

TiNi 形状記憶合金薄膜特性の面内位置依存性

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*

Location Dependence On The Properties Of TiNi Shape Memory Alloy Thin Film

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

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

要旨

本研究では、1枚のTiNi形状記憶合金薄膜から複数個のTiNi薄膜アクチュエータを作製するために、薄膜特性の面内位置依存性を明らかにすることを目的とし、薄膜面内位置八点の各薄膜特性を検討し、薄膜厚22~31 μ m、薄膜組成53.16~53.68at.%, 結晶化温度768.3~771.7K、マルテンサイト変態温度269.6~273.7K、逆マルテンサイト変態温度311.2~313.1K、R相変態温度297.8~301.4Kといった結果を得た。薄膜厚は中心部と端部で差があるものの、TiNi形状記憶合金薄膜の最終的な形状記憶特性は、面内位置に依存しないことがわかり、同一薄膜面内から複数個の薄膜アクチュエータの作製が可能であるといえる。

1. はじめに

形状記憶合金は動作と発生力が大きく、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マニピュレータ等のマイクロシステムを作製することが可能¹⁾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り、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²⁾³⁾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⁴⁾しており、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、本研究では、TiNi薄膜の面内位置における薄膜特性の安定性を評価した。

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300W360min 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 1×10^{-4} Pa 以下の真空中にて 973K30min の溶体化熱処理、773K300min の時効処理を施される。その際の作製プロセスが薄膜面内位置の相違により、膜厚、組成、形状記憶効果等の薄膜特性へ影響する可能性があり、薄膜特性の面内位置依存性を調査した。

2.2 薄膜特性評価位置の設定

Fig.1は、形状記憶合金薄膜の特性評価をおこなう位置を、また Fig.2は、スパッタリングチャンバ内における基板位置を示している。チャンバ内の基板位置は Ar ガス流れに対称ではないので、Ar ガス流れを考慮して、薄膜特性評価位置はX軸方向に五点、Y軸方向に四点の計八点が設定された。

2. 実験条件

2.1 形状記憶合金薄膜の作製条件

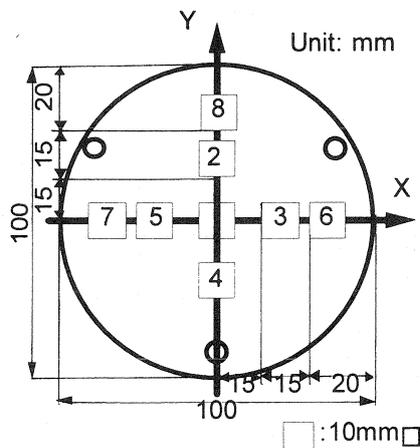


Fig.1 Sample location at TiNi thin film

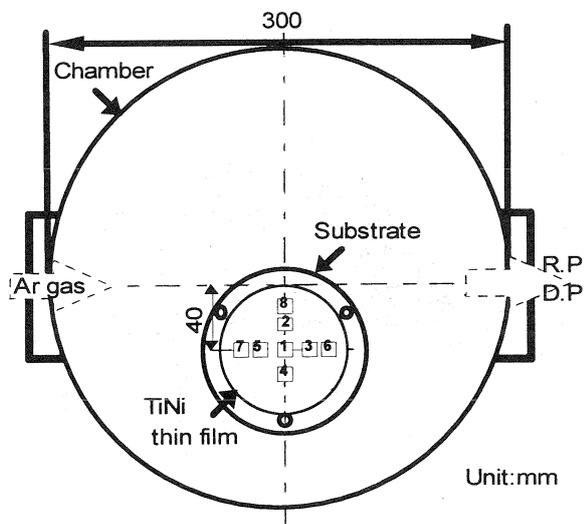


Fig.2 TiNi thin film in sputtering chamber

3. 薄膜特性の面内位置依存性

3.1 薄膜面内における膜厚分布

形状記憶合金薄膜の膜厚は、薄膜強度と通電加熱電力量に影響すると考えられる。今回使用したスパッタリング装置は、円板ターゲットを用いたマグネトロンスパッタリング装置であり、プラズマ分布を持つことから、ターゲット直交部のエロージョン半径は、円環ターゲット半径と同様であると考え、また真空蒸着と同様に、スパッタ角度分布を \cos 則とし、スパッタ粒子とガス分子との衝突を無視して簡易的に考えることにより、その膜厚分布は、

$$d/d_0 = \left[1 + (S/h)^2 \right]^2 \frac{1 + (l/h)^2 + (S/h)^2}{\left\{ \left[1 - (l/h)^2 + (S/h)^2 \right]^2 + 4(l/h)^2 \right\}^{3/2}} \quad (1)$$

(d_0 : 基板中心における膜厚, d : 基板中心からの距離 l の地点での膜厚)
(h : 基板-ターゲット間距離, S : ターゲット半径)

と与えられることになる。この時の各パラメータとその位置関係は、Fig. 3 である。本研究では、 $d_0 = 30 \mu\text{m}$, $h = 55\text{mm}$, $S = 35\text{mm}$ であり、式(1)から導かれる理論膜厚分布は Fig. 4 となる。これに見られるように中心部から端部に向け、膜厚が減少しており、中心部と端部との膜厚差は、計算上約 $8 \mu\text{m}$ であると考えられる。

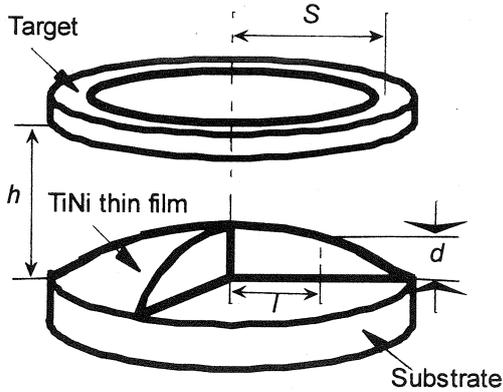


Fig. 3 Model of thickness calculation with parameters

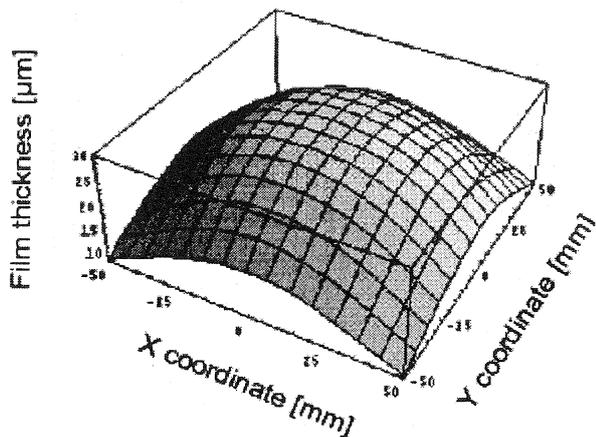


Fig. 4 Calculated thickness distribution

実際に作製された薄膜の膜厚は、段差計で計測され、Fig. 1 に示した薄膜面内位置における膜厚と式(1)より導かれた計算値の比較が、Fig. 5 である。横軸は中心部を 0 とし、横軸数値は中心からの距離として表現されている。実測された薄膜膜厚は、中心部 $31 \mu\text{m}$ 、端部 $22 \mu\text{m}$ と中心から周辺に向かって減少しており、その差は $9 \mu\text{m}$ であり、面内位置に依存していることがわかった。その膜厚分布傾向は、理論値どおりであり、またこの図は、薄膜が X 軸方向、Y 軸方向ともにほぼ同じ膜厚分布を有することを示しており、これよりチャンバー内の Ar ガス流れによる膜厚分布への影響はないと判断できる。

3.2 薄膜面内位置における組成分布

TiNi 形状記憶合金の組成比は、形状記憶特性への影響が考えられる。Fig. 1 に示した薄膜面内位置での薄膜組成は、蛍光 X 線分析装置で測定され、その X 軸方向の組成分布は Fig. 6(a)、Y 軸方向の組成分布は Fig. 6(b) である。縦軸の組成比は、TiNi 薄膜中の Ni 組成比で表現され、X 軸方向の組成は、Ar ガス導入側から 53.48at%, 53.16at%, 53.54at%, 53.66at%, 53.68at% となっており、その変動幅は 0.52at% である。これは、 -15mm の場所での Ni 組成比が他の 4 点より小さくなっているからである。一方、Y 軸方向の組成は、チャンバ手前側から 53.48at%, 53.54at%, 53.38at%, 53.35at% であり、その変動幅は 0.19at% と、ほぼ一定であった。

上記のような組成分布が存在する理由として、基板上での温度分布によるスパッタ粒子の表面拡散の差異が考えられることから、基板上での温度分布が測定された。これはチャンバが大気開放された状態にて、ヒーターによる基板加熱された時の Fig. 1 に示した薄膜面内位置の代表的な六点、基板裏直下のヒーター温度と基板上 10mm のチャンバ雰囲気温度が、同時記録されたものである。従って、真空中の温度測定ではないため、定性的に評価されたことになる。その温度測定結果は Fig. 7 であり、先述の薄膜組成分布と比較される。例えば、薄膜面内位置 2 と 4 での温度履歴はほぼ同等であり、その Ni 組成比は、53.38at%, 53.48at% であり、ほぼ同じ組成を示していることがわかる。こ

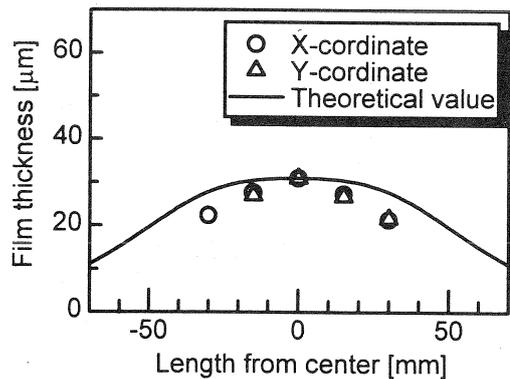
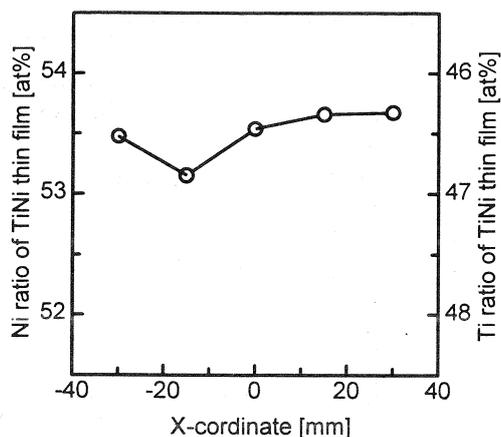
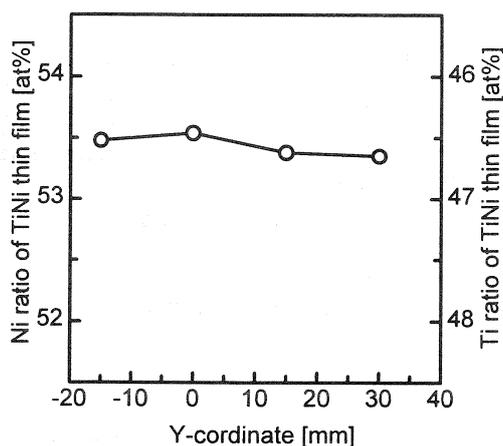


Fig. 5 Distribution of film thickness.

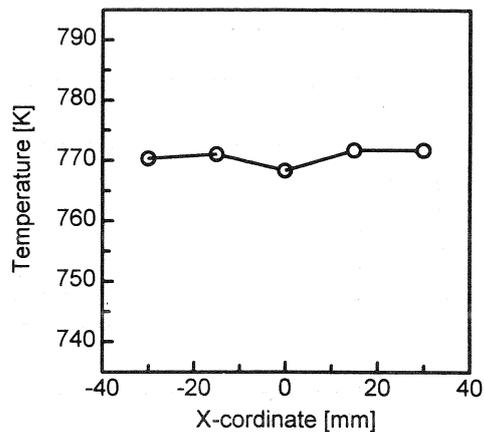


(a) X-position

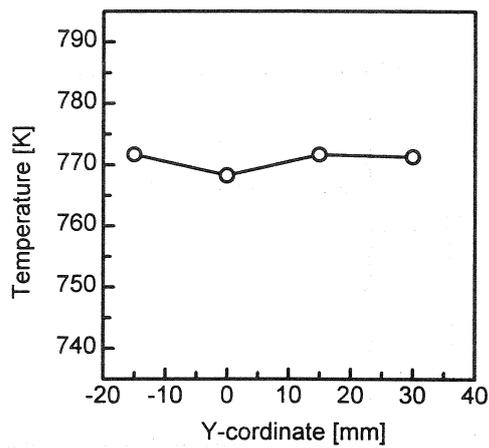


(b) Y-position

Fig.6 Film composition



(a) X-position



(b) Y-position

Fig.8 Crystallization temperature

高くなっており、Ni 組成比の分布と一致している。従って、TiNi 形状記憶合金薄膜の面内には最大 0.52at%の組成分布があり、それは基板温度分布によるものであることがわかった。

3.3 薄膜面内位置における結晶化温度分布

TiNi 形状記憶合金薄膜内に残留応力があれば、薄膜面内で結晶化温度が変わるはずである。そこで、Fig. 1 に示した薄膜面内位置における結晶化温度は、示差走査熱量計にて測定される。そのX軸方向の結晶化温度分布は Fig. 8 (a)、Y軸方向の結晶化温度分布は Fig. 8 (b)である。X軸方向の結晶化温度は、Ar ガス導入側から 770.3K, 771.0K, 768.3K, 771.7K, 771.7K であり、薄膜中心部が低く、軸対称に温度が高くなっている。またY軸方向の結晶化温度は、チャンバ手前側から 771.7K, 768.3K, 771.7K, 771.3K であり、やはり薄膜中心部が低く、軸対称に温度が高くなっている。これは、この条件で作製した形状記憶合金薄膜の受ける引張り応力の向きと一致している。基板である銅の温度係数が 16.5×10^{-6} 、TiNi の温度係数は 10.4×10^{-6} であり、その差は小さく、基板温度 350K では熱応力より内部応力の方が大きくなると考えられる。薄膜面内の結晶化温度は 768.3~771.7K であり、面内位置に依存しないといえる。

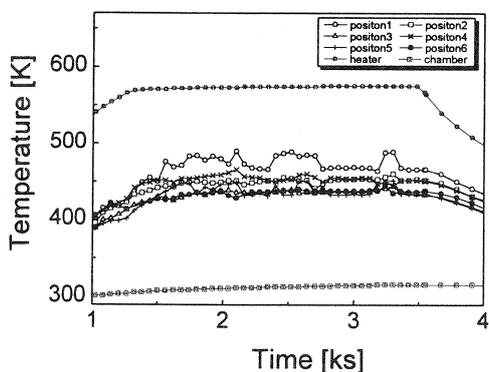


Fig.7 Temperature on substrate.

れをY軸方向と比較すると、基板温度の高い場所ではNi 組成比が大きく、基板温度の低い場所ではNi 組成比が小さいという結果になっている。つまり基板のY軸方向には、中心部より端部への温度分布があり、その結果、組成分布ができたと考えられる。一方、X軸方向では、場所 1, 3, 6, 5 の順で基板温度が

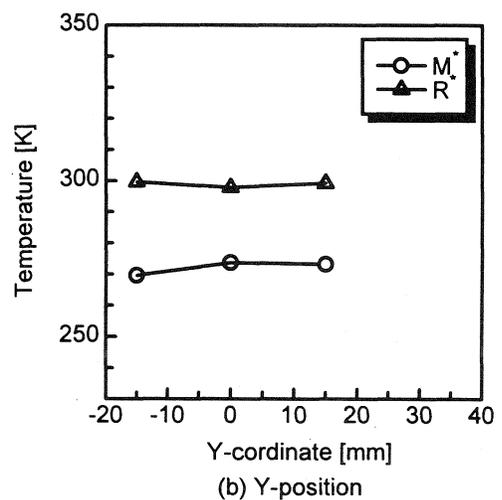
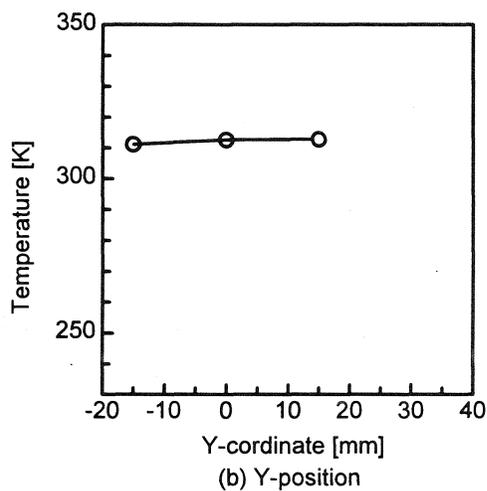
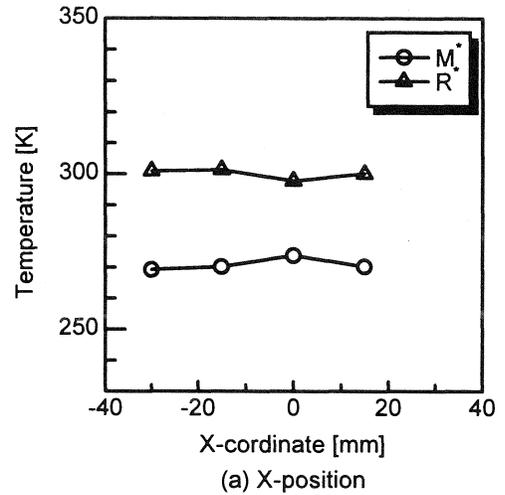
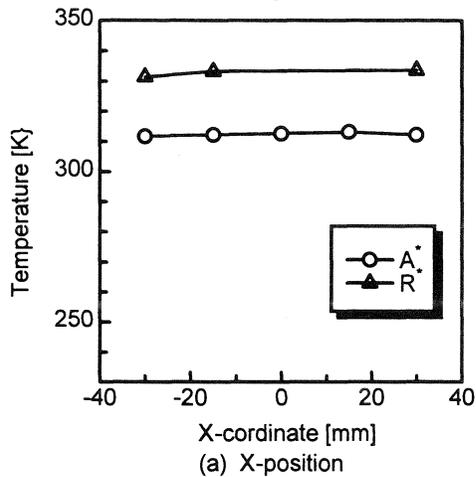


Fig.9 Transfer temperature at heating

Fig.10 Transfer temperaute at cooling

3.4 薄膜面内位置における変態温度分布

次に熱処理後の形状記憶効果を示す変態温度が、薄膜面内位置に依存するかどうかを検討する。そこで、Fig.1に示した薄膜面内位置における変態温度は、示差走査熱量計にて加熱時と冷却時の2方向から測定され、その変態温度には、冷却時に現れるマルテンサイト変態点 (M*), R相変態点 (R*) と、加熱時に現れる逆マルテンサイト変態点 (A*), R相変態点 (R*) がある。

その加熱時におけるX軸方向の変態温度分布はFig.9(a)、Y軸方向の変態温度分布はFig.9(b)である。X軸方向の変態温度は、Arガス導入側から311.7K, 312.2K, 312.6K, 313.1K, 312.2Kと、その変動幅は1.4Kであり、Y軸方向の変態温度は、チャンバ手前側から311.2K, 312.6K, 312.8K, 311.3Kと、その変動幅は1.6Kであることから、薄膜面内位置に依存せず、加熱時における変態温度は、ほぼ一定であるといえる。また冷却時におけるX軸方向の変態温度分布はFig.10(a)、Y軸方向の変態温度分布はFig.10(b)である。X軸方向の変態温度の変動幅は、マルテンサイト変態点において4.5K, R相変態点において3.6Kであり、Y軸方向の変態温度の変動幅は、マルテンサイト変態点におい

て2.7K, R相変態点において4.1Kであった。従って、形状記憶効果を示す変態温度は、薄膜面内位置に依存しないといえる。

4. おわりに

本研究では、薄膜厚、薄膜組成、結晶化温度、変態温度の観点から、TiNi形状記憶合金薄膜特性の面内位置依存性を検討し、その結果、最終的な形状記憶特性は面内位置に依存しないことがわかり、同一薄膜面内から複数個の薄膜アクチュエータの作製が可能であるといえる。

今後の課題としては、膜厚差による駆動速度への影響、薄膜の粗密による抵抗値の変動やその機械的特性等を検討する必要がある。

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), P79

- 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, 太田篤宏, 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