

インライン型超微小硬さ測定機の開発

荻野重人* 廣瀬正一**

Development of a Compact Nano_Indenter

OGINO Shigeto *, HIROSE Masakazu **

抄録

薄膜の機械的特性値を的確に測定でき、かつ、鉛筆硬さ試験よりも簡易に測定を行なうことが可能な超微小硬さ測定機を開発した。その結果、超微小硬さ測定におけるマルテンス硬さ (ISO 14577) およびヤング率の正確な算出が可能となり、簡易に薄膜の機械的特性値を的確に得ることができるようになった。

キーワード：超微小硬さ、ナノインデンター、マルテンス硬さ、ヤング率

1 はじめに

薄膜は半導体デバイス、情報蓄積メディア、微小電子機械システム (MEMS) など多くの分野に使用されている。デバイスの微小化・極薄化が進む中、とりわけ薄膜材料の機械的特性に対する評価の必要性が増している。材料の機械的特性を知ることが、寿命予測・プロセス評価・製品の信頼性の予測をする上で必要不可欠なことである。しかし、薄膜材料の機械的特性を評価することは技術的に困難であり、超微小硬さ測定が唯一可能な方法¹⁾になることが多い。膜厚数 μm 程度以下の薄膜の評価では下地の影響を受けない「厚さの十分の一以下」²⁾の押し込み量が適当と見なされていて、極表面だけの測定が求められる。従って皮膜厚さによっては数 nm の押し込み量計測が要求されており、そのためには圧子の数 nm の精度の位置制御や微小荷重計測といった幅広い技術分野の統合が必要となっている。

既存の超微小硬さ測定機は、圧子を試料に数十

μm まで近づける必要があるために、セッティングに非常に時間がかかり、一測定に5分程度必要である。また、圧子の位置制御を数 nm の精度で得るために、静電容量型変位計を用いているのがほとんどであるが、高価・振動に弱いといった欠点があり、結果として装置全体が大がかりなものとなってしまふ。これらのことから、工場等での現場測定には不向きであり、一般に研究用途に用いられている。

現在、工場等の現場における薄膜の硬さ試験は、鉛筆硬さ試験を行なっている。この試験は、十数種類 (H, HB 等) ある鉛筆との比較試験である。鉛筆を 45° の角度で傾けて薄膜等を 500g の荷重をかけて引っ掻き、このときの傷が付かなければその鉛筆の硬さ以上の硬度があると判定される。

しかし、鉛筆硬さ試験は、人の手により行なわれるので、ばらつきが大きく、再現性が非常に悪く、実際には目安程度にしかなっていない。それでも、他に簡易に測定する方法がないので工場等の現場では、未だに日常的にこの試験が行なわれている。

そこで、薄膜の機械的特性値を的確に測定でき、

* 電子情報技術部

** 津田工業株式会社

かつ、鉛筆硬さ試験よりも簡易に測定を行なうことが可能な超微小硬さ測定機を開発し、品質管理に適用する。

2 実験方法

2.1 マルテンス硬さの算出

マルテンス硬さ (IS014577) は試験荷重が負荷された状態で測定される硬さであり、負荷増加時の荷重-押し込み深さ曲線の値から求められる。

そこで、表1の測定試料に対し圧子を1 μ m押し込み、その時の荷重も連続して計測した。これにより得られた硬さ値を Fischer 社 H100 の硬さ値と比較した。圧子は、先端対稜角115° のダイヤモンド三角錐 (Berkovich圧子) を用いた。

表1 測定試料および硬さ値 (N/mm²)

サンプル名	※硬さ値	備考
ABS 樹脂	156	プラスチック板
アクリル板	268	(厚さ約 3mm)
1202	239	UV 塗料
1660	316	(厚さ約 20 μ m)

※ Fischer 社 H100 による

2.2 ヤング率の算出

表2の測定試料に対し圧子を1 μ m押し込み、その時の荷重も連続して計測した。これにより得られたヤング率を Fischer 社 H100 のヤング率と比較した。圧子は、先端対稜角115° のダイヤモンド三角錐 (Berkovich圧子) を用いた。



図1 試作機

表2 測定試料およびヤング率 (MPa)

サンプル名	※ヤング率	備考
ABS 樹脂	3134	プラスチック板
アクリル板	5471	(厚さ約 3mm)
1202	4663	UV 塗料
1660	5863	(厚さ約 20 μ m)

※ Fischer 社 H100 による

3 結果および考察

測定結果を図2～5に示す。2本の曲線のうち上側の曲線は弾性・塑性の両方の成分を含んだ曲線であるのに対し、下側の曲線は弾性成分のみの曲線となっている。

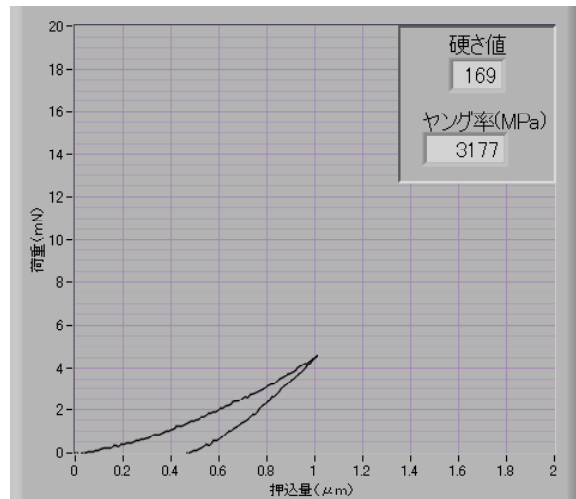


図2 ABS 樹脂

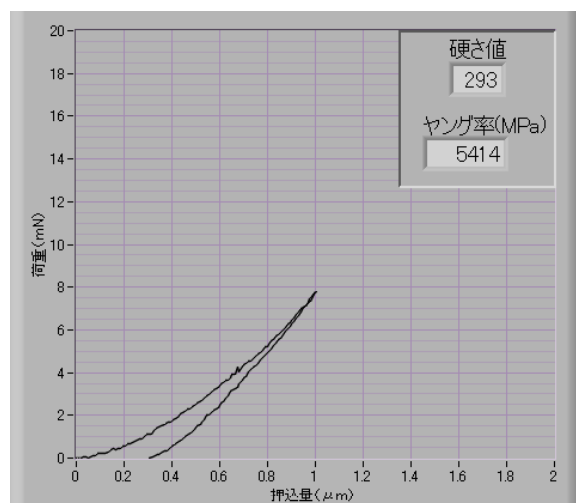


図3 アクリル板

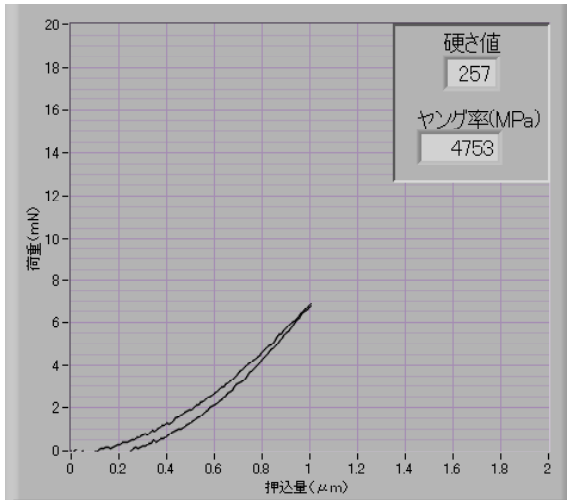


図4 1202 (塗膜)

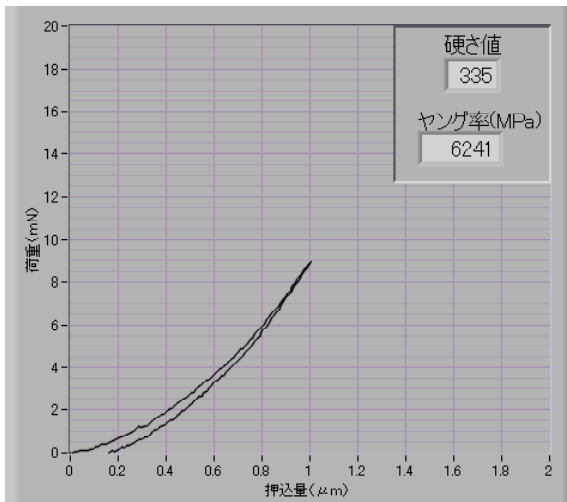


図5 1660 (塗膜)

3.1 マルテンス硬さの算出

マルテンス硬さには、塑性および弾性変形の両方の成分が含まれる。マルテンス硬さは、「試験荷重 F を、接触ゼロ点から圧子の侵入した表面積 $A_s(h)$ で除した値」と定義され、単位は N/mm^2 で表される²⁾。

$$HM = F / A_s(h) = F / 26.36h^2 \quad (1)$$

ここで、 HM : 超微小硬さ、 F : 押し込み荷重、 h : 圧子の押し込み量。

式(1)に測定値を代入し、マルテンス硬さを求めると、表3の様になった。本測定機の方が1割弱高めの結果となった。これは、どんなに先端

の鋭い圧子といえども先端には必ず丸みがあるので、H100は補正を掛けていると考えられる。

表3 マルテンス硬さ (N/mm^2)

サンプル名	本測定機	H100	比率
ABS樹脂	169	156	1.08
アクリル板	293	268	1.09
1202	257	239	1.07
1660	335	316	1.06

3.2 ヤング率の算出

ヤング率は Oliver and Pharr や Nix らによって提案されている方法に従って F-h 曲線 (図6) の弾性曲線の接線より求めた³⁾。

ここで、 E はヤング率、 A はくぼみの投影面積、 dh/dF は弾性曲線の傾き、 β は圧子の形状係数であり、Berkovich 圧子に対しては $\beta = 1.034$ である。

測定結果を式(2)に代入し、ヤング率を算出すると表4のようになった。本測定機と H100

$$E = \frac{1}{2\beta} \sqrt{\frac{\pi}{A}} \frac{1}{dh/dF} \quad (2)$$

の値を比較するとほぼ同じ値となった。これは、弾性曲線の接線に影響する部分は、圧子が約 $1\mu m$ 押し込まれた部分であり、比較的先端形状の影響が出にくいためではないかと考えられる。

表4 ヤング率 (MPa)

サンプル名	本測定機	H100	比率
ABS樹脂	3177	3134	1.01
アクリル板	5414	5471	0.98
1202	4753	4663	1.01
1660	6241	5863	1.06

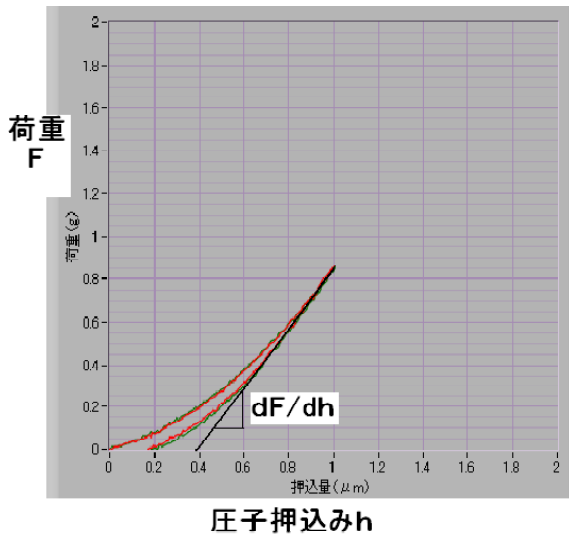


図6 F-h 曲線

3) 大野卓志, 米津明生, 小川武史, 秋光純: インデントーション法による微小領域の力学特性および強度特性評価, 材料試験技術, **49**, 3 (2004) 150

4 まとめ

(1) 測定により得られた最高荷重および最高圧子押し込み量により、マルテンス硬さを算出することが可能となった。

(2) 弾性曲線の接線により、ヤング率の算出が可能となった。

薄膜の分析機器における業界スタンダードである Fischer 社 H100 とほぼ同じ測定値を得ることが可能となった。今後は、測定の安定性をより高めるように研究を進めて行きたい。

謝辞

本研究を進めるにあたり、客員研究員としてご指導くださいました、職業能力開発総合大学校の鳥羽山満教授と埼玉大学の綿貫啓一教授に深く感謝いたします。

参考文献

1) Cornelia Heermant, Dieter Dengel: ユニバーサル硬さ試験による材料特性値の評価, 材料試験技術, **43**, 2 4月号別刷(1998) 148

2) 服部浩一郎, 宮原健介, 山本卓: ISO 14577 Part 1: 2002の紹介, 材料試験技術, **49**, 4 (2004) 228

