

TRIBOSCOPE 操作マニュアル(草案)

注意：ダイヤモンド圧子を割るな。

1. サンプル作製

SPM 用ベースに試料を固定する。

固定方法

- ① 修正液または接着剤を円盤に付ける。(両面テープはデータに影響を及ぼすため使用しない。)
- ② 試料を円盤にのせ、ピンセット等で上から押さえ付ける。
- ③ 数分間そのまま乾燥させる。

2. 立ち上げ

1. SPI3800 コネクタに専用変換ケーブルを挿入する。(図 1 の赤ライン)
2. Triboscope コントローラーパネルのつまみが以下の位置に設定されていることを確認し、Triboscope コントローラーの電源を入れる。この時のコントローラーの表示が-200～ - 400(黒いファイルの中に Transducer constants シートが入っている。その中の Tare の数値とコントローラーの表示が近いこと)を確認する。
 - Low Pass Filter: 300 Hz
 - MicroScope Feedback 1 gain: 1000
 - MicroScope Feedback 2 gain: 1000
 - Display gain: 1
 - Manual Zero の Fine と Course の矢印を 12 時の方向に調整する。
3. Triboscope コントローラーパネルの Auto Zero を押し、Display gain を 100 にする。
4. SPI3800、パソコン、パソコンの電源を入れる。
5. AFM ヘッド部スキャナー奥のマイクロスイッチを重りで押さえ込む。これによって、ソフトウェアを立ち上げたときに、SPI3800 ユニットの数値と Z 停止電圧の数値が一致する。
6. サンプルをピエゾスキャナーの上にセットする。
7. サンプルとチップの距離を十分離しておき、トランスデューサを SPI3800 ユニットにセットする。この時、サンプル上に圧子がかかるようにトランスデューサの位置を調整する。

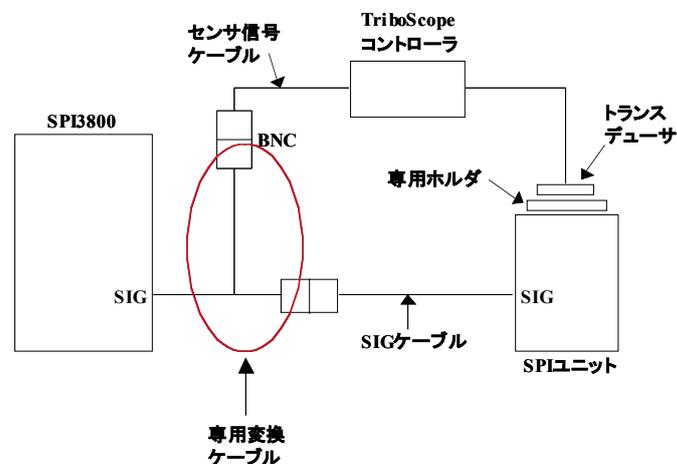


図 1

3. SPM 初期設定

1. Spisiel 32 を立ち上げる。
2. AFM を選択し、**OK**をクリックする。(図 2)
3. 測定→補助パラメーターをクリックし、以下の設定に変更し、**OK**をクリックする。(図 3)
 - アプローチ停止電圧：+1.5 V
 - フィードバック：ネガティブ
4. 測定条件パネル 1 (図 4)およびアプローチウィンドウを開く。
5. 測定条件パネル 1 に以下のパラメーターを入力する。
 - 操作モード：1 画面測定
 - たわみ量：4
 - I ゲイン、P ゲイン：デフォルト
 - 走査エリア：2000 nm
 - 走査周波数：2 Hz
 - 回転角度：0 °
 - トレースの高さ：0.00 nm

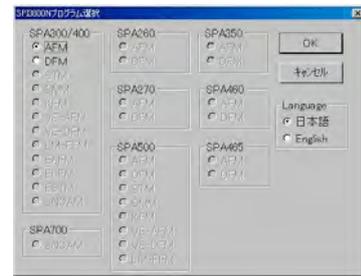


図 2

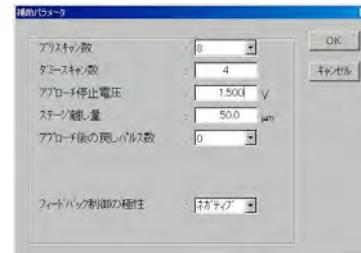


図 3



図 4

4. TriboScope の初期設定(advanced Z axis calibration)

以下の操作は測定の最初のみ行い、サンプル交換時は不要。

1. TriboScope4.1 をクリックすると、図 5 のウィンドウが表示される。**Yes** をクリックする。
2. 図 6 のウィンドウが表示されたら、**OK**をクリックする。
3. 図 7 のウィンドウが表示されたら、Setup→Indent を選択し、測定画面(図 8)を表示する。

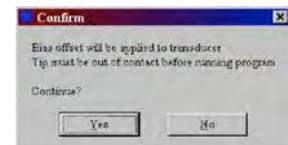


図 5



図 6

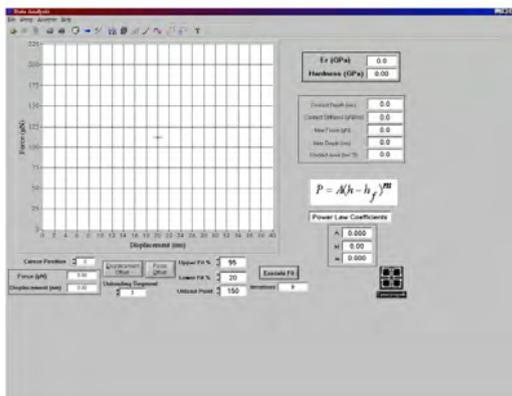


図 7

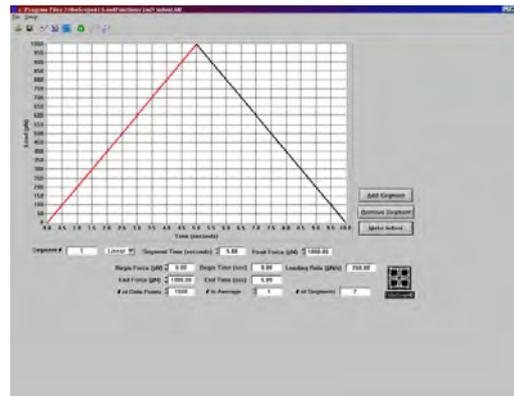


図 8

4. [air-indent.idf]ファイルを開く。
5. Setup→Advanced Z axis calibration をクリックし、
図 9 のウィンドウを表示する。
6. **Calibrate Transducer** をクリックする。
7. 図 10 のウィンドウが表示されたら、圧子とサンプルが
 $5\mu\text{m}$ 以上離れていることを確認し、**Yes**を押す。
8. 図 11 のウィンドウが表示されたら、Displacement gain を
100に変更し、Triboscope コントロールパネルの
Displacement gain も 100 に合わせ、**Done** をクリックする。
9. 図 12 のウィンドウが表示されたら、**Yes** をクリックする。
10. 図 13 の画面が表示されたら、0 調し、
OK をクリックする。(×2)
11. 表示されるウィンドウを消す。
12. Advanced Z axis calibration の終了
13. 装置が安定するまで約 1 時間静かにしている。

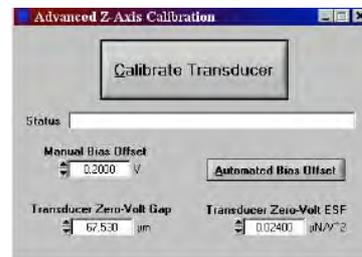


図 9

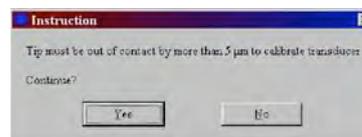


図 10

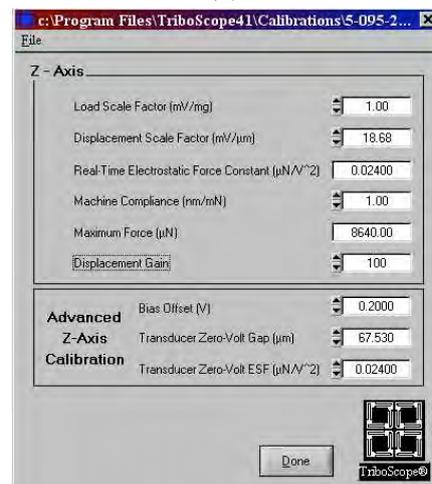


図 11

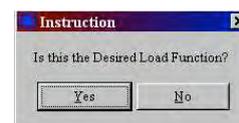


図 12



図 13

5. Air-indent

1. Date analysis 画面上の File→Open load function を
クリックし、[air.idf]ファイルを開く。
2. 0 調する。
3. **Make indent** をクリックする。
4. Save as ウィンドウが表示されたら、C/Triboscope4.1/Date
にある air.hys ファイルに保存上書き保存する。
5. 表示されたデータが図 14 のように平行移動していれば、
ここで air-indent の終了。図 15、16 のように傾いている
場合は Date analysis 画面上の File→EDIT→constants を選択する。

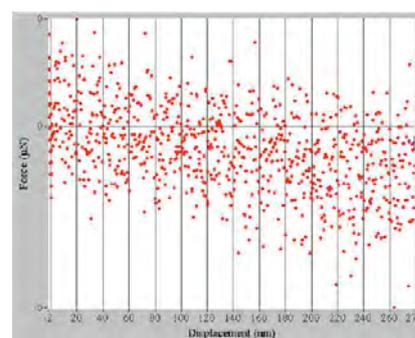


図 14

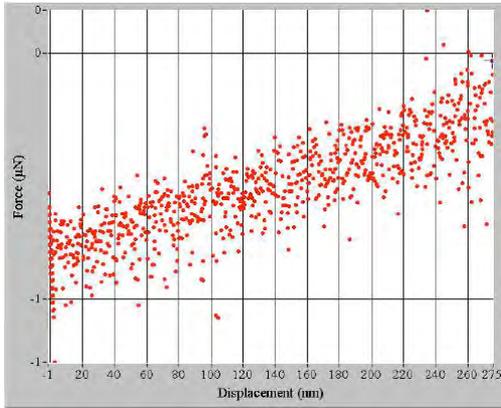


図 15

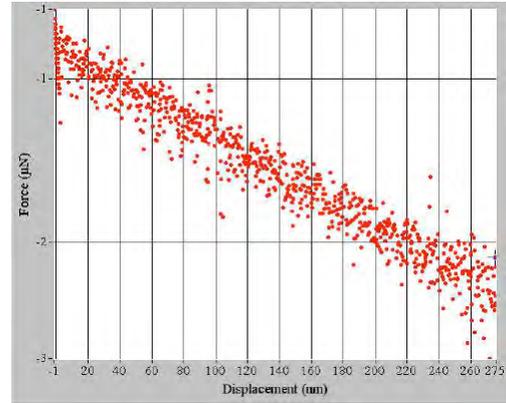


図 16

6. 図 17 のウィンドウが表示される。データが右上がりであれば、Transducer zero-volt ESF を減少させ、右下がりであれば、Transducer zero-volt ESF を増加させる。**OK** をクリックし、データが図 14 のように平行になるまで繰り返す。
7. 平行になったら Load function Editor の Setup→calibration をクリックし、図 18 のウィンドウを表示する。
8. Transducer zero-volt ESF を同じにし、**Done** をクリックする。
9. 再度、Air-indent を行い、データが平行移動することを確認する。

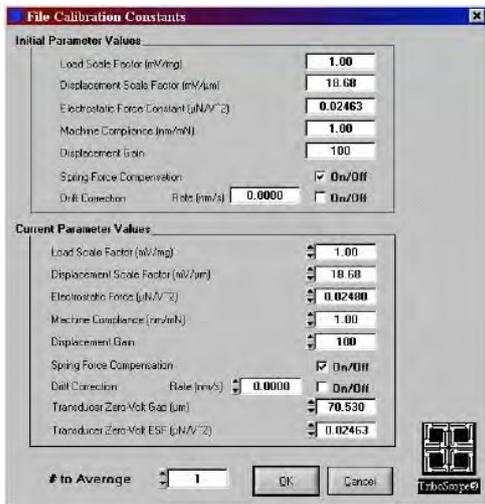


図 17

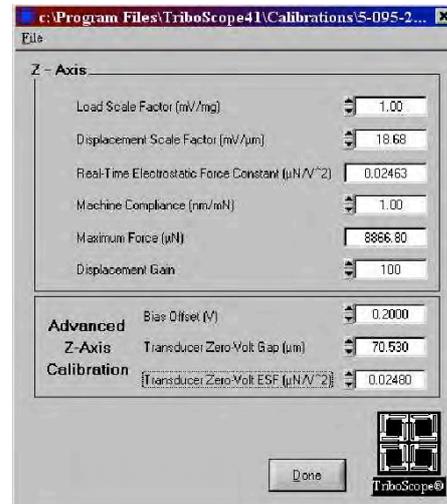


図 18

6. インデンテーション操作方法

- 測定の最初に溶融石英(標準試料)を荷重 $1000 \mu\text{N}$ で3回測定し、Hardness が $9.5 \pm 1.5 \text{ GPa}$ の範囲に入り、数値にバラつきが小さいことを確認する。

1. Load function Editor に測定条件を入力する。
2. 画面右下の **Make Indent** を左クリックしながら、枠の外にドラックし、図 19 のように **Make Indent** を点線の枠で表示させ、Enter キーで測定開始できるようにする。
3. 0 調する。
4. アプローチウィンドウ(図 20)の近づける設定領域までをクリック



図 19

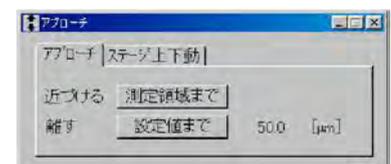


図 20

する。

- 画面中央に設定領域までのウィンドウが表示される。この時すぐにこのウィンドウが **Auto zero** ウィンドウに変わってしまう場合は、補助パラメータのアプローチ停止電圧の数値を高くし、3.からやり直す。
- 設定領域までのウィンドウが消えるもしくは、**Auto zero** ウィンドウに変わった場合に Z スキャナ電圧が -50V~200V または 200V 以外の表示になった時、アプローチが正常に終わったことを意味する。もし ±200V が表示された場合、5.と同様にアプローチ停止電圧の数値を高くし、3.からやり直す。
- アプローチ終了後、TriboScope コントローラの表示が約 0.16 になる。測定条件パネル 1 の **スタート** をクリックしスキャンを開始する。
- スキャン終了後、図 21 のような図が表示される。**移動** をクリックし、凹凸の少ないインデントする場所を選択する。この時実際の測定位置が選択位置より若干左上にずれることを留意する。
- 画像を取り込んでいる途中であれば、必ず **ストップ** をクリックし、スキャンを止め、サーボホールドにチェックを入れる。
- Enter を押し測定を開始する。
- リアルタイムのデータがプロットされ、Save as ウィンドウが表示されたら測定終了。
- 0 調し、サーボホールドのチェックを外す。
- スタート** をクリックしスキャンを開始する。

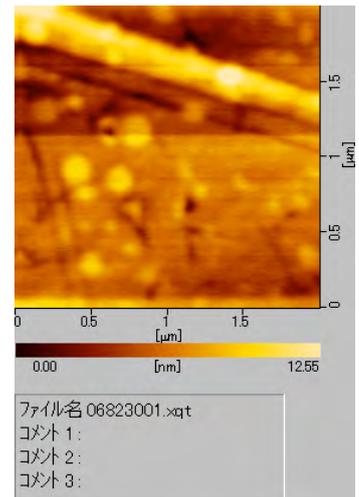


図 21

【10.~13.はすばやく行う。】

- データをセーブする。保存場所は C/indent に入れる。標準サンプルの場合は glass フォルダに年月日-回数(例 2006 年 8 月 22 日、一回目の場合 060822-1)で保存する。
- 表示されているデータは 1000 ポイント(デフォルトのデータの数が 1000 ポイント)である。(図 22)このままでは低荷重になるほどデータポイントがばらつくため、平均化することができる。Date analysis 画面上の File→Edit File→constants を選択する。
- 図 23 のウィンドウが表示される。# to Average を 4 または 5 にし、データ数を平均化する。

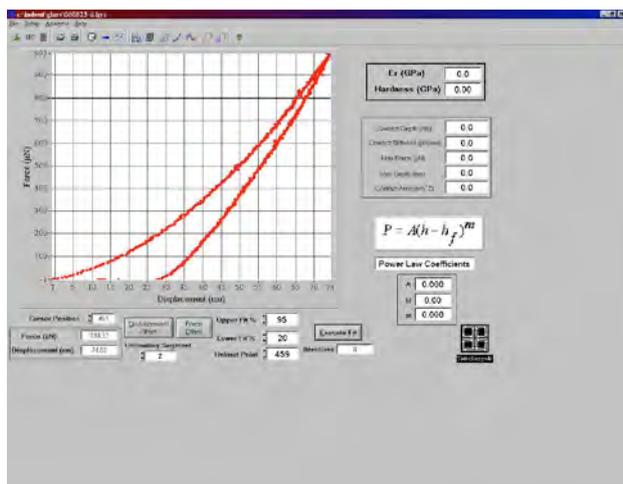


図 22

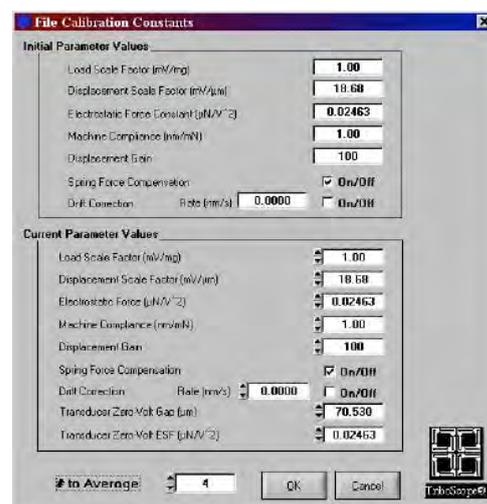


図 23

17. **Excute Fit**をクリックすると Hardness と Er(弾性率)が表示される。(図 24)
18. データの再現性を確認するために Data analysis 画面上の Analysis→Plot Multiple Curves を選択する。
19. **Add Curves**をクリックし、グラフをロードする。
20. 新たにスキャンされた AFM 像から再度インデント場所を決める。
【少なくとも圧痕の 1 辺の 1.5 倍離す。(図 25)】
21. 測定を繰り返し、目的とする測定条件で 3 回データが重なること(再現性)を確認する。(図 26)
22. 終了後、アプローチウィンドウの離す**設定値**までを 5 回クリックする。

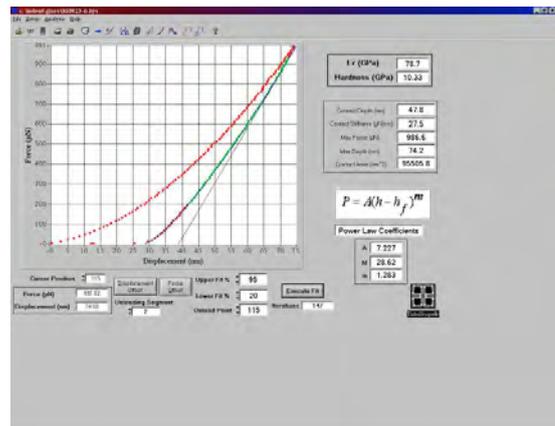


図 24

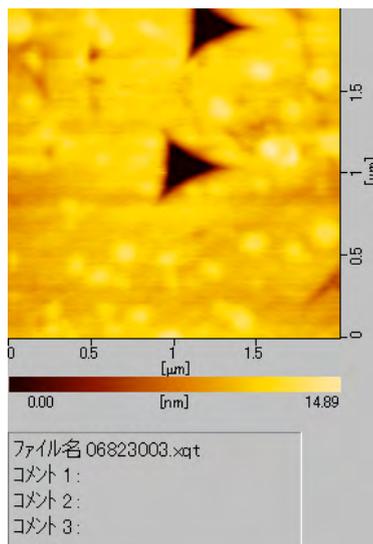


図 25

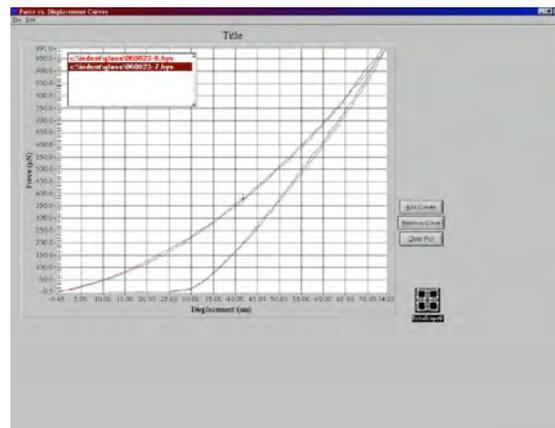


図 26

7. 立ち下げ
 1. 図 20 のステージ上下動でサンプルとチップ間を十分離し、トランスデューサを外す。
 2. Spisel 32 を終了する。
 3. TriboScope4.1 を終了する。
 4. パソコンとパソコンの電源を切る。
 5. TriboScope コントロールパネルの電源を切る。
 6. SPI3800 ユニットの電源を切る。
 7. サンプル台を AFM 用のものに戻す。
 8. SPI3800 に取り付け専用変換ケーブルを外す。