

動的超塑性制御マイクロ加工法の開発

群馬大学 工学部 機械システム工学科

助教授 早乙女康典

(昭和63年度研究開発助成 AF-88021)

1. 緒言

近年、電子部品の高性能・高機能化に伴って、微小かつ複雑形状部品の複合化が進んでいる。更に現在、マイクロマシンあるいはMEMS (Micro Electro Mechanical System) などの概念が提案されている¹⁾。こうしたマイクロ加工を実現する方法として、超塑性現象を利用した加工は、低応力下で大きな変形が得られること、ミクロなじみに優れていることなどの点で極めて有望である²⁾。しかしながら、上述のようなマイクロ加工に関する研究は少なく^{3,4)}、また、いずれも微細結晶粒超塑性を対象としている。他方、変態に伴う動的超塑性を利用した超塑性切削加工においては工具刃先の微細な凹凸形状が切削面に転写され⁵⁾、精密マイクロ加工の可能性が示唆されている。そこで、本研究では、動的超塑性の微細成形特性を調べ、巨視的変形特性に加えて、多結晶粒オージェの準巨視的位相⁶⁾におけるマイクロ変形挙動を明らかにし、動的超塑性制御マイクロ加工法の開発の基礎とした。

2. 実験方法

2.1 試作圧縮動的超塑性試験機

実験に供した圧縮動的超塑性試験機の概略をFig. 1に示す。本装置は、試片の加熱冷却装置、圧縮定荷重負荷装置、温度、ひずみの連続記録装置から構成されている。

試片の加熱は、200kHz、15kWの高周波誘導加熱装置に

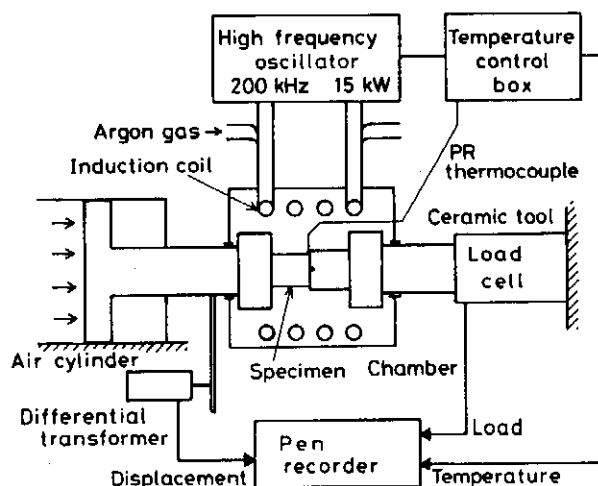


Fig. 1 Schematic diagram of test apparatus

よって行い、その出力を可変することにより、0~150K/sに至る間の、任意の加熱速度を得ることができる。また、冷却は、強制空冷又は放冷とした。その際、試片中央又はV溝工具との接触面近傍に点溶接された0.3mmφ PR熱電対の熱起電力をペンレコーダ上に自記せしめると共に温度制御装置にフィードバックすることにより、所定の加熱上限温度、下限温度の繰り返し温度サイクル、あるいは恒温保持サイクルを得ることができる。

圧縮荷重は、空気圧にて作動する容量10kNの定荷重負荷装置により試片に負荷される。圧縮試験に際しては、圧縮用ラム間に、センタ合わせ治具を介して一軸圧縮性を保ち、また試片、V溝工具の両端面にはセラミック工具を設けた。また、作用荷重は、固定端のロードセルにより検出される。

温度サイクル中の圧縮ひずみは、軸方向差動トランスにより検出し、温度、作用荷重とともに連続記録した。供試材は市販純鉄で、その化学成分をTable 1に示す。また、圧縮試験、並びに微細成形性評価試験には、Fig. 2 (a)に示す円柱試片を、また格子ひずみ解析にはFig. 2 (b)の角柱試片を用いた。

2.2 微細成形性評価システム

本研究においては、微細成形性を評価するための方法として、Fig. 2 (c)に示すような深さ1mm、底角30、60、および90度の微小V溝への流入挙動、特にV溝近傍の局部的変形挙動を解析した。すなわち、まずFig. 2 (a)に示す短

Table 1 Chemical composition (wt%)

	C	Si	Mn	P	S
Pure iron	0.012	0.21	0.07	0.009	0.012

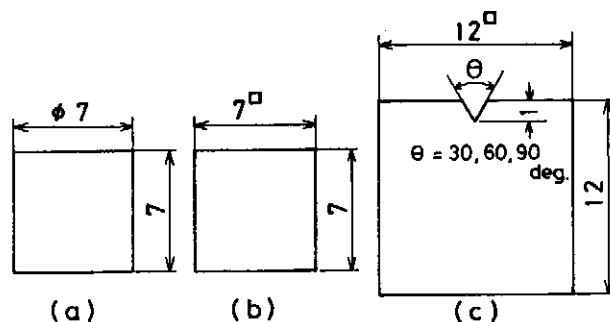


Fig. 2 Configurations of (a,b) specimens and (c) V-grooved tool

柱試片の成形面を、エメリーペーパー、バフ研磨仕上げ後、脱脂して、Fig. 3に示すように、V溝付き工具 (Fig. 2 (c)) に押し付け、圧縮定荷重下で変態点を上下する温度サイクル (変態超塑性サイクル) を負荷して成形性試験を行った。試験後、その断面を切断して観察し、光学顕微鏡写真撮影を行った。このV溝近傍の断面写真 (Fig. 6) をもとに、V溝へ流入した部分の断面積とV溝面積の比率 R_f (%) を画像処理により調べることによって、成形性を評価した。また、V溝への流入挙動の準巨視的変形特性を明らかにするため、50 μ m 間隔の耐熱格子パターンをフォトエッチング法により角柱試片の側面に作成し、同様の成形性試験を行い、格子ひずみ解析を行ってV溝近傍の変形挙動を調べた。なお、成形性試験は空気中で行ったが、格子ひずみ解析実験の場合には、酸化により格子像が不鮮明となることを防

ぐため、アルゴン雰囲気中にて試験を行った。

3. 実験結果ならびに考察

3.1 純鉄の圧縮動的超塑性変形特性

微細成形性試験にさきだち、円柱試片に動的超塑性サイクルを負荷し、圧縮荷重下の変形特性を明らかにした。Fig. 4に、試験結果の生データを示す。横軸時間に対して、温度曲線上の屈曲点は、高周波誘導加熱方式に特有な A_2 磁気変態点、 A_{c3} 加熱変態点、加熱上限温度 T_{max} 、及び冷却過程での A_{r3} 変態点である。作用荷重曲線は、試片の加熱開始と共に熱膨張によって僅かに立ち上がるが、約1050Kに達すると以後は定荷重負荷試験特性を示している。Fig. 4に示されたひずみ-時間曲線を温度に対するひずみ、及びひずみ速度に整理すると、Fig. 5に示されるように、特徴的な挙動が現れる。すなわち、急速加熱下の発生ひずみ域を、I、II、IIIと分けることができる。Iはフェライト α 相域での

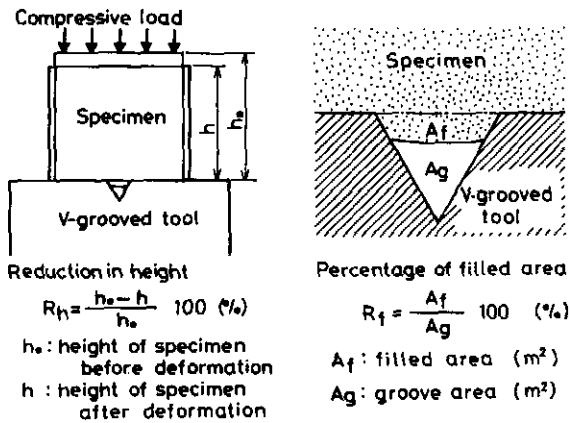


Fig. 3 Evaluation system of micro-formability

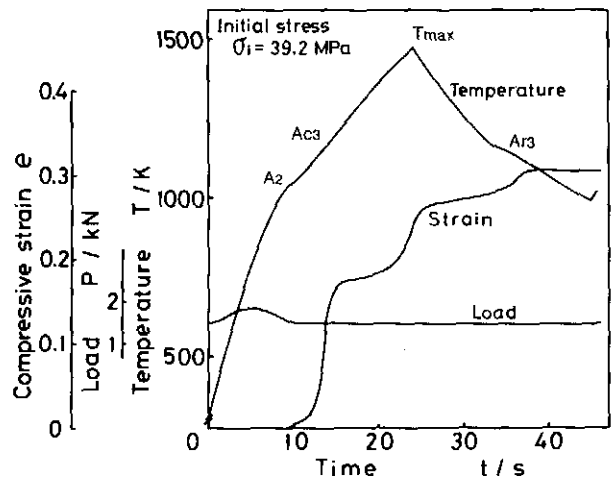


Fig. 4 Typical curves of temperature, load and strain-time under-compression in pure iron

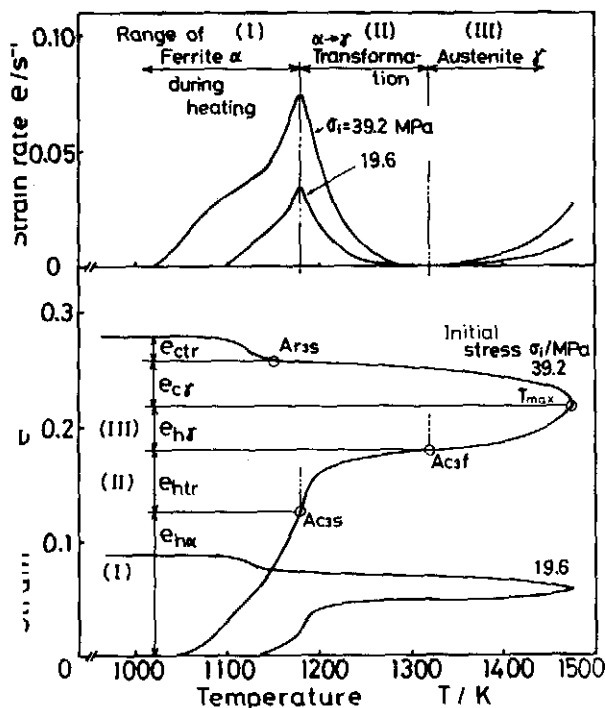


Fig. 5 Induced strain and strain rate-temperature curves under compressive stresses in pure iron. Heating rate = 50K/s

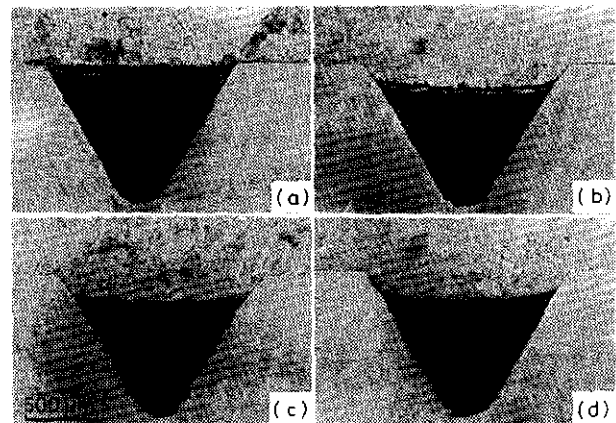


Fig. 6 Rapidly heated to various T_{max} and rapidly cooled specimens in the vicinity of V-grooved tool. Maximum temperature T_{max} = (a) 1070, (b) 1190, (c) 1320, (d) 1470K

ひずみ、Ⅲはオーステナイト γ 相域でのひずみであり、Ⅱは急速加熱下の Ac_3 変態開始 (Ac_{3s})、終了 (Ac_3) 温度区間に対応して発生する変態超塑性ひずみ成分である。低荷重下では、サイクル終了時のひずみ量の大部分が領域Ⅱの変態超塑性ひずみ成分によるものであるが、高荷重下では、領域Ⅰのひずみ発生が顕著になり、変態超塑性ひずみ成分を上回っている⁷⁾。この領域Ⅰのひずみは、初期応力 $\sigma_i = 39\text{MPa}$ の場合、1050K付近より高温変形が開始し、この高温変形に続いて1150K付近より動的回復が開始する。この α 相域では動的回復現象が生起することが知られているが、 Ac_{3s} 点直下では微細粒組織の発達が観察され、この微細組織を呑み込むように Ac_3 変態が進行する。こうした α 域における変形挙動においては、超塑性の示式における m 値が $m = 0.5$ を示す。したがって、以上の変形挙動は、回復、再結晶に伴って生じた動的超塑性であるといえる。同様の挙動は、純アルミニウム⁸⁾、及び α 黄銅⁹⁾においても報告されている。すなわち、低応力下では変態に伴う動的超塑性成分が、高応力下では α 相域での回復・再結晶に伴う動的超塑性が支配的となる。

3.2 成形性に及ぼす加熱上限温度の影響

圧縮試験機にV溝工具と短柱試片を設置し、定荷重下でFig. 4と同様の急速加熱冷却温度サイクルを负荷した。すなわち、Fig. 4の加熱曲線を基準として、その加熱曲線上の各温度まで急速加熱し、強制冷却する温度サイクルを负荷した。サイクル終了後、成形試片の横断面を光学顕微鏡写真撮影すると共にV溝への純鉄の流入状況を観察し、Fig. 6に示した。また、これより流入率 R_f を求めて、Fig. 7に示した。Fig. 7は、微細成形性に及ぼす加熱上限温度 T_{max} の影響を表している。初期圧縮応力 $\sigma_i = 19.6\text{MPa}$ の場合、V溝への流入現象は、1100K付近より見られるが、前節に明らかにされたように、 Ac_3 変態開始温度、すなわち1180K付近より流入率は急激に増大している。すなわち、変態に伴う動的超塑性が生起すると、V溝への流入が加速される。更に、加熱上限温度が1400K以上になると R_f 、 R_h 、共に再び立ち上がっている。これは、前節での変形領域Ⅲでの挙動に対応するものであって、1470Kまで加熱した場合の巨視的変形では、 R_h が1300Kまでの変形量にほぼ等しい大きな変形を呈しているのに対し、 R_f では1300Kまでの R_f のおよそ半分であり、巨視的変形に相当する微細変形が生じなかったことを示している。以上のことから、微小V溝への変形挙動(微細成形)は、円柱試片の高さ変化(巨視的変形)と必ずしも対応しないこと、変態に伴う動的超塑性によっては良好な微細成形が得られることが明らかになった。

3.3 成形応力、繰り返しサイクル数の影響

加熱温度 $T_{max} = 1470\text{K}$ 一定条件下で初期負荷応力 σ_i を変化させ、同様の実験を行った。その際、工具のV溝角 θ を30、60、90°の3種類とした。一例として $\theta = 30、90^\circ$ の場合の光学顕微鏡写真をFig. 8に示した。これより R_f を測定して、 R_h と共にFig. 9に示した。 $\sigma_i = 30\text{MPa}$ 以下の低応力域では作用応力と流入率がほぼ比例しているが、そ

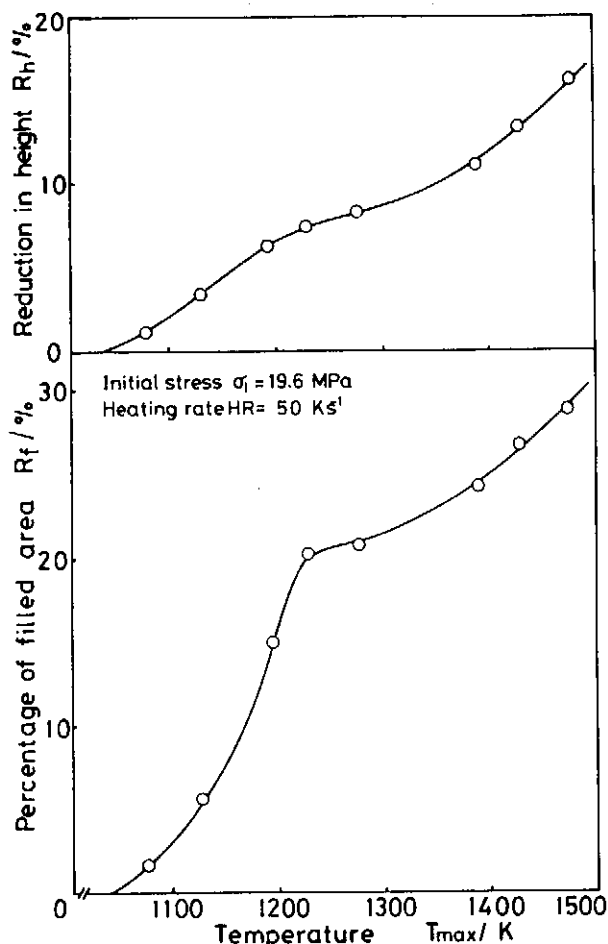


Fig. 7 Effect of T_{max} on R_f and R_h .

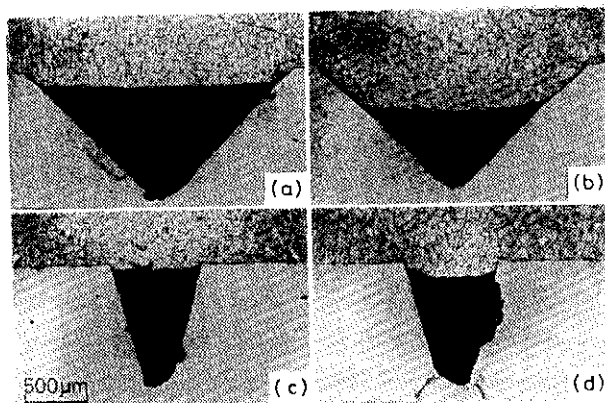


Fig. 8 Cross section of specimens after transformation superplastic cycles under various stresses σ_i of (a) 9.8, (b) 19.8, (c) 19.8, (d) 39.2 MPa.

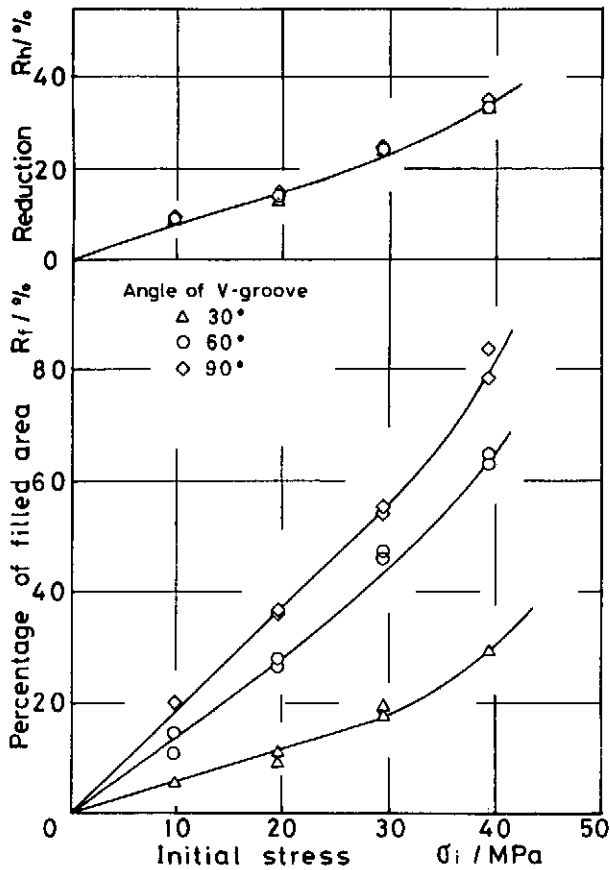


Fig. 9 Effect of applied stresses σ_i on R_f and R_h .

れ以上の応力下では、流入率 R_f が急激に増加しており、これは圧縮高さ変化 R_h にも現れている。応力と発生ひずみに関する同様の現象は、引張¹⁰⁾時にも見いだされており、変曲点の応力を、変態に伴う動的超塑性の臨界応力 σ_c と呼んでいる。 σ_c 以上の大きな応力下では、フェライト域における動的超塑性変形成分が変態超塑性成分に加えられるため大きな変形が生じると考えられる。

さて、 $T_{max} = 1470\text{ K}$ 、 $T_{min} = 970\text{ K}$ の超塑性サイクル(所要時間48s/cycle)を繰り返し与えると、Fig. 10 (a, b)に見られるように変形が進行する。これを繰り返しサイクル数に対して示すとFig. 11のようになり、流入率 R_f が増加してV溝への流入が進行することがわかる。しかし、繰り返しサイクルによっては、 R_f は直線的に増加しない。この理由のひとつは、定荷重負荷条件下では、圧縮変形の進展に伴い、真応力が低下するため、サイクル当りの変形量が徐々に減少するためと考えられる。

3. 4 圧縮塑性変形、高温クリープ、動的超塑性の巨視的変形特性と微細成形特性

前節で明らかになったように、動的超塑性サイクルを繰り返し負荷することにより、V溝への流入が進行する。この進行を、クリープ変形条件下での挙動と比較するため、超

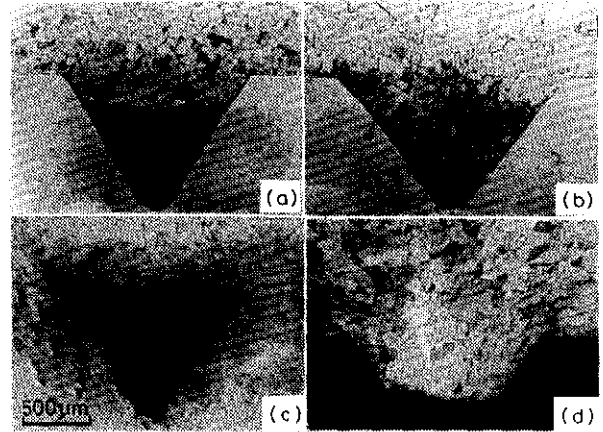


Fig. 10 Inflow area of specimens after superplastic cycles of (a) 5, (b) 10, and after (c) creep deformation for 480 s at 1470 K, and after (d) plastic deformation at a room temperature under a true stress of 510 MPa.

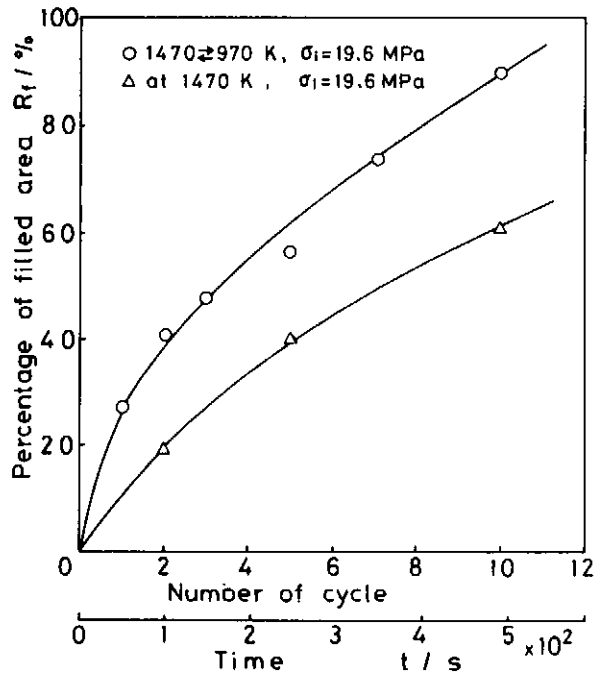


Fig. 11 Increases of R_f by repeated cycles of transformation superplasticity and by a holding time of creep deformation at 1470 K.

塑性サイクルの進行に相当する時間だけ温度 $T_{max} = 1470\text{ K}$ 一定、かつ同一荷重条件下でクリープ変形させ (Fig. 10 (c))、同様の流入率 R_f を計測して、Fig. 11に示した。その結果、超塑性下では、クリープ変形に比べて、約1/2の所要時間で成形過程が進行することが明らかとなり、超塑性の微細成形特性が優れていることが明らかとなった。

そこで次に、Fig. 11の実験における圧縮高さ変化 R_h と流入率 R_f との関係をFig. 12に示した。また比較のため、室温下でV溝工具との圧縮試験を行い (Fig. 10 (d))、同様に流入率を計測して、そのときの真応力 σ_{max} と共にFig.

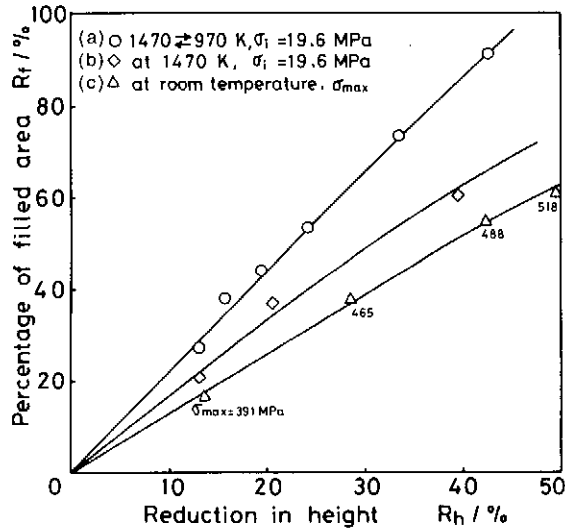


Fig. 12 Comparison of R_f on the basis of R_h under various condition of (a) superplastic cycle, (b) creep, and (c) plastic deformation at a room temperature.

12に示した。これより、まず、同一圧縮高さ変化 R_h に対しては、超塑性変形、クリープ変形、室温下の塑性変形の場合の順になっており、このことから、超塑性変形では、局所的変形特性、すなわちマイクロなじみに優れた変形特性をしていることが明らかである。次に、超塑性サイクル下の流入特性について詳細に検討すると、圧縮高さ変化 $R_h = 20\%$ 付近に変曲点があり、それ以上の R_h に対しては、その傾きがやや小さくなり、流入効率 η ($\eta = R_f/R_h$) が低下することがわかる。このひずみ値 R_h は、3.3節 (Fig. 9) に述べた臨界応力 σ_c 下でのサイクル当りのひずみ量に対応していることから、超塑性サイクル下であっても、負荷応力が大きく、ひずみ速度感受性指数 m 値の低下と共に、その挙動がクリープに近似したものとなる条件下¹¹⁾では、流入効率が低下するものと考えられる。以上の、同じ圧縮高さ変化 R_h に対して流入率 R_f が異なる現象は、それぞれの変形における基本的な変形機構が相違していることによるものと考えられる。そこで、Fig. 2 (b) の角柱試験片の側面に $50 \mu m$ 間隔の正方格子像をフォトエッチングにより作成し、変形過程の進行に伴う各格子点変位を追跡した。その結果を超塑性サイクル下の試片について示すとFig. 13のように描ける。この流線の方程式は、圧縮方向を Y 、板厚方向を Z とし、体積変化が無いと仮定すると、 X - Y 観察平面では、一般に $X^n Y = \text{Constant}$ と表される。そこで、Fig. 13について n 値を求めると、 $n = 2.0$ と見いだされた。これに対し、同様の実験を高温クリープ変形、室温下の塑性変形について行ったところ、クリープでは $n = 1.7$ 、室温塑性では $n = 1.3$ となり、超塑性変形と異なることがわかった。ここで、 $n = 1.0$ の場合は平面ひずみ状態、 $n = 2.0$ の場合

は、非圧縮、等方、均質変形 (ポアソン比 $\nu = 0.5$) であることを意味しており、引張変形下でも同様の結果が得られている¹⁰⁾。他方、変態超塑性変形では、示性式 $\sigma = K \epsilon^m$ において $m = 1$ となることが特徴であって、上述の n 値の結果からも変態超塑性変形が、室温下の塑性変形、クリープ変形とは異なった変形モード、すなわちニュートン粘性流動に近似したものであり、試片表面でもニュートン粘性流動が生じ、上述の良好な微細成形特性が得られと考えられる。

3.5 V溝への流入過程の準巨視的変形特性

微細成形過程では、前節の巨視的変形特性に対して、傾斜応力場での準巨視的位相、すなわち多結晶体オーダーにおける変形特性を明らかにする必要がある。そこで、 $50 \mu m$ 間隔の格子像を作成した角柱試片について、V溝工具へのなじみ性試験を行い、V溝近傍の変形を解析した。その光学顕微鏡写真をFig. 14に示した。これより、格子ひずみ解析を行って、主ひずみ分布をFig. 15 (b)、(c) にベクトル

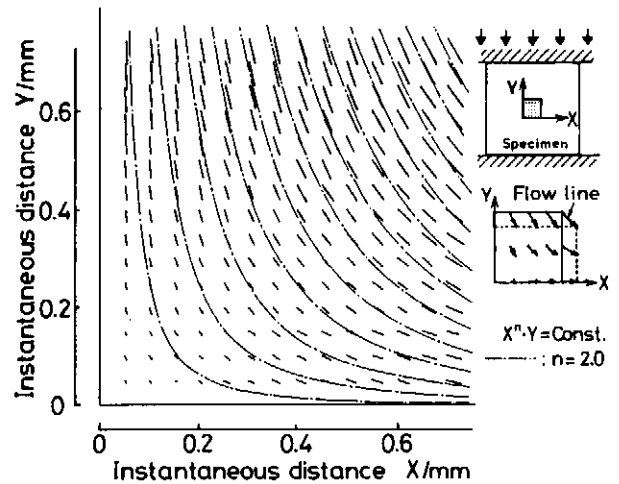


Fig. 13 Flow paths of grid points during superplastic deformation under a compressive stress of 19.8 Mpa in pure iron. 'n' is found to be 2.0 in the equation $X^n Y = \text{Const.}$

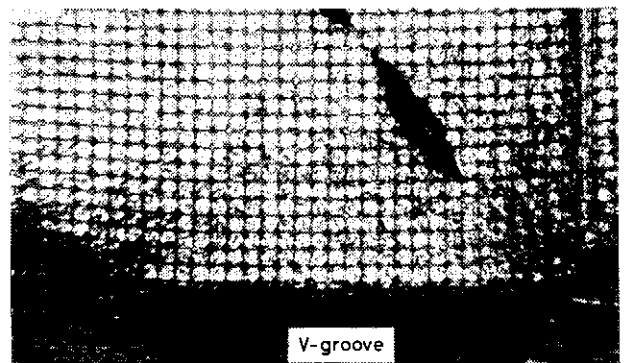


Fig. 14 Grid analysis of dynamic superplastic deformation in the vicinity of V-groove under a stress of σ_i of 19.8 MPa. Grid is 20 lines/mm in a density.

表示した。一方、有限要素法によって、V溝近傍で連続体を仮定した弾性解析を行って、その主応力分布をFig. 15 (d) に示した。その結果Fig. 15 (d) 主応力分布と、Fig. 15 (b, c) の主ひずみ分布を対照すると、Fig. 15 (c) の超塑性の場合には、主応力と主ひずみベクトルの方向とに良い一致が見られる。しかし、同図 (b) に見られる塑性変形の場合には、必ずしも良い対応を示さず、ひずみの不均一現象が現れている。これは、多結晶塑性変形特性を示したものと考えられる。すなわち、多結晶体の塑性変形では、シュミット因子に依存して、各々の結晶粒内での局所的なすべり帯の形成や粒界でのひずみの集中が生ずる。本研究における試験片の平均結晶粒径は約100 μm であり、このために、50 μm 間隔の格子ひずみ解析結果には、上述のような連続体を仮定した場合の主応力方向とのずれや、ひずみの不均一現象として現れたのであろう。また、このことがFig. 12の流入効率 $\eta = R_f/R_h$ が小さなことの原因の一つであろうと考えられる。

動的超塑性変形の場合には、ニュートン粘性流体に近似した変形をし、本実験結果からは、少なくとも50 μm スケールで、等方、均質な連続体としての取扱が可能であることが示されたことから、V溝近傍の応力分布によく対応して変形が進展し、その結果、高い流入効率 η が得られたものと考えられる。一方、前節の巨視的変形モード解析結果、あるいは、引張とねじり変形解析結果による粘弾性特性¹²⁾、あるいは、応力緩和実験¹³⁾などにより、変態超塑性変形が、基本的に塑性変形と異なり、液体的粘弾性流動で

あることが導かれている。また、準巨視的変形機構としては、変態進行界面上でのすべりや結晶粒の回転が提唱されており¹⁴⁾、変形メカニズムとしての変態進行界面に、そうした液体的粘弾性構造が存在するのであろう。

さて、供試材のAc3変態は、核発生、成長であり、作用応力場での変態界面の直接観察結果によれば、その成長は必ずしも等軸的ではなく、成長界面形状は、やや直線的になり、引張方向に対して、最大せん断応力方向に揃う傾向がみられた¹⁴⁾。したがって、準巨視的位相においては、作用応力場に依存して変態が進行し、その成長界面上で滑り変形が生じることにより超塑性変形領域が拡大し、Fig. 15に示すように、主応力方向と主ひずみの方向とが一致するであろう。すなわち以上の結果に基づけば、V溝への流入過程において、変態に伴う動的超塑性の大きな変形能に加えて、V溝近傍の複雑な応力分布によく対応して超塑性ひずみが発生するということがより重要であり、このことにより、微細成形特性に優れた特性が得られるものと考えられる¹⁵⁾。

4. 結 言

動的超塑性の微細成形加工特性を調べた。そのため、圧縮荷重下でのV溝工具への試片の流入挙動を調べ、次の結果を得た。

- (1) 動的超塑性作用因子 (加熱温度、作用荷重、繰り返しサイクル数) と発現特性によく対応してマイクロV溝工具への流入が観察された。

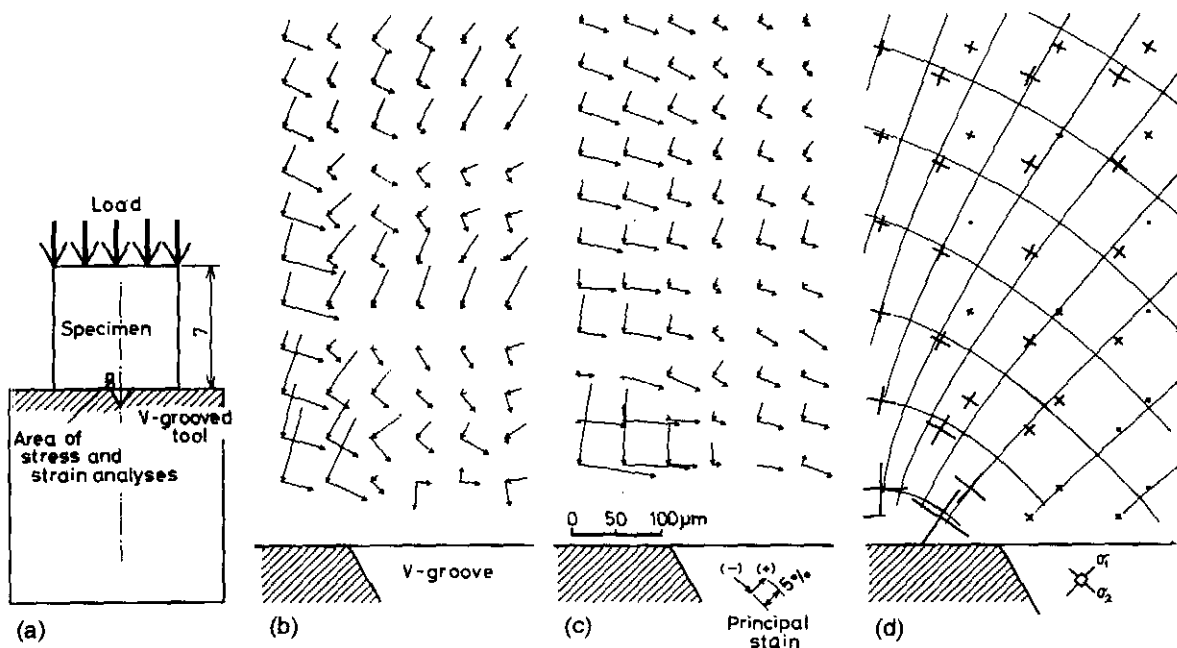


Fig. 15 Stress and strain analyses in the vicinity of V-groove. (a) problem definition, location of analysis. Distribution of principal strains in (b) plastic deformation at a room temperature, (c) dynamic superplastic deformation, and of (d) principal stresses by FEM analysis in vicinity of V-groove.

- (2) 微細成形性評価指標としてV溝への流入面積比 $\eta = R_f/R_h$ を導入すると圧縮変形量に対する微細成形性評価指標 η は、超塑性、クリープ、室温塑性変形下の順で大きく、超塑性下の加工では、高、恒温下の成形に比べて、1/2以下の時間で微細成形が可能であった。
- (3) 50 μ m基準格子による格子ひずみ解析の結果、超塑性圧縮変形下での材料は、等方、均質流動であり、ニュートン粘性流動条件を満足する。
- (4) 更に、多結晶体の変形の観点から、V溝近傍の変形挙動を格子ひずみ解析した結果、主ひずみの分布は、連続体を仮定した主応力方向とよく対応しており、これにより、良好な微細成形性が得られると考えられる。
- (5) 以上の結果より、ミクロンオーダーのマイクロ加工法としての動的超塑性制御マイクロ加工法が、極めて有効であることが明らかとなった。

謝 辞

本研究に対し、研究助成を賜った財団法人天田金属加工機械技術振興財団に対し、謝意を表します。

参考文献

- 1) 例えば特集号マイクロメカニズム：計測と制御,28 (1989),479.
- 2) 宮川：精密光学会誌,3,52 (1986),39.
- 3) T.H.Thomsen,D.L.Holt and W.A.Backofen：Metals Engineering Quarterly 2,10 (1970),1.
- 4) 木村,小林：第39回塑性加工連合講演会講演論文集 (1988),427.
- 5) 中沢,和泉：昭51春精密工講論,(1976),143
- 6) 大南,塩沢：多結晶体の強度と破壊,(1976),2,培風館
- 7) Saotome,Iguchi：Proc.23th Japan Congress on Materials Research 23 (1980),33.
- 8) 井口,浅見：軽金属,35-9 (1985),507.
- 9) 早乙女,阿部,他：平4塑性加工春期講演会論文集 (1992),123.
- 10) 井口,岡,早乙女：日本金属学会誌8,38 (1974),725
- 11) 西原,浅見,井口：日本金属学会誌2,41 (1977),188.
- 12) 西原,高瀬：日本金属学会誌41 (1977),751
- 13) Saotome,Iguchi：Trans ISIJ 9,27 (1987),696.
- 14) Saotome,Iguchi：Proc.22th Japan Congress on Materials Research 22 (1979),7.
- 15) 早乙女,阿部,他：第41回塑性加工連合講演会講演論文集 (1990),503.