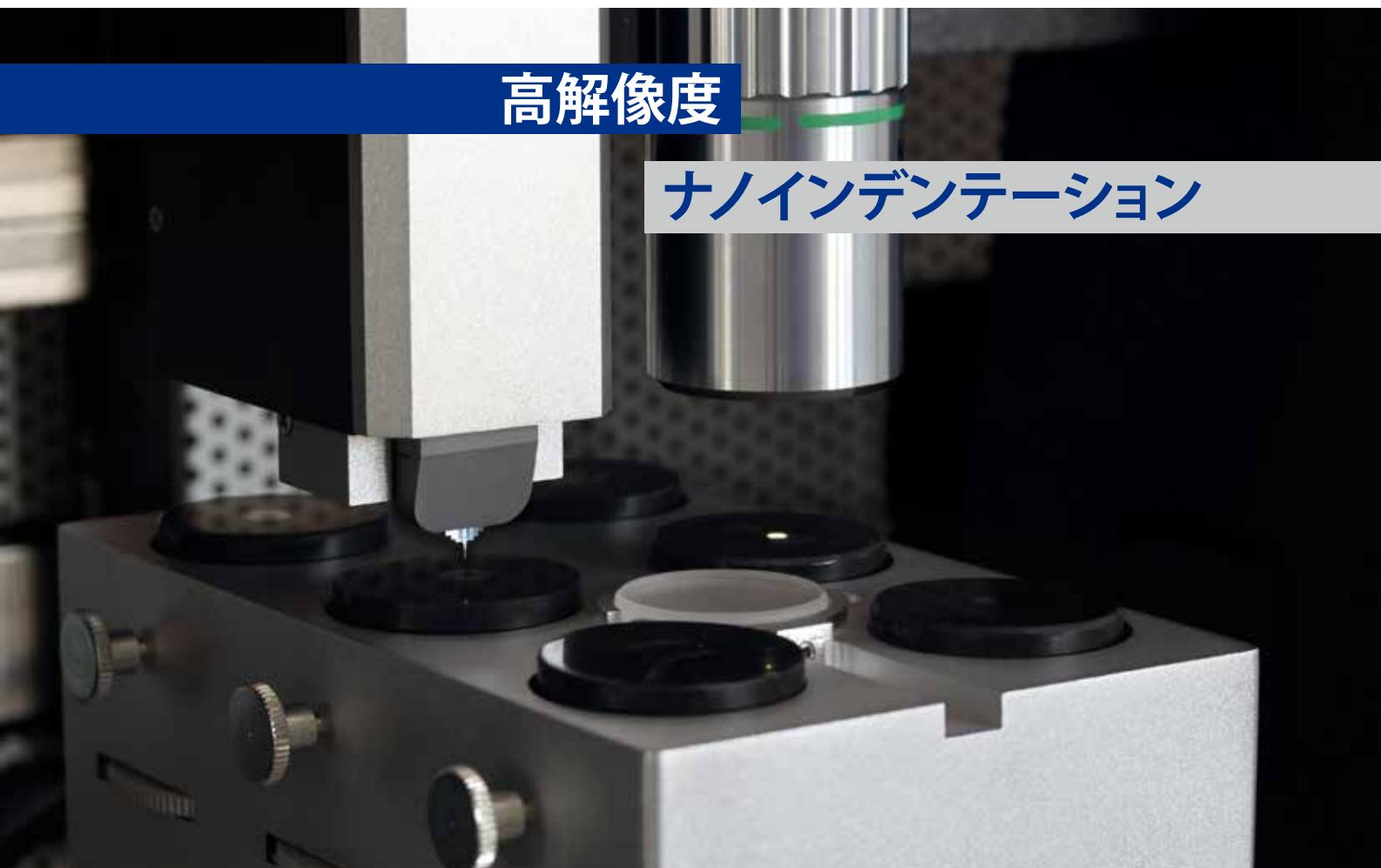
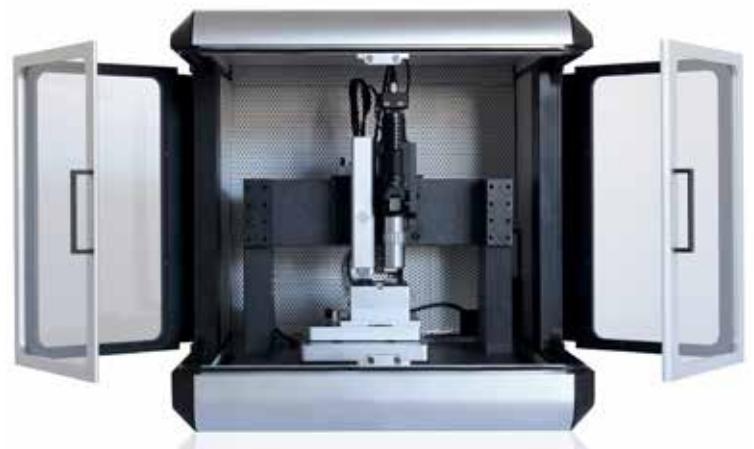


高解像度

ナノインデンテーション



FT-I04
FEMTO-INDENTER



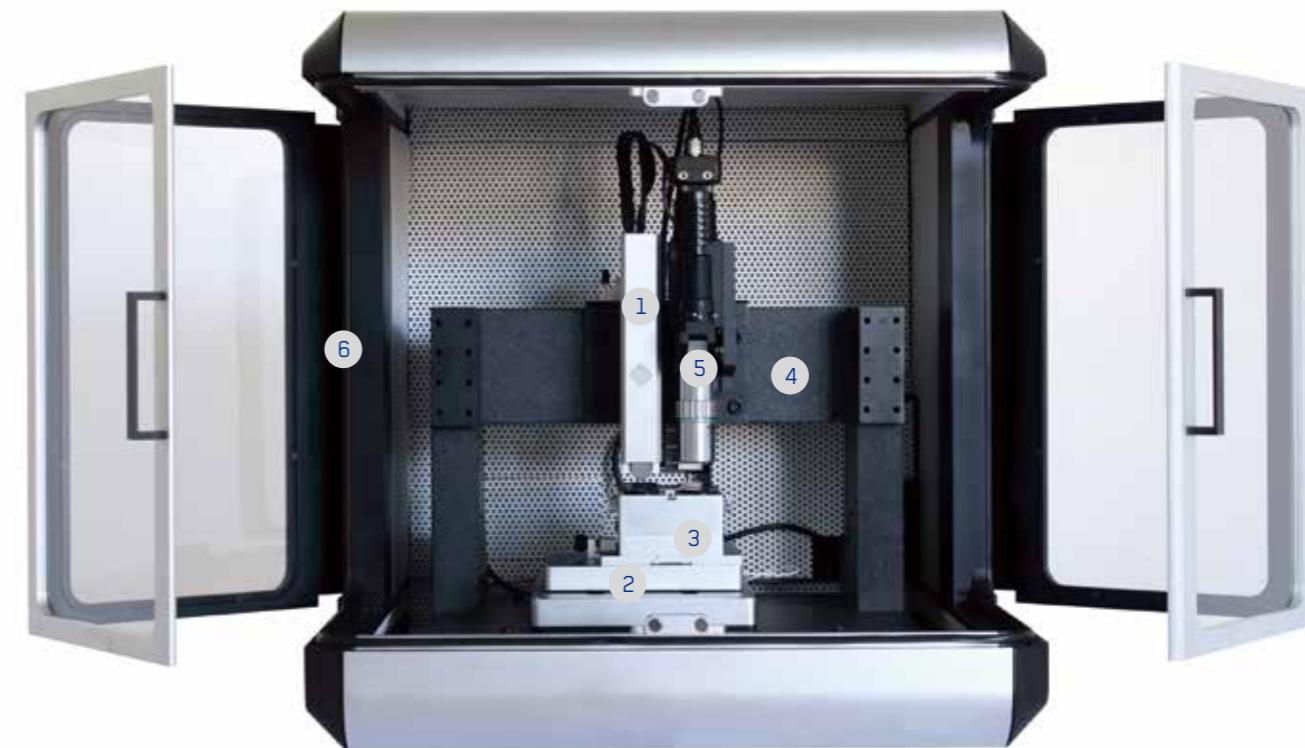
FT-I04 フェムトインデンターは、マイクロ・ナノスケールにおける材料の機械的特性およびトライボロジー特性を正確に定量化可能な高分解能ナノインデンターです。

世界初のMEMSベースナノインデンターであるFT-I04は、特許取得のFemto-Toolsマイクロ電気機械システム(MEMS)技術を採用しています。

20年以上にわたる技術革新を活かし、比類のない分解能、再現性、動的安定性を実現。金属、セラミックス、薄膜・コーティングに加え、メタマテリアルやポリマーなどのよりコンプライアントな微小構造の機械的試験に最適化されています。さらに、FT-I04はモジュール性を備え、様々な研究分野の要求に対応する機能を拡張する複数のオプションを用意しています。

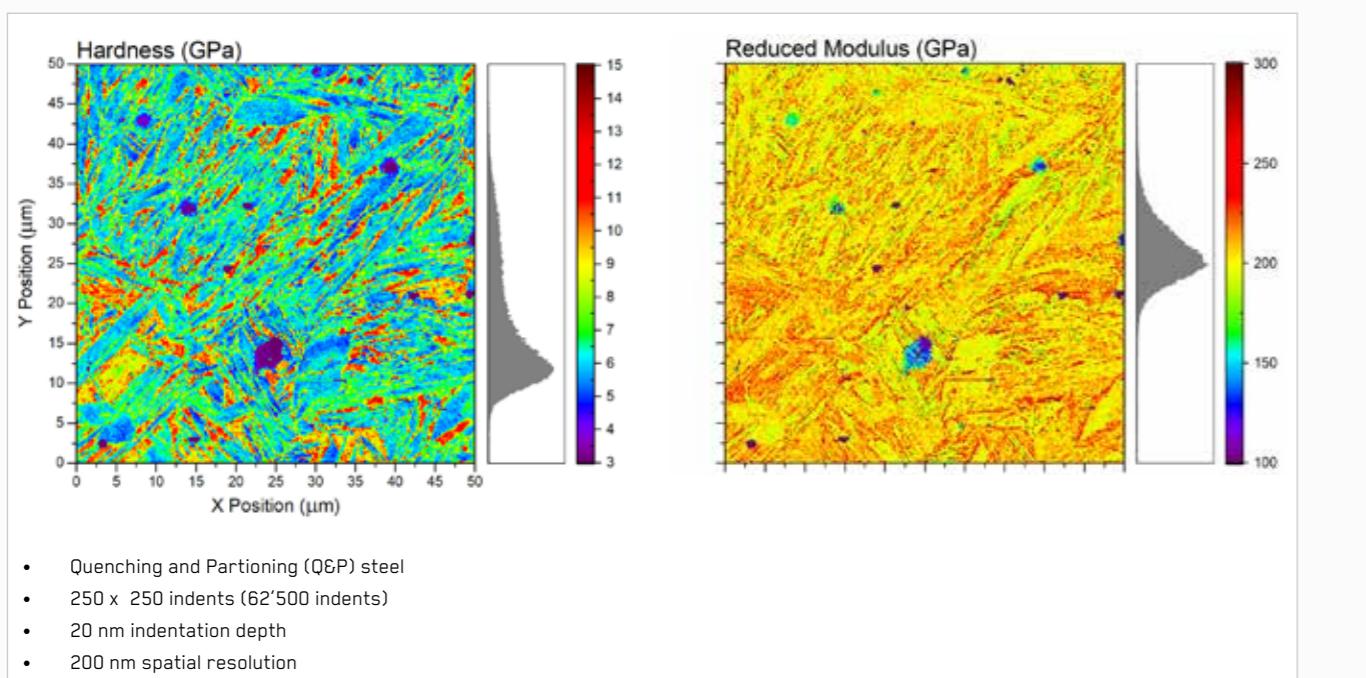
代表的な応用例としては、連続剛性測定(CSM)モードを用いたインデンション深さに対する硬度・弾性率の定量化、ならびに機械的特性の高解像度マッピングが挙げられます。さらに、オプションモジュールによりスクラッチ試験・摩耗試験、高解像度走査型プローブ顕微鏡(SPM)、高温試験が可能となります。

比類のないノイズフロアであるわずか500pNの荷重(保証実測値)と50pmの変位(保証実測値)、そして比較的広い測定範囲(2Nおよび20 μ m)を備えたフェムトインデンターは、前例のない精度と再現性をもって、多様な長さスケールにわたる材料の機械的挙動を包括的に研究することを可能にします。



システム構成

比類なき空間分解能



- 1 測定ヘッド(交換可能)の構成要素:
 - ナノインデンーション圧子をサンプル表面へ高速かつ高精度に接近させる長距離ポジショナー 40 MM の範囲で動作し、位置検出分解能は 1 NM
 - 材料の高分解能・位置制御型ナノ機械試験用ピエゾスキャナー 連続移動範囲 20 MM、保証ノイズフロア 50PM 未満を実現
 - FT-S マイクロフォースセンシングプローブ(交換可能) 様々な圧子形状・材質オプションを備え、最大 2 N (FT-S2' 000' 000) から最小 500 PN (FT-S200 の保証ノイズフロア) までの荷重測定が可能
- 2 軸サンプルステージ: 顕微鏡またはナノインデンターヘッド下での試料の精密位置決めを実現 移動範囲 130 x 130MM、クローズドループ位置制御(ノイズフロア 1NM)を搭載
- 3 最大 6 個の試料と 1 個の溶融石英基準試料を収容可能な交換式試料トレイ
- 4 高剛性花崗岩製測定フレーム
- 5 試料観察と測定位置の容易な選定を可能とする高解像度トップダウン光学顕微鏡(同軸照明付き) 5 x, 10 x, 20 x, 50 x 倍率レンズを用意
- 6 音響遮蔽と環境制御のためのエンクロージャー

FT-I04 FEMTO-INDENTER



製品の特長

比類のない再現性を備えた高解像度ナノインデンテーションにより、硬度と弾性率のわずかな変動さえも検出可能

内蔵の変位制御測定により、高速塑性変形および破壊事象の直接記録と定量化を可能とする（オプションで、荷重制御測定も可能である）

変位検出範囲は20 μ m（微細モード時）で保証ノイズフロア50pm未満、最大40mm（粗モード時）でノイズフロア1nm、9桁に及ぶ

様々な圧子形状と材質を備えた交換可能なフォースセンシングプローブ
引張・圧縮両方向で500 pNから2 Nまでの力感知を可能にし、9桁の範囲をカバー

市場最高剛性のナノインデンターで、最高のダイナミックレンジを実現
最大50kHzの共振周波数を持つロードセルと96kHzのデータ取得速度を特長とする

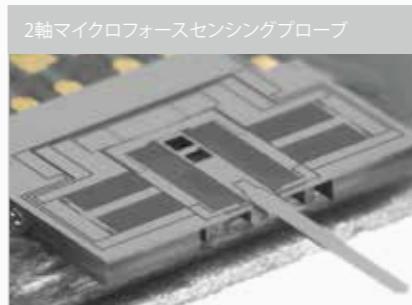
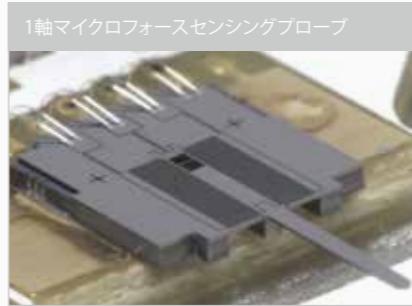
ナノインデンター圧子形状の高速かつ正確な校正のための統合手順（面積関数校正）極浅深さからマイクロメートルまで

表面、キズ、残留圧痕のSPMイメージングにより、表面変形や形状（スリップ痕、パイルアップ、シンクインなど）の定量化が可能

オプションのスクラッチ試験モジュールと2軸マイクロフォースセンシングプローブを組み合わせた高解像度ナノスクラッチ、ナノ摩耗、ナノ摩擦測定

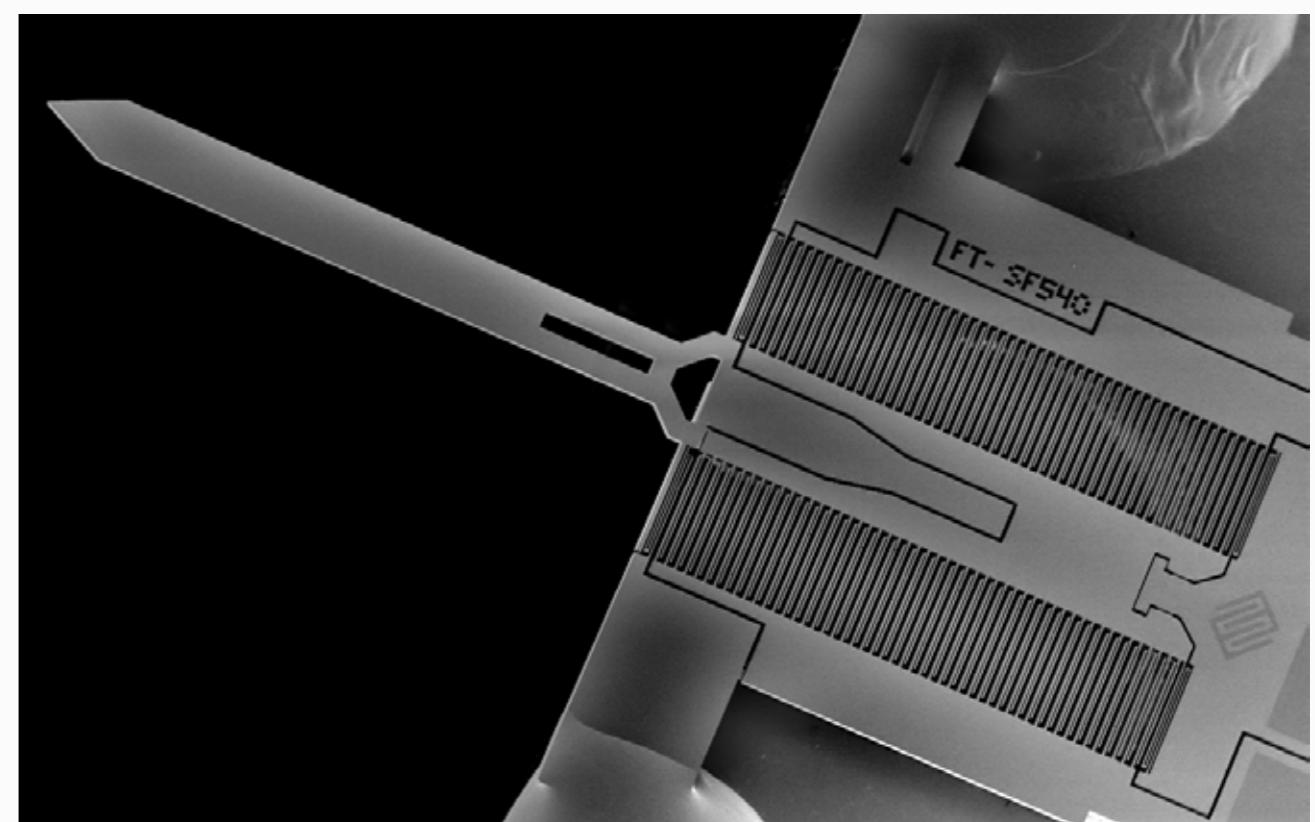
データ解析と可視化のための広範なソフトウェアツール テストパラメータと材料特性の抽出・可視化のためのカスタマイズ可能なフィッティングと関数を備える

MEMSベースのナノインデンテーション



FT-I04フェムトインデンターは、マイクロ・エレクトロ・メカニカル・システムズ（MEMS）技術に基づく高分解能ナノインデンターです。従来のナノインデンテーション装置が精密加工・組立部品に基づく荷重検出技術を採用する一方、フェムトツールズは半導体製造技術を用い、単結晶シリコンウエハーから荷重センサー全体を加工しています。このアプローチにより、従来技術では達成困難な高感度・高分解能・高再現性を備えたロードセルを実現する微小構造の製造が可能となります。さらに、MEMS検知素子の小型化により、従来型ロードセルと比較して質量が桁違いに低減。シリコンフレクシャーの高い剛性と相まって、FemtoTools FT-Sマイクロフォースセンシングプローブは高い固有振動数（最大50kHz）を実現。これにより高速現象の計測や、高周波数での疲労試験・繰返し試験の実施が可能となります。

MEMSベースの微小荷重検出プローブ

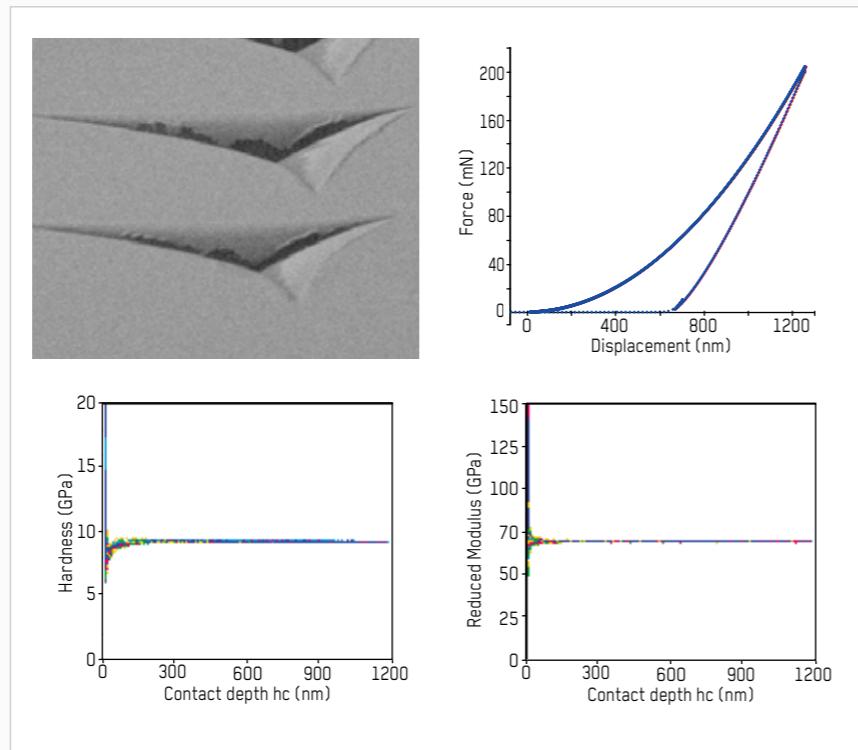


アプリケーション事例

ナノインデンテーション

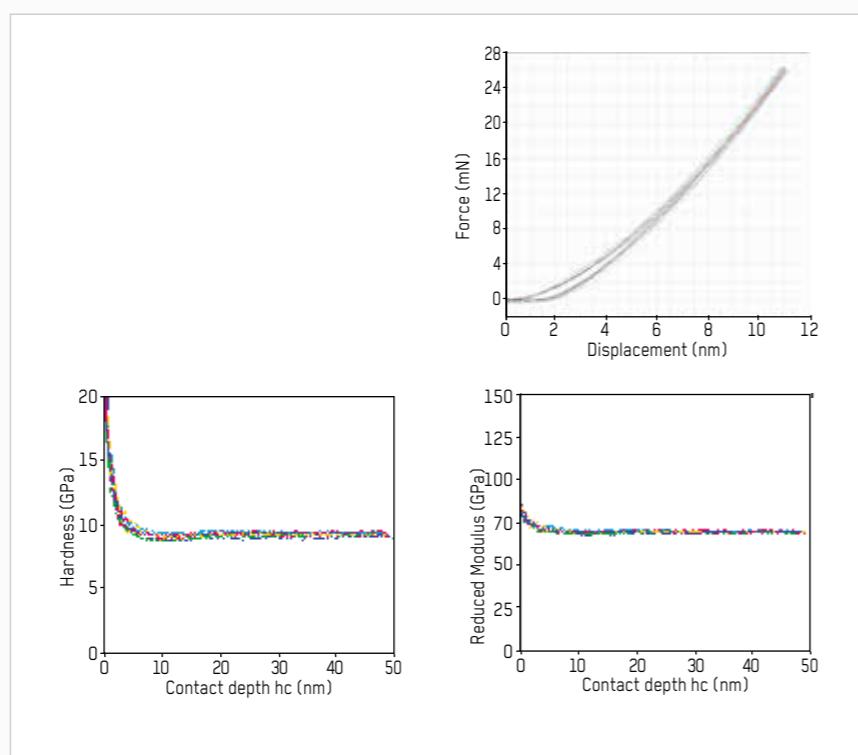
フェムトインデンターは、金属やセラミックのパルク材から軟質ポリマー、薄膜、硬質コーティングに至るまで、幅広い材料の硬さ、弾性率、クリープ、応力緩和、破壊靱性を測定可能です。これは、既知または較正済みの形状を持つ鋭い圧子を材料に押し込み、所定の深さまで貫入するに必要な荷重を記録する計装インデンテーション法によって行われます。フェムトインデンターは標準的なインデンテーション試験 (ISO14577) と自動化された圧子形状校正手順を備えています。また、連続剛性測定 (CSM) モードを搭載し、インデンテーション深さに対する機械的特性の測定が可能です。これは変位検出ノイズプロア50pmの恩恵を受けています。卓越したデータ品質と安定性の例として、右図は石英ガラスへの100回のインデンテーション試験結果を示しています。

変位制御機能を内蔵するフェムトインデンターは、荷重制御式や低剛性システムでは不可能な精度で、急激な応力降下、過渡現象、高速イベントの定量化を実現します。



極浅ナノインデンテーション

フェムトインデンターは、低荷重・浅い深さでの再現性が高く高解像度のインデンテーション試験を実現する究極のナノインデンターです。薄膜、ナノ複合材料、ナノ構造体などへの応用により、ナノスケールでの物性の定量的評価を可能にします。さらに、特長とする変位制御機能により、転位現象に関連する低荷重不連続性の特性評価が可能となります。典型的には、荷重-変位挙動は低荷重域ではヘルツ曲線に従いますが、転位の核生成とその後の相互作用が急激な応力降下現象を引き起こします。応力降下振幅の直接定量化により、ナノスケール塑性変形メカニズムに関連する活性化体積とエネルギーの測定が可能となります。さらに、極浅深度での定量測定能力は超高解像度特性マッピングに不可欠です。



スクラッチおよび形状測定

スクラッチ試験は材料の硬度を測定する最も古い方法です。1812年にフリードリヒ・モースによって初めて定量化され、彼は一般的な鉱物を摩耗抵抗性またはモース硬度値でランク付けする比較尺度を開発しました。その後、スクラッチ試験は現代的な技術へと発展しました。現代のスクラッチ試験は通常、3つの手順で実施されます：低荷重で行う試験前形状スキャン、段階的に増加させる荷重によるスクラッチ、残留深さを測定する試験後形状スキャンです。

スクラッチにより形成されるパイルアップ堆積物を測定可能にするため、スクラッチ痕周囲にマージンを設けることが推奨されます。

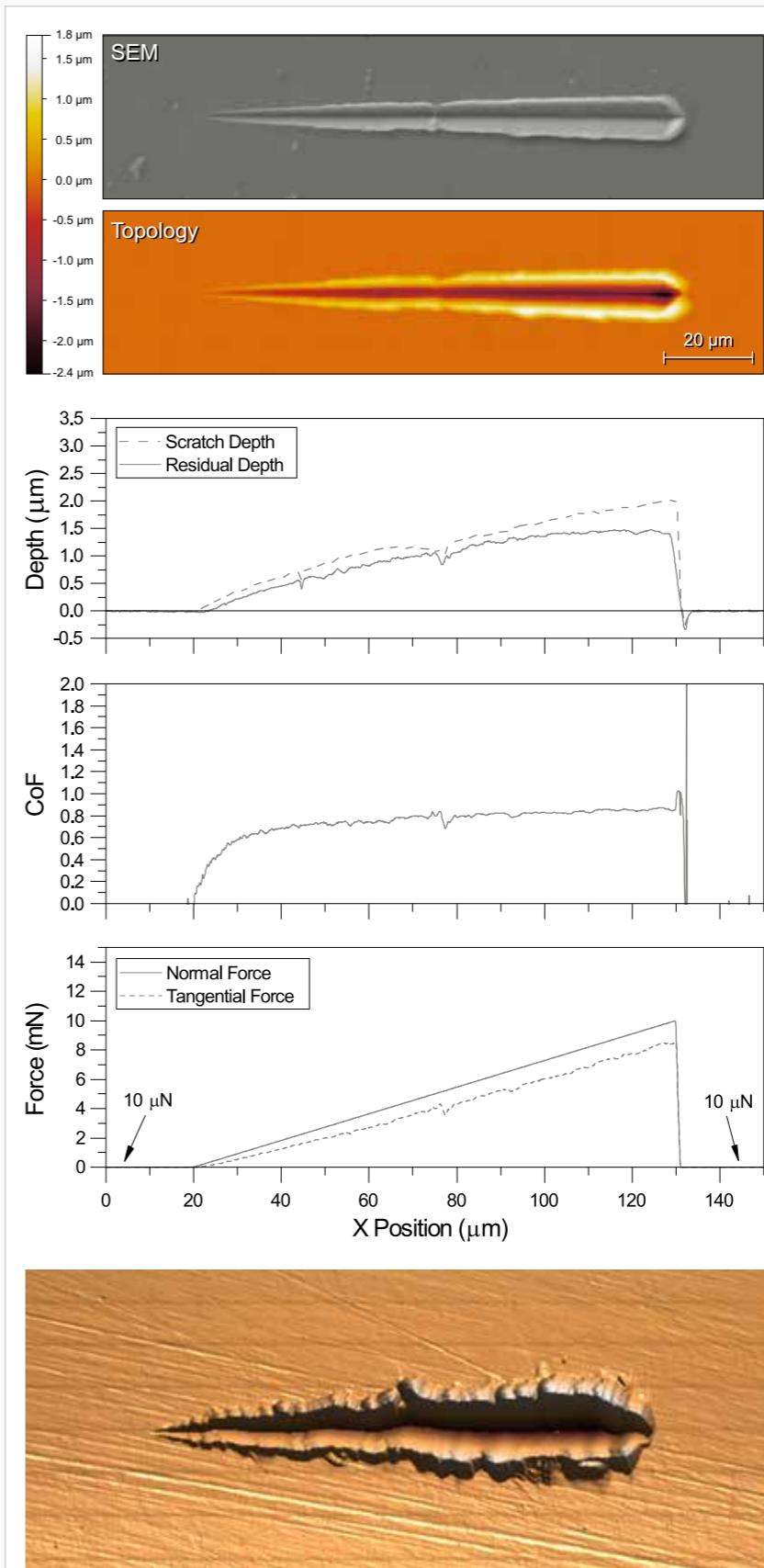
FT-I04のスクラッチ試験モジュールは、法線力と接線力、摩擦係数 (CoF)、スクラッチ痕の有効および残留貫入深さを測定することで、ナノスケールに至るまで材料の耐摩耗性を定量化します。これにより、相対的な耐スクラッチ性の判定やスクラッチ硬度の決定に豊富な情報を提供します。

ただし、スクラッチ傷周辺の材料も変形し、しばしばパイルアップ堆積物を形成するため、追加情報が必要な場合もあります。スクラッチ挙動を完全に理解するには、表面の完全な形状情報が必要です。

このためFT-I04のスクラッチ試験モジュール向けに形状スキャンモードを開発しました。これにより同一圧子先端でスクラッチ試験や圧痕試験後に表面形状の完全な特性評価が可能となります。

左図は、5052アルミニウム合金表面に最大10mNまで荷重を増加させたスクラッチ試験における形状像と二次電子像 (SEM) 画像を示します。

電子顕微鏡写真と形状スキャンとの間に優れた相関が認められ、スクラッチ中央部に明瞭に観察される合金中の包有物に対応するパイルアップの減少が確認できます。この包有物の影響は、深さ、摩擦係数、接線荷重の測定値からも確認できます。

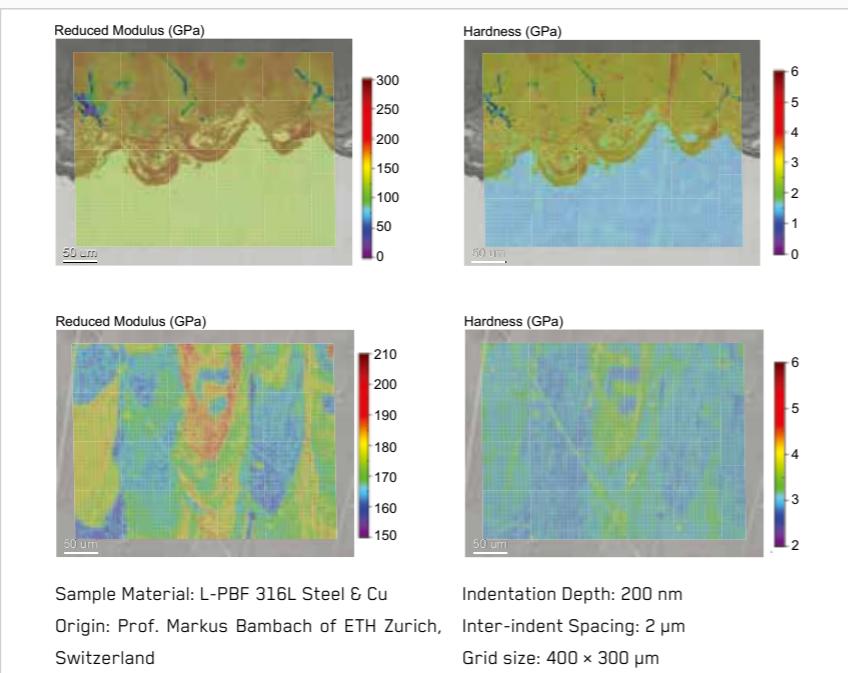


Sample Material: 5052 Aluminum Alloy Speed: 1 μm/s
Maximum Load: 10 mN

アプリケーション事例

積層造形合金における微細組織特性評価

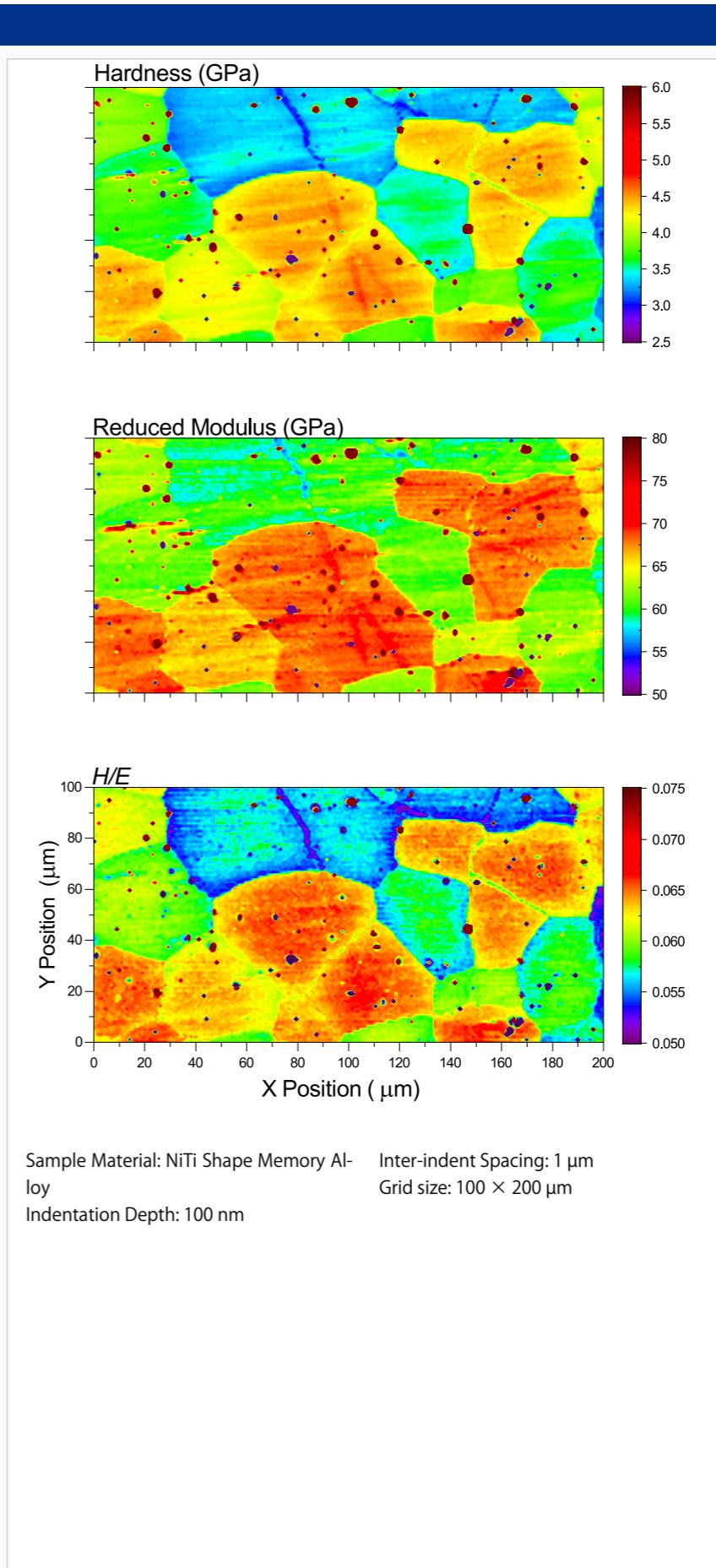
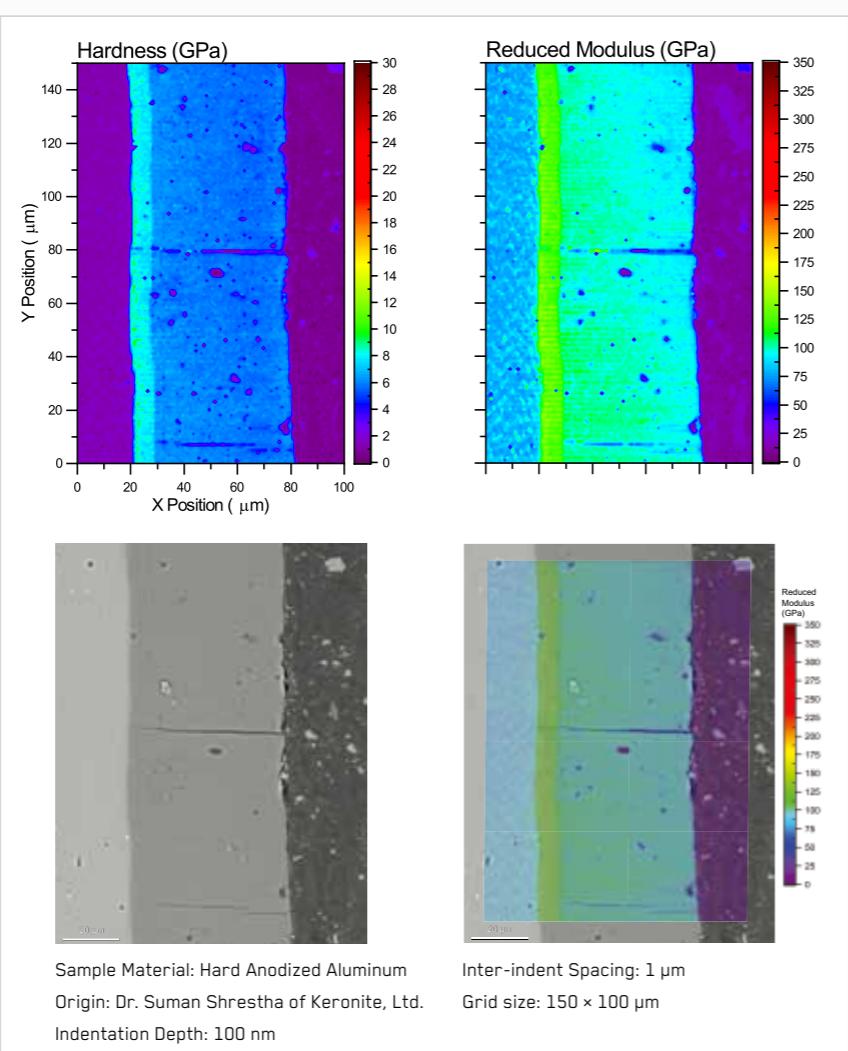
レーザー粉末床溶融法 (L-PBF) は、金属の積層造形における主要な手法です。この技術は、金属粉末ベッド内でレーザーを用いて粉末を局所的に溶融し、層内に固体ボクセルを形成します。これらのボクセルが固化する際、溶融領域は隣接する材料やその他の多くの要因に応じて異なる結晶方位へと結晶化します。機械特性顕微鏡法は、これらの複雑な特性を弾性・塑性異方性に基づいて評価することを可能にします。本結果では、硬度マップと弾性率マップを後方散乱電子像 (BSE) に重ね合わせ、複数材料（銅と316L鋼）および316L鋼堆積層の断面において、材料の機械的特性に溶融領域と再結晶が及ぼす影響が示されています。



コーティング特性評価

ナノインデンテーションは長年にわたり、コーティングや表面改質の特性評価に最適な手法とされてきました。薄膜の場合、通常は表層からのインデンテーションでアプローチします。より厚いコーティングの場合、断面サンプルのインデンテーションによりはるかに多くの情報を得られます。右図は、金属学的に断面調整・マウントされた、5052アルミニウム合金上に形成された硬質陽極酸化コーティングの硬度マップと複合弾性率マップを示しています。後方散乱電子像 (BSE) と両手法の重ね合わせ画像も併せて示されています。左側がアルミニウム合金基材、右側がペークライトマウント材です。コーティング内部の細孔や亀裂が明瞭に観察可能であり、特性マップと電子顕微鏡像との間に優れた対応関係が認められます。

しかし、電子顕微鏡像よりも多くの情報が圧痕マップから読み取れます！アルミニウム界面ではより高い硬度と弾性率を持つ高密度接着層が確認され、コーティング表面方向へ硬度と弾性率の勾配が観察されます。これは摩耗が生じ得る使用環境下におけるコーティングの機械的挙動を理解する上で貴重な情報となります。



粒状構造のマッピング

フェムトインデンターの性能を証するため、ニッケルチタン合金に対するCSMナノインデンテーション測定結果をここに示します。ニッケルチタン合金は、ニッケルとチタンの原子比がほぼ等しく設計された金属合金のグループであり、形状記憶効果と超弾性という2つの特異な温度依存的特性を持ちます。形状記憶効果は、塑性変形を受け、荷重除去後もその変形を保持し、臨界温度以上に加熱されない限り維持する能力に関連します。この臨界温度に達すると、合金は相転移を起こし、塑性変形を受けた状態から元の状態へ回復します。この臨界温度より高い温度では、ニッケルチタン合金は超弾性を示し、大きな変形を受けても可逆的な相転移によって荷重除去後すぐに回復します。高い生体適合性、耐食性、耐摩耗性を兼ね備えるため、ニッケルチタン合金は最もよく知られた形状記憶合金 (SMA) の一つです。医療用インプラントからインテリジェント鉄筋コンクリート、衝撃吸収材に至るまで幅広い商業用途に利用されています。形状記憶効果とその限界の完全なメカニズム解明に向けた多くの研究努力が注がれています。特に結晶方位と弾性率の関係は、局所ひずみの順応と局在化を説明し、これが不可逆変形と形状記憶効果の進行性消失につながる点で極めて重要であると考えられています。ここで、FT-I04 フェムトインデンターは結晶方位に伴う硬度および弾性率の変動を量化することを可能にします。さらに注目すべきは、粒界付近における微細かつ緩やかな特性勾配 ($\leq 3\%$) の量化も可能である点です。広範囲にわたる高空間分解能と高速マッピング時でも維持される高精度を特長とし、FT-I04の結果はEBSDやEDXマップ (後述) と直接比較可能です。これにより微細構造と材料特性の関連性を包括的に理解できます。

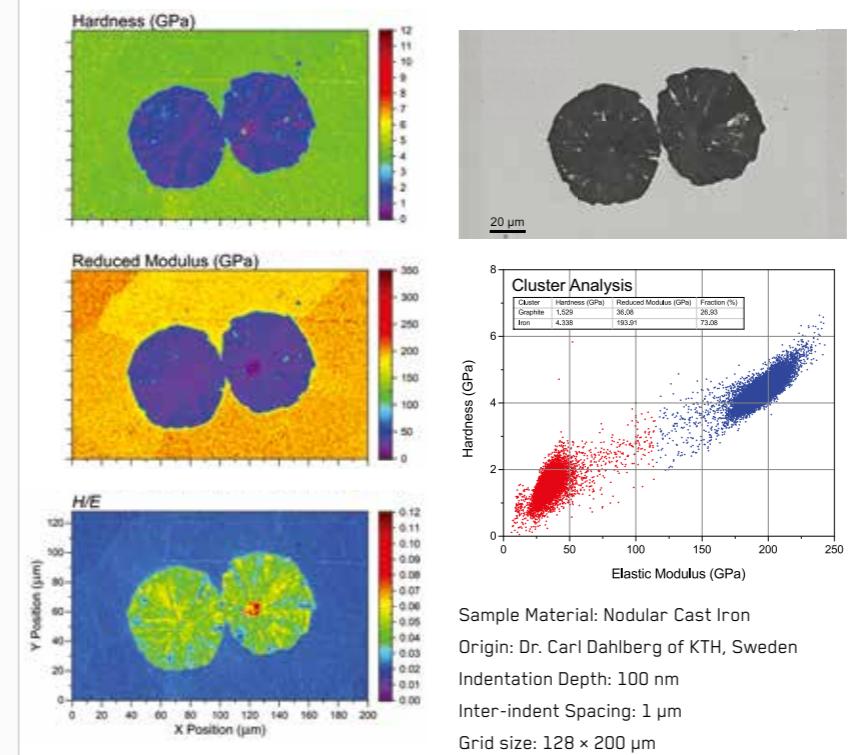
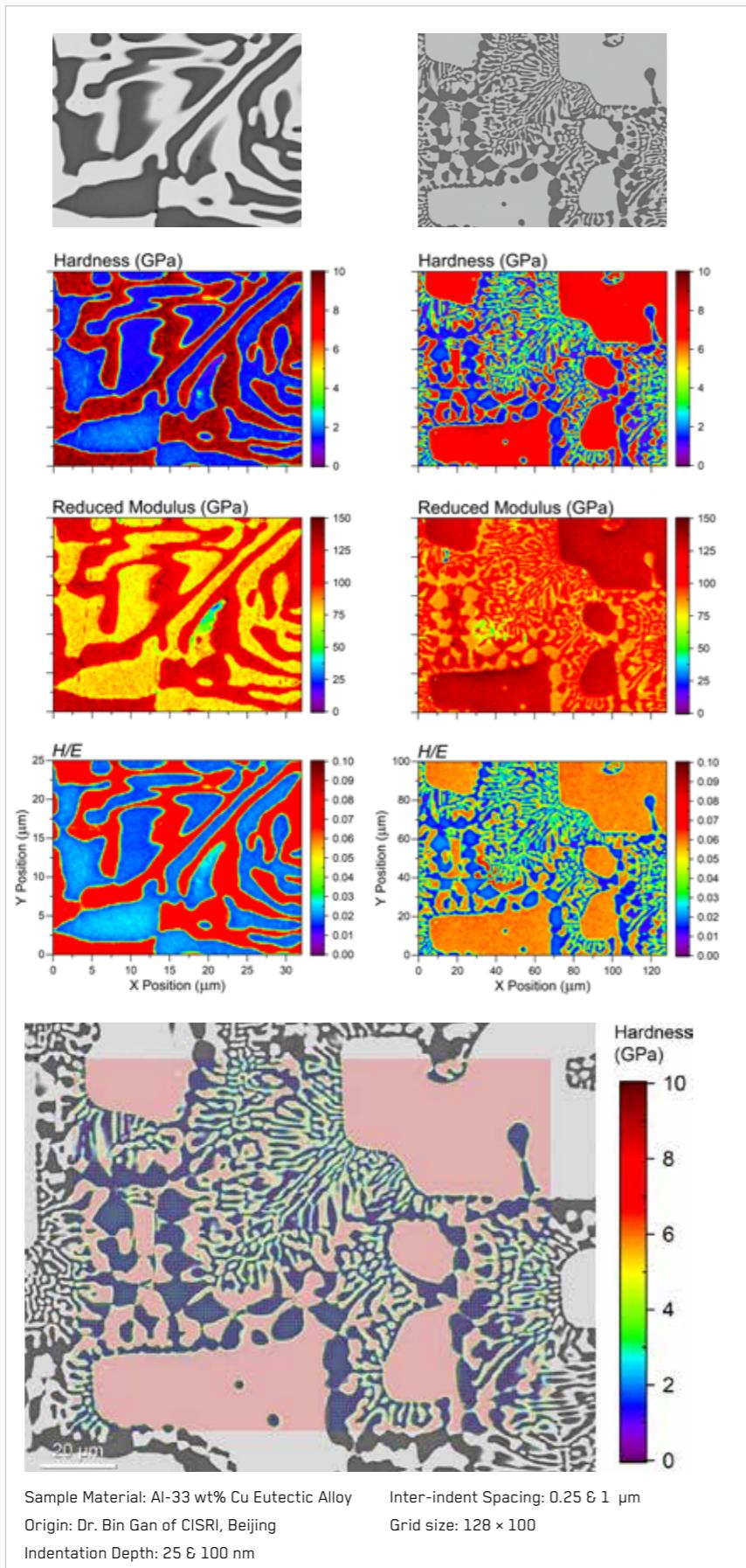
アプリケーション事例

マルチスケール微細構造マッピング

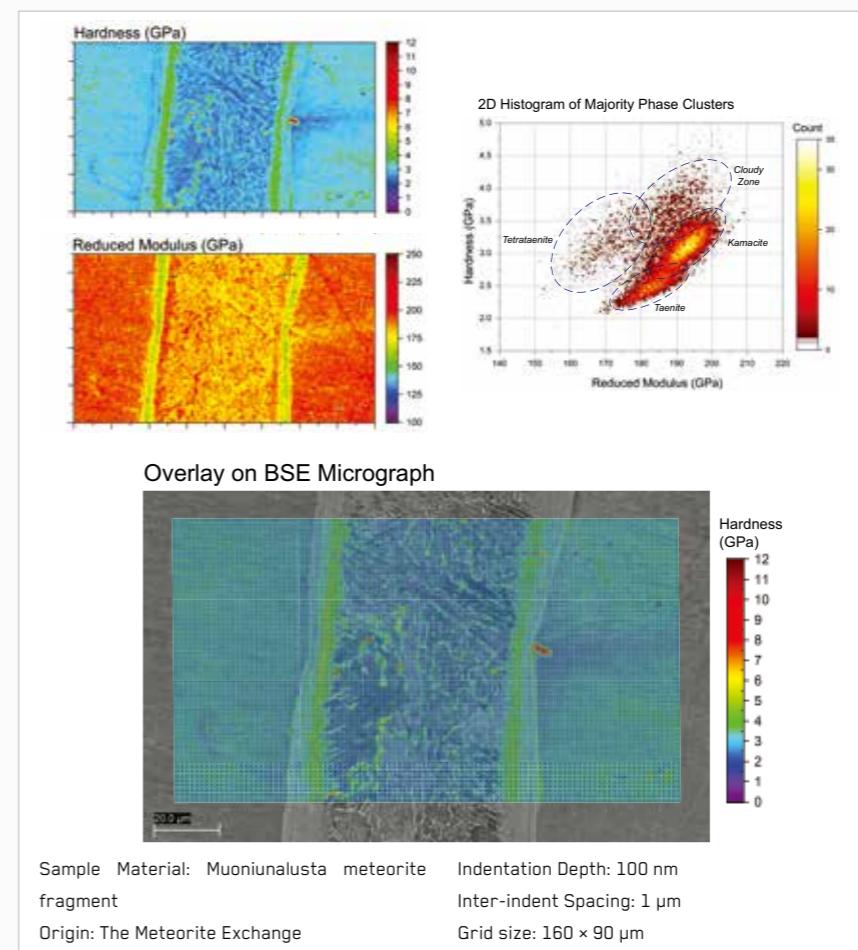
異なる特性を持つ相を含む微細構造をマッピングするとき、インデンテーション試験を変位制御方式で行う事が不可欠です。荷重制御方式ではインデンテーションサイズに大きなばらつきが生じ、精度と横方向分解能の両方を損なうためです。サイズ効果は試料硬度に大きな影響を与えるため、正確な比較を可能にするには全てのインデンテーションを同等の深さで実施することが不可欠です。目標を深さとするインデンテーションの実施により、極めて異なる材料上でも高精度のインデンテーションマップを作成できます。これにより高解像度インデンテーションマップを高い信頼性で実施可能となります。インデンテーションサイズと間隔については、試料の微細構造を考慮することが重要です。インデンテーション間隔は、相境界をまたがるインデンテーションよりも、単一相内に含まれるインデンテーションの方が多く設定すべきです。相境界上で行われるインデンテーションは、両相の特性が混ざった形で測定されます。

これは、インデンテーション間隔がマップで分解可能な最小の微細構造の大きさとなることを意味します。これは共晶樹状晶のような細かな微細構造ではチャレンジングになる場合があります。

右の図は、Al-33重量% Cu共晶合金の2つの異なる長さスケールにおける後方散乱電子像(BSE)および機械特性顕微鏡マップを示しています。下部では、硬度マップを電子顕微鏡像に重ねることで、両イメージ技術間の優れた対応関係が強調されています。右側のマップは深さ100nm・間隔1μmで、左側は4倍高解像度(深さ25nm・間隔0.25μm)で測定。大スケールの硬度マップでは中間値(緑色)のデータポイントが多く確認され、インデンテーションが両相にまたがっていることを示しています。高解像度の硬度マップでは、この現象は観察されません。ほぼ全てのインデンテーションが赤または青で、単一相内の結果です。わずか数十ナノメートルのインデンテーション深さであっても、フェムトインデンターは正確で美しいマップを提供できます。



この世のものとは思えないほどの繊細さ



性質が大きく異なる相を含む微細構造では、変位制御インデンテーションがマッピングに不可欠です。荷重制御インデンテーションではインデンテーションサイズに大きなばらつきが生じ、精度と横方向分解能の両方を損なうためです。標的深さまでインデンテーションを実施することで、本例に示す球状黒鉛鉄のような極めて異なる材料上でも、高精度で均一サイズのインデンテーションマップを作成できます。弾性率の差がほぼ1桁異なるにもかかわらず、鉄相と黒鉛相の両方が明確に分離されています。

相特性の統計解析は簡単です。フェムツールズ解析ソフトウェアに実装されたK平均法クラスタリングアルゴリズムが両相を容易に分離し、平均特性と相分率を決定できます。

隕石は宇宙空間からの有形の物体の一つです。それは握ることができる異世界の断片です。左側にはムオニオナルスタ隕石から採取した特性マップが示されています。マッピングされた領域は二つのカマサイトとテトラテナイト層と雲状帶相で構成された単一のプレッサイトバンドです。FT-I04フェムトインデンターの高い感度により、スピノーダル分解したプレサイトバンド内の異なる相を明確に観察できます。しかし、これらの相の特性が入り組んでいるため、K平均法クラスタリングはこの材料には困難です。代わりに、単純な統計手法である2次元ヒストグラムを用いました。この方法は、ある範囲内にあるデータの数(濃度)を示します。これにより、各相の特性を可視化できます。様々な相の特性を高い信頼性で分離するには、高度な統計手法や、EDXとの相関解析手法が必要となるでしょう。

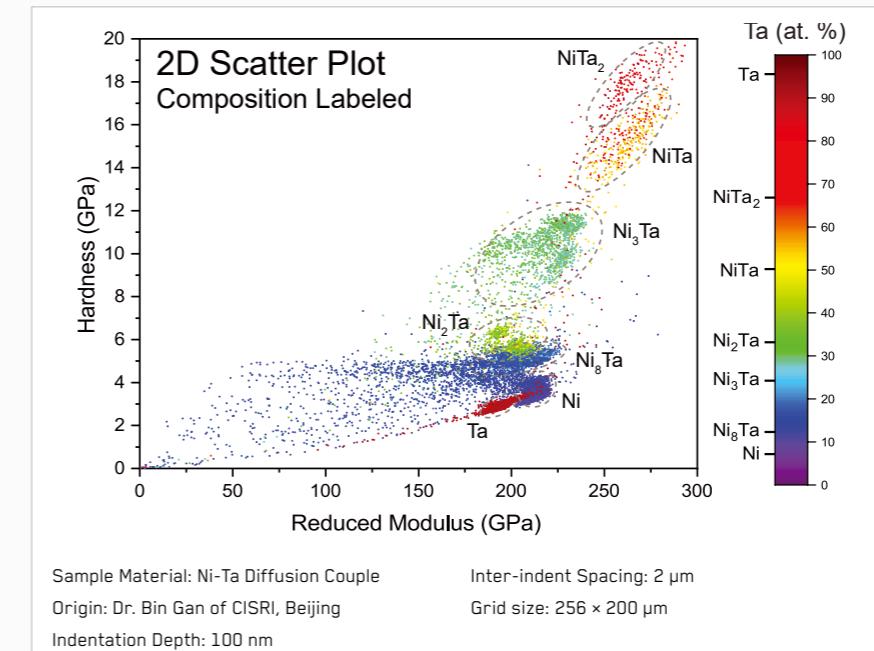
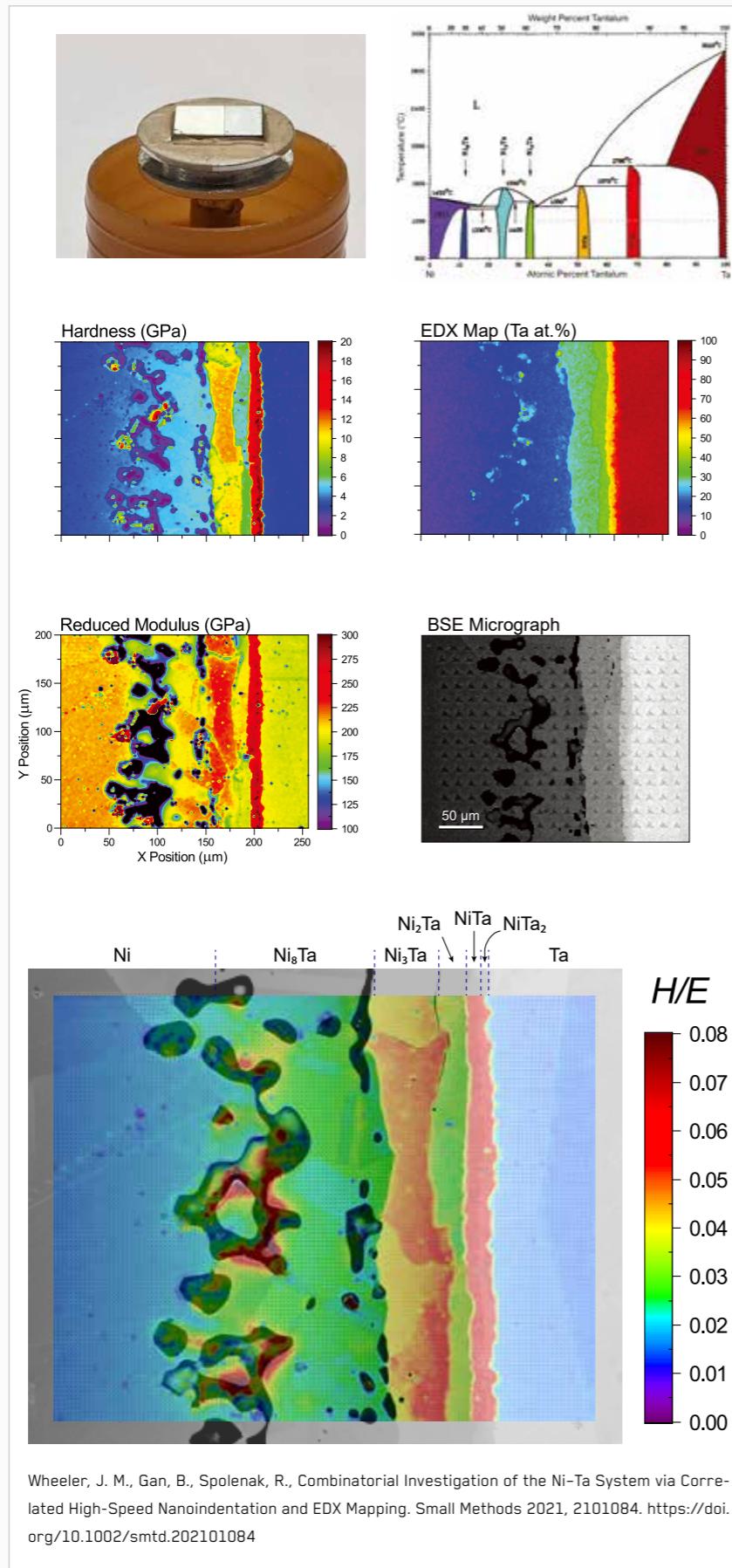
アプリケーション事例

EDXマッピングとの相関ナノインデンテーション

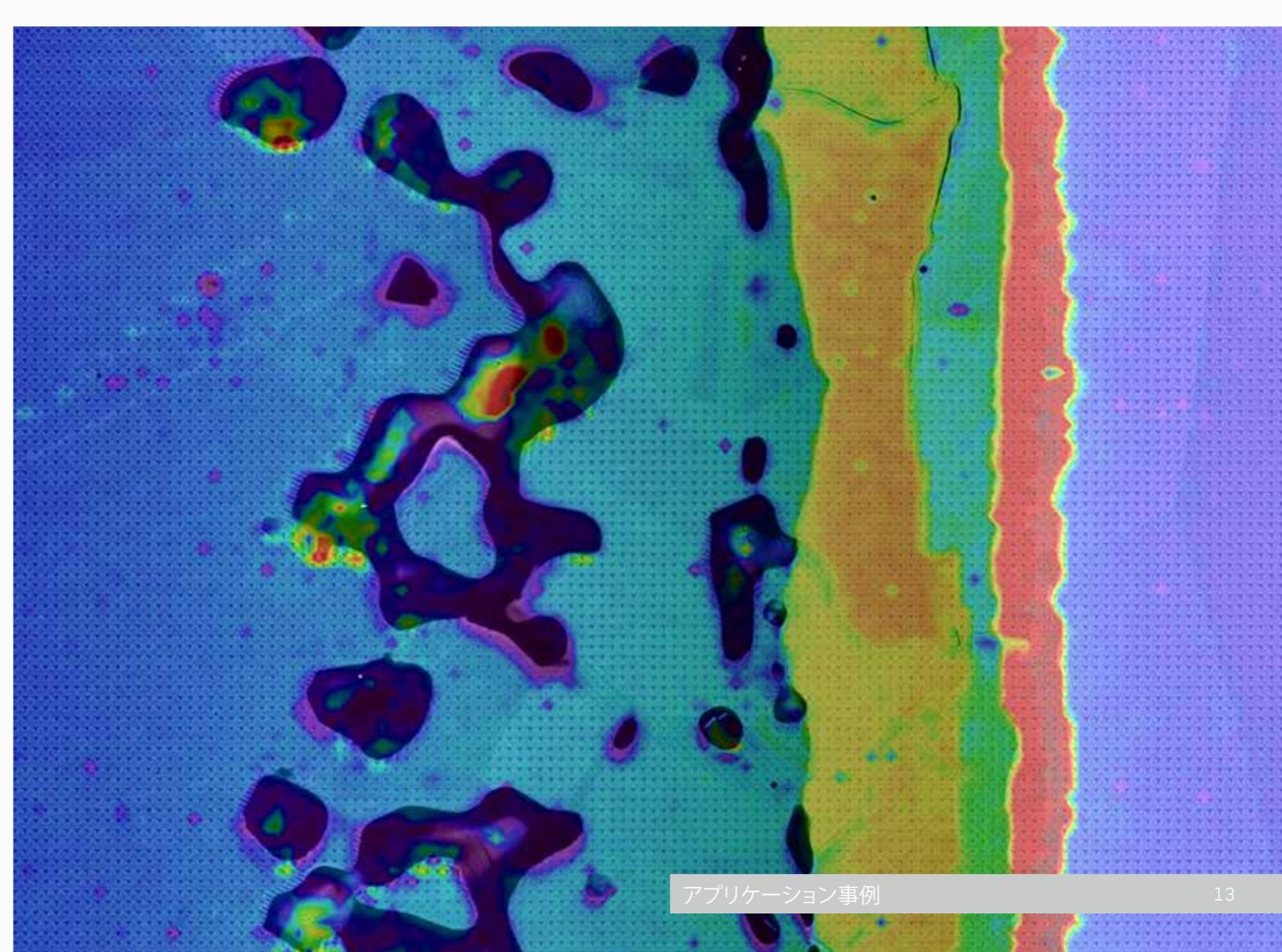
ナノインデンテーションとエネルギー分散型X線分光法(EDX)は、長らく相補的な技術でした。しかし、両技術の相関を明らかにするには、各測定位置を手動で合わせる(0D)か、ある線に沿って測定しフィットさせる(1D)必要がありました。これは複雑な微細構造を調べるには制約となります。

機械特性顕微鏡法により、硬度と弾性係数の両方を高空間分解能である領域(2D)全体にわたり評価できるようになりました。これにより大量の統計データが生成され、相レベルの特性決定に活用可能です。しかし、特性の統計分布が重なる場合、相間のデータ分離は非常に困難となります。この問題を解決するため、EDXデータとナノインデンテーションデータを相関させる簡単な手法を開発しました。これによりマップ上の全点について組成と機械的特性がわかります。約100×100インデントの中規模マップを作成する場合、EDXシステムに適合するようにアスペクト比を設定します(例: EDAX/TEAMソフトでは128×100)。これにより両手法のサンプリング位置合わせが容易になり、各インデント位置とEDX測定位置が完全に一致します。この手法により、FTI-04フェムトインデンタの高分解能機械的特性マッピング能力と、電子顕微鏡の組成マッピング能力を効果的に統合することが可能となります。

この相関技術がコンビナトリアル手法に持つ威力を実証するため、ETHチューリッヒのRalph Spolenak教授および中国鉄鋼研究所グループ(CISRI)のBin Gan博士と共に、拡散対をコンビナトリアルライブラリとして用いたニッケル-タンタル系において本手法を適用しました。得られたマップでは、この系に存在する全7相が明確に分離され、各相の機械的特性と組成範囲が決定できました。これにより複雑な統計的デコンボリューション手法を必要とせずとも、容易にデータセグメンテーションが可能となりました。



BSE顕微鏡写真への硬度マップの重ね合わせ



この相関手法がなければ、ニッケル-タンタル系における各相の分離は困難であったでしょう。これは、複数の相が似通った組成と機械的特性を有するためです。このことは、特に複雑な微細構造や組成変動を伴う将来の研究にとって、この新たな相関的アプローチの可能性を示しています。

製品仕様

FT-Sマイクロフォースセンシングプローブ

フェムトツールズ FT-S マイクロフォースセンシングプローブは、センサー軸に沿ってサブナノニュートンから2ニュートンまでの力を測定可能なセンサーです。圧縮力と引張力の両方を測定できます。各プローブに対するSIトレーサブルな事前校正と卓越した長期安定性により、この力範囲において他の力検知システムよりも大幅に高い測定精度を保証します。2軸マイクロフォースセンシングプローブや圧子加熱機能を備えた特殊仕様も提供可能です。

FT-S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・コビッチ、キューブ・コーナー、フラットパンチ、ウェッジ、円錐形など、多様な先端材質と形状で提供されます。



Model	Range	Noise Floor(10Hz)
FT-S200	+/- 200 μN	0.5 nN
FT-S2'000	+/- 2'000 μN	5 nN
FT-S20'000	+/- 20'000 μN	50 nN
FT-S200'000	+/- 200'000 μN	500 nN
FT-S2'000'000	+/- 2'000'000 μN	5000 nN
FT-S20'000-2Axis	+/- 20'000 μN (normal)	100 nN
	+/- 20'000 μN (tangential)	100 nN
FT-S200'000-HT (800°C)	+/- 200'000 μN	1000 nN

FT-ST04 スクラッチ試験モジュール

スクラッチ試験モジュールは、ピエゾスキャナーを内蔵した交換可能な試料ステージで構成されます。これにより、試料に法線力を加えながら面内方向への移動が可能となります。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、本モジュールはナノインデンテーション、ナノスクラッチ試験、ナノ摩耗試験に加え、表面粗さ、高アスペクト比構造、残留スクラッチやインデントのSPMイメージングを実現します。



FT-HT04 高温モジュール

高温モジュールにより、試料を最大400°Cまで加熱可能。FemtoTools圧子加熱センサーと組み合わせることで、様々な温度条件下での等温ナノ機械試験を実現します。本モジュールは材料特性の温度依存性測定だけでなく、熱誘起による塑性変形や破壊の定量的解析をナノスケールで可能にします。さらに、チャンバーを不活性ガスなどで充填することで、酸化などの望ましくない化学反応を低減できます。



測定ヘッド

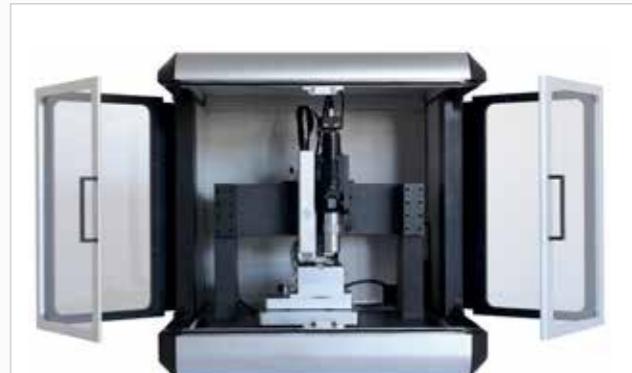
Measurement principle position controlled

Force

Range	up to 2 N
Noise floor (10 Hz)	down to 500 pN
Digital resolution	down to 0.5 pN
Sampling frequency	96 kHz

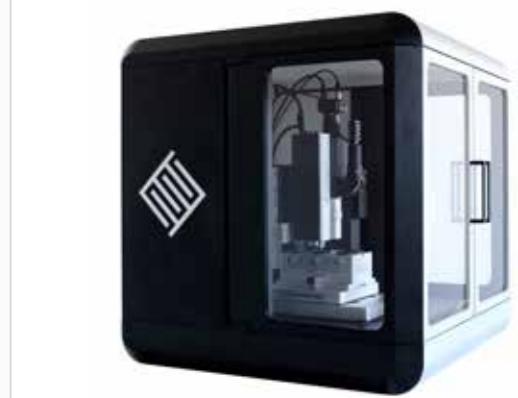
Position

Coarse range	40 mm
Coarse noise floor (10 Hz)	1 nm
Fine range	20 μm
Fine noise floor (10 Hz)	50 pm
Digital resolution	0.05 pm
Sampling frequency	96 kHz



サンプルステージ

Range	130 x 130 mm
Noise floor (10 Hz)	1 nm



顕微鏡

Camera	5 megapixel CMOS sensor
Objective lens options	5x, 10x, 20x, 50x
Focus	motorized
Coaxial illumination	LED, Adjustable





オックスフォード・インストゥルメンツ株式会社

〒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/>

©2025 Oxford Instruments KK. All Rights Reserved.

