



ORIST

Technical Sheet

No. 20-24

ナノインデントーによる微小領域の機械的特性評価例

キーワード：硬さ、弾性率、粘弾性、表面形状、スクラッチ、高温試験

はじめに

ナノインデントーション法は、従来のマイクロビッカース硬さ試験等では不可能であったナノスケールの薄膜および材料表面の硬さ試験が可能な試験法として普及してきました。さらに、最新のナノインデントーでは、硬さ試験だけでなく、動的粘弾性測定、ナノスクラッチ試験など、微小領域の各種機械的特性評価が室温から高温において実施できます。これからの製品開発では、表面の特性制御が製品性能を大きく左右すると言われており、ナノインデントーション法による表面特性評価は重要な役割を果たすものとして期待されています。



図1 ナノインデントーの外観

ナノインデントーの概要

平成 28 年度 JKA 機械設備拡充補助事業により本研究所に導入されたナノインデントー(ハイジロン社製 TI950 Triboindenter)の外観を図1に示します。また、その仕様を表1に示します。

ナノインデントーション法は、ISO 14577 に規定された試験法であり、試料表面に圧子を微小荷重で押し込み、その変位量を高精度で連続的に測定し、得られた荷重と変位を解析することで硬さや弾性率を求める試験法です。なお、測定に用いる圧子は、通常、先端形状が正三角錐(バーコビッチ型)のダイヤモンド圧子を使用します。

本装置では、静電駆動トランスデューサにより高精度押し込み試験が可能です。また、押し込み圧子を使った走査プローブ顕微鏡(SPM)により表面形状像を取得することができ、取得した画像中の任意の場所を試験箇所として決定することも可能です。加えて、周波数を変えた動的粘弾性測定、ナノスクラッチ試験およびナノトライボロジー試験にも対応しています。さらに、加熱ステージにより室温から600℃程度まで試料を加熱して上記の試験を実施できます。特に、加熱時には不活性ガスを流入し、試料の酸化を抑えることができます。なお、本装置は機器使用により利用頂けるため、ドライコーティング、有機膜、金属および高分子材料などあらゆる材料の表面に係る評価に活用されております。

表1 ナノインデントーの仕様

基本仕様	
型式	TI950 Triboindenter
試験荷重範囲	1 μN～10 mN
試験変位範囲	1 nm～5 μm
荷重フロアノイズ	30 nN 以下
変位フロアノイズ	0.2 nm 以下
光学顕微鏡倍率	200 倍
試験周波数範囲	0.1～300 Hz
試料寸法	300×300×50 mm 以内
走査型プローブ顕微鏡モード	
画像取得範囲	2～50 μm
試験箇所決定精度	20 nm
ナノスクラッチ試験モード	
最大水平変位	10 μm
最大スクラッチ速度	1 μm/sec
試験種類	荷重増加試験 一定荷重試験
加熱ステージ	
最大加熱温度	600 ℃
雰囲気	不活性ガス(Ar)
試料形状	φ 20×5 mm 以内

※上記仕様の一部は、材質、試料形状および使用する測定ヘッドにより変わります。

公益財団法人 JKA 平成 28 年度
機械設備拡充補助事業



測定例 1. SPM 像を用いた静的押し込み試験

図 2 に熔融石英 (SiO_2) への押し込み試験を行った時の(a)荷重-押し込み深さ曲線、(b)試験前および(c)試験後の SPM 像を示します。押し込み試験は、負荷→荷重保持→除荷の順で進み、得られた曲線から硬さやヤング率を算出できます。なお、本試験の場合、硬さは 9.2 GPa、ヤング率は 69.7 GPa です。また、試験前に SPM 像で表面状態を確認することで、異物や傷などを避けて平滑な箇所を選ぶことが可能であり、試験後に再度、像を取得することで圧痕の状態を確認できます。また、図 3 に、微細な凹凸(明色は凸、暗色は凹みになります)を有する試料に対し、試験を行った結果を示します。凸部のみを選択的に試験できていることがわかります。ただし、凸部の試験では圧子が滑ってしまうことがあり、画像中の黒矢印で示す箇所の試験が該当します。このように、SPM 像を活用することで試験結果の検証が可能になります。

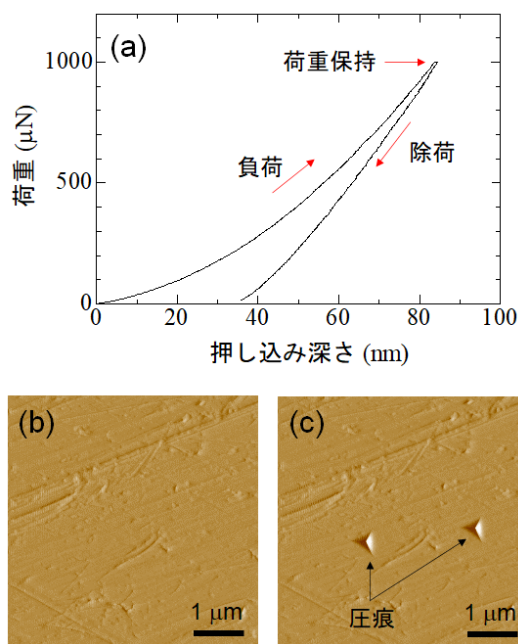


図 2 SiO_2 への押し込み試験:(a)荷重-押し込み深さ曲線、(b)試験前および(c)試験後の SPM 像

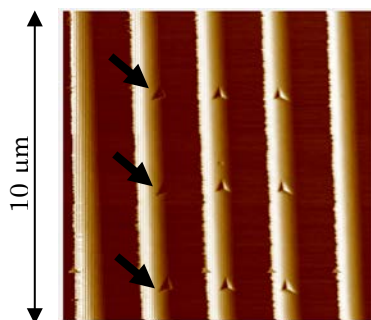


図 3 微細な凹凸を持つ試料の多点押し込み試験後の SPM 像

測定例 2. 高分子材料の粘弾性試験

図 4 に室温で高分子材料に周波数を 0.3~200 Hz の範囲で変化させ、動的粘弾性試験を行った結果を示します。押し込み深さは約 500 nm です。また、各周波数での試験の間に、接触面積の変化に係る補正測定を行っています。図から、貯蔵弾性率、損失弾性率および $\tan \delta$ が周波数の増加に伴い変化していることがわかります。周波数は 1 秒間の振動回数を表しており、試料の変形速度とも言えます。特に、周波数依存性を調べることで、高分子材料の流動特性について把握でき、高分子材料の加工成形において役立つ情報となります。

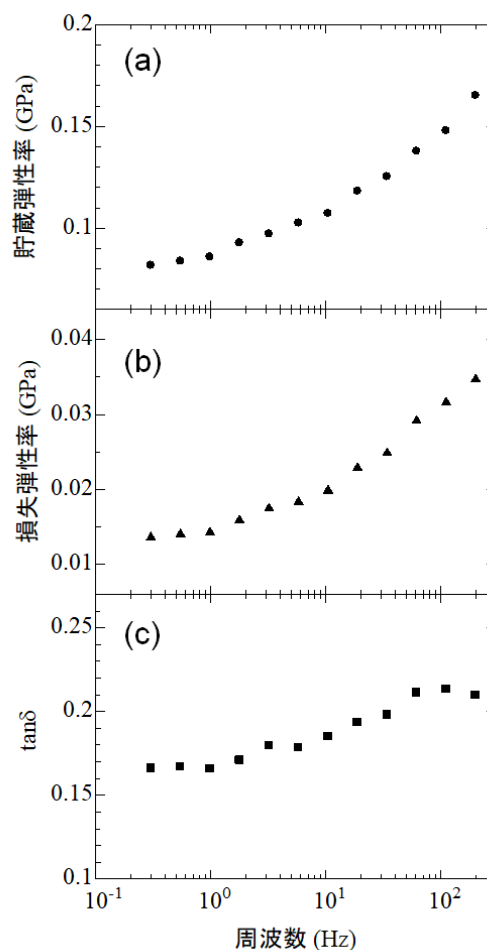


図 4 高分子材料の周波数を変えた動的粘弾性試験の結果:(a)貯蔵弾性率、(b)損失弾性率および(c) $\tan \delta$

さいごに

本稿では、ナノインデンターの仕様と基本的な試験について説明しました。加えて、ナノスクラッチや加熱ステージを使った高温試験も可能です*。是非、ご相談ください。

*これら試験を行うには、ご利用者自らが専用圧子をお持ち頂く必要があります。