

ブルカージェパン ナノ表面計測事業部 ウェビナー

弾性率ってどう測る？ ～AFM vs. ナノインデント～

AFMとナノインデントの事例紹介

DNP

未来のあたりまえをつくる。

2025年06月23日

株式会社DNP科学分析センター
高分子分析研究室 堀口 高英

©2025 Dai Nippon Printing Co., Ltd. All Rights Reserved.

会社紹介

SPMとナノインデンターの比較

SPM及びナノインデンターの分析事例

ポリマーアロイの弾性率測定

PAの粘弾性測定

自動車への高分子材料の利用例

タイヤゴムの粘弾性測定

繊維強化樹脂のプッシュアウト試験

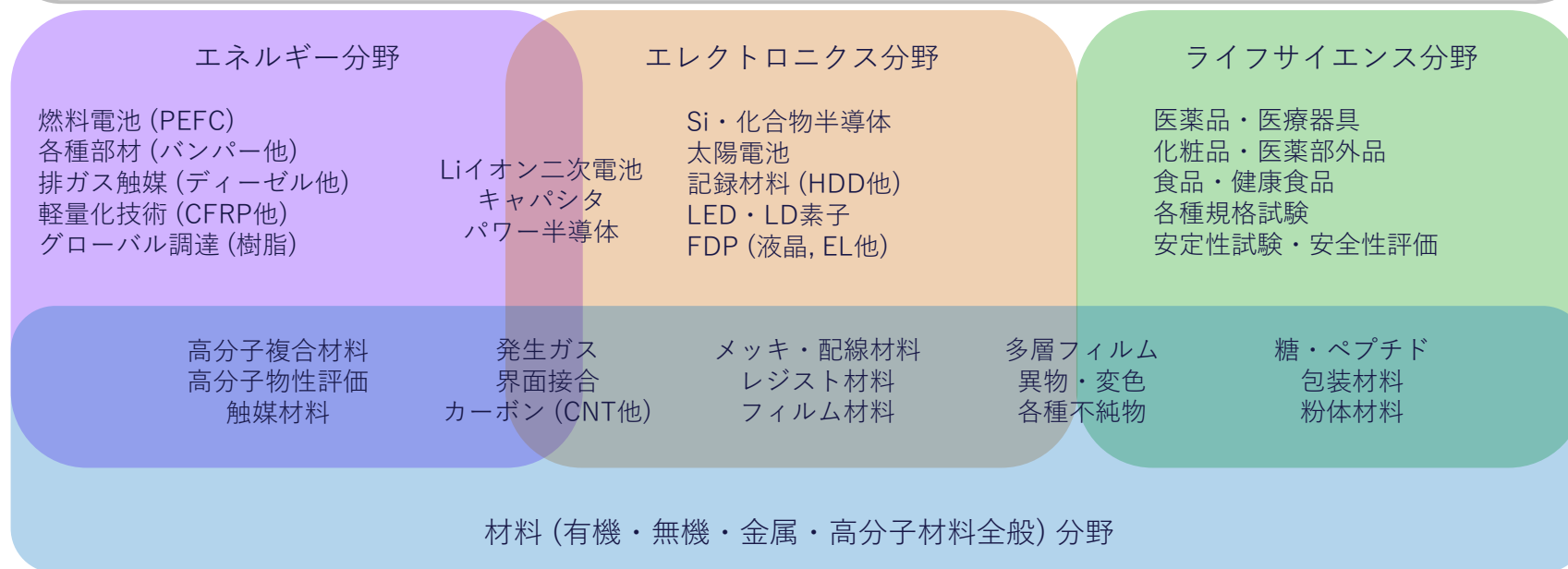


- 1987年 宇部興産株式会社の分析・物性評価部門を独立し、
「株式会社ユービーイー科学分析センター」を設立
- 2011年 「株式会社UBE科学分析センター」に社名を変更
- 2024年 大日本印刷株式会社とUBE株式会社の合併会社化
- 2025年4月 「株式会社DNP科学分析センター」に社名を変更

会社紹介

DNP

設立 : 1987年4月
株主 : 大日本印刷株式会社66.625% UBE株式会社33.375%
人員 : 113名 (2025.6)
営業拠点 : 東京, 千葉, 名古屋, 大阪, 宇部(山口県)
分析拠点 : 宇部地区(有機・無機・表面・形態・物性・安全性)、千葉地区(高分子)
企業理念 : 分析技術を駆使してお客様の研究開発と課題解決に寄与し、もって、人類社会の発展に貢献します。
キャッチフレーズ : 技術の未来を支える



AFM、ナノインデントーは幅広い材料の構造解析から課題解決に寄与

原子間力顕微鏡およびナノインデントーとは

原子間力顕微鏡 AFM

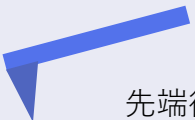
走査型プローブ顕微鏡（Scanning Probe Microscope : SPM）とは

- ・ 試料表面の微小領域をプローブを用いて走査することにより、三次元形状情報
- ・ プローブ・試料間の物理情報をマッピングできる顕微鏡の総称
（試料最表面の情報のみが得られる）
- ・ SPMが上位概念で、AFM（Atomic Force Microscope）等は下位概念
- ・ ピークフォースタッピングにより機械特性（弾性率、凝着力）が取得可能

ナノインデントー

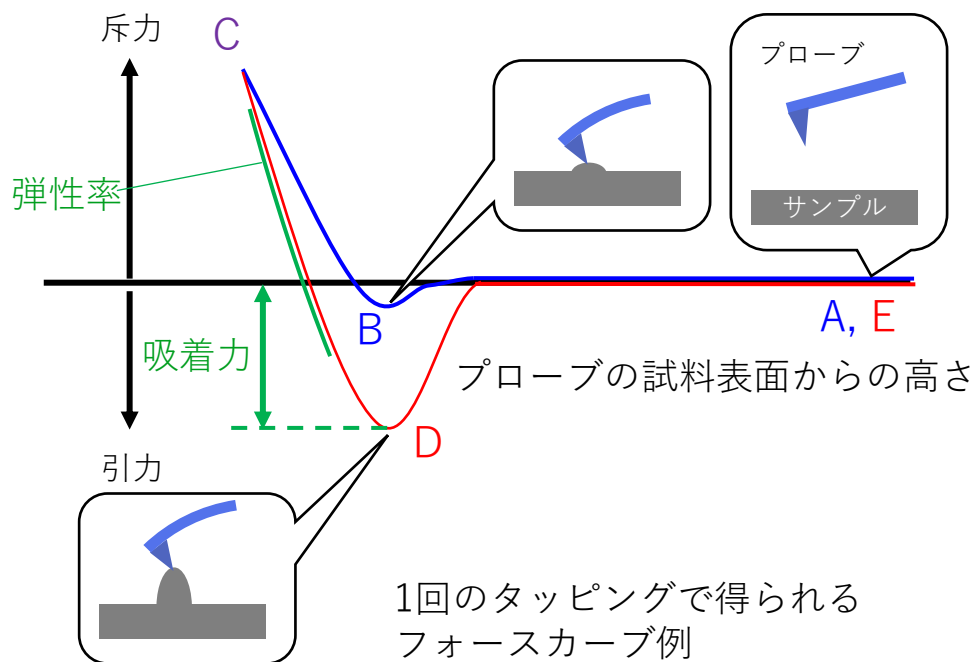
- ・ 予め表面形状を校正した圧子を用いて、ナノ・マイクロスケールで押し込み試験を行う装置
- ・ 得られた荷重-変位曲線から、硬さ、弾性率を算出する
- ・ 圧子はサンプルに応じ、様々な種類を選択可能

SPMとナノインデンターの比較

比較項目	SPM	ナノインデンター
グラフ	フォースカーブ	荷重変位曲線
プローブ	カンチレバー  先端径；10nm程度（鋭角）	圧子  先端径；100nm程度（鈍角）
押込荷重	nN～ μ N	μ N～mN
押込深さ	～10nm	数十nm～数十 μ m
測定時間	msec	sec
マッピング	可能	不可※
定量性	低い（ナノインデンターに比べて）	高い
変形	弾性変形（+塑性変形）	弾性変形+塑性変形
解析方法	DMT、Hertz、JKR	Oliver-Pharr
情報	表面形状、弾性率、吸着力、磁気力	複合弾性率、硬さ

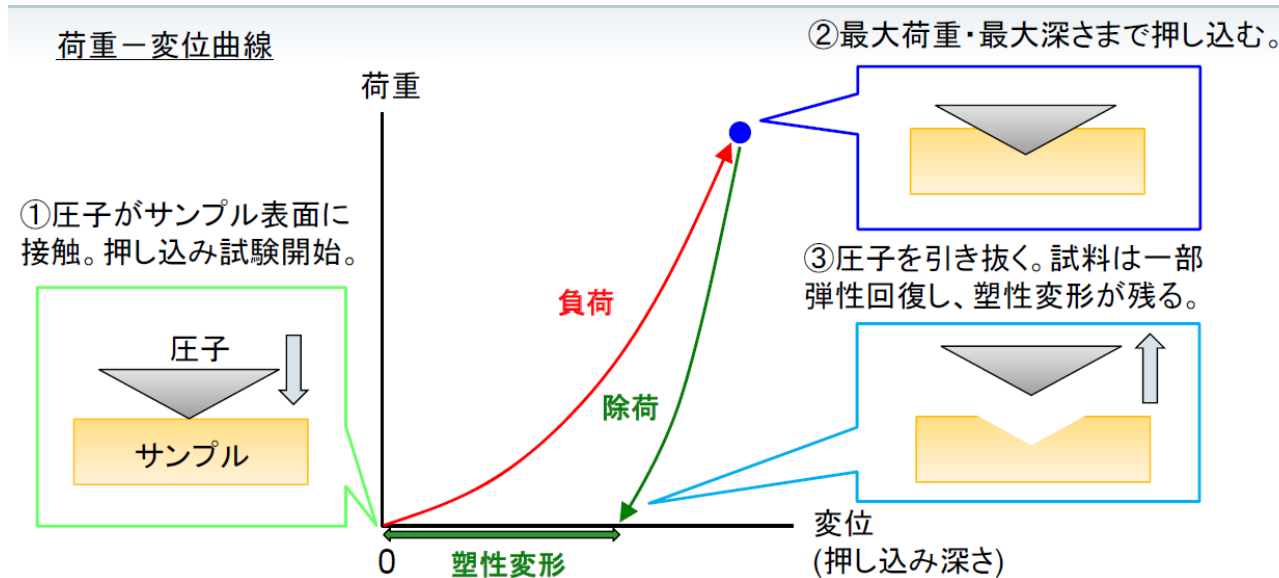
※ オプション対応可能な装置もあり

SPM [ピークフォースタッピング]



引用；Bruker Application Note #128

ナノインデントー

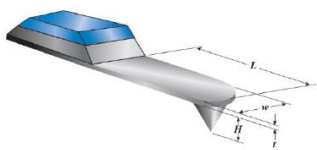
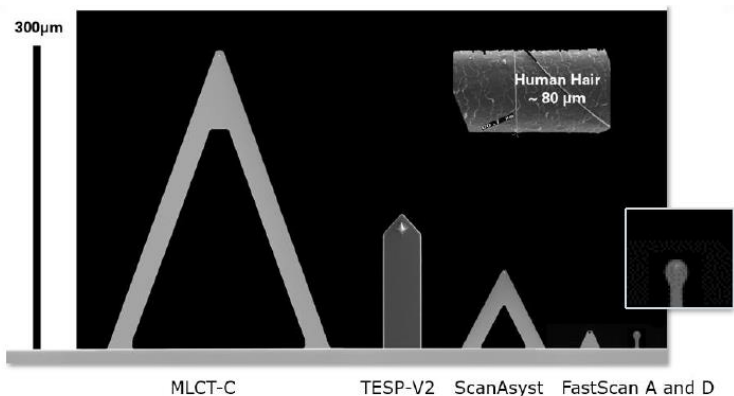


引用；Bruker ナノインデンテーションシステムの基礎と実用的評価事例2020

プローブ

DNP

SPM [カンチレバー]



- Spring constant

$$k = \frac{E \cdot w \cdot t^3}{4 \cdot L^3}$$

E: Young's Modulus of the cantilever material
k: Cantilever spring constant

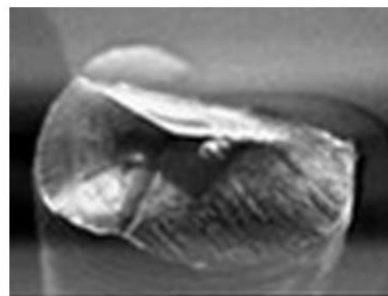
- Resonance frequency

$$f_0 = 0.162 \cdot \sqrt{\frac{E}{\rho}} \cdot \frac{t}{L^2} \approx \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{E}{\rho}} \cdot \frac{t}{L^2}$$

f_0 : Cantilever resonance frequency
 ρ : Density of the material

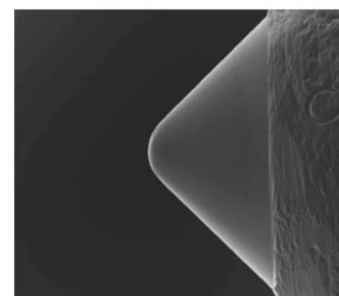
ナノインデントアー [圧子]

バーコビッチ圧子



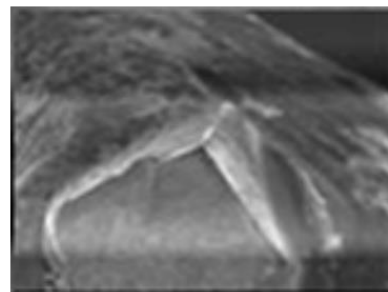
最も広く用いられる圧子で、一般的な押し込み試験で幅広く利用。

球形（円錐）型圧子



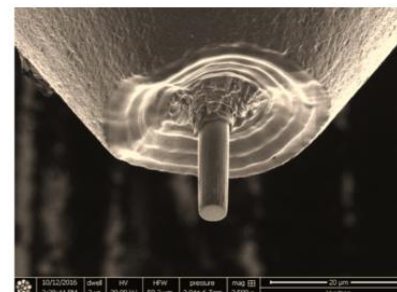
ポリマー材料を中心とした柔らかい材料の機械的特性の測定に幅広く利用。

キューブコーナー圧子



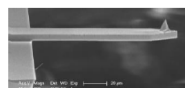
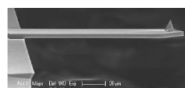
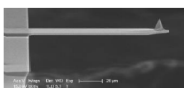
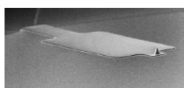
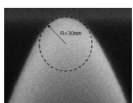
バーコビッチ型圧子より鋭い形状のため、押し込み試験の間隔を狭めたい場合などに利用。薄膜の破壊靱性の評価にも利用。

フラットエンド圧子



非常に柔らかいサンプルの試験かプッシュアウト試験などに利用。

	SAA-HPI-30	RTESPA-150-30	RTESPA-300-30	RTESPA-525-30
弾性率レンジ	100kPa-15MPa	10-500MPa	300MPa-10GPa	8GPa-100GPa
先端曲率	30 nm	30 nm	30 nm	30 nm
バネ定数	0,25 N/m-55kHz	5 N/m-150kHz	40 N/m-300kHz	200 N/m-525kHz
測定モード	PF-QNM/QI/Force Volume/Force Curves, AFM-nDMA	PF-QNM/QI/Force Volume/Force Curves AFM-nDMA	PF-QNM/QI/Force Volume/Force Curves AFM-nDMA	PF-QNM/QI/Force Volume/Force Curves



測定条件

SPM

試料

ポリジメチルシロキサン

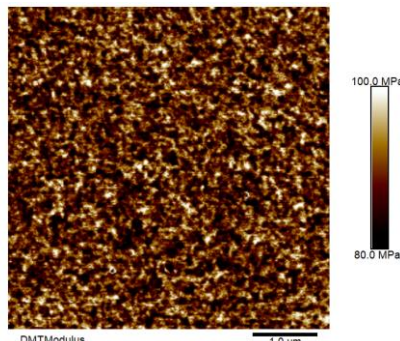
[Bruker標準試料：PDMS-MED-1-12M (84 MPa)]



測定条件

プローブ : RTESPA150
測定エリア : $5 \times 5 \mu\text{m}$

測定結果



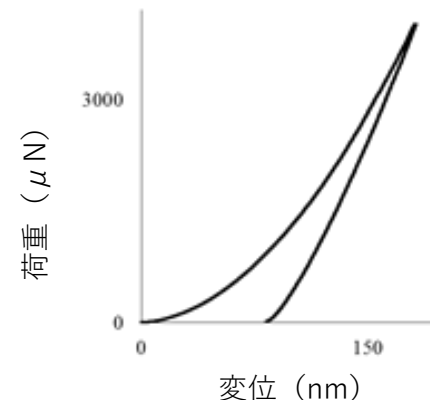
88.1 MPa $\pm$ 5%

ナノインデントー

試料

溶融石英

[Bruker標準試料 (複合弾性率；69.6GPa、硬さ；9.25GPa)]



測定条件

圧子 : バーコビッチ
最大荷重 : $5,000 \mu\text{N}$
負荷および除荷時間 : 5sec
最大荷重保持時間 : 2sec

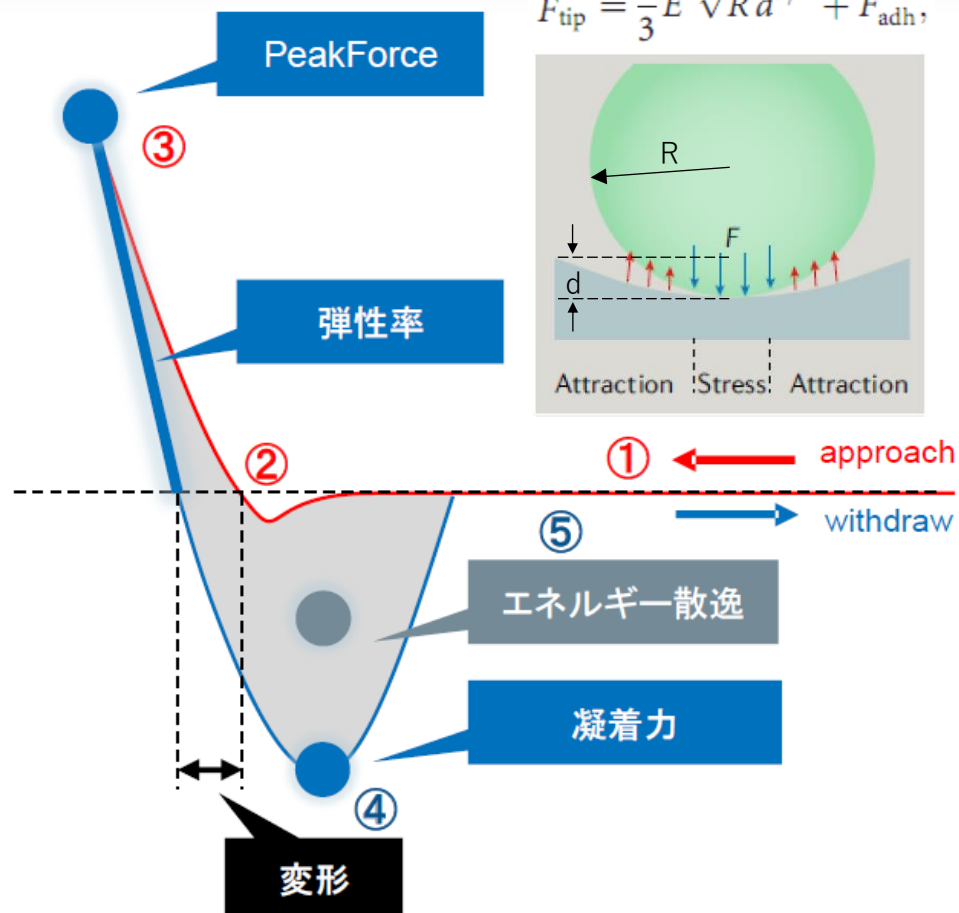
測定結果

複合弾性率；69GPa
硬さ；9.1GPa

解析方法

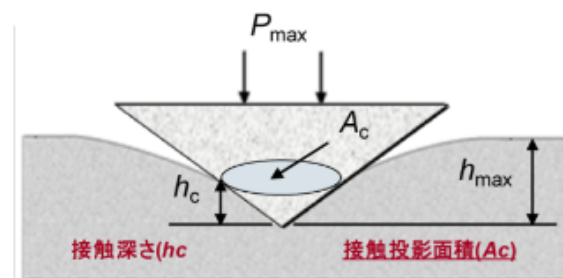
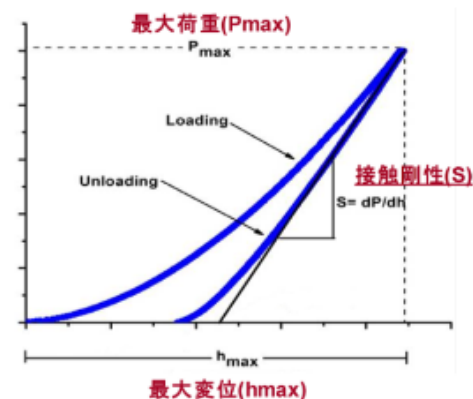
DNP

SPM [DMT法]



ナノインデントー [Oliver-Pharr法]

測定から得られるデータ



$$h_c = h_{\text{max}} - \varepsilon \frac{P_{\text{max}}}{S} \quad A_c = f(h_c)$$

硬さ・弾性率を算出

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

$$H = \frac{P_{\text{max}}}{A_c}$$

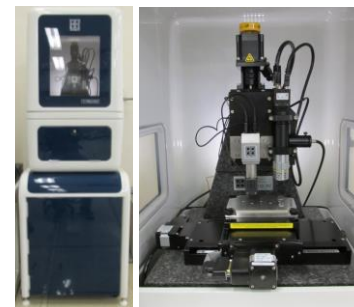
$$E_r^{-1} = \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} + \frac{1 - \nu_s^2}{E_s}$$

ポアソン比
サンプルの
ヤング率
(ダイヤモンドの値を使用)

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

当社保有装置

DNP



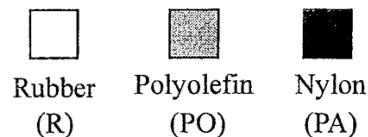
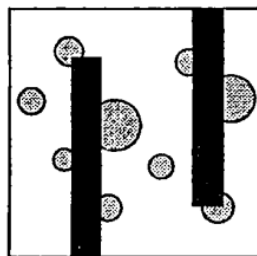
装置	SPM		ナノインデントー
	MultiMode8	Dimension icon XR	TI Premier Multi Scale
最大荷重	プローブによる		低荷重モード10mN、高荷重モード1N
最大変位	プローブによる		低荷重モード5 μ m、高荷重モード80 μ m
最大試料サイズ	15 mm Φ (or 10 mm $\square$) $\times$ 5 mmt	210mm Φ (or 150 mm $\square$) $\times$ 15 mmt	50 $\times$ 100 $\times$ 50mmt
最大測定範囲	125 $\times$ 125 μ m	90 $\times$ 90 μ m以下	50 $\times$ 100mm
測定モード	表面形状、弾性率、吸着力、微小電流、拡がり抵抗、表面電位	表面形状、弾性率（柔らかい試料、硬い試料）、吸着力、粘弾性（マッピング、1点）、（微小電流、拡がり抵抗、表面電位）	複合弾性率、硬さ、粘弾性、界面せん断強度
測定温度	室温	-35 $\sim$ 250 $^{\circ}$ C	室温 $\sim$ 400 $^{\circ}$ C
測定環境	大気中、水中、Ar雰囲気下	大気中、（Ar雰囲気下）	大気中、水中

同一材料における比較1

試料；EPDM/PP/PA 三元グラフト共重合体

前処理；ウルトラミクロトーム（凍結）

測定；SPM、ナノインデント



Rubber Composites

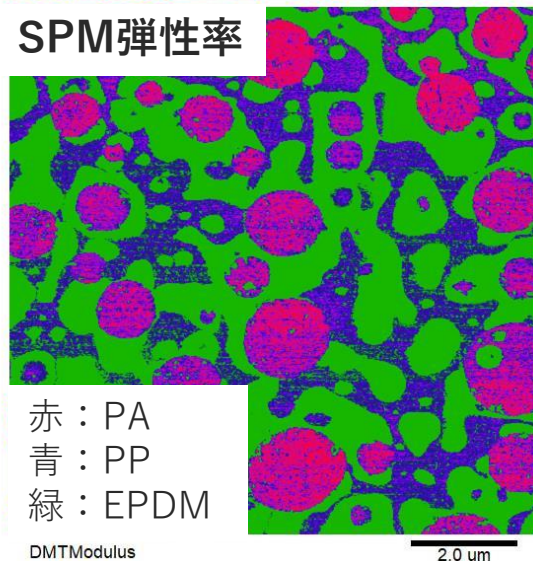
ゴム・ポリオレフィン・ナイロン三元グラフト共重合体の模式図※

DNP

成分	ヤング率 (MPa)
PA6	2,600
PP	1,300
EPDM	5

SPM

SPM弾性率



測定条件

プローブ
測定エリア

: RTESPA150
: 10 × 10 μ m

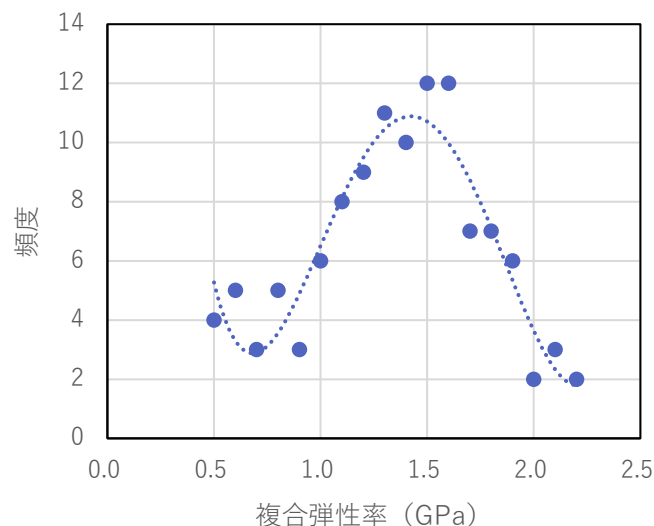
硬
軟

赤：PA
青：PP
緑：EPDM

DMTModulus

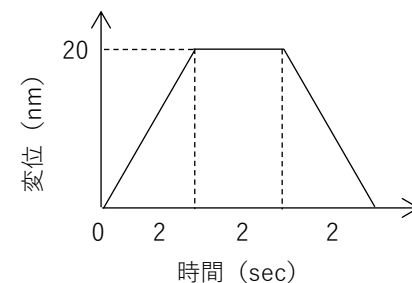
2.0 μm

ナノインデント



測定条件

圧子：バーコビッチ
測定数：n=115



SPM弾性率像は3成分のコントラストが明確で、各成分の一般的なヤング率と弾性率像が整合

同一材料における比較2

DNP

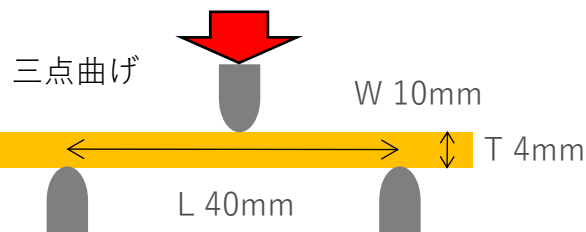
試料；PA12

前処理；ミクロトーム※

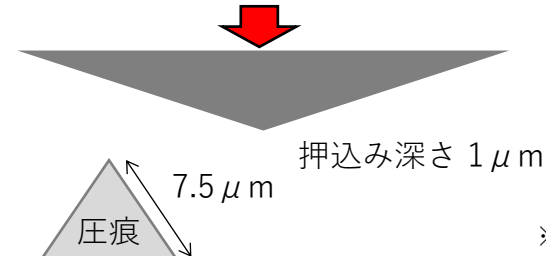
測定；DMA、nanoDMA、
AFM- n DMA

※ DMAは前処理なし

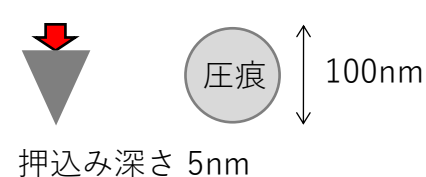
● 動的粘弾性測定装置 (DMA)



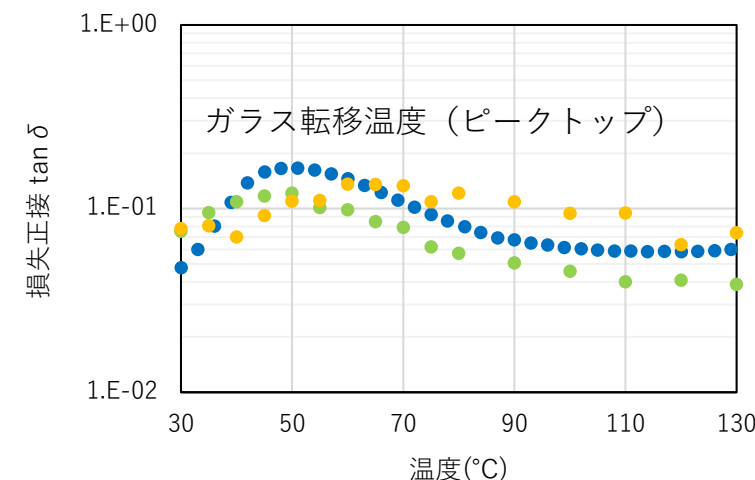
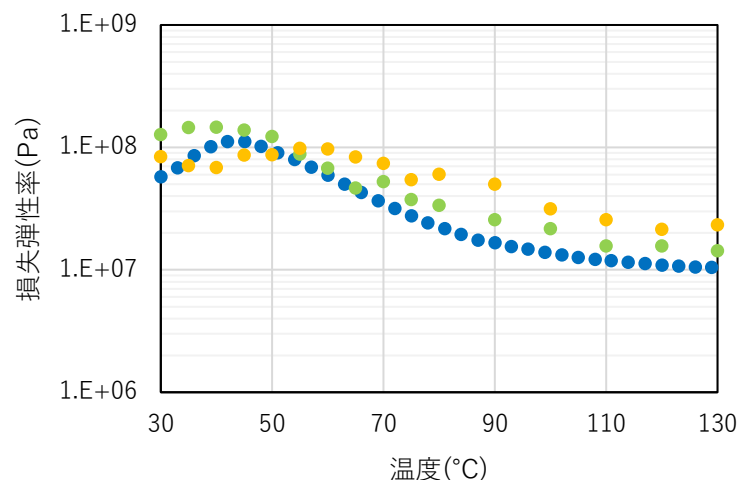
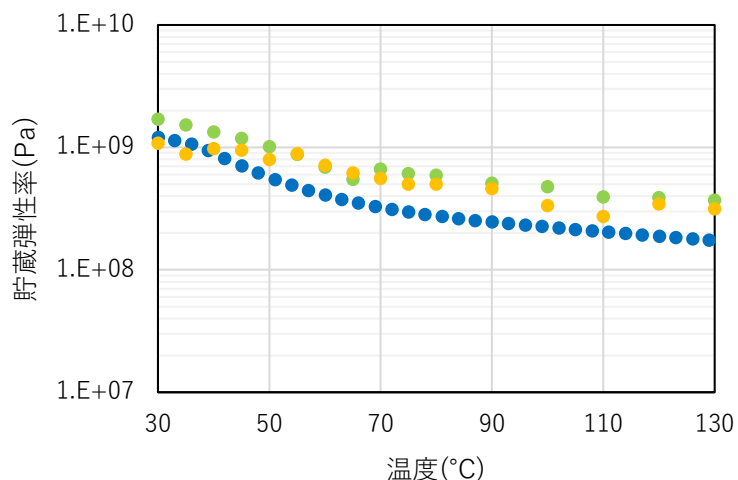
● ナノインデントー (nanoDMA)



● SPM (AFM-nDMA) ※



※SPMの絶対値の評価には、ナノインデントー等で測定した同一材料の指標データが必要



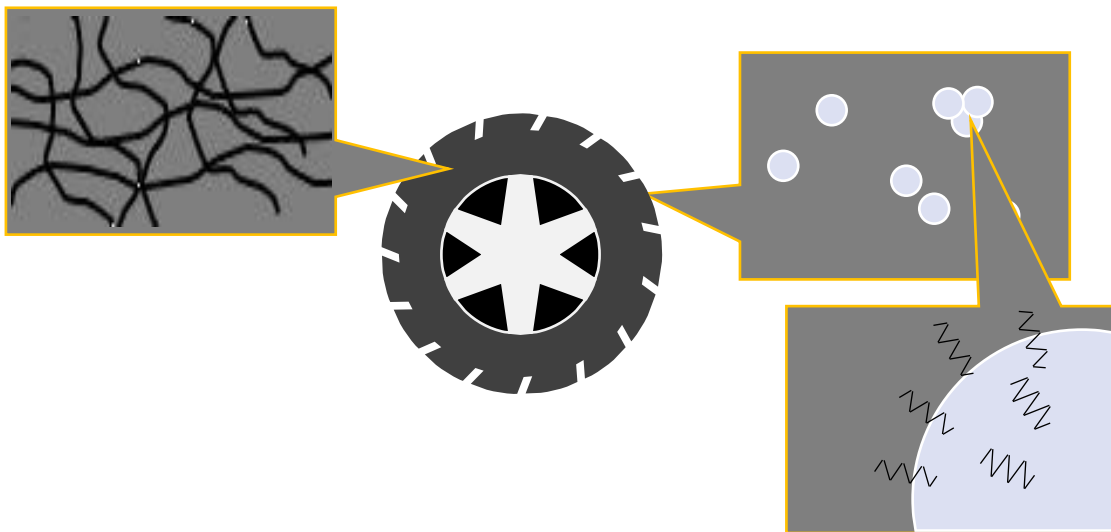
DMAとnanoDMAのガラス転移温度は同等であった

自動車への高分子材料の利用例

タイヤゴムに求められること

省資源化、安全対策

⇒シリカ粒子とゴムの界面強度の向上



燃費向上への動き

省エネルギー、CO₂排出量削減

⇒金属から高分子材料（繊維強化樹脂）への代替

部品	軽量効果 (kg)
プラットフォーム	-150
フード	-12
ルーフ	-10
ディフューザー	-10
トランクリッド	-5
プロペラシャフト	-5
リアスポイラー	-4
インパクトビーム	-3

材料の性能には界面の力学物性が重要

タイヤゴムの粘弾性測定

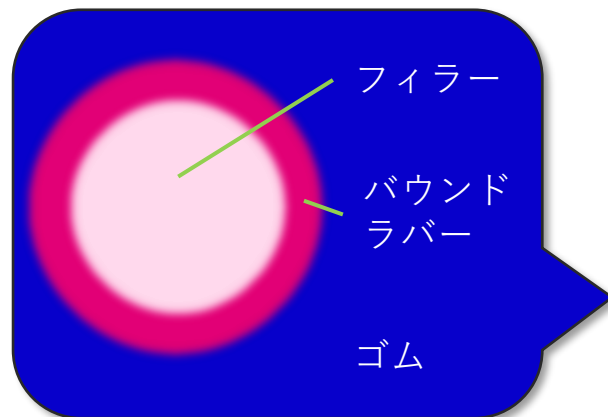
DNP

バウンドラバー

カーボンブラック等の

表面に強く吸着した分子鎖

- {
- フィラーの分散性向上、
 - フィラー同士の摩擦抑制
- 補強性改善



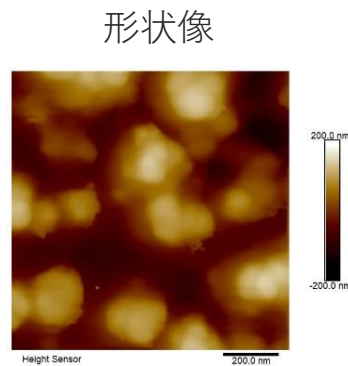
測定例

試料：タイヤ断面

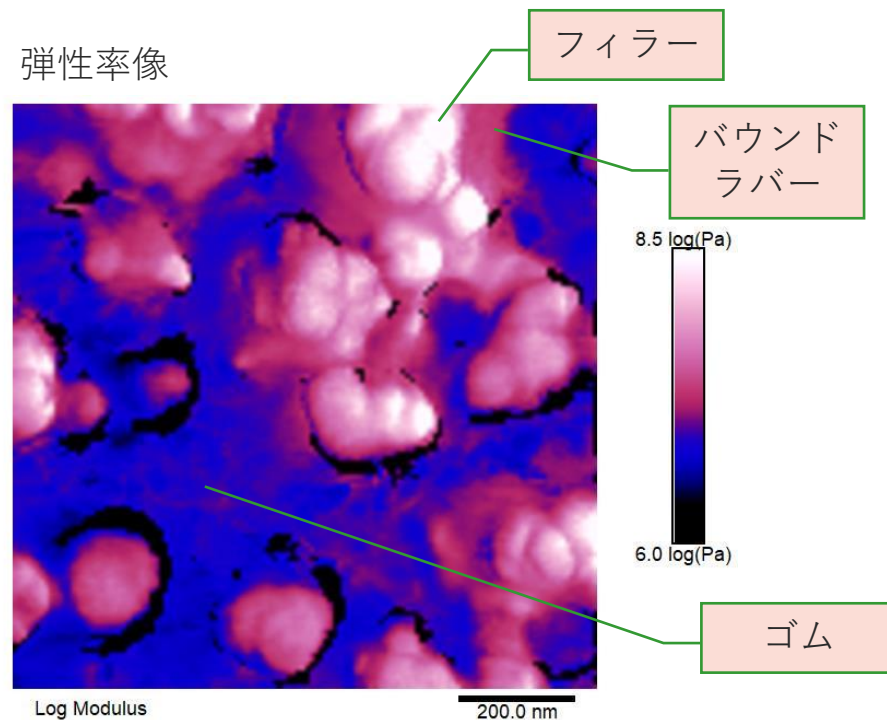
手法：SPM弾性率測定 (AFM-nDMA)

→フィラー周囲に高弾性率のゴムが分布

バウンドラバーを可視化¹⁾

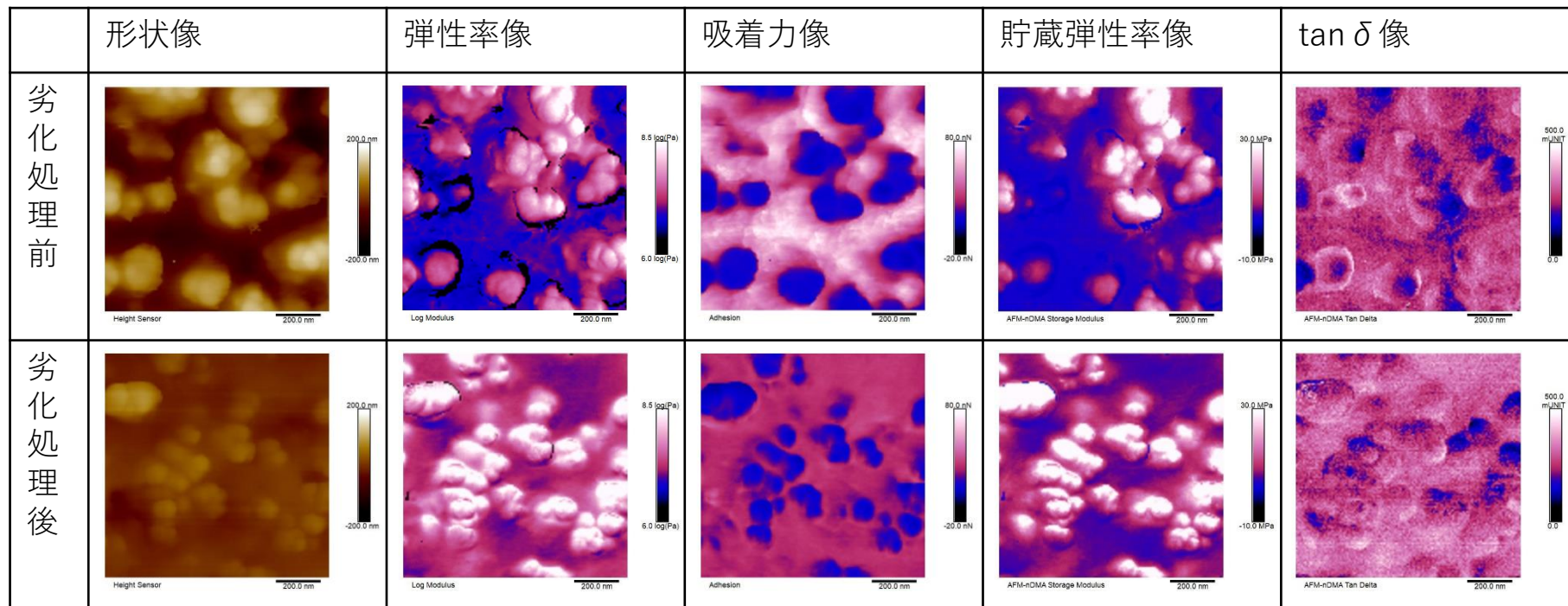


弾性率像



劣化によるゴムの粘弾性の変化

ゴムの粘弾性 $\tan \delta$ がタイヤ性能に関係 → 劣化前後のタイヤ断面をSPMにより粘弾性測定



ゴム領域の変化

増加

減少

微増

微増

劣化による粘弾性変化をサブ μm スケールで評価

繊維強化樹脂のプッシュアウト試験

DNP

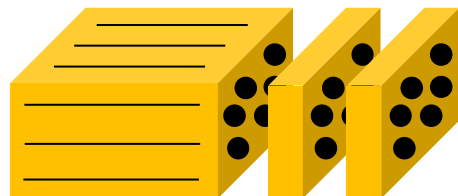
サンプル（実試料）

成形品



前処理

切断



研磨



数十 μm

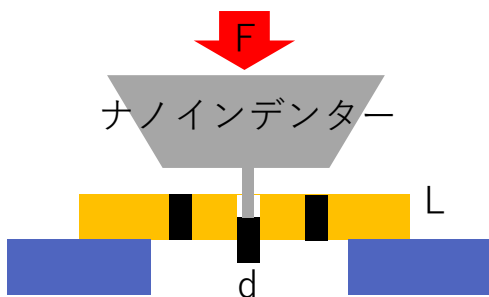
固定



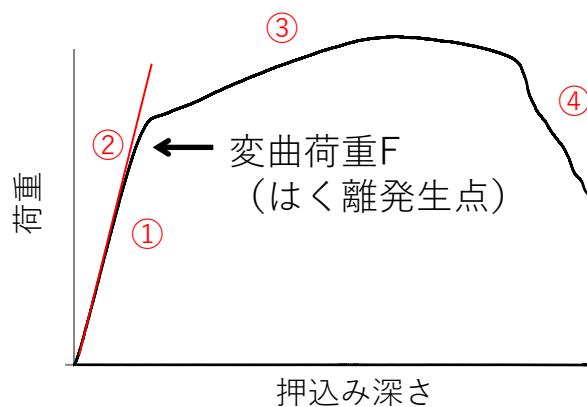
測定

解析

模式図



荷重変位曲線



- ①樹脂/繊維界面の変形領域
- ②界面はく離発生点
- ③はく離成長領域
- ④界面の摩擦領域

$$\tau = \frac{F}{\pi d L}$$

τ : 界面せん断強度
 F ; 変曲荷重
 d ; 繊維径
 L ; 膜厚

メリット

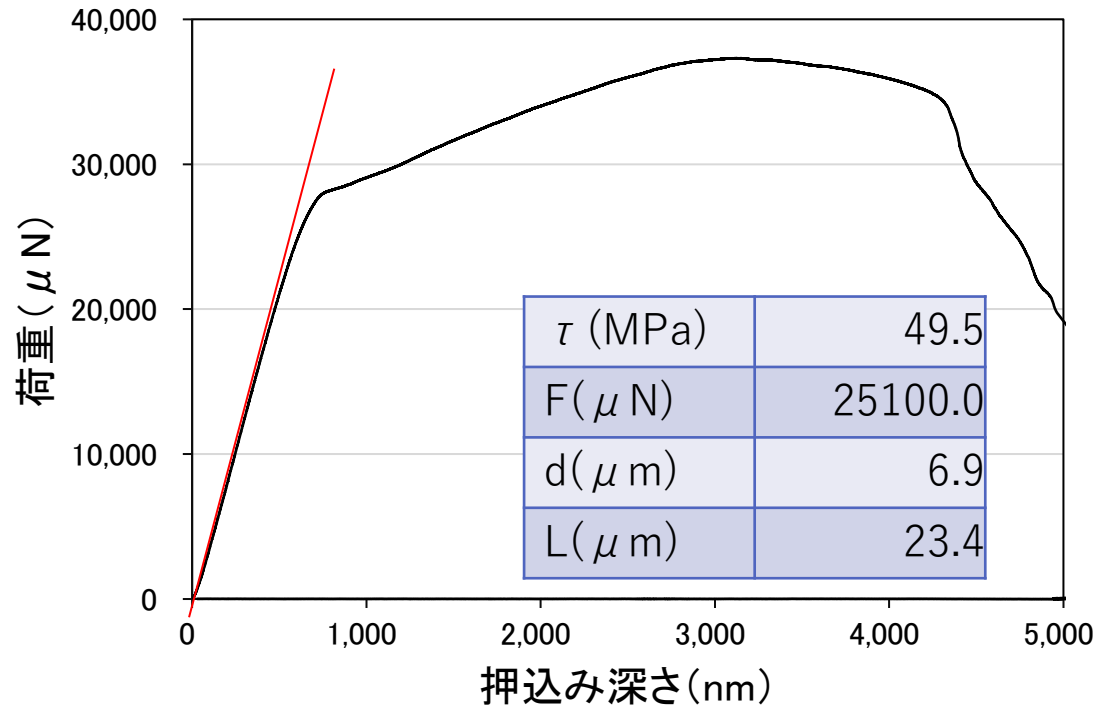
- ・ 実試料での評価が可能
- ・ 荷重変位曲線から得られる情報が豊富

測定結果

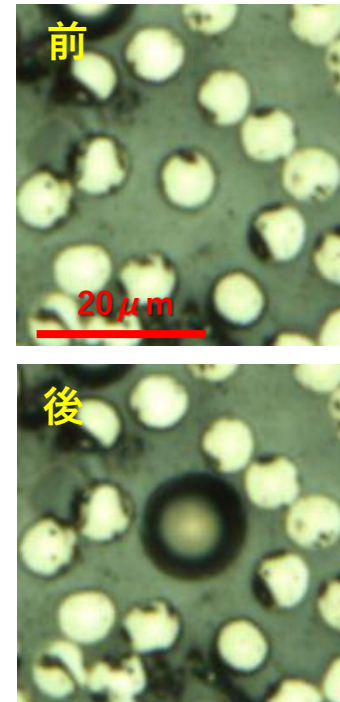
DNP

試料；CF/Epoxy (UD材)

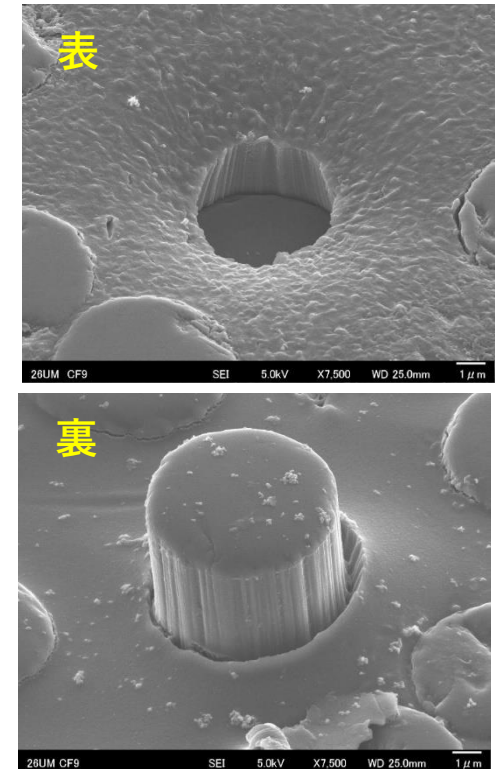
荷重変位曲線



試験前後のOM像



試験後のSEM像



荷重変位曲線やSEM像から界面はく離が確認され、界面せん断強度を算出できた。
ダンベル試験片（射出成形品）や他の材料系（GF、熱可塑性樹脂、セラミック系）でも実績あり^{1b)}

未来のあたりまえをつくる。

DNP

「未来のあたりまえをつくる。」はDNP大日本印刷の登録商標です。