

押し込み試験を用いた縦弾性係数測定に関する研究

Research on measurement of longitudinal modulus by indentation test

精密工学専攻 45号 東哲哉
Tetsuya HIGASHI

1. 緒言

材料の機械的性質を知ることは、機械や構造物の設計をするために必要不可欠である。通常、引張試験により弾性係数等は測定されているが、試験材料の作成やひずみ測定等煩雑な部分が多い。一方、比較的簡便な測定方法として、押し込み試験により弾性係数の測定が行われてきている。押し込み試験とは、試験片の表面に球や四角錐などの圧子を押し込み、押し込み深さと荷重から試験片の硬さなどの力学的性質を推定する方法である。簡便な試験方法で試験片の形状は厚さが薄い直方体状の試験片であれば試験可能である。生体材料の材料定数を導出する研究としてはセルロースが存在する。原子間力顕微鏡(AFM)を解析的接触力学モデリング(Hertz モデル)及び有限要素解析を組み合わせるセルロースナノクリスタルの縦弾性係数を求める研究がなされている^[1]。しかし、押し込み試験は主に金属等の硬い材料に対して行われており、生体やプラスチック材料等の柔らかい材料に対する適用はあまりなされていない。また、金属材料の押し込み試験の多くは三角錐圧子を利用し、除荷時の押し込み量、荷重曲線の傾き等のみのデータのみを使用している。押し込み量、荷重曲線の全てのデータを用いれば、より精度の向上が可能であると考えられる。そのためには、押し込み量—荷重曲線と材料定数の関係が明確になっていなければならない。しかし、三角錐圧子に対して、押し込み量—荷重曲線を理論的に算出するのは困難である。

そこで、本研究では、押し込み量—荷重曲線が理論的に得られる球圧子による押し込み試験を用いて、柔らかい材料の材料定数の導出について検討する。本研究では、Hertz の接触理論を基に、球圧子による押し込み試験の結果から、簡便に縦弾性係数を測定する手法を提案している。柔らかい材料の縦弾性係数等の機械的性質が押し込み試験により求められれば、木材等の生体材料の機械的性質を簡便に求められる可能性がある。

2. Hertz の接触理論による縦弾性係数の導出

Fig.1 は圧子を試験片に押し込む際の、荷重-押し込み深さ線図である。試験は一定の速度で圧子を押し込むことで、測定面を負荷し、最大押し込み荷重 P_{max} [mN]に到達後、一定時間荷重を保持した後、除荷を行う。ここで、 P [mN]は押し込み荷重、 h [μ m]は押し込み深さを示す。本研究では試験結果より得られた荷重-押し込み深さ曲線から材料の縦弾性係数を算出する。

押し込み試験による縦弾性係数の導出にはヘルツの接触理論式^[2]を用いる。押し込み荷重 P と押し込み量 h との関係は式(1)ようになる。本研究では剛体球で半無限弾性体を押し込んだ場合として計算を行っている。

$$P = \frac{4ER^{\frac{1}{2}}}{3(1-\nu^2)} h^{\frac{3}{2}} \quad (1)$$

E は材料の縦弾性係数、 R は圧子の半径、 ν は材料のポアソン比である。押し込み曲線において Fig.1 のように負荷時と除荷時でそれぞれに分けて Hertz の接触理論式を適用する。ここで、押し込み試験は押し込みの開始位置、荷重の立ち上がりを自動的に求めているため、実際の試験片表面とずれている可能性がある。圧子と試験材料表面が初めて接触する位置を

正確に測定することが困難である。そこで、押し込み荷重および、押し込み量の補正値を ΔP 、 Δh として式(1)を次式のように修正する。

$$P - \Delta P = \frac{4ER^{\frac{1}{2}}}{3(1-\nu^2)} (h - \Delta h)^{\frac{3}{2}} \quad (2)$$

縦弾性係数の導出の流れについて説明する。圧子の半径 R とポアソン比 ν は既知のものとする。式(2)の Hertz の接触理論によって求めた押し込み荷重を $P_{Hertz}(h_i)$ 、実験によって得た押し込み荷重を $P_{Exp}(h_i)$ と定義する。 h_i は押し込み曲線の各プロットにおける押し込み深さを示す。次式に示す E_r は Hertz の接触理論式によって求めた荷重 $P_{Hertz}(h_i)$ と実験値の荷重 $P_{Exp}(h_i)$ の差の二乗和である。ここで、 n は押し込み曲線の負荷時、除荷時の実験データのプロット数である。

$$E_r = \sum_{i=1}^n \{P_{Hertz}(h_i) - P_{Exp}(h_i)\}^2 \quad (3)$$

初期値として縦弾性係数 E 、 Δh 、 ΔP を決める。種々のパラメータを変化させて、 E_r を最小にするパラメータの組み合わせ (E 、 Δh 、 ΔP) を求める。パラメータを動かす幅はあらかじめおおまかに設定し、刻みは E を 0.01[GPa]、 Δh を 0.01[μ m]、 ΔP を 1[mN] から 100[mN] の試験では 0.01[mN] 刻みで 200[mN] ~ 500[mN] では 1[mN] 刻みである。Fig.2 に負荷時において ΔP 、 Δh を変化したときの押し込み曲線を示す。

Hertz の接触理論式より式(4),(5)からそれぞれ材料の圧縮、引張応力を求めることができる。また、式(1)の P を(4)の P に代入してまとめると式(6)のように圧縮応力 p_{max} が押し込み深さ h の 1/2 乗に比例する関数として表せる。これらの応力に関する式は後の方で使用する。

$$p_{max} = \frac{3}{2\pi} P^{\frac{1}{3}} \left[\frac{3}{4} R \frac{1-\nu^2}{E} \right]^{\frac{-2}{3}} \quad (4)$$

$$\sigma_{max} = \frac{1-2\nu}{3} p_{max} \quad (5)$$

$$p_{max} = \frac{2}{\pi} R^{-\frac{1}{2}} \frac{E}{1-\nu^2} \times h^{\frac{1}{2}} \quad (6)$$

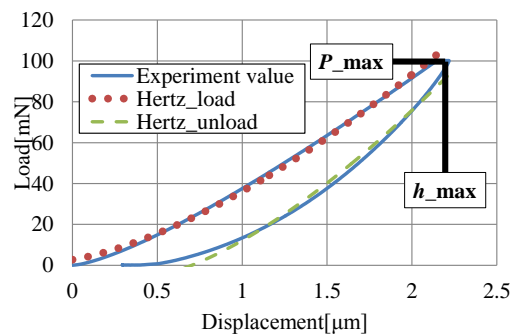
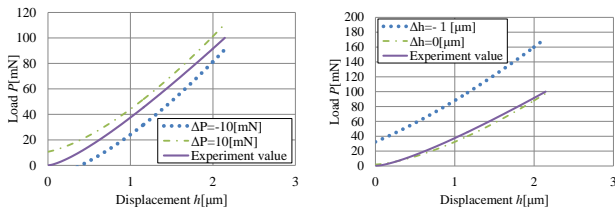


Fig.1 Application of Hertz's contact theory formula (Maximum load 100[mN])



(a) When changing ΔP (b) When changing Δh
 Fig.2 Application of Hertz's contact theory formula in load
 (Maximum load 100[mN])

3. 押し込み試験

押し込み試験は島津製ダイナミック超微小硬度計 DUH-211S を用いて行う。球圧子は圧子半径 $R=0.05[\text{mm}]$ を使用している。本研究では柔らかい材料としてアクリル材を使用している。その理由としてはアクリル材の縦弾性係数は $2.2[\text{GPa}] \sim 3.2[\text{GPa}]$ 程度とされていることと、先行の研究^[3]では木材の縦弾性係数は $0.5[\text{GPa}] \sim 3.5[\text{GPa}]$ 程度であるからである。アクリル材の押し込み試験用の試験片の寸法は $5[\text{mm}] \times 25[\text{mm}] \times 38[\text{mm}]$ である。試験片を乗せたテーブルが上下することにより押し込み試験を行い、試験片の真上から垂直に荷重をかける。試験は一定の荷重速度で Table.1 に示すような最大荷重になるまで押し込みを行い、一定時間保持し再び一定の荷重速度で除荷を行う負荷—除荷試験を行う。Table.1 に試験条件の詳細を示す。押し込む位置は Fig.3 に示すように圧子の直径分である $0.1[\text{mm}]$ の間隔を空けながら行っている。

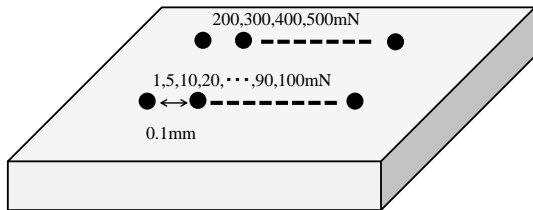


Fig.3 Model of where to place the indentation tests

Table.1 Conditions for indentation test

Maximum load	1,5,10,20,30,40,50, 60,70,80,90,100[mN] 200,300,400,500[mN]
Minimum load	•0.002[mN] when 1[mN] •0.02[mN] when 5,10[mN] •0.2[mN] when 20~100[mN] •1.96[mN] when 200~500[mN]
Load speed	•0.0150[mN/sec] when 1[mN] •0.1463[mN/sec] when 5,10[mN] •1.3324[mN/sec] when 20~100[mN] •7.0067[mN/sec] when 200~500[mN]
Load retention time	10[sec]
Unload retention time	10[sec]

4. アクリルの縦弾性係数の測定

4.1 引張試験による縦弾性係数の測定

引張試験によりアクリルの縦弾性係数を求める。 $1[\text{mm}] \times 320[\text{mm}] \times 30[\text{mm}]$ のアクリル試験片を用いる。試験片にひずみゲージを貼り、ひずみを測定している。島津製万能オートグラフ AGS-J を用いて、引張速度 $0.5[\text{mm}/\text{min}]$ 、最大試験力 $1[\text{kN}]$ で引張試験を行った。試験結果より応力—ひずみ線図を Fig.4 に作図し、Fig.5 に示すように直線の傾きからアクリルの縦弾性係数 E を導出する。引張試験によって求めたアクリルの縦弾性係数は約 $4.1[\text{GPa}]$ であることがわかる。また、Fig.4 より降伏応力 σ_y は $18.9[\text{MPa}]$ ということになる。

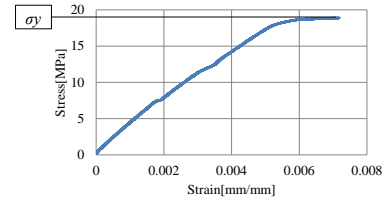


Fig.4 Strain stress curve

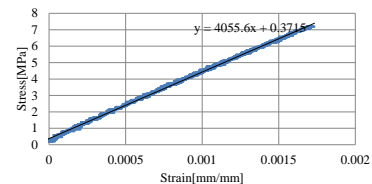


Fig.5 Linearly approximated stress-strain diagram

4.2 押し込み試験による縦弾性係数の測定

2章の方法を用いて、押し込み曲線に Hertz の接触理論式を適用した図とその時の試験片の変形形状のコンター図、プロファイルの一例を Fig.6 に示す。このとき使用したパラメータは $R=0.05[\text{mm}]$ 、ポアソン比 $\nu=0.4$ である。また、試験片の変形形状の観察には OLYMPUS 製のレーザ顕微鏡 LEXT OLS4100 を使用した。最大押し込み荷重 $P_{\text{max}}=50[\text{mN}]$ 、 $200[\text{mN}]$ 、 $400[\text{mN}]$ のどのケースでも押し込み曲線と Hertz の接触理論式はおおむね一致させることが出来た。変形形状についてみていくと $P_{\text{max}}=50[\text{mN}]$ ではまだ圧痕は形成されていないことがわかる。 $P_{\text{max}}=200[\text{mN}]$ ではコンター図からは圧痕は形成されていないように見えるがプロファイルを見るとわずかに圧痕が形成されていると思われる。最後に $P_{\text{max}}=400[\text{mN}]$ ではコンター図、プロファイルからも圧痕が形成されているのが明確である。次にすべての最大押し込み荷重について得られたアクリルの縦弾性係数と圧痕深さについてまとめたグラフを Fig.7 に示す。なお、Hertz の接触理論は押し込み曲線の負荷時にのみ適用するものであるが参考のために除荷時にも適用している。Fig.7 の負荷時のアクリルの縦弾性係数を見ると $1[\text{mN}] \sim 100[\text{mN}]$ では $3[\text{GPa}]$ 前後の範囲であるが $200[\text{mN}]$ 以降ではアクリルの縦弾性係数は最大試験力が増すごとに低くなっていることが分かる。アクリルの縦弾性係数の参考値は $3.2[\text{GPa}]$ で $50[\text{mN}]$ 以下におけるアクリルの縦弾性係数に近い結果となった。しかし、引張試験で求めたアクリルの縦弾性係数は約 $4[\text{GPa}]$ で Hertz の接触理論により求めたものとは $1[\text{GPa}]$ ほど大きい値となっているが、別の引張試験で求めた縦弾性係数では $3[\text{GPa}]$ 程度の値が得られていることから今回の引張試験には実験に不備があったものと考えられる。

Fig.7より最大押し込み荷重 200[mN]以降は圧痕が明確に形成されており、塑性変形を起こしているのではないかと考えられる。別途有限要素法解析を行い、降伏応力について議論していきたい。

5. 有限要素法による押し込み解析

有限要素法の解析(以下, FEM 解析)には ANSYS を利用している。モデルの形状は Fig.8 に示すように二次元軸対称である。解析時間を短縮するために圧子の接触する部分のメッシュを細かくし, それ以外の部分を粗く作成している。なお, 実験で用いた試験片の寸法より小さくモデルを作成しているが, 変形状のコンター図等で影響はないことを確認済みである。解析の条件としては圧子を剛体とみなし, 材料のパラメータを $R=0.05[\text{mm}]$, $E=3.1[\text{GPa}]$, $\nu=0.4$ としている。解析の入力値としては $P_{\text{max}}=400[\text{mN}]$ の押し込み試験の最大押し込み深さ $h_{\text{max}}=6[\mu\text{m}]$, $P_{\text{max}}=1000[\text{mN}]$ の押し込み試験の最大押し込み深さ $h_{\text{max}}=15[\mu\text{m}]$ としている。この条件で降伏応力 $\sigma_y=250,300,350,400[\text{MPa}]$ と変化させたときの変形状を見ていく。また, レーザ顕微鏡で測定した圧痕の深さと合わせて見ていく。Fig.9 に FEM の結果を示す。Fig.9(a)を見ると, $\sigma_y=350[\text{MPa}]$ として計算したときの圧痕の形状が実験により観測された圧痕形状に最も近いことがわかる。また, Fig.9(b)を見ると $\sigma_y=400[\text{MPa}]$ として計算したときの圧痕の形状が実験により観測された圧痕形状に最も近い。以上よりアクリルの圧縮の降伏応力は 350~400[MPa]程度であることが FEM 解析より同定できる。

FEM 解析により圧縮の降伏応力が導出できたのでその妥当性を検証するために 2 章で述べた Hertz の接触理論による応力の式を用いる。式(4)と式(6)で $E=3.2[\text{GPa}]$, $\nu=0.4$, $R=0.05[\text{mm}]$ としたときのグラフをそれぞれ Fig.10, Fig.11 に示す。Fig.10 と Fig.11 で圧縮の降伏応力 $p_{\text{max}}=350\sim 400[\text{MPa}]$ の時の押し込み荷重と押し込み深さはそれぞれ $P=40\sim 60[\text{mN}]$, $h=1\sim 1.5[\mu\text{m}]$ である。このことから最大押し込み荷重が 200[mN] の時から圧縮の降伏が始まるのではなく, 最大押し込み荷重 $P_{\text{max}}=40\sim 60[\text{mN}]$, 最大押し込み深さ $h=1\sim 1.5[\mu\text{m}]$ で降伏が始まるのではないかと考えられる。実際に Fig.12 に示すように最大押し込み荷重 $P_{\text{max}}=40\sim 60[\text{mN}]$ の時の最大押し込み深さを見ると最大押し込み深さ $h_{\text{max}}=1\sim 1.5[\mu\text{m}]$ の範囲に含まれていることがわかる。

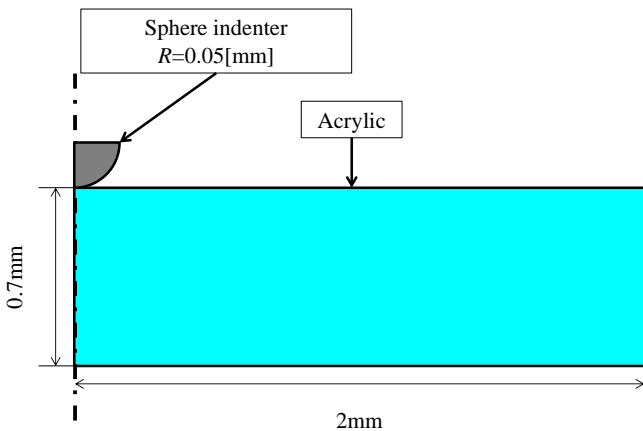
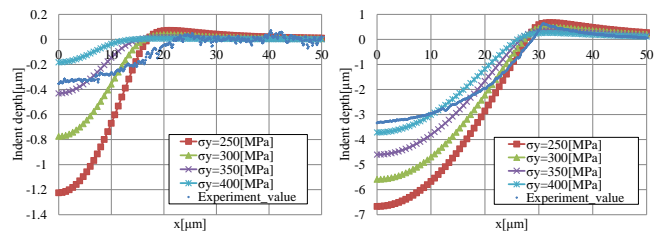


Fig.8 FEM model



(a) Input value($h_{\text{max}}=6[\mu\text{m}]$) (b) Input value($h_{\text{max}}=15[\mu\text{m}]$)

Fig.9 Indentation shape by FEM analysis

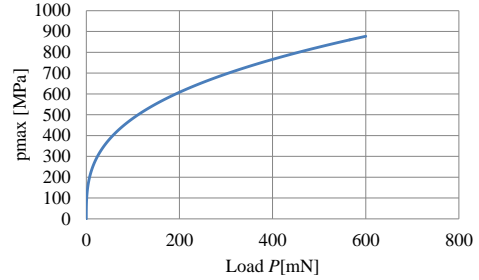


Fig.10 Relationship between indentation load P and compressive stress p_{max} obtained by Hertz's contact theory

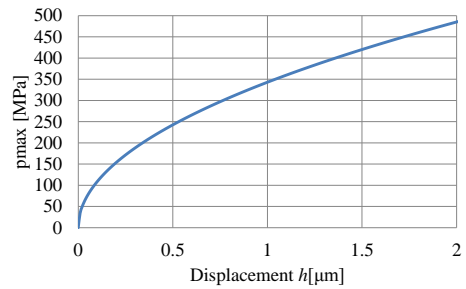


Fig.11 Relationship between indentation depth h and compressive stress p_{max} obtained by Hertz's contact theory

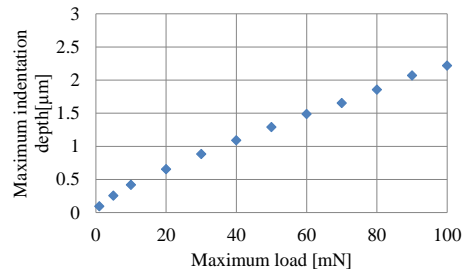


Fig.12 Relationship between maximum indentation depth h and maximum load

6. 結言

- ・押し込み曲線の負荷時でヘルツの接触理論式で求めたアクリルの縦弾性係数は弾性域の範囲内であろう最大押し込み荷重 50[mN]以下の範囲では 3[GPa]付近の結果となり参考値であるアクリルの縦弾性係数 3.2[GPa]に近い結果となった。
- ・ヘルツの接触理論と有限要素法による結果からアクリルの圧縮の降伏応力は 350~400[MPa]程度であると見積もられた。
- ・試験力が 200[mN]を超えたあたりから圧痕が観測され始めて, 縦弾性係数も低くなっていくが, 有限要素法とヘルツの

接触理論式より実際には試験力が 40~60[mN]の辺りで降伏が起きているのではないかと考えられる。

参考文献

[1] PAKZAD Anahita, HEIDEN Patricia A, YASSAR Reza S. (Michigan Technological Univ., Michigan), SIMONSEN John (Oregon State Univ, Oregon), Size effects on the nanomechanical

properties of cellulose I nanocrystals, J.Master Res. Vol.27 No.3, (2012), pp.528-536.

[2] 中原一郎, 渋谷寿一, 土田栄一郎, 笠野英秋, 辻知章, 井上裕嗣, 弾性学ハンドブック, 朝倉書店, (2001), pp471-473.

[3] 前代陸, 木材の早材部, 晩材部毎の弾性係数測定に関する研究, 修士論文, 中央大学大学院, (2014).

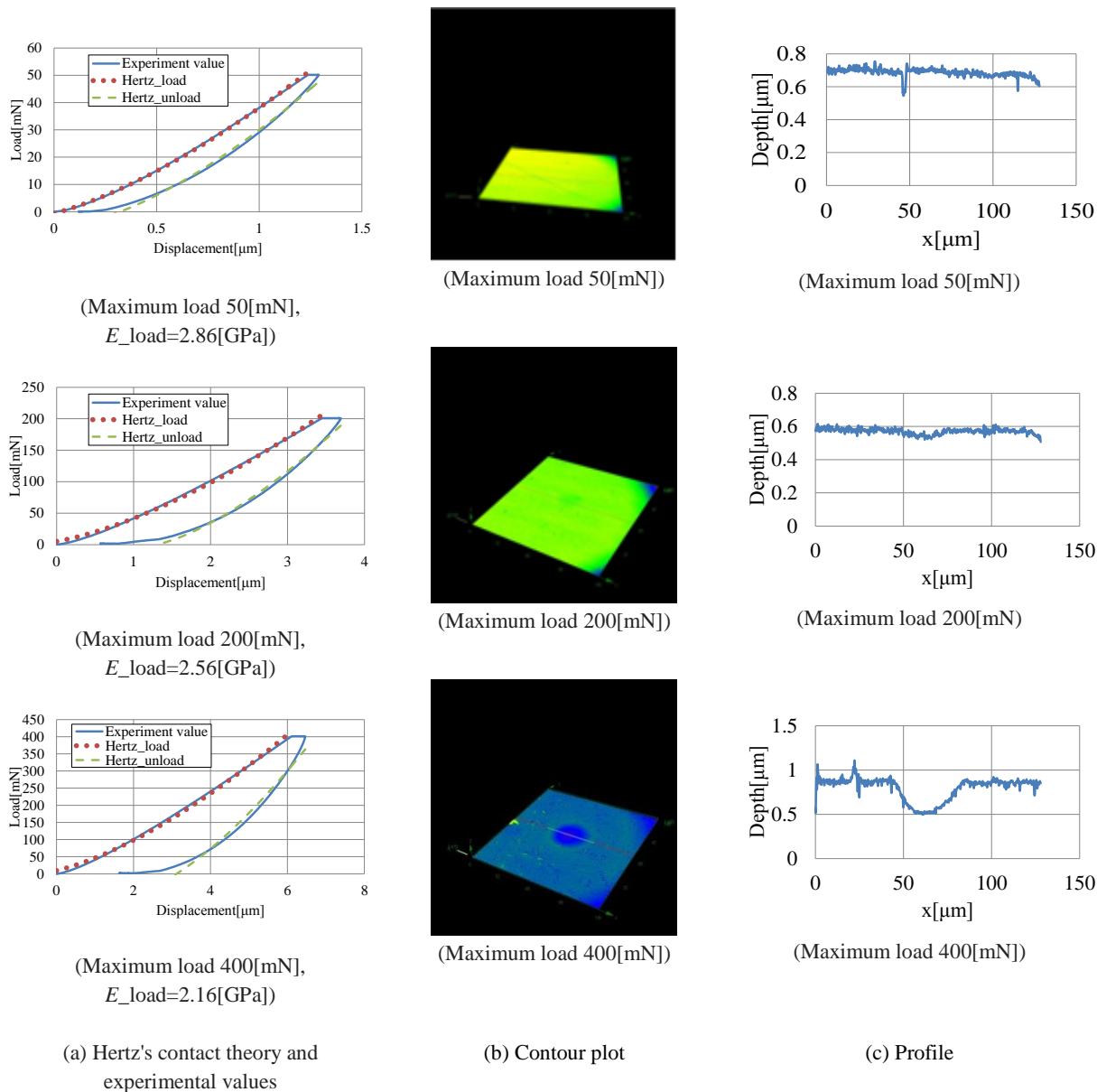


Fig.6 Elastic modulus of acrylic and acrylic test specimen profile derived using Hertz contact theory formula

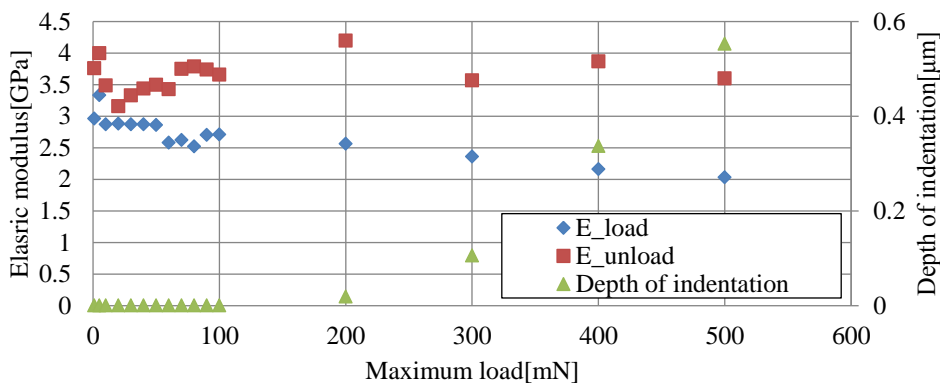


Fig.7 Acrylic modulus of longitudinal elasticity at each test force