

機能性材料評価学特論 第8回

前回：計装化押込み試験による材料特性評価理論
(その4, パイルアップ補正および Oliver-Pharr 法の
改善について)



今回：ISO14577:2015 による材料特性評価

7. ISO14577:2002 による材料特性評価

7.1 ISO14577:2015 とは? : ISO14577:2002 の定期見直しによる改訂版

・ISO 規格: 5 年毎に定期見直し→以下 3 つのオプションから選択

- ① 確認 (専門的変更なしで維持)
- ② 改訂または追補 (変更して維持)
- ③ 廃止

→ISO14577 に関して: 多くの専門的変更に関する提案がなされ、2015 年によやく定期見直しが完了

7.2 ISO14577:2002 の問題点

- ① 圧子接触部周辺の変形形態: Oliver-Pharr 法は試験片の塑性変形による圧痕周辺の "Piling-up" "Sinking-in" を考慮せず。

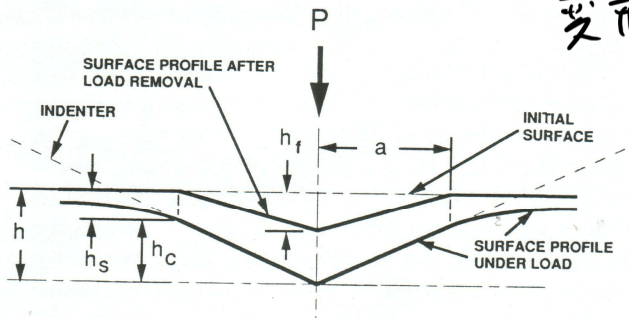


図 7.1 押し込み過程の模式図

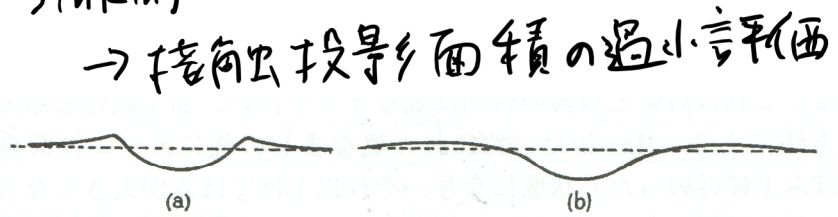


図 7.2 「Piling-up」と「Sinking-in」

- ② 押し込み寸法効果: 押し込み深さ (≒試験力) が小さくなるにつれて、算出される HIT や EIT が変化する (小さくなる) 現象。

試験片準備による表面硬化層や酸化皮膜層の存在
 不適切な圧子先端形状の補正
材料変形挙動の本質的問題

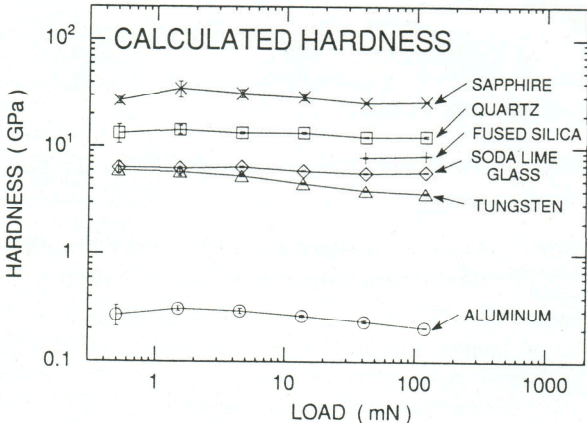


図 7.3 Oliver-Pharr 論文結果

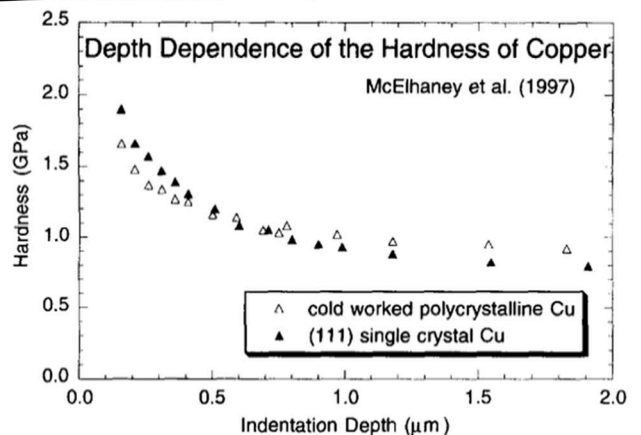


図 7.4 Nix-Gao 論文結果

7.3 ISO14577:2015 の改訂内容(抜粋)

注:改訂内容は必ずしも前述の問題点を完全に解消するものではない

●本文

| 箇所 | 修正・追記内容 |
|------------|---|
| 緒言 | ○ 連続剛性測定について 追記 |
| 3. 記号表 | ○ — ○ 圧子における α , 「円錐半角もしくは四角錐位の押込み軸と面の可成角」に修正 - MPA ○ 硬さの単位表記, 「N/mm ² 」→「GPa」に修正 |
| 6. 試験片 | ○ 試験片表面の洗浄方法について 追記 . . ① ② ③ |
| 7. 試験手順 | ○ 押込みの原点決定について, 「べき乗近似」(2002では2次多項式近似), 「べき指数 $1 \leq m \leq 2$ 」 ○ 温度ドリフトの具体的な手順を追記 に修正. ○ _____ ○ _____ ○ 皮肉断面における試験に関する記述を追記 |
| 8. 結果の不確かさ | ○ 不確かさの推定方法27の記述を追記 |

7.3 (続き)

●附属書 A 試験力-押し込み深さデータから決定される材料パラメータ

| 箇所 | 修正・追記内容 |
|----------------------|--|
| A.1 一般 | ○ 連続同り性測定に関する記述を追記 |
| A.2 マルテンス硬さ | ○ ○ ○ ○ ○ |
| A.3 負荷曲線から求めるマルテンス硬さ | ○ |
| A.4 押し込み硬さ | ○ HIT の算出方法について修正 ○ h_v の決定方法について ○ ボッカース圧子およびバーコセック圧子からの $HIT, 0$ の定義式について修正 ○ <u>HIT における半径方向変位の補正</u> について追記 |
| A.5 押し込み弾性率 | ○ E_r の算出方法について修正 |

A.6 押し込みクリープ

A.7 押し込み応力緩和

A.8 塑性および弾性押し込み仕事

} 省略

7.4 押し込み硬さ・押し込み弾性率の算出方法修正について

①従来の H_{IT} の定義式 $[H_{IT} = \frac{F_{max}}{A_p(h_c)}]$ を「 H_{IT} の一次推定, $H_{IT,0}$ 」に修正

→ n 回の半径方向変位補正を加えた「 $H_{IT,n}$ 」を最終的な押し込み硬さとする。

●「半径方向変位補正」とは? : Sneddon の単純性角解, m よび n を

援用した Oliver-Pharr 手法では圧子による試験片表面の変形はそのまま垂直方向に下押し(下られる)と仮定していたが、近年の研究より左右方向(半径方向)にもソフトな

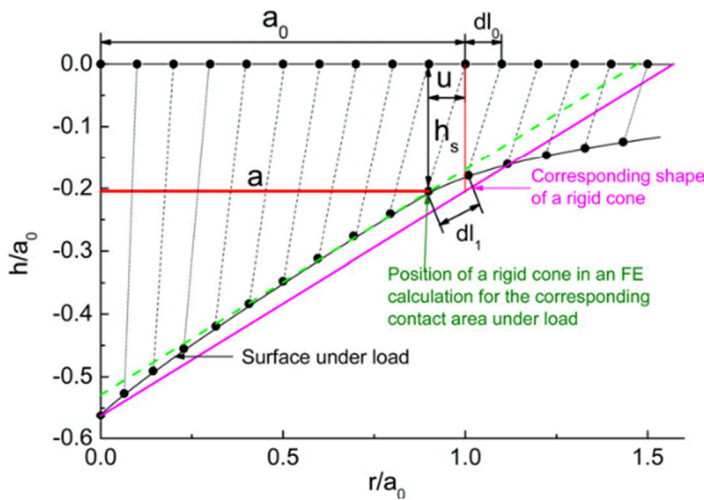


図 7.5 押し込み状態の模式図(再掲)

ここが明らかとなった

この影響 → ほこほこの金属では 0.5%未満

→ 溶融石英も 5%程度

●多くのナノインデントー: 溶融石英を参照材料として使用 → 要考慮

②従来の h_c の定義式 $[h_c = h_{max} - \epsilon(h_{max} - h_r)]$ における ϵ を「可変 ϵ 定数, $\epsilon(m)$ 」

に修正

→ 従来は圧子形状により一意的に決定、 $\epsilon=1$: フラット、 $\epsilon=0.72$: 円錐、 $\epsilon=0.75$: 球、角錐

→ (A.10) 式により $\epsilon(m)$ 値を決定、 $0.6 \leq \epsilon(m) \leq 0.8$ の範囲

$$\epsilon(m) = m \cdot \left[1 - \frac{1}{\sqrt{\pi}} \frac{\Gamma\left(\frac{m}{2m-2}\right)}{\Gamma\left(\frac{2m-1}{2m-2}\right)} \right] \dots (A.10)$$

Γ : ガンマ関数, 階乗を一般化したもの。

7.4 (続き)

③ h_r の決定方法において

- 線形近似法を「塑性率印が強い材料にのみ推奨」に修正
近似範囲を 98% ~ 80% F_{max} と追記.
- 線形近似の場合は, ϵ は従来通り 1/0.72/0.75 とした.
- ベキ近似法の近似範囲を 98% - 20% F_{max} と追記,
除荷曲線に対して $F = \beta \times (h - h_p)^m$ の近似から m 値
を算出 → (A.10)式から $\epsilon(m)$ を決定



④ 従来の E_r の定義式 $[E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2C_s \sqrt{A_p(h_c)}}]$ を「 $E_{r,0}$ の一次推定, ~~E_r~~ 」に修正

- n 回の半径方向変位補正を加えた「 $E_{r,n}$ 」を求め, ϵ から
押込み弾性率 E_{IT} を算出する.

● ISO14577:2015 への懸念: H_{IT} や E_{IT} の算出手川頁が複雑化

しなっていないか?

(一般ユーザーや試験機メーカーへの負担)