# 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

・圧子面積関数の決定方法について：①AFM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手法，を提案

・②の組み合わせ反復手法で求めたフレームコンプライアンスは，①の手法で得られたフレームコンプライアンスとほぼ一致．

## 5.2 実験

### ①AFM による圧子面積関数の直接測定

**●原理**

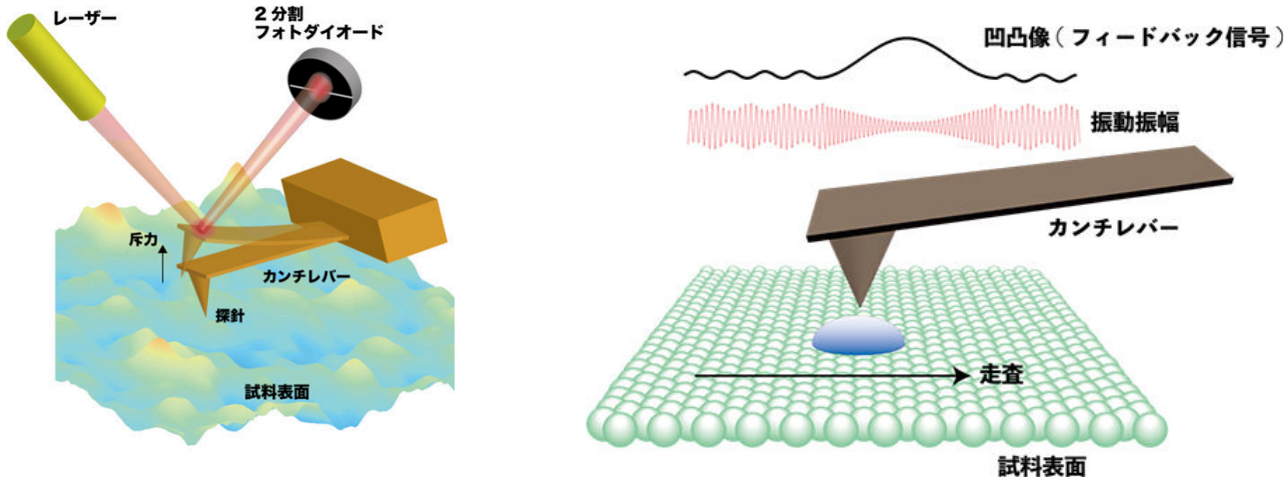



図 5.1 AFM の原理

・試料の表面に対して探針（プローブ）を接近させる．

・探針先端と試料表面の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 → 変位を光てこで検出

・ピエゾ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X-Y方向で探針を 1 走査する．

## ●本研究で用いた AFM 装置

・測定範囲: X 70μm, Y·Z 15μm

・分解能: X 1.2nm, Y, Z 0.2nm

・X·Y·Z 軸それぞれに装着された静電容量式変位計とレーザー干渉計により，変位計の非線形性を補正．

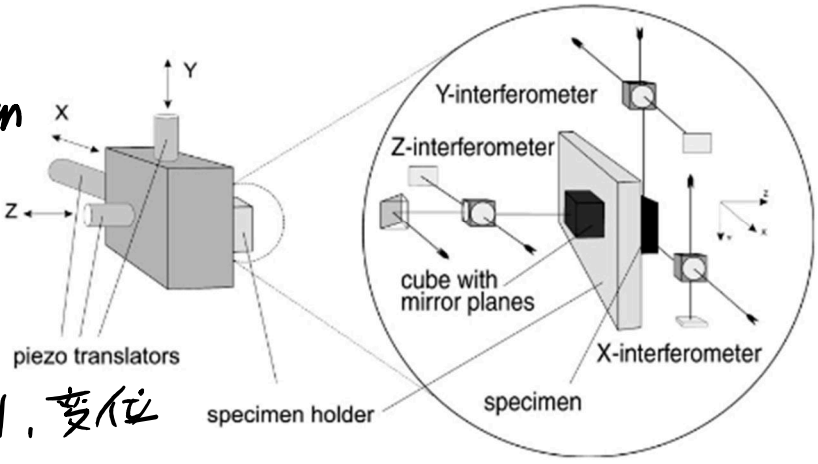


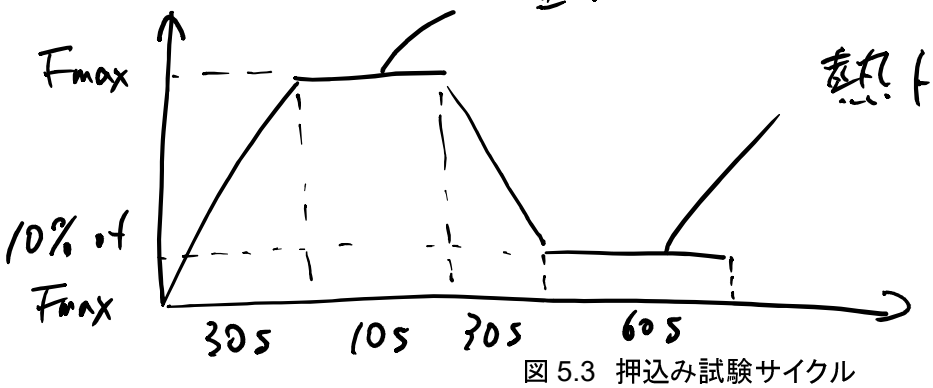

図 5.2 AFM 装置の模式図

### ②押込み試験

・参照材料: (1) 単結晶タングステン (E = 410GPa, ν = 0.28)
(2) 溶融石英 (E = 72GPa, ν = 0.17)

・圧子: 修正バーコビッチ圧子 (Ei = 1141GPa, ν = 0.07)

・押込み試験サイクル:




理想的な変形の促進

熱ドリフトの検証

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

$$P = a(h-b)^m \quad (1)$$

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

$$h_i = h_{\max} - \frac{P_{\max}}{S} \quad (3)$$

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

$$A_c = F(h_c) \quad (5)$$

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2}\frac{S}{\sqrt{A_c}} \quad (6)$$

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-\nu_s^2}{E_s} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i} \quad (7)$$

## 5.3 圧子面積関数の決定

### ①AFM による面積関数の決定

- 回帰曲線

$\sqrt{A_c} = a \cdot h_c + b$ (8)

$[h_c > 100\,nm]$

- 理論曲線

$\sqrt{A_c} = \sqrt{12.5}\, h_c^2$ (9)

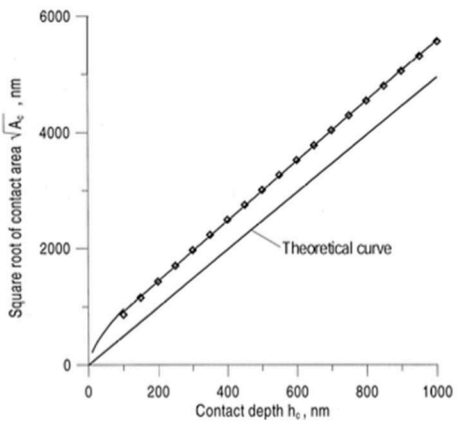



図 5.4 バーコビッチ圧子の面積関数

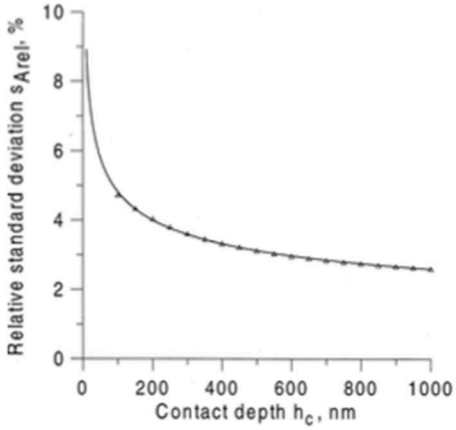



図 5.5 バーコビッチ圧子の繰り返し測定における相対標準偏差

- $h_c < 100\,nm$ では先端の丸みにより非線形的に

- 相対標準偏差 $S_{Arel}$ も、$h_c < 100\,nm$ で急激に上昇

$$S_{Arel} = \frac{S_A}{\sqrt{n}\, A_c}$$

$S_A$：8 回の測定における圧子面積の標準偏差

⇩

- AFM による圧子面積関数の相対不確かさ $U_{rel}$

→ $h_c = 200\,nm$ で $U_{rel} = 8\%$, $1000\,nm$ で $6\%$

### ●球圧子における面積関数の決定

- ナノインデンテーションに球圧子の重要性、

→ Hertz の弾性接触理論（球と平面の接触）を適用することで、純粋な弾性接触データを得られる.

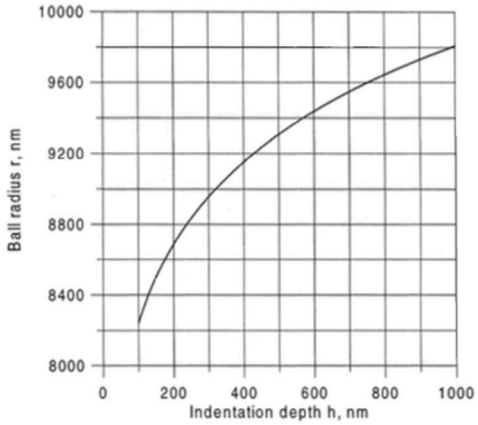



図 5.6 球圧子半径の AFM 測定

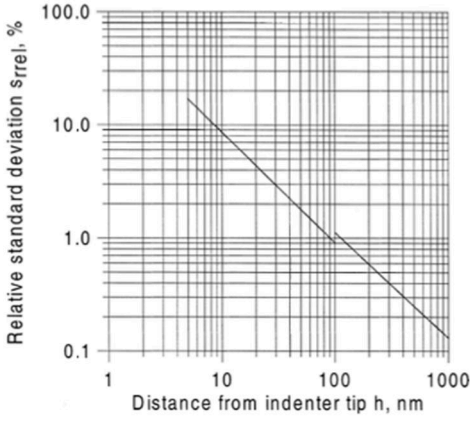



図 5.7 球圧子の繰り返し測定における相対標準偏差

- 球直径 20 μm (=半径 10000 nm) の球圧子先端の AFM 測定結果

- $h = 100\,nm$ では 8250 nm … 公称半径よりかなり小さい

$h = 1000\,nm$ で 9800 nm

- $U_{rel}$ は $h = 20\,nm$ で 9%, $1000\,nm$ では 0.3%

**②押込み手法**

**●2 つの手法を提案**

(a) AFMによって決定された面積関数が利用可能な場合
→押込みデータからフレームコンプライアンスのみを決定

(b) AFMによる面積関数がない場合
→押込みデータ解析の組み合わせも反復手法により面積関数とフレームコンプライアンスを同時に決定

理論値とAFMから決定した面積関数
→一致せず.

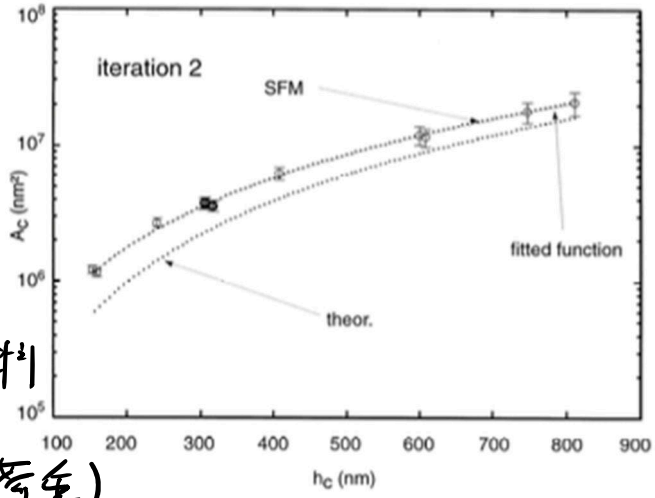



図 5.8 決定した面積関数および理論面積関数の比較

**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単結晶, 大荷重)に対する押込み

↓

・押込みデータから $C_t$ および $h_c$ を算出
$C_t$：押込み曲線の除荷曲線の接線の傾きの逆数
$h_c$：前述の(4)式

↓

反復 ・AFMによる圧子面積関数から $A_c$ 算出

↓

・(15)式から $C_f$ 算出

$$C_f = C_t - C_s = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{1}{E_r \sqrt{A_c}} \qquad (15)$$

↓

・$C_f$ を用いて押込みデータを補正

**●結果として得られたフレームコンプライアンス**　$C_f = 0.46 \pm 0.03\ \mathrm{nm/mN}$

⇕

圧子面積関数をバーコビッチの理想形状としたときの $C_f = 0.37 \pm 0.03\ \mathrm{nm/mN}$ … 約20%の差

**②-2　(b)の手法の詳細および結果**

・フレームコンプライアンス：Wの大荷重押込みデータから、$C_t$ と $1/\sqrt{A_c}$ のプロットの切片として $C_f$ を決定
（Oliver-Pharrと同一手法）

↓

・圧子面積関数：溶融石英の10～180 mNでの押込みデータから、(16)式を用いて各荷重での接触面積を算出

$$A_c = \frac{\pi}{4} \frac{1}{E_r^2 (C_t - C_f)^2} \quad (16)$$

↓

・各荷重の一連の接触面積データに対して、(17)式による近似を行う＝面積関数とする

$$A_c = a \left( \frac{h_c - b}{h_{max}} \right)^c$$

**●Oliver-Pharr手法との相違**

(1) 2本重の参照材料の使用

(2) 簡易な面積関数

・決定された面積関数は、AFMの測定結果と非常に近い。

・(b)より得られた $C_f$ は $0.47 \pm 0.047\ \mathrm{nm/mN}$ で、(a)とほぼ一致。

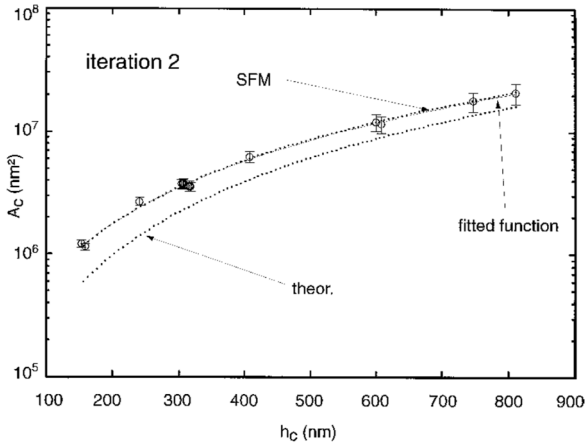



図 5.8（再掲）