

「高機能複合化金属ガラスを用いた革新的部材技術開発」  
(中間評価) 分科会  
資料 5-1

## 「高機能複合化金属ガラスを用いた革新的部材技術開発」

### 事業原簿 (公開)

担当部	独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構 ナノテクノロジー・材料技術開発部
-----	---

# —目次—

概要	0-1
プロジェクト基本計画	0-5
プログラム基本計画	0-18
事前評価関連資料（事前評価書、パブリックコメント募集の結果）	0-36
プロジェクト用語集	0-44
I. 事業の位置付け・必要性について	
I.1. NEDOの関与の必要性・制度への適合性	I-1
I.1.1. NEDOが関与することの意義	I-1
I.1.2. 実施の効果（費用対効果）	I-2
I.2. 事業の背景・目的・位置づけ	I-3
I.2.1. 事業の背景	I-3
I.2.2. 事業の目的及び意義	I-4
I.2.3. 事業の位置づけ	I-5
II. 研究開発マネジメントについて	
II.1. 事業の目標	II-1
II.1.1. 全体目標	II-1
II.1.2. 中間目標と最終目標	II-3
II.2. 事業の計画・内容	II-8
II.2.1. 研究開発の内容	II-8
II.2.2. 実験計画と予算推移	II-11
II.2.3. 研究開発項目毎の詳細計画内容	II-12
II.2.4. 研究開発の実施体制	II-20
II.2.5. 研究の運営管理	II-21
II.3. 情勢変化への対応	II-28
II.4. 評価に関する事項	II-29
III. 研究開発成果について	
III.1. 事業全体の成果	III-1
III.2. 研究開発項目毎の成果	III-5
III.2.1. 研究開発項目①複合化金属ガラスによる硬磁性・ナノ構造部材技術	III-5
①-1. 硬磁性複合化金属ガラスの合金創製	III-5
①-2. 金属ガラスによる超高密度パターン形成技術の開発	III-34
III.2.2. 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	III-97
②-1. 高強度・可塑性複合化金属ガラスの合金創製	III-97
②-2. 超々精密ギヤ等の成形技術の開発	III-117
III.2.3. 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	III-125
③-1. 高強度・高導電性複合化金属ガラスの合金創製	III-125

③-2. 精密薄板作製技術の開発 .....	Ⅲ-152
------------------------	-------

#### Ⅳ. 実用化の見通しについて

Ⅳ.1. 実用化の見通し .....	Ⅳ-1
Ⅳ.1.1. 次世代高密度磁気記録媒体の開発 .....	Ⅳ-1
Ⅳ.1.2. 超微小モータ用部材の開発 .....	Ⅳ-2
Ⅳ.1.3. 高強度・高導電性電気接点部材の開発 .....	Ⅳ-4
Ⅳ.2. 今後の展望と波及効果 .....	Ⅳ-5
Ⅳ.2.1. 次世代高密度磁気記録媒体の開発 .....	Ⅳ-5
Ⅳ.2.2. 超微小モータ用部材の開発 .....	Ⅳ-6
Ⅳ.2.3. 高強度・高導電性電気接点部材の開発 .....	Ⅳ-6

#### Ⅴ. 成果資料

Ⅴ.1. 外部発表件数の一覧 .....	Ⅴ-1
Ⅴ.2. 各種展示会での成果の発表 .....	Ⅴ-1
Ⅴ.3. 報道記事等 .....	Ⅴ-1
Ⅴ.4. 論文リスト .....	Ⅴ-1
Ⅴ.5. 口頭発表リスト .....	Ⅴ-4
Ⅴ.6. 受賞リスト .....	Ⅴ-10
Ⅴ.7. 特許出願リスト .....	Ⅴ-10

Ⅵ. 引用文献・参考文献リスト .....	Ⅵ-1
-----------------------	-----

概要

		作成日	平成 21 年 8 月 2 日								
プログラム (又は施策) 名	ナノテク・部材イノベーションプログラム										
プロジェクト名	高機能複合化金属ガラスを用いた革新的部材技術開発	プロジェクト番号	P07007								
担当推進部/担当者	ナノテクノロジー・材料技術開発部 / 土井秀之										
0. 事業の概要	<p>これまでの金属ガラスの実用化研究では、高強度、低ヤング率、軟磁気特性、粘性流動加工性等に着目して、金属ガラスの単相合金を用いた部材開発を行ってきた。本プロジェクトでは、金属ガラス相と第二相を複合化させることで複合化金属ガラスを創製し、従来の金属ガラスの持つ優れた特徴に加えて、塑性加工性、硬磁気特性、高電気伝導性等の特性を付与する。この複合化金属ガラスの新規な特性を用いて、金属ガラス単相合金では為し得なかった次世代高密度磁気記録媒体、超微小モータ用部材および高強度・高導電性電気接点部材の革新的部材の開発を行い、金属ガラスの用途を拡大するとともに実用化を加速する。</p>										
I. 事業の位置付け・必要性について	<p><b>【NEDOが関与する意義】</b>          本プロジェクトは、『情報通信、ライフサイエンス、環境、エネルギーなど、あらゆる分野に対して高度化あるいは不連続な革新（ジャンプアップ）をもたらすナノテクノロジー及び革新的部材技術を確立するとともに、その実用化や市場化を促進することで、我が国産業の国際競争力の維持・強化や解決困難な社会的課題の克服等を可能とすること』を目的とした「ナノテク・部材イノベーションプログラム」の一環として取り組むものである。極めて広範囲な産業領域に波及する材料・部材領域について、ユーザー製造業等との連携（川上・川下連携）を促進するプロジェクト体制（垂直連携）で実施することで、高度な部材産業群の「すり合わせ力」を一層強化する。          このような技術開発は、複数の研究機関及び企業の知見を結集する必要があり、民間の自主的取り組みでは難しい。したがって、NEDOの関与により、市場原理のみでは達成し得ない基盤技術の開発を重点的に実施することが必要である。</p> <p><b>【実施の効果（費用対効果）】</b>          費用：【開発予算】に記載。          効果：これまでにない高機能部材としての複合化金属ガラス部材の市場としては、以下の効果が見込まれる（平成26年）。</p> <table border="0"> <tr> <td>ハードディスクドライブ</td> <td>43,000億円</td> </tr> <tr> <td>超微小モータ組込み装置</td> <td>110億円</td> </tr> <tr> <td>高性能微細カードコネクタ</td> <td>20億円</td> </tr> <tr> <td>総額</td> <td>43,130億円</td> </tr> </table> <p><b>【事業の背景・目的・位置付け】</b>          我が国において産学官を含む連携の強化（川上川下の垂直連携、材料創成と加工の水平連携など）を図ることで、次世代の部材分野での我が国のイノベーションを促進することが喫緊の課題となっている。          本プロジェクトでは、金属ガラス相と第二相を複合化させることで複合化金属ガラス合金を創製し、従来の金属ガラス単相合金の持つ優れた特徴に加えて、硬磁気特性、塑性加工性、高電気伝導性等の特性を付与する。この複合化金属ガラスの持つ新規な特性を用いて、従来の金属ガラス単相合金では為しえなかった革新的部材の開発を行い、さらに多様な工業製品に応用するための共通基盤技術を確立することを目的とする。          複合化金属ガラスの創製と特性制御により、従来の金属ガラス単相合金が適用できなかった新規用途の開拓を世界に先駆けて実施するとともに、高機能の複合化金属ガラスを用いた革新的部材の早期実用化・事業化を促進するためにも、本プロジェクトの実施が必要である。さらに、他国の追随を封じて、我が国発の材料である金属ガラスをさらに多様な工業製品に応用することで我が国産業の優位性を確保し続けることが重要である。</p>			ハードディスクドライブ	43,000億円	超微小モータ組込み装置	110億円	高性能微細カードコネクタ	20億円	総額	43,130億円
ハードディスクドライブ	43,000億円										
超微小モータ組込み装置	110億円										
高性能微細カードコネクタ	20億円										
総額	43,130億円										
II. 研究開発マネジメントについて											
事業の目標	<p>金属ガラス相と第二相を複合化させることで複合化金属ガラスを創製し、従来の金属ガラスの持つ優れた特徴に加えて、塑性加工性、硬磁気特性、高電気伝導性等の特性を付与する。この複合化金属ガラスの新規な特性を用いて、金属ガラス単相合金では為し得なかった以下に掲げる革新的部材の開発を行う。具体的な最終目標は以下のとおりである。</p> <p><b>【共通基盤技術】</b>          ① 複合化金属ガラスによる硬磁性・ナノ構造部材技術          1平方インチ当り2テラビットの密度で、異方性磁界を15 kOe以下、飽和磁化を</p>										

	<p>500emu/cc程度とする磁性ドットが作製可能な複合化金属ガラスを創製する。ドット径を9nm程度、ドット間隔を18nm程度とし、密度が1平方インチ当たり2テラビットとなるナノパターン形成技術を開発し、創製した硬磁性複合化金属ガラスを用いて、評価可能な程度の微小サンプルを試作して、磁気記録特性を確認する。</p> <p>② 複合化金属ガラスによる高強度・超々精密部材技術 圧縮強さが1650MPa以上で、圧縮応力下での塑性伸びが10%以上の複合化金属ガラス合金の創製を行う。この複合化金属ガラスを用いて、直径が0.3mm以下で、寸法精度が±1μm以下の超々精密な遊星ギヤ等が作製できるような基盤技術を開発する。</p> <p>③ 複合化金属ガラスによる高強度・高導電性部材技術 引張強さが1500MPa以上で、導電率が60%IACS以上の複合化金属ガラス合金の創製を行う。この複合化金属ガラスを用いて、板厚が0.05mm程度で、板幅が50mm以上の精密薄板を作製する。</p> <p>【実用化技術】</p> <p>④次世代高密度磁気記録媒体の開発（平成22年度から実施検討予定） 共通基盤技術研究において開発された成果をもとに、記録密度が1平方インチ当たり2テラビットの超高密度磁気記録媒体を開発する。</p> <p>⑤超微小モータ用部材の開発（平成21年度から実施） 共通基盤技術研究において開発された成果をもとに、現状の世界最小ギヤードモータ用ギヤと比べて1/2の大きさの超々精密ギヤを使用し、モータ全体の体積が1/3以下の超微小モータを開発する。</p> <p>⑥高強度・高導電性電気接点部材の開発（平成22年度から実施予定） 共通基盤技術研究において開発された成果をもとに、コネクタのピッチもしくは高さが現状の1/2となる微細カードコネクタを開発する。</p>						
事業の計画内容	主な実施事項	H19fy	H20fy	H21fy	H22fy	H23fy	
	①複合化金属ガラスによる硬磁性・ナノ構造部材技術						→
	②複合化金属ガラスによる高強度・超々精密部材技術						→
	③複合化金属ガラスによる高強度・高導電性部材技術						→
	④次世代高密度磁気記録媒体の開発						→
	⑤超微小モータ用部材の開発						→
	⑥高強度・高導電性電気接点部材の開発						→
開発予算 (会計・勘定別に事業費の実績額を記載) (単位：百万円)	会計・勘定	H19fy	H20fy	H21fy	H22fy	H23fy	総額
	一般会計	495	353	293			1141
	総予算額	495	353	293	412	359	1912
開発体制	経産省担当原課	製造産業局素形材産業室					
	プロジェクトリーダー	東北大学総長 井上明久ユニバーシティプロフェッサー					
	委託先（*委託先が管理法人の場合は参加企業数も記載）	<p>【委託】財団法人 次世代金属・複合材料研究開発協会（RIMCOF） 参加企業：3企業（平成20年度まで） 2企業（平成21年度から） （共同実施 2大学） （再委託 3大学、1企業）</p> <p>【助成】並木精密宝石(株) 福田金属箔粉工業(株)（平成22年度から予定）</p>					

<p>情勢変化への対応</p>	<p><b>【情勢変化への対応】</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>平成19年度には研究開発項目①「複合化金属ガラスによる硬磁性・ナノ構造部材技術」のテーマに対して、平成20年度には研究開発項目②「複合化金属ガラスによる高強度・超々精密部材技術」および研究開発項目③「複合化金属ガラスによる高強度・高導電性部材技術」のテーマに対して研究加速財源を充て、基盤研究の充実と設備の前倒し導入による研究の加速と成果の向上を図った。</li> <li>集中研参加企業である富士通(株)の HDD 記録媒体事業の譲渡に伴い、本プロジェクトからも撤退することになった。事業継続のため実施体制を見直し、富士通(株)に代わり昭和電工(株)をRIMCOFからの再委託先として追加した。</li> </ul>
<p>Ⅲ. 研究開発成果について</p>	<p>すべての研究開発項目について中間目標はすでに達成している。</p> <p>研究開発項目①「複合化金属ガラスによる硬磁性・ナノ構造部材技術」 (中間目標達成：◎)</p> <p>①-1 硬磁性複合化金属ガラスの合金創製</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>軟磁性裏打ち層として、インプリント応力印加を考慮した零磁わい Co-Fe-B 系アモルファス合金薄膜、非磁性インプリント層として Pd-Cu-Ni-P 系金属ガラス薄膜、および磁気記録層として Co/Pd 多層膜を作製し、それぞれ媒体として要求される特性を確認して合金創製の中間目標を達成した。</li> <li>これらを積層成膜することで磁気記録媒体として好適な硬磁性複合化金属ガラス合金を創製する基礎的な手法を確立した。</li> </ul> <p>①-2 金属ガラスによる超高密度パターン形成技術の開発</p> <p>①-2-1 インプリント用金型創製技術の開発</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>FIB 加工とドライエッチングを組み合わせた手法により、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 基板上的 DLC に、ドットピッチ 25 nm、ドット径 12 nm の超高密度パターン形成に成功した。本金型は、記録密度で 1 平方インチ当たり 1 テラビットに相当し、中間評価目標値を上回る超微細金型の創製に成功した。</li> </ul> <p>①-2-2 インプリントによるナノパターン形成技術の開発</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>非磁性インプリント層として Pd-Cu-Ni-P 金属ガラス薄膜上に市販の超高密度パターン DLC 金型を用いた熱インプリント法により、ドットピッチ 25nm、ドット径 12nm のナノホールアレイパターンの作製に成功した。</li> <li>ホール内に Co/Pd 多層膜を孤立して埋め込み磁気記録媒体としての基礎的評価を行い、孤立化ビットの磁化反転挙動を確認した。</li> </ul> <p>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」 (中間目標達成：◎)</p> <p>②-1 高強度・可塑性複合化金属ガラスの合金創製</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>金属ガラスマトリックス中に第二相として 2 nm 程度のナノ結晶粒子が析出するような直径 2 mm の Zr-Al-Ni-Pd 系複合化金属ガラスを金型鑄造法により作製した。</li> <li>作製した Zr-Al-Ni-Pd 系複合化金属ガラスの圧縮強さが 1690MPa、塑性伸びが 8.5%であることを確認し、強度と塑性伸びの中間目標を達成した。</li> </ul> <p>②-2 超々精密ギヤ等の成形技術の開発</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>超々精密ギヤ成形のためのシェービング加工の基礎試験結果を反映した精密プレス成形装置を導入し、シェービング加工による遊星歯車の試作の要素技術検討を実施した。</li> <li>共同実施先(東北大金研)で開発された超精密ホブ加工を技術導入し、歯先円直径 0.296mm の遊星歯車試作に成功した。この遊星歯車の精密寸法計測を行うことにより、寸法精度が ±2 μm 以下であることを確認し、中間目標を達成した。</li> <li>遊星歯車のみならずブッシュ、軸受け、ライナー、出力軸キャリア、ハウジング等のギヤヘッドに必要な部品の試作工法に目処をつけ、これらを組み込んだギヤヘッド(1段)の一次試作を完了した。</li> </ul>

III. 研究開発成果について	<p>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」  (中間目標達成：◎)</p> <p>③-1 高強度・高導電性複合化金属ガラスの合金創製  ③-1-1 合金探索</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・Zr基、Ni基、Cu基およびFe基の金属ガラスを中心に、複合化金属ガラスのマトリックスとしての合金探索を実施。複合化に適したCu-Zr-Ag-Al系、およびZr-Al-Cu-Ni系を選定し、不活性ガスアトマイズ法により粉末化した。</li> <li>・金属ガラス形成の成分則を活用し、Cu-Zr-Ag系非平衡結晶合金を新たに開発した。</li> </ul> <p>③-1-2 複合化技術の開発</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・金属ガラス粉末化と、電解銅粉等を混合し押出法にて固化・成形。金属ガラスマトリックス中に導電性材料が分散した複合化金属ガラスを得ることに成功した。</li> <li>・作製した複合化金属ガラス固化成形体が引張強さ1202MPa、導電性30%IACSを示すことを確認。強度と導電性の中間目標を達成した。</li> </ul> <p>③-2 精密薄板作製技術の開発</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・Cu-Zr-Ag系非平衡結晶合金では、鑄造材に適切な冷間圧延・熱処理を施し、引張強さ1210MPa、導電性35%IACSを明らかにし、強度と導電性の中間目標を達成した。</li> <li>・金属ガラスと電解銅粉を混合固化した複合化金属ガラスの変形挙動を基礎検討し、温間圧延条件の基礎的検討を実施した。</li> <li>・Cu-Zr-Ag系非平衡結晶合金では強度と導電性の中間目標達成と同時に、冷間圧延条件制御により厚さ0.1mm、幅20mmの精密薄板を作製し、板寸法の中間目標も達成した。</li> <li>・Cu-Zr-Ag系非平衡結晶合金薄板を用いて携帯電話のSIMカードコネクタを試作。パナ特性等の電気接点としての基礎的評価を実施した。</li> </ul>	
	論文・発表	論文投稿 27件、発表 73件
	特許	出願済 4件
IV. 実用化、事業化の見通しについて	<ul style="list-style-type: none"> <li>・複合化金属ガラスによる超高密度パターン形成技術を開発することにより、複合化金属ガラスをディスク基板として用いる高密度磁気記録媒体を実現する。複合化金属ガラスをディスク基板として用いることで、現時点でHDDパターンメディアの製造方法の主流となっているスパッタ膜をリソグラフィによってパターン形成する手法に比較して、大幅なコスト削減が達成される。トータルな媒体作製コストとしては、現状のスパッタ法で形成する垂直磁気記録用の連続媒体と同程度のコストで媒体を作製できる可能性がある。</li> <li>・高強度・可塑性複合化金属ガラスの合金創製と、この金属ガラス塑性変形能を利用した超々精密ギヤを得ることにより、このギヤを用いて超微小モータとし、カテーテル・内視鏡等の先端医療機器へ搭載することで、先端医療そのものが大きく変わるものと予想される。すなわち、超微小モータを用いて、より末梢血管への搭載が可能となり、診断・治療の範囲が大きく広がる。また、患者への肉体的負担を大幅に軽減でき、低侵襲治療機としての貢献は多大である。</li> <li>・高強度・高導電性複合化金属ガラスの合金創製と複合化金属ガラスを用いた精密圧延による精密薄板作製技術により薄板を作製し、この薄板をコネクタリードとする小型高性能コネクタを製品化することで、携帯電話やパソコンなどの電子機器への実用化が見込まれ、さらに、医療分野、自動車分野を含む大幅な市場拡大が見込まれる。</li> </ul>	
V. 評価に関する事項	事前評価	平成19年度実施 担当部 ナノテクノロジー・材料技術開発部
	中間評価以降	平成21年度 中間評価実施 平成24年度 事後評価実施予定
VI. 基本計画に関する事項	作成時期	平成19年3月 制定
	変更履歴	平成19年6月 研究開発責任者（プロジェクトリーダー）決定に伴い改訂。 平成20年7月 イノベーションプログラム基本計画の制定により、「(1)研究開発の目的」の記載を改訂。

(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」基本計画

ナノテクノロジー・材料技術開発部

1. 研究開発の目的・目標・内容

(1) 研究開発の目的

現在及び将来において我が国経済を牽引していく産業分野において、競争力を発揮し世界を勝ち抜いていくために、多様な連携（川上・川下産業の垂直連携、材料創製・加工との水平連携）による研究開発の推進により、当該市場のニーズに応える機能を実現する上で不可欠な高品質・高性能の部品・部材をタイムリーに提供し、または、提案することができる部材の基盤技術を確立することを目的とした「ナノテク・部材イノベーションプログラム」の一環として本プロジェクトを立ち上げる。

材料技術は、材料の特性・機能の向上が製品機能の向上に直結するなど産業技術全般に大きな波及効果をもたらす基盤技術であるが、昨今の国際競争の激化により、さらなる飛躍的発展のキーテクノロジーとして革新的な新材料創製技術が求められている。総合科学技術会議の科学技術基本政策策定の基本方針においても、「ナノテクノロジー・材料分野」を国家的・社会的課題に対応した研究開発の重点化対象とすることについては、多様な視点から概ね妥当と評価しうるとされている。

金属ガラス（数種類の金属元素からなる非晶質金属であり、かつ明瞭なガラス転移点と広い過冷却液体領域を持つ）は、1980年代後半に我が国で開発された新合金で、極めて高強度かつ低ヤング率で、耐食性や軟磁気特性にも優れており、21世紀の中核を担う画期的な金属材料として大きく期待されている。現在、上記の特性を持った金属ガラスの単相合金において、実用化のための研究開発が進められており、その成果により世界トップレベルの製品の実現に目途がつけられてきた。しかし、産業界からは、従来の金属ガラスの諸特性に加え、塑性加工性や硬磁気特性あるいは高電気伝導性等を兼ね備えることができれば、さらに革新的な製品開発が可能になるとの強い要望が出されている。一方、最近の先導研究の結果によれば、金属ガラス母相中に第二相として微結晶や微粒子または微小空隙等を分散させた複合化金属ガラスが、大きな塑性加工性、硬磁気特性あるいは高い電気伝導性等を示すことが明らかとなってきた。このような複合化金属ガラスの合金創製と特性制御により、従来の金属ガラス単層合金が適用できなかった新規用途の開拓を世界に先駆けて実施するとともに、複合化金属ガラスの適用により飛躍的な性能向上が期待される製品を中心に、各種部材の早期実用化および事業化を促進する。

このため、独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構（以下、「NEDO技術開発機構」という。）は、産学の科学的、技術的ポテンシャルを結集して、共通基盤技術（水平）の上に複数の実用化技術（垂直）の展開を図るというこれまでにない新しいプロジェクト形式を組み、産学の連携を推進しつつ産業技術を組織的かつ戦略的に展開することを事業方針とし、以下のプロジェクトを実施する。

本プロジェクトでは、金属ガラス相と第二相を複合化させることで複合化金属ガラス合金を創製し、従来の金属ガラス単相合金の持つ優れた特徴に加えて、塑性加工性、硬磁気特性、高電気伝導性等の特性を付与する。この複合化金属ガラスの持つ新規な特性を用いて、従来の金属ガラス単相合金では為し



えなかつた革新的部材の開発を行い、さらに多様な工業製品に応用することで、我が国産業の優位性を確保する。

共通基盤技術として、① 複合化金属ガラスによる硬磁性・ナノ構造部材技術、② 複合化金属ガラスによる高強度・超々精密部材技術、③ 複合化金属ガラスによる高強度・高導電性部材技術等の技術開発を実施する。さらに、共通基盤技術で開発した成果をもとに、実用化研究として、④ 次世代高密度磁気記録媒体の開発、⑤ 超微小モータ用部材の開発、⑥ 高強度・高導電性電気接点部材の開発を実施し、これら部材の早期実用化および事業化を促進する。

## (2) 研究開発の目標

詳細な数値目標については別紙の研究開発計画を参照のこと。

### 【共通基盤技術】

#### ① 複合化金属ガラスによる硬磁性・ナノ構造部材技術

##### i. 硬磁性複合化金属ガラスの合金創製

金属ガラス母相の一部結晶化やスパッタリングによる複合化で硬磁気特性を付与され、かつ優れた粘性流動加工性を有する複合化金属ガラス合金の創製を行う。

中間目標：平成 21 年度末

現状の磁気記録媒体の密度を大幅に上回る密度の微小な磁性粒子においても、十分な磁気記録特性を持ち、かつ高精度な成形性を有する複合化金属ガラスを創製する。

最終目標：平成 23 年度末

平成 21 年度に比べて 3.3 倍以上の記録密度の超微小な磁性粒子においても、十分な磁気記録特性を持ち、かつ高精度な成形性を有する複合化金属ガラスを創製する。

##### ii. 金属ガラスによる超高密度パターン形成技術の開発

金属ガラスの粘性流動加工性を利用してこれを被転写材として用い、別途開発する超微細パターンの金型により、直接ナノインプリントすることで極めて高密度かつ高精度のナノパターンを形成するための基盤技術開発を行う。

中間目標：平成 21 年度末

現状の磁気記録媒体の密度を大幅に上回る密度で、ナノパターンが作製可能な超微細金型の加工技術および金属ガラスを被転写材としたナノインプリント技術の開発を行う。

最終目標：平成 23 年度末

平成 21 年度に比べて 3.3 倍以上の密度で、ナノパターンが作製可能な超微細金型の加工技術および金属ガラスを被転写材としたナノインプリント技術の開発を行う。

#### ② 複合化金属ガラスによる高強度・超々精密部材技術

##### i. 高強度・可塑性複合化金属ガラスの合金創製

高強度な金属ガラス母相中に微細な結晶粒子を析出分散させることで塑性変形能を付与した複合化金属ガラス合金の創製を行う。

中間目標：平成 21 年度末

現状の世界最小ギヤードモータに比べて直径が1/2の超々精密ギヤ等が作製可能な複合化金属ガラス合金の創製を行う。

最終目標：平成23年度末

平成21年度に作製する超々精密部材に比し、寸法精度を2倍以上に向上させた超々精密ギヤ等が作製可能な複合化金属ガラス合金の創製を行う。

#### ii. 超々精密ギヤ等の成形技術の開発

高強度・可塑性複合化金属ガラスの塑性変形能を利用した超精密プレスによる超々精密ギヤ等の成形のための基盤技術を開発する。

中間目標：平成21年度末

現状の世界最小ギヤードモータに比べて直径が1/2の超々精密ギヤ等を作製する。

最終目標：平成23年度末

平成21年度に作製する超々精密ギヤ等の寸法精度を2倍以上に向上させる。

### ③ 複合化金属ガラスによる高強度・高導電性部材技術

#### i. 高強度・高導電性複合化金属ガラスの合金創製

粉末圧延法等により高強度な金属ガラス母相中に極微小な高導電性の粒子やフィラーを分散複合化させる、あるいはクラディング等の方法により金属ガラスと高導電性材料を複合化させることで、銅-ベリリウム合金を凌駕する強度と電気伝導性を併せ持つ複合化金属ガラス合金の創製を行う。

中間目標：平成21年度末

現状の銅-ベリリウム合金に比べ、引張強度が高く導電率が同等程度の複合化金属ガラス合金の創製を行う。

最終目標：平成23年度末

現状の銅-ベリリウム合金に比べ、引張強度がさらに高く、かつ導電率が高くなる複合化金属ガラス合金の創製を行う。

#### ii. 精密薄板作製技術の開発

高強度・高導電性複合化金属ガラスを用いた精密圧延による精密薄板作製の基盤技術を開発する。

中間目標：平成21年度末

現状の携帯電話等に用いられている小型カードコネクタのピッチもしくは高さを現状の2/3にすることが可能な高精度の薄板を作製する。

最終目標：平成23年度末

現状の携帯電話等に用いられている小型カードコネクタのピッチもしくは高さを現状の1/2にすることが可能な高精度の薄板を作製する。

【実用化技術】：平成23年度末

### ④ 次世代高密度磁気記録媒体の開発

共通基盤技術研究において開発された成果をもとに、記録密度が1平方インチ当り2テラビッ

トの超高密度磁気記録媒体を開発する。

⑤ 超微小モータ用部材の開発

共通基盤技術研究において開発された成果をもとに、現状の世界最小ギヤードモータ用ギヤと比べて1/2の大きさの超々精密ギヤを使用し、モータ全体の体積が1/3以下の超微小モータを開発する。

⑥ 高強度・高導電性電気接点部材の開発

共通基盤技術研究において開発された成果をもとに、コネクタのピッチもしくは高さが現状の1/2となる微細カードコネクタを開発する。

(3) 研究開発内容

上記目標を達成するために、以下の研究開発項目について、別紙の研究開発計画に基づき研究開発を実施する。

【共通基盤技術】〔委託事業〕

- ① 複合化金属ガラスによる硬磁性・ナノ構造部材技術
- ② 複合化金属ガラスによる高強度・超々精密部材技術
- ③ 複合化金属ガラスによる高強度・高導電性部材技術

【実用化技術】〔助成事業（助成率：1/2以内）〕

- ④ 次世代高密度磁気記録媒体の開発
- ⑤ 超微小モータ用部材の開発
- ⑥ 高強度・高導電性電気接点部材の開発

2. 研究開発の実施方式

(1) 研究開発の実施体制

本研究開発は、NEDO技術開発機構が、単独ないし複数の原則本邦の企業、研究組合、公益法人等の研究機関（原則、国内に研究開発拠点を有していること。ただし、国外企業の特別な研究開発能力、研究施設等の活用あるいは国際標準獲得の観点からの国外企業との連携が必要な場合はこの限りではない。）から公募によって研究開発実施者を選定し実施する。

研究開発に参加する各研究開発グループの有する研究開発ポテンシャルの最大限の活用により効率的な研究開発の推進を図る観点から、研究開発責任者（プロジェクトリーダー）国立大学法人 東北大学 ユニバーシティプロフェッサー 井上 明久を置き、その下に研究者を可能な限り結集して効果的な研究開発を実施する。

本研究開発において、NEDO技術開発機構が主体となって行うべき基礎的・基盤的研究開発であると判断される研究開発内容に示した①②③の事業は委託により実施し、市場化に向けた産業界の具体的な取り組みの実用化研究開発であると判断される研究開発内容に示した④⑤⑥の事業は助成（助成率1/2）により実施する。

## (2) 研究開発の運営管理

研究開発全体の管理・執行に責任を有するNEDO技術開発機構は、経済産業省および研究開発責任者と密接な関係を維持しつつ、プログラムの目的および目標、並びに、本研究開発の目的および目標に照らして適切な運営管理を実施する。具体的には、必要に応じて設置される技術検討委員会等における外部有識者の意見を運営管理に反映させる他、四半期に一回程度プロジェクトリーダー等を通じてプロジェクトの進捗について報告を受けること等を行う。

## 3. 研究開発の実施期間

本研究開発の期間は、平成19年度から平成23年度までの5年間とする。

## 4. 評価に関する事項

NEDO技術開発機構は、技術的及び政策的観点から、研究開発の意義、目標達成度、成果の技術的意義ならびに将来の産業への波及効果等について、外部有識者による研究開発の中間評価を平成21年度、事後評価を平成24年度に実施する。また、中間評価結果を踏まえ必要に応じプロジェクトの加速・縮小・中止等見直しを迅速に行う。なお、評価の時期については、当該研究開発に係る技術動向、政策動向や当該研究開発の進捗状況等に応じて、前倒しする等、適宜見直すものとする。

## 5. その他の重要事項

### (1) 研究開発成果の取扱い

- ・ 共通基盤技術の形成に資する成果の普及

研究開発成果については、NEDO技術開発機構、実施者とも普及に努めるものとする。

- ・ 知的基盤整備事業又は標準化等との連携

得られた研究開発の成果については、知的基盤整備または標準化等との連携を図るため、データベースへのデータの提供、標準情報制度への提案等を積極的に行う。

- ・ 知的財産権の帰属

委託研究開発の成果に関わる知的財産権については、「独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構 新エネルギー・産業技術業務方法書」第26条の規定等に基づき、原則として、すべて委託先に帰属させることとする。

### (2) 基本計画の変更

NEDO技術開発機構は、研究開発内容の妥当性を確保するため、社会・経済的状況、内外の研究開発動向、政策動向、プログラム基本計画の変更、第三者の視点からの評価結果、研究開発費の確保状況、当該研究開発の進捗状況等を総合的に勘案し、達成目標、実施期間、研究開発体制等、基本計画の見直しを弾力的に行うものとする。

### (3) 根拠法

本プロジェクトは、独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構法第15条第1項第2号及び3号に基づき実施する。

(4) その他

本研究によって得られたあらゆる知的財産、また本研究の過程または成果に基づき開発したプログラム、サンプルもしくは装置などの成果物について、本プロジェクト外（国内外）への供試・開示については、事前にプロジェクトリーダーとNEDO技術開発機構に連絡する。

その際に、NEDO技術開発機構が申請書の提出を求めた場合は、これに応じ速やかに提出する。

6. 基本計画の改訂履歴

(1) 平成19年3月、制定。

(2) 平成19年6月、研究開発責任者（プロジェクトリーダー）決定に伴い改訂。

(3) 平成20年7月、イノベーションプログラム基本計画の制定により、「(1) 研究開発の目的」の記載を改訂。

## 研究開発項目① 複合化金属ガラスによる硬磁性・ナノ構造部材技術

### 1. 研究開発の必要性

1 平方インチ当り 1 テラビットを超える次世代の高密度磁気記録媒体技術として、パターンドメディアが有力視されている。パターンドメディアは、人工的に規則正しく磁性粒子を並べたもので、超高密度化が可能であり、しかもそれぞれの磁性粒子が一定の距離を保って独立しているので、熱揺らぎの影響を受けにくいとされている。現在検討されているパターンドメディアの作製法には、スパッタ膜のエッチング、ナノホール形成、イオン注入等の方法があるが、いずれも幾何学的パターン精度および製造コストの面で課題が多い。金属ガラスは、複合化により高密度磁気記録に適した磁気特性を付与させることが可能であり、また優れた粘性流動加工性を有するため精密で高能率な転写加工が可能である。従って、金属ガラスを用いることにより、1 テラビットを超える高密度磁気記録媒体を高精度かつ低コストで作製する基盤技術の構築が必要である。

### 2. 研究開発の具体的内容

#### (1) 硬磁性複合化金属ガラスの合金創製

非磁性金属ガラス相の一部を熱処理により結晶化させ硬磁性のナノ結晶粒子を分散させる、あるいは金属ガラスのナノパターンの上にスパッタリングにより硬磁性膜を付着させる等の方法を用いて、高密度磁気記録に適した磁気特性を付与させた硬磁性複合化金属ガラス合金を創製する。

#### (2) 金属ガラスによる超高密度パターン形成技術の開発

金属ガラスを、優れた粘性流動加工性を活かして被転写材として用い、収束イオンビームを用いた微細加工等により作製したナノパターンの金型により、直接ナノインプリントすることで極めて高密度かつ高精度のナノパターンを作製する基盤技術を開発する。

### 3. 達成目標

#### (1) 硬磁性複合化金属ガラスの合金創製

中間目標：平成 21 年度末

1 平方インチ当り 600 ギガビットの密度で、異方性磁界を 10 kOe 以下、飽和磁化を 500emu/cc 程度とする磁性ドットが作製可能な複合化金属ガラスを創製する。

最終目標：平成 23 年度末

1 平方インチ当り 2 テラビットの密度で、異方性磁界を 15 kOe 以下、飽和磁化を 500emu/cc 程度とする磁性ドットが作製可能な複合化金属ガラスを創製する。

#### (2) 金属ガラスによる超高密度パターン形成技術の開発

中間目標：平成 21 年度末

ドット径を 16nm 程度、ドット間隔を 33nm 程度とし、密度が 1 平方インチ当り 600 ギガビットとなるナノパターン形成技術を開発し、上記の中間目標で創製する硬磁性複合化金属ガラスを用いて、評価可能な程度の微小サンプルを試作して、磁気記録特性を確認する。

最終目標：平成 23 年度末

ドット径を 9nm 程度、ドット間隔を 18nm 程度とし、密度が 1 平方インチ当り 2 テラビットとなるナノパターン形成技術を開発し、上記の最終目標で創製する硬磁性複合化金属ガラスを用いて、評価可能な程度の微小サンプルを試作して、磁気記録特性を確認する。

## 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

### 1. 研究開発の必要性

現在、金属ガラスの特徴を活かして超精密ギヤ等の開発が進められており、これまでに直径 1.5mm の世界最小ギヤードモータが試作され、その製品適用が進められている。一方、高度化の著しいマイクロ機器の分野では、さらに微小なモータの開発ならびに実用化への期待が大きい。これらの超微小モータの開発には、現在開発中の直径 1.5mm のギヤードモータに用いられている超精密ギヤの直径をさらに 1 / 2 程度にした超々精密ギヤ等が必要である。また、この超々精密ギヤ等の寸法精度は、従来では困難なレベルの厳しい値が要求される。現在の超精密ギヤ等は、単相の金属ガラスを用い、高温の熔融状態から直接鋳型に注入する射出成形法で作製されている。しかしながら、この作製方法では温度差が大きいこと熱収縮の影響が大きくなるので、超々精密ギヤ等の微小な寸法や厳格な寸法精度を達成することが困難である。従って、射出成形等の高温プロセスではなく、比較的低温で微小な寸法を厳格な精度で実現するために、金属ガラスに塑性変形能を付与した複合化金属ガラスを創製し、これを用いて超精密プレス等により超々精密部材が作製できるような基盤技術の構築が必要である。

### 2. 研究開発の具体的内容

#### (1) 高強度・可塑性複合化金属ガラスの合金創製

金属ガラス相中に微細な結晶粒子を析出分散させることで、金属ガラスの均質な組織に起因する急激な局所的せん断すべり変形を阻止して塑性変形能を付与した複合化金属ガラスを創製する。

#### (2) 超々精密ギヤ等の成形技術の開発

上記の複合化金属ガラスの塑性変形能を利用した超精密プレスにより、比較的低温で微小な寸法のギヤ等を厳格な精度で作製するための基盤技術を開発する。

### 3. 達成目標

#### (1) 高強度・可塑性複合化金属ガラスの合金創製

中間目標：平成 21 年度末

圧縮強さが 1650 MPa 以上で、圧縮応力下での塑性伸びが 5%以上の複合化金属ガラス合金の創製を行う。

最終目標：平成 23 年度末

圧縮強さが 1650 MPa 以上で、圧縮応力下での塑性伸びが 10%以上の複合化金属ガラス合金の創製を行う。

#### (2) 超々精密ギヤ等の成形技術の開発

中間目標：平成 21 年度末

直径が 0.3mm 以下で、寸法精度が  $\pm 2 \mu\text{m}$  以下の超々精密な遊星ギヤ等が作製できるような基盤技術を開発する。

最終目標：平成 23 年度末

直径が 0.3mm 以下で、寸法精度が  $\pm 1 \mu\text{m}$  以下の超々精密な遊星ギヤ等が作製できるような基盤技術を開発する。



## 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

### 1. 研究開発の必要性

携帯電話等の小型エレクトロニクス機器に用いられているコネクタの電気接点部材には、主として銅-ベリリウム合金が使われている。銅-ベリリウム合金は、強度と導電性に優れた材料であるが、次世代の超小型コネクタ用としては強度及び導電性がともに不十分とされている。金属ガラスは、銅-ベリリウム合金を大きく上回る強度を持つとともに低ヤング率であることから弾性に富んでおり、コネクタ用接点部材として適用すれば現状製品を凌駕する小型化・高性能化が可能と考えられる。しかしながら、金属ガラスは無秩序な原子配列が故に電気抵抗が通常の結晶性銅合金の約2倍と大きく、そのままでは電気接点部材としては適さない。

そこで、金属ガラスの高強度特性を保持しつつ電気伝導性を増強させることにより、強度と電気伝導性を併せ持つ複合化金属ガラスを創製し、さらにこれを用いて精密圧延により薄板を作製して、次世代の超小型コネクタ用電気接点部材を成形するための基盤技術を開発する必要がある。

### 2. 研究開発の具体的内容

#### (1) 高強度・高導電性複合化金属ガラスの合金創製

粉末圧延法等により金属ガラス相中に極微小な高導電性の粒子やフィラーを分散複合化させる、あるいはクラディング等の方法により金属ガラスと高導電性材料を複合化させることで、強度および導電率がともに銅-ベリリウム合金を凌駕する特性を持った複合化金属ガラス合金を創製する。

#### (2) 精密薄板作製技術の開発

上記の複合化金属ガラスを用い、精密圧延により次世代の超小型コネクタ用電気接点部材が成形可能な薄板を作製するための基盤技術を開発する。

### 3. 達成目標

#### (1) 高強度・高導電性複合化金属ガラスの合金創製

中間目標：平成21年度末

引張強度が1200MPa以上で、導電率が30%IACS以上の複合化金属ガラス合金の創製を行う。

最終目標：平成23年度末

引張強度が1500MPa以上で、導電率が60%IACS以上の複合化金属ガラス合金の創製を行う。

#### (2) 精密薄板作製技術の開発

中間目標：平成21年度末

板厚が0.1mm程度で、板幅が10mm以上の精密薄板を作製する。

最終目標：平成23年度末

板厚が0.05mm程度で、板幅が50mm以上の精密薄板を作製する。

#### 研究開発項目④「次世代高密度磁気記録媒体の開発」

##### 1. 研究開発の必要性

進展の著しい情報化社会において、情報ストレージは需要が益々増大するとともに高密度化しており、1平方インチ当り1テラビットを超える次世代の高密度磁気記録媒体の開発・実用化が急がれている。1テラビットを超える次世代の媒体技術としては、金属ガラスを使用したパターンドメディアが、最も高密度、高精度かつ低コストで作製できる可能性が高いため、早急に実用化技術を確立する必要がある。

##### 2. 研究開発の具体的内容

共通基盤技術研究において開発された成果をもとに、高密度磁気記録媒体を試作し、磁気記録特性を確認する。

##### 3. 達成目標

平成23年度末までに、記録密度が1平方インチ当り2テラビットの超高密度磁気記録媒体の成立性を立証するとともに、実用化に必要な要素技術の検討を完了する。

## 研究開発項目⑤「超微小モータ用部材の開発」

### 1. 研究開発の必要性

高度化の著しいマイクロ機器の分野では、現在開発中の直径 1.5mm のギヤードモータをさらに下回る微小なモータの開発ならびに実用化への期待が大きい。そのため、複合化金属ガラスを用いてこれらの超微小モータ用の超々精密ギヤを開発し、超微小モータを試作して、早急に応用分野への展開を図る必要がある。

### 2. 研究開発の具体的内容

共通基盤技術研究において開発された成果をもとに、超微小モータを試作して、実用化に必要な諸特性を確認する。

### 3. 達成目標

平成 23 年度末までに、現状の世界最小ギヤードモータに比し、ギヤの大きさが  $1/2$  で、モータ全体の体積を  $1/3$  以下にした、直径 0.9mm の超微小モータを試作し、実用化を目指した性能評価を完了する。

## 研究開発項目⑥「高強度・高導電性電気接点部材の開発」

### 1. 研究開発の必要性

近年、携帯電話等に用いられている小型カードコネクタに対する小型化、高性能化の要求がますます高まっている。複合化金属ガラスを用いて、高強度と高導電性を併せ持つ接点部材を開発し、コネクタのピッチもしくは高さが従来の1/2の微細カードコネクタを試作して、早急に応用分野への展開を図る必要がある。

### 2. 研究開発の具体的内容

共通基盤技術研究において開発された成果をもとに、微細カードコネクタを試作して、実用化に必要な諸特性を確認する。

### 3. 達成目標

平成23年度末までに、コネクタのピッチが0.1mmもしくは高さが0.5mmの微細カードコネクタを試作し、実用化を目指した性能評価を完了する。

## ナノテク・部材イノベーションプログラム基本計画

### 1. 目的

このプログラムは、情報通信、ライフサイエンス、環境、エネルギーなど、あらゆる分野に対して高度化あるいは不連続な革新（ジャンプアップ）をもたらすナノテクノロジー及び革新的部材技術を確立するとともに、その実用化や市場化を促進することで、我が国産業の国際競争力の維持・強化や解決困難な社会的課題の克服等を可能とすることを目的とする。

### 2. 政策的位置付け

#### ○第 3 期科学技術基本計画（2006 年 3 月閣議決定）

- ・「ナノテクノロジー・材料分野」は、特に重点的に研究開発を推進すべき分野（重点推進 4 分野）の一つに指定されていて、優先的に資源配分することとされている。
- ・我が国の材料技術は、基礎研究から応用研究、素材、部材の実用化に至るまでの全ての段階において世界のトップレベルを堅持しており、我が国製造業の国際競争力の源泉となっている。

#### ○「イノベーション 25」（2007 年 6 月閣議決定）

- ・「ナノテクノロジー・材料分野」は、中長期的に取り組むべき課題として、「1. 生涯健康な社会形成」、「2. 安全・安心な社会形成」、「4. 世界的課題解決に貢献する社会形成」、及び「5. 世界に開かれた社会形成」の分野に位置付けられている。
- ・所要の措置を講じていくことが必要である事項として以下の点が指摘されている。
  - ・学際領域・融合領域における教育等人材育成、拠点形成
  - ・社会受容を促すための積極的な取り組み
  - ・知的財産確保のための戦略的な取り組み

#### ○「経済成長戦略大綱」（2006 年 7 月財政・経済一体改革会議）

- ・「我が国の国際競争力の強化」の取り組みとして、高度な部品・材料産業やモノ作り中小企業の強化が掲げられている。
- ・「技術戦略マップ」の活用等により、ユーザー企業との垂直連携による研究開発を推進することを通して、我が国経済発展の基盤である高品質、高性能な部品・材料産業の強化を図ることが今後の取組として記載されている。

#### ○「新産業創造戦略 2005」（2005 年 6 月経済産業省）

- ・部材分野は、新産業群の創出を支える共通基盤技術として位置づけられている。
- ・「高度部材・基盤産業」の集積を形成していることが、「ものづくり」に不可欠な基盤技術のネットワーク化を通じた現場レベルでの迅速かつ高度な摺り合わせを可能としており、我が国「ものづくり」の強みの源泉となっていると記載されている。

### 3. 達成目標

- ・世界に先駆けて、ナノテクノロジーを活用した非連続な技術革新を実現する。
- ・我が国部材産業の強みを更に強化することで、他国の追随を許さない競争優位を確保するとともに部材産業の付加価値の増大を図る。
- ・ナノテクノロジーや高機能部材の革新を先導することで、これら部材を活用した情報通信、ライフサイエンス、環境、エネルギーなどの幅広い産業の付加価値の増大を図る。
- ・希少金属などの資源制約の打破、圧倒的な省エネルギー社会の実現など、解決困難な社会的課題の克服を目指す。

### 4. 研究開発内容

[プロジェクト]

#### I. ナノテクノロジーの加速化領域

ナノテクノロジーを活用した不連続な技術革新を加速・促進する。

##### (1) 異分野異業種融合ナノテクチャレンジ（運営費交付金）

###### ①概要

革新的なナノテクノロジーを活用し、川上と川下の連携、異業種異分野の連携で行う部材開発に対して支援を行い、燃料電池、ロボット、情報家電、健康・福祉・機器・サービス、環境・エネルギー・機器・サービスの5分野に資するキーデバイスの実現を目指す。

###### ②技術目標及び達成時期

マテリアル・プロセス研究、加工・計測技術研究、昨今の環境意識向上に対応した研究、社会課題を解決するための基盤技術研究に加え、異分野等の融合研究を推進することにより、2011年度までにナノテクノロジーの産業化のための基盤的技術を確立し、実用化を図る。

###### ③研究開発期間

2007年度～2011年度

##### (2) ナノテク・先端部材実用化研究開発（運営費交付金）

###### ①概要

新産業創造戦略の趣旨に則り、革新的なナノテクノロジーを活用し、川上と川下の連携、異業種・異分野の連携で行うデバイス化開発の支援を行うため、

○ナノテクノロジー活用による材料・部材の高度化を図る先導的研究開発（ステージⅠ）

○ナノテクノロジー研究成果の部材等への課題設定型実用化により目指した開発支援（ステージⅡ）

について提案公募を実施する。

###### ②技術目標及び達成時期

2010年頃に想定される半導体微細加工の限界を克服するため、分子・原子を1つずつ制御し部品部材に組み上げる「ボトムアップ型」のナノテクノロジーなど革新的なナノテクノロジー等の活用により、情報家電・ロボット、燃料電池等新規産業5分野等において、従来の性能・効率を大幅に改善するナノテク・先端部材技術を開発し、我が

国が優位にあるナノテクノロジーを基盤とした国際的な産業競争力を強化することを目標とする。

③研究開発期間

2005年度～2011年度

## II. 情報通信領域

ナノテクノロジーや革新的部材開発技術を駆使して既存技術の微細化の壁を突破し、電子デバイス・光デバイスで世界をリードするとともに、高度化された製造技術の開発を行う。

### (1) ナノエレクトロニクス半導体新材料・新構造技術開発—うち新材料・新構造ナノ電子デバイス

①概要

ナノエレクトロニクスは、ナノテクノロジーの最大の応用領域の一つであり、デジタル・デバイスのCMOS構造というアーキテクチャは、優れた工学概念である。また、これまでの半導体技術の微細化に基づく高集積化・高速化・低消費電力化の追求は、シリコン材料をベースとするプレーナ構造を基本とした微細加工プロセスの高度化にあった。

しかし、さらなる微細化によるデバイスのパフォーマンス向上は物理的限界に直面しつつあり、問題は、FETを、シリコン材料をベースとして作製することにより現出していると考えられる。

そのため、次世代の電子デバイスのために「シリコンで培った微細化技術やデバイス原理をこれまで同様に活用しながら、シリコンという材料の物理的限界を突破するための“新材料”や“新(デバイス)構造”を実現すること」、すなわち、「New Nano Materials/Structure on Silicon for “More Moore”」の半導体技術を、ナノテクノロジーを最大限に活用することによって研究開発を行い、将来の産業応用への目を見出していく取りかかりとする。

②技術目標及び達成時期

2011年度までに、産業界が10年後を見据えた将来の電子デバイスを開発する際に、産業技術として活用できるかどうかの実現可能性を見極め、また技術シーズを確立する。

③研究開発期間

2007年度～2011年度

### (2) ナノエレクトロニクス半導体新材料・新構造技術開発—うち窒化物系化合物半導体基板・エピタキシャル成長技術の開発(運営費交付金)(再掲)

①概要

窒化物系化合物半導体は日本が強みを有し、パワーデバイス、高周波デバイス、発光デバイス等、今後のIT社会を支えとなることを期待されている分野である。しかし、既存のバルク単結晶基板成長技術やエピタキシャル成長技術では、従来の半導体では実現できない領域で動作可能なハイパワー、超高効率デバイス性能を十分に引き出すには至っていない。

これを突破するため、大学あるいは研究所を拠点に材料メーカー、デバイスメーカー、装置メーカー等が相互連携して、窒化物半導体の結晶欠陥低減技術やナノ構造作製技術等の革新を図り、これらデバイスの飛躍的な性能向上と消費電力削減の実現を図る。

#### ②技術目標及び達成時期

2011年度までに、次世代窒化物系半導体デバイスを実現する以下結晶作製技術を開発する。

##### 1) 基板技術 (GaN、AlNバルク結晶作製技術)

・口径2～4インチで高品質エピ成膜を可能とする低コストの単結晶基板作製技術の確立。

##### 2) エピ技術 (エピタキシャル成膜及び計測評価技術)

・低欠陥高品質エピ層を実現する成膜技術及び膜成長過程を計測評価する技術の確立。  
・高出力かつ高安定動作可能なエピ層の実現  
・高耐圧超高速な新しいデバイス構造の開発

#### ③研究開発期間

2007年度～2011年度

### (3) スピントロニクス不揮発性機能技術プロジェクト (運営費交付金)

#### ①概要

将来のエレクトロニクスにおいて中核的な基盤技術となり得るスピントロニクス技術 (電子の電荷ではなく、電子の自転=「スピン」を利用する全く新しいエレクトロニクス技術) を確立するため、強磁性体ナノ構造体におけるスピンの制御・利用基盤技術を開発し、我が国が世界に誇るシーズ技術を核として、産学官の共同研究体制を構築し、将来の中核的エレクトロニクス技術における我が国の優位性の確保を図る。

#### ②技術目標及び達成時期

2010年度までに、超高集積で高速な不揮発性メモリとして期待されるスピンメモリのための基盤技術を確立する。また、新ストレージ・メモリデバイス、不揮発性スピン光機能素子、スピン能動素子等の新しい動作原理によるスピン新機能素子の実現のための基盤技術を確立する。

#### ③研究開発期間

2006年度～2010年度

### (4) 三次元光デバイス高効率製造技術 (運営費交付金)

#### ①概要

波面制御素子による空間光変調技術を確立し、ガラス中に三次元造形を高精度に一括形成できるプロセス技術を開発する。この技術を用いて、具体的な光デバイスを作製し、当該技術の有効性の確認と市場への早期参入のための基盤技術を確立する。

#### ②技術目標及び達成時期

2010年度までに波面制御素子による空間光変調技術を用いたフェムト秒レーザー照射技術等を確立し、高精度の光デバイスを高速に作製できるプロセス技術を開発する。

#### ③研究開発期間



2006年度～2010年度

(5) 次世代高度部材開発評価基盤の開発\* (運営費交付金) (再掲)

①概要

エネルギー需給構造の高度化を図る観点から行うものである。半導体産業分野で、集積回路の消費電力低減に必要な配線形成用各種材料等の開発のネックとなっているナノレベルでの材料間の相互影響を評価可能な統合部材開発支援ツールを開発する。これにより、集積回路の種類やデザインルールに応じて、配線形成用各種材料とプロセスの最適な組み合わせの提案技術(統合的材料ソリューション提案技術)を確立する。

②技術的目標及び達成時期

2008年度までに、半導体材料開発に貢献する材料評価基盤を構築するとともに、上記の統合的材料ソリューション提案技術を確立する。また、本プロジェクトを通して得られた基礎データ等については、プロジェクト実施期間中にデータを体系的に整理し、幅広く社会に提供を図る。

③研究開発期間

2006年度～2008年度

(6) 超フレキシブルディスプレイ部材技術開発\* (運営費交付金) (再掲)

①概要

エネルギー需給構造の高度化を図る観点から、製造工程等の省エネルギー化を実現するために行う。従来、表示デバイスの製造には、真空蒸着と高温下での焼成と、それに伴う排ガス排水処理が必須であった。これを、ロールtoロール方式に代替することで常圧、常温下での製造を実現し、フレキシブルな薄型ディスプレイを効率よく製造する。そのために、有機TFT材料およびコンタクトプリント技術等を開発する。

②技術的目標及び達成時期

2009年度までに、実用化に向けた実証のための巻き取り方式ディスプレイのプロトタイプを試作する。またフレキシブルデバイス材料開発に貢献する部材ならびに薄膜複合化技術を開発し、これらをパネル化するための実用化技術を確立する。

③研究開発期間

2006年度～2009年度

(7) 低損失オプティカル新機能部材技術開発\* (運営費交付金) (再掲)

①概要

エネルギー需給構造の高度化を図る観点から行うものであり、近接場光の原理・効果を活用した低損失オプティカル新機能部材技術を開発し、実用化の目処を得ることを目的とする。動作原理に近接場光を用いるオプティカル新機能部材は、従来の材料特性のみに依存した光学部品では不可能な機能・性能を発揮し、液晶プロジェクター・液晶ディスプレイなど情報家電の省エネルギー、高性能・高信頼化を図る上でのキーデバイスとなることが期待できる。

②技術目標及び達成時期

2010年度までに、共通基盤技術として、ナノ構造部材の設計・作製・評価技術を開発するとともに、ナノ構造部材に発現する近接場光の機能を動作原理とする低損失オプティカル新機能部材を検討し機能を確認する。

③研究開発期間

2006年度～2010年度

### Ⅲ. ライフサイエンス・健康・医療領域

ナノテクノロジーを駆使して初めて可能となる診断・治療により革新的な医療を実現する。

(1) 次世代DDS型悪性腫瘍治療システムの研究開発事業（運営費交付金）（再掲）

（深部治療に対応した次世代DDS型治療システムの研究開発事業）

①概要

DDSのさらなる裾野の拡大、及び早期実用化を目指し、様々な外部エネルギー（機器技術）と薬剤技術を組み合わせることにより、比較的人体の深部にある臓器（肺、消化器）等のがんを対象としたDDS型治療システムの開発を行う。

②技術目標及び達成時期

光線力学治療システムの前臨床試験の開始及び治療効果・安全性の検証と、超音波診断・治療システムの前臨床試験を可能とする薬剤及び装置の完成に関する開発を難治性がんの治療に向けて行う。

③研究開発期間

2006年度～2009年度

(2) 個別化医療実現のための技術融合バイオ診断技術開発（運営費交付金）（再掲）

①概要

我が国が有する微細加工技術・表面処理技術といったナノテク等の強みを活かし、染色体異常を高感度、高精度かつ迅速、安価で非コード領域までを検出するゲノムアレイや解析基盤技術開発を行うとともに、全自動解析システムの開発を行う。

②技術目標及び達成時期

2010年度までに、BAC（染色体の断片）を用いた非コード領域を含むゲノム全領域を検出できる高精度ゲノムアレイを開発する。さらに、臨床現場において、微量サンプル（数ナノグラム）から、12時間以内に染色体異常（増幅、欠失、コピー数多型等）を、低コストかつ定量性・再現性を確保して検出ができる自動染色体異常解析システムのプロトタイプを開発する。

③研究開発期間

2006年度～2010年度

(3) 分子イメージング機器研究開発プロジェクト（運営費交付金）（再掲）

(3-1) 生活習慣病超早期診断眼底イメージング機器研究開発プロジェクト

①概要

細小血管の分子レベルでの代謝機能を非侵襲で可視化する細胞代謝イメージングを実現し、代謝異常を細胞レベルで観察することにより、循環器系疾患等の早期の診断・治

療を図る。

②技術目標及び達成時期

2009年度までに、ナノテクノロジーを活用した光学基盤技術等を確立することにより、細胞やタンパク質レベルの組織診断を可能とする機器を開発する。

③研究開発期間

2005年度～2009年度

(3-2) 悪性腫瘍等治療支援分子イメージング機器研究開発プロジェクト

①概要

良性・悪性の区別も含めた腫瘍の超早期診断を実現するため、悪性腫瘍に特異的に反応する標的物質を利用することにより生体細胞の分子レベルの機能変化を抽出・検出できる機器の開発を行う。

②技術目標及び達成時期

2009年度までに、全身で3mm、局所で1mmの分解能を有する分子イメージング機器を開発する。

③研究開発期間

2005年度～2009年度

IV. エネルギー・資源・環境領域

ナノテクノロジーや革新的部材開発技術を駆使して、エネルギー・資源・環境等の社会的制約を克服すると同時に我が国の強みであるナノテク関連産業・部材産業の競争力を強化する。

(i) エネルギー制約の克服

(1) サステナブルハイパーコンポジット技術の開発（運営費交付金）（再掲）

①概要

炭素繊維複合材料は、軽量、高強度等の優れた特性を有している。従来の熱硬化性樹脂を用いた炭素繊維複合材料では成形性・加工性に乏しくリサイクルが困難であったため、熱可塑性樹脂を用いた炭素繊維複合材料（CFRP）の開発を行う。

②技術目標及び達成時期

2012年度までに、炭素繊維と熱可塑性樹脂との中間基材を開発し、熱可塑性CFRP加工技術を開発する。

③研究開発期間

2008年度～2012年度

(2) 革新的ガラス溶融プロセス技術開発（運営費交付金）（再掲）

①概要

プラズマ等による高温を利用し瞬時にガラス原料をガラス化することにより、極めて効率的にガラスを気中で溶融（インフライトメルティング法）し省エネに資する革新的ガラス溶融プロセス技術を開発する。

②技術目標及び達成時期

2012年度までに、インフライトメルティング法により原料を溶解する技術、カレットをガラス原料として利用するため高効率で加熱する技術、カレット融液とインフライトメルティング法による原料融液とを高速で混合する技術を開発する。

③研究開発期間

2008年度～2012年度

(3) 高温超電導電力ケーブル実証プロジェクト（運営費交付金）（再掲）

①概要

革新的な超電導送電技術を確立するため、工業生産プロセスで実用化レベルに達している高温超電導線材を活用し、実用化のための実証試験及び評価を行う。

②技術目標及び達成時期

2011年度までに、200MVA級の中間接続部を有した三心一括型高温超電導ケーブルを、冷却装置や保護装置などの付帯設備とともに66KV実系統に接続して、12ヶ月以上の長期連系試験を行うことによって総合的な安全性や信頼性を実証する。

③研究開発期間

2007年度～2011年度

(4) マルチセラミックス膜新断熱材料の開発（運営費交付金）（再掲）

①概要

住宅やビルなどの冷暖房における大幅な省エネを実現する画期的な断熱性能を示す壁および窓材料を、セラミックスのナノ多孔体構造やナノ羽毛状構造およびセラミックス・ポリマー複合化構造などからなるマルチセラミックス膜アセンブリ技術によって開発する。

②技術目標及び達成時期

2011年度までに、熱貫流率（熱の伝わりやすさ）が $0.3\text{W}/\text{m}^2\text{K}$ 以下、壁厚さ10mm程度の超断熱壁材料および熱貫流率が $0.4\text{W}/\text{m}^2\text{K}$ 以下、光（可視光）透過率が65%以上（Low-Eガラス使用）、ヘイズ率が1%以下の超断熱窓材料を実現する。

③研究開発期間

2007年度～2011年度

(5) カーボンナノチューブキャパシタ開発プロジェクト（運営費交付金）（再掲）

①概要

従来の活性炭電極では不可能な高出力かつ高エネルギー密度の電気二重層キャパシタを実現するため、高度に配向した長尺の単層カーボンナノチューブの大量合成技術を開発するとともに、これを用いたキャパシタ電極の開発を行う。

②技術目標及び達成時期

2010年度までに、単層カーボンナノチューブの高度配向技術及び大量生産技術を確立するとともに、キャパシタ製造技術を確立することで、 $20\text{Wh}/\text{Kg}$ の高エネルギー密度と耐久性を有する電気二重層キャパシタを開発する。

### ③研究開発期間

2006年度～2010年度

## (6) 発電プラント用超高純度金属材料の開発（運営費交付金）（再掲）

### ①概要

従来の金属材料と比べ耐食性、耐久性、加工性などの飛躍的な向上が期待できる超高純度金属材料の発電プラント部材としての実用化を目指し、低コスト・量産化製造プロセス、及び加工・溶接技術等の開発を行い、部材としての実用特性の評価・検証を行う。また、実用化に向けたフィージビリティ調査を行い経済性の評価等を実施するとともに、材料特性に関するデータベースの整備及びそれに必要な試験研究を行う。

### ②技術目標及び達成時期

2009年までに、不純物総量100ppm未満、溶解量数100kg以上の低コスト・量産化技術製造技術を開発するとともに、製造された超高純度材料が発電プラントの各種機器に適用でき、本材料の持つ優れた特性を長期に亘って発揮できることを確認する。

### ③研究開発期間

2005年度～2009年度

## (7) セラミックリアクター開発（運営費交付金）（再掲）

### ①概要

電気化学的に物質やエネルギーを高効率で変換する次世代型セラミックリアクターの実現のため、低温作動と急速作動停止を可能とする材料の開発とマイクロセルの集積構造化技術等の開発を行う。

### ②技術目標及び達成時期

2009年度までに、新電解質材料の適用や電極反応の高効率化等による、低温作動時（650℃以下）での出力性能を向上させる材料技術と共に、マイクロセルの集積構造化や精緻なインターフェース構築のための製造プロセス技術を開発。そして、これらの技術を統合することにより、次世代型セラミックリアクターとしてのプロトタイプモジュール実証（出力性能2kW/L等）を行う。

### ③研究開発期間

2005年度～2009年度

## (8) 高機能チタン合金創製プロセス技術開発プロジェクト（再掲）

### ①概要

大量の電力を必要とする従来のバッチ処理方式のチタン製錬法（クロール法）を、エネルギー効率の高い連続処理方式へ転換する抜本的なプロセス改善のための技術を開発する。また、併せて、成形性の高いチタン合金設計技術及び成形プロセス技術を開発する。

### ②技術目標及び達成時期

2008年度までに省エネ型チタン新製錬プロセスの基盤技術を開発し、2010年

までに実用化を目指す。また、本製錬技術により得られるチタンをベースとして、加工性、強度等をさらに向上させた合金設計・成形プロセス技術を確立する。

③研究開発期間

2005年度～2008年度

(ii) 資源制約の克服

(1) 希少金属代替材料開発プロジェクト（運営費交付金）

①概要

希少金属は、特殊用途において希少な機能を発揮する一方で、その希少性・偏在性・代替困難性から、市場メカニズムが必ずしもうまく機能せず、その供給停止は川下の経済成長の制約要因となり得るリスクを伴っている。近年、「コンピュータによる材料設計」、「ナノテクによる微細構造制御」等が飛躍的に向上した結果、従来出来なかった、「コンピュータによる最適制御設計による候補元素系の探索」、「結晶粒界、界面の制御等マイクロ構造の制御」等が可能となりつつあることから、こうした最先端技術を用いることで、希少金属の新たな代替／使用量低減技術を開発する。

②技術目標及び達成時期

2011年度までに、以下希少金属元素の使用原単位について現状と比較して以下の低減ができる製造技術を開発し、ユーザー企業、大学等の外部機関に対して機能評価のためにラボレベルで提供できる（試料提供）水準に至るまでの技術を確立することを目標とする。また、製品の機能や製造コストは現状と同等を少なくとも維持することを前提とする。

〔対象元素〕	〔使用原単位の低減目標値〕
・透明電極向けインジウム（In）	：現状から50%以上低減
・希土類磁石向けディスプロシウム（Dy）	：現状から30%以上低減
・超硬工具向けタングステン（W）	：現状から30%以上低減

③研究開発期間

2007年度～2011年度

(iii) 環境制約の克服

(1) グリーン・サステイナブルケミカルプロセス基盤技術開発

①概要

化学品等の製造プロセスにおけるシンプル化、クリーン化、原材料・資源の多様化、更に、廃棄物の減容化、容易なりサイクル等を実現し、産業競争力強化、国際規制の先取りを図って、将来にわたっても持続的に化学品等を製造するための必要な新規なGSC（グリーン・サステイナブルケミストリー）プロセスを開発する。

②技術的目標及び達成時期

2015年度までに、有害な化学物質を大幅に削減、使わない革新的なプロセス及び化学品の開発や廃棄物、副生成物の大幅に削減できる革新的なプロセス及び化学品の開発を行う。

③研究開発期間

2008年度～2015年度

(2) 次世代高信頼性ガスセンサ技術開発 (運営費交付金) (再掲)

①概要

一酸化炭素中毒やガス漏れなどのガス事故を限りなくゼロに近づけるため、センサー素子のナノレベルでのメカニズム解析及び開発設計を行い、コードレスで高信頼性を有する次世代高信頼性ガスセンサー (COセンサー・メタンセンサー) を開発する。

②技術目標及び達成時期

2011年度までに、最先端のナノテクノロジー及びMEMS技術を導入し、電池駆動で5年以上の長寿命、高信頼性 (数百ppm以下の故障率)、低コストなCOとメタンのセンサーを開発する。

③研究開発期間

2008年度～2011年度

(3) 革新的膜分離技術の開発 (再掲)

①概要

河川水等の浄水工程における、微量の有害物質、微生物等の除去に係る水処理技術のうち、分離膜方式による高効率 (省エネ) な分離技術を開発する。

②技術目標及び達成時期

2012年度までに、ナノテクノロジー等新技術を用いて新素材を開発し、高度な水質制御と高速処理を兼ねた膜ろ過システムを開発する。

③研究開発期間

2008年度～2012年度

(4) 循環社会構築型光触媒産業創成プロジェクト (運営費交付金)

①概要

我が国で発見された光触媒技術の新産業分野開拓を目指し、サイエンスにさかのぼることにより、紫外光のみならず、可視光レベルでの性能・機能の飛躍的な向上のための技術基盤を構築する。これにより、従来では困難とされてきた医療関連分野や土壌処理、PFC処理/フッ素回収などの環境関連分野等に光触媒技術を導入し、光触媒の最大のメリットである自然エネルギーを利用した安心・安全な環境を提供できる技術を開発する。

②技術目標及び達成時期

2011年度までに、材料レベルで紫外光応答型2倍、可視光応答型10倍の感度向上を達成し、その高感度光触媒を適用した薄膜プロセス技術の基盤技術を確立する。

③研究開発期間

2007年度～2011年度

(5) 革新的マイクロ反応場利用部材技術開発\* (運営費交付金) (再掲)

①概要

エネルギー需給構造の高度化を図る観点から行うものであり、マイクロリアクター、ナノ空孔などの精密反応場を利用し、反応分子の自由な運動を活性種レベルで制御した革新的な化学反応プロセスと新機能材料創成技術の確立を目指す。さらに、マイクロリアクターとナノ空孔反応場の組み合わせ、各反応場とマイクロ波等のエネルギー供給手段との組み合わせにより協奏的反応場を構成し、さらなる高効率生産等を可能にする基盤技術を開発する。これらの技術の確立により、反応システムの小型化、多段プロセスの簡略化等を通じた化学産業の製造工程等の省エネルギー化を図る。

②技術的目標及び達成時期

2010年度までに、マイクロリアクター技術、ナノ空孔技術を軸とし、これらに更にマイクロ波、超臨界流体等のエネルギー供給手段を組み合わせた協奏的反応場を構成することにより、これまでにない革新的な化学反応プロセスを確立し、新機能材料創成技術を実現する。さらに、これらの技術を用いて高性能・高機能電子材料、医薬中間体などの部材を開発する。

③研究開発期間

2006年度～2010年度

(6) 高感度環境センサ部材開発\*

①概要

ダイオキシンをはじめとする微量有害有機物質を高感度・高選択・安価・迅速に計測するため、分子認識部位として生体分子を用い、有害有機物質の結合の有無・量を直接電気信号に変換するセラミックスセンシング材料（電極材料）を用いたセンサ部材を開発する。

②技術目標及び達成時期

2010年度までに、ダイオキシン類、エストラジオール及びビスフェノールAについて、0.001ng・mlの濃度において有意な電気信号として検出し得る小型・携帯型計測器に挿入可能な寸法のセンサ部材の開発を目標とする。

③研究開発期間

2006年度～2010年度

V. 材料・部材領域

極めて広範囲な産業領域に波及する材料・部材領域について、ユーザー製造業等との連携（川上・川下連携）を促進し、高度な部材産業群の「すり合わせ力」を一層強化する。

(1) 高機能複合化金属ガラスを用いた革新的部材技術開発（運営費交付金）

①概要

複合化金属ガラス（金属ガラスマトリックス中に第二相として微結晶や微粒子または微小空隙等を分散させたもの）を創製して、次世代高密度記録媒体、超微小モータ用部材および高強度・高導電性電気接点部材を開発する。

②技術目標及び達成時期

2011年度までに、複合化金属ガラス合金を創製し、従来の金属ガラス単層合金の持つ優れた特徴に加えて、塑性加工性、硬磁気特性、高電気伝導性等を付与する。この



複合化金属ガラスの新規特性を用いて、従来の金属ガラス単層合金では為しえなかった革新的部材の開発を行い、さらに多様な工業製品に応用することで、我が国産業の優位性を確保する。

③研究開発期間

2007年度～2011年度

(2) 超ハイブリッド部材技術開発（運営費交付金）

①概要

従来実現が不可能と考えられていた相反する複数機能（トレードオフ機能）を両立できる材料を、異種素材の組合せ（ハイブリッド化）により実現するための技術を開発する。要素技術として、異種材料間の界面挙動をシミュレーション技術等により解明し、ナノレベルよりもさらに微小な原子・分子レベルでのハイブリッド化構造・配列制御のための合成技術を開発する。従来の単一材料では実現困難であったトレードオフの性能を引き出すことで、自動車用構造材料、パワーデバイス用材料、光学材料等を出口イメージとした、高機能革新部材製造に必要な技術基盤を開発する。

②技術目標及び達成時期

2011年度までに、電気・電子材料、光学材料、その他工業材料について従来材料では実現できなかった相反機能を解消するとともに、市場評価が可能な成果物を供試し、市場（ユーザー）から、客観的な実用化研究開発課題を抽出する。また、単なる相反機能の解消ではなく、相反機能を制御・実現する技術を開発する。

③研究開発期間

2007年度～2011年度

(3) 鉄鋼材料の革新的高強度・高機能化基盤研究開発（運営費交付金）（再掲）

①概要

プラント、構造物や自動車等の革新的な高効率化、省エネルギー化、長寿命化、安全・安心化を図るため、最新の科学的知見を導入し、鉄鋼材料及び鋼構造体を超高機能化する基盤的研究開発を行う。具体的には、高強度鋼、高機能鋼の実用化拡大の基盤となる(1)高級鋼厚板(高強度鋼、極低温用鋼、耐熱鋼)溶接部の信頼性・寿命を大幅に向上する溶接施工技術(高密度・清浄熱源溶接技術)、及び金属組織制御技術を基本とする材料技術(クリープ破壊及び水素破壊の機構解明等を踏まえた)の開発、(2)部材の軽量化を図るために強度、加工性等の最適機能傾斜を付与する機械部品鍛造技術(駆動部材の信頼性確保のための耐疲労破壊特性の向上を踏まえた)の開発を行う。

②技術目標及び達成時期

2011年度までに、高級鋼厚板(高強度鋼・極低温用鋼・耐熱鋼)の溶接を予熱・後熱なしに可能とする溶接技術と材料技術を開発するとともに、傾斜機能部材の鍛造技術を開発する。

③研究開発期間

2007年度～2011年度

#### (4) マグネシウム鍛造部材技術開発プロジェクト\* (運営費交付金)

##### ①概要

マグネシウム合金部材について、製品歩留まりが高く、高耐疲労性を付与する鍛造技術の開発を行う。また、循環型素材としてのマグネシウム合金部材の特性を活かし、リサイクル材の鍛造用ビレット化に係る課題抽出を行う。当該技術開発により、マグネシウム鍛造部材製造技術の基盤を構築し、我が国の家電、自動車等の川下産業の競争力の強化に不可欠な高度部材を供給する。

##### ②技術目標及び達成時期

2010年度までに高強度・高耐疲労・加工性に優れたマグネシウム鍛造技術を確立する。

##### ③研究開発期間

2006年度～2010年度

#### (5) 先端機能発現型新構造繊維部材基盤技術の開発\* (運営費交付金)

##### ①概要

電界紡糸や熔融紡糸等により創製される極微細な繊維状材料に対してナノオーダーの成形加工や微細な界面加工ならびに複合化することで材料を高機能化した革新的部材を創出する。高機能新材料を求めるユーザーの要望を満たす繊維の極微細加工と高次複合化を解決する基盤技術開発を行う。

##### ②技術的目標及び達成時期

2010年度までに、電界紡糸法による繊維高機能化、大型装置化技術およびナノ熔融分散紡糸法による超極細炭素繊維製造技術を開発し、これら基盤技術を活用して、高性能・高機能電池用部材、高性能・高機能フィルター用部材、高性能・高機能医療衛生用・産業用部材を開発する。

##### ③研究開発期間

2006年度～2010年度

#### (6) 次世代光波制御材料・素子化技術\* (運営費交付金) (再掲)

##### ①概要

エネルギー需給構造の高度化を図る観点から行うものであり、ガラス材料に関する精密モールド技術を確立し、機能性の高い光波制御素子を低コストで生産できるプロセス技術を開発することで部材の小型化・高機能化を図りつつ、省エネを実現する。

##### ②技術目標及び達成時期

2010年度までにサブ波長レベルの微細構造をガラス表面にモールド成形する技術を実現し、実装可能な具体的なデバイスを作製する。

##### ③研究開発期間

2006年度～2010年度

## VI. ナノテクノロジー・部材分野推進共通基盤領域

ナノテクノロジー、部材分野の研究開発に必要な加工・計測・解析技術等の共通基盤の確

立とともに、信頼性、普遍性、安全性等のリスク不安に対処したリスク管理手法を開発し、社会に貢献する産業化の支援を相互的に推進する。

(1) ナノ粒子の特性評価手法開発（運営費交付金）

①概要

ナノ粒子のキャラクタリゼーション、計測技術の確立とともに、生体影響等評価手法、暴露評価手法及びナノテクノロジーによるリスク不安に対処したリスク管理手法を開発する。

②技術目標及び達成時期

2008年度までに、ナノ粒子のキャラクタリゼーション及び計測技術を確立するとともに、2010年までに、生体影響等評価手法、暴露評価手法及びリスク評価手法を開発し、ナノ材料のリスク評価指針及びナノ粒子の管理指針の提言を行う。

③研究開発期間

2006年度～2010年度

(2) 高度分析機器開発実用化プロジェクト\*（再掲）

①概要

燃料電池・情報家電・ナノテクといった先端新産業において、材料解析・性能評価・品質管理等で必要とされる超微量・超低濃度試料の分析技術の開発を行う。これら産業化の各フェーズに適した分析技術を開発することにより、先端新産業の事業化や製品の高付加価値化を図る。

②技術目標及び達成時期

2008年度までに希ガスイオン源を搭載した集束イオンビームの開発、低加速・高分解能・高感度の元素分析用顕微鏡の開発、超微量試料用分離・分析技術の開発を行う。

③研究開発期間

2006年度～2008年度

注：\*印のある研究開発プロジェクトは2006年度より開始された新産業創造高度部材基盤技術開発の一環として実施しているもの。

## 5. 政策目標の実現に向けた環境整備（関連施策）

ナノテクノロジーは、情報通信、環境、エネルギーなどの分野における科学技術の進歩や課題解決に貢献する重要な技術シーズである。そのため、ナノテクノロジーの研究開発と一体となった関連施策を実施することで、その成果を市場に出していくことが重要である。主な関連施策を、以下に示す。

### 〔技術戦略マップ〕

- ・NEDO及び経済産業省では、技術戦略マップを策定、毎年改訂し、ナノテク・部材分野の将来の方向性を見定めながら、合理的かつ効果的な研究開発プロジェクトを推進しているところ。また、技術戦略マップを活用して、多様な連携（川上川下の垂直連携、異業種間の水平連携など）による研究開発を促進、支援し、当該分野の技術革新を促進する。

### 〔サンプル提供・実用化促進〕

- ・NEDOでは、実施するナノテクノロジー関連の研究開発プロジェクト成果のサンプルを対象として、それらを活用した用途の開発、実用化ないし製品化提案を有する企業とのマッチングを図ることで、プロジェクトの事業化を促進する取組みを実施しているところ。

### 〔基準・標準化〕

- ・ナノテクノロジーの標準化については、研究開発プロジェクトを推進する上で、適切な活動（国際規格ISO/IEC、日本工業規格JIS、その他）を実施し、我が国のナノテクノロジー分野の研究開発、産業活動の効率向上を図り、研究開発の成果が社会で普及する環境を整備する意味でも重要である。これまでの主な取組みについては、下記のとおり。
- ・2005年5月にナノテクノロジーの標準化に向けてISO/TC229の設立がされ、「用語と命名法」、「計測とキャラクタリゼーション」、「健康・安全・環境」の3つのWGにおいて、国際標準化の策定に向けて議論が開始された。
- ・また、2007年6月にシンガポールで開催された第5回総会以降、「材料規格」の分科会の設立に向けて対応しているところ。
- ・さらに、2006年9月にはナノテクノロジーに関する電気電子技術の標準化に向けてIEC/TC113が設立され、「用語と命名法※」、「計測とキャラクタリゼーション※」、「性能評価」の3つのWGにおいて、国際標準化の策定に向けて議論が開始されている。（なお、※はISO/TC229とのジョイントWGとなっている。）

### 〔広報〕

- ・ナノテクノロジーに関する先端技術及び製品等の世界最大の展示会である「nano tech」が毎年日本で開催されている。2002年に開催された第1回以降、出展者来場者ともに増加傾向にあり、近年は海外、とくにヨーロッパ・アジア等の出展が目立つようになってきている。

### 〔社会受容〕

- ・ナノテクノロジーの社会受容に対する取組みは、ナノテクノロジーの産業化を推進するため、例えば工業ナノ粒子のキャラクタリゼーション技術や人の健康や環境に及ぼす影響など、潜在的な課題に関する知見を蓄積する取組みが重要である。

- ・経済産業省では、2006年度から「ナノ粒子特性評価手法の研究開発」を開始し、工業ナノ粒子の有害性評価手法、また、そのリスク評価手法の確立を目標としたプロジェクトを開始しているところ。

#### 〔人材育成〕

- ・経済産業省では、「製造中核人材育成事業」を実施しており、産学連携による波及効果の高い人材育成プログラムを開発、実践している。ナノテクノロジー関連の人材育成プログラムも複数実施しているところ。

#### （例）ナノテク製造中核人材の養成プログラム

概要：情報家電、燃料電池、ロボット、医療機器、バイオ等の応用分野において、その産業の基盤と創出を支える中堅企業を対象として、「基礎加工技能・技術、特殊な要素技能・技術に習熟し、製造技術の高度化を図る人材」及び「豊富なナノ加工プロセスの知識や先端機器を使いこなすノウハウ等を習熟し、製造現場の技能・技術を統括できず人材」を育成するもの。

- ・NEDOでは、我が国の産業技術の発展のため、先端分野や融合分野の技術を支える人材の育成と、人的交流の面から産学連携を促進するための「場」の形成を促進する取り組みを実施している（NEDO特別講座）。具体的には、優れた成果を生み出しつつあり、大学が技術の中核となっている研究開発プロジェクトをコアプロジェクトとし、そのプロジェクトリーダーの所属大学に拠点を設置し、関連技術の人材育成、人的交流の拡大、周辺研究の実施を行うもの。ナノテクノロジー関連の研究開発プロジェクトも複数実施しているところ。

#### 〔他省庁との連携〕

- ・総合科学技術会議／連携施策群において、「ナノバイオテクノロジー」「ナノテク研究推進と社会受容」が設置され、関係省庁と連携して実施しているところ。
- ・経済産業省が実施する研究開発プロジェクトにおいては、文部科学省など他省庁との連携の可能性について検討を行い、研究開発プロジェクトの立案、推進しているところ。

（例）ナノエレクトロニクス半導体新材料・新構造技術開発—うち新材料・新構造ナノ電子デバイスプロジェクト、希少金属代替材料開発プロジェクト など

## 6. 研究開発の実施に当たっての留意事項

事業の全部又は一部について独立行政法人の運営費交付金により実施されるもの（事業に（運営費交付金）と記載したもの）は、中期目標、中期計画等に基づき、運営費交付金の総額の範囲内で、当該独立行政法人の裁量によって実施されるものである。

## 7. 改訂履歴

- (1) 平成12年12月28日付け制定。
- (2) 平成14年2月28日付け制定。材料ナノテクノロジープログラム基本計画（平成12・12・27工総第16号）は、廃止。
- (3) 平成15年3月10日付け制定。ナノテクノロジープログラム基本計画（平成14・02・25産局第8号）は、廃止。
- (4) 平成16年2月3日付け制定。ナノテクノロジープログラム基本計画（平成15・03・07産局第1号）は、廃止。
- (5) 平成17年3月31日付け制定。ナノテクノロジープログラム基本計画（平成16・02・03産局第7号）は、廃止。
- (6) 平成18年3月31日付け制定。ナノテクノロジープログラム基本計画（平成17・03・25産局第4号）は、廃止。
- (7) 平成19年4月2日付け制定。ナノテクノロジープログラム基本計画（平成18・03・31産局第13号）は、廃止。
- (8) 平成14年2月28日付け制定。
- (9) 平成15年3月10日付け制定。革新的部材産業創出プログラム基本計画（平成14・02・25産局第9号）は、廃止。
- (10) 平成16年3月7日付け制定。革新的部材産業創出プログラム基本計画（平成15・03・07産局第5号）は、廃止。
- (11) 平成17年3月31日付け制定。革新的部材産業創出プログラム基本計画（平成16・03・07産局第5号）は、廃止。
- (12) 平成18年3月31日付け制定。革新的部材産業創出プログラム基本計画（平成17・03・25産局第3号）は、廃止。
- (13) 平成19年4月2日付け制定。革新的部材産業創出プログラム基本計画（平成18・03・31産局第14号）は、廃止。
- (14) 平成20年4月1日付け、ナノテク・部材イノベーションプログラム基本計画制定。ナノテクノロジープログラム基本計画（平成19・03・20産局第1号）および革新的部材プログラム基本計画（平成19・03・19産局第4号）は、本イノベーションプログラム基本計画に統合することとし、廃止。

# 事前評価書（案）

作成日		平成19年2月20日
1. 事業名称 (コード番号)	高機能複合化金属ガラスを用いた革新的部材技術開発	
2. 推進部署名	ナノテクノロジー・材料技術開発部	
3. 事業概要	<p>(1) 概要：                      これまでの金属ガラスの実用化研究では、高強度、低ヤング率、軟磁気特性、粘性流動加工性等に着目して、金属ガラスの単相合金を用いた部材開発を行ってきた。本プロジェクトでは、金属ガラス相と第二相を複合化させることで複合化金属ガラスを創製し、従来の金属ガラスの持つ優れた特徴に加えて、塑性加工性、硬磁気特性、高電気伝導性等の特性を付与する。この複合化金属ガラスの新規な特性を用いて、金属ガラス単相合金では為し得なかった以下に掲げる革新的部材の開発を行う。</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・次世代高密度磁気記録媒体</li> <li>・超微小モータ用部材</li> <li>・高強度・高導電性電気接点部材</li> </ul> <p>(2) 事業規模：総事業費 約 25 億円                      (平成 19 年度事業費 3.5 億円)</p> <p>(3) 事業期間：平成 19 年度～23 年度 (5 年間)</p>	
4. 評価の検討状況	<p>(1) 事業の位置付け・必要性</p> <p>1) 必要性</p> <p>    現行の「金属ガラスの成形加工技術」プロジェクトでは、金属ガラス単相合金の高強度、低ヤング率、粘性流動加工性等に着目した部材開発を行い、世界トップレベルの製品への実用化に目途を付けてきた。最近の先導的研究の結果、金属ガラス母相中に第二相として微結晶や微粒子または微小空隙等を分散させた複合化金属ガラスが大きな塑性加工性、硬磁気特性あるいは高電気伝導性等を示すことが明らかとなっており、欧米諸国もこの流れに沿った追従研究を盛んに行いはじめた。このような複合化金属ガラスの創製と特性制御により、従来の金属ガラス単相合金が適用できなかった新規用途の開拓を世界に先駆けて実施するとともに、高機能の複合化金属ガラスを用いた革新的部材の早期実用化・事業化を促進するためにも、本プロジェクトの実施が必要である。さらに、他国の追従を封じて、日本発の材料である金属ガラスをさらに多様な工業製品に応用することで我が国産業の優位性を確保し続けることが急務である。</p> <p>2) 位置付け</p> <p>    本事業は技術戦略マップ上で下記のように位置付けられる。</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・次世代高密度磁気記録媒体</li> </ul> <p>    部材分野：情報家電－記録部材－超高密度ハードディスク用磁気記録材料</p>	

ナノテク分野：ナノ加工－ナノインプリンター－HDD 基盤のパターン形成

／ストレージ－ハードディスクの高密度化

情報通信分野：ストレージ－磁性系ストレージ技術－パターン媒体

・超微小モータ用部材

部材分野：情報家電－素子・センサー部材－小型・高出力アクチュエータ部材

／ロボット用部材－超微細駆動制御用部材

・高強度・高導電性電気接点部材

部材分野：情報家電－実装部材－環境適応部材

## (2) 研究開発目標の妥当性

### 【共通基盤技術】

#### ① 複合化金属ガラスによる硬磁性・ナノ構造部材技術

進展の著しい情報化社会において、情報ストレージは需要が益々増大するとともに高密度化しており、1平方インチ当たり1テラビットを超える次世代の高密度磁気記録媒体の開発・実用化が急がれている。現在は、ハードディスク等の磁気記録媒体を従来の面内記録方式から垂直記録方式へ転換することにより高記録密度化が図られている。しかし、垂直記録媒体として用いられているグラニューラ媒体は、粒子配列が不規則なため超高密度化には限界があり、さらに磁性粒子が隣接しているため、記録密度が1平方インチ当たり1テラビットを超えるようになると、熱揺らぎの影響により記録が不安定となる問題がある。

このため、1テラビットを超える次世代型の媒体技術としてパターンドメディアが注目されている。パターンドメディアは、人工的に規則正しく磁性粒子を並べたもので、超高密度化が可能であり、しかもそれぞれの磁性粒子が一定の距離を保って独立しているので、熱揺らぎの影響を受けにくいとされている。

現在検討されているパターンドメディアの作製法には、スパッタ膜のエッチング、ナノホール形成、イオン注入等の方法があるが、いずれも幾何学的パターン精度および製造コストの面で課題が多い。

本研究で用いる金属ガラスは、ガラス転移現象を示す非晶質金属であり、数百度に熱するとガラス固体が過冷却液体に遷移し、優れた粘性流動加工性を示す。このような状態の金属ガラスを被転写材として、別途開発する超微細パターンの金型により、直接ナノインプリントすることで極めて高密度かつ高精度のナノパターンを効率よく作製することができる。さらに、このナノパターンに対し、金属ガラス相の一部結晶化やスパッタリング等による複合化で硬磁気特性を付与することにより1テラビットを超える高密度磁気記録媒体を高精度かつ低コストで作製できる可能性がある。

本研究では、上記の複合化金属ガラス合金を創製し、高密度磁気記録媒体の微小サンプルを試作して、記録密度が1平方インチ当たり2テラビットのパターンドメディアの実現を可能とする基盤技術を開発する。



## 1) 硬磁性複合化金属ガラスの合金創製

中間目標：平成 21 年度末

1 平方インチ当り 600 ギガビットの密度で、異方性磁界を 10 kOe 以下、飽和磁化を 500emu/cc 程度とする磁性ドットが作製可能な複合化金属ガラスを創製する。

最終目標：平成 23 年度末

1 平方インチ当り 2 テラビットの密度で、異方性磁界を 15 kOe 以下、飽和磁化を 500emu/cc 程度とする磁性ドットが作製可能な複合化金属ガラスを創製する。

## 2) 金属ガラスによる超高密度パターン形成技術の開発

中間目標：平成 21 年度末

ドット径を 16nm 程度、ドット間隔を 33nm 程度とし、密度が 1 平方インチ当り 600 ギガビットとなるナノパターン形成技術を開発し、上記の中間目標で創製する硬磁性複合化金属ガラスを用いて、評価可能な程度の微小サンプルを試作して、磁気記録特性を確認する。

最終目標：平成 23 年度末

ドット径を 9nm 程度、ドット間隔を 18nm 程度とし、密度が 1 平方インチ当り 2 テラビットとなるナノパターン形成技術を開発し、上記の最終目標で創製する硬磁性複合化金属ガラスを用いて、評価可能な程度の微小サンプルを試作して、磁気記録特性を確認する。

## ② 複合化金属ガラスによる高強度・超々精密部材技術

金属ガラスは高強度かつ耐摩耗性に優れ、さらに、結晶粒界に伴う凹凸がないため表面が極めて滑らかである。また凝固過程での結晶化に伴う体積収縮がないため、精密射出成形等により極めて高精度なネットシェイプ成形も可能である。これまでの金属ガラスの実用化研究においては、上述の特徴を活かして超精密ギヤ等の開発が進められており、これまでに直径 1.5mm の世界最小ギヤードモータが試作され、内視鏡やカテーテル等の医療用機器を中心にその製品適用が進められている。

一方、高度化の著しいマイクロ機器の分野では、直径 1.5mm を下回るさらに微小なモータが求められている。例えば、自動マイクロマニピュレーションシステムにおいては、細胞加工処理やDNA操作等に用いられる装置の駆動源として、また、先端医療機器においては、末梢血管に挿入可能な極めて細径のロータブレードや血管内軸流ポンプを実現するための駆動源として、超微小モータの開発ならびに実用化への期待が大きい。

これらの超微小モータの開発には、現在開発中の直径 1.5mm のギヤードモータに用いられている超精密ギヤの直径約 0.6mm をさらに 1/2 程度にした超々精密ギヤ等が必要である。また、この超々精密ギヤ等の寸法精度は、従来では困難なレベルの厳しい値が要求される。現在の超精密ギヤ等は、単相の金属ガラスを用い、高温の熔融状態から直接鋳型に注入する射出成形法で作製されている。しかしながら、本作製方法では温度差が大きいため熱収縮の影響が大きく出るので、超々精密ギヤ等の微小な寸法や厳格な寸法精度を達成することが困難である。従って、射出成形等の高温プロセスではなく、比較的低温で微小な寸法を厳格な精度で実現するために、金属ガラスに塑性変形能を付

与した複合化金属ガラスを創製し、これを用いて超精密プレス等により超々精密部材が作製できるような基盤技術の構築が必要である。

このため、本研究では金属ガラス相中に微細な結晶粒子を析出分散させることで、金属ガラスの均質な組織に起因する急激な局所的せん断すべり変形を阻止して塑性変形能を付与した複合化金属ガラスを創製する。

さらに、複合化金属ガラスの塑性変形能を利用した超精密プレスにより、比較的低温で微小な寸法のギヤ等を厳格な精度で作製するための基盤技術を開発する。

#### 1) 高強度・可塑性複合化金属ガラスの合金創製

中間目標：平成 21 年度末

圧縮強さが 1650 MPa 以上で、圧縮応力下での塑性伸びが 5%以上の複合化金属ガラス合金の創製を行う。

最終目標：平成 23 年度末

圧縮強さが 1650 MPa 以上で、圧縮応力下での塑性伸びが 10%以上の複合化金属ガラス合金の創製を行う。

#### 2) 超々精密ギヤ等の成形技術の開発

中間目標：平成 21 年度末

直径が 0.3mm 以下で、寸法精度が $\pm 2\mu\text{m}$ 以下の超々精密な遊星ギヤ等が作製できるような基盤技術を開発する。

最終目標：平成 23 年度末

直径が 0.3mm 以下で、寸法精度が $\pm 1\mu\text{m}$ 以下の超々精密な遊星ギヤ等が作製できるような基盤技術を開発する。

#### ③ 複合化金属ガラスによる高強度・高導電性部材技術

近年、パソコンや携帯電話をはじめとするエレクトロニクス機器の小型化、高性能化の進展が著しい。このため、これらの機器に多用されている各種コネクタに対する要求仕様は益々厳しくなっており、特に超小型化と一段の耐久性能向上におけるニーズに答えることが急務となっている。例えば携帯電話等に用いられているカードコネクタのピッチは、材料の強度から 0.2mm が限界となっているが、これを 0.1mm ピッチにすることができれば、コネクタの幅が半分になり、かつ厚みも大幅に減少させることができる。現在、これらのコネクタの電気接点部材は、主として銅-ベリリウム合金で造られている。銅-ベリリウム合金は、強度と導電性に優れた材料であるが、次世代型の超小型コネクタ用としては強度及び導電性がともに不十分とされている。

金属ガラスは、銅-ベリリウム合金を大きく上回る強度を持つとともに低ヤング率であることから弾性に富んでおり、コネクタ用接点部材として適用すれば現状製品を凌駕する小型化・高性能化が可能と考えられる。しかしながら、無秩序な原子配列が故に電気抵抗が通常の結晶性銅合金の約 2 倍と大きく、そのままでは電気接点部材としては適さない。

そこで本研究では、粉末圧延法等により金属ガラス相中に極微小な高導電性の粒子やフィラーを分散複合化させる、あるいはクラディング等の方法により金属ガラスと高導電性材料を複合化させることで、強度および導電率がともに銅-ベリリウム合金を凌

駕する特性を持った新たな複合化金属ガラス合金を創製する。さらにこの複合化金属ガラス合金を用いて、精密圧延により次世代の超小型コネクタ用電気接点部材が成形可能な薄板を作製するための基盤技術を開発する。

1) 高強度・高導電性複合化金属ガラスの合金創製

中間目標：平成 21 年度末

引張強度が 1200MPa 以上で、導電率が 30%IACS 以上の複合化金属ガラス合金の創製を行う。

最終目標：平成 23 年度末

引張強度が 1500MPa 以上で、導電率が 60%IACS 以上の複合化金属ガラス合金の創製を行う。

2) 精密薄板作製技術の開発

中間目標：平成 21 年度末

板厚が 0.1mm 程度で、板幅が 10mm 以上の精密薄板を作製する。

最終目標：平成 23 年度末

板厚が 0.05mm 程度で、板幅が 50mm 以上の精密薄板を作製する。

【実用化研究】

④ 次世代高密度磁気記録媒体の開発

共通基盤技術研究において開発された成果をもとに、記録密度が 1 平方インチ当たり 2 テラビットの超高密度磁気記録媒体を開発する。

目標：平成 23 年度末

記録密度が 1 平方インチ当たり 2 テラビットの超高密度磁気記録媒体の成立性を立証するとともに、実用化に必要な要素技術の検討を完了する。

⑤ 超微小モータ用部材の開発

共通基盤技術研究において開発された成果をもとに、現状の世界最小ギヤードモータ用ギヤのさらに 1/2 の大きさの超々精密ギヤを作製し、モータ全体の体積を 1/3 以下にした、直径 0.9mm の超微小モータを開発する。

目標：平成 23 年度末

現状の世界最小ギヤードモータに比し、ギヤの大きさが 1/2 で、モータ全体の体積を 1/3 以下にした、直径 0.9mm の超微小モータを試作し、実用化を目指した性能評価を完了する。

⑥ 高強度・高導電性電気接点部材の開発

共通基盤技術研究において開発された成果をもとに、コネクタのピッチが 0.1mm もしくは高さが 0.5mm の微細カードコネクタを開発する。

目標：平成 23 年度末

コネクタのピッチが 0.1mm もしくは高さが 0.5mm の微細カードコネクタを試作し、実用化を目指した性能評価を完了する。

### (3) 研究開発マネジメント

公募を行い最適な研究開発体制を構築する。本プロジェクトにおいては、大学と基盤技術開発企業との産学連携研究体と、当該基盤技術のユーザーとをプロジェクト開始時より同時立ち上げの垂直連携の形で参加させ、開発目標と評価体制を明確にすることで共同開発の促進と実用化の加速を図る。

プロジェクト開始後 3 年目に中間評価を予定しており、その評価結果を踏まえて事業全体について見直しを行うことを想定している。

### (4) 研究開発成果

#### 【共通基盤技術】

#### ① 複合化金属ガラスによる硬磁性・ナノ構造部材技術

金属ガラスを、優れた粘性流動加工性を活かして被転写材として用い、収束イオンビームを用いた微細加工等により作製したナノパターンの金型により、直接ナノインプリントすることで、ドット径を 9nm 程度、ドット間隔を 18nm 程度とする極めて高密度かつ高精度のナノパターンを作製する基盤技術が開発される。また、これを一部結晶化させることで金属ガラスに硬磁性を付与する、あるいはスパッタ法で硬磁性膜を付着させる等の方法で複合化することにより、各磁性ドットの異方性磁界を 15kOe 以下、飽和磁化を 500emu/cc 程度とする磁気記録特性を持った 1 平方インチ当り 2 テラビットの超高密度磁気記録媒体が実現可能な基盤技術が開発される。

#### ② 複合化金属ガラスによる高強度・超々精密部材技術

金属ガラス相中に微細な結晶粒子を析出分散させることで塑性変形能を付与した、圧縮強さが 1650 MPa 以上で、圧縮応力下での塑性伸びが 10%以上の複合化金属ガラスが創製される。さらに、これを用いた超精密プレスにより、直径が 0.3mm 以下で寸法精度が  $\pm 1\mu\text{m}$  以下の超々精密な遊星ギヤ等が作製できるような基盤技術が開発される。

#### ③ 複合化金属ガラスによる高強度・高導電性部材技術

粉末圧延法等により金属ガラス相中に極微小な高導電性の粒子やフィラーを分散複合化させる、あるいはクラディング等の方法により金属ガラスと高導電性材料を複合化させることにより、引張強度 1500MPa 以上、導電率 60%IACS 以上の特性を有する複合化金属ガラス合金が創製される。さらに、これを用いた精密圧延により、次世代の超小型コネクタ用電気接点部材が成形可能な、板厚が 0.05mm 程度で板幅が 50mm 以上の精密薄板を作製するための基盤技術が開発される。

## 【実用化研究】

### ④ 次世代高密度磁気記録媒体の開発

記録密度が1平方インチ当たり2テラビットの超高密度磁気記録媒体の成立性が立証されるとともに、実用化に必要な要素技術の検討が完了する。

### ⑤ 超微小モータ用部材の開発

現状の世界最小ギヤードモータに比し、ギヤの大きさが1/2で、モータ全体の体積を1/3以下にした、直径0.9mmの超微小モータが試作され、実用化を目指した性能評価が完了する。

### ⑥ 高強度・高導電性電気接点部材の開発

コネクタのピッチが0.1mmもしくは高さが0.5mmとなる微細カードコネクタが試作され、実用化を目指した性能評価が完了する。

## (5) 実用化・事業化の見通し

### ・次世代高密度磁気記録媒体

平成25年における年間の市場規模として、ハードディスク全体の売上高で4兆円を見込む。

### ・超微小モータ用部材

平成26年における年間の市場規模として、モータ販売額13億円、装置等への市場波及効果110億円を見込む。

### ・高強度・高導電性電気接点部材

平成26年における年間の市場規模として、20億円を見込む。

## (6) その他特記事項

## 5. 総合評価

NEDOの実施する事業として適切であると判断する。

## 「高機能複合化金属ガラスを用いた革新的部材技術開発基本計画（案）」に対するパブリックコメント募集の結果について

平成19年3月13日  
NEDO技術開発機構  
ナノテクノロジー・材料技術開発部

NEDO POST 3において標記基本計画（案）に対するパブリックコメントの募集を行いました結果をご報告いたします。  
みなさまからのご協力を頂き、ありがとうございました。

### 1. パブリックコメント募集期間

平成19年2月27日～平成19年3月5日

### 2. パブリックコメント投稿数＜有効のもの＞

計0件

## プロジェクト用語集

### 【硬磁性・ナノ構造部材】

**LIGA**(Lithographie Galvanoformung Abformung：ドイツ語)：X線フォトリソグラフィと電解めっきによる微細加工技術。(独)カールスルーエ核開発研究所で開発された。現在では高輝度 X 線(シンクロトロン放射光)のみならず紫外光(UV)等も用いられ、MEMS 素子創製の重要な技術となっている。

**複合化金属ガラス**：ガラス相のみからなる単相金属ガラスに対し、金属ガラスマトリックス中に結晶粒子、ポロシティーを導入、あるいは異なる金属ガラス薄膜を積層により金属ガラス以外の物質と複合化したものを単相金属ガラスと区別し、複合化金属ガラスと呼ぶ。

**ナノ結晶分散型非晶質**：合金組成の調整、作製時の冷却速度調整、あるいは非晶質合金の熱処理により非晶質合金マトリックスにナノ結晶粒子を分散させた材料。非晶質合金の強度と靱性、あるいは軟磁気特性の向上が可能と報告されている。

**零磁わい**：磁性体の磁化の強さを変化させると磁性体内部にひずみが発生する。これを磁わいあるいは磁気ひずみと呼び、特に正の磁わい定数と負の磁わい定数を示す材料を組み合わせると磁わい定数を  $10^{-6}$  以下に調整した材料を零磁わい材料と呼ぶ。

**非磁性**：強磁性を示さない物質を指し、反磁性体、常磁性体、反強磁性体に分類される。

**硬磁性**：保磁力が大きいことを特徴とする磁性材料であり、永久磁石あるいは磁気記録用材料として用いられる。

**軟磁性**：透磁率が大きく保磁力の小さな磁性材料であり、トランスおよびコイル等の磁心、磁気ヨーク、磁気シールド材料として用いられる。

**ガラス遷移**：ガラス転移とも呼ばれ、融点以下の過冷却液体がもはや流動性をもつ液体として存在できずガラス固体として固化する現象であり、可逆性を示す。ガラスの状態や昇降温速度に依存し一義に決められないが、比熱測定、熱分析、動的粘弾性測定により観測される。

**ガラス遷移温度( $T_g$ )**：上記のガラス遷移を起こす温度。

**異方性磁界( $H_k$ )**：強磁性体を磁化する際に、結晶軸の向きにより磁化し易い方向(磁化容易軸)と磁化し難い方向があることを磁気異方性と呼ぶ。この磁化困難軸方向で磁化が飽和する磁場が異方性磁界である。

**飽和磁化( $M_s$ )**：強磁性体内の磁区全てが外部磁場の増加に伴い一つの磁区として振る舞い、これ以上磁化できない状態を磁気飽和といい、このときの磁化の値を飽和磁化と呼ぶ。

**飽和磁束密度( $B_s$ )**：上記、飽和磁化の値を体積で除した、単位体積あたりの飽和磁化を飽和磁束密度と呼ぶ。

**保磁力( $H_c$ )**：強磁性体に外部磁場を与えると着磁し、そこから外部磁場を取り除いても強磁性体の磁化はゼロに戻らず残留磁化として残る。さらに逆向きの外部磁場を印加し強磁性体の残留磁化がゼロになったときの外部磁場の強さを保磁力と呼ぶ。

**ハードディスクドライブ (HDD)** : 磁性体を塗布した硬質円盤を回転させ、その上を記録再生可能な磁気ヘッドを移動させることで情報を記録あるいは読み出す情報記録装置。

**パルスレーザデポジション (PLD) 法** :

**インプリント加工** : 凹凸をもったパターンを可塑性材料に押し付けて転写する技術。太古のコイニングも一種のインプリント加工である。現在では数 10 nm～数 100 nm の微細パターンを樹脂あるいは高分子材料に押し付けて微細成形を行うナノインプリントが一般的になりつつある。光硬化インプリントと熱インプリントに大別され、共に大面積パターンを低コストで大量生産できる可能性をもつ。

**マグネトロンスパッタリング (MGS) 法** : ターゲット裏面に磁石を設置することによりターゲット表面に平行する磁界を生じさせ、グロー放電で生成したイオンをターゲット表面に衝突させる。ターゲットより弾き出された二次電子をターゲット表面の磁界でトラップするため基板温度の上昇を抑えながら高成膜速度が得られる利点を有する。但し、強磁性体ターゲットでは磁界の影響が懸念される。

**発光分光 (ICP) 分析** : 気体に高電圧を印加してプラズマ化し、高周波磁場でプラズマ内部の渦電流によるジュール熱でさらにプラズマを高温化させる。この誘導結合プラズマを用いて分析試料を熱的に励起・原子化し、基底状態に戻る時の発光スペクトルから元素の同定と定量を行なう分析法である。

**X 線回折 (XRD) 法** : 結晶に X 線を照射することで、ブラッグの条件を満たした結晶格子からの X 線反射を幾何学的に解析することにより結晶構造を解析する手法である。

**ブラッグピーク** : 上記の X 線回折法でブラッグの式を満たし、結晶格子からの X 線回折強度がある角度でピークをとる。このピークをブラッグピークと呼ぶ。

**ハローパターン** : 非晶質物質あるいは金属ガラスのように明確な結晶格子をもたず、原子間距離に分布のある構造体では、上述のブラッグピークは得られず輪郭のぼけたパターンが得られる。これをハローパターンと呼び、X 線あるいは電子線での回折を用いて非晶質構造の解析に利用される。

**透過型電子顕微鏡 (TEM)** : 観察試料に電子線を照射し、試料を透過した電子が作り出す干渉像を拡大して試料構造を直接観察する顕微鏡。

**中範囲規則 (MRO) 領域** : ある原子もまわりの原子配列を示す単範囲秩序性 (SRO) と結晶構造を決定付ける並進対象性をしめした長範囲規則性 (LRO) の間の規則性。結晶と呼べるほどの長範囲規則性はないが、ある原子周りに規則性が存在する領域を中距離規則領域と呼ぶ。Hirotsu らによりアモルファス合金中に存在することが報告された。

**示差走査熱量計 (DSC)** : 測定試料と基準物質の間の熱量差を定量的に計測することで、融点やガラス遷移温度を測定する熱分析手法。

**電界放射型走査電子顕微鏡 (FE-SEM)** : 試料の表面に電子線を走査させ、試料から発生する二次電子、反射電子を像として観察する電子顕微鏡の一種。特に、電子線源が電界放射型のものを FE-SEM と呼び、熱電子銃方式に比べ高解像度が得られる利点がある。



**原子間力顕微鏡 (AFM)** : 観察試料と探針 (カンチレバー) の間にはたらく原子間力を検出し、像として二次元的に可視化することで観察試料の表面形状を測定する手法。トンネル電流を用いる STM とは異なり絶縁物質も観察できる。

**表面粗さ** : 測定試料の表面凹凸を接触あるいは非接触で測定し、そのプロファイルの縦方向中心線でプロファイルを折り返し、得られた重ね合わせ粗さ曲線と中心線で囲まれた面積を測定長さで除した値を中心線平均粗さ ( $R_a$ )、プロファイルの最大高さ<sup>と</sup>最小高さの差の値を最大粗さ ( $R_{max}$  or  $R_y$ ) と称する。

**振動試料型磁力計 (VSM)** : 磁場中で測定試料を磁場に対して垂直に振動させると、その廻りに設置した導線にフレミングの法則により誘導電流が発生する。この誘導電流を測定することにより測定試料の磁化率を測定する。

**集束イオンビーム (FIB : Focused Ion Beam)** : 一般に  $Ga^+$  のイオンを電界で加速しながら数 100 nm から数 nm に絞ったビーム。試料表面の原子を弾き飛ばす (スパッタリング) ことにより試料を削ることができるので、ナノ加工に用いられる。

**カンチレバー** : 本研究開発項目では、AFM 測定の探針をカンチレバーと呼ぶ。

**グラッシーカーボン (GC : Glassy Carbon)** : 代表的な炭素電極材料。緻密で硬く導電性もあり使い易い。構造はベルト状グラファイトリボンが互いに絡みあった非晶質構造をなすといわれている。

**ダイヤモンド・ライク・カーボン (DLC : Diamond Like Carbon)** : 炭素の同位体あるいは炭化水素からなる非晶質硬質膜。熱CVDやPVD法で成膜される。硬質であることから各種工具、治具の表面処理に利用される。最近では良好な耐焼き付き性や離型性からナノインプリント金型にも用いられている。

**化学気相成長 (CVD : Chemical Vapor Deposition) 法** : 熱分解による生成物や化学反応により薄膜を形成する手法。高純度薄膜が作製可能で被覆性に優れるが、基板や原料ガスに制限があり作製できる膜も限られる。

**溶融温度 ( $T_m$ )** : 物質が固体から液体へと相変態する温度。

**粘性係数** : 粘度あるいは粘性率とも呼ばれ、物質の流動し難さを表す単位。

**化学機械研磨 (CMP : Chemical-mechanical polishing)** : 精密研磨法の一つ。砥粒自体が有する表面化学作用と研磨液の化学成分の作用により、砥粒と被研磨物の相対運動による機械的研磨効果を増大させ、高速で平滑な研磨面が得られる。主にSiウェハの平坦化研磨等、半導体製造工程で用いられている。

**エネルギー分散型X線分析 (EDS : Energy Dispersive x-ray Spectroscopy)** : 元素分析法の一つ。電子ビームを材料に照射した際に発生する特性X線のエネルギー分布より材料の構成元素を分析する手法。

**Kerr 効果** : 誘電体結晶に電場をかけると、電場の2乗に比例し屈折率は変化する現象を電気光学 Kerr 効果、磁性体に磁場をかけ直線偏光を照射すると反射光が楕円偏光に変化する現象を磁気光学 Kerr 効果と呼ぶ。本原簿では磁気光学 Kerr 効果を取り扱う。

### 【高強度・超々精密部材】

**圧縮強さ**： JIS B7733に規定される圧縮試験で材料が破断するまでに得られた最大圧縮荷重を、その時の試料断面積で除した値を圧縮強さと呼ぶ。

**塑性伸び**： 金属試料の圧縮あるいは引張試験を行なうと、あるひずみ領域まではフックの法則に従い弾性変形する。ひずみが比例限度と呼ばれるこの領域の範囲内であれば除荷するとひずみは原点に戻る。しかしながら、比例限度を超えてひずみを与えると除荷してもひずみは原点に戻らず塑性伸びと呼ばれる永久変形が残る。金属試料が破断するまでひずみを与えて破断したときのひずみ値から弾性変形領域である比例限度のひずみを差し引いたひずみ値が塑性伸びである。

**ギヤ**： 歯車。互いに噛み合う歯を有し、円運動をしながら主に動力伝達に用いられる機械要素の一つである。

**遊星歯車**： 回転軸が公転しつつ歯車自身が自転する歯車を遊星歯車と呼ぶ。太陽歯車と組み合わせて大きな減速比が得られる減速機構を構成する。

**太陽歯車（ピニオン）**： 上述の遊星歯車と噛み合い、自身は公転することなく自転のみを行なう歯車を太陽歯車と呼ぶ。遊星歯車と共に用いられ減速機構を構成する。

**ブッシュ**： 軸受けなどで、部品同士の隙間を埋める目的で用いられる金属あるいは樹脂でできた部品。スペーサとも呼ばれることがある。

**軸受け**： 機械要素の一つで、回転や往復運動をする相手部材に接して荷重を受けつつ相手部材の位置を支持する部品である。すべり軸受け、転がり軸受けに大別される

**ライナー**： 内部を往復しゅう動する部品の位置決めを行なうための筒状の部品。

**出力軸キャリア**： 遊星歯車機構による減速機構の出力部を担当する部材。片側は出力軸となるシャフト、他方は複数の遊星ギヤの回転中心となるピンが同心円上に配置されている。

**ハウジング**： 複数から構成される部品を一括で収納するための部材。上記のライナー等もハウジングと呼ぶことができる。

**ギヤヘッド**： 複数のギヤを組み合わせた部材。特に、マイクロギヤードモータにおいては、減速機構を構成する部分をギヤヘッドと呼び、駆動モータ部と区別する。

**アーク溶解法**： 電極（通常タングステン等の高融点金属）と被溶解物との間に電位差を与え、両者間に発生するアーク放電の熱で被溶解物を溶融させる溶解法。被溶解物は通常、加熱溶融に伴いるつば材と反応しないように水冷した銅ハース上で溶解される。

**センタレス研磨**： 通常の回転研磨は、能動回転する被研磨材に砥石を押し付けて内外周研磨を行なう。これに対し、センタレス研磨は能動回転する複数の砥石の中で被研磨材が受動回転しながら内外周研磨を行なう研磨法である。軸方向に規制がなく、同一外径の長尺棒や円筒部材、リング部材の連続研磨加工に好適である。

**ホブ加工**： ホブと呼ばれる刃物を回転させながら歯車の歯切り加工を行う機械加工方法。ホブ盤と呼ばれる加工装置を用い、被加工材もホブと同期させ回転運動しながら平歯車、はすば歯車、ウォーム歯車等が加工可能である。

### 【高強度・高導電性部材】

**ガスアトマイズ法**：溶融金属にガスあるいは液体等を吹き付けで噴霧することにより金属粉末を得る方法。噴霧媒体に水を用いた方法は水アトマイズ法と呼ばれ、金属粉末を低コストで大量生産可能である。活性金属では窒素ガスやアルゴンガスを用いた不活性ガスアトマイズ法が一般的で、酸化等の無い清浄な粉末が得られる。さらに、特に微粉化を目的として高圧ガスアトマイズ法があり、大きな冷却速度で固化した粉末が得られる。

**非平衡結晶合金**：合金のなかでも特に、合金平衡状態図に記載の無い非平衡相からなる、あるいは記載の無い相を一部含むような合金。平衡状態よりも多い溶質元素の固溶、特殊な構造の化合物相の析出、または結晶粒の微細化等により新奇な特性を発現する。

**押出法**：金属の加工方法に一種。素材を加圧しダイス（金型）の孔より押し出す方法で、棒、管、あるいは複雑断面形状の長尺製品が加工できる。本研究開発項目では素材を缶詰めした粉末押出を固化成形技術として用いている。

**導電率（%IACS）**：国際焼きなまし銅線標準（IACS :International Annealed Copper Standard）で定められた標準焼きなまし銅線の比抵抗（ $1.7241 \times 10^{-8} \Omega m$ ）に対する材料の比抵抗を百分率で表した値。

**フィラー**：元来は 埋めるもの（Filler）で、樹脂、ゴム、塗料などの強度や機能性向上、あるいは低コスト化等を目的とした粒状、粉末、繊維状の添加剤を一般にフィラーと呼ぶ。本件開発項目では、強度を担保する金属ガラス粉末に導電性を付与し複合化するために添加する純 Cu 粉末あるいは Cu 合金粉末を導電性フィラーと呼ぶ。

**冷間圧延**：一対の金属ロールの間隙に素材を通し板状の製品を得る金属加工法。特に常温、あるいは多少の加熱で行なう圧延を冷間圧延と呼ぶ。常温近傍での加工であるが故に、大きな荷重が必要となるが、表面平滑性、光輝性に優れた板材が得られる。

**温間圧延**：冷間圧延に対し、材料の再結晶温度以上で行なう圧延を熱間圧延と呼び、低荷重で大変形が可能である。ここでの温間圧延は、常温と再結晶温度の間で行なう圧延を温間圧延と呼んでいる。

**粉末圧延**：圧延温度によらず原材料が粉末であり、圧延変形により固化成形体を得る目的で行うものを本研究開発項目では粉末圧延と呼ぶ。

**クラッド法**：性質が異なる二種類または、それ以上の金属同士を貼り合わせた材料をクラッド材と呼ぶ。プレス、圧延等により作製される。

**時効熱処理**：急冷等により溶質元素を過飽和に固溶した材料を加熱保持することで微細な第二相を分散析出させる熱処理。第二相の分散析出で強度、靱性等が向上する。

**金属間化合物相**：二種類以上の金属により構成される化合物。一般に構成元素に比率は整数である。構成元素の性質を反映せず、特有の性質を示す。

**デンドライト**：樹枝状結晶とも呼ばれる金属結晶の典型的な凝固組織。溶融液体中の結晶に優先成長方位があり、固液界面での溶質元素の濃度勾配が大きい場合に生成する。

**共晶組織**：一つの溶融合金から二つ以上の固相が同時に凝固生成した場合にできる組織。

一般に密に混合した組織となる。

**ホットプレス法**：ダイスおよびパンチからなるキャビティ内に材料を装填し、加熱しながら油圧等でプレスする加工方法。金属粉末やセラミックス粉末の焼結固化に用いられる。

**放電プラズマ焼結**：ダイスおよびパンチからなるキャビティ内に材料を装填し、材料に直接パルス通電し、その際発生する高温プラズマを活用することで高融点金属粉末あるいはセラミックス粉末を焼結固化する方法。

**ワイヤ放電加工**：銅や黄銅等の比較的柔らかい金属細線を利用し、金属を切断する加工方法。加工液の中の被加工材料に金属細線を数 10  $\mu\text{m}$  程度まで近付け、両者に 100 V 以上の電位差を与える。数 10  $\mu\text{m}$  の間隙でアーク放電が生じ被加工物表面が溶融することで切断等の加工がなされる。

**ストレスオーバーシュート**：ポリマー等の高分子材料の粘弾性では一般的に知られているが、ひずみ速度が大きな場合に高分子材料の内部構造変化が変形に追従できず、温度あるいは平衡粘性率から見積もられる変形応力よりも大きな弾性的挙動を示す。近年、金属ガラスの過冷却液体（特に  $T_g$  近傍）でも同様の現象が確認され、基礎研究が進展している。

## I. 事業の位置付け・必要性について

### I.1. NEDO の関与の必要性・制度への適合性

#### I.1.1. NEDO が関与することの意義

我が国の材料技術は、基礎研究から応用研究、素材、部材の実用化に至るまでの全ての段階において世界のトップレベルを堅持しており、我が国製造業の国際競争力の源泉となっている。しかし、昨今の国際競争の激化により、さらなる飛躍的発展のキーテクノロジーとして革新的な新材料創製技術が求められている。そのため、多様な連携（川上・川下産業の垂直連携、材料創製・加工との水平連携）による研究開発の推進を図ることにより、市場のニーズに応える機能を実現する上で不可欠な高品質・高性能の部品・部材をタイムリーに提供し、または、提案することができる革新的部材創製の基盤技術を確立することが喫緊の課題となっている。

そこで本プロジェクトは、『情報通信、ライフサイエンス、環境、エネルギーなど、あらゆる分野に対して高度化あるいは不連続な革新（ジャンプアップ）をもたらすナノテクノロジー及び革新的部材技術を確立するとともに、その実用化や市場化を促進することで、我が国産業の国際競争力の維持・強化や解決困難な社会的課題の克服等を可能とすること』を目的とした「ナノテク・部材イノベーションプログラム」の一環として取り組むものである。極めて広範囲な産業領域に波及する材料・部材領域について、ユーザ製造業等との連携（川上・川下連携）を促進するプロジェクト体制（垂直連携）で実施することで、高度な部材産業群の「すり合わせ力」を一層強化する。

金属ガラス（数種類の金属元素からなる非晶質金属であり、かつ明瞭なガラス転移点と広い過冷却液体領域を持つ金属）は、1980年代後半に我が国で開発された新合金で、極めて高強度かつ低ヤング率で、耐食性や軟磁気特性にも優れており、21世紀の中核を担う画期的な金属材料として大きく期待されている。現在、上記の特性を持った金属ガラスの単相合金において、実用化のための研究開発が進められており、その成果により世界トップレベルの製品の実現に目途がつけられてきた。しかし、産業界からは、従来の金属ガラスの諸特性に加え、塑性加工性や硬磁気特性あるいは高電気伝導性等を兼ね備えることができれば、さらに革新的な製品開発が可能になるとの強い要望が出されている。一方、最近の先導研究の結果によれば、金属ガラス母相中に第二相として微結晶や微粒子または微小空隙等を分散させた複合化金属ガラスが、大きな塑性加工性、硬磁気特性あるいは高い電気伝導性等を示すことが明らかとなってきた。このような複合化金属ガラスの合金創製と特性制御により、従来の金属ガラス単層合金が適用できなかった新規用途の開拓を世界に先駆けて実施するとともに、複合化金属ガラスの適用により飛躍的な性能向上が期待される製品を中心に、各種部材の早期実用化および事業化を促進する。

このため、独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構（以下、NEDO という。）は、産学の科学的、技術的ポテンシャルを結集して高機能複合化金属ガラスを用いた革新

的部材技術の基盤を構築し、これを産業技術へ繋げていくと共に、社会の共通基盤として情報の整備、提供を通じて、行政、産業界、地域住民等の間で科学的知見に基づいた正確かつ適切な認識の醸成を図る事業方針に基づき、プロジェクトを実施する。

本プロジェクトでは、ナノテクノロジー分野および部材分野の技術戦略マップで示されている情報家電分野、環境・エネルギー分野等において、部材としての出口である最終製品に求められる機能、性能等を強く意識し、それを達成する部材やその製造・開発に必要な共通基盤技術および実用化技術を開発する。

以上のような国家的課題は、個々の民間企業の経済的な観点に基づく自主的努力に単純に任せる分野ではなく、政府が主体的に進める重点分野の一つであり、従来から NEDO がこれまでに蓄積してきたナノテクノロジー・材料分野に関する知識、実績を生かし組織的に推進すべき課題である。

### **I.1.2. 実施の効果（費用対効果）**

(1)費用：5年間で約 19 億円（平成 19 年度～平成 23 年度）

：3年間で約 11 億円（平成 19 年度～平成 21 年度:中間評価年度まで）

(2)効果：現在、金属ガラスの単相合金において、実用化のための研究開発が進められており、その成果により世界トップレベルの製品の実現に目途がつけられてきている。本プロジェクトで取り組む複合化金属ガラスを実用化することにより、以下の市場規模が期待される。

次世代高密度記磁気録媒体では、平成 26 年における年間の市場規模として、ハードディスクドライブ全体の売上高は 43,000 億円と見込まれている。超微小モータ用部材では、平成 26 年における年間の市場規模として、モータ販売額 13 億円、装置等への市場波及効果は 110 億円と見込まれている。また、高強度・高導電性電気接点部材では、平成 26 年における年間の市場規模として、20 億円が見込まれている。

本事業の成果により、高機能部材としての複合化金属ガラス部材が低コストで市場に出回ることにより、また新たな市場創出が十分期待できる。

## I. 2. 事業の背景・目的・位置づけ

### I. 2. 1. 事業の背景

#### (1) 社会的背景

我が国の材料・部材産業は、国際的に高い技術力と競争力を有し、我が国の経済社会の発展を支えているが、国内市場の成熟・縮小化、経営手法の多様化が進行する一方、汎用的な技術はアジア諸国の技術向上によるキャッチアップが進行している。そのため我が国において産学官を含む連携の強化（川上川下の垂直連携、材料創成と加工の水平連携など）を図ることで、次世代の部材分野での我が国のイノベーションを促進することが喫緊の課題となっている。

金属ガラスは、1980年代後半に我が国で開発されて以来、21世紀の中核を担う画期的な金属材料として大きく期待され、基礎的な分野では我が国が常に世界をリードしてきた。しかし、近年、我が国の研究成果に触発され、欧米を始め中国、韓国、台湾、ブラジル等の国々でも金属ガラスの研究開発が活発になってきており、国家プロジェクトの発足、ベンチャー企業の設立等の強力な推進により、基礎研究及び応用研究を通して著しい成果を上げつつある。

材料・部材分野は、日本が強みとする産業分野であり他産業への波及効果も大きい。そこで、金属ガラスの機能・特性を十分に活かしつつ、材料創製技術と成型加工技術を一体化した技術、及び製品化までのリードタイムを短縮化する生産システム技術等により、ユーザへの迅速なソリューション提案（部品化・製品化）を可能とすることで、新市場及び新たな雇用を創出する高付加価値産業（材料・部材産業）を構築するとともに、我が国の国際的産業競争力の強化を図るため、本事業を推進する。

#### (2) 技術的背景

1980年代後半に我が国で開発されて以来、金属ガラスに関する材料創製および基礎的研究では、我が国は常に世界をリードしてきた。これまでに開発された金属ガラスの種類は、数百種類を超え、その大半が我が国で開発されている。また図 I-1 に示すように、金属ガラスの特徴を利用して、構造材料、微小機能材料、磁性材料、センサ材料、生体材料、医療機器材料、スポーツ用具材料などとして利用が進められており、新機能材料・新工業材料としての注目を集めている。しかしながら、材料の持つ潜在的な可能性や産業界のニーズに対して十分に応えているとは言えず、本格的に製品として市場に出たものは多くない。

本プロジェクトの前身である「金属ガラス成形加工技術」プロジェクトでは、金属ガラス単相合金の持つ「機械的強度が強く、しなやかで、腐食しにくく、磁氣的性質に優れ、しかも加工しやすい」という画期的な特性を活かして、小型・高感度圧力センサや超高感度流量計といった、世界トップレベルの製品の実現に目処を付けてきた。

一方、最近の先導的研究の結果、金属ガラス母相中に第二相として微結晶や微粒子また



図 I-1 金属ガラスの用途

は微小空隙等を分散させた複合化金属ガラスが大きな塑性加工性、硬磁気特性あるいは高電気伝導性等を示すことが明らかとなっており、欧米諸国もこの流れに沿った追従研究を盛んに行いはじめた。金属ガラス単相合金には不足している上記のような特性を兼ね備えた複合化金属ガラスが達成できれば、さらに革新的な製品開発が可能になるとの強い要望がデバイスメーカーを中心に出ている。

このような複合化金属ガラスの創製と特性制御により、従来の金属ガラス単相合金が適用できなかった新規用途の開拓を世界に先駆けて実施するとともに、高機能の複合化金属ガラスを用いた革新的部材の早期実用化・事業化を促進するためにも、本プロジェクトの実施が必要である。さらに、他国の追従を封じて、日本発の材料である金属ガラスをさらに多様な工業製品に応用することで我が国産業の優位性を確保し続けることが重要責務である。

### I.2.2 事業の目的及び意義

本プロジェクトでは、金属ガラス相と第二相を複合化させることで複合化金属ガラス合金を創製し、従来の金属ガラス単相合金の持つ優れた特徴に加えて、硬磁気特性、塑性加工性、高電気伝導性等の特性を付与する。この複合化金属ガラスの持つ新規な特性を用いて、従来の金属ガラス単相合金では為しえなかった革新的部材の開発を行い、さらに多様な工業製品に応用するための共通基盤技術を確立することを目的とする。

硬磁性・ナノ構造部材技術開発では、優れた粘性流動加工性によりナノスケールの転写



加工が可能な金属ガラスを用い、インプリントによりナノパターンを直接成形するとともに、金属ガラスの複合化により高密度磁気記録に適した磁気特性を付与させることで高精度のパターンドメディアを実現し、1テラビットを超える高密度磁気記録媒体を高精度かつ低コストで作製できる基盤技術を開発する。

高強度・超々精密部材技術開発では、高温に加熱することなく、比較的低温で微小な寸法を高い精度で実現するために、金属ガラスに塑性変形能を付与した複合化金属ガラスを創製し、これを用いて超精密プレス等により超々精密部材が作製できるような基盤技術を開発する。

高強度・高導電性部材技術開発では、金属ガラスの高強度特性を保持しつつ電気伝導性を高めることにより、優れた強度と電気伝導性を併せ持つ複合化金属ガラスを創製し、さらにこれを用いて精密圧延により極薄で板厚精度に優れた広幅の精密薄板を作製して、次世代の超小型コネクタ用電気接点部材を成形するための基盤技術を開発する。

### **I.2.3 事業の位置付け**

本プロジェクトは、図 I-2 に示すイノベーションプログラムの中で、『情報通信、ライフサイエンス、環境、エネルギーなど、あらゆる分野に対して高度化あるいは不連続な革新（ジャンプアップ）をもたらすナノテクノロジー及び革新的部材技術を確立するとともに、その実用化や市場化を促進することで、我が国産業の国際競争力の維持・強化や解決困難な社会的課題の克服等を可能とすること』を目的とした、図 I-3 に示す「ナノテク・部材イノベーションプログラム」の一環として取り組むものである。極めて広範囲な産業領域に波及する材料・部材領域について、ユーザ製造業等との連携（川上・川下連携）を促進するプロジェクト体制（垂直連携）で実施することで、高度な部材産業群の「すり合わせ力」を一層強化する。

「技術戦略マップ 2009」には、部材分野／情報家電あるいは環境・エネルギー分野等において、記録部材、実装部材あるいは駆動用部材として適切に取り上げられている。

このように、複合化金属ガラスの創製と特性制御により、従来の金属ガラス単相合金が適用できなかった新規用途の開拓を世界に先駆けて実施するとともに、高機能の複合化金属ガラスを用いた革新的部材の早期実用化・事業化を促進するためにも、本プロジェクトの実施が必要である。さらに、他国の追随を封じて、我が国発の材料である金属ガラスをさらに多様な工業製品に応用することで我が国産業の優位性を確保し続けることが重要である。

また、平成 20 年度から、金属ガラスに関して、将来の先端分野や融合分野の研究開発を支える人材の育成と、産学連携の人的交流の面からの促進を図るため、東北大学において、「NEDO プロジェクトを核とした人材育成、産学連携等の総合的展開／金属ガラス NEDO 特別講座」を実施している。

# イノベーションプログラムの概要

第27回研究開発小委員会(平成21年4月27日)資料

1. 「イノベーションプログラム」の中での体系的推進 (Inside Management & Accountability)
  - 経済産業省の全ての研究開発プロジェクトは、政策目標毎に7つの「イノベーションプログラム」の下で体系的に推進。
  - 各プログラムの中で、政策目標に向けたプロジェクトの位置付けと目標の明確化、市場化に必要な関連施策(規制改革、標準化等)との一体化を図り、イノベーション実現に向け各プロジェクトを効果的に推進。
2. 「技術戦略マップ」に基づく戦略的企画立案 (Outside Communication & Networking)
  - 先端産業技術動向を把握し、国が取り組むべき技術課題とイノベーションの道筋を明確化するため、産学官で協働するロードマッピング手法を導入(『技術戦略マップ 2005/2006/2007/2008』)。
  - 研究開発プロジェクトの選定に当たっては、イノベーションプログラムにおける政策目標を基に技術戦略マップに位置付けられた重要技術課題を抽出し戦略的に企画立案。

## イノベーションプログラム(IPG)の21年度予算額(総額:1,966億円※1)

<b>IT IPG</b> ①ITコア技術の革新 94億円 ②省エネ革新 42億円 ③情報開発への対応 44億円 ④情報システムの安全性等 63億円 21年度予算 244億円	<b>ナノテク・部材 IPG</b> ①ナノテク加速化領域 36億円 ②情報通信領域 28億円 ③ライフサイエンス・健康 ・医療領域 16億円 ④エネルギー・資源・環境領域 78億円 ⑤材料・部材領域 27億円 ⑥共通領域 4億円 21年度予算 188億円	<b>ロボット・新機械 IPG</b> ①ロボット関連技術開発 38億円 ②MEMS関連技術開発 12億円 21年度予算 50億円	<b>健康安心 IPG</b> ①創薬・診断技術開発 102億円 ②診断・治療機器・再生医療等の技術開発 28億円 21年度予算 130億円
<b>エネルギー IPG</b> ①総合エネルギー効率の向上 707億円 ②運輸部門の燃料多様化 278億円 ③新エネルギー等の開発・導入促進 369億円 ④原子力等利用の推進とその次前場となる安全の確保 268億円 ⑤化石燃料の安定供給確保と有効かつクリーンな利用 479億円 21年度予算 1,281億円※2	<b>環境安心 IPG</b> ①地球温暖化防止新技術 60億円 ②3R 33億円 ③環境調和産業バイオ 57億円 ④化学物質総合評価 11億円 ⑤共通領域 4億円 21年度予算 165億円	<b>航空機・宇宙産業 IPG</b> ①航空機産業の基盤技術力の維持・向上 233億円 ②宇宙産業の国際競争力強化 87億円 21年度予算 320億円	

※1 各イノベーションプログラムにおけるプロジェクトの重複を併せた額 ※2 各サブプログラムで重複があるため小計と一致しない

図 I-2 イノベーションプログラム

## 2. ナノテク・部材イノベーションプログラム

【平成21年度予算額：188億円】

※各プロジェクト毎の予算額は21年度予算(20年度予算)【20年度補正予算】

- あらゆる分野に対して高度化・不連続な革新をもたらすナノテクノロジー・革新的部材技術を確立する。
- 我が国産業の国際競争力の維持・強化や解決困難な社会的課題の克服を可能とする。

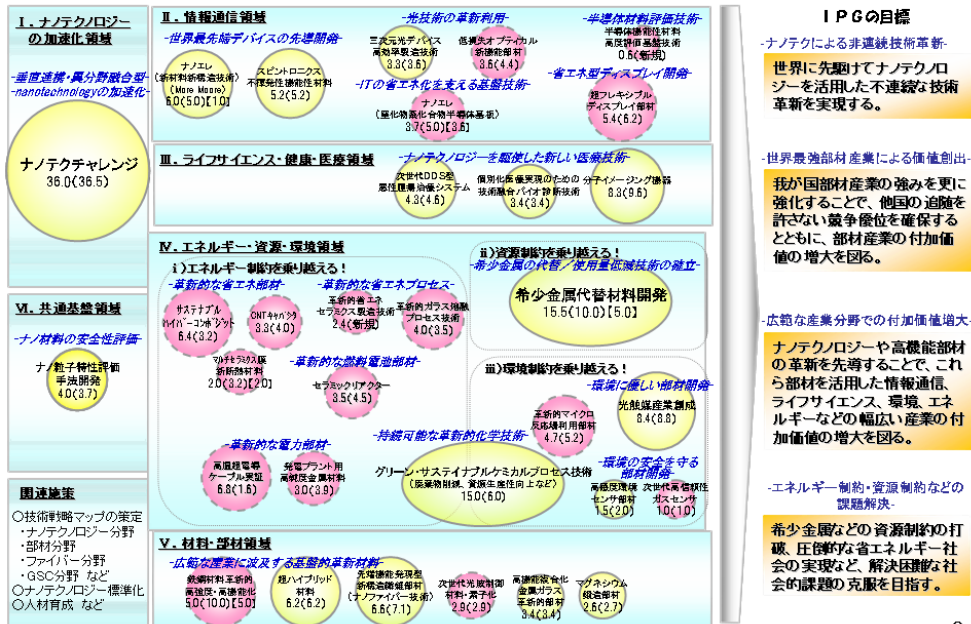


図 I-3 ナノテク・部材イノベーションプログラムにおける本プロジェクトの位置付け

## II. 研究開発マネジメントについて

### II.1. 事業の目標

#### II.1.1. 全体目標

金属ガラス相と第二相を複合化させることで複合化金属ガラスを創製し、従来の金属ガラスの持つ優れた特徴に加えて、硬磁気特性、塑性加工性、高電気伝導性等の特性を付与する。この複合化金属ガラスの新規な特性を応用して、金属ガラス単相合金では為し得なかった以下に掲げる革新的部材の開発を行う。

##### II.1.1.1. 次世代高密度磁気記録媒体

進展の著しい情報化社会において、情報ストレージは、需要が益々増大するとともに高密度化しており、1平方インチ当り1テラビットを超える次世代の高密度磁気記録媒体の開発・実用化が急がれている。現在は、ハードディスク等の磁気記録媒体を従来の面内記録方式から垂直記録方式へ転換することにより高記録密度化が図られている。しかし、垂直記録媒体として用いられているグラニューラー媒体は、粒子配列が不規則なため超高密度化には限界があり、さらに磁性粒子が隣接しているため、記録密度が1平方インチ当り1テラビットを超えるようになると、熱揺らぎの影響により記録が不安定となる問題がある。

このため、1テラビットを超える次世代型の媒体技術としてパターンドメディアが注目されている。パターンドメディアは、人工的に規則正しく磁性粒子を並べたもので、超高密度化が可能であり、しかもそれぞれの磁性粒子が一定の距離を保って独立しているため、熱揺らぎの影響を受けにくい。

現在検討されているパターンドメディアの作製法には、スパッタ膜のエッチング、ナノホール形成、イオン注入等の方法があるが、いずれも幾何学的パターン精度および製造コストの面で課題が多い。

本プロジェクトで用いる金属ガラスは、ガラス転移現象を示す非晶質金属であり、数百度に熱するとガラス固体が過冷却液体に遷移し、優れた粘性流動加工性を示す。このような状態の金属ガラスを被転写材として、別途開発する超微細パターンの金型により、直接ナノインプリントすることで極めて高密度かつ高精度のナノパターンを効率よく作製することができる。さらに、このナノパターンに対し、金属ガラス相の一部結晶化やスパッタリング等による複合化で硬磁気特性を付与することにより、1テラビットを超える高密度磁気記録媒体を高精度かつ低コストで作製できる可能性がある。

本プロジェクトでは、上記の複合化金属ガラス合金を創製し、高密度磁気記録媒体の微小サンプルを試作して、記録密度が1平方インチ当り2テラビットのパターンドメディアの実現を可能とする基盤技術を開発する。さらに、共通基盤技術研究において開発された成果をもとに、記録密度が1平方インチ当り2テラビットの超高密度磁気記録媒体を作製できる実用化技術を開発する。

### II. 1. 1. 2. 超微小モータ用部材

金属ガラスは高強度かつ耐摩耗性に優れ、さらに、結晶粒界に伴う凹凸がないため表面が極めて滑らかである。また凝固過程での結晶化に伴う体積収縮が少ないため、精密射出成形等により極めて高精度なネットシェイプ成形も可能である。これまでの金属ガラスの実用化研究においては、上述の特徴を活かして超精密ギヤ等の開発が進められており、これまでに直径 1.5 mm の世界最小ギヤードモータが試作され、内視鏡やカテーテル等の医療用機器を中心にその製品適用が進められている。

一方、高性能化の著しいマイクロ機器の分野では、直径 1.5 mm を下回るさらに微小なモータが求められている。例えば、自動マイクロマニピュレーションシステムにおいては、細胞加工処理や DNA 操作等に用いられる装置の駆動源として、また、先端医療機器においては、末梢血管に挿入可能な極めて細径のロータブレータやカテーテル内視鏡に装着される種々の検査機器の駆動源や、さらに血液循環を補助するマイクロポンプとして超微小モータの開発ならびに実用化の期待が大きい。

これらの超微小モータの開発には、現在の直径 1.5 mm のギヤードモータに用いられている超精密ギヤの直径（約 0.6 mm）をさらに 1/2 程度にした超々精密ギヤ等が必要である。また、ギヤードモータを長時間安定に動作させるためには、この超々精密ギヤ等の寸法精度は、従来では困難なレベルの厳しい値が要求される。現在の超精密ギヤ等は、単相の金属ガラスを用い、高温の熔融状態から直接鋳型に注入する射出成形法で作製されている。しかしながら、本作製方法では温度差が大きいため熱収縮の影響が問題となり、本プロジェクトが目標とする超々精密ギヤ等の微小な寸法や厳格な寸法精度を達成することが困難である。従って、射出成形等の高温プロセスではなく、比較的低温で微小な寸法を厳格な精度で実現するため、金属ガラスに塑性変形能を付与した複合化金属ガラスを創製し、これを用いて超精密プレス等により超々精密部材が作製できるような基盤技術の構築が必要である。

このため、本プロジェクトでは金属ガラス相中に微細な結晶粒子を析出分散させることで、金属ガラスの均質な組織に起因する急激な局所的せん断すべり変形を阻止して塑性変形能を付与した複合化金属ガラスを創製する。また、複合化金属ガラスの塑性変形能を利用した超精密プレスにより、比較的低温で微小な寸法のギヤ等を厳格な精度で作製するための基盤技術を開発する。さらに、共通基盤技術研究において開発された成果をもとに、現状の世界最小ギヤードモータ用ギヤと比べて 1/2 の大きさの超々精密ギヤを使用し、モータ全体の体積が 1/3 以下の超微小モータの作製を可能とする実用化技術を開発する。

### II. 1. 1. 3. 高強度・高導電性電気接点部材

近年、パソコンや携帯電話をはじめとするエレクトロニクス機器の小型化、高性能化の進展が著しい。このため、これらの機器に多用されている各種コネクタに対する要求仕様は益々厳しくなっており、特に超小型化と一段の耐久性能向上におけるニーズに答え

ることが急務となっている。例えば携帯電話等に用いられているカードコネクタのピッチは、材料の強度から 0.2 mm が限界となっているが、これを 0.1 mm ピッチにすることができれば、コネクタの幅が半分になり、かつ厚みも大幅に減少させることができる。現在、これらのコネクタの電気接点部材は、主として銅-ベリリウム合金で造られている。銅-ベリリウム合金は、強度と導電性に優れた材料であるが、次世代型の超小型コネクタ用としては強度及び導電性がともに不十分とされている。また、法規制はされていないもののベリリウムは人体に対し有害物質であるという懸念、リサイクルおよび環境問題への対応から銅-ベリリウム合金の特性を凌駕する代替材料の開発が望まれている。

金属ガラスは、銅-ベリリウム合金を大きく上回る強度を持つとともに弾性にも富んでいることから、コネクタ用接点部材として適用すれば現状製品を凌駕する小型化・高性能化が可能と考えられる。しかしながら、金属ガラスの電気抵抗は、無秩序な原子配列が原因で、通常の結晶性銅合金の約 2 倍と大きく、そのままでは電気接点部材としては適さない。

そこで本プロジェクトでは、粉末圧延法等により金属ガラス相中に極微小な高導電性の粒子やフィラーを分散複合化させる、あるいはクラディング等の方法により金属ガラスと高導電性材料を複合化させることで、強度および導電率がともに銅-ベリリウム合金を凌駕する特性を持った新たな複合化金属ガラス合金を創製する。さらにこの複合化金属ガラス合金を用いて、精密圧延により次世代の超小型コネクタ用電気接点部材が成形可能な薄板を作製するための基盤技術を開発する。さらに、共通基盤技術研究において開発された成果をもとに、コネクタのピッチもしくは高さが現状の 1/2 となる微細カードコネクタを作製できる実用化技術を開発する。

### II.1.2. 中間目標と最終目標

上記目標を達成するために、以下の研究開発項目を実施する。

#### 【共通基盤技術】[委託事業]

- ① 複合化金属ガラスによる硬磁性・ナノ構造部材技術
  - ①-1 硬磁性複合化金属ガラスの合金創製
  - ①-2 硬磁性複合化金属ガラスによる超高密度パターン形成技術の開発
- ② 複合化金属ガラスによる高強度・超々精密部材技術
  - ②-1 高強度・可塑性複合化金属ガラスの合金創製
  - ②-2 超々精密ギヤ等の成形技術の開発
- ③ 複合化金属ガラスによる高強度・高導電性部材技術
  - ③-1 高強度・高導電性複合化金属ガラスの合金創製
  - ③-2 精密薄板作製技術の開発

【実用化技術】〔助成事業（助成率：1/2以内）〕

- ④ 次世代高密度磁気記録媒体の開発（平成 22 年度から実施検討予定）
- ⑤ 超微小モータ用部材の開発（平成 21 年度から実施中）
- ⑥ 高強度・高導電性電気接点部材の開発（平成 22 年度から実施予定）

研究開発項目ごとの中間目標（平成 21 年度末）と最終目標（平成 23 年度末）および目標設定の根拠は以下のとおりである。

【共通基盤技術】

①複合化金属ガラスによる硬磁性・ナノ構造部材技術

①-1 硬磁性複合化金属ガラスの合金創製

中間目標：

現状の磁気記録媒体の密度を大幅に上回る密度の微小な磁性粒子においても、十分な磁気記録特性を持ち、かつ高精度な成形性を有する複合化金属ガラスを創製する。具体的には、1平方インチ当り600 ギガビットの密度で、異方性磁界を10 kOe以下、飽和磁化を500 emu/cc程度とする磁性ドットが作製可能な複合化金属ガラスを創製する。

最終目標：

中間目標に比べて3.3倍以上の記録密度の超微小な磁性粒子においても、十分な磁気記録特性を持ち、かつ高精度な成形性を有する複合化金属ガラスを創製する。具体的には、1平方インチ当り2テラビットの密度で、異方性磁界を15 kOe以下、飽和磁化を500 emu/cc程度とする磁性ドットが作製可能な複合化金属ガラスを創製する。

設定根拠：

技術戦略マップの中のストレージ・メモリ分野のロードマップでは、磁性媒体の磁気記録密度は、平成 22 年度に 1 平方インチ当り 600 ギガビット、平成 26 年度には 1 平方インチ当り 2 テラビットと策定されている。ハードディスクの実用化には、コストも含めた生産技術を確立する必要があり、このためには実用化時期より遅くとも数年前には基礎的な研究開発を完了させておく必要がある。この知見に基づき、平成 21 年度末（中間時点）で 1 平方インチ当り 600 ギガビット、さらに、平成 23 年度末（最終時点）で 1 平方インチ当り 2 テラビットを達成できる微小な磁性粒子において、十分な磁気記録特性を持ち、かつ高精度な成形性を有する複合化金属ガラスを創製することを目標とした。また、作製したドット密度に応じて、隣接したパターン間の磁氣的干渉や熱揺らぎの問題に抗して安定な磁気記録を可能とするため、目標とする異方性磁界および飽和磁化が必要と算出した。

## ①-2 硬磁性複合化金属ガラスによる超高密度パターン形成技術の開発

### 中間目標：

現状の磁気記録媒体の密度を上回る密度で、ナノパターンが作製可能な超微細金型の加工技術および金属ガラスを被転写材としたナノインプリント技術の開発を行う。具体的には、ドット径を16 nm程度、ドット間隔を33 nm程度とし、密度が1平方インチ当り600 ギガビットとなるナノパターン形成技術を開発し、①-1の中間目標で創製する硬磁性複合化金属ガラスを用いて、評価可能な程度の微小サンプルを試作して、磁気記録特性を確認する。

### 最終目標：

平成21年度に比べて3.3倍以上の密度で、ナノパターンが作製可能な超微細金型の加工技術および金属ガラスを被転写材としたナノインプリント技術の開発を行う。具体的には、ドット径を9 nm程度、ドット間隔を18 nm程度とし、密度が1平方インチ当り2テラビットとなるナノパターン形成技術を開発し、①-1の最終目標で創製する硬磁性複合化金属ガラスを用いて、評価可能な程度の微小サンプルを試作して、磁気記録特性を確認する。

### 設定根拠：

磁性媒体の磁気記録密度の技術ロードマップを考慮して、平成21年度末（中間時点）で1平方インチ当り600 ギガビット（ドット径：16 nm程度、ドット間隔：33 nm程度）、さらに、平成23年度末（最終時点）で1平方インチ当り2テラビット（ドット径：9 nm程度、ドット間隔：18 nm程度）を達成できる微小な磁性粒子において、これらをインプリント加工できる超微細金型の加工技術および金属ガラスを被転写材としたインプリント技術の開発とともに、これらの技術を組み合わせることで作製した微小サンプルを用いて磁気特性を確認することを目標とした。

## ②複合化金属ガラスによる高強度・超々精密部材技術

### ②-1 高強度・可塑性複合化金属ガラスの合金創製

#### 中間目標：

現状の世界最小ギヤードモータに比べて直径が1/2の超々精密ギヤ等が作製可能な複合化金属ガラス合金の創製を行う。具体的には、圧縮強さが1650 MPa以上で、圧縮応力下での塑性伸びが5%以上の複合化金属ガラス合金の創製を行う。

#### 最終目標：

中間目標で作製する超々精密部材に比し、寸法精度を2倍以上に向上させた超々精密ギヤ等が作製加工可能な複合化金属ガラス合金の創製を行う。具体的には、圧縮強さが1650 MPa以上で、圧縮応力下での塑性伸びが10%以上の複合化金属ガラス合金の創製を行う。

設定根拠：

金属製歯車材料には、適用する製品に応じた加工性と強度（圧縮あるいは引張強さ）が求められる。これまでの研究から、単相金属ガラスは熔融状態からのネットシェイプ成形のみで炭素鋼の2倍以上の高い引張強さ（1500 MPa）を発現することが明らかとなっており、単相金属ガラスを用いた精密ギヤが卓越した耐摩耗性を発揮することは実証されている。このことから、本プロジェクトで創製する複合化金属ガラスの強度目標は、単相金属ガラスと同程度の1650 MPaとした。また、本プロジェクトで創製する複合化金属ガラスは、十分な塑性変形能を有し、精密プレス成形で破壊することなく歯形が加工可能であることから、圧縮応力下での塑性伸びを5%以上（中間目標）とし、後加工により寸法精度の更なる向上を行うことから、圧縮応力下での塑性伸びを10%以上（最終目標）でギヤ成形が可能であると見積もった。

## ②-2 超々精密ギヤ等の成形技術の開発

中間目標：

現状の世界最小ギヤードモータに比べて直径が1/2の超々精密ギヤ等を作製する。具体的には、直径が0.3 mm以下で、寸法精度が $\pm 2 \mu\text{m}$ 以下の超々精密な遊星ギヤ等が作製できるような基盤技術を開発する。

最終目標：

中間目標として作製する超々精密ギヤ等の寸法精度を2倍以上に向上させる。具体的には、直径が0.3 mm以下で、寸法精度が $\pm 1 \mu\text{m}$ 以下の超々精密な遊星ギヤ等が作製できるような基盤技術を開発する。

設定根拠：

実用化技術で開発を目指す直径0.9 mmの超微小モータ用ギヤボックスの基本的な設計検討から、遊星ギヤ等の直径は0.3 mm以下である必要がある。また、現在の直径1.5 mmのギヤードモータの設計を展開し、ギヤボックスの試作組立性を考慮すると、遊星ギヤ等の寸法精度は $\pm 2 \mu\text{m}$ 以下である必要がある。また、超微小モータの製品化を見極めるためには、最終段階で寸法精度を $\pm 1 \mu\text{m}$ 以下にして、量産時の組立安定性および長期信頼性を評価し、品質および生産コスト等の見通しを得る必要がある。

## ③複合化金属ガラスによる高強度・高導電性部材技術

### ③-1 高強度・高導電性複合化金属ガラスの合金創製

中間目標：

引張強度が1200 MPa以上で、導電率が30 %IACS以上の複合化金属ガラス合金の創製を行う。



最終目標：

引張強度が1500 MPa以上で、導電率が60 %IACS以上の複合化金属ガラス合金の創製を行う。

設定根拠：

中間目標は、銅-ベリリウム合金に匹敵する引張強さ（1200 MPa）と導電率（30 %IACS）を有する複合化金属ガラス合金の創製を行う。最終目標は、銅-ベリリウム合金を陵駕する引張強さ（1500 MPa）と導電率（60 %IACS）を有する複合化金属ガラス合金の創製を行う。

### ③-2 精密薄板作製技術の開発

中間目標：

板厚が0.1 mm程度で、板幅が10 mm以上の精密薄板を作製する。

最終目標：

板厚が0.05 mm程度で、板幅が50 mm以上の精密薄板を作製する。

設定根拠：

中間目標では、現状の携帯電話等に用いられている小型カードコネクタのピッチもしくは高さを現状の2/3にすることが可能な高精度の薄板を作製する。さらに、最終目標では、ピッチもしくは高さを現状の1/2にすることが可能な高精度の薄板を作製する。

#### 【実用化技術】

実用化技術に関しては、ユーザー（川下産業）からのスペックに基づき、以下の最終目標を設定した。

#### ④ 次世代高密度磁気記録媒体の開発

最終目標：共通基盤技術研究において開発された成果をもとに、記録密度が1平方インチ当たり2テラビットの超高密度磁気記録媒体を開発する。

#### ⑤ 超微小モータ用部材の開発

最終目標：共通基盤技術研究において開発された成果をもとに、現状の世界最小ギヤードモータ用ギヤと比べて1/2の大きさの超々精密ギヤを使用し、モータ全体の体積が1/3以下の超微小モータを開発する。

#### ⑥ 高強度・高導電性電気接点部材の開発

最終目標：共通基盤技術研究において開発された成果をもとに、コネクタのピッチもしくは高さが現状の1/2となる微細カードコネクタを開発する。

## II. 2. 事業の計画・内容

### II. 2. 1. 研究開発の内容

本プロジェクトでは、金属ガラス相と第二相を複合化させることで複合化金属ガラス合金を創製し、従来の金属ガラス単相合金の持つ優れた特徴に加えて、硬磁気特性、塑性加工性、高電気伝導性等の特性を付与する。この複合化金属ガラスの持つ新規な特性を用いて、従来の金属ガラス単相合金では為しえなかった革新的部材の開発を行い、さらに多様な工業製品に応用するための共通基盤技術を確立する。また、共通基盤技術で開発された成果をもとに次世代高密度磁気記録媒体、超微小モータ用部材、高強度・高導電性電気接点部材を開発する。研究開発内容の概要は以下のとおりである。

#### 【共通基盤技術】[委託事業]

##### ① 複合化金属ガラスによる硬磁性・ナノ構造部材技術

優れた粘性流動加工性を有する単相金属ガラスを用いてインプリントにより作製した金属ガラスのナノパターンを熱処理し、その一部を硬磁性のナノ結晶粒子として析出させることで得られる硬磁性複合化金属ガラスの合金創製、あるいは、優れた粘性流動加工性を有する単相金属ガラスを用いてインプリントにより作製した金属ガラスのナノパターンの上に、スパッタリングにより硬磁性合金薄膜を形成させることで得られる硬磁性複合化金属ガラスの合金創製を行う。また、金属ガラスの優れた粘性流動加工性を活かして金属ガラスを被転写材として用い、収束イオンビームを用いた微細加工等により作製したナノパターンの金型により、直接インプリントすることで極めて高密度かつ高精度のナノパターンを形成する基盤技術を開発する。インプリント用金型は、高密度かつ高精度で、熱膨張による精度劣化が少なく、被転写材である金属ガラスとの離型性にも優れたものを開発する。さらに、高密度のナノパターンがインプリントできる金属ガラスの薄膜あるいは箔を作製し、金属ガラスの特徴である粘性流動特性を最大限に発揮させたインプリント技術により、目標とする超高密度のナノパターンを形成するための基盤技術を開発する。また合金創製で開発する複合化技術を用いて上記ナノパターンに硬磁気特性を付与し、評価可能な微小サンプルを試作して磁気記録特性を確認する。

##### ② 複合化金属ガラスによる高強度・超々精密部材技術

現在、金属ガラスの特徴を活かして超精密ギヤ等の開発が進められており、これまでに直径 1.5 mm の世界最小ギヤードモータが試作され、その製品適用が進められている。一方、高度化の著しいマイクロ機器の分野では、さらに微小なモータの開発ならびに実用化の期待が大きい。このような超微小モータの開発には、従来では困難なレベルの非常に厳しい寸法精度の超々精密ギヤ等が必要である。現在の超精密ギヤ等は、単相の金属ガラスを用い、高温の熔融状態から直接鋳型に注入する射出成形法で作製されているため、熱収縮の影響が問題となり、超々精密ギヤ等の微小な寸法や高い寸法精度を達成することが困

難である。

本プロジェクトでは、高温に加熱することなく、比較的低温で微小な寸法を高い精度で実現するために、金属ガラスに塑性変形能を付与した複合化金属ガラスを創製し、これを用いて超精密プレス等により超々精密部材が作製できるような基盤技術を開発する。具体的には、金属ガラスのマトリックス中に第二相として微細結晶粒子を分散させ、金属ガラスの均質な組織に起因する急激な局所的せん断すべり変形を阻止することで、巨視的な塑性変形能を有する高強度・可塑性複合化金属ガラスを創製する。また、創製する高強度・可塑性複合化金属ガラスを用いた超精密プレスにより、比較的低温で微小な寸法のギヤ等を高い精度で成形するための基盤技術を開発する。

### ③ 複合化金属ガラスによる高強度・高導電性部材技術

携帯電話等の小型エレクトロニクス機器に用いられているコネクタの電気接点部材には、主として銅-ベリリウム合金が使われている。銅-ベリリウム合金は、強度と導電性に優れた材料であるが、次世代の超小型コネクタ用としては強度及び導電性がともに不十分とされている。金属ガラスは、銅-ベリリウム合金を大きく上回る強度を持つとともに低ヤング率であることから弾性に富んでおり、コネクタ用接点部材として適用すれば現状製品を凌駕する小型化・高性能化が可能と考えられる。しかし、金属ガラスは電気抵抗が通常の結晶性銅合金より大きいため、そのままでは電気接点部材としては適さない。

本プロジェクトでは、金属ガラスの高強度特性を保持しつつ電気伝導性を高めることにより、優れた強度と電気伝導性を併せ持つ複合化金属ガラスを創製し、さらにこれを用いて精密圧延により極薄で板厚精度に優れた広幅の精密薄板を作製して、次世代の超小型コネクタ用電気接点部材を成形するための基盤技術を開発する。具体的には、粉末圧延法等を用い、強度を担保するマトリックスとして高強度金属ガラス粉末と、このマトリックス中に分散させて電気伝導度を高める高導電性金属フィラーとを混合し、温間で圧延して両者を複合化させる。また、金属ガラス粉末および高導電性フィラーの塑性や粒度、形状およびフィラーの分散状態を制御することで、目標とする強度と導電性が両立する高強度・高導電性複合化金属ガラスの合金創製を行う。また、高強度金属ガラスの薄板と高導電性金属の薄板とをクラディングする手法も検討する。

さらに、創製した複合化金属ガラスを用い、精密圧延により幅広の板厚精度に優れた精密薄板を作製するための基盤技術を開発する。

## 【実用化技術】[助成事業（助成率：1/2 以内）]

### ④ 次世代高密度磁気記録媒体の開発（平成 22 年度から実施検討予定）

進展の著しい情報化社会において、情報ストレージは需要が益々増大するとともに高密度化しており、1 平方インチ当たり 1 テラビットを超える次世代の高密度磁気記録媒体の開発・実用化が急がれている。1 テラビットを超える次世代の媒体技術としては、金属ガラ

スを使用したパターンドメディアが、最も高密度、高精度かつ低コストで作製できる可能性が高いため、早急に実用化技術を確立する必要がある。そのため、本プロジェクトでは、共通基盤技術研究において開発された成果をもとに、高密度磁気記録媒体を試作し、磁気記録特性を確認する。

⑤ 超微小モータ用部材の開発（平成 21 年度から実施）

高性能化の著しいマイクロ機器の分野では、現在開発中の直径 1.5 mm のギヤードモータをさらに下回る微小なモータの開発ならびに実用化への期待が大きい。そのため、複合化金属ガラスを用いてこれらの超微小モータ用の超々精密ギヤを開発し、超微小モータを試作して、早急に応用分野への展開を図る必要がある。そのため、共通基盤技術研究において開発された成果をもとに、超微小モータを試作して、実用化に必要な諸特性を確認する。

⑥ 高強度・高導電性電気接点部材の開発（平成 22 年度から実施予定）

近年、携帯電話等に用いられている小型カードコネクタに対する小型化、高性能化の要求がますます高まっている。複合化金属ガラスを用いて、高強度と高導電性を併せ持つ接点部材を開発し、コネクタのピッチもしくは高さが従来の 1/2 の微細カードコネクタを試作して、早急に応用分野への展開を図る必要がある。そのため、共通基盤技術研究において開発された成果をもとに、微細カードコネクタを試作して、実用化に必要な諸特性を確認する。

以上のような、共通基盤技術研究開発（委託事業）と実用化技術研究開発（助成事業）を実施することにより、図 II-1 に示すように、複合化金属ガラスの機能・物性を十分に活かしつつ、材料創製技術と成型加工技術を一体化した技術開発により、新規な部材ないしは製品を提案し（垂直連携）、新市場および新たな雇用を創出する高付加価値材料産業を構築する。



図 II-1 プロジェクトの階層的認識

### II.2.2. 実験計画と予算推移

委託事業及び助成事業における全体スケジュールと、予算額を図 II-2 および、図 II-3 に示す。




	平成19年度	平成20年度	平成21年度	平成22年度	平成23年度	目標製品
①硬磁性・ナノ構造部材技術 合金創製 超高密度パターン形成技術 ④次世代高密度磁気記録媒体の開発	<p>磁気特性と粘性流動加工性を併せ持つ合金の探索</p> <p>金型製作・ナノインプリント方法の基礎検討</p> <p>ナノインプリント方法の最適化</p> <p>実用化検討</p>					 次世代高密度磁気記録媒体
②高強度・超々精密部材技術 合金創製 超々精密ギャ等の成形技術 ⑤超微小モータ用部材の開発	<p>高強度と塑性変形能を併せ持つ合金の探索</p> <p>精密プレス加工での金型成形、ギャ成形基礎検討</p> <p>加工精度の向上</p> <p>実用化検討</p>					 超微小モータ
③高強度・高導電性部材技術 合金創製 精密薄板作成技術 ⑥高強度・高導電性電気接点部材の開発	<p>高強度と高導電性を併せ持つ合金の探索</p> <p>精密温間圧延の基礎検討</p> <p>圧延精度の向上</p> <p>実用化検討</p>					 微細カードコネクタ

図 II-2 研究開発のスケジュール

研究開発項目		平成19年度	平成20年度	平成21年度	平成22年度(予定)	平成23年度(予定)	合計
委託	①硬磁性・ナノ構造部材技術						
	②高強度・超々精密部材技術	350	323	289	385	323	1845
	③高強度・高導電性部材技術	(145) 加速	(30) 加速				
助成	④次世代高密度磁気記録媒体					15	15
	⑤超微小モータ用部材			4	22	10	36
	⑥高強度・高導電性電気接点部材				5	11	16
合計		495	353	293	412	359	1912

図Ⅱ-3 研究開発の予算の推移

図Ⅱ-3中の下段のカッコ付き数字は、その年度に投入した加速資金を示している。また、委託費用の中には、NEDO特別講座の費用は含まれてはいない。また、助成費用は、1/2の助成額を示している。平成19年度から平成23年度までの5年間のプロジェクトの総額(予定)は約19億円である。

### Ⅱ.2.3. 研究開発項目毎の詳細計画内容

研究開発項目①「複合化金属ガラスによる硬磁性・ナノ構造部材技術」

#### ①-1 「硬磁性複合化金属ガラスの合金創製」

優れた粘性流動加工性を有する単相金属ガラスを用いてインプリントにより作製した金属ガラスのナノパターンを熱処理し、その一部を硬磁性のナノ結晶粒子として析出させることで得られる硬磁性複合化金属ガラスあるいは、優れた粘性流動加工性を有する単相金属ガラスを用いてインプリントにより作製した金属ガラスのナノパターンの上に、スパッタリングにより硬磁性合金薄膜を形成させることで得られる硬磁性複合化金属ガラスの合金創製を行う。年度毎の研究開発内容は以下のとおりである。

#### 【平成19年度計画】

- ・磁性合金のスパッタ薄膜形成による硬磁気特性付与の予備的検討。
- ・熱処理を用いた結晶化による硬磁気特性付与。
- ・直径が16 nm程度の金属ガラスのナノドット形成の予備的検討。
- ・MFMによる複合化金属ガラスドットの磁気特性に測定および評価。
- ・目標値達成に向けた合金成分設計、熱処理条件、スパッタ条件へのフィードバック。

- ・基礎検討結果の解析と検証ならびにプロセス全体の成立性検討。
- ・直径 16 nm 程度のドットが形成できる微細加工プロセスの基礎的手法検討。
- ・電子顕微鏡によるナノ構造・ナノ組織に関する微細構造解析。
- ・評価手法の基礎的検討および測定結果検証。

#### 【平成 20 年度計画】

- ・金属ガラススパッタ薄膜の合金成分改良。
- ・磁性合金のスパッタ薄膜形成による硬磁気特性付与。
- ・磁性合金薄膜成分等の改良およびスパッタ条件の改善によるナノドット磁気特性の向上。
- ・熱処理された複合化金属ガラスの磁気特性に及ぼす微細構造の影響の基礎的評価。
- ・熱処理を用いた結晶化による硬磁気特性付与。
- ・直径 16 nm 程度の金属ガラスナノドット形成が可能となるような金属ガラス箔の合金探索および熱処理条件の基礎的検討。
- ・複合化金属ガラスドット上に形成する硬磁性薄膜の MFM による磁気特性の測定および評価。
- ・目標値達成に向けた合金成分設計、熱処理条件、およびスパッタリング条件等へのフィードバック。
- ・基礎検討結果の解析と検証ならびにプロセス全体の成立性検討。
- ・金属ガラスの熱処理もしくはスパッタによる硬磁性合金薄膜形成の基礎手法検討。
- ・直径 16 nm 程度のドットが形成できる微細加工プロセスの基礎的手法検討。
- ・電子顕微鏡によるナノ構造・ナノ組織に関する微細構造解析。
- ・複合化金属ガラスドット上に形成した磁性薄膜の磁気特性の測定、評価手法検討および測定結果検証。

#### 【平成 21 年度計画】

- ・金属ガラスおよび硬磁性合金のスパッタ薄膜の成分調整による特性改良。
- ・複合化金属ガラスドット上に形成する硬磁性薄膜の MFM による磁気特性の測定および評価。
- ・目標値達成に向けた合金成分設計、熱処理条件、およびスパッタリング条件等へのフィードバック。
- ・基礎検討結果の解析と検証ならびにプロセス全体の成立性検討。
- ・軟磁性裏打ち層および磁気特性目標が達成可能な熱処理金属ガラスもしくはスパッタ硬磁性合金薄膜形成の基礎手法検討。
- ・電子顕微鏡によるナノ構造・ナノ組織に関する微細構造解析。
- ・複合化金属ガラスドット上に形成した磁性薄膜の微細構造と磁化状態の計測、記録ドット評価手法検討。
- ・積層複合化された金属ガラス薄膜による次世代高密度磁気記録媒体の成立性検証。

#### ①-2 「金属ガラスによる超高密度パターン形成技術の開発」

優れた粘性流動加工性を活かして金属ガラスを被転写材として用い、集束イオンビームを用いた微細加工等により作製したナノパターンの金型により、直接インプリントすることで極めて高密度かつ高精度のナノパターンを形成する基盤技術を開発する。

##### ①-2-1 「インプリント用金型創製技術の開発」

金属ガラスのナノインプリントに用いる、高密度かつ高精度で、熱膨張による精度劣化が少なく、被転写材である金属ガラスとの離型性にも優れた金型を創製する。

##### 【平成19年度計画】

- ・高結晶化温度金属ガラス等のアモルファス構造の合金材料を中心に、金型材料として用いる材料の基礎的探索。
- ・FIB を用いた金型材料へのナノパターン直接描画によるインプリント用金型作製法の基礎的検討。
- ・AFM を用いた金型パターンの形状測定および評価。

##### 【平成20年度計画】

- ・高結晶化温度金属ガラス等のアモルファス構造の合金材料を中心に、金型材料として用いる材料の基礎的探索。
- ・FIB による金型材料への直接描画プロセス改良による金型精度および離型性向上。
- ・FIB 加工とドライエッチングを併用した微細加工法による金型精度およびパターン形状の改善。
- ・金型材料試作および FIB を用いた金型材料へのナノパターン直接描画によるインプリント用金型作製。
- ・AFM および FE-SEM を用いた金型パターンの形状測定および評価。

##### 【平成21年度計画】

- ・高結晶化温度金属ガラス等のアモルファス構造の合金材料を中心に、金型材料として用いる材料の基礎的探索。
- ・FIB 加工とドライエッチングを組み合わせた複合描画技術によるインプリント用金型の作製。
- ・AFM および FE-SEM を用いた金型パターンの形状測定および評価。
- ・金型材質の検討およびナノ FIB 加工法の基礎的検討。
- ・金属ガラス製のナノドットの形状や寸法の評価と解析。
- ・記録ドットの磁化反転強度分布計測。

##### ①-2-2 「インプリントによるナノパターン形成技術の開発」

超高密度のナノパターンがインプリントできる金属ガラスの薄膜および箔を作製し、金属ガラスの特徴である粘性流動特性を最大限に発揮させたインプリント技術により、目標とする超高密度のナノパターンを形成するための基盤技術を開発する。また、①-1 で開発



する複合化技術を用いて上記ナノパターンに硬磁気特性を付与し、評価可能な程度の微小サンプルを試作して磁気記録特性を確認する。

#### 【平成 19 年度計画】

- ・超高密度ナノパターンが作製可能な金属ガラス被転写材をスパッタ薄膜として作製するための基礎技術開発。
- ・スパッタ薄膜試料と①-2-1 で開発する金型を用いたインプリントの予備試験。
- ・加熱・転写および冷却・離型等のナノインプリント最適成形条件の基礎的検討。
- ・AFM および FE-SEM を用いたナノパターンの形状解析および評価。
- ・ナノパターンに硬磁気特性が付与された状態での基礎的な形状解析および評価。
- ・金属ガラスナノインプリントの巨視的および微視的流動変形解析。
- ・金型・被転写材間の濡れ性や熱膨張の影響等の基礎的検討。

#### 【平成 20 年度計画】

- ・微小サンプルが作製可能な金属ガラス被転写材をスパッタ薄膜として作製するための技術開発。
- ・磁性合金のスパッタ薄膜形成技術改善による微小サンプルの硬磁気特性を向上。
- ・スパッタ薄膜試料と①-2-1 で開発する金型を用いたインプリントの予備試験。
- ・AFM および FE-SEM を用いたナノパターンの形状解析および評価。
- ・被転写材金属ガラス箔の作製とナノパターンインプリントの基礎的検討。
- ・硬磁気特性を付与した複合化金属ガラスナノパターンの微小サンプル磁気特性測定。
- ・金属ガラスナノインプリントの巨視的および微視的流動変形解析。
- ・金型・被転写材間の濡れ性や熱膨張の影響等の基礎的検討。

#### 【平成 21 年度計画】

- ・目標とするドット径およびドット間隔を有するナノパターンの大面積インプリント装置試作。
- ・硬磁性合金薄膜をナノパターン上に形成し、軟磁性裏打ち層およびインプリント用非磁性金属ガラス層のスパッタ薄膜形成条件およびインプリント条件等にフィードバック。
- ・金属ガラスナノインプリントの巨視的および微視的流動変形解析。
- ・AFM および FE-SEM を用いたナノパターンの形状解析および評価。
- ・被転写材金属ガラス箔の作製とナノパターンインプリントの基礎的検討。
- ・硬磁気特性を付与した複合化金属ガラスナノパターンの微小サンプル磁気特性測定。
- ・金属ガラスナノインプリントの巨視的および微視的流動変形解析。
- ・金型・被転写材間の濡れ性や熱膨張の影響等の基礎的検討。
- ・得られたナノパターンの形状測定結果および磁気特性測定結果の解析・評価。

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」

## ②-1「高強度・可塑性複合化金属ガラスの合金創製」

金属ガラスのマトリックス中に第二相として微細結晶粒子を分散させ、金属ガラスの均質な組織に起因する急激な局所的せん断すべり変形を阻止することで、巨視的な塑性変形能を有する高強度・可塑性複合化金属ガラスを創製する。

### 【平成 19 年度計画】

- ・金属ガラスの溶解・鋳造・熱処理による微細結晶相の析出状態を制御した複合化金属ガラス作製。
- ・複合化金属ガラスの硬度、圧縮強さおよび圧縮塑性伸び等の機械的性質測定。
- ・組織観察による微細結晶の粒径・体積分率・分散状態等の機械的性質に及ぼす影響調査。
- ・目標値達成のための材料成分を絞り込み。
- ・微細結晶粒子析出金属ガラスの基本的な合金成分設計。
- ・複合化金属ガラスの機械的性質や微細結晶相の析出状態等の基礎調査結果解析。
- ・複合化金属ガラス試料の精密プレス成形性の基礎的検討。
- ・電子顕微鏡によるナノ構造・ナノ組織に関する微細構造解析。

### 【平成 20 年度計画】

- ・微細結晶粒子析出複合化金属ガラス作製と、硬度、圧縮強さ、圧縮塑性伸び等の機械的性質評価（継続）。
- ・複合化金属ガラス成分改良、熱処理条件改善による圧縮強さ、圧縮塑性伸び等の機械的性質向上（継続）。
- ・複合化金属ガラスの機械的性質や微細結晶相の析出状態等の基礎調査結果解析（継続）。
- ・複合化金属ガラス試料の精密プレス成形性の基礎的検討（継続）。
- ・電子顕微鏡によるナノ構造・ナノ組織に関する微細構造解析（継続）。

### 【平成 21 年度計画】

- ・微細結晶粒子析出複合化金属ガラス作製と、硬度、圧縮強さ、圧縮塑性伸び等の機械的性質評価（継続）。
- ・複合化金属ガラス成分改良、熱処理条件改善による圧縮強さ、圧縮塑性伸び等の機械的性質向上（継続）。
- ・複合化金属ガラスの機械的性質や微細結晶相の析出状態等の基礎調査結果解析（継続）。
- ・複合化金属ガラス試料の精密プレス成形性の基礎的検討（継続）。
- ・電子顕微鏡によるナノ構造・ナノ組織に関する微細構造解析（継続）。

## ②-2「超々精密ギヤ等の成形技術の開発」

②-1で創製する高強度・可塑性複合化金属ガラスを用いた超精密プレスにより、比較的低温で微小な寸法のギヤ等を高い精度で成形するための基盤技術を開発する。

### 【平成 19 年度計画】

- ・複合化金属ガラス試料の精密プレス成形性の基礎的検討結果を基に、比較的低温で実施できる超精密プレス成形法の基礎的検討。
- ・超精密プレスにおいて、複合化金属ガラスの強度に十分耐えて高い精度が維持できる超々精密ギヤ用金型の基本的検討。

#### 【平成 20 年度計画】

- ・精密プレス成形装置用金型の製作。
- ・精密プレス成形装置を用いた超々精密ギヤ部材の試作。
- ・寸法精度評価による超精密プレス成形技術の早期確立。
- ・他部品と組み合わせてギヤボックスとしての性能を評価。
- ・得られた寸法精度の評価結果および精密プレス成形条件を解析。
- ・寸法精度向上のための金型の改良および精密プレス成形条件の改良（継続）。

#### 【平成 21 年度計画】

- ・精密プレス成形装置および精密プレス成形装置用金型を用いた超々精密ギヤ部材試作（継続）。
- ・寸法精度評価による超精密プレス成形技術の早期確立（継続）。
- ・他部品と組み合わせてギヤボックスとしての性能を評価（継続）。
- ・プレス成形以外の超々精密な遊星ギヤ創製プロセスの新規探索。
- ・得られた寸法精度の評価結果および精密プレス成形条件を解析（継続）。
- ・寸法精度向上のための金型の改良および精密プレス成形条件の改良（継続）。

### 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」

#### ③-1「高強度・高導電性複合化金属ガラスの合金創製」

粉末圧延法等を用い、強度を担保するマトリックスとしての高強度金属ガラス粉末と、このマトリックス中に分散させて電気伝導度を高める高導電性金属フィラーとを混合し、温間で圧延して両者を複合化させる。また、金属ガラス粉末および高導電性金属フィラーの組成や粒度、形状およびフィラーの分散状態を制御することで、目標とする強度と導電性が両立する高強度・高導電性複合化金属ガラスの合金創製を行う。さらに、高強度金属ガラスの薄板と高導電性金属の薄板とをクラディングする等の手法も検討する。このため、合金探索と複合化技術に分けて開発を実施する。

##### ③-1-1「合金探索」

#### 【平成 19 年度計画】

- ・マトリックス金属ガラスの溶解・鋳造を行い、ガラス形成能、機械的特性等の基礎特性評価。
- ・評価結果解析ならびに合金元素の分析結果から材料成分絞込み。
- ・金属ガラスの合金成分設計と得られた金属ガラスの基礎特性評価結果解析。

#### 【平成 20 年度計画】

- ・マトリックス金属ガラスの合金成分改良によるガラス形成能、機械的特性、導電率の向上。
- ・金属ガラスの合金成分設計と得られた金属ガラスの基礎特性評価結果解析（継続）。

#### 【平成 21 年度計画】

- ・マトリックス金属ガラスの合金成分改良によるガラス形成能、機械的特性、導電率の向上（継続）。
- ・基礎的な学術的知見の実験的検証と応用・実用化への展開。
- ・金属ガラス生成の合金組成成分則を活用した Cu 基非平衡結晶合金の新規探索。
- ・金属ガラスの合金成分設計と得られた金属ガラスの基礎特性評価結果解析（継続）。

#### ③-1-2「複合化技術の開発」

#### 【平成 19 年度計画】

- ・金属ガラスの粉末化、高導電性金属フィラーと混合、ホットプレス等により固化・成形して得られた複合化金属ガラスバルク材の強度と導電率の評価。
- ・金属ガラス粉末の粒度、形状と高導電性金属フィラーの種類、粒度、形状等との組み合わせや両者の混合率の影響評価。
- ・固化・成形プロセスの温度、圧力、雰囲気等の基礎条件の影響検討。

#### 【平成 20 年度計画】

- ・金属ガラスの粉末化、高導電性金属フィラーと混合、ホットプレス等による複合化金属ガラスの作製。
- ・精密温間圧延装置を用いたクラッディング一体化成形による複合化金属ガラスの作製。
- ・得られた複合化金属ガラスの強度および導電率評価。
- ・粉末を用いた固化・成形プロセスあるいは箔を用いた一体化成形プロセスの温度、圧力、雰囲気等の基礎条件改良による複合化金属ガラスの強度および導電率向上。

#### 【平成 21 年度計画】

- ・金属ガラスの粉末化し、押出あるいは精密温間圧延装置用混合粉末予備固化装置を用いた高導電性金属フィラーと混合固化による複合化金属ガラスの作製(継続)。
- ・非平衡結晶合金の粉末化し、押出あるいは精密温間圧延装置用混合粉末予備固化装置を用いた高導電性金属フィラーと混合固化による非平衡結晶合金の作製。
- ・得られた複合化金属ガラスあるいは非平衡結晶合金の強度および導電率評価(継続)。
- ・押出法による複合化技術の基礎的解析。

#### ③-2「精密薄板作製技術の開発」

③-1で創製した複合化金属ガラスを用い、精密圧延により広幅の板厚精度に優れた精密薄板を作製するための基盤技術を開発する。

#### 【平成 19 年度計画】

- ・ホットプレスの複合化条件を基にしたガラス遷移温度近傍における精密温間圧延の予備検討。

- ・精密温間粉末圧延装置の仕様検討。
- ・複合化金属ガラスのガラス遷移温度近傍における変形挙動の基礎的検討。
- ・圧延条件が板厚精度に及ぼす影響等の基礎調査。

#### 【平成 20 年度計画】

- ・ホットプレスあるいはクラディングにより作製した複合化金属ガラスの精密温間圧延装置での圧延による広幅で板厚精度に優れた精密薄板の作製。
- ・曲げ疲労試験機を用いた精密薄板の曲げ疲労特性評価。
- ・マトリックス金属ガラス粉末と高導電性金属フィラーの混合粉末から広幅の精密薄板を直接作製する精密温間粉末圧延の基礎技術開発。
- ・精密温間圧延装置用混合粉末予備固化装置および超音波焼結圧延装置を用いた高効率かつ高品質精密薄板作製のための基礎技術確立。
- ・板厚精度および板幅の評価結果解析と、精度と板幅の限界向上のための温間圧延条件検討。

#### 【平成 21 年度計画】

- ・金属ガラスあるいは非平衡結晶合金の粉末化、精密温間圧延装置用混合粉末予備固化装置を用いた高導電性金属フィラーとの混合固化、その後の圧延等による複合化金属ガラス薄板あるいは非平衡結晶合金薄板の作製。
- ・複合化金属ガラス薄板あるいは非平衡結晶合金薄板の強度および導電率の評価。
- ・固化・成形・薄板化プロセスの温度、圧力、雰囲気、圧下率、熱処理等の基礎条件改良による複合化金属ガラス薄板あるいは非平衡結晶合金薄板の強度と導電率向上。

#### 研究開発項目④「次世代高密度磁気記録媒体の開発」

平成 22 年度から実施検討予定

#### 研究開発項目⑤「超微小モータ用部材の開発」

##### 【平成 21 年度計画】

共通基盤技術で試作した超々精密ギヤ部材を用いて、直径0.9 mmの超微小ギヤードモータを試作する。そのために、既存技術にない歯車成形技術、組立要素技術、コイル形成技術、磁石成形技術、軸受形成技術等を合わせて開発し、世界最小のギヤードモータを実現する。

#### 研究開発項目⑥「高強度・高導電性電気接点部材の開発」

平成22年度から実施予定

## II. 2. 4. 研究開発の実施体制

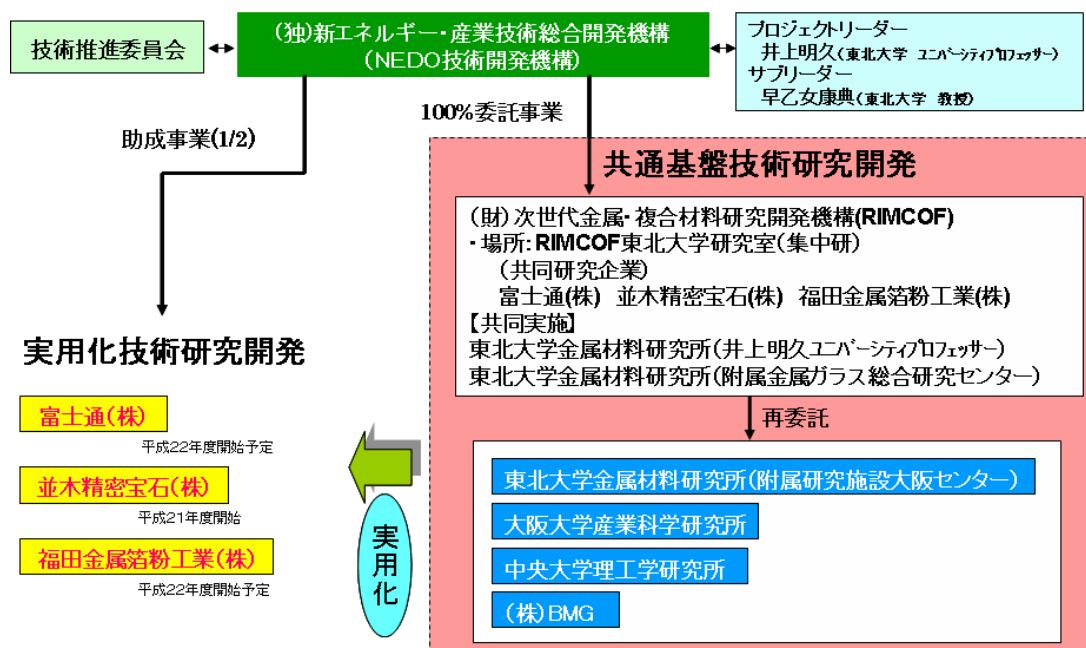
### II. 2. 4. 1. 平成20年度までの実施体制

本プロジェクトは、図II-4に示すように、委託事業により共通基盤技術開発を行い、その成果を活かして助成事業により実用化技術開発を行う体制となっている。

委託事業として、財団法人次世代金属・複合材料研究開発協会（以下RIMCOFと略す）を選定し、3社の助成企業を加えた研究開発実施体制を構築した。3社とは、富士通(株)、並木精密宝石(株)、福田金属箔粉工業(株)である。

各研究開発全体の効率的な推進を図るため、研究開発責任者（プロジェクトリーダー）として、東北大学総長 井上明久ユニバーシティプロフェッサーを指名し、東北大学の金属材料研究所内に集中研（RIMCOF東北大学研究室）を設置し、井上ユニバーシティプロフェッサーの指導の下に、材料創製技術と成形加工技術の開発に取り組んでいく。また、上記企業メンバー3社の研究員が集中研に出向して、それぞれの委託事業に参画している。以上のような体制により、RIMCOFでの研究開発進捗、参加企業の研究開発進捗およびグループの意思決定を一元管理できる体制にしている。また、参加企業は、委託事業での成果を活用し、実用化を目指した複合化金属ガラスに係る実用化技術開発を実施する計画である。

また、各研究開発項目の基盤技術を構築するため、東北大学金属材料研究所、同研究所附設金属ガラス総合研究センター、同研究所大阪センター、大阪大学産業科学研究所、中央大学理工学研究所および(株)BMGと、共同実施あるいは再委託契約を結び専門的知見の有効活用を図っている。



図II-4 本プロジェクトの実施体制

#### II.2.4.2. 平成21年度からの実施体制

平成21年2月17日、富士通(株)はHDD記録媒体事業の譲渡に関する発表を行った。これに伴い、富士通(株)での記録媒体に関する研究開発も終息し、本プロジェクトからも平成20年度末をもって撤退することになった。詳細は、II.3. 情勢変化への対応で記載する。

#### II.2.5. 研究の運営管理

研究開発全体の管理・運営に責任を有する NEDO は、経済産業省および研究開発責任者と密接な関係を維持しつつ、プロジェクトの目的・目標、並びに、それぞれの研究開発項目の目的・目標に照らして適切な運営管理を実施する。プロジェクトリーダーの主な役割は、プロジェクトの技術目標達成のための研究者の選任、予算の配分、年度毎の概算要求案の策定、研究計画の変更に対する助言・指導や、研究進捗管理としての研究経過の報告や、研究成果の取り扱いに関する知的財産や論文発表の管理である。また、各種関係会議への対応や事業計画の策定および実施に関しても助言・指導を行う。

本プロジェクトは、前述したように委託事業は東北大学におかれた RIMCOF 集中研で、助成事業は各企業で研究開発が行われる。

委託事業として行われる共通基盤技術開発について、研究開発の進捗状況と成果について、メンバー相互の情報共有化を図りつつ、研究開発の目的及び目標の達成に向けてプロジェクトの最適化と効率的な運営、実用化開発事業への円滑な移行を推進することを目的として、以下の委員会等を設置した。

##### (1) 外部有識者による技術推進委員会

プロジェクトの目標達成度を把握するとともに、プロジェクトの資源配分の判断に資することを目的に、表II-1 に示す外部の専門家、有識者等によって構成される技術推進委員会を設置し、表II-2 に示すように委員会を実施した。

表II-1 技術推進委員会の委員名簿

立場	氏名	所属・部署	役職
委員長	木内 学	木内研究室	代表
委員	渋谷 陽二	大阪大学大学院工学研究科	教授
〃	田上 勝通	(元) TDK 株式会社 SQ 研究所	(元) 所長
〃	肥後 矢吉	東京工業大学 精密工学研究所	教授
〃	丸山 正明	日経 BP 社 産学連携事務局	プロデューサー

表II-2 技術推進委員会の開催実績

開催日	委員会名
平成20年7月14日	第1回技術推進委員会

(2) プロジェクト内の委員会等

●総合技術委員会

研究開発全体として四半期に一回程度研究開発責任者等を通じて総合技術委員会を、表Ⅱ-3に示すとおり開催し、プロジェクト全体の進捗について報告を受けている。

参加者：委員（表Ⅱ-4）、オブザーバ（表Ⅱ-5、経産省素形材産業室、NEDO、プロジェクトメンバー関係者）

目的：プロジェクトの年間計画の確認、成果の確認、研究開発の方向性、プロジェクト内ルールの検討

表Ⅱ-3 総合技術委員会の開催実績

開催日	委員会名
平成19年8月7日	平成19年度 第1回総合技術委員会
平成19年12月19日	平成19年度 第2回総合技術委員会
平成20年3月17日	平成19年度 第3回総合技術委員会
平成20年8月11日	平成20年度 第1回総合技術委員会
平成20年12月25日	平成20年度 第2回総合技術委員会
平成21年3月6日	平成20年度 第3回総合技術委員会
平成21年7月10日	平成21年度 第1回総合技術委員会

表Ⅱ-4 総合技術委員会の構成メンバー名簿（登録研究委員）

会社・大学名	氏名	所属	期間
(財)次世代金属・複合材料研究開発協会	西山 信行	RIMCOF	H19.06.07～
	富樫 望	〃	H19.08.01～
	竹中 佳生	〃	H19.10.15～
	三浦 晴子	〃	H20.04.01～
	西洞 紀子	〃	H21.04.01～
	網谷 健児	〃	H19.06.07～H19.07.31
	荒川 竹雄	〃	H19.06.07～H20.03.31
	松井 健治	〃	H21.01.01～
	戸嶋 博昭	〃	H21.04.01～
	手島 秋雄	〃	H19.06.07～H20.12.31
	弘津 禎彦	〃	H20.04.01～
	山岸 互	富士通(株)より出向	H19.06.07～H21.03.31
	小森谷均	〃	H20.04.01～H21.03.31
	杉本 利夫	〃	H19.06.07～H21.03.31
	富樫 望	並木精密宝石(株)より出向	H19.06.07～H19.07.31
	藤村 洋	〃	H19.07.31～
	清水 幸春	〃	H20.11.01～
	若菜 和夫	〃	H20.11.01～
	西尾 國憲	〃	H20.07.01～H20.10.31
	新保洋一郎	福田金属箔粉工業(株)より出向	H19.06.07～
	宮川 智	〃	H20.11.01～
	西田 元紀	〃	H19.06.07～
山本 浩一	〃	H19.06.07～H20.05.31	
森木 真一	福田金属箔粉工業(株)より出向	H20.06.01～H20.09.30	
東北大学 金属材料研究所	井上 明久	ユニバーシティプロフェッサ	H19.06.07～
	竹内 章	准教授	H19.06.07～



	加藤 秀実	准教授	H19.06.07～
	王 新敏	客員教授	H21.04.01～
	和田 武	助教	H19.06.07～H20.03.31
	シャルマ パーマナント	助教	H19.06.07～H2003.31
東北大学 金属材料研究所	牧野 彰宏	附属金属ガラス総合研究センター 教授	H19.06.07～
	木村 久道	附属金属ガラス総合研究センター 准教授	H19.06.07～
東北大学 金属材料研究所	早乙女康典	附属研究施設大阪センター 教授	H19.06.07～
	網谷 健児	助教	H19.08.01～
大阪大学 産業科学研究所	弘津 禎彦	教授	H19.06.07～H19.03.31
	石丸 学	准教授	H20.04.01～
	平田 秋彦	助教	H19.06.07～H21.3.31
中央大学	二本 正昭	理工学研究所 教授	H19.06.07～
株式会社 BMG	福田 泰行		H20.04.01～
	柴田 昌紀		H19.06.07～H21.3.31

表Ⅱ-5 総合技術委員会のオブザーバ構成メンバー名簿(外部有識者)

会社・大学名	氏名	所属	期間
東北大学	藤森 啓安	名誉教授	H19年度-21年度
	北上 修	多元物質科学研究所 教授	H19年度-20年度
(株)富士通研究所	田中 厚志	ストレージ研究所 所長代理	H19年度-20年度
日本圧着端子製造 (株)	中井 義之	第3グループ エンジニアリングチームリーダー	H19年度-21年度
(株)BMG	真壁 英一	代表取締役	H19年度-21年度
並木精密宝石(株)	清水 幸春	NJC技術研究所 マネージャー	H19年度-H20.10.31

●研究グループ会議

表Ⅱ-6～Ⅱ-8 に示すように、四半期毎の総合技術委員会の意志決定を受けて月 2 回程度の研究グループ会議が開催され、詳細な研究進捗状況の把握・情報交換・意志決定がなされると同時に、具体的計画項目に関する見直し・検討が適切になされている。

参加者：外部委員を除く委員、プロジェクトメンバー関係者

目的：総合技術委員会を補完。具体的な進捗管理

以下に研究開発項目毎に実施した研究グループ会議の開催実績を示す。

表Ⅱ-6 研究グループ会議の開催実績：①複合化金属ガラスによる硬磁性・ナノ構造部材技術

日程	場所	参加者
2007/6/14	RIMCOF	早乙女、二本、山岸、真壁、手島、西山、嶋岡
2007/6/18	RIMCOF 東北大学集中研究室	手島、西山、荒川
2007/6/19	RIMCOF	早乙女、弘津、牧野、山岸、真壁、若菜、清水、西田、手島、西山
2007/6/20	RIMCOF 東北大学集中研究室	手島、西山、荒川
2007/6/28	RIMCOF	手島、西山

2007/7/3	RIMCOF 東北大学集中研究室	手島、西山、荒川
2007/7/18	東北大学	井上、手島
2007/7/24	東北大学	井上、手島
2007/8/20	RIMCOF 東北大学集中研究室	手島、西山
2007/9/6	RIMCOF	早乙女、田中、山岸、杉本、真壁、柴田、手島、西山、富樫
2007/9/10	東北大学金属材料研究所 大阪センター	早乙女、西山
2007/9/21	RIMCOF	二本、早乙女、牧野、山岸、杉本、真壁、柴田、手島
2007/9/27	RIMCOF 東北大学集中研究室	手島、西山、富樫、荒川
2007/10/4	RIMCOF 東北大学集中研究室	牧野、北上、藤森、杉本、柴田、手島、西山、富樫、藤村、荒川
2007/10/24	中央大学	二本、早乙女、牧野、山岸、杉本、真壁、柴田、手島、西山、富樫、竹中
2007/10/26	RIMCOF 東北大学集中研究室 ／高梨研究室	藤森、高梨、三谷、杉本、山岸、手島、西山、荒川、富樫、竹中
2007/11/14	RIMCOF 東北大学集中研究室	手島、西山、竹中、荒川
2007/11/21	RIMCOF 東北大学集中研究室	手島、竹中
2007/12/5	RIMCOF 東北大学集中研究室	杉本、荒川
2007/12/6	RIMCOF 東北大学集中研究室	杉本、荒川、竹中
2007/12/11	RIMCOF 東北大学集中研究室	早乙女、手島、西山、山岸、杉本、藤村、西田、山本、富樫、荒川
2007/12/14	RIMCOF 東北大学集中研究室	藤森、手島、富樫、竹中、荒川
2008/1/8	RIMCOF	山岸、杉本、手島、西山、富樫
2008/1/22	RIMCOF 東北大学集中研究室	竹中、杉本、手島
2008/2/7	RIMCOF 東北大学集中研究室	手島、西山、富樫、荒川
2008/2/14	大阪大学産業科学研究所	弘津、手島
2008/2/20	RIMCOF 東北大学集中研究室	牧野、早乙女、手島、西山、富樫、荒川
2008/2/26	RIMCOF	山岸、手島、西山、富樫、竹中
2008/2/28	中央大	二本、手島
2008/3/6	東北大学 金属材料研究所	井上、手島
2008/3/11	東北大学 金属材料研究所	杉本、竹中
2008/4/1	RIMCOF 東北大学集中研究室	柴田、西山、富樫、竹中、三浦、藤村、西田、弘津、手島
2008/4/5	東北大学 金属材料研究所 21COE 棟 セミナー室	牧野、真壁、弘津、加藤、竹中、柴田、小森谷、杉本、富樫、二本、西山、手島、西山、竹中
2008/4/28	RIMCOF 東北大学集中研究室	柴田、西山、富樫、竹中、三浦、藤村、手島
2008/5/7	RIMCOF 東北大学集中研究室	早乙女、小森谷、杉本、真壁、柴田、池ノ谷、手島、西山、竹中、三浦、藤村、富樫
2008/5/15	RIMCOF 東北大学集中研究室	小森谷、西山、富樫、三浦、竹中
2008/5/27	RIMCOF 東北大学集中研究室	西山、手島
2008/6/3	RIMCOF 東北大学集中研究室	牧野、早乙女、真壁、柴田、小森谷、杉本、弘津、竹中、富樫、手島、西山、三浦
2008/6/24	RIMCOF 東北大学集中研究室	手島、西山、富樫、竹中、三浦、
2008/7/2	RIMCOF 東北大学集中研究室	真壁、柴田、西洞、小森谷、杉本、手島、西山、富樫、竹中、三浦
2008/7/5	東北大学	井上、手島
2008/7/10	RIMCOF	二本、小森谷、手島、西山
2008/7/28	RIMCOF 東北大学集中研究室	西山、竹中
2008/7/29	RIMCOF 東北大学集中研究室	二本、早乙女、西洞、柴田、手島、西山、富樫、竹中、小森谷
2008/8/8	東北大学	井上、手島
2008/9/17	東北大学	井上、手島

2008/11/5	RIMCOF 東北大学研究室	西山、富樫、三浦
2008/11/6	東北大学	井上、手島、西山、富樫
2008/11/17	RIMCOF 東北大学集中研究室	二本、牧野、早乙女、真壁、西洞、小森谷、杉本、手島、西山、竹中、三浦、富樫
2008/11/21	中央大学	二本、手島、西山
2008/12/17	RIMCOF 東北大学集中研究室	藤森、手島、西山、富樫、竹中、西洞
2008/12/19	RIMCOF 東北大学集中研究室	藤森、手島、西山、富樫、竹中、西洞
2009/1/16	RIMCOF 東北大学集中研究室	井上、松井、西山
2009/1/30	東北大学金属材料研究所 大阪センター	西山、早乙女
2009/2/6	RIMCOF	小森谷、松井、西山
2009/2/16	RIMCOF 東北大学集中研究室	杉本、西山、竹中、富樫
2009/2/26	RIMCOF 東北大学集中研究室	松井、西山
2009/2/27	中央大	二本、西山、富樫
2009/3/11	RIMCOF 東北大学集中研究室	井上、松井、西山
2009/4/6	RIMCOF 東北大学集中研究室	井上、松井、西山、戸嶋
2009/4/7	中央大学	二本、松井、西山、富樫、竹中、西洞、戸嶋
2009/4/9	東北大学 東京事務所	井上、若菜、清水、松井、戸嶋
2009/4/10	NEDO	井上、西田、若菜、清水、荻布、松井、西山、戸嶋
2009/5/1	中央大学	二本、富樫、西洞

表 II-7 研究グループ会議の開催実績：②複合化金属ガラスによる高強度・超々精密部材技術

日程	場所	参加者
2007/6/14	RIMCOF	早乙女、若菜、手島、西山、嶋岡
2007/6/18	RIMCOF 東北大学集中研究室	手島、西山、荒川
2007/6/19	RIMCOF	早乙女、弘津、牧野、山岸、真壁、西田、若菜、清水、手島、西山
2007/6/20	RIMCOF 東北大学集中研究室	手島、西山、荒川
2007/6/28	RIMCOF	手島、西山
2007/7/3	RIMCOF 東北大学集中研究室	手島、西山、荒川
2007/7/18	東北大学	井上、手島
2007/7/24	並木精密宝石(株) 本社	若菜、清水、富樫
2007/8/6	RIMCOF 東北大学集中研究室	西山、富樫、荒川
2007/8/20	RIMCOF 東北大学集中研究室	手島、西山
2007/8/22	RIMCOF 東北大学集中研究室	西山、富樫、荒川
2007/9/7	RIMCOF	早乙女、清水、藤村、手島、西山、富樫
2007/9/27	RIMCOF 東北大学集中研究室	手島、西山、荒川、富樫
2007/10/3	東北大学金属材料研究所 大阪センター	早乙女、清水、藤村
2007/10/9	並木精密宝石(株) 本社	若菜、清水、藤村
2007/10/18	RIMCOF 東北大学集中研究室	早乙女、若菜、藤村、手島、西山、荒川、富樫、竹中
2007/11/16	RIMCOF 東北大学集中研究室	早乙女、清水、手島、西山、荒川、富樫、竹中、藤村
2007/12/3	RIMCOF 東北大学集中研究室	早乙女、手島、藤村
2007/12/5	コリエイション・コア東大阪	藤村、早乙女
2007/12/11	RIMCOF 東北大学集中研究室	早乙女、手島、西山、山岸、杉本、藤村、西田、山本、富樫、荒川
2008/1/29	NEDO	早乙女、手島、西山
2008/2/7	RIMCOF 東北大学集中研究室	手島、西山、富樫、荒川
2008/2/26	RIMCOF	手島、西山、富樫、竹中

2008/3/6	東北大学	井上、手島
2008/3/24	並木精密宝石(株) 本社	手島、西山、藤村
2008/4/1	RIMCOF 東北大学集中研究室	柴田、西山、富樫、竹中、三浦、藤村、西田、弘津、手島
2008/4/5	東北大学 金属材料研究所 21COE 棟 セミナー室	弘津、清水、藤村、加藤、手島、西山、富樫
2008/4/28	RIMCOF 東北大学集中研究室	手島、藤村、柴田、西山、富樫、竹中、三浦
2008/5/15	RIMCOF 東北大学集中研究室	西山、富樫、三浦、藤村
2008/5/26	並木精密宝石(株) 湯沢工場	西山、藤村
2008/5/27	RIMCOF 東北大学集中研究室	手島、西山
2008/6/3	RIMCOF 東北大学集中研究室	早乙女、若菜、清水、西尾、藤村、弘津、手島、西山、富樫、竹中、三浦
2008/6/24	RIMCOF 東北大学集中研究室	手島、西山、富樫、竹中、三浦
2008/7/2	RIMCOF 東北大学集中研究室	早乙女、清水、西尾、手島、西山、富樫、三浦
2008/7/5	東北大学	井上、手島
2008/7/29	RIMCOF 東北大学集中研究室	早乙女、若菜、清水、手島、西山、富樫、竹中、三浦
2008/8/8	東北大学	井上、手島
2008/9/10	RIMCOF 東北大学集中研究室	西山、富樫
2008/9/17	東北大学	井上、手島
2008/10/3	RIMCOF	若菜、清水、手島、西山、藤村
2008/11/6	東北大学	井上、手島
2008/11/10	RIMCOF 東北大学集中研究室	手島、西山、富樫
2008/11/27	RIMCOF 東北大学集中研究室	弘津、早乙女、加藤、若菜、清水、藤村、手島、西山
2008/2/17	RIMCOF 東北大学集中研究室	早乙女、清水、藤村、手島、弘津、松井、西山
2009/1/16	RIMCOF 東北大学集中研究室	井上、松井、西山
2009/1/29	RIMCOF	弘津、西山
2009/2/26	RIMCOF 東北大学集中研究室	松井、西山
2009/3/11	RIMCOF 東北大学集中研究室	井上、松井、西山
2009/4/6	RIMCOF 東北大学集中研究室	井上、松井、西山、戸嶋
2009/4/9	東北大学 東京事務所	井上、若菜、清水、荻布、松井、戸嶋
2009/4/10	NEDO	井上、西田、若菜、清水、荻布、松井、西山、戸嶋
2009/4/17	東北大学金属材料研究所 大阪センター	富樫、早乙女

表 II-8 研究グループ会議の開催実績：③複合化金属ガラスによる高強度・高導電性部材技術

日程	場所	参加者
2007/6/14	RIMCOF	早乙女、西田、手島、嶋岡、西山
2007/6/18	RIMCOF 東北大学集中研究室	手島、西山、荒川
2007/6/19	RIMCOF	早乙女、弘津、牧野、山岸、真壁、西田、清水、(若菜)、手島、西山
2007/6/20	RIMCOF 東北大学集中研究室	手島、西山、荒川
2007/6/28	RIMCOF	手島、西山
2007/7/3	RIMCOF 東北大学集中研究室	手島、西山、荒川
2007/7/18	東北大学	井上、手島
2007/7/24	東北大学	井上、手島
2007/8/2	RIMCOF 東北大学集中研究室	西山、荒川
2008/8/10	RIMCOF 東北大学集中研究室	西山、富樫、荒川
2007/8/20	RIMCOF 東北大学集中研究室	手島、西山
2007/8/23	RIMCOF 東北大学集中研究室	山本、西山、富樫、荒川
2007/9/27	RIMCOF 東北大学集中研究室	手島、西山、荒川、富樫

2007/10/15	RIMCOF 東北大学集中研究室	西山、荒川
2007/11/1	RIMCOF 東北大学集中研究室	早乙女、西田、新保、手島、西山、富樫
2007/11/8	RIMCOF 東北大学集中研究室	山本、西山、竹中、荒川
2007/11/19	RIMCOF 東北大学集中研究室	手島、竹中、荒川
2007/11/22	RIMCOF 東北大学集中研究室	山本、手島、西山、荒川、竹中
2007/12/11	RIMCOF 東北大学集中研究室	早乙女、西田、山本、手島、西山、富樫、荒川
2007/12/17	RIMCOF 東北大学集中研究室	山本、新保、西山、富樫、荒川
2008/1/30	RIMCOF 東北大学集中研究室	井上、山本、手島、西山、富樫、荒川
2008/2/7	RIMCOF 東北大学集中研究室	手島、西山、富樫、荒川
2008/2/29	福田金属箔分工業㈱	山本、西田、早乙女、手島、西山、富樫
2008/3/25	大東製作所	西田、手島、西山
2008/3/25	日本圧着端子製造㈱	西田、手島、西山
2008/4/1	RIMCOF 東北大学集中研究室	弘津、西田、柴田、手島、西山、富樫、竹中、三浦、藤村
2008/4/3	RIMCOF 東北大学集中研究室	弘津、西田、手島、富樫、三浦、藤村
2008/4/5	東北大学 金属材料研究所 21COE 棟 セミナー室	加藤、西田、新保、木村、手島、西山、嶋岡
2008/4/28	RIMCOF 東北大学集中研究室	手島、柴田、西山、富樫、竹中、三浦、藤村
2008/5/14	東北大学 金属材料研究所 21COE 棟 セミナー室	井上、竹内、木村、加藤、早乙女、西田、新保、手島、西山、富樫、竹中、三浦
2008/5/27	RIMCOF 東北大学集中研究室	手島、西山
2008/5/29	RIMCOF 東北大学集中研究室	西田、新保、西山、富樫、三浦
2008/6/5	RIMCOF 東北大学集中研究室	早乙女、竹内、西田、新保、森木、西山、富樫
2008/6/24	RIMCOF 東北大学集中研究室	手島、西山、富樫、竹中、三浦
2008/7/2	RIMCOF 東北大学集中研究室	竹内、加藤、早乙女、西田、新保、森木、手島、西山、富樫、三浦
2008/7/5	東北大学	井上、手島
2008/7/23	RIMCOF 東北大学集中研究室	手島、西山、富樫、竹中、三浦、西田、新保、森木
2008/8/6	東北大学金属材料研究所 大阪センター	早乙女、新保、西山
2008/8/8	東北大学	井上、手島
2008/9/5	RIMCOF 東北大学集中研究室	竹内、早乙女、木村、加藤、西田、手島、西山、富樫
2008/9/17	東北大学	井上、手島
2008/9/19	RIMCOF 東北大学集中研究室	西田、手島、西山、富樫、三浦
2008/10/16	RIMCOF 東北大学集中研究室	竹内、早乙女、木村、西田、手島、西山、富樫
2008/10/20	東北大学金属材料研究所 大阪センター	早乙女、新保、西山
2008/10/31	RIMCOF 東北大学集中研究室	西田、手島、西山、富樫、三浦
2008/11/6	東北大学	井上、手島
2008/11/10	RIMCOF 東北大学集中研究室	手島、西山、富樫
2008/11/12	RIMCOF 東北大学集中研究室	西田、新保、宮川、手島、西山、三浦
2008/11/27	RIMCOF 東北大学集中研究室	竹内、早乙女、西田、手島、弘津、西山、三浦
2008/12/9	日本圧着端子製造㈱	西田、西山、竹中、三浦
2008/12/11	RIMCOF 大阪大学研究室	西山、竹中
2008/12/12	RIMCOF 大阪大学研究室	井上、手島、西山、竹中
2009/1/7	RIMCOF	西田、松井
2009/1/8	RIMCOF 東北大学集中研究室	西田、松井
2009/1/16	RIMCOF 東北大学集中研究室	井上、松井、西山
2009/1/22	RIMCOF	弘津、西田、荻布、松井、西山、嶋岡
2009/1/29	RIMCOF	弘津、西山
2009/2/3	日本圧着端子製造㈱ 岡山工場	西田、西山、三浦
2009/2/17	RIMCOF	西田、西山、三浦

2009/2/24	日本圧着端子製造㈱	西田、西山
2009/2/26	RIMCOF 東北大学集中研究室	松井、西山
2009/3/3	福田金属粉粉工業㈱	西田、西山
2009/3/5	RIMCOF 東北大学集中研究室	西田、西山、宮川、三浦
2009/3/11	RIMCOF 東北大学集中研究室	井上、松井、西山
2009/4/6	RIMCOF 東北大学集中研究室	井上、松井、西山、戸嶋
2009/4/9	東北大学 東京事務所	井上、若菜、清水、荻布、松井、戸嶋
2009/4/10	NEDO	井上、若菜、清水、西田、荻布、松井、西山、戸嶋
2009/4/16	RIMCOF 東北大学集中研究室	松井、西山

## II. 3. 情勢変化への対応

### II. 3. 1. 加速財源の適応

表 II-9 に、これまでに充当した研究加速財源の状況を示す。

平成 19 年度には研究開発項目①「複合化金属ガラスによる硬磁性・ナノ構造部材技術」のテーマに対して、平成 20 年度には研究開発項目②「複合化金属ガラスによる高強度・超々精密部材技術」および研究開発項目③「複合化金属ガラスによる高強度・高導電性部材技術」のテーマに対して研究加速財源を充て、基盤研究の充実と設備の前倒し導入による研究の加速と成果の向上を図った。

表 II-9 加速財源の内容と成果

年度	金額 (百万円)	内容	成果
平成 19 年度	145	設備導入 ・組成探索用スパッタ成膜装置 ・ナノインプリント装置 ・電界放出型走査電子顕微鏡	磁気特性とナノ加工が可能な軟化特性を合わせ持つ金属ガラス薄膜の作製に成功し、微小サンプル上でのナノパターンの形成が可能になった。また、ナノパターンの詳細な形状解析により、実験へのフィードバックが可能になった。
平成 20 年度	30	金型購入 設備導入 ・精密温間圧延装置用混合粉末予備固化装置 ・超音波焼結圧延装置	均一に粉末化および混合し、固化成形前にまえて材料を予備加熱することが可能となった。さらに超音波振動モードが制御された圧子が揺動回転振動することで、効率的な固化焼結が可能となった。固化条件を精密に制御することにより、材料の表面酸化を抑制した状態で、粉末形成から精密圧延にいたるプロセスを一貫して実施することが可能になった。

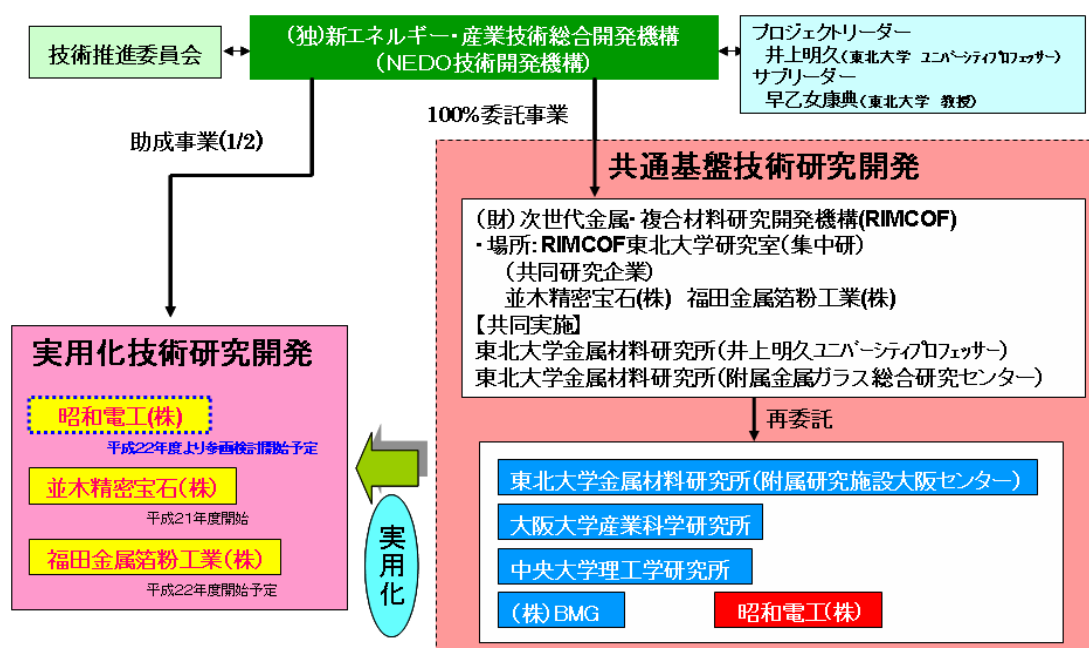
### II. 3. 2. 実施体制の変更（助成先事業の事業撤退への対応）

富士通(株)のHDD記録媒体事業の譲渡（平成21.2.17発表）および記録媒体に関する研究開発の終息に伴い、富士通(株)は平成20年度末をもて本プロジェクトからも撤退することになった。

富士通(株)は、これまで共通基盤技術開発「複合化金属ガラスによる硬磁性・ナノ構造部

材技術」においてRIMCOF集中研に参画し、硬磁気を付与したドットパターンの磁気特性を測定評価し、得られた結果を合金創製の研究開発やナノパターン形成の研究開発に反映する役割を担ってきた。また、平成22年度から、助成事業「次世代高密度磁気記録媒体の開発」として参画する予定であった。

委託事業を継続するため、集中研での富士通(株)に代わる企業を模索したところ、富士通(株)のHDD記録媒体事業の譲渡先である昭和電工(株)がRIMCOFからの再委託先として参画して頂けることになった。これまで富士通(株)が実施してきたように、今後、昭和電工(株)は、実用化の視点から記録媒体の特性評価解析を行い、共通基盤技術開発へ効率的なフィードバックを実施していく計画である。平成21年度からの実施体制を図Ⅱ-5に示す。



図Ⅱ-5 平成21年度からの本プロジェクトの実施体制

#### Ⅱ.4. 評価に関する事項

NEDOは、国の定める技術評価に係わる指針及びNEDOが定める技術評価実施要領に基づき、技術的及び実用化の観点から、研究開発の意義、目標達成度、成果の技術的意義並びに将来の産業への波及効果等について、外部有識者による研究開発の中間評価を平成21年度、事後評価を平成24年度に実施する。なお、評価の時期については、当該研究開発に係る技術動向、政策動向や当該研究開発の進捗状況に応じて、前倒しする等、適宜見直すものとする。

### Ⅲ. 研究開発成果について

#### Ⅲ. 1 事業全体の成果

研究開発成果は、平成 21 年度 6 月末の時点で、全ての間目標値をクリアし、予想を上回る達成度で進捗している。本研究開発の基盤的な要素である合金創製については、想定用途から要求される特性を満たした新たな複合化金属ガラスを創製することができた。また、成形加工技術についても各々の用途について、特性評価が可能な試作品を作製するに至った。平成 21 年度 6 月末時点での特筆すべき成果の概略を以下に示す。

#### 研究開発項目① 複合化金属ガラスによる硬磁性・ナノ構造部材技術

##### 【①-1 硬磁性複合化金属ガラスの合金創製】

- ・軟磁性裏打ち層として、インプリント応力印加を考慮した零磁わい Co-Fe-B 系ナノ結晶分散型非晶質薄膜、非磁性インプリント層として Pd-Cu-Ni-P 系金属ガラス薄膜、および磁気記録層として Co/Pd 多層膜を作製し、それぞれ媒体要求特性の達成を確認して合金創製の間目標を達成した。
- ・これらを積層成膜することで磁気記録媒体として好適な硬磁性複合化金属ガラス合金を創製する基礎的な手法を確立した。

##### 【①-2-1 インプリント用金型創製技術の開発】

- ・FIB 加工とドライエッチングを組み合わせた手法でドットピッチ 25 nm、ドット径 12 nm の超高密度パターン形成に成功した。本金型は記録密度 1 Tbit/in<sup>2</sup> に相当し、中間評価目標値を上回る超微細金型の創製に成功した。

##### 【①-2-2 インプリントによるナノパターン形成技術の開発】

- ・非磁性インプリント層として Pd-Cu-Ni-P 金属ガラス薄膜上に、超高密度パターン金型を用いた熱インプリント法によりピッチ 25nm、ホール径 12nm のナノホールアレイパターンの作製に成功した。
- ・ホール内に Co/Pd 多層膜を孤立して埋め込み磁気記録媒体としての基礎的評価を行い、孤立磁気ドットの磁化反転挙動を確認した。

#### 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

##### 【②-1 高強度・可塑性複合化金属ガラスの合金創製】

- ・金属ガラスマトリックス中に第二相として 2 nm 程度のナノ結晶粒子が析出するような直径 2 mm の Zr-Al-Ni-Pd 系複合化金属ガラスを金型鋳造法により作製した。
- ・作製した Zr-Al-Ni-Pd 系複合化金属ガラスの圧縮強さが 1690MPa、塑性伸びが 8.5%であることを確認し、強度と塑性伸びの間目標を達成した。

##### 【②-2 超々精密ギヤ等の成形技術の開発】

- ・超々精密ギヤ成形のためのシェービング加工の基礎試験結果を反映した精密プレス成



形装置を導入し、シェービング加工による遊星歯車の試作の要素技術検討を実施した。

- ・共同実施先（東北大金研）で開発された超精密ホブ加工を技術導入し、歯先円直径 0.296mm の遊星歯車試作に成功した。この遊星歯車の精密寸法計測を行うことにより、寸法精度が $\pm 2 \mu\text{m}$  以下であることを確認し、中間目標を達成した。

### 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

#### 【③-1-1 合金探索】

- ・Zr 基、Ni 基、Cu 基および Fe 基の金属ガラスを中心に、複合化金属ガラスのマトリックスとしての合金探索を実施。複合化に適した Cu-Zr-Ag-Al 系、および Zr-Al-Cu-Ni 系を選定し、不活性ガスアトマイズ法により粉末化した。
- ・金属ガラス形成の成分則を活用し、Cu-Zr-Ag 系非平衡結晶合金を新たに開発した。

#### 【③-1-2 複合化技術の開発】

- ・金属ガラス粉末化と電解銅粉等を混合し押出法にて固化・成形。金属ガラスマトリックス中に導電性材料が分散した複合化金属ガラスを得ることに成功。
- ・作製した複合化金属ガラス固化成形体が引張強さ 1202 MPa、導電性 30 %IACS を示すことを確認。強度と導電性の中間目標を達成した。
- ・金属ガラスと電解銅粉を混合固化した複合化金属ガラスの変形挙動を基礎検討し、温間圧延条件の基礎的検討を実施した。

#### 【③-2 精密薄板作製技術の開発】

- ・Cu-Zr-Ag 系非平衡結晶合金では、鑄造材に適切な冷間圧延・熱処理を施し、引張強さ 1210 MPa、導電性 35 %IACS を明らかにし、強度と導電性の中間目標を達成した。
- ・Cu-Zr-Ag 系非平衡結晶合金では強度と導電性の中間目標達成と同時に、冷間圧延により厚さ 0.1mm、幅 20mm の精密薄板を作製し、板寸法の中間目標も達成した。

中間目標値に対する研究開発項目毎の達成度とその根拠を表Ⅲ-1 に、最終目標達成のための課題と方針を表Ⅲ-2 にまとめた。尚、研究開発項目毎の成果詳細については、複合化金属ガラスによる硬磁性・ナノ構造部材技術は本章Ⅲ-5～96 で、複合化金属ガラスによる高強度・超々精密部材技術は本章Ⅲ-97～124 で、複合化金属ガラスによる高強度・高導電性部材技術は詳細を本章Ⅲ-125～166 でそれぞれ述べる。

表Ⅲ-1 中間目標値に対する研究開発項目毎の達成度とその根拠

開発項目	中間目標	達成度	根拠
硬磁性・ナノ構造部材	・合金創製	◎	・ Pd 基金属ガラス薄膜上に Co/Pd 多層膜を成膜し、異方性磁界 7.2 kOe、飽和磁化 540 emu/cc を確認し中間目標を達成。記録再生ヘッドの要求に応じて異方性磁界を 0~7.2 kOe に調整可能。 ・ 軟磁性裏打ち層および非磁性インプリント層の成膜を実現。
	・金型創製	◎	・ 非公開とする。
	・ナノパターン形成	◎	・ 上記金型を用い、Pd 基金属ガラス薄膜上にドット径 12 nm、ドットピッチ 25 nm のパターンを創製し、磁化反転挙動を確認。
高強度・超々精密部材	・合金創製	◎	・ Zr-Al-Ni-Pd 系金属ガラスで引張強さ 1690 MPa および圧縮塑性伸び 8.5 %を確認し中間目標を達成。
	・ギヤ成形	◎	・ 技術導入したホブ加工により直径 0.296 mm、寸法精度±2 μm 以下の超精密遊星ギヤの創製に成功し中間目標を達成。
高強度・高導電性部材	・合金創製	◎	・ Zr 基金属ガラス粉末と電解 Cu 粉の混合粉末を温間押出法により固化成形し、創製した複合化金属ガラス成形体が引張強さ 1202 MPa、導電率 30 %IACS を示すことを確認し中間目標を達成。 ・ 但し、圧延による薄板化は困難と判断。
	・薄板化	◎	・ 金属ガラス生成の成分則を活用して、新たに Cu 基非平衡結晶合金を開発。開発した合金が引張強さ 1275 MPa、導電率 39 %IACS を示すことを確認するとともに、板厚 0.12 mm、板幅 20 mm の精密薄板を作製し中間目標を達成。 ・ 非公開とする。

表Ⅲ-2 最終目標達成のための課題と方針

開発項目	最終目標	課題と方針
硬磁性・ナノ構造部材		
・合金創製	・2 Tbit/in <sup>2</sup> の密度で、異方性磁界 15 kOe 以下、飽和磁化 500 emu/cc 程度の磁性ドット作製。	・ノウハウ事項のため非公開とする。
・金型創製	・ドット径 9 nm、ドットピッチ 18 nm で 2 Tbit/in <sup>2</sup> を達成する金型創製。	・ノウハウ事項のため非公開とする。
・ナノパターン形成	・ドット径 9 nm、ドットピッチ 18 nm で 2 Tbit/in <sup>2</sup> を達成する微小サンプルで磁気記録特性を確認。	・ノウハウ事項のため非公開とする。
高強度・超々精密部材		
・合金創製	・圧縮強さ 1650 MPa 以上で塑性伸び 10%以上の複合化金属ガラスの創製	・ノウハウ事項のため非公開とする。
・ギヤ成形	・直径 0.3 mm 以下で寸法精度±1 mm 以下の超々精密なギヤ作製できる基板技術の開発	・ノウハウ事項のため非公開とする。
高強度・高導電性部材		
・合金創製	・引張強さ 1500 MPa 以上で導電率が 60 %IACS 以上の複合化金属ガラスの創製	・ノウハウ事項のため非公開とする。
・薄板化	・板厚が 0.05 mm 程度で、板幅が 50 mm 以上の精密薄板の作製	・ノウハウ事項のため非公開とする。

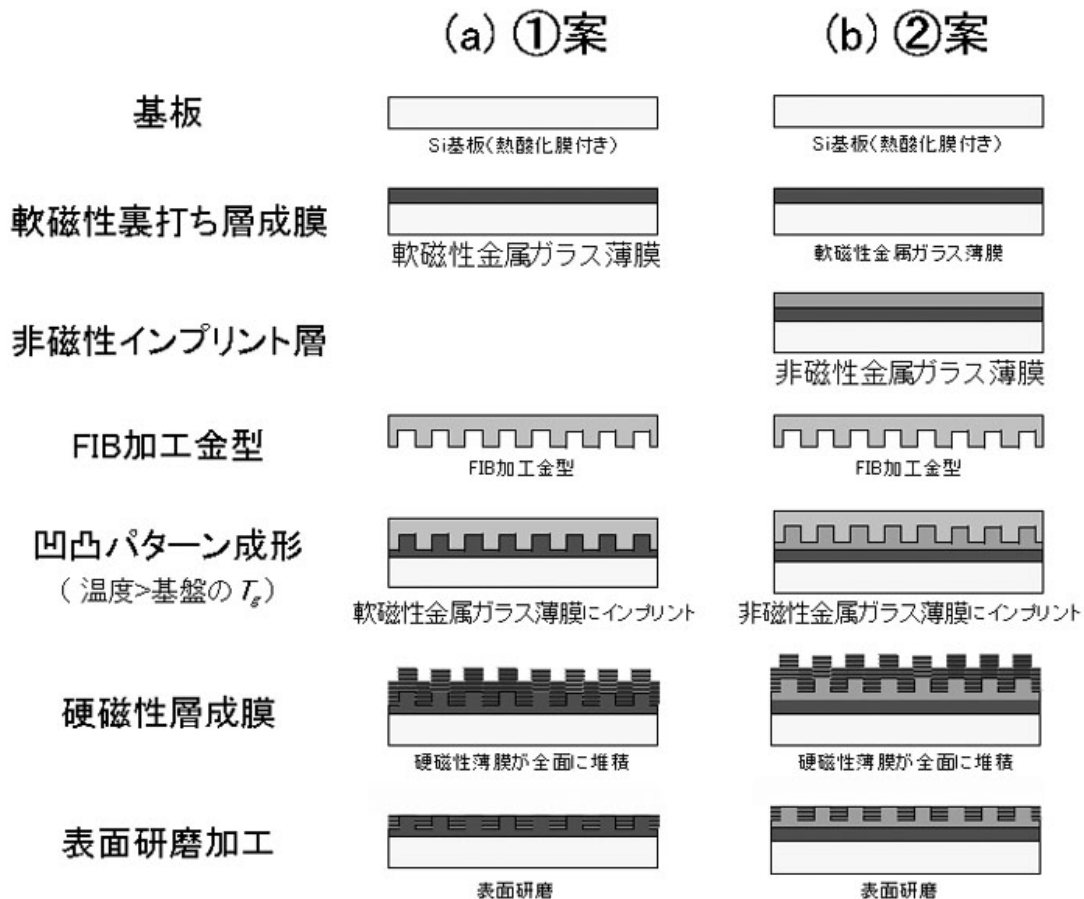
## Ⅲ. 2 研究開発項目毎の成果

### Ⅲ. 2. 1 研究開発項目①複合化金属ガラスによる硬磁性・ナノ構造部材技術

#### ①-1 硬磁性複合化金属ガラスの合金創製

##### I. はじめに

本研究開発項目では、硬磁性複合化金属ガラスを用いてハードディスクドライブ (HDD) 用磁気記録媒体を創製するとともに、平成 21 年度に平方インチ当たり 600 ギガビットの記録密度達成を目標としている。当該記録密度を達成するために、想定される媒体創製プロセスの概念図を図①-1 に示す。熱インプリント加工により微細凹凸パターン成形を施すインプリント層の選定としては、図①-1 に示した軟磁性裏打ち層としての機能も果たす軟磁性金属ガラス薄膜 (①案) と、より微細成形加工性に優れる非磁性金属ガラス薄膜 (②案) との二つがある。各プロセスの薄膜の媒体内での役割、および中間目標と媒体として要求される特性 (自主目標) を表①-1 に示す。



図①-1 想定される媒体創製プロセス(a)①案, (b)②案の概念図

表①-1 各薄膜の媒体内での役割および要求特性

各プロセスの構成層		媒体内での役割	要求特性
①案	軟磁性裏打ち層 (軟磁性金属ガラス薄膜)	再生出力感度向上および微細凹凸パターン成形	飽和磁束密度 $B_s \approx 1.2$ T(自主目標) ガラス遷移現象 有(自主目標)
	硬磁性記録層 (硬磁性薄膜)	ヘッドからの信号記録・消去	異方性磁界 $H_k \leq 10$ kOe(中間目標) 飽和磁化 $M_s \approx 500$ emu/cc(中間目標)
②案	軟磁性裏打ち層 (軟磁性非晶質薄膜)	再生出力感度向上	飽和磁束密度 $B_s \approx 1.2$ T(自主目標) 表面平坦性：平均粗さ $R_a \leq 0.5$ nm うねり $R_y \leq 4.0$ nm(自主目標)
	非磁性インプリント層 (非磁性金属ガラス薄膜)	微細凹凸パターン成形	ガラス遷移現象 有(自主目標)
	硬磁性記録層 (硬磁性薄膜)	ヘッドからの信号記録・消去	異方性磁界 $H_k \leq 10$ kOe(中間目標) 飽和磁化 $M_s \approx 500$ emu/cc(中間目標)

図①-1 の①案のプロセスでは、基板上に成膜した軟磁性裏打ち層にインプリント加工を施し微細凹凸パターンを成形するため、軟磁性薄膜は明瞭なガラス遷移現象を示すとともに、過冷却液体状態が熱的に安定でなくてはならない。一方、図①-1 の②案のプロセスでは、基板上に成膜した軟磁性裏打ち層上に、さらに非磁性インプリント層を成膜し微細凹凸パターンを成形するため、非磁性インプリント層が明瞭なガラス遷移現象を示すとともに、過冷却液体状態が熱的に安定である必要がある。但し、軟磁性裏打ち層に必ずしもガラス遷移現象は必要なく、要求される磁気特性を有する軟磁性非晶質合金薄膜あるいは軟磁性金属ガラス薄膜であればよい。また、①案、②案の両プロセスにおいて、作製された微細凹凸パターン上に記録層となる硬磁性薄膜を成膜し、磁気記録ドットを形成する。最終プロセスの表面研磨加工では、磁氣的相互作用により磁気記録ドットの孤立化を妨げる余分な硬磁性薄膜を除去すると共に、媒体表面の平坦化を行い複合化金属ガラス媒体とする。

媒体を構成する軟磁性裏打ち層として適用可能な軟磁性非晶質合金および軟磁性金属ガラス、インプリント層として適用可能な非磁性金属ガラスについては、これまでに液体急冷法で作製されたリボン状やバルク状試料で様々な合金系およびその特性が報告されている<sup>1)</sup>。しかしながら、薄膜状金属ガラスの特性に関する報告<sup>2,3)</sup>は極めて少なく、それらの金属ガラス薄膜が液体急冷法で作製された試料と同等の特性を有するの否かの検証は充分試されているとは言い難い。また、金属ガラスの熱インプリントによる微細成形加工性は、主に Pt や Pd を主成分とする貴金属基金属ガラスについて報告<sup>4,5)</sup>されているが、数 10 nm レベルの成形加工性<sup>6)</sup>、あるいは薄膜への成形加工性についての報告は少なく、本研究開発項目において検討する必要がある。また、軟磁性金属ガラス薄膜および非磁性金属ガラス薄膜の成形加工性について比較検討を行い、早期に①案あるいは②案のプロセスの選定が必要となるであろう。一方、媒体の記録層を担う硬磁性薄膜については、現在の HDD の記録方式である面内および垂直磁気記録方式の媒体にも既に実用化されており、これまでに薄膜形状にて様々な報告がなされている。従って、硬磁性薄膜については、従来の報

告を参考に、硬磁性記録層としての目標を満たす薄膜の作製を行い、一様なベタ膜での特性評価と共に、微細ドット形状での特性を評価する必要がある。さらに、媒体成立性評価として、これらの薄膜を積層させた状態での各々の特性や相互作用を把握し、総合的な媒体設計を行うことが必要不可欠である。そこで、薄膜作製装置を用いて、本研究開発項目に適用可能と考えられる合金の薄膜化、構造および特性の評価により、媒体への適用可能性を判断すると共に、媒体成立性を評価するため、各層を積層した複合積層膜を作製した。

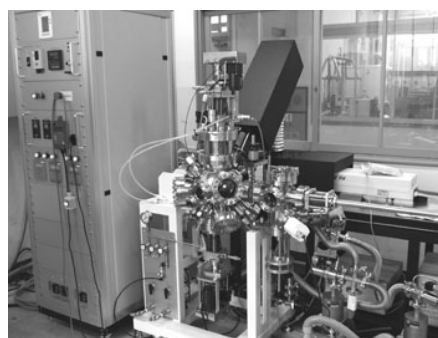
平成 19 年度は、媒体のインプリント層として適用可能な合金を選定するため、これまでに報告されている軟磁性および非磁性金属ガラスの薄膜化を行った。短期間で所望する組成の合金薄膜を数多く成膜するため、ターゲットと作製した薄膜の組成ずれが小さく<sup>7)</sup>、比較的容易にターゲットを作製可能なパルスレーザデポジション (PLD) 法を用いた組成探索用スパッタ装置を導入し、軟磁性金属ガラス薄膜および非磁性金属ガラス薄膜を作製した。これらの薄膜を用いて構造、特性およびインプリント加工性を評価した。

平成 20 年度は、平成 19 年度に導入した組成探索用スパッタ装置を用いた薄膜の作製を継続すると共に、量産化に適したマグネトロンスパッタリング (MGS) 法を用いたスパッタ装置を導入し、MGS 法での薄膜作製および評価に移行した。また、複合積層膜の作製を行い、媒体成立性の評価試料とした。本節では、HDD 用磁気記録媒体を構成する軟磁性裏打ち層、インプリント層、硬磁性磁気記録層の構造、特性およびインプリント加工性について調べた結果を述べるとともに、各々の薄膜を積層した複合積層膜の媒体成立性について報告する。

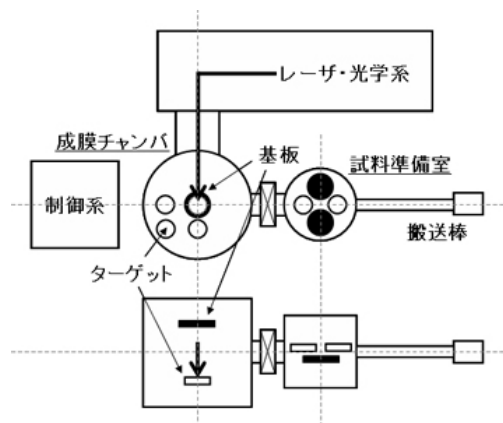
## II. 組成探索用スパッタ成膜装置

上述のように、インプリント加工による微細パターン成形に適した金属ガラスの合金系を選定し、①案および②案から媒体創製プロセスを選定するため様々な合金系の金属ガラス薄膜試料の作製が必要である。そのため、平成 19 年度は、ターゲット組成に近い薄膜が得られ<sup>7)</sup>、短期間で多くの薄膜試料を作製可能な PLD 法を用いた組成探索用スパッタ成膜装置を導入した。

図①-2 に、平成 19 年度に導入した組成探索用スパッタ成膜装置 (株式会社 VIC インターナショナル社製: 型番 VLA - 100) の外観を、図①-3 に装置概略図を示す。本装置は、成膜チャンバ、試料準備室およびレーザ・光学系から成り、基本的に基板やターゲットの交換は試料準備室で行うため、成膜チャンバは常に  $10^{-5}$  Pa 以下の高真空度を維持している。レーザ・光学系には、レーザパルス幅 100 ps、波長 266 nm の Nd-YAG レーザを用い、高真空に保持された成膜チャン



図①-2 組成探索用スパッタ成膜装置の外観



図①-3 組成探査用スパッタ成膜装置の概略図

バ内のターゲットにレーザーを照射する。レーザー照射によりプラズマ化したターゲット成分は、ターゲット上部に設置した基板に堆積され、薄膜試料となる。ターゲットサイズは直径 20 mm、厚さ ≤ 5 mm と小さく、金型鋳造法や水焼き入れ法により容易に作製可能である。また、導入時の設置可能な基板サイズは、10 mm 角および 15 mm 角の小片であったが、平成 20 年度には実用化に近い形状での試料を用いた媒体成立性評価を行うため、直径 2.5 inch 丸型の HDD 用基板が設置可能なよ

う改造を実施した。本装置の主な性能仕様を以下に示す。

- ・ 成膜チャンバ

到達圧力： $1 \times 10^{-5}$  Pa 以下、操作圧力：1 Pa ~  $1 \times 10^{-5}$  Pa

基板サイズ：10 mm 角、15 mm 角、2.5 inch 丸型

ターゲットサイズ：直径 20 mm、厚さ ≤ 5 mm の円板

ターゲットの自転公転機構有り

- ・ 試料準備室

到達圧力： $1 \times 10^{-4}$  Pa 以下

フォルダ収納数：基板フォルダ × 2 個、ターゲットフォルダ × 4 個

- ・ レーザ・光学系

レーザー：Nd:YAG レーザ、

パルス幅：100 ps

波長：266、532、798、1064 nm

本装置を用いて軟磁性金属ガラス薄膜および非磁性金属ガラス薄膜を成膜した。次項Ⅲでそれぞれの評価結果について述べる。

### Ⅲ. 組成探査用スパッタ成膜装置による軟磁性金属ガラス薄膜の成膜

従来から報告されている軟磁性 Fe 基金属ガラスは、液体急冷材にて本研究開発項目の磁気特性の要求値である飽和磁束密度 ( $B_s$ )  $\approx 1.2$  T (媒体創製プロセス①、②案) を満たす合金系が多数報告されている。しかしながら、Fe 基金属ガラスのインプリント加工による微細パターン成形についての報告は少ない。従って、本研究開発項目の媒体創製プロセス①案 (軟磁性裏打ち層にインプリント加工) および②案 (インプリント加工を施す非磁性インプリント層を設ける) のうち、どちらの案が好適なプロセスかを選定するために、

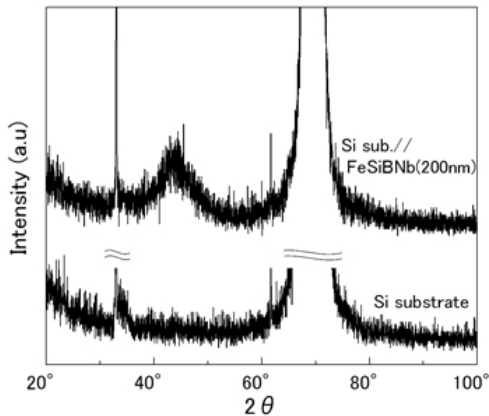
Fe 基金属ガラスのナノレベルの微細パターン成形可否について評価を行う必要がある。軟磁性裏打ち層への要求は、①案、②案共に、 $B_s \approx 1.2$  T、および一般的な媒体の平坦性である  $R_a \leq 0.5$  nm、 $R_v \leq 4$  nm であることの他に、②案では、インプリント加工を施すとの観点から、ガラス遷移現象を示し、熱的に安定であることが必要となる。そこで、既に報告されている Fe 基金属ガラス液体急冷材の合金系を調査し、 $B_s$  要求値を満たし、インプリント加工も可能と考えられる合金系を選定した。

これまでに報告されている Fe 基金属ガラス液体急冷材は、Fe-(Al, Ga)-(P, C, B)を主成分とする合金系<sup>8,9)</sup>、および Fe-B-Si-(Nb, Zr)を主成分とする合金系<sup>10,11)</sup>の2種類に大別できる。両合金系は、いずれも本研究開発項目の要求値 1.2 T 以上の  $B_s$  が得られると共に、ガラス化臨界直径 ( $d_c$ ) = 1.5 mm 以上の高いガラス形成能を有する。しかしながら、前者の合金系は多くの半金属元素を含み、特に、従来から成膜が困難とされる蒸気圧の高い P を含有するため、薄膜作製時の合金組成調整が困難と予想される。一方で、後者の合金系は、構成元素が前者に比べて少なく、成膜時の合金組成調整が比較的容易である。例えば、Inoue らにより報告された Fe-B-Si-Nb 系金属ガラス液体急冷材は、従来から報告されている Fe-B-Si 系非晶質合金<sup>12)</sup>に Nb を少量添加することで、ガラス形成能の大幅な増大に成功しており、 $\text{Fe}_{72}\text{B}_{14.4}\text{Si}_{9.6}\text{Nb}_4$  金属ガラス液体急冷材の過冷却液体域  $\Delta T_x$  は 50 K と大きく、直径 1.5 mm の円柱状試料が作製可能である<sup>10)</sup>。また、 $B_s$  は 1.47 T であり、本研究開発項目での軟磁性裏打ち層への要求値 1.2 T 程度を上回る大きな値を示す。これらのことから、Fe-B-Si-Nb 系金属ガラスを選定し、この合金系の薄膜にて要求される特性の評価およびインプリント加工性評価を目標に、薄膜の作製を行った。

Fe-B-Si-Nb 系合金薄膜は、波長 266 nm の Nd-YAG レーザを用いた組成探査用スパッタ成膜装置で成膜した。目標組成は  $\text{Fe}_{72}\text{B}_{20}\text{Si}_4\text{Nb}_4$  (at.% : 以下、合金組成は全て at.% で表記する) とした。この合金組成の液体急冷材は、ガラス遷移現象を示し、直径 2 mm の円柱状試料を作製可能なガラス形成能を有すると共に、 $B_s$  は 1.22 T であり、本研究開発項目の要求を満たしている。また、保磁力 ( $H_c$ ) は 1.0 A/m と報告<sup>13)</sup>されており、優れた軟磁気特性を有しているといえる。

目標組成の  $\text{Fe}_{72}\text{B}_{20}\text{Si}_4\text{Nb}_4$  をターゲット組成とし、10 mm 角の Si 基板 (熱酸化膜 300 nm 付き) 上に厚さ 200 nm の薄膜を成膜した。発光分光 (ICP) 分析による薄膜組成は  $\text{Fe}_{75}\text{B}_{17}\text{Si}_3\text{Nb}_5$  であり、目標組成からのずれは最大で 3 at.% であることが確認された。そこで、目標組成の薄膜が得られるようにターゲット組成を  $\text{Fe}_{68.8}\text{B}_{21.7}\text{Si}_{6.3}\text{Nb}_{3.2}$  と調整し、再度成膜を行った。得られた薄膜の組成は、 $\text{Fe}_{73}\text{B}_{19}\text{Si}_4\text{Nb}_4$  で目標組成から 1 at.% のずれがあるものの、ほぼ目標組成通りの薄膜が得られた。次に、得られた薄膜の構造を X 線回折法 (XRD) および透過型電子顕微鏡 (TEM) により評価した。図①-4 に作製した Fe-B-Si-Nb 系合金薄膜および Si 基板の X 線回折図形を、図①-5 に薄膜の断面高分解能 TEM 観察結果をそれぞれ示す。薄膜の X 線回折図形は、Si 基板からの反射のほか結晶相からのブラッグピークは認められず、 $2\theta$  が 40~50 ° 付近にハローパターンのみを示した。また、断面





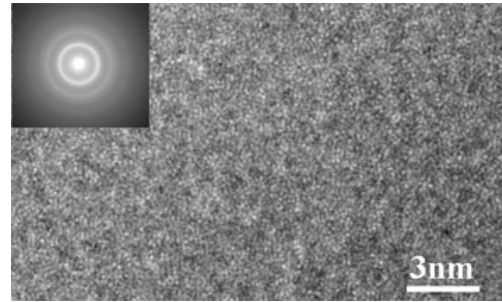
図①-4  $\text{Fe}_{73}\text{B}_{19}\text{Si}_4\text{Nb}_4$  薄膜および Si 基板の X 線回折図形

高分解能 TEM 組織においても、液体急冷材と同様の 1 nm 以下の中範囲規則 (MRO) 領域<sup>14)</sup>が観察されるのみで明瞭な結晶相の存在は認められない。以上のことから、薄膜試料は液体急冷材と同等の非晶質構造であるといえる。

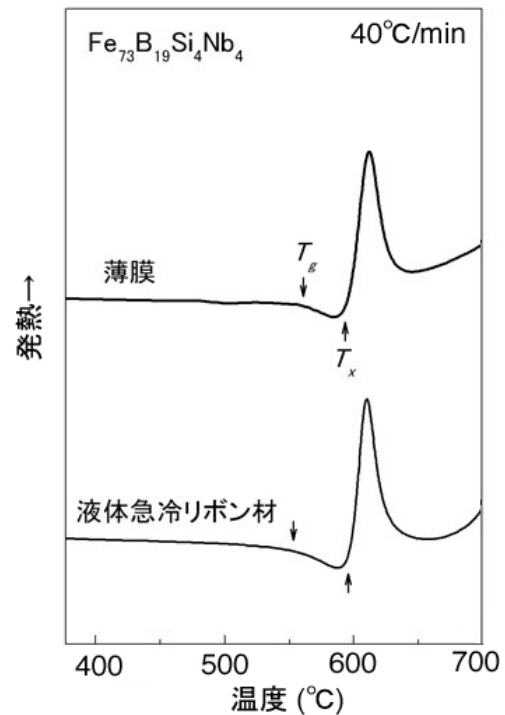
さらに、全質量が 10 mg 程度の薄膜試料を用いて、示差走査熱量計 (DSC) にて熱的性質を測定し、薄膜がガラス遷移現象を有するの否か確認すると共に、液体急冷材との熱的性質の比較を行った。図①-6 に  $\text{Fe-B-Si-Nb}$  系合金薄膜、および ICP 分析組成の液体急冷リボン材について DSC 曲線を示す。薄膜は明瞭なガラス遷移現象を示し、 $\text{Fe-B-Si-Nb}$  系金属ガラス薄膜であることが確認された。また、薄膜のガラス遷移温度 ( $T_g$ ) および結晶化温度 ( $T_x$ )

は、それぞれ 832 K および 869 K であった。これらの値は、同組成の液体急冷リボン材の 826 K および 870 K と実験誤差範囲内で一致しており、薄膜試料は液体急冷材とほぼ同等の熱的性質を有することが明らかとなった。このことから、インプリント加工の可能性が示唆された。 $\text{Fe-B-Si-Nb}$  系金属ガラス薄膜のインプリント加工結果は、①-2-2 節IV項で詳細を述べる。

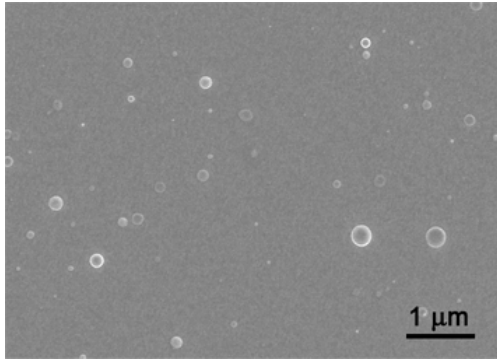
軟磁性裏打ち層には、表面平坦性として、 $R_a$ 、 $R_y$ がそれぞれ 0.5 nm、4 nm 以下であることが要求される。そこで、電界放射型走査電子顕微鏡 (FE-SEM) および原子間力顕微鏡 (AFM) を用いて、 $\text{Fe-B-Si-Nb}$  系金属ガラス薄膜の表面性状を観察した。図①-7 に、FE-SEM による表面組織像を示す。大部分は表面平坦な緻密膜であるが、部分的に付着したドロップレット (液滴) の存在が認められた。ドロップレットは PLD 法特有の表面欠陥



図①-5  $\text{Fe}_{73}\text{B}_{19}\text{Si}_4\text{Nb}_4$  薄膜の断面高分解能 TEM 組織



図①-6  $\text{Fe}_{73}\text{B}_{19}\text{Si}_4\text{Nb}_4$  非晶質薄膜および液体急冷材の DSC 曲線



図①-7 Fe<sub>73</sub>B<sub>19</sub>Si<sub>4</sub>Nb<sub>4</sub> 金属ガラス薄膜の表面組織像

であり、熔融したターゲット元素がレーザ照射によりプラズマ化することなく、塊のままターゲット表面から弾き出され、基板へ到達するために生じると報告<sup>14)</sup>されている。ドロップレットは、ターゲット-基板間へのフィルタの設置、ターゲット-基板間距離の調整やターゲットの高速回転により改善可能であると報告<sup>15)</sup>されているが、本研究開発項目では最終的な薄膜の成膜方法として、量産化に適し、ドロップレット形成の懸念のないMGS

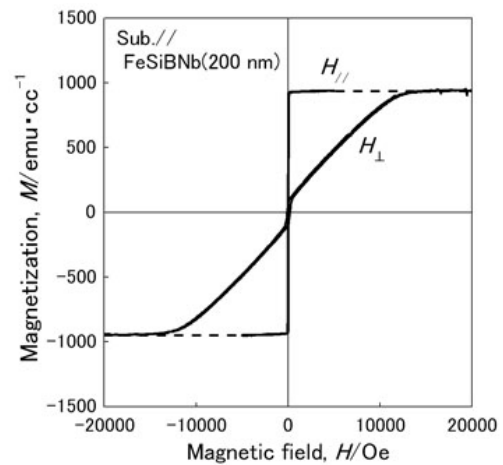
法へ移行することから、特に表面欠陥改善の検討は行わなかった。AFMによる表面粗さの評価は、ドロップレットのない平坦な表面部分について行った。 $R_a$ および $R_y$ はそれぞれ0.11 nm および1.6 nm あり、高い平坦性を有していることを確認した。また薄膜は、 $R_a$ および $R_y$ がそれぞれ0.16 nm および1.6 nm の基板とほぼ同等の値である。Fe-B-Si-Nb系金属ガラス薄膜は、用いる基板の表面平坦性を反映しており、成膜による表面平坦性の劣化はないといえる。以上のことから、今回用いたSi基板(熱酸化膜300 nm 付き)のように、表面平坦性に優れた現行のHDD媒体用基板を用いれば、本研究開発項目での表面平坦性への要求は達成可能であると推察される。

さらに、Si基板上に成膜した厚さ200 nmのFe-B-Si-Nb系金属ガラス薄膜試料の磁気特性を振動試料型磁力計(VSM)および保磁力計(HCメーター)を用いて評価した。要求される $B_s$ はVSMより測定した磁化曲線の飽和磁化( $M_s$ )から算出した。また、軟磁気特性を評価する保磁力 $H_c$ は保磁力計を用いて測定し、それぞれの値を液体急冷材と比較すると共に、媒体の軟磁性裏打ち層としての適用可能性を判断した。

試料の面内方向および垂直方向に磁場を印加したときのM-H曲線を図①-8に示す。試料の垂直方向に磁場を印加した垂直磁化曲線は、磁場の増大に伴い緩やかな曲線を描いて飽和していくのに対し、面内方向に磁場を印加した面内磁化曲線は、非常に小さな磁場で磁化が飽和値に達する。このことから作製した薄膜試料が面内磁化膜であることを確認した。M-H曲線より算出した $M_s$ は950 emu/ccであり、これより下式を用いて算出した $B_s$ は、1.2 Tであった。

$$B_s = 4\pi M_s / 10000 \quad \dots \quad \text{式①-1}$$

従って、薄膜形状においても、液体急冷材



図①-8 Fe<sub>73</sub>B<sub>19</sub>Si<sub>4</sub>Nb<sub>4</sub> 金属ガラス薄膜のM-H曲線

( $B_s=1.22$  T) とほぼ同等の値が得られることが明らかとなった。

一方、 $H_c$ は  $69$  A/m ( $0.87$  Oe) であり、液体急冷材 ( $1$  A/m) と比べて極めて大きな値を示した。これは、ターゲット成分を原子あるいはクラスター状態から基板に堆積させた薄膜と、液体状態から固化させた液体急冷材との作製方法の違いに起因しているものと推察される。また、薄膜では成膜時に混入したガスが磁場印加時の磁壁移動の障害となり得ることから、大きな  $H_c$ を示したものと考えられる。現在実用化されている垂直磁気記録媒体の軟磁性裏打ち層については、 $H_c$ と媒体ノイズとの関係について調査されており<sup>16,17)</sup>、例えば、析出ナノ結晶系の FeTaC 合金薄膜では、 $1$  Oe 以下の保磁力で媒体ノイズが大幅に低下するとの報告<sup>18,19)</sup>がある。このことから、 $1$  Oe 以下の保磁力を示した本  $\text{Fe}_{73}\text{B}_{19}\text{Si}_4\text{Nb}_4$  金属ガラス薄膜は、媒体ノイズを低減可能な軟磁性裏打ち層として有効であると考えられる。以上の結果より、PLD 法を用いて作製した  $\text{Fe}_{73}\text{B}_{19}\text{Si}_4\text{Nb}_4$  金属ガラス薄膜は、本研究開発項目の軟磁性裏打ち層としての磁気特性への要求を達成することを確認した。

液体急冷材にてインプリント加工に必要なガラス遷移現象を示し、大きな  $B_s$ が得られる Fe-B-Si-Nb 系金属ガラスを PLD 法により薄膜化し、軟磁性裏打ち層として要求される特性を評価した。得られた結果を以下にまとめる。

- ・ Si 基板 (熱酸化膜  $300$  nm 付き) 上に成膜した膜厚  $200$  nm の  $\text{Fe}_{73}\text{B}_{19}\text{Si}_4\text{Nb}_4$  合金薄膜は、明瞭なガラス遷移現象を有するとともに、同組成の液体急冷材とほぼ同等の熱的性質を示す。このことから、インプリント加工の可能性が示唆され、得られた  $\text{Fe}_{73}\text{B}_{19}\text{Si}_4\text{Nb}_4$  金属ガラス薄膜をインプリント加工特性の評価試料とした。
- ・  $\text{Fe}_{73}\text{B}_{19}\text{Si}_4\text{Nb}_4$  金属ガラス薄膜の表面性状は、部分的にドロップレットがあるものの、大部分は、表面平坦な緻密膜であった。AFM より測定した  $R_a$  および  $R_y$  はそれぞれ  $0.11$  nm および  $1.6$  nm と、高い表面平坦性を有しており、要求値の  $R_a \leq 0.5$  nm、 $R_y \leq 4$  nm をいずれも達成した。
- ・ 本  $\text{Fe}_{73}\text{B}_{19}\text{Si}_4\text{Nb}_4$  金属ガラス薄膜は、要求される  $B_s$  の  $1.2$  T を達成し、 $H_c$  が  $1$  Oe 以下の優れた軟磁気特性を有する薄膜であることが明らかとなった。

以上のように、Fe-B-Si-Nb 系金属ガラス薄膜は、①案および②案の両プロセスの軟磁性裏打ち層として適用の可能性が示唆されたことから、平成 20 年度に導入した MGS 法を用いたスパッタ装置へ作製方法を移行し、薄膜試料作製を継続することとした。

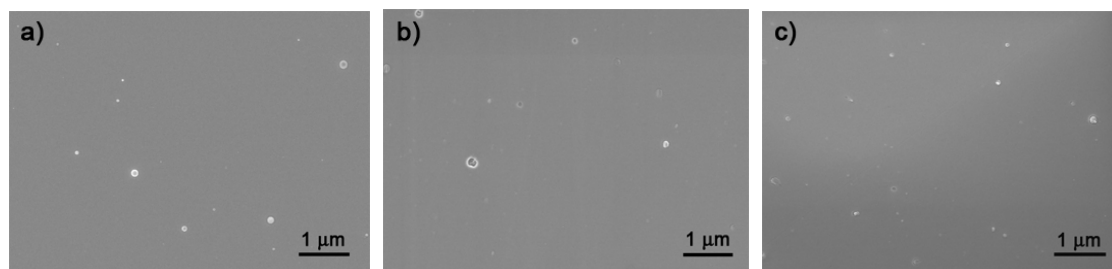
#### IV. 組成探索用スパッタ成膜装置による非磁性金属ガラス薄膜の成膜

媒体創製プロセス②案では、よりインプリント加工性に優れた非磁性金属ガラスをインプリント層として用いて、ナノレベルの微細パターン成形を行うことを想定している。ナ

ノレベルの微細加工を施すためのインプリント層は、ガラス遷移現象を有するとともに過冷却液体領域での結晶化に対する安定性が必要である。この結晶化への抵抗力は過冷却液体域 $\Delta T_x$ の大きさに関連していると指摘<sup>20)</sup>されている。事実、過冷却液体域の大きな合金系はガラス形成能が高く、数10 mm直径の大寸法バルク金属ガラスの作製に成功している。従って、大寸法バルク金属ガラスが作製可能な高ガラス形成能合金を本研究開発項目のインプリント層に用いれば、過冷却液体域の熱的安定性も高く、要求されるナノレベルの形状転写も可能であると考えられる。そこで、これまでに報告されたバルク金属ガラス形成合金の中から、特に高ガラス形成能を有する合金系をインプリント層として選定した。

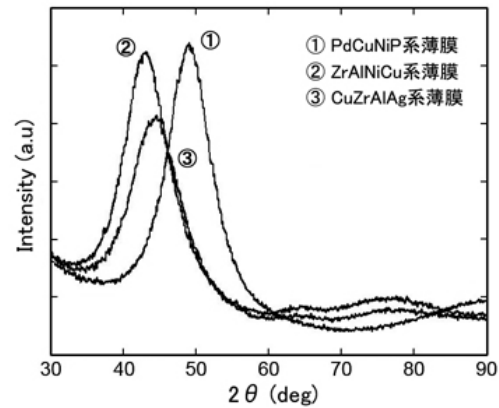
1988年にMgを主成分とした合金系でバルク金属ガラスが作製<sup>21)</sup>されて以来、これまでに20種類を超える合金系で大寸法バルク金属ガラスが作製可能だと報告されている。中でも、Zr-Al-Ni-Cu系<sup>22)</sup>、Pd-Cu-Ni-P系<sup>23)</sup>、Cu-Zr-Al-Ag系<sup>24)</sup>合金では、銅鑄型を用いた金型鑄造法や石英管水焼き入れ法により、それぞれ $d_c=30$ 、72、12 mmの大寸法金属ガラスの作製が報告されている。最大寸法が得られた組成の金属ガラスの $\Delta T_x$ は、それぞれ90、82、75 Kであり、極めて大きな値を示す。これは、Fe基やCo基の軟磁性金属ガラス液体急冷材に比べ数10 K大きな値であり、過冷却液体域でのインプリント加工時に結晶化に対して高い抵抗力を示すと同時に、ナノレベルの微細パターン成形への可能性も高いと推察される。以上のことから、Zr基、Pd基およびCu基金属ガラス薄膜を作製し、要求される特性の達成およびインプリント加工性評価を目標に、薄膜の作製を行った。

前節のFe-B-Si-Nb系合金薄膜の作製と同様に、上述の合金について波長266 nmのNd-YAGレーザを用いた組成探査用スパッタ成膜装置で成膜を行った。薄膜の目標組成は、上記3つの合金系の中でもガラス形成能が高いと報告されているPd<sub>42.5</sub>Cu<sub>30</sub>Ni<sub>7.5</sub>P<sub>20</sub>、Zr<sub>55</sub>Al<sub>10</sub>Ni<sub>5</sub>Cu<sub>30</sub>、Cu<sub>42</sub>Zr<sub>42</sub>Al<sub>8</sub>Ag<sub>8</sub>とした。これらの合金系はガラス形成の組成範囲が広いことから、いずれの合金系も目標組成のターゲットを用いて、10 mm角のSi基板（熱酸化膜300 nm付き）上に厚さ200 nmの薄膜を作製した。図①-9に示すように、得られた薄膜はFe-B-Si-Nb系薄膜と同様、表面平坦な緻密膜に部分的にドロップレットの形成が確認された。ICP分析で得られた薄膜の組成は、それぞれPd<sub>46</sub>Cu<sub>33</sub>Ni<sub>7</sub>P<sub>14</sub>、Zr<sub>58</sub>Al<sub>7</sub>Ni<sub>6</sub>Cu<sub>29</sub>、Cu<sub>42</sub>Zr<sub>47</sub>Al<sub>6</sub>Ag<sub>5</sub>であり、目標組成から数at.%のずれがあるものの、比較的目標組成に近い薄膜が得られた。

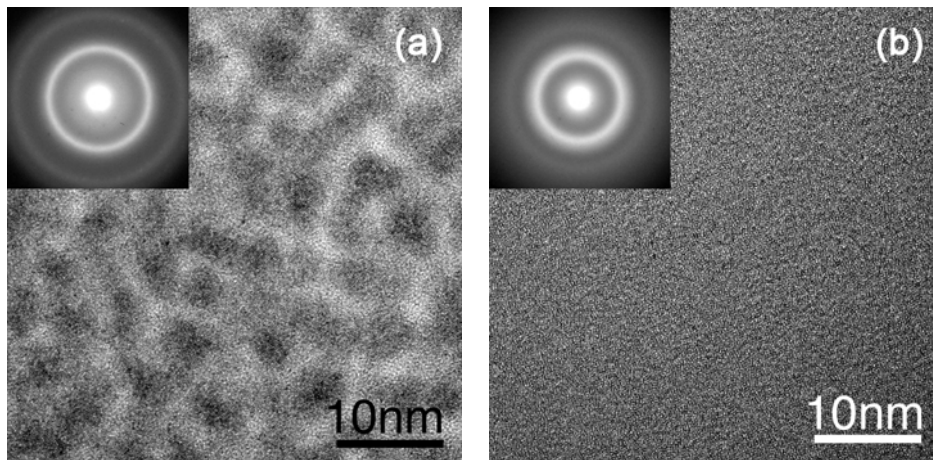


図①-9 (a)Pd<sub>46</sub>Cu<sub>33</sub>Ni<sub>7</sub>P<sub>14</sub>, (b)Zr<sub>58</sub>Al<sub>7</sub>Ni<sub>6</sub>Cu<sub>29</sub> および(c)Cu<sub>42</sub>Zr<sub>47</sub>Al<sub>6</sub>Ag<sub>5</sub> 薄膜の表面組織像

次に、薄膜の構造特性を XRD および TEM により評価した。図①-10 に薄膜の X 線回折図形、図①-11 に薄膜の断面高分解能 TEM 観察結果を示す。いずれの合金系の薄膜も X 線回折図形に結晶相からのブラッグピークは認められず、 $2\theta$ が  $30\sim 60^\circ$  付近にハローパターンのみを示した。また、断面高分解能 TEM 組織は、Zr 基および Cu 基薄膜では  $1\text{ nm}$  以下の MRO 領域が認められるものの非晶質構造を有することを確認した。一方、Pd 基薄膜は、ナノレベルの不均質な組織の存在を確認したものの、制限視野回折図形からは結晶相の存在を示す回折はみられず、非晶質相からのハローリングのみが確認された。このことから Pd 基薄膜も非晶質構造を有しているといえる。これらのより、PLD 法を用いて Si 基板上に作製した  $\text{Pd}_{46}\text{Cu}_{33}\text{Ni}_7\text{P}_{14}$ 、 $\text{Zr}_{58}\text{Al}_6\text{Ni}_6\text{Cu}_{29}$ 、 $\text{Cu}_{42}\text{Zr}_{47}\text{Al}_6\text{Ag}_5$  薄膜はいずれも非晶質構造を有していることが明らかとなった。

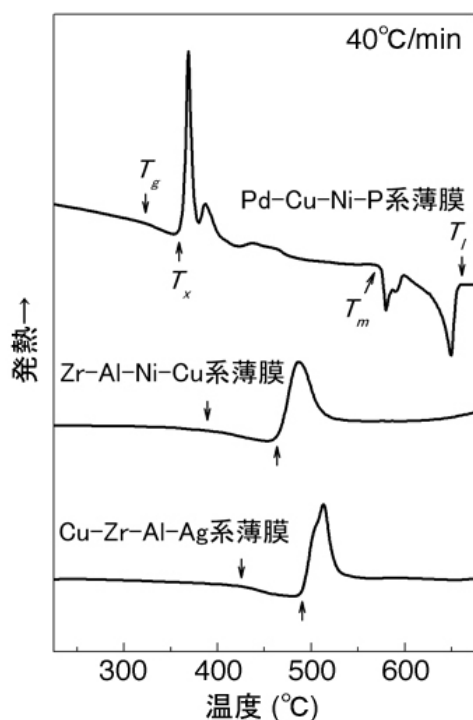


図①-10  $\text{Pd}_{46}\text{Cu}_{33}\text{Ni}_7\text{P}_{14}$ 、 $\text{Zr}_{58}\text{Al}_6\text{Ni}_6\text{Cu}_{29}$  および  $\text{Cu}_{42}\text{Zr}_{47}\text{Al}_6\text{Ag}_5$  薄膜の X 線回折図形



図①-11 (a) $\text{Pd}_{46}\text{Cu}_{33}\text{Ni}_7\text{P}_{14}$ 、(b) $\text{Zr}_{58}\text{Al}_6\text{Ni}_6\text{Cu}_{29}$  および  $\text{Cu}_{42}\text{Zr}_{47}\text{Al}_6\text{Ag}_5$  薄膜の断面高分解能 TEM 組織

さらに、全質量が  $10\text{ mg}$  程度の Pd 基、Zr 基および Cu 基非晶質薄膜について DSC により熱的性質を測定した。図①-12 にそれぞれの薄膜の DSC 曲線を示す。いずれの薄膜も明瞭なガラス遷移現象を示すことから金属ガラス薄膜であることが確認され、インプリント加工の可能性が示唆された。それぞれの薄膜の  $T_g$ 、 $T_x$  および  $\Delta T_x$  を同組成の液体急冷リボン材と比較し、表①-2 にまとめた。いずれの薄膜も同組成の液体急冷材とほぼ同等の熱的性質を示したことから、液体急冷材と同等の高い熱的安定性を有していると推察される。Zr 基および Cu 基金属ガラス薄膜については、目標組成と同程度の広い  $\Delta T_x$  を示しているのに対し、Pd 基金属ガラス薄膜の過冷却液体域は目標組成の液体急冷材に比べ小さな値を示



図①-12 Pd<sub>46</sub>Cu<sub>33</sub>Ni<sub>7</sub>P<sub>14</sub>, Zr<sub>58</sub>Al<sub>6</sub>Ni<sub>6</sub>Cu<sub>29</sub> および Cu<sub>42</sub>Zr<sub>47</sub>Al<sub>6</sub>Ag<sub>5</sub> 非晶質薄膜の DSC 曲線

した。Pd 基金属ガラス薄膜は、ガラス形成能への寄与の大きな P の含有量が目標組成より 6 at.% 少ないことから、熱的性質に違いが生じたと推察される。Pd 基金属ガラス薄膜は、P 含有量の違いにより異なった熱的性質を示すことから、インプリント加工特性にも違いが生じると推測される。従って、これら 3 つの薄膜の他に、より多くの P を含有した Pd<sub>48</sub>Cu<sub>19</sub>Ni<sub>7</sub>P<sub>26</sub> 金属ガラス薄膜も作製し、インプリント加工特性評価試料とすることとした。これらの Pd<sub>46</sub>Cu<sub>33</sub>Ni<sub>7</sub>P<sub>14</sub>、Pd<sub>48</sub>Cu<sub>19</sub>Ni<sub>7</sub>P<sub>26</sub>、Zr<sub>58</sub>Al<sub>7</sub>Ni<sub>6</sub>Cu<sub>29</sub> および Cu<sub>42</sub>Zr<sub>47</sub>Al<sub>6</sub>Ag<sub>5</sub> 金属ガラス薄膜のインプリント加工性については、①-2-2 節IV項で詳細を述べる。

表①-2 Pd 基、Zr 基および Cu 基金属ガラス薄膜/液体急冷材の熱的性質

		$T_g$ [K]	$T_x$ [K]	$\Delta T_x$ [K]
Pd 基	薄膜	599	638	39
	液体急冷材	606	641	35
Z 基	薄膜	657	740	83
	液体急冷材	658	740	82
Cu 基	薄膜	697	765	68
	液体急冷材	699	764	65

媒体創製プロセス②案で要求される微細パターン成形が可能な非磁性インプリント層の薄膜作製を目的として、ガラス遷移現象を有するとともに過冷却液体域の熱的安定性が高く非磁性である Pd-Cu-Ni-P 系、Zr-Al-Ni-Cu 系および Cu-Zr-Al-Ag 系金属ガラスの薄膜化を行い、インプリント加工に必要なガラス遷移現象の有無を確認した。得られた結果を以下にまとめる。

- ・ PLD 法により Si 基板（熱酸化膜 300 nm 付き）上に作製した膜厚 200 nm の Pd<sub>46</sub>Cu<sub>33</sub>Ni<sub>7</sub>P<sub>14</sub>、Zr<sub>58</sub>Al<sub>7</sub>Ni<sub>6</sub>Cu<sub>29</sub> および Cu<sub>42</sub>Zr<sub>47</sub>Al<sub>6</sub>Ag<sub>5</sub> 非晶質薄膜は明瞭なガラス遷移現象を有し、インプリント加工の可能性が示唆された。また、同組成の液体急冷材とはほぼ同等の熱的性質を示したことから、過冷却液体域の安定性も高いと考え、インプリント加工特性評価試料とした。

- ・Pd 基金属ガラス薄膜は、ガラス形成能への寄与の大きな P の含有量が目標組成より 6 at.% 少なく、インプリント加工時の熱的安定性やナノレベルの微細パターン成形性に違いが生じると懸念される。このため、より多くの P を含む Pd<sub>48</sub>Cu<sub>19</sub>Ni<sub>7</sub>P<sub>26</sub> 金属ガラス薄膜についても評価することとした。

以上のように、非磁性の Pd<sub>46</sub>Cu<sub>33</sub>Ni<sub>7</sub>P<sub>14</sub>、Pd<sub>48</sub>Cu<sub>19</sub>Ni<sub>7</sub>P<sub>26</sub>、Zr<sub>58</sub>Al<sub>7</sub>Ni<sub>6</sub>Cu<sub>29</sub> および Cu<sub>42</sub>Zr<sub>47</sub>Al<sub>6</sub>Ag<sub>5</sub> 金属ガラス薄膜は、媒体創製プロセス②案のインプリント層としての適用可能性が確認されたことからインプリント加工評価試料とし、①-2-2 節IV項で述べる転写性評価結果から、採用する合金系を選定することとした。さらに、Pd 基金属ガラス薄膜は MGS 法による成膜も行い、インプリント加工評価試料とした (①-2-2 節VII項参照)。

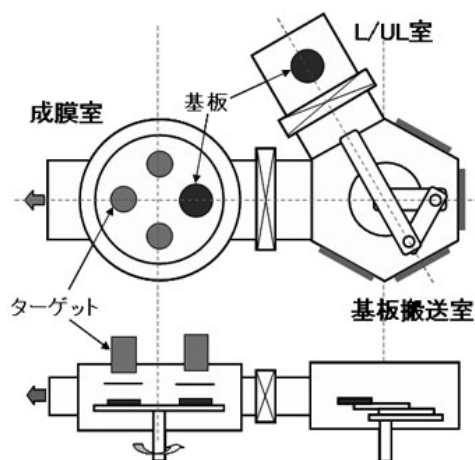
#### V. MGS スパッタ成膜装置

平成 19 年度、平成 20 年度上半期は、導入した組成探索用スパッタ装置により各種合金系の薄膜作製および特性評価を行った。磁気記録媒体を構成する軟磁性裏打ち層、インプリント層および硬磁性記録層の各々について適した特性を有する合金の検討を実施し、それぞれ好適な合金を選定した。平成 20 年度下半期以降は、これらの薄膜を組み合わせた複合積層膜を作製し、媒体特性の評価が必要となる。PLD 法による成膜はターゲットと作製した薄膜の組成ずれが小さいという利点があるものの、異なる合金の積層成膜が困難であり、成膜速度も低い欠点を有する。このことから平成 20 年度は、媒体構成に必要な軟磁性裏打ち層 (軟磁性金属ガラスあるいは非晶質合金薄膜)、非磁性インプリント層 (非磁性金属ガラス薄膜)、および硬磁性記録層 (硬磁性結晶合金薄膜) の積層成膜が容易であり、かつ成膜速度が大きく量産化に適した MGS 法を採用したスパッタ装置を導入した。

平成 20 年度に導入したスパッタ装置 (大亜真空株式会社製: 型番 DSP-24D-LT) の外観を図①-13 に、装置概略図を図①-14 に示す。成膜時の表面酸化やパーティクル付着が媒体品質の大きな問題となるため、全工程を大気開放することなく、真空保持されたチャンバ内で成膜することが望ましい。このため、平成 19 年度に導入した組成探索用スパッタ装



図①-13 スパッタ装置の外観



図①-14 スパッタ装置の概略図

置やインプリント装置など前後工程で用いる装置とも将来的に接続可能なよう、成膜を行うスパッタ室と基板の交換を行う L/UL 室の間に六角形の搬送室を設けている。この搬送室の 4 辺の側面から他の装置と接続可能であり、基板は 6 辺の各室への搬送が可能な構造となっている。成膜は平行平板型スパッタダウン方式を採用し、ターゲットおよび基板は各々 4 個の設置が可能である。ターゲットの裏面には、マグネトロン放電を行うための磁石が設置されており、4 個のターゲットのうち 2 個は強力マグネットによる磁性体の成膜が可能としている。従って、軟磁性合金ターゲット、非磁性合金ターゲット、多層膜を想定した硬磁性薄膜用の非磁性および硬質磁性ターゲットの全ての設置が可能である。また、基板は直径 2.5 インチ型の HDD 用基板が設置でき、基板の搬送や各種成膜は手動のほか、自動でも行うことが可能である。本装置の主な性能仕様を以下に示す。

- ・スパッタ室

- スパッタ方式：平行平板型スパッタダウン方式、手動および自動成膜可能

- スパッタ電源：DC 電源×2 台、RF 電源×1 台

- 基板：2.5 inch 丸型基板×4 個、水冷機能付き

- ターゲット：直径 2inch×高さ 2～5 mm の円板×4 個

- 到達圧力： $5 \times 10^{-5}$  Pa 以下、操作圧力：0.3 Pa～5 Pa

- ・L/UL 室

- 到達圧力：20 Pa 以下

- 基板収納数：4 個

- ・搬送室

- 到達圧力：20 Pa 以下

- ブランクフランジとした 4 辺は開閉センサ付きであり、他装置と接続可能

- 基板の自動搬送可能

## VI. MGS スパッタ成膜装置による軟磁性金属ガラス薄膜の成膜

①-1 節Ⅲ項に記したように、平成 19 年度から平成 20 年度上半期は、PLD 法による組成探査用スパッタ成膜装置を用いて Si 基板上に膜厚 200 nm の  $\text{Fe}_{73}\text{B}_{19}\text{Si}_4\text{Nb}_4$  金属ガラス薄膜を作製し、軟磁性裏打ち層へ要求される磁気特性、表面平坦性および熱的性質(②案のみ)がいずれも達成されることを確認した。このことから、 $\text{Fe}_{73}\text{B}_{19}\text{Si}_4\text{Nb}_4$  金属ガラス薄膜は、①案および②案の両案の軟磁性裏打ち層として適用の可能性があることが示唆された。しかしながら、後の①-2-2 節Ⅳ項で述べるインプリント加工性評価の結果、加工を施す過冷却液体域の安定性は、①-1 節Ⅳ項にて同様に作製した非磁性金属ガラス薄膜に比べて低く、非磁性金属ガラス薄膜ほどの優れた金型転写性が得られなかった。そこで、媒体創製プロセスは、インプリント層に非磁性金属ガラス薄膜を用いる②案を選定し、媒体成立性評価試料の作製を継続することとした(①-2-2 節Ⅳ項参照)。従って、軟磁性裏打ち層は、 $B_s \approx$



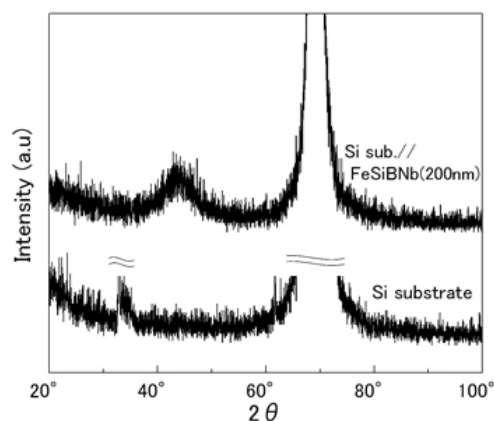
1.2 T、 $R_a \leq 0.5 \text{ nm}$  および  $R_v \leq 4 \text{ nm}$  であることのみが要求される。

平成 20 年後半期は、より量産化に適した MGS 法によるスパッタ装置を用いて、①-1 節 III 項にて上記要求を満たすことを確認した軟磁性 Fe 基非晶質薄膜を作製し、プロセス②案における軟磁性裏打ち層への要求特性の確認と共に、媒体創製プロセスで予想される軟磁性裏打ち層への課題について検討した。

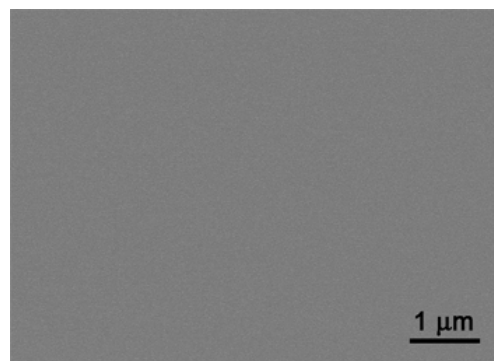
Fe 基薄膜は、PLD 法での薄膜作製と同様に目標組成を  $\text{Fe}_{72}\text{B}_{20}\text{Si}_4\text{Nb}_4$  とし、DC-100 W のスパッタ装置を用いて、同組成のターゲットから HDD 媒体用 2.5 インチ Si 基板（熱酸化膜 300 nm 付き）上に成膜した。2.5 インチの基板全面に均一な膜厚が得られるよう、ターゲットと基板間の距離は 120 mm と若干離れた位置設定とした。目標膜厚を 200 nm としたところ、得られた薄膜の膜厚は 190~199 nm であり、 $\pm 2.3 \%$  の均一な薄膜が得られた。ICP 分析で得られた薄膜の組成は  $\text{Fe}_{75}\text{B}_{18}\text{Si}_4\text{Nb}_3$  であり、目標組成から最大で 3 at.% のずれがあるものの、ほぼ目標組成の薄膜が得られた。①-1 節 III 項で作製した Fe 基金属ガラス薄膜は、インプリント加工性も考慮し熱的に安定な薄膜作製を目的としていたため、より熱的安定性の高い目標組成への組成の合わせ込みを行ったが、②案の軟磁性裏打ち層へは熱的性質への要求がないことから、厳密な組成の調整は行わなかった。

図①-15 に XRD により評価した Fe 基合金薄膜の X 線回折図形を示す。同図には、Si 基板から得られた XRD 図形も合わせて示す。薄膜の XRD 図形は、Si 基板からの反射のほかに結晶相からのブラッグピークは認められず、 $2\theta$  が  $40 \sim 50^\circ$  付近にハローパターンのみを示したことから、非晶質構造を有することを確認した。

軟磁性裏打ち層に要求される表面平坦性は、FE-SEM および AFM を用いた表面性状の観察により評価した。薄膜の堆積に用いた Si 基板は  $R_a = 0.16 \text{ nm}$  および  $R_v = 1.6 \text{ nm}$  の表面平坦性に優れた基板である。図①-16 に、FE-SEM による表面組織像を示す。PLD 法で作製した薄膜に認められたドロップレットのような表面欠陥の存在がなく、表面平坦な緻密膜であることを確認した。また、AFM による表面粗さの評価の結果、 $R_a$  および  $R_v$  はそれぞれ  $0.23 \text{ nm}$  および  $2.4 \text{ nm}$  あり、要求値を満たす高い表面平坦性を有していることが明らかとなった。

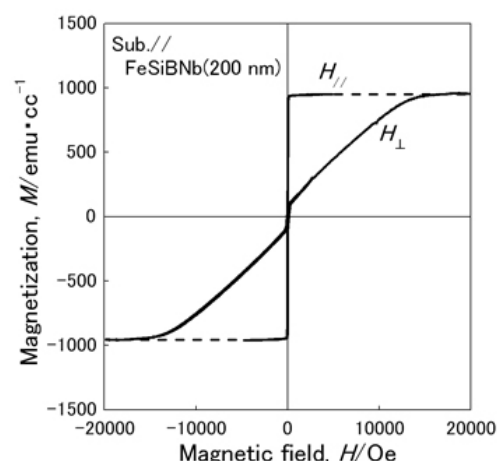


図①-15  $\text{Fe}_{75}\text{B}_{18}\text{Si}_4\text{Nb}_3$  薄膜および Si 基板の X 線回折図形



図①-16  $\text{Fe}_{75}\text{B}_{18}\text{Si}_4\text{Nb}_3$  非晶質薄膜の表面組織像

さらに、Si 基板上に成膜した膜厚 200 nm の Fe 基非晶質薄膜の磁気特性を VSM および HC メーターを用いて評価した。 $B_s$  は VSM より測定した磁化曲線の  $M_s$  から算出し、媒体の軟磁性裏打ち層としての適用可能性を判断した。図①-17 に試料の面内方向および垂直方向に磁場を印加したときの M-H 曲線を示す。試料の垂直方向に磁場を印加した垂直磁化曲線は、磁場の増大に伴い、磁化は緩やかな曲線を描いて飽和していくのに対し、面内方向に磁場を印加した面内磁化曲線は、非常に小さな磁場で磁化が飽和値に達する。このことから、作製した薄膜試料が面内磁化膜であることを確認した。



図①-17  $\text{Fe}_{75}\text{B}_{18}\text{Si}_4\text{Nb}_3$  非晶質薄膜の M-H 曲線

M-H 曲線より得られた  $M_s$  は 950 emu/cc であり、これより算出した  $B_s$  は 1.2 T であった。また、 $H_c$  は 65 A/m (0.82 Oe) であった。PLD 法で作製した薄膜と同等の 1 Oe 以下の小さな保磁力を示し、媒体ノイズを低減可能な軟磁性裏打ち層として有効であると考えられる。これらの磁気特性評価結果より、MGS 法を用いて作製した Fe 基非晶質薄膜は、本研究開発項目の軟磁性裏打ち層としての磁気特性への要求を達成することを確認した。

PLD 法を用いた薄膜作製により軟磁性裏打ち層への適用可能性が示唆された Fe 基金属ガラス薄膜について、量産化に適した MGS 法による成膜を行い、②案の軟磁性裏打ち層として要求される特性を評価した。得られた結果を以下にまとめる。

- Si 基板（熱酸化膜 300 nm 付き）上に成膜した膜厚 200 nm の  $\text{Fe}_{75}\text{B}_{18}\text{Si}_4\text{Nb}_3$  合金薄膜は、2.5 インチの基板上に  $\pm 2.3\%$  の均一な膜厚であった。XRD により得られた薄膜が非晶質構造を有することを確認した。
- $\text{Fe}_{75}\text{B}_{18}\text{Si}_4\text{Nb}_3$  非晶質薄膜の表面性状は、ドロップレットのような表面欠陥のない平坦な緻密膜であった。AFM より測定した  $R_a$  および  $R_y$  はそれぞれ 0.23 nm および 2.4 nm と、高い表面平坦性を有しており、要求値の  $R_a \leq 0.5$  nm、 $R_y \leq 4$  nm をいずれも達成した。
- 本  $\text{Fe}_{75}\text{B}_{18}\text{Si}_4\text{Nb}_3$  非晶質薄膜は、要求される  $B_s$  の 1.2 T を達成し、 $H_c$  が 1 Oe 以下の優れた軟磁気特性を有する薄膜であることが明らかとなった。

以上のように、MGS 法により作製した Fe 基非晶質薄膜は、②案の軟磁性裏打ち層として適用可能性が示唆された。そこで、媒体創製プロセスで予想される課題について検討を

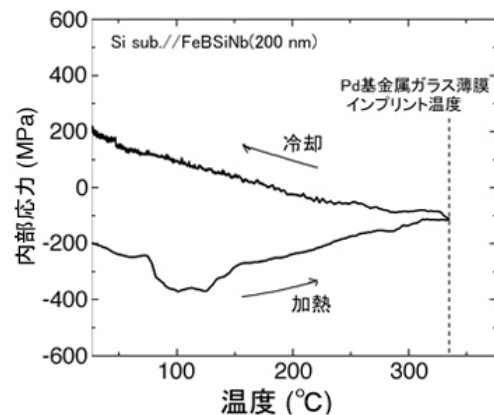
行った。

Feを主成分とする本  $\text{Fe}_{75}\text{B}_{18}\text{Si}_4\text{Nb}_3$  非晶質薄膜は、大きな正の磁わいを有しているため、応力の付加により軟磁気特性が変化する可能性がある。本研究開発項目の媒体創製プロセス②案では、軟磁性裏打ち層上に成膜した非磁性インプリント層に、インプリント加工を施し微細凹凸パターンを成形する。そのため、インプリント加工後の軟磁性裏打ち層には、インプリント加工時に金型を押し付ける応力付加のほか、温度変化に伴う薄膜の内部応力の変化が生じると予想される。これらの応力変化に伴った薄膜内部の歪みによる磁気特性の変化が懸念されることから、インプリント加工前後での  $\text{Fe}_{75}\text{B}_{18}\text{Si}_4\text{Nb}_3$  非晶質薄膜の磁気特性変化を評価した。

Si 基板上に膜厚 200 nm の  $\text{Fe}_{75}\text{B}_{18}\text{Si}_4\text{Nb}_3$  非晶質薄膜を成膜した試料について、インプリント加工前後の内部応力の変化を曲率測定法により評価した。Fe 基非晶質薄膜は、 $10^{-3}$  Pa 以下の真空雰囲気中にて 60 K/min の昇温速度で 609 K (Pd 基非磁性金属ガラス薄膜のインプリント加工温度) まで温度を上昇させ、その後徐冷した。このとき試料表面へのレーザ照射により曲率変化を測定し、得られた曲率から Si 基板の曲率を差し引いて、薄膜のみの曲率を抽出し、内部応力 ( $\sigma$ ) を求めた。 $\sigma$ は下式<sup>25)</sup>を用いて算出した。

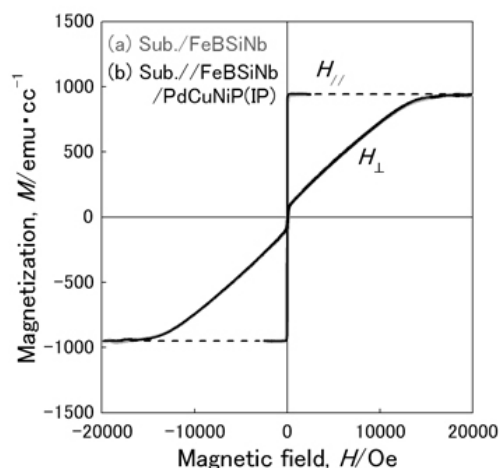
$$\sigma = \frac{E_s}{1-\nu_s} \frac{h_s^2}{6h_f} \frac{1}{R} \quad \dots \text{式①-2}$$

ここで、 $E_s$ 、 $\nu_s$ 、 $h_s$ 、 $h_f$ および  $(1/R)$  はそれぞれ基板のヤング率、基板のポアソン比、基板の厚さ、薄膜の膜厚および曲率である。図①-18 に薄膜の内部応力の熱履歴を示す。また、得られた内部応力の熱履歴を用いて算出した薄膜の熱膨張係数 $\alpha$ は  $15.0 \times 10^{-6}$  /K であり、Si 基板 ( $\alpha=3.0 \times 10^{-6}$  /K) に比べ 1 桁近く大きな値を示した。インプリント加工前後で薄膜の内部応力は大きく異なっており、成膜後に圧縮応力 200 MPa であった内部応力が、インプリント温度でのアニール後は、200 MPa の引張応力に変化していることが明らかとなった。アニール前の薄膜は成膜時に高エネルギーのターゲット粒子が膜内に叩き込まれたことにより膜が膨張して歪んだため、圧縮応力が残留したと考えられる。一方、アニール後の薄膜は、薄膜と基板の $\alpha$ の違い ( $\alpha_{\text{film}} > \alpha_{\text{sub}}$ ) により引張応力が残留したため、アニール前後で内部応力が大きく変化したと推察される。さらに、このような内部応力変化に起因した磁気特性の変化を評価するため、VSM により M-H 曲



図①-18  $\text{Fe}_{75}\text{B}_{18}\text{Si}_4\text{Nb}_3$  非晶質薄膜の内部応力の熱履歴

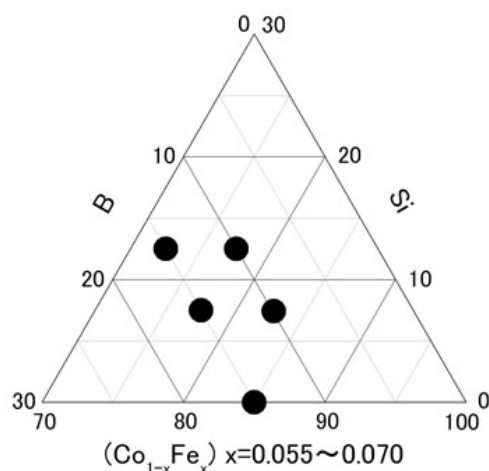
線を測定し、マクロな領域でのアニール前後の磁気特性を比較した。薄膜試料は、Si 基板に Fe 基非晶質薄膜を膜厚 200 nm で成膜したアニール前の試料と、さらに非磁性 Pd 基非磁性金属ガラス薄膜を膜厚 30 nm 成膜した後、インプリント条件の 609 K まで加熱し、表面平坦な金型により 60 MPa で加圧した後の試料を用いた。図①-19 に両試料の M-H 曲線を示す。両試料はほぼ同等の M-H 曲線を描き、得られた飽和磁化より算出した飽和磁束密度  $B_s$  は両試料とも 1.2 T であった。また、HC メーターを用いて測定した  $H_c$  も前者が 65 A/m、後者が



図①-19 Fe<sub>75</sub>B<sub>18</sub>Si<sub>4</sub>Nb<sub>3</sub> 非晶質薄膜の(a)アニール前, (b)アニール後の M-H 曲線

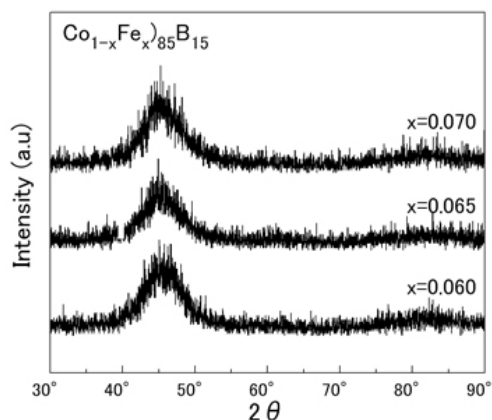
55 A/m であり、ほぼ同じ値を示した。このことから、マクロな領域の特性は、インプリント加工による応力変化において磁気特性は変化しないと推測される。しかしながら、実際のインプリント加工では、ナノレベルの凹凸を有する金型で加圧するため、ミクロな領域での応力分布は変化する可能性がある。そこで、応力の付加による磁気特性の変化がない零磁わいの薄膜についても軟磁性裏打ち層として検討することとした。

従来の非晶質合金は液体急冷材にて Fe、Co、Ni の元素濃度を調整し、Co の 4~6 at.% を Fe に置換することにより零磁わい組成を得ている<sup>26)</sup>。代表的な組成として (Co<sub>0.94</sub>Fe<sub>0.06</sub>)<sub>75</sub>Si<sub>15</sub>B<sub>10</sub><sup>27)</sup> や Co<sub>61.6</sub>Fe<sub>4.2</sub>Ni<sub>4.2</sub>Si<sub>10</sub>B<sub>20</sub><sup>28)</sup> が挙げられるが、 $B_s$  はそれぞれ 0.8 T、0.54 T であり、軟磁性裏打ち層への要求値を下回っている。また、ガラス形成能も低くリボン状試料のみの報告である。一方で、近年 Fe-B-Si-Nb 系金属ガラスに Co を添加した (Co<sub>0.952</sub>Fe<sub>0.058</sub>)<sub>70</sub>B<sub>20</sub>Si<sub>8</sub>Nb<sub>2</sub> 零磁わい金属ガラスにおいては<sup>29)</sup>、 $d_c$  が 1.5 mm のバルク状試料が作製可能な高いガラス形成能を有すると報告されている。しかしながら、 $B_s$  は 0.6 T と小さく<sup>29)</sup>、要求値には達していない。これらの零磁わい非晶質合金/金属ガラスはいずれの組成も 20~30 at.% の多くの半金属元素を含むため、(Co,Fe) の含有量に依存する  $B_s$  が小さな値となったと推察される。そこで、軟磁性裏打ち層への要求である 1.2 T 程度の  $B_s$  が得られるよう、従来の零磁わい非晶質合金である (Co<sub>0.94</sub>Fe<sub>0.06</sub>)<sub>75</sub>Si<sub>15</sub>B<sub>10</sub> よりも半金属元素を減らした (Co,Fe)-B-Si 系合金について、液体急冷リボン材を用いて構造、熱的および磁気特性を調査し、合金組成の検討を行った。図①-20 に評価した組成をマップで示

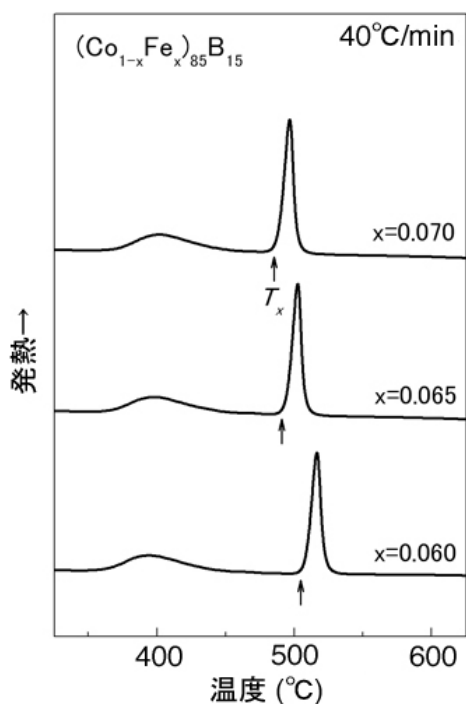


図①-20 (Co<sub>1-x</sub>, Fe<sub>x</sub>)-B-Si (x=0.055~0.070) の評価組成マップ

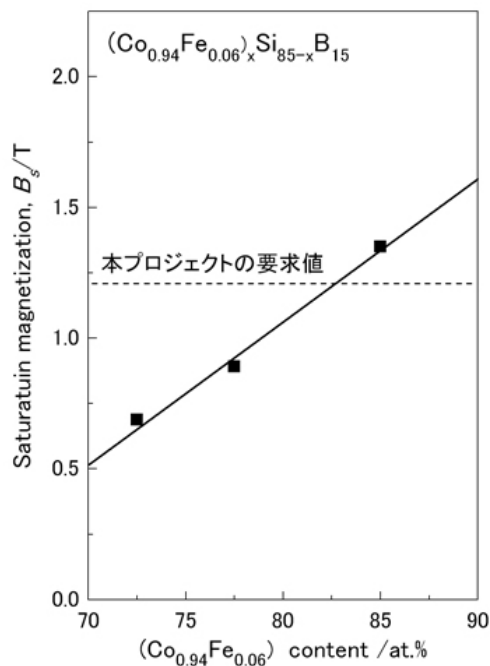
す。Co と Fe の比率は Co を 5.5～7.0 % の Fe で置換したときについて調査した。得られたリボン材は、XRD によりいずれも非晶質構造を有することを確認した。図①-21 に (Co,Fe) 含有量が最も多い  $(\text{Co}_{1-x}\text{Fe}_x)_{85}\text{B}_{15}$  ( $x=0.060, 0.065, 0.070$ ) リボン材の X 線回折図形を示す。また、リボン材より得られた DSC 曲線を図①-22 に示す。ガラス遷移現象は示さないが、非晶質相の結晶化による発熱を確認した。さらに、VSM により評価した (Co,Fe) 含有量と  $B_s$  の関係を図①-23 に示す。両者は直線関係にあり、(Co,Fe) 含有量の最も多い 85 at.% の組成では、1.3 T の  $B_s$  が得られた。従って、 $(\text{Co,Fe})_{85}\text{B}_{15}$  非晶質合金を軟磁性裏打ち層へ用いれば  $B_s$  の要求を達成すると考えられる。そこで、 $(\text{Co}_{1-x}\text{Fe}_x)_{85}\text{B}_{15}$  ( $x=0.060, 0.065, 0.070$ ) リボン材について磁わいの評価を行い、最も零に近い組成を調査した。



図①-21  $(\text{Co}_{1-x}\text{Fe}_x)_{85}\text{B}_{15}$  ( $x=0.060, 0.065, 0.070$ ) 液体急冷リボン材の X 線回折図形



図①-22  $(\text{Co}_{1-x}\text{Fe}_x)_{85}\text{B}_{15}$  ( $x=0.060, 0.065, 0.070$ ) 液体急冷リボン材の

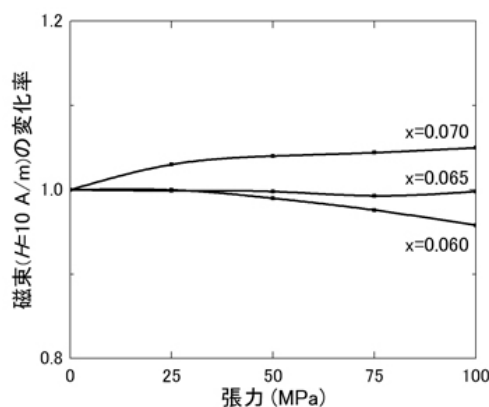


図①-23 (Co,Fe) 含有量と  $B_s$  の関係

リボン材の磁わいの評価には、キャパシタンス法、歪ゲージ法など種々の方法があるが、いずれの測定方法においても測定限界が  $0.5 \times 10^{-6}$  程度であり、零磁わい近傍の磁わいを正確に評価することができない。そのため、キャパシタンス法による定量的な評価と共に、張力印加法を用いた定性的な評価を行った。磁わいは磁化によって磁性体が歪む現象であ

り、逆に応力を付加し磁性体を歪ませたときは、磁性体の自発磁化が応力の方向あるいは直交する方向に向き易くなる。この現象を利用した張力印加法による磁わいの評価では、磁性体に張力を印加しながら直流 B-H 曲線を測定することにより、磁わいの正、零、負の符号を判断し、定性的な比較を行うことが可能である。磁場方向と平行に張力を印加した場合、磁わいが正のときは、磁化が容易になり、小さな磁場で磁化が飽和値に達するため、張力の増加に伴い微小磁場における磁化は増加する。一方、磁わいが負のときは、磁化が困難になり、磁場の増加に伴い徐々に飽和値に近づいていくため、張力の増加に伴い微小磁場における磁化は低下する。図①-24 に

( $\text{Co}_{1-x}\text{Fe}_x$ )<sub>85</sub>B<sub>15</sub> (x=0.060, 0.065, 0.070) リボン材の磁場 (H) が 10 A/m における張力による磁束密度の変化を示す。図中の縦軸は無張力下における磁束密度で規格化して示している。いずれの組成においても、磁束密度の変化率は 1 近傍であり、張力印加による磁気特性の変化は非常に小さく、零磁わい近傍組成であるといえる。X=0.060 である ( $\text{Co}_{0.940}\text{Fe}_{0.060}$ )<sub>85</sub>B<sub>15</sub> は張力の印加に伴い磁化が若干低下しており、負の磁わいを示している。一方、x=0.065 である ( $\text{Co}_{0.935}\text{Fe}_{0.065}$ )<sub>85</sub>B<sub>15</sub>

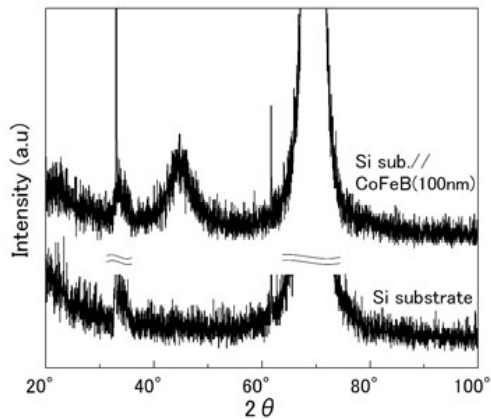


図①-24 ( $\text{Co}_{1-x}\text{Fe}_x$ )<sub>85</sub>B<sub>15</sub> (x=0.060, 0.065, 0.070) リボン材の張力による磁束密度の変化率 (H=10 A/m)

リボン材は磁気特性にほとんど変化が見られないことから、磁わいが零に近いといえる。さらに Fe 量を増加した X=0.070 の ( $\text{Co}_{0.930}\text{Fe}_{0.070}$ )<sub>85</sub>B<sub>15</sub> では張力による磁化の増加がみられ正の磁わいを示した。このことから、x=0.065 である ( $\text{Co}_{0.935}\text{Fe}_{0.065}$ )<sub>85</sub>B<sub>15</sub> が最も零磁わい近傍の組成であることが明らかとなった。これらの試料の飽和磁わい ( $\lambda_s$ ) は、キャパシタンス法の測定限界以下であり定量を行うことはできなかったものの、 $\pm 0.5 \times 10^{-6}$  以下の非常に小さな値である考えられる。

以上の液体急冷材リボン材を用いた飽和磁束密度および磁わいの評価より、( $\text{Co}_{0.935}\text{Fe}_{0.065}$ )<sub>85</sub>B<sub>15</sub> が最も零磁わい近傍の組成であり、1.3 T の要求を満たす大きな  $B_s$  が得られることを確認した。従って、( $\text{Co}_{0.935}\text{Fe}_{0.065}$ )<sub>85</sub>B<sub>15</sub> の薄膜化を行い、薄膜形状での要求される特性の評価を行った。

目標組成を  $\text{Co}_{79.5}\text{Fe}_{5.5}\text{B}_{15}$  とした薄膜の作製は、MGS 法 (DC-100 W のスパッタ装置) を用いて、同組成のターゲットから HDD 媒体用 2.5 インチ Si 基板 (熱酸化膜 300 nm 付き) 上に成膜した。目標膜厚を 100 nm としたところ、2.5 インチの基板における膜厚は 94 ~ 99 nm であり、 $\pm 2.6$  % の均一な薄膜が得られた。ICP 分析で得られた薄膜の組成は  $\text{Co}_{80}\text{Fe}_5\text{B}_{15}$  であり、ほぼ目標組成通りの薄膜が得られた。図①-25 に XRD により評価した Co-Fe-B 系薄膜および Si 基板の X 線回折図形を示す。薄膜の X 線回折図形は、Si 基板からの反射のほか結晶相からのブラッグピークは認められず、 $2\theta$  が  $40 \sim 50^\circ$  付近にハロ

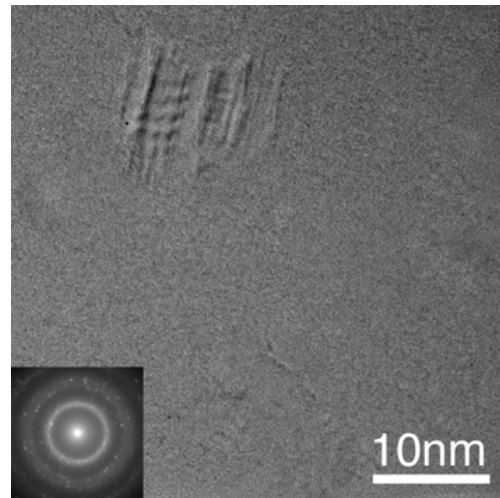


図①-25  $\text{Co}_{80}\text{Fe}_5\text{B}_{15}$  薄膜および Si 基板の X 線回折図形

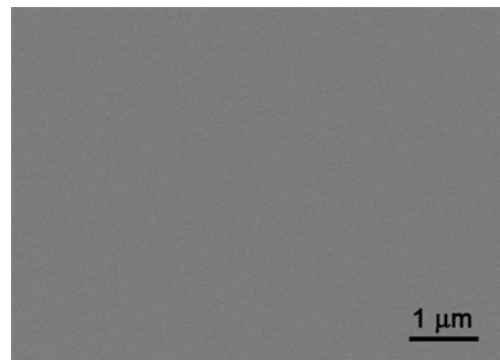
ハローパターンのみを示したことから、XRD から非晶質構造を有することを確認した。図①-26 には TEM を用いて観察した薄膜の断面高分解能 TEM 組織を示す。XRD による X 線回折図形はハローパターンのみを示したが、断面高分解能 TEM 組織においてはナノ結晶の分散が確認された。従って、作製した薄膜はナノ結晶分散型非晶質合金薄膜であることが明らかとなった。

軟磁性裏打ち層に要求される表面平坦性を FE-SEM および AFM を用いて評価した。図①-27 に、FE-SEM による表面組織像を示す。上記の Fe-B-Si-Nb 系非晶質薄膜と同様に、ドロップレットのような表面欠陥が存在しない表面平坦な緻密が得られたことを確認した。また、AFM により測定した Co-Fe-B 系ナノ結晶分散型非晶質合金薄膜の  $R_a$  および  $R_y$  はそれぞれ 0.21 nm および 2.2 nm あり、表面平坦性の要求値を達成した。

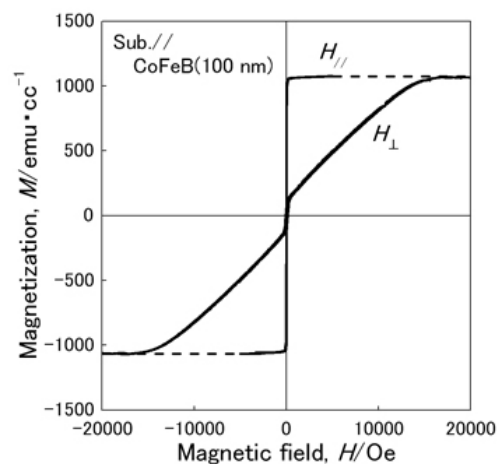
さらに、VSM および HC メーターを用いて磁気特性を評価し、媒体の軟磁性裏打ち層としての適用可能性を判断した。図①-28 に VSM を用いて測定した試料面内方向および垂直方向の M-H 曲線を示す。試料の面内方向に磁場を印加した面内磁化曲線は、非常に



図①-26  $\text{Co}_{80}\text{Fe}_5\text{B}_{15}$  薄膜の断面高分解能 TEM 組織



図①-27  $\text{Co}_{80}\text{Fe}_5\text{B}_{15}$  ナノ結晶分散型非晶質合金薄膜の表面組織像



図①-28  $\text{Co}_{80}\text{Fe}_5\text{B}_{15}$  ナノ結晶分散型非晶質合金薄膜の M-H 曲線

小さな磁場で磁化が飽和値に達しており、作製した薄膜試料が面内磁化膜であることを確認した。M-H 曲線より得られた  $M_s$  は 1070 emu/cc であり、これより算出した  $B_s$  は 1.3 T であり、液体急冷材と同等の大きな  $B_s$  を示した。また、 $H_c$  は 56 A/m (0.70 Oe) であり、Fe 基非晶質薄膜と同様に媒体ノイズを低減可能な軟磁性裏打ち層として有効な薄膜が得られた。これらの磁気特性評価結果より、MGS 法を用いて作製した  $\text{Co}_{85}\text{Fe}_5\text{B}_{15}$  ナノ結晶分散型非晶質合金薄膜は、本研究開発項目の軟磁性裏打ち層としての磁気特性への要求を達成することを確認した。さらに、 $\text{Co}_{85}\text{Fe}_5\text{B}_{15}$  ナノ結晶分散型非晶質合金薄膜の  $\lambda_s$  を光楕子法を用いて評価した結果、光楕子法の測定限界  $3 \times 10^{-7}$  以下であり定量を行うことはできなかったが、零に近い非常に小さな値であると推察される。

応力付加による磁気特性の変化がない零磁わいの薄膜作製を目的に、液体急冷材を用いた零磁わい組成の検討を行い、MGS 法による薄膜化と共に、②案の軟磁性裏打ち層として要求される特性を評価した。得られた結果を以下にまとめる。

- (Co,Fe)-B-Si 系合金の液体急冷リボン材を作製し  $B_s$  を評価した結果、 $(\text{Co,Fe})_{85}\text{B}_{15}$  ( $x=0.060, 0.065, 0.070$ ) で  $B_s$  要求値を満たす 1.3 T が得られた。また、張力印加法による磁わいの定性的評価より、最も零に近い磁わいを有すると判断した  $(\text{Co}_{0.935}\text{Fe}_{0.065})_{85}\text{B}_{15}$  を薄膜の目標組成として選定した。
- Si 基板（熱酸化膜 300 nm 付き）上に成膜した膜厚 100 nm の  $\text{Co}_{80}\text{Fe}_5\text{B}_{15}$  合金薄膜は、2.5 インチの基板上に  $\pm 2.6\%$  の均一な膜厚であった。TEM による構造特性評価より、ナノ結晶分散型非晶質合金薄膜であることを確認した。
- $\text{Co}_{80}\text{Fe}_5\text{B}_{15}$  ナノ結晶分散型非晶質合金薄膜の表面性状は、ドロップレットのような表面欠陥のない平坦な緻密膜であった。AFM より測定した  $R_a$  および  $R_y$  はそれぞれ 0.21 nm および 2.2 nm と、高い表面平坦性を有しており、要求値の  $R_a \leq 0.5$  nm、 $R_y \leq 4$  nm をいずれも達成した。
- 本  $\text{Co}_{80}\text{Fe}_5\text{B}_{15}$  ナノ結晶分散型非晶質合金薄膜は、 $B_s$  要求値を達成し、 $H_c$  が 1 Oe 以下の優れた軟磁気特性を有する薄膜であることが明らかとなった。また、 $\lambda_s$  は光楕子法の測定限界  $3 \times 10^{-7}$  以下であり、零近傍であることを確認した。

以上のように、MGS 法により作製した零磁わい  $\text{Co}_{85}\text{Fe}_5\text{B}_{15}$  ナノ結晶分散型非晶質合金薄膜は、②案の軟磁性裏打ち層として適用可能性が示唆された。そこで、媒体成立評価試料の軟磁性裏打ち層には、磁わいの影響を受けないよう、本零磁わい  $\text{Co}_{85}\text{Fe}_5\text{B}_{15}$  ナノ結晶分散型非晶質合金薄膜を採用することとした。



## VII. MGS スパッタ成膜装置による硬磁性薄膜の成膜

1977 年、東北大学岩崎らにより高密度情報磁気記録技術である垂直磁気記録方式が提案されて以来<sup>30)</sup>、媒体の記録層を担う硬磁性薄膜については Co-Cr-Pt 系合金薄膜<sup>31,32)</sup>をはじめ、Fe-Pt 系合金薄膜<sup>33)</sup>や Co/Pd,Pt 多層膜<sup>34,35)</sup>など様々な薄膜の作製方法および特性に関する報告がなされている。従って、本研究開発項目の硬磁性薄膜は、従来の報告を基に、硬磁性記録層としての目標 ( $H_k \leq 10.0$  kOe、 $M_s \approx 500$  emu/cc) を満たす薄膜の作製を行い、一様なベタ膜での特性を確認すると共に、微細ドット形状での特性を評価する必要がある。

硬磁性記録層の目標  $H_k$  は 10 kOe 以下であり、この値はヘッドから媒体に印加される磁界による信号記録および消去が可能な上限値として設定されている。しかしながら、 $H_k$  が小さすぎると熱的に不安定になり、記録磁化の消失や S/N 比の低下がみられる。従って、 $H_k$  は 10 kOe を上限とし、熱的安定性の確保が可能である適切な値を選定しなければならない。熱的に安定な条件は、磁気異方性エネルギー、磁気記録ドットの体積、ボルツマン定数および温度を  $K_u$ 、 $V$ 、 $k_b$ 、 $T$  とすると、下式で表される<sup>36)</sup>。

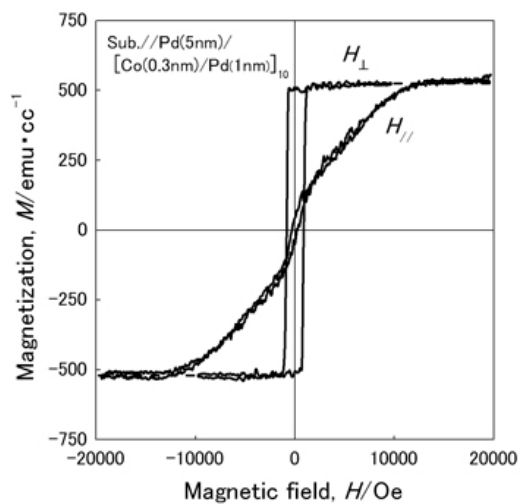
$$K_u V / k_b T = (1/2) H_k M_s V / k_b T \geq 60 \quad \dots \quad \text{式①-3}$$

従って、 $M_s$  を固定値とした場合、作製する磁気記録ドットの体積(寸法)に伴い、最適な  $H_k$  への調整が必要となる。このことから、硬磁性記録層を担う硬磁性薄膜は、異なるドット寸法においても対応可能なよう、 $H_k$  の調整が比較的容易な薄膜を選定することとした。

1980 年代に Carcia らにより報告された Co/Pt および Co/Pd 多層膜は、Co や Pd の純金属ターゲットを用いてそれらの積層により作製される。Carcia らによると、 $H_k$ 、 $M_s$ 、 $H_c$  などの薄膜の磁気特性は、Co や Pt あるいは Pd 層の膜厚調整や成膜ガス圧力およびガス種の調整により制御可能である<sup>34,35,37)</sup>。両多層膜の磁気特性を比較すると、Co/Pt 多層膜の  $H_k$  が  $\sim 3$  kOe と若干小さいのに対し、Co/Pd 多層膜では  $\sim 10$  数 kOe の  $H_k$  が得られており、本研究開発項目の硬磁性記録層として適用可能性がある。これらのことから、Co/Pd 多層膜を選定し、要求される特性の確認および膜構造と  $H_k$  の関係について評価した。

平成 19 年度は株式会社フルヤ金属所有の MGS 法によるスパッタ装置 (アルバック株式会社製、型番: BC4341) で作製した Co/Pd 積層膜を用いて、目標となる磁気特性  $H_k$ 、 $M_s$  の測定および構造特性の評価を行った。装置は、ターゲットと基板間距離が 150 mm であり、ターゲットは基板に対して斜め  $45^\circ$  に傾いて設置された斜入射型成膜装置である。Co/Pd 積層膜は、Co および Pd の 2 インチターゲットを用いて、Si 基板 (熱酸化膜 300 nm 付き) 上に、下地層として Pd を 5.0 nm 成膜後、Co 0.3 nm および Pd 1.0 nm を交互に各 10 層成膜した (Si sub.//Pd(5.0 nm)/[Co(0.3 nm)/Pd(1.0 nm)]<sub>x10</sub>)。図①-29 に VSM を用いて測定した試料垂直方向および面内方向の M-H 曲線を示す。試料の面内方向に磁場を印加した面内磁化曲線は、磁場の増大に伴い、磁化は緩やかな曲線を描いて飽和していくのに対し、垂直方向に磁場を印加した垂直磁化曲線は、非常に小さな磁場で磁化が飽和値に達

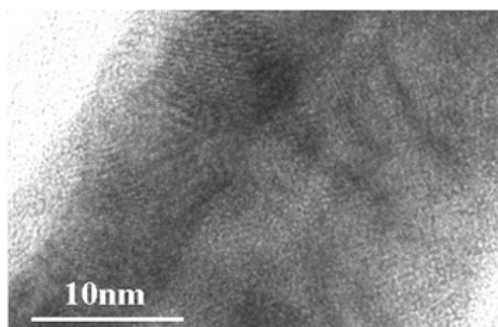
する。このことから、作製した Co/Pd 積層膜が垂直磁化膜であることを確認した。面内磁化曲線の M-H 曲線より得られた  $H_k$  および  $M_s$  はそれぞれ 10.0 kOe および 520 emu/cc で



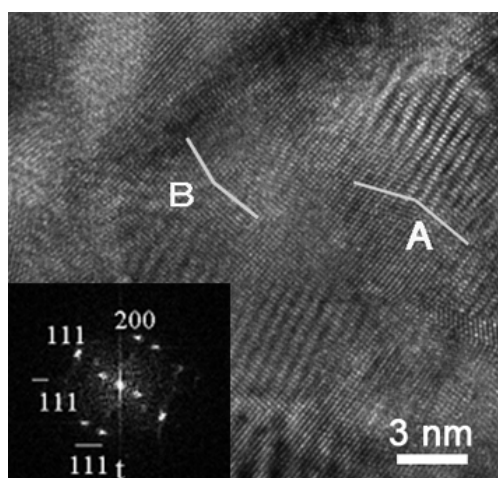
図①-29 Co/Pd 積層膜の M-H 曲線  
(Si sub.//Pd(5.0 nm)/  
[Co(0.3 nm)/Pd(1.0 nm)]<sub>10</sub>)

あり、軟磁性裏打ち層への要求値  $H_k \leq 10.0$  kOe および  $M_s \approx 500$  emu/cc を達成することを確認した。

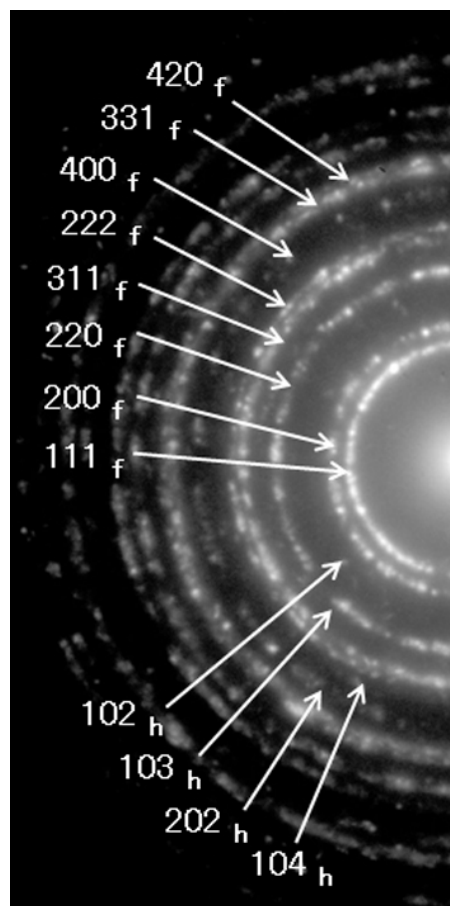
次に、Co/Pd 積層膜の微細構造を TEM により評価した。図①-30 に示すように、薄膜の断面高分解能 TEM 組織に Co と Pd の積層構造は認められず、膜面方向に合金膜のように成長した柱状組織を確認した。また、制限視野回折を用いて結晶構造を調査した結果を図①-31 に示す。薄膜は fcc 相と hcp 相の混在した構造を有し、ナノビーム回折を行った結果、7~8 割が fcc 相であることを確認した。また、図①-32 に示す双晶欠陥など、多くの積層欠陥が観られた。作製した Co/Pd 積



図①-30 Co/Pd 積層膜の断面高分解能 TEM 組織

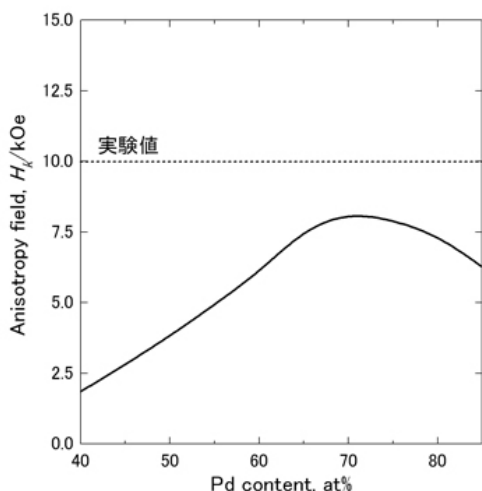


図①-32 Co/Pd 積層膜に観られる双晶欠陥

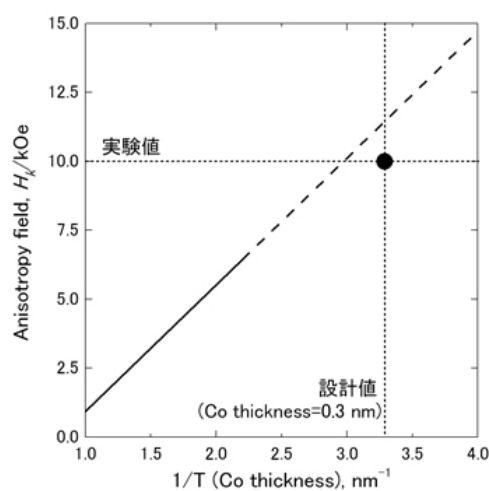


図①-31 Co/Pd 積層膜の制限視野回折図形

層膜の Co の膜厚目標は 0.3 nm で Co の原子直径 0.25 nm を僅かに上回ることから、原子が 1 個あるいは 2 個積まれた部分が混在したことにより Pd 層中に Co 原子が混ざり、合金膜のような組織を示したと推察される。そこで、得られた薄膜が合金膜なのか周期性を有する積層構造かを判断するために、CoPd 合金膜および Co/Pd 多層膜の論文値と比較し評価した。図①-33 に CoPd 合金膜の Pd 含有量に対する異方性磁界<sup>38)</sup>、図①-34 に Co/Pd 多層膜の Co 膜厚に対する異方性磁界<sup>39)</sup>を示す。また、作製した薄膜より得られたデータを各グラフに黒丸でプロットした。合金膜の異方性磁界は最大でも 8 kOe 程度であり、作製した薄膜で得られた 10 kOe には達していない。一方、Co/Pd 多層膜の論文値は、Co 膜厚が 0.34 nm のとき 10 kOe の異方性磁界が得られており、実験値に近い特性を示している。この Co 膜厚のずれは、Co/Pd 界面のミキシングにより生じたと考えられる。このことから、作製した薄膜は界面が僅かにミキシングした積層構造を有しており、界面での格子ミスフィットによる歪みが磁気異方性を誘導し、大きな垂直磁気異方性が得られたものと推察される。



図①-33 Co/Pd 合金膜の Pd 含有量に対する  $H_k$ <sup>38)</sup>



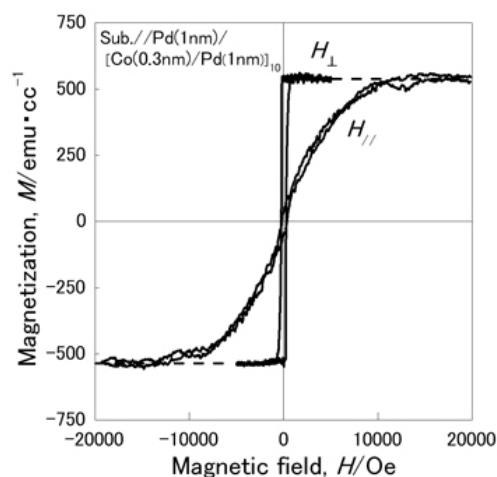
図①-34 Co/Pd 多層膜の Co 膜厚に対する  $H_k$ <sup>39)</sup>

株式会社フルヤ金属所有の MGS 法による斜入射型スパッタ装置 (アルバック株式会社製、型番:BC4341) を用いて成膜した Co/Pd 積層膜の特性評価により、硬磁性記録層への Co/Pd 積層膜の適用可否を判断した。得られた結果を以下にまとめる。

- Si 基板 (熱酸化膜 300 nm 付き) 上に、下地層として Pd を 5.0 nm 成膜後、Co 0.3 nm および Pd 1.0 nm を交互に各 10 層成膜した。理想的な人工格子ではなく、Co/Pd 界面がミキシングした積層膜であると推察された。
- 本 Co/Pd 積層膜の  $H_k$  および  $M_s$  は、それぞれ 10.0 kOe および 520 emu/cc であり、硬磁性層の中間目標値である  $H_k$  および  $M_s$  をいずれも達成した。

以上のように、MGS 法により作製した Co/Pd 積層膜は、硬磁性記録層として適用可能性が示唆された。そこで、平成 20 年度は、導入した平行平板型の MGS 法によるスパッタ装置を用いて Co/Pd 積層膜を作製し、本研究開発項目の硬磁性記録層としての適用の可否を検討した。

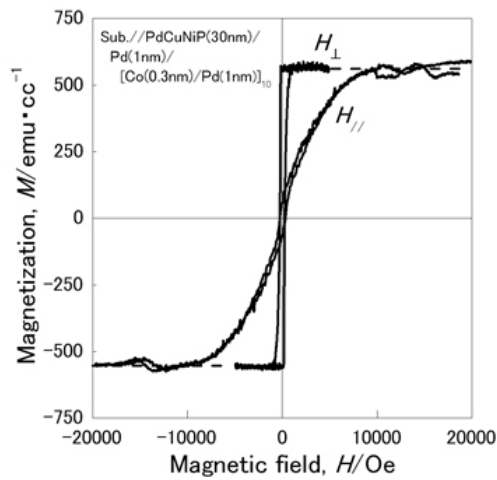
Co/Pd 積層膜の構造は上述と同様、Si 基板(熱酸化膜 300 nm 付き) 上に下地層として Pd を 1.0 nm 成膜後、Co 0.3 nm および Pd 1.0 nm を交互に各 10 層成膜した (Si sub.//Pd(1.0 nm)/[Co(0.3 nm)/Pd(1.0 nm)]<sub>10</sub>) とし、V 項で述べた平行平板型スパッタ装置を用いて成膜した。成膜された Co/Pd 積層膜の全膜厚は 17 ~18 nm であり、設定値 (約 14 nm) よりも僅かに厚く成膜されたものの、厚さ分布が ±2.9 % の均一な薄膜が 2.5 インチの基板全面に得られた。図①-35 に VSM を用いて測定した試料垂直方向および面内方向の M-H 曲線を示す。試料の垂直方向に磁場を印加した垂直磁化曲線は、極めて小さい磁場で磁化が飽和値に達して



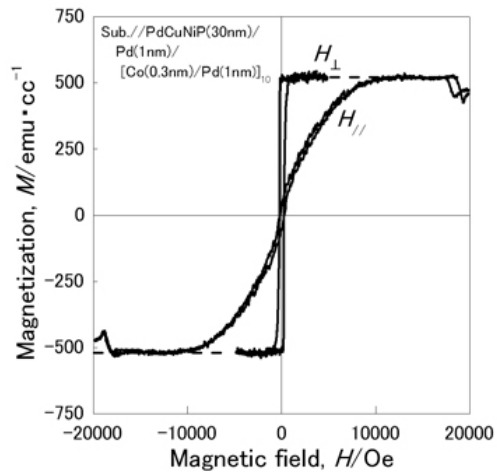
図①-35 Co/Pd 積層膜の M-H 曲線  
(Si sub.//Pd(1.0 nm)/  
[Co(0.3 nm)/Pd(1.0 nm)]<sub>10</sub>)

おり、作製した薄膜試料が垂直磁化膜であることを確認した。緩やかな曲線を描いて飽和値に達した面内磁化曲線の M-H 曲線より得られた  $H_k$  および  $M_s$  はそれぞれ 7.2 kOe および 540 emu/cc であり、上記の株式会社フルヤ金属所有の MGS 法による斜入射型スパッタ装置で作製した Co/Pd 積層膜と若干異なる特性を示すものの、硬磁性記録層の中間目標値  $H_k \leq 10.0$  kOe および  $M_s \approx 500$  emu/cc を達成することを確認した。

また、Co/Pd 積層膜は下地に用いる基板により磁気特性が異なるとの報告<sup>39)</sup>がなされている。このことから、本研究開発項目において硬磁性記録層の下地となる非磁性金属ガラス薄膜上への成膜し磁気特性を評価した。非磁性金属ガラス薄膜は、①-1 節IV項で述べた PLD 法で成膜した Pd 基金属ガラス薄膜を用いた。Pd 基金属ガラス薄膜表面には、部分的に球状のドロップレットの付着が確認されていることから、球状の凹凸のある下地に成膜されたときの磁気特性と共に、予め平坦金型によるインプリント加工でドロップレットを押し潰し、平坦化させた Pd 基金属ガラス薄膜上への成膜も行い、平坦 Pd 基金属ガラス薄膜上での磁気特性も比較評価した。図①-36 に球状の凹凸のある Pd 基金属ガラス薄膜上に成膜した Co/Pd 積層膜の M-H 曲線を示す。Si 基板上へ成膜したときと同様、垂直磁化曲線は非常に小さな磁場で磁化が飽和値に達しており、作製した薄膜試料が垂直磁化膜であることを確認した。しかしながら、M-H 曲線より算出した  $H_k$  および  $M_s$  はそれぞれ 5.3 kOe および 540 emu/cc であり、 $H_k$  の減少がみられた。この  $H_k$  の減少は、球状のドロップレット上での垂直磁化成分の分散によるものと推察される。従って、媒体成立性評価に用



図①-36 球状凹凸のある Pd-Cu-Ni-P 系金属ガラス薄膜上に成膜した Co/Pd 積層膜の M-H 曲線

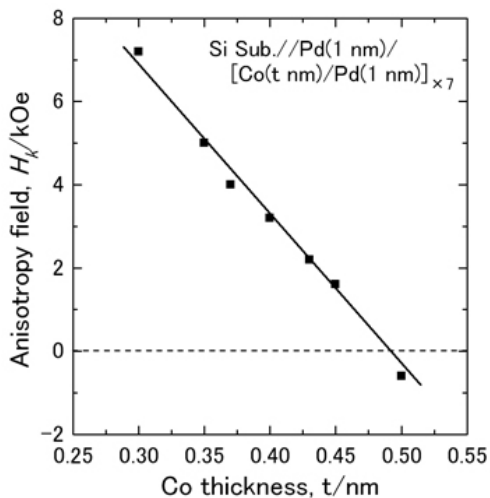


図①-37 表面平坦化した Pd-Cu-Ni-P 系金属ガラス薄膜上に成膜した Co/Pd 積層膜の M-H 曲線

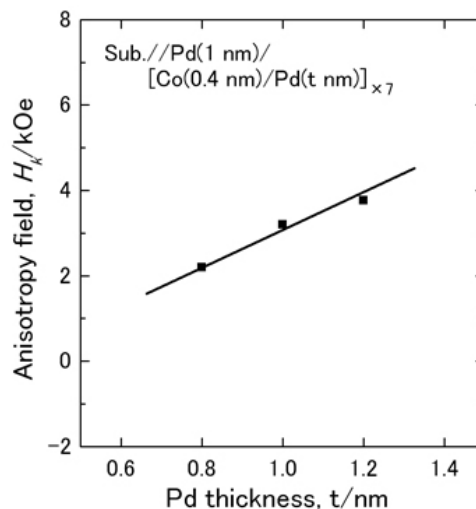
いる試料では、記録層の下地となるインプリント加工後の微細凹凸パターンが、テーブルマウンテン型ドットあるいは底部フラットなホールである必要性が確認された。一方、表面を平坦化させた Pd 基金属ガラス薄膜上に成膜した Co/Pd 積層膜の M-H 曲線を図①-37 に示す。垂直磁化膜であることを確認すると共に、M-H 曲線より算出した  $H_k$  および  $M_s$  はそれぞれ 7.3 kOe および 530 emu/cc であり、Si 基板上に成膜した Co/Pd 積層膜と同等の特性を示すことから、金属ガラス薄膜を下地に用いたときの磁気特性変化はないことが明らかとなった。

以上のように、作製した Co/Pd 積層膜において硬磁性記録層への適用可能性が示唆されたが、上記の特性はいずれもベタ膜での評価結果である。実際の媒体創製においては、インプリント加工により微細凹凸パターンを成形した Pd 基金属ガラス薄膜に成膜し孤立した磁気記録ドットを形成するため、寸法効果に伴う反磁界の影響によりドット形状での Co/Pd 積層膜の  $H_k$  はベタ膜での値と異なる可能性がある。そこで、媒体成立性評価試料作製では、Co/Pd 積層膜の  $H_k$  を各凹凸パターン寸法に応じて調整して成膜できるように、Co/Pd 積層膜の膜構造と異方性磁界の関係を調査した。

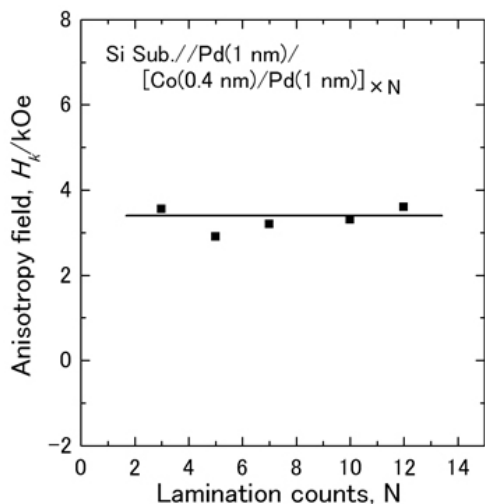
図①-38、①-39 および①-40 に Co 膜厚 ( $t_{Co}$ )、Pd 膜厚 ( $t_{Pd}$ )、Co/Pd 積層数 ( $N$ ) と異方性磁界 ( $H_k$ ) の関係をそれぞれ示す。 $H_k$  と  $t_{Co}$  の関係は、Si 基板上に下地の Pd を 1 nm 成膜した後、0.30~0.50 nm の Co と 1.0 nm の Pd を交互に各 7 層積層させた薄膜試料を用いて評価した。図①-38 に示すように  $H_k$  は  $t_{Co}$  に反比例し、 $t_{Co}$  が小さいほど大きな  $H_k$  が得られることを確認した。このグラフを用いれば、媒体成立性評価結果からのフィードバックにより、新たに要求される  $H_k$  への調整は、 $t_{Co}$  の変更により可能であることが明らかとなった。一方、 $t_{Co}$  を 0.40 nm で固定したときの  $H_k$  と  $t_{Pd}$  の関係は図①-39 に示すように比例関係にあり、 $t_{Pd}$  が大きいほど大きな  $H_k$  が得られることを確認した。さらに、Co/Pd 積層数 ( $N$ ) と異方性磁界の関係は、 $t_{Co}$  および  $t_{Pd}$  をそれぞれ 0.4 nm および 1.0 nm としして作製した試料を用いて評価した。図①-40 に示すように  $H_k$  は  $N$  に依存することなく一定



図①-38 Co/Pd 積層膜の Co 膜厚  $t_{Co}$  と  $H_k$  の関係



図①-39 Co/Pd 積層膜の Pd 膜厚  $t_{Pd}$  と  $H_k$  の関係



図①-40 Co/Pd 積層膜の Co/Pd 積層回数  $N$  と  $H_k$  の関係

の値を示した。このことから、磁気記録ドットの厚みは  $H_k$  への影響がなく、非磁性金属ガラス薄膜の凹凸パターン深さにより調整可能であると推察される。

硬磁性記録層への Co/Pd 積層膜の適用を目的に、MGS 法による平行平板型スパッタ装置（平成 20 年度導入）を用いて成膜した Co/Pd 積層膜の磁気特性を評価した。得られた結果を以下にまとめる。

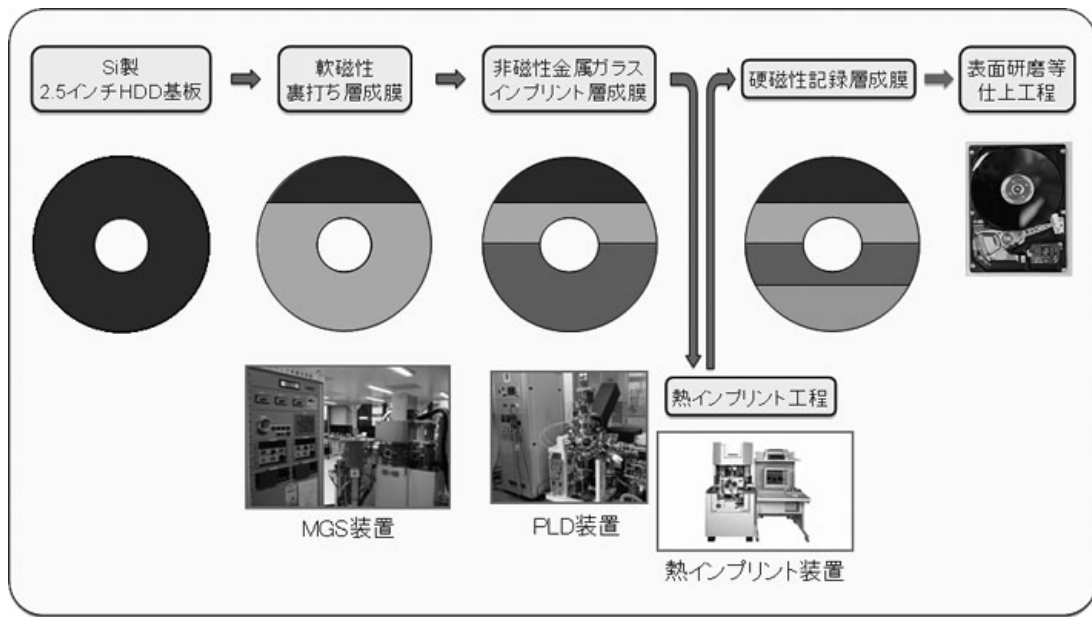
- Si 基板（熱酸化膜 300 nm 付き）上に、下地層として Pd を 1.0 nm 成膜後、Co 0.3 nm および Pd 1.0 nm を交互に各 10 層成膜した Co/Pd 積層膜は、2.5 インチの基板に ± 2.9% の均一な膜厚が得られた。  $H_k$  および  $M_s$  はそれぞれ 7.2 kOe および 540 emu/cc であり、硬磁性記録層の中間目標値  $H_k \leq 10.0$  kOe および  $M_s \approx 500$  emu/cc を達成した。
- ドロップレットによる球状凹凸のある Pd 基金属ガラス薄膜上に成膜した Co/Pd 積層膜の  $H_k$  および  $M_s$  はそれぞれ 5.3 kOe および 540 emu/cc であり、  $H_k$  の減少が認められた。下地層の凹凸パターンはテーブルマウンテン型ドットあるいは底部フラットなホールの必要性が示唆された。

- 表面を平坦化させた Pd 基金属ガラス薄膜上に成膜した Co/Pd 積層膜の  $H_k$  および  $M_s$  はそれぞれ 7.3 kOe および 530 emu/cc であり、下地層の違いによる磁気特性の変化がないことを確認した。
- $t_{Co}$ 、 $t_{Pd}$  および  $N$  と  $H_k$  の関係を調査した結果、 $H_k$  は  $t_{Co}$ 、 $t_{Pd}$  に対してそれぞれ反比例、比例の関係にあることから、 $H_k$  の調整は、 $t_{Co}$ 、 $t_{Pd}$  の変更により可能であることが明らかとなった。また、 $H_k$  は  $N$  に依存しないことから、磁気記録ドットの厚みによる  $H_k$  の変化はないと推察された。

以上のように、Co/Pd 積層膜は硬磁性記録層として適用できることが確認された。このことから、媒体成立性評価結果からフィードバックにより各凹凸パターン寸法で要求される  $H_k$  への調整を行なう。今後も継続して Co/Pd 積層膜を媒体成立性評価試料用の硬磁性記録層として採用することとした。

#### VIII. 複合積層膜

平成 20 年度は、媒体としての成立性を評価するため、これまでに検討してきた各薄膜を積層した複合積層膜を作製した。図①-41 に複合積層膜の作製工程をチャートで示す。軟磁性裏打ち層としては、インプリント加工前後での薄膜の内部応力変化により磁気特性が変化しないように、磁わいによる影響のない零磁わいの CoFeB 系軟磁性ナノ結晶分散型非晶質合金薄膜を採用した。具体的には、平成 20 年度に導入した MGS 法によるスパッタ装置を用いて、Si 基板上に膜厚 100 nm の  $Co_{80}Fe_5B_{15}$  軟磁性ナノ結晶分散型非晶質薄膜を成膜した。軟磁性裏打ち層上に成膜しインプリント加工を施す非磁性金属ガラスインプリント層は、平成 19 年度に導入した PLD 法による組成探索用スパッタ成膜装置を用いて  $Pd_{46}Cu_{33}Ni_7P_{14}$  金属ガラス薄膜を膜厚 20 nm 成膜した。非磁性金属ガラスインプリント層の作製については、量産化に適した MGS 法での成膜も実施しており、①-2-2 節 VII 項で特性評価結果を述べる。さらに、この非磁性金属ガラスインプリント層に目標とする記録密度に対応した直径のホール/ドット金型を用いてインプリント加工を施し、ドット/ホール型のパターン形状を作製した。インプリント加工工程に関しては、①-2-2 節 III 項および IV 項で詳細を述べる。インプリント加工後は、MGS 装置を用いて硬磁性記録層の Co/Pd 積層膜を成膜し、仕上げ加工として、媒体表面の余分な硬磁性 Co/Pd 積層膜を表面研磨で取り除き、硬磁性記録層の磁性ドットの孤立化と共に表面平坦化を行い、媒体成立性評価試料とした。作製した複合積層膜の特性評価結果については、①-2-2 節の V 項、VII 項および VIII 項で述べる。



図①-41 複合積層膜の作製工程

### IX. 課題と今後の方向

中間目標である平方インチ当たり 600 ギガビットの記録密度を達成するために想定された媒体創製プロセスについて、各層に適用可能と考えられる合金の薄膜化、構造および特性の評価を行うと共に、これら薄膜を積層させた複合積層膜を作製した。表①-3 に各層への要求特性、薄膜の成膜方法、特性、中間目標値および自主目標値の達成状況を示す。

表①-3 各層への要求特性、薄膜の成膜方法、特性および要求達成状況

各プロセスの構成層		要求特性	成膜方法	薄膜の特性	達成状況
①案	軟磁性裏打ち層	$B_s \approx 1.2 \text{ T}$	PLD	$B_s = 1.2 \text{ T}$	自主目標値達成
		ガラス遷移現象 有		ガラス遷移現象 有	自主目標値達成
	硬磁性記録層	$H_k \leq 10 \text{ kOe}$	MGS	$H_k \sim 10 \text{ kOe}$ (ベタ膜)	中間目標値達成
		$M_s \approx 500 \text{ emu/cc}$		$M_s \approx 500 \text{ emu/cc}$	中間目標値達成
②案	軟磁性裏打ち層	$B_s \approx 1.2 \text{ T}$	MGS	$B_s = 1.2 \text{ T}$	自主目標値達成
		$R_a \leq 0.5 \text{ nm}$		$R_a \approx 0.22 \text{ nm}$	自主目標値達成
		$R_y \leq 4.0 \text{ nm}$		$R_y \leq 2.3 \text{ nm}$	
	非磁性インプリント層	ガラス遷移現象 有	PLD	ガラス遷移現象 有	自主目標値達成
硬磁性記録層	$H_k \leq 10 \text{ kOe}$	MGS	$H_k \sim 10 \text{ kOe}$ (ベタ膜)	中間目標値達成	
	$M_s \approx 500 \text{ emu/cc}$		$M_s \approx 500 \text{ emu/cc}$	中間目標値達成	

いずれの薄膜も要求される特性を達成し媒体への適用可能性が示唆された。複合積層膜は、各薄膜を積層させた状態での各々の特性や相互作用を把握し、総合的な媒体設計を行うための媒体成立性評価試料とした。今後は、媒体成立性評価結果のフィードバックを基に、各薄膜について微調整を行う必要がある。以下に今後の課題をまとめる。



- ・軟磁性裏打ち層：飽和磁束密度に合わせた膜厚調整
- ・非磁性インプリント層：量産化に適した MGS 法による非磁性金属ガラス薄膜の成膜
- ・硬磁性記録層：ドット分割された硬磁性 Co/Pd 積層膜の  $H_k$  測定  
凹凸パターン寸法に応じた  $H_k$  への膜構造調整
- ・積層複合膜：媒体成立性評価用積層複合膜の試作継続

以上のように、各層の相互作用を考慮した膜厚調整、硬磁性記録層の  $H_k$  調整を行い、中間目標である平方インチ当り 600 ギガビットの記録密度の達成を目指す。

## ①-2 金属ガラスによる超微細パターン形成技術の開発

はじめに

本研究開発項目では、平成 21 年度に平方インチ当り 600 ギガビットの記録密度を達成できる超微細パターン金型の形成技術開発を目標としている。試作した平方インチ当り 600 ギガビットの記録密度の超微細パターン金型を用いて、硬磁性複合化金属ガラスにインプリント加工することで HDD 用磁気記録媒体を創成することを目標としている。当該目標を達成するため、①-2-1 節では目標記録密度を有する金型の創製を実施した結果を、①-2-2 節では超微細パターン金型を用いてインプリント加工により超微細磁気ドットを有する硬磁性複合化金属ガラスを創製した結果をそれぞれ述べる。①-2-1 節の「インプリント用金型創製技術の開発」では I～XI 項に渡り、金型加工装置および評価装置の詳細、金型材料の選定、および直接除去造型加工およびデポジションマスクとドライエッチングを組み合わせた加工による金型試作結果を述べる。また、①-2-2 節の「インプリントによるナノパターン形成技術の開発」では I～XII 項に渡り、金属ガラスの粘性流動挙動概要、インプリント加工装置の詳細、インプリント加工により得た超微細パターンの形状評価結果および HDD 用磁気記録媒体試作と評価結果について述べる。

これらの結果から、超微細パターンを形成した硬磁性複合化金属ガラスの HDD 用磁気記録媒体としての成立可能性についてまとめる。

### ①-2-1 インプリント用金型創製技術の開発

I. はじめに

金属ガラスは過冷却液体領域で理想ニュートン粘性として振舞い、低応力で大きな均一変形が得られる<sup>4)</sup>。このため、粘性流動を活用した鍛造成形により構造用精密マイクロ部品の作製が報告<sup>40)</sup>されており、金属ガラスの微細成形性が注目されている。微細パターンの被転写材として金属ガラスは好適であるが、そのパターン創製の基となる金型は主に Si が用いられてきた。しかしながら、一般の熱インプリント加工では、素材自体が微細加工性に優れ、高アスペクト比パターンが得られる Si、SiC、石英ガラスあるいは Ni 電鍍モールドや Ta モールド等が金型として用いられる<sup>41)</sup>。これらの金型の微細パターンは等倍マスク

パターンを形成する高解像度電子ビーム描画露光とエッチング技術が組み合わせられ、50 nm以下の極微細パターンが創製されている。本研究開発項目では、金属ガラスの微細成形性を活用した HDD 用高密度磁気記録媒体の成立性を早急に検証する観点から、金型の微細パターン形成は集束イオンビームを用いた直接除去加工から着手した。また、さらなるパターン微細化とパターン形状改善を考慮し、デポジションマスクとドライエッチングを組み合わせ合わせた造型を試みた。本節①-2-1「インプリント用金型創製技術の開発」では、①-1 節で述べた金属ガラス薄膜の微細転写性を活かしてインプリント加工を実施するための超高密度パターンを有する金型の創製技術開発について述べる。Ⅱ項では直接描画造型に用いるため導入した集束イオンビーム装置の概要、ⅢおよびⅣでは造型されたパターンを評価するために導入した電解放射型走査電子顕微鏡および原子間力顕微鏡について述べる。また、Ⅴ項では金属ガラスのインプリント加工に適した金型材料の選定結果を、Ⅵ項では FIB 直接描画で作製した金型の評価結果を述べる。さらに、Ⅶ項ではパターン微細化とパターン形状改善を目的に導入したドライエッチング装置について、Ⅷ項およびⅨ項では FIB デポジションによるマスク造型とパターン造型の結果を、Ⅹ項では金型材料の再検討結果をそれぞれ述べる。以上の検討から、平方インチ当り 600 ギガビットの記録密度を金属ガラス薄膜にインプリント加工できる金型の創製を目指す。

## Ⅱ. 集束イオンビーム加工装置

金属ガラスの微細成形加工特性を活用したインプリント加工に用いる極微細パターン金型創製のため、平成 19 年度に集束イオンビーム (FIB ; Focused Ion Beam) 装置 (セイコーインスツル社製 SIM3050SE/FIB-SEM 複合装置)<sup>42)</sup> を導入した。本項では、導入した FIB 装置の詳細を述べる。図①-42 に本装置の外観を、図①-43 に主な性能仕様を示す。微細加工用の FIB 装置では、イオン質量の大きなガリウム(Ga)イオンビームが用いられている。集束されたイオンビームを試料表面に当て、原子をはじき飛ばすこと (スパッタリング現象) によって試料を削ることができる。イオンビームの径を数 100 nm から数 nm まで集束することができるので、ナノ加工が可能である。本研究開発項目では通常の微細加工とは異なり、特に FIB 加工での限界ともいえる極微細パターン金型を創製するため、最小イオンビーム径が 5 nm(30 kV)以下に集束できるとともに、材料表面に微細パターンをスパッタによる直接除去加工造型加工、あるいはデポジションによるエッチングマスク形成に適したカーボン、プラチナを含むガス銃が装備されていることを要求仕様とした。さらに、イオンビームのスキャンを一般の微細加工に用いる縦一方向走査 (ラインスキャン) のみならず、円弧やスパイラル曲線等の予め設定した任意方向走査 (ベクタースキャン) が可能な機能を備えていること



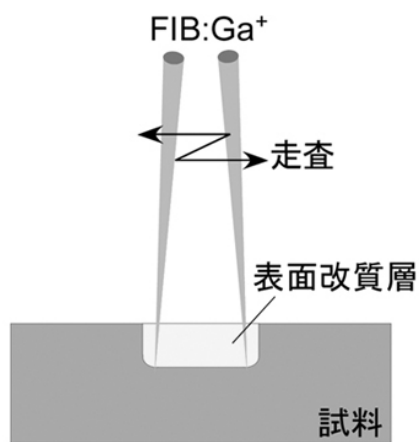
図①-42 FIB (SMI-3050)装置外観

とした。また、ナノサイズで加工した金型表面が、どの位置に三次元加工・形成されているかを「その場検証」できる SEM 観察機能も具備させることとした。これらの要求仕様を基に性能比較した結果、セイコーインスツル社製の SIM3050SE が要求仕様に合致していたため選定・導入した。

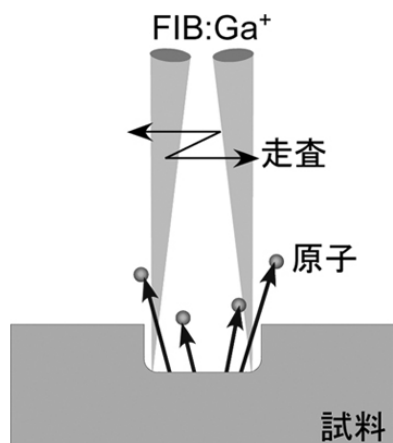
選定した装置は、電子ビームによるスパッタエッチング機能および、イオンビームによる走査イオン顕微鏡機能、イオンビーム照射によるイオン注入 (図①-44)、スパッタエッチング機能 (図①-45) および、原料ガス吹き付けとイオンビーム照射によるデポジション機能 (図①-46) により、50 mm 試料上任意の場所の微小断面加工・観察を行う事ができる。本装置の主な性能・構成を表①-4 に示す。

イオン源	Ga
最大加速電圧	30 keV
最小ビーム電流	0.1 pA
最小ビーム径	5 nm
ベクタースキャン機能	
Pt, Cガス銃	
自動運転機能(予定)	

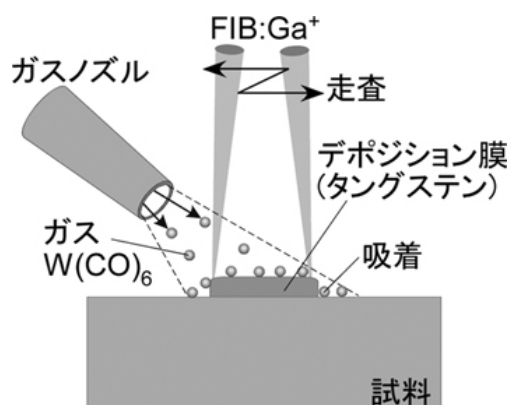
図①-43 FIB の主仕様



図①-44 FIB のイオン注入



図①-45 スパッタリング直接除去加工



図①-46 FIB デポジション法

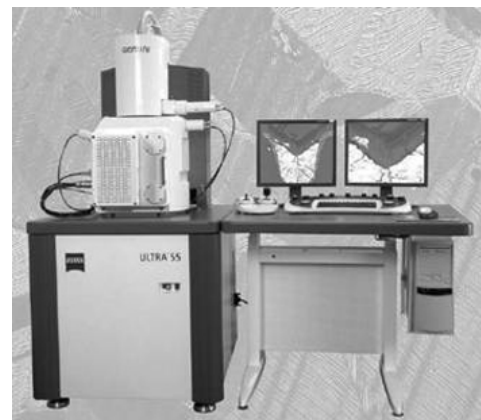
表①-4 FIB 装置の構成および主な性能仕様

構成	高性能集束イオンビーム光学系および制御系	
	高性能電子ビーム光学系および制御系	
	検出器 SEM 鏡筒内蔵型二次電子検出器 高真空試料室取付型二次電子検出器 CCD カラーカメラ、IR-CCD カメラ	
	ガス銃	
	高真空試料室	
	予備試料室 (試料搬送装置)	
	50 mm 試料対応試料ステージ (50×50 mm 試料ホルダ)	
	真空排気装置	
	コンピュータシステム	
性能	二次電子像分解能	4 nm (イオンビーム/電子ビーム交差点)
	最大プローブ電流密度	30 A/cm <sup>2</sup> 以上(最大プローブ電流: 20 nA)
	観察視野	0.5 mm×0.5 mm~2 mm <sup>f</sup> (視野モード)
	加速電圧	5~30 kV (5k Vステップ設計)
	二次電子像分解能	5nm@1kV (イオンビーム/電子ビーム交差点)

導入後、要求仕様に対する装置性能を確認し、現在も正常稼働している。本装置を用いて直接除去造型加工により超微細パターン金型を試作した。

### Ⅲ. 電解放射型走査電子顕微鏡

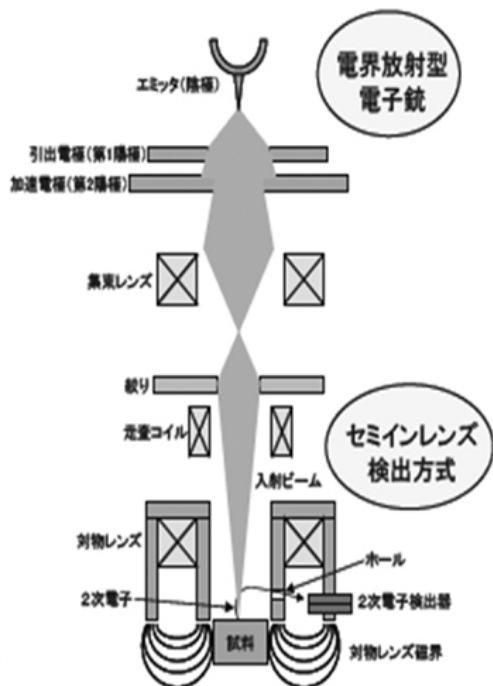
極微細パターンを、高倍率かつ高分解能で観察できる電界放射型走査電子顕微鏡 (FE-SEM : Field Emission Scanning Electron Microscope ; セイコーインスツル社 ZEISS ULTRA55) <sup>43)</sup> を平成 19 年度に導入した。本項では、導入した FE-SEM の詳細を述べる。図①-47 に本装置の外観、図①-48 に主な仕様および図①-49 に構成図をそれぞれ示す。観察試料は高真空中 (10<sup>-3</sup> Pa 以上) に置かれ、磁界レンズにより集束された電子線 (直径 1~100 nm 程度) で試料を走査し、電子線を当てた座標の情報から像をラスタースキャンで再構築し表示する。電界放射 (FE) 型は陰極 (冷陰極) に高電圧を印加し、直下の第一陽極によって電子線を加速、続く第二陽極以降で電子線束を制御するものである。FE 型は熱電子銃型と比較して解像度が高く高倍率での観察が可能であり、フィラメント (プローブ) の寿命が長いという利点がある。導入



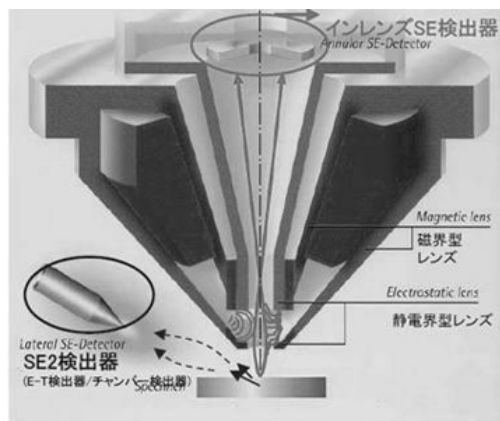
図①-47 FE-SEM (ULTRA55) 装置外観

分解能	1.0nm@15kV 1.7nm@1kV
インレンズ式二次電子検出器	
反射電子検出器	
EDS検出器	

図①-48 FE-SEM 主仕様



図①-49 FE-SEM 構成図



図①-50 インレンズ式二次電子検出器

に際しては、磁気媒体の高分解能観察を行うことから、試料磁気の影響を受け難い低加速電圧観察が可能なこと、二次電子検出器（図①-50）による表面構造観察ならびに反射電子による組成分析が可能であり、検出器に入る

反射電子のエネルギーを選択することによって反射電子像の質を正確に検出する事が可能であることを主な要求仕様とした。セイコーインスツル社の ZEISS ULTRA55 が要求仕様に合致していたため選定・導入した。本装置の主な性能・構成を表①-5 に示す。

表①-5 FE-SEM の構成および主な性能仕様

構成	極低加速電圧操作電子顕微鏡	
	操作電子顕微鏡光学系	
	エレクトロニクス部	
	コンソール部	
	検出器	
	試料ステージ	
	真空排気系	
性能	二次電子像分解能	1.0 nm(15 kV WD=2 mm) 1.7 nm(1 kV WD=2 mm) 4.0 nm(0.1 kV WD=2 mm)
	加速電圧	0.1~30 kV (10 V ステップ)
	倍率	×12~×900.000 (SE モード) ×100~×900.000 (BSE モード)
	照射電流量	5~30 kV (5 kV ステップ設計)
	二次電子像分解能	10 pA~20 nA

導入後、要求仕様に対する装置性能を確認し、現在も正常稼働している。II項で述べた FIB 装置を用いて直接除去により試作した超微細パターン金型を、本項で述べた FE-SEM で観察した結果をVI項で述べる。

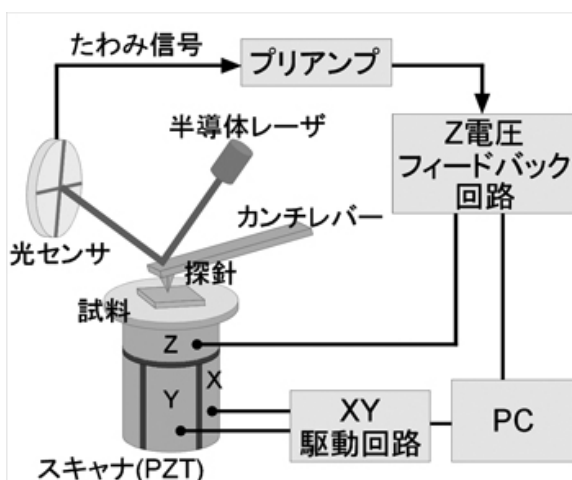
#### IV. 原子間力顕微鏡

前項Ⅲでは、金型の極微細パターン観察を行うために導入した FE-SEM の詳細について述べた。しかしながら、このような極微細パターンの形状を定量的に評価し FIB 加工条件にフィードバックするためには、ナノメートルオーダーでの形状測定手法の導入が必要不可欠である。またその形状測定手法は、インプリント転写された金属ガラスの形状と同一手法で比較することも可能となる。そのため、平成 19 年度に原子間力顕微鏡(AFM :Atomic Force Microscopy ; セイコーインスツル社製 NanoNavi II + S-image + E-sweep)<sup>44)</sup>を導入した。本装置は環境制御型磁気力顕微鏡 (MFM :Magnetic Force Microscopy) 用ステーションシステムであり、MFM 部 (S-image)、ステーション部(NanoNavi II)および測定ユニット部(E-sweep)から構成されている。本装置は AFM としての機能と同時に MFM としての機能も有する (MFM の詳細は①-2-2 節のIX項にて述べる)。図①-51 に導入した装置の外観写真を、図①-52 に AFM 概略図

を示す。AFM 計測では、探針-試料間に働く力をカンチレバーのたわみ量に変換して検出し、このたわみ量が一定になるように探針-試料間の距離 (Z) をフィードバック制御しながら表面を走査 (X,Y) する。カンチレバーの種類や信号検出方法を変えることで様々な物性が測定可能である。また、カンチレバーを共振させた状態で試料に近づけ、探針-試料間に働く力をカンチレバーの振幅変位に変換して検出、その振幅が一定になるように制御して形状観察できる DFM (Dynamic Force Mode) 計測を行うことができる。通常の AFM 観察では、1 視野画面測定に数 min ~ 数 10 min を要するために機器のドリフト影響を受けやすい。このドリフトは、ナノレベル微細領域観察を行う AFM において致命的な測定誤差となり得る。安定した測定結果を得るため、本装置はスイングキャンセル機構を有す。本装置の構成と主な仕様を表①-6 に示す。



図①-51 原子間力顕微鏡(AFM)の装置外観図



図①-52 AFM 装置概略図

表①-6 AFM の構成および主な性能仕様

構成	測定ユニット部	<ul style="list-style-type: none"> <li>・観察可能最大試料サイズ：直径 25 mm × 長さ 10 mm</li> <li>・探針での走査領域：XY：20 μm</li> <li>・分解能：原子分解能</li> <li>・変位検出：光てこ</li> <li>・試料移動：マニュアル移動 (±2.5 mm)</li> </ul>
	環境制御ユニット部	<p>【加熱機能】</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・加熱ヒータ：グラファイトヒータ</li> <li>・温度範囲：室温～300℃</li> <li>・温度制御方式：PID 制御</li> </ul> <p>【冷却機能】</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・冷却方法：液体窒素</li> <li>・温度範囲：-120℃～室温 (温度制御は加熱ヒータを併用)</li> <li>・温度制御方式：PID 制御</li> </ul>
	真空排気ユニット	<ul style="list-style-type: none"> <li>・到達真空度：1×10<sup>-4</sup> Pa 以下</li> <li>・ターボ分子ポンプ：磁気浮上型 (排気速度：250 L/sec)</li> <li>・ロータリポンプ：直結型 (排気速度：250 L/min)</li> <li>・真空ゲージ：ピラニーゲージ</li> </ul>

導入後、要求仕様に対する装置性能を確認し、現在も正常稼動している。Ⅱ項で述べた FIB 装置を用いて直接除去加工により試作した超微細パターン金型を、本項で述べた AFM で測定した結果をⅥ項で述べる。

#### V. インプリント用金型材料の選定

一般の熱インプリント加工に用いられる金型は、素材自体が微細加工性に優れ、高アスペクト比パターンが得られる Si、SiC、石英ガラスあるいは Ni 電鍍モールドや Ta モールド等が用いられる<sup>41)</sup>。これらの金型の微細パターンは等倍マスクパターンを形成する高解像度電子ビーム描画露光とエッチング技術が組み合わせられ、50 nm 以下の極微細パターンが創製されている。本研究開発項目では、金属ガラスの微細性形成を活用した HDD 用高密度磁気記録媒体の成立性を早急に検証する観点から、金型の極微細パターン形成は集束イオンビーム (FIB) を用いた直接除去加工を採用した。FIB による直接除去加工の原理は、イオン質量の大きなガリウム(Ga)イオンビームを集束し、ビームを試料表面に当てることで原子を弾き飛ばす (スパッタリング現象) ことにより試料を削る方法である。FIB による直接除去加工を想定し金型材料の選定について述べる。

HDD 媒体の大きさとして想定する 2.5 インチに対応した大面積の極微細パターン金型を FIB 加工するため、導電性の他に加工レートの観点からは Ga イオンに対して原子の相対質量の小さな元素で構成された金型が望ましい。一方、中間目標であるドットピッチ 33 nm、ドット径 16 nm といった極微細パターンをもった金型を創製するためには、結晶粒の影響を受けない非晶質構造を有する素材が望ましい。また、被転写材である金属ガラスとの熱膨張差が小さいことも望まれる。加えて、離型時にガラス固体となった高強度金属ガラスとの摩擦磨耗を避けることから機械的性質に優れた素材である必要もあろう。本研究開発項目で想定される金型材料とその代表特性を表①-7 にまとめた。また、比較のために Pd 基

金属ガラス (Pd-BMG) の熱膨張係数も併せて示した。

表①-7 想定される金型材料の代表特性

素材	Si			GC	DLC	SiC	シリカ	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	Pd-BMG <sup>45)</sup>		
	柱状晶	単結晶	多結晶						Glass	SCL	Cry.
熱膨張係数 (10 <sup>-6</sup> /K)	3.34	3.43	3.33	2.6	2.4	4.3	0.5	3.1	17.0	27.0	14.2
熱伝導率 (W/mK)	163	160	162	5.8	700	67	1.3	29.3			
強度 (MPa)	85 (曲げ)	78.3 (曲げ)	77.2 (曲げ)	480 (圧縮)	—	40 (曲げ)	70 (曲げ)	900 (圧縮)	1640 (引張)		
ヤング率 (GPa)	160	193	160	35	100- 250	408	72	27	78.1		
硬さ (Hv)	1053	1046	—	230	1500- 7000	2000	660	1360			
密度 (Mg/m <sup>3</sup> )	2.33	2.33	2.33	1.42	—	3.1	2.2	3.2	9.27		

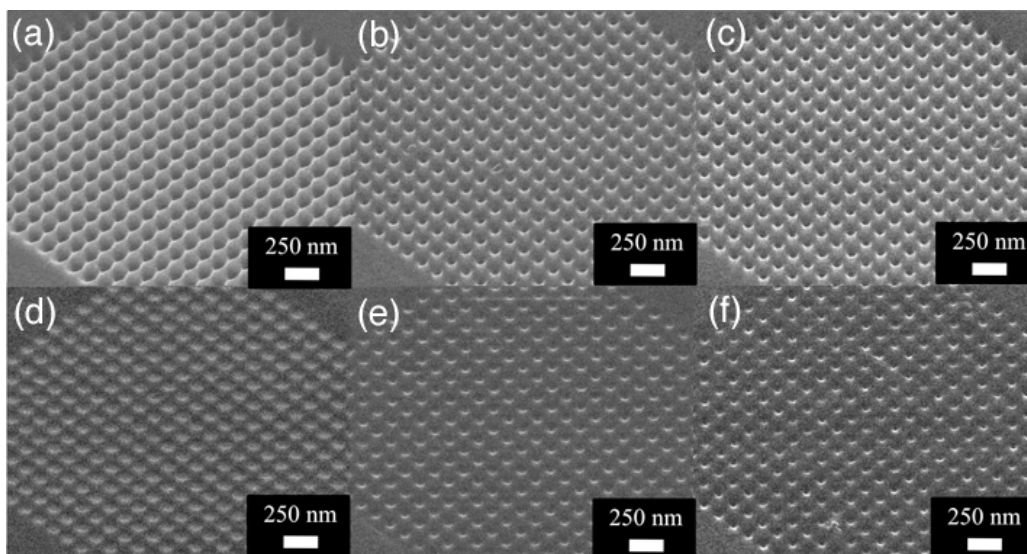
Si については柱状晶、単結晶および多結晶で特性が僅かに異なるため、それぞれについて記載した。また、表中の GC はグラシーカーボン、DLC はダイヤモンドライクカーボンを示している。FIB による直接除去加工を想定した場合、金型材料に導電性が要求される。この観点から Si、GC、DLC が好適であるが、非晶質構造との観点から GC と DLC が選定される。被転写材である金属ガラスとの熱膨張差は、代表的な Pd 基金属ガラスとの比較から何れの材料も一桁程度異なり金型構造の検討が必要であろう。機械的性質の観点からは圧縮強さが 480 MPa である GC が好ましい。以上のことから、本研究開発項目では GC を用いた FIB 直接除去加工で金型を創製した。次項 VI で直接除去造型加工の結果を述べる。

また、熱インプリントによる極微細パターンを考えた場合、被転写材である金属ガラス過冷却液体と金型との濡れ性が転写パターンの充填性に影響を及ぼすと想定される。金属ガラス過冷却液体の微細充填性についての基礎評価<sup>46)</sup>は為されているが、金型との濡れ性が微細充填性に及ぼす影響までは明らかとなっていない。このような観点から、FIB 直接除去加工による GC 金型と同時に、電子ビーム露光とリソグラフィーによる市販 Si 金型を用いたインプリントも実施した。この結果は、①-2-2 節 V 項の「インプリント試験」で述べる。

## VI. FIB 加工によるパターン直接除去造型加工

前項 V では、FIB による直接除去加工を想定して、金型材料として GC を選定した。本項では、FIB により GC に直接除去加工で極微細パターンを造型した結果について述べる。図①-53(a)~(f)にホールピッチ 150 nm に固定し、ビーム照射時間が 20 μs および 80 μs、デューティー比 (=ホール径/ホールピッチ) が 66 %、33 % および 20 % で FIB 直接除去加工した GC 表面の FE-SEM 観察結果を示す。(a)、(b)および(c)で示したビーム照射時間 80 μs での加工では、除去加工されたホール深さが大きいのに対し、(d)、(e)および(f)で示したビ

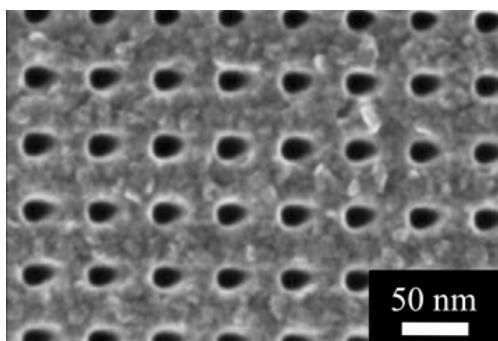




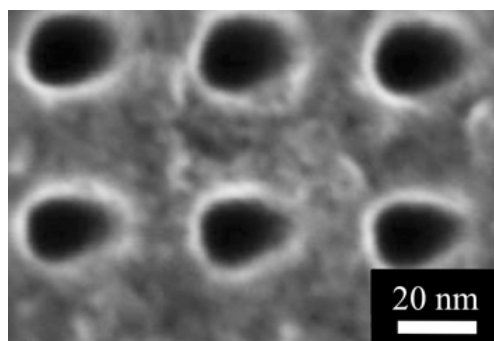
図①-53 ホールピッチを 150 nm に固定し、ビーム照射時間とデューティー比を変化させ FIB 直接除去加工した GC 表面

ーム照射時間 20  $\mu\text{s}$  での加工ではホール深さが充分でない。また、(a)、(b)および(c)の中では、デューティー比が 66 %の(a)で隣接するホールの重複が認められる。以上の結果から、デューティー比 33 %あるいは 20 %で、ビーム照射時間 80  $\mu\text{s}$  での加工により、良好な形状のホールパターン金型が創製できると判明した。しかしながら、さらに微細なパターンを有する金型の加工を試みた。

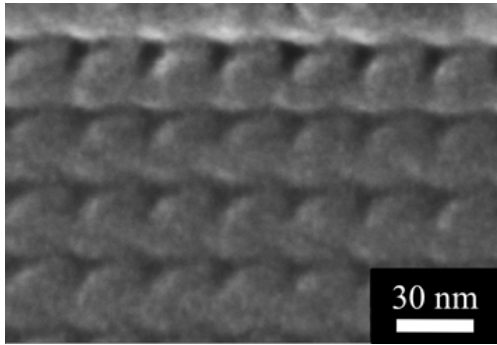
図①-54 に、ホールピッチ 50 nm、ホール径 20 nm の設定で FIB 直接除去加工した GC 表面の FE-SEM 観察結果を示す。ほぼ設定通りのホールピッチ 50 nm、ホール径 20 nm のパターンが造型できたことがわかる。しかしながら、拡大観察結果の図①-55 では、加工されたホールに FIB 走査方向（図中横方向）の流れが僅かに認められる。一方、ホール径を 20 nm に固定し、ホールピッチを中間目標値である 33 nm に設定し加工した GC 表面の FE-SEM 観察結果を図①-56 に示す。加工されたホールは独立しておらず、FIB 走査方向に加工痕が連続している。また、加工されていない表面に凹凸が認められ、走査方向に直交した隣接するホール（図中縦方向）が埋められている。これは、Ga イオンビームにより



図①-54 ホールピッチ 50 nm、ホール径 20 nm の設定で FIB 直接除去加工した GC 表面



図①-55 図①-54 の拡大観察結果

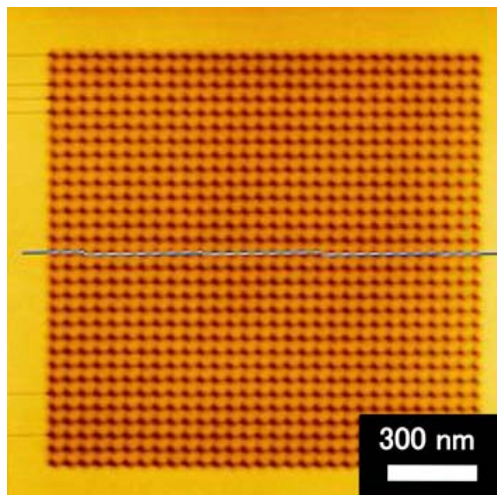


図①-56 ホール径を 20 nm に固定し、ホールピッチを 33 nm に設定し FIB 直接除去加工した GC 表面

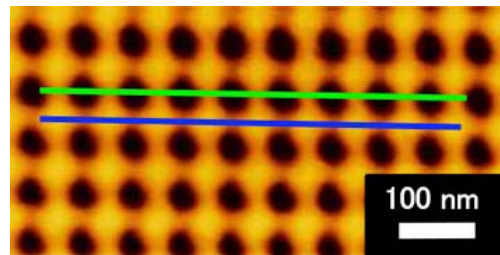
の正面からの AFM 観察像を示す。約 1.2  $\mu\text{m}$  角の領域にホールパターンが形成されていることが見てとれる。この拡大像である図①-58 に示すように、加工ホールをつなぐような直線（緑線）と加工ホールを避ける直線（青線）の断面プロファイルを図①-59(a)および(b)にそれぞれ示す。加工ホールを含む(a)では、設定値であるホールピッチ 50 nm、ホール径 20 nm が再現されているが、ホール深さが最大で 16 nm であり、ドーム形状である。また、非加工面である(b)においても僅かではあるがホール加工された凹凸が認められる。①-2-2 節 V 項で述べるように、ホール底部は平坦であることが要求されることから、FIB 直接除去加工による GC 金型のホールは形状改善する必要がある。このホール形状の形成原因を検証した。図①-60 にデュエルタイム（ビーム照射時間）を変化させて FIB 加工した GC の断面プロファイル変化を示す。デュエルタイムを長時間化するとホール深さは増加する

弾き出されたスパッタリング粒子が隣接部分に堆積（再デポジション）<sup>47</sup>したためと推察される。このことから、FIB 直接除去加工による極微細パターンの造型は、ビーム照射時間およびデューティー比等の加工条件の最適化が必要である。

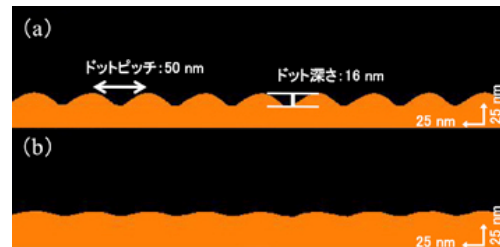
また、加工されたホールは底部が平坦であることが要求される。FIB 直接除去加工により造型されたホール個々の形状を AFM により詳細に測定した。図①-57 にホールピッチ 50 nm、ホール径 20 nm 加工された GC 金型



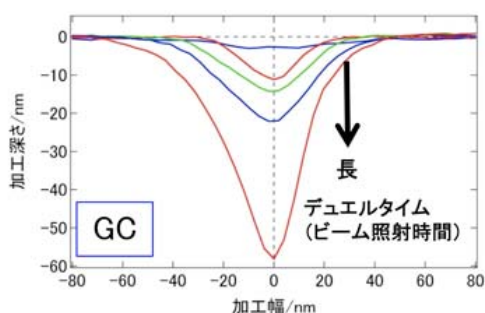
図①-57 ホールピッチ 50 nm、ホール径 20 nm FIB 直接除去加工した GC 金型の正面からの AFM 観察像



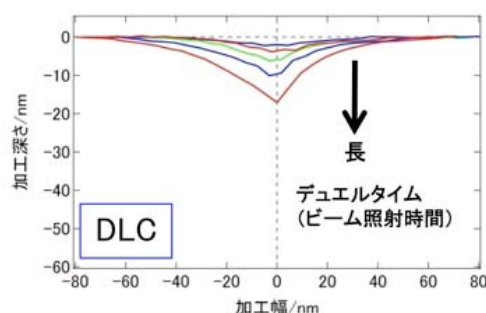
図①-58 図①-57 の拡大観察結果



図①-59 図①-58 に示す領域の断面プロファイル (a) 加工ホールをつなぐ直線（緑線）、(b) 加工ホールを避ける直線（青線）



図①-60 ビーム照射時間を変化させて FIB 直接除去加工した GC の断面プロフィール変化



図①-61 ビーム照射時間を変化させて FIB 直接除去加工した DLC の断面プロフィール変化

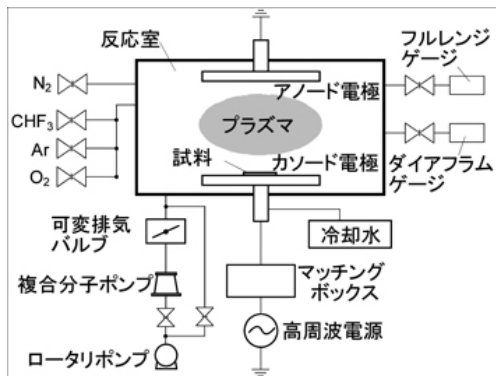
が、これに伴い加工幅も広がる。このホール加工分布は、集束されたイオンビームの強度分布を示していると推察される。FIB のビーム強度分布を矩形化できない限り、原理的に底部平坦なホール加工は困難と判断される。また、図①-61 に示すように、金型材料を GC から DLC に変えても、加工レートが変化するのみで加工深さが分布を有する。以上の結果から、加工条件を最適化することにより FIB 直接除去加工により極微細パターンを有する GC 金型は創製可能と考えられる。しかしながら、加工ホール深さが分布をもっている。これは、FIB のビーム強度が分布を有しているためと推察され、HDD 媒体創製用金型に要求されるホール底部の平坦な加工は原理的に難しい。このことから、FIB デポジションとドライエッチングを組み合わせた加工により、高アスペクト比と矩形形状を有する金型の創製を試みた。加工結果は本節VII～IX項で述べる。

## Ⅶ. ドライエッチング装置

平成 19 年度は、超微細パターン金型創製を FIB による直接除去造型加工により試みた。しかしながら、中間目標値である 600 Gbit/inch<sup>2</sup> に相当する高密度パターン金型の創製が直接除去造型加工では困難であると判断した。そこで、平成 20 年度では、FIB によるデポジションマスク形成とドライエッチングを組み合わせた微細加工手法を検討し、金型創製を試みた。導入したドライエッチング装置は、サムコ株式会社製：RIE-10NI<sup>48)</sup>であり、図①-62 に装置外観写真を、図①-63 に装置概略図を示す。電極は平行平板型であり、両電極間に高周波が印加される。試料は電極上に置かれ、グロー放電の維持に必要な陰極降下電圧によって、数 10～数 100 eV のエネルギーを持ったイオンが入射される。そのため、放電した反応ガスから生じる活性ラジカルによる化学反応的作用と、イオン入射による物理的作用によりエッチングが進行する。つま



図①-62 ドライエッチング装置外観図 (サムコ株式会社:RIE-10NI)



図①-63 ドライエッチング装置概略図

りエッチング条件によって、等方的・異方的に加工される。エッチング条件は、主にガス種、ガス流量、放電圧力、高周波出力、基板温度によって決定される。これら条件を、制御盤に打ち込むことで、排気・圧力調整から放電、エッチング加工まで自動で行うことができる。本装置の構成と主な仕様を表①-8に示す。

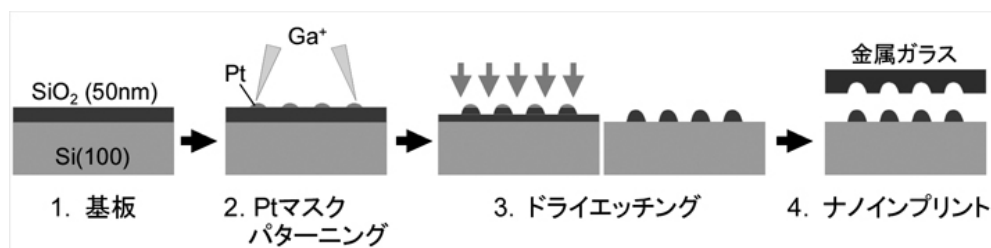
表①-8 ドライエッチング装置の構成および主な性能仕様

構成	反応室	SUS304 製、内径 310 mm、到達真空度 $10^{-4}$ Pa 台
	電極部	セミ無遮蔽型平行平板電極、極板間距離 250 mm 水冷式下部電極温度調節機構
	高周波電源	13.56 MHz (水晶発振方式)、最大出力 300 W、オートマッチング方式
	反応ガス	CHF <sub>3</sub> -20 sccm、Ar-20 sccm、O <sub>2</sub> -50 sccm (N <sub>2</sub> により MFC 校正)
	真空排気部	複合分子ポンプ(200 L/s)、補助ロータリポンプ(208/250 L/min、50/60 Hz)
	操作制御部	プログラマブルコントローラによる自動運転 (手動運転切替可能)

導入後、要求仕様に対する装置性能を確認するとともに、CHF<sub>3</sub>ガス使用の除害装置を付加し現在も正常稼動している。II項で述べた FIB 装置のデポジション結果をVIII項で、またデポジション機能とドライエッチングを組み合わせた手法により試作した超微細パターン金型の評価結果をIX項で述べる。

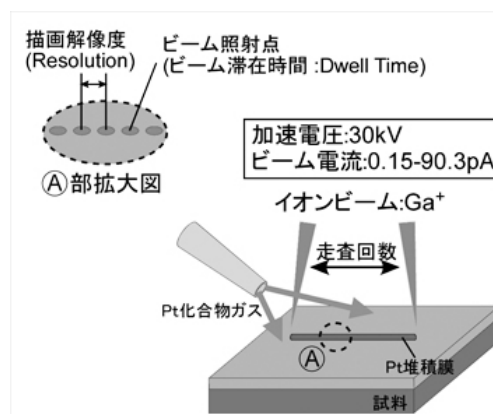
### VIII. 集束イオンビームによるマスクの創製

FIBの機能の1つにガスアシスト加工がある。試料室内に化合物ガスを導入することで、試料上のビーム照射領域に導電性・絶縁性膜の堆積や(デポジション加工)<sup>49)</sup>、スパッタリング加工を高速化させることができる。平成20年度では、前者のデポジション加工を利用することで、ドライエッチング用のマスク創製を試みた。FIBのデポジション加工とドライエッチングを用いた金型創製プロセスの例を図①-64に示す。基板はSiO<sub>2</sub>/Si(100)で、SiO<sub>2</sub>の厚さは50nmである。このドライエッチング用マスク材料には、耐食性に優れるPtを選



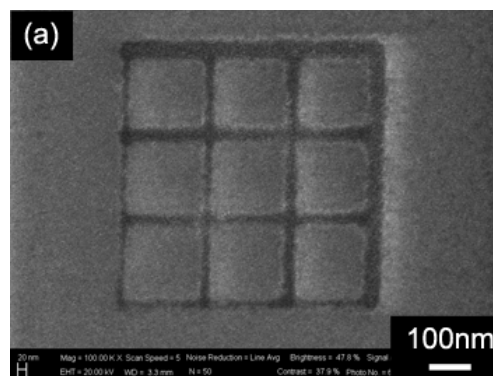
図①-64 FIB デポジション加工とドライエッチングによる金型創製プロセス

定した。用いた Pt 化合物ガスは、 $(\text{CH}_3\text{C}_5\text{H}_4)(\text{CH}_3)_3\text{Pt}$  (メチルシクロペンタジエニルトリメチルプラチナ) で、沸点:23 °C (@ 707 kPa)、融点:30~31 °Cである。図①-65 にデポジション加工の模式図を示す。このガスを加熱し得られた蒸気をガスノズル先端から  $\text{SiO}_2/\text{Si}$  基板上に吹き付けながらイオンビームを照射することで、Pt 化合物ガスの固体成分が試料表面に堆積・固着される。この工程で作製した Pt をマスクとし、ドライエッチングにより  $\text{SiO}_2$  の異方性エッチングを行い金型が作製される。

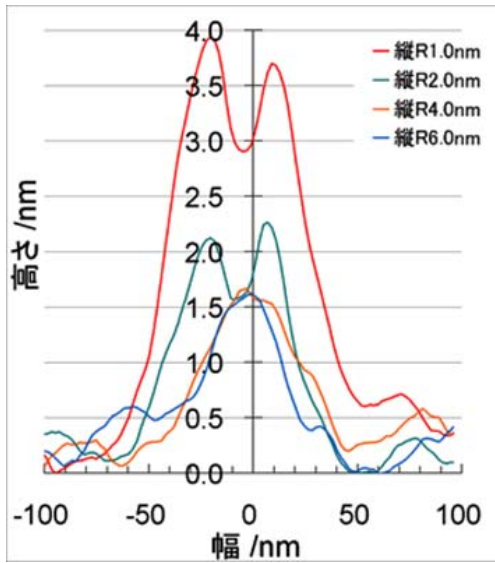


図①-65 FIB デポジション加工模式図

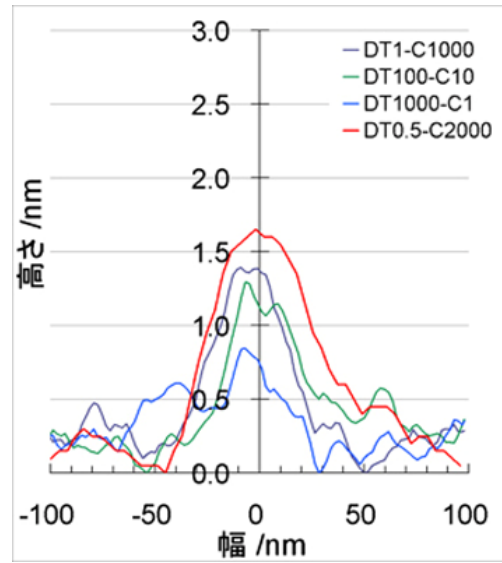
FIB デポジション加工のパラメータとして、加速電圧(30 kV)、ビームの種類(ビーム電流、 $I_b$ )、走査回数(Count, 以下 C とする)、走査速度である 1 点のビーム滞留時間 (Dwell Time, 以下 DT とする)、ベクターデータ生成の際の点列の間隔である描画解像度(Resolution、以下 R とする)があり、これらの影響を調査した。FIB デポジション加工の場合、直接除去造型加工の様にビームを照射すれば、それに応じた加工深さが得られるというのではなく、加工条件によっては堆積膜をエッチングしデポジションレートの低下を招く。さらには、試料表面をもエッチングしてしまう懸念がある<sup>50)</sup>。そのため、化合物ガスの分解反応とビームの照射条件のバランスが重要となる。本研究開発項目で検討した FIB デポジション加工特性の調査方法として、デポジション条件を変えた 1 本のラインを 200 nm 間隔で 4 本描画し、AFM によって計測、得られたラインプロファイルの評価を行った。図①-66 に加工ラインの FE-SEM 観察結果を示す。縦・横にビーム照射条件の異なる 4 本のラインを一度の AFM 評価することが出来る。また、描画用ベクターデータは、加工視野サイズを 4  $\mu\text{m}$  x 4  $\mu\text{m}$  (倍率:54 k 倍)とし、ライン線幅は、加工視野サイズの最少解像度である 5 nm にプログラム設定した。設定値は 5 nm となるが、プログラム上、ライン幅方向にはビームを走査しないため、ビームの実加工線幅を調べることができる。図①-67 に R を、①-68 に DT を、①-69 に C を、①-70 に  $I_b$  をそれぞれ変化した各実験条件で得られたラインの AFM 測定した断面プロファイルを示す。図①-67 は、 $I_b=0.3$  pA、DT=0.5  $\mu\text{sec}$ 、C=2000 回とし、R=1.0, 2.0, 4.0, 6.0 nm と条件を変えた場合の結果を示している。R=1.0 nm のときのデポジット高さが約 4.0 nm で、デポジット線幅は半値幅で約 50nm であった。FIB のビーム径はビーム電流  $I_b$  に対応し、今回の実験で用いた  $I_b=0.3$  pA のビーム径(<10 nm)に対して、デポ



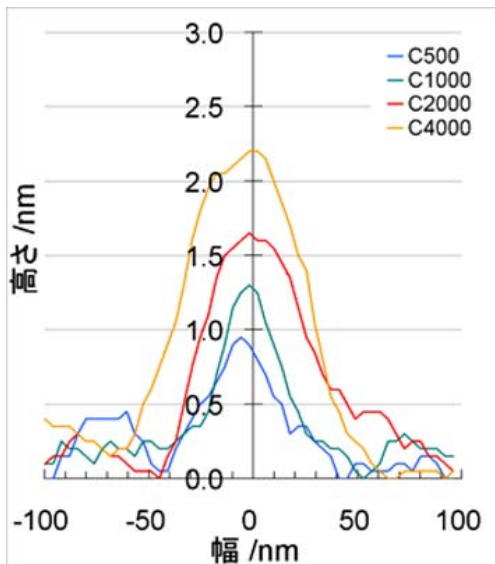
図①-66 ラインプロファイル測定用パターン  
の SEM 観察像



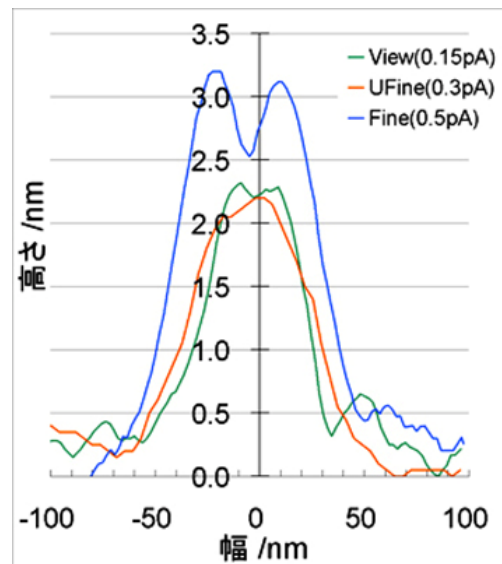
図①-67 ラインプロファイル計測結果  
(Resolution による比較)



図①-68 ラインプロファイル計測結果  
(Dwell Time と走査回数 C の関係)



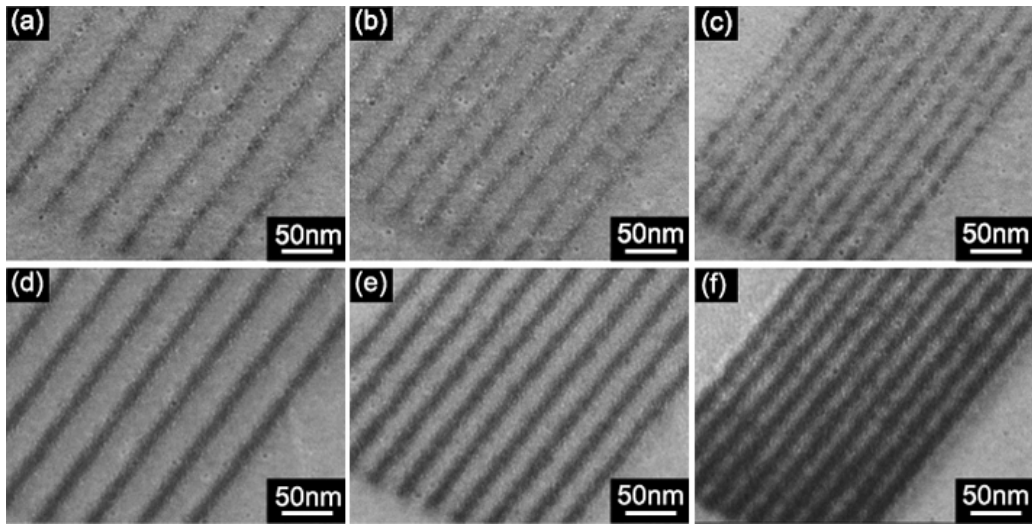
図①-69 ラインプロファイル計測結果  
(走査回数 C による比較)



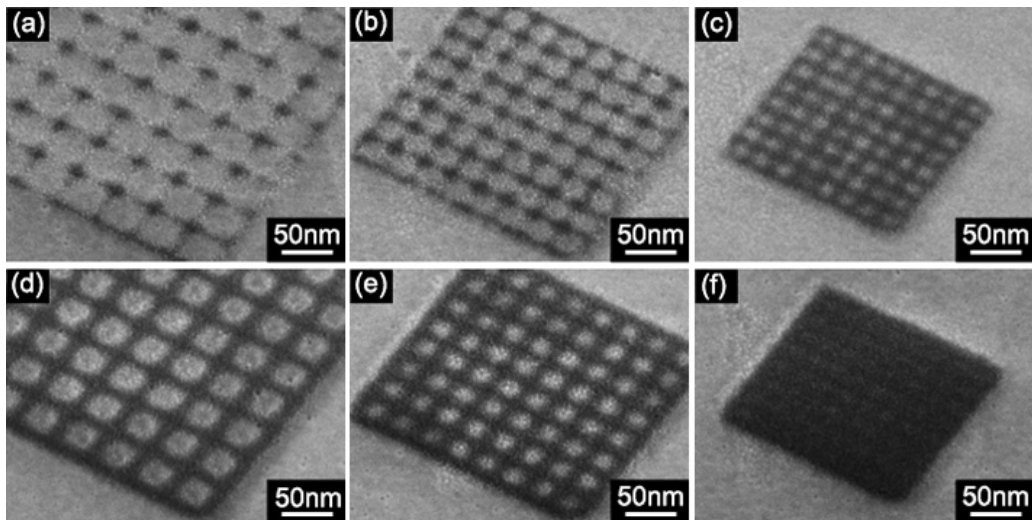
図①-70 ラインプロファイル計測結果  
(ビーム種類  $I_b$  による比較)

ジット幅が太くなっていることが確認される。FIB デポジション加工の機構は、Ga イオンが入射した際に発生する二次電子によって堆積膜が形成されるものである。30 kV の Ga イオンの 1 次散乱の飛程は約 20 nm 程度であり、つまりはビーム照射位置から半径 20 nm の範囲に堆積膜が形成されることになるため<sup>49)</sup>、直接除去造型加工の場合と同様に、ライン幅はビーム径より太くなると推察される。また、プロフィール頂上付近で谷の形状（加工痕）が認められ、この加工痕が後のエッチング形状に反映することが懸念される。ドライエッチング用マスクとして機能させるため、加工痕の生成を防止する必要がある。化合物ガスが基板表面に吸着するためには、ms オーダの時間が必要であることと、加工痕の半値

幅が約 10 nm でビーム径と概ね同等であることを考えれば、さらにビーム走査速度を上げるか、あるいは R 値を大きくとって、加工痕の残らない良好なデポジション加工を行う必要がある。事実、R=4.0, 6.0 nm においては、加工痕は観察されなかったが、全体のビーム照射量は低下するため Pt の堆積高さは低下していることが分かる。図①-68 は、走査速度と走査回数の関係による Pt の堆積量を比較した結果である。 $I_b=0.3$  pA、R=4.0 nm を固定条件とし、DT x C= 1.0 ms となるように、図中の 4 つの条件で加工した結果を示す。DT=0.5  $\mu$ sec、C=2000 回の時が最も多く堆積されており、同ビーム照射量の中で最も効率良くデポジションされていることが分かる。逆に、DT=1 msec、C=1 回の場合が、最も堆積量は少ない。DT が増加するとビーム走査速度が低下するため、デポジションとスパッタリングが同時に行われ、同照射量でもこのように差が生じたものと考えられる。図①-69 に、 $I_b=0.3$  pA、R=4.0 nm、DT=0.5  $\mu$ sec、を固定条件とし、C=500, 1000, 2000, 4000 回と走査回数を変化させた場合の結果を示す。ここで注目すべきは、Pt 堆積膜の高さの増加に伴い線幅も増加していることである。ドライエッチングで、SiO<sub>2</sub> 層を深くエッチングするためには、加工条件にもよるがマスクは厚ければ厚いほど良い。しかし、走査回数を増加させると隣り合うラインの重複幅が多くなり、重複しない部分の高低差を利用してエッチングしなければならない。このことを考慮にいれ、ビーム種類の比較を行った。図①-70 に、DT=0.5  $\mu$ sec、R=4.0 nm、C=4000 を固定条件とし、 $I_b=0.15, 0.3, 0.5$  pA の 3 種類のビームを比較した結果を示す。ビーム電流が即ちビーム径となるため、 $I_b=0.3$  pA と  $I_b=0.15$  pA を比較すると、高さ方向は 2.2~2.3 nm とほぼ変わらないが、 $I_b=0.15$  pA の方が僅かに幅も狭くシャープな形状をしている。また、 $I_b=0.5$  pA となると、図①-67 と同様にプロファイル中心付近が削られた形状となっている。以上の検討結果から、より細く、より厚いマスクを作製するには、 $I_b=0.15$  pA のビームを用い、R=4.0~6.0 nm、DT=0.5  $\mu$ sec を固定とし、走査回数 C の値で幅・厚さを制御することになる。この条件を基に行ったピッチ 46、33、25 nm のラインパターンのデポジション加工結果を図①-71 に、ライン格子パターンのデポジション加工結果を図①-72 に示す。加工条件は  $I_b=0.15$  pA、DT=0.5  $\mu$ sec、R=5.0 nm で C=500, 1000 回の 2 種類を示した。図中の黒く観察される部分がデポジションされた Pt である。図①-71(a)、(b)および(c)では薄く観えているラインが、同図(d)、(e)および(f)ではより明確に観えるが、図①-69 の結果にあるように、線幅も増加していることが分かる。続いて、図①-72(a)、(b)および(c)の格子パターンでは、ラインの交差部が 1 本の線幅に比べ広く厚く Pt が堆積していることが分かり、ドライエッチングでの影響が懸念される。また、その影響のため同図(f)のピッチ 25 nm のパターンでは、描画領域が重なりほぼ平面となっていることが確認された。次節では、この得られたマスクを用いて、ドライエッチングを行った結果を示す。



図①-71 ピッチ 46,33,25 nm ラインパターンへのデポジション結果の SEM 観察像  
 (a,d)ピッチ:46 nm、(b,e)ピッチ:33 nm、(c,f)ピッチ:25 nm  
 (a,b,c)C=500 回、(d,e,f)C=1000 回

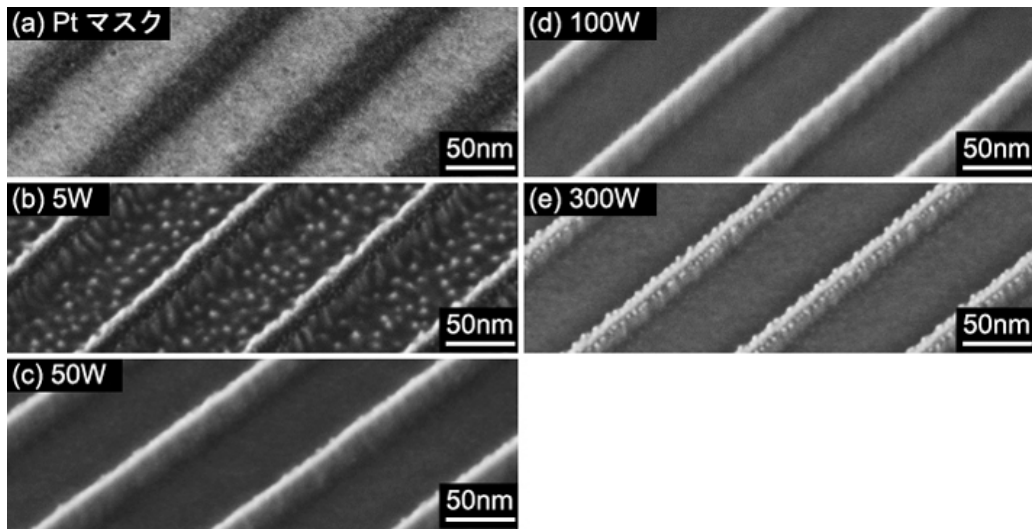


図①-72 ピッチ 46,33,25 nm 格子パターンへのデポジション結果の SEM 観察像  
 (a,d)ピッチ:46 nm、(b,e)ピッチ:33 nm、(c,f)ピッチ:25 nm  
 (a,b,c)C=500 回、(d,e,f)C=1000 回

### IX. ドライエッチング装置によるパターン造型

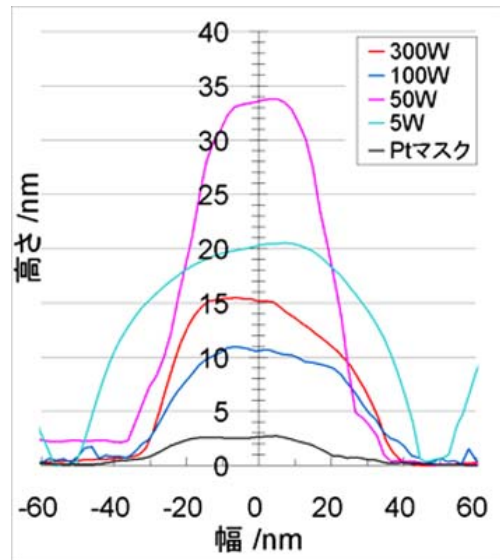
本項では、FIB デポジションにより作製した Pt 堆積膜をマスクとして、SiO<sub>2</sub> 層のドライエッチングを行った結果について述べる。用いたガスは CHF<sub>3</sub>(トリフルオロメタン)であり、Si に対する SiO<sub>2</sub> の選択エッチング用ガスとして用いられる。中間目標値がドット径 16 nm、ドットピッチ 33 nm であることから、このナノメートルオーダーでのドライエッチングで、加速されたイオンがパターンの隙間に充分入射するか否かが検討すべき重要な点となる。本項では、ガス流量、放電圧力、基板温度(チラー設定値:20°C)を一定とし、高周波出力の違いについてピッチ 100 nm のラインパターンを用いてエッチング形状を調べた。図①-73



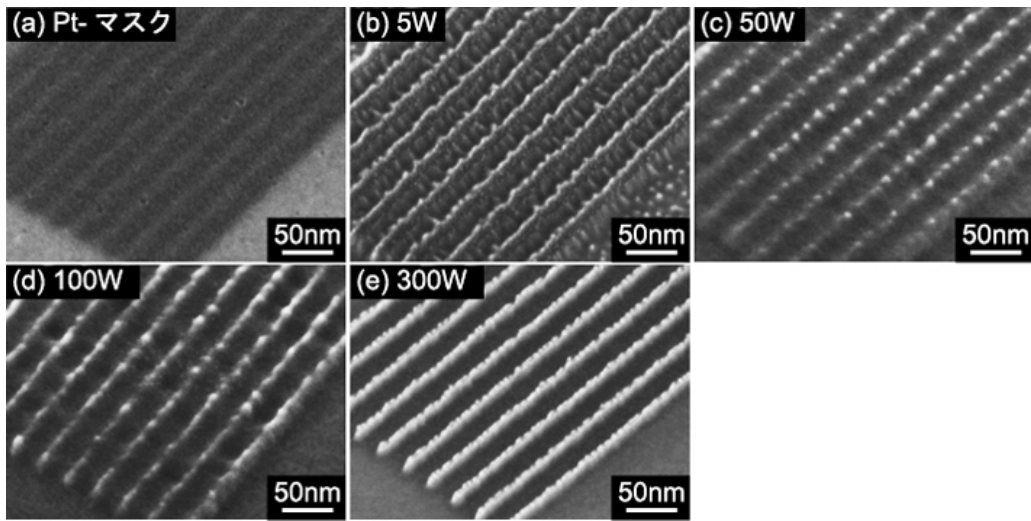


図①-73 ピッチ 100 nm ラインパターンのドライエッチング結果の SEM 観察像  
(高周波出力による比較)

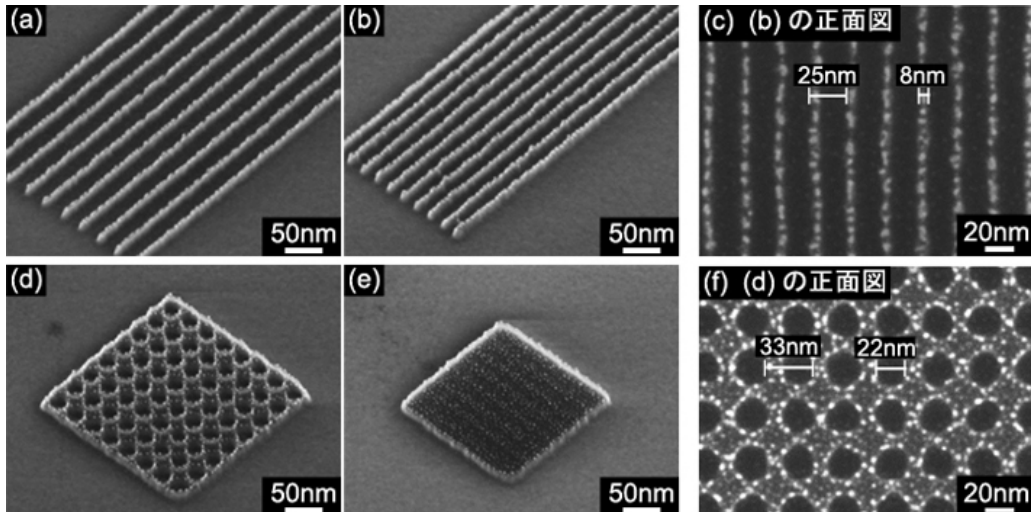
に、ピッチ 100 nm ラインパターンのエッチング結果の SEM 観察結果を、図①-74 に AFM で測定したラインプロファイルをそれぞれ示す。マスク作製条件は、 $I_b=0.3$  pA、 $R=5.0$  nm、 $DT=0.5$   $\mu$ sec、 $C=4000$  回で、エッチング条件として、流量 5 sccm (standard cc/min)<sup>51)</sup>、放電圧力 0.1 Pa、高周波出力 5、50、100 および 300 W である。また、エッチング時間は、各条件で SiO<sub>2</sub> が約 50 nm 加工される値に設定した。エッチング前の Pt マスクの厚さが約 2.5 nm に対して、50 W が約 34 nm と最も選択比が大きく、続いて 5 W、300 W、100 W という順になっている。また、5 W の場合は、スパッタリングによる物理的な加工性が低いため、他の条件に比べ低アスペクト比(ライン幅が広い)である。逆に物理的な加工性が主となる 300 W では、5 W に比べライン幅が減少しているが、Pt マスクとの選択比も減少していることが分かる。また、図①-73 (b)の 5 W の基板表面が他の基板よりも荒れており、ビーム照射領域以外の場所でもこのような現象が確認されたため、デポジション加工時の Pt 化合物ガスの影響とは考えづらく、ドライエッチング時の炭素やフッ素による重合膜の影響が考えられる。図①-75 には、ピッチ 33 nm のラインパターンを図①-73 と同条件で行った場合のエッチング結果を示す。マスクの作製条件は、 $I_b=0.15$  pA、 $DT=0.5$   $\mu$ sec、 $R=5.0$  nm、 $C=4000$  回である。図①-74 で最も選択比の良い 50 W の加工結果図①-75 (c)を観ると、ライン間が基板底面までエッチングされておらず、5 W、100 W についても



図①-74 ラインプロファイル計測結果  
(高周波出力による比較)



図①-75 ピッチ 33 nm ラインパターンのドライエッチング結果（高周波出力による比較）



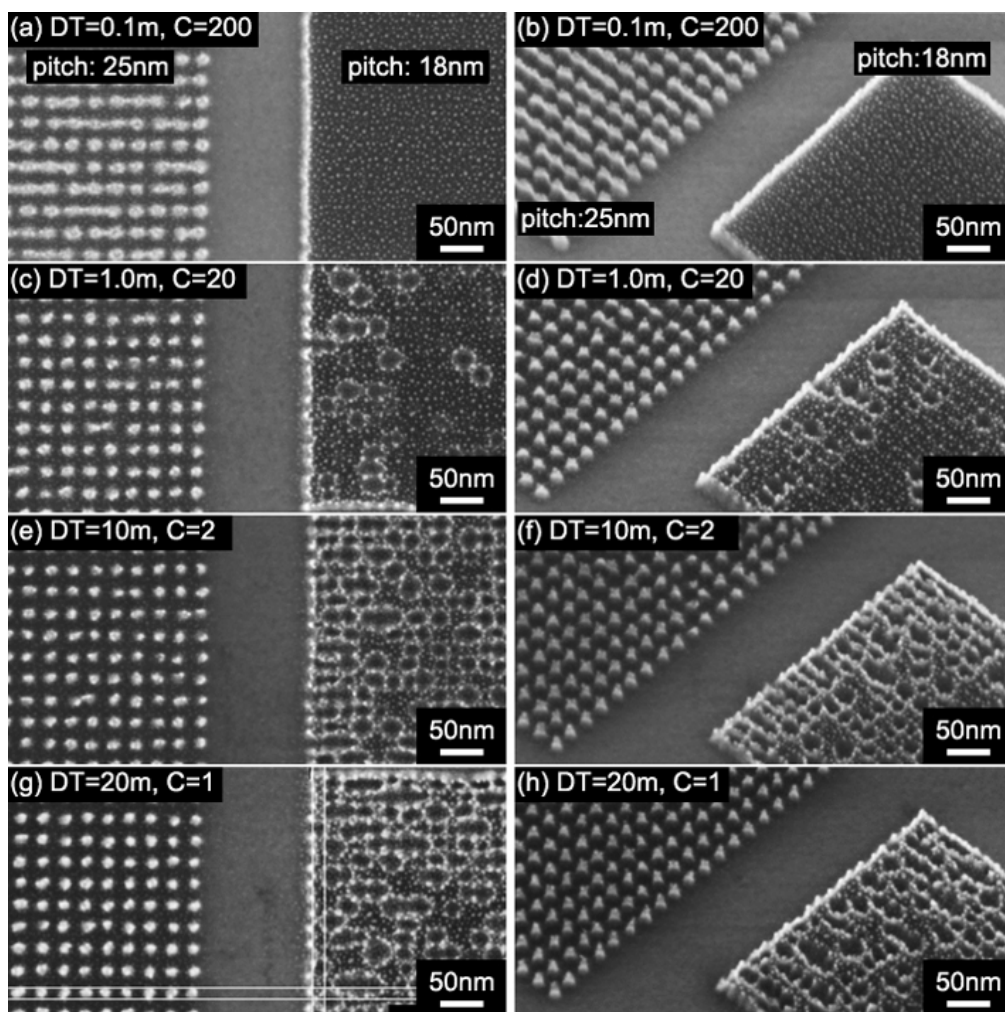
図①-76 ピッチ 33,25 nm ライン及び格子パターンのドライエッチング結果  
 (a,b,c)ラインパターン、(c) (b)の正面図、(d,e,f)格子パターン、  
 (f) (d)の正面図、(a,d)ピッチ:33 nm、(b,e)ピッチ:25 nm

同様に、(e)の 300 W の場合のみ基板底部までエッチングされている。よって、独立した配列形状を得るためには、Pt マスクのライン重複部を加工し、SiO<sub>2</sub>層を露出させなければならず、そのためには高周波出力を高く設定する必要があることが分かった。

続いて、得られたエッチング条件でのピッチ 33, 25 nm のライン及び格子パターンのエッチング結果を図①-76 に示す。マスクの作製条件は図①-73 と同様である。同図(a)、(b)および(c)がラインパターンであり、同図(c)は(b)の正面図である。SEM の測長機能を使用して計測した線幅は約 8~10 nm であった。同図(d)、(e)および(f)が格子パターンで、こちらがパターンドメディア創製用金型となる。中間目標値であるピッチ 33 nm のパターンを有する凹型ホール金型形状を作製することができた。同図(f)が同図(d)の正面図で、ホール径は

約 22 nm となっている。また、マスク作製時にパターン部が重なってしまったピッチ 25 nm では、形状を得ることができなかった(同図(e))。最終目標値であるピッチ 16 nm、ドット径 8 nm を見据えると、ライン交差部でのマスクの拡がり等の問題から、格子パターン描画では達成困難であると推察される。そこで、凸型ドット金型を想定し、点描画によるピッチ 25 nm パターン創製を試みた。この凸型金型を用いて金属ガラスをナノインプリントすることで、形成された金属ガラス表面凹部への磁気記録層の成膜・研削プロセスにより記録媒体が創製される。

ライン描画では、描画解像度や描画速度など考慮すべきパラメータが多いが、点描画については、1つのドットが加工エリアの解像度である1点に対応するため、基本的に Dwell Time と走査回数のみがパラメータとなり、描画解像度:R は考慮しなくて良い。そこで、ビーム照射量(DT と C の積)を一定とし、それらの値を変えた場合のドライエッチング結果の形状を比較した。図①-77 に DT と C を比較したピッチ 25,18 nm 凸型ドットパターンのエッチング結果を示す。マスク作製条件が、 $I_b=0.15$  pA、 $DT \cdot C$  はその積が 20 ms と一定に



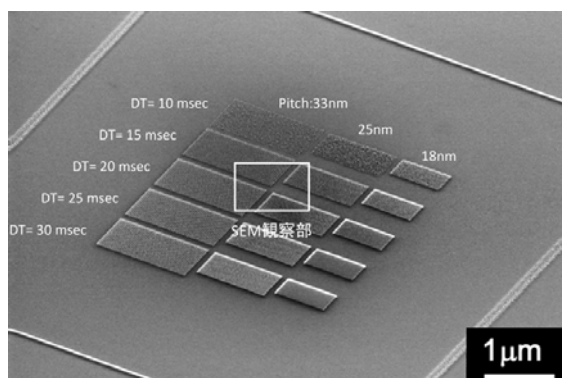
図①-77 ピッチ 25,18 nm 凸型ドットパターンのドライエッチング結果の SEM 観察像 (a,c,e,g)正面図、(b,d,f,h)鳥瞰図

なるよう設定し図中に示した。エッチング条件は、流量:5 sccm、放電圧力:0.1 Pa、高周波出力:300 W、時間:45 secである。各 SEM 画像中の左側がピッチ 25 nm のパターンで、右側はピッチ 18 nm のパターンである。同図(a)、(c)、(e)および(g)の正面観察結果を観ると、DTが増加、Cが減少するにつれ、各々のドットが孤立した状態になり、ドット同士で繋がった箇所が減少していることが分かる。良好なピッチ 18 nm のパターンは得られなかったが、上記の傾向に連れてエッチングで加工された箇所も増加している。また、横方向への繋がりが多く観察されることから、ビームのブランキングがその原因になっていると思われる。さらに、同図(b)、(d)、(f)および(h)の傾斜観察結果から、ドットの形状は FIB のビーム強度分布(ガウス分布)に応じた形状となっており、先端が尖っていることが確認できる。記録媒体としての機能性を考えると、金型形状は円柱状であり、柱先端の平坦性に高い精度が求められる。今回の FIB デポジションとドライエッチングプロセスにより 25 nm の凸型ドットパターンを作製・実証することができた。しかしながら、開発プロセスをさらに改善することでインプリント用金型としての要求仕様、特に凸型ドット頂部平坦性を満足する金型創製プロセスを確立する必要がある。

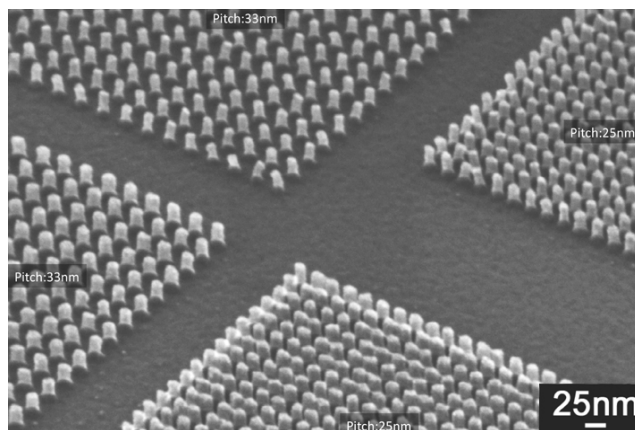
#### X. FIB デポジション+ドライエッチング法でのインプリント用金型材料の再検討 金型材料の再検討、エッチング条件はノウハウ事項のため非公開とする。

図①-82 に上記の条件で作製したピッチ 33、25 および 18 nm の凸型金型のパターン観察結果を示す。DT の増加に伴い凸型パターンの高さが増大している。加工条件の良好であった DT=15 nm および 20 nm の図中の中央部分を拡大観察した結果を図①-83 に示す。ピッチ 33 および 25 nm パターンともに高さ 26 nm ドットが孤立して形成されていることが見てとれる。ここから算出されるエッチングレートは 1.1 nm と見積もられる。

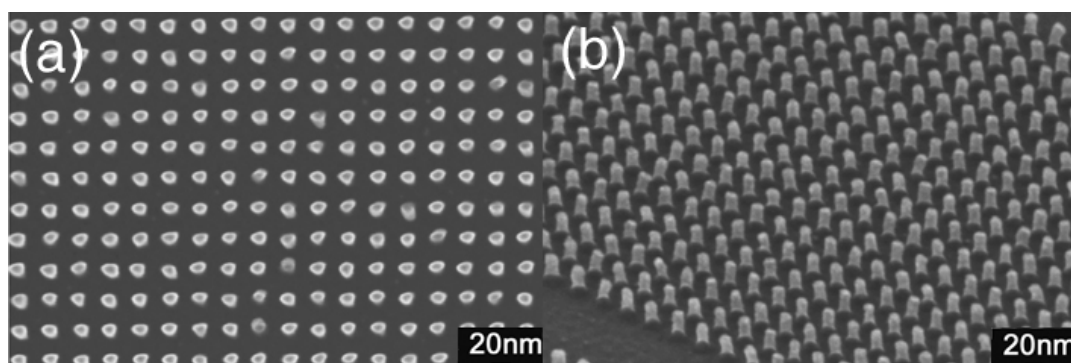
ピッチ 33 nm パターンの正面からの観察結果を図①-84(a)、傾斜観察結果を(b)に示す。正面像からはピッチとドット径がほぼ 1:1/2 と設計通りで均一である。傾斜図からはほぼ全てのドットが



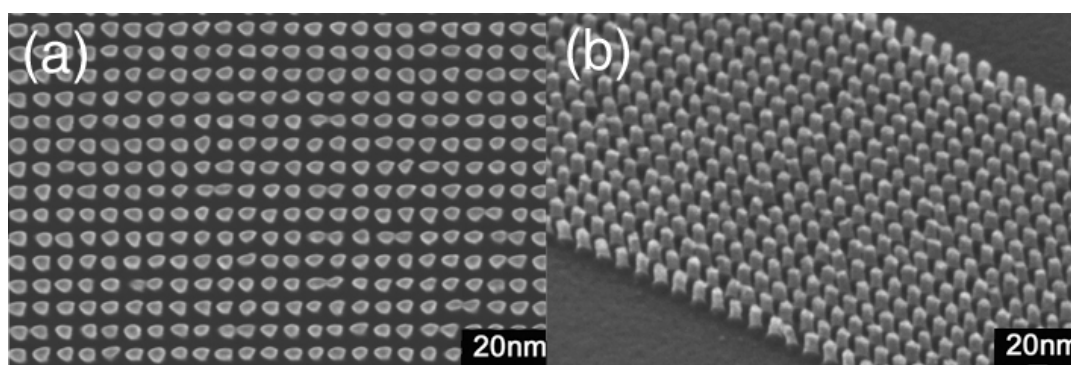
図①-82 ピッチ 33、25、18 nm でドライエッチングした DLC/サファイア基板上的凸型ドットパターン



図①-83 図①-82 の中心部拡大観察結果



図①-84 ピッチ 33 nm 金型の(a)正面像、および(b)傾斜像



図①-85 ピッチ 25 nm 金型の(a)正面像、および(b)傾斜像

垂直に形成されていることがわかる。また、ピッチ 25 nm パターンの正面からの観察結果を図①-85(a)、傾斜観察結果を(b)に示す。正面像からはピッチ 33 nm パターンと比べてドット径が設計に対して僅かに大きい、均一に形成している。傾斜図からは、ドットの一部に僅かな曲がり認められるものの、高さの揃ったアスペクト比 1.0 以上のドットパターンが形成されている。このピッチ 25 nm 金型は記録密度換算で 1 Tbit/in<sup>2</sup> を超える。次節①-2-2「インプリントによるナノ形成技術の開発」VII項で述べる電子ビーム露光とエッチングにより特注試作した Si 製金型と比較しても、本節で作製した金型の方がドットピッチも微細でアスペクト比も大きい。また、ドット形状も角型に近く、HDD 用媒体の磁気ドット形成に求められる理想形に近い。以上の結果から、本節で述べた試作金型は中間目標である 600 Gbit/in<sup>2</sup> を大きく上回る 1 Tbit/in<sup>2</sup> が実現可能となる 25 nm ピッチを達成した。現在、ナノパターン創製に一般的な電子ビームリソグラフィーによる金型と比較しても、ピッチ、アスペクト比およびドット形状においても優れていることが実証できた。しかしながら、電子ビームリソグラフィーはステップ&リピートによるつなぎ描画で大面積パターンを形成できる利点がある。今後は、本節で述べた FIB デポジション加工とドライエッチングを組み合わせた金型造型法の加工条件最適化と金型材料検討を継続するとともに、本造型法を用いた大面積化を試みる。また、本節IVで述べた AFM 測定技術を向上させ形成されたドットの精密形状評価を実施するとともに、ドット形状のバラつきを統計的に検討する。これらにより HDD 用パターンドメディア創製に適したインプリント用金型の作製を継

続する。本金型を用いたインプリント試験の結果は、次節①-2-2「インプリントによるナノ形成技術の開発」Ⅶ項で述べる。

## XI. 課題と今後の方向

本節Ⅱ～Ⅹでは、金属ガラス薄膜への熱インプリントを行うための超微細パターン金型の材料選定、創製技術の開発結果を述べた。FIB デポジション加工とドライエッチングを組み合わせた造型法を用いることにより、ホールピッチ 33 nm のパターンを有する凹型ホール金型、あるいはドットピッチ 25 nm の凸型ドット金型の作製に成功し、中間目標値を達成した。ナノパターン金型で一般的な電子ビーム露光とエッチングにより特注試作した Si 製金型と比較しても、本節で作製した金型の方がドットピッチも微細でアスペクト比も大きい。また、ドット形状も角型に近く、HDD 用媒体の磁気ドット形成に求められる理想形に近い。しかしながら、試作された金型を用いてインプリント試験を実施する前に解決すべき課題もある。本節では、想定される課題とその対策についてまとめる。

- ・ノウハウ事項のため非公開とする。

以上の課題解決により、金属ガラス薄膜のインプリント加工に使用でき、より微細なパターンを転写加工可能な金型の創製を目指す。

## ①-2-2 インプリントによるナノパターン形成技術の開発

### I. はじめに

金属ガラスは優れた機械的、磁氣的、化学的性質を示し<sup>4)</sup>、これらを活用して多岐に渡る応用分野で実用化が検討<sup>54)</sup>されている。これらの優れた特性の中でもガラス遷移温度 ( $T_g$ ) 以上の過冷却液体状態で発現する粘性流動特性は、本質的にガラス物質である金属ガラスの大きな特徴といえる。この金属ガラスの粘性流動特性と優れた機械的、機能的特性を組み合わせることで、さらに広範な応用分野での実用化が期待できる。

金属ガラスの粘性流動特性を活用した具体的な応用技術として、熱インプリント転写によるパターン形成技術が挙げられる。転写によるパターン形成技術は、物質の表面を二次元的に色分けしたり、三次元的に起伏をつける技術と解釈でき、太古の昔から貨幣のコイニング技術、印刷技術として用いられてきた。しかしこの解釈は、1995年のChouら<sup>55,56)</sup>によるナノメートル領域に着目した「ナノインプリント技術」としての提案、加えて2000年に米国政策として公表された「NNI:National Nanotechnology Initiative」<sup>57)</sup>として先鋭化した。現在では、パターン形成技術はナノメートルレベルの微細な周期性パターンを物質表面に転写付与するナノテクノロジーとして狭義に解釈されている。現在、このナノパターン形成技術はIT、バイオ、医療、材料をはじめ、環境、エネルギーに至る幅広い分野<sup>58)</sup>で応用が進み、我々の日常生活を大きく変えつつある。奇しくも50年の歳月を経てFeynman<sup>59)</sup>の予言が、当時の予想以上の波及効果を伴い現実のものとして開花しようとしている。

近年、金属ガラスにおいてもパターン形成技術が特に注目されている。アモルファス合金の中でも、特定の合金組成をもったものは明瞭な $T_g$ を確認<sup>60)</sup>できることがChenらにより明らかにされていたが、 $T_g$ 以上の過冷却液体状態での粘性流動現象を積極的に成形加工法<sup>61)</sup>としてはじめて紹介したのは井上と増本であろう。1992年に報告されたLa基金属ガラスを加熱オイルバス中で空気圧により膨らませた風船実験は、論文発表こそされなかったものの、粘性流動を利用すれば実用的な温度領域において低応力で金属ガラスが成形加工可能であることを世に知らしめた。しかしながら、この成形加工は主に巨視的変形を念頭に置いたもので、微細成形性は考慮されていなかったと推察される。その後、上述のNNI政策<sup>57)</sup>に呼応するように、早乙女はいち早く金属ガラスの粘性流動を利用した微細成形性に着目した。結晶化に対し大きな抵抗力をもつPd基金属ガラス<sup>62)</sup>を用いてSi(100)モールド表面のサブミクロンV溝を転写し、その形状を解析することで金属ガラスが有する優れた微細転写性を報告<sup>4)</sup>している。これに引き続き、La基金属ガラスの微細転写性<sup>63)</sup>、Zr基金属ガラスのマイクロピラミッド転写<sup>64)</sup>、Pt基金属ガラスを用いた電子ビームリソグラフィ技術との融合<sup>19)</sup>等の報告により、結晶粒界をもたず原子レベルで均質な金属ガラスが有する本質的に優れた微細成形性を実証した。これらの報告以降、金属ガラスの基礎研究、実用化の両面において微細成形性が大きな位置を占めるようになった。

一連の報告を契機に、無電解Ni-Pメッキ薄膜のマイクロカンチレバー疲労<sup>65)</sup>、金属ガラ

ス薄膜に MEMS 技術を利用して作製された可変インダクタ<sup>66)</sup>、FIB を用いた Zr 基金属ガラス薄膜表面へのナノパターン直接描画造型<sup>67)</sup>、金属ガラスとナノインプリントリソグラフィ（NIL : Nano-Imprint-Lithography）技術との融合<sup>68,69)</sup>等、従来のナノパターン形成技術を転用した金属ガラスの基礎研究が急速に進展しつつある。

原子レベルで等方均質な構造故に、金属ガラスがナノパターン形成に好適な素材であることはこれまでの基礎研究で報告された通りである。また、この特性を活かして学術的に興味深い研究成果が出初めているのも事実である。このような状況の中、本プロジェクトでは、次世代磁気記録方式の主流と考えられるビット・パターンド・メディア<sup>68)</sup>を金属ガラスの粘性流動を活用し、熱インプリントを用いたナノパターンニングで成立させ、超高密度のハードディスクドライブ(HDD)媒体を創製しようという試みを開発課題としている。HDD 媒体はサブナノメートルオーダーの表面平滑性を求められる一方で、安価にかつ大量生産の必要な製品であろう。それ故に、熱インプリントというシンプルなプロセスでタクトタイムを短縮できれば、開発の波及効果は極めて大きいものといえる。本節では、上述①-1の合金創成で作製した金属ガラス薄膜および①-2-1 節で作製したインプリント用金型を用いて、熱インプリントによりナノパターンを形成する条件、形成したパターンの形状評価結果について述べるとともに、パターンに硬磁性層を付与した試料の磁気特性について調べ、ナノパターンを形成した金属ガラス薄膜の超高密度 HDD 媒体への適用可能性について報告する。

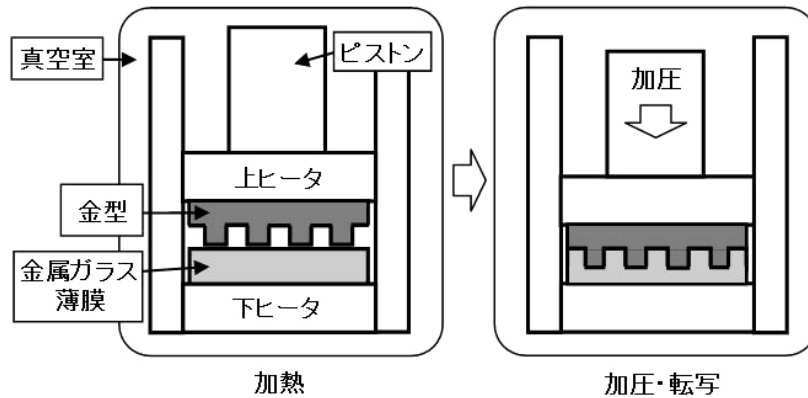
## II. ナノインプリント装置

上述①-1 節の「合金創製」で作製した金属ガラス薄膜および①-2-1 節で作製した「インプリント用金型」を用いて熱インプリント加工による超微細パターンの成形可能性を基礎評価するため、平成 19 年度にナノインプリント装置を導入した。装置外観および動作概略を図①-86 および①-87 にそれぞれ示す。上下のヒータで試料および金型を加熱し、軟化した金属ガラス薄膜をピストンの移動により金型に高圧で押し当て熱転写させる方法である。通常の熱インプリント加工は、ガラス遷移温度( $T_g$ )が 100 °C 程度、熔融温度( $T_m$ )が 200 °C 程度の PMMA 等のポリマーを加工対象とするため、装置の加熱上限温度も比較的低温の 200 °C 程度となっている<sup>70)</sup>。また、 $T_g$  近傍でのポリマーの粘性係数が  $10^{-2} \sim 10^{-1} \text{ Pa}\cdot\text{s}$  と低い<sup>71)</sup>ことから、必要印加応力は数 MPa $\sim$ 10 数 MPa 程度<sup>72)</sup>である。しかしながら、金属ガラスはポリマーと比較して  $T_g$  が高く (250 $\sim$ 550°C 程度)、過冷却液体状態での粘性係数も  $10^6 \sim 10^9 \text{ Pa}\cdot\text{s}$  と高い<sup>1)</sup>。また、金属ガラスが形成する合金は Zr、Ti、Nb などの活性



図①-86 ナノインプリント装置の外観





図①-87 ナノインプリント装置の動作概略の模式図

元素を含む場合が多い。これらのことから、高真空中あるいは不活性ガス雰囲気中で高温・高圧転写加工が可能な熱インプリント装置として、ナノクラフトテクノロジーズ NI-1075<sup>73)</sup>を選定した。

本装置は、高真空中あるいは不活性ガス雰囲気中で試料および金型を設置する試料設置部、微小な位置制御を行いながら高い応力が印加可能な加圧機構部、試料および金型を加熱するためのヒータ部、および真空排気部により構成される。また、試料および金型の加熱温度は上下ステージ内部のセラミックヒータ直下に設置した熱電対を用いて計測し、PID制御が可能となっている。装置構成と主な仕様を表①-9 に示す。

表①-9 ナノインプリント装置の装置構成と主な仕様

構成	主な仕様
試料設置部	<ul style="list-style-type: none"> <li>加圧ステージサイズ：50 mm×50 mm</li> <li>ステージ傾斜調整機構（ネジによる手動調整）並行度 1μm 以内に調整可</li> </ul>
加圧機構部 (圧力および位置 検出機構を含む)	<ul style="list-style-type: none"> <li>AC サーボモータによる電動駆動</li> <li>ヘッド位置を検出し、押し込み量を制御することにより加圧力を制御</li> <li>加圧力：Max. 10 kN、荷重検出分解能：1 N、位置検出分解能：40 nm</li> <li>ヘッド位置検出ヘッド位置押し込み量 AC サーボモータセミクローズド制御</li> <li>押し込み量：最小ステップ 0.1μm</li> </ul>
加熱部	<ul style="list-style-type: none"> <li>上下ステージ内部のセラミックヒータによる加熱</li> <li>ステージ内部の熱電対により電力制御</li> <li>加熱温度範囲：室温～650℃、昇温速度：Max. 24℃/s、冷却：自然空冷</li> </ul>
真空排気部	<ul style="list-style-type: none"> <li>到達真空度：1×10<sup>-3</sup> Pa</li> </ul>

以上の結果から、導入したナノインプリント装置は金属ガラス薄膜表面に超微細パターンを成形するための必要な条件を備えており、本装置を用いてIV項に述べる予備実験およびV項に述べるインプリント試験を実施した。

### Ⅲ. インプリント条件の基礎検討

インプリント試験を行う前に、加工に用いる金属ガラス過冷却液体の基礎検討を行っておく必要がある。本項では、金属ガラスの過冷却液体領域での粘性流動挙動と結晶化の基礎検討結果について述べる。

$T_g+30^{\circ}\text{C}$ から  $T_x$ に至る過冷却液体領域での金属ガラスは、通常のひずみ速度で完全ニュートン粘性液体として振舞う<sup>4)</sup>。応力とひずみ速度の関係は何れの試験温度においても直線関係にあり、 $\sigma = K\dot{\epsilon}^m$ で示される歪速度感受係数 ( $m$  値) は 1.0 である。結晶質超塑性合金の  $m$  値が 0.3 以上とされ、実用的超塑性合金で 0.5 程度であることを考えると、過冷却液体領域のバルク金属ガラスが低応力で大きな均一変形を起こすことが理解できる。温度上昇に伴い金属ガラス過冷却液体領域の粘性係数 ( $\eta$ ) は低下するが、 $\eta$ の低下は有限であり、これは過冷却液体の結晶化に起因する。仮に、結晶化が起こり得ず過冷却液体状態が対応する結晶相の  $T_m$  まで維持されるとすると、 $\eta$ の温度依存性は Vogel-Fulcher-Tanmman (VFT) の式<sup>74)</sup>で記述される。

$$\eta_N = \eta_0 \cdot \exp\left[\frac{A}{(T-T_0)}\right] \quad \dots \quad \text{式①-4}$$

ここで、 $T$ は温度であり、 $\eta_N$ および  $T_0$ はそれぞれニュートン粘性係数および VFT 温度、 $\eta_0$ および  $A$ は定数である。例えば、圧縮荷重下の熱機械試験 (TMA) で求めた  $\text{Pd}_{40}\text{Cu}_{30}\text{Ni}_{10}\text{P}_{20}$  過冷却液体の  $\eta_N$ を、 $T_m$ での粘性率を  $10^3 \text{ Pa}\cdot\text{s}$  と仮定し VFT 式でフィッティングすると次式<sup>75)</sup>を得る。

$$\eta_N = 9.34 \times 10^{-3} \cdot \exp\left[\frac{4135}{(T-447)}\right] \quad \dots \quad \text{式①-5}$$

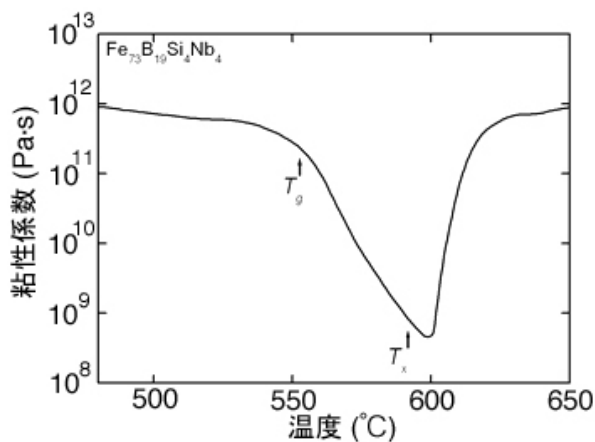
このような高温域の過冷却液体は準安定ながら内部平衡状態にあるため、変形速度に対して応力緩和に要する時間が短く、均一変形様式を呈する。結晶化さえ介在しなければ、高温ほど  $\eta$ が低下し、より低応力・高ひずみ速度での均一変形が可能である。この温度領域での粘性流動を利用した成形加工を行う場合、温度で一義に決まる  $\eta$ から求められるひずみ速度と印加応力の兼ね合い、および所望する成形に要する時間と結晶化までの潜伏時間の競合を考慮する必要がある。このためにも金属ガラスの過冷却液体領域における  $\eta$ の温度依存性を、予め TMA で調べておく必要がある。

一方、 $T_g$ から  $T_g \pm 30^{\circ}\text{C}$ 程度の温度域では、 $T_g$ +約  $30^{\circ}\text{C}$ 以上でみられた完全ニュートン粘性液体とは異なる粘弾性挙動<sup>76)</sup>が認められる。あるひずみ速度以上での応力-ひずみ曲線では、ひずみの増加に伴い応力が上昇しピークを形成した後に、遅れて応力緩和が起こり一定応力での定常状態で均一変形に移行する。この応力-ひずみ曲線上のピーク形成をストレスオーバーシュートと呼ぶ。このような温度およびひずみ速度条件では、金属ガラスの

過冷却液体はもはや完全ニュートン粘性液体として振る舞えず、非ニュートン粘性流動を示す。また、さらに大きなひずみ速度以上では過冷却液体は室温同様、局所的すべり変形により破断する。この温度域では結晶化までの潜伏時間も長く、結晶化を回避した粘性流動加工に好適であるが、ひずみ速度が大きな場合、ストレスオーバーシュートを生じる。その後の応力緩和までに変形が終了する場合、弾性的挙動が残存していることから、スプリングバックによる寸法精度劣化が起こり得る。特に、熱的安定性が乏しく、あまり加工温度を上げられない金属ガラスのインプリントでは、ストレスオーバーシュートによる転写形状の劣化に注意を払う必要がある。

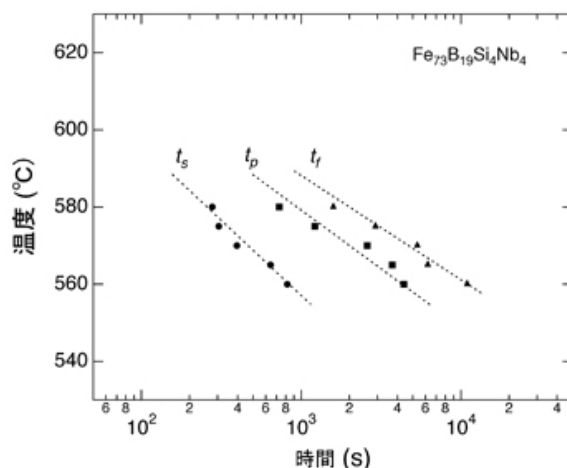
金属ガラスのインプリント加工を行う場合、原材料と所望する成形加工の寸法差で必要なひずみ量が見積もられる。この必要なひずみ量は、ひずみ速度と成形時間の兼ね合いより決まるが、特に成形時間は、過冷却液体の結晶化潜伏時間に対して充分余裕をもって設定されるべきである。このため、金属ガラス被加工材の過冷却液体領域での結晶化に関する時間-温度-変態 (TTT :Time-Temperature-Transformation) 曲線を予め作成しておく必要がある。ひずみ速度と結晶化が回避可能な成形時間は共に温度の関数であることから、最終的にひずみ速度、成形温度および時間を考慮した条件設定が必要である。また、特に注意を要することは、例えば式①-4 示した  $\text{Pd}_{40}\text{Cu}_{30}\text{Ni}_{10}\text{P}_{20}$  金属ガラスの過冷却液体の場合、約 15 K の温度変化で  $\eta$  が 1 桁変化し、これに伴い成形加工のひずみ速度も 1 桁変化することである。このことは、成形加工温度の設定および管理を厳密に行う必要があることを示している。このような観点から、①-1 節「高磁性複合化金属ガラスの合金創製」I 項の図①-1 で述べた、軟磁性裏打ち層としての機能も果たす  $\text{Fe-B-Si-Nb}$  金属ガラスおよび微細成形加工性に優れた  $\text{Pd-Cu-Ni-P}$  金属ガラスについて、TMA による粘性係数の温度依存性 ( $\eta(T)$ ) と結晶化変態の TTT 曲線の基礎検討結果について以下に述べる。

まず、平成 20 年度は、①-1 節「高磁性複合化金属ガラスの合金創製」で述べた  $\text{Fe}_{73}\text{B}_{19}\text{Si}_4\text{Nb}_4$  金属ガラスの粘性流動挙動の予備検討を実施した。 $\eta$  の測定は昇温速度 0.33 K/s、圧縮印加応力 20 kPa の条件で直径 2 mm、長さ 4 mm の円柱状試料を用いて測定した。図①-88 に  $\text{Fe}_{73}\text{B}_{19}\text{Si}_4\text{Nb}_4$  金属ガラスの  $\eta$  の温度依存性を示す。結晶化前に示す最小粘性係数 ( $\eta_{\min}$ ) は  $5 \times 10^{-8}$  Pa·s (@598°C) であった。本金属ガラスの  $T_g$  および  $T_x$  はそれぞれ 551°C、588°C であった。 $\eta$  が急激に低下する  $T_g+10^\circ\text{C}$  近傍から結晶化が始まる  $T_x$  までの間が粘性流動加工に適した温度領域であると考えられる。しかしながら、これまでに粘性流動加工性の報告例がある Pt 基、Pd 基および Zr 基金属ガラ



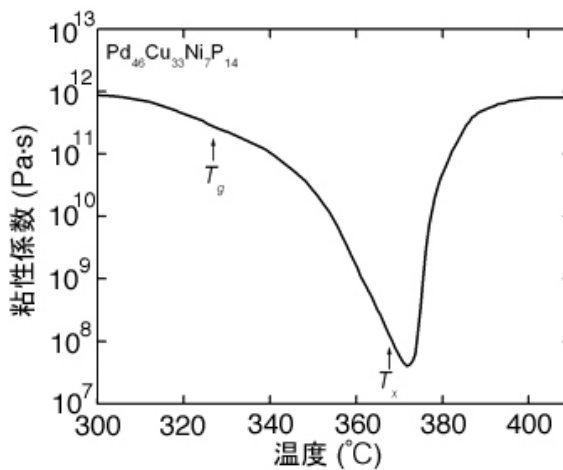
図①-88 Fe 基金属ガラスの粘性係数の温度依存性

スと比較すると Fe 基金属ガラスは $\eta_{\min}$ が大きく、過冷却液体領域も狭い。このため、過冷却液体の結晶化潜伏時間を考慮して成形時間と成形温度を検討する必要がある。そこで、等温 DSC 測定による過冷却液体領域での結晶化変態の TTT 曲線を作成した。図①-89 に  $\text{Fe}_{73}\text{B}_{19}\text{Si}_4\text{Nb}_4$  金属ガラス液体急冷リボンの TTT 曲線を示す。結晶化までの潜伏時間は  $T_g$  近傍で約 800 s、 $T_g+20^\circ\text{C}$  付近で約 200 s であった。実際のインプリント加工では、金型との接触による反応および不均一核生成による結晶化を考慮し、充分余裕をみた成形時間設定が必要であろう。



図①-89 Fe 基金属ガラス金属ガラス液体急冷リボンの TTT 曲線

次に、①-1 節「高磁性複合化金属ガラスの合金創製」I 項の図①-1 で述べた非磁性インプリント層として作製した  $\text{Pd}_{46}\text{Cu}_{33}\text{Ni}_7\text{P}_{14}$  金属ガラスについて粘性流動挙動を調査した。Fe 基金属ガラスと同様の条件で TMA 測定を行った。図①-90 に直径 1.5 mm、高さ約 3.5 mm の  $\text{Pd}_{46}\text{Cu}_{33}\text{Ni}_7\text{P}_{14}$  金属ガラスの $\eta(T)$ を示す。 $\eta_{\min}$ は  $4 \times 10^{-7} \text{ Pa}\cdot\text{s}$  (@ $372^\circ\text{C}$ ) であった。本金属ガラスの  $T_g$  および  $T_x$  はそれぞれ  $326^\circ\text{C}$  および  $365^\circ\text{C}$  であった。 $\eta_{\min}$  は  $\text{Fe}_{73}\text{B}_{19}\text{Si}_4\text{Nb}_4$  金属ガラスに比べ 1 桁小さく、本金属ガラスがインプリント加工に好適であることが示唆される。Pd 基金属ガラスの中でも粘性流動加工性に優れた  $\text{Pd}_{40}\text{Cu}_{30}\text{Ni}_{10}\text{P}_{20}$  金属ガラス<sup>75)</sup> と比較すると  $\eta_{\min}$  は約二桁大きく、過冷却液体領域も約  $100^\circ\text{C}$  から  $40^\circ\text{C}$  へ減少している。したがって、インプリント加工に最適な組成から僅かにずれた  $\text{Pd}_{46}\text{Cu}_{33}\text{Ni}_7\text{P}_{14}$  金属ガラスは、インプリント加工条件の許容範囲が最適組成よりも若干狭いと予想される。



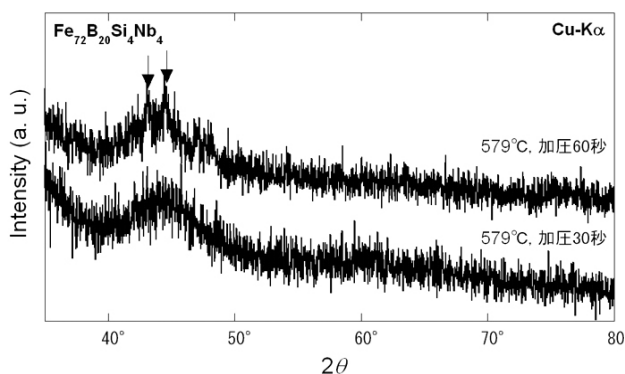
図①-90 Pd 基金属ガラス金属ガラスの粘性係数の温度依存性

本項では、Fe 基および Pd 基金属ガラスのインプリント条件設定のための基礎検討結果を述べた。しかしながら、何れの金属ガラスにおいても上述の $\eta(T)$ および結晶化変態の TTT 曲線を基に、ナノインプリント装置を用いての温度と時間の予備実験が必要である。

#### IV. ナノインプリント装置での予備実験

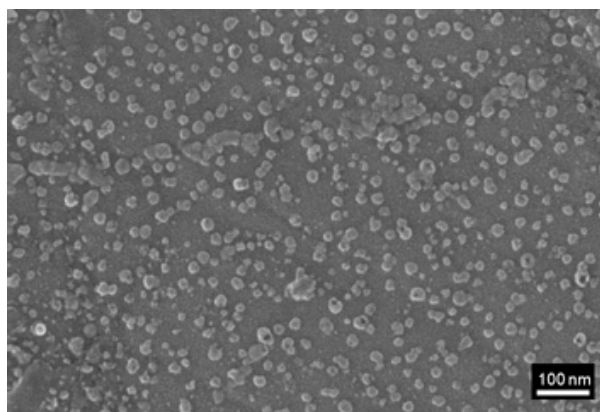
粘性係数の温度依存性および結晶化潜伏時間調査によるインプリント条件の基礎検討結果を参考に、ナノインプリント装置を用いた予備実験を行った。本項では Fe 基金属ガラス液体急冷リボン材および Pd 基金属ガラス薄膜のインプリント予備実験結果を述べる。

$T_g + 20^\circ\text{C}$  ( $579^\circ\text{C}$ ) で約 200 s の結晶化潜伏時間を有する  $\text{Fe}_{72}\text{B}_{20}\text{Si}_4\text{Nb}_4$  基金属ガラス薄膜のインプリント加工に先立ち、予備検討として  $\text{Fe}_{72}\text{B}_{20}\text{Si}_4\text{Nb}_4$  基金属ガラス液体急冷リボン材の加熱・加圧試験を行い、結晶化の有無を XRD により評価した。図①-91 に試験後の試料から得た XRD 図形を示す。加熱温度  $T_g + 20^\circ\text{C}$ 、加圧時間 60 s では結晶化が認められ、同温度で加圧時間 30 s の場合はガラ



図①-91 加熱・加圧試験後の Fe 基金属ガラスの X 線回折図形

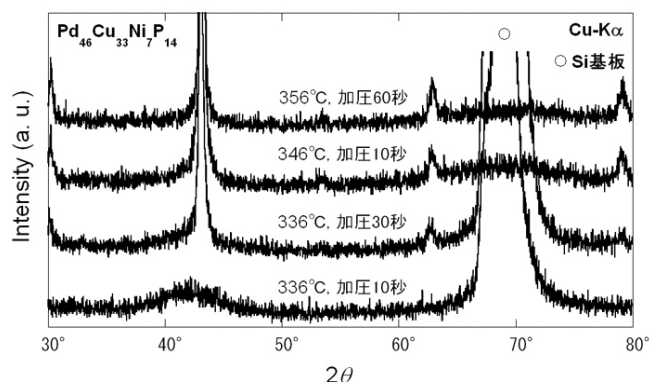
ス状態を維持していた。等温 DSC 測定による結晶化変態の TTT 曲線では、 $T_g + 20^\circ\text{C}$  ( $579^\circ\text{C}$ ) で約 200 s の結晶化潜伏時間を示していたが、本予備実験では加圧時間 30~60 s の間で結晶化が進行していた。これは、実験に用いた加圧金型 (Si 製) と Fe 基金属ガラス液体急冷リボン材との化学的反応あるいは接触による不均一核生成による結晶化の促進に起因すると推察される。事実、図①-92 に示すように加熱・加圧予備実験後の Fe 基金属ガラス液体急冷リボン材表面は微細な凹凸が観察される。以上の結果から、昇温速度  $1^\circ\text{C}/\text{s}$ 、インプリント加圧時間 15 s、印加応力 30 MPa および離型温度は  $550^\circ\text{C}$  ( $T_g - 10^\circ\text{C}$ ) とインプリント条件を設定した。



図①-92 加熱・加圧試験後の Fe 基金属ガラスの表面

一方、Pd 基金属ガラスの加熱・加圧予備実験では実際のインプリント加工と同じ薄膜試料を用い、実験後の試料を Fe 基金属ガラスと同様に XRD により評価した。昇温速度  $1^\circ\text{C}/\text{s}$ 、加熱温度  $336^\circ\text{C} \sim 356^\circ\text{C}$  ( $T_g + 10^\circ\text{C} \sim T_g + 30^\circ\text{C}$ )、印加応力 30 MPa、加圧時間 10 s~60 s の条件で実験を行った。図①-93 に加熱・加圧試験後の  $\text{Pd}_{46}\text{Cu}_{33}\text{Ni}_7\text{P}_{14}$  基金属ガラス薄膜の XRD 図形を示す。この結果、試験後もガラス状態が維持されているのは加熱温度  $336^\circ\text{C}$  ( $T_g + 10^\circ\text{C}$ )、加圧時間 10 s の条件のみであった。この結果から、Pd 基金属ガラス薄膜では、

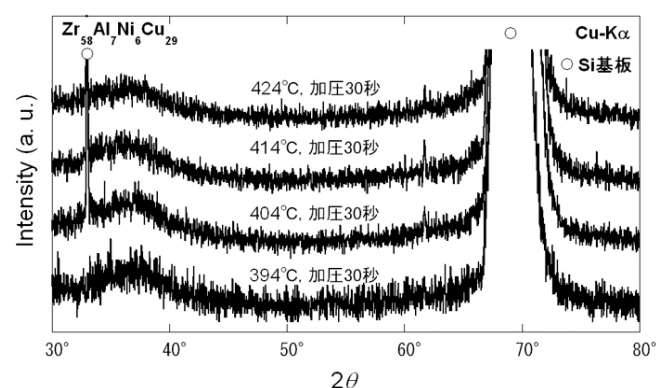
上述の加熱・加圧実験と同じ条件をインプリント条件として設定した。更に、意図的に P 含有量を増加させ熱的性質を改善した Pd<sub>48</sub>Cu<sub>19</sub>Ni<sub>7</sub>P<sub>26</sub> 金属ガラス薄膜についてもインプリント時の熱的安定性および微細パターンの成形性の違いの有無を比較するため、加熱温度 629 K、加圧時間 100 s をインプリント条件として設定した。



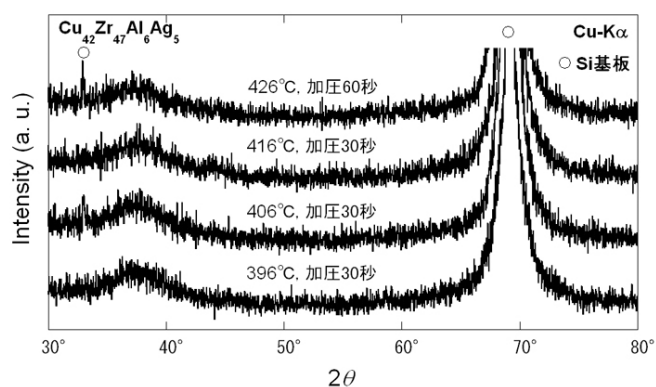
図①-93 加熱・加圧試験後の Pd 基金属ガラスの X 線回折図形

さらに、Zr<sub>58</sub>Al<sub>7</sub>Ni<sub>6</sub>Cu<sub>29</sub> および Cu<sub>42</sub>Zr<sub>47</sub>Al<sub>6</sub>Ag<sub>5</sub> 金属ガラス薄膜についても同様の加熱・加圧試験を行い、加熱温度および加圧時間の結晶化に対する影響調査を行った。試験条件は昇温速度 1°C/s、加熱温度 394°C

～426°C ( $T_g + 10^\circ\text{C} \sim T_g + 40^\circ\text{C}$ )、印加応力 30 MPa、加圧時間 10 s ～60 s とした。図①-94 および①-95 に加熱・加圧試験後の Zr 基および Cu 基金属ガラス薄膜の XRD 図形をそれぞれ示す。Zr 基および Cu 基金属ガラス薄膜では、いずれの条件でもハローパターンのみでガラス状態を維持していることがわかる。これらの結果は、①-1 節「合金探索」の IV 項で示したように、Zr 基および Cu 基金属ガラス薄膜が目標組成と同程度の広い  $\Delta T_x$  を有することに起因しており、高温の低  $\eta$  領域で比較的長時間、結晶化することなくインプリント加工できることを示している。以上のことから Zr 基では加熱温度 424°C ( $T_g + 40^\circ\text{C}$ )、加圧時間 30 s、Cu 基では加熱温度 426°C ( $T_g + 40^\circ\text{C}$ )、加圧時間 60 s をインプリント条件と設定した。



図①-94 加熱・加圧試験後の Zr 基金属ガラスの X 線回折図形



図①-95 加熱・加圧試験後の Cu 基金属ガラスの X 線回折図形