

金属材料のナノフォーミング技術の開発

東京工業大学 機械制御システム専攻
助教授 吉野 雅彦
(平成12年度研究開発助成 AF200015)

キーワード：微細塑性加工、変形特性、材料特性

1. 研究の目的と背景

近年、MEMSや μ TASなど様々の微細機械システムの開発が進められており、様々な材料に適用できる微細加工技術が求められている。今まではこのような微細加工にはフォトリソグラフィ法が広く用いられているが、フォトリソグラフィ法は加工寸法が露出光の波長に制約される、素材の種類に限られる、設備が高価である、本質的に三次元加工に不向きである、さらに環境負荷の大きい廃液を生じるなどの種々の問題がある。

そこで著者等は新しい微細加工技術の確立を目指して、塑性加工による微細加工法を提案し、ナノフォーミング法と名づけている。ところがナノフォーミング法を通常の金属材料に適用すると、結晶粒径が加工寸法よりはるかに大きいため、結晶方位により変形状態が異なってしまうという問題がある。

そこで本研究では結晶方位が予め判っている純銅単結晶を試験片として用い、微細塑性加工特性および結晶構造の変化を検討する。単結晶金属材料ならば結晶方位の影響が明瞭化し、結晶の塑性変形特性が顕在化するという特徴がある。さらに結晶方位、加工方法の組み合わせによって結晶に任意のひずみを与え、結晶構造を自在にコントロールできる可能性がある。

2. 微細塑性加工装置および実験方法

図1に実験に用いたナノフォーミング装置の構成図、図2にその写真を示す。本装置は位置決め分解能10nmの超精密XYステージおよびZ軸ステージにより構成されている。Z軸ステージには押し込み荷重を測定するためのロードセルがついており、その先端にダイヤモンド工具が取り付けられる。コンピュータでこれらのステージの動作及び押し込み荷重を制御しながら繰り返し工具を試験片に押付けるシステムとなっている。装置全体はクリーンブース中に設置されている。

図3に実験に用いたナイフエッジ型のダイヤモンド工具を示す。材質は人造単結晶ダイヤモンドで先端角60度、幅0.6mmの楔状をしている。工具刃先半径は約50nmである。

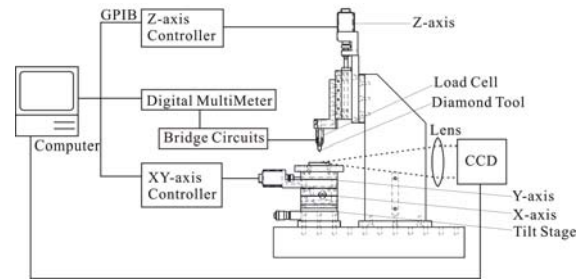


図1 実験装置全体の構成図

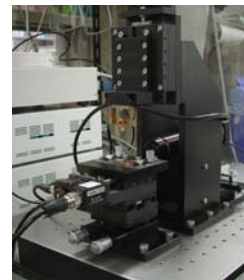


図2 実験装置全体の写真

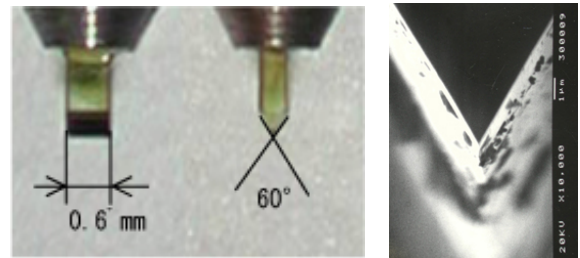


図3 単結晶ダイヤモンド工具

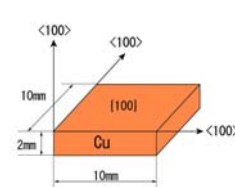


図4 純銅試験片

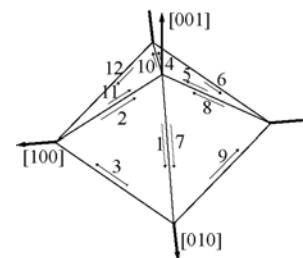


図5 純銅結晶のすべり系

試験片には単結晶純銅を用いた。単結晶インゴット

よりワイヤーカット加工機により図4のように10mm×10mm×2mmの寸法に切り出し、その後上面を化学研磨し加工変質層を除去し平坦に仕上げた。このとき試験片の上面が(001)面、それぞれの辺が[100] [010] [001]方向に一致するように切出した。

実験手順は以下の通りである。試験片を装置に固定し、設定荷重に達するまで工具を押し込み、その後工具を試験片から引き戻す。XYステージを所定量移動させ同様に押し込み加工を行う。この動作を所定の回数繰返し一連の押し込み痕を作成する。その後、FIB

(Focused Ion Beam) を用いて押し込み痕に垂直な面で溝を掘り、その面をSIM (Scanning Ion beam Microscope) で観察することにより、加工部の変形形状、押し込み深さを観察した。なおナイフエッジ工具の刃の向きは試験片の辺[100]方向に一致するときを0度とし、そこから15度、30度、45度の方向において押し込み実験を行った。

純銅はFCC結晶構造を有し、図すべり面は{111}、すべり方向は<110>である。これらのすべり面とすべり方向の幾何学的関係は図5のように四角錐で模式的に表される。FCC結晶には直行する3本の<100>軸があり、それを対称軸とした4つの等価な{111}面を有する。それぞれのすべり面上に3つの等価なすべり方向<110>があるため、合計で12通りのすべり系を有する。結晶塑性理論によると、単結晶純銅に応力が働くとこれらのすべり系にシュミット因子に基づく剪断応力が働く。その剪断力が結晶の臨界剪断応力を越えるとそのすべり系ですべり変形（マクロで見ると剪断変形）が生じる。なおこのすべり変形は転位の移動、増殖に伴うものと考えられている。通常の塑性変形においては複数のすべり系が同時に活動する。

以上より明らかなようにFCC結晶は[001]軸に対し四回対称性を有する。すなわち(001)面に対してナイフエッジ工具で押し込み加工を行う場合、エッジの方向を0度から45度の範囲で試験することにより全ての変形様式が網羅できる。

3. 押し込み加工実験結果

図6に、FIBにより押し込み痕に垂直に溝を掘り、押し込み痕断面をSIMで観察した写真を示す。押し込み荷重は全て2Nの場合である。

図中の黒い三角形部分はFIB加工時に試験片表面を保護するために用いたカーボンデポジションであり、その下の部分が純銅試験片の断面である。この図を見ると工具押し込み角度により押し込み深さが異なり、45°に近づくほど加工痕深さが大きくなることからわかる。また押し込み痕はすべり系の対象性を反映し対称

に変形していることが判る。図6の断面写真では押し込み痕の左右に濃淡が生じている。SIM写真では結晶方位の違いにより画像に濃淡が表れることが知られており押し込み加工により純銅の結晶の一部に結晶格子の回転が生じたものと考えられる。

図7に押し込み荷重に対する押し込み痕深さの変化を示す。押し込み深さは押し込み荷重にほぼ比例しており、くさび型工具押し込みによる擬似的定常変形状態が生じていることが判る。またグラフの傾きは工具方向によって異なっている。

図8に図7のグラフの傾きの変化を工具方向の違いに対して示す。工具方向が0度の場合に比べて45度の場合の方が傾きが大きく、材料が変形し易いことが判る。これは、工具の方向が異なると、結晶内の各すべり系に働く剪断応力が異なり、これにより活動するすべり系が異なるため変形状況が異なったものと考えられる。なお結晶の対称性より、工具方向が45度を越えると、45度を境にして対称に変化するものと考えられる。

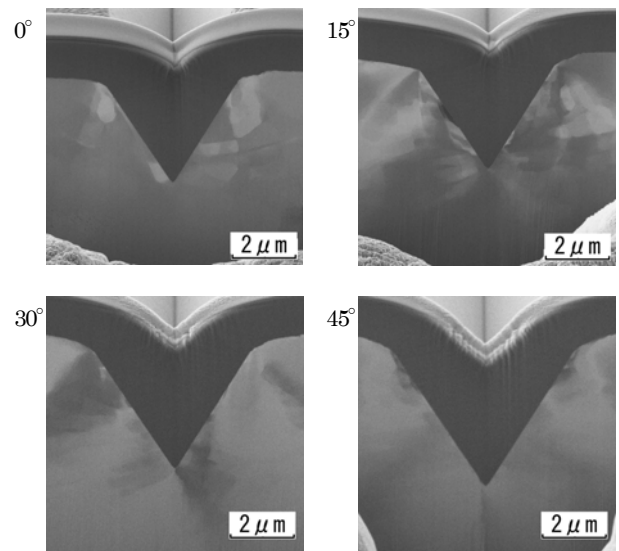


図6 ナイフエッジ工具押し込み痕の断面写真

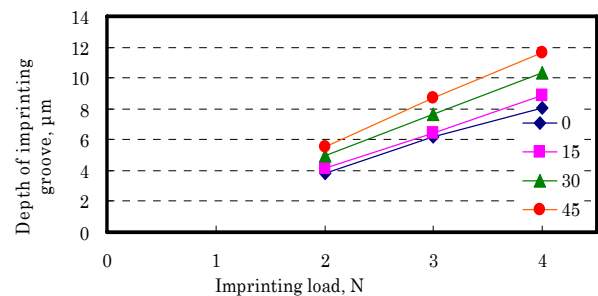


図7 押し込み荷重と加工痕深さの関係

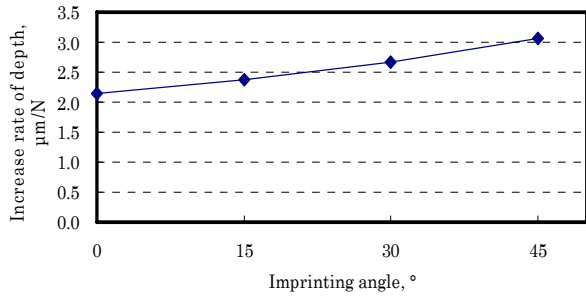


図8 工具方向と加工痕深さの関係

4. EBSPによる結晶方位の測定結果

図6で観察されたようにナイフエッジ工具の押し込み加工によって結晶の回転が生じたことが推察される。そこでこれを確認するために、EBSP法により加工痕断面の結晶方位分布を測定した。FIBを用いて図9のように加工痕に垂直な断面を薄い板状に切り出し、FE-SEMにて観察した。さらにそのFE-SEMに備え付けられたEBSP分析装置で60nmのピッチで結晶方位を測定した。

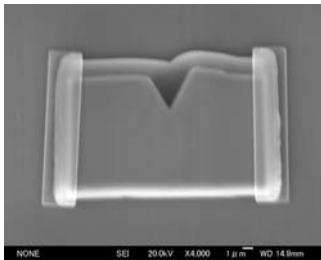


図9 FIBにより切り出した押し込み痕断面試験片

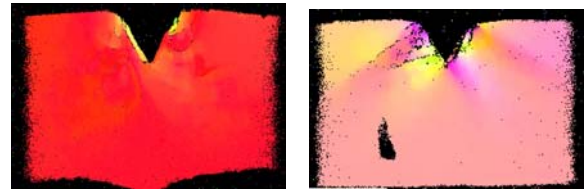
図10に各工具方向についてEBSPで測定したTD方向の結晶方位分布を示す。結晶方位は右図の逆極点図の基準三角形の色で示される。これより押し込み痕周辺の結晶方位が変化しており、押し込み加工により結晶が回転したことが判る。

5. 結晶回転の分析

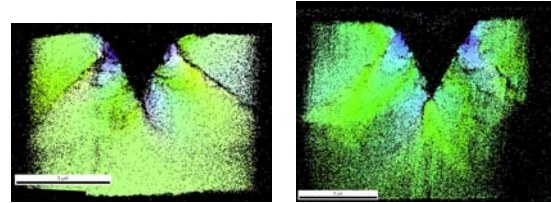
しかし図10のような結晶方位表示では具体的な結晶の回転量が不明瞭である。そこで以下の方法で結晶回転量を計算した。

試験片の加工前の結晶方位テンソルを R_0 、測定点の結晶方位テンソルを R とする。 R はEBSP分析から得られる各測定点のオイラー角のデータより求める。すると R_0 と R には以下の関係式が成り立つ。

$$R = \left\{ I + Wdt + \frac{1}{2!} (Wdt)^2 + \frac{1}{3!} (Wdt)^3 \wedge \frac{1}{n!} (Wdt)^n \right\} R_0 \quad \dots (1)$$



(a) 工具方向 0° (b) 工具方向 15°



(c) 工具方向 30° (d) 工具方向 45°

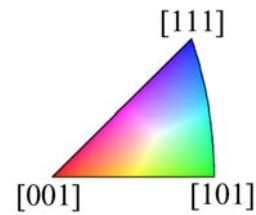


図10 EBSD測定例および基準三角形

ここで W は R_0 から R へのスピントensorであり、角速度ベクトル ω の成分($\omega_1, \omega_2, \omega_3$)を用いて以下のように表される。

$$W = \begin{bmatrix} 0 & -\omega_3 & \omega_2 \\ \omega_3 & 0 & -\omega_1 \\ -\omega_2 & \omega_1 & 0 \end{bmatrix} \quad \dots (2)$$

近似次数 n は高いほど精度がよくなるが、ここでは計算時間を配慮して $n=16$ とした。 W を求めるためには R_0 と R を既知として16次のテンソル方程式を解く必要があるが、ここでは $\omega_1, \omega_2, \omega_3$ を未知数として最適化手法(シプレックス法)を適用して求めた。なお計算上は W と dt は分離不可能であり、実際には wdt の成分が求まる。角速度ベクトル ω は絶対値が回転角速度を表すので、次式で表される wdt の絶対値は結晶の回転角を表すことになる。

$$|wdt| = \sqrt{(\omega_1 dt)^2 + (\omega_2 dt)^2 + (\omega_3 dt)^2} \quad \dots (3)$$

また角速度ベクトル ω の方向は回転軸を表すので、これを見れば結晶がどの向きに回転したかが判る。しかし分析した全ての点について矢印でベクトルを三次元表示するのは困難なので、代わりに次式のパラメータを定義する。

$$\cos \theta = \frac{\omega dt \cdot \omega_{ref} dt}{|\omega dt| |\omega_{ref} dt|} \quad \dots (4)$$

ここで ω_{ref} は基準となる回転方向である。すなわち ω_{ref} と ω が同じ方向の場合 $\cos \theta = 1$ 、逆方向の場合 $\cos \theta = -1$ となり、適当な ω_{ref} を定める事により $\cos \theta$ の大きさを結晶の回転方向分布が表示できる。

図11に ωdt の絶対値の分布を示す。この図を見ると、どの結晶方向についてもほぼ対称に結晶が回転していること、また工具に接触する部分で最も大きな回転が生じていることが判る。工具方向が 0° の場合、結晶が回転した領域は押し込み痕近傍に限られており塑性変形の影響域が小さい。それに対して工具方向角が大きくなるに従い結晶回転が生じた領域は押し込み痕の左右および下部に広がり、広範に塑性変形が生じたことが判る。さらに結晶回転領域は工具上部に接触する左右の部分、工具先端の下に広がる部分、材料表面近くで工具から離れた左右の部分の三領域に分けられることが判る。このような変形様式の違いが、図8で示した加工痕深さの違いとなって現れたものと考えられる。

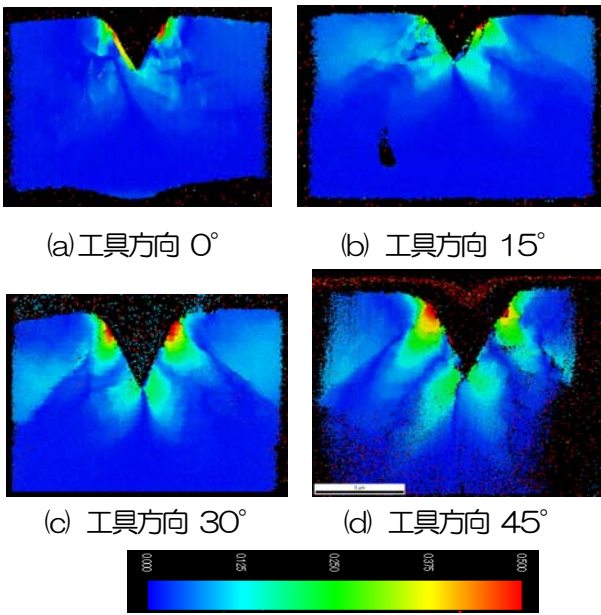


図11 結晶回転角の分布

図12に式(4)で定義した $\cos \theta$ の分布を示す。この図を見ると押し込み痕を中心に回転方向分布が反対称になっており、左右で逆方向に回転していることが判る。これは工具方向に対して結晶が反対称となっているため、その端面で観察した結晶方位も反対称になったものと考えられる。また工具方向が 0° の場合には結晶回転分布は工具に接触する領域とそこから離れた部分に大きく分けられるのに対して、工具方向が 15° 、 30° 、 45° では細かく領域が分かれることが判る。

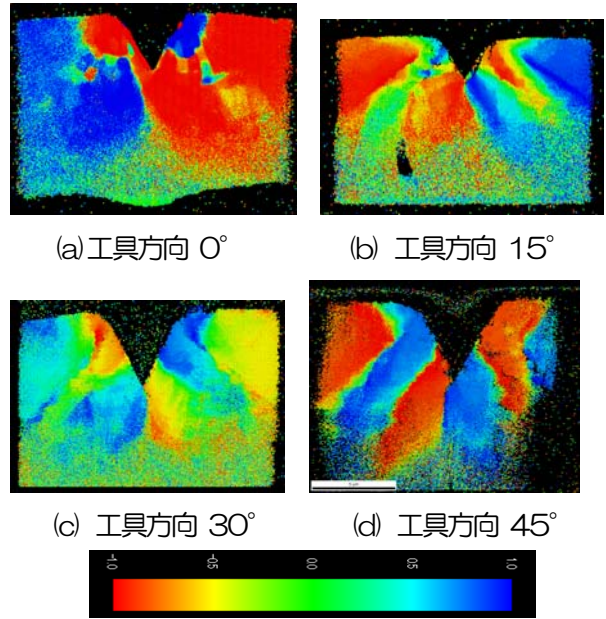


図12 回転軸の方向の分布

6. まとめ

- 1) 超微細塑性加工実験装置を用い単結晶純銅の試験片に対してナイフエッジ工具の微細押し込み加工実験を行った。
- 2) 押し込み荷重と押し込み痕深さの関係をFIBを用いて求めた。その結果工具方向が(100)方向に平行な場合が最も押し込み痕が浅く、 45° 方向の場合が最も押し込み痕が深くなることが判った。
- 3) EBSP分析により押し込み痕断面の結晶方位分布を求めた。さらに結晶回転を求め、回転方向、回転角の大きさの分布を求めた。
- 4) 押し込み痕の側面で工具に接触する部分に結晶回転がもっとも大きい部分が生じることが判った。また工具方向が 0° の場合、結晶回転分布は工具近傍に限られ、それに対して 45° 方向では押し込み痕の下に広がることを判った。
- 5) 結晶回転の方向は押し込み痕の左右で反対称になることが判った。

謝 辞

本研究に助成いただきました天田金属加工機械技術振興財団に篤く御礼申し上げます。