

ノート

超微小押し込み硬さ試験における試料の固定方法の検討

陸井 史子*¹⁾Study on a method of fixing the test piece in nanoindentation test
Fumiko Kugai*¹⁾

キーワード：超微小押し込み硬さ試験，硬さ試験，押し込み硬さ

Keywords：Nanoindentation test, hardness test, indentation hardness

1. はじめに

超微小押し込み硬さ試験機は，他の押し込み硬さ試験機と比べて非常に小さい荷重がかけられ，nm単位で変位を計測して，荷重－変位曲線を得ることができる。このため，ビッカース硬度計などでは測定しにくかったガラスや超硬材料，薄膜などの硬さ測定が可能である。

一方で，精密な計測をするため，振動などの測定環境と使用した圧子の先端丸みや試料の固定方法などの測定条件によって変位量が影響を受ける。そのため，同時期に同一条件で測定した結果の比較は十分な信頼性を有するが，時期や条件が異なる測定との比較は簡単にはできない。

これらの影響のうち，環境からの影響は荷重－変位曲線で確認ができ，圧子の先端丸みは補正法を適用させて補正值での比較や，安定な参照試料を同時測定することで回避できる。しかし，固定方法による影響は，測定データからは読み取れない場合もある。

そこで，超微小押し込み硬さ試験でガラス材料の評価をするための前段階として，固定方法による結果への影響を検討した。

2. 実験方法

2.1 固定方法の選択について 超微小押し込み硬さ試験機を用いた試験の規格には，「ISO 14577 金属材料－計装化押し込み硬さ試験及び材料パラメータ」⁽¹⁾と「JIS Z2255 超微小負荷硬さ試験方法」⁽²⁾の2つがある。このどちらにも，試料の固定に関する具体的な方法は示されていない。

超微小押し込み硬さ試験機の試料台や試料ホルダは，装置メーカーにより形状や材質が異なるものもあるが，試料の固定方法としては，アロンアルフア®等の瞬間接着剤やワックスで試料台に接着する方法を紹介されることが多い。

しかし，実際の測定では，試料の性質や形状，回収して別の試験に使用するなどの目的によって，これらの方法をとれない場合もある。そこで，試料の回収が容易な方法と，

*¹⁾ 経営企画室

紹介されている方法の内アロンアルフア®を用いた固定との比較を行うこととした。

2.2 試験方法 超微小押し込み硬さ試験は，(株)エリオニクス製超微小押し込み硬さ試験機 ENT-1100a を用いた。試料の固定は，スライドガラスを約 26×20mm に切断して縁を研磨したものを試料として，セロハンテープ (18mm 幅，コクヨ(株))，両面テープ (ナスタック紙両面テープ<強力タイプ>10mm 幅，ニチバン(株))，修正液 (XEZL1-W，ぺんてる(株))，瞬間接着剤 (アロンアルフア®201，東亜合成(株)) を使い，表 1 および図 1 の方法で試料台へ固定した。

表 1. 固定方法

固定方法の名称	試料台への固定方法
F	固定せず(試料を置くだけ)
C	セロハンテープで試料の上から両端を留める
D1	両面テープで試料の一端を留める
D2	両面テープで試料の両端を留める
D3	両面テープで試料の中央を留める
W	修正液を試料の周囲に塗る
A	瞬間接着剤が試料の中央で広がるように留める

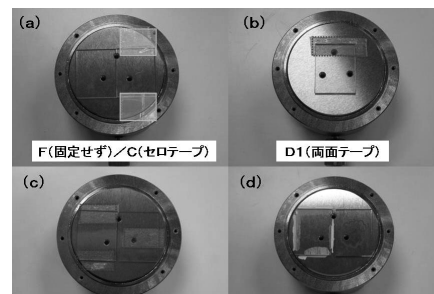


図 1. 固定方法

(左上) 方法FおよびC，(右上) 方法F，(左下) 方法D2およびD3，(右下) 方法WおよびA

測定は，ダイヤモンド製三角すい圧子 (パーコピッチ圧子) を使い，荷重 0.196mN～49.0mN で，試料中央の 13 箇所にて，各箇所 2～5 点 (各点間の距離は 20 μm から 50 μm) の測定を行った (図 2 参照)。また，方法 A については，接着剤の真上である試料中央と接着剤の広がりから外れた

位置とで同様の測定を行った。

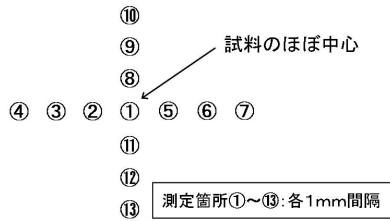


図2. 測定箇所

3. 結果と考察

3.1 変位量について 表2に、荷重19.6mN, 9.8mN, 4.9mN, 0.98mNの各荷重での、荷重保持後の変位量 h_2 の平均値と標準偏差の結果を示す。方法FのF-1とF-2は別の時に試験した結果である。F-2以外は、JIS Z2255の解説を参考に振動等による異常なデータを取り除いた。

表2. 固定方法の違いによる変位量 h_2 の相違

固定方法	19.61mN		9.8mN		4.9mN		0.98mN		測定点数 (各箇所)
	h_2 平均値 /nm	標準偏差	h_2 平均値 /nm	標準偏差	h_2 平均値 /nm	標準偏差	h_2 平均値 /nm	標準偏差	
F-1	496.8	12.947	328.6	6.850	216.7	3.642	80.44	0.708	N=2
F-2	730.4	176.253	477.5	161.870	311.5	104.492	90.13	9.469	N=5
C	527.8	49.500	341.1	26.399	222.8	11.997	80.61	2.183	N=5
D1	504.0	27.988	330.9	13.934	217.2	6.773	80.11	1.456	N=5
D2	443.3	3.329	305.7	3.014	210.8	2.590	86.12	1.250	N=3
D3	438.6	2.068	303.3	1.029	209.6	1.299	86.16	1.150	N=3
W	432.1	2.973	296.0	2.419	203.5	2.780	83.69	1.820	N=5
A	435.3	1.390	303.3	0.931	209.8	0.635	86.95	0.890	N=3

方法Aでは、どの荷重でも変位量 h_2 の標準偏差が小さく、安定な測定が可能であった。また、方法W, D3, D2は、標準偏差が小さく、かつAと平均値が同程度のため、簡便な方法として利用可能である。ただし、方法D3, D2では、Aと比較して高めの値になり、 $A < D3 < D2$ という傾向が見られた。その他は、標準偏差が大きく、平均値も高いことから、固定方法としては不適切であることがわかった。

また、方法Aにおける接着剤の真上と外れた位置にて、荷重20mN, 10mN, 5mN, 1mNで測定した結果を表3に示す。ここで、表3の真上と表2の方法Aの平均値が異なるのは、測定時期が異なり、圧子が別の個体のためである。表3において、外れた位置では、真上と比べて、標準偏差が大きく、平均値も高いことから、接着剤の届かない位置での測定は不適切であることがわかった。

表3. 測定位置による影響

測定位置	20mN		10mN		5mN		1mN		測定点数 (各箇所)
	h_2 平均値	標準偏差	h_2 平均値 /nm	標準偏差	h_2 平均値 /nm	標準偏差	h_2 平均値 /nm	標準偏差	
A 真上	425.1	0.814	290.5	0.772	196.4	0.660	73.13	0.634	N=5
A 外れた位置	435.0	6.759	294.6	3.581	198.0	1.786	73.05	0.668	N=5

3.2 荷重-変位曲線について 図3は、荷重-変位曲線の例である。方法Aでは、曲線が重なっており、高い再現性が得られた。標準偏差が小さい場合、同様の結果であ

った。また、標準偏差が大きい方法D1やF-2でも、1箇所ごとの5点の再現性は悪くなかった。特に、方法D1の測定箇所①から⑦までは、荷重-変位曲線が重なっており、19.61mNにおける標準偏差が1.418と再現性が良好であった。しかし、①から⑦までの平均値は501.1nmと大きく、荷重-変位曲線の形状や再現性だけでは測定の良否が判断できないことがわかった。

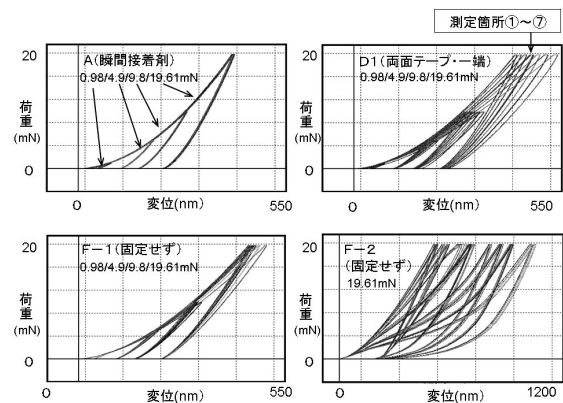


図3. 荷重-変位曲線

(左上) 方法A, (右上) 方法D1, (左下) 方法F・F-1, (右下) 方法F・F-2

3.3 変位量を受ける影響について 変位は、固定に使用した物質の変形と試料の移動も含まれて計測される。実験結果から、固定材料自体の変形に比べ、スライドガラスの湾曲や固定材料の厚みで生じる試料台と試料の隙間により、試料が上下に動く影響の方が大きいことがわかった。

4. まとめ

固定の影響を小さくするためには、以下が有効と考えた。

- (1) アロンアルファ®のような瞬間接着剤を使って固定し、その真上で測定すること
 - (2) 修正液や、両面テープで中央または両端の固定は代用可能であるが、比較する試料は同じ方法で固定すること
 - (3) 測定箇所は1mm以上離れた十字を描く5カ所以上とし、位置によりばらつく場合は原因を確認すること
- ガラスの様に変位量の差が小さい材料の比較には、まずは固定に注意することが重要である。さらに、超微小押し込み硬さ試験の信頼性を上げるには、ワックス固定や他機種との比較、試料の前処理等についても検討の必要がある。
(平成23年6月30日受付, 平成23年7月27日再受付)

文 献

- (1) ISO 14577 part1 : 2002 Metallic materials - Instrumented indentation test for hardness and materials parameters - part1 : test method (2002)
- (2) JIS Z2255 : 2003 超微小負荷硬さ試験方法(2003)