# 有限要素法を活用したナノインデンテーション解析法の開発

Development of the Numerical Analysis for Nanoindentation Using the Finite Element Method

**Key-words**：Nanoindentation, Hardness, Elastic modulus, Yield stress, Finite element method, Numerical analysis

**赤津　隆**
Takashi AKATSU（Tokyo University of Technology）

## 1. はじめに　－ナノインデンテーション法とは？－

ナノインデンテーションは旧来の硬さ試験を拡張した力学特性評価法であり，圧子を圧入した周囲の局所的な力学特性が以下の手順（①～④）で評価される：①測定対象となる材料（試料）の平坦・平滑な表面に，②幾何学形状が正確な圧子を，③垂直に押込み（負荷，Loading）・引抜いた（除荷，Unloading）際の，④荷重 $P$ と変位 $h$ の関係を連続的に取得して描かれる $P$ - $h$ 曲線（図 1）を解析する．ナノインデンテーションは，Depth-Sensing Indentation または Instrumented Indentation とも記され，必ずしもナノメートルレベルでのインデンテーションに限定されない[1]が，小さな圧痕の寸法を高い精度で計測しなくても局所的な力学特性が評価できる利点から，基板上薄膜，コーティング，MEMS（Micro Electro Mechanical Systems）の微小部材等に適用される．さらに，ナノインデンテーションでは力学特性（硬さ，弾性率等）を場所ごとに評価できるため，図 2[2] のような微細なヘテロ組織を有する材料の力学特性マッピングも可能となる．

本稿では，$P$ - $h$ 曲線をどのように解析すればどのような力学特性が得られるか，という圧子力学の観点から，先端の鋭い圧子（Point-Sharp Indenter）を用いたインデンテーションの数値解析を中心に，有限要素法シミュレーションを駆使して開発したナノインデンテーション解析法を解説する．なお，圧子力学に関する歴史的な背景や基礎となる理論の詳細は逆井によって網羅的に解説されている[3]ので，参照されたい．

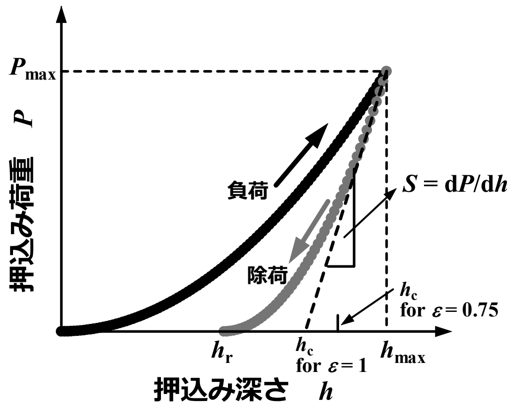


図 1　先端の鋭い圧子を用いたナノインデンテーションで得られる $P$ - $h$ 曲線（模式図）

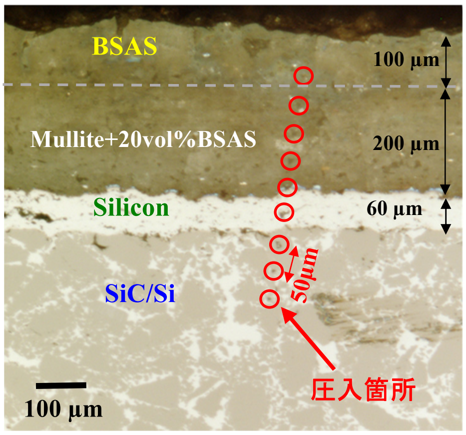


図 2　反応焼結 SiC 基板上耐環境 BSAS コーティング断面へのナノインデンテーション．円で囲んだ部分が圧入箇所であり，基板，Si 結合層，BSAS コーティングの特性が場所ごとに評価できる．

## 2. ナノインデンテーションの現在地　－ISO 規格－

ナノインデンテーションによる硬さと弾性率の評価は，Oliver と Pharr による測定法[4]を基に，国際規格 ISO 14577 として標準化されている[5)*1]．$P$ - $h$ 曲線の解析法の概略は以下の通り（①～⑥）である．

① 除荷曲線（図 1）をべき関数（次式）で近似する．

$$P = \alpha (h - h_r)^m \tag{1}$$

ここで，$h_r$ は残留押込み深さ（Residual depth）であるが，$\alpha$，$m$ とともにフィッティングパラメータとする．

② 最大押込み時のスティフネス $S$（Unloading slope）（図 1）を次式で求める．

$$S \equiv \left.\frac{dP}{dh}\right|_{h=h_{max}} = \alpha m (h_{max} - h_r)^{m-1} \tag{2}$$

ここで，$h_{max}$ は最大押込み深さである．

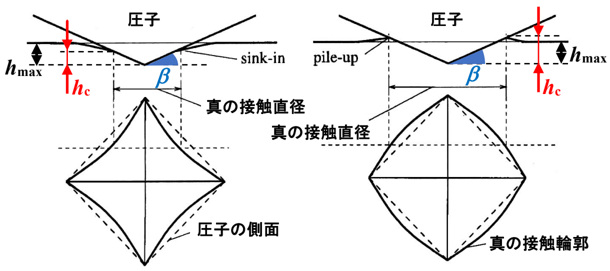


図 3　インデンテーション周囲の表面変形

③　$S$ を用いて接触深さ（Contact depth）$h_c$（図 3）を次式で求める.

$$h_c = h_{max} - \varepsilon \frac{P_{max}}{S} \tag{3}$$

ここで，$P_{max}$ は最大押込み荷重，$\varepsilon$ は圧子形状に依存するパラメータで，ナノインデンテーションによく用いられる三角錐形状の Berkovich 圧子*2 では 0.75 とする.

④　最大押込み時の接触投影断面積 $A_c$ を次式で求める.

$$A_c = g h_c^2 \tag{4}$$

ここで，$g$ は圧子形状に依存するパラメータであり，Berkovich 圧子の場合は 23.88 とする.

⑤　硬さ $H$ を次式で求める.

$$H = \frac{P_{max}}{A_c} \tag{5}$$

⑥　複合弾性率（Reduced modulus）$E_r$ は $S$ と $A_c$ を用いて次式で求める.

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A_c}} \tag{6}$$

試料の弾性率 $E$ は $E_r$ を用いて次式で求める.

$$E = \frac{1 - \nu^2}{\dfrac{1}{E_r} - \dfrac{1 - \nu_i^2}{E_i}} \tag{7}$$

ここで，$\nu$ は試料のポアソン比，$E_i$ と $\nu_i$ はそれぞれ圧子の弾性率とポアソン比であり，ダイヤモンド製圧子の場合，$E_i = 1140$ GPa，$\nu_i = 0.07$ となる.

上記①～⑥によって硬さと弾性率が求められるが，それらを正確に評価するには，バネ補正，コンプライアンス補正および面積関数補正を行う（カップリングの問題により，収束するまで上記の補正を交互に繰り返す）必要がある．詳細は ISO 14577 を参照されたい.

## 3. 圧子力学　―ISO 規格の基となる理論[3]―

Vickers 硬さ $HV$ は次式で算出される.

$$HV = \frac{P_{max}}{A_r} \tag{8}$$

ここで，$A_r$ は残留圧痕の投影断面積である．(5)式と比較すると，除荷過程で弾性回復が大きい場合は $A_r < A_c$ となり，$HV$ は過大評価される．つまり，力学特性を正確に評価するために $A_c$ を知ること（図 3），が圧子力学の要点となる.

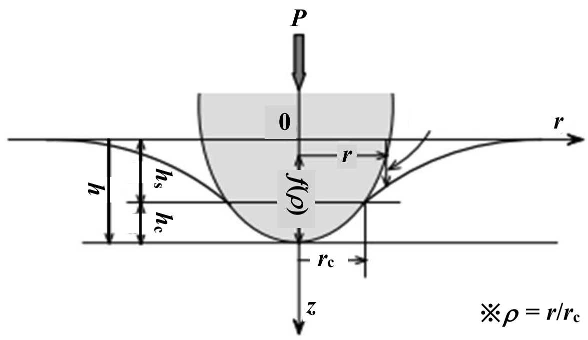


図 4　軸対象形状の剛体圧子圧入

円筒座標（$r$, $z$）において，表面形状を $f(\rho)$ で定義した軸対象剛体圧子を $z = 0$ の完全弾性体表面に押込んだとき（図 4），$P$ は次式のような $h$ の関数となる.

$$P = 2r_c \frac{E}{1-\nu^2} \left\{ h - \int_0^1 \frac{x f(x)}{\sqrt{1-x^2}} dx \right\} \tag{9}$$

ここで，$r_c$ は接触半径であり，$\rho \equiv r/r_c$．さらに，接触領域外（$\rho > 1$）での押込み方向の表面変位 $u_z(\rho, 0)$ は次式となる.

$$u_z(\rho, 0) = \int_0^1 \frac{\chi(t)}{\sqrt{\rho^2 - t^2}} dt \tag{10}$$

ただし，

$$\chi(t) = \frac{2}{\pi} \left\{ h - t \int_0^1 \frac{f'(t)}{\sqrt{t^2 - x^2}} dx \right\} \tag{11}$$

$P$ と $u_z(\rho, 0)$ を代表的な圧子形状で算出した結果を表 1 に示す．さらに，圧子下の平均圧力 $\langle p \rangle$ $(\equiv P_{max}/A_c$, $A_c = \pi r_c^2)$ と平均圧入ひずみ $\langle \varepsilon \rangle$ には一般化された Hooke 則，$\langle p \rangle = \dfrac{E}{1-\nu^2} \langle \varepsilon \rangle$，が成立するが，$\langle \varepsilon \rangle$ も表 1 に記す．ここで，$S \equiv \left. \dfrac{dP}{dh} \right|_{h=h_{max}}$ に注目すると，圧子形状に依らず次の 2 式が成立する.

$$S = 2 \frac{E}{1-\nu^2} \sqrt{\frac{A_c}{\pi}} \tag{12}$$

$$h_c = h_{max} - u_z(1, 0) = h_{max} - \varepsilon \frac{P_{max}}{S} \tag{3'}$$

ただし，$\varepsilon = 1$：円柱，$\varepsilon = 3/4$：球形，$\varepsilon = 2\dfrac{\pi - 2}{\pi}$ ($\approx 0.72$)：円錐，である．この理論が ISO 145774 の

表 1　各種圧子形状おける $P$，$u_z(\rho, 0)$ および $\langle\varepsilon\rangle$

| 圧子形状 | $f(\rho)$ | $P$ | $u_z(\rho, 0)$ | $\langle\varepsilon\rangle$ |
|---|---|---|---|---|
| 円柱（半径 $r_0$） | $0; 0 < \rho < 1$ | $2r_0 \dfrac{E}{1-\nu^2} \boldsymbol{h}$ | $\dfrac{2h}{\pi} \sin^{-1} \dfrac{1}{\rho}$ | $\dfrac{2}{\pi} \dfrac{\boldsymbol{h}}{r_0}$ |
| 球形（半径 $R \gg a$） | $R - \sqrt{R^2 - {r_c}^2 - \rho^2} \approx \dfrac{{r_c}^2 \rho^2}{2R}$ | $\dfrac{4R^{0.5}}{3} \dfrac{E}{1-\nu^2} \boldsymbol{h}^{1.5}$ | $\dfrac{h}{\pi\rho^2} \{(2-\rho^2) \sin^{-1} \dfrac{1}{\rho} + \sqrt{\rho^2 - 1}\}$ | $\dfrac{4}{3\pi} \dfrac{\boldsymbol{r_c}}{R}$ |
| 円錐（傾斜面角 $\beta$） | $r_c \rho \tan\beta$ | $\dfrac{2\cot\beta}{\pi} \dfrac{E}{1-\nu^2} \boldsymbol{h}^2$ | $\dfrac{2h}{\pi} \{\sin^{-1} \dfrac{1}{\rho} - \rho + \sqrt{\rho^2 - 1}\}$ | $\dfrac{\tan\beta}{2}$ |

基となる．理想的には先端が鋭い Berkovich 圧子でも，実際の先端は丸みを帯びているため，(3) 式の $\varepsilon$ 値として 0.72 ではなく 0.75（＝3/4）が ISO 規格では採用される．

## 4. 先端の鋭い圧子を用いたナノインデンテーションで評価できる弾性率[6)]

完全弾性体へのインデンテーション（インデンテーションでの弾性応答）において，円柱および球形圧子では $\langle\varepsilon\rangle$ が $h$ とともに増加するが，先端の鋭い円錐圧子では $\langle\varepsilon\rangle$ が $h$ に依存しない（表 1）．これは幾何学相似性（Geometrical Similarity）と呼ばれ，$h$ によって圧子周囲の力学環境が幾何学的に変化しない（圧子下の応力・ひずみ場の $h$ による変化は，応力・ひずみ場を相似に拡大・縮小することで再現できる）ことを意味し，先端の鋭い圧子を用いたインデンテーション挙動の解析を容易にする（幾何学相似性が成立しなければ，その原因を材料特性に求めることができる）．本稿では以降，先端の鋭い圧子を用いたナノインデンテーションを数値解析して開発した解析法を紹介する[*3]．

完全弾性体へのインデンテーションにおいて，先端の鋭い圧子では，$P$ は $h^2$ に比例する（表 1）．

$$P = k_e h^2 \tag{13}$$

ここで，$k_e$ はインデンテーション弾性パラメータであり，Sneddon の弾性解[7)] によって次式で与えられる．

$$k_e = \frac{2}{\pi} \frac{E}{1-\nu^2} \cot\beta \tag{14}$$

ここで，$\beta$ は圧子の傾斜面角（図 3）である．これを変形して次式が得られる．

$$\frac{E}{k_e} = \frac{\pi}{2} \left(1-\nu^2\right) \tan\beta \tag{14'}$$

図 5 にナノインデンテーションのシミュレーションに用いた有限要素モデルを示す．軸対象要素を採用して計算を簡単にし，アスペクト比が大きくなってメッシュの質が低下しないように工夫した．

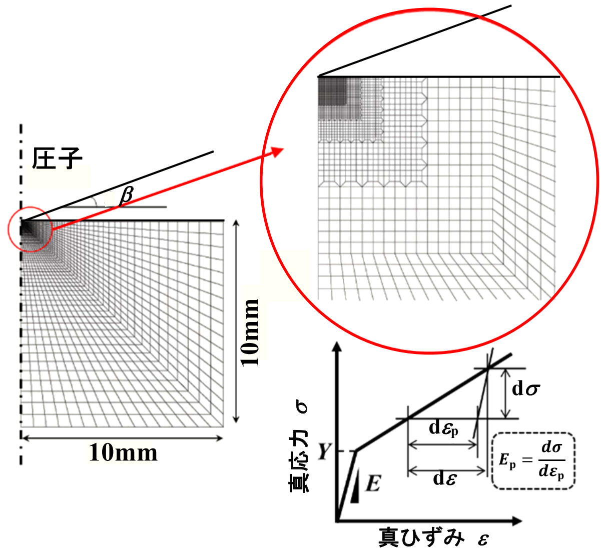


図 5　シミュレーションに用いた有限要素モデルと入力した弾塑性体の特性

このモデルに，圧子：剛体，試料：完全弾性体，圧子と試料表面間の摩擦係数 $\mu = 0$，を入力してシミュレートした $P$-$h$ 曲線（半径 10 mm × 高さ 10 mm の円柱状試料に対して $h_{max}$ が 5〜10 μm）から求めた $k_e$ で入力した $E$ を除したもの，$E/k_e$，を入力した $\nu$ に対してプロットした（**図 6**）．$\nu = 0.5$ 以外では，(14') 式で算出される $E/k_e$（図 6 の破線）は有限要素法でシミュレートされた値（図 6 のプロット）から大きく乖離する．これは (14) 式は，厳密には，$\nu = 0.5$ の非圧縮性固体にのみ成立する[7)] からである．図 6 の結果を数値解析した結果（図 6 の実線），Sneddon の弾性解は次式を用いて $\nu = 0.5$ 以外にも拡張できる．

$$\frac{E}{k_e} = a\left\{1-\left(\nu-b\right)^2\right\} \tag{15}$$

ただし

$$a = 1.31\tan^{0.919}\beta \tag{16}$$

$$b = 0.225\tan^{1.05}\beta \tag{17}$$

ここで，代表インデンテーション弾性率（Representative Indentation Elastic Modulus）$E^*$を次式で定義すると

$$E^* \equiv \frac{E}{1-\left(\nu-b\right)^2} \tag{18}$$

インデンテーションでの弾性応答の指標となる $k_e$ と

$$E^* = ak_e \tag{19}$$

で結び付けられることから，$E^*$はインデンテーションに対する材料の弾性変形抵抗を表す．

完全弾性体では負荷曲線と除荷曲線が一致するため，(13)式より $P$ - $h$ 曲線から一義的に $k_e$ を決定できるが，実際の材料の多くは弾塑性体であり，負荷曲線と除荷曲線が次式のようなヒステリシスを描く（図 1）ため，$k_e$ を $P$ - $h$ 曲線から直接見て取ることができない．

$$P = k_1h^2 \text{：負荷過程} \tag{20}$$

$$P = k_2\left(h-h_r\right)^2 \text{：除荷過程} \tag{21}$$

ここで，$k_1$ はインデンテーション負荷パラメータ，$k_2$ はインデンテーション除荷パラメータである．先端の鋭い圧子を用いたインデンテーションにおいて，負荷過程では塑性変形と弾性変形が Indentation Elastic-Plastic Index（後述する）によって決まる一定割合で同時に生じるが，除荷過程では負荷過程で生じた弾性変形の回復だけが生じるので，インデンテーションでの弾性応答は除荷曲線に反映されるはずである．有限要素法でシミュレートされた完全弾性体と弾塑性体に対するインデンテーションを数値解析した結果，完全弾性体（インデンテーション弾性パラメータが $k_e$）と弾塑性体（インデンテーション除荷パラメータが $k_2$）を $E$ と $\nu$ が同じ場合で比較した $k_e/k_2$ と相対残留押込み深さ $\xi(\equiv h_r/h_{max})$の関係は次式で表される．

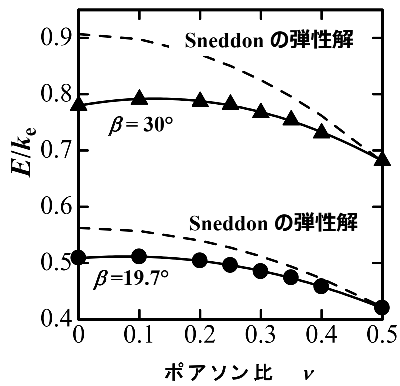


図 6　完全弾性体における $E/k_e$ と $\nu$ の関係

$$\frac{k_e}{k_2} = \frac{1-\xi}{1+1.84\xi^{1.32}} \tag{22}$$

つまり，弾塑性体の場合，$P$ - $h$ 曲線から見て取れる $k_2$ と $\xi$ から(22)式で弾塑性体の $k_e$ が推定でき，それと $\beta$ から $E^*$を評価できる（(16)および(19)式）．

## 5. 先端の鋭い圧子を用いたナノインデンテーションで評価できる降伏応力 [8]

弾塑性体の負荷曲線と除荷曲線が描くヒステリシス（図 1）の大きさの指標となる $\xi$ は降伏応力と弾性率との比（$Y/E$，$Y$：降伏応力）および $\beta$ によって決まる．例えば，一般の弾塑性体では $0<\xi<1$ となるが，$\xi$ は $Y/E$ が大きくなると 0 に，小さくなると 1 に近づく．さらに，$Y/E$ が同じでも，$\xi$ は $\beta$ を大きくすると大きく，小さくすると小さくなる．$\xi$ を一意的に決定づけるパラメータが Indentation Elastic-Plastic Index であり，それによってインデンテーションが弾性的（$\xi$ が小さい）になるか，塑性的（$\xi$ が大きい）になるかが決まる．有限要素法でシミュレートされた弾塑性体に対するインデンテーションを数値解析した結果，Indentation Elastic-Plastic Index は次式で表される（図 7）．

$$\frac{Y^*}{E^*\tan^{1.2}\beta} = \frac{1.37}{\left\{\dfrac{1}{\left(1-\xi\right)^{\frac{3}{2}}\left(1-0.930\xi^{0.350}\right)}-1\right\}^{\frac{2}{3}}} \tag{23}$$

ここで，左辺が Indentation Elastic-Plastic Index である．$Y^*$は代表インデンテーション降伏応力（Representative Indentation Yield Stress）であり，インデンテーション対する材料の塑性変形抵抗を表す．

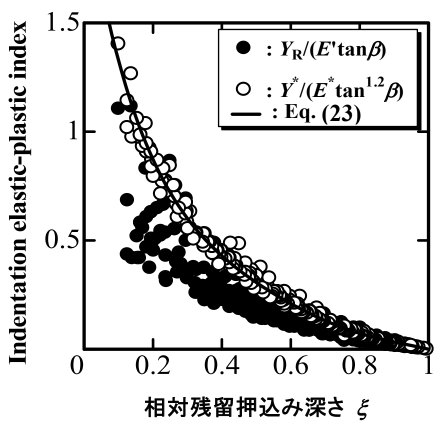


図 7　Indentation Elastic-Plastic Index．白丸は本稿で紹介したものであり，別に定義された Index（黒丸）よりもインデンテーションでの弾・塑性挙動を一意的に表現できていることがわかる．

線形加工硬化する弾塑性体（図 5）では $Y^*$ は次式で定義される．

$$Y^* \equiv \frac{Y + E_\mathrm{p}\varepsilon^*}{1-(\nu - b)} \tag{24}$$

ここで，$E_\mathrm{p}$ は線形加工硬化係数（図 5），$\varepsilon^*$ は代表インデンテーションひずみ（Representative Indentation Strain）であり，数値解析の結果，次式で近似できる．

$$\varepsilon^* \approx 0.255\tan\beta \tag{25}$$

つまり，$P$ - $h$ 曲線から見て取れる $\xi$ を用いて(23)式で Indentation Elastic–Plastic Index，$\dfrac{Y^*}{E^*\tan^{1.2}\beta}$，を求め，それと $E^*$ および $\beta$ から算出する $Y^*$ をもって降伏応力が評価できる．

## 6. 先端の鋭い圧子を用いたナノインデンテーションで評価できる硬さ [8)]

圧入された圧子周囲は sinking-in（沈下）や piling-up（隆起）といった表面変形により，$h_\mathrm{max} \neq h_\mathrm{c}$ となる（図 3）．弾性的な押込み（$\xi$ が小さい）ほど sinking-in が，塑性的な押込み（$\xi$ が大きい）ほど piling-up が起こり易い．ここで，表面変形パラメータ $\gamma$ を次式で定義する．

$$\gamma \equiv \frac{h_\mathrm{max}}{h_\mathrm{c}} \tag{26}$$

完全弾性体の $\gamma$ を $\gamma_\mathrm{e}$ とすると，$\gamma_\mathrm{e} = \pi/2$（Love の解 [9)]）が知られているが，成立するのは $\nu$～0.25 付近でのみである（図 8）．数値解析の結果，Love の解は次式を用いて $\nu$～0.25 以外にも拡張できる（図 8）．

$$\gamma_\mathrm{e} = 1.56 + 0.208(\nu - 0.5)^2 \tag{27}$$

弾塑性体の $\gamma$ は，数値解析の結果，次式で表される．

$$\gamma = \gamma_\mathrm{e}\left(1 - c\xi^{\frac{1}{c}}\right) \tag{28}$$

ここで，

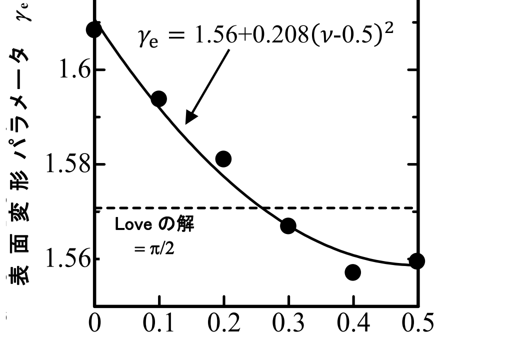


図 8　完全弾性体の表面変形パラメータ $\gamma_\mathrm{e}$ と $\nu$ の関係

$$c = 0.310\gamma_\mathrm{e} \tag{29}$$

つまり，$P$ - $h$ 曲線から見て取れる $\xi$ を用いて(27)～(29)式で $\gamma$ を算出し（$\nu$ は既知とする），$k_1$ を用いて次式で $H$ が評価できる．

$$H = \frac{\gamma^2}{g}k_1 \tag{30}$$

## 7. 先端の鋭い圧子の弾性変形がナノインデンテーションに及ぼす影響 [10)]

ナノインデンテーションでは通常，ダイヤモンド等の非常に硬い物質でできた圧子が使用されるが，試料が硬い場合，圧子の弾性変形は無視できない．ISO 規格では 2 曲面の接触を扱った Hertz 接触理論 [11)] を基とする(7)式で圧子の弾性変形を補正しているが，これを先端の鋭い圧子に適用できる根拠は定かでない．圧子を剛体から完全弾性体に変更してシミュレートした弾塑性体に対するインデンテーションを数値解析した結果，見掛けの最大押込み深さが $h_\mathrm{max}$ に到達したとき，$h_\mathrm{max}$ と弾性変形した圧子先端との距離を $\Delta h_\mathrm{d}$ とすると（図 9），それらの比は次式で表される．

$$\frac{\Delta h_\mathrm{d}}{h_\mathrm{max}} = 0.616\left\{\frac{k_\mathrm{1n}}{\dfrac{E_\mathrm{i}}{1-\nu_\mathrm{i}^2}\left(1+\xi_\mathrm{n}^{1.5}\right)}\right\}^{0.84} \tag{31}$$

ここで，$k_\mathrm{1n}$ および $\xi_\mathrm{n}$ はそれぞれ $k_1$ および $\xi$ の見掛けの値である．このとき，$P$ - $h$ 曲線の幾何学的関係（図 9）から，圧子の弾性変形による影響を補正した $k_1$ は次式で与えられる．

$$k_1 = \frac{k_\mathrm{1n}}{\left(1 - \dfrac{\Delta h_\mathrm{d}}{h_\mathrm{max}}\right)^2} \tag{32}$$

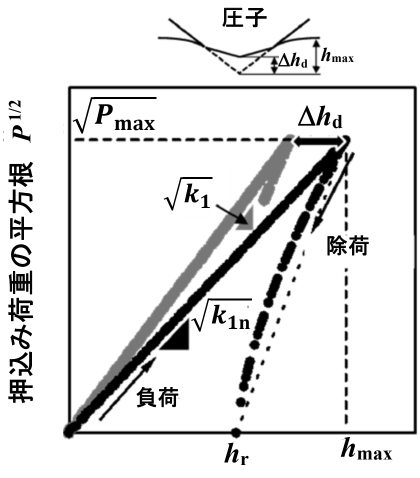


図 9　先端の鋭い圧子の弾性変形がインデンテーションに及ぼす影響（模式図）

圧子の弾性変形による影響を補正した$\xi$は，数値解析の結果，次式で表される．

$$\xi = \frac{\xi_n}{\left\{1 - \left(\frac{\Delta h_d}{h_{max}}\right)^{0.85}\right\}^{0.50}} \tag{33}$$

ちなみに，(20)，(21)式より$k_1$，$k_2$および$\xi$には次なる関係が成立する．

$$k_2 = \frac{k_1}{(1-\xi)^2} \tag{34}$$

$P$ - $h$ 曲線を特徴付ける$k_1$，$k_2$および$\xi$を(31)～(34)式で補正することで，圧子の弾性変形が見掛けのインデンテーションに及ぼす影響を取り除くことが可能となる．さらに，圧子の弾性変形は傾斜面角の変化として現れ（図9），元々$\beta$であった傾斜面角が圧入時に変形して$h$に依らず$\beta_d$となるが，それらの関係は，数値解析の結果，次式で表される．

$$\frac{\tan\beta_d}{\tan\beta} = 1 - \left(1 - \xi_n^{\ 0.80}\right)^{0.83}\left(\frac{\Delta h_d}{h_{max}}\right)^{0.90} \tag{35}$$

## 8. 先端の鋭い圧子と試料表面間の摩擦がナノインデンテーションに及ぼす影響[12)]

シミュレーションでは，簡単のため，摩擦係数$\mu=0$としてきたが，それは現実とは異なる．ここでは，$\mu\neq 0$の場合，有限要素法でシミュレートされた弾塑性体に対するインデンテーションを数値解析した結果を図10に示す（ちなみに，$Y/E=0.02$は比較的塑性的な押込みとなる）．

$\mu$が増加すると，圧子を$h_{max}$まで押込むのに要する力$P_{max}$は$\mu=0$のときよりも増大し，かつ$h_c$が減少するので，$\langle p\rangle(=H)$が増加する（(4)，(5)式）一方，$h_c$の減少によって$\gamma$は増加する（(26)式）．(30)式より，$\langle p\rangle(=H)$の増加と$\gamma$の増加は$k_1$に及ぼす影響において相殺する．その結果，$k_1$は$\mu$によって高々2%くらいしか変化しない（図10）．$\xi$の$\mu$による変化も小さい（図10）．ある程度以上大きな$\mu$（Berkovich圧子相当の$\beta=19.7°$で$\mu>0.2$）では圧子と試料表面間の滑りがほぼなくなり，$\langle p\rangle$と$\gamma$の変化は飽和する(図10)．さらに，$\mu$による$\langle p\rangle$と$\gamma$の変化はインデンテーションが塑性的（$\xi$が大きい）ほど大きくなるが，その場合でも，両者は$k_1$の変化において相殺するので，結果として，摩擦によって$P$ - $h$ 曲線は，見掛け上，大きく変化しない（$k_1$および$\xi$の変化は高々2%程度)．

上記の議論は一般的な弾塑性体に対するものであり，粘性変形を伴う材料[13)]や周囲からの拘束される材料（例えば基板上の薄膜[14)]）のように表面変形（sinking-inやpiling-up）が強調される場合，$\mu$による$P$ - $h$ 曲線の変化は考慮すべきかもしれない．試料表面に付着力がある場合は参考文献(3)を参照されたい．

## 9. 先端の鋭い圧子を用いたナノインデンテーションの解析法

圧子を試料表面に押込む反力で装置（インデンター）は必然的に変形するため，装置の変形量を見掛けの圧子押込み量から差し引く補正（コンプライアンス補正）が，押込み量を正確に計測するには，必要となる．図11に筆者が開発したコンプライアンス補正が不要なナノインデンター[2),15),16)]の模式図を示す．2重両端支持梁の中央に圧子を固定し，圧子が垂直方向のみ動くように設計した．梁を支持するフレームには2つ

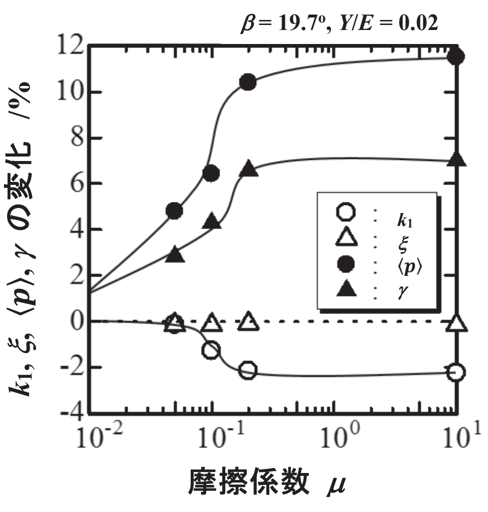


図10　先端の鋭い圧子と試料表面間の摩擦がインデンテーションに及ぼす影響

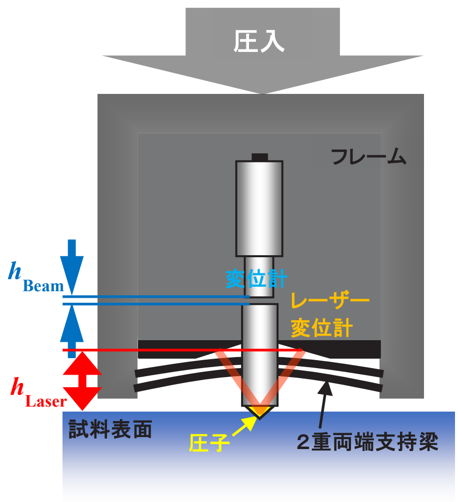


図11　コンプライアンス補正が要らないナノインデンター（模式図）

の変位計を固定し，レーザー変位計で試料表面の位置を，もう 1 つの変位計（レーザー干渉変位計または静電容量式変位計）で梁中央の変位（＝圧子の位置）を計測する．圧子先端の試料表面への接触を梁中央の変位で検知した後，両者の変位量を引き算する（$h = h_{\mathrm{Laser}} - h_{\mathrm{Beam}}$，$h_{\mathrm{Laser}}$：試料表面位置の変位量，$h_{\mathrm{Beam}}$：圧子位置の変位量）ことで，装置の変形の影響をほとんど受けずに $h$ を正確に計測できる．$P$ は $h_{\mathrm{Beam}}$ と梁のバネ定数から算出できる．さらに，レーザー変位計で試料表面の傾斜量が計測できるので，傾斜ステージを用いて試料表面を水平にすれば，試料表面に対して圧子を確実に垂直に押込むことが可能となる．

図 12 は上記のナノインデンターを用いて正方晶ジルコニア多結晶体に Berkovich 圧子を圧入して得られた $P$ - $h$ 曲線である [16]．ここでは解析のため，$P^{1/2}$ を横軸に，$h$ を縦軸にプロットしている．負荷過程の比較的高荷重側での直線性の良いデータを $P^{1/2} \to 0$ に外挿すると，圧子の先端が理想的に鋭くない場合，$h$ 切片はゼロにならず，$-\Delta h_{\mathrm{tip}}$（$\Delta h_{\mathrm{tip}}$：圧子先端の鈍さ（図 12））となる．ただし，$\Delta h_{\mathrm{tip}}$ が $P$ - $h$ 曲線に及ぼす影響は $h \geqq 2\Delta h_{\mathrm{tip}}$ ではほぼ無視できる [10]．

ここで，以下に示す $P$ - $h$ 曲線解析法を提案する．

① $P^{1/2}$ を横軸に $h$ を縦軸にプロットする．

② ①における負荷過程の比較的高荷重側で直線性の良いデータを $P^{1/2} \to 0$ に外挿し，$h$ 切片（$-\Delta h_{\mathrm{tip}}$）を求める．

③ 先端形状の不確かさが $P$ - $h$ 曲線に及ぼす影響を排除するため，負荷過程，除荷過程ともに低荷重側のデータを $2\Delta h_{\mathrm{tip}}$ 分，削除する．

④ 残った負荷直線の傾き（$= k_1^{-1/2}$）から $k_{1\mathrm{n}}$ を求める．

⑤ $h$ 軸正方向に $\Delta h_{\mathrm{tip}}$ だけデータを平行移動する．

⑥ 残った除荷過程のデータを多項式などの適当な関数で近似し，その $h$ 切片から $h_{\mathrm{r}}$ を算出して $\xi_{\mathrm{n}}$（$= h_{\mathrm{r}}/(h_{\max} + \Delta h_{\mathrm{tip}})$）を決定する．

⑦ $k_{1\mathrm{n}}$ および $\xi_{\mathrm{n}}$ に及ぼす圧子変形の影響を (31)～(33) 式で補正し，$k_1$ および $\xi$ を決定する．

⑧ 圧子変形による先端角度の変化を (31)，(35) 式で補正し，$\beta_{\mathrm{d}}$ を決定する．

⑨ $k_1$ および $\xi$ を用いて (34) 式で $k_2$ を決定する*4．

⑩ $k_2$，$\xi$ および $\beta_{\mathrm{d}}$ を用いて，(16)，(19)，(22) 式より $E^*$ を求め，弾性率とする．

⑪ $E^*$，$\xi$ および $\beta_{\mathrm{d}}$ を用いて，(23) 式より $Y^*$ を求め，降伏応力とする．

⑫ $k_1$ および $\xi$ を用いて，(27)～(30) 式より $H$ を求め，硬さとする（$\nu$ は既知とする）．

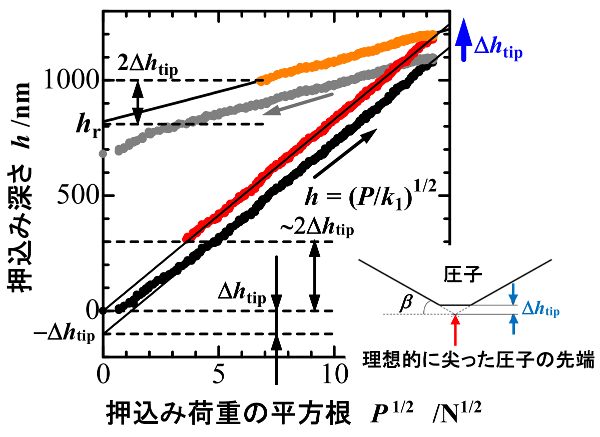


図 12　$P$ - $h$ 曲線の解析方法（正方晶ジルコニアに対するインデンテーションの例）

## 10. おわりに

本稿では，有限要素法を活用して開発したナノインデンテーション解析法を，先端の鋭い圧子を弾塑性体に押込む場合について紹介した．それは ISO 規格とは全く異なるものであるが，Sneddon 弾性解の拡張および Indentation Elastic-Plastic Index の修正を基礎とするのに加えて，①平坦・平滑な試料表面，②幾何学形状が正確な（本稿の場合は先端が理想的に鋭い）圧子，③垂直な押込み・引き抜き，という，きちんと揃った幾何学的条件が既知である場合にのみ正確な力学特性評価が可能になる，という点にこだわって開発した．これには，インデンテーションに対して材料が示す力学的応答（$P$ - $h$ 曲線）は幾何学的条件によって変化する（インデンテーションに覗かせる材料の"顔"が条件によって異なる）という考えが根底にある．そのため，圧子の極めて先端の，形状が明確でない鈍った部分の押込みに影響を受けるデータを解析対象から除外する手段をとった．それにより，文字通りナノメートルレベルでのインデンテーションへこの解析法を適用するには，それ以上に鋭い先端の圧子が必要になる，など困難なものになるかもしれない．ただ，そのスケールでのインデンテーションでは，そもそも均質等方体近似の上に成立している既存の連続体力学理論が適用できるか否かも問題になるであろう．こうしたことを踏まえた上で，この解析法が読者の研究の少しでもお役に立てれば幸いである．

本稿では，弾塑性体の弾性率，降伏応力および硬さの評価にのみ言及した．①粘性変形が生じる場合 [13]，②残留応力が存在する場合 [18]，③材料の力学特性が異方性を示す場合 [19]，④材料が周囲の拘束を受ける場合 [14] 等，ナノインデンテーションには検討すべき課題が多く，それらは局所領域での力学特性評価にお

いて避けて通れない問題ばかりであるが，紙面の都合上，割愛した．

**謝　辞**　本研究の大部分は東京工業大学応用セラミックス研究所（現フロンティア材料研究所）で行われ，若井史博先生（現NIMS），篠田　豊先生（現宇部高専），吉田道之先生（現岐阜大学）および当時の大学院生諸君には大変お世話になった．また，科学研究費補助金（奨励研究（A）　No.13750622，基盤研究（C）No.18560652，基盤研究（C）No. 22K04701）および(財)日本板硝子材料工学助成会（「ナノスケールでの材料表面の弾・塑性的応答とその解析」）の援助を受けた．記して深く感謝します．

## 注

＊1　規格では測定対象は金属材料である．

＊2　ナノインデンテーションでは，四角錐形状のVickers圧子よりも鋭い先端に加工し易い三角錐形状のBerkovich圧子がよく用いられる．両者は $g$ 値（(4)式）が同じになるように設計される．

＊3　先端の鋭い圧子では幾何学相似性が成り立つため，多孔体のような壊れやすい材料では，どんなに小さな $h$ でも先端の応力集中によって圧子圧入部分周囲が圧壊してしまうなど，力学特性評価において他の形状よりも必ずしも優れているという訳ではない．

＊4　本来なら，(21)式で表現されるように，除荷過程での $P$ - $h$ 関係（弾性回復過程）はパラボリックであるはずだが，除荷時の表面変形等の影響[17]等で，実際には，(1)式で示されるようにパラボリックにならないことの方が多い．そこで，ここでの解析では除荷曲線から $k_2$ を求めることをせずに，比較的安定して $P$ - $h$ 関係がパラボリックになる負荷曲線から求めた $k_1$ と除荷曲線を外挿して求めた $\xi$ を用いて(34)式から $k_2$ を決定することにした．

## 文　献

1）A. B. Mann, R. C. Cammarata and M. A. Nastasi, *J. Mater. Res*., **14**, 2195（1999）.
2）赤津　隆，篠田　豊，若井史博，セラミックス，**55**, 463-466（2020）.
3）M. Sakai, Indentation Contact Mechanics—Micro/Nano Physics of Materials—, revised ed., 2020. https://indentpt.com/pdf/IndentationContactMechanics_En_Revised2020.pdf. 日本語版は，逆井基次，圧子力学—ミクロ・ナノ領域における材料物理学—(改訂第3版)．https://ion.ee.tut.ac.jp/pdf/圧子力学最終版.pdf.
4）W. C. Oliver and G. M. Pharr, *J. Mater. Res*., **7**, 1564-1583（1999）.
5）ISO 14577-1 Metallic materials－Instrumental indentation Test for Hardness and Materials parameters－Part1: Test Method（2015）.
6）T. Akatsu, S. Numata, T. Demura, Y. Shinoda and F. Wakai, *Mech. Mater*., **83**, 66-71（2015）.
7）I. N. Sneddon, *Int. J. Eng. Sci*., **3**, 47-57（1965）.
8）T. Akatsu, S. Numata, T. Demura, Y. Shinoda and F. Wakai, *Mech. Mater*., **92**, 1-7（2016）.
9）A. E. H. Love, "The mathematical theory of elasticity", fourth ed., Cambridge University Press, Cambridge（1927）pp. 274-276.
10）T. Akatsu, S. Numata, Y. Shinoda and F. Wakai, *materials*, **10**, 270（2017）.
11）H. Hertz, *J. Reine Angew. Math*., **92**, 156-171（1881）.
12）T. Akatsu, K. Yokota, Y. Shinoda and F. Wakai, *materialstoday: Proceedings*, **16**, 119-123（2019）.
13）T. Akatsu, Y. Akimoto, R. Sasaki, Y. Shinoda and F. Wakai, *Int. J. Solids Struct*., **238**, 111417（2022）.
14）T. Akatsu, H. Inuzuka, Y. Shinoda and F. Wakai, to be published.
15）特許第3899437号
16）T. Akatsu, S. Numata, M. Yoshida, Y. Shinoda and F. Wakai, "Fracture Mechanics of Ceramics", Ed. R. C. Bradt, D. Munz, M. Sakai and K. W. White, Volume 14, Springer,（2005）, pp. 13-20.
17）A. Bolshakov and G. M. Pharr, *J. Mater. Res*., **13**, 1049-1058（1998）.
18）T. Akatsu, Y. Tabata, Y. Shinoda and F. Wakai, *materials*, **16**, 528（2023）.
19）T. Akatsu, T. Yamaguchi, Y. Shinoda and F. Wakai, *Int. J. Solids Struct*., **292**, 112722（2024）.

## 筆 者 紹 介

**赤津　隆**（あかつ　たかし）
東京工業大学准教授（～2015年）では，セラミック複合材料の破壊，セラミックコーティング，ナノインデンテーション，佐賀大学教授（～2023年）では，磁器の強度と高温変形，東京工科大学片柳研究所長（2023年）では，CMCが主な研究テーマ．
［連絡先］　〒192-0982　東京都八王子市片倉町1404-1　東京工科大学　片柳研究所
E-mail：akatsutk@stf.teu.ac.jp