

普及型超微小硬さ測定機の開発

荻野重人* 七理冬彦**

Development of a Spread Type Super-microscopic Hardness Measuring Machine

OGINO Shigeto*, HICHIRI Fuyuhiko**

抄録

普及型超微小硬さ測定機を試作した。超微小硬さ測定は、圧子押込変位量・圧子押込荷重値の両データが必要である。変位量は、本試作機に設置された静電容量型変位センサーにより得ることができるが、荷重値はセンサーを搭載していないので得ることができない。そこで、圧電型ロードセルを用いてコイル発生荷重を計測したところ、コイルに流す電流値と発生荷重が比例関係にあることが分かった。これにより、ガラスの超微小硬さ測定結果を得ることができた。また、加速度ピックアップとインパルスハンマを用いた振動計測により共振周波数1562.5Hzを得て、通常使用環境において問題がないことを確認した。

キーワード：超微小硬さ，インデンター，ナノ，硬さ，ヤング率

1 はじめに

近年の産業界におけるDLC、クロムナイトライド等の表面処理技術の進展は著しいものがある。表面処理の技術は、製品寿命や機能・付加価値を左右する重要項目であり、特性評価と解析を速やかに行うことが研究開発・品質管理において重要な課題となっている。

従来から行われている硬さ試験として「ビッカース硬さ試験」がある。これは、正四角錐のビッカースダイヤモンド圧子に荷重をかけ試料表面に押し込み、除荷後の残留くぼみにより硬さ値を求める方法である。しかし、この方法では近年の1 μ m以下の高機能薄膜には、測定荷重が大きすぎて（膜を突き抜ける）測定することができない。

そこで、近年注目されている方法として超微小硬さ測定（ナノインデンテーション試験）がある。これは、圧子押込荷重を連続的に増加・減少させ、

荷重のかけた状態での押し込み深さを同時に計測する試験方法である。このときに得られる「押し込み荷重と深さの曲線データ」を解析することにより、硬さ値やヤング率を求めることができる¹⁾。この方法では、1 μ m以下の薄膜の測定でも圧子が下地に到達することなく、薄膜のみの硬さ値等を測定することが可能になる。この試験方法は、2002年ISO14577でマルテンス硬さ（HM）として規格化されている。

しかし、薄膜の高度化・高機能化により膜厚もますます薄膜化が進み、それに伴い超微小硬さ測定機に求められるスペックも高いものが要求されている。そのため、既存の超微小硬さ測定機メーカーが開発する新製品は、数千万円もするような非常に高価な測定機となってしまっている。このため薄膜を開発する企業には、中小企業はもとより、大手企業においても、開発や品質管理において十分な台数の超微小硬さ測定機を確保することは困難である。

そこで、従来機を大幅にコストダウンする「普

* 技術支援室（現 事業化支援室）

** 株式会社フィッシャー・インストルメンツ

及型超微小硬さ測定機」を開発する。

手法の概略は、

- ①ダウンサイジング：装置の大幅な小型化をはかり、コストダウンや耐振動性アップをはかる。
- ②余計な機能の削除：頻度の少ない機能は省く。
- ③圧子を押し込む荷重発生機構の新規開発：新機構により高性能を維持したままコストダウンをはかる。

2 実験方法

コイルの電磁力を利用した超微小硬さ測定機を試作した。図1に装置を示す。この測定機を用いて、各種実験を行った。



図1 試作した超微小硬さ測定機

2.1 電流による押込荷重制御

図2のように、圧子押込部の反対側（圧子の受け側）に圧電型ロードセルを設置し、荷重発生コイルの電流を0Aから徐々に増やしていき、圧子で圧電型ロードセルを押し込んだ。その時の電流値および発生荷重を同時に計測し、グラフにプロットした。

<使用機器>

- ・シグナルコンディショナー：PCB社製 484B
- ・圧電型ロードセル：PCB社製 209M78



図2 発生荷重の測定

2.2 ガラスの測定

圧子押込部に稜角115°のベルコピッチ圧子（三角錐）を取り付け、図3の様に標準ガラス（フィッシャー社）を設置した。この状態で、コイル電流を0Aから徐々に増やしていき、ガラスに圧子押込を行った。その時、圧子押込量を装置に設置された静電容量変位センサーにより測定し、同時に電流値を読み取った。変位・電流値を用い、超微小硬さグラフを作成した。

<測定条件>

増荷ステップ：0.072N

除荷ステップ：0.072N

増荷ステップサイクル：10ms

除荷ステップサイクル：10ms



図3 標準ガラスの測定

2.3 共振周波数の測定

図4の様に加速度ピックアップを圧子押込ユニットに設置し、インパルスハンマにより装置筐体に衝撃を加え共振周波数の測定を行った。データ

をFFT解析（窓関数：ハンニング）し、グラフ化した。

<使用機器>

- ・計測システム：リオン社製 SA-A1FTB4
- ・加速度ピックアップ：リオン社製 PV-08A
- ・インパルスハンマ：DYTRAN 社製 5800SL



図4 共振周波数測定

3 結果及び考察

3.1 電流による押込荷重制御

結果を図5に示す。横軸が電流（A）、縦軸が荷重（N）となっている。電流に対して荷重が比例しているのが分かった。これにより、予め電流値と発生荷重を校正して、電流値により発生荷重を制御することができた。

超微小硬さ測定は、連続的な変位量と連続的な荷重値により行われる。変位量は本装置に設置された静電容量変位センサーにより求まるので、この発生荷重制御値により超微小硬さ測定が可能となった。

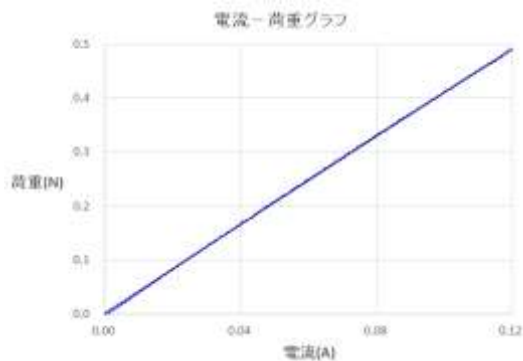


図5 コイル電流—発生荷重

3.2 ガラスの測定

図6に測定結果を示す。横軸は圧子押込量（ μm ）、縦軸は荷重（N）となっている。一般的に、左側は圧子押込曲線であり弾性・塑性の両成分を含んでいる。右側は、圧子戻り曲線であり、弾性成分のみで塑性成分を含まない。

現状では、硬さ値・ヤング率の算出は行っていない。

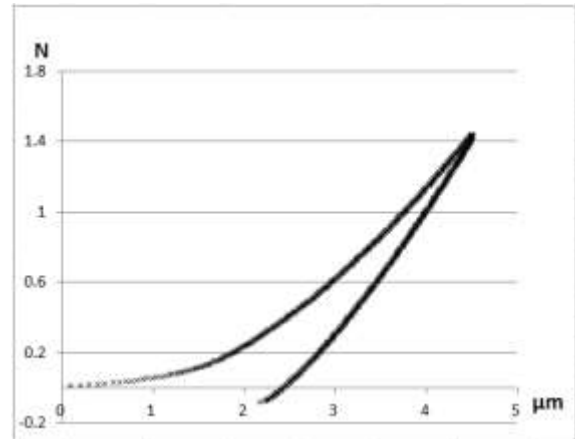


図6 ガラスの測定

3.3 共振周波数の測定

図7に結果を示す。横軸が周波数（Hz）、縦軸が振幅比である。1562.5Hz に共振点が見受けられた。

加速度ピックアップを取り付けた圧子押込部は、ナノオーダーの押込を行うため、振動の影響を受けやすい。しかし、共振周波数が1562.5Hzと高いので、通常の使用環境において共振による影響は少ないと考えられる。



図7 共振周波数

4 まとめ

製品化に向け今後は、測定プログラムを製作する。

仕様として、

- ①測定条件の設定
- ②測定結果グラフの表示
- ③硬さ値・ヤング率の算出結果表示
- ④データの保存

ができるようにする。

(1) 電流による押込荷重制御が可能であった。

コイルに電流が流れてその力を受け圧子が押し込まれ、静電容量型変位センサーにより圧子変位量が計測される。電流値と変位量の同時計測の生データは、電流値と変位量に 10ms 程のデータずれ（遅れ）が観られる。この原因と影響を、今後、解明する必要がある。

(2) 標準ガラスの超微小硬さ測定ができた。

・測定条件で増荷ステップを 0.004N 以下にすると、押し込んでいる圧子が一瞬戻ってしまう現象が観られた。また、0.09N 以上にすると測定曲線に歪みが観られた。これらの原因究明と、さらなる最適測定条件を探る必要がある。

・測定物により硬さが異なるので、最適測定条件も様々であると考えられる。それぞれの測定物における最適測定条件のデータ取りを行う必要がある。

(3) 試作機の共振周波数は 1562.5Hz であった。

共振周波数が高くとも振動に弱いことにかわりはない。今後、振動対策を行っていきたい。

5 謝辞

本研究は、平成 27 年度に公益財団法人 JKA の「公設工業試験研究所等における協同研究補助事業」（オートレースの補助、27-104）を受けて実施したものです。

参考文献

- 1) 片山繁雄：ナノインデンテーション試験の軟質材・軟質被膜への応用，材料試験技術，**54** No. 2, 4(2009)107