

超微小硬さ値に及ぼす表面粗さ
および圧子先端形状の影響

福 田 勝 己

目次

第1章 序論.....	1
1.1 緒言	2
1.2 本研究の背景および研究の目的	2
1.3 本論文の構成	3
1.4 従来 hardness 試験	9
1.4.1 ブリネル hardness 試験	10
1.4.2 ビッカース hardness 試験	10
1.4.3 ロックウェル hardness 試験	11
1.4.4 ショア hardness 試験	12
1.5 超微小 hardness 試験	13
参考文献	15
第2章 実験.....	18
2.1 緒言	19
2.2 試験装置と試験方法	19
2.2.1 試験装置	19
2.2.2 圧子	21
2.2.2 試験方法	24
2.3 試料	25
2.3.1 基材の表面粗さ曲線と SEM 写真.....	25
2.3.2 基材の化学成分分析	32
2.4 小結	33
参考文献	34
第3章 表面粗さを考慮した超微小 hardness 評価.....	35
3.1 緒言	36
3.2 表面粗さを考慮した従来研究	36
3.3 超微小 hardness 特性に及ぼす表面粗さの影響	36
3.3.1 押し込み荷重と圧子の押し込み深さとの関係	37
3.3.2 超微小 hardness と圧子の押し込み深さとの関係	42
3.3.3 超微小 hardness に及ぼす表面粗さの影響	46
3.3.4 SEM によるくぼみの観察	51
3.4 圧子先端の曲率半径を考慮した超微小 hardness 特性	56
3.4.1 押し込み荷重と圧子の押し込み深さとの関係	56
3.4.2 超微小 hardness と圧子の押し込み深さとの関係	62
3.4.3 超微小 hardness に及ぼす表面粗さの影響	68
3.5 小結	71
参考文献	72

第4章 接触面の表面粗さを考慮した解析による検討とその妥当性.....	73
4.1 緒言	74
4.2 硬さ値算出に関する従来の研究と硬さ値の決定法	74
4.2.1 硬さ値算出に関する従来の研究	74
4.2.2 硬さ値の決定	80
4.3 表面粗さを考慮した解析	80
4.3.1 解析モデルおよび解析方法	80
4.3.2 解析結果の検討と考察	87
4.4 超微小硬さ試験法への提案	92
4.5 小結	93
参考文献	94
第5章 超微小硬さの実用面への応用.....	95
5.1 TiN膜の超微小硬さ評価	96
5.1.1 はじめに	96
5.1.2 試験装置および試験方法	97
5.1.3 試験試料	98
5.1.4 TiN膜厚さの影響	100
5.1.5 圧子先端形状の影響	122
5.1.6 まとめ	127
5.2 超微小硬さによるナットの強度評価	128
5.2.1 はじめに	128
5.2.2 試験装置および試験方法	129
5.2.3 試験試料	129
5.2.4 ナットの強度評価	132
5.2.5 まとめ	140
参考文献	141
第6章 結論.....	142
謝辞	145

第 1 章 序論

1.1 緒言

硬さ試験は、材料の機械的特性を評価する上で多く利用されている試験である。近年の機械要素の微小化や硬質膜の生成技術の発展に伴って、微小部分や表面および表面近傍の強度をいかに評価するかが重要な課題となっている。このような微小部分や表面を評価する場合には、従来型の硬さ試験における押し込み荷重では大き過ぎて、微小な部分や膜を的確に評価しているとは言い難い。微小な部分や膜の評価を的確に行うには、押し込み荷重をより小さくする(超微小硬さ:超微小押し込み荷重による硬さ)必要があるが、その結果、測定面の表面粗さの影響を大きく受ける場合がある。本研究では、超微小押し込み荷重領域における硬さ試験において、測定面の表面粗さや圧子先端形状が超微小硬さ値にどのような影響を及ぼすのかについて、実験と解析との両面から解明した。

本章では、本研究の背景と研究の目的、本論文の構成、従来の硬さ試験および超微小硬さ試験について述べる。

1.2 本研究の背景および研究の目的

材料やその表面^{注)}の機械的性質を明らかにする方法として、いくつかの材料試験があるが、その中でも比較的簡便で非破壊な方法の一つとして硬さ試験がよく知られている⁽¹⁾。この硬さ試験は、今世紀初頭にブリネル、ビッカース、ロックウェル、ショアなどの硬さ試験方法が確立されて以来、材料の強度評価方法として多く使用されてきている。約半世紀前の1951年にD.TABORはその著書⁽²⁾の中で、「硬さとは、変形に対する抵抗(変形抵抗)と考えられるが、厳密にはなかなか測定しにくいもので、定義の仕方や測定方法によって異なった値を示す」と述べているように、硬さの本質を一言で表現することは非常に困難であると考えられる。硬さは、材料の力学的性質の一つの工業量であり、それをいかに評価

注) 表面は一口に言って、千差万別である。マクロ的な意味からは月や地球の表面を表すこともあるし、ミクロ的な意味からは原子や分子の表面を表すこともある。その意味では非常に扱いにくい代物でもある。表面は必ず粗さを有するという点から表面というものを定義することは非常にむずかしい。

するかが重要な課題である。硬さとして表される量は、D.TABORが述べているように変形に対する抵抗の他に、試料の弾性係数や結晶異方性、不均一性、表面の粗さ、測定時の押し込み過程における試料面と圧子との接触面の摩擦等が複雑に関係し合った結果として導かれる値であるために、その物理的な意味を簡潔に表すことは非常に難しい。しかし、硬さの値は異なる材料の強度特性を比較するのに非常に有効な手段でもある。

D.TABOR⁽²⁾は、実験的に試料の硬さと引張り強さ、降伏応力との間には次式が成り立つことを示した。

$$H = c \cdot Y$$

ここで、 H は硬さ、 Y は引張り強さまたは降伏応力、 c は比例定数である。この関係式は、材料の強度を評価する際に一般的に多く用いられている重要な実験式の一つである。

近年、マイクロマシン、半導体デバイス、磁気ディスク等において従来にはない微小な部分の機械的特性を明らかにすることの重要性が高まってきている⁽³⁾。また、薄膜の生成技術が急速に発達し、それに伴って薄膜の剛性や付着力などの機械的性質を明らかにする場合にも硬さ試験が用いられるようになってきている。特に、接触やしゅう動する相対する二面の表面に薄いコーティング膜等によって表面改質層を形成させて、表面および表面層の機械的強度を高める方策が採られているが、その膜表面の強度や薄膜の機械的特性をいかに評価するかが重要な課題になっている⁽⁴⁾。薄膜や表面および表面層を硬さによって評価するためには、従来から行われている微小硬さ試験の日本工業規格⁽⁵⁾ (JIS B 7734-1991)によると、ビッカース硬さまたはヌーブ硬さによって測定し、押し込み荷重は1gf ($\equiv 9.807\text{mN}$) から1000gf ($\equiv 9.807\text{N}$) までと規定されているために、この範囲内の押し込み荷重による測定では、表面や表面層の硬さが的確に評価されているかどうかを明確に判断することは困難である。

そこで、ここ数年来、従来から行われている押し込み荷重と比較して、より微小な押し込み荷重によって圧子を試料の試験面に押し込み、圧子によって形成されたくぼみの形状や、負荷・除荷時の押し込み荷重と押し込み深さとの関係を連続的に測定することによって硬さの評価を行う超微小硬さ（ナノインデンテーション：nanoindentation）試験^{(6)~(10)}が試みられている。

従来から行われている多くの硬さ試験は、圧子を設定した比較的高押し込み荷重で試料の試験面に押し込み、試験面に形成されたくぼみの対角線長さを測定することによって硬さ値を算出し、硬さ評価を行っているが、高押し込み荷重の場合に、試料表面の凹凸部分(表面粗さに相当する)が硬さにどのような影響を及ぼすのかについては何人かの研究者によって実験的研究が行われている。J.N.Greenwood⁽¹¹⁾は、古くから試験面の粗さがブリネル硬さの測定値に影響を及ぼすことを主張している。H.M.German⁽¹²⁾は、0.9%の炭素鋼(HS≒80)を各種の表面仕上げの状態の表面のブリネル硬さを測定して報告している。佐藤健児⁽¹³⁾は、炭素鋼試料の試験面の粗さと測定値のばらつきや平均値との関係について報告しているが、吉澤武男⁽¹⁴⁾は、佐藤の報告にヒントを得て、ショア硬さの測定において、その研究の一部として試料の試験面の粗さを変化させた場合の硬さ特性を実験的に明らかにし、測定値のばらつきについても言及している。安藤善司⁽¹⁵⁾、安藤善司と加藤容三⁽¹⁶⁾は、金属材料(炭素鋼)を対象として、ショア硬さ、ビッカース硬さ、ロックウェル硬さを測定する場合に、表面の粗さがどのように各硬さの測定値に影響を及ぼすのかについて研究している。町田周郎^{(17)~(19)}は、ショア硬さ、ビッカース硬さにおいて、試料表面および裏面の粗さが硬さ値に及ぼす影響について評価し、測定される硬さ値が表面の粗さの影響を受けない試料表面の限界粗さ(最大高さ)の範囲を明らかにしている。

図1-1に、従来の研究と本研究が対象としている押し込み荷重の荷重領域について示す。表面粗さを考慮した従来の研究においては、比較的高押し込み荷重が大きいために、硬さの値に多少影響を及ぼすとして結論しているが、従来からの微小硬さの荷重領域においては、表面粗さを考慮した報告は無く、しかも、本研究が対象としているより荷重領域の微小な領域における研究は皆無である。なお、超微小荷重領域を対象とした硬さ等の研究については、長島伸夫、松岡三郎、宮原健介⁽²⁰⁾がAFM技術によって超微小硬さ測定を行い、いくつかの新たな知見を得た。宮原健介、松岡三郎、長島伸夫、三島周三⁽²¹⁾がAFMを基にした超微小硬さ試験機を開発し、AFM Tipを使用して硬さ測定を行っている。この試験機を用いて、松岡三郎、宮原健介、長島伸夫、田中紘一⁽²²⁾はガラス、シリコン等の硬さ試験を行い、ナノ領域において弾性常数や降伏応力の測定を行っている。これに関連して宮原健介、松岡三郎、長島伸夫⁽²³⁾はタングステン単結晶や微小セメ

ンタイト粒子の超微小硬さ試験を、また、長島伸夫、宮原健介、松岡三郎⁽²⁴⁾は微小セメントタイト粒子を試料として特定な微小領域における硬さ試験が可能であることを示している。

解析的には、J.N.Greenwood and J.B.P.Williamson⁽²⁵⁾やJ.N.Greenwood and J.H.Tripp⁽²⁶⁾は、弾性接触問題に関してモデルを提唱し、積極的に解析を行っている。また、田中紘一、古口日出男⁽²⁷⁾は、軸対称圧子の半無限体押し込みの解析と有限要素法の解について詳細に検討を加えている。以上に示した研究においては、比較的高押し込み荷重の場合であり、圧子を押し込むことによって表面の粗さが十分に押し潰されて塑性変形するために、評価の段階では表面粗さを定量的に考慮していない。これに対して、超微小硬さ試験の場合には、押し込み荷重が通常行われている各種硬さ試験と比較してより微小であるために、圧子によって試験面に形成されるくぼみも非常に小さいことが多く、それを同定することが非常に困難な場合が多い^{(28)~(30)}。このくぼみを同定することが難しい最大の理由は、試料の試験面には必ず粗さ(表面粗さ)が存在しているからであり、そのためにくぼみを鮮明に確認することができないためである。このために前述したように超微小硬さ試験の場合には押し込み荷重と圧子の押し込み深さとの関係を連続的な時系列データとして測定し評価を行っているが、押し込み荷重がより微小な荷重になると、くぼみがより小さくなることから表面粗さの影響が必然的により大きくなると考えられる。しかしながら現行の超微小硬さ試験では、その評価の段階で表面粗さを考慮していないのが現状である。

本論文では、次節に示す内容により、超微小硬さ試験において、表面粗さを考慮に入れた評価方法の確立が重要な課題となっている現状を踏まえて、まず、すべての面に必ず存在する表面粗さが超微小硬さ特性にどのような影響を及ぼすのかについて実験的見地から明確にする。続いて、圧子先端の曲率半径が超微小硬さ特性にどのような影響を及ぼすのかについて同様に実験的見地から明確にする。また、超微小硬さ試験が工業的に今後どのような役割を果たせるのかについても実用面での事例^{(31)~(36)}を挙げ、その重要性についても明確にする。

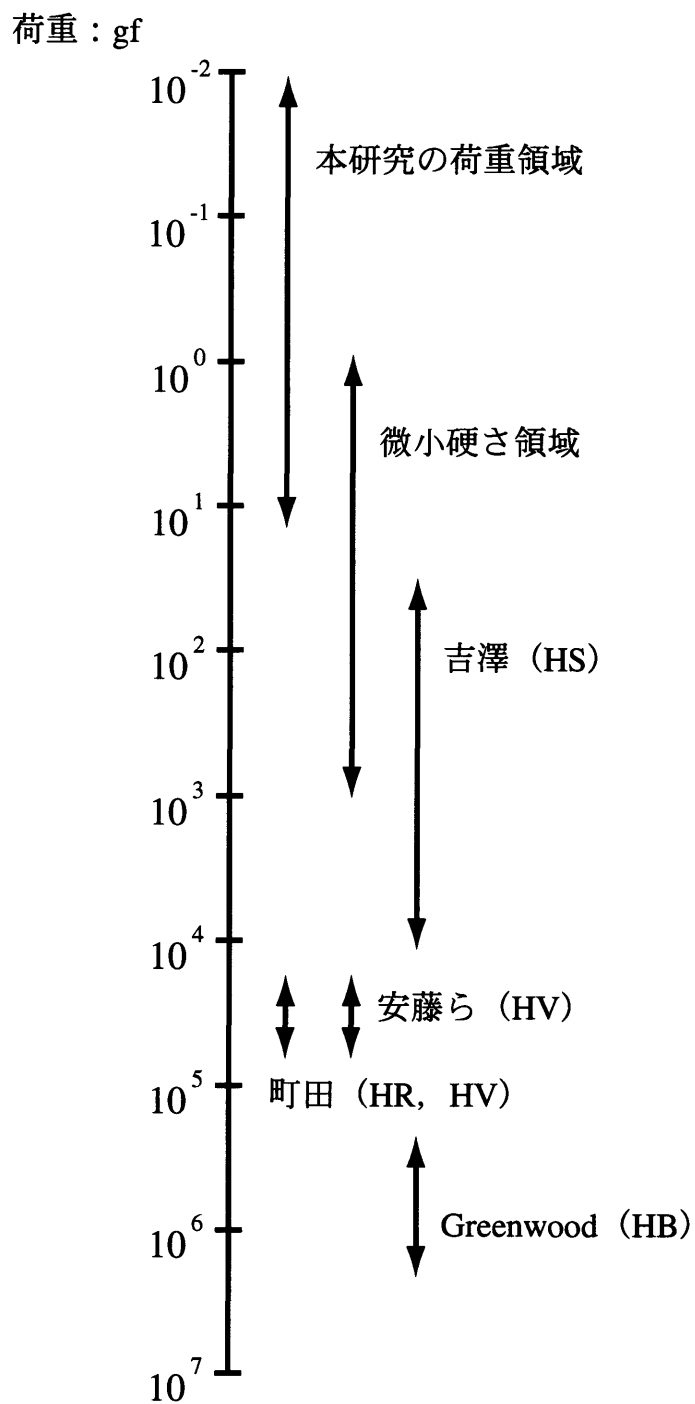


図1-1 本研究と従来の研究の対象とする荷重領域

1.3 本論文の構成

本論文は、「超微小硬さ値に及ぼす表面粗さおよび圧子先端形状の影響」と題して、以下に示す全6章から構成される。

第1章では、「序論」と題して、超微小硬さに関する従来からの研究と超微小硬さ試験に関する問題点について概説し、超微小硬さ試験において表面粗さを考慮することの重要性について述べる。また、本研究の目的と本論文の構成について述べる。

第2章では、「実験」と題して、2.1節では緒言を述べる。2.2節では超微小硬さ試験装置および試験方法について、試験装置については詳細な仕様を、試験方法については従来の方法に加えて問題点について明らかにする。2.3節では試料について詳細に述べる。基材 (Fe) について、表面粗さについて詳細な測定を行い、基礎データとして示し、併せてSEM写真を示す。また、化学成分分析結果についても示す。

第3章では、「表面粗さを考慮した超微小硬さ評価」と題して、3.1節では緒言を述べる。3.2節では従来からの研究から得られた種々の結果と考察について述べる。3.3節では表面粗さを考慮した場合の実験結果を示し、考察を加える。3.4節では圧子先端の曲率半径を考慮した場合の実験結果を示し、考察を加える。3.5節では以上の結果および考察を踏まえて、小結として述べる。

第4章では、「接触面の表面粗さを考慮した解析による検討とその妥当性」と題して、4.1節では緒言を述べる。4.2節では解析に関する従来からの研究について述べ、従来からの解析に関する問題点と硬さ値の決定法について述べる。4.3節では表面粗さを考慮した場合の弾性解析について、解析モデル、解析方法と解析結果を示し、検討および考察を述べる。4.4節では以上の点を踏まえて、超微小硬さ試験法への提案について述べる。4.5節では以上の結果および考察を踏まえて、小結として述べる。

第5章では、「超微小硬さの実用面への応用」と題して、5.1節では近年技術的な開発が進んでいるセラミックコーティングの硬質薄膜の中でも工業的に切削工具等に多用されているTiNコーティング膜を対象として、膜厚さの違い⁽³²⁾や圧子先端の形状の違いが超微小硬さ特性に及ぼす影響⁽³³⁾について詳細に検討を

加える. 5.2節ではナットの強度を検討する場合には, 従来から実施されているナット端面だけのロックウェル硬さ試験では強度評価には不十分であり, ナットの強度評価にはねじ山による評価が必要不可欠という認識のもとに, ナットのねじ山の断面に注目し, ねじ山の断面の超微小硬さ分布を詳細に測定^{(34)~(36)}し, 締め付け強度と硬さとの関係を明らかにし, 現行の日本工業規格による評価では不十分であり, 超微小硬さがナットの強度評価には有効であることを示す.

第6章では, 「結論」と題して, 以上の成果を総括する.

1.4 従来の硬さ試験

本節では、従来から行われている各種の硬さ試験について述べる。

硬さ試験方法は従来から多くの種類が考案されているが、各々の硬さの定義について統一されているとは言い難いのが現状である。従来型の硬さ試験を大別すると以下に示す3種類⁽¹⁾に分類できる。

1) 静的な硬さ試験

この試験は現在では最も多く行われている試験方法で歴史も古く、実験的な面に加えて、特に理論的な面から多くの研究が行われている方法である。試料表面に剛体に近い圧子を押し込む場合の変形に対する抵抗(変形抵抗)の大きさを定量的に表すことによって硬さを表す。

2) 動的な硬さ試験

この試験は試料表面に剛体に近い圧子を動的(衝撃的)に押し込む場合の変形に対する抵抗の大きさや圧子の反発(試験面上に一定の高さからハンマを落下させた時のハンマの跳ね上がり)から定量的に硬さを表す。

3) 引っ掻きによる硬さ試験

この試験は試料表面を剛体に近い針によって引っ掻いた場合に試料表面についた引っ掻き傷のつき方(傷の深さ、幅等)によって定量的に硬さを表す。

上述のように従来型の硬さ試験法には測定方法、評価方法等に各々特徴があり、また対象となる試料も異なることから統一的な硬さ値というものを設定することが難しい。これを踏まえて国内においては、工業的な硬さ試験方法としてブリネル硬さ試験、ビッカース硬さ試験(ヌープ硬さ試験を含む)、ロックウェル硬さ試験(ロックウェルスーパーフィシヤル硬さ試験を含む)、ショア硬さ試験の4種類の硬さ試験が日本工業規格の規格として制定されている。以下にこれら代表的な硬さ試験方法について、その概要を示す。

1.4.1 ブリネル硬さ (Brinell Hardness) 試験 ⁽¹⁾ (37)

ブリネル硬さ試験は、1900年にSwedenの鉄鋼会社の技師であったJ.A.Brinellによって「Ein Verfahren zur Harte bestimmung nebst einigen Anwendungen desselben, Banmeterialienkunde」Vol. 5 (1900) に発表された試験方法で、同年に同氏によって硬さ試験機が考案された。その後相次いで各種の硬さ試験方法が考案され、利用されるようになった。

ブリネル硬さは、鋼球圧子を用いて試料の試験面に圧子を押込み、球分のくぼみをつけた時の押込み荷重を、永久くぼみの直径から求めたくぼみの表面積で除した商の値で表すもので、ブリネル硬さ HB は次式によって算出する。

$$HB = P / A \quad (\text{kgf/cm}^2)$$

ここで、 P は押込み荷重、 A は圧子を試料の試験面に押込むことによって形成されるくぼみの表面積で、これは、最大押込み荷重時の試料表面と球圧子との接触している面積である。

1.4.2 ビッカース硬さ (Vickers Hardness) 試験 ⁽¹⁾ (38)

(ヌープ硬さ (Knoop Hardness) 試験)

ビッカース硬さ試験は、1922年にUnited Kingdom のR.I.SmithとG.E.Standlandによって「An Accurate Method of Determing Hardness of Metals with Particular Reference to those of a High Degree of Hardness」: Proc. Inst. Mech. Engrs, Part 1 に発表された試験方法で、この試験方法には他の試験方法には見られない2つの特徴を有している。その1つは、均質な材料に対しては負荷荷重の大小に無関係に一定の値の硬さ値が得られること、他の1つは、非常に硬い材料から非常に柔らかい材料まで広範囲に渡って同一の尺度で硬さ値が得られることである。これらの特徴を有するために広く工業的に利用されている。

ビッカース硬さは、対角面が 136° のダイヤモンド四角すい圧子を用いて試料の試験面に圧子を押込み、試験面にピラミッド形のくぼみを付けた時の押込み荷重を、永久くぼみの対角線の長さから求めた表面積で除した商の値で表すもので、ビッカース硬さ HV は次式によって算出する。

$$HV = 0.102 F/S = 0.102 \{2F \sin(\theta/2)\} / d^2 = 0.1891 F/d^2$$

ここで、 F は試験荷重 (N)、 S はくぼみの表面積 (mm^2)、 d はくぼみの対角線長さの平均 (mm)、 θ はダイヤモンド圧子の対角面である。

ヌープ硬さ試験^{(1) (39)}は、対稜角が 172.5° および 130° の横断面が菱形のダイヤモンド四角すい圧子を用いて、試料の試験面にくぼみを付けた時の試験荷重と、くぼみの長い方の対角線長さから求めた投影面積とから、ヌープ硬さ HK は次式によって算出する。

$$HK = 0.102 F/A = 0.102 F/cd^2 = 1.451 F/d^2$$

ここで、 F は試験荷重 (N)、 A はくぼみの投影面積 (mm^2)、 c は圧子定数 (d から A を求める定数)、 d はくぼみの長い方の対角線の長さ (mm) である。

1.4.3 ロックウェル硬さ (Rockwell Hardness) 試験^{(1) (40)}

(ロックウェルスーパーフィシャル (Rockwell superficial Hardness) 硬さ試験)

ロックウェル硬さ試験は、1919年に United States of America の Stanley P. Rockwellによって考案された試験方法で、これは、1922年に「The Testing of Metals for Hardness」: Trans. of American Society for Steel Treating, Vol.2 に発表され、その後 Charles H. Wilson によって実用化され、広く利用されるようになった。

ロックウェル硬さ試験は、数種類のスケールによって構成されているが、特にBスケールとCスケールについては日本工業規格で次のように定義されている。すなわち、指定されたダイヤモンド圧子または球圧子を用いて、まず初荷重(基準荷重)を負荷し、その直後に試験荷重を負荷し、再度初荷重に戻した時、前後2回の初荷重における圧子の侵入深さの差から求めた硬さのことである。ロックウェル硬さ HR には9種類のスケールがあるが、先端の曲率半径が 0.2mm で円すい角が 120° のダイヤモンド圧子を使用した場合には次式によって算出する。

$$HR = 100 - 0.5h$$

また、鋼球または超硬合金球を圧子として使用した場合には次式によって算出する。

$$HR = 130 - 0.5h$$

ここで、 h は初荷重の負荷位置からの圧子取付軸の変位 (μm) である。

ロックウェルスーパーフィシャル硬さ試験⁽¹⁾⁽³⁹⁾は、1920年から1930年にかけて発達した窒化による鋼の表面硬化法において、硬化層の硬さを測定する目的で考案された試験方法で、ロックウェル硬さ試験では測定が困難な薄板や薄い表面層の硬さ測定に適しており、特に初荷重が3kgfの場合を言う。ロックウェルスーパーフィシャル硬さ試験は、ロックウェル硬さ試験と同様に6種類のスケールがあり、圧子の種類によらずロックウェルスーパーフィシャル硬さHRは次式によって算出する。

$$HR = 100 - h$$

ここで、 h は初荷重の負荷位置からの圧子取付軸の変位 (μm) である。

1.4.4 ショア硬さ (Shore Hardness) 試験⁽¹⁾⁽⁴¹⁾

ショア硬さ試験は、1906年に United States of America の A.F.Shore によって考案された試験方法で、これまで述べた試験方法とは全く異なった試験方法で、いわゆる動的な硬さ試験に属する試験方法である。

ショア硬さとは、一定の形状と重量を有するダイヤモンドハンマーを一定の高さから試料の試験面に垂直に落下させた時のダイヤモンドハンマーの跳ね上がりの高さを硬さの尺度とする方法で、ショア硬さHSは次式によって算出する。

$$HS = k (h/h_0)$$

ここで、 h_0 はダイヤモンドハンマーの落下の高さ、 h は跳ね上がりの高さ、 k はショア硬さとするための係数である。

1.5 超微小硬さ試験^{(28) (29)}

従来型の硬さ試験が、試料の試験面に圧子を設定荷重で押し込み、荷重を除荷した後に形成されたくぼみを具備の光学顕微鏡によって直接観察し、くぼみの対角線長さを測定することによってくぼみの大きさを決定することにより、硬さの評価を行っている。しかし、薄膜や最表面、微小な領域等々を評価する場合には、マイクロビッカース硬さ試験のような従来から採用されている押し込み荷重が数十gfの押し込み荷重では薄膜だけを評価することは非常に難しく、基材をも含めた形での薄膜の評価を行っていることになる。また、脆性材料を対象とした硬さ試験では、押し込み荷重が大きな場合にはくぼみの先端から生じる微小なき裂（クラック）によってくぼみ測定に誤差が生じる問題も起こる。これらを解決するためには、押し込み荷重を従来型の硬さ試験と比較してより微小にする必要があるが、そのために必然的にくぼみも小さくなる。一般的に超微小硬さ試験の場合には、押し込み荷重が10gf以下の場合を想定しているが、押し込み荷重が超微小になると、比較的柔らかい試料であってもくぼみの対角線長さが1μm以下になる場合もあり、くぼみを光学顕微鏡で観察し評価するためには精度の点で限界がある。そのために、超微小硬さ試験では、押し込み荷重と圧子の押し込み深さとの関係を連続的に測定して評価する方法を採用して硬さ評価を行っている。この方法の利点は、設定した押し込み荷重（最大押し込み荷重）に到達するまでの押し込み荷重と圧子の押し込み深さとの関係を時系列データとして測定するために、試料の深さ方向の硬さ分布を知ることができる点が挙げられる。また、縦弾性係数（ヤング率）についても除荷の過程（除荷開始直後のほぼ弾性的な挙動に限定される部分）における押し込み荷重と圧子の押し込み深さとの関係から求めることが可能である。

超微小硬さ（Nanoindentation Hardness : HN ）は、次式によって算出する。

$$HN = 3.8584 P/h^2$$

ここで、 P は押し込み荷重（mgf）、 h は圧子の押し込み深さ（μm）である。図1-2に、押し込み荷重と圧子の押し込み深さとの関係の一例を示す。縦軸が押し込み荷重、横軸が圧子の押し込み深さである。また、塑性変形量、弾性変形量、総変形量（最大押し込み深さ量）等についても明確に分かる。図中のゼロ点（原点）は、圧子を降下させて圧子先端が試料の試験面に接して、そこを表面として検出した状態で

ある。その後、一定速度で押し込み荷重が初期の設定荷重まで徐々に負荷される（これは通常、負荷過程と呼ばれている）。押し込み荷重の増加とともに圧子の押し込み深さも増加し、押し込み荷重が設定荷重に到達した時点で、圧子の押し込み深さは最大（これは通常、最大押し込み深さ量と呼ばれている）になる。この時点から、ある一定時間（これは通常、荷重保持時間と呼ばれている）押し込み荷重を保持する。保持した後、一定速度で押し込み荷重を初期のゼロの状態まで徐々に除荷させ（これは通常、除荷過程と呼ばれている）、押し込み荷重がゼロとなった時点で試験を終了とする。図1-2に示すような試験結果から $dt (=h)$ を測定し、その値を前記の式に代入することによって、超微小硬さが求められる。

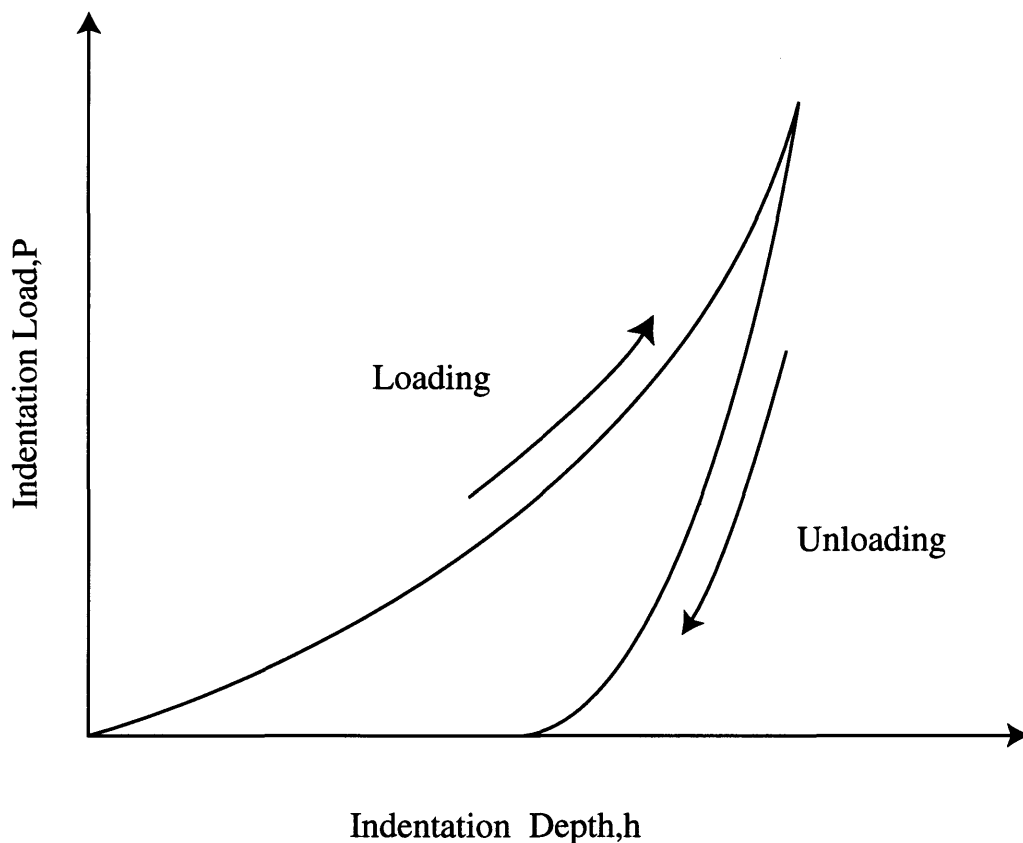


図1-2 押し込み荷重と圧子の押し込み深さとの関係の一例

参考文献

- (1) 吉澤武男編著：硬さ試験法とその応用，(1967) 裳華房。
- (2) D.TABOR：*The Hardness of Metals*, (1951), Oxford University Press, London
- (3) The Japanese Society of Tribologists, (1992), *Proceeding of the 1st International Workshop on Microtribology*.
- (4) (社)精密工学会編：スーパーコーティング，(1992) 大河出版
- (5) 日本工業規格：微小硬さ試験機 (JIS B 7734-1991)
- (6) Y.TSUKAMOTO, H.YAMAGUCHI and YANAGISAWA: *Thin Solid Films*, 154 (1987) 171.
- (7) J. B. Pethica, R. Hutchings and W. C. Oliver, *Phil. Mag. A*, 48 (1983) 593.
- (8) P. J. Burnett and D. S. Rickerby: *Surface Engineering*, 3 (1987) 69.
- (9) M. F. Doemer and W. D. Nix: *J. Mater. Res.*, 1 (1986) 601.
- (10) B. Lawn and R. Wilshaw: *J. Mater. Science*, 10c, 1049.
- (11) J. N. Greenwood: *Metal Industry*, 12 (1918) 381.
- (12) H. M. German: *Trans. of American Society for Steel Treating*, 4, (1923) 329.
- (13) 佐藤健児：ラップ剤の切削作用について（第1報）：精密機械（精密学会誌）14-9, 10 (1948) 9.
- (14) 吉澤武男：ショア硬さの測定について：日本機械学会誌 第54巻 392 (1951) 26.
- (15) 安藤善司：硬度測定値に及ぼす表面粗さの影響（第1報）：精密機械（精密学会誌）18-4 (1952) 19.
- (16) 安藤善司，加藤容三：硬度測定値に及ぼす表面粗さの影響（第2報）：精密機械（精密学会誌）19-6 (1953) 12.
- (17) 町田周郎：ショア硬さ測定値に及ぼす各種の影響に関する研究（第11報，試料表面および裏面のあらさが及ぼす影響）：日本機械学会論文集（第1部）25巻 151号（昭和34.3）207.
- (18) 町田周郎：試料表面および裏面のあらさがロックウェルかたさに及ぼす影響：日本機械学会論文集（第1部）26-164 (1960) 578.
- (19) 町田周郎：試料表面および裏面のあらさがピッカースかたさに及ぼす影

- 響：日本機械学会論文集（第1部）26-161（1960）151.
- (20) 長島伸夫, 松岡三郎, 宮原健介: AFM技術による微小硬さ測定, 日本機械学会論文集, 61-582, A (1995) 416.
- (21) 宮原健介, 松岡三郎, 長島伸夫, 三島周三: 原子間力顕微鏡を基にした超微小硬さ試験機の開発, 日本機械学会論文集, 61-590, A (1995) 2321.
- (22) 松岡三郎, 宮原健介, 長島伸夫, 田中紘一: AFM超微小硬さ試験機による弾性常数と降伏応力の測定, 日本機械学会論文集, 62-598, A (1996) 1432.
- (23) 宮原健介, 松岡三郎, 長島伸夫: タングステン単結晶(001)面における超微小硬さ試験, 日本機械学会論文集, 63-614, A (1997) 2220.
- (24) 長島伸夫, 宮原健介, 松岡三郎: 微小セメントタイト粒子のAFM超微小硬さ試験, 日本機械学会論文集, 64-618, A (1998) 536.
- (25) J. A. Greenwood and J. B. P. Williamson: The Contact of Nominally Flat Surfaces: *Proc. Roy. Soc. Lond.*, A 295 (1966) 300.
- (26) J. A. Greenwood and J. H. Tripp: The Elastic Contact of Rough Spheres: *Trans. ASME, J. Appl. Mechanics*, 34 (1966) 153.
- (27) 田中紘一, 古口日出男: ナノインデンテーションの弾性力学: トライボロジスト, 40-3 (1995) 193.
- (28) 加藤孝久, 福田勝己: AFM, SEMの微小硬さ試験への応用: トライボロジスト, 40-3 (1995) 211.
- (29) 福田勝己: ダイヤモンドをよく知るために—評価法(18): ナノインデンテーション: *NEW DIAMOND* (オーム社), 13-4 (1997) 41.
- (30) 福田勝己: 超微小硬さ試験: 材料試験技術, 43-1 (1998) 11.
- (31) 福田勝己, 加藤孝久: TiN膜の超微小硬さ: 日本機械学会機素潤滑設計部門100周年記念講演会講演論文集 (1997) 656.
- (32) 福田勝己, 加藤孝久: TiN膜/鋼基材の超微小硬さに及ぼす膜厚さの影響: 日本機械学会創立100周年・九州支部創立50周年記念講演会講演論文集, 978-2, (1997) 356.
- (33) 福田勝己, 加藤孝久: TiN膜の超微小硬さに及ぼす圧子先端形状の影響: 日本機械学会第76期全国大会講演論文集(V), 98-3, (1998) 187.

- (34) 小林光男, 福田勝己, 佐々木武三, 坂口雅昭, 丹羽直毅, 北郷 薫:
超微小硬さによるナットの強度評価: 日本機械学会創立100周年・九州支部創立50周年記念講演会講演論文集, 978-2 (1997) 354.
- (35) 小林光男, 福田勝己, 植松卓彦, 佐々木武三, 富永敏文, 北郷 薫:
超微小硬さによるボルトの強度評価: 日本機械学会第76期全国大会講演論文集 (V), 98-3 (1998) 213.
- (36) 小林光男, 福田勝己, 植松卓彦, 佐々木武三, 北郷 薫: 精密工学会誌掲載決定
- (37) 日本工業規格: ブリネル硬さ試験方法 (JIS Z 2243-1992)
- (38) 日本工業規格: ビッカース硬さ試験方法 (JIS Z 2244-1992)
- (39) 日本工業規格: ヌープ硬さ試験方法 (JIS Z 2251-1992)
- (40) 日本工業規格: ロックウェル硬さ試験方法 (JIS Z 2245-1992)
- (41) 日本工業規格: ショア硬さ試験方法 (JIS Z 2246-1992)

第 2 章 実験

2.1 緒言

超微小硬さ試験は、従来の硬さ試験と比較して、試験環境の良否が測定結果に大きな影響を及ぼす。特に、押し込み荷重が微小になると周囲の雑音や振動、熱、空気の流れ等は、押し込み荷重の安定性に影響を及ぼすことになる。そのために、超微小硬さ試験機は除震台上に設置され、試験機の周囲をカバーで覆う等の処置が施されている。このような試験環境における測定において、安定した信頼性の高いデータが測定可能となる。

本章では、より安定した信頼性の高いデータを得るために選定した試験装置の詳細とその試験方法について述べる。次に、硬さ測定の重要な部分である圧子については、圧子先端の電子顕微鏡写真を示し、圧子の先端形状を明らかにする。また、試験試料については、その表面粗さ曲線を示し、試験試料の表面状態を明らかにする。

2.2 試験装置と試験方法

本節では、本実験において使用した試験装置とその試験方法について述べる。

2.2.1 試験装置⁽¹⁾

図2-1に、本実験で使用した超微小押し込み硬さ試験機(株式会社エリオニクス製:ENT-1100)の概観を示す。この試験機の設定可能な押し込み荷重の範囲は、最小荷重10mgfから最大荷重100gfまでで、また、押し込み深さは、測定分解能が0.3nmの高分解能静電容量式変位計により直接測定する。この試験機は、圧子を超微小な負荷荷重で試料表面に押し込み、その時の押し込み荷重と圧子の侵入深さ(押し込み深さ)とを連続的に測定することにより、試料表面の押し込み硬さ特性を評価する装置である。なお、本試験装置は共振周波数が0.5Hzの高性能防振台に搭載されており、通常の試験環境における振動の影響は無いものと考えて測定データを処理する。表2-1に、超微小押し込み硬さ試験機の詳細な仕様を示す。ま

た、超微小硬さ試験においては、どこが表面であるかを特定することが重要であるが、本試験装置においては、表面検出の方法としては、圧子の降下速度を測定し、その速度が1/2となった時点を表面として押し込み深さの基準(原点)としている。

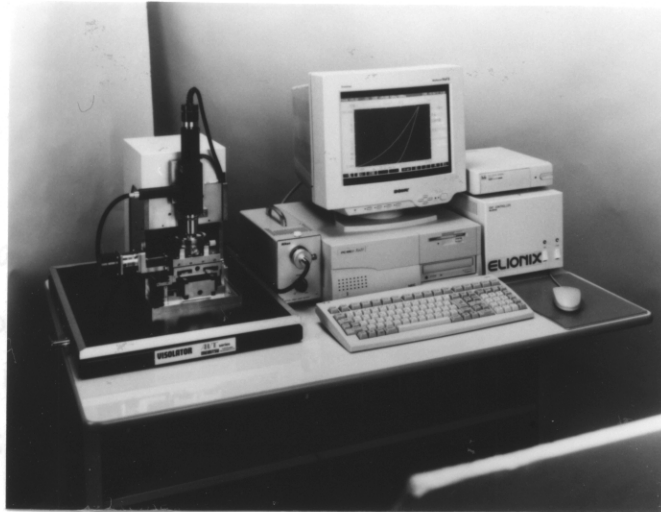


図2-1 超微小押し込み硬さ試験機の概観

表2-1 超微小硬さ試験機の仕様

荷重系	荷重範囲：9 μ N(10mgf)～980mN(100gf) 荷重制御：電磁力式制御 最小荷重ステップ：20nN (\approx 20 μ gf)
圧子変位測定系	試験範囲：0～20 μ m 試験分解能：0.3nm 試験方式：静電容量式変位計
圧子	三角すい圧子：稜間角 115度
光学系	対物レンズ：20倍 眼部：CCDカメラ モニター部：パソコンCRTと併用
試験台部	最大試料サイズ： ϕ 50・3.5mm 移動量：X,Y:50mm 1 μ m/ステップ Z:5mm 0.1 μ m/ステップ 測定位置決め精度：4 μ m (X,Y) 制御：5相ステップモータ 試験点数設定：100点
防振台	高精度バネ式防振台：0.5Hz防振台 垂直・水平方式：固有振動数 0.5Hz 振動伝達率：空気バネ式の1/40～1/100

2.2.2 圧子

走査型電子顕微鏡（株式会社エリオニクス製：ERA-8000）によって撮影した本実験で使用した圧子（稜間角度 $\theta = 115^\circ$ のダイヤモンド三角すい圧子で通常 Berkovich 圧子と呼ばれている）の概観を示す。図2-2には、圧子全体の概観を示す。図2-3には、未使用の理想的な形状に近い圧子（圧子の稜間角度が 115° の正三角すい）から考えると、圧子の中心軸方向にほとんど摩耗していないもの（以下、sharp tip と称し、結果の図中では sharp tip として示す）を、図2-4には、かなりの頻度で使用した圧子で、圧子の中心軸方向に約40nm摩耗したもの（以下、round tip と称し、結果の図中では round tip として示す）を示す。この観察より、未使用の圧子と使用済みの圧子とは、その表面が非常に異なっていることが分かる。

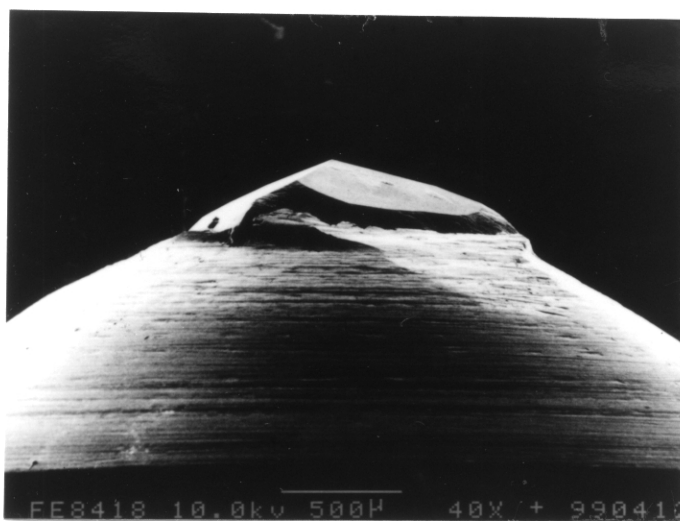


図2-2 圧子全体の概観のSEM写真

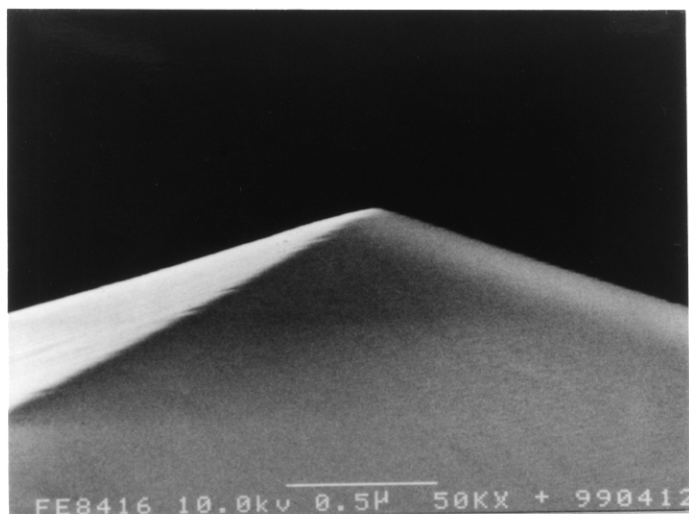


図2-3 未使用の理想的な形状に近い圧子先端のSEM写真

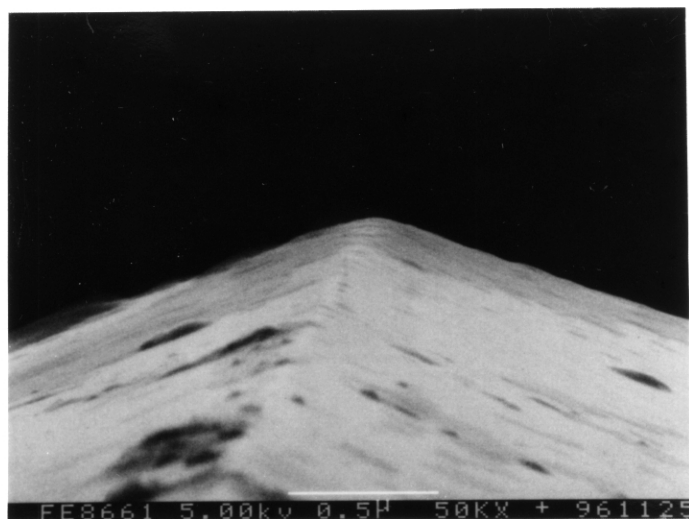


図2-4 かなりの頻度で使用した圧子先端のSEM写真

図2-5, 図2-6に, 圧子先端形状を模式的に示す. 図2-5には未使用の理想的な形状に近い圧子先端を, 図2-6にはかなりの頻度で使用した圧子先端を示す.

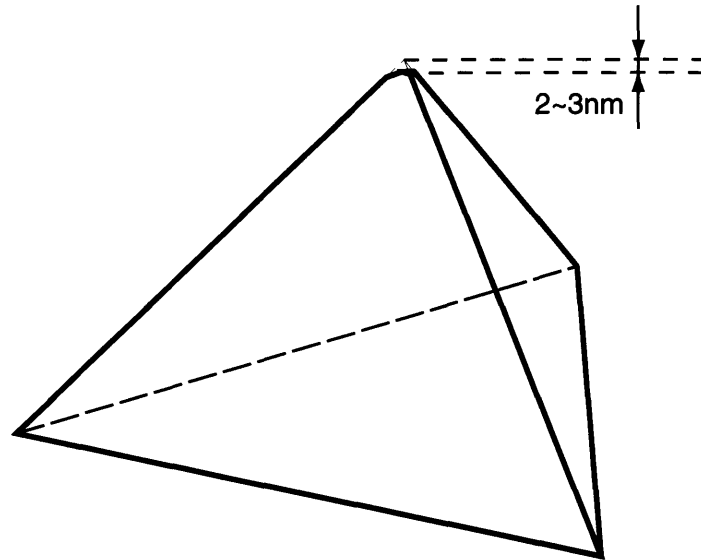


図2-5 模式的に表した未使用の理想的な形状に近い圧子先端

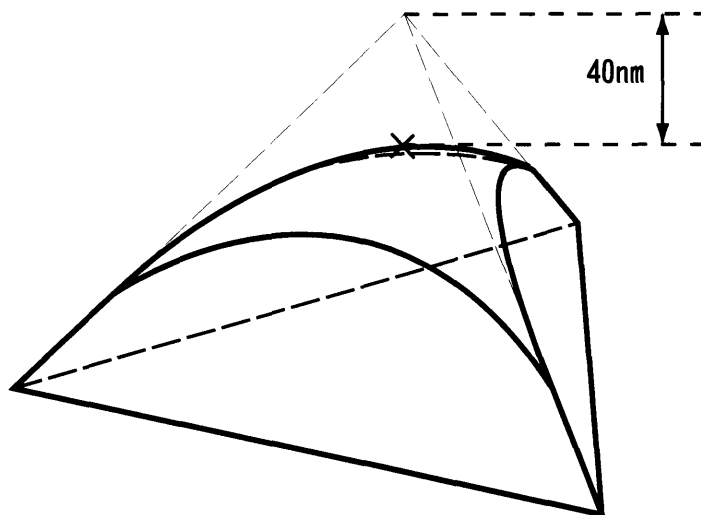


図2-6 模式的に表したかなりの頻度で使用した圧子先端

2.2.3 試験方法

試験方法は、まず事前に設定した押し込み荷重によって圧子を試験面（試験面は、試料表面に各種（80番から2000番までの10段階、但し光沢面は除く）のサンドペーパーによって粗さを施し、その面を試験面として測定を実施した）に押し込む。押し込み時の荷重負荷時間は、各押し込み荷重に対して全ての試験において10秒とし、押し込み荷重を負荷した状態で1秒保持し、その後10秒間で除荷して1回の試験を終了とする。その後、同様の測定を1実験条件について10回の硬さ測定を実施した。

本試験では、超微小硬さに及ぼす押し込み荷重依存性についても検討を加えるために、押し込み荷重は可能な限り広範囲に設定した。ここでは、最小押し込み荷重を0.01gf（10mgf）から最大押し込み荷重を10gfまでとし、その間の8段階（0.01gf, 0.05gf, 0.1gf, 0.5gf, 1gf, 2gf, 5gf, 10gf）とした。また、試験時の雰囲気環境温度は室温（本試験時においては $28 \pm 1^{\circ}\text{C}$ ）とした。

2.3 試料

本節では、本実験において使用した試料について、表面粗さ、化学成分等を示し概説する。

2.3.1 基材の表面粗さ曲線

本実験で使用した基材は、直径10mm、厚さ5mmの円柱形状である。その端面を2000番のサンドペーパー上で基材表面の研削痕や引っ掻き傷等がほとんど無くなる状態まで研磨し、その後、ダイヤモンドパウダーにより研磨し、基材の表面を鏡面とした。本実験で使用した試料は、この鏡面に仕上げた面を、各種のサンドペーパー上で研磨を施すことにより表面粗さを有する面を形成した。表面粗さを有する面を形成する際に使用したサンドペーパーは日研株式会社製で、80番から2000番までの10段階とした。

図2-7から図2-17に、試料（供試材）の基礎データとして測定した表面の表面粗さ曲線を示す。ここに示した各試料の代表的な表面粗さ曲線は、各試料ともランダムな方向に30回の測定を行い、算術平均粗さ R_a ^{注)} の算術平均値を求め、その値に最も近い R_a を有する表面粗さ曲線を各試料の代表的な表面粗さ曲線とした。なお、本論文においては、表面粗さは一般的に広く用いられている算術平均粗さ R_a によって表記する。図2-7に、各試料の基材である鏡面状態の場合の表面粗さ曲線を示す。また、図2-8から図2-17に、各試料の表面粗さ曲線を算術平均粗さ R_a の小さな順に示す。各図とも、縦倍率は2000倍、横倍率は100倍、基準長さは0.8mmである。

注) 算術平均粗さ R_a は、粗さ曲線からその平均線の方に基準長さだけを抜き取り、この抜き取り部分の平行線の方に X 軸を、縦倍率の方に Y 軸を取り、粗さ曲線を $y=f(x)$ で表したときに、次の式によって求められる値をマイクロメートル (μm) で表したものをいう。ここで、 l は基準長さである。

$$R_a = \frac{1}{l} \int_0^l |f(x)| dx$$

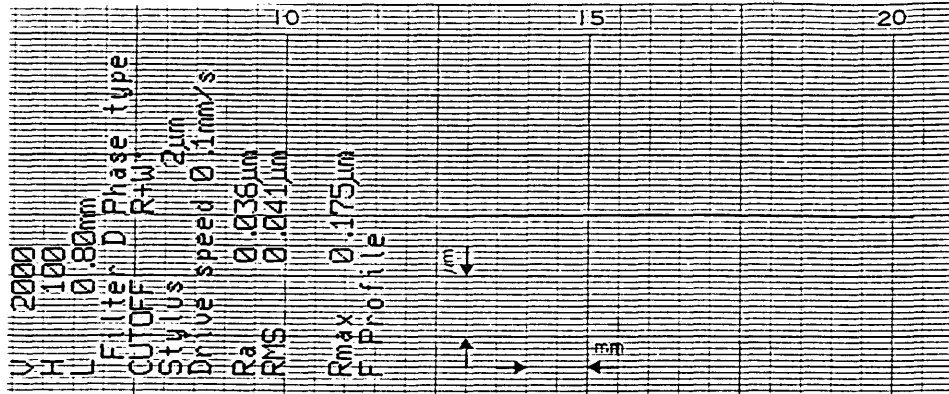


図2-7 鏡面状態の表面粗さ曲線 (算術平均粗さ $R_a = 0.036 \mu m$)

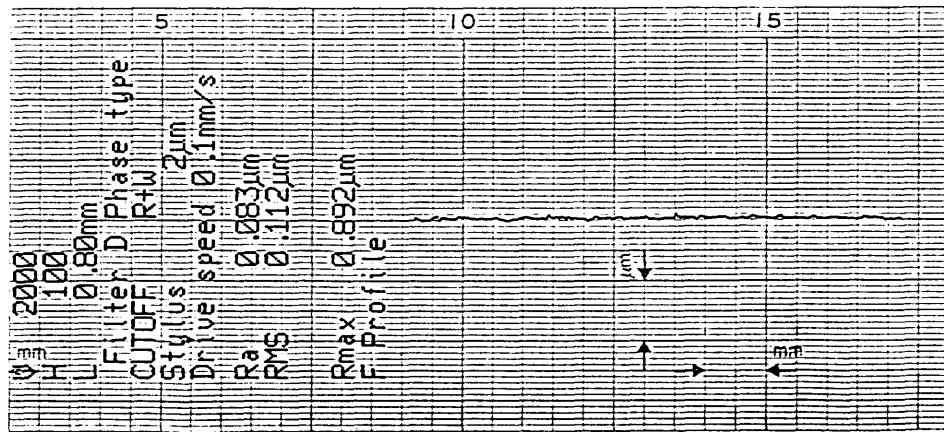


図2-8 表面粗さ曲線 (算術平均粗さ $R_a = 0.083 \mu m$)

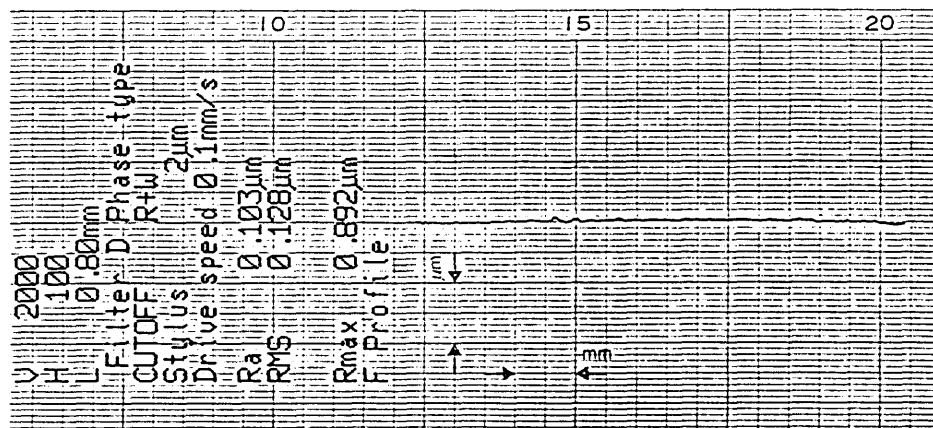


図2-9 表面粗さ曲線 (算術平均粗さ $R_a = 0.103 \mu m$)

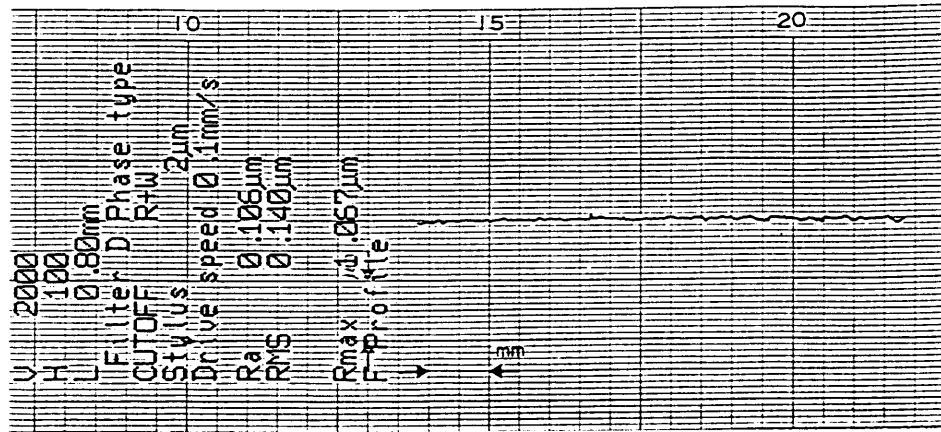


図 2-10 表面粗さ曲線 (算術平均粗さ $R_a = 0.106 \mu m$)

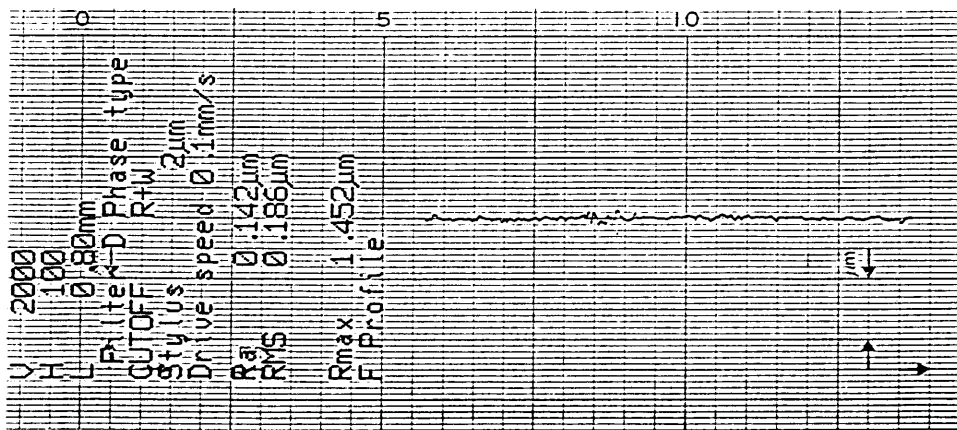


図 2-11 表面粗さ曲線 (算術平均粗さ $R_a = 0.142 \mu m$)

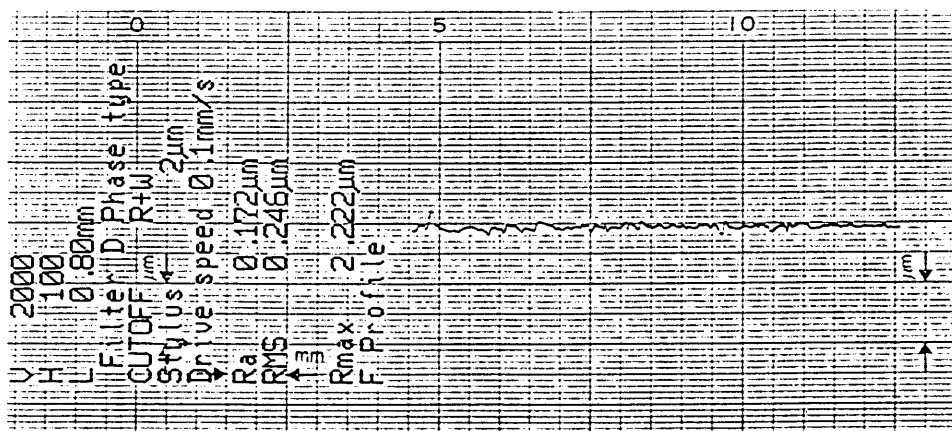


図 2-12 表面粗さ曲線 (算術平均粗さ $R_a = 0.172 \mu m$)

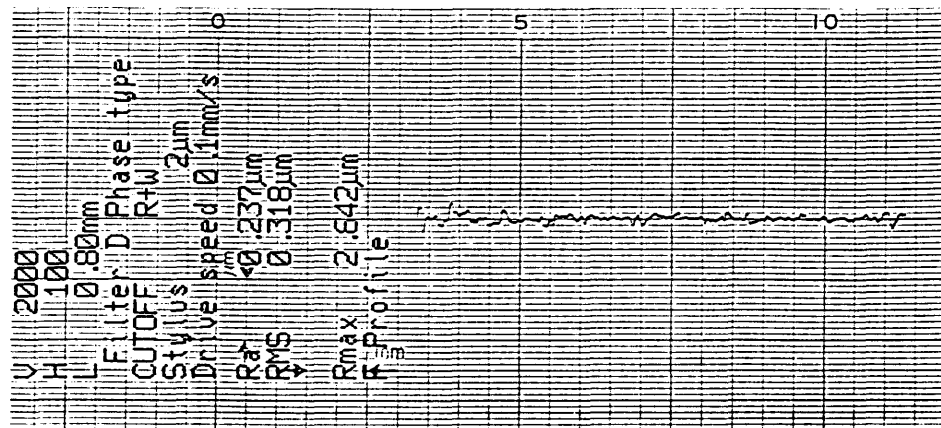


図2-13 表面粗さ曲線 (算術平均粗さ $R_a = 0.237 \mu m$)

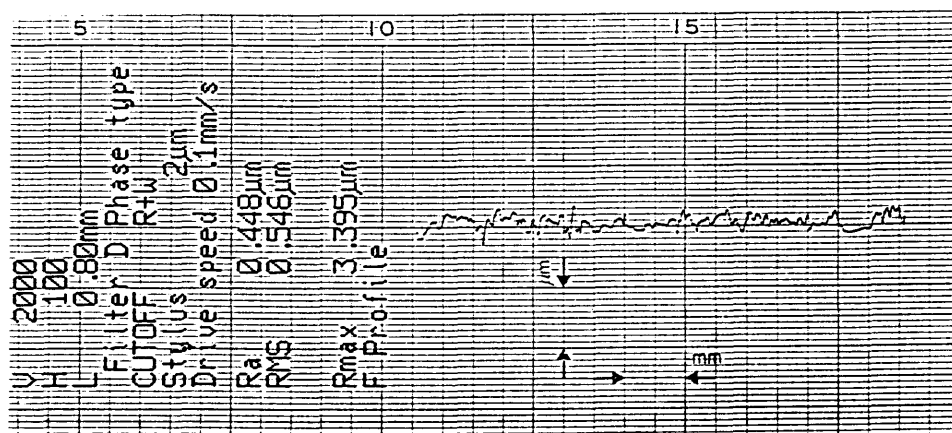


図2-14 表面粗さ曲線 (算術平均粗さ $R_a = 0.448 \mu m$)

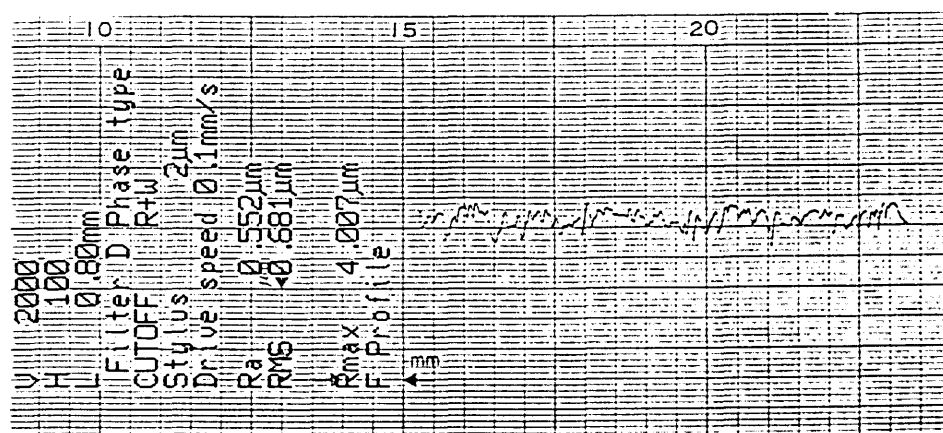


図2-15 表面粗さ曲線 (算術平均粗さ $R_a = 0.552 \mu m$)

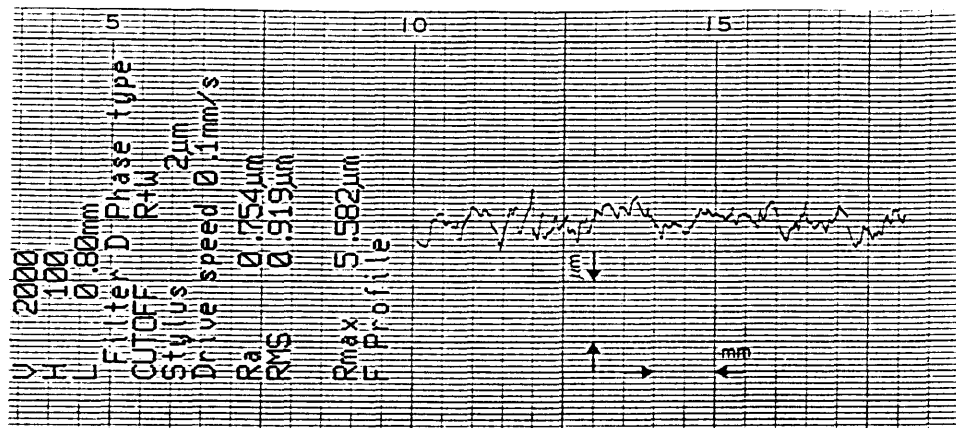


図2-16 表面粗さ曲線 (算術平均粗さ $R_a = 0.754 \mu m$)

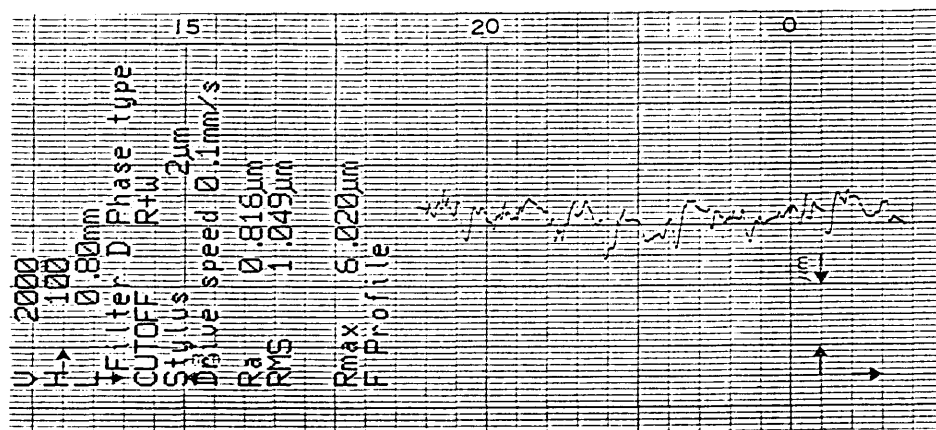


図2-17 表面粗さ曲線 (算術平均粗さ $R_a = 0.816 \mu m$)

また、図2-18から図2-20に、代表的な実験試料表面のSEM写真を示す。各図のキャプションには、算術平均粗さ R_a を示す。図2-18の算術平均粗さ R_a は $0.036 \mu m$ 、図2-19の算術平均粗さ R_a は $0.083 \mu m$ 、図2-20の算術平均粗さ R_a は $0.103 \mu m$ である。

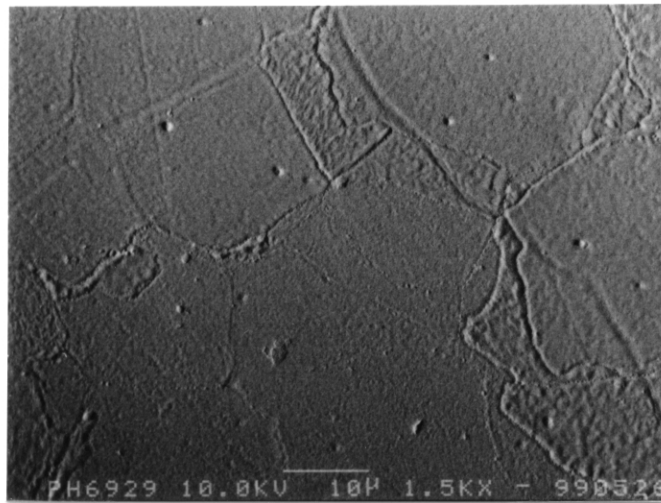


図 2-18 試料表面の SEM 写真 (算術平均粗さ $R_a = 0.036 \mu\text{m}$)

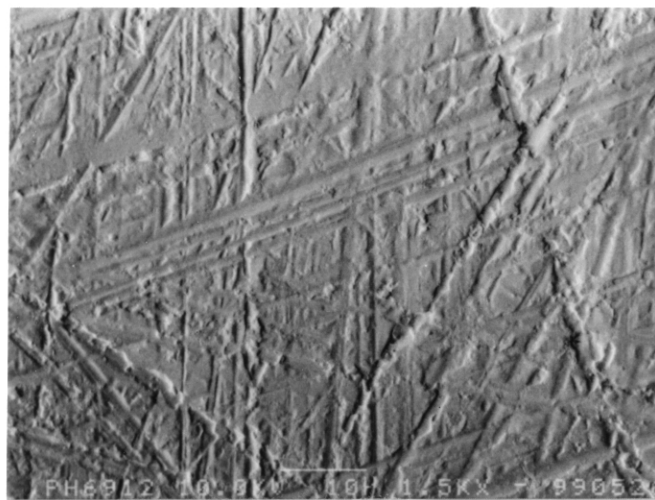


図 2-19 試料表面の SEM 写真 (算術平均粗さ $R_a = 0.083 \mu\text{m}$)

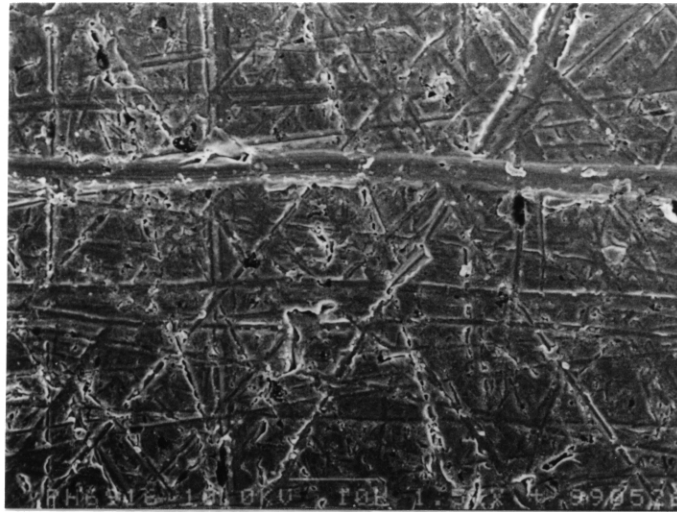


図 2-20 試料表面の SEM 写真（算術平均粗さ $R_a = 0.103 \mu\text{m}$ ）

2.3.2 基材の化学成分分析⁽²⁾

本実験で使用した試料は、快削純鉄^(3)注) (C:0.015%)を基材とした。表2-2に、快削純鉄の化学分析の結果を示す。基材は、初めにその表面を9 μ mのシートを使用してラッピングを行い、その後に3 μ mのダイヤモンドスラリーを使用してポリッシングを行い最終的に試験面を鏡面に仕上げた。その鏡面状態の表面に各種のサンドペーパー(80番, 240番, 320番, 400番, 600番, 800番, 1000番, 1200番, 1500番, 2000番の10種類)によって粗さを形成して、その面を試験面とした。ランダムな表面粗さは、算術平均粗さRaで0.036 μ m, 0.083 μ m, 0.103 μ m, 0.106 μ m, 0.142 μ m, 0.172 μ m, 0.237 μ m, 0.451 μ m, 0.552 μ m, 0.754 μ mおよび0.816 μ mの11段階である。なお、実験試料は、試料表面に粗さを創製する際の加工によって生じる残留応力や磁性等の影響を除去するために、真空中、600℃で1時間焼鈍を実施し、その面を試料面とした。

表2-2 快削純鉄の化学成分(重量%)

C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Pb	Fe
0.015	0.24	0.22	0.005	0.017	0.01	0.02	0.02	0.14	99.313

注) 純鉄と呼ばれるものであっても、不純物の全く含まれていない純粋な鉄は皆無であり、多少の不純物は必ず含まれている。工業用に生産される比較的純度の高い鉄としては、アームコ鉄や電解鉄等がある。この他に、科学的な調査用として高額な費用を費やして製造された純鉄があるが、この場合であっても微量の不純物を含むことは免れない。

2.4 小結

本章では、「実験」と題して、より安定した信頼性の高いデータを採るために選定した試験機の詳細と試験方法、また、圧子や基材(試料)について詳細に述べた。特に、実験試料の表面粗さについては、各試料の表面粗さ曲線および試料表面のSEM写真を示し、測定試料の表面状態を示した。

参考文献

- (1) 超微小押し込み硬さ試験機 ENT-1100 : ナノ・インデンテーション・
テスター カタログ, 株式会社エリオニクス(1997)
- (2) 大同特殊鋼株式会社 ミルシート(1978)
- (3) 門間改三 : 鉄鋼材料学 改訂版, 実教(1982)

第3章 表面粗さを考慮した 超微小硬さ評価

3.1 緒言

硬さ試験において、測定しようとする試料の表面粗さが硬さ値に影響を及ぼすことは、従来の硬さ試験の荷重範囲においては先人が確認している。しかし、押し込み荷重はより小さい超微小硬さにおいては硬さ値が、従来からの硬さ試験に比べて表面粗さの影響をより大きく受けると考える。

本章では、表面粗さが硬さ値に及ぼす影響について、より安定した信頼性の高いデータを測定するという念頭において、「第2章 実験」で述べた試験装置および試験方法によって得られた測定結果を示し、考察を加える。更にここでは、圧子先端の形状の違いが超微小硬さの値に及ぼす影響についても言及する。

3.2 表面粗さを考慮した従来の研究^{(1)~(4)}

従来から行われている硬さ試験においては、ブリネル硬さやショア硬さ、ロックウェル硬さ、ビッカース硬さの測定値に試料面の表面粗さが影響を及ぼすことが実験的に明らかにされている。しかしながら、超微小硬さ試験においては、従来から行われている各種硬さ試験よりも試料面の表面粗さが硬さ値に大きく影響を及ぼすものと考えられるが、その詳細な検討はなされておらず、本研究で取り扱っている試料表面の粗さや測定時の圧子先端の曲率半径の影響については考慮せずに実際の測定を行っているのが現状である。また、表面粗さや圧子先端の曲率半径を考慮した超微小硬さ特性に関する研究はこれまで皆無である。

3.3 超微小硬さ特性に及ぼす表面粗さの影響⁽⁵⁾

本項では、試料の表面粗さが各条件下における超微小硬さ特性に及ぼす影響について述べる。

3.3.1 押し込み荷重と圧子の押し込み深さとの関係

本節では、超微小硬さ試験において重要な基礎データである押し込み荷重と圧子の押し込み深さとの関係について算術平均粗さRaをパラメータとして示し、表面粗さの違いが超微小硬さに及ぼす影響について考察を加える。

図 3-1 から図 3-8 に、押し込み荷重と圧子の押し込み深さとの関係の一例を示す。図 3-1 から図 3-4 は、算術平均粗さRaが $0.036 \mu\text{m}$ 、図 3-5 から図 3-8 は、算術平均粗さRaが $0.816 \mu\text{m}$ の場合である。また、各々押し込み荷重については、10mgf、100mgf、1gf、10gfの4段階について示す。

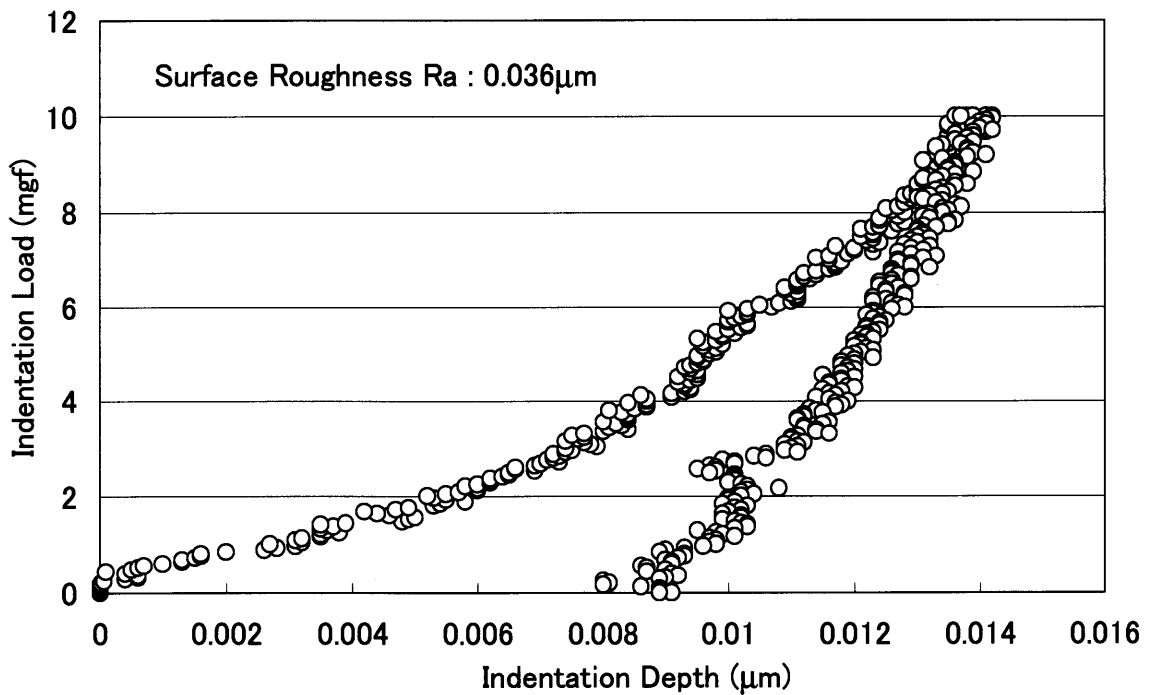


図 3-1 押し込み荷重と圧子の押し込み深さとの関係
(算術平均粗さRa： $0.036 \mu\text{m}$ ，押し込み荷重：10mgf)

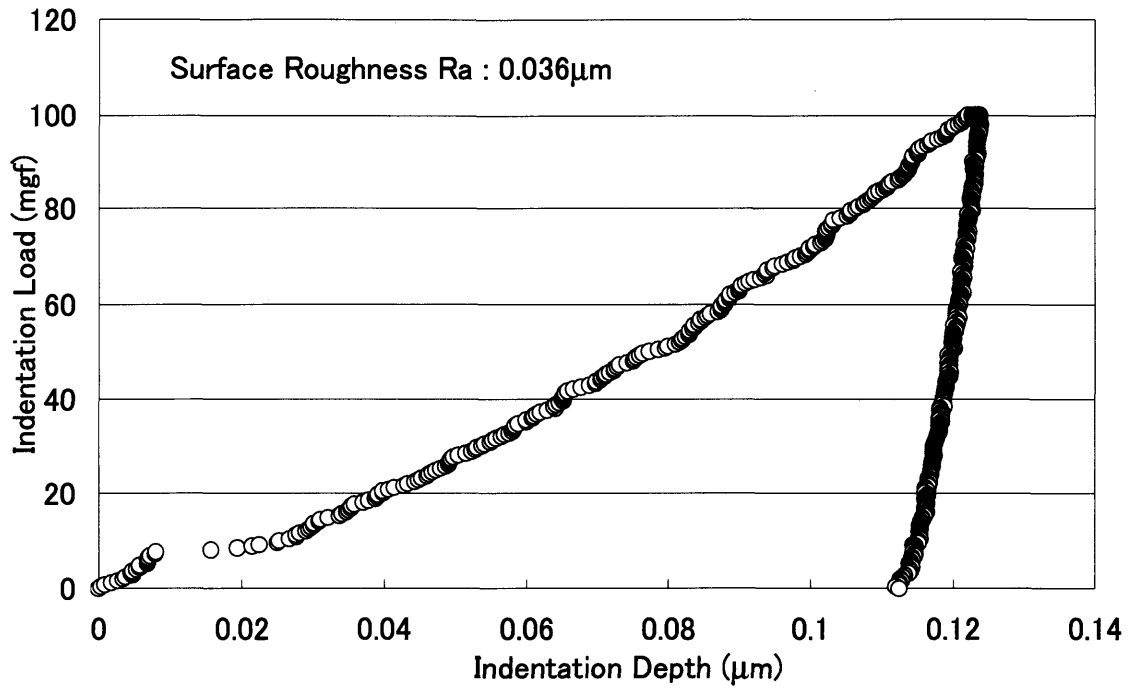


図 3-2 押し込み荷重と圧子の押し込み深さとの関係
(算術平均粗さ Ra : 0.036 μ m, 押し込み荷重 : 100mgf)

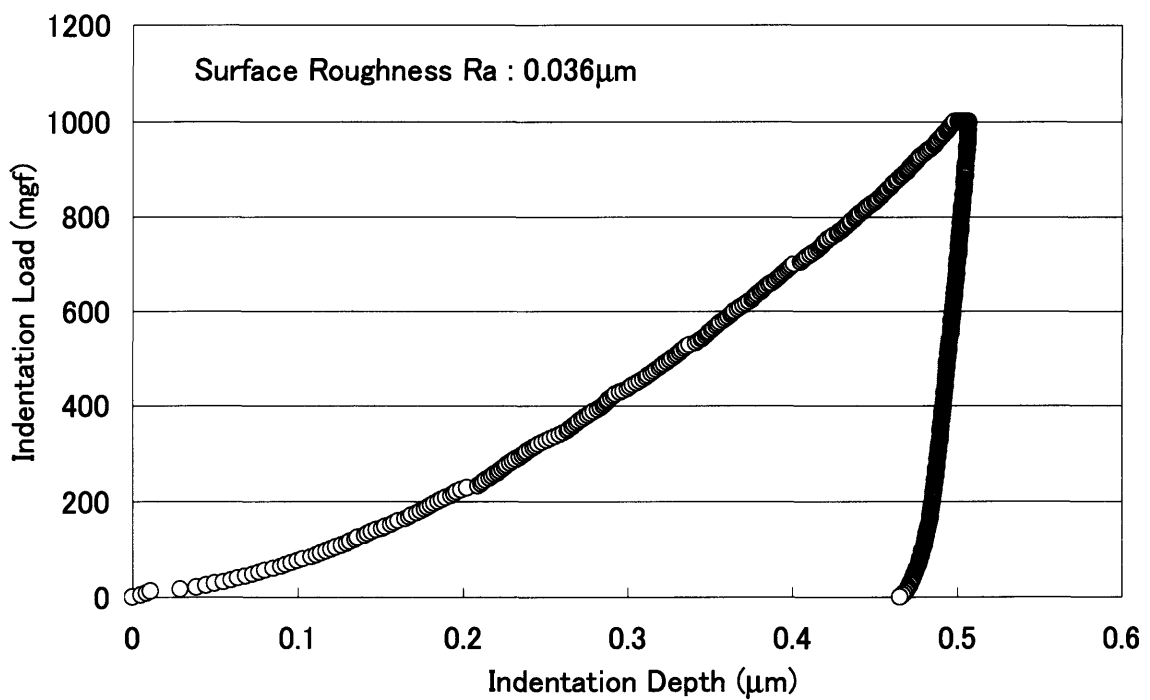


図 3-3 押し込み荷重と圧子の押し込み深さとの関係
(算術平均粗さ Ra : 0.036 μ m, 押し込み荷重 : 1gf)

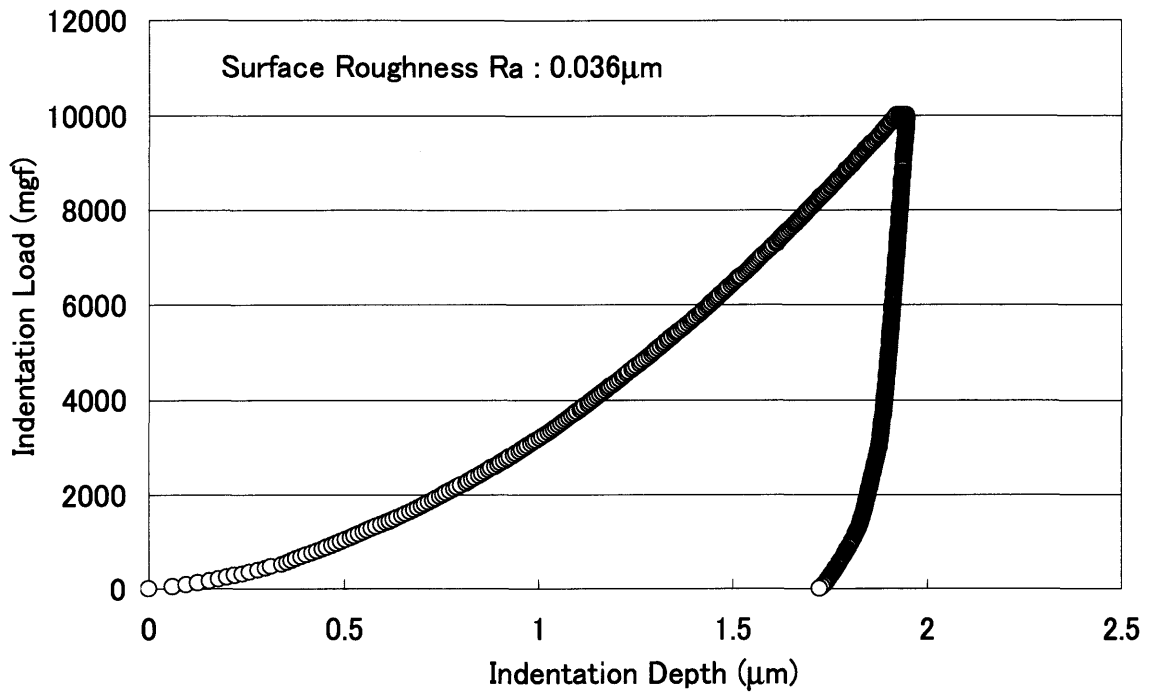


図 3-4 押し込み荷重と圧子の押し込み深さとの関係
(算術平均粗さ Ra : 0.036 μ m, 押し込み荷重 : 10gf)

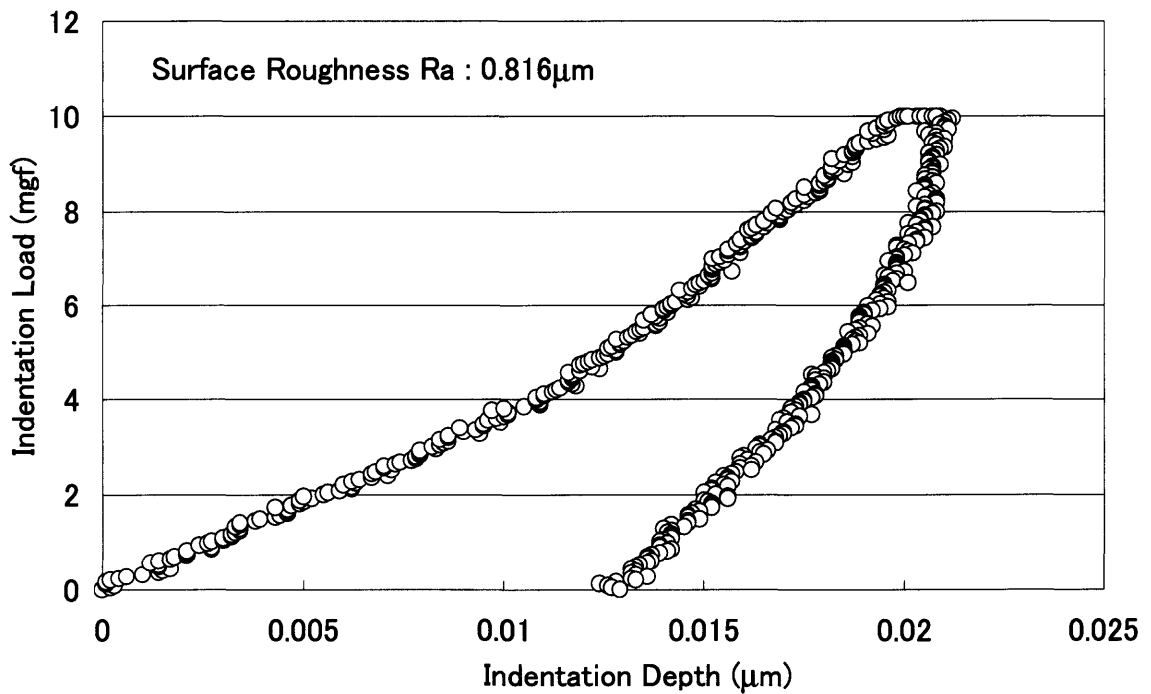


図 3-5 押し込み荷重と圧子の押し込み深さとの関係
(算術平均粗さ Ra : 0.816 μ m, 押し込み荷重 : 10mgf)

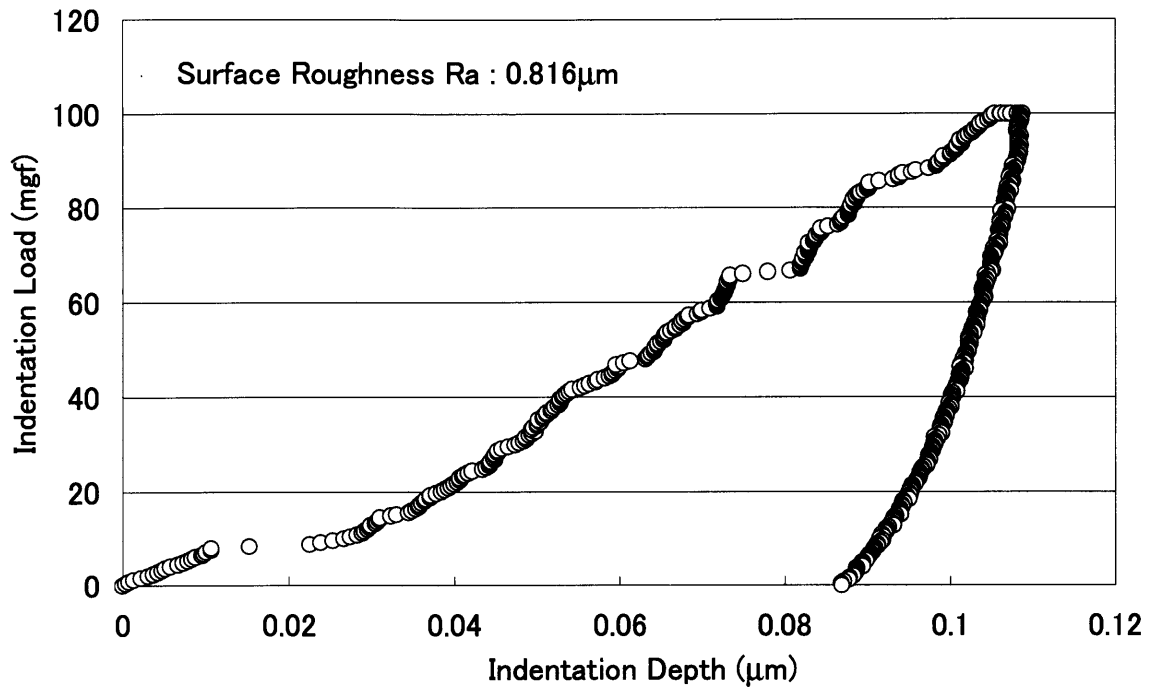


図 3-6 押し込み荷重と圧子の押し込み深さとの関係
(算術平均粗さ Ra : 0.816 μm , 押し込み荷重 : 100mgf)

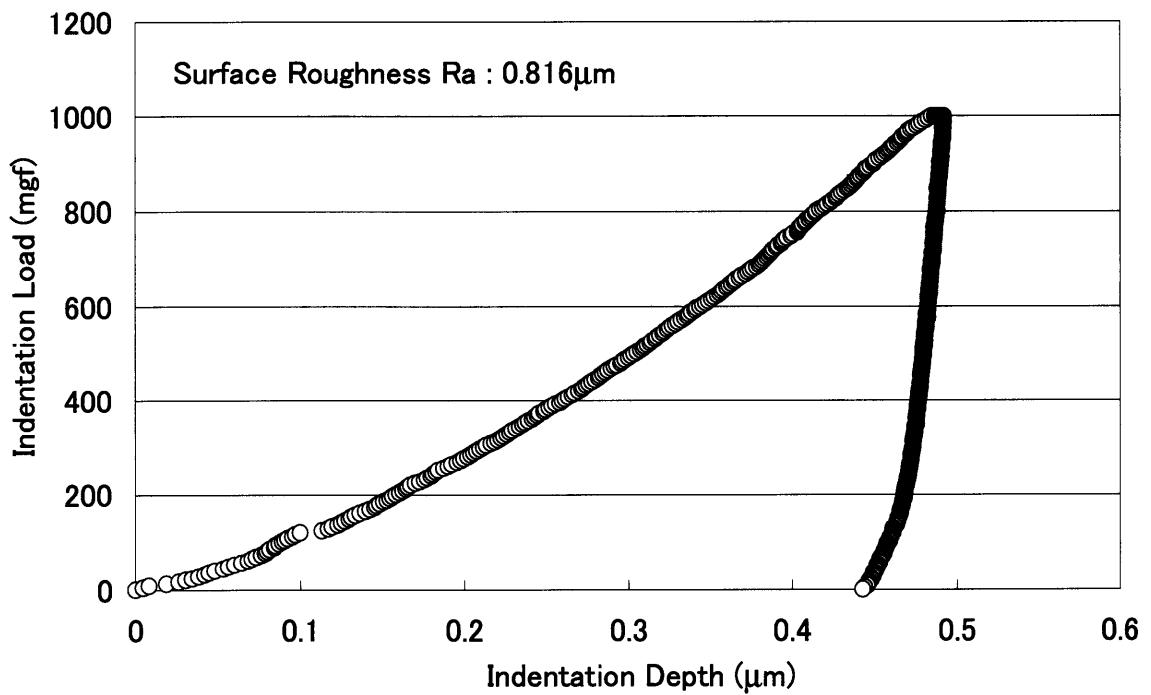


図 3-7 押し込み荷重と圧子の押し込み深さとの関係
(算術平均粗さ Ra : 0.816 μm , 押し込み荷重 : 1gf)

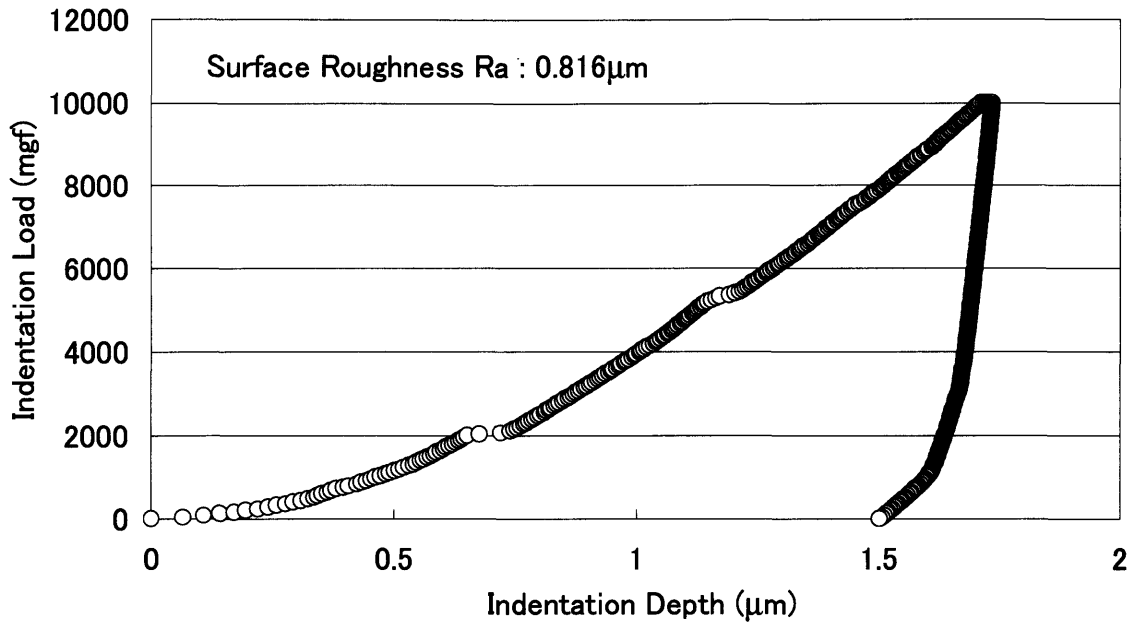


図 3-8 押し込み荷重と圧子の押し込み深さとの関係
(算術平均粗さ Ra : 0.816 μ m, 押し込み荷重 : 10gf)

これらの結果から、どの条件においても押し込み荷重の増加とともに、圧子の押し込み深さは増加することが分かる。また、表面粗さの違いによって比較すると、表面粗さが大きい場合の方が小さい場合よりも圧子の押し込み深さが小さいことが分かる。これは、Ra が大きい（粗い）場合には表面と圧子との接触状態がより不安定となり、押し込み深さが小さくなるものと考えられる。同様に押し込み荷重についても、比較的微小荷重の場合の負荷過程で不安定な挙動を示すが、これも圧子と表面との接触状態によるもので、押し込み荷重が微小な程、影響を受けやすい傾向があることを示している。

全体的な傾向として、算術平均粗さ Ra が大きくなると圧子の押し込み深さは小さく（浅く）なることが分かる。

さて、設定負荷荷重（押し込み荷重）における圧子の最大押し込み深さから次式により、超微小硬さ HN が求まる。

$$HN_{115} = 3.8584 P / h^2$$

ここで、 P は押し込み荷重、 h は圧子の押し込み深さである。また、添え字の“115”は三角すい圧子先端の対稜角が115度であることを表す。

3.3.2 超微小硬さと圧子の押し込み深さとの関係

図 3-9 から図 3-11 に、算術平均粗さ R_a が $0.036 \mu\text{m}$ の場合の超微小硬さと圧子の押し込み深さとの関係の一例を示す。図 3-9 は押し込み荷重が 100mgf の場合、図 3-10 は押し込み荷重が 1gf の場合、図 3-11 は押し込み荷重が 10gf の場合である。また、図 3-12 から図 3-14 に、算術平均粗さ R_a が $0.816 \mu\text{m}$ の場合の超微小硬さと圧子の押し込み深さとの関係の一例を示す。図 3-12 は押し込み荷重が 100mgf の場合、図 3-13 は押し込み荷重が 1gf の場合、図 3-14 は押し込み荷重が 10gf の場合である。これらの結果から、超微小硬さ値は、負荷過程の初期には非常に大きな硬さ値を示すが、その後徐々に硬さ値は低下し、設定押し込み荷重(試験荷重)到達時にはほぼ一定の超微小硬さ値を示すことが分かる。この初期の負荷過程において大きな硬さ値を示すのは、負荷初期の圧子と試料表面との接触面積の増加分と押し込み荷重の増加分の比率の違いによるものと考えられる。また、同じ押し込み荷重の場合には、算術平均粗さが大きくなると超微小硬さ値は大きな値を示す傾向があることが分かる。

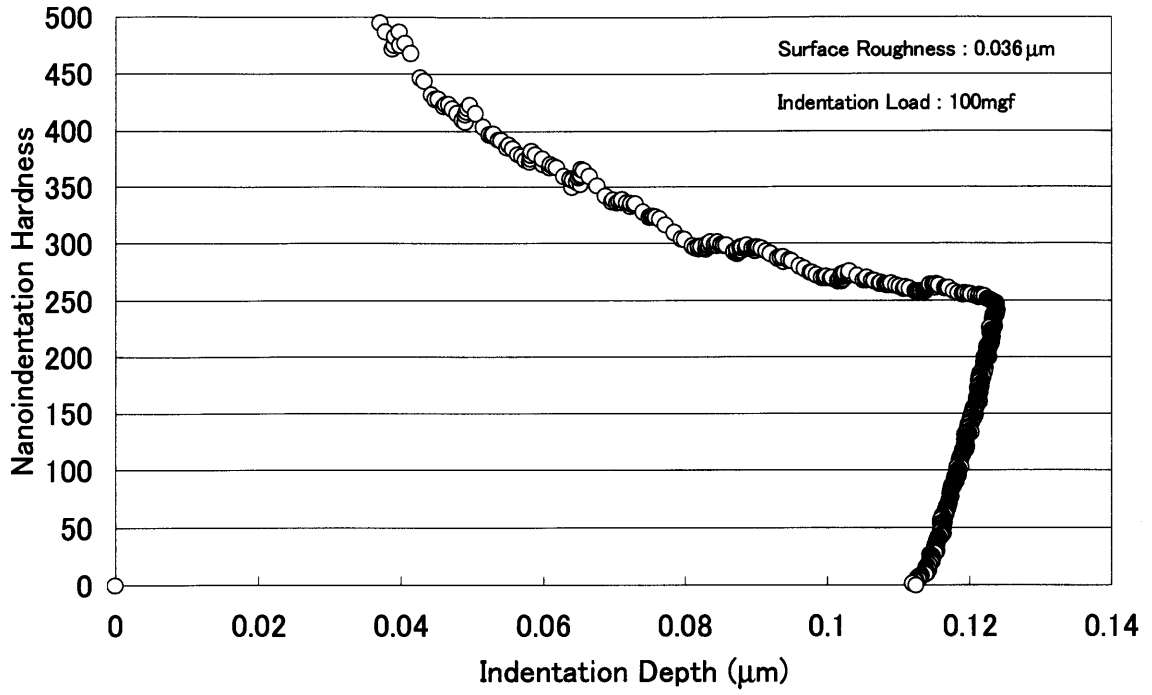


図 3-9 超微小硬さと圧子の押し込み深さとの関係
(算術平均粗さ Ra : 0.036 μm , 押し込み荷重 : 100mgf)

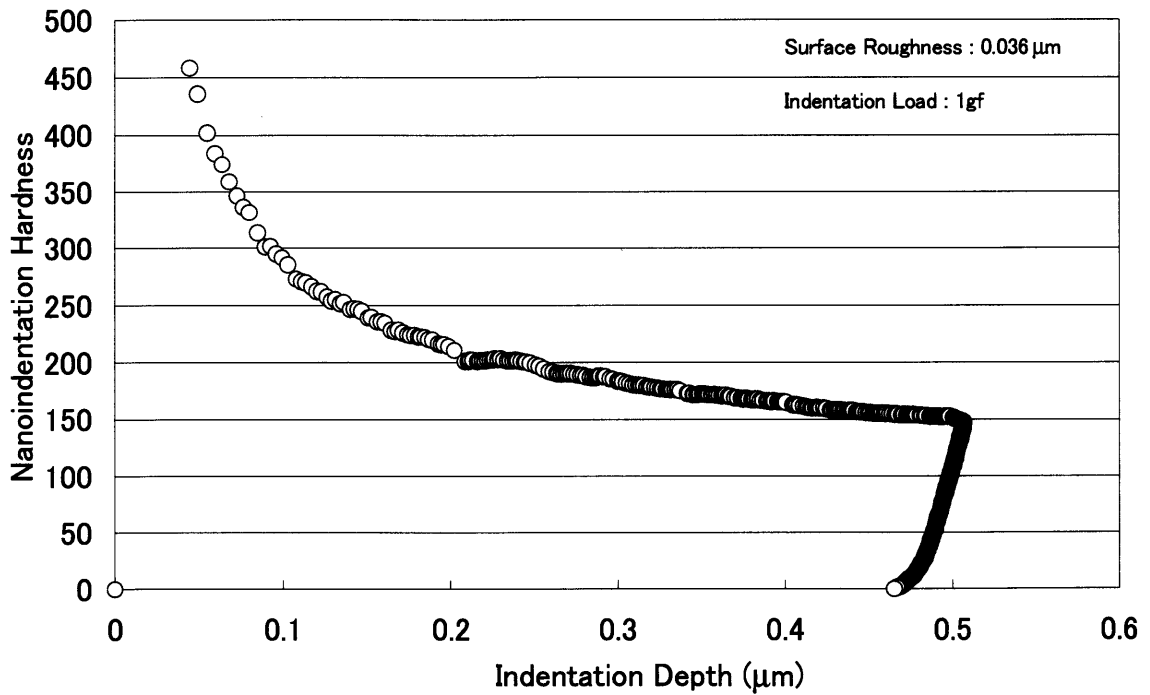


図 3-10 超微小硬さと圧子の押し込み深さとの関係
(算術平均粗さ Ra : 0.036 μm , 押し込み荷重 : 1gf)

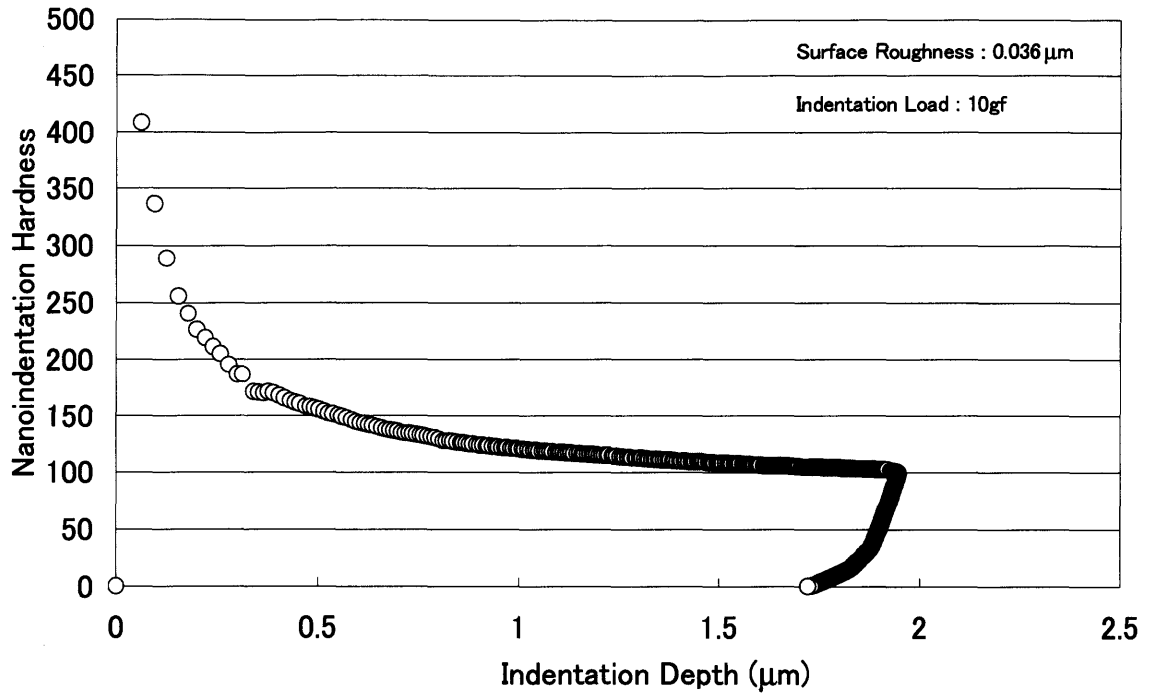


図 3-11 超微小硬さと圧子の押し込み深さとの関係
(算術平均粗さ R_a : 0.036 μm , 押し込み荷重 : 10gf)

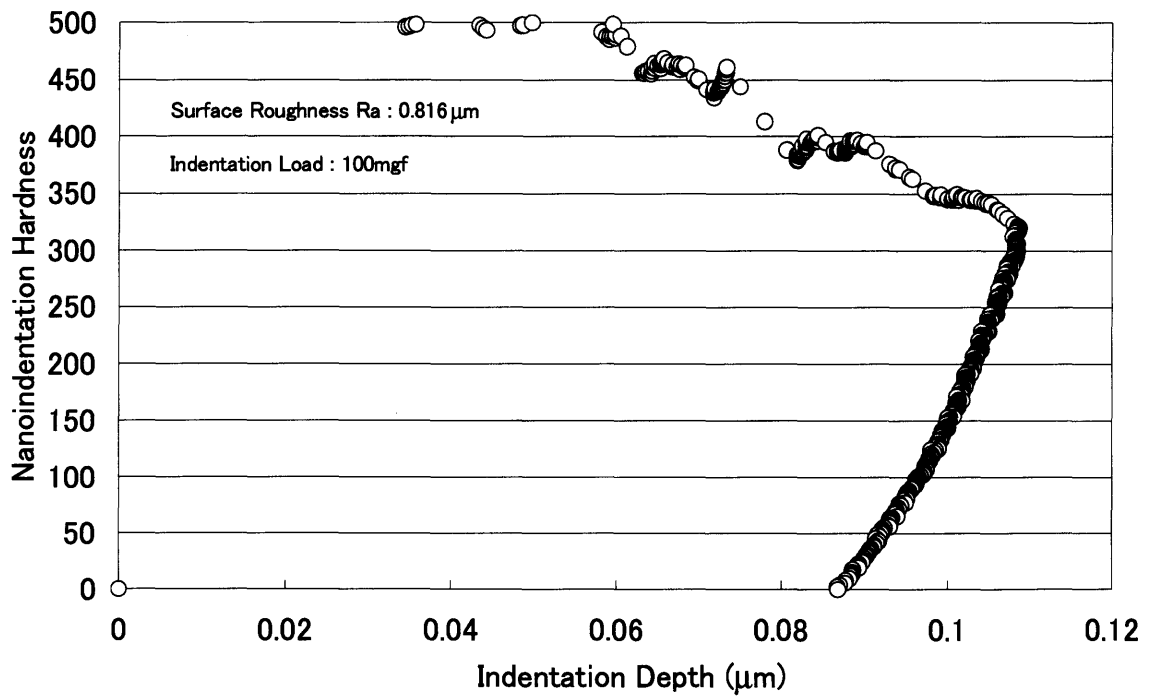


図 3-12 超微小硬さと圧子の押し込み深さとの関係
(算術平均粗さ R_a : 0.816 μm , 押し込み荷重 : 100mgf)

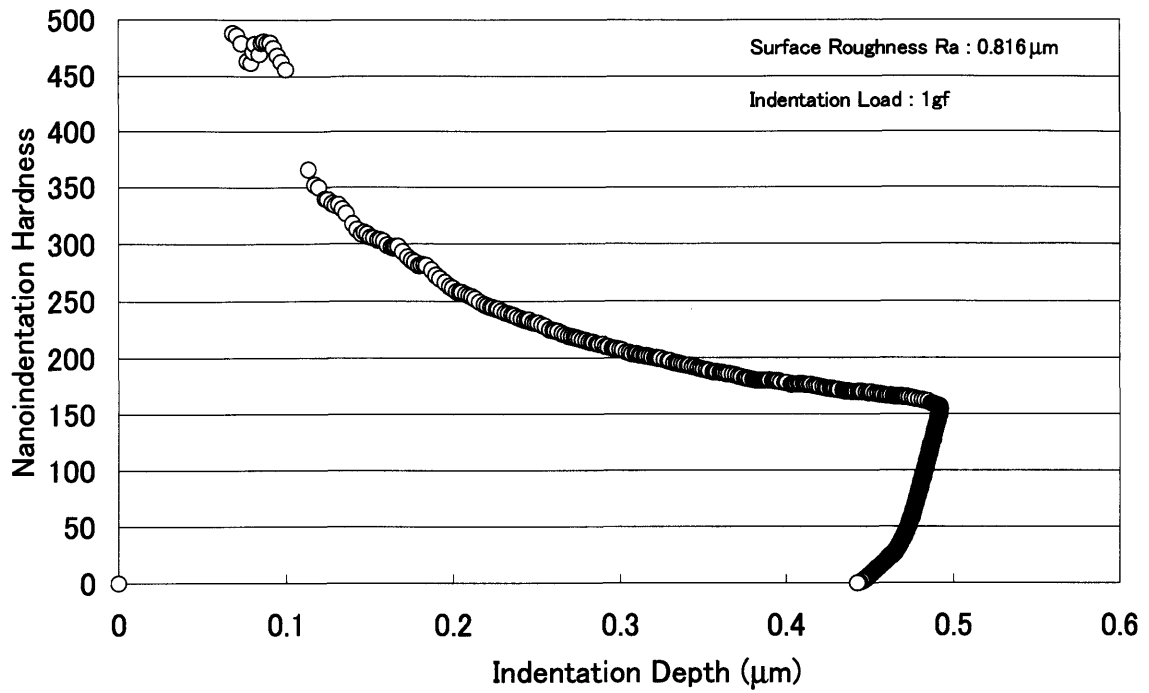


図 3-13 超微小硬さと圧子の押し込み深さとの関係
(算術平均粗さ Ra : 0.816 μ m, 押し込み荷重 : 1gf)

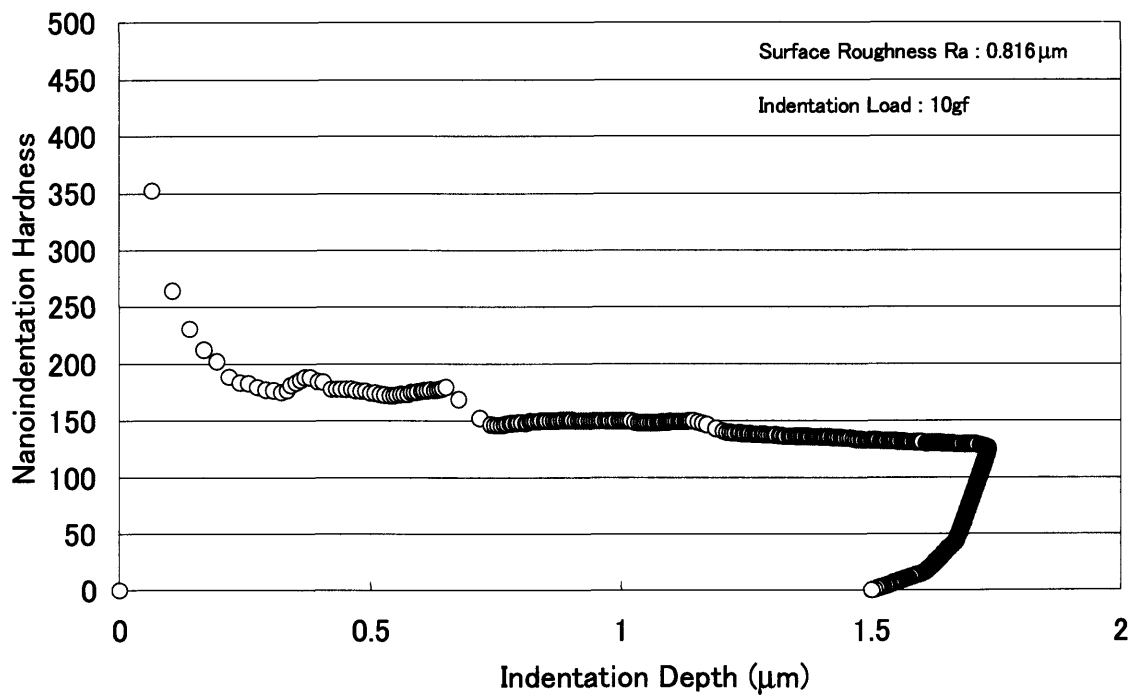


図 3-14 超微小硬さと圧子の押し込み深さとの関係
(算術平均粗さ Ra : 0.816 μ m, 押し込み荷重 : 10gf)