

北海道大学工学部 ○加藤一宏 柴田隆行 高橋義美 牧野英司 池田正幸

## 要旨

フラッシュ真空蒸着によりTiNi合金薄膜を形成し、その機械的性質および形状回復特性をバルジ法によって定量的に評価した。フラッシュ蒸着により形成した薄膜においても、バルクと同様の形状記憶効果と擬弾性を確認できた。また、75kPaの負荷圧力下で、回復量145 $\mu$ mの完全な形状回復特性を持つことがわかった。

## 1. はじめに

形状記憶合金薄膜は、変形量、出力重量比が大きく、機構の単純化にもつながるとい理由から、マイクロアクチュエータ材料として期待されている。形状記憶合金薄膜をアクチュエータに应用する場合、外力を負荷した状態における薄膜の回復量、回復力等の形状回復特性に関する情報が重要となる。本研究ではフラッシュ真空蒸着により形成したTiNi合金薄膜の機械的特性と一定圧力下における形状回復特性をバルジ法を用いて評価した。

## 2. 実験方法

## 2.1 薄膜の形成

本研究では、TiNi合金薄膜をフラッシュ真空蒸着によって形成した<sup>1)</sup>。蒸着条件を表1に示す。膜厚は平均6.6 $\mu$ mであった。形成した薄膜は、真空中で500 $^{\circ}$ C、1時間の熱処理を行い、シリコン基板から引きはがした。これを平面に拘束した状態で再び真空中で500 $^{\circ}$ C、1時間の熱処理を行った。

## 2.2 バルジ法による測定

本研究では、TiNi合金薄膜の機械的特性および形状回復特性をバルジ法<sup>2)</sup>により評価した。バルジ法の原理図を図1に示す。バルジ法は、薄膜を円形に拘束し、圧力差によって膜をたわませ、中心部の変位量を測定する方法である。膜の中心部の応力 $\sigma$ とひずみ $\epsilon$ は、膜が球状に変形すると仮定すると、次の式で与えられる<sup>3)</sup>。

$$\sigma = r^2 \Delta P / 4 t D \quad (1) \quad r: \text{穴の半径}$$

$$\epsilon = (D/r)^2 \quad (2) \quad t: \text{薄膜の膜厚}$$

D: 中心部の変位量

$\Delta P$ : 薄膜の両面間の圧力差

測定装置の概略を図2に示す。薄膜を直径5mmの穴の開いた薄膜ホルダーに装着した。顕微鏡を用いて膜表面に焦点を合わせる際に生じるステージの変位量から、膜の変位量を読み取った。これらの測定および式(1)、(2)から応力とひずみの関係を求め、機械的性質を評価した。また、膜に一定圧力をかけた状態で、温度を変化させながら変位量を測定して、形状回復特性を評価した。

## 3. 実験結果および考察

## 3.1 形成したTiNi合金薄膜の断面性状

フラッシュ真空蒸着により形成した薄膜の代表的な断面SEM

表1 蒸着条件

蒸着原料	TiNi合金 (50.8at%Ni)
原料供給量	28mg $\times$ 20本
シャッター閉時間	5s
蒸着温度	1700 $^{\circ}$ C
ボート-基板間距離	50mm
基板温度	400 $^{\circ}$ C

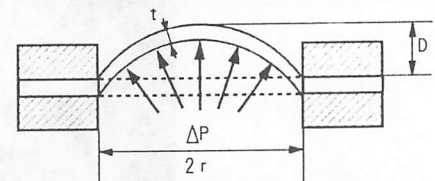


図1 バルジ法の原理図

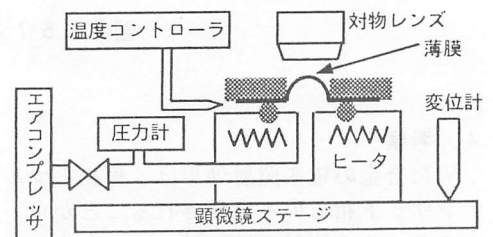


図2 バルジ法測定装置の概略図

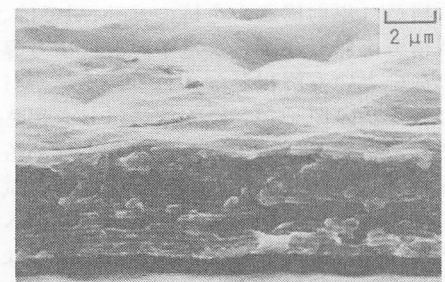


図3 フラッシュ真空蒸着により形成したTiNi合金薄膜の断面SEM写真

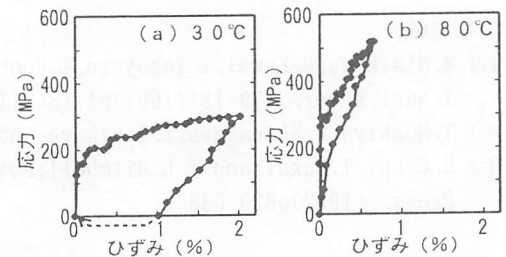


図4 TiNi合金薄膜の応力-ひずみ曲線

写真を図3に示す。フラッシュ蒸着では、断続的に原料を供給、蒸発させるため、形成される膜は多層構造になっている。各層の厚さは、約300nmであった。

### 3.2 TiNi合金薄膜の機械的特性

図4(a)、(b)は、それぞれ30℃、80℃の温度一定での膜の応力-ひずみ曲線である。図4(a)において、応力除去後、約1%の残留ひずみが生じた。これを100℃に加熱すると、形状が完全に回復した。これは、30℃において、薄膜が形状記憶効果を持つことを示している。図4(b)では、応力とともにひずみが増加するが、応力を除去するとひずみも無くなった。膜は80℃において擬弾性をもつことを示している。以上のことから、形成した膜が、室温以上において典型的な形状記憶効果をもつことが確認できた。

### 3.3 TiNi合金薄膜の形状回復特性

図5は、一定圧力をかけたときの膜の変位置-温度曲線である。100℃の母相状態で所定の一定圧力をかけ、この状態で100℃から30℃まで冷却し、再び加熱して100℃に戻し、変位置-温度曲線を測定した。膜に与える圧力を逐次増して同じ測定を繰り返した。最大600kPaの圧力まで測定を行った。冷却過程において、母相からマルテンサイト相への変態が起こる。このマルテンサイト変態に伴い、いずれの圧力に対しても膜は変形している。加熱過程では、マルテンサイト相から母相への逆マルテンサイト変態によって、膜の形状が回復している。

図6は、変位置と負荷圧力の関係である。図6における変位置は、冷却過程において生ずる変位置を変形量、加熱過程において生ずる変位置を回復量として、図5から読みとったものである。図6において、負荷圧力が75kPaまでは変形量、回復量の両者が同じ割合で増加するが、負荷圧力100kPa以上では形状が完全には回復しなかった。これは、マルテンサイト変態による変形に加えてすべり変形が導入されてしまうためである。負荷圧力を大きくするにつれて回復量が増加している。さらに大きな圧力を加えると圧力400kPaのとき回復量が最大190 $\mu\text{m}$ となり、その後、回復量が減少した。逆マルテンサイト変態にともなう回復量が減少したのは、負荷圧力約400kPaにおいて、マルテンサイト兄弟晶の再配列が完了し、これ以上の高い圧力下ではすべり変形の割合が増加したためと考えられる。

回復量を変形量で割ったものを、回復率と定義した。図7に、回復率と負荷圧力の関係を示す。負荷圧力を大きくすると、すべり変形の臨界圧力である100kPaより小さい負荷圧力で、ほぼ100%の回復率であるが、それ以上の圧力では、回復率は低下している。

### 4. まとめ

- (1) 薄膜が多層構造になっているにもかかわらず、バルクと同様の形状記憶効果と擬弾性をもつ。また、室温以上で形状回復をする。
- (2) 75kPa以下の負荷圧力において回復量145 $\mu\text{m}$ の完全な形状記憶回復が得られた。
- (3) 負荷圧力400kPaにおいて回復量が最大となり、その値は190 $\mu\text{m}$ であった。

#### 参考文献

- 1) 上野山真 ほか; 1995年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集, p. 801
- 2) 藤原英夫 ほか; 応用物理学選書 3 薄膜, 裳華房, 1979, p. 143
- 3) H. Leidheiser, Jr., and Billy W. Sloop; J. Applied Physics, 41, 1, 1970, p. 402

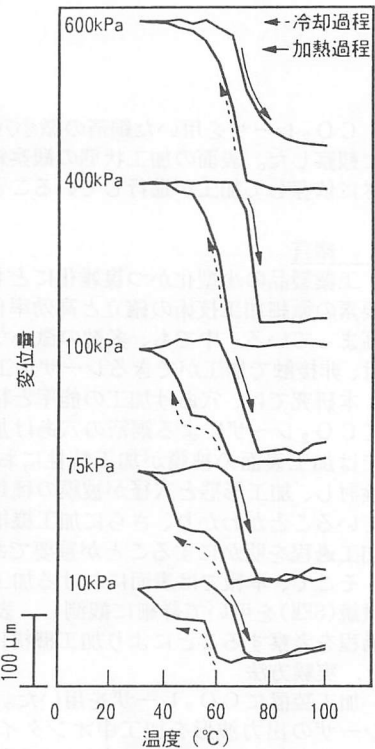


図5 一定圧力下におけるTiNi合金薄膜の変位置-温度曲線

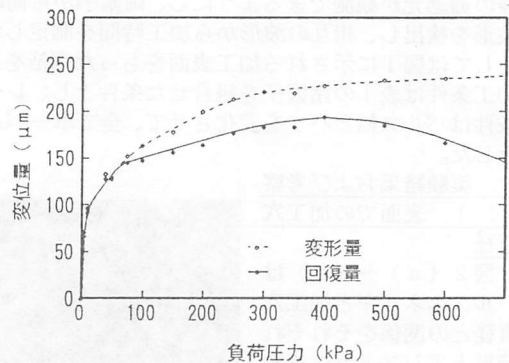


図6 変形量および回復量と負荷圧力の関係

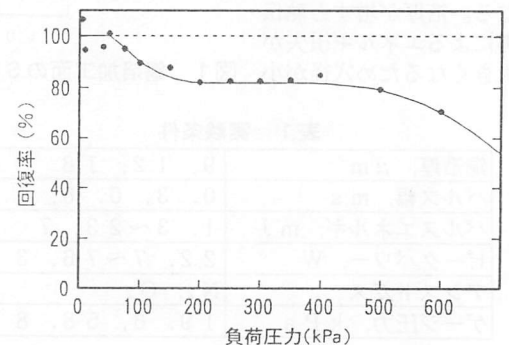


図7 回復率と負荷圧力の関係