

ナノインデンテーションによる各種材料のビッカース硬度評価

神 北 真 太 郎

徳山高専 機械制御工学専攻 1年

1. 緒 言

硬度試験法は、簡便性および再現性の良さから材料の力学的性質を調べるための重要な測定法の一つとして広く用いられている。中でもダイヤモンド四角錐圧子を試料表面に押し込むビッカース硬度試験法は、硬度値が負荷荷重に影響されず、信頼性の高い試験法として最も普及している。ビッカース硬度 HV は押し込み荷重 P を残留圧痕の表面積 A_s で除すことにより得られる。

$$HV = \frac{P}{gA_s} = 0.102 \frac{2P}{d^2} \sin \frac{\alpha}{2} = 0.189 \frac{P}{d^2} \quad (1)$$

ここで d は圧痕対角線長さ、 α は圧子対面角 (136°) である。また、 g は重力加速度であり、荷重が kgf の場合は考慮する必要はない。

ビッカース硬度試験は押し込み荷重が比較的大きく、薄膜材料や脆性材料の測定が困難である。そこで、それらの機械的性質の評価法としてナノインデンテーション試験法が用いられるようになってきた。しかしながら、現在最も普及している硬度試験法はビッカース硬度試験法であり、ナノインデンテーション試験法より求めた硬度をビッカース硬度へ換算する方法が要求されている。

そこで本研究では、インデンテーション硬度とビッカース硬度の関係を調査し、これらに対する簡便な換算方法を確立する事を目的に研究を行った。

2. ナノインデンテーション試験法とは

ナノインデンテーション試験では、圧子を試料表面にナノメートルオーダーで押し込み、そのときの荷重 P と変位 h を連続的に測定し、得られた荷重-変位曲線 ($P-h$ 曲線) から硬度や弾性率などの機械的性質を求める。ナノインデンテーション試験に用いられる圧子形状には、バーコビッチ三角錐圧子、ビッカース四角錐圧子、球状圧子があり、一般的にはバーコビッチ三角錐圧子が多く用いられる。

ナノインデンテーション試験では、ナノメートルオーダーで押し込むために圧痕の面積を直接測定することは困難である。そこで、圧子形状と得られた $P-h$ 曲線より圧痕の投影面積を幾何学的に算出する。バーコビッチ三角錐圧子の接触投影面積 A は次式で表される。

$$A = 3\sqrt{3} \tan^2 65.03^\circ h_c^2 = 23.96 h_c^2 \quad (2)$$

ここで、接触押し込み深さ h_c は、最大押し込み深さ h_{\max} および除荷初期の傾き S と h 軸との交点である h_s を用いれば次式で表される。

$$h_c = h_{\max} - 0.75(h_{\max} - h_s) \quad (3)$$

インデンテーション硬度 H_{IT} は、最大荷重 P_{\max} において材料が支えている平均圧力であり、最大荷重 P_{\max} を接触投影面積 A で除したものである。

$$H_{IT} = \frac{P_{\max}}{A} \quad (4)$$

3. 供試材および実験方法

ナノインデンテーション試験結果とビッカース硬度試験結果を広範囲な硬度において比較するため、本研究では試料に A2017, A5052, A6061, A7072, Cu-Be, SK85, SUS 系プリハードン鋼, SCM 系プリハードン鋼, SLD 改質鋼, SKD61, S45C を用いた。ナノインデンテーション試験には Elionix 社製ナノインデンテーション試験機 ENT-2100 を、ビッカース硬度試験には SHIMADZU 社製マイクロビッカース硬度計 HMV-2 を用いた。試験荷重はナノインデンテーション試験では $1\text{mN} \sim 100\text{mN}$ で 9 荷重、ビッカース硬度試験では $98.07\text{mN} \sim 1961\text{mN}$ で 4 荷重で測定を行った。

4. 実験結果および考察

インデンテーション試験の定義では、インデンテーション硬度 H_{IT} は、最大荷重 P_{\max} のときに試料が支える平均圧力のことであり、ビッカース硬度試験法のように押し込み後の圧痕を測定して硬度を求める方法とは考え方が異なる。しかしながら、Oliver らによれば、アルミニウム合金や熔融石英ガラスなどでは幾何学的に算出した接触投影面積と、実際に SEM を用いて測定した圧痕の投影面積がほとんど一致する事が明らかとなっており⁽¹⁾、両硬度の換算は可能であるものと考えられる。しかしながら鉄鋼材料において幾何学的に算出した接触投影面積と、実際に測定した圧痕の投影面積が一致するかどうかは明らかとなっていない。そこでまず、本研究で用いた材料に関して実測した面積と幾何学的に算出した面積の関係の確認を行った。

光学顕微鏡によって実測して求めた投影面積と、

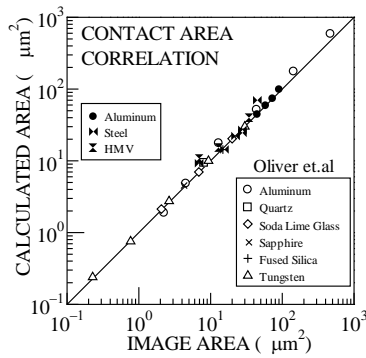
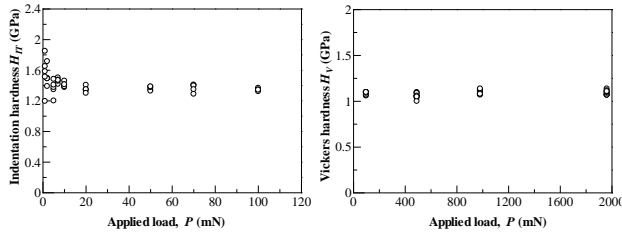


図1 実測した面積と幾何学的に算出した面積の関係



(a) H_{IT} (b) H_V

図2 押し込み荷重に伴う硬度変化(A6061)

幾何学的に算出した接触投影面積の関係を図1に示す。これより、Oliverらが測定した材料に加え本研究で用いた鉄鋼材料においても実測した面積と幾何学的に算出した面積がほとんど一致していることがわかる。よって、本研究で用いている材料に関してインデンテーション硬度からビッカース硬度への換算が可能であることが推測される。

A6061に関してナノインデンテーション試験により求めた硬度を図2(a)に、ビッカース硬度試験により求めた硬度を図2(b)に示す。これよりナノインデンテーション試験では、低荷重域では押し込み寸法効果により硬度が上昇しているものの、押し込み荷重が20mN以上では得られる硬度はほぼ一定となっていることがわかる。また、他のすべての材料においてもこれと同様の傾向がみられた。これに対し、ビッカース硬度試験では全ての荷重で硬度が一定となっており、硬度値が負荷荷重に影響されないことがわかる。このことは、他のすべての材料においても同様であった。

これらの結果を受け、ナノインデンテーション試験における100mN時の硬度 H_{IT} と、ビッカース硬度試験による全荷重の平均硬度 H_V を比較した。その結果を図3に示す。これより、 H_{IT} と H_V の間には直線関係が成り立っていることがわかる。最小二乗法により求めた関係は次式となる。

$$H_{IT} = 1.29H_V \quad (5)$$

また、ビッカース硬度は圧痕表面積で荷重を除したものであるため、インデンテーション硬度に関し

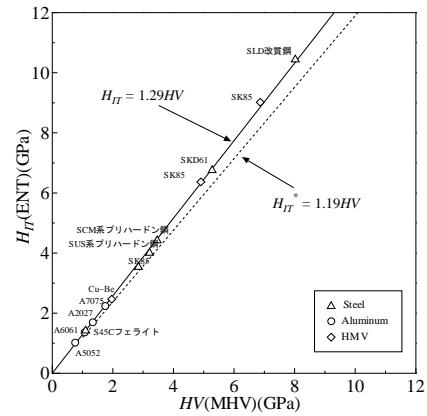


図3 H_{IT} と H_V の関係

ても荷重を圧痕表面積で除すことでインデンテーション硬度 H_{IT}^* を算出し、 H_V の関係と比較を行った。ここで、 H_{IT}^* は幾何学的に次式で表すことができる。

$$H_{IT}^* = 0.9065H_{IT} \quad (6)$$

その結果を図3中に併記しているが、インデンテーション硬度 H_{IT}^* とビッカース硬度 H_V は次式の関係となる。

$$H_{IT}^* = 1.19H_V \quad (7)$$

以上のことから、式(6)または式(7)を用いればインデンテーション硬度からビッカース硬度に換算が可能であることがわかる。しかしながら、 H_{IT}^* と H_V の関係は1対1の関係になっておらず、式(7)の1.19という係数の物理的意味を明らかにする必要がある。

5. 結 言

本研究では、多くの材料に関してナノインデンテーション試験およびビッカース硬度試験を行い、20mN以上の高荷重域に関してはインデンテーション硬度をビッカース硬度へ簡便に換算することが可能であることが明らかとなった。しかしながら、換算係数の物理的意味に関しては明白となっておらず、今後さらなる検討を行いたいと考えている。また、ナノインデンテーション試験では極小押し込み深さでの試験が期待されるため、低荷重域における硬度の上昇を考慮した換算方法を確立する必要がある。そこで今後は押し込み寸法効果を考慮し、広範囲な荷重域でより信頼性の高いインデンテーション硬度とビッカース硬度の換算法を確立していきたいと考えている。

文 献

- (1) W. C. Oliver and G. M. Pharr, "An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments," *J. Mater. Res.*, vol. 7, no. 6, pp. 1564-1583, 1999