

フーリエ変換を応用した超薄膜接着強度測定法の精度に関する検討

興野 登 河底宏明 新井大輔 寺田康伸 竹下 鞏

1. はじめに

被膜と基板との密着性を評価する方法として従来からスクラッチ試験法が知られている^{1,2)}。スクラッチ試験法は密着性が強い材料にも適用できること、また測定方法が簡単であることなどの長所があるが、反面、超薄膜(1 μm以下)材料の密着性評価には適用できないなどの欠点がある。そこで最近、特に超薄膜材料(1 μm以下)の密着性評価を目的としてマイクロスクラッチ試験法が開発された³⁾⁻⁶⁾。この方法の原理は基本的にはスクラッチ試験法と同様である。マイクロスクラッチ試験法が従来方式と異なる点は、被膜をスクラッチする圧子としてオーディオ用のダイヤモンド針を使用すること、またその圧子を左右に強制振動させながらスクラッチすることである。

マイクロスクラッチ試験用の圧子はオーディオ用のレコード針と同様、カートリッジのカンチレバーに取り付けられている。また、カンチレバーの振動はカートリッジを介して電気信号に変換される。このカートリッジからの出力信号を記録し、その信号の変化から被膜が破壊される臨界荷重点が求められ、密着強度が評価される。したがってカートリッジからの出力信号には被膜の損傷に関する信号以外に、圧子の強制振動に伴う不要な信号(ノイズ成分)が重畳されている。

このようにマイクロスクラッチ試験法によるカートリッジからの出力信号には、圧子の強制振動に伴うノイズ成分が重畳される。そのため剥離現象がはっきりと現れない被膜の場合は、被膜の損傷に関する信号の検出精度が問題となる。そこで馬場等は、カートリッジからの出力信号をフーリエ変換し、その周波数成分を選択的に累積することにより圧子の強制振動に伴うノイズ成分を除去する方式を考案した^{7,8)}。

この信号処理方式では、カートリッジからの出力信号をフーリエ変換し、次にその偶数次成分のみを累積して出力する。この結果、圧子の強制振動に伴うノイズ成分は効率的に出力信号から除去される。そこで我々は、臨界荷重点の検出精度向上に本方式がどの程度有効であるかをシミュレーションにより検討した。また本方式を実際の測定機に導入し、その実用性を評価した。

本検討の結果、フーリエ変換を応用した本方式はマイクロスクラッチ試験に有効であること、また装置としても、超薄膜の密着性評価に実際に適用可能であることを確認した。

2. マイクロスクラッチ試験法

図1にマイクロスクラッチ試験法の原理を示す⁴⁾。マイクロスクラッチ法ではスクラッチ試験用として一定の曲率半径を持った硬い圧子(ダイヤモンド)を使用する。この圧子はオーディオ用のカートリッジに取り付けられている。この圧子をステージ上に固定したサンプル被膜に接触させ、図1のように圧子に圧力を加えてX方向に強制振動させる。カンチレバーはゴムで支持されており、その一方には磁石が設けられている。この磁石とコイルとの電磁誘導作用でカートリッジから電気信号が出力される。

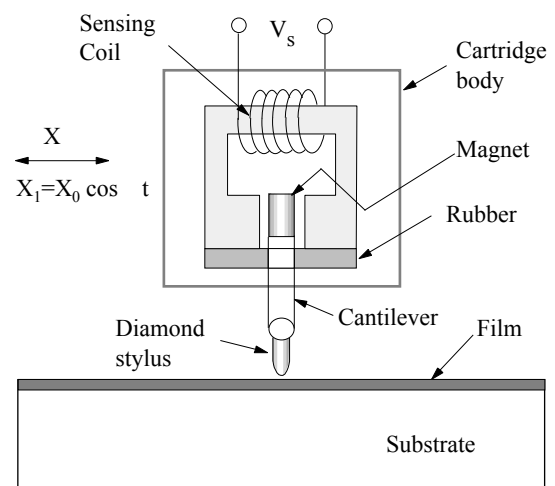


図1 マイクロスクラッチ試験法の原理

圧子が被膜表面上を接触しながら移動する運動は図2でモデル化される⁶⁾。図2において X_1 はカートリッジの位置、 X_2 はカートリッジに対する圧子の変位、 W は圧子に加わる荷重、 m は圧子やカンチレバーを含む等価質量、 k はカンチレバーのばね定数、 b はゴムによる粘性係数、 μ は圧子と被膜との摩擦係数である。図2においてカートリッジからの出力信号は、カートリッジに対する圧子の変位 X_2 の微分、即ちカートリッジと針との相対速度に比例した信号で与えられる。

被膜に加わる圧力が弱く、圧子が被膜上を滑る場合では、圧子がX方向に強制振動されるために、カートリッジからの出力信号は、図3のように周期的な関数となり、上下に対称な波形を繰り返す。理想的な条件でスクラッチ試験が行われるとすれば、この山は半周期毎に符号が反対し、完全に上下対称となる。被膜に剥離等の損傷が発生す

る場合は剥離現象に伴う信号がこの信号に重畳される。従ってこのカートリッジからの、本来不要な信号（ノイズ成分）をどのように低減するかが、密着強度の検出精度に大きな影響を与える。またこの方法により測定精度が異なってくることが予想される。

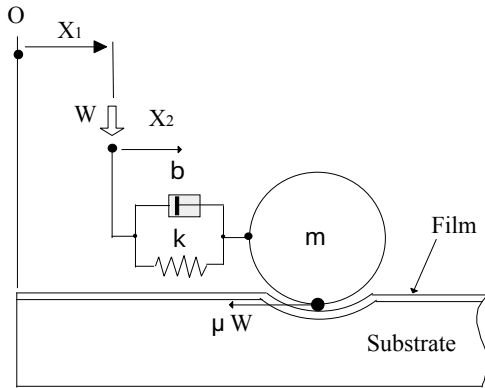


図2 マイクロスクラッチ試験法の機械モデル

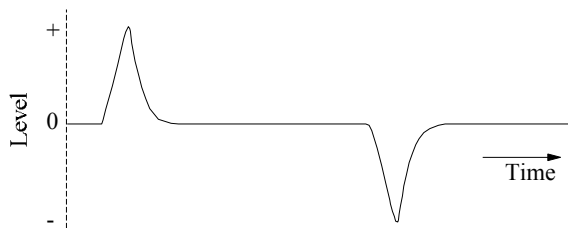


図3 剥離が生じない場合のカートリッジからの出力波形

3. 評価方法

3.1 従来の評価方式

図4 に従来の方式による信号処理方式をブロック図で示す。従来方式ではカートリッジからの出力信号をデジタル化し、次に信号の絶対値を算出する。さらにそれらの信号を一定期間に渡って平均化し、評価用信号として出力する。臨界荷重点については、この評価用信号を時間（あるいはスクラッチ距離）に対してグラフ化し、その信号が著しく変化する位置を検出する。この位置が、被膜が剥離する臨界荷重点であり、この位置における荷重値を臨界荷重として表示する。

従来の評価方式ではカートリッジからの本来不要な信号を含め、すべての信号が評価に利用される。従って評価用の信号波形には圧子の強制振動に伴うノイズ成分が重畳されている。このため、剥離が明確に生じない被膜では臨界荷重点を精度良く評価できない欠点がある。

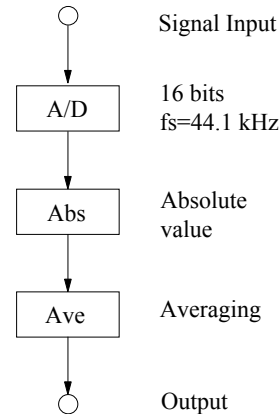


図4 従来方式による信号処理法

3.2 フーリエ変換応用による評価方式

従来方式の欠点を改善する目的で考案されたのがフーリエ変換を応用した今回の信号処理方式である。図5 にフーリエ変換応用による信号処理法のブロック図を示す。

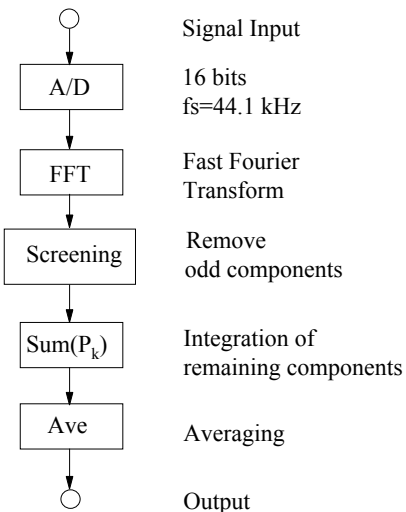


図5 フーリエ変換応用による信号処理法

本方式ではカートリッジからの出力信号をデジタル化し、次にそれらの信号をフーリエ変換し、パワースペクトルとして周波数成分に分解する。さらにそのパワースペクトルから強制振動周波数の奇数次成分を削除する。この理由は次の通りである。即ち先に述べたように、カートリッジからの出力信号は周期的な関数であり、その波形は半周期毎に上下に反転する。その結果、フーリエ変換による偶数次成分は打ち消しあって生じない。つまりスクラッチ試験に係わるノイズ成分は奇数次のみであるので、カートリッジからの出力信号から奇数次成分のみを除去し、剥離に関係しないノイズ成分を低減する訳である^{7,8)}。最後に、残されたパワースペクトルの周波数成分を累積し、こ

れを評価用信号として時間（あるいはスクラッチ距離）に対してグラフ化する。なお、臨界荷重点の検出方法は従来の評価方式と同一である。

フーリエ変換応用による評価方式では、強制振動周波数の奇数次成分が除去される。このことは同時に、剥離に係わる本来の周波数成分も除去される危険性があることを意味している。しかしこの処理で実際に削除される奇数次の周波数成分は限定的であり、奇数次成分を除去する利点と、本来の信号が除去される悪影響とを比べると、前者の方がはるかに有益であると判断することができる。

4 評価結果

4.1 スクラッチ信号

今回の検討に使用したサンプル被膜材は（株）ケンコー製ダイクロミックミラー（DM-B、膜厚み：2 μm）である。DM-Bをマイクロスクラッチ試験機に取付け、約30 Hzでダイヤモンド圧子を強制振動した。さらにカートリッジから出力される信号をデジタル信号に変換してパソコンに取り込み、検討用信号とした。デジタル化は16ビット、サンプリング周波数は44.1 kHzである。なお、ダイクロミックミラー（DM-B）をサンプル被膜として使用したのは、DM-Bがハードコーティング材であり、従来方式でも今回の方式でも剥離現象が良く検出されたためである。

図6にカートリッジからの出力信号波形を示す。横軸は計測時間、縦軸は相対出力電圧レベルである。圧子への圧力は計測時間が増加するに伴って増加する。従って継続時間の増加は圧子への荷重増加に相当する。図6から荷重が少ない時期（150秒以下）では、信号レベルはなだらかに増加している。しかし、計測時間170秒付近では、剥離現象に起因すると思われる信号レベルの変化が観測されている。

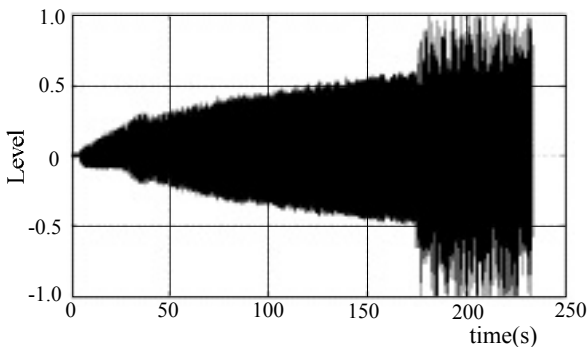


図6 カートリッジからの出力波形（DM-B）

図7(a), (b), (c)にはそれぞれ、(a) 剥離前、(b) 剥離開始、(c) 剥離状態での任意の時間における信号波形を示す。図7(a)の剥離前の信号波形は、図3に示したような圧子の強制振動に伴う信号に近い波形が観測されている。図7(b)の剥離開始時期では剥離に伴う信号がこの圧子の強制振動に伴う信号に重畳された形となった。さらに図7(c)では剥離に伴う信号が増加し、圧子の強制振動に伴う信号と同等なレベルで観測されている。

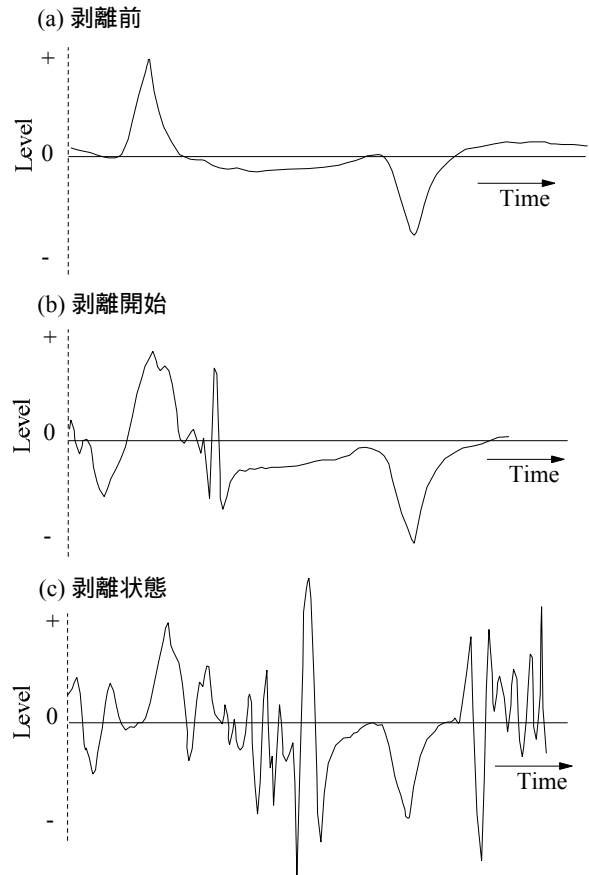


図7 カートリッジ信号の観測波形（DM-B）

図8(a), (b), (c)に、図7(a), (b), (c)の信号をフーリエ変換し、パワースペクトルとして表示した。先に述べたように剥離前の信号には主として圧子の強制振動に伴う信号しか存在しないので図8(a)では強制振動周波数の奇数次（30 Hz, 90 Hz, 150 Hz, ...）に当たる信号成分が大きな数値を示している。ただし、観測された信号は図3のような理想的な波形とはなっていないため、レベルは小さいが、偶数次成分（60 Hz, 120 Hz, 180 Hz, ...）も観察されている。剥離が開始される図8(b)では、図8(a)で見られる強制振動に伴う周波数成分に加えて、剥離現象に起因する周波数成分が重畳されていることが確認できる。剥離状態の図8(c)ではこの成分がさらに増加し、またより高い周波数域まで観察されている。

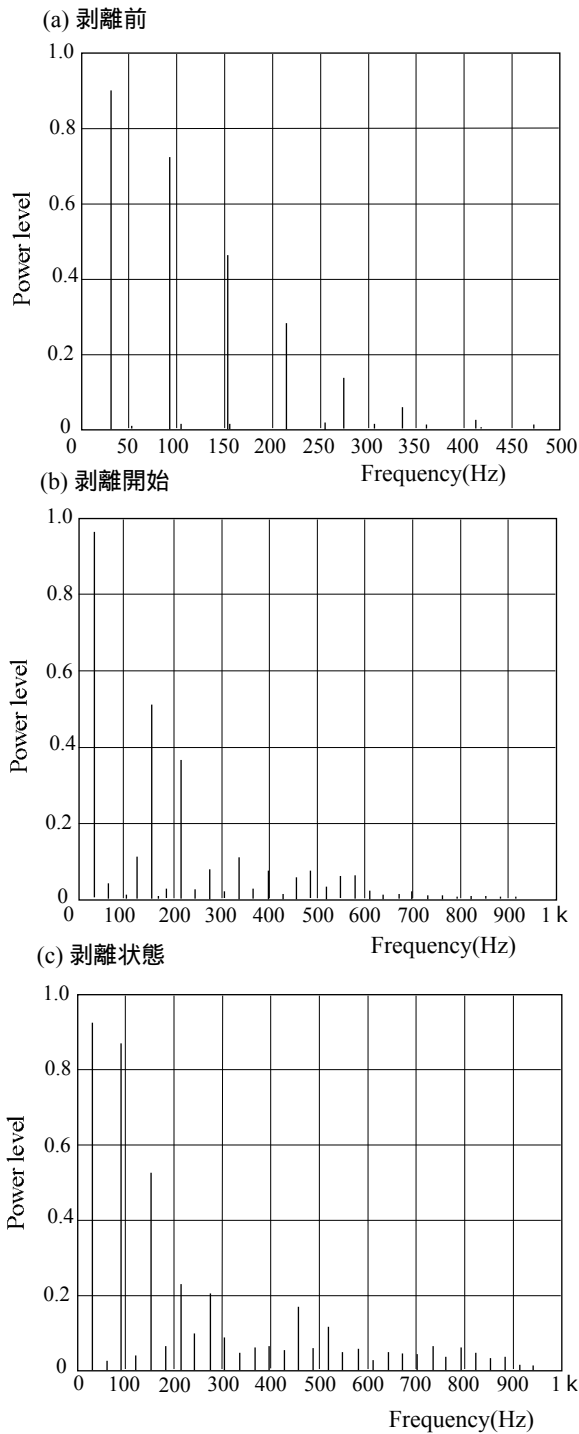


図8 カートリッジからの信号のパワースペクトル (DM-B)

4.2 従来方式による評価

図9に従来の評価方式による評価信号の出力結果を示す。信号処理にはデジタル化した512点のデータ(時間幅: 12 ms)を使用し、その絶対値を平均化して表示した。図9から計測時間170秒付近で出力結果が大きく増加していることがわかる。この位置は明らかに剥離現象が生ずる臨界荷重点である。臨界荷重点の検出精度の評価

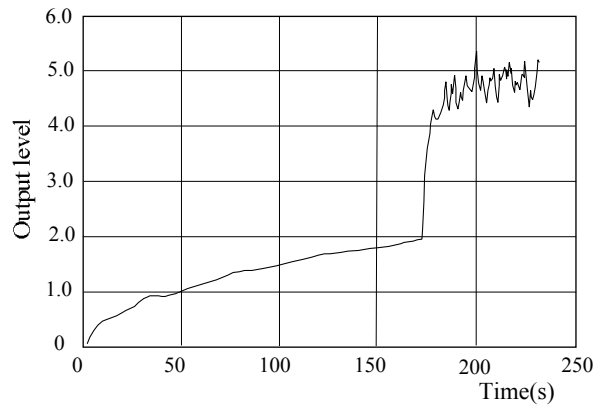


図9 従来方式による評価出力

尺度として、剥離後の平均出力レベルに対する臨界荷重点位置での出力レベルとの比を計算するとその比は0.43 (SN比: -7.3 dB) となった。

4.3 フーリエ変換応用による評価

図10にフーリエ変換を応用した今回の信号処理方式による評価信号の出力結果を示す。信号処理にはデジタル化した4096点のデータを使用した。このデータには強制振動3周期分のデータが含まれる。周波数分解能は約10Hzである。

従来方式と同様、本評価方式でも計測時間170秒付近で出力信号が急激に増加し、剥離現象が明確に検出されている。臨界荷重点の検出精度の評価尺度として、従来方式と同様、剥離後の平均出力レベルに対する臨界荷重点位置での出力レベルとの比を計算するとその比は0.34 (SN比: -9.4 dB) となった。

図11に従来方式とフーリエ変換応用による本方式との出力結果を比較した。図11から従来方式とフーリエ変換を応用した本方式との結果には明確な差があることが分かる。特に剥離直前の強制振動に伴うノイズ成分については従来方式に比較し50%近く軽減されている。剥離後の平均出力レベルに対する臨界荷重点位置での出力レベルとの比 (SN比) でも約2 dBの改善となった。

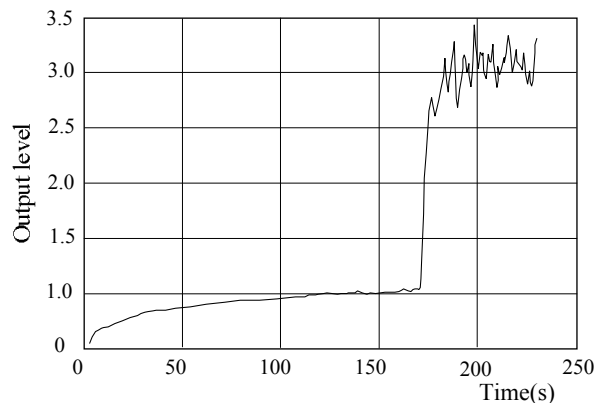


図10 フーリエ変換応用による評価出力

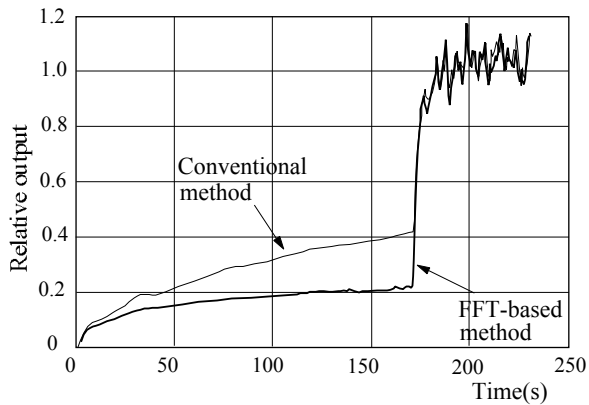


図11 従来法とフーリエ変換応用による方法との評価出力比較

4.4 測定機での評価

本方式を試験機に導入し、フーリエ変換応用による本方式が実機でも有効であるかどうかを検討した。使用した試験機はレスカ製のマイクロスクラッチ試験器CSR-02である。

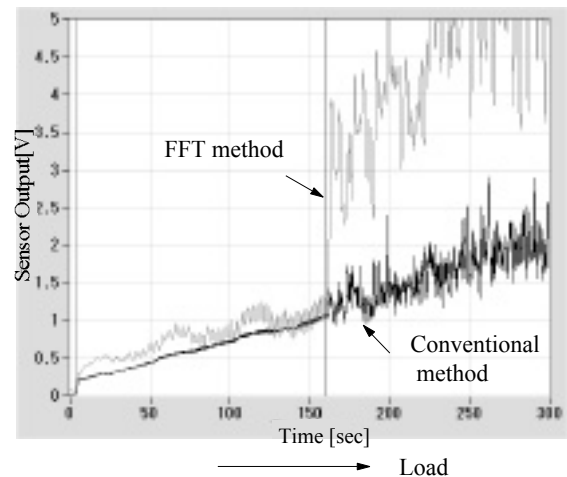
図12, 13, 14 に従来方式による評価結果とFFTを応用した今回の方式による評価結果との比較図を示す。使用したサンプル被膜はこれまでと同種のダイクロミックミラー-DM-B (膜厚: 2 μm)、およびクロム被膜 (膜厚: 870 \AA)、およびアルミ被膜 (膜厚: 590 \AA) である。従来方法での評価結果は黒い実線で、FFTによる今回の評価結果は出力を拡大し、薄い黒色の実線で表示した。横軸は計測時間、縦軸は評価信号のレベルである。なお、計測時間の増加は圧子への荷重増加に相当している。

図12(a)のDM-Bの場合、従来方式およびフーリエ変換を応用した今回の方式とも160秒付近に剥離現象と思われる信号の変化が見られる。ただし従来方式での信号の変化は比較的小さく明確な変化とはなっていない。一方、FFTを応用した今回の方法では160秒付近で出力が急激に増大し、臨界荷重点を容易に判別することができる。ちなみにこのサンプルの臨界荷重点は245mNである。

図12(b)はDM-Bの剥離状態を拡大して表示したものである。図12(b)において被膜に加わる荷重は矢印の方向に従って増大する。図12(b)から荷重が小さい場合は被膜表面に目立った変化は見られない。しかし被膜の中ほどからは黒ずんだ部分が明確に観察されており、この位置で剥離が生じ、以後剥離現象が継続していることがわかる。

図13(a)におけるクロム被膜の場合は、150秒付近から信号の乱れが増加している。ただし従来方法では剥離現象と判断できる程の明確な信号の変化は見られない。一方、今回の方式では140秒付近で信号が急激に増加し、以

(a) 評価出力信号

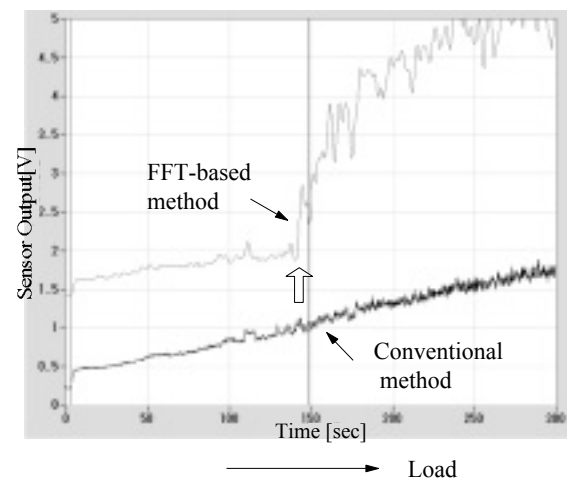


(b) スクラッチ痕



図12 従来法とフーリエ変換応用による方法との実測評価出力比較 (DM-B)

(a) 評価出力信号



(b) スクラッチ痕



図13 従来法とフーリエ変換応用による方法との実測評価出力比較 (Cr: 870)

後次第に増加傾向を示している。したがってこの位置を臨界荷重点と判別することが可能である。クロム被膜の剥離状態を図13(b)に示した。図13(b)から荷重が小さい

場合は表面にさほど変化が見られないが、荷重が増加するに従い表面が次第に黒ずみ、徐々に剥離が進行していくことが分かる。図13(b)からは、この剥離がどの位置から発生しているかは明確でないが、図13(a)から矢印の位置（約140秒、約84mN）が臨界荷重点であることが分かる。

図14はアルミ被膜の場合の評価結果を、従来方法とFFTによる今回の方法とで比較したものである。図14から両方式とも160秒付近（約3mN）で剥離現象と思われる信号の変化が観測される。両方式とも臨界荷重点を検出することは可能であるがFFTを応用した今回の方法の方が高い検出精度を持っていることは明らかである。

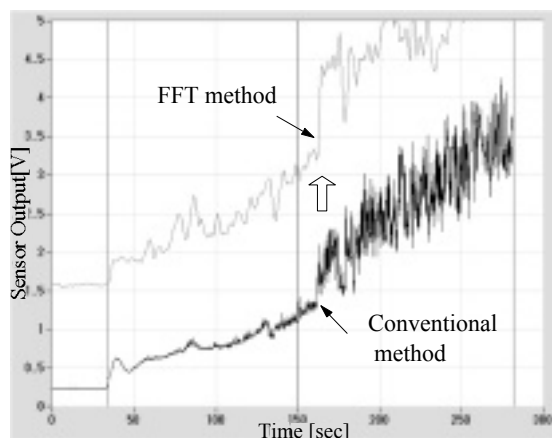


図14 従来法とフーリエ変換応用による方法との
実測評価出力比較 (Al: 590)

5. 結論

超薄膜の密着強度を示す重要なパラメータである臨界荷重点の検出精度向上を図るため、従来の評価方式とフーリエ変換を適用した今回の評価方式とをシミュレーションにより比較した。この結果、剥離前の強制振動に伴うノイズ成分が約50%軽減されることが分かった。また剥離後の

平均出力レベルに対する臨界荷重位置での出力レベルとの比（SN比）でも約2 dB改善されることが分かった。さらに本方式を実際に試験器に導入し、従来方式と今回のフーリエ変換を適用した方式とを比較した結果、今回の方式が実機でも超薄膜の接着強度評価に有効であることを確認した。

謝辞

本研究を進めるにあたってご指導頂きました成蹊大学、馬場茂教授に感謝致します。

参考文献

1. J. Valli, A review of adhesion test methods for thin hard coatings, J. Vac. Sci. Technol, A4, (1986), pp.3007-3014.
2. 塩田良幸, 「薄膜の力学的特性評価技術 - トライボロジー・内部応力・密着性 - 」, REALIZE INC., pp.577-592.
3. S. Baba, A. Kikuchi, and A. Kinbara, A microtribometer for measurement of friction and adhesion of coatings, J. Vac. Sci. Technol. A4(6), Nov/Dec (1986), pp.3015-3018.
4. S. Baba, A. Kikuchi, and A. Kinbara, Friction measurement of coated surfaces with a vibrated diamond stylus, J. Vac. Sci. Technol. A5(4), July/Aug(1987), pp.1860-1862.
5. 馬場茂, 薄膜の付着強度と摩擦係数の測定, 月刊「IONICS-アイオニクス-」, (1989), pp.185-190.
6. 馬場茂, 「薄膜の力学的特性評価技術 - トライボロジー・内部応力・密着性 - 」 REALIZE INC., pp.593-606
7. 馬場茂, マイクロスクラッチ試験機を使用した薄膜負付着強度測定法, 特開平12-074819 (2000).
8. Shigeru Baba, Tsukasa Midorikawa, Takeo Nakano, Unambiguous detection of the adhesive failure of metal films in the microscratch test by waveform analysis of the friction signal, Applied Surface Science, 144-145 (1999) pp.344-349.

E-mail:kyouno@rhesca.jp