

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСТАТОЧНЫХ НАПРЯЖЕНИЙ В ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЯХ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МОДИФИЦИРОВАННОГО $\sin^2 \psi$ МЕТОДА

Т.А. Алексеева¹⁾, С.В. Злоцкий¹⁾, Ф.П. Коршунов²⁾, А.П. Лазарь²⁾

¹⁾ Белорусский государственный университет, пр. Независимости 4, Минск, 220050, Республика Беларусь, e-mail: uqlov@bsu.by

²⁾ Объединенный институт физики твердого тела и полупроводников НАН Беларуси, ул. П.Бровки 19, Минск, 220072, Республика Беларусь, e-mail: lazar@ifttp.bas-net.by

Приведены методика и результаты измерения остаточных напряжений в Ti-Cr-N покрытии толщиной 1.2 мкм, сформированном на подложке из углеродистой стали Ст3. Измерения проводились на дифрактометре D8 фирмы Bruker AXS в геометрии GIXRD при углах падения пучка 0.45, 0.9, 1.35, 1.85 и 2.3° относительно поверхности образца, что соответствует глубине зондирования 0.09, 0.179, 0.266, 0.361 и 0.445 мкм, соответственно. Расчет напряжений проводился с помощью модифицированного $\sin^2 \psi$ метода, с использованием данных по дифракции на нескольких $\{hkl\}$ рефлексах. Зависимость напряжений в покрытии от глубины носит монотонный характер. Их значения изменялись в пределах от -6 до -6.8 ГПа.

Введение

Задача определения остаточных напряжений в тонких поликристаллических покрытиях с помощью методов рентгеновской дифракции существенно затруднена вследствие низкого уровня полезного сигнала, сильно выраженного градиента деформаций, наличием в образце преимущественной ориентации, фазовой неоднородности и т.д. Поскольку для заданного материала глубина проникновения рентгеновских лучей монотонно зависит от угла падения зондирующего пучка — уменьшается с уменьшением угла падения — при измерении остаточных напряжений в пленках целесообразно использовать малые углы падения, увеличивая, таким образом, выход отраженного излучения и контролируя глубину зондирования образца [1]. С использованием стандартного $\sin^2 \psi$ метода это сделать очень трудно или невозможно. Так в случае Ω -гониометра, угол падения с необходимостью варьируется в силу стратегии измерений, а при использовании Ψ -гониометра, он определяется углом Брэгга θ^{hkl} и не может быть малым, если только измерения не проводятся на рефлексе с малым $2\theta^{hkl}$ углом.

В докладе приведены методика и результаты анализа остаточных напряжений в покрытии Ti-Cr-N толщиной 1.2 мкм, сформированном на подложке из стали Ст3 с содержанием углерода < 0.18 вес. %. Измерения проводились на дифрактометре D8 фирмы Bruker AXS в геометрии GIXRD. Расчет напряжений проводился с помощью модифицированного $\sin^2 \psi$ метода, использующего данные по дифракции на нескольких $\{hkl\}$ рефлексах.

Основная часть

Обычно для измерения остаточных напряжений в поликристаллических материалах никакие особые меры для контроля глубины проникновения рентгеновского излучения в образец не предпринимаются. Используемые вращения образца необходимы только для приведения выбранных $\{hkl\}$ плоскостей в положение дифракции, т.е. для выстраивания их нормалей параллельно вектору дифракции.

GIXRD метод для анализа напряжений используется главным образом в двух случаях: (i) когда ставится задача определения напряжений в приповерхностной области образца или очень тонких покрытиях; (ii) для определения градиента напряжений по толщине. При этом если угол α падения пучка не очень близок к критическому углу полного внешнего отражения для заданного материала и длины волны излучения, эффективную глубину проникновения можно аппроксимировать выражением [2]

$$\tau_{63} = \frac{\sin \alpha \sin(2\theta^{hkl} - \alpha)}{\mu(\sin \alpha + \sin(2\theta^{hkl} - \alpha))}, \quad (1)$$

где τ_{63} — толщина слоя, дающая 63% измеренной интенсивности, μ — линейный коэффициент ослабления, θ^{hkl} — угол Брэгга.

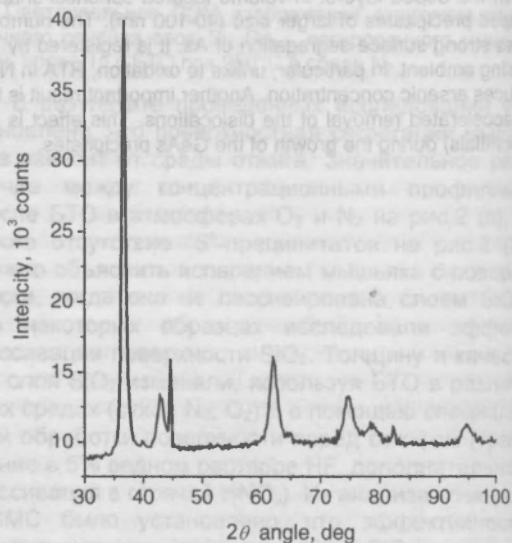


Рис. 1. 2θ скан покрытия Ti-Cr-N толщиной 1.2 мкм при угле падения 1.85°. Излучение Cu-K α .

Посредством 2θ сканирования при постоянном угле α последовательно измеряются положения нескольких $\{hkl\}$ рефлексов (рис. 1). Тем самым, не вращая образец и не изменяя значение τ_{63} ($2\theta^{hkl} \gg \alpha$), можно менять направление, вдоль

которого происходит измерение остаточных деформаций в образце. Угол наклона ψ^{hkl} вектора дифракции плоскостей $\{hkl\}$ относительно нормали образца равен в этом случае

$$\psi^{hkl} = \theta^{hkl} - \alpha \quad (2)$$

Фундаментальное уравнение для определения остаточных напряжений по измеренным деформациям является обобщением закона Гука на случай 3-х измерений, записанным в тензорном виде и приведенным к системе координат образца [2]:

$$\begin{aligned} \varepsilon_{\varphi\psi}^{hkl} = & \frac{1}{2} S_2^{hkl} \sin^2 \psi \times \\ & \times [\sigma_{11} \cos^2 \varphi + \sigma_{12} \sin(2\varphi) + \sigma_{22} \sin^2 \varphi - \sigma_{33}] + \\ & + \frac{1}{2} S_2^{hkl} \sin(2\psi) [\sigma_{13} \cos \varphi + \sigma_{23} \sin \varphi] + \\ & + \frac{1}{2} S_2^{hkl} \sigma_{33} + S_1^{hkl} (\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}), \end{aligned} \quad (3)$$

где $\varepsilon_{\varphi\psi}^{hkl} = (d^{hkl} - d_0^{hkl}) / d_0^{hkl}$, d_0^{hkl} — межплоскостное расстояние $\{hkl\}$ плоскостей в отсутствие напряжений, d^{hkl} — измеренные значения, σ_i — компоненты тензора напряжений, S_1^{hkl} , $\frac{1}{2} S_2^{hkl}$ — упругие константы, φ, ψ — угловые координаты вектора дифракции в системе координат образца. Обычно в уравнение (3) вводится переменная $\sin^2 \psi$, и оно приобретает вид, эквивалентный кривой второго порядка (прямая, эллипс, гипербола или парабола). Выражение в первых квадратных скобках задает наклон кривой, во вторых — ее расщепление [1]. Проведя подгонку экспериментальных точек методом наименьших квадратов для трех различных углов φ , можно определить полный набор компонент тензора σ_i .

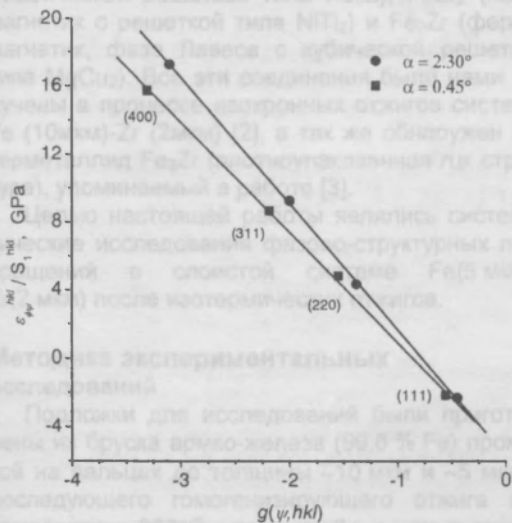


Рис. 2. Анализ остаточных деформаций в покрытии TiCrN толщиной 1.2 мкм с использованием модифицированного $\sin^2 \psi$ метода (уравнение (4)).

При анализе напряжений по измерениям на различных кристаллографических плоскостях, в (3) начинает проявляться зависимость упругих констант от $\{hkl\}$, и данный способ требует модификации. Оказывается удобным ввести переменную $g(\psi, hkl) = (\frac{1}{2} S_2^{hkl} / S_1^{hkl}) \sin^2 \psi$, и в случае отсутствия напряжений, нормальных поверхности

образца ($\sigma_{33}=0$), мы вновь возвращаемся к кривой второго порядка. Дальнейшее упрощение возможно для биаксиальных напряжений (напряжений только в плоскости поверхности образца), когда кривая вырождается в прямую линию, и уравнение (3) принимает вид

$$\varepsilon_{\varphi\psi}^{hkl} / S_1^{hkl} = g(\psi, hkl) \sigma_{\varphi} + (\sigma_{11} + \sigma_{22}), \quad (4)$$

$$\sigma_{\varphi} = [\sigma_{11} \cos^2 \varphi + \sigma_{12} \sin(2\varphi) + \sigma_{22} \sin^2 \varphi],$$

где σ_{φ} — напряжение в направлении φ .

В выражение для деформаций $\varepsilon_{\varphi\psi}^{hkl}$ входит в качестве параметра межплоскостное расстояние каждой из $\{hkl\}$ плоскостей в отсутствие напряжений. Чтобы при расчете избежать псевдоискажений кристаллической структуры, величины d_0^{hkl} должны быть связаны между собой в соответствии с симметрией решетки:

$$\frac{a_0^{h_1 k_1 l_1}}{d_0^{h_1 k_1 l_1}} = \frac{\sqrt{h_1^2 + k_1^2 + l_1^2}}{\sqrt{h_2^2 + k_2^2 + l_2^2}} \quad (5)$$

На рис. 2 приведены результаты анализа остаточных деформаций в покрытии TiCrN толщиной 1.2 мкм, сформированном на подложке из стали Ст3 с содержанием углерода < 0.18%. Измерения проводились на дифрактометре D8 фирмы Bruker AXS в геометрии GIXRD для пяти углов падения α (0.45, 0.90, 1.35, 1.85 и 2.30 градуса) относительно поверхности образца. Для каждого угла осуществлялся 2θ скан (рис. 1) и определялись угловые положения рефлексов (111), (220), (311), (400).

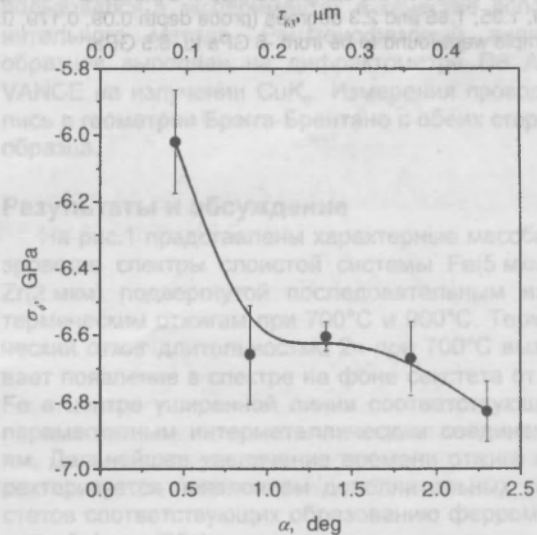


Рис. 3. Остаточные напряжения в покрытии TiCrN толщиной 1.2 мкм в зависимости от угла падения зондирующего пучка.

Расчет остаточных напряжений проводился с использованием модели биаксиальных напряжений на основе модифицированного $\sin^2 \psi$ метода (4). Линейный характер наблюдаемых зависимостей свидетельствует в обоснованности сделанных при этом предположений.

Полученные значения напряжений в зависимости от угла падения пучка относительно по-

верхности образца показаны на рис. 3. С помощью уравнения (1) они могут быть приведены к шкале глубин зондирования τ_{63} (0.09, 0.179, 0.266, 0.361 и 0.445 мкм, соответственно).

Заключение

Использование геометрии GIXRD позволяет решать задачу определения остаточных напряжений в тонких покрытиях или в приповерхностных областях образца, и определять градиент напряжений по толщине.

В докладе приведены методика и результаты определения остаточных напряжений в покрытии Ti-Cr-N толщиной 1.2 мкм, сформированном на подложке из стали Ст3 с содержанием углерода < 0.18 вес. %.

Измерения проводились в геометрии GIXRD при углах падения пучка 0.45, 0.9, 1.35, 1.85 и 2.3° относительно поверхности образца (глубина зондирования образца 0.09, 0.179, 0.266, 0.361 и 0.445 мкм, соответственно) на рефлексах (111), (220), (311) и (400).

Для расчета напряжений использовался модифицированный $\sin^2\psi$ метод. Зависимость напряжений в покрытии от глубины носит монотонный характер. Значения напряжений изменялись в пределах от -6 до -6.8 ГПа.

Список литературы

1. Welzel U., Ligot J., Lamparter P., Vermeulenb A.C. and Mittemeije E.J. // J. Appl. Cryst. –2005. –V.38. –P.1.
2. Birkholz M. Thin Film Analysis by X-Ray Scattering. – Weinheim: VILEY-VCH, 2006. – 358 p.

RESIDUAL STRESSES DETERMINATION IN THIN POLYCRISTAL COATING USING A MODIFIED $\sin^2\psi$ METHOD

T.A. Alekseeva¹⁾, S.V. Zlotski¹⁾, V.V. Uglov¹⁾, F.P. Korshunov²⁾, A.P. Lazar²⁾

¹⁾ Byelorussian State University, 4 Independence sq., Minsk BY-220050, Republic of Belarus, e-mail: uglov@bsu.by

²⁾ Joint Institute of Solid State and Semiconductor Physics, 19 P. Brovka Str., Minsk BY-220072, Republic of Belarus, e-mail: lazar@iftf.bas-net.by

The measurements of residual stresses in the TiCrN coating were performed using grazing-incidence X-ray diffraction method with the help of a D8 diffractometer of Bruker AXS. The GIXRD method let one to restrict the effective penetration depth of X-ray beam to a defined small value and determine stress from diffraction measurements at different effective penetration depths by varying the angle of incidence. During the measurement, the incidence angle α is fixed and several hkl diffraction lines are recorded by 2θ scans. The inclination angle, ψ^{hkl} , for set of $\{hkl\}$ planes is given by $\psi^{hkl} = \theta^{hkl} - \alpha$, where θ^{hkl} is the Bragg angle. In contrast to the conventional stress measurement method, a modified $\sin^2\psi$ method was used to calculate the residual stress on the sample surface in a particular φ direction. The measurements were performed at incidence angles of 0.45, 0.9, 1.35, 1.85 and 2.3 degrees (probe depth 0.09, 0.179, 0.266, 0.361 and 0.445 nm). The internal compressive stresses in the sample were found to be from -6 GPa to -6.5 GPa.

