

306 超微小硬さ試験方式を利用した材料特性評価法の研究

A Study on an Evaluational Method of Determining Material-Characteristics using Ultramicro Hardness Tester

○学 館野 孝史 (新潟大院) 正 石橋 達弥 (新潟大)
 勤柄 佐千子 (新潟大) 学 信田 雅之 (新潟大院)
 福田 義博 (帝国電気(株))

Takashi TATENO, Tatsuya ISHIBASHI, Masayuki SHIDA :
 Faculty of Engineering, Niigata University 8050 2-no-cho Ikarashi, Niigata, 950-21 JAPAN
 Sachiko SUKIGARA : Faculty of Education, Niigata University
 Yoshihiro FUKUDA : Teikoku Electronics Co.Ltd

Key Words : Ultramicro Hardness Tester, Material Characteristics,
 Young's Modulus of Metals, Ball Indenter

1. 緒言

薄膜技術や微細技術の進歩はめざましく、それに伴い材料試験も超微小領域に対応したものが必要となっている。本研究は球圧子によるサブミクロンオーダーに至る押し込み硬さ試験を行うことによる材料の機械的特性値の測定を目的としている。本報では前報¹⁾までに開発した試験機の改良設計、製作を行い、それを用いて行った金属に対する試験の結果、データ処理、それらから求めた縦弾性係数(ヤング率)の測定結果、および最大圧子荷重保持中の圧子挙動について報告する。

2. 保持具付き球圧子による金属のヤング率算出式

保持具付き球圧子を金属試験片に押し込み、次いで除荷するまでの一連の接触状態をモデル的に示すとFig. 1のようになる。

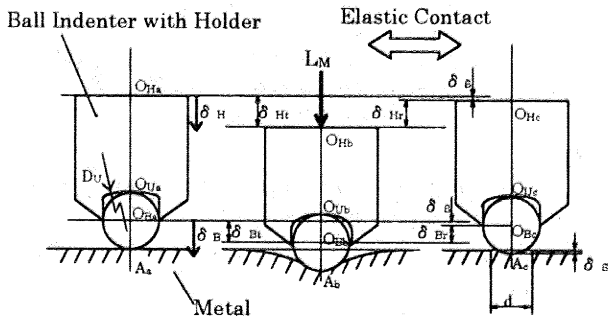


Fig. 1 Contact Figures between Ball Indenter with Holder and Metal's Surface

この時の保持具部の弾性変形量 δ_U は、圧子球受け部 O_U 近傍の変形量 $\delta_{U1} = C \cdot L^{2/3}$ と保持軸部の弾性変形量 δ_{U2} との和で表せるが、実験荷重範囲では δ_{U2} は数 nm 程度なので、結局次式のように表せる。¹⁾

$$\delta_U = C \cdot L^{2/3} \quad \dots\dots (1)$$

ここで、 L は押し込み荷重、 C は定数である。

この δ_U を考慮することにより、保持具付球圧子による金属試験片のヤング率 E_S の算出式は、次のようになる。

$$E_S = (1 - \mu_S^2) / \left[\frac{4(\delta_{Hr} - \delta_U)}{3 \cdot L_M} \sqrt{D \left(\delta_{Hr} - \frac{\delta_{Hr} + \delta_U}{2} \right)} - I(E) \right] \quad \dots\dots (2)$$

ここで、

- E_S : 金属のヤング率, μ_S : 金属のポアソン比
- E_I : 圧子球のヤング率, μ_I : 圧子球のポアソン比
- $I(E)$: 圧子球の弾性パラメータ $\{ = (1 - \mu_I^2) / E_I \}$
- D : 圧子球の直径, L_M : 最大押し込み荷重
- δ_{Hc}, δ_{Hr} : 保持具部上端 (OH) の押し込み量、除荷量

3. 実験装置

本報の実験で用いた横型超微小硬さ試験機の側面図および測定部の上面図を Fig. 2, Fig. 3 に示す。

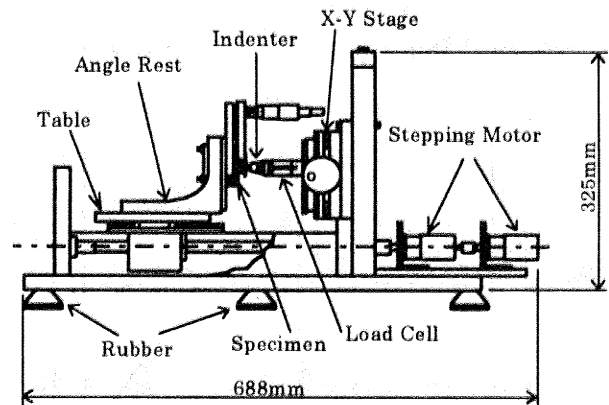


Fig. 2 Side View of Ultramicro Hardness Tester

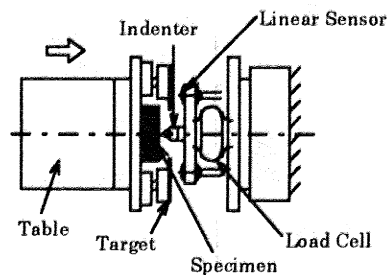


Fig. 3 Top View of Measuring Part of Ultramicro Hardness Tester

3.1. 本試験機の基本構造

横型にすることにより、縦型では問題となる圧子部に対する重力の影響や振動をできるだけ少なくするようにした。

圧子の左右にリニアセンサを取り付けることにより、圧子部の傾きを補正できる構造とし、かつ、押し込みにはハーモニックギアードステッピングモーターを駆動源に、ボールねじを介してTableを移動する方法を採用しているため、押し込み、除荷の過程がきわめてスムーズに行える。

3.2. 改良点

これまでは「圧子が移動して固定されている試験片に対する押し込みを行う」方式であったため、圧子の左右に取り付けられたリニアセンサのコードおよびロードセルのコードが移動時に振動などの影響を受ける可能性があった。この点を解決するために、「測定部を固定し試験片を移動することにより押し込みを行う」方式に改良した。

また、ハーモニックギアードステッピングモーターを直列に2台つなぐことにより、1パルス当たりの信号に対しテーブルは0.5nm移動するという極滑らかな押し込みを行うようにした。またコンピュータに取り込む際のサンプリング周期を60msecから30msecにして、同一の測定時間内でより多くのデータを取るようにした。

3.3. 計測法・データ処理法

ロードセルおよびリニアセンサで得られたデータは、12ビットのA/Dボードを介してパーソナルコンピュータに取り込まれる。その取り込んだデータから荷重-変位線図をもとめ、そこから式(2)に必要な押し込み量、除荷量および最大押し込み荷重を求める。

4. 実験結果

4.1. 押し込み曲線

Fig.4 (a),(b)にBrassに対する実験で得られた荷重・変位-時間線図、荷重-変位線図(押し込み曲線)の例を示す。

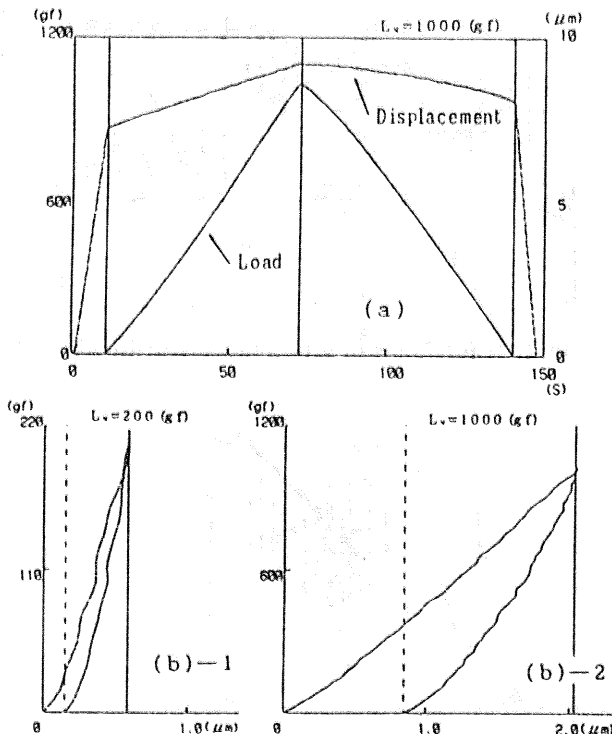


Fig. 4 Load, Displacement & Time

4.2. 圧子球保持具部弾性変形量

前報¹⁾と同じ方法により決定した圧子球保持具部〔超硬合金球圧子; D=5 mm, $E_1=6.2 \times 10^4$ (kgf/mm²), $\mu=0.21$, 鋼製

保持具〕弾性変形量 δ_U (μ m)と圧子最大荷重 L_M (gf)との関係は、次式で与えられる。

$$\delta_U = 1.67 \times 10^{-3} \cdot L_M^{2/3} \quad \dots\dots(3)$$

4.3. アルミ合金、炭素鋼、ステンレス鋼に対する実験

次に本方式によるアルミ合金(A2017)、炭素鋼(S45C)、ステンレス鋼(SUS304)試験片に対する実験を行い、ヤング率を算出した結果を、Table 1に示す。

Table 1 Results of Experiments by Ultramicro Hardness Tester (Mean Value)

Material	Maximum Load L_M (gf)	Indentation Depth δ_B (μ m)	Elastic Recovery δ_R (μ m)	Permanent Depth δ_S (μ m)	Young's Modulus $E_c \times 10^4$ (kgf/mm ²)	
					(a)	(b)
Aluminum Alloy AA	206	0.647	0.485	0.162	0.721	0.735
	511	1.181	0.867	0.314	0.736	
	716	1.602	1.091	0.511	0.683	
	1020	1.962	1.361	0.601	0.713	
Carbon Steel S45C	207	0.349	0.261	0.087	2.26	2.10
	511	0.710	0.455	0.255	2.10	
	716	0.921	0.596	0.325	1.94	
	1020	1.167	0.755	0.411	1.94	
Stainless Steel SUS304	204	0.452	0.222	0.230	2.04	1.99
	511	0.893	0.380	0.512	2.08	
	715	1.170	0.463	0.707	2.06	
	1020	1.568	0.588	0.980	1.97	

(1gf=9.8mN, 1kgf/mm²=9.8MPa) (a): by Ultramicro Hardness Tester (b): by Strain Gage Method

4.4. 最大圧子荷重保持中の圧子挙動

金属材料への押し込みにおいては、最大圧子荷重点までに圧子下の材料の塑性変形は終了し、以後の除荷過程は弾性変形となる、という考え方が従来なされてきた。しかし、三角錐圧子を用いたいくつかの超微小硬さ試験機においては、最大圧子荷重を数秒間保持中に、さらに圧子の押し込みが進行するという現象が見られ、問題となっている。このような金属に対するクリープ現象の存在は、特に超微量を扱う超微小硬さ試験では重要な問題である。そこで本報では、最大圧子荷重保持時間 t_h が、0.5, 1.5 秒の3条件での実験を金属材料に対して行った。測定結果は、 t_h の長短にかかわらず最大圧子荷重保持中の押し込みの進行は全く見られず、従来の考え方が超微小硬さ試験においても妥当であることが確認された。

5. 結言

- (1)これまでに開発した横型超微小硬さ試験機の負荷駆動部および測定部の改良を行った。
- (2)本試験機用に作製した球圧子保持具部の弾性変形量と圧子荷重との関係に関しては、Brassへの押し込み試験による実験結果を用いて求めた。
- (3)3種類の金属(アルミ合金、ステンレス、炭素鋼)に対して、4段階の設定荷重における試験を行いヤング率を求めたところ、それらの平均値はひずみゲージによって求めた値と良い一致を示した。
- (4)最大圧子荷重保持時間 t_h が、0.5, 1.5 秒の場合の実験を行ったところ、保持中における圧子の押し込み変位の増加は全く見られず、その結果、最大圧子荷重に達した時点で圧子下の金属材料の塑性変形は終了するという従来の考え方は、超微小硬さ試験においても成立することを確認した。

本研究を遂行するに当たりご協力いただいた4年生、高田昌志君に感謝申し上げる。

参考文献

- 1)福田,石橋,他:山梨講演論文集(94-10-29 山梨)p58,59