

ナノインデンテーション法における圧子先端補正

キーワード：ナノインデンテーション、硬さ、圧子先端補正

はじめに

近年、各種部品の微細化や、薄膜材料開発に伴い、微小部の硬さ試験の需要が急増しています。ナノインデンテーション法は、これに対応できる評価法として注目され、試験装置も広く普及してきています。

当研究所では、超微小押し込み硬さ試験機(ナノインデンテーション・テスター：(株)エリオニクス製 ENT-1100a)を設置しています。本試験機の概要については、テクニカルシート No. 15002 で紹介しました。今回は、ナノインデンテーション法による測定においてもっとも重要となる圧子先端補正に関して、硬さ試験の原理から解説します。

ナノインデンテーション法における硬さ試験の原理

ナノインデンテーション法では、従来のビッカース硬さ試験と同様に、硬さ H は、試料に圧子を押し込む際の荷重 P と、それによって試料表面に生じる圧痕の投影面積 A から、

$$H = \frac{P}{A}$$

で定義されます。ビッカース硬さの場合、 A は圧痕の表面積であり、実際に観察・測長して求めます。一方、ナノインデンテーション法では、試料表面に圧子を押し込む際の変位量を高精度変位計で連続的に測定し、得られる荷重-変位曲線を解析して求めます。このため、圧痕が小さく観察ができないような極軽荷重での試験を行うことができます。

圧子先端補正

圧痕の投影面積 A は、押し込み時における圧痕の深さ(圧子の接触深さ)から、圧子の幾何学形状に基づいて算出することができます。しかし、実際の圧子は、製作加工時に生じる

形状誤差や、試験を重ねることによって生じる摩耗のために、理想的な幾何学形状ではありません。図1に、理想形状の圧子と先端が摩耗している実際の圧子での圧痕投影面積の違いを示します。接触深さが同じでも、実際の圧子では、理想形状の圧子よりも投影面積が大きくなりますが、理想形状として計算してしまうと硬さは高く評価されます。この差は、理想的な幾何学形状からのずれや摩耗の大きさに対して接触深さが十分大きい場合にはほとんど無視できますが、接触深さが浅い極低荷重の押し込み試験では大きな誤差となって表れます。この誤差を補正するのが圧子先端補正で、ナノインデンテーション法においては非常に重要な補正と言えます。

ENT-1100a には、圧子先端補正として Oliver & Pharr の手法と澤 & 田中の手法の2つのプログラムが用意されています。

Oliver & Pharr の手法は、予め深さ方向に硬さ分布が存在しない標準試料(一般に溶融石英を使用)を用いて、圧痕投影面積と圧子の接触深さの関係を表す関数(エリアファンクション)を求めておく補正法です。エリアファンクションを用いて硬さを算出することにより、圧子の形状誤差が補正され、どのような荷重でも(すなわち、どのような接触深さでも)同じ硬さが算出されます。

一方、澤 & 田中の手法は、圧子の形状誤差として、圧子先端の切断長さ(摩耗している長

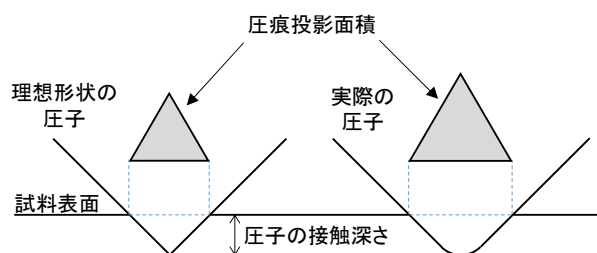


図1 圧子の形状による圧痕投影面積の違い

さ)と表面検出時における予備荷重による押し込み深さの和(補正長さ)を予め求めておく補正法です。試料の表面は、圧子にかかる予備荷重と変位の関係が大きく変化する位置として検出されますので、軟質な試料ほど検出された表面位置と試料の実表面の位置の差が大きくなり、補正長さも大きくなります。したがって、本手法では、Oliver & Pharrの手法とは異なり、補正の対象となる試料と同程度の硬さを示す試料を用いて補正長さを決定しておく必要があります。なお、本補正法の適用範囲は補正長さ 20nm 未満とされていますので、補正長さ 20nm を圧子寿命の目安とすることができます。

その他、ナノインデンテーション法では、圧子と試料を支持する装置部材の変形、すなわちロードフレーム剛性も測定値に影響を及ぼします。上述のいずれの補正手法も、このロードフレーム剛性に関する補正が考慮されています。

圧子先端補正の適用例

図 2 に、ENT-1100a を用いて、熔融石英(硬さ $9.5 \pm 1.5 \text{ GPa}$) を試料として、試験荷重を 0.1mN から 1000mN まで変化させて得られた硬さを示します。圧子先端補正を行っていない○印は、試験荷重が低いほど大きな値となっています。この結果から、試験荷重が低いほど、すなわち、接触深さが浅いほど、圧子先端の形状誤差の影響が大きくなることがわか

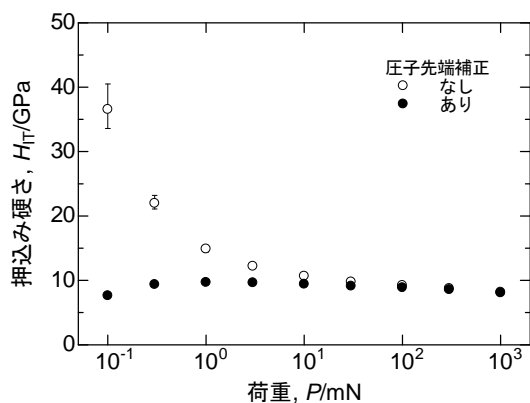


図 2 熔融石英を様々な荷重で試験したときの硬さ

ります。一方、澤 & 田中の手法による補正を適用した●印は、0.1mN での値を除いてすべて $9.5 \pm 1.5 \text{ GPa}$ に入っており、荷重に対する変化はほとんど認められません。

図 3 に、今回の試験での荷重に対する接触深さの変化を示します。図 2 において、補正なし/ありの差が顕著になった荷重は 10mN 以下で、この時の接触深さは約 200nm です。したがって、今回用いた圧子では、接触深さが 200nm 以上では圧子先端形状の影響をほとんど無視でき、接触深さが 200nm 以下では補正が必要ということになります。一般に、薄膜の硬さ試験では、接触深さを膜厚の 1/10 以下にしなければ、膜そのものの硬さが得られないとする 1/10 則が認知されています。したがって、この圧子を用いて膜厚が $2 \mu\text{m}$ 以下の試料を試験する場合、1/10 側に従う試験と圧子先端補正を実施しなければなりません。なお、澤 & 田中の手法の適用範囲は接触深さ 50nm 以上とされており、図 2 では 0.1mN だけでなく 0.3mN の●印も適用範囲外となります。

おわりに

圧子先端補正の理論は難解です。しかし、補正は試験機に付属している計算プログラムによってほぼ全自動で行うことができます。ナノインデンテーション法による硬さ試験を実施する上で、補正理論の詳細を理解しておく必要はありませんが、圧子先端補正の重要性を認識しておくことが大切です。

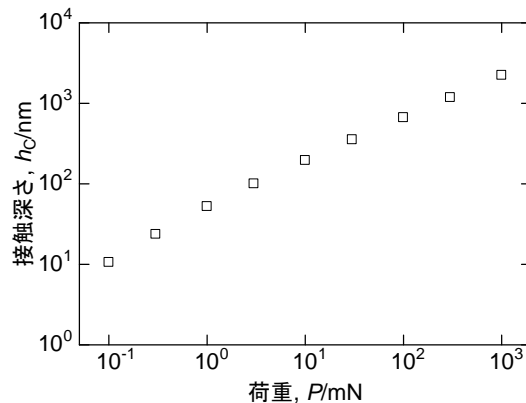


図 3 熔融石英を様々な荷重で試験したときの接触深さ