

超塑性を利用したマイクロ (μm) 加工特性と成形加工技術

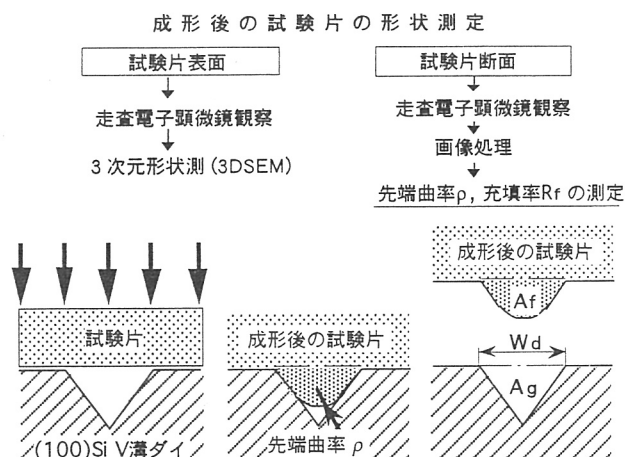
早乙女康典*

1. 緒言

塑性加工は、基本的にダイ（金型）の形状を転写する加工法であって、ダイと被加工材料の強度差に基づいた加工法である。マイクロ加工の場合には、材料自体の微細成形性と変形メカニズムの問題のほかに、寸法効果により過酷な負荷をダイが受けるようになるという問題がある。これらの問題に対して、本研究では、超塑性現象に着目した¹⁾。加工時のみ低応力下での粘性流動的変形が得られる超塑性現象を利用すれば、ダイへの負荷を大きく軽減することができるばかりでなく、大きな流動が得られるからである。そこで、まず μm オーダーの微細成形加工特性を評価するための試験システムを開発した。次に微細結晶粒超塑性、変態超塑性、ならびに同様に粘性流動現象を呈する新しいアモルファス合金についてその微細成形特性を調べた。一方、マイクロ成形技術の一つとしてリソグラフィ法によるマイクロダイの創成法についての試みを行ったので、ここに紹介する。

2. 微細成形特性の評価システム

超塑性の微細成形性試験については、Backofenら²⁾による幅 $100\mu\text{m}$ のV溝ダイへの変形に基づく方法や、木村ら³⁾による μm オーダーの表面凹凸への転写形状に基づく評価



- ρ : 先端曲率半径 (成形後の試験片断面形状)
- $Rf = Af / Ag$: 充填率
- Af : V溝への流入面積 (成形後の試験片断面形状)
- Ag : V溝の面積 (V溝ダイの断面形状)
- Wd : V溝の幅 = 1, 2, 5, 10, 20 μm

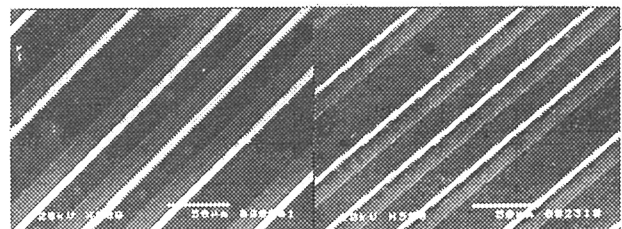
図1 シリコンV溝ダイを用いた微細成形性評価システム

方法などが報告されている。本研究では、単結晶シリコン(Si)を用い、半導体プロセスを応用して作製した幅（開口幅） $Wd=1\sim 20\mu\text{m}$ のV溝ダイを用いた微細成形性評価システムを開発した(図1)⁴⁾。図2(a)に、シリコンV溝ダイの走査電子顕微鏡(SEM)写真を示す。このダイは、(100)Siを用い、電子ビームによる描画・露光（リソグラフィ）と、異方性エッチングにより作成したもので、V溝の底角は 70.6° である。このV溝ダイに被加工材料を押しつけ、成形された試片のSEM観察像を図2(b)に示した。圧縮成形に際しては、試作・超塑性マイクロ鍛造装置を用いた⁵⁾。成形後の試片は、高感度反射電子検出器を用いた3次元形状測定器により形状計測するほか、その断面形状をSEMにより観察し、画像処理を行ってV溝に流入した面積 Rf 、ならびに先端曲率半径 ρ を計測した。そこで、V溝ダイの面積を Av とすると、充填率 $Rf = Af / Av$ を求め、これを微細成形特性の評価指標とした。

3. 微細成形特性

3.1 Al-78Zn微細結晶粒超塑性合金の微細成形特性

まず、直径 2mm 、高さ 4mm の円筒試片を用いた圧縮試験を行い、巨視的変形特性を求めた。その結果から応力とひずみ速度の関係を求めて図3に示すと、超塑性の示性式 $\sigma = K\dot{\epsilon}^m$ におけるひずみ速度感受性指数 m 値は $m=0.5$ となり、また、そのひずみ速度は結晶粒径 Dg に依存することがわかる。そこでこれらの材料を溝幅 $Wd=20\mu\text{m}$ のV溝ダイを用いて温度 $T=523\text{K}$ 下で圧縮試験を行い、成形時間の経過に伴う変形の進行を、その断面形状変化から観察すると同時に充填率 Rf を求めた。その結果を図4に示す。微細成形特性の評価指標である充填率 Rf は、成形時



- (a) (100)SiによるV溝ダイ
V溝幅 $Wd=20\mu\text{m}$
- (b) 成形後の試片Al-78Zn
粒径 $Dg=0.7\mu\text{m}$
初期応力 $\sigma_i=10\text{MPa}$
成形時間 $t_f=600\text{s}$

図2 マイクロV溝ダイと成形試片の走査電子顕微鏡(SEM)観察像

間の経過と共に増大し、200sでは $Rf=90\%$ に達する。この Rf に及ぼすV溝幅 Wd と結晶粒径 Dg の影響について検討すると、図5に見られるように、 $Wd=21\mu\text{m}$ では、 Rf に及ぼす結晶粒径の影響は小さい。しかし、 Wd が $20\mu\text{m}$ 以下になると Rf が減少すること、結晶粒径が小さい程 Rf が大きく、良好な微細成形性が得られることがわかる。図6は、成形後の試片のSEM観察像と3次元形状測定結果である。V溝幅 $Wd=6\mu\text{m}$ の場合に比べると、 $Wd=2\mu\text{m}$ 、結晶粒径 $Dg=1.2\mu\text{m}$ の場合には、V溝への成形がほとんど不可能であることが図6(b)に明らかである。これは、微細結晶粒超塑性の主変形機構が粒界すべりと結晶粒の回転であって、結晶粒自体の変形を伴わないために、V溝との

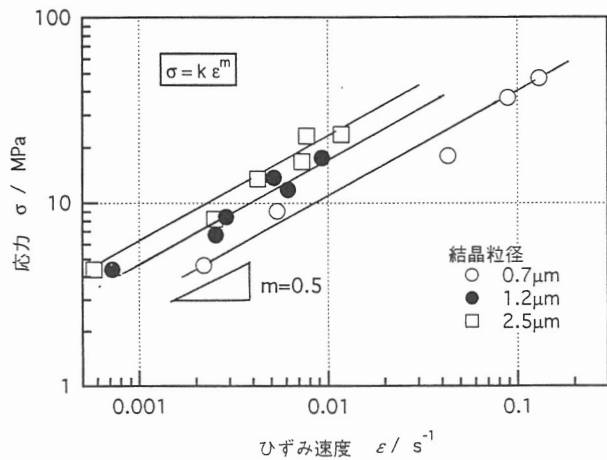


図3 Al-78Zn微細結晶粒超塑性合金の応力-ひずみ速度関係 523Kでの超塑性流動特性に及ぼす結晶粒径の影響

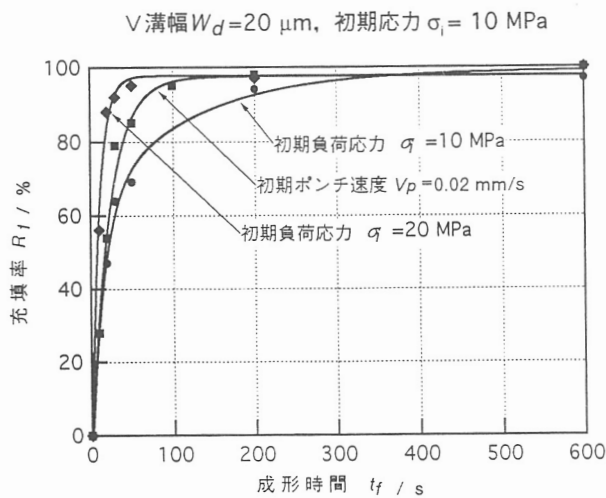
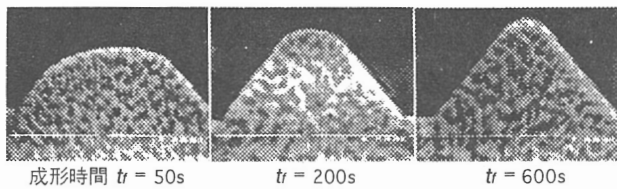


図4 微小V溝ダイへの材料流入挙動、V溝幅 $Wd=20\mu\text{m}$ Al-78Zn微細結晶粒超塑性合金

幾何学的整合性が得られないからである。すなわち、塑性変形や体拡散によって結晶粒自体の変形を促す必要がある。以上のことから、微細結晶粒超塑性の場合には、V溝幅 Wd に比べて十分小さな結晶粒径を有することが良好な微細成形性をもたらすといいよい。

3.2 純鉄の変態超塑性における微細成形特性

変態超塑性は、変態点を含む温度サイクルを負荷すると、変態の進行と共に現れる粘性流動現象である。純鉄の場合には、 $A_3, \alpha/\gamma$ 変態の進行と共に現れ、超塑性の示性式 $\sigma = K\dot{\epsilon}^m$ における m 値は $m=1.0$ であるのが特徴である。さて、SUS304材で幅1mmのV溝ダイを作製し、直径7mm、高さ7mmの試片を用いて変態超塑性・圧縮試験を行った。加熱は高周波誘導加熱、冷却はArガスによる強制冷却にて行った。変形後、充填率 Rf を計測し、巨視的変形として試片の高さ変化から求められた圧縮率 Rh と共

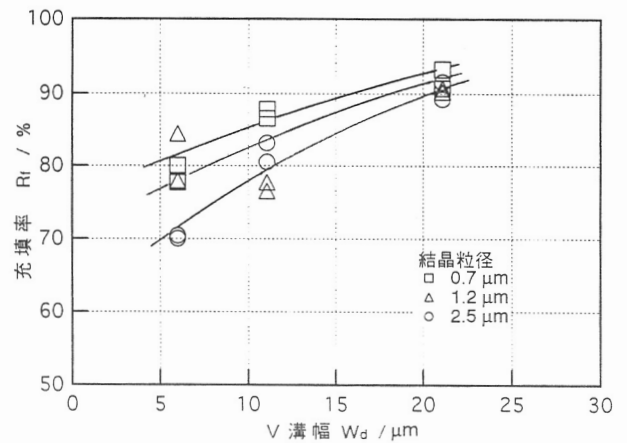


図5 Al-78Zn微細結晶粒超塑性合金の微細成形特性

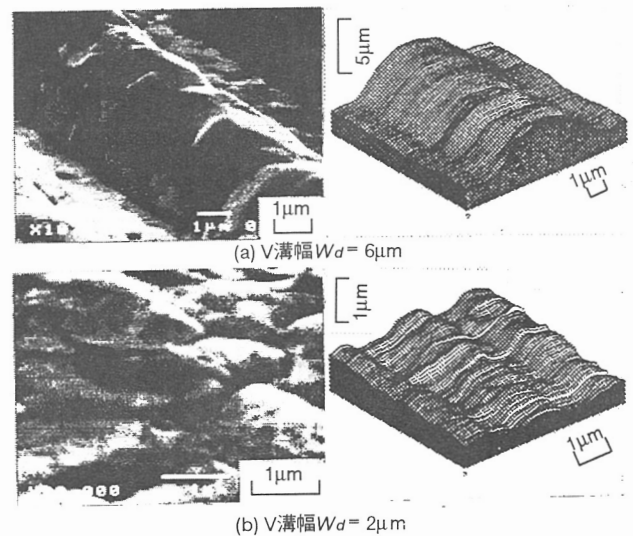


図6 成形試片のSEM観察像と3次元形状計測結果 Al-78Zn微細結晶超塑性合金 粒径 $Dg=1.2\mu\text{m}$ 、初期応力 $\sigma_i=10\text{MPa}$ 、成形温度 $T=520\text{K}$ 、成形時間 $t=1200\text{s}$

に図7に示した。図7には、室温下の塑性変形、ならびに1470Kにおける高温クリープ変形試験を行って得られたRfとRhも同時に示してある。各変形様式において、Rhの増加と共にRfも比例的に増加するが、その傾き $\eta=Rf/Rh$ は異なっている。他の2つの変形様式に比べると、変態超塑性の場合に大きな η が得られている。すなわち、同一の巨視的変形量が与えられた場合に、微細成形がより進行する、すなわち微細成形能に優れているといつてよい。そこで、さらに微細な成形性を評価するために、図11(a)に示すように、予めエメリーペーパーで試片を粗面化し、これを数十nmに研磨仕上げされたシリコンウェハに対して圧縮試験を行った。試験後の試片表面形状を図8(b)に示すと、シリコンウェハの平滑面をよく転写しており、変態超塑性によっては、nmオーダーの微細成形が可能であることを示唆している。

こうした変態超塑性変形の主機構としては、変態進行下の界面でのすべり機構が提案されており、発生ひずみ分布と変態の組織観察によれば、最大せん断応力方向への新相(結晶粒)の成長が観察されている⁶⁾。一方、V溝ダイへの圧縮試験において、V溝近傍の傾斜応力場におけるひずみ分布の解析を行った結果、50 μ m間隔での主ひずみ方向の分布に、主応力方向の分布との良い一致が観察された。傾斜応力場における変態界面の詳細な挙動の

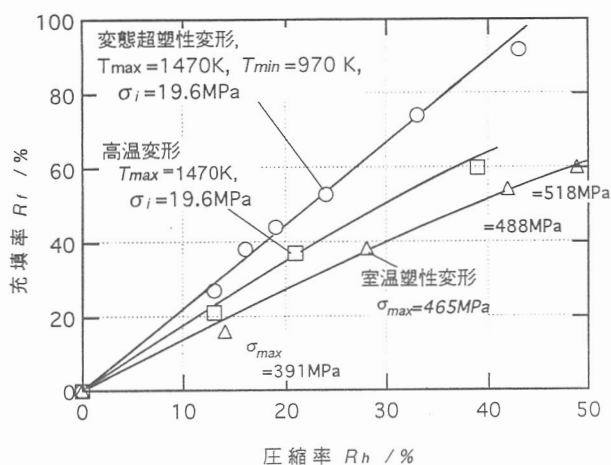


図7 純鉄の微細成形特性
(a)変態超塑性変形、(b)高温クリープ、(c)室温塑性変形

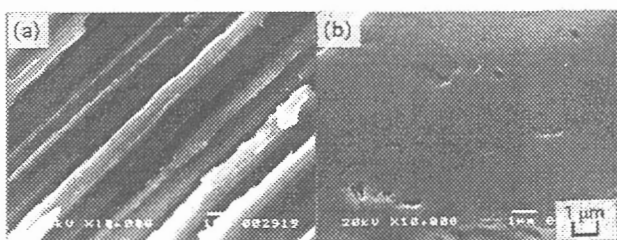


図8 純鉄の変態超塑性成形の
変形前(a),変形後(b)のSEM観察像
Siウェハの研磨面の転写成形加工
成形温度 $T_{max} = 1220\text{ K}$, $T_{min} = 1120\text{ K}$,
初期応力 $\sigma_j = 5\text{ MPa}$, 温度サイクル数 $N = 20$ 回

説明は今後の課題であるが、変態界面の大きな移動度と多結晶体の変形におけるひずみの調整機構により上述のような微細成形が現れたと考えられる。

3.3 過冷却液体域を有するLa55Al25Ni20

アモルファス合金の微細成形特性

アモルファス合金は結晶性材料では得られない優れた材料機能性、構造物性を有している。これらは、通常液体急冷法により箔、細線、粉状として得られているが、La-, Ti-, Zr-, Hf-基などの合金では、銅鑄型への鑄造によりバルク状の新しいアモルファス合金が得られている。さらにその特徴として、これらの合金では明瞭なガラス遷移挙動と広い温度幅で過冷却液体域を呈することが挙げられる。さて、アモルファス合金を加熱すると、構造緩和を起こしてより安定なガラス状態になり、さらにガラス遷移温度 T_g 点にて急激な粘性低下を起こし、過冷却液体に戻る事が確かめられている。しかし従来のアモルファス合金では、 T_g 点付近、あるいはそれ以下の温度の T_x 点で結晶化を起こすものが多く、温度域 $\Delta T_x = T_x - T_g$ で明瞭な過冷却液体域を示すアモルファス合金はごく限られていた。ところが最近、 ΔT_x が100 Kにも及ぶ広い温度域で過冷却液体域を呈するアモルファス合金が開発されている。そのひとつが本研究におけるLa55Al25Ni20アモルファス合金であり、 $T_g = 481\text{ K}$, $T_x = 546\text{ K}$, $\Delta T_x = 65\text{ K}$ である⁸⁾。

この合金の過冷却液体域での変形挙動を明らかにするために、厚さ80 μ mの試片の高温引張り試験を行い、引張り応力とひずみ速度の関係として図9にまとめた。超塑性の示性式 $\sigma = K\dot{\epsilon}^m$ における m 値は過冷却液体域の各温度において、いずれも $m=1.0$ となり、ニュートン粘性流動であることが明らかとなった。すなわち、 $\sigma = K\dot{\epsilon}$ で、材料常数 K は伸び粘性係数 λ [Pa·s]を表している。さて、図9における応力とひずみ速度の値をみると、図3に示したAl-

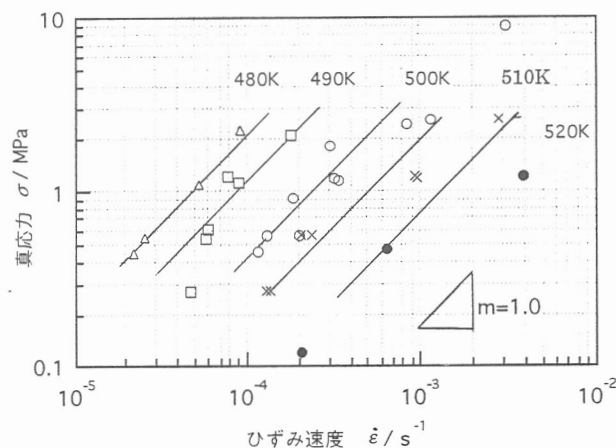


Fig.9 La₅₅Al₂₅Ni₂₀ 流動特性曲線

78Zn超塑性合金のそれらと同等であり、10Paの応力下でのひずみ速度は、 10^{-3} 1/sオーダーであることがわかる。

マイクロV溝ダイを用いた微細形成性試験の結果については、成形時間と共に充填率 R_f が増大し、1ksの成形時間では、 W_d が $10\mu\text{m}$ 以上である場合には、 R_f は98%以上にも達した。一方、 $W_d < 10\mu\text{m}$ の場合には、 W_d の減少と共に R_f も減少し、 $W_d = 2\mu\text{m}$ 、 $\sigma = 10\text{MPa}$ の場合には、 $R_f = 92\%$ であったが、同等の変形条件であった微細結晶粒超塑性の場合の図6(b)と比較すると、その良好な微細形成性がよくわかる。すなわち、アモルファス合金はその優れた構造的、機能的に加えて、長範囲の規則構造が存在しないために、結晶異方性がなく、等方性でかつ粒界や偏析などを含まない均質性を有する。このために、さらに $W_d = 1\mu\text{m}$ の場合(図10)、あるいはシリコンウェハの平滑面の転写試験(図11)においても、nmオーダーの微細形成性が得られたと考えられる⁹⁾。

4. 超塑性を利用した微細成形加工

以上に超塑性ならびに過冷却液体域でのアモルファス合金の粘性流動下の微細成形特性を調べた。そこで、以下には微細加工の例を紹介する。

図12は、Al-78Zn微細結晶粒超塑性合金、 $\text{La}_{55}\text{Al}_{25}\text{Ni}_{20}$ 、 $\text{Zr}_{65}\text{Al}_{7.5}\text{Cu}_{27.5}$ アモルファス合金¹⁰⁾によるマイクロピラミッドである。これらは、1辺 $100\mu\text{m}$ の正三角形の頂点位置に配されており、それぞれの底辺は7および $20\mu\text{m}$ である。成形に使用されたマイクロダイは、(100)Siに電子ビームリソグラフィ法と異方性エッチングを施して作成

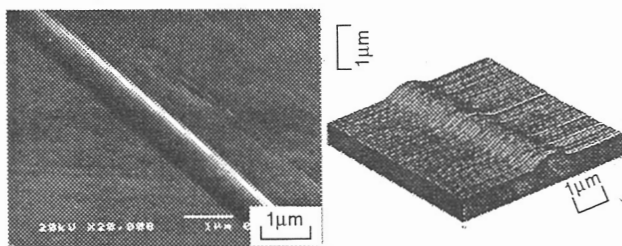


図10 $\text{La}_{55}\text{Al}_{25}\text{Ni}_{20}$ アモルファス合金のマイクロV溝成形
(100)Siダイ、V溝幅 $W_d = 1\mu\text{m}$ 、成形温度 $T = 500\text{K}$
初期応力 $\sigma_i = 10\text{MPa}$ 、成形時間 $t_r = 1000\text{s}$

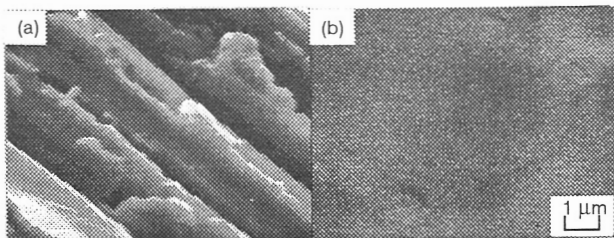
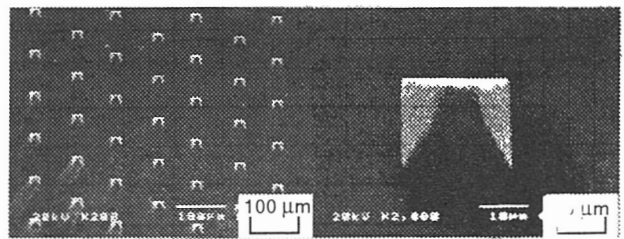
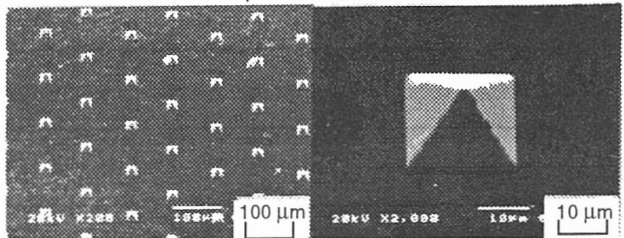


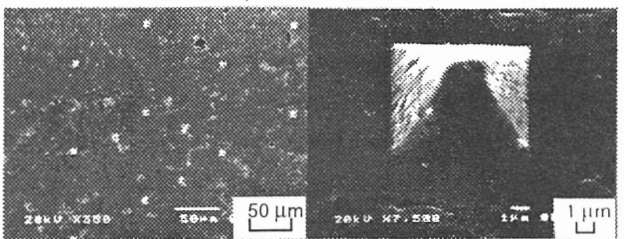
図11 $\text{La}_{55}\text{Al}_{25}\text{Ni}_{20}$ アモルファス合金の
変形前(a)、変形後(b)のSEM観察像
Siウェハの研磨面の転写成形加工
成形温度 $T = 500\text{K}$ 、初期応力 $\sigma_i = 10\text{MPa}$ 、
成形時間 $t_r = 800\text{s}$



(a) Al-78Zn微細結晶粒超塑性合金
初期応力 $\sigma_i = 10\text{MPa}$ 、成形温度 $T = 520\text{K}$



(b) $\text{Zr}_{65}\text{Al}_{7.5}\text{Cu}_{27.5}$ アモルファス合金
初期応力 $\sigma_i = 10\text{MPa}$ 、成形温度 $T = 680\text{K}$



(c) $\text{La}_{55}\text{Al}_{25}\text{Ni}_{20}$ アモルファス合金
初期応力 $\sigma_i = 10\text{MPa}$ 、成形温度 $T = 500\text{K}$

図12 (100)Siダイを用いて成形されたマイクロピラミッド
ピラミッドの一辺 = 7.200mm
各ピラミッドは一辺 100mm の正三角形の
頂点位置に配置されている

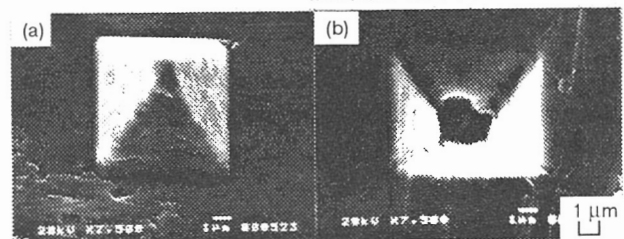


図13 過冷却液体域でのアモルファス合金の微細成形
(a) (100)Siマイクロダイによって成形された
 $\text{Zr}_{65}\text{Al}_{7.5}\text{Cu}_{27.5}$ アモルファス・マイクロピラミッド、成形温度 $T = 680\text{K}$
(a) 成形材(a)をダイとして利用し、成形された
 $\text{La}_{55}\text{Al}_{25}\text{Ni}_{20}$ アモルファス合金製の逆ピラミッド、
成形温度 $T = 680\text{K}$

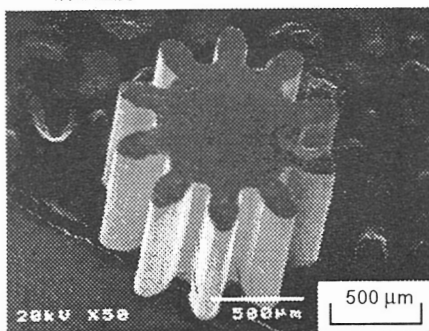
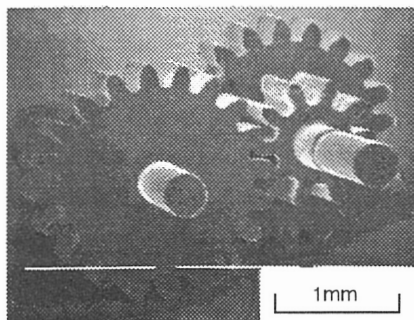
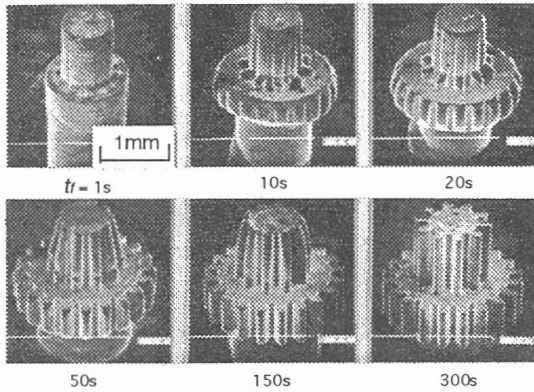
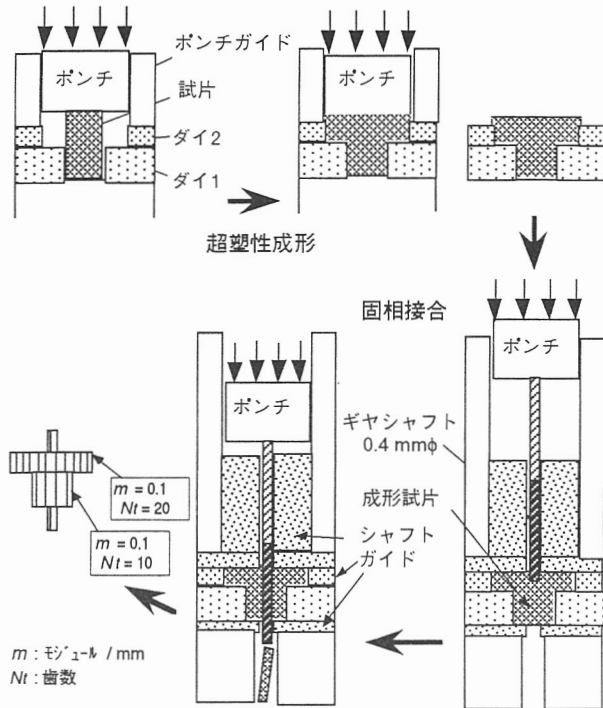


図14 閉塞鍛造により成形された
 $\text{La}_{55}\text{Al}_{25}\text{Ni}_{20}$ アモルファス合金製マイクロ歯車
モジュール $m = 0.1\text{mm}$ 、ピッチ円直径 $D_p = 1\text{mm}$ 、成形温度 $T = 500\text{K}$
成形時間 $t = 1000\text{s}$ 、成形ポンチ応力 $\sigma_p = 30\text{MPa}$

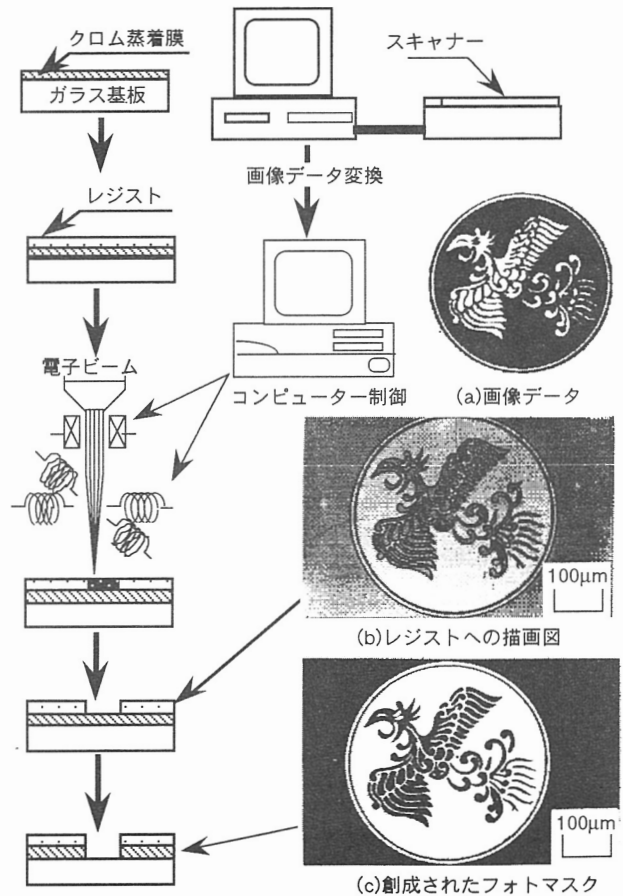
されたものである。さて、 $\text{La}_{55}\text{Al}_{25}\text{Ni}_{20}$ アモルファス合金のガラス遷移温度は $T_g=481\text{K}$ であり、 $\text{Zr}_{65}\text{Al}_{7.5}\text{Cu}_{27.5}$ アモルファス合金では $T_g=640\text{K}$ である。そこで、まず 680K にて $\text{Zr}_{65}\text{Al}_{7.5}\text{Cu}_{27.5}$ アモルファス合金の成形を行い、図13(a)に



示すマイクロピラミッドを成形した。次に、これを成形用ダイとして使い、 500K にて $\text{La}_{55}\text{Al}_{25}\text{Ni}_{20}$ アモルファス合金の成形を行った。こうして成形された、図13(b)の逆ピラミッド(凹)を、潤滑におけるオイルプールとすれば、個々の大きさと配列を制御することによって一種の潤滑制御素子として機能すると思われる。

さて、もう一つの成形例を図14に示した。 $\text{La}_{55}\text{Al}_{25}\text{Ni}_{20}$ アモルファス合金を閉塞鍛造して得られたマイクロ歯車である。ダイにはワイヤ放電加工により作成したものを用いた。歯車のモジュール $m=0.1\text{mm}$ 、歯数10、ピッチ円直径 $D_p=1\text{mm}$ である。この材料の引張り強度は 700MPa であり、過冷却液体域における低応力下の成形がなされたあとは、再びこの引張り強度を示すようになる。ここに過冷却液体域の変形を利用した加工の有効性がある。

超塑性は以上のように微細成形性にすぐれるが、同時にその固相接合能を利用した複合加工が可能である。そこで、図15に示すように、組み合わせ金型によりマイクロ2段歯車を一体成形した後、ギヤシアフトを圧入して固相接合し、軸付き歯車を作成する方法を試みた。図16には2段歯車の成形過程が示されている。こうして作成された1組のマイクロ歯車を図17に示す。



5. マイクロ成形加工技術

塑性加工は、生産工学的に優れた加工法であるが、基本的にダイの形状を転写する加工法であって、マイクロ加工の場合にはその寸法効果により特有の問題が生ずる。すなわち、変形体積に比してダイと材料との接触面積が相対的に大きくなるため、接触界面での潤滑の影響が大きくなるほか、ダイの表面粗さや潤滑剤の存在そのものが微細な形状精度に影響を及ぼすことになる。そこで、マイクロダイの材料とその形状創成法が重要な問題となる。そこで、ここでは形状創成についてのひとつの試みとして、電子ビームリソグラフィ法と感光性ガラスを用いたマイクロダイの創成を試みたので紹介する。

さて、マイクロ形状創成技術としては、たとえばワイヤ放電加工などの従来技術を極限化することにより、微細加工を可能にする方向での試みが行われている一方で、いわゆるシリコンプロセスなどの新しい加工法の開発が行われている。すなわち、マイクロマシンなどの微小ロボットを創成する将来技術としての極マイクロ加工技術としては、(マイク)μm, (ナノ)nm加工への検討を行う必要があり、上述の材料自体の微細成形能の検討と共に、マイクロダイの微細形状をどのようにして実現するかということを検討しておく必要がある。そこで、ここでは

これらを2つの視点から整理してみる。

すなわち、第一に、マイクロ形状情報の実空間への転写方法である。従来技術の多くは、XYテーブルなどの機械的変換機構で形状を実空間へ転写しているのに対し、マイクロ加工では、電子ビーム、X線などの電磁制御による実空間への転写が行われようとしており、リソグラフィ法とも呼ばれている。

第二に実用材料への形状付与方法である。工具と被加工材料の機械的強度差に基づいた従来加工法に対して、エッチング、エレクトロフォーミングなどの電気化学加工、イオンビーム加工などのエネルギー加工による形状の付与方法が注目されている。実際、X線露光による形状情報の変換とエレクトロフォーミングによる形状の付与方法の組み合わせにより、nmオーダーの微細形状の機械要素の製作が行われている。以上のように、従来の切削加工やワイヤ放電加工などによるダイの製作過程では、これら2つのプロセスが同時に進行していたのに対し、マイクロ加工では、上記の2つのプロセスに分かれる場合が多いのが特徴である。そこでまず、マイクロ形状の実空間への転写方法として、汎用走査電子顕微鏡を用いた簡易電子ビーム露光CAD/CAMシステムを開発した(図18)¹¹⁾。

本システムの特徴は、形状データファイル構造をBMP標準形式にしたことで、コンピュータのハードウェアおよびソフトウェアに依存せず、どのCADシステムからもデータのハンドリングが出来る点である。図18では画像¹²⁾の電子ビーム露光の例を示している。こうして作成されたフォトマスクを利用して感光性ガラスに形状パターンを転写し、マイクロダイを作成するプロセスを図19に示す。

感光性ガラスは、Au,Ag,Cuなどの感光性金属イオンと増感材を含んだ珪酸塩ガラス($\text{SiO}_2\text{-Li}_2\text{O-Al}_2\text{O}_3$)で、紫外線露光により金属イオンが金属原子となり、続いて加熱現像処理により金属コロイドを生じ、さらにこれが核となって微細な($\text{Li}_2\text{O-SiO}_2$)結晶が成長する。この結晶は元のガラスに比べて、酸に対する溶解度が50倍にも達するため、薄いフッ酸(HF)により、露光された部分のみエッチングされる。通常の写真エッチングでは表面に塗布された感光剤を露光・現像し、エッチング窓を形成することに対し、感光性ガラスは透過光を利用することによって、基本的に3次元のフォトリソグラフィとなるため、大きなアスペクト比の形状を創成する事が出来る点に特徴がある。図19および図20(a)に感光性ガラス製の歯車ダイを示す。ダイの厚さは $t=500\mu\text{m}$ 、歯車のモジュール $m=20\mu\text{m}$ 、歯数10、ピッチ円直径 $200\mu\text{m}$ である。このマイクロダイを用いた超塑性押し加工の様子を図20に示した¹³⁾。

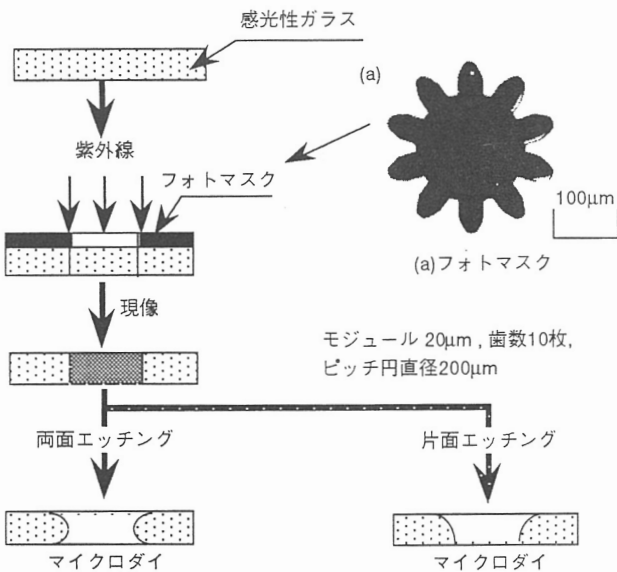


図19 感光性ガラスによるマイクロダイ創成法

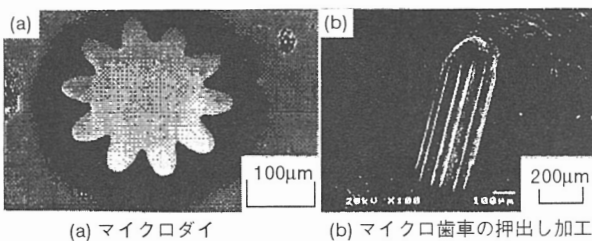


図20 感光性ガラスを用いたマイクロダイによる超塑性押し加工
モジュール $m=20\mu\text{m}$ 、歯数 $z=10$ 枚、ピッチ円直径 $D_p=200\mu\text{m}$

結 言

超塑性状態およびアモルファス合金の過冷却液体域では、低応力の粘性流動的変形が現れる。この現象における微細成形能を積極的に利用することにより、良好なマイクロ加工が可能となることが明らかとなった。

謝 辞

本研究は、(財)天田金属加工機械技術振興財団の研究助成を受けて行われたことを記し、感謝の意を表します。

参考文献

- 1)宮川：超塑性材料の精密加工，
精密工学会誌,3-52(1986),39-43.
- 2)W.A.Backofen, et.al. : Forming superplastic sheet metal in bulging dies, *Metals Engineering Quartely*, 10(1970),1-7.
- 3)木村,小林：Zn-22%Al合金の超塑性鍛造における転写性について，第39回塑性加工連合講演会講演論文集(1988),427-430.
- 4)早乙女,佐藤,他：フォトリソ法によるシリコンV溝ダイの創成と超塑性材料の微細成形特性，第43回塑性加工連合講演会講演論文集(1992),619-622.
- 5)早乙女,秦,他：超塑性の微細成形特性とマイクロ2段歯車の創成，塑性加工春季講演会講演論文集(1992),127-130.
- 6)Y.Saotome and N.Iguchi : In-situ microstructural observations and micro-grid analyses of transformation superplasticity in pure iron, *Trans. Iron and Steel Institute of Japan*,27(1987),696-704.
- 7)早乙女,阿部,他：動的超塑性による純鉄のマイクロ成形性試験，第41回塑性加工連合講演会講演論文集(1990),503-506.
- 8)A.Inoue, et.al. : Al-La-Ni amorphous alloys with a wide supercooled liquid region, *Metal. Trans. JIM*,30(1989),965-972
- 9)早乙女,井上,他：La基アモルファス合金の過冷却液体域での粘性流動挙動と微細成形特性，
第43回塑性加工連合講演会講演論文集(1992),441-444.
- 10)早乙女,井上,他：過冷却液体域を有するZr基アモルファス合金の超塑性流動特性とマイクロ成形加工，
第44回塑性加工連合講演会講演論文集(1993),445-448.
- 11)岩崎,早乙女,他：SEMを利用した電子ビーム露光による任意形状創成CAD/CAMシステムの開発とマイクロダイへの応用，
第45回塑性加工連合講演会講演論文集(1994),865-868.
- 12)早乙女,佐藤,他：感光性ガラスを用いたフォトリソ法によるマイクロダイの創成と超塑性成形への応用，
第44回塑性加工連合講演会講演論文集(1993),437-440.
- 14)E.Lehts : *Symbols, signs & signets*(1950),Dover Publications,Inc.