



Title	Ti-Ni合金スパッタ蒸着薄膜のマルテンサイト変態と形状記憶に関する研究
Author(s)	刑部, 富夫
Citation	大阪大学, 2002, 博士論文
Version Type	
URL	<a href="https://hdl.handle.net/11094/43173">https://hdl.handle.net/11094/43173</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">大阪大学の博士論文について</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	刑 部 富 夫
博士の専攻分野の名称	博 士 (工 学)
学 位 記 番 号	第 1 6 6 1 3 号
学 位 授 与 年 月 日	平 成 14 年 1 月 25 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	Ti-Ni 合金スパッタ蒸着薄膜のマルテンサイト変態と形状記憶に関する研究
論 文 審 査 委 員	(主査) 教 授 山本 雅彦  (副査) 教 授 掛下 知行    教 授 弘津 禎彦

### 論 文 内 容 の 要 旨

本論文は、Ti-Ni 合金薄膜をマイクロアクチュエータやセンサに応用するために必要な基礎的知見を得るために非晶質から結晶化した薄膜の相関係、相変態と形状記憶効果についての研究結果をまとめたもので、以下の 9 章より構成されている。

第 1 章では、従来の研究概要と研究の目的について述べている。

第 2 章では、まず研究において用いたスパッタ蒸着装置の特性を調べた。得られた Ti-Ni 合金薄膜は試料位置により組成の変化があり、Ti-Ni 合金薄膜の平均組成は、位置選択により制御できることを明らかにした。次に、非晶質 Ti-Ni 合金薄膜の結晶化温度を調べ、単相領域、 $Ti_3Ni_4$ 析出物がある 2 相共存領域、 $Ti_2Ni$  微細粒子がある 2 相共存領域が存在することを明らかにした。

第 3 章では、マルテンサイト変態挙動を示差走査熱量計 (DSC) で調べ、組成、結晶化の熱処理温度に依存して Ti-Ni 合金薄膜のマルテンサイト変態挙動は変化することを示した。 $B2 \Rightarrow R$  変態温度はその固溶体の組成に依存し、Ni 濃度が状態図の B2 単相領域を越えると、R 相への変態温度は焼鈍により生じた  $Ti_3Ni_4$ 析出物と母相のうち母相の組成に対応した変態温度となることを明らかにした。さらに、等原子比組成において、 $B2 \Rightarrow B19'$  変態温度は最も高くなること、 $Ti_2Ni$  相粒子が充分大きく成長した Ti 過剰側 Ti-Ni 合金スパッタ蒸着薄膜では、 $B2 \Rightarrow B19'$  変態温度は合金薄膜の平均組成に依存せず、等原子比組成のものと同じになるが、微細な  $Ti_2Ni$  相粒子などが B2 相中に分散する状態では、 $B2 \Rightarrow B19'$  (あるいは  $R \Rightarrow B19'$  変態温度) 変態温度は低下することを明らかにした。

第 4 章では、Ti-Ni 合金薄膜の形状記憶効果を定荷重熱サイクル試験により調べ、DSC 測定により得られる温度-熱曲線における  $B2 \Rightarrow R$  変態に対応して良好な形状変化を示すことを明らかにした。

第 5 章では、非晶質 Ti 過剰側 Ti-Ni 合金薄膜の結晶化熱処理時に生じる析出について、結晶化熱処理温度依存性および組成依存性を調べ、析出形態を熱処理温度-組成図に領域で表すと 5 種類あることを明らかにした。

第 6 章では、Ni 過剰側 Ti-Ni 合金スパッタ蒸着薄膜の二方向形状記憶効果について調べ、記憶処理を施した試料では  $B2 \Rightarrow R \Rightarrow B19'$  変態に伴って 2 段階に自発的な形状変化を示し、 $B19' \Rightarrow R \Rightarrow B2$  変態に伴ってそれらの形状は回復する。すなわち薄膜でも二方向形状記憶効果を示すことを確認した。

第 7 章では、Ti 過剰側 Ti-Ni 合金スパッタ蒸着薄膜の二方向形状記憶効果について調べ、結晶化処理した後低温で拘束時効した試料では、 $B2 \Rightarrow R \Rightarrow B19'$  変態に伴って自発的な形状変化を示し、逆に  $B19' \Rightarrow R \Rightarrow B2$  変態に伴って

それらの形状変化はもとの状態にもどる。Ti 過剰側での二方向形状記憶効果を世界で始めて明らかにした。

第 8 章では、非晶質 Ti-Ni 合金薄膜の機械的性質を引張試験で調べ、破断するまで弾性変形を示し、高強度材料であることを始めて明らかにした。

第 9 章は、本研究で得られた結果を総括した。

## 論文審査の結果の要旨

今日、高知能・高機能型機器におけるマイクロマシンの駆動源に、形状記憶合金薄膜を利用することが期待されている。このような社会的要求を満たすことのできる材料として、Ti-Ni 形状記憶合金薄膜が最有力候補である。しかしながら、Ti-Ni 合金薄膜の形状記憶特性は未だ十分には解明されていない。

このような状況において、本研究は、Ti-Ni 合金薄膜の作製法と結晶化、マルテンサイト変態、結晶化にともなう析出とマルテンサイト変態への影響、形状記憶特性、機械的性質などを、結晶化熱処理温度、組成などの因子を中心として、それらの依存性について調べ、優れた基礎的知見を得ている。

この研究で得られた成果を要約すると、次の通りである。

- (1) Ti-Ni 合金薄膜における薄膜の構造は、組成に依存し、Ni 濃度が等原子比のところでは、析出が起らないが、Ni 濃度が 50.5at% 以上では  $Ti_2Ni_3$  相が析出し、その形状はレンズ状あるいは板状である。また、48.5at% 付近では等原子比に近い組成の板状析出物が析出する。これらの析出が形状記憶特性に重大な影響を与えていることを明らかにしている。
- (2) Ti-Ni 合金薄膜のマルテンサイト変態挙動は、B2 相、R 相、B19' 相がそれぞれに出現したり、しなかったりすることによっており、これらの組成、結晶化温度に依存することを示し詳細を明らかにしている。
- (3) 形状記憶特性については、析出物の析出形態を熱処理温度-組成図によって表わし、5 種類の領域が構成されることを示し、形状記憶特性との関係を明らかにして、優れた形状記憶特性を発現するにはどのような組成を用い熱処理を施すのがよいかを明らかにしている。
- (4) Ni を過剰に、また Ti を過剰に含む Ti-Ni 合金薄膜の二方向形状記憶特性について調べ、いずれの合金薄膜においても、二方向形状記憶特性が発現することを明らかにしている。Ni 過剰側ではバルク材料で発現が以前に認められているが、Ti 過剰側では、二方向形状記憶特性の発現は、バルク材料・薄膜材料を通じて、世界で初めて見出されている。

以上のように、本論文は、Ti-Ni 形状記憶合金薄膜を作製し、結晶化、相変態などの構造変化、形状記憶特性などを明らかにした成果をまとめ有益な多くの知見を得ており、材料工学の発展に寄与するところが大きい。よって本論文は、博士論文として価値あるものと認める。