

氏名(本籍)	ちょう 長	ひろ 弘	き 基	(神奈川県)
学位の種類	博士(工学)			
学位記番号	博甲第3923号			
学位授与年月日	平成18年3月24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	数理解物質科学研究科			
学位論文題目	Ti-Ni合金薄膜およびTi/Ni積層膜の内部組織と形状記憶特性			
主査	筑波大学教授	工学博士	宮崎	修一
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	木塚	徳志
副査	筑波大学講師	工学博士	金	熙榮
副査	物質・材料研究機構主席研究員	工学博士	石田	章

論文の内容の要旨

Ti-Ni形状記憶合金は、形状回復時に数ある形状記憶合金の中でも特に大きな回復歪みと回復応力を示し、現在さまざまな分野で応用されている。このTi-Ni合金をスパッタリング法によって薄膜化したTi-Ni薄膜をSi基板上に作製し、Si微細加工技術を用いることによってマイクロアクチュエーターを作製し、マイクロマシンの動力源とする研究が行われている。Ti-Ni薄膜は作製時の基板温度が低い場合に非晶質状態で作製される。この非晶質Ti-Ni薄膜に形状記憶特性を示させるためには結晶化させる必要がある。これまでの研究で、非晶質Ti-Niスパッタ薄膜は熱処理により結晶化させると緻密な内部組織が形成し、これらが形状記憶特性を向上させることなどが報告されている。しかし、この緻密な内部組織は熱処理温度や熱処理時間の増加によって消滅していく。そこで本研究では低温・長時間の熱処理により非晶質Ti-Ni薄膜を結晶化させ、結晶化の進行およびこの緻密な内部組織の形成によって形状記憶特性がどのように変化していくかを調べた。また、この方法であれば高温熱処理で生じるSi基盤と薄膜との反応を抑えることもできる。その結果、Ti過剰の組成では微密な板状析出物が形成し、すべり臨界応力が向上したため、結果として形状記憶特性の向上が見られた。しかし、Ni過剰組成では、析出物 Ti_3Ni_4 の緻密な形成によりすべり臨界応力の向上がみられたが、この Ti_3Ni_4 が変態を阻害する影響が強かったため、形状記憶特性の向上はみられなかった。しかし、両試料において、従来の高温熱処理よりも安定した変形特性を示させることに成功した。

また、これまでのTi-Niスパッタ薄膜はTi-Ni合金ターゲットをスパッタすることにより作製していたが、この方法では作製されるTi-Ni薄膜の組成のコントロールが難しいという欠点があった。そこで、この組成のコントロールをより容易にするため、多元スパッタ装置を用い、純Ti、純NiターゲットをスパッタすることによってTi/Ni積層膜を作製した。この方法であれば、各々のターゲットに投入する電力とスパッタ時間をコントロールすることが出来るため、組成のコントロールがより柔軟に行える。本研究では、TiとNiの1層ずつの合計を30nmとし、それを100層積み重ねることによって厚さ $3\mu\text{m}$ の積層膜を作製した。この方法で作製したTi/Ni積層膜は、作製直後はTiとNiで構成されており、熱処理することにより合金化させなければ形状記憶特性を示さない。そこで、このTi/Ni積層膜を形状記憶合金薄膜として利用し、かつ良

好な形状記憶特性を示させる研究の第一歩として、この Ti/Ni 積層膜の詳細な合金化過程を調べた。また形成する内部組織と形状記憶特性の関係を調べた。その結果、積層膜の合金化は、まず Ti 層と Ni 層の界面に存在している非晶質層が熱処理によって拡大し、その後、この非晶質層が Ti-Ni へ結晶化するということがわかった。さらに熱処理を加えると、Ni 層も Ti-Ni へと合金化する。しかし、Ti 層は残留し、この Ti が形成した Ti-Ni と反応することによって Ti_2Ni を形成することがわかった。また、Ti と Ni の厚さの比を変化させることにより全体の組成を変化させた積層膜を作製し、組成が合金化過程に及ぼす影響を調べると、47at% 以上 Ti 濃度が高い場合は、合金化過程で Ti が残留し、 Ti_2Ni を形成するが、それより Ti 濃度が低い場合には Ti の残留がおこらず、すべて反応するために Ti_2Ni の形成が起こらないことがわかった。また、熱処理温度による合金化過程の変化を調べると、673 ~ 773 K で熱処理した場合は、先に示した合金化過程と同じ経路をたどるが、873 ~ 973 K で熱処理した場合は、Ti-Ni の形成と同時に Ti_2Ni および $TiNi_3$ が形成することがわかった。また、この Ti_2Ni および $TiNi_3$ の形成がすべり臨界応力の低下をもたらすこともわかった。

審 査 の 結 果 の 要 旨

本論文では、マイクロアクチュエーターなどへの応用が期待されている Ti-Ni スパッタ薄膜のさらなる性能向上を目指した研究として注目に値する。まず、非晶質 Ti-Ni スパッタ薄膜を、従来の高温・短時間熱処理ではなく、低温・長時間熱処理により結晶化させることにより非平衡および準安定の析出物を積極的に形成させ、形状記憶特性を向上させることに成功している。この方法であれば、Si 基盤との反応も抑えることが出来るため、非常に有効な方法であると思われる。さらに、これまでのスパッタ法での、組成の制御が困難である、という欠点を改善するために作製した Ti/Ni 積層膜の詳細な合金化過程を明らかにしている。また、この Ti/Ni 積層膜の合金化過程および形状記憶特性の組成依存性および熱処理温度依存性についても明らかにしている。これら Ti/Ni 積層膜の研究は、今後 Ti/Ni 積層膜を研究するための基礎データとして非常に有用であり、Ti-Ni 系形状記憶合金薄膜に関する分野において重要な研究成果であると判断される。

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。