

超微小押し込み硬さ試験機

表面・化学技術グループ、城南支所、複合素材開発セクター

「硬さ」とは何でしょう？まず思いつくのは、2つの物質を擦り、傷がつかない方が硬いという「硬さ」です。これは、鉱物の同定等に使用されるモース硬度という硬さ測定に使われています。この他にも、工業的には四角すいのダイヤモンドを材料に押しつけ、できた圧痕の大きさを評価するビッカース硬さ（Hv）という測定法が広く使われています。

このように「硬さ」には多様な定義（測定法）があり、結果も異なりますが、多くは傷のような元に戻らない変形（塑性変形）を測定して評価しています。しかし、数μmと薄く、金属材料より硬い膜がさまざまな製品に利用されるようになると、こうした硬質薄膜に視認可能な圧痕をつけることは難しいため、その解決策として超微小押し込み硬さ試験機が開発されました。今回は、超微小押し込み硬さ試験機の原理と都産技研が保有する3台の装置それぞれの特長をご紹介します。

■ ビッカース硬さ試験の問題点 ■

工業的に広く使われるビッカース硬さでは、試料についての圧痕の大きさを顕微鏡で観察して硬さを評価するため、試料が硬質薄膜の場合、図1のように、①小さな荷重では視認できる大きさの圧痕がつかない、視認可能な圧痕がつく荷重では、②膜が割れたり、③膜を突き抜けてしまう、等の理由により正しく測定できないという問題がありました。

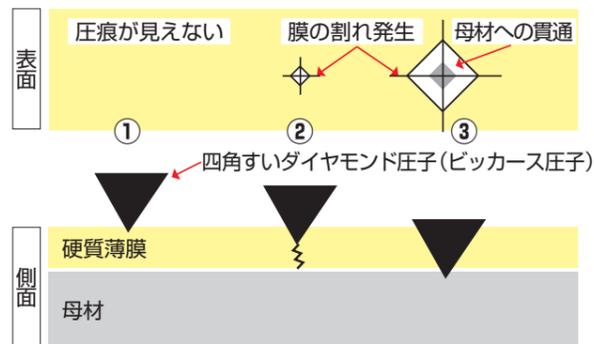


図1 硬質薄膜へのビッカース硬さ試験の問題点

■ 超微小押し込み硬さ試験機の測定原理 ■

一方、超微小押し込み硬さ試験機では、圧痕を視認して測定するのではなく、微小な押し込み深さを精密に測定して評価を行います。

図2のように、圧子をあらかじめ定めた荷重になるまで押し込み（負荷）、一定時間保持した後、荷重を徐々に減らします（除荷）。除荷しても戻らない図中の②と④の距離の差が硬質薄膜の凹み（＝塑性変形）となるため、この押し込み深さから算出された圧子との接触面積と荷重で硬さを評価します。

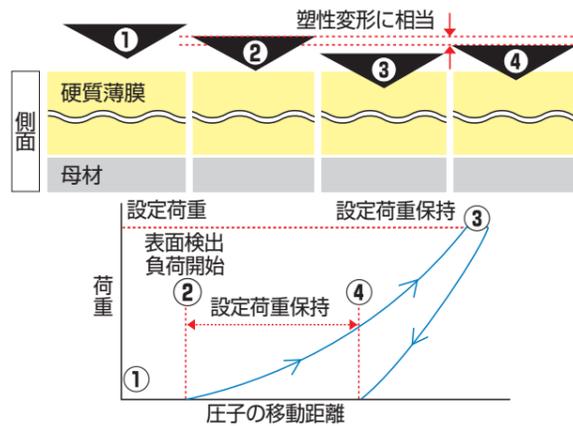


図2 超微小押し込み硬さ試験機の測定原理

試料が硬質で荷重が小さい場合、この押し込み深さは0.1 μm程度の超微小になることもあり、試料上の凹みの大きさは光の波長より短く、光学的観察は不可能なほど小さくなります。

こうした微小な押し込み量を測定するため、試料は鏡面もしくはそれに近い平滑性が必要です。

各装置の特徴

■ 大きな試料の試験も可能 ■

表面・化学技術グループ（本部）

測定範囲が100 mm四方と広く、大きな試料の測定が可能です。通常は試料トレイ（写真2）を用いて、1つの標準試料と4つの試料（φ30 mm）を連続で測定することができます。そのため、一般に測定の前と後で行う標準試料測定による装置の正常動作確認を一連の測定中に実施できます。軽荷重の限界は、多摩テクノプラザ ENT-1100a と同程度です。



写真1 Agilent Technology社（アメリカ）製 G200

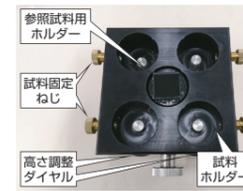


写真2 試料トレイ

Point

表面・化学技術グループが担当する技術分野である硬質薄膜、薄膜めっきを対象とする技術相談や依頼試験に対応しています。また、金属材料中の結晶粒の硬さの違いといったマイクロ組織に関する利用もあります。

■ ポリマーやより薄膜の試料にも対応 ■

城南支所

3機種の中で最も軽荷重での試験ができ、他の2機種では測定が困難な薄い試料等の試験が可能です。また、押し込み深さの測定精度が高いため、変形の大部分が弾性領域（元に戻る変形）で、塑性変形が小さい（図2の②と④の差が小さい）フィルムやゴムのような材料の硬さを評価できます。



写真3（株）エリオニクス製 ENT-2100

Point

軽荷重を活かし、フィルムやゴムをはじめとするポリマーを対象とした依頼試験が多くなっています。また、蒸着膜のような非常に薄い膜の依頼試験にも対応しています。

■ 温度で硬さが変化する試料にも対応 ■

複合素材開発セクター（多摩テクノプラザ）

温度条件を変化させた測定が可能な加熱ステージ（250℃まで）をオプションとして用意しています。これにより、温度による硬さ特性変化を検証できます。

また、3機種の中で最も荷重範囲が広いため、適切な試験荷重が不明な試料の場合でも、広い範囲で試験を行い、検証することが可能です。



写真4（株）エリオニクス製 ENT-1100a

Point

温度によって大きな硬さの変化が想定される樹脂コーティング層等にも加熱ステージを利用して対応できます。

また、国内導入数が多い機種のため、同型機である本機を指定しての試験依頼も多く寄せられています。



よくあるご質問

Q. 測定した超微小押し込み硬さはビッカース硬さに変換するといくつになりますか？

A. どちらの試験法も圧子による塑性変形を評価しており、関連性はあります。しかし、「硬さ」は温度や電流のような一義的に決まる物理量でなく、定義（試験方法）によって変わる工業量です。微小押し込み硬さ試験を規定しているISO 14577でもビッカース硬さとの関係式が記載されていますが、「ビッカース硬さの代用としてはならない」との注意書きがあります。したがって、換算値を参照してもよいですが、ビッカース硬さとは別物として扱う必要があります。

各装置の仕様比較

所在地	装置名		荷重系			押し込み深さ測定系			ステージ系		その他	
	メーカー番号	荷重範囲	荷重分解能	荷重制御	測定範囲	測定分解能	測定方式	測定可能範囲	測定位置決め精度	除振方式	加熱ステージ	
本部	Agilent Technology G200	~500mN	50nN	電磁力式	0~500μm	(0.01nm)制御分解能	静電容量	100×100 [mm]	±1μm	セミアクティブ	×	
城南	Elionix ENT-2100	5μN~100mN	3.92nN	電磁力式	0~50μm	0.06nm	光変位計	50×70 [mm]	±0.3μm	アクティブ	×	
多摩	Elionix ENT-1100a	98μN~980mN	39.2nN	電磁力式	0~20μm	0.3nm	静電容量	50×50 [mm]	±2μm	アクティブ	~250℃	

●お問い合わせ 表面・化学技術グループ（本部）TEL 03-5530-2630 / 城南支所 TEL 03-3733-6281 複合素材開発セクター（多摩テクノプラザ）TEL 042-500-1294

依頼試験料金表

超微小硬さ試験 (税込)		
試験項目	中小企業	一般
試験点数5点につき	2,694円	5,389円
同一試料で5点を越える場合1試験点につき	514円	1,028円