

SAICASによる薄膜内部/界面の分析技術のご紹介

はじめに

SAICAS(Surface And Interfacial Cutting Analysis System)は、鋭利な切刃を用いてサブミクロン精度で刃を制御し、試料内部や界面に切り込みを入れ、切削・剥離する装置です。SAICASの原理・構造を図1に示します。切削の際、刃にかかる力を計測できるため、材料の機械的性質評価が可能です。また、精密に斜め切削できる利点を生かし、分析面出し用前処理装置として、材料表層の深さ方向分析および界面の分析に活用できます。

装置付属のマイクロスコープで場所を特定し、特定箇所を狙っての切削が可能です。また、切削をビデオ撮影しながら刃にかかる力を確認できるため、剥離箇所の特定も可能です。

本装置を用いた代表的な分析評価法および活用事例を以下に紹介します。

分析評価法および活用事例

[材料の機械的性質評価 (事例1)]

本装置で可能な2種類の測定モードについて解説します。

(1) 定速度モード

刃の水平速度と垂直速度を設定し、測定開始と同時に切刃を移動し、切刃にかかる水平荷重、垂直荷重、垂直移動距離(切削深さ)を計測します。測定中垂直移動を停止し、ある深さで水平移動すること(切り込み制限)が可能です。膜の各層でのみなしせん断強度が測定できることに加え、膜厚が既知の場合は、特定深さ界面での剥離強度測定も可能です。

(2) 定荷重モード

刃の垂直押圧荷重値を設定します。測定開始後刃を下降させ、押圧荷重に到達後水平移動速度で水平に刃を動かし、切刃にかかる水平荷重を計測します。軟らかい膜を硬い基材界面で剥離することなどが可能となり、基材界面形状に沿って剥離強度を測定できます。また、こちらのモードでは引っ掻き強度測定も可能です。

[分析面出し用前処理装置 (事例2)]

本装置は、分析機器測定用の前処理装置として、有効活用出来ることが大きな特徴です。膜を低角度で長距離斜め切削(定速度モード)することにより、膜厚の最大1,000倍程度まで分析面を拡大することが可能です。さらに、機械研磨やイオンビーム等を用いた断面作製では、各種ダメージ(水、熱、イオンダメージ等)の影響を受け易い材質の試料でも、より低ダメージでの切削が可能となり、より真に近い状態の分析評価が可能となります。

その他、表層斜め切削時に生じた、削りかす(切片)を測定し、表層だけの情報を取り出すことやふくれ内部を露出させての測定、不要な表層皮膜の除去、強制剥離させて

の界面の評価などの応用が可能です。当部では、これら分析面および切片をXPS、TOF-SIMS、AES、IR、ラマン、SEM等で、化学状態や元素分布等の評価を実施しております。

おわりに

剥離強度を評価する手法は、従来から規格化された方法が多数存在しますが、本装置では多層膜の特定の膜の剥離や、微小部での計測が可能です。また、本装置の機能を、様々な物性値の評価や分析前処理に活かすことで、幅広く応用できます。当部では長年の使用経験を活かし様々な分析を提案させていただいております。

近年着目されている、異種材料の密着性および界面評価、真の状態評価が難しい腐食皮膜の評価にも活用可能です。お気軽にご相談下さい。

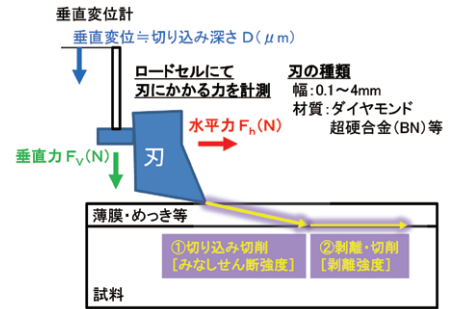


図1 SAICASの原理・構造

お問い合わせ窓口

尼崎事業所 解析技術部

速水 弘子

TEL: 06-6489-5777

FAX: 06-6489-5958

E-mail: hayamizu-hiroko@nsst.jp

活用事例

事例1 [材料の機械的性質評価] 定速度モード

SAICAS切削痕

剥離強度 小
1.8506kN/m

剥離強度 大
7.4432kN/m

剥離強度(kN/m) = F_h / 刃幅

【塗装鋼板(鋼板/塗膜界面) 剥離強度比較】

事例2 [分析面出し用前処理装置] 斜め切削: 定速度モード

斜め切削の模式図

塗膜 鋼板 3,000 μm 膜厚 15 μm

斜め切削距離 [μm]

窒素系添加物の表面濃化を確認

SAICAS利用により、膜厚を最大1,000倍の領域に拡大可能

有機塗膜の窒素系添加物分布[切削表面のXPS分析] 斜め切削後の外観および分析位置