

X線によるセラミック膜の応力こう配の解析*

鈴木賢治*¹, 田中啓介*², 坂井田喜久*³

Analysis of Stress Gradient in Ceramic Film by X-Ray Method

Kenji SUZUKI, Keisuke TANAKA and Yoshihisa SAKAIDA

The $\sin^2 \psi$ diagram taken from a specimen with steep stress gradients beneath the surface shows nonlinearity because the X-ray penetration depth changes depending on the tilt angle. Stress gradients can be determined from this nonlinearity. Since ceramic materials have a deep X-ray penetration depth, the thickness of a thin ceramic film should have a significant effect on the nonlinearity of the $\sin^2 \psi$ method. In this paper, we propose a method of X-ray measurement of the stress gradient which takes into account of the effect of the thickness of a film under the assumption of linear stress gradients. The film made of silicon nitride was prepared. A 58 μm thick film specimen was carefully polished with diamond slurry to obtain sharp profiles of the X-ray diffraction. To apply the linear stress gradients, the specimen was bent on a cylinder. The stress distribution estimated by the present method agreed well with the applied bending stress. From the present study, stress gradients should be analyzed in terms of the weighted average stress on the basis of the whole intensity of the diffracted X-rays from thin films, when the thickness is less than six times the effective X-ray penetration depth.

Key Words: Residual Stress, Experimental Stress Analysis, Ceramics, X-ray Stress Measurement, Thin Film, Coating Film

1. 緒 言

機械部材の表面改質を目的として、表面の種々のコーティング方法、材料が開発されている。しかし、コーティング材と基材の熱膨張係数の差異により残留応力が生じることは、従来から大きな問題となっている。これらのコーティング膜ならびに薄膜の残留応力の測定には、X線応力測定法が多いに期待され、いくつかの研究がなされている^{(1)~(7)}。

X線は試料表面だけでなく、深さ方向にも侵入する特性をもち、試料面に急激な応力こう配が存在する場合は、X線応力測定において ψ の変化に伴いX線侵入深さが変わるため $\sin^2 \psi$ 線図が非線形を示す。この非線形を利用して応力こう配を逆問題として解く $\cos \psi$ 法などが提案され⁽⁸⁾、X線による応力こう配解析が可能となりつつある。しかしながら、X線侵入深さを利用した応力解析においては、X線侵入深さの定義により応力こう配の値が左右される問題を解決する

必要がある。著者らは、この問題に対する実験的な検討をもとに、全回折強度が応力測定に寄与するものとして応力こう配を解析することが正確な応力分布を与えることを明らかにした⁽⁹⁾。そして、有効X線侵入深さの6倍以上の膜厚を有する材料の測定については、無限の板厚の場合と同様の解析で可能であり、膜厚効果を考慮する必要がないという結果を得た。

以上は、有効X線侵入深さに比較して板厚が十分に大きい場合である。コーティング膜ならびに薄膜は、膜厚が薄くX線侵入深さに対して十分な厚さをもっていないので、X線侵入深さに膜厚の影響を考慮する必要がある。

この問題に対し、佐々木らは、有効X線侵入深さと同様の定義に基づき回折強度が膜全体の回折強度の $1 - e^{-1}$ になる膜の深さがX線応力に寄与すると定義して、残留応力こう配を解析している^{(10)~(12)}。しかし、著者らの前報⁽⁹⁾に基づけば、膜からの全回折強度がX線応力測定に寄与するとして解析すべきであるといえる。膜の残留応力こう配の解析において、両者の議論を実験的に検討し、より正確で信頼性のあるX線応力測定方法を明確にすることが大切である。

本研究では、膜厚が薄いコーティングおよび薄膜などのX線応力こう配解析のための理論と解析方法を

* 原稿受付 1996年8月21日。

¹ 正員、新潟大学教育学部 (〒950-21 新潟市五十嵐2の町8050)。² 正員、名古屋大学工学部 (〒464-01 名古屋市中種区不老町)。³ 正員、ファイナセラミックスセンター (〒456 名古屋市中熱田区六野2-4-1)。

提案し、その有効性を実験的に検討し、前記の問題を解決する。

2. 解析方法

2.1 膜厚を考慮した X 線応力解析 図1のように座標系を定義し、平面応力を仮定すると回折角 $2\theta_{\phi\psi}$ と応力の関係は次式で表される。

$$2\theta_{\phi\psi} = -\frac{2(1+\nu)}{E} \tan \theta_0 (\sigma_1 \cos^2 \phi + \sigma_2 \sin^2 \phi) \times \sin^2 \psi + \frac{2\nu}{E} \tan \theta_0 (\sigma_1 + \sigma_2) + 2\theta_0 \dots (1)$$

一方、X 線の強度 $I(x)$ は、材料の通過距離 x に従い減衰するので

$$-\frac{dI}{I} = \mu dx \dots (2)$$

で表現できる。式(2)を積分すると、

$$I = I_0 \exp(-\mu x) \dots (3)$$

となる。ただし、 I_0 は入射 X 線強度、 μ は線吸収係数である。X 線回折強度 I が I_0 に対して $1/e$ になる深さを有効侵入深さ T といい⁽¹⁰⁾、並傾法による応力測定では、

$$T = \frac{\sin^2 \theta - \sin^2 \phi}{2\mu \sin \theta \cos \phi} \dots (4)$$

となる。

回折によって実測される回折角 2θ は、X 線の侵入深さにより強度が減少するので、表面から膜厚 t までの X 線侵入深さの重み付平均の値 $\langle 2\theta_{\phi\psi} \rangle$ で表される。本研究では、膜厚全体の X 線回折が X 線応力測定に寄与するものとして、表面から膜厚 t までの範囲で積分を行う。

$$\langle 2\theta_{\phi\psi} \rangle = \frac{\int_0^t 2\theta_{\phi\psi} I(z) dz}{\int_0^t I(z) dz} = \frac{\int_0^t 2\theta_{\phi\psi} \exp(-z/T) dz}{\int_0^t \exp(-z/T) dz} \dots (5)$$

ゆえに、式(1)は、

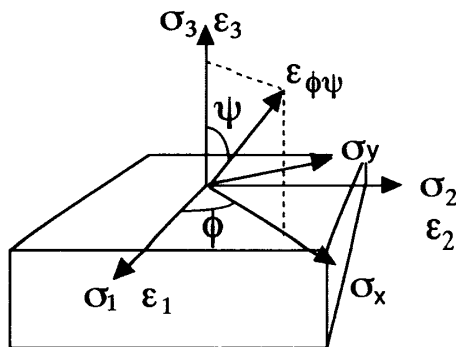


Fig.1 Coordinate system

$$\langle 2\theta_{\phi\psi} \rangle = -\frac{2(1+\nu)}{E} \tan \theta_0 (\langle \sigma_1 \rangle \cos^2 \phi + \langle \sigma_2 \rangle \sin^2 \phi) \sin^2 \psi + \frac{2\nu}{E} \tan \theta_0 (\langle \sigma_1 \rangle + \langle \sigma_2 \rangle) + 2\theta_0 \dots (6)$$

で表現される。いま、応力分布として、深さ方向 z へ直線的な応力こう配を有していると次式のように仮定する。

$$\left. \begin{aligned} \sigma_1 &= \sigma_{10} + A_1 z \\ \sigma_2 &= \sigma_{20} + A_2 z \end{aligned} \right\} \dots (7)$$

ゆえに、式(6)における重み付平均応力 $\langle \sigma_1 \rangle$ は

$$\langle \sigma_1 \rangle = \frac{\int_0^t \sigma_1 I(z) dz}{\int_0^t I(z) dz} = \frac{\int_0^t (\sigma_{10} + A_1 z) \exp(-z/T) dz}{\int_0^t \exp(-z/T) dz} = \sigma_{10} + A_1 \left(T - \frac{t}{e^{t/T} - 1} \right) \dots (8)$$

となり、同様に $\langle \sigma_2 \rangle$ についても以下の関係が得られる。

$$\left. \begin{aligned} \langle \sigma_1 \rangle &= \sigma_{10} + A_1 W_t \\ \langle \sigma_2 \rangle &= \sigma_{20} + A_2 W_t \end{aligned} \right\} \dots (9)$$

ただし

$$W_t = T - \frac{t}{e^{t/T} - 1} \dots (10)$$

となり、 W_t は膜厚 t を含んでおり、膜厚の影響を含んだ重み係数である。有効 X 線侵入深さ T に比較して膜厚 t が大きい場合は、 $W_t = T$ となる。

これまでの X 線応力こう配解析の重みでは、膜厚 t を陽に含んだものがなかったり、含んでいるにしても膜厚全体からの回折強度で重み係数を定義していなかった。セラミックスの薄い膜などの場合は、本研究のような膜厚の影響を含んだ重み係数が必要となる。前述のように全回折強度が、応力こう配の測定に寄与するという結論⁽⁹⁾ が得られており、本研究の膜厚の影響を含んだ重み係数 W_t は、この結論に基づく定義である。この定義による応力こう配の解析の方法およびその信頼性については後述する。

式(9)を式(6)に代入して、

$$\langle 2\theta_{\phi\psi} \rangle = -\frac{2(1+\nu)}{E} \tan \theta_0 [(\sigma_{10} + A_1 W_t) \cos^2 \phi + (\sigma_{20} + A_2 W_t) \sin^2 \phi] \sin^2 \psi + \frac{2\nu}{E} \tan \theta_0 [\sigma_{10} + \sigma_{20} + (A_1 + A_2) W_t] + 2\theta_0 \dots (11)$$

$\phi = 0^\circ$ および $\phi = 90^\circ$ 方向の測定された回折角を $\langle 2\theta_{\phi=0^\circ} \rangle$, $\langle 2\theta_{\phi=90^\circ} \rangle$ として、これらの和および差から、以下の関係式が得られる。

$$\begin{aligned} \langle 2\theta_{\phi=0^\circ} \rangle + \langle 2\theta_{\phi=90^\circ} \rangle &= \alpha[\sigma_{10} + \sigma_{20} + (A_1 + A_2)W_t] + \beta[\sigma_{10} + \sigma_{20} + (A_1 + A_2)W_t] + 4\theta_0 \\ \langle 2\theta_{\phi=0^\circ} \rangle - \langle 2\theta_{\phi=90^\circ} \rangle &= \alpha[\sigma_{10} - \sigma_{20} + (A_1 - A_2)W_t] \dots\dots\dots (12) \end{aligned}$$

ただし、 α, β は以下になる。

$$\alpha = -\frac{2(1+\nu)}{E} \tan \theta_0 \sin^2 \phi, \quad \beta = \frac{4\nu}{E} \tan \theta_0 \dots\dots\dots (13)$$

以上の関係式から $\phi=0^\circ, \phi=90^\circ$ 方向の X 線応力測定を行い $2\theta-\sin^2 \phi$ 線図を求め、それに対応する $\sigma_{10}, \sigma_{20}, A_1, A_2, \theta_0$ の最適値を得ることにより、応力分布の解析が可能となる。

2.2 応力こう配の決定方法 ここでは、 $\phi=0^\circ, \phi=90^\circ$ 方向の X 線応力測定を行い、得られた $\sin^2 \phi$ 線図に相当する応力分布 $\sigma_{10}, \sigma_{20}, A_1, A_2, \theta_0$ を求める方法について検討する。簡略化のため応力分布の最適値パラメータ c_i を

$$c_1 = \sigma_{10} + \sigma_{20}, \quad c_2 = A_1 + A_2, \quad c_3 = \theta_0, \quad c_4 = \sigma_{10} - \sigma_{20}, \quad c_5 = A_1 - A_2 \dots\dots\dots (14)$$

とする。式(12)の関係もそれぞれ関数 Y, Z で置き換える。

$$Y = \langle 2\theta_{\phi=0^\circ} \rangle + \langle 2\theta_{\phi=90^\circ} \rangle, \quad Z = \langle 2\theta_{\phi=0^\circ} \rangle - \langle 2\theta_{\phi=90^\circ} \rangle \dots\dots\dots (15)$$

これらを用いて整理し直すと、式(12)は以下に示す式となる。

$$Y_j = (\alpha_j + \beta)c_1 + (\alpha_j + \beta)W_t c_2 + 4c_3, \quad Z_j = \alpha_j c_4 + \alpha_j W_t c_5 \dots\dots\dots (16)$$

ここでは、 ϕ 角のステップを j で表している。測定値を $y_{j\phi=0}, y_{j\phi=90}$ とすると関数値 Y_j の値と測定値 y_j との誤差 R_j および関数値 Z_j の値と測定値 y_j との誤差 Q_j は、以下の式で表される。

$$R_j = (\alpha_j + \beta)c_1 + (\alpha_j + \beta)W_t c_2 + 4c_3 - (y_{j\phi=0} - y_{j\phi=90}), \quad Q_j = \alpha_j c_4 + \alpha_j W_t c_5 - (y_{j\phi=0} - y_{j\phi=90}) \dots\dots\dots (17)$$

本研究では、最適なパラメータを得る方法として Taylor 微分補正法⁽¹⁴⁾ を利用した。Taylor 微分補正法による誤差 R を最低にするためのパラメータと誤差の関係は以下のようなになる。

$$\begin{bmatrix} \sum_{j=1}^n (\alpha_j + \beta)^2 & \sum_{j=1}^n (\alpha_j + \beta)^2 W_t & \sum_{j=1}^n 4(\alpha_j + \beta) \\ \sum_{j=1}^n (\alpha_j + \beta)^2 W_t & \sum_{j=1}^n (\alpha_j + \beta)^2 W_t^2 & \sum_{j=1}^n 4(\alpha_j + \beta) W_t \\ \sum_{j=1}^n 4(\alpha_j + \beta) & \sum_{j=1}^n 4(\alpha_j + \beta) W_t & \sum_{j=1}^n 4^2 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \delta c_1 \\ \delta c_2 \\ \delta c_3 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} -\sum_{j=1}^n (\alpha_j + \beta) R_j \\ -\sum_{j=1}^n (\alpha_j + \beta) W_t R_j \\ -\sum_{j=1}^n 4 R_j \end{bmatrix} \dots\dots\dots (18)$$

となり、誤差 Q については

$$\begin{bmatrix} \sum_{j=1}^n \alpha_j^2 & \sum_{j=1}^n W_t \alpha_j^2 \\ \sum_{j=1}^n \alpha_j^2 W_t & \sum_{j=1}^n W_t^2 \alpha_j^2 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \delta c_4 \\ \delta c_5 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} -\sum_{j=1}^n \alpha_j Q_j \\ -\sum_{j=1}^n W_t \alpha_j Q_j \end{bmatrix} \dots\dots\dots (19)$$

となる。この正規方程式をそれぞれ解くことにより、 $\delta c_1, \delta c_2, \dots, \delta c_5$ が得られ、これらをより最適なパラメータ c'_1, c'_2, \dots, c'_5 を求める補正值として利用する。

$$\begin{aligned} c'_0 &= c_0 + \delta c_0 \\ c'_1 &= c_1 + \delta c_1 \\ &\vdots \\ c'_5 &= c_5 + \delta c_5 \end{aligned} \dots\dots\dots (20)$$

c'_i を新たな近似値 c_i として繰返し計算することにより最適値を得ることができる。

Table 1 Mechanical properties and size of the test specimen

Young's modulus E (GPa)	Poisson's ratio ν	Bulk density (g/cm^3)	Bending strength σ_B (MPa)	Thickness t (μm)
320	0.27	3.23	1035	58

3. 実験方法

3.1 試験片および応力負荷方法 応力こう配解析の精度の検討に用いる試験片は薄板加工に適し、かつ応力負荷により破壊しない曲げ強度を有する材料が必要となる。また、X線侵入深さが深く膜厚の影響が顕著にみえる材質が適している。以上の点から本実験には、ガス圧焼結窒化けい素の薄板を用いた。試験片材料の機械的性質を表1に示す。試料の表面はていねいに研磨仕上げをして、研削の影響で回折線が広がり測定精度に悪影響を及ぼすことを避け、高い ϕ 角でのX線回折線の広がりを少なくし、測定精度が十分に得られるように工夫した。研磨方法は、試験片両面とも6 μm のダイヤモンドスラリーで約30 μm ラップ研磨し、さらに2 μm のダイヤモンドスラリーで約20 μm ラップ研磨して、板厚58 μm に仕上げた。この窒化けい素の有効X線侵入深さ T は、 $\phi=0$ で34.7 μm となり、試験片の板厚 t は T の1.7倍の板厚しかないので、応力こう配解析における膜厚の影響をみるのに適した試験片である。

応力こう配の負荷方法として、薄板試験片に小さな曲率を与え、理想的な直線的応力こう配を負荷する方

法を採用した。薄板にジグの影響を及ぼさずに試験片に曲げを負荷する方法として、円筒曲げを利用した。図2に示すように薄い板の場合は、円筒に板の両端を固定することにより薄板試験片に理想的な曲率を与えることができる。負荷ジグの円筒の材質は背面からの回折がないように塩化ビニル製にした。板の両端は押さえ板を介してねじで固定した。この負荷ジグは、 $\phi = 0^\circ, 90^\circ$ のそれぞれのときにジグの中心が精度よく位置決めできるようにゴニオメータの試料台にジグ装着ホルダを設けた。また、円筒に板で固定するためにX線光路が確保できるので、高い ϕ 角まで測定することも可能となる。

平板の円筒曲げの場合の応力・ひずみ関係は

$$\epsilon_1 = \frac{y}{r} \dots \dots \dots (21)$$

で与えられ、ここで y は板の中立軸からの板厚方向の距離、 r は平板の中立軸の曲率である。平板の場合は、幅方向のひずみはないと仮定して $\epsilon_2 = 0$ 、表面に垂直な方向の応力はないとして $\sigma_3 = 0$ になる。よって、応力ひずみ関係は、

$$\left. \begin{aligned} \epsilon_1 &= \frac{1}{E}(\sigma_1 - \nu\sigma_2) \\ \epsilon_2 &= \frac{1}{E}(\sigma_2 - \nu\sigma_1) = 0 \end{aligned} \right\} \dots \dots \dots (22)$$

となる。ゆえに、深さ方向 z への応力分布は

$$\sigma_1 = \frac{E}{1-\nu^2}\epsilon_1 \dots \dots \dots (23)$$

$$\sigma_2 = \nu\sigma_1 \dots \dots \dots (24)$$

で表され、これが薄板試験片に負荷される既知の応力分布の式(7)の値を与える。本研究では、 $\sigma_{10} = 333$ MPa、 $\sigma_{20} = 90$ MPa、 $A_1 = -11.5$ MPa/ μm 、 $A_2 = -3.10$ MPa/ μm の既知の応力分布を負荷した。

3.2 X線条件 X線応力測定に利用したX線条件を表2に示す。本研究では、X線侵入深さの深いCu-K α 特性X線を利用して負荷応力こう配の値をX線測定した。応力測定法は、平行ビームによる並傾法を用いた。X線の弾性定数は、同一材料を実測した値⁽¹⁵⁾である。高精度な測定には、 $\sin^2 \psi$ の範囲は広く設定するのが望ましいが、高 ψ 角度での測定限界も考慮して、Cu-K α 特性X線による323回折では、 $\sin^2 \psi = 0 \sim 0.8$ とした。 $\sin^2 \psi$ のステップは0.05として、それぞれ3回測定した平均により $2\theta - \sin^2 \psi$ 線図を得た。

この実験では、 ψ 角の精度が解析精度に影響するので、 ψ 角の設定誤差のないように ψ 角試料台にバックラッシュ防止機構も取り入れ、入念な測定を行うように努めた。

4. 実験結果および考察

4.1 実験結果と負荷応力の比較 前述の薄板試験片に曲げを与えた試験片の $\sin^2 \psi$ 線図を図3に示す。図中に示す曲線は、膜厚を考慮した重み係数 W_i を利用し、応力こう配解析した結果である。図3からわかるように、X線測定された $\sin^2 \psi$ 線図は、応力こ

Table 2 X-Ray conditions for stress measurement

Characteristic X-ray Diffraction	Cu-K α_1 3 2 3
Diffraction angle 2θ	141.260 deg
$\sin^2 \psi$	0.00 ~ 0.80
Tube voltage	40 kV
Tube current	30 mA
Filter	Ni
Divergent angle	0.64 deg
Preset time	2 sec
Scanning speed	1 deg/min
Irradiated area	$4 \times 10\text{mm}^2$
Stress constant S	-811 MPa/deg
X-Ray elastic constant E	339 GPa
X-Ray Poisson's ratio ν	0.285
Linear absorption factor μ	136/cm

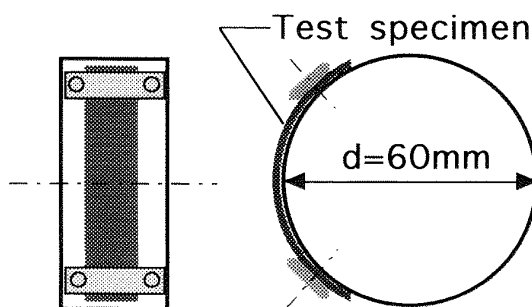


Fig. 2 Bending jig for thin plate

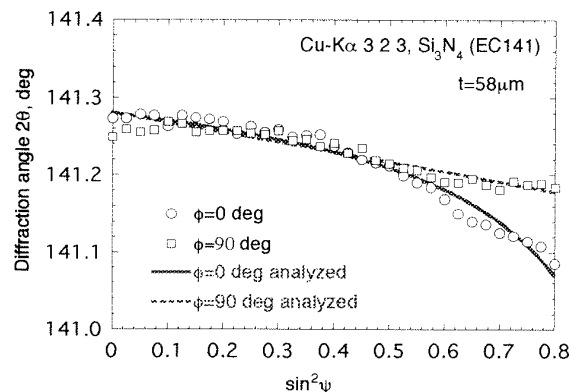


Fig. 3 $2\theta - \sin^2 \psi$ diagram of bent thin plate

う配と X 線侵入深さの変化の影響で非線形になっている。最適パラメータを解析した曲線と測定値はよい対応を示し、よい最適値が得られていることがわかる。表 3 は、最適解析により得られた応力分布の値である。表面応力および応力こう配は、曲げによる設定値と解析値の対応はよく、ほぼ一致している。なお、表面の応力 σ_{20} の精度が悪いのは、試験片の幅方向のエッジの影響などが考えられる。

$\sin^2 \psi$ 線図において測定値と最適パラメータにより得られた解析結果がよく一致していることからわかるように、本研究で提案した膜厚を考慮した重み係数 W_i による応力こう配解析方法の妥当性が示された。

本研究により、薄膜などの X 線応力測定においては、膜厚からの全回折強度が応力こう配解析に寄与することが妥当であると結論できる。この定義は、膜厚の大きい場合の応力こう配の解析と同じになる。ゆえに、膜厚の影響が含まれている重み係数 W_i を用いるならば、バルク材から薄膜まで統一して応力こう配の解析ができる。 $\sin^2 \psi$ 線図を利用して、コーティング膜・薄膜の応力測定を行う場合は、膜の配向だけでなく、 $\sin^2 \psi$ 線図の非線形性の有無も確認し、応力こう配を有しているのであれば、 W_i を用いた応力こう配の解析を行うことが望ましい。

4.2 シミュレーションによる検討 本研究の試験片では、 $\sin^2 \psi = 0 \sim 0.8$ に対し、 t/T は 1.67~7.39 まで変化するが、X 線応力測定における $\sin^2 \psi$ の変化

Table 3 Analysis results of bent thin plate

Stress distribution	Applied value	Analyzed value
σ_{10} (MPa)	333	392
σ_{20} (MPa)	90.0	201
A_1 (MPa/ μm)	-11.5	-14.2
A_2 (MPa/ μm)	-3.10	-3.91

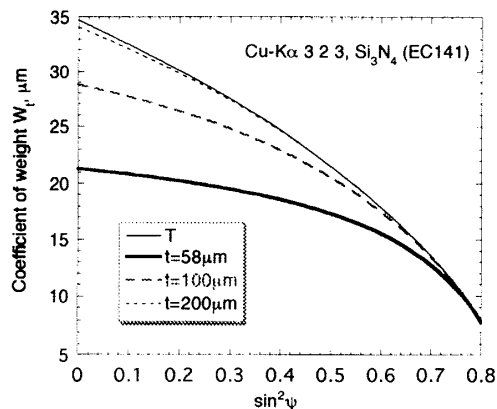


Fig. 4 Change in coefficient of weight with $\sin^2 \psi$

に伴い、膜厚を考慮した重み係数 W_i と有効 X 線侵入深さ T がどのようにになっているかを式(10)をもとに計算したのが図 4 である。 ψ 角が大きくなるに従い、有効 X 線侵入深さが浅くなり、やがて W_i と等しくなってくる。実験に用いた膜厚が 58 μm の試験片では、 $W_i = T$ になるのは、約 $\sin^2 \psi = 0.8$ のところである。このことは、本薄板材の残留応力こう配解析では、 $\sin^2 \psi = 0 \sim 0.8$ において膜厚の影響は無視できないことがわかる。逆に、膜厚 $t = 200 \mu\text{m}$ では W_i は有効 X 線侵入深さ T に等しくなり、膜厚を考慮しなくてもよいことがわかる。応力こう配の解析において、膜厚が $\sin^2 \psi = 0$ で有効侵入深さの約 6 倍あれば膜厚を考慮しなくてもよい⁽⁹⁾としたことは、この計算からも正しい。

膜厚の違いが、 $\sin^2 \psi$ 線図にどのように影響するかを明確にしておくことは、薄膜の X 線応力測定を行う上で重要である。まず、表面からの応力分布が同じで、膜厚さが異なる場合についてシミュレーションする。図 5 に、種々の膜厚の $\sin^2 \psi$ 線図のシミュレーション結果を示す。表面からの応力分布が同一であっても、膜厚の違いにより $\sin^2 \psi$ 線図に差が生じる。このように薄膜では、X 線の侵入深さと応力分布の関係が、顕著になるので膜厚さを考慮した解析をしなければ

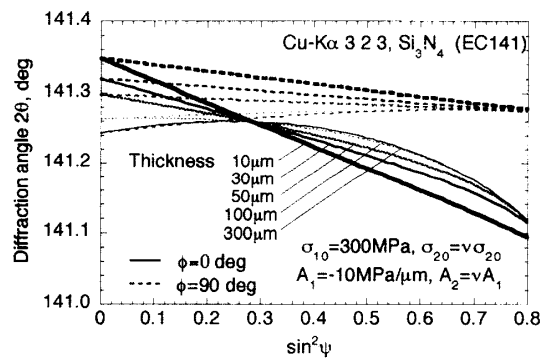


Fig. 5 Effect of thickness of film on 2θ - $\sin^2 \psi$ diagram

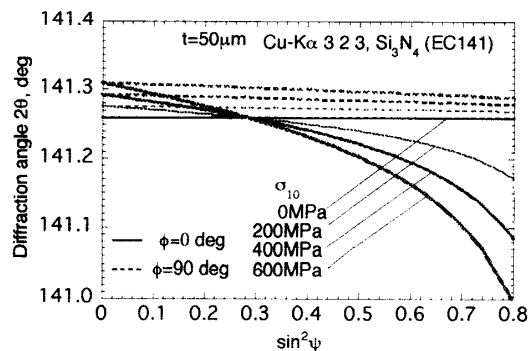


Fig. 6 Thin film with applied bending stresses

ばならない。

膜厚が薄い10 μmの場合は、膜厚中での応力差が少なくなり、 $\sin^2 \psi$ 線図の非線形が小さい。膜厚の大きいものほど $\sin^2 \psi$ の変化による応力変化が大きく影響して、 $\sin^2 \psi$ 線図の非線形が顕著に見られる。

一方、図6に膜厚50 μmの窒化けい素の膜に種々の曲げ応力を負荷したシミュレーション例を示す。式(24)の関係から $\phi=0 \text{ deg}$ について式(11)に、 $\sigma_{20}=\nu\sigma_{10}$ および $A_2=\nu A_1$ を代入すると

$$\langle 2\theta_{\phi=0\psi} \rangle = -\frac{2(1+\nu)}{E} \tan \theta_0 (\sigma_{10} + A_1 W_t) \sin^2 \psi + \frac{2(1+\nu)\nu}{E} \tan \theta_0 (\sigma_{10} + A_1 W_t) + 2\theta_0 \quad \dots (25)$$

となり、 $\sin^2 \psi = \nu$ のとき $\langle 2\theta_{\phi=0\psi} \rangle = 2\theta_0$ を示す。図6でも $\sin^2 \psi$ が $\nu (=0.285)$ のところで一点に交わっている。これを応用して、平板の円筒曲げにより種々の曲げ応力を薄膜に負荷して、

$\sin^2 \psi = \nu$ のとき

$$\langle 2\theta_{\phi=0\psi} \rangle = 2\theta_0 \quad \dots (26)$$

$\sin^2 \psi = 0$ のとき

$$\langle 2\theta_{\phi=0\psi} \rangle = -\frac{2(1+\nu)\nu}{E} \tan \theta_0 (\sigma_{10} + A_1 W_t) + 2\theta_0 \quad \dots (27)$$

の2点の関係からX線の弾性定数が求められる。薄膜の機械的弾性定数が得られるならば、 σ_{10} と $A_1 W_t$ が既知であるので、この方法により薄膜のX線の弾性定数を測定することが可能である。ただし、本方法では応力こう配が一定の直線的応力分布を仮定している。

本研究によるX線応力こう配解析は、セラミックコーティング被覆膜をはじめ、多くの薄膜の応力こう配の解析に利用できる。特に、薄膜は単体で利用されるよりも基材と結合して利用されることが多いので、応力だけでなく応力こう配の解析も必要であり、本研究のX線応力こう配解析の利用が期待できる。

5. 結 言

本研究では、X線侵入深さの影響を受ける膜厚の薄い板のX線応力こう配解析を行った。

膜厚全体からのX線回折が応力解析に寄与すると仮定し、膜厚の影響を含む重み係数を利用し、直線の応力分布をもつ場合のX線応力こう配解析方法を導いた。併せて、応力分布の値を得るために最適パラメ

ータの導出の方法も示した。

本解析方法の有効性を検討するために、膜厚58 μmの窒化けい素の板に曲げ応力を負荷して、直線の応力分布を与えた。本解析方法により得られたX線応力測定結果は、負荷応力分布とよく対応し、その有効性が示された。その結果、薄膜などのX線応力測定においては、薄膜の厚さ全回折強度から重み付応力により、応力こう配の計算をすることが正しいという結論を得た。

同一応力分布下のシミュレーションによれば、膜厚が薄くなると膜中の応力差が小さくなり、 $2\theta-\sin^2 \psi$ 線図の非線形性が少なくなるが、厚さが大きくなるに従い非線形性が強くなり、X線侵入深さより十分厚いものでは $2\theta-\sin^2 \psi$ 線図が一致する。また、セラミックス膜に種々の曲げを与えてX線の弾性定数を測定することができることも示した。

最後に、本研究の遂行にあたり平成8年度文部省科学研究費補助金・基盤研究(C)の援助を受けたことを記して感謝の意を表する。

文 献

- (1) Chen, P. C. and Oshida, Y., *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, **153**(1989), 363-368.
- (2) Oshida, Y. and Chen, P. C., *J. Nondestr. Eval.*, **8-4**(1989), 235-245.
- (3) Eigenmann, B., Scholtes, B. and Macherauch, E., *Surface Eng.*, **7-3**(1991), 221-224.
- (4) Idemitsu, K., Endoh, T. and Kawakami, M., *Nondestr. test Eval.*, **8-9**(1992), 919-933.
- (5) Durand, N., Badawi, K. F., Declémy, A. and Goudeau, Ph., *Appl. Surface Sci.*, **81**(1994), 119-126.
- (6) 柴野純一・鶴飼隆好・但野茂・東藤正浩, 機論, **61-586**, A(1995), 1356-1362.
- (7) Noyan, I. C., Huang, T. C. and York, B. R., *Critical Rev. Solid State Mater. Sci.*, **20-2**(1995), 125-177.
- (8) 吉岡靖夫・佐々木敏彦・倉元眞實, 非破壊検査, **34**(1985), 52-59.
- (9) 鈴木賢治・田中啓介・坂井田喜久, 材料, **45**(1996), 759-765.
- (10) 佐々木敏彦・倉元眞實・吉岡靖夫, 第26回X線材料強度に関するシンポジウム, (1989-7), 134-139, 日本材料学会.
- (11) 佐々木敏彦・倉元眞實・吉岡靖夫, 非破壊検査, **42**(1993), 237-242.
- (12) 佐々木敏彦・広瀬幸雄, 機論, **61-585**, A(1995), 1031-1037.
- (13) Wolfstieg, U., *HTM*, **31**(1976), 19-22.
- (14) McCalla, T. R. (三浦功・田尾陽一訳), 計算機のための数値計算法概論, (1972), 225-231, サイエンス社.
- (15) 田中啓介・服部光芳・田中拓, 材料, **44**(1995), 1110-1114.