

## AFMナノスクラッチ試験を用いた薄膜の硬さ測定における探針先端径の影響

## Effect of probe tip diameter on thin film hardness measurement using AFM nanoscratch

株式会社デンソー（正）\*高橋 英地 （非）細川 征嗣 （正）佐々木 啓次 （非）野須 敬弘

名古屋大学（正）三又 潤也 （正）梅原 徳次

\*Eichi Takahashi, \*Masashi Hosokawa, \*Keiji Sasaki, \*Takahiro NOZU, \*\*Junya MIMATA, \*\*Noritsugu UMEHARA

\*DENSO CORPORATION, \*\*Nagoya University

## 1. はじめに

製品の小型・高機能化に伴いナノ領域において機械特性評価技術の重要性は増加しており、ナノインデンテーション技術は、薄膜の硬さやヤング率等の機械特性を研究するために多く利用されている。しかし、ナノインデンテーション試験は、一般的に基材の影響を受けるため、押し込み深さは膜厚の1/10以下とすることが推奨されている<sup>1)</sup>。そのため、数nmのトライボ膜のような極薄膜においては、ナノスクラッチ試験による硬さ測定手法が提案されている<sup>2)</sup>。この硬さ算出にはアブレシブ摩耗モデルを適用しているが、スクラッチ試験時の摩耗形態は探針先端形状及び荷重等により変わるため、定量的な側面に課題がある。本研究では、スクラッチ試験の影響因子である探針先端径及びスクラッチ荷重が測定精度に与える影響を調査したので報告する。

## 2. スクラッチ試験による薄膜の表面硬さの推定

## 2.1 AFMスクラッチ試験

Figure 1 にAFMによるスクラッチ試験の概略および試験条件を示す。本研究では、日立ハイテック製のプローブ顕微鏡（AFM5500M, 以下AFM）を使用し大気中・室温で試験を行った。このAFMは光てこ方式により探針のたわみを高精度に検出する。垂直荷重および摩擦力はそれぞれカンチレバーのたわみ量とたわみ方向のばね定数の積、およびねじれ角とねじれ方向のばね定数の積により得られる。スクラッチ試験および表面形状測定の垂直荷重は、装置に組み込まれているフィードバック機構により一定に制御されるようになっている。探針には市販の多結晶ダイヤモンド探針（Nanoworld製, CDT-NCHR-10）を用いた。

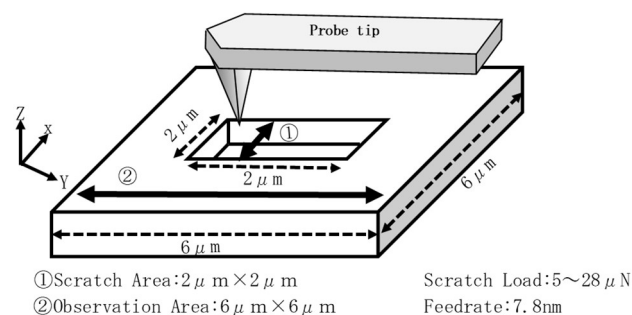


Fig.1 Schematic diagram of the AFM nanoscratch

## 2.2 表面硬さ算出方法

表面硬さの算出には、探針先端による薄膜の除去がアブレシブ摩耗により起きていると仮定し、アブレシブ摩耗モデルに基づいた計算手法が提案されている<sup>2)</sup>。アブレシブ摩耗の場合、探針はFig.2に示すように溝を作成し、その体積が除去されていると考えられる。接触面において、スクラッチ方向の前方半分および同方向の側方半分が接触しているため、基板に垂直方向の接触投影面は四半円であると推定される。この四半円接触面で垂直荷重を支持していると考え、荷重  $W$  と材料硬さ  $H$  を用いて垂直方向の投影面積  $A_c$  は次式で表される。

$$A_c = W/H \quad (1)$$

この接触面は四半円であるから、 $A_c$  はまた接触投影面半径  $r'$  を用いて次式のように表すことができる。

$$A_c = \frac{1}{4} \pi r'^2 \quad (2)$$

探針先端形状が球状であるとする仮定と、Fig.3 に表すように幾何学的に探針の食い込み深さ  $h$  は探針先端径  $r$  を用いて次式のように表される。

$$h = r - \sqrt{r^2 - r'^2} \quad (3)$$

ここで、硬さから換算される幾何学的な押し込み深さ  $h$  を、実験で得られたスクラッチ試験1サイクル毎の摩耗深さの増加量  $h'$  と摩耗に関する修正係数  $k$  を乗じた形で仮定し、式(3)より次式のように表される<sup>6), 7)</sup>。

$$h = kh' = r - \sqrt{r^2 - 4W/\pi H} \quad (4)$$

式(4)を硬さ  $H$  について解くと次式のように表される。

$$H = \frac{4W}{\pi(2krh' - k^2h'^2)} \quad (5)$$

となる。ここで  $k$  の値を仮定できれば、実験で得られたスクラッチ試験 1 サイクル時のスクラッチ深さの増加量  $h'$  から深さ毎の硬さの推定が可能となる。堀切川らはスクラッチ試験における摩耗形態を、切削型、掘り起こし型、ウェッジ形成型の 3 つに分類されることを示した<sup>3)</sup>。またこれらを分類する関数として、食い込み深さの指標である  $D_p$  値を提案した。 $D_p$  は以下の式で表される。

$$D_p = \frac{h}{r'} = \frac{r - \sqrt{r^2 - 4F/\pi H}}{\sqrt{4F/\pi H}} \quad (6)$$

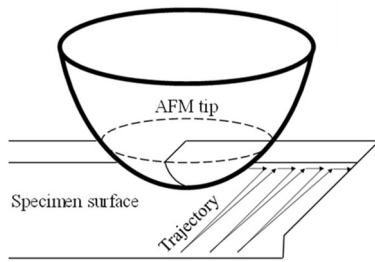


Fig. 2 Tip motion during AFM nanoscratch

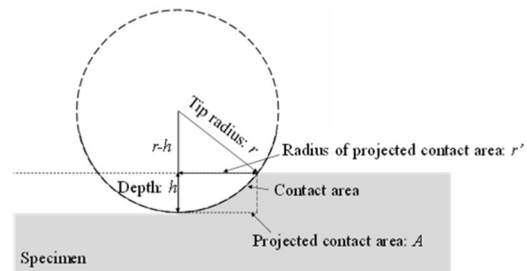


Fig.3 Penetration depth per friction cycle

### 2.3 AFMの探針形状の測定

2.2 節より、AFM 探針の先端径が摩耗形態の指標となる  $D_p$  値に大きく影響することが推察される。実際に走査電子顕微鏡(SEM)を用いて、AFM 探針先端を観察したところ探針先端はダイヤモンド粒子の付き方により形状が異なる(Fig.4)ため、探針の先端径の定量化が重要であることが分かる。そこで、鋭い突起の探針列を利用する二次元楔型という測定手法<sup>4)</sup>を用いて AFM 探針の先端形状を計測した。楔型サンプルは K-TEK NANOTECHNOLOGY 製の TGT1(Fig.5)を用いた。また、測定方法は DFM モードを使用することで AFM 探針のダメージを極力抑えて測定を行った。先端半径の算出には、AFM5500M にある探針解析ソフトを用い、AFM 探針最先端から 1, 3 及び 5nm の断面における有効径から算出した。

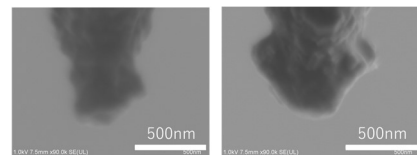


Fig. 4 SEM observation of AFM the tip of the cantilever

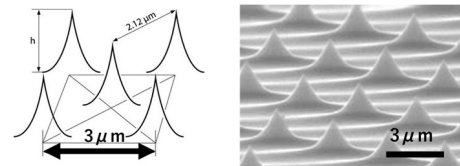


Fig. 5 Sharp styluses for AFM tip evaluation<sup>5)</sup>

## 3. 薄膜のスクラッチ試験結果

### 3.1 供試材料

本研究では、アルバック製のバッチ式スパッタリング装置(SX-200)を使用して、SUJ2の基材の上に銅のスパッタ膜を成膜した試験片を用いた(Fig.6)。一般的にナノインデンテーション試験法では押し込み深さに対して約10倍の深さまでの材質の影響を受けると考えられている、そのため、ナノインデンテーション試験で硬さを測定する場合、装置の最小の押し込み深さである40nmの10倍厚い400nm以上の膜厚が必要となる。そこで、銅のスパッタ膜の膜厚をナノインデンテーション試験で測定可能な500nmと薄膜の20nmの2つのサンプルを作製した。500nmのサンプルの硬さをBruker製走査型ナノインデンテーション装置(TI980、以下ナノインデント)で測定したところ2.96GPaであった。

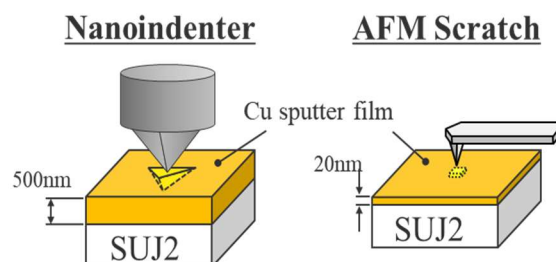


Fig. 6 Cu sputter film

### 3.2 試験結果

20nm厚の銅のスパッタ膜に対して、探針の先端径とスクラッチ荷重の影響を評価した。先端半径及び荷重の条件をTable 1に示す。Figure 7 は先端径59.2nmの探針を用いて、荷重10  $\mu$  Nでスクラッチ試験した結果を示しており、スクラッチ深さ20nm付近で変曲点を持っていることがわかる。これは1回目のスクラッチは銅のスパッタ膜を削っており、2回目から基材のSUSJ2を削っていることが推察される。基材のSUSJ2の硬さはナノインデンタで計測すると5.08GPaであったため、この結果を用いて表層硬さの算出を行った。Fig.8に $D_p$ 値とスクラッチ試験から算出した表層硬さの関係を示す。 $D_p$ 値が低いと500nm厚の銅のスパッタ膜をナノインデンタで測定した結果の2.96GPaと大きく異なることがわかる。これはアブレシブ摩耗の摩耗形態が掘り起し型のため、切削型の摩耗モデルに基づいて算出されている式(5)では誤差が大きくなってしまっていることが推察される。 $D_p$ 値が0.16以上の領域ではナノインデンタの結果と近いいため、 $D_p$ 値の制御が表層硬さの推定に重要であることが明らかとなった。

Table 1 Scratch test conditions

	No.1	No.2	No.3	No.4	No.5	No.6
Load, $\mu$ N	5	5	5	10	10	15
Probe tip radius, nm	81.6	183.4	131.6	59.2	170.0	122.8
$D_p$	0.160	0.033	0.048	0.215	0.036	0.088

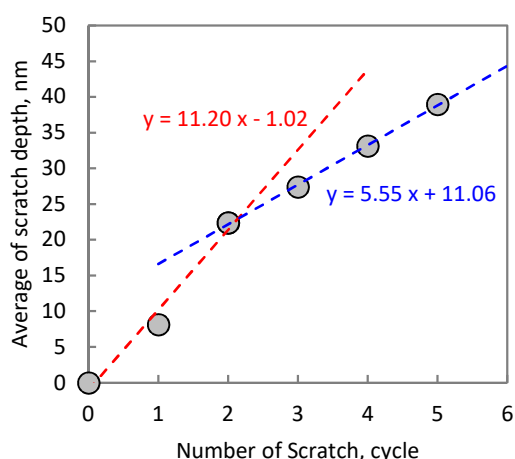


Fig.7 Scratch results of No.4

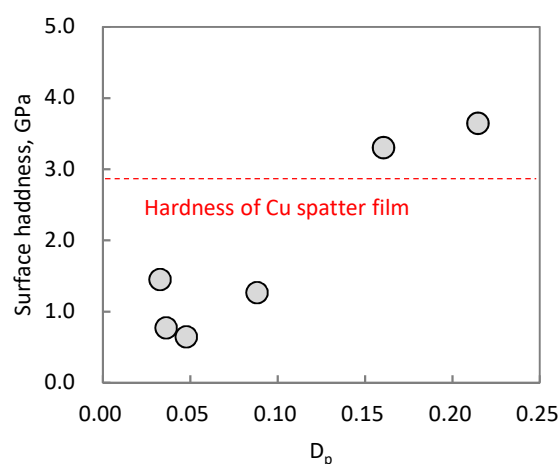


Fig. 8 Relationship between  $D_p$  and surface hardness

### 4. 結言

本研究では、AFMナノスクラッチ試験を用いた薄膜の表面硬さ測定の定量的な課題に対して、銅のスパッタの膜厚を制御したサンプルを作製し、ナノインデンタによる測定結果と比較することで探針の先端径及び荷重による測定精度の影響を調査した。探針の先端径と荷重を任意に制御し、食い込み深さの指標である $D_p$ 値を0.03~0.22の範囲でスクラッチ試験を実施した結果、 $D_p$ 値が0.16以上でナノインデンタの測定結果と同等になることがわかった。探針の先端径はダイヤモンドの付き方によりバラつきが大きいいため、事前に先端径の大きさを測定し、その大きさに応じてスクラッチ荷重を決め、 $D_p$ 値を制御することが表層硬度の定量化において重要であることが明らかになった。

### 5. 参考文献

- 1) 高簿一弘, 薄膜の機械的特性と評価・制御技術, 株式会社技術情報協会, (2001)
- 2) Junya MIMATA, Noritsugu UMEHARA, Takayuki TOKOROYAMA, Proposal of hardness calculation method by AFM nano scratch, Annual Meeting of the Japan Society of Mechanical Engineers(2021)
- 3) K. Hokkirigawa, K. Kato, An experimental and theoretical investigation of ploughing, cutting and wedge formation during abrasive wear, Tribology international, Vol 21, (1988),pp. 51-57
- 4) 井藤浩志, 探針形状の評価手法について—ナノ構造の寸法を計測する—, 精密工学会誌, Vol 79, No.3, (2013)
- 5) <https://kteknano.com/product/tgt1>
- 6) Rabinowicz, E., and Mutis, A., Effect of abrasive particle size on wear, Wear, Vol. 8, (1965), pp. 381- 390.
- 7) Archard, J. F., Contact and Rubbing of Flat Surfaces, Journal of Applied Physics, Vol. 24, (1953), pp. 981- 988