金属蒸着膜の付着力測定 (Ⅲ)*

菊地 章**・馬場 茂***・金原 繁***

(昭和58年12月8日 受理)

Measurements of the Adhesion of Evaporated Metal Films (III)

Akira KIKUCHI**, Shigeru BABA*** and Akira KINBARA**

(**Department of Electronic Engineering,

Tokyo National Technical College, Hachioji, Tokyo)

(***)Department of Applied Physics, University of Tokyo, Bunkyo-ku, Tokyo)

(Received December 8, 1983)

1. ま え が き

付着力の測定には大別すると2種類ある。

接着剤で固体を薄膜に接着し、その固体に力を加えて薄膜を剥す方法(引張り法、引き倒し法等¹⁾)と、薄膜に直接、力を加えて薄膜を剥す方法(引掻き法、摩擦法、超音波法、遠心力法等¹⁾)がある。

ここでは、塗装被膜の硬度測定法として JIS (K5401) に規定されている鉛筆引掻き試験法がある。この測定法を用いて、金属蒸着膜の付着力測定に応用を試みた。

真空蒸着法により作製された銀 (Ag)、銅 (Cu)、アルミニウム (Al) 膜の付着力を引き倒し法により求め、同一の試料に対して、試作した鉛筆引掻き試験機との比較を行った。

2. 試 料 作 製

付着力の測定に使用した試料 (Ag, Cu, Al) の蒸着は油拡散ポンプを用いた排気系で排気された真空槽中で行われる。試料の純度は 99.999~99.99% で、 4×10^{-3} Pa の真空中で、スライドガラス (26mm×10mm×1.5mm) 上にタングステンボードから蒸着した。基板は最高 300℃ まで加熱が可能で、温度測定は銅-コンスタンタン熱電対で行った。蒸着速度は $2 \sim 4 \text{ Å/s}$ の範囲であった。基板はタングステンボードから 25 cm の位置に

おかれ、1回の蒸着で最大40枚の試料を作ることができる。

基板の洗浄処理は前回^{2,3)}と同様に次の手順を守った。まず、中性洗剤を浸したガーゼで十分にこする。次いで、トリクロルエチレン+エチルアルコール+中性洗剤による15分間の超音波洗浄、蒸留水によるゆすぎ、蒸留水+エチルアルコールによる15分間の超音波洗浄、そして空気中での乾燥を行う。処理された基板は、真空装置に入れた後は、処理は行われない。蒸着膜の厚さは繰り返し反射干渉計で測定された。使用した試料の膜厚は 900~1600 Å であった。

3. 付着力測定

3.1 引き倒し法^{1,2)}

蒸着膜の膜面に軸をもつモーメントを加えて引剥がすことにより付着力を求めた。

測定装置²⁾の構成は、(1)試料支持台、(2)蒸着膜の膜面にモーメントを加えて引き剥がす金属棒(ロッド)、(3)ロッドを引張る引張り片、(4)引張り片を引き、その力を求めるばね秤、(5)ばね秤を引張るギヤ部、とからなる。ロッドはステンレス鋼の丸棒(直径6mm、高さ50mm)で、片面を蒸着膜面に接着剤²⁾により接着する。使用前に、トリクロルエチレンおよびエチルアルコール中で超音波洗浄する。蒸着終了後、1時間経って試料を真空槽外に取り出して、ロッドの片面を蒸着膜面にすばやく接着し、12時間空気中に放置後、試料支持台にセットして、ばね秤を通して、ギヤ部を働かし荷重をかける。基板か

* 昭和58年11月2日 第24回真空に関する連合講演会で講演(2Aa-8)

** 東京工業高等専門学校電子工学科(八王子市桐田町1220-2)

*** 東京大学工学部理工学科(東京都文京区本郷7-3-1)

Fig. 1 Schematic diagram of experimental system for the adhesion measurement.

らロッドを通して蒸着膜をはがれた時のばね秤の指示値を測定し、付着力を求めた²⁾。蒸着膜はほぼ完全にロッドの形にはがれた。

3.2 鉛筆引掻き法

試作した鉛筆引掻き試験機の概略図を Fig. 1 に示す。構成は、(1)アーム、(2)荷重、(3)引掻き用針、(4)支持台、とからなる。引掻き用の針に鉛筆の黒芯 [CASTELL (独)] を用い、先端曲率半径 0.25 mm で、1 回ごとにシントリマー (セイシン研究所) で削った。

引掻き用の針が膜面に加える荷重は 120 g になるように調整されている。

まず、真空槽から取り出した試料にロッドを接着し、12 時間後に引き倒し法により付着力を測定した。次に、同じ試料について、引掻き法の装置にセットし、18 種類の硬さの異なる試料 (黒芯, 8B~9H) で、おのおの 1 mm ずつ場所をかえて、10 カ所 (1 mm 引掻くごとにシントリマーで削る。)を引掻いた。引掻いた後、ガラス基板が剝離して露出した長さを測定し、引掻いた距離に対する相対的な剝離距離を求めた。

4. 実験結果と考察

Ag, Cu, Al の測定結果を Fig. 2, Fig. 3, Fig. 4 に示す。黒芯の種類をパラメータに縦軸に基板の相対剝離距離を取り、横軸には引き倒し法で求めた付着力を取っている。

Fig. 2 からわかるように、黒芯の硬さ B の鉛筆では、付着力 $1.5 \times 10^7 \text{ N/m}^2$ のガラス基板上的 Ag 膜を引掻いた結果 ~66% が剝離した。次に、付着力 $3.0 \times 10^7 \text{ N/m}^2$ の Ag 膜では 5% 剝離した。また、4H の鉛筆では $3.0 \times 10^7 \text{ N/m}^2$ の膜で 100% 剝離し、 $6.5 \times 10^7 \text{ N/m}^2$ の膜では ~75% 剝離している。即ち、黒芯の硬さが大きくなるにつれて Ag 膜をガラス基板から剝離させる相対距離が増加している。

Fig. 3 の Cu および Fig. 4 の Al についても同じ傾

Fig. 2 Relative scratch length vs. adhesion of Ag films.

Fig. 3 Relative scratch length vs. adhesion of Cu films.

Fig. 4 Relative scratch length vs. adhesion of Al films.

向が認められ、膜の種類によらず、同じ傾向を示しているのが認められた。

次に、微小ビッカース硬度計 (MICRO-SA 型, Matsuzawa Seiki Co.) により、測定条件 10 g, 30 sec の元で黒芯の種類によるビッカース硬度値を求め、相対剝離距離と黒芯のビッカース硬度値の関係を 3 種類の付着力の膜についてグラフに示したのが Fig. 5, Fig. 6, Fig. 7 である。

Fig. 5, 6, 7 はそれぞれ Ag, Cu, Al に関する結果である。引き倒し法による付着力に応じて、引掻き針の硬度値と相対的な剝離距離が単調に変化することが認められた。

以上の測定結果から、引き倒し法による付着力と引掻き針による引掻き針 (芯) の硬度との間により対応があることが認められた。

5. まとめ

油拡散ポンプ系の真空蒸着装置により、作製された Ag, Cu, Al 膜について、引き倒し法により求めた付着力と硬度のちがう針による引掻き法との比較を行った結果、引き倒し法と引掻き法との対応が付き、引掻き法が定量的な付着力測定法として使用出来る可能性が認め

Fig. 5 Relative scratch length vs. vickers hardness of black leads.

Fig. 6 Relative scratch length vs. vickers hardness of black leads.

Fig. 7 Relative scratch length vs. vickers hardness of black leads.

られた。

また、ガラス基板上の付着力を測定する場合、付着力の大きさに応じて引掻く針の硬度をかえて測定することにより、かなり広い範囲の付着力の測定に適用できることがわかった。

〔文 献〕

- 1) 金原 粲, 藤原英夫: 薄膜 (裳華房, 昭和54年)
- 2) 菊地 章, 馬場 茂, 金原 粲: 真空 **25** (1982) 102.
- 3) 菊地 章, 馬場 茂, 金原 粲: 真空 **26** (1983) 475.