

計装化押し込み試験の巡回測定データを用いた  
tangent depth法によるヤング率の算出 (論文)

+

「計装化押し込み試験の巡回測定データを用いた  
tangent depth法によるヤング率の算出」の補足(技術資料)

○宮原 健介 (物質・材料研究機構)

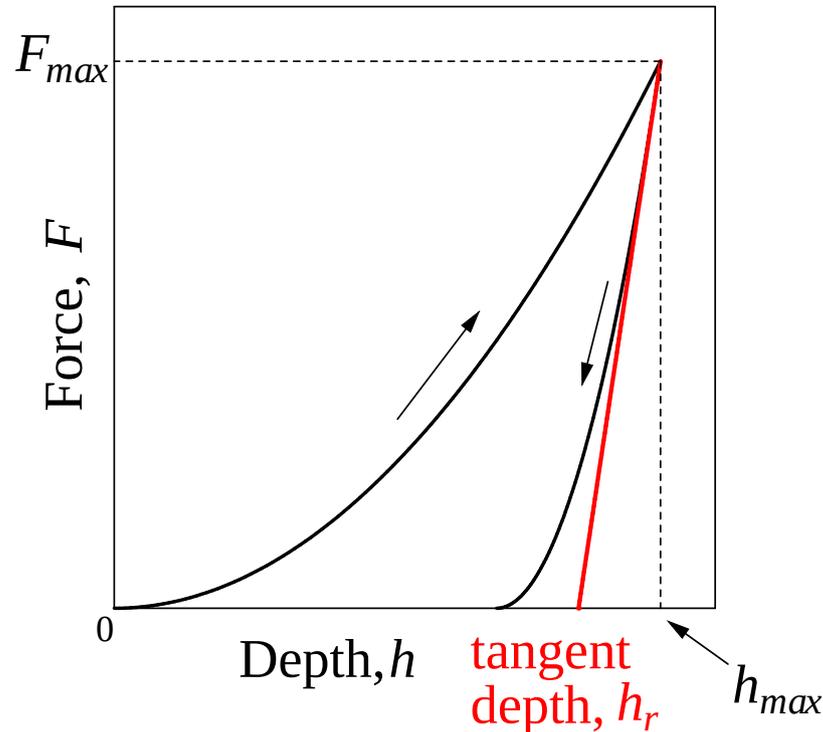
石橋 達弥 (新潟大学)

吉川 裕輔 (ムーンクラフト)

山本 卓 (山本科学工具研究社)

# 内容

1. (背景) 巡回測定から抽出された計装化押し込み試験の課題
2. tangent depthを使ったヤング率算出(tangent depth法)
3. 巡回測定データを用いたtangent depth法によるヤング率算出
4. まとめ



計装化押し込み試験の押し込み曲線とtangent depth

## 1. (背景) 計装化押し込み試験の課題<sup>1,2)</sup>

計装化押し込み試験の信頼性に一部ユーザーの不満の声あり



試験の現状を**定量的に把握**し、**共通認識化**するために、協会メンバーの協力を受けて巡回測定を実施(2014年6月～2016年4月)



同一の試験片を持ち回りで試験  
11の参加機関から14の試験機のデータが集まる



統計解析の結果、後述する**3つの課題点**が明確になった



課題点の解決に向けて取り組むが、明確な進展なし  
(障害：ヤング率算出過程の詳細がブラックボックスであることが多い)

## 巡回測定(2014-2016)の概要

Table 1 巡回測定の試験片

Specimen	W	UMV900	BK7	Fused silica	Ref.
Young's modulus (GPa)	410	210	81.29	73.32	4,5)
Poisson's ratio	0.28	0.30	0.22	0.16	
	0.30	0.30	0.20	0.17	1)

- 試験片 タングステン単結晶(W) → マイクロビッカーズ基準片  
UMV900 → ガラスBK7 → Fused silica(FS) → W(2回め)
- 試験力 10mN(必須), 1mNと0.1mNは任意
- 試験回数 同一の試験条件(試験力, 試験片)で10回ずつ
- ISO14577に準拠して, マルテンス硬さ $HM$ , 押し込み硬さ $H_{IT}$ ,  
押し込み弾性率(ヤング率)  $E_{IT}$ を参加機関が算出して提出
- 押し込み曲線データも提出

Table 2 巡回測定の結果の一部 (10mN, ヤング率 $E_{IT}$ )

※各試験機の個別の平均ヤング率を求め、それを集めた全体での統計解析

Specimen	W	UMV900	BK7	Fused silica	W-2	$\overline{CV}$
Reference (GPa)	410	210	81.29	73.32	410	
Number of data	14	14	14	14	14	
Minimum	334.4	195.2	66.2	47.1	333.1	
Maximum	2343.6	323.7	104.2	88.0	1820.4	
Mean	596.6	245.8	86.6	70.6	561.1	
$\sigma$	508.9	36.0	8.6	8.5	371.6	
CV (%)	85.3	14.6	9.9	12.1	66.2	28.1
Median	445.5	238.2	86.6	71.4	441.8	
MADN	91.0	23.5	5.1	3.6	108.1	
$CV_R$ (%)	20.4	9.9	5.9	5.1	24.5	10.8

通常統計解析

CV: 変動係数=標準偏差( $\sigma$ ) / 平均値(Mean)

Robustな統計解析  
(外れ値の影響小)

Median: 中央値

MADN: 規格化された中央絶対偏差 #正規分布なら $\sigma$ と一致

$CV_R$ : 変動係数=MADN / 中央値(Median)

Table 2 巡回測定の結果の一部 (10mN, ヤング率 $E_{IT}$ )

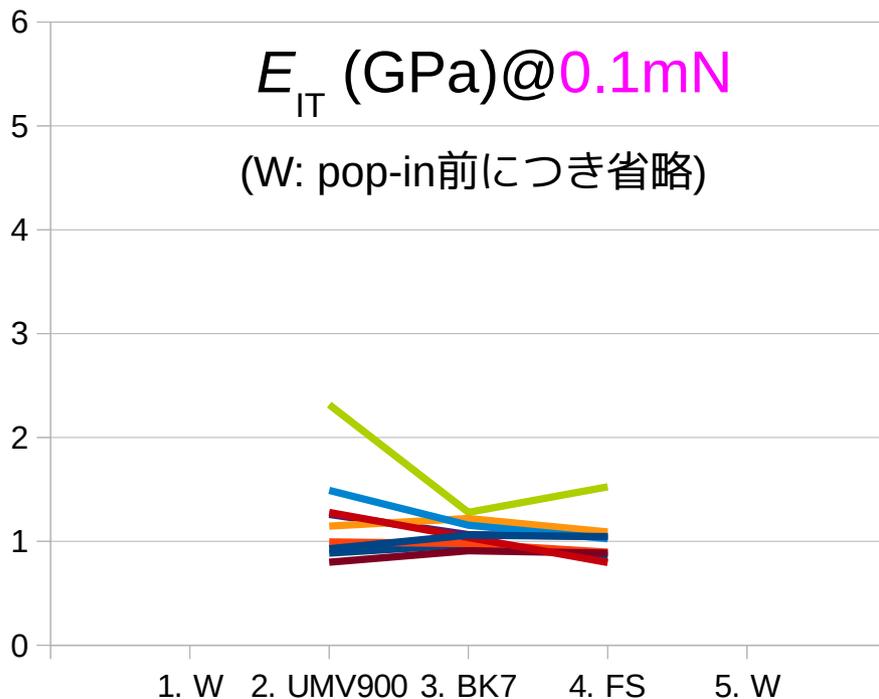
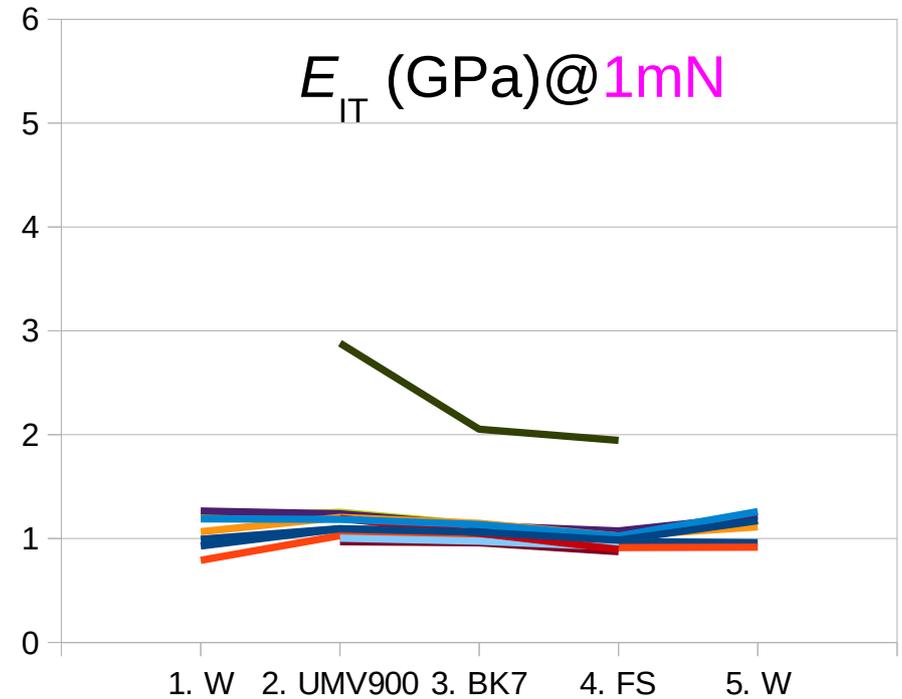
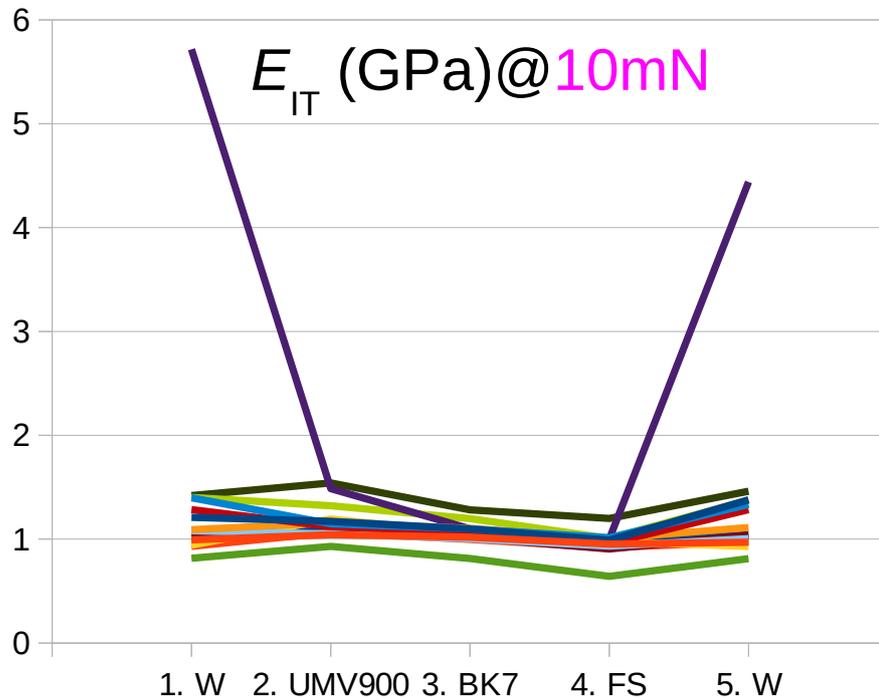
※各試験機の個別の平均ヤング率を求め、それを集めた全体での統計解析

Specimen	W	UMV900	BK7	Fused silica	W-2	$\overline{CV}$
Reference (GPa)	410	210	81.29	73.32	410	
Number of data	14	14	14	14	14	
Minimum	334.4	195.2	66.2	47.1	333.1	
Maximum	2343.6	323.7	104.2	88.0	1820.4	
Mean	596.6	245.8	86.6	70.6	561.1	
$\sigma$	508.9	36.0	8.6	8.5	371.6	
CV (%)	85.3	14.6	9.9	12.1	66.2	28.1
Median	445.5	238.2	86.6	71.4	441.8	
MADN	91.0	23.5	5.1	3.6	108.1	
$CV_R$ (%)	20.4	9.9	5.9	5.1	24.5	10.8

巡回測定で明らかになった3つの課題点

- 他よりも大きく外れたヤング率がある **外れ値**
- 変動係数(CV)の平均が大きい **ばらつき大 ( $\overline{CV}$ =全試料平均)**
- 標準試料(BK7 or FS)の選択によりヤング率が変わる(後述)

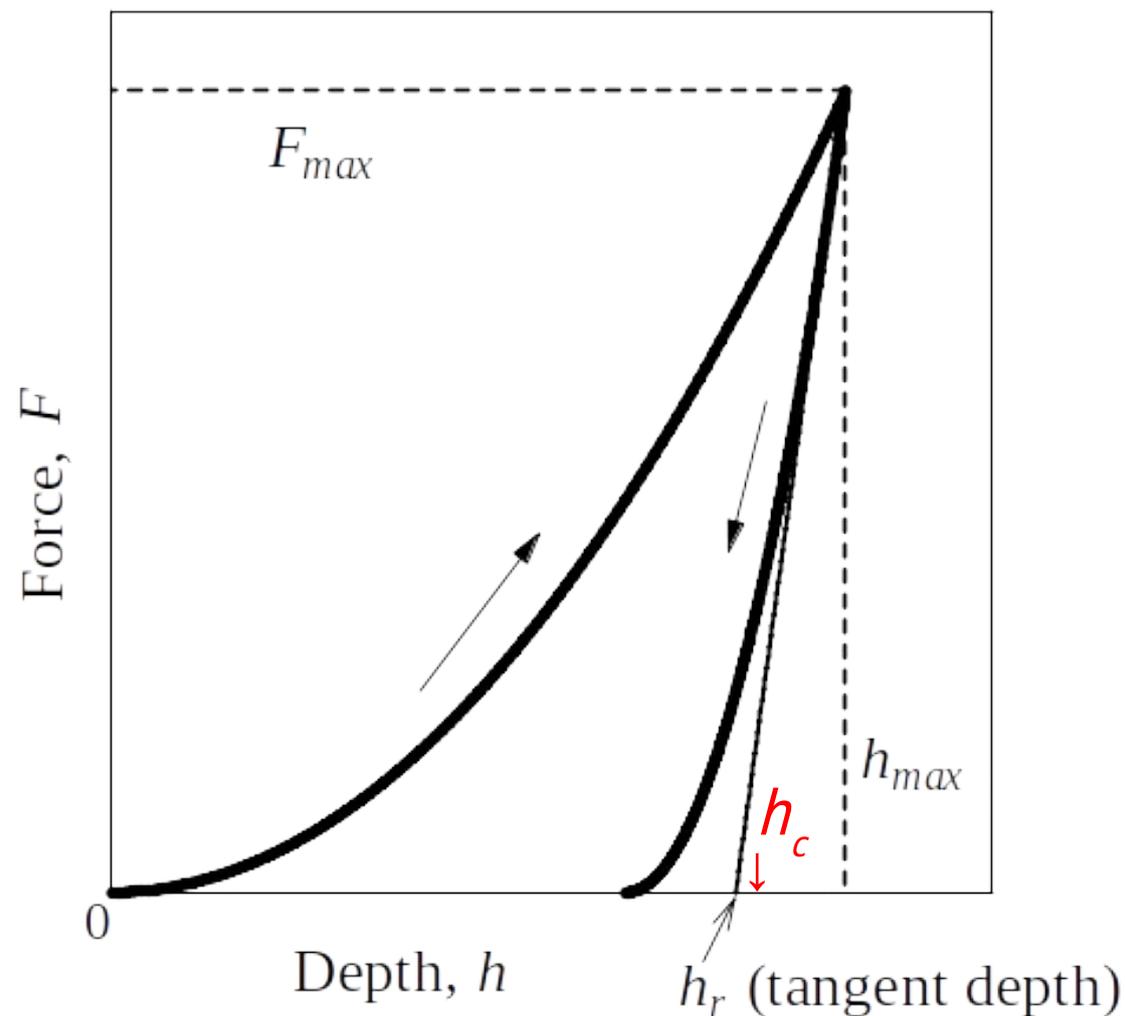
# 参加機関から報告されたヤング率 (Table 1の各試料のヤング率で規格化)



- ・ 外れ値は特定の試験機だけの問題ではない
- ・ 外れ値の原因は不明
- ・ 外れ値がなかったとしても, 10%以上の大きなばらつきがある (Robust統計解析)

→ a)外れ値とb)ばらつき大が課題  
c)標準試料選択の影響も含めて,  
早期の解決が求められる

## 2. tangent depthを用いるヤング率算出法(石橋ら)<sup>3-5)</sup>



cf. contact depth,  $h_c = h_{max} - 0.75 (h_{max} - h_r)$

Fig. 1 tangent depth と contact depth (ISO14577)

## 2. tangent depthを用いるヤング率算出法(石橋ら)<sup>3-5)</sup>

### 特徴

- ・ 除荷過程を使って補正を行う点は他の一般的な押し込み曲線の解析方法と同じ
- ・ contact depthではなく, tangent depthを使ってarea function  $A(h)$ を求める
- ・ 高速(パラメータのフィッティングあり, 再帰的ループなし)
- ・ 多くの試料で, ほぼ適正なヤング率が求まることを著者らが確認済み  
(したがって, 標準試料選択の影響が小さい)

(参考) 除荷過程の関係式

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{(2\sqrt{A})} \frac{F_{max}}{(h_{max} - F_{max} \cdot C_F - h_r)}$$

### 解析手順

Step 1. 装置のフレームコンプライアンス $C_F$ の決定

Step 2. 圧子の補正である面積関数( $A(h)$ : area function)の決定

Step 3. Step1とStep2を元に各試料の押し込み曲線よりヤング率を算出

# 解析手順の詳細と巡回測定 of 押し込み曲線データへの適用

Step	求めるもの	必要なもの	対象	処理の内容	巡回測定の押し込み曲線への適用
1	machine frame compliance $C_F$	<ul style="list-style-type: none"> <li>均一な標準試料</li> <li>複数の試験力の押し込み曲線</li> </ul>	BK7または Fused Silica (FS)	試料の弾塑性特性を均一と仮定して $C_F$ を決定する	最大試験力が10mNと小さく, $C_F$ の関与がほぼ無視できるため, <b>全て <math>C_F=0</math> と仮定</b>
2	area function $A(h)$	<ul style="list-style-type: none"> <li>上で求めた <math>C_F</math></li> <li>ヤング率とポアソン比が既知の均一な標準試料</li> <li>複数の試験力の押し込み曲線</li> </ul>	BK7または Fused Silica (FS)	圧子の断面積関数のパラメータ $a, b, c$ を標準試料から決定する	<b>参加機関の選択に合わせて</b> , BK7またはFSを標準試料に選択
3	ヤング率 $E_{IT}$	<ul style="list-style-type: none"> <li>上で求めた <math>C_F</math> と <math>A(h)</math></li> <li>押し込み曲線</li> <li>試料のポアソン比</li> </ul>	各測定試料	各押し込み曲線に対して, 除荷過程の傾きからヤング率を算出する	10回の押し込み曲線をそれぞれ解析して平均する方法( <b>論文</b> )と, 10回の押し込み曲線を1本に平均化して解析する方法( <b>技術資料</b> )の2通り

- 巡回測定データの試験力は10mN(必須), 1mN, 0.1mNのみ →  **$C_F=0$  と仮定**
- フィッティングが必要なので, 少なくとも10mN+1mNのデータがある **11の試験機を解析対象**
- 標準試料は各参加機関の選択と同じ** (BK7 or Fused silica)
- 提出された押し込み曲線は, 2つの試験機は何らかの補正後, それ以外は未補正(生データ)

(参考) area functionの具体形

$$\sqrt{A} = \frac{\exp(a \cdot \{\ln(C_1 \cdot h)\}^b + c)}{C_2}$$

$C_1, C_2$  は定数,  $a, b, c$  はパラメータ

# tangent depth法の実装プログラム

2つのプログラムで、ほぼ同等の結果が出ることを確認済み

- ・ tangentGo by 宮原 (現在ベータテスト中) → 今回の「[論文](#)」で使用

The screenshot shows the 'tangentGo v0.09c' application window. The title bar reads 'tangentGo v0.09c - 01-raw-round-poisson.xml'. The menu bar includes 'File', 'Edit', 'Run', and 'Help'. The main window contains several input fields and a table.

MEMO 01 /home/frg/tangent/xml/01-raw-round-poisson.xml

DEPTH (h) Format: \_\_\_\_\_ FORCE (F) Format: \_\_\_\_\_ LINE: \_\_\_\_\_  
 Column: \_\_\_\_\_ 0 Factor: \_\_\_\_\_ 1 Column: \_\_\_\_\_ 1 Factor: \_\_\_\_\_ 1 Skip: \_\_\_\_\_ 0

UNLOAD fitting: from 0.80 to 0.98 CF 0.0 (leave blank to calc CF)

File	Specimen name (necessary)	Poisson	CF	A(h)	E	Select
(30)	BK7	0.20	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="radio"/>	81.29	<input type="checkbox"/>
(30)	FS	0.17	<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="radio"/>	73.32	<input type="checkbox"/>
(30)	W	0.30	<input type="checkbox"/>	<input type="radio"/>		<input type="checkbox"/>
(30)	UMV900		<input type="checkbox"/>	<input type="radio"/>		<input type="checkbox"/>
(30)	W-2	0.30	<input type="checkbox"/>	<input type="radio"/>		<input type="checkbox"/>

- ・ Excel用 by 吉川

→ tangent depth法の本論文<sup>3-5)</sup>で使用  
 → 今回の「[技術資料](#)」で使用

Table 3 ヤング率の算出結果 (10 mN)

(a) 参加機関の報告値 (Table 2を今回対象の11の試験機のみにしたもの)

Specimen	W	UMV900	BK7	Fused silica	W-2	$\bar{CV}$
Reference (GPa)	410	210	81.29	73.32	410	
Number of data	11	11	11	11	11	
Minimum	381.6	220.4	81.1	66.4	400.0	
Maximum	2343.6	323.7	104.2	88.0	1820.4	
Mean	656.8	252.4	88.9	72.7	613.0	
$\sigma$	563.7	36.2	6.9	5.8	406.7	
CV (%)	85.8	14.3	7.7	8.0	66.3	26.5
Median	496.0	240.8	89.2	72.6	526.9	
MADN	114.8	25.6	3.9	2.6	106.8	
$CV_R$ (%)	23.1	10.6	4.4	3.6	20.3	10.1

最小と最大 →

通常の  
統計解析 →Robust  
統計解析 →

(b) tangent depth法による算出結果

Specimen	W	UMV900	BK7	Fused silica	W-2	$\bar{CV}$
Reference (GPa)	410	210	81.29	73.32	410	
Number of data	11	11	11	11	11	
Minimum	345.8	200.6	81.2	70.1	379.3	
Maximum	537.0	231.2	87.4	73.3	515.3	
Mean	406.8	208.6	83.1	72.1	406.4	
$\sigma$	49.1	8.7	2.1	1.3	38.0	
CV (%)	12.1	4.2	2.5	1.9	9.3	4.8
Median	390.0	204.9	83.0	72.9	393.2	
MADN	12.4	4.0	2.5	0.7	17.6	
$CV_R$ (%)	3.2	2.0	3.0	0.9	4.5	2.4

最小と最大 →

通常の  
統計解析 →Robust  
統計解析 →

- ・ 同一の押し込み曲線データを解析して, 外れ値とばらつきが大幅な改善
- ・ 平均値や中央値もtangent depth法は適正な値に近い →  $C_F=0$ の仮定は妥当

Table 4 ヤング率の算出結果 (1 mN)

(a) 参加機関の報告値 (Wはpop-in前のデータを除く)

Specimen	W	UMV900	BK7	Fused silica	W-2	$\bar{CV}$
Reference (GPa)	410	210	81.29	73.32	410	
Number of data	7	11	11	11	7	
Minimum	324.0	203.7	78.0	64.1	375.9	
Maximum	518.8	605.0	166.9	142.6	516.4	
Mean	435.5	270.1	93.9	77.4	457.3	
$\sigma$	69.8	112.9	24.8	22.1	53.1	
CV (%)	16.0	41.8	26.4	28.5	11.6	27.6
Median	437.0	248.7	86.4	72.3	479.4	
MADN	82.9	27.4	8.6	7.3	34.4	
CV <sub>R</sub> (%)	19.0	11.0	10.0	10.1	7.2	11.0

最小と最大 →

通常の  
統計解析 →Robust  
統計解析 →  
※下線部は  
文献2)の訂正

(b) tangent depth法による算出結果 (同上)

Specimen	W	UMV900	BK7	Fused silica	W-2	$\bar{CV}$
Reference (GPa)	410	210	81.29	73.32	410	
Number of data	7	11	11	11	7	
Minimum	311.0	198.9	81.2	69.7	293.8	
Maximum	410.6	258.3	96.1	77.8	403.7	
Mean	358.3	210.4	84.0	73.4	344.3	
$\sigma$	32.9	17.0	4.5	2.1	39.6	
CV (%)	9.2	8.1	5.4	2.8	11.5	6.7
Median	358.1	204.9	81.8	73.4	343.3	
MADN	37.0	7.0	1.0	1.1	46.5	
CV <sub>R</sub> (%)	10.3	3.4	1.2	1.5	13.5	4.5

最小と最大 →

通常の  
統計解析 →Robust  
統計解析 →

- ・ 10 mNと同様に、外れ値とばらつきが大きく改善
- ・ 平均値や中央値は、10 mNの方が適正な値に近い

Table 5 ヤング率の算出結果 (0.1 mN)

(a) 参加機関の報告値 (タンダステンはpop-in前のため省略)

最小と最大 →

通常の  
統計解析 →Robust  
統計解析 →

Specimen	UMV900	BK7	Fused silica	$\overline{CV}$
Reference (GPa)	210	81.29	73.32	
Number of data	9	9	9	
Minimum	167.8	74.0	58.4	
Maximum	486.4	104.0	111.8	
Mean	259.1	87.4	74.7	
$\sigma$	97.0	9.9	15.8	
CV (%)	37.4	11.4	21.1	23.3
Median	240.8	86.2	75.2	
MADN	67.8	11.2	14.2	
CV <sub>R</sub> (%)	28.2	13.0	18.8	20.0

(b) tangent depth法による算出結果 (同上)

最小と最大 →

通常の  
統計解析 →Robust  
統計解析 →

Specimen	UMV900	BK7	Fused silica	$\overline{CV}$
Reference (GPa)	210	81.29	73.32	
Number of data	9	9	9	
Minimum	-107.8	68.1	70.8	
Maximum	203.6	103.0	73.7	
Mean	150.9	80.8	72.6	
$\sigma$	98.6	9.4	1.1	
CV (%)	65.4	11.6	1.5	26.2
Median	179.2	81.2	72.9	
MADN	30.8	6.3	0.6	
CV <sub>R</sub> (%)	17.2	7.8	0.9	8.6

・ 0.1 mNでは, tangent depth法も外れ値やばらつき大

## 0.1 mNにおける押し込み曲線の例 (技術資料)

- 0.1 mNでは，最大押し込み深さは20 nm程度
- 報告値もtangent depth法の算出結果も，全体として不安定
- ただし，個別に見ると適正なヤング率が求められているケースもある

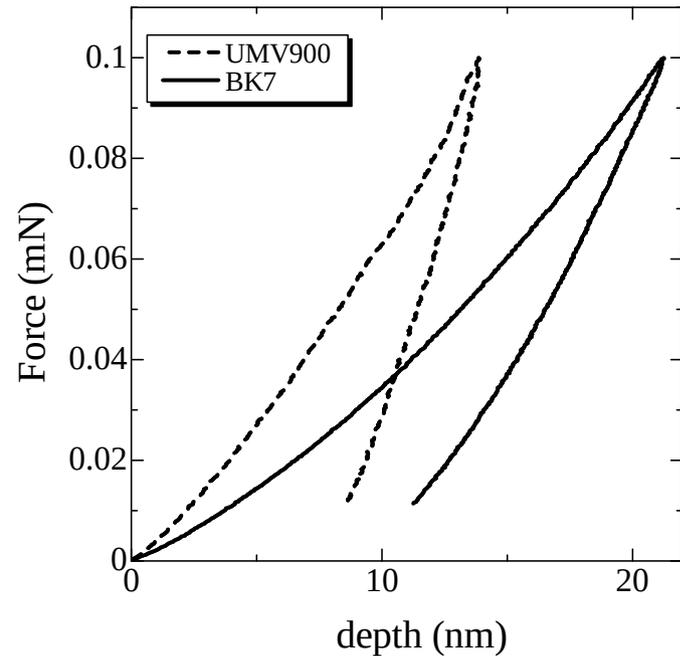


図1 (e) 試験機 No.1  
→ tangent depth法 ○

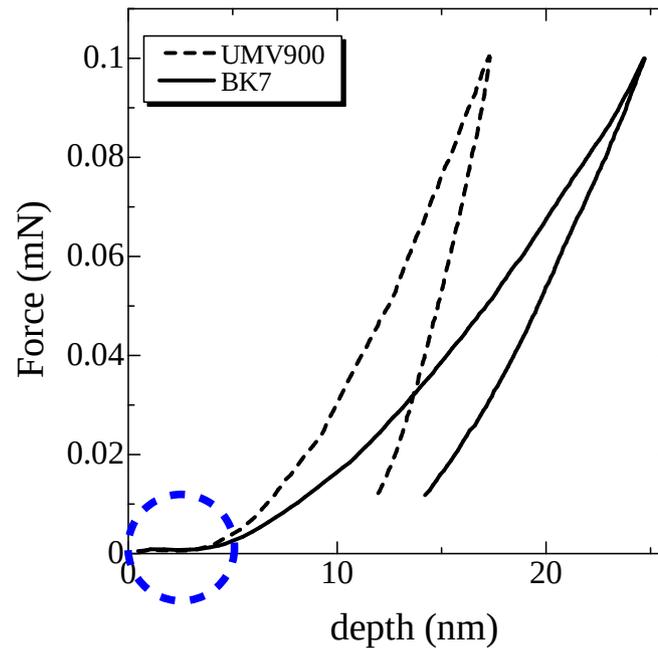


図2 (e) 試験機 No.2  
→ tangent depth法 ○

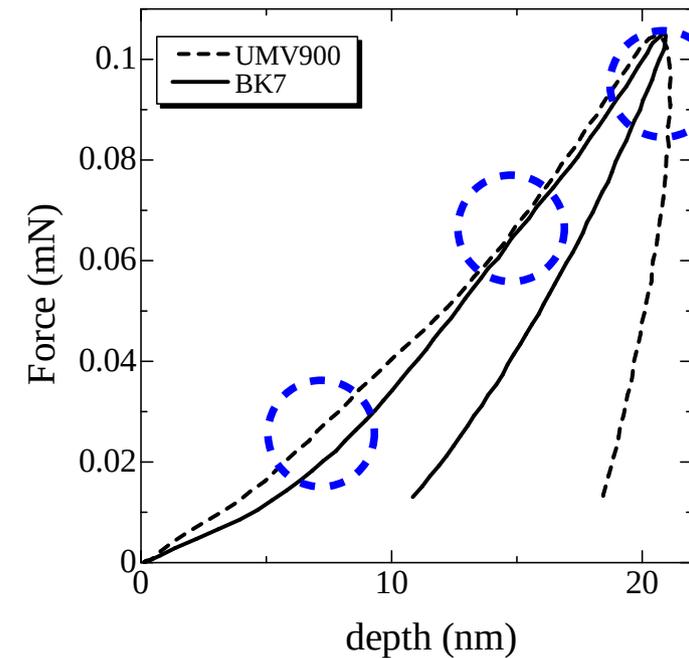


図3 試験機 No.3  
→ tangent depth法 ×

	UMV900	BK7	FS
Reference	210	81.29	73.32
Reported	240.8	99.2	80.0
tangent depth	219.3	81.4	73.3

	UMV900	BK7	FS
Reference	210	81.29	73.32
Reported	264.4	86.6	76.8
tangent depth	206.7	76.4	73.3

	UMV900	BK7	FS
Reference	210	81.29	73.32
Reported	486.4	104.0	111.8
tangent depth	Error	68.6	73.3

Table 6 参加機関報告値とtangent depth法の算出ヤング率のばらつきまとめ

(a) 通常<sup>①</sup>の統計解析による変動係数(%)

Force		10mN	1mN	0.1mN
$\overline{CV}$ (%)	Reported	26.5	27.6	23.3
	tangent depth	4.8	6.7	26.2

(b) Robust<sup>②</sup>統計解析による変動係数(%)

Force		10mN	1mN	0.1mN
$\overline{CV}_R$ (%)	Reported	10.1	11.0	20.0
	tangent depth	2.4	4.5	8.6

- ・ 10 mNと1 mNでは，tangent depth法の結果に外れ値はなく，ばらつきは約1/2.5～1/5と大幅に縮小した。
- ・ 0.1 mNでは，どちらの値も不安定
- この領域で妥当な押し込み曲線を取得してヤング率を算出することの難しさを示唆  
(ただし，良好な押し込み曲線を得られている試験機で，tangent depth法で適正なヤング率が得られている例あり)
- ・ 同一の押し込み曲線データを解析して，外れ値とばらつきが改善→解析プロセスが原因

## 課題点の3つめ = 標準試料(BK7 or FS)の選択によりヤング率が変わる

Table 7 BK7を標準試料とするグループとFSを標準試料とするグループのヤング率  
(10 mN, 各グループの中央値)

	Specimen	W	UMV900	BK7	Fused silica	W-2	n
	Reference (GPa)	410	210	81.29	73.32	410	
報告値 →	Reported-BK7	429.6	222.4	82.1	67.8	418.7	4
	Reported-FS	511.4	244.6	89.3	73.1	545.4	6
tangent depth法 →	tangent-BK7	393.5	203.6	81.2	70.8	390.9	4
	tangent-FS	389.1	211.1	84.1	73.3	395.2	6

### 参加機関の報告値について

- ・ BK7グループとFSグループとも、標準試料のヤング率は適正な値となっている。
- ・ しかし、標準試料でない方のヤング率は、少しずれている。
- ・ 他の試料(W, UMV900)のヤング率も、BK7標準かFS標準かで10%以上変動する。

### tangent depth法の算出値について

- ・ BK7グループとFSグループで、算出されるヤング率の差は相対的に小さく、標準試料選択の影響は小さい。→外れ値やばらつきと同様に、これも解析プロセスが原因

Table 8 BK7とFused silicaのヤング率の比

<b>E(BK7)/E(FS)</b> <b>Reference=1.109</b>	Reported	tangent depth
Number of data	<b>11</b>	<b>11</b>
Minimum	<b>1.185</b>	<b>1.134</b>
Maximum	<b>1.317</b>	<b>1.192</b>
Mean	<b>1.224</b>	<b>1.152</b>
$\sigma$	<b>0.035</b>	<b>0.016</b>
CV (%)	<b>2.9</b>	<b>1.4</b>

- ・ BK7とFused silicaのヤング率の比は $81.29 / 73.32 = 1.109$ なので、得られたヤング率の比がこの値と乖離→標準試料選択の影響が生じている
  - ・ 参加機関の報告値は平均**1.224**，tangent depth法の平均は**1.152**と後者の方が近い→tangent depth法の方が標準試料選択の影響が小さい
  - ・ 参加機関の報告値は11の異なる試験機による結果だが、この比は最小でも**1.185**となり、tangent depth法平均の**1.152**よりも大きい。
- 少なくとも3つめの課題点について、tangent depth法よりも同等以上の結果を示すプログラムが今回の巡回測定に含まれていた可能性は低い。
- (補足)試験機ごとに報告値とtangent depth法のどちらがTable 1のヤング率に近いかで比較しても、全てtangent depth法が優勢(技術資料)

# まとめ

巡回測定 of 11 の試験機の押し込み曲線データから tangent depth 法によってヤング率を算出し、参加機関の報告値と比較した。

- ・ 試験力 10 mN と 1 mN では、tangent depth 法はほぼ適正なヤング率を算出し、変動係数がおおよそ **1/2.5 ~ 1/5** に縮小するなど、**外れ値** と **ばらつき** の課題点に大幅な改善が見られた。
- ・ **標準試料選択の影響** について、参加機関の報告値では、BK7 標準グループと FS 標準グループでヤング率が 10% 以上変わるが、tangent depth 法ではその影響は小さかった。
- ・ 少なくとも、巡回測定で明らかになった 3 つの課題点が tangent depth 法を用いることでいずれも改善したことから、原因が解析プロセスにあることが推定できた。
- ・ 試験力 0.1 mN ではいずれも不安定な結果となっており、この領域で妥当な押し込み曲線を取得してヤング率を算出することの難しさが示唆された。

# 今後必要となる取り組み

- ・ 同一の押し込み曲線データを解析して、3つの課題点(外れ値, ばらつき, 標準試料選択依存性)にいずれも改善が見られたことから、原因が解析プロセスにあることは明らか  
→ **現状**(少なくとも巡回測定時)の**押し込み曲線の解析方法は見直しが必要**
- ・ tangent depth法が良い結果を示した本質的な原因は？  
→ 今後の検証次第だが、tangent depthは $C_F$ の影響を受けないことや、再帰的なループがない点などが可能性として考えられる。
- ・ 自分で確認・検証したい  
→ BK7とFused silicaを測定して、ヤング率の比を確認する (標準試料選択の影響の確認用)  
→ tangentGoプログラム(Windows / macOS / Linux)のベータテストにご参加ください
- ・ 現状の試験機がどのような解析方法を行っているのか知りたい  
→ 各試験機メーカーに解析方法の詳細をお問い合わせください
- ・ 試験機メーカーへのお願い  
→ 解析方法の詳細をユーザーに開示  
→ 一般の押し込み曲線データを読み込んで解析可能に (tangent法プログラムと同様に)  
→ 構想として、標準押し込み曲線データを想定 (通常の硬さ試験における基準片の役割に近い、解析機能の確認のためのデータセット)

最後に、巡回測定にご参加いただいた皆様にあらためて感謝申し上げます。