



薄膜の機械的特性を分析と 同レベルで可視化する技術の紹介

光学薄膜研究会オープンセミナー
株式会社パルメソ



知ってほしいこと

1. MSE試験とは
2. エロージョンプロファイルが示すもの
3. 強さの深さ方向プロファイリング
4. 「硬さと靱性」などの2面性可視化
5. 役立つ事例



1. MSE試験とは

- 機械的特性試験(材料強度)の可視化技術
これまでの試験との違い

引張試験
硬さ試験
摩耗試験 ……

静的で
荷重負荷方式



MSE試験

動的で
エネルギー
負荷方式



MSE試験のたどった道のり

1997年

福井大学・岩井研究室
エロージョンの研究

加速エロージョン法のニーズ

試験と研究

ウェットブラスト技術の
加工装置製造

焼結材向けの小型摩耗試験機開発

精密エロージョン技術のニーズ

装置の提供



2000年

MSE試験法
発見

研究から材料特性試験の可能性
硬質薄膜評価



技術への要求

装置への要求

2010年

パルメソ設立
事業化

- ・メカニズムの研究
- ・要因調査研究
- ・アプリケーション開発

- ・高分解能
- ・微粒子対応
- ・再現性の向上

2012年

MSE試験装置
販売

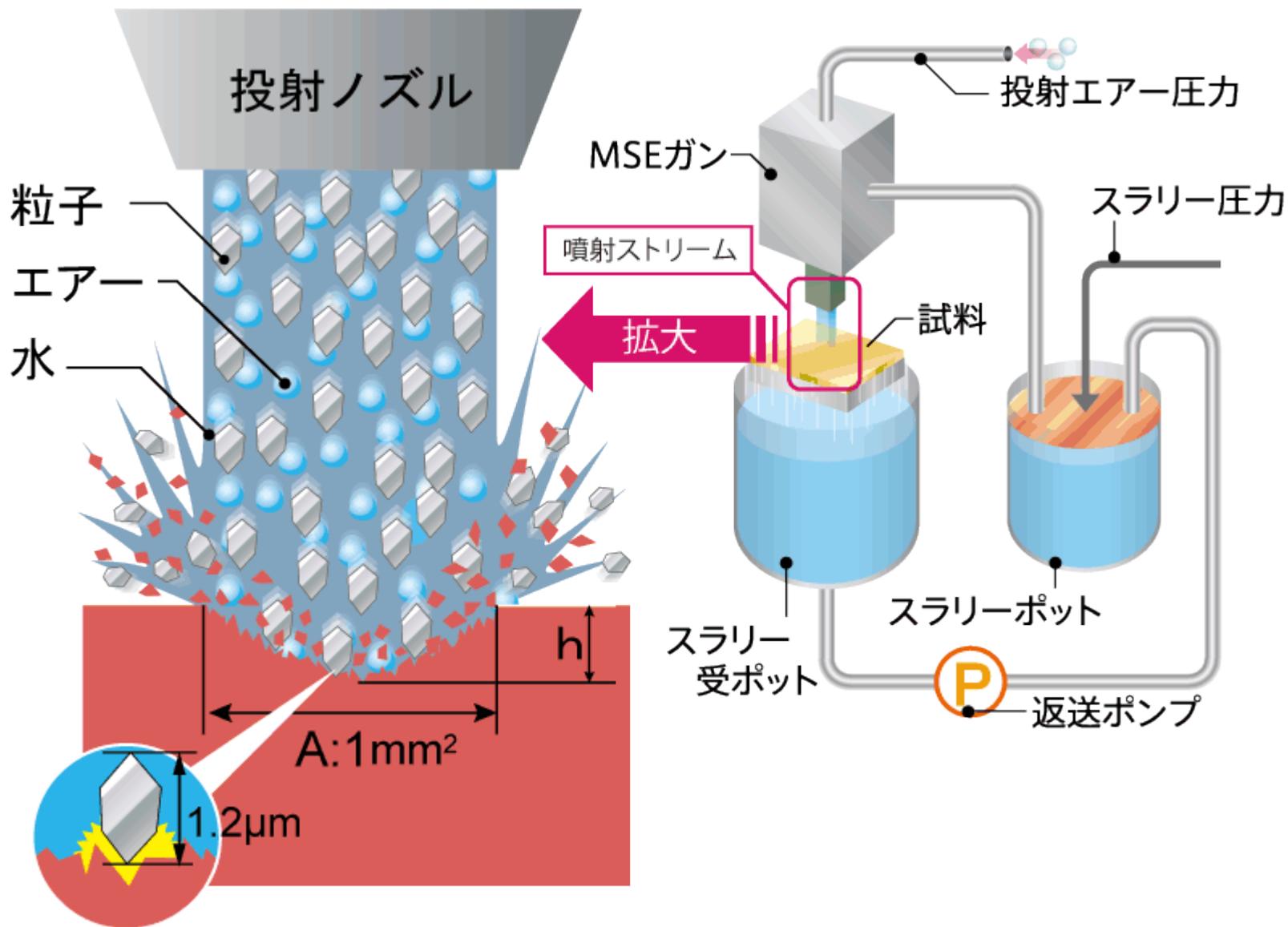
MSE試験 自動機の完成

市場提供開始



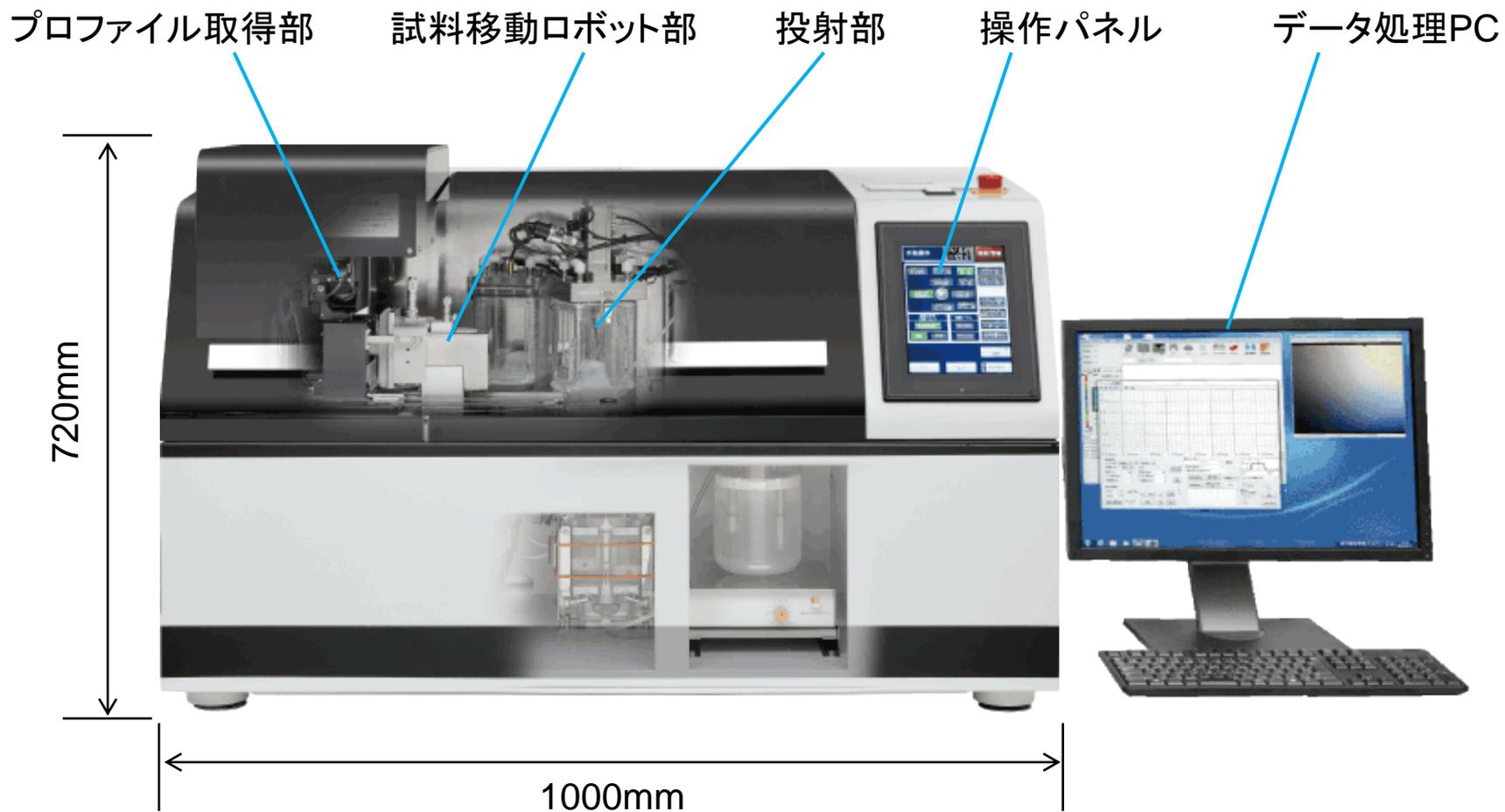


MSE原理の模式図





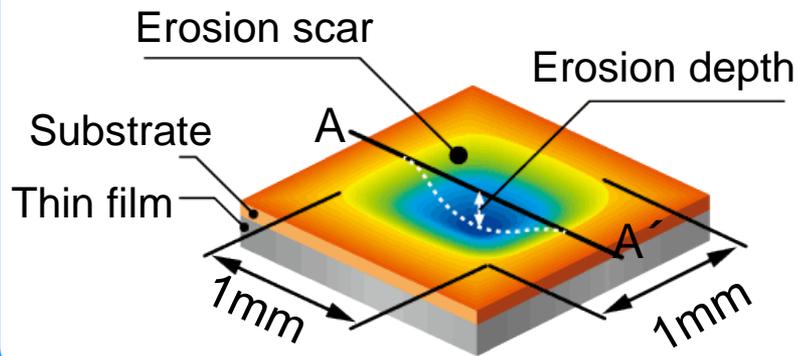
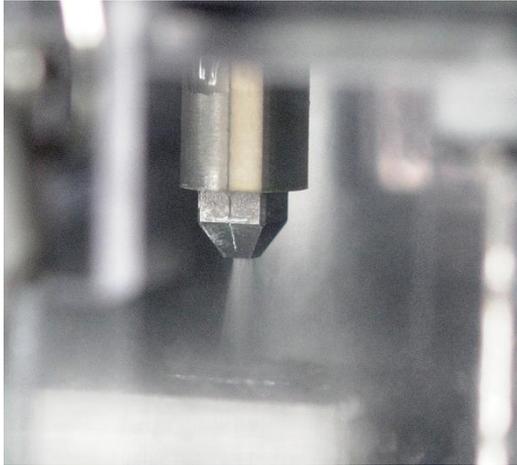
卓上型MSE試験装置



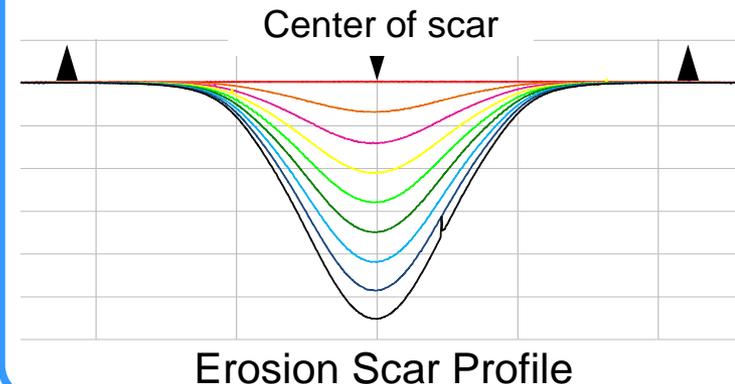
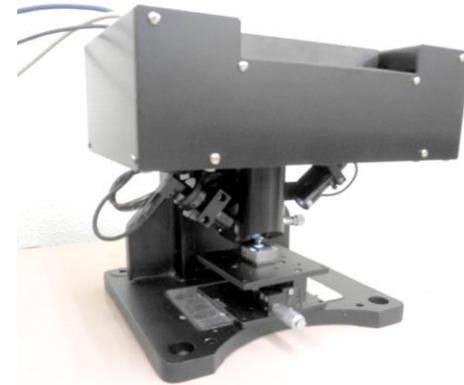


微粒子投射とプロファイル計測が基礎

Pricise Erosion



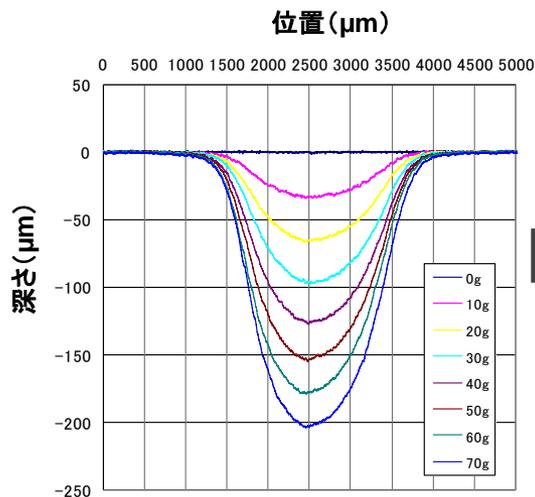
Stylus profiler



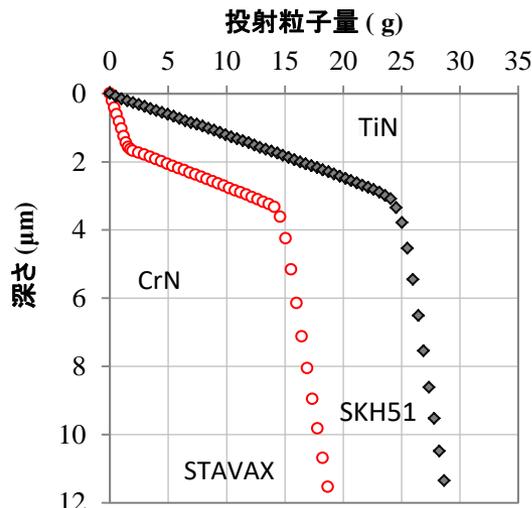
同じ位置に一定量投射と形状計測をくり返して
表面から内部までのエロージョン形状を取得する。



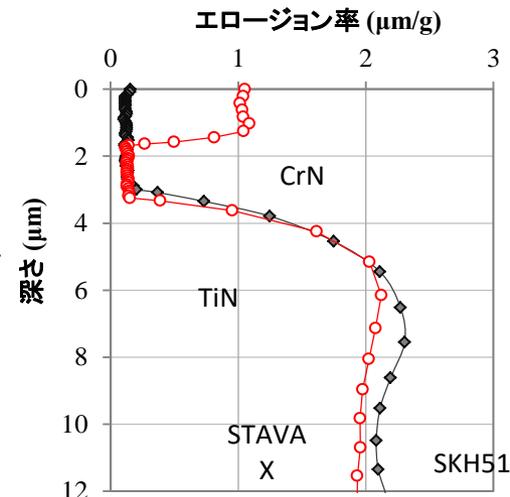
MSE試験のデータ処理の流れ



a) エロージョン進行プロファイル



b) エロージョン進行グラフ



c) エロージョン率分布グラフ

エロージョン率 = 強さの尺度
= エロージョン深さ / 粒子投射量
= μm / g (1gの粒子衝突での深さ)



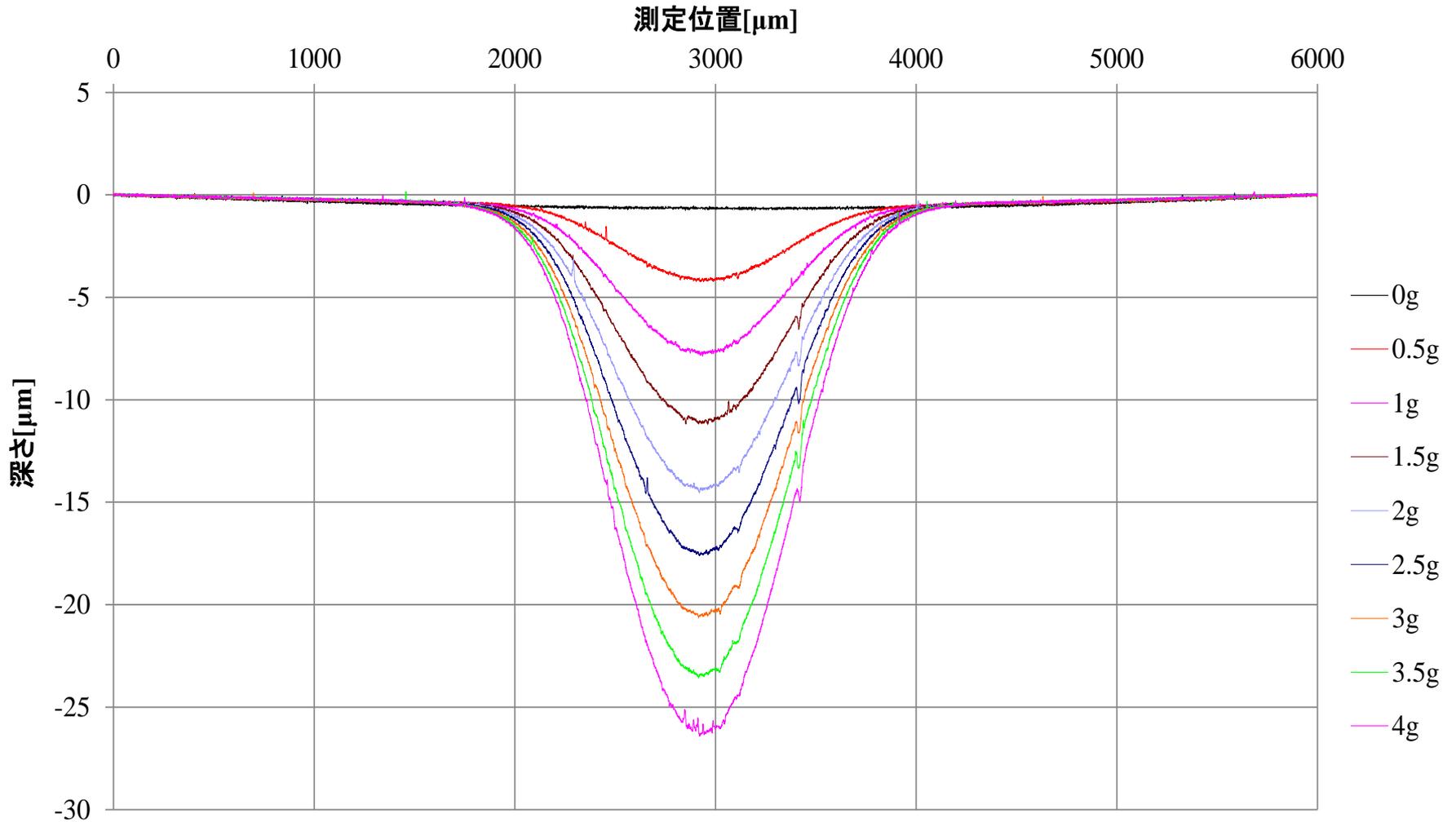
2. エロージョンプロファイルが示すもの

強さ基準の断面観察像の提供

- ・多層膜・傾斜膜が目視できる
- ・強さ弱さが目視できる
- ・欠陥等の位置が特定できる
- ・バラつきが粗さに現れる



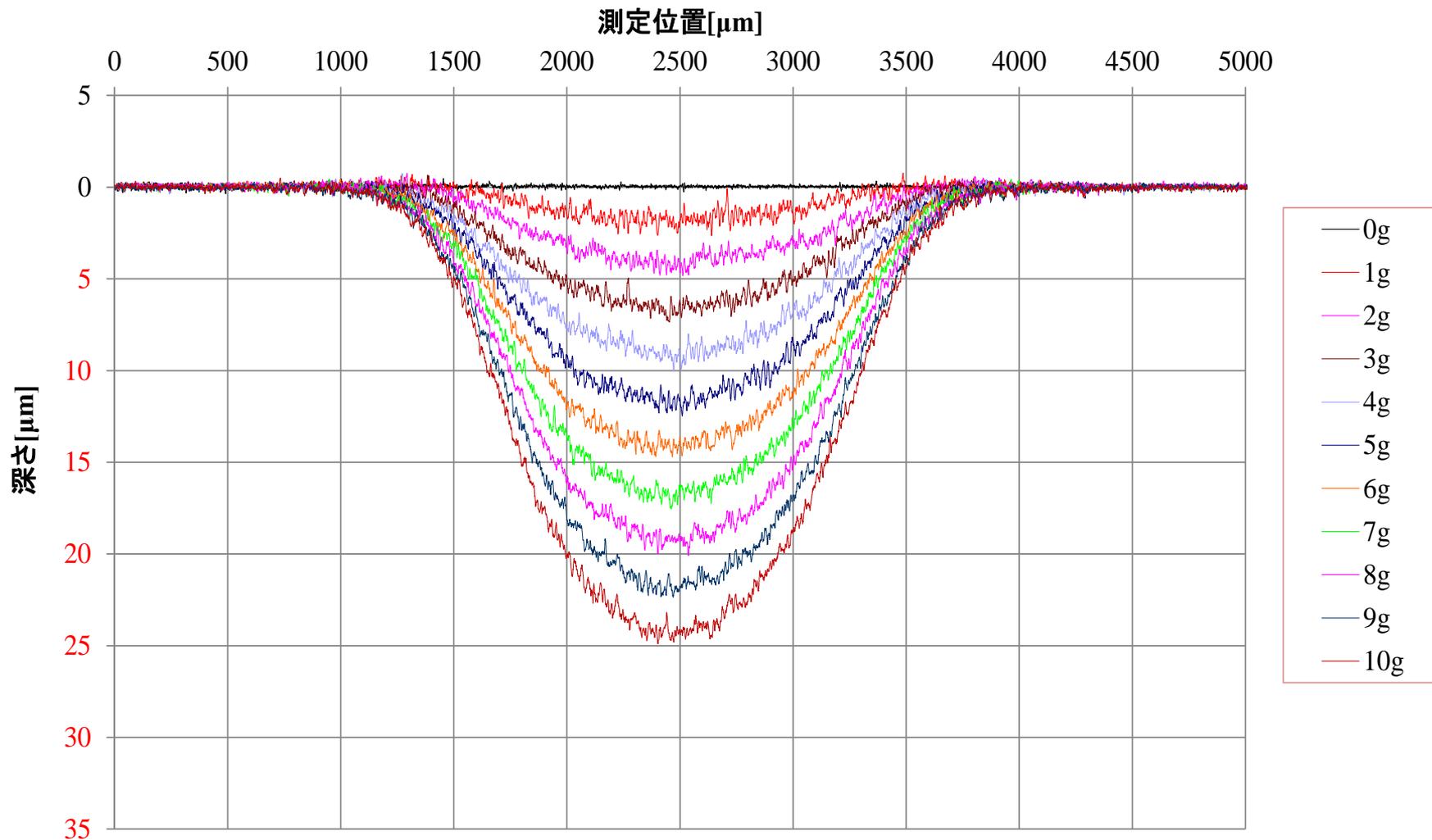
MSE試験 エロージョン痕Profile Siウエハ





MSE試験 エロージョン痕Profile SK85 HV300 硬さ基準片

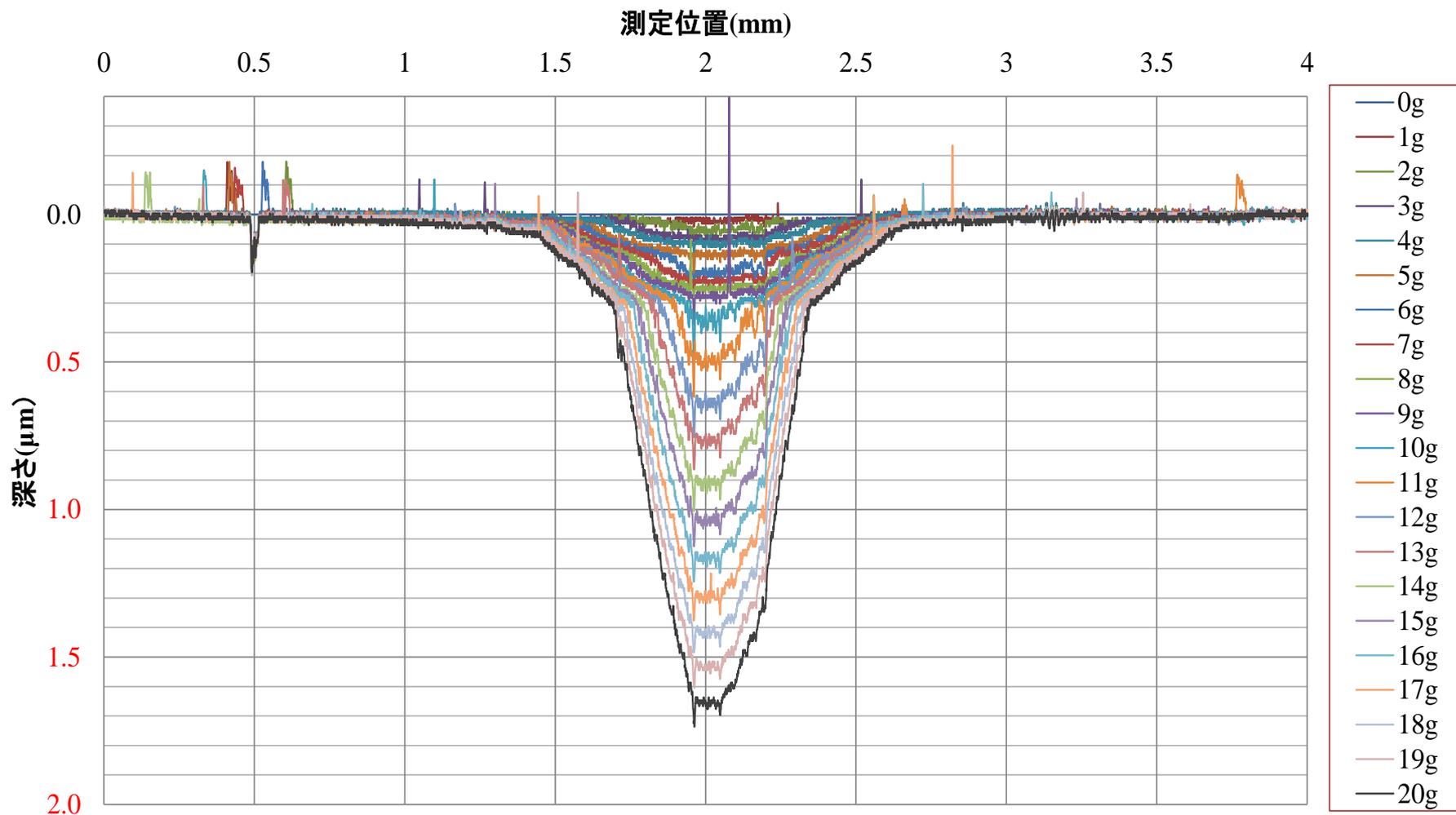
球形ジルコニア D50=15 標準エロージョンカ





MSE試験 エロージョン痕Profile メガネレンズ

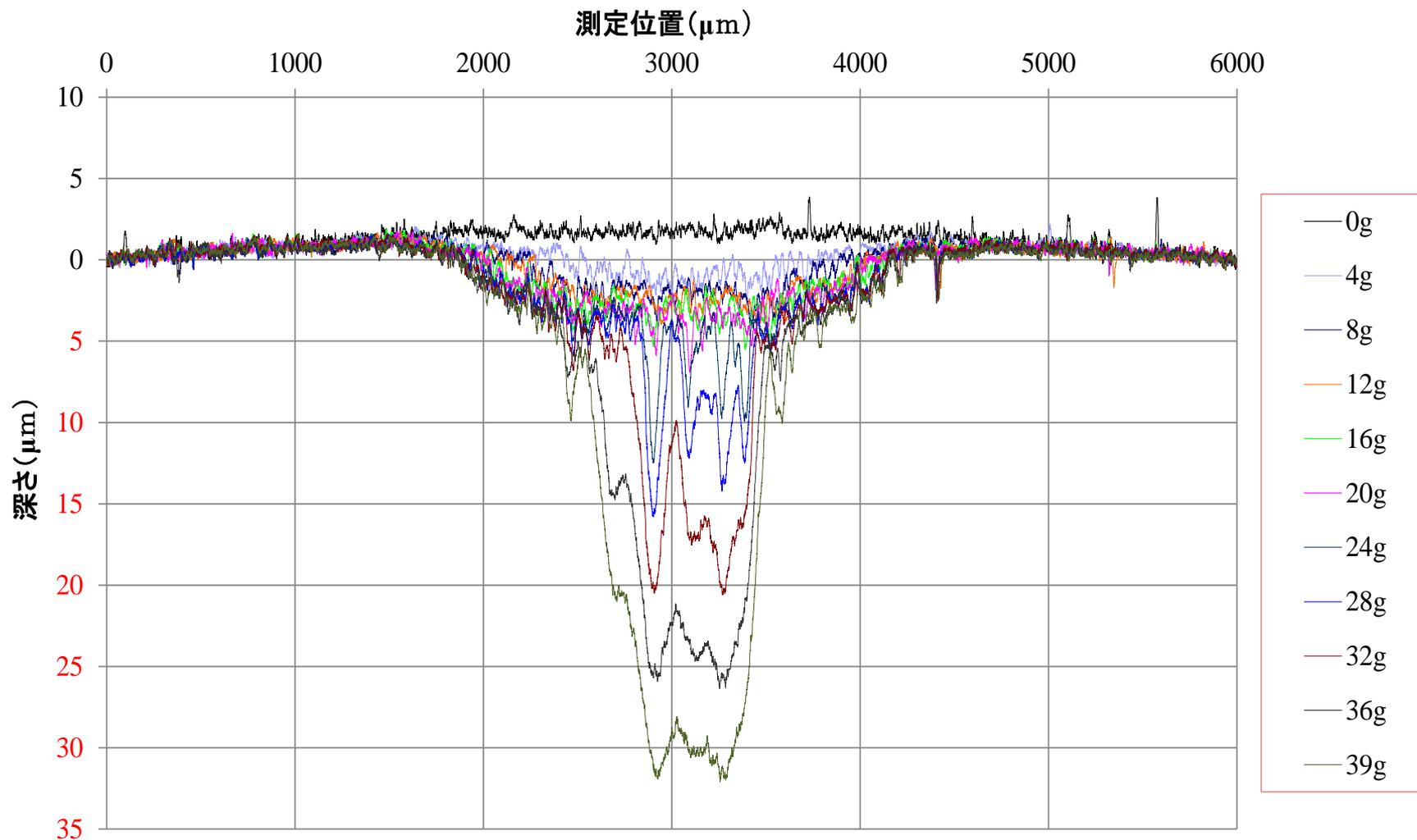
多角アルミナ D50=1.2 1/300エロージョンカ





MSE試験 エロージョン痕Profile プラズマ窒化処理(母材S45C)

球形ジルコニア D50=15 標準エロージョンカ





3. 強さの深さ方向プロファイリング

エロージョン進行グラフ、エロージョン率グラフから

材料表面から内部まで連続的に
精密な強さ分布の可視化を提供

- ・各層単体の強さの数値化
- ・各層単体内の強さの分布
- ・膜厚の特定
- ・界面強度の特定

最小分解能は10nmを実現

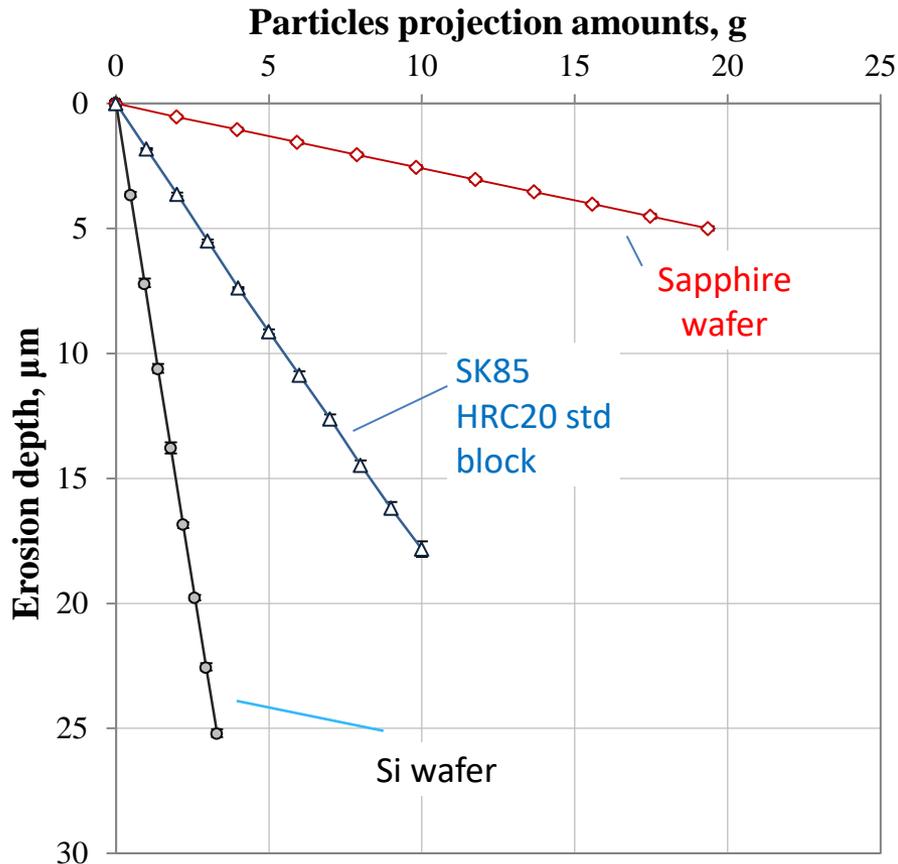


均質材料

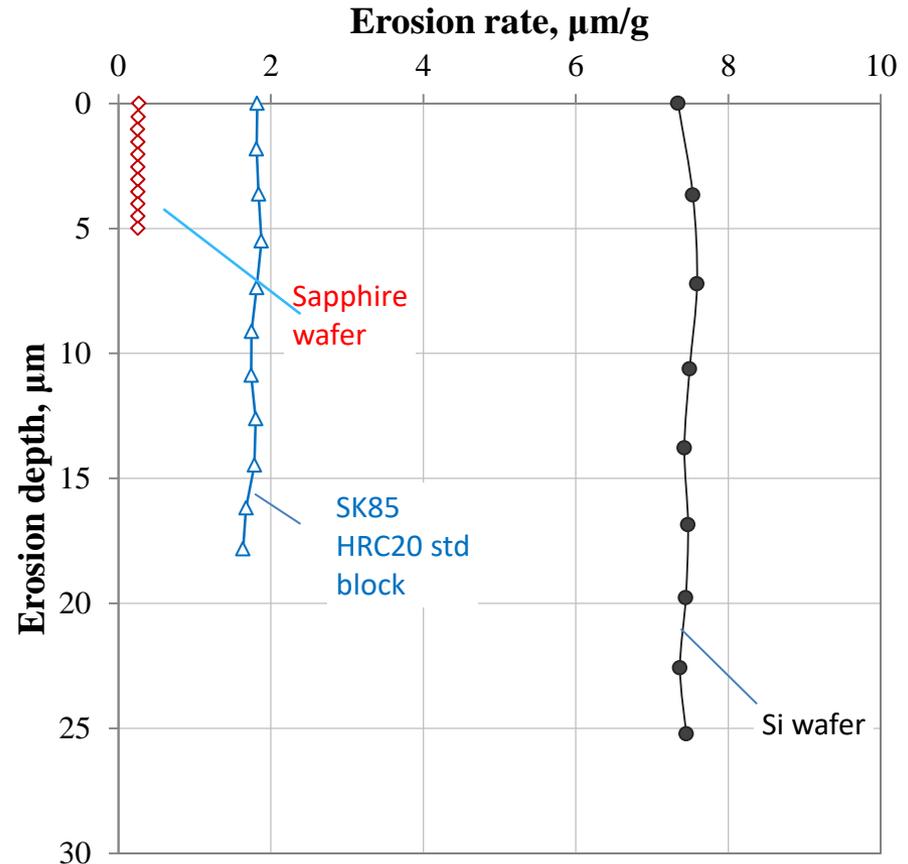
[Si wafer , Sapphire wafer , SK85 HRC20 Standard block]

Test condition : Angular alumina 1.2 μ m at Standard force

● Erosion Graph



● Erosion rate graph

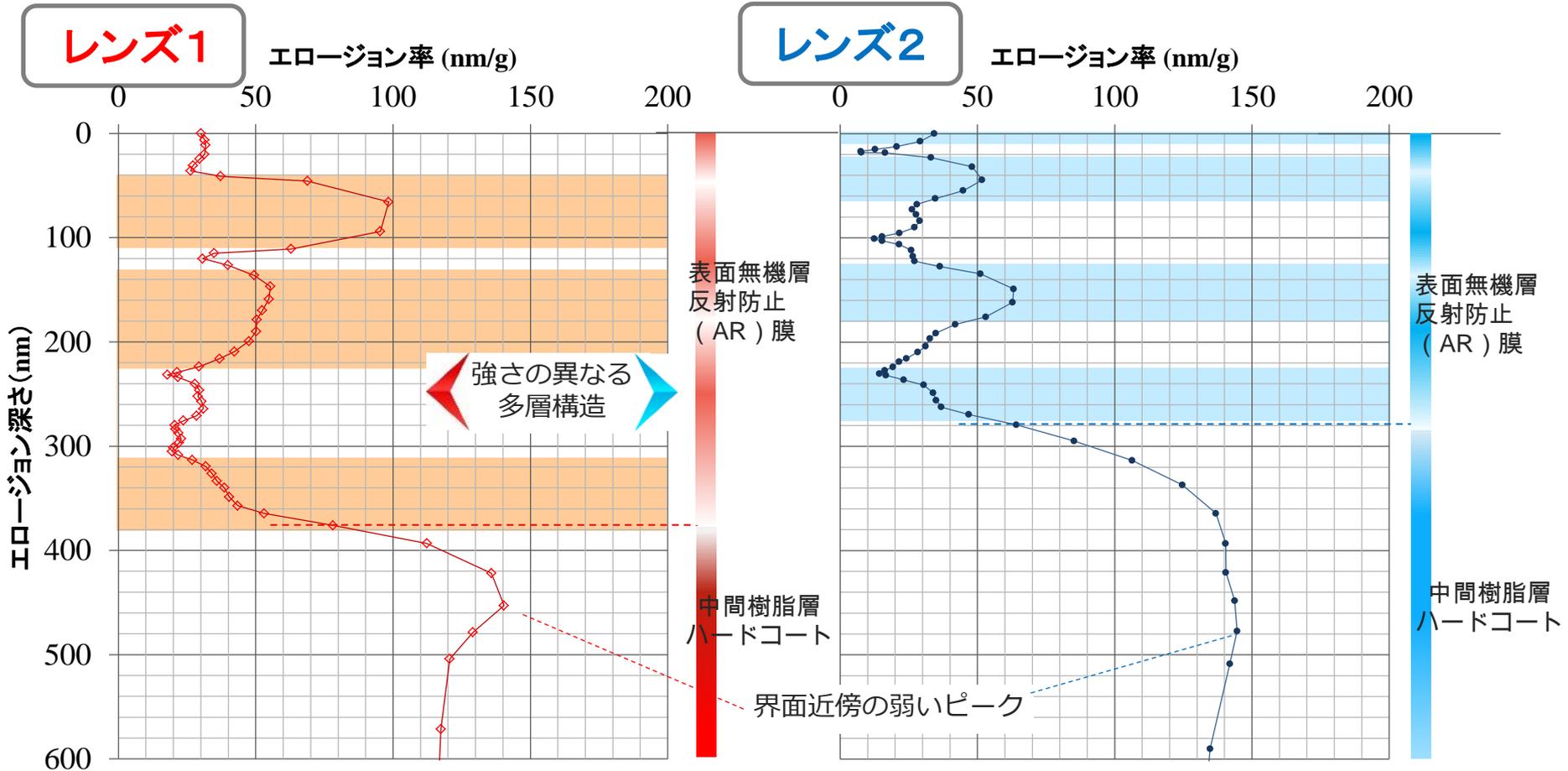


均一材料は深さ方向に均一強さ分布を持つ。



多層膜 メガネレンズのAR膜

Test condition : Angular alumina 1.2 μ m at 1/300 force



多層部の各層強さは材質で示されるほど明確な段差にならない。



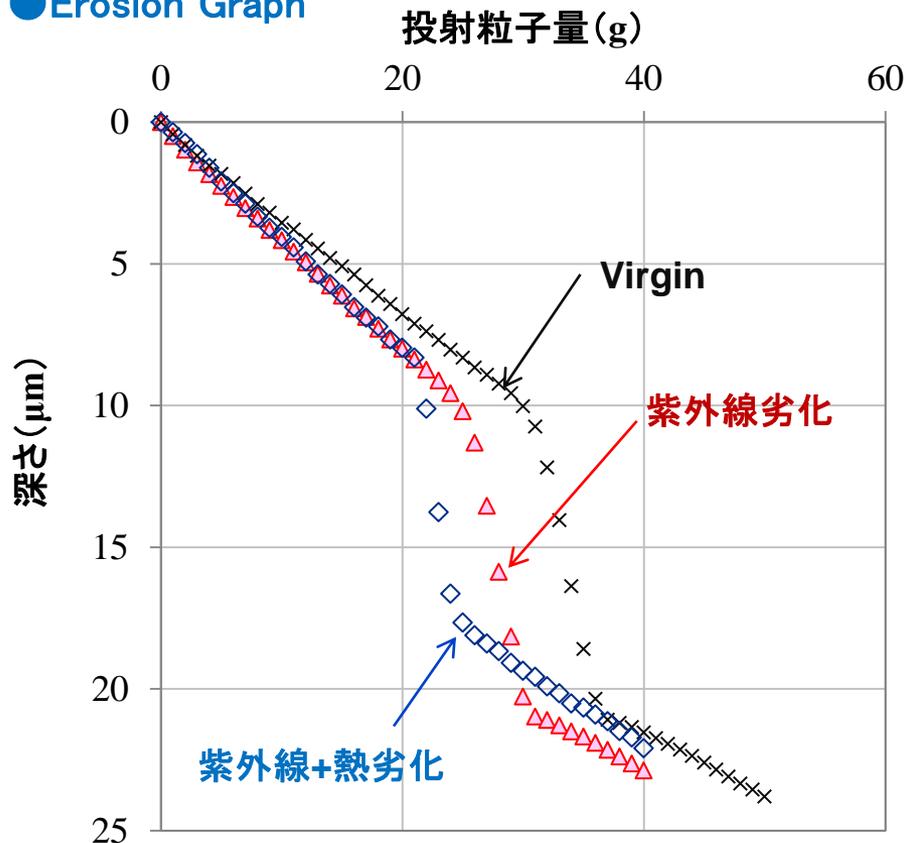
多層膜内部変質の数値化 ポリカーボネート基板

環境試験条件

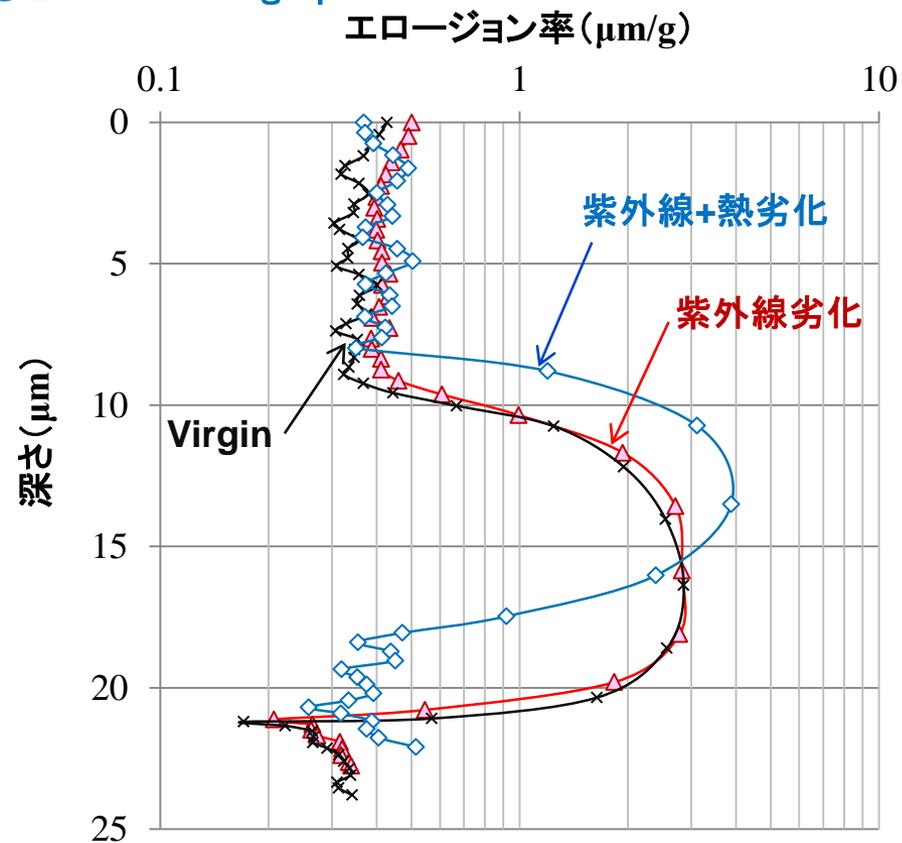
- ①紫外線(カーボンアーク)_1week
- ②紫外線+熱

Test condition : Spherical Silica 1 μ m at Standard force

●Erosion Graph



●Erosion rate graph



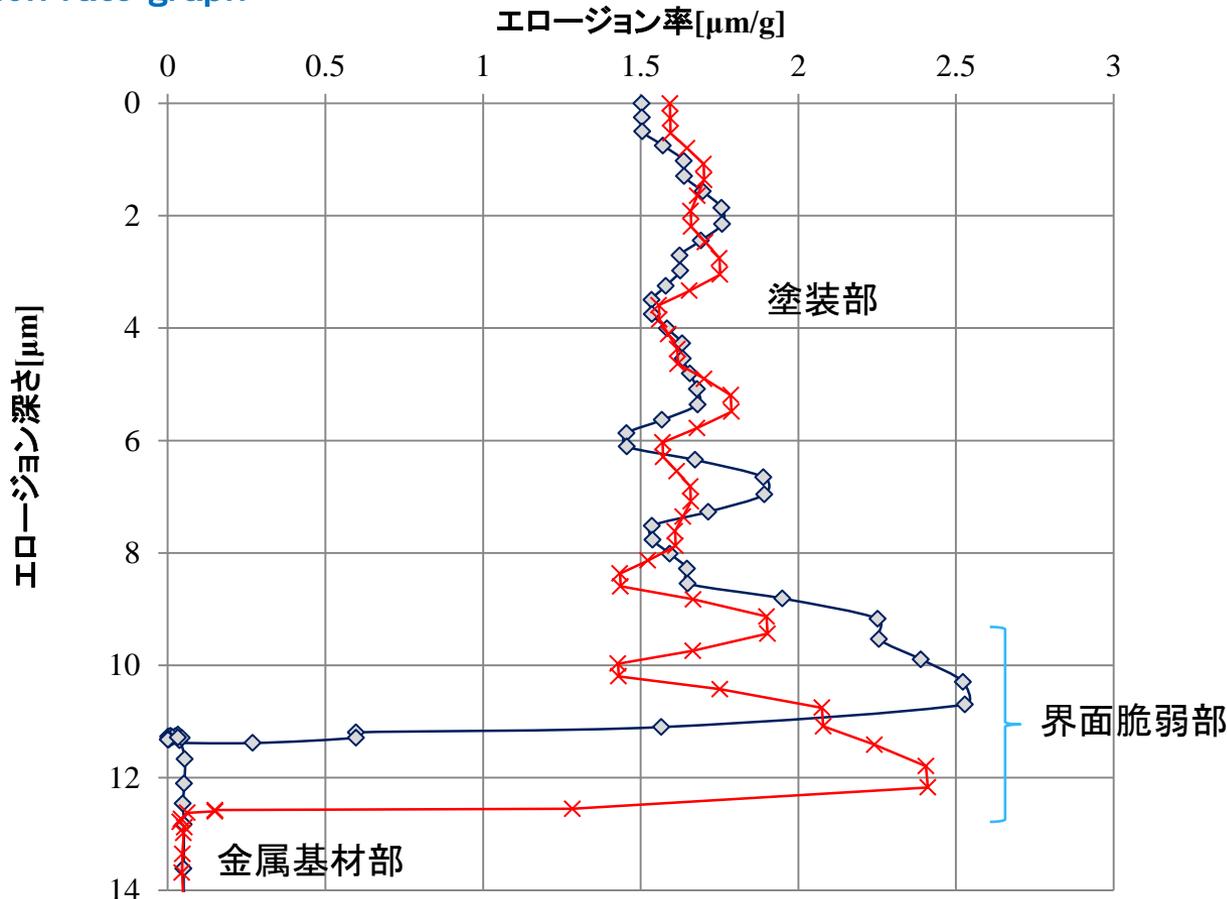
環境試験条件比較 や 内部劣化の数値化が可能



金属上塗装の界面強度調査

Test condition : Spherical Silica 1 μ m at Standard force

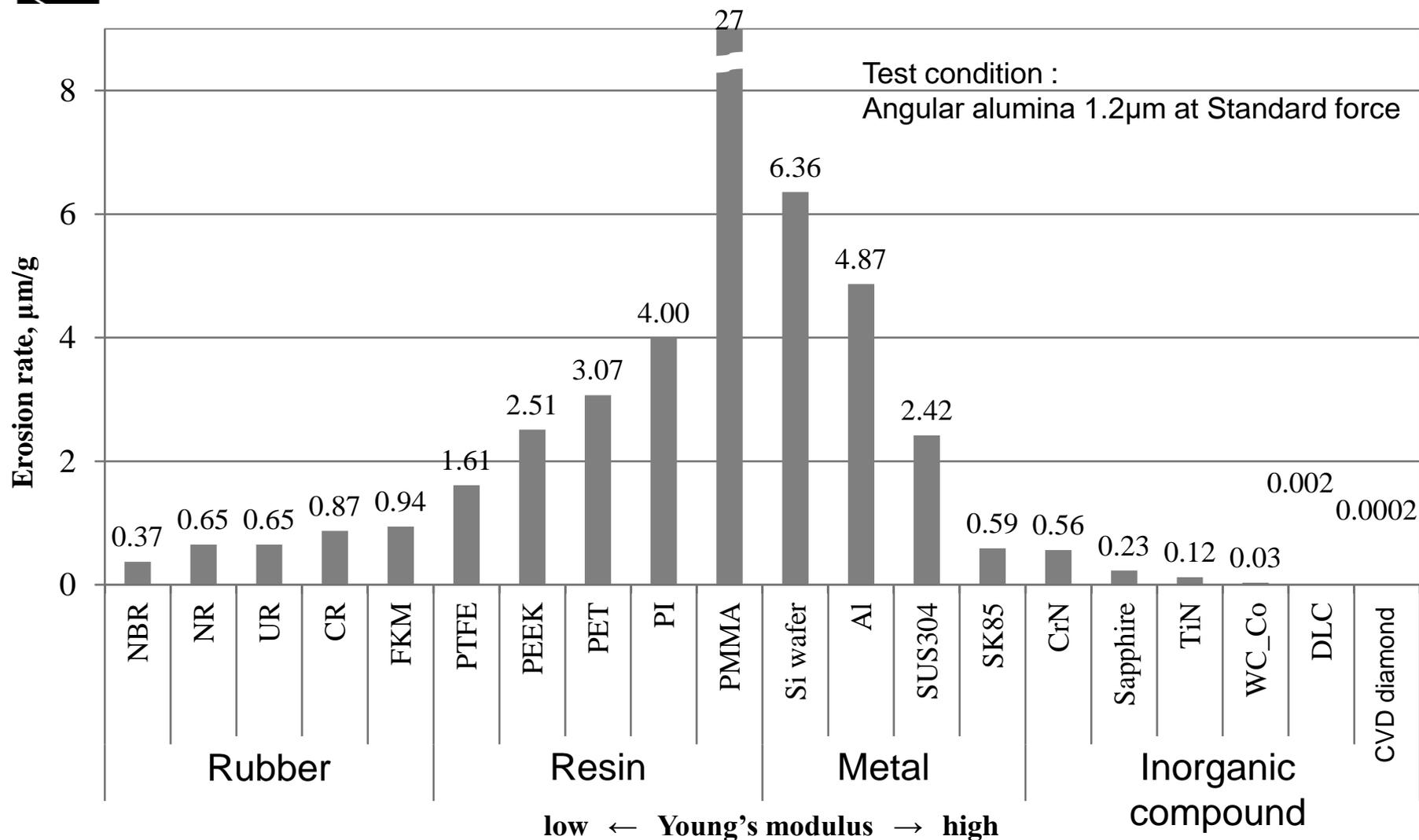
● Erosion rate graph



金属と塗膜の間に3ミクロン厚さの脆弱部がある。



Erosion rate ranking



エロージョン率からはPMMA又はSiウェハを境に左右で
損傷モードが異なることを示している。



4. 「硬さと靱性」などの2面性可視化

新しく開発した試験条件を追加すると可視化できるもの

問題； 材料は「硬さ・ヤング率」と「靱性・疲労強度」
が相関しない

- ・均質材料であっても「硬くて脆い」などの2面性がある。
- ・表面処理やコーティングではましてこの傾向が強くなる。

これから

- ・外部負荷に応じた材料・表面処理の選択と検証が必要
- ・耐久性や寿命を考慮した設計が必要
- ・製造プロセスの安定性確認が必要

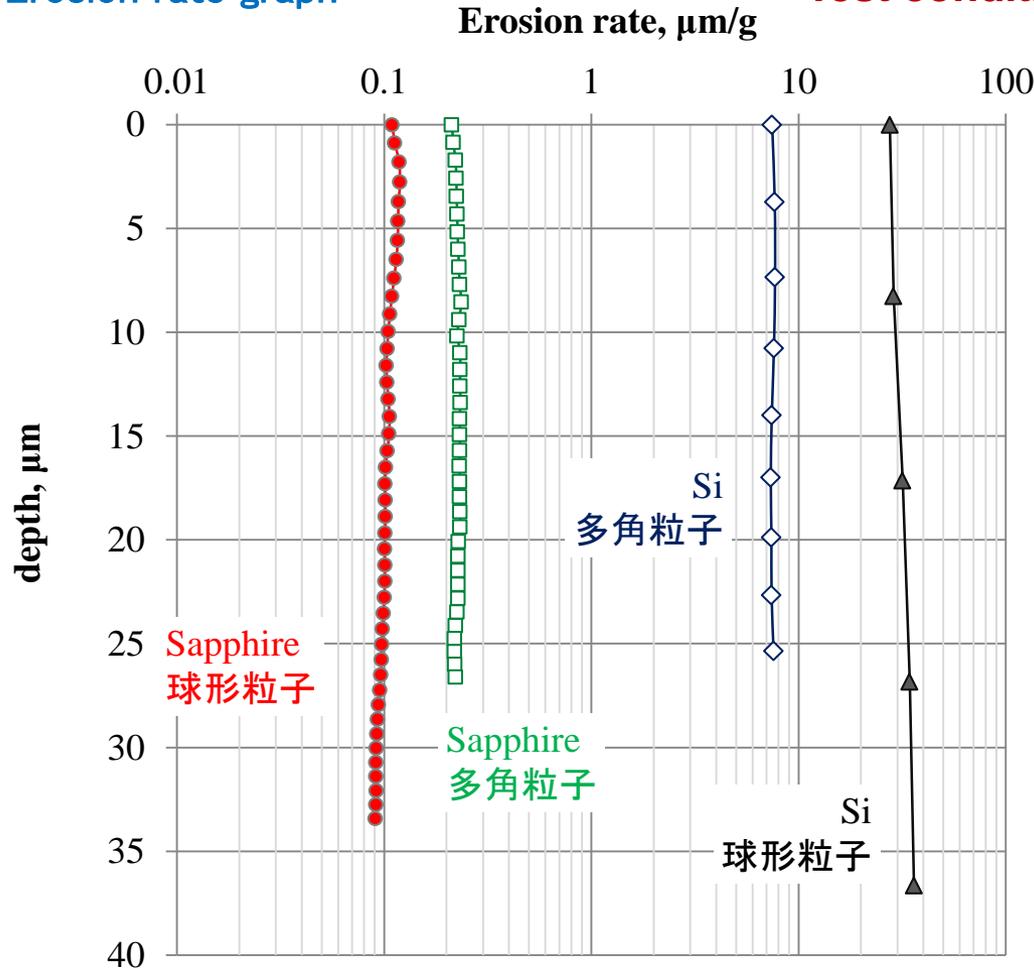
その為には強さの2面性特定が役に立つ



Si WaferとSapphireの2粒子試験

● Erosion rate graph

Test condition ① Angular alumina 1.2 μm
② Spherical alumina 3 μm

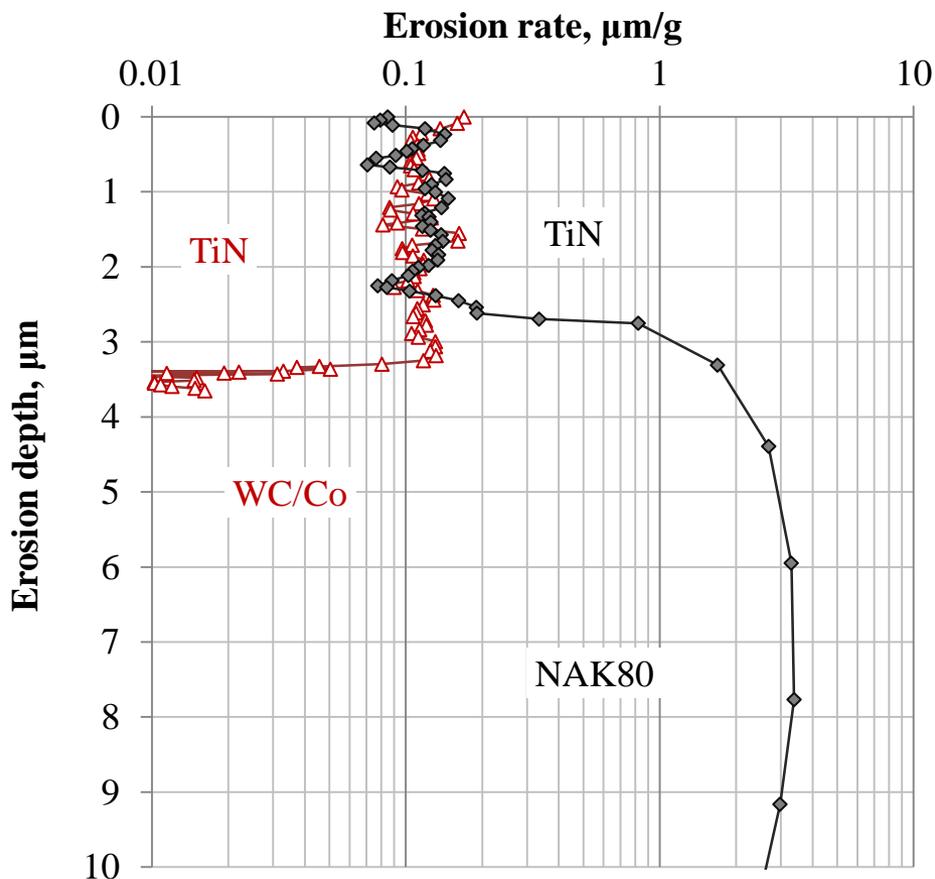


多角粒子と球粒子でのエロージョン率比は Siウェハでは多角粒子が強くなり、サファイアウェハでは球粒子が強くなる逆転現象がある。

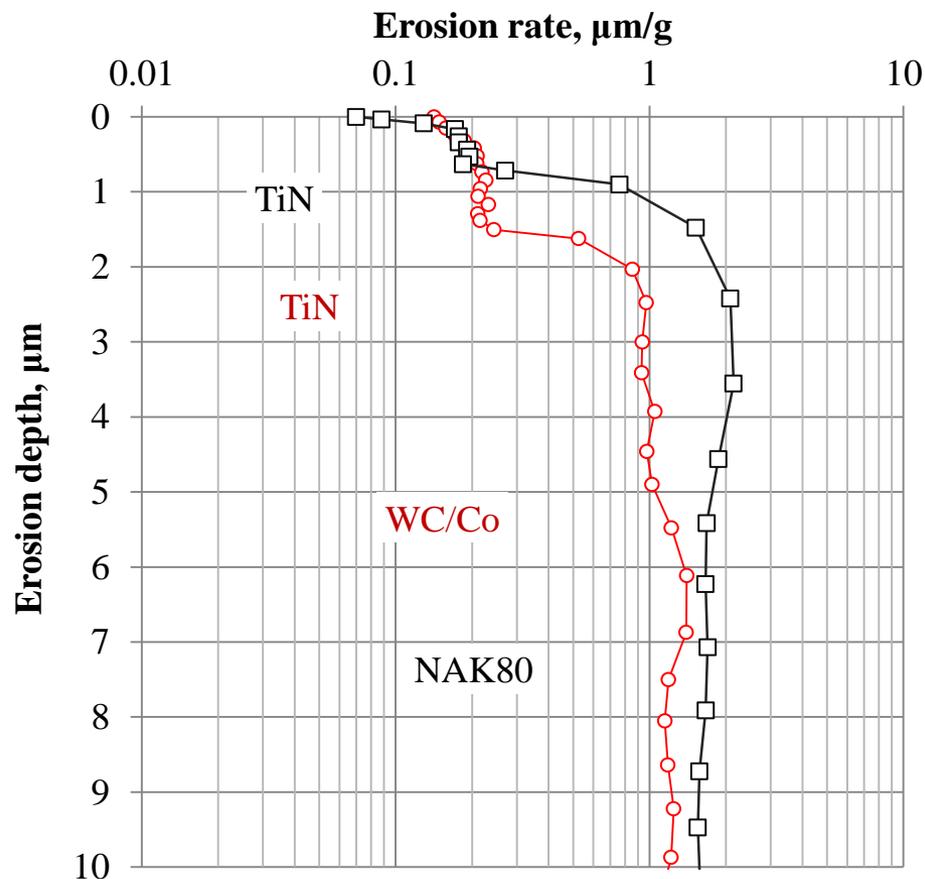


硬質薄膜の2粒子試験

● Angular alumina 1.2 μ m Erosion rate graph



● Spherical alumina 3 μ m Erosion rate graph

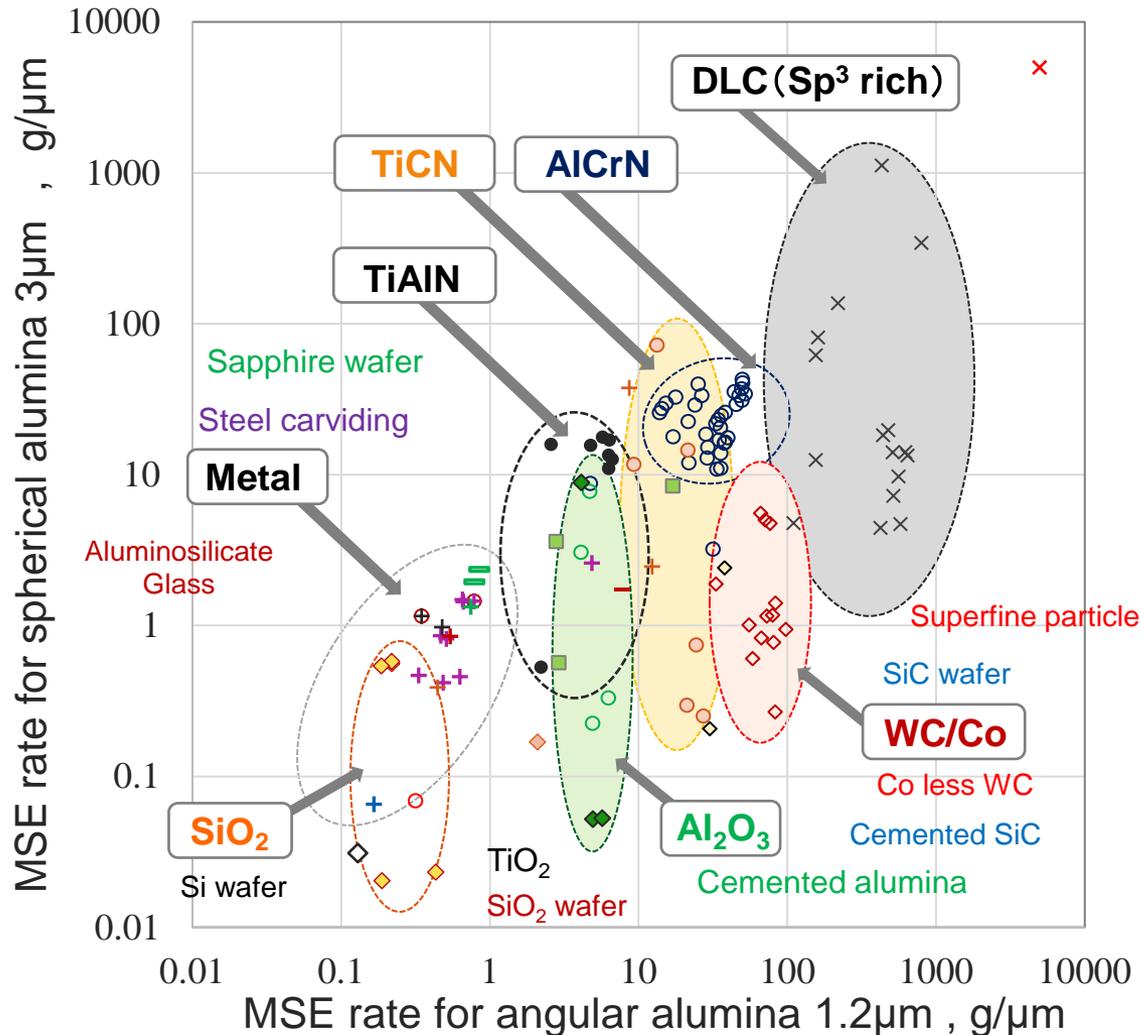


TiN被膜は2粒子試験それぞれに同じで強さである。

基材は多角粒子ではWC/Coが強いが、球粒子試験では差が少なくなる。



金属～セラミックスのMSEマップ



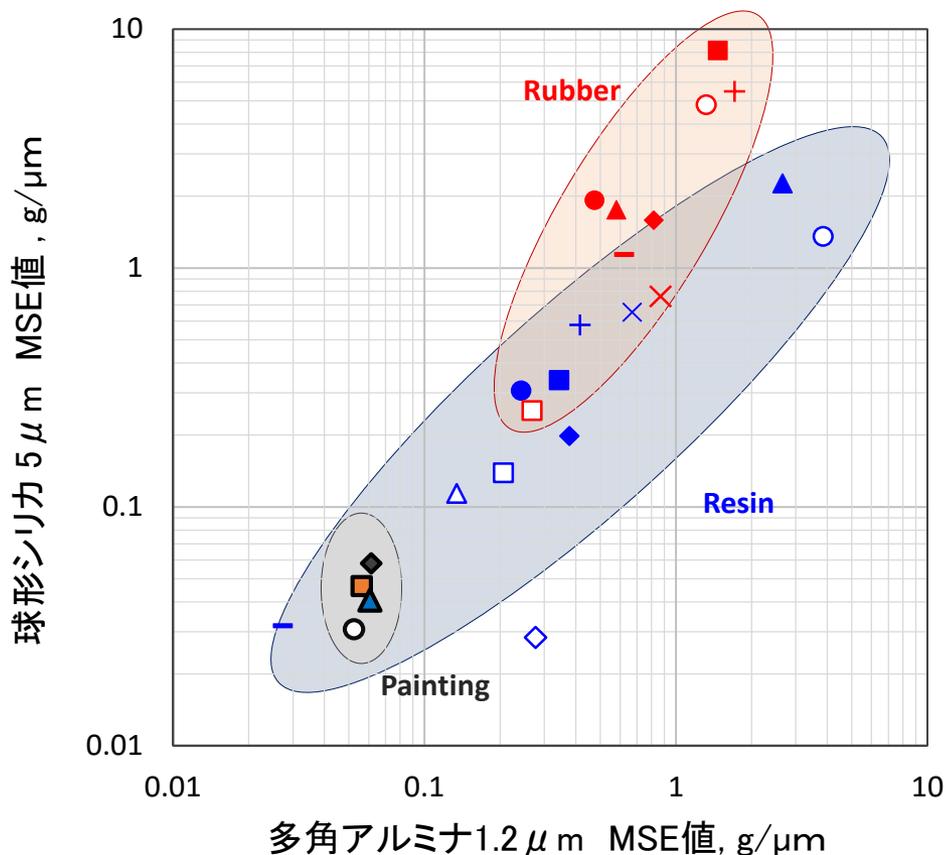
$$\text{MSE rate} = \frac{1}{\text{Erosion rate}}$$

- × DIAcoat
- AlCrN
- TiAlN
- Steel_cromising
- ◇ WC/Co
- VC
- ◇ SiC
- ◇ Si Wafer
- Cr plating
- + stellite
- + Ni
- + Al
- × DLC
- TiCN
- TiO2_rutile
- Al2O3
- WC Thermal spray
- ◇ Si3N4
- ◇ SiO2_Glass
- ◇ Al2O3
- + Steel
- + Ti
- + Cu

- ・多角粒子(横軸)は材料質別に特有な強さがある。
- ・球粒子(縦軸)は材質の区別はなく、同じ材質でも大きな差がある。



樹脂・ゴムのMSEマップ



樹脂 Resin	Resin
●	ポリカーボネート/PC
■	ポリオキシメチレン/ポリアセタール/POM
◆	ポリブチレンテレフタレート/PBT
▲	ポリプロピレン/PP
×	ポリテトラフルオロエチレン/テフロン/PTFE
-	メタクリル/アクリル/PMMA
+	ポリアミド6/ナイロン6/PA6
○	ポリエチレン/PE
□	ポリエチレンテレフタレート/PET
◇	ポリイミド/PI
△	ポリ塩化ビニル/PVC
ゴム Rubber	Rubber
●	ニトリルゴム/NBR
■	エチレンプロピレンゴム/EPDM
◆	ウレタンゴム/U
▲	クロロプレンゴム/CR
×	シリコンゴム/Q
-	天然ゴム/NR
+	ブタジエンゴム/BR
○	ブチルゴム/IIR
□	フッ素ゴム/FKM
塗装 Painting	Painting
○	塗装アクリルウレタン 白
■	塗装アクリルウレタン 赤
◆	塗装アクリルウレタン 黒
▲	塗装アクリルウレタン 紺

1. 樹脂 → 横軸と縦軸が概ね比例関係にあり、材質によって明確に異なる。
2. ゴム → 樹脂に比べて縦軸が大きい。これは衝撃に強いことを示す。
3. 塗装 → 主材質は同じでも、顔料などの配合で膜としての強さ(縦軸)に差がある。



5. 役立つ事例・まとめ

1. エロージョンプロファイルは強さ基準の
精密な断面観察像の提供
2. エロージョングラフから深さ方向の
精密な強さ分布を数値化
3. 2条件試験から「硬くて脆い」などの
2面性を数値化マッピング
4. バージン材比較で環境劣化・疲労劣化の
度合いの数値化に役立つ

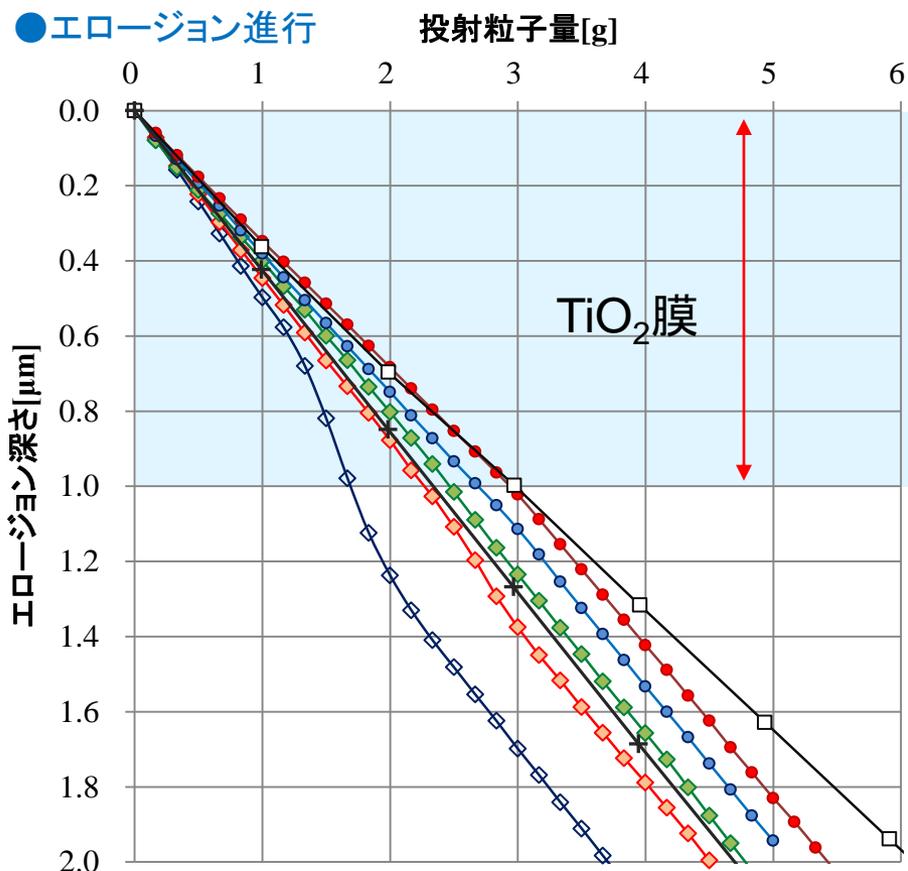


光学薄膜 TiO₂

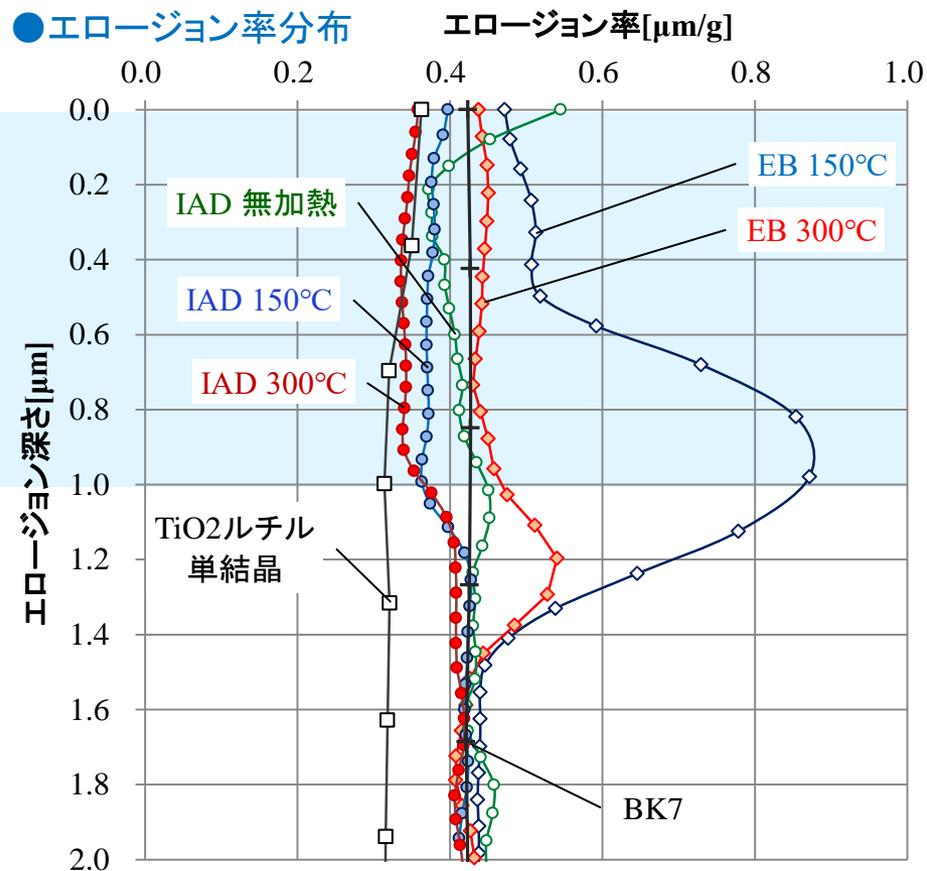
サンプル	材料	成膜法	基板温度 (°C)
#1	TiO ₂	EB	150
#2	TiO ₂		300
#3	TiO ₂	IAD	無加熱
#4	TiO ₂		150
#5	TiO ₂		300
#13	TiO ₂ ルチル単結晶	—	—

試験条件
多角アルミナ 0.3μm 1/1投射力

●エロージョン進行



●エロージョン率分布



試料:東海大学 室谷研究室提供



ご清聴ありがとうございました

【お問い合わせ先】

〒940-2005 新潟県長岡市巻島1-20

T E L : 0258-86-0240

F A X : 0258-86-0241

E-mail : info@palmeso.co.jp