

材料内部の硬さ分布を3次元的に計測する 3次元内部構造顕微鏡システムの開発

システム理工学部 廣岡大祐

目次

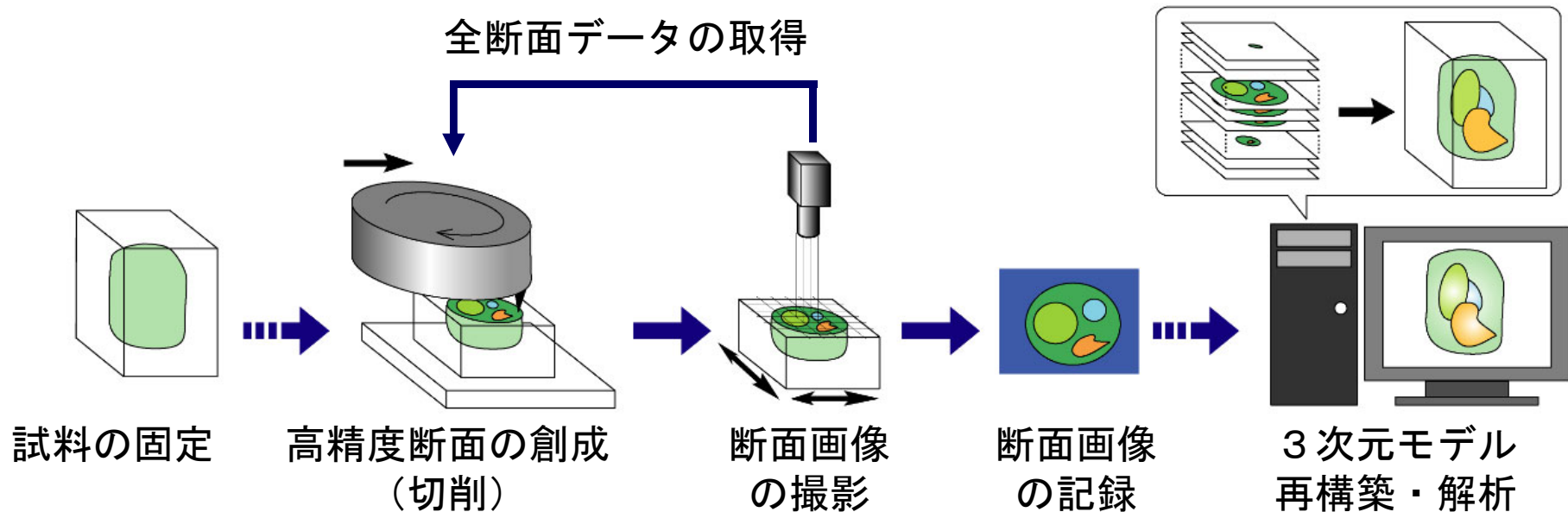
- 研究背景
- 微小硬さ測定法
- 3次元測定に適した測定方法の提案
- 3次元硬さの可視化
- まとめ

目次

- 研究背景
- 微小硬さ測定法
- 3次元測定に適した測定方法の提案
- 3次元硬さの可視化
- まとめ

逐次精密切削観察システム

- 試料に対し表面観察に適した精密仕上面を作製
- 長距離（多断面）にわたる安定した除去加工方式
- 高精度3次元再構築のための高精度位置決め機構



素材内部の析出物や混合組織の組成、形状、分布より
破壊強度や疲労特性の予測につながる
硬さ試験を追加することで、精度向上が期待

目次

- 研究背景
- 微小硬さ測定法
- 3次元測定に適した測定方法の提案
- 3次元硬さの可視化
- まとめ

3次元硬さ計測の実現

逐次精密切削観察システム

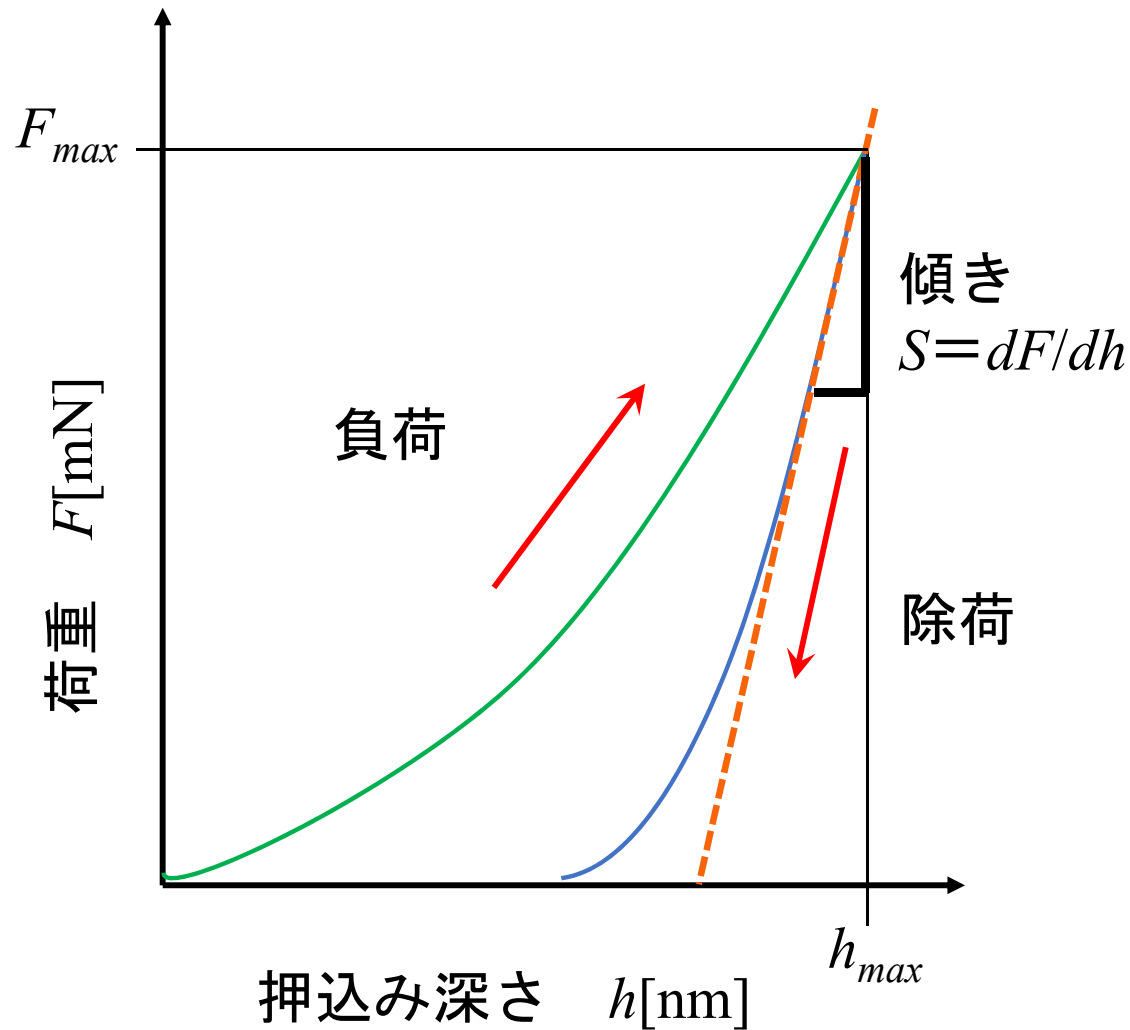
- 試料に対し表面観察に適した精密仕上面を作製
- 長距離(多断面)にわたる安定した除去加工方式
- 高精度3次元再構築のための高精度位置決め機構

最適な硬さ測定システムの構築

- 微小な押込みによる測定
- 圧痕の観察が不要な硬さ観察

押込み量制御によるナノインデンテーション法

ナノインデンテーション法



圧子と試料の接触深さ h_c

$$h_c = h_{\max} - 0.75 \times \frac{F_{\max}}{S}$$

圧子と試料の接触面積 A_p

$$A_p = 23.97 \times h_c^2$$

押し込み硬さ H_{IT}

$$H_{IT} = \frac{F_{\max}}{A_p}$$

ビッカース硬さ H_V

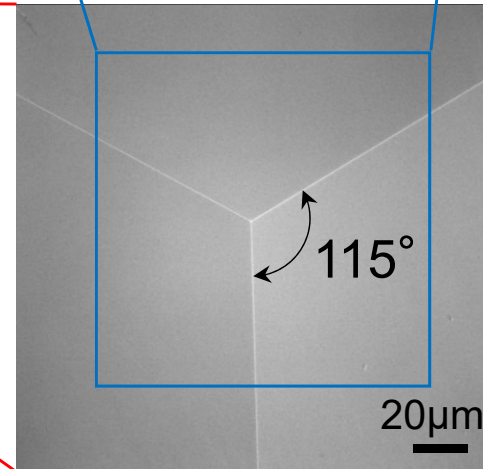
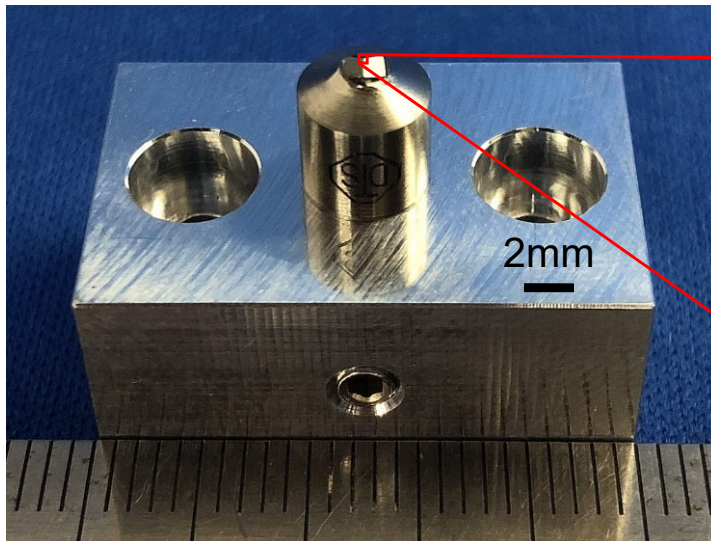
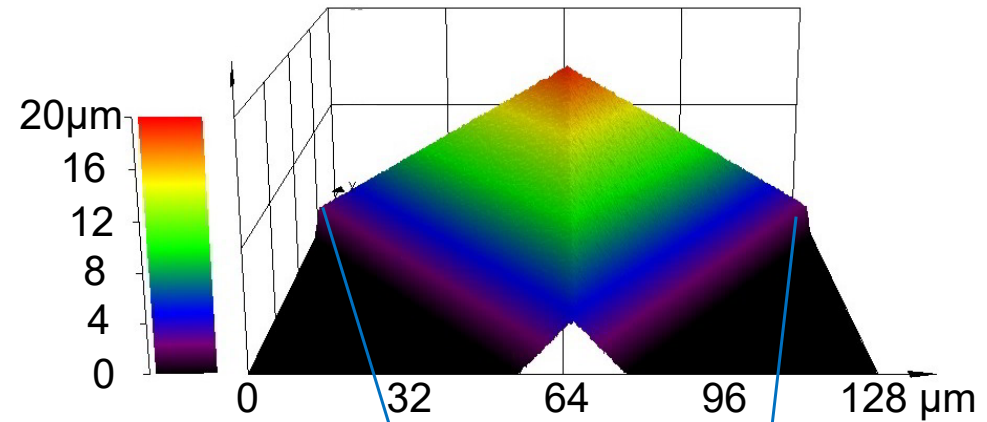
$$H_V = 0.009244 \times H_{IT}$$

最大押し込み深さを制御することで、
3次元硬さ計測システムの実現を目指す

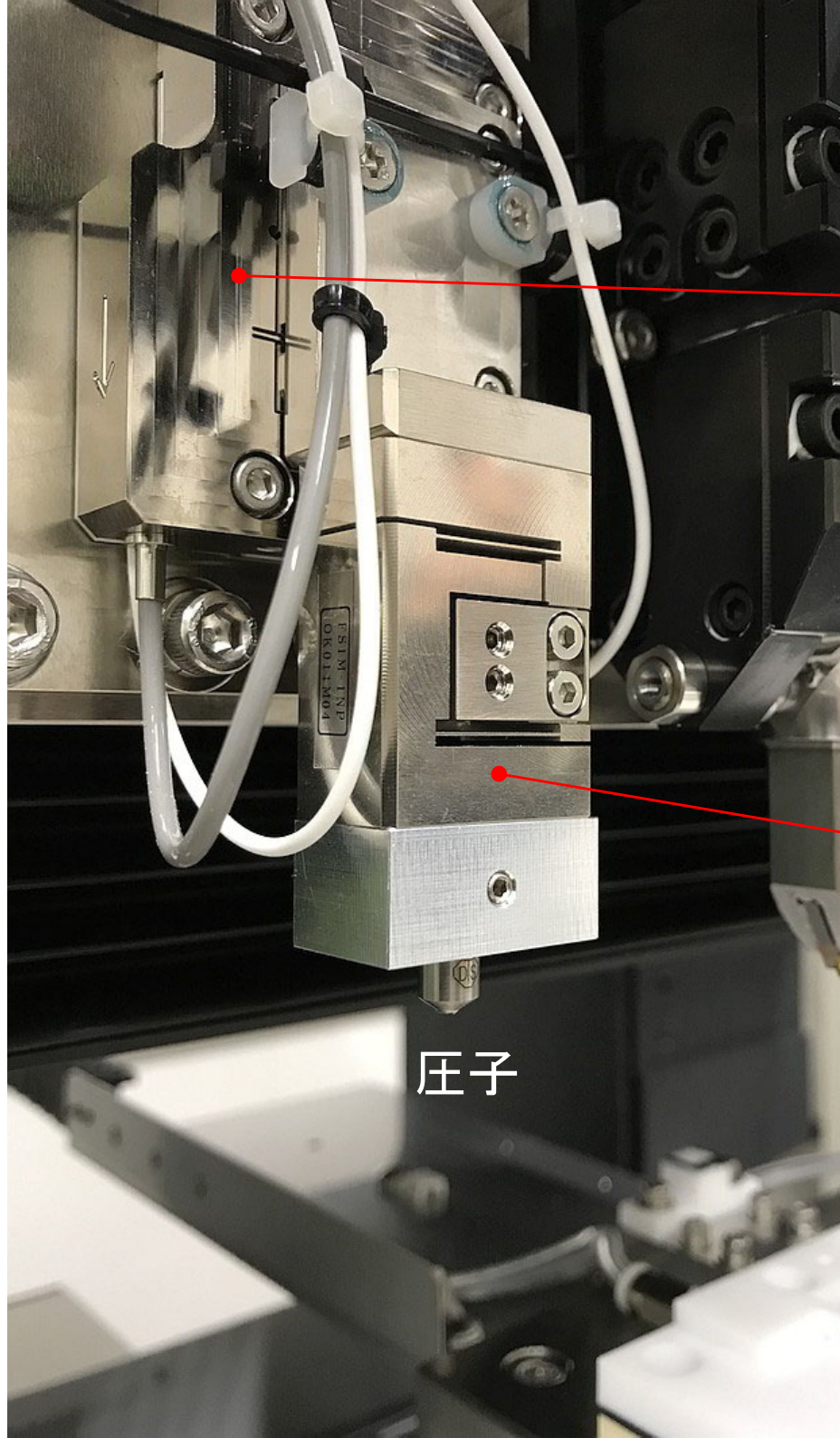
硬さ分布の3次元解析システム

- システム構成

- ・ 微動ステージ
- ・ 微小力センサ
- ・ バーコビッチ圧子



解析システム



圧子

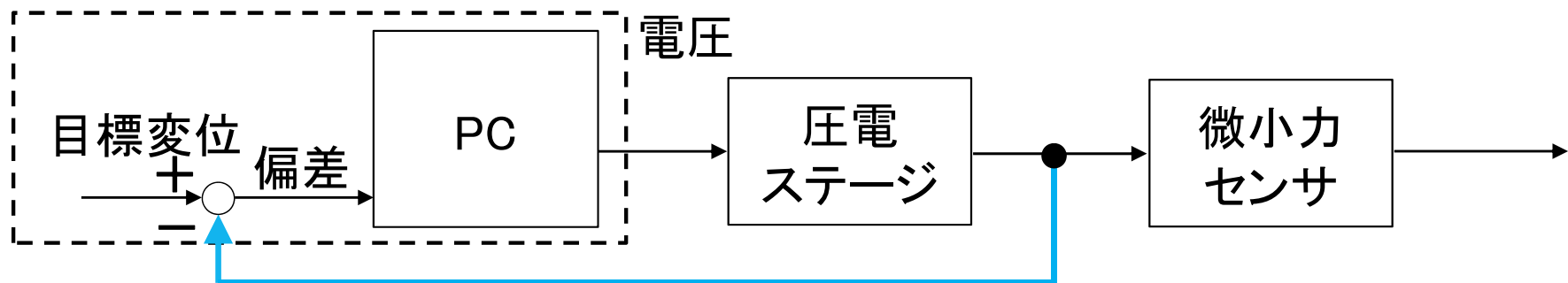
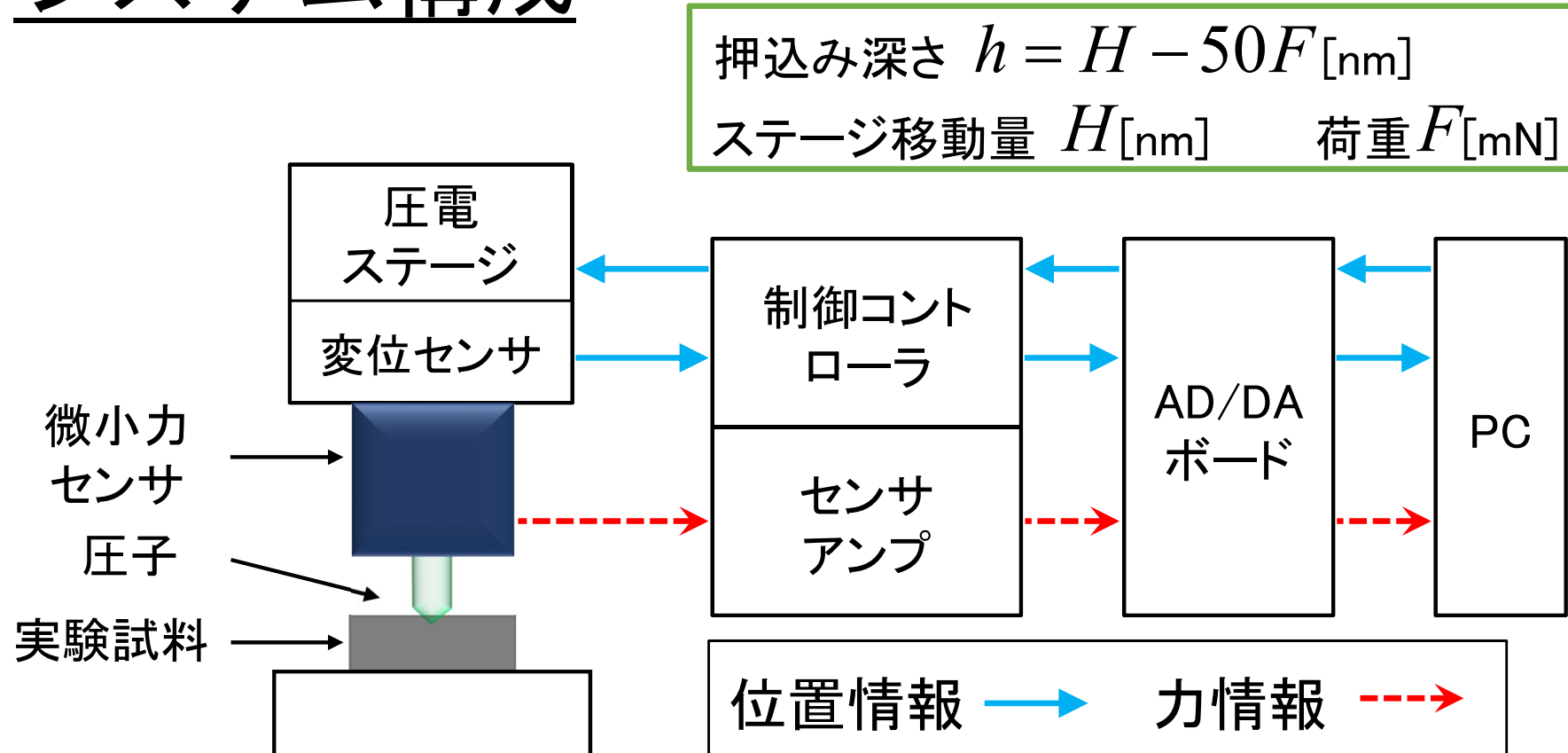
圧電ステージ仕様

ストローク	20 μ m
分解能	1nm
繰り返し精度	± 1 nm
剛性	40nm/N
耐荷重	30N
共振周波数(0gf時)	4100Hz

微小力センサ仕様

測定レンジ	0~1N
分解能	0.1mN
リニアリティ	$\pm 1\%$
剛性	50 μ m/N
共振周波数(0gf時)	185Hz

システム構成



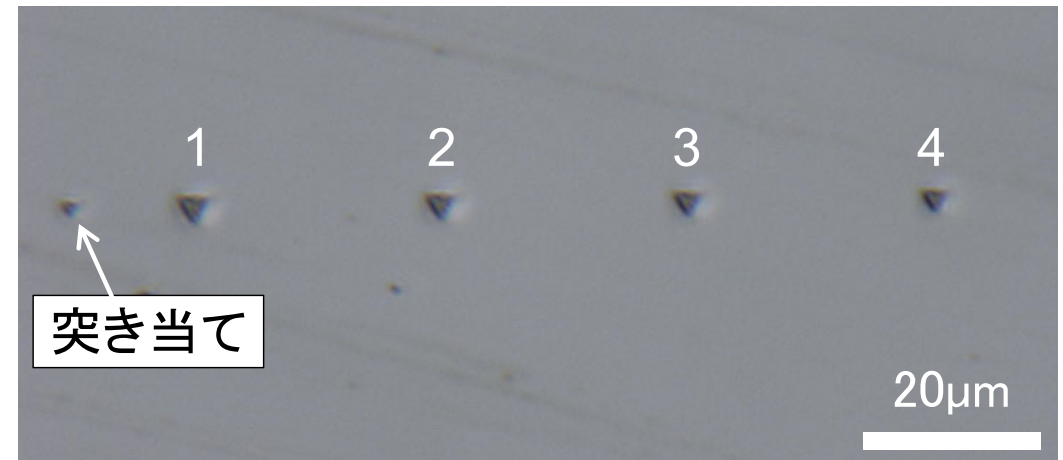
微小押込み試験

超精密加工機に硬さ計測部を取り付けて微小押込み
事前に試料に突き当てを行い押込み試験

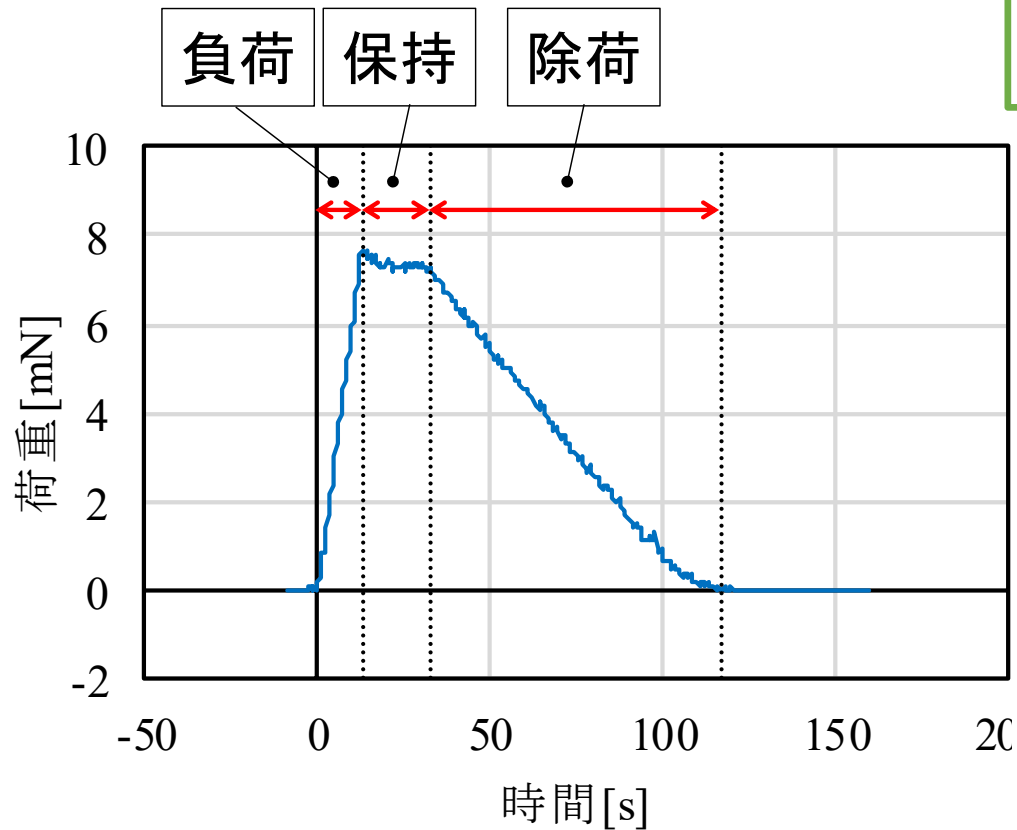
押込み試験条件

負荷条件	ステージ移動量	15nm
	移動回数	74回
保持条件	保持時間	20s
除荷条件	ステージ移動量	3nm
	移動回数	330回
押込み開始位置		-600nm

試料: ナノインデンテーション用
超微小硬さ基準片

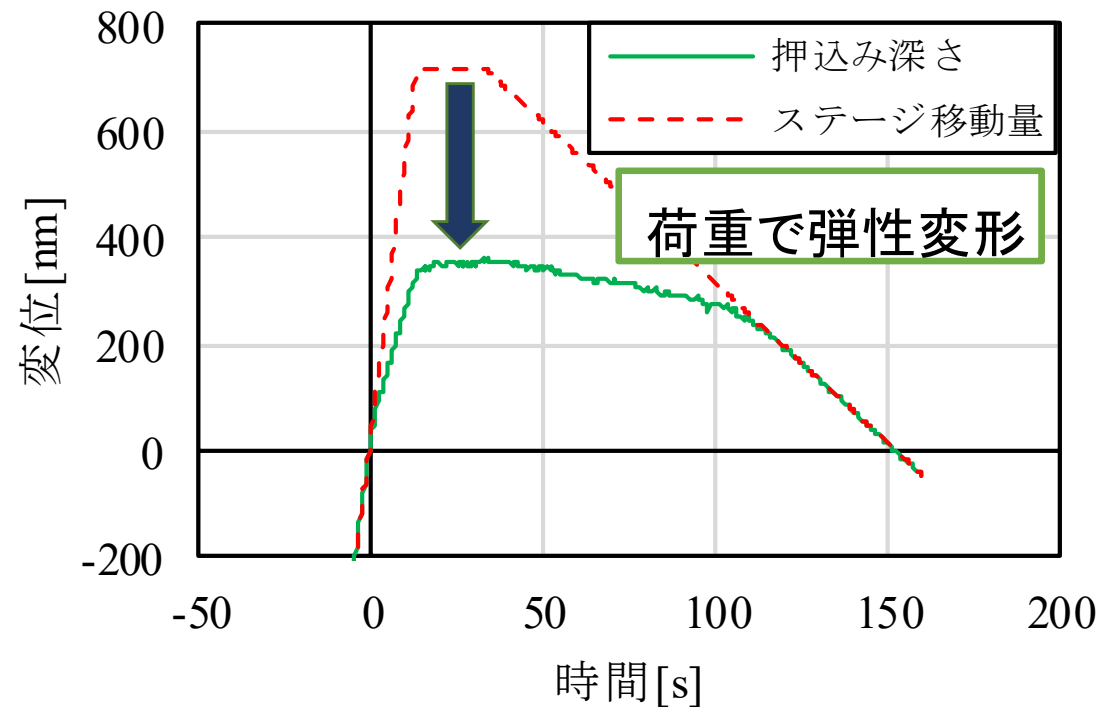


微小押込み試験

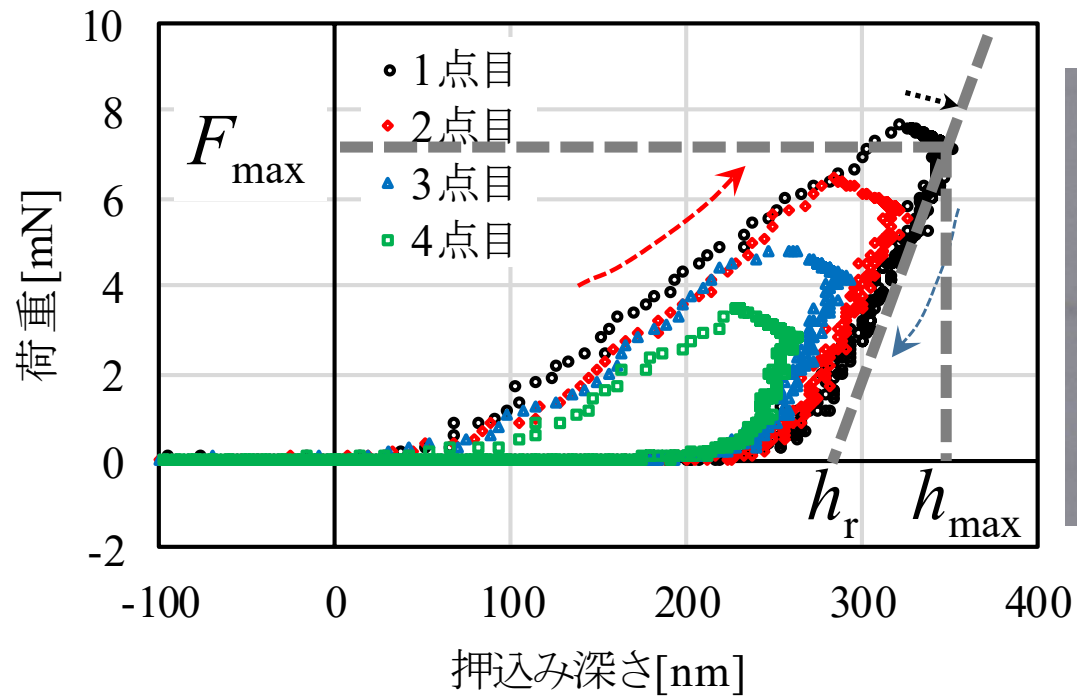


押込み深さ $h = H - 50F$ [nm]

ステージ移動量 H [nm] 荷重 F [mN]

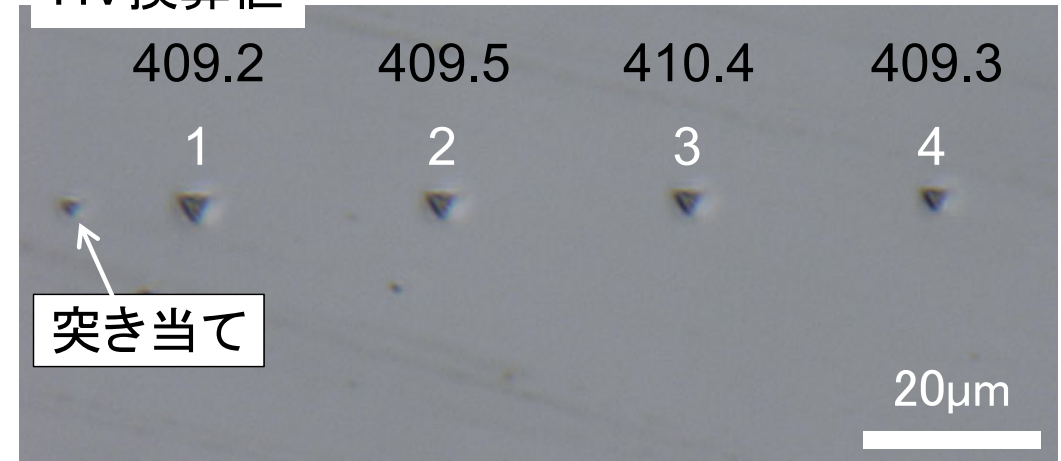


微小押込み試験



$$HV = H_{IT} \times 0.0924$$

HV換算値



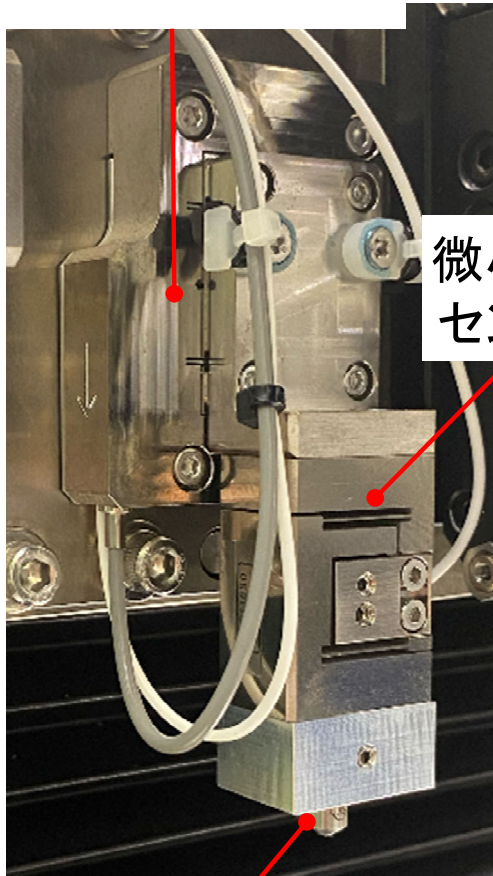
試料: ナノインデンテーション用超微小硬さ基準片HN-W,
412HV0.01(98mN), 403HV0.001(9.8mN)

目次

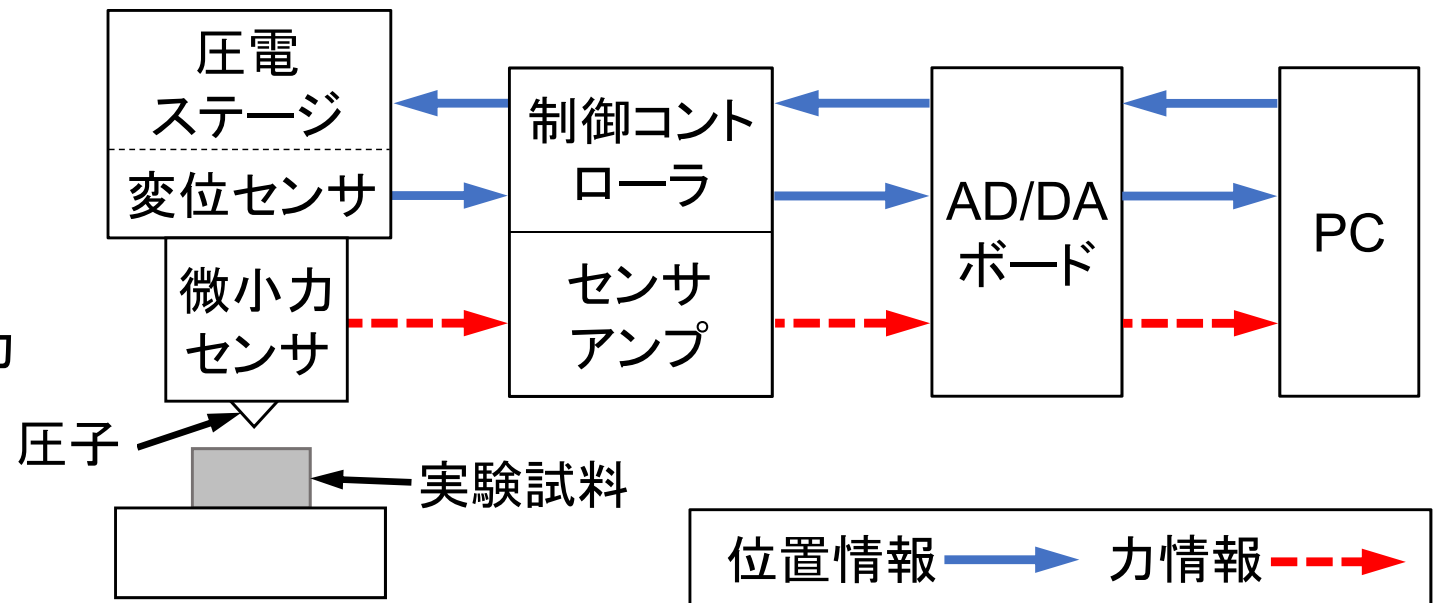
- 研究背景
- 微小硬さ測定法
- **3次元測定に適した測定方法の提案**
- 3次元硬さの可視化
- まとめ

硬さ計測部詳細

圧電ステージ



微小力
センサ



位置制御のみでも硬さ測定は可能

3次元測定への課題

- 試料により弾性率, 硬さが変化

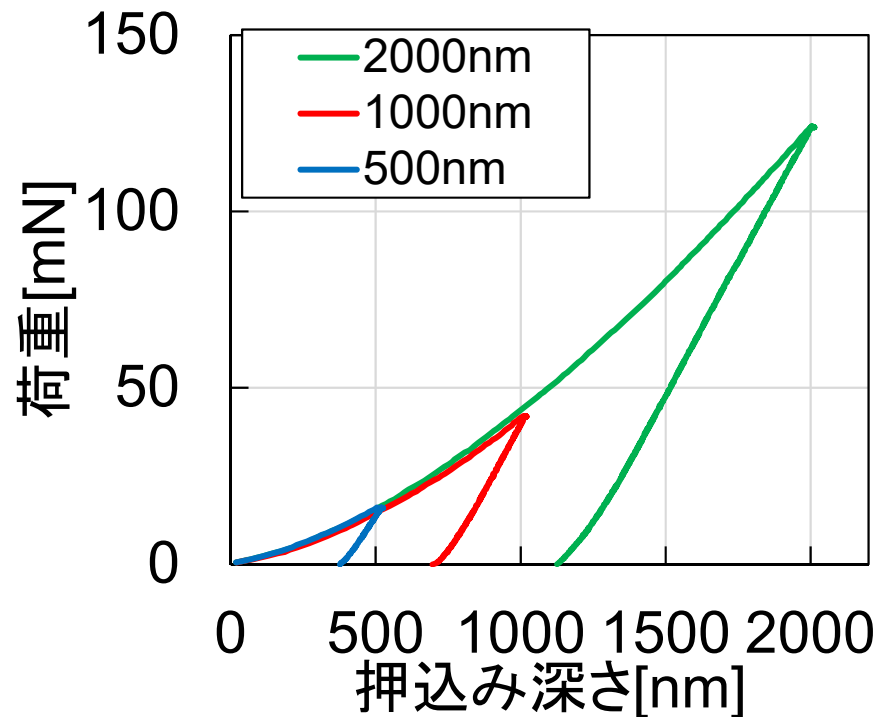
押込み深さ, 除荷条件の最適化

バーコビッチ圧子
硬さ計測部

提案した駆動方法の動作確認

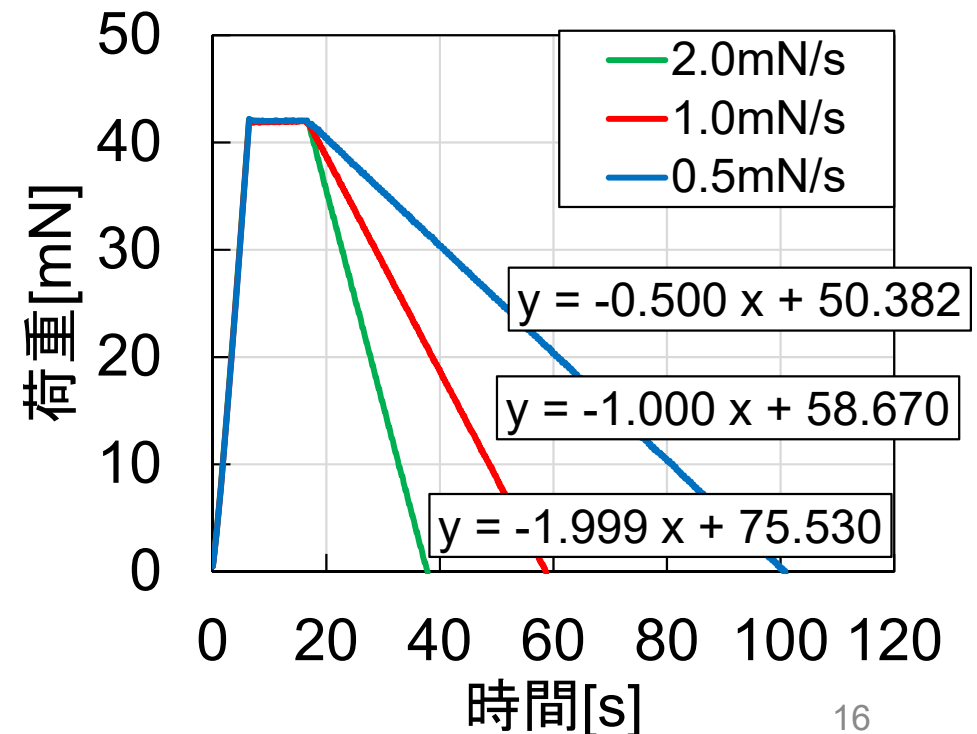
押し込み深さ変更条件

目標押し込み深さ		500,1000,2000nm
ステージ	負荷時	45nm
	除荷時	15nm
移動量 H		15nm
目標除荷速度 V_0		1.0mN/s
保持時間		10s

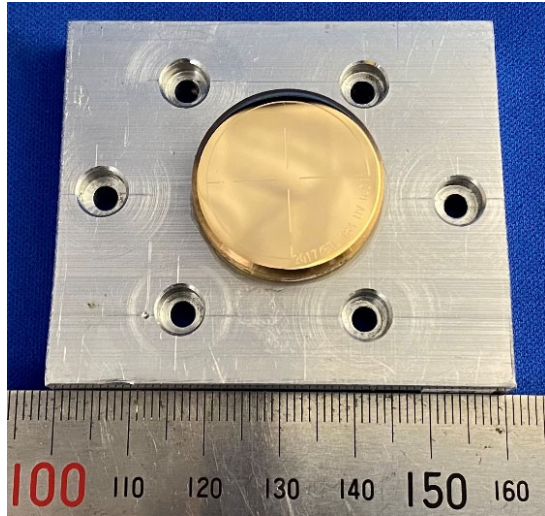


除荷速度変更条件

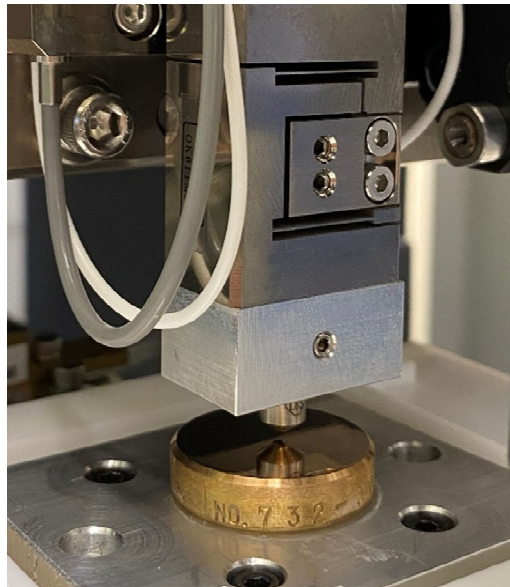
目標押し込み深さ		1000nm
ステージ	負荷時	45nm
	除荷時	15nm
移動量 H		15nm
目標除荷速度 V_0		0.5,1.0,2.0mN/s
保持時間		10s



実験試料及び実験条件



実験試料（Cu-Be製）



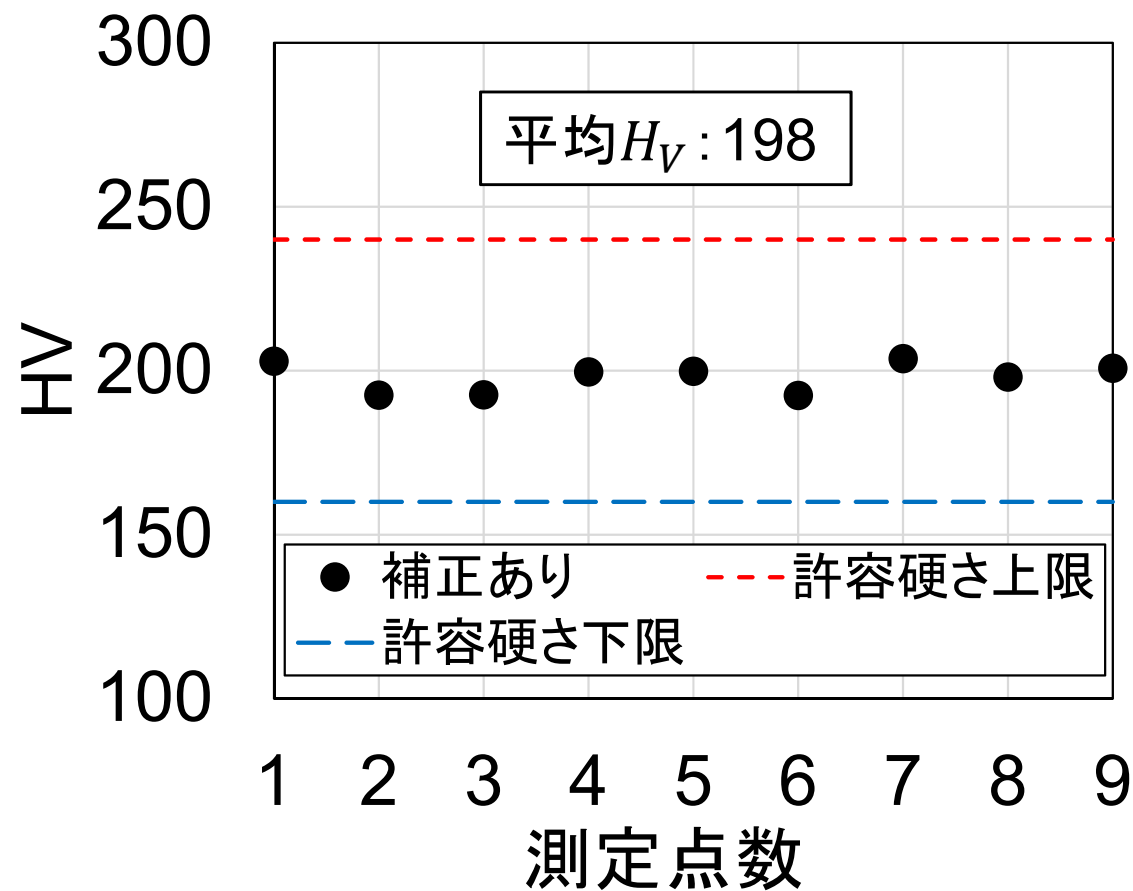
測定時の外観

押し込み試験条件

突き当て	送り量		50nm
	接触閾値		0.3mN
微小押し込み試験	目標押し込み深さ		1000nm
	ステージ移動量 H	負荷時	45nm
		除荷時	15nm
	目標除荷速度 V_0		1.0mN/s
	保持時間		10s

圧痕間隔 $100\mu\text{m}$ で 3×3 点の多点測定を行う

硬さ算出



試料硬さの許容硬さ
範囲内に収まった

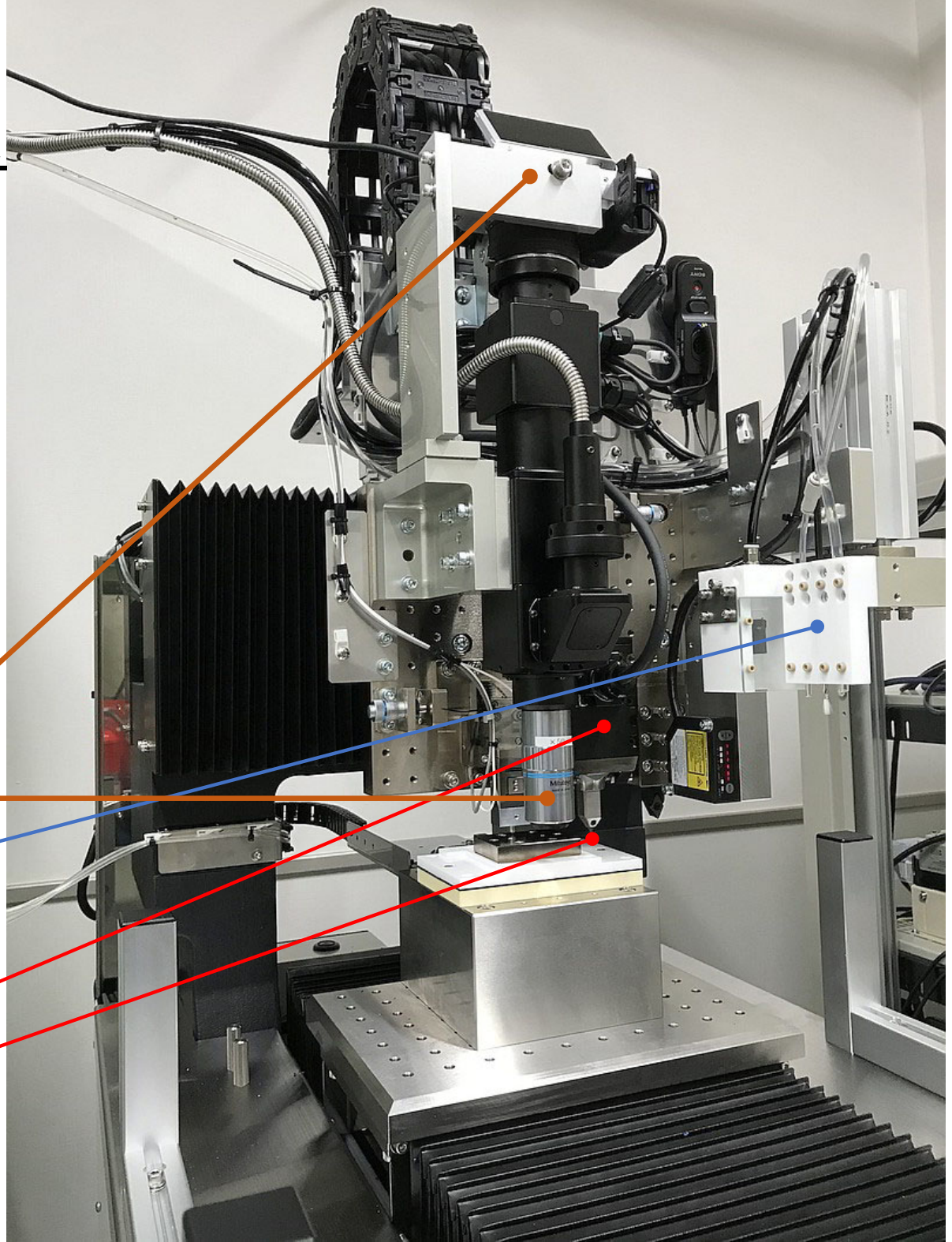
提案手法において硬さ計測が実現できた

目次

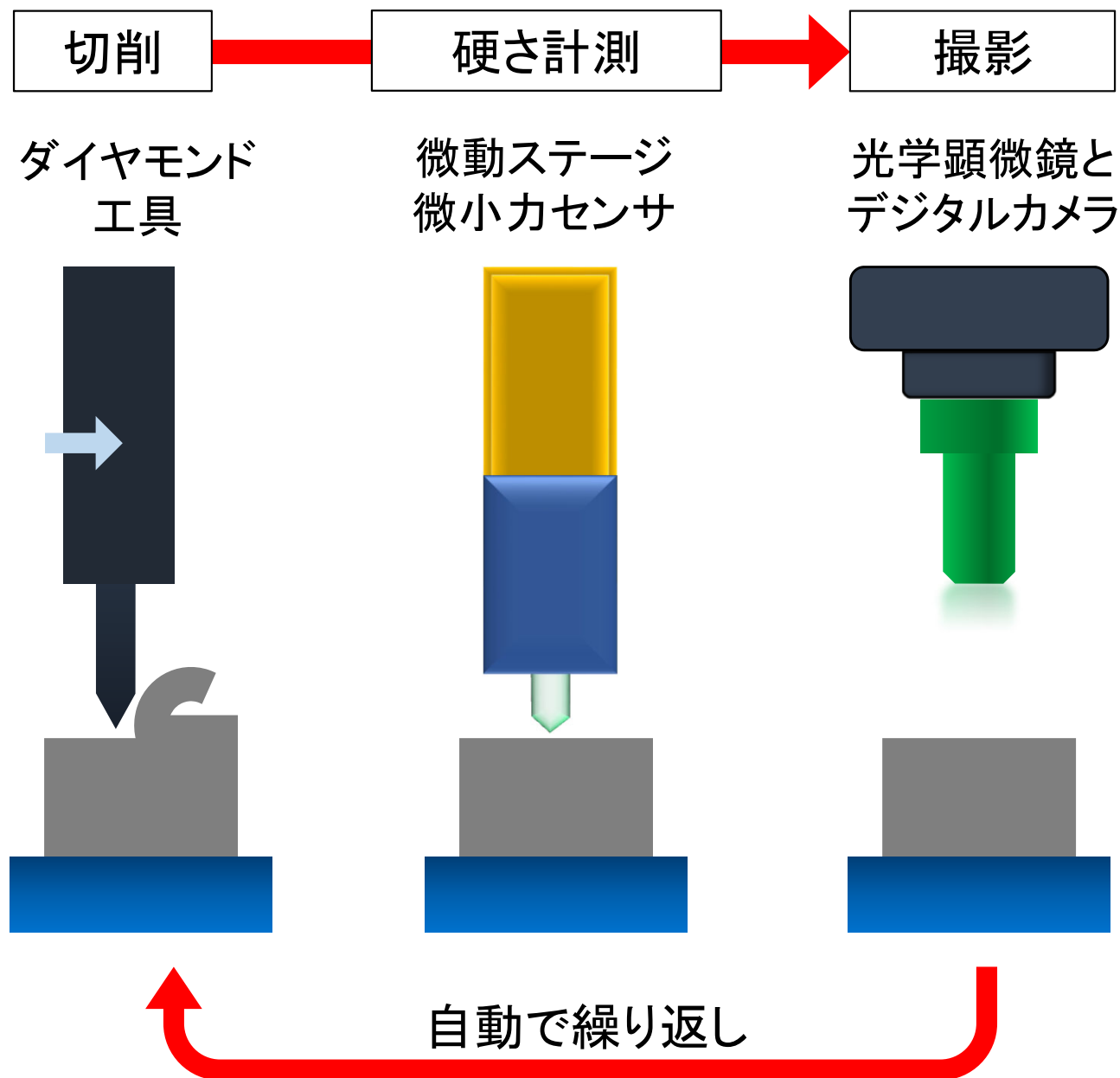
- 研究背景
- 微小硬さ測定法
- 3次元測定に適した測定方法の提案
- **3次元硬さの可視化**
- まとめ

3次元硬さ分布測定

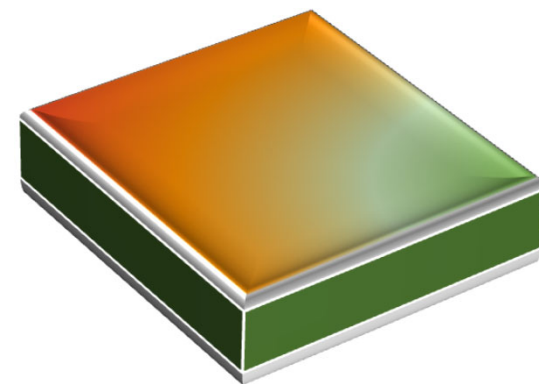
- システム構成
 - 微動ステージ
 - 微小力センサ
 - バーコビッチ圧子
- 観察部
 - デジタルカメラ
 - 対物レンズ
- エッチング部
- 切削部
 - 超音波楕円振動
 - ダイヤモンド平刃



3次元硬さ分布測定プロセス



2	3	3	3	3	3	3
4	543	583	542	581	563	546
2	3	3	3	3	3	3
3	482	531	597	581	532	635
2	3	3	3	3	3	3
3	507	532	577	586	521	598
2	3	3	3	3	3	3
3	516	567	551	555	583	629
2	3	3	3	3	3	3
3	512	534	561	563	600	567
2	3	3	3	3	3	3
4	584	581	535	580	559	593



3D硬さ分布のイメージ

まとめ

逐次精密切削観察システムに硬さ測定部を搭載することで、
硬さ計測型3次元内部構造顕微鏡システムを作成

作成したシステムに適した硬さ計測手法を提案

提案した手法により硬さ測定を実施

3次元硬さ計測を実施