

薄膜の材料特性評価

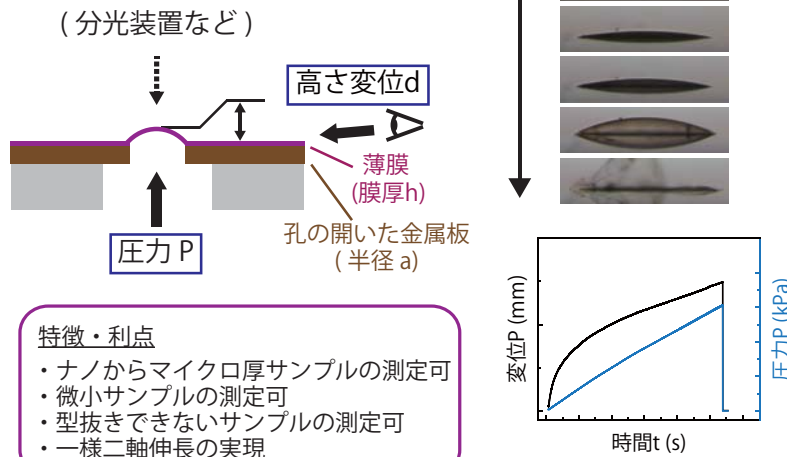
バルジ試験による応力ひずみ測定とその応用

- ヤング率やポアソン比、引張り強さなど「機械的特性値の算出」
- クリープ試験や疲労試験による「材料の安全・信頼性の評価」
- 他の装置と組み合わせたその場測定による「ダイナミクス」の解明

研究の背景

- ・ 機械的特性値の算出は、薄膜材料の評価に不可欠
- ・ しかしながら極端に薄い薄膜や破けやすい薄膜は、従来の引張試験などでの評価が困難
→バルジ試験を応用した新たな解析手法を開発

概略図



特徴・利点

- ・ ナノからマイクロ厚サンプルの測定可
- ・ 微小サンプルの測定可
- ・ 型抜きできないサンプルの測定可
- ・ 一様二軸伸長の実現

測定サンプル

<素材例>

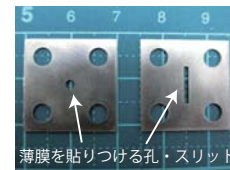
- ・ 高分子薄膜
- ・ 無機薄膜、金属薄膜

<用途例>

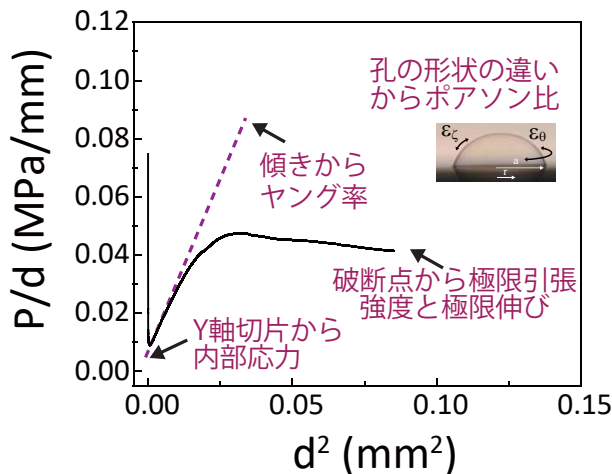
- ・ 電解質膜、セパレーター
- ・ 分離膜、透過膜
- ・ 光学フィルム、磁性薄膜、積層膜等

<測定に必要なサイズ>

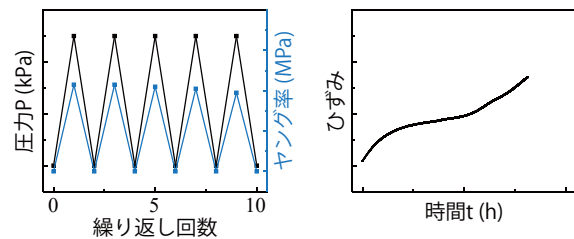
- ・ 0.5 mm 角以上。通常、数 mm 角
- ・ 数 nm から数十 μm 厚



機械的特性値の算出



材料の安全・信頼性の評価



ダイナミクスの解明

- 例)
- ・ 偏光顕微鏡との組み合わせによる、クリープ変形時のポリマー配向性解析
 - ・ X線回折との組み合わせによる、繰り返し疲労時における結晶構造解析

● 関連技術分野： 機械的特性評価、力学評価、薄膜、信頼性・安全性評価

● 連携先業種： 製造業(化学)、製造業(石油・石炭製品)、製造業(ゴム製品)

● 測定実績： 高分子薄膜の破断強度測定・クリープ試験による信頼性評価、架橋高分子薄膜の力学的異方性の評価
結晶性高分子薄膜のバルジ伸長下における結晶構造の変化の解明 など

渡邊 宏臣 (hirohmi-watanabe@aist.go.jp)

機能化学研究部門

連絡先：材料・化学領域

研究拠点：中国センター



薄膜の材料特性評価

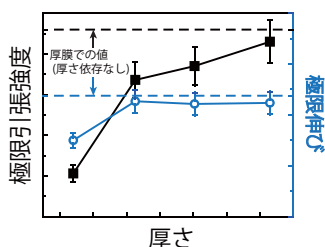
バルジ試験による応力-ひずみ測定とその応用

企業ニーズとソリューション事例集

1. 実材料の測定

Q. 薄くて実測できないので、厚膜のデータをそのまま用いても問題ないでしょうか？

A. 機械的特性は、材質や厚さによっては膜厚の影響を受けるので、実測が必要です。本手法は、数ナノメートルから数十ミクロン厚までの薄膜を測定できます。



例) あるエポキシ樹脂は、厚さが薄くなるに従って徐々に極限引張強度が低下し、ある厚さで極限伸びと共に大きく変化します(左図)。そのため、繰り返し疲労試験による安全性評価結果も、顕著な膜厚依存性を示しました。

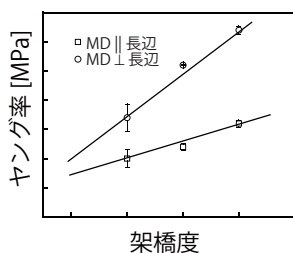
Q. サンプルの製膜が難しく、引張試験に必要なサイズが得られません。

A. 本手法は、最小で 0.5 mm 角以上の自立した平滑な膜であれば測定が可能です。

2. 硬くて脆い材料の測定

Q. 型抜きした端から破断してしまい、材料そのものの強度が測定できません。

A. 本手法は型抜きの必要がなくフィルム端の影響を受けないので、このような試料も測定が可能です。ゾルゲル法によるシリカガラスや偏光子フィルムなど、硬くて脆い材料の測定実績があります。



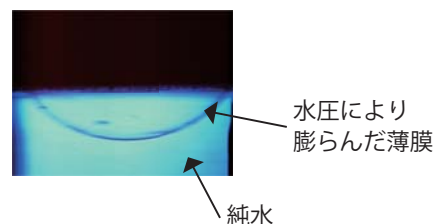
例) ある高分子フィルムは延伸方向に裂け易く、そこが起点となって破断するために引張試験機による試験結果に再現性がありませんでした。しかし本手法を用いることで、ヤング率が延伸方向に依存すること、さらには架橋度によってヤング率が異なることが初めて明らかとなりました(左図)。

3. さまざまな環境下での測定

Q. 液中での測定は可能ですか？

A. 溶液中での測定や高温下での測定、さらには湿度の調整などが可能であり、実際の使用環境と同じ環境下で測定することができます。

例) タンパク質分離などに有用な限外ろ過膜は、薄くすることで高効率での分画が可能となるものの、“加圧の際に破けやすくなる”という問題を伴います。そこで実際の使用環境下である水中で機械的特性評価を行い、その結果を材料設計へとフィードバックすることで、薄くても丈夫な膜材料の開発に成功しました。



薄膜の材料特性評価

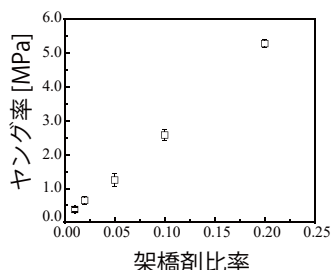
バルジ試験による応力-ひずみ測定とその応用

企業ニーズとソリューション事例集2

4. 極端に柔らかい材料の測定

Q. ゲル膜なども測定できますか？

A. 本手法はチャックの必要がないので、柔らかい材料の測定が可能です。また試料サイズを小さくすることで、自重の影響を最小限まで小さくすることができます。

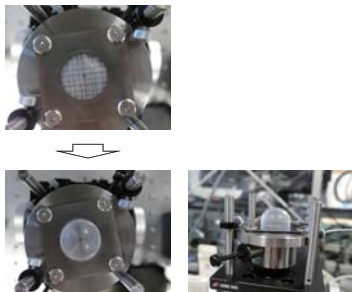


例) 本手法を用いて、せん断弾性率がわずか数百 kPa 程度の柔らかいゲル薄膜の機械的特性評価に成功しております。実際には、架橋密度を変化させることで、数百から数 MPa までヤング率が変化することが確認されました。

5. 多様な伸長様式の実現

Q. ゴムの力学解析に有効ですか？

A. 可能です。その際に特殊な測定装置や試料片の調整を必要とせず、一様二軸伸長測定となる点が特徴です。



例) 左図のように、サンプルホルダーに円孔を用いることでゴムの薄膜（左図は約 5 ミクロン厚のシリコンラバー）は大変形領域まで一様二軸伸長いたします。一様二軸伸長は、ゴムの実際の成形過程での伸長様式に近いため、それを簡単に実測できる点が、本手法の大きな利点です。例えば、補強剤添加によるひずみエネルギー密度成分の変化と、破断応力に与える影響などを詳細に解析することができます。

6. ダイナミクス of 解明

Q. 劣化に伴う膜の破損について、そのメカニズムを知りたい

A. 本手法は分光分析等他の装置との組み合わせが可能です。これにより物性と分子構造との相関（構造物性相関）が明らかとなり、材料設計への効果的なフィードバックが可能となります。

例) 結晶性の高分子薄膜について、バルジ試験と広角 X 線回折と組み合わせることで、加圧に伴う薄膜の結晶状態の変化の“その場”測定を行っております。また、無配向の高分子薄膜について、偏光顕微鏡と組み合わせ、クリープ時の分子構造変化を複屈折の変化として捉えることで、どのような構造変化が材料の破断を誘起するのかといった劣化診断・解析も行っております。