

以上に述べたように、過冷却液体領域での $\eta(T)$ 、結晶化潜伏時間および加熱・加圧予備実験の結果から、Pd 基、Zr 基および Cu 基金属ガラス薄膜および Fe 基金属ガラス液体急冷リボン材では、結晶化を回避しながら過冷却液体領域での微細成形を行うインプリント条件（印加圧力、加熱温度、加圧時間）が設定可能であることを確認した。これらの条件を基に市販金型を用いた微細パターンのインプリント試験を実施した。次項Vではインプリント試験の結果および成形した微細パターンの形状評価結果について述べる。

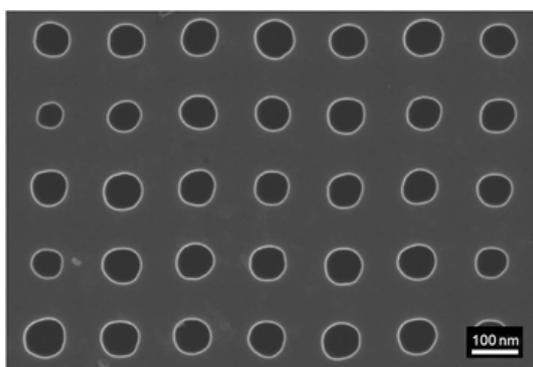
V. インプリント試験

本項では、前項IVで設定したインプリント条件を用いて、金属ガラス薄膜にインプリントした結果について述べる。平成 20 年度は金属ガラス薄膜のインプリント成形性の評価を行い、超微細パターンの成形可能性と同時に、微細パターンに硬磁性層を付与した試料の磁気特性について調べ、ナノパターンを形成した複合化金属ガラス薄膜の超高密度 HDD 媒体への適用可能性についても検討した。インプリント用金型は、パターン形状が既知であるとともに面内およびロット間で形状が均一であることが要求される。そこでインプリント成形性の基礎評価には表①-10 に示すような市販の金型（NTT-AT ナノファブ리케이션株式会社製⁷⁷⁾）を用いた。

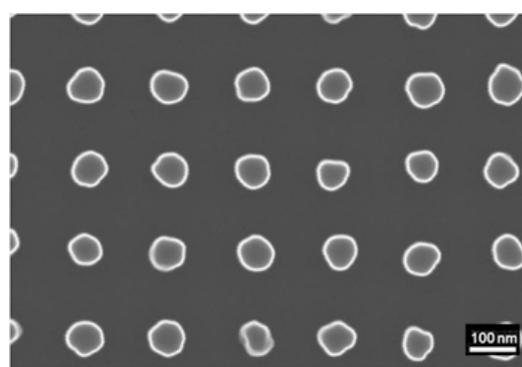
表①-10 市販インプリント用金型の仕様

No.	形状	材質	パターンピッチ	パターン径	パターン高さ	パターンエリア
A	凹	Si	160 nm-600 nm	80-300 nm	200 nm (高さ)	10 μ m x 4 mm (帯状)
B	凸	Si	180 nm-600 nm	90-300 nm	100 nm (高さ)	10 μ m x 4 mm (帯状)
C	凸	Si	60 nm	30 nm	30 nm (高さ)	10 μ m x 10 μ m (角形)

図①-96~①-100 に金型 A、B および C の FE-SEM による形状観察結果を示す。A および B については、金型内の最小パターン径である 80 nm および 90 nm の形状を示す。各金型を真上から観察した図①-96~①-98 では、金型 A~C のいずれも、凹型あるいは凸型パター

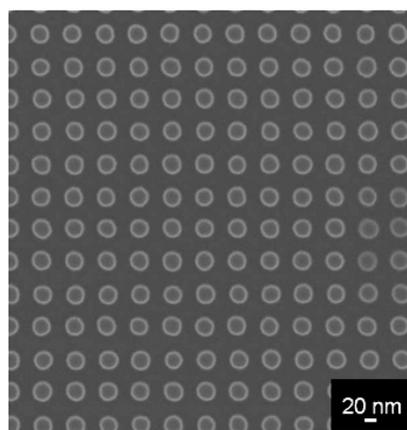


図①-96 真上から観察した金型 A の凹型パターン

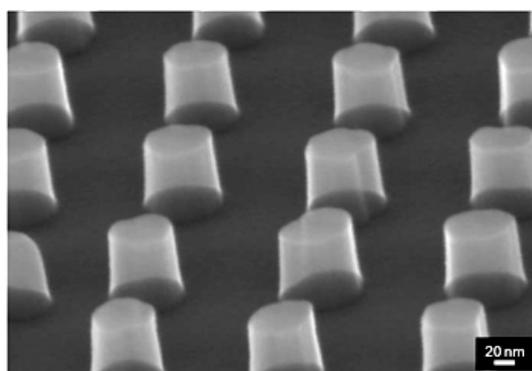


図①-97 真上から観察した金型 B の凸型パターン

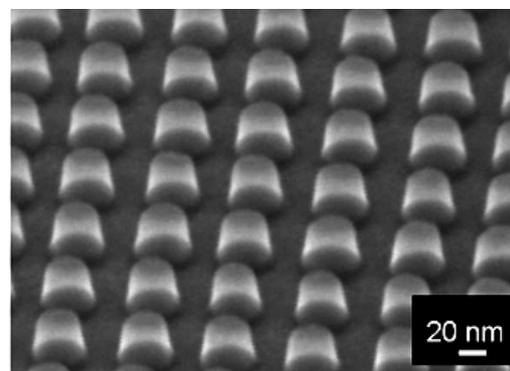
ンが等間隔で均一に配列していることが確認できる。また、図①-99 および①-100 に金型 B および C の凸型形状を斜上から観察した形状を示す。凸型の側面部分は底部から頂部にかけてテーパ（角度：約 $3\sim 4^\circ$ ）が付いており、頂部はフラットである。以上の結果、用いた金型の形状と均一性からインプリント成形性を充分評価可能と判断した。これらの微細パターン金型を用いて以下①～⑤に述べるインプリント試験を実施した。



図①-98 真上から観察した金型 C の凸型パターン



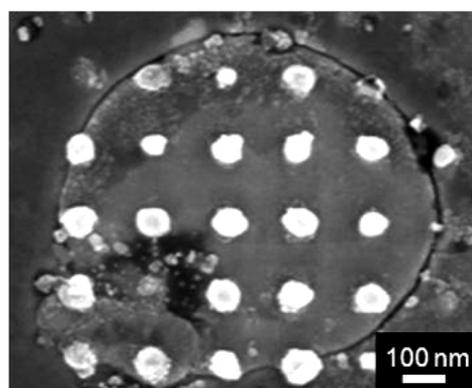
図①-99 斜上から観察した金型 B の凸型パターン



図①-100 斜上から観察した金型 C の凸型パターン

①凹型ホール金型による Fe 基金属ガラス薄膜のインプリント

ホールパターン金型 A を用いて $\text{Fe}_{73}\text{B}_{19}\text{Si}_4\text{Nb}_4$ 金属ガラス薄膜のインプリント試験を行った。インプリント条件は昇温速度 $1^\circ\text{C}/\text{s}$ 、加熱温度 579°C ($T_g + 10^\circ\text{C}$)、印加応力 30 MPa 、加圧時間 15 s とした。 $\text{Fe}_{73}\text{B}_{19}\text{Si}_4\text{Nb}_4$ 金属ガラス薄膜の転写面の FE-SEM 観察結果を図①-101 に示す。規則配列した白い斑点が金型のホール部を転写したドットパターンである。ドット形状は不均一であり成形性としては十分ではないが、Fe-B-Si-Nb 系金属ガラス薄膜のインプリント加工が可能であることが明らかとなった。しかしながら、金型のホールパターン領域に対して転写されたドットパターンは極わずかであり、転写ドットパターンの周囲には円形の縁が見られる。これは薄膜上に突起生成したドロプレット（①-1 節「合金創製」のⅢ項参照）がインプリント加圧により平坦化し形成されたものと推察される。事実、ドットパターンは薄膜上に点在した

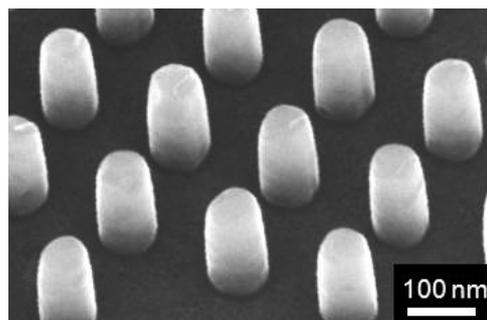


図①-101 Fe 基金属ガラス薄膜の転写面

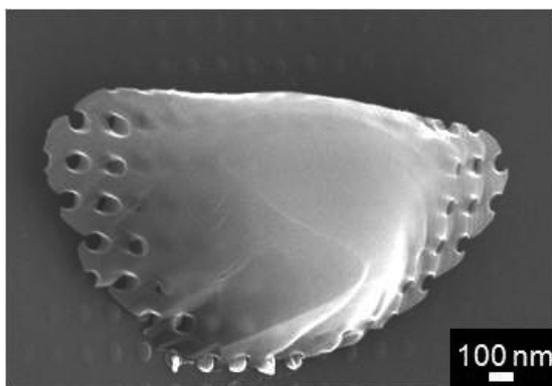
ドロップレット上にものみ転写されている。このことから、ホールパターン金型を用いたプロセスでは、金型表面が突起したドロップレットに触れ薄膜全面への転写が難しい。Fe 基金属ガラス薄膜は熱的安定性に乏しく、設定したインプリント条件では加圧による変形量が小さく未転写部分が多くなると考えられる。粘性係数が更に低下する高温で長時間加圧を行うことによる変形量の増大が必要である。しかしながら、他の金属ガラスに比べて過冷却液体領域が狭く、粘性係数も高い Fe 基金属ガラス薄膜は、より低粘性を示す高温で結晶化を回避しながら加圧時間を延ばす条件を見出すことは容易ではない。更に T_g が他の金属ガラスに比べ約 150~240°C 高い。耐熱性の観点から、積層複合化する他の部材の選択肢が狭まることや、高温対応の製造ライン検討が必要となりコスト面でも不利となり、インプリント層としての Fe 基金属ガラス薄膜の適用は困難と判断される。

②凹型ホール金型による Zr 基金属ガラス薄膜のインプリント

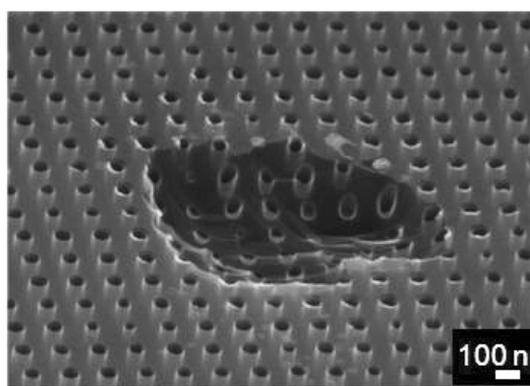
次にホールパターン金型 A を用いて $Zr_{58}Al_7Ni_6Cu_{29}$ 金属ガラス薄膜のインプリント試験を実施した。インプリント条件は昇温速度 1°C/s、加熱温度 424°C ($T_g + 40^\circ\text{C}$)、印加応力 30 MPa、加圧時間 30 s とした。Zr 基金属ガラス薄膜転写面の FE-SEM 観察結果を図①-102 に示す。Fe 基金属ガラスと同様にドロップレット上にものみパターンが転写されているが、ドット形状は金型ホール形状に近い円柱状であり、ドット高さも約 100 nm とアスペクト比 1 程度のドットが成形されている。このことから Zr 基金属ガラス薄膜においてもインプリント加工は十分可能であり、Fe 基金属ガラスよりもインプリント成形性が良いことを確認した。ただしドットの欠けがあり、またドット頂部のほとんどが丸みをもっており、所望するテーブルマウンテン型が確認できるものは一部に限られる。このため、平坦な頂部をもつドットの均一成形には課題が残った。また、冷却・除荷後、金型が薄膜に付着し自然には離型できなかったため、外部から応力を加えて離型した。図①-103 および①-104 に離型直後の金属



図①-102 Zr 基金属ガラス薄膜の転写面



図①-103 Zr 基金属ガラス薄膜上の金型剥離片

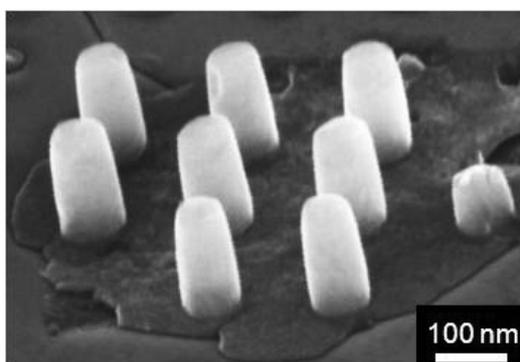


図①-104 インプリント後の金型表面

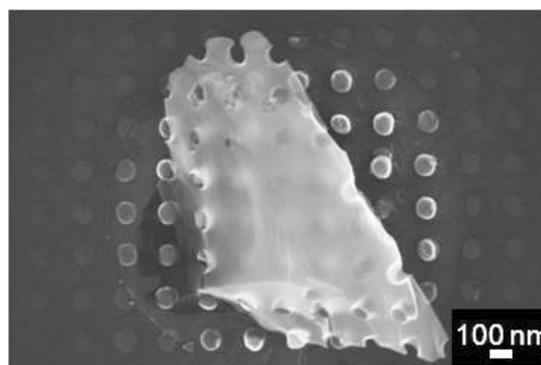
ガラス薄膜表面と金型表面の FE-SEM 観察結果を示す。金属ガラスの表面に金型の剥離片が付着しており、金型にもそれに対応した凹みが見られたことから金型の Si が剥離し金属ガラス表面に付着したことがわかる。

③凹型ホール金型による Cu 基金属ガラス薄膜のインプリント

Zr 基金属ガラスと同様にホールパターン金型 A を用いて $\text{Cu}_{42}\text{Zr}_{47}\text{Al}_6\text{Ag}_5$ 金属ガラス薄膜のインプリント試験を実施した。インプリント条件は昇温速度 $1^\circ\text{C}/\text{s}$ 、加熱温度 426°C ($T_g + 40^\circ\text{C}$)、印加応力 30 MPa、加圧時間 60 s とした。Cu 基金属ガラス薄膜の転写面の FE-SEM 観察結果を図①-105 に示す。ドロップレット上でのみの転写やドット成形性は Zr 基金属ガラスとほぼ同等であった。また薄膜と金型の付着も同様に発生しており、離型すると図①-106 に見られるように、金型剥離片の金属ガラス薄膜上への付着も確認した。以上のように Zr 基および Cu 基金属ガラス薄膜は Fe 基金属ガラス薄膜に比べドット成形性も良く、加熱温度および加圧時間の選択幅も広いことから、微細パターンの成形性制御に適している。しかしながら、離型が困難であることは大きな課題であり金型の材質変更等の改善により離型時の付着を解消することが必要である。



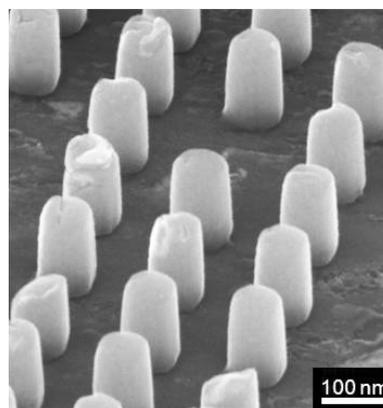
図①-105 Cu 基金属ガラス薄膜の転写面



図①-106 Cu 基金属ガラス薄膜上の金型剥離片

④凹型ホール金型による Pd 基金属ガラス薄膜のインプリント

次に、ホールパターン金型 A を用いて $\text{Pd}_{46}\text{Cu}_{33}\text{Ni}_7\text{P}_{14}$ 金属ガラス薄膜のインプリント試験を実施した。インプリント条件は昇温速度 $1^\circ\text{C}/\text{s}$ 、加熱温度 336°C ($T_g + 10^\circ\text{C}$)、印加応力 30 MPa、加圧時間 10 s とした。Pd 基金属ガラス薄膜の転写面の FE-SEM 観察結果を図①-107 に示す。Fe 基、Zr 基および Cu 基と同様にドロップレット上でのみパターンが転写されている。ドット成形性は Zr 基および Cu 基金属ガラス薄膜と同等で、平坦な頂部を有するドットの均一成形には課題があるものの、比較的金型形状を良く転写したドット

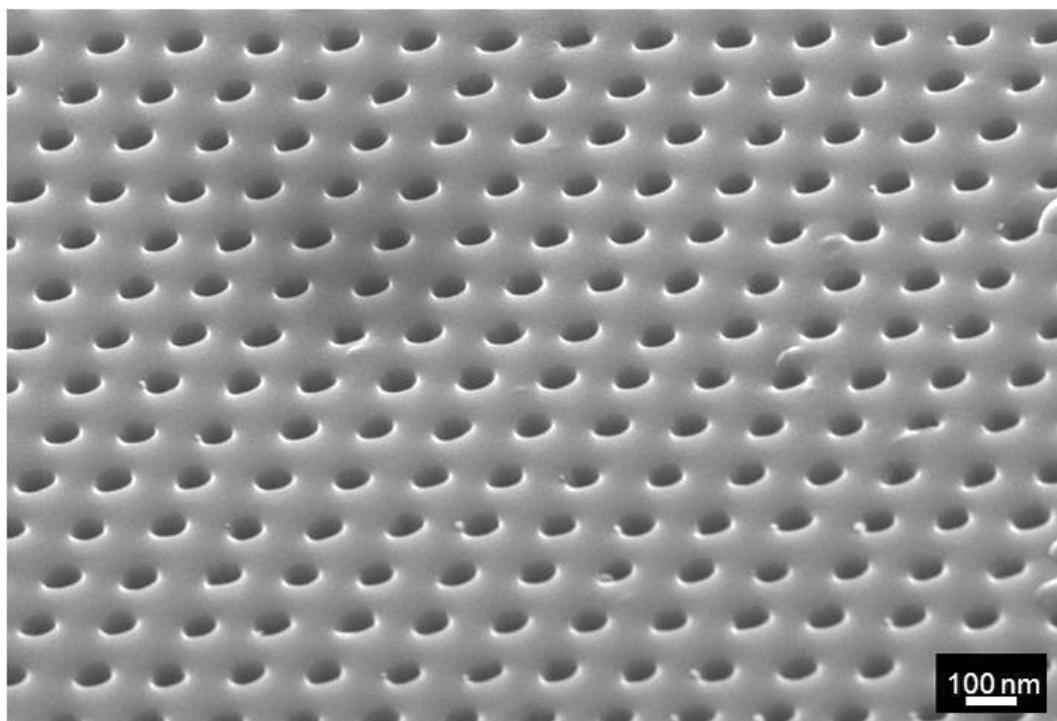


図①-107 金型 A でインプリントした Pd 基金属ガラス薄膜の転写面

パターンが成形できている。Pd 基金属ガラス薄膜の過冷却液体領域が 40°C と狭く、 $T_g + 10^{\circ}\text{C}$ で 10 s 加圧という限られた条件での成形結果であることを考慮すると、より好条件で成形した Zr 基および Cu 基金属ガラス薄膜と同等の成形結果を得たことは注目すべき点であろう。また、Pd 基金属ガラス薄膜は離型時に金型との付着が生じない。これらの結果から、Pd 基金属ガラス薄膜がインプリント層として最も好適であると言える。しかしながら、媒体創製の次工程では、ドットパターン上に硬磁性記録層として Co/Pd 積層膜を成膜することを想定している。ドット頂部の平坦性を確保しないと記録層の積層面もドット頂部形状に沿って湾曲変形する。Co/Pd 積層膜の磁化方向は積層面に対して垂直であるため、孤立磁気ドットの磁化方向が媒体垂直方向から分散し、記録時の磁化反転挙動に悪影響を及ぼすことが懸念される。成形ドット頂部の平坦性改善が今後の改善課題として挙げられる。

⑤凸型ドット金型による Pd 基金属ガラス薄膜のインプリント

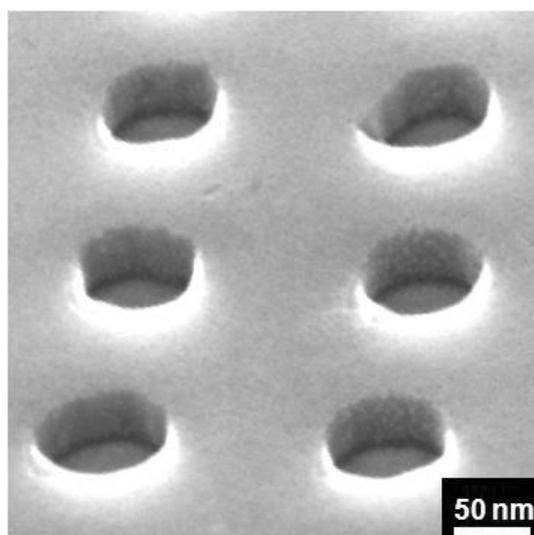
これまでの結果から、パターン成形性および離型性が良好な Pd 基金属ガラス薄膜を用い、異なる金型形状およびパターンサイズに対する微細パターンの成形性評価を継続した。まず表①-10 に示したドットパターン金型 B を用いて $\text{Pd}_{46}\text{Cu}_{33}\text{Ni}_7\text{P}_{14}$ 基金属ガラス薄膜のインプリント試験を実施した。インプリント条件は④のホールパターン金型 A での試験と同一とした。Pd 基金属ガラス薄膜の転写面の FE-SEM 観察結果を図①-108 に示す。薄膜上に成形されたホールパターンは、金型のパターン領域 ($10\ \mu\text{m} \times 4\ \text{mm}$ 帯状) 全域を転写して



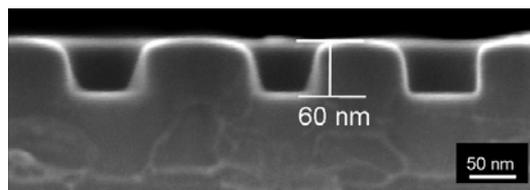
図①-108 金型 B でインプリントした Pd 基金属ガラス薄膜の転写面

おり、図①-97 に示した金型 B と同じく等間隔で均一に配列していることが分かる。これは金型のドットパターンが薄膜ドロップレット上のみならず薄膜全面に接していることを示しており、ホール金型からドット金型に変更することで著しくパターンの成形性が改善された。試験条件は同じであるが、印加応力 30 MPa は装置の加圧力を金型面積で除した平均印加応力である。実際のインプリント面で局所的に加えられる応力は金型の形状で異なるであろう。ホールパターン金型 A はホール部以外の平坦部が、また、ドットパターン金型 B はドット頂部の円形平坦部が接触面積となる。金型 A、B 共にホールおよびドット径とホールおよびドット間距離との比は 1 : 1 であることから A、B の接触面積比は約 4 : 1 となり、従って、印加応力比は約 1 : 4 となる。ドットパターン金型 B のドット頂部はホールパターン金型 A の約 4 倍の応力で薄膜に加圧転写することによりドロップレットを押し潰しながら薄膜全面への転写が可能になったと考えられる。装置の最大加圧力が同じでも、金型形状により約 4 倍の応力を実現でき、薄膜上に存在するドロップレット等の欠陥に影響されないことは大きなメリットとなるであろう。今後、インプリントの大面积化に応じて装置の加圧力アップが必要であることを考慮すると、ドットパターン金型を用いたインプリント法が媒体創製プロセスに好適であると判断される。

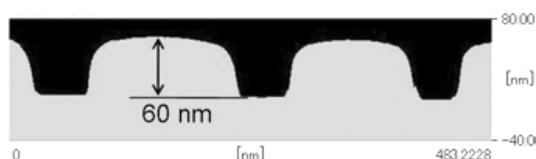
また、④で述べたようにパターン成形後に垂直磁化方向を持つ硬磁性記録層を成膜するため、ホールパターン形状ではホール底部の平坦性が特に重要である。そこで FE-SEM および AFM によりホール底部も含めた断面形状を評価した。図①-109～①-111 に直径 90 nm のホール形状の FE-SEM 拡大観察結果、断面観察結果および AFM 断面測定結果をそれぞれ示す。図①-109 ではホール上面エッジ部と側面、またホール底部のエッジが確認でき、Pd 基金属ガラス薄膜がドットパターン金型の形状に追従して成形されていることがわかる。また、図①-110 および図①-111 から、ホール側面は急峻で底部も平坦になっており、ホー



図①-109 Pd 基金属ガラス薄膜表面に転写された直径 90 nm のホール形状



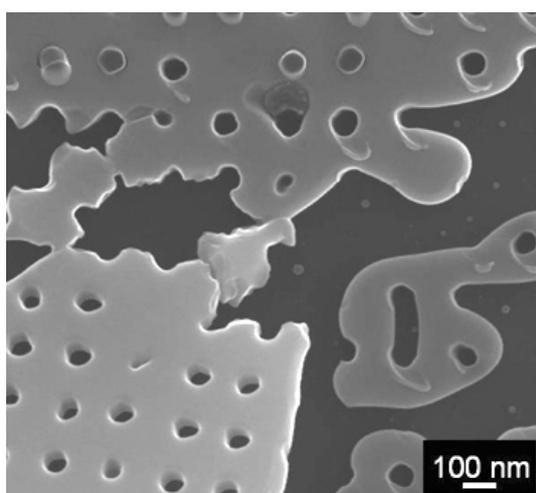
図①-110 Pd 基金属ガラス薄膜表面に転写された直径 90 nm のホール断面



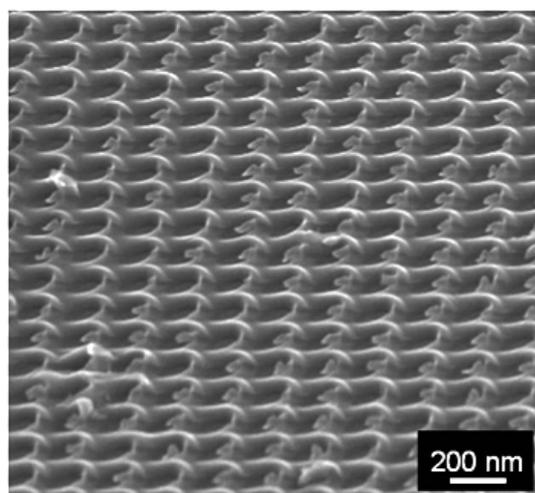
図①-111 Pd 基金属ガラス薄膜表面に転写された直径 90 nm ホールの AFM 断面測定結果

ル深さは約 60 nm であった。金型のドットパターン高さが 100 nm であることから転写された深さは金型の 6 割程度であるものの、金型のドット形状をほぼ忠実に転写できていることを示している。以上の結果から、凸型ドットパターン金型を用いてインプリントした Pd 基金属ガラス薄膜表面のホールパターンは、薄膜表面のドロップレットに影響を受けず、成形されたホールの底部が平坦で、ホール間のばらつきが少ないことが明らかとなった。これらの点から、パターンド媒体の創製に適しているといえる。

しかしながら、①-1 節「合金創製」のIV項で述べたように、PLD 法により成膜した Pd₄₆Cu₃₃Ni₇P₁₄ 金属ガラス薄膜は P 含有量が目標組成よりも少なく、このために熱的安定性が劣化しインプリント条件の選択幅が狭い。Pd 基金属ガラス薄膜の P 含有量を目標組成に近付けることで長時間の加圧が可能となり、その結果ホール深さを増大できる可能性がある。このため、同じドットパターン金型 B を用いて、意図的に P 含有量を増加させ熱的安定性を改善した Pd₄₈Cu₁₉Ni₇P₂₆ 金属ガラス薄膜のインプリント試験を実施した。インプリント時の熱的安定性および微細パターンの成形性の違いの有無を比較するため、インプリント条件は昇温速度 1°C/s、加熱温度 356°C ($T_g + 30^\circ\text{C}$)、印加応力 30 MPa、加圧時間 100 s とした。高 P 含有量 Pd 基金属ガラス薄膜の転写面の FE-SEM 観察結果を図①-112 および①-113 に示す。図①-112 ではホールの欠けおよび Si 基板からの薄膜の剥がれ、図①-113 ではホールエッジのズレが顕著に見られる。低 P 含有量 Pd 基金属ガラス薄膜に比べ、加熱温度を約 20°C 高温としたため薄膜過冷却液体の粘性係数は一桁以上低くなっていると見積もられる⁷⁵⁾。過冷却液体の粘性が低過ぎるため、転写時のホールパターンにズレが生じるとともに、面内方向へのズレが大きく金型のドットパターンが欠損したものと推察される。一般的には、過冷却液体状態で軟化した金属ガラスの粘性が低いほど、金型への流入は促進され、パターンへの流入充填性は向上すると考えられる。しかしながら、金型 B のドットパターンに対しては、高粘性状態でインプリントした低 P 含有量 Pd 基金属ガラス



図①-112 高 P 含有量 Pd 基金属ガラス薄膜に転写されたホールパターンの欠けおよび剥がれ

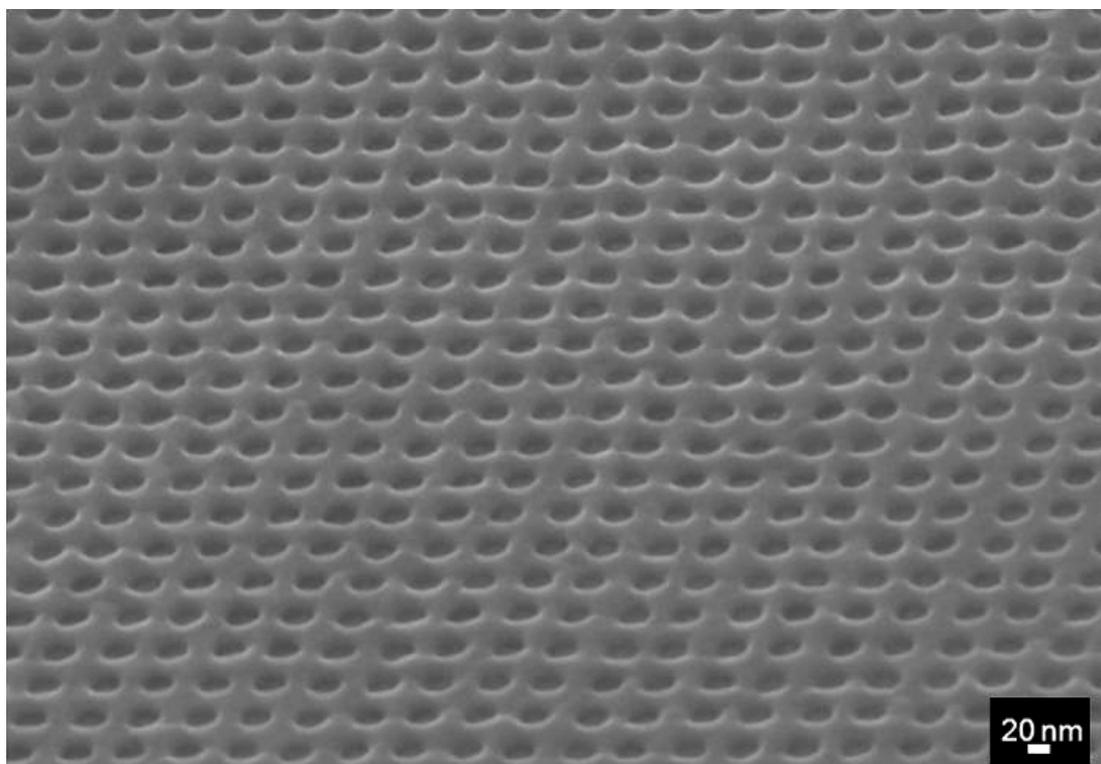


図①-113 高 P 含有量 Pd 基金属ガラス薄膜に転写されたホールパターンのズレ

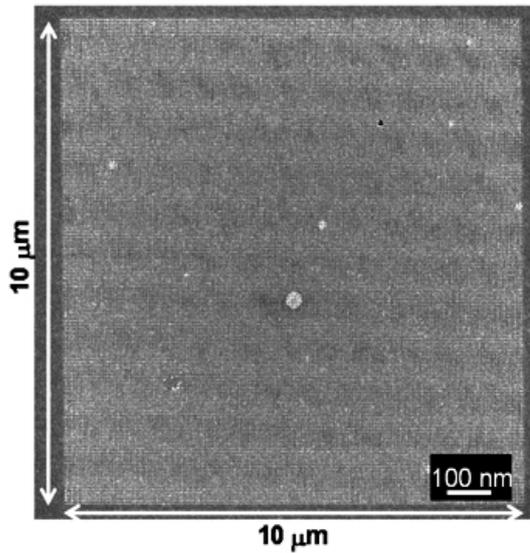
薄膜の成形性の方が良好であった。以上の結果から、所望するパターン形状によって最適な粘性が存在し、その最適粘性を実現するために厳密な温度制御は必要であると結言できる。本研究開発項目で所望する微細パターンの成形に対しては低 P 含有量 Pd 基金属ガラス薄膜でも充分適用可能といえる。さらに、低 P 含有量 Pd 基金属ガラス薄膜は加圧時間が 10 s と短く、製造プロセスのタクトタイム短縮という観点からも有利であるといえる。

⑥凸型ドット金型 (30 nm 径) による Pd 基金属ガラス薄膜のインプリント

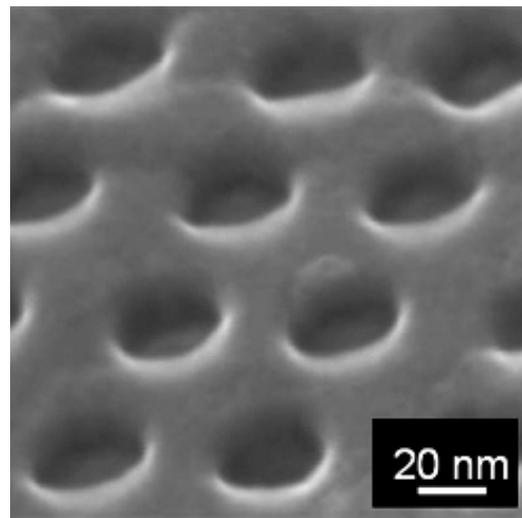
次に、表①-10 に示したドットパターン金型 C を用いて、低 P 含有量 Pd 基金属ガラス薄膜の微細パターンインプリント試験を継続した。金型 C ではドットパターンサイズが直径 30 nm であり、金型 B の最小パターン径 90 nm に比べドット直径で 1/3、ドット面積で 1/9 と小型・高密度化している。インプリント条件は昇温速度 1°C/s、加熱温度 336°C ($T_g+10^\circ\text{C}$)、印加応力 60 MPa、加圧時間 10 s とした。Pd 基金属ガラス薄膜の転写面の FE-SEM 観察結果を図①-114 に示す。直径 90 nm ホールパターンと同様に、直径 30 nm ホールパターン形状も均一で、かつ等間隔に配列していることがわかる。また、図①-115 にインプリント領域全体の FE-SEM 観察結果を示すが、金型のパターン形成領域である 10 μm 角全域に渡り転写されていることがわかる。続いて、図①-116~①-118 に転写された直径 30 nm のホール形状の FE-SEM 拡大観察結果、断面観察結果および AFM 断面測定結果をそれぞれ示



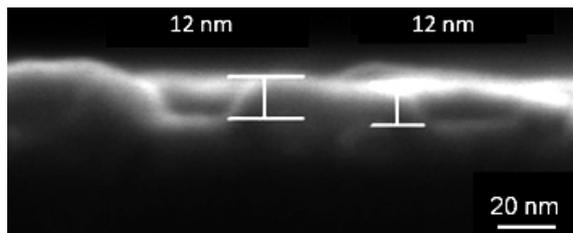
図①-114 金型 C でインプリントした Pd 基金属ガラス薄膜の転写面



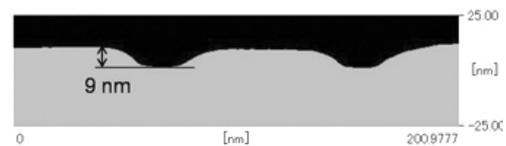
図①-115 金型 C でインプリントした Pd 基金属ガラス薄膜の転写面全体



図①-116 Pd 基金属ガラス薄膜表面に転写された直径 30 nm のホール形状



図①-117 Pd 基金属ガラス薄膜表面に転写された直径 30 nm ホールの断面



図①-118 Pd 基金属ガラス薄膜表面に転写された直径 30 nm ホールの AFM 断面測定結果

す。図①-116 ではホール側面と表面との境界が不明瞭であるが、ホール底部の平坦性は十分に確認できる。図①-117 から、ホール側面は直径 90 nm ホールの側面ほど急峻ではないが、ホール底部は平坦であることが断面観察からも確認できた。また、ホール深さは約 12 nm であり、ホールのアスペクト比は約 0.4 であった。このことから、直径 90 nm ホールに比べ転写深さが浅いものの、底部平坦性は確保できており、パターンサイズ小型化に対しても Pd 基金属ガラス薄膜はインプリント層として好適であると判断される。一方、図①-118 に示す AFM 断面測定結果は FE-SEM 断面観察結果と一致しておらず、特にエッジ部分の形状が正確に測定できていない。直径 30 nm ホールは直径 90 nm ホールに比べホール面積が 1/9 と小さくなるため、AFM 測定には 2-5 nm の先端 R 径を有するカンチレバーを用いた。先端 R 径を小さくしたことでホール底部にカンチレバー先端が達し、底部の平坦部分を測定できている。しかしながらカンチレバー先端がテーパ形状であるため、側面から底面への急峻な変化に追従できていない。今後、更に微細なパターンの形状評価が必要であることから、先端 R 径が数 nm 以下でかつテーパのない側面形状を有するカンチレバーの選択が必要となるであろう。

⑦インプリント試験のまとめ、および今後の課題

本項①～⑥では、Fe 基、Zr 基、Cu 基および Pd 基金属ガラス薄膜のインプリント試験を行い、微細パターン成形性の評価結果を述べた。以下に得られた結果をまとめる。

- ・凹型ホール金型による Fe 基金属ガラス薄膜のインプリント試験の結果、薄膜上に規則配列したドットパターンが転写され、Fe 基金属ガラス薄膜でもインプリント加工が可能であることを確認した。しかしながら、ドットパターンの転写はドロップレット上でのみに限定され、ドット形状も不均一で成形性に課題が残った。
- ・凹型ホール金型による Zr 基、Cu 基および Pd 基金属ガラス薄膜のインプリント試験の結果、ドロップレット上でのみの転写ではあるが、規則配列したドットパターン形成が確認され、これらの非磁性金属ガラス薄膜においてもインプリント加工が可能であることを確認した。また、ドット頂部の平坦性には課題があるものの、ドット形状の成形性は比較的良好であった。但し、Zr 基および Cu 基金属ガラス薄膜は金型との付着が認められた。このことから、離型時に金型との付着がない Pd 基金属ガラス薄膜がインプリント層として好適である。
- ・凸型ドット金型による低 P 含有量 Pd 基金属ガラス薄膜のインプリント試験の結果、転写されたホールパターンは、薄膜表面のドロップレットに影響を受けず、成形されたホールの底部が平坦で、ホール形状もばらつきが少ないことが明らかとなった。また、高 P 含有量 Pd 基金属ガラス薄膜を低粘性域でインプリントした結果、ホールの欠け・ずれが顕著に認められた。良好な形状転写はインプリント温度の厳密な制御が必要との知見を得た。
- ・凸型ドット金型 (30 nm 径) による低 P 含有量 Pd 基金属ガラス薄膜のインプリント試験の結果、金型のパターン領域である 10 μm 角全域が転写でき、成形されたホール底部が平坦であることが明らかとなった。AFM によるホール形状の評価では、使用したカンチレバーの問題からホール形状が正確に測定できていない。AFM 測定ではカンチレバーの選択に課題が残った。

以上の結果から、低 P 含有量 Pd 基金属ガラス薄膜がインプリント層として好適であると判断した。更に、ドット金型で転写されたホールパターンの成型結果が良好であったため、より微細なパターンを有する金型での成形性評価および媒体成立性評価試料作製には、低 P 含有量 Pd 基金属ガラス薄膜およびドット金型を用いたインプリント法を採用することとした。今後の課題として以下の点が挙げられる。

- ・さらに微細なドット径金型に対応したインプリント条件の最適化
- ・パターンの微細化に対応した AFM 形状評価技術向上
- ・パターン大面積化に対応したインプリント装置の加圧機構改良

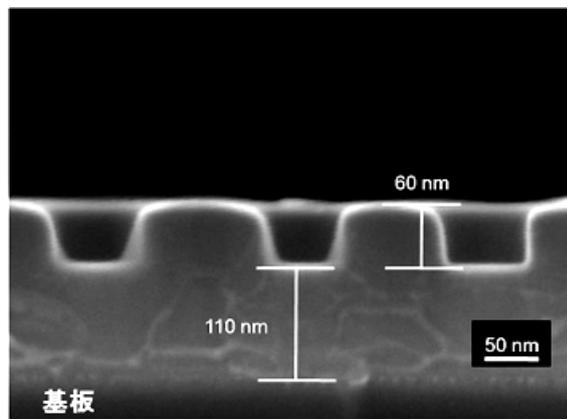
中間目標の記録密度を達成できるパターン作製には、金型のドットサイズの微細化が必須であると同時に、微細パターン金型に対応したインプリントの加熱温度、加圧力、加圧時間に加えて、離型温度等の最適化により、良好な成形性を確保することが最重要課題である。パターン形状評価技術の確立も併せて進め、中間目標である平方インチ当り 600 ギガビットの記録密度の達成を目指す。

VI. インプリントパターン上への硬磁性膜付与

平成 20 年度は、媒体としての成立性を検証するため、これまでに検討してきた金属ガラス薄膜インプリント層に磁気記録層を積層した複合積層膜を試作した。インプリント加工後に MGS 装置を用いて硬磁性記録層の Co/Pd 積層膜を成膜し、仕上げ加工として媒体表面の余分な硬磁性 Co/Pd 積層膜を研磨で取り除いた。これにより硬磁性記録層の磁性ドットの孤立化と共に表面平坦化を行い、媒体成立性評価試料とした。以下の①～④に検討した項目の詳細を述べる。

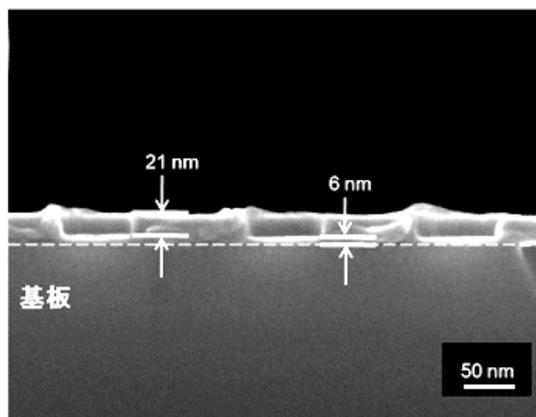
①インプリント後のホール底部の残膜厚さ

複合積層膜を構成する軟磁性裏打ち層は、磁気記録層からの垂直磁束を再び環流させる半閉磁路(磁束の通路)として機能するとともに、硬磁性記録層へのヘッドからの書き込み性能を向上させる⁷⁸⁾。従って磁気回路としての相互作用を強化するためには軟磁性裏打ち層と硬磁性記録層の間にある非磁性インプリント層の膜厚、特にインプリント後のホール底部の残膜厚さが極力薄いことが望ましい⁷⁹⁾。図①-119 に V 項④で作製した直径 90 nm のホール形状の FE-SEM 断面観察結果を示す。①-1 節IV項で作製した Pd 基金属ガラスの膜厚は当初 200 nm 程度であり、インプリント後の図①-119 では、インプリント層全体の膜厚約 170 nm に対して、形成されたホールの深さは約 60 nm、ホール底部膜厚は約 110 nm であった。そこで、インプリント前の Pd 金属ガラス薄膜の初期膜厚を 20 nm 程度に調整し、V 項④で用いたインプリント条件のうち、印加応力を 60 MPa としてインプリントを実施した。得られた直径 90 nm のホール形状の FE-SEM 断



図①-119 膜厚 170 nm の Pd 基金属ガラス薄膜に転写された直径 90 nm ホールの断面

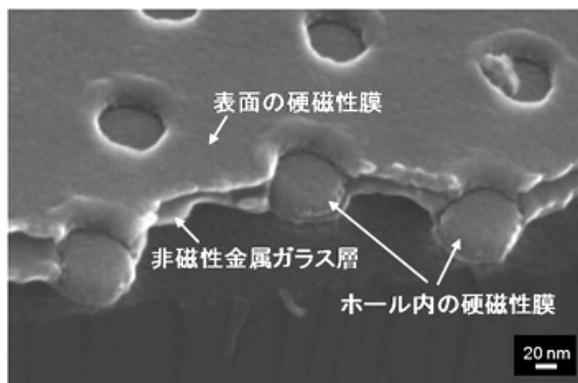
面観察結果を図①-120 に示す。インプリント層全体の膜厚約 27 nm に対してホール深さは約 21 nm となり、ホール底部膜厚は約 6 nm と残膜を薄肉化することに成功した。この結果によりホール内に充填した硬磁性記録層と軟磁性裏打ち層との磁気的カップリング強化が期待できる。従って以後 Pd 基金属ガラス薄膜の初期膜厚を約 20 nm として複合積層膜の作製に用いた。



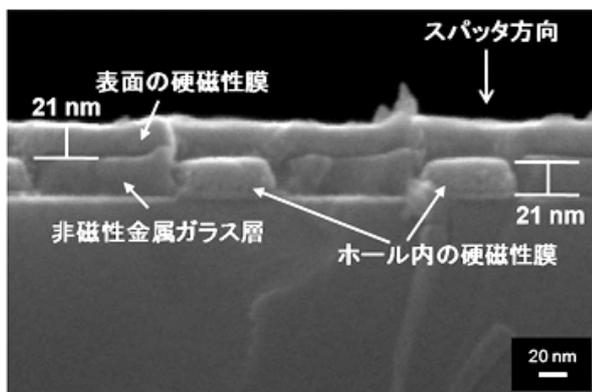
図①-120 膜厚 27 nm の Pd 基金属ガラス薄膜に転写された直径 90 nm ホールの断面

②ホールパターン上に成膜した Co/Pd 積層膜

導入した平行平板型の MGS 装置を用いて①-1 節IV項で述べた Co/Pd 積層膜を、本節 V 項の⑤の直径 90 nm のホールパターン上へ成膜した。Co/Pd 積層膜の厚さは約 20 nm とした。また、スパッタ方向の違いによる Co/Pd 積層膜の成膜状態の違いを比較するため、株式会社フルヤ金属所有の MGS 法による斜入射型スパッタ装置を用いて同様の膜厚で Co/Pd 積層膜を成膜した。図①-121 および①-122 に、本研究開発課題で導入した平行平板型 MGS 装置で成膜した Co/Pd 積層膜の FE-SEM による斜上からの観察結果、および断面観察結果を示す。図①-121 および①-122 では、ホールパターンに沿ってホール内および表面領域に Co/Pd 積層膜が成膜されており、ホール内および表面に成膜された Co/Pd 積層膜厚は同じ 20 nm 程度であることがわかる。更に Co/Pd 積層膜厚をホール深さと同程度に設定した場合、ホール内とホール上面エッジとの境界で Co/Pd 積層膜が分断されていることが確認できる。これは、後工程の Co/Pd 積層膜研磨除去で、ホール内の磁性ドットを孤立化させる場合に好都合であろう。一方、斜入射型 MGS 装置で成膜した Co/Pd 積層膜の

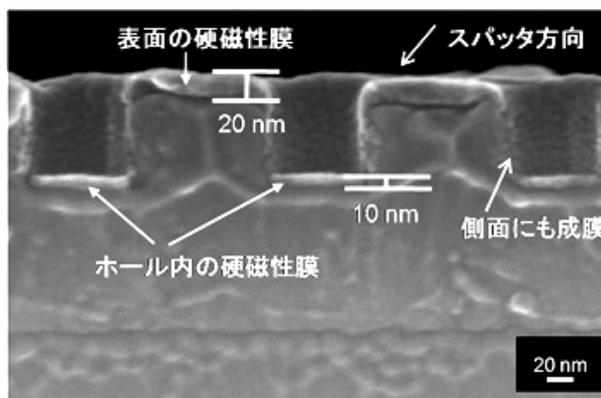


図①-121 Pd 基金属ガラス薄膜のホールパターン上に成膜された Co/Pd 積層膜



図①-122 Co/Pd 積層膜が成膜されたホールパターンの断面

FE-SEM 断面観察結果を図①-123に示す。表面に成膜された Co/Pd 積層膜厚さが約 20 nm であるのに対し、ホール内膜厚は約 10 nm と堆積量は 1/2 であった。また、ホール側面にも Co/Pd 積層膜が成膜されている。株式会社フルヤ金属所有のスパッタ装置はスパッタ方向が斜入射であるため、スパッタされた Co および Pd がホール底部のみに堆積するのではなく、その一部が側面に付着したと考えられる。以上のことから、導入



図①-123 斜入射型スパッタ装置により Co/Pd 積層膜が成膜されたホールパターンの断面

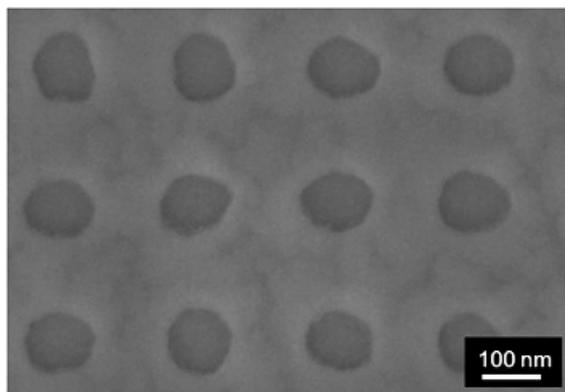
した平行平板型 MGS 装置はホールパターンへの硬磁性記録層の成膜に好適で、ホール内に所望する厚みの Co/Pd 積層膜を成膜できることが分かった。

③CMP 研磨

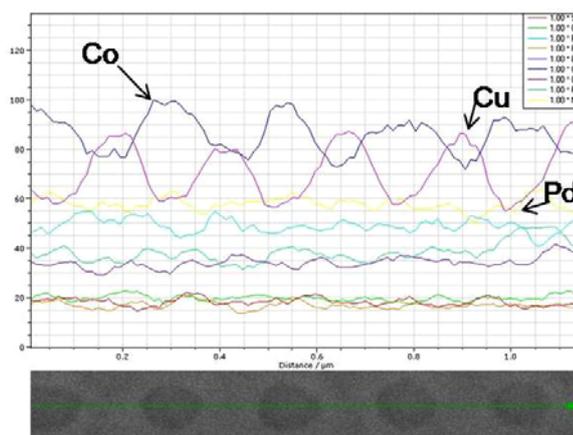
ホールパターン上に成膜した Co/Pd 積層膜は図①-121 および①-122 で確認できるように、ホール内のみならずパターンの表面にも堆積している。従ってホール内の磁性ドットが各々独立して磁化反転するためには、表面の余分な硬磁性 Co/Pd 積層膜を除去し、ホール内に残った磁性ドットを孤立化させる必要がある。そこで、余分な硬磁性 Co/Pd 積層膜除去と同時に、媒体表面の平坦化も兼ねた化学機械研磨(CMP :Chemical-mechanical polishing)研磨を行った。CMP 研磨のメカニズムは、研磨剤(スラリー)中の溶液成分と被研磨試料表面を化学反応させ、反応生成物のみをスラリー中の砥粒によって機械的に除去するものである⁸⁰⁾。スラリー成分の調整によりナノオーダーの微量研磨を制御でき、砥粒単体の研磨で残る表面の微細な傷や表面付近に残る加工変質層も少ない。このことから、所望する加工量と理想的な平滑面を得ることが可能である。また、積層構造を有するような被研磨試料に対しては、スラリーとの反応性の違いを利用して組成の異なる層のみを選択的に除去することも可能である。このことから、CMP 研磨は多層構造により高密度化が進む半導体デバイスの製造プロセスで多用されている。以上のことから、本技術は 20 nm 前後の研磨量制御が必要でかつ多層構造を有する我々の複合積層膜の研磨加工に好適であり、CMP 研磨を加工手法として採用した。

①-1 節Ⅷ項で作製した Si 基板上に膜厚約 100 nm の軟磁性裏打ち層 (Co₈₀Fe₅B₁₅膜)、膜厚約 20 nm の非磁性インプリント層 (Pd₄₆Cu₃₃Ni₇P₁₄金属ガラス薄膜) および膜厚約 20 nm の硬磁性記録層 (Co/Pd 積層膜) の 4 層構造から複合積層膜成る積層膜を加工試料として用いた。非磁性インプリント層には、予め凸型ドット金型 B (パターン径 90~300 nm) および C (パターン径 30 nm 径) を用いてホールパターンをインプリント成形してある。

スラリー選択および加工レート調査を目的として、Co/Pd 積層膜のベタ膜試料を用いた予備試験を実施した。その結果、ヨウ素系スラリーを用いた約 30 s の加工で Co/Pd 積層膜が約 17 nm 研磨除去されたことを確認した。この加工レートを基に、複合積層膜試料表面の研磨加工を実施した。研磨条件は印加応力 約 50 kPa、加工時間 30 s とし、加工後純水により超音波洗浄を行った。研磨後の複合積層膜試料表面の FE-SEM 観察結果およびエネルギー分散型 X 線分析 (EDS :Energy Dispersive x-ray Spectroscopy)による組成分析結果を図①-124および①-125に示す。研磨後表面には研磨片あるいは砥粒の残留物は認められない。EDS 分析の結果、ホールパターン内の Co 濃度が高く、パターン表面の Co 濃度が低い。軟磁性裏打ち層に含まれる Co も分析結果に重畳するが、裏打ち層の Co 量は均一である。このことから、ホール内と表面との Co の濃度差は、ホールパターン内に Co を含む Co/Pd 積層膜が残存しており、表面の Co/Pd 積層膜が研磨除去されたものと推察される。以上のことから、ホールパターン内に残った Co/Pd 積層膜が磁性ドットとして孤立化できる可能性が示唆される。よって、CMP 研磨した複合積層膜試料を用いて媒体成立性を評価することとした。今後の課題としては研磨量精度の向上が必要である。研磨ロット間あるいは試料の部位により研磨状態にばらつきがあり、大面積で均一な研磨の達成には、試料保持機構の改良に加え、印加応力およびスラリー濃度等の微調整による最適研磨条件探索が必要であろう。また、一部の試料の表面に残存付着物が認められたことから、洗浄剤の選択も再検討する必要がある。



図①-124 研磨後の複合積層膜試料表面



図①-125 研磨後の複合積層膜試料表面の EDS による分析結果

④媒体成立性評価（磁化反転挙動調査）試料の供給

以上のプロセスで媒体成立性評価試料としての複合積層膜を作製した。表①-11 に評価用試料の構成をまとめる。

表①-11 媒体成立性評価用試料の構成

No.	積層構造	インプリントパターン		硬磁性層 研磨
		形状	パターン径	
1	Si 基板+非磁性層+硬磁性層	凸 (ドット)	80-300 nm	無し
2	Si 基板+非磁性層+硬磁性層	凹 (ホール)	90-300 nm	無し
3	Si 基板+軟磁性層+非磁性層+硬磁性層	凹 (ホール)	90-300 nm	有り
4	Si 基板+軟磁性層+非磁性層+硬磁性層	凹 (ホール)	30 nm	有り

評価試料の構成は、凸型凹型形状ならびに硬磁性層研磨の有無による磁化反転挙動の差異を比較するために、凸型および凹型で未研磨の試料 No.1 および 2、ならびに凹型で硬磁性層を研磨した試料 No.3 および 4 の 4 種類とした。作製した複合積層膜の特性評価結果については、X 項、XI 項、XII 項で述べる。

本項VIでは、インプリントパターン上に硬磁性膜を付与し、CMP 研磨による Co/Pd 積層膜の除去加工と平坦化、複合積層膜の媒体成立性試料の試作について述べた。得られた結果を以下にまとめる。

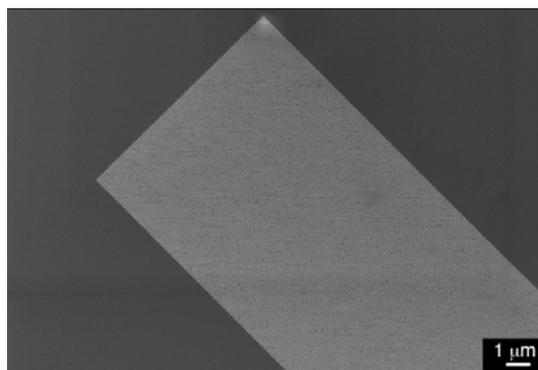
- ・Pd 基金属ガラス薄膜の初期膜厚を 20 nm 程度に調整してインプリントを実施した結果、ホール底部残膜厚さを約 6 nm と薄肉化できた。ホール内に充填した硬磁性記録層と軟磁性裏打ち層との磁気的カップリング強化の可能性が示された。
- ・直径 90 nm、深さ 20 nm のホールパターン Pd 基金属ガラス薄膜上へ Co/Pd 積層膜を成膜した。成膜された Co/Pd 積層膜厚さは、ホール内、表面共に 20 nm 程度であった。平行平板型 MGS 装置はホールパターンへの硬磁性記録層充填に好適であり、ホール内に所望する厚みの Co/Pd 積層膜を成膜できることが分かった。
- ・CMP 研磨により、複合積層膜上の余分な Co/Pd 積層膜除去を試みた。EDS の結果からパターン表面よりホール内の Co 濃度が高いことが明らかとなり、余分な Co/Pd 積層膜は研磨除去され、ホール内に残った Co/Pd 積層膜が磁性ドットとして孤立化した可能性が示唆された。

今後は、媒体成立性の評価結果をインプリント加工にフィードバックし、パターン形状、ホール底部の残膜厚さの微調整および硬磁性層の研磨精度の向上を図り、磁気記録媒体として成立しうる複合膜作製を目指す。

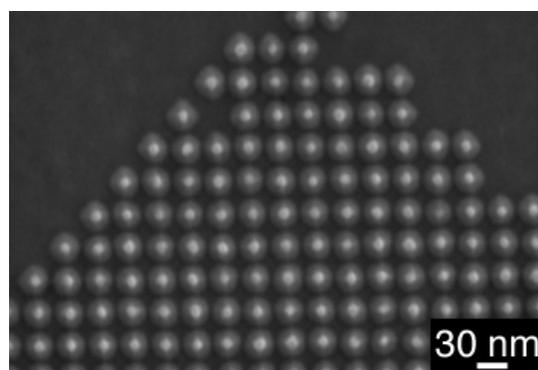
VII. 超微細パターン金型によるインプリント試験

前項VおよびVIでホール直径 30 nm、ホールピッチ 60 nm の超微細パターンを、熱インプリントにより金属ガラス薄膜上に創製できることを述べた。しかしながら、中間目標値である直径 16 nm、ホールピッチ 33 nm は達成できていない。このため、前V項の⑥で用

いた金型と同様、電子ビーム露光とエッチングを組み合わせ超微細 Si 製金型を特注した。図①-126 に示すような幅 10 μm で長さ 1.5 mm の領域に、中間目標の記録密度 600 Gbit/in² を達成する凸型ドットでピッチ 33 nm パターンを創製した。凸型ドットの拡大観察結果を図①-127 に示す。ドットピッチが 33 nm であることは見てとれるが、ドットの欠けがある部分も認められる。また、個々のドット形状は、前V項の⑥で用いたドット頂部の平坦性はなく、円錐に近いものといえる。この金型を 45 度方向から観察しドット高さを見積もった。形状観察から見積もったドット高さは 18.8 nm であり、ドットピッチ 60 nm 金型のドット高さ 30 nm に比べ小さい。このことから、前V項の⑥で用いた Pd 基金属ガラス薄膜は表面に PLD 法特有のレーザドロップレットが存在するため、インプリント試験には適していない。そこでレー



図①-126 ドットピッチ 33 nm 凸型金型のパターン領域全体

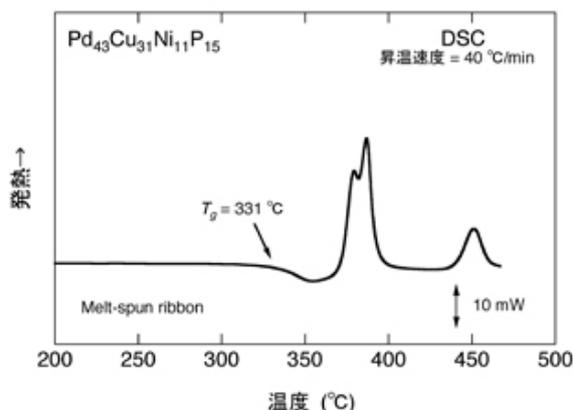


図①-127 ドットピッチ 33 nm 凸型金型のパターン

ザドロップレットが原理的に生成しない MGS 法で厚さ 20 nm の Pd 基金属ガラス薄膜を成膜した。図①-128 に MGS 法で成膜した Pd 基金属ガラス薄膜の表面観察結果を示す。レーザドロップレットの生成は認められず、平坦な緻密膜が得られている。AFM による表面粗さ測定の結果、 R_a は 0.17 nm、 R_y は 2.3 nm と、成膜前の基板粗さから劣化は認められない。ICP 組成分析の結果、成膜した Pd 基金属ガラス薄膜の組成は Pd₄₃Cu₃₁Ni₁₁P₁₅ であった。分析結果と同組成の単ロール液体急冷リボン材を作製し熱的性質を調査した。図①-129

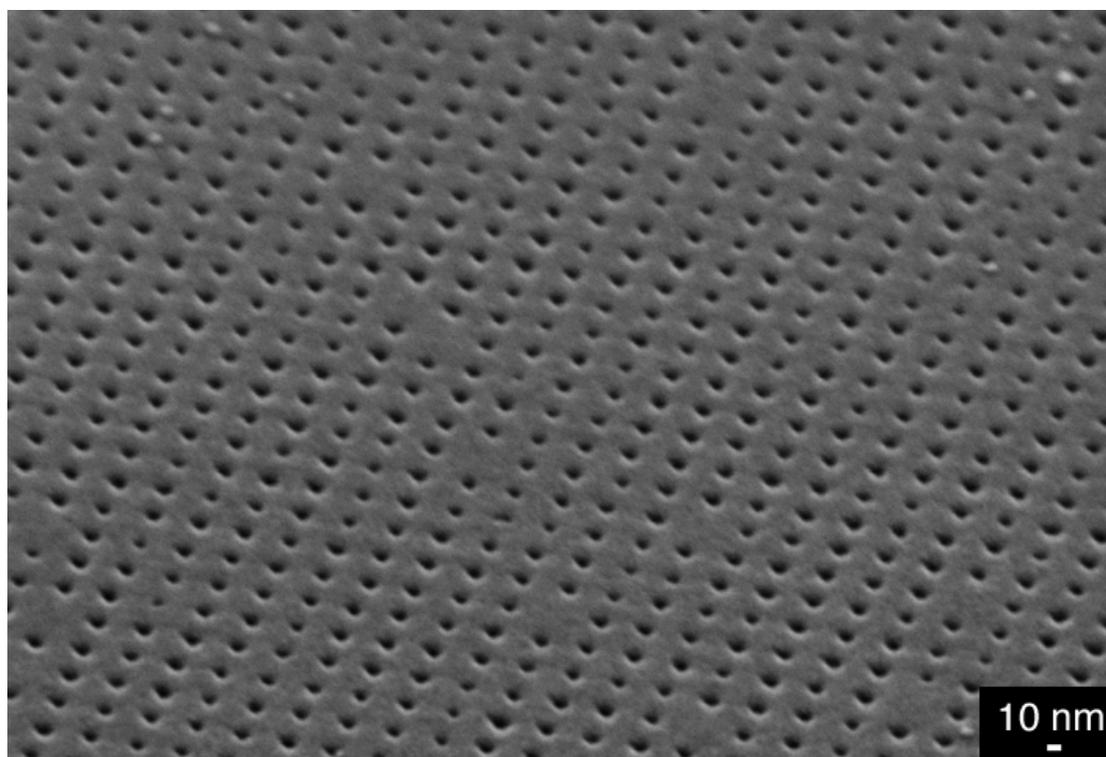


図①-128 MGS 法で成膜した Pd 基金属ガラス薄膜の表面



図①-129 MGS 法で成膜した Pd 基金属ガラスと同組成のリボン材の DSC 曲線

にMGS法で成膜したPd基金属ガラスと同組成のリボン材から得たDSC曲線を示す。MGS法で作製したPd基金属ガラス薄膜の T_g は331°Cであり、PLD法で作製したPd基金属ガラス薄膜に比べ5°C程度高いと推察される。このことから、MGS法によるPd基金属ガラス薄膜のインプリント条件を、昇温速度1°C/s、加熱温度341°C($T_g+10^\circ\text{C}$)、印加応力60 MPa、加圧時間10 sとした。Pd基金属ガラス薄膜の転写面のFE-SEM観察結果を図①-130に示す。図①-114で示したホールピッチ60 nm、ホール径30 nmのパターンと同様に、ピッチ33 nmホールパターンアレイが形成できた。ホール形状も比較的均一で、かつ等間隔に配列していることがわかる。但し、金型ドット形状が円錐上であることから、ホール径はピッチの1/2になっておらず、平均で15.1 nmである。これから求められるホール深さは、ホール中心部で8.6 nmと見積もられる。

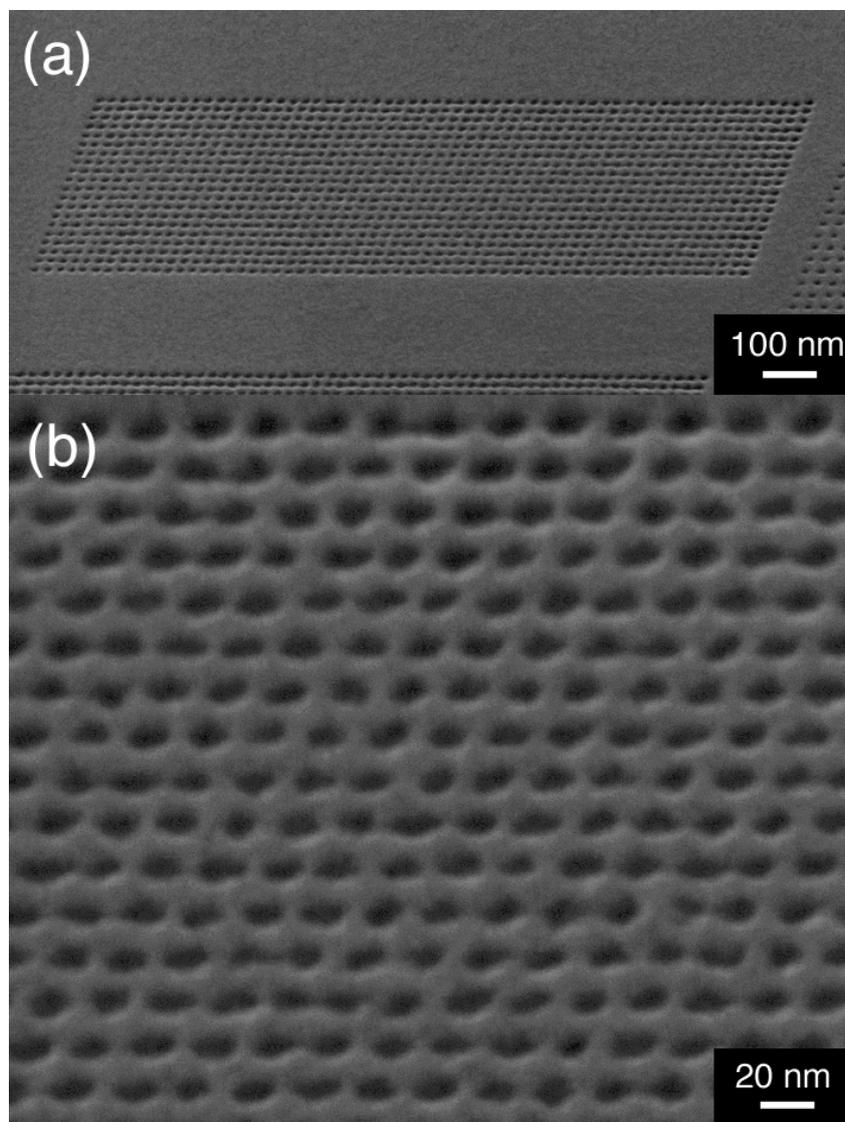


図①-130 ドットピッチ33 nm 凸型金型でインプリントしたPd基金属ガラス薄膜の転写面

本項で述べたように、ドットピッチ33 nmの円錐形状のドット形状を有する特注Si金型を用いてインプリント試験を行なった。この結果、表面が平滑なMGS法Pd基金属ガラス薄膜上に、中間目標の記録密度600 Gbit/in²を実現するピッチ33 nmのホールパターンアレイの形成に成功し、ホールピッチ33 nmの中間目標を達成した。形成されたホール径は15.1 nmであるが、この結果は金型のピッチを詰めれば金属ガラス薄膜のインプリント加工で最終目標の記録密度2 Tbit/in²を実現するホール径9 nmが形成できることを示している。

さらに、①-2節「金属ガラスによる超微細パターン形成技術の開発」X項で述べたFIBデポジション+ドライエッチング法で創製したピッチ25 nm金型を用いたインプリント試

験を実施した。ピッチ 25 nm 金型を用いて MGS 法 Pd 基金属ガラス薄膜上にインプリントした超微細パターンの正面像を図①-131(a)に、傾斜像を(b)に示す。



図①-131 ドットピッチ 25 nm 凸型金型でインプリントした Pd 基金属ガラス薄膜の
(a)正面像および(b)傾斜像

(a)の正面像からはパターンの乱れは僅かにあるものの、図①-85 に示した金型のパターンが Pd 基金属ガラス薄膜上に転写されている。図①-130 の結果と併せて、金属ガラス薄膜上に数 nm レベルのパターン形成が可能であることが実証できた。また、(b)の傾斜像ではパターンの無い表面と比較して、ホールとホールの間隙部分が押し込まれて段差を形成しているように見てとれる。このことから、さらなるインプリント条件の絞込みが必要であろう。さらに、薄膜表面にごみの付着が認められる。現状ではクラス 1000 のクリーンブース内で金型創製とインプリント加工を行っているが、今後はそれぞれの工程を連結して高真空雰囲気を破ることなく連続製造することが必要と考えられる。

ここで E_{sub} 、 ν_{sub} および d_{sub} はそれぞれ基板のヤング率、ポアソン比、および厚さである。また、 d_{film} は基板上薄膜の厚さを示す。Si の E_{sub} 、 ν_{sub} および d_{sub} を 120 GPa、0.27 および 0.6 mm、Pd 基金属ガラス薄膜の厚さを 100 nm、発生した応力を 70 MPa と仮定した場合の反りの曲率半径は 1.8 km と見積もられる。このことから、インプリントで薄膜に発生した熱応力によるバイメタル効果の反りは十分に小さく無視できるといえる。

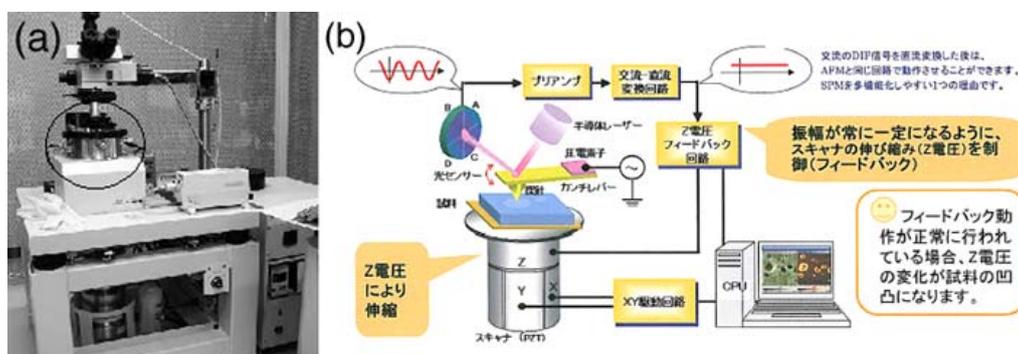
また、大面積化に伴いインプリント装置に要求される荷重も増大する。V 項⑥で述べたように、10 mm 角の一部領域にドット径 30 nm のパターンを配した金型での現在のインプリント印加応力は 60 MPa である。これが 2.5 インチ媒体となった場合、面積は 4.2 倍となり、要求荷重は 420 kN となる。この要求荷重は油圧プレスで達成されるが、インプリントに要求されるナノレベルのアライメント制御と高印加荷重の両立は難しい。 piezo アライメント方式あるいはエアフロート方式等の採用を検討する。

さらに、HDD 媒体の生産量は極めて多量であり、数 s 程度での高スループット生産が必要不可欠である。現状のインプリント加圧時間は 10 s であり大きな問題とはならないと予想されるが、大面積媒体の 100 °C/min 程度で昇温可能な急速加熱プロセス確立および離型温度までの速やかな冷却プロセス構築が重要であろう。

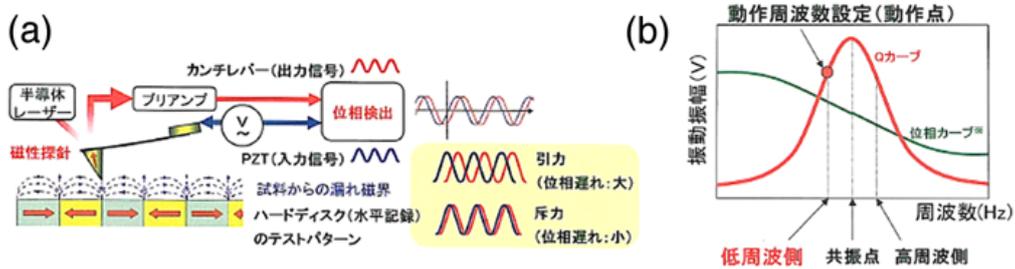
以上述べたような、要求荷重、ナノレベルアライメントおよび急速加熱・冷却プロセスが実現可能な大面積インプリント装置を検討し、平成 21 年度に導入する予定である。

IX. 磁気力顕微鏡

前節 V で述べたインプリントパターン上へ付与された硬磁性膜の評価を行う目的で、平成 19 年度に MF⁸¹⁾を導入した。図①-134(a)に本装置の外観を、(b)に装置構成を示す。本装置の主要部である磁性探針部の拡大図と動作原理を図①-135(a)および(b)に示す。図①-135(a)に示すように、ある入力信号を PZT に加え一定周波数で振動させているカンチレバーを磁性体表面に近づけると、帯磁しているカンチレバー先端の磁性探針部が試料からの漏れ磁束の影響(磁気力)を受けて、振動の位相にずれを生じる。この磁性探針部の振動を半導体レーザーで読み取った出力信号と、入力信号の位相ずれを比較測定することにより試料の磁区構造を検出するものである⁸²⁾。漏れ磁束が大きいほど位相ずれも大きくなる。入力



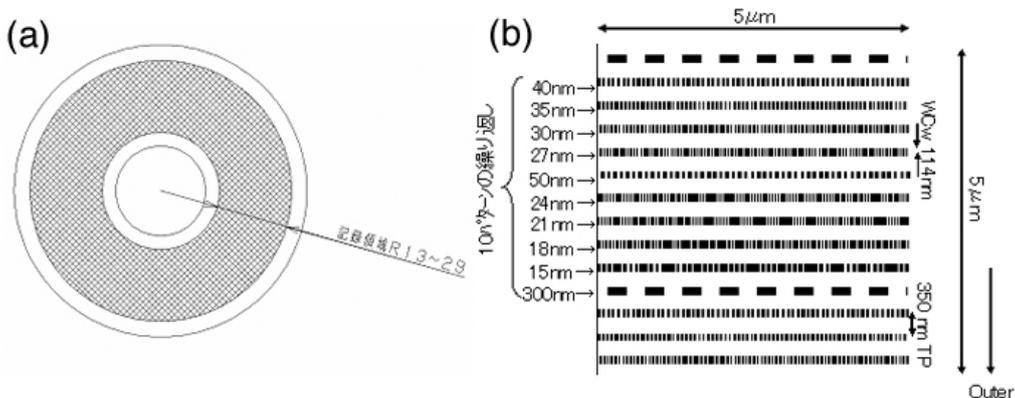
図①-134 MFM の外観図と装置構成 (a)外観図, (b)装置構成



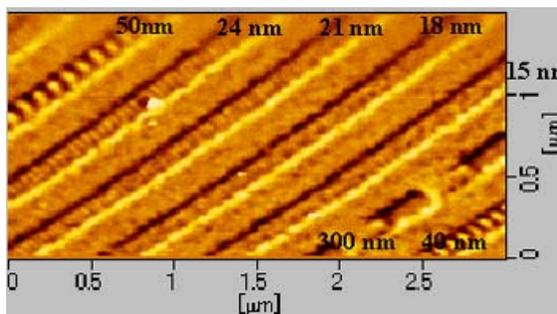
図①-135 MFMの動作原理と特徴 (a)MFM動作原理, (b)カンチレバーの共振カーブと動作周波数

信号の振動周波数及び位相はカンチレバー固有の値であり、本装置は図①-135(b)に示す通り真空雰囲気中で動作周波数(共振点)における半値幅 (Q 値) を制御 (以降、Active Q 制御という) することで、測定感度を大気中の 10 倍以上の高感度測定が可能な特徴を有している。

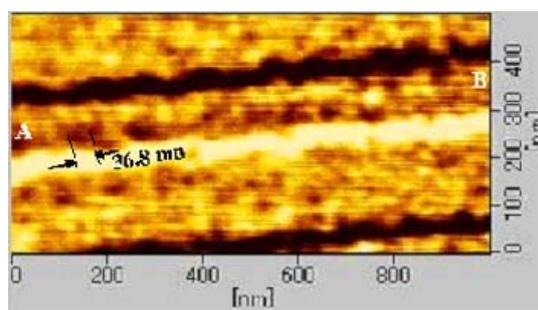
目標とする記録密度の磁気ドットが測定可能なことを検証するため、MFM 装置の測定分解能を評価した。カンチレバーは SI-MF40-LM (低モーメントタイプ) で、カンチレバーの感度制御 (Active Q 機能⁸³) を使用, Q 値~7400 に設定) を用いて真空中で測定した。試料は、ビット長 300, 50, 40, 35, 30, 27, 24, 21, 18, 15 nm を繰り返し記録した市販の 2.5 インチ垂直磁気ディスク媒体 (最高面記録密度: 254 Gbit/in² 相当) を用いた。図①-136(a) に 2.5 インチ垂直磁気ディスク媒体のパターン記録領域を、(b) に記録パターンをそれぞれ示す。図①-137 および①-138 に、記録パターンの MFM (磁気) 像およびその拡大像をそれぞれ示す。MFM 像から、記録ビット長 21 nm までは明瞭な記録ビット像が確認できる。記録ビット長 18nm の領域では、不明瞭な記録ビット像も含まれているため、任意の断面形状とその断面の FFT スペクトルを求めてデータ解析も行なった。図①-139(a) に任意の二点間の断面プロファイルを、(b) に断面プロファイルから得た FFT スペクトルを示した。いずれの解析結果においても、約 37 nm を一波長とする周期が測定され、検出可能な最短ビ



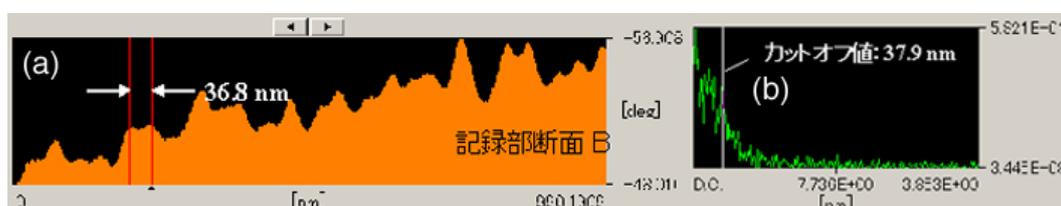
図①-136 2.5 インチ媒体のパターン記録領域と記録パターン (a)パターン記録領域, (b)記録パターン(ただし, Wew: 記録コア幅(μm), TP: トラックピッチ(μm))



図①-137 MFM 像(記録ビットパターン)



図①-138 MFM 像(記録ビット長 : 18 nm)



図①-139 MFM 像の解析(記録ビット長 : 18 nm) (a)AB 間断面形状,
(b)AB 間断面の FFT スペクトル

ット長が約 18 nm であることを示している (分解能要求仕様 : ≤ 20 nm)。従って、導入した MFM 装置の分解能で中間目標の記録密度を達成する磁気ドット(ドット径 16 nm, 面記録密度 600 Gbit/in²) の基礎的評価が可能であることが明らかとなった。しかしながら、最終目標値であるドット径 9 nm (面記録密度 2Tbit/in²) に対して測定分解能が不足している。今後、さらに測定分解能を向上させるために、FM (周波数変調 : frequency modulation) 制御技術(セイコーインスツル社製)⁸⁴⁾ および CNT (Carbon Nano Tube) - MFM 探針の適用の可能性を検討する必要がある。

さらに硬磁性層を付与した試料に対し、要求分解能が確認された MFM 装置を用いて、膜単体の単純な試料の磁区構造観察から、実際に形成したインプリントパターン上に成膜された複雑な試料の静的な磁化反転挙動について調べた結果を以下に述べる。

X. 硬磁性膜が付与された試作サンプルの磁気特性

① 凸型パターン形成膜の MFM 評価 (凹型金型インプリント)

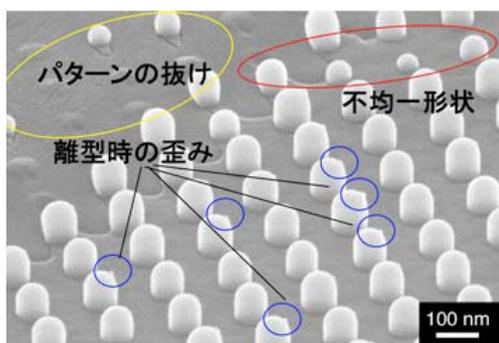
(1) ドット径 90 nm の凹型パターンインプリント後の MFM 評価

市販 HDD 用 Si 基板上に PLD 法により成膜した非磁性金属ガラスのベタ膜に硬磁性膜 (Co/Pd 積層膜) を製膜した試料の磁化状態を評価した。測定試料は Pt-Ni-P 非磁性金属ガラス箔試料(試料番号 : PtNi-IP-07) で、Co/Pd 積層膜が Pt-Ni-P 非磁性金属ガラス箔上に成膜されている。CMP 研磨等による表面平坦化はしていない。媒体構造と成膜条件を表①-13 に示す。

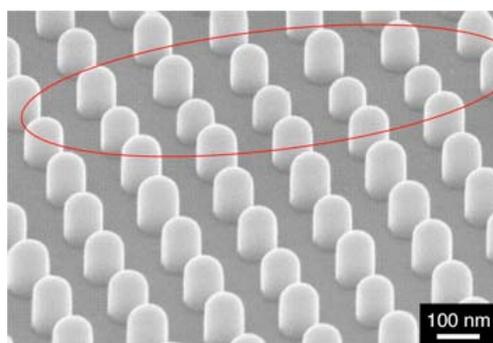
表①-13 ドット径 90 nm の凸型パターンの MFM 評価

試料構造	Pt 基金属ガラスリボン材 / Pd (5 nm) / [Co(0.3 nm) / Pd (1.0 nm)] ₁₀
金型	高解像タイプ(ホール形状、NTT-AT 社製) NIM-100HRESO(Si)
インプリント条件	IP 温度 240 °C, IP 荷重 30 MPa, IP 時間 60 秒
MFM 測定条件	SII-NT 社製 SPI4000/E-Sweep, MFM カンチレバー (SI-MF40-LM) 測定感度制御有り (真空中測定、Active Q 機能を使用: Q 値 ~7000 に設定)

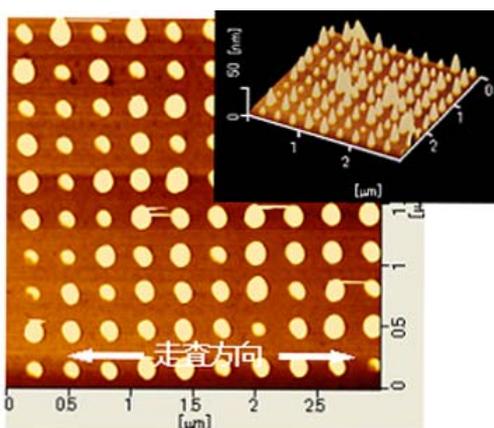
以降、特に断りがない限りドット径とドット間距離は 1 : 1 として述べる。



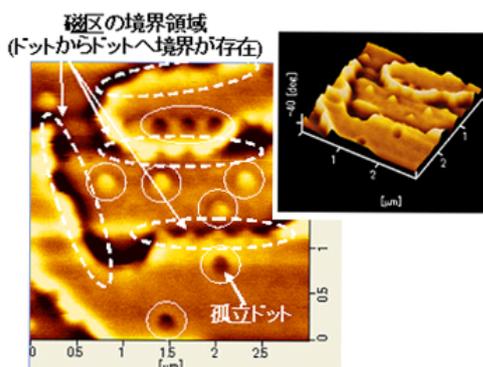
図①-140 硬磁性膜製膜後のドットパターンの SEM 像(ドット径 80 nm)



図①-141 硬磁性膜製膜後のドットパターンの SEM 像(ドット径 90 nm)

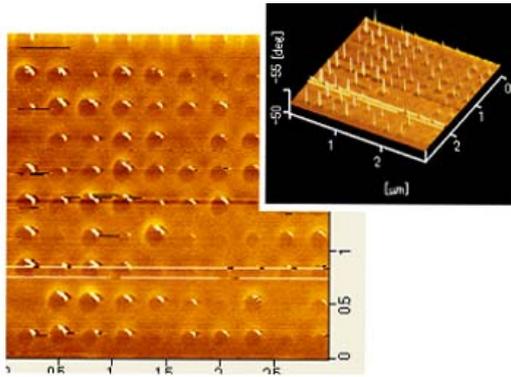


図①-142 硬磁性膜製膜後のドットパターンの AFM 像(ドット径 90 nm, ドット間距離 180 nm)



図①-143 硬磁性膜製膜後のドットパターンの MFM 像(磁場無印加)(ドット径 90 nm, ドット間距離 180 nm)

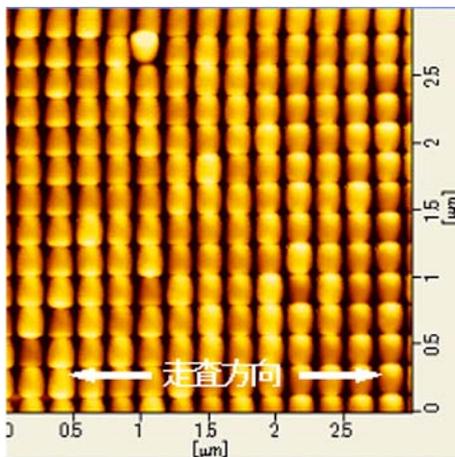
図①-140 および①-141 にドット径が 80 nm と 90 nm の硬磁性記録層成膜後の SEM 像をそれぞれ示した。ドット径 90 nm ではパターン抜けがほとんど認められない。一方、ドット径 80 nm ではパターン抜け、離型時の歪(バリ)、高低差などドット形状が不均一である。これよりインプリント状態の良いドット径 90 nm の試料を中心に MFM 評価を実施した。ドット径 90 nm, ドット間距離 180 nm の場合の AFM 像を図①-142 に、MFM 像を図①-143 に示した。磁場無印加の状態ではドット間の磁性膜を研磨、非磁性化していないため連続膜のような挙動を示し、メイズ磁区が存在する。一方で、孤立ドットと見られる磁区が存在している部分も確認される。また、ドットが比較的良好に孤立している領域に外部磁界を印加して着磁した MFM 像を図①-144 に示す。磁気ドットが一様に一方向に磁



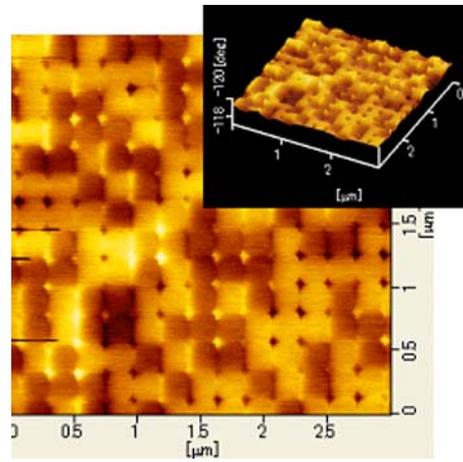
図①-144 硬磁性膜製膜後のドットパターンのMFM像(+20 kOe 着磁後)(ドット径 90 nm, ドット間距離 180 nm)

化されていることを確認でき、ビットパターンメディア (BPM) 媒体の孤立ドットの磁化反転が可能であることを示唆している。

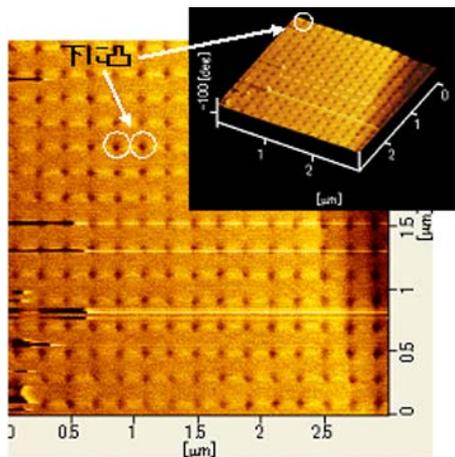
ドット径 90 nm パターン試料の AFM 像を図①-145 に、MFM 像を図①-146~①-148 に示した。図①-141 の SEM 像で示されている様に、ほぼ一様なドット形状を持つ AFM 像が得られている。磁場無印加状態では、MFM 像は図①-146 に示すようにドット単位でコントラストが変化しており、一方で1つ



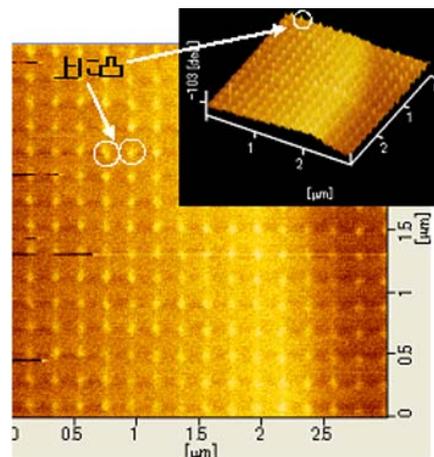
図①-145 硬磁性膜製膜後のドットパターンのAFM像(ドット径 90 nm)



図①-146 硬磁性膜製膜後のドットパターンのMFM像(磁場無印加)(ドット径 90 nm)



図①-147 硬磁性膜製膜後のドットパターンのMFM像(+20 kOe 着磁後)(ドット径 90 nm)



図①-148 硬磁性膜製膜後のドットパターンのMFM像(-20 kOe 着磁後)(ドット径 90 nm)

のドット内では明確なコントラストが見られないことから、磁気ドットが単磁区構造を持っていると推察される。また、外部磁界の印加により磁気ドットが図①-147 および①-148 に示すように一方向に磁化していることがわかる。図中、測定装置の解析ソフトにより、磁気ドット部のコントラストが色調のゼロ基準となる中間色になっているため、ドット同士の隙間に相当する部分のコントラストが白色、あるいは黒色に反転して見えている。

これらの結果は、磁気ドット間の平坦領域を非磁性化し、周囲からの漏れ磁界による静磁気の影響を抑止できれば凸型磁気ドットを有する磁気ディスク媒体実現への可能性を示していると結言できる。

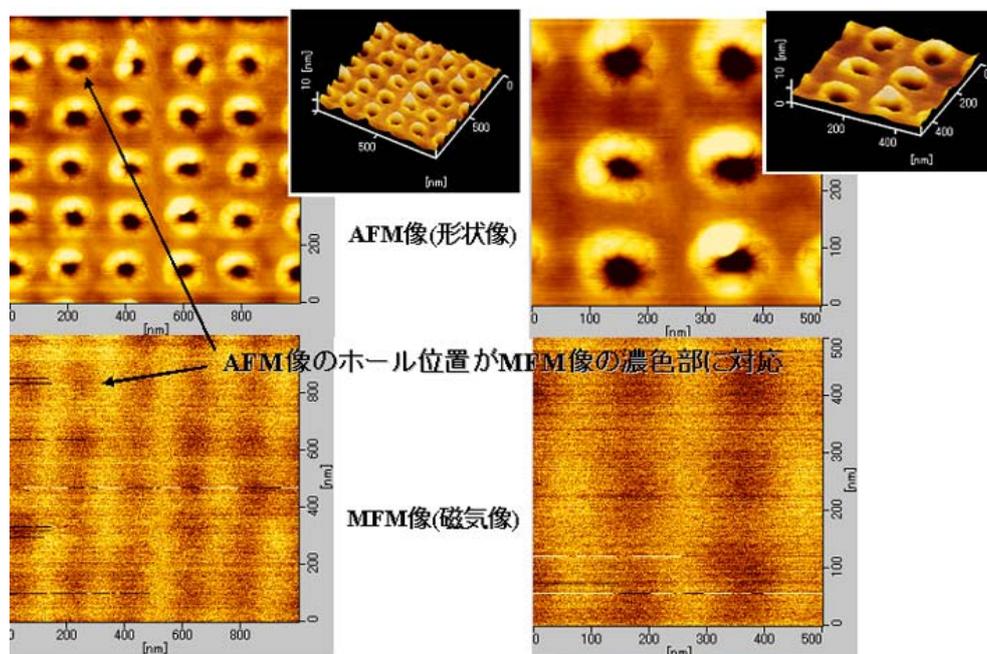
② 凹型パターン形成膜の MFM 評価(凸型金型インプリント)

(1) ホール径 90 nm の凹型パターンの MFM 評価

試料は Pd-Cu-Ni-P 非磁性金属ガラス薄膜試料を用いた。試料の平坦化は行なっていない。媒体構造と成膜条件を表①-14 に示す。

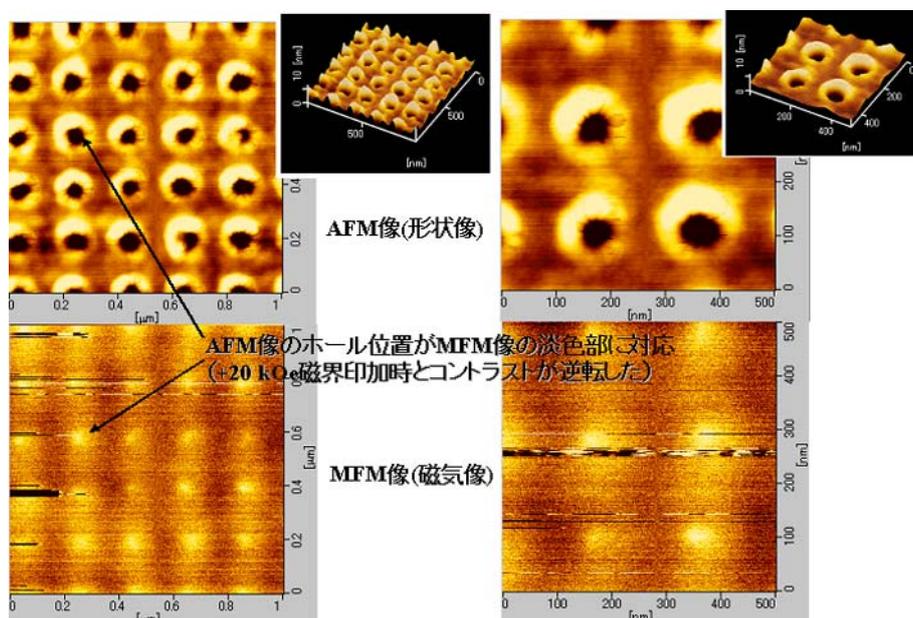
表①-14 ドット径 90 nm の凹型パターンインプリント後の MFM 評価

試料構造	Si 基板/Pd 基金属ガラス膜 (~5 nm) /Pd (1.0 nm) /[Co(0.3 nm)/Pd(1.0 nm)] ₁₂
金型	高解像タイプ(凸型, NTT-AT 社製) ドット/ドットピッチ = 90 / 180 nm ドット高さ 90 nm (アスペクト比 1)
インプリント条件	IP 温度 336 °C, IP 荷重 40 MPa, IP 時間 10 秒
MFM 測定条件	SII-NT 社製 SPI4000/E-Sweep, MFM カンチレバー (SI-MF40-LM)
	測定感度を制御 (真空中測定、Active Q 機能を使用: Q 値 5500~6000 に設定)

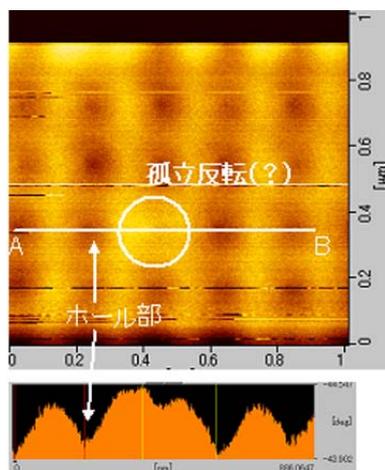


図①-149 + 20 kOe 着磁後のホールパターン(ドット径 90 nm) AFM 像(上段)と MFM 像(下段)
(a) 走査範囲 1 μm × 1 μm, (b) 走査範囲 500 nm × 500 nm

+20kOe の外部磁界を印加して着磁したときの AFM 像および MFM 像を図①-149 に、-20kOe の外部磁界を印加して着磁したときの AFM 像および MFM 像を図①-150 にそれぞれ示した。それぞれ上段が AFM 像、下段が MFM 像を示しており、左側の図は走査範囲が 1 μm 角、右側が 500 nm 角の場合である。着磁磁場を反転させることで、AFM 像のホール部(黒色領域)に対応した MFM 像の部位のコントラストが濃色 \leftrightarrow 淡色に変化し、着磁方向により、ホール部の MFM 像コントラストが反転することが確認された。また、図①-151 は磁場無印加状態のものであるが、ドットが孤立反転していると考えられる個所も観測されており、凸型磁気ドット形成時と同様に凹型磁気ドットにおいても磁気ディスク媒体実現への可能性を確認できた。



図①-150 - 20 kOe 着磁後のホールパターン(ドット径 90 nm) AFM 像(上段)と MFM 像(下段)
(a)走査範囲 1 μm \times 1 μm , (b)走査範囲 500 nm \times 500 nm



図①-151 無磁場印加状態のホールパターン
(ドット径 90 nm) の MFM 像

(2) ホール径 30 nm の凹型パターンの MFM 評価

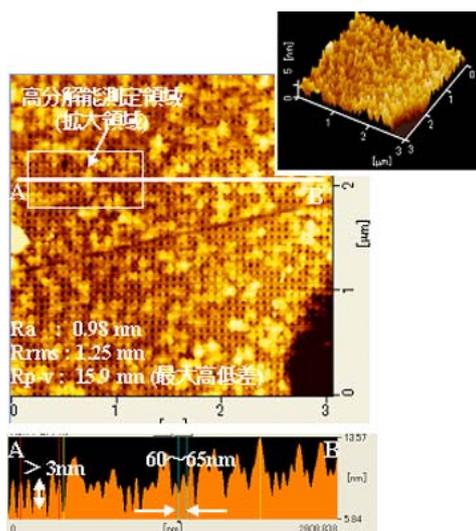
上述のパターン径 90 nm の場合では、凸型凹型ともにパターン形状や磁気特性から磁気ディスク媒体実現への可能性を確認できたが、パターン形状がさらに微細化すると、より高度な要素技術開発が必要になるとともに、パターンの不均一性や転写抜け、磁気特性の最適化などの課題が顕著に現れてくる。ここでは、ホール径 30 nm の凹型パターンに関して MFM 評価を行ない、パターンの微細化における課題抽出と対策を検討した。

試料は Pd 基非磁性金属ガラス薄膜試料を用いた。CMP による平坦化後試料を測定した。媒体構造と成膜条件を表①-15 に示す。

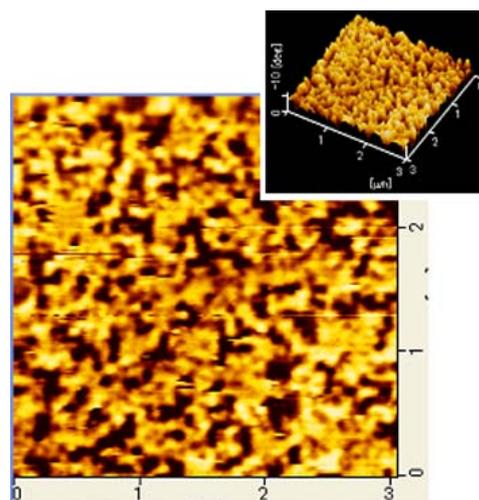
表①-15 ドット径 30 nm の凹型パターンインプリント後の MFM 評価

試料構造	Si 基板/Fe-Co-B (100 nm) /Pd 基金属ガラス膜 (5nm) /Pd (1.0nm) /[Co(0.3 nm)/Pd(1.0 nm)] _s
金型	高解像タイプ(凸型, NTT-AT 社製) ドット/ドットピッチ = 30 / 60 nm ドット高さ 20-35 nm (アスペクト比 約 1)
インプリント条件	IP 温度 336 °C, IP 荷重 60 MPa, IP 時間 10 秒
MFM 測定条件	SII-NT 社製 SPI4000/E-Sweep, MFM カンチレバー (SI-MF40-LM) 測定感度を制御 (真空中測定、Active Q 機能を使用: Q 値 8200~8700 に設定)

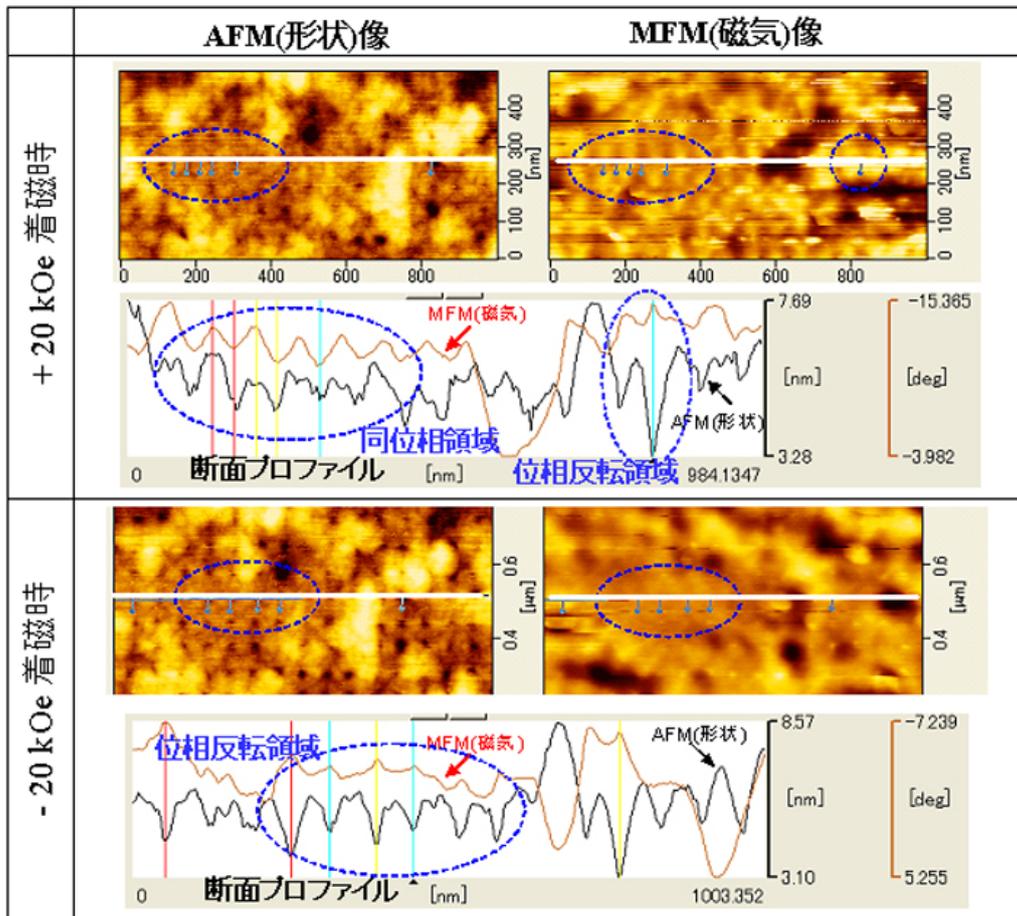
+20 kOe で着磁後の AFM による表面状態観察結果を図①-152 に、MFM による磁化状態調査結果を図①-153 に示した。AFM 観察からドットピッチは約 60-65 nm 程度であり、設計形状とほぼ等しい。しかしながら、ホールと平坦部に数 nm の段差が認められる。また、表面キズ、研磨処理後の付着物 (高さ 15nm 以上) など多くのコンタミ物質が観測される。このことから、段差が 1 nm 以下となる表面の平坦化が可能な表面研磨技術および洗浄によるコンタミ除去技術の確立が今後の課題として挙げられるであろう。



図①-152 ホール径 30 nm、ドット間距離 60 nm の着磁後の AFM 像 (走査領域 3 μm × 3 μm)



図①-153 ホール径 30 nm、ドット間距離 60 nm の着磁後の MFM 像 (走査領域 3 μm × 3 μm)

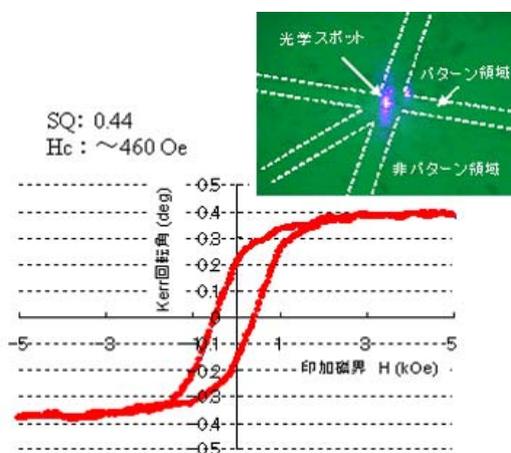


図①-154 ホール径 30 nm、ドット間距離 60 nm の表面形状と磁気状態の違い

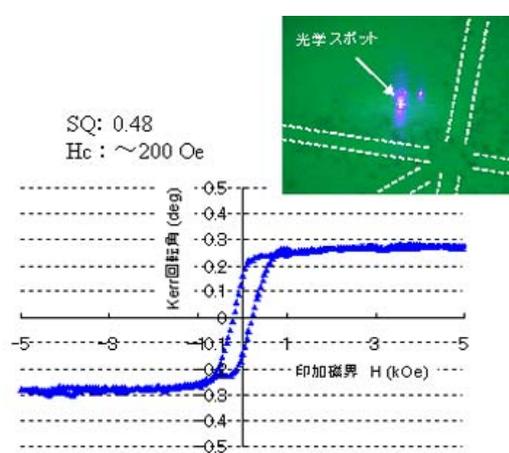
図①-154 は図①-153 中の任意の領域を高分解能評価（拡大）したものである。着磁方向の異なるそれぞれの場合について、MFM 像中の同一箇所の MFM 像、AFM 像と任意の位置の断面プロファイルを示した。断面プロファイルでは、黒線が AFM、赤線が MFM による断面を示している。+20 kOe 着磁したときには、AFM 像と MFM 像の凹凸が同方向に向く同位相の領域（図中左側の対応する部分を破線で囲った）と AFM 像と MFM 像の凹凸が反対方向に向く位相反転した領域が混在する（図中右側の部分を破線で囲った）。また、-20 kOe に着磁したときには、AFM 像と MFM 像の凹凸が反対方向に向く位相反転の領域が多く観測された。ホール径 30 nm（設計）領域で、局所的ではあるがホールの磁化反転を確認することができ、パターンを微細化しても本成膜プロセスを適用できることがわかった。しかし、図①-154 の MFM 像から、膜全体としては連続膜のようなメイズ磁区を示唆する磁化状態が得られており、平坦部に磁性膜が残存している可能性が示唆される。平坦部の磁性膜を均一かつ精密に除去する研磨技術の開発が今後の課題であろう。さらに、ホール径 30 nm の部分の反転磁化の大きさを評価するために以下の実験を行なった。

③ 微小パターン領域の磁化曲線

レーザ光を直径 1–2 μm に絞り込んで Kerr 効果⁸⁵⁾を評価した Kerr 回転ヒステリシス曲線を図①-155 および①-156 に示す。右上の顕微鏡写真が測定箇所を表しており、図①-155 はパターン形成領域を、図①-156 は非パターン形成領域を測定した。これらの測定結果から、パターン形成領域の方が高 H_c ($H_c: 200 \text{ Oe} \rightarrow 460 \text{ Oe}$) を示すが、両者ともに低保磁力であり、パターン形成でドットの孤立化による顕著な保磁力増大は観測されない。また、角型比が低く ($SQ: 0.44\sim 0.48$) 垂直磁気異方性の劣化が推定される。パターン形成領域の Kerr 回転角の絶対値が非パターン形成領域よりも大きいのは、硬磁性層の膜厚の差(表面研磨の有無)に依存すると推察される。以上の結果から、TEM 断面構造評価により磁気特性劣化の要因分析と媒体構造の解析を早急に行ない、媒体特性および構造の改善が必要であると考えられる。膜特性の改善アプローチ手法として以下の評価、検討が挙げられる。



図①-155 微小パターン領域の μ -Kerr 効果測定法によるパターン領域の磁化曲線



図①-156 微小パターン領域の μ -Kerr 効果測定法による非パターン領域の磁化曲線

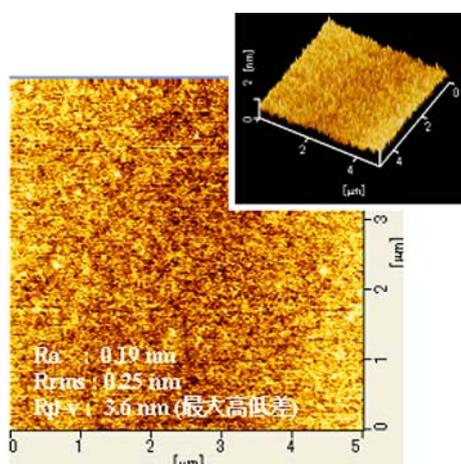
- ・ ホール部の膜構造評価
 - 硬磁性記録層構造評価による膜構造および磁気特性の改善
- ・ 平坦部の磁性膜の削れ具合の評価手法の確立
 - 表面研磨の最適化、平坦部硬磁性膜の研磨による漏れ磁界の影響の削減
- ・ ホール深さを深くして平坦部とホール部の静磁気相互作用を低減
 - ホール形状、深さの最適化

④ 裏打ち層 (SUL : Soft under layer) の表面形状と磁気特性の記録層への影響

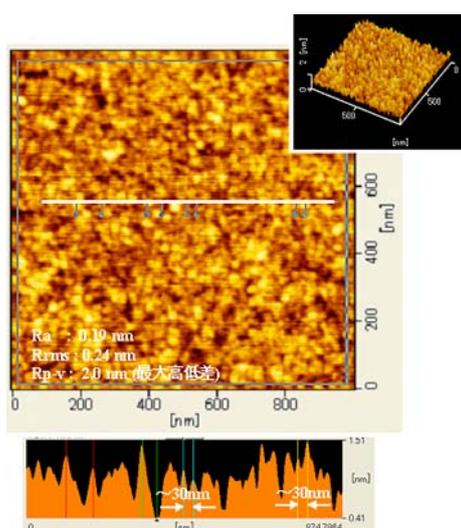
非磁性金属ガラス中間層が約 5 nm 薄く、裏打ち層が閉磁路を形成する多層構造 (APS 構造 : Anti-Parallel Structur 構造) を用いていない単層膜のため、裏打ち層の磁化からの漏洩磁界の影響や、裏打ち層と硬磁性記録層の磁化が磁気的な相互作用を生じている可能

性が推察される。いずれも媒体ノイズの要因となるため、BPM 記録媒体を形成するには、裏打ち層に起因する媒体ノイズを抑制することが必須となる。

裏打ち層の記録層への影響を見るため、試料に用いられているものと同条件で作製した裏打ち層単層膜の表面形状および磁気構造を評価した。5 μm 角および 1 μm 角の領域を走査したときの AFM 像を図①-157 および ①-158 にそれぞれ示す。AFM 像からは表面粗さ (R_a , R_{rms}) は 0.2 nm 以下で優れた表面粗さを有していることがわかる。しかし、平面像と断面形状からは、30 nm 程度の微結晶粒と考えられるコントラストが観測される。また、図①-159 に示す MFM 像からは、垂直磁化成分の存在 (MFM 像の濃淡色のコントラストが強い)、および 30~70 nm 程度の垂直成分を有する微小磁気クラスタが観測される。①-1 節「合金創製」の VI 項に示した図①-28 に示す裏打ち層の磁化曲線からもソフトな垂直磁化成分が観測されており、裏打ち層の微結晶粒が垂直成分の発生要因となっている可能性が示唆される。

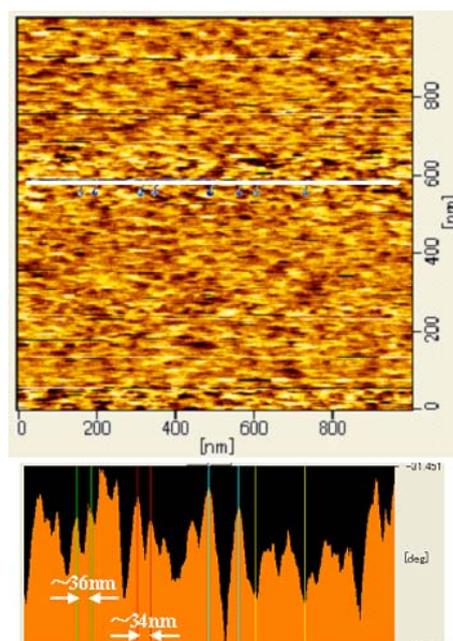


図①-157 裏打ち層単層膜の AFM 像
(走査領域 5 μm × 5 μm)



図①-158 裏打ち層単層膜の AFM 像
(走査領域 1 μm × 1 μm)

裏打ち層の垂直磁化成分の存在は、裏打ち層に起因する媒体ノイズ (スパイクノイズや記録層との相互作用によるノイズ) の要因になるので改善の必要がある。改善手法としては、材料組成の最適化および成膜プロセスの変更による裏打ち層の非晶質度の改善、あるいは APS (Anti-parallel Structure) 構造の採用などが挙げられる。

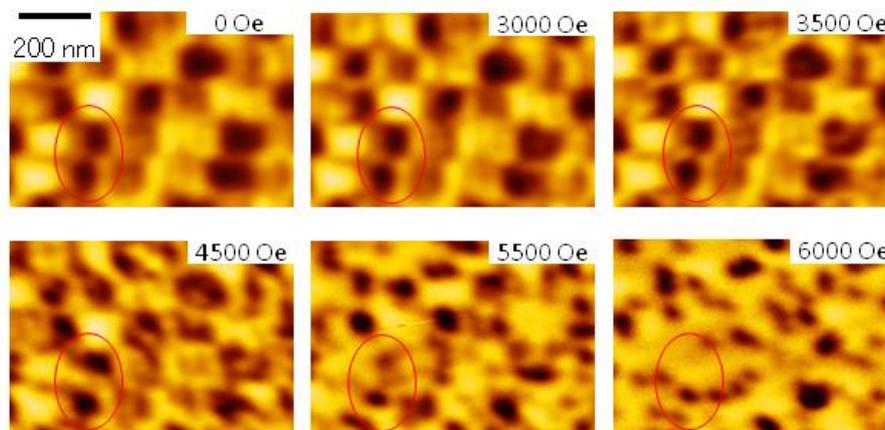


図①-159 裏打ち層単層膜の MFM 像
(走査領域 1 μm × 1 μm)

XI. 試作サンプルの磁気特性より想定される媒体構造

試作サンプルの磁性ドット磁気特性を把握することが必要となる。把握対象は、記録媒体として用いた場合の再生出力と関連する飽和磁化(M_s)および記録・消去に関連する磁化反転磁界(H_c)である。 M_s は硬磁性膜組成で決まるが、 H_c はドット毎に測定しその分布を調べる必要がある。レーザ光を絞り込んで微小領域の H_c を測定できるマイクロ-Kerr 効果顕微鏡を用いても測定可能なドット径は 1~2 μm 程度である。試作サンプルの磁性ドット径は 1 μm 以下であり、このような微細径のドット単位で H_c を計測するため、高分解能で磁気情報観察が可能な MFMM を用いてドット毎の磁化反転磁界を測定評価する技術の開発を行った。ドットの磁化反転特性は、磁界印加方向や温度によって変化するため、これらのパラメータの影響を考慮しつつ調べる必要がある。

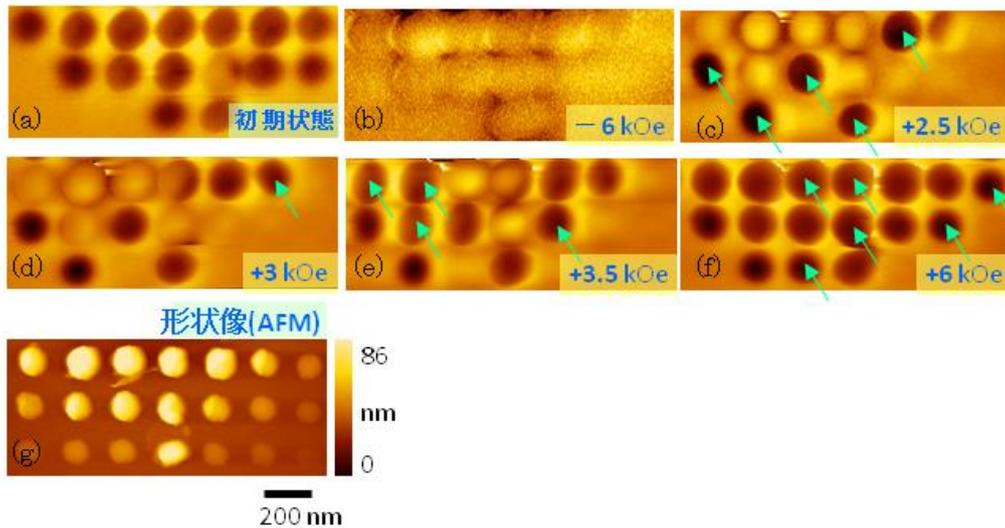
試作サンプルの磁界印加あるいは温度処理と MFMM 観察は装置構成の制約があるため別々の装置を用いて行う必要がある。従って上記目的を達成するためには、試料の同一箇所をの磁化状態変化を連続的に観察する必要があり、MFMM 装置中で超高精度のサンプル位置合わせを行う技術を開発した。この技術のポイントは、サンプル表面に設けた特殊マークを目印に 3~4 段階の操作を経て位置決めを行うことにある。このような操作によって MFMM 試料台において、nm オーダーでの再現性のあるサンプル設定および観察が可能となった。図①-160 に、市販の垂直磁気ディスク媒体に 0~6 kOe の垂直磁界印加処理を行ったときの磁化状態変化の測定例を示す。磁界印加処理は MFMM 装置外で行っているため、磁界処理を行う毎に試料を MFMM に繰り返し設定している。例えば、図中の丸印で示す箇所に注目すると、約 70 nm のビット長の垂直磁気記録ビットはこの媒体の逆磁区形成磁界 $H_n=3.2$ kOe 程度まではその形状は殆ど変化しないが、 H_n 以上の磁界を印加することにより徐々に変形するのが観察されている。同一箇所の磁化状態変化が明確に観察されていることが分かる。この MFMM 観察では、15-20 nm 程度の磁気的な揺らぎが高分解能観察されている。



図①-160 垂直磁界を印加したときの記録磁化状態変化(MFMM 像)

同一観察箇所の繰り返し観察例

観察試料：市販 HDD 媒体、磁場印加方向：紙面上向

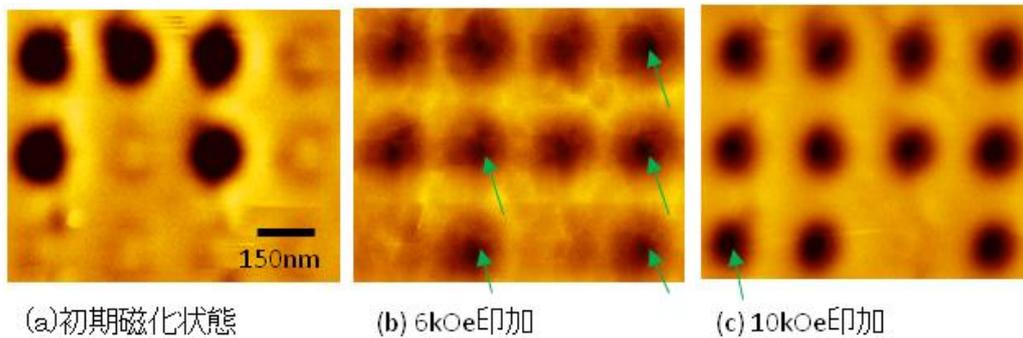


図①-161 凸型パターン媒体に垂直磁界を印加したときのドット磁化反転観察(MFM 像)
 同一観察箇所での繰り返し観察例 (a)-(f)MFM 像、(g)観察箇所の AFM 像
 磁界印加方向：紙面下向

この同一箇所の繰り返し観察技術を用いて、凸型パターンの磁性ドットに垂直磁界を印加したときの磁化状態変化の観察を行った結果を図①-161 に示す。AFM 像から明らかなようにこの試作媒体の磁性ドット径には多少の分布が存在するが、磁界を印加したときのドット毎の磁化反転は必ずしもドット径には依存していない。上向き磁界(-6 kOe)印加処理時には全てのドットが上向き磁化となっているが、下向き磁界強度を増加するにつれて下向き磁化のドット数が増大するのが観察されている。図中の矢印は、その磁界を加えることによって反転した磁性ドットを示す。印加磁界強度と磁化反転ドット割合の関係は、2.5 kOe(41.7%), 3.0 kOe(50.0%), 3.5 kOe(83.3%), 6.0 kOe(100%)であった。試料面に対して垂直下向き(図では紙面下向きに対応)に 3.0 kOe の磁界を加えたときに 50% の磁性ドットの磁化方向が下向きになっている。このようなデータから磁性ドットの平均反転磁界強度(H_c)は 3.0 kOe であること、磁化反転が終了する飽和磁界強度が約 6 kOe であること、およびドット毎に H_c 分布が存在することが明らかになった。ドット単位で測定した平均 H_c は、Co/Pd 積層膜の保磁力およびレーザ Kerr 効果法で測定した試作サンプルの保磁力よりも数倍以上大きな値となっていることが分かる。

凹型パターンの磁性ドットに垂直磁界を印加したときの磁化状態変化の観察を行った結果を図①-162 に示す。10 kOe の垂直磁界印加処理を行っても未反転ドットが観察されている。凹型パターンの場合、凸型パターンに比べてより大きな垂直磁界を印加しないと磁化反転が起こらないことが分かる。ドット毎の磁化反転磁界 H_c は、ドットの形状(アスペクト比、矩形性、直径)やドットを形成する硬磁性膜(Co/Pd 積層膜)の局所構造に影響されるものと思われる。

これまでの検討により、凸型および凹型のパターン媒体の両方においてドット毎の垂直磁化反転が確認され、反転磁界強度(H_c)は連続垂直磁化膜(Co/Pd 積層膜)の保磁力より増大



図①-162 凹型パターン媒体に垂直磁界を印加したときのドット磁化反転観察(MFM 像)
同一観察箇所での繰り返し観察例 (a)-(c)MFM 像、磁界印加方向：紙面下向

すること、ある程度の H_c 分散が存在すること、このドット毎の H_c は磁性膜特性も含めたドット形状に依存すること、などが明らかになった。金属ガラスとナノインプリント技術を応用して作製したパターン型メディアの可能性が検証されたことになる。

今後の課題として、(1)凸型と凹型の比較検討による選択、(2)磁性ドット形状とドット H_c の関係の検討、(3)磁性ドット H_c 分散の評価とその狭小化対策、(4)適度な H_c を持つ垂直磁化膜の選択、(5)ドット磁化反転に及ぼす裏打ち軟磁性膜の効果測定と最適化検討、(6)ディスク表面の平坦化技術の検討、(7)温度および磁界強度がドット磁化反転に及ぼす影響(磁化の安定性検討)、(8)微細径($d < 30$ nm)の磁性ドットの磁化状態および磁化反転挙動の検討、などが挙げられる。

XII. 課題と今後の方向

本研究開発項目①-2-2「インプリントによるナノパターン形成技術の開発」においては、凹型パターン金型を用いたインプリントによるドットパターンの創製、凸型パターン金型によるホールパターンの創製を実施し、300 nm ピッチより徐々にパターンの微細化を行なった。パターンの微細化に対応したインプリント条件の最適化を行なった結果、中間目標値であるピッチ 33 nm のホールパターン創製の成功に至った。また、インプリントによる超微細パターン形成を追従して、パターン上へ磁気記録層を付与した複合積層膜の試作にも取り組み、残膜厚さの薄肉化による軟磁性裏打ち層と磁気記録層のカップリング強化、CMP 研磨による微細磁気ドットの孤立化等、媒体特性の向上を目指した。このように試作をした複合積層膜に対して MFM 用いた媒体成立性の確認を実施した。これらの結果、微小磁気ドットの磁化反転挙動を調査し、複合化金属ガラスを用いた磁気ディスク媒体実現への可能性を確認した。しかしながら、HDD 用磁気記録媒体の実用化・事業化には多くの解決すべき課題が残されている。本項では、今後解決すべき課題と解決方策について、項目毎に分類し述べる。

【インプリント】

- ・ 中間目標であるピッチ 33 nm のインプリントパターン創製に成功したが、最終目標達成に向けてパターンピッチはさらに微細化し、最終的に 16 nm ピッチとなる。このような超微細パターンへ対応するため、インプリント条件の厳密化・高精度化、インプリント装置の高度化に加えて、インプリント結果の合金創製へのフィードバックを行なう。
- ・ HDD 用磁気記録媒体としての実用化を考えた場合、インプリントの大面积化、ナノレベルアライメント、および急速加熱と冷却による高スループット生産への対応が必要となる。これらは、平成 21 年度に導入する大面积インプリント装置の仕様に反映させる。

【複合積層膜】

- ・ ノウハウ事項のため非公開とする。

【パターン形状評価】

- ・ ノウハウ事項のため非公開とする。

【媒体成立性の評価】

- ・ ノウハウ事項のため非公開とする。

Ⅲ. 2. 2 研究開発項目②複合化金属ガラスによる高強度・超々精密部材技術

②-1 高強度・可塑性複合化金属ガラスの合金創製

I. はじめに

近年、環境負荷低減、省エネ、省資源化推進の動きがあらゆる産業で進められ、商品及び装置の小型化、高機能化、高精度化が進められている。特に日本では経済産業省（旧通産省）が中心となって、高度な機能要素で構成された繊細で複雑な作業を行う数 mm 以下の「マイクロマシン技術」の研究開発が平成 4 年～平成 13 年に進められた⁸⁶⁾。

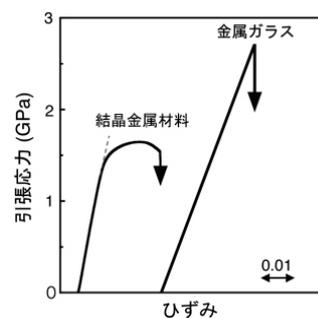
しかしながら成形材料として従来の結晶質金属材料を用いた場合には、成形品サイズが小さくなるほど、結晶粒界や異方性が成形品の表面や寸法に大きな影響を及ぼすことが、精密成形加工を行う上での障害となっていた。これに対して金属ガラスには結晶粒界や異方性が原理的に存在しないことから、成形品サイズが小さくなった場合でも高強度、高靱性、高耐食性などの金属ガラスの特性が発揮できる。さらに、金属ガラスは液体からの冷却固化過程において凝固収縮が極めて少ないことや、過冷却液体領域を利用した成形加工によりサブ μm あるいは nm オーダの精密成形性を持つなどの優れた特徴を持つ。この特徴から、金属ガラスは超微細精密歯車等の精密機械部品を実用化するために好適な材料として期待されていた。加えて、第 2 期科学技術基本計画に基づく最重点 4 分野の一環（ナノテクノロジー・材料分野）として、ナノテクノロジーに関連した材料開発へ重点的継続投資を行うことが平成 13 年 3 月 30 日閣議決定⁸⁷⁾された。このような背景から、(独)新エネルギー・産業技術総合開発機構の革新的部材産業創出プログラムで「金属ガラスの成形加工技術」プロジェクトが平成 14 年～平成 18 年に実施された⁸⁸⁾。当該プロジェクトの開発項目の一つである超精密部材組織制御技術では、マイクロマシン技術要素のうちメカトロニクス技術の微小化に焦点をあて、金属ガラスの過冷却液体領域を利用した精密成形技術を開発することにより超精密部材を創成することを目標とした。この超精密部材成形技術を応用した最終製品としてマイクロギヤードモータを選定し、減速ギヤヘッドを構成する太陽キャリア、遊星歯車および出力軸キャリアを金属ガラスで作製するプロセスを開発するとともに、世界最小サイズとなる直径 1.5 mm マイクロギヤードモータの開発に成功した⁸⁹⁾。開発したギヤードモータが約 1000 時間の駆動寿命を発揮することを確認し、従来にならぬ高負荷対応のマイクロギヤードモータとして設計改良がなされた。開発したマイクロギヤードモータは、プロジェクト実施期間中に 30 台のセミ量産試作が行われ、医療機関、バイオ研究開発機関等のユーザにサンプル配布され、現在でも実機評価が継続されている。ユーザへのサンプル配布による市場要望の調査結果から、さらに小さなマイクロギヤードモータに対する需要があることが判明した。

上述のように、金属ガラスは凝固収縮が無いいため寸法精度に優れ、結晶粒界をもたないことから表面平滑性に優れる。このような観点から、合金を熔融状態から直接金型に高圧で注入する射出成形法を活用して単相の金属ガラス製超精密部材を創製していた。しかし

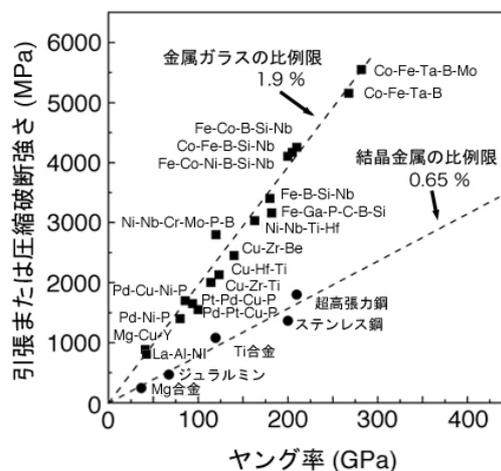
ながら、直径 1.5 mm よりも小さいギヤードモータを当該方法で作製しようとしても、熔融状態から室温に至る温度範囲での熱収縮の影響により部材の厳格な寸法精度を達成することが困難となる。したがって、このようなギヤードモータを構築する超々精密部材は、従来と異なる作製プロセスを新たに開発する必要がある。最近の金属ガラスに関する基礎研究では、金属ガラス母相中に靱性のあるデンドライトを分散させたバルク金属ガラスで機械的性質を改善できるという報告⁹⁰⁾以来、複合化金属ガラスの塑性変形に関して数多く報告がなされている。このような複合化金属ガラスの塑性変形能を活用することにより、熱収縮の影響を受けない比較的低温での超精密プレス成形で超々精密部材が作製できるものと予想される。本開発グループでは、金属ガラス母相中に微細な結晶粒子を分散析出させることで、金属ガラスの均質な組織に起因する局所的せん断すべり変形を阻止して塑性変形能を付与した複合金属ガラスを創製する。さらに、創製した複合化金属ガラスの塑性変形能を利用した超精密プレス成形により、比較的低温で微小な寸法のギヤ等を厳格な精度で作製できる複合化金属ガラスの合金創製を実施することとした。

II. 単相金属ガラスと複合化金属ガラスの機械的性質

図②-1 に金属ガラスと結晶質金属材料の応力-ひずみ線図を模式的に示す。一般的な結晶質金属材料は弾性変形に続いて明瞭な降伏現象を示し、加工硬化を伴う塑性変形領域へと移行し破断する。一方、金属ガラスは破断直前まで弾性的な変形挙動を示し、明瞭な降伏現象なく破断する。これは、金属ガラスがひずみ硬化を示さないことに起因する。金属ガラスは室温近傍での単純な一軸応力下で局所的な不均一変形によりすべり破壊する⁹¹⁾ためであり、一般の無機ガラスの脆性的破壊とは本質的に異なるものである。1988年以降、Inoue らによる研究¹⁾で数多くの金属ガラスがバルク状試料として得られたことにより、金属ガラスの特異な変形破壊挙動、信頼性の高い動的応力下での機械的性質や変形破壊挙動が解明されてきた。図②-2 に現在までに報告されているバルク金属ガラスの破断強さ (σ_f) とヤング率 (E) の関係¹⁾を示した。また、商用合金の関係も併せて示した。バルク金属ガラスの σ_f は La 基⁹²⁾の 1000 MPa から、Co-Fe-Ta-B 系⁹³⁾の 5000 MPa の超高強度に渡っている。併せて示す商用合金と比較して高強



図②-1 金属ガラスと結晶質金属材料の応力-ひずみ曲線

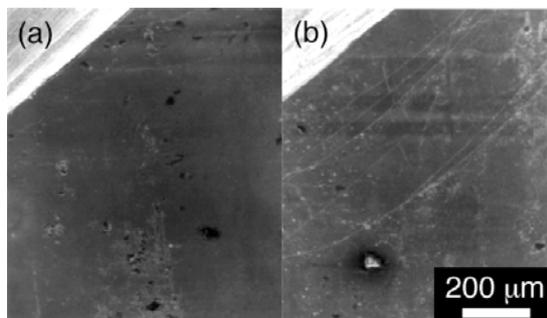


図②-2 金属ガラスと商用合金の破断強さとヤング率の関係¹⁾

度である。また、バルク金属ガラスも結晶合金もそれぞれ σ_f と E に比例関係は認められるが、両者は異なる直線関係にある。同じ E 値で比較した場合、金属ガラスの σ_f は結晶合金の3倍であり、同じ σ_f 値で比較した場合、金属ガラスの E は結晶合金の1/3である¹⁾。商用合金を含む一般の結晶合金の高強度化は転位の制御⁹⁴⁾を利用する。一般に高強度化されるほどヤング率が増大し、そのしなやかさは損なわれる。一方、金属ガラスは無秩序な原子配列故に、結晶合金に比べて高強度でありながらしなやかにたわむという特徴を有する。このバルク金属ガラスのユニークな特性は、各種センサの高感度化に応用されている^{95,96)}。

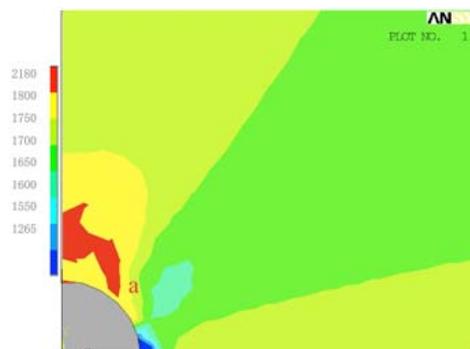
上述のように、金属ガラスは商用合金と全く異なる変形・破壊挙動を示す。室温での金属ガラスは、弾性変形領域で高強度・低ヤング率特性を示すが、その後、急激な局所的不均一すべり変形により破断する。その破断は最大せん断応力面で起こり、試料断面のアスペクト比が十分に大きい場合、平面応力効果により約45° また、アスペクト比が8未満の試料では平面ひずみ型破壊となり、約53° 傾いた単一のすべりにより破断⁹⁷⁾する。これはバルク金属ガラスが均質等方的材料であり、その変形様式が完全弾塑性体として一次近似できる⁹⁸⁾ことに起因する。多軸応力下では多少の塑性変形が認められるものの、急激な局所的不均一すべり変形によるバルク金属ガラスの破断は、その等方均質性に起因する「見掛けの脆性」ということができ、一般の無機ガラスの脆性的破壊とは本質的に異なる。このような点から、一般の結晶質金属材料と異なる部材構造設計手法が必要となるであろう。特に、本研究開発項目である超精密プレスによる超々精密ギヤ等の成形に単相の金属ガラスは必ずしも好適とは言い難い。これに対し、塑性変形が可能な複合化金属ガラスは、超精密プレスによる超々精密ギヤ等の成形可能性を有していると考えられる。

Zr-Ti-Cu-Ni-Be 金属ガラス母相中に靱性を有する dendrite 相を分散させた複合化金属ガラスが引張応力下で5%の塑性伸びを示すという Hays らの報告⁹⁰⁾を契機に、現在このような「見掛けの脆性」の解決に対し様々なアプローチが為されている。しかしながら、その研究起源は金属ガラス研究の黎明期と前後して見出された Al 基⁹⁹⁾あるいは Mg 基¹⁰⁰⁾等の複合化金属ガラスであろう。ガラス形成の最適組成より僅かに外れた合金を用いることで金属ガラス相中にナノ結晶第二相を分散析出させ、塑性伸びを発現するものである。この塑性伸びの発現機構は様々な説明^{90, 101-103)}が為されている。例えば、図②-3(a)に単相金属ガラス、(b)に複合化金属ガラスの圧縮試験後の試験片表面をそれぞれ示す。複合化金属ガラス試験片表面には多くのすべり帯が認められ、この多数のすべり帯が巨視的な伸びを生むと考えられる。また、引張強さ1700 MPaの金属ガラス母相中に1.2倍の E 値を有するナノ結晶や中距離秩序(MRO)領域¹⁰⁴⁾を分散した複合化金属ガラスに引張応力を加えた場合の有限要素法による応力分布解析結果¹⁰⁵⁾を図②-4に示



図②-3 (a)単相金属ガラス、(b) 複合化金属ガラスの圧縮試験後の試験片表面

す。ナノ結晶あるいは MRO 領域が存在することにより 2000 MPa にもおよぶ応力集中の発生が認められる。このような応力集中部はマトリックス金属ガラスよりも低応力ですべり帯を生じるが、応力集中部に蓄えられた弾性エネルギーは極めて小さなすべり帯の生成で緩和される。このような小さなすべり帯が微細に分散したナノ結晶あるいは MRO 領域に連鎖的に生成し、巨視的に伸びを発現すると説明される¹⁰⁵⁾。このような複合化金属ガラスを適用することで、金属ガラスの本質的な高強度特性を活かした超々精密ギヤ等の成形が超精密プレスにより可能となる。次項では、現在までに報告されている複合化金属ガラスから、本研究開発項目に適したものを選定した結果と、その複合化金属ガラスの機械的性質について述べる。



図②-4 有限要素法による MRO まわりの応力分布解析結果

Ⅲ. 複合化金属ガラスの選定

金属ガラス母相中にナノ結晶あるいは MRO 領域を分散した複合化金属ガラスを得る方法は、主に以下の 4 つに分類される。

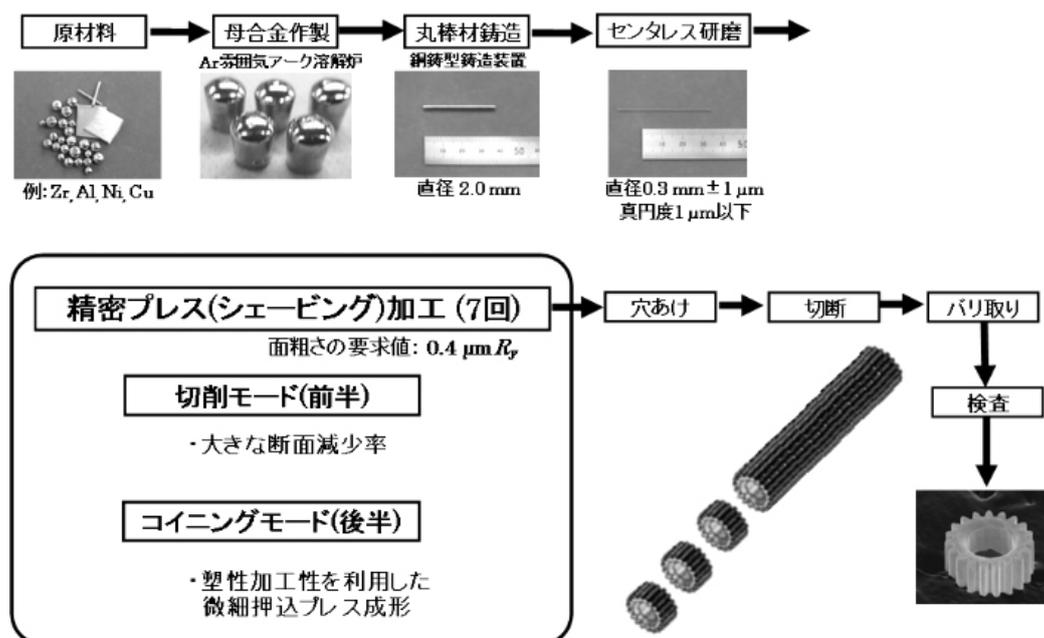
- ①核生成頻度が大きく結晶成長速度の小さな合金系で金属ガラスを熱処理し一部を結晶化させ複合化金属ガラスを得る¹⁰⁶⁾
- ②意図的に金属ガラスが生成する臨界冷却速度以下の冷却速度で一部を結晶化させ、組織制御された複合化金属ガラスとして固化させる¹⁰⁷⁾
- ③溶質元素総量を減らしてガラス形成能を意図的に低下させた溶融合金を冷却固化させ複合化金属ガラスを得る¹⁰⁸⁾
- ④三成分則¹⁰⁹⁾に合致しない元素を少量添加し、ガラス形成能を意図的に低下させた溶融合金を冷却固化させ複合化金属ガラスを得る¹¹⁰⁾

本研究開発項目で作製する超々精密ギヤは超精密プレスでの成形を想定している。鑄造法により得た単相金属ガラスを熱処理で組織制御し可塑性複合化金属ガラスを得る工程は、均質な分散組織を得られる利点を有するがコスト増を招く。また、体積が極めて小さい直径 0.3 mm の遊星歯車を想定しているために、被加工材の大きさが成形プロセスに左右される。このことから冷却速度制御による組織制御は適切ではない。さらに、溶質元素量を減らすことにより意図的にガラス形成能を低下させ複合化金属ガラスを得る方法は、Al 基⁹⁹⁾および Mg 基¹⁰⁰⁾等のような報告例が少なく合金の選択肢が限定されるうえに、組織制御が困難である。以上のことから、三成分則に合致しない元素の少量添加による複合化金属ガラスの創製方法を採用した。本方法で開発された代表的なバルク状複合化金属ガラスとし

て、2000 MPa の圧縮降伏強さと 6.5 % の塑性伸びを発現する Ti-Zr-Cu-Pd-Nb 系複合化金属ガラス¹¹¹⁾ および 1698 MPa の圧縮降伏強さと 6.6 % の塑性伸びを発現する Zr-Al-Ni-Cu-Pd 系複合化金属ガラス¹¹²⁾ が挙げられる。これら二種の複合化金属ガラスを選定し、実際に作製した試料について、次項で述べる精密プレス成形性の基礎評価を実施した。また、評価基準として Zr-Al-Ni-Cu 系単相金属ガラス¹¹³⁾ も同様の基礎評価を行った。

IV. 精密プレス成形性の基礎評価手法の確立

本研究開発項目では、高強度・可塑性複合化金属ガラスを用いた超々精密な遊星ギヤ等を作製するとともに、平成 21 年度末に直径が 0.3 mm 以下で寸法精度が $\pm 2 \mu\text{m}$ 以下を達成した遊星ギヤ等の作製を目標としている。また、減速ギヤヘッドに実装可能なギヤとして要求される歯面粗さは $0.4 \mu\text{m } R_a$ とされる。これらの目標および要求を達成するために、想定される部材創製プロセスの概念図を図②-5 に示す。Zr、Al、Ni、Cu 等の原材料を Ar 雰囲気中アーク溶解法により所望する組成の母合金として溶製し、これを再溶解して銅鋳型中に鑄込むことにより直径 2.0 mm 程度の複合化金属ガラス丸棒状試料を得る。超々精密ギヤの寸法精度を確保するため、複合化金属ガラス鑄造材をセンタレス研磨により直径 $0.3 \text{ mm} \pm 1 \mu\text{m}$ 、真円度 $1 \mu\text{m}$ 以下に仕上げ精密プレス成形に供する。特に、精密プレス加工により超々精密ギヤ等を成形するプロセスでは 7 回程度の多段工程を想定しており、大きな断面減少率を得る切削モード（前半）と高寸法精度や表面平滑性を得るためのコイニングモード（後半）に大別される。これにより得られた精密歯形形状を有する棒材を用いて、穴あけ・切断・仕上げ加工を行うことで目標とする超々精密ギヤの作製が可能と考えられる。さらに、精密プレス加工による部材創製プロセスの詳細な概念図を図②-6 に示す。

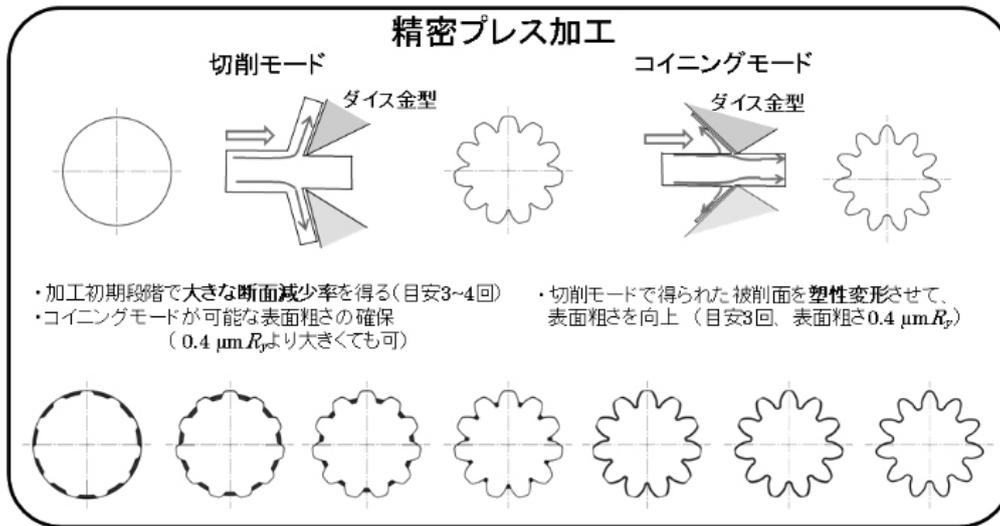


図②-5 想定される部材創製プロセスの概念図

複合化金属ガラス製直径 0.3 mm遊星ギヤ



目標寸法公差 $\pm 2 \mu\text{m}$
要求表面粗さ $0.4 \mu\text{m} R_a$

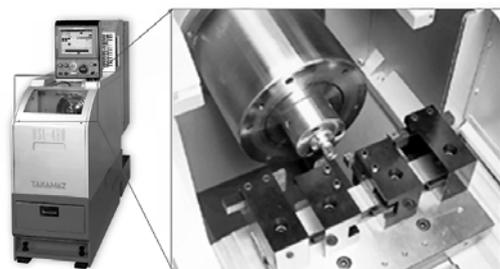


図②-6 精密プレス加工の詳細概念図

切削加工は通常、正の工具すくい角と鋭利な先端を有する刃物により素材内部のせん断変形とへき開現象を利用することにより達成される。精密プレス加工の前半工程である切削モードは大きな断面減少率を必要とすることから、切削力が小さく後のコイニング加工が可能な表面粗さを確保できる切削条件の選定が必要となる。また、後半のコイニング工程は通常、負のすくい角を有する工具による微細押込プレス成形で、素材表面を塑性加工することにより達成される。後半のコイニング工程が部材の寸法精度と表面粗さを支配することから、加工条件の探査も必要である。しかしながら、金属ガラスの切削加工性に関する報告¹¹⁴⁾は回転切削のみで、切削モードでの直動切削、あるいは微細押込プレス成形性に関する研究報告はない。精密プレス加工により超々精密ギヤを成形するためには、切削・コイニングの各モードの一次元基礎評価実験を行い、加工条件を探査する必要がある。そこで精密プレス成形性基礎評価装置を用いて加工条件の最適化、成形性の評価を行った。本項①~④に、導入した装置の仕様、および当該装置を用いて行った単相金属ガラスの精密プレス成形性の基礎評価結果について述べる。

①精密プレス成形性基礎評価装置-1 (切削モード用)

金属ガラスの精密プレス成形の前半工程である切削モードに関する基礎的知見を得ることを目的に、精密プレス成形性基礎評価装置-1 (高松機械工業株式会社製 USL-480¹¹⁵⁾) を平成 19 年度に導入した。導入した装置の外観を図②-7 に示す。本装置は試料回転主軸、刃物台、装置制御部から構成されている。既



図②-7 精密プレス成形性基礎評価装置-1の外観

報告の回転切削による知見¹¹⁴⁾と直動切削による結果を比較するため、回転主軸をロックした直動切削も可能な仕様となっている。数 μm の切込量を制御して加工するため、刃物台の切込量は $1\ \mu\text{m}$ 以下の精度で制御可能であり $0.05\ \mu\text{m}$ より高い位置分解能を有している。本装置の主な性能仕様を表②-1 に示す。

表②-1 精密プレス成形性基礎評価装置-1 (切削モード) の主な性能仕様

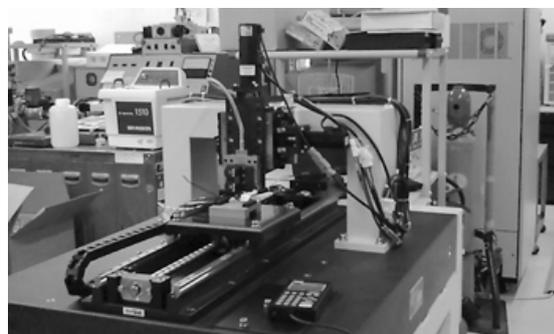
装置構成部	性能仕様
試料回転主軸	<ul style="list-style-type: none"> 最大主軸回転数 800 rpm (直径 2 mm の試料に対して切削速度 0.083 m/s) 以上 試料サイズ: 直径 2×L50 mm 回転主軸はロック機構を有する
刃物台	<ul style="list-style-type: none"> 刃物送り速度: 0.083 m/s 以上 (回転切削速度に対応) 分解能: $0.05\ \mu\text{m}$ (最少設定単位 $1\ \mu\text{m}$) 後述の動力計を取り付けることで押込プレス力の測定が可能
装置制御部	<ul style="list-style-type: none"> 主軸回転数、刃物台移動速度、刃物台位置設定の制御機能を有する

本装置導入により、精密プレス成形の前半工程である切削モードの基礎的知見を得ることとした。

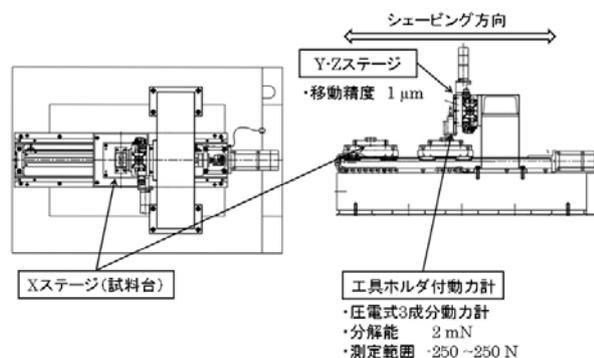
②精密プレス成形性基礎評価装置-2 (コイニングモード用)

前半工程である切削モードと同様、金属ガラスの精密プレス成形の後半工程であるコイニングモードに関する基礎的知見を得ることを目的に、平成 19 年度に精密プレス成形性基礎評価装置-2 (ナルックス株式会社製)

を導入した。導入した装置の外観を図②-8 に、導入した装置の外観を、装置概略図を図②-9 に示す。本装置は移動テーブル部 (X 軸)、工具位置決めステージ部 (Y、Z 軸)、装置制御部から構成される。微細プレスを活用したコイニング加工を模擬するため、移動テーブル部 (X 軸) は固定したプレス工具に対して試料を一軸 (X 軸) 方向に直動可能な機構を有している。また、加工材である Zr 基金属ガラスの T_g 直下でのコイニング加工性を評価するため $400\ ^\circ\text{C}$ までの加熱機構も備えている。工具位置決めステージ部 (Y、Z 軸) は工具押込量を変えてプレスするため $0\sim 50\ \mu\text{m}$ までの押込量 (Z 軸方向) が設定可能となっている。本装置の主な性能仕様を表②-2 に示す。



図②-8 精密プレス成形性基礎評価装置-2 の外観



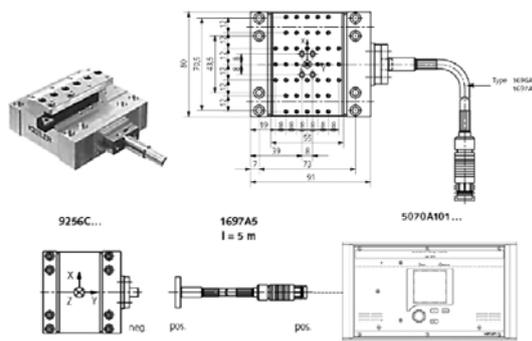
図②-9 精密プレス成形性評価装置の概略図

表②-2 精密プレス成形性基礎評価装置-2の主な性能仕様

装置構成部	性能仕様
移動テーブル部 (X 軸)	<ul style="list-style-type: none"> 最大移動速度：2.5 m/s 以上 試料サイズ：45×60×t0.5 mm 移動精度：50 mm の移動で$\leq 1 \mu\text{m}$ (Z 軸方向) 試料温度 400 °C までの加熱機構あり
工具位置決めステージ部 (Y、Z 軸)	<ul style="list-style-type: none"> 分解能：$\leq 1 \mu\text{m}$ 同一試料で複数回試験が行えるように試料の移動方向 (X 軸) に対して水平方向 (Y 軸) に押込工具の移動が可能 精密プレス評価装置-3 (後述) を取り付けることで押込プレス力の測定が可能
装置制御部	<ul style="list-style-type: none"> 速度、位置決めステージの移動、温度の制御機能を有する

本装置導入により、精密プレス成形の後半工程であるコイニングモードの基礎的知見を得ることとした。

さらに、精密プレス成形の前半工程である切削モードと後半工程であるコイニングモードでの基礎評価結果を同列で比較評価する目的から、両装置に搭載可能な動力計 (日本キスラー株式会社製 9256C1) を平成 19 年度に導入し装置に装着した。導入した動力計の外観をおよび装置概略図を図②-10 に示す。本装置は切削力あるいは押込プレス力を測定する装置であり、センサ部、アンプ部、データ収集解析システムから構成される。本装置の主な性能仕様を表②-3 に示す。



図②-10 動力計の外観および概略図

表②-3 動力計の主な性能仕様

装置構成部	性能仕様
センサ部	<ul style="list-style-type: none"> 測定範囲：-250~250 N 分解能：$< 0.002 \text{ N}$ 固有振動数：$f_x=5.1 \text{ kHz}$ $f_y=5.5 \text{ kHz}$ $f_z=5.5 \text{ kHz}$
アンプ部	<ul style="list-style-type: none"> センサ部に発生した応力をアンプにより電圧信号に変換し出力
データ収集解析システム	<ul style="list-style-type: none"> アンプから出力した電圧信号をデータ収集し、解析処理するための表示および処理機能を有する

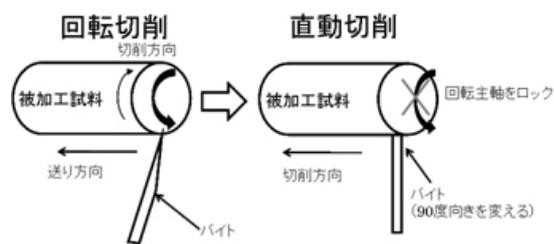
本動力計導入により、切削モードおよびコイニングモードの切削抵抗を同列で比較した。

③精密プレス成形性の基礎評価 — 一次元切削基礎評価

精密プレス成形では、最終的に二次元のギヤ断面形状を有する加工を想定しているが、金属ガラスのプレス成形に関する基礎データは乏しい。精密プレス成形の前半工程である切削モード加工の一般的なパラメータとして切削速度、切削抵抗、工具材質、切込量、工具すくい角が挙げられ、全てのパラメータが表面粗さ等の加工品質に影響を及ぼす。そこ

で切削モードプロセス確立のために、精密プレス成形性基礎評価装置-1（切削モード用）を用いて一次元切削基礎評価を行った。基礎評価により切削モードの加工条件を最適化することにより切削回数を減らすことで、加工の低コスト化が期待される。

はじめに、既に報告されている金属ガラスの回転切削¹¹⁴⁾と精密プレス成形加工に必要な直動切削の加工特性の比較評価を行った。切削試験原理図を図②-11に示す。回転切削は通常、旋削と呼ばれ、被加工試料を回転させ鋭利な刃を有するバイトを被加工試料に沿って（送り方向）移動させることで加工される。一方、一次元直動切削は被加工試料の回転をロックし、被加工試料に沿った（回転切削の送り方向に相当）工具の移動のみで達成される。被加工試料の回転運動の有無ならびに切削方向が異なるため、精密プレス成形の切削モードに必要な加工力と最適な切削速度を見積もる必要がある。加工力は動力計により得られる切削抵抗として評価した。試験条件を表②-4に示す。

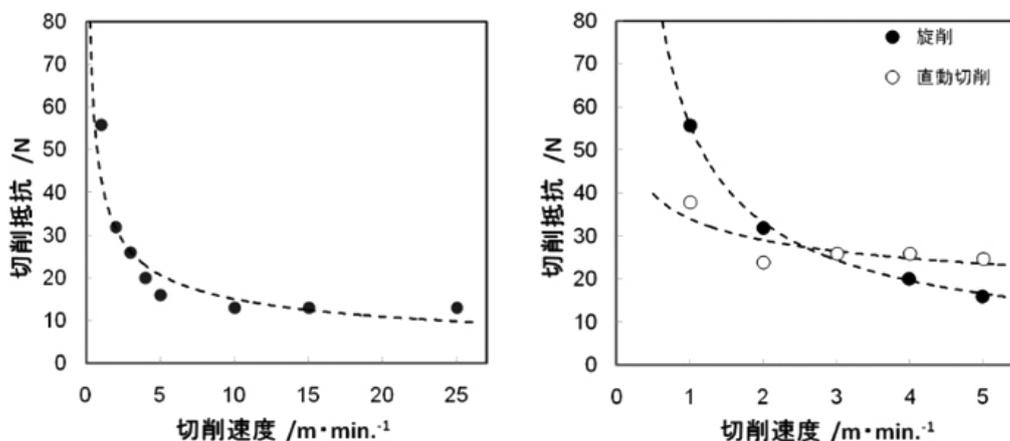


図②-11 切削試験原理図

表②-4 一次元直動切削基礎評価の試験条件

試験条件	
試料	Zr 基金属ガラス ($Zr_{55}Al_{10}Ni_5Cu_{30}$) 直径 2 mm 円柱状金型铸造材
工具	材質サーメット 歯先先端曲率 R_n 0.2 mm
回転切削	切削速度：1~5、10、15、25 m/min 切込量：50 μ m 送り速度：0.05 mm/r
直動切削	切削速度：1~5 m/min 切込量：50 μ m

試料、工具、回転切削の各パラメータは参考文献¹¹⁴⁾に準じた。比較試験により得られた切削速度一切削抵抗の関係を図②-12に示す。



図②-12 回転切削と直動切削の切削抵抗の比較

左図は切削速度 1~25 m/min の範囲を示しており、既に報告されている回転切削と同様で、切削速度の上昇に伴って切削抵抗の値が減少し、10 N 程度に漸近する傾向が認められる。右図は、直動切削を回転切削と同じ装置で切削速度 1~5 m/min の範囲を比較したものを示している。この切削速度範囲では、回転切削と同程度 (25~40 N) の切削力で可能であった。特に、遅い切削速度域 (≤ 3 m/min) での直動切削の抵抗が小さいことから、切削モードプロセスとして比較的低速での加工が適していることが示唆された。

次に、精密プレス成形に最適な工具材質の選定を目的とした一次元切削基礎評価を行った。通常の切削加工に使用される超硬とサーメットから工具候補として 8 種類選定した。工具候補一覧を表②-5 に示す。

表②-5 一次元切削基礎評価に用いた工具候補一覧

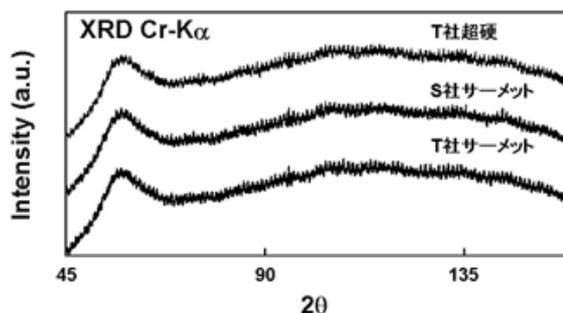
	母材平均粒径 (μm)	コーティング厚 (μm)	先端曲率 (R_n)	刃先角 ($^\circ$)	逃げ角 ($^\circ$)	すくい角 ($^\circ$)
K 社超硬 TiCN コート	0.6	2	0.03	55	7	15
M 社超硬	≤ 1	—			7	30
M 社超硬 DLC	≤ 1	1.5			7	30
T 社サーメット	2	—			7	14
T 社超硬	非公開	—			7	14
T 社超硬 DLC	非公開	1.5			7	14
S 社超硬 TiN コート	0.3	2			7	15
S 社サーメット	1	—			11	6

使用工具の先端曲率は設計歯型の歯底の曲率に近い R_n 0.03 mm を選択した。試験条件を表②-6 に示す。

表②-6 一次元切削基礎評価の試験条件

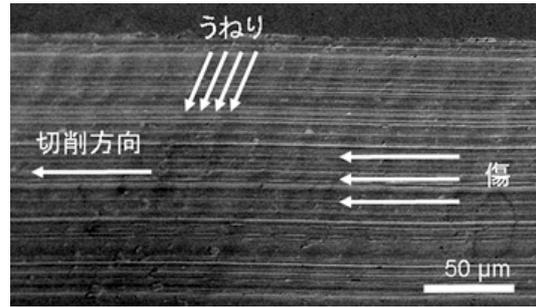
試験条件	
試料	Zr 基金属ガラス ($\text{Zr}_{55}\text{Al}_{10}\text{Ni}_{15}\text{Cu}_{30}$) 直径 2 mm 円柱状金型鑄造材
工具	表 II-14 参照 歯先先端曲率 R_n 0.03 mm
回転切削	1~5 m/min
直動切削	切込量 : 50 μm

評価方法は切削後の表面粗さのレーザ顕微鏡による測定、被削面の XRD ならびに、被削面と工具先端の SEM 観察により評価した。同時に切削時の切削抵抗データも取得した。T 社超硬、S 社サーメットおよび T 社サーメットで切削した被削面から得た XRD 図形を図②-13 に示す。被削面から得た何れの XRD 図形においてもハローパターンのみが認めら



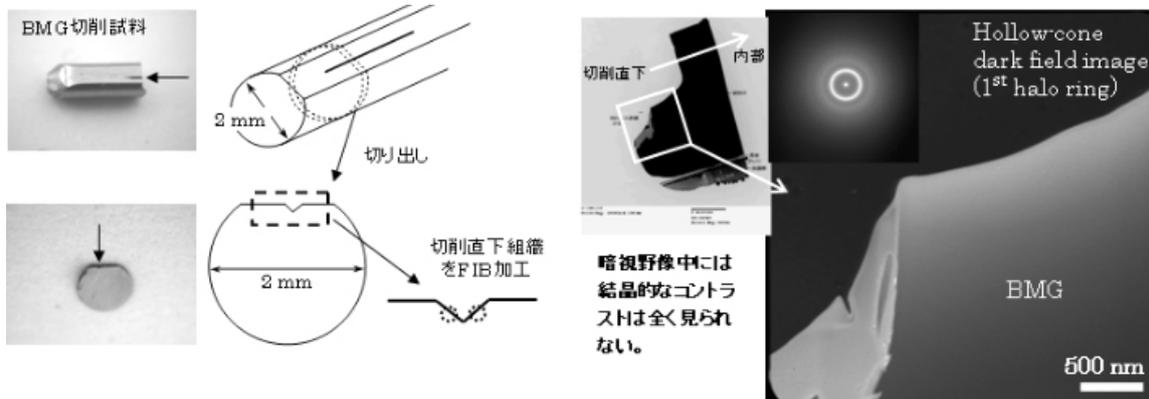
図②-13 被削面の XRD 図形

れ、XRD 的にガラス相を維持していた。また、T 社超硬で切削した被削面の SEM 観察結果を図②-14 に示す。被削面には切削方向に平行に生成した傷と、切削方向から約 60° 傾いた 10 μm 程度の周期を有するうねりの存在が認められた。



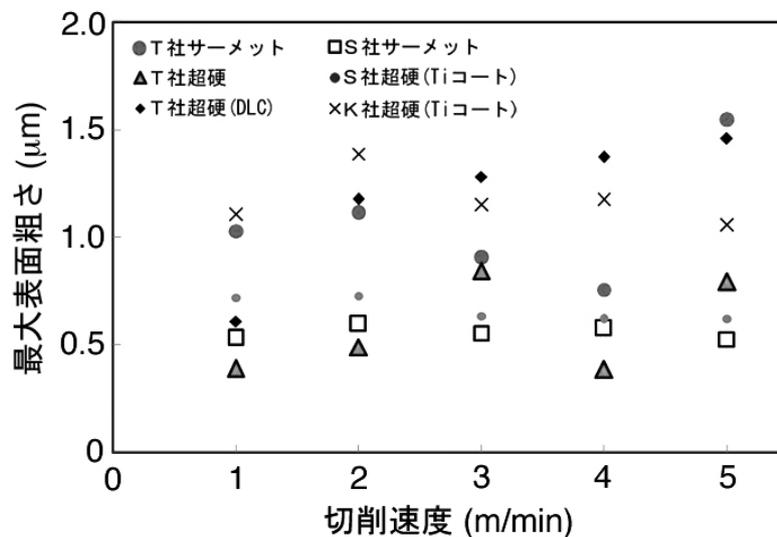
図②-14 被削面の SEM 観察結果

図②-15 に T 社超硬で切削した被削面直下から切り出した試料の断面 TEM 組織を示す。被削面直下から得た電子線回折図形もハローリングのみを示しており、ホローコーン照射により第一ハローリングから得た暗視野像中にも結晶的なコントラストは全く認められない。これらの結果から、切削に伴い被削面直下のナノ結晶化も起こっていないことが明らかとなった。



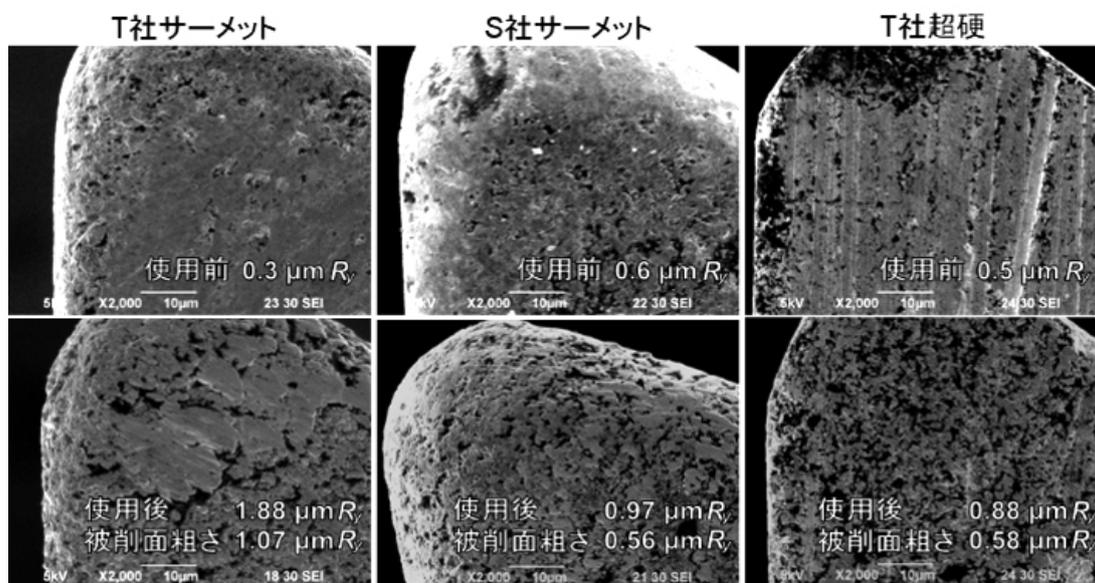
図②-15 被削面の断面 TEM 組織

図②-16 に、各種工具で切削した切削速度—表面粗さの関係を示す。



図②-16 表面粗さに及ぼす切削速度、使用工具の影響

切削速度 1~5 m/min の範囲では表面粗さ、切削抵抗ともに T 社製サーメットを除き、切削速度による大きな差異は認められなかった。しかしながら、T 社超硬、S 社サーメットを使用した際の表面粗さが $0.5 \mu\text{m} R_y$ 程度と他と比較して平滑であった。また、表面粗さが最も悪かった T 社サーメットと、最も良かった T 社超硬、S 社サーメットの工具先端の SEM 観察結果を図②-17 に示す。上段は切削試験使用前、下段は使用後の工具先端の表面状態を示している。特に T 社サーメットの使用後が黒くみられる工具粒子の欠落が大きく、その表面に被削物である金属ガラスが流動・付着した痕跡が認められる。使用後の T 社サーメット工具表面が $1.07 \mu\text{m} R_y$ と粗い。これらの結果と被削材の表面粗さ是对応しており、特に T 社サーメットでの切削面粗さが $1.07 \mu\text{m} R_y$ と他の二つに対して粗い。このことから、摩耗による工具粒子の欠落が図②-14 に示した切削傷を発生させ、表面粗さを劣化させる原因であると推察される。

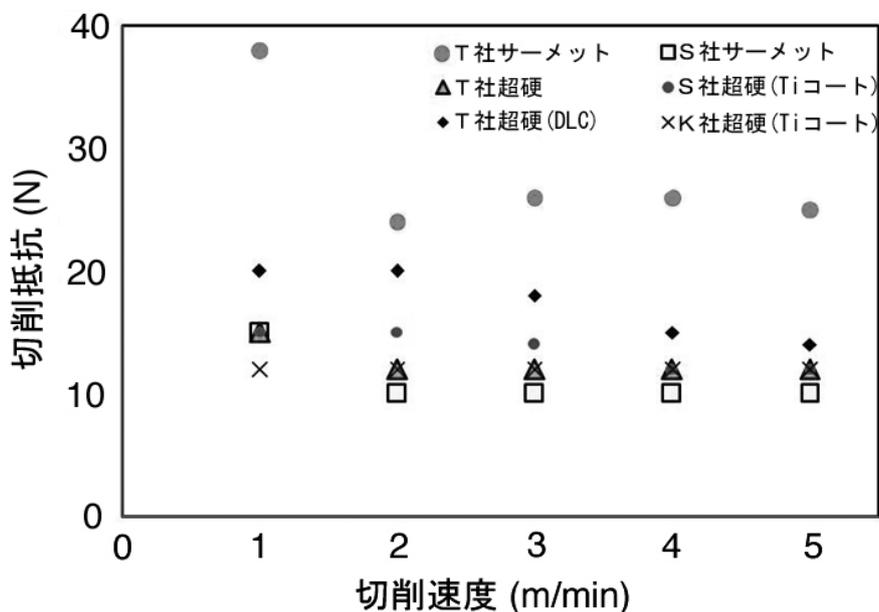


図②-17 使用した工具先端の表面状態

このため、金属ガラスの精密プレス成形に使用する工具材質は高強度で、特に粒子径が小さく表面平滑性に優れたものが好ましい。また、M 社超硬のようなすくい角 30° は工具欠けが著しく、工具形状は小さなすくい角の方が好ましい。

また、各種工具で切削した切削速度—切削抵抗の関係を図②-18 にそれぞれ示す。T 社超硬、S 社サーメットでの切削抵抗は 10 N 程度であり、小さな切削力で加工可能である。図②-12 (切削抵抗 25~40 N) との切削抵抗の差異は、工具先端曲率の差異によるものと考えられる。そこで、一次元直動切削 (歯先先端曲率 R_n 0.03 mm) の切削除去面積を求め、直径 0.3 mm 丸棒材から設計歯形に加工するための切削除去面積を比較したところ、設計歯形に加工するための切削力はせいぜい 50 N 程度と見積もられた。当初、切削モードは多段階工程を想定していたが、要求表面粗さを達成可能ならば一回の切削モードでも成形が可能であろう。また、単結晶ダイヤモンド工具は最も平滑に切削可能であるが、複雑形状のダイス金

型作製は困難で、二次元切削が必要な精密プレス成形には不適との判断で工具候補から除外した。



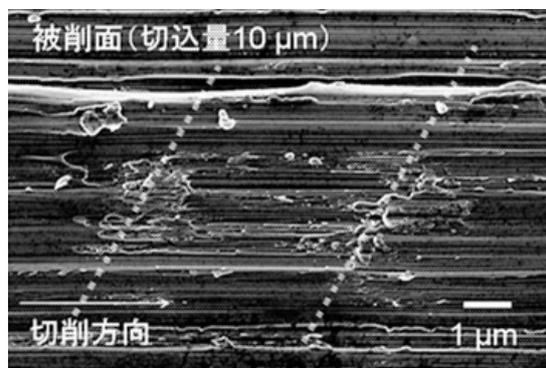
図②-18 切削抵抗に及ぼす切削速度、使用工具の影響

上述の切削速度、工具材質、工具すくい角の知見を基に、切込量以外のパラメータを固定し切込量と表面粗度の相関を調べた。試験条件を表②-7に示す。

表②-7 切込量と表面粗度の相関調査の試験条件

試験条件	
試料	Zr 基金属ガラス ($Zr_{55}Al_{10}Ni_5Cu_{30}$) 直径 2 mm 円柱状金型鑄造材
工具	T 社製超硬 歯先先端曲率 R_n 0.03 mm すくい角 0°
切削速度	1 m/min
切込量	1、10、25、50 μ m

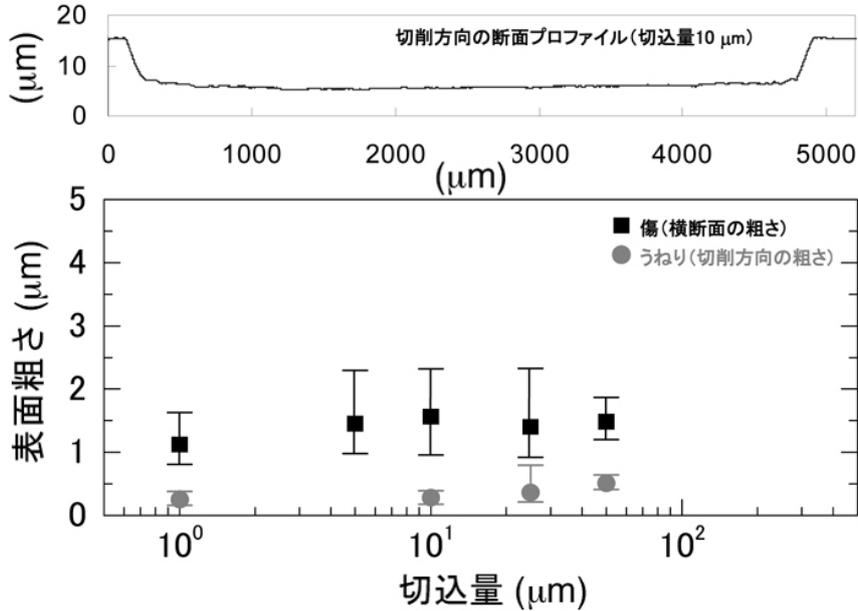
評価方法はレーザ顕微鏡による表面粗さの測定と SEM による表面状態観察で行った。例えば、切込量 10 μ m の場合の被削面 SEM 観察結果を図②-19に示す。図②-14と同様、切削方向に沿った切削傷と切削方向から約 60° 傾いたうねり (図中破線で示す) の存在が認められた。図②-20に表②-7で示した試験の結果得られた切削方向断面プロファイル、および切込量と表面粗さの関係をに示す。



図②-19 被削面 (切込量 10 μ m) の SEM 像

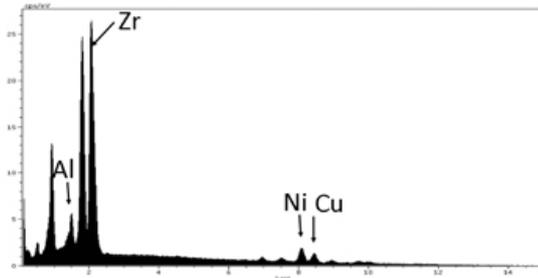
傷、うねりそれぞれの表面粗さを測定したところ、両者ともに表面粗さの切込量依存性は認められないが、うねり ($0.3\sim 0.7 \mu$ m R_y) よりも傷による粗さ ($0.8\sim 2.3 \mu$ m R_y) の値が大

きく、切削方向に沿った傷の改善が必要である。

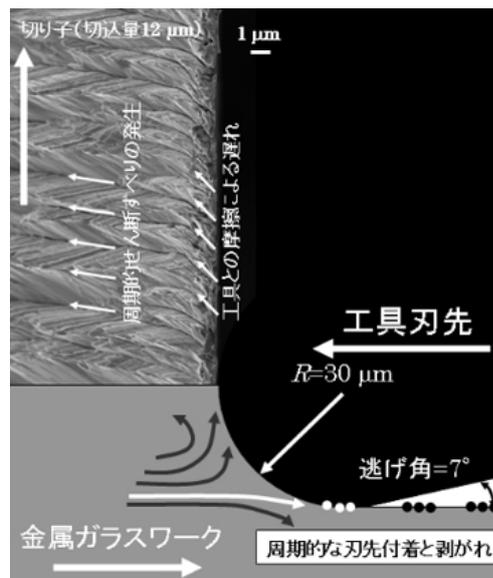


図②-20 被削面断面プロフィールと被削面粗さ（傷およびうねり）の切込量による影響

上述のように切削傷の発生原因は工具粒子によるものと推定できるが、うねりの発生原因については明らかでない。うねりが顕著に認められる部分では、図②-19に示したように切削傷の上に流動物質が付着したような痕跡が確認される。また、同様の付着物が認められた工具刃先のEDS定性分析結果を図②-21に示す。分析の結果、工具材質に含まれないZrが付着部中に含まれることを確認した。この結果、工具刃先の付着物は金属ガラス成分であり、図②-22に示すようなメカニズムで粘性流動を起こした金属ガラス構成刃先が周期的な剥がれを起こし、これがに被削面に付着したものと推察される。このことから、切削モード加工においても工具支持の剛性や共振によるびびり振動等にも注意を払う必要があるといえよう。



図②-21 工具刃先のEDS定性分析結果



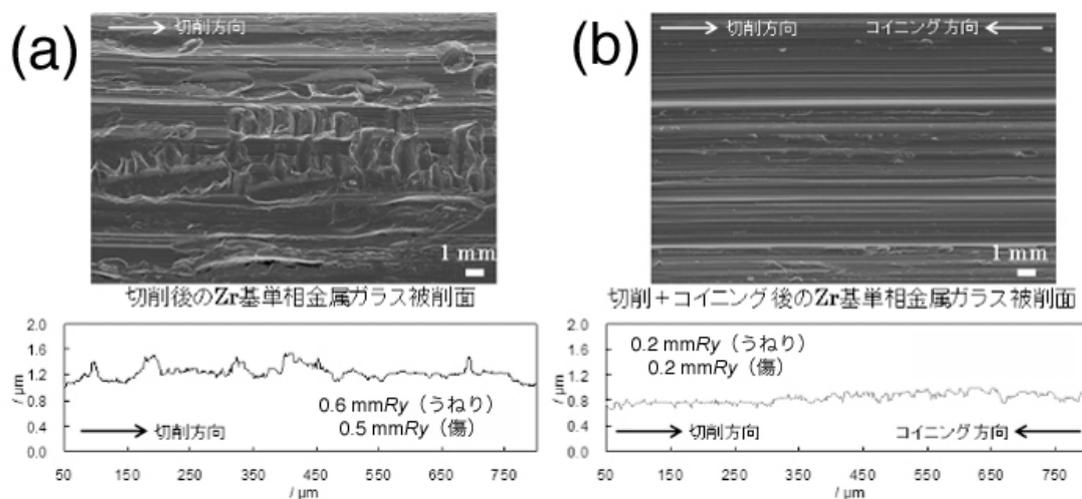
図②-22 うねりの発生原因のメカニズム

④精密プレス成形性の基礎評価 — 一次元コイニング基礎評価

精密プレス成形性基礎評価装置-2 (コイニングモード) を用いて、Zr 基単相金属ガラスに対するコイニングモードの効果を検証した。加工の主なパラメータとして、プレス速度、工具押込み量、押込プレス力が挙げられる。ここで、切削モード加工の後に切込量 (押込量) を変えずに工具を逆方向に戻すことにより、工具の逃げ角を利用したコイニングモード加工が可能となり、その効果を検証できる。切削と逆方向の工具移動により、工具の逃げ角が負のすくい角として作用し、図②-14 および②-19 で示したうねりを押し潰すことで表面粗さの改善が可能であろう。このように行ったコイニングモードの効果検証試験の条件を表②-8 に示す。

表②-8 切削モードとコイニングモードの効果検証試験の条件

	切削モード試験条件	コイニングモード試験条件
試料	Zr 基金属ガラス ($Zr_{55}Al_{10}Ni_{15}Cu_{30}$)	Zr 基金属ガラス ($Zr_{55}Al_{10}Ni_{15}Cu_{30}$)
工具	T 社製超硬 歯先先端曲率 R_n 0.03 mm すくい角 0° 逃げ角 7°	T 社製超硬 歯先先端曲率 R_n 0.03 mm すくい角 -83° (切削時の逃げ角が相当)
加工速度	切削速度: 1 m/min	プレス速度: 1 m/min
加工量	切込量: 50 μm	押込量: 0 μm



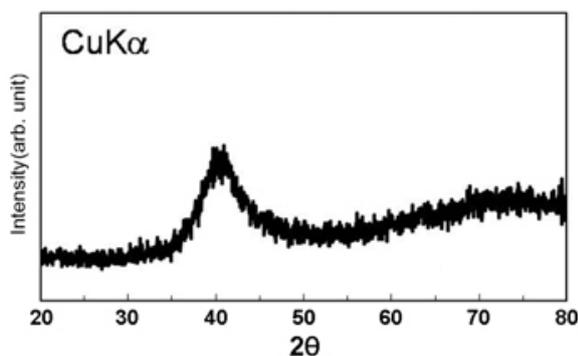
図②-23 (a)切削加工のみ、および(b)切削+コイニングした被削面の状態と表面粗さプロファイル

図②-23(a)に切削加工のみ、(b)に切削+コイニングしたの被削面 SEM 観察結果と表面粗さプロファイルをそれぞれ示す。切削後のコイニングによりうねりの粗さは $0.6 \mu\text{m } R_y$ から $0.2 \mu\text{m } R_y$ へ、傷の粗さは $0.5 \mu\text{m } R_y$ から $0.2 \mu\text{m } R_y$ へと向上することが判明し、粗さ軽減効果を実証された。しかしながら、コイニング後も工具由来と考えられる傷は僅かに残っており、平滑な工具による切削モードでの粗さ軽減が必要である。

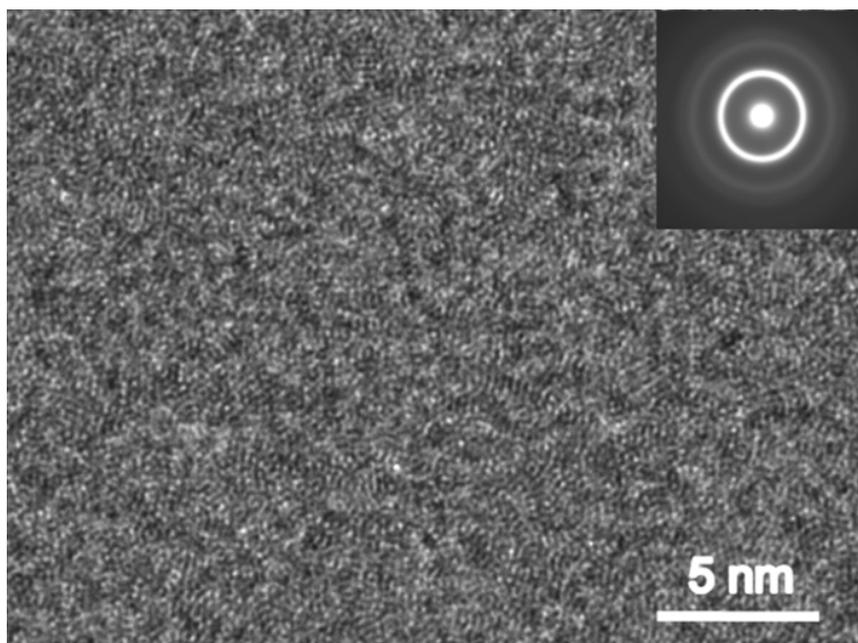
本項③および④で、従来より報告例の少なかった単相金属ガラスを用いた切削モードおよびコイニングモード加工の基礎的知見が得られた。この知見を用いて複合化金属ガラスの開発ならびに精密プレス成形性の基礎評価を継続した。

V. 複合化金属ガラスの精密プレス成形性基礎評価

これまで Zr 基単相金属ガラスを用いた精密プレス成形性評価試験を行い、一次元切削モードで切削速度、工具材質、工具すくい角、切込量などの各パラメータが被削材表面に与える影響を評価した。また、コイニングモード加工による表面粗さ軽減効果も実証できた。そこで本研究開発項目の対象材料である複合化金属ガラスを用いて一次元切削評価試験を行った。試料は東北大学金属材料研究所で開発された高強度で圧縮塑性伸びを発現する Ti-Zr-Cu-Pd-Nb 系複合化金属ガラス¹¹⁾を用いた。切削評価試験に用いた Ti 基複合化金属ガラスの断面から得た XRD 図形を図②-24 に示す。図形はハローパターンのみを有しており、XRD 的にガラス相である。また、HR-TEM 組織を図②-25 に示す。



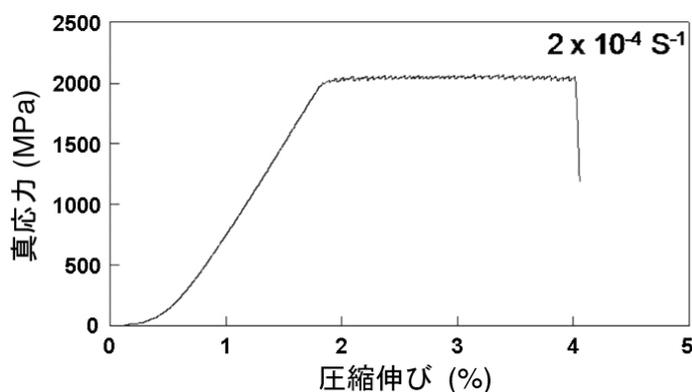
図②-24 Ti 基金属ガラスの XRD 図形



図②-25 Ti 基金属ガラスの HR-TEM 観察

比較的広い領域に渡り試料観察を試みたが、図に示すとおり HR-TEM 像からは明瞭なナノ結晶あるいは MRO 領域¹⁰⁴⁾は認められず、単相金属ガラスと類似した組織が確認された。しかしながら、試料中に密度揺らぎや組成的変調が存在すれば、単相金属ガラスのような局所的な不均一変形によりすべり破壊する⁹¹⁾ことなく、圧縮塑性伸びを発現する可能性がある。そこで、本合金銅鋳型鋳造材から直径 2 mm、長さ 4 mm の試験片を切り出し、ひずみ速度 2×10^{-4} /s で圧縮試験を行なった。得られた真応力-伸び曲線を図②-26 に示す。

HR-TEM 像から明瞭なナノ結晶あるいは MRO 領域¹⁰⁴⁾は認められなかったものの、真応力-伸び曲線に示す通り約 2000 MPa の圧縮強さと 2%を上回る圧縮塑性伸びが認められ可塑性を確認した。このことから本合金を可塑性複合化金属ガラスとして用い、精密プレス基礎評価試験を実施した。切削モード加工の基礎評価試験条件を表②-9 に示す。

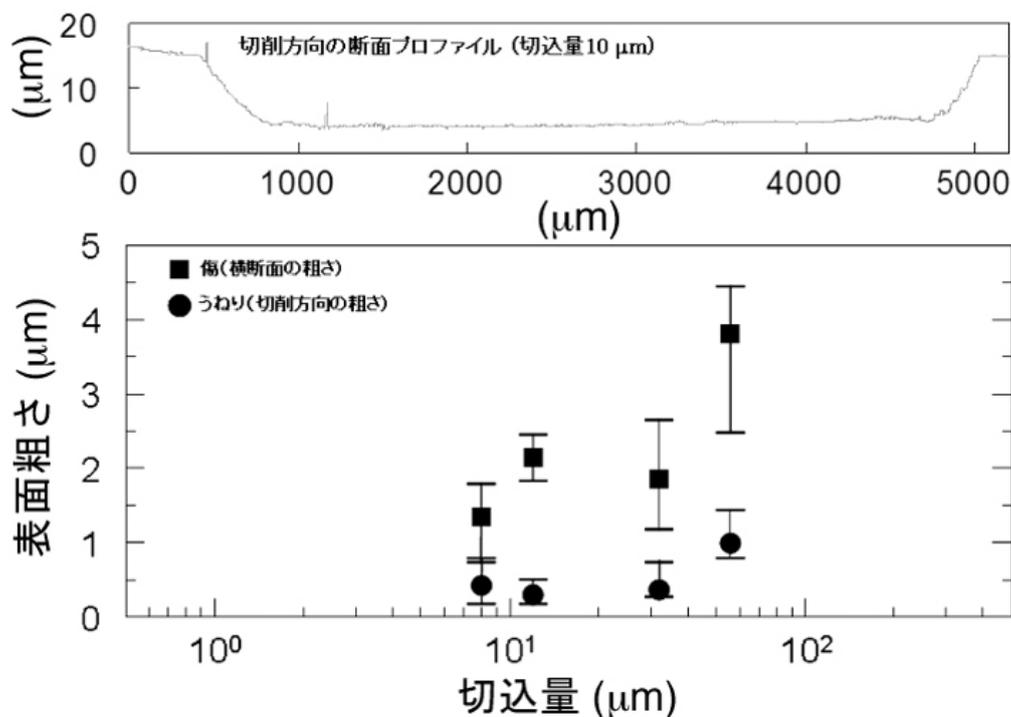


図②-26 Ti 基金属ガラスの真応力-伸び曲線

表②-9 可塑性複合化金属ガラスの基礎切削評価試験条件

試験条件	
試料	Ti 基金属ガラス (Ti ₄₀ Zr ₁₀ Cu ₃₆ Pd ₁₄) ₉₇ Nb ₃ 直径 2 mm 円柱状金型鑄造材
工具	T 社製超硬 歯先先端曲率 R _n 0.03 mm すくい角 0°
切削速度	1 m/min
切込量	8、12、32、56 μm

この可塑性複合化金属ガラスの切込量-表面粗さの関係を図②-27 に示す。



図②-27 被削面断面プロファイルと被削面粗さの切込量による影響