



# 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



# 知ってもらいたいこと

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

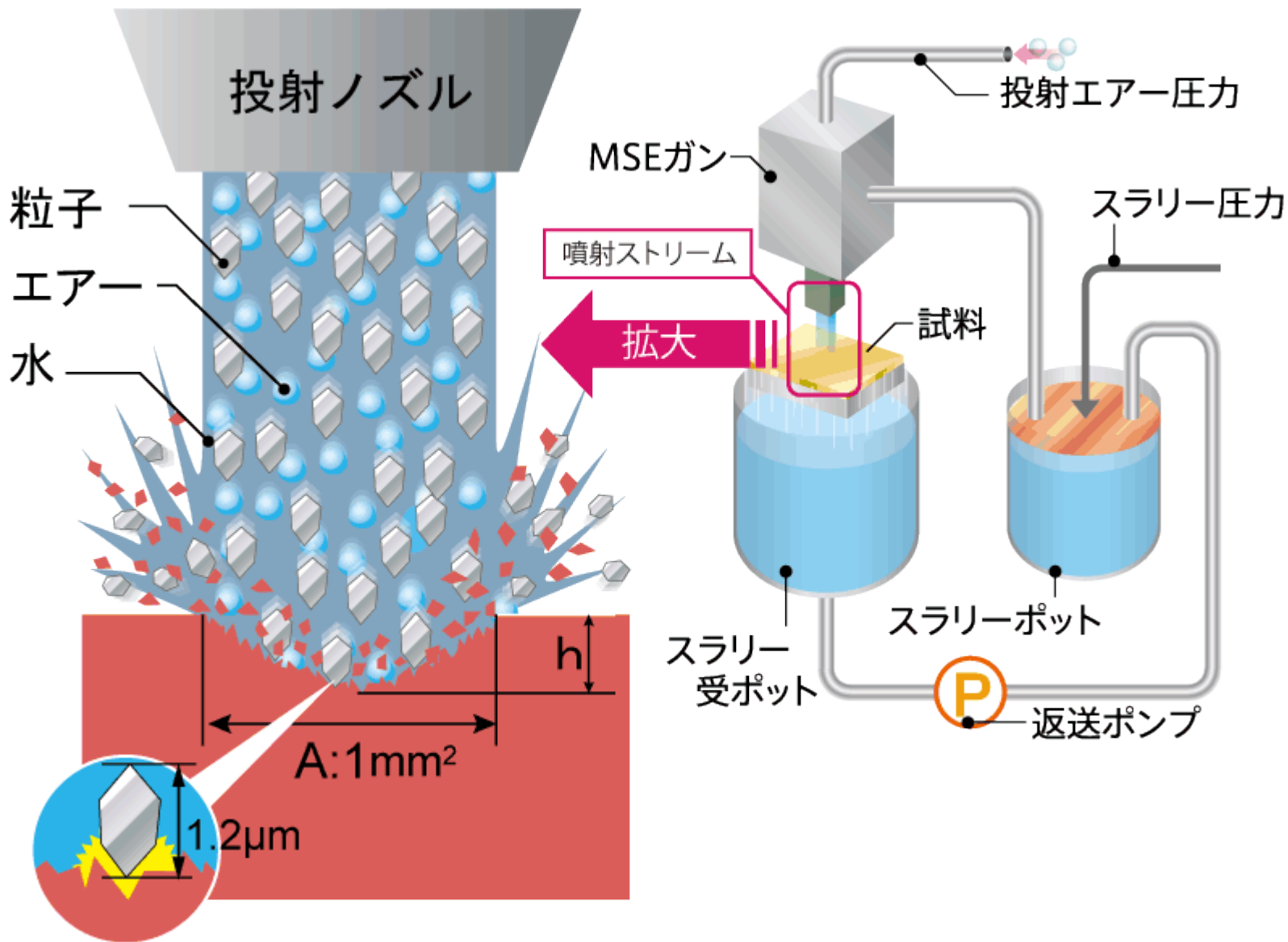
**MSE試験 自動機の完成**

市場提供開始



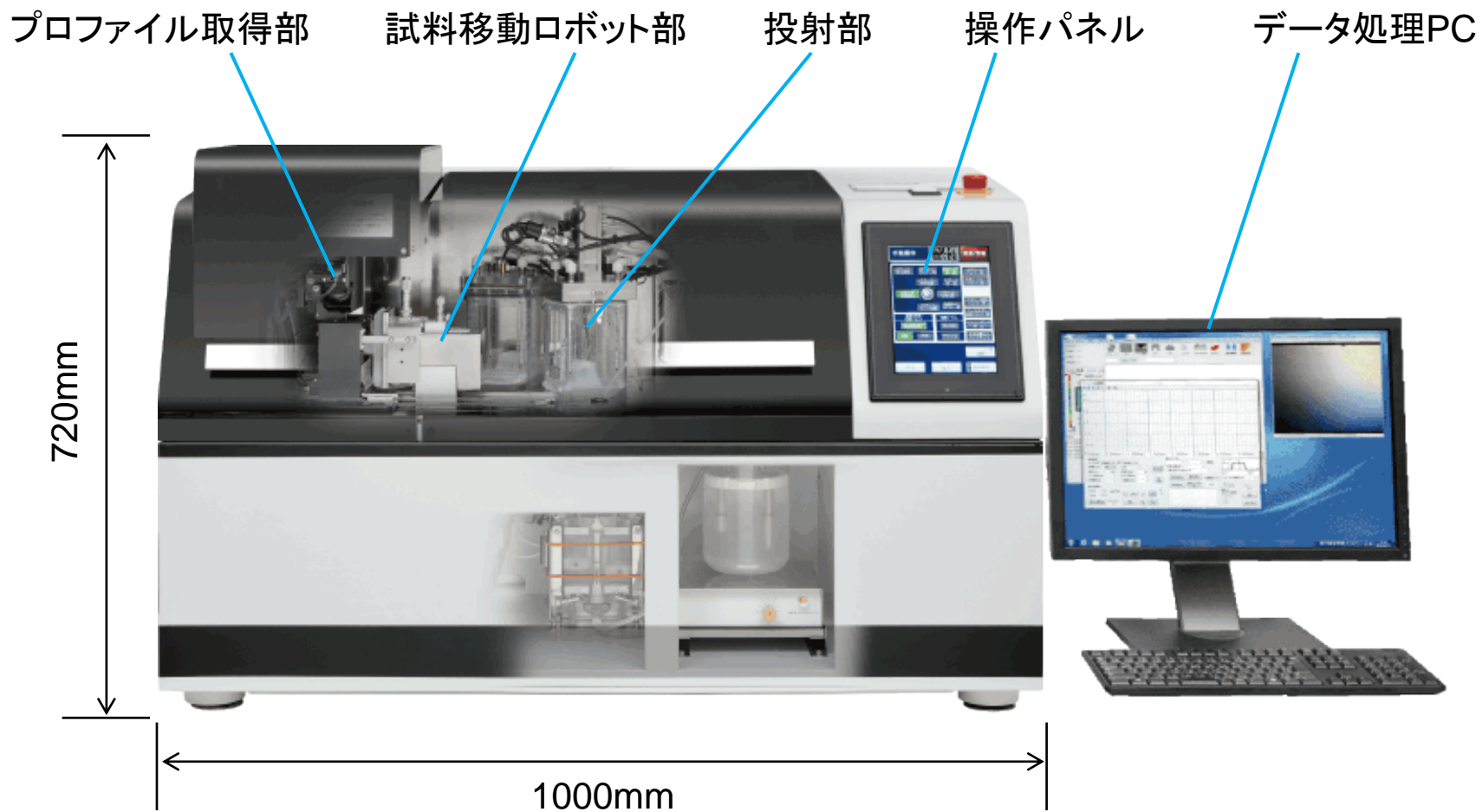


# MSE原理の模式図





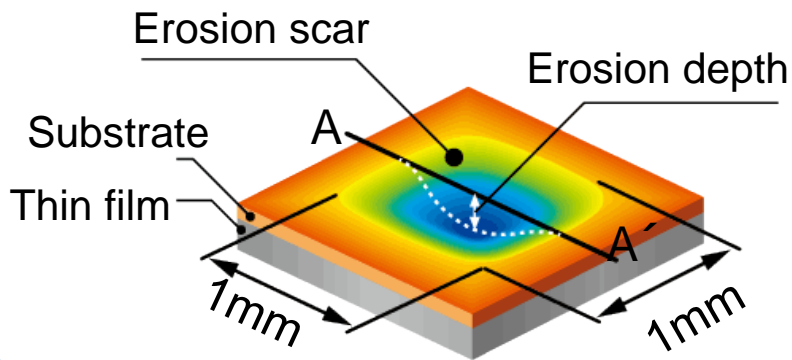
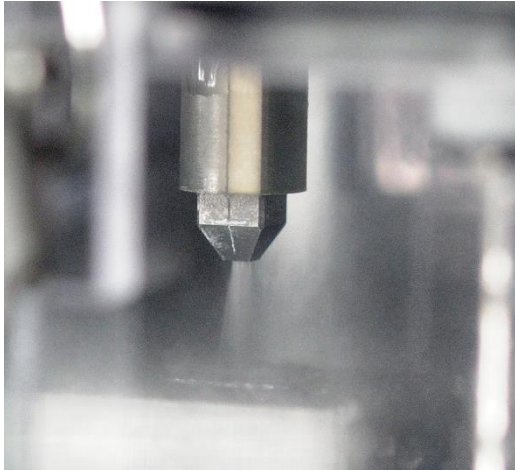
# 卓上型MSE試験装置



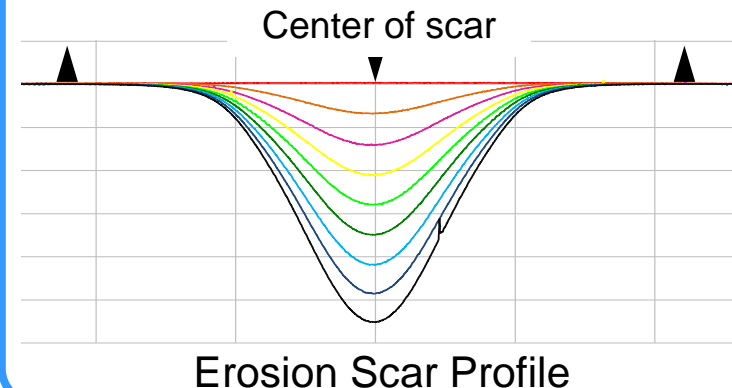
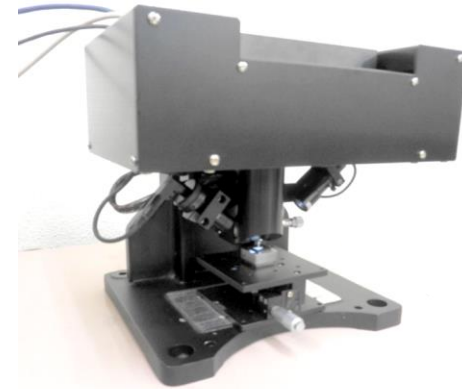


# 微粒子投射とプロファイル計測が基礎

## Pricise Erosion



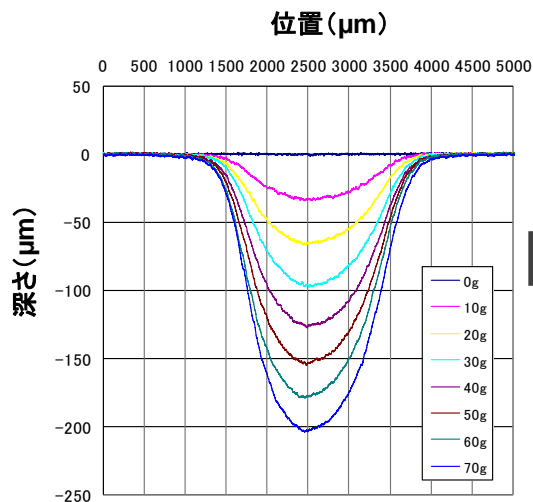
## Stylus profiler



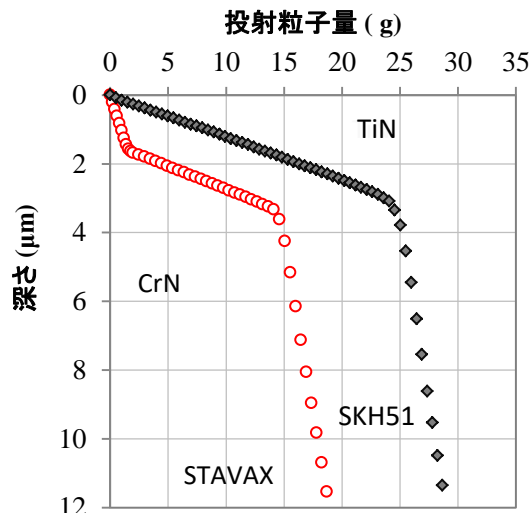
同じ位置に一定量投射と形状計測をくり返して  
表面から内部までのエロージョン形状を取得する。



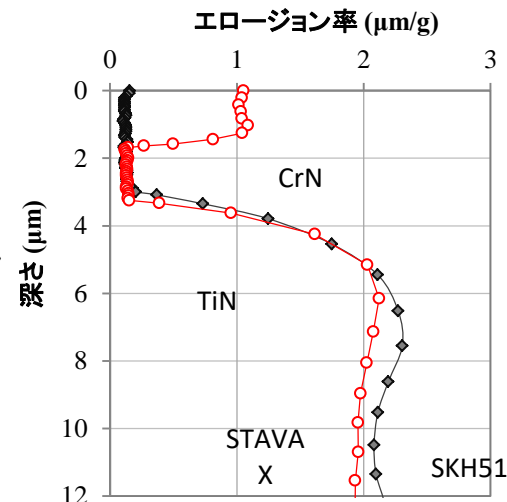
# MSE試験のデータ処理の流れ



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**  
**=  $\mu\text{m} / \text{g}$  (1gの粒子衝突での深さ)**





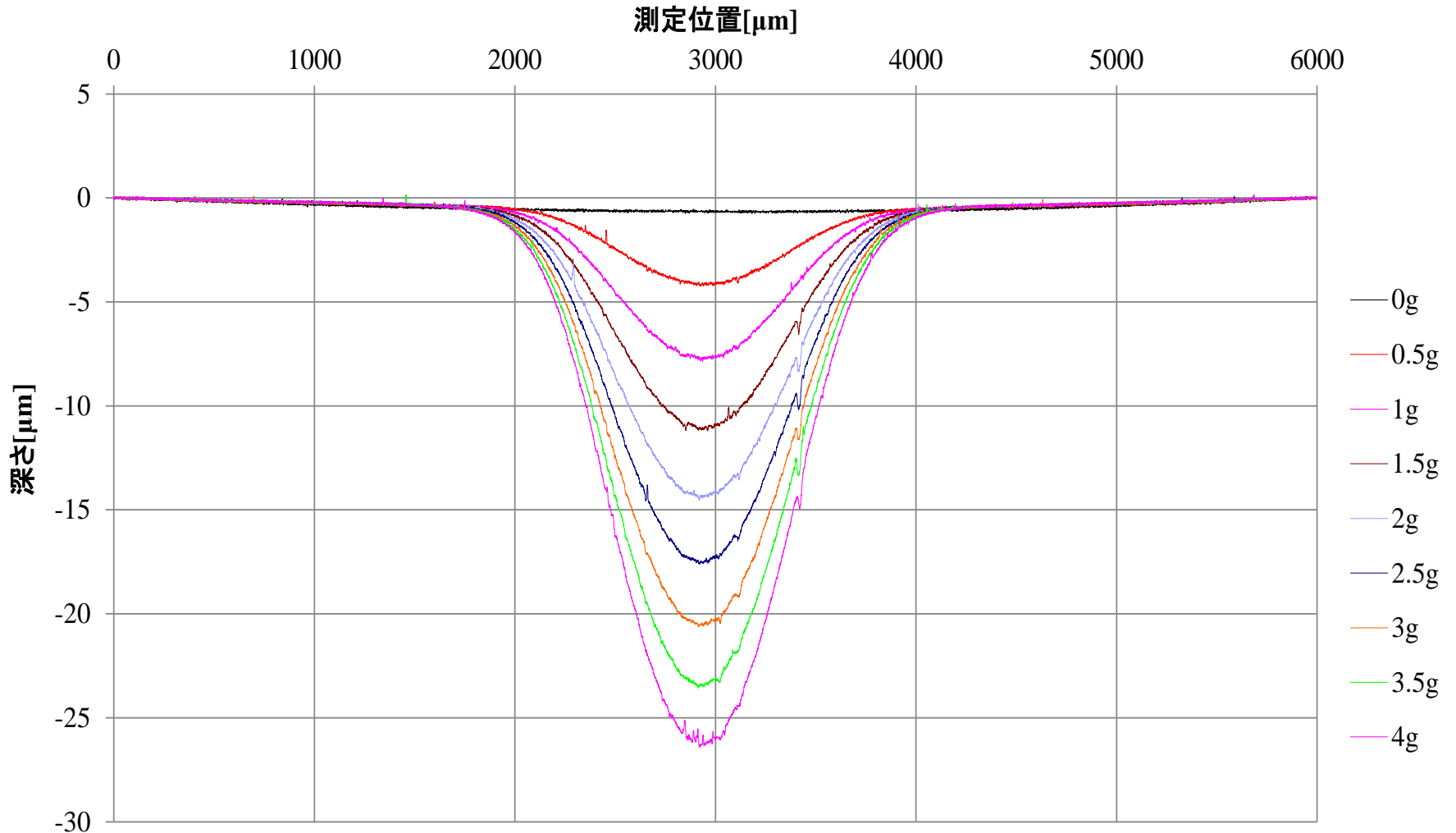
## 2. エロージョンプロファイルが示すもの

### 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



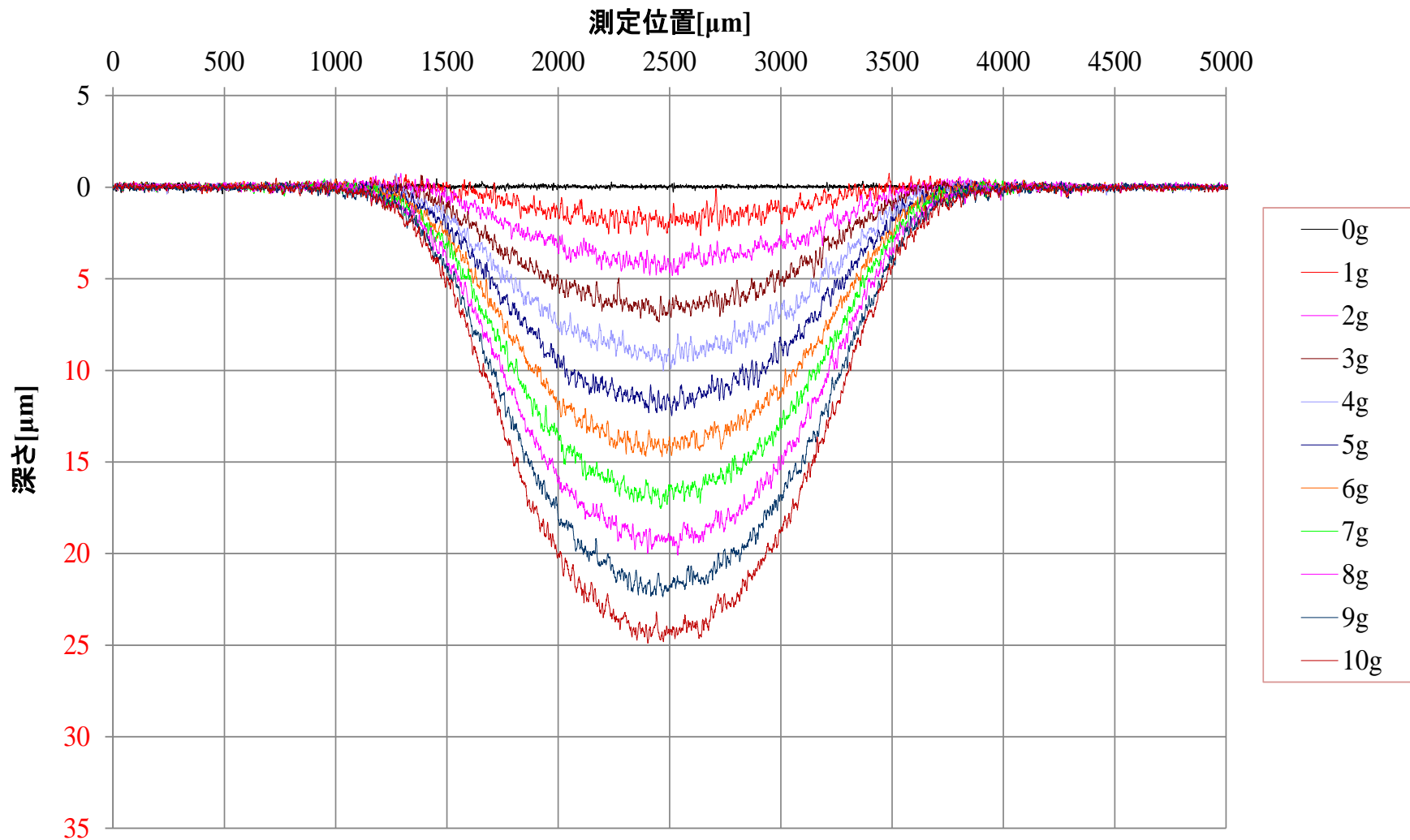
# MSE試験 エロージョン痕Profile Siウエハ





# MSE試験 エロージョン痕Profile SK85 HV300 硬さ基準片

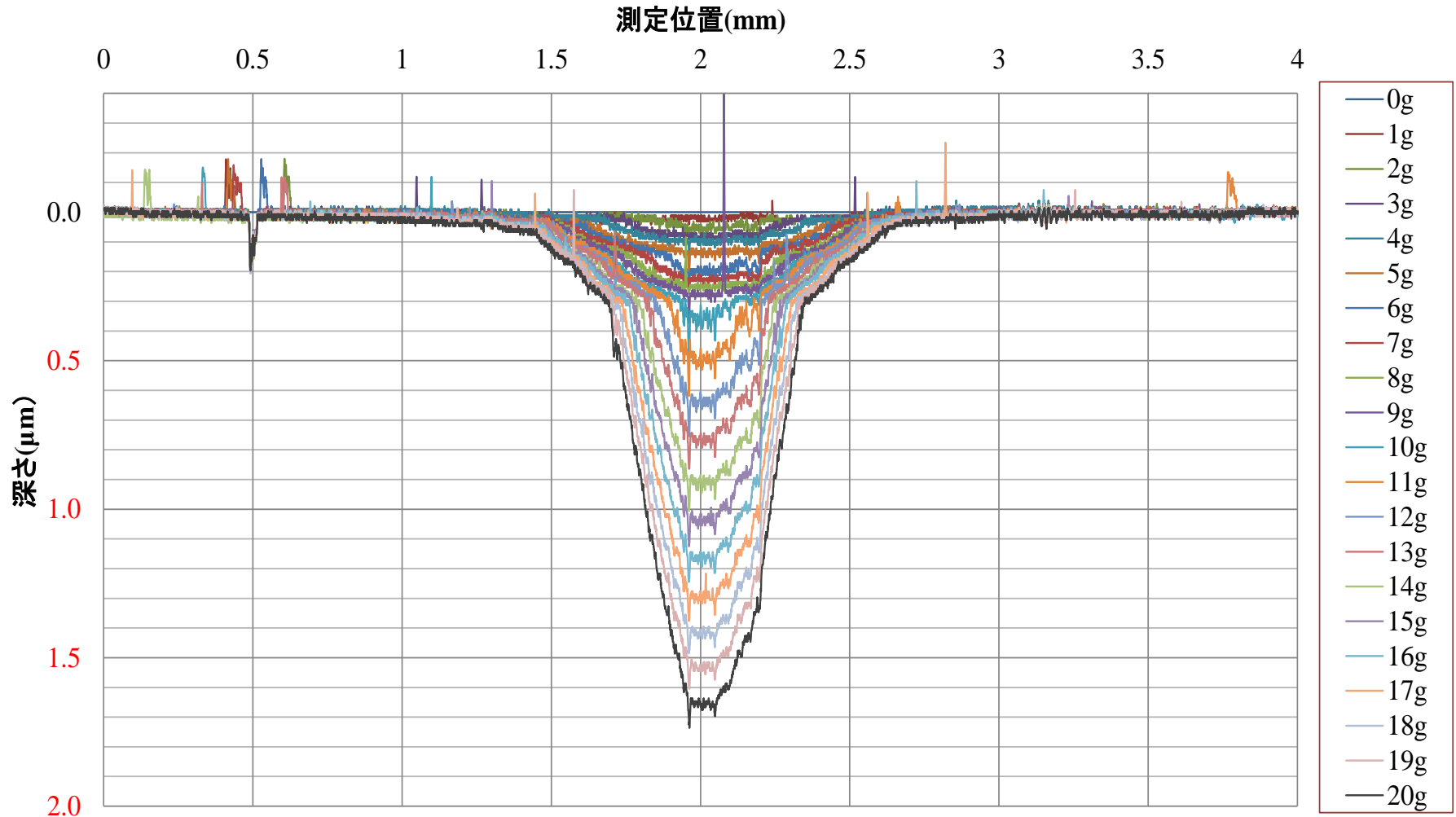
球形ジルコニア D50=15 標準エロージョンカ





# MSE試験 エロージョン痕Profile メガネレンズ

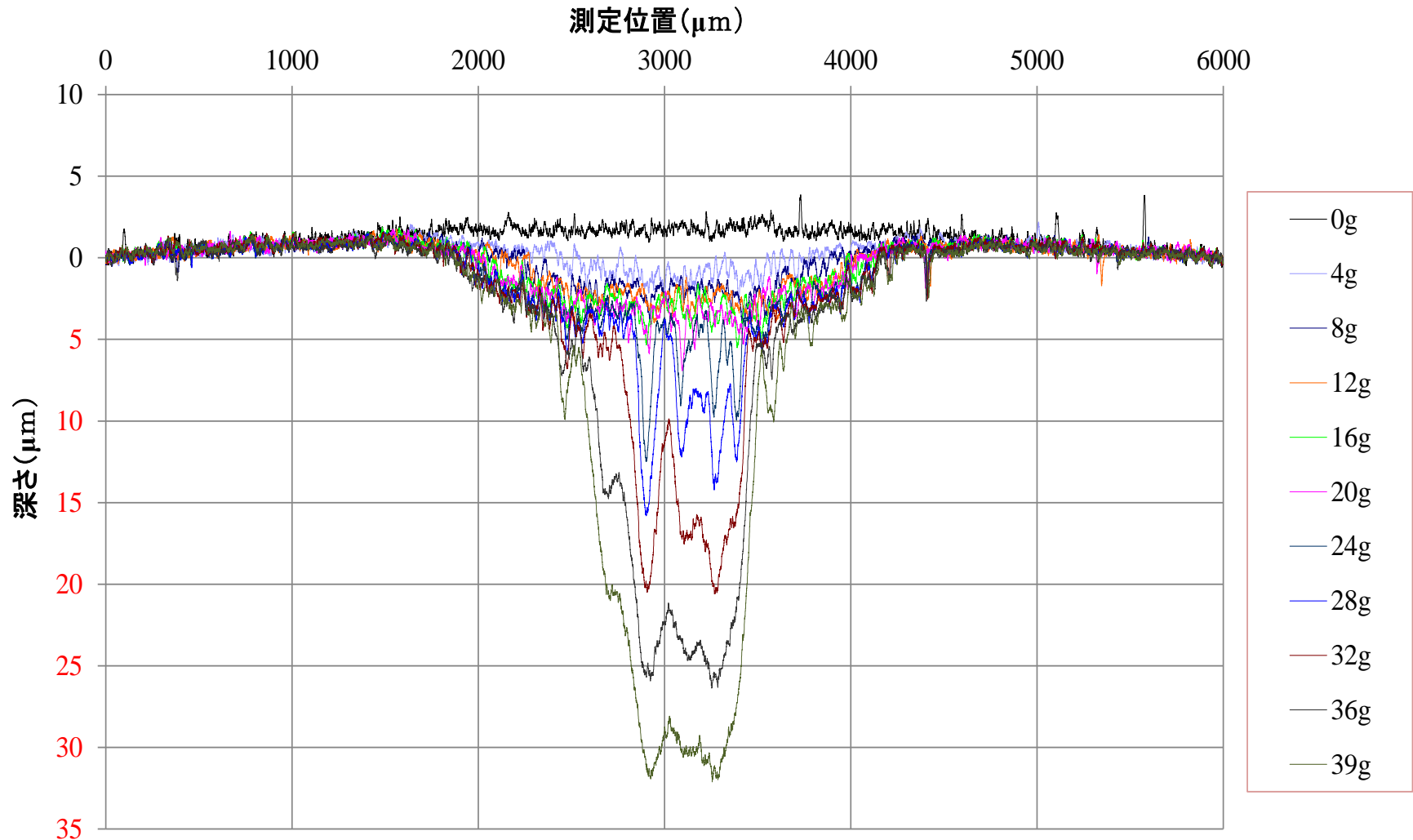
多角アルミナ D50=1.2 1/300エロージョンカ





# 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

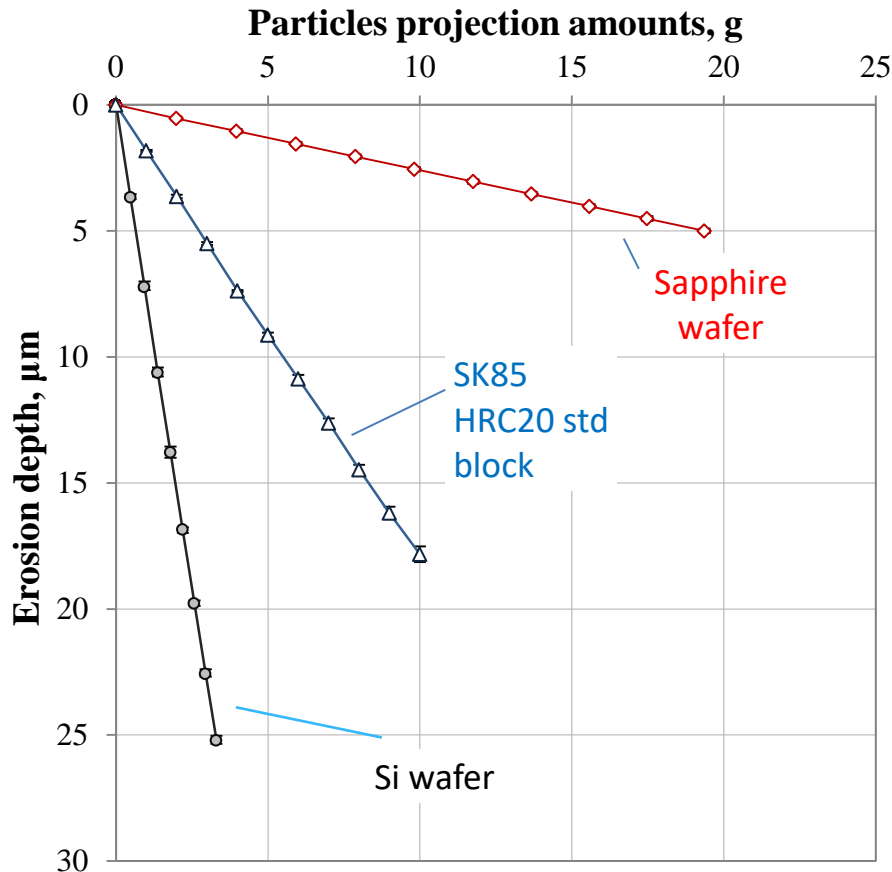


# 均質材料

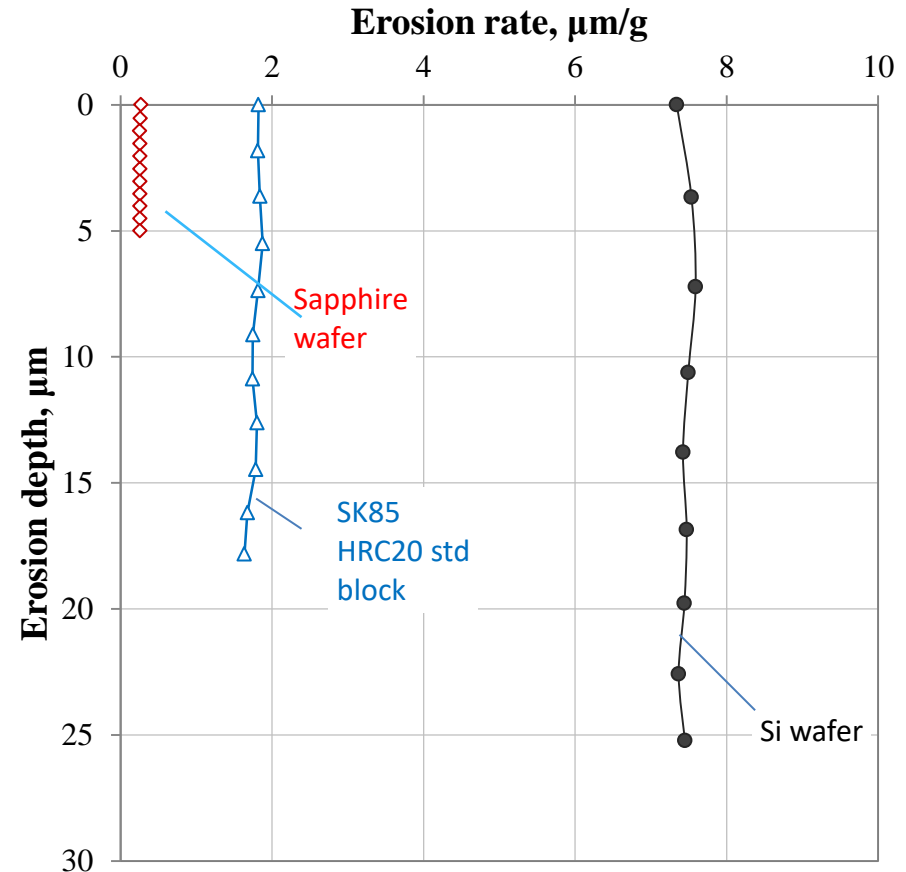
[ Si wafer , Sapphire wafer , SK85 HRC20 Standard block ]

Test condition : Angular alumina 1.2 $\mu$ m at Standard force

## ● Erosion Graph



## ● Erosion rate graph

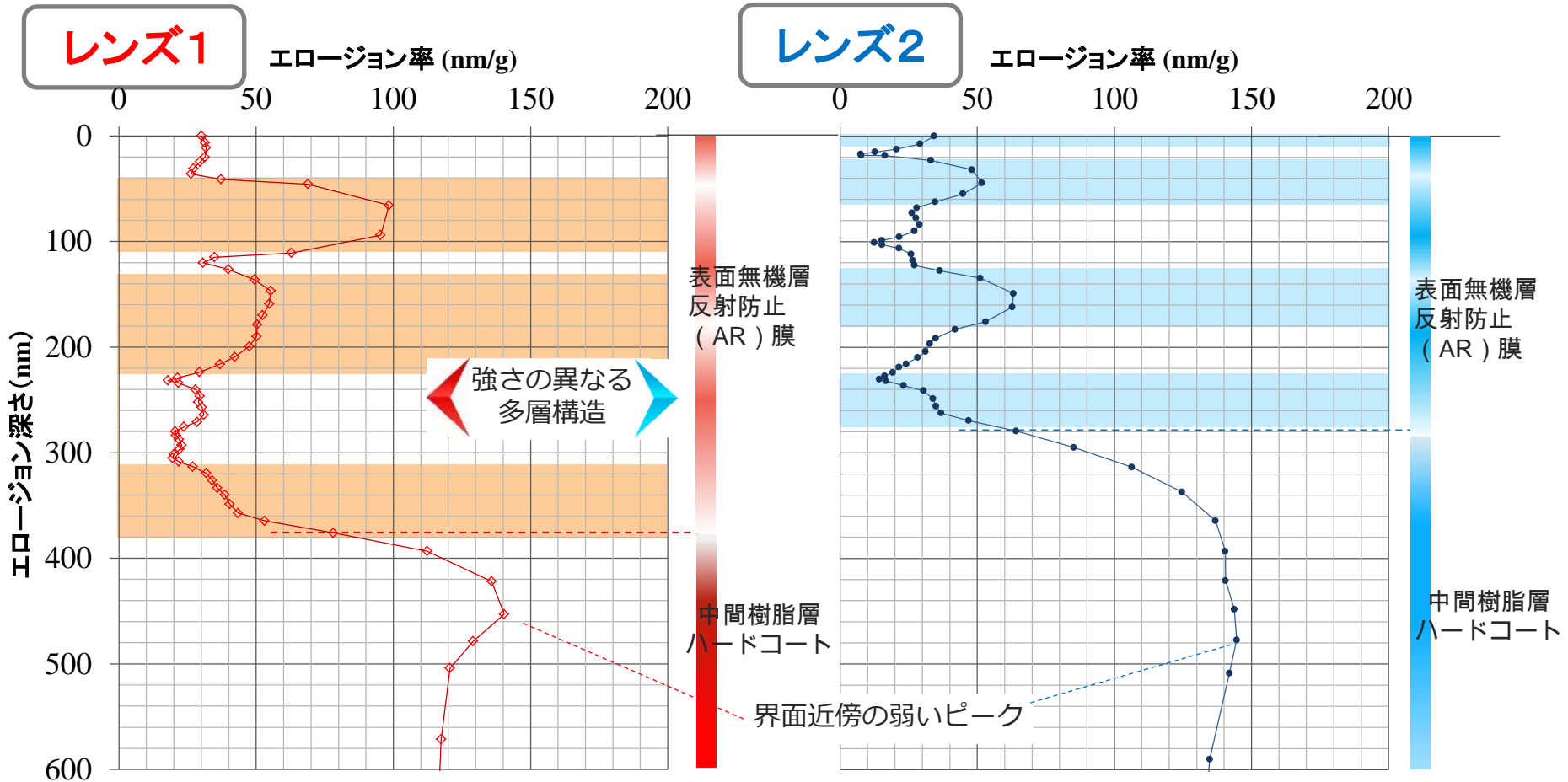


均一材料は深さ方向に均一強さ分布を持つ。



# 多層膜 メガネレンズのAR膜

Test condition : Angular alumina 1.2 $\mu$ 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。





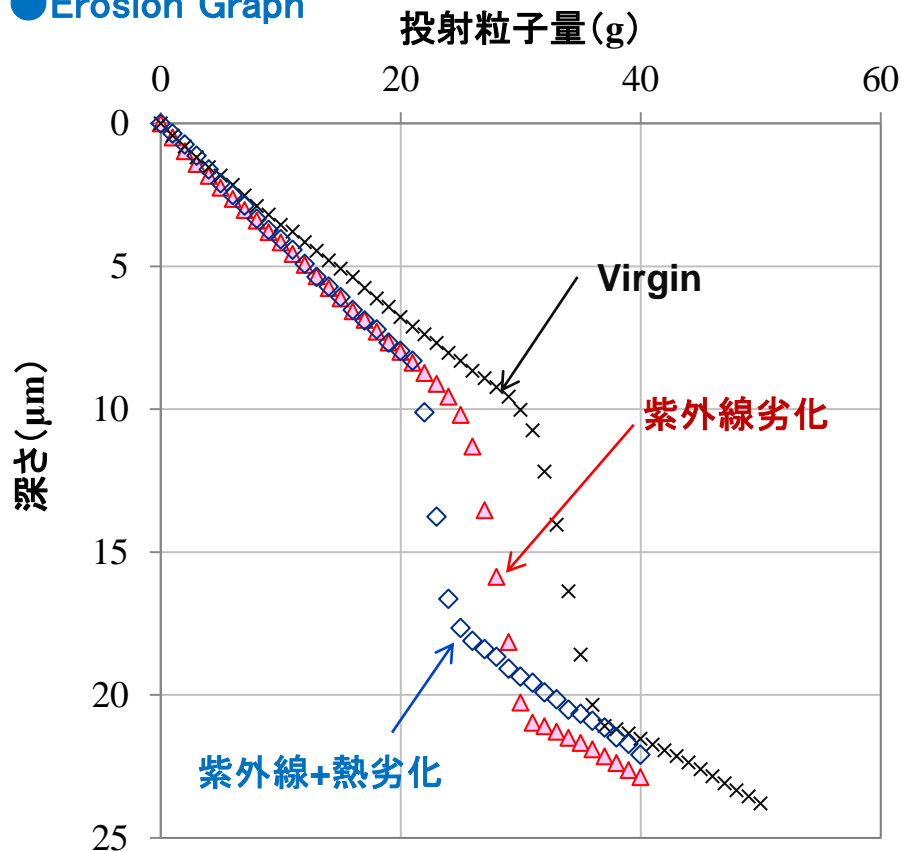
# 多層膜内部変質の数値化 ポリカーボネート基板

## 環境試験条件

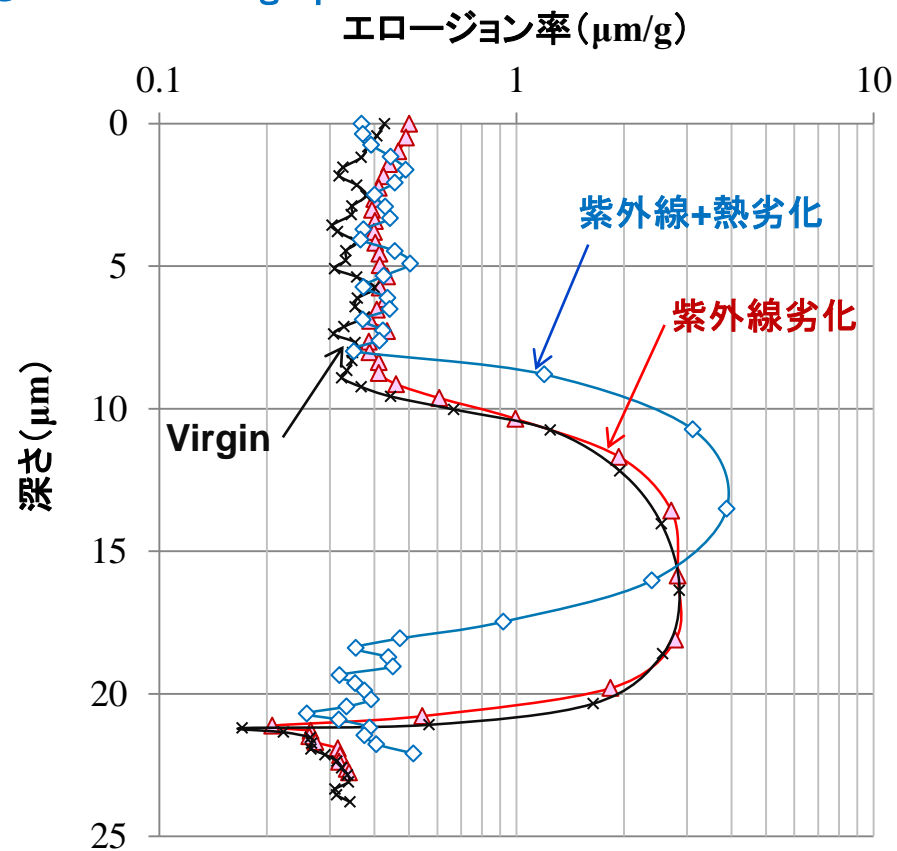
- ①紫外線(カーボンアーク)\_1week
- ②紫外線+熱

Test condition : Spherical Silica 1 $\mu$ m at Standard force

## ●Erosion Graph



## ●Erosion rate graph



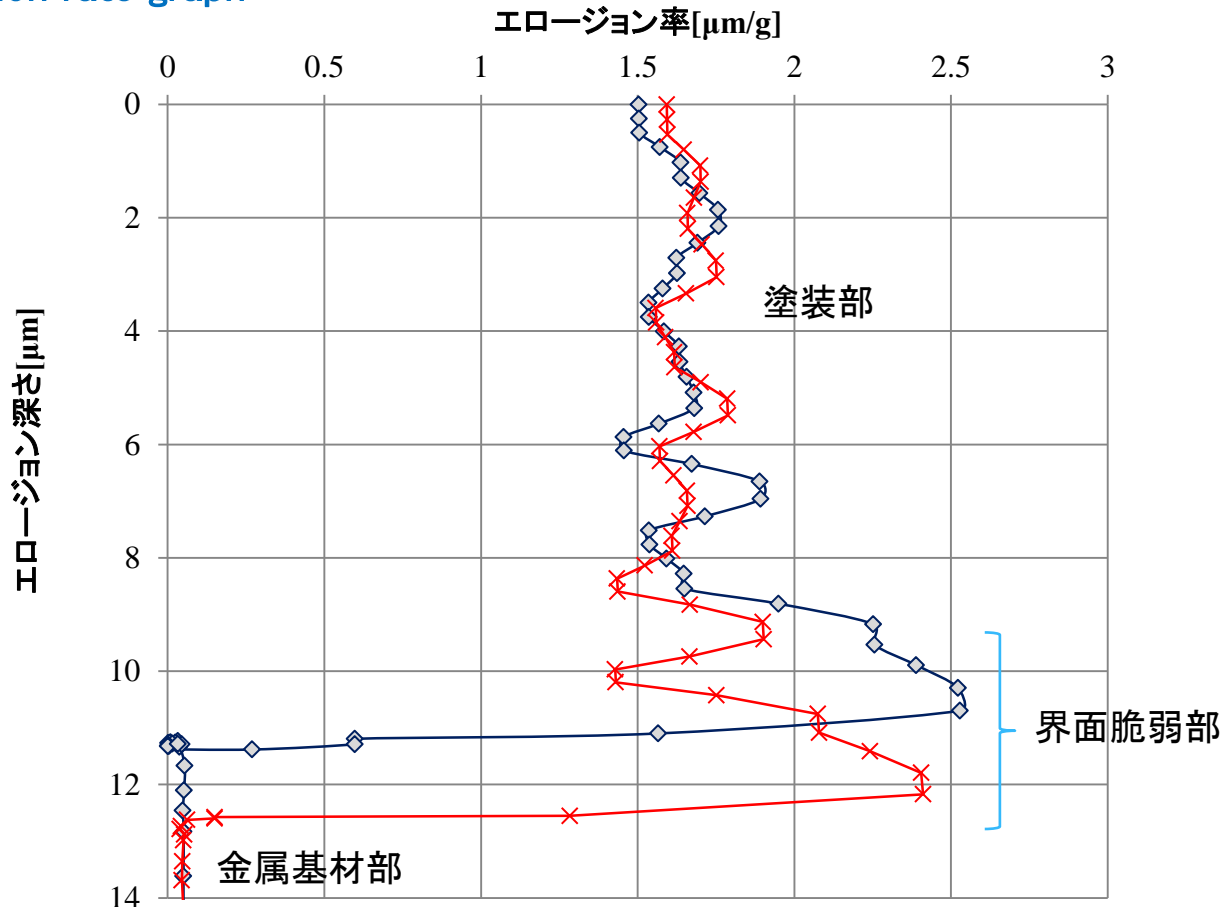
環境試験条件比較 や 内部劣化の数値化が可能



# 金属上塗装の界面強度調査

Test condition : Spherical Silica 1 $\mu$ m at Standard force

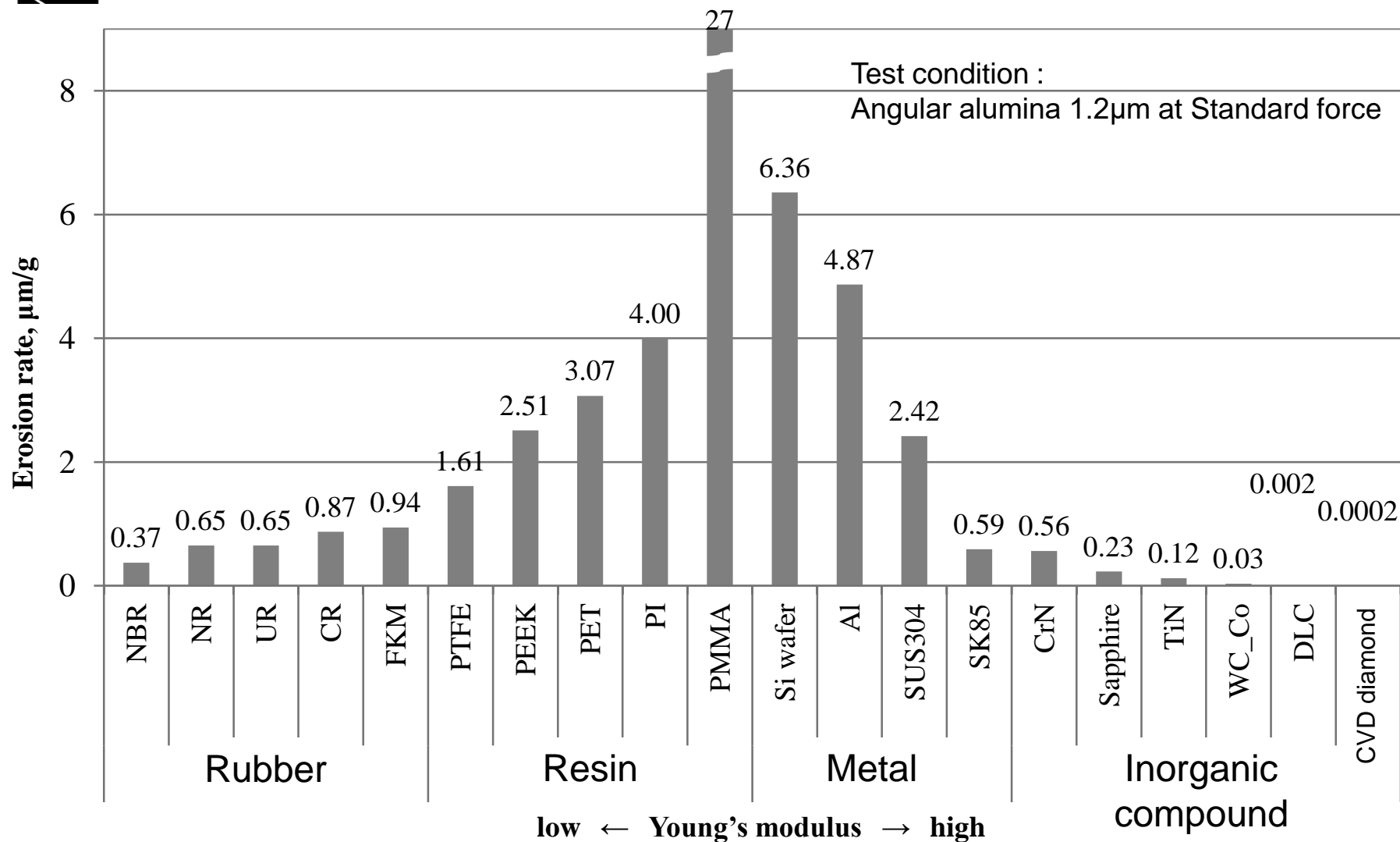
## ● Erosion rate graph



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

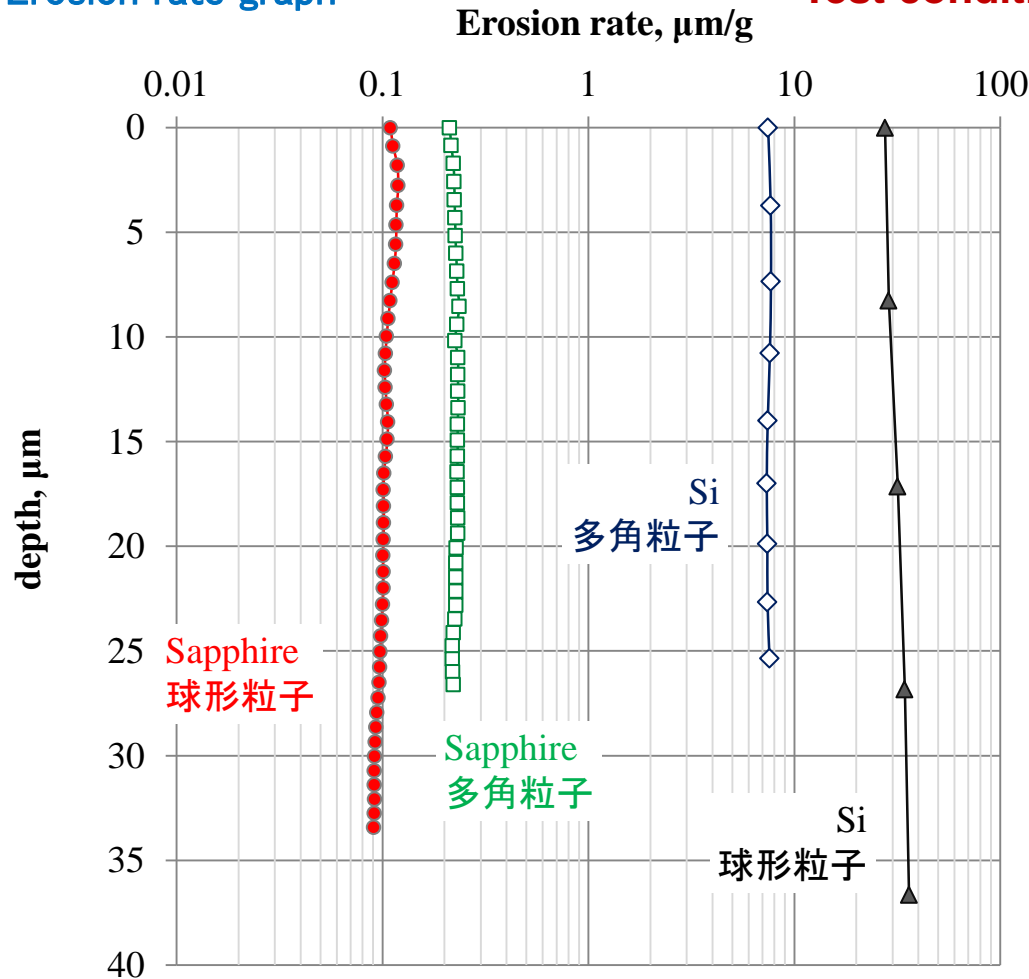
その為には強さの2面性特定が役に立つ



# Si WaferとSapphireの2粒子試験

## ● Erosion rate graph

Test condition ① Angular alumina 1.2 $\mu\text{m}$   
② Spherical alumina 3 $\mu\text{m}$

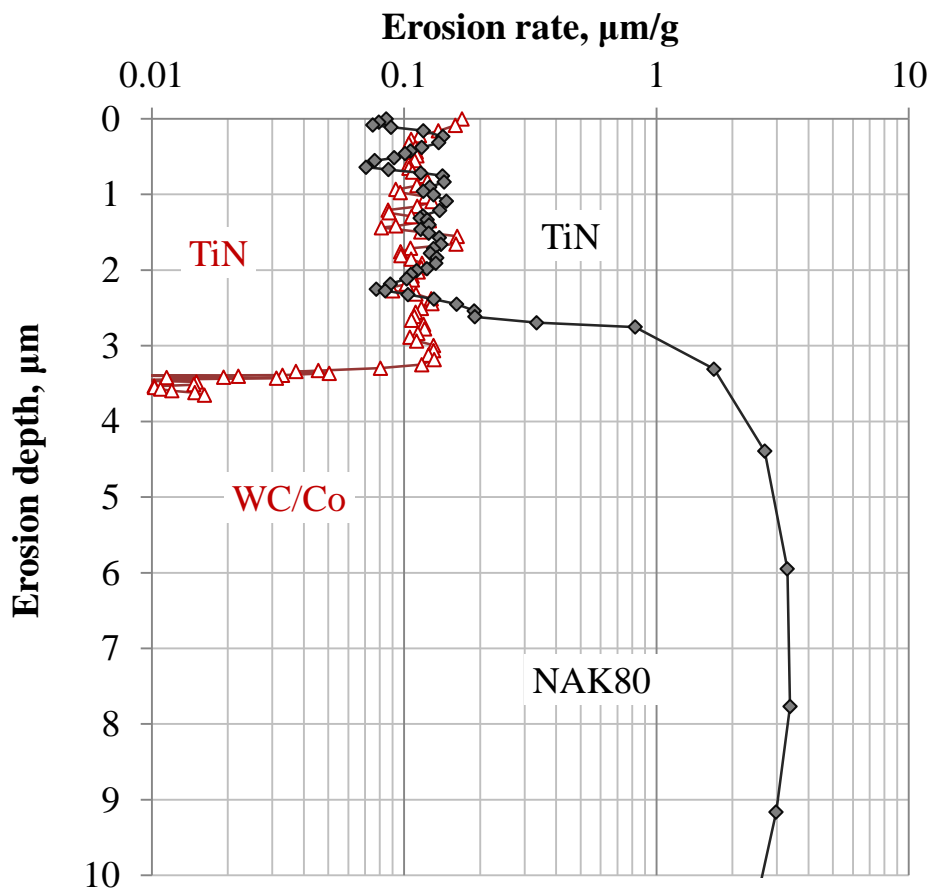


多角粒子と球粒子でのエロージョン率比は Siウエハでは多角粒子が強くなり、サファイアウエハでは球粒子が強くなる逆転現象がある。

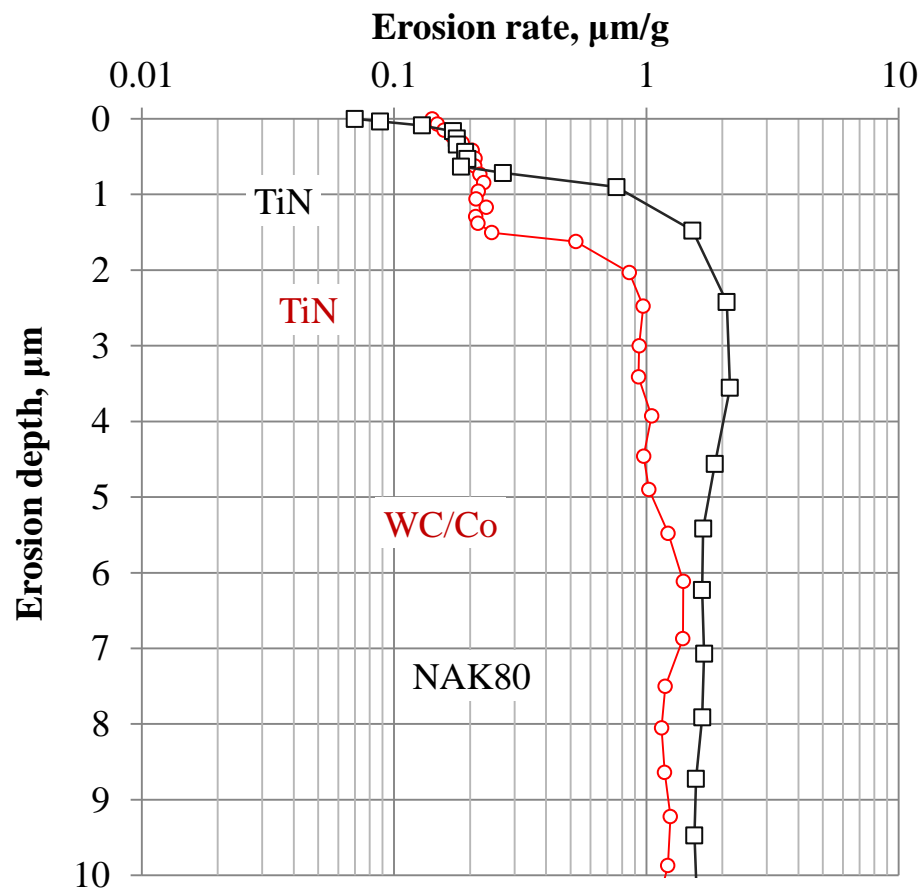


# 硬質薄膜の2粒子試験

● Angular alumina 1.2  $\mu$  m Erosion rate graph



● Spherical alumina 3  $\mu$  m Erosion rate graph

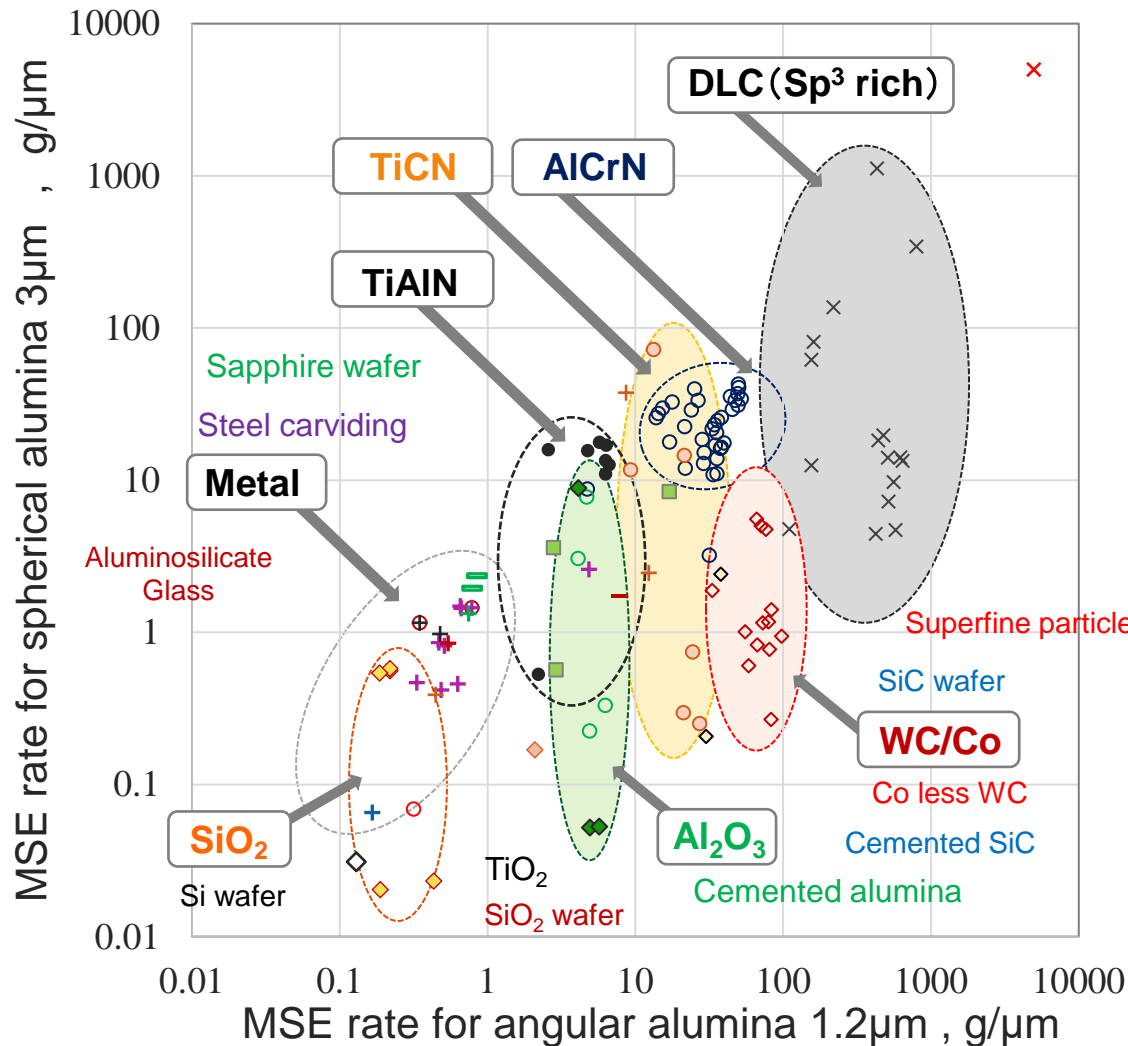


TiN被膜は2粒子試験それぞれに同じで強さである。

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



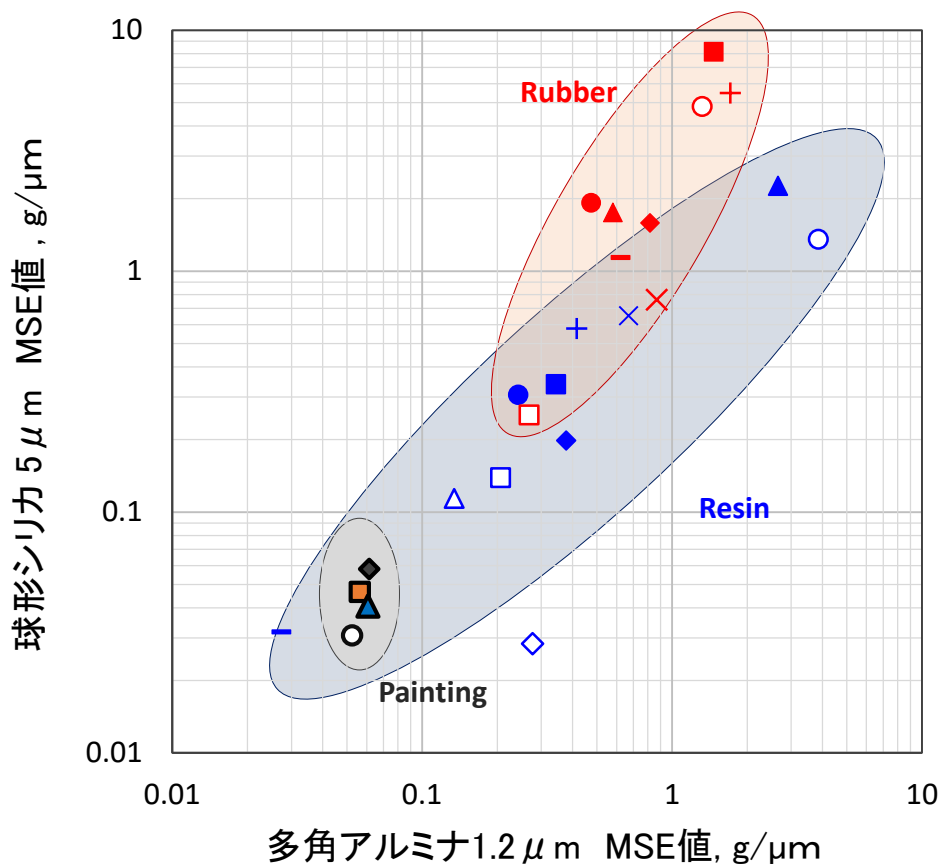
$$\text{MSE rate} = \frac{1}{\text{Erosion rate}}$$

- × 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

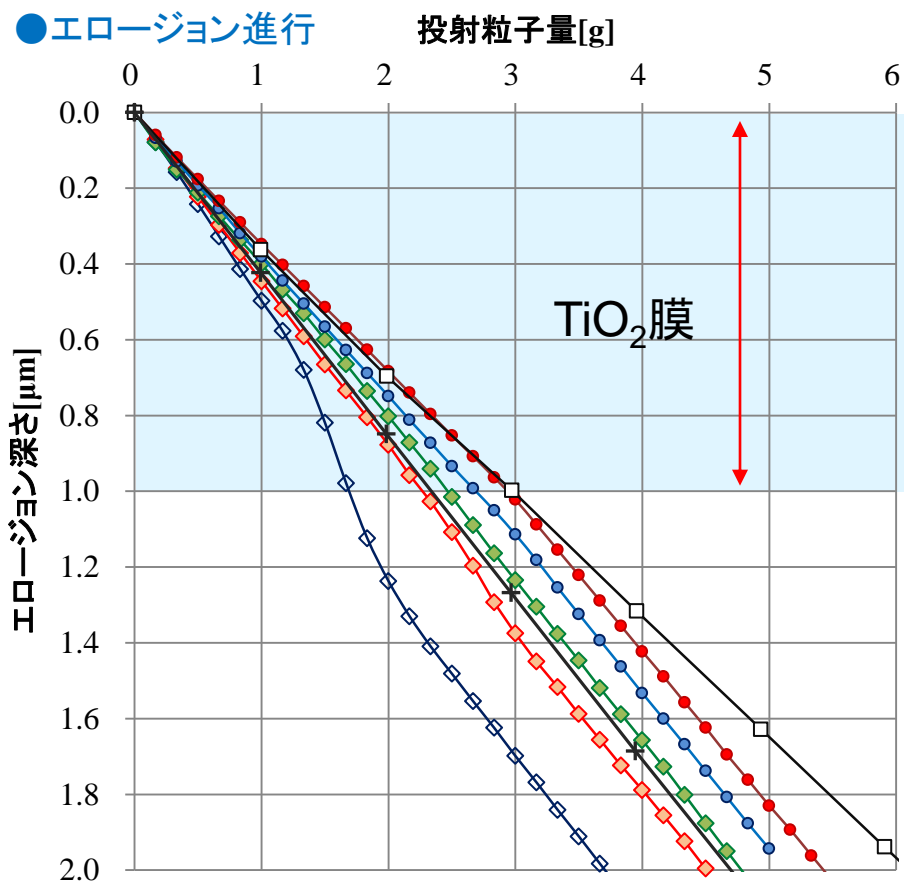


# 光学薄膜 TiO<sub>2</sub>

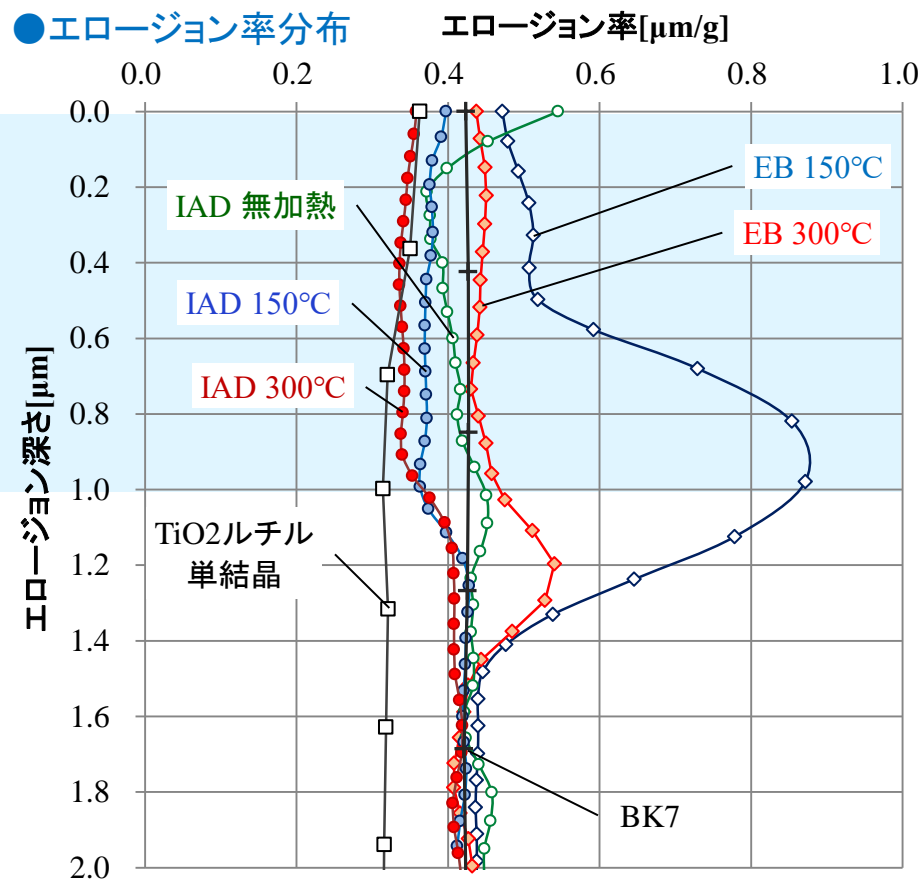
サンプル	材料	成膜法	基板温度 (°C)
#1	TiO <sub>2</sub>	EB	150
#2	TiO <sub>2</sub>		300
#3	TiO <sub>2</sub>	IAD	無加熱
#4	TiO <sub>2</sub>		150
#5	TiO <sub>2</sub>		300
#13	TiO <sub>2</sub> ルチル単結晶	—	—

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](mailto:info@palmeso.co.jp)