ ：試料のヤング率[GPa]

$\nu$ ：試料のポアソン比

$\sigma_{Y}$ ：試料の降伏応力[MPa]

$H'$ ：塑性域における応力-ひずみ曲線の傾き[MPa]

$\tau$ ：圧子と試料の界面に生じるせん断応力[MPa]

$p$ ：接触圧[N/mm$^2$]

$\mu$ ：摩擦係数

$S_{r}$ ：インデンテーション試験に適した基準面積[mm$^2$]

$\mathrm{d}\varepsilon_{t}$ ：単軸応力下の全ひずみ増分

$\mathrm{d}\varepsilon_{t}^{e}$ ：単軸の弾性ひずみ増分

$\mathrm{d}\varepsilon_{t}^{p}$ ：単軸の塑性ひずみ増分

$\mathrm{d}\varepsilon_{t}^{c}$ ：単軸のクリープひずみ増分

$\mathrm{d}\sigma_{t}$ ：単軸応力増分[MPa]

$\dot{\sigma}_{t}$ ：単軸の応力緩和速度[MPa/s]

$\dot{\varepsilon}_{t}^{c}$ ：単軸のクリープひずみ速度[/s]

$\mathrm{d}\sigma/\mathrm{d}t$ ：応力緩和曲線の傾き

$\sigma_{t}$ ：単軸応力[MPa]

$\dot{F}$ ：荷重緩和速度[N/s]

$A_{i}$ ：押込みクリープで得られる Norton 則の材料係数

$n_{i}$ ：押込みクリープで得られる Norton 則の材料係数

$h_{m}$ ：押込み保持深さ[mm]

$C$　：基準面積$S_r$と押込み深さ二乗の比例係数

$\mathbf{n}$　：球法線ベクトル

$\mathbf{m}$　：主応力方向

$\theta$　：球法線ベクトルと主応力方向がなす角度[degree]

$m_x$　：主応力方向の$x$成分

$m_y$　：主応力方向の$y$成分

$m_z$　：主応力方向の$z$成分

$n_x$　：球法線ベクトルの$x$成分

$n_y$　：球法線ベクトルの$y$成分

$n_z$　：球法線ベクトルの$z$成分

$r$　：圧子頂点から任意の節点までの距離，主応力面が接する球の半径[mm]

$h_p$　：塑性深さ，接触部の押込み深さ[mm]

$L_e$　：接触部の圧子稜線長さ[mm]

$\mathrm{d}F/\mathrm{d}h$　：荷重-押込み関係の傾き[N/mm]

$F_{us}$　：除荷開始時の荷重[N]

$E_r$　：圧子と試料の複合的なヤング率[GPa]

$\alpha$　：四角錘圧子の先端角度[degree]

$F_0$　：深さ保持工程の初期荷重[N]

$a$　：荷重緩和曲線近似式の定数

$b$　：荷重緩和曲線近似式の定数

# 第 1 章
# 序　　論

## 1.1 研究背景

電子実装基板上ではんだは，線膨張係数の異なる材料から成る部材を接続している．異種材料が接触する部分では，温度変化により熱応力が発生する．電子機器の電源が切り替わると温度上昇と温度降下が生じるため，電子機器を構成する部品には，膨張による引張負荷と収縮による圧縮負荷が繰り返し作用する．よって，この熱応力は，はんだ接続部の繰返し非弾性変形を引き起こす．そのため，温度変化が繰り返されると，はんだ接続部が低サイクル疲労で破断に至る．はんだ接続部の破断が原因で電子機器が故障した例は，数多く報告されている[1-3]．極めて高い安全性が要求される機械構造物が電子制御されている現状では，はんだ接続部の疲労破壊が引き起こす電子回路の通電不良は重大事故を招く．このことから，はんだ接続部の強度信頼性の確保を目的とした研究は，20 年以上も前から数多くの研究者によってなされてきた[4-8]．

一方，電子機器は小型化や多機能化の要求に応じて，構成部品の微細化と高密度実装が進み，それを接続するはんだ接続部もまた微細化が進んでいる．実装密度が大きくなると温度上昇しやすく，熱応力による変形が大きくなり，従来よりも厳しい条件で使用されることになる．そのため，さらに高い精度でのはんだ接続部の強度信頼性評価法が望まれている．一般に，有限要素解析(FEM 解析)を用いてはんだ接続部の強度信頼性を評価する場合，その精度は使用する構成則に依存する．

FEM 解析を用いた構造解析には，塑性・粘塑性などの非弾性変形の応力-ひずみ関係を用いなければならない．はんだ接続部のサイズは微小であることから，微小材料の非弾性変形を測定する手法が必要となる．すなわち，バルク試験片に比べて微小であるはんだ接続部内部の冷却速度は早く，粒径が細かい．よって，塑性変形，クリープ変形等の非弾性変形にはサイズ効果が存在し，従来用いているバルク試験片による結果を用い

ることはできない[9-10]．ゆえに，高精度の強度信頼性評価を実現するためには，実装状態における極微小なはんだ接続部の変形特性を明確にする必要がある．インデンテーション試験は，微小領域の変形特性を評価するのに有効な試験方法の一つである[11]．インデンテーション試験は，円柱圧子や円錐圧子，四角錘圧子，球圧子などの圧子を試料に押込む試験であり，連続的に測定される時間-荷重-押込み深さの関係から試料の機械的特性を評価する方法である．圧子を試料に押込むだけの容易な試験であるため，試験片形状に制約がなく試験片を加工する必要がほとんどない[12-14]．そのため，実装状態のはんだ接続部に対して，直接測定が可能である．中でも，クリープ特性を評価するためのインデンテーション試験は，インデンテーションクリープ試験として知られており[12, 15-18]，一定荷重で圧子を試料に押込む試験である．これは，時間経過に伴って押込み深さが増加する様子を押込み深さと時間の関係で表し，定常クリープ特性を評価する手法である[19]．

このように，インデンテーション試験は微小な試料に対して直接変形を与えて変形特性を評価できることから，クリープ変形が支配的な微細はんだ接続部のクリープ特性評価に適用することが期待され，これに関連した研究が，これまでにも数多く行われている[10, 15, 20-22]．例えば，宮本ら[10]，Ma ら[20]は一定荷重で Vickers 圧子を鉛フリーはんだ材に押込み，押込み深さの変化と時間の関係から定常クリープの導出を試みている．また，Dutta ら[21]はタングステンの円柱圧子を一定荷重で Sn-3.0Ag-0.5Cu 試料に押込み，定常クリープを導出している．

しかしながら，インデンテーションクリープ試験により得られるクリープひずみ量が正しいか否かを評価する方法がなく，バルク材による引張クリープ試験から得られた結果と比較し，バルク材の結果と合うように校正しているのが現状である．インデンテーションクリープ試験法をはんだ接続部に対して信頼性のあるものにするためには，系統だった物理的意味のある方法でインデンテーション試験を検証する必要がある．

## 1.2 従来の研究

前節で述べたように，インデンテーションクリープ試験の結果がバルク材の引張クリープ試験の結果に一致しないことが報告されている[10, 16, 23, 24]．しかし，これまでにインデンテーションクリープ試験の結果がバルク材による引張クリープ試験の結果に一致しない原因について物理的意味を考慮して系統的に検証した例はほとんどない．原因が明らかでない状態にありながら，インデンテーションクリープ試験で得られた結果をバルク材による引張クリープ試験の結果と一致させるような経験的簡易的な手法が行われている[10, 18]．例えば，Norton 則($\dot{\varepsilon}^c = A\sigma^n$，$\dot{\varepsilon}^c$：クリープひずみ速度，$\sigma$：軸応力，$A$，$n$：材料定数)によりクリープを記述する場合，単にインデンテーション試験により得られた押込み応力の 3 分の 1 を相当応力とすることにより，単軸インデンテーション試験によりクリープひずみを決定している．しかしながら，係数を乗じるような経験的な処理の妥当性については，十分に検証されていない．例えば，バルク材による引張クリープ試験ではバルク試験片の標点部に一様な変形を与えて定常クリープ変形と評価する．一方で，インデンテーションクリープ試験は，試験片表面の一部に深さ数十μm 程度の変形を与えて，クリープ特性を評価する．そのため，インデンテーションクリープ試験の結果は微細構造の影響を大きく受ける．これが，インデンテーションクリープとバルク材による引張クリープの不一致の原因の一つである可能性が考えられるが，このことについて検証した例は見当たらない．

また，インデンテーションクリープ試験とバルク材による引張クリープ試験の応力状態の違いも原因の一つであると考えられる．引張クリープは単軸試験であり，試験によって変形する領域は単軸応力状態になる．一方で，インデンテーション試験において圧子を試料に押込むと，圧子直下の応力状態は多軸状態となり，複雑な応力状態となる[8]．

インデンテーションクリープ試験と同じように，微小試料のクリープ特性を評価する手法に SP(Small Punch)クリープ法がある[14-17]．この試験は，固定した円板状の微小試料に，試料が破断するまで微小鋼球を押込む試験である．試料が破断するまでの荷重と変

位データを利用してクリープ特性を評価する．この試験では，圧子押込試験と曲げ試験，引張試験が組合わさった複雑な状態となるが，単軸状態におけるクリープ特性を導出する試みが行われている[25-28]．

## 1.3 本研究の目的および論文構成

本論文の目的は，マイクロインデンテーション試験 (以下，インデンテーション試験と記す)を用いた微小試料のためのクリープ特性評価法を構築することである．前節で述べたように，微小領域のクリープ特性の評価に対して期待されるインデンテーションクリープ試験結果とバルク材による引張クリープ試験の結果は一致しない．本論文では，これまで理論的に検証されることがなかったその原因を実験と FEM 解析による計算機実験から明らかにする．次いで，インデンテーション試験における応力の算出方法を見直すため，応力算出に用いる基準面積に着目し，新たな基準面積を定義する．このために，新たな基準面積の決定に適した新しいインデンテーション手法を提案し，主応力面に着目した基準面積の導出方法について検討した．これにより，インデンテーション試験における接触状態と応力状態の関係が明らかになり，新しい基準面積を容易に決定することができる．さらに，これを用いれば，インデンテーション試験による基準面積の決定とクリープ特性を一条件の試験で特定することが可能となる．本論文は全 7 章で構成されており，以下に各章の概要を述べる．

第 1 章では，本研究の背景と近年の研究動向，および，本論文の構成について述べる．はんだ接続部の強度信頼性評価に対するインデンテーションクリープ試験の有意性について述べた後，実用化に向けた問題点を提示し，本論文の目的を明らかにする．

第 2 章では，Sn-3.0Ag-0.5Cu を試料とするインデンテーションクリープ試験を実施する．同時に，同じ材料のバルク試験片を用いた引張クリープ試験を実施し，双方の試験から得られたクリープ特性を比較する．インデンテーションクリープ試験結果と引張クリープ試験の結果が一致しないことを具体的に示し，その原因について考察する．

第 3 章では，第 2 章に基づき，FEM 解析によりインデンテーションクリープ試験を実施し，インデンテーション試験における応力の導出方法の問題点について明確にする．

これを解決するために，圧子押込み深さ保持試験を提案し，FEM 解析による計算機実験により新たな基準面積の決定手法について検討する．

第 4 章では，第 3 章で提案する新しい基準面積の決定法を確立するため，圧子押込み深さ保持試験，および，圧子押込み-除荷試験の計算機実験を実施する．そして，圧子と試料の接触状態と応力状態の関係を明らかにし，時間-押込み荷重-押込み深さの関係からインデンテーションによる材料内部の主応力面について検討する．最大主応力方向を法線に持つ面を新たな基準面積と定義し，圧子押込み深さ保持試験に適用する．新たな基準面積を用いると，バルク材による引張クリープ変形とほぼ一致する結果をインデンテーション試験から得られることを示す．

第 5 章では，Sn-3.5Ag，Sn-37Pb，Sn-58Bi の 3 種類のはんだ合金に対して，圧子押込み深さ保持試験を計算機実験で行う．そして，第 4 章において提案した手法が Sn-3.0Ag-0.5Cu 以外の材料に対しても適用できることを示す．さらに，四角錘圧子の先端角度を 60°，74°，80°に変えた圧子押込み深さ保持試験を実施し，圧子形状が異なる場合に対しても新たな基準面積を導出する方法は有用であることを示す．

第 6 章では，第 2 章で示したインデンテーション試験機を用い，3 種類の押込み深さで圧子押込み深さ保持試験を実施して，計算機試験で確立した手法を再現した．実験での結果はバルク材による引張クリープ試験の結果とほぼ等しい結果を与えることを示し，本研究での手法を用いることで，1 条件のインデンテーション試験により定常クリープ特性を評価することが可能であることを示す．

第 7 章では，全体の総括と本研究より得られた結論について述べる．

# 第 2 章
# インデンテーションクリープ試験

## 2.1　緒　　言

圧子を押込むだけのインデンテーションクリープ試験は試験片形状に制約がなく，試料形状を加工する必要がない．ゆえに，実装状態，使用環境下で直に変形を与えて，クリープ変形を評価することが可能である．そのため，インデンテーションクリープ試験は一つの試験片に複数回の試験を実施することが可能であり，試作材が少量しかない場合にも有効な試験方法である．しかしながら，インデンテーションクリープ試験の結果を電子実装基板等の安全性評価に適用する場合，インデンテーションクリープ試験法そのものの信頼性について検証する必要がある．

本章では，インデンテーション試験機による，Sn-3.0Ag-0.5Cu を試料としたインデンテーションクリープ試験を実施した．また，バルク試験片を用いて引張クリープ試験も実施した．双方の実験結果を比較し，インデンテーションクリープ試験結果が表すクリープ変形について考察した．

## 2.2　インデンテーションクリープ試験

インデンテーションクリープ試験は，一定荷重で Vickers 圧子や円錐圧子，球圧子のような圧子を試料に押込む試験である．図 2-1 に示すように，インデンテーションクリープ試験は次の 2 つの工程から成る．第 1 工程として，圧子を一定の荷重速度 d$F$/d$t$ で目標荷重 $F_{\mathrm{m}}$ まで試料に押込む．続く第 2 工程では，到達した目標荷重 $F_{\mathrm{m}}$ を長時間保持する．一定荷重下では，高応力が長時間与えられることで圧痕直下の試料にクリープ変形が生じ，圧子の押込み深さが増加する．その結果，図 2-2 に示すような押込み深さ $h$ と時間 $t$ の関係（$h$-$t$ 曲線）が得られる．

インデンテーションクリープ試験では，時間 $t_m$ の荷重保持部に相当する部分の押込み深さの時間変化からクリープ特性を評価し，バルク材による引張クリープ試験と同様に，次式の Norton 則を用いて定常クリープ特性を記述する[12].

$$\dot{\bar{\varepsilon}}^c = A\bar{\sigma}^n \quad (2\text{-}1)$$

ここで $\dot{\bar{\varepsilon}}^c$ は相当クリープひずみ速度，$\bar{\sigma}$ は相当応力，$A$ と $n$ は材料定数である．

式(2-1)の材料定数 $A$，$n$ は，相当クリープひずみ速度と応力の関係を累乗近似して得ることができる．また，インデンテーションクリープ試験におけるクリープひずみ速度と応力はそれぞれ $h$-$t$ 曲線から決定することができる．これらの導出方法は，2.5 節に記述する．

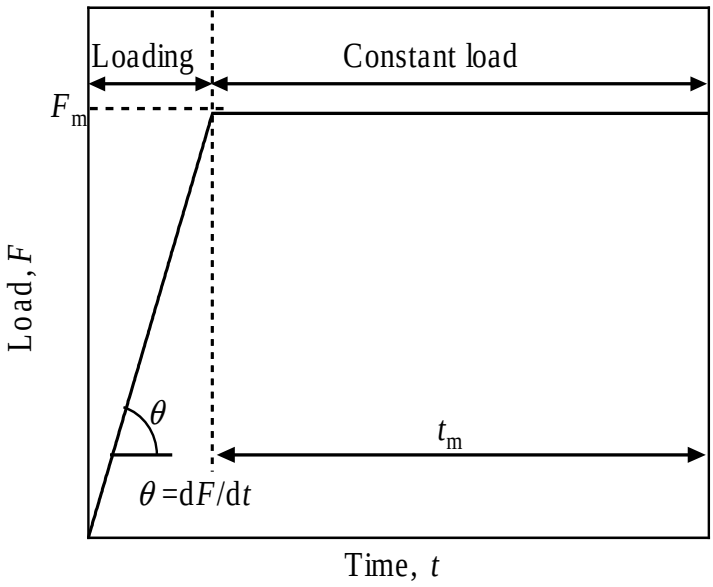



Fig.2-1 Schematic outline of the loading for indentation creep test.

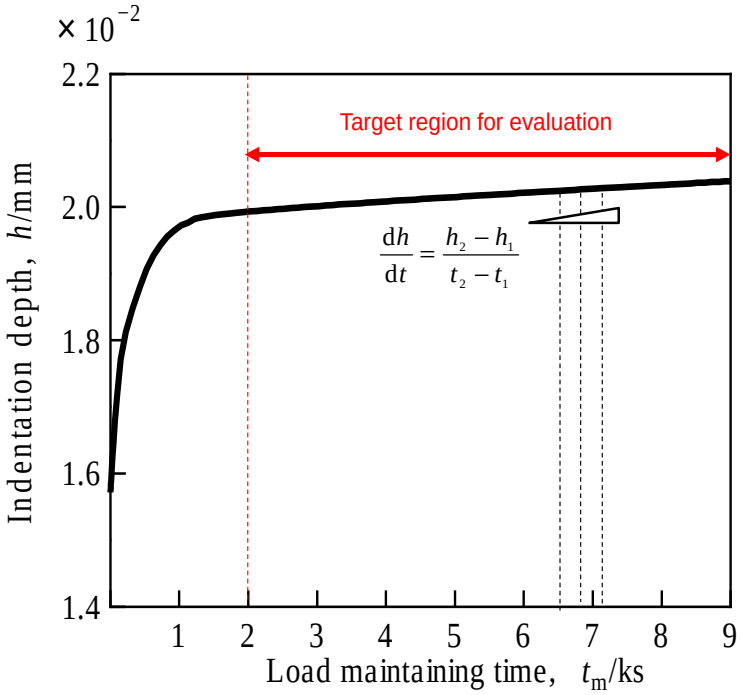



Fig.2-2 Schematic outline of the relationship between indentation depth and time (*h*-*t* curve).

## 2.3　試料およびインデンテーション試験機

### 2.3.1　試料作製

本研究では，インデンテーション試験機を用いて，鉛フリーはんだを試料としたインデンテーションクリープ試験を実施した．インデンテーションクリープ試験の試料には，電子実装基板のはんだ接続部に広く使用されている Sn-Ag-Cu 系の鉛フリーはんだ(Sn-3.0Ag-0.5Cu(wt.%))を用いた．図 2-3 のフローチャートに示す手順でインデンテーション試験片を作製した．

(1) るつぼに入れた Sn-3.0Ag-0.5Cu のはんだ棒 (小島半田製造所) を電気炉で溶解し，鋳込温度 623K で黒鉛製の鋳型に流し込み，$\phi$30mm，長さ 280mm のインゴットを鋳造する．

(2) 大気中で自然冷却したのち，インゴットを図 2-4(a)に示すように$\phi$30mm，高さ 7mm の試験片形状に機械加工する．

(3) 試料の上面を研磨紙 (#800，#1000，#1200)で研磨後，粒径 1μm のダイヤモンドペーストとバフ布を用いて鏡面仕上げにする．

(4) 試験実施の 24 時間前に試料を 428K で 1 時間焼鈍する．

本章の試験では，以上の手順で作製した図 2-4(b)の試料を用いてインデンテーションクリープ試験を実施した．

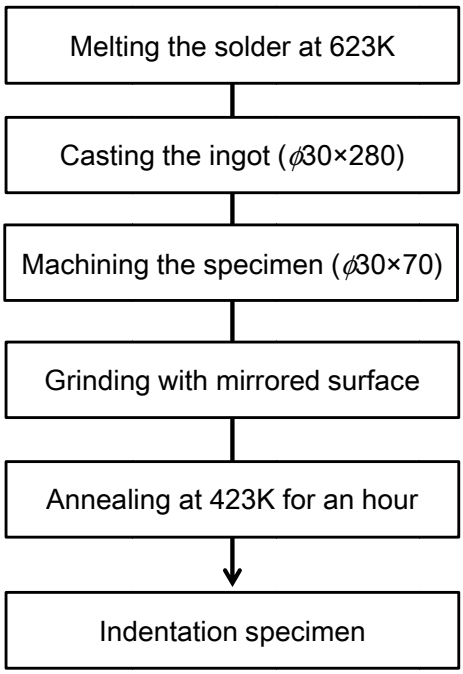



Fig.2-3 Process to make the indentation specimen.

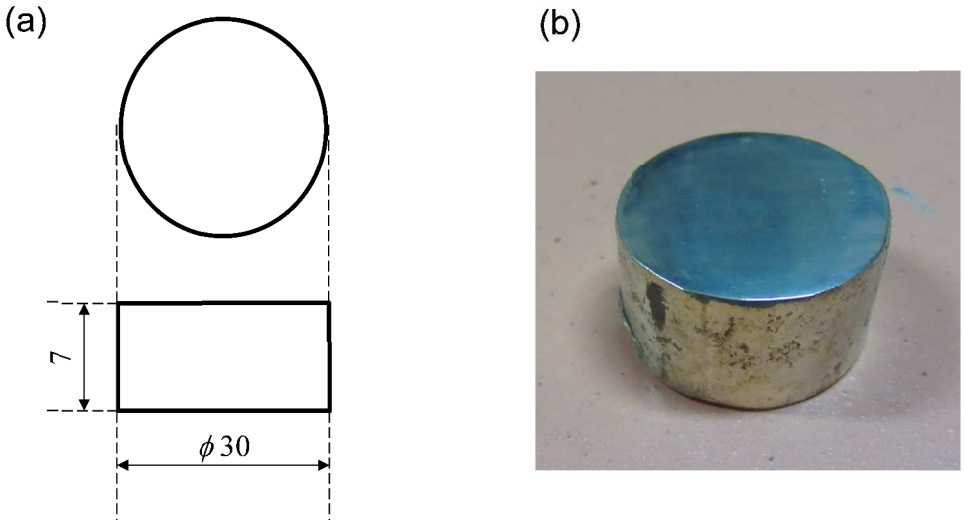



Fig.2-4 Geometry of the specimen.

### 2.3.2　インデンテーション試験機

本章での実験には，図 2-5 に示すインデンテーション試験機を用いた．図 2-6 にインデンテーション試験機の概要を示す．作製した試料を XY ステージに設置する．XY ステージは，ステッピングモーターPMMA-2025KS20K (リードエンジニアリング製) を介して土台に固定される．モーターの分解能は試験条件を考慮し，0.2μm に設定した．XY ステージとステッピングモーターの反対側には，容量 50N のロードセル LUR-A-50NSA1 (KYOWA 社製) を設置し，その先端には図 2-7 に示すダイヤモンド製の Vickers 圧子を取り付けた．ステッピングモーターが稼働することにより，Vickers 圧子は XY ステージに固定されたインデンテーション試料に押込まれる．ロードセルは動ひずみ計 DPM-951A (共和電業製) に接続され，ロードセルで検知した電圧を増幅して押込みによって生じる荷重を計測する．動ひずみは 0.01V ステップであり，荷重は 5N/1V で検知される．一方，測定精度±0.03μm の高速・高精度デジタル寸法測定器 LS-9006M (KEYENCE) を図 2-8 に示す位置に設置した．ステージと圧子上部には金属板が設置されており，発光部から受光部に向けて放たれる光の一部を遮る．ステージが上昇することで Vickers 圧子は試料に押込まれ，金属板間の距離が減少する．この金属板の間隔，すなわち，影の間隔を連側的に測定することで押込み深さの変化が記録できる．また，本研究で使用するインデンテーション試験機には LABVIEW (National Instrument) を用いており，変位と荷重制御の両方で制御が可能である．

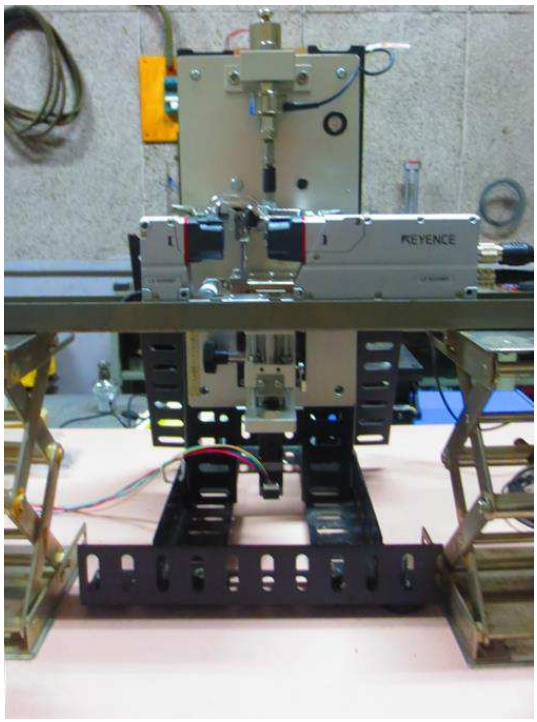



Fig.2-5 Indentation testing machine.

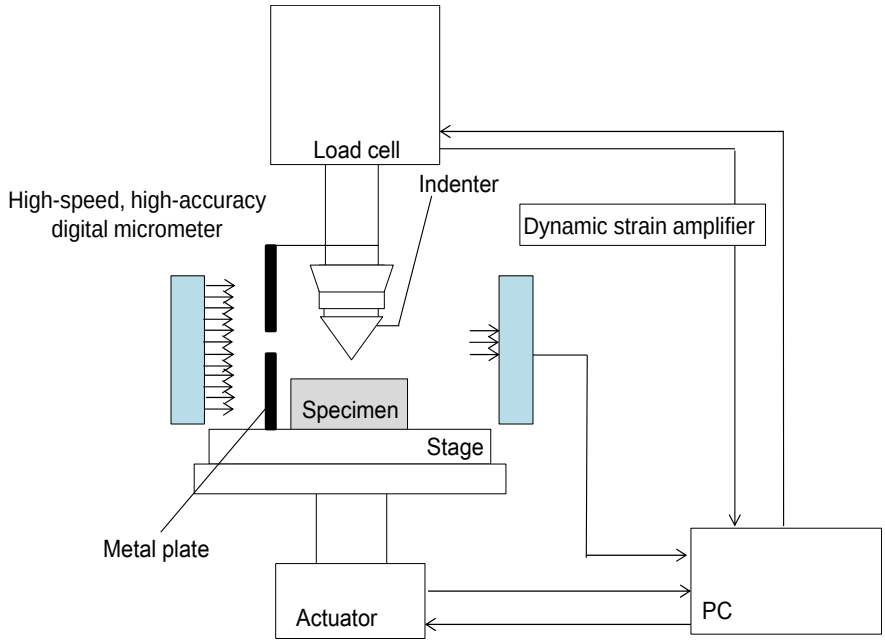



Fig.2-6 System summary of the indentation testing machine.

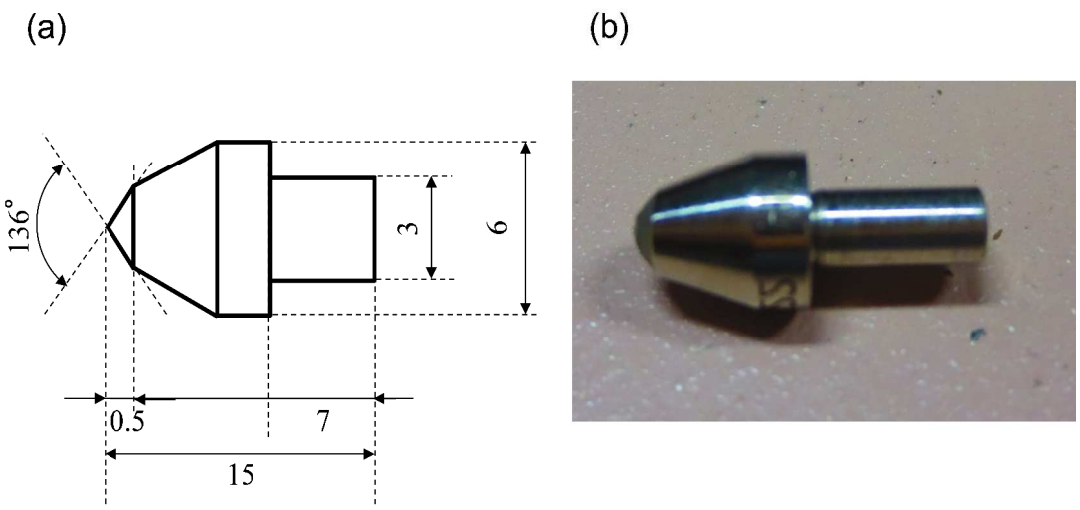



Fig.2-7 Geometry of Vickers indenter.

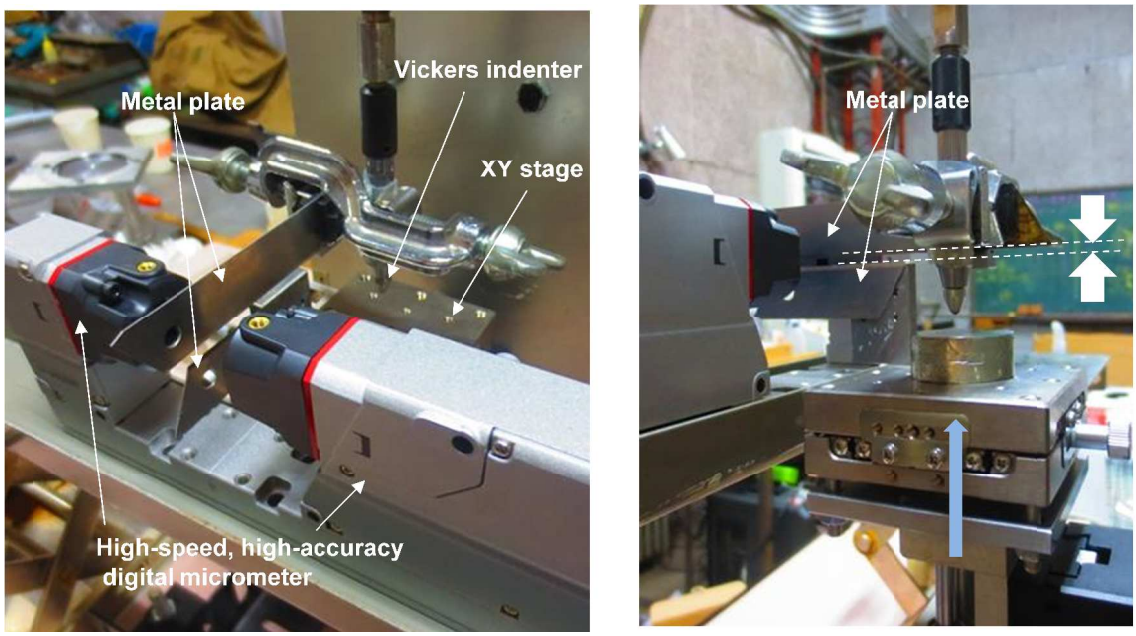



Fig.2-8 Indentation depth measurement method.

### 2.3.3　試験条件

本研究におけるインデンテーションクリープ試験は，XY ステージに固定したインデンテーション試験片と Vickers 圧子が接触した状態から試験を開始した．荷重が検知される状態を接触状態と定義し，Vickers 圧子を試料に近づけたとき，最初に荷重を検知する位置をインデンテーションクリープ試験の初期位置とした．本章では，表 2-1 に示す負荷条件でインデンテーションクリープ試験を実施した．荷重速度 0.01N/s で目標荷重 1N まで試料に Vickers 圧子を押込んだ．その後，荷重 1N を 9000s 間保持した．以上の条件で，インデンテーションクリープ試験を 3 回実施した．

Table 2-1 Load condition of the indentation creep test.

| Arbitrary Load $F_m$ [N] | Loading rate $dF/dt$ [N/s] | Constant load time $t_m$[s] |
|---|---|---|
| 1 | 0.01 | 9000 |

## 2.4　引張クリープ試験

インデンテーションクリープ試験の結果と単軸の定常クリープ特性を比較するため，バルク試験片による引張クリープ試験も実施した．引張クリープ試験に使用したバルク試験片を図 2-9 に示す．バルク試料の標点部は直径 8mm，長さ 18mm の円柱である．インデンテーション試料と同様，バルク試料も Sn-3.0Ag-0.5Cu から成り，機械加工後に試験実施の 24 時間前に試料を 428K で 1 時間焼鈍した．

引張クリープ試験は，図 2-10 に示す油圧サーボ式試験機 (サーボパルサ) EHF-FB1・OF-S 型 (島津製作所) で実施した．図 2-11 に引張クリープ試験の概略を示す．10MPa/s でバルク試験片に引張負荷を与え，目標応力に到達後は破断まで目標応力を保持した．20MPa，25MPa，30MPa の 3 種類の負荷条件を設定し，1 つの応力値につき 3 回の引張クリープ試験を実施した．

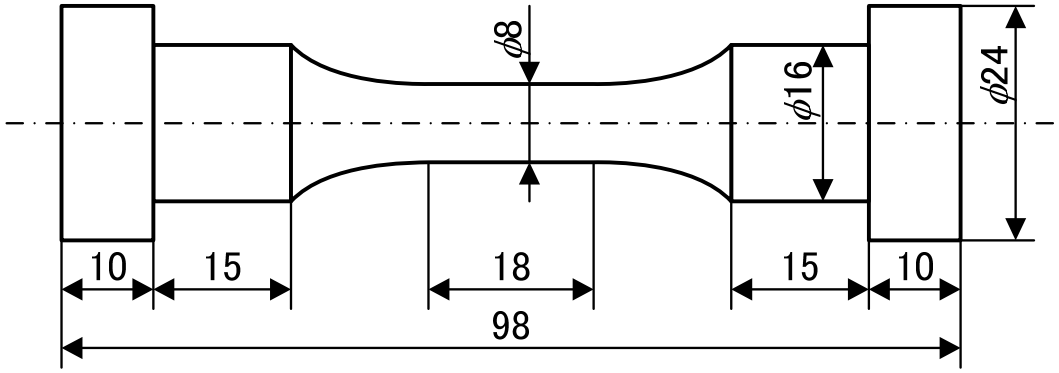



Fig.2-9 Geometry of the bulk specimen.

Fig.2-10 Servopulser EHF– FB1.

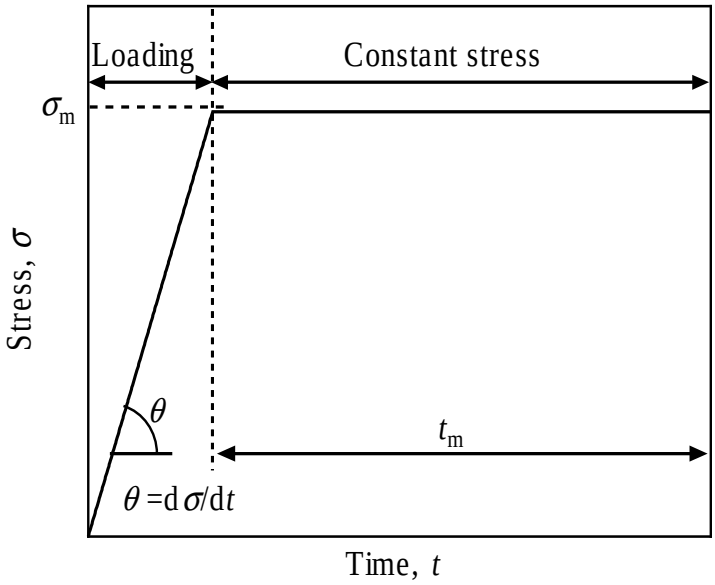



Fig.2-11 Loading condition of the tensile creep test.

## 2.5　定常クリープ特性の比較

### 2.5.1　インデンテーションクリープ試験結果

図 2-12 は，3 回実施したインデンテーションクリープ試験の結果データを平均して得られる押込み深さと時間の関係である．荷重保持開始直後，圧子直下でクリープ変形が進行するため押込み深さは増加した．このとき，曲線の傾きである押込み速度は荷重保持開始とともに減少し，荷重保持開始から約 2000s 以降になると，押込み深さと時間の関係を直線近似することが可能である．すなわち，押込み速度は荷重保持時間の経過とともに一定値に収束した．最終的に，押込み深さは $1.75\times10^{-2}$mm に到達した．

インデンテーションクリープ試験では，2000s 以降の押込み深さと時間の関係を用いて，定常クリープ特性を評価するための押込みクリープひずみ速度と押込み応力を次の手順で計算する．クリープひずみ速度 $\dot{\varepsilon}^{c}$ は，任意の点における押込み速度 $\mathrm{d}h/\mathrm{d}t$ をその時の押込み深さ $h$ で除した次式で計算できる[29]．

$$\dot{\varepsilon}^{c} = \frac{1}{h}\frac{\mathrm{d}h}{\mathrm{d}t} \tag{2-2}$$

押込み応力 $\sigma$ は，押込み荷重 $F$ をその時の圧子と試料の接触面積 $S_c$ で除して計算することができる[30]．

$$\sigma = \frac{F}{S_c} = \frac{F}{26.47h^2} \tag{2-3}$$

ここで，図 2-7 に示す Vickers 圧子の模式図の幾何学形状を考慮すれば，圧子と試料の接触面積は押込み深さを高さに持つ四角錘の側面積とみなすことができ，押込み深さの関数として表すことができる．

以上のように，保持時間 2000s 以降の複数の点でクリープひずみ速度と応力を計算し，定常クリープ特性を表すクリープひずみと応力の関係を導出した．

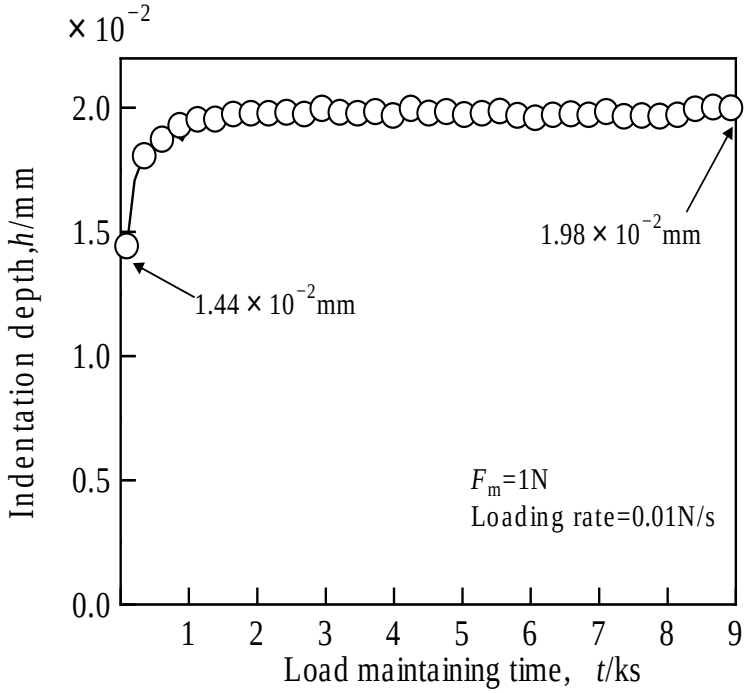



Fig.2-12 *h-t* curve obtained by experiment and explanation of evaluation method.

2.5.2　定常クリープ特性評価

図 2-13 は，インデンテーションクリープ試験と引張クリープ試験からそれぞれ導出したクリープひずみ速度と応力の関係を示す．20MPa，25MPa，30MPa の引張クリープ試験で得られた結果は□印で表す．また，式(2-1)の Norton 則で記述した結果を実線で示し，Norton 則での記述を実践で表す．一方，インデンテーションクリープ試験の結果を○印で示し，Norton 則での記述を一点鎖線で示す．

インデンテーションクリープ試験結果の Norton 則での記述から，引張クリープ試験結果と傾きがほぼ等しいことが分かる．すなわち，式(2-1)より，応力指数 $n$ は，インデンテーションクリープ試験と引張クリープ試験で一致する．しかし，図 2-13 の $y$ 切片であるクリープ係数 $A$ が一致していない．

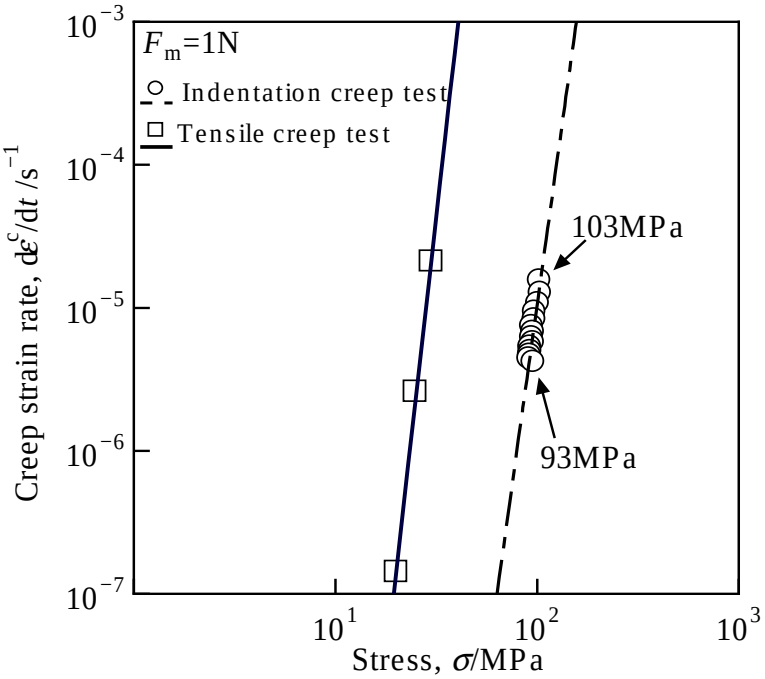



Fig.2-13 Relationship between the stress and creep strain rate.

この不一致の原因として，次の 2 つが考えられる．1 つ目は，インデンテーションクリープ試験と引張クリープ試験では変形を測定した領域が異なる点である．均質な試料とみなされるバルク試験片は，引張クリープ試験により全体に一様な変形を与えられる．インデンテーション試験片は，Vickers 圧子が押し込まれてできる圧痕とその周辺の一部だけが変形する．押込み深さはマイクロオーダーであるため，インデンテーション試験片は表面のみが変形したことになる．試料内部に比べて，試料表面は鋳造後の冷却が早く，結晶粒が細かいことが知られており，不均一な試料が変形したことになる．また，粒内に比べて変形抵抗が大きい粒界や介在物に圧子頂点が接した状態で試験を行われた可能性もある．以上ように，インデンテーションクリープ試験の結果が微細構造の影響を受けたことが両試験の結果が一致しなかった原因の一つと考えられる．

一方で，インデンテーションクリープ試験の評価法自体に問題があるという見方もできる．インデンテーションクリープ試験では，圧痕寸法を基準にクリープ特性を評価する．例えば，押込み応力は式(2-3)に示すように圧子と試料の接触面積 $S_c$ を基準として計算される．しかし，インデンテーションクリープ試験では，Vickers 圧子が押込まれてできる圧痕だけではなく，圧痕周辺にも圧子押込みの影響が及ぶ．よって，圧痕形状に関わる接触面積 $S_c$ を基準面積として，試料の変形に関わる押込み応力を導出できるとは考え難い．また，前述のように，図 2-13 において，インデンテーションクリープ試験結果の傾きは引張クリープ試験の結果に等しい．プロットを $x$ 方向に平行移動するような処理，すなわち，インデンテーションクリープ試験の評価基準を定義し直すことで引張クリープ試験に一致する結果を得ることができる．以上のようにインデンテーションクリープ試験結果が引張クリープ試験結果に一致しない原因が複数考えられるため，実験による検証だけではこの不一致の原因を判断することはできない．

## 2.6　結　　言

本章では，微小試料のクリープ特性をインデンテーションクリープ試験により測定し，バルク材による引張クリープ試験結果と比較検証した．その結果，以下の結言が得られた．

(1) インデンテーション試験機を用いてインデンテーションクリープ試験を実施した．その結果，荷重保持工程の圧子押込みの様子を確認でき，押込み深さと時間の関係を取得できた．

(2) 取得した押込み深さと時間の関係から応力とクリープひずみ速度の関係を導出した．その結果，インデンテーションクリープ試験で取得した定常クリープひずみは，引張クリープ試験の結果に一致しないことが明らかとなった．

(3) インデンテーションクリープ試験とバルク材による引張クリープ試験の結果が一致しない原因として，測定領域サイズの違い，もしくは，インデンテーションクリープ試験によるクリープ算出方法の問題が考えられる．しかし，実験による検証だけではこの原因を明らかにすることは難しい．

# 第 3 章
# インデンテーション試験に適した基準面積の提案

## 3.1　緒　　言

前章では，インデンテーションクリープ試験の結果がバルク材による引張クリープ試験の結果に一致しないことを明らかにした．その原因として，インデンテーションクリープ試験と引張クリープ試験で測定する変形のサイズが異なる点，インデンテーションクリープ試験のクリープ算出方法の問題等が考えられることを述べた．そのため，試験環境や測定サイズの影響を受ける実験からは，その問題の原因を明らかにすることは難しい．そこで，本章では，試験環境の違いや測定サイズの効果を取り除くことのできる有限要素解析(FEM 解析)によりインデンテーションクリープの計算機実験を実施した．解析結果と引張クリープ試験の実験結果を比較し，前節でのインデンテーションクリープ試験の実験結果が引張クリープ試験の結果に一致しない原因について検討した．

## 3.2　FE モデル

### 3.2.1　モデル寸法

本研究では，汎用有限要素解析ソフト ANSYS14.5(ANSYS)を用いて計算機実験を実施した．有限要素モデルを作成するためのインデンテーション試験部を図 3-1 に示す．インデンテーション試験により生じる変形は，実験に用いた試料の寸法に対して小さい．本章では，圧子直下の状態を詳細に把握するため，試料を 0.6×0.6×0.3mm の直方体，Vickers 圧子を高さ 0.07mm で対面角 136°の四角錘とした．はんだ試料と Vickers 圧子をそれぞれ図 3-1 に示す破線で 4 分割し，図 3-2 に示す 3 次元 1/4 対称の有限要素モデルを作成した．

有限要素モデルは，一辺が 0.3mm の立方体で表されるはんだ試料と高さ 0.07mm，先端角度 74.1°の直角三角錐で表される Vickers 圧子から成る．試料と Vickers 圧子には，

3 次元 8 節点均質構造ソリッド(SOLID185)要素を用いた．対称条件を与えるため，図 3-2 の xy 面，yz 面はそれぞれ面に垂直な方向への変位を拘束した．また，モデルの底面である xz 面にも y 方向の拘束を与えた．Vickers 圧子が試料に押込まれる実際の過程を考えると，圧子と試料の接触をモデル化する必要がある．そこで，本研究では，接触を表現するために圧子と試料の境界面に接触要素を用いた．はんだ試料に比べて剛性の高い Vickers 圧子の側面には 3 次元 8 節点面接触要素(CONTA174)と 2 次元/3 次元点-面接触要素(CONTA175)，鉛フリーはんだ試料の上面には 3 次元ターゲットセグメント要素(TARGE170)を用いた．実験と同様に，Vickers 圧子の頂点とはんだ試料が接触した状態を初期状態とした．

Vickers 圧子の上面に図 3-2 に白の矢印で示す押込み負荷を与えた．接触要素を配置したことで，Vickers 圧子上面に与えられる負荷は，Vickers 圧子とはんだ試料の接触を介して試料に伝わる．

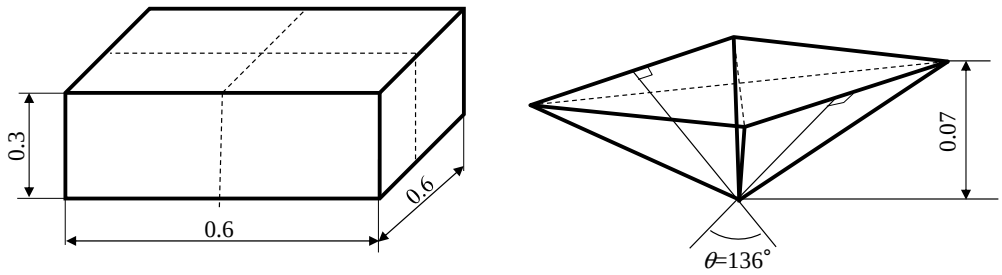



Fig.3-1 Simplified indentation test. (a)Geometry of the solder specimen. (b)Geometry of the Vickers indenter.

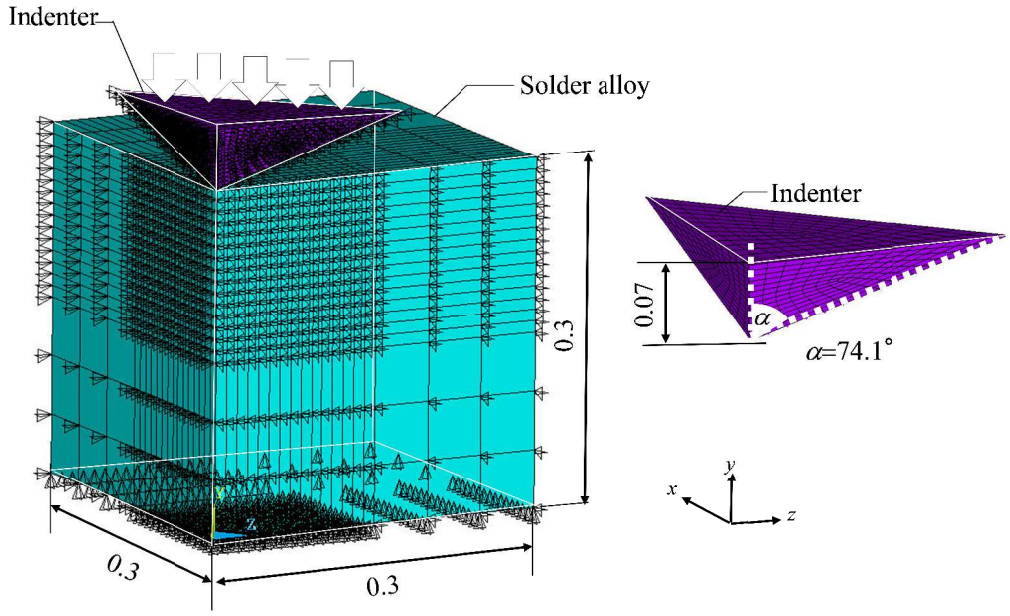



Fig.3-2 FEM model used in the indentation test. Nodes on axial planes were fixed for the normal directions of planes respectively.

3.2.2　構成モデル

FEM 解析では，はんだ試料と Vickers 圧子に以下に記述する機械的特性を用いた．Vickers 圧子を完全弾性体と仮定し，ダイヤモンドのヤング率 $E_0$ =1141GPa とポアソン比 $\nu_0$ =0.07 を用いた．一方，試料は実験に用いたはんだ合金と同じ Sn-3.0Ag-0.5Cu はんだ合金とした．はんだ材料の変形はクリープ変形が支配的であるため， FEM 解析には時間依存性の非弾性変形を記述できる構成モデルを用いる必要がある．そこではんだ試料の変形は次の弾・塑性・クリープ構成モデルを用いた．

$$\boldsymbol{\varepsilon} = \boldsymbol{\varepsilon}^{\mathrm{e}} + \boldsymbol{\varepsilon}^{\mathrm{p}} + \boldsymbol{\varepsilon}^{\mathrm{c}} \tag{3-1}$$

ここで $\boldsymbol{\varepsilon}$ は全ひずみテンソル， $\boldsymbol{\varepsilon}^{\mathrm{e}}$ は弾性ひずみテンソル， $\boldsymbol{\varepsilon}^{\mathrm{p}}$ は塑性ひずみテンソル， $\boldsymbol{\varepsilon}^{\mathrm{c}}$ はクリープひずみテンソルである．

圧子が試料に押込まれて生じる弾性ひずみテンソル $\boldsymbol{\varepsilon}^{\mathrm{e}}$ は，弾性テンソル $\mathbf{E}$ と応力テンソル $\boldsymbol{\sigma}$ を用いた Hooke の法則で次式のように表される．

$$\boldsymbol{\varepsilon}^{\mathrm{e}} = (\mathbf{E})^{-1}\boldsymbol{\sigma} \tag{3-2}$$

塑性ひずみ増分テンソル $\Delta\boldsymbol{\varepsilon}^{\mathrm{p}}$ は，次式で与えられる．

$$\Delta\boldsymbol{\varepsilon}^{\mathrm{p}} = \frac{3}{2\bar{\sigma}}\frac{\Delta\bar{\sigma}}{H}\mathbf{s} \tag{3-3}$$

$\mathbf{s}$ は偏差応力テンソル， $\bar{\sigma}$ はミーゼス型の相当応力， $H$ は塑性接線係数である．クリープひずみ増分テンソル $\Delta\boldsymbol{\varepsilon}^{\mathrm{c}}$ は次式で表される．

$$\Delta\boldsymbol{\varepsilon}^{\mathrm{c}} = \frac{3}{2\bar{\sigma}}\dot{\bar{\varepsilon}}^{\mathrm{c}}\Delta t \tag{3-4}$$

ここで， $\Delta t$ は現計算ステップでの時間増分であり， $\dot{\bar{\varepsilon}}^{\mathrm{c}}$ は相当クリープひずみ速度である．

本章では式(2-1)の Norton 則で評価するインデンテーションクリープ試験の結果について考察するため，式(3-4)の相当クリープひずみ速度を次式の Norton 則で表した．

$$\dot{\bar{\varepsilon}}^{c} = A\bar{\sigma}^{n} \tag{3-5}$$

上述の構成モデルを用いるため，表 3-1 に示す Vickers 圧子とはんだ試料の機械的特性を FEM 解析に用いた．弾・塑性特性には文献値を用い，クリープ特性には第 2 章に記述した引張クリープ試験の結果を用いた．また，応力-ひずみ曲線は移動硬化則の 2 直線近似で表した．図 3-3 に示すように，降伏応力 $\bar{\sigma}_{Y}$ まではヤング率 $E$ を傾きにする直線で，降伏応力 $\bar{\sigma}_{Y}$ 以降は傾き $H'$ の直線で応力-弾・塑性ひずみの関係を表した．したがって，塑性接線係数 $H$ は次式に表 3-1 の $H'$ を用いて計算することができる．

$$H = \frac{E \cdot H'}{E - H'} \tag{3-6}$$

また，Vickers 圧子が押込まれると，試料は圧子側面に沿って外側に流れる．そのため，圧子と試料の界面に生じるせん断応力 $\tau$ を次式でモデル化した．

$$\tau = \mu p \tag{3-7}$$

ここで， $p$ は接触圧， $\mu$ は摩擦係数を表す．

ダイヤモンド圧子を用いる場合，ダイヤモンド-試料間における摩擦係数は小さく，生じるせん断応力は極微小である．しかし，インデンテーション試験には， 鋼圧子も用いられる．鋼圧子の場合，圧子と試料の間には異種金属間の摩擦係数 0.4 でせん断応力が発生する．摩擦の影響が大きい場合にも本論文の内容が成立することを示すため，本論文では摩擦係数 $\mu$ を 0.4 として計算機実験を実施した．

Table 3-1 Mechanical properties used in FEM.
(a) Vickers indenter. (b) Sn-3.0Ag-0.5Cu.

(a)

| Young's modulus $E_0$[GPa] | Poisson's ratio $\nu_0$ |
|---|---|
| 1141 | 0.07 |

(b)

| Young's modulus $E$ [GPa] | Poisson's ratio $\nu$ | Yield stress $\sigma_Y$ [MPa] | Tangent modulus $H'$ [MPa] |
|---|---|---|---|
| 21 | 0.35 | 38 | 162 |

| Creep constant $A$ | Creep constant $n$ |
|---|---|
| $6.10\times10^{-24}$ | 12.6 |

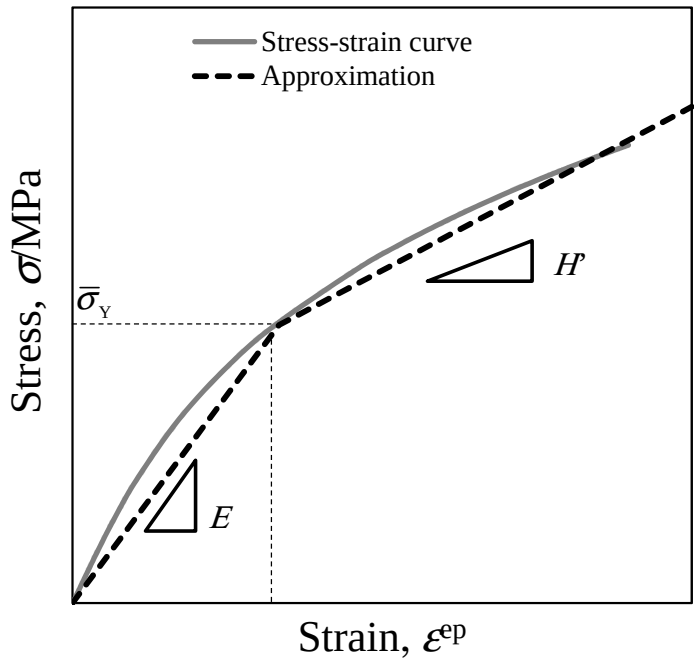



Fig.3-3 Stress–strain curve approximated by two straight lines.

## 3.3　インデンテーションクリープ解析

図 3-2 の有限要素モデルを用いて，第 2 章のインデンテーションクリープ試験と同じ負荷条件(表 2-1)で計算機実験を実施した．荷重保持工程における押込み深さ増分と時間の関係を図 3-4 に示す．ここで，○印は 2 章で得られたインデンテーション試験の結果，破線は本章の計算機実験で得られた結果を示す．荷重保持工程の 9000 秒間で生じた押込み深さ増分は，実験で $5.4\times10^{-3}$mm であり，計算機実験で $4.7\times10^{-3}$mm である．実験結果と解析結果の間には，約 0.7μm 程度の違いがある．これは，圧子押込み時に生じる弾・塑性変形を 2 直線近似の応力-ひずみ曲線で簡易的に表していることと，遷移クリープ変形を考慮していないことに起因する誤差である． しかし，荷重保持開始から 3000 秒以降の定常状態において押込み速度は，それぞれ実験結果で $7.96\times10^{-8}$mm/s，解析結果で $6.41\times10^{-8}$mm/s に収束した．これは，荷重保持工程におけるクリープひずみ速度がほぼ等しいことを意味しており，前節の FEM モデルで実際の定常クリープ挙動が模擬できていることを示す.

図 3-5 に，荷重保持工程における押込み深さと時間の関係を示す．荷重保持開始から 2000s 以降の押込み深さと時間の関係を式(2-2)および式(2-3)を用いて定常クリープひずみ速度を導出した．得られた定常クリープひずみ速度と応力の関係を図 3-6 に示す．△印は，計算機実験から得られた結果である．一点鎖線で示すインデンテーションクリープ試験の結果に比べて，計算機実験の結果はわずかに平行移動した直線となる．一方で，インデンテーションクリープ解析の結果を引張クリープ試験と比較してみると，インデンテーションクリープ試験の結果は微小構造の影響が排除されてもなお，引張クリープ試験の結果に一致しない．すなわち，第 2 章で確認されたインデンテーションクリープ試験結果と引張クリープ試験結果の相違は，変形測定領域の違い，すなわち，サイズ効果以外の要因に起因するものと考えられる.

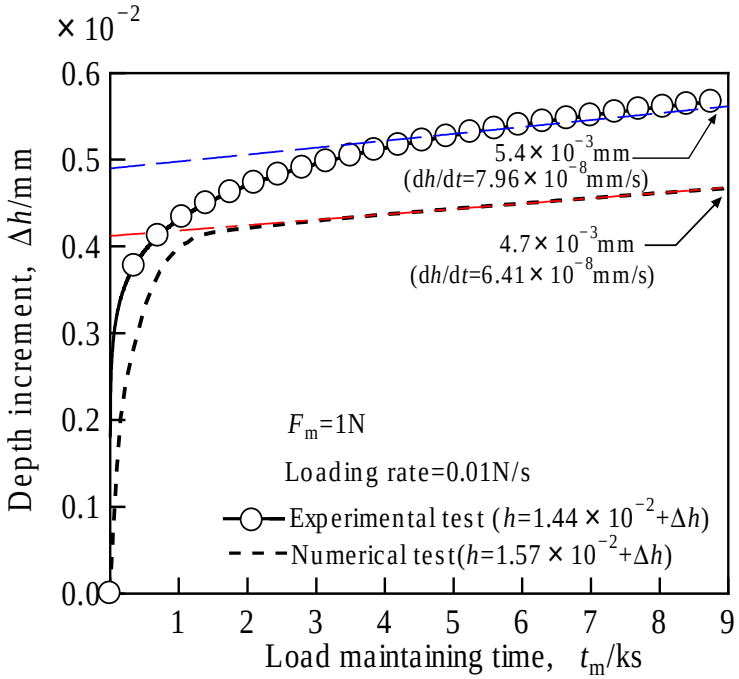



Fig.3-4 Comparison of the *h*-*t* curve obtained by experiment and that obtained by numerical test.

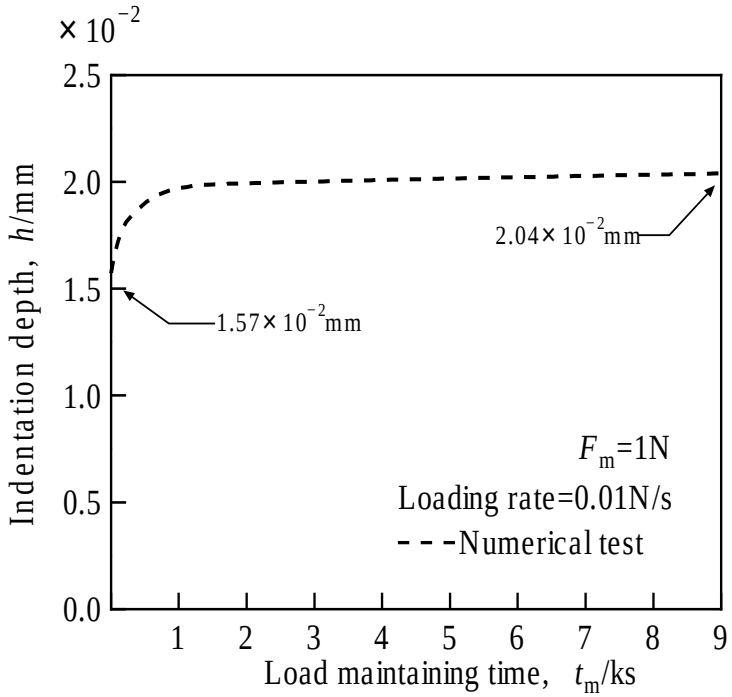



Fig.3-5 Relationship between indentation depth and time (*h*-*t* curve) obtained from numerical test.

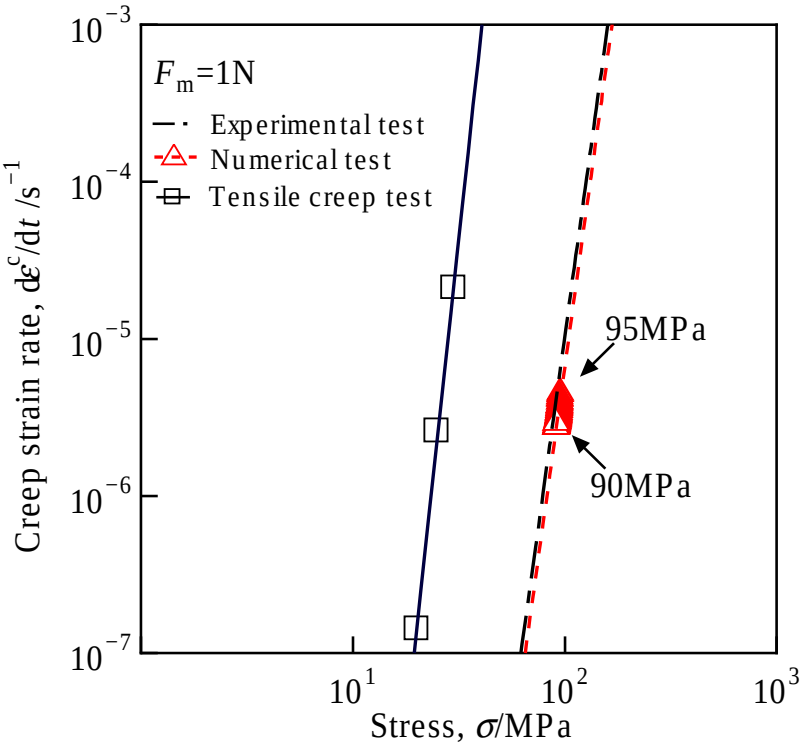



Fig.3-6 Comparison of relationship between stress and creep strain rate.

## 3.4　インデンテーション試験の問題点

第 2 章で，インデンテーションクリープ試験と引張クリープ試験における相違の要因の一つとして，インデンテーションクリープ試験の応力算出方法についても述べた．図 3-6 の応力とクリープひずみ速度の関係において，インデンテーションクリープ試験の計算機実験から得られた応力の範囲は 90~95MPa である．

図 3-7 に荷重保持開始時におけるはんだ試料の相当応力分布を示す．この場合，最大相当応力は 41.5MPa である．試料応力分布より得られる応力値とインデンテーション試験の応力算出の式(2-3)から得られた応力(90-95MPa)を比較すると，接触面積 $S_c$ を基準面積として計算する式(2-3)の応力が不自然に大きいことが分かる．よって，インデンテーション試験における応力の算出方法では応力が著しく高く見積もられる傾向にあると言える．すなわち，インデンテーション試験によりクリープデータを得るためには，インデンテーション試験における応力の算出方法の定義を見直す必要がある．

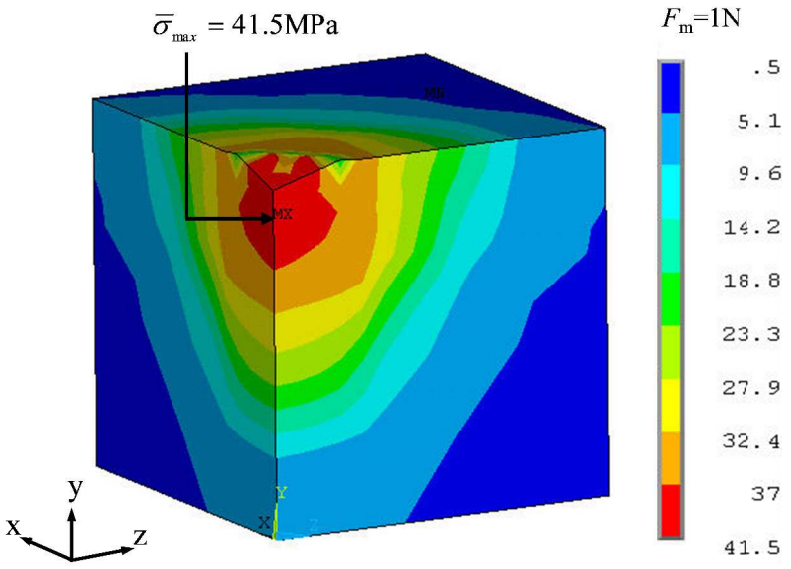



Fig.3-7 Distribution of equivalent stress at the start of constant load process.

## 3.5　インデンテーション試験のための応力算出法

図 3-7 より，相当応力は圧子と試料の接触部だけではなく，その下部にも広く分布していることがわかる．このことから，インデンテーション試験における相当応力の算出に用いる面積は，圧子と試料の接触面積よりも大きな面積を用いるべきだと考えられる．すなわち，式(2-3)を用いて応力を算出する際には，新たな応力算出用の基準面積 $S_r$ が必要となる．これまでにも，補正係数を用いたインデンテーション試験の応力算出手法が提案されている．代表的な手法に，補正係数 3 を接触面積 $S_c$ に乗じる手法があり，多くの研究者が用いている [18, 31]．しかし，その手法には物理的な意味も理論的な裏付けもない．そこで本研究では，“圧子押込み深さ保持試験”なる新たなインデンテーション試験を提案し，これを模擬した FEM 解析を実行することで，相当応力の算出に最適な基準面積の導出を試みた．

### 3.5.1　圧子押込み深さ保持試験による定常クリープ特性評価

本研究では，インデンテーション試験により単軸応力下の定常クリープ特性を評価することを目的としている．そのためには，インデンテーション試験による応力算出に大きな影響を及ぼす適切な基準面積を決定する必要がある．しかし，押込み荷重一定のインデンテーションクリープ試験中では基準面積が変化するため，基準面積を決定することは難しい．

図 3-8 に，インデンテーションクリープ試験の工程図を表す．2.2 節に記述したように，荷重保持工程では圧子直下でクリープ変形が生じ，押込み深さが増加する．押込み深さの増加に伴い，圧子と試料の接触面積は増大し，応力は減少する．一方，単軸クリープ試験である引張クリープ試験では，標点部の断面積を用いて応力を評価しており，クリープ変形中の基準面積が一定に保たれる．そのため，クリープ変形が進行しても，応力は一定である．負荷条件だけを見れば，インデンテーションクリープ試験は引張クリー

プ試験を圧縮負荷に応用した試験とみなすことができる．しかし，インデンテーションクリープ試験と引張クリープ試験にはクリープ変形中の面積変化，さらに応力の取扱い方に相違点がみられる．よって，インデンテーションクリープ試験では，正確なクリープ特性評価が難しい．

インデンテーション試験の基準面積を決定するためには，単軸クリープ試験と同じように基準面積を一定に保つことができる手法が必要である．そこで本研究では，引張り・ひずみ保持試験[32]を模擬したインデンテーション試験を用いることとした．引張り・ひずみ保持試験とは，一定のひずみ速度で任意のひずみ値まで試料を引張り，その後ひずみを保持する試験である．クリープ特性は，ひずみ保持過程で得られる応力緩和曲線を用いて評価することができる．引張り・ひずみ保持試験をインデンテーション試験に置き換えて，圧子押込み深さ保持試験なるインデンテーション試験を提案した．図 3-9 に概略図を示す．この試験では，押込み深さを一定に保つことで試料内部の全ひずみ分布を一定に保ち，インデンテーション試料に一定ひずみ負荷を与える．押込み深さを保持することで生じるクリープ現象は，荷重緩和として計測される．押込み深さを保持している間は応力を評価するための基準面積が一定であり，基準面積について検討するには適したインデンテーション試験である．

図 3-10 に示すように，第 1 の工程は一定の押込み速度で任意の目標深さまで圧子を試料に押込む圧子押込み工程である．それに続く第 2 工程では，押込み深さを長時間保持する．第 2 工程の深さ保持工程からは荷重緩和曲線が得られ，インデンテーション試験に適した基準面積を用いることで応力緩和曲線を得ることができる．そこで，本章では，一定押込み深さのインデンテーション試験における応力の定義，すなわち，インデンテーション試験に適した基準面積 $S_r$ の決定方法について検討した．

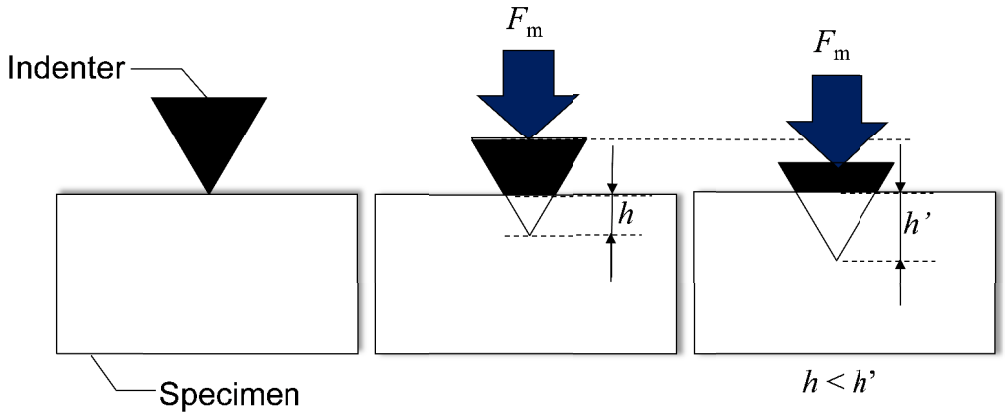



Fig.3-8 Process of the indentation creep test.

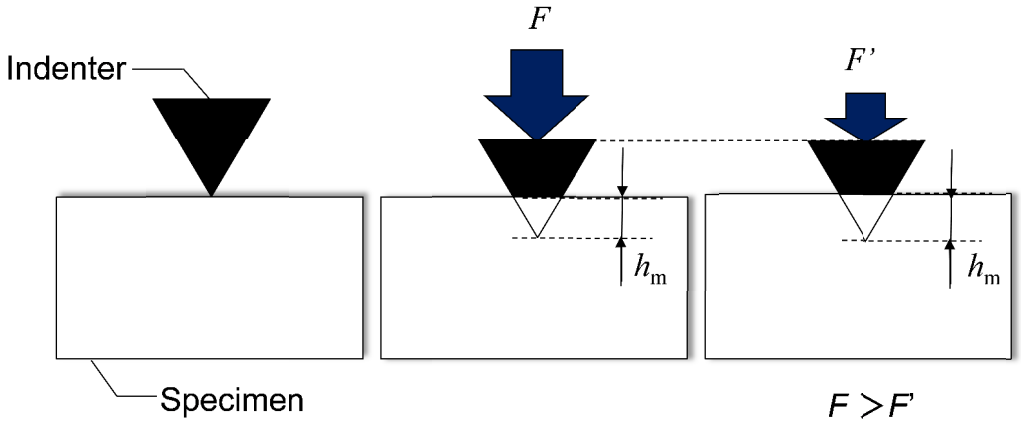



Fig.3-9 Process of the indentation test including the depth maintaining process.

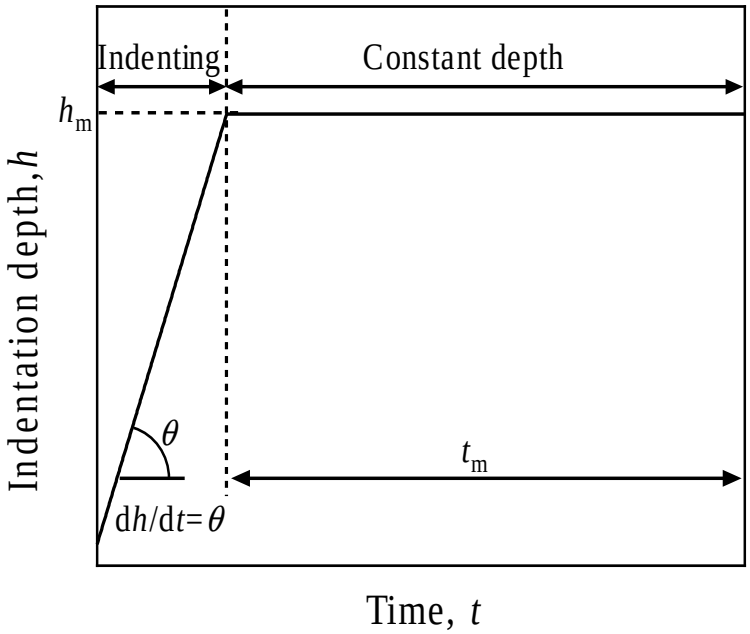



Fig.3-10 Schematic outline of the loading for indentation tests including the indentation depth maintenance process.

### 3.5.2　インデンテーション試験における相当応力の定義

引張り・ひずみ保持試験における定常クリープひずみを導出する手順を次に示す[32, 33]. 単軸応力下において，次式のように全ひずみ増分 $\mathrm{d}\varepsilon_{\mathrm{t}}$ を弾性ひずみ増分 $\mathrm{d}\varepsilon_{\mathrm{t}}^{\mathrm{e}}$，塑性ひずみ増分 $\mathrm{d}\varepsilon_{\mathrm{t}}^{\mathrm{p}}$，クリープひずみ増分 $\mathrm{d}\varepsilon_{\mathrm{t}}^{\mathrm{c}}$ の総和とする.

$$\mathrm{d}\varepsilon_{\mathrm{t}} = \mathrm{d}\varepsilon_{\mathrm{t}}^{\mathrm{e}} + \mathrm{d}\varepsilon_{\mathrm{t}}^{\mathrm{p}} + \mathrm{d}\varepsilon_{\mathrm{t}}^{\mathrm{c}} \tag{3-8}$$

ここで添え字 t は単軸状態を表す.

応力緩和が起きるひずみ保持工程では，全ひずみ増分と塑性ひずみ増分が一定であるため，次式を得ることができる.

$$\mathrm{d}\varepsilon_{\mathrm{t}}^{\mathrm{e}} = -\mathrm{d}\varepsilon_{\mathrm{t}}^{\mathrm{c}} \tag{3-9}$$

フックの法則を用いると，式(3-9)は次のように書き改めることができる.

$$\mathrm{d}\varepsilon_{\mathrm{t}}^{\mathrm{c}} = -\frac{1}{E}\mathrm{d}\sigma_{\mathrm{t}} \tag{3-10}$$

ここで，　$E$ はヤング率，$\mathrm{d}\sigma_{\mathrm{t}}$ は単軸応力増分を表す.

時間微分することで，クリープひずみ速度 $\dot{\varepsilon}_{\mathrm{t}}^{\mathrm{c}}$ を次式で表すことができる.

$$\dot{\varepsilon}_{\mathrm{t}}^{\mathrm{c}} = -\frac{1}{E}\dot{\sigma}_{\mathrm{t}} \tag{3-11}$$

ここで，　$\dot{\sigma}_{\mathrm{t}}$ は単軸の応力緩和速度を表す.

式(3-11)を用いると，クリープひずみ速度 $\dot{\varepsilon}_{\mathrm{t}}^{\mathrm{c}}$ は応力緩和速度から計算できる．図 3-11 の応力緩和曲線の概略図に示すように，応力緩和速度は任意の応力値における曲線の接線傾き $\mathrm{d}\sigma/\mathrm{d}t$ である．応力曲線上の複数点でクリープひずみ速度を求め，応力とクリープひずみの関係から定常クリープひずみを算出する.

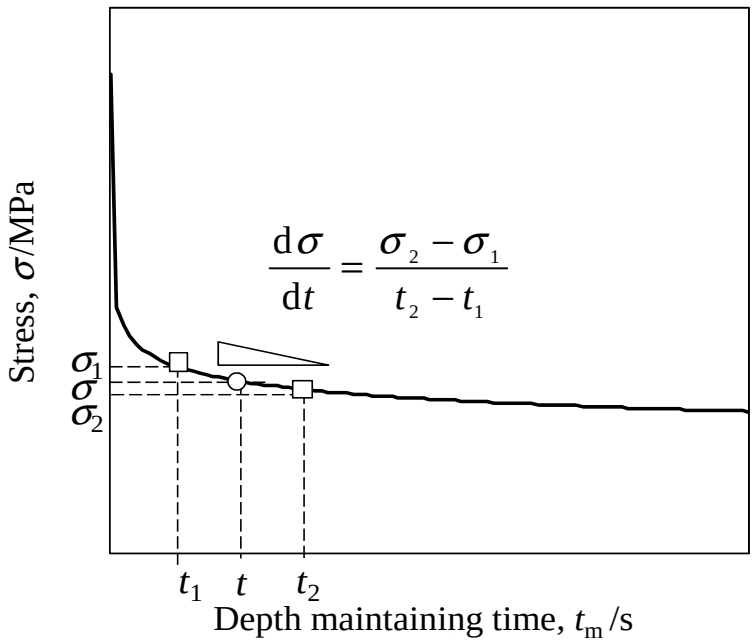



Fig.3-11 Determination of stress relaxation rate using stress relaxation curves. The stress relaxation rate d$\sigma$/d$t$ is the slope of the stress relaxation curve at an indentation depth $h$.

圧子押込み深さ保持試験における応力の定義は，応力緩和曲線を取得する上で重要な役割を果たす．しかし前述したように，従来法の基準面積である圧子と試料の接触面積 $S_c$ は応力の評価に適さない．そこで本研究では，インデンテーション試験の応力を導出するのに適した基準面積 $S_r$ について検討した．すなわち，インデンテーション試験の応力 $\sigma_t$ を次式により導出する．

$$\sigma_t = \frac{F}{S_r} \tag{3-12}$$

ここで $F$ は圧子が与える押込み荷重である．

式(3-12)を時間微分すると，式(3-11)の応力緩和速度 $\dot{\sigma}_t$ を次式で表すことができる．

$$\dot{\sigma}_t = \frac{\dot{F}}{S_r} \tag{3-13}$$

また，式(3-13)の荷重緩和速度 $\dot{F}$ は深さ保持工程で得られる荷重緩和曲線から計算することができる．ゆえに，式(3-13)を式(3-11)に代入することで，荷重緩和曲線から押込みクリープひずみ速度 $\dot{\varepsilon}^c$ を計算することができる．

$$\dot{\varepsilon}^c = -\frac{1}{ES_r}\dot{F} \tag{3-14}$$

インデンテーション試験で測定される定常クリープひずみ速度は，押込みクリープ挙動を表すクリープ係数 $A_i$ と応力指数 $n_i$ を用いて式(2-1)の Norton 則でも表すことができる．式(2-1)と式(3-14)よりインデンテーション試験に適した基準面積 $S_r$ は次式で表すことができる[34]．

$$-\frac{1}{ES_r}\dot{F} = A_i\left(\frac{F}{S_r}\right)^n \tag{3-15}$$

押込み深さを保持している間，基準面積 $S_r$ は一定に保たれる．基準面積 $S_r$ を用いてクリープひずみ $\dot{\varepsilon}^c$ が算出できるとしたら，Norton 則を表す式(3-15)の右辺に $A_i$ と $n_i$ に代え

て，引張クリープ試験から得られるクリープ係数 $A$ と応力指数 $n$ を用いることができる．よって，基準面積 $S_r$ は次式で表すことができる．

$$S_r = \left\{ \frac{-\dot{F}}{AEF^n} \right\}^{\frac{1}{1-n}} \tag{3-16}$$

式(3-16)より，押込み深さ $h_m$ を保持して得られる荷重緩和曲線から保持深さ $h_m$ に対応する基準面積 $S_r$ を計算することができる．また，インデンテーション試験において，圧子と試料の接触面積 $S_c$ と同様に基準面積 $S_r$ もまた押込み深さ $h$ に依存する．

$$S_r = Ch^2 \tag{3-17}$$

ここで，$C$ は定数である．

押込み深さ $h$ が同じ場合，式(3-16)と式(3-17)で表される基準面積は一致するはずである．よって，式(3-17)を式(3-16)に代入して得られる式からわかるように，定数 $C$ は荷重緩和曲線から決定する基準面積 $S_r$ と保持深さ $h_m$ の関係によって決定できる．

### 3.5.3　基準面積 $S_r$ の決定と定常クリープひずみの導出

基準面積 $S_r$ を決定するため，複数の保持深さで圧子押込み深さ保持試験の計算機実験を実施した．負荷条件を表 3-2 に示す．本節の解析では，$0.5\times10^{-2}$mm~$3.5\times10^{-2}$mm の範囲で $0.5\times10^{-2}$mm おきに 7 種類の保持深さで圧子押込み深さ保持試験を実施した．計算機実験において，圧子を $4.0\times10^{-4}$mm/s で目標とする保持深さ $h_m$ まで試料に押込んだ．続けて，到達した押込み深さ $h_m$ を 9000s 間保持した．

インデンテーション試験の応力を計算するのに適した基準面積 $S_r$ を決定する前に，数値モデルの妥当性について再度検討する必要がある．本研究で提案する圧子押込み深さ保持試験では，クリープ現象により生じる応力緩和を利用してクリープひずみを導出する．計算機実験でその評価手法を確立するためには，実験結果に一致する荷重緩和曲線が計算機実験から得られなければならない．3.3 節において一度 FEM モデルの妥当性を

確認しているが，インデンテーションクリープ試験で生じるクリープ挙動に加え，変位制御された状態で起きる応力緩和をも十分に再現できるモデルであることを示す必要がある．

そこで，図 2-5 のインデンテーション試験機を用いて，保持深さ $3.0\times10^{-2}$mm の圧子押込み深さ保持試験を計算機実験と同じ押込み速度，深さ保持時間で実施した．図 3-12 は，実験，および計算機実験の深さ保持工程で得られた荷重緩和曲線である．○印と破線は，それぞれ実験結果と計算機実験結果を表す．押込み工程によって試料に与えられた初期荷重は，どちらの場合も 3.45N である．図 3-12 より分かるように深さ保持開始から時間が経過すると荷重は緩和し，深さ保持開始から 9000s の間に，実験で 1.72N，計算機実験で 1.81N まで荷重が緩和する．荷重緩和量における実験データと計算機実験結果の差は 0.1N である．一方で，荷重緩和曲線における接線傾きの推移を見ると，荷重緩和速度の変化傾向はほぼ一致することが分かる．すなわち，図 2-5 に示す FEM モデルは圧子押込み深さ保持試験におけるクリープ現象である荷重緩和を再現可能である．これは，図 2-5 の FEM モデルを用いた計算機実験での押込み深さ一定のインデンテーション試験が有効であることを示す．

基準面積を決定するため，表 3-2 の負荷条件を用いて圧子押込み深さ保持試験の計算機実験を実施した．その結果，図 3-13 に示す荷重緩和曲線が得られた．図 3-13 より，保持深さが大きいほど初期荷重が大きく，荷重緩和量も大きいことが分かる．深さ保持時間が経過すると荷重緩和速度 $\dot{F}$ は減少し，深さ保持開始から約 3000s で荷重緩和速度が一定値に収束した．そこで，深さ保持開始から 3000s 以降の荷重緩和曲線と式(3-16)を用いて，式(3-17)の定数 $C$ を決定するために各保持深さ $h_{\mathrm{m}}$ に対応する基準面積 $S_{\mathrm{r}}$ を計算した．

7 種類の保持深さ $h_{\mathrm{m}}$ に対応する基準面積 $S_{\mathrm{r}}$ 保持深さの関係を図 3-14 に示す．式(3-17)より，定数 $C$ は式(3-16)の基準面積 $S_{\mathrm{r}}$ と保持深さ $h_{\mathrm{m}}$ の 2 乗の比例係数に相当する．すな

わち，Sn-3.0Ag-0.5Cu が試料である場合，インデンテーション試験に適した基準面積 $S_r$ は次式で表すことができる．

$$S_r = 93.1h_m^2 \tag{3-18}$$

Table 3-2 Load condition of indentation creep test with a constant indenter depth.

| Indentation depth $h_m$[mm] | Indentation rate $dh/dt$ [mm/s] | Depth maintaining time $t_m$[s] |
|---|---|---|
| $5.0\times10^{-3}$ | $4.0\times10^{-4}$ | 9000 |
| $1.0\times10^{-2}$ | | |
| $1.5\times10^{-2}$ | | |
| $2.0\times10^{-2}$ | | |
| $2.5\times10^{-2}$ | | |
| $3.0\times10^{-2}$ | | |
| $3.5\times10^{-2}$ | | |

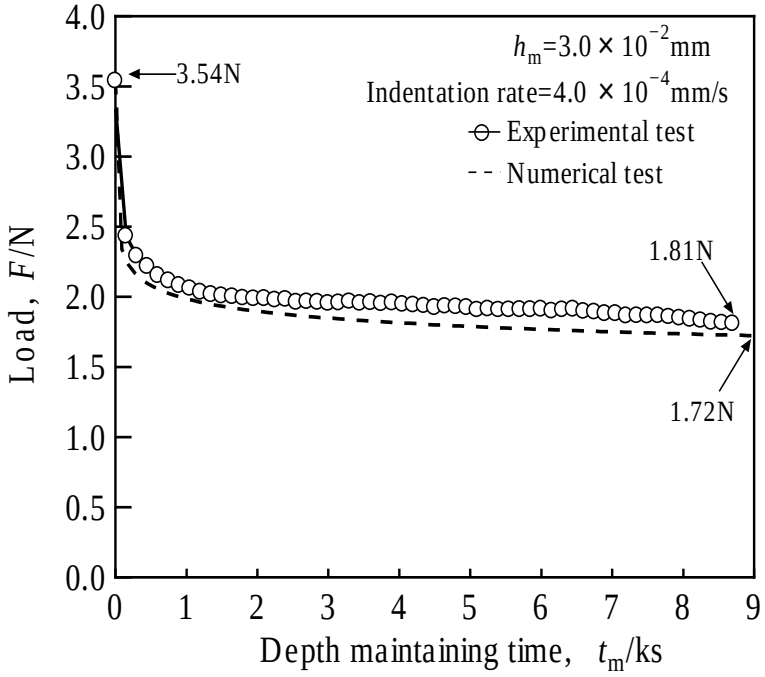



Fig.3-12 Comparison of the load relaxation curves during the depth $3.0\times10^{-2}$mm maintaining.

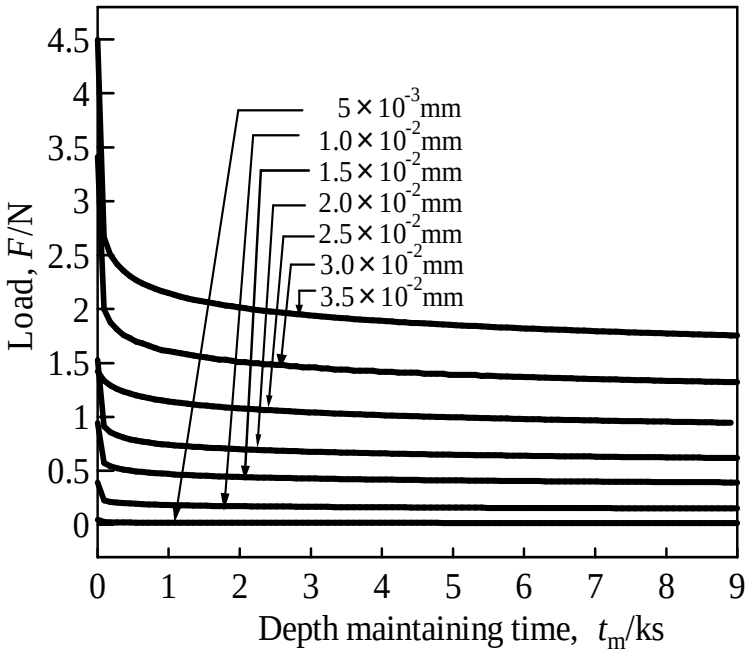



Fig.3-13 Load relaxation curve.

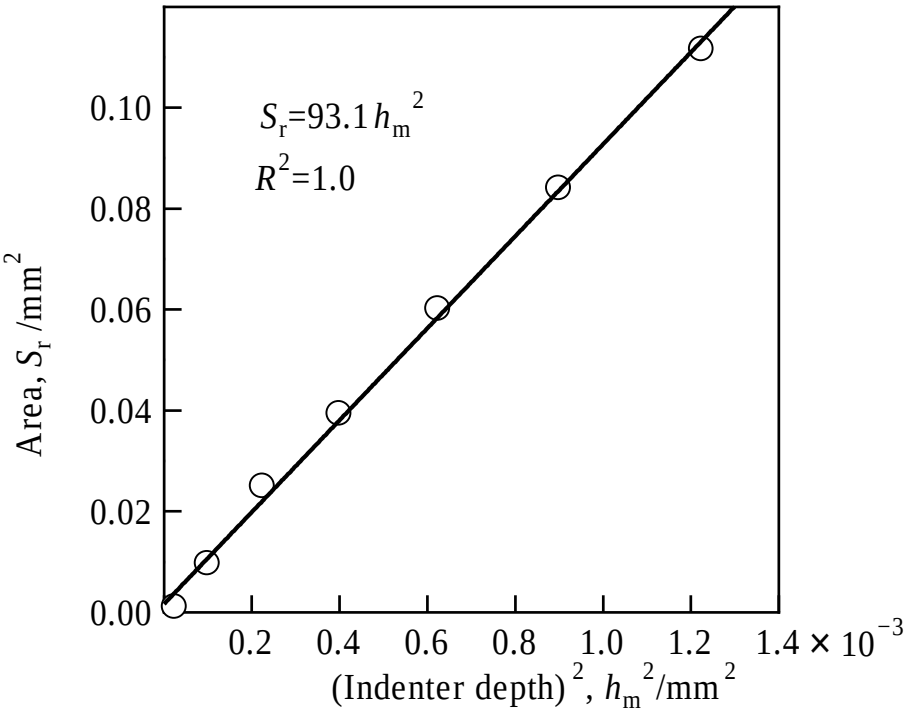



Fig.3-14 Determination of the new reference area for calculating equivalent stress.

圧子押込み深さ保持試験で決定した式(3-18)の基準面積 $S_r$ を 3.3 節で実施したインデンテーションクリープ解析の結果に用いて，Sn-3.0Ag-0.5Cu の定常クリープひずみを再度算出した．従来のインデンテーションクリープ解析と引張クリープ試験，基準面積を用いたインデンテーションクリープ解析の結果を比較して，本章で決定した基準面積 $S_r$ の有効性を検討する．図 3-15 は，応力とクリープひずみ速度の関係を表す．△印は，基準面積 $S_r$ を用いた結果を表す．それらは，破線と○印で示すインデンテーションクリープ解析結果，一点鎖線で示すインデンテーションクリープ解析結果に比べて低応力側にあり，実線で示す引張クリープ試験の結果にほぼ一致することが分かる．すなわち，式(3-16)で計算される基準面積 $S_r$ はインデンテーション試験で定常クリープひずみを得るのに適切な面積であるといえる．

本研究以外にも，単軸クリープデータを得るためにインデンテーションクリープ試験の応力について検討した研究があるが，それらの多くは，保持荷重 $F_m$ を 3 倍の接触面積 $S_c$ で除して応力を計算している[18), (31)]．この方法を用いた場合，定常クリープ領域である荷重保持開始から 2000s 以降における応力範囲は数値シミュレーションによって得られた応力分布の応力範囲に一致する．このように，多くのインデンテーション試験では単軸応力下のクリープ特性を評価するために有効な応力として，圧縮応力の 3 分の 1 を用いている．しかし，これらの研究では，その物理的意味の言及がなされていない．

一方で，本章で提案する基準面積 $S_r$ もまた，試料全体の定常クリープ特性を評価するのに有効である．式(3-18)で表される基準面積 $S_r$ は，従来法で用いられる圧子と試料の接触面積 $S_c$ の約 3 倍に相当する．本手法と従来手法との大きな違いは，本手法には荷重緩和曲線を用いた明確な導出原理と物理的な意味があることである．

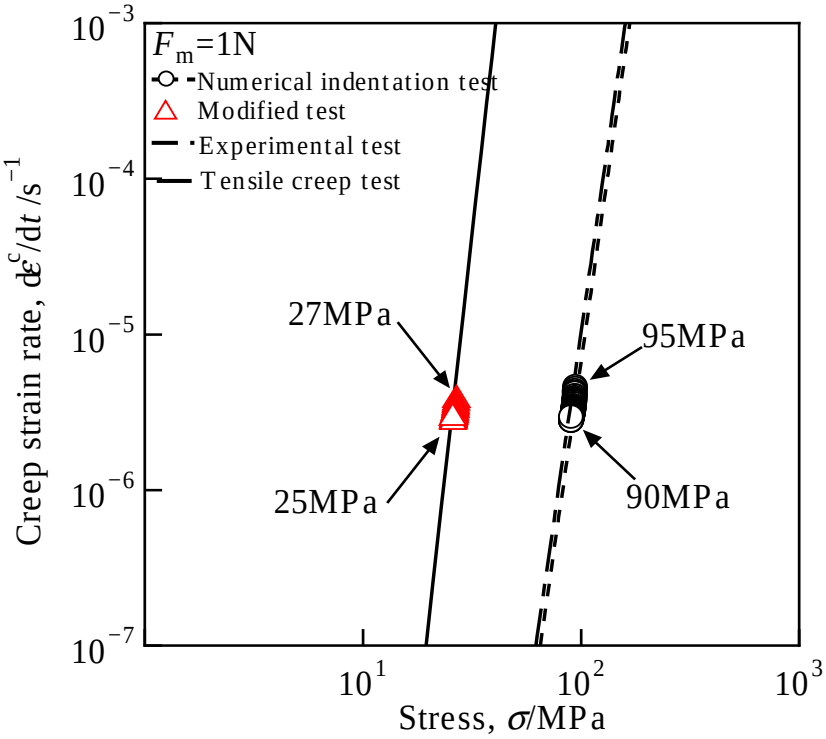



Fig.3-15 Relationship between stress and creep strain rate obtained by using new reference area.

## 3.6　結　　言

本章では，インデンテーション試験で単軸クリープひずみを導出するにあたり，計算機実験によるインデンテーションクリープ試験を実施し，その問題点を明らかにした．さらに，インデンテーションクリープ試験の問題解決のため，新たなインデンテーション試験を提案し，計算機実験を用いてインデンテーション試験に適した基準面積の決定方法について検討した．

(1) 計算機実験を用いることで，バルク試験片とインデンテーション試験片の測定領域サイズの違いを排除した．それでもなお，インデンテーションクリープ解析の結果は単軸の定常クリープ変形を表す引張クリープ試験の結果に一致しない．

(2) インデンテーションクリープ試験では，定常クリープひずみを導出することができない．この原因は，インデンテーションクリープ試験における応力の過大評価である．

(3) 基準面積に着目して圧子押込み深さ保持試験という新しいインデンテーション試験を提案し，過大な応力になることがない，インデンテーション試験で定常クリープデータを得るのに適した基準面積の決定方法を検討した．

(4) 新たに提案した基準面積を用いれば，引張クリープ試験の代わりにインデンテーション試験でクリープ変形を取得することができる．

# 第 4 章
# 主応力面を考慮したインデンテーション試験

## 4.1　緒　　言

第 3 章では，インデンテーションクリープ試験の数値実験結果と引張クリープ試験の実験結果を比較し，インデンテーションクリープ試験の問題点を明らかにした．インデンテーションクリープ試験では圧子と試料の接触面積を基準として応力を評価するが，相当応力を過大評価しており適切な定常クリープひずみを得ることができない．そこで，圧子押込み深さ保持試験を提案し，インデンテーション試験で応力を計算するのに適した基準面積 $S_r$ の導出を試みた．

第 3 章において，基準面積 $S_r$ を表す式(3-16)には，引張試験より定まる Norton 則の係数 $A$ と指数 $n$ が含まれている[34]．これは，基準面積 $S_r$ の決定に引張試験による単軸クリープデータが必要であることを意味する．すなわち，実装状態にある微小な部材や新材料などの引張クリープ試験が困難な場合には，本手法が適用できない．また，引張単軸クリープ特性を基に決定する基準面積を用いて定常クリープ特性を評価しても，結果は基準面積を求めるための引張単軸クリープ特性に依存する．本章では，複数の保持深さで圧子押込み深さ保持試験の計算機実験を実施し，引張単軸クリープ試験なしで，基準面積と定常クリープひずみを導出する手法について検討した．すなわち，インデンテーション試験の主応力面を考慮した基準面積の決定方法を考案した．インデンテーション試験により生じる主応力面に着目した例はこれまでにない．本研究では圧子と試料の接触状態と応力状態の関係を明らかにし，時間-押込み荷重-押込み深さの測定データからインデンテーション試験の主応力面について検討した．また，圧子押込み深さ保持試験の深さ保持工程におけるクリープ挙動についても考察し，主応力面に基づく基準面積の導出過程を組み込んだ圧子押込み深さ保持試験による定常クリープひずみ導出手法を提案した．

## 4.2　圧子押込み深さ保持試験による基準面積導出の問題点

著者は，本章で圧子押込み深さ保持試験を改良し，インデンテーション試験で得られる時間 $t$ - 荷重 $F$ - 押込み深さ $h$ の関係から定常クリープ特性を取得する手法を確立することを目的とした．圧子押込み深さ保持試験の概要については，第 3 章の 3.5.1 節に記述したが，実際の圧子押込み深さ保持試験では，図 4-1 に示すように第 3 章の 3.5.1 節に記した 2 つの工程に加えて，圧子を試料から取り除く第 3 工程も必要である．よって，本章で実施する圧子押込み深さ保持試験は押込み工程，深さ保持工程，除荷工程の 3 つの工程から成る．

圧子押込み深さ保持試験で定常クリープ特性を評価するためには，深さ保持工程で得られる荷重緩和曲線から応力と定常クリープ速度を決定する必要がある．インデンテーション試験の応力は，一般に押込荷重 $F$ を圧子と試料の接触面積 $S_c$ で除して計算される．しかし，著者は第 3 章において接触面積 $S_c$ が応力の算出に適していないことを明らかにし，接触面積 $S_c$ に代わって新たな基準面積 $S_r$ を用いることを提唱している．基準面積 $S_r$ は，第 3 章において圧子押込みによって生じる応力 $\sigma$ を計算するのに適した基準面積であることを明らかにした．

前章で示したように基準面積 $S_r$ は式(3-16)を用いて表すことができ，荷重緩和曲線から保持深さ $h_m$ に対応する基準面積 $S_r$ を決定できる．

$$S_r = \left\{ \frac{-\dot{F}}{AEF^n} \right\}^{\frac{1}{1-n}} \tag{3-16}$$

しかし，式(3-16)には引張単軸クリープデータから得られる材料定数 $A$，$n$ が含まれている．すなわち，基準面積 $S_r$ を決定するためにはバルク試験片を用いる引張クリープ試験を行わなければならない．すなわち，式(3-16)を用いる場合，圧子押込み深さ保持試験のみで基準面積 $S_r$ を決定することができない．つまり，第 3 章で提案した評価手法は，

例えば，実装状態の部品や新しい材料などの引張クリープ試験よるクリープデータの蓄積がないケースに適用することができない.

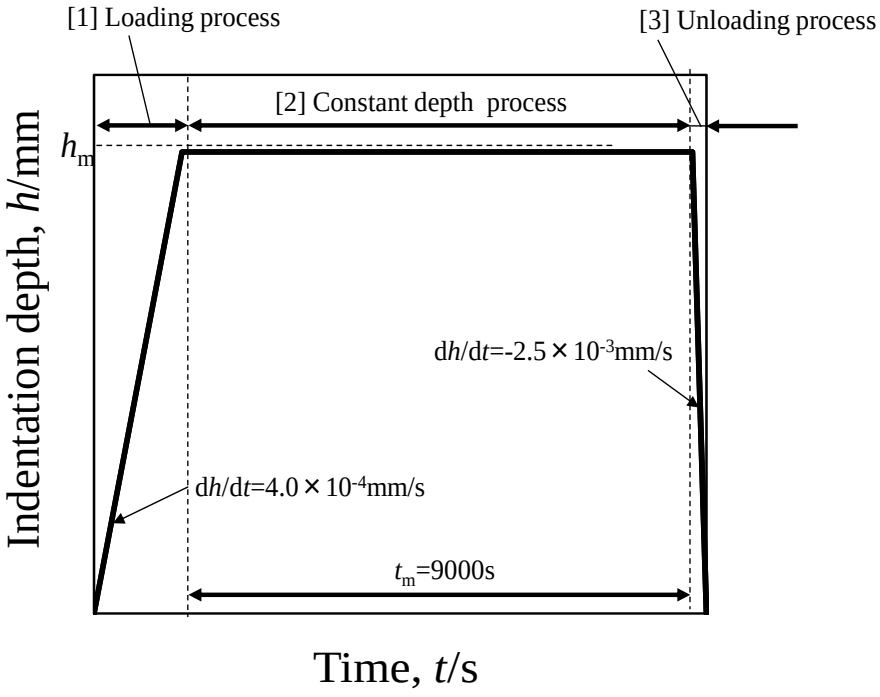



Fig.4-1 Schematic outline of the loading for indentation test with the constant depth process.

## 4.3 圧子押込みによる主応力

第 3 章の基準面積 $S_r$ (式 3-16)は，引張クリープ試験から定まるクリープひずみ速度と圧子押込み深さ保持試験で得られる荷重緩和曲線から導出するクリープひずみ速度が等しいことを基に導出した．つまり，引張単軸クリープデータを使用せずに基準面積を決定するためには，新たな手法を用いる必要がある．本章では，主応力面を考慮して基準面積を導出する方法を提案する．インデンテーション試験における主応力面を考慮するために，まず，圧子押込みにより生じる主応力分布について考察する． 3.2 節に示した FEM モデルを用いて，表 4-1 に示す負荷条件に基づき，$1.0\times10^{-2}$ mm ~ $6.0\times10^{-2}$ mm の $1.0\times10^{-2}$ mm おきに 6 種類の押込み深さで図 4-1 に示す第 1 工程のみをシミュレーションした．本章の計算機実験においても，引張クリープ試験の結果を機械的特性として構成則に用いているため，インデンテーション試験結果から微小構造の影響を排除することができる．よって，インデンテーション解析から得られた結果を引張クリープ試験の結果と比較して，定常クリープ特性評価法の妥当性を検討することができる．

圧子の押込み深さが $4.0\times10^{-2}$ mm に到達した時の主応力分布を図 4-2 に示す．図 4-2 の (a)，(b)，(c)は，それぞれ第 1 主応力，第 2 主応力，第 3 主応力のコンター図を表す．主応力の値は圧子直下で最大値となり，圧子頂点から離れるにつれて小さくなる．圧子直下の等高線は不規則な形をしているが，圧痕からある程度離れた位置では全ての主応力で等高線が同心球状になる．インデンテーション試験の主応力分布が球状になることはすでに知られており[35]，図 4-2 より圧子押込み工程を模擬した本章の解析においても主応力が圧子頂点を中心とした球状に分布することが確認できる．インデンテーション試験は圧縮試験の一種であり，圧痕周辺で圧縮を表す負の方向に最も大きい第 3 主応力は圧痕付近の変形に支配的に働く．このことから，本論文ではインデンテーション試験における基準面積の同定に対して，第 3 主応力に着目する．

Table 4-1 Load condition of the indentation test including the constant depth process.

| Indentation depth $h_m$ [mm] | Indentation rate $dh/dt$ [mm/s] | Depth maintaining time $t_m$[s] | Unloading rate $dh/dt$ [mm/s] |
|---|---|---|---|
| $1.0\times10^{-2}$ | $4.0\times10^{-4}$ | 9000 | $2.5\times10^{-3}$ |
| $2.0\times10^{-2}$ | | | |
| $3.0\times10^{-2}$ | | | |
| $4.0\times10^{-2}$ | | | |
| $5.0\times10^{-2}$ | | | |
| $6.0\times10^{-2}$ | | | |

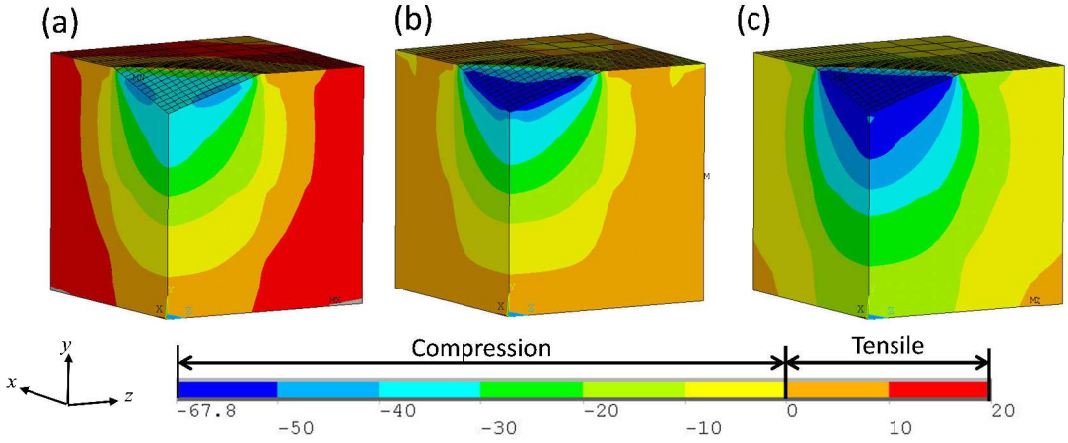



Fig.4-2 Distribution of the principal stress in the specimen of Sn-3.0Ag-0.5Cu.
(a)First principal stress. (b)Second principal stress. (c)Third principal stress.

## 4.4 インデンテーション試験における主応力面の同定

図 4-2 の主応力分布図から分かるように，圧子を試料に押込むと試料内部には主応力面の法線方向が圧子頂点を中心とする球の法線方向に一致する状態が存在する．セラミックやガラスのような脆性材料の場合，このような位置の表面にはリングクラックが発生し，試料内部に亀裂が進展する現象が報告されている[36-40]．これより，主応力面の法線方向が圧子頂点を中心とする球の法線方向に一致する位置で試料の破壊が起こる可能性が示唆される．本章では，その球面をインデンテーション試験における主応力面とし，これを考慮してインデンテーション試験に適した基準面積 $S_r$ を考える．主応力面を同定するため，圧子頂点を中心とする球の法線方向と第 3 主応力の向きが一致する位置を明らかにする．そのために，球法線ベクトル **n** と主応力の向き **m** がなす角度$\theta$を計算し，圧子頂点からの距離による角度$\theta$の変化を調査した．

主応力の方向ベクトル **m** と球の法線ベクトル **n** がなす角度$\theta$の概略図を図 4-3 に示す．圧子を試料の O 点に押込むと圧子直下の試料は変形し， O’点と圧子頂点が接触した状態になる．主応力面が圧子頂点を中心とする球に接する位置を明らかにするため，O’点から FEM モデルの各節点までの距離 $r$ を半径とする球を仮定し，節点座標と O’点座標から法線ベクトル成分 $n_x$，$n_y$，$n_z$ を取得した．また，各節点の応力 6 成分を用いた方程式を解き，主応力の単位ベクトル成分 $m_x$，$m_y$，$m_z$ を求めた．主応力の方向ベクトル **m**=($m_x$，$m_y$，$m_z$)と球の法線ベクトル **n**=($n_x$，$n_y$，$n_z$)のなす角度$\theta$の余弦は，式(4-1)によって計算できる．

$$\cos\theta = \frac{m_x n_x + m_y n_y + m_z n_z}{\sqrt{m_x + m_y + m_z}\sqrt{n_x + n_y + n_z}} \tag{4-1}$$

式(4-1)の逆数を求め，球法線ベクトルに対する主応力の向き$\theta$を計算する．ここでは，法線ベクトルを基準に時計回りを正の角度，反時計回りを負の角度とする．

はんだ試料モデルの節点解を式(4-1)に用いて，第 1 主応力，第 2 主応力，第 3 主応力の向きをそれぞれ計算する．そして，圧子頂点からの距離 $r$ に対する球法線ベクトルに

対する主応力の角度$\theta$の変化について考察する．図 4-4 は試験前の圧子と試料形状であり，本節では主応力方向に関する考察を図中に示す破線上の節点解を用いて行った．線 A は点 O と試料高さの中点 A を結ぶ線であり，圧子押込み方向に対して 71°の角度を持つ．一方，線 B は点 O と対角の点 B を結ぶ線であり，圧子押込み方向に対して 55°の角度を持つ．これら 2 直線上の節点解を用いて，圧子頂点からの距離 $r$ に対する主応力方向の変化を示した．

図 4-5 は，図 4-2 の主応力分布が得られたときと同じ条件，Vickers 圧子をはんだ試料に $4.0\times10^{-2}$mm 押込んだ時の圧子頂点からの距離 $r$ と主応力方向$\theta$の関係である．図 4-5(a)は図 4-4 の線 A 上における結果，図 4-5(b)は図 4-4 の線 B 上における結果を示す．◇，△，○印はそれぞれ，第 1 主応力の向き，第 2 主応力の向き，第 3 主応力の向きを表す．線 A，線 B いずれの結果においても応力状態が複雑な圧子直下から離れると，第 3 主応力の角度は法線ベクトル $\boldsymbol{n}$ に平行な方向を表す 0°に収束した．第 3 主応力の向きが収束する地点では，第 3 主応力方向とそれぞれ直交する第 1 主応力と第 2 主応力の向きが法線ベクトルに垂直な方向へと収束した．これより，主軸座標で主応力面に接する球の最小半径を検知できていることが分かる．

図 4-5(c)に示す線 A 上と線 B 上における第 3 主応力方向の推移を示す．法線ベクトルと第 3 主応力の方向ベクトルのなす角度$\theta$が 0°(±5°)になる点を収束点とすると，Vickers 圧子を Sn-3.0Ag-0.5Cu に対して $4.0\times10^{-2}$ mm 押込んだ場合，圧子頂点から 0.17mm の位置で第 3 主応力が球表面に垂直になる．また，線 A 上と線 B 上における主応力方向の収束位置はほぼ等しい．これは，線 A 上の特定の点だけではなく，圧子頂点を中心とする半径 0.17mm の球上の任意の点において，第 1 主応力方向と第 2 主応力方向のなす主応力面が球に接することを意味する．このように主応力面に接する球の半径 $r$ を特定することができたが，これには試料内部の任意の点における応力状態を把握することが必要である．節点解を持つ計算機実験ではこれが可能であるが，実際の圧子押

込み深さ保持試験では試料内部の応力状態を把握することは困難であり，主応力面に接する球の半径を得ることができない.

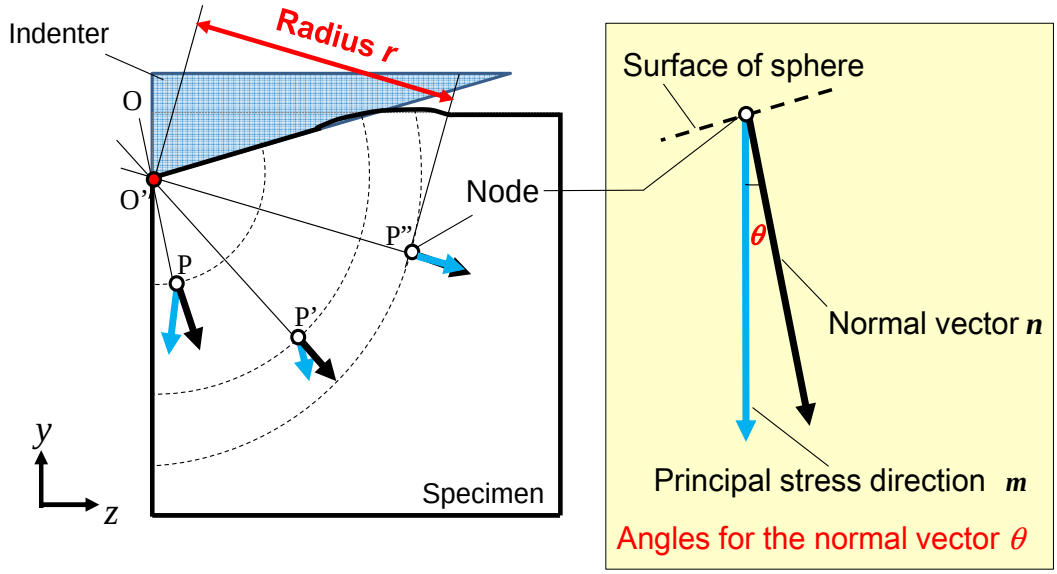



Fig. 4-3 Schematic outline of the angle between the normal stress vector and the principal stress vector.

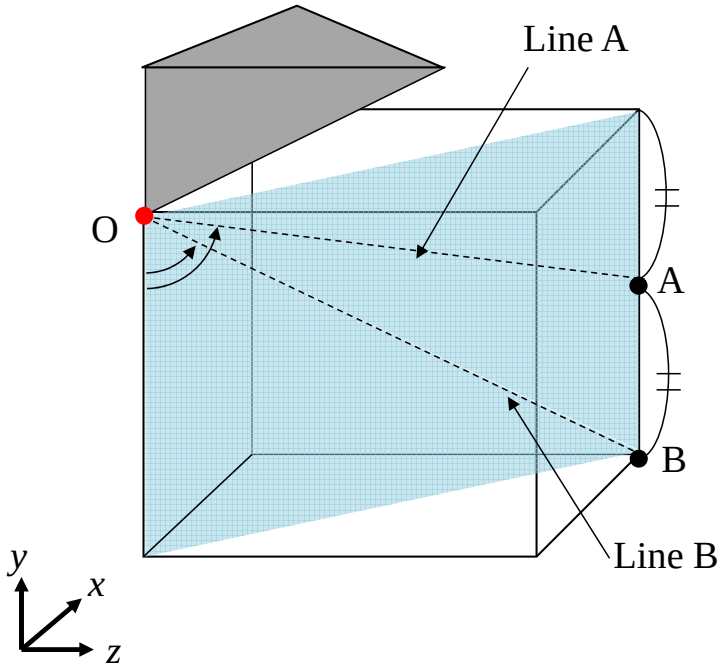
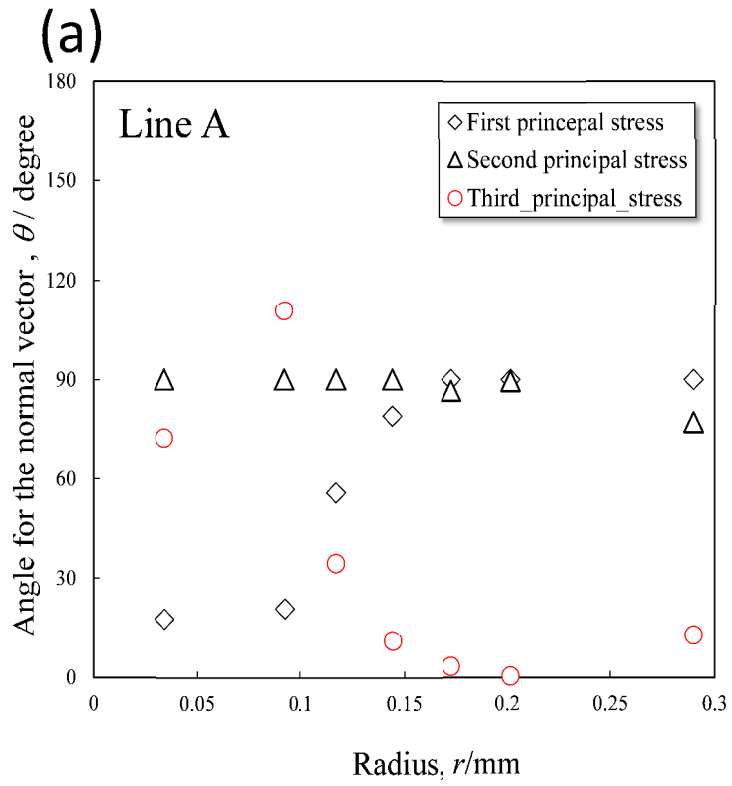
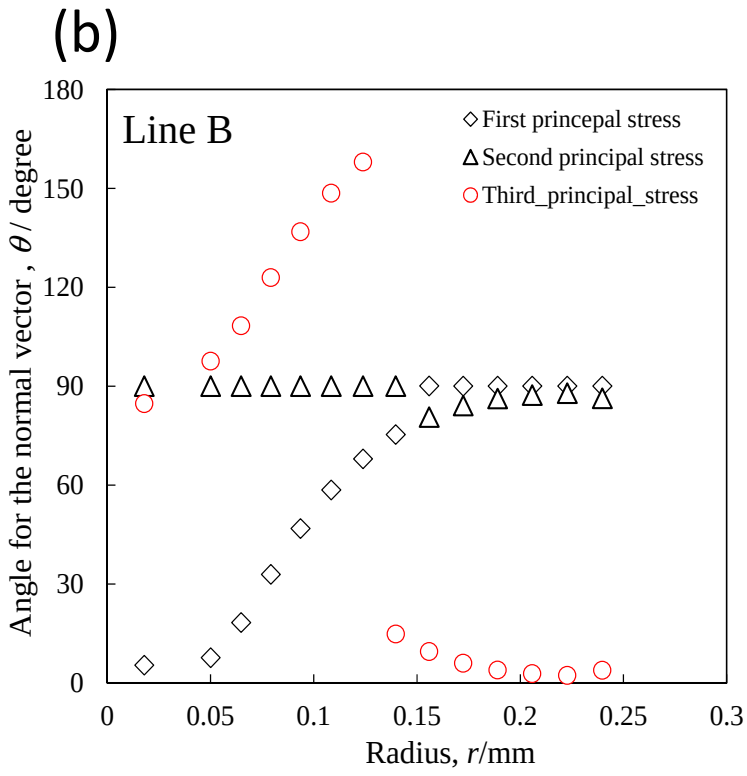



Fig. 4-4 Line which nodes located.


(a)
Line A
First princepal stress
Second principal stress
Third_principal_stress
Angle for the normal vector , θ / degree
Radius, r/mm
0
30
60
90
120
150
180
0
0.05
0.1
0.15
0.2
0.25
0.3


(b)
Line B
First princepal stress
Second principal stress
Third_principal_stress
Angle for the normal vector , θ / degree
Radius, r/mm
0
30
60
90
120
150
180
0
0.05
0.1
0.15
0.2
0.25
0.3

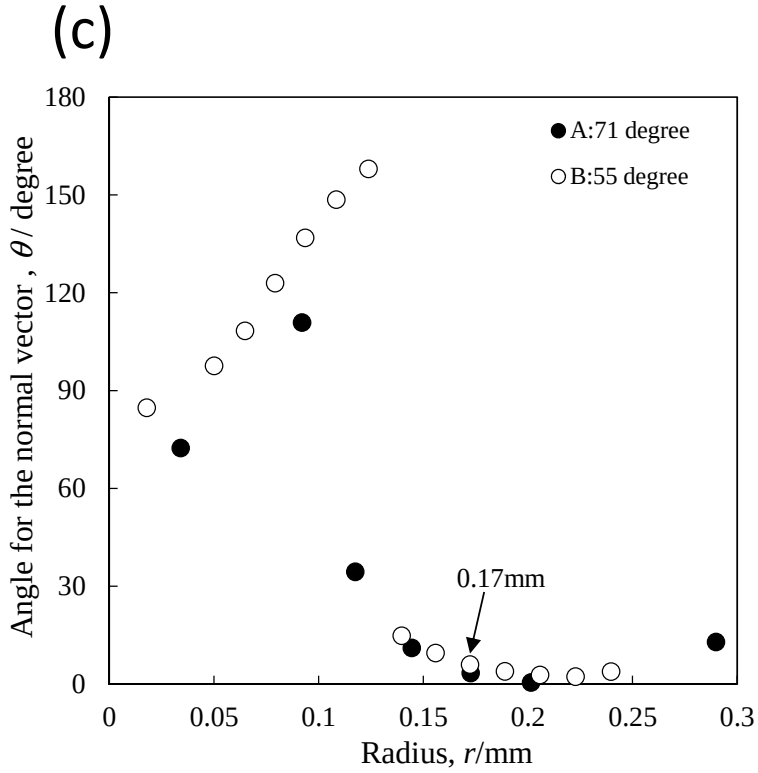



Fig. 4-5 Relationship between radius and angle consisted with the principal stress vectors and the normal stress.  (a)Line A. (b) Line B. (c) Comparison of the converged point.

## 4.5　インデンテーション試験に適した基準面積の決定

実際の圧子押込み深さ保持試験では，試験時間 $t$，荷重 $F$，押込み深さ $h$ を連続的に計測する．よって，それらの関係から主応力面の半径 $r$ を特定しなければならない．Vickers 圧子を試料に押込むことで生じる応力は，圧子と試料の接触状態に依存して分布する[35]．これは，Vickers 圧子に与えた荷重が，圧子と試料の接触面を介して試料に伝わるためである．図 4-6(a)は，圧子押込み時における圧子・試料間の接触状態の概略図を表す．Vickers 圧子が試料に押込まれたとき，圧子と試料の界面には接触部と非接触部が存在する[41, 42]．接触部は圧子が試料に食い込んだ状態であり，非接触部では圧痕外側の試料表面を支点としたたわみの状態になる．よって，圧子と試料間の接触状態は主応力面の決定に影響を及ぼす．この接触状態を表すパラメータとして，接触部の押込み深さを表す塑性深さ $h_\mathrm{p}$ がある[40]．

さらに，インデンテーション試験により生じる応力が接触状態に依存して球状に分布することから，圧子頂点から接触・非接触境界までの距離である稜線長さ $L_\mathrm{e}$ もまた主応力面を同定するのに有効なパラメータである．塑性深さ $h_\mathrm{p}$ と稜線長さ $L_\mathrm{e}$ の関係を示す図 4-6(b)より，稜線長さ $L_\mathrm{e}$ は圧子の幾何学形状を基に塑性深さ $h_\mathrm{p}$ を用いて計算することができる．Vickers 圧子の場合，塑性深さ $h_\mathrm{p}$ と稜線長さ $L_\mathrm{e}$ の間には，次の余弦関数が成り立つ．

$$h_\mathrm{p} = L_\mathrm{e} \cos 74.1^\circ \tag{4-2}$$

ここで，74.1°は Vickers 圧子における稜線角度の 2 分の 1 であり，図 3-2(b)に示す Vickers 圧子の先端角度 $\alpha$ である．

塑性深さ $h_\mathrm{p}$ は除荷工程で得られる荷重と時間の関係（除荷曲線）と次式を用いて導出することができ，弾性接触理論に基づくヤング率 $E$ の導出にも用いられる[43]．

$$h_\mathrm{p} = h_\mathrm{m} - \frac{1}{\mathrm{d}F / \mathrm{d}h} F_\mathrm{us} \tag{4-3}$$

ここで，$h_m$ は保持深さ，d$F$/d$h$ は除荷開始直後における除荷曲線の傾き，$F_{us}$ は除荷開始時の荷重である．

図 4-7 は，保持深さ $4.0\times10^{-2}$mm の圧子押込み深さ保持試験から得られた除荷曲線を示す．点 A は除荷開始点を表し，除荷直後は傾き d$F$/d$h$ が一定である．破線 AB は，点 A における接線を $x$ 軸まで延長した線である．除荷開始時の押込み深さを点 C とすると，BC 間の押込み深さは圧子除去に伴い弾性回復した分の押込み深さを表す．よって，点 B の押込み深さは接触部の押込み深さである塑性深さ $h_p$ を表し，式(4-3)を用いて計算することができる．

以上より，押込み深さ $h$ に対応する圧子と試料の接触状態は，荷重-押込み深さの関係(除荷曲線)から明らかになる塑性深さ $h_p$ を用いて表すことができる．一方，前節で求めた主応力面の半径 $r$ は，応力状態を表すパラメータとも捉えることができる．そこで，試料内部の応力状態を時間 $t$-荷重 $F$-押込み深さ $h$ の関係から間接的に把握するため，接触状態と応力状態の関係性を明らかにすることを試みた．応力分布と接触状態の関係性は，主応力面に接する球の半径 $r$ と塑性深さ $h_p$ の関係に置き換えることができる．そこで，表 4-1 に示す負荷条件を用い，6 種類の保持深さで圧子押込み深さ保持試験の計算機実験を実施した．

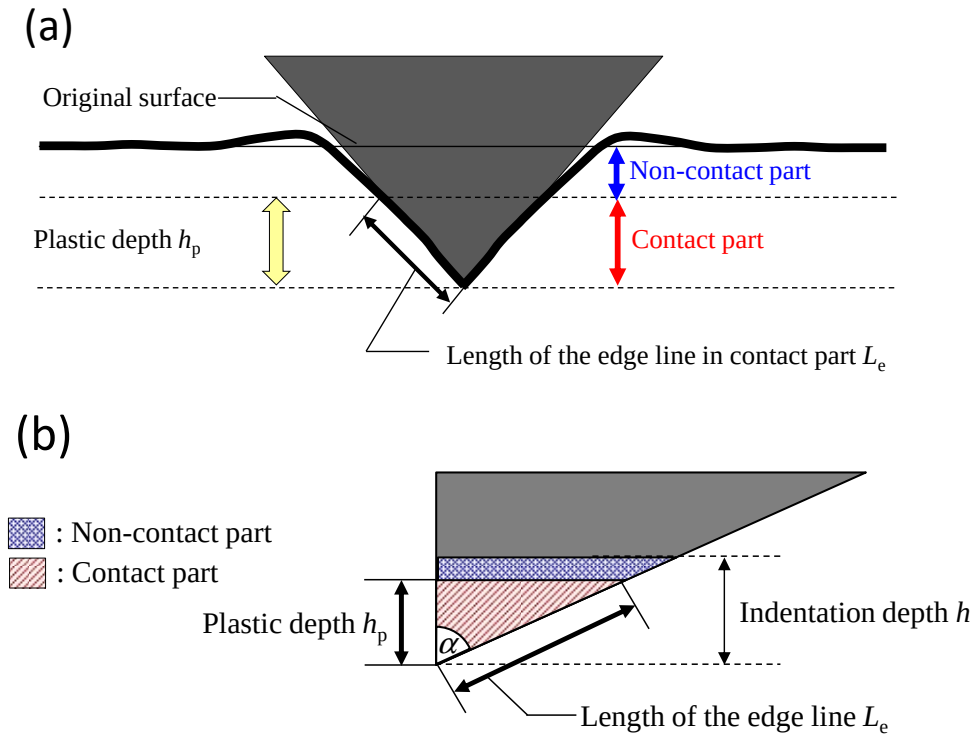



Fig. 4-6 Schematic outline of the contact state in the indentation. (a)Contact state when the indenter pushed into the specimen.(b)Relationship between the plastic depth $h_p$ and the length of the edge line $L_e$.

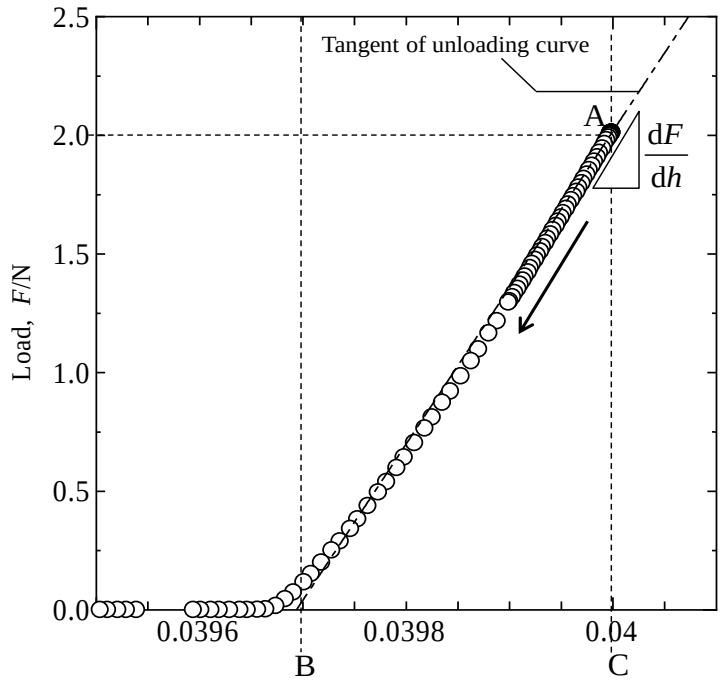



Fig.4-7 Unload curve obtained by numerical test.

表 4-1 の条件で実施された圧子押込み深さ保持試験から得られた結果は次の手順でそれぞれ処理した．目標押込み深さ到達時の節点解から 4.4 節で述べた方法を用いて，図 4-5 に示す法線ベクトルに対する第 3 主応力の角度$\theta$と圧子頂点からの距離 $r$ の関係を取得し，主応力面が接する球の半径 $r$ を特定した．同時に，圧子押込み深さ保持試験の除荷工程で得られた除荷曲線と式(4-3)を用いて，保持深さ $h_{\mathrm{m}}$ に対応する塑性深さ $h_{\mathrm{p}}$ を計算した．主応力面に接する球の半径 $r$ と塑性深さ $h_{\mathrm{p}}$ の関係を図 4-8 に示す．塑性深さ $h_{\mathrm{p}}$ は，主応力面の半径 $r$ に比例し，その比例関係は次の余弦関数で表すことができる．

$$h_{\mathrm{p}} = r\cos 73.1^{\circ} \tag{4-4}$$

式(4-2)と式(4-4)を比較すると，塑性深さ $h_{\mathrm{p}}$ と主応力面の半径 $r$ の関係が，塑性深さ $h_{\mathrm{p}}$ と接触部の稜線長さ $L_{\mathrm{e}}$ の関係にほぼ一致することが分かる．それゆえ，インデンテーション試験により生じる第 3 主応力面と接する球は，接触部の稜線長さ $L_{\mathrm{e}}$ を半径とする球表面とみなすことができる．つまり，インデンテーション試験における主応力面の半径 $r$ は，除荷曲線から得られる塑性深さ $h_{\mathrm{p}}$ と使用する圧子の幾何学形状から決定できる．上記の方法により，時間 $t$-荷重 $F$-押込み深さ $h$ の関係を用いてインデンテーション試験の主応力面に接する球の半径を特定することができる．

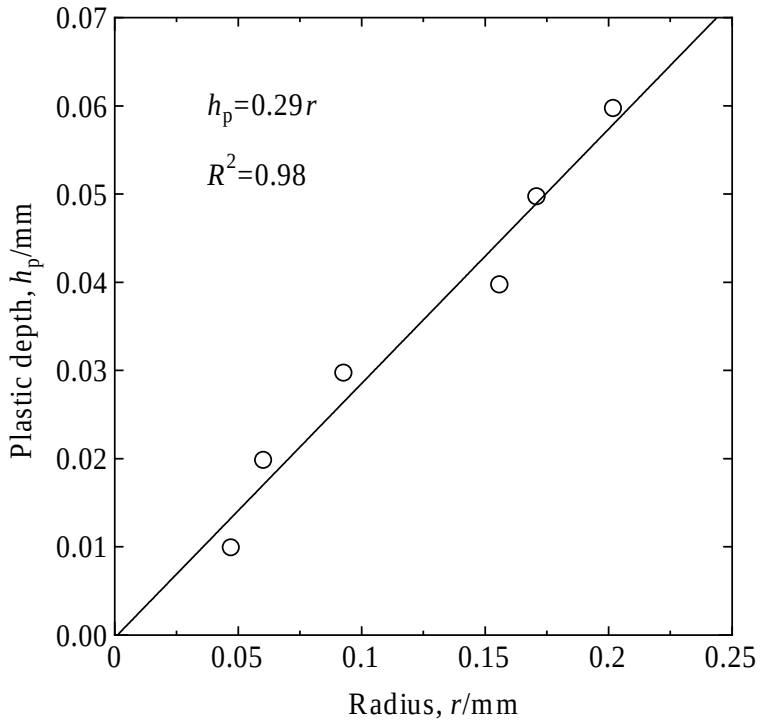



Fig.4-8 Relationship between convergent radius $r$ and plastic depth $h_p$.

## 4.6　深さ保持工程における塑性深さの挙動

第 3 章において，はんだ試料の変形が弾性変形，塑性変形，クリープ変形から成ることを示した．そして，圧子押込み深さ保持試験の深さ保持工程では全体ひずみ増分 $\mathrm{d}\varepsilon$ と塑性ひずみ増分 $\mathrm{d}\varepsilon^{\mathrm{p}}$ が 0 になることから $\mathrm{d}\varepsilon_{\mathrm{t}}^{\mathrm{e}} = -\mathrm{d}\varepsilon_{\mathrm{t}}^{\mathrm{c}}$ を導出した．この式は，弾性ひずみ $\varepsilon^{\mathrm{e}}$ が減少した分だけクリープひずみ $\varepsilon^{\mathrm{c}}$ が増加することを意味する．また，圧子押込みにより生じる弾性ひずみ $\varepsilon^{\mathrm{e}}$ は，圧子と試料の接触部で圧子が押込む部分と試料表面近くの非接触部のたわみ，2 つの形態で圧痕周りに存在する．ゆえに，深さ保持工程ではどちらかの弾性ひずみが回復し，クリープひずみが増加する．

ここで問題となるのが，深さ保持工程における塑性深さ $h_{\mathrm{p}}$ の挙動である．式(4-4)に示すように，インデンテーション試験における主応力面に接する球の半径 $r$ を求めるためには塑性深さ $h_{\mathrm{p}}$ が必要である．そして，その塑性深さ $h_{\mathrm{p}}$ は除荷工程で得られる除荷曲線から決定することができる．しかし，除荷工程の前には深さ保持工程がある．すなわち，圧子押込み深さ保持試験において主応力面に接する球面を導出するためには，深さ保持工程の塑性深さ $h_{\mathrm{p}}$ が一定でなければならない．そこで，次に深さ保持工程におけるクリープひずみの発生メカニズムと接触状態を表す塑性深さ $h_{\mathrm{p}}$ の挙動について検討した．

本節では，図 4-9 に示す負荷条件で，深さ保持工程のない圧子押込み・除荷試験を計算機実験で実施した．得られた解析結果を同じ押込み速度 $\mathrm{d}h/\mathrm{d}t$，押込み深さ $h$，除荷速度 $\mathrm{d}h/\mathrm{d}t$ で実施した圧子押込み深さ保持試験の解析結果と比較した．図 4-10(a)は荷重と押込み深さの関係を表し，除荷工程部分を表す除荷曲線を拡大して図 4-10(b)に示す．□印で示される圧子押込み・除荷試験の場合，押込み工程終了後の荷重 5.16N から除荷が始まる．一方，○印で示す圧子押込み深さ保持試験の場合，押込み工程後の荷重は 5.16N で圧子押込み・除荷試験の結果に一致するが，図 4-10(a)に示すように押込み深さ工程で荷重緩和が生じるため，除荷工程の開始荷重は 2.01N となる．

図 4-10(b)に示す一点鎖線は除荷開始時における除荷曲線の接線を表しており，式(4-3)を用いて接線の $y$ 切片である塑性深さ $h_{\mathrm{p}}$ を計算した．図 4-11 に示すように，塑性深さ

$h_p$ はインデンテーション試験で $3.94\times10^{-2}$mm，圧子押込み深さ保持試験で $3.96\times10^{-2}$ mm であった．深さ保持工程の有無による塑性深さ $h_p$ の差はほとんどなく，深さ保持工程において塑性深さ $h_p$ は変化しない．ゆえに，深さ保持工程では，たわみとして現れる非接触部の弾性ひずみが回復することでクリープひずみが生じる．すなわち，深さ保持工程後の除荷工程で生じる塑性深さ $h_p$ によって，深さ保持中の主応力面に接する球面の半径を導出することができる．

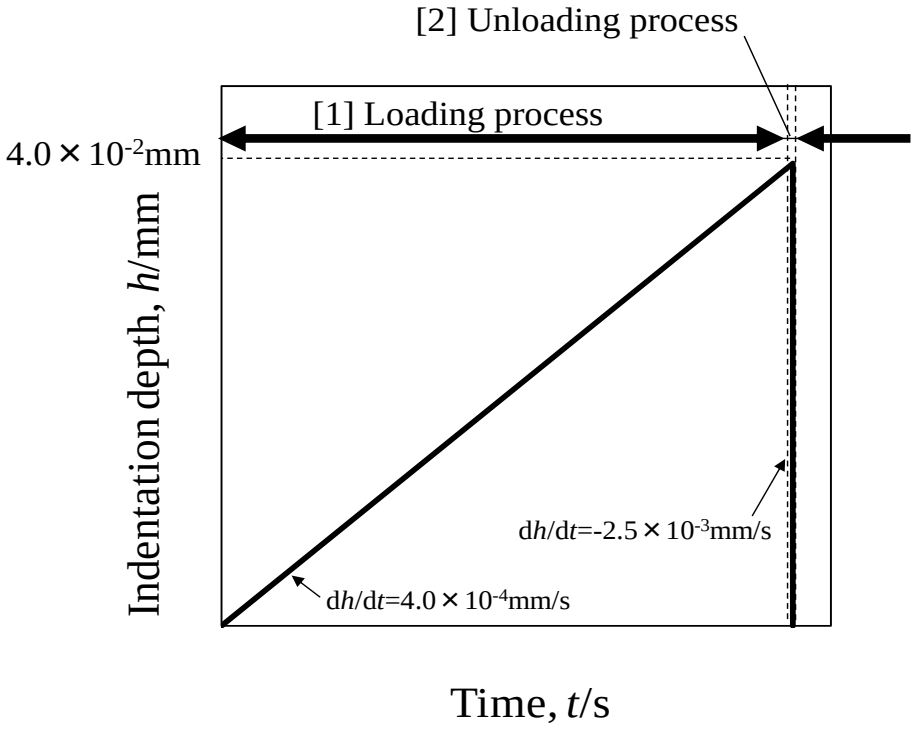



Fig.4-9 Schematic outline of the loading for indentation unloading test.

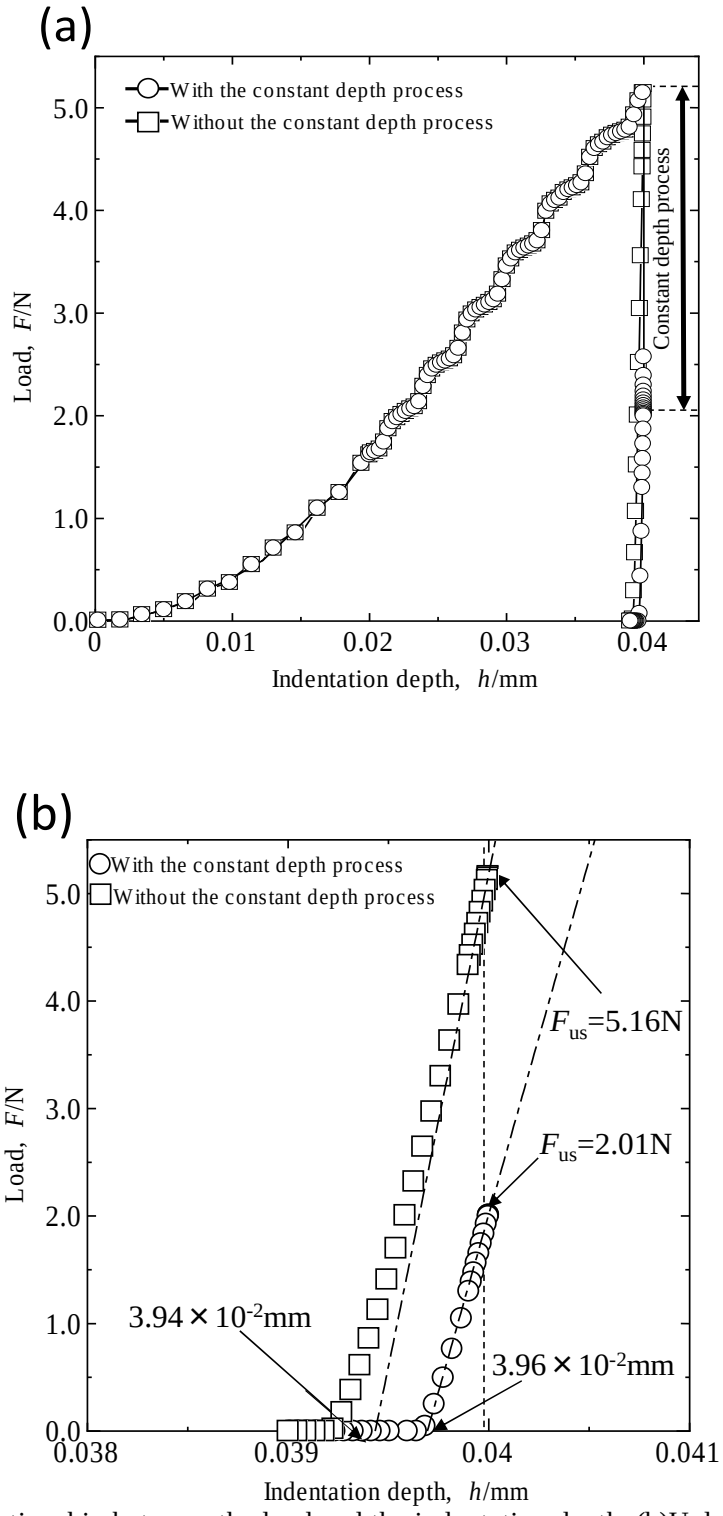



Fig.4-10 (a)Relationship between the load and the indentation depth. (b)Unloading curves obtained from the unloading process.

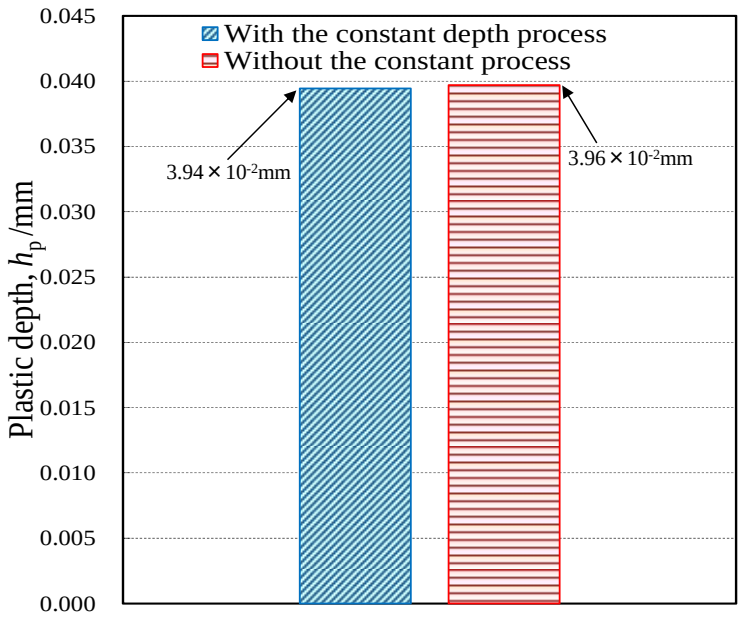



Fig.4-11 Comparison of the plastic depth between the indentation test including the constant depth process and indentation-unloading test.

## 4.7　押込み深さ保持によるインデンテーション試験法

図 4-12 に示す押込み深さ保持インデンテーション試験法のフローを示す.

(1)　任意の保持深さ $h_m$ で圧子押込み深さ保持試験を実施する.

(2)　除荷工程から除荷曲線を取得する.

(3)　除荷開始時における除荷曲線の傾き d$F$/d$h$ と式(4-3)を用いて，任意の押込み深さ $h_m$ に対応する塑性深さ $h_p$ を求める.

(4)　インデンテーション試験応力を算出するために，上記(3)で導出した塑性深さ $h_p$ を用いて基準面積 $S_r$ を求める．基準面積 $S_r$ は圧子と試料の接触部分における稜線長さを半径に持ち，圧子頂点を中心とした球表面であるが，圧子押込みにより試料内部では押込み方向に力が加わることを考慮すると，球の下半分に伝わると想定できる．すなわち，Vickers 圧子を用いた場合の基準面積 $S_r$ は塑性深さ $h_p$ を用いて，次のように表すことができる.

$$S_r = 2\pi\left(\frac{1}{\cos 74.1^\circ}\right)^2 h_p^2 = 83.7h_p^2 \tag{4-5}$$

(5)　弾性接触理論に基づき，塑性深さ $h_p$ を用いてヤング率を次式で算出する[43-45].

$$E_r = \frac{1}{2h_p}\left(\frac{\pi}{24.5}\right)^{\frac{1}{2}}\frac{dF}{dh} \tag{4-6}$$

ここで，$E_r$ は圧子と試料の複合的なヤング率を表す.

試料のヤング率 $E$ は，次の複合則を用いて計算できる.

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_0^2}{E_0} \tag{4-7}$$

ここで，$\nu_0$ と $\nu$は圧子と試料のポアソン比を表し，$E_0$ は圧子のヤング率である.

(6)　基準面積 $S_r$ とヤング率 $E$ を求めた後で，定常クリープひずみを導出する．そのため，深さ保持工程から荷重緩和曲線を取得する.

(7)　上記(6)の荷重緩和曲線より，応力と定常クリープひずみ速度の関係を得る．応力 $\sigma_\tau$は，上記(4)で決定する基準面積 $S_r$ と式(3-12)を用いて計算することができる．また，押込みクリープひずみ速度 $\dot{\varepsilon}^c$ は，上記(4)で決定する基準面積 $S_r$ と上記(5)で導出したヤング率，式(3-14)を用いて計算することができる．

(8)　応力と定常クリープひずみ速度の関係を求めるために，深さ保持工程初期のデータを除いて上記(7)で導出する応力 $\sigma_t$ と押込みクリープひずみ速度 $\dot{\varepsilon}^c$ を両対数でプロットする．

(9)　上記(8)の応力とクリープひずみの関係を累乗近似し，Norton 則で表記する．

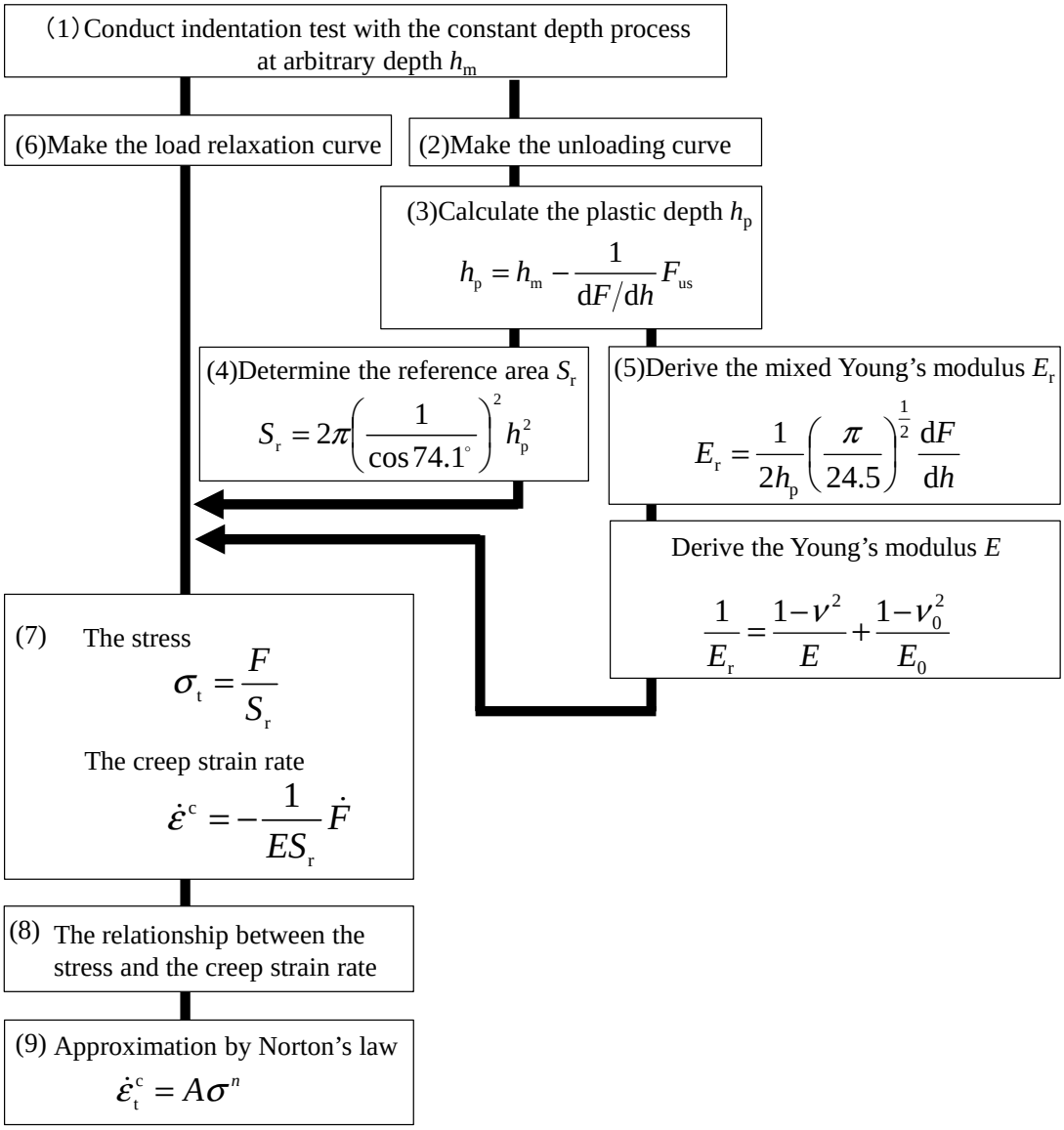



Fig.4-12 Flowchart of evaluation process using new reference area.

図 4-13 に，上記(1)-(9)の手順を用いて導出した応力と定常クリープひずみ速度の関係を表す．図 4-13 は，Sn-3.0Ag-0.5Cu はんだ合金に対して保持深さ $4.0\times10^{-2}$ mm の圧子押込み深さ保持試験を実施して得られた結果である．□印と実線はバルク試験片を用いた引張クリープ試験の解析結果を表し，破線は従来の圧子と試料の接触面積 $S_c$ から導出した応力を用いた，圧子押込み深さ保持試験の解析結果を表す．○印で示す式(4-5)の新たに導出した基準面積 $S_r$ を用いて得られた定常クリープひずみ速度と応力の関係は，引張クリープ試験の結果にほぼ一致した．すなわち，主応力面と接する球面を基準面積 $S_r$ とすることで，定常クリープひずみをインデンテーション試験により，求めることが可能である．

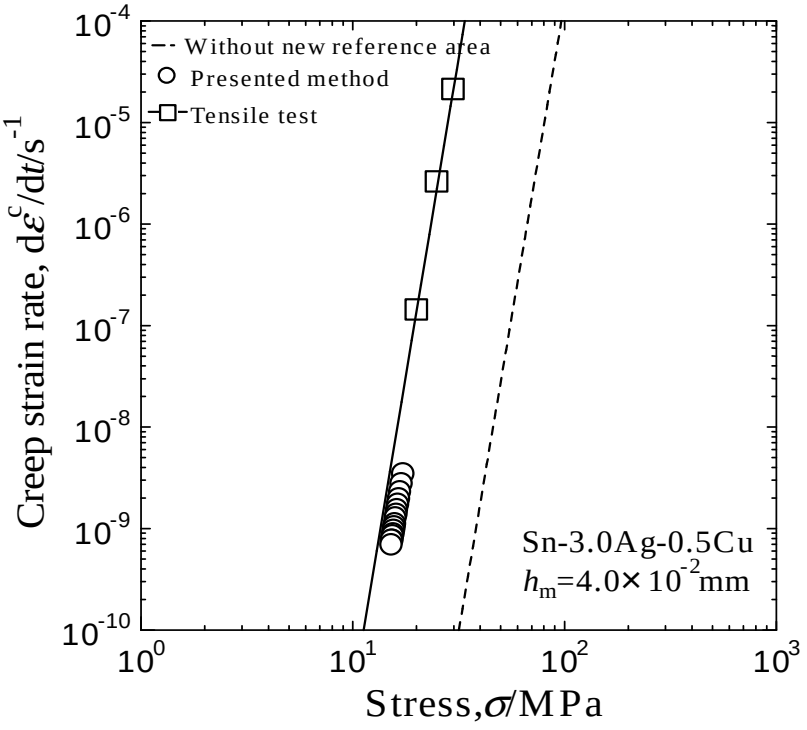



Fig.4-13 Relationships between the stress and the creep strain rate in Sn-3.0Ag-0.5Cu.

## 4.8　結　　言

本章では，インデンテーション中の主応力に着目し，主応力面と接する球面の面積を基準面積とみなして定常クリープひずみを導出した．その結果，以下の結言を得た．

(1) 圧子押込みにより生じる最大主応力の方向は，圧子頂点を中心とする球表面に対して垂直になる．また，最大主応力面に接する球面の半径は圧子-試料間の接触部分における稜線長さと考えることができ，さらに，塑性深さによって稜線長さが決定可能である．

(2) 主応力面を考慮して決定した基準面積を用いて，Sn-3.0Ag-0.5Cu はんだ合金の定常クリープ特性を取得した．その結果，引張クリープ試験の結果にほぼ一致する結果が得られた．

(3) 主応力面に接する球面の面積を基準面積として応力を算出することにより，1 条件の圧子押込み深さ保持試験から微小試料の定常クリープ特性を評価することが可能である．

# 第 5 章
# 主応力面を考慮した基準面積決定手法の適用性

## 5.1　緒　　言

第 4 章では，インデンテーション試験で適切なクリープひずみを導出するため，主応力面を考慮した基準面積について検討した．インデンテーション試験の主応力面は，圧子と試料の接触部の稜線長さを半径とし，圧子頂点を中心とする球に接することを見出した．すなわち，インデンテーション試験において主応力面と接する球の半径は，除荷曲線を用いて決定する塑性深さ $h_p$ と圧子の幾何学形状によって決定可能である．主応力面を考慮して基準面積を決定する本手法を Sn-3.0Ag-0.5Cu を試料とした圧子押込み深さ保持試験の計算機実験に適用し，本手法の有効性を示した．

本章では， Sn-3.0Ag-0.5Cu 以外の材料に対して，計算機実験による圧子押込み深さ保持試験を実施した．また，本研究では，ここまで Vickers 圧子による押込み工程を想定してきた．インデンテーション試験には，Vickers 圧子だけでなく様々な圧子が用いられている．そこで，本章では四角錘圧子の先端角度を変化させた場合の基準面積，およびそれを用いた得られる定常クリープ特性について計算機実験を用いて検証した．

## 5.2　材料に対する汎用性

本節では，第 4 章で提案した評価手法が，Sn-3.0Ag-0.5Cu 以外の材料に対しても適用できることを検証する．そのために，Sn-3.5Ag，Sn-37Pb，Sn-58Bi の 3 種類のはんだ合金を試料として，圧子押込み深さ保持試験の計算機実験を実施した．解析に用いた Sn-3.5Ag，Sn-37Pb，Sn-58Bi の力学的特性を表 5-1 に示す．これは引張試験と引張クリープ試験より得られた結果であり，文献より引用した[33, 34-48]．計算機実験には，第 4 章の Sn-3.0Ag-0.5Cu はんだ合金と同様，図 4-1 に示す負荷条件を用い，保持深さを $4.0\times10^{-2}$ mm とした．

計算機実験の結果から，図 4-12 の手順に従い各材料における定常クリープ特性を評価した．除荷工程の結果より得られた除荷曲線を図 5-1 に示す．保持深さ $h_m$ は $4.0\times10^{-2}$ mm で統一しているが，弾・塑性・クリープ特性の相違によって，塑性深さ $h_p$ と最終的な押込み深さ $h_f$ には材料による違いが確認できる．また，塑性深さ $h_p$ の導出と同時に，ヤング率 $E$ の導出も行った．

塑性深さ $h_p$ を式(4-5)に用いて，インデンテーション試験に適した基準面積 $S_r$ を導出した．図 5-2 に示す荷重緩和曲線に式(3-14)と式(3-16)，導出した塑性深さ $h_p$ とヤング率 $E$ を用いて，応力 $\sigma_t$ とクリープひずみ速度 $\dot{\varepsilon}^c$ を算出した．

Table 5-1 Material properties of solders.

| | Young's modulus $E$ [GPa] | Poisson's ratio $\nu$ | Yield stress $\sigma_Y$[MPa] | Tangent modulus $H'$[MPa] |
|---|---|---|---|---|
| Sn-3.5Ag | 36.9 | 0.36 | 20 | 141 |
| Sn-37Pb | 33.6 | 0.36 | 23 | 152 |
| Sn-58Bi | 24 | 0.43 | 35 | 147 |

| | Creep constant $A$ | Creep constant $n$ |
|---|---|---|
| Sn-3.5Ag | $3.21\times10^{-25}$ | 14.7 |
| Sn-37Pb | $2.38\times10^{-11}$ | 4.38 |
| Sn-58Bi | $1.60\times10^{-15}$ | 6.01 |

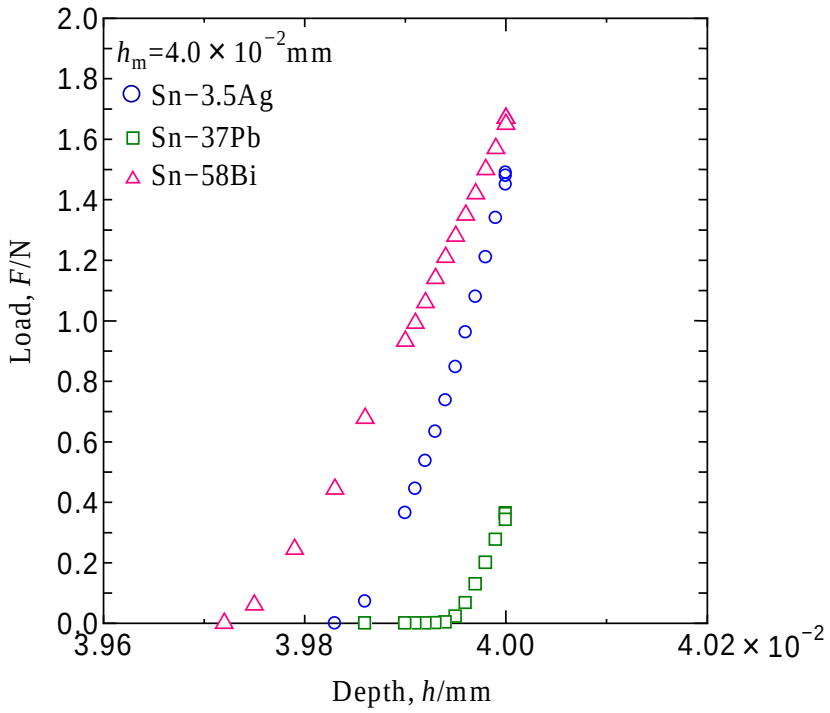



Fig.5-1 Unloading curve (Sn-3.5Ag, Sn-37Pb, Sn-58Bi).

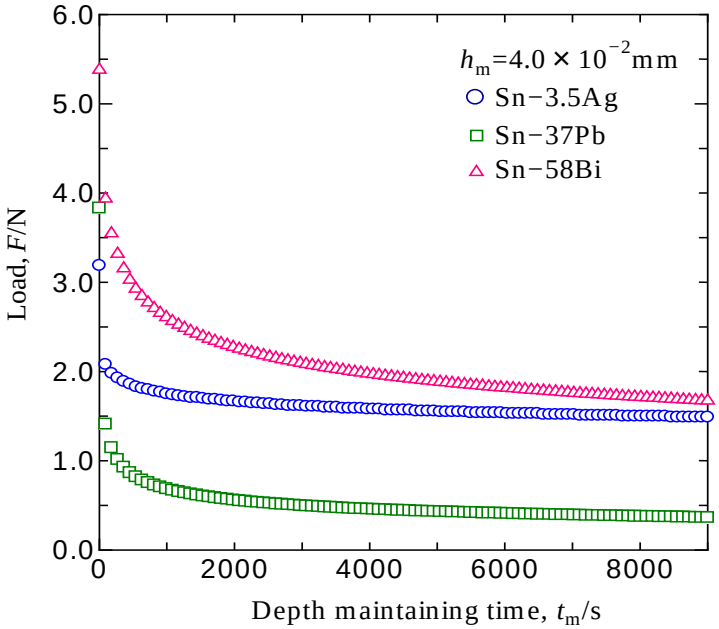



Fig.5-2 Load relaxation curve (Sn-3.5Ag, Sn-37Pb, Sn-58Bi).

図 5-3 に，Sn-3.5Ag，Sn-37Pb，Sn-58Bi はんだ合金，それぞれで得られた応力-定常クリープひずみ速度の関係を示す．図 5-3 において，破線と各印は，それぞれ圧子と試料の接触面積 $S_c$ を基準面積として用いた結果と，主応力面を考慮した $S_r$ を基準面積として用いたとして用いた結果である．○，□，△印は，それぞれ Sn-3.5Ag, Sn-37Pb, Sn-58Bi はんだの結果を示す．各印と同色の実線は，それぞれのバルク材による引張クリープ試験結果を示す．○印で示す Sn-3.5Ag はんだ合金では，基準面積 $S_r$ を用いて応力を求めることで引張クリープ試験の結果にほぼ等しいクリープデータが得られた．一方で，□印で示す Sn-37Pb はんだ合金と△印で示す Sn-58Bi はんだ合金の場合は，わずかであるが引張クリープ試験の結果との違いが確認できる．しかし，圧子と試料の接触面積 $S_c$ を用いる従来法に比べ，引張クリープ試験に近い結果が得られた．ゆえに，主応力面を考慮した球の面積を基準面積とする圧子押込み深さ保持試験を用いれば，材料に依らずインデンテーション試験でクリープデータを得ることができる．本研究のように，基準面積に着目して，インデンテーション試験結果よりクリープひずみを予測する試みは他にもあるが，それらの多くは，最適化解析により実験結果と解析結果を一致させるための補正係数を決定する方法である．最適化解析を用いてクリープ特性を導出する場合，クリープ変形，および塑性変形を表すためには構成則が必要である．しかしながら，微小材料の変形特性を把握できない状態では構成則自体の精度が高いとは言い難く，最適化解析の精度が十分信頼性のあるものとは言えない．

一方で，本研究で提案する手法は，最小限の圧子押込み深さ保持試験で測定する時間-荷重-押込み深さの関係から，微小領域における単軸応力状態の定常クリープひずみを測定することができる．実験と計算機実験を併用する方法に比べて，主応力面を考慮する本手法は実測データに基づく点，試験が簡易である点で単軸応力下の変形特性が分からない実装状態の部品や新規の材料の定常クリープ特性評価に優れるといえる．

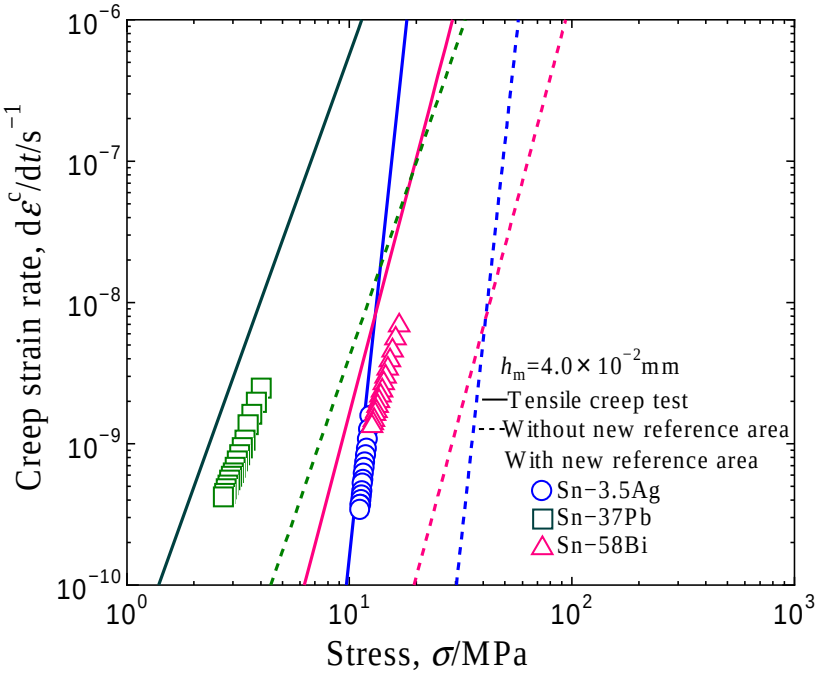



Fig.5-3 Comparison between the creep properties obtained by the modified method and the tensile creep test in solder alloy other than Sn-3.0Ag-0.5Cu; Sn-3.5Ag, Sn-37Pb and Sn-58Bi solder alloy.

## 5.3　四角錘圧子への適用

本研究では，Vickers 圧子を用いるマイクロインデンテーション試験について取り上げてきた．その結果，Vickers 圧子を用いた場合は，インデンテーション試験の主応力面を考慮することで，インデンテーション試験に適した基準面積を決定することができ，引張クリープ試験結果に一致する定常クリープひずみを導出できることを明らかにした．

Vickers 圧子以外にも，四角錘圧子や円錐圧子，球圧子，バーコビッチ圧子など様々な圧子を用いたインデンテーション試験が実施されている．ここでは， Vickers 圧子以外の圧子を用いるインデンテーション試験に対する本手法の適用性を検討する．すなわち，先端角度を変化させた複数の四角錘圧による圧子押込み深さ保持試験に対して本手法の適用を試みた．

### 5.3.1　FEM モデルと負荷条件

本節の検証に用いた FEM モデルを図 5-4 に示す．先端角度$\alpha$が異なる 3 種類の四角錘圧子をそれぞれ，Sn-3.0Ag-0.5Cu はんだ試料に押込む圧子押込み深さ保持試験を計算機実験で実施した．先端角度 60°は円錐圧子を用いたインデンテーション法に関する研究でよく用いられる角度であり[49, 50]，先端角度 74.1°は Vickers 圧子を模擬した角度，また，それ以上に大きな角度 80°を仮定した．ここで，四角錘圧子の先端角度が大きくなるにつれて，応力の分布範囲が広がることが予測できる．そこで，試料の FE モデル寸法を 0.6mm×0.6mm×0.6mm とした．

表 5-2 に，本節で実施した計算機実験の負荷条件を示す．押込み深さと深さ保持時間，除荷速度は，前述の圧子押込み深さ保持試験と同じ条件である．それぞれの四角錘圧子を用いて，$2.0\times10^{-2}$mm~ $6.0\times10^{-2}$mm の範囲で $2.0\times10^{-2}$mm おきに，3 種類の保持押込み深さで全 9 条件の計算機実験を実施した．

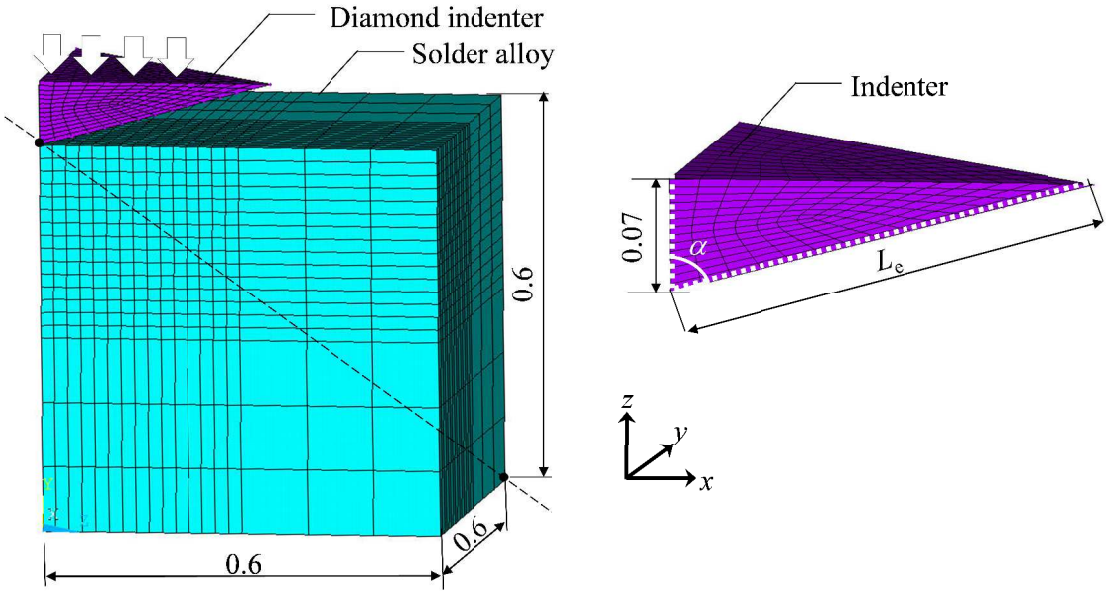



Fig.5-4　FEM model for considering the geometry of indenter. Vertex angle of indenter $\alpha$ was varied.

Table 5-2 Load condition of indentation test for confirming the effect of indenter geometry.

| Vertex angle of the indenter $\alpha$ [degree] | Indentation depth $h_m$ [mm] | Indentation rate $dh/dt$ [mm/s] | Depth maintaing teme $t_m$[s] | Unloading rate $dh/dt$ [mm/s] |
|---|---|---|---|---|
| 60<br>74.1<br>80 | $2.0\times10^{-2}$<br>$4.0\times10^{-2}$<br>$6.0\times10^{-2}$ | $4.0\times10^{-4}$ | 9000 | $2.5\times10^{-3}$ |

5.3.2　応力分布と接触状態の関係

図 5-5 は，それぞれの四角錘圧子を試料に $4.0\times10^{-2}$mm 押込んだときに試料内部に生じる第 3 主応力分布を表す．図 5-5(a)，(b)，(c)は，それぞれ先端角度 60°，74.1°，80° の圧子を押込んだ結果である．主応力分布の傾向を考察するために任意の応力値の等高線，ここでは図中に点線で示す$\sigma_3$=-89MPa の等高線に着目する．図 5-5(a)，(b)，(c)において点線はほぼ半球状であり，圧子先端角度が変わっても応力は圧子頂点を中心とする同心半球状に分布することが分かる．第 4 章の記述と同様に，圧子頂点から任意の距離離れた位置では主応力面が球面に接するはずである．ゆえに，第 4 章の 4.4 節，4.5 節の考え方で主応力面の位置を決定することが可能である．

表 5-2 の条件で実施したそれぞれの計算機実験結果から 4.4 節で述べた方法を用いて，主応力面に接する球の半径 $r$ と塑性深さ $h_p$ の関係を導出する．第 3 主応力の角度$\theta$と圧子頂点からの距離 $r$ の関係を取得し，主応力面が接する球の半径 $r$ を特定した．同時に，圧子押込み深さ保持試験の除荷工程で得られた除荷曲線と式(4-3)を用いて，保持深さ $h_m$ に対応する塑性深さ $h_p$ を計算した．

図 5-6 に，本章の計算機実験より得られた主応力面に接する球の半径 $r$ と塑性深さ $h_p$ の関係を示す．○，□，△印は，それぞれ先端角度 60°，74.1°，80° の四角錘圧子を用いて得た結果を示す．圧子先端角度$\alpha$が変わっても，塑性深さと球面の半径 $r$ の間には比例関係があり，その関係を余弦関数で表すと，次式が成り立つ．

$$h_p = r\cos\alpha \tag{5-1}$$

すなわち，圧子先端角度$\alpha$に依らず四角錘圧子を用いた場合，塑性深さ $h_p$ と圧子の幾何学形状から圧子押込みによって生じる球状主応力面の半径 $r$ を決定できることを意味する．

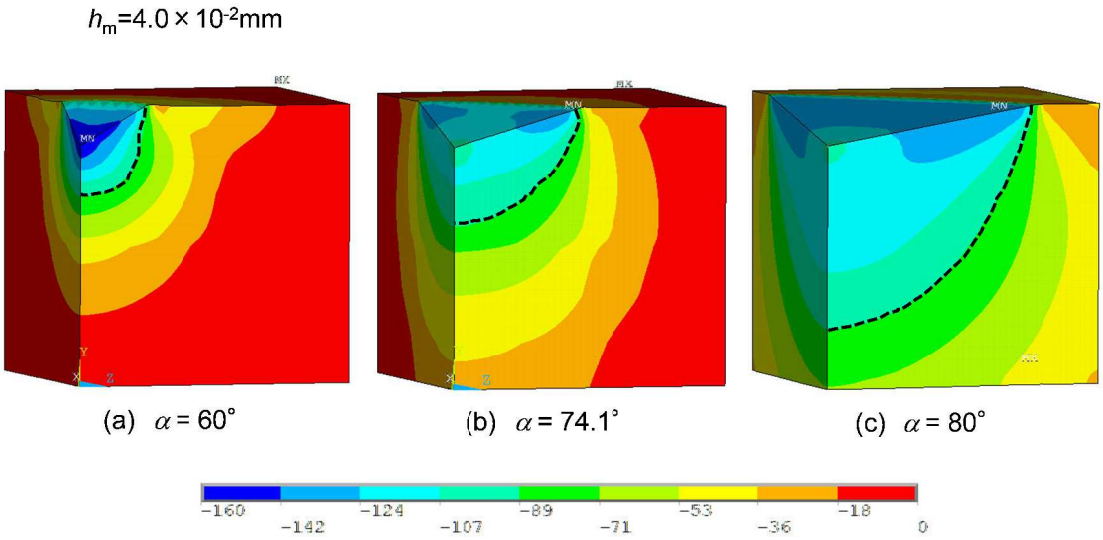



Fig.5-5 Distribution of the third principal stress at the start of the constant depth process.

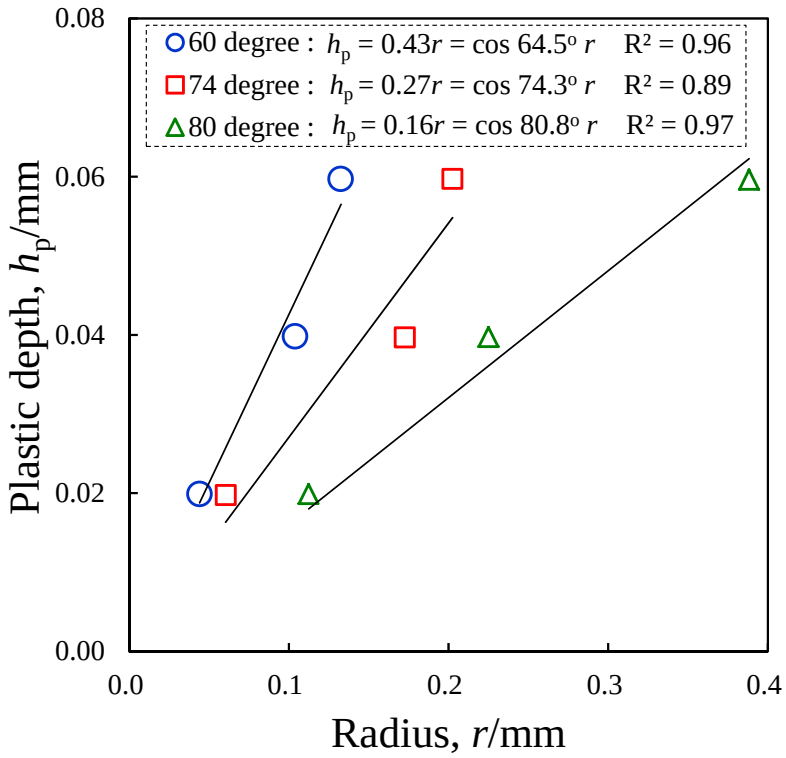



Fig.5-6 Relationship between the plastic depth and the radius of reference area ($\theta$=60, 74, 80 degree).

5.3.3　定常クリープひずみの導出

前節より，圧子先端角度に関係なく，本論文で提案する主応力面を考慮して基準面積を決定する手法は四角錘圧子によるインデンテーション試験に適用可能である．よって，圧子形状を考慮して，式(4-5)の基準面積 $S_r$ は次式に書き改めることができる．

$$S_r = 2\pi\left(\frac{1}{\cos\alpha}\right)^2 h_p^2 \tag{5-2}$$

また，式(4-6)のヤング率は弾性接触理論に基づき導出されるため，接触面積 $S_c$ に相違をもたらす圧子先端角度の違いはヤング率でも考慮する必要がある．式(4-6)に含まれる係数 $C$ は，接触面積 $S_c$ と押込み深さ $h$ の比例係数であり，先端角度$\alpha$の圧子形状を考慮して次のように式(4-6)を書き直すことができる．

$$E_r = \frac{1}{2h_p}\left(\frac{\pi}{C}\right)^{\frac{1}{2}}\frac{dF}{dh} \tag{5-3}$$

$$C = 2\sqrt{2}\tan\alpha\left\{\frac{1}{\cos^2\alpha} - \frac{1}{2}\tan^2\alpha\right\}^{0.5} \tag{5-4}$$

図 4-12 における基準面積，ヤング率の導出式を上述の式(5-2)，式(5-3)に置き換えることで，第 4 章で提案した手法を任意の四角錘圧子の先端角度へ適用可能な手法へ改良することができる．

本章の手法を用いて，先端角度 60°，74.1°，80°の四角錘圧子モデルを用いて実施した圧子押込み深さ保持試験の計算機実験より，定常クリープ特性の導出を試みた．図 5-7 は，保持深さ $4.0\times10^{-2}$mm の圧子押込み深さ保持試験より得られた除荷曲線を示す．○，□，△印は，それぞれ先端角度 60°，74.1°，80°の四角錘圧子を用いて得た結果を示す．実線は，除荷開始点における除荷曲線の接線を表す．保持深さは統一されていたが，曲線と横軸の交点が表すように，圧子の先端角度が大きいほど最終的な押込み深

さ $h_f$ は小さい．これは，実線と $x$ 軸の交点が表す塑性深さ $h_p$ にもみられる．図 5-8 は，先端角度 60°(○印)，74.1°(□印)，80°(△印)の四角錘圧子を押込み深さ $4.0\times10^{-2}$mm で固定し得られた荷重緩和曲線である．圧子の先端角度が大きいと，試料との接触面が大きくなる．圧子直下の広い範囲を変形させるため，大きな押込み荷重が必要になる．深さ保持工程における荷重が大きい分，図中に示すように荷重緩和量もまた大きい．

除荷曲線から導出した塑性深さ $h_p$ を式(5-2)，式(5-3)にそれぞれ用いて，基準面積 $S_r$ とヤング率 $E$ を導出した．また，図 5-8 の荷重緩和曲線より，式(3-12)の単軸応力，式(3-14)のクリープひずみ速度を計算した．図 5-9 に，それぞれの四角錘圧子モデルを用いて導出した応力とクリープひずみ速度の関係を示す．一点鎖線は接触面積 $S_c$ を用いる従来法で得られた結果を表し，実線と◇印は引張クリープ試験で得られた単軸クリープデータを表す．圧子先端角度 60°，74°，80°の圧子で主応力面を考慮した基準面積を用いて得られた結果を○，□，△印でそれぞれ示す．全ての圧子形状において，主応力面を考慮した基準面積を用いた結果は，引張クリープ試験にほぼ一致する．よって，四角錘圧子の場合，先端角度に依らず主応力面を考慮した基準面積を用いればインデンテーション試験によりクリープひずみを得ることができる．

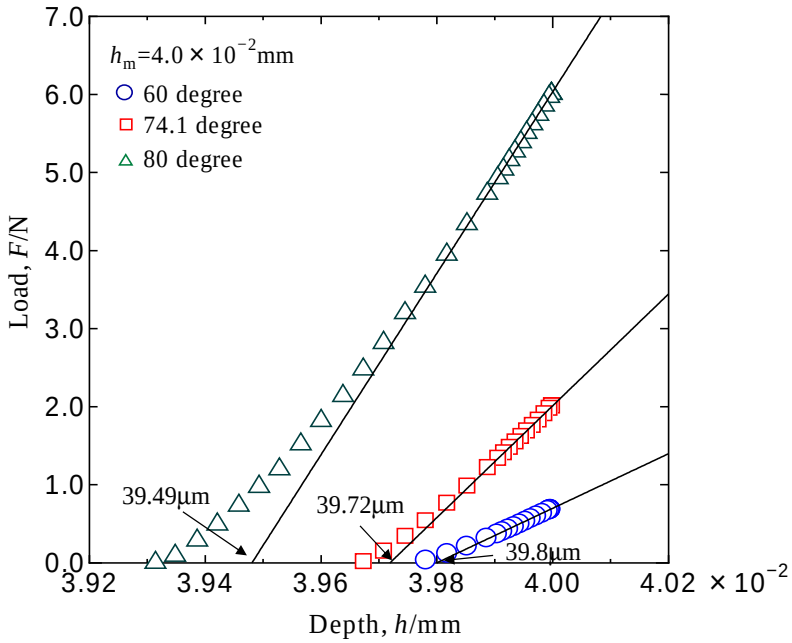



Fig.5-7　Unloading curve obtained by varying the vertex angle of indenter.

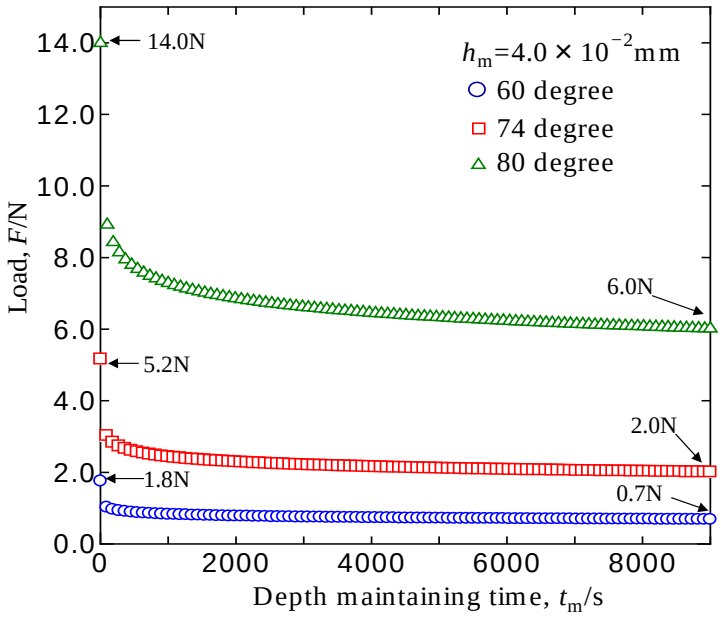



Fig.5-8 Load relaxation curve obtained by varying the vertex angle of indenter.

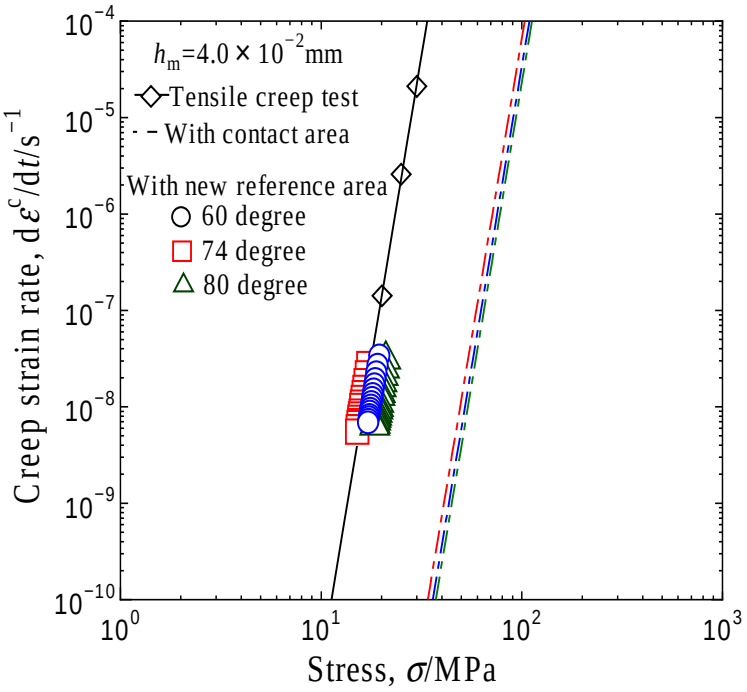



Fig.5-9 Relationship between steady-state creep strain rate and stress ($\theta$=60, 74, 80 degree).

## 5.4　結　　言

本章では，第 4 章で提案した主応力面を考慮した基準面積 $S_r$ の決定手法,および，それを用いた定常クリープ特性導出法の材料や圧子形状に対する適用性を計算機実験で検証した．

(1) Sn-3.5Ag, Sn-37Pb, Sn-58Bi 合金の 3 種類のはんだ合金を試料として，Vickers 圧子を用いた圧子押込み深さ保持試験を行った．材料に依らず，単軸の定常クリープ変形を評価することができた．

(2) 先端角度の異なる 3 つの四角錘圧子を用いた圧子押込み深さ保持試験を計算機実験で実施した．基準面積として用いた主応力面を考慮した球面の半径は，圧子の先端角度が大きくなるにつれて大きくなる．また，圧子先端角度が変化しても塑性深さ $h_p$ と球面の主応力半径 $r$ の関係は，圧子形状に応じて圧子の高さと稜線長さの関係に一致する．

(3) 圧子先端角度に依らず，インデンテーション試験に適した基準面積 $S_r$ を塑性深さと圧子の幾何学形状から決定することができる．

(4) 四角錘の先端角度が変わっても，主応力面を考慮した基準面積を用いることで引張クリープ試験の結果に一致する結果が得られる．

# 第 6 章
# 圧子押込み深さ保持実試験による定常クリープひずみの導出

## 6.1　緒　　言

前章までに，圧子頂点を中心とした接触部の稜線長さを半径に持つ球面が主応力面に接していることを明らかにし，除荷曲線で導出できる塑性深さ $h_p$ と幾何学形状からインデンテーション試験球面の面積を算出する方法を提案した．しかし，それらは計算機実験を用いた検討であった．

そこで本章では，第 2 章の検証に用いたインデンテーション試験機を用いて，3 種類の押込み深さで圧子押込み深さ保持試験を実際に実施した．提案する評価手法を実際の実験に適用し，新たに提案した基準面積による手法が実際の実験により再現できることを示す．

## 6.2　試験条件

試験には，第 2 章と同様，図 2-5 に示したインデンテーション試験機を用いた．また，試料も図 2-4 に示した Sn-3.0Ag-0.5Cu はんだを用いた．本節で実施した圧子押込み保持試験の負荷条件を表 6-1 に示す． Vickers 圧子を用いて保持深さ $3.0\times10^{-2}$mm， $4.0\times10^{-2}$ mm，$5.0\times10^{-2}$mm の圧子押込み深さ保持試験を実施した．押込み速度，深さ保持時間，除荷速度は，ここまでの計算機実験と同じ条件である．試験は，一つの保持深さにつき 3 回ずつ，計 9 回実施した．

Table 6-1 Load condition for experimental test.

| Indentation depth $h$ [mm] | Indentation rate $dh/dt$ [mm/s] | Maintaining time $t_m$ [s] | Unloading rate $dh/dt$ [mm/s] |
|---|---|---|---|
| $3.0\times10^{-2}$ | $4.0\times10^{-4}$ | 9000 | $2.5\times10^{-3}$ |
| $4.0\times10^{-2}$ | | | |
| $5.0\times10^{-2}$ | | | |

## 6.3 実測データに基づく塑性深さの導出

図 6-1(a)，(b)に圧子押込み深さ保持試験の 3 工程を通した，時間-荷重-押込み深さの関係を示す．図 6-1(a)は，測定した押込み深さと時間の関係を表す．実施した 3 条件すべての試験で，目標深さを任意の時間，保持できていることが分かる．図 6-1(a)に対応した荷重-時間の関係を図 6-1(b)に示す．○，□，△印は，それぞれ保持深さ $3.0\times10^{-2}$ mm，$4.0\times10^{-2}$mm，$5.0\times10^{-2}$mm の試験結果を表す．実施した 3 条件すべての試験で，目標深さ到達後の深さ保持工程で荷重緩和が確認でき，また，除荷データも取得できている．深さ保持工程と除荷工程の計測データに図 3-12 に示した評価手法を用いて，定常クリープ特性を導出した．

初めに，インデンテーション試験に適した基準面積 $S_r$ を決定するため，図 6-2(a)に，保持深さ $3.0\times10^{-2}$mm の圧子押込み深さ保持試験で得られた除荷曲線を示す．式(4-5)に示すように，主応力面を考慮した基準面積 $S_r$ は，塑性深さ $h_p$ と圧子形状により決定できる．すなわち，ここでは実験で測定された除荷曲線から塑性深さ $h_p$ を導出できることを示す．図中の実線は，除荷工程開始時における曲線の接線である．試験 3 回分の接線は，ほぼ等しい傾きを持つ．また，除荷開始荷重の差によって多少のばらつきがあるが，保持深さより 0.1~0.5μm 程度小さな値が塑性深さ $h_p$ を意味する $y$ 切片となった．図 6-2(b), (c) に示す保持深さ $4.0\times10^{-2}$mm，$5.0\times10^{-2}$mm の場合も同様の結果となった．

図 6-3 は，各押込み深さの圧子押込み深さ保持試験で得られた塑性深さ $h_p$ を示している．実施した 3 回の試験において得られた塑性深さ $h_p$ のばらつきは，平均値±2.0%以内である．また，保持深さ $h_m$ が小さい方から，導出した保持深さ $h_p$ はそれぞれ，$2.97\times10^{-2}$ mm，$3.97\times10^{-2}$mm，$4.95\times10^{-2}$mm である．

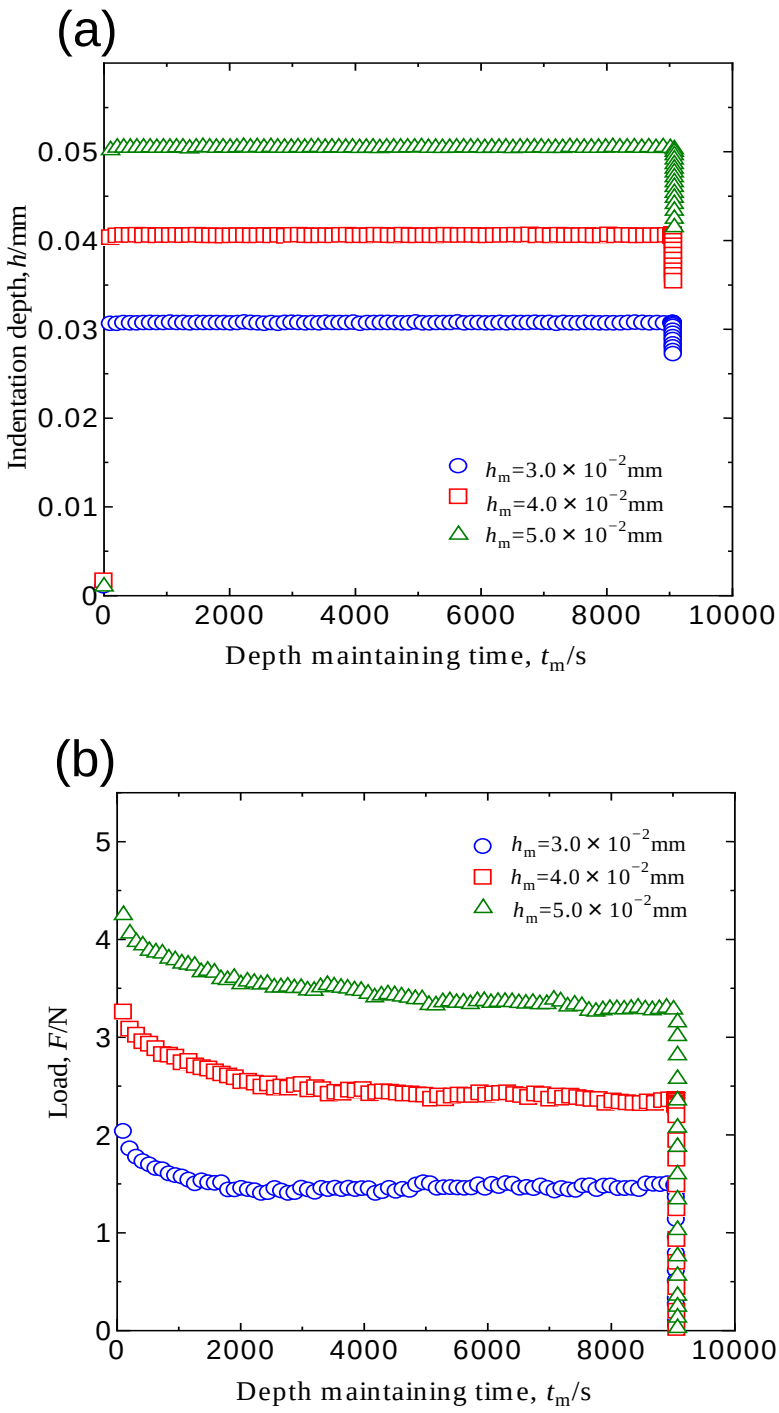
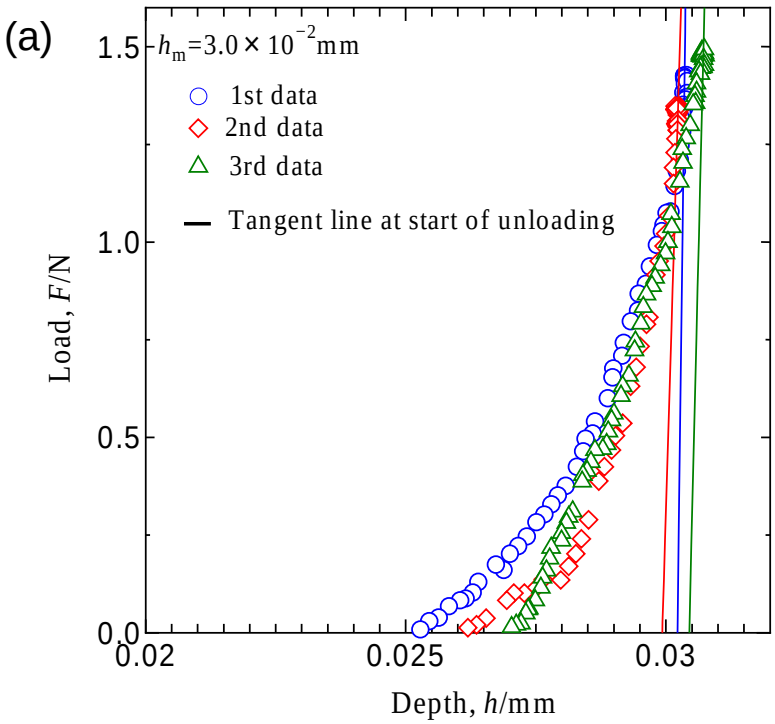
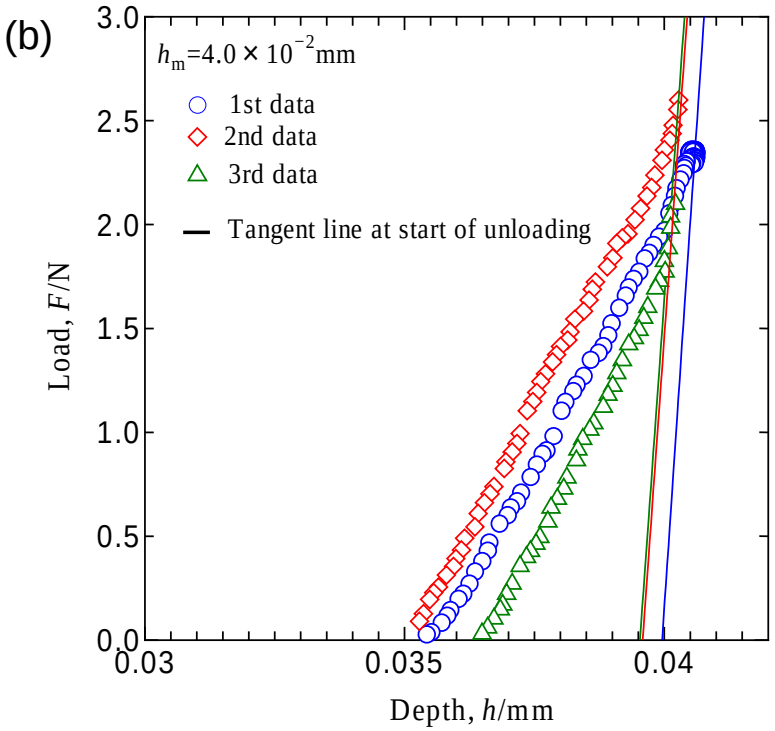



Fig.6-1 (a)Relationship between the indentation depth and the time. (b)Relationship between the load and the time.


(a)
$h_m$=3.0 × 10$^{-2}$mm
1st data
2nd data
3rd data
Tangent line at start of unloading
Load, $F$/N
Depth, $h$/mm
0.0
0.5
1.0
1.5
0.02
0.025
0.03


(b)
$h_m$=4.0 × 10$^{-2}$mm
1st data
2nd data
3rd data
Tangent line at start of unloading
Load, $F$/N
Depth, $h$/mm
0.0
0.5
1.0
1.5
2.0
2.5
3.0
0.03
0.035
0.04

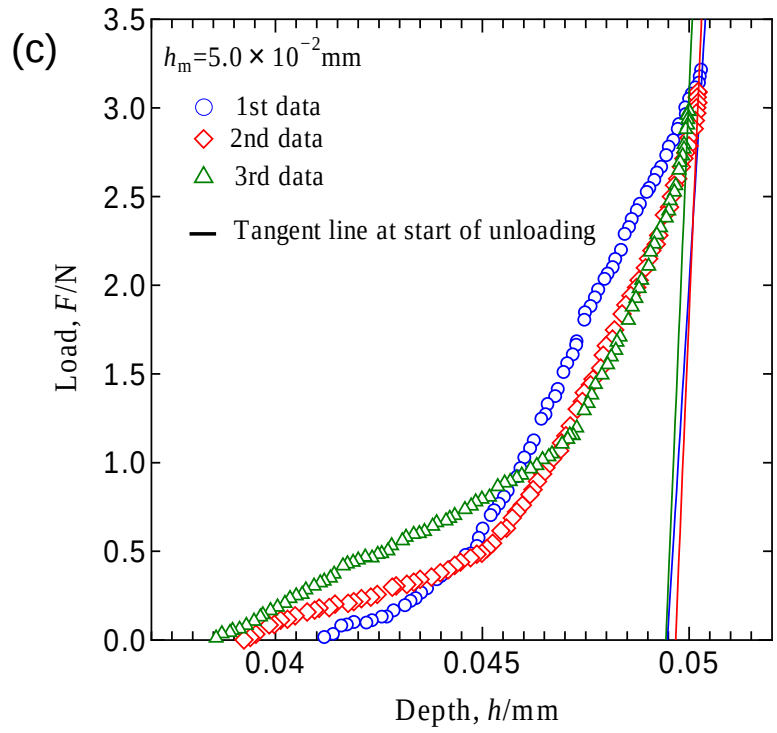



Fig. 6-2 Unloading curve. (a)$h_m$=3.0×10$^{-2}$mm. (b)$h_m$=4.0×10$^{-2}$mm. (c)$h_m$=5.0×10$^{-2}$mm.

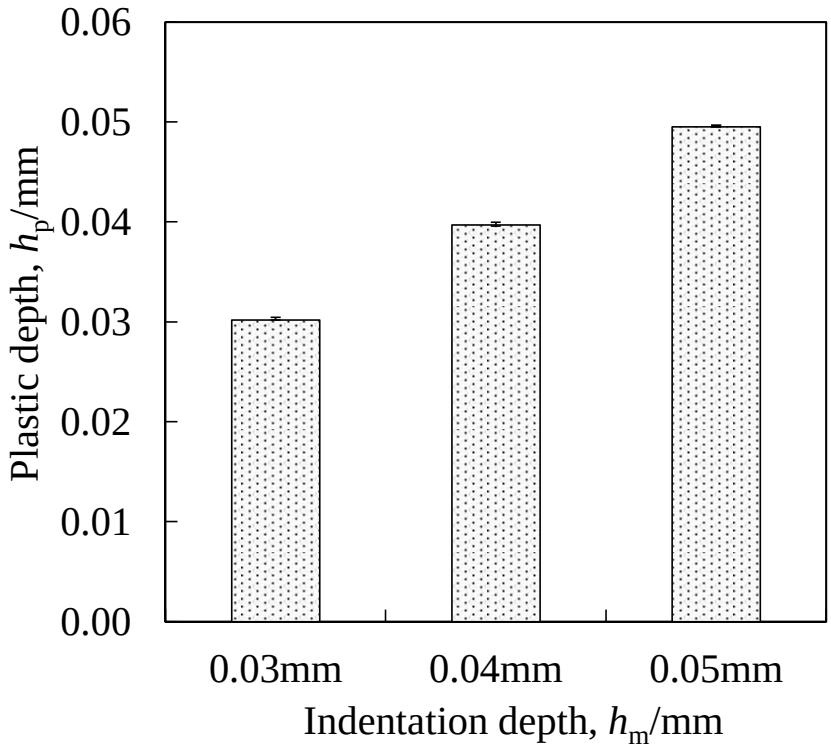



Fig.6-3 Plastic depth obtained from the unloading process.

## 6.4　実測された荷重緩和曲線からの定常クリープ評価

除荷曲線から得られた塑性深さ $h_p$ を式(4-5)に用いて，インデンテーション試験に適した基準面積 $S_r$ が決定できる．基準面積 $S_r$ と荷重緩和曲線を用いて，定常クリープ特性を評価した．圧子押込み深さ保持試験により得られた荷重緩和曲線を図 6-4 に示す．○，□，△印はそれぞれ，$3.0\times10^{-2}$mm，$4.0\times10^{-2}$mm，$5.0\times10^{-2}$mm の押込み深さを 9000 秒間保持して得られた荷重緩和曲線である．この荷重緩和曲線は，3 回実施した試験の平均を表している．図 6-5 で各印は初期荷重 $F_0$ からの差を示す．定常クリープひずみ速度を導出するため，図 6-5 に実線で示すように荷重緩和曲線を次式で近似した．

$$F = F_0 - \exp(a)t_m^b \tag{6-1}$$

ここで，$a$，$b$ は定数である．

式(6-1)を用いて求めた荷重緩和曲線と式(3-12)，式(3-14)を用いて，応力とクリープひずみ速度を計算した．応力とクリープひずみ速度の関係を，押込み深さごとに図 6-6 に示す．塗りつぶしの○，□，△印は，接触面積 $S_c$ を用いて計算した場合の応力とクリープひずみ速度の関係を表す．主応力に接する球面の面積を基準面積とする本手法で得られた結果を，塗りつぶしなしの○，□，△印で示す．本手法で算出したクリープ特性が，実線で示される引張クリープ特性とよく一致することが分かる．すなわち，本論文で新たに定義した基準面積 $S_r$ は，実験においても十分適用可能であることが分かる．

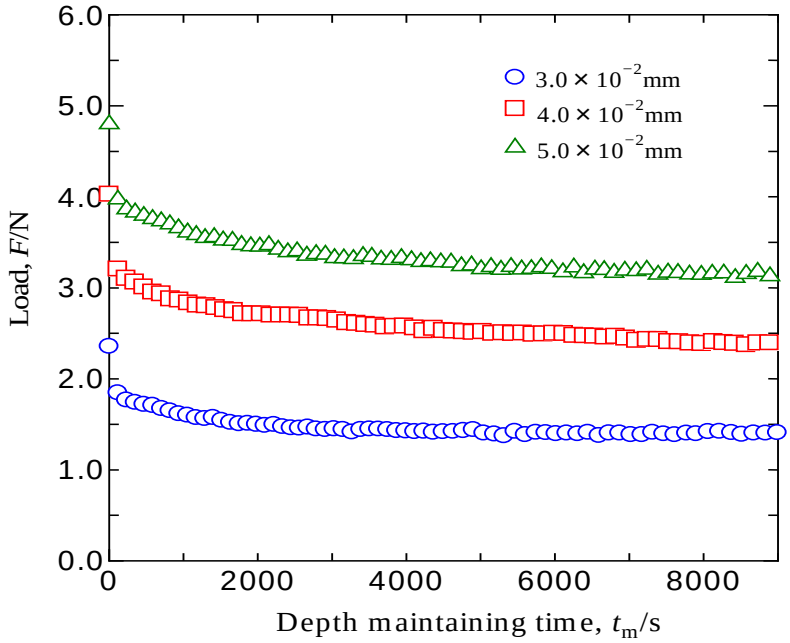



Fig. 6-4 Load relaxation curves.

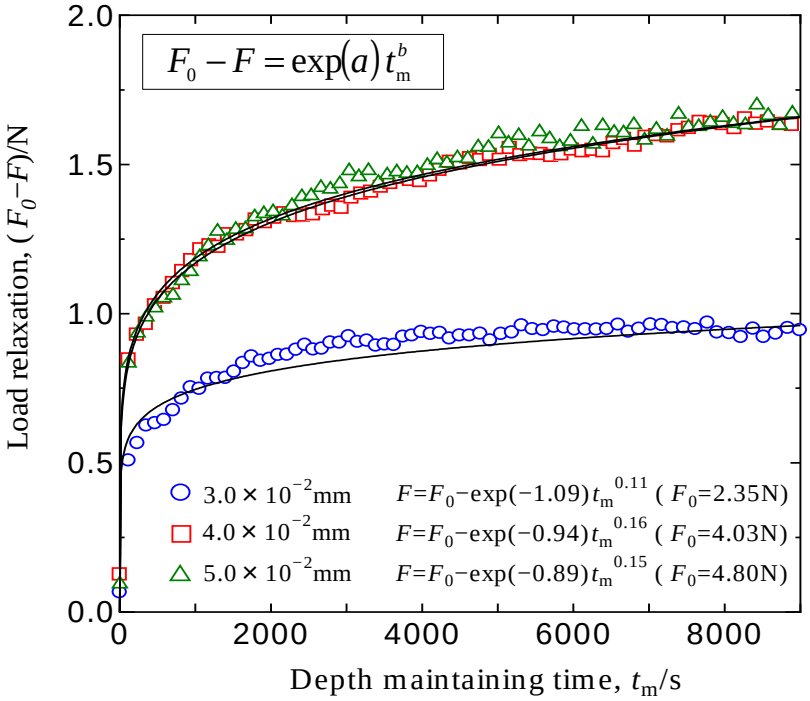



Fig. 6-5 Approximation of Load relaxation curves.

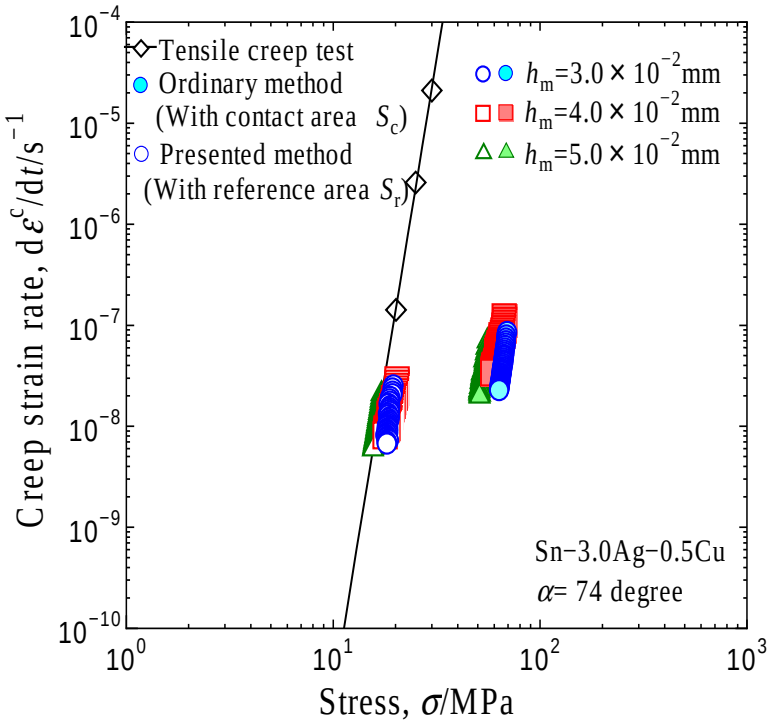



Fig. 6-6 Relationship between the stress and the creep strain rate.

## 6.5　結　　言

本章では，インデンテーション試験機を用いて圧子押込深さ保持試験を実施し，実測された時間 $t$-荷重 $F$-塑性深さ $h_p$ の関係より定常クリープ変形を取得した．クリープ特性評価には，第 4 章で提案した基準面積 $S_r$ を用いた．その結果，以下の結言を得た．

(1)　Sn-3.0Ag-0.5Cu はんだ試料に対して，3 つの保持深さで圧子押込深さ保持試験を実施した．実測の除荷曲線から塑性深さ $h_p$ を導出することができた．

(2)　導出した塑性深さ $h_p$ を，主応力面を考慮した基準面積 $S_r$ の決定に用いた．基準面積 $S_r$ を実測の荷重緩和曲線に用いて導出した定常クリープひずみと応力の関係は，引張クリープ試験結果によく一致する．

(3)　すなわち，インデンテーション試験機で実際に測定した時間-荷重-押込み深さの関係から，クリープ特性を導出することができた．

(4)　本研究で提案する評価手法は実際の実験においても，有用である．

# 第 7 章
# 総　　括

## 7.1　結　　論

本研究では，電子実装基板上はんだ接続部を対象としたマイクロインデンテーション試験による定常クリープ特性評価法を開発するため，Sn-3.0Ag-0.5Cu 鉛フリーはんだを試料としてインデンテーションクリープ試験，および本研究で提案する圧子押込み深さ保持試験を計算機実験とインデンテーション試験機を用いた実験で実施した．

まず，インデンテーションクリープ試験の解析結果と実験結果を同じ材料の引張クリープ試験結果と比較し，インデンテーションクリープ試験で解決すべき点を明らかにした．インデンテーション試験から引張クリープデータを導出するためには，インデンテーション試験に適した基準面積 $S_r$ で応力を評価しなければならない．本研究では，基準面積 $S_r$ を得るために，クリープ変形中に基準面積が変化しない新しいインデンテーション試験法を考案した．また，基準面積の導出に主応力面を考慮して，定常クリープ特性を得る手法を考案した．さらに，本研究で提案する手法のさまざま材料に対する適用性，および，圧子形状に対する適用性についても計算機実験による検証を行った．そして，最後に，実際のインデンテーション試験機による試験から得られた計測データに対して，本研究で提案した手法を適用し定常クリープ特性の導出を行った．

以上の検討を行い，微小材料のためのマイクロインデンテーション試験によるクリープ特性評価法を構築することを目指した．各章の内容，および，得られた成果を以下にまとめる．

第 1 章では，微小試料におけるクリープ特性取得の重要性と有力な手法とされるインデンテーションクリープ試験の解決すべき点，それに関する研究動向について述べた．そして，それらを基に本研究の目的を述べた．

第 2 章では，インデンテーション試験機による，インデンテーションクリープ試験を実施した．また，同一材料から成るバルク試験片を用いた引張クリープ試験も実施した．両試験の結果を比較して，実装微小部品のクリープ特性を取得するためのインデンテーション試験について検討した．その結果，次の結論を得ることができた．

(4) インデンテーション試験機により，インデンテーションクリープ試験時の荷重-押込み深さ-時間の連続データを取得した．押込み深さ-時間の関係から，クリープによって生じる荷重保持工程の圧子押込みの状態を確認できた．

(5) 取得した押込み深さと時間の関係から応力とクリープひずみ速度の関係を導出し，引張クリープデータと比較した．その結果，インデンテーションクリープ試験から得た定常クリープひずみが引張クリープひずみに一致しないことを明らかにした．

(6) インデンテーションによるクリープ特性と引張クリープ特性が一致しない原因として，測定領域サイズの違い，もしくは，インデンテーションクリープ試験自体の問題等が考えられる．しかし，実験による検証だけではインデンテーションクリープ試験の結果と引張試験の結果の不一致の原因を明らかにすることはできない．

第 3 章では，インデンテーション試験で微小試料のクリープ特性を得るにあたり，第 2 章で論じたインデンテーションクリープ試験と引張クリープ試験にはクリープ特性の不一致の原因を明らかにした．微視構造を考慮する必要のないインデンテーションクリープ試験の計算機実験を実施し，解析結果を引張クリープ特性と比較した．この結果，次の結論を得た．

(7)　計算機実験を用いることで，バルク試験片とインデンテーション試験片の測定領域サイズの違いによる材料内部の影響を排除した．それでもなお，インデンテーションクリープ解析の結果は引張クリープ試験の結果に一致しない．

(8)　インデンテーションクリープ試験では，適切なクリープ特性を取得することができない．この原因は，インデンテーションクリープ試験における応力の過大評価である．

(9)　基準面積に着目して圧子押込み深さ保持による新たなインデンテーション試験を提案し，過大な応力になることがない新たな基準面積を提案した．

(10)　新たに提案した基準面積を用いれば，引張クリープ試験の代わりにインデンテーション試験によりクリープ特性が取得可能となる．

第 3 章で提案した手法は，バルク試験片による引張クリープ特性が必要であった．第 4 章では，主応力，および，接触状態と応力の関係について検討した．そして，主応力面を考慮した圧子押込み深さ保持試験による定常クリープ特性の取得法を考案した．

(11)　圧子押込みにより生じる最大主応力の方向は，圧子頂点を中心とする球表面に対して垂直になる．また，最大主応力面に接する球面の半径は圧子-試料間の接触部分における稜線長さと考えることができ，さらに塑性深さによって稜線長さが決定できる．

(12)　主応力面を考慮して，インデンテーション試験でクリープ特性を取得する方法を考案した．この方法では，圧子押込み深さ保持試験で得られる除荷曲線からインデンテーション試験に適した基準面積 $S_r$ を決定することができた．

(13)　主応力面を考慮した基準面積を用いて，はんだ合金の定常クリープ特性をインデンテーション試験で取得した．多少の違いは見られたが，従来法に比べて，引張クリープ試験の結果に一致する結果が得られた．

(14) 主応力面を考慮した基準面積で応力を算出することにより，1 条件の圧子押込み深さ保持試験から微小領域のクリープ特性を取得することが可能である．

第 5 章では，第 4 章で提案した主応力面を考慮した基準面積 $S_r$ の決定手法,および，それを用いた定常クリープ特性取得法の対象材料，使用する圧子形状に対する適用性を計算機実験で検討した．

(15) Sn-3.5Ag，Sn-37Pb，Sn-58Bi の 3 種類のはんだ合金を試料として，Vickers 圧子を用いた圧子押込み深さ保持試験を行った．この結果，材料に依らず，定常クリープ変形を取得することができた．よって，主応力面を考慮した球面の表面積を基準面積とする本手法は，実装状態の部品や新しい材料の定常クリープ特性評価に対しても適用できる．

(16) 先端角度の異なる 3 つの四角錘圧子を用いた圧子押込み深さ保持試験を計算機実験で実施した．試料内部に形成される主応力面は，先端角度が大きくなるにつれて大きくなる．また，圧子先端角度が変化しても塑性深さ $h_p$ と主応力半径 $r$ の関係は，圧子形状に応じて圧子の高さと稜線長さの関係に一致する．

(17) 圧子先端角度に依らず，インデンテーション試験に適した基準面積 $S_r$ を塑性深さと圧子の幾何学形状から決定することができる．

(18) 四角錘の先端角度が変わっても，主応力面を考慮した基準面積を用いることで，インデンテーション試験により引張クリープ試験の結果に一致する結果が得られた．

第 6 章では，実際のインデンテーション試験機を用いて圧子押込深さ保持試験を実施し，実測された時間 $t$-荷重 $F$-塑性深さ $h_p$ の関係より定常クリープ特性を取得した．クリープ特性の取得には，第 4 章で提案した基準面積 $S_r$ の決定手法,および，それを用いた定

常クリープ特性の取得法を用いた．本論文で提案した主応力面を考慮した定常クリープ取得手法の実際の実験への適用性について検討した．

(19) Sn-3.0Ag-0.5Cu はんだ試料に対して，3 つの保持深さで圧子押込深さ保持試験を実施した．実測の除荷曲線から塑性深さ $h_p$ を導出することができた．

(20) 導出した塑性深さ $h_p$ を，主応力面を考慮した基準面積 $S_r$ の決定に用いた．基準面積 $S_r$ を実測の荷重緩和曲線に用いて，試料の定常クリープ変形を導出した結果，引張クリープ試験結果に一致した．

(21) インデンテーション試験機で実際に測定した時間-荷重-押込み深さの関係から，基準面積 $S_r$ を決定することができた．

(22) 本研究で提案するインデンテーション試験により，定常クリープ特性を取得することが可能である．

以上のように，本研究では，微小試料における定常クリープ特性評価法として期待されるインデンテーションクリープ試験での解決すべき点が，応力の評価方法にあることを明らかにした．そのため，インデンテーション試験に適した基準面積 $S_r$ の同定法の提案を試みた．これには，本研究で提案する圧子押込み深さ保持試験という新しいインデンテーション試験を用いた．次いで，引張クリープ試験の応力評価法に基づき，主応力面を考慮して基準面積を決定する方法を考案した．インデンテーション試験の最大主応力面が，圧子頂点を中心とし，圧子・試料の接触部における稜線長さを半径とする球面と接することを明らかにし，この球面の面積を基準面積として用いた．圧子押込み深さ保持試験にこれを応用し，クリープデータ取得のための定常クリープ試験法を提案した．さらに，複数の材料を想定した計算機実験を実施し，本手法を用いて材料に依らず定常クリープ特性を取得できることを示した．また，圧子形状が変わった場合にも，同じように主応力面を特定するこが可能であることを示した．最後に，実際のインデンテーシ

ョン試験機を用いた圧子押込み深さ保持試験を実施し，本研究で提案する手法で実測データから定常クリープ特性を取得できることを示した．

## 7.2　展　　望

以上を踏まえて，本研究の展望について述べる．

本論文では，微小試料のためのマイクロインデンテーション法による定常クリープ評価手法を提案し，本手法が実験においても有用であることを確認した．主応力面を考慮した圧子押込み深さ保持試験により，圧子押込みの影響が及ぶ試料内部の微小範囲において定常クリープ変形を取得することができる．得られた定常クリープ特性は，理論上引張クリープデータと比較が可能である．

しかし，本研究で評価対象としている鉛フリーはんだを含む多結晶金属は，粒径や粒界，結晶方位などの微小構造を有する．特に，結晶方位はナノオーダーの非線形変形に大きく関与している．本論文では，計算機実験を実施することで微小構造の影響を排除し，マイクロインデンテーション試験による定常クリープ評価法が確立できており，ナノ領域における結晶方位と非弾性変形の関係性を調査することに応用が期待できる．しかし，そのためには，マイクロインデンテーション法による手法をナノインデンテーション法に適用する必要があり，本手法をナノインデンテーション法で実施する上ではミクロ領域の変形でも難儀した変位-荷重の計測方法が課題となる．

# 参考文献

(1) M.Erinc, P.J.G.Schreurs,M.G.D.Geers, Integratednumerical experimental analysis of interfacial fatigue fracture in SnAgCu solder joints, International Journal of Solids and Structures, 44, (2007), pp.5680–5694

(2) C.Kanchanomai, W.Limtrakarn, Y.Mutoh, Fatigue crack growth behavior in Sn–Pb eutectic solder/copper joint under mode I loading, Mechanics of Materials, 37, (2005), pp.1166–1174

(3) Q.K.Zhang, Z.F.Zhang, In situ observations on shear and creep–fatigue fracture behaviors of SnBi/Cu solder joints, Materials Science and Engineering A, 528, (2011), pp.2686–2693

(4) H.D.Solomon, Fatigue of 60/40 Solder, IEEECHMT-9, 4, (1986), pp.423-432

(5) H.D.Solomon, Strain-Life Behavior in 60/40 Solder, Trans. ASME, J. Electronic Packaging, 111, (1989), pp.75-82

(6) Z.Guo, H.Y.Pao and H.Conrad, Plastic deformation kinetics of 95.5Sn-4Cu0.5Ag solder joints, Trans. ASME, J. Electronic Packaging, 117, (1995), pp.100-104.

(7) 大口健一，佐々木克彦，石川博將，繰返し粘塑性構成式を用いた 60Sn-40Pb 材の疲労寿命予測，機論，62-594，A，(1996)，pp.202-208

(8) 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法に関する研究，機論，62-594，A，(1996)，pp.527-532

(9) R.A.Islam, B.Y.Wu, M.O.Alam, Y.C. Chan, W.Jillek, Investigations on microhardness of Sn–Zn based lead-free solder alloys as replacement of Sn–Pb solder, Journal of Alloys and Compounds, 392, 149, (2005)

(10) 宮本輝，小川武史，大澤直，圧子圧入法による鉛フリーはんだの力学特性の予測，材料，第 51 巻，第 4 号 (2002)，pp. 445-450

(11) K.C.R.Abell, Y.L.Shen, Deformation induced phase rearrangement in near eutectic tin–lead alloy, Acta Materialia, 50, (2002), 3191

(12) A.G.Atkins, A.Silverio, D.Tabor, Indentation Hardness and the Creep of Solids, Journal of the Institute of metals, 94, (1966), 369

(13) 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, 6, (2002), p.282

(14) F.Yang, L.Peng, Impression creep of Sn3.5Ag eutectic alloy, Materials Science and Engineering A, 409, (2005), P.87

(15) M.Fujiwara, M.Otsuka, Indentation creep of b-Sn and Sn-Pb eutectic alloy, Materials Science and Engineering A, 319-321,(2001),p.929

(16) H.Takagi, M.Fujiwara, K.Kakehi, Measuring Young's modulus of Ni-based superalloy single crystals at elevated temperatures through microindentation, Materials Science and Engineering A, 387–389, 348, (2004)

(17) B.Roebuck, E.A.Almond, Equivalent of indentation and compressive creep tests on WC/Co hardmetal, J.Mater.Sci.Lett, 1, (1982), p.5191

(18) H.Takagi, M.Dao, M.Fujiwara, M. Otsuka, Detecting the Transition of Creep Rate-Controlling Process in Al-Mg Solid-Solution Alloy through Instrumented Indentation, J. Japan Inst. Metals, 69, 4 , (2005), p.348

(19) H.Takagi, M.Dao and M.Fujiwara, Prediction of the Constitutive Equation for Uniaxial Creep of a Power-Law Materialthrough Instrumented Microindentation Testing and Modeling, Materials Transactions, 55, 2, (2014), pp.275-284

(20) X.Ma and F.Yoshida, Rate-Dependent Indentation Hardness of a Power-Law Creep Solder Alloy, Applied Physics Letters, 82, 2 (2003), pp.188-190

(21) I.Dutta, C.Park and S.Choi, Impression Creep Characterization of Rapidly Cooled Sn-3.5Ag

Solders, Materials Science and Engineering, 379, 1-2, (2004), pp.401-410

(22) T.Shibutani, Q.Yu, M.Shiratori, Evaluation of diffusion creep in low melting point materials by nanoindentation creep test, The Japan Society of Mechanical Engineers A, 71, 710, (2005), p.1285

(23) B.Roebuck, E.A.Almond, Equivalent of indentation and compressive creep tests on WC/Co hardmetal, J Mater Sci Lett, 1, (1982), pp.519-521

(24) T.Ogawa, H.Kohketsu, K.Takahashi, T.Ohsawa, Influence of Microstructure and Specimen Size on Creep Properties of Solsers, J Solid Mech Mater Eng, 1, 2, (2007), p.254

(25) T.Nishioka, H.Uemura, T.Ohsawa, Y.Sawaragi, Effects of Specimen Surface Condition and Atmosphere on Small Punch Creep Property of Low Alloy Steel, J Soc Mat Sci, 60, 2, (2011), pp.146-152

(26) K.Kobayashi, I.Kajihara, H.Koyama, G.C.Stratford, Deformstion and fracture mode during small punch creep tests, Jpn Soc Mech Eng A, 75, 753, (2009), pp.669-676

(27) S.Komazaki, The frontier of technology development in remaining life assessment for high temperature components, J Soc Mat Sci, 61, 12, (2012), pp.980-986

(28) L.Zhao, H.Jing, L.Xu, Y.Han, J.Xiu, Y.Qiao, Evaluating of creep property of distinct zones in P92 steel welded joint by small punch creep test, Mater Design, 47, (2013), pp.677-686

(29) H.Takagi, M.Dao, M.Fujiwara, Analysis on pseudo-steady indentation creep, Acta Mechanica Solida Sinica, 21, 4, (2008), p.283

(30) P.M.Sargent, M.F.Ashdy, Indentation creep, Materials Science and Technology, 8, 7, (1992), p.594

(31) D.Dorner, K.Ro¨ ller, B.Skrotzki, B. Sto¨ckhert ,G.Eggeler, Creep of a TiAl alloy: a comparison of indentation and tensile testing, Materials Science and Engineering A, 357, (2003), p.346

(32) 大口健一，瀧田敦子，木村光彦，ステンレス鋼鋳鋼の弾・塑性・クリープ特性の効率的評価と熱変形 FEM 解析,鋳造工学，84, 10, (2012), p.569-,576

(33) K.Ohguchi, K.Sasaki, M.Ishibashi, A Quantitative Evaluation of Time-Independent and Time-

Dependent Deformations of Lead-Free and Lead-Containing Solder Alloys, J electron mater, 35, 1, (2006), pp.132-139

(34) A.Takita, K.Sasaki, K,Ohguchi, A Method to Identify Steady Creep Strain from Indentation Creep Using a New Reference Area of Indentation, Jounal of Electronic Materials, 43, 7, (2014), pp.2530-2539

(35) K.L.Johson, Contact mechanics. Cambridge university press, (1985)

(36) S.Ochiai, S.Ikeda, S.Iwamoto, J.J.Sha, H.Okuda, Y.Waku, N.Nakagawa, A.Mitani, M.Sato, T.Ishikawa, Residual stresses in YAG phase of melt growth Al2O3/YAG eutectic composite estimated by indentation fracture test and finite element analysis, J Eur Ceram Soc, 28, (2008), pp.2309-2317

(37) G.R.Anstis, P.Chantikul, B.R.Lawn and D.B.Marshall, A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness, I, Direct Crack Measurements, J Am Ceram Soc 64, 9, (1980), pp.533-538

(38) 大串浩司，市川昌弘，球圧子押込みによるセラミックスのリングクラック発生に関する破壊力学的考察，日本機械学会論文集　A 編，61，585，1995，pp.953-958

(39) 高橋学，岡部永年，朱霞，松井實，セラミックスの球-平面接触によるリングクラック発生強度特性，材料，53，10，2004，pp.1149-1155

(40) G.A. Gogotsi, S.P.Mudrik, Fracture barrier estimation by the edge fracture test method, Ceramics International, 35, (2009), pp.1871–1875

(41) K.Kenichi, H.Hajime, Y.Tomoyasu, Analysis of Ultramicrohardness by Conical Indenter (1st Report, Analysis of Indentation Process Using FEM and Correction of Indentation Process Using FEM and Correction of Indenter Tip Radius), J Soc Mecanical A, 63, 607, (1997), pp.567-576

(42) S.P.Pearce, J.R.King, M.J.Holdsworth, Axisymmetric indentation of curved elastic membranes by a convex rigid indenter, I J Nonlin Mech, 46, (2011), pp.1128-1138

(43) W.C.Oliver, G.M.Pharr, An imporoved technique for determining hardness and elastic

modulus using load and displacement sensing indentation experiments, J Mater Res, 7, 6, (1992), pp.1564-1583

(44) I.N.Seddon, The relation between load and penetration in the axisymmetric boussinesq problem for a punch of arbitrary profile, I J Eng Sci, 3, (1965), pp.47-57

(45) M.F.Doerner, W.D.Nix, A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments, J Mater Res, 1, 4, (1986), pp.601-609

(46) Factual Database on Creep and Creep-Fatigue Properties of Sn-37Pb and Sn-3.5Ag Solders, The Society of Materials Science, Japan, (2004), pp.10-15, pp.44-49

(47) Factual Database on Tensile and Low Cycle Fatigue Properties of Sn-37Pb and Sn-3.5Ag Solders, The Society of Materials Science, Japan,2000

(48) T. Matsumura, T.Yamamoto, Assembly Technology Using Lead-free Solder. FUJITSU, 56, 6, (2005)

(49) J.Luo, J.Lin, A study on the determination of plastic properties of metals by instrumented indentation using two sharp indenters, International Journal of Solids and Structures, 44, 2007, pp.5803-5817

(50) S.Fujisawa, A.Yonezu, T.Okamura, K.Yoneda, Estimation of microstructural plastic property of die-cast Mg alloy (AZ91D) with an elevated temperature indentation, Materials Science and Engineering A, 616, 2014, pp.63-70

# 図表一覧

第 2 章

Fig. 2-1 Schematic outline of the loading for indentation creep test. ····· 10
Fig. 2-2 Schematic outline of the relationship between indentation depth ····· 10
and time (*h-t* curve).
Fig. 2-3 Process to make the indentation specimen. ····· 12
Fig. 2-4 Geometry of the specimen. ····· 12
Fig. 2-5 Indentation testing machine. ····· 14
Fig. 2-6 System summary of the indentation testing machine. ····· 14
Fig. 2-7 Geometry of Vickers indenter. ····· 15
Fig. 2-8 Indentation depth measurement method. ····· 15
Fig. 2-9 Geometry of the bulk specimen. ····· 17
Fig. 2-10 Servopulser EHF– FB1. ····· 18
Fig. 2-11 Loading condition of the tensile creep test. ····· 18
Fig. 2-12 *h-t* curve obtained by experiment and explanation of evaluation ····· 20
method.
Fig. 2-13 Relationship between the stress and creep strain rate. ····· 21
Table 2-1 Load condition of the indentation creep test. ····· 16

第 3 章

Fig. 3-1 Simplified indentation test. ····· 27
(a)Geometry of the solder specimen.
(b)Geometry of the Vickers indenter.
Fig. 3-2 FEM model used in the indentation test. Nodes on axial planes ····· 27
were fixed for the normal directions of planes respectively.
Fig. 3-3 Stress–strain curve approximated by two straight lines. ····· 30
Fig. 3-4 Comparison of the *h-t* curve obtained by experiment and that ····· 32
obtained by numerical test.
Fig. 3-5 Relationship between indentation depth and time (*h-t* curve) obtained ····· 32
from numerical test.
Fig. 3-6 Comparison of relationship between stress and creep strain rate. ····· 33
Fig. 3-7 Distribution of equivalent stress at the start of constant load process. ····· 34
Fig. 3-8 Process of the indentation creep test. ····· 37
Fig. 3-9 Process of the indentation test including the depth maintaining process. ····· 37
Fig. 3-10 Schematic outline of the loading for indentation tests including ····· 38
the indentation depth maintenance process.

Fig. 3-11 Determination of stress relaxation rate using stress relaxation curves. ····· 40
The stress relaxation rate $d\sigma/dt$ is the slope of the stress relaxation curve at an indentation depth $h$.
Fig. 3-12 Comparison of the load relaxation curves during the depth $3.0\times10^{-2}$mm ····· 45
maintaining.
Fig. 3-13 Load relaxation curve.····· 46
Fig. 3-14 Determination of the new reference area for calculating equivalent stress.····· 46
Fig. 3-15 Relationship between stress and creep strain rate obtained by using new ····· 48
reference area.
Table 3-1 Mechanical properties used in FEM. ····· 30
(a) Vickers indenter.
(b) Sn-3.0Ag-0.5Cu.
Table 3-2 Load condition of indentation creep test with a constant indenter depth.····· 45

第 4 章

Fig. 4-1 Schematic outline of the loading for indentation test with the constant ····· 53
depth process.
Fig. 4-2 Distribution of the principal stress in the specimen of Sn-3.0Ag-0.5Cu. ····· 55
(a)First principal stress.
(b)Second principal stress.
(c)Third principal stress.
Fig. 4-3 Schematic outline of the angle between the normal stress vector····· 58
and the principal stress vector.
Fig. 4-4 Line which nodes located. ····· 58
Fig. 4-5 Relationship between radius and angle consisted with the principal ····· 59
stress vectors and the normal stress.
(a)Line A.
(b) Line B.
(c) Comparison of the converged point.
Fig. 4-6 Schematic outline of the contact state in the indentation. ····· 63
(a)Contact state when the indenter pushed into the specimen.
(b)Relationship between the plastic depth $h_p$ and the length of the edge line $L_e$.
Fig. 4-7 Unload curve obtained by numerical test.····· 63
Fig. 4-8 Relationship between convergent radius $r$ and plastic depth $h_p$. ····· 65
Fig. 4-9 Schematic outline of the loading for indentation unloading test. ····· 67

Fig. 4-10 (a)Relationship between the load and the indentation depth. ····· 68
(b)Unloading curves obtained from the unloading process.
Fig. 4-11 Comparison of the plastic depth between the indentation test ····· 69
including the constant depth process and indentation-unloading test.
Fig. 4-12 Flowchart of evaluation process using new reference area.····· 72
Fig. 4-13 Relationships between the stress and the creep strain rate in Sn-3.0Ag-0.5Cu. 73
Table 4-1 Load condition of the indentation test including the constant depth process. ·· 55

第 5 章

Fig. 5-1 Unloading curve (Sn-3.5Ag, Sn-37Pb, Sn-58Bi). ····· 78
Fig. 5-2 Load relaxation curve (Sn-3.5Ag, Sn-37Pb, Sn-58Bi). ····· 78
Fig. 5-3 The Comparison between the creep properties obtained ····· 80
by the modified method and the tensile creep test in solder
alloy other than Sn-3.0Ag-0.5Cu; Sn-3.5Ag, Sn-37Pb and
Sn-58Bi solder alloy.
Fig. 5-4 FEM model for considering the geometry of indenter. Vertex ····· 82
angle of indenter $\alpha$ was varied.
Fig. 5-5 Distribution of the third principal stress at the start of the constant ····· 84
depth process.
Fig. 5-6 Relationship between the plastic depth and the radius of reference····· 84
area ($\theta$=60, 74, 80 degree).
Fig. 5-7 Unloading curve obtained by varying the vertex angle of indenter.····· 87
Fig. 5-8 Load relaxation curve obtained by varying the vertex angle of indenter. ··· 87
Fig. 5-9 Relationship between steady-state creep strain rate and stress ····· 88
($\theta$=60, 74, 80 degree).
Table 5-1 Material properties of solders.·····…·····77
Table 5-2 Load condition of indentation test for confirming the effect of indenter····· 82
geometry.

第 6 章

Fig. 6-1 (a)Relationship between the indentation depth and the time. ····· 93
(b)Relationship between the load and the time.
Fig. 6-2 Unloading curve. ····· 94
(a)$h_m$=3.0×10$^{-2}$mm. (b)$h_m$=4.0×10$^{-2}$mm. (c)$h_m$=5.0×10$^{-2}$mm.

Fig. 6-3 Plastic depth obtained from the unloading process. ····· 95
Fig. 6-4 Load relaxation curves. ····· 97
Fig. 6-5 Approximation of Load relaxation curves. ····· 97
Fig. 6-6 Relationship between the stress and the creep strain rate. ····· 98
Table 6-1 Load condition for experimental test. ····· 91

# 発表論文一覧

(1) 大口健一，瀧田敦子，木村光彦，ステンレス鋼鋳鋼の弾・塑性・クリープ特性の効率的評価と熱変形FEM解析， 鋳造工学，84，10， pp.569-576，(2012年)

(2) Atsuko Takita, Katsuhiko Sasaki, Ken-ichi Ohguchi, A New Reference Area for Indentation Creep Test to Obtain Real Steady Creep Strain of Solder Alloy, Proceeding of International Conference on Electronics Packaging 2013 , pp.769-772, (2013)

(3) Atsuko Takita, Katsuhiko Sasaki, Ken-ichi Ohguchi, A Method to Identify Steady Creep Strain from Indentation Creep Using a New Reference Area of Indentation, Journal of Electronic Materials, 43, 7, pp.2530-2539, (2014)

(4) Atsuko Takita, Katsuhiko Sasaki, Ken-ichi Ohguchi, The Determination Method of a New Reference Area for Obtaining the Uniaxial Stress in Indentation Tests, Proceeding of the 3rd International Conference SSTT 2014, pp.354-359, (2014)

(5) Atsuko Takita, Katsuhiko Sasaki, Ken-ichi Ohguchi, Ryo Takeda, An Effective Area Considering the Principal Stress to Evaluate Creep Strain Measured by Indentation Test, Experimental Mechanics, in press, (2015)

# 謝　　辞

本研究は，北海道大学大学院工学研究院　佐々木克彦教授の懇切丁寧なる御指導のもと行われたものであります．他大学で修士課程を修了した著者を研究室に快く受け入れてくださり，研究計画から論文作成に至るまで終始御指導いただきましたことを心より感謝いたします．学部 4 年次から現在まで長年に渡りご指導いただきました秋田大学大学院工学資源学研究科　大口健一准教授にも，研究計画からご指導いただき，深く感謝しております．著者の要領の悪さ，思い込みが激しさは相変わらずでしたが，いつも大変親身になってご指導くださいました．佐々木克彦教授，大口健一准教授の両先生には，博士課程への進学および研究全般にわたり多大なご支援を賜りました．時に厳しく，時にやさしく励ましてくださり自身の至らなさを痛感する日々ではありましたが，本論文の作成に向けて，充実した 3 年間を過ごすことができました．成長する多くの機会を与えて頂いたことに感謝しております．

本論文の作成にあたり，北海道大学大学院工学研究院　成田吉弘教授，大橋俊朗教授，佐々木一彰教授にはご専門の立場から有益なご検討とご意見をいただきました．ここに感謝の意を表します．

北海道大学大学院工学研究院　黒田明慈准教授には，評価手法確立に至るまでの数値処理に対して相談に乗っていただき，終始温かく見守っていただきました．ここに，感謝の意を表します．北海道大学大学院工学研究院　武田量助教には，英論文の書き方，国際会議でのプレゼンの仕方について丁寧なご指導をいただきました．当初，英語が全くできなかった著者ではありますが，自信を持って国際会議に参加できるまでになりました．感謝申し上げます．

インデンテーションクリープ試験，および圧子押込み深さ保持試験の実施に際しては，マイクロエネルギーシステム研究室修士 2 年の高橋和希大学院生にご協力をいただきました．深く感謝しております．バルク試験片のクリープデータとして，東北特殊鋼株式会社　湯瀬雄輝氏が秋田大学大学院工学資源学研究科に在籍中に実施した引張クリープ試験の結果を使用させていただきました．心より感謝しております．秋田大学大学院工学資源学研究科　黒沢憲吾大学院生には，インデンテーション試験機への LABVIEW 導入に際し多くの助言をいただきました．また，博士号取得を目指す同志として互いに切磋琢磨できたことに感謝しております．

釧路工業高等専門学校　福地孝平助教には，同時期に博士課程に在籍しておりました 1 年間，研究のみならず多くのことを学ばせていただき，修了後もお会いするたびに激励いただきました．大変感謝しております．最後に，多岐にわたり著者をサポートしてくれた修士 2 年冨沢祐介大学院生，奥住啓介大学院生を始めとするマイクロエネルギーシステム研究室の皆様に感謝の意を示し謝辞と致します.

平成 27 年 3 月

**瀧田　敦子**