

## 薄膜等の密着耐久性試験装置の開発

### －薄膜の動的剥離の検出－

白石知久\*<sup>1</sup> 篠崎誠\*<sup>1</sup> 高橋誠一郎\*<sup>2</sup> 清水宏一\*<sup>2</sup> 小松原秀元\*\*

## Development of Sticking Durable Test Apparatus of Thin Film

### －Detection of the Dynamic Delamination of Thin Film－

SHIRAISHI Tomohisa\*<sup>1</sup>, SHINOZAKI Makoto\*<sup>1</sup>, TAKAHASHI Seiichirou\*<sup>2</sup>,  
SHIMIZU Hirokazu\*<sup>2</sup>, 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実際の使用中に作用するのとは関係のない外力を用いて薄膜を傷つけ、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（動的電子スペckル干渉法）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、剥離量の計測を行った。

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

度で評価するもので、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、耐久性自体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、今年度および来年度の2ヵ年で密着耐久性を評価する手法と装置の開発を目指すものであり、本年度は薄膜の剥離進行状況を捉えることが可能なシステムを構築し、実際の剥離を計測した。

\*<sup>1</sup> 電子情報技術部

\*<sup>2</sup> 材料技術部

\*\* 小松原鍍金工場

## 2 実験方法

### 2.1 実験の概要

本研究では、薄膜の剥離進行状況を捉えることが可能な計測システムの構築を行った。まず、薄

膜を塗布した試験片に対し、一定変位量を繰り返し与え、剥離の発生を促した。そしてこの剥離進行状況を光学的干渉法によって計測した。

## 2.2 実験原理と計測光学系の構築

平板試験片の表面に薄膜を作製した場合、薄膜の剥離の進行状況を捉えるためには試験片の薄膜作製面に対して垂直な方向の変形量を計測することが必要となる。そこで、このような変形計測を可能とするため、図1に示すようなマイケルソン型干渉光学系を構築した。光源は波長 632nm の He-Ne レーザーを用いた。

この光学系において、光源を發したレーザー光は、中央のビームスプリッターで2方向に分けられる。直進する光はそのまま計測対象物である薄膜を塗布した試験片へと照射される。試験片に照射された光は試験片面で反射し、ビームスプリッターを経てレンズで集光され CCD 等撮像素子で計測される。一方、ビームスプリッターによって直角方向に進んだ光は、参照面（粗面）へと照射される。参照面で反射された光は、やはり中央のビームスプリッターを経て、レンズ、CCD 素子等撮像素子へと進む。この撮像素子において2方向から戻ってきた光が重ね合わせられ、干渉が生じる。

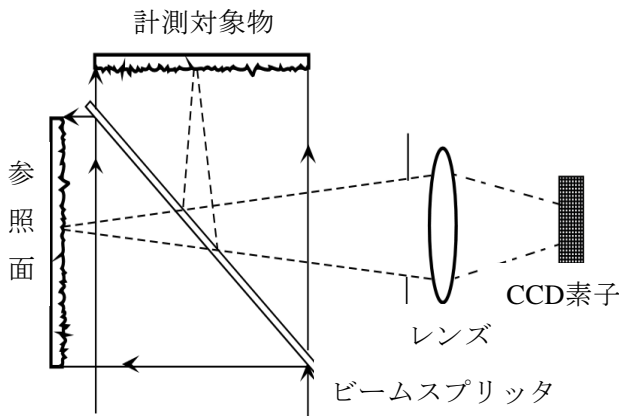


図1 マイケルソン干渉光学系

一般に、粗面をレーザー光で照射すると、粗面の各点で散乱した光波が撮像面でランダムな位相関係で重ね合わせられることにより、スペックルパターンと呼ばれる独特の斑点模様を生じる。本光学系における参照面や試験片面はレーザー光波長よりも十分粗いので、それぞれの面から反射し

た光によってスペックルパターンが形成される。このとき物体に形成された像面でのスペックル強度を  $I(x, y, t_i)$  とすると、

$$I(x, y, t_i) = I_o(x, y, t_i) + I_m(x, y, t_i) \cos\{\theta(x, y) + \phi(x, y, t_i)\} \quad \dots(1)$$

と表すことが出来る。

ここで  $I_o(x, y, t_i)$ 、 $I_m(x, y, t_i)$  はそれぞれ光の平均強度、変調強度を表しており、光源の強度から算出できる既知量である。 $\theta(x, y)$  は粗面の各点で反射することによるランダムなスペックル位相を表し、 $\phi(x, y, t_i)$  は物体の変形に伴って変化する位相を表している。

今、被検面が光軸の方向に変形（面外変形）したとすると、光路差が変化し、対応して個々のスペックル強度が変化する。この時の面外変形量を  $u_x(x, y)$  とすると、変形前後の位相変化  $\phi(x, y, t_i)$  は次式で与えられる。

$$\phi(x, y, t_i) = \frac{4\pi}{\lambda} u_x(x, y, t_i) \quad \dots(2)$$

$\lambda$  は光の波長である。

(1)式において既知量を除去した余弦部分  $\cos\{\theta(x, y) + \phi(x, y, t_i)\}$  から、ヒルベルト変換によって共役な正弦関数を求める。さらに、これら共役な正弦・余弦の2式から変形による位相成分  $\phi(x, y, t_i)$  を求める。

変形前後の位相変化  $\phi(x, y, t_i)$  を求める上で、変形の方法を確定する必要があるが、スペックル強度の位相項  $\cos\{\theta(x, y) + \phi(x, y, t_i)\}$  は符号に不確定性が生じる。そこで不確定性を取り除くため、位相項に意図的に既知の位相成分  $\omega t$  を導入する。本試作機では参照面裏側に PZT 素子を取り付け電圧制御によって既知の位相成分を加えることで位相変調を与えた。

## 2.3 計測装置の仕様

CCD 素子におけるスペックルパターンの結像前にマイクروسコープを接続した。これにより計測装置の面分解能を向上させることができた。面分

解能は  $10\mu\text{m}$  である。また撮像フレームは 15 枚/秒である。この光学変形計測システムを図2のように疲労試験機 ((株)島津製作所製 サーボパルサ EHF-UM50 kN) に設置し、疲労試験機によって繰り返し荷重を与えられた薄膜塗布試験片の挙動を観察した。

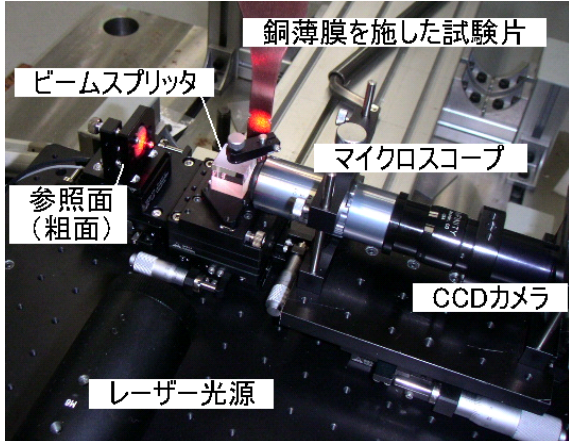


図2 計測光学系を疲労試験機に設置した様子

## 2.4 試験片の準備

図3に示す形状の平板試験片を作成した。試験片材質は無酸素銅 (C1020) 及びステンレス鋼 (SUS403) の2種類とした。また、それぞれの試験片に対し、イオンプレーティング装置 ((株)昭和真空製 SIP-650) による真空蒸着法により薄膜を作製した。

無酸素銅、ステンレス鋼のうち、降伏点以下のある一定荷重下において、ヤング率の高い試験片基材 (ここでは無酸素銅試験片) に対しては、延性の低いニッケル薄膜を作製した。また一方で、降伏点以下のある一定荷重下においてヤング率が低い試験片基材 (ここではステンレス鋼試験片) に対しては、延性の高い銅薄膜を作製した。作製した薄膜の厚さはそれぞれ  $2.0\mu\text{m}$  とした。

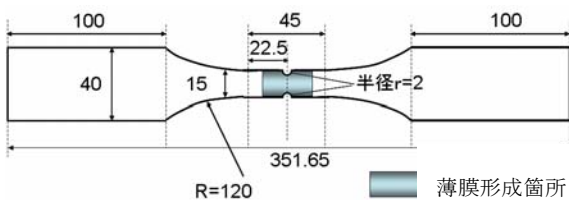


図3 試験片形状及び薄膜形成箇所

## 2.5 実験条件

薄膜を塗布した試験片を疲労試験機に装着し、鉛直方向に繰り返し荷重を加えることで剥離の発生を促した。試験条件を以下に示す。

### (1) 無酸素銅試験片ニッケル薄膜

- ① 引張荷重 10~80MPaの正弦波
- ② 圧縮荷重 -10MPa~0MPaの正弦波

### (2) ステンレス鋼試験片銅薄膜

- ① 引張荷重 10~80MPaの正弦波
- ② 圧縮荷重 -10MPa~0MPaの正弦波
- ③ 座屈荷重 -100MPa~0MPaの正弦波

このような試験条件で繰り返し荷重を加え、剥離進展状況を観察した。

## 3 結果及び考察

### 3.1 無酸素銅試験片にニッケル薄膜を塗布

#### 3.1.1 引張による剥離

実験条件に示したような下限 10MPa, 上限 80MPa の荷重条件で引張による繰り返し荷重を与えた。この時変位量の振幅は 2.2mm であった。122 回で図4に示すような変形量解析結果が得られた。

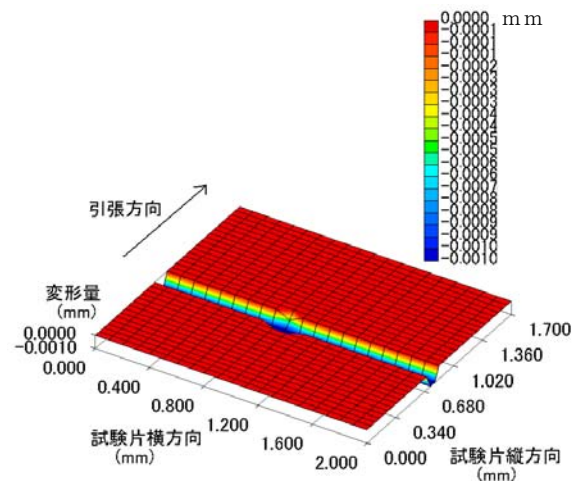


図4 ニッケル薄膜の引張りによる薄膜破壊 (繰り返し数 122 回で薄膜が破壊された)

薄膜中央部で薄膜中に  $0.001\text{mm}$  程度の陥没が生じている様子が観察された。薄膜厚さは  $2\mu\text{m}$  であり、ニッケル薄膜は試験片材料である銅ほど延性がないため、薄膜自体が引張荷重により破壊されたものと考えられる。

### 3.1.2 圧縮による剥離

実験条件に示したような下限-10MPa、上限0MPaの荷重条件で圧縮による繰り返し荷重を与えた。この時の変位量は0.3mmであった。最初に剥離を検出したとき(繰り返し数241回)の計測結果を図5-1に示す。またこの時点からさらに剥離が進行し繰り返し数413回における剥離状況を図5-2に、繰り返し数1021回における剥離状況を図5-3に示す。

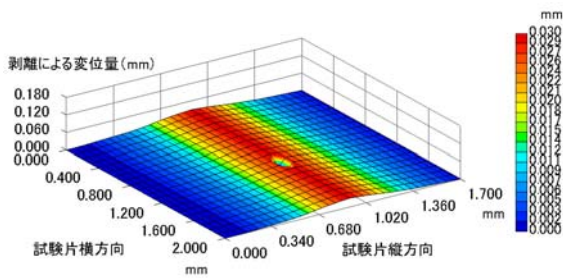


図5-1 ニッケル薄膜の圧縮による剥離計測結果  
(剥離開始時 繰り返し数 241 回)

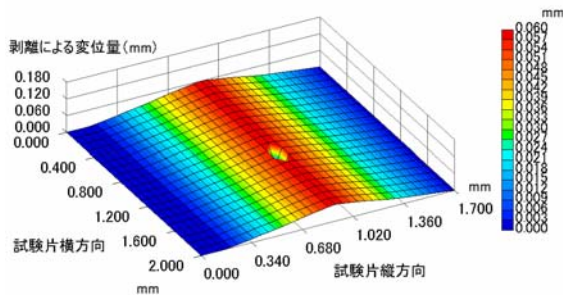


図5-2 ニッケル薄膜の圧縮による剥離計測結果  
(剥離開始時 繰り返し数 413 回)

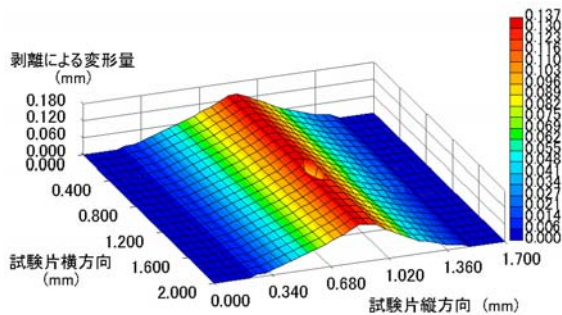


図5-3 ニッケル薄膜の圧縮による剥離計測結果  
(剥離進行時 繰り返し数 1021 回)

まず剥離にクラックが生じ、そのクラックの周囲

に薄膜が捲かれる様に剥離する。そしてクラックが生じた箇所が剥離の中央部として盛り上がってくる様子が観察できた。さらに試験を続けると、薄膜中央部でき裂が成長し、剥離中央部から薄膜の破壊及び落剥が生じた。

## 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) 薄膜剥離の進展過程を非接触で可視化できる計測システムを構築し、薄膜の剥離進展過程を計測した。
- (2) 非接触での計測が可能のため、薄膜の耐久性について外力によらない、より正確な評価方法として期待できる。今後は様々な材料について剥離の進展過程を明らかにし、密着耐久性の新たな評価方法の構築を目指したい。

## 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)
- 6) S.Toyooka, X.L.Gong: Digital speckle pattern interferometry for observing the Entire process of plastic deformation of a solid object. Jpn.J.Appl.Phys., **34**, (1995) L1666-L1668
- 7) V.D.Madjarova, H. Kadono, and S. Toyooka: Dynamic electronic speckle pattern interferometry(DESPI) phase analyses with temporal Hilbert transform Optics Express, 11-6 (2003) pp.617-623
- 8) S.Toyooka, R.Widiastuti, Q.Zhang, H.Kato, Jpn. J. Appl. Phys. **40**, (2001) pp.873.

- 9) Kim Koung-Suk, Murozono Masahiko: "Measurements of Two-Dimensional Strain Distribution Using the Electronic Speckle Pattern Interferometry" The Japan Society of Mechanical Engineers **60**, (1994) pp.2567-2572
- 10) J. M. Huntley, G. H. Kaufmann, and D. Kerr, "Phase-Shifted Dynamic Speckle Pattern Interferometry at 1 kHz" Appl. Opt. **38**, (1999) pp.6556-6563