ウェットブラスト加工に関する基礎的研究*

(単結晶 Si ウェハの表面加工に及ぼす投射固体粒子径の影響)

董 博 宇^{*1}, 宮 島 敏 郎^{*2}, 岩 井 善 郎^{*3}

A Fundamental Study of Wet Blast Processing

(Solid Particle Size Effects on Surface Processing Properties of Monocrystalline Silicon Wafer)

Boyu DONG^{*4}, Toshiro MIYAJIMA and Yoshiro IWAI

^{*4} Department of Mechanical Engineering, University of Fukui,
3-9-1 Bunkyo, Fukui-shi, Fukui, 910-8507 Japan

A wet blast technique has high potential for precision surface processing when tiny particles can be used. In this study, the effect of particle size on the wet processing properties of monocrystalline silicon wafer was investigated, i.e. a fundamental study of the wet blast processing for brittle materials such as semiconductors and MEMS was conducted. Pure water, containing angular alumina particles whose sizes ranged from 1.2 μm (WA#8000) to 8.3 μm (WA#2000) at the concentration of 0.05 to 3 mass% was impacted at an impingement angle of 90 degree by using a micro slurry-jet erosion (MSE) apparatus. The depths of surface removal and the surface roughness were measured by a stylus profilometer. The removal rates and maximum roughness (R_z) increased with particle size, but the degree of these increases was much smaller in the range of WA#8000-6000 (1.2-2.4 μm) than in the range of WA#4000-2000 (3.7-8.3 μm). The critical particle size for smooth processing at shallow blasting depth was about 3 μm in this experiment. This behaviors and its mechanism were also discussed by SEM observations of the blasted surfaces.

Key Words: Nano & Micro Machining, Tribology, Wear, Surface Roughness, Wet Blast, MSE, Particle Size, Si Wafer

1. 結 言

半導体や電気・電子部品の表面加工では、高精度化、高品質化及び高効率化が要求されている。Siをはじめとする高硬度、高脆性、高融点の硬脆材料に対して、従来の熱的、化学的、機械的な加工法は、上記の要求に十分に対応できないことも多い。一方、表面加工、バリ取り、洗浄などに幅広く用いられている砥粒噴射加工法^{(1)~(4)}の中で近年開発された精密ドライ(乾式)ブラスト加工では、熱、チッピング、クラックなどの発生が少なく生産性が高いため、硬脆材料の微細加工に適すると言われている^{(5)~(11)}。

しかし、一般にドライブラストでは、微小粒子を用いると粒子の凝集により粒子流量を均一にすることが困難であるので、使用される投射固体粒子(以下、投

射粒子)の平均粒子径は5 μm ~ 40 μm となっている。そのため、これらの大きさの粒子による材料表面のチッピングの大きさや形成される表面粗さが精密な半導体や電子部品の表面加工では問題となる。例えば、フラットパネルの電極形成では、下層のITO膜を傷つけずに1 μm 程度表面を加工するためには、チッピングの大きさと表面粗さは、数nm ~ 数百nmに抑制する必要がある。また、半導体製造プロセスのパッケージ工程後に存在する表面のバリや汚れなどを部品本体に損傷を与えずにきれいに除去するためには、加工深さを非常に薄くする必要がある。さらに、有機ELパネルや液晶基板などの表面数 μm の加工では、表面の平滑さも要求される。これらの加工特性に関わる問題の他に、ドライブラスト加工では、半導体や液晶部品に発生する静電気除去や使用環境への影響の問題もある。

このようなドライブラストによる表面加工の問題点に対して、松原⁽¹²⁾は、微小粒子を水に分散させ均質なスラリー状態で定常的に投射するウェット(湿式)ブ

* 原稿受付 2009年8月5日。

^{*1} 正員, 福井大学大学院工学研究科(〒910-8507 福井市文京3-9-1)。

^{*2} 正員, 福井大学大学院工学研究科。

^{*3} 正員, フェロー, 福井大学大学院工学研究科。

E-mail: yiwai@u-fukui.ac.jp

ラスト法を開発した。ウェットブラストによる表面加工のモデル図を図1に示す。被加工材は、ノズル端からある距離離れたステージ上に固定され、ステージをコントローラの設定によりある速度で一方向または往復方向（図中Y方向）に移動させることにより面積加工が可能になる。ウェットブラスト加工に影響する因子は、投射粒子の形状や大きさと分布、粒子の投射速度と被加工材との投射角度、ステージ移動速度など多くのパラメータがあげられる。ウェットブラスト加工を半導体に用いられるような材料の表面微細加工に適用するためには、各パラメータが加工特性に及ぼす影響を学術的に明らかにしておくことが必要不可欠である。

本研究は、ウェットブラストによる表面の微細加工の可能性を検証するために、まずノズルと被加工材の位置が固定された状態での投射加工（以下、固定加工という）における加工特性について基礎研究を行うことを目的とする。実験は、松原と著者らの研究グループが試作したマイクロスラリージェットエロージョン（Micro Slurry-jet Erosion；以下MSE）装置⁽¹³⁾⁽¹⁴⁾を加工用に改造して用い、ドライブラストで通常用いられる投射粒子よりも粒子径が小さい粒子による投射加工を行う。

本報では、5種類の異なる粒子径のアルミナ粒子（WA#8000～WA#2000）を単結晶Siウェハ表面に投射させて、粒子径が表面の加工に及ぼす影響を表面の除去率と加工表面の粗さから考察した。

2. 試験装置と供試材料

2・1 加工用MSE試験装置 加工用MSE試験装置を図2に、その構成の概略図を図3に示す。試験装置は、一定容量のスラリー（純水と固体粒子の混合溶液）を入れる攪拌機付きのポット、ポットから導かれたスラリーを圧縮空気にて混合加速し噴射するノズルユニット部、試験片を所定の位置に固定する可動ステージ及び投射後のスラリーを回収するためのタンクから構成されている。ポットには、スラリーの供給口とスラリーを圧送するための圧縮空気の導入口がある。ノズルユニット部には、ポットから圧送されたスラリー導入口と、そのスラリーを加速するための圧縮空気の接続口がある。圧縮空気はレギュレータで制御されている。ステージはコントローラにより移動速度と移動距離が制御される。試験片周囲はカバーで覆われ、試験片に投射されたスラリーは外部に飛散することなく全量がタンクに回収される。ポットの容積は 10^3 cm^3 （1 kg）である。ノズルは超硬合金製であり、出

口断面形状は $15 \text{ mm} \times 1 \text{ mm}$ の長方形である。

2・2 投射材料と被加工材 使用した投射粒子は、5種類の不定形アルミナ粒子（WA#8000, WA#6000, WA#4000, WA#3000, WA#2000）である。走査型電子顕微鏡（SEM）画像を図4に示す。いずれの粒子も多角形である。任意に抽出した100個の粒子の最大長さとそれに直交する最大幅の比（アスペクト比）の平

Fig.1 Model diagram of wet blast processing

Fig.2 Photograph of the MSE tester

Fig.3 Schematic view of the MSE tester

均値は, WA#8000, 6000, 4000, 3000, 2000 でそれぞれ 1.5, 1.4, 1.6, 1.7, 1.6 となった. 各粒子径の SEM 画像とアスペクト比から, 粒子形状は大きさによらずほぼ同じと考えてよい. レーザ回折散乱式粒度分布測定装置で計測した粒子径の相対頻度を図 5(a)に, 積算値を図 5(b)に示す. モード径は, WA#8000, 6000, 4000, 3000, 2000 でそれぞれ 1.2, 2.4, 3.7, 4.8, 8.3 μm であった. これらのモード径で供試砥粒の大きさの相対関係を表すことの妥当性を確認するため, 図 5(b)より各粒子の累積積算 10%, 50%, 90%での粒子径を比較した. いずれの累積積算値でも WA#8000 ~ 2000 の粒子径の相対比はほぼ同じであった. これらの測定結果から本研究では, 投射粒子の大きさの違いはモード径で代表させて表示することとした. アルミナ粒子の硬さは, 文献⁽¹⁵⁾によると $HV=1800 \sim 2000$ である.

被加工材には半導体部品にそのまま使用される単結晶 Si ウェハ (100 面) を用いた. 試験片はウェハから 25 mm $\times$ 10 mm $\times$ 0.4 mm の平板を切り出して用いた. 表面は平滑であり, SEM や原子間力顕微鏡による観察でも傷やクラックなどは見られなかった. 硬さ測定は超微小押し込み硬さ試験機 (圧子形状 BERKOVICH 型三角錐, 押し込み荷重 49 mN) で行った. Si ウェハの硬さは 13.8 GPa, 触針式粗さ計で計測した表面粗さは $Ra=0.004 \mu\text{m}$, $Rz=0.017 \mu\text{m}$ であった.

2・3 試験方法 粒子の投射は, 所定の濃度にした質量 1 kg のスラリーをポットに入れて, 攪拌と同時にスラリー圧力 P_{sh} を加え, スラリー加速空気圧力 P_{ar} を設定した後, 投射空気弁とスラリー弁を順に開き行った. スラリーの投射速度は P_{sh} と P_{ar} によって変化するが, P_{sh} はノズルの構造上 P_{ar} の 95 % に設定した. 本実験では P_{ar} は 0.3 MPa とした. この条件でのノズル端からの粒子の投射速度は, 高速度ビデオカメラによる観察から最速 100 m/s 程度にも達していると推測される⁽¹⁶⁾.

試験片はノズル端から 10 mm 離して固定し, 試験面とノズルとの投射角度は 90° とした. スラリー濃度は粒子径によって異なり, 最大 3.00 mass% (WA#8000), 最小 0.05 mass% (WA#2000) とした. 粒子径により濃度を変えた理由は, 濃度一定の試験で粒子径が大きい場合, 加工深さが数 μm 程度に達するまでの投射時間が極端に短くなるためである.

試験装置の信頼性にとって, 投射時間に伴うスラリーの投射量と濃度が一定であることは重要である. そこで, 各粒子について, 投射時間に対するスラリー量とその中の濃度を測定した結果, いずれも高精度で一定であることが確認できたので, 加工試験はスラリー

Fig.4 SEM photographs of impact particles

Fig.5 Size distribution of impact particles

投射量を投射時間で制御して行った。投射されたスラリー量に濃度を乗じて粒子の投射質量とした。

3. 実験結果及び考察

3・1 加工深さ 固定加工の加工痕の一例として、外観を見易くするために非接触三次元形状装置で計測した WA#8000 粒子投射後の Si ウェハ表面を図 6 に示す。加工痕形状はノズルの断面 $15\text{ mm} \times 1\text{ mm}$ の形状が転写された長方形であるが、その大きさはノズル断面よりも 1 割程度大きくなる。このような形状はいずれの粒子径でも見られた。加工痕の中央部の位置 (図 6 中の A, B) を二次元触針式粗さ計で計測した。WA#8000 と WA#2000 の投射質量の増加に伴う断面形状の変化を図 7 と図 8 に示す。加工痕の B 方向では、投射質量の増加に伴う加工表面の深さ方向の変化を明瞭に示すために、その断面曲線の縦横比 (縦倍率と横倍率の比) を約 1000:1 で表示している。そのため、形状が湾曲しているように見えるが、実際は非常に平坦な加工表面である。また、幅広ノズルの特性により、両端付近の加工深さは中央部のそれに比べ、わずかに深くなる傾向が見られる。両粒子径とも、加工痕の断面形状は投射質量の増加にほぼ比例して深くなっている。そこで、図 7 (a) の 18g の投射質量の断面曲線に図示するように、加工痕の A 方向の断面曲線において試験前の表面から加工痕の最深部までの距離を計測して加工深さとした。なお、大きな粒子 (図 8 (a)) では表面の凹凸が大きくなるため、深さは断面曲線上の凸凹部を平均した平均曲線で計測した。

各粒子径における投射質量の増加に伴う加工深さの変化を図 9 に示す。粒子径によって濃度を一部変化させて試験を行ったので、図の横軸は投射質量で表示したが、濃度一定で粒子径が異なる試験では投射時間と同義である。なお、スラリー摩耗試験では、一般に横軸は投射粒子質量で表示される⁽¹⁷⁾。図には投射質量 10g、深さ $1\text{ }\mu\text{m}$ の領域を拡大した図を合わせて示す。WA#8000 の試験では、投射質量が少ない時の挙動を調べるために、スラリー濃度を 1 mass% に減じた実験も行った。結果を図中に*の記号で示す。各粒子径について 2 回行った結果はほぼ一致することから、試験の再現性はよいことがわかる。WA#8000 と WA#6000 では、加工深さの変化は、投射質量が少ないときにやや大きく現れているが、投射質量の増加に伴い直線的に増加するようになる。粒子径が大きくなるほど加工深さは少ない投射質量で直線的に増加するようになる。また同じ投射質量での加工深さは粒子径の増大に伴って大きくなる。

Fig.6 Processed trace at 800g of mass of outflow of slurry (24g of mass of particles) for WA#8000 test

(a) Direction A

(b) Direction B

Fig.7 Surface profiles of the processed traces for WA#8000

(a) Direction A

(b) Direction B

Fig.8 Surface profiles of the processed traces for WA#2000

3・2 表面の除去率 図9において投射質量が少ない時に加工深さの増加の程度がやや大きくなった挙動は、ウェットブラスト加工の特徴とも考えられるが、測定誤差や供試 Si ウェハの作製（表面研磨層）の影響などによることも考えられ、現段階では不明である。

Fig.9 Variation of removal depth with mass of particles for various particle sizes

Fig.10 Relation between removal rate and particle size

そこで、この領域を除いて投射質量に対する加工深さの増加直線の傾きを最小自乗法で算出し、表面の除去率（以下、表面除去率） $\mu\text{m/g}$ で表示する。2回の試験から得られた粒子径と表面除去率の関係を図10に示す。粒子径の増大に伴って表面除去率は大きくなるが、その程度はWA#8000～6000とWA#4000～2000で異なることがわかる。そこで、2回の実験のWA#8000～6000の直線とWA#4000～2000の直線を外挿して交点Mを求めると、その粒子径は約3 μm となった。粒子径の増大に対して表面除去率が増加する程度は交点Mを境界として図10に示すようにIとIIの二つの領域に区分される。領域Iは領域IIに比べて、表面除去率が非常に小さいだけでなく、粒子径に対する表面除去率の増加割合も領域IIのその約1/6で非常に小さい。

3・3 加工表面粗さ R_z 二次元触針式粗さ計で図6のA及びA'を中心として左右にそれぞれ50 μm

Fig.11 Variation of surface roughness R_z with mass of particles for various particle sizes

Fig. 12 Model diagram in order to obtain the relation between removal depth and R_z

離れた加工表面の最大粗さ R_z を計測した。測定長さは加工痕の中央部の 0.2 mm である。3 箇所の R_z の平均値を求め、投射質量に伴う変化を示すと図 11 のようになる。図には投射質量 10 g, $R_z = 1 \mu\text{m}$ の領域を拡大した図を合わせて示す。WA#8000 のスラリー濃度 1 mass% の実験結果は図中に*の記号で示す。いずれの粒子径でも R_z は投射質量が少ないときに急増し、投射質量の増加に伴ってある一定値に収束する傾向を示す。粒子径が大きいほど、初期の増加速度は大きく、また同じ投射質量で比較した R_z は大きくなる。

3・4 加工深さと加工表面粗さ 粒子投射による表面微細加工では、加工深さと形成される加工表面の粗さの関係が重要である。そこで、図 12 に模式図で示すように、投射質量に対する加工深さの変化曲線と加工表面粗さの変化曲線（それぞれ図 9 と図 11 の曲線をモデル化した曲線）を同じ図に重ねて表示する（上図）。各投射質量において得られる深さと粗さの結果を新たにそれらの二次元座標で表示する（下図）と、表面からの加工深さとその位置で形成される加工表面粗さ R_z の関係が求められる。

図 13 に各粒子について求めた加工深さと R_z の関係を示す。 R_z は加工深さの増加に伴い徐々に増大し、ある一定値に収束する。粒子径が大きいほど加工深さが浅い時の R_z 増加の程度は大きい。また、同じ深さでは

Fig. 13 Relation between removal depth and R_z for various particle sizes

Fig. 14 Relation between particle size and R_z at the 1 μm of removal depth

R_z は粒子径が大きいほど大きい。例えば、表面を深さ 1 μm まで加工すると、WA#2000 による R_z は 0.95 μm であるのに対して、WA#8000 のそれは 0.07 μm で約 1/14 に小さくなることがわかる。そこで R_z がほぼ一定値に収束する傾向を示す加工深さ 1 μm を代表例として粒子径と R_z の関係をみると図 14 のようになる。粒子径の増大に伴い R_z は大きくなるが、その増加割合の変化は WA#6000 と WA#4000 の間で異なり、WA#4000 以上の粒子径では増加割合は徐々に小さくなることがわかる。そこで、WA#6000 と WA#4000 を接点とする両直線の交点 M' を求めると、その粒子径は約 3 μm となった。このような結果は加工深さ 0.5 ~ 1.5 μm の領域で同様に確認された。これにより、図 14 のように形成される加工表面の粗さにおいても粒子径の影響を領域 I' と領域 II' に区分される。本研究では、緒言に記述したように着目する表面加工深さを数 μm とすると、

この深さの領域ではほぼ図 14 のような結果が得られる。

3・5 加工表面の SEM 観察 粒子径により加工特性が異なる現象を考察するために、各粒子径で形成された加工深さ $1\text{ }\mu\text{m}$ の加工表面を観察した。代表例として WA#8000, 6000, 4000, 2000 の SEM 画像を図 15 に示す。図中に特徴的な形状を矢印で示す。

WA#8000 (図 15(a)) では、加工表面に粒子の衝突によると推察される小さなくぼみが点在していて、引っかきによると推察される表面の局所的な盛り上がりが見られるが、全体的に平坦である。WA#6000 (図 15(b)) では、WA#8000 と同様に材料表面の変形が見られなし地状を呈している。一方、WA#4000 (図 15(c)) では、硬脆材料の衝撃破壊に特徴的な様相の脱落痕が見られた。WA#2000 (図 15(d)) では、WA#4000 の傾向が顕著となる。以上の観察から、WA#8000 と WA#6000 の衝突では、材料表面が小さなくぼみとその周辺の変形脱落により除去され、そのため表面除去率は小さく粗さも小さい。一方、WA#4000, WA#2000 では、粒子の衝突により材料表面に大きな衝撃破壊が生じ、さらに近隣の脱落痕がつながり材料が局所的に除去されるために、表面除去率と粗さは大きくなるものと考えられる。

粒子径が大きいほど 1 個の粒子の運動エネルギーが大きくなる。また、一般に Si ウェハの除去加工では脆性-延性遷移の切込み深さは約 $100 \sim 200\text{ nm}$ である。また、砥粒加工では砥粒の被加工材への押込み (切込み) 深さは粒子径の $1/20$ 程度であると言われている⁽¹⁸⁾。本研究の供試砥粒の粒子径は $1.2 \sim 8.3\text{ }\mu\text{m}$ であるので、砥粒の Si ウェハ表面への押込み深さはおよそ $60 \sim 400\text{ nm}$ の範囲にあると推測できる。これらのことから、本実験条件では粒子径の増大に伴い、WA#6000 と WA#4000 の間の約 $3\text{ }\mu\text{m}$ (押込み深さを粒子径の $1/20$ と仮定すると 150 nm) 粒子径で材料表面の除去に主として関与するメカニズムが異なり、粒子径 $3\text{ }\mu\text{m}$ の以上の場合には脆性除去に、それ以下では延性除去に支配されると推測される。そのため、粒子径が表面除去率と加工表面粗さに及ぼす影響に違いが現れ、それぞれの変化挙動は図 10 と図 14 のように不連続になったものと考えられる。

加工メカニズムの違いについては、さらに少数の粒子投射による表面の変化を観察して考察することが必要である。

4. 結 言

加工用 MSE 装置を用いて単結晶 Si ウェハ (100) 表

(a) WA#8000

(b) WA#6000

(c) WA#4000

(d) WA#2000

Fig.15 SEM photographs of the processed surface of Si wafer at $1\text{ }\mu\text{m}$ of removal depth

面に投射加工（固定加工）を行い、加工特性に及ぼす粒子径の影響について以下の結言を得た。

- (1) 加工深さは、いずれの粒子径でもある少ない投射質量から投射質量に伴って直線的に増加する。
- (2) 加工表面粗さ R_z は、いずれの粒子径でも投射質量が少ないときに急増し、投射質量の増加に伴いある一定値に収束する傾向を示す。また、同じ投射質量で比較した R_z は粒子径の増大に伴い大きくなる。
- (3) 表面除去率と R_z は、粒子径に対して増加するが、その増加程度がある粒子径以上で急激に大きくなる。このような遷移現象は、本実験条件では WA#6000（モード径：2.4 μm ）から WA#4000（3.7 μm ）の間で生じ、その粒子径は約 3 μm であった。この遷移点よりも小さい粒子径の領域における表面除去率の粒子径に対する増加割合はそれより粒子径の大きい領域におけるその約 1/6 で非常に小さい。
- (4) 投射質量に対する加工深さと R_z の測定から、加工深さとその加工表面での R_z の関係を導くことができた。その結果、WA#8000（1.2 μm ）を使用すると加工深さ 1 μm で R_z 0.07 μm の表面加工が実現できることがわかった。
- (5) 粒子径による上記の加工特性の違いは、SEM 観察より、主として、WA#8000 ～ 6000 では材料表面がくぼみと変形により除去されるのに対し、WA#4000 ～ 2000 では大きな衝撃破壊により除去されるためと推測される。

なお、加工メカニズムの違いについては、さらに少数の粒子を投射した実験とその表面観察を行い、次報で報告する予定である。

謝 辞

本研究は、日本学術振興会平成 18 ～ 20 年度科学研究費補助金・基盤研究（B）（No.18360076）の助成を受けた。また、本研究の遂行に当たり、マコー株式会社顧問松原亨博士に多くの有益な助言を頂いた。共に記して謝意を表する。

文 献

1. Zeng, J.Y., Kim, T.J., An erosion model for abrasive waterjet milling of polycrystalline ceramics, *Wear*, Vol. 199 (1996), pp. 275-282.
2. Kitajima, K., Yamamoto, T. and Izawa, M., Study on Dry Blasting, *Proceedings of the 78th Kansai Branch Regular Meeting of the Japan Society of*

Mechanical Engineers, No.034-1 (2003-3), pp. 15-16.

3. Kondo, Y., Usami, H., Takada, M. and Sugishita, J., Effect of Surface Modification by Particle Beam Blasting on Cutting Performance of Cemented Carbides, *Mechanical Engineering Congress, 2004 Japan (MECJ-04)*, No.04-1 (2004-9), pp. 295-296.
4. Ito, T., Kikuchi, S., Hirota, Y., Sasago, A. and Komotori, J., Analysis of behavior of shot particle and investigation of surface modification effect in pneumatic fine particle peening, *Mechanical Engineering Congress, 2008 Japan (MECJ-08)*, No.08-1 (2008-8), pp. 269-270.
5. Slikkerveer, P.J., Bouten, P.C.P. and Haas, F.C.M., High quality mechanical etching of brittle materials by powder blasting, *Sensors and Actuators A*, Vol. 85, No.1-3 (2000), pp. 296-303.
6. Belloy, E., Sayah, A. and Gijs, M.A.M., Oblique powder blasting for three-dimensional micromachining of brittle materials, *Sensors and Actuators A*, Vol. 92, No.1-3 (2001), pp. 358-363.
7. Wensink, H., Elwenspoek, M.C., Reduction of sidewall inclination and blast lag of powder blasted channels, *Sensors and Actuators A*, Vol. 102, No.1-2 (2002), pp. 157-164.
8. Hirayama, M., Izawa, M. and Kitajima, K., Microblasting technology, *Journal of the Japan Society for Abrasive Technology*, Vol. 46, No.3 (2002), pp. 5-8.
9. Pawlowski, A.G., Belloy, E., Sayah, A. and Gijs, M.A.M., Powder blasting patterning technology for microfabrication of complex suspended structures in glass, *Microelectronic Engineering*, Vol. 67-68 (2003), pp. 557-565.
10. Izawa, M., The latest trend of micro blasting technology, *Journal of the Japan Society for Abrasive Technology*, Vol. 48, No.1 (2004), pp. 12-16.
11. Achtsnick, M., Geelhoed, P.F., Hoogstrate, A.M. and Karpuschewski, B., Modeling and evaluation of the micro abrasive blasting process, *Wear*, Vol. 259 (2005), pp. 84-94.
12. Matsubara, T., Conformation of Wet Blast Technology to Precision Work, *The Water Jet Technology Society of Japan*, Vol. 23, No.3 (2006), pp. 39-48.
13. Matsubara, T., Hirai, Y., Kasugai, N. and Iwai, Y., Development of a Micro Slurry-Jet Erosion Test (MSE) and Apparatus for Evaluation of Wear Properties of Hard Thin Coatings, *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series C*, Vol. 74, No.739 (2008), pp. 710-716.
14. Iwai, Y., Honda, T., Yamada, H., Matsubara, T., M. Larsson. and S.Hogmark., Evaluation of wear resistance of thin hard coatings by a new solid particle impact test, *Wear*, Vol. 251 (2001), pp. 861-867.
15. Hutchings, I.M., *Tribology, Friction and Wear of*

- Engineering Materials*, (1992), p. 137, Edward Arnold, London.
16. Iwai, Y., Matsubara, T., Hirai, Y. and Hogmark, S., Development of a new type micro slurry-jet erosion (MSE) tester for evaluation of wear properties of hard thin coatings, *Lubrication Science 2009*, Vol. 21, No.6 (2009), pp. 213-226.
 17. ASTM international., Standard Test Method for Conducting Erosion Tests by Solid Particle Impingement Using Gas Jets, *G7607 ASTM*, p. 1-5.
 18. Ultra-Precision Machining Editorial Committee ed., *Foundation and Practice of Ultra-Precision Machining* (in Japanese), (2006), p. 106-118, The Nikkan kogyo shimbun Ltd.
-