

レーザーを用いた形状記憶合金薄膜の作製とマイクロ加工の研究

九州工業大学 情報工学部 助教授 生田幸士

(現 名古屋大学大学院 工学研究科 教授)

(平成3年度研究開発助成 AF-91023)

キーワード：形状記憶合金薄膜，レーザーアブレーション，マイクロアクチュエータ

1. まえがき

現在マイクロマシンの実現を妨げる要因の一つとしてアクチュエータの問題がある。マイクロアクチュエータとしては、静電アクチュエータ、圧電アクチュエータ等が試作されているが、変位量、駆動力の点で問題が多く実用化には至っていない。以上のような問題を解決する一つの手段として「形状記憶合金（以下SMAとする）」の使用があげられる。

SMAアクチュエータは、静電型・圧電型に比べ低電圧で駆動できるため、電源回路構成の点でICとの相性がよく、出力重量比が高い、機構が単純である、遠隔操作性に優れる、センサ機構を有する、クリーンでサイレンス駆動が可能といったことなどがあげられる。これらの長所に加え、応答速度の改善もマイクロ化することにより可能である。しかし、これまでSMA薄膜を安定的に作製することはできていない。

本報では、SMA薄膜の新しい作製法としてレーザーアブレーションを初めて導入した結果について報告する。

2. SMA薄膜作製法

2.1 従来のSMA薄膜作製法の問題点

従来のSMA薄膜の作製には次のような困難な点がある。

- 1) 膜の組成コントロール
- 2) Tiの酸化
- 3) 不純物の混入

TiNiSMAの特性は、ほんのわずかな組成のずれや、不純物の混入により大きく変化する。組成に関しては0.1%のずれが変態点を10℃も変化させる。従来までの作製法である「真空蒸着法」「スパッタリング法」の技術の特徴を整理したものが表1である。

「真空蒸着法」(図1)は、金属を真空中で蒸発させて成膜するもので、簡便な装置により蒸発速度が異なるため組成の制御が難しい。

「スパッタリング法」(図2)は、真空容器中でAr

ガスをイオン化させてターゲットに衝突させて、ターゲット原子をたたきだし成膜する方法で、真空蒸着法に比べれば組成は制御しやすいが、通常数%の組成ずれが生じる。Arガスからの不純物の混入も無視できない。また、Tiは酸化されやすい元素であり、これらがSMAに混入することにより、結晶構造の変化をもたらす所望の特性を得ることができない。

表1 各種薄膜作成法の比較

	組成	不純物	半導体プロセス	成膜速度
レーザーアブレーション	○	○	○	△
真空蒸着	×	○	×	○
スパッタリング	△	×	○	○

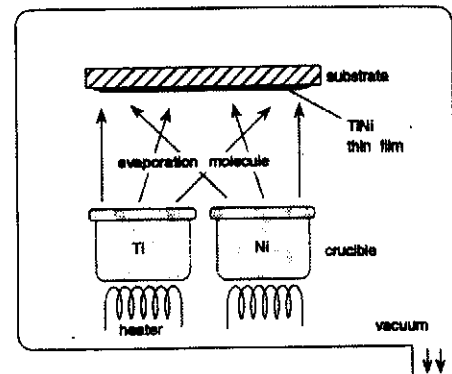


図1 真空蒸着法

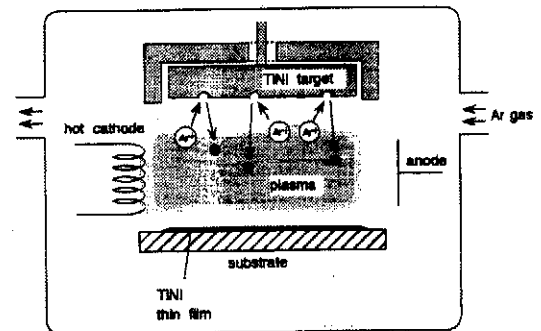


図2 スパッタ法

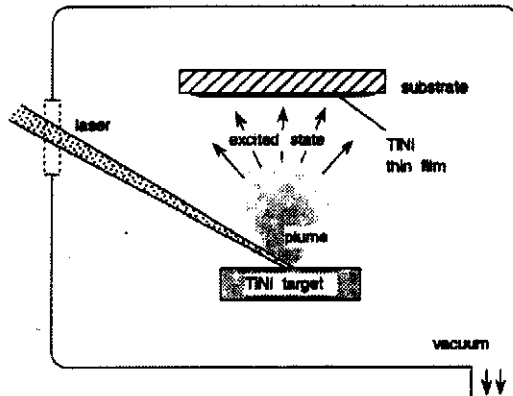


図3 レーザアブレーション

2.2 レーザアブレーション法の導入

図3に示すようにターゲット表面にエキシマレーザーによる紫外線パルスレーザー光を集光することにより、表面では吸収熱による蒸発、紫外光の持つ光子エネルギーによりアブレーションが起こる。放出された原子・分子・イオン等が基板上に付着し膜を形成する。

一般にレーザーアブレーション法は、YAGレーザー・CO₂レーザーによる熱加工とは異なり、熱変質の無いターゲットとほとんど組成ずれの無い薄膜ができ、不純物の影響も真空度の向上によりほぼなくなる特徴を持つ。これらの理由から、困難なSMA薄膜の作製に適している。

3. 実験方法

3.1 試料

ターゲットにはそれぞれ純度99.9%の粉末状のTi、NiをTi-50at%Niの割合で混合後、プレス成形したものを使用。基盤には溶融石英を用いた。

3.2 成膜装置

今回、薄膜作製に用いたレーザーアブレーション装置の概略図を図4に示す。真空装置は液体窒素トラップ付きのディフュージョンポンプにより、真空到達度約 $1 \sim 5 \times 10^{-6}$ Torrとした。

実際の成膜は次のような条件下で行った。

パルスエネルギー	200 ~ 250 mJ
周波数	60 ~ 100 Hz
成膜時間	6 ~ 20 hr

3.3 結晶化熱処理

真空蒸着、スパッタリング法のTiNi薄膜と同様に、レーザーアブレーション法により作製された膜

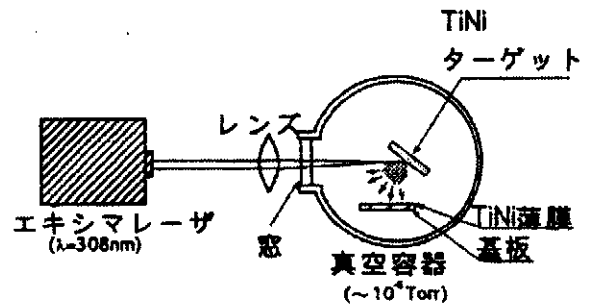


図4 試作レーザーアブレーションシステム

はアモルファスであることが、X線回折より明らかになったので結晶化のための熱処理を行った。(図5(a)参照)熱処理は次の条件下で行った。

- 1) 昇温速度 200℃/hr
- 2) 所定の温度で1~5時間保持
- 3) 降温速度 100℃/hr

4. 試作膜の評価法及び結果

4.1 膜の組成分析

薄膜の組成をICP分光分析で測定した結果、

$$\text{Ti}:\text{Ni} = 49.5:50.5$$
(at%)

となった。従来の方法に比べてターゲット組成からのずれは格段に小さく、期待通り非常に良好な結果が得られた。

4.2 薄膜の結晶構造

X線回折による薄膜の結晶構造の同定について述べる。材料物性分野で良く使用されるX線回折とは金属元素や、結晶構造の違いによりX線の反射が、試料表面に対して特定の角度でピークを持つ性質を利用した、結晶構造の決定法である。図5に測定結果のチャート図を示す。縦軸はX線反射エネルギーを、横軸は反射角を示している。

図5(a)のX線チャートでは明確な反射ピークが見られない。このことは本TiNi膜がアモルファスであることを意味している。次に図5(b)に結晶化のための熱処理をおこなったものを示す。ピークが顕著にみられるのは熱処理温度700℃のものである。また、ピークの位置の詳細な解析から常温ではマルテンサイト相であるということが明らかになった。これは、母相への変態点

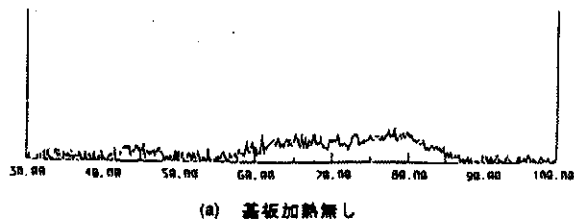
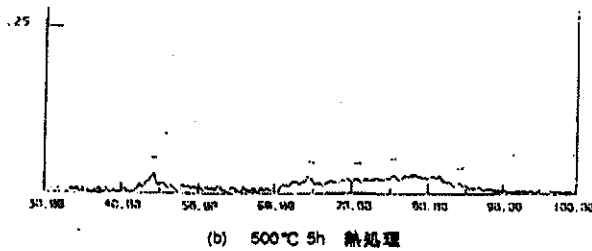
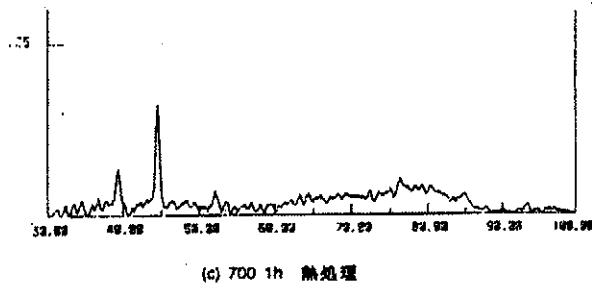


図5 TiNi膜のX線回折チャート

が常温よりも高温側に存在することを意味する。従来スパッタ法などで得られたTiNi膜では常温で母相状態であり、変態点が室温以下の低温変態材であった。室温で稼動するSMAマイクロアクチュエータの場合は、母相変態温度は当然室温以上の高温であることが必要条件となる。現在商品化されているバルク材TiNiでは、50～70℃が高温限界である。次節で本TiNi薄膜の相変態特性に関する測定結果について述べる。

4.3 変態特性

TiNi合金では、相変態に伴う電気抵抗の変化がみられる。TiNiSMAには特有のR相-母相変態があり、この時電気抵抗率は温度の降下とは逆に上昇を示す。マルテンサイト変態時にも電気抵抗率の変化が生ずる。この電気抵抗の温度依存性から膜の変態特性を簡便かつ正確に測定できる。実際には図6の4端子法により測定した。結果を図7に示す。これより、約79℃付近でR相変態の開始に

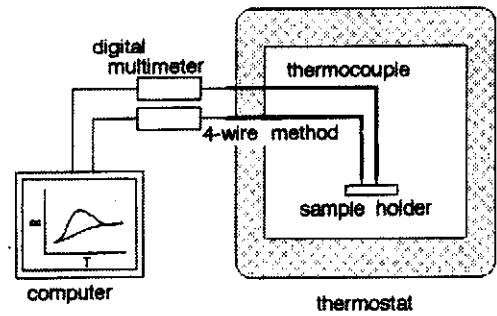


図6 温度-抵抗値測定システム

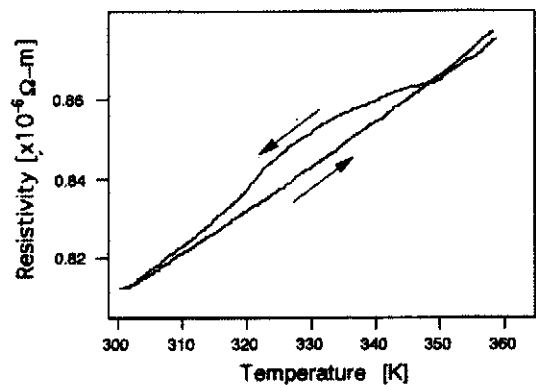


図7 電気抵抗-温度関係の測定データ

起因した電気抵抗の上昇がみられる。この変態温度は過去試作されたTiNi薄膜の中で最も高いものであり、レーザーアブレーション法の優位性をも意味している。

本グラフの観察から、R相変態終了温度Rfが64.8℃、マルテンサイト相変態開始温度Msが51.9℃であった。

5. まとめ

レーザーアブレーション法により製作されたSMA膜は、これまでの薄膜作製法を用いた膜に比べ、組成・不純物の点できわめて良好な結果のものが得られた。

試作されたままではアモルファス状態であるが、700℃以上の温度で熱処理をほどこし結晶化処理をすることにより常温でマルテンサイト相のものが得られた。電気抵抗-温度曲線から、これまで試作された膜の中で最も高温の約79℃付近に相変態点が存在するマイクロアクチュエータに最適な特性を持つことが確認できた。

謝辞

本研究は、(財)天田金属加工機械技術振興財団の援助を得て行われました。甚大なる感謝の意を表します。

実験に協力いただいた本学大学院林道広、松浦利彦、岩手大学藤代博之氏に感謝を表します。

参考文献

- 1) K. Ikuta, H. Fujita, M. Ikeda, S. Yamashita, Crystallographic analysis of TiNi Shape Memory Thin Film for Micro Actuator, Proc. of IEEE Micro Electro-mechanical system International Workshop (MEMS-90), Napa valley, USA, pp. 38-39, (1990)
- 2) 生田, 藤田, 池田, 山下, 有本, “形状記憶合金を用いたサーボアクチュエータの研究(第16報) マイクロアクチュエータ用TiNi薄膜の試作と結晶学的分析”, 平成2年計測自動制御学会学術講演会予稿集, pp91-92, (1990)
- 3) 生田, 藤田, 池田, 山下, “形状記憶合金マイクロアクチュエータの基礎的研究”, 日本機械学会バイオエンジニアリング部門学術講演会予稿集, pp 79-81, (1990)
- 4) 生田, 池田, 山下, “形状記憶合金マイクロアクチュエータの研究(第1報) SMAマイクロアクチュエータの可能性検討”, 日本金属学会平成2年秋期大会講演概要集, p343, (1990)
- 5) 生田, 池田, 山下, “形状記憶合金マイクロアクチュエータの研究(第2報) TiNi薄膜の試作”, 日本金属学会平成2年秋期大会講演概要集, p343, (1990)
- 6) 林道広, “マイクロアクチュエータ用形状記憶合金薄膜の研究”, 九州工業大学大学院情報工業研究課情報システム専攻修士論文, (1993)