

材料評価学 第9回

- 前回：
- 硬さ試験における
 - ・ロックウェル硬さ試験
 - ・硬さ換算表
 - ・硬さ値と機械的特性の関係



- 今回：
- 硬さ試験における
 - ・計装化押し込み試験

9. 硬さ試験 3

9.1 計装化押込み試験(続き)

「ナノ・インデンテーション」とは？：

ごく微小な領域に対する、ごく微小荷重による押込み(硬さ)言式試験、よびその結果からの材料特性言評価。

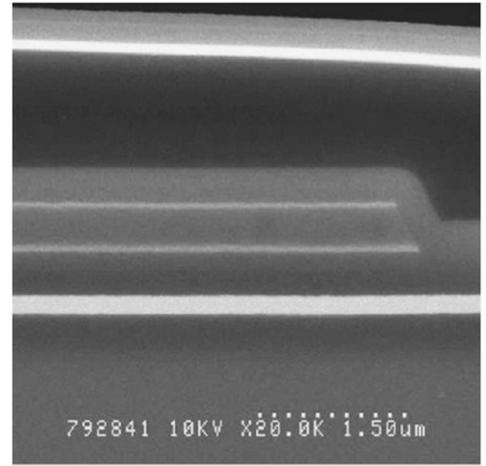


図 9.1 有機 EL 回路の断面 SEM 写真

●機能性デバイス/材料の開発とその材料特性評価の必要性

例①: nm~μmレベルの機能性薄膜

例②: 微粒子(μmレベル)を分散強化させた複合材料

- ・ 一般的に材料特性言評価言式試験(引張言式試験)は適用不可能...単一材料、かつある程度の下寸寸が必要のため。
- ・ 従来の硬さ言式試験も適用は困難

① 押込み対象領域が小さい(荷重が不適合)
→ 微小領域のみの特性を抽出することが困難

② くぼみの光学的観察が困難
→ 電子顕微鏡の使用...時間がかかる。

- 圧子にかかる言式試験力と、圧子が材料中に押込まれる変位(押込み深さ)を連続的に計測し、得られたデータ(押込み曲線と称する)から材料特性言評価を行う。

1) ↳ 「計装化押込み言式試験」

9.2 計装化押込み試験の国際規格

- ISO14577; "Metallic materials—Instrumented indentation test for hardness and materials parameters"

- ・ ナノ・インデンテーションに限らず、幅広い試験力に対応
- ・ 硬度に限らず、他の機械的特性値も直接算出することが可能
- ・ 2002年に規格化(2015年にISO14577)

表 9.2 ISO14577 で使用される記号一覧

表 9.1 ISO14577 の適用範囲区分

	試験力	押し込み深さ
ナノレンジ	—	< 0.2 μm
マイクロレンジ	< 2 N	0.2 μm <
マクロレンジ	2 N <, < 30 kN	—

h	押し込み深さ
h_c	F_{max} 時の接触深さ
h_{max}	F_{max} 時の最大押し込み深さ
h_p	除荷後の永久くぼみ深さ
h_r	F_{max} 時の除荷曲線の接線と押し込み深さ軸との交点
$A_p(h_c)$	深さ h_c 時の圧子の接触投影面積
$A_s(h)$	深さ h 時の圧子の表面積
E_{IT}	押し込み弾性率
H_{IT}	押し込み硬さ
HM	マルテンス硬さ

F : 試験力

h : 押し込み深さ

- ・ 問い: 計装化押し込み試験方式によるメリットは?
- ・ 個人誤差が含まれない。
- ・ ナノ・インデンテーションに対応可能
- ・ 試験の自動化が可能 → 材料特性の自動化等

9.3 計装化押し込み試験による硬さ評価

- 押し込み硬さ (Indentation hardness) H_{IT}

$$H_{IT} = \frac{F_{max}}{A_p(h_c)} \dots (1)$$

F_{max} : 最大試験力
 $A_p(h_c)$: 表 9.2 に記載

注: H_{IT} は SI 単位系の「圧力、応力」の次元であり、
 得られた値にも「MPa/GPa」の単位をつける。

●圧子の接触投影面積 A_p

- ・ 最大試験負荷 F_{max} の負荷時 (最大押し込み深さ h_{max} 時) に生じる変形

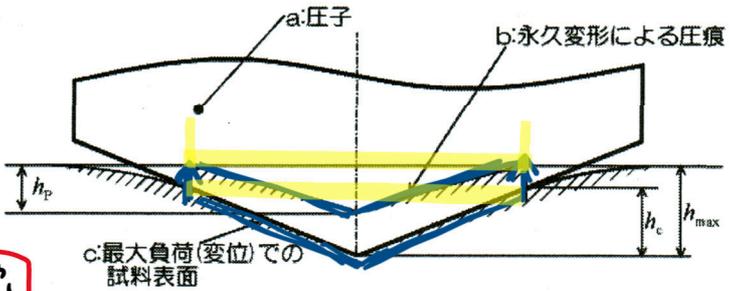


図 9.2 押し込み状態の模式図

- ① 圧子と試験片の弾性接触によって生じる、圧子周囲部部の弾性変形

- ② 試験片の圧子接触部部にはいる塑性変形

- ・ F_{max} 時の②の変形が、除荷後のくぼみと対応する投影面積 A_p



- ・ 「実際に圧子と試験片が接触している領域の変形」を基準として、次式で「実際に圧子と試験片が接触している領域の投影面積: A_p 」を求める。

$$A_p(h_c) = k \cdot h_c^2 \quad \dots (2)$$

k : 圧子形状による定数

セッカースでは 24.50

●圧子の接触深さ h_c

- ・ h_c は押し込み曲線から求める。

$$h_c = h_{max} - \epsilon (h_{max} - h_r) \quad \dots (3)$$

h_r : 除荷開始後の除荷曲線の接線と横軸の交点。

ϵ : 圧子形状による定数、セッカースでは $3/4 (= 0.75)$

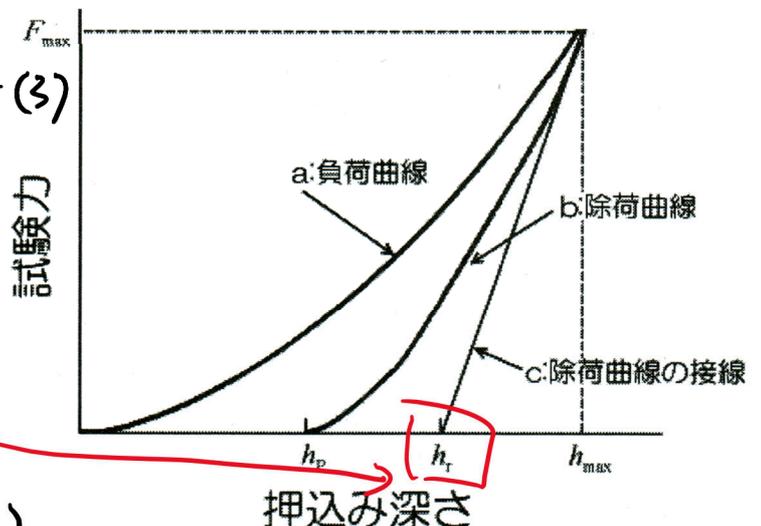


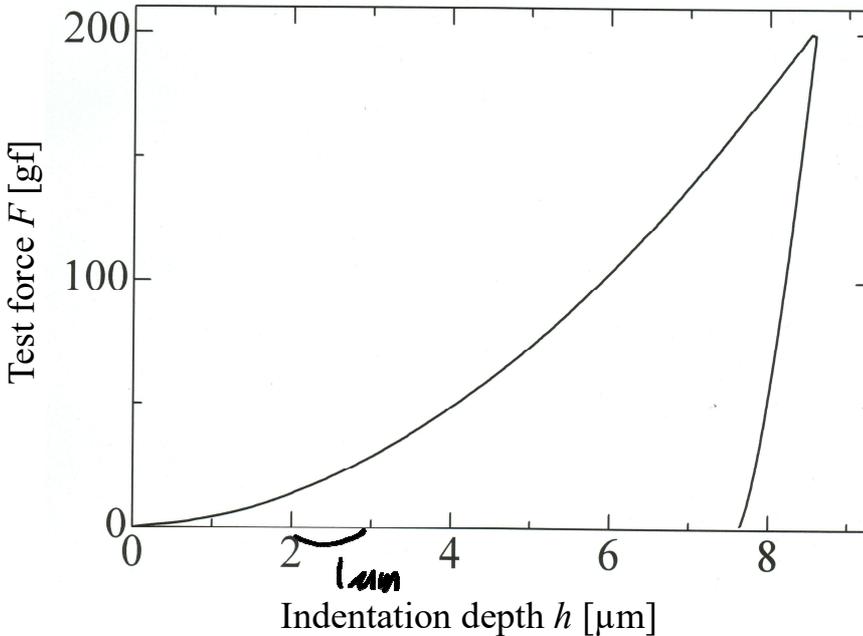
図 9.3 押し込み曲線の模式図

● H_{IT} 算出手順

- ① 押込曲線から F_{max} , h_{max} , h_r 決定
- ② (3)式より h_c 算出
- ③ (2)式より $A_p(h_c)$ 算出
- ④ (1)式より H_{IT} 算出

● $H_{IT} \rightarrow HV$ の換算式: $HV = 0.0945 H_{IT}$ (ビッカース圧子の場合)

例題: 図から h_{max} および h_r を読み取り, H_{IT} を算出せよ. また HV へと換算せよ.



$F_{max} = 200.9f$
 小数第1位まで
 読み取る: h_{max}, h_r

↑
 最小目盛の $1/10$ まで
 目測で読み取る

h_{max}, h_r : mm に換算
 F_{max} : N に換算
 H_{IT} は MPa 単位

$$\begin{aligned}
 h_r &= 7.8 \mu m, \quad h_{max} = 8.6 \mu m \\
 h_c &= 8.6 - \frac{3}{4}(8.6 - 7.8) \\
 &= 8.6 - \frac{3}{4} \cdot 0.8 \\
 &= 8.6 - 0.6 \\
 &= 8.0 \mu m \\
 &= 8.0 \times 10^{-3} mm
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 A_p(h_c) &= 29.50 \cdot (8.0 \times 10^{-3})^2 \\
 &= 1.568 \times 10^{-3} mm^2
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 H_{IT} &= \frac{0.200 \times 9.807}{1.568 \times 10^{-3}} = 1250. \dots MPa \\
 &= 1.3 \times 10^3 MPa
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 HV &= 1250. \dots \times 0.0945 = 118. \dots \\
 &= 120
 \end{aligned}$$

9.4 第9回講義に関する意見・感想・質問のまとめ

●意見

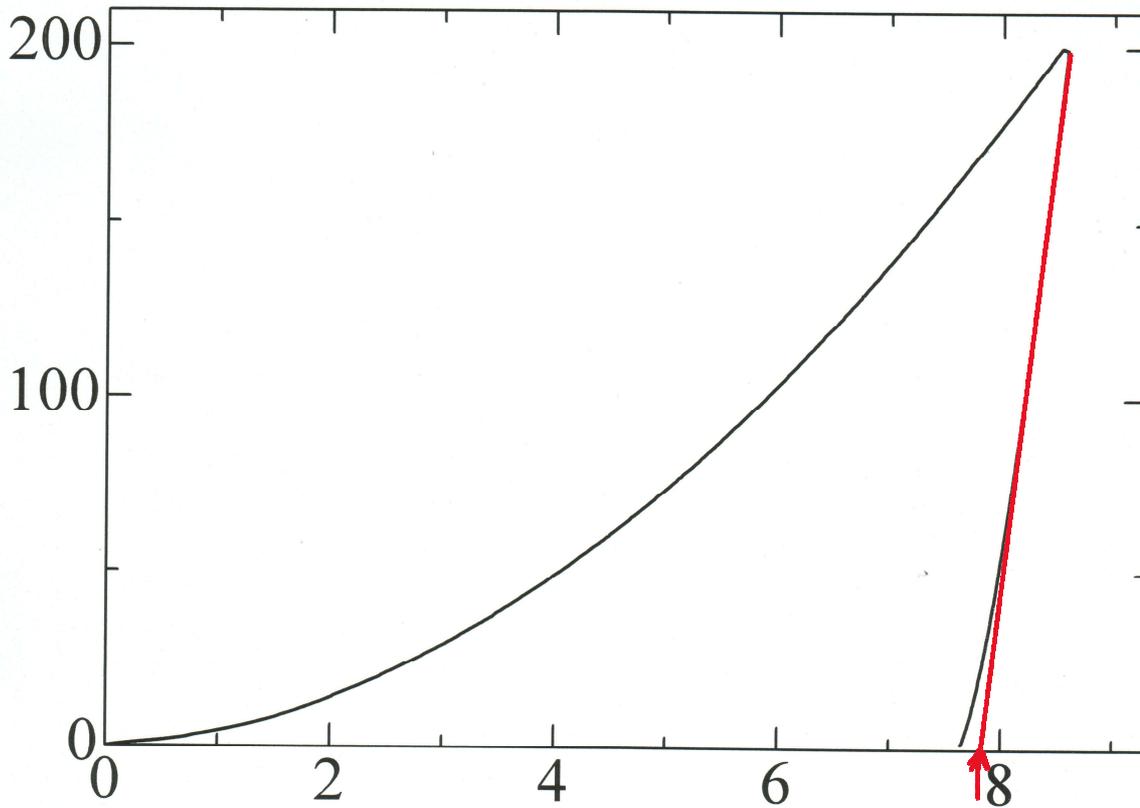
- ・算出手順をしっかりと復習する, 覚える式が増えてきたので再確認する, 整理して覚える, HIT の計算を練習する, 計装化押込みの復習をする, 例題を復習する, 算出式の定数をよく覚える:24
- ・わかりやすかった, 試験の実際の様子や装置などの動画があったことでイメージしやすかった, 投影接触面積の図がわかりやすかった, 学生実験の知識を活かした, 授業で勉強したことを実際に実験して理解を深められて楽しい, 実験でわからなかった式が今回理解できた:8←実験と授業を関連づけて理解すると良いと思います.
- ・小テストで単語が覚えきれいでなかった, 小テストの換算表の右側にもHVが示されていたことに気付かなかった, 前回の例題と似ていたので復習としてちょうどよかった, 単語の部分が覚えていなくて答えられなかった, 解法が出て来なかった, 小テストに対して気が抜けていた:7←今日の小テストは平均 8.4 点, 満点 31 名でした. 今までの Best(7.5 点・30 名)を更新しました, この調子で次回も頑張ってください!
- ・HIT を算出してから HV へ変換する計算ができた, HIT は単位をつけるのに対して HV 等はつけないという違いが理解できた, 例題をやったことで HIT 算出の仕方が理解できた, 押込み曲線の読み取り方がわかった:5
- ・例題で HIT を出してから単位を $\text{gf/mm}^2 \rightarrow \text{MPa}$ に直していたが都度単位を N と mm に直したほうがミスが少なくなるだろうと思った, 単位や有効数字は求める値によって異なるので気をつける, gf を kgf に換算し忘れないよう気をつけたい, kgf が絡んだ計算を間違えやすい:5
- ・ISO14577 が 2002 年にできたと知り驚いた, 個人誤差が発生しないのが画期的, こういう計算が多いのはいつもより頭を使うので楽しい, 一度に多くの情報が得られて便利:5
- ・投影面積あたりの理解が難しかった, hc を求めるのに hr が必要なことに驚いた:2
- ・最近早起きができて嬉しい←朝の忙しい時間に余裕ができますよね.
- ・教室の真ん中ぐらいに座っているのに授業プリントが行き届かないことがあるので改善してほしい←うーん, 大体 1/3 ずつに分けて配っているのだから, 真ん中あたりで尽きることはないはずですが・・・あと, プリントが行き渡るまでの待ち時間として最初 1-2 分は前回からの流れを話しているのだから, そこまで授業内容を聞き逃すことはないかと思います.
- ・あっという間にターム後半で驚いた←第1タームも折り返しですね.
- ・発言のタイミングがあると他の人の考えが聞けて新しい発見がある←その通りですね, なのでなるべく毎回その時間を設けたいと思っています.

●質問

- ・計装化押込みにはナノインデンテーションの他に今までの硬さ試験も含まれているということか?←計装化押込みの荷重(+押込み深さ)範囲として大きめの領域も含まれるということだけで, 「今までの硬さ試験」は全く別物です. 含まれません.
- ・ナノインデンテーションは微小荷重なので圧子は硬くなくてよいのか?←確かに圧子の説明はあまりしていませんでしたね. 形状としてビッカース(四角錐)や球, 三角錐のように様々な圧子形状が適用可能と話しましたが, 四角錐や三角錐のような先端が尖った圧子の先端は通常ダイヤモンドです.
- ・HIT は一の位までの表記にしないでいいのか?←HIT については HV のように「一の位まで」という縛りはありませんので, 例題の場合は有効数字の桁数の関係でああいう表記になりました.
- ・計装化押込みにデメリットはあるのか?←装置がとにかく高いです.
- ・HIT 算出過程で値の丸めは最後までやらないほうがいいのか, 都度都度丸めていったほうがいいのか?

←丸めは必要最小限にするべきです.

- ・計装化押し込み試験は他の装置でも可能か ← 試験力と変位が正確に測れれば, 他の装置でも計装化押し込み試験を行うことは可能です.
- ・例題の h_r の求め方が理解できなかった ← 下図の通りです.



除荷開始点
における接線と
横軸の交点: h_r

9.5 第8回小テスト解答

Q.1 硬さ試験結果と機械的特性の関係について述べた次の文章中の、空欄に当てはまる語句を解答欄に記入せよ。[各1点, 計4点]

「硬さ」とは他の物体との接触により与えられる[(a)]変形に対する抵抗であるため, [(a)]変形と関連する他の機械的特性との実験的關係式が見出されている。代表的なものとして, ビッカース硬さと[(b)]の關係式は次式で表される。

[式:(c)] [単位:(d)]

A.1
 (a)[塑性] (b)[引張強さ]
 (c)[$HV \div 3 \sigma_B$] (d)[kgf/mm^2] もしくは (c)[$\sigma_B \div 3.3 HV$] (d)[MPa]

Q.2 炭素鋼試験片においてビッカース硬さ試験を行ったところ, $HV = 272$ が得られた。この結果および以下の硬さ換算表から, 引張強さ σ_B [MPa]へと換算せよ。[6点]

A.2 換算表の該当箇所より, $\sigma_B = 855 + 2 / 5 \times 20 = 863 \text{ MPa}$

ビッカース硬さ	ブリネル硬さ 10mm球・ 荷重3000kgf		ロックウェル硬さ(°)				ロックウェルスーパーフィシャル硬さ ダイヤモンド円錐圧子			ショア硬さ	引張強さ (近似値) MPa (1)	ビッカース硬さ
	標準球	タングステンカーバイド球	Aスケール 荷重60kgf ダイヤモンド円錐 圧子	Bスケール 荷重100kgf 径1.6mm (1/16in)球	Cスケール 荷重150kgf ダイヤモンド円錐 圧子	Dスケール 荷重100kgf ダイヤモンド円錐 圧子	15 - N スケール 荷重15kgf	30 - N スケール 荷重30kgf	45 - N スケール 荷重45kgf			
285	270	270	64・2	—	27・8	46・0	73・8	48・4	28・7	—	905	285
280	265	265	63・8	(103・5)	27・1	45・3	73・4	47・8	27・9	40	890	280
275	261	261	63・5	—	26・4	44・9	73・0	47・2	27・1	—	875	275
270	256	256	63・1	(102・0)	25・6	44・3	72・6	46・4	26・2	38	855	270
265	252	252	62・7	—	24・8	43・7	72・1	45・7	25・2	—	840	265