

ナノインデンテーション法における圧子寿命評価法の確立と圧子先端形状の影響評価

加工技術課 岩坪 聡、小幡 勤

フィッシャー・インストルメンツ 片山 繁雄、七理 冬彦

1. はじめに

表面の硬さはドライボロジー特性決める重要な因子の1つであり、半導体デバイスをはじめとして、MEMSデバイスなどにとっても、その特性を決める重要な値である。さらに、近年ナノテクノロジーの発展により、材料に求められる構造は、バルク的な均一な構造のものから、Low-k材などのマイクロポーラス、メソポーラス構造へと変化しつつあり、薄膜の厚みも数ミクロンから数十nmへ、膜も単層から多層膜へと、ますます複雑になっている。そのような材料の局所的な機械的特性の評価には、ナノインデンテーション試験が有効である。しかしながら、数十nmと非常に浅い領域の押し込み試験においては、圧子先端形状がその試験結果に大きな影響を与えることが分かってきた。そのため、先端形状の変化を簡便に評価する手法の開発が急務になってきた。

一方、ナノインデンテーションで使用する圧子には、VickersとBerkovich圧子があるが、それらを研磨にて作製する場合、その加工精度に限界があり先端半径を数十nm以下にすることは不可能であった。また、圧子先端は試験によっても摩耗するので、尖った先端形状とともに、その安価な作製方法が求められている。そこで本研究では、圧子の先端形状が評価できる手法の検討と、微細加工技術を用いた先端の尖った圧子製造に関する基礎的技術の開発を行った。

2. 実験方法及び結果

従来の研磨によって作製されたVickersとBerkovich圧子の断面形状をFE-SEMにて評価した。その結果を図1に示す。加速電圧は5kVで(a)はVickers圧子、(b)はBerkovich圧子である。図中には稜線部分を外挿した線を白い波線で表してある。理論的な圧子先端はこの線に重なるはずであるが、実際にはかなり鈍った状態になっていることが分かる。この外挿から乖離始める部分が現実の圧子の丸みとなり、圧子の形状補正が必要な領域になっている。横方向のSEM像より、この圧子先端頂上と理論的形状が乖離している高さ h_s は、VickersとBerkovich圧子で、それぞれ約60と50nmであることが分かった。

次に、SEM-TOPO像の3次元データを白い波線部分で切り出したプロファイルから、先端部分を半径 r_s で近似した時の値を表1に示す。評価する点の選び方によって r_s の値は若干変化するが、VickersとBerkovich圧子は、それぞれ約1000と500nm程度の r_s になっていることが分かった。これらの値とPTB

(Physikalisch-Technischen Bundesanstalt)のAFMにより測定された試験前の圧子形態との比較を行った。Vickers圧子でSEMとAFMの測定で r_s の値が大きく違う値が得られているが、これはVickersの稜線方向の取り方の違いにより生じたものである。Berkovichの r_s の値は両方とも約500nmで、測定による大幅な圧子先端形状変化はないと考えられる。

ここで、この半径から先端を球で近似できる部分の高さ h_s を、幾何学的関係から概算した。 r_s が1000nmの理論的なVickersと500nmのBerkovich圧子形状を仮定した場合、 h_s はそれぞれ63と50nmの値になり、横方向のSEM像で求められる h_s の値と同程度の大きさになることが確かめられた。この結果は、この様な圧子を用いるナノインデンテーション試験は、約50nmの押し込み深さまで、先端が鈍った球状圧子での評価、その以上の押し込み深さでは、圧子本来の形状である三角錐あるいは四角錐での評価になることを示している。この圧子形態の変化が、得られた剛性率の値やHMなどの硬さに、大きな影響を与える。そのため、それ以下の領域のナノインデンテーション試験を正確に実施するためには、研磨以外の方法で圧子を加工する必要があることが分かる。そこで、異方性エッチングを応用した四角錐と三角錐の圧子を作製するプロセスを検討し、その形態の寸法精度の評価と圧子の稜線角度の違いがインデンテーション試験に及ぼす影響について調べた。また、圧子先端形状評価に必要な標準試料片の条件についても明らかにした。

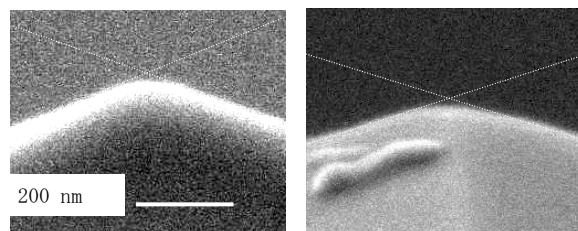


図1 圧子表面の横方向のSEM像

表1 SEMとAFMから求められた圧子先端の曲率半径 r_s

r_s (nm)	Vickers	Berkovich
SEM	1017	545
AFM	230	400