



SUS304 上の TiN 膜の残留応力測定

中尾俊章¹、杉本貴紀¹、野本豊和¹、杉山信之¹、森田晃一²

¹ あいち産業科学技術総合センター共同研究支援部,² 同センター産業技術センター

1. 背景と研究目的

あいち産業科学技術総合センターでは、金属材料の疲労、寿命、耐久性、防錆、磁性など様々な物性に関わる調査目的で残留応力測定試験の依頼が良く持ち込まれる。本センターの応力測定専用装置は、主に鉄鋼を測定対象とし、CrK α 線の線源を用いて角度シフトの大きい高角度側の回折線のみを測るよう設定している装置であるため、材質によっては適切な回折線をとることが出来ない。また薄膜などを施した材料では下地と薄膜の材料の組み合わせにより、注目回折線に重なってしまい、残留応力測定が出来ない場合がある。そこで鉄鋼材上のTiN膜について、低角度側の回折線から高角度側の回折線まで、広い角度範囲の残留応力についてあいちシンクロトロン光センターBL8S1で測定し、様々な鋼材や薄膜の組み合わせで残留応力測定が可能かどうかの検証となるデータ取得を行った。

2. 実験内容

基板 SUS304 板状に 1 μ m 程度の TiN 膜厚が施された試料について実験室装置 (Rigaku SmartLab CuK α 1.542 \AA) とシンクロトロン光 (BL8S1 波長 1.353 \AA) で広角測定を行った。次に SUS 基板の Fe 等の回折の重なりや、注目回折線の強度などを考慮した結果、薄膜のみの回折線が測定できるよう入射 4 deg 固定し、測定回折角度 220 反射 (2θ : 53.74 deg)、222 反射 (2θ : 67.23 deg)、422 反射 (2θ : 103.05 deg) でそれぞれ側傾法にて測定した。残留応力は $2\theta - \sin^2\phi$ 線図から求めた。

3. 結果および考察

Fig.1 に広角 X 線回折の結果を示す。実験室装置とあいち SR のデータを比較するとピークの強度、SN 比から、一般的にあいち SR のデータの方が精度が良いことがわかる。特に応力測定においては、わずかなピークシフトを用いるため、分析精度が高いと期待できることは重要である。本課題の測定試料では TiN 薄膜以外にも基板の Fe ピークが検出されており、TiN の 200、311 反射などは Fe ピークと重なってしまい応力測定には適していないことがわかる。今回は低い角度から高い角度まで、Fe ピークの重

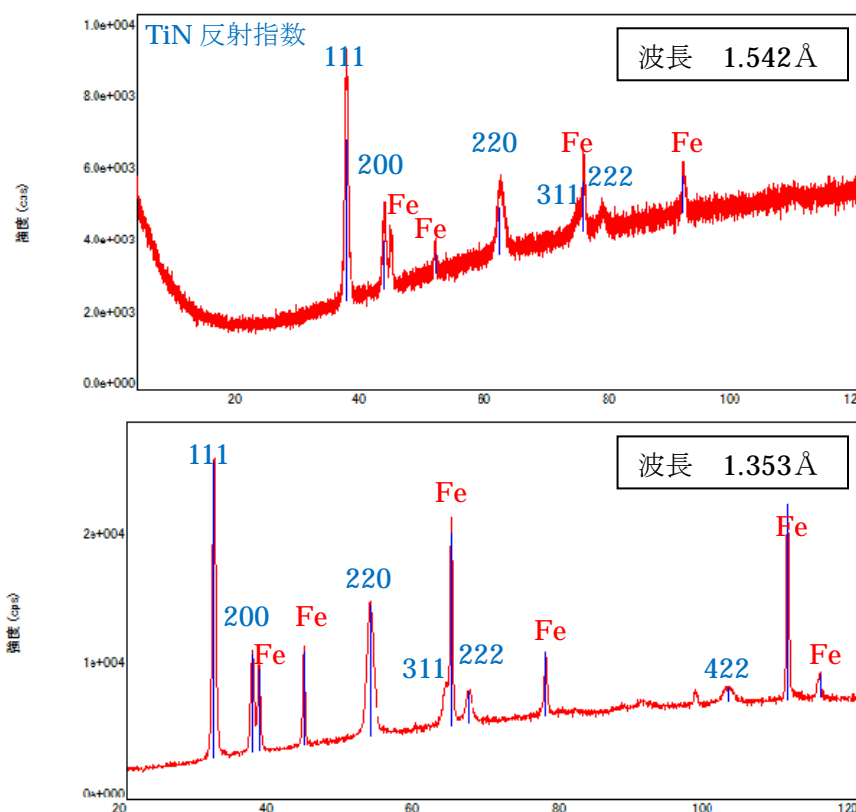


Fig.1 SUS304 上 TiN 薄膜の XRD 結果 (上 : 実験室 下 : あいち SR)

なりが無く、ある程度強度もある TiN の回折線 220、222 および 422 の 3 つの反射を選んで残留応力測定を実施することとした。応力測定結果を Fig.2 に示す。残留応力はヤング率 250 GPa、ポアソン比 0.19 (ref.1) を用いて算出した。各回折線で求めた残留応力は 3 GPa 程度の圧縮とみられ、その数値もよく一致している。また図からもわかるとおり、 2θ - $\sin^2\phi$ 線図も非常に良い直線性を示している。よってシンクロトロン光を用いた残留応力測定は、材料の基板の組み合わせによる困難性を回避すべく、比較的任意の回折線を測定線として選択できる。またその測定精度はシンクロトロン光源から取り出された単色性と強度が有利に働き、実験室で困難な材料の組み合わせや薄膜のような弱いピークの材料についても十分測定できることが今回の実験で確かめられた。

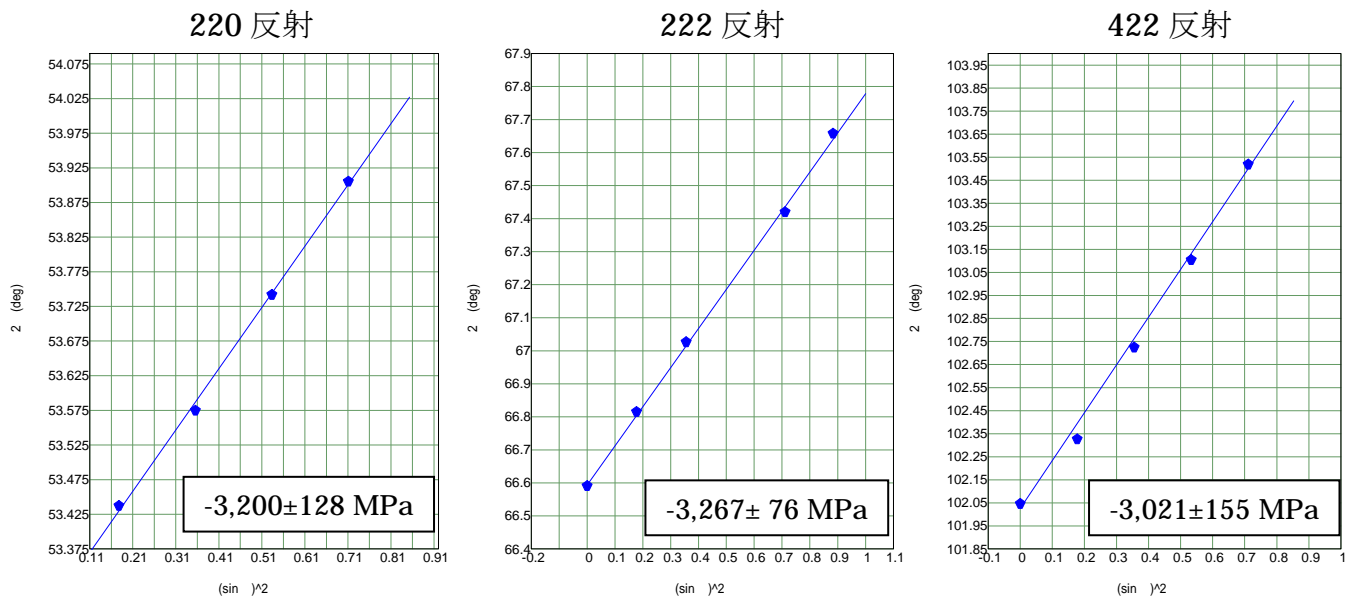


Fig.2 各回折線での 2θ - $\sin^2\phi$ 図と算出残留応力

4. 参考文献

1. TiN 被覆材の残留応力の成膜温度および膜厚依存性、松英 他、材料 vol.441121-1126,1995