

機能性材料評価学特論 第2回

前回：・授業ガイダンス
・ISO14577:2002 による材料特性評価



今回：計装化押込み試験による材料特性評価理論
(その1, Donner-Nix 論文について)

3. 計装化押込み硬さ試験による材料特性評価理論 (その1)

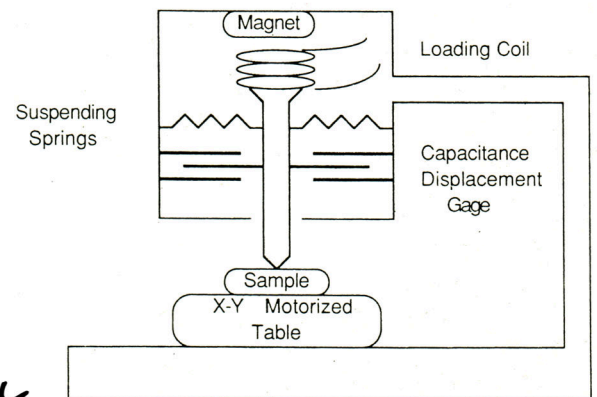
“A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments”, M. F. Doerner and W. D. Nix, J. Mater. Res., 1(4), Jul/Aug 1986, 601-609

3.1 要約

- 薄膜の機械的牛生言評価技術の重要性
- ・ 深さ検出式(=計装化)押込み試験装置から得られるデータから、硬さ値やヤング率を求める方法
- ・ 除荷データが示す材料の弾性挙動からヤング率が算出可能
- ・ 硬さ値に対する圧子面積の影響... μm 未満の押込み深さにおける、圧子形状の正確な決定の重要性

3.2 試験装置

- ・ 圧子: セッカース四角錐柱と同一の面積/深さ比を持つ三角錐圧子



- ・ 圧子駆動・試験力負荷: 永久磁石と電磁石の組み合わせ、コイル電流を変化させて試験力を制御

図 3.1 試験装置の模式図

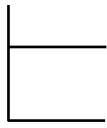
- ・ 圧子軸懸架: バネにより保持
- ・ 変位分解能: $0.2 \sim 0.3 \text{ nm}$
- ・ 荷重分解能: 約 $0.5 \mu\text{N}$
- ・ 表面検出: 圧子降下速度の変化から検出
- ・ 一般的な試験速度: $3 \mu\text{m/s}$

3.3 試験方法

① 硬さ

- 本論文では硬さを「負荷荷重を圧子接触投影面積で除す」と定義

セッカースにおける「投影面積」とは異なる。



ISO 14577のHITと同一の定義

- 圧子接触投影面積: 圧子と試験片表面が接触している位置での投影面積
- ・試験片の塑性変形のみに対応する面積
- ・圧痕の対角線長さは、最下荷重負荷時と除荷時ともほとんど変化しない。

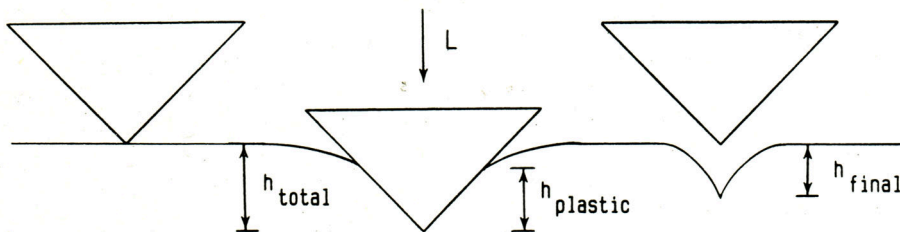


図 3.2 押し込み過程の模式図

- 深さは、負荷時と除荷終了時で大きく変化する
- ・ $h_{plastic}$: 負荷時に圧子と試験片表面が接触している位置の深さ
- ・ h_{total} : 全深さ
- ・ h_{final} : 圧痕の深さ

- $h_{plastic}$ の決定方法: 除荷曲線初期部の接線と横軸との交点として定義
- ・圧子と試験片の接触面積が除荷途中で変化する場合は、除荷曲線は直線になる。

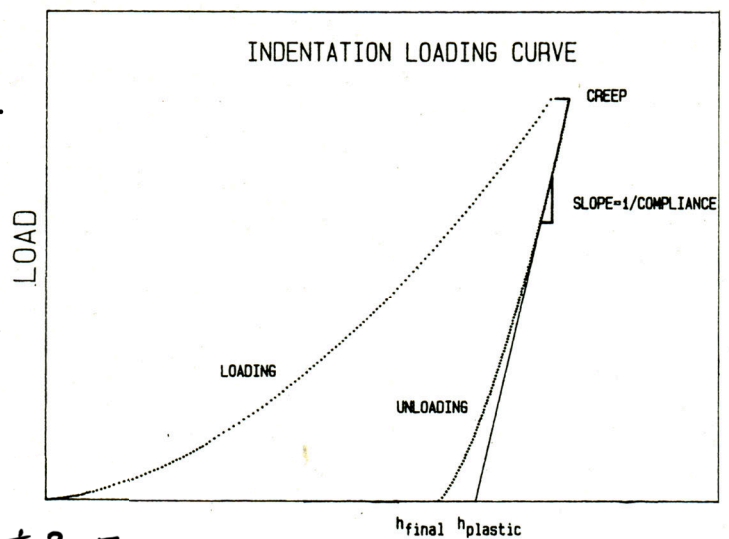


図 3.3 押し込み線図の模式図

- ・金属材料はほぼ直線
- ・高弾性材料でも初期部は直線

②弾性特性：

● Sneddonの弾性解をフラットパンチの押込み（接触面積が変化しない）に適用

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A_p}} \quad \dots (1)$$

$$S = \frac{dP}{dh} \quad \dots (2) \quad \text{除荷剛性 } S$$

$$A_p = 24.5 h_{\text{plastic}}^2 \quad \dots (3) \quad \text{理想的ビッカース圧子}$$

$$\therefore \frac{dh}{dP} = \frac{1}{2 \cdot h_{\text{plastic}}} \sqrt{\frac{\pi}{24.5}} \frac{1}{E_r}$$

$$= \frac{0.179}{E_r} \cdot \frac{1}{h_{\text{plastic}}} \quad \dots (4)$$

除荷コンプライアンス
(Sの逆数)

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_0^2}{E_0} \quad \dots (5)$$

ヤング率

圧子の弾性係数
パラメータ

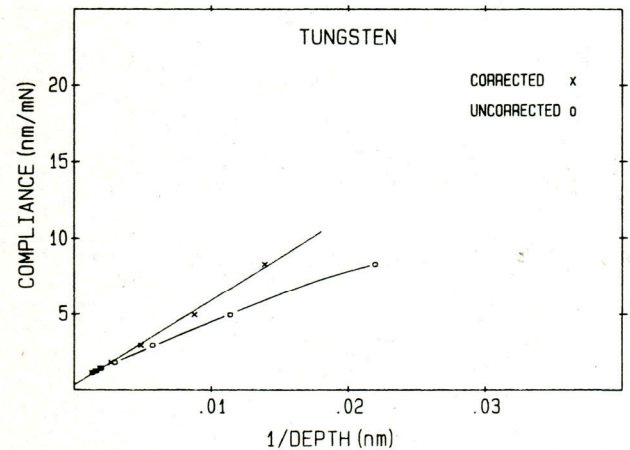


図 3.4 dh/dP-1/hp プロット

③圧子形状校正

● 実際の圧子形状は理想的形状ではない

→ 圧痕しつゝ力と
TEMにより観察
 h_{plastic} と2次多項式
で近似

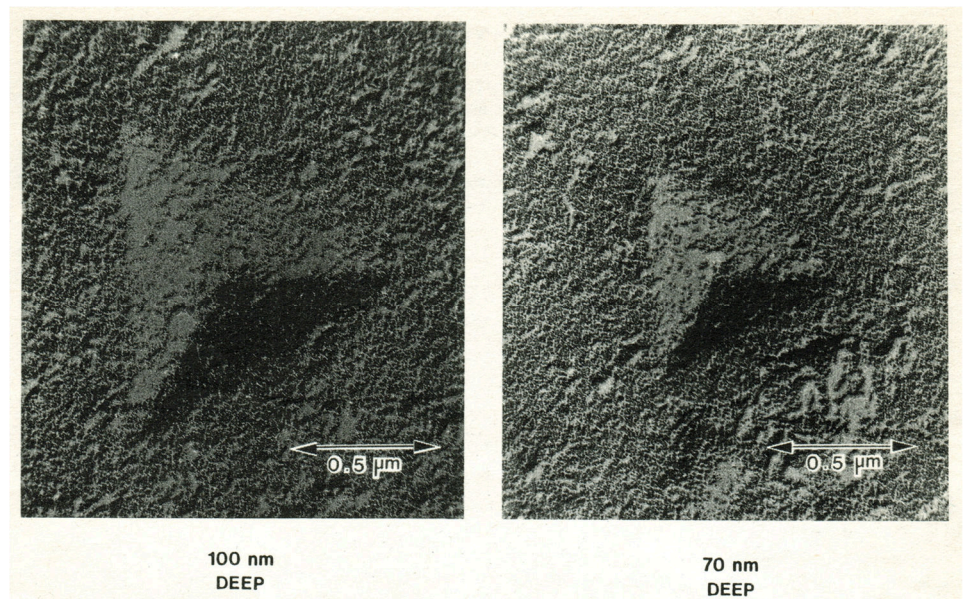


図 3.5 圧子形状転写試料の観察

3.4 試験結果および考察

①圧子形状校正結果

- 理想形状からの逸脱
- 校正後は硬度値が $\sim$ 押し込み深さ $\sim$ に依存しない
正値となる

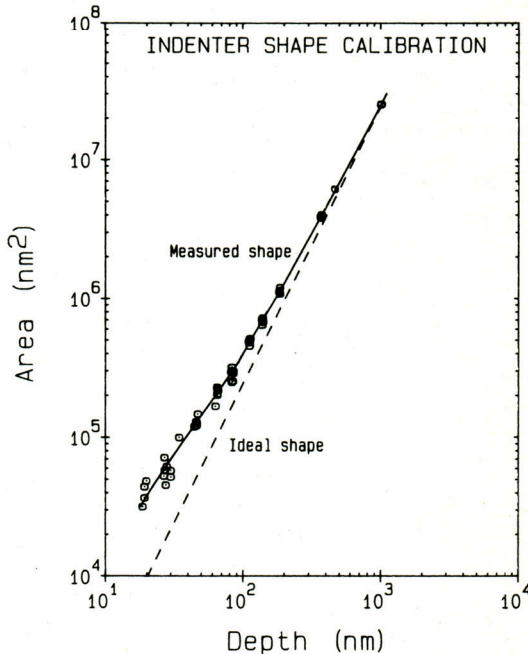


図 3.5 圧子形状校正結果

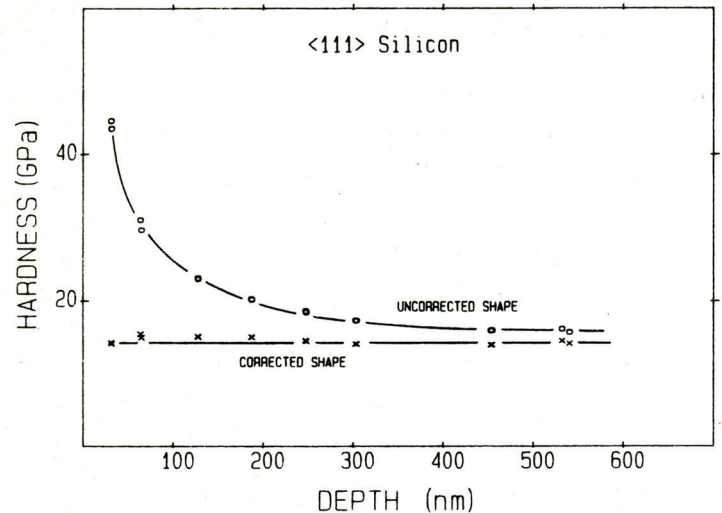


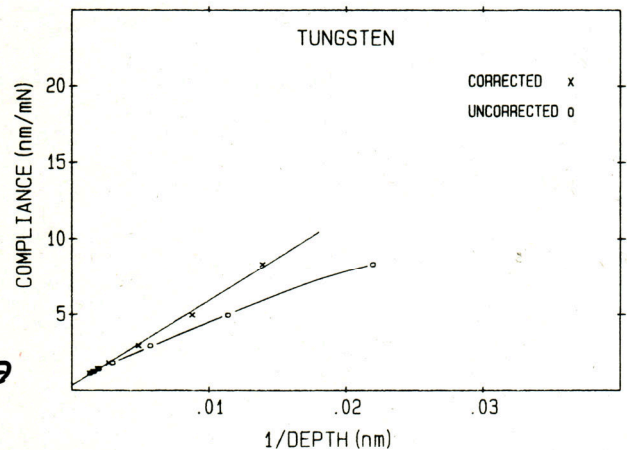
図 3.6 硬さ値算出結果(圧子形状校正の影響)

②弾性特性算出結果

- 弾性特性評価においても圧子形状校正が必要(式(4))にて理想形状を仮定

→有効長さ
$$h_{eff} = \sqrt{\frac{Area}{29.5}} \dots (6)$$

- 校正後(図3.9における横軸を補正)は直線的挙動
- 校正後に求められたヤング率: 480 GPa
タングステン

図 3.4 $dh/dP-1/hp$ プロット(再掲)

↑
参照値: 420 GPa
約14%の差

●試験片毎の 0.179/Er 比較 (予測&実測)

- 金属材料は比較的良好
高弾性材料では精度低下
- 全体として実測値より
予測値の方が高い。

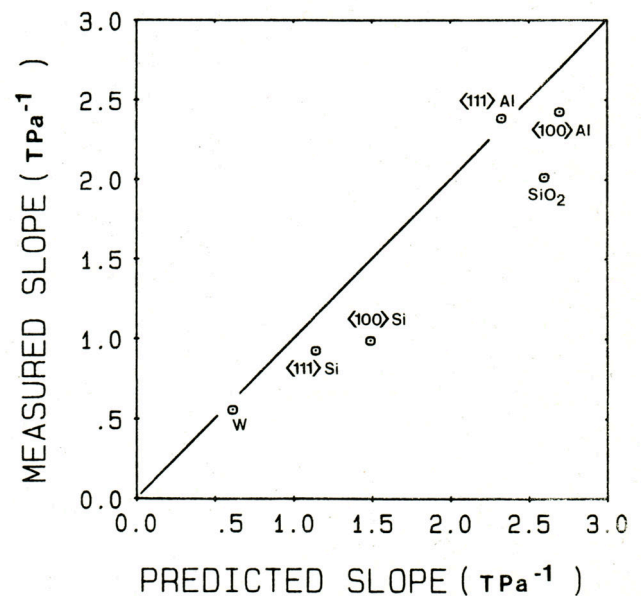


図 3.7 0.179/Er の比較

③硬さ値算出結果

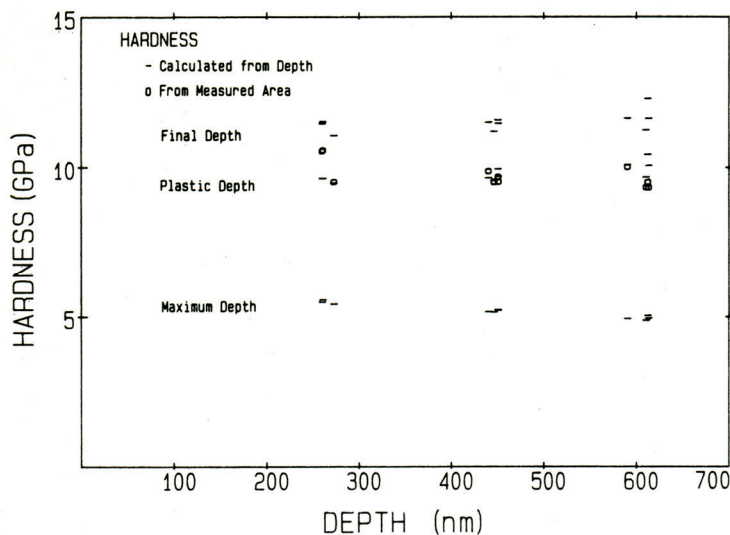


図 3.8 硬さ値算出結果(深さ選択の影響)

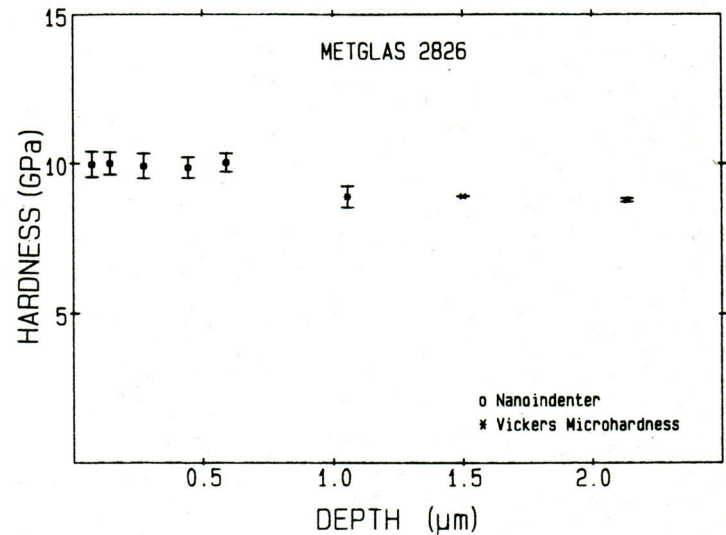


図 3.9 硬さ値算出結果(荷重域の影響)

- 各種深さ($h_{plastic}$, h_{total} , h_{final})の妥当性の確認:

→ TEMによる圧痕面積測定からの硬さ値と最も
良好な一致を示したのは $h_{plastic}$

- マイクロビッカース試験結果(光学的圧痕測定, 右側3点)との比較:

→ 計装化の結果と比較して10%程低い。