

マイクロスラリージェットエロージョン (MSE) 法による薄膜表面下微細構造の可視化

Visualization of fine structure for surface and its inside of thin coatings with a micro slurry-jet erosion (MSE) test

福井大 (正) *岩井 善郎 福井大・工 (非) 福間 慎治

Yoshiro Iwai*, Shinji Fukuma*

*University of Fukui

1. はじめに

薄膜の機械特性を評価する方法として、著者らは微小な固体粒子による破壊損傷（エロージョン）を利用した MSE 試験（Micro Slurry-jet Erosion）法を提案している^{1,2)}。従来の MSE 法は、投射ノズル中心位置におけるエロージョン深さの測定による一次元（線）での評価である。しかし薄膜内部は均一でないことが多く、広い領域でエロージョンの進展速度を「面」で評価できれば、さらに有用な手法になる。本報告では、MSE 試験による投射面の深さデータから広い領域にわたるエロージョン速度を求め、これをエロージョン痕の形状プロファイルに加えて描画（レンダリング）することで、材料内部の微細構造を同時に可視化する新たな手法 *i-MSE* (innovative MSE) 法を提案する。

2. MSE 試験とその方法

Figure 1 は MSE 発生の原理とエロージョン痕の形状測定の概略である（詳細は文献を参照）。MSE ガン内部でスラリーと圧縮空気が混合され、ノズルより高速投射が行われる。スラリーは水と微小固体粒子（セラミックス、ガラス、樹脂、金属）の混合液で、水はスラリーの流量の制御、試料面での洗浄、冷却の役割を担う。ノズル投射面積は $1 \times 1 \text{ mm}^2$ で、投射速度は最大約 100 m/s になる。

MSE 試験装置（図省略）はエロージョン発生部とエロージョン痕プロファイル計測部および試料移動部で構成される。試験は一定量のスラリー投射、投射面洗浄、エロージョン痕プロファイル計測を自動で繰り返してエロージョンの進展に伴う連続したデータ取得を行う。

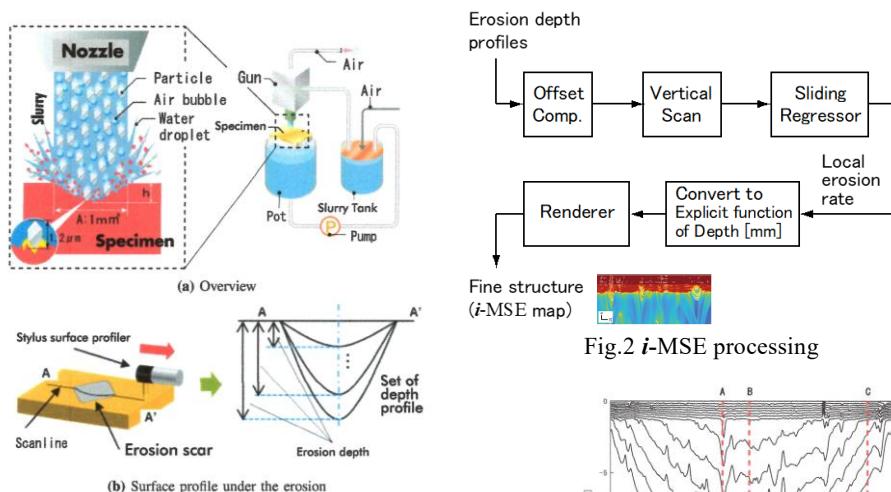


Fig.1 Principles of MSE test and measurement

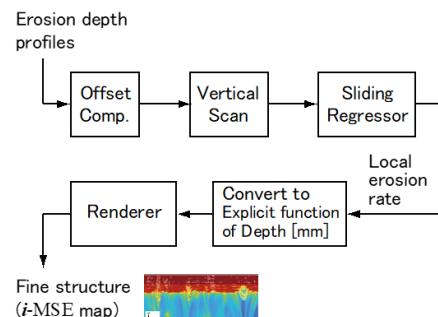
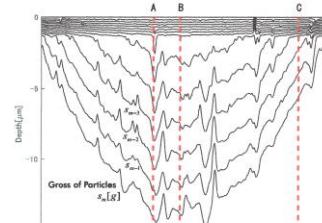
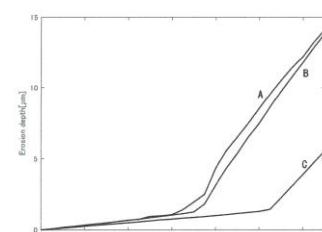


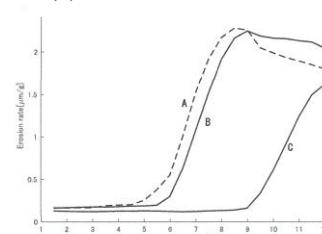
Fig.2 *i*-MSE processing



(a) Erosion depth profiles



(b) Erosion curves



(c) Erosion rate curves

Fig.3 Erosion process of TiN coating

3. エロージョン進展の可視化処理

3.1 可視化 画像可視化処理の流れを Fig. 2 に示す。前処理によるオフセット補償後の深さを $d(h; s_i) [\text{mm}]$ とする。ここで h は水平方向座標 [mm]、 s_i は投射粒子量である。毎回の投射での粒子量を一定とし、これを $\gamma [\text{g}]$ とおくとき、 $s_i = \gamma(i-1)$ 、 $i = 1, 2, \dots, m$ である。 m は総投射回数である。粒子投射による材料のエロージョン過程は、 s_i をパラメータとするエロージョン痕プロファイル $d(h; s_i)$ のグラフにより可視化できる。一例として、高速度鋼基材上の TiN 膜（膜の詳細は後述）の結果を Fig. 3 に示す。Fig.3a は MSE 装置から出力される形状プロファイルを投射回数分重ね合わせた結果である。各プロファイルは投射量に伴い順次深くなり、それらの間隔が途中から広くなって基材が現れたことを示唆している。Fig.3b は Fig.3a の点線位置における累積投射粒子量（図の横軸）に伴うエロージョン深さ（図の縦軸）の変化を示し、エロージョン曲線と呼ぶ。直線の傾きをエロージョン率 [$\mu\text{m}/\text{g}$] とし、評価指標とする。従来の MSE 法では h をノズル中心位置に設定し、折れ線の各区間を線形回帰しエロージョン率としているが、その場合エロージョン痕における局所的な損傷の影響を受けやすくなる。そのため、任意のエロージョン位置の局所エロージョンの進展速度を新たにエロージョン速度 [$\mu\text{m}/\text{g}$] と呼んで区別し、その近傍の測定置におけるデータを用いて単回帰分析により算出する。ここでは、注目箇所の近傍データのみを用いた Sliding Window 回帰による局所的な単回帰係数とし

てエロージョン速度を算出する。局所線形モデルを

$$\hat{a}_h(s_i) = a_h(s_i)x_i + B_h(i), \quad (1)$$

とする。ここで $x_i = s_i - \bar{s}_i$,

$$\begin{aligned} \bar{s}_i &= \frac{1}{2N+1} \sum_{k=-N}^N s_{i+k}, \\ B_h(i) &= \frac{1}{2N+1} \sum_{k=-N}^N d_h(s_{i+k}). \end{aligned} \quad (2)$$

である。 h は水平座標, x_i は近傍平均を減算した投射量, B_h は深さの局所平均である。 $2N+1$ は回帰に用いる近傍データ個数であり, 常に奇数であることからゼロ位相で回帰係数を計算できる。式 (1) から B_h を減算すれば局所線形モデルは原点を通る直線となる。 $y_{i+k} = d_h(s_{i+k}) - B_h(i)$ とすれば, 局所回帰係数は最小 2 乗法を用いて, 以下のようになる。

$$a_h(s_i) = \frac{\sum_{k=-N}^N x_{i+k} y_{i+k}}{\sum_{k=-N}^N x_{i+k}^2}, \quad (3)$$

3.2 エロージョン速度のラスタライズ 式(3)を Fig.3a の摩耗痕プロファイルにマッピングするためには, 深さ d を変数とする陽関数のサンプル値として表現する必要がある。しかし, エロージョン面では塑性変形による盛り上がりや洗浄過程での残留投射粒子などのノイズの影響があり, 深さ d は粒子投射量に対して必ずしも単調増加とならず, エロージョン速度の陽関数表現を直接得ることはできない。そこで本研究では, はじめにエロージョン速度を深さ d を基準 (キー) として昇順ソートすることで単調増加関数に変換する。次に, ソート後の集合について, ある深さ d に複数の速度データが存在する場合, その平均をエロージョン速度として陽関数に変換する。この陽関数サンプル値は深さ解像度に関し疎であることから, 線形内挿を用いて密データに変換する。

3.3 カラーマップ 局所エロージョン速度をカラーマップで可視化する場合, 評価対象となる領域が明確に表示されるように画像処理する必要がある。本研究では, 表示したいデータを量子化し, カラーテーブルのインデックスに対応付けることでカラー画像として提示する手法を用いた。

4. 解析結果

i-MSE 法による解析を高速度鋼 (HSS) 基材にアーキオンプレーティング法で成膜された TiN 膜と TiCN 膜ならびに市販の TiN コートドリル (仕様は不明) について行った。平均粒径 $1.2\mu\text{m}$ の多角形アルミナ粒子を, 投射 1 回あたり 0.5g 投射し, 全投射回数は最大 90 回とした。その試験時間は 1 時間程度である。MSE 装置の測定分解能は, 深さ方向において 20nm 程度, 水平方向において $1\mu\text{m}$ である。

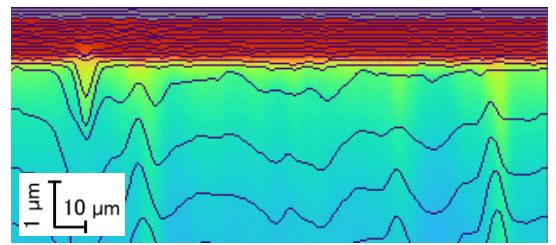
Figure 4 にノズル中心付近のエロージョン痕プロファイルおよび局所エロージョン速度を用いてレンダリングした可視化画像を示す。図の横軸に表面位置 [mm], 縦軸に深さ [μm] をとり, カラーマップは青いほどエロージョン速度が大きく (低強度), 赤い (茶色) ほどエロージョン速度が小さい (高強度) ことを示す。いずれの場合も, 硬質薄膜, 界面, 基材が明瞭に現れ, 内部の微細構造が不均一であることが明らかである。特に TiCN 二層膜では膜内部での不均一性が見られ, 断面の電子顕微鏡観察において TiCN 膜内部でのドロップレットの発生, 結晶成長の不均一などが見られたことと対応している。また, TiN 膜, TiN/TiCN 膜共に基材との界面には局所的に強さの違いが認められる。

5. おわりに

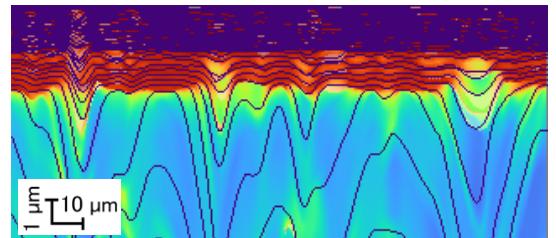
MSE 試験の投射領域の広い範囲でエロージョン進展速度を求め, これをエロージョン痕の形状プロファイルに加えてレンダリングすることで材料内部の強さに関する構造を可視化する *i*-MSE 法は, 「面」での評価が可能となる。著者らは, 今後, *i*-MSE 法を硬質皮膜のみならず樹脂皮膜や各種バルク材料, 複合材料等の表面・内部の局所強さと微細構造の解析・評価の新しいツールとして幅広く展開する予定である。

1) Y. Iwai et al.: Evaluation of wear resistance of thin hard coatings by a new solid particle impact test, Wear, 251 (2001) 861.

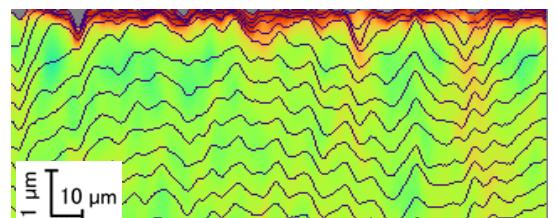
2) 例え、岩井・松原：マイクロスラリージェットエロージョン (MSE) 法を用いた膜強度評価・解析, 表面技術, 68, 12 (2017) 702



(a) TiN coating on HSS substrate ($N=3$).
The thickness was measured with
a calo-test and was $1.3\mu\text{m}$



(b) TiN/TiCN coating on HSS substrate ($N=1$).
Thickness of TiCN; $2\mu\text{m}$ and TiN; $1.5\mu\text{m}$



(c) Commercial TiN coated drill ($N=1$).

Fig. 4 Visualization of erosion process and structures of the inside of coatings.
Color: Red (brown) means high strength
(low erosion rate). Blue means low
strength (high erosion rate)