

NanoIndenter

薄膜機械的特性評価システムについて

(株)東陽テクニカ 分析システム部

矢田 幸蔵

Mechanical Properties of Thin Films on Glass

Kouzou Yata

Analytical Systems Department, TOYO Corporation

1. はじめに

ガラス材料の多様化するアプリケーションにおいて、ガラス材料自体の開発だけでなく、ガラス表面に薄膜を付けることにより付加価値を向上させる場合があります。このような場合、硬度や耐磨耗性の向上を目的とする薄膜であれば勿論の事、光学的・電気的特性で作成される薄膜に関しても薄膜が多層化すれば、プロセス中に加わるストレスと目的とする特性を明らかにするために硬度やヤング率の評価が必要になります。

硬度に関しては JIS で制定された“ビッカース硬さ試験”等の幾つかの方法があります。しかし、サブミクロンオーダーの膜厚に対する機械的特性に関してはいくつかの問題点があり、再現性のある正確な評価が困難でした。ここではそのような問題点を解決した薄膜機械的特性評価システム（米国 MTS 社製、NanoIndenter）を紹介させていただきます。尚、NanoIn-

dentor では硬度以外にもヤング率、摩擦力（スクラッチテスト）の評価が可能です。

2. NanoIndenter の特長

従来一般的に用いられている硬さ試験機では、予め決まった形状の圧子を試料に押し込み、押し込みにより発生した圧痕を測定し、硬度を計算していました。（硬度＝押し込みの力/圧痕の面積）

NanoIndenter でも基本的には同様な操作を行っておりますが、薄膜評価のために次の様な特長を実現しました。

① 超低荷重の実現

薄膜の評価に対しては当然のことながら浅い押し込み試験が必要であり、低荷重の高精度制御が必要です。制御できる荷重（荷重分解能）が大きいということは、ポリマーなどの軟らかい材料に対しては当然のことながら制御できる押し込み量も大きくなります。

NanoIndenter では 1 nN という超低荷重を実現することにより非常に浅い領域での硬度測定を実現しています（Fig. 1, Fig. 2 参照）。

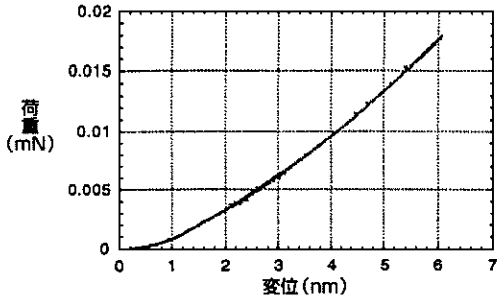


Fig. 1 6 nm までの荷重-変異曲線
負荷/除荷曲線の一致は極めて安定かつ高い
再現性が得られることを示します。

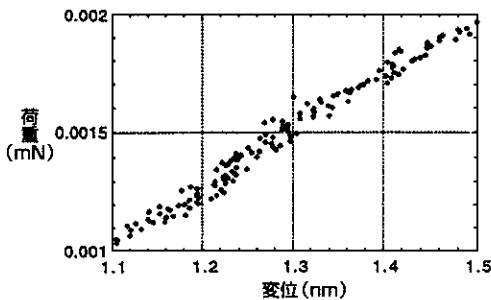


Fig. 2 Fig. 1 の負荷曲線の拡大図
ピコメートルオーダーの押し込み試験が実現
されております。

② 高押し込み制御分解能の実現

薄膜評価を難しくしている理由の1つが基盤の影響です。押し込みを行うと、押し込み深さに比例して基盤の影響を受けます（ある深さの硬度はその深さの5倍位までの下地の影響を受けるといわれています）。このため、基盤の影響を受けないようにするためには出来るだけ浅い押し込みを行う必要があります。

NanoIndenter ではナノメートルオーダーでの押し込み深さの制御を実現し、より基盤の影響を受けない薄膜の評価が可能です (Fig. 1, Fig. 2 参照)。

③ 圧痕測定と真の接触投影面積

ビッカース硬度試験機では正四角錐（ピラミッド）の圧子を用い、圧痕の対角の長さから表面積を計算し試験荷重をその表面積で割って

硬度を算出します。このように圧痕の対角長を実測し表面積を算出する場合当然のことながら圧痕が確認できなければなりません。しかし、薄膜に対して行う浅い押し込み実験の場合は、圧痕も小さくなり確認が非常に困難になります。そこで、NanoIndenter では対角長を測定するのではなく、押し込み深さを測定することにより接触面積の算出を行います。

又、浅い領域での押し込みでは弾性変形と塑性変形が混在します。圧子の幾何学的形状を元にして表面積を計算する場合、圧痕は完全に塑性変形だけによるものであるから、混在する弾性変形の影響を差し引かねばなりません。

NanoIndenter では、弾性変形の影響を差し引いた真の接触投影面積を算出しその値を用いることにより、弾性変形と塑性変形が混在する非常に浅い領域での硬度測定を実現しました。

④ シャープな圧子の実現

硬度測定は基本的に破壊検査です。荷重と荷重により発生した圧痕の面積を用い硬度を測定します。測定に使用する圧子先端がシャープであれば、より低荷重・浅い領域で試料に塑性変形が起こります。すなわち薄膜の評価には先にあげた超低荷重や高押し込み制御分解能と同様にシャープな圧子が必要になります。

NanoIndenter ではビッカース圧子やスプー圧子の様な四角錐（ピラミッド）でなく、三角錐のパーコピッチ圧子を採用しています。四角錐の場合、対角線から表面積算出には便利ですが、NanoIndenter では対角を測定する必要はありません。対角線を測定する必要がない場合、むしろ、3つの稜線が1点で交わるという特性を利用してよりシャープな圧子先端を実現する三角錐の圧子が薄膜測定には適しているといえます。そして、さらに圧子先端に独自の加工を行い、先端曲率半径 50 nm（公証値）の圧子を実現し標準品として供給しています。

⑤ 圧子先端形状の補正

NanoIndenter で使用しているパーコピッチ圧子は三角錐なので理想的な状態では3つの

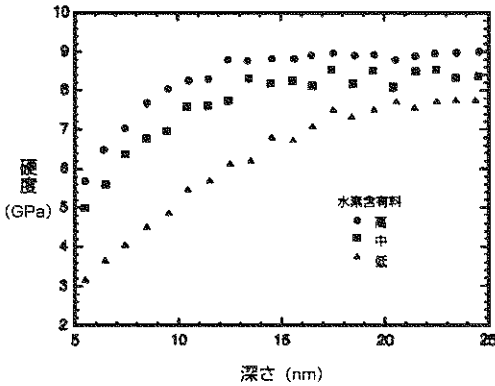


Fig. 3 20 nm厚ダイヤモンドライクカーボン薄膜の測定例
水素含有量が異なる3種類のダイヤモンドライクカーボン薄膜の測定例。水素含有量の違いが硬度の違いとして再現性よく測定されています。

稜線が1点で交わることとなります。しかし、現実的には圧子先端はある曲率半径をもって近似されることとなります (NanoIndenterでは約50 nm程度) 先にあげた接触投影面積の計算では幾何学的な圧子形状(理想的な圧子形状)を用いています。しかし、幾何学的な圧子形状から計算した接触投影面積は、先端に曲率半径を持つ現実的な圧子形状による接触投影面積より小さくなります。十分深い押し込みではこの誤差は無視できますが浅い領域での押し込み(サブミクロンの押し込み)ではこの誤差は無視できません。

NanoIndenterでは各圧子毎に実験的に補正のための定数を計算し接触投影面積の計算に用いることによりサブミクロンオーダーでの正確な硬度測定を実現しました。

⑥ 連続剛性測定法 (CSM: Continuous Stiffness Measurement) の実現

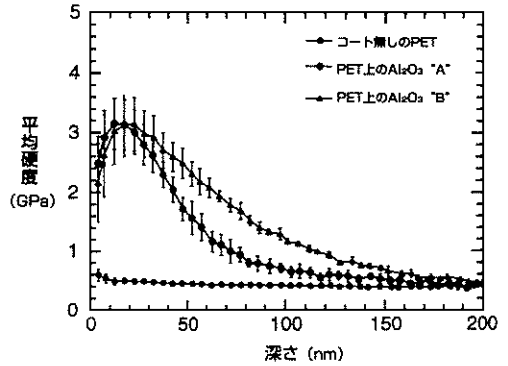


Fig. 4 軟らかい基板上的の硬い被膜の硬度測定
試料はPET基板上的の2種類のAl₂O₃と被膜なしのPET基盤

連続剛性測定法 (CSM: Continuous Stiffness Measurement) では押し込み試験の際に圧子を微小振動させます。

振動に対する応答振幅, 位相を測定することにより測定中の各押し込み深さでの硬度が算出できます。従来の試験方法では特定の押し込み深さでのみ硬度を算出していましたがCSMを用いることにより1度の押し込み試験で連続的に、しかも深さの関数として硬度の測定が出来ます (Fig. 3, 4 参照)。

3. 終わりに

NanoIndenterでは硬度測定のみでなくヤング率の測定やスクラッチテスト, 摩擦力測定が可能です。

詳細な技術資料や装置のデモンストレーションも行っておりますのでご興味のある方は下記までお問い合わせ願います。

(株)東陽テクニカ 分析システム部 矢田 幸蔵
Tel: 03-3245-1239, E-mail: Yata@toyo.co.jp