

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 特 許 公 報 (B 2)

(11)特許番号

第2725741号

(45)発行日 平成10年(1998) 3月11日

(24)登録日 平成9年(1997)12月5日

(51)Int.Cl.⁶ 識別記号 庁内整理番号 F I 技術表示箇所
G 0 1 N 3/40 G 0 1 N 3/40 A

請求項の数4 (全 8 頁)

(21)出願番号 特願平6-302560

(22)出願日 平成6年(1994)12月7日

(65)公開番号 特開平8-159941

(43)公開日 平成8年(1996)6月21日

(73)特許権者 390002901

科学技術庁金属材料技術研究所長
茨城県つくば市千現一丁目2番1号

(72)発明者 松岡 三郎

東京都目黒区中目黒2-3-12 科学技
術庁金属材料技術研究所内

(72)発明者 宮原 健介

東京都目黒区中目黒2-3-12 科学技
術庁金属材料技術研究所内

審査官 ▲高▼見 重雄

(56)参考文献 特開 平4-50635 (J P, A)

実開 平6-28708 (J P, U)

(54)【発明の名称】 微小表面硬度測定装置

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】 中間部に探針を配設した両持ちレバーと、その両持ちレバーを固定する両持ちレバー台、両持ちレバー用の1軸アクチュエータ、試料の位置を変化させる観察用3軸アクチュエータ、並びに変位計とを備えた表面硬度測定装置であって、両持ちレバーに配設した探針を試料表面に垂直に押し込み、この時の押し込み力と押し込み深さを測定して微小硬さ測定を行うことを特徴とする微小表面硬度測定装置。

【請求項2】 両持ちレバー台の対向するレバーアームの間には、その間隔を調整して両持ちレバーに加わる張力を調整する張力調節手段が設けられている請求項1の測定装置。

【請求項3】 張力調節手段は、その一端部が一方のレバーアーム内側に当接するネジ手段からなる請求項2の

測定装置。

【請求項4】 両持ちレバー台の対向するレバーアームの各々は、切欠き部の配設によってパネ体となっている請求項2または3の測定装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】この発明は、微小表面硬度測定装置に関するものである。さらに詳しくは、この発明は、構造材料中の結晶粒界、亀裂先端近傍の微小領域、薄膜、材料表面の酸化膜、積層膜、イオン注入層などの表面硬度の測定に有用な、ナノスコピックレベルでの微小硬さ測定を可能とする、新しい微小表面硬度測定装置に関するものである。

【0002】

【従来の技術とその課題】近年、電気電子、通信などの

諸産業においては、その材料の高性能化および高度化の発展には著しいものがあり、それら材料の高性能化および高度化を支える技術のひとつとして、結晶粒界や、亀裂先端近傍の微小領域、薄膜、材料表面の酸化膜、積層膜、あるいはイオン注入層などにおいて、その表面の硬さやヤング率を精度よくnm、nN等のナノスコピックレベルで測定することが重要な課題になっている。

【0003】従来、材料の表面硬度を測定する装置としては、ピッカース硬さ試験機等が用いられており、例えば、ピッカース硬さ試験機では、ダイヤモンドなどでできた圧子を材料表面に一定の荷重で押しつけ、その荷重を抜いた後に残存した永久くぼみの表面積を用いて、表面硬度測定している。しかしながら、このようなピッカース硬さ試験機に代表される従来の硬さ試験機では、ナノメートル(nm)、および、ナニュートン(nN)を対象とするナノスコピックレベルの測定は不可能であった。

【0004】一方、最近になって、原子間力顕微鏡(AFM)の技術を用いて、ナノスコピックレベルを対象とする硬さ測定に関する検討が進められてもいる。この原子間力顕微鏡(AFM)を用いた表面硬度測定装置としては、例えば図1に示したものが知られており、この装置は、先端に探針(2)を取り付けた片持ちレバー(1)、その片持ちレバー(1)を固定するレバー台(7)、レーザー発生器(3)、検出器(4)、並びに上部に試料(5)を取付け固定した三軸駆動アクチュエータ(6)から構成されている。

【0005】そして、この装置においては、三軸駆動アクチュエータ(6)をz方向、すなわち、垂直方向に押し上げ、片持ちレバー(1)に作用する力を、レーザー発生器(3)とその検出器(4)を組み合わせた光でこの方式によりレバーの回転角として計測し、このレバーの回転角から押し込み力を算出している。しかしながら、このAFMを用いた表面硬度測定装置では、押し上げ変位量に比較し、探針が試料に押し込まれる量は、1桁以上小さいため、押し込み深さを精度良く測定することはできないという欠点がある。

【0006】そこでごく最近になってから、前記図1において、三軸駆動アクチュエータ(6)をz方向、すなわち、垂直方向に押し上げた後、そのアクチュエータ(6)を下げ、力を除いた後に残っている試料表面の圧痕に着目して、この圧痕から表面硬度を測定する方法が検討されている。すなわち、この方法においては、アクチュエータをx-yの水平面内で走査し、取得した材料表面のAFM像から、圧痕の深さを測定し、そして、その圧痕の深さが、探針が試料に押し込む深さとほぼ等しいとの仮定のもとに、試料の表面硬度を求めるものである。

【0007】しかしながら、ナノスコピックレベルにおいては、探針が試料表面から力を除く過程での試料表面

の弾性変形により、押し込み深さが浅くなる量が無視できなくなるために、圧痕深さから求まる表面硬度は、押し込み深さから求められる真の表面硬度よりも、著しく大きくなってしまおうという問題が生じている。またさらに、このような測定装置においては、片持ちレバーを用いているために、三軸駆動アクチュエータを押し上げると、その片持ちレバーが歪んでしまい、探針を試料に対して垂直に押し込めず、圧痕深さに大きな誤差が含まれてしまうという欠点が避けられない。例えば図2に例示したように、探針先端が水平方向に移動してしまい、圧痕が水平方向に長くなってしまおうのである。つまり、このようなAFM像を用いて、試料表面の圧痕の深さを測定しても、その値は、真の値を示していないことになる。

【0008】このように、従来の表面硬度測定装置においては、AFM技術を用いているとしても、試料表面の弾性変形を無視し、しかも片持ちレバーの歪みが避けられないことによって、表面硬度測定には大きな誤差がともなわざるを得なかった。この発明は、以上の通りの事情に鑑みてなされたものであって、従来技術の欠点を解消し、ナノスコピックレベルにおいても、高精度で測定することが可能な、新しい表面硬度測定装置を提供することを目的としている。

【0009】

【課題を解決するための手段】この発明は、上記の課題を解決するために、中間部に探針を配設した両持ちレバーと、その両持ちレバーを固定する両持ちレバー台、両持ちレバー用の1軸アクチュエータ、試料の位置を変化させる観察用3軸アクチュエータ、並びに変位計とを備えた表面硬度測定装置であって、両持ちレバーに配設した探針を試料表面に垂直に押し込み、この時の押し込み力と押し込み深さとを測定して微小硬さ測定を行うことを特徴とする微小表面硬度測定装置を提供する。

【0010】そしてまた、この発明は、上記の装置において、両持ちレバー台の対向するレバーアームの間には、その間隔を調整して両持ちレバーに加わる張力を調節する張力調節手段が設けられていることや、張力調節手段は、その一端部が一方のレバーアーム内側に当接するネジ手段からなること、両持ちレバー台の対向するレバーアームの各々は、切欠き部の配設によるバネ体となっている装置をもその一つの態様として提供する。

【0011】

【作用】すなわち、この発明は、従来のAFM硬さ測定装置に用いられている片持ちレバーの構造として本質的に相異して両持ちレバーの構造を採用し、この構造により、従来の片持ちレバーの構造では避けられなかった歪みを解消し、レバーに力を加えても、探針は試料の表面に垂直に押し込むことができるようにしている。

【0012】また、この発明では、試料表面の弾性変形までも考慮し、探針の押し込み深さを求め、レバー用1軸アクチュエータの伸びと両持ちレバーのバネ定数とか

ら押し込み力を求め、押し込み力 - 押し込み深さ曲線を取得し、ナノスコピックレベルにおける表面硬度測定を可能としている。さらに詳しくこの発明の表面硬度測定装置について説明すると、まず、その構成としては例えば、図3(a)(b)に例示したものをひとつの態様として示すことができる。

【0013】すなわち、この発明の表面硬度測定装置は、その中間部に探針(12)を取り付けた両持ちレバー(11)と、その両持ちレバーを固定する両持ちレバー台(14)、両持ちレバーの変位を測定する両持ちレバー用1軸アクチュエータ(15)、試料の位置を変化させる観察用3軸アクチュエータ(17)、並びに変位計(16)とを備えている。

【0014】このレバー台(14)はレバー用1軸アクチュエータ(15)と接続し、z方向すなわち垂直方向に移動できるようにしている。また両持ちレバー(11)の探針(12)の取り付け部は、垂直変位のみとなるので、変位計(16)を用いた変位測定では従来までの通常のAFMで用いる光てこ方式は採用せず、光学焦点式やトンネル電流を利用するSTM方式等を用いることにする。

【0015】また、レバー用1軸アクチュエータ(15)にピエゾセラミックスを用いる場合には、ピエゾセラミックスの持つヒステリシスの影響を避けるため、それに歪みゲージを貼り付けてもよい。この発明における両持ちレバー台(14)としては、例えば図4(a)(b)に例示したものをひとつの態様として示すことができる。

【0016】両持ちレバー台(14)には両持ちレバー(11)が取り付けられることになる。この取り付けに際しては、たとえば貼着時には、両持ちレバー(11)に初期張力が生じ、この張力は、表面硬度測定において押し込み力 - 押し込み深さ測定に影響を及ぼす。そこで、両持ちレバー台(14)の対向するレバーアーム(24)(25)の間には、両者の間隔を調整して、この張力を調節する手段を設けることが有効となる。図4(a)(b)の例では、その一端部が一方のレバーアーム(24)の内側に当接調節ネジ(23)を設けている。そして、さらにこの例では、レバーアーム(24)(25)には切欠き部(28)(29)を設けて、レバーアーム(24)(25)をバネ部(26)(27)としてもいる。

【0017】例えば、この構成によって、両持ちレバー(11)を取り付ける前に、レバーアーム(24)(25)に対して調節ネジ(23)でその間隔を広げ、次に、両持ちレバー(11)を両持ちレバー台(14)に取付けて、さらに張力が残留する場合には、調節ネジ(23)を締めたり、または、ゆるめたりすることにより、両持ちレバー(11)の張力を0にすることが望ましい。

【0018】ばね部(26)(27)は、調節ネジ(23)による変位を大きくするためのものである。もちろんこの発明においては、両持ちレバーとして、図3および図4に例示した形状に限定されるものではなく、例えば、円盤状薄膜の中央に探針を設けた両持ちレバー等を用いることも可能である。

【0019】そしてこの発明の表面硬度測定装置では、表面硬度の測定に際しては、まずはじめに小さい測定力のもとで図3に示した観察用3軸アクチュエータ(17)をx-yの水平面内で駆動させ、硬さを測定する位置に探針(12)の先端を移動させる。次に、レバー用1軸アクチュエータ(15)を伸ばし、探針(12)の先端を試料(13)の表面に押し込む。

【0020】探針の先端を試料の表面に押し込んだ時、探針(12)が試料(13)に押し込まれて位置が下がると、観察用3軸アクチュエータ(17)をz方向すなわち垂直方向に伸ばし、両持ちレバー(11)の探針(12)の取り付け部の位置を一定に保つように変位計(16)によって調整する。これによって、探針の押し込み深さは観察用3軸アクチュエータ(17)の垂直方向の伸び量と等しくなり、また押し込み力はレバー用1軸アクチュエータ(15)の伸びと両持ちレバー(11)のばね定数の積として与えられるので、表面硬度を求めるために必要な押し込み力 - 押し込み深さ曲線を求めることができる。さらに、この発明においては、探針の先端を試料の表面に押し込んだ時、探針(12)が試料(13)に押し込まれて位置が下がると、観察用3軸アクチュエータ(17)をz方向すなわち垂直方向に伸ばし、両持ちレバー(11)の探針(12)の取り付け部の位置を常に一定に保つように変位計(16)による計測に基づきフィードバック制御を行ってもよい。

【0021】以下、実施例を示し、さらに詳しくこの発明について説明する。

【0022】

【実施例】図3に例示した表面硬度測定装置を用いて、金、SUS403鋼、およびSNCM439鋼について、微小表面硬度を測定した。上記の試料とした材料の表面はあらかじめエメリー紙で研磨した後に、アルミナ粉でバフ研磨した。

【0023】図3の両持ちレバーとしては、長鎖20mm、幅1mm、厚さ20 μ mのSUS304鋼薄板中央に対角角60 $^{\circ}$ で高さ0.2mmの三角錐形状のダイヤモンド探針を取り付けたものを使用した。また、変位計としては光学焦点式のものを用い、最大出力10V、精度300nm/Vのものを用いた。また、観察用3軸アクチュエータには最大走査範囲が、x、y方向で、24 μ m、z方向で4.5 μ mのものを用いた。

【0024】試料の金、SUS403鋼、およびSNCM439鋼の押し込み荷重 - 押し込み深さの関係を示したものが図5である。この図5に示したように、どの押

し込み力の場合においても、SNCM439鋼、SUS403鋼、金の順に押し込み深さが大きくなっていることがわかる。比較のために従来のピッカース硬さ試験機を用いて、押し込み荷重0.5Nのもとでピッカース硬さ値Hvを求めた。その結果は、金がHv=77.4、SUS403鋼がHv=195、SNCM439鋼がHv=526であった。

【0025】次に、種々の条件下で求めた最大押し込み力とそのときの最大押し込み深さの関係を両対数グラフ上に表し、その精度について評価した。まずはじめに、従来の測定方法で用いられていた手法としての、圧痕の深さを測定するためのAFM像を観察した。図6、図7および図8は、押し込み荷重と押し込み曲線を求めた後に形成されていた圧痕について、AFM像を用いて観察した結果であり、図6は金表面に形成された圧痕のAFM像、図7はSUS403鋼表面に形成された圧痕のAFM像、図8はSNCM439鋼表面に形成された圧痕のAFM像を示している。これらのAFM像の表示では、上下を逆にして表示しており、中央付近の白く飛び出した部分が圧痕である。

【0026】この図6～8に示されているように、圧痕はダイヤモンド探針と同じ三角錐となっており、また柔らかい金の場合には最も大きく、硬いSNCM439の場合には最も小さくなっていることがわかる。種々の条

$$S = 9 h^2 \tan(\theta/2) / \{3 - \tan(\theta/2)\}^2 \quad (2)$$

【0031】ここで、h〔mm〕は押し込み深さ、 θ は三角錐の対稜角であり、この発明では θ は60°である。図9、図10および図11中の実線は、前述の通常のピッカース硬さ試験機で求めたそれぞれの材料のピッカース硬さHvを用い、この値を式(1)に代入し、式(1)と式(2)とから求められる押し込み力Fと押し込み深さhとの関係を示したものである。

【0032】一方、材料が弾性体で塑性変形せず、圧痕を作らないと仮定すると、数値解析で求めた押し込み荷

$$C = \{2E / \{\pi(1-\nu^2)\}\} \tan \alpha \quad (4)$$

【0036】この式(4)において、Eはヤング率で、金では80〔GPa〕、SUS403鋼とSNCM439鋼では210〔GPa〕である。また、式(4)において、 ν はポアソン比で3つの材料において、この値を0.3とし、また、 α は三角錐側面と中心角とのなす角で、この実施例で用いた対稜角60°の三角錐において、 $\alpha = 19.5^\circ$ となる。

【0037】図9、図10および図11中の一点鎖線は、式(3)と(4)から求められる押し込み力と弾性押し込み深さとの関係を示したものである。これらの図9、図10および図11の実線と一点鎖線を参照しながら、印探針の試料への押し込み深さと、印の圧痕の深さとの大きさ差異について検討すると、図9～図11

条件下で求めた最大押し込み力とそのときの最大押し込み深さの関係を両対数グラフ上で表わすと、図9の、金の場合の押し込み力と、押し込み深さおよび圧痕深さとの関係、図10の、SUS403鋼における押し込み力と、押し込み深さおよび圧痕深さとの関係、図11の、SNCM439鋼における押し込み力と、押し込み深さおよび圧痕深さとの関係として示される。各々の図において、印は観察用3軸アクチュエータのz軸移動量から正確に測定した探針の試料への押し込み深さであり、印は荷重を除いた後に前記のAFM像より測定した圧痕の深さを示したものである。このように、印探針の試料への押し込み深さと、印の圧痕の深さとは、大きな差があることがわかる。

【0027】この違いは、以下の通りに考察される。すなわち、まず一般的には、ピッカース硬さHvは、押し込み力F〔N〕と押し込み時の材料の圧力接触面積S〔mm²〕とから、次式で定義される。

【0028】

【数1】

$$Hv = 0.102 F / S \quad (1)$$

【0029】この発明のように、探針として三角錐ダイヤモンドを用いると、Sは次式で与えられる。

【0030】

【数2】

重F〔mN〕と弾性押し込み量he〔 μ m〕の関係は次式で与えられる。

【0033】

【数3】

$$F = 1.7 C h e^2 \quad (3)$$

【0034】ここで、Cは定数であり、以下の式で与えられる。

【0035】

【数4】

において、印の実測した押し込み力-押し込み深さ曲線では、押し込み深さが大きい側では実線に近づき、押し込み深さが小さい側では一点鎖線に近づくことがわかる。

【0038】一方、印の実測した圧痕深さは、印の実測した押し込み深さから、一点鎖線の弾性押し込み深さを引いたものと理論的には一致するはずであるが、それらは押し込み力が弱くなるにつれて、実線あるいは一点鎖線から著しく離れることがわかる。つまり、大きな押し込み力で、大きな圧痕が形成される場合には、従来の方法で行っているように、印の圧痕深さをを用い、式(1)と(2)とから表面硬度が求められるが、ナノスコピックレベルにおける表面硬度測定では圧痕深さは採

用できないことがわかる。

【0039】この発明の測定装置による測定の有意性が明瞭となる。すなわち、この発明の装置による測定は、より高精度で、真の微小表面の硬さを、押し込み力と押し込み深さとの相関性として明示することが可能となる。また、さらに、一般的な硬さの定義によると、測定対象の厚さは、押し込み深さの10倍以上必要であり、この点を考慮して、図5並びに図9、図10および図11の結果を検討すると、押し込み深さの最小値は、10nm以下となっており、従って、この発明は、少なくとも100nm厚さの薄膜の硬さ測定を可能とし、半導体分野などで今後開発が進められる種々の薄膜構造の材料強度特性評価に使用できることがわかる。

【0040】なお、図9、図10および図11の押し込み力は、マイクロニュートン(μN)レベルにあるが、これは金、SUS403鋼、および、SNCM439鋼のように比較的硬い材料を用いたことによるものであり、さらに柔らかい材料を対象にする場合には、押し込み力はナニュートン(nN)レベルとなる。

【0041】

【発明の効果】以上詳しく説明した通り、この発明により、構造材料中の結晶粒界、亀裂先端近傍の微小領域、薄膜、材料表面の酸化膜、積層膜、イオン注入層などの表面硬度の測定に有用な押し込み力-押し込み深さ曲線を取得することが可能となり、ナノスコピックレベルにおける表面硬度測定を行うことが可能となる。

【図面の簡単な説明】

【図1】従来の表面硬度測定装置を示した概略図である。

【図2】従来の表面硬度測定装置を用いた場合のAFM像としての図面に代わる顕微鏡写真である。

【図3】(a)(b)は、各々、この発明の表面硬度測定装置を例示した正面図および側面図である。

【図4】(a)(b)は、各々この発明の表面硬度測定装置の一部としてのレバーおよびレバー台の構成を例示した正面図および側面図である。

【図5】この発明の実施例としての、押し込み力と押し込み深さを示した関係図である。

【図6】この発明の実施例において、金の試料表面の圧痕を示したAFM像としての図面に代わる顕微鏡写真である。

【図7】この発明の実施例において、SUS403試料表面の圧痕を示したAFM像としての図面に代わる顕微鏡写真である。

【図8】この発明の実施例において、SNCM439試料表面の圧痕を示したAFM像としての図面に代わる顕微鏡写真である。

【図9】この発明の実施例において、押し込み力と押し込み深さを示した関係図である。

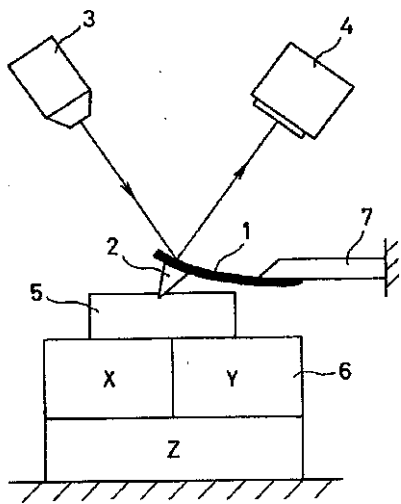
【図10】この発明の実施例において、押し込み力と押し込み深さを示した関係図である。

【図11】この発明の実施例において、押し込み力と押し込み深さを示した関係図である。

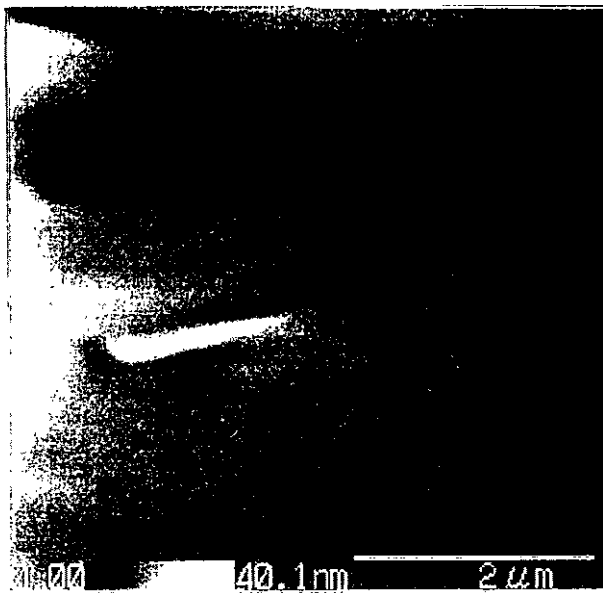
【符号の説明】

- 1 片持ちレバー
- 2 探針
- 3 レーザー発生器
- 4 検出器
- 5 試料
- 6 三軸駆動アクチュエータ
- 7 レバー台
- 11 両持ちレバー
- 12 探針
- 13 試料
- 14 両持ちレバー台
- 15 レバー用1軸アクチュエータ
- 16 変位計
- 17 観察用3軸アクチュエータ
- 18 ひずみゲージ
- 23 調節ネジ
- 24 レバーアーム
- 25 レバーアーム
- 26 ばね部
- 27 ばね部
- 28 切欠き部
- 29 切欠き部

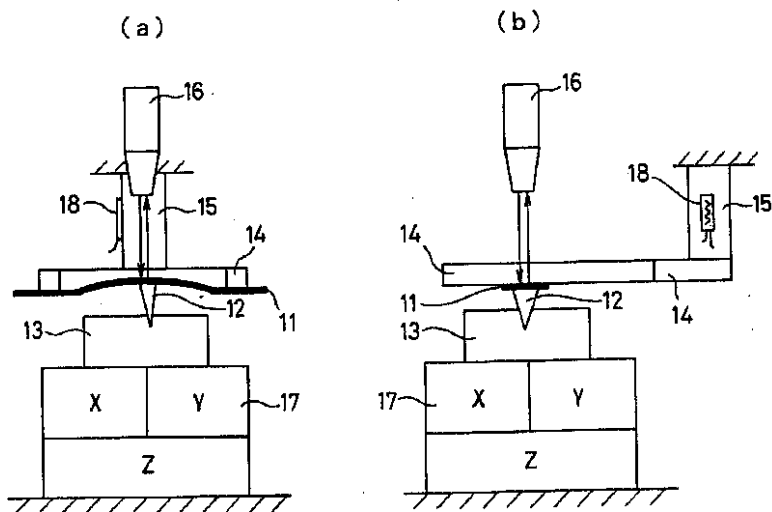
【図1】



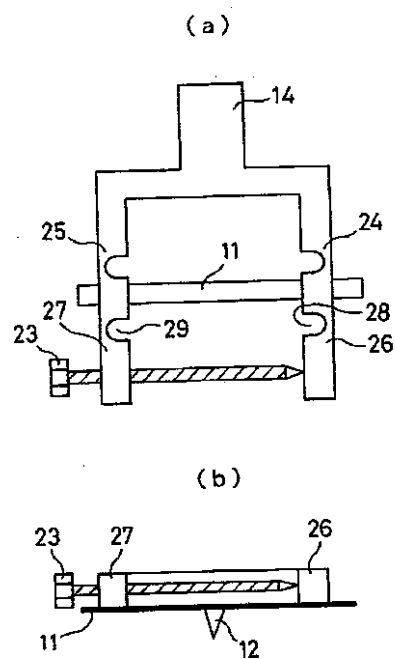
【図2】



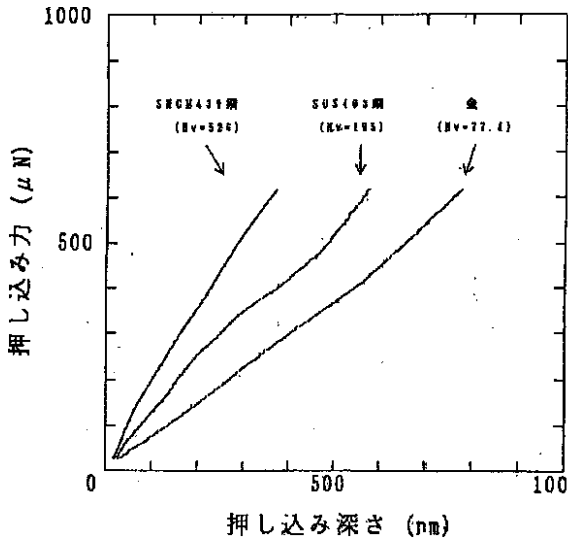
【図3】



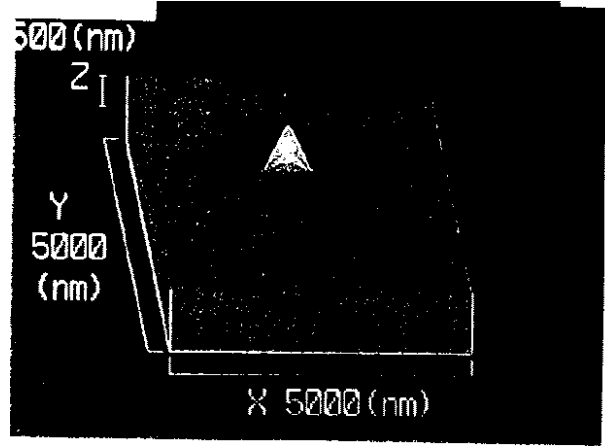
【図4】



【図5】

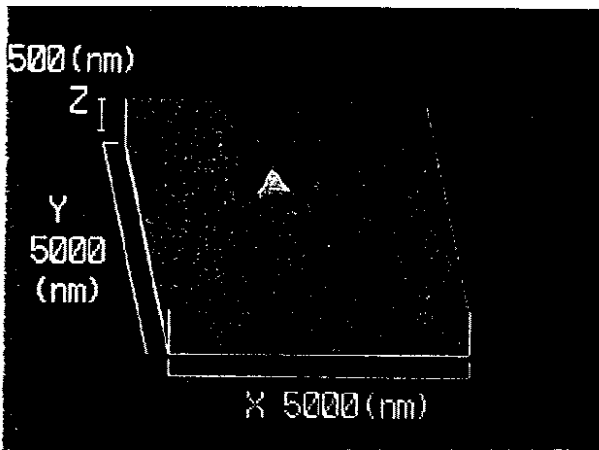


【図6】

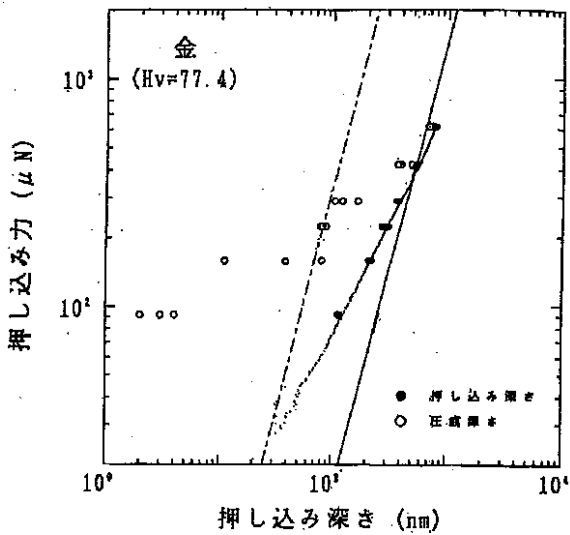


【図8】

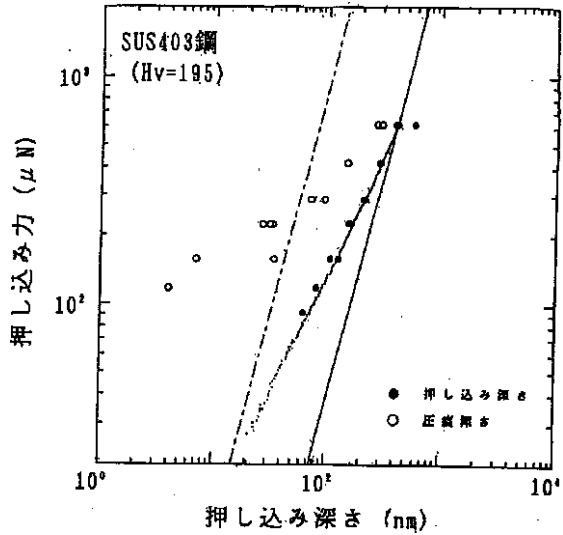
【図7】



【図9】



【図10】



【図11】

