

## TiNi 形状記憶合金薄膜特性の作製ロット依存性

池田 哲・安曾徳康\*・藤本公三\*・仲田周次\*

機械電子部・大阪大学 工学部\*

## Production Number Dependence On The Properties Of TiNi Thin Film

Tetsu IKEDA・N. ASO\*・K. FUJIMOTO\*・S. NAKATA\*

Mechanics &amp; Electronics Division・Faculty of Engineering, Osaka University\*

## 要旨

本研究では、1枚のスパッタリングターゲットから同質のTiNi薄膜アクチュエータを作製するために、薄膜特性の作製ロット依存性を明らかにすることを目的とし、薄膜面内中心位置の各薄膜特性を5ロット間で検討し、薄膜膜厚30.7~31.7 $\mu\text{m}$ 、薄膜内Ni組成比52.35~53.54at.%、結晶化温度766.3~769.7K、逆マルテンサイト変態温度312.2~313.9K、マルテンサイト変態温度296.9~298.3K、R相変態温度270.5~274.5Kといった結果を得た。薄膜組成は1.19at.%の変動があるものの、TiNi形状記憶合金薄膜の最終的な形状記憶特性は、作製ロットに依存せず、TiNi薄膜アクチュエータの量産化が可能であることがわかった。

## 1. はじめに

形状記憶合金は大きな動作と発生力を有し、単純な機構であるので、形状記憶合金をマイクロ化できれば、形状記憶合金をマイクロアクチュエータに応用したマイクロロボニキュレータ等のマイクロシステムを製作することが可能<sup>1)</sup>となる。アクチュエータとしてのTiNi形状記憶合金薄膜アクチュエータは、一定温度で一定形状を記憶し、一定力で駆動する必要がある。筆者らは、既にTiNi薄膜アクチュエータの発生力、角変位、動作温度の駆動特性の安定性を確認<sup>2)3)</sup>し、複数のTiNi薄膜アクチュエータを組み合わせたマイクロシステムを試作<sup>4)</sup>した。次なるステップとしてTiNi薄膜アクチュエータの安定作製に取り組み、TiNi薄膜の面内位置における薄膜特性の安定性を評価<sup>5)</sup>した。本研究では、TiNi薄膜の作製ロット間における薄膜特性の再現性を評価した。

## 2. 実験条件

## 2.1. 形状記憶合金薄膜の作製条件

TiNi形状記憶合金薄膜の作製は、RFマグネトロンスパッタリング装置を用いておこなわれ、基板温度573K、Arガス圧力0.67Paの条件下で、TiNi(50/50at.%)合金ターゲットにRFパワー300W/360min印加され、TiNi薄膜は、ターゲットから55mm離れたCuホイル基板上に形成され、その後 $1 \times 10^{-4}$ Pa以下の真空中にて973K/30minの溶体化処理、773K/300minの時効処理を施される。

## 2.2. 薄膜作製時の環境設定

今回の作製環境であるクリーンルーム内の気温は常に24度、湿度は24%である。スパッタリングプロセスでは、

真空引き時間をほぼ24時間、到達真空圧力を $6 \times 10^{-4}$ Pa以下とし、Arガス圧力を0.67Paに設定した時に0.52~0.79Paの範囲に収まるように圧力変動を抑制し、熱処理プロセスでは、真空引き時間をほぼ24時間、炉内圧力は $1 \times 10^{-4}$ Pa以下とした。

## 2.3. 形状記憶合金薄膜の特性評価方法

作製ロットの相違による薄膜特性への影響は、薄膜面内の中心位置における薄膜膜厚、組成比、結晶化温度、変態温度、アクチュエータとしての駆動特性について評価された。膜厚は段差計、組成比は蛍光X線分析装置、結晶化温度および変態温度は示差走査熱量計(DSC)にて測定され、アクチュエータとしての駆動特性は、高速カメラにて駆動角度を測定する<sup>3)</sup>ことにより評価された。

## 3. 薄膜特性の作製ロット依存性

## 3.1. 薄膜形成後の薄膜特性

Fig.1は作製ロット間におけるTiNi形状記憶合金薄膜の膜厚である。その膜厚は30.7~31.7 $\mu\text{m}$ と約1 $\mu\text{m}$ の変動幅があるが、スパッタリングターゲットのエロージョンを考慮すれば、TiNi形状記憶合金薄膜の膜厚は再現性があるといえる。

Fig.2は作製ロット間におけるTiNi形状記憶合金薄膜のNi組成比である。そのNi組成比は52.35~53.54at.%と1.19at.%の変動幅があり、同一薄膜面内における組成分布より大きい。TiNi形状記憶合金薄膜の組成比は再現性があるといえる。

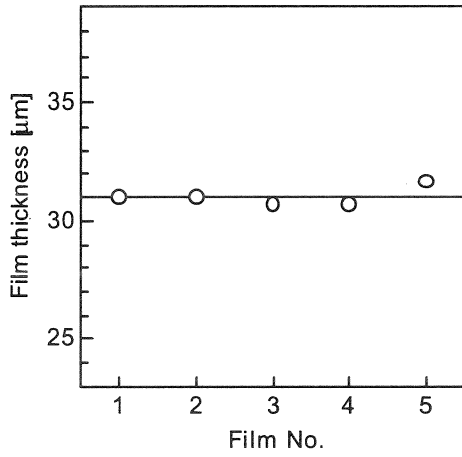
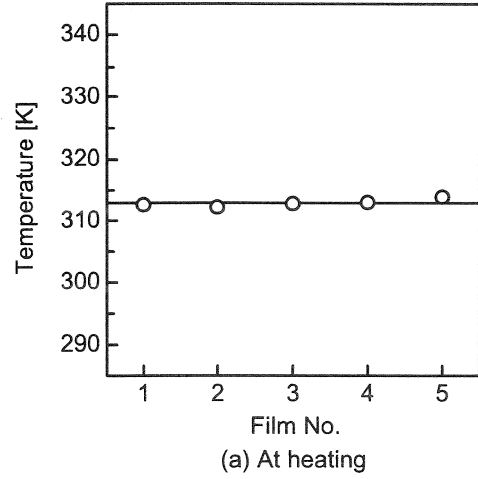


Fig.1 Film thickness of TiNi thin films



(a) At heating

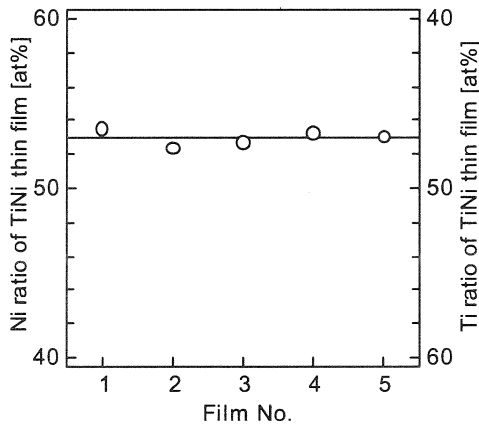
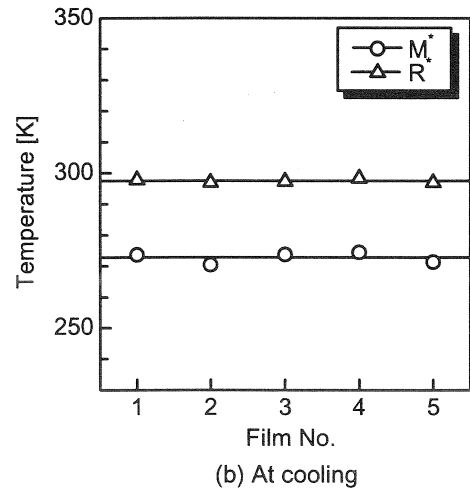


Fig.2 Film composition of TiNi thin films



(b) At cooling

Fig.4 Transformation temperature of TiNi thin films

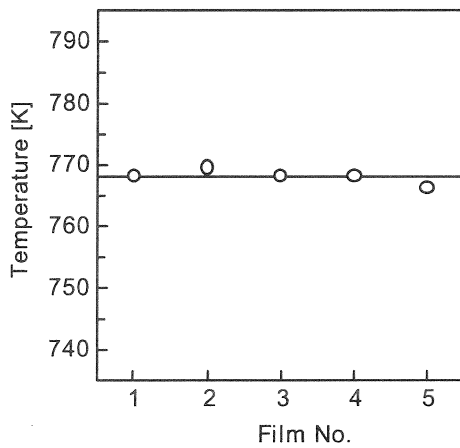


Fig.3 Crystallization temperature of TiNi thin films

Fig.3は作製ロット間におけるTiNi形状記憶合金の結晶化温度である。その結晶化温度は766.3~769.7Kと3.4Kの変動幅があるが、DSCプロファイルの相似から再現性があるとして差し支えない範囲である。

### 3.2. 熱処理後の薄膜特性

Fig.4は作製ロット間におけるTiNi形状記憶合金の変態温度である。その変態温度は加熱時の逆マルテンサイト変態温度(A')で312.2~313.9Kと1.7Kの変動幅があり、また冷却時のマルテンサイト変態温度(M')で296.9~298.3Kと1.4Kの変動幅、R相変態温度(R')で270.5~274.5Kと4.0Kの変動幅がある。特に過電流センサとしてのTiNi薄膜アクチュエータが作動する温度は逆マルテンサイト変態温度であり、ここで得られた変態温度は非常に安定しており、再現性があるといえる。

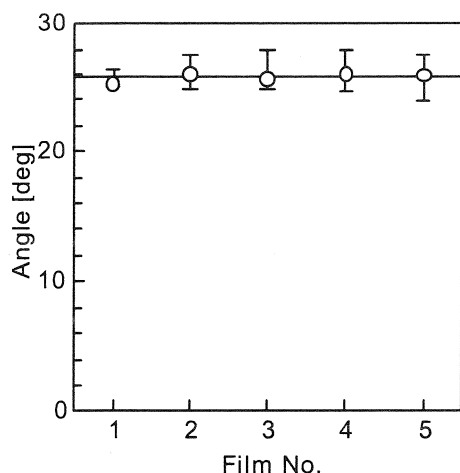


Fig.5 Shape memory angle of TiNi thin film actuators

### 3.3. アクチュエータの駆動特性分布

Fig. 5は作製ロット間におけるTiNi形状記憶合金薄膜アクチュエータの駆動角度である。その駆動角度は23.84°~27.96°と4.12°の変動幅があるが、各作製ロットにおける駆動角度の平均値の変動幅は0.846°であり、測定誤差である0.5°を考慮しても、TiNi形状記憶合金薄膜アクチュエータの駆動特性は、再現性が良いことがわかる。

### 4. おわりに

本研究では、薄膜膜厚、薄膜組成、結晶化温度、変態温度、アクチュエータとしての駆動特性の観点から、TiNi形状記憶合金薄膜特性の作製ロット依存性を検討し、その結果、最終的な形状記憶特性は作製ロットに依存せず、TiNi形状記憶合金薄膜アクチュエータの量産化は可能であることがわかった。

### 参考文献

- 1) 生田幸士,藤田博之,池田満昭,山下慎次:“形状記憶合金マイクロアクチュエータの基礎的研究”,日本機械学会第2回バイオエンジニアリング部門学術講演論文集,(1990),P.79
- 2) 池田哲,松枝弘憲,太田篤宏,藤本公三,仲田周次:“TiNi薄膜の形状記憶特性に対するスパッタリング条件依存性-TiNi形状記憶合金薄膜によるマイクロアクチュエータの創成(第1報)”,溶接学会全国大会講演概要集,No.60,(1997),P160-161
- 3) 池田哲,小関由知,桜井大輔,藤本公三,仲田周次:“TiNi薄膜アクチュエータの動特性-TiNi形状記憶合金薄膜によるマイクロアクチュエータの創成(第2報)”,溶接学会全国大会講演概要集,No.60,(1997),P162-163
- 4) 池田哲,秋本恭喜,奥根充弘,藤本公三,仲田周次:“TiNi形状記憶合金薄膜アクチュエータを用いたマイクロシステムの試作”,大分県産業科学技術センター平成10年度研究報告,(1999),P59-64
- 5) 池田哲,安曾徳康,藤本公三,仲田周次:“TiNi形状記憶合金薄膜特性の面内位置依存性”,大分県産業科学技術センター平成11年度研究報告,(2000),P55-59