

超微小押し込み硬さ試験機 (ナノインデンテーション・テスター)

キーワード：ナノインデンテーション、硬さ、弾性率、薄膜

はじめに

硬さは、材料の信頼性を表す指標の一つとして、研究開発や品質管理に広く利用されています。近年、コーティング技術の発展や各種デバイスの微細化にともない、より薄い膜や微小領域などの力学特性を高精度で評価することが求められてきました。当研究所では、これらニーズに対応するため、平成 22 年度から、図 1 に示す超微小押し込み硬さ試験機(ナノインデンテーション・テスター：(株)エリオクス社製 ENT-1100a)の機器貸与を行っています。ここでは、本試験機の概要と測定例を紹介いたします。



図 1 超微小押し込み硬さ試験機の外観写真

ナノインデンテーション法について

ナノインデンテーション法は、圧子を試料表面に微小荷重で押し込み、圧子変位量を高精度変位計で連続的に測定し、得られた荷重-変位曲線を解析することで押し込み硬さや押し込み弾性率などを求める試験法で、規格としては ISO 14577 に規定されています。圧子は、通常、先端形状が正三角錐(バーコピッチ型)のダイヤモンド圧子を使用します。圧子の先端は試験を重ねるごとに摩耗して丸みを帯びますので、正確な評価のためには、摩耗による影響を補正する必要があります。

導入した試験機の特徴

表 1 に本試験機的主要な仕様を、図 2 に試料台への接着による試料の固定例を示します。

- ・試料観察は、CCD カメラを用い、パソコンモニター上で測定ポイントを観察しながら位置決めが出来ます。
- ・試料台水平面上を最小 0.1 μm ステップで駆動する高精度位置決めステージを搭載しており、任意の試験箇所の硬さを正確に測定できます。
- ・全自動で複数個所の試験が可能です。
- ・圧子先端補正に必要な試験と計算は搭載されているソフトにより、簡単に実施できます。

表 1 試験機的主要な仕様

荷重範囲	0.98 mN~980 mN
押し込み深さ範囲	0~20 μm
測定分解能	0.3nm
試料サイズ	直径 ϕ 50 mm 以内 高さ 13 mm 以内
光学顕微鏡観察倍率	1000 倍
圧子先端補正方式	・ Oliver & Pharr 法 ・ 澤 & 田中 法



図 2 試料台への接着による試料の固定例

熔融石英 (SiO₂) の試験例

本稿では、SiO₂ に対して異なる試験荷重で試験を行った結果を紹介します。SiO₂ は、ナノインデンテーション法による硬さ試験の標準試料として広く使用されています。

図3に各荷重での荷重-変位曲線を示します。ナノインデンテーション法は、荷重の負荷、最大荷重の保持、荷重の除荷という順序で試験が進行します。図4に試験後のSiO₂表面の光学顕微鏡写真を示します。荷重が低くなるにつれ、試料表面に形成される圧痕も小さくなっており、微小な領域の試験が実施できていることが分かります。

表2に試験結果を示します。硬さと弾性率は、荷重-変位曲線から各種パラメータが抽出され、理論式により算出されます。各荷重

から得られた硬さおよび弾性率は、ほぼ同等の値であり、従来の硬さ試験機で見られる試験結果の荷重依存性はほとんどなく、低荷重でも正確な試験ができることがわかります。

おわりに

本試験機は、ドライコーティング膜、めっき、フィルム、各種材料における表面の微小領域の硬さおよび弾性率を簡単に評価できる装置です。ただし、試験領域が微小なため、材料の均質性、平面度、表面粗さが試験精度と再現性に大きく影響を与えます。産技研では、適切な条件で試験が行えるよう、試験機の取扱い方法や試験方法の相談を併せて行っています。皆様のご利用をお待ちしております。

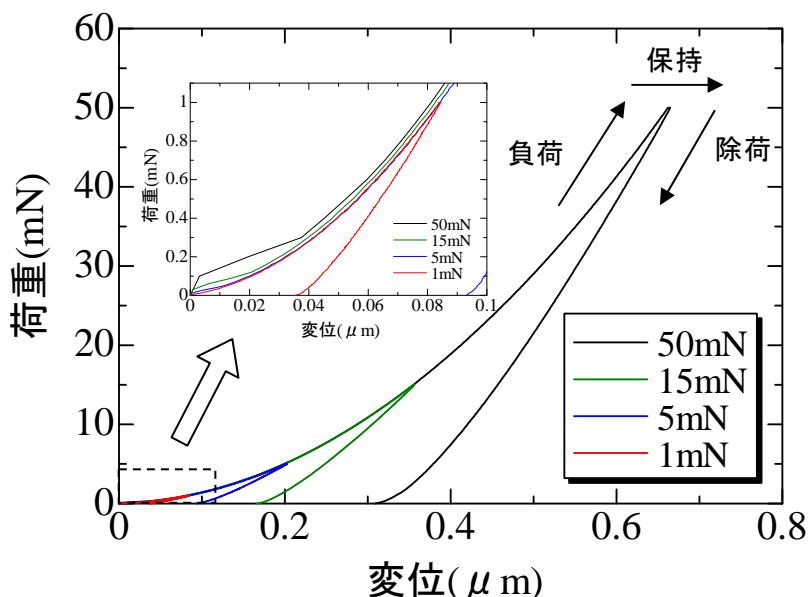


図3 各荷重の荷重-変位曲線

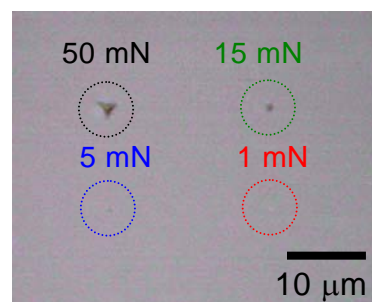


図4 試験後のSiO₂表面の光学顕微鏡写真

表2 各荷重での試験結果

試験荷重 (mN)	押し込み硬さ (5 試験平均値) (N/mm ²)	押し込み弾性率 (5 試験平均値) (N/mm ²)	最大押し込み深さ (5 試験平均値) (μm)
1.0	9305	6.96 × 10 ⁴	0.085
5.0	9413	6.99 × 10 ⁴	0.204
15.0	9330	6.99 × 10 ⁴	0.361
50.0	9210	6.94 × 10 ⁴	0.680