

X線回折法を用いた薄膜の応力測定

Thin film stress measurement by X-ray Diffractometry

X線応力測定法は結晶中に発生する微視的な歪を計測して残留応力を求める方法で、形状が複雑な部分や欠陥部など局所の応力分布を測定できる特徴があり、広く材料強度評価に用いられています。また最近では金属メッキ処理品やセラミックスコート材、工具鋼の表面硬化処理

品など薄膜の応力測定にも多く利用されるようになってきました。ここではそのような膜の応力測定の測定法の特徴と留意すべき点を説明し、応用例として工具鋼のダイヤモンドコート処理品について紹介します。

薄膜の分析深さ

Analysis depth of thin film

測定対象物として薄膜を考える場合、膜の厚みに対する測定の深さを理解しておく必要があります。X線の侵入深さはX線入射角度によって異なり、X線入射角度が傾くと垂直入射と比較して浅くなり表面付近の応力を測ることになります。例えば、X線の侵入深さとして全回折線の63.8% () が回折する深さを分析の深さと定義すれば、Cr管球を用いて鉄の(211)回折面で測定を行った場合はFig.1に示すように、平均的に約3μm程度の深さの応力値を測定することになります。

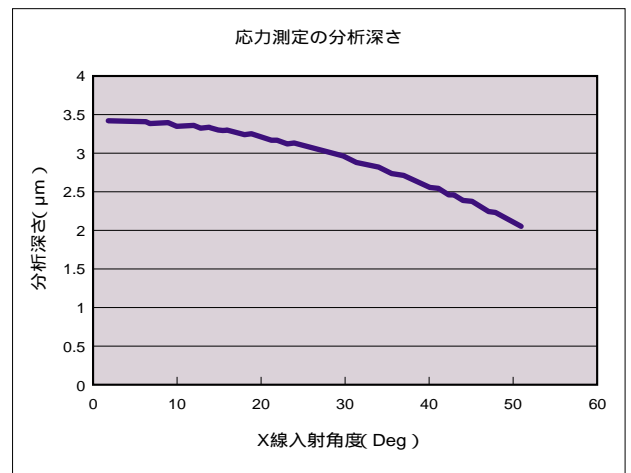


Fig.1 X線応力測定の分析深さ
Analysis depth of X-ray stress measurement

コーティング膜の応力発生メカニズム¹⁾²⁾

Mechanism of stress in coated film

PVD法やCVD法で作製されたコーティング膜の薄膜応力の発生メカニズムについて一例を紹介します。コーティング膜の製膜に際しては、製膜条件や基板と膜の材料特性の違いから生じる熱応力が大きな要因となっています。コーティング膜の製膜時に発生する熱応力は次の計算式で与えられます。

$$\begin{aligned} \sigma_f &= \sigma_T + \sigma_i \\ &= \int_M^S \left(\sigma_f - \sigma_s \right) \left(\frac{E_f}{1 - \nu_f} \right) dT + \sigma_i \end{aligned}$$

ここで

- σ_f : 薄膜応力
- σ_i : 初期応力
- σ_s : 基板の熱膨張率
- T_m : 測定時の温度
- ν_f : 薄膜のポアソン比
- σ_T : 熱応力
- ν_f : 薄膜の熱膨張率
- T_s : 製膜時の温度
- E : 薄膜のヤング率

上の式から薄膜に発生する応力は基板と膜との熱膨張係数の差と製膜時の温度条件の影響が大きいと考えられます。実測例として各種材料の基板上に形成されたTiN

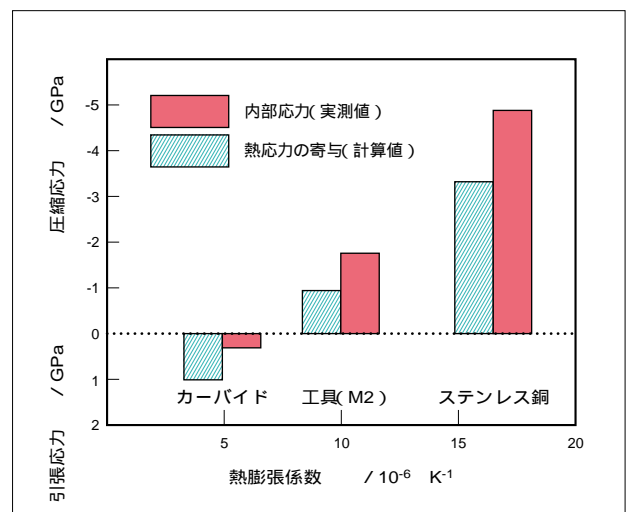


Fig.2 各種材料上に堆積したTiNにおける熱応力の割合
Relationship between thermal stress and TiN film on the various kind of substance

膜の応力値と上式から求めた熱応力の計算値との比較をFig.2に示しますが、この結果からも全応力に対する熱応力の割合が大きいことが分かります。

ダイヤモンドコート膜の測定

Measurement of diamond coated film

金属にセラミックスやダイヤモンド等の硬質材料を被覆して、耐摩耗性、耐食性や耐熱性を高める技術は既に実用化されています。ここでは超合金として用いられるWC-Coの基材表面にダイヤモンドコートをした材料の応力測定例を示します。応力変換の係数としてヤング率 $E = 1054\text{GPa}$ ポアソン比 $\nu = 0.3$ を用いて $K = -2028.8\text{MPa/deg}$ で応力値を求めました。

測定に用いた回折線はFig.3に示すとおり、回折線の幅はブロードですが十分な回折線強度が得られました。測定結果としては 1571Mpa という高い圧縮応力の傾向を示し、Fig.4に示す $2\theta - \sin^2$ 線図でも良好な直線性が得られました。

本測定におけるWC-Coのような焼結体の表面のコート膜の場合、前項で述べた熱残留応力以外に製膜時に生じる原子配列の不整や欠陥等により発生する応力も大きな要因と考えられており、薄膜応力の発生機構については材料強度の方面から研究が進められています。また、すでに材料の強度管理の面では種々の実用材の応力測定例³⁾が報告されています。

本報告に示したダイヤモンドコート膜の測定はトーメイダイヤモンド株式会社の山中氏から御提供いただいたもので、ここに謝辞を表します。

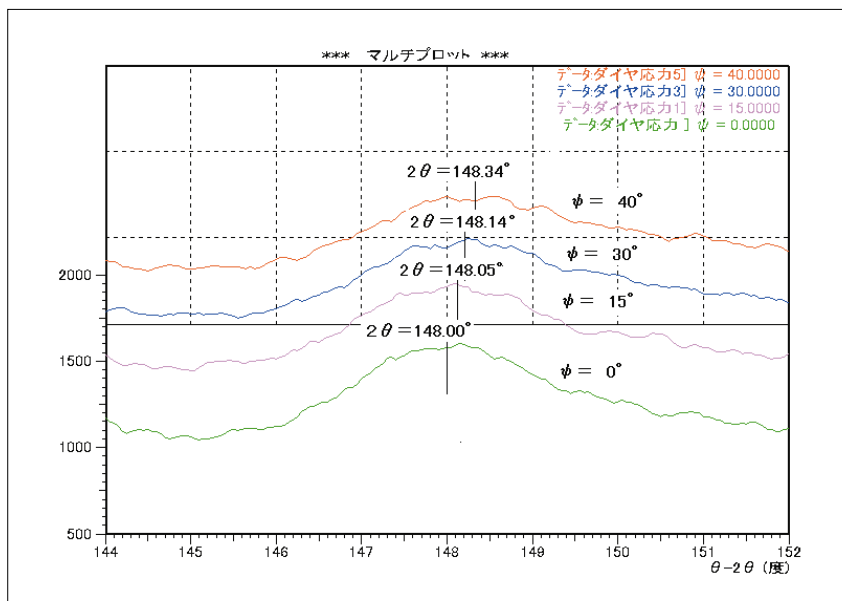


Fig.3 ダイヤモンドコート膜の回折線
Diffraction pattern of diamond coating film

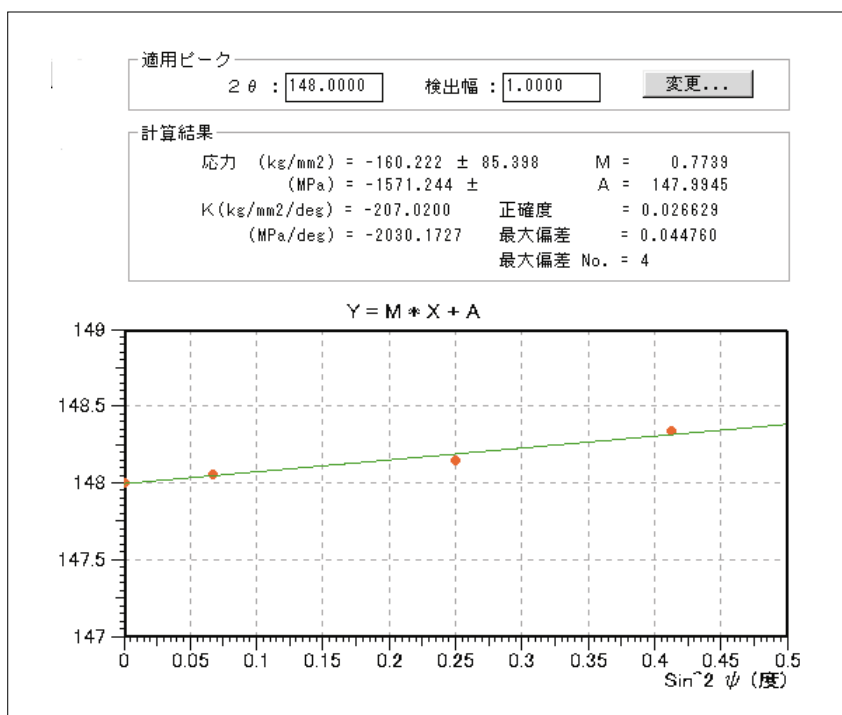


Fig.4 $2\theta - \sin^2$ 線図
 $2\theta - \sin^2$ diagram

参考文献

- 1) D.S.Rickerby, A. M Jones and B.A Bellamy:Surf & Coating Technol,37(1989),111
- 2) 入野 修, 金子 忠生 薄膜の応力とその物理冶金学的現象への影響 日本金属学会報 第29巻 第4号 (1990)
- 3) セラミックスおよびセラミックス複合材料のX線応力測定 (社)日本材料学会X線材料強度部門委員会編集 p.71 (1994)