

(技術資料)

# Verification of the Equivalent Indenting Young's modulus $E_{IT}(h_r)$ and Equivalent Indenting Vickers hardness HVI (IW) with Vickers indenter by means of Tangent depth theory and method in I.I.T.

(I.I.T. = Instrumented Indentation Test = 計装化押し込み試験)

Tatsuya ISHIBASHI (Niigata University)

○ Kensuke MIYAHARA (National Institute for Materials Science)

Yusuke YOSHIKAWA (NIDEC Sankyo CMI Corporation)

Takashi YAMAMOTO (Yamamoto Scientific Tool Laboratory, Co., LTD.)

Shigeo KATAYAMA (Former President, Fischer Instruments K.K.)

# 講演の内容

1. 背景 – 計装化押し込み試験の抱える課題
2. Tangent depth法の詳細
3. 実験データおよびTangent depth法による解析結果
4. 結論

[参考] tangentGoプログラムについて

# 1. 背景 - 計装化押し込み試験の抱える課題

ヤング率や硬さを求める計装化押し込み試験は、ISO14577として規格化されている。しかし、一部のユーザーからは測定結果のばらつきや算出結果の妥当性など、信頼性への懸念を指摘されている。



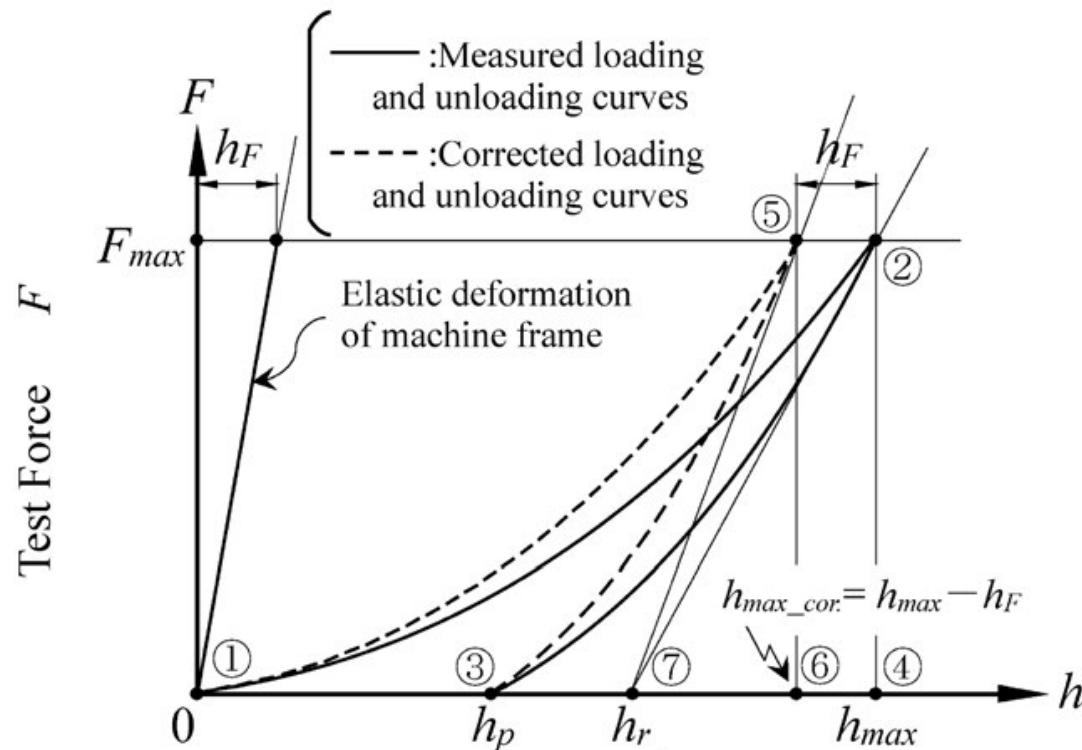
著者らは論文や巡回測定における検証で、具体的な課題点を明らかにした。

1. **外れ値** (他の試験機の数倍のように、大きく外れる場合あり)
2. **ばらつき** (ヤング率で変動係数10%超, 外れ値含めると20%超)
3. **標準試料の影響** (BK7・Fused silicaの違いでヤング率に約10%差)

いずれも深刻な問題であり、早急な解決に向けた協力体制の構築が必要である。

## 2. Tangent depth法とは

- ・ ISO14577に代わる計装化押し込み試験の解析方法として、石橋らが提案
- ・ ISO14577で規定されているcontact depthではなく、tangent depthに基づいてヤング率などを求める (詳細な方法は後述)



$h_r$  : tangent depth

$h_c$ : contact depth  $h_c = h_{max} - 0.75(h_{max} - h_r) = h_r + 0.25(h_{max} - h_r)$  ( $h_r$ を少し $h_{max}$ 側へ)

# Tangent depth法の現状

## 1. ヤング率に関して

- ・ 2台の試験機(HM2000 & DUH5000), 各10種以上の試料で検証済み [1-3]
- ・ 巡回測定の11台分の試験機データを検証し, 3つの課題点が大幅に改善 [4-5]
- ・ 解析方法の変更のみで課題点が改善 → 従来の「解析プロセス」に原因

## 2. 硬さに関して - HVI(IW)

- ・ ビッカース硬さ等価のHVI(IW)を新提案, 検証 (2020年1月号論文) [6]
- ・ 8個の試料は2-4%, 2個は11%以内で実際のHV硬さと一致
- ・ 今回, 圧子を変更して検証(バーコビッチからビッカースへ) [7]

[1] T. ISHIBASHI, Y. YOSHIKAWA, K. MIYAHARA, T. YAMAMOTO, S. KATAYAMA, M. YAMAMOTO: J. Mater. Test. Res. Vol.61, No.2, 60 (2016)

[2] T. ISHIBASHI, Y. YOSHIKAWA, S. KATAYAMA, K. MIYAHARA, M. OHKI, T. YAMAMOTO, M. YAMAMOTO: J. Mater. Test. Res. Vol.62, No.2, 68 (2017)

[3] T. ISHIBASHI, Y. YOSHIKAWA, M. YAMAMOTO, K. MIYAHARA, T. YAMAMOTO, M. OHKI, S. KATAYAMA: J. Mater. Test. Res. Vol.62, No.3, 164 (2017)

[4] 宮原健介, 石橋達弥, 吉川裕輔, 山本卓: 材料試験技術 Vol. 65, No. 1, 25 (2020)

[5] 宮原健介, 石橋達弥, 吉川裕輔, 山本卓: 材料試験技術 Vol. 65, No. 1, 32 (2020)

[6] T. ISHIBASHI, Y. YOSHIKAWA, K. MIYAHARA, T. YAMAMOTO, S. TAKAGI, M. FUJITSUKA, S. KATAYAMA: J. Mater. Test. Res. Vol.65, No.1, 4 (2020)

[7] T. ISHIBASHI, K. MIYAHARA, Y. YOSHIKAWA, T. YAMAMOTO, S. KATAYAMA: J. Mater. Test. Res. Vol.65, No.4, 197 (2020)

## 今回の講演および技術資料の位置づけ

2020年1月号論文と比較し、今回(2020年10月)の技術資料では

- ・ 手法や試験機は同一で、
- ・ 圧子をバーコビッチからビッカーズに変更して、

等価押込みビッカーズ硬さHVI(IW)とヤング率について検証する。

→ 1月シンポジウムでは筆頭著者(石橋)による講演であったが、今回は別の講演者(宮原)が、公開テスト中のtangentGoの紹介も兼ねて、多少レビュー的に講演する。

※tangentGoとは

1月号論文および10月号技術資料は、吉川によるプログラムの解析結果であるが、同様にtangent depth法を実装した宮原による別プログラム(tangentGo)でも検証した。

## Tangent depth法の詳細 (1) 基本式

除荷過程の基本式を使う点はISO14577などと同じ

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \cdot \frac{S}{\sqrt{A}}$$

$$\frac{1}{E_r} = f(E) = \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} + \frac{1 - \nu_s^2}{E_s} = I(E) + S(E)$$

$E_r$ : 複合ヤング率

$E, \nu$ : ヤング率, ポアソン比 ( $i$ : 圧子,  $s$ : 試料)

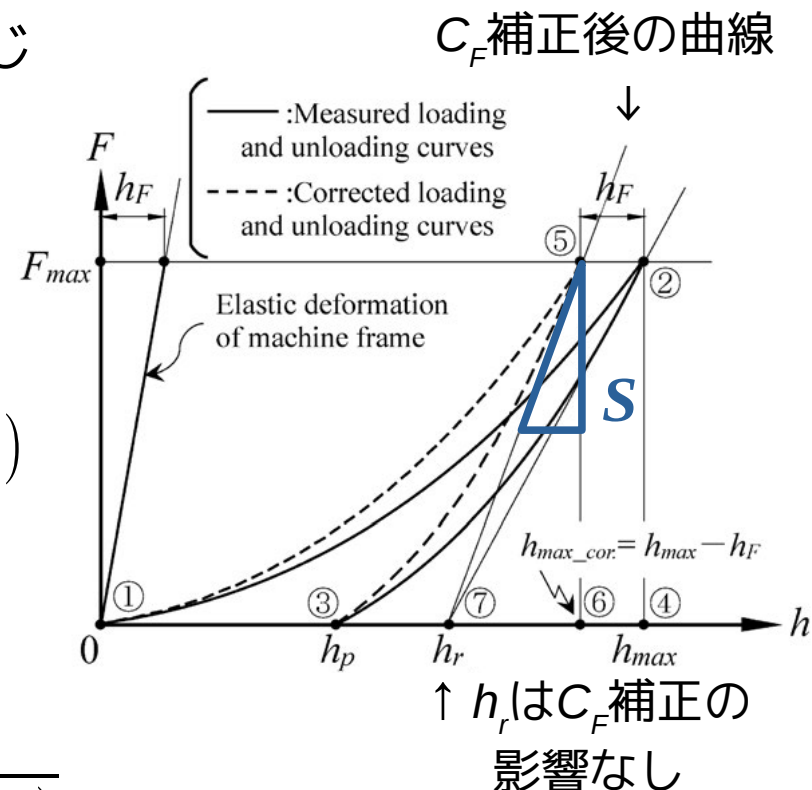
$$S = \frac{F_{max}}{(h_{max\_cor.} - h_r)} = \frac{F_{max}}{(h_{max} - F_{max} \cdot C_F - h_r)}$$

$S$ : フレームコンプライアンス( $C_F$ )補正後の除荷曲線の傾き(上図)

$A$ : (圧子の接触投影面積) → tangent depth法では $h_r$ の関数として求める

したがって, tangent depth  $h_r$  を使った基本式は次の通り

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



## Tangent depth法 - (2) フレームコンプライアンス $C_F$ の推定

※これ以降は、Tangent depth法独自の方法

標準試料(BK7やFused silica)では、ヤング率も硬さも一定と仮定する。

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

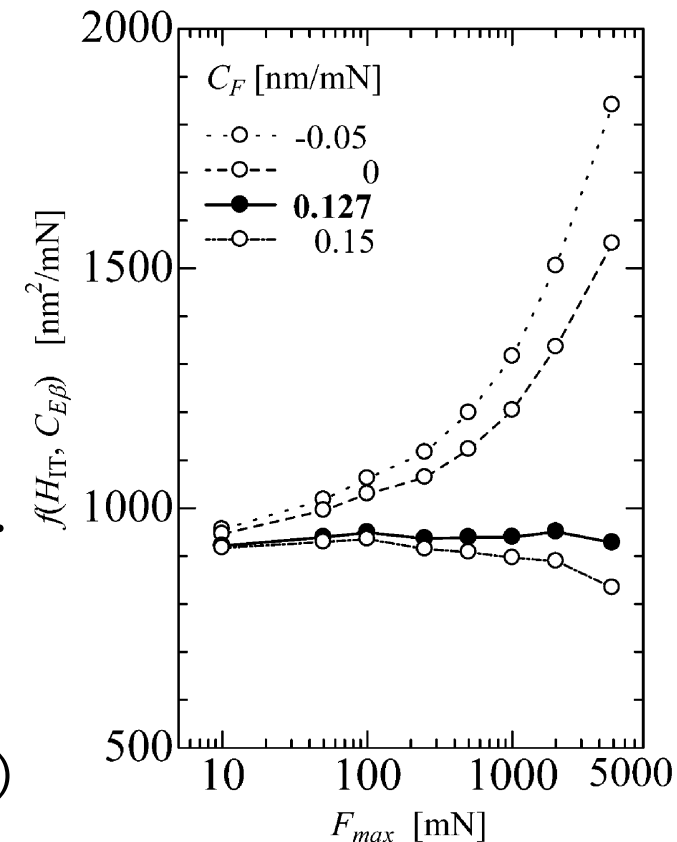
$$H_{IT} = \frac{F_{max}}{A(h_r)} = const.$$

簡単な式変形で、 $A(h_r)$ を含まない次式の  $f$  も一定となる

$$f(H_{IT}, C_{E\beta}) \equiv F_{max} \cdot \left( \frac{h_{max} - h_r}{F_{max}} - C_F \right)^2 = \frac{\pi H_{IT}^2}{4 E_r^2} = const.$$

$f$  が最も一定に近くなる値を $C_F$ の推定値とする。

(この計算に、標準試料のヤング率や硬さ値自体は不要)



(a) BK7

## Tangent depth法 – (3) 圧子の接触投影面積関数 $A(h_r)$ の決定

圧子の接触投影面積関数 $A(h_r)$ を決めるには、ヤング率・ポアソン比が既知の標準試料が必要(BK7やFused silicaなど)

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

上の基本式を $A(h_r)$ について解くと次式のようなになる。

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

標準試料の押し込み曲線1本から、特定の $h_r$ における面積 $A(h_r)$ が1点決まる。  
→これを試験力を変えて行い、 $A(h_r)$ を適当な関数形でフィッティングする。

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

$C_1, C_2$ は定数,  $a, b, c$ はパラメータ

$A(h_r)$ の関数が決まると、一般の試料について押し込み曲線からヤング率 $E_r$ や押し込み硬さ $H_{IT}$ が計算できる。(試料のヤング率を決定するには、ポアソン比も必要)

## Tangent depth法 (4) HVI(IW)硬さの計算-1

硬さ $H$ は試験力 $F$ を面積 $A$  (断面積, 表面積)で除したものとする定義が一般的である。

$$H = \frac{F}{A}$$

では, 押し込み曲線から面積 $A$ を求める際に, どの深さから計算するか?

マルテンス硬さ  $H_M$  (ISO14577)では  $h_{max}$   $\rightarrow A = A(h_{max})$

押し込み硬さ  $H_{IT}$  (ISO14577)では  $h_c$   $\rightarrow A = A(h_c)$

押し込み硬さ  $H_{IT}$  (tangent depth法)では  $h_r$   $\rightarrow A = A(h_r)$

上記はそれぞれの硬さの定義であるが, 新たにHI(IW)硬さを定義する。

HI(IW)は  $h_{max}$  と  $h_r$  の積から, あるいは両者の幾何平均  $h_{Geo}$  から硬さを計算する。

$$h_{Geo} = \sqrt{h_{max} \cdot h_r}$$

$h_{Geo}$  は,  $h_{max}$  と  $h_r$  の「中間的な」値になる。(次ページ Fig. 2)

## Tangent depth法 (4) HVI(IW)硬さの計算-2

$h_{Geo}$  を使うと, 新たなHI(IW)硬さは,

$$HI(IW) = \frac{F}{A} = \frac{F}{26.43 \cdot h_{max} \cdot h_r} = \frac{F}{26.43 \cdot h_{Geo}^2}$$

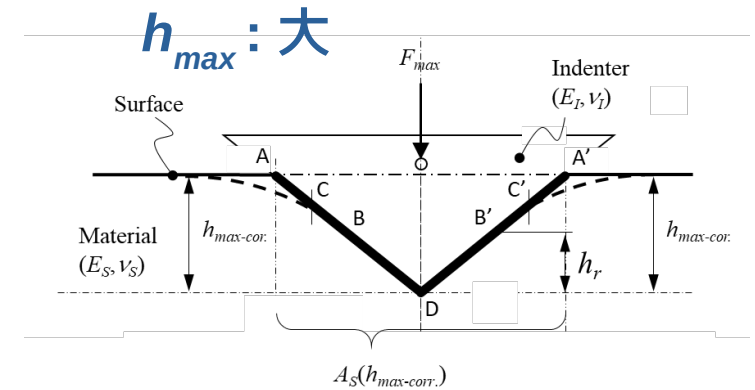
と他の多くの硬さと同様な関数形(2次式)で定義される。このHI(IW)は多くの種類の材料でビッカース硬さとの相関が高いことが判明した(1月号論文)。

つまり, ビッカース硬さHVが既知の硬さ標準試料を使って, HI(IW)とHVとの変換係数

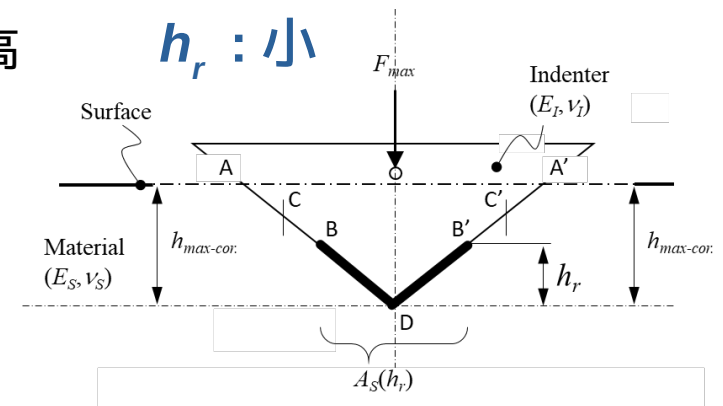
$$C_{HVI(IW)} = \frac{HV}{HI(IW)}$$

を決めれば, 他の試料のHI(IW)から等価押し込みビッカース硬さHVI(IW)を計算できる。(C<sub>HVI(IW)</sub>は試料に依存しない。)

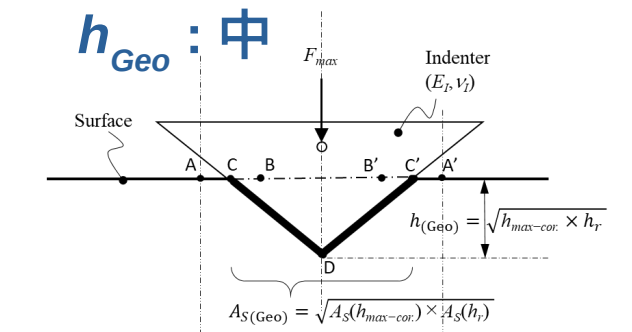
$$HVI(IW) = C_{HVI(IW)} \cdot HI(IW)$$



(a) Assumed contacting figure-1 (contact depth:  $h_{max-cor.}$ )



(b) Assumed contacting figure-2 (contact depth:  $h_r$ )



(c) Assumed Integrated contacting figure  
(contact depth: Geometric mean of  $h_{max-cor.}$  and  $h_r$ )

## Tangent depth法 (4) HVI(IW)硬さの計算-3

1月号論文および今回の技術資料では、硬さ標準にBK7 (実測602HV0.2)を使用した。

各試験力 $F$ で、BK7の押し込み曲線から求まるHI(IW)硬さが602HVになるよう、

$$C_{\text{HI(IW)}} = \frac{602}{\text{HI(IW)}_{\text{BK7}}}$$

を求めた。 $C_{\text{HVI(IW)}}$  は、硬さの単位変換や圧子の形状補正などが含まれたパラメータである。

### 3. 実験データ

試験機: Fischerscope-HM2000XYp

圧子: ビッカース

試験力: 10 mN ~ 1960 mN間の11段階

試料: BK7 [標準試料  $E=81.3\text{GPa}$ ,  $\nu=0.22$ , 602HV0.2]

Fused silica

HMV100 (Brass)

HMV40 (pure Cu)

HMV200 (Cu-Be)

HMV400 (Cu-Be)

UMV500 (steel)

UMV700 (steel)

HMV900 (steel)

HMV1600 ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ )

HN-W (W single crystal)

HV2000 (WC)

※圧子以外は2020年1月号論文と同じ

### 3. ビッカース圧子実験データの解析結果 (Table 2)

**BK7 ( $E$ とHVI(IW))の標準試料,  $E=81.3\text{GPa}$ ,  $\nu=0.22$ , 602HV0.2)**

| $F_{max}$            |                      | $E$                  |                      | HVI(IW)       |                 |
|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|---------------|-----------------|
| $F_{max}$            | $h_{max}$            | $h_{r,80-98\%}$      | $x$                  | $y$           | $\sqrt{A_{Pm}}$ |
| VV540 Ref. BK7       |                      |                      |                      |               |                 |
| [mN]                 | [nm]                 | [nm]                 |                      |               | [mm]            |
| 9.796                | 259.4                | 158.6                | 5.066                | 2.381         | 1.082E-03       |
| 14.69                | 324.4                | 201.4                | 5.305                | 2.586         | 1.328E-03       |
| 24.48                | 429.0                | 268.1                | 5.591                | 2.836         | 1.704E-03       |
| 48.97                | 622.6                | 395.0                | 5.979                | 3.181         | 2.407E-03       |
| 97.94                | 897.7                | 576.6                | 6.357                | 3.525         | 3.395E-03       |
| 146.9                | 1112                 | 718.6                | 6.577                | 3.728         | 4.161E-03       |
| 244.9                | 1451                 | 945.0                | 6.851                | 3.985         | 5.376E-03       |
| 489.9                | 2076                 | 1356                 | 7.212                | 4.327         | 7.574E-03       |
| 979.8                | 2962                 | 1947                 | 7.574                | 4.677         | 1.074E-02       |
| 1470                 | 3648                 | 2400                 | 7.783                | 4.882         | 1.318E-02       |
| 1960                 | 4212                 | 2778                 | 7.929                | 5.025         | 1.522E-02       |
|                      |                      |                      |                      |               |                 |
| $f(E)$               | $S(E)$               | $f(E)+I(E)$          | $S(E)-I(E)$          | $E_{IT}(h_r)$ | Rela.err        |
| [N/mm <sup>2</sup> ] | [N/mm <sup>2</sup> ] | [N/mm <sup>2</sup> ] | [N/mm <sup>2</sup> ] | [GPa]         | [%]             |
| 1.256E-05            | 1.169E-05            | 81.40                | 0.12%                | 9008          | 0.0668          |
| 1.255E-05            | 1.167E-05            | 81.52                | 0.27%                | 8511          | 0.0707          |
| 1.264E-05            | 1.177E-05            | 80.87                | -0.53%               | 8056          | 0.0747          |
| 1.263E-05            | 1.175E-05            | 80.97                | -0.41%               | 7534          | 0.0799          |
| 1.256E-05            | 1.169E-05            | 81.43                | 0.16%                | 7160          | 0.0841          |
| 1.257E-05            | 1.169E-05            | 81.37                | 0.09%                | 6957          | 0.0865          |
| 1.254E-05            | 1.167E-05            | 81.57                | 0.33%                | 6756          | 0.0891          |
| 1.257E-05            | 1.170E-05            | 81.36                | 0.08%                | 6585          | 0.0914          |
| 1.256E-05            | 1.169E-05            | 81.40                | 0.12%                | 6429          | 0.0936          |
| 1.263E-05            | 1.175E-05            | 80.97                | -0.41%               | 6352          | 0.0948          |
| 1.257E-05            | 1.170E-05            | 81.34                | 0.05%                | 6338          | 0.0950          |

$$HI(IW) = \frac{F}{26.43 \cdot h_{max} \cdot h_r} = \frac{F}{26.43 \cdot h_{Geo}^2}$$

HI(IW)から等価押し込みビッカース硬さ  
HVI(IW)への変換係数  $C_{HVI(IW)}$  は各試験力で

$$C_{HVI(IW)} = \frac{HVI(IW)}{HI(IW)}$$

にBK7のHI(IW)とHVI(IW) = 602を代入して計算する。

| HI(IW)               | $C_{HVI(IW)}$ | HVI(IW)                |
|----------------------|---------------|------------------------|
| [N/mm <sup>2</sup> ] | [kgf/N]       | [kgf/mm <sup>2</sup> ] |
| 9008                 | 0.0668        | 602                    |
| 8511                 | 0.0707        | 602                    |
| 8056                 | 0.0747        | 602                    |
| 7534                 | 0.0799        | 602                    |
| 7160                 | 0.0841        | 602                    |
| 6957                 | 0.0865        | 602                    |
| 6756                 | 0.0891        | 602                    |
| 6585                 | 0.0914        | 602                    |
| 6429                 | 0.0936        | 602                    |
| 6352                 | 0.0948        | 602                    |
| 6338                 | 0.0950        | 602                    |

### 3. ビッカース圧子実験データの解析結果 (Table 4)

#### UMV700 (steel)

| $F_{max}$ |           | $E$           |       | $HVI(IW)$ |                 |                      |                      |               |          |                      |               |                        |
|-----------|-----------|---------------|-------|-----------|-----------------|----------------------|----------------------|---------------|----------|----------------------|---------------|------------------------|
| $F_{max}$ | $h_{max}$ | $h_{70-98\%}$ | $x$   | $y$       | $\sqrt{A_{Pm}}$ | $f(E)$               | $S(E)$               | $E_{IT}(h_r)$ | Rela.err | HI(IW)               | $C_{HVI(IW)}$ | HVI(IW)                |
| [mN]      | [nm]      | [nm]          |       |           | [nm]            | [N/mm <sup>2</sup> ] | [N/mm <sup>2</sup> ] | [GPa]         | [%]      | [N/mm <sup>2</sup> ] | [kgf/N]       | [kgf/mm <sup>2</sup> ] |
| 9.801     | 206.2     | 165.8         | 5.111 | 2.419     | 1.124E-03       | 5.228E-06            | 4.355E-06            | 208.93        | -0.51%   | 10843                | 0.0668        | 725                    |
| 14.70     | 255.5     | 205.5         | 5.326 | 2.604     | 1.352E-03       | 5.187E-06            | 4.314E-06            | 210.93        | 0.44%    | 10590                | 0.0707        | 749                    |
| 24.49     | 346.8     | 283.1         | 5.646 | 2.884     | 1.789E-03       | 5.246E-06            | 4.373E-06            | 208.11        | -0.90%   | 9437                 | 0.0747        | 705                    |
| 48.98     | 502.9     | 414.5         | 6.027 | 3.225     | 2.514E-03       | 5.115E-06            | 4.243E-06            | 214.49        | 2.14%    | 8889                 | 0.0799        | 710                    |
| 97.96     | 729.1     | 603.3         | 6.402 | 3.567     | 3.540E-03       | 5.130E-06            | 4.257E-06            | 213.75        | 1.79%    | 8426                 | 0.0841        | 708                    |
| 146.9     | 904.3     | 749.1         | 6.619 | 3.767     | 4.325E-03       | 5.152E-06            | 4.280E-06            | 212.64        | 1.26%    | 8208                 | 0.0865        | 710                    |
| 244.9     | 1183      | 985           | 6.893 | 4.024     | 5.592E-03       | 5.101E-06            | 4.228E-06            | 215.24        | 2.50%    | 7948                 | 0.0891        | 708                    |
| 489.9     | 1702      | 1419          | 7.258 | 4.371     | 7.912E-03       | 5.164E-06            | 4.291E-06            | 212.06        | 0.98%    | 7674                 | 0.0914        | 702                    |
| 979.8     | 2441      | 2041          | 7.621 | 4.723     | 1.125E-02       | 5.186E-06            | 4.313E-06            | 211.01        | 0.48%    | 7443                 | 0.0936        | 697                    |
| 1470      | 3005      | 2507          | 7.827 | 4.925     | 1.376E-02       | 5.253E-06            | 4.380E-06            | 207.77        | -1.06%   | 7381                 | 0.0948        | 700                    |
| 1960      | 3475      | 2907          | 7.975 | 5.070     | 1.592E-02       | 5.216E-06            | 4.343E-06            | 209.55        | -0.21%   | 7340                 | 0.0950        | 697                    |

BK7以外の試料については、BK7で計算された $C_{HVI(IW)}$ を使って、

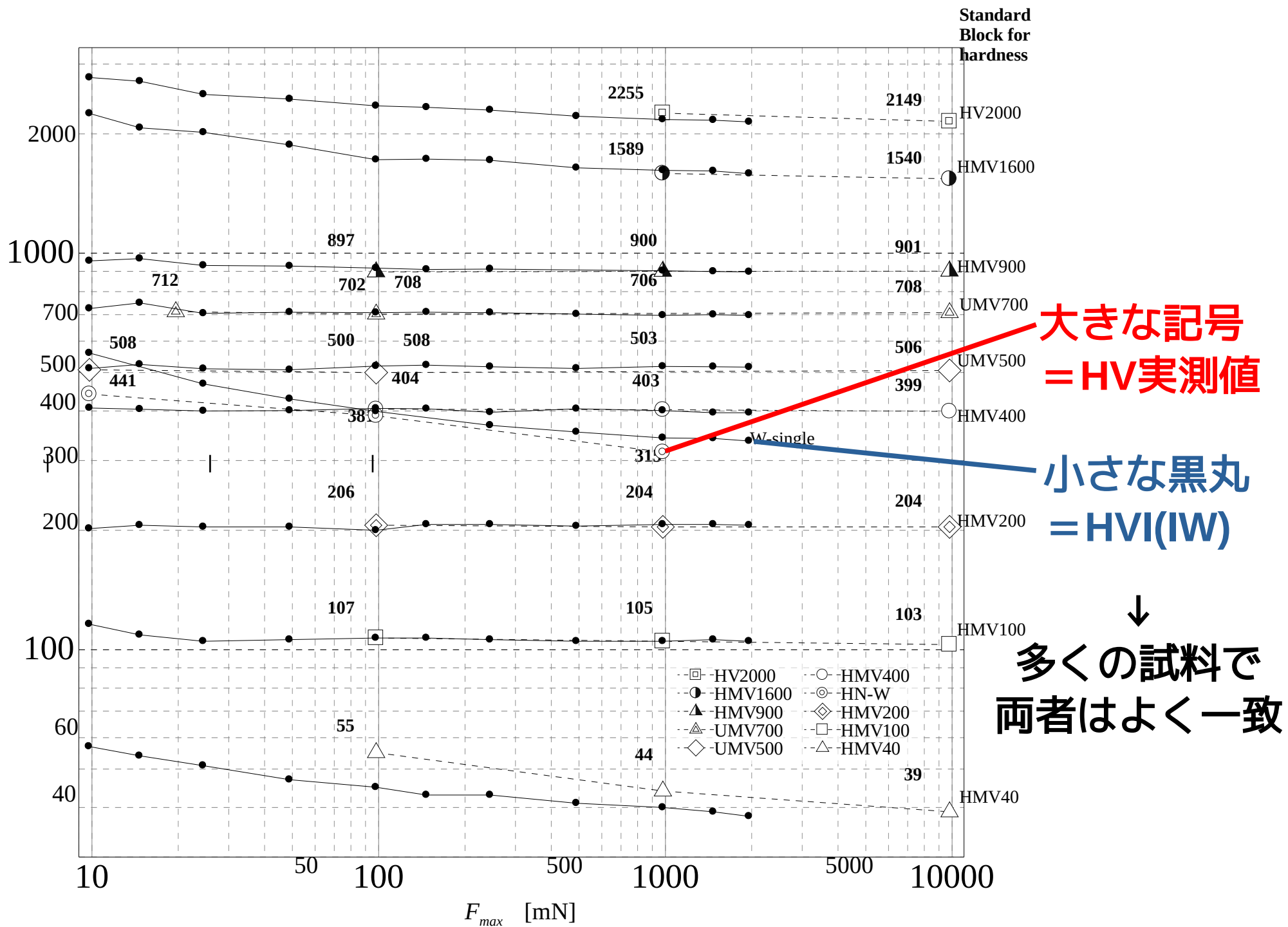
$$HVI(IW) = C_{HVI(IW)} \cdot HI(IW)$$

等価押し込みビッカース硬さHVI(IW)を計算する。実際に計算されたUMV700のHVI(IW)は700に近い。

また、ヤング率 $E$ も、約210GPaと適正な値が求められている。

| HI(IW)               | $C_{HVI(IW)}$ | HVI(IW)                |
|----------------------|---------------|------------------------|
| [N/mm <sup>2</sup> ] | [kgf/N]       | [kgf/mm <sup>2</sup> ] |
| 10843                | 0.0668        | 725                    |
| 10590                | 0.0707        | 749                    |
| 9437                 | 0.0747        | 705                    |
| 8889                 | 0.0799        | 710                    |
| 8426                 | 0.0841        | 708                    |
| 8208                 | 0.0865        | 710                    |
| 7948                 | 0.0891        | 708                    |
| 7674                 | 0.0914        | 702                    |
| 7443                 | 0.0936        | 697                    |
| 7381                 | 0.0948        | 700                    |
| 7340                 | 0.0950        | 697                    |

### 3. ビッカース圧子実験データの解析結果 (Fig. 4)



### 3. ビッカース圧子実験データの解析結果 (まとめ)

HMV100, HMV200, HMV400, UMV500, UMV700, HMV900,  
HMV1600, HV2000

→ 上記8個のHVI(IW)は **2-5 %**で実際のHVと一致

HMV40とHN-W

→ **10 %**以内で一致

cf. 2020年1月号論文(バーコビッチ圧子)

→ 上記8個は **2-4 %**で実際のHVと一致

→ HMV40とHN-Wは **11 %**以内で一致

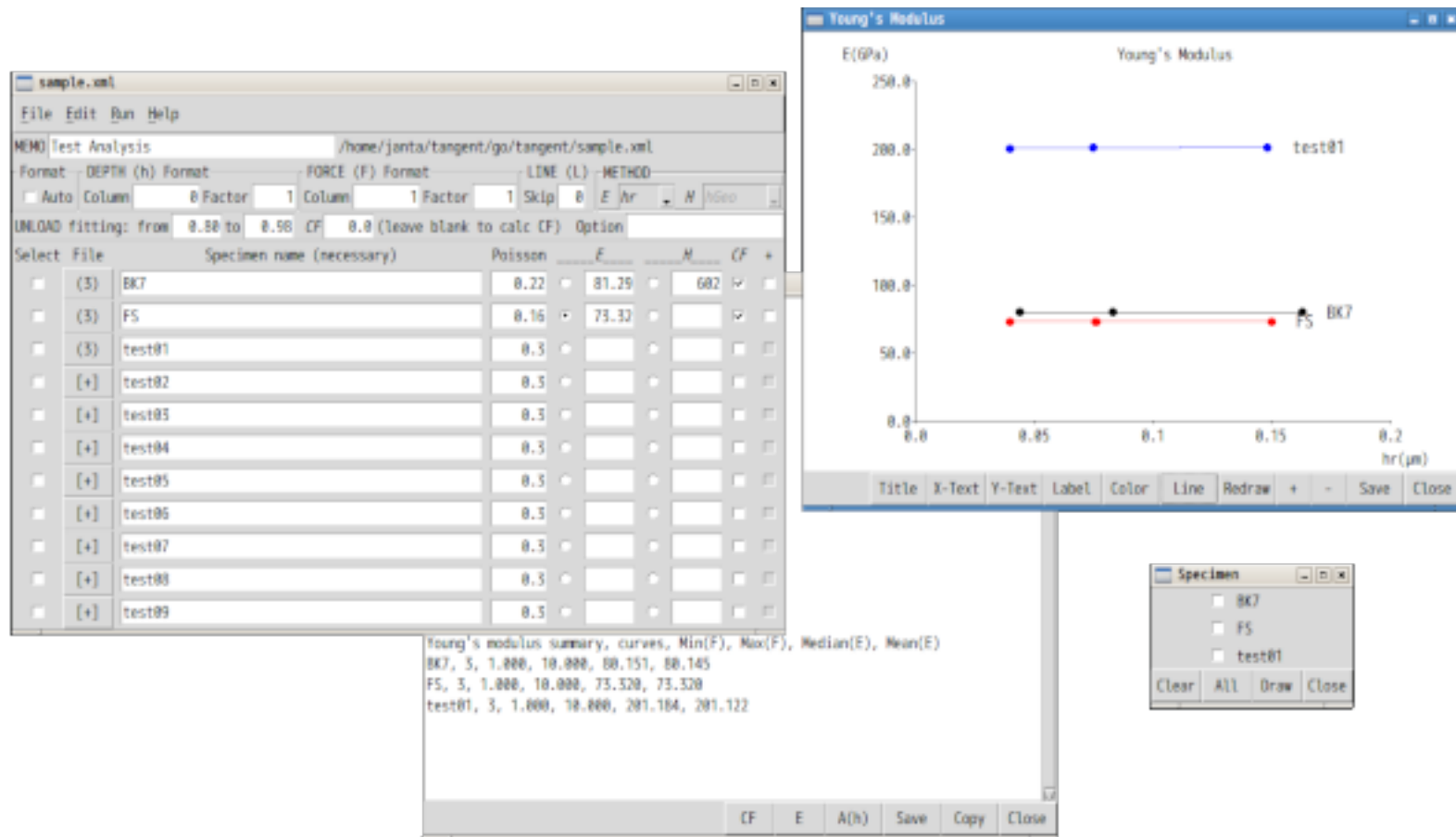
今回の結果はバーコビッチ圧子を使った1月号論文とほぼ同様の結果であり, ビッカース圧子を使った計装化押し込み試験でも, Tangent depth法で実際のビッカース硬さに近い等価押し込みビッカース硬さHVI(IW)が得られることを定量的に確認できた。

また, ヤング率もHN-Wを除き, ほぼ適正な値が算出された(**1.5-6 %**以内, Table 2-4)。

## 4. 結論

ビッカース圧子を用いた計装化押し込み試験でTangent depth法の検証を行い，等価ビッカース硬さHVI(IW)は実際のビッカース硬さと比較して，8個の試料で2-5%，HMV40およびHN-Wについては10%以内と，よく合うことが定量的に確認できた。ヤング率の検証結果や従来のバーコビッチ圧子での検証結果と合わせて，Tangent depth法は押し込み曲線からヤング率および硬さといった材料特性値を算出する方法として，信頼性が高く十分な精度を有することを確認できた。

# [参考] tangentGo プログラム紹介



- Windows / macOS / Linux で動作，GUI(マウス)による操作に対応
- Tangent depth法に基づいてヤング率，HVI(IW)硬さを簡単に求められる。  
(一部，論文と異なる実装部分あり)
- 無料で使える

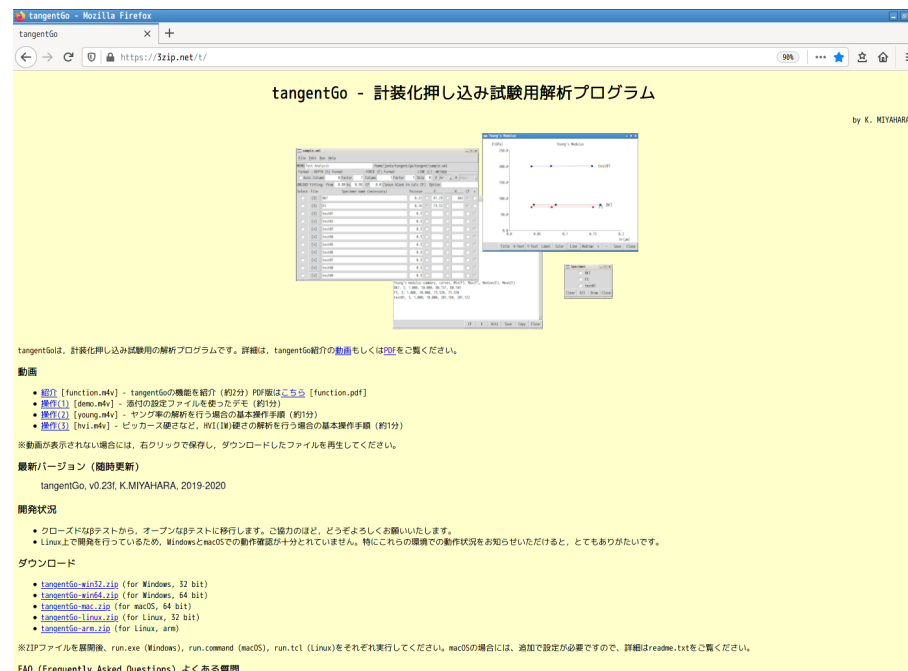
# tangentGoプログラムは公開ベータテスト中

市販の計装化押し込み試験機の日データを読み込み、Tangent depth法で解析可能



ホームページ(仮)

<https://3zip.net/t/>



- ・プログラムのダウンロード
- ・説明動画
- ・よくある質問と回答etc

tangentGoのベータテストにどうぞご協力ください (宮原)