

北海道大学工学部 ○柴田隆行 高橋義美 牧野英司 池田正幸

1. はじめに

薄膜の付着強度の評価法として、引きはがし法、引っかき法、押し込み法など多くの方法が提案されてきた。しかしながら、付着力の測定を行う際に膜の破壊が伴うなどの問題があり、膜の付着力と破壊強度とを個々に分離し測定することが困難である。そこで、本報では両者を分離して測定できる新しい薄膜の付着強度評価法を提案し、実際にダイヤモンド薄膜に適用し本方法の妥当性を検討した。

2. 実験装置および方法

本測定法の原理を図1に示す。コーティングを行なった基板の裏側より円形に穴あけ加工を施し膜のみの部分を露出させ、その穴を通し膜の裏面にガス圧を徐々に加えることにより一様分布荷重を作用させ薄膜を基板から剝離させるものである。剝離の検出にはAEセンサを用い、膜の付着強度は剝離を発生させるために必要な圧力の値をもって評価する。

図2に試作した付着強度測定装置の概略図を示す。図のように穴をあけ加工を行った基板の膜側をベース上に置き、Oリングを介しノズルを固定し、ノズルから窒素ガスにより膜部の加圧が行えるようになっている。剝離の発生を検出するAEセンサはベース上に固定されており、圧力の測定には薄膜形半導体圧力トランスジューサを用いた。また、圧力およびAE信号は波形記録タイプのシンクロスコープに同時に取り込まれ処理できるようになっている。

ダイヤモンド薄膜の合成は熱フィラメントCVD法により典型的な条件(CH_4 濃度1%、フィラメント温度 2000°C 、基板温度 700°C 、圧力 3.5Torr)で行った。基板にはダイヤモンド粒による傷つけ処理を施したSi基板を使用し、反応時間のみを変化させ膜厚の異なる試料を作製した。

3. 実験結果および考察

図3に膜の剝離のみが発生したときのAE信号の記録結果の一例を示す。このようにAE信号から膜の剝離の発生が検出可能であることがわかる。また、図中下部の水平なラインは圧力センサからの信号であり、このときの電圧の値を読み取ることにより剝離が起こった時点での圧力を算出することができる。

図4は測定後の試料の観察結果である。写真に示したように加圧後の形態は3通りに分類できる。(a)は膜の破壊を伴わずに剝離のみが起こった場合であり、穴の周辺には剝離によって生じた隙間による干渉縞が認められる。(b)は剝離と破壊の両方が起こった場合であり、膜が破壊し吹き飛んでおり穴の周辺部は基板のSiが露出している。(c)は破壊のみが起こった場合であり、穴の周辺部での剝離は認められない。したがって、(c)の場合には測定値は膜の破壊強度を示しているものであり付着強度の評価はできない。すな

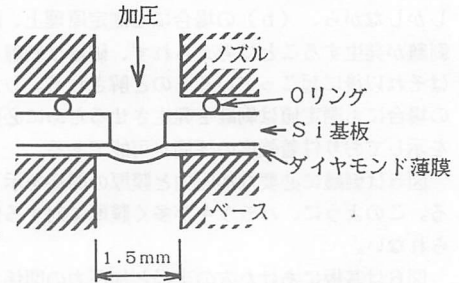


図1 原理図

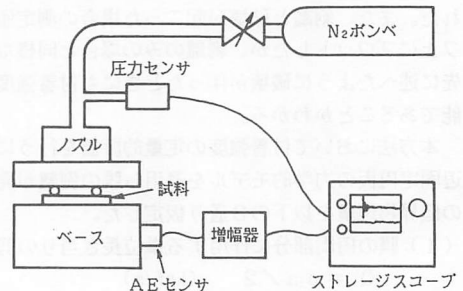


図2 付着強度測定装置の概略図

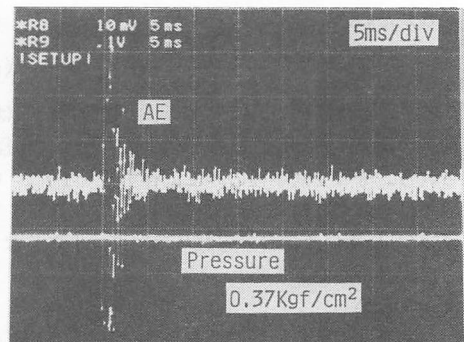


図3 AE信号の記録例

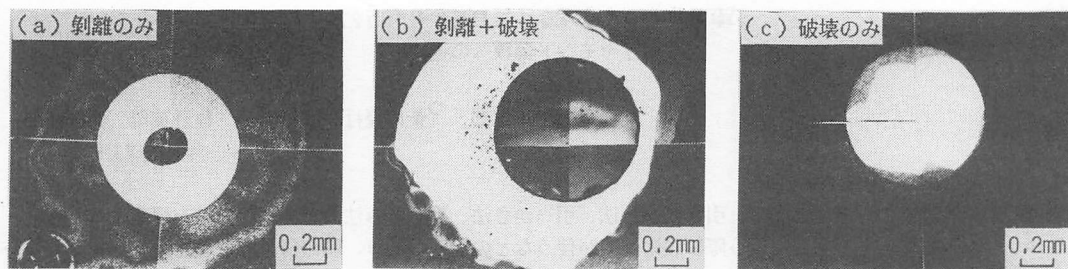


図4 測定後の試料の形態

わち、付着強度の評価に最適な剝離の形態は(a)である。しかしながら、(b)の場合にも測定原理上、膜の破壊後に剝離が発生することは考えられず、破壊は剝離と同時かまたはそれ以後に起こっているものと解される。したがって、この場合にも測定値は剝離を発生させるために必要な圧力の値を示しており付着強度の評価が可能である。

図5は剝離に必要な加圧力と膜厚の関係を示したものである。このように、バラツキが多く膜厚に対する依存性は認められない。

図6は基板にあけた穴の半径と加圧力の関係を示したものである。図のように穴半径が増加するとともに剝離を発生させるために必要な加圧力が減少し、両者の間に相関が認められた。また、剝離と破壊が起こった場合の測定値も同一グラフ上にプロットしたが、剝離のみの場合と同様な傾向となり、先に述べたように破壊が伴ったときにも付着強度の評価が可能であることがわかる。

本方法において付着強度の定量的評価を行うにあたり、周辺固定円板の力学的モデルを適用し膜の剝離が発生するときの臨界物理量を以下の3通り仮定した。

- (1) 膜の円周部分に作用する単位長さ当りの剪断力

$$Q_r = p a / 2 \quad (\text{kgf/m})$$
- (2) 膜の円周部分に作用する単位長さ当りの曲げモーメント

$$M_r = p a^2 / 8 \quad (\text{kgf}\cdot\text{m/m})$$
- (3) たわみによる膜の変形角

$$\alpha = \tan^{-1} \frac{3p(1-\nu^2)}{16E} \cdot \frac{a^3}{t^3} \quad (\text{radian})$$

ここで、 p は圧力、 a は穴半径、 t は膜厚、 E は縦弾性係数、 ν はポアソン比である。

前述の結果から加圧力は膜厚には依存せず穴半径に関係することから(3)がモデルとして妥当ではないと考えられる。そこで穴半径のみに依存する(1)、(2)のモデルについて検討を行った。 Q_r 、 M_r の平均値、標準偏差はそれぞれ1.76kgf/m、0.85および 1.76×10^{-4} kgf・m/m、 0.75×10^{-4} であり、どちらかといえば膜の剝離の臨界値は M_r を用いた場合の方がバラツキは小さくなった。しかしながら、仮定したモデルの妥当性を決定するにはさらに検討が必要である。

4. まとめ

付着強度の新しい評価法を提案し、ダイヤモンド薄膜について検討を行った。その結果、本方法により膜を破壊せずに付着力のみを分離し測定することが可能であることがわかった。また、膜の剝離を発生させるために必要な加圧力は穴半径に依存し膜厚には影響しないことがわかった。

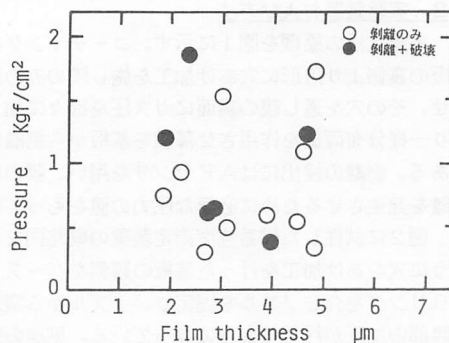


図5 膜厚と加圧力の関係

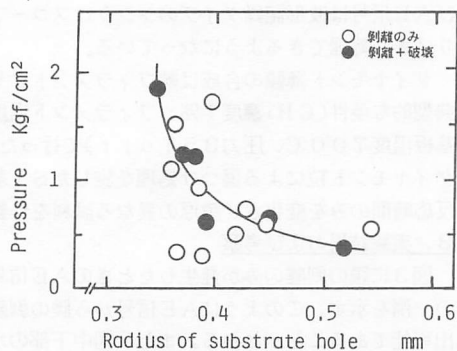


図6 穴半径と加圧力の関係