

身近な金属の  
マイクロ組織を読む  
第84回

# マイクロ材料試験技術 とその応用

## —ミクロンサイズ微小材料の機械的性質を計測する—

● シリーズ

● 材料の素顔に迫る

熊本大学・大学院自然科学研究科  
教授 高島 和希

### はじめに

現在、モバイル、ウェアラブルデバイスなど機器の微小化が進められています。その中でも、MEMS (Micro Electro Mechanical System) デバイスは、携帯電話のRFスイッチや加速度センサー、自動車用の各種センサーを始めとして多くのデバイスが製品化されています。また、今後はセンサーネットワークによる環境モニタリング、超小型バイオセンサーによる常時健康モニタリングなど、高度情報化社会、高度医療社会、環境低負荷社会を実現させるための「キーテクノロジー」の一つとしても期待されています。このようなMEMSデバイスの多くは、一度組み込まれると修理や交換が難しく、その耐久性、信頼性の確保が課題の一つとなっています。

ところで、MEMSデバイスでは、基板上に形成させた薄膜から、半導体の製造技術に応用したマイクロマシニング技術により、三次元の微小構造体を作製しています。MEMSデバイスも一種の機械構造体ですので、大型構造体と同様に、その設計において材料の選択は信頼性、耐久性を確保するためにきわめて重要となります。一方、MEMSデバイスで使用される部材は、薄膜から成形しますので、その寸法はマイクロメートル程度となります。そのため、通常サイズでは問題とならないようなナノサイズの欠陥でも、微小部材に対しては信頼性・耐久性に大きな影響を与えます。このことは、対応するバルク材料の機械的性質から、薄膜の機械的性質を推定することが不可能であることを示しています。

そこで、当研究室では、MEMSデバイス部品と同程度のサイズを有するマイクロサイズの試験片に対して、機械的性質が精度良く評価できる材料試験技術の開発を行っています<sup>1)</sup>。本稿ではその試験法の概要を紹介するとともに、その応用例について紹介します。

### マイクロ材料試験機

MEMSデバイスで用いられる部材の代表的なサイズは0.1  $\mu\text{m}$  ~ 100  $\mu\text{m}$  となっています。そのような微小サイズの試験片に対する機械的性質評価には、通常材料試験機に比べてきわめて高い精度が要求されます。また、試験片のサイズが微小なため、試験片の装着、位置設定、軸合わせはきわめて困難となります。これららの要求を満たすため、目的に合わせていくつかのマイクロ材料試験機を開発しています。図1にその代表的な試験機の写真と試験片装着部を示します。

試験片に負荷を与えるアクチュエータとしては、圧電素子を用いています。アクチュエータの先端には、負荷用の治具が取り付けられており、

その治具を交換することによって、曲げ試験、引張試験をはじめとしてあらゆる材料評価試験に対応できるようにしています。また、マイクロ試験片に対して精度の高い計測を行うためには、精密な位置合わせ機構が必要となります。そこで、試験片ホルダーや荷重機構部は、繰り返し位置決め精度0.1  $\mu\text{m}$ の精密X-Y-Z及び回転ステージ上に取り付けられており、これによって試験片の高精度位置合わせを実現しています。また、本試験装置には、試験片の表面形状を0.2 nmの分解能で計測できる白色光干渉計を装備しており、これにより微小試験片のひずみ計測を行うとともに、試験片表面の変形に伴う表面プロファイルの計測が行えるようにしています。

### 微小材料試験の適用例

開発した試験機を用いて、これまでに、微小寸法の試験片に対して、引張試験、曲げ試験、疲労試験、破壊靱性試験などを試みています。ここでは、材料試験の例を紹介します。

#### 1) 引張試験<sup>2)</sup>

引張試験は、降伏応力、引張強さ、伸びなど機械構造物の設計に必要な材料特性値を求めるための基本的な材料試験です。通常の引張試験については、ISO規格やJIS規格に則って試験が行われますが、微小引張試験については、そのような規格はありません。そこでマイクロマシニングが中心となって、当研究室を含む国内研究機関が参加し、国際標準規格 (IEC 62047-2) 及び本規格と同内容のJIS規格 (JIS C 5630-2) を策定しました。

図2はこの規格に基づいて作製したマイクロ試験片の一例で、材料は厚さ10  $\mu\text{m}$ の金薄膜です。通常サイズの引張試験片を比例縮小した形状となっています。この試験片の引張試験を行った時の応力-ひずみ曲線が図3です。ひずみは白色光干渉計で表面プロファイルを計測

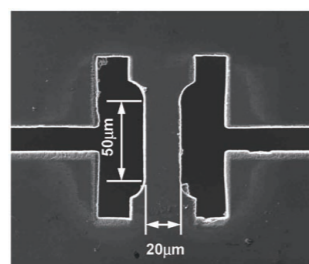


図2. マクロ引張試験片の走査電子顕微鏡写真

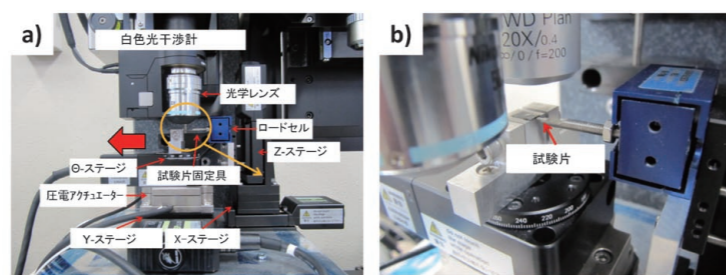


図1. (a) マイクロ材料試験機の構成、(b) 試験片装着部

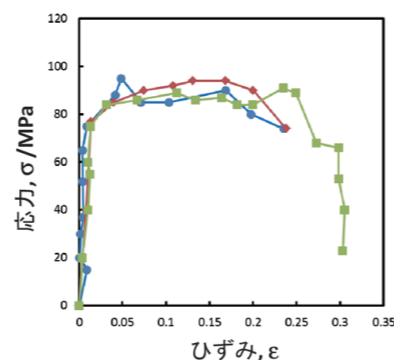


図3. 金薄膜から作製したマイクロ試験片の応力-ひずみ曲線

し、ある特定の表面凹凸を標点とすることで、その標点の移動量から算出しています。ここでは3本の試験片について、計測を行いました。いずれも再現性に優れており、本ひずみ計測法が妥当であることを示しています。この手法を用いることで、微小試験片のひずみを試験片に人工的な標点をつけることなく、非接触に計測することが可能となります。これまで本試験装置を用いて、Si単結晶、Ni薄膜、Ti薄膜、Ni-Pアモルファス薄膜の引張特性も計測しています。

#### 2) 微小領域の変形挙動ひずみ分布測定<sup>3)</sup>

引張試験において白色光干渉計を使用したひずみの計測法を述べましたが、標点として用いる表面凹凸は試験片に多数存在します。これら標点のいくつかを用いると、微小試験片内のひずみ分布を求めることができます。図4は引張試験で用いたものと同じ金薄膜材料に切欠きを導入して引張試験を行った時のひずみ分布計測の一例です。切欠き先端で生じるすべり変形に

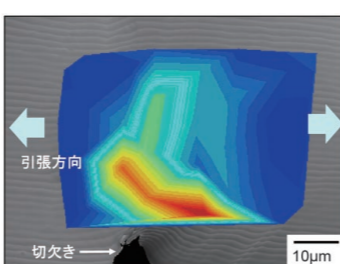


図4. 切欠き先端の微小領域におけるひずみ分布

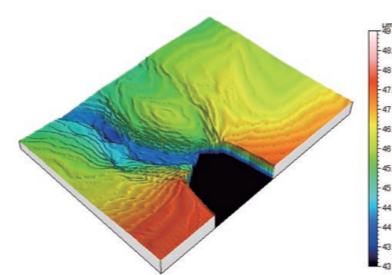


図5. 白色光干渉計で測定した切欠き先端微小領域の表面プロファイル

応じたひずみの分布を明瞭に観察できます。これらのひずみ分布はEBSDの計測結果と併せると金のすべり方向と一致しており、計測の妥当性が検証できています。また、白色光干渉計を使用すると表面プロファイルが計測でき、この計測結果を図5に示します。切欠き先端の塑性域の形状、状態がよくわかります。

#### 3) 破壊試験、疲労試験<sup>4)</sup>

耐久性、信頼性評価に優れたMEMSデバイスを設計するためには、デバイスに使用される材料の疲労、破壊特性を知ることが重要です。特に、微小部材では、ミクロン/ナノサイズの欠陥が応力集中部となるため、疲労き裂伝播抵抗や破壊靱性の評価がきわめて重要と考えられます。そこで、マイクロサイズ試験片に対して疲労き裂伝播および破壊靱性試験を行った例を紹介いたします。図6は曲げ破壊試験片の一例で、材料はNi-Pアモルファス合金薄膜です。また、試験片には固定端から10  $\mu\text{m}$ の位置に切欠き半径0.25  $\mu\text{m}$ の切欠きが入っています。本試験機による代表的な結果として、疲労試験を行った後の試験片を図7に示します。試験片は切欠部分から破壊しており、微小な試験片に対して正確な荷重負荷が行われていることを示しています。また、破面には縞模様が見られますが、これは疲労特有のストライエーションです。また、部材の寸法がきわめて微小であることから、疲労の場合には、き裂の伝播が開始するとすぐに最終破壊に至りま

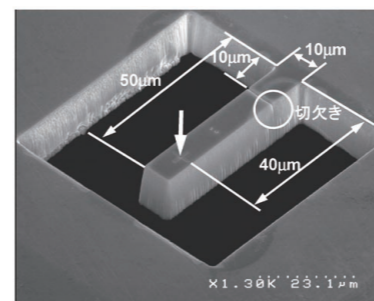


図6. 切欠き付き微小片持ち梁試験片

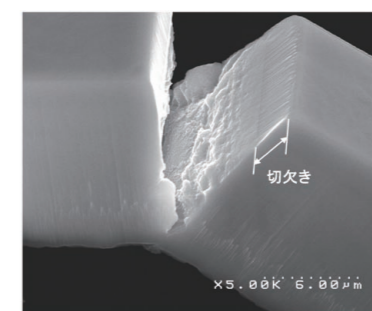


図7. 疲労試験後のマイクロ曲げ試験片

す。このことは、材料の寸法が微小になると、製造プロセス中に生じたきわめて微小な欠陥でもデバイスの信頼性、耐久性に大きな影響を及ぼすことを示しています。さらに、図5に示したような切欠きを有する試験片を用いることで、破壊靱性試験を行うことも可能で、Ni-Pアモルファス合金薄膜などの破壊靱性試験に加えて、薄膜と基板との接合強度計測へも適用しています。

### 材料の階層的微視組織の機械的性質評価

上記のように、開発した試験機はMEMS材料の機械的性質評価にきわめて有用ですが、この試験機ならびに試験法を応用することで、図8に示すように、材料を構成している微視組織からミクロンサイズの超微小試験片を切り出し、その機械的性質を直接評価することも可能となります。たとえば、これまで計測が困難であった微小析出物などの強度、靱性や、析出物と母相の界面強度の定量的な計測が可能となります。本稿では、鋼のラスマルテンサイト組織に対して計測を行った例を示します<sup>5)</sup>。

鋼のラスマルテンサイトは、鉄鋼材料の強化にきわめて重要な構成組織ですが、ラス、ブロック、ポケット、旧オーステナイト結晶粒など複雑な階層構造を呈していることから、その本質的な強化メカニズムは不明となっています。そこで私たちの研究室では、ラスマルテンサイトを構成しているブロック、ポケットレベルでの材料試験を行っています。その一例

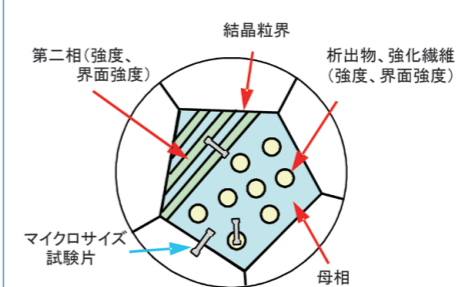


図8. 材料の階層的微視組織とマイクロサイズ試験片の切り出し模式図

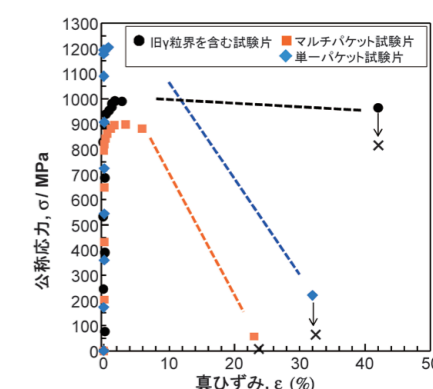


図9. マルテンサイト下部構造組織試験片の応力-ひずみ曲線

を図9に示します。試験片は一つのポケット、複数のポケット、旧オーステナイト結晶粒を含むものです。図9に示すように、構成組織によって強度に差はありますが、いずれの試験片でも、大きな伸びが認められ、マルテンサイトも周囲に拘束がない状態では塑性変形することがわかります。この結果は、マルテンサイトの強化メカニズムの解明にきわめて有効な手法であることを示しています。

このほか、ステンレス鋼、パーライト鋼、Ti合金、Mg合金に対して構成組織レベルでの機械的性質評価を行っており、材料強度のマルチスケール解析に挑戦しています。

### おわりに

以上、マイクロ材料試験機とその成果について簡単に紹介しました。本試験法は、これまでの材料試験では得られなかった構成組織中の微小領域の機械的性質を直接計測できる手段として、材料の強靱化設計や変形・破壊機構解明にも欠かせない材料評価法であることから、今後、大きな発展が期待されます。また、ここで紹介したマイクロ材料試験は、NSST 富津事業所において実施可能で、当研究室と共同で新しいマイクロ材料試験法についても共同研究を進めているところです。

<参考資料>

- 1) 高島和希、肥後吉吉: 検査技術, 9, pp.1-5, (2004)
- 2) T. Tsuchiya, K. Takashima et al.: J. MEMS, 14, pp. 1178-1186 (2005)
- 3) T. Ito, Y. Mine, K. Takashima: 投稿中
- 4) K. Takashima and Y. Higo: Fatigue & Fracture of Eng. Mat. & Struct., 28, pp. 703-710 (2005)
- 5) Y. Mine, K. Takashima et al.: Mater. Sci. Eng. A, 560, pp. 535-544 (2013).