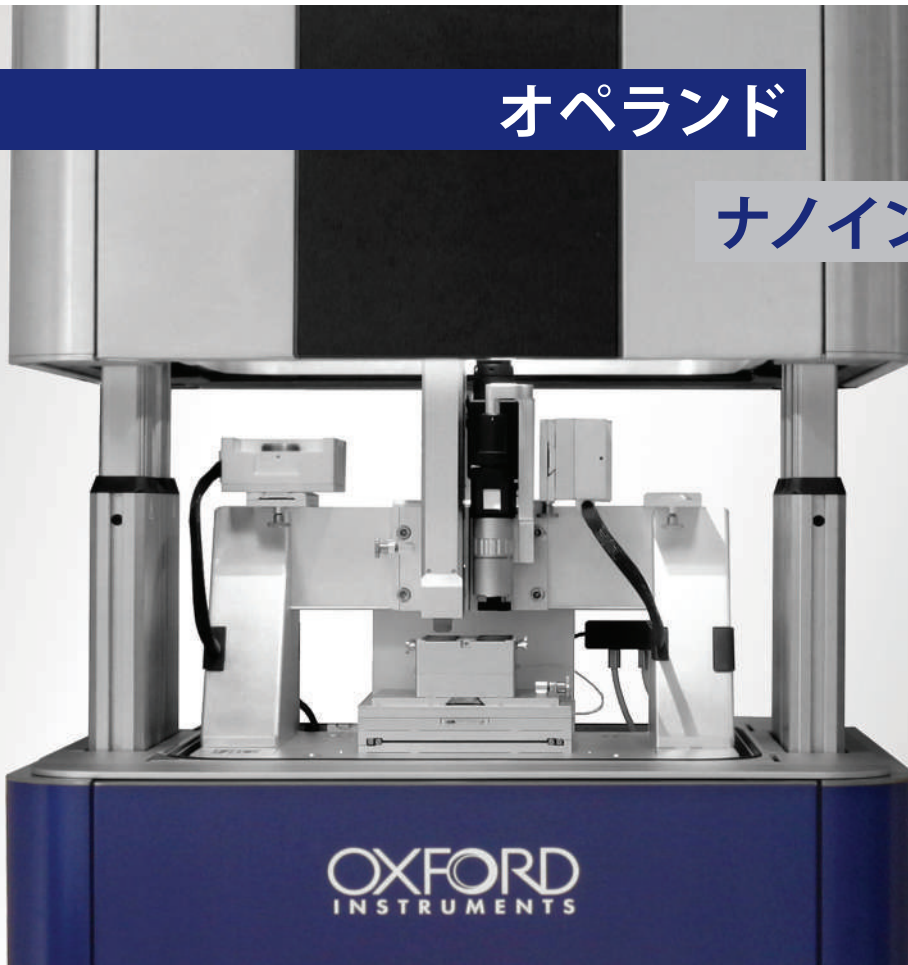


オペランド

ナノインデンテーション



iX05



ナノインデンテーション

材料の用途に応じた実働環境で

iX05はオペランド計測に最適なナノインデンターです。高温、低温、高ひずみ速度、または液体環境など、材料が実際に使用される条件下での局所的な機械特性を測定するように設計されています。

従来のナノインデンターは、実験室条件下での材料測定に最適化されています。しかし、材料が実際に使われるとき、その機械特性に大きな影響を与える極限環境にさらされることがよくあります。iX05は、材料の用途に応じたターゲット環境を再現した条件下で材料を試験するように最適化されています。例えば、ガスタービン材料は高温で動作するため、その条件下で試験する必要があります。衛星部品は真空環境で動作し、-150°Cから+150°Cまでの大きな温度勾配にさらされます。したがって、これらの条件下で試験する必要があります。自動車分野では、衝撃吸収帯に使用される材料は、衝突条件を模擬するために高ひずみ速度下で評価する必要があります。この10年間で、ナノインデンテーション技術は、単に材料の局所的な機械特性を測定するだけの技術から、格子状に数十万回のインデントを実施することで、広範な領域における材料の性質をマッピングする技術へと進化してきました。この技術は「機械特性顕微鏡法」と呼ばれ、材料科学者が材料の微細構造・特徴とバルクの性能の間のギャップを埋めるのに役立ちます。iX05は、MEMS技術に基づく高精度性と高速性を、高速制御エレクトロニクス、環境制御と組み合わせることで、幅広いオペランド条件下で材料の機械的性質を測定し可視化する究極のツールとなっています。



特長

超高精度ナノインデンテーション技術により、比類のない再現性で硬度と弾性率の非常にわずかな差異を検出可能

超高速ナノインデンテーション技術により、最大30インデンテーション/秒で測定可能

アクティブ圧子加熱機能を備えた高温ナノインデンテーション技術により、最大+800°Cまでの等温試験が可能

-150°Cまでの低温環境下でのナノインデンテーション測定が可能

環境制御機能付きモーター駆動チャンバー：圧子先端と試料表面の酸化や汚染を最小限に抑えるため、不活性ガス雰囲気または高真空環境を選択可能

ノイズフロア5pm未満、最大20μmまで、7桁のダイナミックレンジをカバーする変位計測機能

SITレーサブル、交換可能な荷重計測用MEMSセンサー（100pN（ノイズフロア）から2Nまで、10桁の測定範囲をカバー）

超高速での比類ない性能：FemtoTools MEMSフォースセンサー（100 kHzまでの共振特性）と超高速電子回路（2 MHzサンプリングレート、500 kHzフィードバック周波数）の組み合わせ

真の変位制御測定が可能（ひずみ速度制御測定と荷重制御測定も可能）

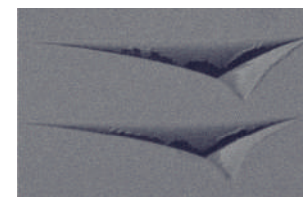
自動化された高精度校正手順により、シームレスな使用が可能

OXFORD
INSTRUMENTS

試験モード

ナノインデンテーション

Nanoindentation



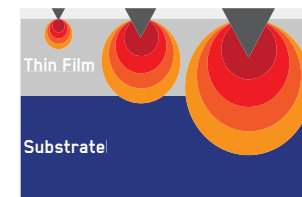
- Simple indentation
- CSM indentation
- Load range to 2 N

Scratch Testing



- Scratch testing
- Scanning Probe Microscopy (SPM)
- Tribological measurement

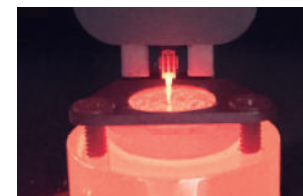
Thin Film Testing



- Ultra-thin film property measurement
- Bond-strength measurement

オペランドインデンテーション

High-Temperature Testing



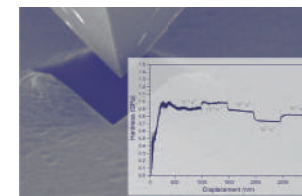
- Up to 800°C (with tip heating)
- High vacuum
- Testing 3 samples in parallel

Cryogenic Testing



- Down to -150°C
- High vacuum

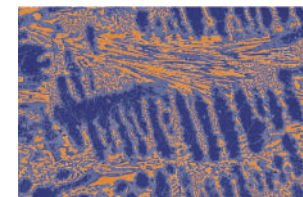
High-Strain Rate Testing



- Constant strain rate
- Impact testing
- Strain-rate jump testing

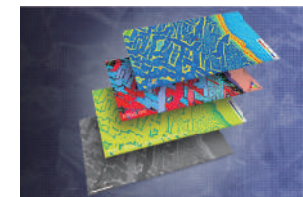
機械特性顕微鏡法

Mechanical Microscopy
(Nanoindentation Mapping)



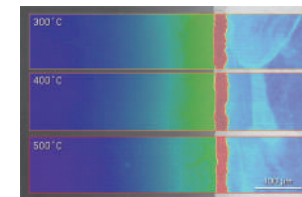
- High resolution (<200 nm)
- Ultra-high speed (>30 indents/s)
- High-sensitivity

Correlative Mechanical
Microscopy



- Correlate with EDS
- Correlate with EBSD
- Correlate with AFM

Temperature-Dependent
Nanoindentation Mapping



- Quantify changes in mechanical properties and microstructures from -150°C to +800°C

仕様

測定ヘッド

Force	
Range	up to 2 N
Noise floor (10 Hz)	down to 100 pN
Digital resolution	down to 0.01 pN
Sampling frequency	2 MHz
Position	
Coarse range	30 mm
Coarse noise floor (10 Hz)	500 pm
Fine range	20 µm
Fine noise floor (10 Hz)	5 pm
Digital resolution	0.01 pm
Sampling frequency	2 MHz
Feedback-loop frequency	500 kHz

サンプルステージ

Range	130 x 130 mm
Noise floor (10 Hz)	500 pm

バキュームチャンバー

Pressure	less than $5 \cdot 10^{-4}$ mBar
----------	----------------------------------

除振機構

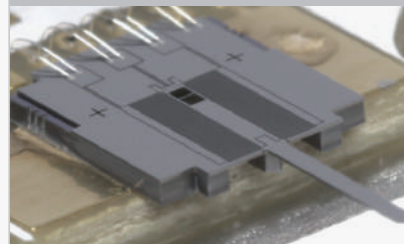
Active vibration isolation (integrated)

顕微鏡

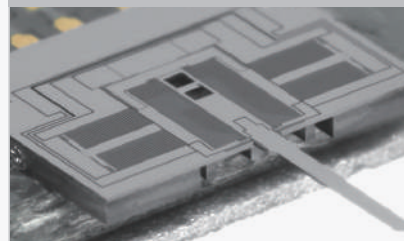
Camera	5 megapixel CMOS sensor
Objective lens options	5x, 10x, 20x
Focus	motorized
Coaxial illumination	LED, Adjustable

MEMSベースのナノインデンテーション

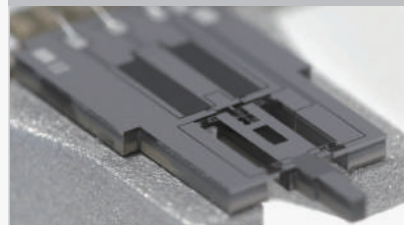
1-Axis Microforce Sensing Probe



2-Axis Microforce Sensing Probe



1-Axis Microforce Sensing Probe with integrated tip heater



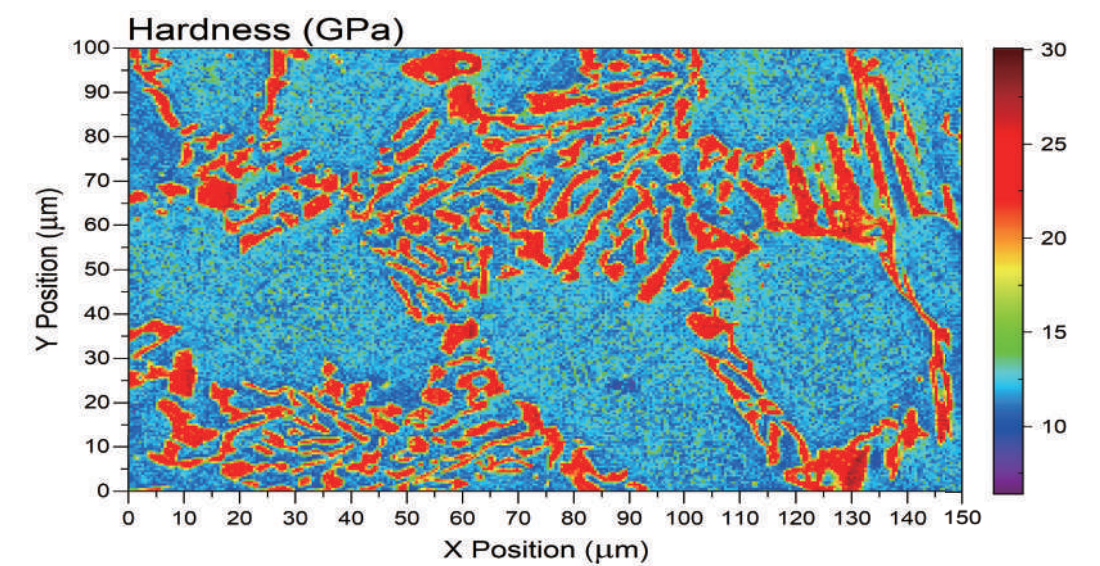
iX05は、様々な試験条件下で材料のナノスケールおよびマイクロスケールにおける機械的性質を測定し可視化するオペランド型ナノインデンターです。

MEMS技術と新開発のFPGAベースのコントローラー（サンプリングレート2MHz、フィードバックループ周波数500kHz）を採用し、広範なダイナミックレンジにおいて高分解能を実現します。これにより、機械特性顕微鏡マップの迅速な生成が可能となります。1時間未満で10万回のインデントからなる大規模なマップを生成できる、効率的かつデータ豊富な金属組織解析手法です。

従来のナノインデンターとは異なり、iX05は高真空環境での測定を可能にする統合型真空チャンバーを備えています。これにより、不活性ガス置換に比べて酸素含有量を大幅に低減し、高温実験時の酸化問題や低温試験時の結露問題を解消します。

高度なソフトウェア制御を備えたiX05はマイクロスケールとナノスケールにおける材料の機械的性質を分析するための多機能なプラットフォームを提供します。

超高速ナノインデンテーションマッピング



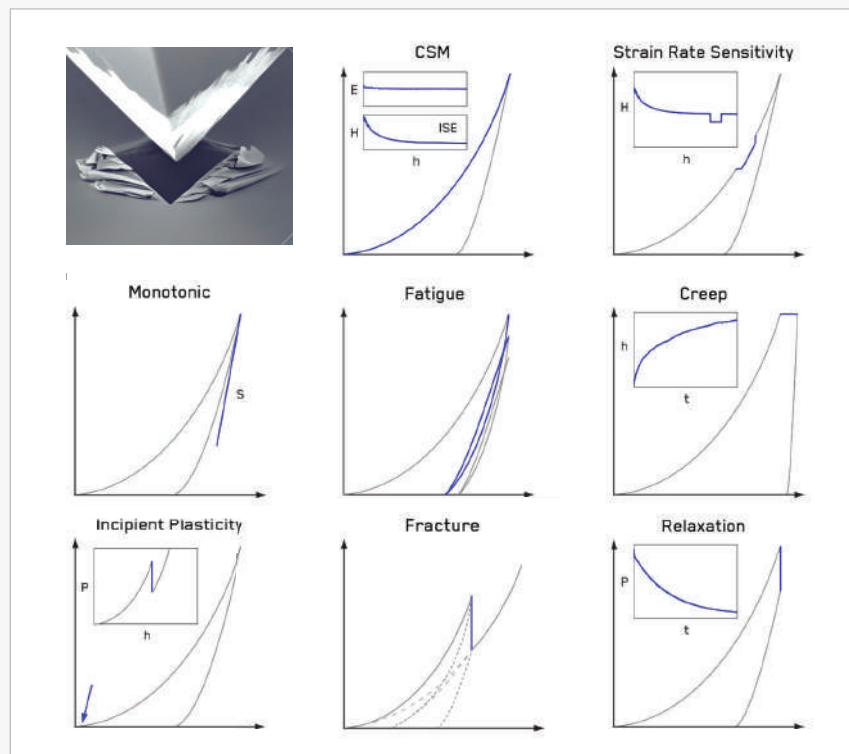
Sample Material: High-chromium Cast Iron
Curtesy of: Prof. M. Guitar, Saarland University
Indentation Depth: 50 nm

Inter-indent Spacing: 500 nm
Number of Indents: 60'000
Indentation Speed: 30 indents/s

アプリケーション例

ナノインデンテーション

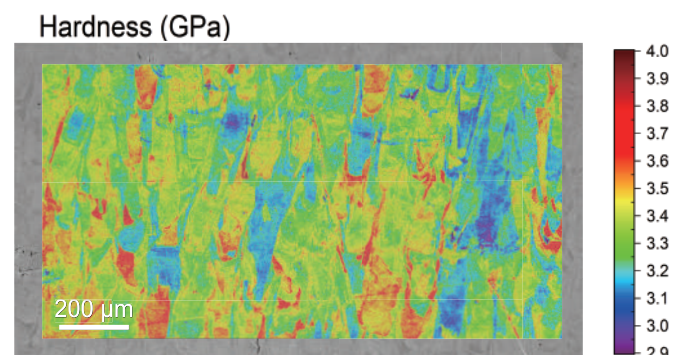
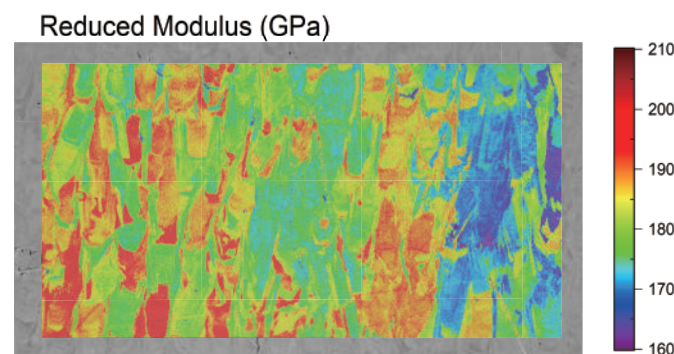
iX05は、金属やセラミックから軟質ポリマー、薄膜、硬質コーティングまで、幅広い材料の硬さ、弾性率、クリープ、疲労、破壊靱性を測定可能です。これは計装インデンテーションにより行われます。既知または校正済みの形状をもつ鋭い圧子を材料に押し込み、指定された深さに到達するために必要な荷重を記録します。iX05は、標準的なインデンテーション (ISO14577) と自動化された圧子形状校正手順を備えています。連続剛性測定 (CSM) モードを搭載し、深さ方向の関数として機械的性質の測定が可能です。変位検出ノイズフロアが5µm未満という点も高分解能測定に寄与します。



ナノインデンテーション マッピング

機械特性顕微鏡法は、ナノインデンテーション技術の最近の進化形であり、局所的な1点での評価から高速な2次元画像化技術へと変貌し、微細構造内の機械的性質の変動を可視化する能力を備えています。変位制御下で等間隔に格子状のインデンテーションを実施することで、一貫した相互作用体積を維持しつつ、これらの材料性質の詳細なマップを生成することが可能です。

この例では、レーザーパウダーベッド法 (L-PBF) で製造された316L鋼のサンプルを断面観察しています。機械特性顕微鏡法マップにより、積層方向の隣接する溶融プールによって形成された柱状魚鱗状微細構造が明らかになり、また溶融プール境界における細孔や硬化などの欠陥も示されています。

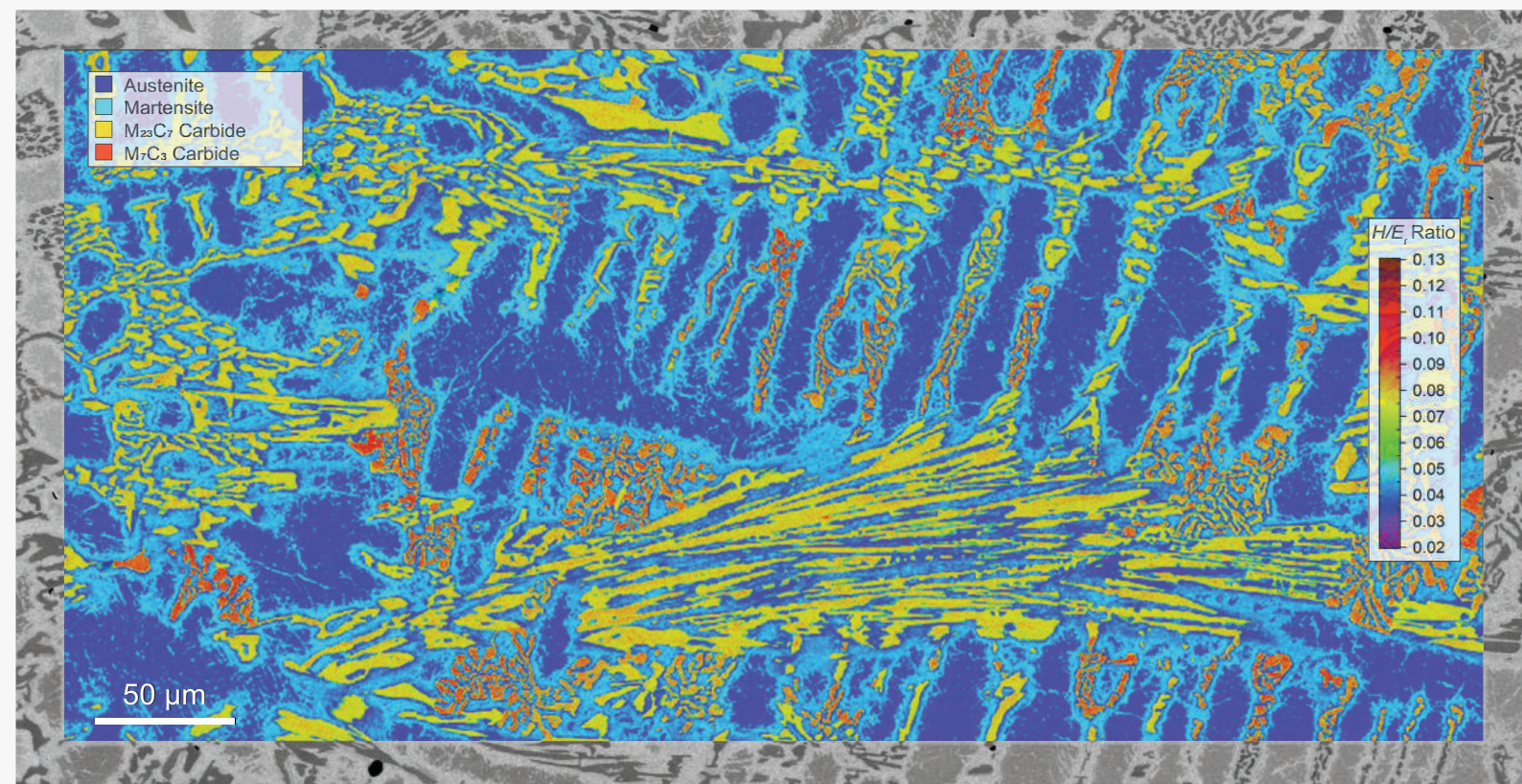
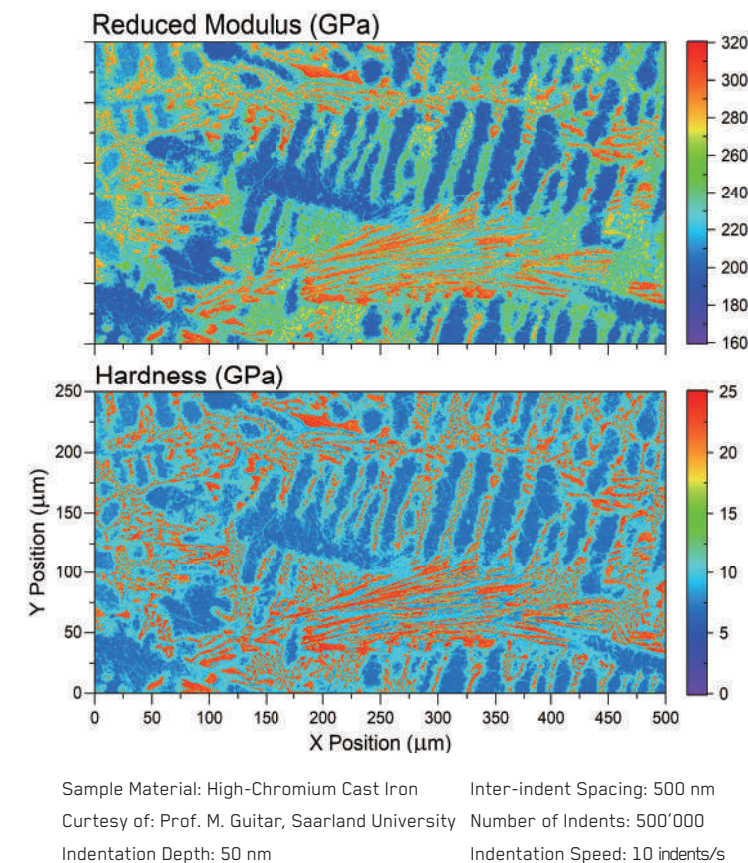


Sample Material: 316L Steel L-PBF
Curtesy of: Prof. M. Bambach, ETH Zurich
Indentation Depth: 200 nm
Inter-indent Spacing: 2 µm
Number of Indents: 320'000
Indentation Speed: 5 indents/s

高感度ナノインデンテーションマッピング

定量的なナノインデンテーション測定は通常、非常に時間がかかり、1回のインデンテーションに数秒から数分を要します。しかしiX05は最大30インデンテーション/秒の速度で定量的な測定を行うことができます。高感度が必要なアプリケーションでは、システムは高感度モードに切り替わり、10インデンテーション/秒でマッピングが可能です。このモードでは、ナノインデンテーションマップにおける、より微細な違いや特徴を可視化することが可能です。

この例では、高クロム鋳鉄 (白鋳鉄) のサンプルを異なるインデント速度でマッピングしました。超高速マッピングモジュールを使用し、60,000インデントのマップをわずか33分で完了しました。共晶炭化物がオーステナイト基地から明確に区別できました。高感度モードに切り替えることで、さらにM23C7とM7C3の炭化物の区別が可能となり、炭化物を囲む薄い周辺部のマルテンサイト層の識別も実現しました。これらの特徴を区別するには、H/Er比で1%未満の感度が必要です！



アプリケーション例

関連機械特性顕微鏡法

材料科学の核心的なテーマの一つは、微細構造と機械的性質の関係です。

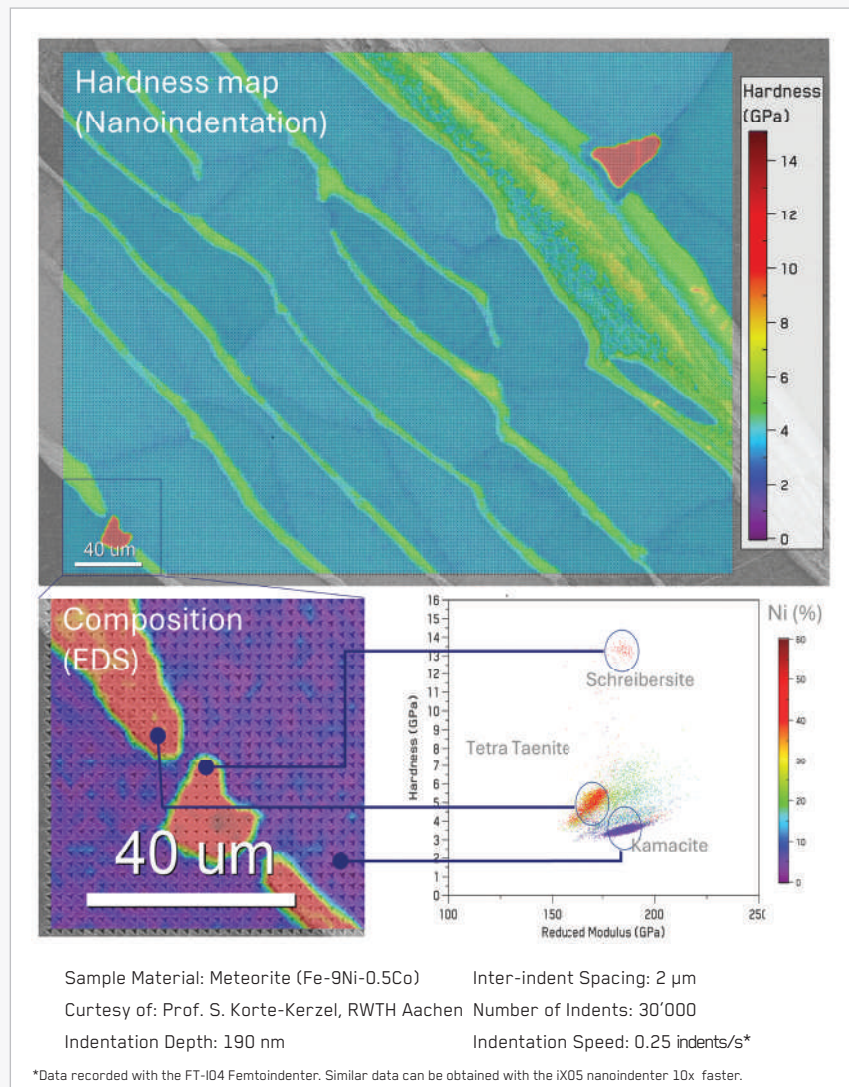
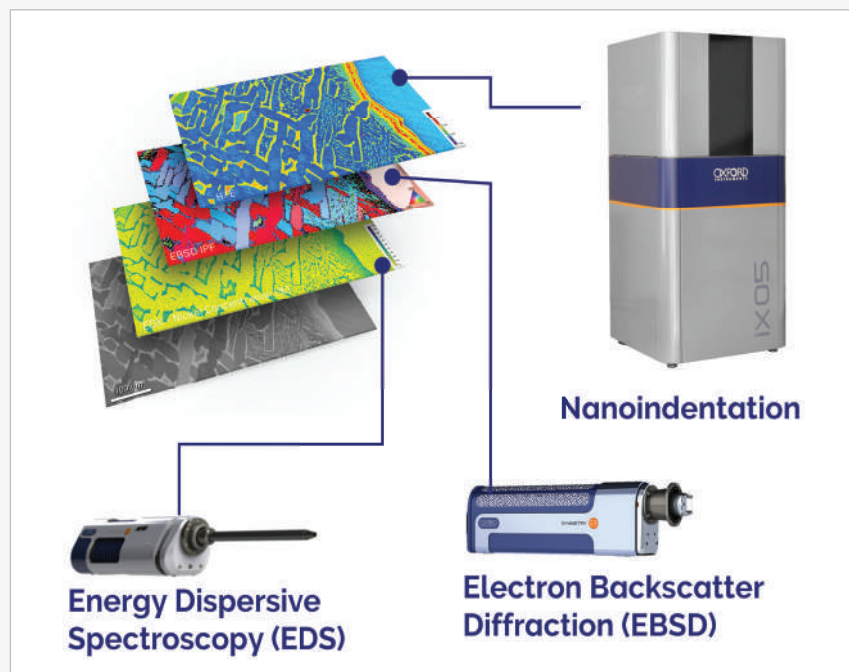
局所的な組成や結晶構造は、EDS (エネルギー分散型X線分光法) やEBSD (電子後方散乱回折法) などの技術で測定可能ですが、機械的性質は通常、マクロスケールでの測定になるか、またはデータ点数が不十分なため材料を特徴付ける結果が得られない場合があります。

iX05を使用すれば、高精度なデータを維持しつつ、多数回のナノインデントーション試験を迅速に実施できます。EBSDやEDSで分析されたのと同じ領域で材料の局所的な機械的性質を測定することで、微細構造、化学組成、および材料の機械的性質を容易に結びつけることが可能です。

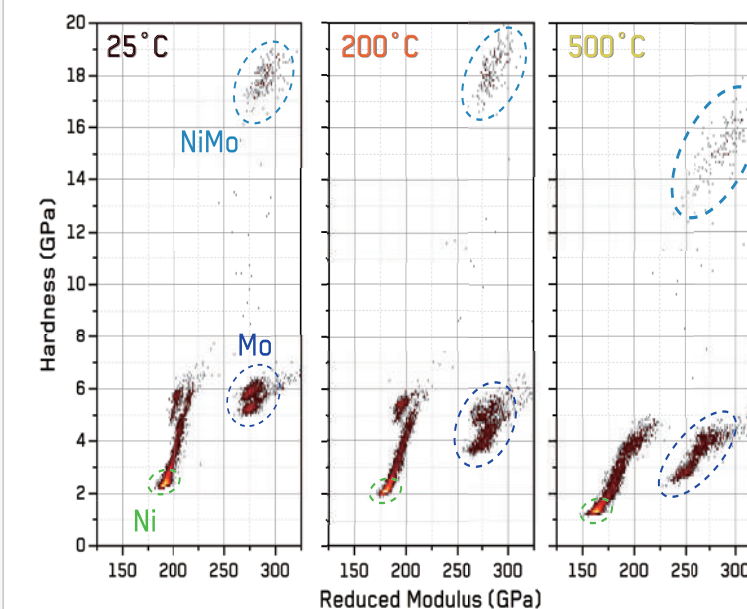
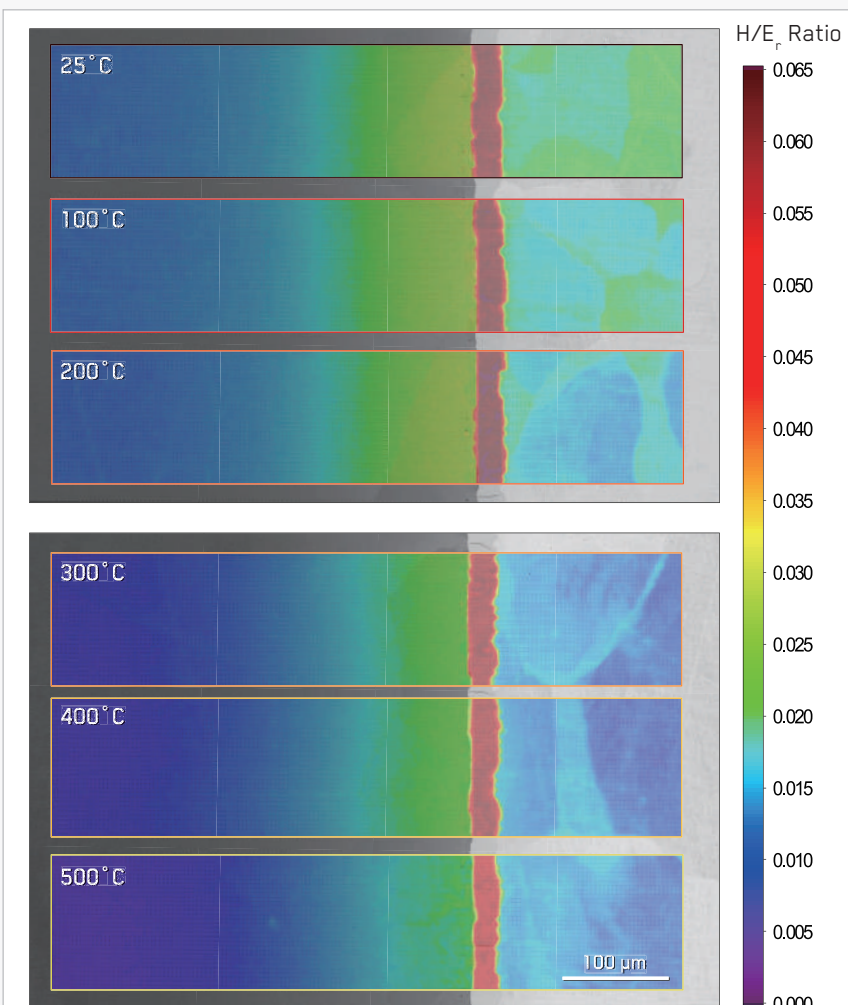
この例では、セウムチャン隕石の断片の微細構造を関連機械特性顕微鏡法で分析しました。この隕石に存在する微細構造は、宇宙空間で数百万年にわたる極めてゆっくりとした冷却過程により形成されたもので、極めて稀で地球上では再現不可能なものです。

EDS (エネルギー分散型X線分析) により取得した組成データと、ナノインデントーションにより収集した局所的な機械特性データを組み合わせることで、試料中に存在するすべてのニッケル鉄結晶構造を区別し、特徴付けることが可能です。

関連機械特性顕微鏡法により、ニッケル含有量が類似しているにもかかわらず、より硬いシュライバーサイト相とより軟らかいテトラナイト相を区別することが可能です。化学的、構造的、機械特性データのこのようなシナジーは、材料の挙動に関する理解を深める上で不可欠です。



高温ナノインデントーションマッピング



Sample Material: Ni-Mo Diffusion Couple
Curtesy of: Prof. Bin Gan, NWPU, Xi'an
Indentation Depth: 200 nm
Inter-indent Spacing: 4 μm
Number of Indents: 6 × 4'500
Indentation Speed: 0.4 indents/s*

*Data recorded with the FT-NMT04 In-Situ SEM Nanoindenter. Similar data can be obtained with the iX05 nanoindenter 10x faster.

エンジニアリングに用いられる材料は、標準的な実験室条件 (室温、大気圧) から外れた温度で使用されることがよくあります。iX05は、材料の機械的性能を、実際の使用環境で経験する条件に一致させた状態で試験することが可能です。

高速で変位制御されたナノインデントーションを使用し、iX05は異なる温度条件下での微細構造を可視化、定量化、統計的に評価できます。この方法は、局所的な組成、硬度、または熱軟化に依存せず、均一なインデントーションサイズを確保し、一貫した微細構造分析を可能にします。高速測定により、熱ドリフトを最小限に抑え、また統計的サンプリング数を向上させます。

Ni-Mo系のコンビナトリアル研究はこのアプローチを例示しています。拡散対は熱間等方圧加圧とアニーリングにより作成されました。ダイヤモンド・バーコピッチ圧子を使用したナノインデントーションマッピングは、常温から500°Cまで100°C刻みで測定温度を変化させながら高温下で行われました。

iX05が提供する革新的技術により高い熱的安定性が確保されます。MEMSヒーターの熱容量は小さく、自動化された手順を通じて圧子と試料表面の温度を迅速に一致させることができます。これにより熱膨張が補償され、低い熱ドリフトを維持し、信頼性の高い高温測定を保証します。

Ni-Mo拡散対の機械特性マップは、各温度で一貫した押し込み深さと位置を確認でき、電子後方散乱回折像と非常によく相関しました。混合ガウスアプローチを用いたクラスター分析により、主要な相の硬度と複合弾性率の値が文献と一致することを示しました。

高温モジュール

高温モジュールは、試料を最大800℃まで加熱可能です。FemtoTools Microforce センシングプローブとアクティブ圧子加熱機能を組み合わせることで、さまざまな温度での等温ナノメカニカル試験を容易に実施できます。このモジュールは、材料特性の温度依存性の測定を可能にするだけでなく、熱により引き起こされる塑性変形やき裂のナノスケールでの定量的研究を支援します。さらに、高真空中で試験を実施することで、不活性ガスを使用するシステムに比べ、酸素含有量を100万分の1に削減し不要な酸化を防止します。



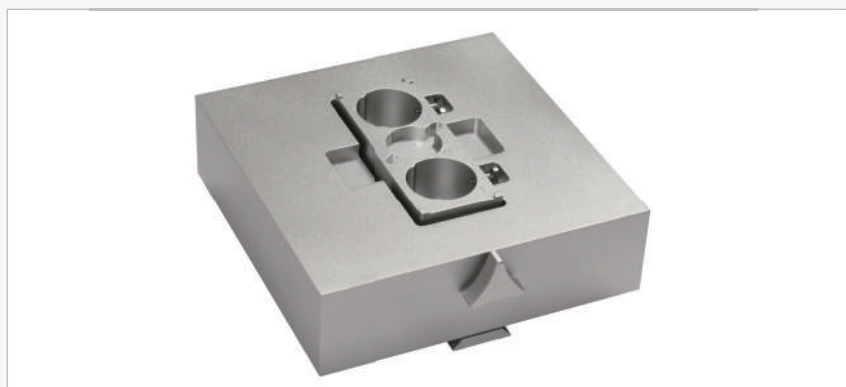
クライオジェニック試験モジュール

クライオジェニック温度モジュールは液体窒素を冷却剤として使用し、-150℃までの極低温環境下での実験を可能にします。高真空条件下で動作することで、iX05は結露関連の問題を効果的に防止し、極低温でのスムーズで信頼性の高い実験を保証します。



スクラッチテストモジュール

スクラッチテストモジュールは、交換可能なサンプルステージと統合されたピエゾスキャナーから構成されています。これにより、サンプルの平面方向の移動を可能にしつつ、同時に垂直方向に荷重を加えることが可能です。FemtoTools 2軸マイクロフォースセンシングプローブと組み合わせることで、このモジュールはナノインデンテーション、ナノスクラッチおよびナノ摩耗試験だけでなく、表面粗さ、高アスペクト比形状、スクラッチ痕や圧痕といったSPM画像取得を可能にします。



超高速マッピングモジュール



超高速マッピングモジュールは、インデント速度を1秒あたり3インデントから最大30インデント/秒まで向上させ、1時間未満で10万を超えるインデントを含む高解像度マップの生成を可能にします。

専用のサンプルステージにより、高速での加速、停止、安定化、ナノインデンテーション測定の実施、そして次のインデント位置への加速を、33ミリ秒未満で完了できます。この動作は卓越した正確性を維持しつつ行われます。

マイクロフォース測定プローブ



Model	Range	Noise Floor (10Hz)
S200	+/- 200 μ N	0.1 nN
S2'000	+/- 2'000 μ N	0.5 nN
S20'000	+/- 20'000 μ N	5 nN
S200'000	+/- 200'000 μ N	50 nN
S2'000'000	+/- 2'000'000 μ N	500 nN
S20'000-2Axis	+/- 20'000 μ N (normal)	10 nN
	+/- 20'000 μ N (tangential)	10 nN
S200'000-HT (800°C)	+/- 200'000 μ N	100 nN

Femto Tools マイクロフォースセンシングプローブは、センサーのプローブ軸に沿ってサブナニュートンから2ニュートンまでの荷重を測定可能なセンサーです。圧縮方向と引張方向の両方の荷重を測定可能です。各プローブに対してSIトレーサブルな事前校正と、卓越した長期安定性を組み合わせることで、この荷重範囲において他の荷重測定システムよりも著しく高い測定精度を保証します。特別バージョンも用意されており、2軸マイクロフォースセンシングプローブや高温プローブ（HT）など、先端加熱機能（最大800℃）を備えたモデルも含まれます。

マイクロフォースセンシングプローブは、ダイヤモンド・バーコピッチ、キューブコーナー、フラットパンチ、ウェッジ、コーン型など、多様な先端材料と形状から選択可能です。

iX05

システム構成

Vertically-motorized high-vacuum chamber

Top-down optical microscope with coaxial illumination

High-temperature module (up to 800° C)

FemtoTools high-resolution piezo-scanner

FemtoTools MEMS-based force sensor

High-stiffness measurement frame

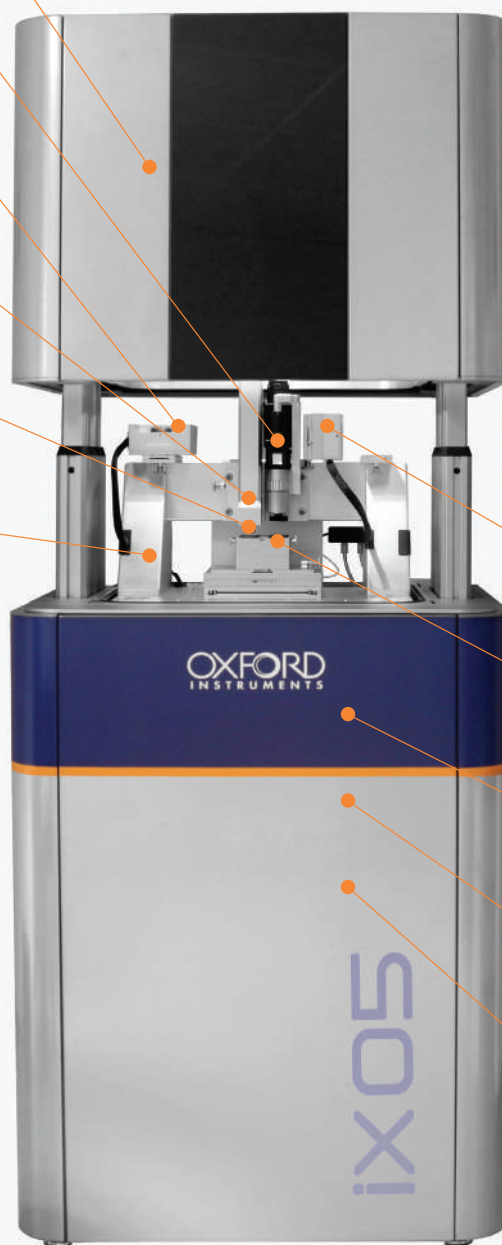
Cryogenic testing module (down to -150° C)

Sample holder

Integrated active antivibration system

Vacuum pumping system (turbomolecular pump)

High-speed control electronics (2 MHz sampling rate, 500 kHz feedback frequency)



Visit <https://nanoindentation.oxinst.jp/>

オックスフォード・インストルメンツ株式会社
〒141-0001

東京都品川区北品川5丁目1番18号
住友不動産大崎ツインビル東館

TEL : 03-6744-4704 FAX: 03-3446-8320
Email: JP_NanoIndenter@oxinst.com
Web : <https://nanoindentation.oxinst.jp/>



OXFORD
INSTRUMENTS

202510-NI01-C038-500