

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

ヒステリシスのある圧電アクチュエータに補正をかけ線形制御し、圧子を二回押込むことにより超微小硬さ測定を行なう方法を考案した。この方法では、振動等の外乱に弱い静電容量型変位センサが不要になるため、工場等の現場での測定が可能になる。本測定機により各種測定試料を計測したところ、業界スタンダードである Fischer 社製の超微小硬さ測定機の測定結果とほぼ同値となった。

キーワード：超微小硬さ（ナノインデント）、圧電アクチュエータ

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) など多くの分野で使用されている。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は、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。これは、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になってしまう。これらのことから、工場等の外乱の多い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。

通常、圧電アクチュエータは伸び方向と縮み方向にヒステリシスがあり、位置センサを用いないと精密位置決めを行なうことができない。しかし、伸び方向のみは、必ず同じポイント（ゼロ点）よりアクチュエータが伸び始めるので、位置センサを用いることなく入力電圧のみで正確な位置制御を行なうことが可能である。

そこで、圧電アクチュエータの伸び方向のみを二回、圧子押し込みに用いることにより、耐振動性の高い超微小硬さ測定機を開発した。

* 電子情報技術部

** 津田工業株式会社

2 実験方法

2.1 圧電アクチュエータのヒステリシス補正

図1のように静電容量型変位計と圧電アクチュエータを対向させ、アクチュエータに補正をかけずに三角波電流を流した時の静電容量型変位計の変位量を測定し、グラフにプロットした。

また、これにより得られた圧電アクチュエータの変位曲線を元に補正をかけ、線形制御を行なった。

<測定機>

静電容量型非接触微小変位計

(日本A D E社製 MicroSense3401HR-01)

- ・測定フルスケール± 25 μ m
- ・分解能 0.0025 μ m
- ・周波数応答 40kHz

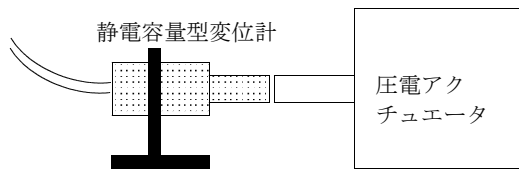


図1 静電容量型変位計による変位測定

2.2 マルテンス硬さの算出

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、負荷増加時の荷重-押し込み深さ曲線の最大値から求められる。

そこで、表1の測定試料に対し図2の試作測定機により圧子を1μm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)のものをを用いた。

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)
塗膜A	239	UV塗料
塗膜B	316	(厚さ約20 μ m)

※ Fischer社H100による

2.3 二回押し込みによるヤング率の算出

表2の測定試料に対し圧子を1μm押し込み、その時の荷重も連続して計測した。さらに、一度押し込まれた同じ部位に、再び圧子を同量押し込んだ。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)のものをを用いた。

なお、Fischer社H100は、圧子を一回押し込み、押し込み方向および戻り方向の両方向において計測を行なう従来からの方法である。



図2 試作した超微小硬さ測定機

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)
塗膜A	4663	UV塗料
塗膜B	5863	(厚さ約20 μ m)

※ Fischer社H100による

3 結果および考察

試作した超微小硬さ測定機による測定結果を図3～6に示す。2本の曲線のうち上側の曲線は一回目の押し込み曲線であり、弾性・塑性の両方の成分を含んだ曲線となっている。一方、下側の曲線は二回目の押し込み曲線であり、一回目の押し込みで既に塑性変形をしている部位に、一回目と同量の圧

子押し込みを行なったので、弾性成分のみの曲線となっている。

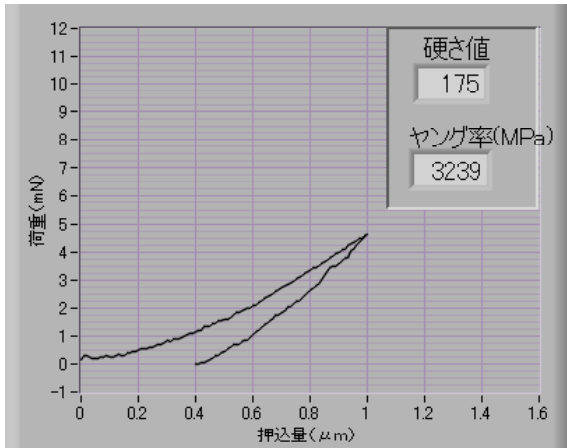


図3 ABS樹脂

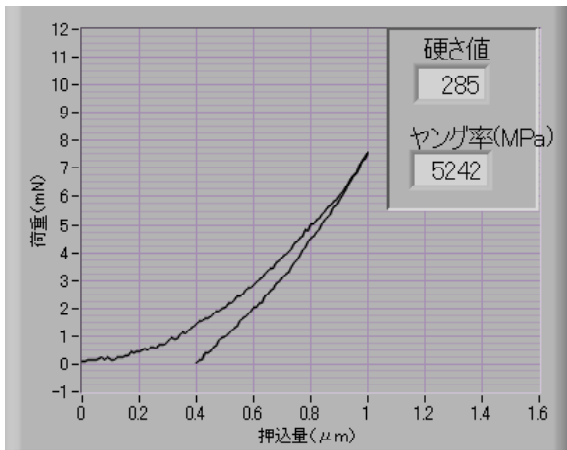


図4 アクリル板

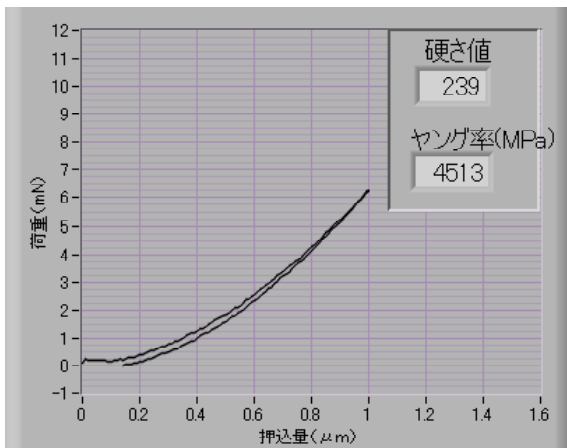


図5 塗膜A

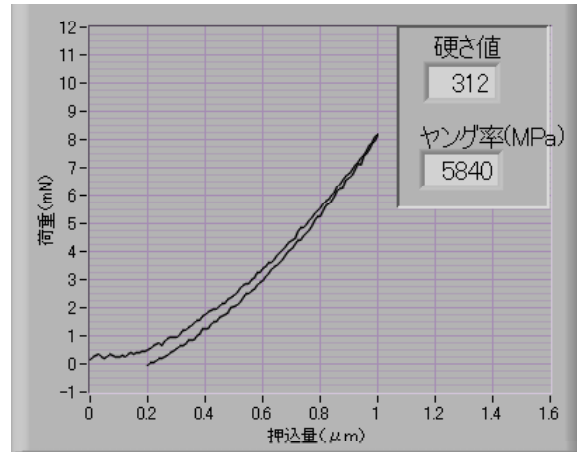


図6 塗膜B

3.1 圧電アクチュエータのヒステリシス補正

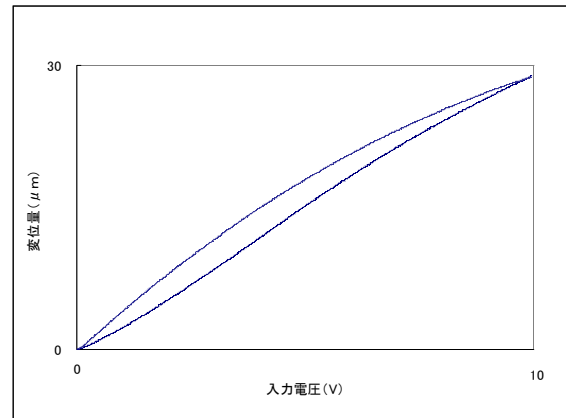


図7 圧電アクチュエータの変位特性

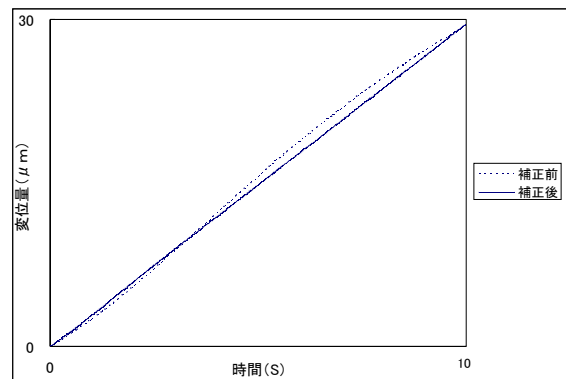


図8 圧電アクチュエータの線形制御

圧電アクチュエータを補正をかけずに伸縮したところ、図7の結果を得た。圧電アクチュエータにはこのようなヒステリシスがある。しかし、必ずゼロ点より伸縮が始まるので伸び方向においては、時間に対して線形制御を行なえば、正確な位

置決め制御が可能となる。

線形制御の結果を図8に示す。補正により、このような線形制御が可能となり、圧子押し込み時の正確な位置決め制御が可能となった。

3.2 マルテンス硬さの算出

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、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。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 As(h) で除した値」と定義され、単位は N/mm² 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。Fischer社 H100 と比較してほぼ同じ値となった。

表3 マルテンス硬さ (N/mm²)

サンプル名	本測定機	H100	誤差
ABS樹脂	175	156	12.1%
アクリル板	285	268	6.3%
塗膜A	239	239	0.0%
塗膜B	312	316	1.2%

3.3 二回押し込み法によるヤング率の算出

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9) の弾性曲線の接線より求めた³⁾。

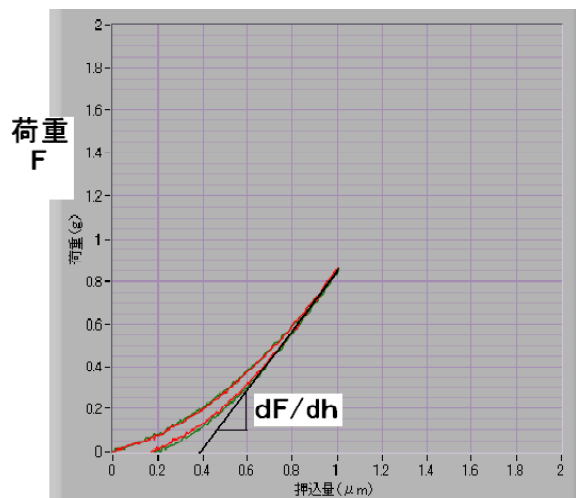
ここで、E はヤング率、A はくぼみの投影面積、dh/dF は弾性曲線の傾き、β は圧子の形状係数であり、Berkovich 圧子に対しては β = 1.034 である。

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 の値を比較するとほぼ同じ値となった。

表4 ヤング率 (MPa)

サンプル名	本測定機	H100	誤差
ABS樹脂	3177	3134	1.3%
アクリル板	5414	5471	1.0%
塗膜A	4753	4663	1.9%
塗膜B	6241	5863	6.4%

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



圧子押し込み h

図9 F-h 曲線

4 まとめ

(1) 圧電アクチュエータの伸び方向の線形制御が可能となり、圧子のナノオーダーの位置決めが可能となった。

(2) 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。

(3) 二回押し込み法により、圧子の戻り方向の計測を行なわなくても正確な弾性曲線を得ることができた。

(4) 弾性曲線の接線により、正確なヤング率の算出が可能となった。

(5) 二回押し込み法により、圧子の位置センサがなくとも超微小硬さ測定を行なうことが可能となった。これにより、耐振動性を高めることができる。

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 は高価な除振台を用いているが、本測定機の振動対策は何も行っていない。それにもかかわらず、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、耐振動性がどれくらいあるのかを分析し、研究を進めていきたい。

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 Part1:2002の紹介, 材料試験技術, **49**, 4(2004)228
- 3) 大野卓志, 米津明生, 小川武史, 秋光純:インデントレ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