

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

- 薄膜の機械的特性を評価技術の重要性
- ・ 深さ検出式（計装化）押込み装置で得られるデータから、硬さ値やヤング率を算出する方法
- ・ 除荷データで得られる弾性変位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: ビッカース四角錐と同一の面積関数と有する三角錐圧子（接触投影面積であれば修正バーコビッチ圧子）
- ・ 圧子駆動・試験力負荷: 永久磁石と電磁コイルにより圧子駆動力、電流により試験力と制御

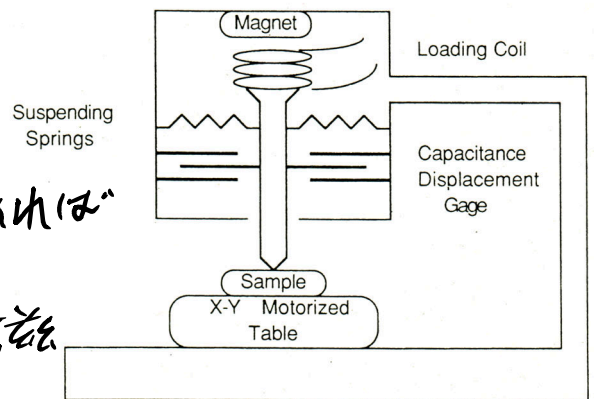


図 3.1 試験装置の模式図

- ・ 圧子軸懸架: バネにより保持
- ・ 変位分解能: 静電容量式、 $0.2 \sim 0.5 \text{ nm}$
- ・ 荷重分解能: 約 $0.5 \mu\text{N}$
- ・ 表面検出: 圧子降下速度の変化を検出
- ・ 一般的な試験速度 3 mm/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

従来のセッカース硬さとは異なる定義

ISO 14577 の「押し込み硬さ HIT」と同一

- 圧子接触投影面積：圧子が言式試験片表面が接触している位置での投影面積
- ・言式試験片の塑性変形のみに対応する面積
- ・圧痕の対角線長は、負荷時も除荷終了後もほとんど変化しない。

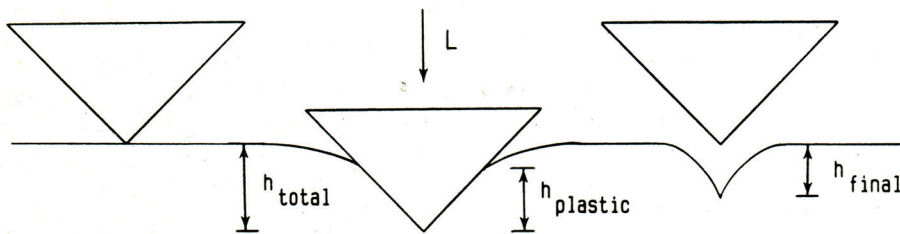


図 3.2 押し込み過程の模式図

- 深さは、負荷時と除荷終了時で大きく変化する

- ・ $h_{plastic}$: 負荷時に圧子と言式試験片表面が接触している深さ。
- ・ h_{total} : $h_{plastic}$ + 圧子周辺の弾性変形の和。
- ・ h_{final} : 除荷後の深さ。

- $h_{plastic}$ の決定方法：除荷曲線

初期部の特異点と横軸

この交点として決定

圧子と言式試験片との

- ・接触面積が一定であれば除荷曲線は直線になる。

金属ではほぼ直線、

高弾性材料でも除荷直後は直線

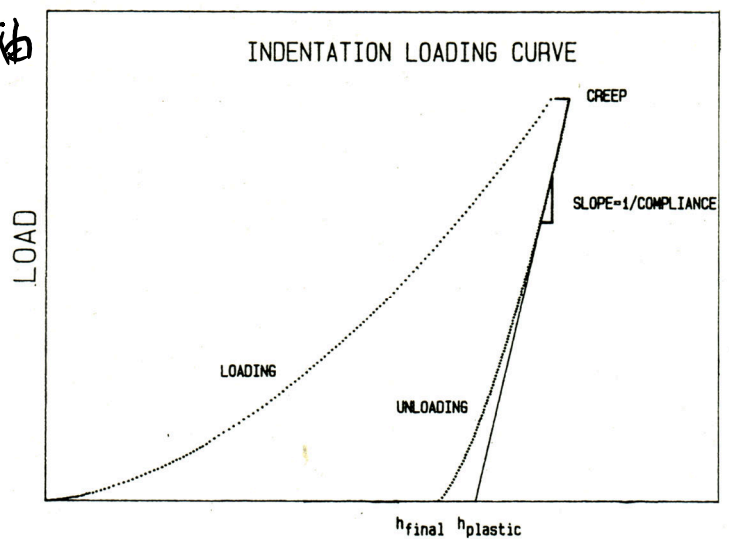


図 3.3 押し込み線図の模式図

②弾性特性：除荷曲線の傾き（除荷剛性）を用いて評価

●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

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

$$A_p = 24.5 h_{\text{plastic}}^2 \quad \dots (3)$$

$$\left(\frac{dh}{dP} \right) = \frac{1}{2 h_{\text{plastic}}} \sqrt{\frac{\pi}{24.5}} \frac{1}{E_r} = \frac{0.179}{E_r} \frac{1}{h_{\text{plastic}}} \quad \dots (4)$$

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu_s^2}{E_s} + \frac{1 - \nu_I^2}{E_I} \quad \dots (5)$$

接触コンプライアンス
(除荷剛性の逆数)

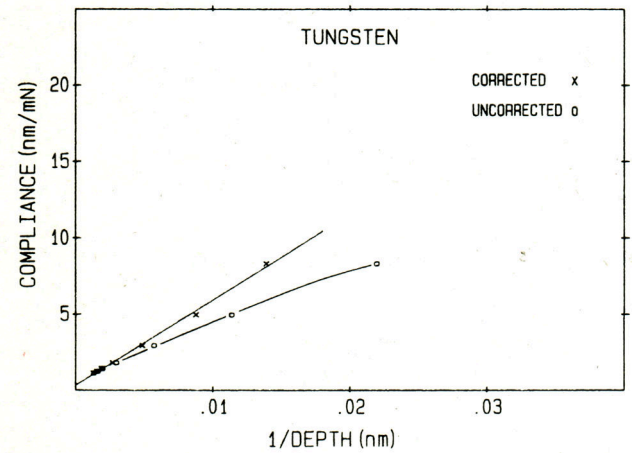


図 3.4 $dh/dP-1/h_p$ プロット

③圧子形状較正

●実際の圧子形状は理想的形状ではない

→ 圧痕のシフト力と TEM により観察

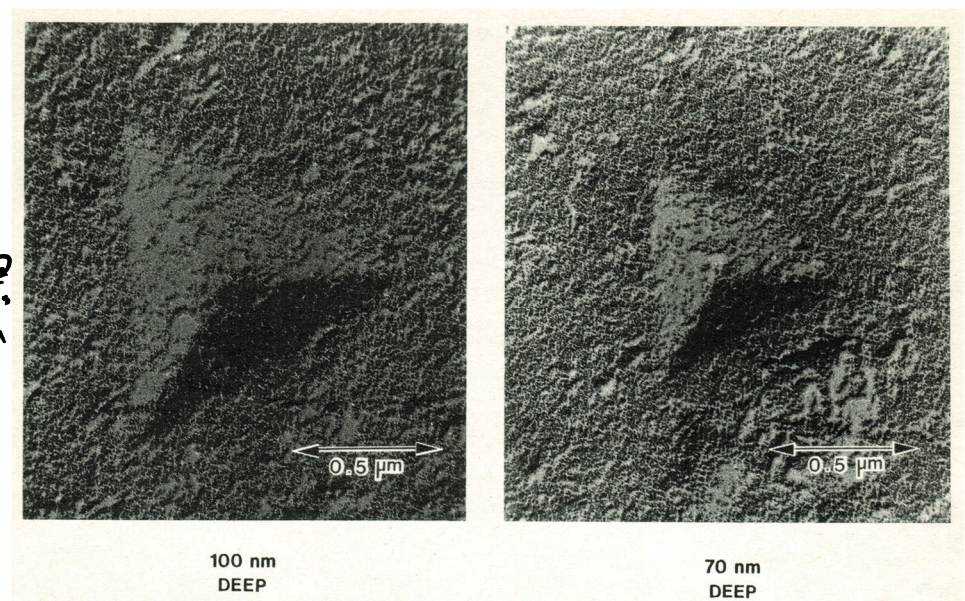


図 3.5 圧子形状転写試料の観察

3.4 試験結果および考察

①圧子形状校正結果

- ・ 理想的形状からの逸脱
- ・ 補正後は硬さ値の押込み深さ依存性が消失

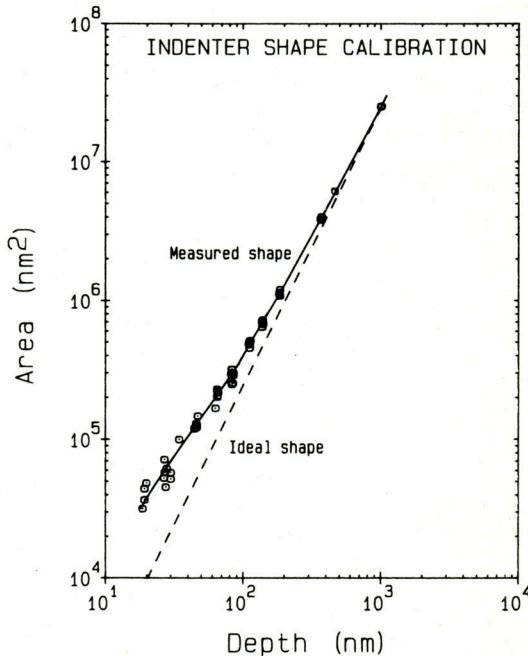


図 3.5 圧子形状校正結果

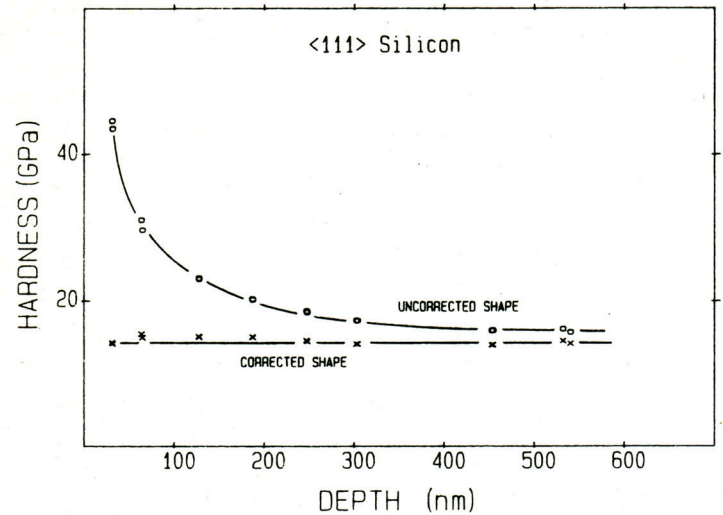


図 3.6 硬さ値算出結果(圧子形状校正の影響)

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
$$h_{eff} = \sqrt{\frac{Area}{24.5}} \quad (6)$$

- ・ 補正後は直線的挙動を示す (式(4)の形式に一致)

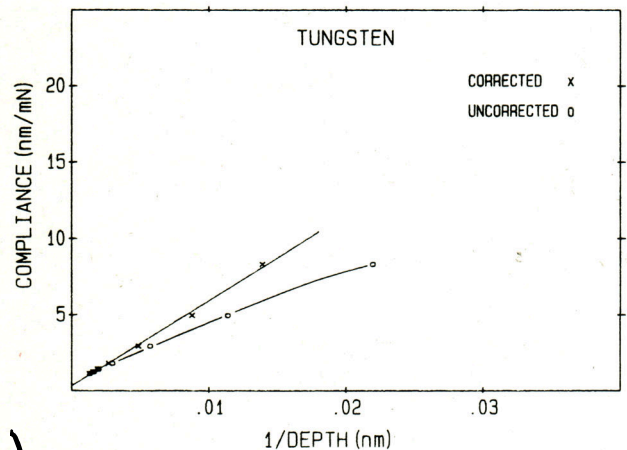


図 3.4 $dh/dP-1/hp$ プロット(再掲)

- ・ E_r から求めたタンゲステンのヤング率: 480 GPa
(参照値: 420 GPa、約14%の差)

●試験片毎の 0.179/Er 比較 (予測&実測)

- ・ タンガステン + Al では比較的一致した。
- ・ 全般的に実測値と予測値には差があった。

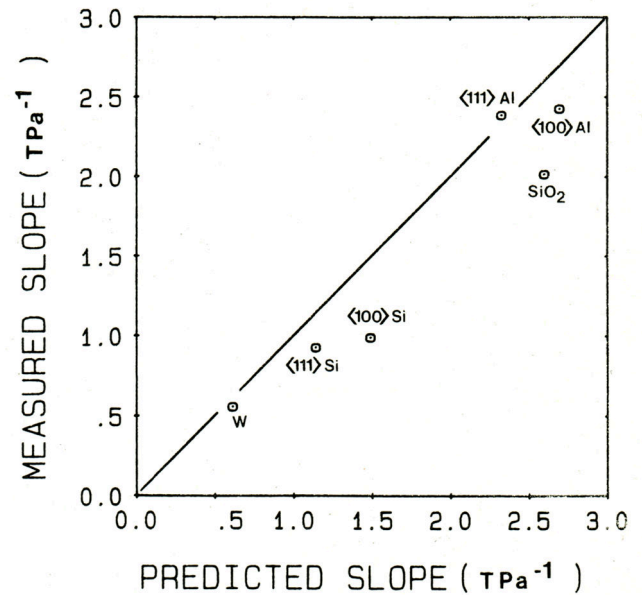


図 3.7 0.179/Er の比較

③硬さ値算出結果

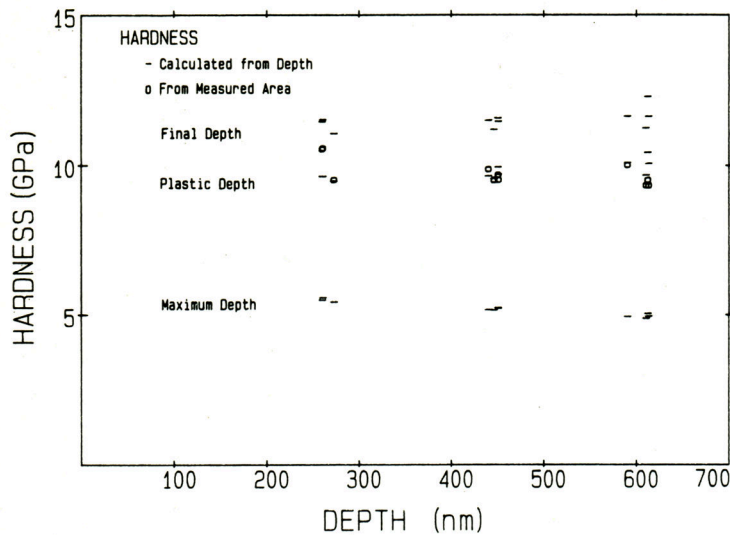


図 3.8 硬さ値算出結果(深さ選択の影響)

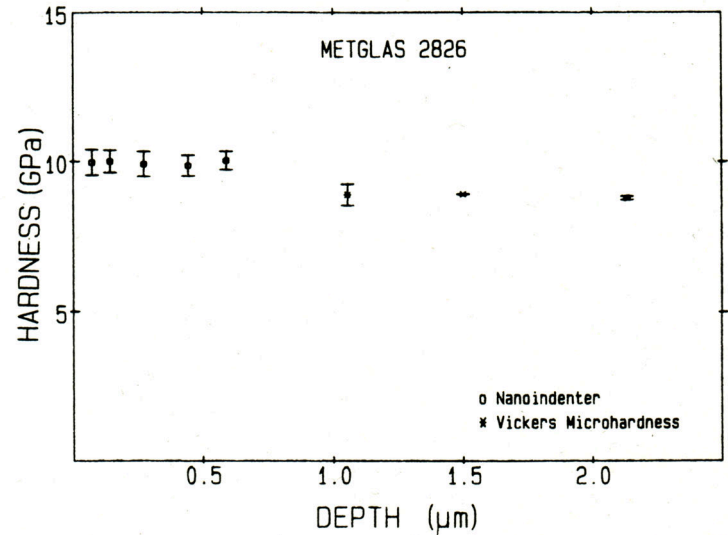


図 3.9 硬さ値算出結果(荷重域の影響)

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

→ 圧痕面積計測から求めた硬さ値 (Measured Area) と最も一致したのは $h_{plastic}$ からの硬さ値

- ・ 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ビッカースは10%程低い。