

平成21年3月31日現在

研究種目：基盤研究（A）  
研究期間：2006～2008  
課題番号：18206013  
研究課題名（和文） 多層薄膜構造体の機能・寿命特性を支配する表面・界面力学パラメータの解明  
研究課題名（英文） Investigation of Dominant Mechanical Parameters on Function and Life Time of Thin Multi-Layered Structures  
研究代表者  
岸本 喜久雄 (KISHIMOTO KIKUO)  
東京工業大学・大学院理工学研究科・教授  
研究者番号：30111652

## 研究成果の概要：

半導体デバイスやマクロセンサーなどのマイクロシステムは種々の材料から構成される多層薄膜構造体であることが特徴である。本研究では、このような多層薄膜構造体の機能・寿命特性を支配する表面・界面の力学場パラメータを明らかにすることを目的として、従来のナノインデンテーション試験、マルチステージピール試験のよるはく離過程の観察・評価に加えて、多軸駆動型はく離法を新たに開発し、界面特性を精度良く評価できる手法を提示するとともに、界面強度特性を結合力モデルによって考慮した有限要素解析を行い、はく離進展の挙動を明らかにしている。

## 交付額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2006年度	27,500,000	8,250,000	35,750,000
2007年度	5,800,000	1,740,000	7,540,000
2008年度	4,100,000	1,230,000	5,330,000
年度			
年度			
総計	37,400,000	11,220,000	48,620,000

## 研究分野：材料強度学

科研費の分科・細目：機械工学・機械材料・材料力学

キーワード：界面強度，薄膜，ナノインデンテーション，マルチピール試験，結合力モデル

## 1. 研究開始当初の背景

近年の多くの工業製品は大型機器から電子デバイスに至るまで、優れた機能や性能を発揮するために積極的に各種の材料を組み合わせたマルチマテリアル構造体となっている。このような構造体においては、異なる材料同士の界面の特性が、その性能を大きく支配することが知られており、優れ

たマルチマテリアル構造体を製造するためには、界面の特性をいかに制御するのが重要な課題となっている。異種材料で構成された材料あるいは構造体においては、界面ないし界面端に応力が集中し、界面の強度が母材よりも一般に弱いこともあって、界面に沿っての破壊が生じやすい。そのため、界面破壊現象に対する破壊基準・クラ

イテリオンを明らかにすることが重要である。また、構造体の寸法の微細化とともに、界面の不均質な階層構造が無視できなくなる、あるいは、機能発現のために積極的に不均質構造化している場合が多く現れてきており、健全性評価の際に、マイクロ階層構造を適切に考慮した力学的取り扱いが必要となっている。さらに、界面強度評価の基礎となる界面破壊に対する支配力学パラメータならびに損傷モデルの構築に加えて、有効な界面強度評価試験法の開発が望まれている。

## 2. 研究の目的

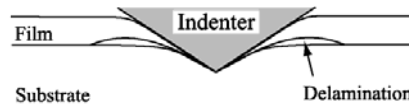
多層薄膜構造体の機能・寿命特性を支配する表面・界面の力学場パラメータを明らかにすることを目的として、ナノインデンテーション試験法に加えて、多軸駆動形はく離法を新たに開発し、はく離強度特性を精度良く評価できる手法を提示する。さらに、界面強度の異方性を結合力モデルによって考慮した有限要素解析を行い、はく離角度とはく離進展時の混合モード比の関係を明らかにすることを目的とする。

## 3. 研究の方法

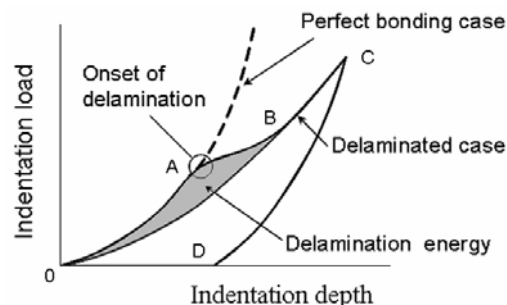
### (1) ナノインデンテーション界面強度評価

ナノインデンテーション試験を行う際に得ることができる情報は、押し込み荷重  $P$  と押し込み深さ  $h$  の関係 ( $P-h$  曲線) と、顕微鏡観察により得ることができる圧痕形状である。薄膜構造体の上部から微小圧子を押し込むと、薄膜と基材間の界面にはく離破壊が誘発される。このときに得られる荷重・変位・圧痕形状の情報から界面強度を求めることを提案した。図1は、薄膜構造体に対してナノインデンテーションを行い、はく離が生じた場合について示している。図中の曲線 (OABCD) が実際に測定される  $P-h$  曲線を示している。ここで、A点ではく離が生じ、B点で終了しているとする。それぞれ、原点か

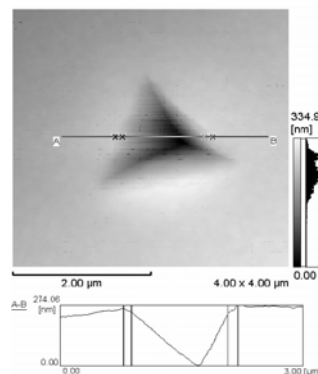
らA点とB点を通る曲線は、弾性変形を仮定すると2次曲線となる。曲線 OABCD が囲む面積は関与する全エネルギーであり、曲線 (OAB) とB点を通る2次曲線が囲む面積 (薄く塗りつぶした面積) がはく離エネルギーに対応する。この面積をはく離面積で除することで界面強度が求められる。



(a) はく離発生の模式図



(b) 荷重-押し込み線図



(c) 圧痕の例

図1 ナノインデンテーション法による界面強度評価試験

### (2) 2軸駆動形はく離試験による界面強度評価

接着力の弱い粘着剤を対象としたマルチステージピール試験では、摩擦力の影響が無視できなくなり、正確な界面強度の測定が困難になる。そのため、測定した力に他の影響が

含まれないような測定方法が必要となる。その目的で開発した試験機が図2に示す2軸駆動形はく離試験機である。この試験機では、一定のはく離角度  $\theta$  ではく離試験を行うことができるように工夫されている。

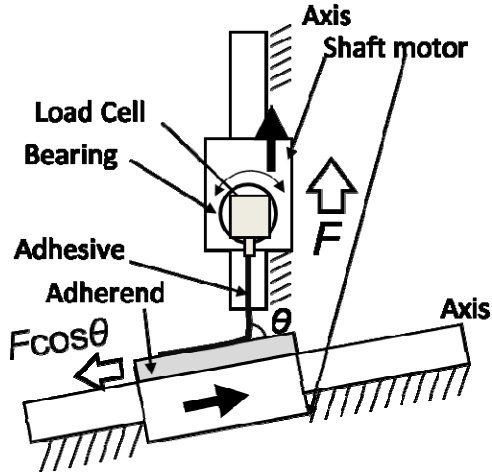


図2 2軸駆動形はく離試験機

(3) 界面損傷結合カモデルによるはく離進展シミュレーション

異材接合材や接着継手の強度特性を把握するためには、応力拡大係数の解析とともに、各種の界面破壊現象に対するモデル化が重要である。材料の組合せや接合状態により界面き裂先端では様々な形態の損傷が生じるが、その力学的挙動を等価非線形ばねとしてモデル化したのが結合カモデルである。すなわち、界面が変形すると上下面に相対変位が生じる。それらを、き裂面の垂直方向、面内せん断方向、面外せん断に対応して、それぞれ  $U_n, U_t, U_b$  とし、それぞれの限界変位量  $\delta_n, \delta_t, \delta_b$  で無次元化した  $u_n = U_n / \delta_n, u_t = U_t / \delta_t, u_b = U_b / \delta_b$  を用いる。相当変位量は次式で定義される。

$$\lambda = \sqrt{\left(\frac{U_n}{\delta_n}\right)^2 + \left(\frac{U_t}{\delta_t}\right)^2 + \left(\frac{U_b}{\delta_b}\right)^2} = \sqrt{u_n^2 + u_t^2 + u_b^2}$$

界面間距離の増加に伴い、界面剛性率は減少し、界面が完全に損傷し荷重に耐えられなくなったとき、界面剛性率はゼロとなる。この

ことを踏まえると、簡単な場合に対して次のように書くことができる。

$$\left. \begin{aligned} P_n &= K_n^0 \left(1 - \beta_n (\lambda - \lambda_n^0) + (\lambda^2 - (\lambda_n^0)^2)\right) u_n \\ P_t &= K_t^0 \left(1 - \beta_t (\lambda - \lambda_t^0) + (\lambda^2 - (\lambda_t^0)^2)\right) u_t \\ P_b &= K_b^0 \left(1 - \beta_b (\lambda - \lambda_b^0) + (\lambda^2 - (\lambda_b^0)^2)\right) u_b \end{aligned} \right\}$$

ここで、 $\lambda_n^0, \lambda_t^0, \lambda_b^0$  は、それぞれの方向における損傷開始の閾値である。 $\lambda = \lambda^c$  で荷重分担ができなるとすると、界面のパラメータは

$$\beta_n = \frac{1 + (\lambda^c)^2 - (\lambda_n^0)^2}{\lambda^c - \lambda_n^0}, \beta_t = \frac{1 + (\lambda^c)^2 - (\lambda_t^0)^2}{\lambda^c - \lambda_t^0}, \beta_b = \frac{1 + (\lambda^c)^2 - (\lambda_b^0)^2}{\lambda^c - \lambda_b^0}$$

となる。 $\lambda^c = 1$  および  $\lambda_n^0 = \lambda_t^0 = \lambda_b^0 = 0$  のとき、界面パラメータは  $\beta_n = \beta_t = \beta_b = 2$  となる。界面の変形が面内変形のみ限定される場合を考えるとはく離エネルギーは次式で与えられる。

$$\Gamma(\phi) = \Gamma_0 \left\{ \frac{1 + \frac{K_n^0}{K_t^0} \tan^2 \phi}{1 + \frac{\delta_n^2}{\delta_t^2} \left\{ \frac{K_n^0}{K_t^0} \right\}^2 \tan^2 \phi} \right\}$$

#### 4. 研究成果

##### (1) ナノインデンテーション界面強度評価

PI 薄膜をスピコーティングにより Si 膜上に成膜した試験片を対象に界面強度の評価を行った。荷重-押し込み関係は図1(b)に示したものと同様のものが得られた。その結果から界面強度を求めた結果を図3に示す。横軸は最大押し込み深さ変位  $h_{max}$  を膜厚  $h_t$  で無次元化した値である。この図から膜厚が  $5.3 \mu\text{m}$  と  $7.1 \mu\text{m}$  の場合には、両者ともに界面強度が最大荷重に依存せず  $0.2 \text{ kJ/m}^2$  となっている。これに対して、膜厚が  $3.5 \mu\text{m}$  の場合は約半分の値となっている。

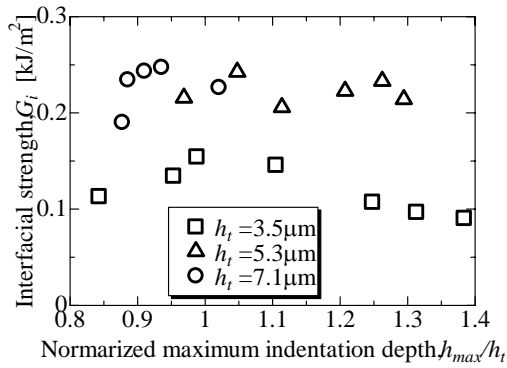


図3 ナノインデンテーション法による測定結果

これより膜厚が薄くなると、小規模降伏の条件が満足しなくなり、はく離開始までの  $P-h$  曲線の形状を利用したはく離エネルギーの算定法では、界面強度を過小評価することを明らかにした。

(2) 2軸駆動形はく離試験による界面強度評価

ラミネート工程では粘着剤が曲げられてはく離するため、粘着剤の塑性や弾塑性により散逸エネルギーが発生する場合が考えられる。そこで、図4のように(a)フィルムのみを引張りはがす試験と、(a')フィルムと粘着剤を引張りはがす試験を行うことで、粘着剤部で発生する散逸エネルギーを求める方法を提案した。2軸駆動形はく離試験により得られた結果の例を図5に示す。はく離強度が小さい場合にも本手法により評価が可能となることを明らかにした。

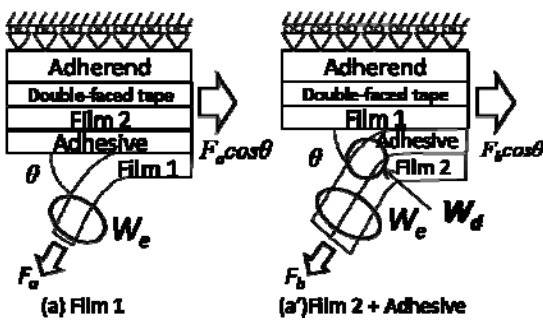


図4 2種類のはく離試験

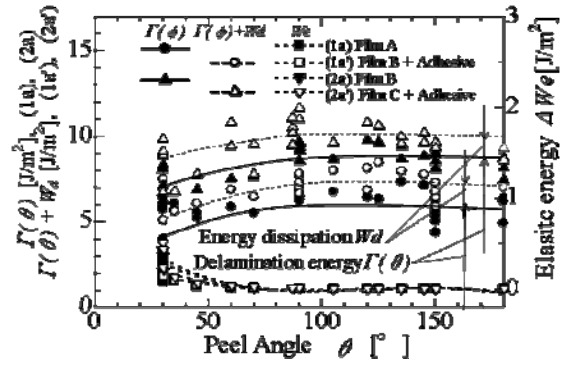


図5  $\Gamma(\theta)$ ,  $\Gamma(\theta)+W_d$  はく離角度  $\theta$  の関係および弾性ひずみエネルギー  $\Delta W_e$  はく離角度  $\theta$  の関係

(3) 界面損傷結合モデルによるはく離進展シミュレーション

垂直とせん断モードの界面強度に異方性がある場合に対して、図6に示す有限要素モデルによって解析した結果を図7に示す。ここで、はく離エネルギー  $\Gamma(\phi)$  を垂直モードの臨界エネルギー解放率  $G_{IC}$  で正規化している。はく離角度  $\theta$  が  $90^\circ \sim 180^\circ$  の範囲では、界面強度に異方性があるにも拘わらずほぼ一定値となっており、垂直モードが支配的な状態ではく離が生じていることが分かる。このことから、界面強度の異方性を評価するためには、はく離角度が小さい範囲での試験が必要であることが明らかになった。

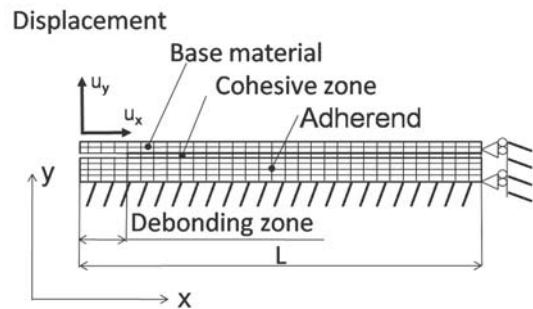


図6 はく離解析モデル

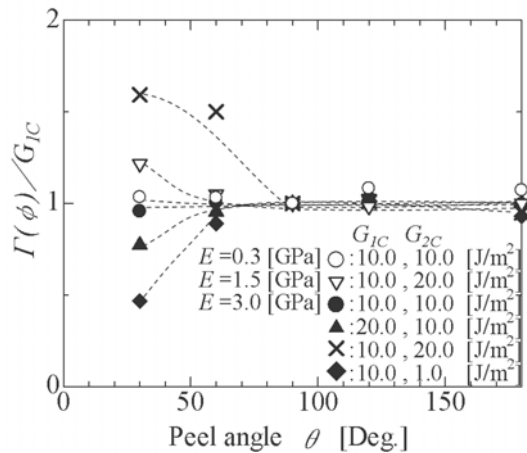


図7 はく離角度に対するはく離エネルギーの変化

### 5. 主な発表論文等

(研究代表者, 研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計10件)

- ① 岸本喜久雄, 界面強度評価の現状と課題, 第53回材料強度と破壊総合シンポジウム論文集 Vol.53 (2009), 71-88, 査読なし.
- ② 増田良太, 井上裕嗣, 岸本喜久雄, 異方性を考慮した界面結合モデルによる粘着テープのはく離進展解析, 計算数理工学論文集, Vol.8 (2008), 25-30, 査読あり
- ③ Ryota Masuda, Hirotsugu Inoue, Kikuo Kishimoto, Peeling rate dependency of delamination behavior of adhesives, Advanced Materials Research, Vols. 33-37 (2008) 339-344, 査読あり
- ④ Masaki Omiya, Takeshi Miyazaki, Kikuo Kishimoto, Masazumi Amagi, Effect of Nickel Pad Metallization Thickness on Fatigue Failure of BGA Lead-Free Solder Joint, IEEE Transaction on Components and Packaging Technologies, Vol.31 (2008) 734-740, 査読あり
- ⑤ 岸本喜久雄, 大宮正毅, 上月謙太郎, 界面き裂の支配力学パラメータと界面強度評価試験(総説), 日本接着学会誌, Vol.43(2007) 31-39, 査読なし
- ⑥ M. Omiya, K. Kishimoto, Crack Formation of Ceramic Thin Film on Polymer Substrate, Key Engineering Materials, Vols. 353-358 (2007) 307-310, 査読あり
- ⑦ K. Kozuki, M. Omiya, K. Kishimoto and H. Inoue, Study of Delamination of Thin Film Coating on Cyclic Nano-

Indentation Test, Key Engineering Materials, Vols. 353-358 (2007) 1842-1845, 査読あり

- ⑧ Zhenghua QIAN, Feng JIN, Zikun Wang, Kikuo KISHIMOTO, Non-destructive Evaluation of a Delamination in Laminates by Lamb Wave Propagation, Key Engineering Materials, Vols. 353-358 (2007) 2345-2348, 査読あり
- ⑨ Ryota MASUDA, Masaki OMIYA, Hirotsugu INOUE, Kikuo KISHIMOTO, Effect of peel rate on interfacial strength, Key Engineering Materials Vols 345-346 (2007) 185-188, 査読あり
- ⑩ M. Arai, Y. Okajima, K. Kishimoto, Mixed-mode interfacial fracture toughness for thermal barrier coating, Engineering Fracture Mechanics 74 (2007) 2055-2069, 査読あり

[学会発表] (計12件)

- ① 上月謙太郎, 岸本喜久雄, 大宮正毅, ナノインデンテーション試験法によるP I 薄膜/Si基板構造体の界面強度評価, 第4回マイクロマテリアルシンポジウム講演論文集, 2008/9/23, 東京, 71-76
- ② 岸本喜久雄, ナノスケール領域の材料力学, ナノプローブテクノロジー167委員会, 第49回研究会資料, 2008/1/24-25, 横浜, 17-24
- ③ Kikuo Kishimoto, Kentaro Kozuki, Masaki Omiya, Evaluation of the Interfacial Strength by the Indentation Method, The Eighth International Conference on Fundamentals of Fracture, 2008/1/3-7, Hong Kong 28-29
- ④ Masaki Omiya, Kikuo Kishimoto, Effect of UV-ray irradiation on the Crack Formation of PET/ITO film, The 4th Japan-Taiwan Workshop on Mechanical and Aerospace Engineering 2007/10/29-31, 箱根, 151-155
- ⑤ Ryota MASUDA, Hirotsugu INOUE, Kikuo KISHIMOTO, Finite Element Analyses of Peel Test for Thin Film Adhesion, The 4th Japan-Taiwan Workshop on Mechanical and Aerospace Engineering 2007/10/29-31, 箱根, 224-227
- ⑥ K. Kozuki, M. Omiya, K. Kishimoto, Interfacial Strength Evaluation for Thin Film Coating Systems by Nanoindentation Test, The 4th Japan-Taiwan Workshop on Mechanical and Aerospace Engineering, 2007/10/29-31, 箱根, 329-331
- ⑦ 大宮正毅, 岸本喜久雄, ITO 薄膜のき裂

- 形成に及ぼすPET基材の塑性変形の影響, 日本機械学会M&M2007材料力学カンファレンス, 2007/10/24-26, 東京, 155-156
- ⑧ 荒井正行, 和田英志, 岸本喜久雄, 溶射条件を考慮した遮熱コーティングの残留応力解析, 日本機械学会 M&M2007 材料力学カンファレンス, 2007/10/24-26, 東京, 177-178
- ⑨ Kozuki, K., Omiya, M., Kishimoto, K., Delamination Behavior of Hard Film on Soft Substrate During Nano- and Micro-Indentation, MicroNano Reliability, 2007, 9/2-5, Berlin, 133
- ⑩ Omiya, M., Kishimoto, K., UV-ray Irradiation Effects on Channeling Crack Formation of Ceramic Thin Film on Polymer Substrate MicroNano Reliability 2007, 9/2-5, Berlin, 182
- ⑪ Ryota MASUDA, Hirotsugu INOUE, Kikuo KISHIMOTO, Peeling rate dependency of delamination behavior of adhesives, FEOfS2007, 2007/8/27-30, Urumqi, China, 468
- ⑫ 岸本喜久雄, 界面強度に関するいくつかの話題(基調講演), 日本材料学会第56期学術講演会講演論文集, 2007/5/19-20, 名古屋, 77-78

(3) 連携研究者  
なし

[その他]

ホームページ

<http://www.titech.ac.jp/whoswho/Profiles/0026/0000080/profile.html>

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

岸本 喜久雄 (KISHIMOTO KIKUO)  
東京工業大学・大学院理工学研究科・教授  
研究者番号: 30111652

### (2) 研究分担者

井上 裕嗣 (INOUE HIROTSUGU)  
東京工業大学・大学院理工学研究科・准教授  
研究者番号: 90193606

浦郷 正隆 (URAGO MASATAKA)  
慶応義塾大学・大学院システムデザイン・マネジメント科・准教授  
研究者番号: 50302948

大宮 正毅 (OMIYA MASAKI)  
慶応義塾大学・理工学部・専任講師  
研究者番号: 30302938