

超磁歪素子を用いた卓上型超微小硬さ測定機の開発

荻野重人* 廣瀬正一**

Development of a Compact Nano_Indenter

OGINO Shigeto* , HIROSE Masakazu**

抄録

超磁歪素子を用い、伸方向・縮方向のヒステリシスがなくナノオーダーの分解能をもつアクチュエータを開発した。このアクチュエータを圧子押し込みユニットとし、荷重計とともに超微小硬さ測定機を構成した。これにより、薄膜等の硬さを測定することが可能となった。

キーワード：超磁歪素子，超微小硬さ，ナノインデント，アクチュエータ

1 はじめに

薄膜は半導体デバイス、情報蓄積メディア、微小電子機械システム(MEMS)など多くの分野に使用されている。デバイスの微小化・極薄化が進む中、とりわけ薄膜材料の機械的特性の評価の必要性が増している。材料の機械的特性を知るとは、寿命予測・プロセス評価・製品の信頼性の予測をする上で必要不可欠なことである。しかし、これらの機械的特性を評価することは技術的に困難であり、超微小硬さ測定が唯一可能な方法になることが多い。膜厚数 μm 程度以下の薄膜の評価では下地の影響を受けない「厚さの十分の一以下」の押し込み量が適当と見なされていて、極表面だけの測定が求められる。したがって、皮膜厚さによっては数 nm の押し込み量計測が要求されており、そのためには圧子の数 nm の精度の位置制御や微小荷重計測といった幅広い技術分野の統合が必要となっている。

既存の超微小硬さ測定機は、圧子を試料に数十

μm まで近づける必要があるため、セッティングに非常に時間がかかり、一測定に3分程度必要である。また、圧子の位置制御を数 nm の精度で得るために、静電容量型変位計を用いているものがほとんどである。これは、高価で振動に弱いといった欠点があり、結果として装置全体が大がかりなものになってしまう。これらのことから、工場等での現場測定には不向きであり、一般に研究用途に用いられている。

微小硬さ試験の特性値は、材料の製造・処理の際に起こる性質の変化を大変敏感にとらえることができる。したがって、それらは品質管理に際してコスト的に有利に利用できる¹⁾。工場でのインライン化が可能な超微小硬さ測定機があれば大変有効なものとなることは間違いない。そこで、高耐振動性を持ち、かつ測定時間の短縮が可能な、小型・低コストの現場対応型超微小硬さ測定機を開発し、的確な物性評価に基づく品質管理に適用する。

* 電子情報技術部

** 津田工業(株)

2 実験方法

2.1 微小アクチュエータのヒステリシス

図1のように静電容量型変位計と微小アクチュエータを対峙させ、アクチュエータに三角波電流を流したときの、静電容量型変位計の変位量を測定し、グラフにプロットした。

< 測定機 >

静電容量型非接触微小変位計

(日本A D E社製 MicroSense3401HR-01)

- ・測定フルスケール $\pm 25 \mu\text{m}$
- ・分解能 $0.0025 \mu\text{m}$
- ・周波数応答 40kHz

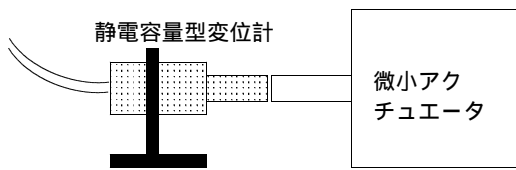
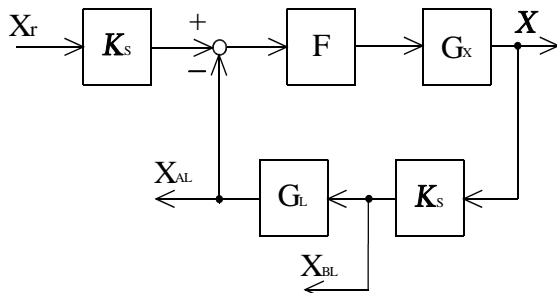


図1 静電容量型変位計による変位測定

2.2 微小アクチュエータのフィードバック制御

ブロック図を図2に示す。ローパスフィルタをループ内に設置しフィードバックを行い²⁾、アクチュエータの変位出力が一定速度になるように制御を行った。



- F :コントローラ
- Gx :制御対象
- Ks :センサゲイン
- GL :ローパスフィルタ
- Xr :目標値
- X :位置
- XAL :ローパスフィルタ出力信号
- XBL :ローパスフィルタ入力信号

図2 制御系ブロック図

2.3 超微小硬さ測定

微小アクチュエータと荷重計を組み合わせ、超微小硬さ測定機を構成した(図3)。この装置を用い、表1の六つの試料について測定を行った。このとき圧子は、先端対稜角 115° のダイヤモンド三角錐のものを用了。

また、同一試料についての再現性の検証を行った。



図3 超微小硬さ測定機

表1 測定試料

サンプル名	硬さ値	備考
ABS樹脂	156	プラスチック板 (厚さ約 3mm)
アクリル板	268	
ポリカーボネート	190	UV塗料 (厚さ約 $30 \mu\text{m}$)
1202	239	
7101	272	
1660	316	

Fischer社H100による

3 結果及び考察

3.1 微小アクチュエータのヒステリシス

結果を図4に示す。微小アクチュエータには、時間に対して比例直線的な三角波電流を入力した。最もヒステリシスが大きいところでは、同一電流値にもかかわらず、伸び方向 $1.83 \mu\text{m}$ 縮み方向 $3.76 \mu\text{m}$ と $1.93 \mu\text{m}$ もの差があった。約50パーセントものヒステリシスがあることになる。超磁歪素子は保磁力が大きいので、伸び方向にはなか

なか磁化が進行せず、戻り方向は残留磁化があるものと思われる。

このことが、超微小硬さ測定においての圧子一定速度による押し込みを困難なものにしている。

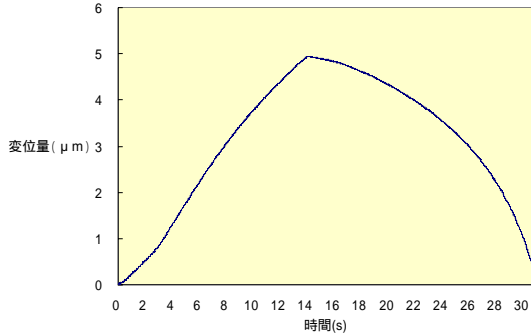


図4 微小アクチュエータのヒステリシス

3.2 微小アクチュエータのフィードバック制御

結果を図5に示す。変位出力は、0.42 μm/sの比例直線となった。3回計測を行い、それぞれ、4.72 μm、4.07 μm、3.21 μmを最高点とし、その後、変位を減少させている。それぞれは相似形となっており、正確に制御されていることが分かる。図4と比較しても大きく異なり、フィードバック制御が有効であることが分かる。

これにより、圧子を正確に一定速度で押し込むことが可能となった。

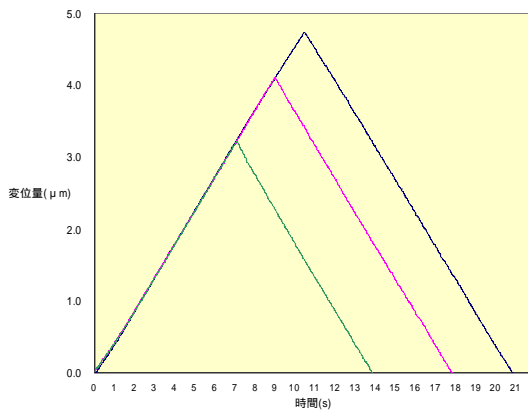


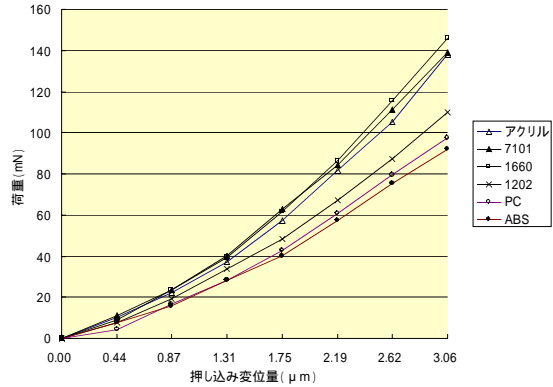
図5 フィードバック制御による変位出力

3.3 超微小硬さ測定

結果を図6に示す。0.42 μm/sの一定速度で圧子を押し込み、そのときの荷重の変化を連続的に

読み込んだ。3.06 μmの押し込み量のとき、試料1660が145.82mNと最も荷重が大きく、ABS樹脂は91.99mNと最も小さくなった。このことから、試料1660の方がABS樹脂よりも硬いということができる。

図6 測定試料別「押し込み量 - 荷重曲線」



超微小硬さ値は、次式によって算出することができる。

$$HN=3.8584P/h^2$$

ここで、HNは超微小硬さ値、Pは押し込み荷重、hは圧子の押し込み量である³⁾。図6により求められた「圧子押し込み量3.06 μm」および「3.06 μm時のそれぞれの荷重」をこの式に代入して硬さ値を算出し、Fischer社H100の測定値と比較すると図7のようになった。

本測定機によるこれら六つの試料の硬さ値の配列は、Fischer社H100の硬さ値と同一となっていて、それぞれの試料の硬さの違いをよくとらえている結果となった。

しかし、硬さ値はFischer社H100と比較して約2倍の値となっている。これは、圧子の先端形状が理想形状に比べ丸みをおびていることや、荷重計の校正不良などが考えられるが、超微小硬さ測定機は非常に敏感なため、圧子の押し込み速度・ゼロ点の決定方法等の他のさまざまな要因によっても測定結果が大きく異なってくる。これらの検証を総合的に行い、この装置における硬さ値等の算出を行っていく必要がある。

また、ABS樹脂の測定について、図8のように押し込み量が変わっても相似形が保たれ、高い再現性を示す結果となった。

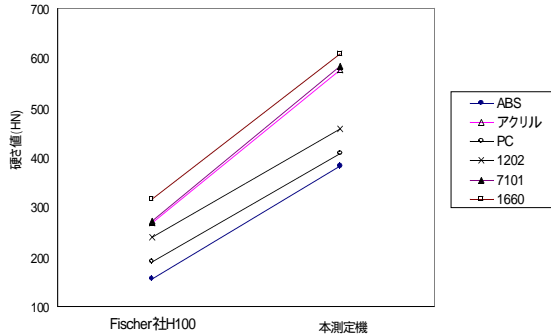


図7 Fischer社H100との硬さ値の比較

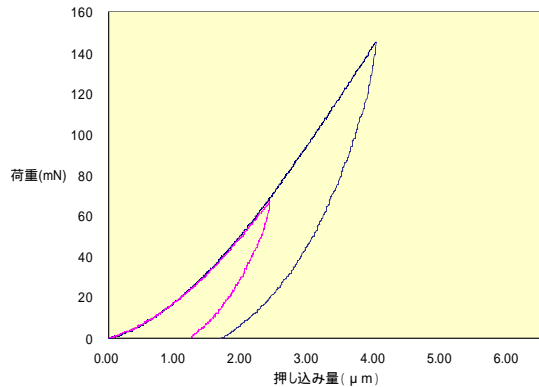


図8 超微小硬さ測定機の再現性

4 まとめ

- (1) 微小アクチュエータのフィードバック制御がない状態では、伸縮量のヒステリシスは約50パーセントと非常に大きい。
- (2) フィードバック制御によりヒステリシスをキャンセルし、圧子を正確に一定速度で押し込むことが可能となった。
- (3) 試作した超微小硬さ測定機により、硬さの違いを正確にとらえることが可能となった。

この微小アクチュエータは、サブナノオーダーの高い分解能をもつので、超微小硬さ測定機のみならず精密位置決め装置として、各方面での適用を考えていきたい。

謝辞

本研究を進めるに当たり、客員研究員として御指導くださいました、職業能力開発総合大学の鳥羽山満教授に深く感謝いたします。

参考文献

- 1) Cornelia Heermant, Dieter Dengel: ユニバーサル硬さ試験による材料特性値の評価, 材料試験技術, 43, 2 4月号別刷(1998)148
- 2) 下河辺明, 佐藤海二: 変位センサと超精密位置決め, 精密工学会誌, 61, 12(1995)1661
- 3) 福田勝己, 小林光男: ナノインデンテーション法によるねじ締結体(ナット)の強度評価, 材料試験技術, 49, 1(2004)18