

機能性材料評価学特論 第3回

前回：計装化押込み試験による材料特性評価理論
(その1, Doerner & Nix 法について)



今回：計装化押込み試験による材料特性評価理論
(その2, Oliver & Pharr 法について)

4. 計装化押込み硬さ試験による材料特性評価理論（その2）

“An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments”, W. C. Oliver and G. M. Pharr, J. Mater. Res., 7(6), 1992, 1564-1583

4.1 要約

- 計装化押込み試験により得られる押込み曲線の新たな解析手法の確立
- ・ 除荷曲線の挙動は直線状 (Doerner & Nix) ではなく、次式で表わされる累乗則の関係式に従う。

$$P = A(h-h_f)^m$$
- ・ 新たな解析手法 (接点深さ h_c , 圧子形状係数 ϵ の定義、画イメージを伴わない圧子面積関数 $A(h_c)$ の決定法) による、石更値と弾性係数の算出
- ・ 石更値: 従来手法と良好な一致
- ・ 弾性係数: 等方性材料では4%以内の誤差、異方性では誤差存在。

4.2 実験

①材料

表 4.1 試験片材料

Material	Description
Aluminum	99.995% pure single crystal mechanically polished with colloidal silica
Tungsten	99.95% pure single crystal mechanically polished with colloidal silica
Soda-lime glass	Commercial microscope slide
Fused silica	Optically flat substrate material
Quartz	(001) single crystal; optically flat
Sapphire	99.995% Al_2O_3 ; (001) single crystal mechanically polished to optical flatness

→ 軟質 fcc 金属
 → 硬質 bcc
 } 非晶質ガラス
 } 結晶性セラミックス
 等方性
 異方性

②試験手順

- ・圧子: 修正バーコビチ千圧子
(ピッカースと接触投影面積
関数が同一)
- ・圧子駆動および懸架:
Doerner & Nix と同一の構成
- ・変位分解能: $0.16 \text{ nm} \leftrightarrow 0.2 \sim 0.3 \text{ nm}$
- ・荷重分解能: $0.3 \mu\text{N} \leftrightarrow \text{約 } 0.5 \mu\text{N}$

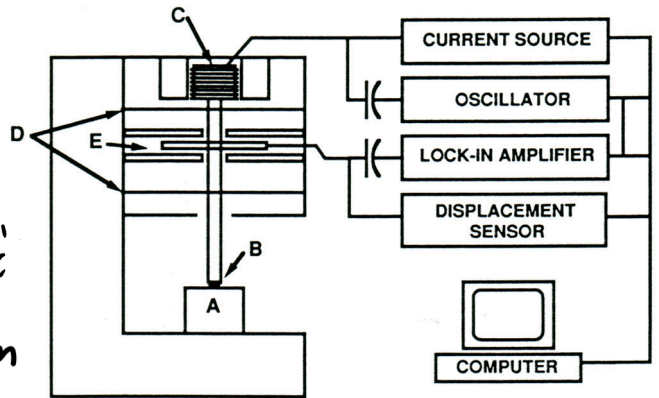


図 4.1 装置の模式図

- ・押し込み中での微小振幅付加機能: 押し込みや
に接触面剛性や連続的に
測定可能
- ・負荷—除荷速度: 荷重速度一定
- ・繰り返し負荷: 弾性的変形挙動
のデータと取得するため。

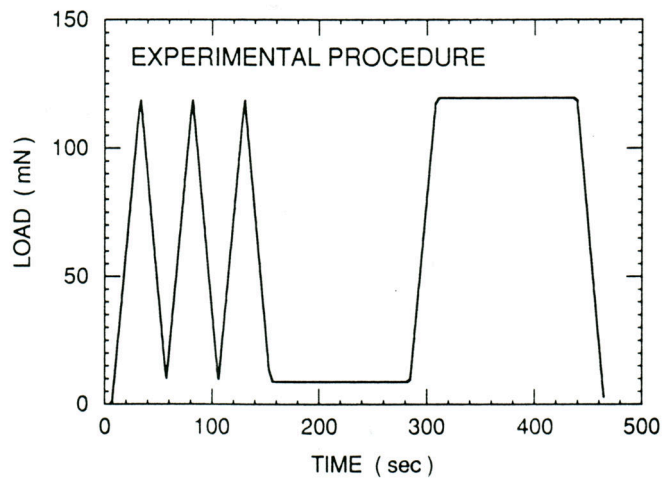
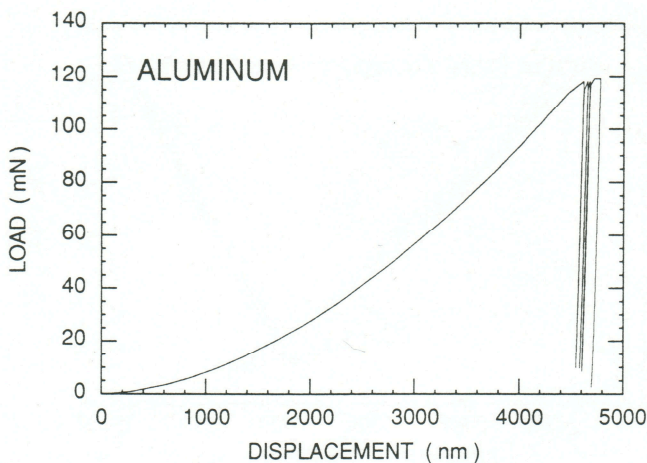


図 4.2 押し込み試験のプロセス

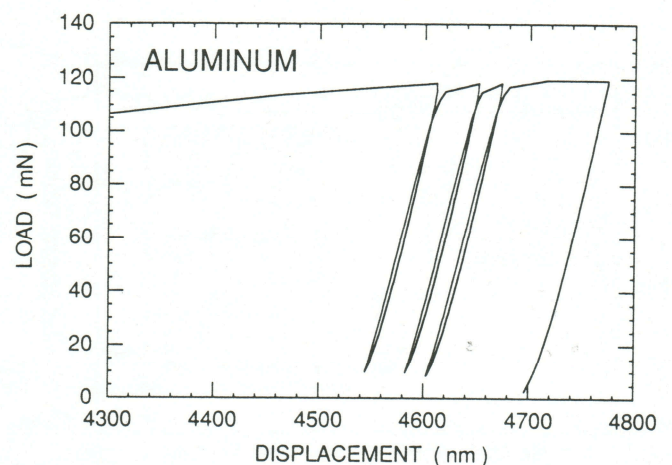
- ・荷重保持区間: 熱ドリフト(温度変化に
よる圧子深さ変化)の補正のため。

4.3 実験結果

①荷重—変位曲線の特徴付け



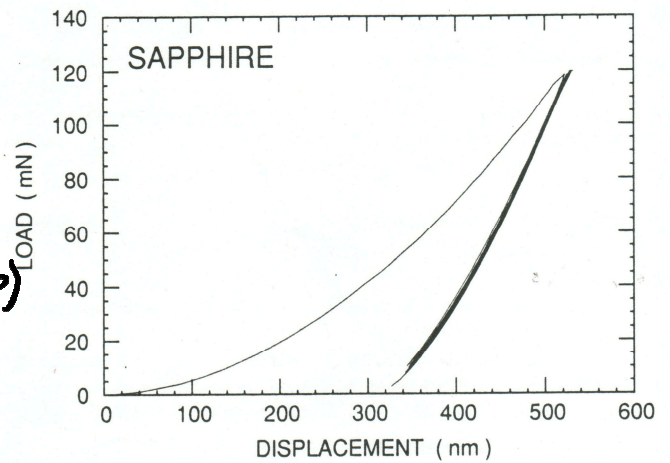
(a) アルミニウム



(b) アルミニウム(拡大)

図 4.3 代表的な押し込み線図

- ・ 塑性的挙動が強い(アルミ)
→ 2回目以降の負荷サイクルでも
塑性変形および時間依存
的変形(クリープ)が進行.
- ・ 弾性的挙動が強い(サファイア)
→ 2回目以降の曲線も
ほぼ同一(重なる)



(c) サファイア

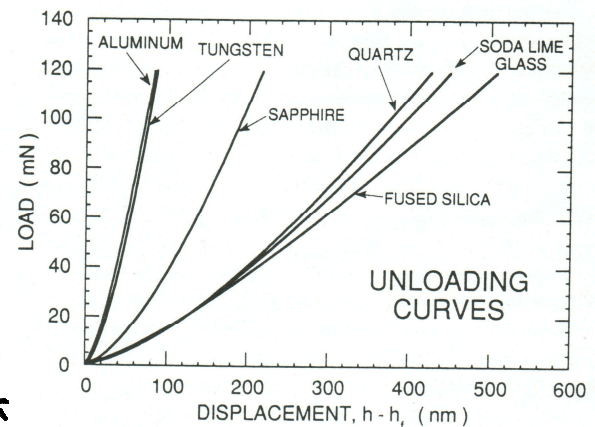
図 4.3 代表的な押し込み線図(続き)

- ・ 本実験の試験片の形状(3回の予備的負荷、および
保持区間の設定)の妥当性を主張

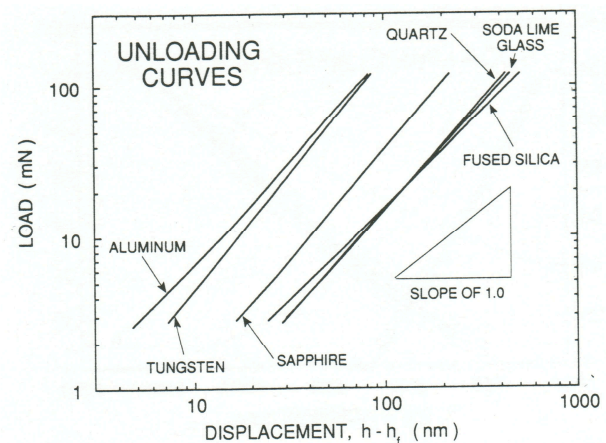
②除荷曲線の形状

- ・ 全ての試験片の除荷データ
を形状指数(a)および両対数
プロット(b)で再プロット
- ・ (b)より、各データは累乗則に
従うことを示す

- ・ 全てのデータに $P = \alpha h^m$ と近似した
ときの指数 m : 1.25 ~ 1.51



(a) 線形プロット



(b) 対数プロット

図 4.4 除荷曲線形状の解析

表 4.2 除荷曲線の形状指数

Material	A (mN/nm ^m)	m	Correlation coefficient
Aluminum	0.265	1.38	0.999938
Quartz	0.0215	1.43	0.999985
Soda-lime glass	0.0279	1.37	0.999997
Sapphire	0.0435	1.47	0.999998
Fused silica	0.0500	1.25	0.999997
Tungsten	0.141	1.51	0.999986

③接触剛性の連続計測手法について

- 圧子と試片の接触面形状において、圧子と試片の接触面積と接触剛性が関連する (Doerner & Nix 式)

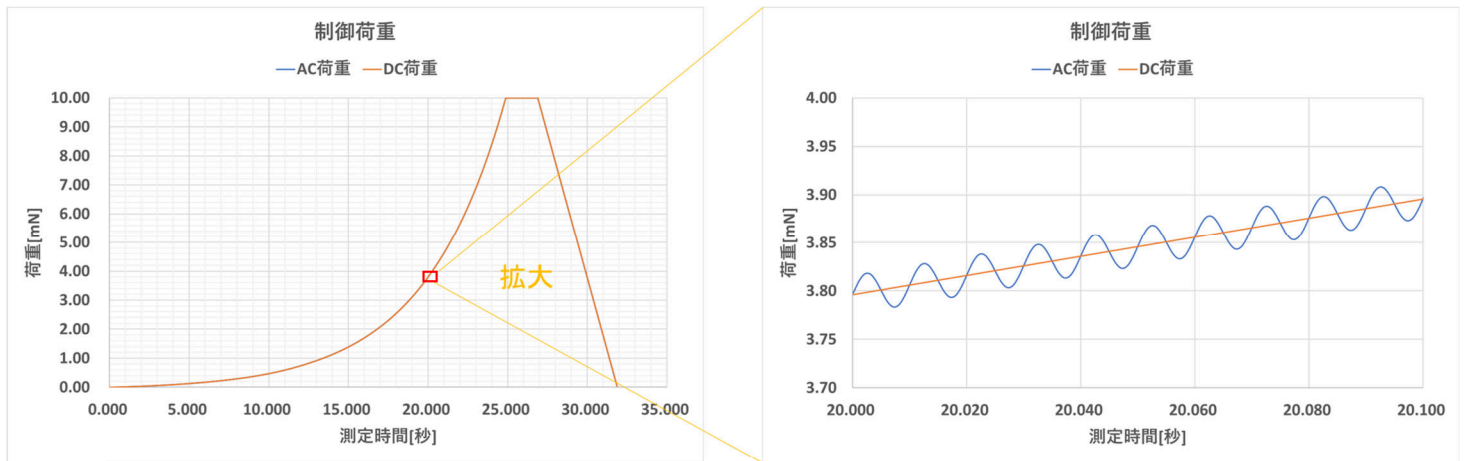
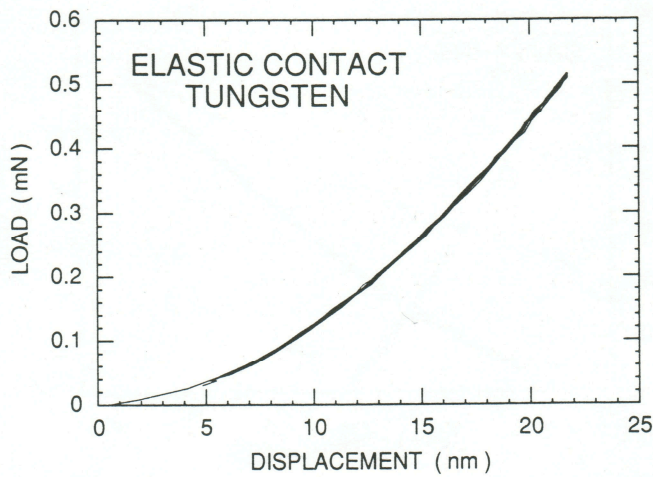


図 4.5 連続剛性計測 (CSM) 法の原理

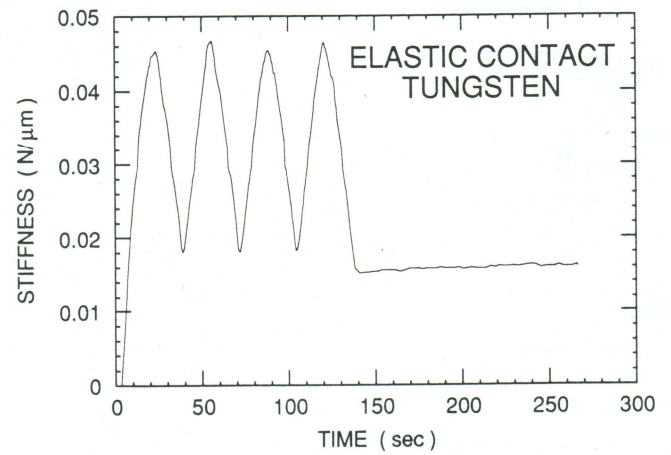
- ・ 通常の圧子駆動力: 直流電流, 一定速度 or 一定荷重速度
- +
- ・ 交流電流を重ね合わせることで、微小振幅を伴う圧子駆動力が可能

●振幅と位相から微小振幅毎の接触剛性が計測可能

- Oliver & Pharr 論文内では、電解研磨を施した単結晶 W 試料を用いて連続剛性計測を実施 (低荷重では純粋な弾性変形を示す)

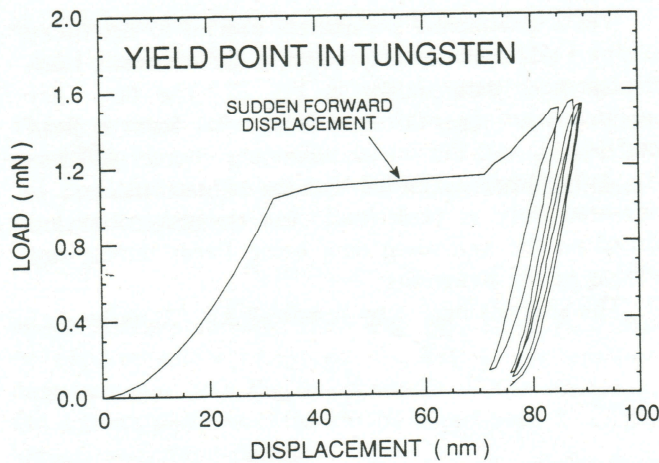


(a) 押込み線図

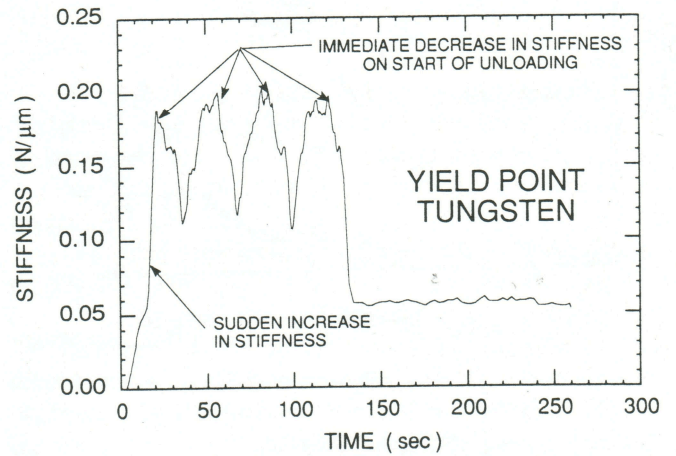


(b) 連続剛性計測

図 4.6 電解研磨済み単結晶タングステン試験結果(弾性変形領域)



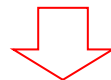
(a) 押込み線図



(b) 連続剛性計測

図 4.7 電解研磨済み単結晶タングステン試験結果(塑性変形領域)

弾性変形時、および塑性変形時においても、
接触剛性は連続的に変化しており、一定では
ない。
接触面積も付随して連続的に変化していると
考えられる。



Doerner & Nixの主張との相違