

平成 22 年度 修士論文

原子間力顕微鏡を利用した  
加工に関する研究

指導教員 松井 正仁 准教授

三重大学大学院 工学研究科 博士前期課程  
物理工学専攻 ナノプロセッシング研究室

杉山 徹

目次	頁
<b>第1章 緒論</b>	1
<b>第2章 実験方法</b>	2
2.1 供試材および試験片	2
2.1.1 供試材	2
2.1.2 試験片	2
2.1.3 カーボン蒸着	4
2.2 硬さ	6
2.2.1 ビッカース硬さ	6
2.2.2 ビッカース硬さ測定方法	7
2.3 実験装置	9
2.3.1 AFM での観察および測定原理	9
2.3.2 AFM の装置構成	10
2.3.3 ダイヤモンドカンチレバー	12
2.4 インデンテーション加工の方法	15
2.4.1 ベクタースキャンソフトウェアの概要	15
2.4.2 荷重設定方法	16
2.4.3 実験手順	17
2.4.4 AFM の画像処理方法	23
2.4.5 加工痕の測定方法	23
<b>第3章 ナノインデンテーション実験</b>	26
3.1 加工方法	26
3.2 実験結果	28
3.2.1 加工プログラムの検討	31
3.2.2 硬さ相当値	36
<b>第4章 結論</b>	41
<b>参考文献</b>	48
<b>謝辞</b>	49

## 第1章 緒論

産業技術の発展に伴って、家電や洗剤、化粧品などに「ナノ」という言葉が使われるようになり、ナノテクノロジー技術が実用化され身近なものになってきている。ナノテクノロジーは素材、エネルギー、環境、情報通信、医療など多くの分野で盛んに研究されている。また、機械分野では機械部品や半導体デバイスなどの軽量化、小型化が進み、加工寸法の低下、加工精度の向上など更なる微細加工技術が求められている。

微細加工に関しては、李木ら<sup>(1)</sup>のナノインデンテーションによる超高純度化されたアルミニウムの機械的特性評価、長島ら<sup>(2)</sup>の AFM を利用した炭素綱と低合金鋼の硬さ測定、三宅ら<sup>(3)</sup>の原子間力顕微鏡によるマイカのナノメータースケールの機械加工、Chi Fo Tsang ら<sup>(4)</sup>の熱処理が銅薄膜の硬さに与える影響など多くの研究がなされてきている。しかし、ナノ領域の加工に関しては不明な点が多く残されている。

そこで、本研究室では、走査型プローブ顕微鏡 (SPM) の一種である原子間力顕微鏡 (AFM) を利用したナノスケールでの微細加工の実現を目的として、AFM を用いて金属にナノスケールの微細加工を行ってきた。森口<sup>(5)</sup>は、初等解析法、すべり線場法、有限要素法 (FFM) の 3 方法でマクロな領域での押し込み深さと荷重の関係についての解析を行った。また、上田<sup>(6)</sup>は AFM プローブの動作性を調べ、その補正方法を検討し、アルミニウム、金、銅の 3 種類の試験片にナノインデンテーション加工を行い、加工可能な深さ、加工形状、加工精度などの検討をした。また、得られた加工痕をもとにナノスケールでの材料の硬さ相当値を計算して、マクロな硬さ値 (ビッカース硬さ) との比較を行った。卒業研究<sup>(7)</sup>では、加工痕の探索を容易にするため、探索方法の検討を行うとともに、加工精度の向上について検討を行った。

本研究では、ハードディスクの磁気ヘッドの保護膜など、さまざまな分野でコーティング材として必要とされているカーボン薄膜について加工を試みた。カーボン薄膜については、細谷ら<sup>(8)</sup>のカーボン薄膜のナノインデンテーション特性に及ぼす膜厚の影響、小石川ら<sup>(9)</sup>のカーボン薄膜の硬さに及ぼす熱処理の影響などの研究が行われている。本研究では、スライドガラス上に真空蒸着装置により蒸着させたカーボン蒸着膜に AFM を用いて押し込み加工を行い、加工形状、加工精度、深さ、硬さなどの検討を行った。また、アルミニウム、金の結果と比較し、加工方法の検討、硬さの評価法の検討などを行った。

## 第2章 実験方法

### 2.1 供試材および試験片

#### 2.1.1 供試材

本実験で用いた供試材は、真空蒸着用カーボン(日立化成工業 K.K.製  $\phi 5 \times 100\text{mm}$ )、市販の工業用アルミニウム軟質材(日本軽金属製, A1100-O, 公称板厚 0.8mm)、純金(純度 99.95%, 公称板厚 1.0mm)を採用した。

#### 2.1.2 試験片

真空蒸着用カーボンはスライドガラス(MATSUNAMI 製, 白切放,  $1.35 \times 10 \times 10\text{mm}$ )に膜厚 20nm の蒸着膜を作成し使用した。図 2.1 にカーボン蒸着膜表面の原子間力顕微鏡(AFM)画像及び断面曲線を示す。アルミニウム試験片は服部<sup>(10)</sup>の方法で 24%圧縮したものを使用した。図 2.2 にアルミニウム試験片表面の AFM 画像及び断面曲線を示す。金試験片はそのまま使用した。図 2.3 に金試験片表面の AFM 画像及び断面曲線を示す。算術平均粗さ  $R_a$  を 2次元に拡張したものを算術平均面粗さ  $S_a$  とすると、走査範囲  $30 \times 30 \mu\text{m}^2$  におけるカーボン蒸着膜の  $S_a=1\text{nm}$ 、アルミニウム試験片の  $S_a=9\text{nm}$ 、金試験片の  $S_a=10\text{nm}$  であった。

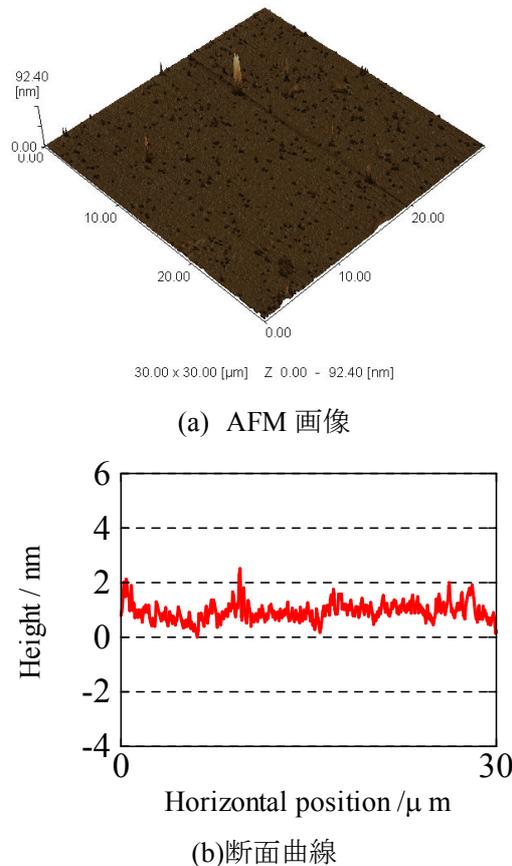
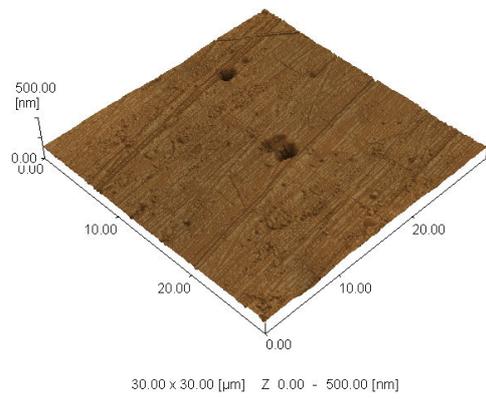
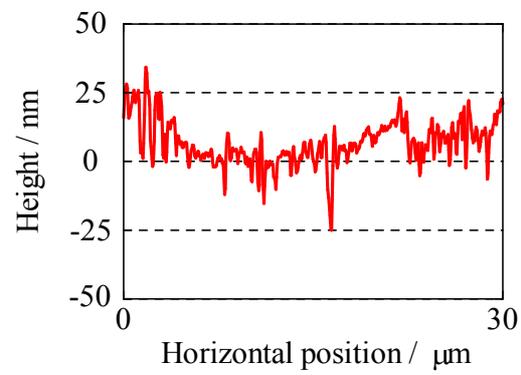


Fig.2.1 カーボン蒸着膜の表面

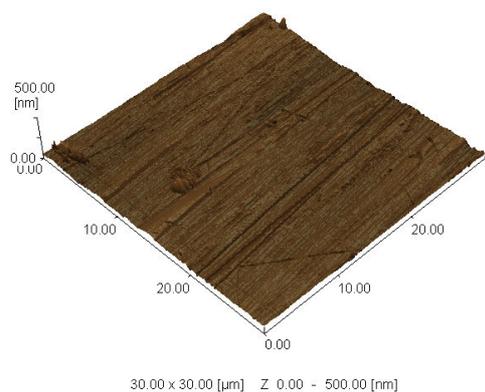


(a) AFM 画像

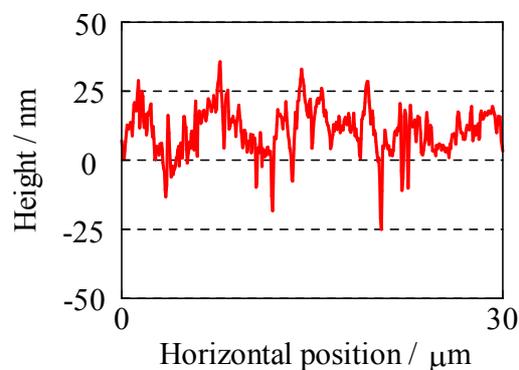


(b) 断面曲線

Fig.2.2 アルミニウム試験片の表面（圧縮予変形材，圧縮率 24%）



(a) AFM 画像



(b)断面曲線

Fig.2.3 金試験片の表面

### 2.1.3 カーボン蒸着

カーボン蒸着装置およびその手順を以下に示す。カーボン蒸着は真空蒸着用カーボン(日新 EM 株式会社  $\phi 5 \times 100\text{mm}$ )を真空蒸着装置(明石製作所製)を用いて真空蒸着した。真空蒸着装置の外観を Fig.2.4 に示す。

#### (1) 試料のセット

床にある青いハンドルを回し冷却用水を流す。電源を入れ、全てのバルブが閉まっているのを確認する。MAIN, R.P.のボタンを入れバルブ③を開き、D.P.ボタンを入れ13~15分待つ。バルブ①, ②が閉まっているのを確認しバルブ④をゆっくり開く。ベルジャーと本体の隙間を埋めるため必要に応じて真空グリースを塗布する。D.P オイルライオン S を染み込ませた紙を置く。試料をシャッターに当たらないように高さを調整してセットする。炭素棒を Fig.2.5 のようにセットしベルジャーを閉める。炭素棒はグラインダー(日立工機製)を用いて 20mm 程度の針状 (Fig.2.5 左側参照) に削る。この時、折れない程度になるべく細くすると蒸着が成功しやすい。

#### (2) 荒引きおよび本引き

バルブ④を閉めバルブ①が閉まっているのを確認しバルブ③を閉めてからバルブ②を開

け、真空室の荒引きをする。真空ポンプの荒引きの音が消えるまで待ち、真空度を確認するため V.S.ボタンを押し放電光が青紫色になるのを確認する。バルブ②を閉めバルブ③、①の順に開け、本引きをする。V.S.ボタンを押し放電光が透明になるのを確認し、その後 10 分程度待つ。

### (3) 蒸着操作

EVAP.ボタン、G.S.スイッチの順に入れ E.S.つまみを 2 にする。炭素棒が切れ工具に落ちることがあるので必ずシャッターを閉める。V.A.ノブを回し電流を 10A 未満に上げ数秒待ち、更に炭素棒が赤くなるまで電流を上げる。シャッターを開けると同時に電流を 30~40A 程度まで上げ、20~30 秒蒸着させる。炭素棒は 30 秒程度で溶けて無くなってしまいますので、これらの作業は手早く終わらせなければならない。

### (4) 試料の取り出し

V.A.ノブを戻し E.S.つまみを 0 にした後 G.S.、EVAP.の順にスイッチを切る。試料交換をする場合はバルブ①を閉め (2) を行う。

### (5) 装置の停止

バルブ①を閉め (2) に従ってベルジャー内から試料、炭素棒を取り出してガラスやステージ等をアセトンで清掃する。(3) (4) の操作を行って真空にしバルブ①を閉めた後 D.P.ボタンを切り 15~30 分待つ。バルブ③を閉めバルブ⑤を開き R.P.の排気音を確認し R.P.ボタンを切る。バルブ⑤以外が閉まっているのを確認し MAIN ボタンを切る。拡散ポンプのボイラーが十分に冷えるまで冷却用水を 30 分程度流しておく。冷却用水を止め電源を切りバルブ⑤を閉める。



Fig.2.4 真空蒸着装置外観

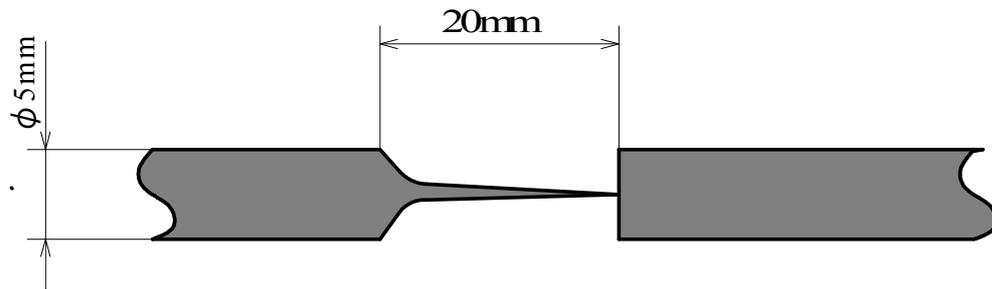


Fig.2.5 炭素棒の取り付け方法

## 2.2 硬さ

硬さの概念として現在もっとも妥当とされるものは、「ある物体の硬さとは、それが他の物体によって変形をあたえられようとするとき呈する抵抗の大小を示す尺度である」という抽象的なものである。ゴム、プラスチック、金属、セラミックスなどの各種材料に対して硬さを一つの基準で測定することは、かなり無理があることが直感的にも理解できる。

しかし、一般的に広く硬さ試験が行われているのは、たとえば引張りの時どの程度伸びるのか、降伏応力はどれくらいか、破断強度はどの程度かなどといった機械的特性をあらかじめ測定し、硬さとの相関関係をつかんでおけば機械的特性の代用特性として意味があるとされているからである。

硬さを測定する試験機の種類は極めて多いが、現在 JIS に規定されている金属に対する硬さ試験法(押し込み硬さ試験法)としては、ブリネル硬さ、ビッカース硬さ、ロックウェル硬さ、ヌープ硬さの 4 種類がある。これらの試験法は、圧子を材料表面に押し込み、くぼみをつけ、そのときの荷重とくぼみの関係で硬さを表現する方法である。

### 2.2.1 ビッカース硬さ<sup>(1)</sup>

ビッカース硬さ試験法は、押し込み硬さ試験の一種である。その特徴とするところは、くぼみの形状が幾何学的相似形であるためマイヤーの法則が成り立ち、均質な材料に対しては加えられる荷重の大小に関係なく一定の硬さ値を求めることができる点にある。ビッカース硬さで用いられる圧子は、ダイヤモンドでできており、底面が正方形の四角錐(図 2.6)を用いたもので、圧子の変形を考慮しなくてもよい。この正四角錐を試料に押し込むと、押し込み深さが異なってもくぼみは常に相似形になるので、硬さは正四角錐の面角に依存する。

ビッカース硬さ  $HV$  の定義は、対面角が  $136^\circ$  のダイヤモンド正四角錐の圧子を用いて試験面にくぼみを付けたときの試験荷重と、くぼみの対角線長さから求めた表面積とから次式で算出した値のことをいう。

$$HV = \frac{F}{S} = 0.102 \frac{2F \sin \frac{\psi}{2}}{c^2} = 0.189 \frac{F}{d^2} \quad (2.1)$$

ここで、

$HV$  : ビッカース硬さ

$F$  : 試験荷重 N

$S$  : くぼみの表面積  $\text{mm}^2$

$d$  : くぼみの 2 方向での対角線長さの平均  $\text{mm}$

$\psi$  : ダイヤモンド圧子の対面角  $^\circ$

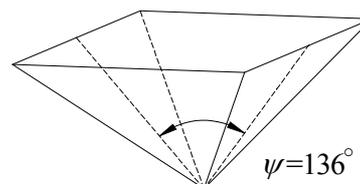


Fig.2.6 ダイヤモンド圧子の形状

### 2.2.2 ビッカース硬さ測定方法<sup>(12)</sup>

ビッカース硬さの測定で使用したビッカース硬さ試験機(島津製作所製, 島津微小硬度計 M2 型)の主な仕様, 測定手順を以下に, 外観写真を図 2.7 に示す.

仕様

試験荷重	25, 50, 100, 200, 300, 500, 1000 gf
荷重機構	テコ機構 電動式自動負荷方式
顕微鏡倍率	観察用 100 倍(対物 10 倍, 接眼 10 倍) くぼみ測定用 400 倍(対物 40 倍, 接眼 10 倍)
計測接眼鏡	最小目盛 1 目 $0.5\mu\text{m}$ 最大測定長 $200\mu\text{m}$
荷重保持時間	5, 10, 15, 30, 45 sec の 5 段階
試料最大高さ	60mm
試料微動台	面積 $120\text{mm} \times 120\text{mm}$ 微動範囲 XY 各 25mm 最小目盛 0.01mm

測定手順

- ① 試料をバイスにつかんで測定位置におく.
- ② 負荷テコの受皿上に所要の負荷重錘をのせる. 本試験では 100gf を使用した.
- ③ レボルバの回転つまみを持って左方に回し観察用対物レンズ(10 倍)を鏡筒に合わせる.
- ④ 粗動ハンドルおよび照準用微動つまみを回して照準し, さらに 2 個のステージ移動用マイクロメータを回して試料表面を観察して所要の個所を大略決定する.

- ⑤ レボルバの回転つまみを右方に回し測定物対物レンズ(40倍)を鏡筒に合わせ、照準用微動つまみ及びステージ移動用マイクロメータをさらによく調整し基準目盛りの80線とそれと直交する縦基準線との交点上で被測定微小部分の表面を照準する。
- ⑥ レボルバ回転つまみを左方に回し、ダイヤモンド圧子を鏡筒の下に移動させる。
- ⑦ 負荷時間を設定し、ロードスイッチを押す。すると、モーターが回転して負荷ランプが点灯し荷重が負荷される。所定の時間が経過すると負荷テコは元の位置に戻り、負荷ランプは自動的に消える。本試験では、負荷時間を15秒に設定した。
- ⑧ レボルバ回転つまみを右方に回し測定用対物レンズ(40倍)にして顕微鏡の焦点を確かめ、くぼみの対角線長さを2方向測定し、この値の平均値を算出して硬度に変換する。

以上を各試験片それぞれ3回ずつ繰り返し測定した。またそれぞれの測定で得られた硬さ値を表2.1, 2.2, 2.3, 2.4に示す。カーボン蒸着膜については、本試験機では正確な値を測定することはできないが、参考のため測定を行った。

Table 2.1 スライドガラス(MATSUNAMI 製, 白切放, 1.35×10×10mm)

	Diagonal length [μm]	Diagonal length [μm]	Average [μm]	HV0.1
①	18.5	19.1	18.8	525
②	18.9	18.5	18.7	530
③	18.7	18.4	18.6	536
Average				530

Table 2.2 カーボン蒸着膜(膜厚 20nm)+スライドガラス

	Diagonal length [μm]	Diagonal length [μm]	Average [μm]	HV0.1
①	17.6	16.9	17.3	620
②	16.5	16.4	16.5	681
③	16.5	16.8	16.7	665
Average				655

Table 2.3 A1100-O のビッカース硬さ (圧縮予変形材, 圧縮率 24%)

	Diagonal length [μm]	Diagonal length [μm]	Average [μm]	HV0.1
①	62.8	62.9	62.9	46.9
②	63.9	65.7	64.8	44.2
③	61.0	62.2	61.6	48.9
Average				47

Table 2.4 金のビッカース硬さ

	Diagonal length [ $\mu\text{m}$ ]	Diagonal length [ $\mu\text{m}$ ]	Average [ $\mu\text{m}$ ]	HV0.1
①	71.2	71.8	71.5	36.3
②	76.0	77.7	76.9	31.4
③	75.4	74.8	75.1	32.9
Average				34



Fig.2.7 ビッカース硬さ試験機

## 2.3 実験装置

本実験では、走査型プローブ顕微鏡（SPM）の一種である原子間力顕微鏡（AFM）を用いて、押し込み加工及び加工痕の観察を行った。

マイクロプローブを走査する顕微鏡の総称である SPM(Scanning Probe Microscope)は、高倍率で試料表面の凹凸像(AFM コンタクトモード, AFM ダイナミックモード, STM モード), または表面走査時の水平力(LFM モード)が得られる。SPM により、表面の凹凸や摩擦力を数値データとして得られるので、ナノメートルスケールでの観察に適している。

以降で、AFM の概要と使用方法について説明する。

### 2.3.1 AFM での観察および測定原理

本実験での観察と測定はコンタクトモードで行ったので、以下コンタクトモードについて説明する。

測定の原理図を図 2.8 に示す。コンタクトモードでは、プローブを試験片表面に近づけて試験片表面とプローブとの間に働く斥力を検出することによって、試験片表面の形状を観察することができる。装置の検出部にあたるカンチレバーは、図 2.9 のように微小な構造体であり、半導体プロセスを用いて製作されている。このカンチレバーの先端に取り付けたプローブを試験片表面に近づけると、試験片との間で働く原子間力によって図 2.8 に示すよ

うにカンチレバーはたわむ。このわずかな変位は、半導体レーザーからのレーザー光をカンチレバーの背面で反射させ、その反射光の位置移動を分割型フォトディテクターによって検出することで拡大される。この検出法を光てこ検出法と呼ぶ。

このように探針と試料表面の間で働く力をカンチレバーのたわみによって検出し、この力を一定に保つように探針-試料間の距離を制御しながら試料表面に沿って走査し、制御量を試料表面像として画像化する。

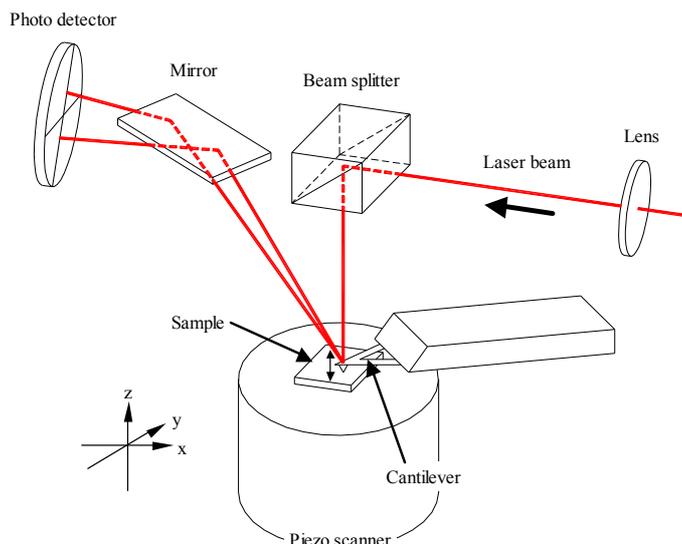


Fig.2.8 光てこ検出法

### 2.3.2 AFMの装置構成

本実験で使用したAFMは、本体SPM9500J3(島津製作所製)、パーソナルコンピューター(DELL製、OPTIPLEX GX150)、カラーディスプレイモニター(MITSUBISHI製、RD17GX II)及び除振台(MEIRITSU製、AZ-S)から構成される。また、測定用カンチレバーは、ピラミダル形状プローブを持つOLYMPUS製、OMCL-TR800PSA-1を使用した。測定用カンチレバーの主な仕様を表2.5に示す。また、カンチレバーの外形を図2.9に、カンチレバー先端のプローブの写真を図2.10に示す。

Table 2.5 AMFコンタクトモード用カンチレバー(OLYMPUS製)  
製品名称 OMC-TR800PSA-1

Lever			Tip			
Shape	Thickness [ $\mu\text{m}$ ]	Spring constant [N/m]	Material	Shape	Hight [ $\mu\text{m}$ ]	Radius [nm]
Triangle	0.8	0.15	SiN	Pyramidal	2.9	< 20

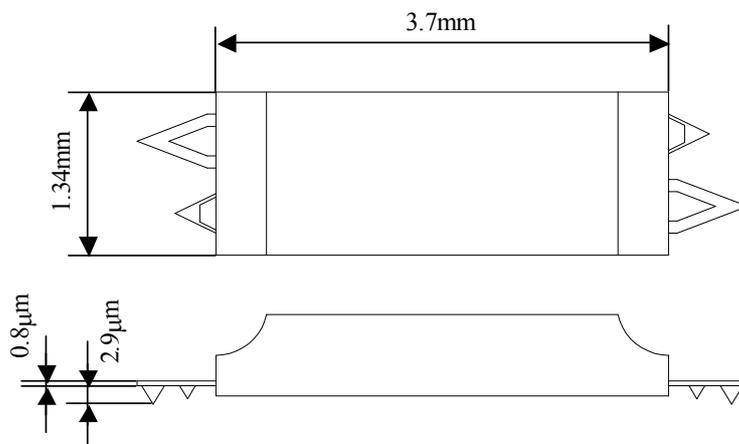


Fig.2.9 測定用カンチレバーの外形

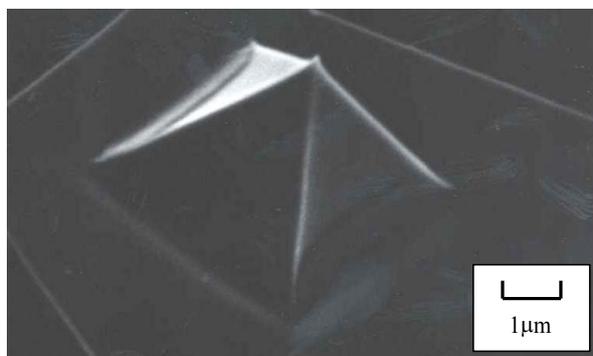


Fig.2.10 測定用プローブのSEM像

装置の構成は大別すると以下のようになる。

- (1) AFM ユニット  
試験片を3次元に動作させるピエゾスキャナー, カンチレバー並びに光てこ検出部, AFM ヘッドを試験片に対して大きく上下させるZ軸駆動部, 及び除振機構から成る.
- (2) 制御ユニット  
試験片を装着したスキャナーを走査, フィードバック制御して測定データを収集する.
- (3) データ処理系  
制御ユニットからの測定データをホストコンピュータに取り込みリアルタイムでモニターに表示させる.

以下に, 主な仕様を示す. また, 図 2.11 に SPM-9500J3 の外観を示す.

—仕様—

- 最大走査範囲(X・Y) : 30μm×30μm
- 最大測定範囲(Z) : 5μm

- 変位検出系：LD/光てこ/4分割PSD
- 試験片最大形状：F 24mm×8mm
- 制御方式：Digital Signal Processor によるデジタル方式
- OS：Windows98
- 画像処理：傾斜補正，ノイズライン除去，局所フィルタ，周波数フィルタ，画像拡大，画像反転，画像回転など
- 画像解析：断面形状解析，線粗さ解析，表面粗さ解析，パワースペクトル解析，自己相関解析，フラクタル解析など
- 画像表示：濃淡画像表示(測長可能)，3次元表示(Solid, Height, Lines, Mesh)など
- 複数画面表示：最大40画面

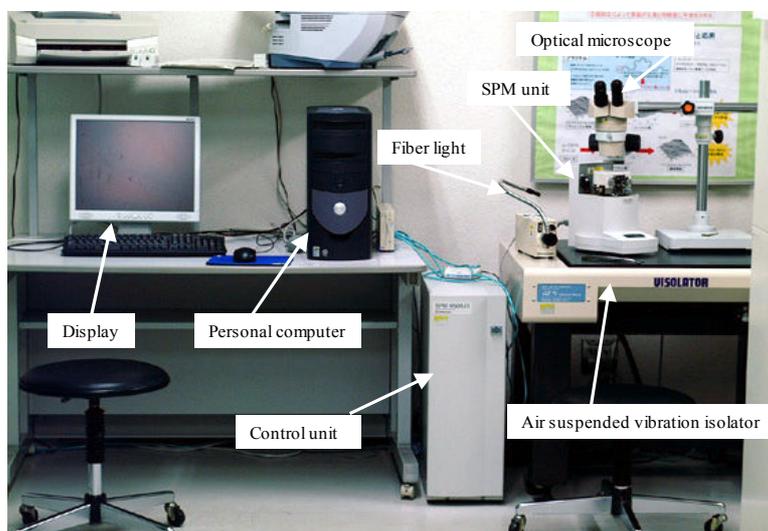


Fig.2.11 AFM と周辺装置

### 2.3.3 ダイヤモンドカンチレバー

本実験では，AFM でインデンテーション加工も行う為に加工専用のダイヤモンドカンチレバーを使用した．使用した加工専用カンチレバー(株式会社アフティ製)の主な仕様を以下に示す．

#### (1) ダイヤモンドカンチレバーの形状及び寸法

ダイヤモンドカンチレバーは，板ばねの先端にダイヤモンドチップが取り付けられ，一体となっている．実験では，初期寸法が 20mm であるこの板ばねを必要寸法に切断して使用した．板ばね及びダイヤモンドチップの主な仕様を表 2.6 に，外観を図 2.12~2.15 に示す．

カンチレバーの有効長の測定に使用した顕微鏡 (OLYMPUS MEASURING MICROSCOPE MODLE STM) を図 2.16 に示す．まず，Ⅰのつまみを一番右まで回す．Ⅱのつまみを回してピントを合わせる．カンチレバーが図 2.17 のように水平になるように調整する．Ⅲのつまみを回して始点となる場所に合わせる．そのあと同じつまみを回して終点となる場所に合わせ長さを測定する．

また，カンチレバーは AFM に取り付けられたとき，図 2.18 に示すように約 13° 傾斜し

ている.

Table 2.6 ダイヤモンドカンチレバーの主な仕様

	Lever				Diamond tip			
	Young's modulus $E$ [GPa]	Thickness $h$ [ $\mu\text{m}$ ]	Width $b$ [mm]	Length $l$ [mm]	Material	Shape	Apex angle $\psi$ [ $^\circ$ ]	Radius of curvature $r$ [nm]
Cantilever1	189	60	0.2	2.21	Stainless steel	Triangular pyramid	76.7	25
Cantilever2		60		2.65				25
Cantilever3		40		3.07				20

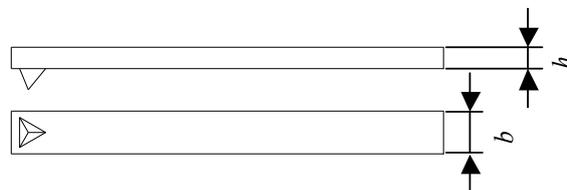


Fig.2.12 ダイヤモンドカンチレバーの外形

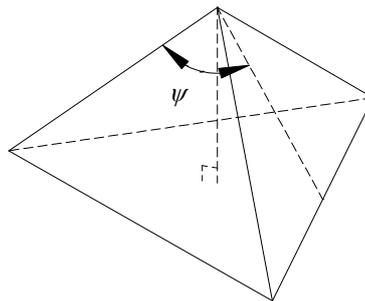


Fig.2.13 ダイヤモンドチップの外形図

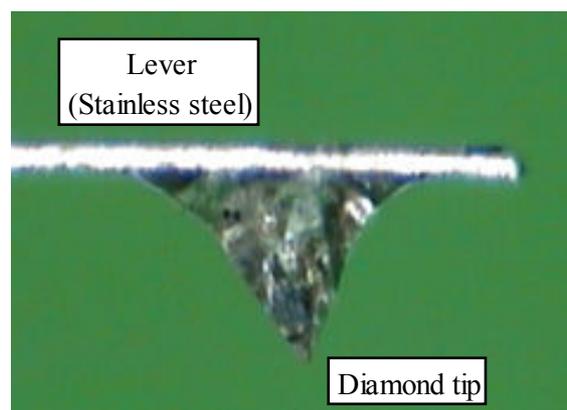


Fig.2.14 先端部分の拡大写真

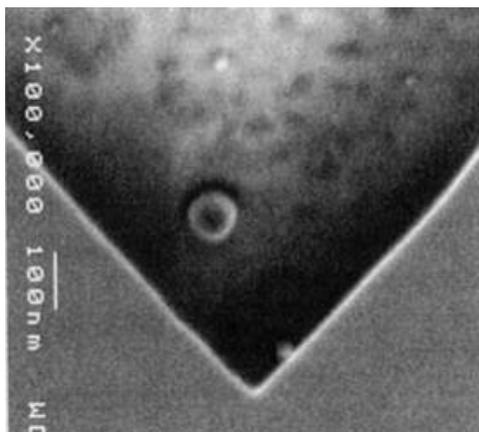


Fig.2.15 ダイヤモンドチップ先端の SEM 写真

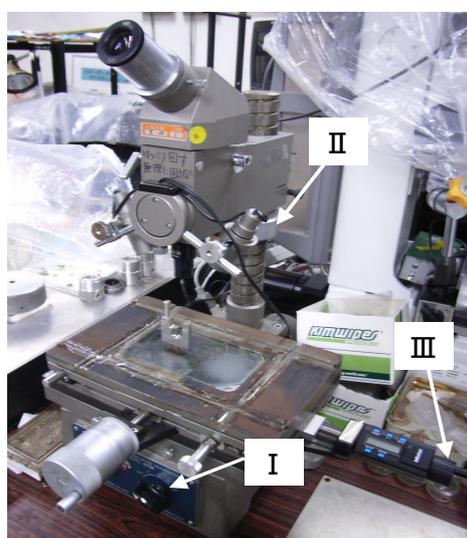


Fig.2.16 カンチレバー有効長の測定

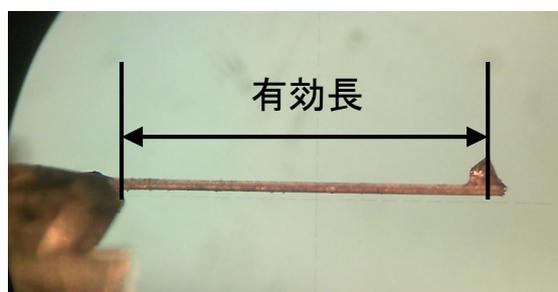


Fig.2.17 カンチレバーの有効長

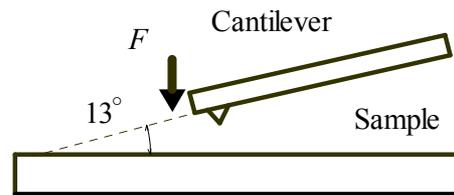


Fig.2.18 AFM へ取り付けたときのカンチレバーの傾き

## (2) ばね定数

ばね定数  $k$  は、次式により算出した。

$$k = \frac{3EI}{l^3} = \frac{Ebh^3}{4l^3} \quad (2.2)$$

上式の  $I$  は、板ばねの断面 2 次モーメントであり、以下のように表される。

$$I = \frac{bh^3}{12} \quad (2.3)$$

また、板ばねのヤング率  $E$ 、幅  $b$ 、厚み  $h$ 、有効長  $l$  の値は表 2.6 に示したものをを使用した。カンチレバーのばね定数を表 2.7 に示す。

Table 2.7 ばね定数

	Spring constant $k$ [N/m]
Cantilever1	190
Cantilever2	110
Cantilever3	20.9

## 2.4 インデンテーション加工の方法

2.4.1 ベクタースキャンソフトウェアの概要<sup>(13)</sup>

ベクタースキャンソフトウェア(以下ベクタースキャン)は、設定したプログラムに従って AFM のスキャナーを走査させるためのソフトウェアである。加工実験では、このソフトウェアを使用して加工荷重、加工速度及び加工位置の座標を与え、押し込み加工を行った。表 2.8 にベクタースキャンのコマンド及び対応する動作を示す。

Table.2.8 ベクタースキャンプログラム

	Operation	Command (Argument)	Range of Argument	Unit
Cantilever	Fast approach	FastApproach		
	Precise approach	SlowApproach		
	100 $\mu\text{m}$ rise	LittleUp		
	10 $\mu\text{m}$ rise	TinyLittleUp		
	Setting of feedback	SetFeedback ( )	On, Hold	
	Setting of operating point	SetOP ( )	-10~10	V
Scanner	Setting of scanner speed	ScannerSetSpeed ( )	0~9	
	Movement of scanner (X direction)	ScannerMoveX (X coordinates)	-15~15	$\mu\text{m}$
	Movement of scanner (Y direction)	ScannerMoveY (Y coordinates)	-15~15	$\mu\text{m}$
Others	Setting of wait time	Wait ( )	0.1~	sec
	Comment	//		

#### 2.4.2 荷重設定方法

本装置では、カンチレバーを押し付ける度合いはオペレーティングポイント  $OP$  [V] の設定電圧を変えることによって行う。設定した  $OP$  からカンチレバーの押し付け荷重を求めるためには、 $OP$  とスキャナの  $z$  方向変位の関係が必要である。

図 2.19 にカンチレバーを垂直に押し付けた際のフォトディテクターの出力量とスキャナへの出力量の関係（フォースカーブ）の例を示す。なお、フォースカーブの測定にはスライドガラス（MATSUNAMI 製、白切放、 $1.35 \times 18 \times 19\text{mm}$ ）を用いた。横軸はスキャナへの出力量の値であり、スキャナの  $z$  方向の変位と出力量はほぼ比例関係であると考えられる。本装置では、 $z$  方向の最大変位量は  $5 \times 1.21 \mu\text{m}$ 、その時の出力信号電圧が  $420\text{V}$  であるので、電圧—距離変換係数  $k_d$  は、

$$k_d = \frac{5 \times 1.21 [\mu\text{m}]}{420 [\text{V}]} \approx 14.4 [\text{nm/V}] \quad (2.4)$$

となる。フォースカーブの縦軸はカンチレバーの変位を検出するフォトディテクターの出力量である。アプローチ時の傾斜部（できるだけニアな部位）に注目すると、横軸が  $A$  [V] 変化したとき、縦軸が  $B$  [V] 変化していることがグラフから読み取れる。これは、 $14.4 \times A$  [nm] だけカンチレバーが変位するとフォトディテクターが  $B$  [V] の電圧を出すという意味である。カンチレバーのバネ定数  $k$  [N/m] であるので、 $k \times 14.4 \times A$  [nN] の力がかかっていることになり、電圧—力変換係数  $k_f$  は

$$k_f = \frac{k \times 14.4 \times A}{B} [\text{nN/V}] \quad (2.5)$$

となる。したがって、カンチレバーの押し付け荷重  $F = k_f \times OP$  [nN] となる。

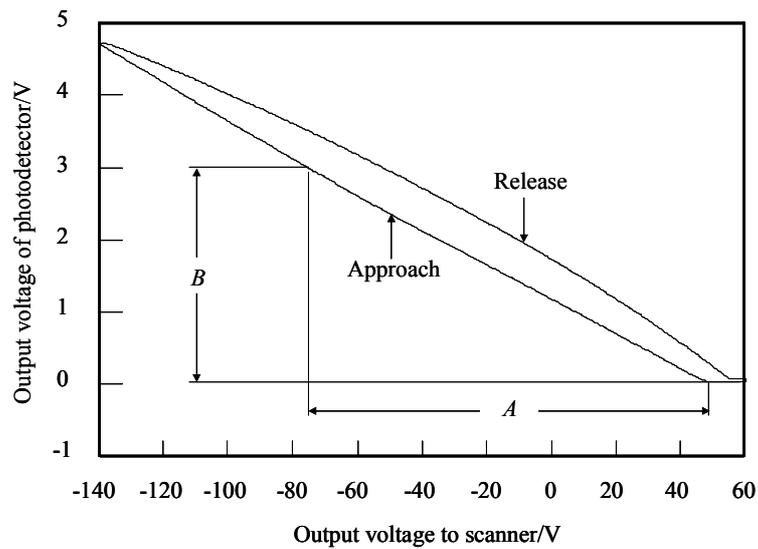
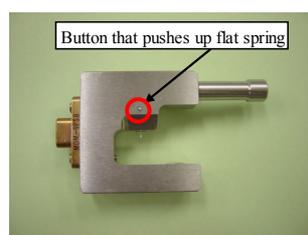


Fig.2.19 カンチレバーのフォースカーブ

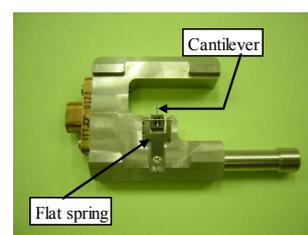
### 2.4.3 実験手順

加工実験，加工痕の観察及び測定は以下の手順で行った。

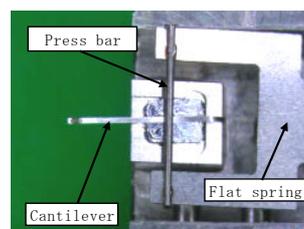
- 1) コントロールユニットの電源を入れ，緑色の READY ランプが点灯することを確認する。その後，モニター及びパーソナルコンピューターの電源を入れる。
- 2) 図 2.20 に加工用カンチレバーを装着したカンチレバーホルダーの写真を示す。カンチレバーホルダーを裏側にして作業台に押し付けると，カンチレバーを押さえるための板ばねがたわみ，カンチレバーを挿入する隙間ができる。そこへ，ピンセットを用いて加工用カンチレバーを挟む。(通常は，このままホルダーから外さない。)



(a) 表側



(b) 裏側



(c) 裏側の拡大

Fig.2.20 カンチレバーホルダー

- 3) エチルアルコールを染みこませた脱脂綿で軽く触れるようにして、カンチレバー先端のダイヤモンドチップを清掃し、スライドガラスも脱脂綿で清掃する。
- 4) SPM マネージャーを起動してダイアログボックスを表示させ、〔On-Line〕 ボタンをクリックして、オンラインウィンドウを開く。カンチレバーホルダー着脱時の安全のために、メニュー〔動作→上昇〕を選択して、ホルダー装着部位を上限まで上昇させる。AFM 上部のプラスチックカバーを外し、カンチレバーホルダーを AFM ヘッドに装着する。図 2.21 に AFM ヘッドの写真を示す。

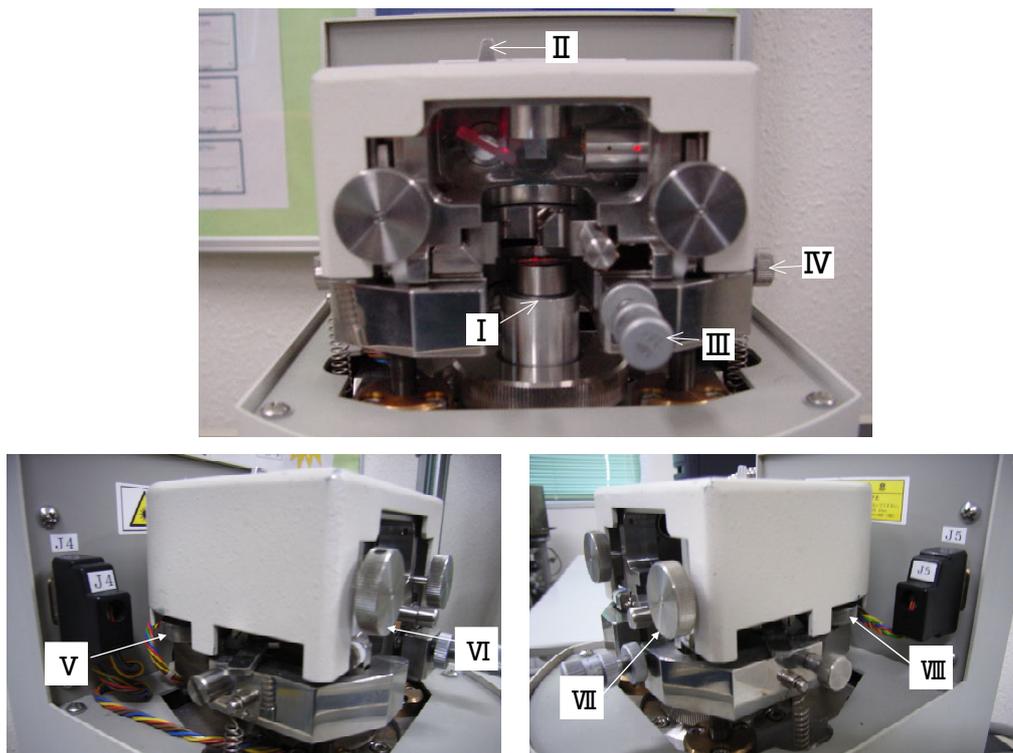


Fig.2.21 AFM ヘッドの外観

- 5) AFM ヘッドの両側にあるクランプレバーを緩めて、ヘッド全体を少し持ち上げ、後方へ移動させる。すると、試験片ホルダーを装着するスキャナー上面(図 2.21 の I)が露出するので、そこにピンセットを用いてスライドガラスを装着する。その後、AFM ヘッドの位置を元に戻し、クランプレバーを締めて固定する。
- 6) カンチレバー付近をファイバーライトにより照らし、光学顕微鏡の焦点をカンチレバーの先端部に合わせる。
- 7) 半導体レーザーから出たレーザー光をカンチレバーの先端で反射させるために、光学顕微鏡のレンズをメモリ付きのものに換えて、AFM ヘッドにあるVII, VIIIのレーザー調節ツマミにより、レーザースポットがカンチレバーの先端からメモリで 5mm の位置にくるようにする。

- 8) ファイバーライトを消灯し、ヘッド上部にあるIIのミラー調節つまみを動かして、AFMユニット前面の信号表示パネルのLEDセグメントバーをなるべく多く点灯させた後、フォトディレクター調節つまみで、信号表示パネルに表示されるLEDセグメントバーができるだけ多く点灯するように調整する。
- 9) メニュー〔設定→パネル表示〕を選択し、パネル表示ダイアログを表示する。
- 10) パネル表示ダイアログの縦方向偏差にチェックを入れ、AFMヘッドにあるVのフォトディレクター調節つまみで、AFMユニット前面の信号表示パネルに表示されている数値を-1.3程度に合わせる。パネル表示ダイアログの横方向偏差にチェックを入れ、AFMヘッドにあるVIのフォトディレクター調節つまみで、AFMユニット前面の信号表示パネルに表示されている数値を0に合わせる。共に指定の数値に調整されるまで、この操作を数回繰り返す。
- 11) メニュー〔動作→高速アプローチ〕を選択し、高速アプローチが終わったら、10の操作をする。
- 12) メニュー〔動作→精密アプローチ〕を選択し、精密アプローチを行う。精密アプローチが終了すると走査が始まる。オンラインウィンドウ上に画像データが表示される。
- 13) オンラインウィンドウ上に画像データが表示されたら、メニュー〔設定→フォースカーブ〕を選択し、フォースカーブをとり、保存する。
- 14) メニュー〔動作→上昇〕を選択し、上昇したら、スライドガラスと試験片ホルダーを交換する。試験片ホルダーを交換前にエチルアルコールを染みこませた脱脂綿で清掃する。
- 15) AFMユニット前面の信号表示パネルに表示されている数値が-1~-1.5なら、メニュー〔動作→高速アプローチ〕を選択し、カンチレバーを試験片に近づける。高速アプローチが正常に終了すると、カンチレバーの先端は、試験片から約10 $\mu$ m離れた位置で停止する。
- 16) 念のため、メニュー〔動作→10 $\mu$ m上昇〕を選択し、図2.22のようにファイバーライトを点灯する。

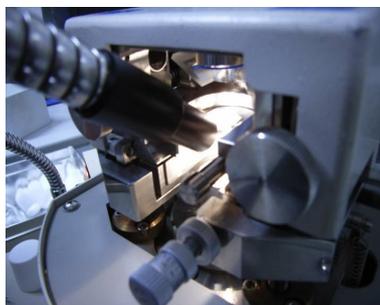


Fig.2.22 ファイバーライトの当て方

- 17) 光学顕微鏡で試験片を見ながら、目印となる傷とカンチレバーの位置関係が、図2.23

のようになるようにⅢ及びⅣのネジで調節する。加工されそうな部分は、光学顕微鏡で見て、きれいなところを選ぶようにする。

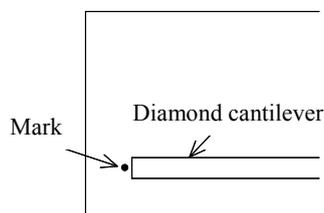


Fig.2.23 光学顕微鏡で試験片を見たときのイメージ

- 18) Ⅲのネジは 2 重スピンドルによる差動機構で、粗動及び微動送りが可能なマイクロメーターである。なお、マイクロメーターは、粗動 500 $\mu\text{m}/\text{rot}$ 、微動 50 $\mu\text{m}/\text{rot}$ 、最小読み取り 2.5 $\mu\text{m}$  である。
- 19) 加工したい場所が決まったら、メニュー [ファイル→アプリケーションの終了] を選択して、オンラインウィンドウを閉じてから SPM マネージャーを終了する。このとき、安全のために、カンチレバーを自動的に 100 $\mu\text{m}$  上昇する設定になっているが、100 $\mu\text{m}$  を 0 $\mu\text{m}$  にしてから終了する。
- 20) ベクタースキャンを起動し、ウインドウに表示されている Scanner X, Scanner Y 及び Operating Point の各数値がアクティブ(黒色表示)になっていることを確認する。
- 21) メニュー [Setting→Select Scanner...] を選択し、Select Scanner ダイアログを表示して、本体に装着されているスキャナーを選ぶ。
- 22) メニュー [Cantilever→Calibration...] を選択し、Calibration ダイアログを表示して、X, Y 及び Z 方向の印可電圧係数を 1 に設定する。
- 23) メニュー [Cantilever→Initialize XY Position] を選択し、スキャナーの X 及び Y の位置を初期化する。
- 24) メニュー [Setting→Signal Display Panel...] を選択して、Signal Display Panel ダイアログを表示させる。Operating Point を 0V, Signal を Vertical に設定し、AFM ヘッドの左側にあるフォトディテクター調節つまみ(奥側)を調節して、AFM ユニット前面の信号表示パネルに表示される数値を 0 にする。これにより、OP の 0 点調整を行う。再度 Signal Display Panel ダイアログを表示して、Signal を Horizontal に設定し、フォトディテクター調節つまみ(手前側)を調節して、信号表示パネルに表示される数値を 0 にする。共に指定の数値に調整されるまで、この操作を数回繰り返す。
- 25) メニュー [File→Open...] を選択し、「開く」ダイアログを表示してプログラムファイルを読み込む。
- 26) メニュー [File→Execute...] を選択して、Execute Command ダイアログを表示させる。Continuous ボタンを押して、プログラムを連続実行させる。各メニューの動作は、表

2.9 に示す。

Table 2.9 メニューの動作

	Menu	Operation
File	Open...	プログラムファイルを開く。
	Execute...	プログラムを実行する。
	Exit	ソフトウェアを終了する。
Cantilever	FastApproach	高速アプローチを開始する。
	SlowApproach	精密アプローチを開始する。
	Up (100 $\mu$ m)	ヘッドを100 $\mu$ m上昇する。
	Up (10 $\mu$ m)	ヘッドを10 $\mu$ m上昇する。
	Up	ヘッドを上昇する。
	Stop	アプローチや上昇を中断する。
	Initialize XY Position	スキャナーを原点に移動する。
	Calibration...	スキャナーのキャリブレーションを行う。
Setting	Signal Display Panel...	信号の垂直/水平偏差の切り替え, オペレーティングポイントの設定を行う。
	Select Scanner...	スキャナーを原点に移動する選択する。
Help	About...	ソフトウェアの情報を表示する。

- 27) プログラムの実行中に光学顕微鏡で、どこに加工しているか確認し (図 2.24), ファイバーライトを消灯する。プログラムが終わったら, メニュー [Cantilever→Up] を選択してカンチレバーを上限まで上昇させ, メニュー [File→Exit] でベクタースキャンを終了する。

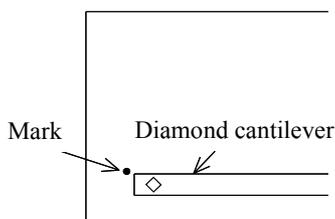


Fig.2.24 プログラム実行中の試験片を見たときのイメージ

- 28) カンチレバーホルダーを取り外し, 3 と同様に, エチルアルコールを染みこませた脱脂綿でダイヤモンドチップを清掃する。
- 29) 測定用カンチレバー(コンタクトモード用)が取り付けられているカンチレバーホルダーを AFM ヘッドに装着し, IVのねじを右に 2 周ぐらい回し, 光学顕微鏡で見たときに測定用カンチレバーが視野に入るようにする。(図 2.25)

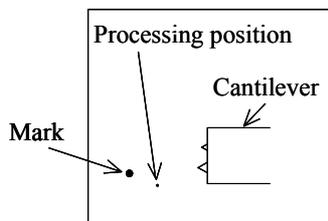


Fig.2.25 ねじを回した後の試験片を見たときのイメージ

- 30) SPM マネージャーを再び起動し, [On-Line] ボタンをクリックして, オンラインウィ

ンドウを開く。6～11, の手順でカンチレバーを試験片に近づける。(注:7については測定用カンチレバーなので, レーザースポットはカンチレバーの先端にする。)念のため, メニュー〔動作→10 $\mu$ m 上昇〕を選択し, ファイバーライトを点灯させ, プログラム実行中に確認した場所へカンチレバーの先端を移動させる(図 2.26)。観察場所が決まったら, ファイバーライトを消灯する。

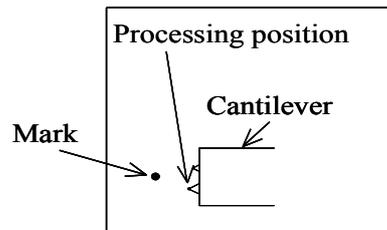


Fig.2.26 測定箇所へカンチレバーを移動させた後のイメージ

- 31) 観察条件設定ダイアログで, 走査範囲, 走査速度, 画素数, Z レンジ, OP, P ゲイン, I ゲイン, 走査モードを設定する。各値は, 以下のように設定した。走査範囲は適宜変更する。また, 自動 Z オフセットにチェックを入れる。

—実験での各種設定—

走査速度 : 2Hz	P ゲイン : 10
画素数 : 512×512	I ゲイン : 0.01
Z レンジ : ×2～×16	走査モード : カ一定
OP : 1V	

- 32) メニュー〔設定→モードとスキャナーの選択〕を選択し, モードの設定が **Contact AFM** に, スキャナーの設定が **XY 最大走査範囲 30.0 $\mu$ m** 及び **Z 最大走査範囲 5.0 $\mu$ m** になっているかを確認する。
- 33) パネル表示ダイアログの縦方向偏差にチェックを入れ, AFM ヘッドにある V のフォトディテクター調節つまみで, AFM ユニット前面の信号表示パネルに表示されている数値を -1～-1.5 に合わせる。(この値は, 観察時の OP のマイナス値とする。)このとき, 数値が正数とならないように気を付ける。続いて横方向偏差にチェックを入れ, VI のフォトディテクター調節つまみで, 信号表示パネルに表示されている数値を 0 に合わせる。縦方向及び横方向偏差共に指定の数値に調整されるまでこの操作を数回繰り返す。
- 34) メニュー〔動作→精密アプローチ〕を選択し, 精密アプローチを行う。精密アプローチが終了すると走査が始まり, オンラインウィンドウ上に画像データが表示される。走査断面形状を表示して断面形状を見ながら, 波形が画面いっぱいになるように調整

する。

- 35) 加工痕が見つかり，希望の条件で画像が得られたら，メニュー〔ファイル→保存〕を選択し，画像を保存する。加工痕が見つからなければカンチレバーを 10 $\mu\text{m}$  上昇させて，少し動かし，33，34 の操作を繰り返す。
- 36) メニュー〔動作→上昇〕を選択し，カンチレバーを上限まで上昇させる。クランプレバーを緩めて AFM ヘッドを後方へずらし，ピンセットを用いて試験片を取り出す。AFM ヘッドを戻し，プラスチックカバーを被せる。
- 37) メニュー〔ファイル→アプリケーションの終了〕を選択し，オンラインウィンドウを閉じて，SPM マネージャーを終了する。パーソナルコンピュータを終了し，モニター及び制御ユニットの電源を切る。

#### 2.4.4 AFM の画像処理方法

AFM で試験片を観察して画像が得られたら，以下の方法で画像処理を行う。

- ① SPM マネージャーの〔Off-Line〕ボタンをクリックして，オフラインウィンドウを表示させ，メニュー〔ファイル→一覧表示〕を選択し，一覧表示のダイアログを表示する。
- ② 一覧表示の中にある処理したい画像の高さトレースを開き，オフラインウィンドウにその画像を表示させる。
- ③ メニュー〔画像処理→マクロの設定と実行〕を選択して，マクロの設定と実行ダイアログを表示し，登録済みマクロの一覧から島津型補正を選んで読み込む。〔マクロの実行〕ボタンをクリックしてマクロを実行する。
- ④ メニュー〔画像処理→ノイズラインの除去〕を選択し，自動選択を選択する。
- ⑤ メニュー〔ファイル→保存〕を選択し，処理を行った画像を保存する。
- ⑥ メニュー〔ファイル→アプリケーションの終了〕を選択し，オフラインウィンドウを閉じて，SPM マネージャーを終了する。

#### 2.4.5 加工痕の測定方法

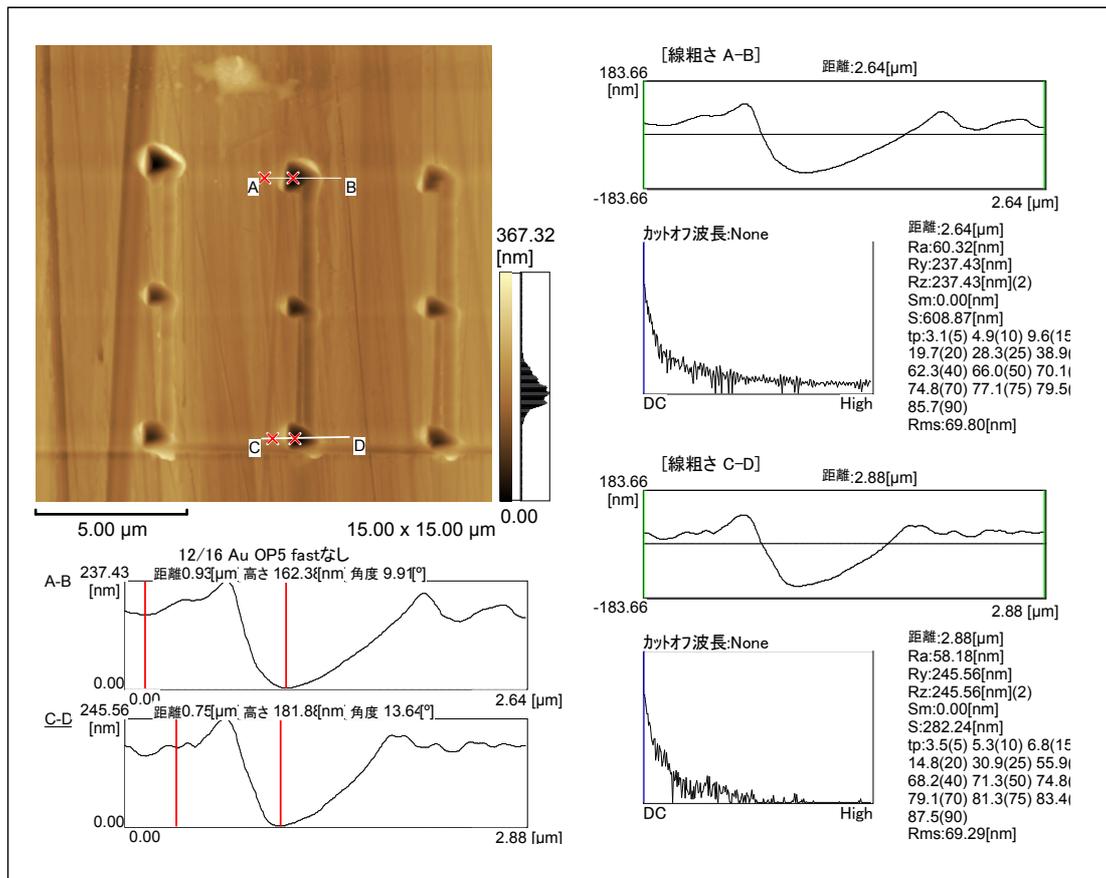
- ① SPM マネージャーの〔Off-Line〕ボタンをクリックして，オフラインウィンドウを表示させ，メニュー〔ファイル→一覧表示〕を選択し，一覧表示のダイアログを表示する。
- ② 一覧表示ダイアログの中から，処理後の画像を選択して開き，オフラインウィンドウにその画像を表示させる。
- ③ メニュー〔画像解析→断面形状〕を選択し，断面形状ダイアログを表示させる。図 2.27 に，その断面形状解析画面の例を示す。断面形状ダイアログの AFM 画像内でマウスの左ボタンをクリックし，ドラッグしてボタンを離すと，画像内に図 2.27(a)のように線が引かれ画像の下に断面曲線が表示される。

- ④ 断面曲線内でマウスの左ボタンをクリックすると、赤い線が表示され、その赤い線をドラッグするともう一本同様の線が引かれる。また、赤い線を引いた位置に対応して、AFM 画像内に赤い×印が表示される。これら 2 つの×印の距離、その位置での試験片表面の高低差及び角度は、断面曲線の直上に表示される。この機能を利用して、加工痕形状の測定を行う。

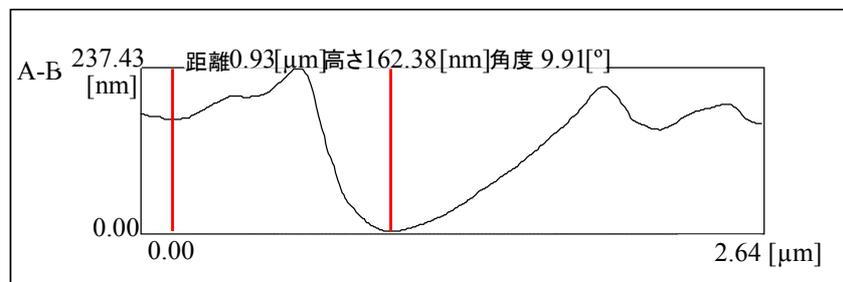
◆ 加工痕の測定方法

図 2.27 に深さの測定方法を示す。深さの測定は、谷部分と平坦部分の高低差を測ることにより行う。図 2.27 の場合、深さは 162.38nm と読み取れる。

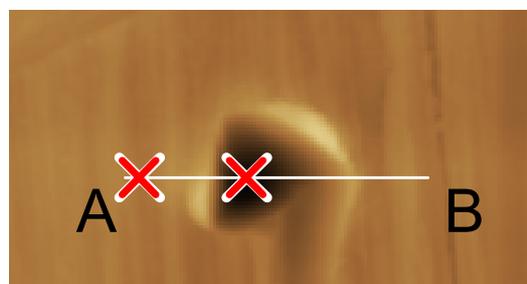
- ⑤ メニュー [ファイル→アプリケーションの終了] を選択し、オフラインウィンドウを閉じて、SPM マネージャーを終了する。



(a)解析画面



(b)断面曲線



(c)深さの測り方

Fig.2.27 加工痕の測定

### 第3章 ナノインデンテーション実験

#### 3.1 加工方法

スライドガラス上に蒸着させたカーボン蒸着膜に対して押し込み加工を行った。押し込み加工の大まかな流れを図 3.1 に示す。まず、加工開始位置に移動後、負荷を加え、30 秒間そのままの状態を維持してからピエゾ素子による除荷を行い、 $5\mu\text{m}$  移動後、再び負荷を加え、9 点の加工を行った。加工のレイアウトを図 3.2 に示す。①から⑨の順に  $5\mu\text{m}$  間隔で 9 点加工を行った。加工荷重については、カンチレバー2 で  $OP=2, 4, 6[\text{V}]$  とした。それぞれの加工荷重で 3 回ずつ加工を行った。加工プログラムを図 3.3 に示す。



Fig.3.1 押し込み加工の流れ

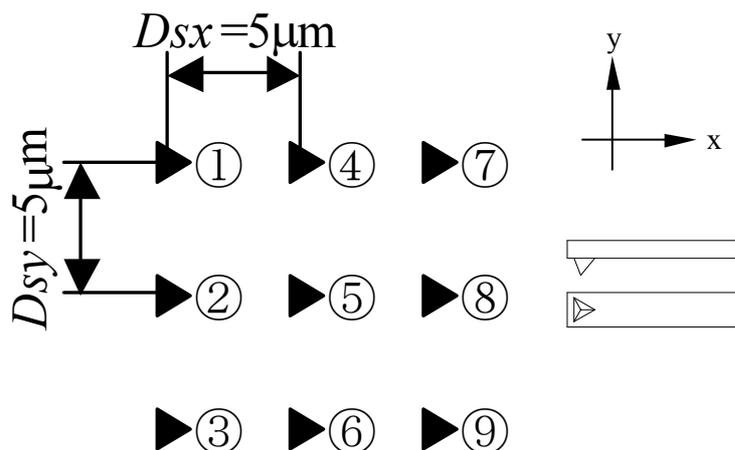


Fig.3.2 加工のレイアウト

```

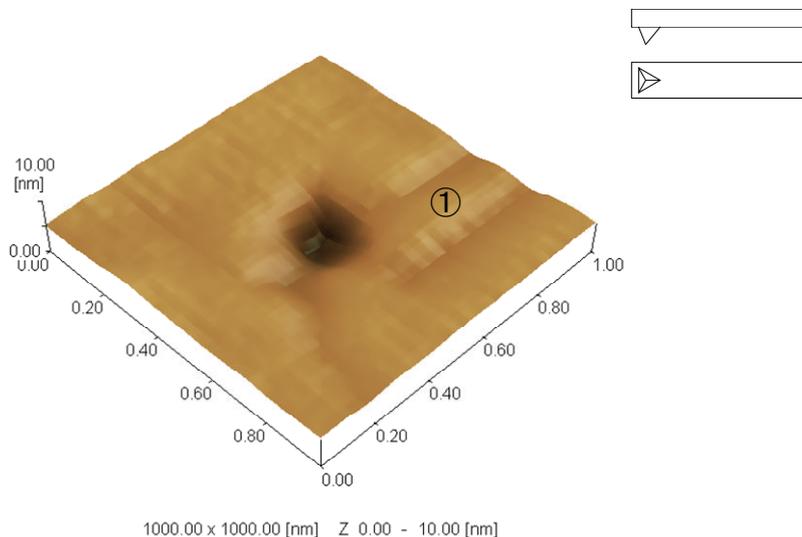
ScannerSetSpeed 10 // スキャナスピードを30.6μm/secに設定
scannermovex -5 // スキャナをX座標-5μmへ移動
scannermovey 5 // スキャナをY座標-5μmへ移動
SetOP 3 // オペレーティングポイントを3Vに設定
SlowApproach // ピエゾ素子による加工開始
wait 30 // 30秒静止
SetOP -10 // ピエゾ素子による上昇
scannermovex -5
scannermovey 1.23
SetOP 3
SlowApproach
wait 30
SetOP -10
scannermovex -5
scannermovey -2.21
SetOP 3
SlowApproach
wait 30
SetOP -10
scannermovex -1.05
scannermovey 5
SetOP 3
SlowApproach
wait 30
SetOP -10
scannermovex -1.05
scannermovey 1.23
SetOP 3
SlowApproach
wait 30
SetOP -10
scannermovex -1.05
scannermoveY -2.21
SetOP 3
SlowApproach
wait 30
SetOP -10
scannermovex 2.26
scannermovey 5
SetOP 3
SlowApproach
wait 30
SetOP -10
scannermovex 2.26
scannermovey 1.23
SetOP 3
SlowApproach
wait 30
SetOP -10
scannermovex 2.26
scannermoveY -2.21
SetOP 3
SlowApproach
wait 30
SetOP -10
scannermovex 4
scannermoveY -4
tinylittleUp // モーターにより10μm上昇
scannermovex 0
scannermovey 0
SetOP 0

```

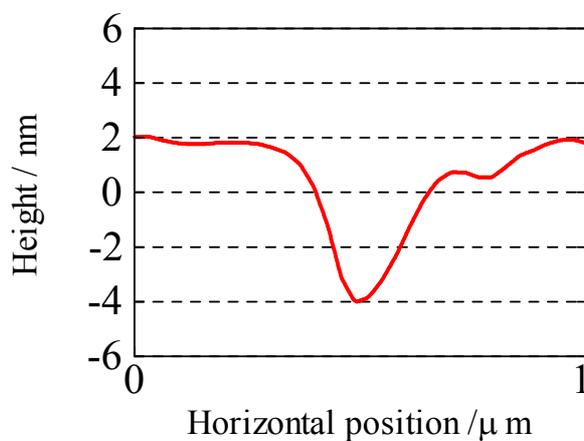
Fig.3.3 加工プログラム

### 3.2 実験結果

図 3.4 にカーボン蒸着膜に加工した加工痕の AFM 像を示す. 図の(a)は加工痕の三次元像, (b)は加工痕を通るように左右方向にとった断面曲線である.



(a) 3次元像



(b) 断面曲線

Fig.3.4 加工痕の AFM 像 (カーボン蒸着膜,  $F=290\mu\text{N}$ )

図 3.4 の①のように浅い線がある場合がある. これは, ピエゾスキャナーを用いて除荷を行ってもカンチレバーが試験片に接触しており, そのまま引きずったためだと考えられる. また, このような線は, カンチレバーのたわみが大きいときに生じやすい. また, 加工痕の形状はダイヤモンドチップの形状である三角錐になることが予想されるが, 加工痕は図 3.4 からわかるように綺麗な三角錐形状にはなっていない.

図 3.5 にカーボン蒸着膜試験片における加工荷重と加工深さの関係を示す。図より荷重に対する加工痕の深さにはかなりのばらつきが見られる。ばらつきは大きいものの、平均値でみると深さはほぼ荷重に比例し、加工荷重  $140\mu\text{N}$  で深さ  $2\sim 4\text{nm}$ ,  $290\mu\text{N}$  で  $4\sim 10\text{nm}$ ,  $400\mu\text{N}$  で  $7\sim 11\text{nm}$  程度の加工ができることがわかる。

カーボン蒸着膜試験片と比較するため、図 3.6, 図 3.7 にアルミニウム試験片, 金試験片における加工荷重と加工深さの関係を示す。アルミニウム, 金についてもカーボン蒸着膜と同様に荷重に対する深さにばらつきがみられるが、平均値でみると深さはほぼ比例し、アルミニウムについては、加工荷重  $50\mu\text{N}$  で深さ  $10\text{nm}\sim 20\text{nm}$ ,  $200\mu\text{N}$  で  $50\sim 120\text{nm}$ ,  $300\mu\text{N}$  で  $120\sim 240\text{nm}$  程度の加工, 金については加工荷重  $50\mu\text{N}$  で深さ  $10\text{nm}\sim 25\text{nm}$ ,  $200\mu\text{N}$  で  $50\sim 120\text{nm}$ ,  $300\mu\text{N}$  で  $110\sim 240\text{nm}$  程度の加工ができることがわかる。

ばらつきを変動係数<sup>(14)</sup>を用いて評価する。変動係数とは、標準偏差を、平均値を基準としてパーセントで表したものであり、(3.1)式から求められる。

$$v = \frac{s}{\bar{d}} \times 100 \quad (\%) \quad (3.1)$$

$v$ : 変動係数

$s$ : 標準偏差

$\bar{d}$ : 深さの平均値

図 3.8 にカーボン蒸着膜, アルミニウム, 金の変動係数を比較したものを示す。金やアルミニウムと比較するとカーボン蒸着膜は変動係数は小さくなっている。

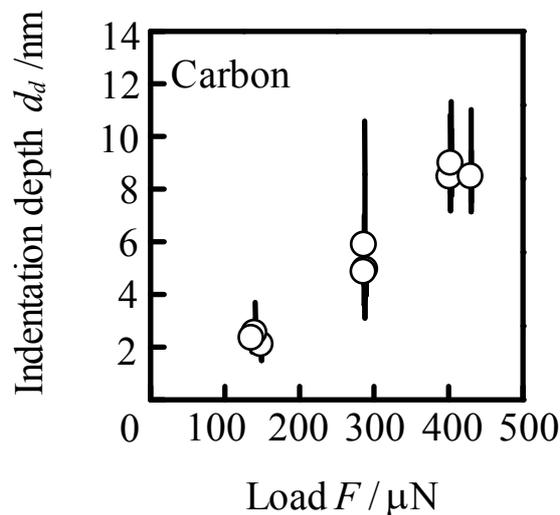


Fig.3.5 加工荷重と加工深さの関係 (カーボン蒸着膜)

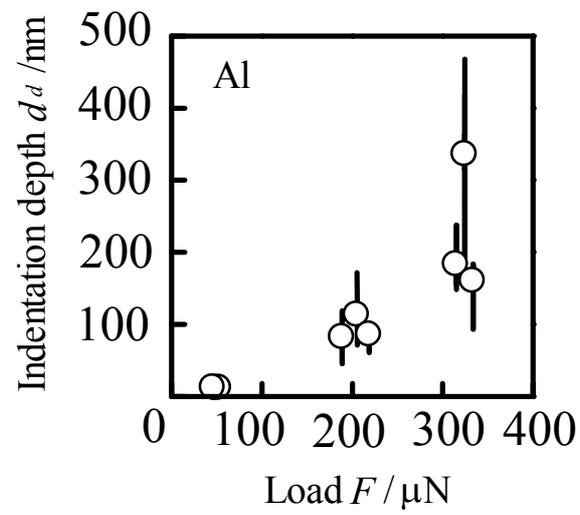


Fig.3.6 加工荷重と加工深さの関係 (アルミニウム)

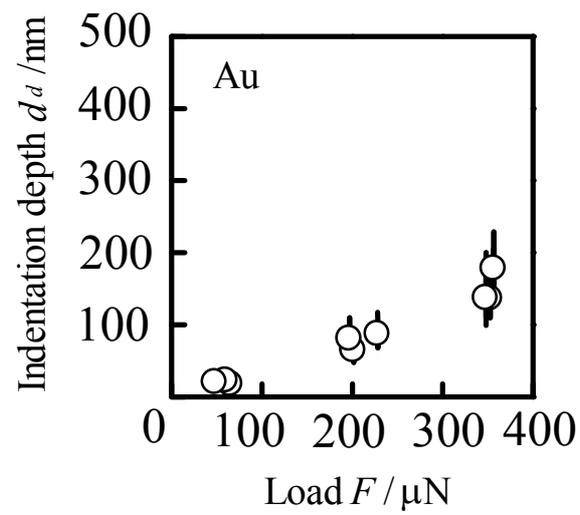


Fig.3.7 加工荷重と加工深さの関係 (金)

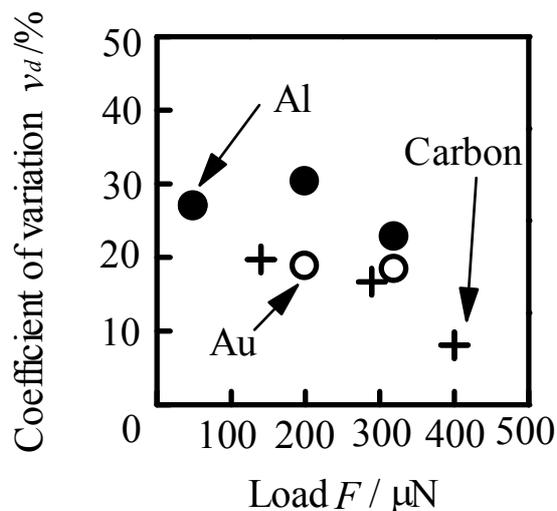


Fig.3.8 加工深さの変動係数

### 3.2.1 加工プログラムの検討

カーボン蒸着膜に加工を行った際に、図 3.9 のように、加工痕を 1 列目 (L1), 2 列目 (L2), 3 列目 (L3) とすると、1 列目 (L1) だけが深くなっていることに気づいた。図 3.10 に L1, L2, L3 の加工深さの平均値を示す。図より、L2 と L3 はほぼ同じ値をとっているが、L1 は大きな値をとっている。これは、加工後、ピエゾ素子による除荷を行った際にカンチレバーの上昇が十分ではなく、次の加工場所へ移動した際に、L1 の加工前と同じ高さになっていないことが原因ではないかと考えられる。そこで、押し込み加工を行った後に、ピエゾ素子による除荷を行い、 $5\mu\text{m}$  位置を移動後、モーターにより、 $10\mu\text{m}$  上昇させるようにした。ピエゾ素子で除荷を行った後に移動するのは、モーターによる上昇を行うとモーターのバックラッシュによりカンチレバーが試験片と接触し、加工してしまうことがあるからである。また、移動距離を  $5\mu\text{m}$  にした理由は、移動距離が短いと図 3.11 のように、加工痕とバックラッシュによる加工の跡が重なってしまい、加工痕の深さを測定する際に邪魔になってしまう。そのため、十分な距離をとるため  $5\mu\text{m}$  移動させることにした。

図 3.12 に改良した加工プログラムでの加工イメージを示す。図中のドットは、モーターによる上昇を表している。

図 3.13 に改良した加工プログラムを示す。

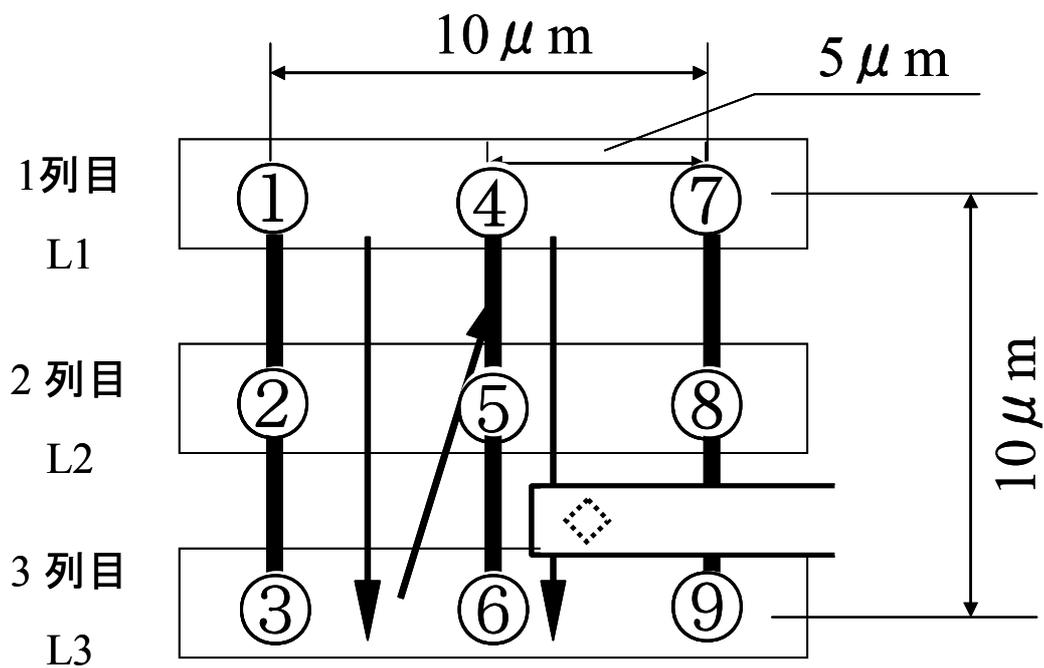


Fig.3.9 従来の加工プログラムでの加工イメージ

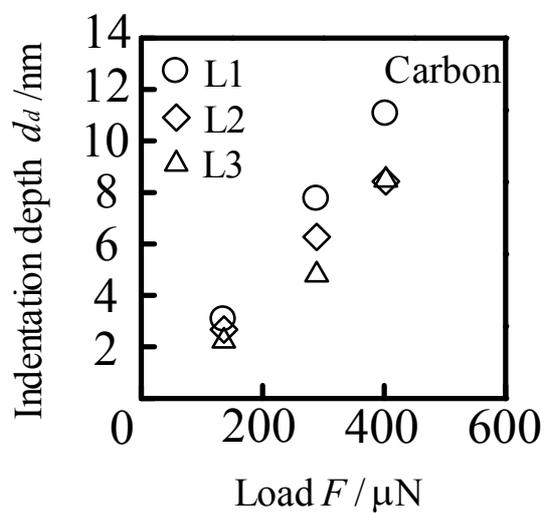


Fig.3.10 カーボン蒸着膜の加工荷重と加工深さの関係

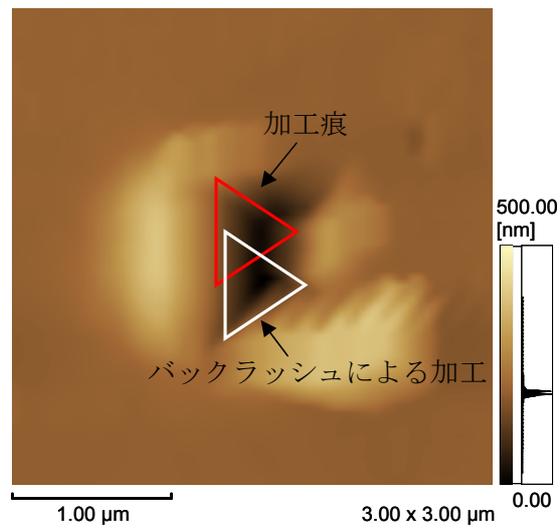


Fig.3.11 加工痕とバックラッシュによる加工が重なった場合 (アルミニウム  $F=320\mu\text{N}$ )

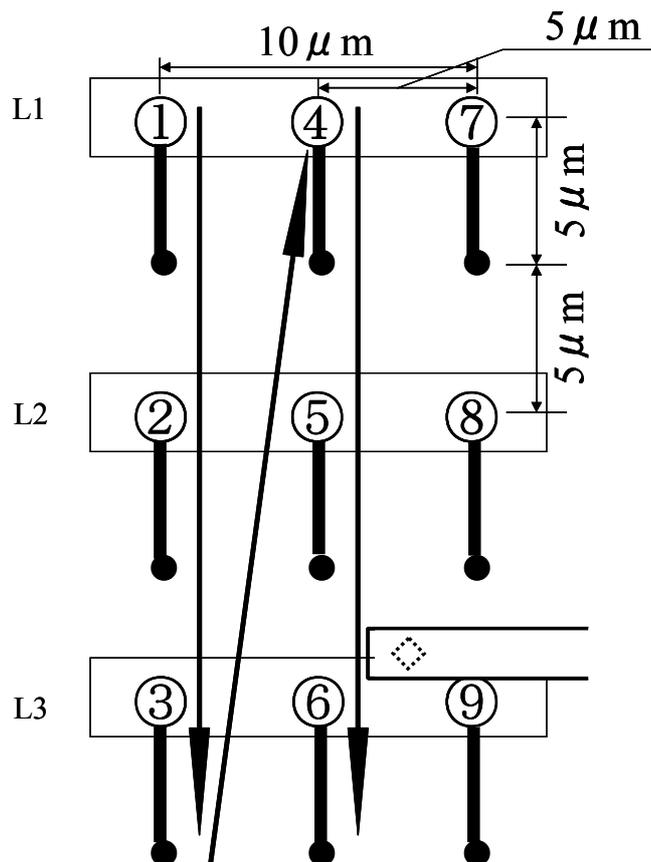


Fig.3.12 改良した加工プログラムでの加工イメージ

```

ScannerSetSpeed 10 // スキャナスピードを30.6μm/secに設定
ScannerMoveX -5 // スキャナをX座標-5μmへ移動
ScannerMoveY 5 // スキャナをY座標5μmへ移動
SetOP 3 // オペレーティングポイントを3Vに設定
SlowApproach // ピエゾ素子による加工開始
Wait 30 // 30秒静止
SetOP -10 // ピエゾ素子による上昇
ScannerMoveX -5
ScannerMoveY 1.23
TinyLittleUp // モーターにより10μm上昇
ScannerMoveX -5
ScannerMoveY -2.21
SetOP 3
SlowApproach
Wait 30
SetOP -10
ScannerMoveX -5
ScannerMoveY -5.53
TinyLittleUp
ScannerMoveX -5
ScannerMoveY -8.78
SetOP 3
SlowApproach
Wait 30
SetOP -10
ScannerMoveX -5
ScannerMoveY -11.97
TinyLittleUp
ScannerMoveX -1.05
ScannerMoveY 5
SetOP 3
SlowApproach
Wait 30
SetOP -10
ScannerMoveX -1.05
ScannerMoveY 1.23
TinyLittleUp
ScannerMoveX -1.05
ScannerMoveY -2.21
SetOP 3
SlowApproach
Wait 30
SetOP -10
ScannerMoveX -1.05
ScannerMoveY -5.53
TinyLittleUp
ScannerMoveX -1.05
ScannerMoveY -8.78
SetOP 3
SlowApproach
Wait 30
SetOP -10
ScannerMoveX -1.05
ScannerMoveY -11.97
TinyLittleUp
ScannerMoveX 2.26
ScannerMoveY 5
SetOP 3
SlowApproach
Wait 30
SetOP -10
ScannerMoveX 2.26
ScannerMoveY 1.23
TinyLittleUp
ScannerMoveX 2.26
ScannerMoveY -2.21
SetOP 3
SlowApproach
Wait 30
SetOP -10
ScannerMoveX 2.26
ScannerMoveY -5.53
TinyLittleUp
ScannerMoveX 2.26
ScannerMoveY -8.78
SetOP 3
SlowApproach
Wait 30
SetOP -10
ScannerMoveX 2.26
ScannerMoveY -11.97
TinyLittleUp
ScannerMoveX 0
ScannerMoveY 0
SetOP 0

```

Fig.3.13 改良した加工プログラム

図 3.14 に改良した加工プログラムによる加工痕の AFM 像の例を示す。図は、9 点加工している中の一つを拡大した画像を表している。図中の赤い三角形が加工痕で、白い三角形がモーターのバックラッシュによる加工を表している。二つの三角形の間が引きずりを表している。

改良後の加工プログラムを用いて、カーボン蒸着膜に加工を行った。加工荷重については、カンチレバー1 を用いて 140, 290, 400μN の荷重でそれぞれ 3 回ずつ加工を行った。

図 3.15 に改良前後のカーボン蒸着膜の加工荷重と加工深さの関係の比較を示す。改良前

に比べると L2, L3 が改良前の L1 とほぼ同じ値を取り、ばらつきが小さくなったことがわかる。

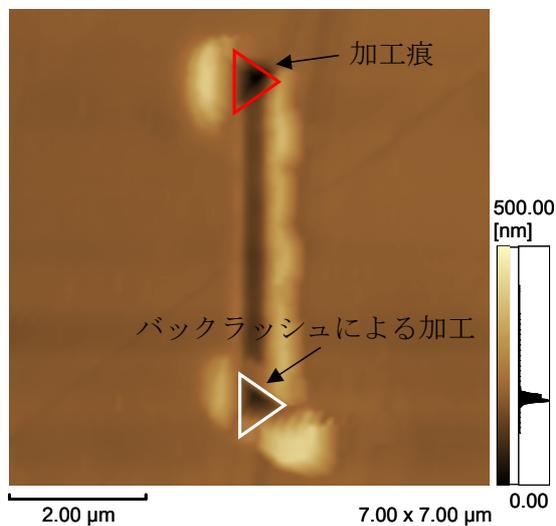


Fig.3.14 改良した加工プログラムによる加工痕 (アルミニウム,  $F=320\mu\text{N}$ )

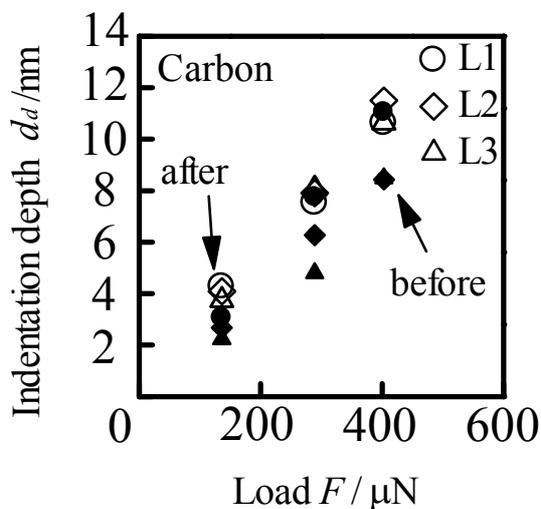


Fig.3.15 改良前後のカーボン蒸着膜の加工荷重と加工深さの関係の比較

図 3.16 に改良後のカーボン蒸着膜試験片における加工荷重と加工深さの関係を示す。図よりかなりばらつきが少なくなったことがわかる。また、加工荷重  $140\mu\text{N}$  で深さ  $4\sim 5\text{nm}$ 、 $290\mu\text{N}$  で  $7\sim 9\text{nm}$ 、 $400\mu\text{N}$  で  $10\sim 12\text{nm}$  程度の加工ができ、加工深さは加工荷重にほぼ比例することがわかった。

図 3.17 に改良前と改良後のカーボン蒸着膜の変動係数を比較したものを示す。改良後の方が変動係数が小さく、ばらつきが小さくなったことがわかる。

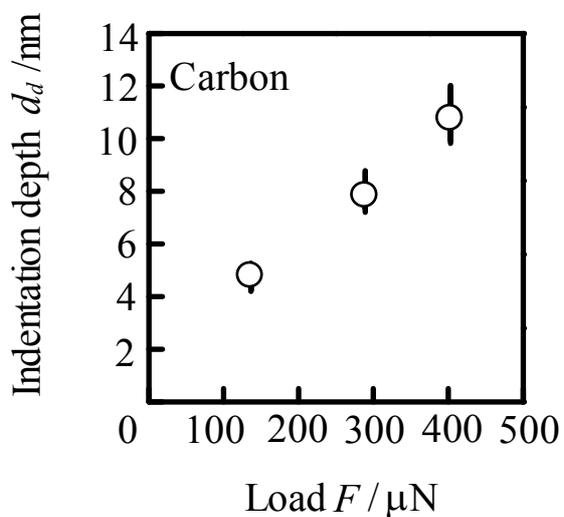


Fig.3.16 加工荷重と加工深さの関係 (カーボン蒸着膜)

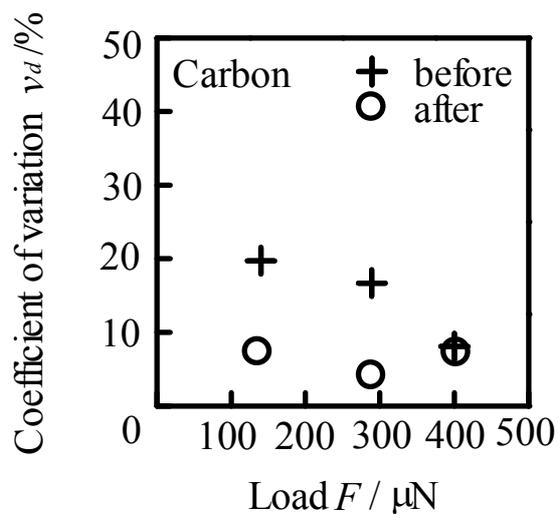


Fig.3.17 変動係数

### 3.2.2 硬さ相当値

押し込み加工のデータを使用して、材料の硬さの評価を試みる。前述したように加工痕の外形の再現性はよくないが、加工痕の形状を図 3.18 に示す三角錐であると仮定する。 $\phi$  はアベックス角との関係より求まる。

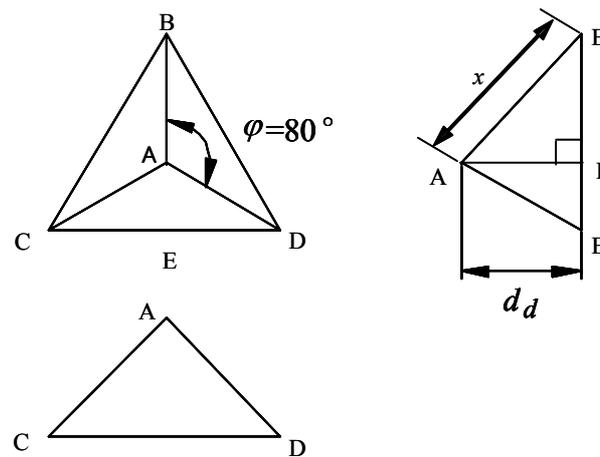


Fig.3.18 仮定した加工痕形状

加工荷重を仮定した加工痕の表面積で除した値を硬さ相当値  $HVe$  とした. 実験で得られた加工痕の深さ  $d_d$  を用いて, (3.2) 式のように硬さ相当値  $HVe$  を求めた.

$$HVe = 0.102 \frac{F}{S_e} = \frac{0.102 F}{\frac{9d_d^2 \sin \varphi}{2(1 + 2 \cos \varphi)}} \approx 0.031 \frac{F}{d_d^2} \quad (3.2)$$

ここで,

$HVe$ : 硬さ相当値

$F$ : 加工荷重 N

$S_e$ : 加工痕の表面積  $\text{mm}^2$

$d_d$ : 加工痕の深さ mm

$\varphi$ : 側面の頂角  $^\circ$

また, 加工痕の表面積  $S_e$  は以下のように求めた.

$$AB=AC=AD=x \quad \text{と仮定すると, } BC=CD=DB=2x \sin \frac{\varphi}{2}$$

$$BE = \cos 30^\circ \times 2x \sin \frac{\varphi}{2} = \sqrt{3}x \sin \frac{\varphi}{2}$$

F は  $\triangle BCD$  の重心なので  $BF:FE=2:1$

$$BF = \sqrt{x^2 - d_d^2} = \frac{2\sqrt{3}}{3} x \sin \frac{\varphi}{2}$$

$$x = \frac{1}{\sqrt{1 - \frac{4}{3} \sin^2 \frac{\varphi}{2}}} d_d$$

$$\triangle ABD \text{ の面積は } \frac{1}{2} \times x \cos \frac{\varphi}{2} \times 2x \sin \frac{\varphi}{2} = x^2 \sin \frac{\varphi}{2} \cos \frac{\varphi}{2}$$

$$x \text{ に } x = \frac{1}{\sqrt{1 - \frac{4}{3} \sin^2 \frac{\varphi}{2}}} d_d \text{ を代入}$$

$$\triangle ABD = \frac{\sin \frac{\varphi}{2} \cos \frac{\varphi}{2}}{1 - \frac{4}{3} \sin^2 \frac{\varphi}{2}} d_d^2 = \frac{3 \sin \frac{\varphi}{2} \cos \frac{\varphi}{2}}{3 - 4 \sin^2 \frac{\varphi}{2}} d_d^2$$

加法定理を用いて整理すると

$$\triangle ABD = \frac{3 \sin \frac{\varphi}{2} \cos \frac{\varphi}{2}}{3 - 4 \sin^2 \frac{\varphi}{2}} d_d^2 = \frac{3 \sin \varphi}{2(1 + 2 \cos \varphi)} d_d^2$$

よって、加工痕の表面積  $S_e$  は

$$S_e = 3 \times \frac{3 \sin \varphi}{2(1 + 2 \cos \varphi)} d_d^2 = \frac{9 \sin \varphi}{2(1 + 2 \cos \varphi)} d_d^2$$

図 3.19 にカーボン蒸着膜の硬さ相当値  $HV_e$  と加工荷重の関係を示す。参考のためスライドガラスのビッカース硬さを点線で示す。ここで、スライドガラスのマクロな領域でのビッカース硬さは、530HV0.1 である。加工荷重 140 $\mu$ N での  $HV_e$  の平均は 200000、290 $\mu$ N での  $HV_e$  の平均は 160000、400 $\mu$ N での  $HV_e$  の平均は 120000 であり、基板に使用したスライドガラスのマクロの領域での硬さに比べて非常に大きい値となっている。また、加工荷重が小さくなるに従い  $HV_e$  は大きくなっている。

図 3.20 にアルミニウムの硬さ相当値  $HV_e$  と加工荷重の関係を示す。ここで、アルミニウムのマクロな領域でのビッカース硬さは、44HV0.1 である。加工荷重 360 $\mu$ N での  $HV_e$  の平均は 450 であり、マクロの領域での硬さに比べて非常に大きな値となっている。カーボン蒸着膜に比べると加工荷重による硬さ相当値の違いが大きい。また、加工荷重が小さいところではばらつきが非常に大きく、加工荷重が小さくなるに従い  $HV_e$  は大きくなっている。

図 3.21 に金の硬さ相当値  $HV_e$  と加工荷重の関係を示す。ここで、金のマクロな領域でのビッカース硬さは、34HV0.1 である。加工荷重 350 $\mu$ N での  $HV_e$  の平均は 570 であり、アルミニウムと同様にマクロな領域での硬さに比べて非常に大きな値となっており、カーボン蒸着膜に比べると加工荷重による  $HV_e$  の違いが大きく、加工荷重が小さくなるに従い  $HV_e$

は大きくなっている.

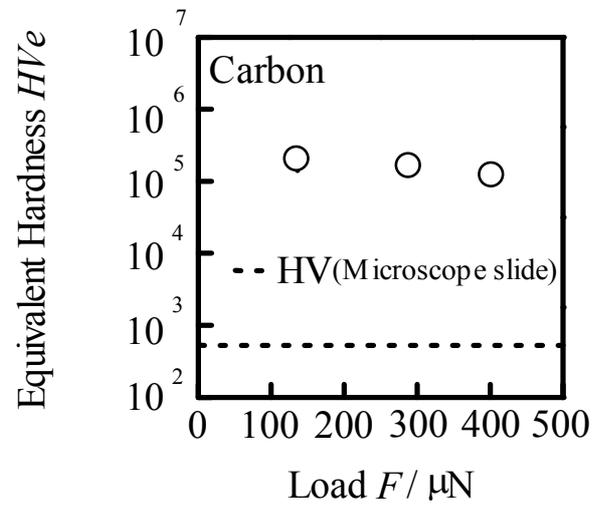


Fig.3.19 硬さ相当値  $HVe$  と加工荷重の関係 (カーボン蒸着膜)

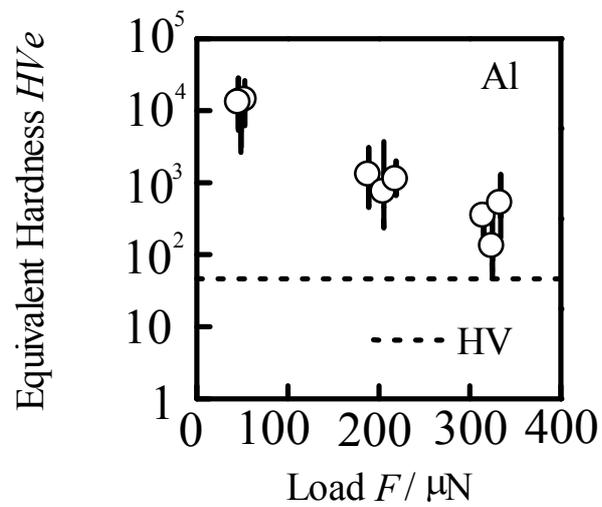


Fig.3.20 硬さ相当値  $HVe$  と加工荷重の関係 (アルミニウム)

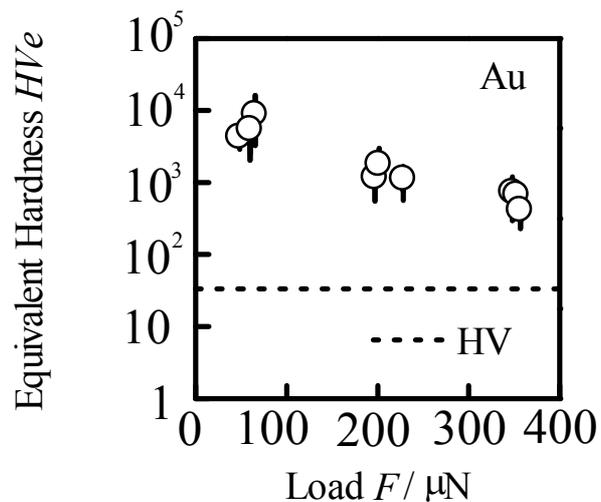


Fig.3.21 硬さ相当値  $HVe$  と加工荷重の関係 (金)

図3.22にAFMにより測定した加工痕に仮定した三角錐が同じ深さになる場合の加工痕を重ねたものを示す。図の実線はAFMにより測定した加工痕を三角形状に近似したものを表しており、点線は仮定した三角錐の加工痕を表している。図より、実際の加工痕は仮定した加工痕よりも大きいことがわかる。これは、カンチレバーのごく先端では図3.18の形状になっていないこと、カンチレバーが試験片に対して傾いていること、片持ちレバーのため、圧子に回転が起きることなどが原因と考えられる。

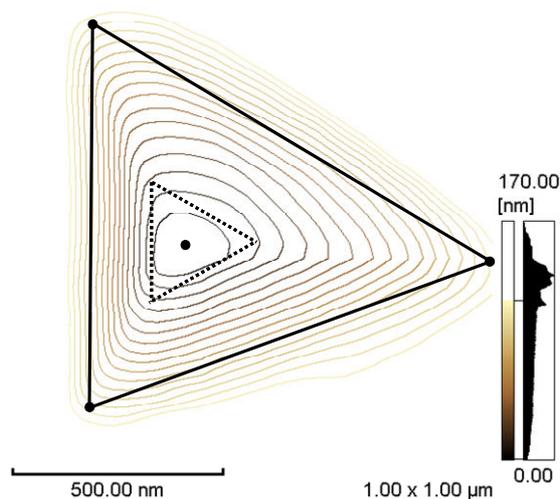


Fig.3.22 AFMにより測定した加工痕と仮定した三角錐の比較 (アルミニウム  $F=320\mu\text{N}$ )

そこで、実際の加工痕の測定結果より、ある深さでの加工痕の断面形状と深さを元に圧痕の形状を三角錐と近似し、加工痕の表面積を求めた。以下にその手順を示す。

- ① AFM の画像処理方法に従い、画像を処理し、加工痕の深さを測定した画像を、オフラインウインドウに表示する。
- ② メニュー[画像処理→画像拡大]を選択する。
- ③ 画像上で右クリックし、サイズを選択し、拡大するサイズを入力する。  
拡大するサイズは、加工痕が画像全体になるようなサイズにする。
- ④ 画像の左上に、③で入力したサイズの正方形が表示されるので、加工痕に移動させ、OK ボタンを押す。
- ⑤ 拡大された画像が、オフラインウインドウに表示されたら、メニュー[画像処理→解像度を変換]を選択し、512×512 を選択する。
- ⑥ メニュー[画像表示→レンジ変更]を選択し、レンジを入力する。  
指定するレンジは、加工痕の深さと同程度の値を入力する。
- ⑦ メニュー[画像表示→等高線設定]を選択し、ライン数を16にする。
- ⑧ メニュー[画像表示→等高線表示]を選択し、表示された画像を倍率150%で印刷する。
- ⑨ 印刷した画像の等高線の10本目程度で等高線が三角形状になっている一番高い等高線を選び、同一等高線上に図3.23のように三角形の頂点と思われる3点を記入する。  
選んだ等高線の高さをメニュー[画像表示→等高線設定]で確認する。

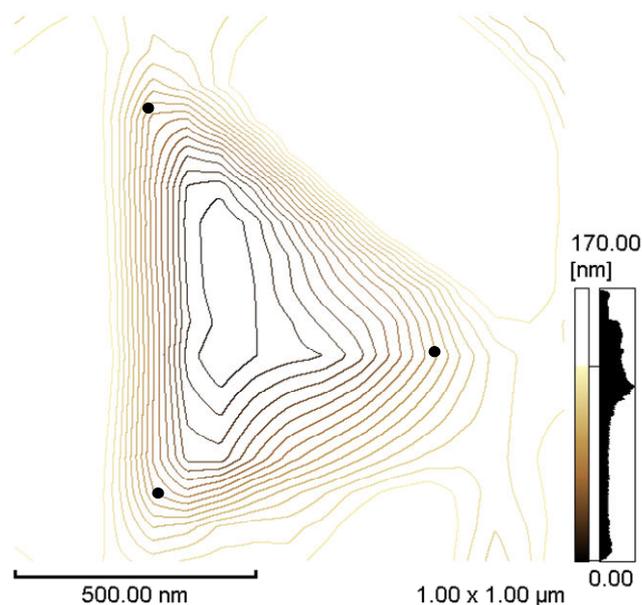


Fig.3.23 点を記入したときの例

- ⑩ 等高線の一番低いラインの中心に点を取り、図3.24のように4点を線で結ぶ。

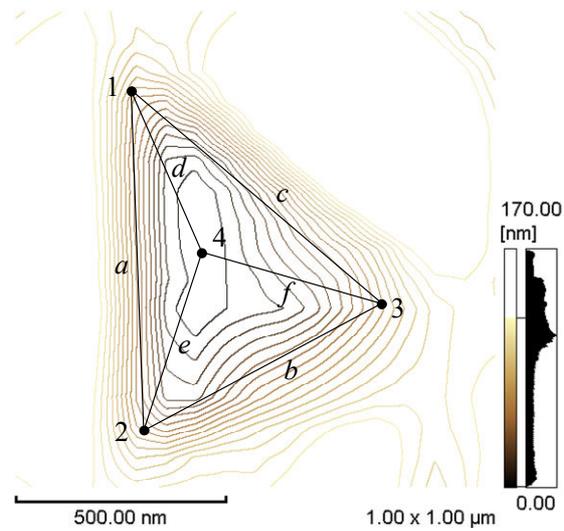


Fig.3.24 4点を線で結んだときの例

- ① 各線の長さを定規で測定する．縮尺の 500nm の長さも定規で測定する．
- ② 加工痕の形状を図 3.25 のように仮定し，各線と等高線の高さ，加工痕の深さから加工痕の表面積を計算する．

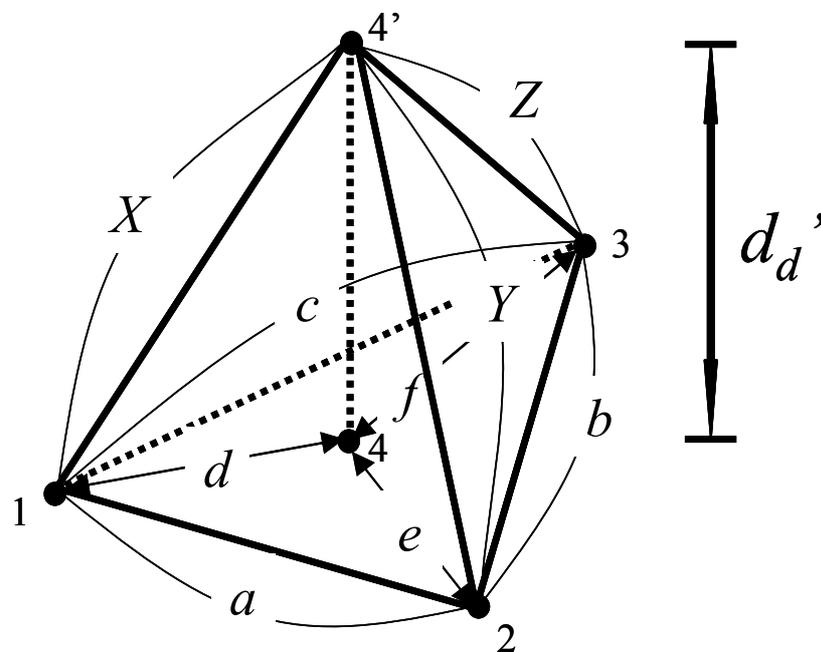


図 3.25 加工痕から仮定した三角錐

選んだ等高線の高さ  $d_d'$  と  $d$ ,  $e$ ,  $f$  を用いて  $X$ ,  $Y$ ,  $Z$  を求める.

$$X = \sqrt{d^2 + d_d'^2}$$

$$Y = \sqrt{e^2 + d_d'^2}$$

$$Z = \sqrt{f^2 + d_d'^2}$$

ここで,  $\triangle 124'$  の表面積を  $S_a$ ,  $\triangle 234'$  の表面積を  $S_b$ ,  $\triangle 134'$  の表面積を  $S_c$  とするとヘロンの式より

$$S_a = \sqrt{\frac{a+X+Y}{2} \left(\frac{a+X+Y}{2} - a\right) \left(\frac{a+X+Y}{2} - X\right) \left(\frac{a+X+Y}{2} - Y\right)}$$

$$S_b = \sqrt{\frac{b+Y+Z}{2} \left(\frac{b+Y+Z}{2} - b\right) \left(\frac{b+Y+Z}{2} - Y\right) \left(\frac{b+Y+Z}{2} - Z\right)}$$

$$S_c = \sqrt{\frac{c+Z+X}{2} \left(\frac{c+Z+X}{2} - c\right) \left(\frac{c+Z+X}{2} - Z\right) \left(\frac{c+Z+X}{2} - X\right)}$$

よって, 選んだ等高線の高さ  $d_d'$  までの表面積  $S$  は,

$$S = S_a + S_b + S_c$$

加工痕の深さ  $d_d$  までの表面積  $S_{e2}$  は,

$$S_{e2} = S \times \left(\frac{d_d}{d_d'}\right)^2$$

上記の表面積の求め方を用いて, 式(3.3)のように硬さ相当値  $HVe_2$  を求めた.

$$HVe_2 = 0.102 \frac{F}{S_{e2}} \quad (3.3)$$

ここで,

$HVe_2$ : 硬さ相当値

$F$ : 加工荷重 N

$S_{e2}$ : 加工痕の表面積  $\text{mm}^2$

まず, 加工深さが深いアルミニウムと金について硬さ相当値  $HVe_2$  を求めてみた. 図 3.26 にアルミニウム, 図 3.27 に金の硬さ相当値  $HVe_2$  と加工荷重の関係を示す. 図の点線は, ビッカース硬さの値を示している. ばらつきは大きい, アルミニウム, 金ともにビッカース硬さに近い値を取り, 荷重による違いも小さくなっている. 荷重の小さいときの方が, ばらつきが大きい. その原因としては, 荷重が小さい場合は, 加工痕が図 3.28 のような形

状のため、図 3.24 のような三角形を取ることが難しく、一番低い等高線の中心を三角形の中心とし、同一等高線上に正三角形になるように三角形を近似したためだと考えられる。

図 3.29 にカーボン蒸着膜に加工した結果から求めた硬さ相当値  $HV_{e2}$  と加工荷重の関係を示す。参考のためスライドガラスのビッカース硬さを点線で示す。カーボン蒸着膜の  $HV_{e2}$  はスライドガラスのビッカース硬さに近い値をとっているが、ばらつきが大きい。カーボン蒸着膜には、加工深さが浅い加工しか出来ておらず、図 3.4 からわかるように、三角形をしていない。全ての加工痕で図 3.28 のように三角形をとり、表面積を求めたので、アルミニウムや金に比べるとばらつきが大きくなっていると考えられる。

図 3.30 にスライドガラスとカーボン蒸着膜の硬さ相当値  $HV_{e2}$  を比較したものを示す。スライドガラスは、加工荷重  $200\mu\text{N}$  で  $HV_{e2}$  の平均は 690、加工荷重  $300\mu\text{N}$  で  $HV_{e2}$  の平均は 720 である。カーボン蒸着膜は、加工荷重  $200\mu\text{N}$  で  $HV_{e2}$  の平均は 1010、加工荷重  $300\mu\text{N}$  で  $HV_{e2}$  の平均は 1120 である。スライドガラスはビッカース硬さに近い値をとっており、カーボン蒸着膜はスライドガラスよりも大きな値となっている。カーボン蒸着膜はスライドガラスより硬いと考えられる。

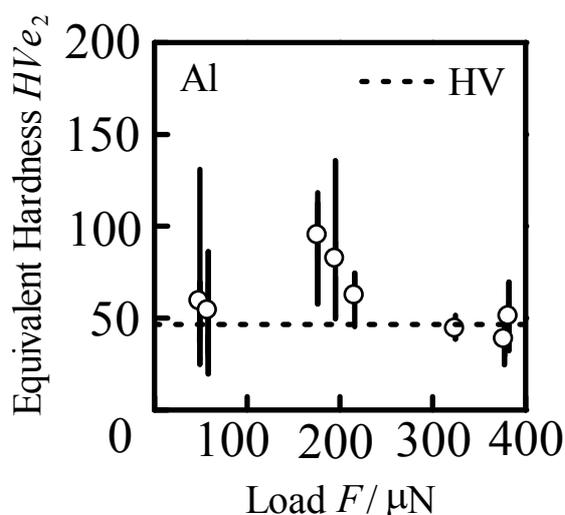


Fig.3.26 硬さ相当値  $HV_{e2}$  と加工荷重の関係 (Al)

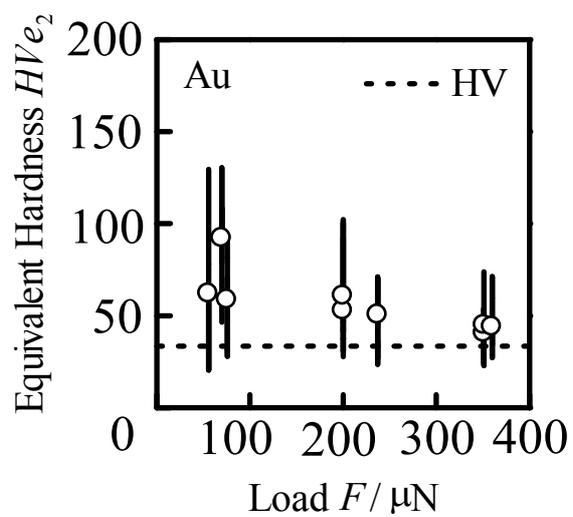


Fig.3.27 硬さ相当値  $HVe_2$  と加工荷重の関係 (Au)

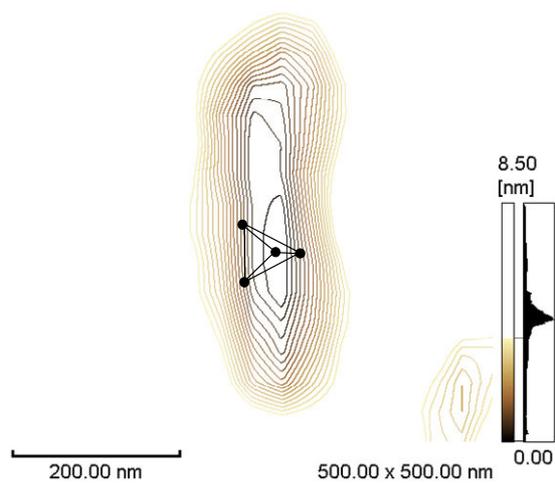


Fig.3.28 深さの浅い加工痕

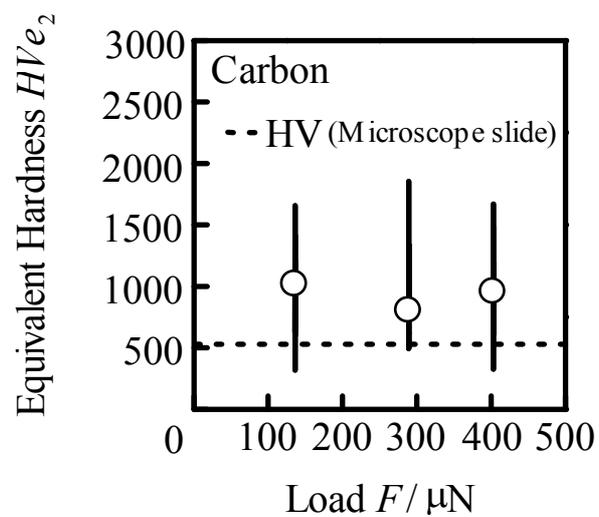


Fig.3.29 硬さ相当値  $HV_{e2}$  と加工荷重の関係 (カーボン蒸着膜)

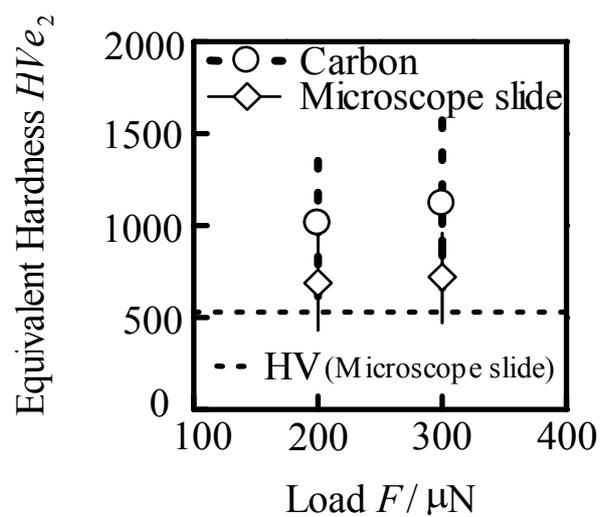


Fig.3.30 スライドガラスとカーボン蒸着膜の比較

## 第5章 結論

スライドガラス上に真空蒸着装置により蒸着させたカーボン蒸着膜に AFM を用いて押し込み加工を行い，加工形状，加工精度，深さ，硬さなどの検討を行った．また，アルミニウム，金の結果と比較し，加工方法の検討，硬さの評価法の検討した結果を以下にまとめる．

- (1) スライドガラスを基板とした膜厚 20nm のカーボン蒸着膜に AFM を用いて押し込み加工を行った．加工荷重 140  $\mu\text{N}$  で深さ 2~4nm, 290 $\mu\text{N}$  で 4~10nm, 400 $\mu\text{N}$  で 7~11nm 程度の加工ができ，加工深さは加工荷重にほぼ比例することがわかった．また，加工深さのばらつきはアルミニウム，金に比べて小さいことがわかった．
- (2) カーボン蒸着膜に押し込み加工を行った際に，加工後に piezo 素子による除荷を行った後，移動し，再度押し込み加工を行うと，加工深さが小さくなることがわかった．これは，piezo 素子による除荷ではカンチレバーの上昇が十分ではなかったためと考えられる．そこで，押し込み加工を行った後に，piezo 素子による除荷を行い位置を移動後，モーターにより，上昇させるように改良した結果，加工深さのばらつきを小さくすることができた．改良後，カーボン蒸着膜に加工を行ったところ，加工荷重 140 $\mu\text{N}$  で深さ 4~5nm, 290 $\mu\text{N}$  で 7~9nm, 400 $\mu\text{N}$  で 10~12nm 程度の加工ができた．
- (3) 硬さ相当値を加工痕がダイヤモンドカンチレバーの先端形状と等しいと仮定して求めたところ，ビッカース硬さと比べて非常に大きな値を取り，荷重が小さいほど大きな値となった．そこで，加工痕の AFM 測定結果より表面積の求め方を検討した．その結果，ばらつきはあるが，アルミニウム，金ともにビッカース硬さに近い値を取り，荷重による違いも小さくなった．

## 参考文献

- (1) 李木 経孝, 吉田 昌史 : ナノインデンテーションによる超高純度金属の機械的特性評価, 月刊トライボロジー, 2005, 19 巻 7 号, p.27-29.
- (2) 長島 伸夫, 松岡 三郎, 宮原 健介 : AFM 技術による微小硬さ測定, 日本機械学会論文集 (A 編), 1995, 61 巻 582 号, p.416-422.
- (3) 三宅 正二郎, 石井 正紀, 大竹 利明, 津嶋 尚武 : 原子間力顕微鏡によるマイカのナノメータスケールの機械加工, 精密工学会, 1997, 63 巻 3 号, p.426-430.
- (4) Chi Fo Tsang, Hui Kim Hui : Evaluation of copper thin film on SiO<sub>2</sub>/Si substrates by dynamic ultramicroindentation, SEM and AFM, SURFACE AND INTERFACE ANALYSIS, 2000, 29 巻 11 号, p.735-742.
- (5) 森口 睦弘 : 原子間力顕微鏡によるナノ加工に関する研究, 三重大学工学研究科博士前期課程論文, 2004, p.61.
- (6) 上田 剛士 : 原子間力顕微鏡を利用したナノ加工に関する研究, 三重大学工学研究科博士前期課程修士論文, 2005, p.48-64.
- (7) 近藤 恵介, 杉山 徹 : 原子間力顕微鏡を用いた加工, 三重大学工学部物理工学科卒業論文, 2008, p.30-42.
- (8) 細谷 隆憲, 野々宮 聡, 金子 健介, 田中 一作, 梅村 茂, 廣野 滋 : カーボン薄膜のナノインデンテーション特性に及ぼす膜厚の影響, 電子情報通信学会, 2003, 103 巻 532 号, p.29-32.
- (9) 小石川 琢磨, 三上 直紀, 渡辺 雄一, 梅村 茂, 廣野 滋 : カーボン薄膜の機械的特性に及ぼす熱処理の影響, 電子情報通信学会, 2003, 103 巻 532 号, p.33-36.
- (10) 服部 清一 : 超精密鍛造品のナノ表面特性に関する研究, 三重大学工学研究科博士前期課程修士論文, 2003, p.17-21.
- (11) JIS Z 2244 ビッカース硬さ試験—試験方法, 財団法人 日本規格協会, 1998.
- (12) 株式会社 島津製作所 : 島津微小硬度計 M2 取扱説明書 p.2-15.
- (13) 株式会社 島津製作所 : SPM-9500 シリーズ ベクタースキャンプログラムソフトウェア取扱説明書, 2001, p.12-13.
- (14) R.A. ディー Jr., A.L. アンダーウッド : 定量分析化学, 培風館, 1971, p.19.

## 謝辞

本研究の遂行および論文作成にあたり，終始懇切なるご指導いただきました松井正仁准教授，中村裕一准教授，鈴木実平教授，村井健一技術専門員に深く感謝いたします。

さらに，実験および考察に際して，惜しみないご協力をいただいたナノプロセッシング研究室坂野旭臣氏ならびにナノプロセッシング研究室諸氏に深く感謝いたします。