

**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**  
Combinatorial Search and Nanoprocessing of  
Pt-free Amorphous Alloys for Glass Molding Die

**秦 誠一 (HATA SEIICHI)**

東京工業大学・精密工学研究所・准教授



研究の概要

本研究では、耐熱性、耐久性、加工性に優れ、希少元素であるPtフリーの新しいガラス成形金型材料の探索と、その精密微細加工を、コンビナトリアル技術を利用して効率的に達成することを目的としている。これまでに全く新しい結晶化開始温度の測定技術や、世界で初めてPtフリーのNi基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。

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・マイクロ加工，ナノ材料，金型，アモルファス合金，ガラス成形

1. 研究開始当初の背景

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、これまでに申請者らが見出したPt<sub>51</sub>Hf<sub>20</sub>Zr<sub>17</sub>Ni<sub>12</sub>アモルファス合金と同等の耐酸化性、加工性、ガラスとの耐融着性を有し、結晶化開始温度(T<sub>x</sub>)が1,273K以上の新しいアモルファス合金をコンビナトリアル探索してきた。その中で、従来方法では測定が非常に困難であった薄膜アモルファス合金のT<sub>x</sub>を赤外線サーモグラフィにより、その放射率変化として測定する方法を考案した。

本方法を用いれば、1mm角、厚さ数μmのサンプルで、高真空中でも測定可能である。このため、コンビナトリアルアークプラズマ蒸着(CAPD)を用いて製作した薄膜ライブラリ上のサンプル(1,089個)のT<sub>x</sub>を、ハイスループット評価することも可能となり、材料探索の探索効率が飛躍的に向上する。

このような新しい知見に基づき、本測定法を利用したコンビナトリアル探索技術を開発することで、希少元素であるPtフリーの革新的ガラスレンズ成形金型材料の効率的な探索が可能であると考えた。

2. 研究の目的

本研究では、以下の項目について研究を進める。

- (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(T<sub>x</sub>)

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

3. 研究の方法

- (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

CAPDやコンビナトリアルスパッタ法を用いて候補合金系のT<sub>x</sub>および切削性の評価用薄膜ライブラリをそれぞれ製作し、高T<sub>x</sub>で切削性に優れたPtフリーの新しいアモルファス合金を効率的に探索する。

- (2) コンビナトリアル結晶化開始温度(T<sub>x</sub>)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T<sub>x</sub>測定方法を利用して、T<sub>x</sub>測定用薄膜ライブラリを真空中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T<sub>x</sub>の異なる多数のサンプルを一度に測定する方法を実現する。さらに、本方法を応用しガラスレンズ成形金型用のアモルファス合金の温度-時間変態線図のコンビナトリアル測定方法を実現する。

- (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。

#### 4. これまでの成果

##### (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、Ni<sub>35</sub>Nb<sub>40</sub>Zr<sub>25</sub> (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 (図 2)。

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、Pd<sub>77</sub>Cu<sub>6</sub>Si<sub>17</sub> 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。

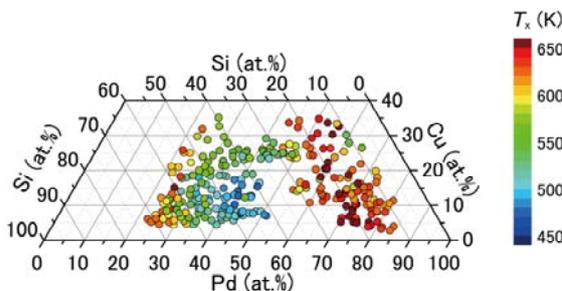


図 1 コンビナトリアル Tx 測定

##### (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 Ni<sub>35</sub>Nb<sub>40</sub>Zr<sub>25</sub> を、基板回転式 N F T S 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 (図 2)。

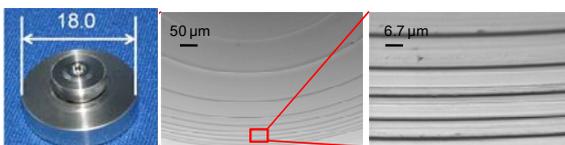


図 2 Pt フリーアモルファス合金金型

#### 5. 今後の計画

##### (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 (Tx) 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。

#### 6. これまでの発表論文等 (受賞等も含む)

##### 1) 学会誌印刷公表論文

1. Junpei Sakurai, Mitsuhiro Abe, Masayuki Ando, Yuko Aono, Shengxian Jiang, Akira Shimokohbe, Seiichi 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. Yuko Aono, Junpei Sakurai, Tetsuo Ishida, Akira Shimokohbe and Seiichi Hata, High-Throughput Measurement Method for Time-Temperature-Transformation Diagram of Thin Film Amorphous Alloys, Applied Physics Express, 3, 125601 (2010).

3. Seiichi Hata, Yuko Aono, Junpei Sakurai and Akira Shimokohbe, Measurement of Crystallization Temperature Using Thermography for Thin Film Amorphous Alloy Samples, Applied Physics Express, 2, 036501 (2009)

他 13 編

2) 国際会議発表論文 7 編

3) 産業財産権等 特許 1 件, 特開 1 件

4) 招待講演 1 件

5) 国内会議発表 6 件

6) 受賞

秦 誠一, 日本機械学会 機械材料・材料加工部門業績賞 (2010 年 9 月 6 日)

ホームページ等

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