842 シミュレーションで測る薄膜の付着強度 -計算機の援用による新しい材料評価の可能性-

Computer-simulation-assisted measurement of thin film adhesion
-A possibility of new evaluation for the strength of materials-

正 神谷 庄司 (東北大) ○長澤 英亮 (東北大)
山辺 基一郎 (東北大) 正 坂 真澄 (東北大)

Shoji KAMIYA, Tohoku University, Sendai 980-8579
Hideaki NAGASAWA, Graduate School of Engineering, Tohoku University
Kiichiro YAMANOBE, School of Engineering, Tohoku University
Masumi SAKA, Tohoku University

Key Words : Thin film, Fracture strength, Adhesion, PVD coatings, Scratch

1. 緒言

基板上に形成された薄膜は機能材料として様々な分野に応用されている。種々の薄膜の付着強度を的確に評価、保証することは機械工学上の重要な課題であるが、そのための手法はいまだ完成の域に達していないのが現状である。現在、薄膜の付着強度を評価する一般的手法の一つとしてスクラッチ試験が用いられている。これは、圧子により薄膜表面を擦過して破壊するために必要な垂直荷重(臨界荷重)をもって薄膜の強度とする評価手法である。しかし表面を擦過した際の薄膜の破壊挙動は複雑であり、厳密な意味での付着強度である薄膜と基板との界面の強度はもとより、薄膜そのものの強度や基板の強度等多数の因子により複雑に変化する。このため、臨界荷重というただ一つのパラメータでは破壊挙動の差をもたらす因子を特定できず、例えば異なる基板と薄膜との組み合わせについて付着強度を比較することの意味は極めて希薄であった。

著者らは最近、より単純化された破壊試験と計算機を用いたその数値シミュレーションとを有機的に組み合わせることによって、真の付着強度である薄膜と基板の界面の強度(じん性)、さらに薄膜そのものの強度(じん性)、薄膜の縦弾性係数、そして薄膜中の残留応力という4つのパラメータをそれぞれ独立に抽出する手法を提案⁽¹⁾し、様々な薄膜への適用に成功を収めた⁽¹⁾⁽²⁾。本研究では、物理気相合成(PVD)法により形成された複数の薄膜を対象に、著者らが提案した新規手法による評価結果とスクラッチ試験による評価結果とを比較し、薄膜の新しい強度評価の可能性について検討を行った。

2. 試験片

本研究では、PVD 法により同一の超硬基板上に形成された TiAlN, TiN, CrN の3種類の薄膜を評価対象とした。それぞれの具体的な膜厚を表1に示す。これらの試験片はいずれも耐摩耗コーティング工具として市販されているものである。

3. 新規手法による実験および評価結果

3.1 界面のじん性 本研究では集束イオンビーム(FIB)加工装置を用い、基板上に薄膜の一部を直方体形状に残置した試験片(Film brick)を作製した。図1(a)に試験片の模式図を示す。ダイヤモンドの触針を用い、図1(a)に矢印で示すようにこの薄膜の端面に基板表面に平行な荷重をかけ⁽³⁾、薄膜そのものを破壊

Fig.1 Two specimen configurations

Fig.2 FEM simulation model and analytical result

することなく界面のみにき裂を進展させた。実験中、薄膜端面に針が接触した後荷重が徐々に増大し、ある荷重に達すると薄膜が不安定にはく離した。続いて有限要素法による界面き裂の数値シミュレーションを行った。なお、変形の計算に必要な薄膜の弾性係数、残留応力の値は後に述べる実験により同じ試料について計測された値を用いた。シミュレーションでは対称性を考慮して試験片の半分を模擬した図2(a)に示すモデルを用いた。これに計測された不安定はく離時の荷重(最大荷重)を作用させつつ仮想的に界面にき裂を進展させ、図2(b)のようにその際のエネルギー解放率を計算することによって界面のじん性を評価した⁽²⁾。ここで図2(b)には一例として TiAlN 薄膜の計算結果を示してある。以上のようにして得られた結果をまとめて表1 (Adhesion) に示す。なお、表1には複数回の実験から得られた平均値を示している。TiAlN, TiN 薄膜に比べ CrN 薄膜の界面じん性値が著しく大きいことがわかる。

3.2 縦弾性係数、薄膜のじん性、残留ひずみ 基板を選択的にエッチングすることにより、図1(b)に示すような基板端面

Fig.3 Scratch trace on WC-Co substrate

より突出した薄膜の自立部分(Film projection)を作製し、これを用いて縦弾性係数、薄膜のじん性、残留ひずみの計測を行った。縦弾性係数と薄膜のじん性の評価には 50 μ m ほどの長さのひさしを用いた。まず、ひさし先端に荷重をかけその際のたわみを計測し、これをシミュレーション結果と照合することで薄膜の縦弾性係数を評価した。続いて、FIB を用いて図 1 (b)の点線部分で示するようなスリットを形成し、上記同様ひさしに荷重を加え薄膜内にき裂を進展させた。き裂は初生と同時に不安定に進展したが、そこで得られた荷重をもとに前節と同様の数値シミュレーションを実行し薄膜のじん性(Cohesion)を評価した。最後に基板部分をさらにエッチングすることでひさしを長くし薄膜を座屈させ、このときに観察された周期的な面外変位の波長と振幅をシミュレーション結果と照合することで薄膜中の残留応力を評価した。以上の結果をまとめて表 1 に示す。

4. スクラッチ試験および評価結果

次に先端曲率半径 0.2mm のダイヤモンド圧子を用い、スクラッチ試験を行った。スクラッチ試験では圧子を薄膜に対し垂直に押付け、その荷重を徐々に増加させながら水平方向に移動させる。同時に試験片からの音響放射(AE)を検出することにより、AE 信号が急激に増大する際の垂直荷重(臨界荷重)をもって強度を評価する。各試験片の臨界荷重を表 1 に、また実験後のスクラッチ痕の様子を図 3 に示す。これらの結果より、臨界荷重には薄膜の種類による差がほとんどみられないが、実験後のスクラッチ痕の様子には明らかな違いがみとれる。図 3 (a), (b)に

示すように TiAlN, TiN 薄膜においては臨界荷重以降薄膜が基板から完全にはく離しているのに対し、図 3 (c)に示した CrN 薄膜の場合は臨界荷重に達しても薄膜が圧壊するのみで界面でののはく離は発生していないことがわかる。

5. 考察

表 1 より、異なる薄膜における付着強度の大小関係が新規手法と従来のスクラッチ試験との評価結果で異なることがわかる。つまり、新規手法による評価では CrN 薄膜の界面のじん性が TiAlN, TiN 薄膜のそれに比して著しく大きい値であるのに対し、スクラッチ試験の場合では全ての薄膜において同程度の臨界荷重となった。新規手法は試験片形状を工夫して界面のみにき裂を進展させ、この情報を計算機による破壊挙動の数値シミュレーションと有機的に結合することにより界面のじん性値を的確に評価している。一方、同じく新規手法により評価された薄膜のじん性値は薄膜の種類によらずほぼ同様の大きさとなっている。スクラッチ試験では界面のみならず薄膜にも同時に破壊を誘起するため、界面の強度が薄膜そのものの強度に比して十分に大きい CrN 薄膜の場合には、臨界荷重は界面の強度よりもむしろ薄膜の強度に対応したものになっていると考えられる。

この他にも新規強度評価手法は、薄膜の縦弾性係数が基板のそれ(640GPa)よりも小さいこと、特にここで扱った TiN 薄膜には非常に大きい残留ひずみが存在するなど、耐摩耗コーティングとしての機能と破壊挙動に影響を及ぼすと考えられる因子が定量的に評価できている。

6. 結言

本研究では超硬合金(WC-Co)基板上に物理気相合成(PVD)法により形成された TiAlN, TiN, CrN 薄膜に対し、著者らの開発した新規強度評価手法と現在主に用いられている手法であるスクラッチ試験とを適用し、得られた結果を比較・検討した。その結果、スクラッチ試験で同様の臨界荷重が得られる場合にも、真の付着強度すなわち薄膜と基板との界面の強度には著しい違いがありうる事が明らかとなった。この事実は、薄膜の機械的信頼性の評価および改善に際して、的確な実験と数値シミュレーションとを組み合わせることにより破壊挙動を支配する複雑な因子を独立して評価する手法の優位性を示唆するものと考えられる。

参考文献

- (1) Kamiya, S., Kimura, H., Yamanobe, K., Saka, M. and Abé, H., *Thin Solid Films*, 414 (2002), 91-98.
- (2) 神谷 庄司, 長澤 英亮, 坂 真澄, 阿部 博之, 第 46 回日本学術会議材料研究連合会講演会講演論文集 (2002), 351-352.
- (3) Kamiya, S., Takahashi, H., Saka, M. and Abé, H., *Trans. ASME, J. Electron. Packag.*, 120 (1998), 367-371.

Table 1 Mechanical properties of PVD coatings

	Adhesion (J/m ²)	Young's modulus (GPa)	Cohesion (J/m ²)	Residual strain (%)	Critical load (N)
TiAlN(t=3.5 μ m)	43	363	20	0.05	85
TiN (t=4.0 μ m)	25	283	21	0.7	70
CrN (t=4.0 μ m)	150	120	27	0.03	96