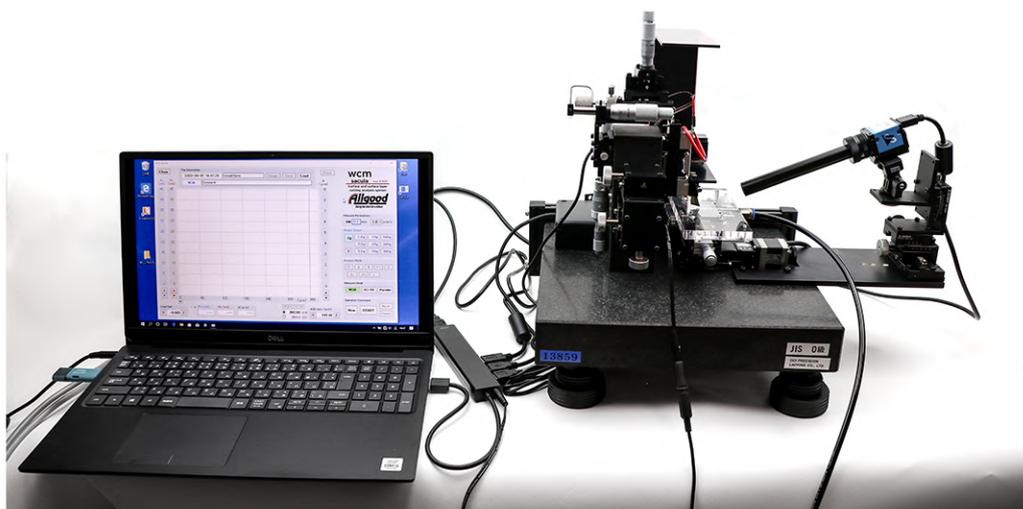


MADE IN JAPAN ●
特許出願中

wcm sacula

wcmsaculaは塗膜や高分子材料の各種基礎物性を測定する装置です



Measure Mode

WCM (Weight Control Mode)

WCMはwcmsaculaの基本測定モードです。切削刃や圧子に所定の垂直荷重をかけた状態で試料に対して水平運動させ抗力を検知します。水平力検知、深さ検知、錘で垂直力の設定をおこなながらグラフ化し解析を行います。主にせん断降伏強さ τ_s ・せん断角 Φ ・付着強度P・各層の膜厚に相当する深さdの測定を行う場合に使用するモードです。

SC-TR (Scratch and Tribology Mode)

切削刃の代わりに圧子を用いて塗膜や高分子材料の摩擦係数を求めたり、圧子の代わりに針を用いてスクラッチ係数を求める場合に使用するモードです。その他、膜厚測定の段差測定や表面粗さ測定にも使用されます。

Parallel (Parallel Mode)

段階的平行切削（繰り返し切削）を行う場合に使用するモードです。表層から数百nm程度で段階的に削り出しを行うことで、深さ方向へのサンプリングが可能です。例えば紫外線（UV）が与える素材への影響を調べるため、段階的な深さごとの切片を採取し、この切片を分析することで表層から内部への深さ方向解析を行うことができます。

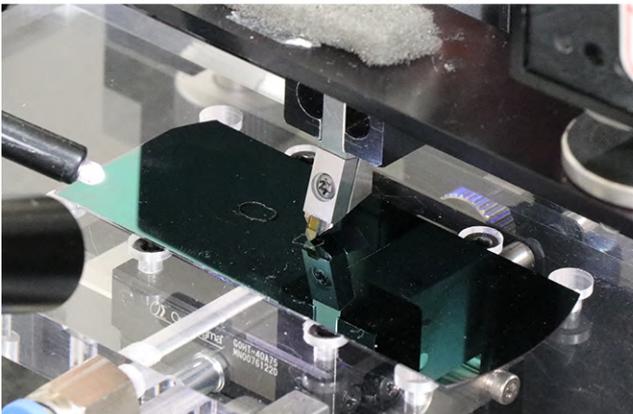
切削刃・圧子・測定針

ダイヤモンド切削刃

切削刃は単結晶ダイヤモンドを精密研磨したものです。

ダイヤによる切削について

高分子材料などの試料に対する切削刃の切込み時の挙動は基本的には材料の変形（伸び変形）→切り傷発生→切削の順となり試料内部に切込みます。この流れを精度よく測定することで、材料の傷つき性、せん断強度（破壊強度）の材料の基礎物性を捉えることが可能となります。Parallel Cutting Modeでは表層から深部に向けて深さ方向に数百nm～数μm単位で段階的に切片を採取することが可能で、各種分析に用いることができます。



レジスト膜の剥離試験の様子



0.3mm幅のダイヤモンド切削刃

先端半球形超鋼材圧子

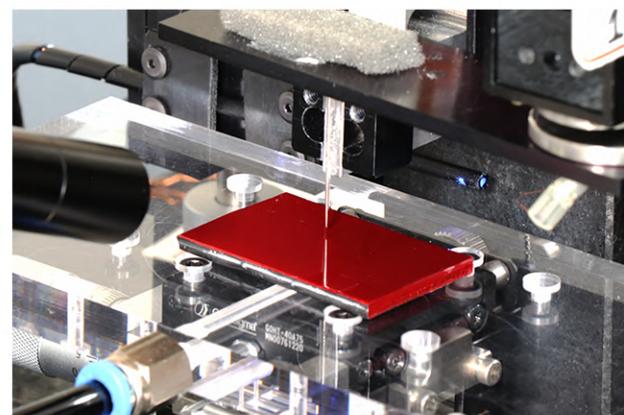
摩擦係数を求めたり、段差の測定に使用します。



圧子は、取り換え可能

スクラッチ係数測定用測定針

独自のスクラッチ係数を測定する測定針



塗膜のスクラッチ係数測定の様子

その他機能

wcmsaculaオリジナル変位計により深さ解析が可能

wcmsacula専用開発された深さ測定用変位計で切込み深さ・押し込み深さの測定が可能。最小10nmまで変位を表示することができます。切削刃を用いて塗膜表面から基材面にかけて内部に切削します。この切削刃の表面から界面にかけての垂直変位が膜厚に相当します。



wcmsaculaオリジナル変位計



シリコンウエハーの上のレジスト膜（約1 μ m）の段差測定と摩擦係数測定

オリジナル専用ソフトウェアによりワンクリック解析が可能

切削時の水平力と錘による垂直荷重、深さの様子がリアルタイムでグラフ表示。Analysis modeでせん断角、せん断降伏強さ、付着強度、スクラッチ係数、摩擦係数など各種解析が可能です。

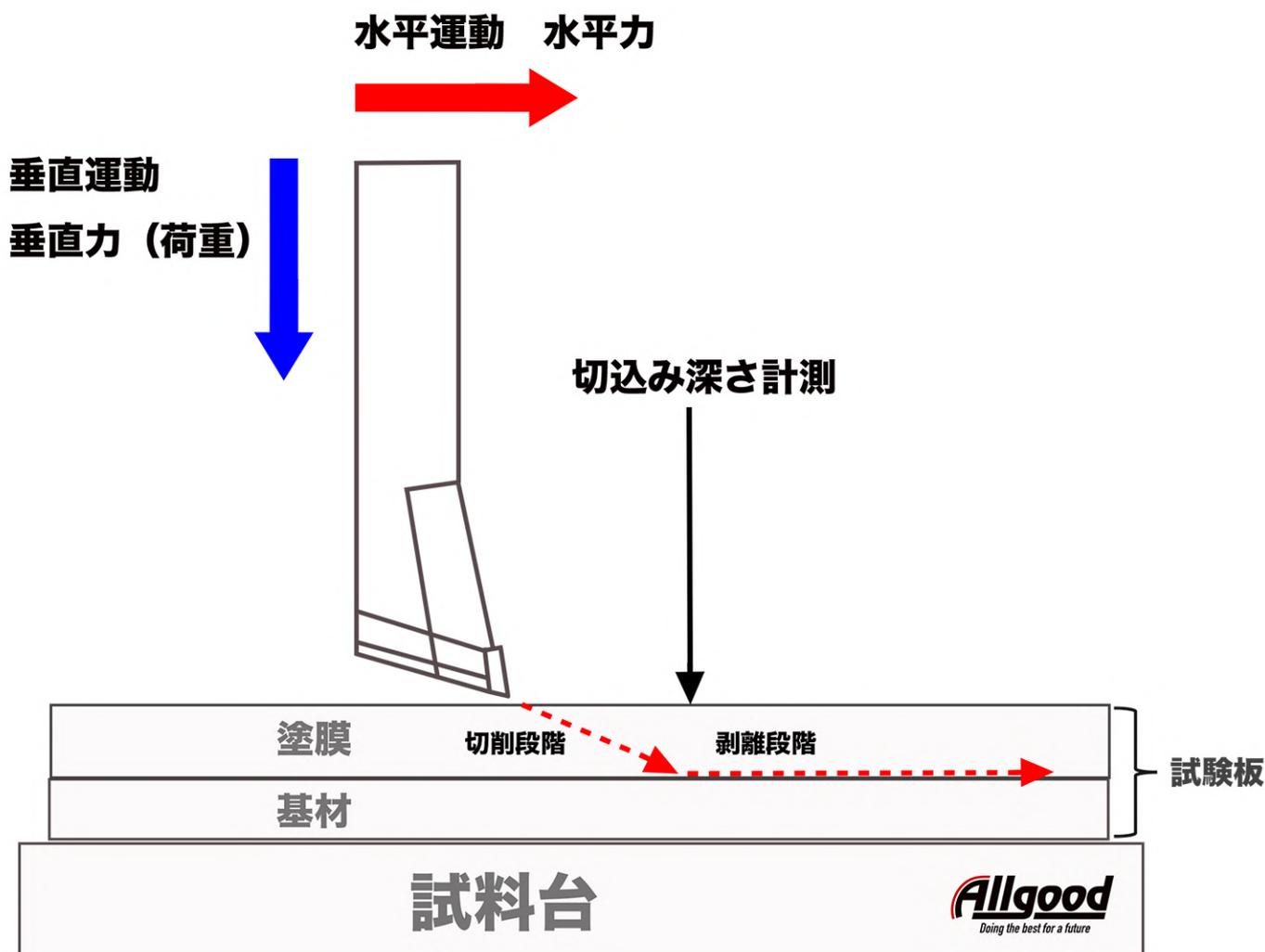


wcmsaculaにはソフトウェアがインストールされた専用ノートパソコンが付属しております。ソフトウェアはライセンス管理されています。無断でのご使用を禁じておりますのでご了承ください。

水平速度も幅広く設定できます

切削時の水平運動は幅広く選択できます。零速度（停止）と0.1 μ m/s~0.5 μ m/s, 1 μ m/s~20 μ m/sで段階的に速度設定が行えます。塗膜や試料に合わせて所定の速度を選択してください。

動作原理・機構



切削段階

各種被着体の切込み段階で“せん断降伏強さ”を測定し、同時に“強度の深さ方向解析”を行う事ができます。塗膜の硬さ評価、硬化具合・架橋性、高分子材料の硬さ、傷つき性、UVによる劣化具合などを深さ方向で分析することができます。

剥離段階

試料が塗装膜の場合は、試料表面から界面近傍まで切込むと剥離が発生して水平力が低下します。その段階で水平運動を停止して、分銅の重さを小さくして測定を再開します。分銅の重さを順次下げると切削刃が上昇に転じるポイントがあり、この手前がバランス荷重となります。このバランス荷重で界面運動を続けると基材を接触しないで、ほぼ摩擦力のない水平力が測定できます。その時の値を刃幅辺りで割ることで、付着強さP（剥離強度）を求めることができます。

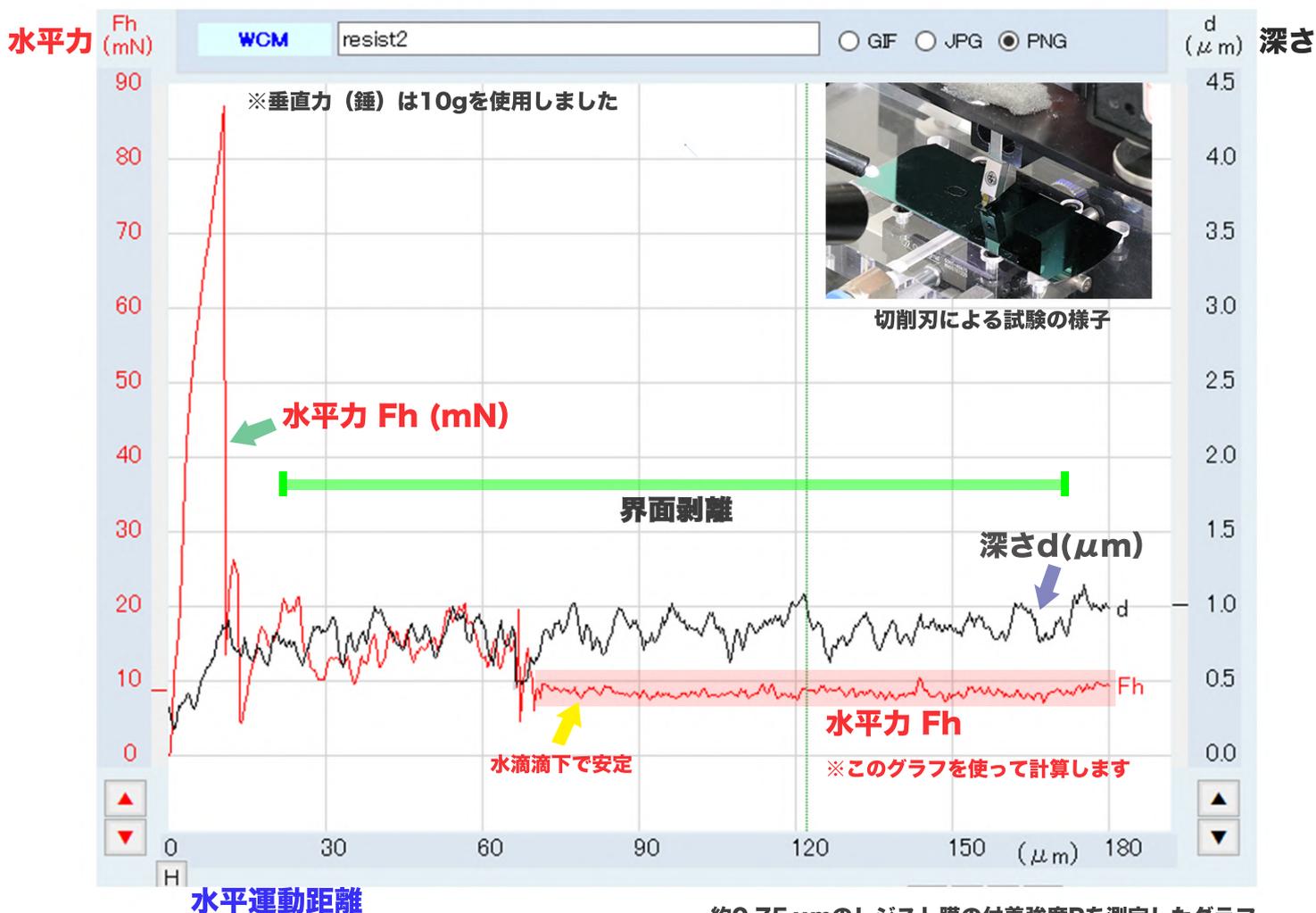
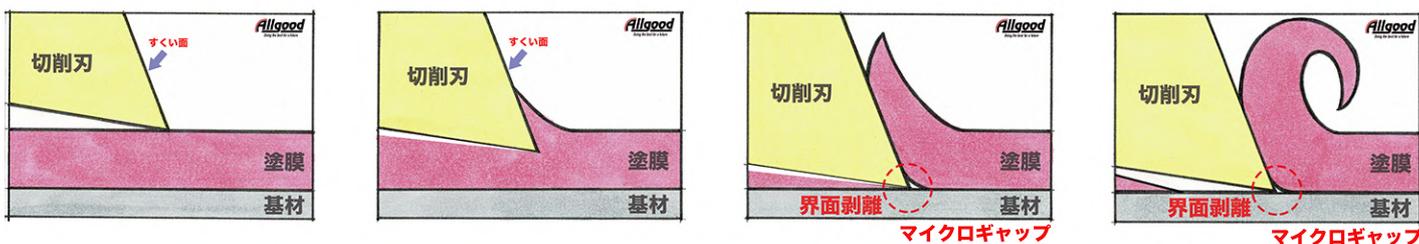
Analysis mode

付着強さ

塗膜を被着体から引き剥がす力から付着強さを求めます。引き剥がす場合、付着界面の界面結合力による付着力とそれ以外に塗膜の変形力、切削刃で剥離する場合は刃物すくい面の摩擦力が含まれます。概略的な求め方は、塗膜の界面結合力、膜の変形力、刃物すくい面の摩擦力を含めて水平力 F_h とし刃幅当たりの水平力で求めます。

※ソフトウェアにより自動計算・グラフ化されます

$$P \text{ (付着強度)} = F_h \text{ (水平力)} / w \text{ (刃幅)} \quad \text{※単位: N/m}$$



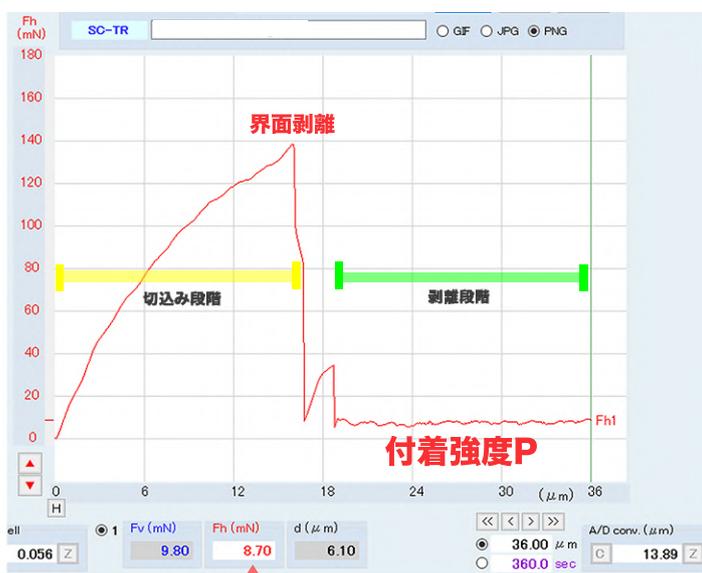
約0.75μmのレジスト膜の付着強度Pを測定したグラフ

Analysis mode

異なる試験サンプルで付着強度 P の比較

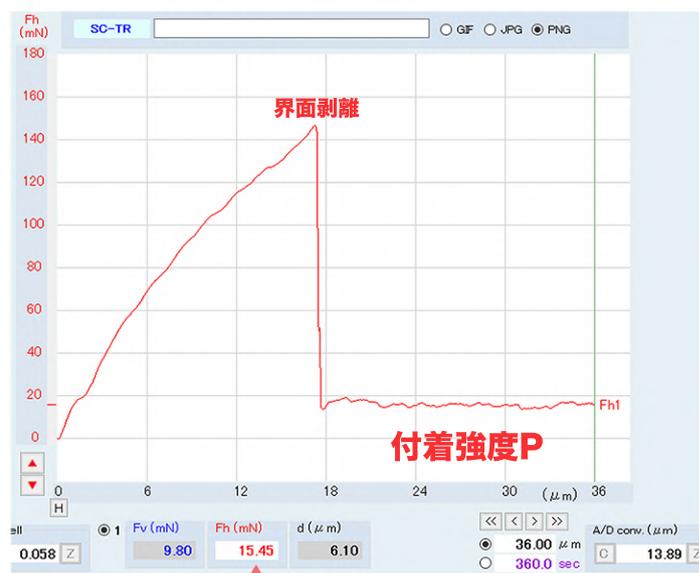
付着強さ P の測定例です。例えば下のグラフは下地処理 HMDS 有無の比較例です。レジスト膜 1 は HMDS 処理なしの膜厚 1.097 μm 。レジスト膜 4 は HMDS 処理ありの膜厚 1.090 μm 。両者の Fh (水平力) を比較すると、レジスト膜 1 (Fh 値: 8.70mN) に対して、レジスト膜 4 (Fh 値: 15.45mN) の方がおよそ 1.8 倍ほど高いことが確認できます。

レジスト膜 1 HMDS 処理なし 膜厚 1.097 μm



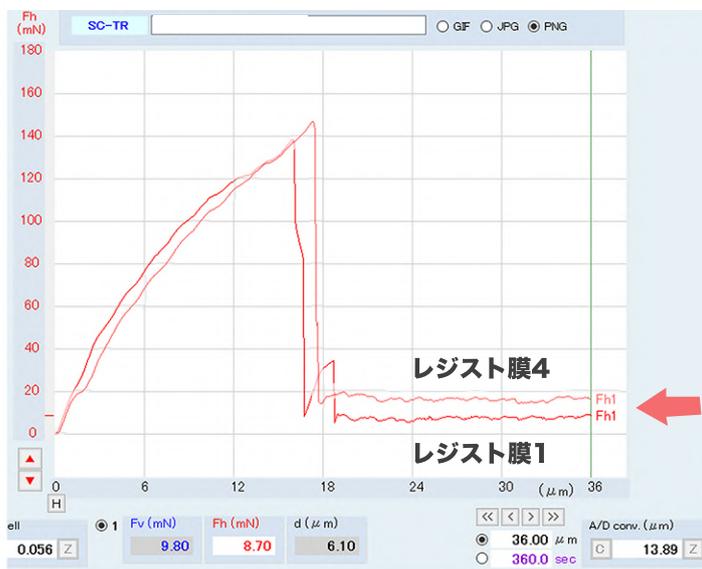
Fh 値 : 8.70mN

レジスト膜 4 HMDS 処理あり 膜厚 1.090 μm



Fh 値 : 15.45mN

Fh 値を重ね合わせたグラフ



2つのFh値グラフを重ね合わせると
1.8倍程度の差が確認できます。

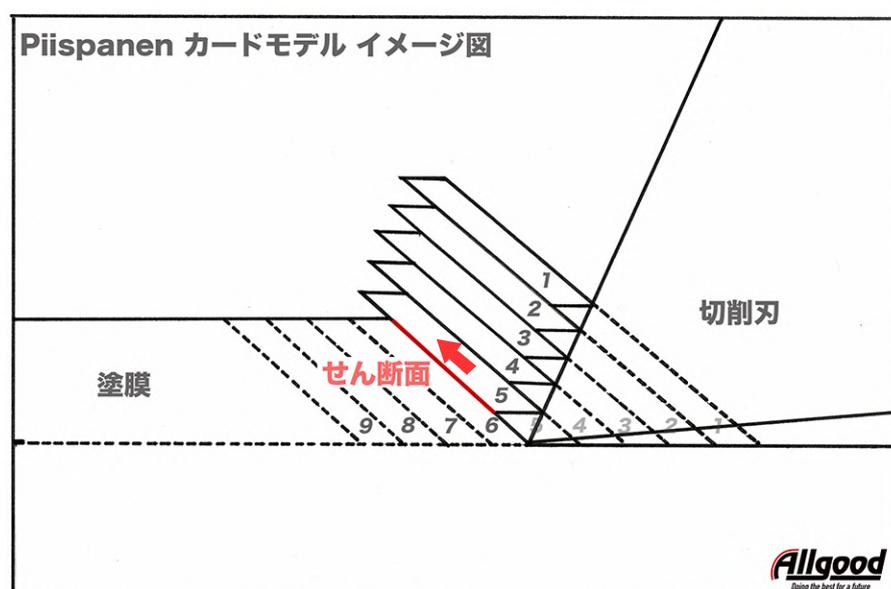
Analysis mode

せん断破壊

せん断破壊については、Piispanen¹⁾のカードモデルが有ります。

切削刃で材料表面から所定の深さを切込む場合、切削刃はすくい面で材料を水平方向に押し付けながら進むにつれて、次々にせん断面ですべりが起こり、その結果できる平行四辺形の短冊が積み重なり、それが工具のすくい面に沿って上方に押し出されます。

このせん断破壊の様子を示したのがカードモデルです。



切削によるせん断破壊の発生：カードモデル 1) V.Piispanen:J.Appl.Phys.,(1948),876

せん断角 ϕ

せん断角は所定の形状の切削刃で切削した時に切削刃すくい面から伝達される力によって刃先前方に斜めの主せん断域が生じます。

最小エネルギー（最小仕事）でズレる方向、壊れやすい方向に壊れた角度がせん断角となります。

せん断角 ϕ は、塗膜やプラスチック材料を切削刃を用いて切削した場合の水平力 F_h と垂直力 F_v の2分力から求めることができます。せん断角は材料が硬くなるほど小さくなります。

一般ポリマーではせん断角 ϕ は約 40° 程度です。例えば、アクリル樹脂のせん断角 ϕ は約 35° です。

金属材料は小さくなり銅は約 7° 、黄銅は約 17° 、アルミニウムは約 25° となります。

$$\phi = \pi / 4 - 1 / 2 \arctan (F_v / F_h)$$

Analysis mode

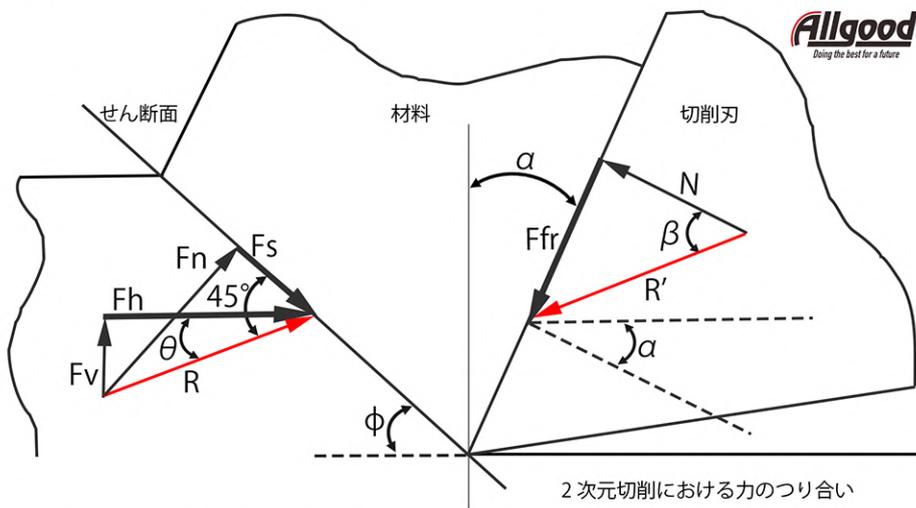
せん断降伏強さ τ_s (MPa)

せん断降伏強さとは、材料の破壊強度を表現しています。塗膜や高分子材料を切削刃で切削すると刃先から例えば約40°前方にズレ破壊がおきます。(P4.カードモデル)

このズレをせん断破壊といいます。

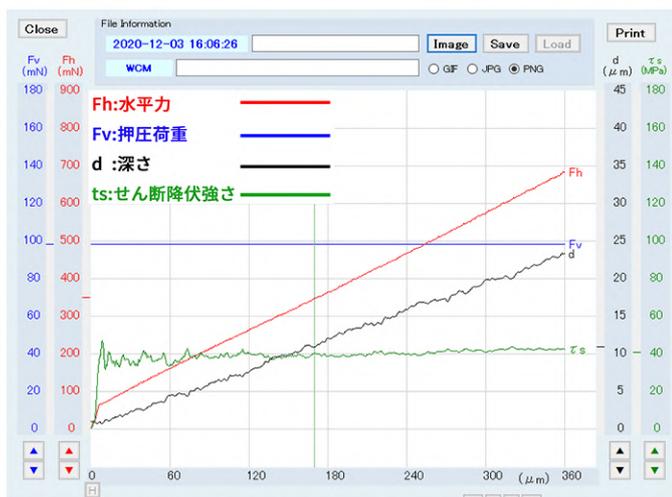
せん断破壊が起こるせん断力をせん断降伏強さと呼んでいます。

材料や塗膜のせん断降伏強さ τ_s を求める場合は切削刃を用い、水平力 F_h ・垂直力 F_v ・切削刃の刃幅 b ・切込み深さ d ・せん断角 ϕ を用いて計算します。



- β : 摩擦角
- α : すくい角
- $\phi = 45^\circ - (\beta - \alpha)$
- $\theta = \beta - \alpha$
- $\theta = \tan^{-1}(F_v / F_h)$
- $\phi = 45^\circ - \theta$

$$\text{せん断降伏強さ } \tau_s = \sin\phi / bd (F_h \cos\phi - F_v \sin\phi) \quad (\text{MPa})$$



ABS樹脂のせん断降伏強さ τ_s のグラフ



POMのせん断降伏強さ τ_s のグラフ

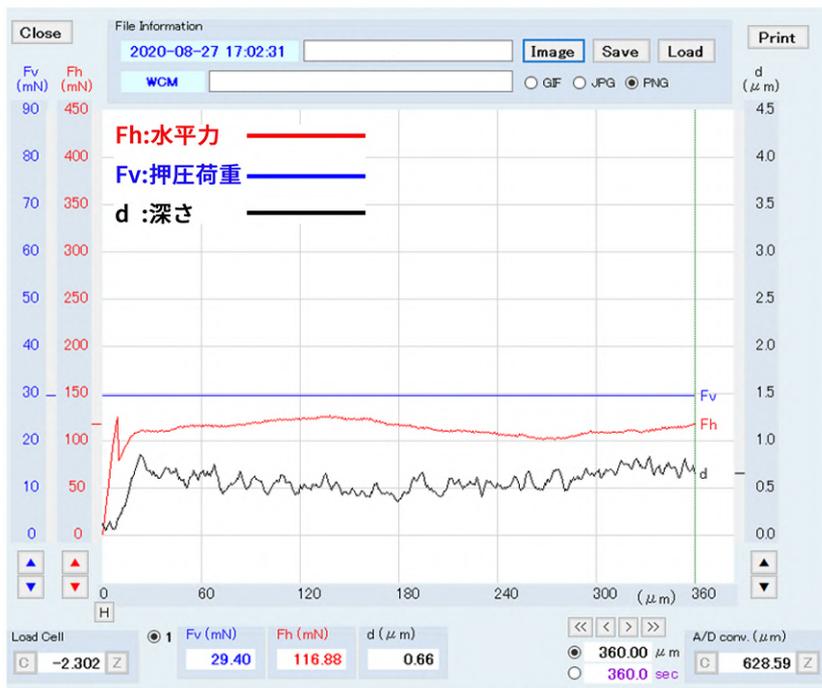
“注” 切込み開始の表層数 μm 深さは、材料の変形、傷付き、切削の変化を経過して材料の内部に切込むため水平力はその挙動に伴って変化します。

参考：弊社内のテストにおいて、ABS樹脂とPOMのせん断降伏強さ (MPa) は引張試験による引張強さ (MPa) と相関性のある測定結果が得られました。

Analysis mode

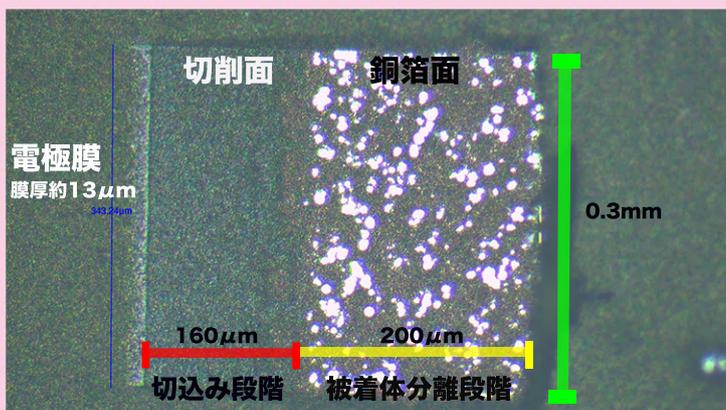
試料の深さごとの切片採取 2次元切削による切削面

切削刃に垂直荷重をかけて切込み、平行切削をおこないます。深さは初期荷重の設定で決まります。荷重の設定により試料の表層から数百nm程度の深さの切片を採取することができます。繰り返しの平行切削により段階的な削り出しをおこない深さごとの切片を採取できます。例えば紫外線（UV）が与える素材への影響を調べるため、表層から内部へ段階的に切片を採取してIR分析します。また、試料の表層から界面に達するまで切込み2次元切削をおこない、斜めに露呈した切削面をSEM（走査型電子顕微鏡）などで観察することにより、例えば、リチウムイオン電池の電極の深さごとの活物質とバインダーの分散状態の確認、その他塗膜内部の様子を観察できます。



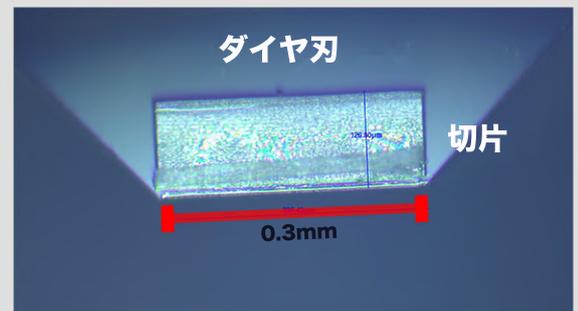
ポリアセタール（POM）を約500nm程度で平行切削をおこなったグラフ

リチウムイオン電池の電極シートを切込み2次元切削した外観

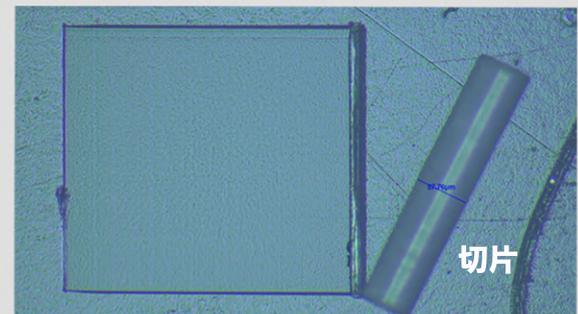


電極膜（膜厚約13μm）を表層から界面へ切込み、界面到達後に水平運動へと切り替わります。切込み段階で深さ方向に切削面ができています。その部分をSEMで観察することでバインダーと活物質の分散具合が確認できます。切込み2次元切削により電極膜のせん断降伏強さ・膜厚・切削面が確認できます。

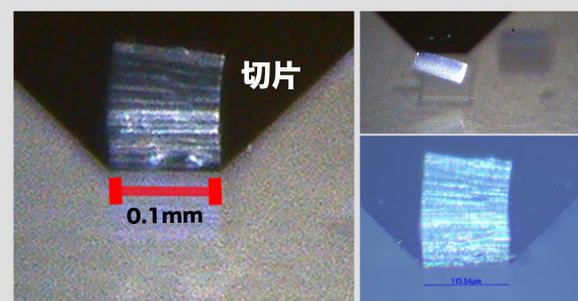
採取した切片をIR分析



切削後、ダイヤモンド刃に切片が残った状態
この状態でIR分析ができます。



切削後、深さ500nmの切片が試料表面に残った状態
切片を採取してIR分析します。



POM表層微小切削により幅0.1mm 厚さ500nmの切片を採取

Demonstration

デモ試験について

当社では、付着力測定及び材料強度評価のデモ試験をお引き受けいたします。

wcmsaculaを用いた各種プラスチック、塗装膜、レジスト膜等の耐久性試験、環境劣化試験等で強度変化した材料について、切込み2次元切削でせん断降伏強さを測定します。

また塗装膜の接着性測定、分析用試料の採取（材料表面の微小切削）などを承っております。

なお評価にあたり、材質など膜構成のご提示をお願いいたしますので、予めご承知おきください。

デモ試験は有料の試験となります。サンプルの枚数、大きさ、試料の特性、刃の消耗、サンプルに加工が必要な場合など、ご依頼内容をお聞きして御見積させていただきます。

サンプルの大きさ、厚さ、形状には制限がございます。

デモ試験をご検討の場合には、予めご相談頂きますようお願いいたします。

御見積のご依頼、機器についてのご質問、その他ご不明な点がございましたら、どうぞお気軽にお問い合わせ頂きますようお願い申し上げます。

wcm
sacula

