

平成 30 年 9 月 25 日現在

機関番号：82626

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2014～2016

課題番号：26630326

研究課題名(和文) 触覚型プローブによる顕微インデンテーション計測システムに関する研究

研究課題名(英文) Development of a Novel Haptic Probe for Instrumented Indentation Microscope System

研究代表者

宮島 達也 (Miyajima, Tatsuya)

国立研究開発法人産業技術総合研究所・構造材料研究部門・主任研究員

研究者番号：10358129

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,000,000円

研究成果の概要(和文)：マイクロ・ナノ領域における力学物性の定量評価を実現するため、圧子と試験体表面との接触で発生する圧子背面変位分布(Back-face Displacement Profile, BDP)を利用する新しい触覚型圧子に関する技術を開発した。有限要素法解析及びモデル実験により、圧子圧入過程の圧子背面変位分布がナノ領域における触覚パラメータとして有用であることを明らかにし、走査型プローブ顕微鏡を活用した新しいナノ顕微インデンテーション計測システムの重要な技術要素となる多機能型圧子に関する重要な基礎的知見を得た。

研究成果の概要(英文)：A novel sensing technique for the instrumented indentation microscope is proposed for characterizing the mechanical properties of materials in nano/micro regimes by the use of scanning probe microscope. The key issue of this technique is determining the back-face displacement profile (BDP) of the novel multifunctional haptic indenter during indentation contact in situ. The finite element analysis (FEA) is utilized for that scanning probe microscope is capable of determining in a quantitative manner the back-face displacement profile of the haptic indenter.

研究分野：材料工学

キーワード：ナノマイクロ構造解析・評価・試験法 インデンテーション 力学物性 圧子 押し込み試験

1. 研究開始当初の背景

(1) 押し込み試験用の微小圧子をセンサとして利用する「多機能型圧子」は、圧子力学として体系化された分野において報告者らが提案した比較的新しい概念である。圧子圧入に対する測定試料の力学刺激応答として「圧子接触面積」を光学的にその場で定量計測する技術はその代表例であり、ダイヤモンドやサファイア等の単結晶セラミックスが有する機械的特性(高剛性、耐摩耗性)と光学的特性(透光性)とを協働させることにより達成される。計測原理が顕微方式であるため、この計測法を顕微インデンテーション法、装置名を顕微インデーターと命名し、その優位性・有用性を実証してきた(引用文献参照)。しかしながら、レンズを用いて可視光をスポット状に絞り像観察する方式の光学顕微鏡の水平方向の分解能は、光が持つ波動性に起因する回折限界があるため、原理上、可視光の波長の半分以下であるサブミクロンに限定される。このため、光学顕微鏡を用いてナノ領域の力学刺激応答特性を計測することは困難である。

(2) 一方、圧子圧入に対する測定試料の力学刺激応答として、ナノ領域で「窪みの深さ(圧子圧入量)」を計測する計装化ナノインデンテーション試験法が広く知られている。この試験技術で用いられている解析法では圧子圧入量と負荷荷重との関係から圧子接触面積を推算する汎用弾性近似法が用いられているが、圧子圧入部近傍の表面が「盛り上がり型」を示す材料の接触面積を知ることができないという最大の弱点を抱えている。圧子圧入量計測式計装化ナノインデンテーション法は、この接触面積問題が存在するため計測対象が極めて限定されている(引用文献参照)。

2. 研究の目的

(1) シミュレーションによる基本原理確認  
 ナノ領域における接触面積問題を解決する新方式の顕微インデーターを開発する。圧子圧入に対する試料の力学刺激応答として圧子の背面変位分布を活用するセンサ技術を確認することが課題である。未知試料の力学特性を反映し、圧子自体が変形する挙動をナノ領域で評価できる多機能型圧子について、数値解析の手法によって原理を確認する。

(2) ミクロ域でのモデル実験による検証

ミクロ領域において既に計測技術が確立している計測機器類を使用し、中実な圧子の背面変位分布計測法がセンサとして機能するかどうかをミクロ領域のモデル実験を行うことにより検証する。

3. 研究の方法

(1) 有限要素解析 (FEA)

圧子と試験体表面との「接触」を有限要素法(大規模構造解析ソルバ(FrotISTR))を用い、非線形静解析とステップ解析を組み合わせ

せて演算を実行した。有限要素法における前処理として、汎用ソフトウェア(CAD)を用いてモデル作成とメッシュ作成を実施した。さらに、有限要素解析後の処理として、汎用可視化ソフトウェアを用いて計算結果を図示させた。本研究では中実な球面体及び円錐体を圧子とした場合を検証した。基本となる半球体および円錐体の半径を一定値とし、圧子高さHや試験体との弾性率比を変化させた条件下で、試験体や圧子背面に発生する応力・歪み、背面変位分布を数値解析した(図1)。

(2) モデル実験

接触に対する測定試料の刺激応答として注目する背面変位分布が実測できる装置(レーザープローブ式顕微インデーター)を構築した。非接触式の高精度レーザー変位計と自動微動機構を組み合わせたものであり、垂直方向の分解能は走査型プローブ顕微鏡のそれよりも3桁程度劣る。しかし、センサ機能発現を検証することを目的とするには充分であり、負荷状態にある圧子背面をスキャンさせて変位分布をマッピングすることができる。圧子の材質としては、微小負荷により発生する変位量を高める目的で樹脂(ポリウレタンゲル、均質中実体)を選択した。

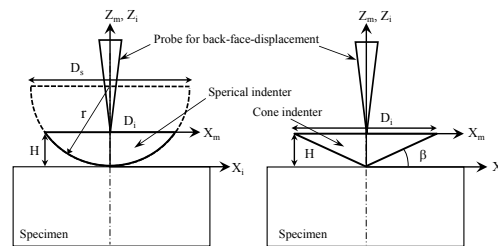


図1 多機能型圧子(触覚プローブ)によるナノ顕微インデーターの接触部

4. 研究成果

(1) 有限要素法による圧子背面変位分布の数値解析

球面圧子の形状は、直径D、半径rである中実の球体(Sphere)の表面とし、直径Dを固定し、高さHを種々に変化させた。代表的な値としては、直径Dは10.0μm、圧子高さHは2.50μm(1/4D-sphere)である。さらに、円錐圧子の形状は面傾斜角βが19.7度である中実の円錐(Cone)とし、円錐圧子背面の円の直径Dは10.0μm、圧子背面の高さHは1.76μmとした(図1)。

一方、試験体としては、圧子と接触する面の縦Bと横Wが正方形である中実の直方体形状とした。代表的な値としては、縦Bと横Wは10.0μm、高さhは5.0μmとした。有限要素法のモデル・メッシュ作成においては、圧子と試験体を合わせた要素数が約6万から約10万程度になるようにメッシュ分割した。代表的な解析例は、圧子(球面、円錐)のヤング率E<sub>i</sub>を100MPaに固定し、試験体のヤング率E<sub>s</sub>を250MPaから1500MPaまで変化させた。試験体表面への圧子圧入量の代表値としては、

50nm から 500nm 程度である。

図 2 は、球面圧子について有限要素解析した結果の一例であり、球面圧子と試験体ともにヤング率が同じ値 ( $E_i=1000\text{MPa}$ ) とし、試験体への押し込み量を種々変化させた条件における結果である。この図では、球面圧子の背面変位に注目し、接触中心の背面を原点とし、その点からの距離  $L$  を  $X$  軸とした背面変位分布が重ねて描かれている。

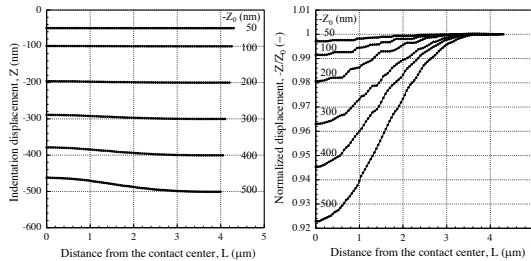


図 2 球面圧子の背面変位分布。Z: 試験体表面からの圧子圧入深さ (負の符号は接触点が原点である押し込みを意味する)

接触部位及び圧子背面に関する座標系は図 1 に示した。圧子圧入による接触は、圧子先端を試験体表面に押し込むため、圧子背面と試験体との間隔は狭くなり、圧子背面の  $Z$  軸変位量はマイナスの符号をとる。なお、図 2 の右側の図は、左図に示された各圧入条件での背面変位に対し、試験体への圧入量の設定値  $Z_0$  で規格化した背面変位分布図である。

各条件における変位分布の解析結果からは、接触開始前は平面であった圧子背面は圧子圧入量が増大するに従いもはや平面では無くなることが読み取れる。すなわち、設定値  $Z_0$  からの乖離が発生し、そのズレ  $\Delta Z$  は背面が隆起するように盛り上がっていること、その最大値は接触点の真裏の背面 ( $X=0$ ) であることが判る。圧子背面の隆起量は、試験体への押し込み量と正の相関関係があり、一例としては、圧入量 500nm に対し接触点の背面では 37.6nm の隆起があることが判った。

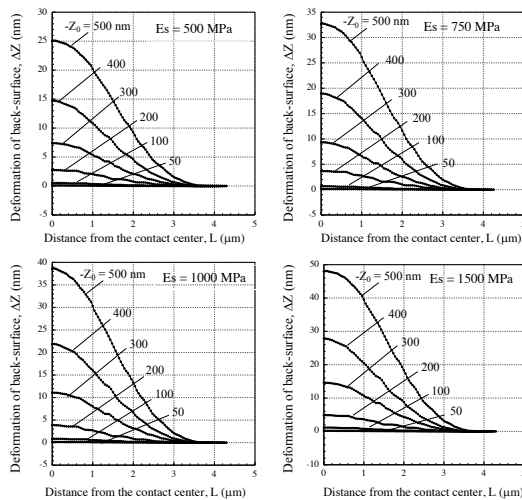


図 3 ヤング率と背面変位分布の関係 (球面圧子、先端曲率半径  $r: 5.0\mu\text{m}$ )

図 3 は、球面圧子のヤング率  $E_i$  を  $1000\text{MPa}$  に固定した条件で、試験体のヤング率  $E_s$  を種々に変化させ ( $500, 750, 1000, 1500\text{MPa}$ )、さらに、圧子先端の試験体表面への圧入量を種々に増大させた系 ( $50, 100, 200, 300, 400, 500\text{nm}$ ) の数値解析の結果を重ねて表示した図である。有限要素解析では球面圧子の背面変位に注目しており、接触中心からの距離  $L$  を横軸として圧子の背面変位分布を示した。

この図から明確なことは、試験体のヤング率  $E_s$  が増大するに伴い、球面圧子背面の最大変位量が増大すること、さらに、球面圧子の背面で見られる隆起は試験体への押し込み量及び試験体と圧子とのヤング率比で一律に決まることである。これらのことは、圧子の背面変位分布が精密に計測できれば、測定試料の未知のヤング率を評価できることを意味している。すなわち、圧子背面変位及びその分布はセンサのパラメータとして有用性が高いことを見出した。

代表的な数値として、球面圧子の背面で見られる隆起は、試験体のヤング率が高い場合 ( $E_s=1500\text{MPa}$ )、試験体の接触点の背面において  $48.0\text{nm}$  であり、一方、ヤング率が低い場合 ( $E_s=250\text{MPa}$ ) では  $14.5\text{nm}$  の隆起があった。これらの数値は、市販の走査型プローブ顕微鏡 (SPM) の垂直分解能 ( $0.1\text{nm}$ ) よりも充分大きいと、高い精度で変位分布が実測できることを明らかにした。

図 4 は球面圧子と円錐圧子の無次元背面変位分布の比較である。圧子のヤング率 ( $E_i=1000\text{MPa}$ ) と圧入量 ( $Z_0=-500\text{nm}$ ) を一定値に固定した条件において、試験体のヤング率  $E_s$  を種々に変化させ、背面変位を有限要素解析した結果である。各プロファイルの形状は、圧子先端形状が鈍角である球面では緩やかであり、一方、鋭角である円錐では急峻であることが判る。

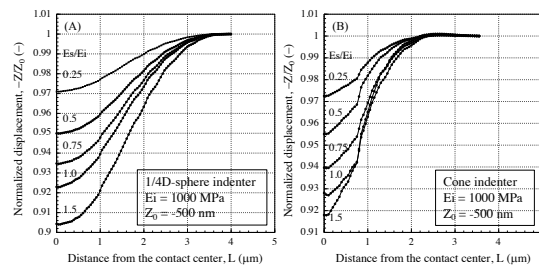


図 4 所定の圧子圧入量における圧子背面変位分布: (A) 球面圧子、(B) 円錐圧子、圧子ヤング率:  $E_i=1000\text{MPa}$ 、圧子圧入量:  $Z_0=500\text{nm}$

図 5 は、既知のヤング率を持つ球面圧子を用いた顕微インデンテーション試験の結果から、未知試料の試験体のヤング率を評価するための図であり、一種の検量線と言える。上述したように、一定の圧子圧入条件下において圧子の背面で見られる隆起及びその分布形状は、試験体と圧子とのヤング率比で一律に決まる。したがって、図 5 中の矢印が例示す

るように、試験体への所定の押し込み量 ( $-Z_0$ ) を保持する実験において計測された圧子背面の隆起量  $\Delta Z$  から、試験体と圧子とのヤング率比  $E_s/E_i$  を求めることができ、さらに、その値に対して既知である圧子の弾性率  $E_i$  を積算することにより、最終的に未知試料の弾性率  $E_s$  を評価することが可能となる。

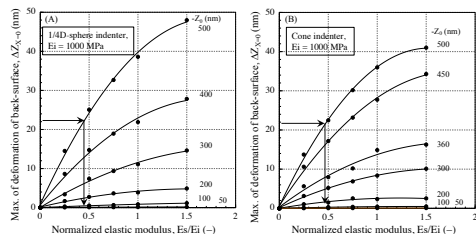


図 5 圧子背面の最大変位値から未知試料のヤング率を見積もるための検量線: (A) 球面圧子、(B) 円錐圧子

### (2) 圧子背面変位分布のモデル実験

マイクロ領域における接触のモデル実験として、弾性基板上の突起物を圧子 (ポリウレタンゲル、中実球面体) とし、レーザー光をプローブに選択した。弾性率を異にする種々の試料表面に接触させた圧子の背面変位分布を非接触式高精度レーザー変位計 (最小表示: 10nm) と自動微動機構組み合わせた装置により精密に計測した。図 6 は、定荷重制御方式 (3 水準) で負荷した実験結果の一例である。負荷状態にある背面変位分布が定量的に計測可能であること、変位分布が負荷に依存すること、さらに、分布形状が試験体のヤング率に依存し異なることなど有限要素解析と同様の結果が得られた。数値解析及びモデル実験を通し、ナノ領域における力学物性の定量評価を実現するための計測パラメータとして、中実圧子の背面変位分布は極めて有用であるという知見を得た。さらに、多機能型圧子は、走査型プローブ顕微鏡等を活用した新しいナノ顕微鏡システム計測システムの重要な技術要素であることを明らかにした。

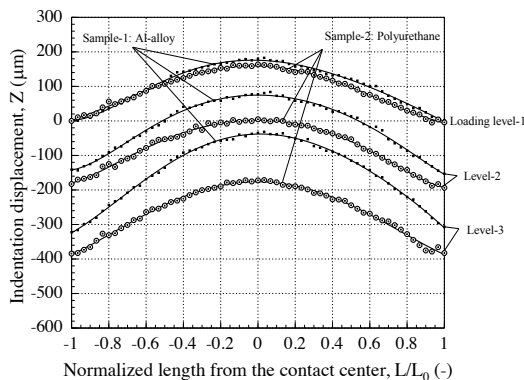


図 6 ポリウレタンゲル製球面圧子による背面変位分布の実測例: 測定試料 (アルミ合金、ポリウレタン)

<引用文献>

- ① 羽切教雄、逆井基次、宮島達也、“顕微インデントの開発と圧子力学への応用”、材料、Vol.56、No.6、2007、pp.510-515
- ② T. Miyajima and M. Sakai、“Optical indentation microscopy - a new family of instrumented indentation testing”、Phil. Mag.、Vol.86、Nos.33-35、2006、pp.5729-5737
- ③ 逆井基次、“粘弾性圧子力学の構築とマイクロ領域におけるレオロジー計測”、日本レオロジー学会誌、Vol.39、Nos.1-2、2011、pp.7-15

### 5. 主な発表論文等

[学会発表] (計 3 件)

- ① 宮島達也、“顕微インデントによる力学物性評価”、国際ナノテクノロジー総合展・技術会議 2017、2017 年 2 月 15 日、東京国際展示場 (東京都江東区)
- ② 宮島達也、名倉義幸、“マテリアルゲノム時代の材料設計ソリューション”、光とレーザーの科学技術フェア 2016、2016 年 11 月 15 日、科学技術館 (東京都千代田区)
- ③ 宮島達也、逆井基次、“顕微インデント計測システムの開発と各種材料の圧子力学”、光計測シンポジウム 2016、2016 年 10 月 28 日、機械振興会館 (東京都港区)

[図書] (計 2 件)

- ① 宮島達也 他、材料技術協会、動的粘弾性チャートの解釈事例集、(第 2 章 第 1 節、“顕微インデントによる粘弾特性の評価”)、2016、399 頁 (pp.35-44)
- ② 宮島達也 他、材料技術協会、高分子の残留応力対策 (第 3 章 第 7 節、“顕微インデントによる局所力学物性の評価”)、2017、480 頁 (pp.109-116)

[産業財産権]

○出願状況 (計 2 件)

名称: 力学特性試験方法及び計測装置、  
発明者: 宮島達也、権利者: 産業技術総合研究所、産業財産権の種類: 特許、特願 2017-126201、  
出願年月日: 2017 年 6 月 28 日、国内

名称: 力学特性試験方法及び計測装置、  
発明者: 宮島達也、権利者: 産業技術総合研究所、特許、PCT/JP2018/024193、国際出願年月日: 2018 年 6 月 26 日、国外

### 6. 研究組織

(1) 研究代表者

宮島達也 (MIYAJIMA Tatsuya)

産業技術総合研究所・構造材料研究部門・主任研究員

研究者番号: 10358129