

氏 名 (本 籍)	さくら い じゅん べい 桜 井 淳 平 (茨 城 県)
学 位 の 種 類	博 士 (工 学)
学 位 記 番 号	博 甲 第 2885 号
学位授与年月日	平成 14 年 3 月 25 日
学位授与の要件	学位規則第 4 条第 1 項該当
審 査 研 究 科	工学研究科
学 位 論 文 題 目	Ti-Ni スパッタ薄膜の形状記憶特性に関する研究
主 査	筑波大学教授 工学博士 宮 崎 修 一
副 査	筑波大学教授 理学博士 浅 野 肇
副 査	筑波大学教授 工学博士 水 林 博
副 査	筑波大学助教授 工学博士 河 井 昌 道

## 論 文 の 内 容 の 要 旨

大きな形状回復歪みと回復応力を持つTi-Ni 形状記憶合金を薄膜化し、マイクロアクチュエーター材料として利用することが期待されている。そのためマイクロアクチュエーター開発の基礎に必要な、Ti-Ni 二元系スパッタ薄膜の材料特性を調べるために広範囲の組成域での形状記憶特性及び内部組織の観察を行った。形状記憶特性を調べるために、DSC 測定、一定応力下での熱サイクル試験を行い、相の同定にはX線回折測定を行い、内部組織観察にはTEM 観察を行った。

48～47at%Ni の組成範囲のTi 過剰のTi-Ni スパッタ薄膜ではアモルファスから結晶化させると、結晶化の過程で非平衡な板状析出物等の内部組織を形成することが明らかになった。Ti-48.2at%Ni 薄膜では、アモルファスから母相のナノ結晶が形成し、そのナノ結晶が合体し一つの結晶粒を形成する過程で、ナノ結晶の  $\{100\}_{B2}$  界面に板状析出物が形成された。この板状析出物は形状記憶特性を改善し、Ti-48.2at%Ni 薄膜で最大で6%の形状回復歪み、280MPa のすべり臨界応力を示した。また、さらにTi 濃度を増やしたTi-45.4at%Ni 薄膜では、アモルファスから最初に析出物  $Ti_2Ni$  が生成し、その後母相が形成された。その結果、B2相内に形成された  $Ti_2Ni$  は、母相に対してランダムな方位になった。そのため、Ti-45.4at%Ni 薄膜では板状析出物が形成されず、形状記憶特性の改善は見られなかった。Ti 過剰のTi-Ni 薄膜では配合組成のTi 濃度によって析出物の形成過程と形態が異なり、内部組織の変化によって形状記憶特性も大きく変化することが明らかになった。

Ni 過剰のTi-Ni 薄膜でも同様に結晶化温度付近(約700K)で熱処理した試料で、ナノ結晶やナノ結晶の界面に板状析出物や  $Ti_3Ni_4$  が形成され、薄膜固有の内部組織を持つことが明らかになった。しかし、Ni 過剰組成では溶体化処理後に事項処理を施すことにより  $Ti_3Ni_4$  を微細に析出させることが可能で、時効材の  $Ti_3Ni_4$  の密度の方が高くなった。その結果、時効材の方が安定した形状記憶特性を示した。

等原子比組成のTi-Ni 薄膜でも、結晶化の過程でナノ結晶からなる薄膜固有の内部組織が形成した。熱処理温度が上昇に伴い薄膜固有の内部組織は消え、形状回復歪みとすべり臨界応力は減少していった。

Ti 過剰組成や等原子比組成のTi-Ni スパッタ薄膜では、結晶化温度付近で熱処理し、ナノ結晶や板状析出物等の薄膜固有の内部組織を形成させることで形状記憶特性を向上させることができる事が明らかになった。

また、組成制御が困難な従来の合金ターゲットを用いたスパッタ法に変わる新しいTi-Ni 薄膜にプロセス方法として、組成制御が容易な純Tiと純Niの金属ターゲットを用いてTi/Ni 積層膜を試作し、熱処理によりTi-Ni スパ

タ薄膜の作製を試みた。その結果、Ti/Ni 積層膜から、完全な形状記憶特性を示す Ti-Ni スパッタ薄膜を作製することに成功した。

## 審 査 の 結 果 の 要 旨

本論文は、広範囲の合金組成のTi-Ni 合金薄膜をスパッタ法により作製し、形状記憶特性と微細組織に及ぼす熱処理条件の効果を系統的に解明したものである。さらに、合金ターゲットと金属ターゲットを用いた作製法のいずれでも完全な形状記憶特性を実現することに成功している。マイクロアクチュエータを作製するために必要な形状記憶合金薄膜の作製法を確立したといえる。形状記憶合金スパッタ薄膜の材料学的な基礎を確立した上に、実用化への道を開いたことでも重要な成果である。膨大な実験データを含む大作である。

よって、著者は博士（工学）の学位を受けるに十分な資格を有するものと認める。