単結晶の新しいX線応力測定法†

斎藤雄治* 栗田政則** 石井 斉***

A New Method of X-Ray Stress Measurement of Single Crystals

by

Yuji SAITO *, Masanori KURITA ** and Hitoshi ISHII ***

An x-ray stress measuring method for a single crystal is proposed. This method can be applied to a orthorhombic single crystal having x , y and z crystal symmetry planes, the x - y plane being the specimen surface. In the plane stress state, residual stresses σ_{0x} and σ_{0y} can be determined using slopes M and M' of $\sin^2\psi$ diagrams for the x and y measurement directions. Various stresses σ_a were applied to a silicon single crystal wafer specimen in longitudinal (x) direction using a four points bending loading device, and the peak positions of different diffraction planes were measured in the x and y directions by x-ray diffraction method. The measured peak positions of diffraction planes were plotted in the $\sin^2\psi$ diagram for various applied stresses σ_a . Although the peak positions of different planes in the $\sin^2\psi$ diagram deviated from the straight lines determined by the least squares method, the straight lines crossed at a point, and the slopes and intercepts of the straight lines varied linearly with the applied stress σ_a . The peak positions for a fixed ψ angle varied proportionally to the applied stress σ_a , and the measured proportionality constants k_i and k'_i in the x and y directions, respectively, almost agreed with the theoretical values.

Key words : Residual stress, Experimental stress analysis, Elasticity, Nondestructive inspection, Stress analysis, Single crystals, X-ray stress measurement, X-ray diffraction

1 緒 言

単結晶材料は、電子デバイス、固体レーザー、光学素子など工業製品に広く用いられている。これらの製品には、熱膨張係数の異なる材料の接合や機械加工等の製造工程および使用時に発生する熱によって、残留応力や熱応力が生じる。これらの応力は、寿命や特性などの製品の信頼性に大きい影響を及ぼすので、単結晶の応力を高精度で迅速に測定する方法の確立が必要となっている。

X線応力測定法は、結晶材料表面の局所の残留応力を非破壊的に測定できる。一般的に、単結晶のX線応力測定は、三方向以上のひずみを測定し、異方性弾性体に対するフックの式を用いてひずみから応力を求めている。^{1)~3)}最近ではDupke^{4), 5)}らや鈴木ら^{6)~9)}が、この方法^{1)~3)}と多軸制御のゴニオメータを用いて単結晶の応力を測定している。

一方、著者らは前報で、非線形な $\sin^2\psi$ 線図をもつ材料に対するX線応力測定の理論^{10)~12)}を応用して新しい単結晶のX線応力測定法を提案した。¹³⁾この測定法は、単結晶の晶帯面から得られた非線形な $\sin^2\psi$ 線図上の回折線ピーク位置に最小二乗法を用いて当てはめた直線の勾配と切片から、平面応力状態の残留応力を求めるものである。この測定法では複雑なゴニオメータは不要で、市販のX線応力測定装置を用いて応力を測定することができる。

しかし、一般的に、 $\sin^2\psi$ 線図の切片は勾配に比べて応力に対する変化が小さく測定精度が低いので、前報¹³⁾で提案した方法から求まる応力値の測定精度は、勾配のみを用いて求めた場合に比べて低いと考えられる。また、この測定法は、せん断応力成分が回折線ピーク位置に影響しない単結晶に対して適用できるが、前報¹³⁾では、この条件については検討していない。

本研究では、試料面の表面に x 軸と y 軸、これに垂直に z 軸をもつ直交座標系をとり、応力測定方向を x 軸と y 軸にとったときに得られた非線形な $\sin^2\psi$ 線図上の回折線ピーク位置に最小二乗法を用いて当てはめた直線の勾配から平面応力状態の残留応力を求める方法を提案した。さらに、この方法が x , y および z 軸に垂直な面(x , y および z 面)に結晶対称面をもつ斜方晶系の単結晶に対して適用可能であることを示すとともに、この方法を立方晶の結晶構造をもつシリコン単結晶の試験片に適用した。

なお、田中ら¹⁴⁾も $\sin^2\psi$ 線図の勾配から立方晶のシリコン単結晶の平面応力成分を求める測定法を提案しているが、本方法は、立方晶のみならず上記の結晶対称面をもつ斜方晶および正方晶に対しても適用できる。

2 測定理論

ここでは、等方・異方にかかわらず弾性体であれば適用可能な測定理論を提案する。

† 原稿受理 平成 16 年 3 月 9 日 Received Mar. 9, 2004

* 正 会 員 新潟県工業技術総合研究所中越技術支援センター 〒940-2127 長岡市新産, Industrial Res. Inst. of Niigata Pref., Shinsan, Nagaoka, 940-2127

** 正 会 員 長岡技術科学大学機械系 〒940-2188 長岡市上富岡町, Dept. of Hech. Eng., Nagaoka Univ. of Technology, Kamitomioka-cho, Nagaoka, 940-2188

*** (株)ティエスティ 〒163-1033 東京都新宿区西新宿, TST Corp., Shinjuku-ku, Tokyo, 163-1033

まず、試験片の表面に x 軸と y 軸をとり、表面の法線方向に z 軸をとった直交座標系を定義する。また、 z 軸と X 線で測定するひずみの方向すなわち回折面法線とのなす角を ψ とし、 z 軸と回折面法線のつくる面が試料面と交差する軸を応力測定方向とする。本論文では、応力測定方向は x 軸および y 軸にとるものとする。

一般的には、X 線で測定するひずみすなわち回折線ピーク位置はすべての応力成分の影響を受ける¹³⁾が、ここでは平面応力状態を仮定し、 x 軸と y 軸方向の垂直応力を σ_x と σ_y 、せん断応力を τ_{xy} 、応力測定方向を x 軸にとったときの回折線ピーク位置を $2\theta_i$ とおくと、 $2\theta_i$ は

$$2\theta_i = 2\theta_{00i} + k_{xi}\sigma_x + k_{yi}\sigma_y + k_{xyi}\tau_{xy} \quad (1)$$

と表せる。¹³⁾ここに、 $2\theta_{00i}$ は応力測定方向を x 軸にとったときの無応力状態の試験片の回折線ピーク位置で、添え字 i は ψ 角により異なる値をとることを表す。また、 k_{xi} 、 k_{yi} および k_{xyi} はそれぞれ σ_x 、 σ_y および τ_{xy} に対する回折線ピーク位置 $2\theta_i$ の変化量を表し、 k_i 値と総称する。

ここで、ひずみすなわち回折線ピーク位置 $2\theta_i$ は負荷応力と残留応力に比例して変化するので、式 (1) の σ_x 、 σ_y および τ_{xy} は一般的には負荷応力と残留応力の和である。

いま、 $\sin^2\psi$ 線図が直線になるか否かに関わらず、 $\sin^2\psi$ 線図上の n 個の回折線ピーク位置 $2\theta_i$ に最小二乗法を用いて当てはめた直線の勾配 M と切片 N は

$$M = M_{00} + B_x\sigma_x + B_y\sigma_y + B_{xy}\tau_{xy} \quad (2)$$

$$N = N_{00} + C_x\sigma_x + C_y\sigma_y + C_{xy}\tau_{xy} \quad (3)$$

となる。¹³⁾ただし、 M_{00} と N_{00} は応力測定方向を x 軸にとったときの無応力状態の試験片の $\sin^2\psi$ 線図の勾配と切片、¹³⁾ B_x 、 B_y 、 B_{xy} および C_x 、 C_y 、 C_{xy} は、 σ_x 、 σ_y 、 τ_{xy} に対する M および N の変化量を表し、後に示す式 (7)～式 (14) でプライム記号をとった式から求まる。¹³⁾

本論文では、 x 、 y および z 面に結晶対称面をもつ単結晶を斜方晶系の単結晶と呼ぶ。後で述べるように、斜方晶系の単結晶は k_{xyi} が 0 となるので、式 (2) と式 (3) の B_{xy} と C_{xy} も 0 となる。このとき、 x と y 軸方向の残留応力 σ_{0x} と σ_{0y} は、 $\sigma_x = \sigma_{0x}$ 、 $\sigma_y = \sigma_{0y}$ 、 $B_{xy} = C_{xy} = 0$ を式 (2) と式 (3) に代入すれば求まる。¹³⁾

しかし、一般的に、 $\sin^2\psi$ 線図の切片は勾配に比べて応力に対する変化が小さく測定精度が低いので、前報¹³⁾の方法から決定した応力値の測定精度は、勾配のみを用いて決定した場合に比べて低い。このため、本論文では測定精度を高くするために、応力測定方向を x 軸と y 軸にとったときの $\sin^2\psi$ 線図の勾配から残留応力 σ_{0x} と σ_{0y} を決定する方法を提案する。

いま、応力測定方向を y 軸にとったときの回折線ピーク位置を $2\theta'_i$ とおき、 $\sin^2\psi$ 線図の勾配と切片を M' と N' とおくと、これら $2\theta'_i$ 、 M' および N' は前報¹³⁾と同様に

$$2\theta'_i = 2\theta'_{00i} + k'_{xi}\sigma_x + k'_{yi}\sigma_y + k'_{xyi}\tau_{xy} \quad (4)$$

$$M' = M'_{00} + B'_x\sigma_x + B'_y\sigma_y + B'_{xy}\tau_{xy} \quad (5)$$

$$N' = N'_{00} + C'_x\sigma_x + C'_y\sigma_y + C'_{xy}\tau_{xy} \quad (6)$$

と表せる。ここに、 $2\theta'_{00i}$ 、 M'_{00} および N'_{00} は、無応力状

態の試験片の回折線ピーク位置、 $\sin^2\psi$ 線図の勾配および切片である。また

$$M'_{00} = \Sigma a_i \cdot 2\theta'_{00i} \quad (7)$$

$$N'_{00} = \Sigma b_i \cdot 2\theta'_{00i} \quad (8)$$

$$B'_x = \Sigma a_i k'_{xi} \quad (9)$$

$$B'_y = \Sigma a_i k'_{yi} \quad (10)$$

$$B'_{xy} = \Sigma a_i k'_{xyi} \quad (11)$$

$$C'_x = \Sigma b_i k'_{xi} \quad (12)$$

$$C'_y = \Sigma b_i k'_{yi} \quad (13)$$

$$C'_{xy} = \Sigma b_i k'_{xyi} \quad (14)$$

で、 k'_{xi} 、 k'_{yi} および k'_{xyi} は σ_x 、 σ_y および τ_{xy} に対する回折線ピーク位置 $2\theta'_i$ の変化量を表し、 k'_i 値と総称する。式 (7)～式 (14) において、 Σ は i が 1 ～ n までの和をとることを表し

$$a_i = \frac{nx_i - \Sigma x_i}{n\Sigma x_i^2 - (\Sigma x_i)^2} \quad (15)$$

$$b_i = \frac{\Sigma x_i^2 - x_i \Sigma x_i}{n\Sigma x_i^2 - (\Sigma x_i)^2} \quad (16)$$

$$x_i = \sin^2\psi_i \quad (17)$$

である。^{10)～13)}

後で述べるように、斜方晶系の単結晶は k_{xyi} のみならず k'_{xyi} も 0 となるので、式 (2)、式 (3)、式 (5) および式 (6) の B_{xy} 、 C_{xy} 、 B'_{xy} および C'_{xy} も 0 となる。このとき、残留応力 σ_{0x} と σ_{0y} は、 $\sigma_x = \sigma_{0x}$ 、 $\sigma_y = \sigma_{0y}$ および $B_{xy} = B'_{xy} = 0$ を式 (2) と式 (5) に代入して連立で解くことにより求まる。

ただし、式 (2)、式 (3)、式 (5) および式 (6) において、 M_{00} 、 M'_{00} 、 B_x 、 B'_x などの定数は式 (7)～式 (14) に示したように、 ψ 角のとり方により異なる値をとるので、これらの定数の決定に用いた ψ 角と応力測定に用いる ψ 角は同じにとる必要がある。

なお、巨視的に弾性等方な多結晶材料や単結晶のようにひずみと応力の関係がわかっている材料に対しては、 k_i 値と k'_i 値の理論値を求めることができる。

3 斜方晶系の単結晶への適用

3.1 k_i 値と k'_i 値の理論値

ここでは、前節の理論を斜方晶系の単結晶に適用したときの k_i 値と k'_i 値を求める。

まず、下記のように [K]、[S]、[L] の直交座標系を定義して、X 線で測定するひずみと試料の応力との関係式を求める。結晶基準座標系 [K] は Fig. 1 に示したように、任意の結晶構造を直交座標系に変換するために、 K_1 軸を結晶の a 軸にとり、 K_2 軸を結晶の a - b 面にとった座標系である。

試料座標系 [S] は Fig. 2 に示したように、 S_1 、 S_2 および S_3 軸を x 、 y および z 軸にとった座標系である。実験座標系 [L] は Fig. 1 と Fig. 2 に示したように、X 線で測定する回折面 L_1 - L_2 面の法線を L_3 軸にとり、試料面 S_1 - S_2 面に L_2 軸をとった座標系である。このとき、回折面法線 L_3 軸と試料面法線 S_3 軸とのなす角を ψ とする。

Fig. 1. Laboratory and standard crystal coordinate systems [L], [K].

(a) Measurement direction \$x\$. (b) Measurement direction \$y\$.

Fig. 2. Laboratory and specimen coordinate systems [L], [S].

Fig. 2 (a), (b)には、応力測定方向を \$x\$ と \$y\$ 軸にとったときの実験座標系 [L]、試料座標系 [S] および \$\psi\$ 角を示した。

ここで、結晶基準座標系 [K]、試料座標系 [S] および実験座標系 [L] の各座標軸に対する単位ベクトルを \$\mathbf{e}_k^K\$, \$\mathbf{e}_k^S\$ および \$\mathbf{e}_k^L\$ とする。

なお、本論文で用いた添え字 \$k, l, m, n, o, p, q\$ および \$r\$ はすべて 1 ~ 3 の値をとり、Einstein の総和規約に従うものとする。

ここで、試料座標系 [S] から実験座標系 [L]、結晶基準座標系 [K] から試料座標系 [S] への座標変換マトリックスをそれぞれ \$\mathbf{l}^{LS}\$, \$\mathbf{l}^{SK}\$ とすると、これら \$\mathbf{l}^{LS}\$, \$\mathbf{l}^{SK}\$ の各成分は次式で表せる。

$$l_{kl}^{LS} = \cos(\mathbf{e}_k^L, \mathbf{e}_l^S) = \mathbf{e}_k^L \cdot \mathbf{e}_l^S \quad (18)$$

$$l_{kl}^{SK} = \cos(\mathbf{e}_k^S, \mathbf{e}_l^K) = \mathbf{e}_k^S \cdot \mathbf{e}_l^K \quad (19)$$

このとき、X線で測定する \$L_3\$ 軸方向の垂直ひずみ \$\varepsilon_{33}^L\$ を \$\varepsilon\$ とおくと、\$\varepsilon\$ は試料座標系 [S] のひずみ \$\varepsilon_{kl}^S\$ と

$$\varepsilon = \varepsilon_{33}^L = l_{3k}^{LS} l_{3l}^{LS} \varepsilon_{kl}^S \quad (20)$$

の関係がある。

また、試料座標系 [S] のひずみ \$\varepsilon_{kl}^S\$ と応力 \$\sigma_{mn}^S\$ との関係は、任意の結晶構造をもつ単結晶に対して次式で表せる。

$$\varepsilon_{kl}^S = s_{klmn}^S \sigma_{mn}^S \quad (21)$$

ここに、\$s_{klmn}^S\$ は試料座標系 [S] における単結晶コンプライアンスで、結晶基準座標系 [K] における単結晶コンプライアンス \$s_{opqr}\$ と次式の関係がある。

$$s_{klmn}^S = l_{ko}^{SK} l_{lp}^{SK} l_{mq}^{SK} l_{nr}^{SK} s_{opqr} \quad (22)$$

ここで、斜方晶系の単結晶に対して、\$s_{klmn}^S\$ は

$$s_{14}^S = s_{15}^S = s_{16}^S = s_{24}^S = s_{25}^S = s_{26}^S = 0 \quad (23)$$

$$s_{34}^S = s_{35}^S = s_{36}^S = s_{45}^S = s_{46}^S = s_{56}^S = 0$$

となる。¹⁵⁾ただし、\$s_{11}^S\$, \$s_{12}^S\$ などは Voigt 記法で表した試料座標系 [S] における単結晶コンプライアンスである。

式 (20) に式 (21) を代入すると、次式となる。

$$\varepsilon = \varepsilon_{33}^L = l_{3k}^{LS} l_{3l}^{LS} s_{klmn}^S \sigma_{mn}^S \quad (24)$$

ここに、\$l_{3k}^{LS}\$ は応力測定方向が \$x\$ および \$y\$ 軸のとき、それぞれ

$$(l_{31}^{LS} \ l_{32}^{LS} \ l_{33}^{LS}) = (\sin \psi \ 0 \ \cos \psi) \quad (25)$$

および

$$(l_{31}^{LS} \ l_{32}^{LS} \ l_{33}^{LS}) = (0 \ \sin \psi \ \cos \psi) \quad (26)$$

となる。

次に、\$k_i\$ 値と \$k'_i\$ 値を求めるために、式 (24) のひずみ \$\varepsilon\$ を次式^{12), 13)}

$$2\theta_i = 2\theta_{00i} - h_i \varepsilon \quad (27)$$

ここに

$$h_i = \frac{360 \tan \theta_{00i}}{\pi} \quad (28)$$

に代入して \$\sigma_{11}^S (= \alpha_x)\$ で偏微分する。このとき、式 (23) と、式 (25) または式 (26) を適用すると

$$k_{xi} = -h_i [(s_{11}^S - s_{13}^S) \sin^2 \psi + s_{13}^S] \quad (29)$$

$$k'_{xi} = -h_i [(s_{12}^S - s_{13}^S) \sin^2 \psi + s_{13}^S] \quad (30)$$

を得る。同様に

$$k'_{yi} = -h_i [(s_{12}^S - s_{23}^S) \sin^2 \psi + s_{23}^S] \quad (31)$$

$$k'_{yi} = -h_i [(s_{22}^S - s_{23}^S) \sin^2 \psi + s_{23}^S] \quad (32)$$

$$k_{xyi} = 0 \quad (33)$$

$$k'_{xyi} = 0 \quad (34)$$

となる。

式 (33) と式 (34) から、斜方晶系の単結晶については、本論文で提案した測定法が適用可能であることがわかる。この条件を満たす単結晶には、結晶基準座標系 [K] の \$K_1\$ と \$K_3\$ 軸を \$x\$ と \$z\$ 軸にとった斜方晶、立方晶および正方晶がある。

弾性定数と結晶方位がわかっている単結晶については、式 (22) を式 (29) ~ 式 (32) に代入することにより、\$k_i\$ 値と \$k'_i\$ 値の理論値が決定できる。

3・2 \$B_x\$, \$B_y\$, \$B'_x\$ および \$B'_y\$ の実験による求め方

弾性定数が未知な単結晶については、\$k_i\$ 値と \$k'_i\$ 値は理論的に求まらないが、結晶方位がわかっている場合には、次のように \$B_x\$, \$B_y\$, \$B'_x\$ および \$B'_y\$ を実験的に求めることができる。

ここでは、斜方晶系の単結晶から、長手方向をそれぞれ \$x\$ および \$y\$ 軸にとった試験片 A および B を作製し、こ

これらの試験片の長手方向に種々の負荷応力を加えながら、応力測定方向を x および y 軸にとったときの $\sin^2\psi$ 線図の直線の勾配 M および M' を測定する場合を考える。

まず、試験片 A の長手 (x 軸) 方向に加える負荷応力を σ_{ax} とすると、種々の σ_{ax} に対する $\sin^2\psi$ 線図の直線の勾配 M と M' は、式 (2) と式 (5) に $\sigma_x = \sigma_{0x} + \sigma_{ax}$, $\sigma_y = \sigma_{0y}$, $B_{xy} = 0$, $B'_{xy} = 0$ を代入すると

$$M = M_{00} + B_x(\sigma_{0x} + \sigma_{ax}) + B_y\sigma_{0y} \quad (35)$$

$$M' = M'_{00} + B'_x(\sigma_{0x} + \sigma_{ax}) + B'_y\sigma_{0y} \quad (36)$$

となる。これより、 B_x と B'_x は

$$B_x = \frac{\partial M}{\partial \sigma_{ax}} \quad (37)$$

$$B'_x = \frac{\partial M'}{\partial \sigma_{ax}} \quad (38)$$

となるので、これらの値は M - σ_{ax} 線図と M' - σ_{ax} 線図の直線の勾配として求まる。

同様に、試験片 B の長手 (y 軸) 方向に加える負荷応力を σ_{ay} とすると、種々の σ_{ay} に対する $\sin^2\psi$ 線図の直線の勾配 M と M' は、式 (35) と式 (36) と同様に

$$M = M_{00} + B_x\sigma_{0x} + B_y(\sigma_{0y} + \sigma_{ay}) \quad (39)$$

$$M' = M'_{00} + B'_x\sigma_{0x} + B'_y(\sigma_{0y} + \sigma_{ay}) \quad (40)$$

となる。これより、 B_y と B'_y は

$$B_y = \frac{\partial M}{\partial \sigma_{ay}} \quad (41)$$

$$B'_y = \frac{\partial M'}{\partial \sigma_{ay}} \quad (42)$$

となるので、これらの値は M - σ_{ay} 線図と M' - σ_{ay} 線図の直線の勾配として求まる。

なお、同様な方法により、 C_x と C'_x は N - σ_{ax} 線図と N' - σ_{ax} 線図の直線の勾配として、 C_y と C'_y は N - σ_{ay} 線図と N' - σ_{ay} の直線の勾配として、それぞれ求まる。

4 シリコン単結晶への適用

ここでは、実験で用いたシリコン単結晶の試験片について、 k_i 値と k'_i 値の理論値を求める。まず、シリコン単結晶は立方晶の結晶構造をもつので、Fig. 1 に示した結晶基準座標系 [K] の座標軸は結晶軸に一致する。また、シリコン単結晶の試験片は、結晶の [110], $\bar{1}10$ および [001] 軸をそれぞれ x , y および z 軸にとったので、斜方晶系の単結晶であり、 k_{xyi} と k'_{xyi} は 0 となる。

立方晶において、式 (22) は次式で表せる。^{16), 17)}

$$s_{klmn}^S = s_{12}\delta_{kl}\delta_{mn} + s_0 I_{kq}^{SK} I_{lq}^{SK} I_{mq}^{SK} I_{nq}^{SK} + \frac{1}{2}s_{44}I_{klmn} \quad (43)$$

ここに

$$s_0 = s_{11} - s_{12} - \frac{1}{2}s_{44} \quad (44)$$

$$I_{klmn} = \frac{1}{2}(\delta_{kn}\delta_{lm} + \delta_{km}\delta_{ln}) \quad (45)$$

で、 s_{11} , s_{12} および s_{44} は Voigt 記法で表した単結晶コンプライアンス、 δ_{kl} はクロネッカのデルタである。

シリコン単結晶の試験片の試料座標系 [S] は結晶基準座標系 [K] を K_3 軸回りに $\pi/4$ 回転させた座標系となるので、式 (43) の I_{klmn}^{SK} の各成分は次式で表せる。

$$I_{kl}^{SK} = \frac{1}{\sqrt{2}}(\delta_{k1}\delta_{l1} + \delta_{k2}\delta_{l2} + \delta_{k1}\delta_{l2} - \delta_{k2}\delta_{l1}) + \delta_{k3}\delta_{l3} \quad (46)$$

式 (29)~式 (32) に、式 (43)~式 (46) を代入して整理すると

$$k_{xi} = -\frac{h_i}{2}(s_0 + s_{44})\sin^2\psi - s_{12}h_i \quad (47)$$

$$k'_{xi} = -\frac{h_i}{2}s_0\sin^2\psi - s_{12}h_i \quad (48)$$

$$k'_{yi} = k_{xi} \quad (49)$$

$$k'_{zi} = k_{xi} \quad (50)$$

を得る。式 (47) と式 (48) にシリコンの単結晶コンプライアンスを代入することにより、試験片の k_i 値および k'_i 値の理論値が式 (47)~式 (50) から求まる。

なお、シリコン単結晶の試験片については、式 (49) を式 (9) と式 (12) に、式 (50) を式 (10) と式 (13) にそれぞれ代入して、式 (9)、式 (10)、式 (12)、式 (13) でプライム記号をとった式と比較すると、次の関係式が得られる。

$$B'_y = B_x \quad (51)$$

$$B_y = B'_x \quad (52)$$

$$C_y = C_x \quad (53)$$

$$C_y = C'_x \quad (54)$$

5 実験方法

用いた試験片は、表面が結晶の (001) 面、オリフラ方向が結晶の [110] 方向のシリコンウェハから作製し、オリフラ方向を長手方向にとった。試験片の寸法は $98 \times 15 \times 0.5\text{mm}$ である。試験片の長手方向 ([110] 方向) および幅方向 ($\bar{1}10$ 方向) をそれぞれ x および y 軸にとった。この試験片では、 $\psi = 15.6, 35.2$ および 54.7deg において、応力測定方向を x 軸にとると (115), (224) および (333) 面の回折線が、 y 軸にとると ($\bar{1}15$), ($\bar{2}24$) および ($\bar{3}33$) 面の回折線が、それぞれ得られる。ここで、試験片の x 軸と y 軸方向のヤング率は等しいため、3・2 節で述べた試験片 A のみについて実験を行った。

本研究では、試験片の長手方向 (x 軸) に四点曲げ負荷装置で種々の負荷応力 σ_a を加えながら、応力測定方向を x および y 軸にとって回折線ピーク位置を測定することにより、 k_{xi} および k'_{xi} を測定した。

本研究では、四点曲げによって生じる試験片の応力は一軸応力状態^{7), 14)}と仮定して、 σ_a は四点曲げ負荷装置に取り付けたロードセルの荷重から計算した梁の曲げ応力から求めた。

X 線による測定には、(株)リガク製のシンチレーションカウンタ型 X 線応力測定装置 MSF-2M の本体に本研究室で開発した X 線計数制御装置およびソフトウェアを搭載した装置を用いた。回折線の測定は、 ψ 揺動法の並傾法によって Table I の条件で行った。本研究では、回折線ピーク位置の測定精度を高くするために、CrK β 線を用いて高角度の回折線を測定した。

シリコンの (115), (333), ($\bar{1}15$) および ($\bar{3}33$) 面の回折線ピーク位置は CrK β 線を用いた場合、約 172deg の高角度に現れる。本研究で用いた X 線応力測定装置は Fig. 3 に示したように、回折角が 172deg を超えると回折 X 線が X 線管球によって遮られるため、シンチレーションカ

Table I. Conditions for x-ray stress measurement.

Characteristic x-rays	CrK β	
Diffraction planes for x direction	(115), (333),	(224)
y direction	($\bar{1}$ 15), ($\bar{3}$ 33),	($\bar{2}$ 24)
Diffraction angle, deg	171.963,	140.283
ψ angle, deg	15.6, 54.7,	35.2
Filter	None	
Tube voltage, kV	30	
Tube current, mA	10	
Step size, deg	0.2,	0.1
Irradiated area, mm ²	6 $\times$ 10	
Preset time, s	2	
ψ -oscillation angle, deg	± 2	

ウンタに入射する回折X線の強度が低下する。このため本研究では、回折X線の強度が低下する回折角をより高角度にするため、通常は9mmであるFig. 3に示した受光スリットの開口幅 w を1mmにして回折線を測定した。Fig. 3には、 w を9mmおよび1mmにした場合のシリコン粉末のCrK α 線による回折線を示した。 w を1mmにすると9mmの場合に比べて、回折X線の強度の低下する回折角が約1deg高い173degとなることが、Fig. 3からわかる。

回折X線強度の測定値は、バックグラウンド(BG)とLPA因子で補正した。測定した(115), (333), ($\bar{1}$ 15)および($\bar{3}$ 33)面の回折線は約172degの高角度に現れるため、高角度側のBG強度を測定できない。そこで、本研究では、回折線の低角度側の160degと168degの二点を結んだ直線によって、BG強度を決定した。

回折線ピーク位置は、補正した回折線の最大強度 z_{max} の50%以上のデータのうち、回折X線の強度低下が起らない回折角が173deg未満のデータを用いて、ガウス曲線法¹⁸⁾で決定した。

応力値は、応力測定方向を x 軸にとった場合は(115)と(333)面の回折線を用いた2点法および¹¹⁾これに

(224)面を加えた n 点法¹¹⁾で決定した。また、 y 軸にとった場合は($\bar{1}$ 15)と($\bar{3}$ 33)面を用いた2点法¹¹⁾およびこれに($\bar{2}$ 24)面を加えた n 点法¹¹⁾を用いた。なお、 n 点法では $\sin^2\psi$ 線図上にプロットした三点の回折線ピーク位置に最小二乗法を用いて当てはめた直線から、2点法では二点を結んだ直線から、その勾配と切片を求めた。

式(2)と式(5)を用いて残留応力を求めるときに必要な無応力状態の試験片の回折線ピーク位置 $2\theta_{00i}$ と $2\theta'_{00i}$ には、シリコン粉末の{115}+{333}面および{224}面の回折角 $2\theta_{00i}$ の測定値171.963degおよび140.283degを用いた。

また、本研究では、X線計数値固有の統計変動によって生じる測定値のばらつきの大きさを表す95%信頼区間を前報¹⁹⁾で提案した式から求めた。後に示すFig. 5からFig. 11については、測定値の95%信頼区間の最大値を示した。

6 実験結果および考察

Fig. 4には、無負荷状態の試験片の(115)面の回折線プロファイルとこれを近似したガウス曲線を示した。170degを超える高角度にもかかわらず、回折X線の強度が低下せずに応力測定に十分な強度の回折線が得られており、回折線はガウス曲線でよく近似できていることが、Fig. 4からわかる。

Fig. 5とFig. 6は、それぞれ応力測定方向を x と y 軸にとったときの試験片に加えた種々の負荷応力 σ_a に対する n 点法の $\sin^2\psi$ 線図で、これらの図の縦軸は無応力状態の回折線ピーク位置からの変化量 $2\theta_i - 2\theta_{00i}$ と $2\theta'_i - 2\theta'_{00i}$ にとった。Fig. 5とFig. 6には、各 σ_a に対する3点に最小二乗法を用いて当てはめた直線を示した。 n 点法では三つの異なる回折面を測定しているので、Fig. 5とFig. 6の $\sin^2\psi$ 線図上の $2\theta_i - 2\theta_{00i}$ と $2\theta'_i - 2\theta'_{00i}$ は直線にのらないが、Fig. 5の直線群は前報^{11), 12)}で述べた理論通り一点で交わり、その交点は、前報^{11), 12)}の理論式

Fig. 3. X-ray diffraction pattern of silicon powder.

Fig. 4. Diffraction line profile of (115) plane.

Fig. 5. $\sin^2\psi$ diagram for various applied stresses σ_a for x measurement direction.

Fig. 7. Variation of peak position $2\theta_i$ with applied stress σ_a for x measurement direction.

Fig. 6. $\sin^2\psi$ diagram for various applied stresses σ_a for y measurement direction.

Fig. 8. Variation of peak position $2\theta_i'$ with applied stress σ_a for y measurement direction.

から求めた交点 (0.291, -0.041) とよく一致している。一方、前報^{11), 12)}の理論式から求めた Fig. 6 の直線群の交点は (1.087, -0.050) となるので、Fig. 6 の図上ではこの直線群は交わらない。

Fig. 7 と Fig. 8 には、応力測定方向を x と y 軸にとったときの負荷応力 σ_a に対する一定の ψ 角に現れる各回折面の回折線ピーク位置 $2\theta_i$ と $2\theta_i'$ との変化を示した。回折線ピーク位置 $2\theta_i$ と $2\theta_i'$ の各点は一直線上によくのっていることが Fig. 7 と Fig. 8 からわかる。これは、一定の ψ 角方向の回折線ピーク位置すなわち格子ひずみは負荷応力 σ_a に比例して変化すること、すなわち異なる回折面に対しても式 (1) と式 (4) が成り立っていることを示している。

Fig. 9 と Fig. 10 には、Fig. 7 と Fig. 8 の直線の勾配である k_{xi} と k'_{xi} の実測値および式 (47) と式 (48) から求めた理論値の $\sin^2\psi$ に対する変化を示した。 k_{xi} と k'_{xi} の実測値は理論値とほぼ一致していることが Fig. 9 と Fig. 10 からわかる。なお、理論値の計算に用いたシリコンの単結晶コンプライアンス²⁰⁾を Table II に示した。

Fig. 11 には、Fig. 5 と Fig. 6 の $\sin^2\psi$ 線図の縦軸を $2\theta_i$ と $2\theta_i'$ としたときの勾配 M と M' の負荷応力 σ_a に対する変化を表す M - σ_a 線図と M' - σ_a 線図を示した。勾配 M と M' は負荷応力 σ_a に対して直線的に変化しており、式 (35) と式 (36) が実際に成り立っていることが Fig. 11 からわかる。なお、 $\sin^2\psi$ 線図の切片 N と N' も負荷応力 σ_a に対して直線的に変化したが、結果は省略した。

Fig. 9. Variation of k_{xi} value with $\sin^2\psi$ for x measurement direction.

Fig. 10. Variation of k'_{xi} value with $\sin^2\psi$ for y measurement direction.

Table II. Elastic compliances of silicon single crystal (TPa^{-1}).²⁰⁾

s_{11}	s_{12}	s_{44}
7.681	-2.138	12.559

2点法についても $\sin^2\psi$ 線図およびその勾配 M と M' ならびに切片 N と N' は n 点法と同様の結果となったが、結果は省略した。

Table III には、2点法および n 点法を用いて求めた B_x , C_x , B'_x および C'_x の 95% 信頼限界とそれらの理論値を示した。これらの実測値は理論値とほぼ一致していることが、Table III からわかる。

Table IV には、2点法および n 点法について、本論文

Fig. 11. M - σ_a and M' - σ_a diagrams for the n -points method.

Table III. 95% confidence limits of B_x , C_x , B'_x and C'_x (deg/GPa).

	2-points method		n -points method	
	Measured	Theoretical	Measured	Theoretical
B_x	-12.08 ± 0.17	-13.12	-12.25 ± 0.17	-13.22
C_x	3.08 ± 0.09	3.49	3.57 ± 0.07	3.76
B'_x	-2.57 ± 0.18	-2.88	-2.40 ± 0.18	-2.60
C'_x	3.08 ± 0.09	3.49	2.60 ± 0.08	2.71

Table IV. 95% confidence limits of measured residual stresses σ_{0x} and σ_{0y} (MPa).

		2-points method	n -points method
σ_{0x}	Eqs. (2) and (5)	4.8 ± 1.9	4.9 ± 1.8
σ_{0y}		0.2 ± 1.9	0.4 ± 1.8
σ_{0x}	Eqs. (2) and (3)	8.5 ± 1.5	9.1 ± 1.6
σ_{0y}		16.8 ± 2.1	21.1 ± 2.5

の式 (2) と式 (5)、および前報¹³⁾の式 (2) と式 (3) から求めた試験片の残留応力 σ_{0x} と σ_{0y} の 95% 信頼限界を示した。この計算には、Table III に示した実測値を用いた。

本論文および前報¹³⁾で提案した方法は、応力値の計算に無応力状態の試験片の $\sin^2\psi$ 線図の勾配や切片を用いるので、応力値はこれら勾配や切片の測定誤差の影響を受ける。しかし、Table IV に示した四つの方法のうち、等しい格子面間隔の回折面を用いて 2 点法によって式 (2) と式 (5) から求める方法は、無応力状態の試験片の $\sin^2\psi$ 線図の勾配と切片の測定誤差の影響を受けないので、測定精度は高いと考えられる。また、Table IV において、式 (2) と式 (3)、および式 (2) と式 (5) から求めた σ_{0y} が大きく異なっているが、これは、式 (2) と式 (3) から σ_{0y} を求めるときに、 $N-N_0$ に掛ける B_x が、 B_y , C_x および C_y に比べて約 4 倍大きいため、切片の測定誤差が大きく影響したと考えられる。

7 結 言

斜方晶系の単結晶について、応力測定方向を x 軸および y 軸にとったときに得られる非線形な $\sin^2\psi$ 線図上の回折線ピーク位置に最小二乗法を用いて決定した直線の勾配 M および M' から平面応力状態の残留応力 σ_{xx} と σ_{yy} を決定するX線応力測定法を提案し、この理論をシリコン単結晶の試験片に適用した。得られた主な結論は次の通りである。

(1) 応力測定方向を x 軸および y 軸にとったときの回折線ピーク位置 $2\theta_i$ および $2\theta'_i$ の応力に対する変化を表す k_i 値および k'_i 値の理論値は、試験片の実測値とほぼ一致した。

(2) 応力測定方向を x 軸および y 軸にとったときの $\sin^2\psi$ 線図上の直線の勾配 M および M' と切片 N および N' は負荷応力に比例して変化した。また、 M 、 N 、 M' および N' の応力に対する変化を表す B_x 、 C_x 、 B'_x および C'_x の理論値は、試験片の実測値とほぼ一致した。

(3) 種々の負荷応力 σ_a を試験片に加えたとき、応力測定方向を x 軸にとったときの $\sin^2\psi$ 線図上の直線群は一点で交わり、この交点の座標は理論値とほぼ一致した。

(4) 斜方晶系の単結晶に対して、回折線ピーク位置 $2\theta_i$ と $2\theta'_i$ はせん断応力 τ_{xy} の影響を受けないことを示した。

参 考 文 献

- 井村 徹, 金属物理, **7**, 72 (1961).
- T. Imura, S. Weissmann and J. J. Slade, Jr., Acta. Cryst., **15**, 786 (1962).
- 小長哲郎, 本田和男, 日本機械学会誌, **73**, 972 (1970).
- R. Dupke and W. Reimers, "Residual Stresses", ed.: V. Hauk, H. P. Hougardy, E. Macherauch and H.-D. Tietz, p.873 (1993) DGM Informationsgesellschaft.
- R. Dupke and W. Reimers, "Proc. Fourth Int. Conf. on Residual Stresses", p.1097 (1994) Society for Experimental Mechanics, Bethel, USA.
- 鈴木裕士, 秋田貢一, 三沢啓志, 材料, **49**, 534 (2000).
- 鈴木裕士, 秋田貢一, 吉岡靖夫, 三沢啓志, 材料, **50**, 783 (2001).
- 鈴木裕士, 秋田貢一, 三沢啓志, 今福宗行, 材料, **51**, 730 (2002).
- 鈴木裕士, 秋田貢一, 吉岡靖夫, 和久芳春, 三沢啓志, 材料, **52**, 770 (2003).
- 栗田政則, 斎藤雄治, 日本機械学会論文集, A-62, 1104 (1996).
- 栗田政則, 佐藤純明, 日本機械学会論文集, A-64, 1778 (1998).
- M. Kurita, "Nondestructive Characterization of Materials X", R. E. Green, Jr., T. Kishi, T. Saito, N. Takeda and B. B. Djordjevic (Eds), p.105 (2001) Elsevier Science Ltd.
- 斎藤雄治, 栗田政則, 澤口義郎, 日本機械学会論文集, A-69, 1482 (2003).
- 田中啓介, 秋庭義明, 水野賢一, 白木原香織, 材料, **52**, 1237 (2003).
- L. G. Phillip, "Introduction to Linear Elasticity", Chap.4 (1999) Springer-Verlag.
- 大南正瑛, "マイクロメカニクス入門", 第3章 (1980) オーム社.
- 大南正瑛, "マイクロメカニクス入門", p.5 (1980) オーム社.
- 栗田政則, 非破壊検査, **39**, 243 (1990).
- 栗田政則, 日本機械学会論文集, A-55, 590 (1989).
- G. Simmons and H. Wang, "Single Crystal Elastic Constants and Calculated Aggregate Properties", p.85 (1971) The MIT Press.