

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 AF-2000015)

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、電子デバイスの高機能化やマイクロマシンの開発のため、シリコンプロセスに代表されるような微細加工技術の重要性が高まっている。ところがシリコンプロセスでは、形状が平面構造に限られる、素材の寸法が限られている、設備や製造のコストが高いなどの制約があり、その実用的な応用範囲は限られている。

もし任意の材料に塑性加工による微細加工が可能になれば、電子デバイス製造におけるコスト削減だけでなく、より複雑な微細機構・微細部品の開発や材料機能の開発が可能になると期待できる。

そこで本研究では種々の材料について微細塑性加工特性を検討し、ナノフォーミング技術の可能性を検討することを目的としている。さらにナノフォーミングを施した材料の特性、特に表面特性の変化を調べ、材料開発への応用の可能性を検討する。

なお本研究の当初の研究目的は金属材料の加工のみに限っていたが、実験を進めるうちに非金属材料についても微細塑性加工が可能であることが判った。そこで本報告では本研究の対象を広げ、種々の硬脆材料に関して試験を行った結果を報告する。

2. 実験装置および実験方法

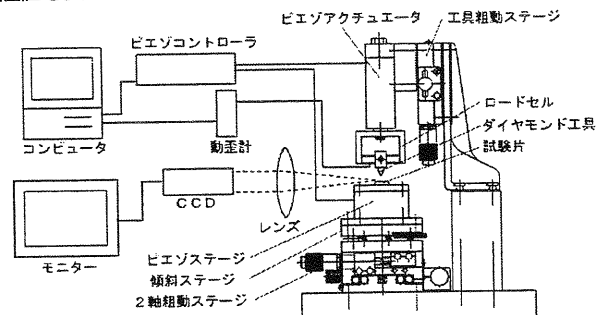
微細塑性加工実験を行うために図1のような押し込み実験装置を作成した。本装置は piezoアクチュエータにてダイヤモンド工具を試験片に押し付けることにより微細加工を施すものであり、押し込み荷重、試験片の位置がコンピュータにより自動的にコントロールできる構造となっている。また工具先端を観察し押し込み状況をモニターするために拡大レンズを介して CCDカメラにてオンラインで撮影し、モニターに表示できるようにした。

図2に工具の押し付け荷重を測定するために作成したロードセルを示す。写真の上部がアクチュエータに固定され、中央部に工具を固定する。並行バネ構造になっており、ひずみゲージにてバネのたわみを検出し、荷重を測定する。並行バネ構造にすることにより、工具の横剛性が高くなかつ縦方向の荷重については感度の良い荷重計となった。

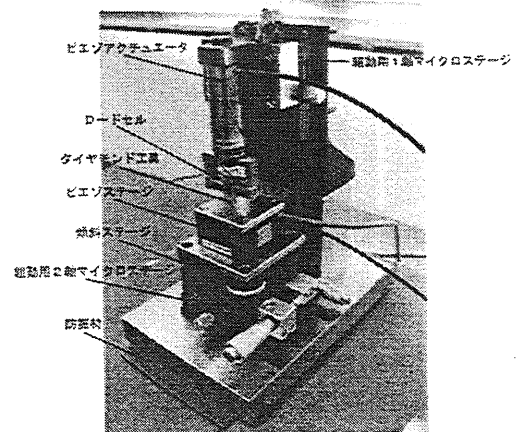
図3に作成したダイヤモンド工具を示す。工具の幅は0.6mm 先端角60度の鑿状をしている。左の写真はSEM写真で先端部は曲率半径10nm以下の鋭さとなっている。

実験では本装置を用いて図4に示すように試験片に対して押し込み加工と試験片の横送りを繰り返して行なった。押し込み荷重は0.01~5N、送り間隔は0.1~80 μ mの範囲で設定可能であった。このように平行な圧痕を多数つけるのは後の顕微鏡観察を容易にするためである。加工実験後、試験片の加工状況をSEM、AFM、FIB等で観察し、また加工による材料の結晶構造の変化をレーザーラマン分光器で測定した。

試験片にはソーダガラス、石英ガラス、水晶、単結晶シリコン、単結晶純銅を用いた。前者の2つは厚さ1mmの板ガラスとして購入したものであり、水晶とシリコンはウェーファーとして購入したものである。水晶ウェーファーはST-cutと呼ばれる面方位に切り出したものであり、厚さ0.5mmで表面は鏡面に仕上げである。シリコンウェーファーは<100>面の方位に切り出したものであり、同様に厚さ0.5mmで鏡面仕上げとなっている。単結晶純銅はインゴットとして購入し、ワイヤーカット放電加工機で厚さ1mmにスライスし、ひずみ取り焼鈍後、表面を化学研磨、電解研磨にて鏡面状に仕上げたものである。これらの試験片の物性値を表1に示す。



(a) 構造図



(b) 装置の写真

図1 微細押し込み加工実験装置

3. 純銅の押し込み加工実験

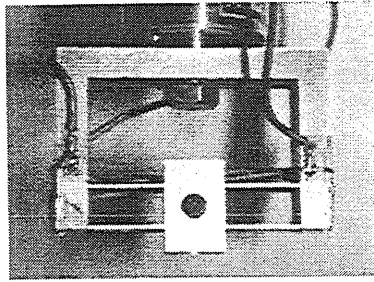


図2 製作したロードセル

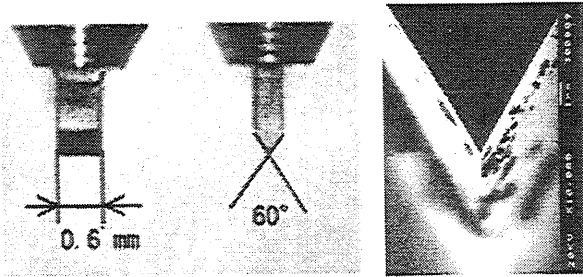


図3 押し込み工具（単結晶ダイヤモンド工具）

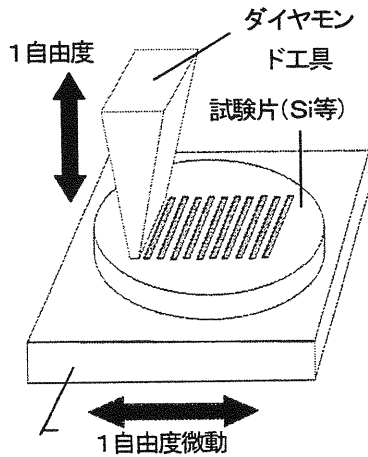


図4 微細押し込み加工実験方法

表1 試験片の材料物性値

	ソーダガラス	石英ガラス	水晶	シリコン	純銅
化学成分	SiO ₂ , Na ₂ O, CaO, res	SiO ₂	SiO ₂	Si	Cu
結晶構造	Amorphous	Amorphous	Trigonal	Diamond	FCC
試験した結晶面方位	----	----	ST-cut面	(100)面	(100)面
ビッカース硬度 Hv (Kg/mm ²)*	587	1331	1156	724	
破壊靭性値* K _{IC} (MNm ^{-3/2})	0.705	1.175	1.110	0.804	----
破壊靭性値 K _{IC} (MNm ^{-3/2})	0.75 ¹⁹⁾	3 ¹⁹⁾	0.75~1.55 ¹⁹⁾	0.82~1.19 ¹⁷⁾	----
熱膨張率 α (10 ⁻⁷ /°C)	94 ²⁰⁾	5.4 ²⁰⁾	6.8~12.2 ²¹⁾	2.6 ²¹⁾	16.5
密度 ρ (g/cm ³)	2.5 ²⁰⁾	2.2 ²⁰⁾	2.65 ²⁰⁾	2.34 ²¹⁾	8.93
ヤング率 E (GPa)	68.6 ²⁰⁾	76.2 ²⁰⁾	78.3 ²²⁾	129.9 ²²⁾	128.9
ポアソン比 ν	0.22 ²⁰⁾	0.14 ²⁰⁾	0.14 ²²⁾	0.273 ²²⁾	0.343

* Experimental value

3.1 微細加工形状

図5に単結晶純銅に押し込み加工した部分のSEM写真を示す。押し込み荷重は0.5Nで、結晶の<100>方位に平行に工具を押し込んだ。この図より4μm間隔で幅約1μmの押し込み痕が等間隔に作成されていることが判る。押し込み幅もほぼ一定であることより、工具が試験片に対して垂直に押し込まれている。これより試作した実験装置ではほぼ十分な精度の押し込み実験が可能であることが判る。

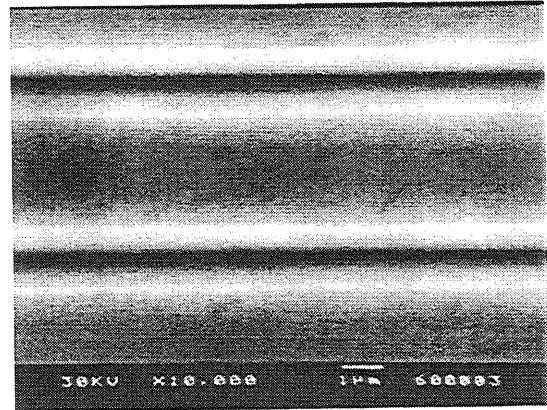
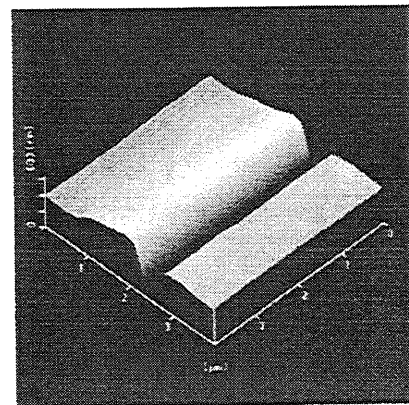
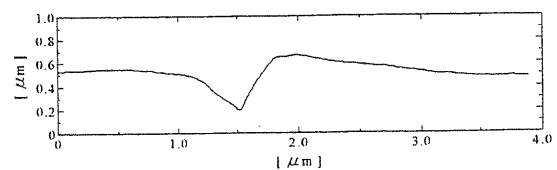


図5 単結晶純銅の押し込み加工痕のSEM写真

図6(a)にAFMにより測定した表面形状、(b)にその断面形状を示す。この図より純銅は滑らかに変形しており、また工具先端まで鋭く加工されていることが判る。加工深さは約0.3μm(300nm)程度であるが、加工荷重を調整すればさらに微細な加工が可能である。装置の精度の改善も必要であるが、純銅の場合10nmオーダーの加工も可能と考えられる。



(a)三次元画像 (4.0μm×4.0μm×0.6μm)



(b)断面形状

図6 AFMにより測定した純銅の微細押し込み加工痕

図7にFIB (Focused Ion Beam System)にて観察した純銅の押し込み痕断面を示す。これはGa イオンビームにより押し込み痕に垂直な面で溝を掘り、その断面を観察したものである。この図より、押し込み痕深さが $0.6\mu\text{m}$ であること、また工具形状がほぼ正確に押し込み痕に転写されていることが判る。図6の中央に見える黒い三角形部分が押し込み加工によって出来た溝であり、先端角 60° の工具形状がそのまま転写されていることが判る。AFM データでは左右非対称に変形しているように見えたが、図7を見る限り左右対称に変形していることが判る。これはAFMの走査方向の影響を受け測定誤差が生じた可能性も考えられるが、原因は不明である。AFMはFIBに比べ簡便で、微細な形状が計測できるという利点があるが、測定対象を十分考慮する必要があることが判る。

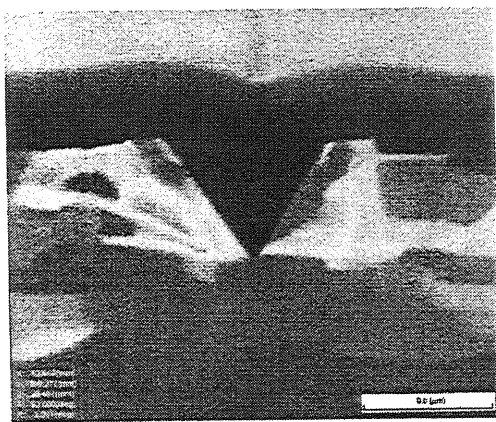


図7 FIBにより観察した純銅の微細押し込み加工痕断面

図7の断面写真の表層近くに明るさの異なる粒が見える。FIBでは結晶方位や結晶構造の違いにより明暗に差が出るという特性があり、この写真より表層部に細かい再結晶粒が生じていることが判る。これは試験片作成時に生じた再結晶粒と考えられる。押し込み痕の両脇に盛り上がりが見られるが、左右の盛り上がり形状が異なっている。また盛り上がり部の上面は平らになっており、部分的に段差が見られ、不均一な変形が生じていることが判る。この原因は表層の多結晶の異方性によるものと考えられる。すなわち個々の結晶は固有のすべり系を有しており、結晶方位によって変形しやすい方向が異なる。本実験では試験片表層部が多結晶になっていたため、それぞれの結晶の方位の影響を受け不均一な変形が生じたものと考えられる。純銅のサブミクロンオーダーの微細加工技術を検討するには、試験片の作成方法が重要な課題であることが判る。今後の検討課題としたい。

4. 硬脆材料の微細押し込み加工

4.1 硬脆材料の延性モード加工

図8にソーダガラス、石英ガラス、水晶、シリコンウェーファに押し込み加工した加工痕のSEM写真を示す。押し込み条件はそれぞれ異なっている。(a)のソーダガラスでは滑らかな塑性

変形が生じており、微細加工において延性変形能を示すことが確認できる。他の材料については部分的に割れが生じているものの、延性的な変形を生じている部分も多く見られ、加工条件によっては延性モード加工が可能と考えられる。

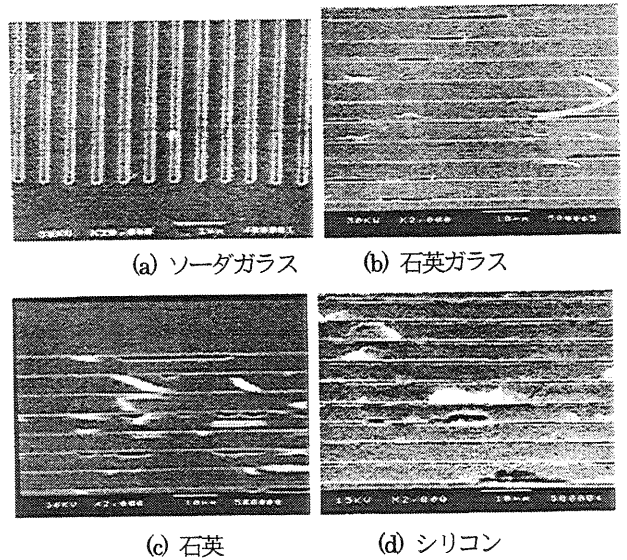


図8 各種硬脆材料の押し込み痕のSEM写真

図9に加工痕の亀裂の生じていない部分のAFM像を示す。色の暗い部分が低い部分、明るい部分が高い部分である。また図10にそれぞれの断面形状を示す。キャプションの数値は押し込み荷重である。これら図を見ると加工痕の亀裂の生じていない部分では延性的に変形し、溝形状に塑性加工されていることが判る。

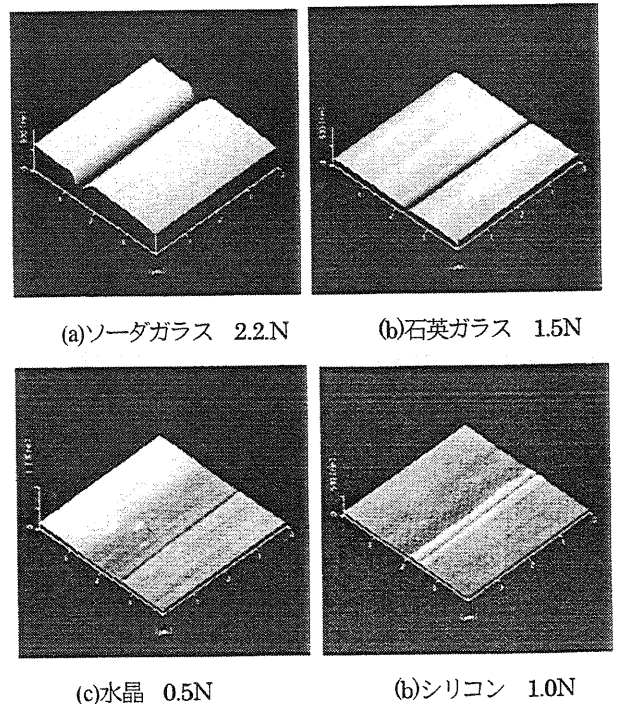
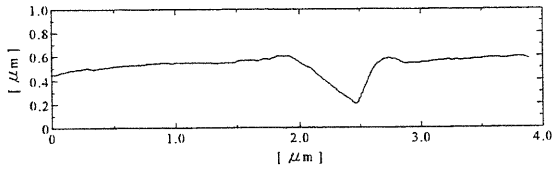
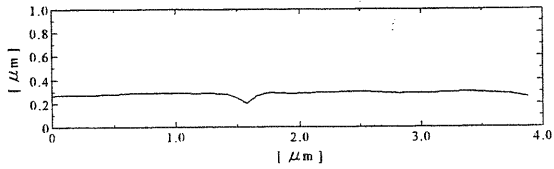


図9 AFMにより観察した押し込み加工痕の三次元画像

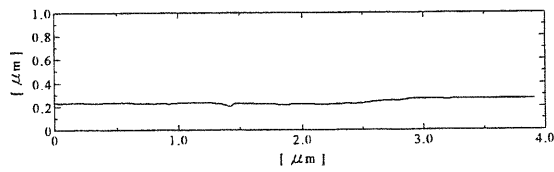
($4.0\mu\text{m} \times 4.0\mu\text{m} \times 0.6\mu\text{m}$)



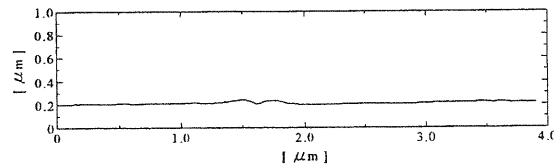
(a)ソーダガラス 2.2N



(b)石英ガラス 1.5N



(c)水晶 0.5N



(b)シリコン 1.0N

図 10 AFM により観察した押込加工痕の断面

図 1 1 に押込荷重と押込深さの関係を示す。白印は殆ど割れが発生しなかったもので、黒印は加工痕に割れが発生したものである。これよりソーダガラスがもっとも割れにくく、300nm 以上の押し込み加工が可能であることが判る。また石英ガラス、シリコンはガラスより割れ易いが、非常に小さな押し込み加工ならば割れが発生していない。水晶では本実験の範囲では必ず割れが発生し、非常に加工しにくいことが判った。

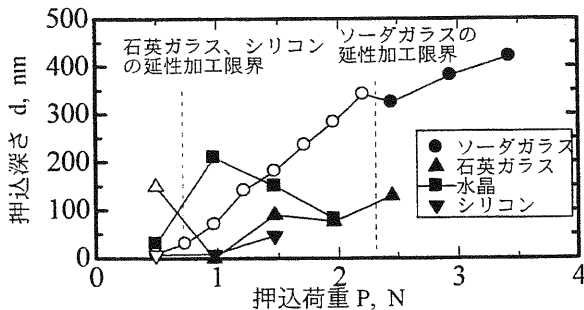


図 1 1 押込荷重と押込深さの関係

4.2 硬脆材料の加工変質層

硬脆材料の加工変質層を確認するためにレーザーラマン分光器による分析を行った。図 1 2 に測定したラマンスペクトル強度を示す。レーザービーム径 $1\mu\text{m}$ で、加工痕および未加工部を測

定した結果である。この図よりソーダガラス、石英ガラスでは鋭いピークは見られずなだらかな分布になっていること、加工痕と未加工部でスペクトル強度に多少の差はあるが、分布形状には殆ど差が見られないことが判る。ガラスはもともと結晶構造がアモルファスであり、原子間結合エネルギーに特定のピークを持たないことが知られており、図 1 2 のラマンスペクトルにピークが見られないのはそのような結晶構造の特性を反映したものと考えられる。加工によってラマンスペクトルにほとんど差が生じていない理由として

- ①加工痕がレーザーのビーム径 ($1\mu\text{m}$) より非常に小さく、実質的な加工痕からのラマン光が少なかった。
- ②脆性的な破壊が多く、加工変質層が殆ど形成されなかった。
- ③塑性変形を受けてもアモルファスとしての結晶構造に殆ど変化は生じなかった。

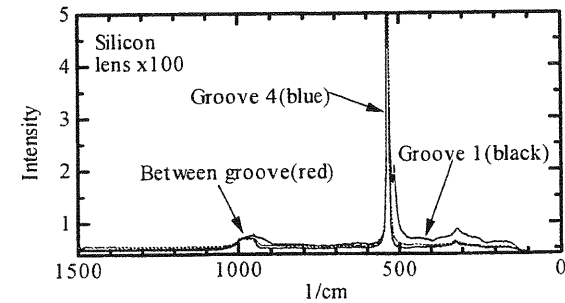
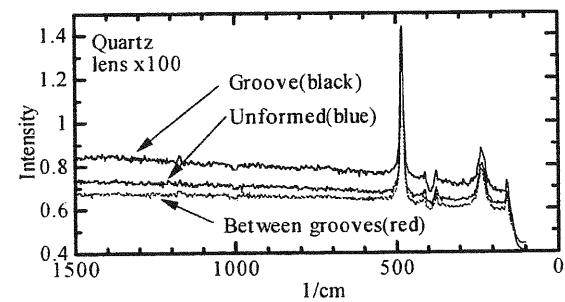
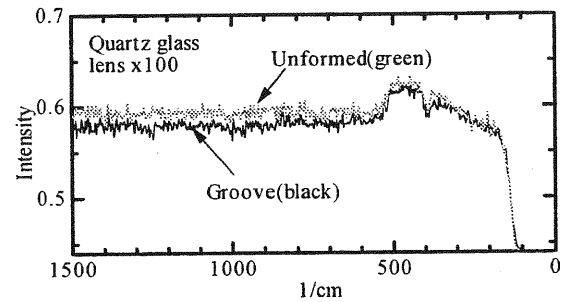
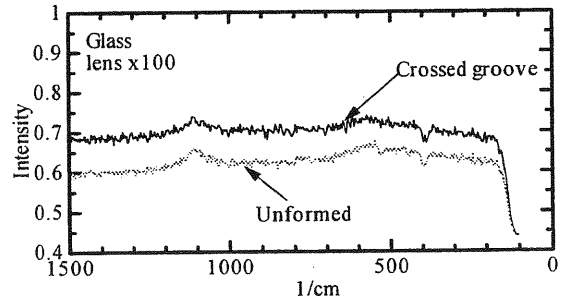


図 1 2 加工した試験片のラマンスペクトル分布

が考えられる。

水晶とシリコンについては規則的な結晶構造を有する材料の特徴であるいくつかの鋭いピークが見られる。水晶では加工部と未加工部で殆ど差が見られないが、シリコンではスペクトル分布の形状に僅かな違いが見られる。基本的には上記の①②の要因が影響しているため差が明白でなかったと考えられるが、シリコンでは塑性変形による結晶構造の乱れが生じ、僅かにスペクトル分布の変化が生じたものと考えられる。

現状ではこれより高精度の測定は不可能で原因は特定できないが、これらの材料の機能性材料としての利用を目的とするならば加工変質層の存在は重大な問題であり、今後さらなる検討が必要である。

5. まとめ

- 1) 微細塑性加工実験のための押し込み加工実験装置を開発した。本装置を用い単結晶純銅の微細押し込み加工実験を行い、ナノメートルオーダーの押し込み加工が可能であることを確認した。
- 2) ソーダガラス、石英ガラス、水晶、シリコンの各種硬脆材料について微細押し込み加工実験を行った。硬脆材料であっても微細領域では延性的な変形が可能であり、割れの生じない微細塑性加工が可能であった。特にソーダガラスでは大きな塑性変形が可能で深さ 300nm まで押し込み加工できた。

3) 硬脆材料の押し込み加工痕の加工変質層をレーザーラマン分光器にて分析した。シリコンについては僅かではあるがラマンスペクトルの変化が見られ、塑性変形による結晶構造の変化が生じたものと考えられる。ガラス、石英ガラスについては変化が見られなかったことより、アモルファス構造では塑性変形による結晶構造の変化は生じなかったと考えられる。今後より精度の高い計測方法の開発が必要である。

謝 辞

本研究は当初の研究目的から研究対象を拡張し、硬脆材料を含めた微細塑性加工技術を検討した。未解明な課題も多く残されたが、本研究助成により塑性加工における全く新しい技術の可能性を示すことが出来、今後の新技術への発展が期待できる。天田金属加工機械技術振興財団に御礼申し上げます。