

平成21年 6月 2日現在

研究種目：若手研究（B）  
 研究期間：2007～2008  
 課題番号：19760486  
 研究課題名（和文） コンビナトリアルマテリアルによる金型用耐熱非晶質合金薄膜の探索  
 研究課題名（英文） Searching for the Thin film Amorphous Alloy for the Mold using Combinatorial Material Method  
 研究代表者  
 櫻井 淳平（JUNPEI SAKURAI）  
 東京工業大学・精密工学研究所・助教  
 研究者番号：40345385

## 研究成果の概要：

新しいガラスレンズ金型用耐熱非晶質合金薄膜の候補として、Pt基及びNi-Nb基非晶質合金薄膜についてコンビナトリアルアークプラズマ蒸着法を用いて、材料探索を行った。それぞれの合金系で、ガラスレンズ金型に適したPt<sub>50</sub>Zr<sub>40</sub>Ni<sub>10</sub>及びNi<sub>35</sub>Nb<sub>40</sub>Zr<sub>25</sub>(at.%)を探索した。Pt<sub>50</sub>Zr<sub>40</sub>Ni<sub>10</sub>を用いて実際の金型を試作した。さらに、ガラスレンズの成型テストも行い、ガラスレンズの成型に成功した。

## 交付額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2007年度	2,100,000	0	2,100,000
2008年度	1,300,000	390,000	1,690,000
年度			
年度			
年度			
総計	3,400,000	390,000	3,790,000

## 研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学、構造・機能材料

キーワード：アモルファス材料、コンビナトリアルマテリアル

## 1. 研究開始当初の背景

近年、光学ガラスデバイスの小型化、高性能化が要求されている。例えば、メディアの記録密度の向上やメディア間の互換性の要求に伴い、CD-DVD-Blu-ray Disc 互換ピックアップレンズや光学回折素子等のガラス製の光学デバイスにおいては、記録メディアの互換性に単一レンズで対応するには、回折格子等の表面超微細構造を有する光学ガラスデバイスの製作が必須であるが、いまだ実現できていない。その最大の理由は、表面超微細構造を有する光学ガラスデバイ

スの金型材料が、未だに開発されていないことである。従来、非球面ガラスレンズの成形には、タングステンカーバイド等の超硬材料が用いられているが、超硬材料は非常に硬いため、切削工具の摩耗が著しく、また、焼結体であるため、回折格子部分での焼結粒子の脱落が起こりやすく、表面超微細構造の加工が難しい。

そこで、表面超微細構造を有する光学ガラスデバイスの金型材料として、均質であるため本質的に超精密加工が可能なアモルファス合金に着目し、材料開発を行ってきた。

アモルファス合金は、加工面が結晶粒や、結晶粒界の影響を受けないため、表面超微細構造を有する金型材料として期待できる。

## 2. 研究の目的

本課題では、表面超微細構造を有する光学ガラスデバイスの金型材料として、アモルファス合金に着目し、コンビナトリアル法を用いて光学ガラスデバイス成形用金型材料の効率的な探索を行い、その材料を用いて光学ガラスデバイス成形金型を試作することが目的である。

## 3. 研究の方法

研究方法は、1) コンビナトリアルアークプラズマ蒸着法による耐熱性非晶質合金薄膜の探査、2) 探査した耐熱性非晶質合金薄膜の物性評価及び3) 耐熱性非晶質合金薄膜を用いた金型の試作及び評価の3つの段階で研究を行った。

### 1) 耐熱性非晶質合金薄膜の探査

耐熱性非晶質合金薄膜の探査を以下の方法で行った。

#### 1. 3元ライブラリの製作

コンビナトリアルアークプラズマ蒸着法(以下CAPD)を用いて、アルミナ基板上に3元系組成ライブラリを製作する。ひとつの3元ライブラリ上には、1mm平方のサンプルが1089個、同時に製作される。

#### 2. 非晶質の組成領域の決定

3元ライブラリのサンプル群の合金組成は、エネルギー分散型微小部蛍光X線分析装置を用いて調べる。非晶質度を微小部X線回折装置を用いて調べ、各合金系での、非晶質の組成領域を決定する。

### 2) 耐熱性非晶質合金薄膜の物性評価

耐熱性非晶質合金薄膜の物性評価を以下の方法で行う。

#### 1. スパッタによる耐熱性非晶質合金薄膜の作製

CAPDで製作した試料は非常に小さいため、各物性評価を行うことは難しい。そのため、探査した組成の耐熱性非晶質合金薄膜をカルーセル型スパッタ装置を用いて再現する。ターゲット毎にスパッタ出力を調整することで、所望の合金組成の薄膜を製作する。

#### 2. 耐熱性非晶質合金薄膜の特性評価

上記で製作した耐熱性非晶質合金薄膜の各特性を評価する。結晶化温度や線膨張係数等の熱的特性及び引張強度等の機械的特性を、熱示差熱量計及び熱機械試

験機を用いて調べ、基礎的な物性の知見を得て、金型材料として有望な耐熱性非晶質合金薄膜の候補材料を絞り込む。

また、研究協力者のコニカミノルタオプトの協力を得て、実際生産で使用されている装置を用いて、耐熱非晶質合金の被切削性や熔融ガラスとの融着性の評価を行った。候補材料を絞り込んだ。

### 3) 耐熱性非晶質合金薄膜を用いた金型の試作及び評価

耐熱性非晶質合金薄膜を用いた金型の試作及び評価を以下の方法で行う。

#### 1. 金型の製作及び評価

候補材料の耐熱性非晶質合金薄膜を用いて、実際にガラス成形用の金型を試作する。あらかじめ加工された非球面レンズ金型用ジグに、厚さ100 $\mu$ mの耐熱性非晶質合金薄膜を成膜する。その後、ダイヤモンド工具により回折溝等の超精密加工を行い、切削面の表面粗さや回折溝形状を走査プローブ顕微鏡(現有装置)を用いて評価する。

本研究では、新しいガラスレンズ金型用非晶質合金候補として、Pt基合金(Pt-Hf-Ni, Pt-Zr-Ni, Pt-Zr-Cu)とNi-Nb-Zr薄膜非晶質合金について、材料探索を行った。

## 4. 研究成果

### 1. Pt基非晶質合金

1.1 いずれの合金系でも、Pt過剰組成で非晶質組成領域を示し、Ptの非晶質組成領域はいずれも、50~60at%の範囲であった。

1.2 目標の結晶化温度をガラス材料のガラス転移点(830K)よりも十分高い973Kに設定し、各合金系について調べた。その結果、Pt-Hf-Ni, Pt-Zr-Ni系の試料の中でいくつかの試料は、目標値以上の結晶化温度を得られたが、Pt-Zr-Cu系の試料は、目標値を満たす試料は得られなかった。

1.3 熔融ガラスとの融着性は、いずれの試料も、熔融ガラスと融着しなかった。また、滴下試験後の試料についてX線回折測定を行った結果、いずれの試料も非晶質で、結晶化や酸化物のピークは観察されなかった。

1.4 Pt-Hf-Ni, Pt-Zr-Ni系の試料についてダイヤモンドバイトによる切削試験を行った。Pt-Zr-Niの被削性は、従来のPt非晶質合金・PtHfZrNiと比べ優れていた。しかし、Pt-Hf-Niは、ダイヤモンドバイトで切削加工することができなかった。

1.5 Pt-Zr-Ni非晶質合金を用いて、ガラス

レンズ金型の試作を行い、回折溝を有する金型の製作を行った(図1)。

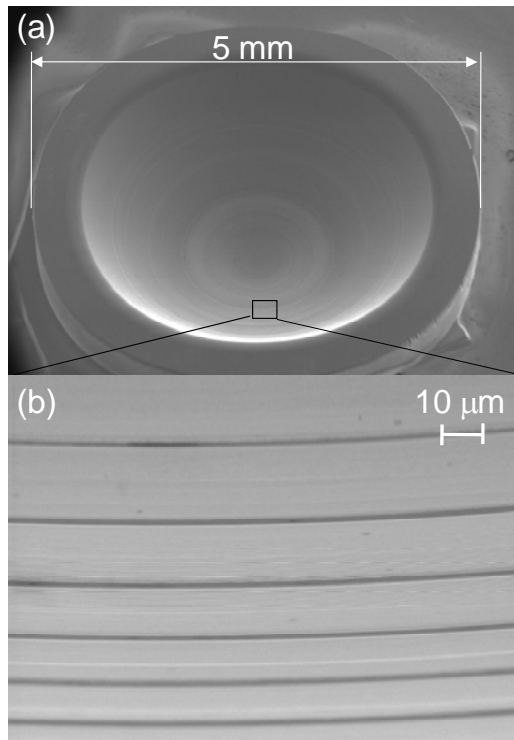


図1 Pt基非晶質合金を用いたガラスレンズ用成形金型

## 2. NiNbZr非晶質合金

2.1 Ni-Nb-Zr系では、Nb濃度：20～80at%と広範囲で非晶質領域を示した。(図2)

2.2 得られたアモルファス組成領域内で、スパッタサンプルを製作し、ガラスレンズ成形金型用材料に要求される以下に示す各特性の評価を行った。

- ①熱的安定性：真空中 723K, 100h 加熱保持しても結晶化しない。
- ②切削加工性：ダイヤモンドバイトのRバイトを用いてテーパ形状の切削加工を行い、バイトの切込み角に対する実際の切削角を切削除去率と定義し、それが90%以上あること。
- ③機械的性質：引張強度が1GPa以上、ナノインデンテーション法による硬さが、7GPa以上あること。
- ④耐酸化性：大気中 723K, 40h 加熱保持しても、未酸化であること。
- ⑤融着性：熔融したガラスと融着しないこと。

その結果、 $Ni_{35}Nb_{40}Zr_{25}$  (at.%) のサンプルにおいて、真空中 723K-100h 加熱保持してもアモルファスを維持し、Rバイトでの切削除去率 94%、引張強度 1.71GPa、硬度 10.0GPa、大気中 723K-40h 加熱保持

しても未酸化であり、ガラスとの低融着性を示し、新しいガラスレンズ金型用非晶質合金を発見した。

2.3 切削加工性を向上させるため、第四元素のTiを添加し、その効果を検証した。その結果、Ti添加量 15, 20(at.%)のサンプルで、剣先バイトによる切削加工が行えるようになり、微細な回折格子の製作に可能性を見出した。

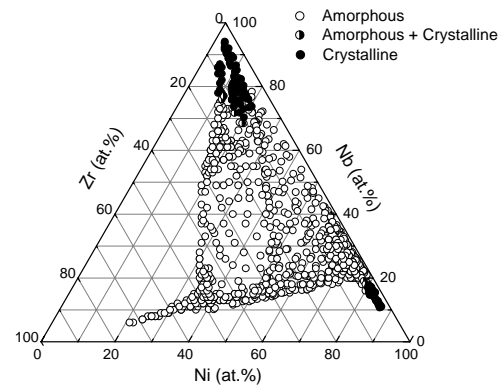


図2 Ni-Nb-Zr系の非晶質組成

## 5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 3件)

- 1) Junpei SAKURAI, Seiichi HATA and Akira SHIMOKOHBE, Characteristics of Cu-Zr Thin Film Metallic Glasses Fabricated by a Carousel-Type Sputtering System, Jpn. J. Appl. Phys., 48 (2009) 025503, 査読有
- 2) 山内隆介, 秦誠一, 桜井淳平, 下河辺明, ガラスレンズ成形金型材料用アモルファス合金のコンビナトリアル探索—結晶化開始温度, 機械特性の評価—, 精密工学会誌, 37 (2008) 254-257, 査読有
- 3) 秦誠一, 桜井淳平, 下河辺明, 新しいPt基アモルファス合金を用いたガラスレンズ成形用金型の試作, 日本機械学会論文集(C編), 74 (2008) 1020-1025, 査読有

[学会発表] (計 7件)

- 1) Junpei Sakurai, Seiichi Hata, Mitsuhiro Abe, Yuko Aono, Akira Shimokohbe, Combinatorial evaluation of heat and oxidation resistances of Ni-Nb-Zr thin film amorphous alloys, 5th International Conference on Combinatorial and High-Throughput Materials Science., #1035 (2008.9.29, Seon, Germany)

- 2) Yuko Aono, Seiichi Hata, Junpei Sakurai, and Akira Shimokohbe, New Measurement Method for Crystallization Temperature of Thin Film Amorphous Alloy, Junior Euromat '2008. (2008.7.14, Lausanne, Switzerland)
- 3) Junpei Sakurai, Seiichi Hata, Ryusuke Yamauchi, Hiroyuki Tachikawa, Akira Shimokohbe, Combinatorial Searching for Noble Metal-based Amorphous Alloy Thin Films for Glass Lens Mold, MRS Proc., 1024E, A 01-06 (2007.11.27, Boston, USA)
- 4) Mitsuhiro Abe, Seiichi Hata, Ryusuke Yamauchi, Junpei Sakurai, Akira Shimokohbe, Combinatorial Searching for Pt-Zr-Ni Thin Film Amorphous Alloys for Glass Lens Mold, MRS Proc., 1024E, A06-08 (2007.11.29, Boston, USA)
- 5) 桜井淳平, 秦誠一, 山内隆介, 下河辺明, 高機能ガラスレンズ金型材料の探索Iー白金族基非晶質合金の探索ー, 2007年度精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集, 241-242 (2007.9.14, 旭川)
- 6) 山内隆介, 秦誠一, 桜井淳平, 下河辺明, 高機能ガラスレンズ金型材料の探索IIー機械的特性, 切削特性の改善ー, 2007年度精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集, 243-244 (2007.9.14, 旭川)
- 7) 桜井淳平, 秦誠一, 山内隆介, 下河辺明, ガラスレンズ金型白金族アモルファス合金の探索, 日本金属学会講演概要, 288 (2007.9.21, 岐阜大学)

[図書] (計 0 件)

なし

[産業財産権]

○出願状況 (計 0 件)

なし

○取得状況 (計 0 件)

なし

[その他]

なし

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

櫻井 淳平 (SAKURAI JUNPEI)

東京工業大学・精密工学研究所・助教

研究者番号: 40345385

### (2) 研究分担者

なし

### (3) 連携研究者

なし