



BRUKER WEBINAR

# ナノインデンター測定原理とその特徴

---

ブルカージャパン株式会社 ナノ表面計測事業部 アプリケーション部

二軒谷 亮

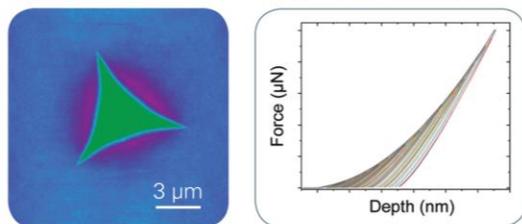
[ryo.nikenya@bruker.com](mailto:ryo.nikenya@bruker.com)

2025年6月23日 14:00~15:40

# ナノインデンター：微小材料・領域の機械的特性評価が可能

## ナノインデンテーション

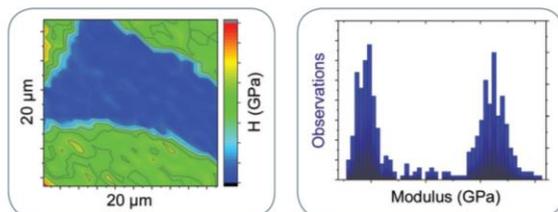
高精度のナノスケール硬さ・弾性率評価



ナノインデンテーションは材料の微小な構造、界面、薄膜などの弾性率、硬さ、クリープ特性、応力緩和特性および破壊靱性をナノスケールで評価するために用いられる一般的な手法です。静電容量型トランスデューサーをはじめとする、ブルカーがこれまで培ってきた技術をベースに設計されたナノインデンターはナノからマイクロスケールにおいて、信頼性の高い定量的な力学特性評価を実現します。

## 高速機械的特性マッピング

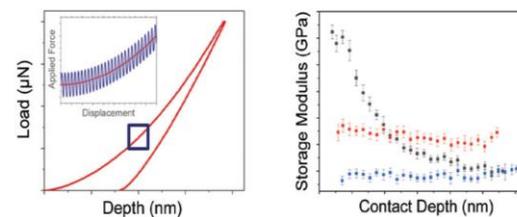
高速マッピングで高速データ収集



従来のナノインデンテーション試験よりも最大 180 倍の高速テスト機能を提供します。最速 2 ~ 12 点/秒のナノインデンテーション試験により、不均質材料について高分解能の力学特性マッピング結果を数分以内に得ることができます。また、統計的に有意なデータセットを迅速に取得して、結果に対する信頼性を高めることができます。

## 動的ナノインデンテーション

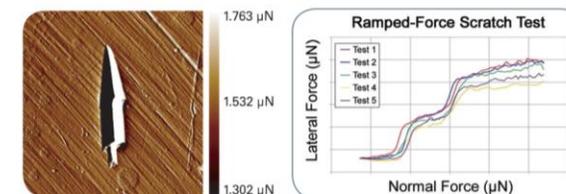
動的粘弾性(DMA)評価・連続深さ方向測定



動的ナノインデンテーションは、準静的ナノインデンテーション試験中に小さくプローブ（圧子）を振動させることで、貯蔵弾性率、損失弾性率、 $\tan\delta$ などの粘弾性特性を連続的に評価する技術です。この技術を用いることで深さ方向への連続的な力学特性の評価や、材料の周波数依存性に関する評価が可能です。また、環境制御技術と組み合わせることで温度依存性も評価できます。

## ナノスクラッチ

摩擦係数、界面接着特性の評価



ナノスクラッチは静電容量型 2D トランスデューサーを利用して、水平方向・垂直方向の荷重・変位を計測しながら、ナノスケールのスクラッチ試験を行う機能です。得られたデータから摩擦係数の算出やスクラッチ抵抗性、薄膜の接着特性の評価などが可能です。

# Bruker ナノインデンターラインナップ



**TS 77**



**TI Premier II**



**TI 990 TribolIndenter**

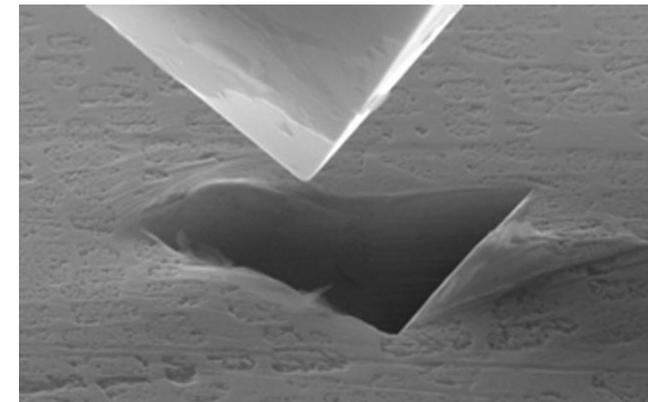
## Brukerナノインデンター Hysitron TI Premier II

- ナノ機械的特性・トライボロジー評価が可能
  - 準静的ナノインデンテーション
  - in situ SPM イメージング
  - 3D ナノ摩耗試験
  - 高速準静的ナノインデンテーションマッピング機能
  - アドバンスト解析ソフト TriboIQ (OriginProベース)
- 幅広いオプション機能に柔軟に対応
  - ナノスクラッチ
  - 動的ナノインデンテーション
  - 最大800°C・最低-120°Cの加熱冷却測定・調湿測定
  - 高荷重インデンテーション・スクラッチ
- 多種多様なサンプルに対し、フレキシブルに対応
  - 様々なサンプル形状に対応
  - ユーザーで試験条件を簡単に設定可能

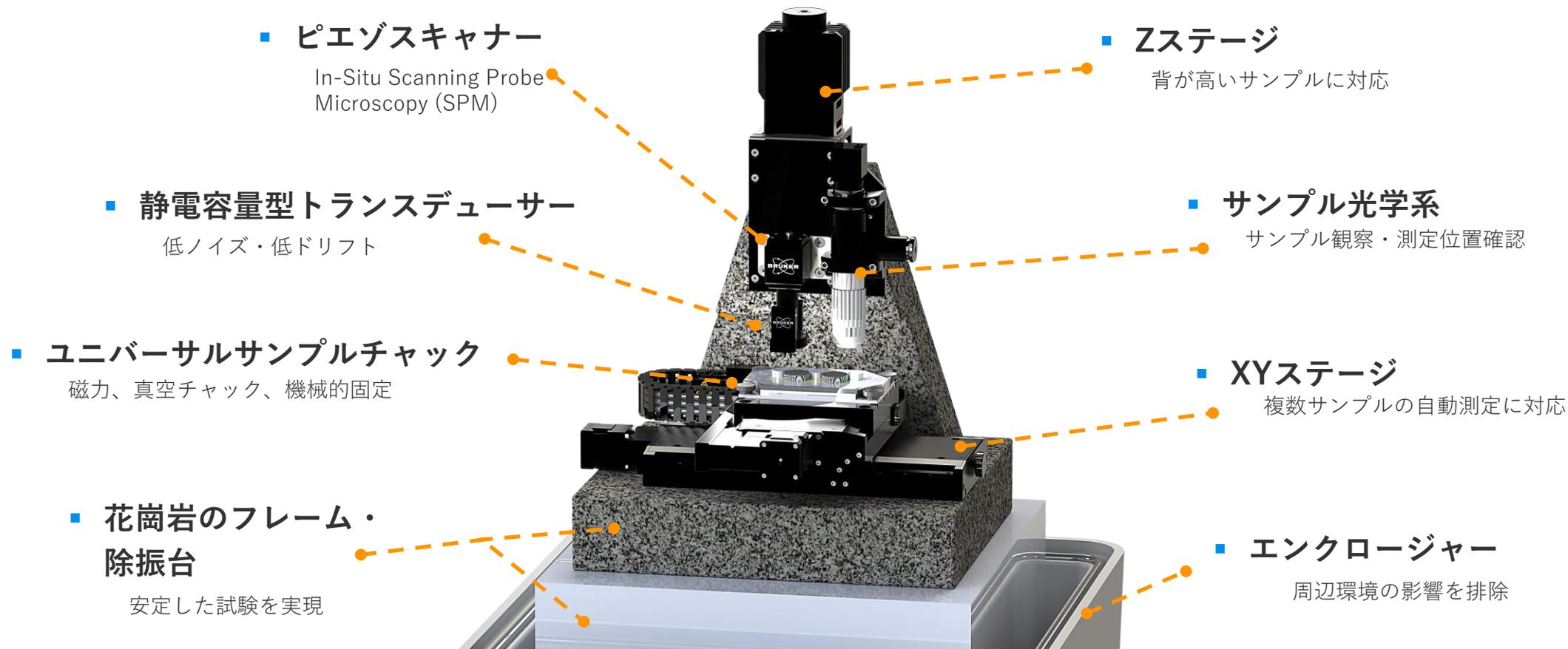


# ナノインデンターの機械的特性評価の特徴

- 荷重と変位について
  - 静電容量センサーで計測(荷重感度nN~)
  - 標準試料を用いて校正したダイヤモンド圧子を試料表面に対し、垂直に押し込む(ISO14577で国際規格化)
- 機械的特性評価において有効な点
  - 定量的な測定・マッピング像の取得が可能
  - 硬い材料の塑性変形・破壊試験
  - ひずみ速度を制御し、機械的特性の深さプロファイル取得
- SPM Imaging技術
  - コンタクトモードのみ可能(測定位置制御に利用)



# ナノインデンターの基本構造



## 静電容量型トランスデューサー

- 圧子の荷重・変位を静電容量型トランスデューサーにより制御・検出
- 静電プレートを平行に3枚ならべ、ばねにつるされた中央のプレートに圧子を取り付け、上下のプレートに電位差をもうけることで電場を作り、中央プレートを静電気力で作動させる
- 測定時に装置系に印加する電流が他の装置機構に比べ小さいため、低ドリフトなど安定した測定を実現
- 圧子交換を簡単にユーザーで実施可能
- 他に極低ノイズのMEMSベースのトランスデューサーなど多彩なトランスデューサーで測定ニーズに対応

(not pictured: nanoECR, Acoustic Emission)



2D Transducer Schematic



Nanoscratch (2D)



Nanoindentation (1D)



nanoDMA III



xProbe (MEMS)

## 準静的ナノインデンテーション

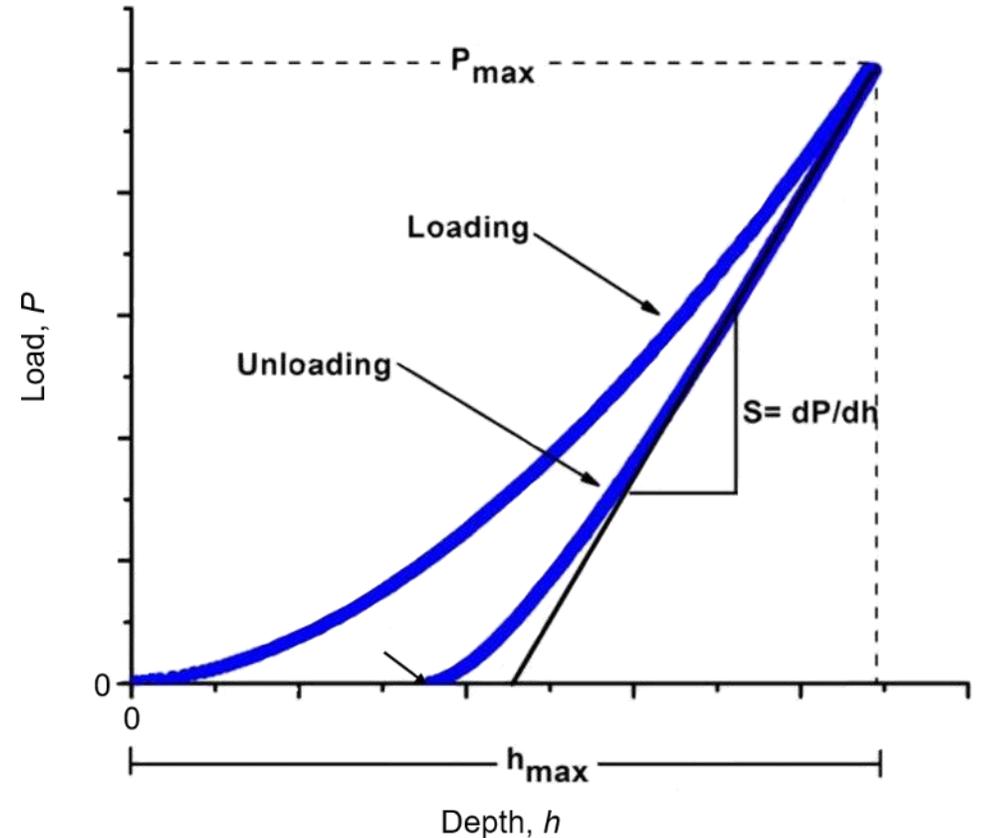
- 予め表面形状を校正した圧子（一般的には三角錐型のバーコビッチ圧子）を用いて、押し込み試験時を実施する
- Oliver-Pharrのモデルでは変形は弾塑性変形、除荷時は弾性変形であるとして、除荷曲線の傾きを接触剛性と定義
- 荷重変位曲線から、計算で硬さ・弾性率を算出する
- 計装化押し込み試験の国際規格 ISO14577にて標準化

複合弾性率

$$E_r = \frac{S\sqrt{\pi}}{2\sqrt{A}}$$

硬さ

$$H = \frac{P}{A}$$



W.C. Oliver, G.M. Pharr, J. Mater. Res. 7 (1992) 1564.

## 準静的ナノインデンテーション

- インデンテーション硬さ  $H_{IT}$  荷重を接触投影面積で割った値

$$H_{IT} = P_{max}/A_c$$

- 複合弾性率  $E_r$  試料の弾性変形および圧子の弾性変形が含まれた弾性率

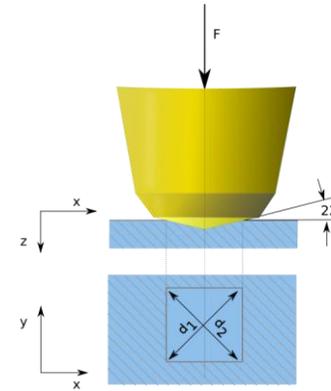
$$E_r = \frac{S\sqrt{\pi}}{2\sqrt{A_c}}$$

- 試料のヤング率  $E_{IT}$ 

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} + \frac{1 - \nu_s^2}{E_{IT}} \quad E_{IT} = \frac{1 - \nu_s^2}{\frac{1}{E_r} - \frac{1 - \nu_i^2}{E_i}}$$

- 圧子のヤング率 $E_i$ 、圧子のポアソン比 $\nu_i$ 、試料のポアソン比 $\nu_s$ と $E_r$ から試料のヤング率が算出可能
- 圧子は通常ダイヤモンドでできているため、ダイヤモンドの値を用い、試料のポアソン比はバルク材のものを用いることが多いが、測定箇所のパアソン比がバルク材と同じであるかどうか考慮が必要
- ほとんどの工業材料のポアソン比は**0.15~0.35**の間であり、ポアソン比の不確かさがヤング率にもたらす不確かさは約5%と推定される

# 硬さと弾性率について



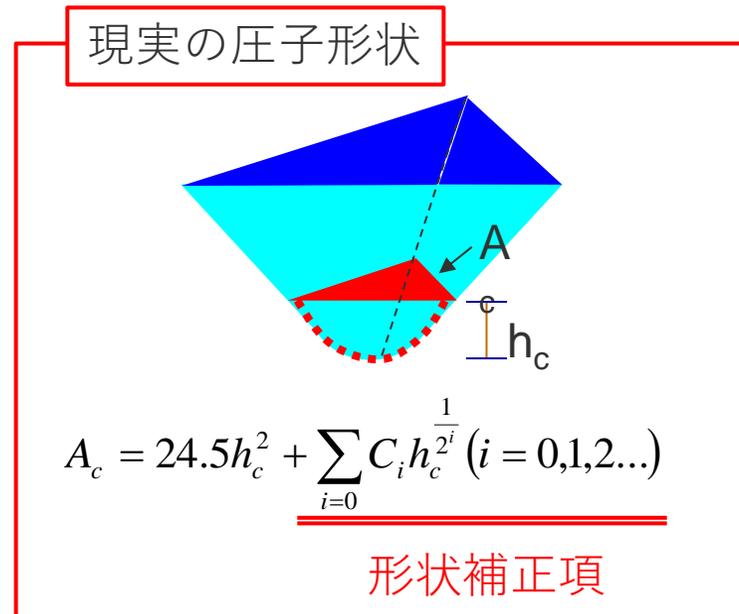
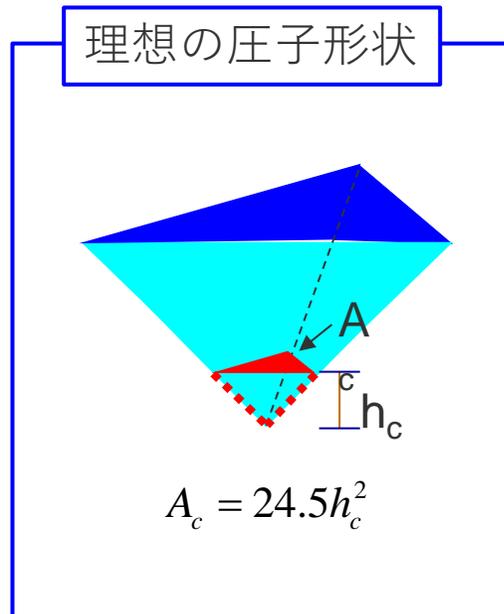
ビッカース硬さ試験

<https://ja.wikipedia.org/wiki/%E3%83%93%E3%83%83%E3%82%AB%E3%83%BC%E3%82%B9%E7%A1%AC%E3%81%95>

- 硬さ
  - 荷重を面積で割った、平均圧力の値
  - 他の物体によって力や衝撃を与えられたときの物体の変形しにくさや傷つきにくさの大小を示す尺度
  - さまざまな測定定義があり、測定方法により異なる値を示す指標であり、物理量ではない
  - 材料の強度や機械的特性と相関があることから、材料開発や信頼性評価・品質保証などに指標として用いられる
- 弾性率（ヤング率）
  - 弾性範囲における同軸方向のひずみと応力の比例定数
  - 弾性変形のしにくさを表す物性値
  - ナノインデンテーションの解析では、除荷部を弾性変形と考え、除荷時の荷重変位曲線の傾きを接触剛性Sと定義している

# 圧子の校正

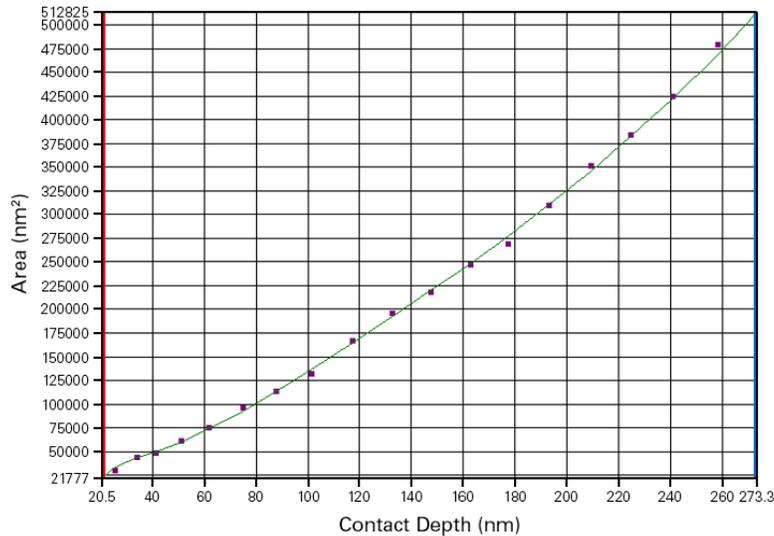
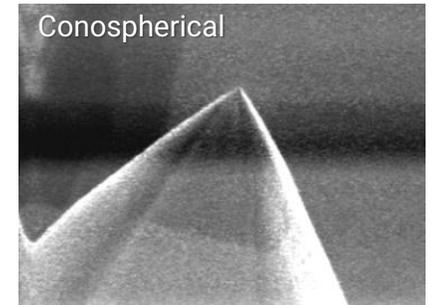
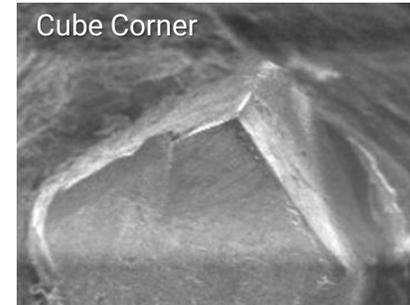
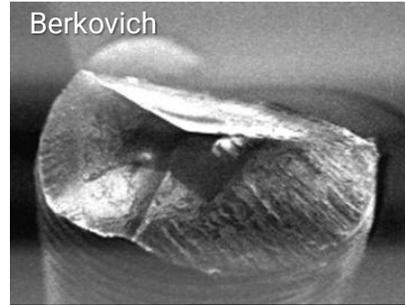
- ナノインデンターで一般的に用いられるバーコビッチ圧子は三角錐の形状
- 理想的な先端形状は鋭くとがっている形状
- 実際は加工の影響で先端は50nmφ程度の曲率半径をもつ
- 弾性率などの正確な値を算出するためには圧子形状の校正が必要



# 圧子の校正

## エリアファンクション(面積関数)

- ダイヤモンド製圧子の先端形状を校正



チップエリアファンクション:

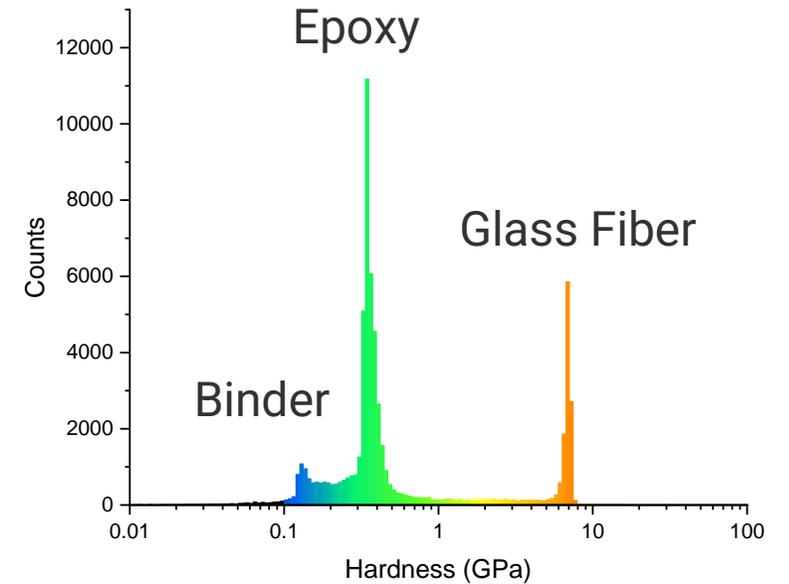
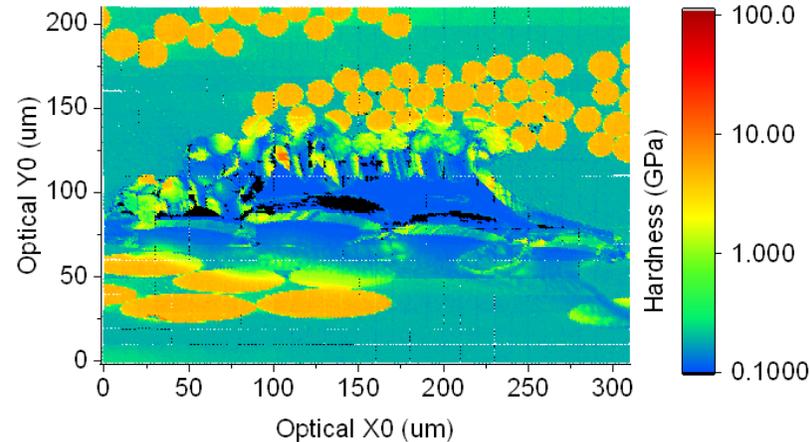
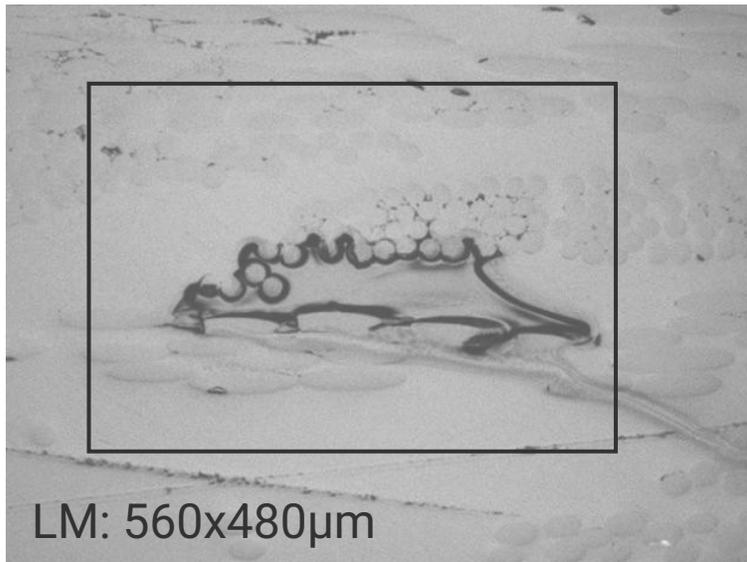
$$A = C_0 h_c^2 + C_1 h_c + C_2 h_c^{1/2} + C_3 h_c^{1/4} + C_4 h_c^{1/8} + C_5 h_c^{1/16}$$

$$E_r = \frac{S\sqrt{\pi}}{2\sqrt{A_c}} \longrightarrow A_c = \frac{S^2\pi}{4E_r^2}$$

- 既知のErを有する標準物質（溶融石英）で押し込み試験を行うと、接触面積が決定する
- 荷重－変位曲線から接触深さは直接計算できる
- 上記の測定を複数点行うことにより、複数の接触深さ、接触面積のデータを取得し、チップエリアファンクション（圧子形状の補正関数）を作成できる

## 高速準静的ナノインデンテーションマッピング

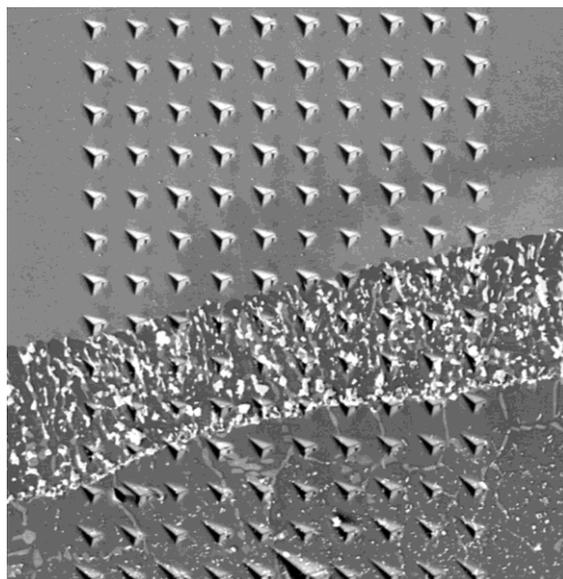
- 最大2点/秒~12点/秒の準静的ナノインデンテーションが可能
- Resin and hardener (VORAFORCE 5310 / VORAFORCE 5350), the glass fibers in the composite P204 (2400tex) and ca. 3w.% of binder K-140 (167dtex)
- 64451点準静的ナノインデンテーション測定を実施



U Hangen, D Stauffer Key Engineering Materials 809, 59-64 (2019)

# 高速準静的ナノインデンテーションマッピング

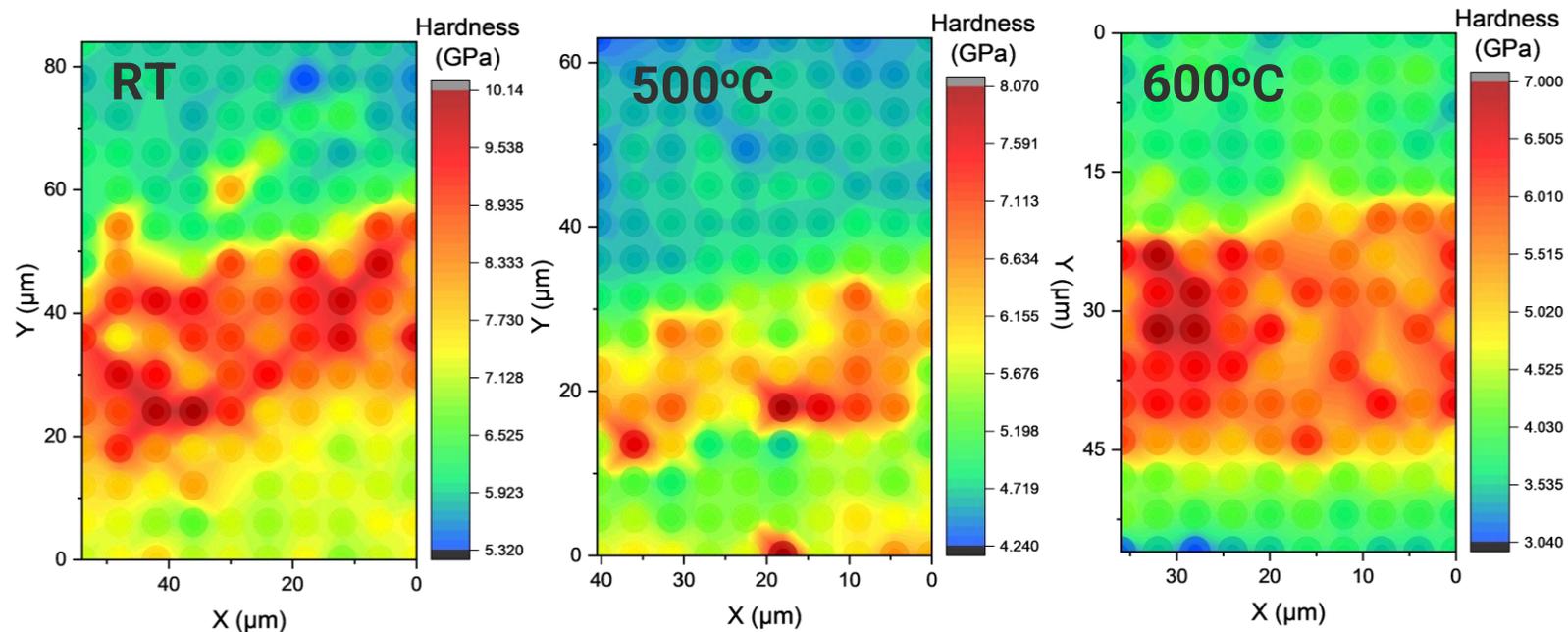
- 金属材料の加熱高速マッピング測定事例



Ni-based superalloy substrate

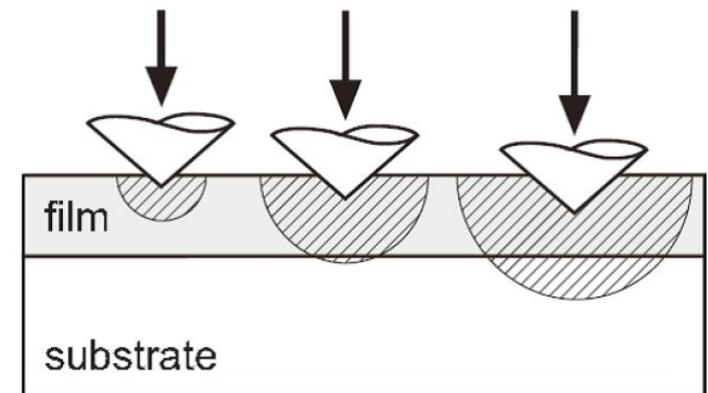
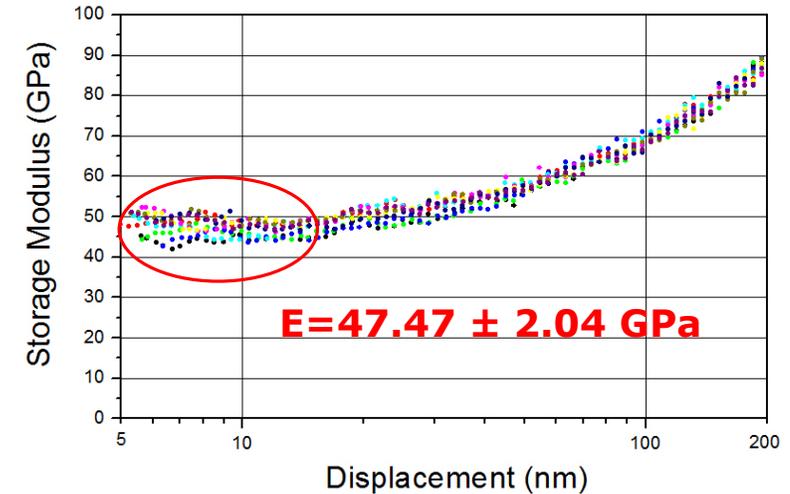
Interdiffusion zone (contains carbide precipitates of W, Mo, Cr and Co)

Precipitate free NiAl



## 深さ方向プロファイル測定

- 右グラフは400nm SiO<sub>2</sub> / Si基板の弾性率の深さプロファイル評価事例
  - 押し込み深さ約20nmまではSiO<sub>2</sub>の弾性率、それ以上の押し込み深さでは基材の影響を受けた弾性率の増加傾向が認められる
  - 圧子を押し込んだ際に生じる弾性変形領域は押し込み深さより深い領域に及ぶ
  - 弾性変形領域が基板に及ぶ場合、測定結果は基板の影響を受ける
  - 一般的には押し込み深さの10倍程度の領域までの影響を受けるとされている（10倍則）



# Thank you!

---

ブルカージャパン株式会社 ナノ表面計測事業部

[Info-nano.BNS.JP@bruker.com](mailto:Info-nano.BNS.JP@bruker.com)

<https://www.bruker-nano.jp/>