

薄膜用スクラッチ試験機

キーワード：薄膜、スクラッチ試験、密着性、JIS R-3255、マイクロスクラッチ法、有機膜、樹脂基板

はじめに

被膜の密着性評価方法として、スクラッチ試験は有効な手段の1つです。しかし、従来のスクラッチ試験は、数 μm 以上の厚膜や、超硬金属上のハードコーティング膜などを評価対象としており、近年のナノレベルの薄膜や有機デバイスなどに用いられる有機膜、フレキシブルデバイスなどに用いられる樹脂基材については、剥離時の信号強度が小さいため、検出が難しく対応が困難です。

この様な背景から開発されたのが、マイクロスクラッチ法で、JIS-R3255「ガラスを基板とした薄膜の付着性試験方法」に規定されており、本装置もそれに準拠しています。

マイクロスクラッチ法

本装置に用いられている、マイクロスクラッチ法の検出部の概略を図1に示します。カートリッジから延びたカンチレバーの先端に針（ダイヤモンド圧子）が付いています。このカートリッジをスクラッチ方向と直交する水平方向に励振させた状態で、圧子を試料に押し付けます。試料表面と圧子間に生じる摩擦力によって、圧子はカートリッジの水平方向の運動に対して遅れを生じます。その結果、カンチレバーに取り付けられたマグネットと、

カートリッジ内のコイルの相対位置が変化して、電気信号を発生します。それと同時にスクラッチ方向に圧子で試料表面を引っ掻きながら、圧子を試料に押し付ける荷重を増加させていきます。薄膜が剥離すると、試料表面に凹凸が生じたり、摩擦係数が変化することで、カートリッジからの電気信号が変化するため、膜の剥離を検出することが出来ます。この時の圧子の荷重値が臨界剥離荷重値となり、密着性を評価する指標となります。

装置仕様

当所で保有する薄膜用マイクロスクラッチ試験機（株式会社レスカ製、CSR-2000）を、図2に示します。本装置は、スクラッチ機構本体、CCDカメラ付き観察用顕微鏡、測定制御及び解析用パソコン、試料固定用真空ポンプで構成されます。測定データ及び試料表面の画像データは、プリンタ出力の他、CD-R等への保存が可能です。

励振振幅は、圧子を図1のY方向に励振させる際の振幅です。通常は $100\mu\text{m}$ を推奨しますが、振幅を狭めることで、電極パッドや配線など、比較的微細なパターンの薄膜の評価が可能となります。圧子の先端径（すなわち、接触面の曲率半径）は、 $5\sim 100\mu\text{m}$ 間で

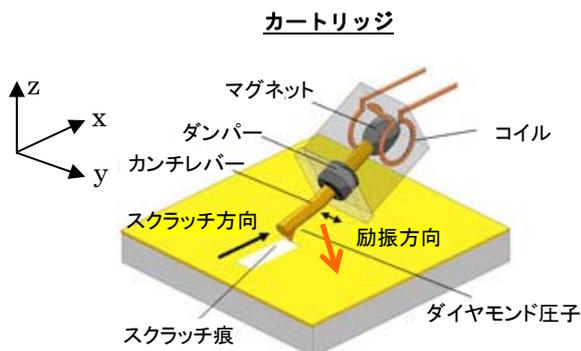


図1 検出部の概略図

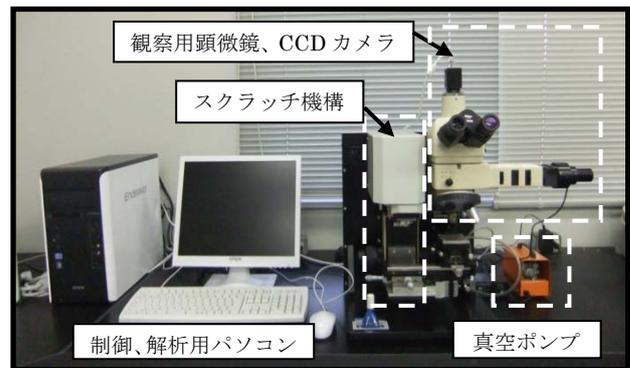


図2 薄膜用マイクロスクラッチ試験機

図の典拠：<http://www.rhesca.co.jp/lineup/csr/csr2000.html>

5種類あります。曲率半径が大きいものを選択すると、接触面積が増加し、試料面への圧力が低下することで、比較的柔らかい膜や、もろい膜の評価が可能となります。また、荷重を増加させずに、一定荷重で被膜表面をスキャンすることも可能です。主な装置仕様を表1に示します。

設定する主な測定条件は、圧子先端径、スクラッチ速度、励振振幅、測定終了荷重、測定時間などです。特に圧子の先端径は、試料への荷重に影響を与えるので、その選定が重要です。被膜が破壊される信号が、可能な限り明瞭に現れる先端径を選択することが、正確な測定には大切です。測定条件が決まれば、1回の測定は数分で終わります。

表1 CSR-2000 の主な装置仕様

応力検出範囲	1mN~1N
測定分解能	0.2mN
励振周波数	45Hz
励振振幅	5,10,20,40,50,80,100 μm
圧子先端径	5,15,25,50,100 μm
Z 軸駆動範囲 (荷重印加方向)	20mm ステッピングモータ駆動
X 軸駆動範囲 (スクラッチ方向)	±10mm ステッピングモータ駆動
X 軸駆動分解能	0.5 μm(微動時 0.1 μm)
Y 軸駆動範囲	±6.5 μm(手動)
試料サイズ	60×60 (ステージサイズ) 手前には多少はみ出し可 高さ 20mm 以内
試料ステージ	X-Y-θ 軸をマイクロメータにて、微調可能 傾斜面の測定が可能
試料観察	光学顕微鏡にて、測定部の設定及び測定前後の試料面の観察が可能。また CCD カメラにて観察画像データの取り込みが可能。

測定例

ナノレベルの薄膜試料の測定例として、DC マグネトロンスパッタ法を用いて石英基板上に作製した、厚さ 100nm の Cr 薄膜の測定結果を次に示します。測定後の解析結果出力画面を図3に、測定後の試料面の観察画像を図4に示します。

測定条件

- スクラッチ速度：10 μm/s
- 圧子先端径：15 μm
- 励振振幅：50 μm
- 測定終了荷重：600mN
- 測定終了時間：120s
- 測定終了時間：120s

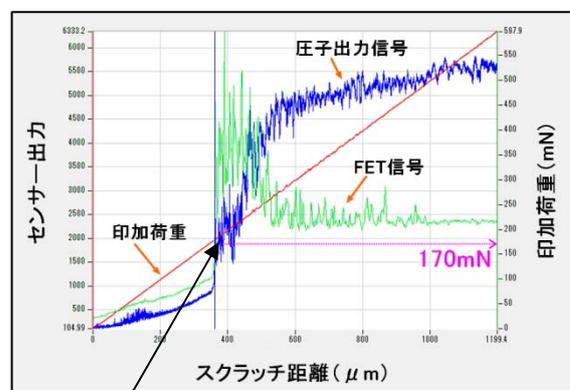


図3 解析結果出力例

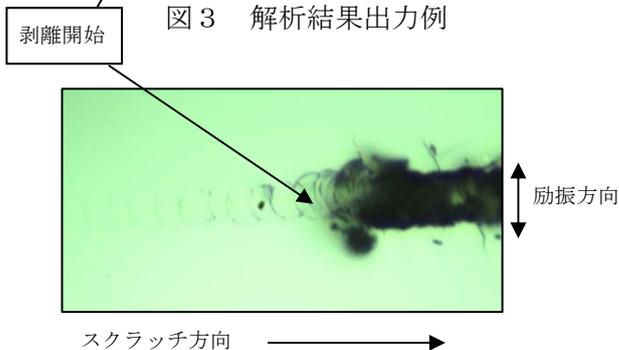


図4 測定後の試料面の観察画像

この測定例では、解析画面の各信号と、試料面の観察画像から、臨界剥離荷重値は170mNと推定できます。

以上、本装置はナノレベルの薄膜や柔らかい膜の密着性評価を、比較的簡便に行える装置です。詳細につきましては、ご相談下さいました上で、是非ともご利用下さいませいたします。