

自己評価報告書

平成 23 年 4 月 5 日現在

機関番号：12608
 研究種目：若手研究(S)
 研究期間：2008～2012
 課題番号：20676002
 研究課題名(和文) ガラス成形金型用 Pt フリーアモルファス合金のコンビナトリアル探索とそのナノ加工
 研究課題名(英文) Combinatorial Search and Nanoprocessing of Pt-free Amorphous Alloys for Glass Molding Die
 研究代表者
 秦 誠一 (HATA SEIICHI)
 東京工業大学・精密工学研究所・准教授
 研究者番号：50293056

研究分野：工学

科研費の分科・細目：機械工学・生産工学・加工学

キーワード：ナノ材料, 精密部品加工, 金型, アモルファス合金, ガラス成形, 金属ガラス

1. 研究計画の概要

より高性能な非球面ガラスレンズ成形金型材料の実現とそのナノ加工を目指し、稀少元素である Pt フリーの革新的ガラスレンズ成形金型材料を、新しいコンビナトリアル技術、計測技術を利用することで、効率的に探索する。具体的には、以下の項目を研究目的として研究を進める。

- (1) ガラス成形金型に適した Pt フリーの新しいアモルファス合金の探索
- (2) コンビナトリアル結晶化開始温度(Tx)測定法の開発
- (3) Pt フリーアモルファス合金のナノ成形によるクローン金型の実現

2. 研究の進捗状況

- (1) ガラス成形金型に適した Pt フリーの新しいアモルファス合金の探索

Pt フリーでもガラス成形に耐えられる耐熱性、機械的強度、耐ガラス融着性、耐高温酸化性を有する可能性のある合金系として、Ni-Nb-Zr 系をコンビナトリアル探索しアモルファスとなる組成領域を特定した。

特定した Ni 基アモルファス合金組成から、複数の組成を選択し、耐熱性、機械的強度を評価した。その内、耐熱性、機械的強度に優れたサンプルについて、さらに耐酸化性、耐ガラス融着性を検討した。検討の結果、Pt フリーのガラス成形金型材料として、Ni₃₅Nb₄₀Zr₂₅ (at.%)を見出すことに成功した。

- (2) コンビナトリアル結晶化開始温度(Tx)測定法の開発

測定精度を確認・向上させた放射率変化を利用した Tx 測定方法を利用して、評価用薄膜ライブラリを真空加熱炉で加熱しながら、

赤外線サーモグラフィにより、その温度を測定することで、組成および Tx の異なる多数のサンプルを一度に測定する方法を実現した。本方法により、従来法である示差走査熱量計による逐次測定に比べ、10 倍以上の処理速度を実現した。

さらに本手法を応用し、一様な温度傾斜を実現可能な新しい実験装置を作成し、Pd₇₇Cu₆Si₁₇ の温度時間変態線図の迅速測定に成功した。これにより従来法に比べ 20%以上測定に要する時間を削減することが出来た。

- (3) Pt フリーの新しいアモルファス合金のナノ成形によるクローン金型の実現

見出した Ni₃₅Nb₄₀Zr₂₅ を、基板回転式のターゲット対抗スパッタ成膜装置を用いて、厚膜サンプルを成膜し、切削性評価を行った。その結果、切削性に課題は残るものの、世界で初めて Pt フリーのアモルファス合金による回折格子を有するガラス金型の製作に成功した。

3. 現在までの達成度

①当初の計画以上に進展している。

(理由)

研究目的について、進捗状況で述べたように順調に研究が推移している。さらに当初の目標外の波及効果も具体的な製品という形で実現しており、上記の自己評価とした。

- (1) ガラス成形金型に適した Pt フリーの新しいアモルファス合金の探索

本研究により見出した Pt フリーのガラス成形金型材料としての Ni₃₅Nb₄₀Zr₂₅ は、世界で初めての非貴金属系かつアモルファス構

造のガラス金型材料である。さらに $\text{Ni}_{35}\text{Nb}_{40}\text{Zr}_{25}$ のガラス含む Ni-Nb-Zr 系アモルファス合金は、高い耐食性を示した。これをダイアフラム材料とすることで、これまで耐食性を得ることが難しかった腐食性ガスにも耐えることができる新しい高耐食性ダイアフラム真空計の実用化に成功した。

(2) コンビナトリアル結晶化開始温度(T_x)測定法の開発

本研究で提案した放射率変化を利用したコンビナトリアル結晶化開始温度測定法は、全く新しい測定手段であり、その精度や感度を向上させることに成功した。さらに、本手法は金属材料の相変態の検出に広く応用することが可能であり、形状記憶合金のマルテンサイト変態の検出などに応用可能であることが見出されつつある。

(3) Pt フリーの新しいアモルファス合金のナノ成形によるクローン金型の実現

クローン金型については、これからの研究課題であるが、すでに見出した $\text{Ni}_{35}\text{Nb}_{40}\text{Zr}_{25}$ を用いて、切削性に課題は残るものの、世界で初めて Pt フリーのアモルファス合金による回折格子を有する金型の製作に成功した。

4. 今後の研究の推進方策

(1) ガラス成形金型に適した Pt フリーの新しいアモルファス合金の探索

薄膜ライブラリと、そのコンビナトリアル評価により、さらに耐熱性、機械的強度、耐ガラス融着性、耐高温酸化性に優れた Pt フリーのガラスレンズ成形金型材料を探索する。特に添加元素の効果や熱処理の効果について検討する。

(2) コンビナトリアル結晶化開始温度(T_x)測定法の開発

サンプルの集積化により測定効率化を進め、 Ni-Nb-Zr-X 系の測定を行う。これによりガラスレンズ成形金型用のアモルファス合金の「寿命」を明らかとする。

(3) Pt フリーの新しいアモルファス合金のナノ成形によるクローン金型の実現

切削加工による Pt-Zr-Hf-Ni 系アモルファス合金金型を、マスター金型とし、探索したガラス成形用 Pt フリーアモルファス合金のナノ成形を行う。クローン金型成形のための十分な加熱時間、温度が得られない場合は、切削加工による金型の製作も試みる。

5. 代表的な研究成果

〔雑誌論文〕(計 16 件：すべて査読有)

① J. Sakurai, M. Abe, M. Ando, Y. Aono, S. Jiang, A. Shimokohbe and S Hata, Effect of

sputtering method on characteristics of amorphous Ni-Nb-Zr alloys for glass lenses molding die materials, Journal Solid Mechanics and Materials Engineering, 4, 1742- 1753 (2010)

② Y. Aono, J. Sakurai, T. Ishida, A. Shimokohbe and S. Hata, High-Throughput Measurement Method for Time-Temperature-Transformation Diagram of Thin Film Amorphous Alloys, Applied Physics Express, 3, 125601 (2010).

③ S. Hata, Y. Aono, J. Sakurai and A. Shimokohbe, Measurement of Crystallization Temperature Using Thermography for Thin Film Amorphous Alloy Samples, Applied Physics Express, 2, 036501 (2009)

〔学会発表〕(計 14 件)

① S. Hata, J. Sakurai, Y. Aono, N. Tamujidi, Y. Matsumoto and A. Shimokohbe, “Combinatorial Technology on Searching for Novel Amorphous Alloys” The 6th International Workshop on Combinatorial Materials Science and Technology (2010.10, Hokkaido, Japan) (Invited)

② J. Sakurai, M. Abe, M. Ando and S. Hata, Combinatorial searching for Ni-Nb-Zr amorphous alloys as glass lens molding die materials, Abstracts International Conference on Precision Engineering, 62 (2010.7. Singapore)

〔産業財産権〕

○出願状況 (計 1 件)

名称：相転移する試料の相転移条件の測定方法およびそのための測定装置

発明者：秦 誠一, 桜井淳平, 青野祐子

権利者：東京工業大学

種類：公開特許公報

番号：特開 2010-48618

出願年月日：2008. 8. 20

国内外の別：国内

○取得状況 (計 1 件)

名称：コンビナトリアルマテリアル用評価基板

発明者：秦 誠一, 山内隆介, 桜井淳平, 下河辺 明

権利者：東京工業大学

種類：特許公報

番号：特許第 4560628 号

取得年月日：2010. 8. 6

国内外の別：国内

〔その他〕

ホームページ

<http://www.nethata.pi.titech.ac.jp/>