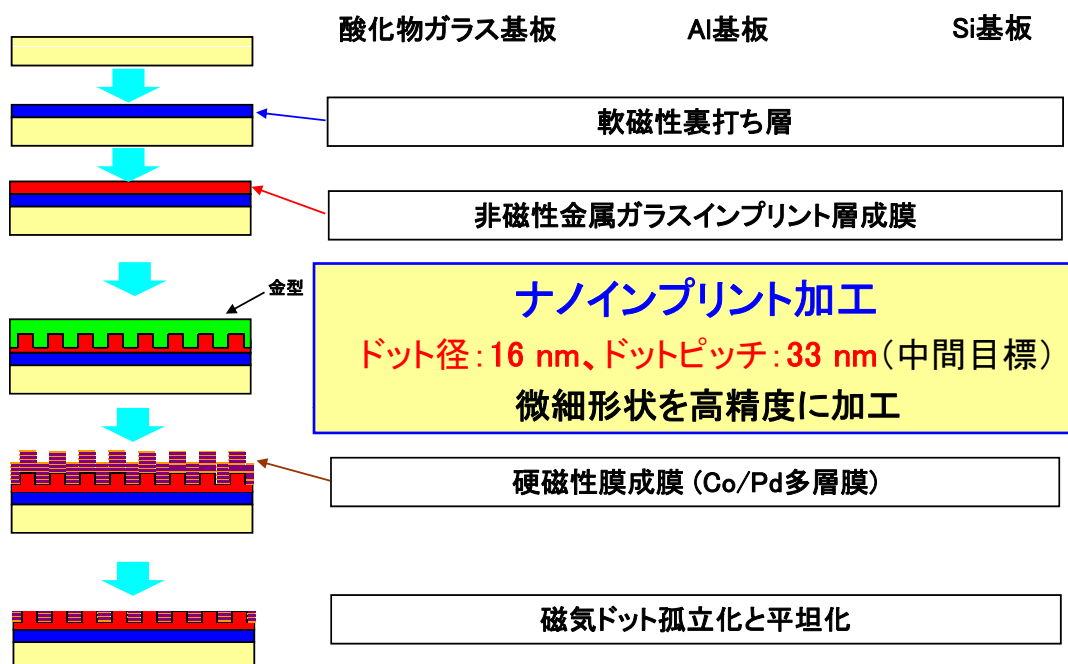


研究開発項目①-2-2

金属ガラスによる超高密度パターンの形成技術(インプリント)

1. 想定される部材創製プロセス
2. Fe基金属ガラスのインプリント基礎試験
3. 非磁性金属ガラスのインプリント試験
 - ・ホール金型による凸型パターン創製
 - ・ドット金型による凹型パターン創製
4. 磁気ドットの磁化反転挙動調査
5. 成果のまとめと目標達成状況

想定される媒体構造と目標



3. 研究開発成果

ナノインプリントに用いられる主な手法

資料 6-1-1

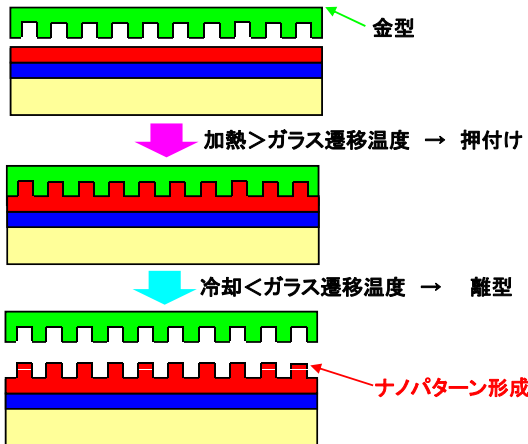
光インプリント

- ・光硬化性樹脂にインプリント。
- ・紫外線等で硬化させるため、金型または材料のいずれかに光透過性が必要。
- ・室温でインプリントが可能。

熱インプリント

- ・「加熱して押す」シンプルなプロセス。
- ・熱可塑性材料に広く適応。主に熱可塑性樹脂、ガラスにインプリント。
- ・材料により高温での加工も可能。

熱インプリント工程



ナノインプリント装置 (平成19年度導入)

主な仕様

最大荷重	: 10 kN
荷重保持精度	: ±5 N
最大温度	: 700 °C
温度保持精度	: ±2 %以内

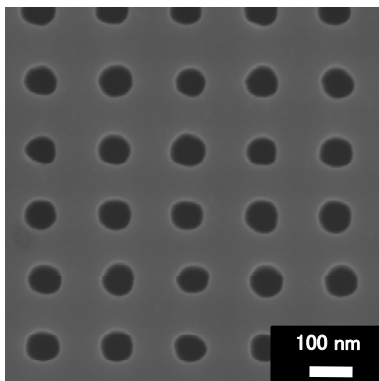
3. 研究開発成果

Fe基金属ガラスのインプリント基礎試験(80 nm径ホール金型)

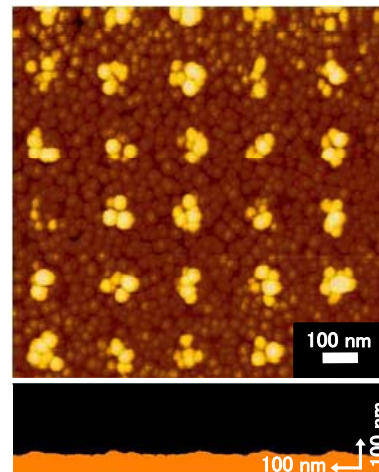
資料 6-1-1

市販インプリント用金型(N社製Si)

インプリントしたFe基金属ガラス

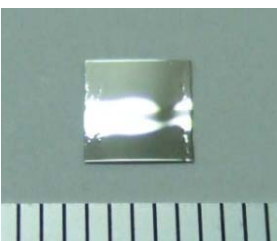


パターン仕様
ドット径: 80 nm
ドットピッチ: 160 nm
ドット深さ: 200 nm



インプリント条件
印加荷重: 750 N
加工温度: $T_g + 10$ K
荷重保持時間: 30 s

ドット径: 40~70 nm
ドット高さ: 5~20 nm



Fe-B-Si-Nb金属ガラス
(液体急冷リボン材、
表面研磨品)
5 mm角、厚さ: 20 μm

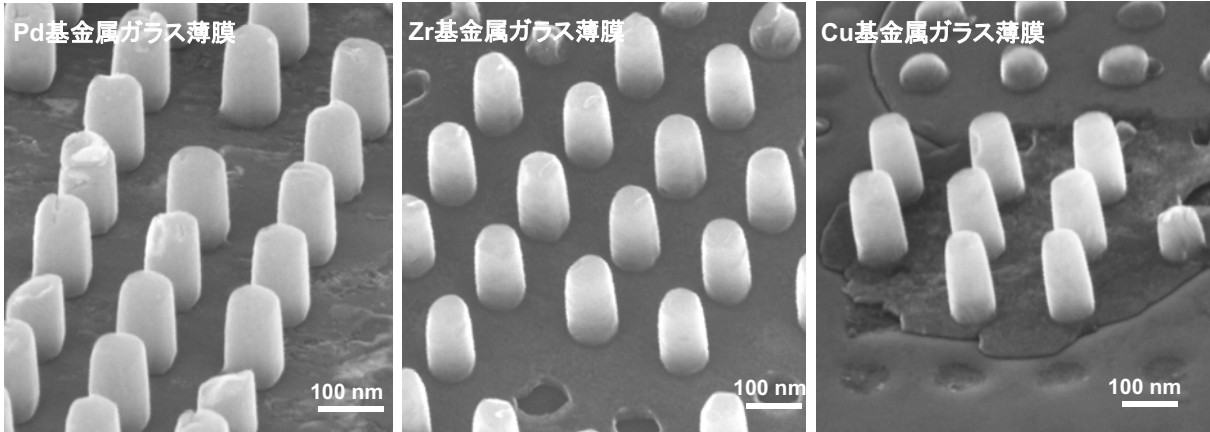
- ・ドット径80 nmのパターンの形成を確認
- ・結晶化の進行によりインプリントが阻害
→条件はさらに検討が必要
- ・金型と未接触の領域が存在
→研磨リボン材の表面の改善が必要

3. 研究開発成果

非磁性金属ガラス薄膜のインプリント試験(80 nm径ホール金型)

資料 6-1-1

・市販ホール金型(N社製 材質:Si、最小ドット径:80 nm、ホール深さ:200 nm)を使用



・成形温度: 336°C ($T_g+10^\circ\text{C}$)
 ・成形時間: 10 s
 ・プレス圧: 30 MPa

・成形温度: 424°C ($T_g+40^\circ\text{C}$)
 ・成形時間: 30 s
 ・プレス圧: 30 MPa

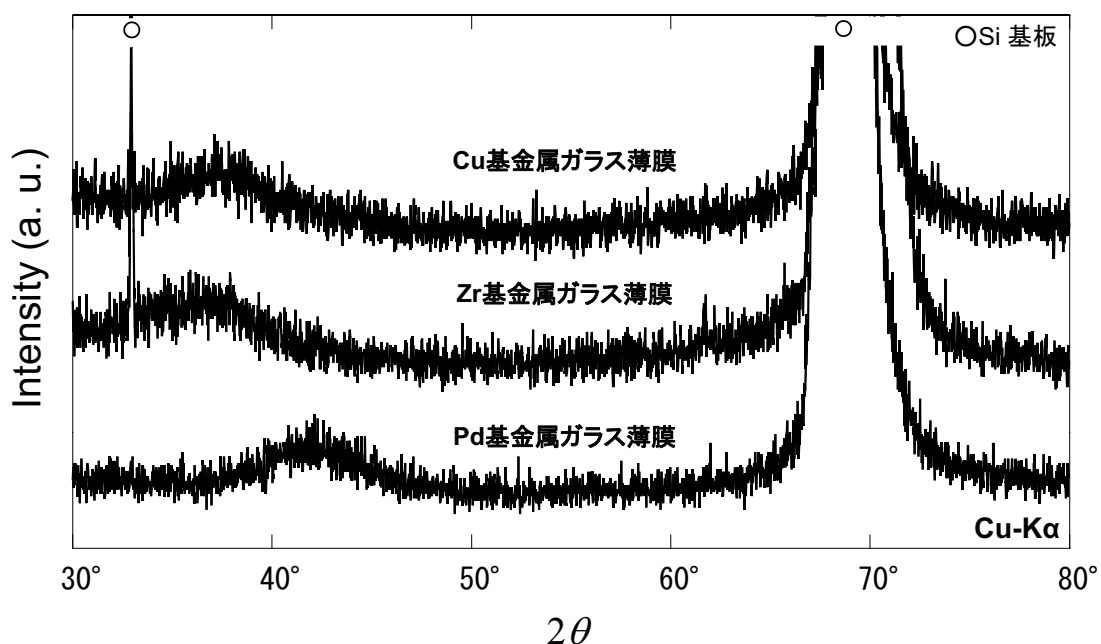
・成形温度: 429°C ($T_g+40^\circ\text{C}$)
 ・成形時間: 60 s
 ・プレス圧: 30 MPa

- ・直径80 nm、アスペクト比1以上のドットパターンを確認
 →非磁性金属ガラス薄膜へのナノインプリントが可能
- ・ドットの欠け、ドット頂部の平坦性が不足

3. 研究開発成果

インプリント試験後の非磁性金属ガラス薄膜のXRD図形

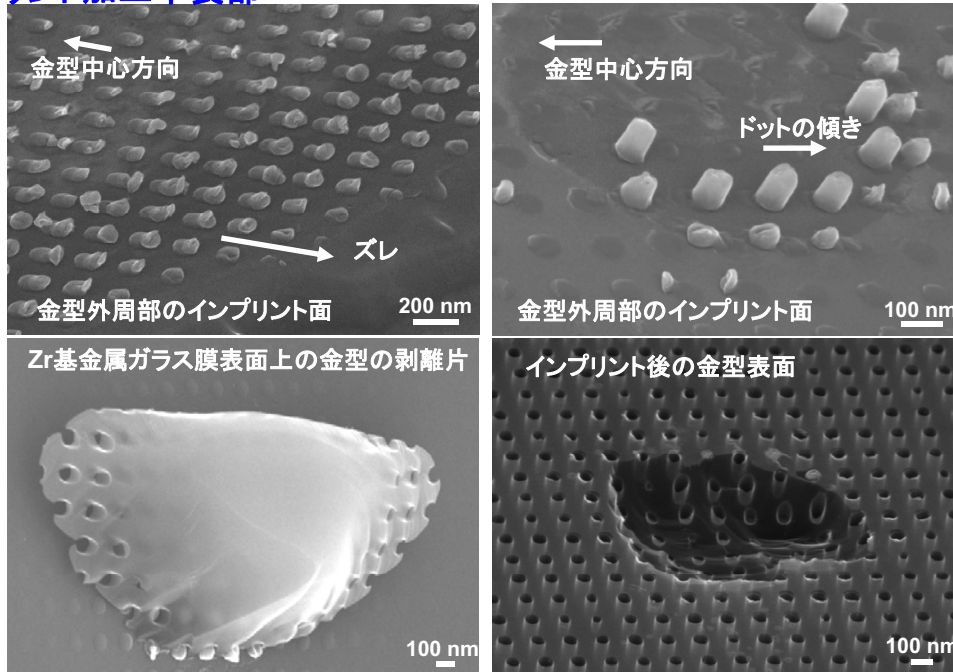
資料 6-1-1



何れの非磁性金属ガラス薄膜もインプリント後にガラス状態を維持

3. 研究開発成果

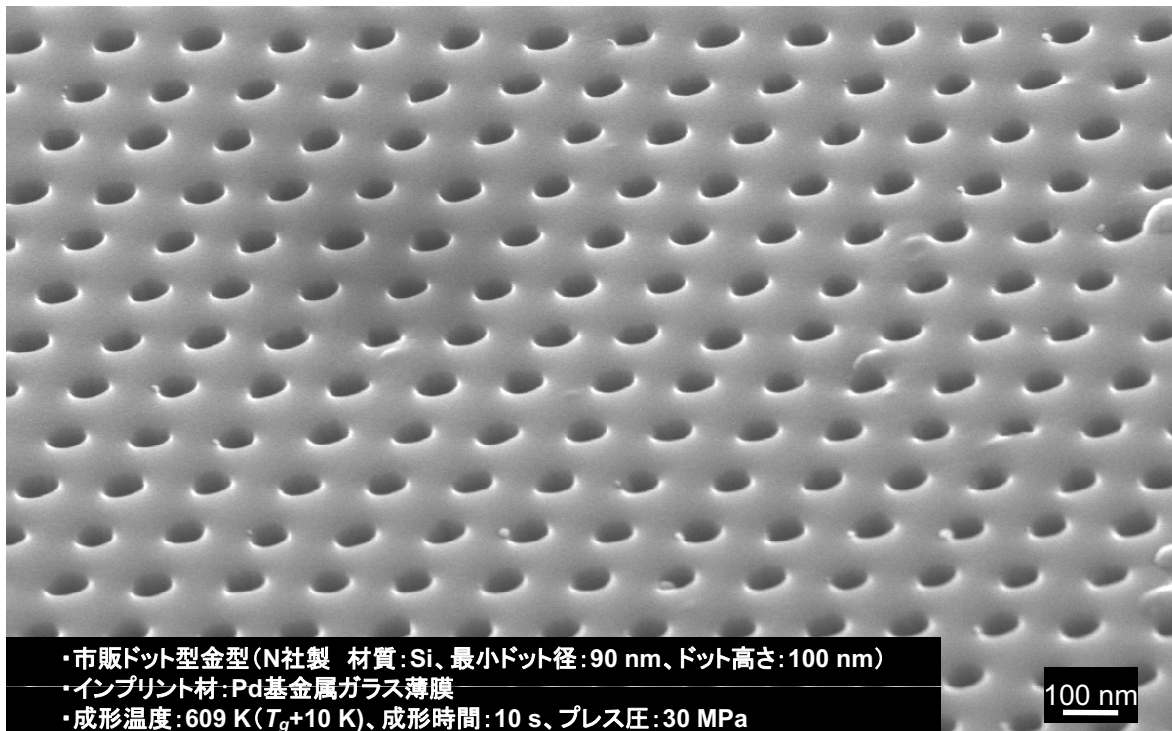
インプリント加工不良部



- ・全ての非磁性金属ガラス薄膜の**金型外周部**で**ドットのズレ**および**傾き**を確認
- ・Zr基およびCu基金属ガラス薄膜は**離型が困難**

3. 研究開発成果

Pd基金属ガラス薄膜のインプリント試験(90 nm径ドット金型)

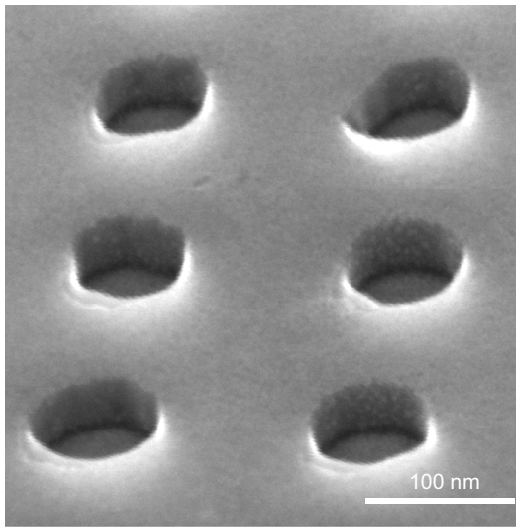


- ・市販ドット型金型(N社製 材質: Si、最小ドット径: 90 nm、ドット高さ: 100 nm)
- ・インプリント材: Pd基金属ガラス薄膜
- ・成形温度: 609 K (T_g+10 K)、成形時間: 10 s、プレス圧: 30 MPa

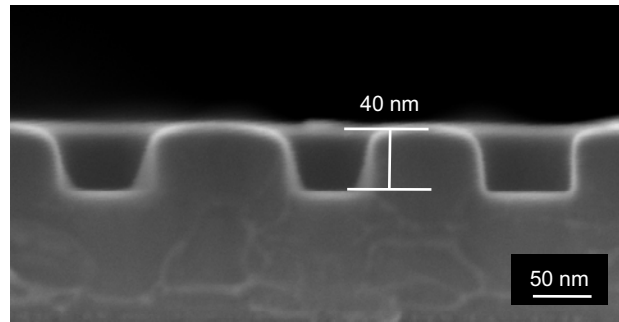
3. 研究開発成果

Pd基金属ガラス薄膜のインプリントホール形状評価(90 nm径)

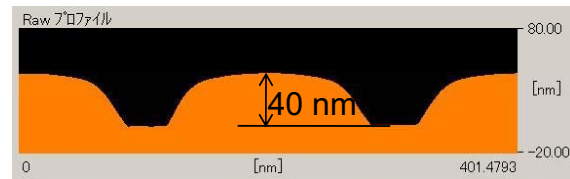
資料 6-1-1



直径90 nmのホールパターンの拡大像



90 nm径ホール断面SEM像



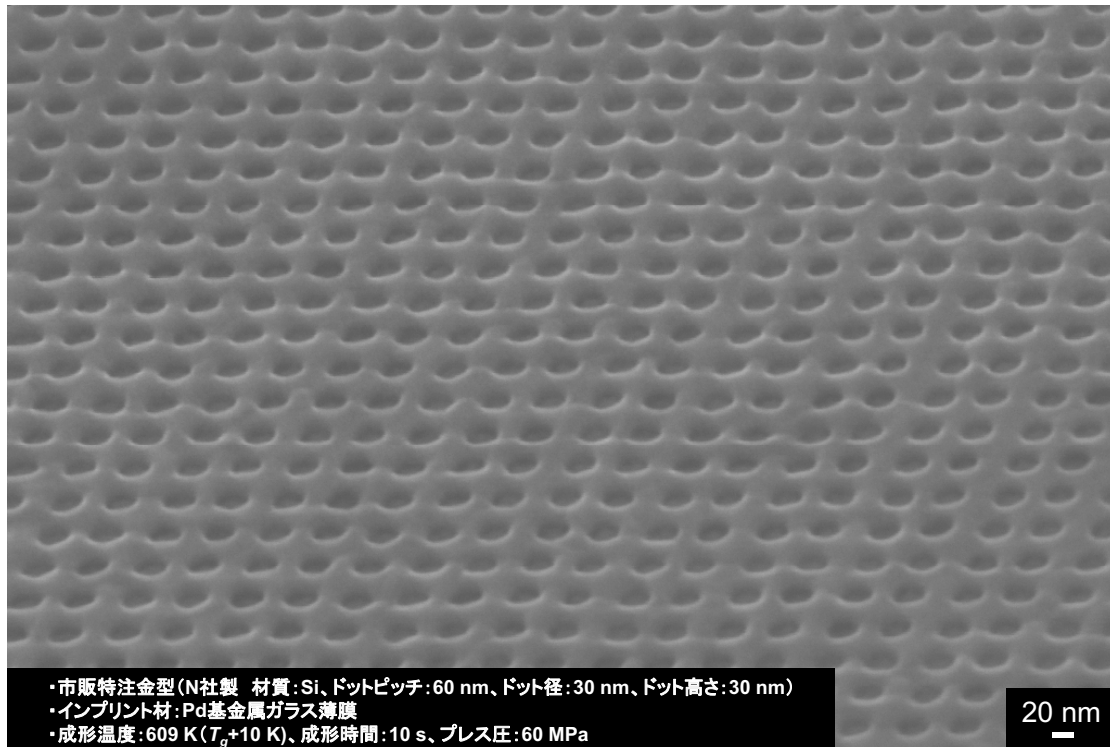
直径90 nmのホールパターンのAFM断面プロファイル

- ・直径90 nm、深さ約40 nmのホールパターンを成形可能
- ・ホール底部の平坦性を確認
→ドット型金型によるPd基金属ガラス薄膜へのインプリントがナノパターン成形に好適

3. 研究開発成果

Pd基金属ガラス薄膜のインプリント試験(30 nm径ドット金型)

資料 6-1-1

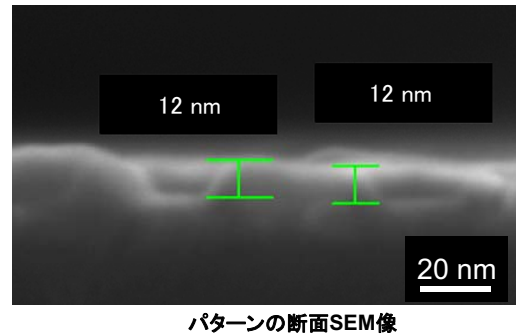
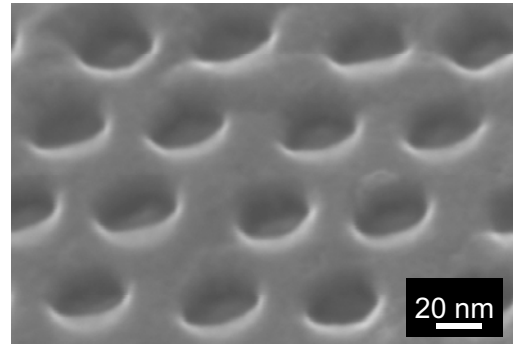
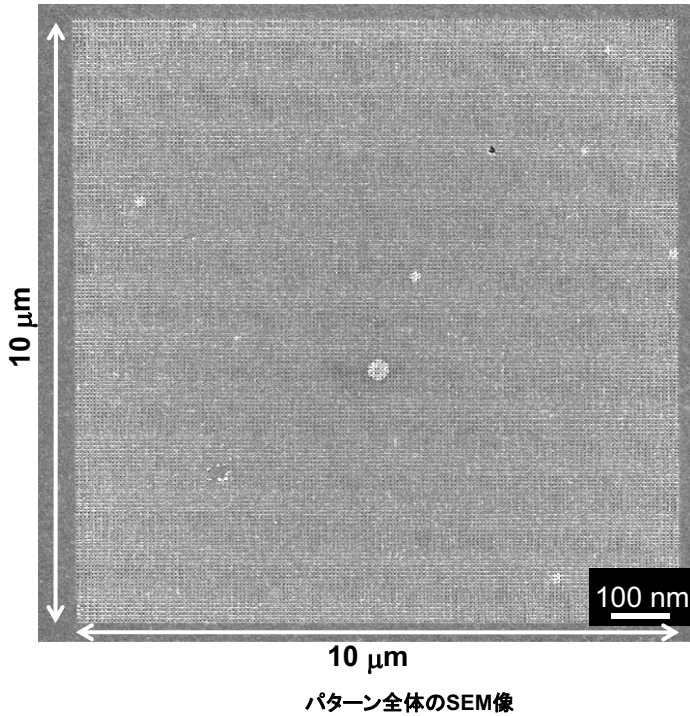


- ・市販特注金型(N社製 材質: Si、ドットピッチ: 60 nm、ドット径: 30 nm、ドット高さ: 30 nm)
- ・インプリント材: Pd基金属ガラス薄膜
- ・成形温度: 609 K(T_g+10 K)、成形時間: 10 s、プレス圧: 60 MPa

3. 研究開発成果

Pd基金属ガラス薄膜のインプリントホール形状評価(30 nm径)

資料 6-1-1

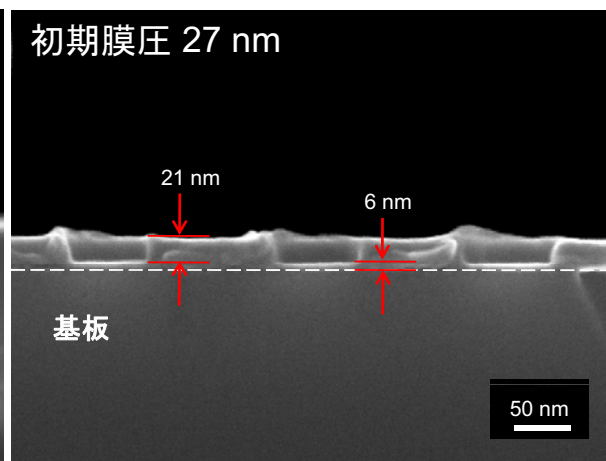
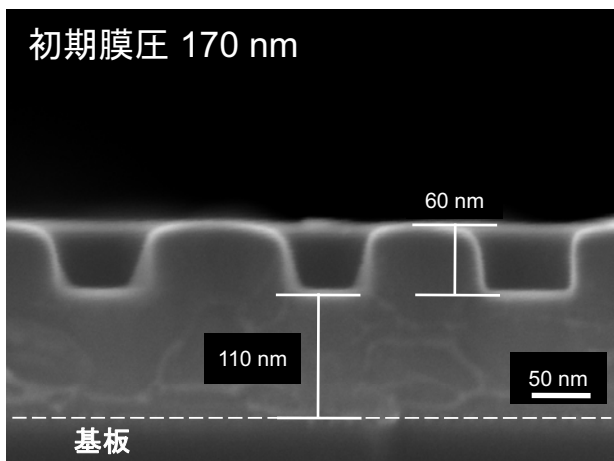


3. 研究開発成果

Pd基金属ガラス薄膜のインプリントホール底部の薄肉化

資料 6-1-1

→硬磁性記録層とのカップリング強化



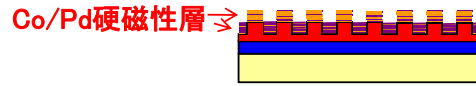
初期膜厚: 170 nm → 27 nm
 底部厚さ: 110 nm → 6 nm → ホール内充填記録層との磁気的カップリング強化が可能

3. 研究開発成果

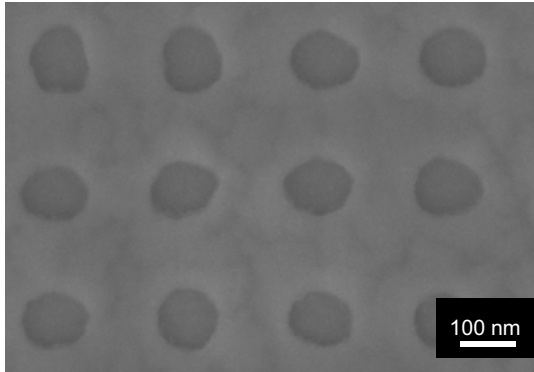
資料 6-1-1

磁気ドットの孤立化と平坦化

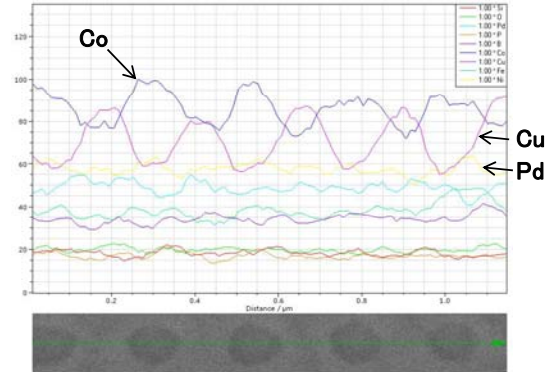
研磨手法: CMP加工
目標研磨厚: 約14 nm
研磨量測定: 段差計および干渉計により研磨量を測定
→加工レートの決定



研磨



研磨後のパターン表面 (120 nm径ホール)



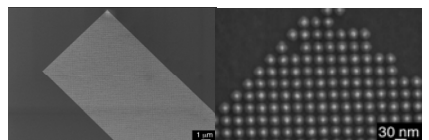
研磨後のEDS分析結果 (120 nm径ホール)

CMP加工により、Co/Pd硬磁性層の研磨量を10 nm程度で制御可能
→EDSにより、ホール内にCo/Pd硬磁性ドットが孤立化していることを確認

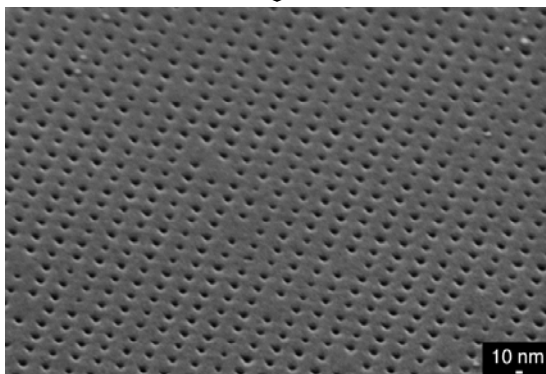
3. 研究開発成果

資料 6-1-1

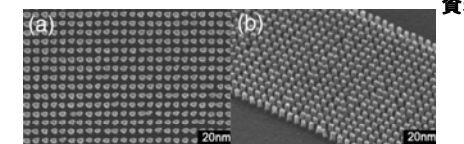
超微細パターンのインプリント加工



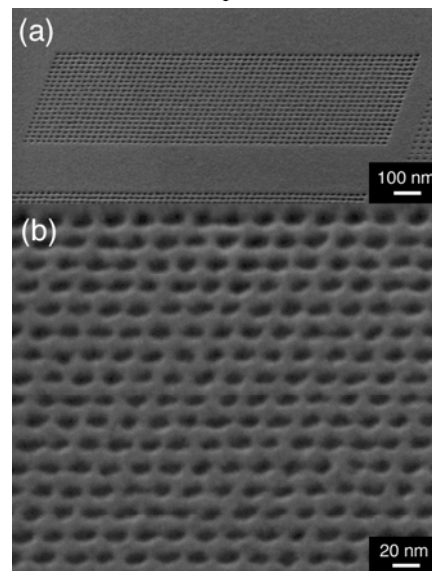
電子ビームリソグラフィーで特注作製したピッチ33 nm金型



ピッチ33 nm (600 Gbit/in²)のインプリントパターン表面



FIBデポジション+ドライエッチングで創製したピッチ25 nm金型



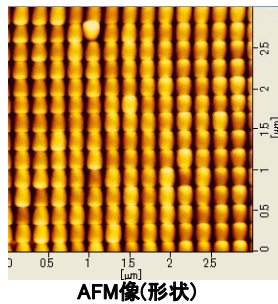
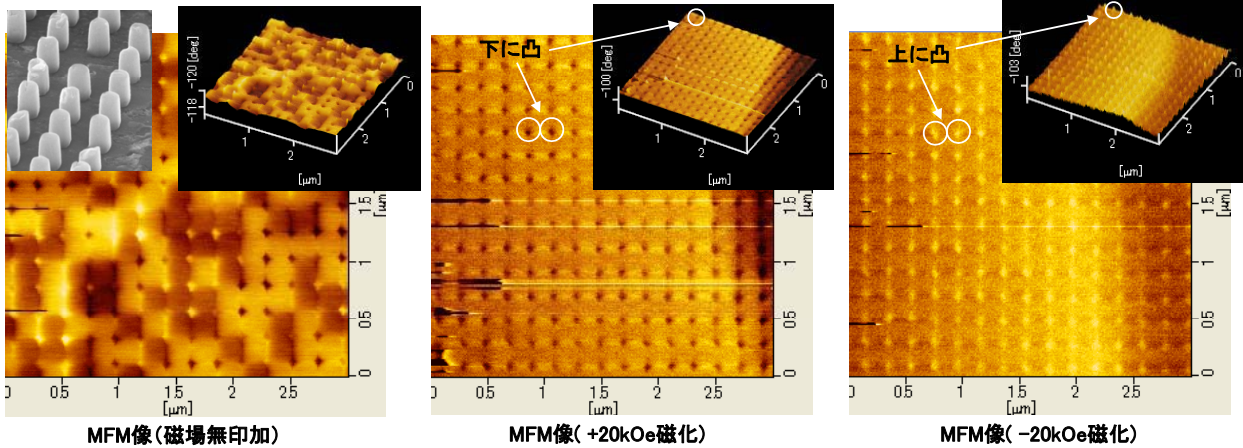
ピッチ25 nm (1Tbit/in²)のインプリントパターン表面

金属ガラスのインプリント加工により
1Tbit/in²相当の超微細パターン創製

3. 研究開発成果

90 nm径ドット上に成膜した磁気ドットの磁化反転挙動

資料 6-1-1

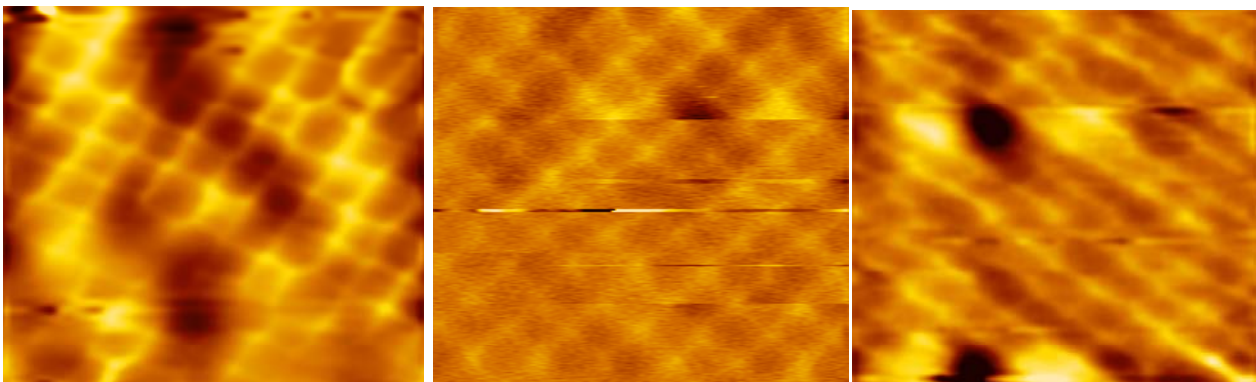
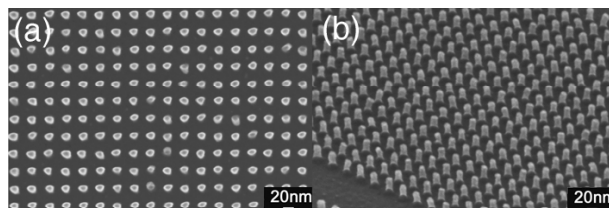


- ・ 外部磁場無印加では、個々の磁気ドットが単磁区である
- ・ 外部磁場 (±20 kOe) 印加により、磁気ドットが一律に +と-方向に磁化され、磁気ディスク媒体(BPM)実現の可能性はある

3. 研究開発成果

16 nm径ドット(ピッチ33 nm)上に成膜した磁気ドットの磁化反転挙動

資料 6-1-1



試料: 33nm/25msec

30nm

+6kOe印加

-1kOe印加

(1) 残留磁化状態

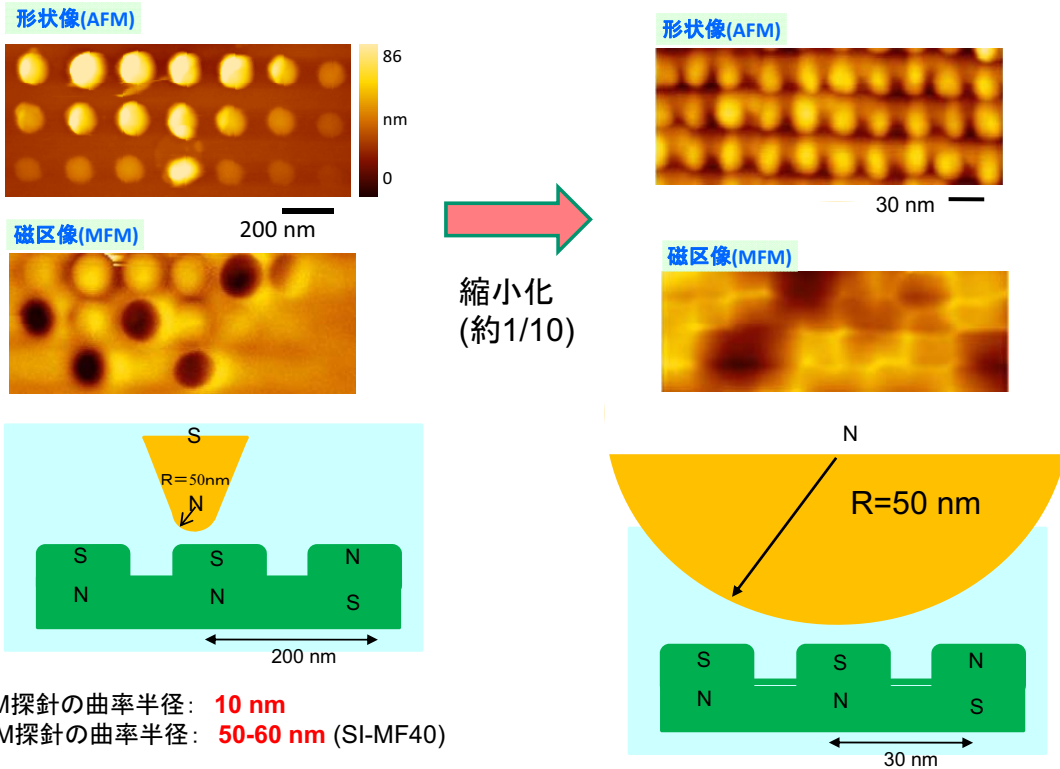
(2) 一方向飽和磁化状態

(3) 磁化反転開始

試料を傾斜させて観察(横方向干渉低減)

3. 研究開発成果

MFM像の観察分解能限界の課題



3. 研究開発成果

成果のまとめと目標達成状況

区分	開発項目	中間目標	成果まとめ	中間目標達成状況
共通基盤技術	合金創製	異方性磁界15 kOe以下 飽和磁化500 emu/cc程度		
	金型創製	ドット径16 nm ドットピッチ 33 nm		
	インプリント技術	ドット径16 nm ドットピッチ 33 nm	<ol style="list-style-type: none"> インプリント層用非磁性金属ガラスの選定 <ul style="list-style-type: none"> Fe基、Zr基、Cu基およびPd基金属ガラス薄膜に対してインプリント。Fe基は金型との反応で結晶化。Zr基およびCu基は金型との反応で難型が困難。したがってPd基を選定。 インプリント基礎試験 <ul style="list-style-type: none"> 市販凹型(ドット径80 nm)金型でドットパターンの創製に成功。 市販凸型(ドット径30 nm)金型でホールパターンの創製に成功。 超微細パターンのインプリント試験 <ul style="list-style-type: none"> 電子ビームリソグラフィーで作製したピッチ33 nmの特注SiO₂/Si金型でインプリント試験を実施。600Gbit/in²パターン創製に成功。 FIBでポジション+ドライエッチングで作製したピッチ25 nmのDLC/Al₂O₃金型でインプリント試験を実施。1Tbit/in²パターン創製に成功。 媒体成立性の評価 <ul style="list-style-type: none"> ドットパターン、ホールパターン共にCo/Pd多層膜を成膜し、±20 kOeで単磁区ドットの磁化反転を確認。 	◎

硬磁性・ナノ構造部材技術の研究開発

1. 研究開発背景

2. 目標値および開発体制

3. 研究開発成果

研究開発項目①-1 硬磁性複合化金属ガラスの合金創製

研究開発項目①-2-1 金属ガラスによる超高密度パターン形成技術
(金型創製)

研究開発項目①-2-2 金属ガラスによる超高密度パターン形成技術
(インプリント)

4. まとめと今後の課題

5. 実用化の見通し

外部発表まとめ

	平成19年度	平成20年度	平成21年度	合計
展示会等	0	3	0	3
報道記事等	0	0	0	0
論文・著書	6	20	1	27
口頭発表	27	30	0	60
受賞	0	1	0	1
特許出願	0	2	0	2

特筆すべき成果

- ・媒体に要求される構成層全てで中間目標および自主目標を達成。
- ・ドット径12 nm、ピッチ25 nm(1 Tbit/in²相当)で高アスペクト比(1以上)の金型、およびこれを用いたインプリントパターンの創製に成功(世界最高水準)。
- ・磁気ドットの磁化反転挙動より媒体成立性を確認。
- ・RQ-13国際会議(Aug. 26, 2008, Dresden)にてBest Poster Awardを受賞。

4. まとめと今後の課題

最終目標達成に向けた今後の課題と対策

区分	開発項目	最終目標	今後の課題
共通基盤技術	合金創製	異方性磁界15 kOe以下 飽和磁化500 emu/cc程度	1. 硬磁性記録層 ・ドット分割された硬磁性Co/Pd積層膜の異方性磁界基礎調査 ・凹凸パターン寸法に応じた異方性磁界への膜構造調整 2. 軟磁性裏打ち層 ・媒体設計に応じた飽和磁束密度と膜厚の調整 ・合金組成調整による磁化曲線の垂直成分改善(ナノ結晶析出の回避)
	金型創製	ドット径 9 nm ドットピッチ 18 nm	3. 金型材料の選定 ・熱膨脹および耐久性等を考慮した金型材料の選定と製法の最適化。 ・超微細パターン創製により適した材料の探索を継続 4. FIBデポジション + ドライエッチングによる金型の創製 ・AFMカンチレバー最適化による微細パターン形状の精密測定技術の確立 ・エッチング条件最適化による微細なパターン創製で最終目標達成 ・大面積パターン創製技術の確立
	インプリント技術	ドット径 9 nm ドットピッチ 18 nm	5. 非磁性金属ガラスインプリント層の最適化 ・金型との接触角、濡れ性等の基礎調査による微細パターン形成条件の絞込み ・インプリント条件最適化による超微細パターンの実現。 ・インプリント技術の大面積化 6. 媒体成立性の評価 ・磁気ドットの孤立化が可能な研磨もしくは逆スパッタ技術の確立 ・スタティックテスターorスピンスタンドによる実働状態に近い記録再生特性の評価

4. まとめと今後の課題

今後の開発スケジュール

	平成21年度	平成22年度	平成23年度
1. 合金創製 ・硬磁性記録層の最適化 ・軟磁性裏打ち層の最適化	ドット分割された磁気記録層のHk基礎調査 磁気記録層膜厚の最適化 飽和磁束密度調整 膜厚調整	最終目標の達成 垂直磁化成分の改善	
2. 金型創製 ・金型材料の選定 ・FIBデポジション+ドライエッチングによる金型の創製	材料選定と最適化 作製条件の最適化 超微細パターンAFM測定技術の確立 大面積化技術の確立	最終目標の達成限	
3. インプリント ・非磁性金属ガラスインプリント層の最適化 ・媒体成立性の評価	接触角、濡れ角等の基礎調査 インプリント条件最適化による超微細パターンの実現 磁気ドット孤立化技術の確立	大面積インプリント技術の確立 実働状態に近い記録再生特性の評価	最終目標の達成
4. 実用化への取り組み ・媒体評価機関の決定と評価体制構築 ・微小サンプル媒体の試作	評価機関の決定 評価の実施と助成事業見極め	実用化助成事業実施の見極め	実用化検討 媒体試作による実用化課題の抽出と改善

硬磁性・ナノ構造部材技術の研究開発

1. 研究開発背景

2. 目標値および開発体制

3. 研究開発成果

研究開発項目①-1 硬磁性複合化金属ガラスの合金創製

研究開発項目①-2-1 金属ガラスによる超高密度パターン形成技術
(金型創製)

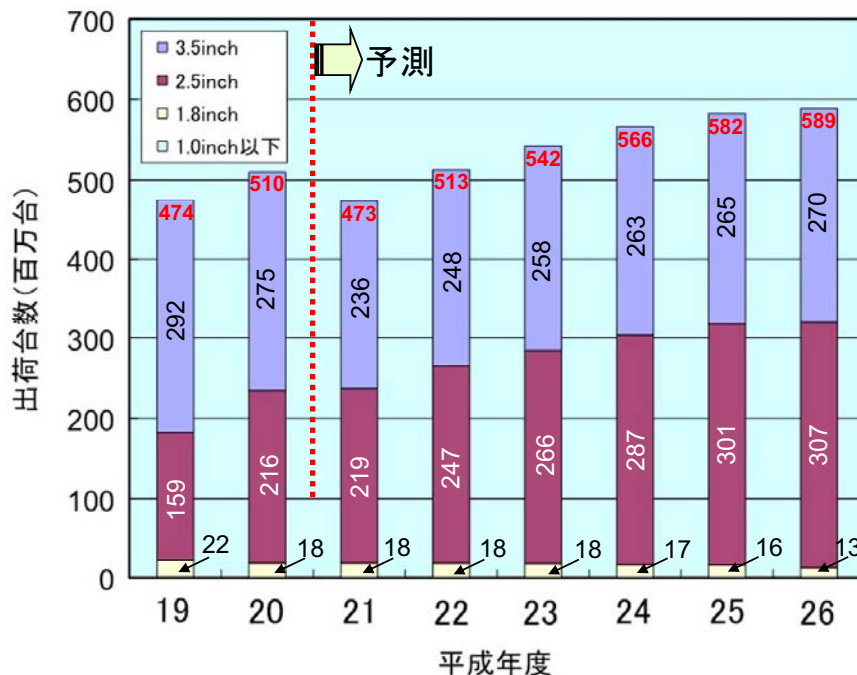
研究開発項目①-2-2 金属ガラスによる超高密度パターン形成技術
(インプリント)

4. まとめと今後の課題

5. 実用化の見通し

5. 実用化の見通し

HDD製品別の市場規模予測(ワールドワイド)*



HDDの標準的価格

- ・3.5inch ¥10000
- ・2.5inch ¥5000
- ・1.8inch ¥5000
- ・1.0inch以下 ¥20000

HDD市場全体で

43,000億円

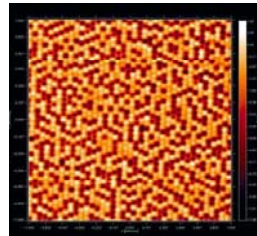
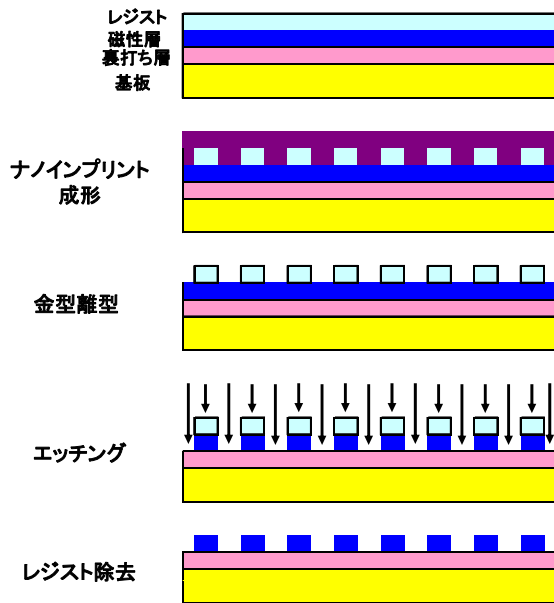
*株式会社キメラ総研 2009ストレージ関連市場調査を参照に作成

5. 実用化の見通し

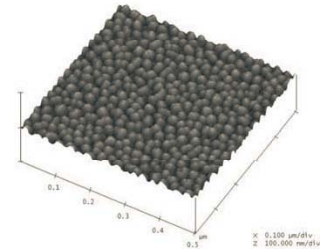
媒体創製プロセス:エッチング工程 → 製造コストアップ

エッチングを用いた媒体創製プロセスの例

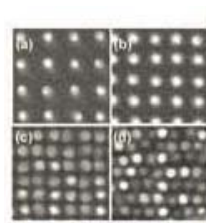
他機関の開発状況(Intermag 2008)



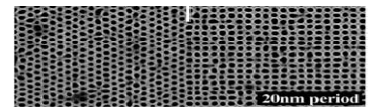
GA-01(Se社)



AE-05(Sh社)



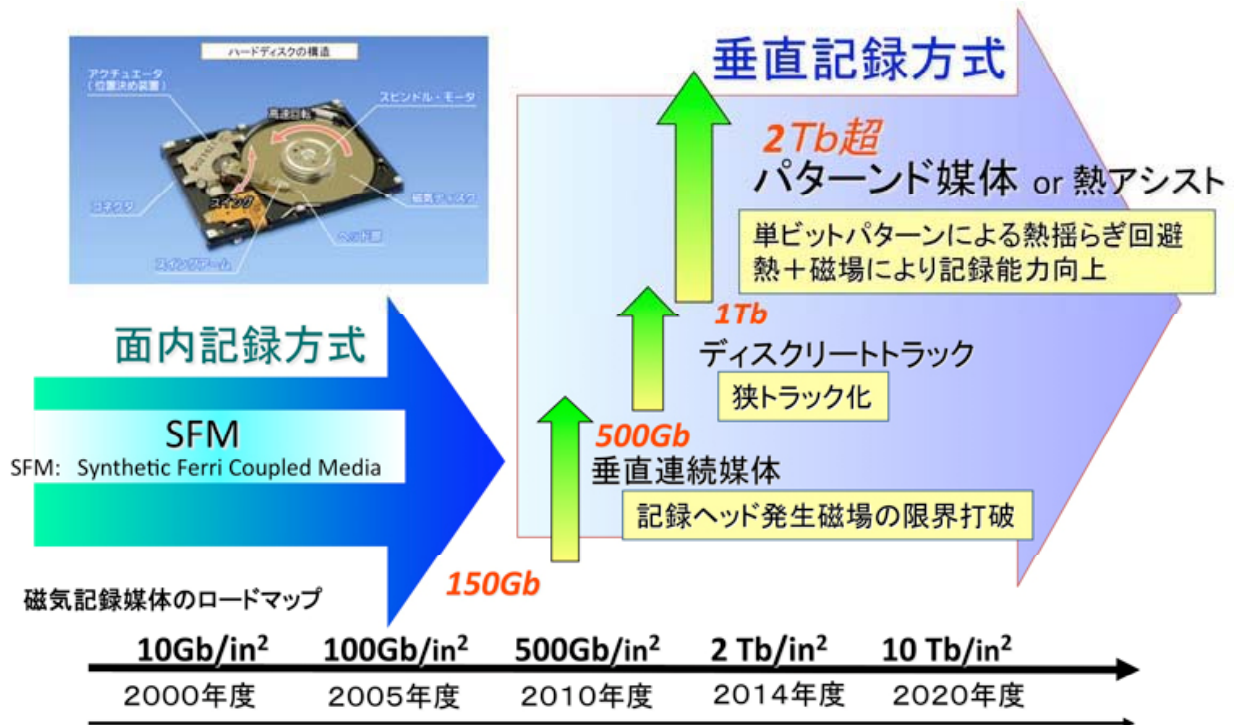
DA-06(Se大学)



GA-06(Ca社)

5. 実用化の見通し

磁気記録媒体の将来展望(製品レベル)



ナノテク・部材イノベーションプログラム
「高機能複合化金属ガラスを用いた革新的部材技術開発」

研究開発成果について
(中間評価)(公開)

共通基盤技術 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

説明内容

高強度・超々精密部材技術の研究開発

1. 研究開発背景
2. 目標値および開発体制
3. 研究開発成果
 - 研究開発項目②-1 高強度・可塑性複合化金属ガラスの合金創製
 - 研究開発項目②-2 超々精密ギヤ等の成形技術の開発
4. まとめと今後の課題
5. 実用化の見通し(公開部分)

高強度・超々精密部材技術の研究開発

1. 研究開発背景
2. 目標値および開発体制
3. 研究開発成果
 - 研究開発項目②-1 高強度・可塑性複合化金属ガラスの合金創製
 - 研究開発項目②-2 超々精密ギヤ等の成形技術の開発
4. まとめと今後の課題
5. 実用化の見通し(公開部分)

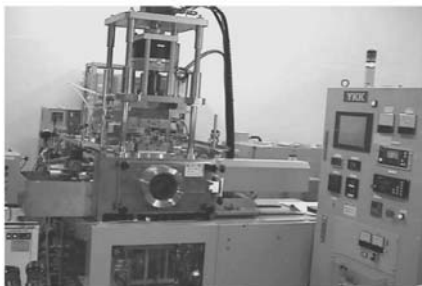
1. 研究開発背景

事業原簿 p. III-102

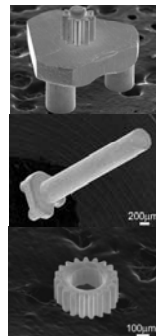
金属ガラスの成形加工技術プロジェクト(平成14~18年度)の成果

資料 6-1-2

射出成形装置・超精密金型の開発



超精密歯車の開発



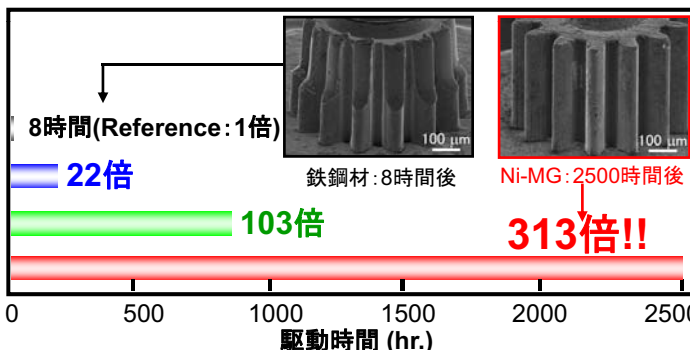
直径1.5 mmギヤードモータの開発



最大1609:1(4段)のギヤヘッド搭載による高トルク化 (1.4 mNm)

歯車耐久性の検証

太陽キャリア
遊星歯車
出力軸キャリア
鉄鋼材(従来品)
Zr基金属ガラス
Cu基金属ガラス
Ni基金属ガラス

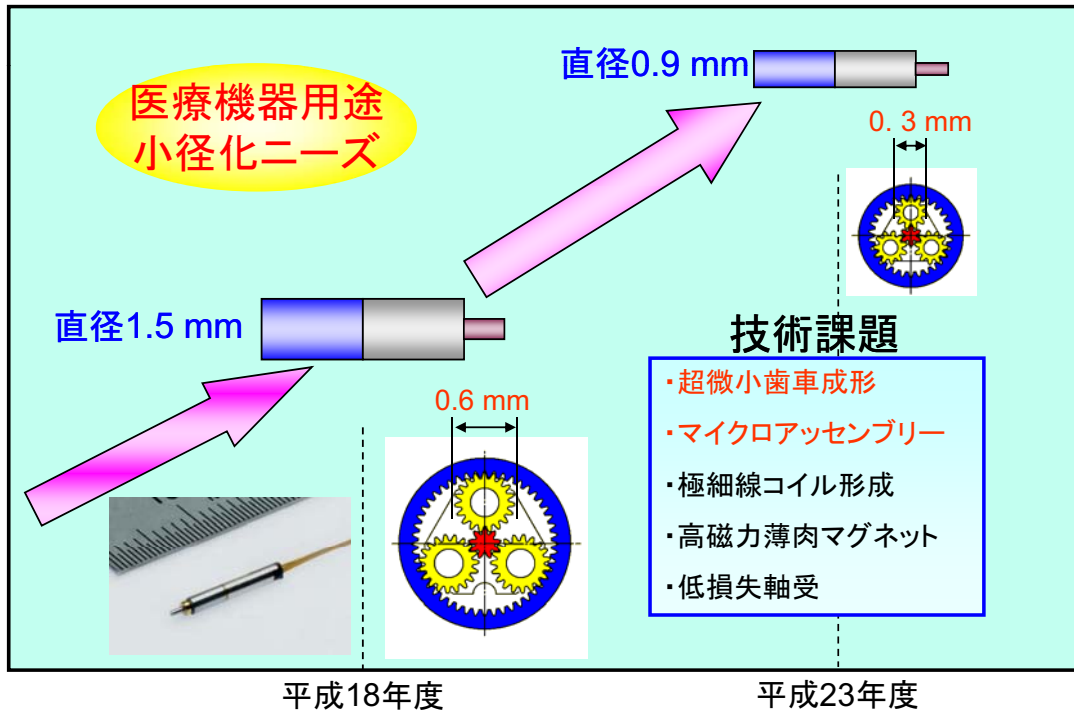


鉄鋼材に対して22~313倍の耐久性!

鉄鋼材: 炭素工具鋼(SK)

超小型モータの市場ニーズ

モータ直径 → 小



高強度・超々精密部材技術の研究開発

1. 研究開発背景

2. 目標値および開発体制

3. 研究開発成果

研究開発項目②-1 高強度・可塑性複合化金属ガラスの合金創製

研究開発項目②-2 超々精密ギヤ等の成形技術の開発

4. まとめと今後の課題

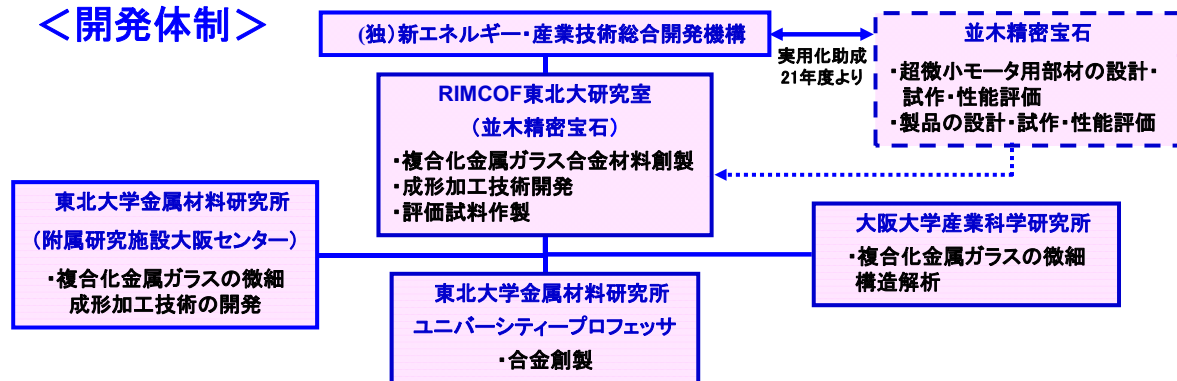
5. 実用化の見通し(公開部分)

2. 目標値および開発体制

<目標値>

区分	開発項目	中間目標	最終目標
共通基盤技術	高強度・可塑性複合化金属ガラスの合金創製	圧縮強さ1650 MPa以上 圧縮塑性伸び5%以上	圧縮強さ1650 MPa以上 圧縮塑性伸び10%以上
	超々精密ギヤ等の成形技術の開発	歯車直径 0.3 mm以下 寸法公差 ±2 μm (歯先円・歯底円直径)	歯車直径 0.3 mm以下 寸法公差 ±1 μm (歯先円・歯底円直径)
実用化研究 平成21年度より	超微小モータ用部材の開発	直径0.9 mmモータの設計	直径0.9 mmモータの試作と性能評価

<開発体制>



説明内容

高強度・超々精密部材技術の研究開発

1. 研究開発背景
2. 目標値および開発体制
3. 研究開発成果
 - 研究開発項目②-1 高強度・可塑性複合化金属ガラスの合金創製
 - 研究開発項目②-2 超々精密ギヤ等の成形技術の開発
4. まとめと今後の課題
5. 実用化の見通し(公開部分)

3. 研究開発成果

資料 6-1-2

研究開発項目②-1

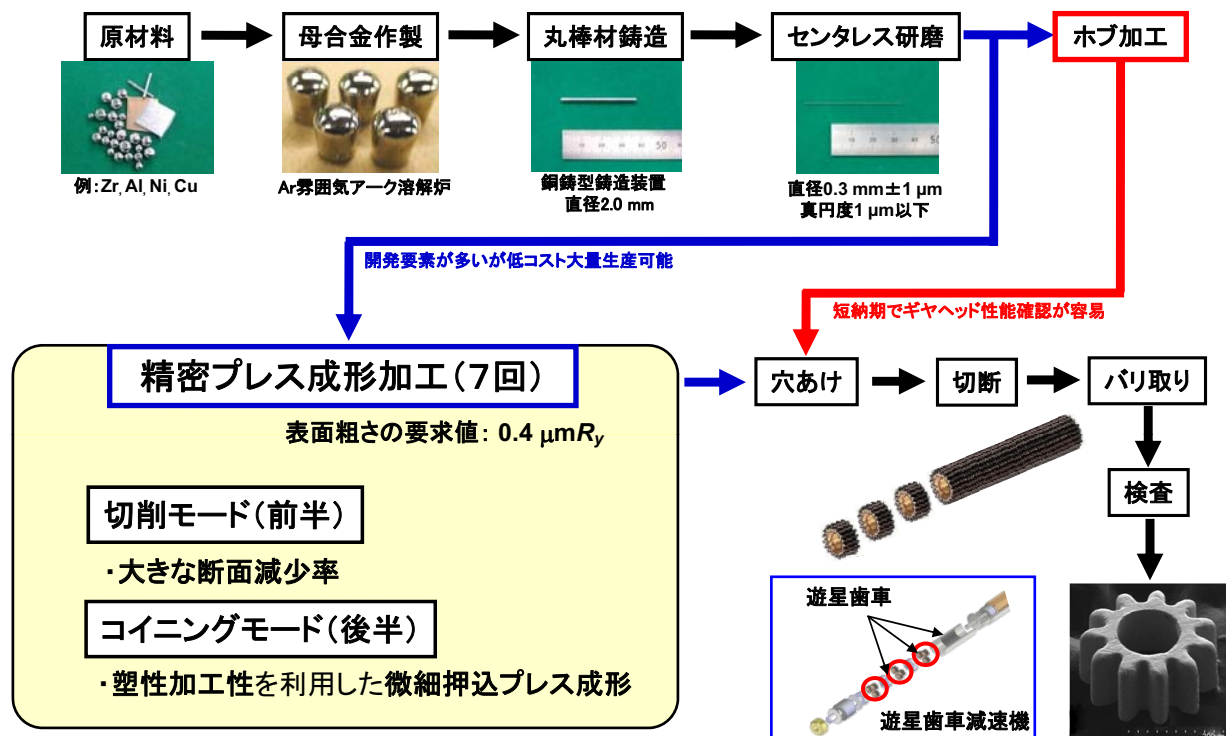
高強度・可塑性複合化金属ガラスの合金創製

1. 想定される部材創製プロセス
2. 単相金属ガラスによる精密プレス成形性基礎評価
(一次元切削モード)
3. 単相金属ガラスによる精密プレス成形性基礎評価
(一次元コイニングモード)
4. 複合化金属ガラスの選定
5. 成果のまとめと目標達成状況

3. 研究開発成果

資料 6-1-2

想定される部材創製プロセス

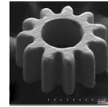


3. 研究開発成果

想定される部材創製プロセス

資料 6-1-2

複合化金属ガラス製直径 0.3 mm遊星ギヤ

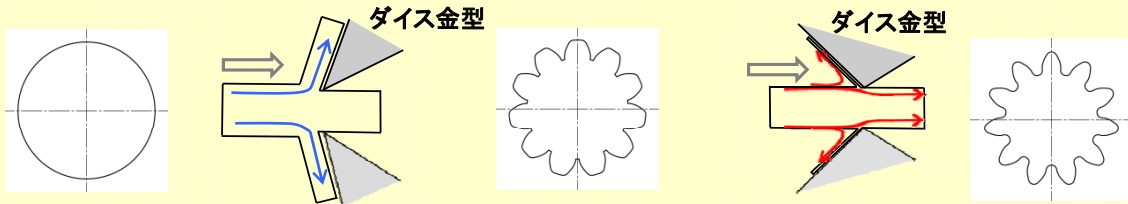


要求表面粗さ 0.4 μmR_y

精密プレス成形加工

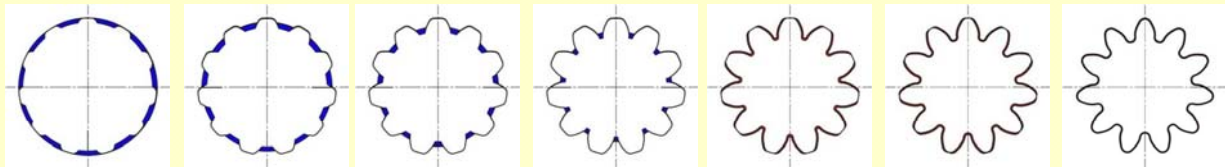
切削モード

コイニングモード



- 加工初期段階で大きな断面減少率を得る
- コイニングモードが可能な表面粗さの確保 (0.4 μmR_y より大きくても可)

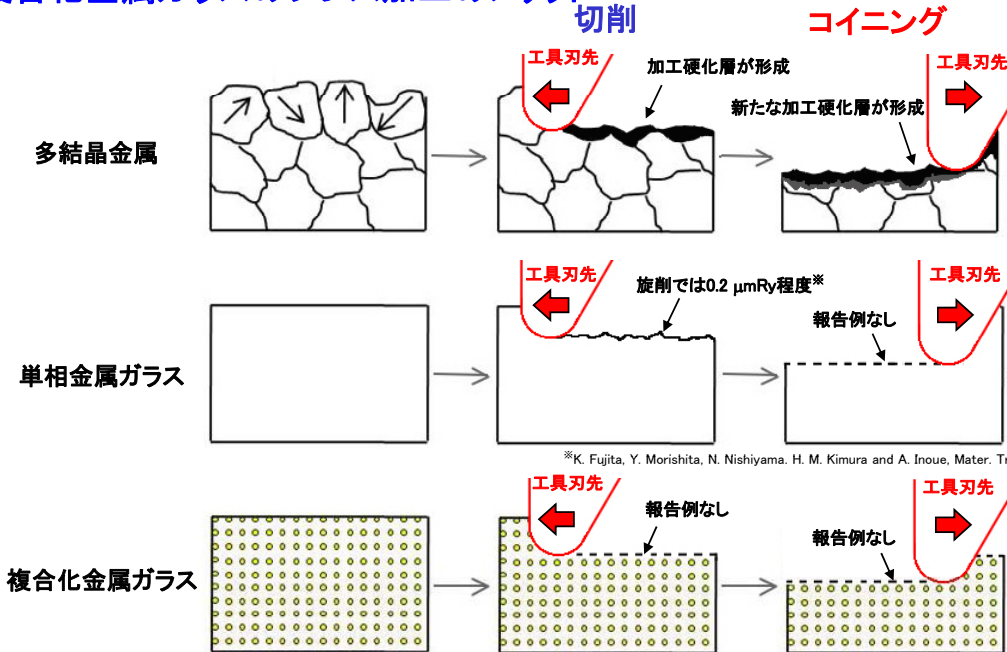
- 塑性加工性を利用した微細押込プレス成形
- 切削モードで得られた被削面を塑性変形させて、表面粗さを向上 (表面粗さ0.4 μmR_y 以下)



3. 研究開発成果

複合化金属ガラスのプレス加工のメリット

資料 6-1-2



*K. Fujita, Y. Morishita, N. Nishiyama, H. M. Kimura and A. Inoue, Mater. Trans. 46 (2005) 2856.

合金創製では、圧縮強さと圧縮塑性伸びの目標達成と同時に、切削モードおよびコイニングモードで加工表面粗さと寸法精度が達成可能な合金を選定。

3. 研究開発成果

複合化金属ガラス 合金選定・開発プロセスの手順

資料 6-1-2

<合金選定>

Zr基単相金属ガラス

(基礎データが多い)



複合化金属ガラスの選定

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を選定。

※単相金属ガラスと複合化金属ガラスの加工メカニズム比較も行う



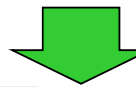
評価結果からの要求



精密プレス成形性基礎評価

<開発プロセス>

二次元(面)でのギヤ断面形状精密プレス成形(最終プロセス)



予備検討

一次元切削基礎評価

切削モードプロセスの確立

一次元コイニング基礎評価

コイニングモードプロセスの確立

各パラメータの影響

- ・切込量、切削速度、工具すくい角、工具材質→すべて表面粗さに影響を及ぼす。
- ・切削回数を減らすことで低コスト化が期待される。

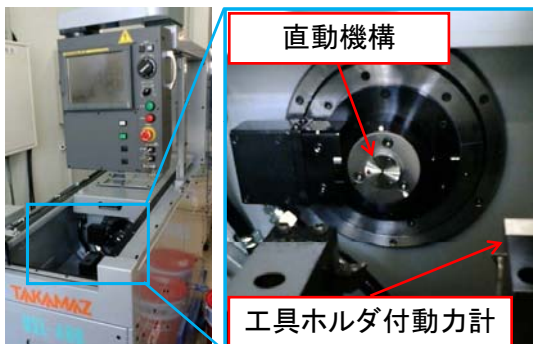
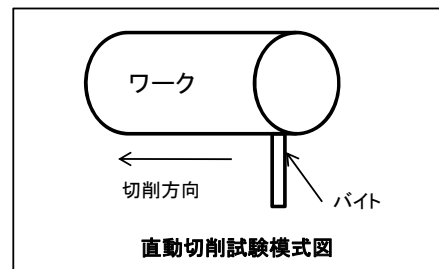
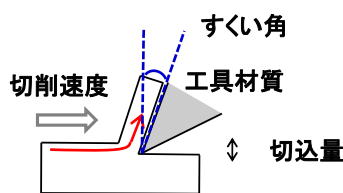
2009.8.12: 中間評価 於: 大手町サンスカイルーム A会議室

13/49

3. 研究開発成果

精密プレス成形性基礎評価(一次元切削モード)

資料 6-1-2



(平成20.3.18導入)

<試験条件>

- ・試料 Zr基金属ガラス($Zr_{55}Al_{10}Ni_5Cu_{30}$)
直径2 mmの丸棒材
- ・切削速度 1~25 m/min.
- ・工具材質 市販サーメット
- ・工具形状 先端曲率半径 R_n 0.2 mm
すくい角 0°
- ・切込量 1、10、25、50 μ m

<評価方法>

- ・切削抵抗の測定
- ・被削面組織評価(XRD)
- ・被削面組織観察(TEM)
- ・表面状態観察(SEM)
- ・表面粗さ測定(レーザー顕微鏡)

2009.8.12: 中間評価 於: 大手町サンスカイルーム A会議室

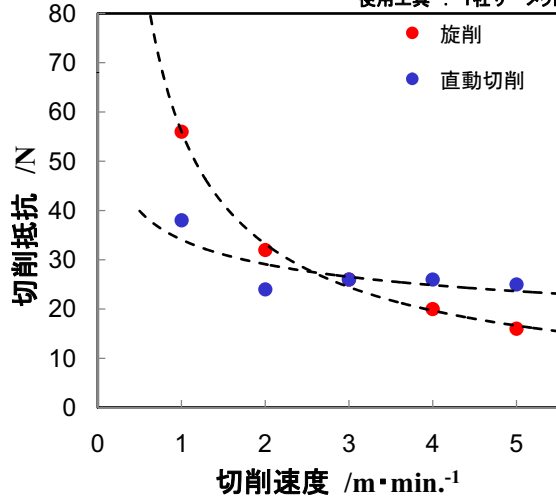
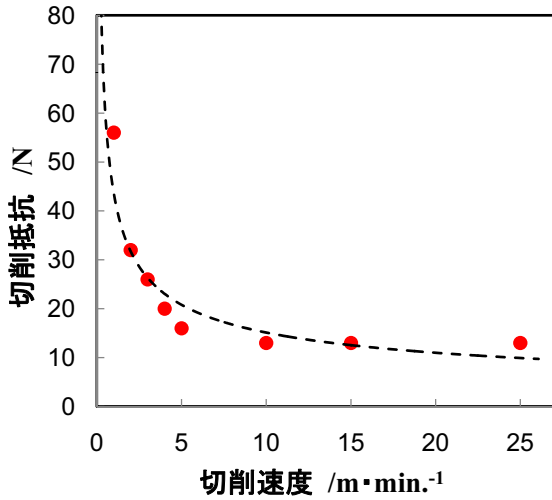
14/49

3. 研究開発成果

精密プレス成形性基礎評価(一次元切削モード)

資料 6-1-2

※ 切込量 : 50 μm
使用工具 : T社サーメット



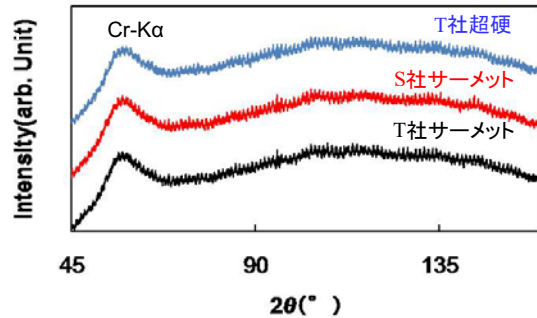
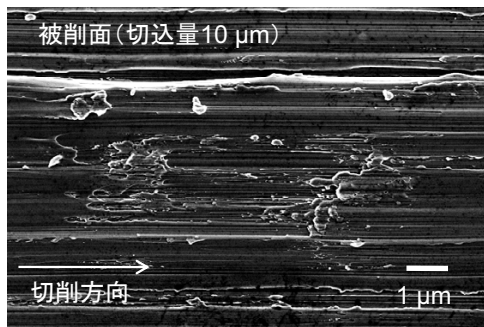
- ・金属ガラスの直動切削→旋削と同程度の切削抵抗で加工可能。
- ・3 m/min.を境に切削抵抗が逆転し、3 m/min.以下の切削速度では直動切削の方が切削抵抗が小さいことが分かった。

切削速度3 m/min.以下での精密プレス成形が適している。

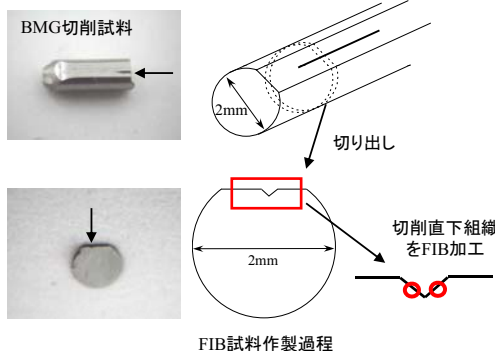
3. 研究開発成果

精密プレス成形性基礎評価(一次元切削モード)

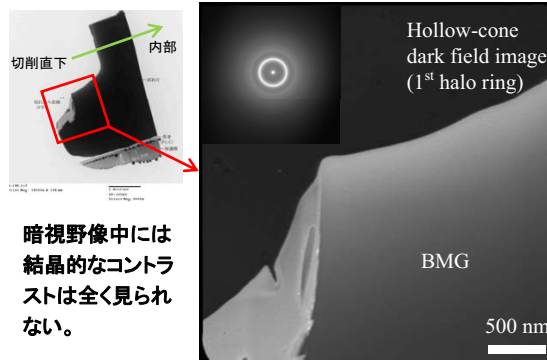
資料 6-1-2



各種工具で切削したZr基金属ガラス被削面から得たXRD図形



FIB試料作製過程



第1ハローリング全体を用いて結像したホローコーン暗視野像

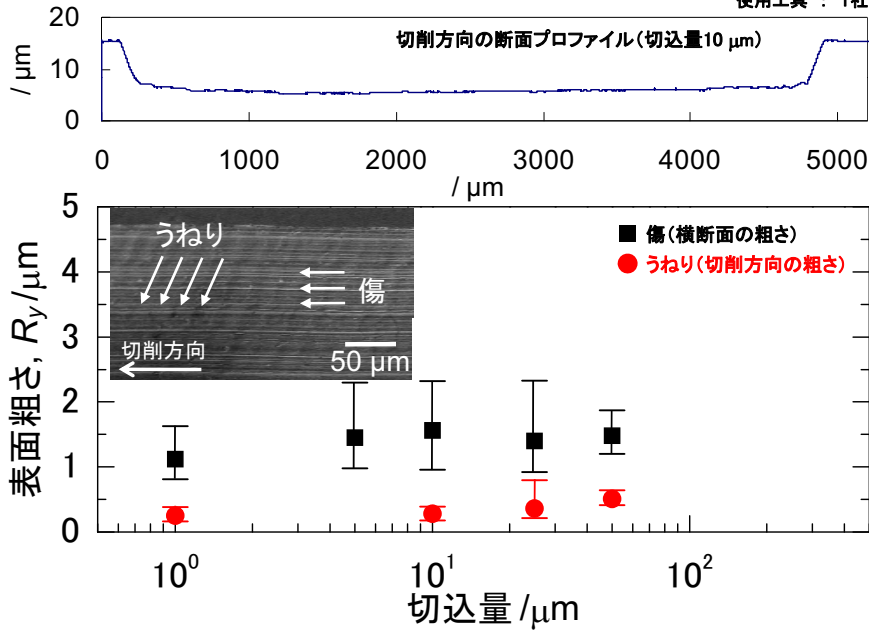
切削したZr基金属ガラスの被削面直下の断面TEM組織(ご評価: 弘津先生)

3. 研究開発成果

単相金属ガラス 切込量による表面粗さの変化

資料 6-1-2

※切削速度 : 1 m/min
使用工具 : T社超硬



- ・うねり(切削方向)と傷(横断面)の2種類のモードが粗さに影響
- ・特に傷による横断面方向の粗さの改善が必要

3. 研究開発成果

切削工具の選定

資料 6-1-2

	K社 超硬TiCN コーティング	M社超硬	M社超硬 DLC	T社 サーメット	T社超硬	T社超硬 DLC	S社 超硬TiN コーティング	S社 サーメット	単結晶 ダイヤモンド
母材平均粒径 / μm	0.6	≤ 1	≤ 1	2	非公開	非公開	0.3	1	-
コーティング厚 / μm	2	-	1.5	-	-	1.5	2	-	-
先端曲率 R_n / μm	0.03								0.2
刃先角度	55°								60°
逃げ角	7°	7°	7°	7°	7°	7°	7°	11°	7°
すくい角	15°	30°	30°	14°	14°	14°	15°	6°	0°

・M社超硬とM社超硬DLCは
ともに工具チップングが発生



工具すくい角は小さい方が
望ましいと考えられる。

・単結晶ダイヤモンドでの
ダイス金型作製

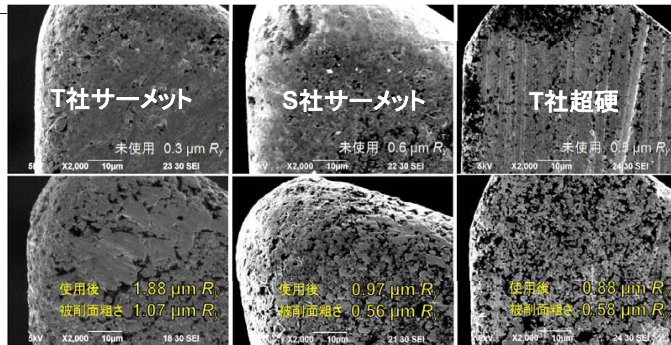
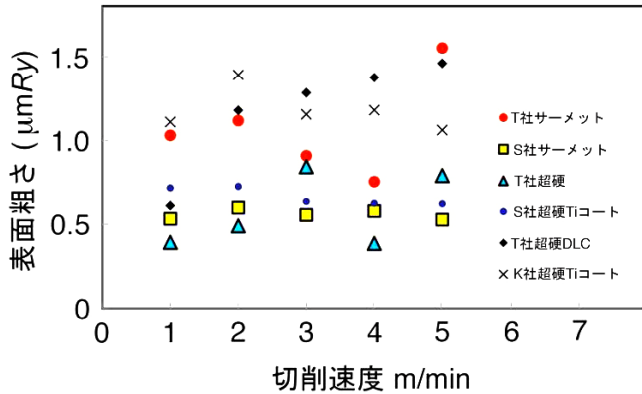


単結晶ダイヤモンドで複雑形状の
ダイス金型作製は難しい。

3. 研究開発成果

切削工具の選定

※工具による差を明確化するため、切込量50 μmで工具形状補正を未実施



各種工具の切削前および切削後の外観および表面粗さ

・使用工具により切削面の表面粗さが変化
 ・使用後の工具表面の粗さが切削面粗さに影響

↓

工具粒子の欠落が原因?

↓

・金属ガラスの粘性流動による工具先端への付着物
 ・表面の粗い工具では金属ガラスの優れた転写性が却って悪影響

↓

粒子径が細かく、表面平滑性に優れた工具が必要

↓

T社超硬orS社サーメットを候補材として選定

3. 研究開発成果

切削工具の選定

傷(横断面)の発生原因
工具粒子の大きさ・摩耗

↓

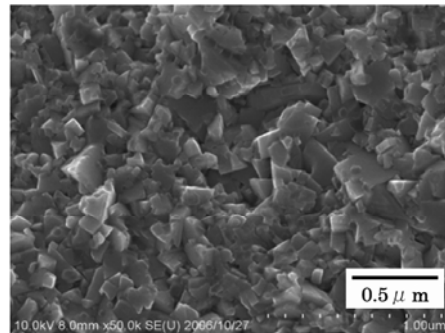
金属ガラスの優れた転写性が影響

↓

高強度で粒子径が細かく、表面平滑性に優れた工具が必要

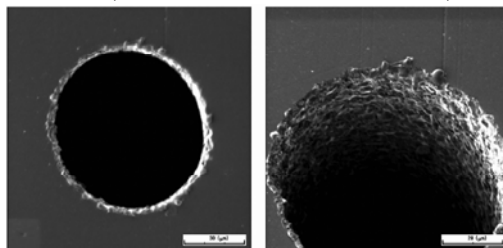
↓

F社製超微粒超硬合金も候補材として選定



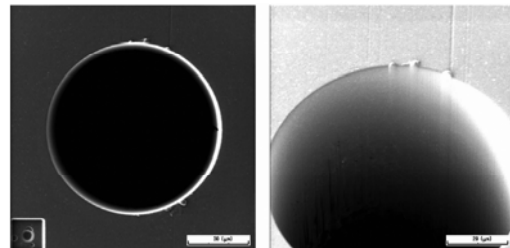
0.1 μm粒度のWC-4mass%Co超微粒超硬合金の破面(食刻面)のSEM組織例

< 粒径0.1 μm超硬合金の穴加工、直径80 μm >



(a) 放電加工穴

(b)



(a) 放電加工後にFIB加工 加工深さ150 μm

工具選定の知見を超々精密ギヤ等の精密プレス成形金型選定に活用

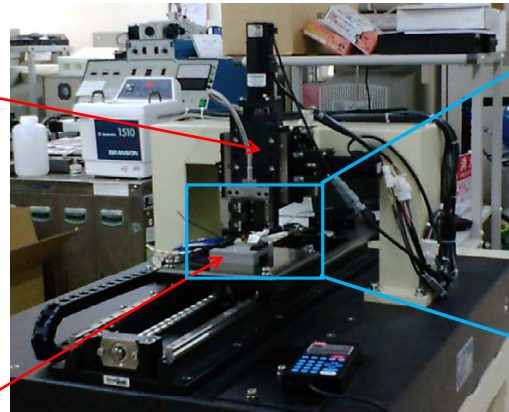
3. 研究開発成果

精密プレス成形性基礎評価(一次元コイニングモード)

資料 6-1-2

Y-Zステージ

- ・移動精度 1 μm



Xステージ(試料台)

- ・最大速度 180 m/min.
- ・移動精度 1 μm (60 mmの移動に対して)
- ・試料の加熱が可能 (1000 $^{\circ}\text{C}$ 対応マイクロセラミックヒータ)

(平成20.3.18導入)

工具ホルダ付動力計

- ・圧電式3成分動力計
- ・分解能 2 mN
- ・測定範囲 -250 ~250 N

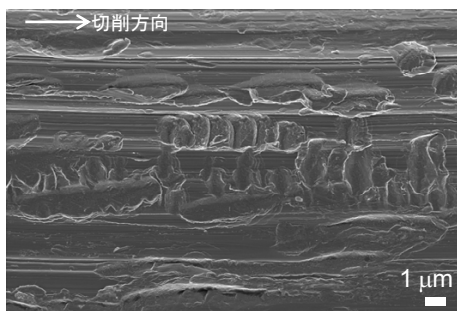
- ・コイニングモード基礎評価
- ・工具の二次元形状展開

3. 研究開発成果

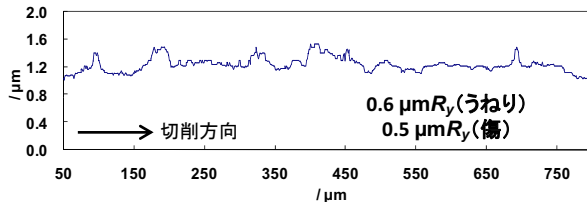
精密プレス成形性基礎評価(一次元コイニングモード)

※切込量: 50 μm
切削およびコイニング速度: 1 m/min
使用工具: T社超硬

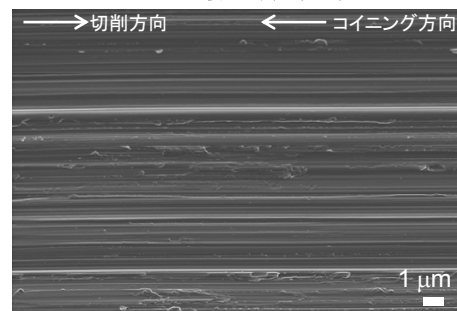
資料 6-1-2



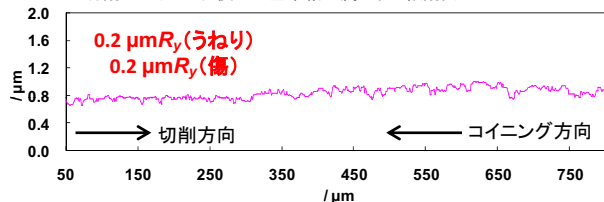
切削後のZr基単相金属ガラス被削面



切削後のZr基単相金属ガラス被削面の表面粗さプロファイル



切削+コイニング後のZr基単相金属ガラス被削面



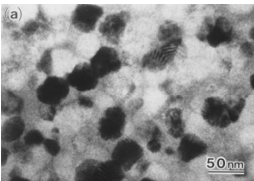
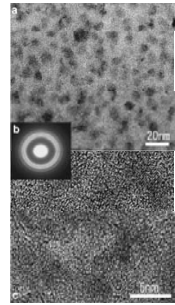
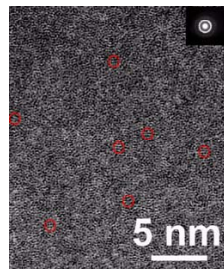
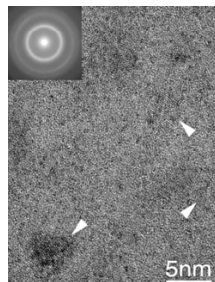
切削+コイニング後のZr基単相金属ガラス被削面の表面粗さプロファイル

- Zr基単相金属ガラスでのコイニング効果を確認 : 0.6 $\mu\text{m}R_y$ \rightarrow 0.2 $\mu\text{m}R_y$ (うねりの粗さ)
: 0.5 $\mu\text{m}R_y$ \rightarrow 0.2 $\mu\text{m}R_y$ (傷の粗さ)

3. 研究開発成果

複合化金属ガラスの選定(過去の報告)

資料 6-1-2

合金系	Zr基	Cu基	Ni基	Ti基
代表的な合金組成	$Zr_{65}Al_{7.5}Ni_{10}Cu_{7.5}Pd_{10}$ ¹⁾ $Zr_{65}Al_{7.5}Ni_{10}Cu_{12.5}Ag_5$ ¹⁾	$Cu_{50}Zr_{50}$ ²⁾ $Cu_{60}Ti_{10}Zr_{30}$ ³⁾	$Ni_{60}Pd_{30}P_{20}$ ⁴⁾	$Ti_{41.5}Zr_{2.5}Hf_5Cu_{42.5}Ni_{7.5}Si_1$ ⁵⁾ $(Ti_{40}Zr_{10}Cu_{36}Pd_{14})_{0.99}Ta_1$ ⁶⁾
微細組織	 $Zr_{65}Al_{7.5}Ni_{10}Cu_{12.5}Pd_5$ ¹⁾	 $Cu_{50}Zr_{50}$ ²⁾	 $Ni_{60}Pd_{30}P_{20}$ ⁴⁾	 $Ti_{41.5}Zr_{2.5}Hf_5Cu_{42.5}Ni_{7.5}Si_1$ ⁷⁾
特徴	$Zr_{65}Al_{7.5}Ni_{10}Cu_{7.5}Pd_{10}$ Glass+nano-Q.C.(30 nm) $d_c = 4$ mm (cast) $\sigma_f = 1800$ MPa (comp.) $\epsilon_f = 2.2$ % (comp.)	$Cu_{50}Zr_{50}$ Glass+nano-C.(10 nm) $d_c = 1$ mm (cast) $\sigma_f = 2100$ MPa (comp.) $\epsilon_f = 50$ % (comp.)	$Ni_{60}Pd_{30}P_{20}$ Glass+MRO (2 nm) $d_c = 16$ mm (cast) $\sigma_f = 1780$ MPa (comp.) $\epsilon_f = 7.6$ % (comp.)	$Ti_{41.5}Zr_{2.5}Hf_5Cu_{42.5}Ni_{7.5}Si_1$ Glass+nano-C. (10 nm) $d_c = 5$ mm (cast) $\sigma_f = 2080$ MPa (comp.) $\epsilon_f = 4.5$ % (comp.)

1) A. Inoue *et al.*, Scripta Mater., 44(2001) 1615.

2) A. Inoue *et al.*, Philo. Mag. Lett., 85(2005) 221.

3) Y. Chen *et al.*, Mater. Trans., 43(2002)2647.

4) Y.Q Zeng *et al.*, Mater. Trans., 47(2006) 175.

5) C.L. Ma *et al.*, Mater. Trans., 45(2004) 3223.

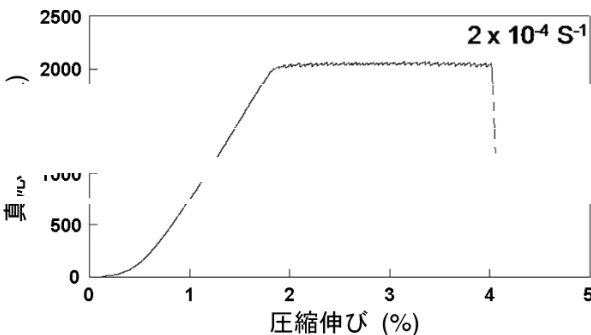
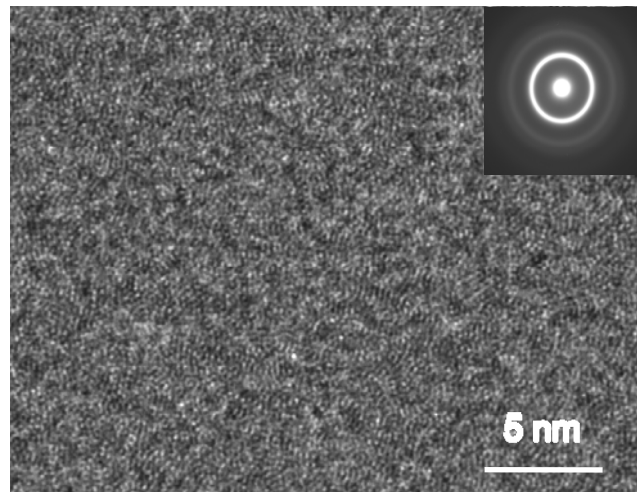
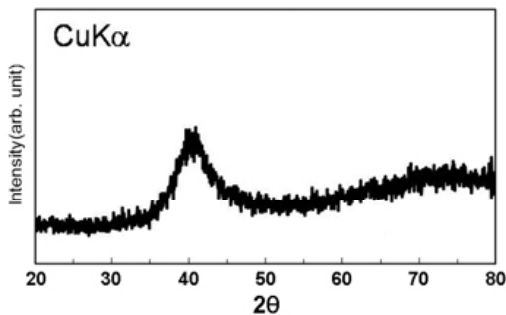
6) F.X. Qin *et al.*, Mater. Trans., 48(2007)2390.

7) M. Ishimaru *et al.*, Philo. Mag. Lett., 85(2005) 125.

3. 研究開発成果

複合化金属ガラスの選定(Ti-Zr-Cu-Pd-Nb系)

資料 6-1-2

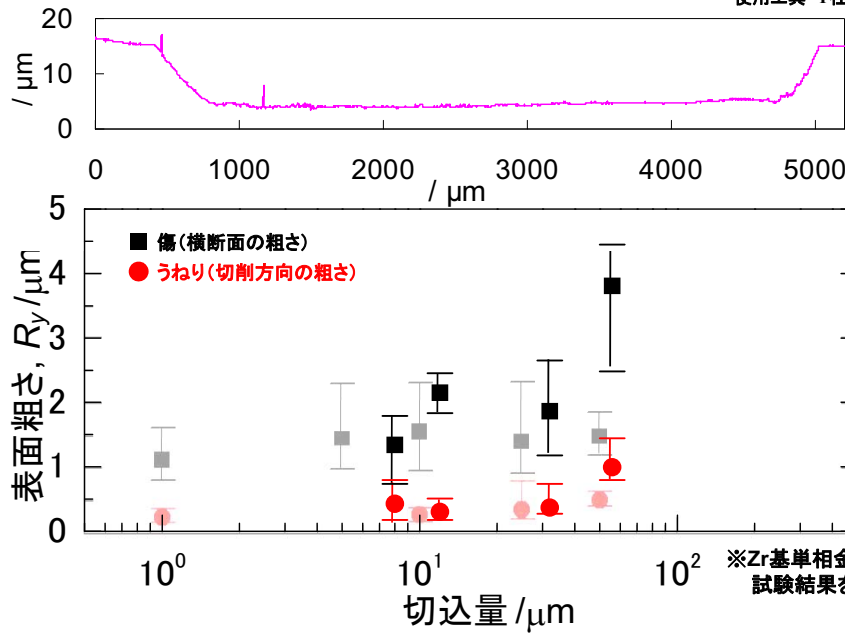


3. 研究開発成果

複合化金属ガラスの選定 (Ti-Zr-Cu-Pd-Nb系)

※切削速度 1 m/min
使用工具 T社超硬

資料 6-1-2



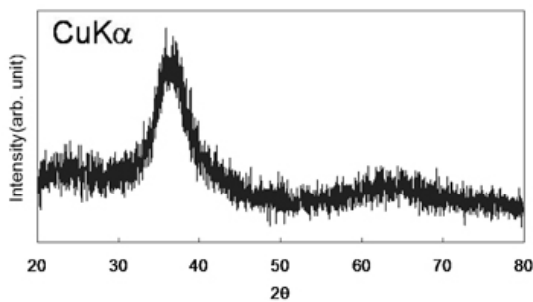
※Zr基単相金属ガラスの切削評価試験結果を薄いプロットで示した。

- ・Zr基単相金属ガラスに比べ、Ti基複合化金属ガラスの傷の切込量依存性が大きい
- ・Ti基複合化金属ガラスの高強度(2000 MPa)特性が工具粒子の欠落を促進？

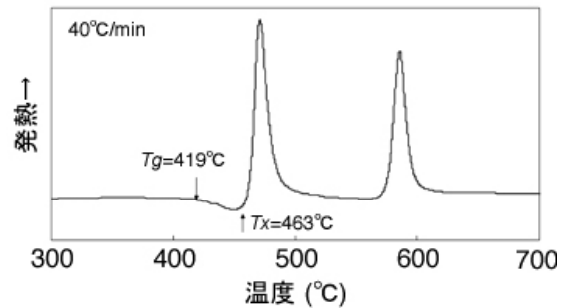
3. 研究開発成果

複合化金属ガラスの選定 (Zr-Al-Ni-Pd系)

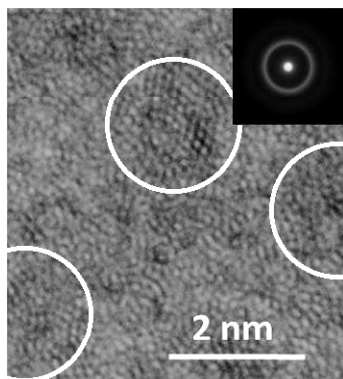
資料 6-1-2



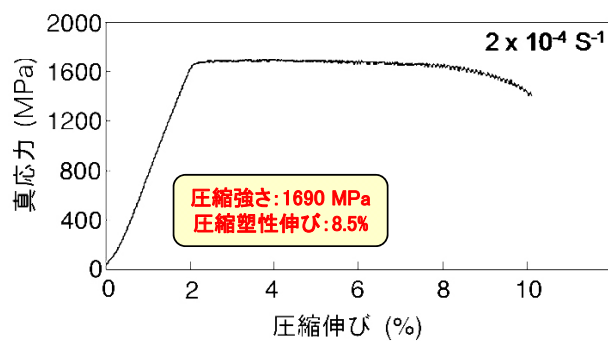
Zr-Al-Ni-Pd系複合化金属ガラスのXRD図形



Zr-Al-Ni-Pd系複合化金属ガラスのDSC曲線



Zr-Al-Ni-Pd系複合化金属ガラスのHR-TEM組織



Zr-Al-Ni-Pd系複合化金属ガラスの圧縮応力-伸び曲線

成果のまとめと目標達成状況

資料 6-1-2

区分	開発項目	中間目標	成果まとめ	中間目標達成状況
共通基盤技術	合金創製	圧縮強さ1650 MPa以上 圧縮塑性伸び5%以上	<p>1. 精密プレス成形性基礎評価(切削モード)</p> <ul style="list-style-type: none"> Zr基単相金属ガラスに一次元切削加工を行い、被削面に工具の粗さに対応した傷が発生することが明らかとなった。 工具起因の傷を軽減するため、各種工具材質での切削試験を行い住友サーメットおよび東芝超硬を選定した。 <p>2. 精密プレス成形性基礎評価(コイニングモード)</p> <ul style="list-style-type: none"> 切削加工したZr基単相金属ガラスにコイニング加工を行うことでうねりの粗さが0.6 μmRyから0.2 μmRyに、工具由来の傷の粗さが0.5 μmRyから0.2 μmRyにそれぞれ向上し、コイニングの効果を確認した。 <p>3. 複合化金属ガラスの選定</p> <ul style="list-style-type: none"> Ti-Zr-Cu-Pd-Nb系およびZr-Al-Ni-Pd系を選定した。作製したTi基複合化金属ガラスは2000 MPaの圧縮強さを示したものの、圧縮塑性伸びは約2%であった。 Zr基複合化金属ガラスは1690 MPaの圧縮強さと8.5%の圧縮塑性伸びを示し中間目標値を達成したが、精密プレス成形性基礎評価は未実施。 	◎
	歯車試作	歯車直径0.3 mm以下 寸法公差 ±2 μm		

資料 6-1-2

高強度・超々精密部材技術の研究開発

1. 研究開発背景

2. 目標値および開発体制

3. 研究開発成果

研究開発項目②-1 高強度・可塑性複合化金属ガラスの合金創製

研究開発項目②-2 超々精密ギヤ等の成形技術の開発

4. まとめと今後の課題

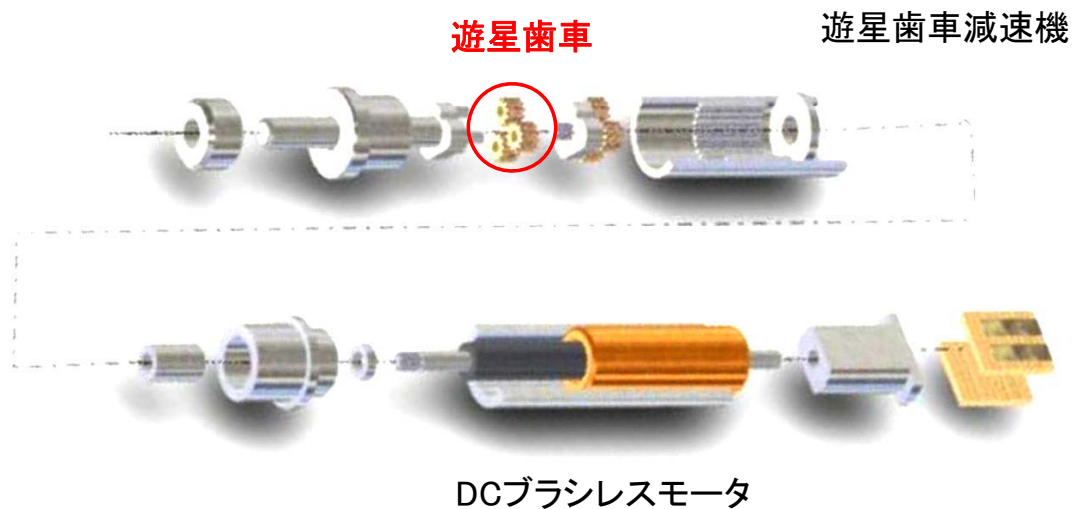
5. 実用化の見通し(公開部分)

研究開発項目②-2

超々精密ギヤ等の成形技術の開発

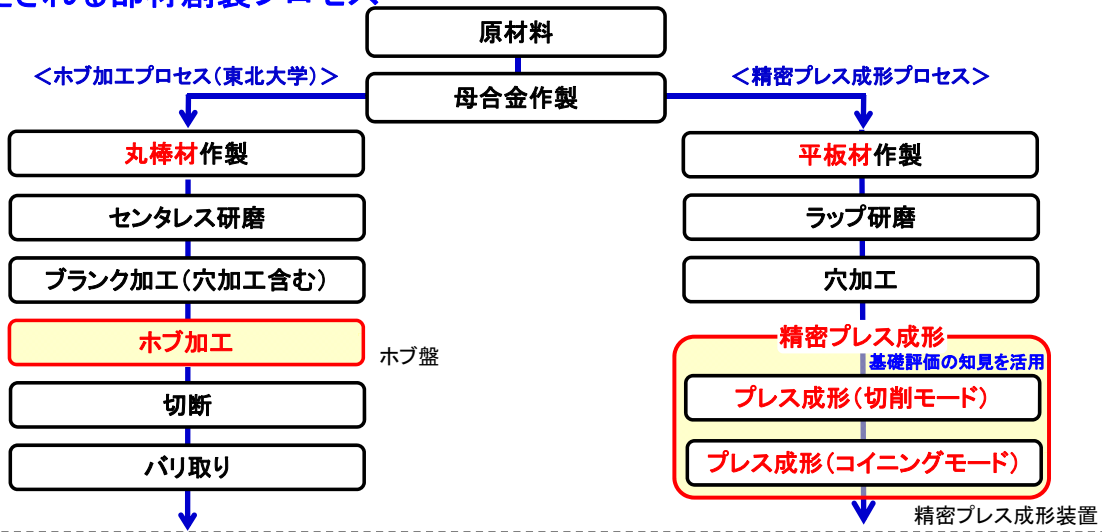
1. 想定される部材創製プロセス
2. ホブ加工による超々精密ギヤ等の成形
3. 精密プレス加工による超々精密ギヤ等の成形
4. ギヤヘッドの設計と構築
5. 成果のまとめと目標達成状況

開発ターゲット



3. 研究開発成果

想定される部材創製プロセス



	ホブ加工	精密プレス成形法
歯型精度	○(±2 μm達成)	○
部品コスト・生産性	△	○
初期投資	○	△
金型	ホブカッター	プレス用金型(複数)
設備	ホブ盤	プレス成形装置

3. 研究開発成果

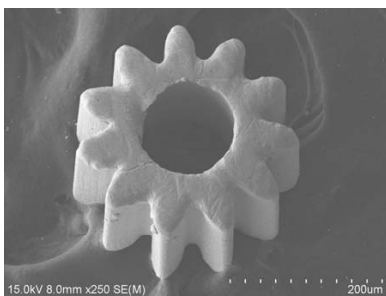
ホブ加工(ブランク形状および歯車外観)



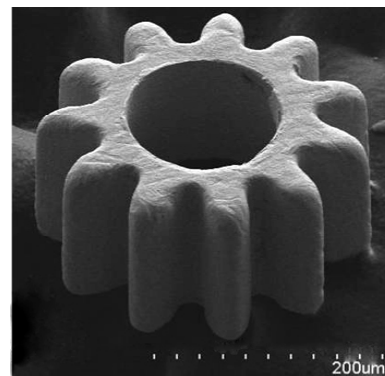
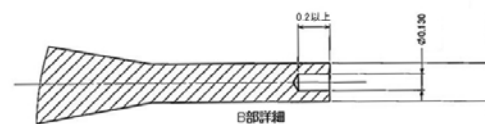
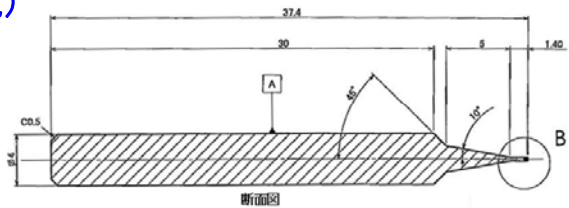
歯切り(ホブ加工)



切断(ワイヤ放電加工)



切断面研磨
バリ取り



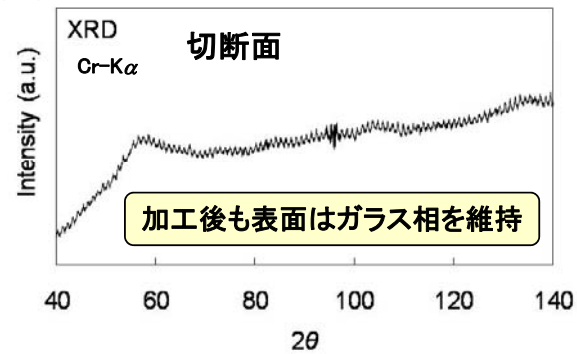
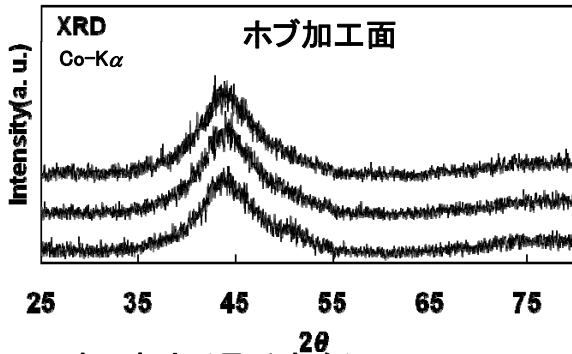
Zr基単相金属ガラスで直径0.3 mm遊星ギヤの作製に成功

3. 研究開発成果

ホブ加工 (構造および表面粗さの評価)

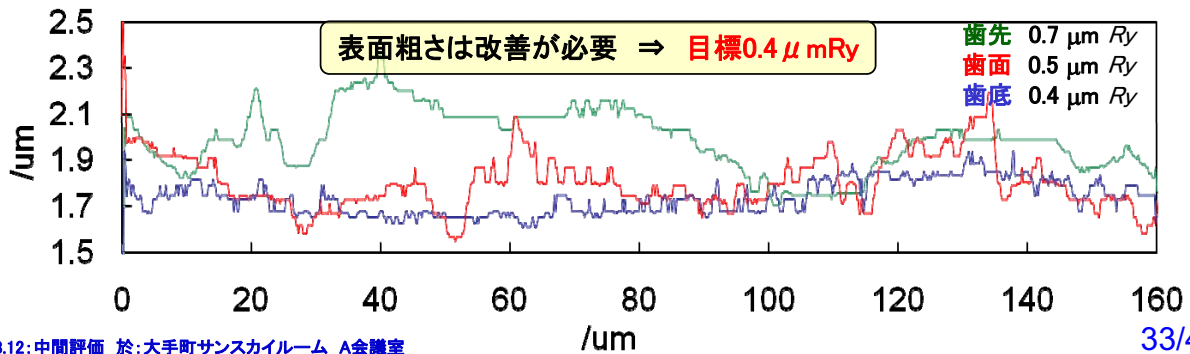
資料 6-1-2

<XRD評価>



加工後も表面はガラス相を維持

<表面粗さ (長手方向)>



3. 研究開発成果

ホブ加工 (歯車の形状測定)

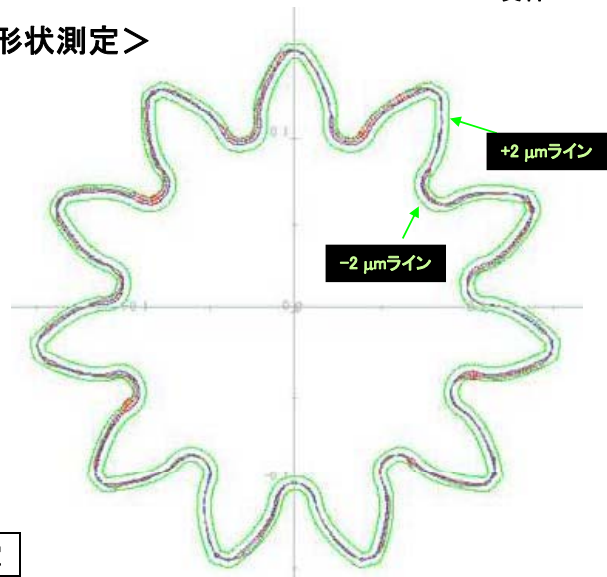
資料 6-1-2

<形状測定装置>



NIKON NEXIV VMR-1515TZ
(CNC Video Measuring System)

<歯形形状測定>



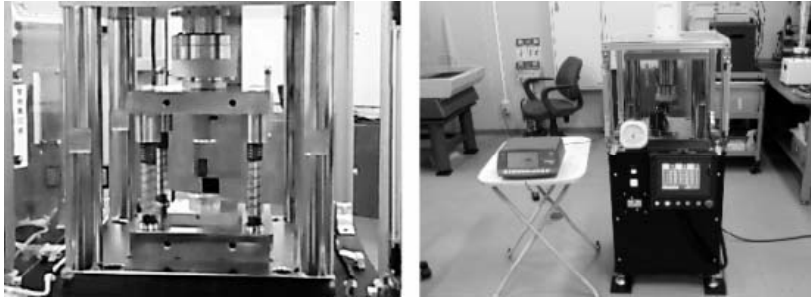
歯形形状測定により寸法公差±2 μm以下を確認し中間目標を達成！
穴径、軸ずれ、厚みについてもほぼ設計値を満たしていた。

	設計値	実測値	判定
歯形誤差	±2 μm	±2 μm以下	○
穴径	0.13	0.137~0.139	○
軸ずれ	0.005以下	0.001~0.005	○
厚み	0.2	0.186~0.200	○

3. 研究開発成果

精密プレス成形装置

＜導入精密プレス加工装置の外観＞



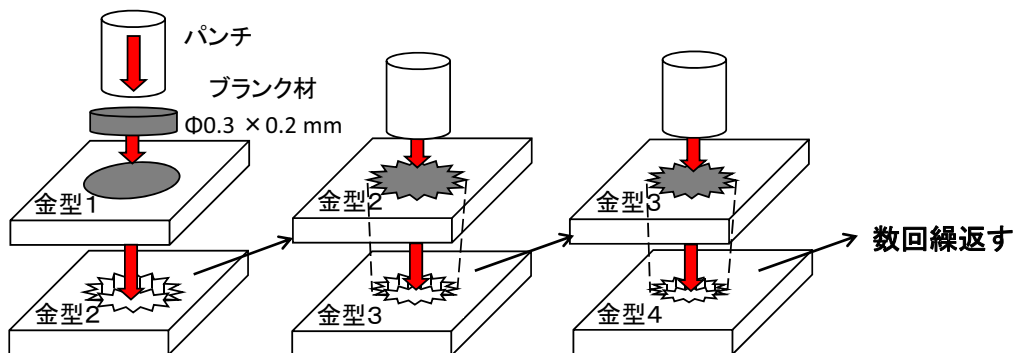
＜主な仕様＞

仕様項目	仕様数値
機械ストローク	100 mm
繰り返し位置決め精度	50 nm以下
制御モード	リニアスケールによる位置制御、 圧力センサによる圧力制御が可能なこと
加圧力	最大 5KN
最大送り速度	125 mm/sec
機械寸法	500 ^W × 500 ^L × 1540 ^H
電源	3相 200 V 600 W

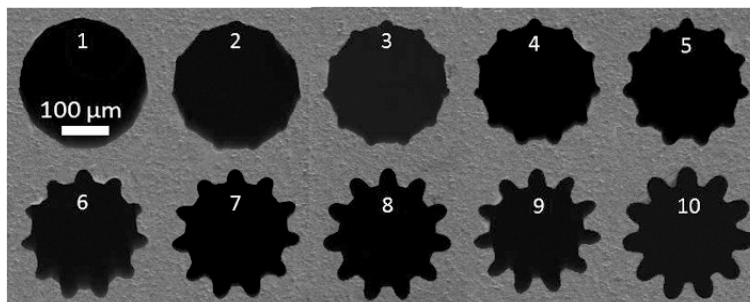
3. 研究開発成果

精密プレス成形装置

＜プレス成形加工の想定プロセス＞



＜プレス金型構成 - 10枚＞



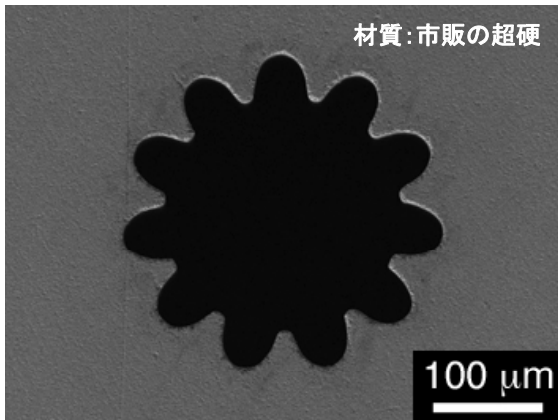
10段のプレス成形で
徐々に歯底を成形

3. 研究開発成果

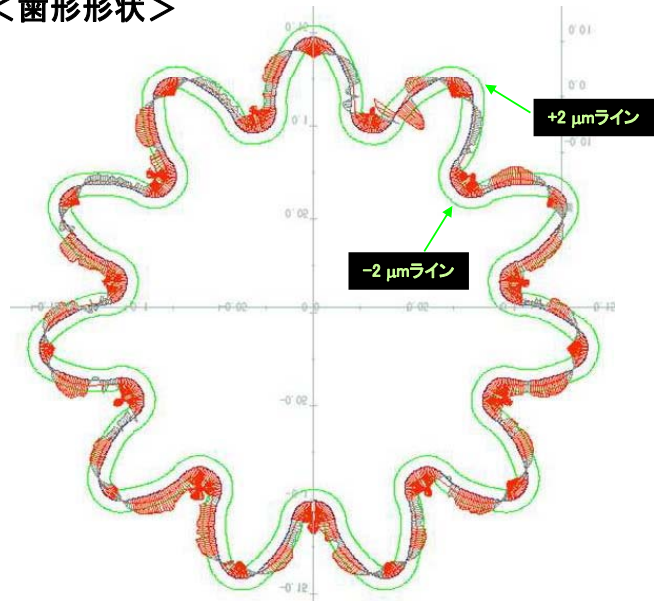
精密プレス成形装置用金型

資料 6-1-2

<金型形状評価>



<歯形形状>



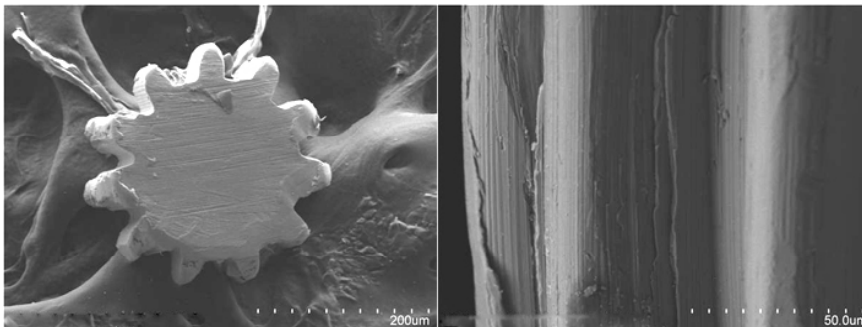
歯形形状がやや太いものの概ね良好な形状を有する。
→プレス結果を金型形状にフィードバックし随時改善を行なう

3. 研究開発成果

精密プレス成形試験(真鍮ブランク)

資料 6-1-2

<加工サンプル外観>



<加工条件>

項目	仕様
ブランク材質	真鍮(C2801P)
ブランク形状	直径0.3 mm × 厚み0.2 mm
金型枚数	10
プレス速度	0.1 mm/sec
ストローク	1.25 mm

- ・歯形形状は確認されるものの、歯欠、切削傷が認められる
→成形の主体は切削モードに近い
- ↓
- ・金型の寸法および靱性の改良
→金属ガラスでの成形試験を試みる

3. 研究開発成果

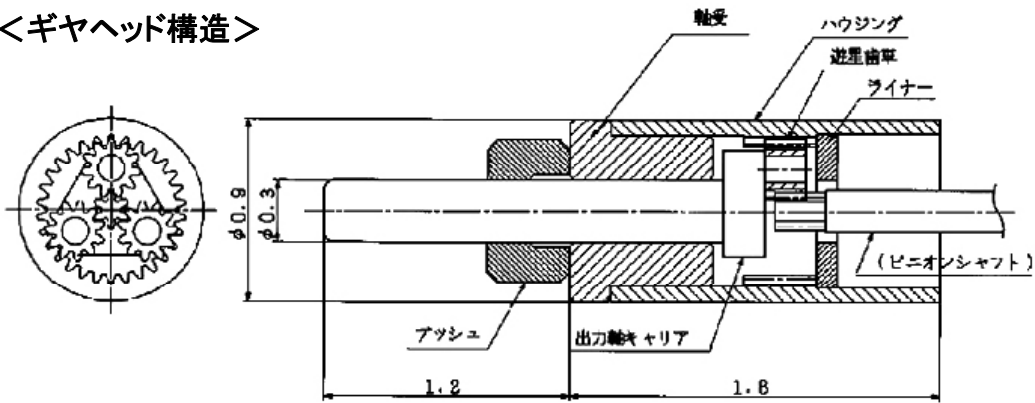
1段ギヤヘッドの設計

資料 6-1-2

<歯車設計諸元>

	モジュール	歯数	歯先円直径
太陽歯車	0.022	6	0.184
遊星歯車	0.022	11	0.296
内歯車	0.022	30	0.629

<ギヤヘッド構造>

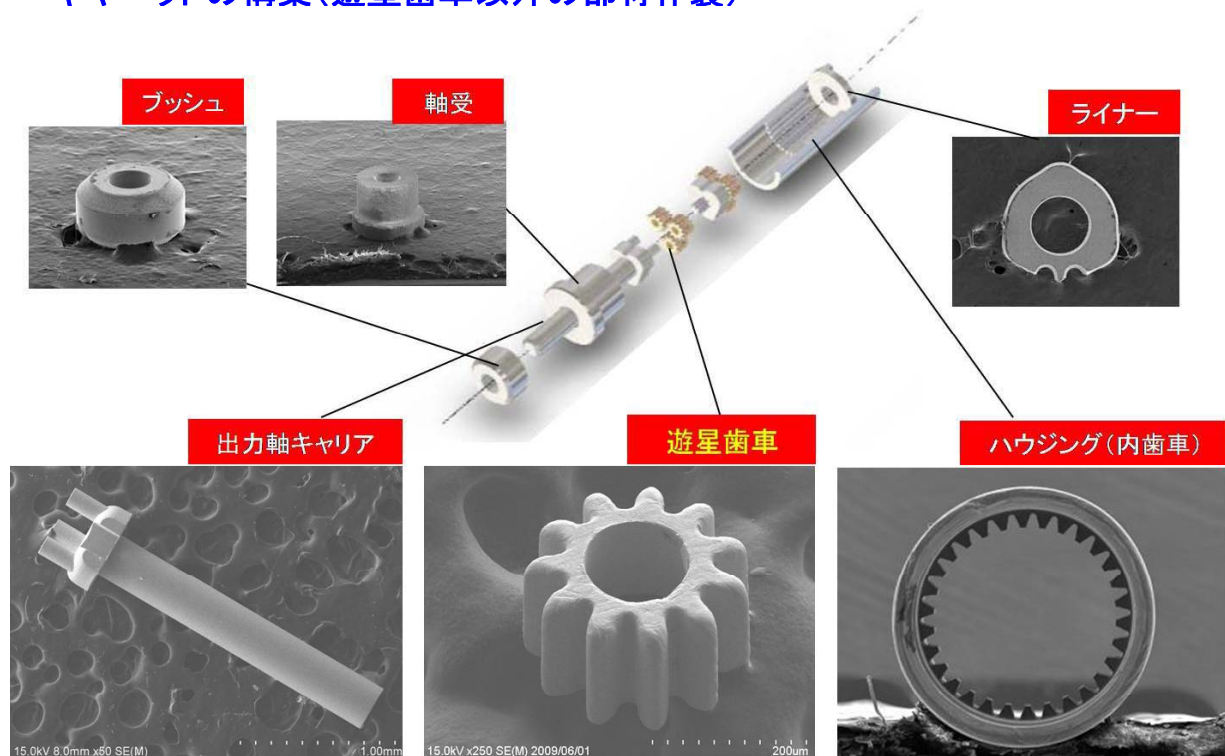


1段6:1 遊星歯車減速機の構造

3. 研究開発成果

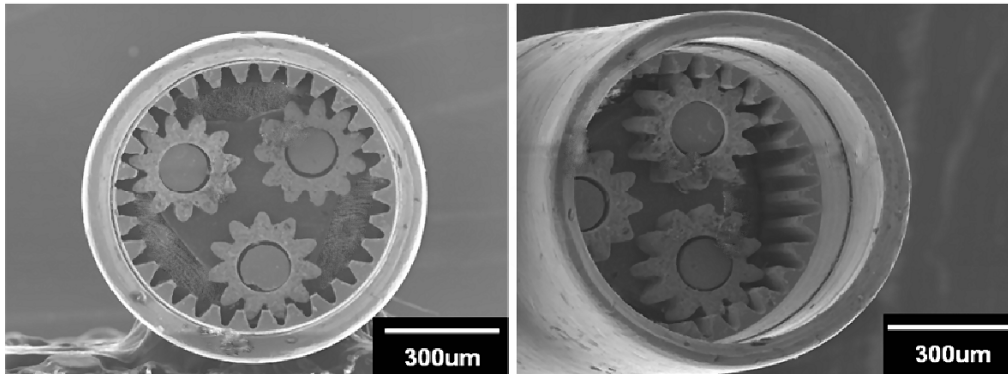
ギヤヘッドの構築(遊星歯車以外の部材作製)

資料 6-1-2

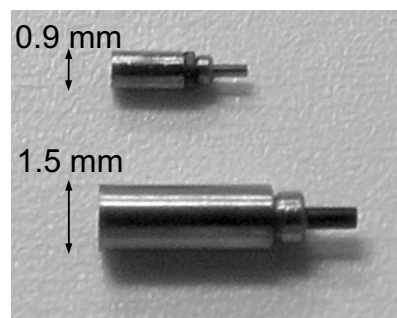
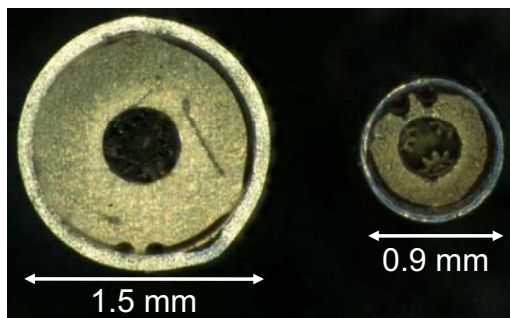


3. 研究開発成果

1段ギヤヘッドの構築(歯車噛み合いの様子)

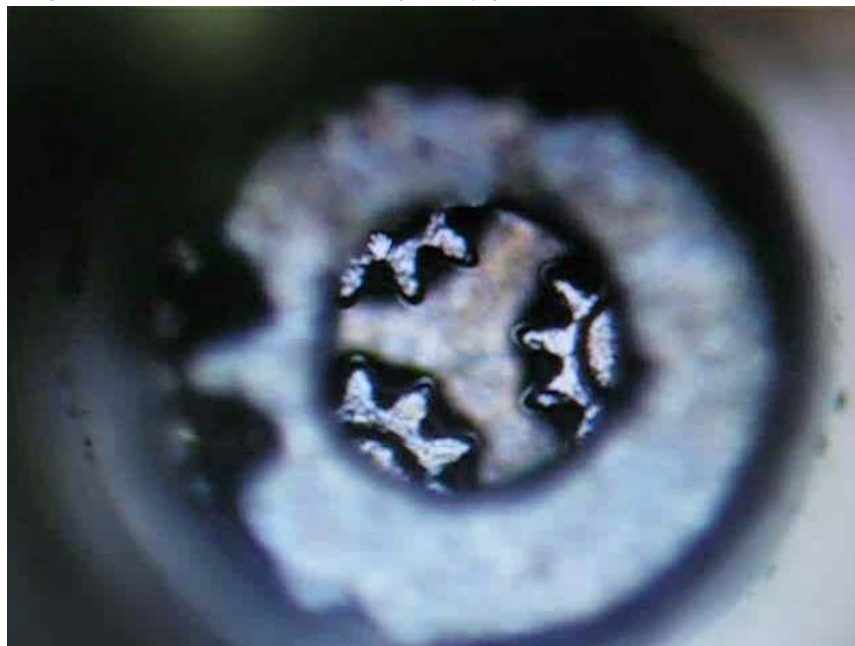


<直径1.5 mmギヤヘッドとの比較>



3. 研究開発成果

ギヤヘッドの試作(1段ギヤヘッドの動作確認)



スムーズな回転動作を確認

成果のまとめと目標達成状況

資料 6-1-2

区分	開発項目	中間目標	成果まとめ	中間目標達成状況
共通基盤技術	合金創製	圧縮強さ1650 MPa以上 圧縮塑性伸び5%以上		
	歯車試作	歯車直径0.3 mm以下 寸法公差 $\pm 2 \mu\text{m}$	<ol style="list-style-type: none"> ホブ加工法による遊星歯車の試作 <ul style="list-style-type: none"> 東北大学金属材料研究所開発のホブ加工を技術導入。穴あきブランク材からホブ加工による歯切り、切断(ワイヤ放電加工)、研磨の工程によりZr基単相金属ガラス製遊星歯車を試作した。試作した遊星歯車が歯車直径0.296 mm、寸法公差が$\pm 2 \mu\text{m}$以下を確認し、中間目標値を達成。 超々精密歯車の寸法精度評価手法の確立 <ul style="list-style-type: none"> 画像処理による定量評価が可能な形状測定機の採用、および共焦点レーザー顕微鏡を活用した歯面の粗さ計測により遊星歯車の形状測定手法を確立。 精密プレス成形 <ul style="list-style-type: none"> 真鍮を用いた多段階精密プレス成形で歯形形状を確認したものの、歯の欠けが目立つとともに切削傷と同様の加工傷を確認。 切削傷および切子の確認により精密プレス成形の主体はコイニングモードよりも切削モードに近いことを確認。 ギヤヘッドの設計・試作・評価 <ul style="list-style-type: none"> 直径0.9 mmギヤヘッド(1段 6:1)を設計し、各種構成部品の試作とギヤヘッドの予備組立試験を実施。 試作ギヤヘッドの回転動作試験でスムーズな回転を確認。 	◎

2009.8.12: 中間評価 於: 大手町サンスカイルーム A会議室

43/49

資料 6-1-2

高強度・超々精密部材技術の研究開発

1. 研究開発背景
2. 目標値および開発体制
3. 研究開発成果

研究開発項目②-1 高強度・可塑性複合化金属ガラスの合金創製

研究開発項目②-2 超々精密ギヤ等の成形技術の開発

4. まとめと今後の課題
5. 実用化の見通し(公開部分)

2009.8.12: 中間評価 於: 大手町サンスカイルーム A会議室

44/49

4. まとめと今後の課題

事業原簿 p.V-1~11

外部発表まとめ

資料 6-1-2

	平成19年度	平成20年度	平成21年度	合計
展示会等	0	3	0	3
報道記事等	0	0	0	0
論文・著書	0	2	0	2
口頭発表	3	2	0	5
受賞	0	0	0	0
特許出願	0	0	0	0

特筆すべき成果

- ・従来にない寸法(直径0.3 mm)と精度($\pm 2 \mu\text{m}$)を達成できるプロセス(ホブ加工)で超々精密ギヤの創製し中間目標を達成。
- ・開発計画を前倒し、1段減速機を設計・構築(世界最小サイズを更新)。スムーズな回転動作を確認。

4. まとめと今後の課題

事業原簿 p. III-121,134

最終目標達成に向けた今後の課題と対策

資料 6-1-2

区分	開発項目	最終目標	今後の課題
共通基盤技術	合金創製	圧縮強さ1650 MPa以上 圧縮塑性伸び10%以上	<ol style="list-style-type: none"> 精密プレス成形性基礎評価(切削モード) <ul style="list-style-type: none"> より平滑な切削加工が可能な工具材質の選定継続 精密プレス成形性基礎評価(コイニングモード) <ul style="list-style-type: none"> 複合化金属ガラスでのコイニングモードの効果確認 複合化金属ガラスの選定 <ul style="list-style-type: none"> 合金組成改良による強度と伸びの改善 構成元素の選択による低コスト化(脱貴金属(Pd)元素)
	歯車試作	歯車直径0.3 mm以下 寸法公差 $\pm 1 \mu\text{m}$	<ol style="list-style-type: none"> ホブ加工法による遊星歯車の試作 <ul style="list-style-type: none"> 歯車要求使用である歯面粗さ$0.4 \mu\text{m Ry}$を満たすよう、切削速度等の加工条件の適正化、もしくは精密プレス成形による仕上げ加工を実施 精密プレス成形 <ul style="list-style-type: none"> 金型の歯形精度改善、切子排出を考慮した金型形状の設計変更 単相および可塑性複合化金属ガラスを用いた精密プレス成形の実施 成形ギヤの穴あけ、遊星歯車の評価 試作ギヤヘッドの評価 <ul style="list-style-type: none"> 改善した遊星歯車を組み込んだ直径0.9 mmのギヤヘッドの作製 多段ギヤードモータの試作、寿命等の性能評価の実施

4. まとめと今後の課題

今後の開発スケジュール

	平成21年度	平成22年度	平成23年度
1. 複合化金属ガラスの合金創製 ・合金組成改良による強度と伸びの改善 ・複合化金属ガラスのコイニング効果確認	強度と伸び改善 コイニング効果確認	最終目標の達成 精密プレス成形性確認 コイニング条件最適化	
2. 超々精密ギヤ等の成形技術 ・ホブ加工による超々精密ギヤ創製 ・精密プレス成形による超々精密ギヤ創製	加工条件最適化 加工条件最適化	最終目標の達成 加工方法の選択 低コスト化と大量生産確立 低コスト化と大量生産確立	最終目標の達成 選択加工方法での改善
3. ギヤヘッドの試作 ・1段ギヤヘッドの性能評価 ・ギヤヘッド多段化 ・多段ギヤヘッドの試作と性能評価	性能評価	部品試作 多段化設計	試作 性能評価

説明内容

高強度・超々精密部材技術の研究開発

1. 研究開発背景
2. 目標値および開発体制
3. 研究開発成果

研究開発項目②-1 高強度・可塑性複合化金属ガラスの合金創製

研究開発項目②-2 超々精密ギヤ等の成形技術の開発

4. まとめと今後の課題

5. 実用化の見通し(公開部分)

5. 実用化の見通し(公開部分)

想定製品の波及効果

先端医療機器検査・治療デバイス
モータ小径化に伴う適用箇所拡大

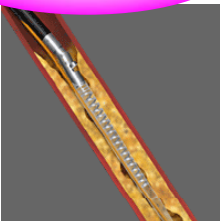
その他用途

内視鏡



胃・大腸→泌尿器

DCAカテーテル



下肢血管→心臓・末梢血管

血管内視鏡



大動脈→冠状動脈・脳

バイオ研究



マイクロロボット



航空宇宙



ナノテク・部材イノベーションプログラム
「高機能複合化金属ガラスを用いた革新的部材技術開発」

研究開発成果について
(中間評価) (公開)

共通基盤技術 研究開発項目③
複合化金属ガラスによる
高強度・高導電性部材技術

説明内容

高強度・高導電性部材技術の研究開発

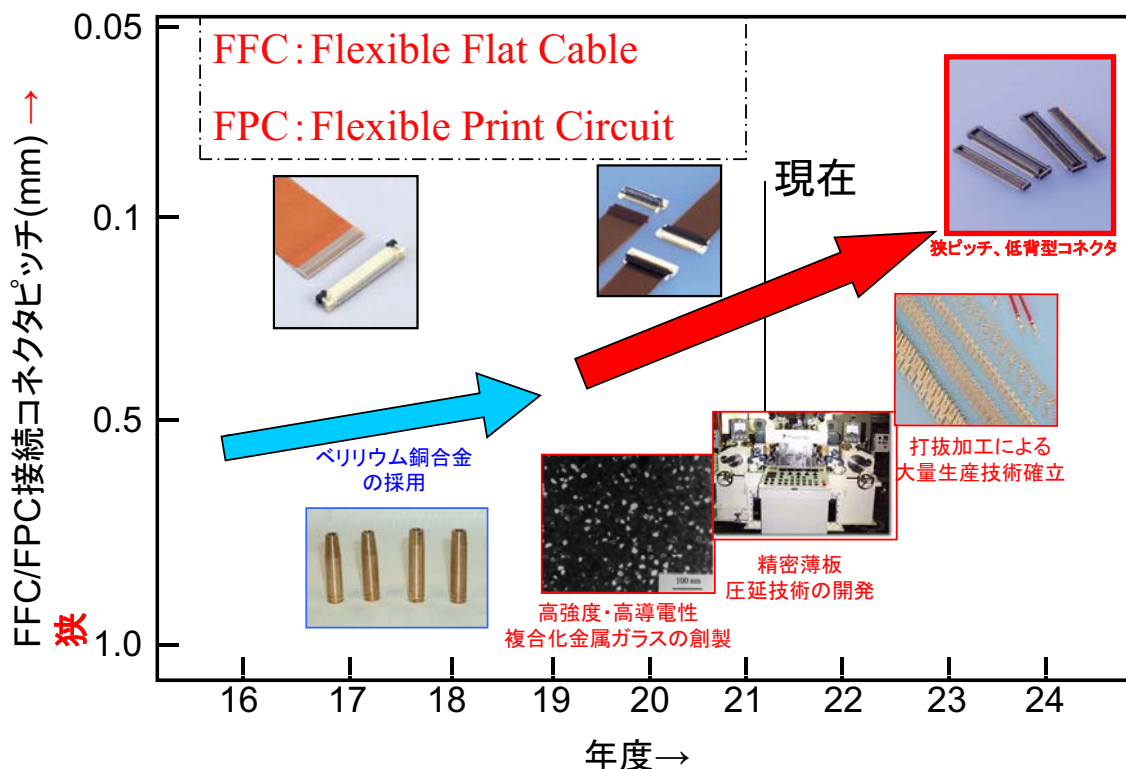
1. 研究開発背景
2. 目標値および開発体制
3. 研究開発成果
 - 研究開発項目③-1 高強度・高導電性複合化金属ガラスの合金創製
 - 研究開発項目③-2 精密薄板作製技術の開発
4. まとめと今後の課題
5. 実用化の見通し(公開部分)

高強度・高導電性部材技術の研究開発

1. 研究開発背景
2. 目標値および開発体制
3. 研究開発成果
 - 研究開発項目③-1 高強度・高導電性複合化金属ガラスの合金創製
 - 研究開発項目③-2 精密薄板作製技術の開発
4. まとめと今後の課題
5. 実用化の見通し(公開部分)

1. 研究開発背景

FFC/FPC接続コネクタの狭ピッチ化のロードマップ



1. 研究開発背景

事業原簿 p. III-135

資料 6-1-3

電気接点部材の現状

- ・コネクタ用電気接点部材は、急速に**ファインピッチ化**が進んでいる
- ・現状、**Cu-Be合金**が使用されているが、さらなる高強度・高導電率が必要とされている
- ・引張強さ**1200 MPa**、導電率**30~40 %IACS**で靱性を備えた材料を開発できれば、実用化の可能性は非常に大きい



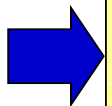
日本圧着端子製造㈱資料

	引張強さ(MPa)	導電率(%IACS*)	伸び(%)	備考
Cu-Be合金	1110	25	6	Cu-Be25合金 N社
コルソン合金	735	40	8	CAS85合金 K社
リン青銅	440	35	8	KLF-5合金 K社

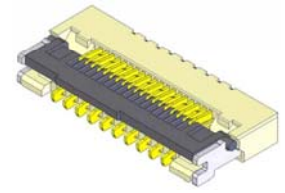
従来材料では限界

*国際標準焼きなまし鋼(IACS)の導電性を100%とした時の導電性の比を百分率表示

本開発テーマの目的



金属ガラスと高導電性材料の複合化により、高強度・高導電率を兼ね備えた、Cu-Be合金に代わる次世代超小型コネクタ用電気接点部材を開発する



狭ピッチカードコネクタ

説明内容

資料 6-1-3

高強度・高導電性部材技術の研究開発

1. 研究開発背景

2. 目標値および開発体制

3. 研究開発成果

研究開発項目③-1 高強度・高導電性複合化金属ガラスの合金創製

研究開発項目③-2 精密薄板作製技術の開発

4. まとめと今後の課題

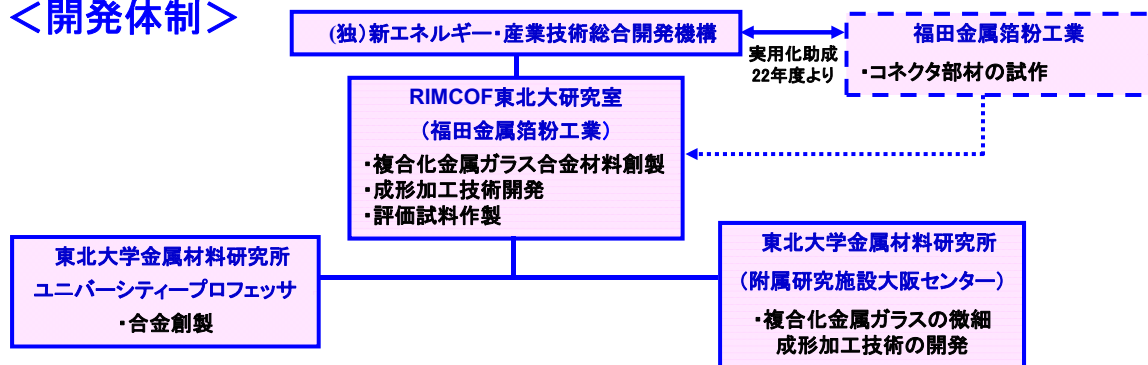
5. 実用化の見通し(公開部分)

2. 目標値および開発体制

<目標値>

区分	開発項目	中間目標	最終目標
共通基盤技術	合金創製と複合化 (複合化金属ガラス)	引張強さ1200 MPa以上 導電率30 %IACS	引張強さ1500 MPa以上 導電率60 %IACS
	精密薄板作製技術	板厚0.1 mm程度 板幅10 mm以上	板厚0.05 mm程度 板幅50 mm以上
実用化研究 平成22年度以降	コネクタの試作	—	コネクタピッチもしくは高さ 1/2以下

<開発体制>



説明内容

高強度・高導電性部材技術の研究開発

1. 研究開発背景
2. 目標値および開発体制
3. 研究開発成果
 - 研究開発項目③-1 高強度・高導電性複合化金属ガラスの合金創製
 - 研究開発項目③-2 精密薄板作製技術の開発
4. まとめと今後の課題
5. 実用化の見通し(公開部分)

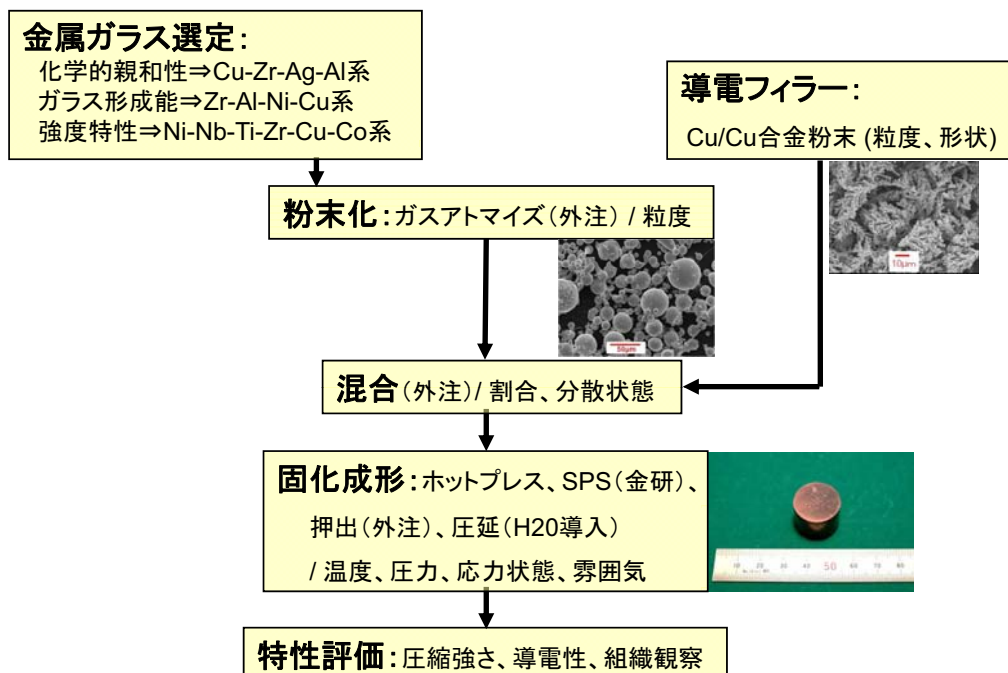
研究開発項目③-1

高強度・高導電性複合化金属ガラスの合金創製

1. 想定される部材創製プロセス
2. ホットプレス法による複合化と評価
3. 押出法による複合化と評価
 - 3-1. 丸断面押出材の作製と評価
 - 3-2. 矩形断面押出材の作製と評価
4. 粉末予備固化成形装置の導入
5. 成果のまとめと目標達成状況

想定される部材創製プロセス

<粉末固化成形法>



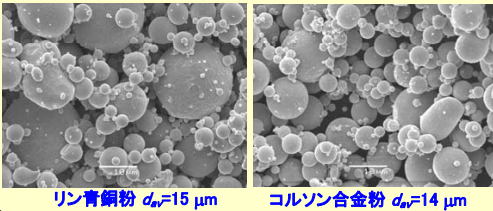
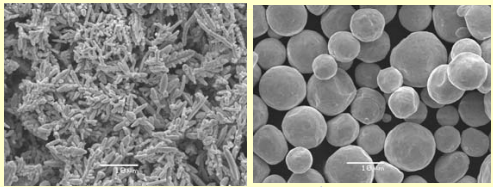
3. 研究開発成果

ホットプレスによる複合化と特性評価

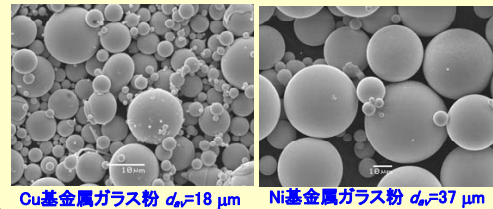
資料 6-1-3

使用原料

導電フィラー



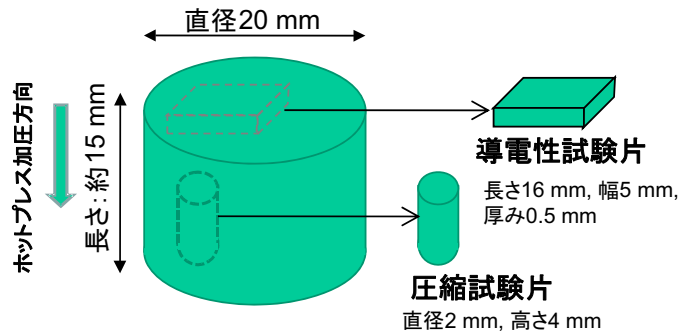
金属ガラス粉末



ホットプレス装置外観(東北大金研)

HP条件

- ・プレス圧: 780 MPa
- ・昇温速度: 20°C/min.
- ・プレス温度: T_g 近傍
- ・プレス時間: 300 s



ホットプレスによる複合化金属ガラス試料の形状

3. 研究開発成果

ホットプレス条件の設定 Cu金属ガラスの粘性係数と結晶化

資料 6-1-3

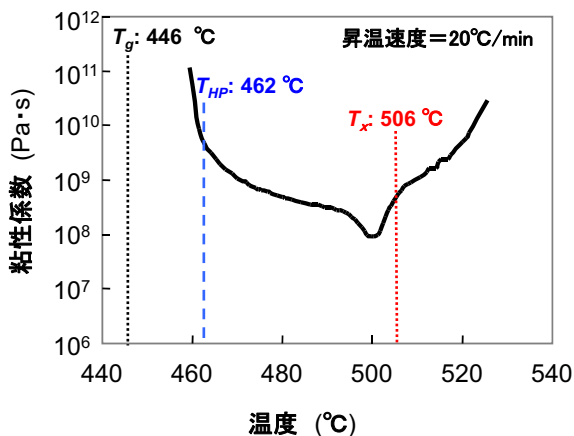


図 Cu-MGの粘性係数の温度依存性

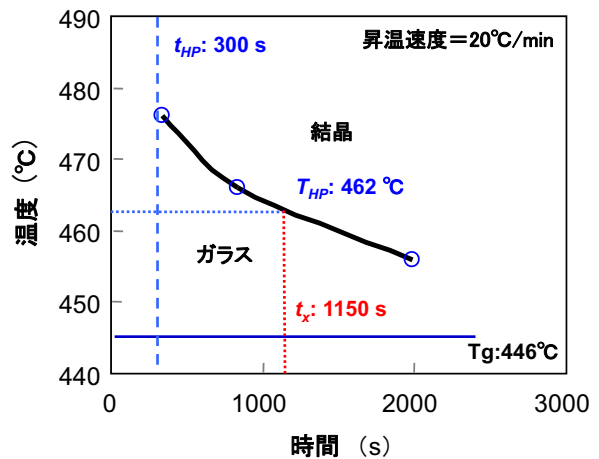


図 Cu-MG組成の結晶化TTT図

所定温度到達後5分(300s) で結晶化せず、十分な粘性低下も確認

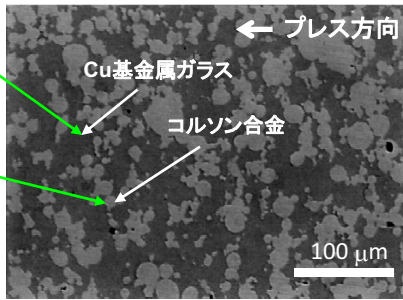
→HP温度: 462°Cに設定

3. 研究開発成果

ホットプレスによる複合材の断面組織

Cu基金属ガラス粉末はネットワーク化

Cu合金粉末が孤立化

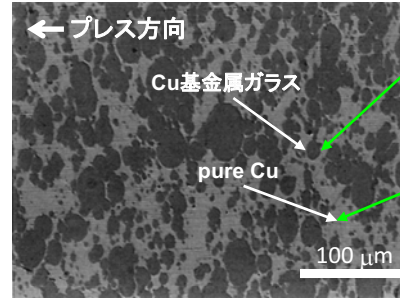


Cu-MG + 50 wt%コルソン

	実験値	複合則計算値
圧縮強さ	1207 MPa	1331 MPa
導電率	8 % IACS	22 % IACS

Cu基金属ガラス粉末が孤立化

純Cu粉末はネットワーク化



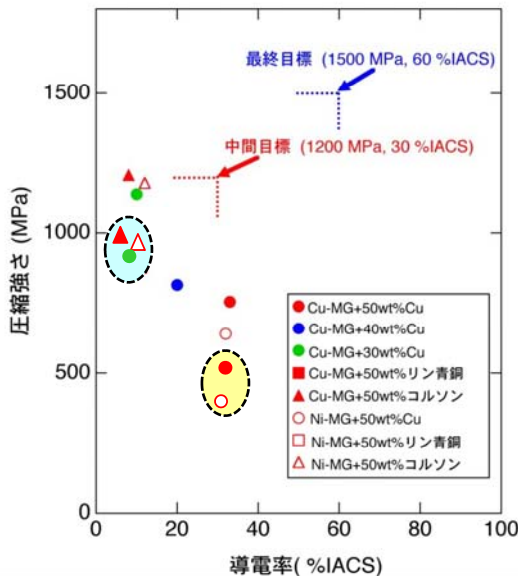
Cu-MG + 50 wt%純Cu(EC)

	実験値	複合則計算値
圧縮強さ	756 MPa	1050 MPa
導電率	33 % IACS	53 % IACS

・金属ガラス相のネットワーク構造形成により強度が、銅および銅合金相のネットワーク構造形成により導電率がそれぞれ所望の特性を有することが判明した。

3. 研究開発成果

ホットプレス固化成形材の圧縮破断強さと導電率



複合材構成	導電率 (%IACS)	圧縮強さ (MPa)
Cu基金属ガラス + 50wt%Cu (EC)	33	756
Cu基金属ガラス + 40wt%Cu (EC)	20	816
Cu基金属ガラス + 30wt%Cu (EC)	10	1139
Cu基金属ガラス + 50wt%リン青銅	10	875
Cu基金属ガラス + 50wt%コルソン	8	1207
Ni基金属ガラス + 50wt%Cu (EC)	32	640
Ni基金属ガラス + 50wt%リン青銅	11	878
Ni基金属ガラス + 50wt%コルソン	12	1179

・導電率: 50 wt%純銅との組み合わせで中間目標値(30 % IACS)を達成
 ・圧縮強さ: 金属ガラスの複合比70 wt%又はコルソン合金との組み合わせで中間目標値(1200 MPa)に匹敵する強さを達成。
 ・しかしながら、いずれかの相が孤立した組織により、特性の両立は困難。

3. 研究開発成果

ホットプレス固化成形材の課題

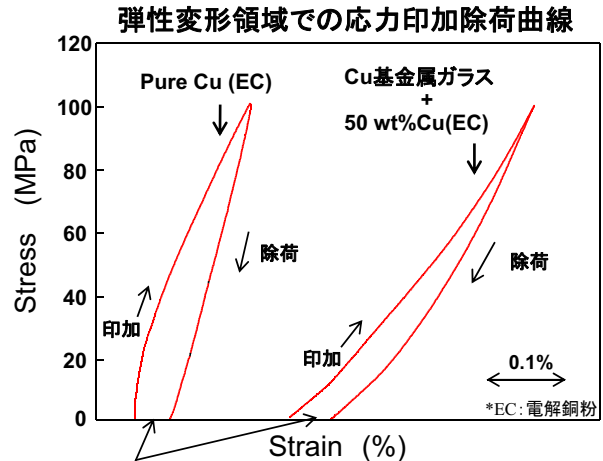
資料 6-1-3

複合則で予測される値より各特性が低い
⇒相の孤立以外の原因調査

純銅および金属ガラスの機械的性質および導電率

	ヤング率 (GPa)	0.2%耐力 (MPa)	導電率 (%IACS)
純銅	130	200	100
Pure Cu (EC) HP材	93	162	69
Pure Cu (AT) HP材	53	94	72
Cu-MG	107	1899	5

*EC:電解銅粉, AT:アトマイズ粉



見かけの塑性変形⇒緻密化が不十分

- ・緻密化を促進し、かつ金属ガラスとフィラーの相互のネットワーク化を図るため、せん断変形によりひずみを加え、強加工することが必要
→予備成形後の**圧延加工**、**押し出し等のプロセスが必要**

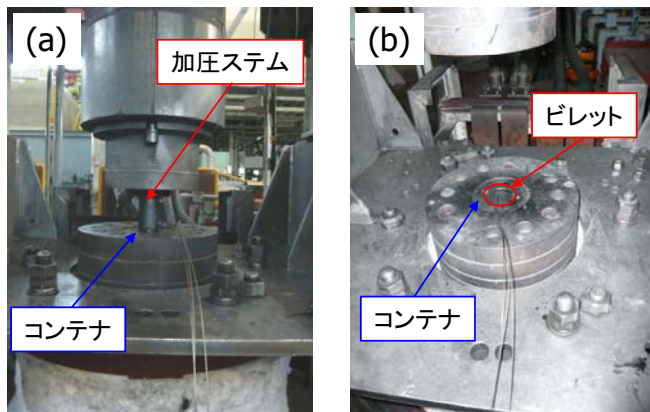
3. 研究開発成果

押出法による複合化金属ガラスの作製

資料 6-1-3



押出実験装置外観



コンテナ

装置仕様

- 名称: 400 t プレス機((株)神戸製鋼)
- 押出速度: 0.5 ~ 1800 mm/sec
- 加熱方式: 抵抗加熱
- 温度制御: ±10 °C

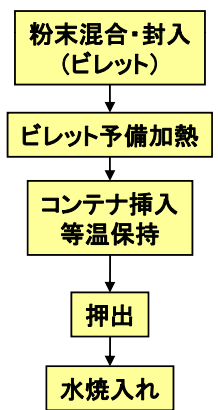
3. 研究開発成果

押出法による丸断面材作製

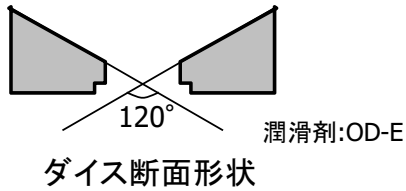
資料 6-1-3

試作試料の詳細と押出条件

押出試験フロー



ピレットNo. 条件	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
重量混合比 (金属ガラス:Cu)	CuZrAlAg		Zr ₅₅ CuAlNi			Zr ₈₅ CuAlNi				
予備加熱 温度(°C)	436(T_g-10)		410(T_g-10)			350(T_g-10)				
予備加熱 時間 (min)	60									
押出温度(°C)	456 T_g+10	466 T_g+20	430 T_g+10	440 T_g+20	450 T_g+30	460 T_g+20	370 T_g+10	380 T_g+20	390 T_g+30	400 T_g+40
押出速度(mm/min)	60 (ラム速度)									
押出比	5									



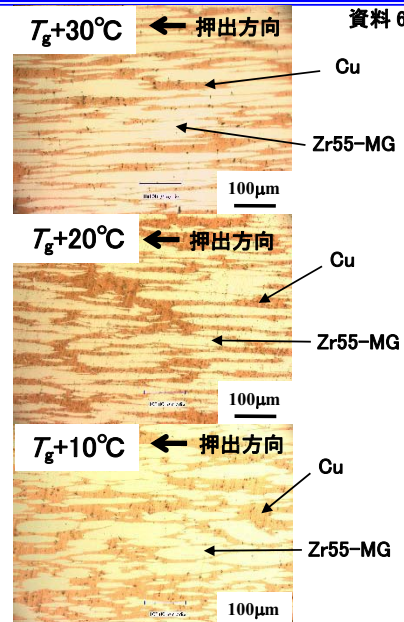
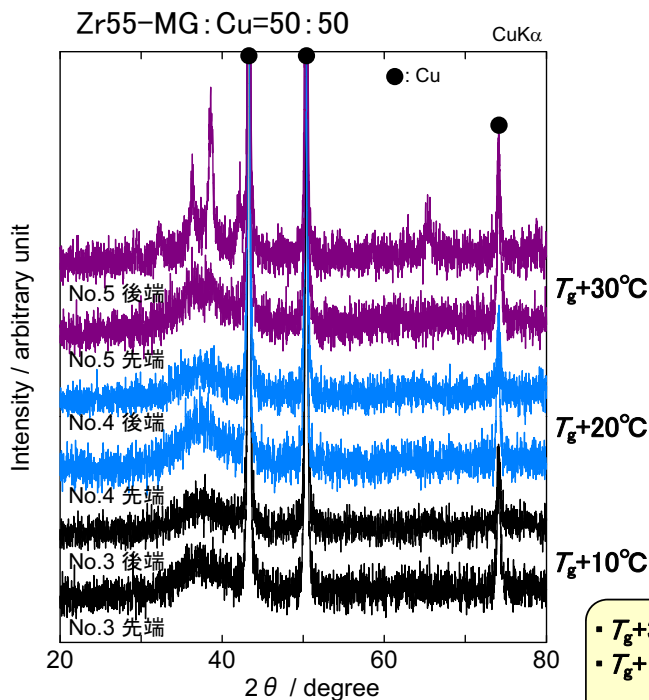
ピレット外観



3. 研究開発成果

押出法による複合化金属ガラスの構成相と組織

資料 6-1-3



金属ガラス相が繊維状に変形

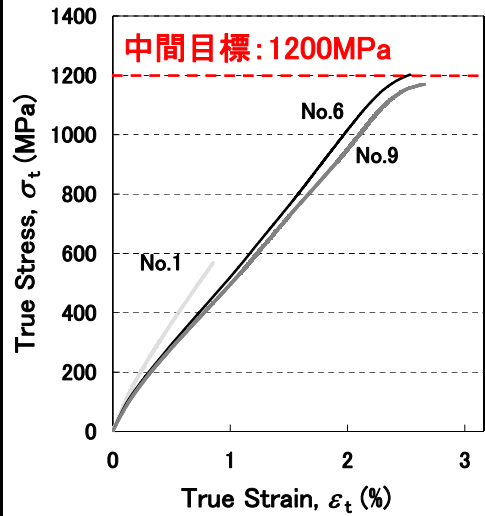
- $T_g+30^\circ\text{C}$ 以上では、結晶化
- $T_g+10^\circ\text{C}$ では、金属ガラス相の変形がやや不十分
→ $T_g+20^\circ\text{C}$ 程度が押出温度として適正

3. 研究開発成果

押出法による複合化金属ガラスのS-Sカーブと諸特性

資料 6-1-3

No.	配合	押出温度 (°C)	導電率 (%IACS)	引張強さ (MPa)	破断伸び (%)	弾性率 (GPa)
1	Cu金属ガラス: Cu 50:50	T_g+10	30	568	0.85	67
2		T_g+20	29	511	0.74	67
3	Zr55金属ガラス: Cu 50:50	T_g+10	27	1266	2.45	50
4		T_g+20	28	1146	2.40	55
5		T_g+30	29	486	0.80	60
6	Zr55金属ガラス: Cu 45:55	T_g+20	30	1202	2.53	52
7	Zr65金属ガラス: Cu 45:55	T_g+10	32	1001	2.32	53
8		T_g+20	33	1029	2.23	51
9		T_g+30	29	1170	2.70	51
10		T_g+40	27	1118	2.70	51



- ・No.6 (Zr55金属ガラス: Cu = 45:55, $T_g+20^\circ\text{C}$) で強度と導電率の中間目標値を達成した
- ・Zr55, Zr65金属ガラスの使用で, 30 %IACS前後, 1000~1200 MPaの複合材が得られた
- ・押出による複合化技術を確立。但し, ヤング率は複合則で予測される値よりも低い

⇒ 薄板化を考慮し, No.6と同様の条件で, 矩形断面での押出を検討

3. 研究開発成果

矩形断面押出による複合化金属ガラスの作製

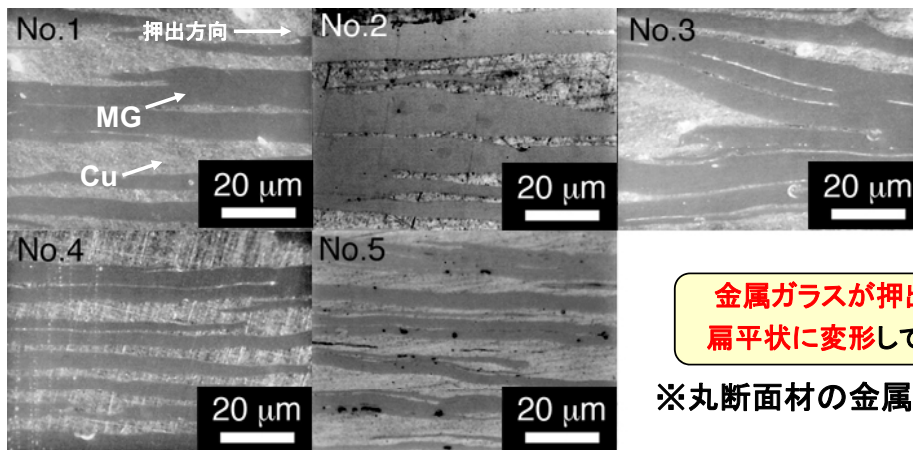
資料 6-1-3

試作試料の詳細と押出条件

ピレットNo. 条件	1	2	3	4	5
	Zr55CuAlNi				
粉末重量比(金属ガラス粉:純Cu粉)	45:55	40:60	45:55	40:60	40:60
予備加熱	温度(°C)	410(T_g-10)			
	時間(min)	60			
押出温度(°C)	440(T_g+20)				
押出速度(mm/min)	60				
押出比	5	5	8	12.3	



矩形断面押出材の外観



矩形断面押出材の断面組織

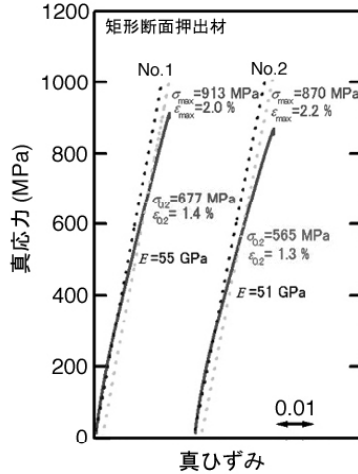
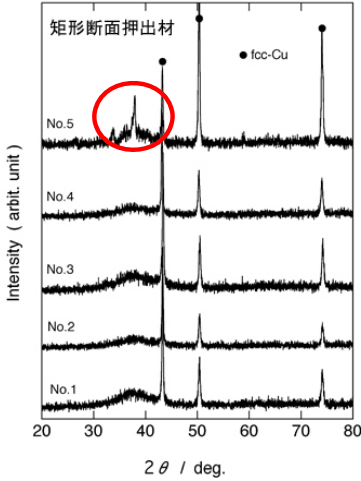
金属ガラスが押出方向に沿って扁平状に変形していることを確認

※丸断面材の金属ガラス相は繊維状

3. 研究開発成果

矩形断面押出による複合化金属ガラスの諸特性

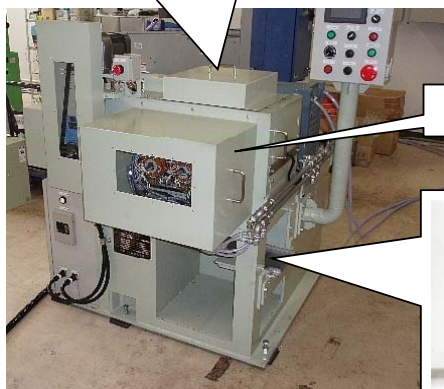
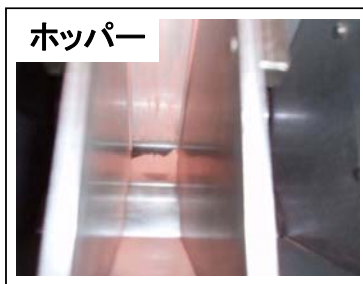
No.	配合比 (Zr55金属ガラス:Cu)	押出温度 (°C)	圧縮強さ (MPa)	引張試験			導電率 (%IACS)
				引張強さ (MPa)	破断伸び (%)	ヤング率 (GPa)	
1	45:55	440 (T_g+20)	1100	913	2.0	55	34
2	40:60		1033	870	2.2	51	36
3	45:55		1188	791	1.6	59	31
4	40:60		1081	832	2.0	51	38
5	40:60		1176	535	1.0	52	32



- ① 平板押出では、丸棒押出と同じ押出比でも強度が低下。
→ 矩形材組織(扁平状金属ガラス)が応力集中を招き、強度低下の要因になったと推察される。
- ② 高押出比で強度が低下。
→ 上述の扁平状金属ガラスに加え、平板押出では、加工発熱が大きく、結晶化が起こり易いと推察。

3. 研究開発成果

混合粉末予備固化装置の導入



混合粉末予備固化装置外観

ロールユニット



出側

導入の目的

- ・ 混合粉末を予備固化圧延で直接複合化金属ガラス板材を創製
- ・ 複合化金属ガラス板材の連続生産を検討
- ・ 得られた予備固化板材を精密温間圧延装置で薄板化

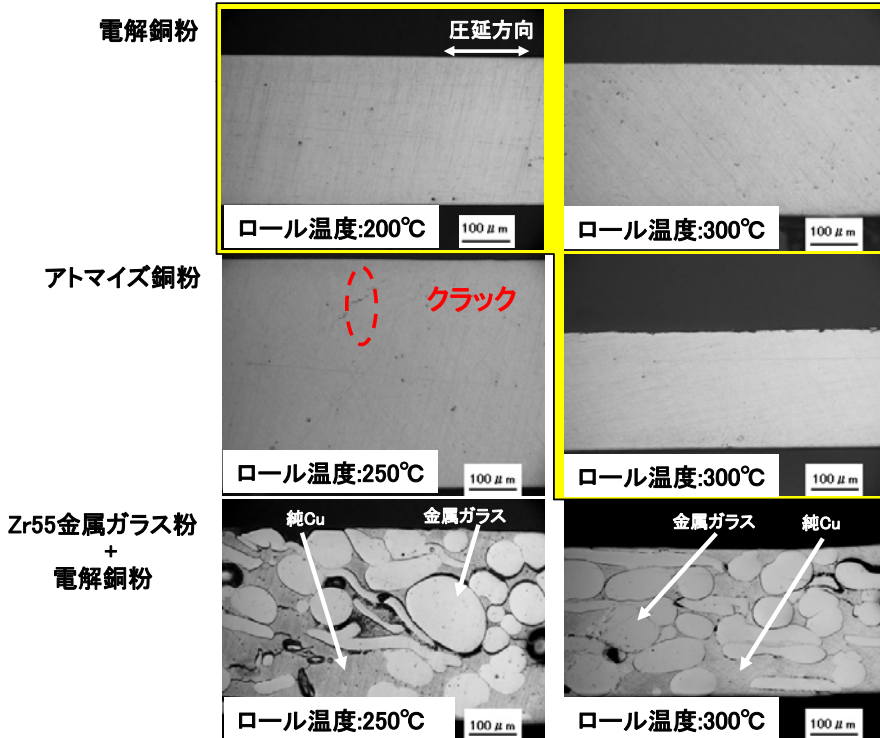
混合粉末予備固化装置仕様

圧延寸法	板厚: 0.1 mm以上 板幅: 160mm以下
ロール寸法	直径: 125mm 長さ: 200mm
圧延荷重	25t以下
圧延速度	0.2~2.0m/分
ロール表面温度	常用300°C 最高400°C

3. 研究開発成果

粉末予備固化実験(予備固化成形体の断面組織)

資料 6-1-3



おおむね緻密化した板材
が得られた

- ・250°Cでは界面剥離、クラック発生
- ・300°Cではやや改善、金属ガラスの変形量が増大
- ・精密圧延に供給可能な予備固化成形体を得ることが可能

3. 研究開発成果

成果のまとめと目標達成状況

資料 6-1-3

区分	開発項目	中間目標	成果まとめ	中間目標達成状況
共通基盤技術	合金創製と複合化	引張強さ1200 MPa以上 導電率30 %IACS	<p>1. 合金創製</p> <ul style="list-style-type: none"> ・強度、導電性および熱的安定性の観点からZr-Al-Ni-Cu系、Cu-Zr-Ag-Al系およびNi-Nb-Ti-Zr-Co-Cu系金属ガラスを選定し、不活性ガスアトマイズ法で粉末化。 ・導電性、コストの観点から導電性フィラーとして、電解Cu粉、不活性ガスアトマイズ法で粉末化した純Cu、りん青銅、コルソン合金を選定した。 <p>2. 複合化技術</p> <ul style="list-style-type: none"> ・混合粉末をホットプレス法により固化成形し、複合化金属ガラスを創製。しかしながら、双方のネットワーク構造が形成できず、強度と導電性が両立できず。押出加工等の大きなせん断力による強加工が必要と判断。 ・Zr基金属ガラス粉末と純Cu粉末の押出法による固化成形で、双方のネットワーク構造が発達した複合化金属ガラスを創製。創製した複合化金属ガラスが1202 MPaの引張強さと30 %IACSの導電率を示すことを明らかにし、強度と導電率の中間目標を達成。 ・これにより、金属ガラスと結晶合金の混合粉末の温間押出加工による複合化金属ガラス創製技術を確立。 ・薄板化を考慮した矩形断面押出法による複合化金属ガラスの創製を試みた。しかしながら、同一押出条件で強度と導電性の再現はできず。 	◎
	精密薄板作製技術	板厚0.1 mm程度 板幅10 mm以上		

高強度・高導電性部材技術の研究開発

1. 研究開発背景
2. 目標値および開発体制
- 3. 研究開発成果**
 - 研究開発項目③-1 高強度・高導電性複合化金属ガラスの合金創製
 - 研究開発項目③-2 精密薄板作製技術の開発**
4. まとめと今後の課題
5. 実用化の見通し(公開部分)

3. 研究開発成果

研究開発項目③-2 精密薄板作製技術の開発

1. 研究内容の詳細
2. 精密温間圧延装置の導入とクラッド材試作
3. 粉末固化成形材の薄板化
 - 3-1. ホットプレス材の薄板化
 - 3-2. 押出材の薄板化
4. 非平衡結晶合金の開発と特性評価
5. 成果のまとめと目標達成状況