

TiNi 薄膜マイクロポンプ形成のための固相接合

北海道大学大学院工学研究科 ○中辻多恵 ミツ谷隆 高橋義美 柴田隆行 牧野英司 池田正幸

要旨

TiNi 形状記憶合金薄膜をマイクロポンプアクチュエータとして利用するために Si 基板上に蒸着した TiNi 薄膜の固相接合を行った。接合方法として TiNi 薄膜同士の拡散接合および TiNi 薄膜とガラス基板の陽極接合を行った。接合状態の観察および 4 点曲げ試験による接合強度の測定から接合評価を行った。

1. はじめに

近年、マイクロマシン開発のなかで、医療、OA、化学分析等多くの分野に利用可能なマイクロポンプの需要が高まっている。本研究は化学分析、ガスセンサーに利用するため変位量、発生力の大きい TiNi 形状記憶合金薄膜をアクチュエータとするマイクロポンプの形成を目的としたものである。計画しているマイクロポンプの構想図を図 1 に示す。TiNi ダイアフラムとキャップとの間は封止され、大気圧との圧力差と TiNi 薄膜の形状記憶効果によってダイアフラムを駆動する。このようなマイクロポンプ形成に必要な TiNi 薄膜の固相接合について拡散接合と陽極接合を検討した。

2. 拡散接合

2.1 実験方法

拡散接合用の試料作製プロセスを図 2 に示す。ダイアフラム側試料はフラッシュ真空蒸着法により Si 基板上に約 5 μm の TiNi 薄膜(50at%Ti-50at%Ni)を蒸着したものをを使用した。TiNi 薄膜にフォトリソグラフィによりレジストパターンを形成し、フッ酸と硝酸の混液(HF:HNO₃:H₂O=1:1:4)を用いてパターニングを行った。キャップになる対向試料には、Si 基板を用い、熱酸化により約 1.4 μm の SiO₂ を形成した後、レジストパターンを形成し、緩衝フッ酸(46%HF:40%NH₄F=1:7)を用いて SiO₂ の窓あけを行った。窓あけ部分の Si を水酸化カリウム(25%KOH、75°C)で、約 100 μm エッチングして凹部を形成し、この基板上に約 300nm の TiNi 薄膜を蒸着した。両試料のパターン形状および表面の AFM 像を図 3 に示す。ダイアフラム側 TiNi 薄膜の表面あらさは約 15nm_r であり、対向試料側 TiNi 薄膜のあらさは約 9nm_r であった。

拡散接合実験は、自作した接合用ジグを用いて真空中で行った。図 4 に接合用ジグの概略図を示す。接合荷重はジグのネジ部を締め付けることで印加することとし、最大荷重 5.9kN を印加できるように設計した。ひずみゲージを貼り付けた梁を用いて、締め付けトルクと接合荷重の較正曲線を得た。接合時は真空度 5 × 10⁻⁶ Torr 以上、荷重 4.9kN、接合面積 23mm²、接合圧力 212MPa、温度 200~400°C の条件で行った。接合結果の評価は断面の観察と 4 点曲げ試験による接合強度測定によって行った。4 点曲げ試験の概要を図 5 に示す。破断荷重 W から、接合強度 σ を次式によって求めた。

$$\sigma = \frac{W(L-l)}{4Z}$$

ここで L は下部支点間距離、l は上部荷重点間距離、Z は

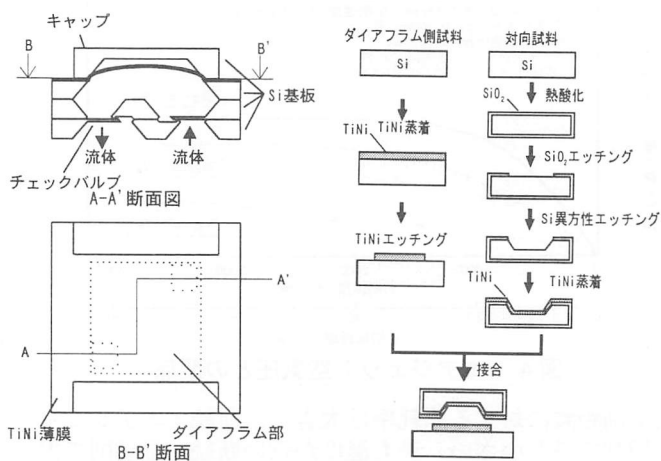


図1 マイクロポンプ構想図

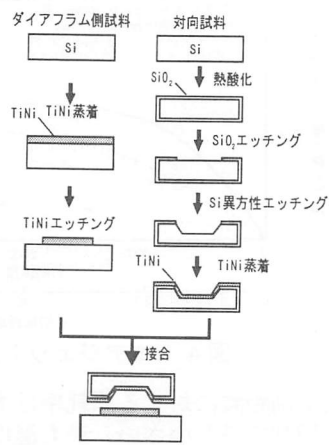


図2 拡散接合プロセス

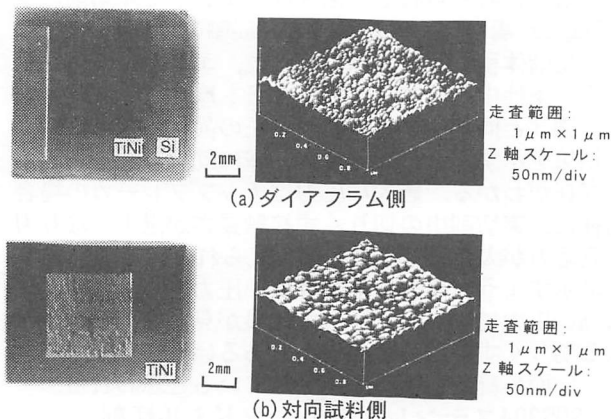


図3 接合試料形状およびTiNi薄膜AFM像

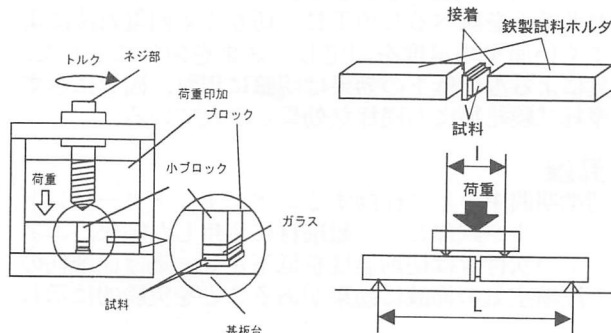


図4 拡散接合用ジグ概略図

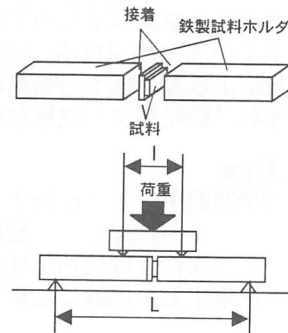


図5 4点曲げ試験概略図

断面係数である。

2.2 拡散接合結果

図6は接合条件による拡散接合の可否をまとめたものである。200℃では接合が困難であった。また、300℃では3h以上、400℃では1h以上で接合できた。図7に(a)接合された試料および(b)その拡大部分のSEM写真を示す。図8は接合強度の測定結果である。15MPa以上の接合強度が得られた。

3. 陽極接合

3.1 実験方法

陽極接合ではSi基板にフラッシュ蒸着法により形成した約5μmのTiNi薄膜とパイレックスガラス(コーニング#7740)の接合を行った。陽極接合装置の概略を図9に示す。TiNi薄膜とパイレックスガラスを重ね合わせ所定の温度になるまで加熱した後、TiNi薄膜を直流電源の正極、パイレックスガラスを負極に接続し、電圧600Vを所定時間印加した。大気中、窒素中の2通りの雰囲気中で接合温度300~400℃、接合時間1~3hで接合を行った。

3.2 陽極接合結果

図10(a)(b)はそれぞれ、大気中および窒素中で400℃、1h陽極接合を行ったときの試料写真である。大気中ではTiNi薄膜の酸化が顕著であり部分的な接合しか行われなく干涉縞が見られる。これに対して窒素中ではTiNi薄膜の酸化が防止され、全面的な接合が可能であった。図11は接合条件による陽極接合の可否をまとめたものである。窒素中350℃以上で接合が可能であった。窒素中で接合を行った場合の接合強度の測定結果を図12に示す。400℃の接合で15MPa以上の接合強度が得られた。

4. まとめ

TiNi薄膜とTiNi/Siの真空中における拡散接合は、300℃以上で接合可能であり、TiNi薄膜とパイレックスガラスとの陽極接合は窒素中において400℃、600V、1~3hで接合可能であった。いずれの方法でも接合強度は15MPa以上であった。キャップ部分にはダイアフラムを駆動するために数百kPaの圧力が印加されることになるが、ここで得られた接合強度はこれに耐えるものである。

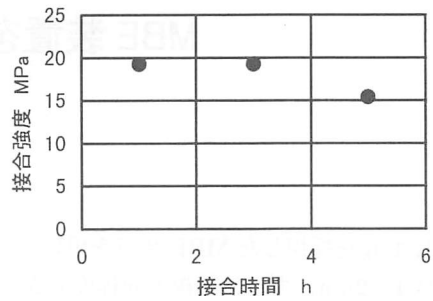


図8 拡散接合強度(400℃)

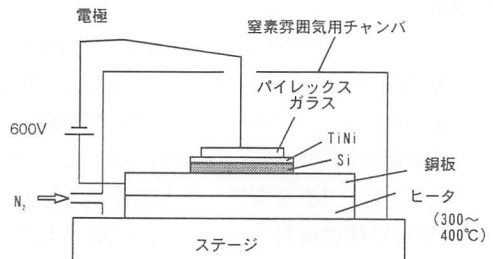


図9 陽極接合装置概略図

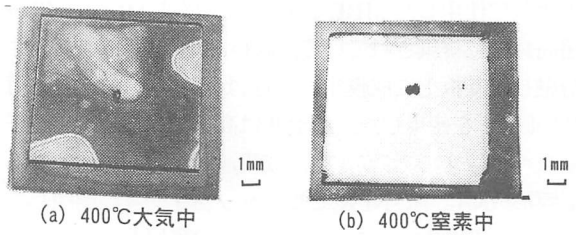


図10 陽極接合試料

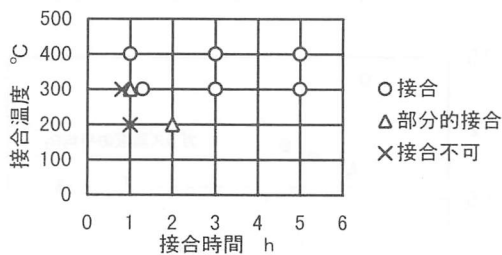


図6 拡散接合実験結果

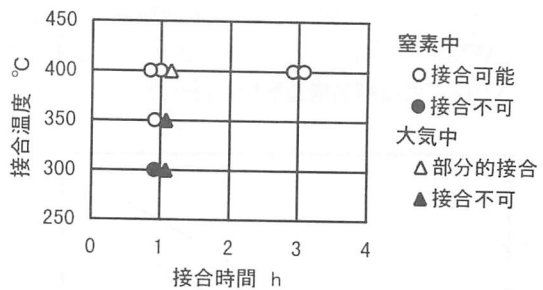


図11 陽極接合実験結果

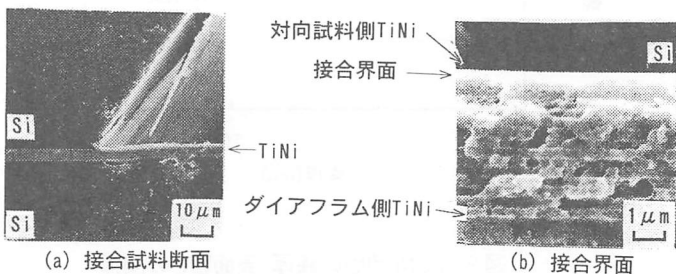


図7 拡散接合断面(400℃,1h)

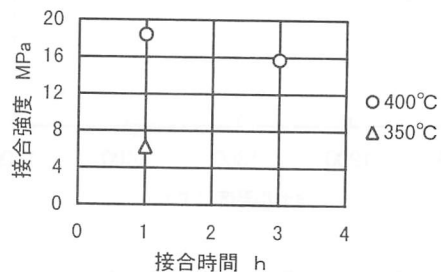


図12 陽極接合強度(窒素中)