

# ナノスケールで硬さを可視化する 超微小押し込み 硬さ試験機

都産技研城南支所の先端計測加工ラボでは、ロックウェル硬さ試験機やビッカース硬さ試験機、マイクロビッカース硬さ試験機とともに、「超微小押し込み硬さ試験機」を所有しています。その大きな特長は、圧痕を測定するのではなく、押し込み深さから評価を行うという点です。そのため、ほかの硬さ試験機と比べて極低荷重領域の測定が可能です。多様な分野で活用が進む「超微小押し込み硬さ試験機」の利用状況とメリットを紹介します。

## ビッカース硬さ試験より 極低荷重領域に対応

金属をはじめとした、ものの硬さを測定する試験では、圧子の押し込みによって生じた圧痕の幅から硬さを測定する「ビッカース硬さ試験」が、品質管理や製品スペックの指標として広く採用されています。ただし、弱い荷重で押し込んだ場合、圧痕が見えず計測が困難です。また、圧痕幅の計測における個人差の影響が大きくなるといった課題もあります。加えて近年は、めっきをはじめとする表面処理技術が進化を遂げ、計測対象となる表面層が極めて薄くなってきています。このような薄い部位の測定には、下地の影響を避けるため、非常に弱い荷重で試験を行い表面のわずかな変化を高精度で計測できる装置が必要です。

そこで有効なのが、城南支所が保有する「超微小押し込み硬さ試験機」です。特長は、低荷重で押し込みながら、圧子が試料表面に入っていく際の押し込み深さから荷重-変位曲線のデータを取れる点です。母材の影響を受けることが少ないため、ビッカース硬さ試験などでは難しい薄いサンプルや柔らかい樹脂および多層面でも測定できます。そのため、数 $\mu\text{m}$ の微小領域やナノレベルの薄膜の特性評価、非常に軟質な有機材料などの開発や品質管理に有効なほか、特許出願時の記載事項として測定データが活用されるケースも出てきています。

## 「硬さ」「弾性率」など 多角的な評価が可能

ものづくりにおける利用状況としては、大学や企業などでの研究開発に使

われることが多い中、近年では品質管理上のエビデンスとして超微小押し込み硬さ試験機での測定データの提出を求められるケースもあり、中小企業の間でも知名度が高まりつつあります。そのほか、有機ELをはじめとして、薄くて軽い最先端の有機材料の硬さを評価するニーズもあります。

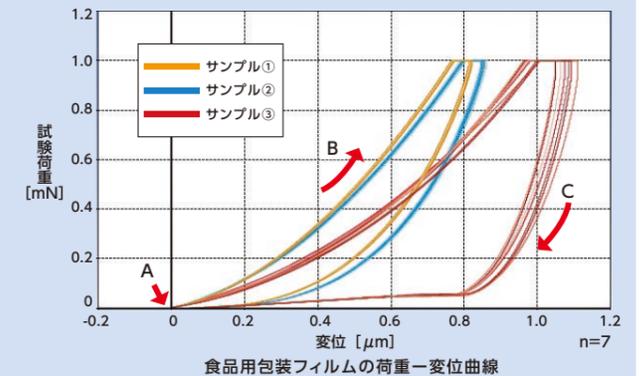
城南支所では、レンズの表面処理や、めっきなどの各種コーティング、樹脂やフィルムなど多様な分野の依頼試験に対応しています。超微小押し込み硬さ試験機では、荷重に伴う時間的な変位曲線のデータも取れるため、どの段階でどう変形するかといった材料特性の評価や弾性率も算出可能です。

製品化に近いフェーズでは、工具類の表面コーティングや、鋼材に施されたダイヤモンドライクカーボン(DLC)の膜など、表面硬度の評価や品質管理に利用されています。DLCに関しては、硬い膜は一定以上の力によってクラッシュする可能性もあるため、同じDLCでも柔らかく復元性のある物性へのニーズも高まっています。その点、超微小押し込み硬さ試験機は、荷重-変位曲線から物性評価につなげることができ、多角的な評価が可能です。

## 試験事例 1 サンプル：食品用包装フィルム

右の図は複数の食品用包装フィルムの荷重-変位曲線です。圧子が当たった瞬間を基点(A)として、荷重を高めて圧子を押し込むとグラフ上で最初の曲線(左側B群)が表れます。その後、最大荷重として設定した1mNまで押し込んで保持します。次に荷重を減らしていくと別の曲線(右側C群)が表れますが、C群の曲線は荷重をゼロにしても基点Aには戻らず、B群とは別の軌道を描きます。C群の曲線から塑性変形量がわかります。

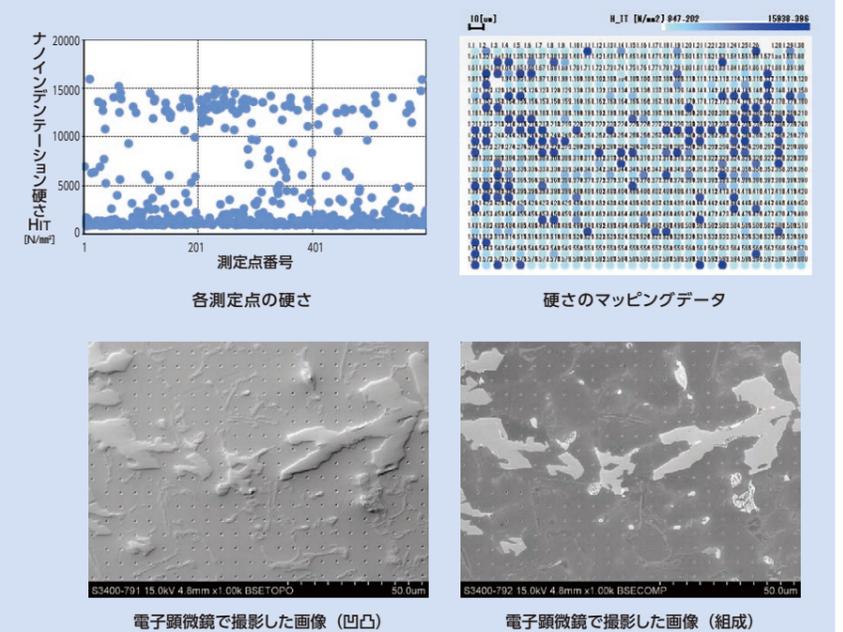
この試験では、曲線からわかる個別の変位量に明確な差異が出ています。1,000分の1mm単位の差が可視化されており、極めて高い精度と再現性のもとで評価可能であることがわかります。



## 試験事例 2 サンプル：アルミニウム鋳造合金

合金は複数の金属が混ざり合っているため、場所によって硬さに違いが生じます。アルミ合金の場合、鉄が不純物として入ると、鉄を主体とする硬い化合物ができ、そこからクラックが入って割れることもあります。そこで硬さのマッピングデータを取ると、それぞれの領域に応じた硬さの分布が一目瞭然になります。右の例は30×20の600点を測定した結果で、マッピングデータから、柔らかいアルミ(薄い色)と硬い鉄(濃い色)の分布を確認できます。組成を調べる上で、走査電子顕微鏡などと組み合わせて評価することも可能です。

なお、マッピングデータの信頼性を高める重要なファクターが“x軸”と“y軸”の位置決め精度です。城南支所の超微小押し込み硬さ試験機は $\pm 0.3\mu\text{m}$ と極めて精度が高く、“z軸”での精緻な変位量測定と併せて、鋼材の表面硬化や高周波焼入れ、表面窒化など、極めて薄い硬化層の硬さ分布測定などにも有効です。



## 蓄積されたノウハウを 次なる評価・試験に還元

測定は数個単位から数十個単位まで対応できるため、条件を変えて試作したサンプルの比較にも有効です。さらには、[試験事例2]のようにマッピングにも対応し、一試料における詳細な硬さの分布を測定することもできます。

超微小押し込み硬さ試験では測定条件出しが重要になります。城南支所では、これまでに実施した超微小押し

込み硬さ試験の経験から、試料に応じた装置への固定方法、荷重の条件設定、押し込み深さの設定方法など、多様なノウハウが蓄積されています。依頼試験では、ご希望に応じてお客さまに立ち会っていただき、お客さまのサンプルの測定箇所・測定荷重などをご相談しながら試験実施状況を見ていただき測定を行うことが多いです。評価の可否を探るトライアルとして相談を受けることも可能ですので、まずはお気軽にご相談ください。

■料金表

試験項目	中小企業	一般
試験点数 5点につき	2,740円	5,480円
同一試料で5点を超える場合 1試験点につき	520円	1,040円

■依頼試験試算例  
中小企業が一つの試料を5×5点でマッピングする場合

試験点：5×5=25点
最初の5点：2,740円
残り20点：520円×20点=10,400円
合計 13,140円

お問い合わせ 城南支所  
TEL 03-3733-6233

■超微小押し込み硬さ試験機的主要仕様  
(株式会社エリオニクス [ENT-2100])

圧子荷重範囲	5 $\mu\text{N}$ ~ 100 mN
荷重分解能	3.92 nN
測定位置決め精度	$\pm 0.3\mu\text{m}$