

オンサイト型超微小硬さ測定機の開発

荻野重人* 橋本宗弘**

Development of a On-site Nano_Indenter

OGINO Shigeto*, HASHIMOTO Munehiro**

抄録

従来型の超微小硬さ測定機に設置できないような大型の薄膜測定試料に、測定機自身を載せて測定することができる、超微小硬さ測定機を開発した。大型薄膜測定試料との固定は負圧により行なわれ、約3kgの力でしっかりと固定することができる。その状態で圧子を数 μm 押し込むことにより、試料の物性値を求めることが可能になる。本測定機により各種測定試料を計測したところ、業界スタンダードの超微小硬さ測定機の測定結果とほぼ同値となった。さらに、大型の塗膜測定試料を実際に測定することができた。

キーワード：超微小硬さ，ナノインデント，圧電素子，薄膜

1 はじめに

薄膜は半導体デバイス、微小電子機械システム (MEMS)、車の塗装、各種コーティングなど多くの分野で使用されている。さまざまな製品の高品質化が進む中、とりわけ薄膜材料の機械的特性の評価の必要性が増している。材料の力学特性を知ること、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、これらの機械的性質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」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²⁾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³⁾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2分程度必要である⁴⁾。また、圧子の位置制御を数 nm の精度で得るための静電容量型変位計は振動に弱く、結果として装置全体が大がかりなものになってしまう。さらに、測定試料の大きさは数 $\text{cm} \times$ 数 cm 以下くらいでなければならないため、実際の製品を測定することはできず、サンプルのみの測定となる。これらのことから、工場等の現場での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。

当センターには、大型薄膜測定試料について多くの測定ニーズが寄せられている。実際に工場等の現場で測定を行なおうとした場合、測定試料は大型であることが多い。

そこで、これら大型薄膜測定試料の上に測定機自身を載せて測定することが可能な超微小硬さ測定機を開発した。

* 試験研究室 電子技術・電磁波測定担当

** (有)トリスタン

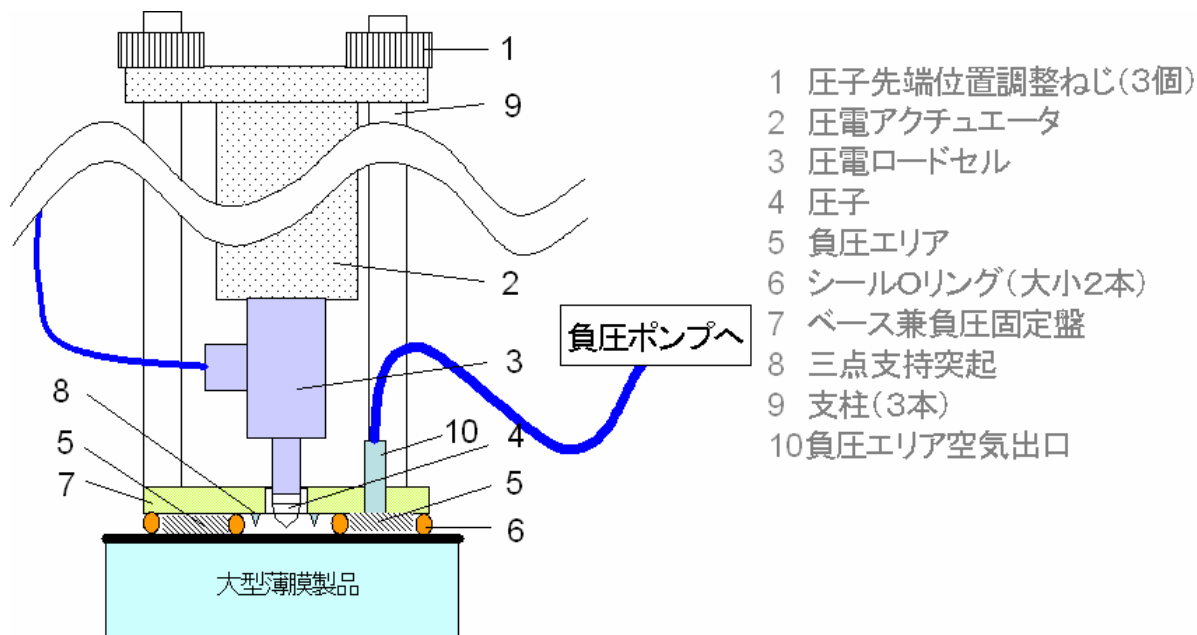


図1 測定機負圧固定部断面図

2 試験方法

2.1 負圧による固定

図1に測定機負圧固定部断面図を示す。

測定機の固定方法は

- ① 測定機の上から重りを載せる
- ② 負圧による固定
- ③ 磁石による固定

の3通りが考えられたが

- ① 測定試料の微振動に追従しない恐れがある。結果、測定試料と測定圧子の相対位置の変動が起こってしまい超微小な(1 μ m)圧子押し込みが分からなくなってしまう。
- ② 測定試料と一体化することができ、微振動に追従できる。
- ③ 測定試料と一体化することができ、微振動に追従できるが、下地が鉄のみになってしまう。

という理由から、②の負圧による固定方法を選定した。

図1のように大型薄膜測定試料と本測定機の固定は、真空ポンプを用い測定機内の空気を抜くことにより負圧固定する。

方法は以下のとおり。

- ① 測定機を大型薄膜測定試料に載せる。
- ② 大小二つのシールOリングに囲まれた負圧エリア(圧子軸方向から見るとドーナツ状)の空気を負圧ポンプにより抜き取る。
- ③ シールOリングは弾性体なので、大気圧により測定機が押し下げられる。
- ④ 三点支持突起が薄膜面に当接し、圧子と薄膜面の相対位置が20 μ m程度と、測定可能な状態になる。
- ⑤ 圧電アクチュエータを伸ばし、圧子を薄膜に1 μ m押し込む(圧電アクチュエータはあらかじめ校正されており、オープンループにより圧子を1 μ m押し込む)。
- ⑥ 圧子を押し込みながら、同時に圧電ロードセルにより、圧子が受ける反力を計測する。
- ⑦ データをパソコンに取り込み、「圧子押し込み量-荷重(反力)」のプロファイル曲線を描く。
- ⑧ プロファイル曲線データにより、硬さ値・ヤング率を算出する。
- ⑨ 負圧を開放し、測定機を外す。

圧子による押込は $1\mu\text{m}$ と非常に微小であり測定試料と測定圧子との相対的な位置変動を極力少なくするために、この時の固定はなるべく強固なことが望ましい。そこで、図2のように棚板の下側に本測定機を負圧による力で密着させ、ウェイトを用い検証を行なった。

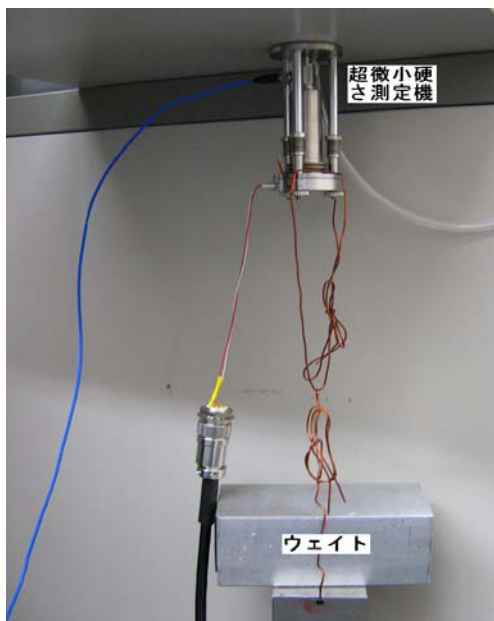


図2 密着カテスト

2.2 基準試料の測定

板状（バルク材： $100\text{mm} \times 60\text{mm} \times 2\text{mm}$ 重量 12g ）のABSおよびアクリルについて、本測定機により測定を行なった（圧子押込量 $1\mu\text{m}$ ・押込速度 $5\mu\text{m/s}$ ）。これらの試料は、素材的に安定しているので基準試料として良好である。業界スタンダード機により両測定試料の硬さ値は分っているので、本測定機の硬さ値が妥当であるかの検証を行なった。測定は、それぞれ3回行ない、平均して値を求めた。

2.3 塗膜試料の測定

塗膜2種類（塗膜名 1660、1202：サイズ $100\text{mm} \times 60\text{mm} \times 2\text{mm}$ 重量 12g ）について測定を行ない（圧子押込量 $1\mu\text{m}$ ・押込速度 $5\mu\text{m/s}$ ）、薄膜でも問題なく測定できるかの検証を行なった。測定はそれぞれ3回行ない、平均して値を求めた。そして、業界スタンダード機によりあらかじめ求めておいた測定値と比較を行なった。

2.4 大型塗膜板の測定

実際に大型塗膜板（ $860\text{mm} \times 320\text{mm} \times 1\text{mm}$ 重量約 3kg ）の測定を行なった（圧子押込量 $1\mu\text{m}$ ・押込速度 $5\mu\text{m/s}$ ）。図3のように、大型塗膜板の下側に本測定機を負圧により密着させ、測定を行なった。



図3 大型塗膜板の測定

（測定機サイズ： $\Phi 40\text{mm} \times 95\text{mm}$ 重量 240g ）

3 結果及び考察

3.1 負圧による固定

結果は、ウェイト 27N まで支えることができた。理論上は以下の計算値となる。

- ・ 負圧圧着部断面積 4.89cm^2
- ・ $1\text{kg}/\text{cm}^2 = 100\text{kPa}$
- ・ 固定時の負圧 -90kPa
- ・ 負圧による押しつけ力 $4.89 \times 0.9 = 4.40\text{kg}$
 $= 39.6\text{N}$

本測定機の実際の密着力は理論値の約7割程の値となった。これは、大型塗膜板がウェイトにより変形を起こし気密が漏れたためではないかと考えられる。

実際の測定においては、圧子 $1\mu\text{m}$ の押込時、最大荷重は数 g 以下であるので、測定試料を圧子が押し込むことによる反力が、負圧固定に影響をきたすことはない。そのことよりも、測定試料と測定圧子の相対位置関係が振動等により変動してしまうことの方が問題となる。

以下、実際に測定を行なうことにより、相対位置関係の変動も含めた検証を行なった。

3.2 基準試料の測定

測定圧子は稜角 115° のベルコビッチ三角錐圧子を用いており、材質はダイヤモンドである。

この圧子を装置に組込まれた圧電アクチュエータにより 1μm測定試料に押し込み、その時の荷重を圧電型ロードセルにて計測した。この時求められた、圧子押し込み量と荷重により、マルテンス硬さ（超微小硬さ）を求めることができる。マルテンス硬さは試験荷重が負荷された状態で測定される硬さであり、荷重-押し込み深さ曲線の値から求められる。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圧子表面積As(h)で除した値」と定義され、単位はN/mm²で表される⁵⁾。式を（1）に示す。

$$HM = \frac{F}{As(h)} = \frac{F}{26.367h^2} \quad (1)$$

$$As(h) = \frac{3\sqrt{3} \tan \alpha}{\cos \alpha} h^2 = 26.367h^2$$

ここで、HM：マルテンス硬さ（超微小硬さ）、F：押し込み荷重、h：圧子の押し込み量、α：圧子稜角 115°。

式（1）に測定値を代入し、マルテンス硬さを求めた。

ABS樹脂の結果を表1に、アクリル樹脂の結果を表2に示す。3回測定の平均値はABS樹脂 161.0 N/mm²、アクリル樹脂 273.2 N/mm²となった。

業界スタンダード機との比較を表3に示す。ABS樹脂、アクリル樹脂共にほぼ同等の値となった。

表1 ABS樹脂の測定結果

試料名	押し込み量 μm	荷重 mN	硬さ値 N/mm ²
ABS樹脂	1.01	4.47	165.1
〃	1.02	4.50	163.3
〃	1.03	4.33	154.6

硬さ値平均値 161.0 N/mm²

表2 アクリル樹脂の測定結果

試料名	押し込み量 μm	荷重 mN	硬さ値 N/mm ²
アクリル	1.01	7.46	275.6
〃	1.01	7.53	278.1
〃	1.03	7.46	266.1

硬さ値平均値 273.2 N/mm²

表3 スタンダード機との比較 N/mm²

試料名	本測定機	スタンダード機
ABS	161.0	156
アクリル	273.2	268

3.3 塗膜試料の測定

試料 1660 および 1202 について測定を各3回ずつ行ない、硬さの平均値を求めた。結果およびスタンダード機との比較を表4に示す。スタンダード機とほぼ同じ値となり、本機による薄膜測定も問題なく行えることが分った。

表4 塗膜測定結果および比較 N/mm²

試料名	本測定機	スタンダード機
1660	320.2	316
1202	247.5	239

業界スタンダード機との比較をまとめると、図4のようにほぼ一致した結果となった。これは、負圧による固定・圧子押し込み・荷重計測が良好に行なわれていることを示している。

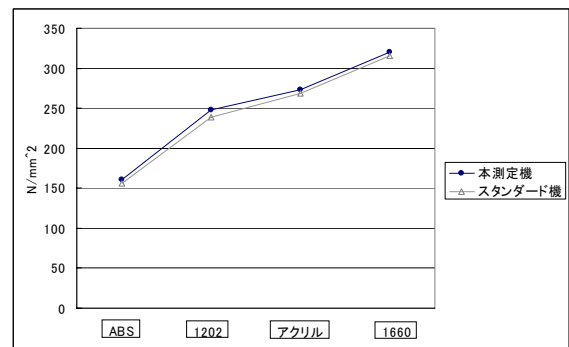


図4 本機とスタンダード機の比較

3.4 大型塗膜板の測定

大型塗膜板の測定を行なった。結果を表5、プロファイル曲線を図5に示す。プロファイル曲線

は、ノイズが乗ることもなく綺麗な曲線となっている。これは、大型塗膜板と測定圧子の相対位置変動が全く起こっていない、負圧による固定方法が良好であるということを示している。

スタンダード機（従来機）では、前出のアクリル樹脂や塗膜 1660（下地がABS樹脂）などのようなサンプル樹脂板であれば、適当なサイズにカットして測定することはできる。しかし、今回の大型塗膜板などの製品ではカットすることができないので、測定対象が限られてくる。

表5 大型塗膜板測定結果

押込量 μm	荷重 mN	硬さ値 N/mm ²
1.12	8.50	319.6

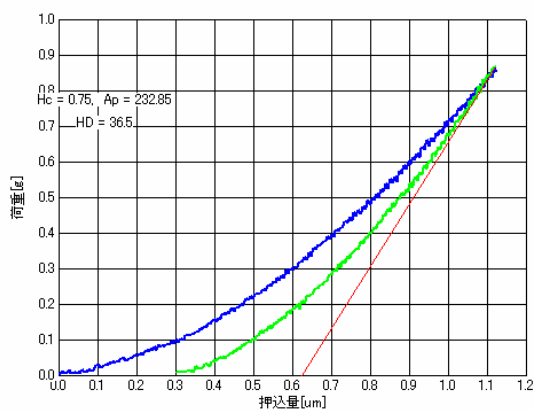


図5 大型塗膜板のプロファイル曲線

4 まとめ

(1) 良好な基本性能

スタンダード機と本測定機の測定結果が、ほぼ一致したことにより、負圧による固定・圧子押し込み・荷重計測が良好に行なわれていることが確認できた。

(2) 大型塗膜板の測定が可能

スタンダード機では測定することが出来ない大型塗膜板を測定することができた。また、負圧固定が良好に行なわれていることが、プロファイル曲線からも確認できた。

今後は、実際に大型薄膜製品の測定ニーズがある企業の工場で、測定を行なっていく。そして、問題点を改良し、実用化を目指す。

また、本測定機は「インライン型超微小硬さ測

定機の開発」⁶⁾ で用いられている「圧子2回押し込み」⁷⁾ により測定が行なわれている。そのため、硬さ値のみならずヤング率の算出を行なうことも可能である。今後は、ヤング率算出の検討も行なっていく。

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) (社)精密工学会 超精密位置決め専門委員会:次世代精密位置決め技術, フジテクノシステム, (2000)12
- 3) 本目精吾, 島 義和:押し込み試験装置, 特開 2003-161684
- 4) 池田良平, 小林四郎, 宇山 浩:硬化性樹脂組成物およびその製造方法, 特開 2002-194076
- 5) 服部浩一郎, 宮原健介, 山本卓:ISO 14577 Part1:2002 の紹介, 材料試験技術, **49**, 4(2004)228
- 6) 荻野重人:インライン型超微小硬さ測定機の開発, 埼玉県産業技術総合センター研究報告, **5**, (2007)111
- 7) 荻野重人:超微小硬さ等測定装置および測定方法, 特許 4376858