

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

- 計装化押込み試験法により得られる押込みデータの新たな解析方法の確立
- ・ 除荷曲線の挙動力は直線的 (Doerner & Nix) ではなく、
次式で表わされる累乗則に従う。
$$P = A(h-h_f)^m$$
- ・ 新たな解析手法 (接角出深 h_c , 及び圧子形状係数 ϵ の定義、画像化を伴わない圧子面積関数 $A(h_c)$ の決定法、フーリエ変換法 (フーリエ変換法) の提案,
- ・ 結果: 従来法による硬さ値と良好な一致
- ・ 弾性係数: 等方性材料では4%以内の相対誤差, 異方性では差が拡大

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

等方性弾性係数と示す。

(軟質 fcc 金属)
(硬質 bcc)
(非晶質 ガラス)
()
(結晶性セラミックス)
()

②試験手順

- ・圧子: ゼッケン圧子と同一の
面積関係であるバー
ゼッケン圧子.
- ・圧子駆動および懸架: 基本的には
Doerner & Nixと同一の構成.
- ・変位分解能: 0.16 nm
- ・荷重分解能: $0.3 \mu\text{N}$
- ・押し込み中での微小振幅付加機能:
→ 押し込み中の接触面同し性
の連続測定が可能
- ・負荷—除荷速度: 荷重速度一定
- ・繰り返し負荷: 角解析で用いるデータ
(4回回の負荷—除荷データ)を
3弾性的挙動にするため.
- ・荷重保持区間: 熱ドリフト(温度変化
による変位変化)のチェックのため.

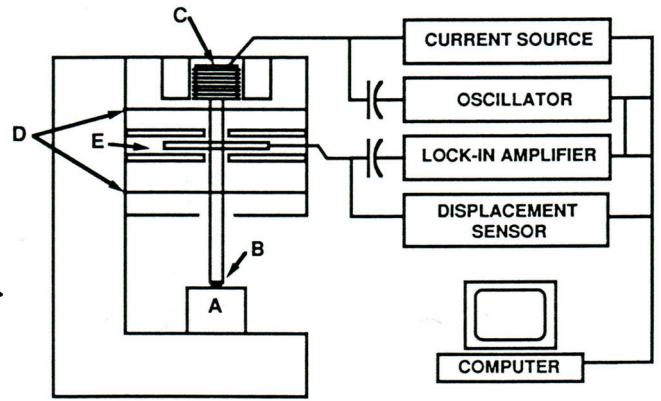


図 4.1 装置の模式図

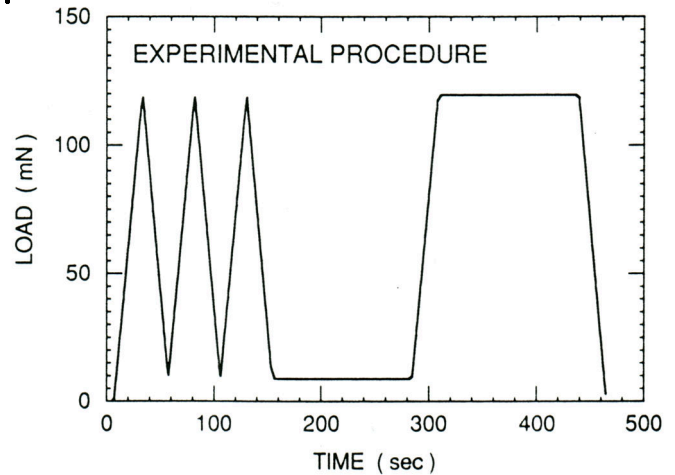
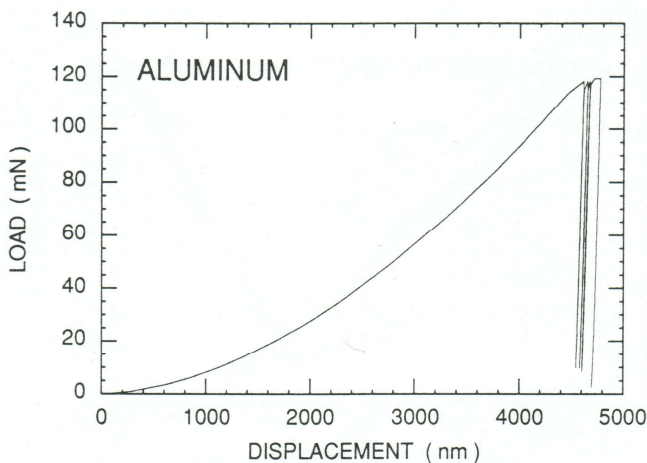


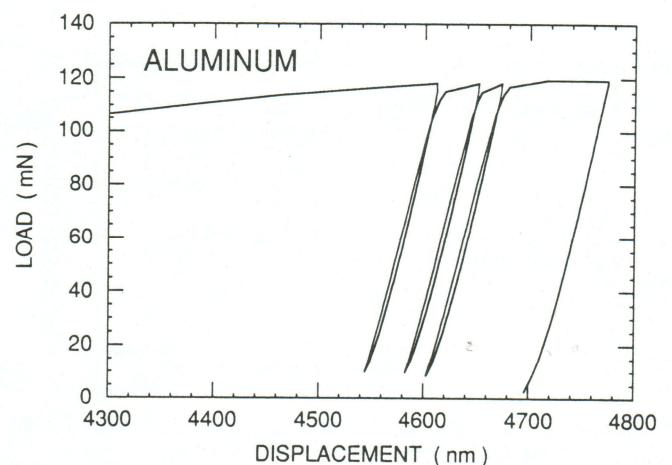
図 4.2 押し込み試験のプロセス

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



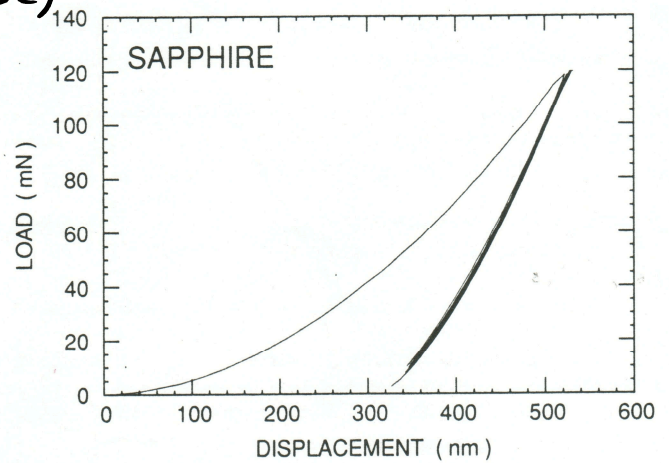
(b) アルミニウム(拡大)

図 4.3 代表的な押し込み線図

- ・ 塑性変形しやすい材料 (例: Al₂O₃)
→ 2回目以降の負荷サイクルでも塑性変形, よび時間依存的変形が起る.

- ・ 塑性変形しにくい材料 (例: サファイア)

→ 2回目以降の曲線はほぼ重なる.



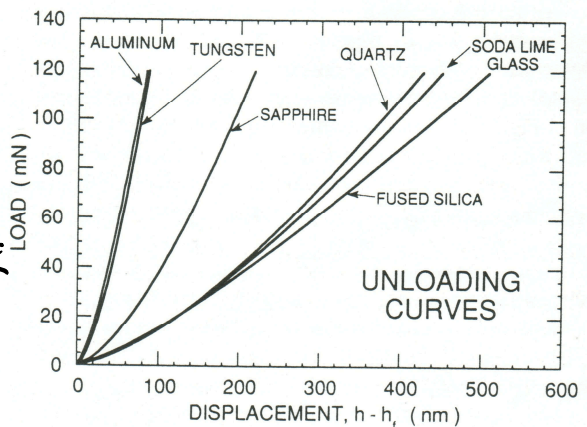
(c) サファイア

図 4.3 代表的な押し込み線図 (続き)

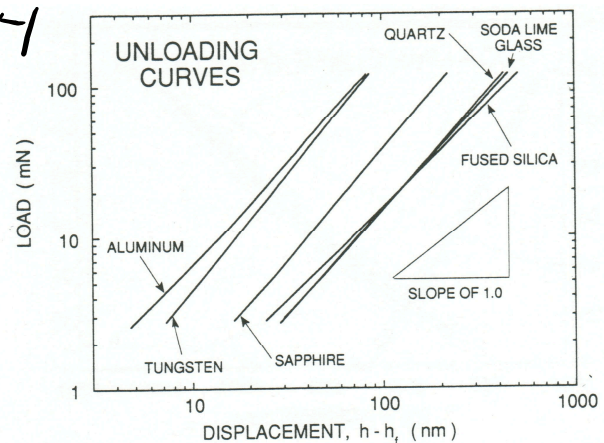
- ・ 本研究の試験方法の妥当性と主張

②除荷曲線の形状

- ・ 全ての試験片の除荷曲線データを線形プロット (図 (a)) 及び両対数プロット (図 (b)) で再プロット
- ・ 両対数プロットにて一定の傾きを示した一ベキ乗関数に近づくことを示唆
- ・ 全ての材料に $p = \alpha h^m$ を近似 (ただし m のベキ指数: 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

- 通常の圧子馬力区動：直流電流、一定変位速度、or
一定荷重速度で圧子と馬力区動
交流波形を重ね合わせることで微小振幅を伴う
圧子馬力区動を行う。

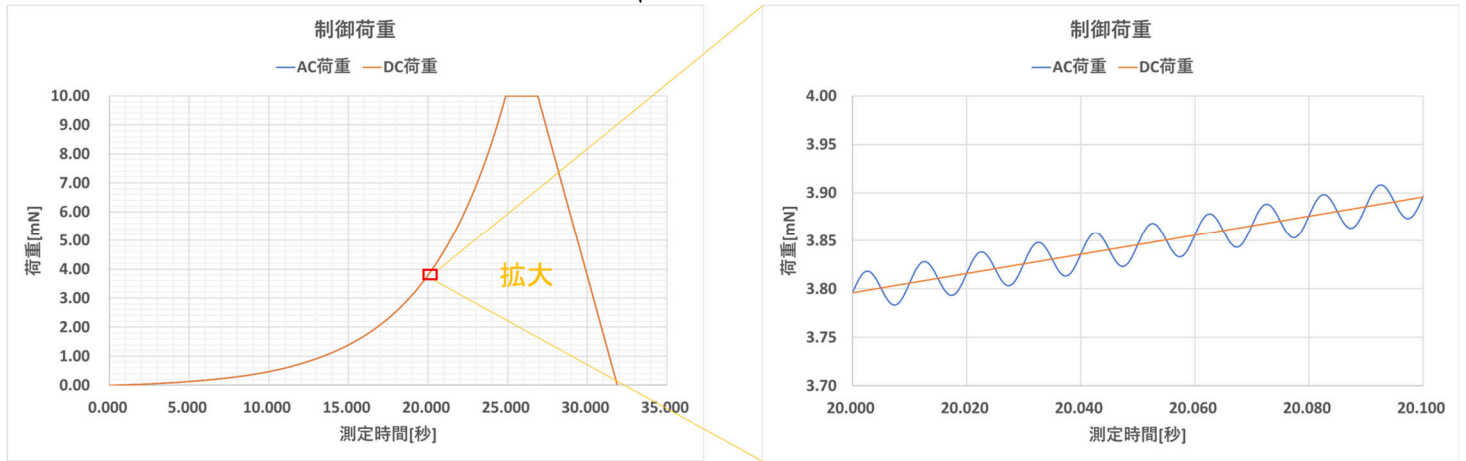


図 4.5 連続剛性計測 (CSM) 法の原理

- ・ ~~微小振幅と位相から、各微小振幅毎の接触剛性が計測可能~~

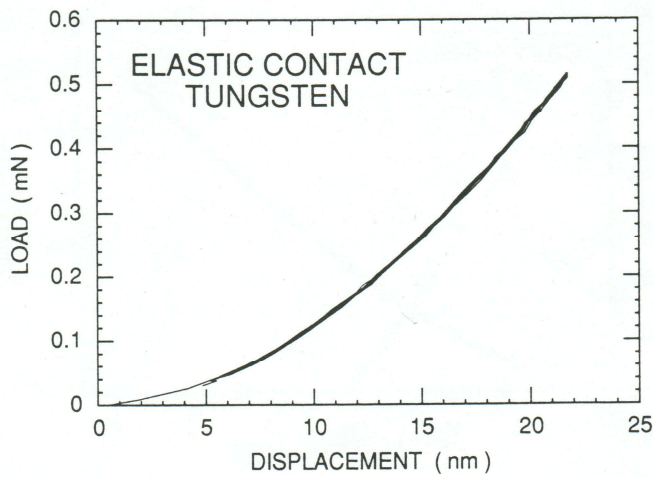


フットポイントに対する
理論的解析

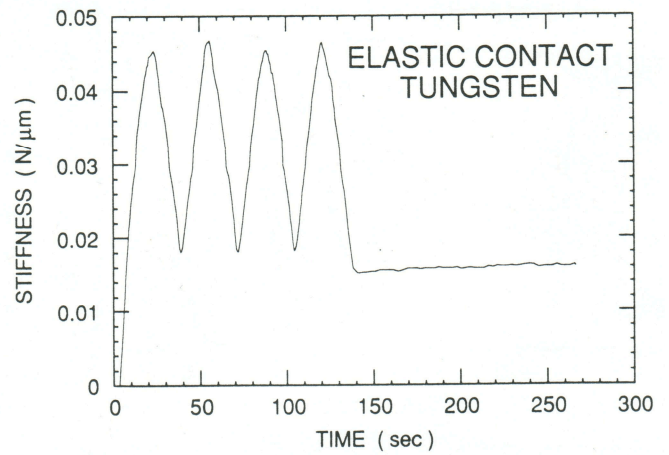
- ◎ 圧子と言式馬力片の ↓ 接触点において、
の接触面材質と接触面剛性は
は関連づけられる。… 前回 Doerner & Nix
時にも説明

● 振幅と位相から微小振幅毎の接触剛性が計測可能

- 表1中にはない、電荷率を開庫を施した単結晶
タングステンに対する連続接触剛性計測を
実施 (低荷重では純粋な弾性変形を示す)

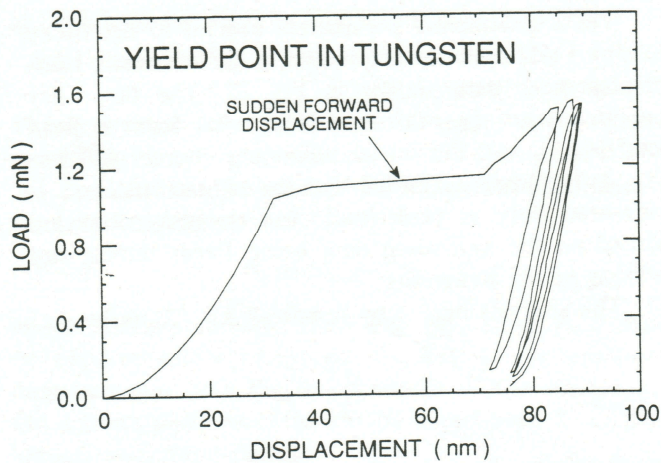


(a) 押込み線図

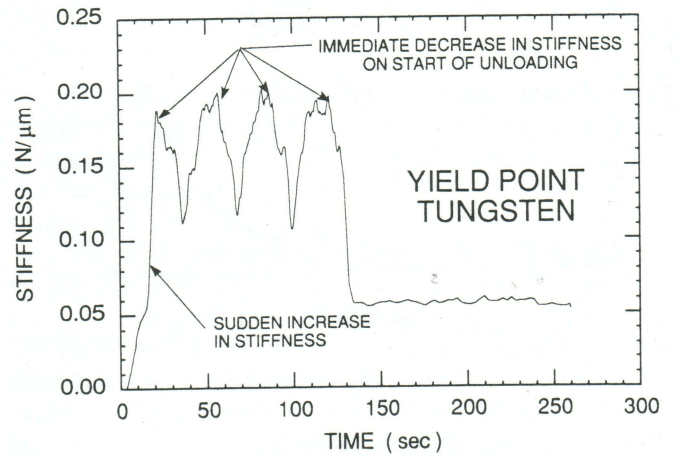


(b) 連続剛性計測

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)



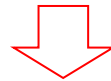
(a) 押込み線図



(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、および塑性変形時のいずれ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



・ 接触面積も連続的に変化しているはず。

圧子と
試験片の

→ Doerner & Nix の主張との
相違