

薄膜硬度計(ナノインデントー)と測定事例の紹介

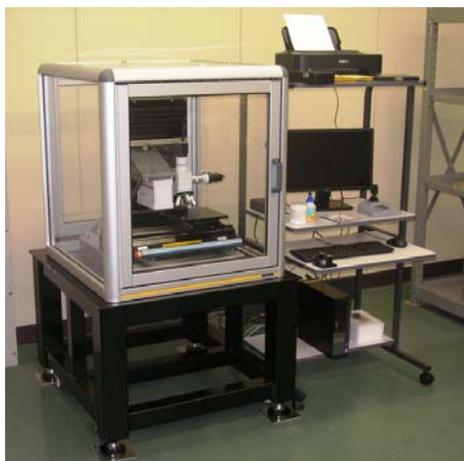
新潟県工業技術総合研究所
中越技術支援センター 専門研究員 三浦一真

1

導入設備: 薄膜硬度計

PICODENTOR HM500

(株)フィッシャー・インストルメンツ製



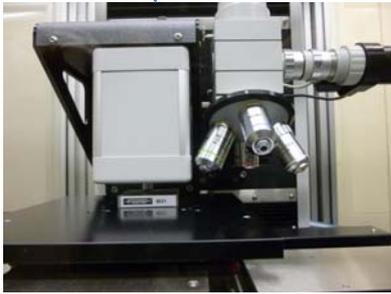
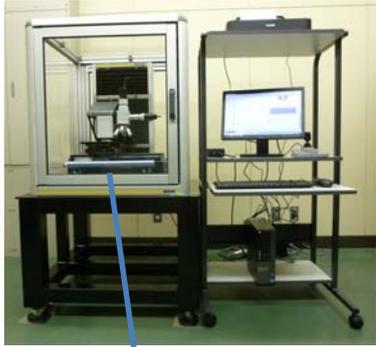
本装置は皮膜や薄膜などの薄い試料の硬さ、弾性エネルギー等物性の評価を行うことができる装置です。非常に微細な力で試料表面に圧子を押し込みその際の押し込み深さと押し込み力を測定することで物性値を求める。

特にマイクロビッカースでは対応できない薄いめっき皮膜、硬質薄膜の硬さ測定が行える。

- ・ 用途: めっき・熱処理等表面処理業や金属・電子部品・精密機器製造業等における製品・技術開発
- ・ 対象製品: チタンやセラミック材料、精密電子部品や微細工具、金型などの表面に薄膜を有する様々な製品・材料が対象。加工変質層、ショットブラスト等による圧縮残留応力層等の評価も可能

2

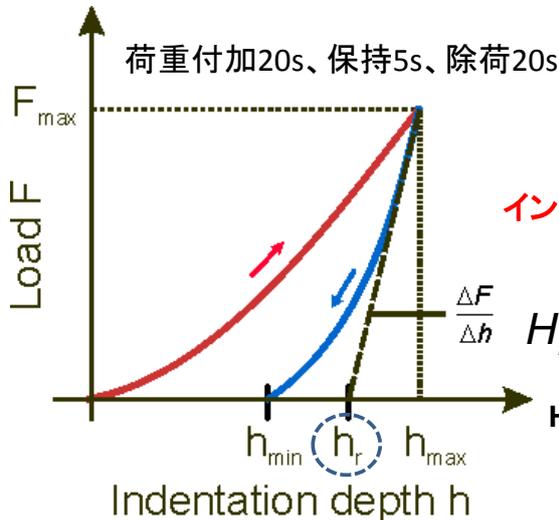
薄膜硬度計(ナノインデントー)の主な仕様



- ・試験荷重範囲: 0.005 ~ 500mN
サンプルの前処理なしで薄い硬質皮膜の測定が可能
- ・高精度のX-Yステージ(位置決め精度0.5μm以下)
- ・x100対物レンズ(観察倍率x1000)を搭載
組織別等微小領域の硬さ測定が可能
- ・顕微鏡観察: Z軸はモーターによる移動
- ・最大押し込み深さ: 150μm
- ・ステージサイズ: 180 × 150mm、耐荷重2kg
- ・ビッカース硬度に換算可能

ナノインデントーション法による皮膜硬度測定

連続的に荷重を増加させ、そのときの押し込み深さを測定し、硬度を求める方法。



弾性率等の物性測定も可能

マルテンス硬さ HM (N/mm²)

$$HM = \frac{F}{A_s(h)} = \frac{F}{26.43 \times h^2}$$

F : 最大試験荷重

$A_s(h)$: 深さ(h)における圧子の表面積

マルテンス硬さは塑性変形・弾性変形が含まれる。
・ HM はすべての材料について計算することができる。

インデントーション硬さ(押し込み硬さ) H_{IT}

(N/mm²)

$$H_{IT} = \frac{F_{max}}{A_p} \quad A_p = 24.50 (h_{max} - \varepsilon (h_{max} - h_r))^2$$

H_{IT} とHV相関関係

F_{max} : 最大試験荷重

A_p : 接触投影面積

ε : 圧子の幾何学形状による補正係数
(ダイヤモンド ビッカース圧子は0.75)

↓
HVに換算

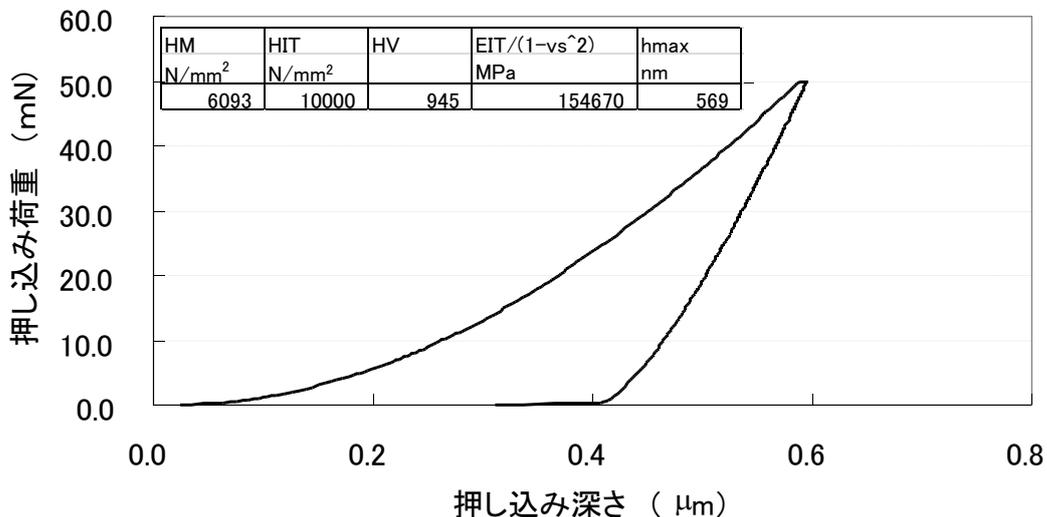
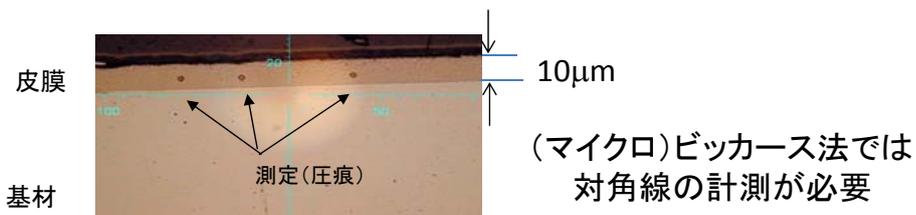
- ① $H_{IT} \times 0.0945$
- ② 各種ビッカース硬さ標準片

ナノインデンテーション法とビッカース法との比較

	ナノインデンテーション	ビッカース(マイクロビッカース)
測定方法	<p>押し込み荷重Fと押し込み深さh(圧痕深さ)から硬さを測定</p> <p>マルテンズ硬さ、塑性硬さ、弾性率</p>	<p>圧子を材料表面に押し込み、圧痕対角線の長さd(μm)から硬度を求める手法</p>
皮膜測定	押し込み深さ×10の厚さで条件設定	10μm以上(皮膜/基材で変化)
測定荷重	0.005(0.0005g)~500mN(50g)	~10000mN(1000g) 低荷重機種あり
表面の影響	強く受ける	影響は少ない(圧痕が識別できる範囲内で)
高硬度測定	DLC薄膜(0.5μm)等実績あり	困難(対角線計測、弾性回復の問題)
標準化	H _{IT} →HV換算	HV→ロックウエル換算

5

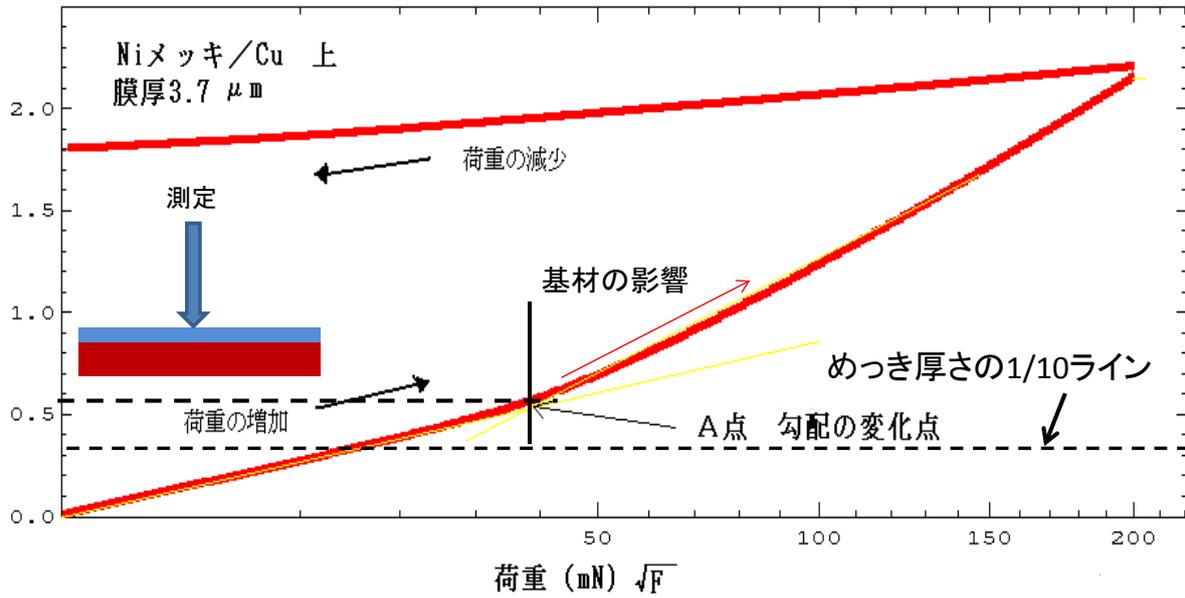
押し込み荷重-深さプロファイルの一例 (Ni無電解めっき)



6

基材の影響 Niめっき(膜厚 3.7 μm) / Cu素材

押し込み深さ (μm)



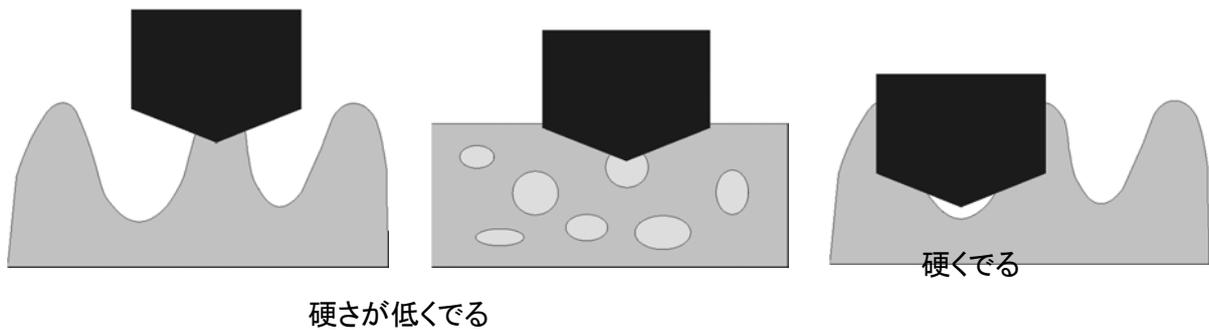
0.5 μm を越えたあたり(0.6 μm)から基材の影響が出てきている
この組み合わせでは必要皮膜厚さは押し込み深さ $\times 6 \sim 7$ 倍

7

試験片の表面粗さ

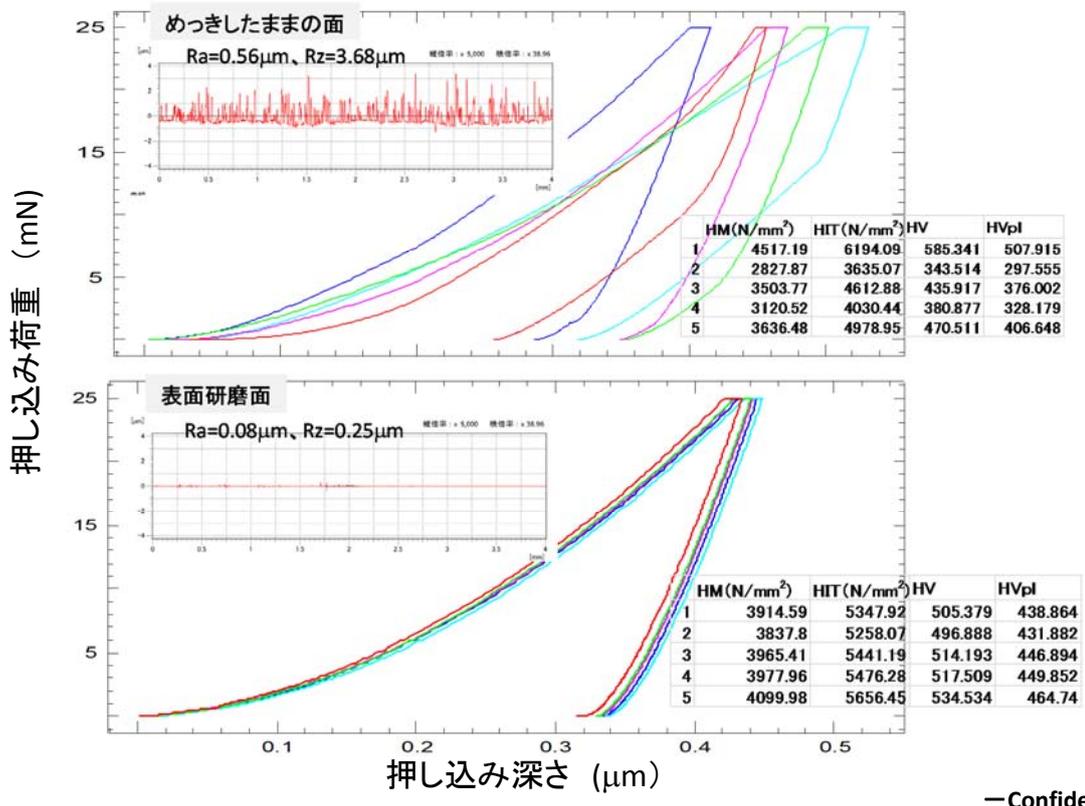
マイクロ領域 とナノ領域での試験では押し込み量が非常に小さいため、試験片の表面粗さは測定精度に大きく影響する。

一般的ルール: 押し込み深さ $h \geq 20 Ra$



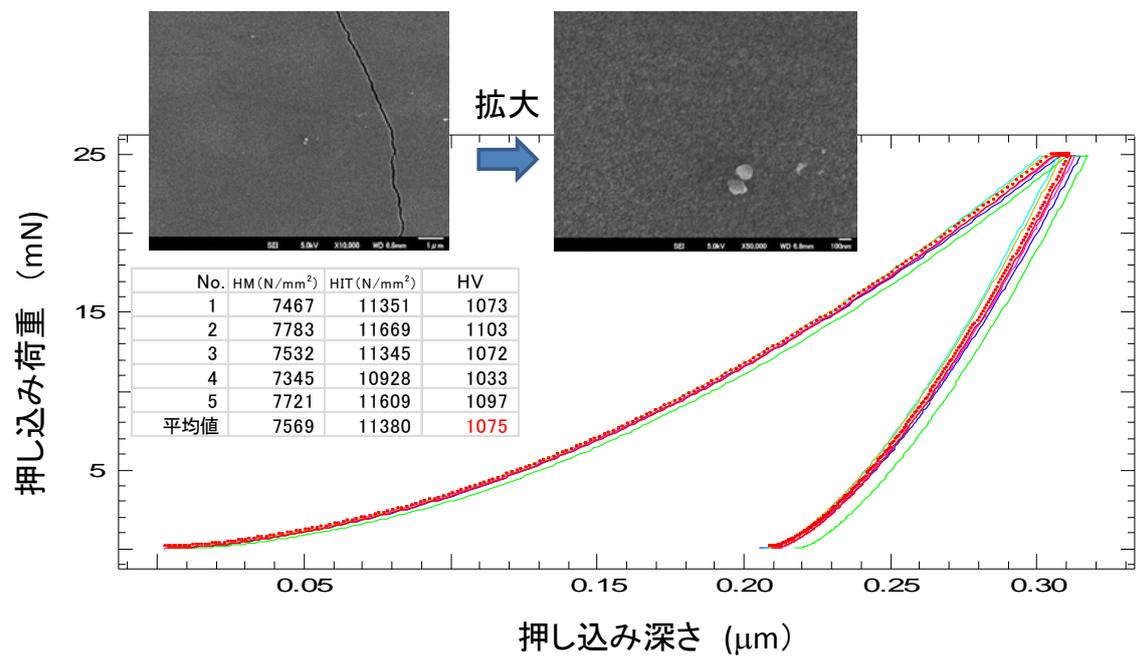
8

表面粗さプロファイルとナノインデントーによるND複合めっき皮膜硬度測定結果(皮膜硬度の表面粗さの影響)

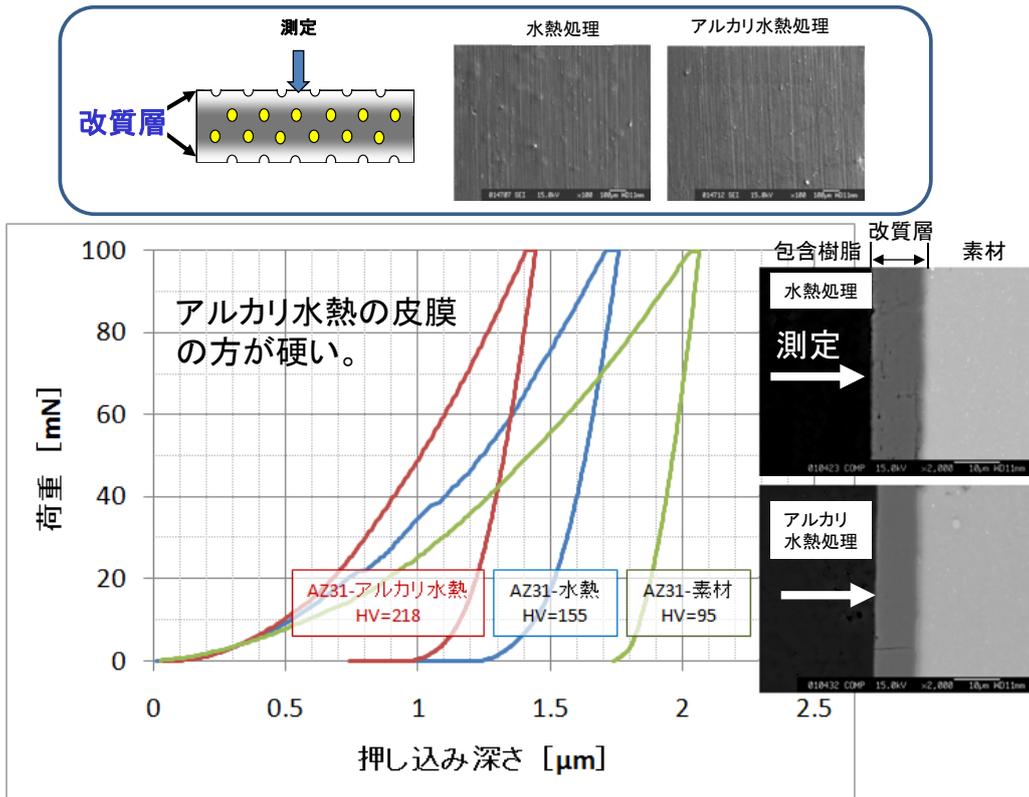


ナノインデントーによる皮膜硬さ測定事例

硬質Crめっき



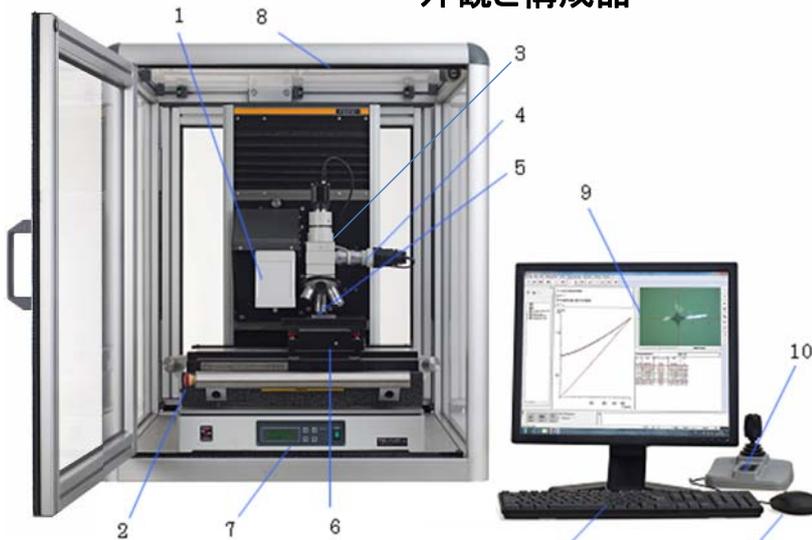
マグネシウム合金(AZ31)表面処理皮膜の例



11

HM500外観と構成品および操作手順

外観と構成品



操作手順

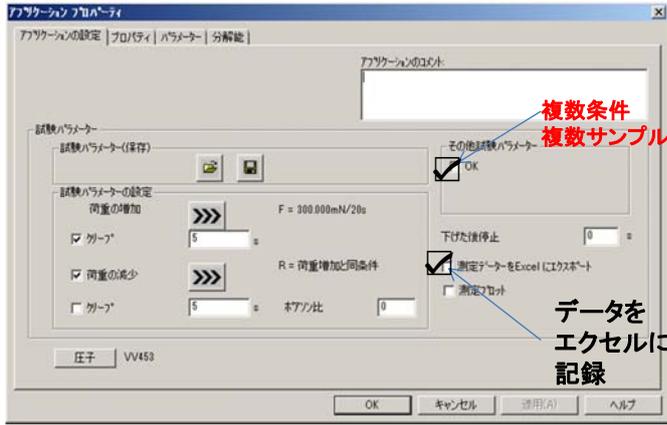
1	立ち上げ	準備
2	圧子のクリーニング	
3	圧痕による位置調整	
4	ファイルの作成	条件設定
5	アプリケーションの設定	
6	アプリケーションのプロパティ設定	
7	アプローチパラメーターの設定	
8	測定 (座標登録) : 連続測定	
9	評価と保存	エクセル保存可能
10	終了	

1. 測定ヘッド(試験検出器)
2. 緊急停止スイッチ
3. ビデオカメラ
4. 顕微鏡用光源
5. 対物レンズ(総合倍率50倍、200倍、500倍、1000倍)
6. XYプログラミングテーブル
7. アクティブ除振台
8. 風防ケース
9. PC及びモニター
10. ジョイスティック
11. キーボード
12. マウス

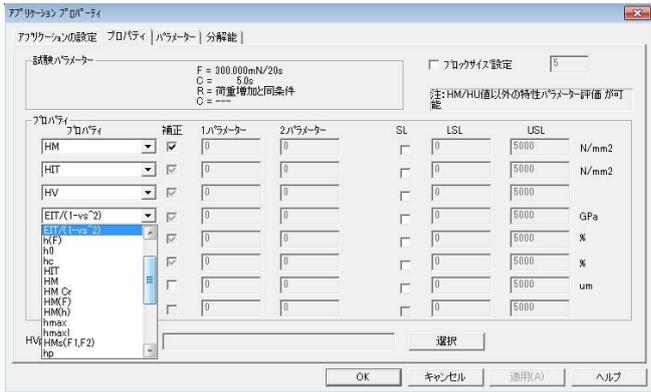
12

アプリケーション、プロパティの設定

アプリケーション



プロパティ

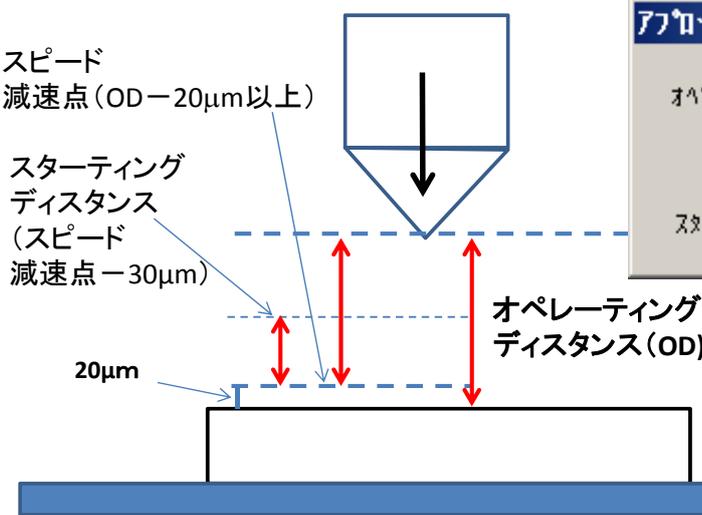


ビッカース換算

- ① HV
HIT × 0.0945
- ② HV_{pl}
ビッカース硬さ標準片

アプローチパラメーターの設定

測定ヘッド(検出器)のZ軸原点から試料表面の距離(オペレーションディスタンス)を測り、圧子が試料にコンタクトするスピードを試料表面の20μmで減速をし、ゆっくり、正確に試料の表面検出を行うようにする調整作業



設定は付属の亚克力板
または実際の測定サンプル
どちらでもOK
実際は測定サンプルで行う。)

1. XYステージを顕微鏡側に移動
2. 試料台にサンプルを載せ、測定場所を探すと同時にピントを調整
3. 設定開始

測定

(1) 単一測定



サンプル表面にピントを合わせた後、操作画面一番左下の開始のアイコン

(2) 連続測定

座標を登録することで連続して測定

ポイント



任意のポイント(座標)を個別に設定

ライン



直線上での測定を行います。
始点の座標と終点の座標をくくで選択します。
Nの項目で測定数を入力

配列



対角線上で始点と終点の座標をくくで選択、
X軸(横方向)とY軸の測定数(N)を入力。

評価

数値評価 → 個別の測定データ表示 → グラフィック評価