

(様式第4号)

PVD セラミックスコーティング膜の応力解析
Residual Stress Measurements of PVD-Ceramic Coating Films

飯原順次
Junji Iihara

住友電気工業(株)
Sumitomo Electric Industries Ltd.

1. 概要

PVD法で成膜したTiAlN膜の残留応力の深さ方向の分布をX線回折法を用いて測定することを試みた。BL15で10keVの放射光を用い、入射角を適切に設定することで、測定深さを調整し、0.3 μm から5 μm の深さで残留応力を求めることが可能であることを確認した。また、20keVの放射光を用いた測定も実施し、極めて弱いピークとなるが測定は可能であることも確認した。

Depth distribution of the residual stress in PVD-TiAlN thin film was measured by X-ray diffraction technique. Using 10keV synchrotron radiation at BL15, residual stress at the depth between 0.5 μm and 3 μm can be measured with controlling incident angles of the X-ray. We also examine the measurements with 20keV and found that the measurements can be carried out although the diffraction intensity is fairly weak.

2. 背景と研究目的:

薄膜内部の残留応力は、その機械的な性質を左右する、重要な材料特性の一つである。今回測定の対象としたPVD法で成膜したTiAlNセラミック薄膜は、切削工具など硬度が求められる部材に対して施されているものであり、その残留応力の深さ方向分布が切削性能に関係していることが知られている。¹⁾

このような、薄膜の残留応力の分布を測定する方法としては、侵入深さ一定法が知られているが、これを実施するためには平行度が高く、強度の大きなX線源が必要であり、SPring-8で実施した例が報告されている。²⁾

切削工具に対しては、地球環境への負荷低減を目的とした切削油レス加工、高速加工、長寿命化など多くの要請があり、これらを同時に満たすためには、コーティング膜を利用した機能付与、さらには膜構造を多層化或いは傾斜構造とする多機能薄膜の開発が必須となっている。このため、薄膜の残留応力をその深さ方向の分布までを含めて正確に測定することの重要性は益々増大している。

そこで、今回は、超硬合金上にPVD法で成膜したTiAlN膜を試料として、残留応力の深さ方向分布の測定が九州シンクロトロン光研究センター(以下佐賀LS)で可能であるか否かの検証をおこなった。

3. 実験内容:

測定はBL15に設置されたX線回折装置を用いて実施した。試料配置等を含め、特に工夫は行わず標準状態で利用した。

入射光学系には、高エネルギーの除去のため、ミラーを挿入し、入射4象限スリットでビームサイズを1mm角に絞っている。

検出器にはNaIシンチレータをもちい、散乱X線によるバックグラウンドを抑制し、角度分解能を向上させるため、ソーラースリットを取り付けた。

X線のエネルギーは10keVを用いた。これは佐賀LS-BL15で得られるX線のスペクトルと試料への侵入深さを勘案した結果である。なお、より厚い膜での測定を想定し、20keVでの測定も試みた。

X線の試料への入射角は、侵入深さと Ψ を決定する重要なパラメータであるため、試料の半割りは慎重に実施した。

試料は12mm角 \times 8mm厚の直方体の超硬合金上にPVD法で成膜した厚さ約4 μm の(Ti,Al)N膜であり、TiとAlはほぼ1:1の組成比である。この上面の12mm角の面を測定に供している。

4. 結果、および、考察:

図1と2に佐賀LS-BL15で測定深さを5 μm と0.3 μm として測定した回折ピークを示す。図はそれぞれ一番下が $\sin^2\Psi=0.2$ であり、 $\sin^2\Psi=0.3, 0.4$,

0.5を順次重ね描きしている。
積算時間は、何れの場合にも1点あたり5秒としている。

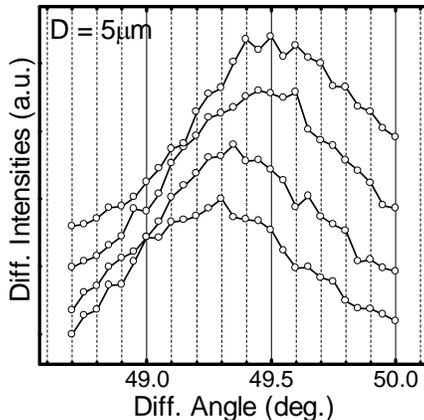


図1 測定深さを5μmとして測定した回折ピーク

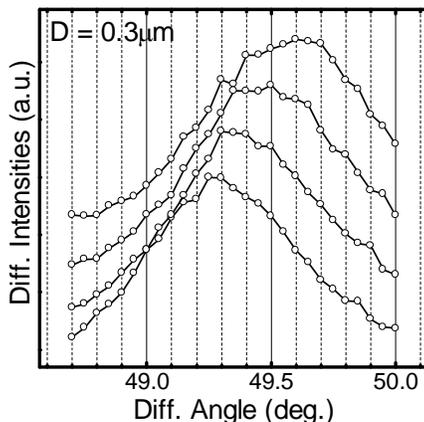


図2 測定深さを0.3μmとして測定した回折ピーク

これらの図から、何れの測定深さにおいても膜は圧縮の残留応力をもっていることがわかる。測定に要する時間は、一つの深さ水準に対して約20分であり、十分に実用的な時間内で測定できている。

以上の結果より、佐賀LSのBL15を用いることで薄膜の残留応力の深さ方向分布が測定可能であることが明らかとなった。

図3はX線のエネルギーを20keVにして、測定深さを7μmとして測定した回折ピークであり、 $\sin^2\Psi$ は下から0.1、0.2、0.3、0.4である。

20keVにおいては、ミラーを退避させ、入射4象限スリットを5mm角としている。また、積算時間は1点あたり20秒とした。

この図より、エネルギーを20keVとしても回折ピークの測定は可能であることが明らかである。ただし、正確なピーク位置を決めて残留応力を算出するためには、20秒の積算では不足であり少なくとも60秒

程度の積算が必要であると考えられる。

このため、一つの回折ピークを測定するために約20分、残留応力を測定するために複数の Ψ で回折ピークを測定するためには、90分程度の時間を要することがわかった。このように測定に長時間を要するため、利用時間の限られた放射光実験には適しているとは言い難いが、高エネルギーX線回折は市販の装置では不可能な領域であり、佐賀LSを利用する一つの利点であると考えられる。

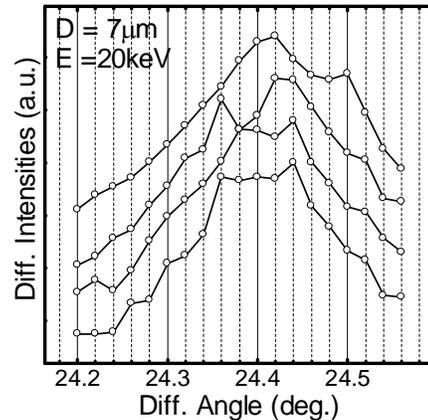


図3 X線エネルギーを20keVとし、測定深さを7μmとして測定した回折ピーク

5. 今後の課題:

今回の測定により、佐賀LSにおいて薄膜の残留応力の深さ方向分布の測定が可能であることが明らかとなった。今後は、実際に深さ方向分布を測定し、実際の工具の特性と残留応力との関係を把握する実験、最適な残留応力状態にするためのプロセス最適化の実験に活用してゆきたい。

6. 参考文献

- 1) 福井治世、今村晋也、山口浩司、飯原順次「TiAIN 膜の残留応力深さ分布が切削性能に及ぼす影響」砥粒加工学会誌 第50巻 第12号 718 (2006)
- 2) 田中啓介、鈴木賢治、秋庭義明「残留応力のX線評価」養賢堂 (2006)

7. キーワード

・X線回折

材料にX線を入射させ、回折されたX線の角度を正確に測定することで材料内の結晶の面間隔を正確に求める方法。入射角を変化させて測定を行なうことで材料に付与されている残留応力の測定を行なうことが可能。