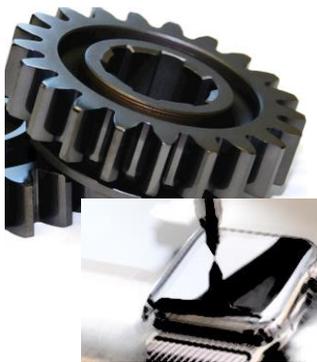


マイクロビッカース硬度計、超微小硬度計による 金属材料評価

株式会社島津製作所 分析計測事業部
Solutions COE
マテリアルインフラストラクチャーソリューションユニット
垣尾 尚史

1

“硬さ”とは？



**対象物体が他の物体によって
変形を与えられた際の
抵抗の大小を示す尺度**

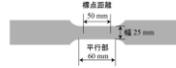
長さ・時間・質量・電流のような物理量ではなく
他の機械特性と同様に工業量または比較値

2

硬さが使われるわけ

他の材料試験機と比べて

- ・ 試料の形状や大きさの制限が少ない
- ・ 1回の測定に要する時間が短い
- ・ 操作が容易である
- ・ 熟練を要することなく正確な測定値が得られやすい



硬さ値は

- ・ 硬度は物作り（製造業）においては基本のデータ
- ・ 研究開発、品質管理、解析など各種分野に使用
- ・ 弾性率 ・ 降伏点 ・ 引張強度, 引っかけに対する抵抗
といった重要な物理的特性に関係する
- ・ 特に, 引張強度との相関が知られている。

3

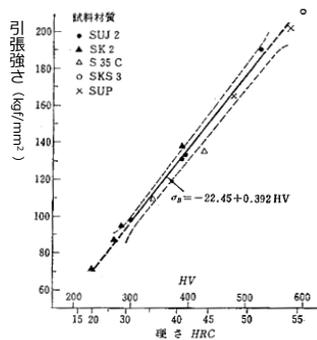
SHIMADZU

3

硬さが使われるわけ

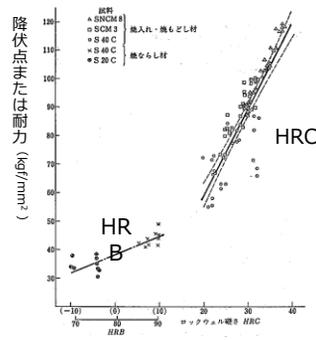
重要な物理的特性に関係する = 代用特性として使用される

引張強さと硬さの関係



樋田並照：計測管理22(1973)

降伏点または耐力と硬さの関係



松本忠ほか：硬さと強さの研究 N094(1973)

SHIMADZU

4

いろいろな硬さの換算例

硬 さ 換 算 表 (SAE J 417) [鉄鋼材料]

山本科学工具研究社

ロックウェル	ピッカース		ブリネル			ロックウェル			ロックウェルスーパーフィシャル			ショア		リープ		引張強さ (N/mm ²)	ロックウェル	
	HRC	HV	HBS	HBW	HRA	HRB	HRD	HR15N	HR30N	HR45N	HS	HLD	HLE	MPa	HRC			
ダイヤモンド			標準球	タフステン カーボン球	ダイヤモンド	1/16"球	ダイヤモンド	ダイヤモンド	ダイヤモンド	ダイヤモンド		タフステン カーボン	ダイヤモンド					150 kgf
					60 kgf	100 kgf	100 kgf	15 kgf	30 kgf	45 kgf								
68	940	-	-	85.6	-	76.9	93.2	84.4	75.4	98.0	886	851	-	68				
67	900	-	-	85.0	-	76.1	92.9	83.6	74.2	95.6	873	839	-	67				
66	865	-	-	84.5	-	75.4	92.5	82.8	73.3	93.4	862	829	-	66				
65	832	-	(739)	83.9	-	74.5	92.2	81.9	72.0	91.2	852	819	-	65				
64	800	-	(722)	83.4	-	73.8	91.8	81.1	71.0	89.0	843	809	-	64				
63	772	-	(705)	82.8	-	73.0	91.4	80.1	69.9	87.1	834	799	-	63				
62	746	-	(688)	82.3	-	72.2	91.1	79.3	68.8	85.2	824	790	-	62				
61	720	-	(670)	81.8	-	71.5	90.7	78.4	67.7	83.3	814	780	-	61				
60	697	-	(654)	81.2	-	70.7	90.2	77.5	66.6	81.5	805	770	-	60				
59	674	-	(634)	80.7	-	69.9	89.8	76.6	65.5	79.7	795	760	-	59				
58	653	-	615	80.1	-	69.2	89.3	75.7	64.3	78.1	786	750	-	58				
57	633	-	595	79.6	-	68.5	88.9	74.8	63.2	76.4	776	741	-	57				
56	613	-	577	79.0	-	67.7	88.3	73.9	62.0	74.8	767	731	-	56				
55	595	-	560	78.5	-	66.9	87.9	73.0	60.9	73.2	758	722	2075	55				
54	577	-	543	78.0	-	66.1	87.4	72.0	59.8	71.7	749	713	2015	54				
53	560	-	525	77.4	-	65.4	86.9	71.2	58.6	70.2	741	704	1950	53				
52	544	(500)	512	76.8	-	64.6	86.4	70.2	57.4	68.8	732	695	1880	52				
51	528	(487)	496	76.3	-	63.8	85.9	69.4	56.1	67.3	724	687	1820	51				
50	513	(475)	481	75.9	-	63.1	85.5	68.5	55.0	65.9	716	678	1760	50				
49	498	(464)	469	75.2	-	62.1	85.0	67.6	53.8	64.5	708	670	1695	49				
48	484	451	455	74.7	-	61.4	84.5	66.7	52.5	63.1	700	662	1635	48				
47	471	442	443	74.1	-	60.8	83.9	65.8	51.4	61.9	693	655	1580	47				
46	458	432	432	73.6	-	60.0	83.5	64.8	50.3	60.6	685	648	1530	46				
45	446	421	421	73.1	-	59.2	83.0	64.0	49.0	59.4	678	641	1480	45				
44	434	408	408	72.5	-	58.5	82.5	63.1	47.8	58.2	671	634	1435	44				

山本科学工具研究社

<http://www.ystl.jp/keywords/pdf/conversion.pdf>

SHIMADZU

発表される学会名など、必要に応じてフッター欄にご記載ください 5

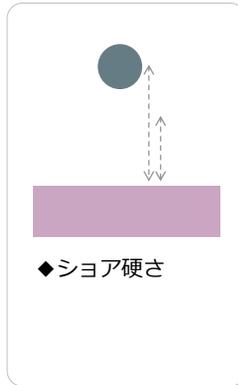
5

硬さ試験法の種類

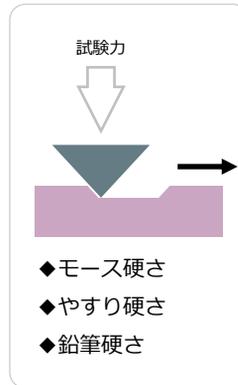
押し込み硬さ



動的硬さ



引っかき硬さ



SHIMADZU

6

工業硬さ

■ 規格化されている硬さ試験方法

- ・ブリネル硬さ (JIS Z 2243, ISO 6506)
- ・ビッカース硬さ (JIS Z 2244, ISO 6507)
- ・ヌーブ硬さ (JIS Z 2251, ISO 4545)
- ・ロックウェル硬さ (JIS Z 2245, ISO 6508)
- ・ショア硬さ (JIS Z 2246)



■ 規格化されている“新しい”硬さ試験方法

- ・超微小負荷硬さ試験方法 (JIS Z 2255)
- ・計装化押し込み硬度計：マルテンス硬さ (ISO 14577)



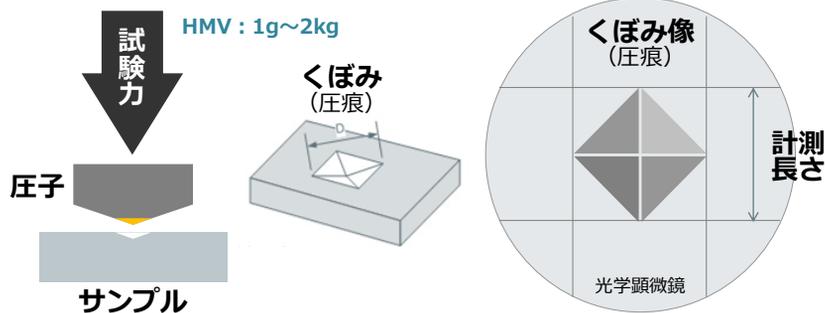
SHIMADZU

7

7

硬さ測定用語

- ◆ 圧子：被測定物に変形を与えるための物体
- ◆ 試験力：圧子を介して被測定物に変形を与えるときの力
- ◆ 保持時間：試験力を与え続ける時間
- ◆ くぼみ（圧痕）：圧子によって与えられた変形



SHIMADZU

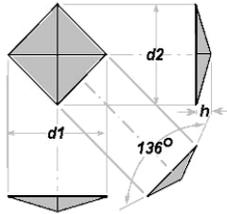
8

ビッカース硬さ

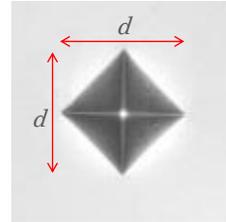
1925年 R.SmithとG.Sandlandにより考案

定義 : 対面角136°のダイヤモンド正四角すいの圧子を試料に押し込み、
加えた試験力を除荷後の「圧痕の表面積」で除した値 (=圧痕表面の圧縮応力)

圧子形状 :



圧痕形状(上方から観察) :



定義式 : $HV = \text{試験力(N)} / \text{圧痕の表面積} = 0.1891F/d^2$

表記 : 704HV0.1/15 (有効数字3桁)
(硬さ値704 試験力0.9807N(100gf) 保持時間15s測定)

SHIMADZU

9

硬さ試験対象



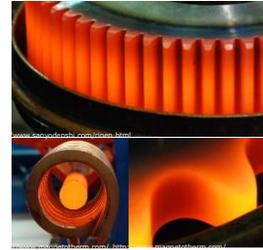
SHIMADZU

10

金属の熱処理

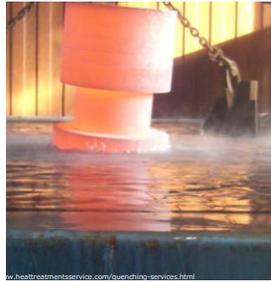


浸炭焼入れ・
浸炭窒化焼入れ



高周波焼入れ

焼入れ-焼戻し



SHIMADZU

11

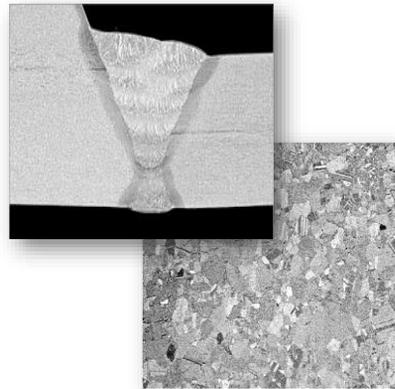
11

測定前作業

研磨



エッチング



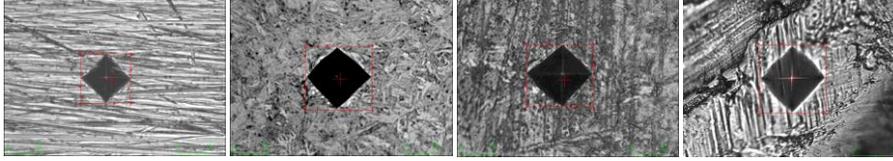
SHIMADZU

発表される学会名など、必要に応じてフッター欄にご記載ください 12

12

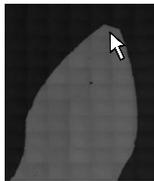
きず面の読取精度向上！ソフトウェアで測定効率化！

キズ面読取り精度向上！ 研磨作業の手間、再測定の手間を軽減！



ステージビューア

大型サンプルの試験位置決めが楽！

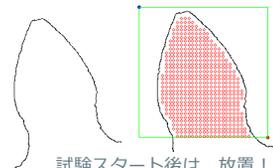


←マウスでクリックした位置が視野中心に！

エッジ検出してサンプル形状に合わせたパターンを簡単作成



エッジ検出 自動パターン測定



試験スタート後は、放置！

SHIMADZU

13

測定の注意点

最小測定圧痕サイズは10μmまで！

ビッカース硬さで計測できる圧痕サイズについて

JISB7725：ビッカース硬さ試験－試験機の検証及び校正、より抜粋

<抜粋>

注記1

対角線長さが20μm未満の値は、記載していない。



ビッカース硬さの計測方法として、
圧痕の対角線長さが20μmより小さいものに関しては
想定されていない(=計測に適していない)
と言い換えることができる。

**ぎりぎり頑張って
10μmくらい
が目安 ※島津で検証**

表 6-試験機の償りの許容差

硬さ 記号	基準片の硬さ HV															単位 %	
	50	100	150	200	250	300	350	400	450	500	600	700	800	900	1,000		1,500
HV0.01																	
HV0.015	10																
HV0.02	8																
HV0.025	8	10															
HV0.05	6	8	9	10													
HV0.1	5	6	7	8	8	9	10	10	11								
HV0.2	—	4	—	6	—	8	—	9	—	10	11	11	12	12			
HV0.3	—	4	—	5	—	6	—	7	—	8	9	10	10	11	11		
HV0.5	—	3	—	5	—	5	—	6	—	6	7	7	8	8	9	11	
HV1	—	3	—	4	—	4	—	4	—	4	4	4	5	6	6	8	8
HV2	—	3	—	3	—	3	—	4	—	4	4	4	4	5	5	6	6
HV3	—	3	—	3	—	3	—	3	—	3	4	4	4	4	4	5	5
HV5	—	3	—	3	—	3	—	3	—	3	3	3	3	3	4	4	4
HV10	—	3	—	3	—	3	—	3	—	3	3	3	3	3	3	3	3
HV20	—	3	—	3	—	3	—	3	—	3	3	3	3	3	3	3	3
HV30	—	3	—	3	—	2	—	2	—	2	2	2	2	2	2	2	2
HV50	—	3	—	3	—	2	—	2	—	2	2	2	2	2	2	2	2
HV100	—	—	—	3	—	2	—	2	—	2	2	2	2	2	2	2	2

注記1 対角線長さが20μm未満の値は、記載していない。

注記2 中間値は、それぞれの最大値となる場合がある。

注記3 小さな試験力の場合の許容差は、対角線長さdの2%又は1μmのいずれか大きな方とする。

SHIMADZU

14

測定の注意点

下地の影響・縁の影響・隣の圧痕の影響

ピッカース硬さの圧痕対角線が10 μ mの場合

- くぼみの対角線長さ : $d = 10\mu\text{m}$, と深さ : h , の関係

ピッカース圧子の形状より

$$h \doteq d/7 = 10/7 = 1.43(\mu\text{m})$$

- 試料の厚さ t

$$t > 1.5d(10.5h) = 1.5 \times 10 = 15\mu\text{m}$$

$L > 2.5d(10.5h) = 25\mu\text{m}$: 鋼, 鋼合金

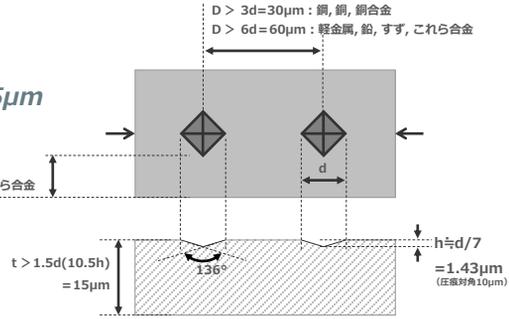
$L > 3d(10.5h) = 30\mu\text{m}$: 軽金属, 鉛, すず, これら合金

サンプルの試験したい層の厚み $> 15\mu\text{m}$

⇒ **HMV**

サンプルの試験したい層の厚み $\leq 15\mu\text{m}$

⇒ **DUH**



硬さを測定する層の厚さは
圧痕対角長さの1.5倍以上で下地影響なし

SHIMADZU

15

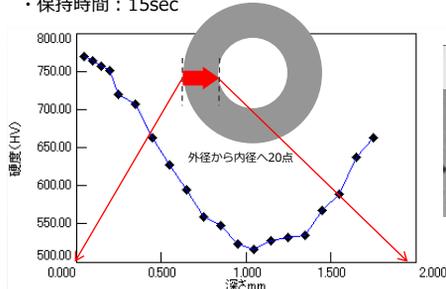
浸炭処理の硬さ分布評価 軸受

機械部品(軸受)
SCM435(浸炭焼き入れ品)



試験条件

- ・ 試験力 : 1.96N
- ・ 保持時間 : 15sec

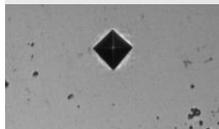


<硬度計の役立つ点>

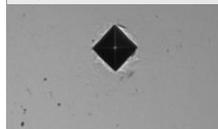
・ 硬化層深さ(表層から内部へ等間隔で硬さをプロットすることにより、どの程度の深さまで硬くなっているか)の評価が可能で**磨耗性**と**衝撃性**の強化に必要なバランスの見極めができるようになる。

・ 硬度が定量化できるため材料の違い、熱処理条件の違いによる差異が正確に評価できるようになる。

表層より0.05mmの位置
HV643(くぼみ長さ約24 μ m)



表層より1.0mmの位置
HV509(くぼみ長さ約27 μ m)



SHIMADZU

16

ドリル／ねじの硬さ評価



<硬度計の役立つ点>

- ・ネジを締め付けた時にねじ山が変形しないように、ねじ頭が変形しないように硬くなっているかを確認できる。
- ・硬度が定量化できるため材料の違い、熱処理条件の違いによる差異が正確に評価できるようになる。

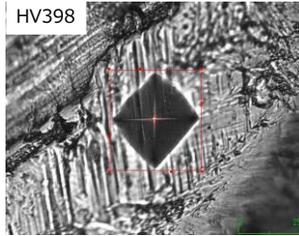
<ねじ山の表面硬さ試験例>

試験条件

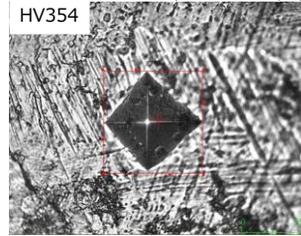
- ・試験力 : 2.942N
- ・保持時間 : 15sec



HV398



HV354



このような傷面の自動読取も可能です。

SHIMADZU

17

カミソリ刃の評価

・サンプル カミソリ刃

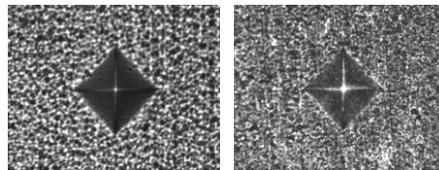


快適な切れ味で長く使えるよう、材料組成の改良や硬化処理、表面コーティングなどを施す

・試験条件

試験力 : 9.807N
保持時間 : 15sec

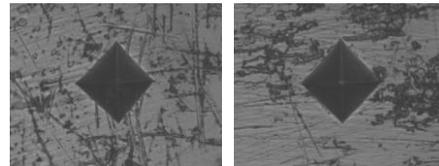
・試験結果



ステンレス鋼 : HV795

カーボン鋼 : HV921

カミソリ刃と同様に、ノコギリ刃の測定も可能です



HV922

HV835

<硬度計の役立つ点>

- ・微小部分にて評価できるため、**刃先の評価が可能**（実際に使用してみるには、評価に時間がかかる。疲労試験機・万能試験機による評価では、刃の先端の情報が得られない）
- ・硬度が定量化できるため材料の違い、表面処理条件の違いによる差異が正確に評価できる

SHIMADZU

18

18

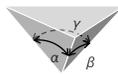
超微小硬度計DUH



ガラス・セラミクス → 圧痕が見えない！
 プラスチック・ゴム → 圧痕が残らない！
 薄膜・表面コーティング → 下地の影響がでる！

- ・微小試験力を負荷
- ・圧子の押し込み深さを測定

= マイクロインデンテーション



三角錐圧子
 先端の形状
 $\alpha = \beta = \gamma = 115^\circ$



ISO 14577 :2002 Metallic materials - Instrumented indentation test for hardness and materials parameters
 JIS Z 2255 :2003 超微小負荷硬さ試験方法 (Method for ultra-low loading hardness test)

SHIMADZU

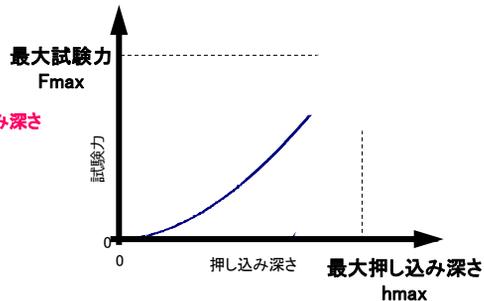
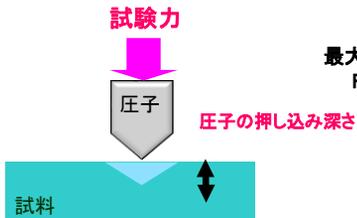
19

超微小硬度計DUH

超微小硬度計 DUH-211の測定原理

- 電磁力により圧子を試料に押し付ける。
- 試料に圧子を押し込む過程で、圧子の試料への押し込み深さを自動計測
- マルテンス硬さ = 試験力 / くぼみの表面積

$$= \text{試験力} / \text{係数} \times (\text{押し込み深さ})^2$$



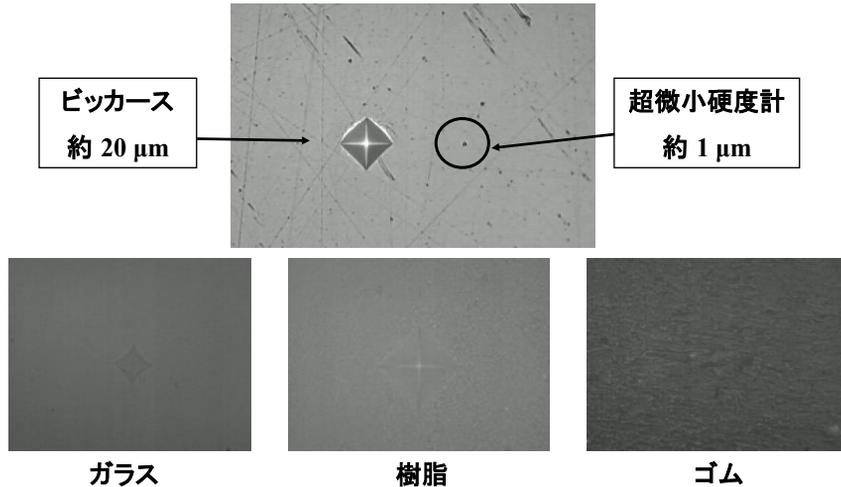
SHIMADZU

20

超微小硬度計DUH

超微小硬度計 DUH-211の測定原理

微小なくぼみでの測定が可能



SHIMADZU

21

21

超微小硬度計DUH

測定結果の見方

コーティング層の硬さ評価

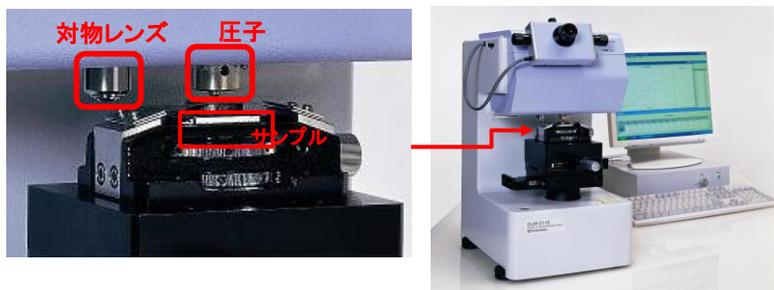
【背景】母材に張り付いたコーティング層の強度(硬さ)を知りたい

【目的】 SiO_2 膜、Au膜の強度・硬さの確認

【試料】薄膜2種 (SiO_2 膜、Au膜)

【試験条件】負荷除荷試験

1) 試料名	SiO_2 膜 (ガラス基板上)	Au膜 (Si基板上)
2) 試料番号	①	②
3) 厚さ	1 μm	1 μm



SHIMADZU

22

22

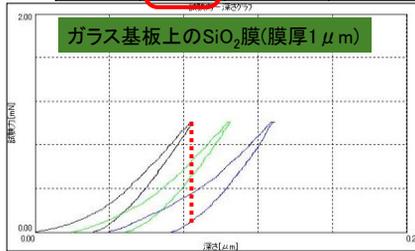
超微小硬度計DUH

測定結果の見方

コーティング層の硬さ評価

【結果】 各3回ずつ測定した結果を重ね書きしたグラフを示す。(0.5 μm ずらして表示)

試料	hmax (μm)	HM (N/mm^2)	HMs (N/mm^2)	Hit (N/mm^2)	Eit (N/mm^2)	Cit (%)	η it (%)
SiO ₂	0.086	2243	3287	4567	5.14E+04	1.33	66.3
Au	0.112	1505	1978	1923	1.53E+05	4.44	10.1

Hmax(深さ最大値)を比較すると、SiO₂が小さくAuが大きい。⇒ SiO₂が硬い

SHIMADZU

23

23

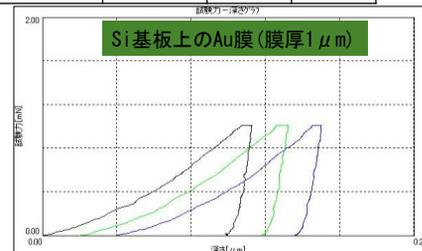
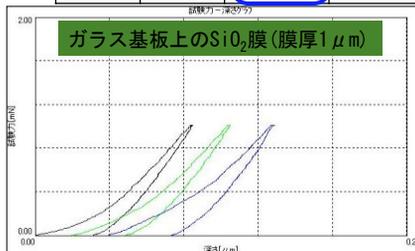
超微小硬度計DUH

測定結果の見方

コーティング層の硬さ評価

【結果】 各3回ずつ測定した結果を重ね書きしたグラフを示す。(0.5 μm ずらして表示)

試料	hmax (μm)	HM (N/mm^2)	HMs (N/mm^2)	Hit (N/mm^2)	Eit (N/mm^2)	Cit (%)	η it (%)
SiO ₂	0.086	2243	3287	4567	5.14E+04	1.33	66.3
Au	0.112	1505	1978	1923	1.53E+05	4.44	10.1



HM: マルテンス硬さ(値が大きいほど硬い)

HM(マルテンス硬さ)を比較すると、SiO₂が大きくAuが小さい。⇒ SiO₂が硬い

SHIMADZU

24

24

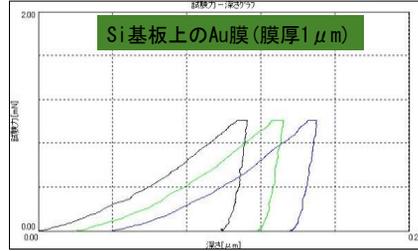
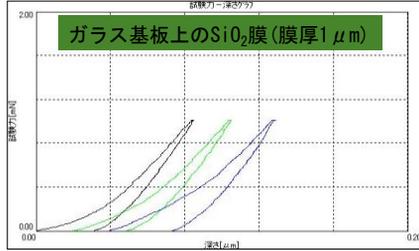
超微小硬度計DUH

測定結果の見方

コーティング層の硬さ評価

【結果】 各3回ずつ測定した結果を重ね書きしたグラフを示す。(0.5 μm ずらして表示)

試料	hmax (μm)	HM (N/mm^2)	HMs (N/mm^2)	Hit (N/mm^2)	Eit (N/mm^2)	Cit (%)	η it (%)
SiO ₂	0.086	2243	3287	4567	5.14E+04	1.33	66.3
Au	0.112	1505	1978	1923	1.53E+05	4.44	10.1



Hit: 押し込み硬さ(値が大きいほど硬い)

Eit: 押し込み弾性率

Cit: 押し込みクリープ

η it: 押し込み仕事

硬度は 弾性率,降伏点,破断強度etc 重要な物理的特性に関係

25

SHIMADZU

25

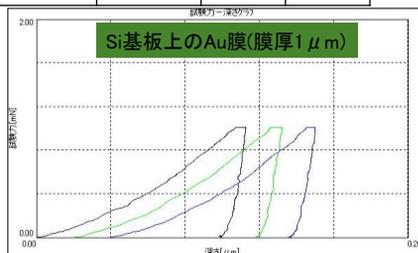
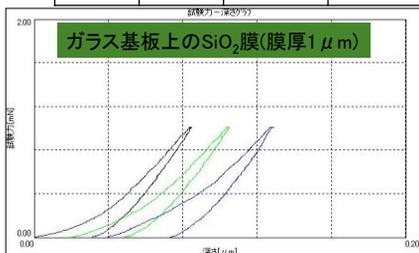
超微小硬度計DUH

測定結果の見方

コーティング層の硬さ評価

【結果】 各3回ずつ測定した結果を重ね書きしたグラフを示す。(0.5 μm ずらして表示)

試料	hmax (μm)	HM (N/mm^2)	HMs (N/mm^2)	Hit (N/mm^2)	Eit (N/mm^2)	Cit (%)	η it (%)
SiO ₂	0.086	2243	3287	4567	5.14E+04	1.33	66.3
Au	0.112	1505	1978	1923	1.53E+05	4.44	10.1



η it(押し込み仕事率)を比較すると、SiO₂が大きくAuが小さい。
 ⇒SiO₂が弾性回復しやすい

SHIMADZU

26

26

DLC膜の硬さ評価

DLC (Diamond Like Carbon) 膜

高硬度・低摩擦係数・耐摩耗性・電気絶縁性・耐薬品性・赤外線透過性の特長を持つ膜
工具、自動車部品、半導体機械部品、家庭用品など広範囲に使用



試験モード : 負荷 - 除荷
 試験料名 : DLC膜 (1μm)
 試験荷重 : 20mN
 負荷速度 : 2.6mN/sec
 保持時間 : 5 sec

	No.1	No.2
HM [N/mm ²]	7106	10440
HMs [N/mm ²]	7506	10827
Hit [N/mm ²]	15283	24182
Eit [N/mm ²]	1.51xE5	2.21xE5
Cit [%]	1.26	1.28
ηit [%]	67	71
HV換算	1412	2234

SHIMADZU

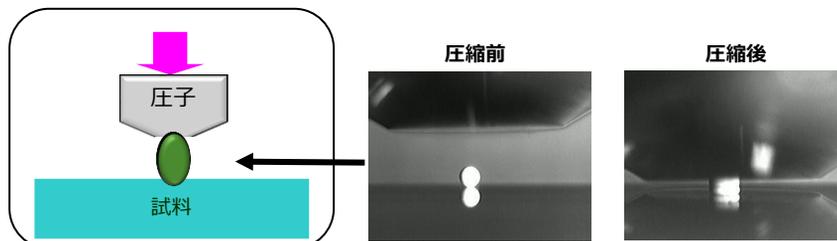
27

27

微小圧縮試験機 MCT

微小圧縮試験機について

- 微小圧縮試験機とは : 「微小な」サンプルに対し圧縮試験を行う装置
- 測定対象は1μm~100μmの粒子・ファイバー
 JIS R1639 ファインセラミックス類 (か) 粒特性の測定方法
 JIS Z8844 微小粒子の破壊強度及び変形強度の測定方法
 に準じた破壊強度 (圧壊強さ) を求める
 - ・破壊強度は、貯蔵・輸送・成形プロセスにおいて必要不可欠な情報。
 - ・材料の強度を上げるには、原料の強度を上げる必要有。



SHIMADZU

28

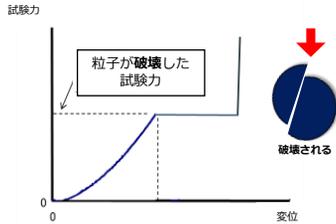
微小圧縮試験機 MCT

MCTの強度測定原理

試料が破壊（圧裂）した場合は**破壊強度**

破壊せず連続的に変化した場合に試料径の10%変形時での強度である**変形強度**

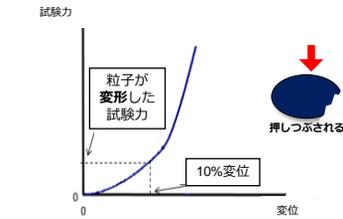
「破壊強度」 破壊された点から算出



$$\sigma_F = 2.8 \times \frac{F_F}{\pi d^2}$$

σ_F : 破壊強度 (Pa)
 F_F : 試験力 (N)
 d : 粒子の直径 (m)

「変形強度」 粒子径の10%量が圧縮された点から算出



$$\sigma_{10\%} = \frac{F_{10\%}}{A} = \frac{\pi d^2}{4}$$

$\sigma_{10\%}$: 粒子径の10%の圧縮変位に対する変形強度 (Pa)
 $F_{10\%}$: 粒子径の10%の圧縮変位に対する試験力 (N)
 A : 代表面積 (m²)
 粒子径によって求めた相当円の面積

*JIS Z 8844 微小粒子の破壊方法及び測定方法 *粒子の場合

SHIMADZU

29

29

微小圧縮試験機 MCT

正極活物質の圧縮試験

【試料】 正極活物質 2 種 (約13 μm)

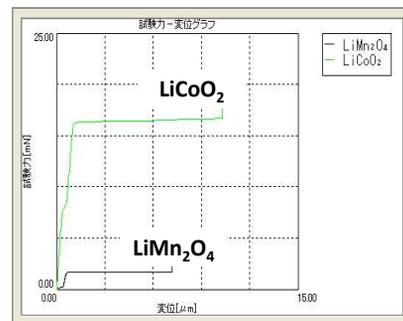
【条件】 負荷試験
 試験力 : 50 mN
 負荷速度 : 2.2 mN/sec

【結果】

試料名	破壊試験力 [mN]	粒子径 [μm]	破壊強度 [MPa]
LiMn ₂ O ₄	1.67	13.0	7.79
LiCoO ₂	16.23	13.3	72.75

平面圧子φ50 μm
 (先端ダイヤモンド製)

2.2mN/sec



・明確な破壊点が確認された。
 ・破壊強度を比較すると、コバルト酸リチウム (LiCoO₂) の強度が高いことがわかった。

SHIMADZU

30

30

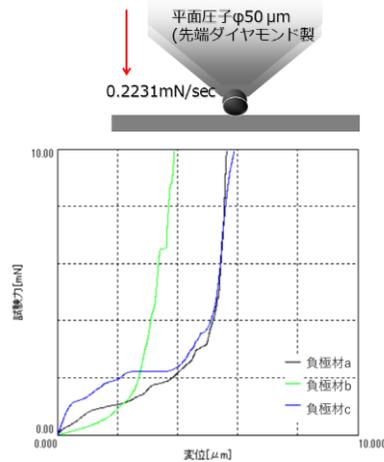
微小圧縮試験機 MCT

負極活物質の圧縮試験

- 【試料】 負極活物質3種 (約13 μm)
- 【条件】 負荷試験
試験力 : 10 mN
負荷速度 : 0.22 mN/sec
- 【結果】

*N = 5の平均

試料名	粒子径 [μm]	変形強度 [MPa]
負極剤a	13.2	7.29
負極剤b	12.5	3.04
負極剤c	13.1	13.66



明確な破壊点が確認できなくても、強度評価ができる

SHIMADZU

31

31

微小圧縮試験機 MCT

マイクロカプセルの圧縮変形観察

- 【背景】 芯物質がある液体/気体のカプセルの変形状況を観察したい
- 【目的】 マイクロカプセルを圧縮試験し、変形状況をサイド観察
- 【試料】

1) 試料名	マイクロカプセル	
2) 芯物質	液体	気体
3) 試料番号	No. 1	No. 2
4) 平均粒子径	約 100 μm	約 30 μm
5) 粒子形状	球形	

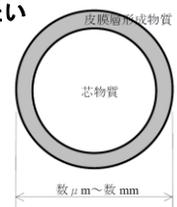


図1 マイクロカプセル模式図



圧縮試験結果						
試料名	試料番号	破壊試験力 [mN]	試験力	粒子径 [μm]	破壊強度 [MPa]	10%強度 (参考強度) [MPa]
			(粒子径10%変形時) [mN]			
マイクロカプセル	No.1	5.059		108.25	0.385	
	No.2		0.176	30.10		0.174

SHIMADZU

32

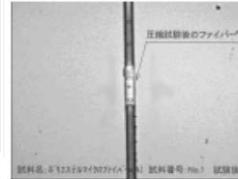
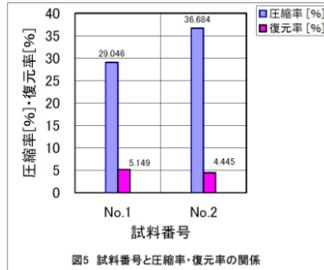
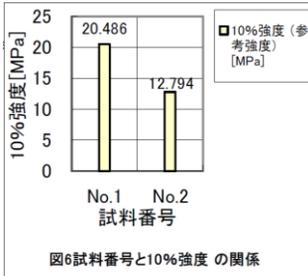
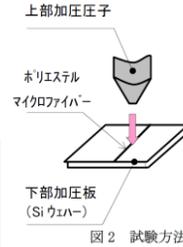
微小圧縮試験機 MCT

ポリエステルマイクロファイバーの圧縮試験

【背景】 化学繊維の開発のため、物性評価を必要とする
親水/吸水性向上, 軽量化, 超極細化, 染色性改良, 光沢向上etc

【目的】 ファイバーの圧縮強度の確認

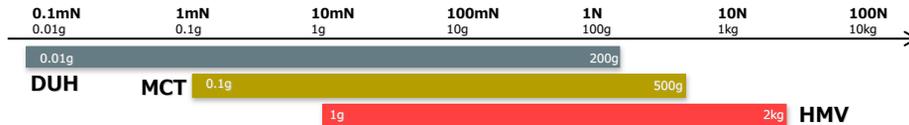
【試料】 ポリエステルマイクロファイバー2種
ファイバー径3.9 μ m



SHIMADZU

33

島津硬度計 ラインナップ



ダイナミック超微小硬度計 DUH-211

- 最表面の硬さ測定
- 薄膜の硬さ測定
- 薄膜の弾性率測定



微小圧縮試験機 MCTシリーズ

- 微小素材・部品の強度
- 微小部品・微小粒子の圧縮強度
- 薄膜の圧縮試験



微小硬度計 HMV-G シリーズ

- マイクロピッカース硬度測定
- 熱処理層の硬さ・分布測定
- メッキ層の硬さ測定

SHIMADZU

34

ご清聴ありがとうございました