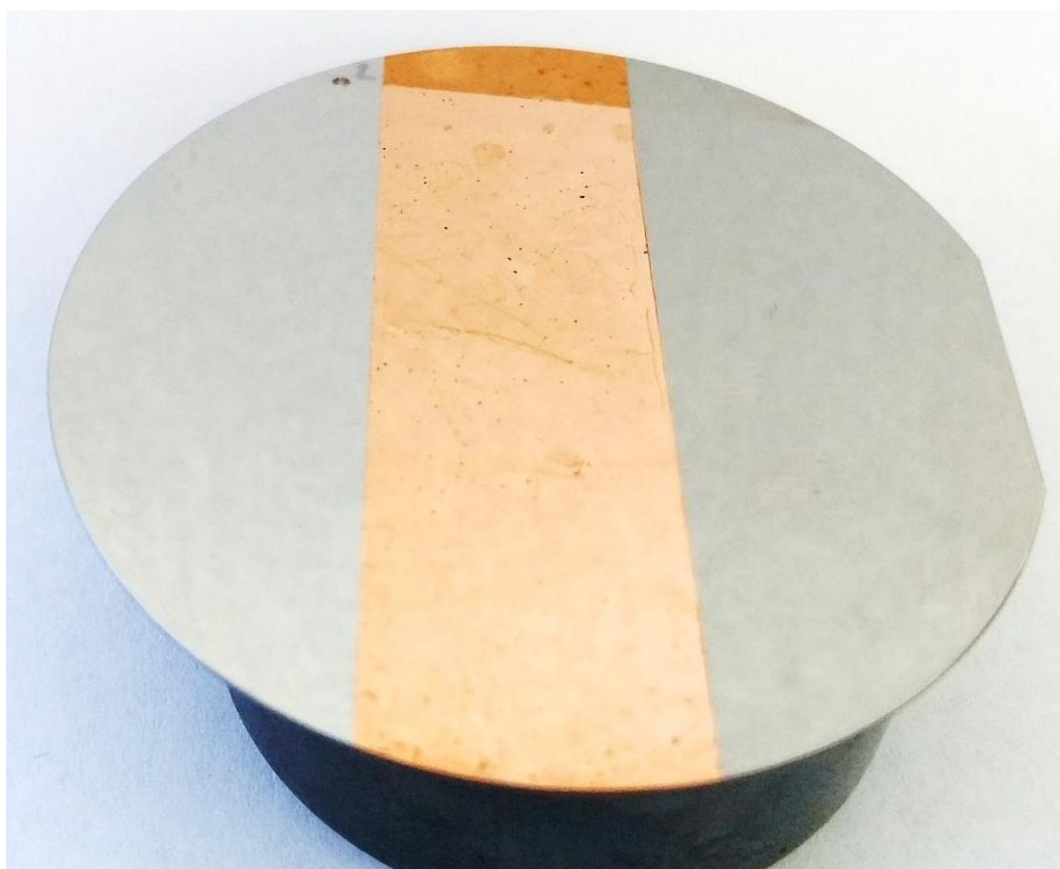


多層薄膜スクラッチ耐性評価



はじめに

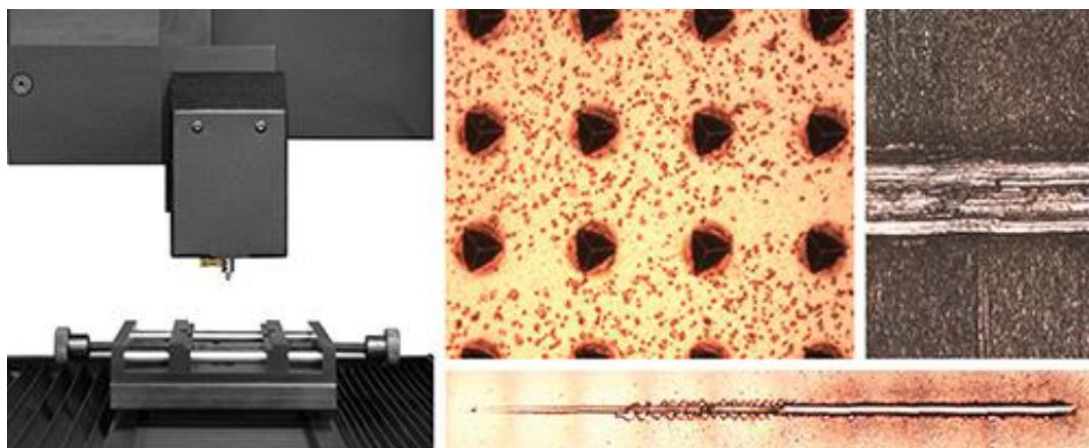
コーティングは、下層の保護、電子デバイスの製造、材料の表面特性向上などを目的として、様々な産業分野で広く使用されています。その多様な用途ゆえにコーティングは広く研究されていますが、その機械的特性を理解することは困難な場合があります。コーティングの破損は、表面と大気との相互作用、凝集破壊、基材との界面接着不良などにより、マイクロ／ナノメートルレベルで発生する可能性があります。コーティング破壊を一貫した方法で試験する手法として、スクラッチ試験があります。負荷を漸増させることで、コーティングの凝集破壊（例：クラッキング）と接着破壊（例：剥離）を定量的に比較することが可能となります。

■多層皮膜でスクラッチ試験を実施する重要性

スクラッチ試験は、コーティングの接着性と凝集性を評価する現代的な破壊試験法である。接着性とは基材とコーティングの界面における結合強度を指し、凝集性とはコーティング領域内での破壊特性を指す。これらの特性は故障解析において重要であり、異なる製造プロセス間の結果比較にも活用できる。最も一般的なのは単層の塗膜/基材サンプルです。しかし、ナノベア社の機械試験機を用いたスクラッチ試験により、多層サンプルからも一貫したデータを取得することが可能です。

測定項目

シリコン基板上に複数の薄層材料を積層した試料に対してスクラッチ試験を実施しました。そして、光学顕微鏡を用いて視覚的に欠陥を同定しました。



試験パラメータ

負荷タイプ	漸進 10N/min
初期負荷	0.22N
最終負荷	2N
スクラッチ長及び速度	3mm長、15mm/min.
インデント形状	120° コーン型
インデントチップ材料	ダイヤモンド
インデントチップ直径	20 μ m

結果と考察

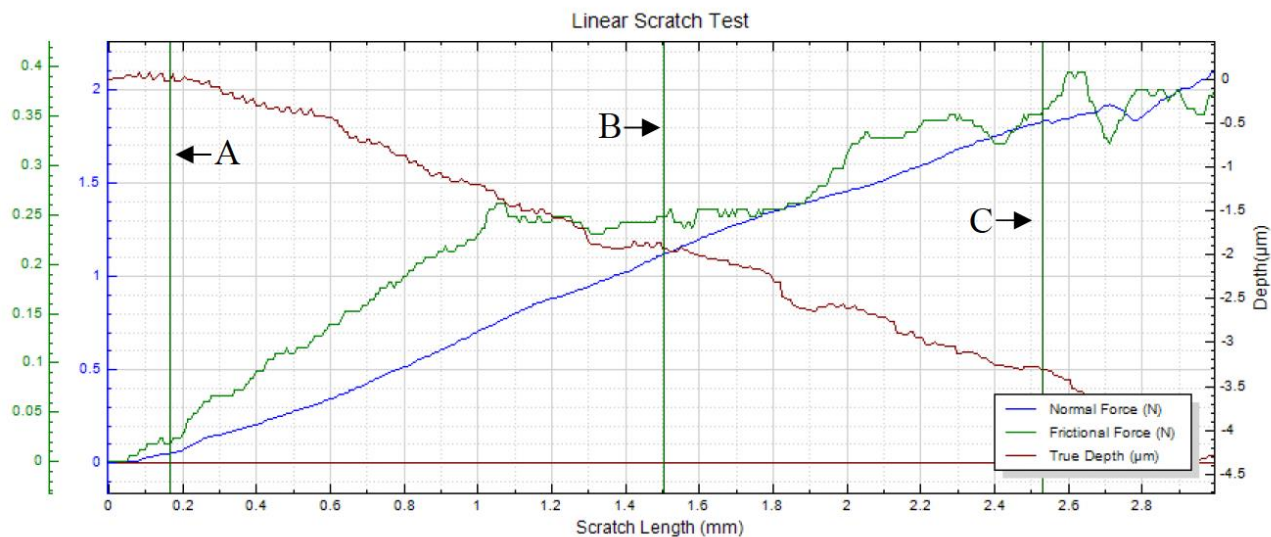
サンプルに対するスクラッチ試験では、一貫して2つの接着不良が確認されました。

第1コーティングの最初の剥離は $0.039 \pm 0.012\text{N}$ で発生しました。

第2の剥離点は $1.068 \pm 0.102\text{N}$ で発生しました。光学顕微鏡下ではその他の剥離点は確認されませんでした。これら2つの接着破壊に加え、シリコンウエハーの凝集破壊も $1.779 \pm 0.043\text{N}$ で一貫して発生することが判明しました。

数値結果			
スクラッチ	第一剥離	第二剥離	凝集破壊
サンプル1	0.025N	1.157N	1.727N
サンプル2	0.055N	1.123N	1.833N
サンプル3	0.038N	0.925N	1.778N
平均値	0.039N	1.068N	1.779N
標準偏差	0.012N	0.102N	0.043N

次の摩擦グラフは、スクラッチ試験の過程で収集されたデータを示しています。このデータは光学検査の補足として頻繁に使用されますが、当社のサンプルでは重大な故障の明確な兆候は示されませんでした（重大荷重判定の平均値については最終ページで解説しています）。精密なステージ動作により、荷重を含む全収集データをスクラッチ画像にマッピングすることで、破壊の臨界荷重を特定できます。画像とデータを照合することで、スクラッチ内の各位置における荷重・深さ・摩擦力を正確に特定可能です。

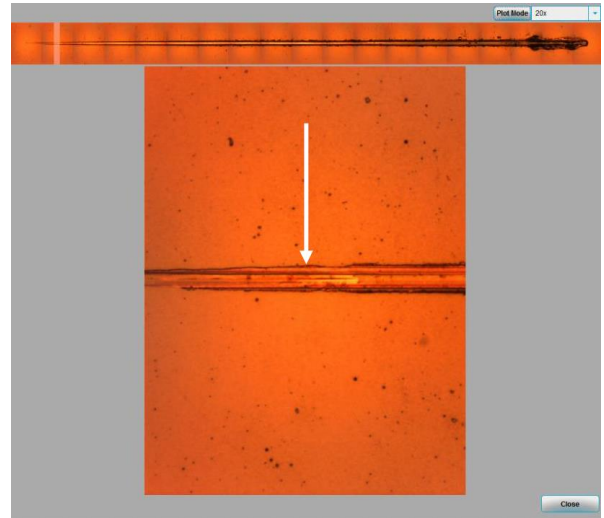


多層試料のスクラッチ試験における摩擦グラフ。A) 第1剥離点、B) 第2剥離点、C) 凝集破壊。

スクラッチ全体図

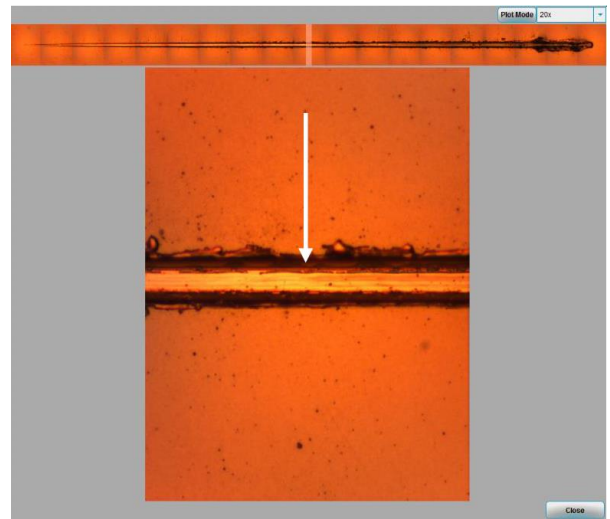
A) 最初の剥離点：

最初の剥離点は色の変化によって特定されました。この地点で下層が露出し始めました。



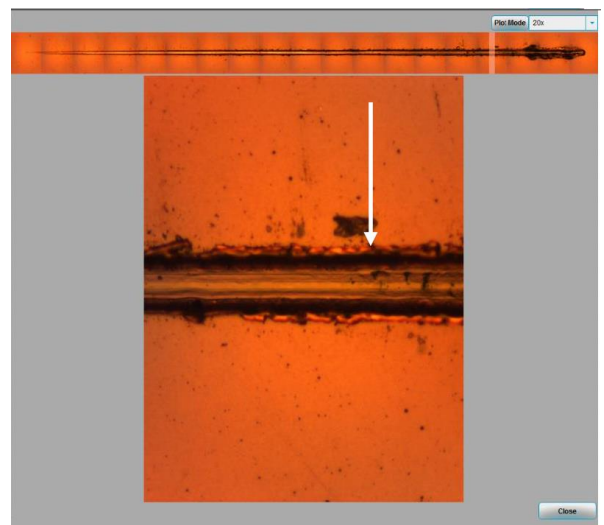
B) 第二の剥離点：

第二の剥離点も色の変化によって特定されました。この地点で下層が露出し始めました。



C) 凝集破壊：

凝集破壊は組織の変化によって特定されました。



おわりに

ナノビアインデントが精密に制御・監視された方法で実施するスクラッチ試験は、多層薄膜を有する試料に明確かつ一貫した剥離を生じさせることができました。3つの異なるスクラッチにおいて、試料は $0.039 \pm 0.012\text{N}$ および $1.068 \pm 0.102\text{N}$ の2箇所でも明確な剥離点を示しました。凝集破壊は $1.779 \pm 0.043\text{N}$ で発生しました。これらの破壊は実施された全スクラッチ試験において明確に識別可能であったことを追記します。

スクラッチ試験の測定原理

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

再現性の高いデータを取得するためには、試験パラメータを一定に保つことが必要で、それによりサンプルを定量的に比較することができるようになります。

臨界負荷決定方法

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。ナノピアではリアル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。

摩擦力の記録により、スクラッチに沿った力の変動を研究し、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できます。通常、試料の破壊は摩擦係数の変化（段差または勾配の変化）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す。

深度センサーの記録は、故障発生箇所を示す場合もあります。通常、深さの著しい低下は、圧子が試料の1層を貫通して次の層に達したことを示します。深さ記録は試料表面の変形解析にも活用できます。さらに、スクラッチの事前・事後スキャンを実施することで、塑性変形と弾性変形を研究可能です。



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