

平成23年度第3次補正予算戦略的基盤技術高度化支援事業

「金属ガラスによるゆるみ難い高機能ねじの締結技術の開発」

研究開発成果等報告書

平成25年3月

委託者 近畿経済産業局

委託先 株式会社 ひがしん総合研究所

目 次

第1章 研究開発の概要

1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標

1-1-1 研究開発の背景

1-1-2 研究目標

1-1-3 目標値

1-2 研究体制

1-2-1 研究組織

1-2-2 管理体制

1-2-3 管理員及び研究員

1-2-4 協力者（アドバイザー）

1-3 成果概要

1-4 当該研究開発の連絡窓口

第2章 本論

1 金属ガラスねじ用素材の高度化に関する研究開発

2 金属ガラスねじのプリフォームの高度化に関する研究開発

3 金属ガラスねじのねじ成形の高度化に関する研究開発

4 金属ガラスねじの評価に関する研究開発

第3章 全体総括

【3年間の研究開発成果と課題】

1 安定した品質維持のための工程の確立

2 ねじの特性の評価

【研究開発後の課題と事業化展開】

第1章 研究開発の概要

1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標

1-1-1 研究開発の背景

部材の結合に係る技術に関して、以下のような課題が具体化してきている。

◎新素材の部材締結

◎製品の信頼性への寄与

すなわち、産業界の変革と共に、締結する部材の種類(新素材を含む)、サイズ、および使用環境等が変化するために要求される課題であり、締結ねじにも変革が求められる。また、どのような条件下でも、ゆるみ難く、締結の機能を果たす信頼性の高い締結システムが求められることに変わりはない。

こうした状況で、これまでの金属では限界がある分野が多々出現し、これを乗り越えるブレークスルーが締結体に期待されている。以下に、こうした分野を分類して示す。

- ・ 軽量部材を高速位置決め及び輸送機器等に使用した時の衝撃や振動によるゆるみの問題
高速化、省エネ化のために、チタン合金、アルミニウム合金、マグネシウム合金等の部材を用いた軽量化に向けた取り組みが行われている。これらは、軽量であるが、強度とヤング率が低いため、締結の際に強く締めると、部材側が陥没変形や亀裂を生じたりする。このため、強く締め付けることが出来ず、比較的小さい振動でゆるみが発生する。一方、比剛性の高いセラミックスは、超高速の位置決めにおいて重要な部材となっており、衝撃による大きな加速度や振動を受けるので、ゆるみの問題は重要課題である。
- ・ 小型デバイスやマイクロマシンにおける信頼性の高い締結
精度の高いスムーズな動きには、機械やロボットの小型化が必要となり、そのためのゆるみ難い小型の締結システムが要求されている。また、それらの部材を加工する小型機械(マイクロマシン)においては、しっかりしてゆるみ難く、さらに小さい締結システム(マイクロねじ)が必要となる。また、締結の省スペース化も重要となっている。
- ・ 耐食性環境における信頼性の高い締結
化石燃料からの脱却による新しいエネルギーシステムとして、燃料電池、二次電池あるいは、原子力が注目されている。これらは、厳しい環境であると同時に、要求される締結体の信頼性は非常に高い。特に、酸などの高耐食を求められる環境下の締結システムには、従来の結晶金属では不可能だった超高耐食性が要求される。
- ・ 生体材料における信頼性の高い締結
医療関係においては、生体適合性があると同時に、ゆるみ難い信頼性の高い締結ねじが求められている。

1-1-2 研究目標

新素材の部材締結、および製品の信頼性への寄与に対応した部材の締結技術を向上させるために、以下のような高度化目標を設定する。

すなわち、

◎新素材ねじの開発

◎ゆるみ防止ねじの開発

川下産業のニーズに従い、軽量材料の締結に適し、また、高速化における大きな衝撃や振動にもゆるむことのない新しい締結ねじを創出する。そのために、素材の変革による締結体のブレークスルーを行う。すなわち、この目的に適合する高強度で、且つ低ヤング率で弾性限界ひずみが大きく、そのために締結領域の広い「金属ガラス」を締結体に適用する。これにより、ねじに外力が働いても、これを吸収して、ゆるみ難さ実現することができる。金属ガラスには数千種類の合金が発見されているので、この中からこれまでの金属にない優れた長所をもつ合金を選択することにより、超高耐食性、生体適合性などを付与するで、様々な環境への対応を可能な高機能のねじが実現する。こうして、新しい素材による信頼性の高い締結システムを従来困難と考えられていた分野に展開することにより、付加価値の高い締結製品の事業化を可能にする。

ゆるみ防止については、金属ガラスを用いることにより、特殊なナットを使用することなく、通常の締結で効果を格段に向上させることができるので、締結スペースが小さくなり、小型化と軽量化、さらにはマイクロ化が必要となるロボットや生体用のデバイスなどに有効となる。こうして、今回、開発するボルト・ナットによる締結体は、集積化と小型化が進むマイクロ化分野への展開が可能となり、同時に、この分野の発展にも寄与するものと考えられる。

一方、成形面では、今回の金属ガラス締結ねじの開発を可能とするのは、「室温転造加工」という革新的な金属ガラスの加工法が、本研究者らによって発明されたからであり、この技術を適用することで、金属ガラス締結ねじの量産および事業化を進める。このように、新しい金属ガラス締結ねじと室温転造加工技術の融合により、ユニークで付加価値の高い、次世代の基盤産業のニーズに応える新しい締結技術を開発する。

1-1-(3) 目標値

<サブテーマにおける目標値>

本研究開発の具体的な内容は、①-1～④-3のサブテーマにブレークダウンされる。個々のサブテーマの3年間で達成すべき目標値を以下に示す。

① 金属ガラスねじ用素材の高度化に関する研究開発

①-1 量産化に適した金属ガラスねじ用の溶製方法の開発

(目標値) 200 個/日で製造可能な方法で Zr 基、Ni 基等の新規な金属ガラスの試験用ロッドを提供する。

①-2 金属ガラス標準ロッドの新規作製方法の研究開発

(目標値) 現行5工程で行なっているロッド作製を2工程で行い、1200 個/日でロッド製造可能な方法を開発する。

①-3 金属ガラスの目的に応じた合金設計に関する研究開発

(目標値) 高強度ねじ:強度 2.5GPa 以上、耐食性ねじ:SUS316 以上の耐食性、生体用:Ni 等の毒性元素を含まない。

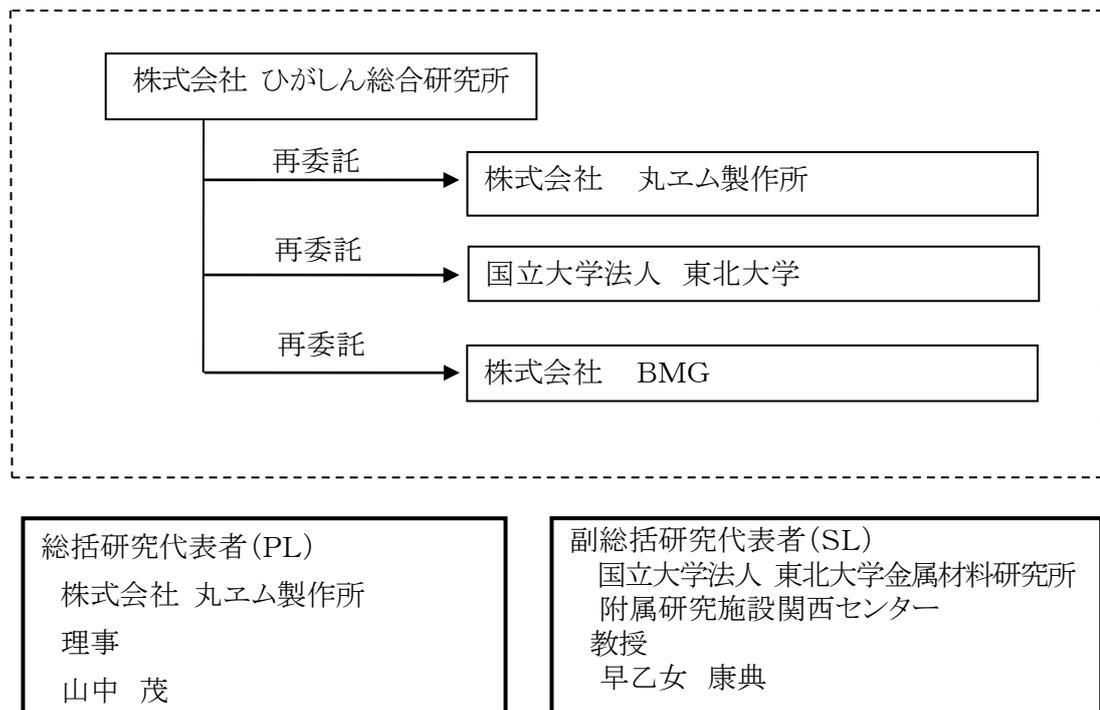
- ② 金属ガラスねじのプリフォームの高度化に関する研究開発
- ②-1 溶湯加圧鋳造の高度化に関する研究開発
 (目標値) 各種金属ガラスにおいて、加工中に結晶化率を5%以下におさえる成形パラメータを設定する。
- ②-2 粘性流動域を利用した金属ガラスの特性向上に関する研究開発
 (目標値) 溶湯加圧鋳造時の内部のポロシティ(微小の巣)をつぶして、不良率を3%→0.5%に低減する。
- ②-3 溶湯加圧鋳造装置の開発・設計・製作
 (目標値) 現行 160 個/日のプリフォーム成形能力を、1200 個/日の作製が可能な装置の開発・設計・製作を行う。
- ③ 金属ガラスねじのねじ成形の高度化に関する研究開発
- ③-1 ねじの転造加工に関する研究開発
 (目標値) 転造加工後のねじの強度および疲労強度を、同じ素材の切削ねじの1.2倍以上にする転造条件を求める。
- ③-2 マイクロねじの転造加工に関する研究開発
 (目標値) 直径1mm以下の金属ガラス締結ねじの転造を可能にする。
- ④ 金属ガラスねじの評価に関する研究開発
- ④-1 金属ガラスプリフォームおよびねじの特性評価
 (目標値) 各工程におけるマイクロ組織を中心とした評価を行い、結果をフィードバックして、各技術の高度化を進める。
- ④-2 ねじの単体および締結体評価
 (目標値) 製品評価を行い、結果をフィードバックして、各技術の高度化を進める。
- ④-3 ねじのゆるみ評価
 (目標値) 最適な金属ガラスねじの締結条件を提案する
- <製品としての目標値>
 製品としての目標値を以下のように設定する。
- A. 標準的な金属ガラスねじの機械的特性値
- ・ねじの破断強度: Zr 基金属ガラス製ねじで1600MPa 以上
 (高抗張力ボルトの1.5倍以上、微細結晶材料製ねじの1.2倍以上)
 - ・ねじの弾性限ひずみ: 1.5%以上とする(通常ねじの4倍以上)
 - ・ねじの疲労強度: 400MPa以上 (破断強度の約20%以上)
 - ・ゆるみ難さ: Scr 値 スチールねじの4倍以上
- B. ものづくり(生産)に係わる目標値
- ・材質: 使われる使用環境と条件に適した金属ガラス素材を選定し、使用目的に資する信頼性を得る合金を製作する。
 - ・生産技術: 金属ガラスねじの量産を可能にする生産性とコストを実現する。

⑤ プロジェクトの管理・運営(事業管理機関)

- ・上記①～④が円滑に実施されるよう全体会議の開催、進捗状況のフォロー、連絡・調整等を行う。

1-2. 研究体制

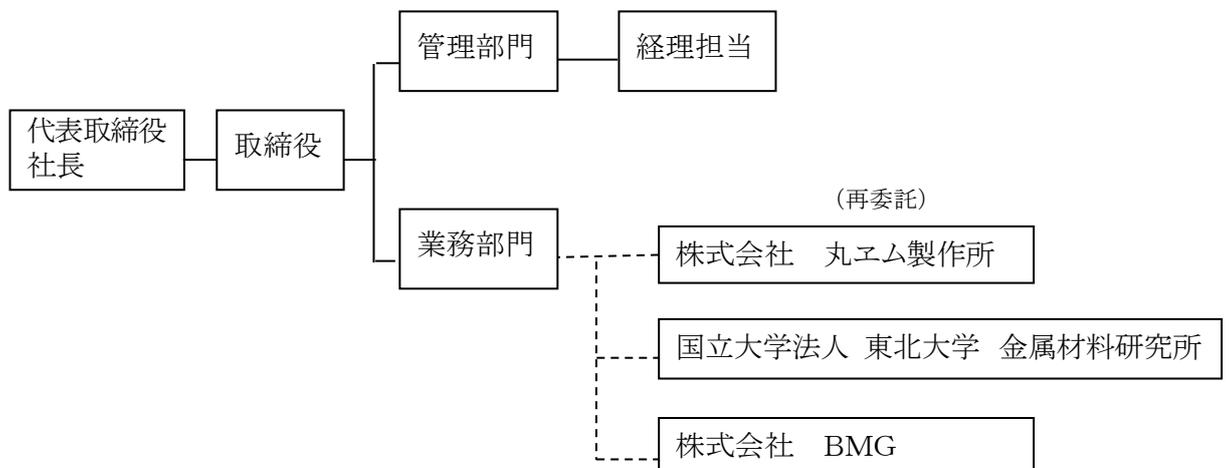
1-2-(1) 研究組織



1-2-(2) 管理体制

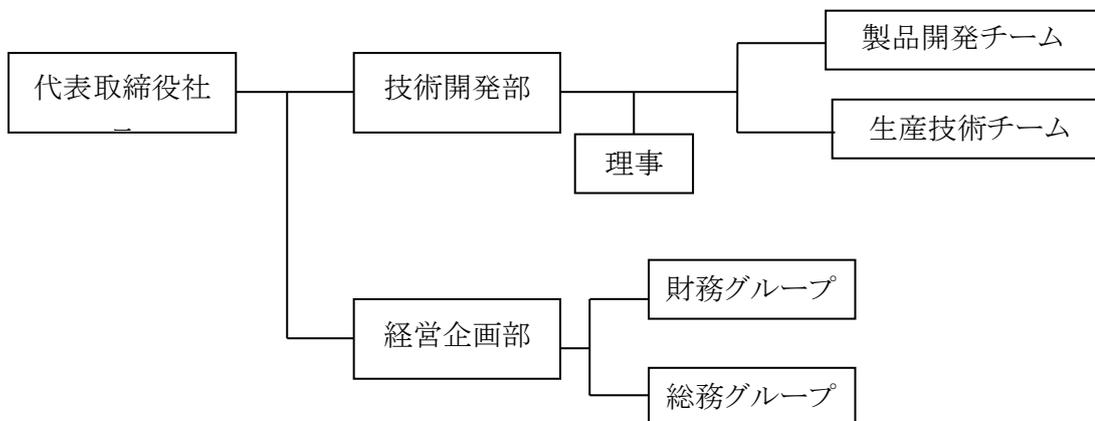
①事業管理機関

[株式会社 ひがしん総合研究所]

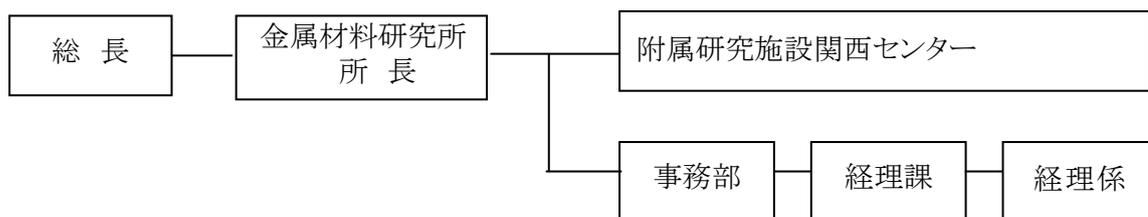


②再委託先

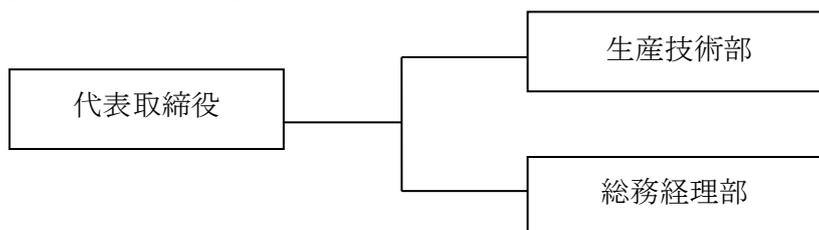
[株式会社 丸エム製作所]



[国立大学法人 東北大学 金属材料研究所]



[株式会社 BMG]



1-2-(3) 管理員及び研究員

【事業管理機関】 株式会社 ひがしん総合研究所

① 管理員

氏名	所属・役職	実施内容(番号)
酒井 孝司	取締役	⑤
山本 俊史	取締役	⑤

【再委託先】

②研究員

株式会社 丸エム製作所

氏名	所属・役職	実施内容(番号)
山中 茂	理事	②-1、2、3、③-1、2 ④-2、3
福田 憲治	(技術開発グループ) チーフ	②-1、2、3、③-1、2 ④-2、3
日比 玄機	(技術開発グループ) 研究員	②-1、2、3、③-1、2 ④-2、3

国立大学法人 東北大学 金属材料研究所

氏名	所属・役職	実施内容(番号)
早乙女 康典	金属材料研究所 附属研究施設関西センター 教授	①-2、3、②-1、2、3 ③-2、④-1
木村 久道	金属材料研究所 附属研究施設関西センター 准教授	①-2、3、④-1
網谷 健児	金属材料研究所 附属研究施設関西センター 准教授	①-2、3、②-1、2、3 ③-2、④-1

株式会社 BMG

氏名	所属・役職	実施内容(番号)
真壁 英一	代表取締役	①-1、2、3、②-3
皆川 昌子	生産技術部技術員(兼経理担当)	①-1、2、3、②-3
福田 泰行	研究開発部研究員	①-3、②-1、2、3 ④-1

1-2-(4) 協力者（アドバイザー）

氏名	所属	略歴
白井武樹	THK 株式会社 相談役	THK 株式会社の技術本部長、常務取締役を経て、現在相談役。 リニアガイド、ボールねじをはじめ、数々のメカトロ製品の開発実績をもつ。 今回、金属ガラスねじのアプリケーションに関して助言を求める。
細川修二	学校法人神奈川 大学機械工学科 准教授	締結ねじをご専門にされ、特にゆるみの問題について多くの研究成果がある。 ねじのゆるみの評価を中心に、締結ねじの特性評価に関する助言を求める。

1-3 成果概要

①金属ガラスねじ用素材の高度化に関する研究開発

①-1 量産化に適した金属ガラスねじ用素材の溶製方法の開発（株式会社BMG）

実施事項

- 1) 金属ガラスにおいて、これまで報告されているすべての溶製方法について試験を行い、信頼性と低コスト化の見地より、最も適した溶製法を選定した。
- 2) 標準ロッドの仕様の確立のため、原料の純度、作製方法、作製条件でマトリックスを作り、後工程のねじの溶湯加圧 casting、転造の加工性をフィードバックすることで、最適な条件を確定させた。
- 3) ペレット材料の断面と表面観察を行い、結晶化等の内部欠陥とをペレットの外観から判定する方法を考案した。
- 4) 大学と連携して、溶製工程の細部の条件の差を明らかにし品質を安定化させた。

①-2 金属ガラス標準ロッドの新規作製方法の研究開発（株式会社BMG，東北大学）

実施事項

- 1) 差圧 casting 装置を導入して、 $\phi 5 \times 100\text{mm}$ の長さの Zr 基丸棒を作製し、標準ロッドの社内生産を可能にした。
- 2) 差圧 casting の結果を基に、工程省略のための差圧 casting によるプリフォーム成形を試作した。

①－3 金属ガラスの目的に応じた合金設計に関する研究開発（株式会社BMG、東北大学）

実施事項

- 1) 高耐食性をもつ Ni 基金属ガラスの鑄造試験を行い、微小 X 線回折、微分干渉像を求めて組織解析を行い、結果をフィードバックして成分設計を行った。
- 2) 生体ねじ用合金として、Ni を含有していない Ti 基金属ガラスの鑄造試験、さらに溶湯加圧鑄造を行い、微小 X 線回折、微分干渉像を求めて組織解析を行い、結果をフィードバックして成分設計を行った。
- 4) Ni フリーの金属ガラス母合金 $\text{Ti}_{38}\text{Cu}_{36}\text{Zr}_{10}\text{Pd}_{14}\text{Co}_2$ (at%) の組成の最適化を試みた。

② 金属ガラスねじのプリフォームの高度化に関する研究開発

②－1 溶湯加圧鑄造の高度化に関する研究開発（東北大学、株式会社丸エム製作所）

実施事項

- 1) 従来の汎用溶湯加圧鑄造装置の計装化を行い、製造に重要なパラメータを抽出した。
- 2) 後工程の転造加工、強度試験の結果をフィードバックして、製作条件の最適化を行った。
- 3) 新しい金属ガラス材料によるプリフォーム成形のためのパラメータを数値化し、データベース化した。また、結果を解析して、合金設計にフィードバックした。
- 4) 溶湯加圧鑄造において、重要となる項目を整理して、新規製作した②－3の溶湯加圧鑄造装置に展開した。

②－2 粘性流動域を利用した金属ガラスの特性向上に関する研究開発（株式会社丸エム製作所、東北大学）

実施事項

- 1) 粘性流動域での圧縮加工が可能な試験装置を製作し、これを用いて試作を行い、断面の組織観察および透過 X 線による評価を行って、ポロシティの変化を調査した。
- 2) 新規にポロシティを消滅させるための粘性流動域での多軸加工が可能となる装置を設計し、製作した。

②－3 溶湯加圧鑄造装置の開発・設計・製作（株式会社丸エム製作所、東北大学）

実施事項

- 1) 量産性を試験するための溶湯加圧鑄造装置を開発するための真空チャンバー、高周波コイル、リニアモータによる高速制御機構、および供給装置（ロボット）を設計し、5000ヶ／日以上連続加工の可能な装置を製作した。
- 2) 量産試験の可能な上記試験装置を用いて、溶湯加圧鑄造試験を行い、最適条件を求めた。

③ 金属ガラスねじのねじ成形の高度化に関する研究開発

③－1 ねじの転造加工に関する研究開発（株式会社丸エム製作所）

実施事項

- 1) 加工条件の厳密な金属ガラスの転造加工のために、計装化とサーボモータによる動きの制御を組み込んだ転造装置を開発した。
- 2) 有限要素法による転造解析の結果を基に、金属ガラス転造のための標準化を行った。
- 3) 加工条件を安定化して、生産能力として、5000ケ／日以上を可能にした。

③-2 マイクロねじの転造加工に関する研究開発（株式会社丸エム製作所、東北大学）

実施事項

- 1) マイクロねじ転造に必要なジグを設計製作し、チタン合金を用いて製作が可能であることを確認した。
- 2) マイクロねじ用金属ガラスプリフォームの鑄造試験を行った。
- 3) 鑄造だけでは品質が安定しなかったため、マイクロねじのプリフォームを粘性流動域加工で行うための装置(②-2と共通)を設計・製作した。

④ 金属ガラスねじの評価に関する研究開発

④-1 金属ガラスプリフォームおよびねじの特性評価（東北大学）

実施事項

- 1) ペレットの特性がプリフォームおよび完成品のねじに及ぼす影響を明らかにし、ペレットの製作条件の重要性を明確にした。
- 2) ペレットの比重測定を行い、結晶化との関係を明らかにして、非破壊による評価方法を考案した。
- 3) 新しい合金のペレットおよびプリフォームの観察と解析を行い、新しい合金設計に展開した。

④-2 ねじの単体および締結体評価（株式会社丸エム製作所）

実施事項

- 1) 金属ガラスボルトの基本的な機械特性をまとめ、製品仕様を作った。
- 2) 転造された金属ガラスねじと切削金属ガラスボルトを比較することで、転造された金属ガラスボルトにじん性が生じることを見出した。また、その要因が、転造による圧縮残留応力に有ることを突き止めた。
- 3) 金属ガラスボルトの疲労試験を行い、寿命に影響する内部欠陥を整理し、加工方法にフィードバックした。
- 4) 金属ガラスボルトの耐食性試験および遅れ破壊試験を行った。

④-3 ねじのゆるみ評価（株式会社丸エム製作所）

実施事項

- 1) ボルトの締め付け試験を行い、締結体としての金属ガラスボルトの特性を明らかにした。
- 2) 小ねじ用のゆるみ試験機を製作し、これを用いて金属ガラスボルトが高抗張力ボルト

トよりもゆるみ難いことを明らかにした。

3) 締め付け試験の結果より、ねじ部、座面部の摩擦係数を求め、これを、機械特性値とともに、ゆるみの理論式に代入し、ゆるみ試験の結果と比較して、両者がよく合うことを確認した。

4) 開発したゆるみ試験ジグによるゆるみ試験が理論式によく合うことが明らかとなった。

⑤プロジェクトの管理・運営（株式会社ひがしん総合研究所）

実施事項

- 1) プロジェクト推進委員会を開催し、本プロジェクトの進捗と、再委託先機関相互の連携を円滑化した。
- 2) 再委託先への連絡、調整をはじめ本プロジェクトに係る経理処理や事務手続きおよび委員会の運営等を行った。

1-4 当該研究開発の連絡窓口

1) 事業管理者

株式会社 ひがしん総合研究所 取締役 酒井 孝司 取締役 山本 俊史
〒581-0003 大阪府八尾市本町2丁目9番17号
Tel: 072-923-2612 Fax: 072-923-2801
E-mail: souken@ever.ocn.ne.jp

2) 総括研究代表者

株式会社 丸エム製作所 理事 山中 茂
〒574-0015 大阪府大東市野崎4丁目7番12号
Tel: 072-863-0105 Fax: 072-863-0166
E-mail: yamanaka@maruemu.co.jp

第2章 本論

1 金属ガラスねじ用素材の高度化に関する研究開発（株式会社BMG）

1-1 量産化に適した金属ガラスねじ用の溶製方法の開発

1-1-1 標準ロッドの作製方法

主に、金属ガラスねじのための素材、および標準ロッド（通常の金属のビレットに相当する）の作製を行う。金属ガラスは原料の選択および溶製方法により大きく成形性が異なることが知られており、これまで金属ガラス素材の製造を行ってきたノウハウを利用し、高信頼性のねじのための標準ロッドの作製を行う。

まず、これまで行われている溶製技術の中で、本テーマに適した標準ロッドを作製する技術手法を見出すため、Zr基金属ガラス材料を用いて実際にサンプルを作製して、その評価検証を行った。

試験に用いた溶製技術は下記の4点である。

- 1) 銅鑄型鑄造法：Arガス圧を溶湯にかけて、鑄型に鑄込む方法。
- 2) 射出成型法：ダイカスト法。
- 3) 傾角鑄造法：圧力はかけず、溶湯の自重で鑄型に流し込む方法。
- 4) 簡易アーク鑄造法：鑄型部分の雰囲気圧だけを下げ、溶解部との差圧で鑄造。

実験の結果よりそれぞれの溶製技術を用いた場合の鑄造巣、溶解、結晶含有量、作製能力を評価した結果を表①-1-1に示す。

ロッドに溶製したものは、切断し定量にする必要がある（今回のターゲット製品であるM3×8mmのねじでは、1個の重量を0.76g±0.01g）。そのため、アーク溶解時に事前に母合金重量を0.76gに計量し、その後アーク溶解し、所定の重量母合金を作製することを試みた。この工程は後工程でロッドを切断する必要性が無いこと、鑄造巣が生じない同じ形状の母合金が作製できることに利点があった。試作の結果、全数140の75%の母合金（個数にて106個）所定の重量で作製できることが分かった。

表①-1-1 溶製技術とその特徴比較

項目	内容	銅鑄型鑄造	射出成型法	傾角鑄造法	簡易アーク鑄造法
鑄造巣	ガス巻込み	×	×	○	△
溶解	不純物汚染	×	×	○	○
	酸化	△	×	○	○
結晶含有量		△	×	○	○
作製能力	溶解量	△	○	×	×
	歩留まり	○	△	×	○

1-1-2 アーク溶解の条件

種々の諸条件下での試験用母材を作製し、金属ガラスねじに適用できる最適アーク溶解材の条件範囲を調査した。ここでは、基準試験の（Zr 基金属ガラス $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$ ）とともに他の合金も試験した。作製条件は以下ようになる。

金属ガラス用素材としては、以下の 5 種類を用い、材料によりスカル溶解、ボタンアーク溶解の種別をした。

$Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$ スカル溶解作製、ボタンアーク溶解作製

$Ti_{40}Cu_{36}Zr_{10}Pd_{14}$ ボタンアーク溶解作製

$Ti_{41.5}Hf_5Zr_{2.5}Cu_{42.5}Ni_{7.5}Si_1$ スカル溶解作製

$Cu_{54.3}Zr_{38.9}Ti_{6.8}$ スカル溶解作製 ボタンアーク溶解作製

素材の純度を表①-1-2 に示す。尚、Ti 組成ではガス抜きした場合とそのまま素材を合金にした場合とに区別した。また、作製条件による種別を表①-1-3 に示す。

表①-1-2 合金の純度

	A 高純度	B 低純度	Ti	99.0%
Zr	99.90%	98.0%	Pd	99.9%
Al	99.99%	99.9%		
Cu	99.99%	99.9%		
Ni	99.90%	99.0%		

表①-1-3 アーク溶解条件

	条件 1	条件 2
C 真空度	30 分	5 分
D ゲッター時間	15 分	3 分
E アーク電流値	25%	30%

1-1-3 実験結果

以上の条件による実験により、以下の事が明らかとなった。

1) 組成純度による影響

作製条件が同一条件の場合、原材料の純度に依って表面状態が変化する。ボタンアーク（高純度）のものは、表面光沢が最も良く、スカル溶解、ボタンアーク（低純度）の順位で光沢が劣化していた。

2) 作製条件による影響

(1) 真空度

合金組成が同一で、純度が同じ合金において、真空引きの条件を変えた場合、高純度材では真空度の影響は無いが、低純度材の場合は真空時間が長い方が表面状態が良くなる。

(2) ゲッター時間

ゲッター時間の違いは、高純度材および低純度材ともに、表面光沢に影響しなかった。

(3) 電流値

電流値出力の違いは、高純度材および低純度材ともに、表面光沢に影響しなかった。

(4) ボタンアーク溶解とスカル溶解の相違

ボタンアーク溶解によるものがスカル溶解よりも表面形状、光沢が良い結果が得られた。

(5) ガス抜きした Ti 材とガス抜き無 Ti 材の合金の比較

Ti 材を予めガス抜きした合金の方が、ガス抜きをしない場合に比較して表面形状が揃っており、滑らかになっていた。

1-1-4 考察

アーク溶解されたボタンの外観と内部欠陥に関係があれば、素材の判定に破壊試験の必要がなく、非常に有効な手段となる。ここでは、外観評価と断面観察との整合性を確認するため、表①-1-4のように細かく条件分けしたペレット (0.75 g) について表面と断面を観察した。

断面観察にて選択した素材および純度、作製条件は下表のとおりである。金属ガラス用素材は、合金としては2種類に絞った。また、母合金の溶製方法として、材料によりスカル溶解、ボタンアーク溶解を行った。

$Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$ スカル溶解作製、ボタンアーク溶解作製

$Ti_{40}Cu_{36}Zr_{10}Pd_{14}$ ボタンアーク溶解作製

純度については表①-1-2、条件については表①-1-3と同様の水準を準備し、また Ti のガス抜きの有無を試験した。

これらの試験による断面観察において、表①-1-4の Zr 基スカル溶解では (4) (5) の条件のものが良好であるが、表①-1-5の Zr 基アーク溶解低純度のものは、コールドスポット部を除いて全面に結晶化がみられる。表①-1-6の Zr 基アーク溶解 高純度については (3) ~ (8) の条件で良好な結果が得られた。

このように断面の品質は、ペレット作製よりも、その前段階である母合金作製法に要因がある。すなわち、スカル溶解はキロ単位で溶解可能だが、均一溶解に難があり、酸化等の問題が生じる可能性がある。これに対し、アーク溶解の母合金から作製した高純度 Zr ペレットでは、理想的なガラス相を有する凝固形態が多くの条件で観察されている。

表①-1-4 Zr 基スカル溶解

アーク溶解条件	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)	(7)	(8)
排気時間 (min)	30	30	30	30	5	5	5	5
ゲッター (min)	15	15	3	3	15	15	3	3
アーク出力 (%)	25	30	25	30	25	30	25	30

表①-1-5 Zr 基アーク溶解低純度

アーク溶解条件	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)	(7)	(8)
排気時間 (min)	30	30	30	30	5	5	5	5
ゲッター (min)	15	15	3	3	15	15	3	3
アーク出力 (%)	25	30	25	30	25	30	25	30

表①-1-6 Zr 基アーク溶解 高純度

アーク溶解条件	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)	(7)	(8)
排気時間 (min)	30	30	30	30	5	5	5	5
ゲッター (min)	15	15	3	3	15	15	3	3
アーク出力 (%)	25	30	25	30	25	30	25	30

【成果】

結晶化が抑制され、完全にガラス化したペレットの作製プロセスを見出すことができた。さらに、結晶化の判定を行う際に重要となる評価方法について、断面観察と実体顕微鏡による表面観察の判定方法の可能性を見出した。これらの関係をさらに明確にして、非破壊による判定方法を確立する。また、作製プロセスを合理化し、より高品質の金属ガラスペレットを作製するとともに、量産化に向けての検討を、今後も継続して実施する。

1-2 金属ガラス標準ロッドの新規作製方法の研究開発（株式会社BMG）

素材の鑄造技術に関する高度化を行い、現在、金属ガラスの標準ロッド（通常の金属のビレットに相当する）を作るために、射出成形および切断等の複雑な5工程で行っているものを、量産時のリードタイムの短縮化およびコストダウンを考慮して、2工程で行う開発を行う。

1-2-1 差圧鑄造装置による試験ロッドの試作

現在東北大学で開発されている装置を用いて試作を実施した結果、目視では非常に良好で、鑄造巣は見られず、溶解にも優れていた。

同方法を適用すべく、自社に差圧鑄造装置の導入を行ったが、震災の影響を受けて大幅な納期遅れとなった（設備納入平成24年3月末が5か月遅れの8月末）。納入後、金型を作製し、φ5の丸棒作製を試み、φ5×100mmのZr基丸棒を作製したが、外周表面に結晶化が見られ、完全な金属ガラス化には未だ至っていない。

このように、母合金については1-1から、原材料、母合金作製プロセスを確立できたものの、差圧鑄造を行う場合には、差圧速度が結晶化に大きく影響を与える事が判明し、十分な対策が必要であることが明らかになった。

尚、工程省略のために、母合金溶解と共に差圧鑄造による六角穴付き形状のM5用プリ

フォームを試作する計画である。

1-3 金属ガラスの目的に応じた合金設計に関する研究開発(東北大学、株式会社BMG)

超高耐食性、超高強度、生体適合性などの特性を得るために、新たに成分設計を行った合金について、新合金のビレット作製方法の開発を行う。

1-3-1 これまで報告されている金属ガラス

これまで多くの金属ガラスが報告されており、その中でも、Pd等の貴金属を用いていない合金系の中で最もガラス形成能が高く、機械的特性も優れた金属ガラスは、Zr基金属ガラスである。これらのZr基金属ガラスの中で最もガラス形成能が高い組成は、原子%表示で $Zr_{55}Al_{10}Cu_{10}Ni_{10}$ の組成(Zr55)であり、その強度とヤング率はそれぞれ1830 MPaおよび90 GPaである。この高強度と低ヤングが両立する金属ガラスの特性は、ゆるみ難いねじを作製するためには重要な機械的特性である。本プロジェクトにおいては、さらに優れた機械的特性を有するねじや、生体適合性に優れたねじ、超高耐食性ねじなどの用途にあったねじの開発が望まれることから、本プロジェクトにおいては、その用途にあった合金系の選定および開発を実施した。

1-3-2 目的に応じた金属ガラスの調査と組成の候補

○ 機械的特性を改良した金属ガラスの候補

金属ガラスは、低冷却速度で鑄造した場合などで、組成により脆化する現象がある。Zr基金属ガラスの中でも、 $Zr_{60}Al_{10}Cu_{20}Ni_{10}$ 金属ガラスは、Zrに富むことで脆化を抑制する効果があるとされ、傾角鑄造法で直径20mmに及ぶ金属ガラス棒材が作製されており、高ガラス形成能を有しているといえる。そこで、本組成を機械的特性の優れた組成の第一候補とした。さらにZrに富む組成で1軸圧縮試験によっても塑性変形を起こす程の高延性が見られる $Zr_{70}Al_8Ni_{16}Cu_6$ 金属ガラスも報告されている。ガラス形成能はZr55合金に劣るが試作を試みるべき合金として、 $Zr_{70}Al_8Ni_{16}Cu_6$ 金属ガラスを機械的特性改善金属ガラスの第二候補として選出した。

○ 生体用金属ガラスの候補

生体適合性を望むためには、生体アレルギーの観点からNiフリーな合金系を選択する必要がある。Zr基金属ガラスの中でガラス形成能が比較的高く、Niを含まない合金系としては、 $Zr_{56}Al_{16}Co_{28}$ および $Zr_{57}Al_{15}Co_{28}$ の金属ガラスが報告されている。これらの合金は、Hanks液での浸漬結果から生体親和性も良好であることが報告されている。2種の金属ガラスの中から、ガラス形成能の高い、 $Zr_{56}Al_{16}Co_{28}$ 金属ガラスを生体適合性金属ガラスねじの試作のための第一候補として選出した。さらに、金属ガラス製人工指関節の試作が行われているTi-Zr-Cu-Pd系金属ガラスも第二候補として選出した。

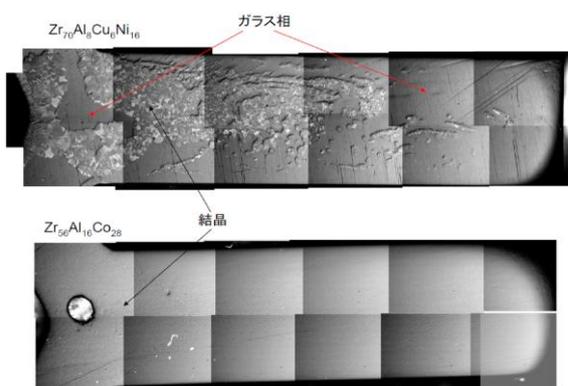
○ 高耐食性金属ガラスの候補

種々のNi基金属ガラスで高耐食性の合金が報告されており、いずれも腐食率は6 N-HCl中で $1\ \mu\text{m}/\text{year}$ 程度であり、SUS304の1000倍以上の耐食性を有している。しかし、ガラス相が得られる棒材の最大径(臨界直径)は、1~2 mmであり、Zr基金属ガラスに比

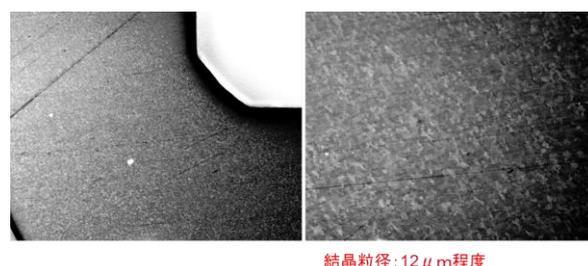
べて臨界直径が一桁低い。現在、東北大学金属材料研究所関西センターにおいて、ガラス形成能および耐食性などの基礎的な観点から、Ni-Cr-Nb-P-B系金属ガラスの最適組成の検討を続けており、すでにNb添加の最適化により直径2mmを超える金属ガラス棒材が得られていることから、Ni-Cr-Nb-P-B系合金を第一候補とした。

1-3-3 目的に応じて選定した金属ガラスねじの試作と組成探索の必要性

前出の1-3-2の合金系の候補に基づいて溶湯加圧鋳造法によるM3ねじプリフォームの作製を試みた。図①-3-1に $Zr_{70}Al_8Cu_6Ni_{16}$ および $Zr_{56}Al_{16}Co_{28}$ 合金のM3プリフォーム試作材の断面を示す。前者はプリフォーム中に頭部分から軸先に向けて粗大な結晶が析出した。また、後者は結晶粒径が $5\mu m$ 前後の比較的小さい結晶が全体に分布し、図①-3-2に示すように、頭と軸の境界部分の結晶粒径が最も大きく、その粒径は約 $12\mu m$ であった。いずれも、ガラス相単相のプリフォームが作製できず、さらに高いガラス形成能を有する合金への改良が必要であることが判明した。



図①-3-1 溶湯加圧鋳造法により作製した $Zr_{70}Al_8Cu_6Ni_{16}$ および $Zr_{56}Al_{16}Co_{28}$ 組成のM3プリフォーム材断面



図①-3-2 溶湯加圧鋳造法により作製した $Zr_{56}Al_{16}Co_{28}$ 組成のM3ねじプリフォーム材の断面で最も結晶粒径が大きい部位

1-3-4 溶湯加圧鋳造法を用いてプリフォーム材を得るときの冷却速度

溶湯加圧鋳造は作製パラメータが複雑であり、合金に応じた作製条件の最適化が必要である。一方、棒状の金型鋳造はその機構が単純なため作製パラメータによる結果の相違が出現しづらい。そこで、プリフォームと金型鋳造棒材との結晶粒径を比較し、両者の冷却速度の対比を試みた。金型鋳造の棒材は、その断面の外周部分はガラス相であり、外周以外は結晶が析出し、中心部分に向かって粒径は増加する。鋳造材中心の結晶粒径は、直径3および4mmφで、それぞれ約10および約 $15\mu m$ であった。これらの結晶粒径の観察結果を表①-3-1にまとめた。M3ねじのプリフォーム材の軸と頭の境界部分が最も低い

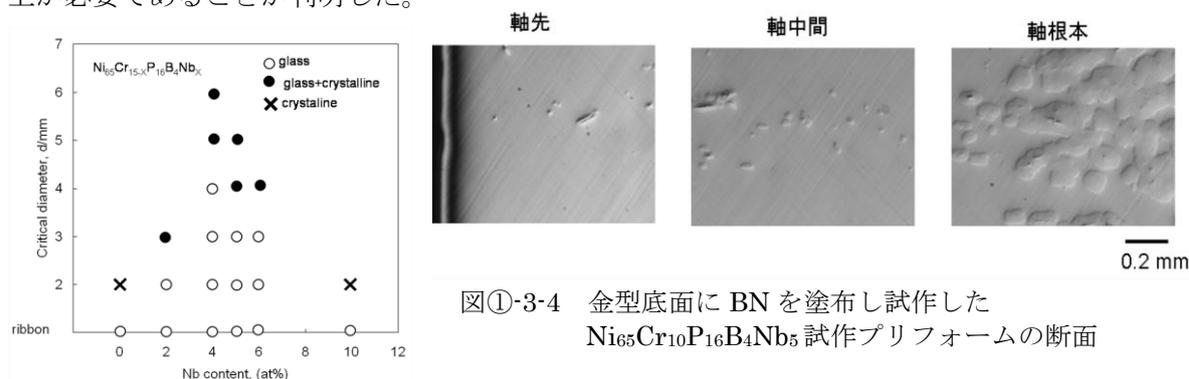
表①-3-1 $Zr_{56}Al_{16}Co_{28}$ 鋳造材の形状およびその部位と結晶粒径の関係

$Zr_{56}Al_{16}Co_{28}$	結晶粒径
M3プリフォーム軸部	約 $5\mu m$
M3プリフォーム軸・頭境界	約 $12\mu m$
金型鋳造4mmφ中心	約 $15\mu m$
金型鋳造3mmφ中心	約 $10\mu m$

冷却速度になっていると考えられ、その冷却速度は、金型鑄造法の直径 3mm と 4mm の中間の冷却速度と同等であると想定される。以上のことから、金属ガラスプリフォームを作製するためには、金型鑄造法により 4mm 以上の金属ガラス単相の丸棒材を得られるガラス形成能が必要であることが判明した。

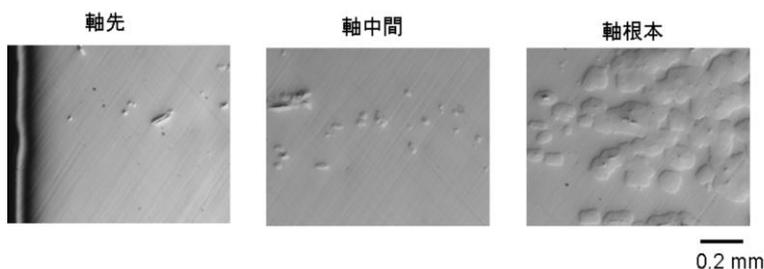
1-3-5 高耐食ねじの検討

高耐食ねじ用合金として選定した Ni-Cr-P-B-Nb 系合金は、図①-3-3 の $Ni_{65}Cr_{15-x}P_{16}B_4Nb_x(x=0\sim6)$ 金型鑄造材の組織と Nb 添加量との関係が示すように、Nb=4at%の組成で臨界ガラス化直径は 4 mm φ である。この Nb=4at%の組成を用いて溶湯加圧鑄造法によりプリフォームの作製を試みた。その結果、プリフォーム試作品の全体に結晶が析出し、ねじ頭から軸部先端付近まで結晶が成長しており、Zr55 合金と同様な条件では金属ガラスプリフォームを作製することができなかった。これは、溶湯落下直後の不要な冷却により結晶化した部分が軸部分に流入していることが予想されたため、金型底面に BN を塗布し、ぬれ性の改善を行った。BN 塗布後に作製したプリフォームの断面を図①-3-4 に示す。BN 塗布により結晶の析出が減少してはいるが、遊離した結晶または結晶核が軸中に飛び飛びに存在していた。以上の結果から、Ni-Cr-P-B-Nb 系合金では、ぬれ性の改善等ではガラス相単相のプリフォームを作製することができず、さらにガラス形成能の向上が必要であることが判明した。

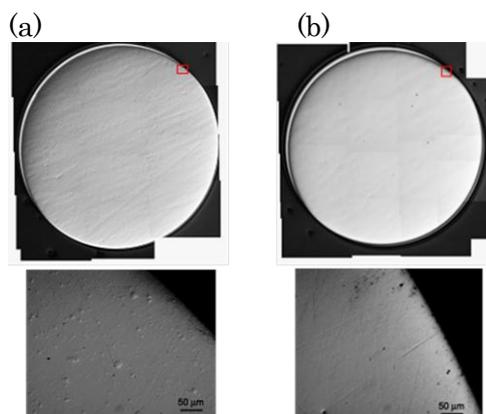


図①-3-3 $Ni_{65}Cr_{15-x}P_{16}B_4Nb_x$ 鑄造材の組織と Nb 添加量の関係

Pd 基金属ガラスでは、不均一核生成による結晶化を抑制する方法としてフラックス処理が行われている。そこで、Ni-Cr-P-B-Nb 金属ガラスにもフラックス処理による不均一核生成の抑制が可能であるか検討を行った。図①-3-5 に石英管中で溶湯の B_2O_3 によるフラックス処理を行った後に水焼入れを行った試料の断面(b)



図①-3-4 金型底面に BN を塗布し試作した $Ni_{65}Cr_{10}P_{16}B_4Nb_5$ 試作プリフォームの断面



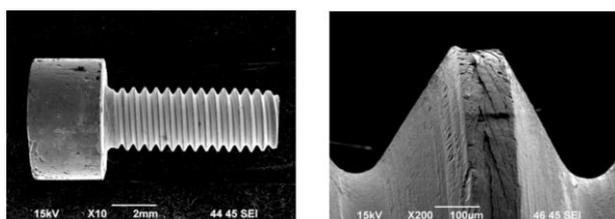
図①-3-5 直径 6 mm φ の $Ni_{65}Cr_{11}P_{16}B_4Nb_4$ 水焼入れ材断面 (a)水焼入れのみ(未フラックス処理)、(b)フラックス処理後水焼入れ

を示す。比較のためにフラックス処理をせずに水焼入れを行った試料(a)も併せて示す。直径 6 mm φ の水焼入れ材のその断面には、多くの結晶析出が認められるが、フラックス処理を行うことにより、結晶析出が抑制され金属ガラス単相の casting material となる。この結果より、Ni-Cr-P-B-Nb 系合金においても、フラックス処理が結晶の析出を抑制することが判明した。Ni 基金属ガラスの合金作製方法として、フラックス処理は有用な処理方法となると考えられる。

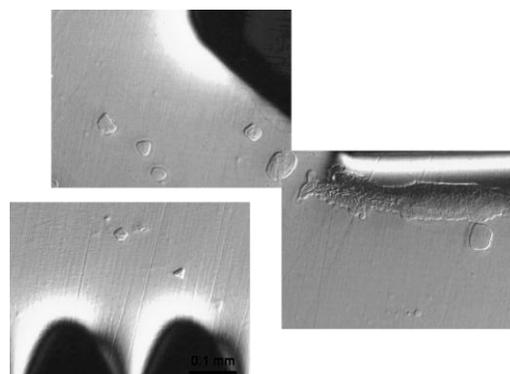
1-3-6 生体適用ねじの検討

1-3-2 の合金系の選択に基づいて、TiZrCuPdCo 系金属ガラスについて、溶湯加圧 casting により「ねじプリフォーム」の作製を試みた。図①-3-6 に M3 ねじプリフォームから転造加工を行った後の外観を示す。Zr 基金属ガラスと同様な作製条件および加工条件により生体適用 Ti 基金属ガラスねじが作製できることができた。しかし、図①-3-7 のプリフォーム断面の光学顕微鏡による微分干渉像に示すように、その断面には結晶が成長しており、ガラス相単相のプリフォームが作製できていないことが分かった。本組成を金型 casting 法で棒材を試作したところ、直径 2mm φ が最大径の金属ガラスであったことから、冷却速度が最も低くなる軸根本での結晶析出を回避することができず、新たな合金系の検討が必要なが分かった。

そこで、Ti-Zr-Cu-Sn の 4 元合金でも金属ガラスが報告されていることを元に Sn の添加を試みた。その結果、Ti 基金属への Sn の添加は急激にガラス形成能を向上させることが判明している。さらに、Cu がインプラント材料としては有害元素と認識されていることが判明したため、Zr-Co をベースとした合金系の探索を行い、金型 casting で 5 mm 以上の金属ガラス単相のバルク材が得られる組成を見出した。



図①-3-6 TiZrCuPdCo 系金属ガラスねじ



図①-3-7 TiZrCuPdCo 系金属ガラスねじ試作プリフォームの断面

2 金属ガラスねじのプリフォームの高度化に関する研究開発

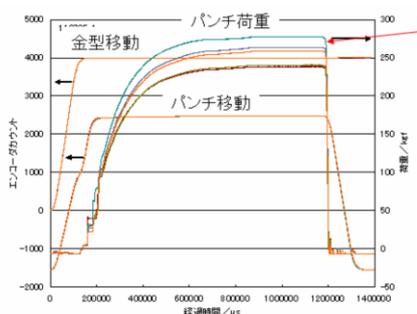
2-1 溶湯加圧 casting の高度化に関する研究開発（東北大学、株式会社丸エム製作所）

株式会社 BMG で作られた素材を、ねじ転造前のプリフォーム（中間形状）に成形する溶湯加圧 casting 工程の研究開発を行う。まず形状のみならず、内部のミクロの構造状態において、最適なプリフォーム成形を行えるように、現状の装置の計装化を行う。これにより、

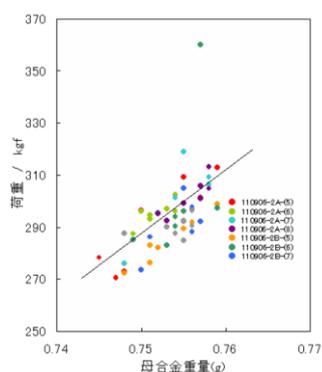
瞬間的に行われる溶湯加圧鑄造過程を明らかにして、加工パラメータの設定をより高度化して、有害な結晶化を防ぐ。さらに、その中で、特に重要となる金型の設計・製作に関する技術の高度化を進め、重力および加圧による湯流れについて研究から、連続生産のための金型の機構など、実践的な部分まで研究開発を行う。

2-1-1 現行溶湯加圧鑄造装置の改良と計装化

初年度は、現行の溶湯加圧鑄造装置について、上金型（パンチ部）の動作に関わる部品全てを高剛性の部品に取り替えた後、上金型（パンチ部）の上下方向動作と、下金型（ステージ）の水平方向動作をエンコーダ信号から計測し、上金型（パンチ部）の荷重も同時に計測することにより、各部の動きを把握できるシステムを導入した。図②-1-1 にプリフォーム作製時の加圧力計測の一例を示す。金型の設置状況等により荷重が高くなる場合があり、その金型は成形不良になりやすいという結果が得られていた。そこで、成形作業を行う前に加圧動作のみを行い、異常がある金型の分別を行うことで安定した圧力での成形を行うことが可能になった。図②-1-2 に金型を分別し、安定した圧力での成形を行った場合の、加圧力と合金重量との関係を示す。母合金重量の増加に伴い加圧力が増大しており、その相関は F 検定により 95%の有意性を有していることから、プリフォーム作製時の加圧力は安定しているといえる。



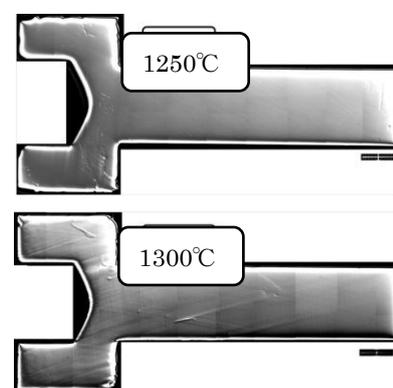
図②-1-1 プリフォーム作製時の加圧力の計測例



図②-1-2 プリフォーム成形時に加圧力と母合金重量の関係

2-1-2 新規溶湯加圧鑄造装置の作製条件検討

新規に製作した溶湯加圧鑄造装置について作製条件の検討を行った。新規導入溶湯加圧鑄造装置は、現有機と同様に高周波浮遊溶解により、コンタミネーションを防いでいる。しかし、浮遊状態が不安定であるため2色温度計による指示温度が不正確になり、目視による溶解温度とは毎回異なっていた。そのため、成形不良が続くという問題が生じていた。そこで、加熱コイルの再調整を行いつつ、目視による温度チェックと併せ、プリフォ



図②-1-3 新溶湯加圧鑄造装置の加熱コイル修正後のプリフォームの断面

ームの試作を続けた。図②-1-3 に高周波誘導浮遊溶解コイルの調整後に試作したプリフォームの断面を示す。鑄造温度が 1250℃の場合、座面や頭に湯流れ不良および若干の結晶が観察されるものの、軸部分は健全であり、温度条件が適正な鑄造温度に近い。一方、1300℃の場合は、頭、座面および軸に結晶が観察された。以上の結果から、高周波コイルの調整により溶湯の温度計測が正確になり、適正な温度で鑄造されつつあることが分かったが、鑄造温度以外の諸設定の調整が今後必要になっている。

2-2 粘性流動域を利用した金属ガラスの特性向上に関する研究開発（株式会社丸エム製作所、東北大学）

ねじなどの構造材を、振動による繰り返しの外力が発生する箇所に用いる場合、ゆるみとともに疲労強度が重要となる（4-2参照）。特に、ねじは、ねじ溝が存在するので、その形状の影響を受ける。そこで、疲労にとって致命的となる内部欠陥の消滅を目指して、粘性流動域を利用した改善方法を研究した。

内部のポロシティ（微小の巣）は、主に鑄造の際の流れの乱れから生じる。これを、製鋼における熱間加工による改善手法を、金属ガラスの粘性流動加工に適用することを試みている。

疲労において、もう一つの起点となるのが、結晶化した部分である。大きさ、形により、その影響は異なるが、これを改善することを2-1で推進している。特に、ガラス形成能力のやや劣る金属ガラスにおいては、この改善が非常に重要である。今後、生体適合性をもつ金属ガラスなどを成形するためには、金型、加工条件、合金の組成を含め、総合的な検討を行う必要があることが分かった。

2-3 溶湯加圧鑄造装置の開発・設計・製作（株式会社丸エム製作所、東北大学）

ねじのプリフォーム（最終形状の前の中間形状）を成形するために必要となる溶湯加圧鑄造の成形性の向上とリードタイムの短縮化のために、装置設計に関する研究開発を行い、装置を開発した。

溶湯加圧鑄造の設計の基本方針として、

- 1) 100%非晶質（アモルファス）のプリフォームを製作できる。
- 2) 表面酸化層の巻き込みによる欠陥、結晶化を防止するため、真空中で行う。
- 3) 真空中に、自動供給の装置を組み込み、また、正確なロックアウト機構で、1回の真空引きで3000ヶ以上の連続加工が可能である。

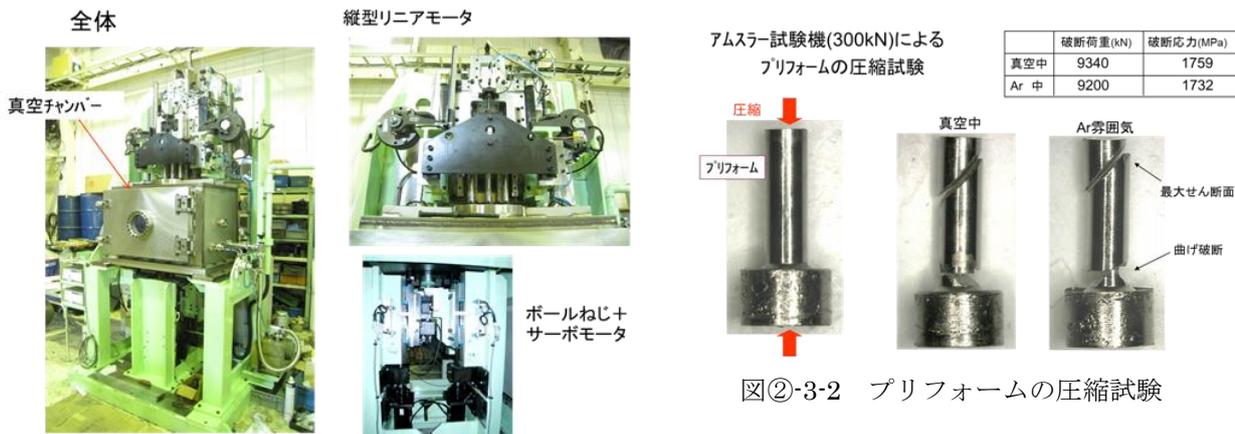
以上を軸に、装置の設計・製作を行った。さらに、流れを制御するには、非常に高速な動きが必要なので、

- 1) 応答性の高い温度計測と制御により、正確な加熱温度、時間、加熱冷却速度を管理できる。
- 2) 流れを制御するため、高速の金型速度制御が可能で、3軸の独立した軸を持たせた。

そのために、リニアモーターを用いた超高速制御を行う。

以下に設計された溶湯加圧装置の全体図を図②-3-1 に示す。

試験を行ったプリフォームの圧縮試験結果を図②-3-2 に示す。いずれも、無酸化雰囲気で行ったが、アルゴンガス中よりも真空中で溶湯加圧鋳造を行ったものの方がわずかに強度が高かった。破断の形態は、両社に差は認められなかった。



図②-3-1 溶湯加圧鋳造装置の外観

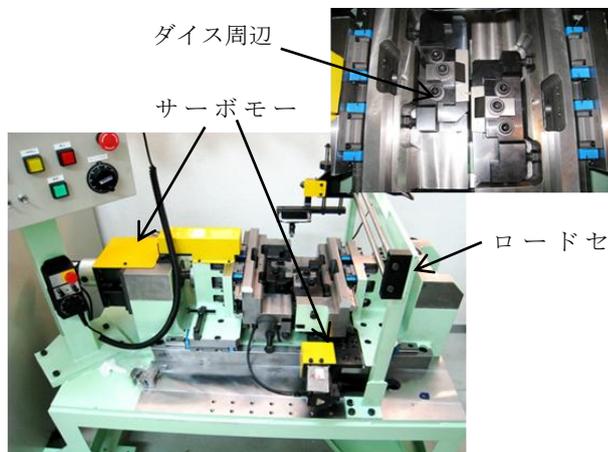
3 金属ガラスねじのねじ成形の高度化に関する研究開発

3-1 ねじの転造加工に関する研究開発 (株式会社丸エム製作所、東北大学)

ねじの成形にとって最も重要となるねじ部の転造加工について、ねじの信頼性の向上と特性改善のための基礎研究から、量産のための実践的な技術に関する開発を行った。そのために、新たにサーボモーターによる制御可能な電動化転造装置を開発し、計装化を同時に行って基礎データを収集した。また、加工中の応力状態を知るために有限要素法解析を導入し、温度・金型形状の影響を研究し、金属ガラスの塑性変形のメカニズムを求めた。

3-1-1 計装化転造装置による転造条件の設定

図③-1-1 に示す計装化転造装置において、転がりの方向をX軸、ダイスの間隙の方向をY軸とすると、X方向には独立した2つのボールねじが反対方向に同期して動き、また、Y方向は、独立したサーボモーターで駆動するので、アプローチ長さや角度を自由に設定できる。通常は、ダイスにこのアプローチ部分がすでに加工され、現場ではY軸方向を調整した後、ダイスのX軸方向の動きだけでねじを転造する。よって、アプローチ長さの変更は容易でない。今回、計装化転造装置を用いて、ねじがダイス間を転がる回数を5回に固定し、アプローチ



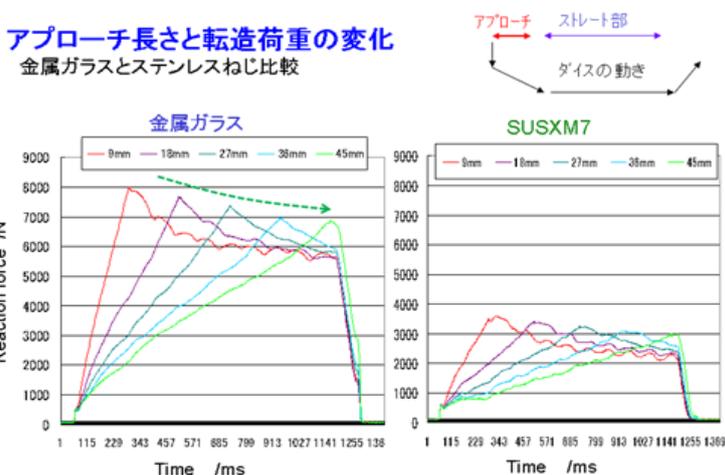
図③-1-1 計装化された電動化転造装置

長さを一回転分の長さの整数倍に設定して転造を行った。比較のために、SUSXM7についても同様に試験を行った。

図③-1-2 に、横軸を時間、縦軸を転造荷重（圧縮荷重）とした結果を示す。アプローチ長さを長くすると、徐々にダイスに近づくので、時間当たりの加工度が減少する。これは、転造荷重の変化にも現れ、アプローチが長いほど、最大転造荷重が減少している。これは、荷重は異なるが、BMG と SUSXM7 のねじは同様の傾向を示す。

形状への影響では、アプローチを短くして一気に深く加工すると、真円度が悪くなることがわかった。この傾向は、SUSXM7 よりも、金属ガラスの方が顕著であった。逆にアプローチを長くすると、同じ最終ダイス間隙距離でも、ねじ外径が小さくなる。これは、軸方向のひずみが増加したためである。

金属ガラスにおいては、最低、2回転分の転がり長さをアプローチとすることが好ましい。また、真円度を向上させるためには、荷重が安定する2回転以上のストレート部が必要となるのが分かる。今回のねじは、2回転分のアプローチ長さ、2回転分の転がり長さが必要であるから、最小転がり回数は4回転、すなわち $3 \times \pi \times 4 \div 40 \text{ mm}$ で、ストレート部の余裕を見て、5回転 $\div 50 \text{ mm}$ 以上の転造長さが必要となる。



図③-1-2 アプローチ長さと加工中の転造荷重の変

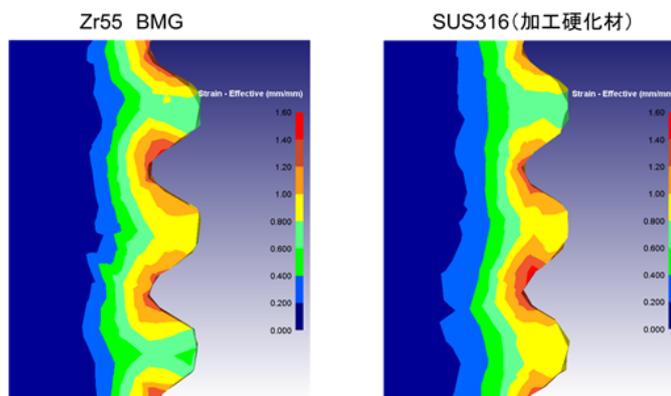
3-1-2 有限要素法解析コードの導入

転造加工のダイスおよび加工条件を理論的に最適化するために、3次元の弾塑性、および剛塑性解析の可能な有限要素法解析コード（DEFORM-3D）を導入した。

数多く行った転造解析において、金属ガラスのような加工硬化を示さない材質（ $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$ ）と、ステンレス（SUS316）のような加工硬化を生じる材料でどのような違いが生じるかについて調べた結果を報告する。要素はテトラ要素とし、要素数は45000で、表面付近を細かいメッシュに設定した。金属ガラスをヤング率90GPa、変形抵抗を1800MPaの弾完全塑性体とし、ステンレスをヤング率190GPaで変形抵抗が500MPaから加工硬化する弾塑性体として計算を行った。今回は、温度との連成は考慮せずに、一定温度（室温）での加工としている。金型は剛体とし、摩擦係数は0.2とした。図③-1-3 に、相当ひずみにおける両者の違いを示す。これらより、 $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$ においては、ひずみは表面近くに集中しているのに対し、SUS316 では、比較的内部までひずみが発生しているのが分かる。これにより、転造加工において、金属

ガラスはねじの山に材料が流れやすいのに対し、通常のスแตนレス材ではねじの軸方向に伸びることが予想される。これは、転造条件を設定するとき非常に重要な特性であり、加工条件および金型の形状に影響を及ぼすと考えられる。また、このひずみ領域あるいは勾配は、成形後のねじの特性や残留応力に影響を与えると考えられる。

転造解析： 同ステップにおける**相当ひずみ**の比較



図③-1-3 加工後の相当応力分布の比較



3-2 マイクロねじの転造加工に関する研究開発（株式会社丸エム製作所、東北大学）

金属ガラスの特長が、最も活かされる小型の分野、特に M1 以下のマイクロねじへの適用を行う。

まず、その試作のために、プリフォームを作る装置と転造するための装置を製作した。プリフォームの軸径は小さいだけでなく、寸法精度も厳しいため、従来の溶湯加圧鋳造で可能な範囲は限られている。そこで、新しい手法を含め、マイクロねじ用プリフォームに適した方法を試作している。転造においては、加工力は小さいが、金属ガラスは通常のスチールにくらべ変形抵抗が非常に高いため剛性が要求される。こうした課題を解決しながら、試作を行っている。

4 金属ガラスねじの評価に関する研究開発

4-1 金属ガラスプリフォームおよびねじの特性評価（東北大学）

東北大学により、X線や電子顕微鏡を用いて、各工程における金属ガラスの内部のミクロ組織評価を行い、結果をフィードバックして、各技術の高度化を行う。また、変形時の特性と製品の特性の基礎的な評価も合わせて行い、加工条件の最適化を行う。

4-1-1 ねじの組織および欠陥の観察方法

金属ガラスねじの健全性を評価する手法として、内部の空孔などの欠陥を検査には透過 X

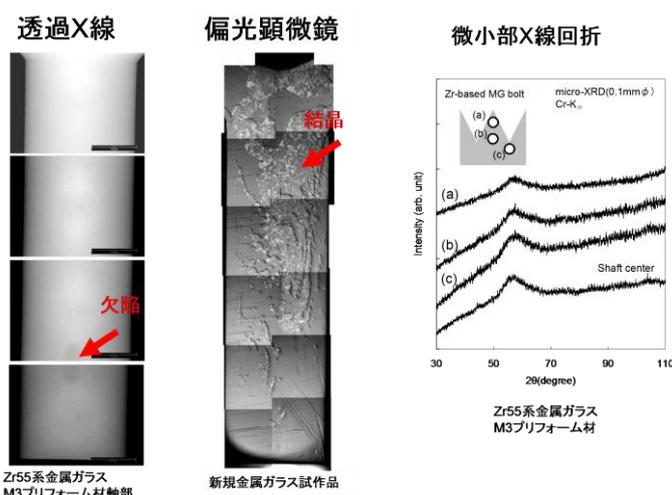
線による無破壊検査を試みた。また、結晶析出の部分を知る手段として、偏光顕微鏡を用いた断面観察を試みた。結晶相の同定は通常の広角ゴニオを用いた X 線回折法を用いるが、さらにネジ切り部などの重要でありかつ微小部分の結晶の有無を検査する方法として微小部 X 線回折を試みた。これらの観察結果を図④-1-1 に示す。いずれの観察および検査方法でもプリフォームやねじの観察および検査が可能であることが判明した。

4-1-2 透過 X 線観察による欠陥検査

透過 X 線観察装置により、1 ショットでねじ全体を撮影した結果、直径 0.5mm の欠陥は容易に判別可能であり、断面観察との結果と比較し、欠陥の場所やサイズも正確に測定できることが判明した。さらに、撮影条件を最適化することにより、透過 X 線により直径 0.1mm 程度の空孔は検査が可能であることが判明している。1 ショットの撮影は約 4 秒であり、試作品程度であれば全数検査が可能である。そこで、Zr 基金属ガラスプリフォーム材について、空孔の発生の状況調査のために、作製するプリフォームの全数検査を試みた。

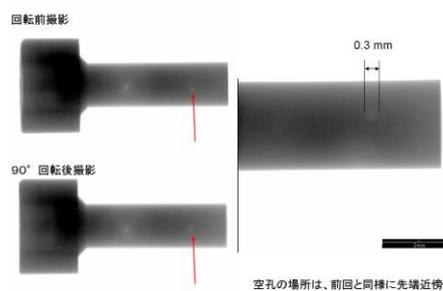
全数検査用に観察ジグを作製し、観察ジグ上にねじを整列させ透過 X 線観察装置に設置した後は、位置合わせ、撮影および

画像保存のそれぞれ 1 ボタンの半自動操作により検査を行った。勿論、位置記録を行うことにより全自動撮影も可能である。観察の結果、観察した 61 個のプリフォーム試料のうち、孔が観察された試料は 1 個のみであり、当初懸念されていた casting 時に生じる孔の生成は非常に少ない状態であることが分かった。孔が観察された 1 個の試料について、さらに拡大し孔の位置および形状を観察した。空孔が確認されたプリフォーム



図④-1-1 プリフォームおよびねじの各種観察方法

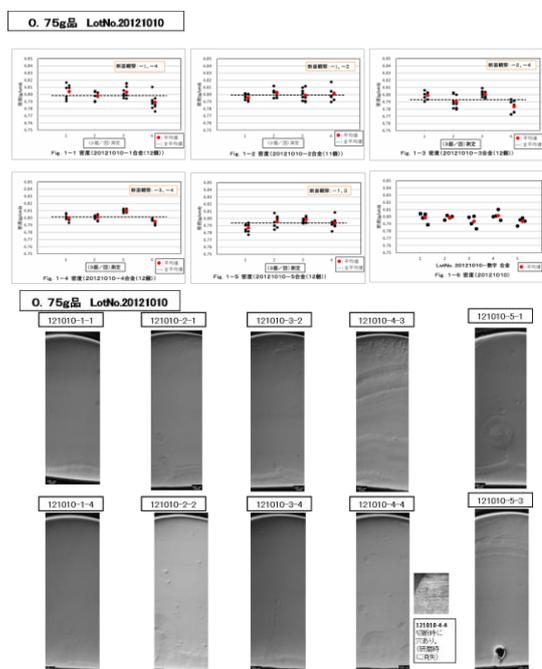
の詳細について図④-1-2 に示す。軸先端から 1.5mm 程度の位置に約 0.3mm φ の孔が生じていることが確認され、観察角度の変更も行うことで、孔の位置は軸中心近傍であることが分かった。先端から 1.5mm 程度の位置は、これまでの試験から充填不良が生じやすいことが分かっており、今後も同様な位置で空孔の発生が続く場合、充填速度等による空孔の発生率を減らす検討が必要になると考えられる。



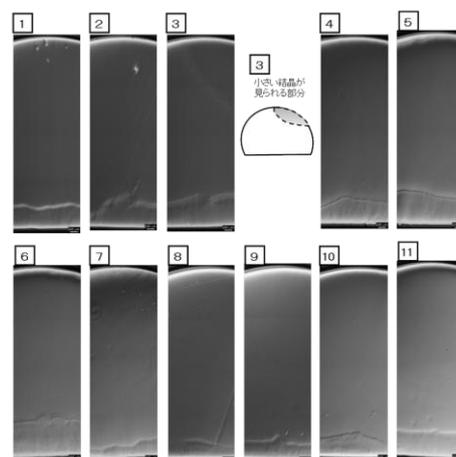
図④-1-2 空孔が確認されたプリフォームの孔位置

4-1-3 Zr 基金属ガラスペレットの断面評価

Zr 基金属ガラスペレットの状態、Zr 基金属ガラスプリフォームの延性が異なるという実験結果を踏まえて、株式会社 BMG により作製したペレットは、全数密度検査を行い、その結果をフィードバックし、サポートを行った。図④-1-3 は、不良合金が続いた後のロットでの密度測定結果および断面観察結果である。空隙も観察されており、密度も 6.80Mg/m^3 の高めの値を示している。特に、ペレット全体が結晶を生じているロットもあり、ロット間で作製状況が不安定であることが示唆された。不良合金が多発した状況を鑑みて、東北大学の技術補佐員が株式会社 BMG に出向きペレットを作製した（自主事業）。ペレットの断面を図④-1-4 に示す。図に示すように空孔などは生じず、1 個だけ欠陥が認められただけであった。今後、装置および作製プロセス作業を見直すことにより、さらに改善が可能であると思われる。



図④-1-3 不良合金が続いた次のロットの Zr 基金属ガラスペレットの評価結果



図④-1-4 株式会社 BMG 所有装置を用いて、東北大学技術補佐員によりペレット作製した結果

4-2 ねじの単体および締結体評価

ねじに必要な機械特性（強度、ねじり強度、クリープ、疲労強度）、および耐食性を試験し、その特性を評価した。このように、ねじ単体での試験と締結状態での試験に分けて行い、それぞれの特性を明らかにし、締結において重要となる要素を抽出して、素材および成形工程にフィードバックすることとした。尚、本節で使われる BMG ボルトはすべてジルコニウム基金属ガラス ($\text{Zr}_{55}\text{Cu}_{30}\text{Al}_{10}\text{Ni}_5$) としている。

4-2-1 引張り試験、および圧縮試験

転造 BMG ボルトの引張り特徴を評価するために、同じ形状・大きさの M3 の切削 BMG ガラスボルトおよび市販の高抗張力ボルト準備し比較評価した。図④-2-1 より、BMG ボルトは、最大の引張り破断強度を示し、ねじの有効断面積で除した強度は 1580MPa となった。これは、切削 BMG ボルトのおよそ 15% 高く、高抗張力ボルト (SCM435) より 25% 高い。また、転造 BMG ボルトを用いて引張り試験を行うと、非線形部が現れる。これは、塑性ひずみが現れることを示すもので、同じ金属ガラスを切削で製作したボルトには現れない現象である。この転造の影響は、圧縮試験にも現れ、プリフォームでは生じない塑性ひずみが、転造したボルトでは現れる。

これを詳しく見るために、荷重の負荷・除荷・再負荷による挙動を調べた。結果を図④-2-2 に示す。典型的なスチールボルトである SCM435 では、素材自身に加工硬化の性質があるため、これがボルトにも現れる。一方、金属ガラスは、素材自身は加工硬化の特性を持たないにもかかわらず、ボルトには加工硬化型の弾塑性挙動の特性が現れる。

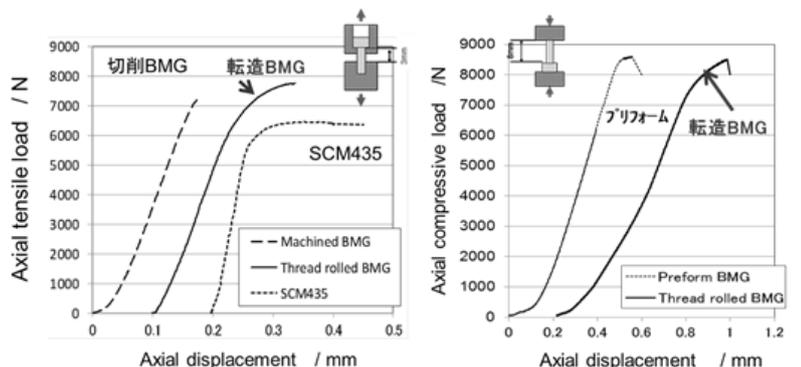
この理由を明らかにするために、いくつかのアプローチを行った。一つは、この現象を加工による塑性変形部の軟化の影響と考え、

これを変形抵抗の減少に置きかえて有限要素法解析による検証を試みた。

しかし、この方法では、図④-2-2 の挙動を十分に説明することができず、軟化のみの影響でないことが分かった。

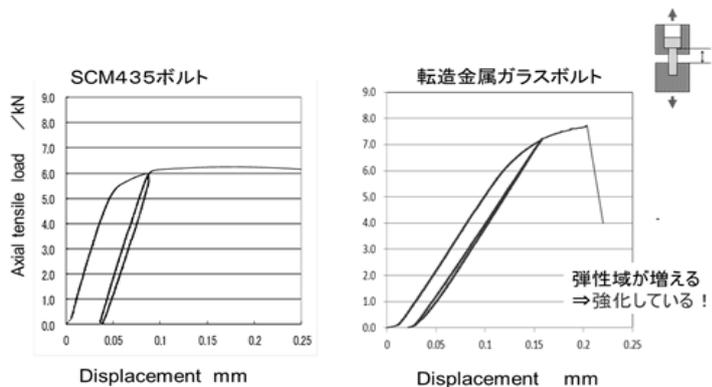
さまざまな文献を調

査する中、スチールの伸線材に現れる挙動がこれに近いことを突き止めた。すなわち、冷間加工によるマクロ残留応力が大きく影響することが分かった。



切削金属ガラスボルト、転造金属ガラスボルト、および高抗張力ボルト(SCM435)の引張り試験。 転造金属ガラスボルトとプリフォームの圧縮試験

図④-2-1 ボルトの引張りおよび圧縮試験 (比較)

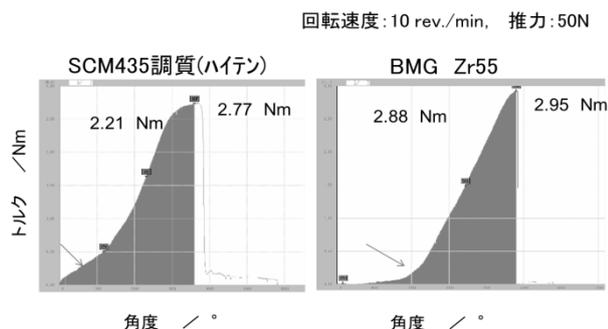


図④-2-2 ボルトの負荷・除荷・再負荷試験 (比較)

4-2-2 ねじり強度試験

引張り特性と同様に、ボルトにとって重要なねじり強度について試験を行った。試験機は、トルクアナライザー（ベクトリックス）を用いて行った。回転速度は、10回/分とし、ねじを固定するための推力を50Nとして試験を行った。

図④-2-3に、横軸をねじり角度、縦軸をトルクとした試験結果を示す。比較のために、SCM435ボルトの結果を合わせ



図④-2-3 ボルトのねじり破断試験（比較）

て示している。SCM435ボルトでは、スタートからトルクが上昇し、直線領域を通った後、上に凸を示した後破断する。この凸形状は、ねじが表面から降伏したことを示しており、その時のトルクは2.21Nmを示している。金属ガラスでは、直線領域が長く、凸領域は小さく、降伏後すぐに破断したことを示している。ただし、わずかに凸部は存在し、ねじの外周で塑性変形が生じることが示されている。ねじれの降伏点は、2.88NmでSCM435よりも高くなっている。また、ねじり破断荷重は、SCM435では2.77Nmに対し、BMGでは2.95Nmと、やはりBMGの方が高くなっている。

4-2-3 ボルトの締め付け試験

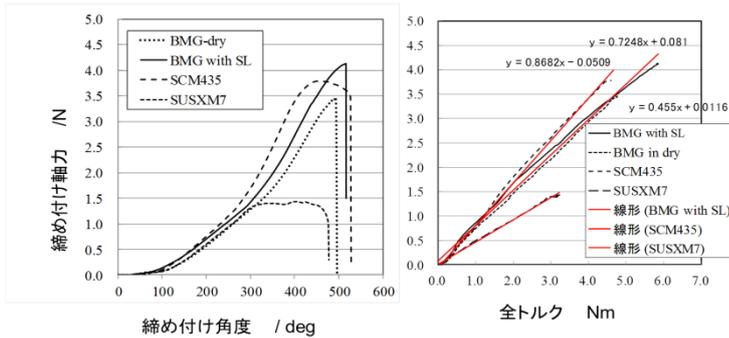
ねじの締め付けにおいては、ねじりと引張りが重畳される。締結において重要になるこの特性を調べるために、ねじ締め付け試験機（日本計測システム株式会社製）を用いて、金属ガラス(BMG)ボルトとSCM435調質(ハイテンション)ボルトと比較試験を行った。サイズはM3×8の六角穴付キャップボルトで、取り付けジグを作製して、締め付けトルク、軸力、ねじ部のトルク、座面トルクを測定した。

図④-2-4(1)に、回転角—締め付けトルクと軸力の変化を、図④-2-4(2)に締め付けトルク—軸力の関係を示す。図④-2-4(1)より、締め付けトルクも軸力も、SCM435ボルトでは凸形の降伏現象を示し塑性変形を起こすのに対し、転造BMGボルトにおいては、直線的で塑性変形域は小さい。到達軸力はほぼ同じであるが、金属ガラスの方がやや高くなっている。

図④-2-4(2)より、締め付けトルクと軸力は、転造BMGボルト、SCM435ボルト共に、ほぼリニアな関係にあることが分かる。

尚、図中には示されていないが、締め付けトルクに対する座面トルクの割合は、SCM435ボルトがほぼ一定なのに対し、転造BMGボルトでは、徐々に低下していく。これは、座面でのなじみがよく、緩やかに全体が接触していくためと考えられる。

図④-2-5に、試験片の座面に現れる接触痕を示す。SCM435およびSUSXM7ボルトが局部的に接触痕が生成しているのに対し、転造BMGボルトでは比較的面积が大きく、均一な滑り痕がみられる。これは、金属ガラスねじのゆるみ難さにも貢献するものと期待される。



(1) (2)
図④-2-4 ボルトの締め付け試験結果

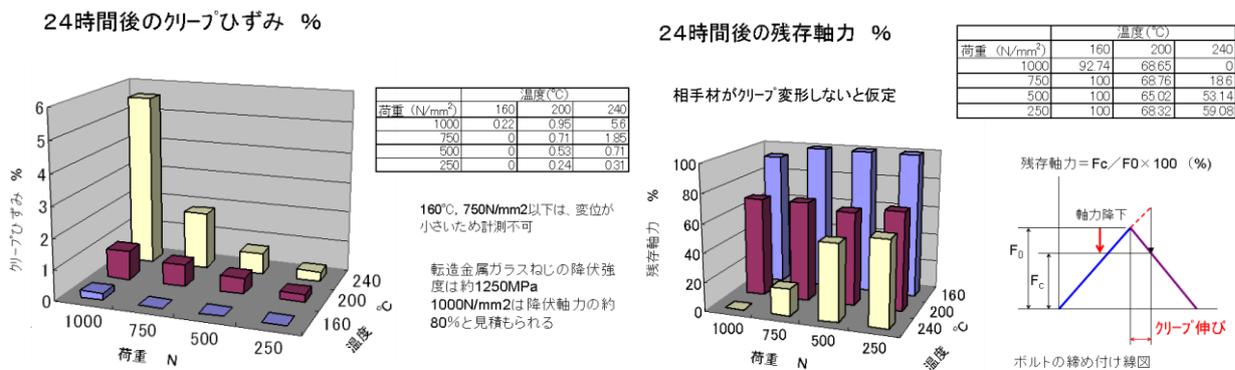


図④-2-5 ボルトの締め付け試験後の被締結材座面の外観

4-2-4 ボルトのクリープ試験

ねじの耐熱性は、室温における金属ガラスボルトの安定性の目安にもなるので非常に重要となる。ここでは、ボルトの単体のクリープひずみの変化を、通常のクリープ試験機にボルトの座面とねじで固定するジグを作り試験を行った。条件は、転造BMGボルトの室温の降伏応力の90%に相当する $1000\text{N}/\text{mm}^2$ を最大荷重として、その25%、50%、75%で試験を行った。試験温度は、 160°C 、 200°C 、 240°C としている。

それぞれのボルトの伸びの時間変化を求め、24時間後の伸びを用いてクリープひずみとした。この結果を図④-2-6に示す。 160°C では、 1000MPa を除いて、クリープひずみは確認されていない。上記の結果を踏まえ、被締結材がクリープ変形を生じないと仮定した時の24時間後の保持軸力を図④-2-7に示す。65%を保持力の下限とすると今回のZr基金属ガラスボルトの使用温度は、 200°C 以下であることが分かった。



図④-2-6 クリープひずみ試験

図④-2-7 残存軸力の推定

4-2-5 ボルトの疲労試験

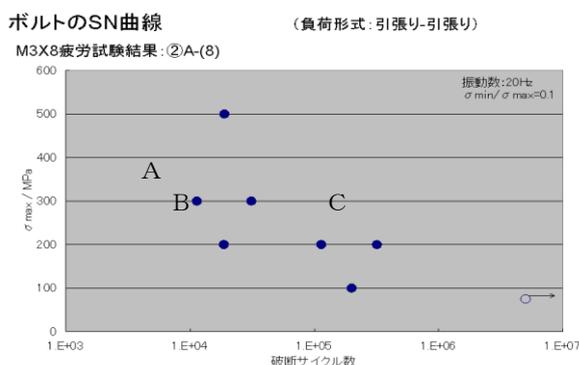
ボルトの疲労試験は、JISの推奨試験方法の引張り-引張りの試験法のうち、下限の荷重を上限の10%としたものを用いた。加振器は、動的物理試験機(サポパルサ)とし、ジグは引張り試験と同様のものを用いて、正弦波による荷重制御で行った。周波数は、 20Hz とし、破断するまでの回数を求めた。

図④-2-8に、同じ素材ロッド(②A-(8))による転造金属ガラスボルトのSN線図を示す。右下がりの傾向はみられるが非常にばらつきが大きい。 80MPa において、500万回でも破

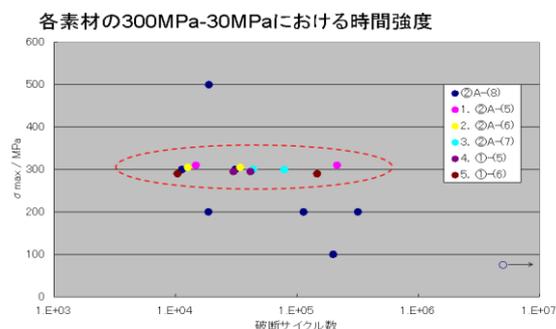
損しなかったため、疲労限は存在するものと考えられる。破損の原因は、ほとんどが比較的大きい不純物であり、溶湯加圧鋳造の際に巻き込み等で発生した欠陥と考えられる。

図④-2-9 に、300MPa において数種類のロットの転造金属ガラスボルトを用いて、時間強度を試験した結果を示す。同様にばらつきが大きく、1万～30万回の範囲でばらついている。図④-2-10 に、破損サンプルの断面の観察結果を示す。寿命の短いものは、起点に結晶化部、およびポロシティを持つことが分かる。破面には、明確なストライエーションとベインパターンが見られ、起点は分かりやすい。

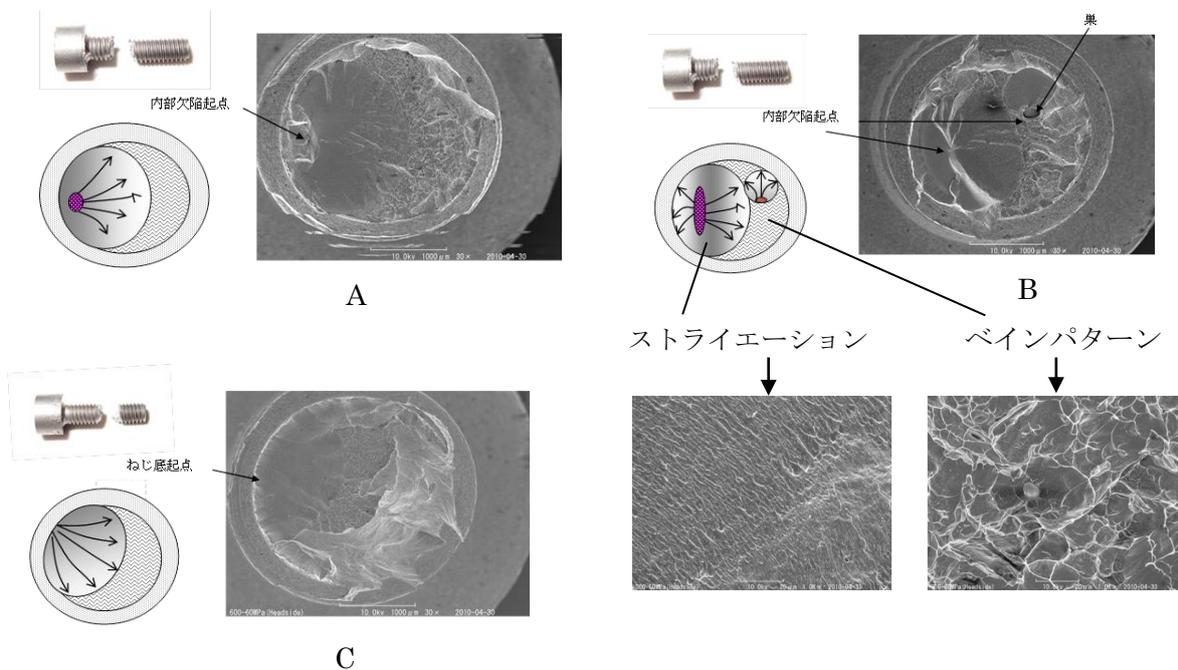
まず、素材の純度を向上させ、不純物の偏析やこれによる結晶化を防ぐ必要があると考えられる。その上で再度、疲労・時間強度試験を行う予定である。



図④-2-8 金属ガラスボルトのSN線図



図④-2-9 300MPaにおける時間強度



図④-2-10 転造 BMG ボルトの疲労試験後の破面(頭側)、A, B, Cは、図④-2-4 中の条件に対応。明確なストライエーションと破断時のベインパターンが見られる

4-3 ねじのゆるみ評価

機械特性と共に、今回の最重要評価項目である「ねじのゆるみ」に関する評価について、実験装置の考案から素材の表面に関する（トライボロジー）評価まで行う。ねじの戻り回転ゆるみには、軸方向繰返し変位ゆるみ、軸垂直方向変位ゆるみがあるが、後者が有力な評価方向と見られている。

図④-3-1 に、製作した軸力に垂直方向の繰返し変位によるゆるみ試験用のジグの側面図を示す。ロードセルとなる部分にひずみゲージを取り付けた後、M8 ボルトにひずみゲージをつけ、軸力とロードセル荷重との整合性をとった。ジグは、加振器となる動的物理試験機に取り付けられ、所定の繰返し変位を与えた。繰返し変位の波形は、図中のように加速度が正弦波よりも大きい三角波とし、10 Hz で加振した。

金属ガラスボルトとしては、転造金属ガラスボルト、およびこれに焼き付き防止用のコーティングを施した同ボルト、さらに比較用の SCM435 ボルトを用いた。

初期条件となる初期軸力は、SCM435 の降伏軸力の 75%、50%、25% (3150N, 2250N, 1350N) とし、この荷重に金属ガラスボルトも合わせた。また、振幅は、穴径を考慮し、干渉しない最大径 0.125 に、0.10, 0.075, 0.05mm の計 4 水準で行っている。

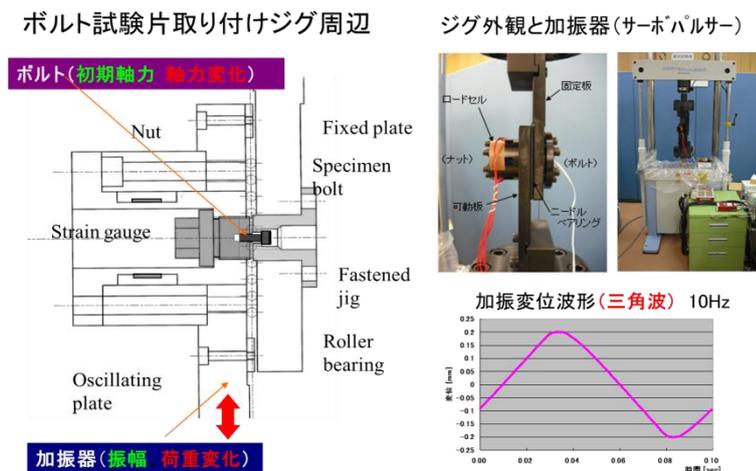
アウトプットとして得られるのは、軸力の変化と加振力の変化である。

尚、座面からナット上面までのグリップ長さは、4.5mm とし、座面はスチール (S45C) としている。

図④-3-2 にゆるみ試験結果を示す。この中に示

す○および×は、図中に示す判定基準によるもので、ゆるみを示す。このグラフに、山本賀勢の式に前節の摩擦係数を入れたものを直線で示し、ゆるまない範囲を薄いグレーで示した。実験結果と非常によい一致をすることが分かる。尚、金属ガラスにおいて、上記の式の重要な係数である k を 2 種類与えている。 k を大きくしたもののほうが、実験結果と合うことが分かる。 k は、片持ち梁の傾きを表すが、従来の値は、スチールを対象としたものであり、金属ガラスの場合は、剛性を考慮する必要があると考えられる。

こうして、山本・賀勢の式を有効に使うことにより、締め付けトルクを設定できることが分かる。尚、図中にあるように、右の斜線部はボルトの特性からくる軸力の範囲であり、上部の斜線部は、ボルトと穴のクリアランスに相当する。金属ガラスボルトは、ゆるまな



図④-3-1 ボルトのゆるみ試験方法

い範囲が非常に広く、金属ガラスボルトの S_{cr} (臨界繰返し変位) は SCM435 ボルトの 2 倍以上の値を有する。

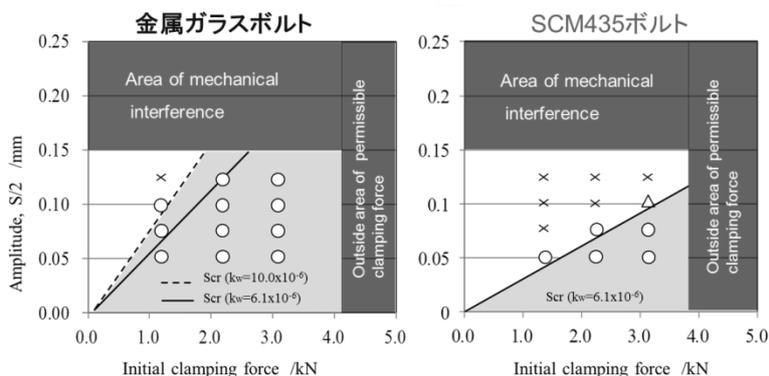
試験結果、理論式、締結可能範囲

ボルト回転ゆるみの限界の評価式 (山本・賀勢 1977)

判定基準	
繰り返し変位3000回後、初期軸力に対し、	
保持軸力が 70%以上	○ BMG with SL
50~70%	△
50%以下	×

$$S_{cr} = 2F_s \left[\mu_w I^2 \left(\frac{l}{3E_b I_p} + k_w \right) - \frac{m}{4} \cdot \frac{\mu_s}{\cos^2 \alpha} I \left(\frac{l}{2E_b I_p} + k_w \right) \right]$$

S_{cr} : 最大許容振幅
 F_s : 軸力, E_b : ボルトのヤング率,
 μ_w : 座面の摩擦係数, μ_s : ねじ部の摩擦係数
 l , I_p : ねじの長さと同断面2次モーメント



70

図④-3-2 金属ガラスボルトのゆるみ試験結果

第3章 全体総括

【3年間の研究開発成果と課題】

本プロジェクトの研究開発テーマは、金属ガラスによる締結ねじであるが、科学技術的な内容としては、世界で初めての本格的な「金属ガラスによる構造材／機械要素へ応用」という大きなテーマが背景にある。新しい素材が、構造材として使われるためには、信頼性の高い機械特性とともに、安定した製作が可能であること、また、事業ベースにのせるために、できるだけ安く生産することが要求される。

本プロジェクトでは、事業化に向けた研究開発として、これまでにない金属ガラス(アモルファス) という新しい素材による 1) 安定した品質維持のための工程の確立、 2) ねじの特性の評価を行い、その中で、品質を保証するための評価および検査方法を検討し、また、特性評価結果を素材や加工法にフィードバックすることで機械特性をさらに向上させることを行った。この3年間の研究開発で得られた成果と今後の課題について、以下にまとめる。

1 安定した品質維持のための工程の確立

1-1 ペレット(素材)の成形(サブテーマ①)

金属をどのように溶解し、合金を作るかという最も基本的な課題より取り組んだ。従

来の金属のように不用意にるつぼを使うことのできない金属ガラスでは、溶かし方、固め方に様々な制約が生じる。結果としては、ボタンアーク溶解によるものが良好で安定していることが、東北大学と株式会社BMGの研究で分かった。残された課題は、量産において、数をいかに上げるか、すなわち生産性の問題とコストの問題である。そのコストについては、無人で大量の生産が可能な自動機の開発が求められる。

コストにおいて、高い素材価格を抑えるための研究もなされた。純度を下げることで素材価格を低減することが可能か否かを判断するために、株式会社BMGにより提供された多くの合金を、実際にねじまで製作して特性の評価を行った。従来よりも純度を2%近く下げたものは、プリフォームまでは見かけ上は可能であったが、高い応力が生じる転造加工においては破壊が生じた。これは、ねじの内部に不純物に起因した結晶化が生じたためである。こうして、ねじに要求される素材自身の仕様が絞られた。一方、素材自身の価格の問題は残されている。

1-2 プリフォームの溶湯加圧鋳造加工（サブテーマ②）

プリフォームの成形については、株式会社丸エム製作所と東北大学の研究により大きな進歩を得た。従来の汎用試験装置で得られた問題点を改善し、また成形条件を引き継いで、量産性を評価できる試験機を製作した。特に、真空容器内に大量の無人生産の可能な供給装置を製作できたことで、コストの低減も可能となり、量産の目途がついた。出来上がったプリフォームの品質をいかに保証するかという検査方法に関する課題がある。加圧鋳造等はいえ、鋳造であるためポロシティなどの内部欠陥のレベルを判断する非破壊検査システムが、信頼性の高い生産においては必要となる。これについて、東北大学より、密度測定による方法が提案され、現在、検証を続けている。

また、プリフォームの品質と、素材であるボタン状のペレットの品質との関係も明らかになってきた。すなわち、プリフォーム成形時にはペレットを加熱するが、この加熱温度と保持時間に、ペレットの組織が影響することが分かった。こうした知見を踏まえた上での条件設定が重要になる。

1-3 ねじ転造加工（サブテーマ③）

ねじ部を成形する転造においては、金属ガラスの成形に適合させるために、これまでにない制御機構をもった転造装置を開発した。すなわち、駆動系を制御が容易なサーボモータで行い、ねじの径方向の変位（Y軸）を追加したことで、加工条件を自由に設定できるようになった。これにより、導入した有限要素法解析コードを活用しながら、素材の特性に応じた転造加工条件の最適化が行えるようになった。一つの成果として、中空材のねじ転造加工も可能となった。また、新しい転造装置では、加工中、ねじの中心が同じ位置にあるため成形が安定するとともに、転造荷重がトレースできるので、その変化をリアルタイムで分析することで品質保証システムとしても使用できる。

また、マイクロねじの開発において、超小型化した新しい転造装置を作り、加工の目処はつけることができた。しかし、前工程のプリフォーム成形が予想よりも困難であり、

現在も継続して取り組んでいる。マイクロねじは、金属ガラスの特性が、特に発揮できる製品であり、事業化における重要なアイテムになると考えられるので、是非、量産化の可能な工程を確立したい。

2 ねじの特性の評価（サブテーマ④）

製品特性評価では、株式会社丸エム製作所において、ボルトの単体の特性およびボルトの締結体の中での特性について様々な角度から評価し、従来のボルトと比較することで、金属ガラスボルトの特長を明らかにした。

2-1 ねじ単体の特性

金属ガラスボルトの単体の強度、破断トルクは、従来の高抗張力鋼にくらべて 20～30%高い。また、冷間の転造で成形した金属ガラスボルトは、じん性をもつことを見出し、その原因が加工による残留応力によるものであることを明らかにした。じん性は、ボルトにとって非常に重要な性質であり、信頼性のために不可欠な特性である。高い降伏比のリセス（ボルトの頭）と、高強度でじん性のあるねじ軸を有し、また、表面が圧縮応力であることは、繰り返し使用に耐える理想的なねじ特性といえる。

金属ガラスボルトの課題の一つは、温度の問題である。今回の試験では、Zr 基の金属ガラスは、200℃まで使用できることを示したが、長期の使用を考えた時、さらに長い時間軸（一年以上）での評価を行い、その特性を明らかにする。もう一つの課題は、応力下における腐食（SCC）に対する抵抗である。今回使用したジルコニウム基（ $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$ ）では、材料自身が水素吸蔵性を有する。こうした問題は、合金成分の一部変更を検討することで解決の方法を見出したいと考えている。

2-2 締結体中の特性

締め付けトルクも金属ガラスが最も高く、また、トルク係数も大きいので、トルク管理も容易であることが分かった。

また、当初から予想されたボルトのゆるみ難さについては、ゆるみ試験機からの開発から行い、その特長を明らかにした。金属ガラスボルトは、スチールボルトに比べ、許容最大振幅で、2倍以上ゆるみ難いことを明らかにした。さらに、従来の理論式によく合致することが分かり、金属ガラスの長所とともに、試験機の正当性も裏付けることができた。

【研究開発後の課題と事業化展開】

研究開発後の課題については、成果と合わせて前節で述べた。事業化に向けて、現在のこうした課題を 2013 年中に解決することを計画している。また、使用環境を限定するなどして、2013 年中に製品をまず世に問うことを計画している。そして、2015 年には、本格的な量産を目指している。

すでに始めているが、国内外の顧客訪問を行って、多くのアプリケーションを調査し、また、要望があればサンプル出荷を行って顧客評価を実施する。合わせて、特許につい

でも、追加出願を行って、権利範囲の強化を図っていきたい。

このプロジェクトの期間中に、いくつかの学会発表を行い、他の研究者から多くの意見をいただいた。こうした中、2011年度日本機械学会関西支部の技術賞、2012年度の大阪府知財顕彰におけるグランプリ受賞、また、紛体粉末冶金協会からの招待講演の依頼など、外部から高い評価をいただいた。こうした期待をいただく中、金属ガラスという日本発の新素材を用いて、初めての構造材を世界に向けていち早く事業化したいと考えている。