

薄膜等の密着耐久性試験装置の開発

－ 薄膜の密着耐久性計測と評価 －

白石知久*¹ 篠崎誠*² 高橋誠一郎*² 清水宏一*² 小松原秀元**

Development of Sticking Durable Test Apparatus of Thin Film

－ Sticking Durability Measurement and Evaluation of Thin Film －

SHIRAIISHI Tomohisa*¹, SHINOZAKI Makoto*², TAKAHASHI Seichirou*²

SHIMIZU Hirokazu**², KOMATSUBARA Hidemoto**

抄録

現在、広範囲な産業分野で薄膜が多用されており、薄膜の評価方法についても、その重要性が認識され研究されている。現在用いられている薄膜の評価方法は剥がれにくさから密着性を評価するもので、薄膜の耐久性を評価するものとはなっていない。

本研究では光の干渉法を利用した変位計測法によって薄膜の剥離の進行状況を非接触かつ剥離進行中に可視化した。それにより剥離の開始時点を定義し、様々な条件下で作製した薄膜に対し、その密着耐久性の評価を行った。この結果、薄膜作製条件による耐久性の相違があきらかになった。

キーワード：マイケルソン干渉、動的電子スペckル干渉法、薄膜、剥離、耐久性

1 はじめに

現在、太陽電池や照明装置、自動車用の電子制御装置、医療現場等で使用する有機薄膜など、広範囲な産業分野で様々な種類の薄膜が多用され、薄膜を用いたデバイスの種類も飛躍的に拡大している。このような中、薄膜の耐久性に関する評価の重要性が認識され様々な評価方法が研究されている。

現在実施されている薄膜の評価方法としては、引っ掻き試験による密着強度測定その他、接着テープを使用したテープテストによる付着分布測定、レーザー破砕法など様々な手法がある。これらの方法は実際の使用中に作用するのとは関係のない

密着度を評価するもので、薄膜の耐久性を評価するものとはなっていない。また剥離が発生した時に、その状況を剥離進行中に計測し可視化することは困難であったため、薄膜自体の耐久性の評価はなされていない。

そこで本研究では、薄膜の耐久性の評価手法として、従来から研究を続けてきた光干渉による計測手法を用い、薄膜等の剥離状況を非接触かつ剥離進行中に可視化することとした。なお本研究は、昨年度および今年度の2カ年で密着耐久性を評価する手法と装置の開発を目指してきたものであり、研究最終年である本年度は、様々な条件下で作製された薄膜について、その剥離進行状況を計測し、薄膜の作製条件と密着耐久性の相関関係を解明することを目指した。

*¹ 技術支援室

*² 材料技術部

** 小松原鍍金工場

まず、前述の試験条件のもとで、本計測手法による薄膜の剥離進行状況の計測結果を示す。ニッケル薄膜の剥離が進行した状況を図2-1に、銅薄膜の剥離の進行した状況を図2-2に示した。

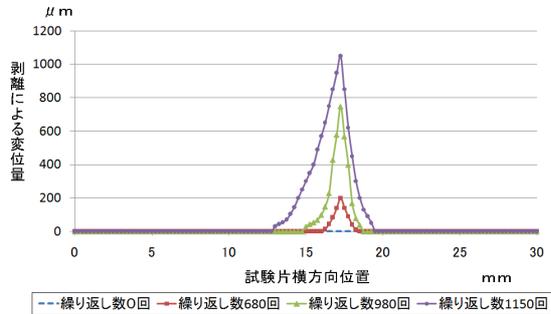


図2-1 ニッケル薄膜の剥離進行過程での変位

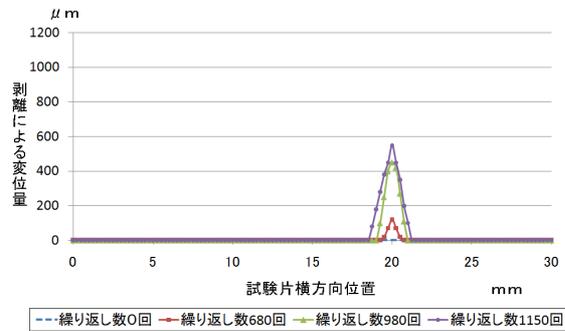


図2-2 銅膜の剥離進行過程での変位

前述の試験条件のような圧縮変位を与えた時、薄膜の剥離は、図2-1及び図2-2のZ軸方向の変位量として計測された。剥離によって計測された変位量の最も大きな箇所を『剥離の頂点部』と呼ぶこととする。本手法を用いることにより、時間経過に伴う剥離の進行状況を時系列的に可視化できるようになり、ニッケル薄膜、銅薄膜の剥離の進行過程でみられる挙動を捉えることが可能となった。これによるとニッケル薄膜の剥離進行過程では、剥離の頂点部の変位量の増加とともに剥離部分が周囲に広がってゆく様子が観察された(図2-1)。一方、銅薄膜の剥離進行過程では剥離の頂点部周辺のみ剥離しか生じておらず、ニッケル薄膜の時に観察されたような、剥離部分が周囲に急激に広がるような現象は見られなかった。

次にニッケル薄膜と銅薄膜の剥離の進行過程における、剥離の頂点部の変位量を時系列的に記録したものを図3-1、及びその剥離開始位置付近の拡大図を図3-2のグラフに示した。

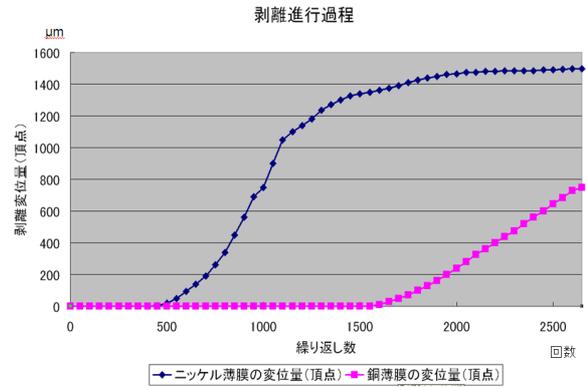


図3-1 ニッケル薄膜と銅薄膜の剥離進行状況 (剥離頂点位置の変位による比較)

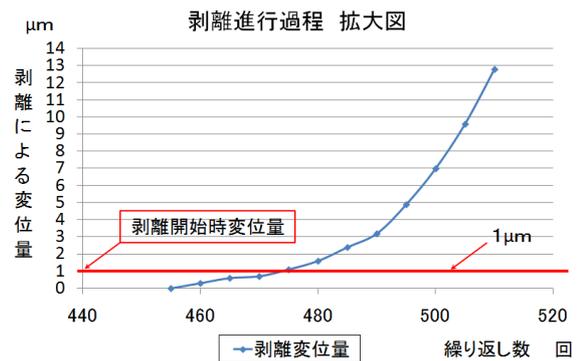


図3-2 ニッケル薄膜の剥離進行状況拡大図 (ニッケル薄膜の剥離開始時点付近を拡大)

本計測手法を用いることにより、薄膜の剥離開始時点を正確に捉えることができるようになった。また図3-2剥離開始時点を、剥離変位量が1 μm計測された時と定義した。

これらの結果から、ニッケル薄膜においては、剥離が開始されてからしばらくは、繰り返し数の増加とともに剥離の頂点部の変位量が大きく増加していることがわかる。とくに剥離開始時点付近では繰り返し数の増加に対し、剥離の頂点部の変位量は二次関数的な増加量を示す。しかし剥離の頂点部の変位量がある程度の値に達すると、剥離頂点部の変位量の変化は緩やかとなり、繰り返し数1400回前後で、薄膜の頂点部の変位量が急激

に小さくなる。この時点でニッケル薄膜の剥離の頂点部は1.3mm程度となっている。

一方、銅薄膜の剥離にともなう剥離の頂点の変位量の増加は、ニッケル薄膜に比べ緩やかで、繰り返し数と剥離頂点部の変位量については、ほぼ比例の関係が成り立っている。

3.1.2 母材の相違による密着耐久性の比較

上に示した薄膜作製条件のように、本実験では試験片材に炭素鋼 S45C 及びステンレス鋼 SUS304 を使用している。これらの2種類の試験片に対し、銅、ニッケル、チタンの薄膜をそれぞれ作製した。この時の薄膜作製条件、特に表面粗さや膜厚、前処理方法などは全ての試験片において共通とした。これら薄膜を作製した試験片に繰り返し変位を与え、薄膜の剥離が開始される時点を計測した。この時、剥離が開始した時点での繰り返し数と与えた変位量との関係を示したのが図4-1及び図4-2である。前章実験と同様、剥離開始時点を、剥離変位量が1μm計測された時と定義した。

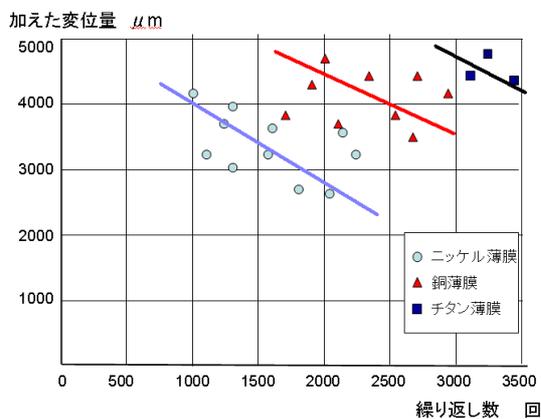


図4-1 変位量と剥離までの繰り返し数の相関 (母材：炭素鋼 S45C)

これらの結果から炭素鋼、ステンレス鋼双方の試験片において、ニッケル、銅、チタンの順に密着耐久性が低いことがわかる。また炭素鋼 S45C 試験片の方がステンレス鋼 SUS304 試験片よりも、本実験で使用している薄膜材料（銅、ニッケル、チタン）との密着耐久性が優れていると考え

られる。

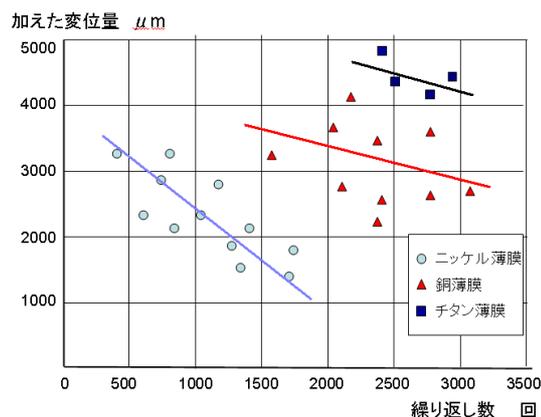


図4-2 変位量と剥離までの繰り返し数の相関 (母材：ステンレス鋼 SUS304)

さらに、炭素鋼を母材とした時の方がステンレス鋼を母材とした時と比較し、実験条件で加えた変位量が、剥離開始までの繰り返し数に顕著な影響を及ぼすことがわかる。また、ステンレス鋼を母材としたときの方が、同条件下での剥離開始時点の繰り返し数にばらつきが大きいこともわかった。

3.1.3 膜厚・表面粗さなどによる薄膜密着耐久性評価

3.1.2 の実験より、試験片材料として炭素鋼 S45C を使用し、膜厚・表面粗さ・前処理方法の相違における密着耐久性を測る実験を行った。

(1) 膜厚の相違による密着耐久性の比較

上記条件のように炭素鋼 S45C 試験片に対し、膜厚 1.0μm、2.5μm 及び 5.0μm の3種類の銅薄膜を作製し、繰り返し変位量を与え、密着耐久性を比較した。その結果を図5に示す。

この結果から薄膜の膜厚が薄いほど密着耐久性においては優れているということが分かる。

(2) 母材表面粗さの相違による密着耐久性の比較

上記条件のように表面粗さ Ra 値が 0.006μm、0.09μm、0.91μm である3種類の炭素鋼 S45C 試験片を用意し、それぞれの試験片に対し銅薄膜を作成する。薄膜作製後、繰り返し変位量を与え、密着耐久性を比較した。その結果を図6に示す。

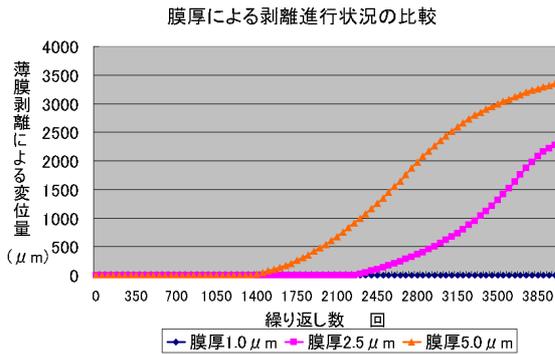


図5 膜厚による剥離進行状況の比較

この結果から薄膜を作成する母材の表面粗さ (Ra) の値が小さいほど、その母材の上に作製した薄膜の密着耐久性が向上することがわかる。

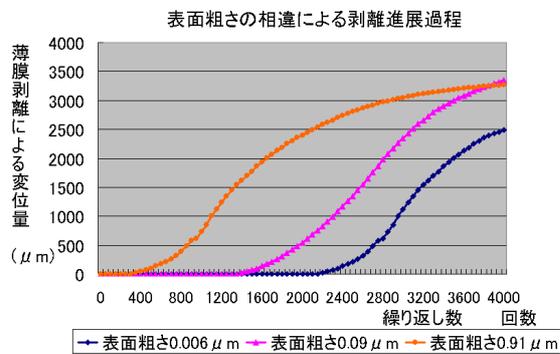


図6 母材の表面粗さによる剥離進行状況の比較

(3) 薄膜作製前の母材前処理の有無による密着耐久性の比較

薄膜作製時のプラズマ洗浄の有無が密着耐久性へどう影響するのか、2種類の薄膜試験片を作製して比較した。プラズマ発生にはアルゴンガスを用い、通常アルゴンボンバードと呼ばれる洗浄を実施した。この結果を図7に示す。

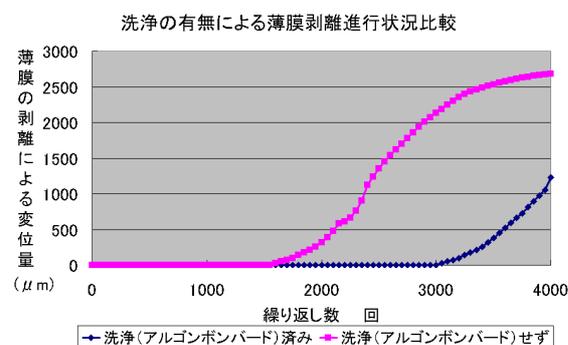


図7 洗浄の有無による剥離進行状況の比較

この結果から薄膜作製前の前処理として行われるプラズマによる洗浄の有無は、作製した薄膜の密着耐久性に大きな影響を及ぼすものであることがわかる。

4 まとめ

上記の実験により以下のようなことが明らかになった。

- (1) 薄膜の剥離進行過程を時系列的に捉え、剥離開始時点特定することが可能となった。それにより薄膜の密着耐久性の比較が可能となった。
- (2) 薄膜の剥離過程を時系列的に捉え、薄膜の材質による剥離進行状況の相違を捉えることが可能となった。
- (3) 様々な条件下で薄膜を作製し、密着耐久性を比較した。特に母材となる材料の表面粗さ、前処理、薄膜膜厚が密着耐久性に大きな影響を及ぼすことがわかった。

参考文献

- 1) 岩村栄治：塗工・成膜における密着・接着性の制御とその評価，p. 259，技術情報協会，(2005)
- 2) 森河務：めっき皮膜の密着性とその改善，表面技術，**58**，5(2007) 9-16
- 3) 岩村栄治：薄膜の応力・密着性・剥離トラブルハンドブック，情報機構，(2007)
- 4) Jones, R., Wykes, C.: Holographic and speckle interferometry, 2nd edn, Ch.4. Cambridge University Press Cambridge, (1988)
- 5) P.K.Rastogi: Digital Speckle Pattern Interferometry and Related Techniques, John Wiley & Sons LTD, Chichester (2002)