

## 超微小硬度計による結晶粒の機械的特性評価法に関する基礎的検討

## Fundamental Study on Mechanical Property Evaluation of Crystal Grain by Nano-indentation

荒 翔太 (福井大・工) 桑水流 理 (福井大・工) 福元 謙一 (福井大・工) 半谷 禎彦 (群馬大・工)  
宇都宮 登雄 (芝浦工大) 吉川 暢宏 (東大生研) 北原 総一郎 (グンダイ株)

Shouta ARA, Osamu KUWAZURU, Ken-ichi FUKUMOTO, University of Fukui  
Yoshihiko HANGAI, Gunma University, Takao UTSUNOMIYA, Shibaura Institute of Technology  
Nobuhiro YOSHIKAWA, Institute of Industrial Science, The University of Tokyo  
Soichiro KITAHARA, Gundai Co. Ltd.

FAX: 0776-27-9828, Email: ara@csm.npes.u-fukui.ac.jp

Aluminum alloy die castings include casting defects of porosity. The porosity easily initiates a fatigue crack, and reduces the fatigue strength. To address the fatigue fracture mechanism, we should take account of not only the casting defects, but also the surrounding crystalline structure, and evaluate the mechanical property of each crystal. In this study, the nano-indentation method is employed to measure the mechanical properties of single crystal grain. In this method, the triangular pyramid so-called Berkovich indenter is used, and Young's modulus and hardness are quantified from the load-displacement curve. However, we should consider the heterogeneity of polycrystalline structure and mechanical anisotropy of single grain. Elemental analysis and crystal orientation identification were performed, and their effect on the mechanical property was examined. The finite element analysis was also conducted to evaluate the effect of heterogeneity on the mechanical property.

## 1. 緒 言

アルミニウム合金ダイカストには、ガス欠陥や引け巣などの casting 欠陥が発生する。これらの casting 欠陥は、き裂の発生起点となり疲労破壊に影響を及ぼす<sup>1)</sup>。この疲労破壊メカニズム解明には casting 欠陥の形状だけでなく、結晶組織と結晶粒の機械的特性<sup>2)</sup>も明らかにしなければならない。結晶粒の機械的特性評価方法として、結晶粒に三角錐圧子を打ち込み、ヤング率と硬さを測定する超微小硬度計、いわゆるナノインデントーション法がある。しかし、Al 結晶、Si 結晶などが混在する非均質性の問題や、結晶の力学的異方性の問題があるため、測定結果の評価が容易ではない。

本研究では、ADC12 の結晶粒ごとの機械的特性評価を目的とし、超微小硬度計による測定を行った。元素分析と結晶方位分析を行い、計測結果との関係を調べた。一方、有限要素解析により多結晶組織の影響を考察した。これらの結果より超微小硬度計の適用可能性について検討した。

## 2. ナノインデントーション

## 2.1 実験方法

ADC12 アルミニウム合金ダイカストの研磨試料に対し、SEM(走査型電子顕微鏡)による組織観察を行った後、結晶粒ごとに EDS (エネルギー分散 X 線分光法) による元素分析と、EBSD (後方散乱電子回折) による結晶方位測定を行った。超微小押込硬さ試験機 (エリオニクス ENT-1100a) を用いて、結晶粒毎にナノインデントーションを行い、得られた荷重-変位曲線からヤング率と硬さを推定する。ただし、圧子は三角錐圧子 (バーコビッチ圧子) であり、硬さとヤング率の推定は ISO14577-1<sup>3)</sup> に準拠し、Sawa-Tanaka の補正式<sup>4)</sup> を適用した。結晶粒と圧痕のサイズを考慮し、押込み荷重は全ての結晶に対して 2.5 mN で一定とした。

ナノインデントーションから得られる荷重-変位曲線の模式図を図 1 に示す。変位制御にて、指定荷重  $F_{max}$  まで負荷と除荷を連続して行う。除荷開始時の接線を求め、その接線と横軸の交点を  $h_r$  とする。ただし本研究では、除荷曲線の上部 95%~70% を直線近似して接線とした。ここで、バーコビッチ圧子の場合、修正係数  $\varepsilon = 0.75$  を用いて、 $h_r$  と最大押込み深さ  $h_{max}$  から、圧痕深さ  $h_c$  を次式で推定する<sup>3)</sup>。

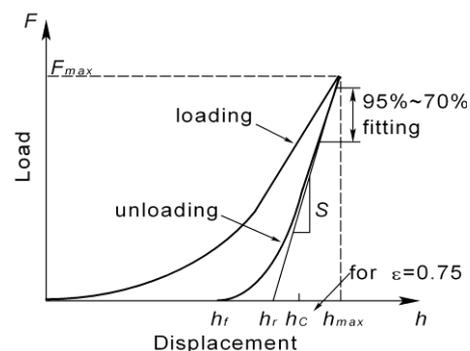


Fig. 1 Load-displacement curve.

$$h_c = h_{max} - \varepsilon(h_{max} - h_r) \quad (1)$$

この  $h_c$  を用いて、硬さ  $H_{IT}$  が次式で定義される<sup>3)</sup>。

$$H_{IT} = \frac{F_{max}}{A_p}, \quad A_p = 23.96 \times h_c^2 \quad (2)$$

ここで、 $A_p$  は圧子形状と圧痕深さ  $h_c$  から推定される、圧子と試料間の投影接触面積である。硬さ  $H_{IT}$  からビッカース硬さ  $H_V$  への換算は次式に従う<sup>3)</sup>。

$$H_V = 0.0924 \times H_{IT} \quad (3)$$

また、試料のヤング率  $E_{IT}$  は除荷接線のコンプライアンス  $C = S^{-1}$  から求めるが、圧子の変形を考慮し、圧子のヤング率  $E_i$  とポアソン比  $\nu_i$ 、試料のポアソン比  $\nu_s$  を用いて、次式で推定する<sup>3,4)</sup>。

$$E_{IT} = \left\{ 1 - (\nu_s)^2 \right\} / \left\{ \frac{1}{E_r} - \frac{1 - (\nu_i)^2}{E_i} \right\}, \quad E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2C\sqrt{A_p}} \quad (4)$$

ただし、使用した圧子のヤング率とポアソン比は  $E_i = 1140$  GPa、 $\nu_i = 0.07$  である。また Sawa-Tanaka の補正<sup>4)</sup>は、接触  $h_c$  と  $C$  にそれぞれ補正値  $\Delta h_c$  と  $\Delta C$  を足すものである。ただし  $\Delta h_c$  と  $\Delta C$  は圧子先端形状等によって決まる。

## 2.2 有限要素解析による検証方法

実験から得られた硬さ  $H_{IT}$  とヤング率  $E_{IT}$  の妥当性を検証するため、有限要素解析により実験の再現を試みる。た

だし簡単のため、圧子を円錐形で近似し、試料は等方性の弾塑性体であるとして、図2に示す軸対称二次元問題を解析した。押し込み深さと接触面積の関係がバーコビッチ圧子と等しくなるように、圧子先端の角度<sup>5)</sup>は $\alpha = 70.3^\circ$ とし、圧子のヤング率とポアソン比には $E_i$ と $\nu_i$ を用い、試料のヤング率には計測されたヤング率 $E_{IT}$ を用い、試料のポアソン比は $\nu_s = 0.3$ とした。また炭素鋼の場合、引張強さ $\sigma_B$  [MPa]とビッカース硬さ $H_V$ の関係<sup>6)</sup>は大まかに $\sigma_B = 3.3H_V$ であるので、今回の計測結果において降伏応力 $\sigma_Y$  [MPa]とビッカース硬さ $H_V$ の関係が仮に $\sigma_Y = 3H_V$ だったとし、計測された硬さ $H_{IT}$ をビッカース硬さ $H_V$ に換算して、試料の降伏応力 $\sigma_Y$ を決定した。

有限要素解析には汎用 FEA コード Marc/Mentat を用い、圧子と試料の接触条件は摩擦無しとし、有限要素には3節点要素を用いた。圧子の寸法は $a = 27.9 \mu\text{m}$ ,  $b_1 = 90 \mu\text{m}$ ,  $b_2 = 10 \mu\text{m}$ , 試料の寸法は十分大きい領域として $W = 500 \mu\text{m}$ ,  $D = 1000 \mu\text{m}$ とした。更に、析出物の計測結果に対する解析では、バルク材として解析した場合と、図2のようにAl母相に埋め込まれた半径 $R = 2 \mu\text{m}$ の半球体として解析した場合の2通りを比較し、結晶粒の影響を検証した。

### 3. 結果と考察

#### 3.1 実験結果

図3に代表的なSEM画像を示す。元素分析結果から矢印1がAl母相、矢印2の薄黒い部分がSi相、矢印3の白い部分がAl-Fe-Si化合物相である。また、丸で囲った箇所が超微小硬度計による圧痕である。Al母相30点、Si相22点、Al-Fe-Si相9点の計測を行い、得られたビッカース硬さ $H_V$ とヤング率 $E_{IT}$ の平均と標準偏差を表1に示す。また、試験箇所を結晶方位測定したが、計測面の方位に大きな偏りは無く、結晶方位によるばらつきは、変動係数にして10~20%程度であることが表1からわかる。

Table 1 Vickers hardness and Young's modulus.

	$H_V$ (mean $\pm$ SD)	$E$ [GPa] (mean $\pm$ SD)
Al	109 $\pm$ 10.6	85.8 $\pm$ 6.12
Si	1040 $\pm$ 104	171 $\pm$ 31.3
Al-Fe-Si	1140 $\pm$ 119	211 $\pm$ 32.7

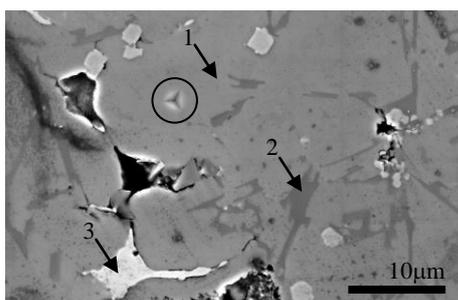


Fig 3 ADC12 crystalline structure.

#### 3.2 有限要素解析結果

Al母相の計測結果例とそれに対応する有限要素解析結果を図4に示す。また、Al-Fe-Si化合物相に対する計測結果例と有限要素解析結果を図5に示す。図4よりAl母相の場合、実験と解析は概ね一致しており、バルク材の機械特性は精度よく測定できている。一方、図5より化合物相の場合、実験と解析が大きく異なっており、解析結果が押し込み荷重と除荷後の変形回復量を過小評価している。Al母相に埋め込まれた半球体と仮定した場合も、同程度の過小評価であり、非均質性の影響は大きくない可能性が示唆され

た。ただし、計測された硬さとヤング率は大きな誤差を含んでいることは確かであり、正確な機械特性を用いれば、析出相と母相の相対的な剛性や硬度が変わるので、非均質性の影響も更に検討する必要がある。今後は、荷重-変位曲線が実験と等しくなるように、析出相の機械特性を同定し、正確な硬さとヤング率の評価を行う予定である。

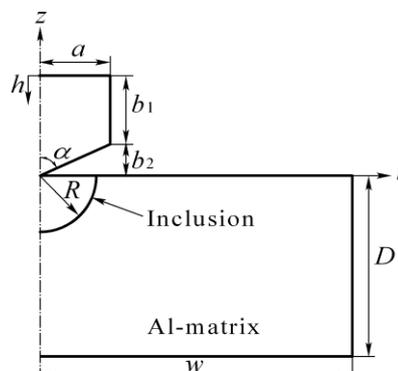


Fig. 2 Finite element analysis model.

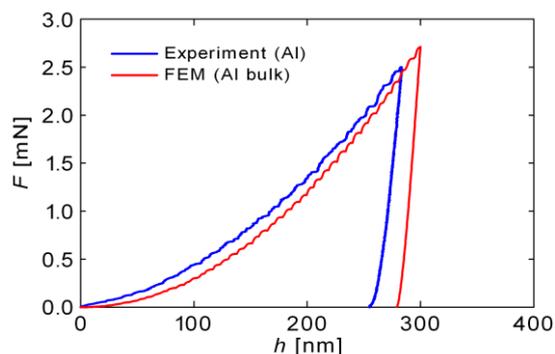


Fig. 4 Load-displacement curve for Al matrix.

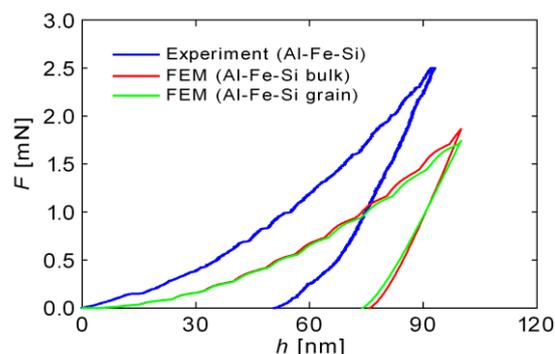


Fig. 5 Load-displacement curve for Al-Fe-Si compound.

#### 参考文献

- 1) 小林俊郎, アルミニウム合金の強度, 2001, 内田老鶴圃.
- 2) 合田知男, ほか4名, 日本鋳造工学会第147回全国講演大会講演概要集, p.17, 2005.
- 3) ISO14577-1, Metallic Materials — Instrumented Indentation Test for Hardness and Materials Parameters — Part 1: Test Method, 2002.
- 4) T. Sawa and K. Tanaka, *J. Mater. Res.*, 16, 3084-3096, 2001.
- 5) J.F. Su, X. Nie and V. Stoilov, *Mater. Sci. Eng. A*, 527, 7168-7175, 2010.
- 6) 日本材料学会編, 機械材料学, 2009, 日本材料学会.