

材料試験技術

JOURNAL OF MATERIAL TESTING
RESEARCH ASSOCIATION OF JAPAN

薄膜硬度計

Thin Film Hardness Analyzer

塚本 雄二

Yuji TUKAMOTO

鶴見 正明

Masaaki TSURUMI

木村 正人

Masato KIMURA

材料試験技術 Vol. 38 No. 2 1993年4月号別刷

日本材料試験技術協会

製品紹介

5-1526

薄膜硬度計

Thin Film Hardness Analyzer

塚本 雄二* 鶴見 正明** 木村 正人**

1. はじめに

先端技術産業の要である新素材の研究開発や品質管理には、試料表面近傍の機械的性質の解明が不可欠です。特に最近の超精密技術から生み出されるICやLSIなどの微細加工や薄膜技術の進展に伴い、薄膜硬度測定技術の重要性が益々高まりつつあります。

この様な社会のニーズに対応する為に0.1 μ mレベルの薄膜の硬度が測定出来る薄膜硬度計を開発しました。

2. MHA-400 の概要

Fig.1に薄膜硬度計MHA-400の外観写真を示します。

本装置は、測定方法として電子天秤を用いて0.01mgの精度で押し込み荷重を検出し、しかもこの様な微小な荷重検出に影響されことなく、4nmの精度で変位が検出可能な光変位計を用いて深さを測定する薄膜硬度計です。

3. MHA-400 の特長

- ① 広範囲の薄膜の硬度を高精度で測定できます。
- ② 連続測定が可能であるため各種薄膜の硬度が測定できます。
(Fig.2, 3, 4参照)
- ③ サブミクロンレベルの薄膜の押し込み硬度が測定できます。
- ④ 測定データの自動処理ができます。

* 日本電気株式会社機能エレクトロニクス研究所
Yuji TSUKAMOTO
(NEC Corporation, Kawasaki)
** 日本電気株式会社生産設備事業部
Masaki TSURUMI and Masato KIMURA
(NEC Corporation, Fuchu)



Fig.1 薄膜硬度計 MHA-400 の外観写真

4. 仕様

- | | |
|-----------|---|
| ① 荷重範囲 | 0.1mg~1g
(荷重検出分解能: 0.01mg) |
| ② 荷重検出器 | 電子天秤 |
| ③ 押し込み駆動源 | 圧電アクチュエータ |
| ④ 押し込み深さ | 0~5 μ m
(変位検出分解能: 4nm) |
| ⑤ 変位検出器 | 光強度型変位計 |
| ⑥ 測定用圧子 | ダイヤモンド製三角錐針
対稜角 80°
先端半径 0.1 μ m 以下 |

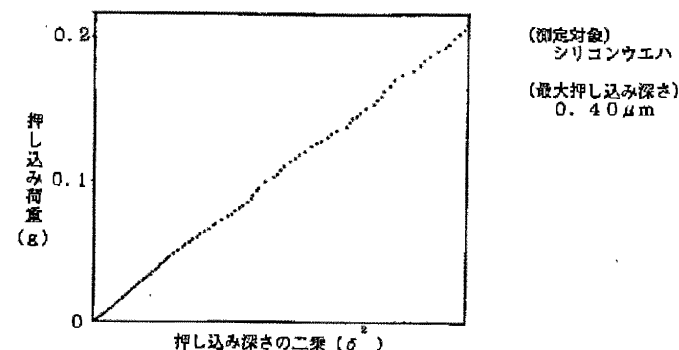


Fig.2 試料に欠陥や割れのない場合

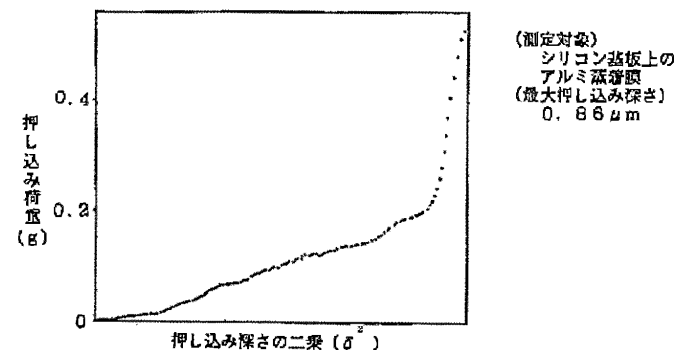


Fig.3 試料に欠陥がある場合

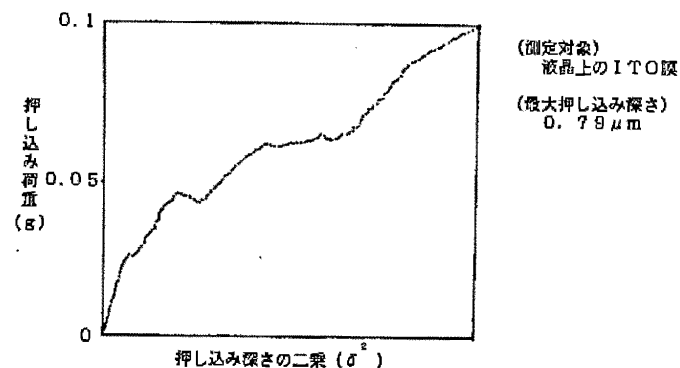


Fig.4 試料に割れがある場合

- ⑦ 試料の大きさ 最大 20×20 mm t=5 mm 以下
 ⑧ 試料の重さ 最大 30 g

5. 測定原理

開発した薄膜硬度計の測定原理を Fig. 5 に示します。本装置は、主として ① 荷重検出部、② 変位量検出部、③ 押し込み駆動部より構成されます。

荷重検出部に用いる電子天秤の皿の上には、試料と鏡が置かれており、鏡は変位量検出部に用いる変位計プローブからの光を反射します。

押し込み深さ x を測定する変位計プローブは、押し込み駆動部に組み込まれた圧電アクチュエータの先端の圧子と一体で動作する様になっています。

試料の微小硬度は、圧子を荷重 W で押し込んだ時、押し込み深さ x だけくみ込んだとすると、深さ x での硬さを $H(x)$ として式 (1) の関係が成立します。ここで、 α は定数です。

$$W(x) = \alpha \int_0^x H(\xi)(x-\xi)d\xi \quad (1)$$

(α : const)

硬さ変化の無い均一材料であれば

$$W(x) = \alpha H \cdot x^2 / 2 \quad (2)$$

$$H = 2 \times W(x) / (\alpha x^2) \quad (3)$$

となり、荷重 W は押し込み量の 2 乗に比例することが分かります。

6. 装置構成

本装置の構成 (Fig. 1 参照) は以下の通りです。

- ① 荷重検出部、② 変位量測定部、③ 押し込み駆動部、④ 制御部、⑤ パーソナルコンピュータ、⑥ テープ、⑦ 出力装置、⑧ 測定部観察モニター

次に、本装置の測定部の構成を Fig. 6 に示します。

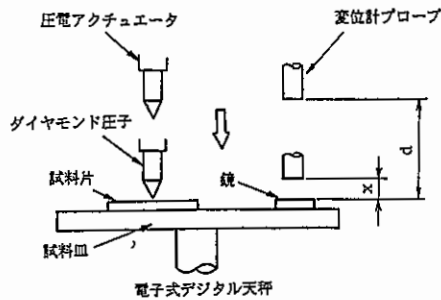


Fig. 5 薄膜硬度計の測定原理

圧子は、押し込み駆動部である圧電アクチュエータの先端に取付けられており、圧子の押し込み速度は圧電アクチュエータに印加する電圧をパソコンにより制御することによって、1.4~21 nm/s の間で変化させることができます。測定時の押し込み速度は薄膜の硬度や膜厚によって適宜選択できます。

変位計プローブは、圧電アクチュエータと連動し、圧電アクチュエータ駆動時の変位計プローブと鏡との距離変化は圧子の押し込み深さとして記録されます。

制御部は、パーソナルコンピュータ、電圧増幅器、A/D コンバータ、パルスモータコントローラ、D/A コンバータで構成されています。

変位計プローブからの信号は光変位計、A/D コンバータを介して押し込み量として入力されます。電子天秤からのデジタル信号は、荷重信号として直接入力されます。変位量と荷重の両信号はデータ処理された後に CRT ディスプレイ上あるいは XY プロッタ上にグラフで出力されます。

7. 微小硬度とピッカース硬度との相関

Fig. 7 にピッカース硬度 (ピッカース硬度=負荷荷重/圧痕の表面積。本データは負荷荷重 5~20 g の範囲での測定値である。) と本装置により測定した微小硬度 (押し込み速度: 2.7 nm/sec, 設定荷重: 0.05~0.1 g, 最大押し込み深さ: 約 0.1~0.2 μ m) の関係を示します。Fig. 7 より広い範囲に渡って比較的良好な相関関係が成立することが分かります。

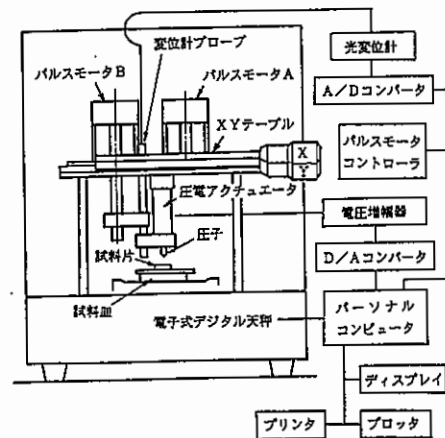


Fig. 6 装置構成

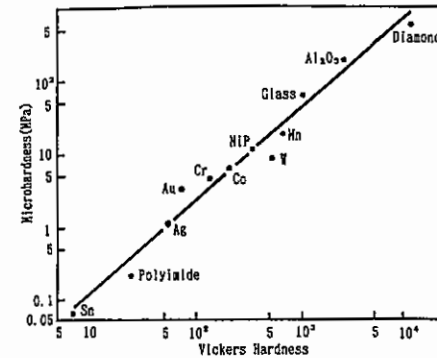


Fig. 7 ピッカース硬度-微小押し込み硬度の関係

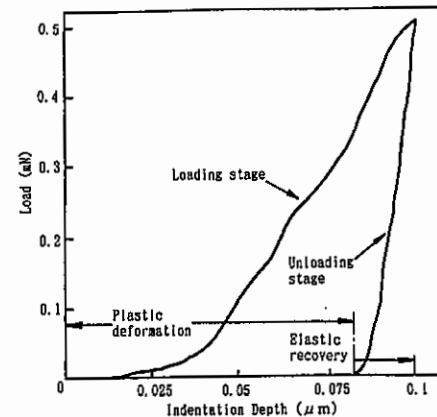


Fig. 8 荷重-押し込み深さ曲線

よって、本装置の微小硬度試験は、ピッカース硬度試験と同様に薄膜材料の機械的性質測定法として有効です。

なお、両硬度値の相関関係にバラツキが生じる原因は、ピッカース硬度が表面の塑性変形量から計算されるのに対して、微小硬度は弾性変形も含んだ全押し込み変形量を基準としていることにあると考えられます。

Fig. 8 に荷重-押し込み深さ曲線の模式図を示します。

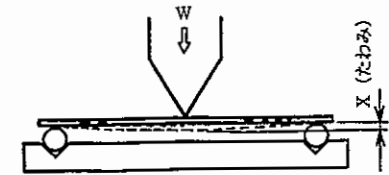


Fig. 9 ヤング率測定原理図

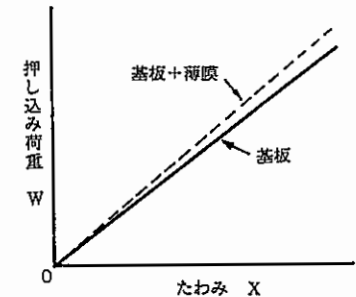


Fig. 10 ヤング率測定例

8. オプション機能

8.1 モニタ機能

圧子の先端をイメージキャリヤを用いて拡大することにより、測定点の位置決めが容易に出来ます。

拡大倍率は約 50 倍・100 倍・200 倍の中から選択となります。

8.2 ヤング率測定

圧子・試料台・ソフトを変更することにより、短冊状の基板及び基板上の膜のヤング率を測定することが出来ます。

測定原理図とヤング率測定例を Fig. 9, Fig. 10 に示します。

基板の両端を支持し、その中央に集中荷重を加えます。その時のたわみは荷重に比例し、その比例定数はヤング率と形状によって決まります。

同様に、膜のヤング率は成膜する前とした後の荷重とたわみの関係の変化から求めることが出来ます。

8.3 内部応力

ヤング率と同様に圧子・試料台・ソフトを変更することにより、膜による内部応力を測定することが出来ます。

測定原理図と内部応力測定例を Fig. 11, Fig. 12 に

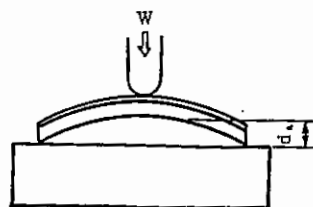


Fig. 11 内部応力測定原理図

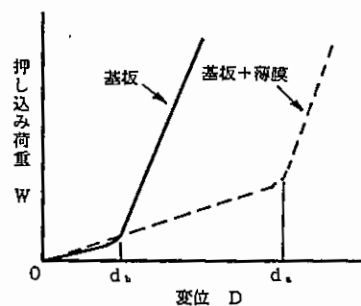


Fig. 12 内部応力測定例

示します。

基板に薄膜を付着したとき、薄膜の内部応力によってそりが発生します。本装置では、基板のそり量を測定し、その結果から膜の内部応力を計算します。

8.4 付着力

ヤング率と同様に圧子・試料台・ソフトを変更することにより、膜の付着力を測定することが出来ます。

測定原理図と付着力測定例を Fig. 13, Fig. 14 に示します。

傾斜試料台の上に試料を載せ、試料表面に圧子を押し込みます。圧子を押し込んでいく過程で膜が剝離したことを示す荷重の急激な変化が発生します。この時の界面に生じる最大せん断応力を付着力と定義し、測定します。

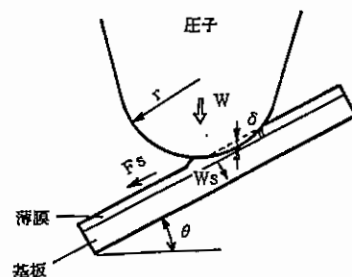


Fig. 13 付着力測定原理図

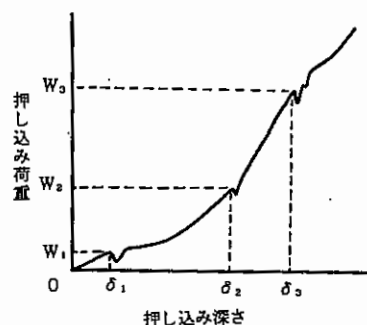


Fig. 14 付着力測定例

9. 最後に

本装置の御問い合わせは下記までお願い致します。
NEC FA システム販売推進本部システム製品部
TEL (03)3798-6195 (ダイヤルイン)

参考文献

- 塚本 他: Thin Solid Films, 154, p. 171-181 (1987)
塚本 他: Thin Solid Films, 213, p. 220-225 (1992)