

逆解析手法による薄膜弾性定数の同定* (インデンテーション法におけるデータサンプリングに関する考察)

古口 日出男^{*1}, 南 雲 悦 男^{*2}

Determination of Elastic Moduli of Thin Films Using Inverse Technique (Discussion on Data Sampling in Indentation Method)

Hideo KOGUCHI and Etsuo NAGUMO

This paper describes a method for evaluating material properties of multilayered system from data obtained by indentation testing. The measurement information collected from the penetration force-depth curves are employed for identifying elastic moduli of thin films. The axisymmetric indentation problem is first analyzed on the basis of the three-dimensional axisymmetric elasticity theory. Then, an analysis of an elastic contact problem, in which an elastic axisymmetric indenter penetrates an elastic half-space coated with multilayered thin films, is presented. Next, an inverse procedure for determining Young's modulus, Poisson's ratio of thin films and radius of the contact area is described under the condition that the elastic moduli of the substrate and indenter, and thicknesses for layers are known. For an inverse analysis using the complex method, effective sampling of data obtained by penetrating indenters with various radii of curvature into the coated substrate is presented.

Key Words: Inverse Problem, Contact Problem, Structural Analysis, Reliability, Laminated Construction, Elasticity, Indentation, Complex Method

1. 緒 論

近年, 半導体デバイスやハードディスクなどの情報関連機器には, その高性能, 高機能化のために薄膜を多層に積層した構造を有するものが多く作製されている. この多層薄膜の特性を評価することは, 製品の信頼性の向上と確保のために重要である. 一般に, 薄膜の力学的特性は薄膜を製造する方法により, 材料が同一でもバルク材のそれとは異なってくることが知られている. そのため, 多層膜を製造した状態におけるそれぞれの膜の力学特性を知る必要がある. しかし, 薄膜の厚さがサブミクロンになるとそれらの材料試験を行うことが非常に困難になってくる. 現在, 薄膜の機械的性質を評価する方法としてナノ・インデンテーションテストがある. これは圧子を薄膜構造体に押し込み, その時の押し込み荷重と押し込み深さを計測し, それらから薄膜の弾性定数を推定する方法である. この

方法で弾性定数を求める場合, まず弾性定数を仮定して圧子と構造体の接触問題を解き, 試行錯誤により薄膜の弾性特性を調べていく. したがって, この方法を多層積層膜に適用するには多くの困難が存在する. 本研究では, 特にin-situで多層積層薄膜の力学特性を推定するための方法に関する基礎的知見を得るために, 基板上に n 層の薄膜が積層された多層半無限弾性体に対する押し込み試験から得られる押し込み深さ-荷重曲線を用いて, 薄膜の弾性定数を求める方法を提案する. はじめに, 多層半無限弾性体に弾性圧子を押し込む問題を3次元弾性論^{(1),(2)}により解析する. 次に, 押し込み深さ-荷重曲線のデータを補助情報とし, コンプレックス法により多層薄膜のヤング率およびポアソン比を同定する方法について説明し, 薄膜弾性定数の同定に有効なデータのサンプリング方法を提案する.

2. 解析方法

2.1 基礎式 ここでは, 図1に示すように等方・等質の複数の弾性膜を接着した半無限体に断面形状が $f(r)$ で与えられる軸対称弾性圧子を z 軸方向に δ_0 押し込む場合の解析を行う.

* 原稿受付 1995年6月2日.

^{*1} 正員, 長岡技術科学大学工学部 (〒940-21 長岡市上富岡町1603-1).^{*2} 学生員, 長岡技術科学大学大学院.

各膜，圧子および半無限体の変位および応力は，次式の軸対称弾性体のBoussinesqの関係式に応力関数を代入することにより得られる⁽³⁾。

$$u_1^{(i)} = -\frac{1}{2\mu_i} \left\{ \frac{\partial \psi^{(i)}}{\partial r} + z \frac{\partial \phi_3^{(i)}}{\partial r} \right\} \quad (1)$$

$$u_3^{(i)} = \frac{1}{2\mu_i} \left\{ \kappa_i \phi_3^{(i)} - z \frac{\partial \phi_3^{(i)}}{\partial z} - \frac{\partial \psi^{(i)}}{\partial z} \right\} \quad (2)$$

$$\sigma_{11}^{(i)} = \frac{1}{r} \frac{\partial \psi^{(i)}}{\partial r} + \frac{\partial^2 \psi^{(i)}}{\partial z^2} + \frac{z}{r} \frac{\partial \phi_3^{(i)}}{\partial r} + z \frac{\partial^2 \phi_3^{(i)}}{\partial r^2} + 2\nu_i \frac{\partial \phi_3^{(i)}}{\partial z} \quad (3)$$

$$\sigma_{22}^{(i)} = -\frac{1}{r} \frac{\partial \psi^{(i)}}{\partial r} - \frac{z}{r} \frac{\partial \phi_3^{(i)}}{\partial r} + 2\nu_i \frac{\partial \phi_3^{(i)}}{\partial z} \quad (4)$$

$$\sigma_{33}^{(i)} = -\frac{\partial^2 \psi^{(i)}}{\partial z^2} - z \frac{\partial^2 \phi_3^{(i)}}{\partial z^2} + \frac{1+\kappa_i}{2} \frac{\partial \phi_3^{(i)}}{\partial z} \quad (5)$$

$$\sigma_{13}^{(i)} = -\frac{\partial}{\partial r} \left\{ \frac{\partial \psi^{(i)}}{\partial z} + z \frac{\partial \phi_3^{(i)}}{\partial z} + \frac{1-\kappa_i}{2} \phi_3^{(i)} \right\} \quad (6)$$

ここで，各変数の上添字 i は各膜および圧子の番号， $\kappa_i=3-4\nu_i$ ， ν_i は各膜および圧子のポアソン比である。

2.2 境界条件 各膜は r 方向に厚さが一定であり，完全に接着しているものと仮定すると，境界条件は以下のように書ける。

(I) 界面において($z=-h_i$)($i=1, \dots, n-1$)

$$u_1^{(i)} = u_1^{(i+1)}, \quad u_3^{(i)} = u_3^{(i+1)} \quad (7)$$

$$\sigma_{33}^{(i)} = \sigma_{33}^{(i+1)}, \quad \sigma_{13}^{(i)} = \sigma_{13}^{(i+1)} \quad (8)$$

(II) 薄膜表面において($z=0$)

$$\sigma_{13}^{(1)} = 0 \quad (9)$$

$$\sigma_{33}^{(1)}(r, 0) - p(r) = 0, \quad p(r, 0) = 0 \quad (r \geq a) \quad (10)$$

(III) 圧子において($z=0$)

$$\sigma_{13}^{(n+1)} = 0 \quad (11)$$

$$-\sigma_{33}^{(n+1)}(r, 0) + p(r) = 0 \quad (12)$$

(IV) 接触面において($0 \leq r \leq a, z=0$)

$$-u_3^{(1)}(r, 0) + u_3^{(n+1)}(r, 0) = \delta_0 - f(r) \quad (13)$$

(V) 無限遠方において($r \rightarrow \infty, z \rightarrow \pm \infty$)

全ての变位，応力成分は消失する。

ここで， a は接触領域半径， $p(r)$ は接触圧力である。

本解析では境界条件(V)を考慮して，Boussinesqの調和応力関数 ϕ_3 ， ψ を次のように置く。

薄膜の応力関数($i=1, \dots, n-1$)

$$\phi_3^{(i)} = \int_0^\infty J_0(\lambda r) \{ C_1^i(\lambda) e^{\lambda z} + C_2^i(\lambda) e^{-\lambda z} \} d\lambda \quad (14)$$

$$\psi^{(i)} = \int_0^\infty J_0(\lambda r) \{ C_3^i(\lambda) e^{\lambda z} + C_4^i(\lambda) e^{-\lambda z} \} d\lambda \quad (15)$$

半無限体の応力関数($i=n$)

$$\phi_3^{(n)} = \int_0^\infty J_0(\lambda r) C_1^n(\lambda) e^{-\lambda z} d\lambda \quad (16)$$

$$\psi^{(n)} = \int_0^\infty J_0(\lambda r) C_3^n(\lambda) e^{-\lambda z} d\lambda \quad (17)$$

圧子の応力関数($i=n+1$)

$$\phi_3^{(n+1)} = \int_0^\infty J_0(\lambda r) C_2^{n+1}(\lambda) e^{-\lambda z} d\lambda \quad (18)$$

$$\psi^{(n+1)} = \int_0^\infty J_0(\lambda r) C_4^{n+1}(\lambda) e^{-\lambda z} d\lambda \quad (19)$$

ここで，応力関数に含まれている $C_1^i(\lambda), \dots, C_4^i(\lambda)$ は境界条件から決定されるべき未知関数である。

2.3 未知関数の決定 以後，式中の全ての変数は膜厚 h_i および横弾性係数 μ_i により無次元化する。

境界条件(I)の応力及び変位の関係式において，被積分関数を等置することにより，次式の未知関数に対する行列表示が得られる。

$$R_i \bar{C}^i = R_{i+1} \bar{C}^{i+1} \quad (i=1, \dots, n-1) \quad (20)$$

ここで，

$$\bar{C}^i = [\bar{C}_1^i \quad \bar{C}_2^i \quad \bar{C}_3^i \quad \bar{C}_4^i]^T \quad (21)$$

R_i は i 番目の層の応力関数から得られる係数マトリックスであり，次式で与えられる。

$$R_i = \begin{bmatrix} \frac{\bar{\lambda} h_i}{\Gamma_i} e^{-\bar{\lambda} h_i} & \frac{\bar{\lambda} h_i}{\Gamma_i} e^{\bar{\lambda} h_i} & -\frac{1}{\Gamma_i} e^{-\bar{\lambda} h_i} & -\frac{1}{\Gamma_i} e^{\bar{\lambda} h_i} \\ \frac{\kappa_i + \bar{\lambda} h_i}{\Gamma_i} e^{-\bar{\lambda} h_i} & \frac{\kappa_i - \bar{\lambda} h_i}{\Gamma_i} e^{\bar{\lambda} h_i} & -\frac{1}{\Gamma_i} e^{-\bar{\lambda} h_i} & \frac{1}{\Gamma_i} e^{\bar{\lambda} h_i} \\ (K_i + \bar{\lambda} h_i) e^{-\bar{\lambda} h_i} & (-K_i + \bar{\lambda} h_i) e^{\bar{\lambda} h_i} & -e^{-\bar{\lambda} h_i} & -e^{\bar{\lambda} h_i} \\ (\Lambda_i + \bar{\lambda} h_i) e^{-\bar{\lambda} h_i} & (\Lambda_i - \bar{\lambda} h_i) e^{\bar{\lambda} h_i} & -e^{-\bar{\lambda} h_i} & e^{\bar{\lambda} h_i} \end{bmatrix} \quad (22)$$

ここで， $K_i = (1+\kappa_i)/2$ ， $\Lambda_i = (-1+\kappa_i)/2$ である。

式(20)を変形すると，薄膜内の全ての未知関数が半無限体に関する未知関数 $\bar{C}^n$ で表される。

$$\bar{C}^i = \prod_{j=i}^{n-1} [R_j^{-1} \cdot R_{j+1}] \bar{C}^n = R^{(i)} \cdot \bar{C}^n \quad (23)$$

つぎに，未知関数 $\bar{C}_1^i, \bar{C}_3^i, \bar{C}_2^{n+1}, \bar{C}_4^{n+1}$ の関係を境界条件

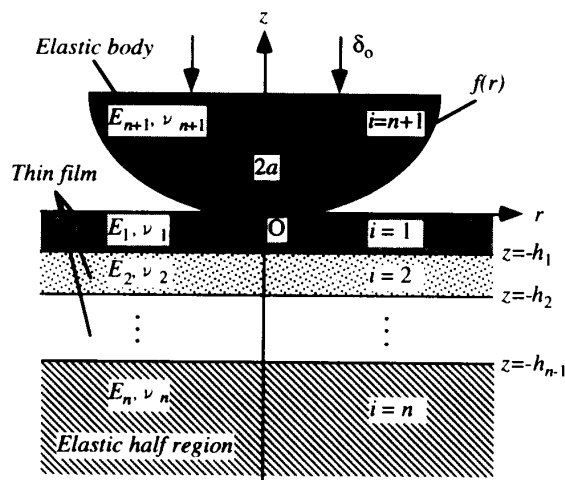


Fig.1 Model for analysis and coordinate system

(II),(III)から導く.

境界条件(II)より

$$-A_1(\bar{C}_1^1 + \bar{C}_2^1) + \bar{C}_3^1 - \bar{C}_4^1 = 0 \quad (24)$$

$$\int_0^{\infty} \bar{\lambda} J_0(\bar{\lambda} \bar{r}) \left\{ K_1 \bar{C}_1^1 - K_1 \bar{C}_2^1 - \bar{C}_3^1 - \bar{C}_4^1 \right\} d\bar{\lambda} - p(r) h_1^3 = 0 \quad (25)$$

境界条件(III)より

$$-A_{n+1} \bar{C}_2^{n+1} - \bar{C}_4^{n+1} = 0 \quad (26)$$

$$\int_0^{\infty} \bar{\lambda} J_0(\bar{\lambda} \bar{r}) \left\{ K_{n+1} \bar{C}_2^{n+1} + \bar{C}_4^{n+1} \right\} d\bar{\lambda} + p(r) h_1^3 = 0 \quad (27)$$

式(24)~(27)を用いて未知関数 $\bar{C}_1^1, \bar{C}_3^1, \bar{C}_4^{n+1}$ を $\bar{C}_2^{n+1}$ で表すと,

$$\bar{C}_1^1 = -\frac{f_2}{\Delta} \bar{C}_2^{n+1}, \quad \bar{C}_3^1 = \frac{f_1}{\Delta} \bar{C}_2^{n+1} \\ \bar{C}_4^{n+1} = -A_{n+1} \bar{C}_2^{n+1} \quad (28)$$

となる. ここで, $\Delta = f_2 f_3 - f_1 f_4$ である. 上式を式(27)に代入すると,

$$\int_0^{\infty} \bar{\lambda} J_0(\bar{\lambda} \bar{r}) \bar{C}_2^{n+1} d\bar{\lambda} + p(r) h_1^3 = 0 \quad (29)$$

これをHankel逆変換すると, 次式のように $\bar{C}_2^{n+1}$ が得られる.

$$\bar{C}_2^{n+1} = -h_1^3 \int_0^{\infty} \bar{r}' J_0(\bar{\lambda} \bar{r}') p(\bar{r}') d\bar{r}' \quad (30)$$

以上より全ての未知関数は接触圧力 $p(r)$ で与えられることとなる. ここで, $p(r)$ は未知である.

本解析で用いた無次元化パラメータを以下に示す.

$$\bar{z} = \frac{z}{h_1}, \quad \bar{r} = \frac{r}{h_1}, \quad \bar{h}_i = \frac{h_i}{h_1}, \quad \bar{\lambda} = \lambda h_1, \quad \bar{\Gamma}_i = \frac{\Gamma_i}{\mu_1} \\ \bar{C}_j^i = C_j^i h_1 \quad (j=1, \dots, 4), \quad \bar{C}_3^i = \frac{\bar{\lambda}}{h_1} \bar{C}_3^i, \quad \bar{C}_4^i = \frac{\bar{\lambda}}{h_1} \bar{C}_4^i \quad (31)$$

2.4 $p(r)$ に関する積分方程式 接触圧力 $p(r)$ は境界条件(IV)の関係を用いて求めることができる. 式(13)より, 次式のような積分方程式が得られる.

$$\int_0^{\infty} \left\{ \frac{f_1 f_3}{\Delta} + \frac{K_{n+1}}{\Gamma_{n+1}} \right\} J_0(\bar{\lambda} \bar{r}) \int_0^{\infty} \bar{r}' J_0(\bar{\lambda} \bar{r}') \bar{p}(\bar{r}') d\bar{r}' d\bar{\lambda} \\ = 2 \left\{ \bar{f}(\bar{r}) - \bar{\delta}_0 \right\} \quad (32)$$

ここで,

$$\bar{\delta}_0 = \frac{\delta_0}{h_1}, \quad \bar{f}(\bar{r}) = \frac{f(\bar{r})}{h_1} \quad (33)$$

この積分方程式を解くために, 次式のように $2k$ 次のルジャンドル関数を用いて関数 $\bar{p}(\bar{r})$ を級数展開する^{(4),(5)}.

$$\bar{p}(\bar{r}) = \frac{1}{\bar{a} \sqrt{1 - (\bar{r}/\bar{a})^2}} \sum_{k=0}^{\infty} \bar{p}_k \frac{P_{2k}(\sqrt{1 - (\bar{r}/\bar{a})^2})}{P_{2k}(0)} \quad (34)$$

この式を式(32)に代入して, 0 から $\bar{a}$ の範囲で積分す

る. その結果の式の両辺に次式を掛けて, r に関して積分する.

$$\frac{\bar{r}}{\bar{a} \sqrt{1 - (\bar{r}/\bar{a})^2}} \frac{P_{2k}(\sqrt{1 - (\bar{r}/\bar{a})^2})}{P_{2k}(0)} \quad (35)$$

その結果, 次式が得られる.

$$\bar{a} \sum_{m=0}^{\infty} \sum_{k=0}^{\infty} (-1)^{k+m} \bar{p}_k \int_0^{\infty} \left\{ \frac{f_1 f_3}{\Delta} + \frac{K_{n+1}}{\Gamma_{n+1}} \right\} j_{2k}(\bar{\lambda} \bar{a}) j_{2m}(\bar{\lambda} \bar{a}) d\bar{\lambda} \\ + 2 \bar{\delta}_0 \delta_{m0} = 2 \int_0^1 \bar{f}(\bar{a} \sqrt{1 - t^2}) \frac{P_{2m}(t)}{P_{2m}(0)} dt \quad (36)$$

ここで, j_{2n} : $2n$ 次の球ベッセル関数,

$$\delta_{mn} = \begin{cases} 1 & (m=n) \\ 0 & (m \neq n) \end{cases} \quad (37)$$

である. 積分方程式(36)の核関数に含まれている関数 f_j ($j=1, \dots, 5$) を以下に示す.

$$f_1 = A_1 \left({}^*R_{11}^{(1)} + {}^*R_{21}^{(1)} \right) - {}^*R_{31}^{(1)} + {}^*R_{41}^{(1)} \quad (38)$$

$$f_2 = A_1 \left({}^*R_{12}^{(1)} + {}^*R_{22}^{(1)} \right) - {}^*R_{32}^{(1)} + {}^*R_{42}^{(1)} \quad (39)$$

$$f_3 = {}^*R_{11}^{(1)} - \kappa_1 {}^*R_{21}^{(1)} - 2 {}^*R_{41}^{(1)} \quad (40)$$

$$f_4 = {}^*R_{12}^{(1)} - \kappa_1 {}^*R_{22}^{(1)} - 2 {}^*R_{42}^{(1)} \quad (41)$$

$$f_5 = \left\{ \kappa_1 \left({}^*R_{11}^{(1)} + {}^*R_{21}^{(1)} \right) - {}^*R_{31}^{(1)} + {}^*R_{41}^{(1)} \right\} \frac{f_2}{f_1} \\ - \left\{ \kappa_1 \left({}^*R_{12}^{(1)} + {}^*R_{22}^{(1)} \right) - {}^*R_{32}^{(1)} + {}^*R_{42}^{(1)} \right\} \quad (42)$$

ここで, $R_{lm}^{(i)}$ は式(23)で定義される行列 ${}^*R^{(i)}$ の l 行 m 列目の成分である.

接触圧力は式(36)の $\bar{p}_k$ に関する無限連立一次方程式を解くことにより求めることができる.

また, 圧子を δ_0 だけ半無限体に押し込むときに要する荷重は次式のように表すことができる.

$$\bar{F} = 2\pi \bar{a} \bar{p}_0 \quad (43)$$

ここで, $\bar{p}_0$ は接触圧力の級数展開式における初項の係数である.

3. 薄膜弾性定数の同定

本章では前章で導出した多層薄膜への圧子押し込みに対する押し込み荷重と押し込み深さの関係式と非線形最適手法のコンプレックス法を用いて, 多層薄膜の弾性定数を推定する手法について説明する. 薄膜の弾性定数を推定する研究はこれまでに幾つかある⁽⁶⁾. また, 土質・地盤工学の分野では舗装路を多層半無限体と見なして, 路面への区分的一定荷重に対する表面のたわみの計測から内部の弾性定数を推定する優れた方法が報告されている^{(7),(8)}. これらの研究においては地層内の応

力・変位は解析的な式で表すことができるために決定すべきパラメータに対する感度係数を解析的に求めることができる。これに対して、本研究では圧子の押込み荷重と押込み深さの関係を積分方程式を解くことにより求める必要があり、感度係数などを解析的に誘導することは困難である。ここでは、逆解析手法として最小化目的関数の微係数を求める必要のないコンプレックス法を用いた。

本研究は弾性解析であるので逆解析の設定として、圧子の押し込みは弾性範囲内で行うこととする。また、膜厚、圧子および基板の弾性特性は既知であるが、圧子と膜との接触域および各膜の弾性特性は未知であるとする。さらに、圧子形状は回転放物面とし、圧子と膜の間には摩擦はないものとする。

3.1 目的関数 本研究の逆解析で用いる計測データである押込み荷重—押込み深さ曲線の一例を図2に示す。これは、圧子の曲率半径が第1層の膜厚の10倍の圧子を用いた場合のものである。なお、前述したように本解析では圧子と膜の接触域は未知としている。これはこの様な荷重—押込み深さ曲線を得る場合に接触域の同時測定は困難であると考えられるためである。このようなデータを複数組、実験を行って得るものとする。それらの荷重—押込み深さ曲線から N_s 個のデータをサンプリングして、次式の目的関数を最小にするように多層膜の弾性定数を同定する。

$$M = \frac{1}{N_s} \sum_{i=1}^{N_s} \left[\left(1 - \frac{\hat{F}_i^*}{\bar{F}_i^*} \right)^2 + \left(1 - \frac{\hat{\delta}_{0i}}{\bar{\delta}_{0i}} \right)^2 \right] \quad (44)$$

この式で $\hat{}$ を付けた量は補助情報（計測値）を表す。

$\hat{F}^*$, $\hat{\delta}_0$ および $\bar{F}^*$, $\bar{\delta}_0$ は次式で定義される押込み荷重と深さの計測値および解析値に関する無次元量である。

$$\hat{F}^* = \frac{\hat{F}}{\mu_n h_1}, \quad \hat{\delta}_0 = \frac{\hat{\delta}_0}{h_1} \quad (45)$$

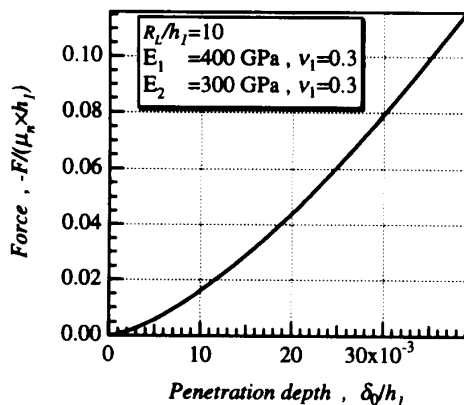


Fig.2 An example of penetration force vs. penetration depth

$$\bar{F}^* = \frac{2\pi a \bar{p}_0}{\Gamma_n}, \quad \bar{\delta}_0 = \frac{\delta_0}{h_1} \quad (46)$$

なお、式(44)の最小化目的関数を選定するにあたって、荷重—押込み深さ曲線の特徴を考慮し、値の大きい箇所の情報が目的関数で支配的になることを回避するために、各解析値と測定値の比を1から引いた。また、この目的関数では、荷重に関する項と押込み深さに関する項を両方用いているが、本来同じデータの別の側面であるため、どちらか片方でもよいと考えられる。しかし、片方だけの目的関数よりも両方用いた方が良好な解析結果が得られたため、本研究では式(44)を最小化目的関数とした。このことは本研究で接触半径も未知としたことが関係している可能性がある。

逆解析における収束判定条件は以下の通りである。

$$M \leq \varepsilon, \quad I_c \leq 3000 \quad (47)$$

ここで M は式(44)の目的関数の値、 I_c はコンプレックス法の繰り返し回数、 ε はここでは 1.0×10^{-5} とした。式(47)のいずれかの条件を満足した場合に収束したものと判定する。また、コンプレックス法における未知パラメータの制約範囲は、真の値の $\pm 30\%$ とした。ここでは初期値を10通り変えて解析を行うものとする。

3.2 膜1層の場合 ここでは、薄膜の厚さを $1\mu\text{m}$ とし、膜が1層の場合における未知パラメータの収束状況とデータサンプリング数による収束状況の違いについて調べる。本解析で用いた2層構造体（膜1層の場合）の弾性定数を表1に示す。はじめに、ポアソン比またはヤング率のどちらかが未知である場合について、荷重—押込み深さ曲線から2個のデータを用いた場合の結果を説明する。図3は解析に用いた荷重—押込み深さ曲線であり、図中の●が逆解析で用いたデータである。図4(a), (b)に同定結果を示す。これらの図は真の値に対する同定値の誤差率を表しているもので、図4(b)はポアソン比あるいはヤング率が既知である場合の同定された接触半径である。図4(a)よりヤング率は $\pm 2\%$ 、ポアソン比は $\pm 4\%$ の誤差率で真の値を中心に一樣にばらついている。また、同じ補助情報を用いていることを考慮すると、ヤング率の方がポアソン比よりも同定し

Table 1 Elastic moduli for two-layered material and indenter

Region	Young's modulus E_i , GPa	Poisson's ratio ν_i	Ratio of shear moduli $\Gamma_i (= \mu_i/\mu_2)$
Thin film ($i=1$)	400.00	0.3	2.0
Substrate ($i=2$)	200.00	0.3	1.0
Indenter ($i=3$)	1000.00	0.3	5.0

やすいことがわかる。接触領域に関しては、誤差率 $\pm 0.3\%$ 以内で同定されている。

つぎに、同定精度に対するサンプリング数の影響を調べる。今回は、ヤング率、ポアソン比および接触半径がすべて未知であるとする。解析のための補助情報として図3の中から3, 6, 9, 12個のデータを取り出し、ヤング率とポアソン比の同時同定を行う。図4に示したのと同様に各サンプリングについて10個の異なる初期値に対して解析を行うものとする。図5は $N_s=12$ の場合のサンプリングの例である。図6にサンプリング数に対する同定された弾性定数の誤差率を示す。この図からサンプリング数が6以上になるとヤング率の誤差率は $\pm 10\%$ 以内に収まり、ばらつきも小さくなる傾向にある。ただし、ポアソン比に関しては誤差率は大きく、サンプ

リング数を変えても、ばらつきは減少しない。前述したようにヤング率よりポアソン比の方が同定しにくいことがわかる。本解析では $N_s=6$ の場合が最も良好な結果を与えた。本研究のような場合には、同一データのサンプリング数を増やすことにより簡単には同定精度の向上は望めないといえる。

そこで、先端曲率半径の異なる複数の圧子による計測データを用いて、ポアソン比およびヤング率の同定を行った。解析対象の2層積層構造体の物性値を表2に示す。事前に、先端曲率半径 $R_L/h_1=10, 20, 40$ の計測データを個別に用いた逆解析を行い、前述した図4と同様な結果が得られることを確認した。つぎに、補助情報(計測データ)を独立に用いるのではなく、3種類の荷重-押込み深さ曲線の情報を同時に用いて弾性定数の

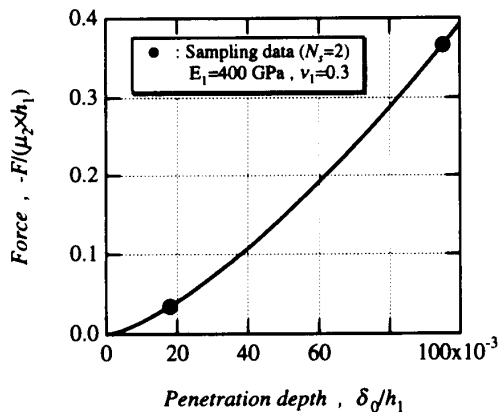


Fig. 3 Penetration force and depth curve under $R_L/h_1=10$

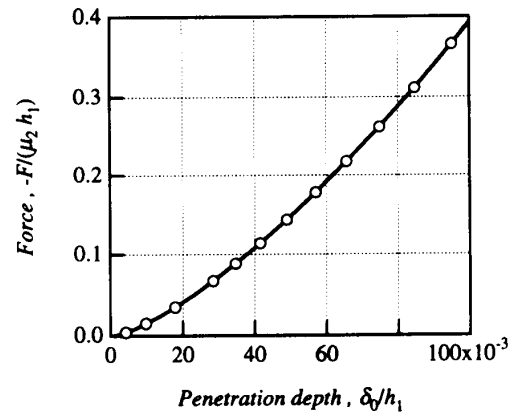
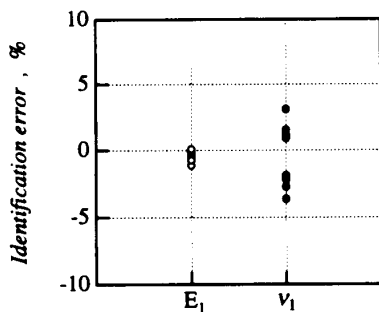
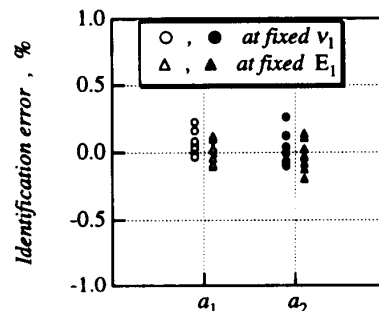


Fig. 5 Example of sampling data in $N_s=12$



(a) Identified Young's modulus and Poisson's ratio



(b) Identified contact radii

Fig. 4 Identification results for material with one layer

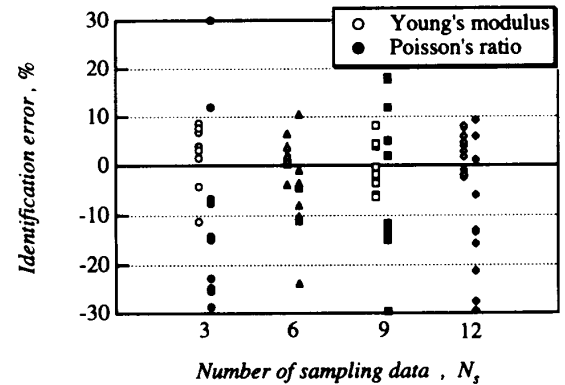


Fig. 6 Identification error at different number of sampling data

Table 2 Elastic moduli for two-layered material and indenter

Region	Young's modulus E_i , GPa	Poisson's ratio ν_i	Ratio of shear moduli $\Gamma_i (= \mu_i/\mu_2)$
Thin film ($i=1$)	50.00	0.3	0.5
Substrate ($i=2$)	100.00	0.3	1.0
Indenter ($i=3$)	1000.00	0.3	10.0

同定を行う。図7に圧子先端曲率半径 $R_L/h_1=10, 20, 40$ の押し込み荷重—押し込み深さの曲線とデータサンプリング点を示す。全体のサンプリング数 N_s は6とした。逆解析で得られた弾性定数の誤差率を図8に示す。この結果、同定された値はほぼ真の値を中心に一樣にばらついていることがわかる。誤差率の範囲はヤング率 E_1 が $\pm 4\%$ 、ポアソン比 ν_1 が $\pm 8\%$ である。この結果は前述した単独の圧子のデータを用いた同定結果に比べ、誤差の偏りおよび変動のばらつきが減少している。このことからサンプリングデータ数が同じである場合、複数の押し込み荷重—押し込み深さの曲線からデータを選んで用いた方が単独の圧子の曲線を用いるよりも同定の精度が向上することがいえる。

3.3 膜2層の場合 ($E_1 > E_2 > E_3$ の場合) ここでは前述の複数の押し込み荷重—押し込み深さのデータによる同定方法を用いて、膜が2層ある構造物の膜の弾性定数同定に対して戦略的逆解析を行う。その手順は、最初の解析で得られた結果から、誤差率のばらつきの最も小さいパラメータを平均値で固定し、次段階でこの平均値を用いて残りの未知パラメータを同定していくというものである。この時、制約範囲は誤差率の分布する範囲に限定するものとする。これを4個

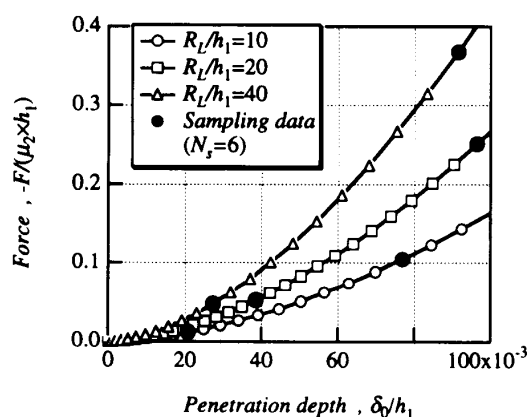


Fig. 7 Data sampling for identifying Young's modulus and Poisson's ratio

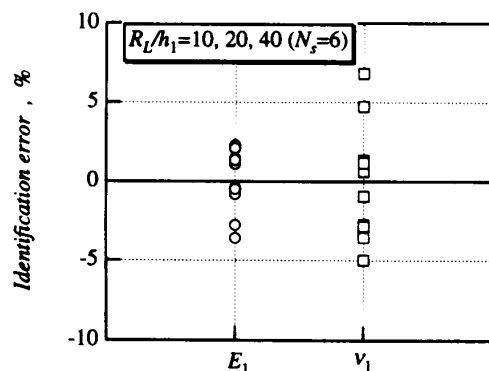


Fig. 8 Identified Young's modulus and Poisson's ratio

のパラメータ (E_1, ν_1, E_2, ν_2) の平均値が定まるまで行う。これらの手順により、表3に示す3層構造体 (膜2層の構造体) の薄膜弾性定数を同定する。ただし、膜厚はすべて $1\mu\text{m}$ とする。図9に3種類の圧子 ($R_L/h_1=10, 50, 100$) を用いた荷重—押し込み深さ曲線におけるサンプリング点を示す。ここでは各曲線から3点ずつ、計9点のサンプリングを行うものとする。

解析の第1段階であるStep1は、これまでの逆解析方法と同じであるが、ヤング率の制約範囲を広くしてある。すなわち、下限値は第2層のヤング率 E_2 の-30%、上限値は第1層のヤング率 E_1 の+30%を採用し、ヤング率の制約範囲は各膜に対して同じとした。このような条件で逆解析を行った結果を図10(a),(b)に示す。図10(a)にはステップ1から4までの各段階での結果が示してある。同図中の○は第1ステップの結果で、同定誤差率のばらつきが最も小さいパラメータはヤング率 E_1 であり、平均値は $E_1=400.8\text{GPa}$ (誤差0.2%)である。また図10(b)は、接触領域半径の同定結果である。接触領域半径は弾性定数と比較すると同定精度はかなり高い。しかし、ここでは接触域の平均値をとることは行わず、ばらつきの範囲を次段階の制約条件として、以後の逆解析を続けることとした。図10(a)の■は、第1層薄膜のヤング率 E_1 を固定して、第2段階の逆解析を行った結果である(Step 2)。ここで、誤差率のばらつきが最も小さいパラメータ

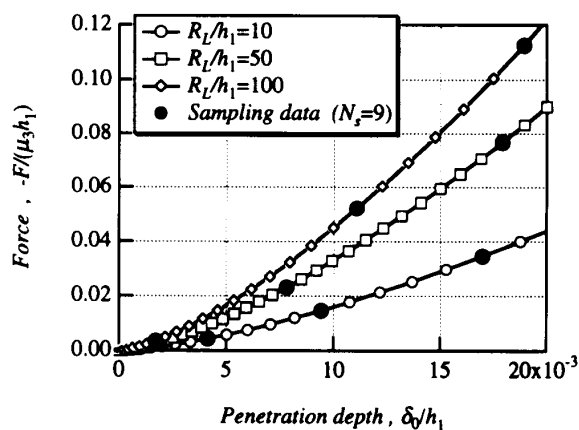


Fig.9 Sampling data for inverse analysis

Table 3 Elastic moduli for three-layered material and indenter

Region	Young's modulus E_i , GPa	Poisson's ratio ν_i	Ratio of shear moduli $\Gamma_i (= \mu_i/\mu_3)$
Thin film ($i=1$)	400.00	0.3	2.0
Thin film ($i=2$)	300.00	0.3	1.5
Substrate ($i=3$)	200.00	0.3	1.0
Indenter ($i=4$)	1000.0	0.3	5.0

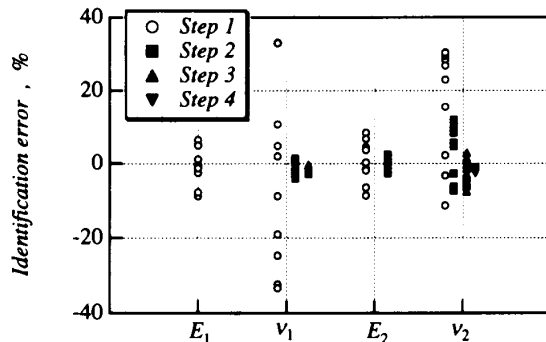
は第2層のヤング率 E_2 であり、平均値は $E_2=302.4\text{ GPa}$ (誤差0.8%)である。また、Step1とStep2の結果を比較すると、ポアソン比 ν_1 のばらつきの範囲がかなり小さくなっていることがわかる。以後、同様な手順を踏み、Step 3 (▲) で、第1層のポアソン比 ν_1 の平均値をとり ($\nu_1=0.2955$, 誤差-1.5%), Step 4 (▼) で ν_2 の平均値 ($\nu_2=0.2953$, 誤差-1.57%) をとる。また、図10(b)の接触領域半径に関して最終段階のStep 4ではStep 1の結果より同定精度が向上している。

以上の4段階の逆解析により、最終的に得られた同定値(平均値)を表4に示す。同表には、1種類の荷重-押し込み深さ曲線($R_L/h_1=10$)から9点の補助情報を用いて同じ4段階の逆解析を行った結果(平均値をとる順番も同じ)も合わせて示した。これより、複数の荷重-押し込み深さ曲線を用いた4つの同定値は全て誤差率 $\pm 2\%$ 以内であり、単一圧子の場合よりも精度が高

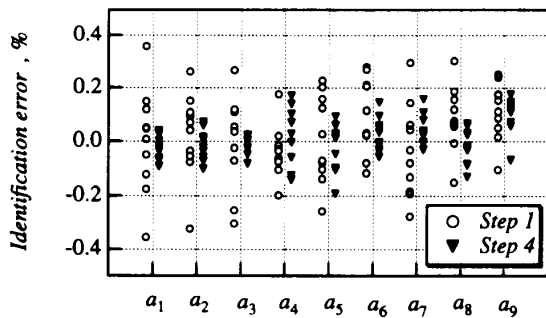
いことがわかる。したがって、本同定法では(3層構造体に対しても)サンプリング数が同じならば複数の荷重曲線データを用いる方が、同定に有効であると考えられる。

3.4 膜2層の場合 ($E_1 < E_2 < E_3$ の場合) つぎに、表面層が軟らかい3層構造体($E_1 < E_2 < E_3$)に対して弾性定数の同定を試みる。

解析対象の3層構造体の弾性定数(真の値)を表5に示す。逆解析の手順は3.3と同じである。図11に3種類の圧子($R_L/h_1=10, 20, 40$)に対する荷重-押し込み深さ曲線に対するデータサンプリング点を示す。サンプリング点数は、各荷重曲線から3点ずつ、計9点である。第1段階のコンプレックス法における制約範囲は、ヤング率の下限、上限値をそれぞれ $E_1 (=50\text{ GPa})$ の-30%, $E_2 (=100\text{ GPa})$ の+30%とし、両パラメータに対して同じ制約条件を用いた。Step1から3までの同定結果を図12(a),(b)に示す。この図のStep1の結果より、第1層のヤング率 E_1 が最もばらつきの範囲が小さく、表面層のヤング率 E_1 が最も同定しやすいことがわかる。しかし、その平均値は $E_1=48.51\text{ GPa}$ (誤差-2.98%)となり、同定値(誤差率)が若干マイナス側へ偏る。また、図12(b)に示すように接触領域は1%未満の誤差率で同定されているが、3.3の同定結果と比較すると、わずかにその範囲が広がっている。こ



(a) Identification error of unknown elastic moduli



(b) Identification error of unknown contact radii

Fig. 10 Identification error of all unknown parameters

Table 4 Comparison of parameters identified by different data

Parameters	Given value	$R_L/h_1=10, 50, 100$	$R_L/h_1=10$ ($N_s=9$)
E_1 [GPa]	400.0	400.8	409.5
ν_1	0.3	0.2955	0.2570
E_2 [GPa]	300.0	302.4	315.6
ν_2	0.3	0.2953	0.2936

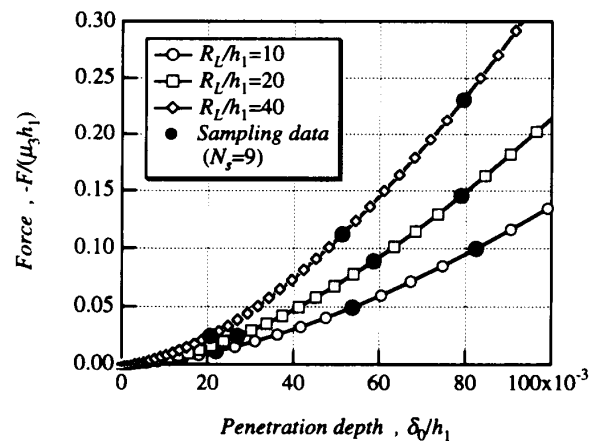


Fig. 11 Data sampling on penetration force vs depth curve for three different indentors

Table 5 Elastic moduli for three-layered material and indenter

Region	Young's modulus E_i , GPa	Poisson's ratio ν_i	Ratio of shear moduli $\Gamma_i (= \mu_i/\mu_3)$
Thin film ($i=1$)	50.00	0.3	0.25
Thin film ($i=2$)	100.00	0.3	0.5
Substrate ($i=3$)	200.00	0.3	1.0
Indenter ($i=4$)	1000.0	0.3	5.0

の結果がヤング率の同定に微妙に影響したものと考えられる。Step2の結果は、それぞれプラス側およびマイナス側へ大きく偏っている。これは、表面層が軟らかい場合の特徴的な傾向であり、さらに E_1 の平均値の微小な誤差が影響したものと考えられる。ここで、各パラメータの誤差の範囲を比較すると第1層薄膜のポアソン比が最も小さく、その平均値は $\nu_1=0.3373$ （誤差率12.4%）である。Step3の結果は、前回の同定値のばらつきに応じた制約範囲内で初期値を変えた10通りの逆解析を行っているにもかかわらず、それら全てがある一点に収束した。ここで、各パラメータの平均値（全て同じ値）は $E_2=93.04\text{GPa}$ （誤差率-6.96%）、 $\nu_2=0.2733$ （誤差率-8.91%）である。各収束値は有効数字で7桁まで一致していることから、次の段階の逆解析は行わず、ここで全ての同定を終了した。最終的に得られた薄膜弾性定数の同定値を表6に示す。同表より、 $\pm 10\%$ 以上の誤差を有するパラメータは第1層のポアソン比 ν_1 のみである。3・3の結果と比較すると、表面層が柔らかい3層構造体の場合、高精度の同定結果を得るには何らかの工夫が必要であることがわかった。これは、補助情報の性質の違いから生じたものと考えられる。すなわち、図9と図11比較すると、同じ圧子の同じ押し込み深さでは前者の荷重曲線の方の応答が大きい。本研究の逆

解析では、押し込み深さ一荷重曲線のみが補助情報であり、数点の座標からその曲線を近似するには、その感度が大きい方が有利であると思われる。

以上のことから、表面層が軟らかい場合、すなわち荷重曲線の傾きが小さい場合の多層薄膜の弾性定数を同定するには、より大きな曲率半径を有する圧子を用いるか、高い精度の測定を行う必要があると考えられる。

4. 結 論

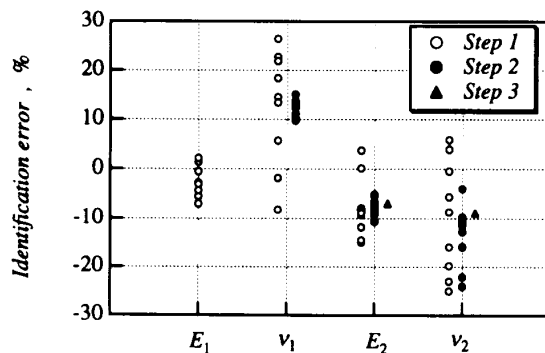
本研究は、3次元軸対称弾性論およびコンプレックス法を用いて、多層薄膜構造体における薄膜の弾性定数を弾性圧子の押し込み試験から得られる押し込み荷重と押し込み深さのデータによって同定する手法について検討したものである。本報では特に、圧子および基板の弾性定数、膜厚を既知、薄膜の弾性定数、圧子の接触領域を未知として、逆解析のためのデータサンプリング方法について調べた。その結果、単にサンプリング数を増やしても、圧子の先端曲率半径を変えても同定精度は向上しないこと、サンプリング数が同じならば、複数の押し込み深さ一荷重曲線の補助情報を用いた方が弾性定数の同定に有効であることがわかった。さらに、表面層が軟らかい場合は、工夫を要することがわかった。

文 献

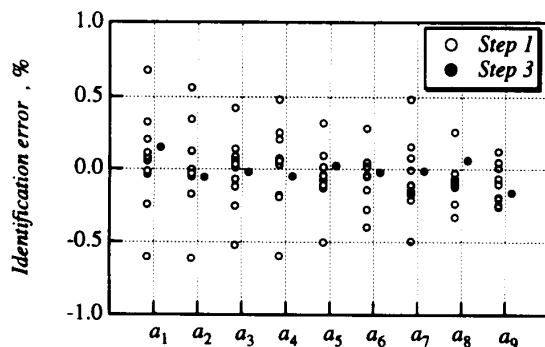
- (1) Hui, L. and Dempsey, J. P., *Int. J. Num. Meth. Eng.*, **29**, (1990), 57-72.
- (2) Jaffar, M. J., *J. Mech. Phys. Solids*, **36-4**, (1988), 401-416.
- (3) 宮本, 3次元弾性論, (1977), 裳華房.
- (4) Gladwell, G. M. L., *Contact Problems in The Classical Theory of Elasticity*, (1980), Sijthoff & Noordhoff.
- (5) Yu, H. Y., Sanday, S. C. and Rath, B. B., *J. Mech. Phys. Solid*, **38-6**, 745(1990).
- (6) 香川, 市川, 高松, 機論, **58-546**, A(1992), 223-229.
- (7) 松井, 井上, 三瓶, 土木学会論文集, **420-13**, (1990), 107-104.
- (8) 井上, 松井, 三瓶, 土木学会論文集, **433-15**, (1991), 177-185.
- (9) Kowalik, J., Osborne, M. R., 山本, 小山沢, 非線形最適化問題, (1970), 培風館.
- (10) Dixon, L. C. W., 松原沢, 非線形最適化計算法, (1974), 培風館.

Table 6 Comparison of parameters identified by different data

Parameters	Given value	$R_L/h_1=10, 50, 100$	error, %
E_1 [GPa]	50.0	48.51	-2.98
ν_1	0.3	0.3373	12.4
E_2 [GPa]	100.0	93.04	-6.96
ν_2	0.3	0.2733	-8.91



(a) Identification error of unknown elastic moduli



(b) Identification error of unknown contact radii

Fig.12 Identification error of all unknown parameters