

公益財団法人 JKA 平成 28 年度 公設工業試験研究所等における共同研究補助事業

事業項目名：

ナノインデントーによるナノインプリント金型用合金薄膜のナノ領域特性評価

共同研究者：

大阪府立大学大学院 マテリアル工学分野 瀧川順庸 准教授

(1) 背景と目的

ナノインプリント技術は今後の産業を支える先端技術として電気電子、化学、機械分野への応用展開が行われています。このナノインプリント産業における重要課題に、開発コストの低減およびナノインプリント金型の低コスト量産化があります。そこで、本事業では新たなナノインプリント用アモルファス合金薄膜の創出およびナノインデントーによる最適なナノインプリント成形条件を見出すことを目的としました。本共同研究で活用したナノインデントーは、平成 28 年度 JKA 補助事業により本研究所に導入された加熱ステージ付きナノインデントー（Hysitron 社製 TI950 TriboIndenter）です。

(2) 実施内容

本事業では貴金属元素を含まないナノインプリント金型用アモルファス合金膜を検討しました。注目したのは汎用的かつユビキタス元素である Ti と Cu を主成分とするアモルファス合金膜です。大阪府立大学大学院の瀧川順庸准教授は、第一原理計算により Zr と Zn を添加することで高い室温強度と優れた高温成形性を兼ね備えたアモルファス合金となることを見出しており、本事業では Ti-Cu-Zr-Zn の組成からなる新規アモルファス合金膜の作製を実施しました。膜の形成は、本研究が所有している株式会社神戸製鋼所製 UBMS202 のアンバランスドマグネトロンスパッタ法により Si 基板に行いました。

図 1 に膜の XRD 結果を示します。結晶相のピークはなく単一かつブロードなピークを示していることから、形成した膜はアモルファス構造です。また、EPMA による膜の組成分析を実施した結果、膜の組成は $Ti_{42}Cu_{48}Zr_3Zn_7$ であることが分かりました。図 2 に膜表面の AFM 像を、図 3 に膜の断面 SEM 像を示します。形成した膜表面はナノレベルで非常に平滑であ

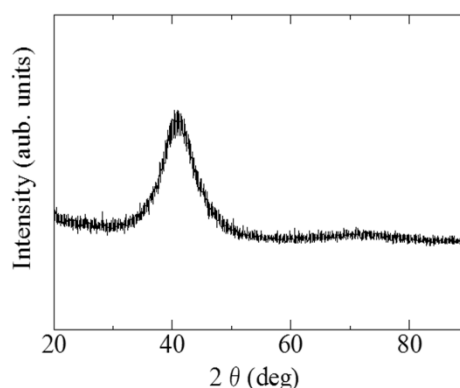


図 1 膜の XRD 結果

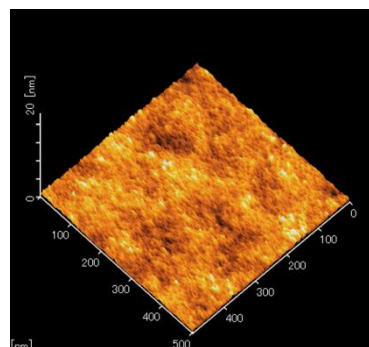


図 2 膜表面の AFM 像

り、膜には目立った欠陥は存在せず、非常に緻密な膜であることが分かりました。ナノインプリント金型用薄膜にはナノオーダーの平滑さが求められており、本事業で創出した膜は、ナノインプリント金型用薄膜に求められる性能を備えています。

次に、ナノインデントによる最適なナノインプリント成形条件の探索を実施しました。本実験に使用した薄膜試料は、本研究所がこれまでの研究でナノインプリント成形を明らかにしている Ti-Cu-Zr-Hf-Ni-Si アモルファス合金膜です。図 4 に Ti-Cu-Zr-Hf-Ni-Si アモルファス合金膜の 400°C から 450°C までの温度領域におけるナノインプリント成形により形成された凹凸深さとナノインデント硬さの関係を示します。400°C から 440°C までの温度の上昇に伴い、凹凸深さは大きくなっており成形性が良くなっています。一方で、ナノインデント硬さは低下しています。これは、硬さが低下するほど成形性が良くなることを表しており、加えて、この温度領域では凹凸深さと硬さの間には反比例の関係が存在していることが分かります。一方、450°C では、膜の結晶化により硬さが上昇し、成形性も大きく低下しています。つまり、成形により膜が結晶化することなく最も成形性が優れている温度は 440°C であると決定できます。以上のことから、ナノインデントによる硬さ試験によって、ナノインプリント成形性の最適な成形温度を評価することが可能です。

図 5 に新規 Ti-Cu-Zr-Zn アモルファス合金膜、既存の Ti-Cu-Zr-Hf-Ni-Si アモルファス合金膜、室温で高強度を示すナノ結晶 Ni 合金膜のナノインデントによる硬さ試験結果を示します。なお、Ni もしくは Ni 合金はナノインプリント金型用の材料として既に実用化されている材料です。Ni 合金膜は温度上昇に伴い直線的に硬さが低下し

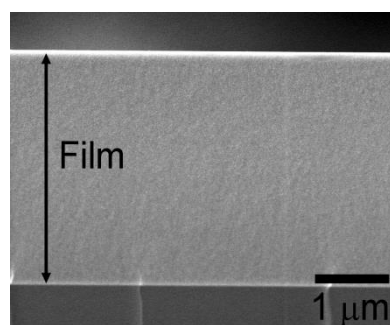


図 3 膜の断面 SEM 像

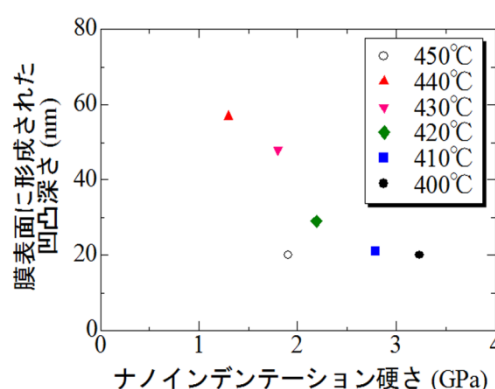


図 4 Ti-Cu-Zr-Hf-Ni-Si アモルファス合金膜のナノインプリント成形により形成された凹凸深さとナノインデント硬さの関係

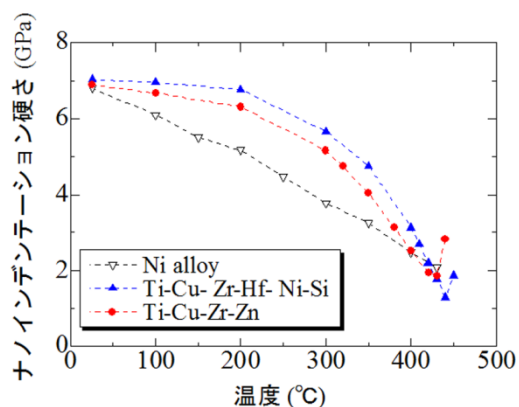


図 5 Ti-Cu-Zr-Zn、Ti-Cu-Zr-Hf-Ni-Si、ナノ結晶 Ni 合金膜のナノインデントによる硬さ試験結果

ています。一方、アモルファス合金膜は 200°C 以上から硬さの大きな低下が起こっています。これら膜を金型としてポリマーを成形する際の温度は約 180°C であるため、この温度で高い硬さを示すアモルファス合金膜の方が金型として優れた材料であることが分かります。また、新規 Ti-Cu-Zr-Zn アモルファス合金膜と既存の Ti-Cu-Zr-Hf-Ni-Si アモルファス合金膜の高温特性はほぼ同じであることから、同等の成形性を示すものと思われます。材料コストに着目した場合、Ti-Cu-Zr-Znの方が大幅に低いコストで作製可能であることから、実用化の観点では Ti-Cu-Zr-Znの方が優れていると考えられます。今後も研究を継続し、Ti-Cu-Zr-Znの各元素の組成を幅広く変えた膜形成を実施することで、さらに高温成形性の優れたアモルファス合金膜を探索していきます。

なお、本事業の成果の一部について、公益社団法人日本金属学会 2017 年春季（第 160 回）講演大会で発表しました（概要集：No. 344、講演題目：ナノインデンテーション法による Ti-Cu 基金属ガラス薄膜の高温硬さの評価）。