

超微小押し込み試験による材料強度評価法

Evaluation of Materials Strength by Ultra-Micro-Indentation

稲村元則*・鈴木敬愛*

Motonori INAMURA and Takayoshi SUZUKI

1. ま え が き

固体材料表面の蒸着膜、酸化皮膜、加工層の強度や、イオン照射によって出来る表面の損傷領域の強度変化を知ることが、実用上も材料研究の面からも必要である。また、半導体デバイス上の微小領域の強度評価技術も開発が望まれている。材料表面で局所的に強度を測る方法として、圧子の押し込み (Indentation) による硬度の測定が広く行われる簡便な方法であるが、通常ピッカース硬度試験の場合、圧子に加えられる荷重は1000gf以上、圧痕の大きさは数10 μm 以上である。マイクロ・ピッカース試験でも、荷重10gf以上、圧子の押し込み深さは1 μm 以上であるから、数 μm 以下の表面層の硬度 (強度) を測定することは困難である。

近年、精密計測・制御技術の進歩により、荷重1g以下、押し込み量1 μm 以下の「超微小押し込み試験機」(ultra-micro-indenter)が米国で開発され、わが国でも数社が同様の機器を製作している。筆者らも負荷荷重10~1500mgf、押し込み量の測定分解能5nmの精密押し込み試験機を製作し、それをを用いた二、三の測定結果を発表した¹⁾。

これらの超微小押し込み試験機は、マイクロ・ピッカース硬度計のように圧痕の大きさを顕微鏡で測るのではなく、圧子に加える荷重を徐々に増加 (または減少) させながら、圧子の押し込み量を逐次精密計測する点に特徴がある。そのため、測定結果の解析には巨視的硬度試験とは異なる注意が必要であると同時に、従来の硬度試験では得られなかった材料の力学的特性を知ること可能であると期待される。

本報は、筆者らの製作した超微小押し込み試験機による測定データの解析と、超微小押し込み法による材料強度の評価法についての考察である。

2. 超微小押し込み試験

実験は、強度と弾性率が広い範囲にわたるように、6

*東京大学生産技術研究所 第1部

種の金属およびシリコンを選んで試験片とし、超微小押し込み試験と通常のマイクロ・ピッカース硬度試験を行った。ジュラルミン (A 2017)、リンセイ銅、ステンレス (SUS 304)、およびシリコンは表面を研磨をして試験片を作製し、金、ニッケル、白金は圧延加工をした状態のものを試験片として用いた。

前報¹⁾で報告した超微小押し込み試験機を用いての押し込み試験は、対稜角115°の三角錐ダイヤモンド圧子を10~100mgf/secの速さで試料表面から押し込むことによって行われた。最大荷重1000mgfに到達した後、1 sec保持してから、押し込み時と同じ速さで圧子の引抜き (除荷) を行った。押し込み-除荷の全過程において、荷重と圧子の変位を連続記録した。

図1は荷重1000mgfまでの押し込みとそれに続く引抜きの過程で記録された、荷重 F と圧子の変位 (押し込み深さ) d の関係である。圧子の侵入に際しては塑性変形が進行するが、引抜き過程は弾性回復によるために、記録はループを描く。軟い一すなわち塑性変形しやすい試料ほど圧子の侵入は深く、したがって大きなループを描く。このような測定から、どのようにして試料の強度に関する情報を求めることができるかを次節で考察する。

表1 各試料のヤング率 E 、ピッカース硬度 H_v および超微小押し込み試験による力学パラメータ B と D (本文3項参照)

試料	E (GPa)	H_v	B (GPa)	D (GPa)
Au	82	74	18	290
A 2017	69	127	38	290
Ni	210	184	52	725
Pt	150	204	56	566
リンセイ銅	110	226	64	372
SUS 304	197	318	93	627
Si	110	—	175	411

研究速報

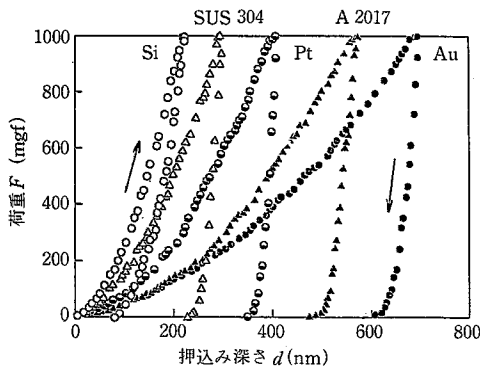


図1 超微小押込み試験における荷重Fと押込み深さdの関係。各試料とも100mgf/secの割合でFを増加させ、1000mgfに達した後、同じ割合で除荷した。Niとリンセイ銅のデータはPtと重なるので省略した。

ピッカース硬度の測定は、超微小押込み試験に用いたのと同じ試験片を用い、通常のマイクロ・ピッカース硬度計にて行った。ピッカース硬度は、圧痕の対角線の長さlを光学顕微鏡により計測し、通常用いられる関係

$$H_V = F/S = 1.854 \cdot F/l^2 \quad (1)$$

により算出した。Sは圧痕の表面積 (mm²)、荷重Fは0.025kgfとした。測定結果を表1に掲げる。なお、Siでは圧痕部からクラックを発生するため、H_Vの決定は困難であった。

3. 強度とヤング率の評価法

通常のピッカース硬度測定では、圧痕の大きさから(1)式によって硬度H_Vを算出する。超微小押込み試験の測定結果(図1)に対しても形式的にこれを適用してみる。ただし、ここでは圧子の形状が三角錐であることを考慮して、見かけの硬度を

$$H^* = F/S = 0.03784 \cdot F/d^2 \quad (2)$$

と定義する。図1の押込み過程 (loading process) に対して(2)式で与える見かけの硬度H*は図2のように一定値とはならず、押込み深さdに依存する。特にdが100nm以下と浅いときH*は極めて大きな値となる。圧子の押込み量が小さいときにH*が大きな値となるのは、圧子の先端が尖っていないために弾性変形が先行すること、材料表面が十分に平坦でないことなどによると考えられる。では、図1のような測定データから、どのようにして強度に関する情報を求めるか。

圧子が試料表面に接触を開始したとき、圧子の先端が

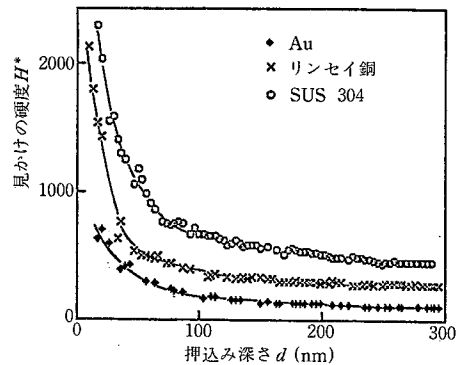


図2 (2)式を用いて計算した見かけの硬度H*と押込み深さdの関係

十分に鋭く尖っていれば、直ちに塑性変形の領域が形成されるはずである。しかし、圧子の先端は多少なりとも丸くなっていて、有限の面積で試料と接触を開始するならば、表面は弾性的に変形するであろう。このとき、荷重Fと圧子の変位(押込み深さ)dとは比例するはずである。ある程度荷重が増大して塑性変形が起こるようになれば、降伏応力と荷重が釣り合うように圧子の接触面積(したがって、侵入深さ)が決まるであろう。すなわち、Fはd²にほぼ比例するであろう。結局、圧子の押込み過程は、

$$F \approx A \cdot d + B \cdot d^2 \quad (3)$$

の形に近似できると予想される。Fröhlichら²⁾は、荷重2~200gf、押込み深さ500nm以上の領域で(3)式が比較的よく実験と合うことを示した。本研究の範囲は荷重1gf以下の低荷重領域である。

図3、4は測定結果(図1)をF/dとdの関係に引き直したものであり、実際に(3)式の関係が広い範囲(d≧数10nm)で成り立つことを示している。除荷過程も合わせて、測定結果は一般に図5のような形で表すことができる。

押込み過程における(3)式のパラメータBを各試料について見積もった値は表1に掲げてある。図6はBが通常のピッカース硬度H_V(0.025kgf)と極めてよい相関を持つことを示す。一般に、H_Vと引張強さσ_Bの間には、H_V≒0.31σ_B(MPa)の関係があるので

$$B(\text{GPa}) \approx 0.287 \cdot H_V \approx 89 \cdot \sigma_B(\text{GPa}) \quad (4)$$

となる。すなわち、超微小押込み試験のデータを図5のようにF/d-dの関係に直して、その直線部分の傾斜Bから(4)式によって通常のピッカース硬度H_Vないし引

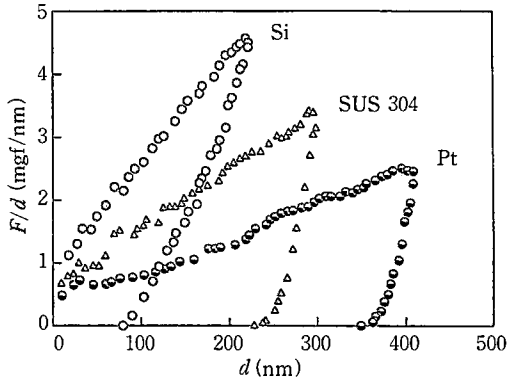


図3 超微小押込み試験における F/d と d の関係

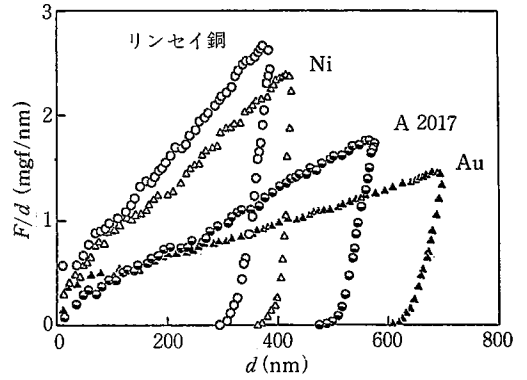


図4 超微小押込み試験における F/d と d の関係

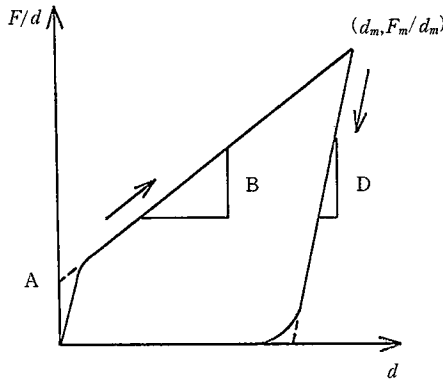


図5 F/d と d の一般的关系

張強さ σ_B を見積もることができる。図3や図4から、押込み量は100nm程度あれば十分であり、固体表面の1 μm 程度の層の強度を評価することが可能である。

一方、除荷過程においてもその初期の段階 ($F=0$ に近く前) には、図5のように

$$F/d \approx D(d - d_m) + F_m/d_m \quad (5)$$

の関係が成り立つ。図3, 4から見積もった D の値を表1に示す。除荷過程は主として圧痕部の弾性回復であると考えるから、 D は試料のヤング率 E と相関があるはずである。実際、図7のように D は E にほぼ比例しており、

$$D \approx 3.61 \cdot E \quad (6)$$

である。すなわち、図5の除荷過程の直線部分の傾斜 D から(6)式によって直接ヤング率 E が求まる。

除荷過程の初期が(5)式のように近似できることは、

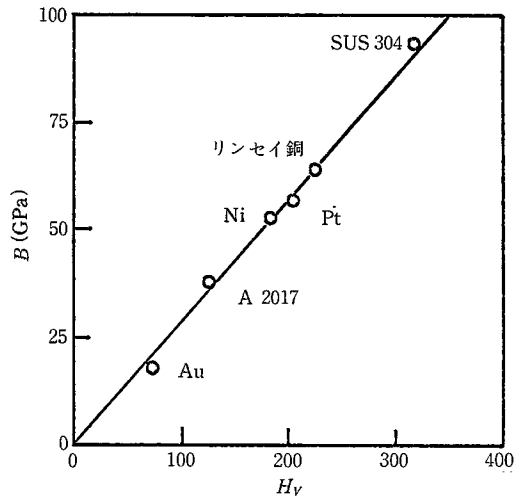


図6 B とビッカース硬度 H_V の関係

以下のように理解される。図5のように、最大押込み時(除荷開始点)において $d = d_m$, $F = F_m$ とする。弾性回復の初期において、圧子は圧痕のほぼ全面に接触しており、圧子が上昇しても接触面積はほとんど変化しないと考えられる。荷重 F が働く領域の面積 S は実効的に d^2 に比例し、弾性回復に寄与する範囲(実効的な深さ) t は d_m に比例すると考えてよいであろう。そうすれば、

$$(F - F_m)/S \approx E \cdot (d - d_m)/t \quad (7)$$

となる。 $S = \alpha d_m^2$, $t = \beta d_m$ とすれば、

$$F/d_m \approx \alpha/\beta \cdot E \cdot (d - d_m) + F_m/d_m \quad (8)$$

さらに、 $d \approx d_m$ であることを考慮し、

研究速報

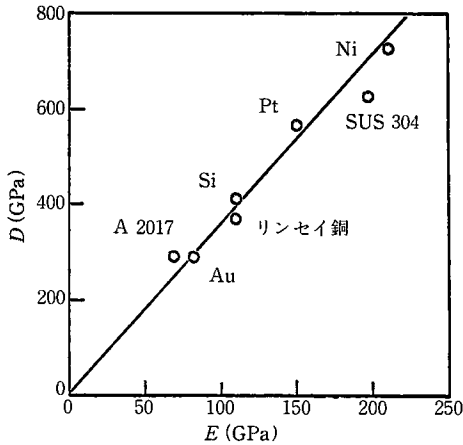


図7 Dとヤング率Eの関係

$$D = \alpha/\beta \cdot E \quad (9)$$

とすれば(5)式を得る。図7から、 α/β は物質によらずほぼ一定値3.61である。圧子の形状より $\alpha \sim 25$ とすれば、 $\beta \sim 7$ すなわち弾性回復を起こす領域の実効的深さは圧痕の深さの7倍程度と見なすことができ、これは妥当な大きさである。なお、圧子の形状、対稜角の大きさが異なれば α/β は違った値をとると予想されるが、同一の圧子を用いるかぎり定数であろう。 $F \sim 0$ に近づくと(5)

式から外れるのは、圧子が圧痕と全面接触せず、次第に接触面積が減少するためと考えられる。

4. おわりに

押し込み深さ $1 \mu\text{m}$ 以下、荷重 1gf 以下の超微小押し込み試験によって、試料表面から $1 \mu\text{m}$ 以下の浅い層の強度とヤング率を測定する方法を確立した。すなわち、荷重 F と押し込み深さ d の連続測定データを $F/d-d$ の関係に引き直したとき、押し込み過程での勾配 B から(4)式によって硬度または引張強さが、除荷過程初期の傾斜 D から(6)式によってヤング率が求まる。

このような方法によって、厚さ $1 \mu\text{m}$ 程度の薄膜や、金属表面皮膜、重イオン照射を受けた材料の損傷層の強度を測定することができる。

本研究の遂行にあたっては、関東プラントサービス(株)試作センターの協力をいただいた。また、試料の準備に助力をいただいた本所の片倉智氏に感謝する。

(1989年12月28日受理)

参考文献

- 1) 稲村元則, 鈴木敬愛: 生産研究, 42 (1990) 115.
- 2) F. Fröhlich, P. Grau and W. Grellmann: phys. stat. sol. (a) 42(1977) 79.