機能性材料評価学特論　第 7 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：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）続き

6. 計装化押込み硬さ試験による材料特性評価理論（その 4）続き

6.4 改良された押込みデータ解析手法

①1992 年の"Oliver-Pharr 手法"の問題点

→ フレームコンプライアンス Cf と圧子面積関数を同時に決定する反復計算手法について：「扱いにくく、しばしば不可能」と記述

$$C = Cf + \frac{\sqrt{\pi}}{2Eeff}\frac{1}{\sqrt{A}} = Cf + Cs \quad \cdots (22)$$

- 押込み深さ小：Cfの影響 < Csの影響
- 〃 大：〃 > 〃

⇩

- 高精度な面積関数決定が必要
- 〃 Cf決定が必要

⇩

- Cfが元々大きく、かつ圧子先端形状の誤差が大きい試験システム：収束が遅い or 収束しない.

②圧子面積関数について

$$A = C_0h^2 + C_1h + C_2h^{1/2} + \cdots + C_8h^{1/128}$$

→選択理由：広い深さ範囲に近似するのに適している
いくつかの重要な圧子形状を記述するのに便利

第一項：完全な円錐や角錐
第二項：回転放物面
その他、項の組み合わせで回転双曲面や先端の形状不完全さも記述可能.

6.4 （続き）

③パラメータ P/S^2 について

●Joslin と Oliver による提案： P/S^2 は押込み深さもしくは接触面積に依存しない．

・(5)式と(6)式を組み合わせて導出（(19)式と類似）

$$\frac{P}{S^2} = \frac{\pi}{(2\beta)^2}\frac{H}{E^2} \quad \cdots (24)$$

→ ここでの H と E は深さおよび接触面積から多出

④連続剛性計測(CSM)について

（第3回講義にて、概要および押込み中の接触剛性の変化について説明）

・利点
(1) 深さの関数としての剛性計測が可能
(2) 較正や試験に必要な時間を短縮できる（多数の押込みが不要となる）
(3) 高周波数での CSM 法によりクリープや熱ドリフトの影響を評価
(4) 初期接触点の判定に利用可能

・データ取得速度、荷重分解能、変位分解能の影響

＋

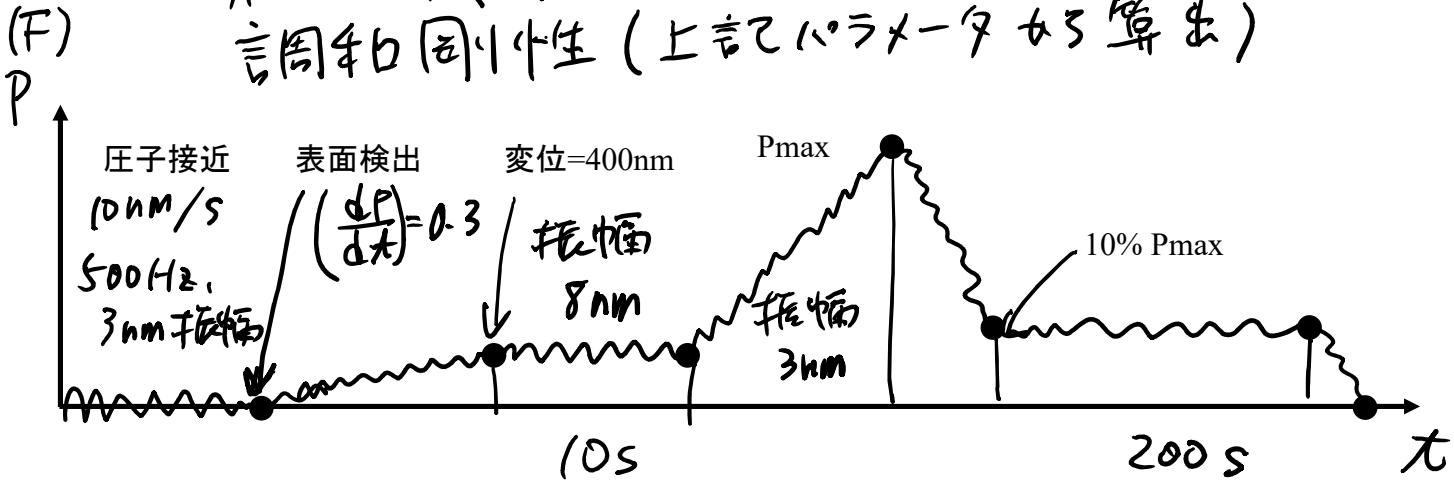
・表面近傍での力の作用：水のメニスカス（架橋）、圧子と試料間の密着

6.4 （続き）

⑤改良後の試験・較正手順

・較正用試料: 溶融石英(FS) - E/Hが低くパイルアップしない

・測定信号: 調和荷重（荷重信号における振動振幅）
〃 変位（変位 〃 ）
〃 周波数（振動の周波数）
位相角（荷重と変位の角シフト）
調和剛性（上記パラメータから算出）



・較正用試験結果

→ 一定荷重時の影響は見られない.

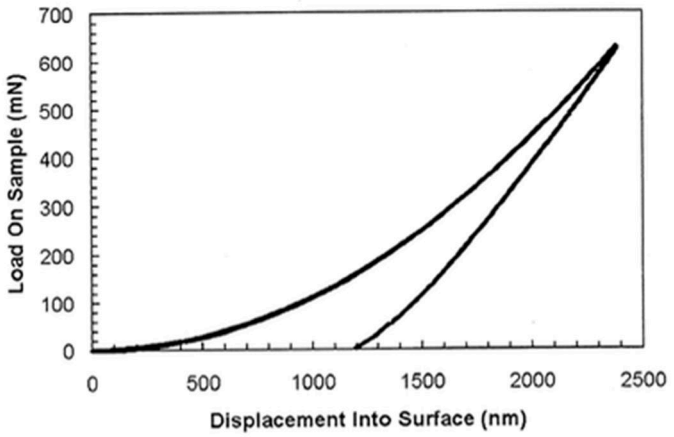


図 6.5 較正用試験の押込み線図

・圧痕画像取得（面積関数検証用）

→ 圧子を探針として用いた（簡易的 AFM）

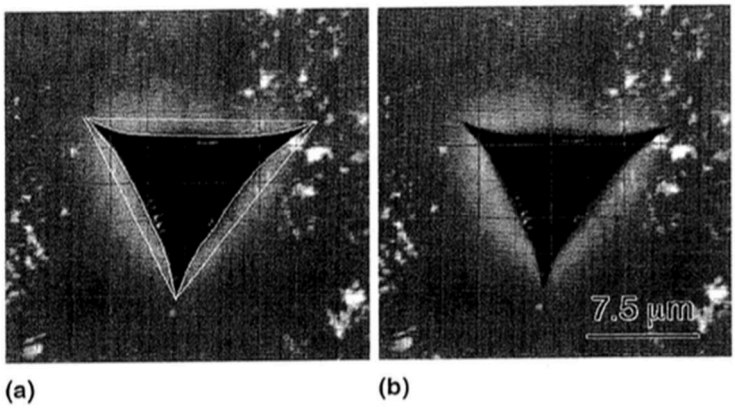
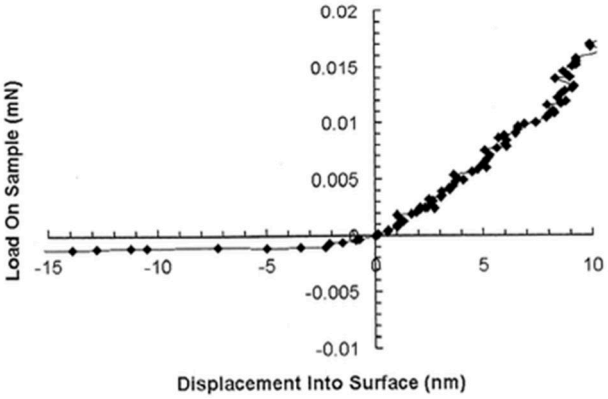


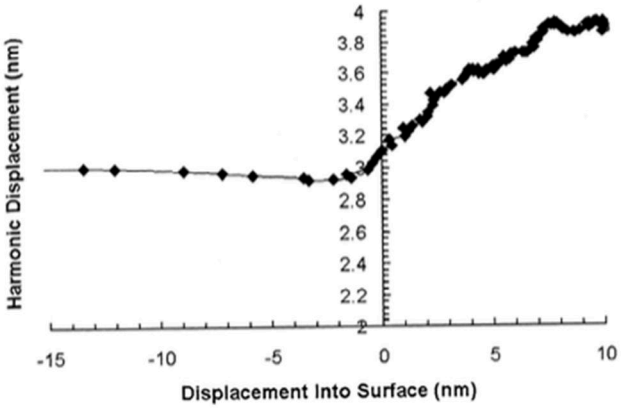
図 6.6 較正用試験の圧痕画像

6.4 （続き）

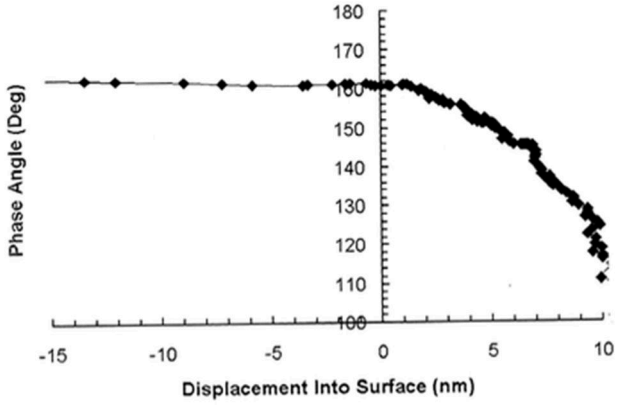
●表面検出について



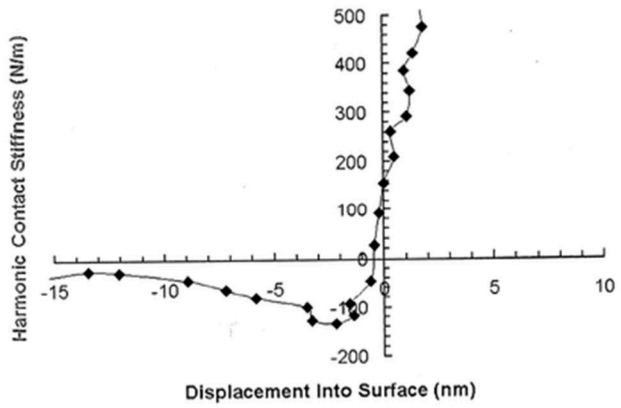
(a)荷重ー圧子変位



(b)調和変位ー圧子変位



(c)位相ー圧子変位



(d)調和剛性ー圧子変位

図 6.7 各測定パラメータによる表面検出

・(a)～(c)の各データにおける表面接触検出挙動はなめらかで連続的
→ 表面検出における不確かさ.

・(d)では明瞭な表面接触検出挙動を示した
(接触前の斥力：表面における力の作用)
→ 最良の表面検出判定方法.

●フレームコンプライアンス決定

→ P/S^2 が一定となる C_f を決定する.

→ 適切な C_f が決定されれば右図のように P/S^2 が押込み深さの広い領域で一定となる. ($>1000nm$)

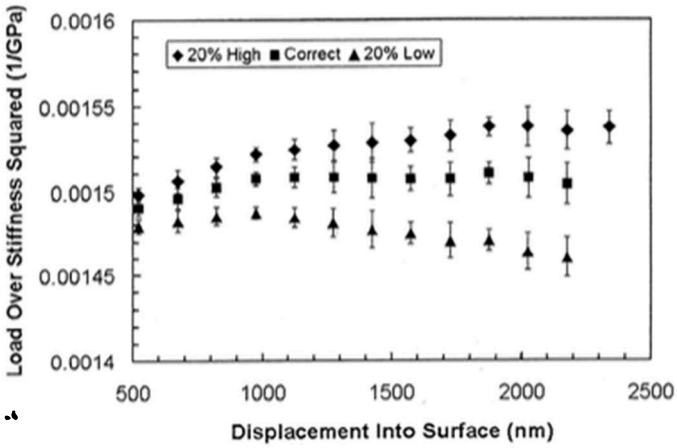


図 6.8 P/S^2 に及ぼすフレームコンプライアンスの影響

6.4 （続き）

●圧子面積関数決定

・(3)式 $h_c = h_{max} - \varepsilon \frac{P_{max}}{S}$ $(\varepsilon = 0.75)$ より h_c 算出

↓

・〔圧子対面角が既知，かつ先端形状の誤差が小さければ〕面積関数の第一項定数 C_0 として完全形状圧子を仮定

↓

・(24)式 $\beta_{eff} = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A}}$ より β_{eff} の値を決定

（β係数：(6)式 $S = \beta \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_{eff} \sqrt{A}$ において与えられた，Sneddonの弾性解を補正する係数．）

↓

・(26)式 $A = \frac{\pi}{4} \frac{S^2}{(\beta E_{eff})^2}$ より，計測された接触剛性率 S を用いてすべての深さにおける A を算出

↓

・(23)式を適用して面積関数を決定

↓

・圧痕画像を用いて圧子軸の傾きによる面積関数の影響を補正

→ 面積関数から求めた接触投影面積：67.0±0.3 μm^2

→ 図10.5(b)の圧痕輪郭の面積：67.0 μm^2

→ 〃 (a)の角を結んだ三角形の〃：95.5 μm^2