

氏名(本籍)	よこ やま りょう いち 横 山 亮 一 (神奈川県)
学位の種類	博 士 (工 学)
学位記番号	博 乙 第 2623 号
学位授与年月日	平成 25 年 1 月 31 日
学位授与の要件	学位規則第 4 条第 2 項該当
審査研究科	数理物質科学研究科
学位論文題目	<b>X-ray Stress Analysis in Polycrystalline Materials with Fibre Texture</b> (繊維配向材料における X 線応力解析)
主 査	筑波大学教授 理学博士 黒 田 眞 司
副 査	筑波大学教授 工学博士 木 塚 徳 志
副 査	筑波大学准教授 工学博士 谷 本 久 典
副 査	筑波大学名誉教授 理学博士 大 嶋 建 一
副 査	(独) 物質・材料研究機構主席研究員 博士(工学) 大 沼 正 人

### 論 文 の 内 容 の 要 旨

X 線応力測定は非破壊で材料を評価できる便利な方法として、1950 年以来、 $\sin^2\Psi$  法が広く用いられ、回折法を用いると、材料を構成する結晶子の格子間隔を精度よく測定出来ることに基づいている。無歪状態にある材料の格子定数とヤング率が既知の材料であれば、材料に内在する歪は X 線回折法により求まるので、ヤングの法則を適用すればその材料に加えられている応力を求めることが出来る。この方法は無歪状態にある材料の格子定数を知らなくても、材料が均一な無配向の結晶粒で構成されていれば、応力が求まる方法で、広い範囲の材料に適用されている。

近年、半導体産業分野で、薄膜材料の利用が重視され、広く用いられるようになってきた。それに伴い、薄膜に内在する残留応力の測定も要求されている。その薄膜の製造工程に依存するが、その材料は必ずしも無配向な集合組織ではなく、多くの場合、配向組織であるので、 $\sin^2\Psi$  法は適用できない。そのために、20 年ほど前より  $\sin^2\Psi$  法以外の、繊維配向材料評価のための X 線応力解析法が試みられてきた。そこでは集合組織を構成する結晶粒に注目し、その結晶子に加えられている応力とその結晶子に誘起される歪の間には 4 階のテンソルで表される弾性定数  $C_{ijkl}$  を用いて、テンソル方程式で表せる解から、配向組織の応力測定法が検討された。しかし、テンソル方程式で、結晶子を記述する座標系から試料材料特有の座標系への変換、さらには X 線による歪測定を実験室系の座標への変換が煩雑で、特殊条件下での解のみが求められるので、その測定例は少ない。

著者は集合組織に対する応力場としてロイスにより提案されたロイスモデルを採用すると、 $\langle 111 \rangle$  配合をした立方晶系の集合組織に対し、上記の煩雑な方程式の完全解が求められることを 2009 年に示した。その結果、1) : X 線で測定される歪はブラグ条件を満たした結晶子の持つ歪の平均値であること、2) : その平均値はその結晶子に加えられている応力成分に対して線形関数として表せること、3) : 比例定数は試料中に含まれる結晶子の方位の関数で表せるので、種々の結晶方位の歪を X 線で測ると、線形方程式を解くことが出来て、応力成分を求めることが出来ること、4) : 1) で示した要因のため、特殊な面指数を持ったブラグ反射の半値幅が広がること、などが分かった。

次に、著者は $\langle 111 \rangle$ 方向に繊維配向したTiN薄膜試料を半径15mmで湾曲させ、X線測定し、無歪み状態の格子定数を仮定すると、上記の理論の結果の3)が実行でき、3つの応力成分が求められることを示した。その結果、計算から予測される応力値と測定の誤差範囲内でよく一致することを示した。また、無歪み状態の格子定数格子定数も変化させ、精密化することにより、無歪み状態の格子定数を求められることも示した。さらに、TiNおよびCuの薄膜試料を用意し、高分解能なX線回折実験を試みた結果、4)から予想される半値幅の増大が観測されることを示した。

上記理論は $\langle 111 \rangle$ 方向に配向した立方晶系の試料にのみに適用できる式であるが、著者はさらに正方晶系、六方晶系の種々の方位に配向した集合組織の材料に対しても適用できる一般式を導出した。

## 審査の結果の要旨

従来のX線残留応力測定法では、繊維配向する多結晶材料に対して求める残留応力は材料を構成する結晶子（単結晶）の弾性定数を用いて、X線回折で測定した特定の結晶面のひずみと残留応力の関係から求めてきた。しかし、著者は繊維配向軸周りの結晶子の対称性を考慮して、X線回折で測定される結晶子の方位を分類することにより、新たに繊維配向材料のひずみと残留応力の関係を定式化した。さらに、この対称性を考慮するひずみと残留応力との関係から、繊維配向材料に対してX線で観測した回折線幅が負荷した応力の向きと測定方向に関係することも明らかにした。今後、工学的に利用可能な新機能材料としての金属、セラミックスおよび半導体薄膜結晶の残留応力の解析に著者が導出した方法が適用されることであろう。

平成24年12月27日、数理物質科学研究科学学位論文審査委員会において審査委員の全員出席のもと、著者に論文について説明を求め、関連事項につき質疑応答を行った。その結果、審査委員全員によって、合格と判定された。

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。