



Title	X線回折によるTiN被覆材の残留応力に関する研究
Author(s)	松英, 達也
Citation	大阪大学, 2000, 博士論文
Version Type	
URL	<a href="https://hdl.handle.net/11094/42759">https://hdl.handle.net/11094/42759</a>
rights	
Note	著者からインターネット公開の許諾が得られていないため、論文の要旨のみを公開しています。全文のご利用をご希望の場合は、 <a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed">＜a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed"&gt;https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed</a> >大阪大学の博士論文について <a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed">&lt;/a&gt;</a> をご参照ください。

*The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA*

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

The University of Osaka

氏 名 まつ 松 え 英 たつ 達 や 也

博士の専攻分野の名称 博 士 (工 学)

学 位 記 番 号 第 1 5 6 7 8 号

学 位 授 与 年 月 日 平 成 12 年 7 月 31 日

学 位 授 与 の 要 件 学位規則第4条第2項該当

学 位 論 文 名 X線回折による TiN 被覆材の残留応力に関する研究

論 文 審 査 委 員 (主査)  
教 授 片岡 俊彦

(副査)  
教 授 梅野 正隆 教 授 森 勇藏 教 授 芳井 熊安

## 論 文 内 容 の 要 旨

本論文は結晶配向する TiN 皮膜の残留応力測定についてX線回折を利用した新たな手法を提案するとともに、TiN 被覆材の残留応力に関する機械的および熱的な特性について論じたものであり、全体を8章で構成している。

第1章では表面改質技術に関する過去の研究を通観して本研究を位置づけ、目的と意義を述べている。また、従来のX線応力測定の基礎ともいえる  $\sin^2\Psi$  法について解説している。

第2章では結晶配向する皮膜に対し、結晶学的に定まる特定2方向の格子面間隔をX線回折を用いて測定することにより残留応力を評価する2点測定法を提案し、この手法の理論的な検討を行っている。

第3章では試料作成に使用した物理蒸着法の一つであるアーク・イオンプレーティング (AIP) 法について解説し、成膜装置の成膜パラメータと TiN 皮膜の形成速度との関係について検討している。

第4章では AIP 法により形成された TiN 皮膜の結晶状態と成膜パラメータおよび皮膜の元素組成比などとの関係を検討している。皮膜の結晶状態は基板との界面近傍に存在する酸素の含有率に影響されており、これは成膜パラメータの一つであるバイアス電圧値に依存して変化することを示している。

第5章では TiN 皮膜の各成膜パラメータと硬さおよび残留応力との関係について検討している。皮膜の硬さについては AIP 法における各成膜パラメータと密接に関係することを明らかにしている。また、皮膜には強い圧縮残留応力が存在することを示している。

第6章では被覆材の残留応力に対する繰返し片振り曲げ負荷過程の影響について検討している。曲げ負荷過程において、皮膜の残留応力にはほとんど変化が認められないが、基板には負荷応力に依存した残留応力が形成されることを示し、この値は表面に弾性定数の大きい皮膜が存在することにより抑制されることを明らかにしている。

第7章では TiN 被覆材の残留応力および硬さに対する熱処理の影響について検討している。皮膜の圧縮残留応力は主に成膜時に形成されることを示し、成膜時の基板温度以上の熱処理を行うことによって圧縮残留応力が緩和されることを明らかにしている。また、皮膜の硬さについても成膜時以上の熱処理を加えることにより低下することを示している。

第8章では本研究を総括し、得られた成果をまとめている。

## 論文審査の結果の要旨

物理蒸着法の一つであるアーク・イオンプレーティング（AIP）法は、密着性がよく、ち密な皮膜を形成できることから工具や構造用被覆材など多方面で広く活用されている。しかし、被覆材の性能は成膜過程において皮膜および基板に発生する残留応力に大きく影響されることがわかっており、双方の応力状態を正確に評価することが重要となっている。残留応力の測定には材料内部のひずみを非破壊的に評価できるX線法が最適であるが、AIP法により形成された皮膜は強い結晶配向を有することから従来の $\sin^2\Psi$ 法による残留応力解析を適用することができない。本論文は結晶配向を有する皮膜に対し、結晶学的な方位関係を利用する新たなX線応力測定の手法を提案し、これを用いてAIP法により形成されたTiN被覆材の機械的および熱的な残留応力挙動を系統的に評価している。本研究で得られた主な成果は次の通りである。

- (1) 結晶配向を有する皮膜に対し、X線応力測定を適用する手法として2点測定法を提案し、結晶学的な方位関係にある特定された結晶面の特定2方向（ $\Psi$ 角）における格子面間隔 $d$ と $\sin^2\Psi$ との関係から基礎式を導き出している。また、この式が理論的にも成立することを実証している。
- (2) AIP法により形成されたTiN皮膜の結晶状態は成膜パラメータと皮膜内部の元素組成との関係から、皮膜と基板との界面近傍に存在する酸素の含有率に影響されることを明らかにしている。また、酸素の含有率は成膜パラメータの一つであるバイアス電圧値に依存することを示している。
- (3) TiN皮膜は非常に高い硬さを持っており、皮膜の硬さはAIP法の各成膜パラメータと密接な相関関係があることを示している。また、皮膜内部には強い圧縮残留応力が存在することを明らかにしている。
- (4) 被覆材に繰返し片振り曲げ負荷を加えた場合、皮膜の残留応力にはほとんど変化が認められないが、基板の残留応力は負荷応力に依存した値に変化することを明らかにしている。また、形成される基板の残留応力値は表面に弾性定数の大きい皮膜が存在することによって抑制されることを示している。
- (5) 成膜時の基板温度以上の熱処理を加えることによって皮膜内部の強い圧縮残留応力は緩和されることを明らかにしている。また、皮膜の硬さについても成膜時の基板温度以上の熱処理を加えると急激に低下することを示している。

以上のように本論文は結晶配向性を有する皮膜、さらに皮膜と基板との界面層における応力状態をX線法を適用して評価する新たな手法を提案し、被覆材の機械的・熱的な負荷に対する残留応力挙動について新しい知見を得ている。本研究で得られた成果はX線応力測定法の適用分野を拡大し、更なる発展に寄与するところが多い。よって本論文は博士論文として価値あるものと認める。