



Y 系溶射膜の内部空隙観察

内海 宏和¹, 曾根 宏¹, 伊藤 桂介¹, 永尾 美佳子²
 1 宮城県産業技術総合センター 2 トーカロ株式会社

キーワード : 溶射, セラミックス, 内部空隙

1. 背景と研究目的

半導体製造工程内でエッチング環境に曝される部品は、耐プラズマ性に優れた Y 系材料が溶射法でコーティングされる。溶射膜は、溶融状態に加熱された粒子を高速で、連続的に被加工素材に吹き付けて積層し形成される。溶融した個々の粒子は、被加工素材の表面で急冷凝固する際に、粒子どうしの界面あるいは粒子内部に空隙を含みながら積層する。空隙の形成状態は、被膜の特性に影響を及ぼすことから、これを詳細に把握することは重要である。電子顕微鏡による断面観察は 2 次元情報のみを得るのに対し、X 線 CT による観察では、非破壊で任意の断面の 2 次元情報が得られるほか、3 次元の情報、例えば体積率が得られる。しかしながら、主成分が比較的重い元素 Y であること、また膜内の空隙サイズが数 μm 程度であることから、汎用の X 線 CT で鮮明に観察することは難しい。そこで、数 μm 程度の解像度が期待できる放射光 X 線 CT の適用を試みた。

2. 実験内容

原料粉末粒径が異なる 2 種類の Y 系溶射膜を観察対象とした。膜厚を 100 - 150 μm に調整した溶射膜を単膜サンプルとして準備した。単膜をさらに幅 0.5 mm、長さ 3 mm 程度に割断し、直径 1 mm、長さ 10 mm のピンの先端に紫外線硬化樹脂で固定した。事前の検討から、X 線の透過厚さは 0.1 mm 程度とする必要があると考えられたため、サンプルは先端が尖ったものを選択し、その部分を観察部位とした。照射 X 線は白色 (6 - 24 keV 程度) で 10 倍拡大とし、試料撮影回転範囲は 360° とした。撮影視野は 1.3 mm × 1.3 mm、撮影イメージのピクセルサイズは 0.65 $\mu\text{m} \times 0.65 \mu\text{m}$ である。

3. 結果および考察

Fig.1 および Fig.2 に Y 系溶射膜の X 線 CT 像を示す。X 線透過方向の断面サイズが 150 $\mu\text{m} \times 300 \mu\text{m}$ 程度まで、空隙を明瞭に観察することができた。汎用の X 線 CT では、ノイズと空隙の見分けが困難であったが、BL8S2 を用いることで、3 μm 程度の空隙まで鮮明に観測できた。

原料粒径が大きい膜に対し、原料粒径が小さい膜は、空隙のサイズが小さく緻密であった。今後は、空隙の体積サイズの分布や形状の特徴を定量的に解析する予定である。

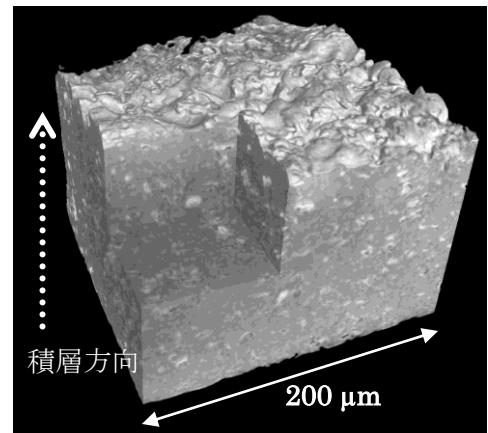


Fig.1 Y 系溶射膜（原料粒径大）の 3 次元 CT 像

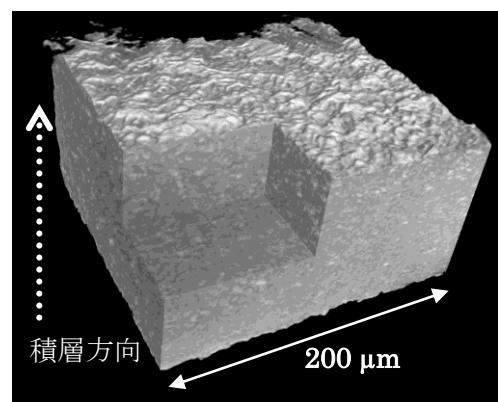


Fig.2 Y 系溶射膜（原料粒径小）の 3 次元 CT 像