くぼみ深さ測定方式の超微小硬度計による 表面の評価 (第1報)*

——庄子先端半径の影響および直接くぼみ測定方式との相違——

金 沢 憲 一** 牛 島 淳 憲***

Evaluation of Surface Using an Ultra-Microhardness Tester to Measure Depth of Concavity (1st Report)
— Influence of Radius of Indenter Tip and Comparison with the Classical Method of
Measuring Concavity Optically —

Kenichi KANAZAWA and Atsunori USHIJIMA

Hardness both under test load and after unloading in three materials (pure gold, pure platinum and SK 5 steel), are obtained using an ultra-microhardness tester that directly measures the depth of concavity, using indenters (Vickers type and triangular pyramid). The influence of the radius of the indenter tip and differences in the classical method of measuring the concavity rim optically, also are investigated. The results obtained are as follows: (1) In hardness measurements both under test load and after unloading, correction of the radius of the indenter tip by comparison with the ideal shape, can remove the errors due to tip radius difference. (2) Correction of errors at the indenter tip and correction of errors due to “shallowing”, coincide hardness measurements obtained from unloaded depth with hardness measurements obtained from the classical method. The correction proposed here for SK 5 steel, is effective for all indenter shapes and all test loads in this report.

Key words: ultra-microhardness tester, Vickers hardness, concavity depth, indenter tip radius correction, shallowing correction

1. ま え が き

押し込み硬さは最も広範囲に利用されている硬さである。これは先端の鋭い高硬さの庄子を材料表面に押し込み、生じたくぼみの大きさから求める硬さである。生じたくぼみが大きければ低い値であり、小さければ高い値となる。例えば対面角136°の正四角すい庄子を使用するビッカース硬さは、[試験荷重]/[永久くぼみの表面積]で定義されており、永久くぼみの単位表面積当たりの平均圧力¹⁾を意味している。試験荷重を小さくして行けば、くぼみは小さく浅くなるから、より表面近くの硬さが得られることになる。そこで厚さ1 μmの薄膜や処理表面層の硬さを測定する目的で10年程前に試験荷重を10 mgf (9.8×10^{-5} N)まで小さくした超微小硬度計²⁾とよばれる新しい硬度計が開発され近年急速に普及しつつある。現在数社から市販されており、国内だけでも種々の分野で数百台が稼働中であると推定されている。

この超微小硬度計の特徴は生じるくぼみの大きさを、ビッカース硬さのように上方から光学顕微鏡で直接測定するのではなく、くぼみの深さを測定することにある。その結果、試験荷重を小さくしたことで光学的に測定不能になる小さなくぼみでも、精度よく測定可能になった。ただし表面位置の正確な検出が必要になるので、各超微小硬度計とも特殊な高精度の表面位置検出法を採用している。また、試験荷重を小さくするためにコンピュータによる負荷制御を行っている。そのため負荷速度の制御が可能であり、負荷過程と除荷過程を通して荷重とくぼみ深さの関係も得ることができる。

この超微小硬度計の普及とともにいくつかの問題³⁾が生じて

きた。その中でも最も本質的かつ重要な問題は、第1に庄子の先端半径の影響が大きく個々の超微小硬度計で得られた同一条件のデータが異なること、第2に直接永久くぼみの大きさを測定し求める従来方式の硬さ(以下S方式硬さとよぶ)と、くぼみ深さ測定方式の硬さ(以下d方式硬さとよぶ)が一致せず、一般に後者の方が高くなることである。これらは得られる結果に大きな影響を与えるにもかかわらず何も考慮されず試験されているのが現状である。本研究では、いくつかの材料について超微小硬度計を用いて硬さ測定を行った結果、この2つの問題についてその原因を考察し補正方法を見出したのでここに報告する。

2. 実 験 方 法

2.1 超微小硬度計

使用した超微小硬度計はDUH-200(島津製作所製)であり、既に報告した装置DUH-50²⁾の改良・発展型である。装置外観を図1に示す。この超微小硬度計は、平衡した天びん機構に庄子を取り付け、電磁石に電流を流すことにより庄子に負荷を加える。くぼみの深さは庄子の上部に取り付けられた差動トランスにより試験中常に測定される。試験荷重の設定、負荷・除荷速度の制御、くぼみ深さから硬さへの換算等はすべて16ビットのコンピュータにより行われる。くぼみ深さの基点となる表面位置の測定には、庄子を一定速度で試験片表面に近づけ接触後の速度低下を検出する方法をとっている。DUH-50と比較した、DUH-200における改良点・変更点は以下の通りである。設定できる試験荷重の値を0.01~50 gf ($9.8 \times 10^{-5} \sim 4.9 \times 10^{-4}$ N)から0.01~200 gf ($9.8 \times 10^{-5} \sim 1.96$ N)に広げたこと。試験中のデータの測定間隔を0.1 sから0.05 sにしたこと。表面検出点を「負荷・変位」グラフ上で変更可能にしたこと。試験片表面における測定位置の設定精度を $\pm 50 \mu\text{m}$ から $\pm 5 \mu\text{m}$ (通

* 原稿受付 平成7年4月19日

** 正 会 員 千葉工業大学工学部(習志野市津田沼2-17-1)

*** (株)島津製作所試験センター(京都市中京区西ノ京桑原町1)

Fig. 1 Ultra-microhardness tester

Table 1 Improved points in DUH-200

	DUH-50	DUH-200
Maximum test load gf	50	200
Minimum test load gf	0.01	0.01
Sampling time s	0.1	0.05
Modification of surface level	×	○
Positioning accuracy μm	± 50	± 5
Measuring range μm	5	10
Resolution μm	0.01	0.001

Fig. 2 Load-depth curve

常は $\pm 2 \mu\text{m}$ 程度になる)に向上させたこと。くぼみ深さの測定範囲を $5 \mu\text{m}$ から $10 \mu\text{m}$ (分解能 $0.001 \mu\text{m}$)に広げたこと。光学式くぼみ測定装置、負荷-除荷プログラム、弾性支点に使っているばねの弾性力補正プログラム等を加えたこと。とくに最大試験荷重を 50 gf ($4.9 \times 10^{-1} \text{ N}$)から 200 gf (1.96 N)に上げたために各部の剛性を大きくしている。主な改良点を表1に示す。各試験は質量-ばね系の除振台の上で行われた。

図2にくぼみ深さ-負荷の曲線を示す。表面検出後一定負荷速度で圧子に荷重を加えていくと試験荷重に達しA点に至る。ここで試験荷重を十分な時間保持すると変形が完了しB点に移る。この後に負荷速度と同一の一定速度で除荷して行くとC点に至る。試験荷重を負荷している時の深さ d_B (B点での深さ)と除荷した時の深さ d_C (C点での深さ、永久くぼみの深さ)が得られるので、それぞれについて硬さ(以下B硬さおよびC硬さとよぶ)が算出される。前者は材料表面の弾性変形と塑性変形を含み、ゴムのような弾性に富む材料に使用されているデュロメータ硬さ¹⁾やパーコル硬さ¹⁾に近い意味を持つ。後者の永久くぼみ深さから得られる硬さは一般のビッカース硬さ

Table 2 Experimental conditions

Specimen	Pure gold, Pure platinum, SK 5 steel
Test load	0.1-200 gf
Loading speed	0.002 9-1.44 gf/s
Duration	15 s, 60 s

Table 3 Indenter

No.	Indenter type	Tip radius $R \mu\text{m}$	Correction depth to ideal tip (Δd) _R μm
T-1	115° Triangular pyramid	0.625	0.050
T-2	115° Triangular pyramid	2.375	0.083
V-1	Vickers	0.212	0.020
V-2	Vickers	0.825	0.113

に対応する。超微小硬度計においては、前者・後者とも使用されている。なお従来の押し込み硬度計は試験荷重の負荷に「おもり(Dead weight)」を使用していることから、現在でも硬さの単位は kgf/mm^2 であり、本報告でも試験荷重、負荷速度、硬さの単位は、以後それぞれ gf , gf/s , kgf/mm^2 を使用する。

2.2 試験片

実験に使用した試験片は純金(以下Au)、純白金(以下Pt)、SK 5(炭素工具鋼)の3種類である。Au, Ptについては、いずれも純度99.9%以上で、圧延材を絹パフで研磨しその後 $400 \sim 500^\circ\text{C}$ で焼きなまししたもので $10 \times 10 \times 2 \text{ t}$ の大きさ、SK 5は市販のビッカース硬さ計用HV 500硬度基準片で $\phi 25 \times 5 \text{ t}$ の大きさである。いずれも鏡面に仕上げてある。試験片としてAu, Ptを選定した理由は表面に生じる酸化膜等の影響を除外するためであり、SK 5については一般の基準片の特性を調べるためである。

2.3 実験条件

試験荷重と負荷速度(除荷速度も同一である)は以下の通りである。()内が負荷速度である。 0.1 gf (0.0029 gf/s)、 0.5 gf , 1 gf , 2 gf (いずれも 0.029 gf/s)、 2.5 gf , 5 gf , 10 gf , 20 gf (いずれも 0.27 gf/s)、 50 gf , 100 gf , 200 gf (いずれも 1.44 gf/s)。試験荷重の保持時間は、圧子先端半径の影響を調べる試験では60 s、直接くぼみ測定方式との相違を調べる試験では15 sとした。負荷・除荷速度は試験を通して一定であり、試験荷重に比べ十分小さい速度であるから試験荷重の保持時間内でくぼみの変形はほぼ完全に終了した。1回の試験時間は数分である。表面位置については、1回の試験ごとに圧子位置と圧子降下速度のサンプリングデータを詳細に解析し正確に求めた。同一条件の試験を数回行い、振動等の影響のない有効なデータを5つ求めた。硬さはすべてビッカース硬さHV(kgf/mm^2)として示した。主な実験条件を表2に示す。

圧子については、表3に示すように稜間角度 115° の正三角すい圧子T-1($0.625 \mu\text{m}$)、T-2($2.375 \mu\text{m}$)の2種類と対面角 136° の正四角すいのビッカース圧子V-1($0.212 \mu\text{m}$)、V-2($0.825 \mu\text{m}$)の2種類を用いた。ただし()内の値は、三角すい圧子では先端の曲率半径(以下 R とよぶ)、ビッカース圧子では先端の曲面部分の幅であり、すべて走査型電子顕微鏡写真より計測した値である。この稜間角度 115° の三角すい圧子はくぼみ深さと表面積の比がビッカース圧子とほぼ同じ⁴⁾になっている。これらの2つのタイプの圧子はいずれも超微小硬度計で多用されているものである。V-1圧子は、現在の機械的研磨技術としてはほぼ限界まで先端を鋭く研磨したものである。上方から直接くぼみの大きさを測定するときには500倍の

Fig. 3 B hardness (pure gold)

Fig. 4 R-correction at indenter tip

Fig. 5 R-corrected B hardness (pure gold)

光学顕微鏡を使用した。試験荷重 P (gf), くぼみ深さ d (μm) のときのビッカース硬さ HV は,

$$\text{HV} = 37.838 \times P/d^2 \quad (\text{ビッカース圧子}) \quad (1)$$

$$\text{HV} = 37.928 \times P/d^2 \quad (\text{三角すい圧子}) \quad (2)$$

により算出されるが、本研究で使用した三角すい圧子は式 (1) で求まるように形状を修正したので、すべての圧子について式 (1) を用いた。

3. 結果と考察

3.1 圧子先端半径の影響

[B 硬さについて]

4 種類の圧子を用いて 0.1~100 gf の試験荷重で測定した Au の B 硬さを、図 3 に示す。図中には有効なデータ 5 つの平均値をプロットしてある（以下すべて平均値を示す）。ビッカース圧子、三角すい圧子いずれも先端部の R が大きくなるほど硬さは高くなっている。この R 依存性は荷重が小さくなるほど大きく、また三角すい圧子よりもビッカース圧子で大きい。 R の大きな圧子で測定される硬さが高くなる原因の 1 つに、くぼみ深さ測定方式特有の誤差がある。図 4 はくぼみ縁での盛上がりがない場合のくぼみ形状を示したものであるが、S 方式では生じたくぼみの大きさ L_S を上方から測定し、くぼみの表面積を算出するから、くぼみの最深部に生じる形状には影響されない。一方 d 方式ではくぼみの深さからくぼみの表面積を算出（くぼみの大きさとしては L_B になる）するから、圧子先端部の R の存在はくぼみの大きさを小さくすることになる。そしてくぼみが小さくなるほど相対的にこの誤差は大きくなる。

R 依存性があっても B 硬さは 1 つの尺度であり、同一の圧子を使用する限り種々の試験片に対しての相対比較は可能である。しかし異なる圧子を使用した場合には普遍的な硬さは求められない。そこで上方から測定されるくぼみの表面積と同じ値が算出されるように圧子先端の補正を行った。すなわち先端部に R のない理想的圧子形状との差 $(\Delta d)_R$ (表 3) を、測定されるくぼみ深さに加え硬さを求めた。その結果を図 5 に示す。ビッカース圧子、三角すい圧子ともすべての試験荷重で R の影響がなくなっている。

同様に Pt の試験結果について、補正前を図 6 (a) に、補正後を図 6 (b) に示す。補正前の結果においてビッカース圧子では大きな R 依存性を示すのに対して、三角すい圧子ではきわめて少ない。また補正後の結果では Au と同様に R の影響がほとんどなくなっている。ただし補正によりビッカース圧子で

(a) Before R-correction (b) After R-correction

Fig. 6 B hardness (pure platinum)

は試験荷重 0.1 gf で、三角すい圧子では 0.1 gf と 0.5 gf で R の大きい方が低い硬さになっている。 R の大きい三角すい圧子 T-2 において、試験荷重 0.1 gf で測定されるくぼみ深さは $0.15 \mu\text{m}$ であり、この傾向がはじまる試験荷重 0.5 gf で測定されるくぼみ深さは $0.38 \mu\text{m}$ である。この圧子のくぼみ深さ補正量が $0.083 \mu\text{m}$ (測定されるくぼみ深さの約 22%) であることを考慮すると、圧子先端付近の変形の相違が全体の変形に寄与する割合が大きくなった結果と考えられる。すなわち T-2 圧子のような大きな先端 R を持つ圧子では、くぼみ深さが特定の値よりも浅くなった場合、このような簡単な補正方法ではもはや対処できないことになる。したがって、本報告における試験条件で超微小硬度計を使用する場合、補正量が測定されるくぼみ深さの 20% 以下でなければならないと考えると、試験荷重 0.1 gf で得られたデータから圧子の先端 R (ビッカース圧子の場合は先端の曲面部分の稜線長さ) は、Au については三角すい圧子で $0.57 \mu\text{m}$ 以下、ビッカース圧子で $0.28 \mu\text{m}$ 以下、Pt については三角すい圧子で $0.52 \mu\text{m}$ 以下、ビッカース圧子で $0.24 \mu\text{m}$ 以下にする必要がある。試験材料の硬さが高くなるにつれて、これらの値はより小さくする必要があると考えられる。

SK 5 の試験結果について、補正前を図 7 (a) に、補正後を図 7 (b) に示す。三角すい圧子については、 R の大きい T-2 圧子のばらつきが大きいことから T-1 圧子についての結果のみを示した。SK 5 は Au, Pt に比べ約 10 倍の硬さがあり、同一荷重で測定されるくぼみ深さは $1/\sqrt{10} \approx 0.32$ 倍となり、かなり小さくなるから試験荷重 10 gf においても R 依存性が残っている。試験荷重 10 gf における測定されるくぼみ深さは V-1 圧子で $0.84 \mu\text{m}$, V-2 圧子で $0.68 \mu\text{m}$ である。

(a) Before R-correction (b) After R-correction

Fig. 7 B hardness (SK 5 steel)

[C 硬さについて]

図2のCの位置におけるくぼみ深さから求まるC硬さについてもR補正を試みた。Au, Pt, SK 5についてC硬さの補正前と補正後を、それぞれ図8, 図9, 図10に示す。補正前の硬さのR依存性はいずれも大きい、補正によりきわめて小さくなっている。とくにAu(図8)のビッカース圧子の硬さでは0.1 gfの試験荷重においてもR依存性はほとんどないが、完全には消失せずRの増加とともにゆるやかに増加している。Pt(図9)については補正後のB硬さと同様に、ビッカース圧子、三角すい圧子とも試験荷重0.1 gfでRの大きい方が低い硬さになっている、またSK 5は、補正後も試験荷重20 gf以下で明確なR依存性があり、この補正方法の限界を示している。

3.2 直接くぼみ測定方式との相違

従来から試験荷重の低下につれて硬さが増加する傾向、すなわち試験荷重依存性が報告されている。とくに超微小硬度計が主として扱う試験荷重領域1 gf以下でのd方式の硬さでこの現象が顕著であり、S方式よりも高い硬さを示すことが多い。すでに示した結果でもわかるようにB硬さ、C硬さいずれについても、補正前、補正後とも硬さの試験荷重依存性が生じている。この理由としては①試験片の表面研磨時に生じる加工硬化層等の存在で実際に表面硬さが高い、すなわち表面近傍組織自体に深さ方向の硬さ変化が存在する、②圧子先端部のRの影響が無視できなくなり、くぼみ変形の相似則が成立しなくなる、③低荷重ではくぼみ生成時に弾性変形の割合が大きくなる等が考えられる。硬さの上昇する理由がこれらのいずれか、または複合したものであれば得られるデータの解釈や補正が可能である。そこで両者を比較できる試験荷重域でAuとSK 5について両方式の硬さを比較した。圧子はRの大きいT-2を除いた3種類(T-1, V-1, V-2)を使用した。

Auの結果を図11に示す。同図(a)がT-1, (b)がV-1, (c)がV-2圧子の場合である。1回の硬さ試験で得られるS方式の硬さを縦軸に、Rによる誤差を補正したd方式のB硬さとC硬さを横軸に示してある。両方式による硬さはほぼ一致しており、データはグラフ内の原点を通る傾き45°の直線上に存在している。ただし試験荷重の低下とともに硬さは上昇しているが、先に理由①で述べたように試験片の深さ方向の組織変化が原因であると考えられる。いずれの圧子の結果もB硬さとC硬さが近い値を示しており、Auはきわめて弾性変形が少ない材料であることがわかる。なお低荷重になるにつれてB硬さとC硬さが少し高くなる傾向が認められるが、試験荷重1 gfの場合を除いて両方式による硬さはよく一致している。

SK 5の結果を図12に示す。同図(a)がT-1, (b)がV-1,

(a) Before R-correction (b) After R-correction

Fig. 8 C hardness (pure gold)

(a) Before R-correction (b) After R-correction

Fig. 9 C hardness (pure platinum)

(a) Before R-correction (b) After R-correction

Fig. 10 C hardness (SK 5 steel)

(c)がV-2圧子の場合である。B硬さとC硬さが離れており、Auと比較して弾性変形が大きい材料であることがわかる。またB硬さとS方式の硬さがほぼ一致しており、とくにRの小さいV-1圧子ではよい一致を示している。これは試験荷重負荷時のくぼみ縁形状が、除荷により弾性回復後に測定される永久くぼみ縁形状とほとんど同じである⁵⁾ことを意味している。一方C硬さは、直接くぼみ測定方式の硬さがほぼ一定であるにもかかわらず、試験荷重の減少とともに大きく増加している。とくにRの大きいT-1, V-2で著しい。

なぜ永久くぼみ深さから算出されるC硬さが高くなるのだろうか。当初はくぼみ縁の外側で発生する盛上がりを超微小硬度計では測定できず、これを考慮していないからであると考えた。しかしAuとSK 5についてレーザ式変位計による正確なくぼみの3次元形状測定を行ったところ、くぼみの大きさの測定点、すなわち上方から見た時のくぼみの頂点(圧子の稜線と表面との交点)では、盛上がりの大きさがきわめて少ないか、

Fig. 11 Hardness from width of concavity rim and R -corrected hardness (pure gold) Fig. 12 Hardness from width of concavity rim and R -corrected hardness (SK 5 steel)

または存在しないことが判明した。連続体においては、くぼみ生成時に材料変形により内部に発生する応力は広範囲に分散する⁶⁾から、砂の変形のように粒子がその形を変えず一定の摩擦を伴いながら移動する状態と異なりくぼみ縁に大きな盛上がりが生じるとは考えられない。当然くぼみが生じることにより試験前にそこにあった材料は周囲に移動しているはずであるが、くぼみの大きさの測定点ではきわめて少ないと考えられる。くぼみの深い部分から移動する材料のほとんどはくぼみ縁の辺中央に移動すると考えられるからである。すでに示したように除荷時と負荷時のくぼみ縁形状が同じ（S方式硬さとd方式のB硬さが同じ）であることもこれを裏付けている。

以上のことから考えられる原因としては弾性回復による永久くぼみの「底上がり」現象⁵⁾であるとの結論になる。図13に示すように試験荷重負荷時のくぼみは圧子と相似の形状である（この時のくぼみ深さ d_b^* ）が、除荷するとこの相似形状を維持しながらくぼみが小さくなるわけではなく、くぼみ縁はほとんど変化せず圧子先端部が接していた底の部分が大きく弾性回復する（この時のくぼみ深さ d_c^* ）と考えられる。超微小硬度計は圧子先端部が材料から離れる点を永久くぼみ深さとして測定するから、前述の理由③によりこのような大きな差を生じたと考えられるのである。永久くぼみ形状が圧子形状と相似でなければ、先に述べたビッカース硬さの定義、「（圧子と相似形状である）永久くぼみの単位表面積当たりの平均圧力」は、厳密な意味では成立しない。しかし、従来からS方式の硬さに対する補正は行われておらず、また得られる硬さも一定値を示している。そこで、永久くぼみはすべて圧子形状と相似である

Fig. 13 Shape of concavity

と仮定して、S方式から得られるくぼみの深さ（硬さから逆算したくぼみ深さ）を求め、 R 補正したC硬さ算出時の深さ（試験で測定される永久くぼみ深さに補正量を加えたもの）と比較した。結果を図14に示す。異なる R をもつビッカース圧子と三角すい圧子のすべてのデータが同一直線上に位置している。したがって対象とした材料について圧子先端部の R による補正量を考慮した、この補正直線求めておけば、C硬さ算出時の任意の永久くぼみ深さからS方式のビッカース硬さを換算して求めることが可能になる。

SK5の場合、C硬さ算出時の R 補正後のくぼみの深さを d_c^* (μm)、S方式から得られるくぼみの深さを d_s (μm)とすると、補正直線は最小二乗法により

$$d_s = 1.153d_c^* + 0.094 \quad (3)$$

となる。したがって傾き 45° の直線 $d_s = d_c^*$ と補正直線との差として得られる永久くぼみの「底上がり」に対する補正量

Fig. 14 Depth from width of concavity rim and R -corrected depth in C hardness (SK 5 steel)

Fig. 15 Hardness from width of concavity rim and R /shallowing-corrected C hardness (SK 5 steel)

Fig. 16 Depth from width of concavity rim and R -corrected depth in C hardness (pure gold)

$(\Delta d)_s$ は、

$$\begin{aligned} (\Delta d)_s &= d_s - d_c^* \\ &= (1.153d_c^* + 0.094) - d_c^* \\ &= 0.153d_c^* + 0.094 \end{aligned} \quad (4)$$

となる。よって、C 硬さ算出時の R 補正後のくぼみの深さ d_c^* と、 d_c^* を式 (4) に代入して得られる補正量 $(\Delta d)_s$ との和 $d_c^* + (\Delta d)_s$ により「底上がり」補正後の d 方式の硬さが算出される。この補正後の結果を図 15 に示す。すべてのプロットがほぼ一点に集中している。したがってこのような補正を行うことにより、試験荷重、圧子形状、圧子先端部の R の大小にかかわらず、 d 方式硬さを S 方式硬さに一致させることができる。なお、補正量の割合 $(\Delta d)_s/d_c^*$ は、 $d_c^* = 1 \mu\text{m}$ のとき 24.8%、 $d_c^* = 3 \mu\text{m}$ のとき 18.5% である。

Au についても図 14 と同様なグラフを作成すると図 16 になる。SK 5 と異なり弾性変形が少ないために「底上がり」がほとんどなく、両深さともほぼ一致していることがわかる。

本研究では硬さのすべてについて平均値を示したが、ばらつきについては以下の通りである。3.1 節の結果においては、 d 方式では先端部 R の最も大きい V-2 圧子の C 硬さが最大のばらつきを示し、Au と Pt いずれも 0.1 gf で $\pm 25\%$ と大きい。試験荷重が 1 gf 以上になると $\pm 3\%$ 以下になる。3.2 節の結果においては、Au を T-1 圧子により 1 gf で測定した場合が最大で $\pm 8\%$ である。他の条件における測定結果はほぼ $\pm 3\%$ 以下である。補正後の d 方式の C 硬さのばらつきも、各試験荷重における補正前とはほぼ同程度である。なお、低荷重でばらつきが増加するのは試験片が多結晶であることに起因⁴⁾している。材料に本質的な特性であり、決して信頼性が低下しているからではない。

4. 結 論

くぼみ深さ測定方式の超微小硬度計を用いて、4 種の圧子で

Au, Pt, SK 5 の試験片について、試験荷重を負荷している時の硬さ (B 硬さ) と除荷した時の硬さ (C 硬さ) を求めた。そして圧子先端部の R の影響と直接くぼみ測定方式による硬さとの相違について調べ、以下の結論を得た。

- (1) B 硬さ、C 硬さいずれについても、圧子先端部について理想的圧子形状との差を測定されるくぼみ深さに加え R 補正することにより、圧子先端部の R の影響をなくすることができる。
- (2) R 補正後のくぼみ深さに、くぼみの「底上がり」による深さを加えさらに補正することにより、直接くぼみ測定方式との差をなくすることができる。SK 5 について提案した補正式は圧子形状と試験荷重によらず有効である。

おわりに、本研究は平成 6 年度文部省科学研究費試験研究 (B) 「硬質薄膜特性の先端評価システムの開発と利用に関する研究」の一部として行われたものである。記して謝意を表します。また、レーザによるくぼみの 3 次元計測にご協力して下さったレーザテック (株)、高精度のダイヤモンドピッカース圧子を製作して下さった大阪ダイヤモンド (株) に深く謝意を表します。

参 考 文 献

- 1) 山本健太郎, 飯塚幸三: 硬さ, コロナ社, (1982) 12.
- 2) 金沢憲一, 河野彰夫, 佐田登志夫, 田代良雄: 変位測定方式の超微小硬度計, 精密工学会誌, 53, 10 (1987) 1626.
- 3) 金沢憲一: 超微小硬度計による表面物性の測定, 精密工学会誌, 55, 8 (1989) 1342.
- 4) 金沢憲一: 極低荷重の硬度試験による表面評価, 熱処理, 29, 3 (1989) 197.
- 5) D. Tabor: Hardness of Metals, Oxford University Press, (1951) 85.
- 6) 木崎広幸, 金沢憲一: 超微小硬度計による薄膜の硬度評価 (第 6 報) —— 内部応力場の解析, 1993 年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集, (1993) 631.