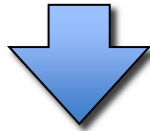


機能性材料評価学特論 第 5 回

前回：計装化押込み試験による材料特性評価理論
(その 2, Oliver & Pharr 法について)



今回：計装化押込み試験による材料特性評価理論
(その 3, フレームコンプライアンス補正について)

5. 計装化押込み硬さ試験による材料特性評価理論（その3）

“Progress in determination of the area function of indenters used for nanoindentation”, K. Herrmann, N. M. Jennett, et. al., Thin Solid Films 377-378 (2000) 394-400

5.1 要約

- ①
- ・圧子面積関数の決定方法について: AFMによる直接決定法、②ヤング率とポアソン比既知の参照材料への押込みデータからの間接決定法、の2つを提案。
 - ・フレームコンプライアンスの決定方法について: ①AFMから求めた面積関数を利用する方法、②2つの参照材料を組み合わせた反復計算手法、の2つを提案
 - ・②の組み合わせ反復計算手法で求めたフレームコンプライアンスは、①の手法で求めた値とはほぼ一致した。

5.2 実験

①AFMによる圧子面積関数の直接測定

●原理

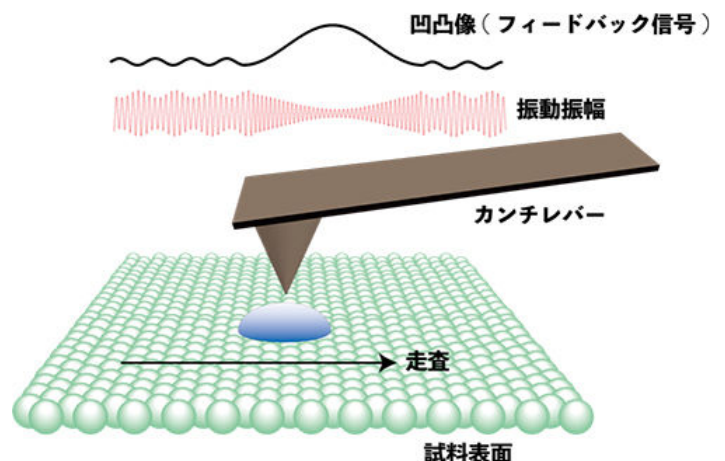
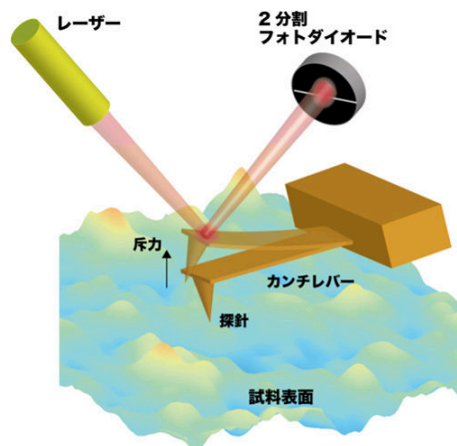


図 5.1 AFM の原理

- ・試料の表面に対して、探針（ツマ）を接近させる。
- ・探針先端と試料表面間の原子間力により、探針を保持するカンチレバーがたわむ... 光で検出
- ・ヒューズ素子にてカンチレバーに振動を与えながら、カンチレバーのたわみ量が一定になるようフィードバック制御しながら試料表面形態のデータ取得 探針を走査する。

●本研究で用いた AFM 装置

・測定範囲: $x: 20\mu m$, $y: z: 15\mu m$

・分解能: $x: 1.2nm$, $y: z: 0.2nm$

・ x, y, z 軸それぞれに装着した
ピエゾ素子による変位を、静電
容量式変位計で測定

・変位計と同軸上に設置した

レーザー干渉計により変位計の非線形性を補正

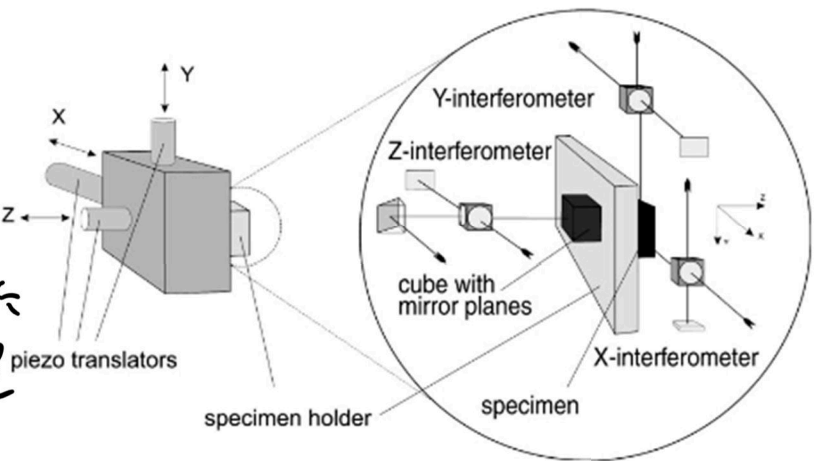


図 5.2 AFM 装置の模式図

②押込み試験

・参照材料: (1) 単結晶タンゲステン: $E = 410 GPa$, $\nu = 0.28$
(2) 非晶質ガラス (溶融石英): $E = 72 GPa$, $\nu = 0.17$

・圧子: 修正バーコセッチ圧子: $E = 1141 GPa$, $\nu = 0.07$

・押込み試験サイクル: F_{max} での保持 (塑性変形促進)

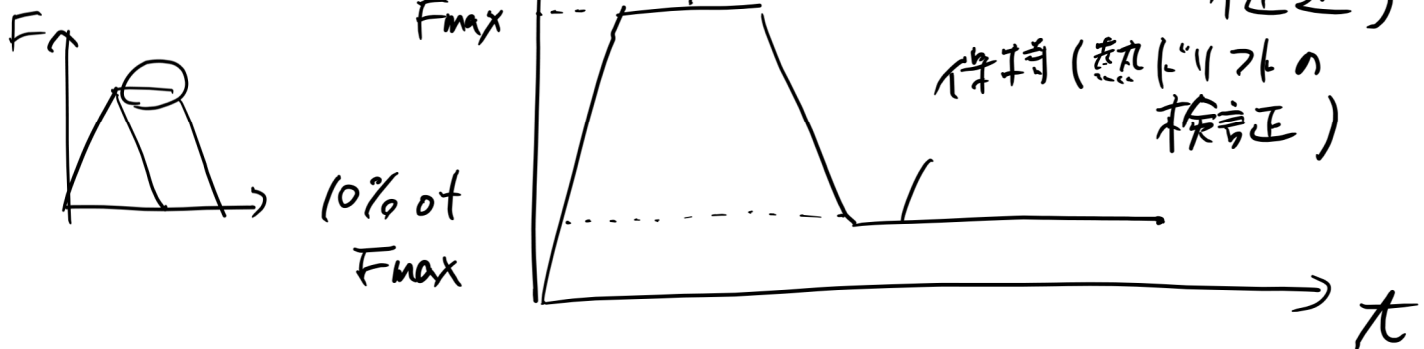


図 5.3 押込み試験サイクル

・押込みデータ解析手法: Oliver-Pharr 手法に従う

$$P = a(h - b)^m \quad (1) \quad A_c = F(h_c) \quad (5)$$

$$S = \left(\frac{dP}{dh} \right)_{\max} = am(h_{\max} - b)^{m-1} \quad (2) \quad E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A_c}} \quad (6)$$

$$h_i = h_{\max} - \frac{P_{\max}}{S} \quad (3) \quad \frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu_s^2}{E_s} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} \quad (7)$$

$$h_c = h_{\max} - 0.75(h_{\max} - h_i) \quad (4)$$

5.3 圧子面積関数の決定

①AFMによる面積関数の決定

- $h_c > 100\text{nm}$ では
 $\sqrt{A_c} = a \cdot h_c + b$ (18)
 という回帰曲線

- 理論曲線は
 $\sqrt{A_c} = \sqrt{24.5} h_c^2$ (19)

- $h_c < 100\text{nm}$ では先端の
 れみによる非線形形状

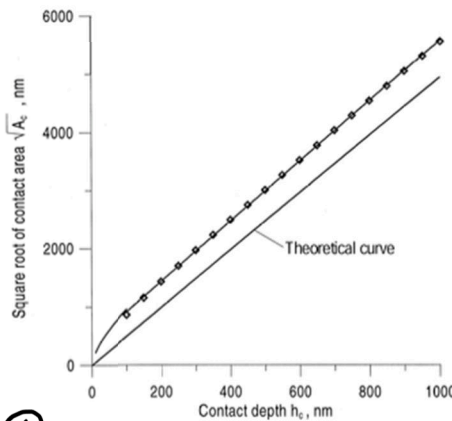


図 5.4 バーコビッチ圧子の面積関数

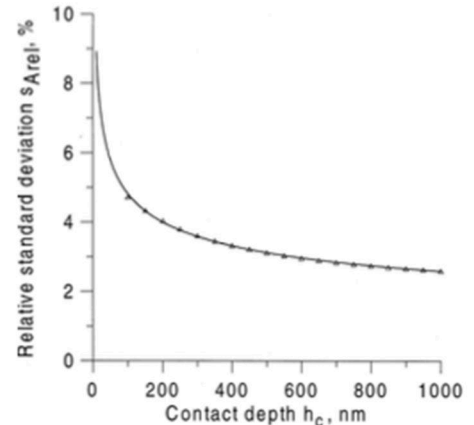


図 5.5 バーコビッチ圧子の繰り返し測定における
 相対標準偏差

相対標準偏差 S_{Arel} も、 $h_c < 100\text{nm}$ で急激に増加

$$S_{Arel} = \frac{S_A}{\sqrt{n} \sqrt{A_c}} \quad S_A: 8\text{回の測定における圧子面積の標準偏差}$$

n : 測定回数 (= 8)

- AFMによる圧子面積関数の相対不確かさ U_{rel} :
 $\rightarrow h_c = 200\text{nm}$ で $U_{rel} = 8\%$, $h_c = 1000\text{nm}$ で 6%

●球圧子における面積関数の決定

- + インデンテーションにおける球圧子の重要性
 $\rightarrow$ Hertzの弾性接触論により 単純な弾性
 押込みデータと取得可能

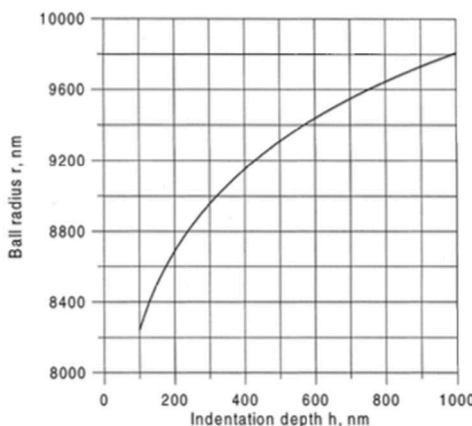


図 5.6 球圧子半径のAFM測定

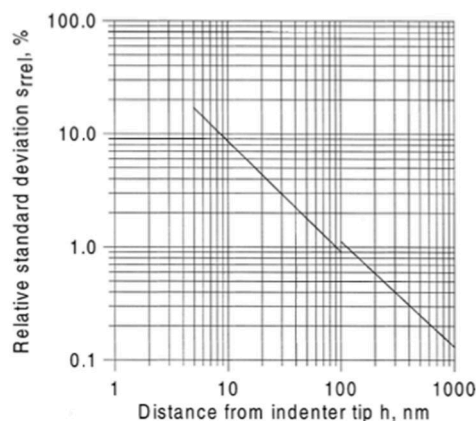


図 5.7 球圧子の繰り返し測定における

- h が小さい領域 (= 球先端部) では球半径が小さい
 相対標準偏差
- U_{rel} は $h = 20\text{nm}$ で 9% , 1000nm で 0.3%

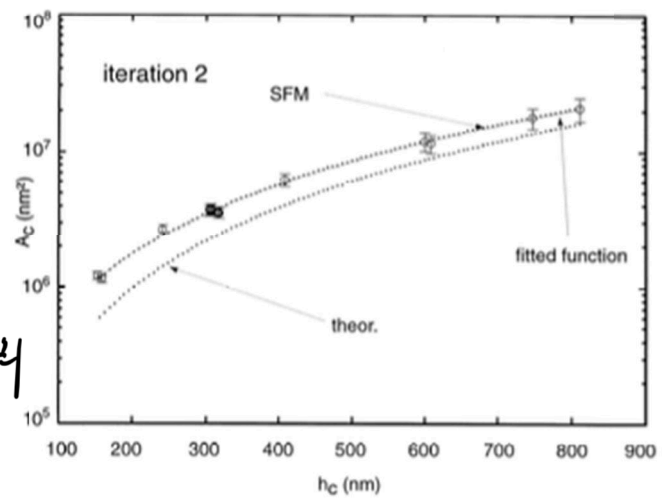
・ 球直径 $20\mu\text{m}$
 (= 半径 10000nm)
 の球圧子のAFM
 測定結果

②押込み手法

●2つの手法を提案

- (a) AFMにより決定した面積関数を利用可能
 - 押込みデータからフレムコンプライアンスのみ決定
- (b) AFMによる面積関数がない
 - 押込みデータ解析の組みあわせ反復手法により面積関数とフレムコンプライアンスを決定

- ・ 理論値(下の点線)と、AFMから決定した面積関数(上の点線)の比較
 - 不一致



②-1 (a)の手法の詳細および結果

- ・ 弾性特性既知の参照材料(w)に対する高荷重での押込み

図 5.8 決定した面積関数および

理論面積関数の比較

↓
 押込みデータから C_t と w 、 h_c を決定

C_t : 押込み曲線 除荷部の接線の傾きの逆数
 h_c : 接触点高さ、(4)式より

- ↓
 ・ AFMによる圧子面積関数 $A_c(h_c)$ より A_c 算出

- ↓
 ・ 次式より C_f 算出, $C_f = C_t - C_s = C_t - \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{1}{E_r \sqrt{A_c}}$ (15)

- ↓
 ・ C_f を用いて押込みデータを補正

●結果として得られたフレイムコンプライアンス $C_f = 0.46 \pm 0.032 \text{ nm/mN}$

↑
理想形状を想定したケースの $C_f: 0.37 \pm 0.03 \text{ nm/mN}$
(約20%の差)

②-2 (b)の手法の詳細および結果

- フレイムコンプライアンス: W の高荷重押込みデータから C_t と $1/\sqrt{A_c}$ のプロットを作成し、その切片として C_f の初期値を決定する。(Oliver-Pharr法と同一)
- ↓
圧子面積関数: 溶融石英の低荷重押込みデータから、(16)式を用いて各荷重での接触面積を算出する。
$$A = \frac{\pi}{4} \frac{1}{E_r^2 (C_t - C_f)^2} \quad (16)$$
- ↓
各荷重で算出した A データに対して、 $A = a \left(\frac{h-b}{h_{max}} \right)^c \quad (17)$ による近似を行い面積関数を決定

●Oliver-Pharr 手法との相違

- (1) フレイムコンプライアンスと面積関数の決定にそれぞれ異なる条件(参照材料および荷重)を適用
- (2) 面積関数の形式としてより簡易な式を使用

- 決定した面積関数(細かい実線)はAFMの測定結果(上の点線)とほぼ一致

- (b)の手法で決定した C_f は $0.47 \pm 0.047 \text{ nm/mN}$,

(a)の値とほぼ一致

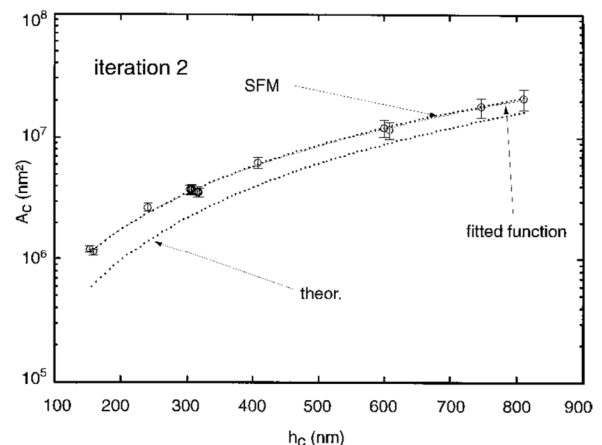


図 5.8 (再掲)