111 ナノインデンテーション試験によるセラミックス材料の特性評価 —窒化ケイ素の硬度評価と連続転位モデルによる考察—

Evaluation of Mechanical Characteristics for Ceramic Materials by Nanoindentation Testing;
—Nano-Hardness for Si_3N_4 and its Estimation using Continuum Dislocation Model—

○ 正 比 嘉 吉 一 (阪大・院)
正 北 川 浩 (阪大・院)

学 板 谷 昌 宏 (阪大・院)
正 中 谷 彰 宏 (阪大・院)

Yoshikazu HIGA, Masahiro ITADANI, Hiroshi KITAGAWA and Akihiro NAKATANI

Department of Adaptive Machine Systems, Graduate School of Engineering,
Osaka University, 2-1 Yamada-Oka, Suita, Osaka 565-0871

Key Words : Nanoindentation Testing, Polycrystalline Si_3N_4 , Mechanical Properties,
Size Effect, Continuum Dislocation Model

1 緒 言

セラミックスは機械的に優れた性質を持っているものの、大きな塑性変形をともなうことなく破壊が起こるため、典型的な脆性材料として知られている。しかしながら、極微小変形域では延性的な変形挙動を示す多くの実験結果が報告されている⁽¹⁾⁻⁽³⁾。一方、同材料の機械的性質を評価する一手法としてサブミクロン・ナノオーダーの超微小押込みが可能な硬さ試験(ナノインデンテーション試験)が注目されている^{(4),(5)}。しかし、ナノインデンテーション試験結果から押込み深さが数 μm 以下となると硬さ値が上昇するという硬さの寸法依存性変形挙動が報告されている⁽⁶⁾。このような中、単結晶 Si および単結晶 Al に対するナノインデンテーション試験より、微小押込み時の硬度上昇について圧子押込み時に生成する転位とその集団化挙動に注目した研究が行われている⁽⁷⁾。

本研究では、多結晶セラミックス窒化ケイ素に対するナノインデンテーション試験を行い、極微小変形下における硬さの寸法依存性変形挙動について検討する。ついで、同材料のナノインデンテーション試験時における弾塑性変形挙動について検討を加えるため、連続転位モデルによる解析を行う。

2 ナノインデンテーション試験

2.1 試料および実験装置 多結晶セラミックス窒化ケイ素(Si_3N_4)を試料とし、ダイヤモンド砥石で表面平行を出した後、粒径 7, 3, $0.5\mu\text{m}$ のダイヤモンドペーストにてバフ研磨を行い鏡面仕上を行った。

ナノインデンテーション試験は、島津ダイナミック超微小硬度計 DUH-201 を使用し、押込み圧子には三角錐の Berkovich 型圧子(対稜角 115° , ダイヤモンド)を用いた。また、圧子押込み後の試料に残留した圧痕は島津製作所社製の原子間力顕微鏡(AFM)SPM-9500 により表面形状を計測した。なお、得られた試料の表面粗さは十点平均粗さ(R_z)で約 50nm である。

2.2 試験方法 2.1 で準備した試料に対して、最大押込み荷重 P_{max} を 10~500mN の条件下でナノインデンテーション試験を行った。試験により得られる微小硬度の評価には、Oliver らによる評価式を用いて算出した⁽⁸⁾。

3 結 果

試験荷重を 10, 50 および 500mN とした場合に得られた荷重-変位関係(負荷除荷曲線)を図1に、実験より得られた硬度-最大押込み変位の関係を図2に示

す。なお、図1中の両軸とも試験時の最大荷重および最大変位にて無次元化した。また、除荷時のデータについては最小自乗近似にて曲線をグラフ中に付記している。

グラフから、硬度評価に寄与する除荷初期過程の剛性(dP_{max}/dh_c)(h_c :接触深さ)は、 $P_{\text{max}}=10\text{mN}$ とした際に著しく低下することが分かる。これは、図2中の押込み量 $h_{\text{max}} < 0.50\mu\text{m}$ の領域に対応しており、この領域から著しい硬度上昇を示すことが確認できる。

Fig.1 Normalized indent load and depth relation.

Fig.2 Microhardness of polycrystalline Si_3N_4 .

4 窒化ケイ素の弾塑性変形挙動解析

4.1 連続転位モデルによる解析 以下では、Berkovich 型圧子による多結晶セラミックス窒化ケイ素のナノインデンテーション試験により得られた負荷-除荷曲線から連続転位モデルによる解析を行う。

本手法は、圧子押込み時の塑性的押込み体積がプリズマティック連続転位モデルによるパンチングにより補償されるとの仮定しており、圧子直下にプリズマティック転位ループを導入することで材料の塑性変形を表現する。同時に、転位のバックストレスと弾性変形分を重ね合わせることによりナノインデンテーション試験結果から弾塑性変形挙動をシミュレートするものである⁽⁹⁾。

このように、実験的に得られたナノインデンテーション試験結果から転位分布を逆問題として解くことにより、材料の降伏強度・塑性域形状・可逆-非可逆的塑性仕事の分離・接触時の圧力分布等を算出することが可能となる。

なお、本手法の詳細な説明は紙面の都合上割愛する。詳細な理論展開については文献 [10] を参照されたい。

4.2 数値解析および解析結果 図 3 のように圧子下の転位パンチングモデルを仮定する。圧子の押込みによって表面の軸方向に三角形プリズマティック転位ループを導入する。プリズマティック転位が動いた領域が塑性域となり、転位ループは塑性域の境界上に分布する。塑性域断面形状は x_2-x_3 平面内で次式で表す半楕円を仮定した。

Fig.3 Schematic diagram of triangle prismatic dislocation loops and assumed distribution of dislocation on the semi-elliptical profile.

$$\frac{x_2^2}{a^2} + \frac{(x_3 - z_0)^2}{b^2} = 1, \quad x_2, x_3 \geq 0 \quad (1)$$

ここで、 a, b および z_0 は材料および押込み状態に依存する塑性域の形状パラメータである。

計算は離散転位数 400 で行い、バーガースベクトルはその数と圧痕の大きさによって決まる。転位ループは等間隔に配置し動かないものとした。 $P_{\max}$ の計算は三角形を 1300 個の等面積の長方形要素に分割し、圧力分布は各要素中心に作用する力として離散化した。

図 4 に $P_{\max} = 500 \text{ mN}$ における実験結果より得られた荷重-押込み変位関係ならびに解析により得られる除荷曲線を示す。4.1 に示した一連の解析結果である除荷曲線は、実験結果と良い一致を示すことが確認できる。なお、材料および押込み状態に依存した塑性域の形状パラメータは $\bar{a} = 1.3$, $\bar{b} + \bar{z}_0 = 0.53$ を得た。つづいて、上記の形状パラメータにより予測される圧痕直下の塑性域形状を図 5 に示す。

なお、他の試験荷重に対する解析および考察については講演会当日に報告させていただく。

Fig.4 Experimental $P-h$ curve and analytical result predicted unloading curve.

Fig.5 Cross-sectional view of analytical plastic zone.

参考文献

- (1) 吉川 弘之, 精密機械, **35**-10(1969), 662.
- (2) Nishioka, T. et al., *J. Ceram. Soc. Japan*, **103**(1995), 335.
- (3) 江田 他 3 名, 精密工学会誌, **62**(1996), 236.
- (4) Pethica, J. B. et al., *Phil. Mag., A*, **48**(1983), 593.
- (5) Doerner, M. F. and Nix, W. D., *J. Mater. Res.*, **1**(1986), 601.
- (6) Ma, Q. and Clarke, D. R., *J. Mater. Res.*, **10**-4(1995), 853.
- (7) Shibutani, Y. and Koyama, A., *Proc. 14th USNC-TAM*, (2002), 348.
- (8) Oliver, W. C. and Pharr, G. M., *J. Mater. Res.*, **7**-6(1992), 1564.
- (9) Tanaka, K. et al., *Int. J. Engng. Sci.*, **27**-1(1989), 11.
- (10) 金成 守康, 長岡技術科学大学 博士論文, (1997).