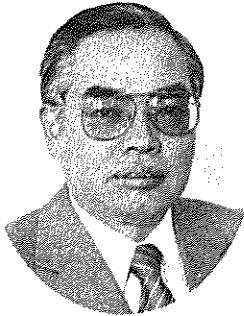
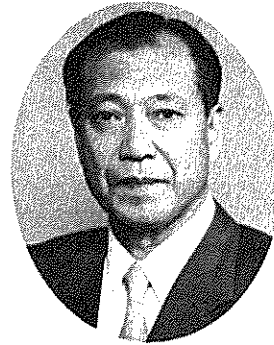


負荷・変位測定方式による超微小硬度計

研究者	佐田 登志夫 氏	理化学研究所 理事
開発企業代表者	西八條 實 氏	株式会社島津製作所 代表取締役社長
(推薦者)	小田 稔 氏	理化学研究所 理事長)



佐田 登志夫 氏



西八條 實 氏

1. 技術の背景

近年、薄膜製造技術や表面処理技術の著しい進歩に伴い、磁気ディスク、イオン注入層、半導体などの極薄膜や材料表面層部のミクロな領域の機械的性質の解明、評価の要求が高まっている。セラミックスのような脆性材料はIC基板、エンジン部品、高温炉材など用途の拡大にも拘らず機械的性質の測定が非常に困難であり、これらの材料に関する基礎的な材料特性についての統一かつ有効な評価方法がなかった。例えば、厚さ1 μm 以下の薄膜や表面層を試験する場合、それぞれ浅いくぼみが必要となるため、荷重はますます小さく、くぼみの大きさもそれに伴って小さくなり、光学顕微鏡ではくぼみ測定をすることは不可能に近かった。

研究者は1960年ごろから微小硬度計測による脆性材料の靱性の研究について研究開発を重ねた折、化学天びんの一端にダイヤモンド圧子、他端に電磁コイルをとりつけ、電磁力で微小荷重を負荷する方式を考案し、脆性材料の延性脆性の遷移点を見出すなど大きな成果を上げた。しかし、この装置は圧痕の大きさを電子顕微鏡で測定することが必要であり、非常な労力と時間を要した。そのため、研究を重ね、電磁力負荷方式に加え、圧子の侵入深さを変位センサーで直読し、荷重-侵入深さ曲線を連続測定する方式を考案し、実験によりその有効性を確認した。

一方、薄膜技術、表面処理技術の分野における品質管理や研究開発において、材料表面の力学的特性が実用上非常に重要であることの認識が深まり、超低荷重形の装置の開発が強く望まれていた。

2. 技術の概要

本技術は電磁力負荷方式を応用して、50 gf 以下10 mgf までの任意の超微小荷重を負荷してダイヤモンド圧子を材料表面に押込み、その時の圧子の動きを0.01 μm 単位で測定し、荷重と圧子押し込み深さとの関係を測定記録して、材料表面の硬度評価を行うものである。(表-1)

表 - 1 性能比較

項 目	超 微 小 硬 度 計	ビッカース又はヌーブ 硬 さ 試 験 機
1. 荷重負荷方式	電 磁 力	重 錘 重 力
2. 負荷荷重の 大きさ	10 mgf ~ 50 gf	10 gf ~ 1000 gf
3. 圧 子	三 角 す い 圧 子	ビッカース又はヌーブ
4. 硬さ測定領域 (ビッカース 換算硬さ)	0.01 ~ 10000	1 ~ 3000
5. 測定可能な 薄膜の膜厚	0.1 μ m 以 上	1 μ m 以 上
6. 測 定	押し込み深さ (弾性変形+塑性変形) (くぼみの形成過程で評価)	くぼみの大きさ (塑性変形) (形成されたくぼみで評価)
7. 測定の自動化	容 易	複 雑

本装置は、電子天びんを応用した負荷部、圧子押し込み深さを検出する差動トランス方式の変位センサ、試験前の試料の位置決めや試験後の圧痕の確認を行うための総合倍率400倍の光学部および計測制御装置で構成されている。(図-1, 図-2)

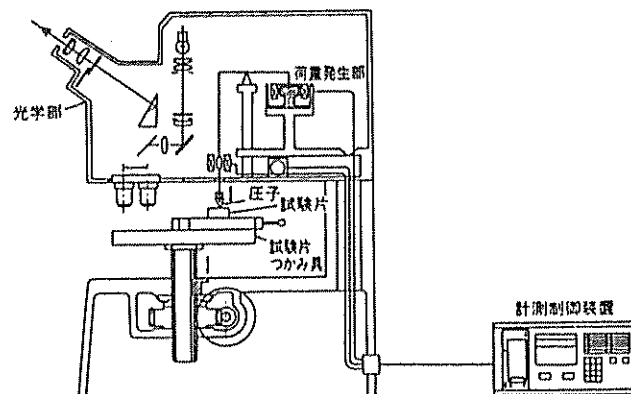


図-1 超微小硬度計の構成

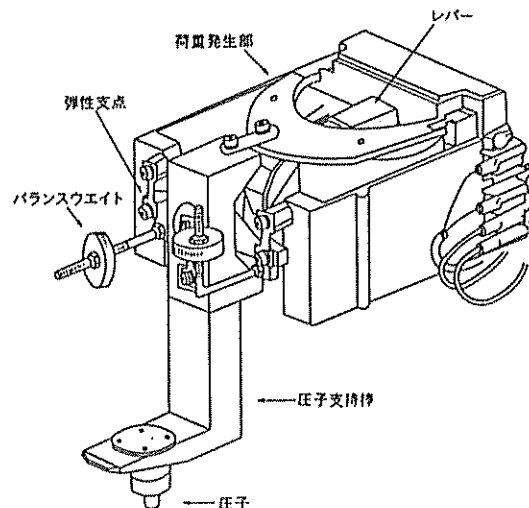


図-2 負荷部概略図

測定は、圧子の荷重を一定速度で増加した時の圧子の降下速度の変化点から試料の表面を検出する。さらに、荷重を加えると圧子押し込み過程における試料の挙動を“ダイナミック”に観測することができ、ビッカース硬度計と異なった新しい材料強度情報を得ることができる。また、一回の試験から任意の荷重に対する硬度情報を一度で得ることができるのも大きな特徴である。(図-3)

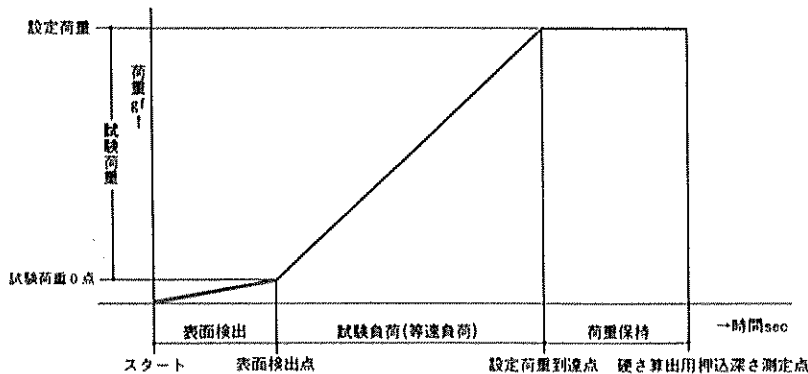


図-3 荷重負荷パターン

3. 効 果

本装置は、従来不可能であった薄膜、イオン注入層・窒化層等の表面処理層、セラミックス等の脆性材料等をも含むあらゆる固体材料に適用でき、マイクロ表面の機械的性質の解明、強度評価に有力な手段となった。

また、日本の基幹産業で重要な位置を占める半導体・電子工業、プラスチック工業をはじめ金属工業その他において、例えば国民の日常生活に使用されるビデオテープ、写真フィルム等から磁気ディスク、超L S I、超合金等に至るまで無数の応用分野があり、材料強度解明により科学に貢献するとともに、新材料素子の開発促進、製品の品質管理などに広く活用され、科学技術及び産業界の両面にわたって大きく貢献している。(表-2)

表-2 超微小硬度計の用途

分 類	用 途	
	用 途 分 類	個 別 用 途
化 学	・プラスチック ・繊維 ・フィルム	多孔質ポリマー 炭素繊維 感光フィルム・写真フィルム・ポリミドフィルム
鉄 非 金 属 鋼 鉄 車	・バルク材 ・表面処理材	アルミ箔・カミソリ刃・超合金 スズメッキ・Niメッキ・イオン注入材・窒化処理材 アルマイト処理材・TiNコーティング材 塗膜・蒸着膜・スパッタ膜
電 気 機 器	・家電製品 ・電子機器 ・精密機器 ・半導体	オーディオテープ・ビデオテープ 磁気テープ・磁気ディスク・Siウエハー フロッピーディスク 抵抗・コンデンサ 光ファイバー・ICチップ
ガラス・土石	・ガラス、土石	ガラス・セラミックス
ゴ ム	・ゴム製品	シリコンゴム・ワイパーブレード ゴムホース・ゴルフボール