

# Webで学ぶ

## 顕微分光膜厚計におけるDLC膜の計測評価技術

本資料の掲載情報は、著作権により保護されています。本情報を商業利用を目的として、販売、複製または改ざんして利用することはできません。

### 大塚電子株式会社

- |        |   |                   |
|--------|---|-------------------|
| ●大阪本部  | 〒540-0021 大阪市中央区大手通三丁目1番2号 エスリードビル大手通6F | TEL.(06)6910-6522 |
| ●東京支店  | 〒192-0082 八王子市東町1-6 橋完LKビル4F            | TEL.(042)644-4951 |
| ●東海営業所 | 〒460-0008 名古屋市中区栄3-2-3 名古屋日興証券ビル4F      | TEL.(052)269-8477 |
| ●九州営業所 | 〒810-0001 福岡市中央区天神1-9-17 福岡天神フコク生命ビル15F | TEL.(092)717-3338 |

ホームページ <http://www.otsukael.jp>

### 1.はじめに

DLC コーティングはその機能性から様々な分野・用途で使用されている。しかし、従来、その評価は接触したり破壊したりと試料にダメージを与える試験がほとんどであった。また試料の形状に制限があり、実サンプルではなく平坦なテストピースでしか評価できない、また、加工・前処理が必要なためコーティングから評価まで時間がかかりその場観察ができないなどの課題があった。

今回、これらの問題の解決する顕微分光膜厚計『OPTM』を紹介するとともに、実際に測定・運用された事例を紹介する。

事例の1として形状のあるサンプルにDLCを成膜する工程で、従来、テストピースにて膜厚をカロテスト、硬さをナノインデント、膜質をXPS等の電子線を用いた分析装置にて評価されていた。これをOPTMを用いることで実サンプルにおいて非破壊・非接触で測定できるようになった事例を紹介する。

事例の2として、DLC膜の摩擦界面における摩擦メカニズムをOPTMを用いたその場観察によって解明された事例を紹介する。特に事例の2は名古屋大学 梅原徳次先生およびその研究室の成果であり、今回ご許可を頂いた上でその論文の概要を紹介する。

### 2. 顕微分光膜厚計『OPTM』

OPTMは大塚電子（当社）が扱ってきた従来機種FE-3000という装置の後継機種である。（図1）



図1 顕微分光膜厚計 OPTM

## 顕微分光膜厚計におけるDLC膜の計測評価技術

OPTM は光干渉法により、試料の反射率・膜厚・ $nk$  およびそれらから求まる粗さ・硬さ・膜質といった物性値を測定することが可能である。

光を用いて測定をするため、サンプルには可視光を中心とした近紫外・近赤外の光を照射するのみであり、サンプルにダメージを与えることなく非破壊・非接触での測定が可能である。

従来機に比べ高精度・高速化を実現し、特に測定時間は1秒以下/1点を実現した。

顕微鏡光学系（図2）を採用しているためスポットサイズは最小 $3\mu\text{m}$ 、観察画像より測定箇所を確認しながらの測定が可能である。

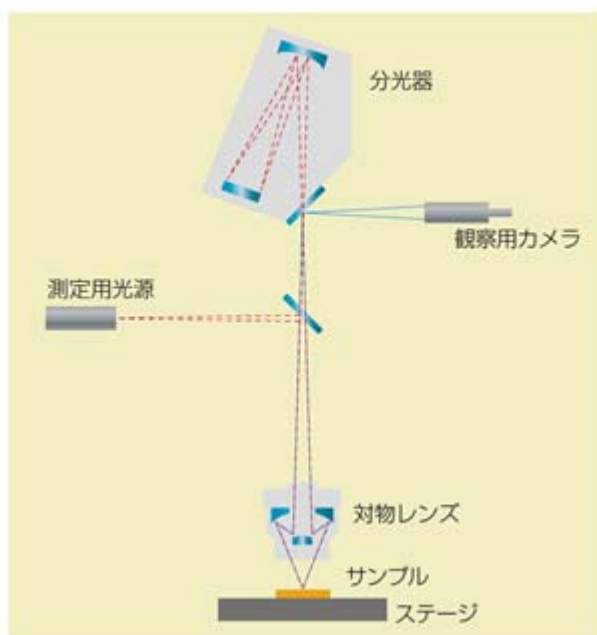


図2 顕微鏡光学系

スポットサイズが微小であるため、形状のあるサンプル、仮に（図3）のようなレンズ状の試料を測定する場合、その頂点の近傍は水平とみなせるため、フラットなサンプルと同様に測定が可能である。また、頂点以外を測定する場合は試料を傾け、測定をしたい任意の箇所が頂点となるように試料を設置する。

## 顕微分光膜厚計におけるDLC膜の計測評価技術

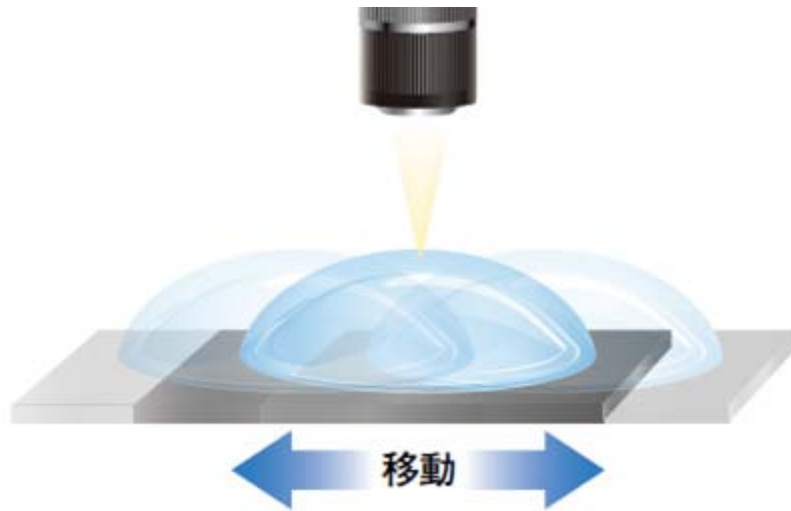


図3 レンズなど形状のあるサンプルの測定例

OPTM は測定に必要な機能を全てヘッド部に集約している。試料の形状や測定したい状況によって下部のステージ部はカスタマイズが可能である。また、なんらかの製造装置・搬送装置にインテグレーションしたり、別の計測機器とコラボレーションした応用も容易である。

OPTM の採用する光干渉法について簡単に説明する。基板の上にある膜厚でコーティングされたサンプルに光を照射すると、膜表面で反射する光と一度膜の中に透過し基板界面で反射する光が干渉する。(図4) これをスペクトル(連続した波長)で確認すると膜厚が厚いと波が沢山、薄いと波が少ししか現れないといった変化を起こす。(図5) これを捉えるのが光干渉法のおおよその原理である。

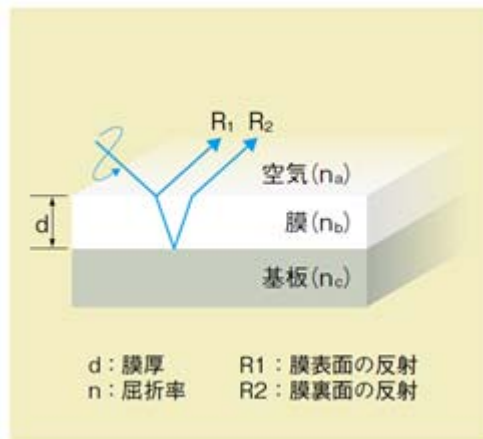


図4 光干渉法の原理

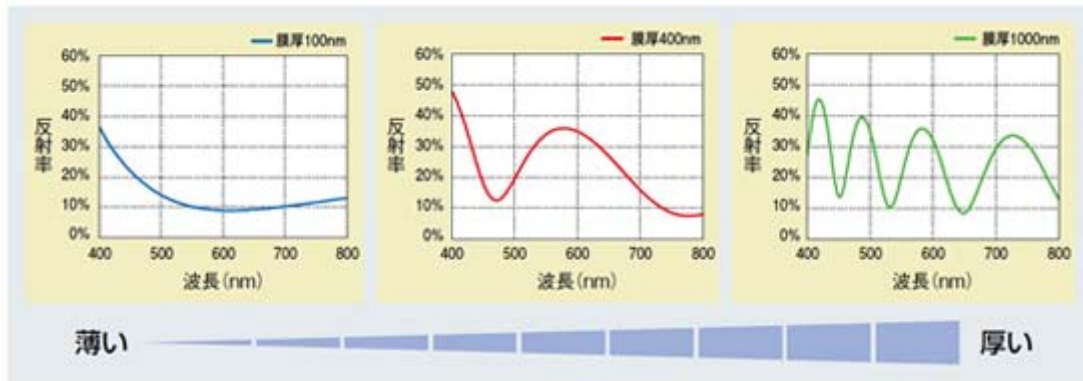


図5 膜厚と波長の関係

同原理を用いた簡易的なものは波長方向の変化のみを捉え膜厚のみを測定するが、OPTM は絶対反射率（反射率の強度）も高精度に測定するため、膜厚に加え反射率、光学定数（nk：屈折率nと消衰係数k）、粗さや中間層といった構造が測定できる。後述する具体的な事例の中で詳しく述べるが、nkは膜種・膜質と呼ばれる物質由来によって決まる定数であり、nkが測定できるということは膜質を測定することに近い。また、DLCの場合、nはSp2-Sp3の比率およびその硬さと相関があり、nkを測定するということは成膜条件により変化しやすいDLCの物性値が評価できると言える。

### 3. 測定・運用事例の紹介『形状ある実サンプルの測定』

（図6）はDLCコーティングがされたエンドミルをOPTMで測定している様子である。先端の一番に相手材と接触する部分を狙って測定している。

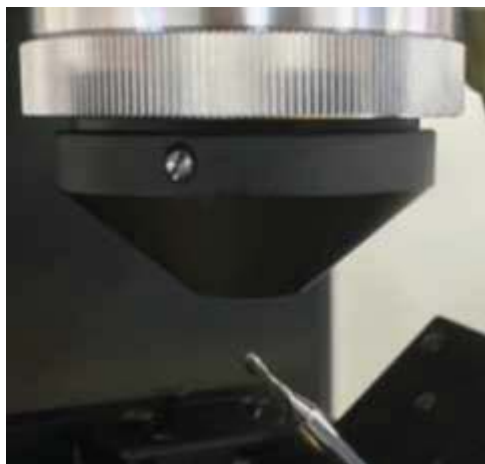


図6 DLC被覆エンドミルの測定例

従来、DLCコーティングをする際、チャンバーに平坦なテストピースをしかけ、そのテストピースに対

## 顕微分光膜厚計におけるDLC膜の計測評価技術

し、カロテスト・ナノインデント、スクラッチ試験をされていた。(図 7,8,9)



図7 カロテスト試験

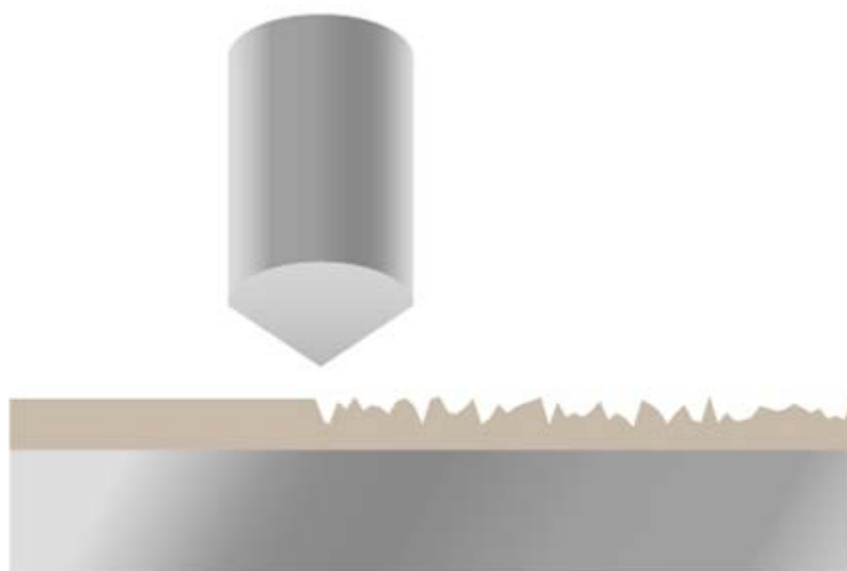


図8 スクラッチ試験

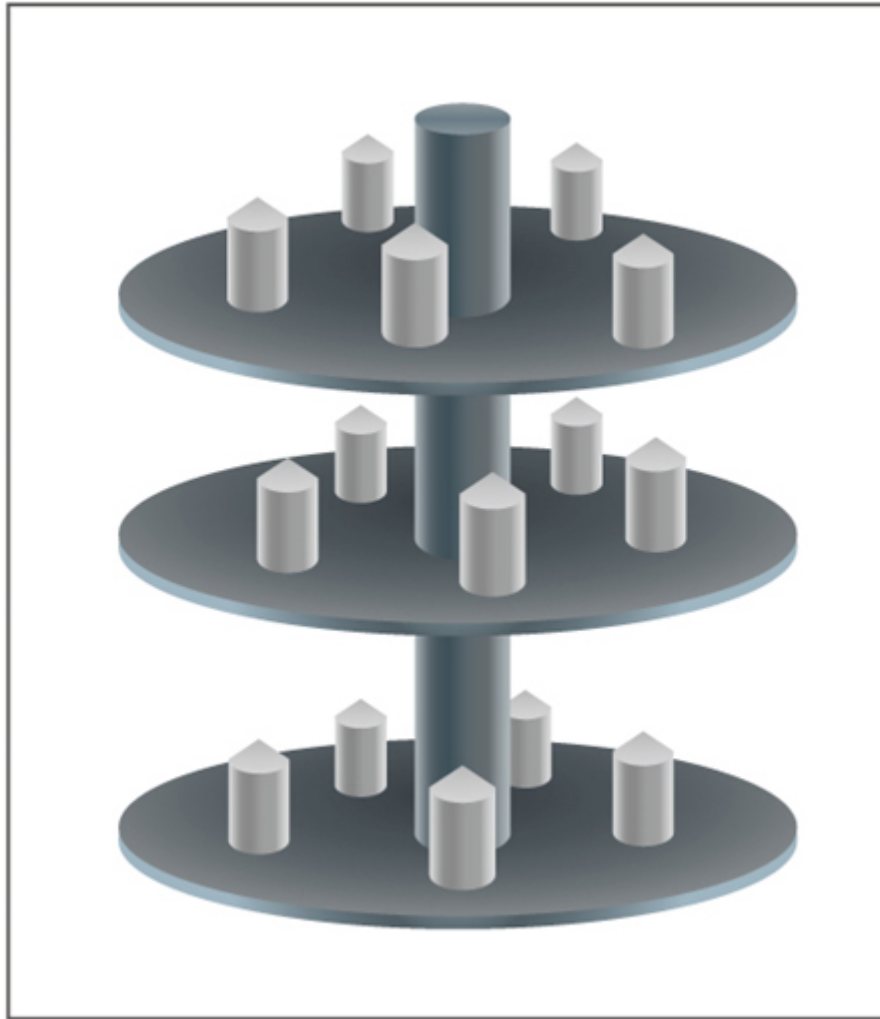


図 9 チャンバー内で成膜された形状のある実サンプル

しかし、チャンバーがいつも通りかを評価することはできても、実際にコーティングされた実サンプルには疑問があった。また、形状があるため、サンプルの各部位それぞれにどのようなコーティングがされているかも不明であった。

また成膜時、チャンバー内のどの場所にしかけるか、場所によってコーティングの様子が変わることも懸念されていた。そのためテストピースはいつも同じ場所に仕掛けるとともに、複数のテストピースを評価する必要があり、手間がかかっていた。

これを、実サンプルを OPTM で測定することにより、実サンプルの各部位で膜厚が異なることが明らかになった。(図 10)



図 10 実サンプルの各部位での膜厚測定事例

また、テストピースが不要、全数またはチャンバー内の指定の場所でコーティングされたサンプルを任意に測定可能であることから、簡便かつ短時間での測定で高品質なコーティングの保証ができ、また、トラブル発生時の調査・問題解決にも活用頂いている。

#### 4. 測定・運用事例の紹介『摩擦界面における摩擦メカニズムの解明』

DLC および窒素を含んだカーボン系膜である CNx の摩擦メカニズムを解明するためピン・オン・ディスク型の摩擦試験機と OPTM を組み合わせた試験機を作成された。摩擦試験機のディスクの材質を光が透過するサファイアにすることでディスク越しに摩擦界面を直接その場観察が可能である。(図 11) の Reflectance spectroscopy が OPTM である。



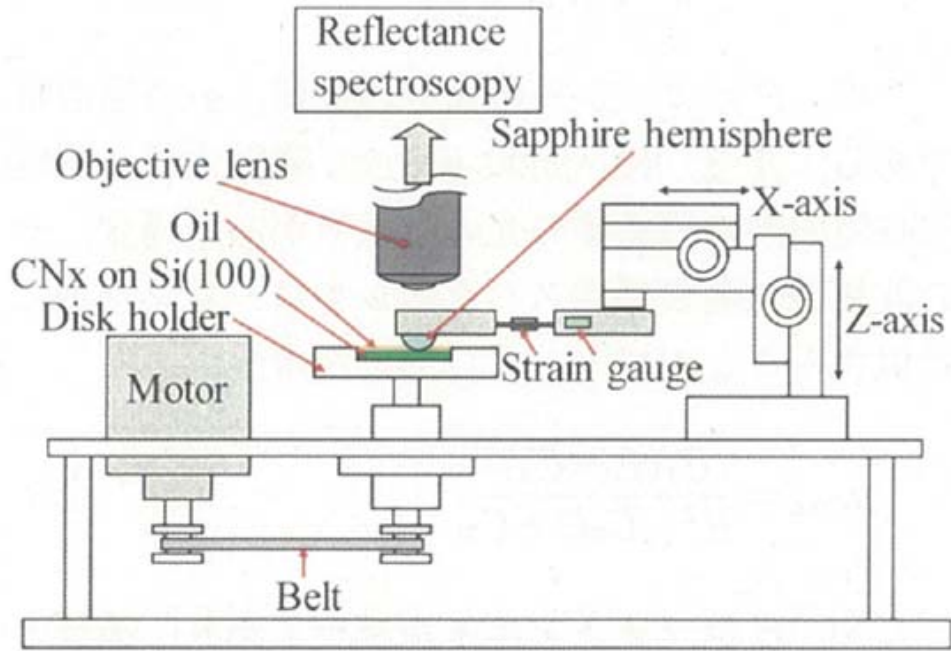


図 11 ピン・オン・ディスク型の摩擦試験機と OPTM を組み合わせた試験セットアップ

この試験機を用いて、CNx 膜の油中における摩擦中のリアルタイムなその場観察を行ったところ、0-400 サイクルにかけて摩擦係数は 0.052 から 0.028 へ急激に減少しその後緩やかに減少した。最後は 0.022 であった。(図 12)

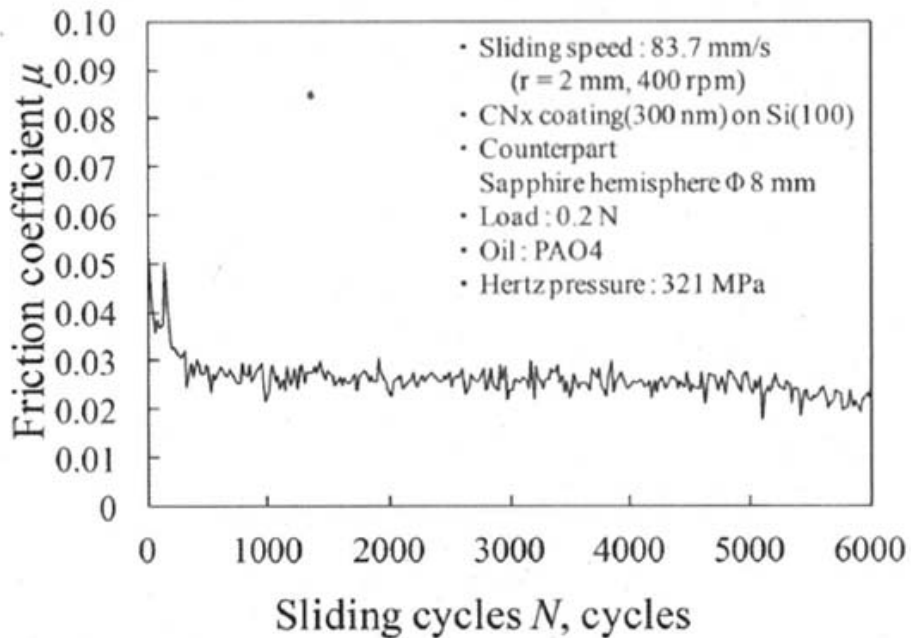


図 12 摺動サイクルと摩擦係数の計測結果

この時、OPTM では、光学モデルを、Sapphire/油膜/粗さ/構造変化層/CN x とし、油膜・構造変化層それぞれの厚みと nk および粗さを求めた。

また、OPTM で得たこれらの値から、CNx 膜の表面には構造変化層が存在し、その厚みは 0.7nm から 5.7nm まで変化すること、また、摩擦中のメカニズムとして、潤滑状態が境界潤滑：相手材と接しているまたは距離が極近い領域と流体潤滑：相手材との間に流体つまりオイルがある領域が 0-200 サイクルにかけて流体潤滑の比率が多くなる、また、構造変化層と油膜の nk から体積分極率を算出し、その変化によりファンデルワールス力に変化し、その結果、油膜分子が構造変化層極表面に吸着し、薄い吸着分子膜形成されることで境界潤滑領域部分の摩擦係数が減少したことが DLC および CN x 膜が低摩擦を発揮するメカニズムであることを新たに発見・示唆された。

特に構造変化層と油膜の体積分極率の変化を比較すると、油膜の体積分極率は 0-200 サイクルかけて 1.1 倍になり、それに対し、構造変化層の体積分極率は 0-400 サイクルにかけて 1.3 倍になり、摩擦を繰り返す度に摩擦係数が低下する様子との相関から、構造変化層が DLC の低摩擦の発揮に特に影響が大きいという発見・示唆は、摩擦中のメカニズム解明において非常に興味深く重要ではないだろうか。

## 5. まとめ

OPTM の DLC の膜の評価を実例を交えて紹介した。OPTM は DLC 以外にも半導体向けの酸化膜・窒化膜・レジスト膜や、フィルムおよびそのコーティングなど、幅広い分野で膜厚・nk およびそれから分かる物性値を測定・評価することに活用いただいている。

当社は光を使った計測技術をコア技術にコーティングの品質保証と問題解決のため新技術の開発およびお客様ひとりひとりに寄り添ったカスタマイズをモットーに日々活動している。本記事およびそれ以外でも何かお困りの際は是非お声がけいただきたい。

事例 2 で紹介した摩擦試験中のその場評価について、今回は概要を紹介するに留まるが、詳細は以下を参照されたい。

### ●学会誌「トライボロジスト」第 63 巻（2018 年）第 11 号

『ベース油中 CNx 膜の摩擦界面その場分光分析による摩擦メカニズムの解明』

## 顕微分光膜厚計におけるDLC膜の計測評価技術

●学会誌「トライボロジスト」第62巻（2017年）第7号

『反射分光法によるカーボン系硬質膜の摩擦面構造変化層のその場評価装置』

また、本記事の内容については当社が責任を負うが、研究の成果は全て名古屋大学 梅原徳次先生およびその研究室のものであることをご承知いただきたい。

最後にご研究の紹介をご快諾いただいた梅原徳次先生に感謝の意を表します。

（『メカニカル・サーフェス・テック』2019年2月号に掲載 2019/2）