

# 窒化チタンを被覆した炭化タングステン-コバルト合金の 残留応力測定に対するインプレーンX線回折法の適用

鷹合滋樹\* 安井治之\* 栗津薫\*\* 佐々木敏彦\*\*\* 広瀬幸雄\*\*\* 桜井健次\*\*\*\*

## 研究の背景

TiN 系コーティングによる表面改質は、工具や各種金型部品の耐摩耗性、耐疲労強度特性を向上させる技術として活用されている。ところが成膜時や使用中の外部負荷環境による残留応力発生が、膜の剥離やき裂の発生に影響し、材料の寿命を縮める恐れがあり、その解明が重要事項となっている。特に CVD(化学的気相蒸着法)-TiN を被覆した超硬合金(WC-Co)の場合、成膜時に発生する引張応力との関係を詳細に明らかにする必要がある。

## 研究内容

本研究では、従来法であるX線応力測定法に加え、試料表面すれすれにX線を入射させるインプレーン面内回折法(以下I-P法)による残留応力解析法を組み合わせることで、膜中の残留応力分布を非破壊で評価する手法を提案し、検討した。

汎用のX線回折装置およびI-P法で測定した回折プロフィールを図1に示す。汎用機の場合、WC-Co基板およびTiN膜いずれの回折線も検出される。これに対しI-P法では重複していたWC基板やCoの回折ピークは消失し、TiN膜のみの情報を得ることができた。

図2は汎用機による従来法とI-P法によりX線回折ピーク位置を入射角毎に求めて、残留応力を測定し、それぞれの有効X線侵入深さから、深さ方向分布としてプロットした。図より極表面層部および界面付近いずれも引張の残留応力が発生しているが、表面層部の引張応力は界面付近に比べ小さいことがわかる。この原因として、成膜時に熱膨張差のミスフィットが、基板と薄膜の界面に発生し、界面から距離に応じて減衰したためと考えられる。なお、各応力成分は、垂直応力 $\sigma_x$ と $\sigma_y$ はほぼ等しく、せん断応力 $\tau_{xy}$ もほとんど0に近いことから膜中の残留応力は、等二軸応力状態になっていることがわかった。

## 研究成果

I-P法と従来のX線法との組み合わせた残留応力測定によって次のことを明らかにした。

- (1) 本手法により、CVD-TiN被覆した超硬合金における表面からの深さ方向の残留応力分布を非破壊で評価することができた。
- (2) I-P法によるCVD-TiN膜表面層の残留応力は引張であるが、従来法による値よりも小さく、薄膜内には深さ方向に残留応力勾配が存在する。
- (3) I-P法は表面に対して入射角が一定であるため、結晶の優先配向をもつ薄膜の応力測定にも応用できる。

## 論文投稿

日本分析化学会. 分析化学. 2006, vol. 55, no. 6, p.405-410.

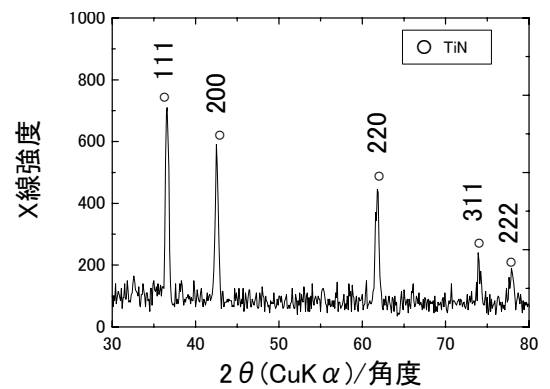
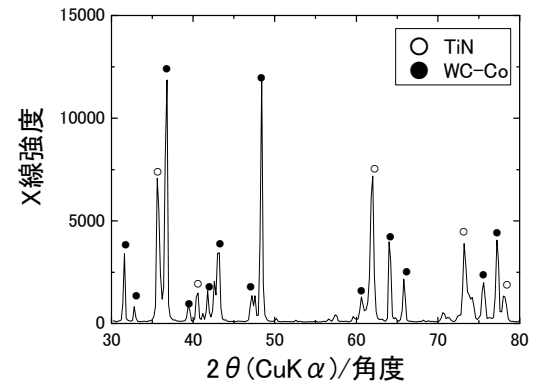


図1 X線回折パターン(上:従来, 下:I-P)

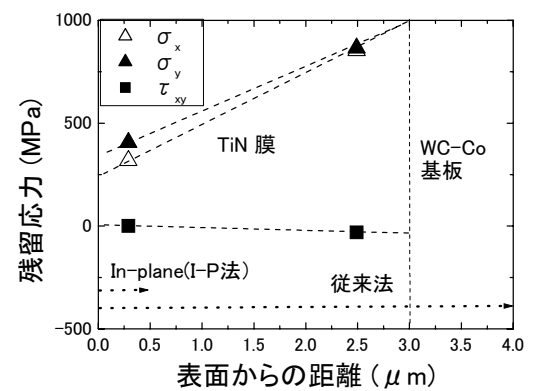


図2 膜における残留応力の深さ方向分布