

## 顕微インデンターの開発と圧子力学への応用<sup>†</sup>

羽 切 教 雄\* 逆 井 基 次\*\* 宮 島 達 也\*\*\*

### Development of Instrumented Indentation Microscope and Its Application to Indentation Contact Mechanics

by

Norio HAKIRI<sup>\*</sup>, Mototsugu SAKAI<sup>\*\*</sup> and Tatsuya MIYAJIMA<sup>\*\*\*</sup>

An instrumented indentation microscope is developed for determining the *in-situ* contact area during indentation loading/unloading, and then applied to examining the Meyer hardness and the elastic modulus of several engineering materials ranging from ductile metals to brittle ceramics. Since it is capable of making the *in-situ* optical observation of indentation contact impression and the determination of contact area that is synchronized to the hysteresis curve of indentation load-penetration depth relation, the mechanical properties determined on the indentation microscope are precise and reliable without any undesirable approximations and assumptions required for estimating the contact area in the conventional test systems. It is also demonstrated that the instrumented indentation microscope is very efficient for determining in a quantitative manner the *in-situ* contact profiles of impression (sink-in/pile-up profiles). Through the present studies for the experimental determinations of the Meyer hardness  $H_M$ , elastic modulus  $E'$ , and the consideration on the sink-in/pile-up profiles of contact impressions, it is emphasized that the direct measurement of contact area  $A_c$  by the use of the indentation microscope is very essential in examining the mechanical properties of materials in micro-scales. The present work suggests that the instrumented indentation microscope will be a powerful tool in the science and engineering of indentation contact mechanics.

**Key words :** Indentation contact mechanics, *In-situ* measurement of contact area, Sink-in/pile-up, Elasticity/Plasticity

#### 1 緒 言

圧子圧入試験による材料物性評価法(圧子力学試験評価法)は、微小な材料においても種々の重要な力学物性が得られるばかりでなく、脆性材料においても塑性変形の定量可能な優れた試験方法である。特に近年、ナノメートルスケールでの圧子圧入試験(Nanoindentation)がナノ領域や基板上にコーティングされた薄膜の力学物性計測手段として急速に発展しつつある。圧子力学試験において最も重要なことは、如何にして圧子と試料表面との接触面積を見積もる、または近似するかにある。<sup>1)</sup>圧子力学試験から得られるすべての材料物性(弾塑性材料における硬度や弾性率、時間依存型変形を示す材料の粘弾性パラメータや関数)の計測において接触面積は最も重要なパラメータとなっている。しかし、これまでは直接観察により接触面積を決定する手法がなく、無機ガラスのような光学的透明材料に対してのみ透過光を利用した試料背面からの間接的接触状態の観察が行われて来た。<sup>2)~4)</sup>

圧子圧入試験による弾性率、硬度の算出法が Oliver と Pharr によって開発されて以来、標準的な解析手法とし

て広く採用されている。<sup>5)</sup>しかし、この手法は圧子接触面積を決定する際、弾性近似を用いており見積もられる接触面積は常に小さくなる。そのため、特に塑性変形の著しい材料に対し大きな誤差を生じることが問題となっている。<sup>4)</sup>また、薄膜/基板複合体においては膜の変形が基板の影響を受けるため、Oliver-Pharr 近似では見積もられる接触面積に著しい誤差が生じ、その適用は不可能となっている。<sup>6)~8)</sup>このような近似に頼らざるを得ない背景には、現在の圧子力学解析手法では圧子と試料表面の接触面積を実測できないという重大な問題がある。この問題を解決し、厳密な力学物性評価を行うためには、光学的透明材料のみならず不透明材料においても圧子と試料の接触部位を、その場観察できる新規な計測装置の開発が不可欠である。

本研究では、上述した圧子力学試験の問題を回避するために、従来の計装化インデンテーション装置に光学系を導入し、接触面積をその場定量計測する「顕微インデンター」の新規開発を行い、これを用い延性から脆性に至る各種工業材料の厳密な圧子力学解析を試みた。

† 原稿受理 平成 18 年 8 月 29 日 Received Aug. 29, 2006 ©2007 The Society of Materials Science, Japan

\* 豊橋技術科学大学大学院物質工学専攻 〒441-8580 豊橋市天伯町雲雀ヶ丘, Dept. of Mat. Sci., Toyohashi Univ. Tech., Tempaku-cho, Toyohashi, 441-8580

\*\* 正 会 員 豊橋技術科学大学物質工学系 〒441-8580 豊橋市天伯町雲雀ヶ丘, Dept. of Mat. Sci., Toyohashi Univ. Tech., Tempaku-cho, Toyohashi, 441-8580

\*\*\* 産業技術総合研究所計測フロンティア研究部門 〒463-8560 名古屋守山区大字下志段味, Res. Inst. of Instrumentation Frontier, AIST, Moriyama-ku, Nagoya, 463-8560

2 顕微インデンターの開発

2.1 顕微インデンター

圧子圧入過程における圧子と試料表面の接触状態をその場定量計測するために開発した新規な圧子圧入試験装置「顕微インデンター」の概略図を Fig. 1 に示す。圧子圧入試験は試料台下部に取り付けた piezo 駆動素子 (PZ100, Piezosystem jena GmbH) によりダイヤモンド製、もしくはサファイア製の光学的透明圧子を試料表面に圧入させる方式によって行われる。piezo 駆動素子はパーソナルコンピュータ (PC) により制御されており、その駆動分解能は 0.18nm、圧子圧入負荷速度・除荷速度は PC により任意に制御可能となっている。圧入荷重  $P$  はロードセル (TCLN-50NS, 東京測器研究所)、圧入深さ  $h$  は装置両端に取り付けた双子型差動トランス (GT21, Brown & Sharpe TESA SA) により、それぞれ計測される。装置の弾性たわみ (frame compliance) が測定される圧入深さに影響を与える事を避けるため、試料表面との相対的な圧入深さを計測する方式を採用している。荷重および圧入深さの測定分解能はそれぞれ  $\pm 20\mu\text{N}$ 、 $\pm 1\text{nm}$  である。これら荷重計測・測長分解能はマイクロメートルオーダーの試験においては必要十分なものである。圧子/試料表面の接触面積の決定は試験装置上部に取り付けた市販の光学顕微鏡 (BXFM, Olympus) により圧子を透過してくる光学像 (圧子接触画像) をその場観察することにより行われる。接触画像は CCD ビデオカメラ (XC-HR 70, Sony) を介し PC に保存される。これを画像解析し接触面積のその場定量を行う。通常、試験に用いる光学倍率は 2500 倍程度であり、接触面寸法計測の分解能は  $\pm 0.5\mu\text{m}$  である。この方式により圧子接触面積をその場定量できるので、透明試料だけではなく不透明試料についても定量的な圧子力学試験が可能となる。

2.2 試験条件

顕微インデンテーション試験は四面ピラミッド圧子および球形圧子を用いて行った。四面ピラミッド圧子圧入試験にはダイヤモンド製 Vickers 圧子 ( $\beta = 22^\circ$ )、対面角  $90^\circ$  四面ピラミッド圧子 ( $\beta = 45^\circ$ ) を用いた。 $\beta$  は Fig. 2 に示すように圧子の面傾き角度 (圧子面の試料自由表面に対する傾き角度) である。また、球形圧子圧入試験ではダイヤモンド製球形圧子 (先端曲率半径  $R = 100\mu\text{m}$  を有する円錐圧子) およびサファイア製半球形圧子 ( $R = 1588\mu\text{m}$ ) を用いた。すべての試験を通して圧子負荷速度、除荷速度を  $0.1\mu\text{m/s}$  に制御した。

脆性から延性に至る広範囲での弾塑性変形挙動を精査する目的で、金属 (Al, Cu, SUS) およびセラミックス (Glasslike carbon, SL-Glass,  $\text{ZrO}_2(3\text{Y-TZP})$ ,  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) を試験試料として用いた。試験試料の弾性率、Vickers Meyer 硬度  $H_M$  を Table 1 に示す。

3 顕微インデンテーション試験結果

3.1 四面ピラミッド圧子圧入試験

Vickers 圧子を用いた計測例として 3Y-TZP に対して顕微インデンテーション試験を行った場合の  $P-h$  曲線および接触状態の暗視野像 (圧子側面から傾斜光を照射し、

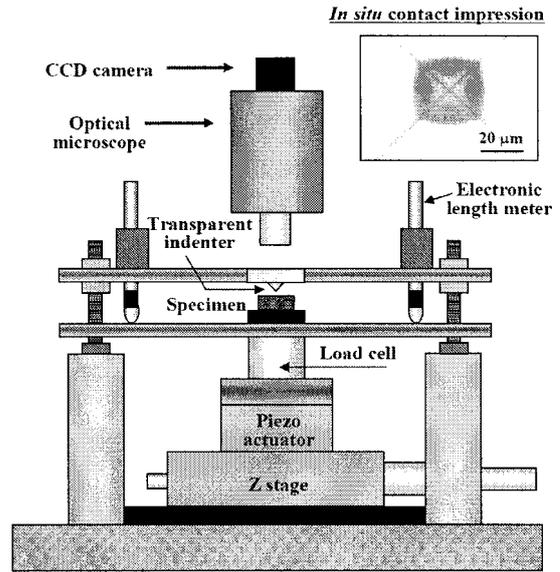


Fig. 1 Test setup of the instrumented indentation microscope.

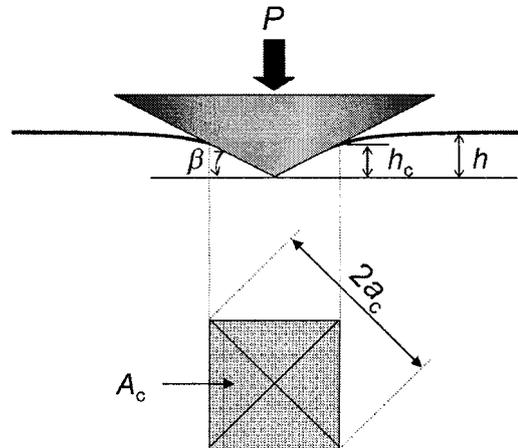


Fig. 2 Geometry and coordinate system of pyramidal indentation.

Table 1 Elastic modulus and indentation hardness of the materials tested.

Materials	Elastic modulus $E'$ [GPa]	Meyer hardness $H_M$ [GPa]	Normalized contact depth $h_c/h$
Al <sup>1)</sup>	71	0.34	1.01
Cu <sup>2)</sup>	117	0.81	1.08
SUS <sup>3)</sup>	220	3.36	1.13
Glasslike carbon <sup>4)</sup>	28.7	4.11	0.65
SL-Glass <sup>5)</sup>	75	6.11	0.81
$\text{Si}_3\text{N}_4$ <sup>6)</sup>	310	14.5	0.96
$\text{ZrO}_2(3\text{Y-TZP})$ <sup>7)</sup>	212	14.7	0.93

1) 99.5% pure Aluminium (JISH-H4000(A1050P))  
 2) oxygen free high conductivity copper (JIS-H3100(C1020P))  
 3) JIS-G4303 (SUS304HP) 4) Toyo Tanso Co. Ltd. 5) Asahi glass Co. Ltd.  
 6) NTK Co. Ltd. 7) Nikkato Co. Ltd.

顕微鏡光軸方向への反射光成分の結実像) を Fig. 3 に示す。図において  $P-h$  曲線に付した番号と各暗視野像の番号は対応している。接触面積は各画像中心部の黒色正方形として明確に確認することができる。これにより、接触面積  $A_c$  を直接かつ厳密に決定することが可能である。

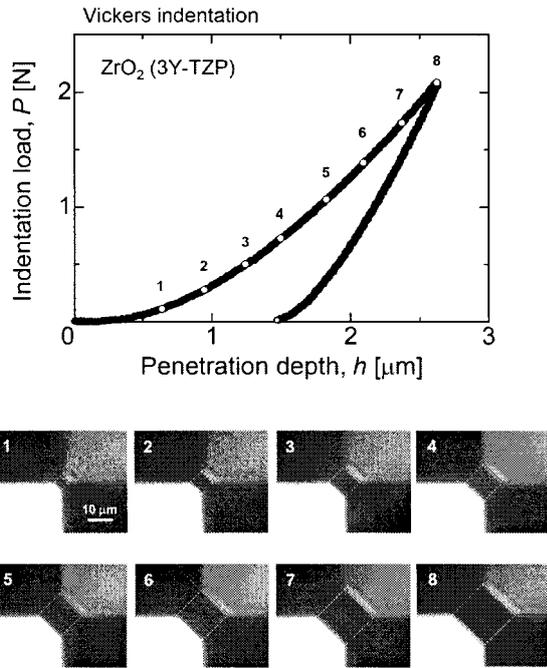


Fig. 3 Indentation load  $P$  versus penetration depth  $h$  hysteresis of a 3Y-TZP in Vickers indentation, and the *in-situ* bright-field-images of the contact area at the locations numbered in the  $P$ - $h$  diagram.

対面角  $90^\circ$  の四面ピラミッド圧子圧入において、垂直落射光を用いると圧子に入射した光は全反射される。そのため垂直落射光のみで明確な接触画像（明視野像）を得る事が出来る。しかし、Vickers 圧子の場合には、面傾き角度が  $22^\circ$  であるため垂直落射光の圧子面からの反射光成分を顕微鏡で捕捉出来ない。したがって、上記の側面傾斜照明により暗視野像として明確な接触画像を得る。

Vickers 圧子、対面角  $90^\circ$  四面ピラミッド圧子を用いた顕微インデントレーション試験から決定した  $A_c$  を圧入荷重  $P$  に対してプロットした結果を Fig. 4 に示す。Meyer 硬度は平均接触圧力として式 (1) のように定義されるため、図に示した直線の傾きは直接 Meyer 硬度を与える。

$$H_M = \frac{P}{A_c} \quad (1)$$

図よりすべての試料において  $P$  と  $A_c$  の間に良い直線関係が得られていることがわかる。このようにして決定した Meyer 硬度  $H_M$  の値を Table 2 に示す。対面角  $90^\circ$  四面ピラミッド圧子により得られた  $H_M$  は常に Vickers 圧子から得られた値より高いことがわかる。これは  $H_M$  の圧子角度依存性のためであり、 $H_M$  は圧子塑性ひずみ  $E'tan\beta/Y$  ( $Y$ : 降伏応力) に対する増加関数として表現することができる。<sup>11), 12)</sup> このことは、圧子角度  $\beta$  が大きくなるに従って、弾塑性変形における塑性変形の比率が増大していくことを意味している。換言すると、 $\beta$  が大きくなるに従い弾性変形に起因する圧入量が低下し、これに伴う接触面積  $A_c$  の減少が式 (1) を介して硬度  $H_M$  の増大をもたらす。<sup>11)</sup> 硬度の圧子角度依存性の一例として、圧子角度  $\beta = 10^\circ, 22^\circ, 40^\circ, 45^\circ$  に対する  $Si_3N_4$  の Meyer 硬度  $H_M$  を Fig. 5 に示す。図中の黒塗りプロット ( $\beta =$

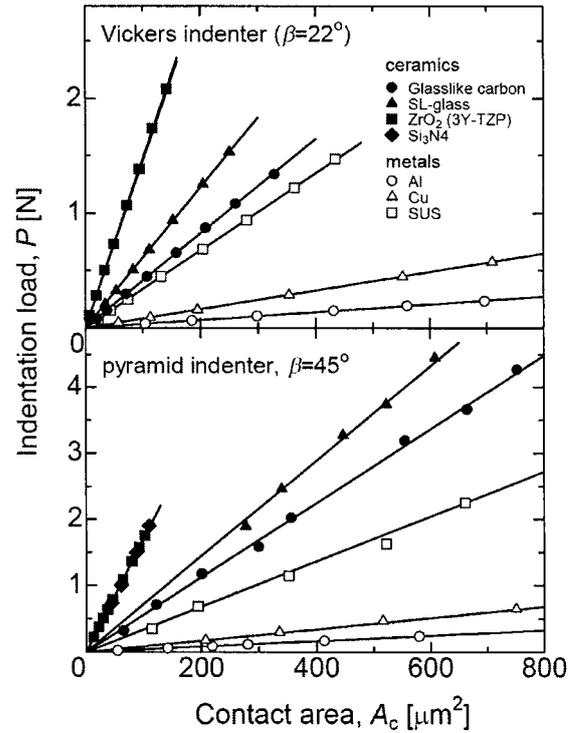


Fig. 4 Indentation load  $P$  versus contact area  $A_c$  relations in Vickers ( $\beta = 22^\circ$ ) and pyramid ( $\beta = 45^\circ$ ) indentations of the metals (open symbols) and the ceramics (closed symbols).

Table 2 Meyer hardness of materials tested in tetrahedral pyramidal indentation.

Materials	Meyer hardness, $H_M$ [GPa]	
	Vickers indenter ( $\beta=22^\circ$ )	pyramidal indenter( $\beta=45^\circ$ )
Al	0.34	0.41
Cu	0.81	0.85
SUS	3.36	3.4
Glasslike carbon	4.11	5.6
SL-Glass	6.11	7.2
$Si_3N_4$	14.5	17.0
$ZrO_2$ (3Y-TZP)	14.7	17.0

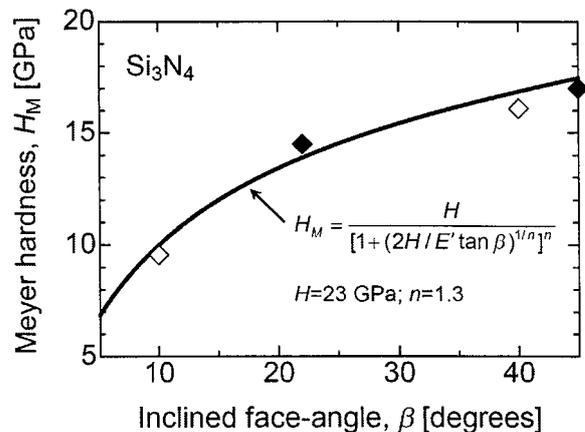


Fig. 5 Dependence of the Meyer hardness  $H_M$  of  $Si_3N_4$  on the inclined face-angle  $\beta$  of tetrahedral pyramidal indenters. The plots ( $\beta = 22.0$  and  $45.0$  degrees) indicated by the solid lozenges are the results obtained with the present indentation microscope.

22°, 45°) は本研究で用いた顕微インデンターにより計測された。\$H\_M\$ は \$\beta\$ と共に増加することが分かる。単純な弾塑性モデルを用い著者ら (逆井) によって導出された半経験式

$$H_M = \frac{H}{\left[1 + (2H/E' \tan \beta)^{1/n}\right]^n} \quad (2)$$

を図中の実線で示す<sup>4), 9)~11)</sup>ここで、\$H\$ は \$H \approx 3Y\$ で定義される「真硬度」であり、その値は 23GPa であった。

Vickers 圧子の圧入過程における接触半径 \$a\_c\$ と圧入深さ \$h\$ の関係を Fig. 6 に示す。接触半径 \$a\_c\$ は Fig. 2 に示すように正射影接触正方形の対角線の半径として定義される。面傾き角度 \$\beta\$ を持つ四面ピラミッド圧子圧入において、\$a\_c\$ は接触深さ \$h\_c\$ を用いて \$h\$ と以下の関係にある。

$$a_c = \frac{\sqrt{2}}{\tan \beta} \frac{h_c}{h} h \quad (3)$$

式中の規格化接触深さ \$h\_c/h\$ は \$h\_c/h < 1\$ で圧入表面が自由表面より沈み込む sink-in を意味している。一方、\$h\_c/h > 1\$ では圧入表面が盛り上がる pile-up を意味する。図中に示した破線は \$h\_c/h = 1\$ の場合 (sink-in も pile-up もしていない場合) における \$a\_c\$ と \$h\$ との関係を示している。金属材料の実測データはすべてこの破線の上側にプロットされており、これは圧入表面が pile-up していることを意味している。一方、セラミックスでは破線より下側にプロットされ、圧入表面は常に sink-in している。すべての試料について Vickers 圧子圧入試験で得られた規格化接触深さ \$h\_c/h\$ の値を Table 1 に示す。\$h\_c/h\$ は完全弾性変形では 0.637 (= 2/\$\pi\$) であり塑性変形が増加するに従って大きくなり完全塑性変形では約 1.3 の値をとる。<sup>12)</sup> Glasslike carbon (ガラス状炭素) は、ほぼ完全弾性に近い変形挙動を取っており、セラミックスは典型的な弾塑性変形を、金属は塑性的な変形挙動をとっていることが \$h\_c/h\$ の値から推察できる。

式 (4) に示す弾性率 \$E'\$ と接触剛性 \$S\$ (\$Ph\$ 徐荷曲線の初期傾き; \$dP/dh\$) の関係式は最初に Shoroshorov らによって提案された。後に Pharr らによって円錐、球形圧子などの軸対称圧子に拡張された。<sup>13)</sup>

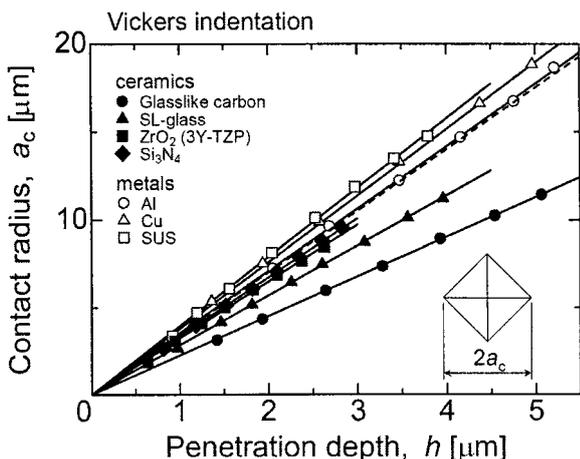


Fig. 6 Relations between the contact radius \$a\_c\$ and the penetration depth \$h\$ in Vickers indentation.

$$E^* = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{1}{\sqrt{A_c}} S \quad (4)$$

ここで、\$E^\*\$ は合成弾性率であり \$1/E^\* = 1/E' + 1/E'\_i\$ で定義される。\$E'\_i\$ は圧子の弾性率でありダイヤモンド圧子の場合 1147GPa である。従来の圧子圧入試験解析における接触面積 \$A\_c\$ の算出には、ピラミッド圧子圧入では Oliver-Pharr 近似<sup>5)</sup>が、球形圧子圧入では Field-Swain 近似<sup>14)</sup>が広く採用されてきた。しかし、これらの手法は完全弾性近似に基づいているため \$A\_c\$ の値は常に小さく見積もられ、弾性率を常に過大評価する。

顕微インデンターは圧子圧入中の圧子と試料表面の接触像をその場定量出来るため、不明瞭な仮定や近似を一切含んでおらず厳密に \$A\_c\$ を決定することが可能である。そのため、顕微インデンテーションにより決定した接触面積 \$A\_c\$ と接触剛性 \$S\$ を式 (4) に代入することで厳密に弾性率を決定できると考えられる。Fig. 7 に顕微インデンターを用い Vickers 圧入試験において決定した弾性率を超音波パルス法によって決定した値に対してプロットした結果を示す。図には Oliver-Pharr 法によって決定した弾性率も示してある。Oliver-Pharr 法による値は予想通り接触面積を小さく見積もるため弾性率を過大評価していることがわかる。一方、顕微インデンテーションにより決定した弾性率は超音波パルス法によるものと 5% 以内の誤差で良い一致を示している。

### 3・2 球形圧子圧入試験

球形圧子を用いた計測例として SL-Glass の顕微インデンテーション試験における \$P-h\$ 曲線および圧子接触状態の明視野像を Fig. 8 に示す。セラミックス試料に対する試験ではダイヤモンド製球形圧子 (先端曲率半径 \$R = 100\mu\$m) を、金属試料に対してはサファイア製球形圧子 (\$R = 1588\mu\$m) を用いて行った。Fig. 8 において \$P-h\$ 曲線に付した番号と各明視野像に付した番号がそれぞれ対応

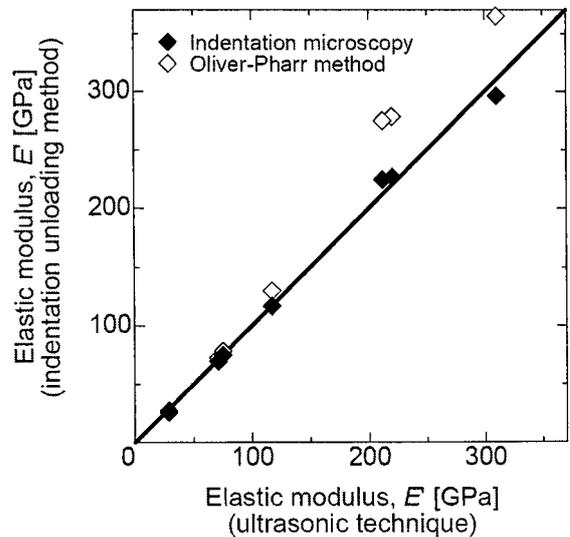


Fig. 7 One-to-one correlation of the elastic moduli determined by the conventional ultrasonic method versus the present indentation microscopy and the Oliver-Pharr method.

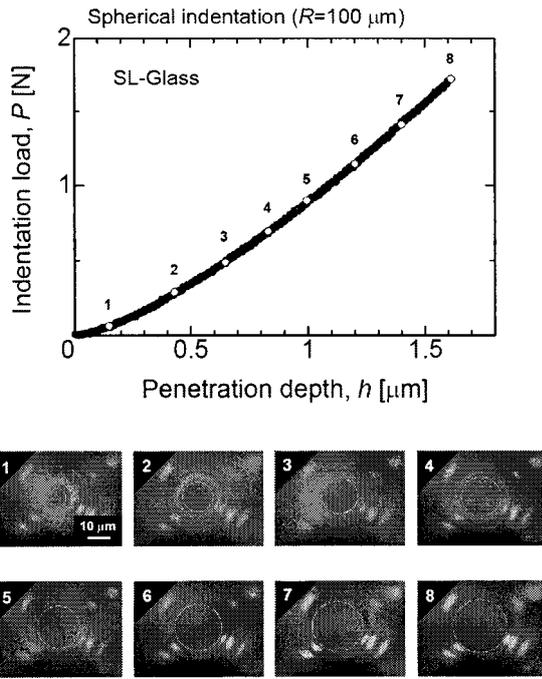


Fig. 8  $P$ - $h$  hysteresis of a SL-Glass, and the *in-situ* bright-field-images of the contact area at the locations numbered in the  $P$ - $h$  diagram.

している。接触部位は各画像中心の黒い円として確認することができる。球形圧子圧入試験における照明では垂直落射光および圧子側面傾斜光を併用した。SL-Glassの場合、今回の試験領域では完全弾性変形を示していることが  $P$ - $h$  曲線（Hertz型  $P \propto h^{3/2}$  曲線）から確認でき、塑性変形は認められない。このため、除荷後に残留圧痕を残さないで、顕微インデントを用いることで初めて接触面積を厳密に決定することができた。

球形圧子圧入の場合、完全弾性変形ではHertzの接触解から圧入荷重  $P$  と接触半径  $a_c$  の間に以下に示す関係式が成り立つ。<sup>14)</sup>

$$P = \left( \frac{4}{3} \frac{E^*}{R} \right) a_c^3 \quad (5)$$

また、平均接触圧力  $p_m$  は式 (5) から次のように表現できる。

$$p_m \left( \equiv \frac{P}{A_c} \right) = \left( \frac{4}{3} \frac{E^*}{\pi} \right) \frac{a_c}{R} \quad (6)$$

これは圧子圧入試験における応力 ( $p_m$ )—ひずみ ( $a_c/R$ ) 曲線を表しており、平均接触圧力  $p_m$  を球形圧子ひずみ  $a_c/R$  に対してプロットすれば、その直線部分の勾配から弾性率が求まり、また、この初期直線からの逸脱点の平均接触圧力から圧子圧入試験における降伏応力が求まる。このプロットを行った結果を Fig. 9 に示す。図より金属ではすべての試料において、またセラミックスでは3Y-TZPおよび  $\text{Si}_3\text{N}_4$  が降伏を示している。初期直線の勾配および直線からの逸脱平均圧から求めた  $E'$  および  $Y$  の値を Table 3 に示す。弾性率は Fig. 7 に示した超音波パルス法および顕微 Vickers 圧入試験から算出した値と良い一致を示している。

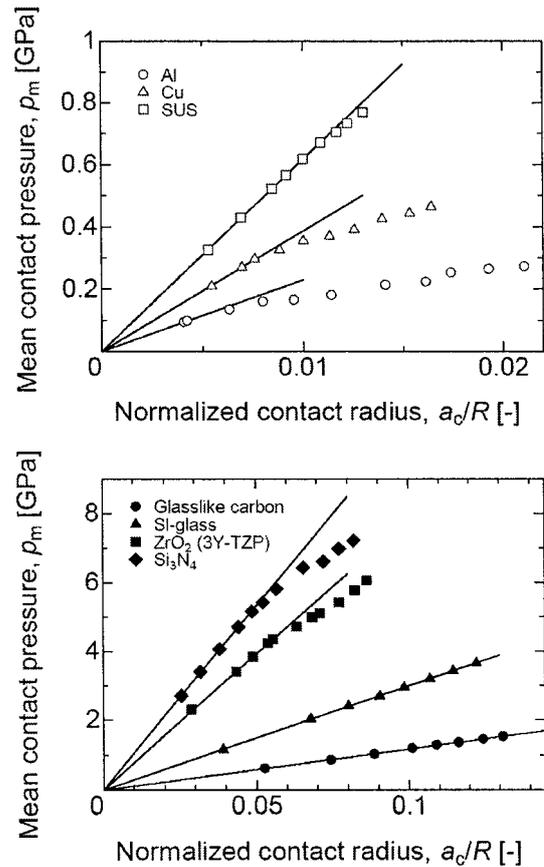


Fig. 9 Mean contact pressure  $p_m$  versus normalized contact radius  $a_c/R$  relations of the metals (open symbols) and the ceramics (closed symbols).

Table 3 Elastic modulus and yield stress of the materials tested in spherical indentation.

Materials	Elastic modulus $E'$ [GPa]	Yield stress $Y$ [GPa]
Al	62	0.10
Cu	116	0.31
SUS	221	0.70
Glasslike carbon	28.2	—
SL-Glass	75	—
$\text{Si}_3\text{N}_4$	316	5.2
$\text{ZrO}_2$ (3Y-TZP)	218	4.4

#### 4 結 語

圧子と試料表面の接触面積を如何にして厳密に決定するかということが従来の圧子力学試験において重大な問題となっていた。本研究ではこの問題を解決し厳密な材料物性評価手法を確立するために、新規な圧子圧入試験装置として従来の  $P$ - $h$  曲線に加え圧子/試料表面の接触面積をその場同時定量計測する顕微インデントを開発した。開発した試験装置では透明材料のみならず、従来不可能だった不透明材料に対しても接触面積のその場定量が可能となった。これにより、顕微インデントを用いることで、慣用の近似的手法に頼ることなく、Meyer 硬度  $H_M$ 、弾性率  $E'$ 、降伏応力  $Y$  および圧痕形状 (sink-in/pile-up) を高精度で決定することも可能となった。顕

微インデンテーションは、マイクロ・ナノ領域における力学物性解析評価手法として非常に有用である。本研究で開発した計装化顕微インデンターは Oliver-Pharr 法等の近似が適用不可能な薄膜／基板複合体の力学物性の研究において特に威力を発揮するものと期待される。

#### 参 考 文 献

- 1) W. C. Oliver and G. M. Pharr, "Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation : Advances in understanding and refinements to methodology", *Journal of Materials Research*, Vol.19, No.1, pp.3-20 (2004).
- 2) R. F. Cook and G. M. Pharr, "Direct observation and analysis of indentation cracking in glasses and ceramics", *Journal of the American Ceramic Society*, Vol.73, No.4, pp.787-817 (1990).
- 3) R. F. Cook and E. G. Liniger, "Kinetics of indentation cracking in glass", *Journal of the American Ceramic Society*, Vol.76, No.5, pp.1096-1105 (1990).
- 4) M. Sakai and Y. Nakano, "Elastoplastic load-depth hysteresis in pyramidal indentation", *Journal of Materials Research*, Vol.17, No.8, pp.2161-2173 (2002).
- 5) W. C. Oliver and G. M. Pharr, "An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments", *Journal of Materials Research*, Vol.7, No.6, pp.1564-1583 (1992).
- 6) X. Chen and J. J. Vlassak, "Numerical study on the measurement of thin film mechanical properties by means of nanoindentation", *Journal of Materials Research*, Vol.16, No.10, pp.2974-2982 (2001).
- 7) T. Y. Tsui, C. A. Ross and G. M. Pharr, "A method for making substrate-independent hardness measurement of soft metallic films on hard substrate by nanoindentation", *Journal of Materials Research*, Vol.18, No.6, pp.1383-1391 (2003).
- 8) S. M. Hun, R. Saha and W. D. Nix, "Determining hardness of thin films in elastically mismatched film-on-substrate systems using nanoindentation," *Acta Materialia*, Vol.54, No.6, pp.1571-1581 (2006).
- 9) M. Sakai, "Energy principle of the indentation-induced inelastic surface deformation and hardness of brittle materials", *Acta Materialia*, Vol.41, No.6, pp.1751-1758 (1993).
- 10) M. Sakai, S. Shimizu, and T. Ishikawa, "The indentation load-depth curve of ceramics", *Journal of Materials Research*, Vol.14, No.4, pp.1471-1484 (1999).
- 11) M. Sakai, "The Meyer hardness : A measure for plasticity ?", *Journal of Materials Research*, Vol.14, No.9, pp.3630-3639 (1999).
- 12) K. L. Johnson, "Contact Mechanics", Chap. 4, 6 (1985) Cambridge University Press.
- 13) G. M. Pharr, W. C. Oliver and F. R. Brotzen, "On the generality of the relationship among contact stiffness, contact area, and elastic modulus during indentation", *Journal of Materials Research*, Vol.7, No.3, pp.613-617 (1992).
- 14) J. S. Field and M. V. Swain, "Determining the mechanical properties of small volumes of material from submicron spherical indentation", *Journal of Materials Research*, Vol.10, No.1, pp.613-617 (1995).