

MBE 装置を用いた TiNi 多層膜の形成

北海道大学工学研究科 ○田中岳 鈴木寿 高橋義美 池田正幸

要旨

高温 K セルを採用した MBE 装置を用いて Ti, Ni 薄膜形成機構の検討、および TiNi 多層膜形成実験を行った。その結果膜厚 1~2nm、ガラス基板と同程度の表面粗さの薄膜形成が可能であった。また平滑な界面を有する一層 0.5nm、20 層の TiNi 多層膜が形成できた。

1. はじめに

マイクロマシンのアクチュエータとして TiNi 形状記憶合金(SMA)薄膜の研究が行われている。SMA 薄膜は発生力、変形量が大きいという利点があるが、形成時の不純物混入、組成制御に問題がある。本研究では、高温クヌーセンセル (以下、Kセル) を採用した MBE 装置を用いて Ti, Ni 薄膜の形成機構の検討、および Ti と Ni を数原子層オーダーの膜で交互に積層させた TiNi 多層膜形成実験を行った。

2. 実験装置および方法

本実験に使用した MBE 装置チャンバは 3.0×10^{-10} Torr の超高真空中に排気されている。試料は K セル内のルツボで溶融して基板上に成膜する。Ti はグラファイト、Ni は PBN ルツボを使用した。K セルは高い指向性で微小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。多層膜形成時は Ti, Ni-K セルシャッタを交互に開閉し、積層した。成膜速度のずれは、装置内の膜厚センサによって補正した。基板は RCA 洗浄したガラス基板を使用し、基板温度は室温とした。膜厚は触針式表面粗さ計、原子間力顕微鏡(AFM)により測定した。また AFM による表面性状観察、XRD による結晶構造解析を行った。

3. 実験結果

3.1 成膜速度

TiNi 多層膜形成に必要な Ti, Ni 単体での成膜速度を求める実験を行った。図 1 に K セル温度—成膜速度の関係を示す。Ti, Ni ともに K セル温度の上昇とともに、指数関数的に成膜速度が増加した。成膜速度はルツボ内試料の重量、真空度等の条件で 20~30% 誤差があった。Ti, Ni の成膜速度は、K セル温度 T の二次関数で次式のように表現できた。

$$V_{Ni} = (2.23 \times 10^{-4})T^2 - 0.53T + 312.19 \quad (1)$$

$$V_{Ti} = (3.07 \times 10^{-4})T^2 - 0.78T + 500.03 \quad (2)$$

多層膜形成時は、この式をもとに膜厚制御を行った。

3.2 Ti, Ni 薄膜の表面性状

図 2 に AFM により測定した Ti, Ni 薄膜の膜厚—表面粗さの関係を示す。Ti, Ni ともに表面粗さ $Ry1 \sim 2.5$ nm であった。1~2nm の膜厚で表面粗さの値が大きくなる傾向が見られたが、これはガラス基板表面粗さを反映したものと考えられる。K セル温度と表面粗さとの対応は認められなかった。また、K セルからの蒸発粒子入射方向と表面粗さと対応も認められなかった。図 3~5 は Ti, Ni 薄膜の AFM 像と断面曲線である。図 3 は K セル温度 1250°C で

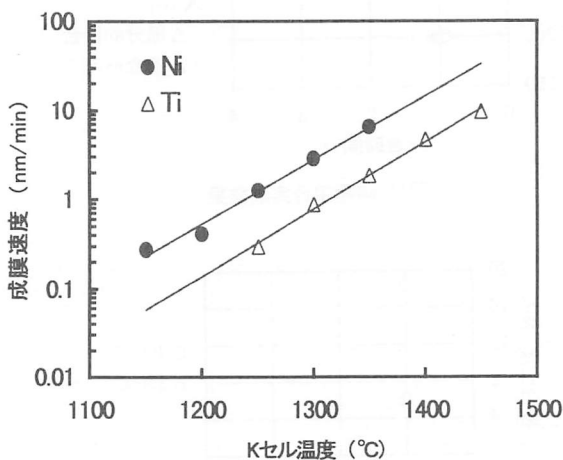


図 1 K セル温度—成膜速度の関係

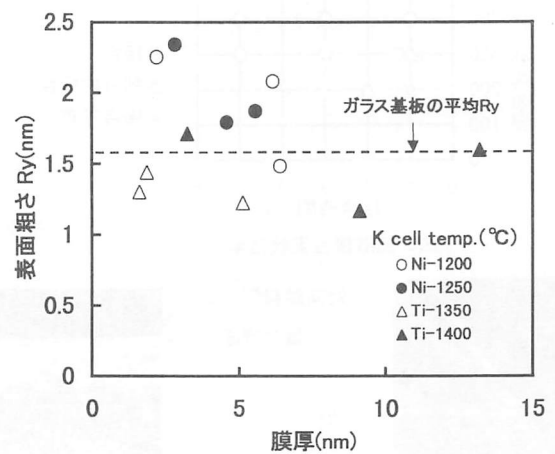
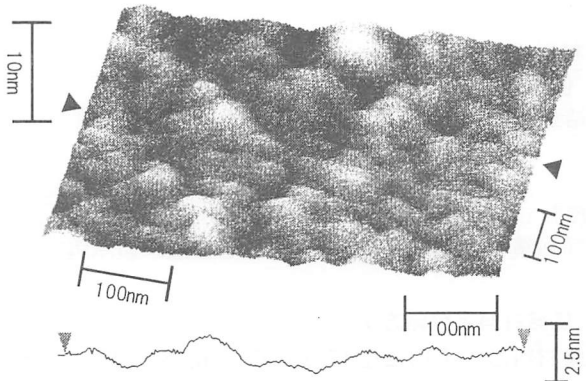


図 2 Ti, Ni 薄膜の膜厚—表面粗さの関係

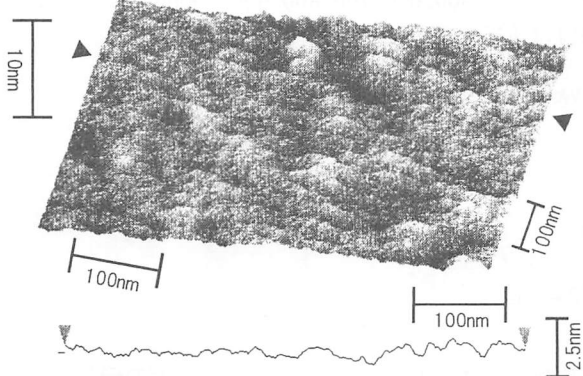
形成した Ni 薄膜である。同一薄膜でも(a)のような粒径 20~100nm の、やや大きな粒子で構成されている部分と、(b)のような微細な粒子で構成されている部分が混在していた。図 4 は K セル温度 1400°C で形成した Ti 薄膜である。Ti は K セル温度、膜厚に関わらず、微細な粒子で表面が形成されていた。蒸発粒子寸法を観察するために、K セル温度 1200、1250°C (図 5) で 20 秒間 Ni を蒸着した。ガラス基板と考えられる表面粗さの小さい表面 A 上に直径 100nm、高さ 3nm 程度の粒子 B が観察された。この粒子は図 3(a)に見られる粒子寸法に近い。また K セル温度 1200°C の試料についても、同様な粒子が観察された。Ni 蒸発粒子中には、成膜中の突沸等の原因で、直径 100nm 程度の大きな粒子が混在する可能性がある。Ni 薄膜と比較して Ti 薄膜は表面粗さ、粒子寸法ともに小さいが、その原因として蒸発粒子寸法の違いが考えられる。

3.3 TiNi 多層膜の構造

本実験では Ni-K セル温度 1200°C、Ti-K セル温度 1350°C 一定とし、成膜時間を変えて一定な膜厚の多層膜を形成した。AFM 観察の結果、表面粗さ R_y は 1~2nm で Ti、Ni 単体膜での値と同程度であったが、粒子はやや平坦化していた。図 6 に設定膜厚 1nm で Ti と Ni を、交互に 20 層積層した試料の低角 XRD パターンを示す。1.5~3° 付近に周期的なピークが見られ、一層約 0.5nm の多層膜が形成されたことがわかった。またピーク形状より、平滑な界面が形成されていることがわかった。また高角度



(a) Ni-K セル温度 1250°C R_y 1.6 nm



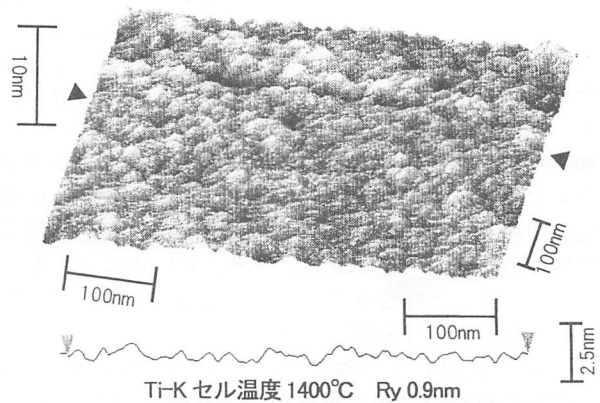
(b) Ni-K セル温度 1250°C R_y 1.0 nm

図 3 Ni 薄膜 AFM 像と断面曲線

の回折ピークは見られず、膜構造はアモルファスと考えられる。

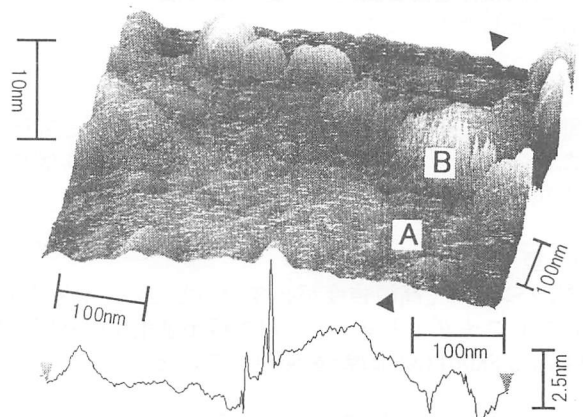
4.まとめ

- (1)高温 K セルを採用した MBE 装置によって、膜厚 1~2nm、表面粗さはガラス基板と同程度の Ti、Ni 薄膜が形成できた。
- (2)平滑な界面を有する一層 0.5nm、20 層の TiNi 多層膜を形成できた。
- (3)Ni 蒸発粒子中には、粒径 100nm 程度の大きな粒子が混在し、積層膜界面の平滑化が困難になる可能性がある。今後はこの多層膜について、SMA としての物性を検討する。



Ti-K セル温度 1400°C R_y 0.9nm

図 4 Ti 薄膜 AFM 像と断面曲線



Ni-K セル温度 1250°C、蒸着時間 20 秒

図 5 蒸着開始直後の Ni 薄膜 AFM 像と断面曲線

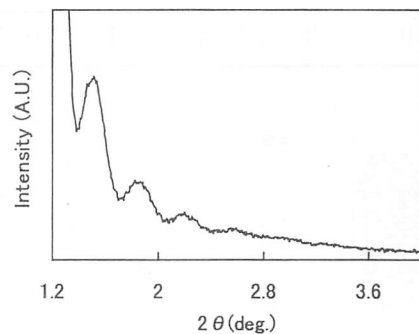


図 6 TiNi 多層膜の低角 XRD パターン