

第17回 ナノインデンテーション研究会報告

当社ナノインデンテーション研究会にご協力いただき感謝しております。皆様のご尽力で順調に回を重ね、12月6日には、第17回ナノインデンテーション研究会を開催することができました。近年、ナノインデンテーションは有機材料、生体材料、複合材料などの力学特性評価に適用されるようになり、さらには破壊現象をその場観察しながら力学特性の測定を行うことも可能となってきました。第17回は、ナノインデンテーションの適用範囲が大きく広がった現状を受けて、各分野の第一線でご活躍されておられる講師の方々から最新の研究成果をご報告いただきました。講演をいただいた講師の方々からは、ナノインデンテーションの活用法や、今後の目指すべき方向など、貴重なご意見をいただくことができました。また、参加者の方々からもご質問や貴重なご意見を多数いただき、実りの多い研究会となりましたので、当日の講師の方々のご発表の内容を簡単にご紹介させていただきます。この研究会がナノインデンテーションの有効活用にお役に立てることができれば幸いです。

第17回ナノインデンテーション研究会発表要旨(発表順)(敬称は省略させていただきます)

1 イアン トーマス クラーク (シエンタオミクロン (株))

ナノインデンテーションの基礎を解説すると共に、最近のナノインデンテーションの適用範囲の広がりを受けて、高分解能高速硬さマッピング法の解析事例を紹介した。さらに高分子材料として、スマホ用保護フィルムと高温用粘着テープをとりあげ、それぞれの高分子材料の粘弾性特性が使用されている分野と密接な関係があることを示した。最後にカンチレバー曲げ方式によるセラミックス破壊強度評価法の事例を紹介した。

2 生井勝康 ((株) 三井化学分析センター)

原子間力顕微鏡 (AFM)、水平力顕微鏡 (LFM)、化学力顕微鏡 (CFM) などの走査プローブ顕微鏡 (SPM) の原理が解説され、これら顕微鏡をポリマーアロイ、ポリオレフィンフィルム等の表面物性評価に適用した例が紹介された。また、これらの手法と他の分析手法 (XPS, GPC など) を総合的に用いることにより高分子表面の密着性評価を実施した事例が示された。しかしながら、SPM の手法は最表面の評価に限られるため、ナノ DMA を用いて、ポリプロピレン、ポリイミドなどの高分子材料において、真空紫外光照射前後での動的粘弾性の深さ方向依存性を計測し、表面劣化層および表面改質層の厚さを評価出来ることが示された。

3 長谷川勇人（シエンタオミクロン（株））

ISO14577 が 2015 年に改訂されたことを受けて、その概要を紹介した。ISO14577 はナノインデンテーションを実施する上での遵守事項、留意事項が幅広く規格化されており、それらの事項の概略を紹介した。この規格は ISO 本部のホームページからのダウンロードにより取得（有料）が出来る。なお、今回の報告は概要だけであったが、規格の詳しい内容はシエンタオミクロン（株）の技術講座（C コース）で説明する。

4 国次真輔（岡山県工業技術センター）

DLC 薄膜の評価にナノインデンテーションを用いた例が紹介された。DLC 薄膜の密度と硬さ・弾性率の間に強い相関関係があることが報告され、DLC 薄膜の分類にナノインデンテーションが有効であることが示された。また、産技連技術向上支援事業で実施したドライコーティング膜のナノインデンテーション評価に関するラウンドロビン試験の概要が報告され、評価機関間で生じた硬さのバラツキの原因は、主に圧子形状の補正関数にあると推定された。なお、押し込み深さを変えた CrN 膜の硬さと弾性率のナノインデンテーション測定結果から、基板の影響を除去した薄膜のみの値を抽出する解析手法についても併せて報告された。

5 村上秀之（(国研) 物質・材料研究機構）

Ni 基超合金の基礎的な解説がされた。電解抽出と FIB の 2 種類の方法で Ni 基铸造単結晶合金の γ 単相（250 μm 角）を取り出し、ナノインデンターで圧縮試験を行った結果が報告された。電解抽出で切り出した試料の場合には急激に多数の迂りが発生（バースト）したが、FIB で切り出した試料の場合には発生した迂りは非常に少なかった。これは FIB で切り出した試料には表面に欠陥が導入されるためだと思われる。さらに、Pt および Pt-Ir を拡散コーティングした Ni 基単結晶超合金の高温における局所強度特性をナノインデンターで測定した結果が報告され、400 $^{\circ}\text{C}$ では Pt-Ir 拡散コーティングの方が Pt 拡散コーティングよりも硬さが向上することが示された。より複雑な相構造を持つ Ni 基鍛造超合金についても報告がなされた。 γ 相、 γ' 相の硬さには 400 $^{\circ}\text{C}$ までは明瞭な差があったが、600 $^{\circ}\text{C}$ 、800 $^{\circ}\text{C}$ では明瞭な差は見出されなかった。これは表面酸化による表面の凹凸の発生の影響を受けたためだと考えられる。一方、このような高温ではダイヤモンド圧子は酸化により使用不可能になるのではないかと考えられていたが、吹きつけガスに水素を含有させることで高温でもダイヤモンド圧子が使用できることが立証された。

6 牧野浩明（(株) 豊田中央研究所）

繊維表面処理の異なる2種類の熱可塑性炭素繊維強化樹脂（CFRTP）実部品から切り出した試料を用いて繊維／樹脂界面のせん断強度をナノインデントによる Push out 試験により求めた結果が報告された。ナノインデントの圧子の先端を特殊加工して作製した円筒状のプッシュロッドを用いて、基板面に垂直方向に配向した繊維を押し込んで抜く（Push out）という作業によりせん断強度を求めることが出来た。表面処理剤の違いによるせん断強度の違いが明瞭に観測され、測定後の SEM 像観察からせん断強度の大きい表面処理剤の場合には繊維周りの樹脂が大きな塑性変形を伴っていることが実証された。荷重—変位曲線から得られたせん断強度をマイクロ引っ張り試験の算定式（Kelly-Tyson の式）に代入して引っ張り強度を求めたところ、実測値と良く一致した。

7 澄川貴志（京都大学大学院 工学研究科）

材料の変形と破壊に関して基礎的な解説がされ、微小サイズの脆性材料の破壊靱性評価に関する研究成果が報告された。Si(100)単結晶基板からマイクロサイズの試験片を複数本切り出し、長さの異なる予き裂を導入した後、くさび状のインデントを押し込んで TEM 内その場観察き裂伝播試験を実施した。試験より、き裂伝播の様子と荷重—変位曲線の取得に成功した。それぞれの試験片に対して有限要素法解析を実施し、き裂伝播時の応力分布を求めた結果、予き裂先端には 23~58nm の大きさの応力特異場が存在しており、き裂伝ば時の応力拡大係数（破壊じん性）は約 $1\text{GPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ であった。この値はマクロ材とほぼ同等であった。このことから、20nm 程度の大きさまでの応力特異場に起因するき裂伝播については、連続体仮定に基づく線形破壊力学を適用可能であることが示された。さらにナノサイズの構造体の界面強度評価に関する研究成果が報告された。Si(100)単結晶基板上に Cu と SiN を順次蒸着し、そこから FIB を用いて Si/Cu および Cu/SiN 界面を有する片持ち梁試験片を作製した。TEM 内でその場観察しながら試験片に曲げ変形を与え、Si/Cu 界面端からの剥離き裂発生試験を行った。結果を有限要素法で解析して界面近傍の応力分布と剥離き裂発生基準を求めた。併せて TEM 内でその場観察しながら Si/Cu 界面中央部から剥離き裂を発生させて、同様に有限要素法で解析して界面中央近傍の応力分布を求めた。その結果、界面端から剥離き裂が発生する時も、界面中央部で剥離き裂が発生する時も、破壊応力は約 1GPa であり、界面端および界面中央において、統一的な剥離き裂発生基準を有することが示唆された。なお、最近のトピックスとして、グラフェンの破壊靱性、マイクロ金属の疲労、ナノスプリングの引張強度に関する研究成果も紹介された。

8 宍戸信之（北九州市環境エレクトロニクス研究所）

パワーエレクトロニクスシステムの集積化に不可欠な配線部および接合部の損傷挙動を明らかにする研究が紹介された。Cu 配線材と Si 基板の界面の局所剥離現象を SEM 中でその場観察し、同時に荷重—変位曲線を求め、有限要素法で解析し界面接合強度 (J/m^2) を求めた。その結果、接合強度と試料サイズには相関関係があり、試料サイズが小さくなると接合強度が小さくなることが示された。しかし、これは Cu の塑性変形の影響を見ているためで、塑性変形の効果を除くと接合強度は試料サイズに関わらず一定となった。そこで、制限された寸法形状の Cu を切り出して SEM 中でねじり試験を行い、塑性変形を評価した。その結果、極端な微小構造体では降伏応力が上昇することが分かった。この傾向は試料長さが $1\mu\text{m}$ 以下で特に顕著である。これらのことから、試料を微小化すると塑性変形による破壊抵抗の上昇が望めず、LSI 配線の極端な微細化は脆性的な挙動を誘引する可能性があることが示された。

講演終了後の名刺交換会では、参加者の皆様が、ナノインデンテーション法に関する問題点や展望などを積極的に話し合っておられ、ナノインデンテーションのコミュニティーが出来つつあることが示されました。現在、ナノインデンテーション法は有機材料、生体材料、複合材料などの局所領域の材料強度特性を測定する方法として、なくてはならない手法となってきました。また TEM/SEM 中でナノインデンテーション試験を行うことにより荷重—変位測定と試料の変形観察とが同時に行えるようになり、ナノインデンテーション法は材料信頼性試験に大きく寄与することが明らかになりました。今後ともこの研究会がナノインデンテーション法の発展に寄与できることを願っております。