電子ビーム・リソグラフィーによるサブミクロン金型の創製と金属ガラスの形状転写加工 Superplastic submicro-forming of Pt-based amorphous alloy by using dies fabricated by Electron Beam lithography.

○今井 謙一 (群馬大・院) 正 早乙女 康典 (群馬大・工) 伊藤 和男 (群馬大・工)
清水 進 (田中貴金属)

Kenichi IMAI, Graduate School, Gunma University, Yasunori SAOTOME, Dept. of mechanical Eng., Gunma University, Kazuo ITOH, Dept. of Electrical Eng., Gunma University, Tenjincho 1-5-1, Kiryu, Gunma 376-8515
Susumu SIMIZU, Tanaka Kikinzoku Co. Ltd.

The macroscopic and microscopic deformation was investigated on Pt_{48.75}Pd_{9.75}Cu_{19.5}P₂₂ amorphous alloy. the material exhibits a Newtonian viscous flow in the supercooled liquid temperature range above 503K (T_g: glass transition temperature). The microformability is evaluated by the geometrical transferability of the die shape to the material. V-grooved micro dies of (100)Si were fabricated by an electron beam lithography-nanometers to 1 micrometer. After the forming, the transferred shape of the material is measured with AFM. As a result, the material exhibits superior formability on nanometer scale and may be applied to micro/nano-forming of nano-devices.

Keywords : amorphous alloy; electron beam lithography; micro/nano-forming; supercooled liquid state.

1. 緒言

過冷却液体温度域を有するアモルファス合金(金属ガラス)は、その温度域での成形加工において、サブミクロンオーダーの微細加工が行えることが近年の研究により明らかになってきた。そこで本研究では、新しく開発されたPt_{48.75}Pd_{9.75}Cu_{19.5}P₂₂金属ガラス¹⁾のサブミクロンオーダーの微細成形特性を調べることを目的とした。また、サブミクロンオーダーの加工パターンが形成が可能である電子ビームリソグラフィにより直接三次元形状を描画しレジスト構造体の創製を行い、電鍍により金型を作製し、成形に優れた転写性をもつアモルファス合金を用いて転写加工を行った。

2. Pt基アモルファス合金の巨視的変形特性

Pt_{48.75}Pd_{9.75}Cu_{19.5}P₂₂アモルファス合金は、示差熱量計により計測した結果より、ガラス遷移温度T_g=502.7K、結晶化温度T_x=587.7Kであり、ΔT_x=85.0Kと広い過冷却液体域を有している。本研究では、まず過冷却液体温度域における巨視的変形特性を調べた。実験には、2φ×4mmのバルク試験片を用い、応力急変法により圧縮荷重下での真応力 σ_t とひずみ速度 $\dot{\epsilon}$ との関係を求めた。その結果、Fig.1での $\sigma = K\dot{\epsilon}^m$ における各直線の傾きはm=1で、このことから過冷却液体温度域においてニュートン粘性を示すことがわかった。

3. Pt基金属ガラスの微細成形特性

3.1 微細成形性評価方法

アモルファス合金の微細成形性を調べるために微細成形性評価方法を用いた。本評価法ではまず(100)Si製V溝ダイを創製し、マイクロV溝形状転写加工実験を行った。V溝幅W_d=100nm~1μmである。加工後の試片形状については、原子間力顕微鏡(AFM)を用いて、加工断面形状を計測し、画像処理により金型のV溝形状への充填率R_f、および加工先端曲率ρを求め、微細成形特性評価の指標を導出した。

3.2 Pt基金属ガラスの微細成形特性

Fig.1 Characteristic flow curves of Pt_{48.75}Pd_{9.75}Cu_{19.5}P₂₂ amorphous alloy in the supercooled liquid region

(a) (b) V-grooved Si die (a) W_d=1.0μm (b) W_d=0.1μm
(c) (d) micro-forged specimen (c) W_d=1.0μm (d) W_d=0.1μm
(e) (f) micro-forged specimen (e) W_d=1.0μm (f) W_d=0.1μm
T_w=550K, σ_m=10MPa, t_f=300s

Fig.2 SEM microphotographs (a-d), AFM image (e, f) of V-grooved Si die and micro-forged specimen of Pt_{48.75}Pd_{9.75}Cu_{19.5}P₂₂ amorphous alloy

以上の評価方法により Pt 基金属ガラスの微細形成性試験を行った。このときの微細形成性評価用 V 溝ダイと成形後の試験片の走査電子顕微鏡 (SEM) 観察像を Fig. 2 (a ~ d) に、AFM 鳥瞰図を Fig. 2(e, f) に示す。試験条件は、成形温度 $T_w = 550\text{K}$ 、負荷平均応力 $\sigma_m = 10\text{MPa}$ 、荷重負荷時間 $t_f = 100, 200, 300\text{sec}$ で除荷するものと負荷したまま冷却する方法の 2 種類の加工を行った。最初に、充填率 R_f と成形時間との関係を Fig. 3(a) に示す。これより、成形時間の増加に伴い、充填率も上昇していくことがわかる。しかし、溝幅が小さくなるとともに成形時間の差はあまり見られなくなっている。次に、充填率 R_f と V 溝幅 W_d との関係を Fig. 3(b) に示す。溝幅 W_d の減少に伴い充填率 R_f も減少していることがわかる。また、微小幅において除荷しない条件の方が良い充填率を示している。最後に、成形試片の先端曲率 ρ と溝幅 W_d との関係を Fig. 3(c) に示す。溝幅 W_d が小さくなるとともに先端曲率 ρ が増加しており、除荷しない条件の方が高い値を示している。除荷する条件では、荷重負荷時間が過ぎた後も過冷却液体域であるために表面張力の影響が生じ一度成形されても元に戻ってしまうため、充填率、先端曲率は除荷しない条件の試片に比べ低い値になっていると考えられる。

以上より、Pt 基アモルファス合金は、完全ニュートン粘性流動を示し、過冷却液体温度域において、サブミクロンオーダーの成形が可能であることがわかった。

4. 電子ビームリソグラフィによる金型の創製

電子ビーム多重描画により三次元形状創製を試みた。描画条件は、ドーズ量 $2\mu\text{C}/\text{cm}^2$ で円直径を $20\mu\text{m}$ から $2\mu\text{m}$ ずつ変化させ 10 段階に描画を行い、これにより創製されたレジスト構造体の SEM 観察像と AFM 画像を Fig. 4 に示す。また、このレンズ形状をマスター形状として Ni 電鍍を行った。その SEM 観察像、AFM 画像を Fig. 5 に示す。これによりレジスト形状が Ni 金型に転写されていることが分かる。創製されたレンズ形状 Ni 金型を用いてアモルファス合金の転写加工を行った。転写されたレンズ形状の SEM 観察像を Fig. 6 に示す。凸レンズ形状に成形されていることが分かる。

5. 結 言

1. $\text{Pt}_{48.75}\text{Pd}_{9.75}\text{Cu}_{19.5}\text{P}_{22}$ 金属ガラスは、過冷却液体域においてニュートン粘性を示し、良好な微細成形特性を示すことが分かった。
2. 電子ビームリソグラフィによりサブミクロンオーダーの金型を創製し、アモルファス合金を用いた転写加工で極微細成形加工が可能であることが分かった。

参考文献

- 1) 塩田, 他: 平 12 春金講概 (2000), 195.

Fig. 6 SEM microphotographs of forged specimen

(a) Effect of working time on the percentage of flowed area

(b) Effect of width of die throat on the percentage of flowed area

(c) The relationship between curvature of tip of deformed specimen to width of die throat

Fig. 3 Characteristic microformability of $\text{Pt}_{48.75}\text{Pd}_{9.75}\text{Cu}_{19.5}\text{P}_{22}$ amorphous alloy in the supercooled liquid state

Fig. 4 SEM microphotographs and AFM image of microstructure of resist fabricated by Electron Beam lithography

Fig. 5 SEM microphotographs and AFM image of Ni die