形状記憶合金厚膜形成のための高真空フラッシュ蒸着装置の開発

Development of high vacuum flash evaporation equipment for deposition of shape memory alloy thick film

○学 鎌田 隆宏 (山形大) 正 峯田 貴 (山形大)

Takahiro Kamada, Yamagata University, 4-3-16, Jounan, Yonezawa, Yamagata, Japan

Takashi Mineta, Yamagata University, 4-3-16, Jounan, Yonezawa, Yamagata, Japan

This paper reports on development of high vacuum flash evaporation equipment for continuous deposition of thick TiNiCu shape memory alloy (SMA) film. A pellet supply unit with load-lock chamber was separated from a main chamber of flash evaporation equipment. The pellet supply unit enabled to supply the source pellet as the main chamber is kept under high vacuum, resulting in prevention of SMA film oxidation while vacuum chamber opening for evaporation source supplying. The developed flash evaporation equipment was able to recover its high vacuum near to base pressure within 20 min after source pellets are added in the load-lock chamber. TiNiCu film flash-evaporated in this equipment showed appropriate shape recovery deformation at about 60°C. Composition of the film was Ti-53.2 at.% Ni-1.5 at.% Cu.

Key Words: Shape memory alloy, Thick film, Flash evaporation, Micro actuator

1. 緒言

TiNi 系形状記憶合金 (Shape memory alloy: SMA) はエネルギー密度が高く⁽¹⁾、発生力および変形量を両立できるアクチュエータ材料である。これまで、膜厚 10 μm 以下のスパッタ薄膜ではバルク材料に匹敵する特性が得られている⁽²⁾。大きな発生力を得るには、厚膜が必要となり、筆者らはフラッシュ蒸着法により、TiNiCu 合金の厚さ 30 μm の柔軟な厚膜形成とデバイス応用に取り組んできた⁽³⁾⁽⁴⁾⁽⁵⁾。従来のフラッシュ蒸着装置は、蒸着源の補給にチャンバーを大気解放してきた。成膜した膜の表面に自然酸化膜が形成され、層間剥離が生じる場合もある。

本研究では、汎用の蒸着装置にも取り付け可能な外付けユニットにより、成膜室を高真空に維持したまま蒸着源ペレットを補給可能な機構を作製し、成膜実験および評価を行った。

2. フラッシュ蒸着装置の設計

フラッシュ蒸着法は、微小なペレット状の合金蒸着源(直径 1.2 mm×長さ 3.8 mm)を蒸発させて蒸着を行う⁽³⁾。蒸着源は合金であるため、構成する各元素の蒸気圧が異なり、蒸着に時間差が生じる。そのため、蒸着ボートに蒸着源ペレットを供給して蒸発が開始してから、シャッターの開閉時間を調整することで堆積させる膜の組成を制御する。これを繰り返し積層することによって厚さ方向に均一な組成をもった厚膜を形成することができる。

従来のフラッシュ蒸着装置と、本研究で作製した装置の構成を図 1 に示す。従来はすべての機構がひとつの真空チャンバーに組み込まれており(図 1(a))、成膜チャンバーを大気開放して蒸着源ペレットを補給する機構であった。本研究で作製したフラッシュ蒸着装置(図 1(b))は、ペレットホルダーを内蔵した原料供給ユニットを成膜室(メインチャンバー)へ外付けし、メインチャンバーを高真空に維持したまま、蒸着源ペレットの補給を可能とする。

本装置ではメインチャンバーの直下に直接ターボ分子ポンプを取り付け、排気コンダクタンスを確保し、従来型以上の高真空化を検討した。原料供給ユニットは、蒸着源補給後に予備排気ができるようにしてある。

3. 真空フラッシュ蒸着装置の作製

本研究で作製した真空フラッシュ蒸着装置の外観写真を図 2 に示す。成膜を行うメインチャンバーの上に原料供給ユニットを取り付け、間にゲートバルブを設けた。図 3 に成膜チャンバー内部の写真を示す。チタン製誘導管を設置し、原料供給ユニットから供給された蒸着源ペレットはこの誘導

管を通り、抵抗加熱されたタングステン製の加熱ボート(ニラコ, SF159W)に供給される。今回作製したフラッシュ蒸着装置ではペレットホルダーからの高低差が大きい(約 500 mm)、落下したペレットが安定して加熱ボート内に供給されるように、誘導管の先端にチタン製のストッパーを設けて落下速度を抑制した。加熱ボートの真上に基板ホルダーを設置し、間に組成制御のためのシャッターを設けた。基板ホルダーは熱伝導率の高い銅板で構成した。裏側から抵抗加熱ヒーターにより 400 °C に加熱できるようにした。

Fig.1 Schematic of flash evaporation equipment

Fig.2 Outside view of flash evaporation equipment

Fig.3 Inside view of main chamber

4. 原料供給ユニットの作製

原料供給ユニットの内部の写真を図4に示す。ペレットホルダー(図4(a))は直径90 mm、厚さ10 mmで、直径80 mmの円周上に蒸着源ペレットを入れる穴を83個設けた。ペレットホルダーの下にストッパー板によりペレットは保持される。ペレットホルダーを回転させることでストッパー板に設けた穴から1個ずつ蒸着源ペレットを落下させて供給する⁽³⁾。成膜チャンバー側には、ろうと状の受けを設置し、確実にゲートバルブ部を通過し、誘導管へ導入できるようにした。蒸着源ペレットを落とすために、1/20に減速するギヤボックスを設置し、ペレットホルダーの穴間(中心角4.34°)の分だけ回転し、蒸着源ペレットが1個供給されるようにした(図4(b))。各部品には、真空中でのガス放出に対応するためステンレス鋼と青銅を使用した。

Fig.4 Inside view of pellet supply unit

5. 予備実験および膜の評価

作製したフラッシュ蒸着装置の排気実験を行った。ゲートバルブを開けた状態での到達真空度は 6.2×10^{-5} Paであり、蒸着には十分な高真空となることを確認した。図5は、原料供給ユニットを予備排気して、ゲートバルブを開けた後の圧力の変化である。約20 minで実用的な真空度に達した。

また、基板ホルダーを400°Cに加熱制御し、加熱ボートに直流電流(120 A, 4 V)で加熱して成膜実験を行った。蒸着源ペレットにはTiNiCu合金(Ti-42at.%Ni-7at.%Cu)を使用し、47回積層成膜し、10 μmの膜厚が得られた。成膜後に蒸着チャンバー内で、450°C、60 min熱処理を行い、形状記憶処理した。

形成した膜の組成はTi-53.2at.%Ni-1.5at.%Cuであった。銅基板を濃硝酸中で溶解してTiNiCu膜を独立させ、60°Cに加熱することで形状回復動作することを確認した。示差走査熱量計(Differential scanning calorimeter: DSC)を用いて-20~100°Cおよび20~100°Cの温度範囲で昇降温した際の変態挙動の評価を図6に示す。20~100°Cで昇降温した場合はR相変態と逆R相変態のみが見られるのに対し、-20~100°Cで昇降温した場合は、冷却過程でR相変態とマルテンサイト変態の発熱ピークが生じ、加熱過程でもふたつの吸熱ピークが見られた⁽⁴⁾。降温時のマルテンサイト変態は、常温以下の温度域で生じたが、逆R相変態の開始温度(R_s)および終了温度(R_f)は、

それぞれ62.9°Cおよび50.7°Cであり、昇温時の逆R相変態の開始温度(A_s)および終了温度(A_f)は、それぞれ53.8°Cおよび66.0°Cであった。従来の蒸着装置で形成したTiNiCu膜と比較すると⁽⁴⁾、ややブロードなピークであるが、昇降温における変態の温度ヒステリシスが小さく、良好なアクチュエータ材料として期待できる。

今回形成したTiNiCu膜では変態開始および終了の温度幅がやや広がった。またNiの割合がやや高く、シャッター開閉時間などの成膜条件の微調整が今後の課題である。

Fig.5 Pressure change after gate valve opening

Fig. 6 Phase transformation behavior of flash evaporated TiNiCu film.

7. 結言

TiNiCu形状記憶合金の連続厚膜形成を目的とし、成膜チャンバーに付加する外付けユニット型の蒸着源供給機構を開発し、高真空フラッシュ蒸着装置を作製した。

作製した真空フラッシュ蒸着装置は蒸着には十分な到達真空度が得られ、蒸着源補給後に約20 minで成膜可能な真空度に達することを確認した。

成膜した膜は、形状回復効果による動作温度は約60°Cであり、常温以上での温度サイクルでは、温度ヒステリシスの小さなR相および逆R相変態による形状回復が得られた。

参考文献

- (1) Peter Krulevitch, Abraham P. Lee, Philip B. Ramsey, James C. Trevino, Julie Hamilton, and M. Allen Northrup, Journal of Microelectromechanical Systems, 5(4), 270-281 (1996)
- (2) S. Miyazaki, A. Ishida, Materials Science and Engineering A273-275, 106-133 (1999)
- (3) Eiji Makino, M. Uenoyama, T. Shibata, Sensor and Actuators A, 71 (1998) 187-192
- (4) Takashi Mineta, Kouji Kasai, Yuki Sasaki, Eiji Makino, Takahiro Kawashima, Takayuki Shibata, Microelectronic Eng., 86 (2009) 1274-1277
- (5) T. Sugawara, K. Hirota, M. Watanabe, T. Mineta, E. Makino, S. Toh, T. Shibata, Sens. Actuators A 130-131 (2006) 461-467