

シリコンウエファーコート剤への
微小ひっかき試験



Prepared by
Duanjie Li, PhD

はじめに

ポリマーコーティングは、半導体、太陽エネルギー、光学、生物医学など多様な産業分野において、様々な基材の機械的特性、耐摩擦特性、光学特性、化学的特性を向上させるために広く利用されています。コーティング固有の品質と、コーティング／基材システムの界面の相性が、ポリマーコーティングの耐用性能と寿命を決定します。引っかき試験および微小引っかき試験は、コーティングの凝集強度および接着強度を評価する最も広く適用されている手法の一つとして発展してきました。加えられる荷重が漸増するにつれて特定の種類のコーティング破壊が発生する臨界荷重は、コーティングの接着特性および凝集特性を決定し比較する信頼性の高い手段として広く認識されています。引っかき試験で最も一般的に使用される圧子は円錐状のロックウェルダイヤモンド圧子です。しかしながら、シリコンウェーハのような脆性基板上に堆積された軟質ポリマーコーティングに対してスクラッチ試験を実施する場合、円錐状圧子は亀裂や剥離を生じさせるよりも、コーティングをかき分けるように溝を形成する傾向があります。脆性シリコンウェーハの破断は、荷重がさらに増加した際に発生します。したがって、脆性基板上の軟質コーティングの凝集性または付着性を評価する新たな技術の開発が極めて重要です。

■測定項目

本アプリケーションでは、ナノベアインデントを用いたマイクロスクレイプ試験により、シリコンウェーハ基板上のポリマーコーティングの凝集強度および接着強度を評価します。



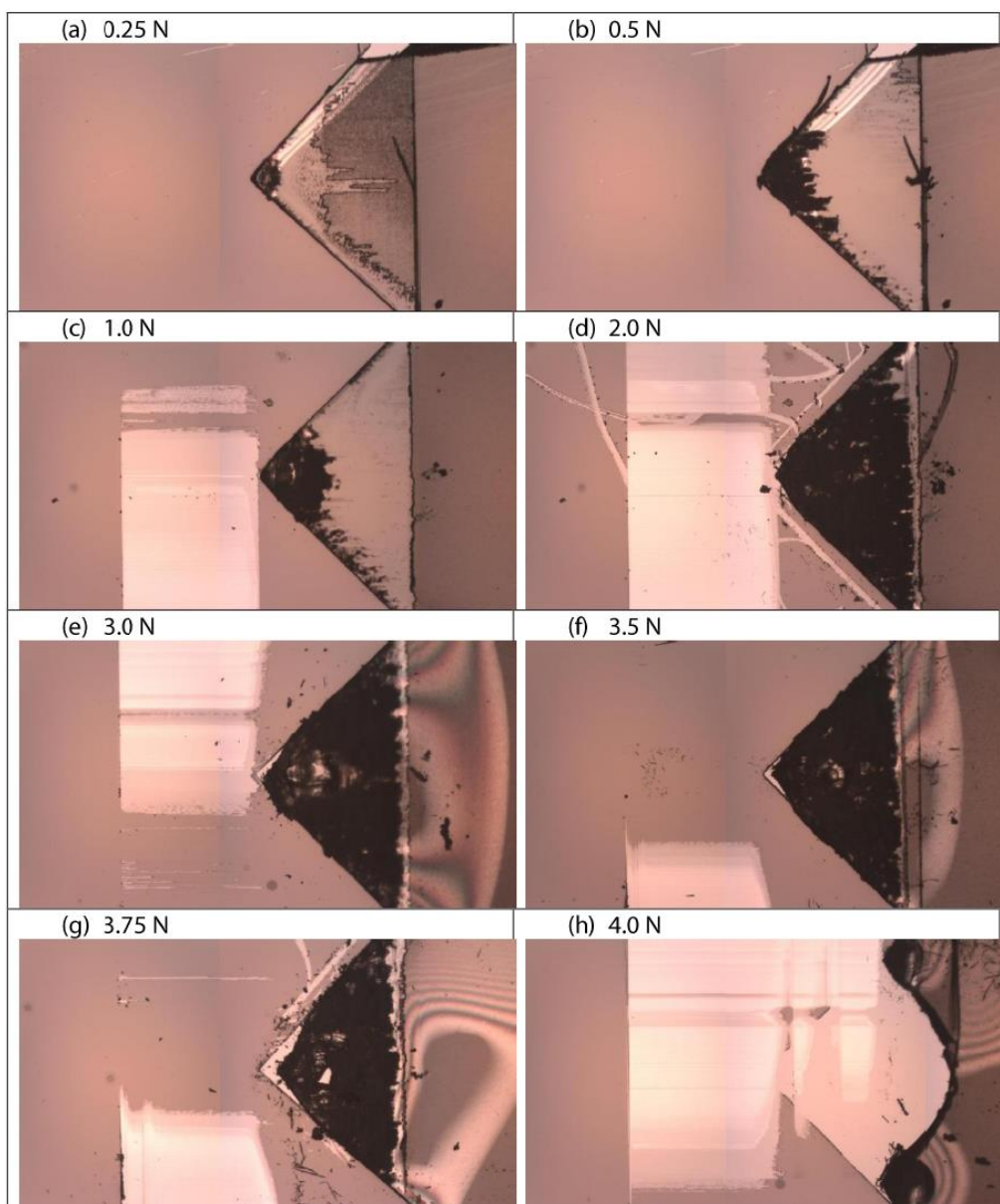
測定手順

ナノビアインデントラーを用いて、シリコンウェーハ基板上のポリマーコーティング試料に対し、次にまとめた試験パラメータでマイクロひっかけ試験を実施しました。各荷重におけるマイクロひっかけ試験にはそれぞれ新規試料を使用しました。

試験パラメータ	値
負荷タイプ	一定荷重
負荷	0.25N, 0.5N, 1N, 2N, 3N, 3.5N, 3.75N, 4Nの8種類
スライド速度	3 mm/min
スライド距離	1 mm
インデントラー形状	ナイフ状
先端チップ材料	ダイヤモンド
インデントラーチップ角度	90°
ガス環境	空气中
温度	24° C (室温)

結果と考察

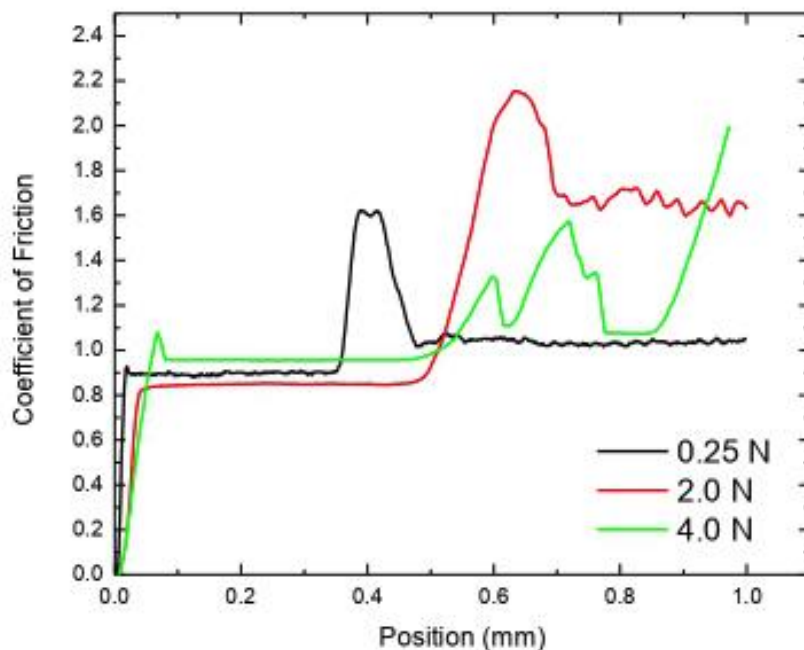
本研究では、シリコン基板上のポリマーコーティングの付着性を測定します。シリコンウェーハの脆性特性に鑑み、鋭い円錐状圧子による基板貫通を回避するため、水平ナイフ形状のダイヤモンドスタイラスを採用しました。以下の図は異なる定荷重下におけるポリマーコーティング試料の完全スクラップ痕です。ポリマーコーティングはシリコン基板上に90° 三角形パターンを形成しています。



0.25 Nの法線荷重において、三角形状の先端部でポリマーコーティングの凝集破壊の兆候が観察されます。マイクロひっかけ試験中の定常法線荷重が0.25 Nから2.0 Nに増加するにつれ、暗色領域の拡大が示すように、コーティング上の凝集破壊領域は三角形状の先端部から底辺部へと次第に拡大しています。荷重がさらに2.0 Nから3.75 Nに増加すると、三角形の先端でポリマーコーティングの剥離兆候が現れ始めます。

4.0 Nの法線荷重ではコーティングが基板から完全に剥離しました。コーティング損傷の典型的な形態が発生するこうした臨界荷重値を用いることで、接着強度と内接着強度を定量的に比較し、対象用途に最適な候補を選定することができます。

次の図は、コーティングの劣化進行に関するさらなる知見を提供する可能性のある、マイクロひっかき試験中の摩擦係数（COF）の変化を示しています。0.25 Nという低荷重では、ナイフ先端がシリコン基板とポリマーコーティング領域を擦過する間、摩擦係数は一定を維持します。しかし、ナイフ先端が三角形の頂点、すなわちコーティングの端部を擦過すると、コーティングによる高さの上昇により高い摩擦係数のピークが観測される。同時にポリマーコーティングの小さな凝集破壊が発生します。



荷重が2.0 Nに増加すると、ポリマーコーティング表面全体で凝集破壊が発生し、被覆領域で測定される摩擦係数（COF）値が上昇しています。さらに荷重が4.0 Nまで増加すると、ポリマーコーティングはシリコン基板から完全に剥離しました。

おわりに

本研究では、シリコンウェハー基板上に堆積されたポリマーコーティングに対し、ナノビアインデントが信頼性の高い微小ひっかき試験を実施できることを実証しました。ここでは脆性シリコン基板の貫通を回避するため、水平刃のナイフ形状ダイヤモンドチップを選択して試験を実施しました。

異なる定荷重を適用することで、微小ひっかき試験は典型的な凝集性および付着性コーティング破壊が発生する荷重を特定することを可能にする。これは、ポリマーコーティングの本質的な品質とコーティング/基材システムの界面相性を定量的に評価・比較するための優れたツールを提供します。

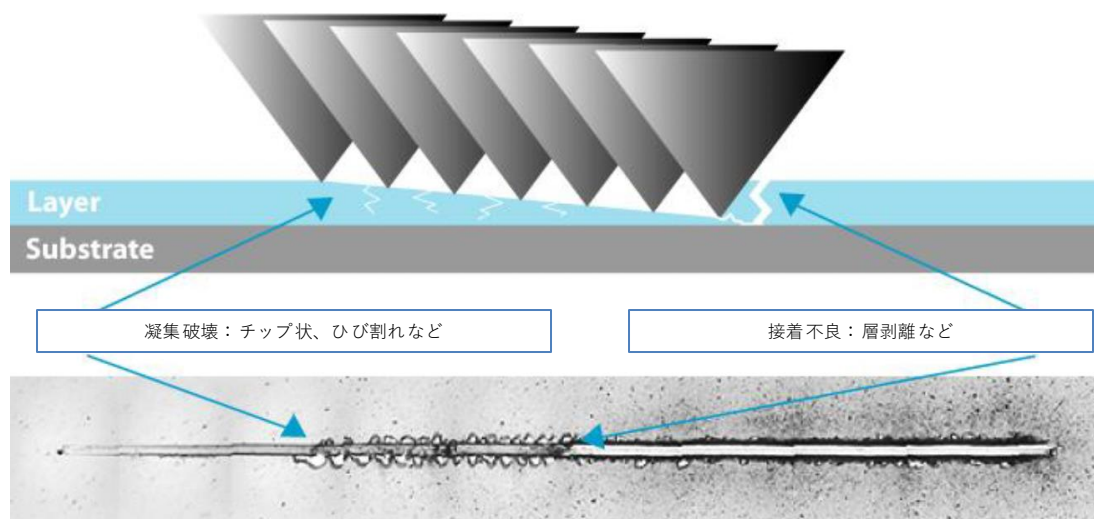
ナノビアインデントのナノ、マイクロモジュールはすべて、ISOおよびASTM準拠の圧痕試験、スクラッチ試験、摩耗試験モードを備えており、単一システムで利用可能な最も広範かつユーザーフレンドリーな試験範囲を提供します。ナノビアインデントは、硬度、ヤング率、破壊靱性、接着性、耐摩耗性など、様々な機械的特性の包括的な測定を実現します。

摩擦測定原理

スクラッチ試験法は、試料に損傷が生じる臨界荷重を用いて、コーティングの相対的な凝集性・付着性、あるいは材料本体の耐スクラッチ性を評価する定量試験です。試験では、一定荷重下、あるいはより一般的な固定荷重速度による漸増荷重下で、球錐状スタイラスを一定速度で試料表面に引いてスクラッチを付与します。球錐スタイラスは様々な半径（スタイラスの「鋭さ」を表す）で利用可能です。一般的な半径は、マイクロスクラッチ試験では20~200 μm 、ナノスクラッチ試験では1~20 μm です。

漸増荷重試験を実施する場合、臨界荷重とは認識可能な破損が発生する最小荷重と定義されます。定荷重試験の場合、臨界荷重は軌道沿いで当該破損が定期的が発生する荷重に対応します。

漸増荷重試験における深度、摩擦、アコースティック・エミッションのイメージ図



■ 臨界負荷について

スクラッチ試験は再現性の高い定量試験です。臨界荷重は、コーティング-基材システムの機械的強度（接着性、凝集性）に依存するだけでなく、他のいくつかのパラメータにも依存します。それらのうち一部は試験自体に直接関連し、他はコーティング-基材システムに関連しています。

■ 臨界荷重に影響を与える試験パラメータ

- 荷重付加速度
- スクラッチ速度
- 圧子先端半径
- 圧子材質（および圧子先端摩耗）

■ 臨界荷重に影響を与える試料固有パラメータ

- 表面と圧子間の摩擦係数
- 材料内部応力
- 基板硬度および粗さ
- コーティング硬度および粗さ
- コーティング厚さ

臨界負荷決定方法

■ 顕微鏡観察

顕微鏡観察は表面損傷を検出する最も信頼性の高い方法です。この技術により、被膜内部の凝集破壊と被膜-基材界面における接着破壊を区別することが可能です。ナノビアではリアル3D光学プロファイラをオプション装備して、より精密に検証することも可能です。

■ 摩擦力

これにより、スクラッチに沿った力変動を研究し、顕微鏡下で観察された破壊現象との相関関係を明らかにすることが可能となります。典型的には、試料の破壊は摩擦係数の変化（段差、あるいは勾配の変化）を引き起こします。破壊に対する摩擦応答は、研究対象の被覆-基材システムに極めて特異的である。

■ アコースティック・エミッション

微小亀裂の形成および伝播によって発生する弾性波の検出。AEセンサーは装置の機械的振動周波数に対して感度が低いため、この臨界荷重判定法は、より多くのエネルギーで亀裂を生じる硬質コーティングに主に適している。

■ 深度センサー

深度データの急激な変化は境界を示す可能性があります。スクラッチ前後の深さ情報は、試験中の塑性変形と弾性変形に関する知見も提供する。白色光軸方向色収差法やAFMなどの3D非接触イメージング技術は、試験後のスクラッチの正確な深さを測定するのに有用です。



〒274-0812 千葉県船橋市三咲7-22-7
TEL:047-449-2961 FAX:047-449-2926