ノート

ナノインデンテーション試験による換算ビッカース硬さの妥当性に関する研究

白川　正登*

Study on the Validity of Converted Vickers Hardness by Nanoindentation Test

SHIRAKAWA Masato*

1. 緒　　言

金属の薄膜やめっき層などの硬さ試験にナノインデンテーション試験（計装化押込み試験）を行う機会があるが，そこで求められるマルテンス硬さ HM や押込み硬さ H_{IT} といった硬さは，従来の金属材料の硬さ試験結果と比較することが難しい。金属材料の計装化押込み試験の規格である ISO14577-1 では，試験によって求められる押込み硬さ H_{IT} は，理想的なビッカース圧子の形状から計算によりビッカース硬さ HV に換算することができるとされているが，その一方で，この換算ビッカース硬さをビッカース硬さの代替として用いないこととされている。

ナノインデンテーション試験で計算により求められる換算ビッカース硬さ HVc とビッカース硬さ HV の値の相関について検証し，ナノインデンテーション試験結果のビッカース硬さとしての取り扱いの可能性について検討した。

2. 試験方法

2.1 試験片

試験には，鉄鋼材料 6 種類（S1~S6）及び銅合金系材料 6 種類（C1~C6）の計 12 種類の試験片を用いた。試験片は，それぞれ鏡面研磨されたものを用いた。

2.2 試験方法

それぞれの試験片のビッカース硬さ HV をビッカース硬さ試験により求めた。計装化押込み試験により求められた H_{IT}(N/mm^2) から計算により求められる換算ビッカース硬さ HVc を求め，HV と HVc の相関について調べた。

ビッカース硬さ試験にはアカシ製マイクロビッカース硬さ試験機 MVK-H2 を，計装化押込み試験にはフィッシャー・インストルメンツ製薄膜硬度計 HM500 を用いた。ビッカース硬さ試験は，JIS Z 2244 により行い，試験荷重は，100HV 以上の硬さは 4.903N，100HV 未満の硬さは 2.942N とした。計装化押込み試験は，それぞれの試験片に対し，試験荷重 F を 100mN，10mN，1mN の 3 条件で試験を行った。計装化押込み試験の主な試験条件を表 1 に示す。各試験片について，ビッカース硬さ HV は 5 点，換算ビッカース硬さ HVc は 10 点の試験を行い，結果の平均値により評価した。

3. 試験結果及び考察

各試験片のビッカース硬さ HV 及び各試験荷重での計装化押込み試験により求められた換算

表 1　計装化押込み試験の主な試験条件

圧子の種類	ビッカース圧子 （四角錘ダイヤモンド圧子）
最大押し込み荷重	100mN , 10mN , 1mN
最大押し込み荷重までの到達時間	20秒
荷重増加条件	√F（荷重の平方根）の時間当たりの増加割合が一定
最大荷重保持時間	5秒
除荷時間	20秒

* 下越技術支援センター

ビッカース硬さ HVc を表 2 に示す。HVc は，本研究の範囲では，すべての試験でビッカース硬さより大きな値となっており，HVc をそのままビッカース硬さとして用いるのは好ましくないと考える。さらに，同一試験片に対し試験荷重が小さくなるほど，HVc の値が大きくなる傾向も確認された。

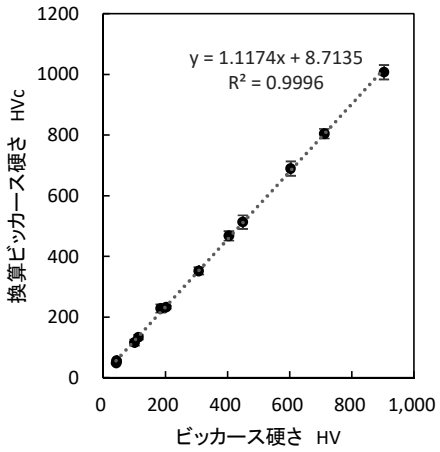
各試験荷重の HVc と HV の関係を図 1(a)～(c)に示す。図中のエラーバーは各試験片の HVc 10 点の標準偏差を，点線は線形近似曲線を示している。いずれの試験荷重においても，HVc と HV に強い相関がみられるものの計装化押込み試験における試験荷重が小さくなるほど試験結果のバラツキが大きくなることが確認された。

ここで，計装化押込み試験により求められる換算ビッカース硬さ HVc の試験荷重 10mN 及び 1mN の場合の試験片 S6 と C2 の値，試験荷重 1mN の場合の試験片 S5 と C1 の値を比較してみると，鉄鋼系の試験片（S6，S5）の方が銅合金系の試験片（C2，C1）より大きな値となっている。一方，同じ試験片の HV の値を見てみると，

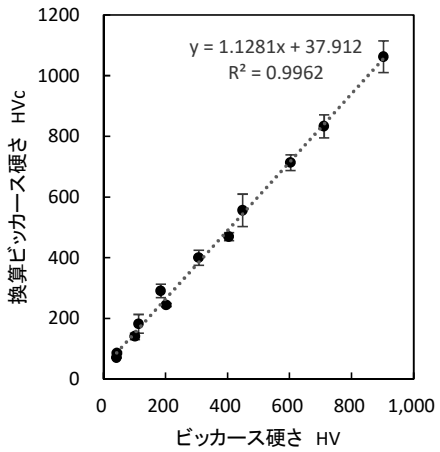
表 2　硬さ試験結果

試験片	ビッカース硬さ※ HV	換算ビッカース硬さ　HVc		
		試験荷重　F		
		100mN	10mN	1mN
S1	902.9	1007.1	1062.5	1209.6
S2	711.3	804.7	833.2	797.2
S3	602.9	689.4	713.3	749.6
S4	449.1	513.1	556.0	622.8
S5	307.2	352.0	399.3	507.7
S6	185.1	228.3	290.2	380.0
C1	404.8	467.4	469.2	494.2
C2	202.8	232.6	243.3	267.7
C3	113.5	133.7	181.7	242.7
C4	101.7	116.3	139.8	184.8
C5	43.5	55.7	84.7	145.1
C6	42.3	48.8	69.7	129.3

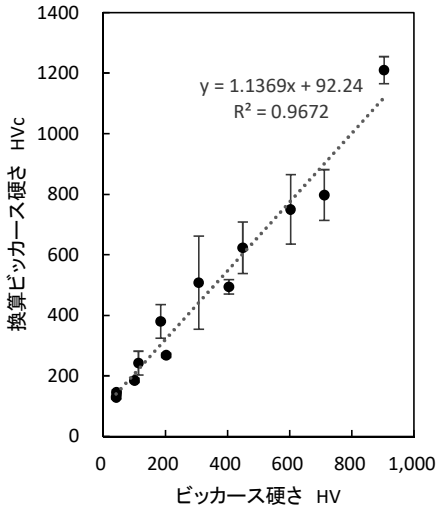
※ HV0.5（但し、C5及びC6は、HV0.3）



(a)試験荷重　100mN



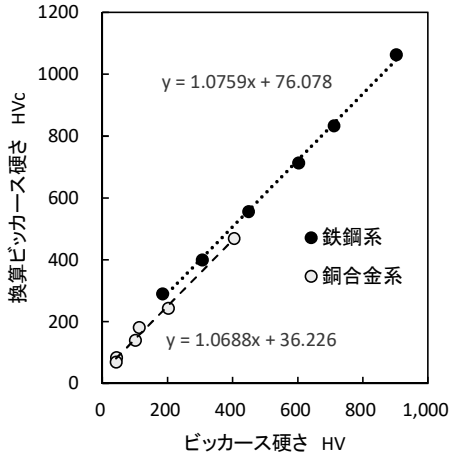
(b)試験荷重　10mN



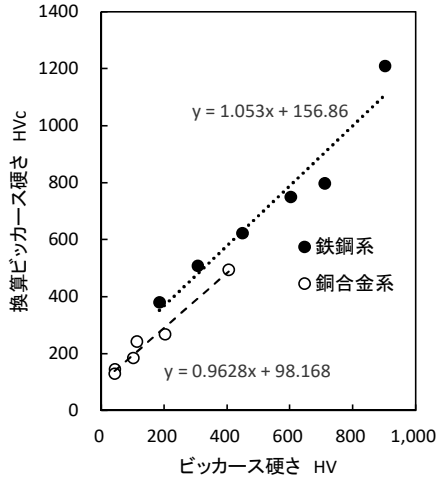
(c)試験荷重　1mN

図 1　各試験荷重における換算ビッカース硬さとビッカース硬さの関係

銅合金系の方が鉄鋼系より大きな値となっており，その大小関係は HVc の大小関係と逆転している。そこで，計装化押込み試験荷重 10mN と 1mN における HVc と HV の関係を鉄鋼系と銅合金系の種類別に評価した結果を図 2 に示す。材料種類に分けずに評価した場合（図 1(b)，(c)）と比べ，試験結果の平均値のプロットが近似曲線に一致している。特に 10mN の試験結果は，近似曲線とよく一致している。以上の結果から，鉄鋼や銅合金のような金属材料では，試験荷重 10mN 以上の試験において適切な近似式を作成することで，計装化押込み試験で求められる換算ビッカース硬さ HVc からビッカース硬さの目安となる値が得られる可能性がある。一方，試験荷重 1mN の試験結果（図 2(b)），特に鉄鋼系材料のビッカース硬さの値が大きい側で，試験結果の平均値のプロットが，線形近似曲線から外れる傾向が見られる。押し込み深さが小さすぎることに起因すると考える。試験荷重 1mN の計装化試験における押し込み深さは，0.048 ~0.149μm であった。計装化押込み試験では，試験面の表面粗さが試験結果に影響するため，押し込み深さ h が算術平均粗さ Ra の 20 倍以上であることが求められている。本研究で用いた試験片は，鏡面研磨により Ra は 0.02~0.04μm 程度に仕上げられており，試験荷重 1mN の試験の一部でやや条件を満たさない（h=18.5Ra~19.5 Ra）ものの，その他の試験では条件（h≧20 Ra）を満たしていた。但し，ISO14577-1 では，押し込み深さ 0.2μm 以下の試験をナノレンジと呼び，ナノレンジの試験では，その試験結果は，実際の圧子形状（先端形状の理想幾何学形状との違い，例えば圧子先端の微小な稜線や丸みなど）や圧子先端の接触領域の影響を強く受けるとされており，圧子先端形状や試験機の非常に注意深い校正，補正が必要とされている。今回は，試験荷重 10mN の試験では，ほぼすべての試験で押し込み深さが 0.2μm 以上であったが，試験荷重 1mN の試験では，すべての試験結果が押し込み深さ 0.2μm 未満であった。試験結果のバラツキや線形近似曲線からの外れなど，押し込み深さ h が小さい試験では注意が必要である。押し込み深さが小さい場合には，金属組織，残留応力，表面の汚れなども影響すると考えられるが，本研究では，その影響について評価できず，今後の課題と考える。



(a) 試験荷重　10mN



(b) 試験荷重　1mN

図 2　材料種類別に見た換算ビッカース硬さとビッカース硬さの関係

4. 結　　言

(1) 計装化押込み試験結果として得られる換算ビッカース硬さ HVc を，そのままビッカース硬さの代替として用いるのは好ましくないことを確認した。

(2) 鉄鋼材料や銅合金系の金属材料では，適切な近似式を作成することで，HVc からビッカース硬さの目安となる値が得られる可能性がある。