

# MBE 装置を用いた Fe<sub>65</sub>Ni<sub>35</sub> インバー薄膜の組成制御実験

北海道大学工学研究科 ○田中 岳 柴田 隆行 高橋 義美 牧野 英司 池田 正幸

## 要旨

高温Kセルを採用した MBE 装置を用いて Fe, Ni の成膜実験を行い、得られた成膜速度から FeNi 合金薄膜の組成制御条件を検討した。その結果、Fe1380℃、Ni1350℃の成膜温度で Fe 組成 66.2at% の FeNi 合金薄膜を形成した。また表面性状は、蒸着ムラの少ない緻密で平滑な面で、X 線回折の結果 fcc、bcc が混在する薄膜特有の構造であった。

## 1. はじめに

マイクロマシンのアクチュエータとして発生力、変形量が大きいので薄膜バイメタルが使用されている。Fe<sub>65</sub>Ni<sub>35</sub> インバー合金はバイメタルの低膨張合金として用いられるが、薄膜化によって変形量の増大、熱応答性の向上が期待できる。本研究では MBE 装置の高温クヌーセンセル（以下、Kセル）を用いて FeNi 合金薄膜を形成し、インバー薄膜としての組成制御の可能性を検討した。

## 2. 実験装置および方法

図1に実験装置の概略を示す。Fe, Ni はKセルのアルミナルツボで溶融して基板に成膜する。Kセルは、高い指向性で微少粒子を基板へ飛ばすので、安定した成膜速度制御が可能である。最初にKセル側のシャッタを開き、真空度が一定になったところで基板側のシャッタを開き、成膜を行った。膜厚は触針式表面粗さ計により測定した。組成分析はエネルギー分散 X 線分光法 (EDX) を使用し、薄膜の中央付近 0.4×0.4mm の範囲で行った。また、微分干渉顕微鏡による表面性状の観察、X 線回折による結晶構造解析を行った。

## 3. 実験結果および考察

### 3.1 Fe, Ni の成膜速度

インバー薄膜組成制御に必要な Fe, Ni の成膜速度を求めるために、Fe, Ni 単体での成膜実験を行った。表1に Fe および Ni の成膜条件を示す。各成膜温度における成膜時間と膜厚の関係から得られた、Fe, Ni の成膜温度-成膜速度の関係を図2に示す。Fe, Ni とともに各成膜温度における成膜速度のバラツキは、最大 10 %であった。実験結果より Fe, Ni の成膜速度  $V_{Fe}$ 、 $V_{Ni}$  を成膜温度  $T$  の関係は、 $V_{Fe}=2.0 \times 10^{-4} T^2 - 0.383T + 218.15$  (1)  
 $V_{Ni}=7.0 \times 10^{-5} T^2 - 0.1658T + 94.643$  (2) となる。

### 3.2 FeNi 合金薄膜の組成制御

Fe 65at%組成の FeNi 合金は、室温での熱膨張係数が  $1.2 \times 10^{-6}$  (1/K) と非常に小さな値を示す<sup>1)</sup>。本実験では膜厚 200nm、Ni 成膜温度 1350℃一定とし、Fe の成膜速度を変えて、Fe 65at%の合金薄膜の組成制御実験を行った。

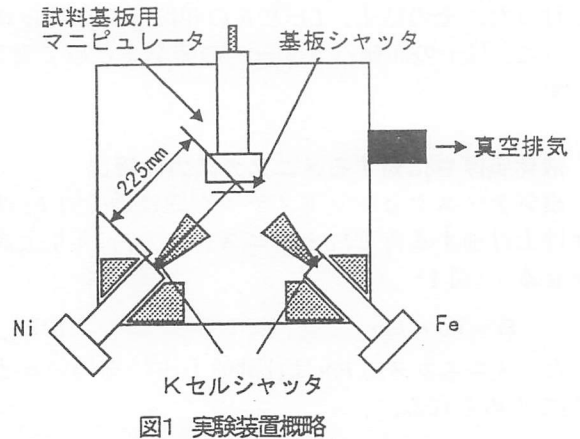


図1 実験装置概略

表1 Fe, Ni 成膜条件

| 試料           | Fe(純度:99.5%)<br>Ni(純度:99.99%) |
|--------------|-------------------------------|
| 成膜温度(°C)     | 1150~1425                     |
| 成膜時間(min)    | 10~60                         |
| 成膜時真空度(Torr) | $3.0 \times 10^{-7}$          |
| 基板           | 7059 ガラス                      |
| 基板温度         | 室温                            |

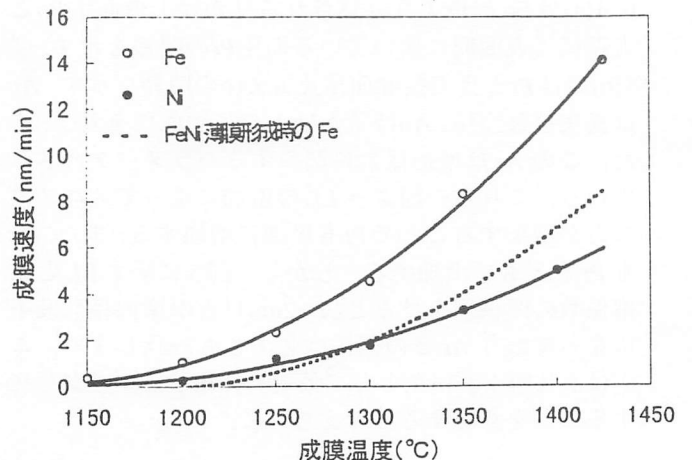


図2 Fe, Ni の成膜温度-成膜速度の関係

成膜速度と原子体積比  $Fe : Ni = 7.10 : 6.5$  ( $cm^3/g \cdot atom$ ) となる温度条件、 $Ni1350^\circ C$ を一定として $Fe1325^\circ C$ 、 $1342^\circ C$ の条件で成膜したが、予想した組成比からそれぞれ18.5at%、15.5at%少なかった。これは、成膜時にFe分子がNi分子との衝突により散乱されて、基板に到着せず、蒸着されない割合が高いためと考えられる。Fe組成60、65、70 at%を目標にFeの温度を改めて設定し、成膜実験を行った。その結果、Fe成膜温度 $1380^\circ C$ のとき、Fe66.2at%でインバー組成に最も近い薄膜が形成された。図3にFeの成膜温度とFeの組成の関係を示す。図中の●は成膜速度より計算した組成比、○は実験値である。実際のFe組成は、成膜速度の比よりも一定の割合で少なくなる傾向を示した。しかし、実際の組成はそれぞれ66.2、69.5、70.8at%であり設定した値とは異なっていた。図2に示すように、FeNi薄膜形成時の成膜速度は、Fe単体の成膜時より遅くなる傾向を示した。FeNi合金薄膜の形成実験では、Fe単体の成膜速度よりも

$$\Delta T = 0.1287T - 93.81 \quad (3)$$

低い温度で成膜した速度と同程度であった。組成制御の精度を上げるには、このような補正を考慮する必要がある。

### 3.3 FeNi 薄膜の表面性状

図4に微分干渉顕微鏡を用いて観察したFeNi薄膜の表面性状を示す。全体的に平滑で、非常に細かい凹凸が確認された。指向性のある高温Kセルを用いて、組成と膜厚の均一な薄膜を形成できる。

### 3.4 FeNi 薄膜の結晶構造

図5にFeNi薄膜のX線回折結果を示す。インバーのバルク材はfccであるが、薄膜ではfcc、bccが混在することが知られている<sup>2)</sup>。しかし、結晶構造と熱膨張係数の関係は明らかでない。本実験においてもFe66.2at%の結晶構造はfccとbccが混在していた。またFe組成が多くなるにつれて、fccからbccへ構造が変化する傾向が認められた。また本実験では、膜厚を200nm一定に設定して成膜したが、膜厚測定値はFe組成が多くなるにつれて、薄くなる傾向にあり、Fe70.6at%の薄膜で142.21nmと最も小さな値となった。これはfccからbccへ構造が変化すると、格子間隔も0.3545nmから0.28681nmへと約19%縮小するためと考えられる。200nmの膜では161nmに縮小することになり、実験値に近い。

### 4. まとめ

- (1) 成膜速度の制御により、 $Fe1380^\circ C$ 、 $Ni1350^\circ C$ の成膜温度でFe66.2at%のFeNi薄膜を成膜した。また、FeNi薄膜形成時のFe成膜速度は、単体での成膜速度より遅くなり、組成制御には温度補正が必要である。
- (2) MBE装置の高温Kセルを用いた成膜により、蒸着ムラの少ない平滑な薄膜が得られた。
- (3) Fe66.2at%のFeNi薄膜にはfcc、bcc構造が混在

しており、薄膜バイメタルへの応用のためには、結晶構造と熱膨張係数の関係を検討する必要がある。

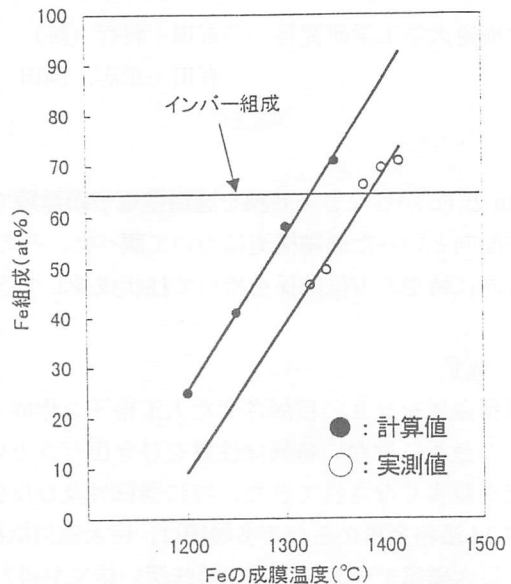


図3 Feの成膜温度—Fe組成の関係

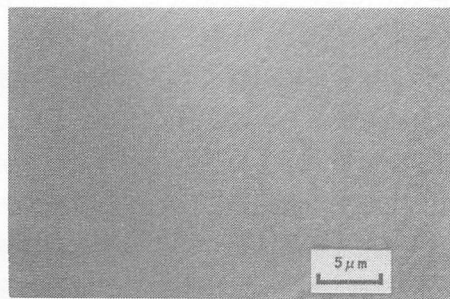


図4 FeNi薄膜の表面性状

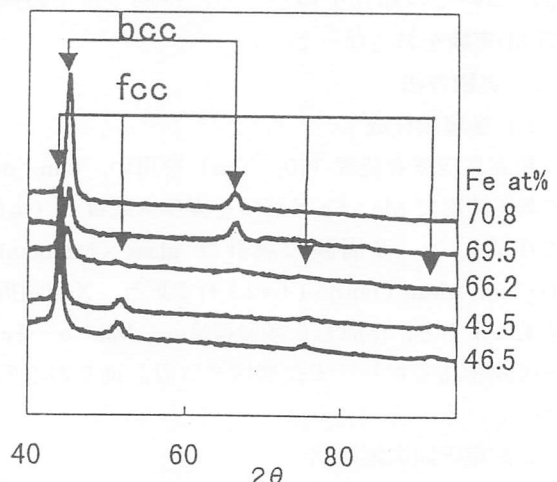


図5 FeNi薄膜のX線回折結果

#### 参考文献

- 1) 近角、溝口: 固体物理 3(1968)67
- 2) G.Dumpich, E.Becher, K.Scholz, W.Stamm ほか: Journal of Magnetism and Magnetic Materials 74 (1988)237-247