

ナノインデンテーション装置を活用した評価事例

機械・材料技術部 材料物性チーム 堀 内 崇 弘

ナノインデンテーション（薄膜・微小部硬さ試験）装置は鋭く尖ったダイヤモンド製の圧子を試料に押し込み、この時の荷重と変位の関係を測定し、硬さ等の機械的物性を評価する装置である。本稿では本装置を用いた Diamond-like Carbon (DLC) 膜の硬さ評価事例およびマイクロカンチレバー試験片を用いたセラミックの局所領域の破壊特性評価事例を紹介する。本装置は、表面処理で施した薄膜や塗膜等の硬さ評価や微小部位を狙った物性評価等に活用することが可能である。

キーワード：ナノインデンテーション，薄膜，DLC，マイクロカンチレバー

1 はじめに

近年、機械部品分野では、低摩擦性・高耐摩耗性等、高い性能が求められており、基材表面への薄膜付与等の表面処理技術の適用が広がっている。また、電子デバイス分野では、より微小化・極薄化が進む中、微小部位や薄膜の機械的特性評価がデバイス設計で重要となっている。当センターにおいても、このような薄膜や微小部位の機械的特性を知りたいという企業からのニーズが増えている。特に硬さは、金属材料の基本指標の数値（マイクロビッカース硬さ、ロックウェル硬さ等）として一般的に広く用いられており、薄膜や微小部においても同様に硬さ試験に対するニーズが高い。こうしたニーズに応えるため、当センターではナノインデンテーション（薄膜・微小部硬さ試験）装置を導入している。本稿では、本装置を活用した評価事例について報告する。

2 装置の概要

表 1 に本装置の基本仕様、図 1 に本装置の写真を示す。本装置は、ダイヤモンド製の圧子（よく使用される圧子として三角錐型の Berkovich 圧子）を測定試料に押し込み、荷重と変位の関係を測定し、硬さ等の機械的物性を算出する。極低荷重の押し込み試験を高精度で行うことが可能であり、押し込み深さがナノ～数ミクロンオーダーと表面極近傍であることから、マイクロビッカース硬さ試験では測定が難しい薄膜試料の測定が可能である。ただし、表面粗さが粗いと測定精度のバラつきが大きくなる等、試料の表面状態の影響を強く受けるため、測定する際は注意が必要となる。

3 評価事例

3. 1 各種 DLC 膜の硬さ測定

ダイヤモンドライクカーボン（Diamond-like Carbon：以下、DLC）膜は、摺動部材、切削工具、金型、加工用治具や機械的部品等に幅広く適用されている。それぞれの用途で成膜方法や成膜条件が多種多様であり、それにとまない膜特性が大きく異なる特徴を持っている。

そこで、現在、商業ベースで適用されている代表的な 3 種類の DLC 成膜方法で作製された試験片を準備し、硬さの違いについて評価した¹⁾。測定用試験片は、鏡面仕上げした鉄基材（Ra0.02 μm 以下）に 3 種類の成膜方法、(A) PVD（アークイオンプレーティング）法、(B) スパッタ法、(C) CVD 法を用いて DLC 膜を成膜し作製した。試験は押し込み荷重 1000 μN (1mN) にて行った。

表 2 に各試験片の DLC 膜の成膜方法と硬さ測定の結果を示す。もっとも硬さが高かったのが (A) の DLC 膜、続いて (C)、(B) が最も低い数値となった。硬さの値は

表 1 基本仕様

機能	仕様
最大荷重	10mN（分解能 <1nN）
最大変位	5 μm
視野	光学顕微鏡 試料直上より観察・視野合わせ
除振	アクティブ方式
環境	大気雰囲気

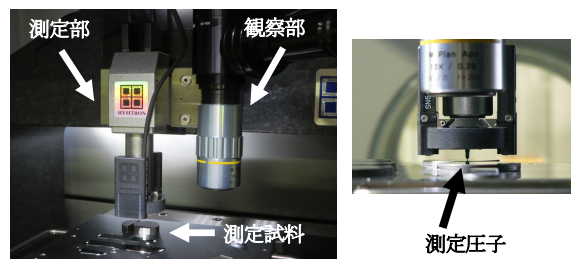


図 1 装置の写真（左：外観，右：測定部先端）
(Hysitron 社 TriboIndenter-900)

図 2 に示す各試験片における荷重-変位曲線から Oliver-Pharr による算出法²⁾を用いて評価した。次に、荷重-変位曲線の負荷部分と除荷部分の傾向から、弾塑性挙動の評価を行った。除荷曲線の終点と原点の距離は塑性変形の大きさを表す。図 2 で確認できるように、塑性変形の大きさは (B), (C), (A) の順であり、硬さが高い膜ほど塑性変形が生じていないことが分かった。この違いは DLC 膜の膜物性に起因していると考えられる。このように、本手法は DLC 膜を始めとした薄膜の硬さを数値として明らかにし、比較・検討することが容易になる。加えて、荷重-変位曲線から膜物性の違いを評価することも可能である。

3. 2 マイクロカンチレバー試験片を用いたセラミックの局所領域の破壊特性評価事例

セラミックス材料では機械的特性（強度や破壊靱性、疲労寿命等）の改善が課題となっている。多々見ら³⁾は、セラミックス材料の脆弱性の要因となっている結晶粒界に着目し、その破壊靱性を直接評価するために、結晶粒径サイズのマイクロカンチレバー試験片を用いた評価手法を提案している。本手法では、評価用試験片として集束イオンビーム（FIB）加工により五角形のマイクロカンチレバー試験片を作製する（図 3、図 4）。その際、測定対象となる結晶粒界がマイクロカンチレバーの根本に位置するように加工し、そこにノッチを導入する。次に、ナノインデンテーション装置を用いてマイクロカンチレバー試験片の先端に荷重を負荷することで曲げ試験を行った。図 5 にナノインデンテーション装置を用いた曲げ試験時の荷重と変位の関係を示す。マイクロカンチレバー試験片が破断した荷重と変位、および試験片の形状から結晶粒界の破壊靱性を評価することができる。

これまで結晶粒界の破壊靱性は、分子動力学法を用いたき裂進展挙動の解析や表面エネルギーからの解析等により推定されてきたが、本手法により実験的に直接評価することが可能になった。

4 おわりに

本装置を用いた評価事例に関して、DLC 膜の硬さ評価事例とマイクロカンチレバー試験片を用いたセラミックの局所領域の破壊特性評価事例を紹介した。本装置は、さらに電子基板や断面試料等の微小部位を狙った硬さ測定等にも対応しており、活用法は多岐にわたると考えている。本装置が表面処理分野、電子デバイス分野およびその関連産業の発展に寄与できれば幸いである。

文献

- 1) 堀内崇弘他；“平成 23 年 神奈川県ものづくり技術交

流会 予稿, 3PM-B06 (2011).

- 2) W.C. Oliver and G.M. Pharr; J. Mater. Res., 7, 6, 1564-1583 (1992).
- 3) 多々見純一, 矢矧束穂他；平成 27 年 神奈川県ものづくり技術交流会 予稿, 1PM-E02 (2015).

表 2 測定した DLC 膜の成膜方法と硬さ

試験片	成膜方法	硬さ GPa
A	PVD 法 (アークイオンプレATING 法)	60
B	スパッタ法	13
C	CVD 法	21

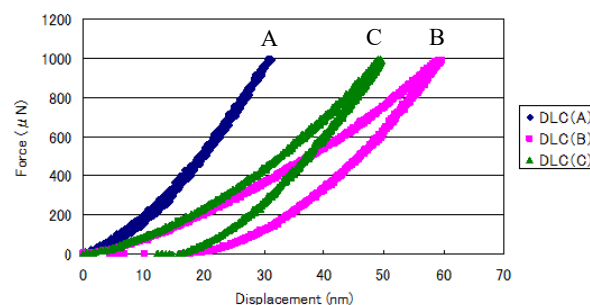


図 2 各試験片における荷重-変位曲線

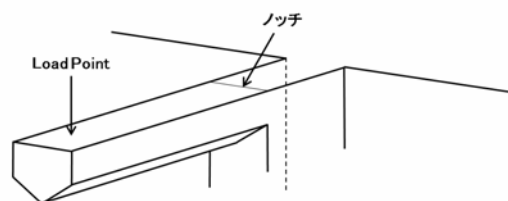


図 3 マイクロカンチレバー試験片

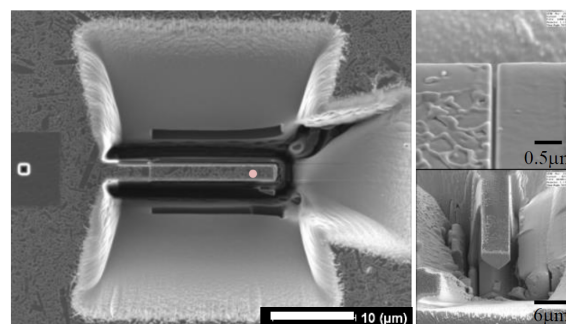


図 4 FIB 法で加工した破壊靱性測定用片側切り欠きマイクロカンチレバー試験片³⁾

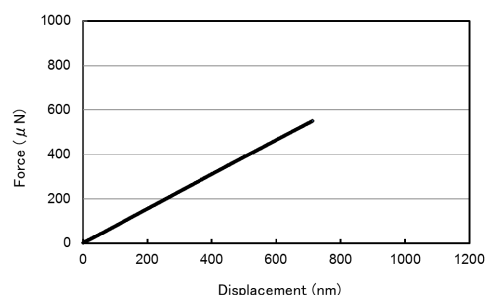


図 5 曲げ試験時の荷重-変位曲線