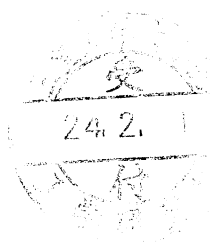


平成 23 年度 修士論文

# 原子間力顕微鏡を利用した 微細加工



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

小林 俊介

三重大学大学院 工学研究科

目次	頁
第1章 緒論	1
第2章 実験方法	3
2.1 供試材および試験片	3
2.1.1 供試材	3
2.1.2 試験片	4
2.2 硬さ	6
2.2.1 ビッカース硬さ	7
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	24
2.4.5 加工痕の測定方法	24
第3章 ナノインデンテーション実験	27
3.1 加工方法	27
3.2 実験結果(アルミニウム)	28
3.2.1 加工深さ	28
3.2.2 加工プログラムの検討	38
3.2.3 硬さ相当値の検討	46
3.2.4 きれいな押込み加工を行う条件	53
3.3 実験結果(酸化亜鉛)	61
3.3.1 加工深さ	61
3.3.2 硬さ相当値	69
3.3.3 きれいな押込み加工を行う条件	74
第4章 結論	85
参考文献	86
謝辞	88



## 第1章 緒論

近年、加工技術の発展、精度向上に伴い半導体回路や機械部品は軽量化、小型化されていく傾向にある。その例として、ナノマニピュレータ、ナノムーバなどの医療用分野でのナノマシンの実現<sup>(1)</sup>、また多自由度光駆動ナノマシンなど実現<sup>(2)</sup>が挙げられる。またカーボンナノチューブ、フラーレンなどの素材が開発されるなど、我々の身の回りの製品にナノテクノロジーが使用されている。このように様々な分野でナノテクノロジーが注目され、我々の生活の中に浸透し、更なる社会発展に必要な技術となっている。その上で、ナノテクノロジーが今後進化、発展していくためには、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を確立する必要性が高まってきている。

微細加工技術については、小野寺らによるレーザー微細加工<sup>(3)</sup>、津村らによる Si ウエハのナノ引っかきによるナノ構造創成の検討<sup>(4)</sup>、白樫らによる SPM を用いた室温動作単電子トランジスタの開発<sup>(5)</sup>、Deng らによる固定されていないナノ多孔性薄膜のモデリングや設計および組立<sup>(6)</sup>などが行われてきた。上記の微細加工技術の研究は半導体デバイスの製造プロセスを目的に行われており、半導体デバイス技術の向上には微細加工技術の発展が重要かつ必要不可欠であることが言える。

本研究室では、ナノ領域に関して SPM の一種である AFM を使用して金属表面のナノスケール微細加工を試みてきた。森口<sup>(7)</sup>は、初等解析法、すべり線場法、FEM 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>(8)</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、得られた圧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。近藤ら<sup>(9)</sup>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。杉山ら<sup>(10)</sup>はカーボン薄膜に加工を行い加工形状、加工精度、深さ、硬さなどの研究を行った。

本研究では、より正確な加工を行うためにアルミニウム試験片に押し込み加工を行い、加工プログラムの再検討と、硬さ相当値の検討を行った。さらに、浅田らの ZnO ナノワイヤーのカソードルミネッセンスの偏光特性<sup>(11)</sup>、松澤らの ZnO ナノロッドを組み入れた横方向電圧印加型直流 EL デバイス<sup>(12)</sup>、Yamin らの多孔性と定型リソグラフィを使用する電着による ZnO マイクロ・ナノ構造の製作<sup>(13)</sup>、Tapily らの原子層堆積ベースの ZnO 薄膜の機械的および構造的特性評価<sup>(14)</sup>、Yan らの単一の酸化亜鉛ナノマイクロロッドの機械的性質の面の依存性<sup>(15)</sup>などナノ領域での応用がされ始めている酸化亜鉛の単結晶基板への加工を試みた。酸化亜鉛は、塚崎らの ZnO 青色発光ダイオード<sup>(16)</sup>など、新たな青色発光ダイオード(LED)の材料として、従来の材料に比べて大量生産の方法が確立されていること、コストが安く済むことなどから注目されている。しかし実際に LED を製作する上で、山本らの反応性プラズマ蒸着法による ZnO 薄膜の特性と応用<sup>(17)</sup>にあるようにパターンニングでエッチングす

る際、強酸・強アルカリに弱いなど使用する薬品類に限られる。また近年の環境に配慮する社会の動向からも、薬品を使用するエッチング・パターンニングでも環境対策を模索する動きがあり<sup>(18)</sup>、薬品を使用しない代替案の一つとして機械的な方法でパターンニング等の微細加工を行うことが考えられる。そこで、本研究では代替のナノスケールの加工技術の確立を目指して、ZnO 単結晶基板に押し込み加工を行い、加工形状、深さの検討、硬さの評価法の検討を行った。

## 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、市販の工業用純アルミニウム軟質材(日本軽金属製, A1100-O, 公称板厚 0.8mm), 酸化亜鉛単結晶基板(東京電波製, 公称板厚 0.5mm)である. 酸化亜鉛単結晶基板は化学機械研磨後, 2時間 1400° C で焼きなまし, 再度化学機械研磨されたものである. 図 2.1 に酸化亜鉛の結晶構造を示す. 酸化亜鉛の結晶構造はウルツ鉱構造をとっている.

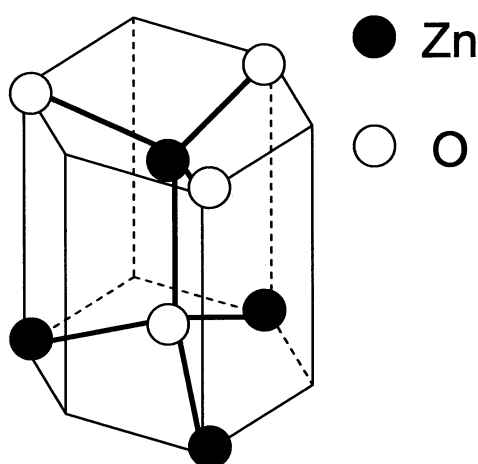


Fig.2.1 結晶構造 (ZnO)

図 2.2 に結晶の面の種類について示す. 面の取り方によって, 無極性面(a-plane, m-plane), 半極性面(r-plane), 極性面(c-plane)の種類がある. 極性面には Zn 原子の面か O 原子の面かの違いで Zn 極性面と O 極性面の二つの種類がある. 主にこの極性面の違いは電気的特性などがあげられる. 本研究では, このうち, 極性面に加工を行った.

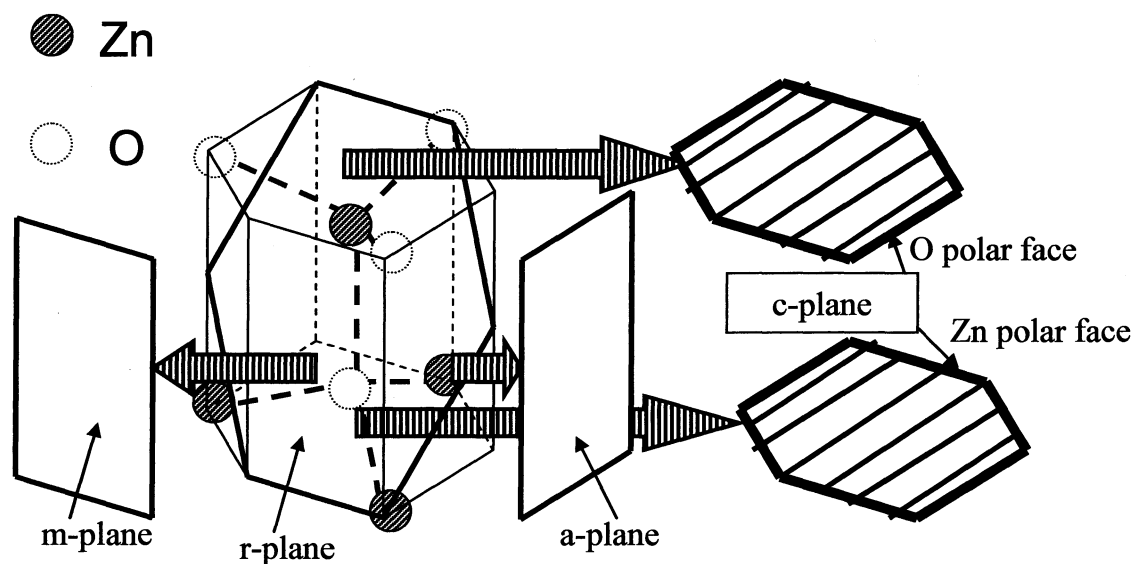


Fig.2.2 結晶面の種類 (ZnO)

表 2.1 に A1100-O 材の単軸引張り特性値を，表 2.2 に化学成分を示す．

Table 2.1 A1100-O 材の単軸引張り特性値

Direction [°]	0	45	90	Mean
$n$ value*	0.26	0.28	0.28	0.28
$r$ value	0.73	0.67	0.88	0.74
$F$ value* [MPa]	178	176	173	176
Tensile Strength [MPa]	94	92	91	92
Total elongation [%]	30	35	36	34

$$*\sigma = F/\varepsilon^n$$

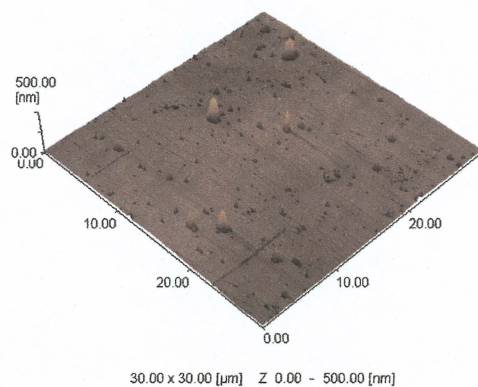
Table 2.2 A1100-O 材の化学成分 (%)

Si	Fe	Cu	Mn	Zn	Mg	Cr	Ti	Al
0.13	0.54	0.12	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	0.03	Bal.

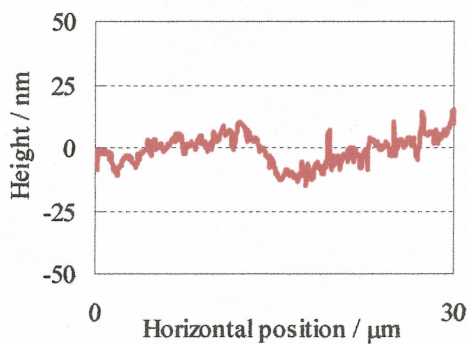
### 2.1.2 試験片

アルミニウム試験片は長さ 10mm，幅 3mm の小片を服部<sup>(10)</sup>の方法で 24%圧縮して表面を平滑化したものを使用した．酸化亜鉛単結晶基板は 1 辺 10mm の正方形板のものをそのまま使用した．アルミニウム試験片表面の算術平均粗さ  $R_a=30\text{nm}$ ，酸化亜鉛単結晶基板の  $R_a$

=20nm である。図 2.3 にアルミニウム試験片表面の AFM 画像及び断面曲線，図 2.4 に酸化亜鉛単結晶基板表面の 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  $30 \times 30 \mu\text{m}^2$  におけるアルミニウム試験片の  $S_a=9\text{nm}$ ，酸化亜鉛単結晶基板の  $S_a=0.4\text{nm}$  である。酸化亜鉛単結晶基板は，Zn 極性面，O 極性面の二つの面とも粗さや表面の様子に違いはなかった。



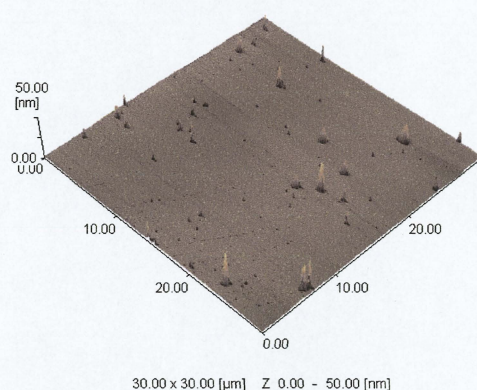
(a) AFM 画像



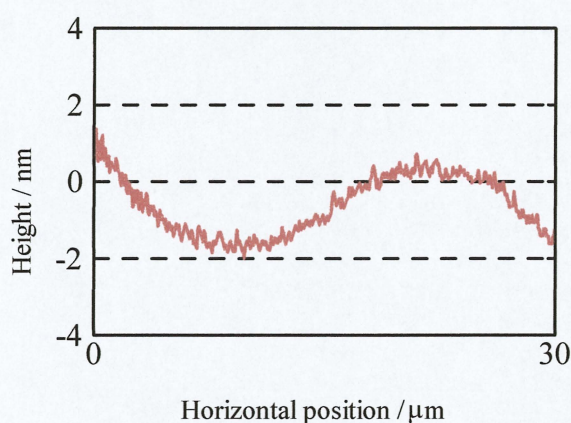
(b) 断面曲線

Fig.2.3 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.2.4 酸化亜鉛単結晶基板の表面(Zn 極性面)

## 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、ヌーブ硬さの 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>(11)</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 2.5)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 mm

$\psi$ : ダイヤモンド圧子の対面角  $^\circ$

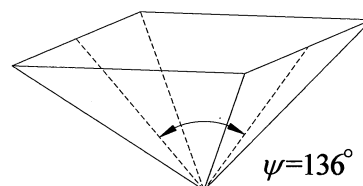


Fig.2.5 ダイヤモンド圧子の形状

### 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 2.6 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 120mm×120mm
	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。本試験ではアルミニウム試験片では 100gf を、酸化亜鉛単結晶基板では 500gf を使用した。
- ③ レボルバの回転ツマミ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ツマミを回して照準し、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 レボルバの回転ツマミを右方に回し測定用対物レンズ(40 倍)を鏡筒に合わせ、照準用微動ツマミ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 レボルバ回転ツマミを左方に回し、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 レボルバ回転ツマミ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 2.3, 2.4 に示す。

Table 2.3 A1100-O のビッカース硬さ (圧縮予変形材, 圧縮率 19%)

	Diagonal length [ $\mu\text{m}$ ]	Diagonal length [ $\mu\text{m}$ ]	Average [ $\mu\text{m}$ ]	HV0.1
①	75.6	76.2	75.9	32.2
②	74.0	73.0	73.5	34.3
③	72.0	72.5	72.3	35.5
Average				34



Table 2.4 酸化亜鉛単結晶基板のビッカース硬さ

	Diagonal length [ $\mu\text{m}$ ]	Diagonal length [ $\mu\text{m}$ ]	Average [ $\mu\text{m}$ ]	HV0.5
①	52.0	51.2	51.6	348
②	52.5	51.5	52.0	343
③	52.2	52.4	52.3	340
Average				343

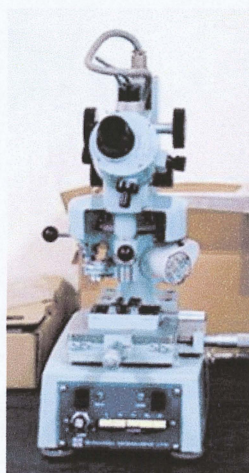


Fig.2.6 ビッカース硬さ試験機

## 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 2.7 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。

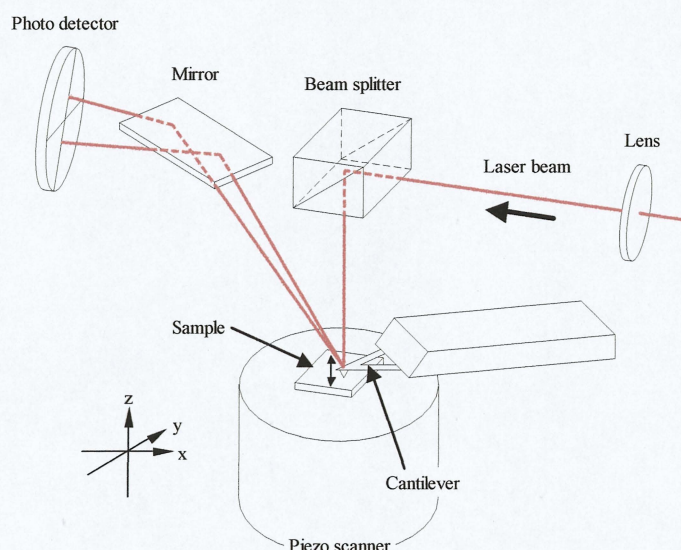


Fig.2.7 光てこ検出法

### 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(DELTA 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 2.8 に、カンチレバー先端のプローブの写真を図 2.9 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



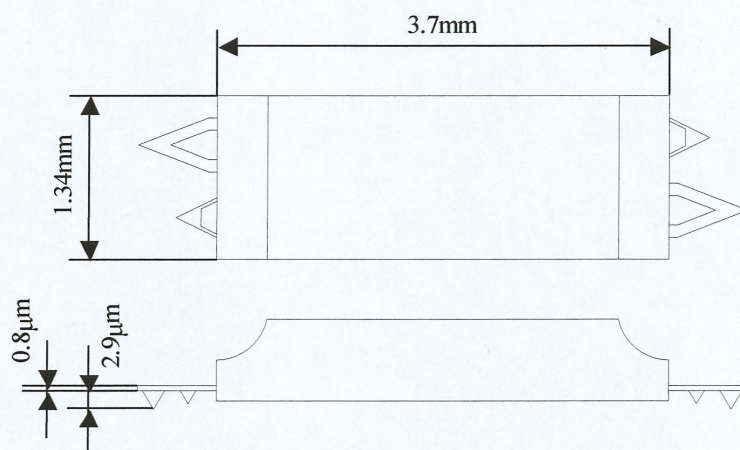


Fig.2.8 測定用カンチレバーの外形



Fig.2.9 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 piezoelectric scanner, cantilever and photodetector, AFM head 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 scanner 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 host computer 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 2.10 に SPM-9500J3 の外観を示す。

—仕様—

- 最大走査範囲(X・Y) :  $30\mu\text{m} \times 30\mu\text{m}$



- 最大測定範囲(Z) : 5 $\mu$ m
- 変位検出系 : LD/光てこ/4 分割 PSD
- 試験片最大形状 : F 24mm $\times$ 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

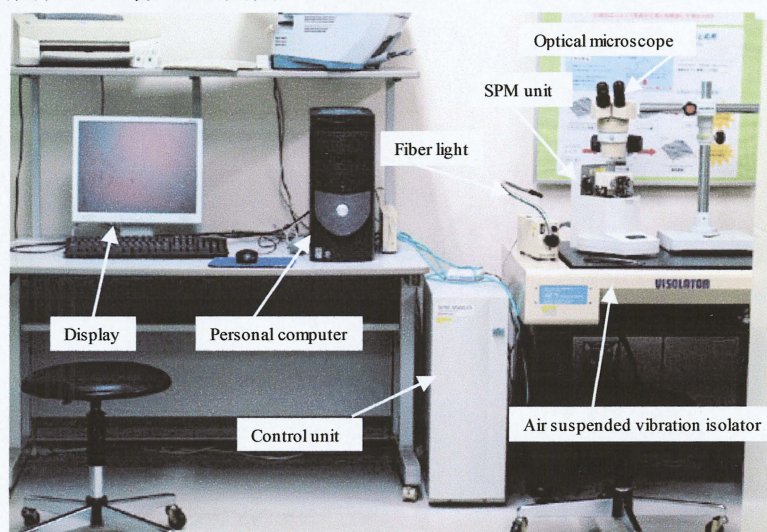


Fig.2.10 AFM と周辺装置

### 2.3.3 ダイヤモンドカンチレバー

本実験では, AFM でインデント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 2.11~2.14 に示す.

カンチレバーの有効長の測定に使用した顕微鏡 (Nikon MEASURING MICROSCOPE MODLE MM-400) を図 2.15 に示す. まず, I のステージにカンチレバーを置き, II のつまみを回してピントを合わせる. カンチレバーが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. 図 2.16 にカンチレバーの有効長の例を示す.



また，カンチレバーは AFM に取り付けられたとき，図 2.17 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 $h$ [μm]	Width $b$ [mm]	Length $l$ [mm]	Material	Shape	Apex angle $\gamma$ [°]	Radius of curvature $r$ [nm]
Cantilever 1	189	40	0.2	3.00	Stainless steel	Triangular pyramid	76.7	20
Cantilever 2		60		2.51				25
Cantilever 3				2.31				

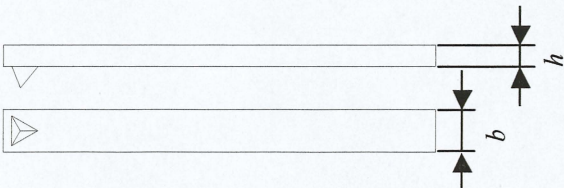


Fig.2.11 ダイヤモンドカンチレバーの外形

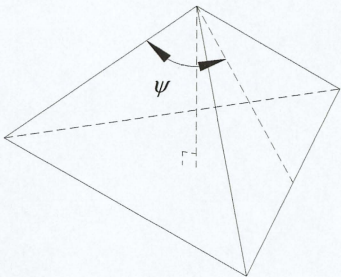


Fig.2.12 ダイヤモンドチップの外形図

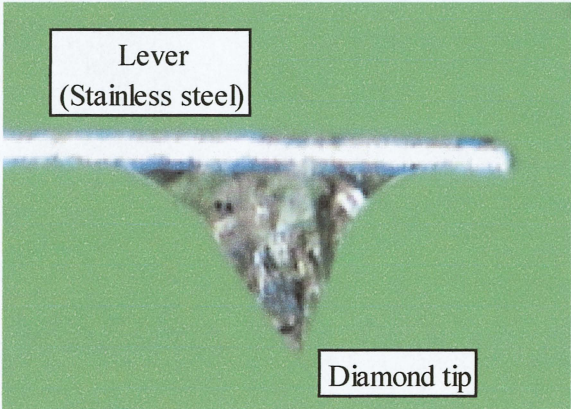


Fig.2.13 先端部分の拡大写真



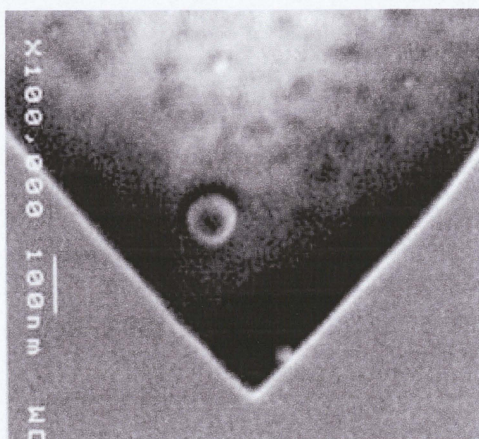


Fig.2.14 ダイヤモンドチップ先端の SEM 写真

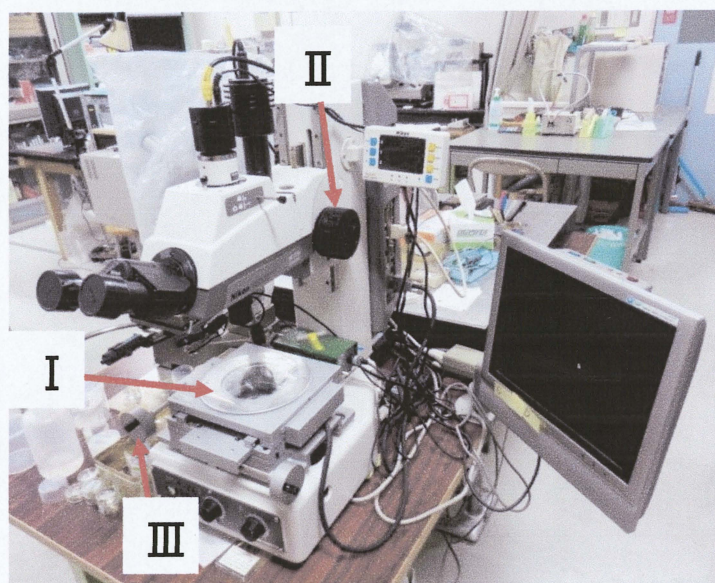


Fig.2.15 カンチレバー有効長の測定

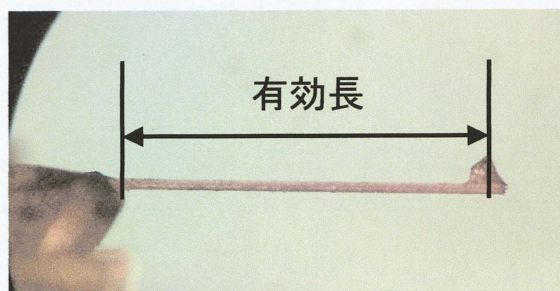


Fig.2.16 カンチレバーの有効長

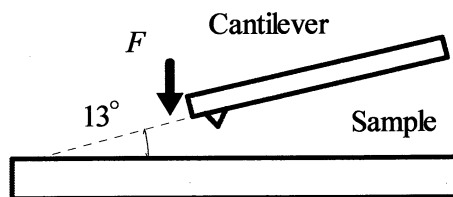


Fig.2.17 AFM へ取り付けたときのカンチレバーの傾き

## (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]
Cantilever 1	22.4
Cantilever 2	129
Cantilever 3	166

## 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、 $OP$  とスキヤナの  $z$  方向変位の関係が必要である。

図 2.18 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電圧とスキヤナへの出力電圧の関係（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。横軸はスキヤナへの出力電圧の値であり、スキヤナの  $z$  方向の変位と出力電圧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 420V 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信号である。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。



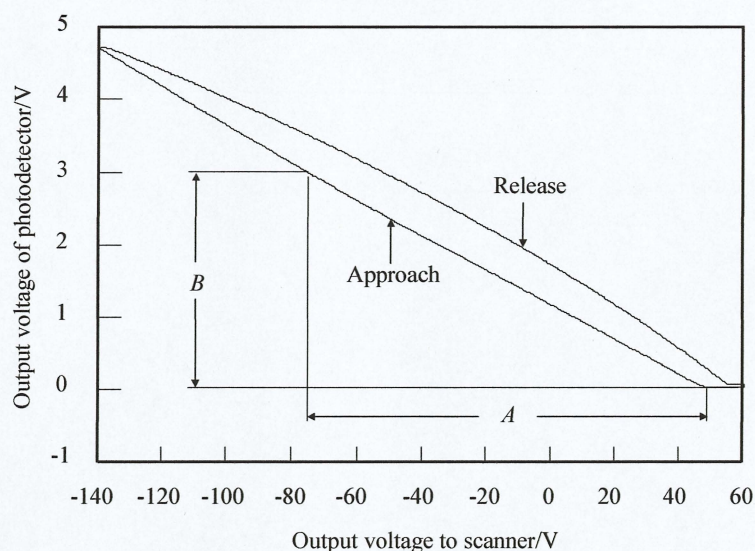
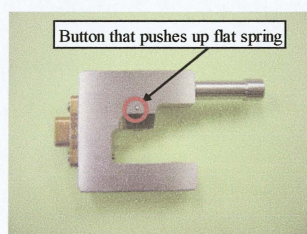


Fig.2.18 カンチレバーのフォースカーブ

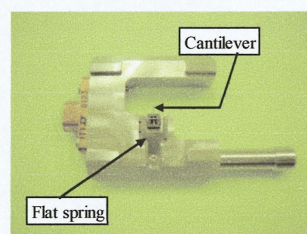
### 2.4.3 実験手順

加工実験，加工痕の観察及び測定は以下の手順で行った．

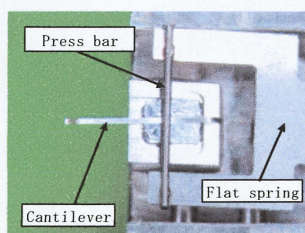
- 1) コントロールユニットの電源を入れ，緑色の READY ランプが点灯することを確認する．その後，モニター及びパーソナルコンピュータの電源を入れる．
- 2) 図 2.19 に加工用カンチレバーを装着したカンチレバーホルダーの写真を示す．カンチレバーホルダーを裏側にして作業台に押し付けると，カンチレバーを押さえるための板ばねがたわみ，カンチレバーを挿入する隙間ができる．そこへ，ピンセットを用いて加工用カンチレバーを挟む．(通常は，このままホルダーから外さない．)



(a) 表側



(b) 裏側



(c) 裏側の拡大

Fig.2.19 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 2.20 に AFM ヘッドの写真を示す。

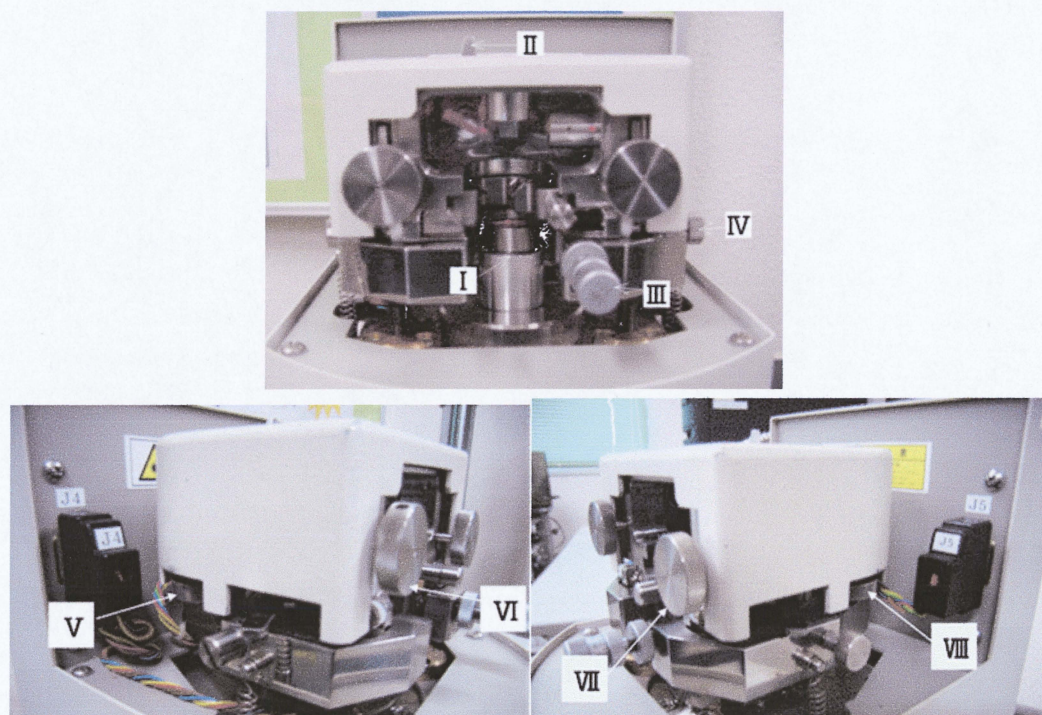


Fig.2.20 AFM ヘッドの外観

- 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 -1.3 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 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 2.21 のようにファイバーライトを点灯する。

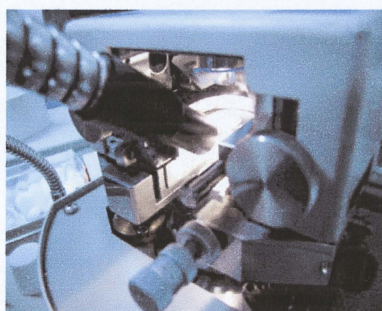


Fig.2.21 ファイバーライトの当て方

- 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 2.22 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。

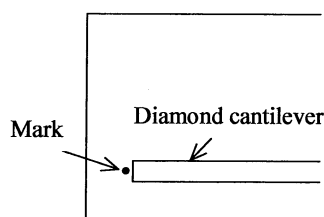


Fig.2.22 光学顕微鏡で試験片を見たときのイメージ

- 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。図 2.23 にプログラムファイルの内容を示す。

ScannerSetSpeed 10 // スキャナスピードを30.6 $\mu$ m/secに設定	ScannerMoveY 3.77
ScannerMoveX 0 // スキャナをX座標0 $\mu$ mへ移動	TinyLittleUp
ScannerMoveY 0 // スキャナをY座標0 $\mu$ mへ移動	TinyLittleUp
FastApproach // ヘッドの機構を用いた下降	Wait 5
SetOP 3.05 // オペレーティングポイントを3.05Vに設定	ScannerMoveX 0
SlowApproach // ピエゾ素子による加工開始	ScannerMoveY -7.21
Wait 30 // 30秒静止	FastApproach
SetOP -10 // ピエゾ素子による上昇	SetOP 3.05
TinyLittleUp // モーターにより10 $\mu$ m上昇	SlowApproach
TinyLittleUp	Wait 30
ScannerMoveX -3.95	SetOP -10
ScannerMoveY 7.21	ScannerMoveX 0
FastApproach	ScannerMoveY -10.5
SetOP 3.05	TinyLittleUp
SlowApproach	TinyLittleUp
Wait 30	Wait 5
SetOP -10	ScannerMoveX 3.95
ScannerMoveX -3.95	ScannerMoveY 7.21
ScannerMoveY 3.77	FastApproach
TinyLittleUp	SetOP 3.05
TinyLittleUp	SlowApproach
Wait 5	Wait 30
ScannerMoveX -3.95	SetOP -10
ScannerMoveY 0	ScannerMoveX 3.95
FastApproach	ScannerMoveY 3.77
SetOP 3.05	TinyLittleUp
SlowApproach	TinyLittleUp
Wait 30	Wait 5
SetOP -10	ScannerMoveX 3.95
ScannerMoveX -3.95	ScannerMoveY 0
ScannerMoveY -3.77	FastApproach
TinyLittleUp	SetOP 3.05
TinyLittleUp	SlowApproach
Wait 5	Wait 30
ScannerMoveX -3.95	SetOP -10
ScannerMoveY -7.21	ScannerMoveX 3.95
FastApproach	ScannerMoveY -3.77
SetOP 3.05	TinyLittleUp
SlowApproach	TinyLittleUp
Wait 30	Wait 5
SetOP -10	ScannerMoveX 3.95
ScannerMoveX -3.95	ScannerMoveY -7.21
ScannerMoveY -10.5	FastApproach
TinyLittleUp	SetOP 3.05
TinyLittleUp	SlowApproach
Wait 5	Wait 30
ScannerMoveX 0	SetOP -10
ScannerMoveY 7.21	ScannerMoveX 3.95
FastApproach	ScannerMoveY -10.5
SetOP 3.05	TinyLittleUp
SlowApproach	TinyLittleUp
Wait 30	ScannerMoveX 0
SetOP -10	ScannerMoveY 0
ScannerMoveX 0	SetOP 0

Fig.2.23 加工プログラム

- 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	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.

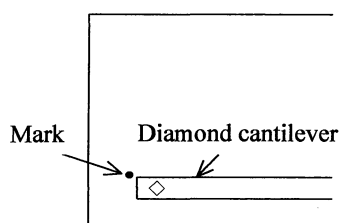


Fig.2.24 プログラム実行中の試験片を見たときのイメージ

- 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)

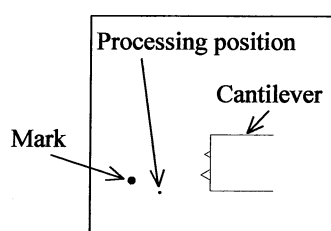


Fig.2.25 ねじを回した後の試験片を見たときのイメージ

- 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．

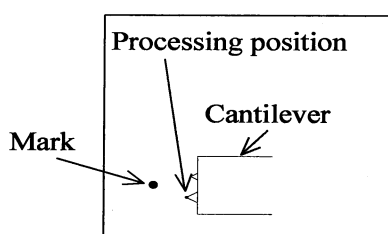


Fig.2.26 測定箇所へカンチレバーを移動させた後のイメージ

- 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：力一定
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 $\mu$ 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 122.25nm 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。

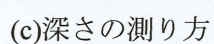
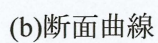
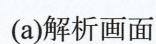


Fig.2.27 加工痕の測定 (アルミニウム試験片, 荷重 400 $\mu$ N)

### 第3章 ナノインデンテーション実験

#### 3.1 加工方法

アルミニウム試験片，酸化亜鉛単結晶基板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 秒間そのまゝの状態を維持してからピエゾ素子による除荷を行い，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の順に縦  $10\mu\text{m}$ ，横  $5\mu\text{m}$  間隔で 9 点加工を行った．加工荷重については，Al では， $F=100, 200, 300, 400\mu\text{N}$ ，ZnO では， $F=400, 550, 700\mu\text{N}$ 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．

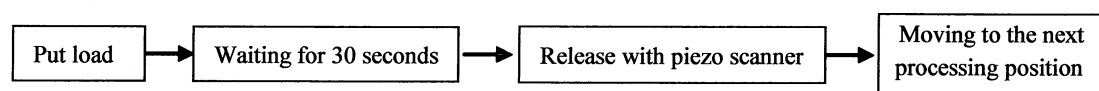


Fig.3.1 押し込み加工の流れ

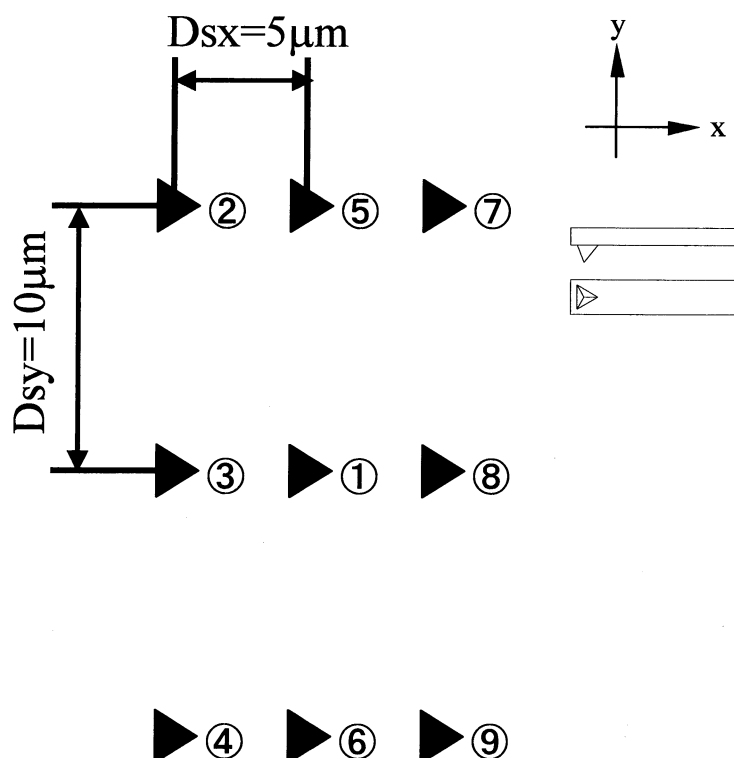


Fig.3.2 加工のレイアウト

```

ScannerSetSpeed 10 // スキャナスピードを30.6μm/secに設定
ScannerMoveX 0 // スキャナをX座標0μmへ移動
ScannerMoveY 0 // スキャナをY座標0μmへ移動
FastApproach // ヘッドの機構を用いた下降
SetOP 3.05 // オペレーティングポイントを3.05V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
TinyLittleUp // モーターにより10μm上昇
TinyLittleUp
ScannerMoveX -3.95
ScannerMoveY 7.21
FastApproach
SetOP 3.05
SlowApproach
Wait 30
SetOP -10
ScannerMoveX -3.95
ScannerMoveY 3.77
TinyLittleUp
TinyLittleUp
Wait 5
ScannerMoveX -3.95
ScannerMoveY 0
FastApproach
SetOP 3.05
SlowApproach
Wait 30
SetOP -10
ScannerMoveX -3.95
ScannerMoveY -3.77
TinyLittleUp
TinyLittleUp
Wait 5
ScannerMoveX -3.95
ScannerMoveY -7.21
FastApproach
SetOP 3.05
SlowApproach
Wait 30
SetOP -10
ScannerMoveX -3.95
ScannerMoveY 7.21
FastApproach
SetOP 3.05
SlowApproach
Wait 30
SetOP -10
ScannerMoveX 3.95
ScannerMoveY -7.21
FastApproach
SetOP 3.05
SlowApproach
Wait 30
SetOP -10
ScannerMoveX 3.95
ScannerMoveY 3.77
TinyLittleUp
TinyLittleUp
Wait 5
ScannerMoveX 3.95
ScannerMoveY 0
FastApproach
SetOP 3.05
SlowApproach
Wait 30
SetOP -10
ScannerMoveX 3.95
ScannerMoveY -3.77
TinyLittleUp
TinyLittleUp
Wait 5
ScannerMoveX 3.95
ScannerMoveY -7.21
FastApproach
SetOP 3.05
SlowApproach
Wait 30
SetOP -10
ScannerMoveX 3.95
ScannerMoveY -10.5
TinyLittleUp
TinyLittleUp
Wait 5
ScannerMoveX 0
ScannerMoveY 7.21
FastApproach
SetOP 3.05
SlowApproach
Wait 30
SetOP -10
ScannerMoveX 0
ScannerMoveY 3.77
TinyLittleUp
TinyLittleUp
Wait 5
ScannerMoveX 3.95
ScannerMoveY 7.21
FastApproach
SetOP 3.05
SlowApproach
Wait 30
SetOP -10
ScannerMoveX 3.95
ScannerMoveY -10.5
TinyLittleUp
TinyLittleUp
Wait 5
ScannerMoveX 0
ScannerMoveY 0
SetOP 0

```

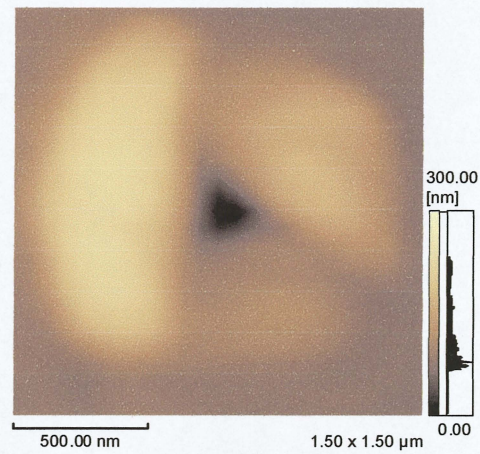
Fig.3.3 加工プログラム

## 3.2 実験結果(アルミニウム)

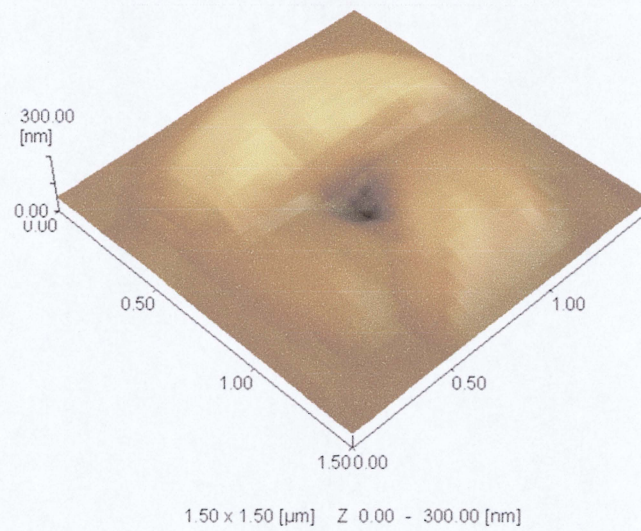
### 3.2.1 加工深さ

図 3.4～3.7 にアルミニウム試験片に加工した加工痕の AFM 像を示す. 図の(a)は AFM 二次元像, (b)は AFM 三次元像, (c)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.

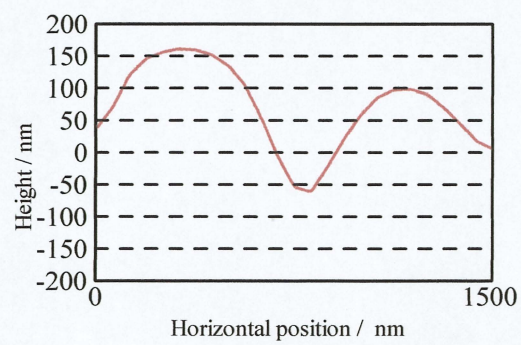




(a)AFM2 次元画像



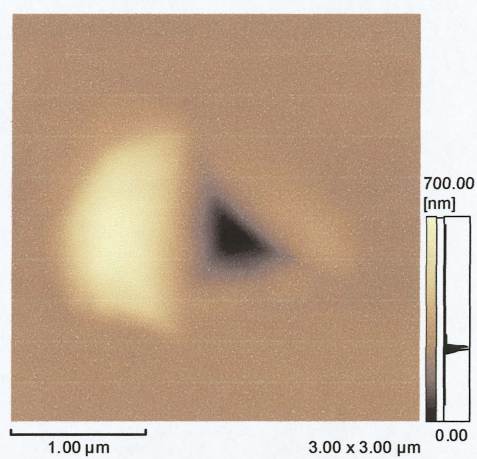
(b)AFM3 次元画像



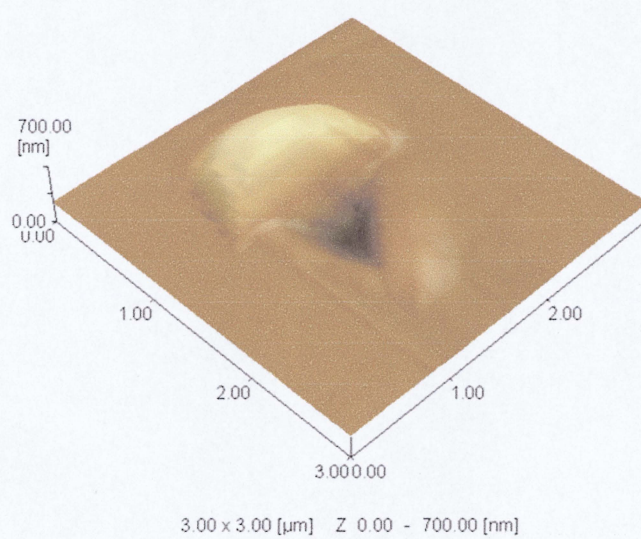
(c) 断面曲線

Fig.3.4 加工痕の形状(AI,  $F=100\mu\text{N}$ )

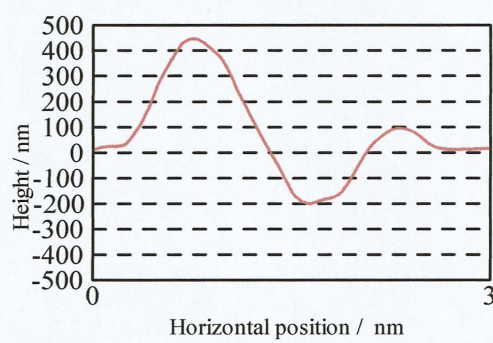




(a) AFM2 次元画像



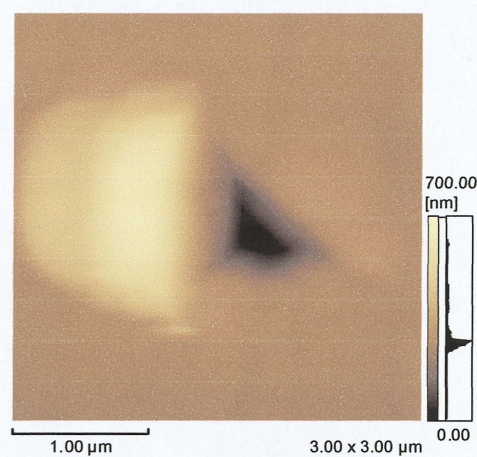
(b) AFM3 次元画像



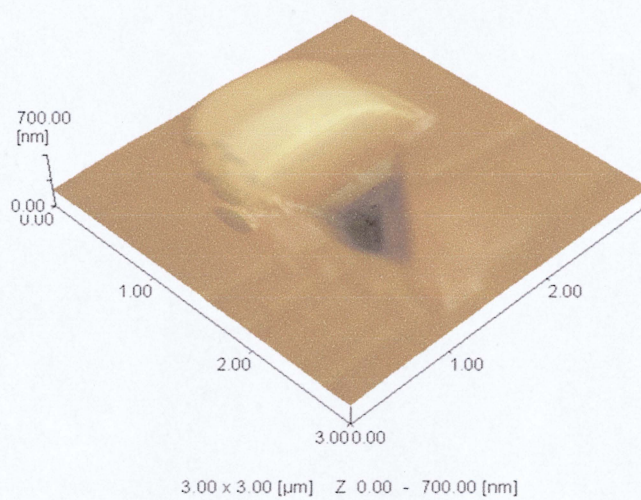
(c) 断面曲線

Fig.3.5 加工痕の形状(Al,  $F=200\mu\text{N}$ )

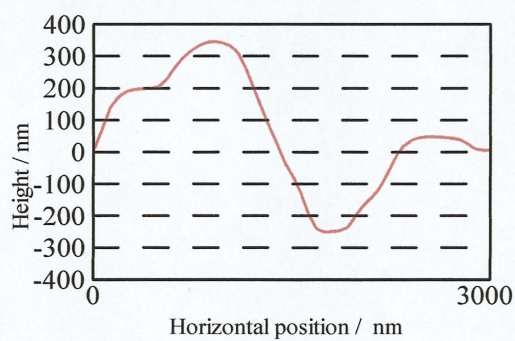




(a)AFM2 次元画像



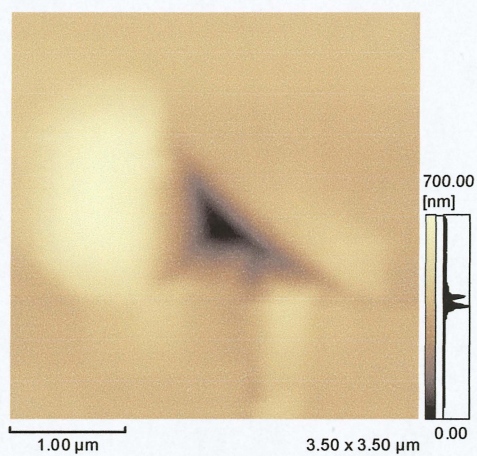
(b)AFM3 次元画像



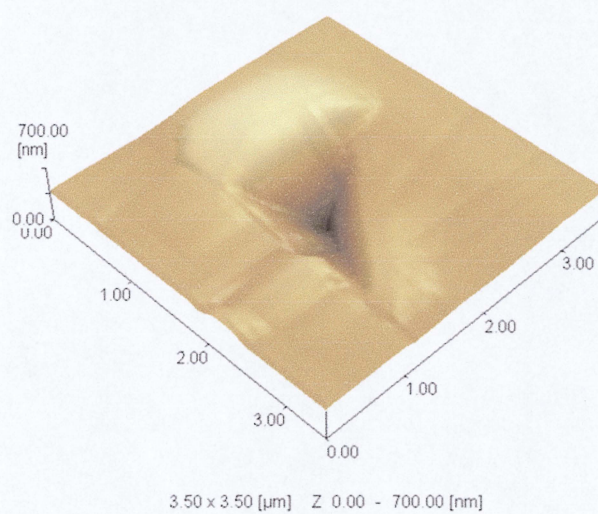
(c) 断面曲線

Fig.3.6 加工痕の形状(Al,  $F=300\mu\text{N}$ )

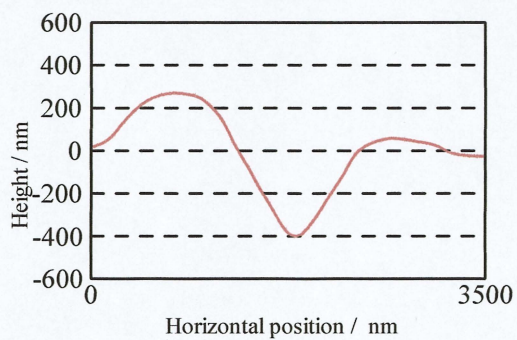




(a) AFM2 次元画像



(b) AFM3 次元画像



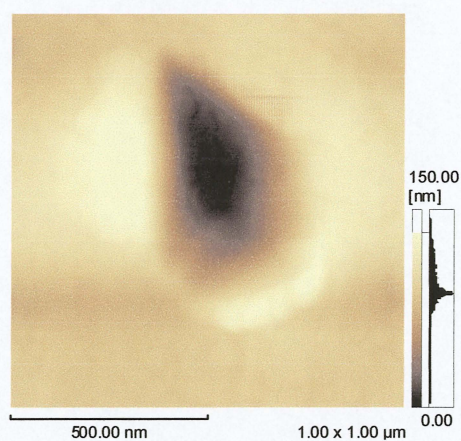
(c) 断面曲線

Fig.3.7 加工痕の形状(Al,  $F=400\mu\text{N}$ )

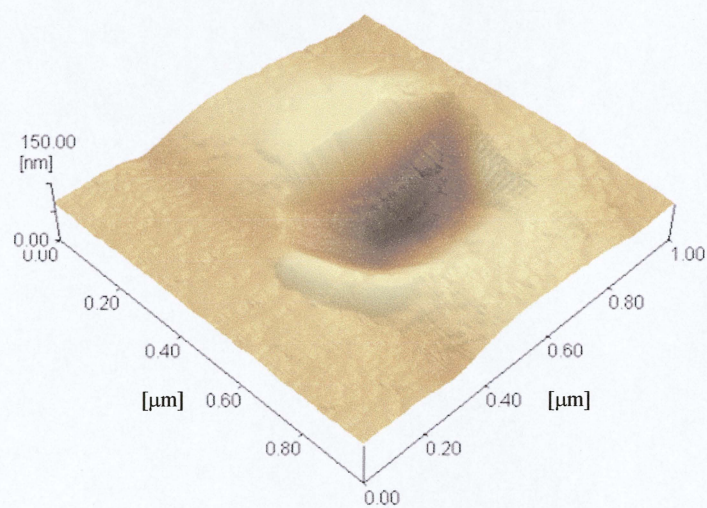


図より加工痕の形状は、アルミニウム試験片では荷重  $100\mu\text{N}\sim 400\mu\text{N}$  の範囲では荷重の違いによらず、きれいな三角錐の形状をとっている。また、加工荷重が大きくなるにつれて加工痕の形状が大きくなっている。

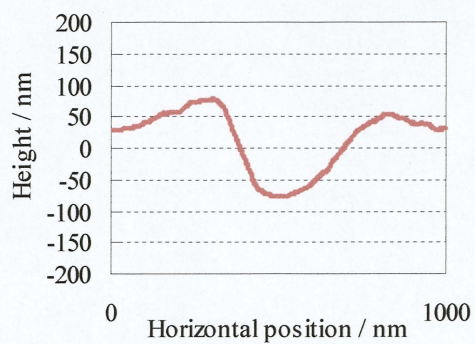
図 3.8～3.11 に上田<sup>(22)</sup>の結果を示す。上田の結果と比較すると形状、大きさともほぼ同じ結果となっており、実験の再現性が確認できる。



(a) AFM2 次元画像



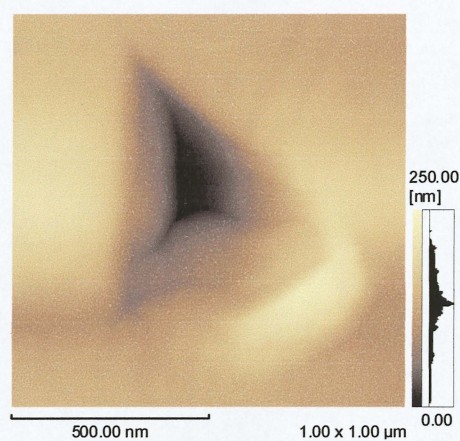
(b) AFM3 次元画像



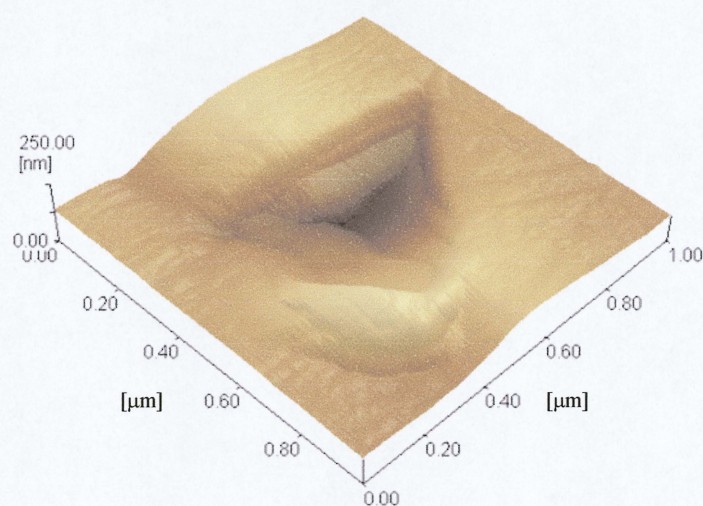
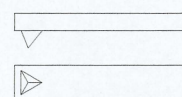
(c) 断面曲線

Fig.3.8 加工痕の形状(AI, 上田の実験,  $F=100\mu\text{N}$ )

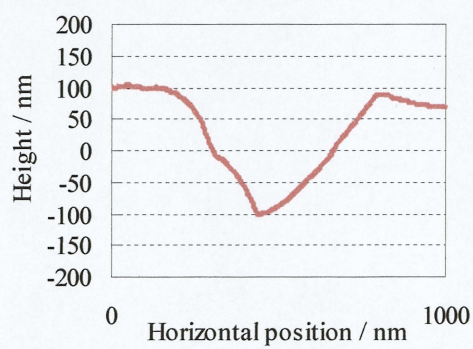




(a) AFM2 次元画像



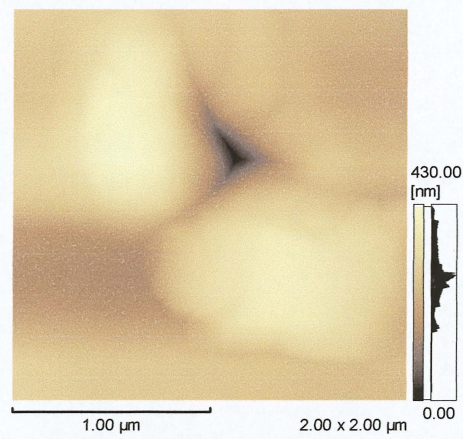
(b) AFM3 次元画像



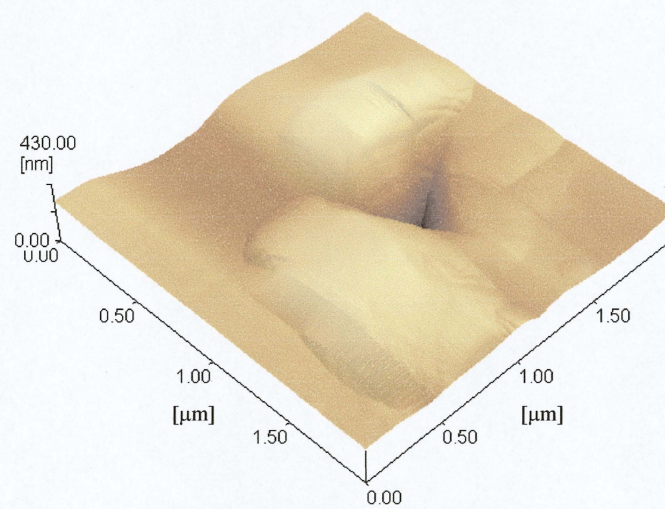
(c) 断面曲線

Fig.3.9 加工痕の形状(AI, 上田の実験,  $F=200\mu\text{N}$ )

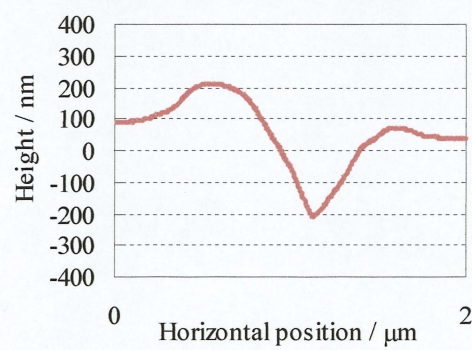




(a) AFM2 次元画像



(b) AFM3 次元画像



(c) 断面曲線

Fig.3.10 加工痕の形状(AI, 上田の実験,  $F=300\mu\text{N}$ )



図 3.11 にアルミニウム試験片における押し込み加工の加工荷重  $F$  と加工深さ  $d_d$  の関係を示す。この実験においては加工荷重  $100\mu\text{N}$  で深さ  $30\sim 100\text{nm}$ ,  $200\mu\text{N}$  で深さ  $100\sim 300\text{nm}$ ,  $300\mu\text{N}$  で深さ  $200\sim 400\text{nm}$ ,  $400\mu\text{N}$  で深さ  $300\sim 500\text{nm}$  程度の加工ができることがわかる。

図 3.12 に今回の実験と上田の実験を比較した加工荷重  $F$  と加工深さ  $d_d$  の関係を示す。今回の実験と上田の実験を比較すると、加工痕の深さに多少のばらつきが見られるが、大きな違いは無い。アルミニウム試験片においては加工荷重  $100\mu\text{N}$  で深さ  $30\sim 200\text{nm}$ ,  $200\mu\text{N}$  で深さ  $100\sim 300\text{nm}$ ,  $300\mu\text{N}$  で深さ  $100\sim 400\text{nm}$ ,  $400\mu\text{N}$  で深さ  $300\sim 500\text{nm}$  程度の加工ができることがわかる。

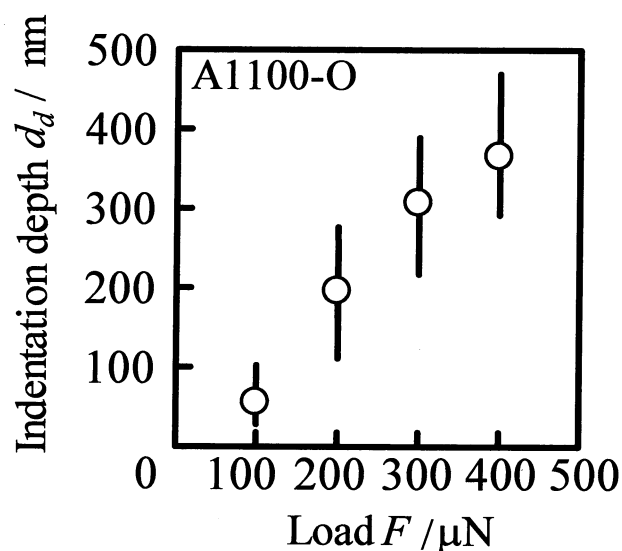


Fig.3.11 加工荷重と加工深さの関係 (Al)

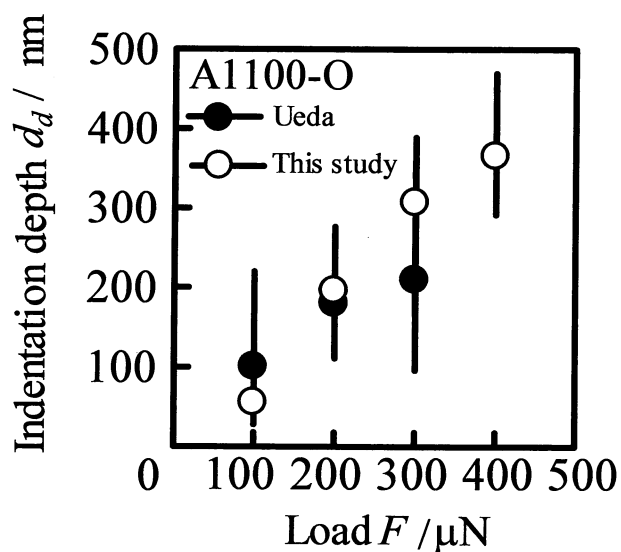


Fig.3.12 加工荷重と加工深さの関係 (Al, 上田の実験との比較)

### 3.2.2 加工プログラムの検討

加工プログラムにおいて、横方向( $X$ 方向)に基準位置から  $5\mu\text{m}$  の位置に押込み加工を行いたい場合、 $X=5\mu\text{m}$  と指定してもその位置には加工されず、補正を行わなければ希望の位置には加工できない。表 3.1 に上田が求めた補正式を示す<sup>(23)</sup>。  $Drx$ ,  $Dry$  は実際に加工を行いたい位置の座標,  $Dsx$ ,  $Dsy$  は補正值である。

表 3.1 加工プログラムに使用した補正式

Correction value	Target Value	Correction formula
$Dsx$	$Drx$	$Dsx = 0.964  Drx ^{0.877}$
$Dsy$	$Dry$	$Dsy = 0.837  Dry ^{0.935}$

図 3.13 にアルミニウム試験片に上記の補正式を用いて作成した加工プログラムで押込み加工を行った際の、9 点全体の押込み加工の観察像を示す。図中の丸は加工痕を示し、実線は一番最初に加工を行った基準位置の加工痕を示す。

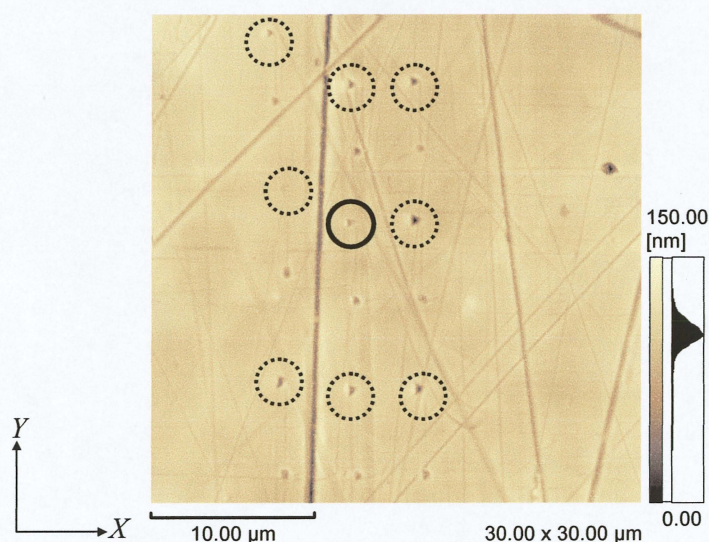


Fig.3.13 加工痕(Al,  $F=100\mu\text{N}$ )

図より、 $Y$ 方向  $10\mu\text{m}$ ,  $X$ 方向  $5\mu\text{m}$  の等間隔のレイアウトで加工を行ったが、指定したレイアウト通りに行われていないことがわかる。そして加工痕の下方には引きずり線とカンチレバー上昇時に付いたと思われる上昇痕がついているのが確認できる。そこで、加工位置の再現性を確認するため、9 点加工を 4 回連続で行う実験を 3 回行った。図 3.14 に 1 回



目, 図 3.15 に 2 回目の 9 点全体の押込み加工の観察像を示す. 図中の丸は加工痕を示し, 実線は一番最初に加工を行った基準位置の加工痕を示す.

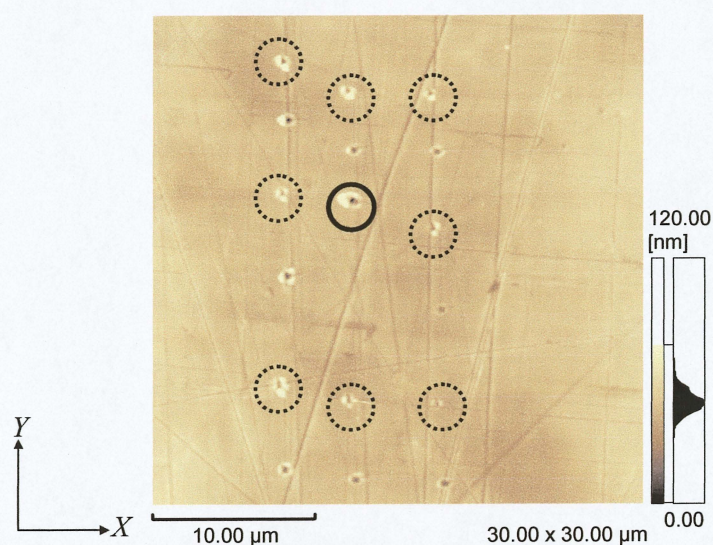


Fig 3.14 加工痕(1回目, Al,  $F=100\mu\text{N}$ )

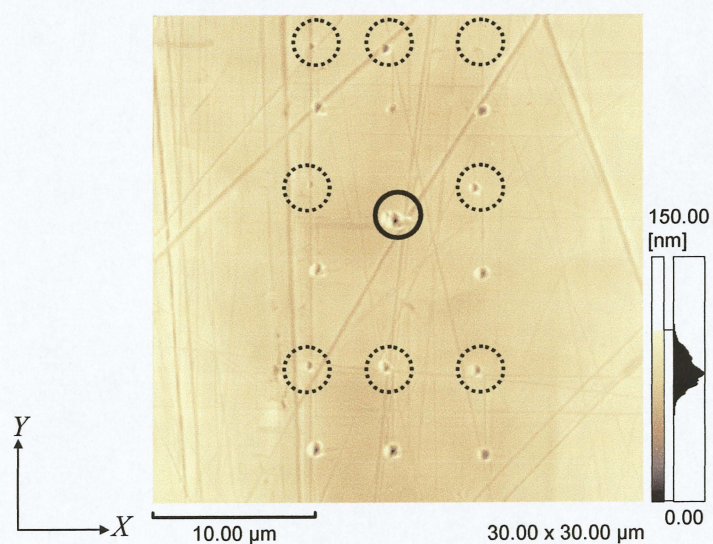
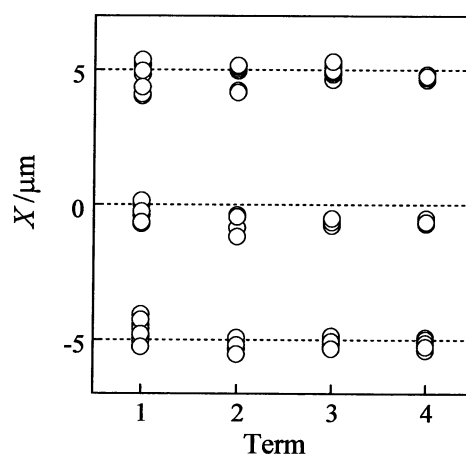
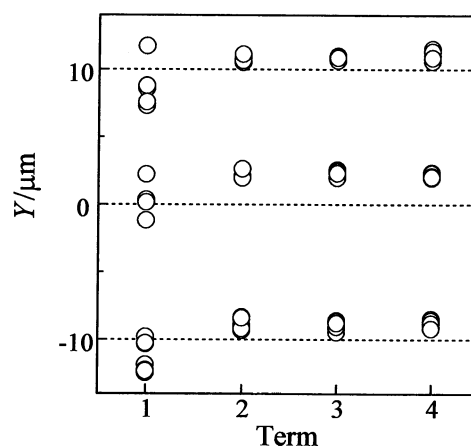


Fig 3.15 加工痕(2回目, Al,  $F=100\mu\text{N}$ )

図より 1 回目の加工では, 主に左の列が他の 2 列に比べ,  $Y$  方向の上に加工位置がずれており, 全体的に加工痕が等間隔ではないことがわかる. 2 回目の加工は基準位置の加工痕と比較して, 他の加工痕が  $Y$  方向の上に加工位置がずれていることがわかる. それ以外の加工位置は概ね等間隔である. 3 回目, 4 回目の加工は 2 回目と同様であった.

図 3.16 に圧痕の  $X$  方向の位置と加工回数の関係, 図 3.17 に  $Y$  方向の位置と加工回数に関

係を示す。位置の定義は、基準位置の加工痕からの距離とする。図より原因は不明だが、1回目の加工では2回目以降と比較して必ず $X$ 、 $Y$ 両方向とも加工位置がばらついている。そこで、2回目以降の加工を検討の対象とする。2回目以降についても、 $X$ 方向については、位置がグラフ点線の目標位置よりグラフ下寄り(実際の位置では左寄り)となっており、 $Y$ 方向についても、位置がグラフ点線の目標位置よりグラフ上寄り(実際の位置でも上寄り)となっている。 $Y$ 方向の方が $X$ 方向よりずれが大きい。2回目以降の加工で加工痕が等間隔の加工を行うために、先述の補正式を再検討した。

Fig.3.16  $X$ 方向の加工位置Fig.3.17  $Y$ 方向の加工位置

補正式の再検討は図 3.18, 図 3.19 のように、 $X$ 方向については、加工を行いたい座標  $Drx$   $= -5, 0, 5\mu m$  とした場合の実際の加工位置  $Dmx$  を測定し、プログラムに与えた値であり補正值でもある  $Dsx$  と  $Dmx$  の関係を二次式で近似した。 $Y$ 方向も同様に行った。曲線の式の  $Dmx$ ,  $Dmy$  を  $Drx$ ,  $Dry$  に入れ替えたものを新たな補正式とした。補正式を表 3.2 に示す。



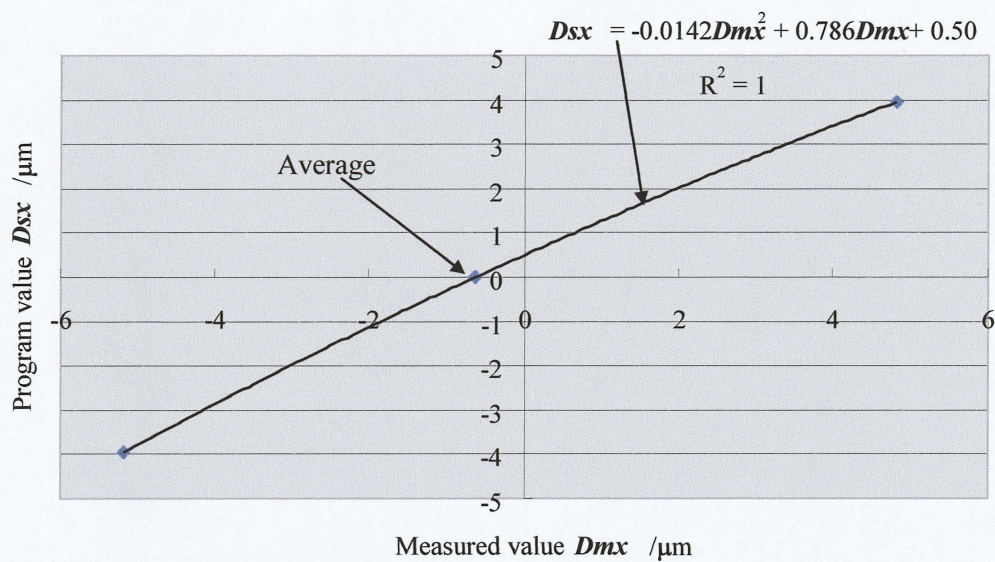


Fig.3.18 X方向 近似した2次曲線のグラフ

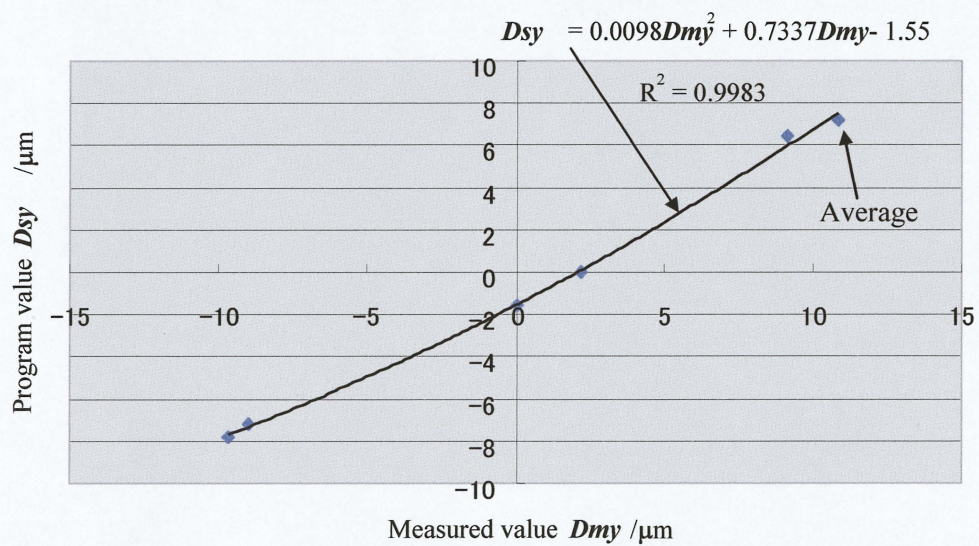
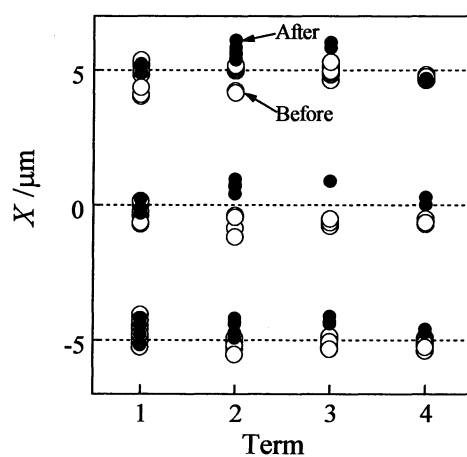
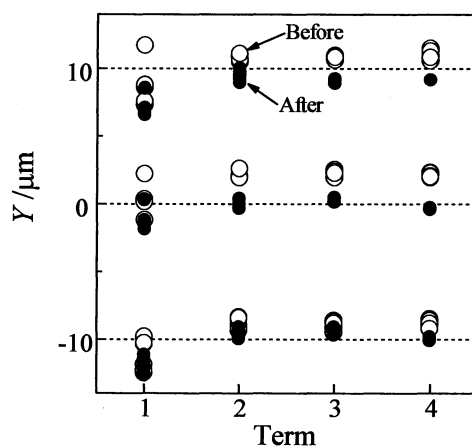


Fig.3.19 Y方向 近似した2次曲線のグラフ

表 3.2 改良した補正式

Correction value	Target Value	Correction formula
$Dsx$	$Drx$	$Dsx = -0.0142 Drx^2 + 0.786 Drx - 0.50$
$Dsy$	$Dry$	$Dsy = 0.0098 Dry^2 + 0.734 Dry - 1.55$

図 3.20, 図 3.21 に新たな補正式による加工プログラムによる加工と以前のプログラムで行った加工の圧痕の  $X$  方向の位置と加工回数の関係,  $Y$  方向の位置と加工回数の関係を比較したものを示す. 位置の定義は, 基準位置の加工痕からの距離とする.

Fig.3.20  $X$  方向の加工位置の比較Fig.3.21  $Y$  方向の加工位置の比較

X方向に関しては，図 3.20 に示すように，前後の加工両方とも位置がばらついており，改善がみられない．Y方向に関しては，図 3.21 に示すように，今回の加工の方が2回目以降の加工でばらつきが少なくなっており，狙いの位置にも加工されていることがわかる．以上より X方向に関しては前回の補正式を，Y方向に関しては今回の補正式を用いて，再度加工を行った．最終的に加工プログラムに使用した補正式を表 3.3 に，加工プログラムを図 3.22 に示す．

Table 3.3 最終的に使用した補正式

Correction value	Target Value	Correction formula
$D_{sx}$	$D_{rx}$	$D_{sx} = 0.964  D_{rx} ^{0.877}$
$D_{sy}$	$D_{ry}$	$D_{sy} = 0.0098 D_{ry}^2 + 0.734 D_{ry} - 1.55$



ScannerMoveY 2.36	ScannerSetSpeed 10
TinyLittleUp	ScannerMoveX 0
TinyLittleUp	ScannerMoveY 0
Wait 5	FastApproach
ScannerMoveX 0	SetOP 3.05
ScannerMoveY -7.91	SlowApproach
FastApproach	Wait 30
SetOP 3.05	SetOP -10
SlowApproach	TinyLittleUp
Wait 30	TinyLittleUp
SetOP -10	ScannerMoveX -3.95
ScannerMoveX 0	ScannerMoveY 6.77
ScannerMoveY -10.35	FastApproach
TinyLittleUp	SetOP 3.05
TinyLittleUp	SlowApproach
Wait 5	Wait 30
ScannerMoveX 3.95	SetOP -10
ScannerMoveY 6.77	ScannerMoveX -3.95
FastApproach	ScannerMoveY 2.36
SetOP 3.05	TinyLittleUp
SlowApproach	TinyLittleUp
Wait 30	Wait 5
SetOP -10	ScannerMoveX -3.95
ScannerMoveX 3.95	ScannerMoveY -1.55
ScannerMoveY 2.36	FastApproach
TinyLittleUp	SetOP 3.05
TinyLittleUp	SlowApproach
Wait 5	Wait 30
ScannerMoveX 3.95	SetOP -10
ScannerMoveY -1.55	ScannerMoveX -3.95
FastApproach	ScannerMoveY -4.97
SetOP 3.05	TinyLittleUp
SlowApproach	TinyLittleUp
Wait 30	Wait 5
SetOP -10	ScannerMoveX -3.95
ScannerMoveX 3.95	ScannerMoveY -7.91
ScannerMoveY -4.97	FastApproach
TinyLittleUp	SetOP 3.05
TinyLittleUp	SlowApproach
Wait 5	Wait 30
ScannerMoveX 3.95	SetOP -10
ScannerMoveY -7.91	ScannerMoveX -3.95
FastApproach	ScannerMoveY -10.35
SetOP 3.05	TinyLittleUp
SlowApproach	TinyLittleUp
Wait 30	Wait 5
SetOP -10	ScannerMoveX 0
ScannerMoveX 3.95	ScannerMoveY 6.77
ScannerMoveY -10.35	FastApproach
TinyLittleUp	SetOP 3.05
TinyLittleUp	SlowApproach
ScannerMoveX 0	Wait 30
ScannerMoveY 0	SetOP -10
SetOP 0	ScannerMoveX 0

Fig.3.22 補正加工プログラム

図 3.23 に再度加工を行った加工痕の画像を，図 3.24 に補正前後のレイアウトの比較を示す．補正前のレイアウトと比べるとずれが小さくなったことがわかる．

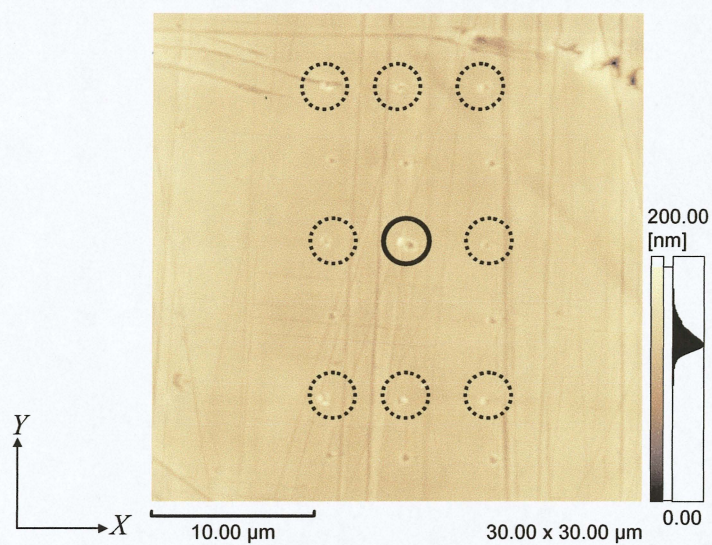


Fig.3.23 補正改良後(AI,  $F=100\mu\text{N}$ )

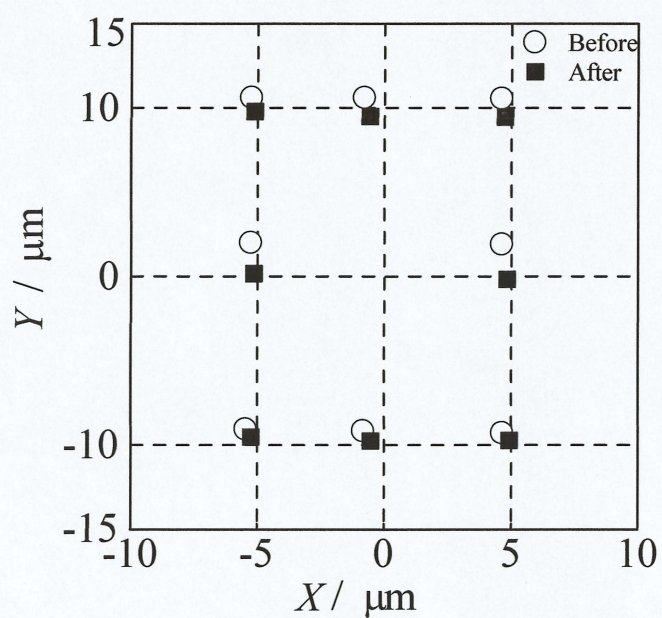


Fig.3.24 補正前後の比較

### 3.2.3 硬さ相当値の検討

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 3.25 に示す三角錐であると仮定する． $\varphi$  はアペックス角との関係より求まる．

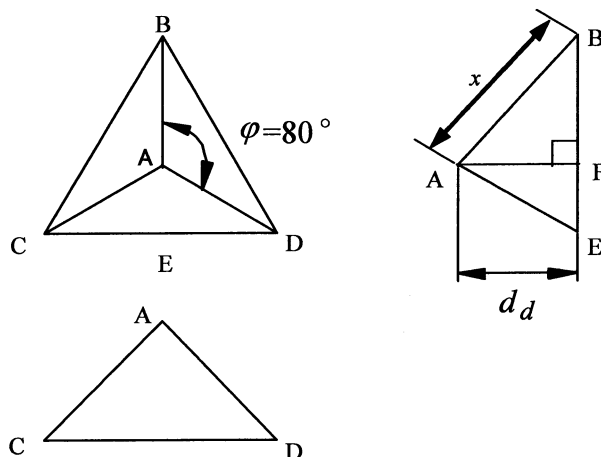


Fig.3.25 仮定した加工痕形状

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  $HVe-1$  とした．実験で得られた加工痕の深さ  $d_d$  を用いて，(3.1) 式のように硬さ相当値  $HVe-1$  を求めた．

$$HVe-1 = 0.102 \frac{F}{S_e} = \frac{0.102 F}{\frac{9d_d^2 \sin \varphi}{2(1 + 2 \cos \varphi)}} \approx 0.031 \frac{F}{d_d^2} \quad (3.1)$$

ここで，

$HVe-1$  : 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．

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

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

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 3.26 にアルミニウムの硬さ相当値  $HV_{e-1}$  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、34HV0.1 である。加工荷重 100 $\mu$ N での  $HV_{e-1}$  の平均は 1400, 加工荷重 200 $\mu$ N での  $HV_{e-1}$  の平均は 200, 加工荷重 300 $\mu$ N での  $HV_{e-1}$  の平均は 100, 加工荷重 400 $\mu$ N での  $HV_{e-1}$  の平均は 100 程度であり、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。また加工荷重による硬さ相当値の違いが大きい。

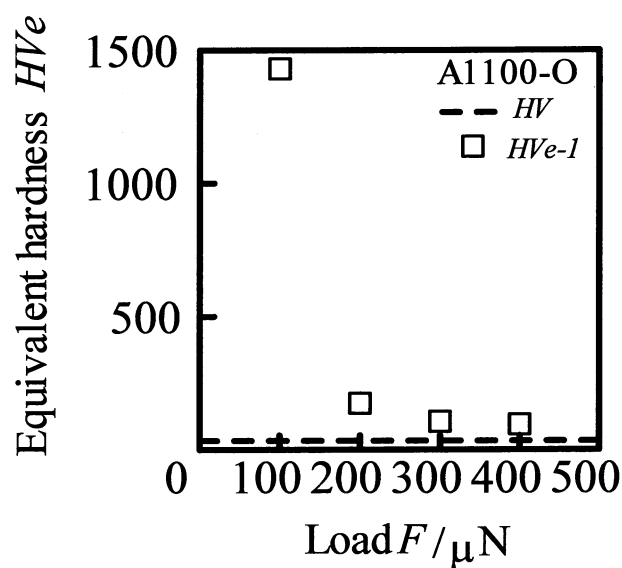


図 3.26 硬さ相当値  $HVe-1$  と加工荷重の関係(Al)

図 3.27 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。



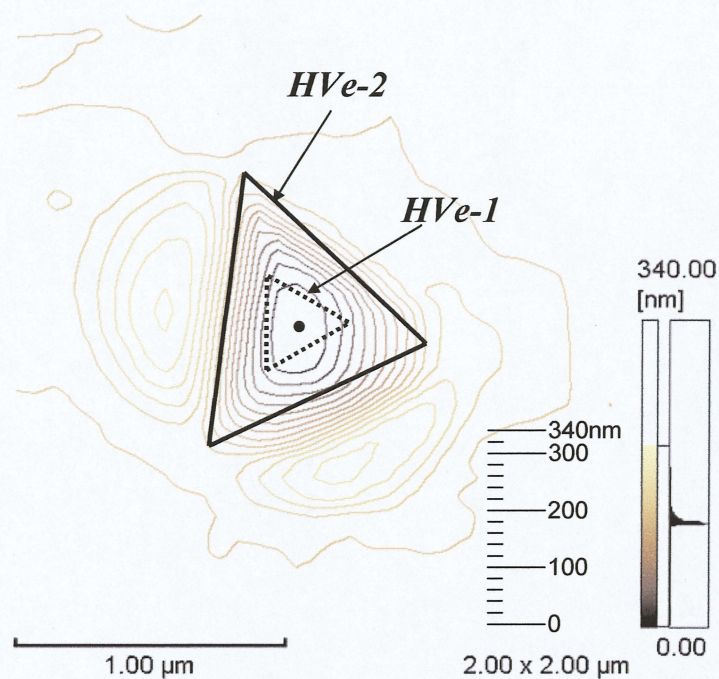


Fig.3.27 AFMにより測定した加工痕と仮定した三角錐の比較 (アルミニウム  $F=300\mu\text{N}$ )

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、 $512 \times 512$  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 3.28 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。



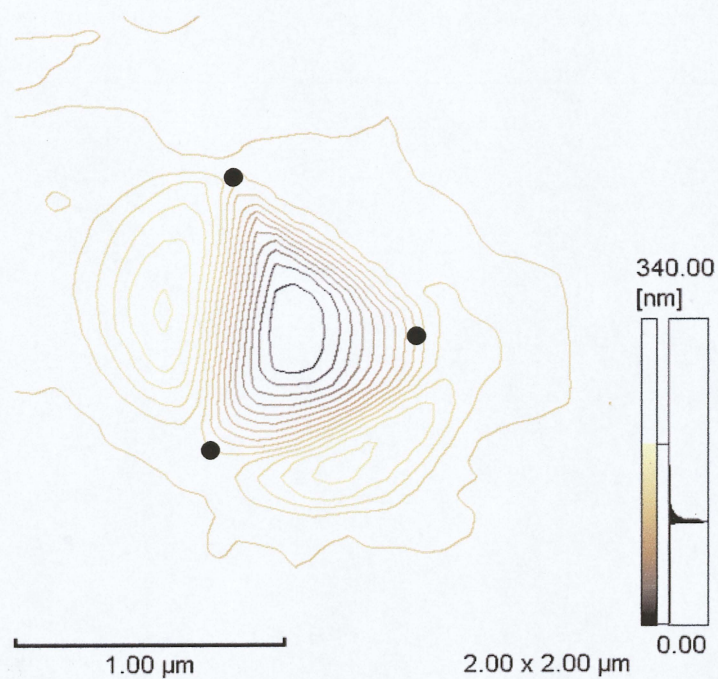


Fig.3.28 点を記入したときの例

⑩ 等高線の一番低いラインの中心に点を取り，図 3.29 のように 4 点を線で結ぶ。

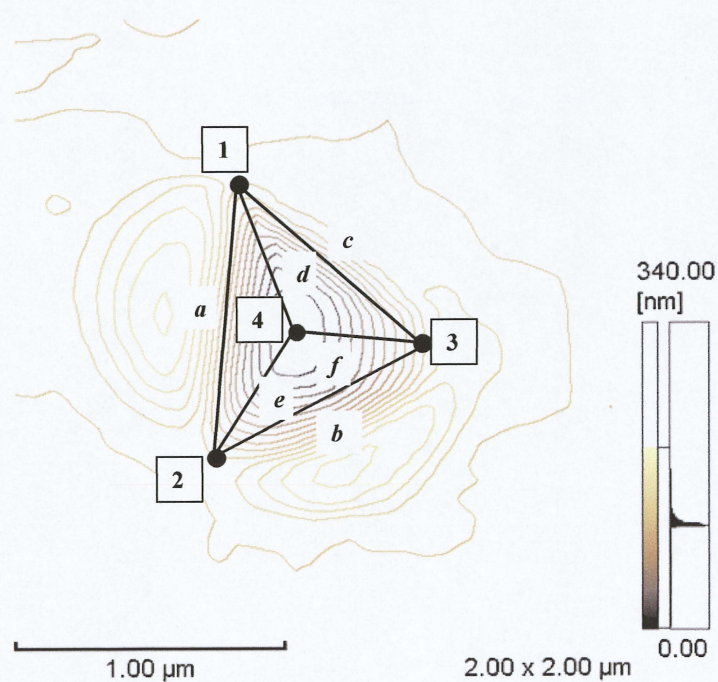


Fig.3.29 4 点を線で結んだときの例

- ⑪ 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。  
 ⑫ 加工痕の形状を図 3.30 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。

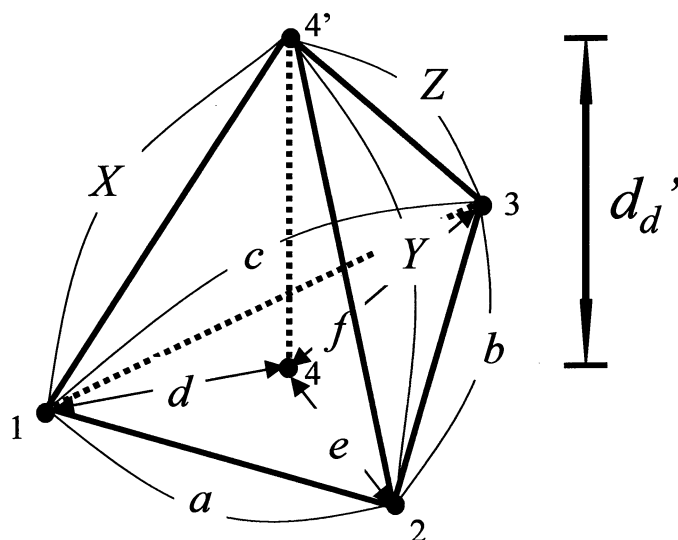


図 3.30 加工痕から仮定した三角錐

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  $Se_2$  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(3.2)のように硬さ相当値  $HVe-2$  を求めた。

$$HVe-2 = 0.102 \frac{F}{S_{e2}}$$

(3.2)

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  $\text{mm}^2$

上記の方法を用いて、硬さ相当値  $HVe-2$  を求めてみた。アルミニウム試験片における圧痕深さから求めた硬さ相当値  $HVe-2$  と荷重の関係を図 3.31 に、 $HVe-1$  と  $HVe-2$  の比較を図 3.33 に示す。点は平均値を示す。比較のため、ビッカース硬さも示す。図 3.32 より硬さ相当値  $HVe-2$  は荷重が小さい場合を除いてビッカース硬さの値に近い値を示しており、また荷重間の違いもあまり見られない。図 3.31、3.32 より硬さ相当値  $HVe-1$  はビッカース硬さの値と比較してかなり大きな値となっており、荷重が小さい  $F=100\mu\text{N}$  では非常に大きな値となっている。以上より  $HVe-2$  の方が妥当な値と考えられる。

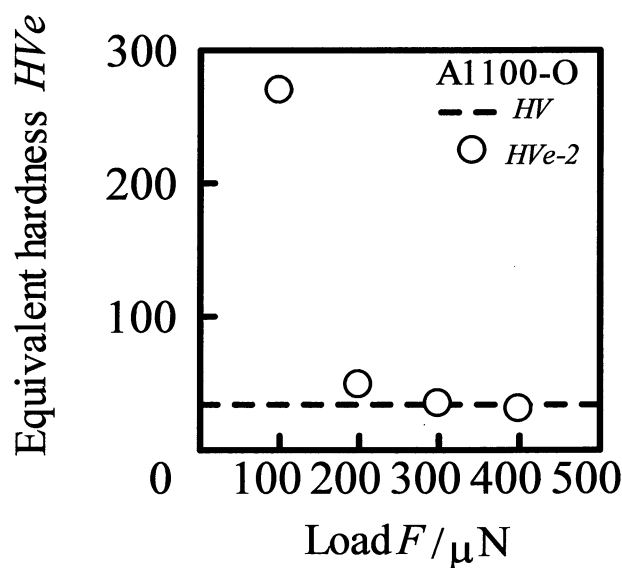


図 3.31 硬さ相当値  $HVe-2$  と加工荷重の関係(Al)

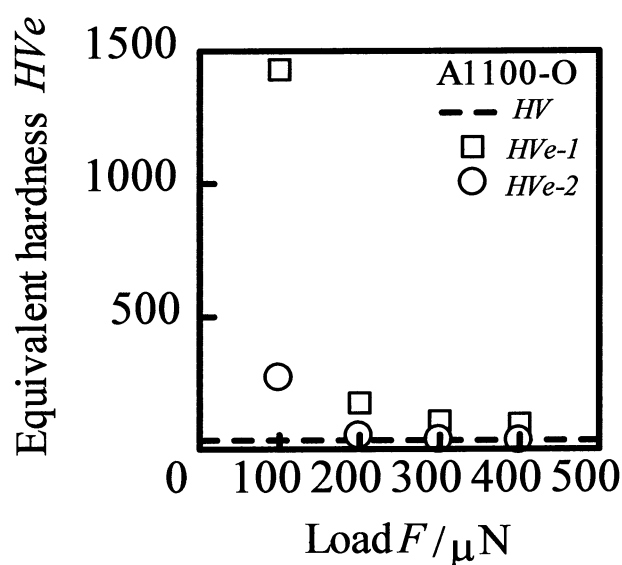
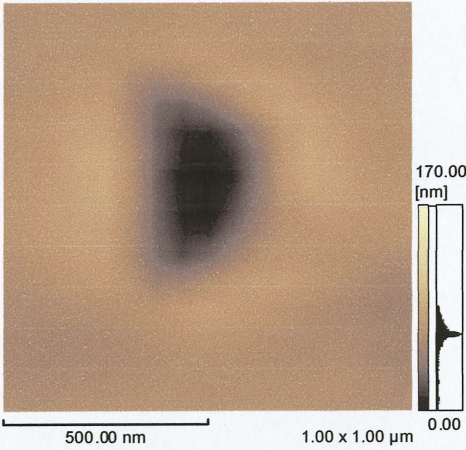


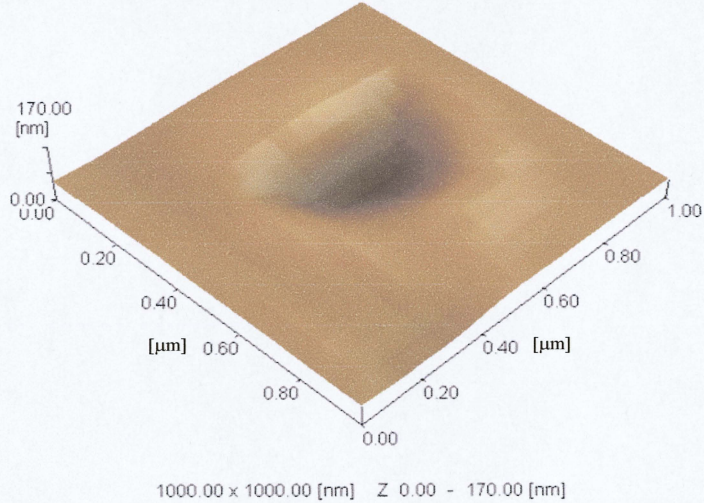
図 3.32 硬さ相当値と加工荷重の関係(Al)

### 3.2.4 きれいな押込み加工を行う条件

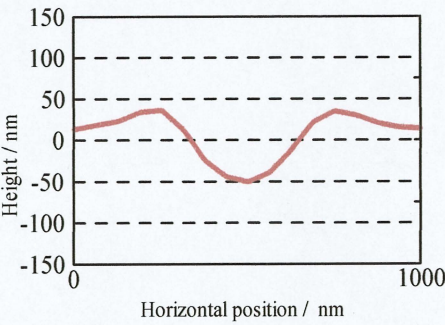
本装置では圧痕加工後、ステッピングモーターを利用してカンチレバーを上昇させると上昇の際に圧痕をつけてしまうということがわかっている<sup>(24)</sup>。そのため、 piezo素子だけでカンチレバーを上昇させているが、加工荷重が大きいとカンチレバーが上がりきらずに移動の際に引きずったような線ができてしまう。そこでアルミニウム試験片においてきれいな加工を行う条件を求める為に、 $F=100\mu\text{N}$ ,  $90\mu\text{N}$ ,  $80\mu\text{N}$ ,  $60\mu\text{N}$ ,  $50\mu\text{N}$  で押込み加工を行った。このうち荷重  $60\mu\text{N}$ ,  $50\mu\text{N}$  では、加工痕が観察されなかった。図 3.33～図 3.35 にアルミニウム試験片に加工した加工痕の AFM 像を示す。図の(a)は AFM 二次元像, (b)は AFM 三次元像, (c)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)AFM2 次元画像



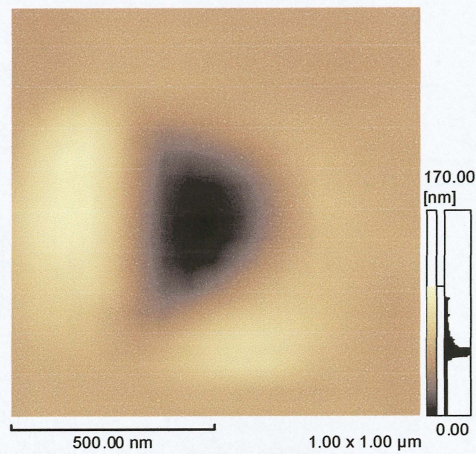
(b) AFM3 次元画像



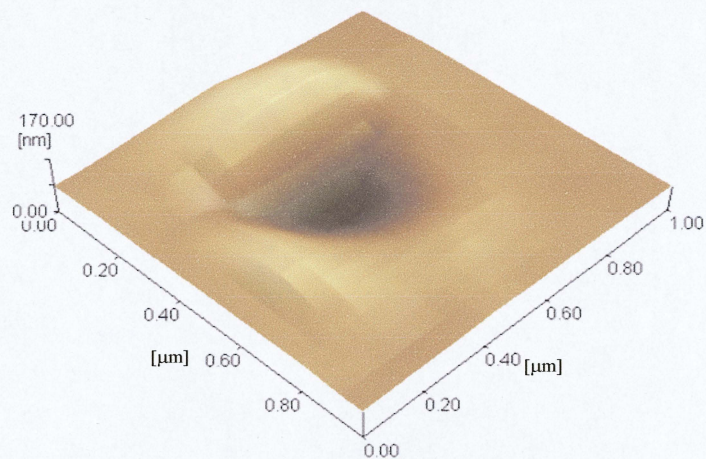
(c) 断面曲線

Fig.3.33 加工痕の形状(A1,  $F=80\mu\text{N}$ )



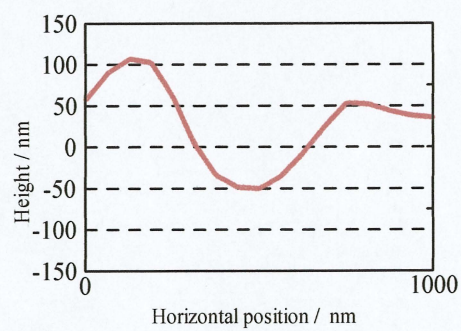


(a) AFM2 次元画像



1000.00 x 1000.00 [nm] Z 0.00 - 170.00 [nm]

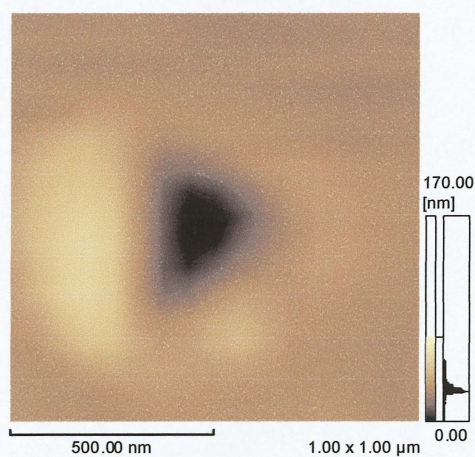
(b) AFM3 次元画像



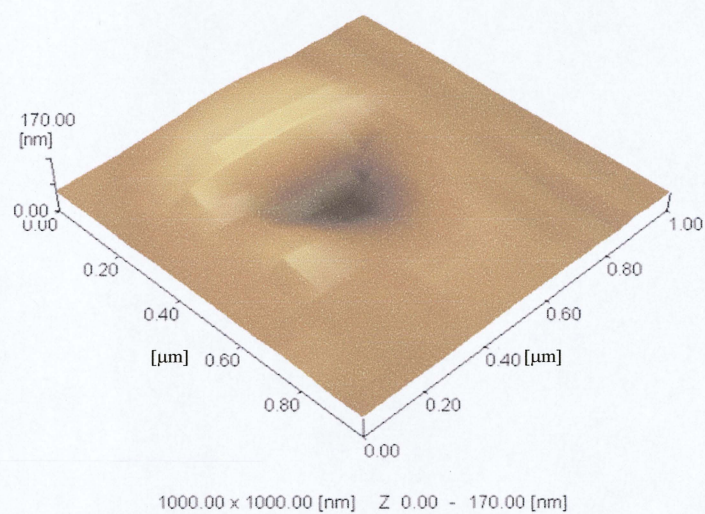
(c) 断面曲線

Fig.3.34 加工痕の形状(A1,  $F=90\mu\text{N}$ )

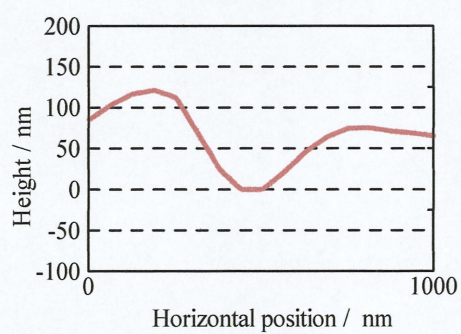




(a)AFM2 次元画像



(b)AFM3 次元画像



(c) 断面曲線

Fig.3.35 加工痕の形状(AI,  $F=100\mu\text{N}$ )

図より，今回の実験結果は先の結果と同じく，きれいな三角錐の形状をとっている。 図

3.36 に今回行った押込み加工の結果を含めた，加工荷重と加工深さの関係を示す．図より概ね同じ傾向を示し，加工荷重と加工深さに比例の関係があることがわかる．荷重  $100\mu\text{N}$  で  $90\text{nm}$ ， $90\mu\text{N}$  で  $80\text{nm}$ ， $80\mu\text{N}$  で  $60\text{nm}$  程度の押込み加工ができることがわかる．

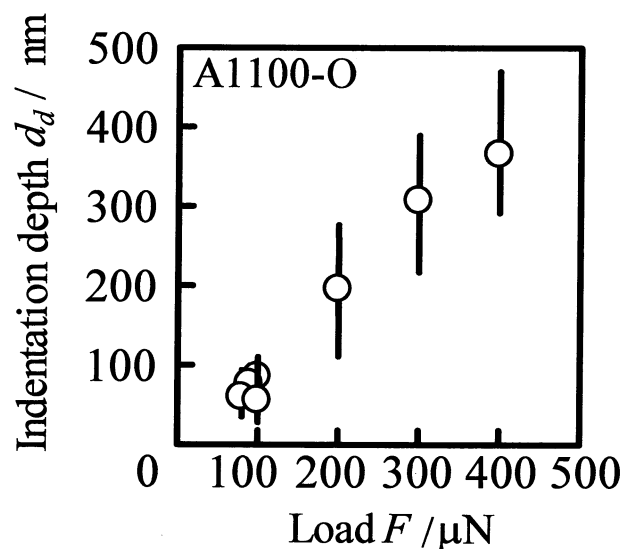
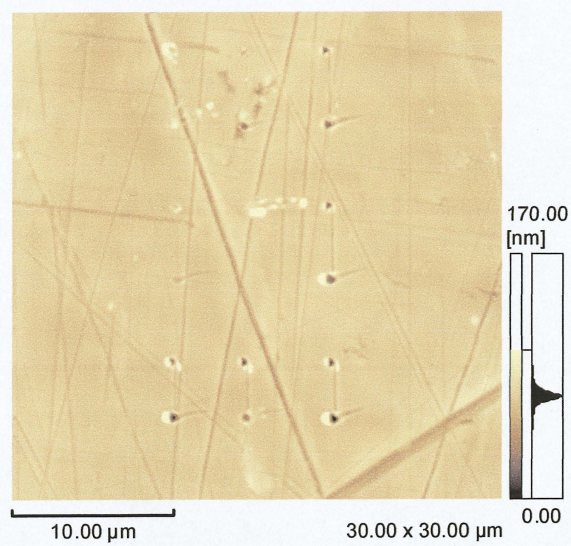


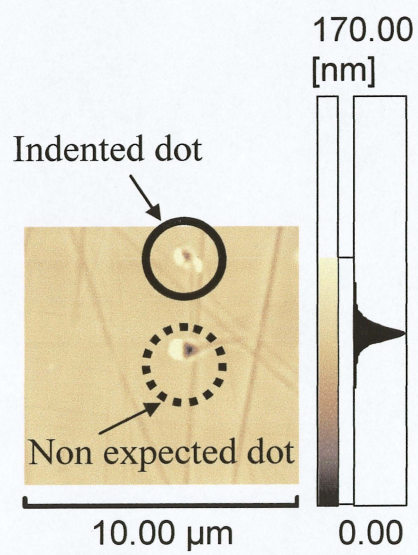
図 3.36 加工荷重と加工深さの関係(アルミニウム試験片)

図 3.37～図 3.39 に加工荷重  $F=100,90,80\mu\text{N}$  の押込み加工 9 点分の全体の観察像と，単体の押込み加工の観察像を示す．単体の観察像での丸は加工痕，点線は意図しないで出来た圧痕を示す．図より全ての荷重で加工痕の周りに意図しない圧痕などが見られる．本方法でアルミニウム試験片に押込み加工を行う場合，最小荷重は  $F=80\mu\text{N}$  で深さ  $60\text{nm}$  程度の加工ができるが，加工痕のみの行うことはできないことがわかった．





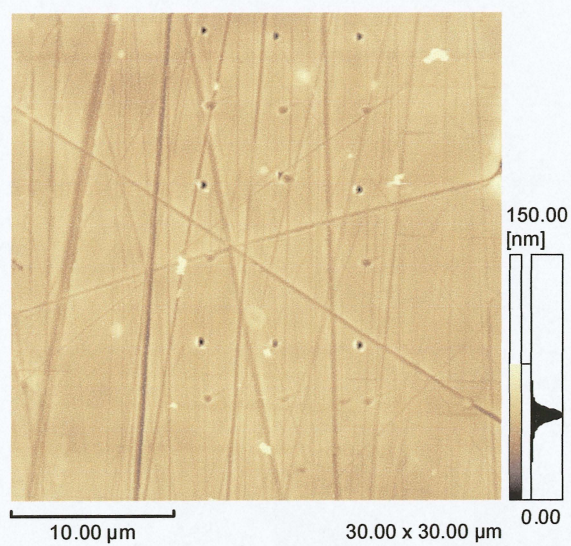
(a)加工痕 9 点全体観察画像



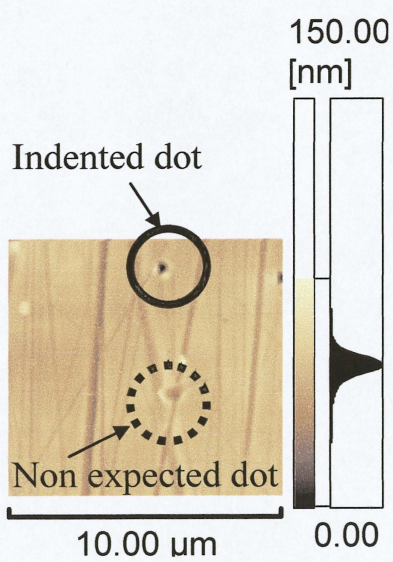
(b)加工痕単体観察画像

Fig.3.37 押込み加工 AFM 観察像 (アルミニウム,  $F=100\mu\text{N}$ )





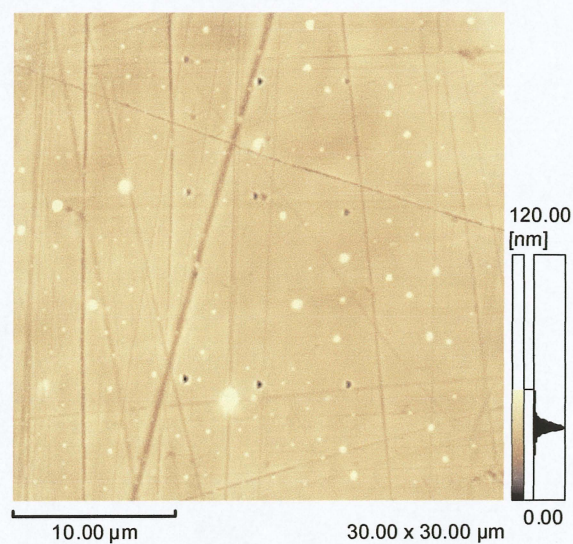
(a)加工痕 9 点全体観察画像



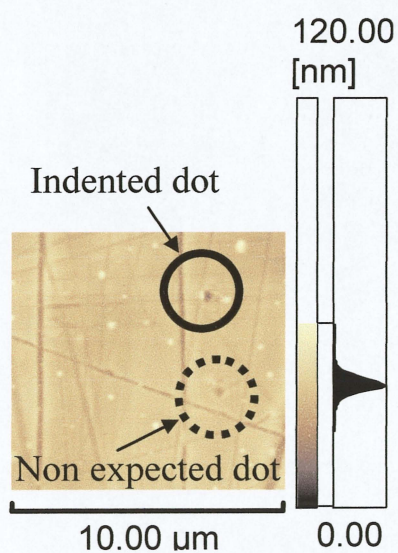
(b)加工痕単体観察画像

Fig.3.38 押込み加工 AFM 観察像 (アルミニウム,  $F=90\mu\text{N}$ )





(a)加工痕 9 点全体観察画像



(b)加工痕単体観察画像

Fig.3.39 押込み加工 AFM 観察像 (アルミニウム,  $F=80\mu\text{N}$ )

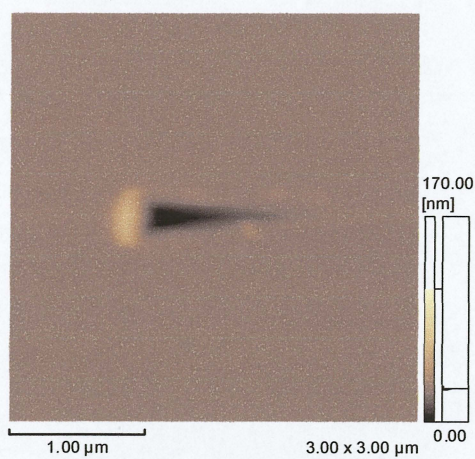
### 3.3 実験結果(酸化亜鉛)

酸化亜鉛は新たな青色発光ダイオード(LED)の材料として、従来の材料に比べてコストが安く済むことなどから注目されている<sup>(6)</sup>。しかし実際にLEDを製作する上でエッチングする際、強酸・強アルカリに弱いなど使用する薬品類に限られる<sup>(7)</sup>。そこでAFMによる押込み加工を試みた。

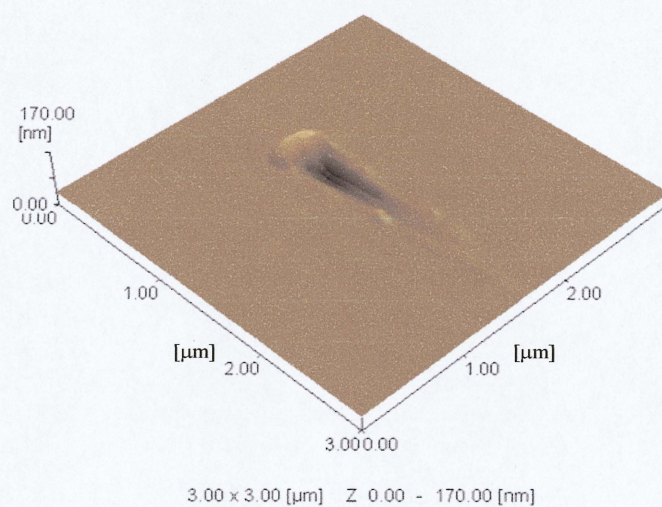
#### 3.3.1 加工深さ

図 3.40～3.45 に酸化亜鉛単結晶基板に加工した加工痕のAFM像を示す。図の(a)はAFM二次元像, (b)はAFM三次元像, (c)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。

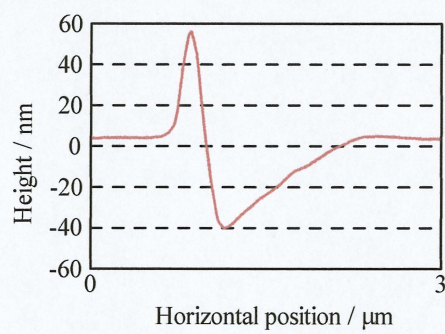




(a) AFM2 次元画像



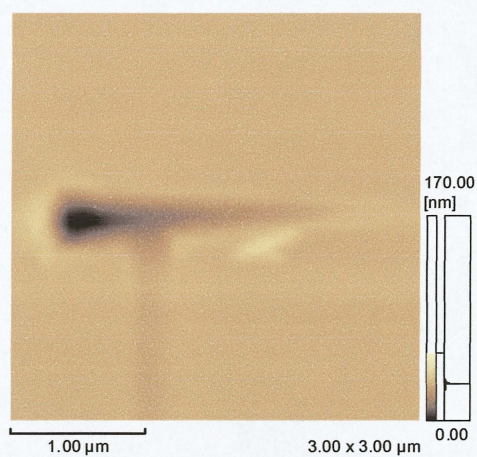
(b) AFM3 次元画像



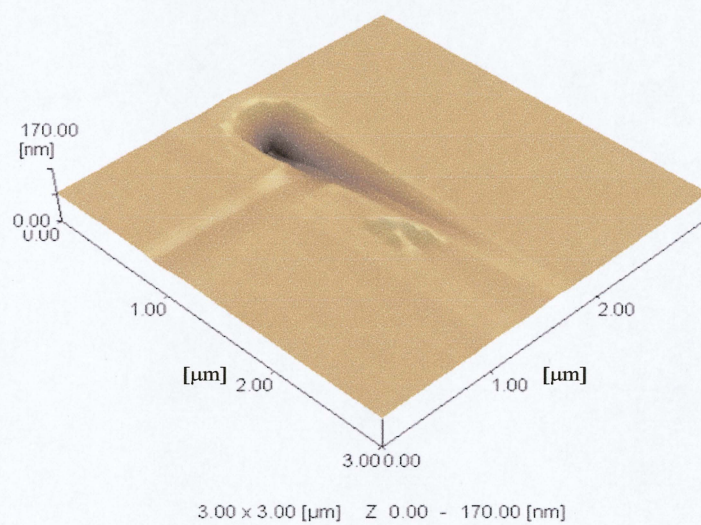
(c) 断面曲線

Fig.3.40 加工痕の形状(酸化亜鉛 Zn 極性面,  $F=400\mu\text{N}$ )

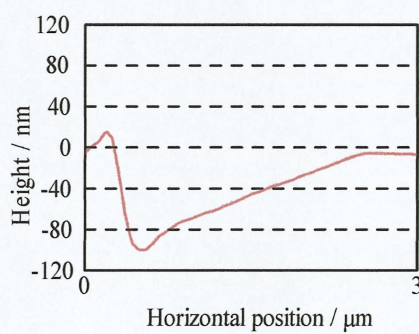




(a)AFM2 次元画像



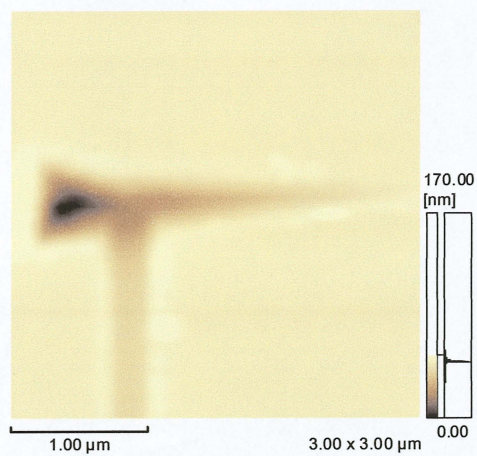
(b)AFM3 次元画像



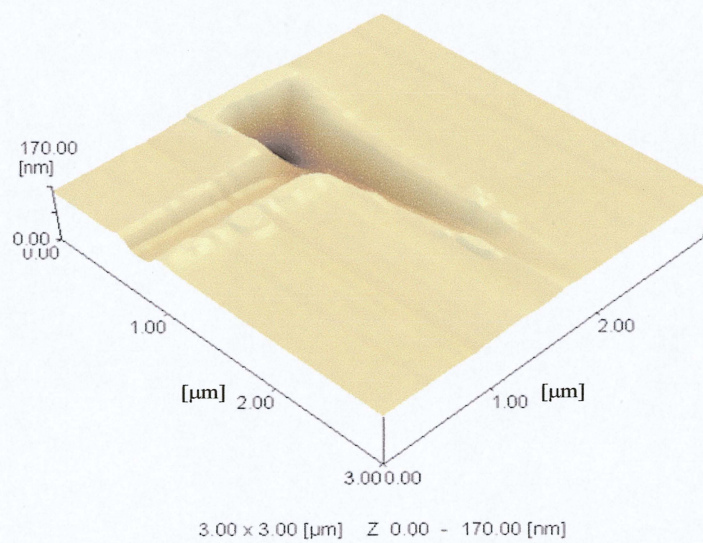
(c) 断面曲線

Fig.3.41 加工痕の形状(酸化亜鉛 Zn 極性面,  $F=550\mu\text{N}$ )

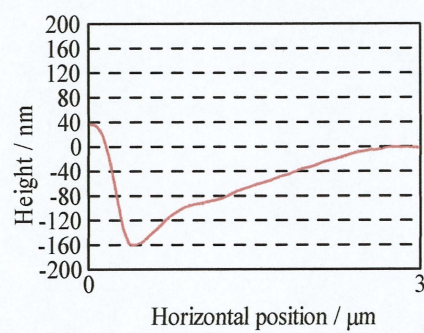




(a) AFM2 次元画像



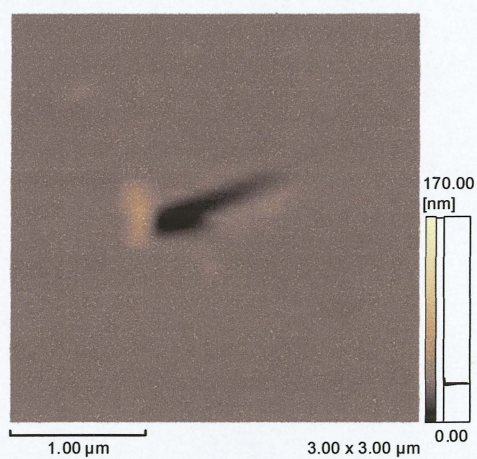
(b) AFM3 次元画像



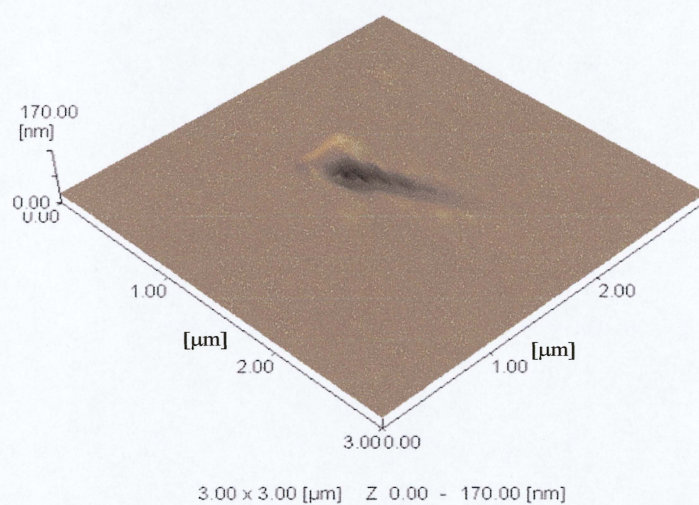
(c) 断面曲線

Fig.3.42 加工痕の形状(酸化亜鉛 Zn 極性面,  $F=700\mu\text{N}$ )

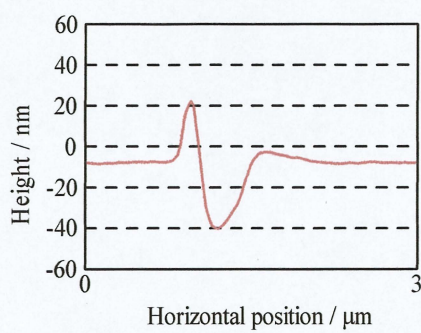




(a)AFM2 次元画像



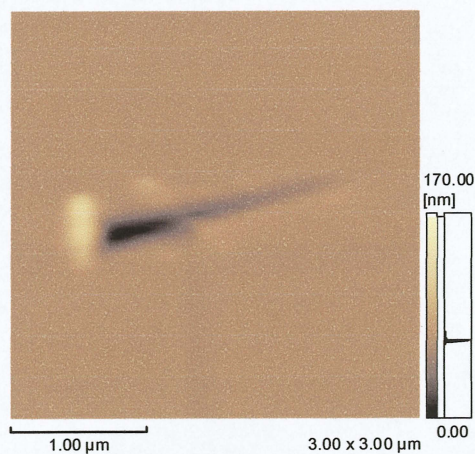
(b)AFM3 次元画像



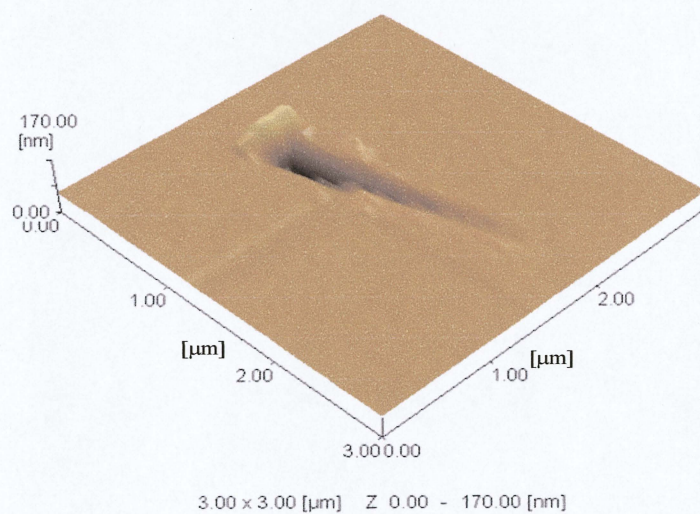
(c) 断面曲線

Fig.3.43 加工痕の形状(酸化亜鉛 O 極性面,  $F=400\mu\text{N}$ )

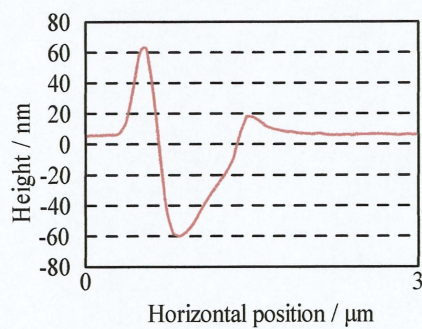




(a) AFM2 次元画像



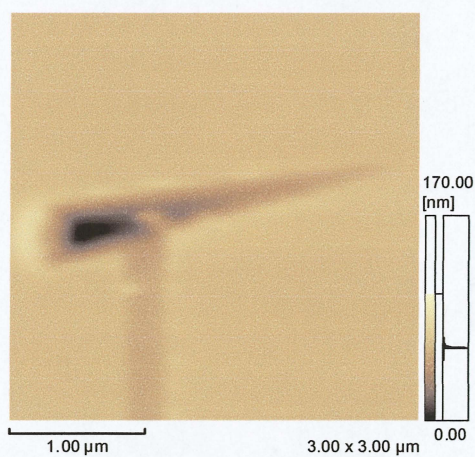
(b) AFM3 次元画像



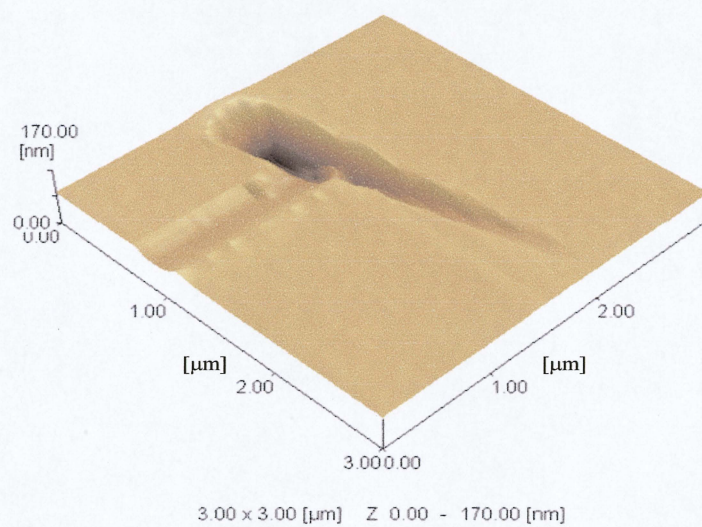
(c) 断面曲線

Fig.3.44 加工痕の形状(酸化亜鉛 Zn 極性面, ,  $F=550\mu\text{N}$ )

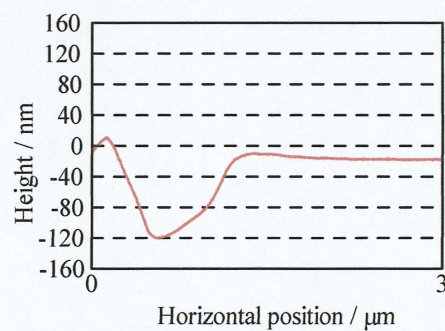




(a)AFM2 次元画像



(b)AFM3 次元画像



(c) 断面曲線

Fig.3.45 加工痕の形状(酸化亜鉛 Zn 極性面,  $F=700\mu\text{N}$ )



加工痕の形状は、酸化亜鉛単結晶基板では図 3.40～3.45 を見ての通り荷重  $400\mu\text{N}\sim 700\mu\text{N}$  の範囲では荷重や極性面の違いによらず断面が横長い三角形の三角錐の形状をとっており、アルミニウム試験片の加工で見られたような正三角錐の形状ではなかった。これには以下のような理由が考えられる。まずアルミニウム試験片の場合と比較して、酸化亜鉛単結晶基板では押し込み加工の荷重が大きい。その上で本研究の押し込み加工は片持ち梁のダイヤモンドカンチレバーを用いているため、カンチレバー押し込み時に材料を彫り上げる、またはカンチレバー上昇時にカンチレバーが材料表面を引きずってしまうためと考えられる。そのため、この方法で酸化亜鉛単結晶基板に押し込み加工を行う場合、これらのことを考慮に入れなければならない。また、加工荷重が大きくなるにつれて加工痕の形状が大きくなっている。

図 3.46～3.48 に酸化亜鉛単結晶基板 Zn 極性面、O 極性面、両極性面における押し込み加工の加工荷重と加工深さの関係を示す。図 3.46 と 3.47 よりどちらの極性面においても荷重に対する加工痕の深さにはある程度のばらつきが見られる。また図 3.48 より荷重が大きくなるにしたがって極性面の違いのばらつきが大きい。しかし極性面の違いによらず概ね同じ深さの加工ができています。また平均値を見てみると、深さはほぼ荷重に比例し、加工荷重  $400\mu\text{N}$  で深さ  $30\sim 50\text{nm}$ 、 $550\mu\text{N}$  で深さ  $60\sim 100\text{nm}$ 、 $700\mu\text{N}$  で深さ  $80\sim 160\text{nm}$  程度の加工ができることがわかる。

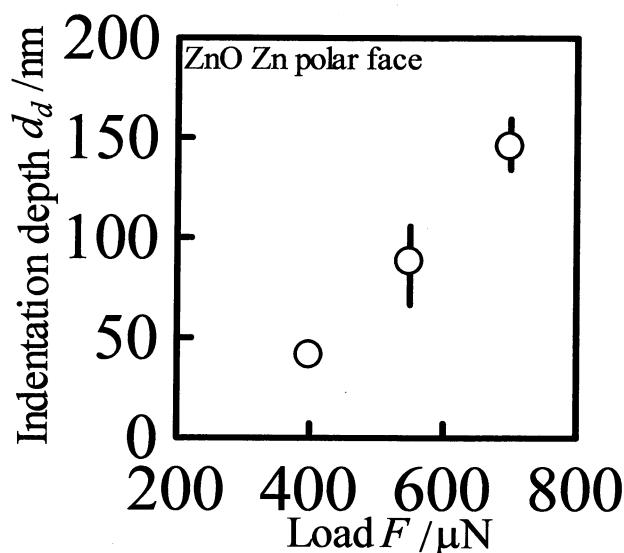


Fig.3.46 加工荷重と加工深さの関係 (ZnO, Zn 極性面)

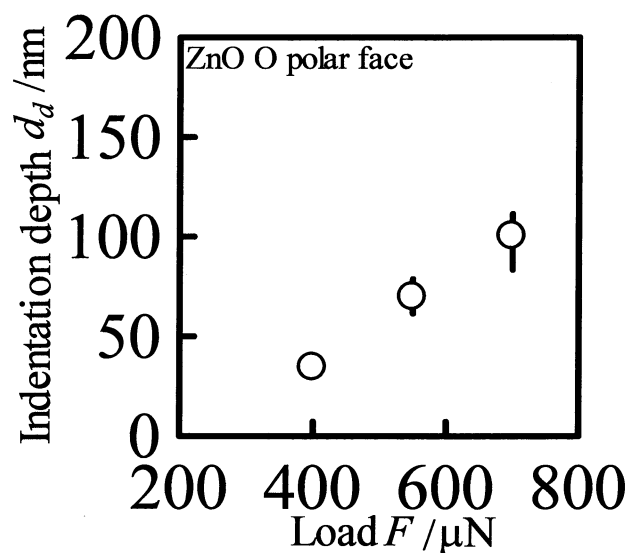


Fig.3.47 加工荷重と加工深さの関係 (ZnO, O 極性面)

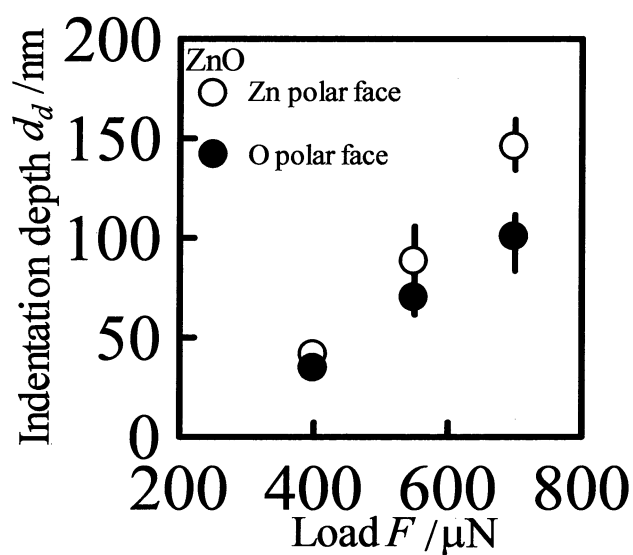


Fig.3.48 加工荷重と加工深さの関係 (ZnO)

### 3.3.2 硬さ相当値の検討

アルミニウム試験片と同様に、酸化亜鉛単結晶基板についても材料の硬さの評価を試みる。図 3.49～3.51 に酸化亜鉛単結晶基板 Zn 極性面, O 極性面, 両極性面における硬さ相当値の値を示す。なお、図中の破線はマイクロビッカース硬さ試験より得られたビッカース硬さである。図 3.49 と 3.50 よりどちらの極性面においても荷重が大きくなるにしたがって硬さ相当値は小さくなっており、ビッカース硬さよりも小さな値をとることがわかる。ま



た図 3.51 より極性面によって大きな違いは見られない。

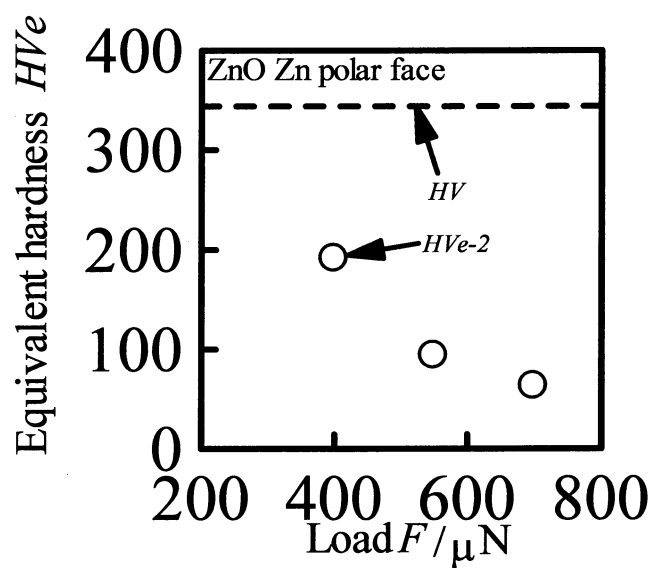


Fig.3.49 硬さ相当値  $HVe$ -2 と加工荷重の関係 (ZnO, Zn 極性面)

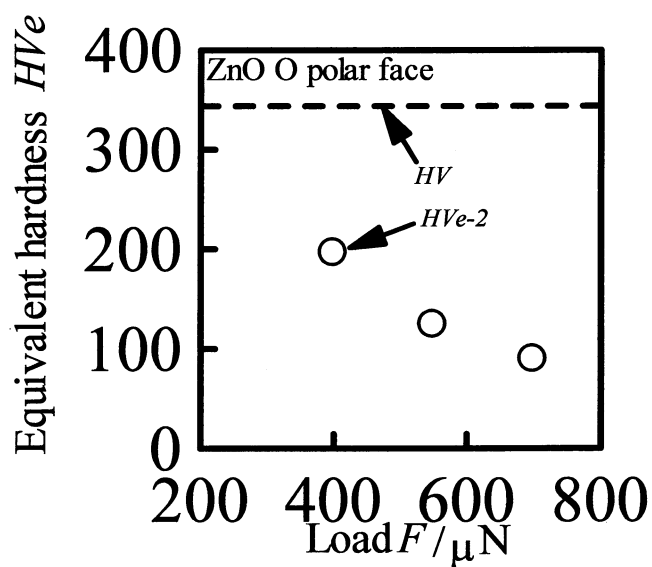


Fig.3.50 硬さ相当値  $HVe$ -2 と加工荷重の関係 (ZnO, O 極性面)

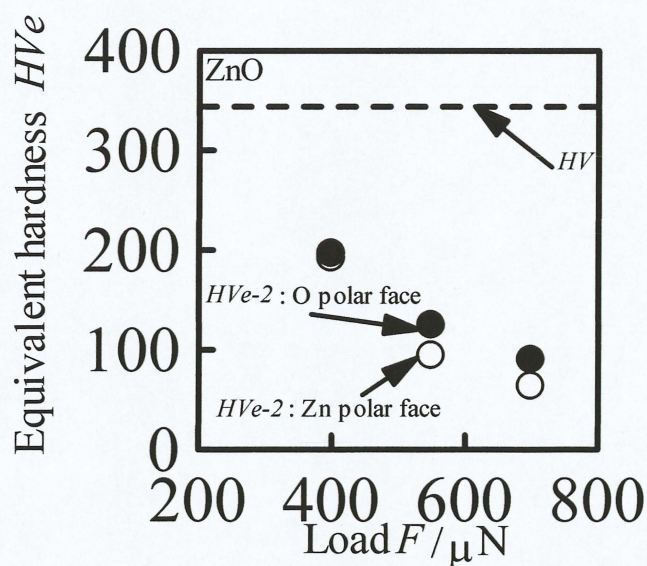


Fig.3.51 硬さ相当値  $HVe-2$  と加工荷重の関係 (ZnO)

酸化亜鉛単結晶基板において硬さ相当値  $HVe-2$  では、先の結果にもあったように断面形状が正三角錐ではなく横長の三角錐で、加工痕の表面積が実際の加工時の表面積よりも大きく見積もられていると考えられる。そこで図 3.52 に示すように断面形状の三角形縦辺と同じ長さを一辺とし、 $HVe-2$  の三角錐と同じ高さの正三角錐として加工痕の表面積を計算し、硬さ相当値を算出した。この硬さ相当値を  $HVe-3$  とする。

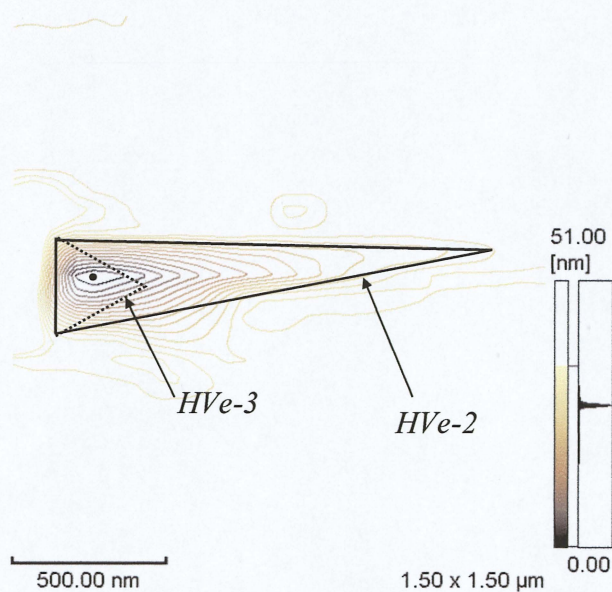


Fig.3.52 硬さ相当値  $HVe-2$  と  $HVe-3$  の断面形状の違い (ZnO,  $F=400\mu\text{N}$ )



図 3.53～3.55 に酸化亜鉛単結晶基板 Zn 極性面, O 極性面, 両極性面における硬さ相当値  $HVe-3$  の値を, 図 3.56 に酸化亜鉛単結晶基板両極性面における  $HVe-2$  と  $HVe-3$  を比較したものを示す. 図 3.53 と 3.54 よりどちらの極性面においても荷重が大きくなるにしたがって硬さ相当値は小さくなっており, ビッカース硬さの値に近い値をとることがわかる. また図 3.55 より極性面によって大きな違いは見られない. 図 3.56 より  $HVe-2$ ,  $HVe-3$  の両方ともビッカース硬さとは違う値をとっているが, 荷重が大きくなるにつれてビッカース硬さに近い値をとることと, 加工痕の表面積の取り方の妥当性から, 酸化亜鉛単結晶基板においては硬さ相当値  $HVe-3$  が妥当であると思われる. 荷重が大きくなるにつれて硬さ相当値がビッカース硬さに近い値をとるのは, 荷重が大きいとカンチレバーのダイヤモンドチップがより深くまで押込まれ, 押込まれたチップの表面積と加工痕の表面積の差が少なくなったためと考えられる.

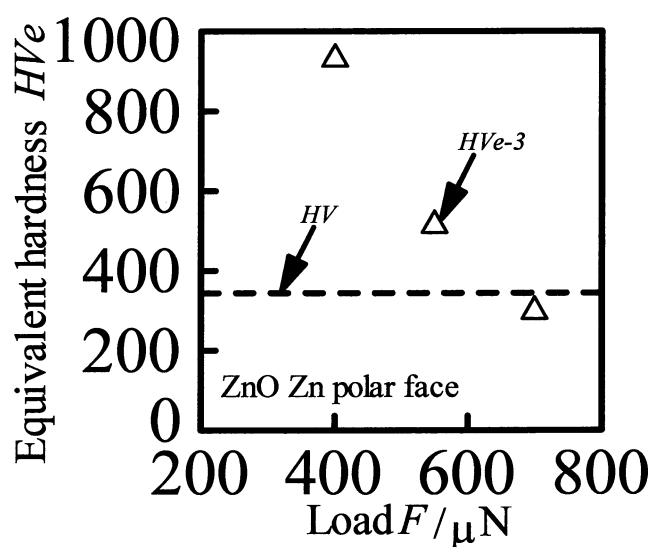


Fig.3.53 硬さ相当値  $HVe-3$  と加工荷重の関係 (ZnO, Zn 極性面)

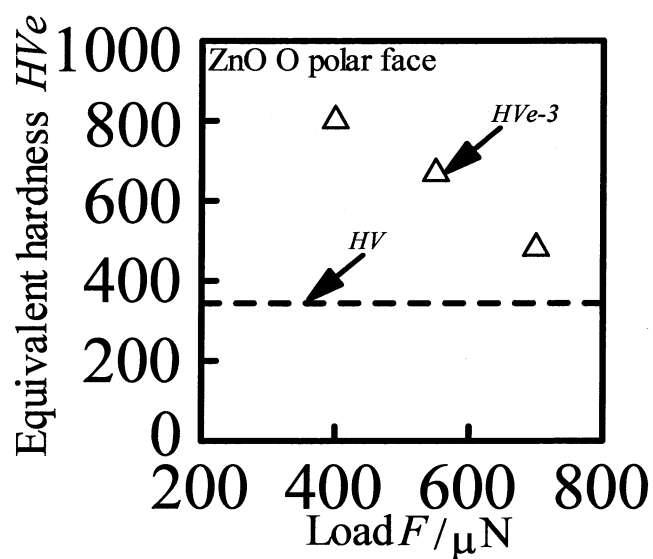


Fig.3.54 硬さ相当値  $HVe$ -3 と加工荷重の関係 (ZnO, O 極性面)

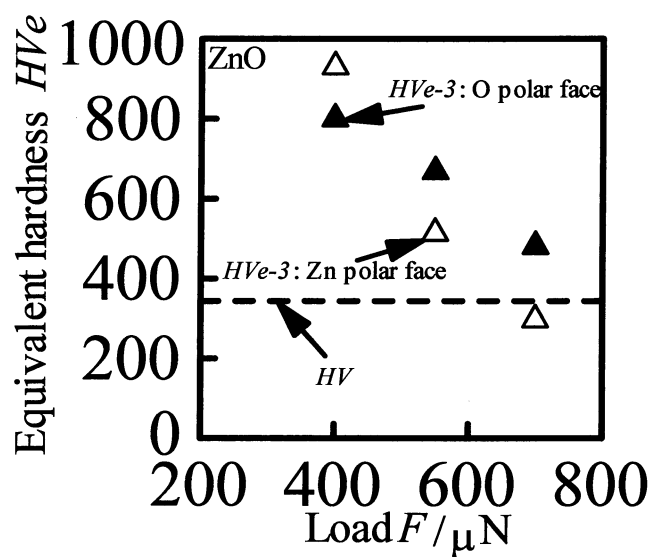


Fig.3.55 硬さ相当値  $HVe$ -3 と加工荷重の関係 (ZnO)



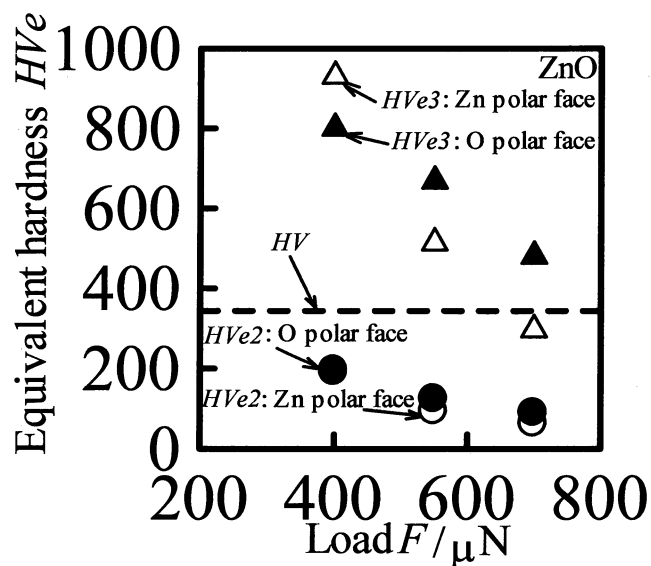
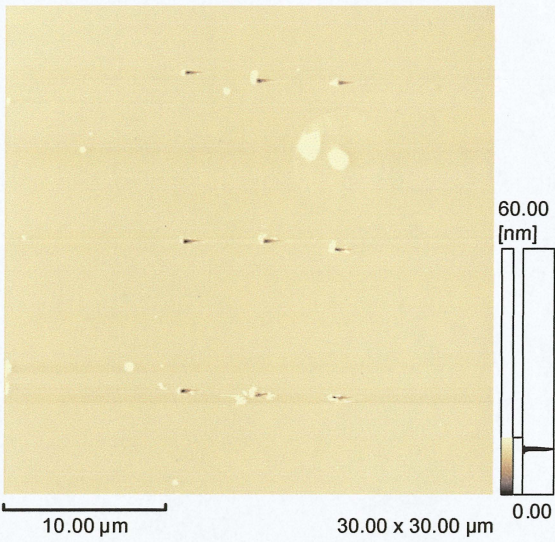


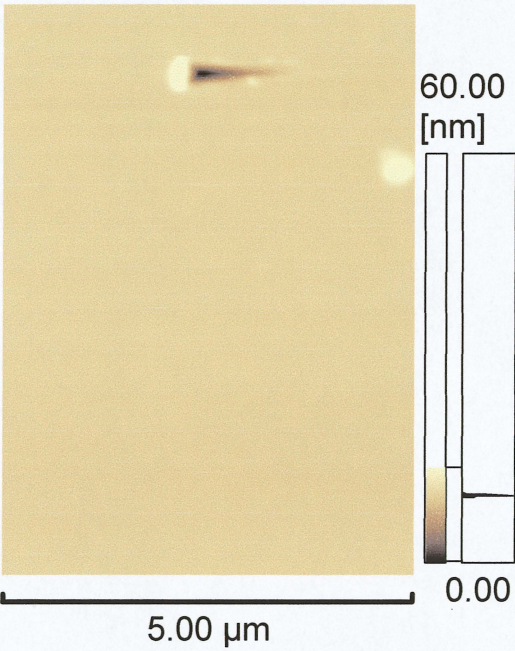
Fig.3.56 硬さ相当値  $HVe$ -2,  $HVe$ -3 と加工荷重の関係 (ZnO)

### 3.3.3 きれいな押込み加工を行う条件

図 3.57～3.58 に酸化亜鉛単結晶基板での加工荷重  $400\mu\text{N}$ ,  $550\mu\text{N}$  の押込み加工 9 点分の全体の観察像と, 単体の押込み加工の観察像を示す. 図より, 荷重  $400\mu\text{N}$  では加工痕の周りに見当たるものは特に無いが, 荷重  $550\mu\text{N}$  では加工痕の周りに引きずり線が見当たるのがわかる. そこで当方法で酸化亜鉛単結晶基板に引きずり線の無いきれいな加工を行う条件を検討するために, 荷重  $400\sim 550\mu\text{N}$  のどの荷重から引きずり線が出るか, 荷重  $400\mu\text{N}$  以下のどの荷重で押込み加工が出来なくなるか酸化亜鉛単結晶基板に押込み加工を行った.



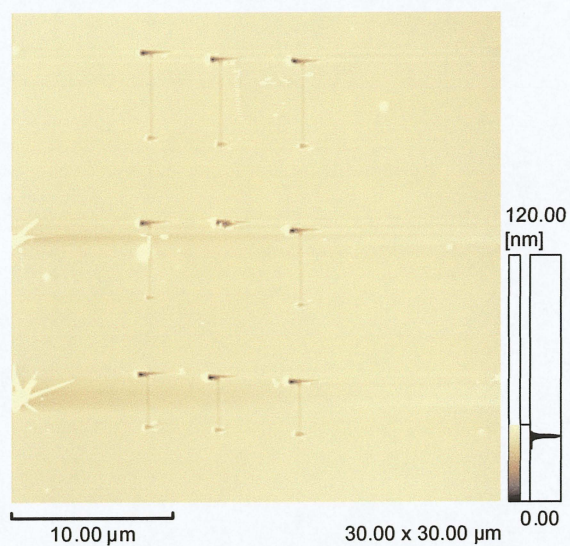
(a)加工痕 9 点全体観察画像



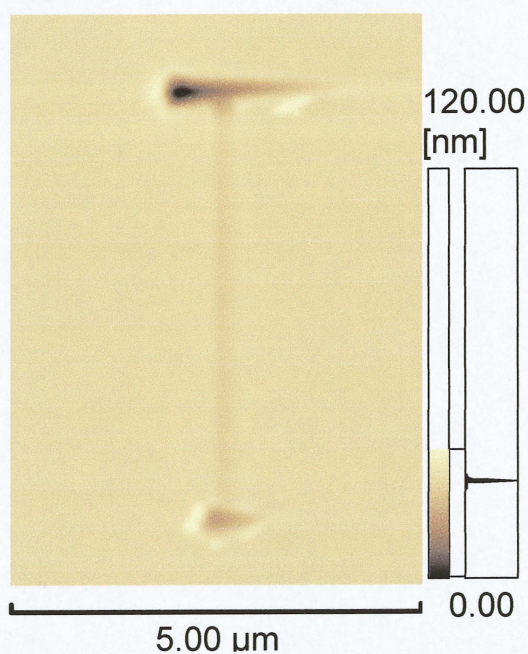
(b)加工痕単体観察画像

Fig.3.57 押込み加工 AFM 観察像 (ZnO,  $F=400\mu\text{N}$ )





(a)加工痕 9 点全体観察画像

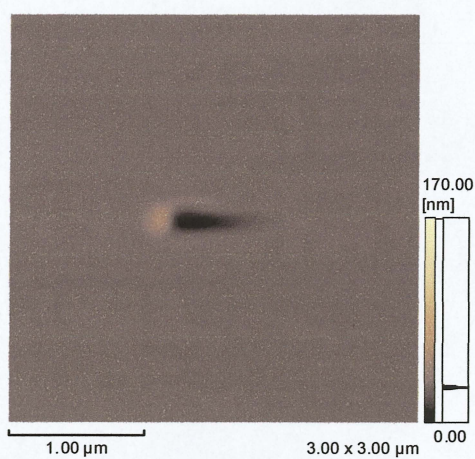


(b)加工痕単体観察画像

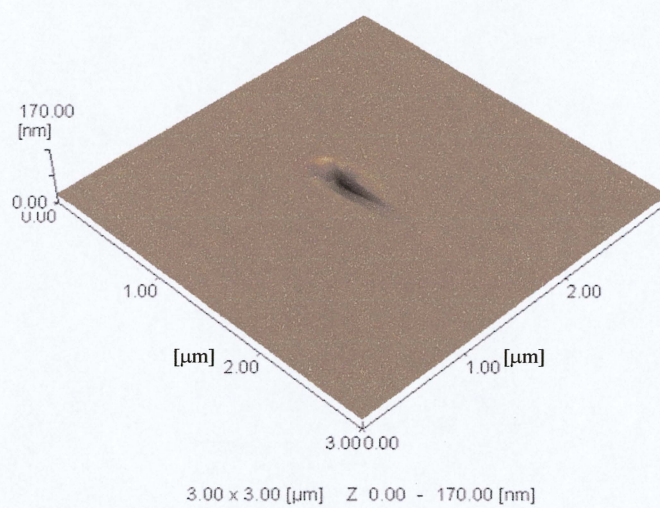
Fig.3.58 押し込み加工 AFM 観察像 (ZnO, Zn 極性面,  $F=550\mu\text{N}$ )

加工荷重 200,250,300,450,500 $\mu\text{N}$  の押し込み加工を行った．荷重 200,250 $\mu\text{N}$  では加工をされた痕跡を観察できなかったため，加工は行われていないと考えられる．図 3.59～3.61 に酸化亜鉛単結晶基板に加工した加工荷重 300,450,500 $\mu\text{N}$  の加工痕の AFM 像を示す．図の(a)は AFM 二次元像，(b)は AFM 三次元像，(c)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．

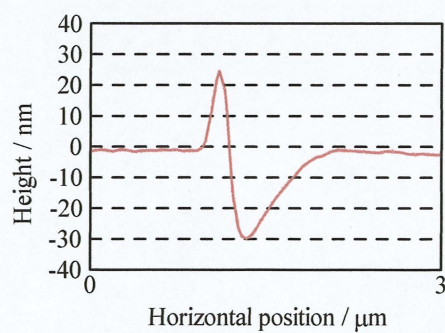




(a) AFM2 次元画像



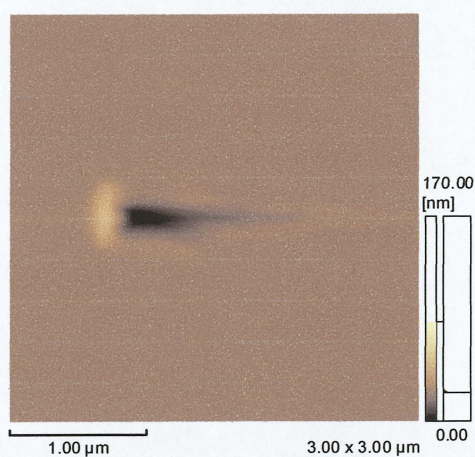
(b) AFM3 次元画像



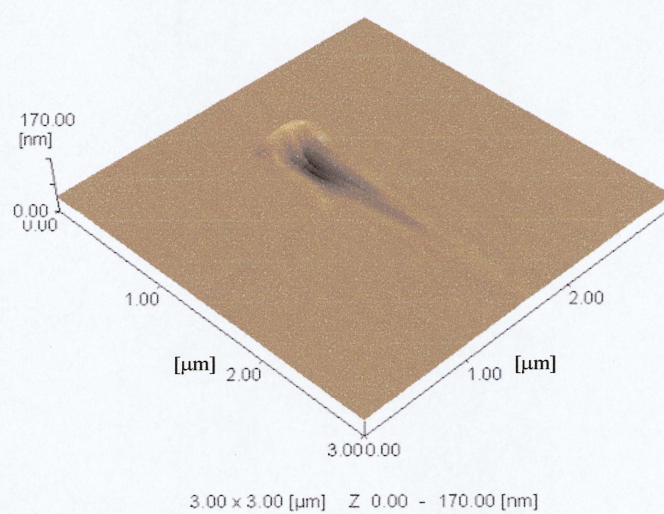
(c) 断面曲線

Fig.3.59 加工痕の形状(ZnO, Zn 極性面,  $F=300\mu\text{N}$ )

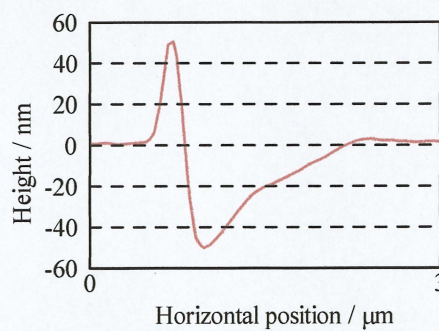




(a) AFM2 次元画像



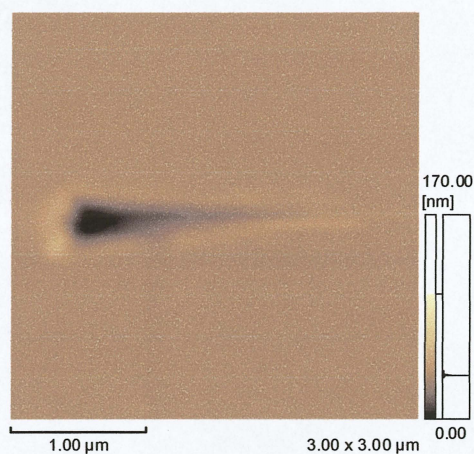
(b) AFM3 次元画像



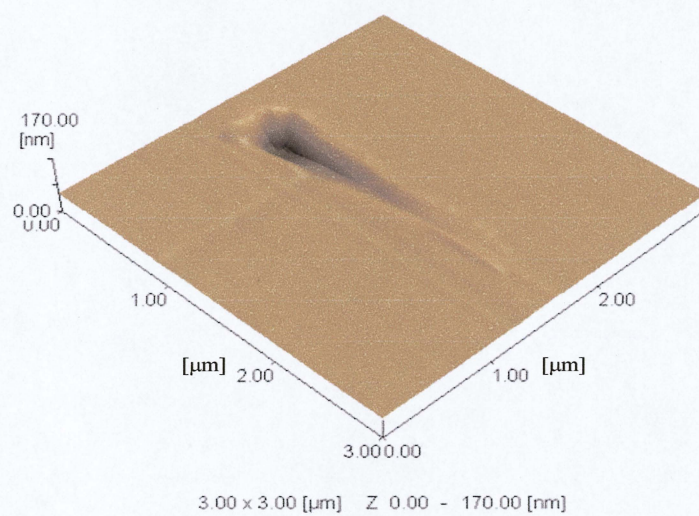
(c) 断面曲線

Fig.3.60 加工痕の形状(ZnO, Zn 極性面,  $F=450\mu\text{N}$ )

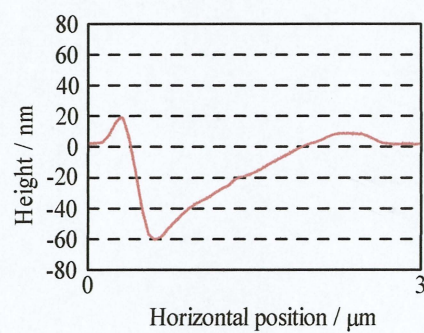




(a) AFM2 次元画像



(b) AFM3 次元画像



(c) 断面曲線

Fig.3.61 加工痕の形状(ZnO, Zn 極性面,  $F=500\mu\text{N}$ )

図より, 今回行った押込み加工でも横長い三角錐の加工痕の形状や荷重が大きくなるに



連れて加工痕の形状が大きくなる傾向など、先に行った押込み加工と同様な結果が得られた。

図 3.62 に加工荷重と加工深さの関係を示す。今回実験を行ったデータと前回実験を行ったデータを比較しても、大きく違う傾向は見られず、全体を通して見てもそれぞれの平均値を見る限り、加工荷重と加工深さに比例の関係があること変わりがないことがわかる。

図 3.63 に硬さ相当値と加工深さの関係を示す。今回実験を行ったデータと前回実験を行ったデータを比較しても、大きく違う傾向は見られず、全体を通して見ても荷重が大きくなるにつれて、硬さ相当値が小さい値になる傾向に変わりがないことがわかる。

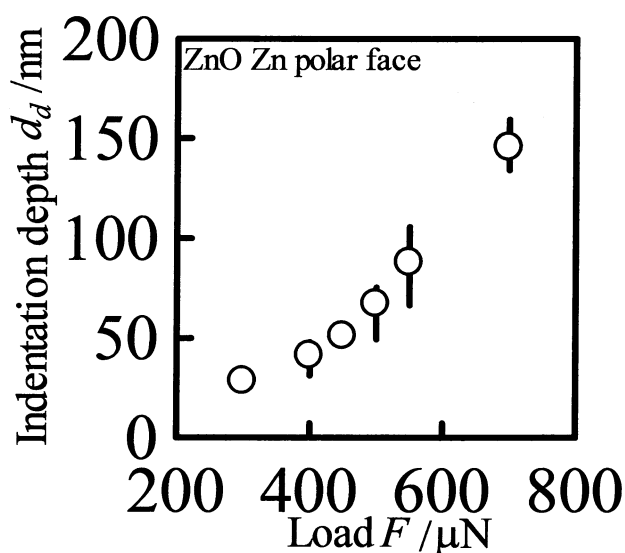


Fig.3.62 加工荷重と加工深さの関係 (ZnO, Zn 極性面)

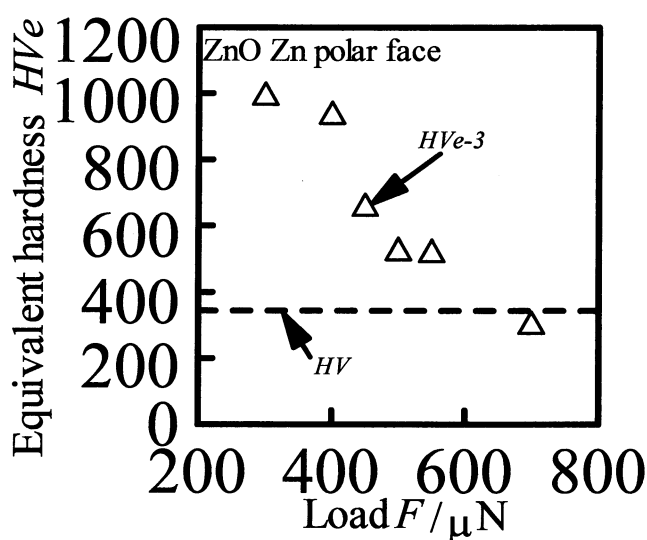
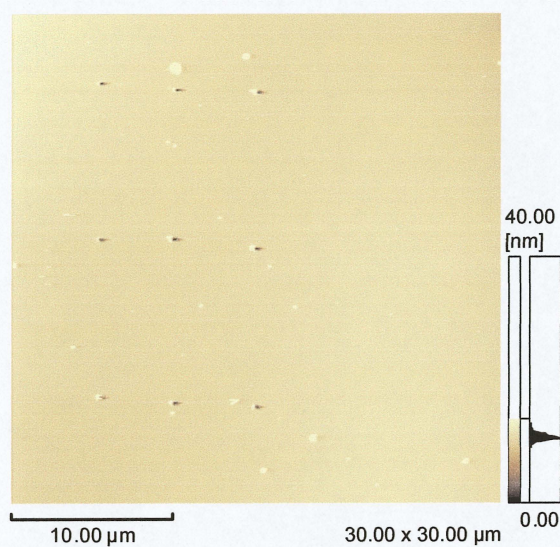
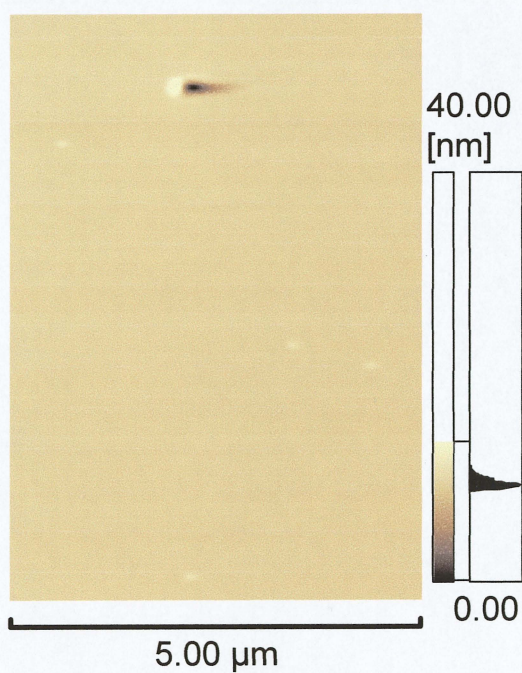


Fig.3.63 硬さ相当値  $HVe-3$  と加工荷重の関係 (ZnO, Zn 極性面)

図 3.64～3.66 に加工荷重 300,450,500 $\mu$ N の押込み加工 9 点分の全体の観察像と, 単体の押込み加工の観察像を示す. 図より荷重 300 $\mu$ N では加工痕の周りに引きずり線などは見られない. 荷重 450,500 $\mu$ N では加工痕の周りに引きずり線などが見られる.



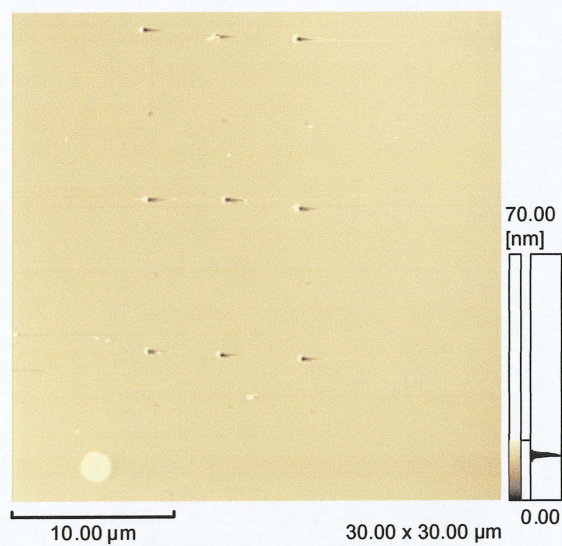
(a)加工痕 9 点全体観察画像



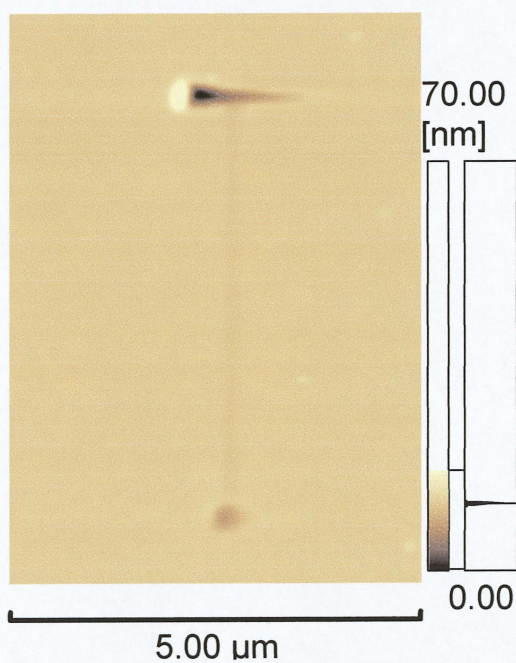
(b)加工痕単体観察画像

Fig.3.64 押込み加工 AFM 観察像 (ZnO, ,  $F=300\mu$ N)





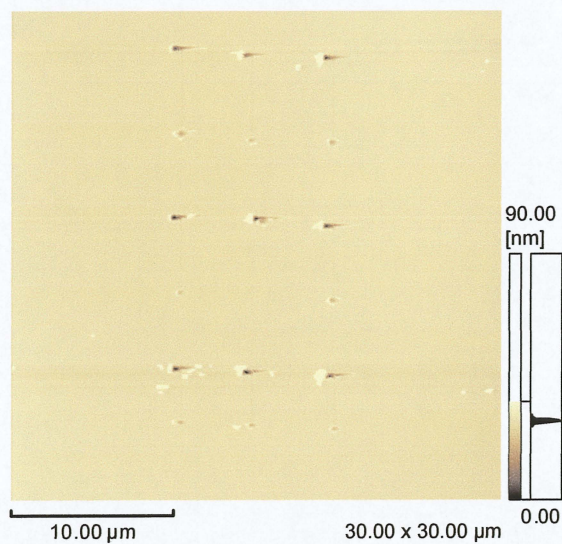
(a)加工痕 9 点全体観察画像



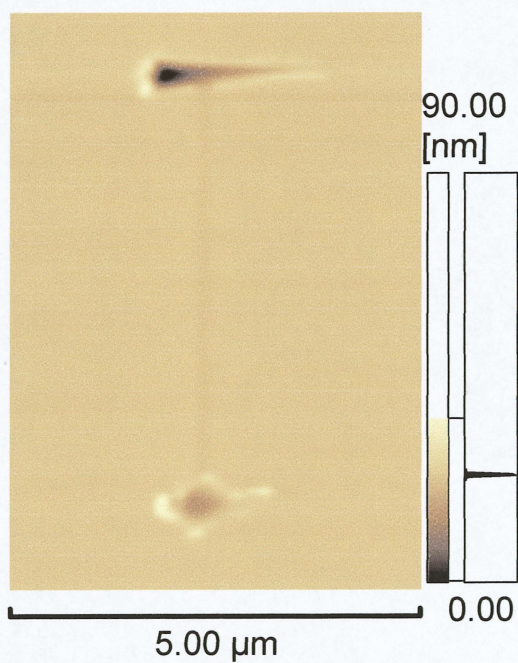
(b)加工痕単体観察画像

Fig.3.65 押込み加工 AFM 観察像 (ZnO,  $F=450\mu\text{N}$ )





(a)加工痕 9 点全体観察画像



(b)加工痕単体観察画像

Fig.3.66 押込み加工 AFM 観察像 (ZnO,  $F=500\mu\text{N}$ )

表 3.4 に酸化亜鉛 Zn 極性面での各荷重の押込み加工と引きずり線のないきれいな加工の可否を示す。表より当実験方法で酸化亜鉛単結晶基板に押込み加工を行う場合、荷重 300 ~400 $\mu\text{N}$  で行えばきれいな加工が出来ることがわかった。



Table 3.4 押込み加工ときれいな加工の可否(ZnO, Zn 極性面)

Force $F[\mu\text{N}]$	200	250	300	400	450	500	550	700
Indentation	×	×	○	○	○	○	○	○
Dot only			○	○	×	×	×	×

## 第5章 結論

アルミニウム試験片に押し込み加工を行い，加工形状，深さの検討，加工方法の検討，硬さの評価法の検討などを行った．また酸化亜鉛単結晶基板にも押し込み加工を行い，加工形状，深さの検討，硬さの評価法の検討などを行った．これらの結果を以下にまとめる．

- (1) 加工プログラムに補正を加えることにより，縦3列横3列の等間隔の9点押し込み加工を行うことができた．
- (2) アルミニウム試験片の押し込み加工の結果を用い，実際の圧痕形状より圧痕の表面積を測定して硬さ相当値を求めたところ，ビッカース硬さに近い値となった．
- (3) アルミニウム試験片に AFM を用いて押し込み加工を行った．加工荷重  $80\mu\text{N}\sim 400\mu\text{N}$  で深さ  $60\sim 500\text{nm}$  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．
- (4) アルミニウム試験片では，圧痕をつけるには加工荷重  $80\mu\text{N}$  以上が必要であることがわかった．また，本装置では  $80\mu\text{N}$  で加工しても意図しない圧痕が出来ることがわかった．
- (5) 酸化亜鉛単結晶基板に AFM を用いて押し込み加工を行った．加工荷重  $400\sim 700\mu\text{N}$  で  $30\sim 160\text{nm}$  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．
- (6) 酸化亜鉛単結晶基板での押し込み加工で，加工深さや硬さ相当値について，極性面による大きな違いは見られなかった．
- (7) 酸化亜鉛単結晶基板の押し込み加工では，硬さ相当値を評価する際，実際の圧痕形状をそのまま用いて圧痕表面積を用いるよりも，断面形状が圧痕幅を一辺とする正三角形の三角錐として仮定した方が，推測される圧痕形状に近く，妥当な硬さ相当値となった．
- (8) 酸化亜鉛単結晶基板の押し込み加工では，荷重  $300\sim 400\mu\text{N}$  の範囲であれば引きずり線の無い圧痕のみの加工を行えることがわかった．



## 参考文献

- (1) 生田 幸士：新原理新概念に基づくマイクロナノ医用ロボティクスの展開，バイオメカニズム学会誌，バイオメカニズム学会，2008，32 巻 3 号，p.141-146.
- (2) 生田 幸士，伊藤 季延，中井 高久：質点系から剛体系へ進化する多自由度光駆動ナノマシンとナノバイオ応用，電子情報通信学会総合大会講演論文集，社団法人電子情報通信学会，エレクトロニクス 2 巻，2005，p.S-57-S-58.
- (3) 小野寺 洋平，池野 順一：レーザ微細加工に関する研究：微細配線の作製，年次大会講演論文集：JSME annual meeting，一般社団法人日本機械学会，2009，2009 年 4 号，p.251-252.
- (4) 津村 貴史，大谷 健太郎，清水 淳，周 立波：Si ウエハのナノ引っかきによるナノ構造創成の検討，茨城講演会講演論文集：Ibaraki district conference 2007，一般社団法人日本機械学会，2007，p73-74.
- (5) 白樺 淳一，松本 和彦：走査型プローブ顕微鏡(SPM)を用いた室温動作単電子トランジスタの開発，電子情報通信学会技術研究報告. ED，1997，電子デバイス 96 巻 573 号，p.49-55.
- (6) Deng Di, Nothorn Denis, Liaw David, Liu Thomas, Peterson Peter, Gilchrist Brian, Millunchick Joanna：Modeling, design and fabrication of a freestanding nanoporous membrane, MICROELECTRONIC ENGINEERING, 2011，88 巻 11 号，p. 3219-3223.
- (7) 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.
- (8) 上田 剛志：原子間力顕微鏡を利用したナノ加工，三重大学工学研究科博士前期課程修士論文，2005，p.37-47.
- (9) 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.
- (10) 杉山 徹：原子間力顕微鏡を利用した加工に関する研究，三重大学工学研究科博士前期課程論文，2010，p.26-46.
- (11) 浅田 友里，山本 直紀，Lazzarini L, Salviati G：ナノワイヤーのカソードルミネッセンスの偏光特性，日本物理学会講演概要集，社団法人日本物理学会，2009，64 巻 2-4 号，p. 663.
- (12) 松澤 友紀，北田 浩美，佐藤 知正，平手 孝士：ZnO ナノロッドを組み入れた横方向電圧印加型直流 EL デバイス，電子情報通信学会ソサイエティ大会講演論文集，社団法人電子情報通信学会，2008，2008 年エレクトロニクス 2 巻，p.15.
- (13) Leprince-Wang Yamin, Bouchaib Salah, Brouri Tayeb, Capo-Chichi Martine, Laurent Kevin, Leopoldes Julien, Tusseau-Nenez Sandrine, Lei Lei, Chen Yong：Fabrication of

- ZnO micro- and nano-structures by electrodeposition using nanoporous and lithography defined templates, MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING B-ADVANCED FUNCTIONAL SOLID-STATE MATERIALS, 2010, 170 巻 1-3 号, p. 107-112.
- (14) Tapily K, Gu D, Baumgart H, Namkoong G, Stegall D, Elmustafa, A. A. : SEMICONDUCTOR SCIENCE AND TECHNOLOGY, 2011, 26 巻 11 号, 記事番号 115005.
  - (15) Yan Xiaodong, Dickinson Michelle, Schirer Jeffrey P., Zou Chongwen, Gao Wei : JOURNAL OF APPLIED PHYSICS, 2010, 108 巻 5 号, 記事番号 056101.
  - (16) 塚崎 敦, 大友 明, 川崎 雅司 : ZnO 青色発光ダイオード, 応用物理, 応用物理学会, 2005, 74 巻 10 号, p. 1359-1363.
  - (17) 山本 哲也, 三宅 亜紀, 山田 高寛, 牧野 久雄, 山本 直樹 : 反応性プラズマ蒸着法による ZnO 薄膜の特性と応用, マテリアルインテグレーション, ティーアイシー, 2008, 21 巻 10 号, p. 7-12.
  - (18) 池田 光志: 1999 Display Manufacturing Technology Conference 会議報告 薄膜技術 フォトリソグラフィ 環境配慮製造技術, 電子情報通信学会技術研究報告.EID, 社団法人電子情報通信学会, 1999, 電子ディスプレイ 98 巻 659 号, p. 29-34.
  - (19) 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.
  - (20) 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.
  - (21) 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.
  - (22) 上田 剛志 :原子間力顕微鏡を利用したナノ加工, 三重大学工学研究科博士前期課程修士論文, 2008, p.48-61.
  - (23) 上田 剛志 :原子間力顕微鏡を利用したナノ加工, 三重大学工学研究科博士前期課程修士論文, 2008, p. 45-47.
  - (24) 杉山 徹 : 原子間力顕微鏡を利用した加工に関する研究, 三重大学工学研究科博士前期課程論文, 2010, p.31-36.



## 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大橋亮介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。