

集束イオンビーム装置を用いた放電加工面における断面観察

窪田真一郎・勝田智宣・吉松英之・藤原和子

Shinichirou KUBOTA, Tomonori KATSUTA, Hideyuki YOSHIMATSU and Kazuko FUJIWARA

キーワード マイクロマシニング/集束イオンビーム/変質層

KEYWORDS Micromachining/FIB/Affected layer

1. 緒言

現在、小型化が進んでいるマイクロポンプは、マイクロリアクター等に代表されるような微量なサンプルを取り扱うための分析システムの小型化や携帯型投薬システムの実現に不可欠な機能部品の一つである。しかしながら装置としての耐久性の向上や微小流量を精密かつ安定に制御するためには、作製部品の加工法はもちろんのこと、加工面性状を詳細に検討することが重要である。また部品の微細化にともなって、加工変質層が耐摩耗性、耐食性などにおよぼす影響は無視できなくなることから、その構造、性状を充分把握したうえで加工法の選定や加工条件を設定することが必要となる。加工変質層の評価には、X線回折を用いた結晶構造や残留応力の測定ならびに顕微鏡による組織観察などが挙げられる^①。

一般に、顕微鏡を用いて加工変質層の観察を行う場合、観察物の樹脂への埋込や耐水研磨紙による研磨行程を経て検鏡面を作製する。しかしながら、検鏡面の作製に時間がかかるなどの問題がある。ここでは、放電加工面に対して集束イオンビーム装置（以下FIB装置と示す）を用いて検鏡面

の作製と観察を行い、一般的な検鏡面の作製法との比較を行った。

2. 実験方法

2-1 マイクロポンプ部品

図1に本実験において検討対象としたマイクロポンプの組立図を示す^②。対象としたポンプは3枚のプレート（①、②、⑤）、ギア（③）、動力軸（④）ならびに位置決め用平行ピン（⑥）から構成されている。外形寸法は7mm×7mm×2.85mmである。また動力軸が3700rpmの回転時に約1.2g/minの吐出能力を有しており、マイクロリアクターや薬剤供給システムなどの分野への応用が期待されている。しかしながら、部品の耐久性や耐摩耗性の点で不明瞭な点もあることから、各部品の加工方法に着目し、生成される加工変質層の観察を行った。

表1は、対象としたマイクロポンプの構成部品、材質ならびに加工法をまとめたものである。3枚のプレートの中で2枚（①、②）は耐食性に優れたステンレス鋼が用いられている。また、⑤のプ

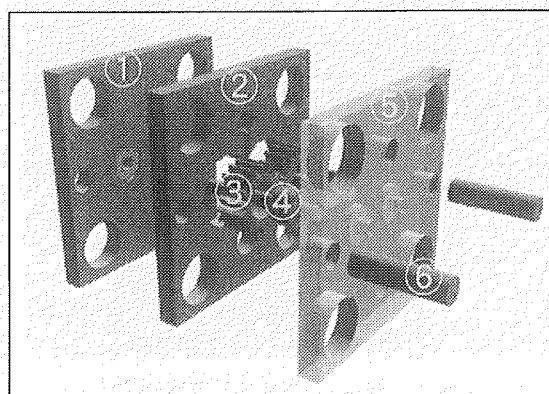


図1 マイクロポンプの組立図

表1 構成部品の材質と加工法

No	部品名	材質	加工法
①	プレート(a)	ステンレス鋼	研削加工
②	プレート(b)	ステンレス鋼	研削加工
③	ギア	ステンレス鋼	ワイヤー放電加工
④	シャフト	超硬合金	研削+研磨加工
⑤	プレート(c)	ポリカーボネート	切削+研磨加工
⑥	平行ピン	高速度鋼 (SKH種)	研削+研磨加工

レート(c)については、内部の可視化と耐食性の観点から透明材であるポリカーボネートが使用されている。動力軸であるシャフトには機械的強度の高い超硬合金が用いられている。本実験では、マイクロポンプの重要な部品の1つと考えられるステンレス製ギアに着目した。ギアの製作においては、微細なインボリュート形状を加工するためにワイヤー放電加工法が用いられている。本実験ではワイヤー放電加工面に対する断面観察を行った。使用した材料は、ステンレス鋼SUS310Sである。また放電面の作製は、FANUC社製ワイヤー放電加工機(ROBOCUT α -0A)を使用した。

2-2 FIB装置⁽³⁾

FIB装置は細く絞ったイオンビームを用いた微細加工ならびに観察機能を有した装置である。半導体、金属、高分子など比較的幅広い材料に対して適用が可能である。主に半導体製造プロセスのモニタリングや不良解析の分野で用いられている。他、透過電子顕微鏡用の試料作製装置としても利用されている。

本実験では、放電加工面の断面観察を行うために、日立ハイテクノロジーズ社製集束イオンビーム加工観察装置、FB-2100を用いた。

2-3 一般的な断面加工

図2は一般的な断面観察における検鏡面の作製

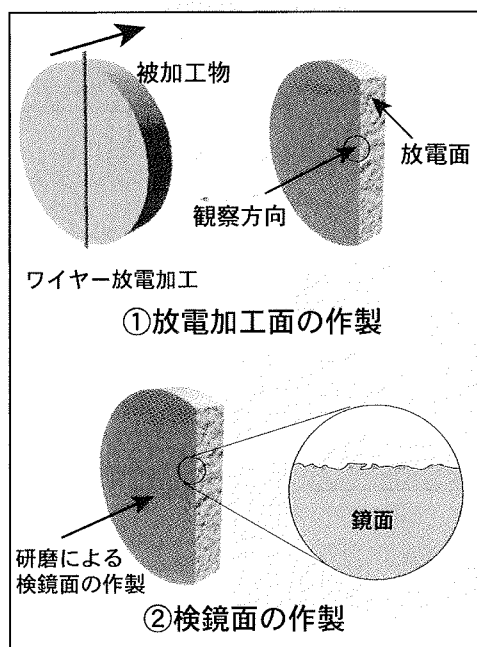


図2 一般的な検鏡面の作製過程

過程を模式的に示したものである。加工変質層を観察するためには、断面方向における検鏡面の作製が必要である。被加工物に対してワイヤー放電加工を行った後、断面観察を行うために検鏡面の研磨を行った。検鏡面の研磨行程は、概ね以下のとおりである。

- 1) 観察用サンプルの樹脂への埋め込み
- 2) 耐水研磨紙(#80~#1200)による粗研磨
- 3) ダイヤモンド砥粒ならびにコロイダルシリカによる仕上げ研磨
- 4) 観察

これらの工程は約4~5時間程度を要する。

2-4 FIB装置を用いた断面加工

図3はFIB装置を用いた場合の検鏡面の作製過程を模式的に示したものである。FIB装置を用いた場合の観察工程は以下のとおりである。

- 1) 放電加工面に対してイオンビームによるスロープ形状の加工
- 2) 試料を傾斜させて観察

FIB装置を用いた場合はPtのスパッタコートなどの前処理は必要であるが、サンプルの埋め込みや研磨作業などは、ほとんど不要である。サンプルを装置にセットし、観察位置においてピンポイントでの断面加工ならびに観察を行うことが可能である。また、断面加工に要する時間としては、単結晶シリコンの場合、20~30分程度である。

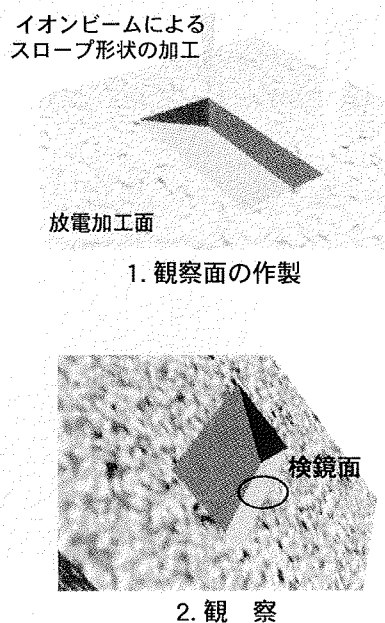


図3 一般的な検鏡面の作製過程

3. 観察結果

図4は、一般的な検鏡面の作製を行ったワイヤー放電加工面の断面のSEM写真である。粗加工である1st cutから順次加工条件を変化させ、仕上げ加工まで行った。図から明らかなように、1st cutにおいては放電加工によって熔融・再凝固した材料が母材表面に積層しながら付着している。このときの表面粗さは約 $4.7\mu\text{mRa}$ である。2nd cutにおいても、熔融物の付着が観察されるが、1st cutの場合と比べて付着量は減少している。このことはRaが $1/3$ 程度となっていることとよく一致している。3rd cutにおいては1stならびに2nd cutに見られた熔融物の積層層はほとんど見られず、均一な加工面が得られている。仕上げ面において表面粗さは約 $0.52\mu\text{mRa}$ であり、1st cutの $1/9$ 程度となっている。このように積層した再凝固物における断面も観察されていることから、検鏡面が良好に作製されていると考えられる。

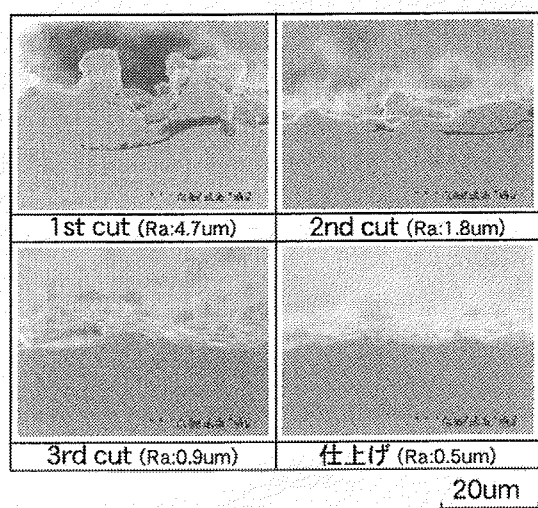


図4 放電加工面における断面のSEM像

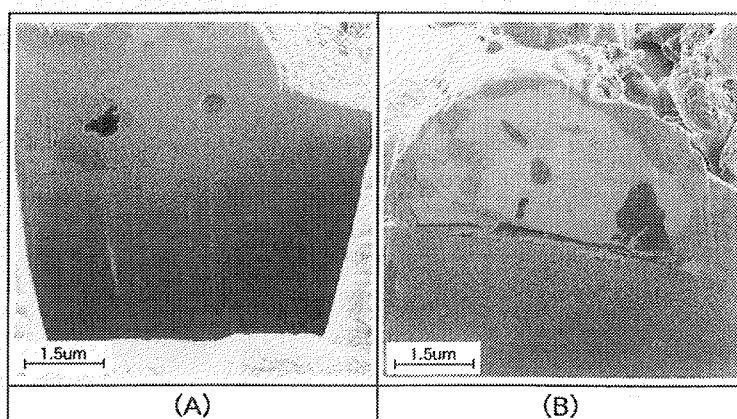


図6 放電加工面における断面のSIM像

図5は、1st cutにおける断面に対して、四分割半導体型反射電子検出器によるBSE(Back Scattering Electron)の組成モード像である。SEM像と比較した場合、BSEの組成モード像では、各組成がコントラストの差として強調されることから、組成の分布が把握できる。図から明らかなように、組成モード写真では、熔融物の積層状態が明確となっている。また、熔融物内部においては粒状の暗部が観察される。

図6は、FIB装置を用いて放電加工面に対して断面加工を行ったときの観察像(SIM像)である。図6(A)に示すように、観察位置においてイオンビームによってスロープ形状に加工した後、断面観察を行った。図6(B)から明らかなように、放電加工時に生成される再凝固物や組成の分布が、BSE像よりも明確に観察されている。これはFIBによる観察像すなわちSIM像はSEM像ならびにBSE像と比べて、材質によるコントラストや結晶粒の方位を反映したチャネリングコントラスト

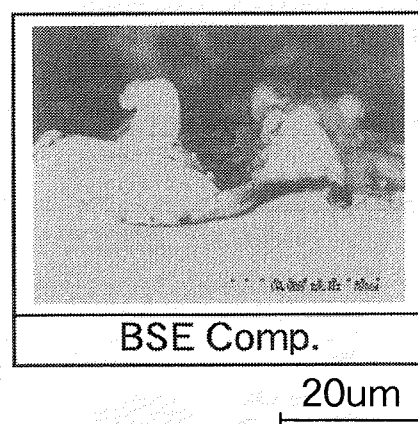


図5 放電加工面に対するBSE像

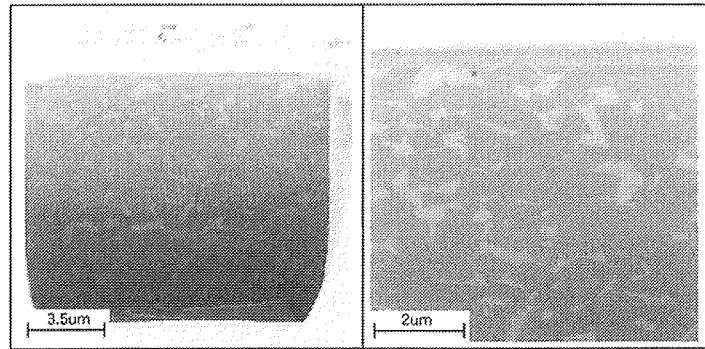


図7 FIBにより作製した超硬合金における観察面

が強調されるという特徴を有しているためである
(4)。

参考として、超硬合金に対してFIB装置を用いて断面加工を行ったときの観察像（SIM像）を図7に示す。使用した超硬合金は、WC-Co合金（住友電気工業（株）製超硬合金：G5）であり、WCの粒度は2μm以下である。図から、WC粒とCoの分布がコントラストとして明確になっていることがわかる。図中、明部がCo、暗部がWCである。このように、組成の違いが像のコントラストとして現れることから、FIB装置は組成分布など評価においても有効なツールであると考えられる。

4. まとめ

本報告では、放電加工面に対して、一般的な検鏡面の作製を行った場合とFIB装置による局所的な断面加工と観察を行った場合を比較した。

まず研磨等によって検鏡面の作製を行い、SEM像ならびにBSE像による観察を行った。その結果、再凝固層内部の組成の違いをコントラストの差として確認できた。また、仕上げ条件になるにしたいが、再凝固層が減少し、組成的に均一な断面が観察された。

次にFIB装置による放電加工面の観察では、BSE像よりも明確に組成の違いが確認できた。さらに研磨等、検鏡面の作製に要する時間を大幅に短縮できることから加工面の評価に大いに役立つものと考えられる。

本報告は、平成14年度特別電源所在県科学技術振興事業で行った研究の一部である。

参考文献

- (1)小林昭ほか：超精密生産技術大系第1巻，フジ・テクノシステム(1995)54
- (2)平成12年度地域研究開発促進拠点支援事業可能性試験成果報告書，岡山県新技術振興財団，17
- (3)平坂雅男，朝倉健太郎：FIB・イオンミリング技法Q & A，株式会社アグネ承風社（2002）18
- (4)皆藤 孝：FIB応用におけるin-situ観察，日本材料科学会，vol.38，No.5，(2001) 184