

超微小押し込み硬さ試験における試料の固定方法の検討

○陸井 史子*1)

1. はじめに

超微小押し込み硬さ試験は、比較的新しい試験法で、非常に小さい荷重をかけてnm単位で変位を計測し、荷重-変位曲線が得られる。従来の硬さ試験には適さないガラスなども測定が可能であるが、既存の試験規格はガラスの評価に向いておらず、試験法自体もあまり活用されていない。また、測定環境や測定条件の影響を受けやすく、特に固定の影響は測定データから判断できない場合があり、注意が必要である。そこで、ガラスの硬さ評価に適した測定条件の検討の一つとして、固定方法について検討した。

2. 実験方法

試験の規格のISO 14577とJIS Z2255には具体的な固定方法の記述はないが、瞬間接着剤やワックスでの固定を紹介されることが多い。しかし、試料の再利用や試料を頻繁に交換したいときにはあまり適さない。そこで、スライドガラスを試料とし、表1のような試料の回収が容易な方法や瞬間接着剤で固定をした。

表1. 固定方法

固定方法の名称	試料台への固定方法
F	固定せず(試料を置くだけ)
C	セロハンテープで試料の上から両端を留める
D1	両面テープで試料の一端を留める
D2	両面テープで試料の両端を留める
D3	両面テープで試料の中央を留める
W	修正液を試料の周囲に塗る
A	瞬間接着剤が試料の中央で広がるように留める

ダイヤモンド製三角すい圧子(バーコビッチ圧子)を用いて、荷重0.196mN~49.0mNで、試料中央の13箇所(1mm間隔)、各箇所2~5点(各点間の距離は20μmから50μm)の測定を行った。また、方法Aについては、接着剤の真上である試料中央と、接着剤が届いていない外れた位置とで、同様の測定を行った。

3. 結果・考察

表2に、各固定方法での荷重保持後の変位量 h_2 の平均値と標準偏差を示す。方法Aは標準偏差が小さく、安定した測定ができた。また、方法W、D3、D2も、標準偏差が小さく平均値も同程度であることから、利用可能なことがわかった。ただし、AおよびW<D3<D2の傾向があり比較の際は同じ固定方法にする必要があることもわかった。

表2. 固定方法の違いによる変位量 h_2 の相違

測定方法	19.61mN		9.8mN		4.9mN		0.98mN		測定点数 (各箇所)	
	h2平均値 /nm	標準偏差	h2平均値 /nm	標準偏差	h2平均値 /nm	標準偏差	h2平均値 /nm	標準偏差		
F	F-1	496.8	12.947	328.6	6.850	216.7	3.642	80.44	0.708	N=2
	F-2	730.4	176.253	477.5	161.870	311.5	104.492	90.13	9.469	N=5
C		527.8	49.500	341.1	26.399	222.8	11.997	80.61	2.183	N=5
D1		504.0	27.988	330.9	13.934	217.2	6.773	80.11	1.456	N=5
D2		443.3	3.329	305.7	3.014	210.8	2.590	86.12	1.250	N=3
D3		438.6	2.068	303.3	1.029	209.6	1.299	86.16	1.150	N=3
W		432.1	2.973	296.0	2.419	203.5	2.780	83.69	1.820	N=5
A		435.3	1.390	303.3	0.931	209.8	0.635	86.95	0.890	N=3

また、表3は、方法Aの接着剤の真上と外れた位置での測定結果である。外れた位置では、標準偏差が大きく平均値も高いことから、接着剤の届かない位置での測定は不適切であることがわかった。

表3. 測定位置による影響

測定位置	20mN		10mN		5mN		1mN		測定点数 (各箇所)
	h2平均値 /nm	標準偏差	h2平均値 /nm	標準偏差	h2平均値 /nm	標準偏差	h2平均値 /nm	標準偏差	
A 真上	425.1	0.814	290.5	0.772	196.4	0.660	73.13	0.634	N=5
A 外れた位置	435.0	6.759	294.6	3.581	198.0	1.786	73.05	0.666	N=5

これらの結果から、変位量に与える影響として、固定材料の変形に比べ、試料が試料台との隙間を上下に動く影響の方が大きいことがわかった。

4. まとめ

固定方法を含むさまざまな影響を明確化することで、試験結果の信頼性が向上し、評価方法として企業間の取引などに活用できるようになると考える。今後、固定方法以外に実施した試料の作製条件の検証なども行い、新しいガラスの評価方法として提案を進めていく。

*1) 経営企画室