

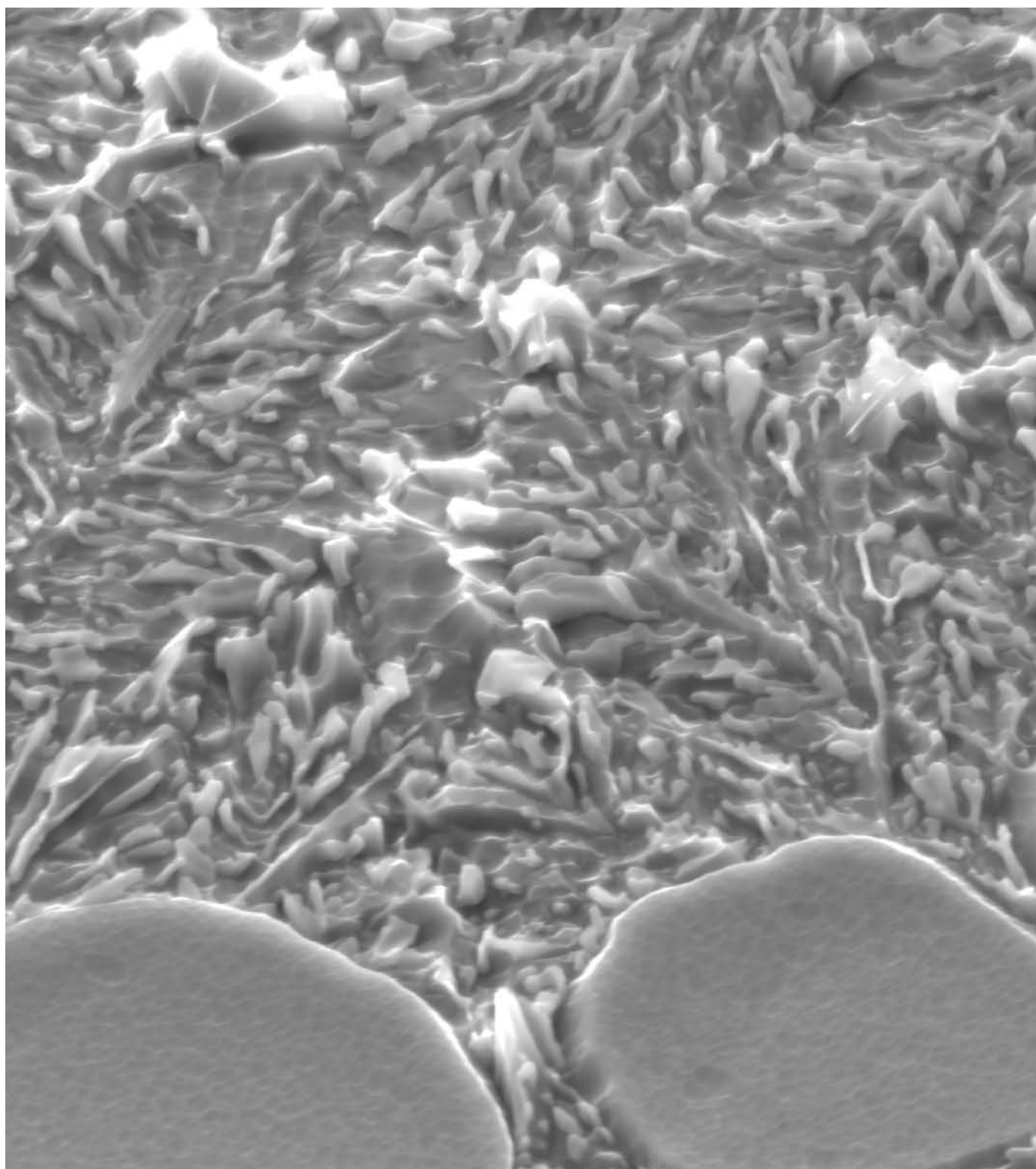
CODEN:HIKGE3
ISSN 0916-0930

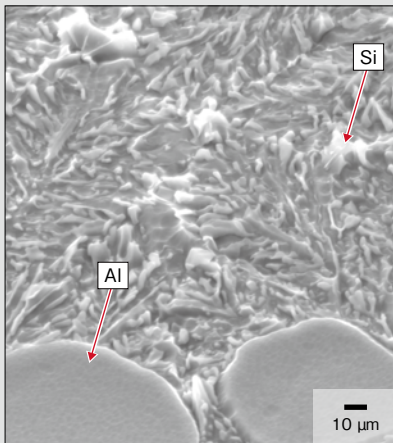
日立金属技報

2020

Vol.36

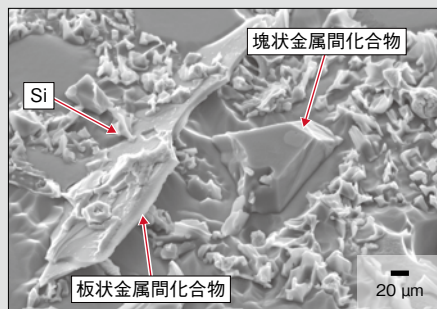
HITACHI METALS
TECHNICAL REVIEW





<表紙写真>

HALS-30D 材のディープエッチング組織
Deep-etched structure of HALS-30D



<補足図>

ADC12 材のディープエッチング組織
Deep-etched structure of ADC12

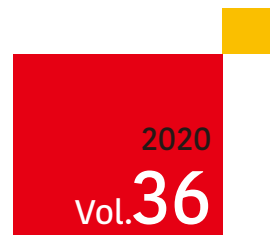
表紙写真説明

アルミニウムダイカスト合金 HALS-30D 材のディープエッチング組織 Deep-etched structure of Aluminum die casting alloy HALS-30D

表紙の SEM (Scanning Electron Microscope) 像は、乗用車のボディ・シャシー用のアルミニウムダイカスト合金 HALS-30D 材をディープエッチングしたマイクロ組織である。一般的なダイカスト材としてエンジンなどに用いられる JIS-ADC12 があるが、鉄等の不純物を比較的多く含むため、共晶 Si に対して粗大な板状・塊状の金属間化合物が生成され、上記部材に必要な延性が確保できない(補足図)。HALS-30D 材は、延性を確保するため、不純物量と合金元素の配合を見直した材料である。ADC12 に見られる金属間化合物が少なく、また、高真空ダイカスト法を組み合わせることにより熱処理が可能となり、延性と強度の両立ができる。

アルミニウム合金は、Alfred Wilm (独)による時効硬化現象の発見で構造用金属としての有用性が認められ、航空機をはじめさまざまな輸送機器に適用されている。良好な展延性を有し、鉄に比べ低融点でさまざまなプロセスによる加工が可能であるため、板、棒、断面押出をはじめ、鋳造、鍛造にも適した材料として、鉄鋼材料に次ぐ規模で生産されている。

2000 年頃から、温暖化ガス削減が注目されており、自動車においては、電動化や軽量化による燃費向上が行われている。その軽量化の手段として、アルミニウム合金の適用が有効であることは明らかであり、すでにエンジンやトランスミッション部材には非常に多くのアルミ材が使われている。今後は車体のアルミ材適用が今まで以上に加速すると考えられている。日立金属でも 2000 年代より高真空ダイカスト法による当該材料の生産を実施しており、市場とともに成長することを期待している。



日立金属技報

HITACHI METALS
TECHNICAL REVIEW

目次

巻頭言

Page 6 ~ 7

鑄鉄研究における協創 6
 早稲田大学名誉教授 中江 秀雄

論文

Page 8 ~ 57

Zr 含有接種剤による球状黒鉛鑄鉄の黒鉛粒数増加とオーステナイト相のデンドライト微細化 8
 山根 英也・川畑 将秀・中江 秀雄

タービンディスク用 Ni-Co 基超合金 TMW[®]-4M3 のミクロ組織制御 16
 小林 信一・伊達 正芳・大野 文博・長田 俊郎・川岸 京子・井 誠一郎・原田 広史

熱アシスト磁気記録媒体用スパッタリングターゲット材の開発 22
 矢ヶ部 秀隆・太田 元基・福岡 淳・齊藤 伸

次世代光センサー MPPC[®] と高速シンチレータの融合による革新的 X 線 CT への挑戦 28
 有元 誠・片岡 淳・寺澤 慎祐・塩田 諭

高周波スイッチングに適した新しい軟磁性材料と高電力密度車載充電器への適用 34
 萩原 和弘・西村 和則・三吉 康晴・山脇 大造・梅野 徹・Stefan Endres

多層押出技術を用いた鉄道車両向け細径 3 層被覆電線の開発 42
 加賀 雅文・藤本 憲一朗・梶原 稔尚

A High Quality Alloy718 Powder for Powder Bed Fusion Additive Manufacturing 48
 Yusaku Maruno・Kosuke Kuwabara・Wang Pan・Sun Chen-Nan・Au Ka Hing Candice・Sin Wai Jack・Aw Beng Loon・Tan Lye King・Nai Mui Ling Sharon

新製品紹介

Page 58 ~ 73

開閉速度可変型電動セグメントボールバルブ 58

フレキシブル基板対応高耐食 Mo 合金膜用ターゲット 59

60HRC 級プリハードン・ダイス鋼 60

自動車用超耐熱合金帯材 61

耐食性・耐土砂摩耗性に優れたクロム基合金 62

航空エンジン用 Ni 基合金大型鍛造部材 63

耐溶損性・耐食性 PVD コーティング 64

プレス金型用耐メッキ凝着性コーティング 65

ショットピーニングを利用した新表面処理 66

ディスプレイ端末用放熱クラッド材 67

高性能 Mn-Zn 系フェライト 68

窒化ケイ素 (Si₃N₄) 回路基板 69

クライオアンジュレータ 70

盤内配線用絶縁電線 71

鉄道車両用識別性向上細径化電線 72

ワイヤーマーク抑制 黄銅電極線 73

■日立金属グループ 2019年 主な技術受賞 74

■日立金属グループ 主な営業品目 76

INDEX

Foreword

Page 6 ~ 7

Co-Creation in Cast Iron Research	6
Hideo Nakae Professor Emeritus, Waseda University	

Articles

Page 8 ~ 57

Increase in Graphite Nodule Count and Refinement of Austenite Dendrites in Spheroidal Graphite Cast Iron with Addition of Zr Containing Inoculant ...	8
Hideya Yamane · Masahide Kawabata · Hideo Nakae	
Controlling of the Microstructure of Ni-Co Base TMW [®] -4M3 Alloys for Turbine Disc Applications	16
Shinichi Kobayashi · Masayoshi Date · Takehiro Ohno · Toshio Osada · Kyoko Kawagishi · Seiichiro Ii · Hiroshi Harada	
Sputtering Target Material for Heat Assisted Magnetic Recording Media	22
Hidetaka Yakabe · Motoki Ohta · Jun Fukuoka · Shin Saito	
Novel Photon-Counting CT Using MPPC [®] s and Fast Scintillators	28
Makoto Arimoto · Jun Kataoka · Shinsuke Terazawa · Satoshi Shiota	
New Soft Magnetic Materials for Higher Switching Frequencies and Their Application for High Power Density On Board Charger ...	34
Kazuhiro Hagiwara · Kazunori Nishimura · Yasuharu Miyoshi · Taizo Yamawaki · Tohru Umeno · Stefan Endres	
Development of Small-Diameter Three-Layer Coated Electric Wire for Trains Using Multilayer Co-Extrusion Technology ...	42
Masafumi Kaga · Kenichiro Fujimoto · Toshihisa Kajiwara	
A High Quality Alloy718 Powder for Powder Bed Fusion Additive Manufacturing	48
Yusaku Maruno · Kosuke Kuwabara · Wang Pan · Sun Chen-Nan · Au Ka Hing Candice · Sin Wai Jack · Aw Beng Loon · Tan Lye King · Nai Mui Ling Sharon	

New Products Guide

Page 58 ~ 73

Variable Speed Electric Motor Driven Segment Ball Valve	58
Target Materials for Mo Alloy Films of High-Corrosion Resistance for Flexible Substrate	59
60HRC Pre-Hardened Die Steel	60
Superalloy Sheet for Automobiles	61
Cr Based Alloy with High Corrosion and Wear Resistance	62
Large Ni-based Alloy Forged Products for Aircraft Engines	63
Erosion and Corrosion Resistant PVD Coating	64
Anti-Adhesion Coating for Stamping Dies in Plated Sheet Metal Processing	65
New Surface Treatment Using Shot Peening	66
Good Thermal Diffusion Clad Metals for Display Terminals	67
High-Performance Mn-Zn Ferrite	68
Silicon Nitride (Si ₃ N ₄) Substrate with Copper Circuit	69
Cryogenic Permanent Magnet Undulator	70
Insulated Wire for Switchboard Wiring	71
Small Diameter and Improved Identification Wire for Rolling Stock	72
Wire Mark Control and Reduction of EDM Brass Wire	73

■ Technical Awards 2019	74
■ Products of Hitachi Metals Group	76



鑄鉄研究における協創

Co-Creation in Cast Iron Research

昨今は研究開発の分野にもAIやIoT、或いは国際化、ビッグサイエンスなどの用語が飛び交うようになってきた。研究開発も個人の能力に依存する時代から、多くの専門分野の研究者の英知を集め、総力を挙げて問題を解決するという手法がとられる時代になっている。しかし、評論家のように一般論を述べても面白くないので、ここでは筆者の経験から鑄造分野の国際共同研究の失敗事例から生まれた結果を紹介して、巻頭言に代えさせていただくことにする。

この起りかは、2012年にEU側から鑄造分野でのレアアース削減に関する共同研究が木村鑄造所に提案されたことに始まった。EU側はアズテラン（スペインの鑄物研究所）が中心で、ケンプトン大学、ジョージフィッシャー、エルケムで構成されていた。日本側は木村鑄造所が中心で、日本側の責任者を筆者が担当し、共同研究を日立金属と他2社が加わり計4社で行うことをEU側に提案した。しかし紆余曲折の結果、この共同研究は実現には至らなかった。研究成果のノウハウの取り扱い方で合意ができなかったのであり、国際共同研究立ち上げの難しさを痛感させられた次第である。

その後2014年にEU側から再びこの共同研究の提案がなされ、スペインのビルバオでの国際鑄物会議の会場で、アズテランと木村鑄造所の間で打合せが持たれた。勿論のこと、筆者もそこに同席し

た。しかしこの時は日本側の研究費が認められず、この提案も実現には至らなかった。

このような経緯を踏まえて、このままでこの共同研究の火だねを消してしまうのは残念である、との意見が日本側の打ち合わせの席で出された。そこで日本側の4社により、2014年11月から『球状黒鉛鑄鉄の黒鉛粒数の増加』に関する研究会を発足させることが決まった。この共同研究会では、各社が積極的にデータを出すこと、一定の成果が出るまでは外部に公表しないことなどを取り決めた。そして、年に4～5回のペースで研究会を開催し、合計で18回の研究会を行った。そして2017年の年末には所定の成果を出すに至った。

これらの成果の一部は、2018年5月に日本鑄造工学会の春の大会にオーガナイズでセッションを組んで講演し、さらには特集号¹⁾に取りまとめた。そして、本誌の山根氏の「Zr含有接種剤による球状黒鉛鑄鉄の黒鉛粒数増加とオーステナイト相のデンドライト微細化」として報告されている。

鑄鉄が専門でない方々のために、少し詳細に球状黒鉛鑄鉄と、その黒鉛粒数の必要性に関して記述しておく。球状黒鉛鑄鉄とは、鑄鉄の黒鉛を球状にする技術で、1948年にイギリスでCe添加法が、そして1949年にはアメリカでMg添加法が相次いで報告された、全く新しい鑄鉄である²⁾。これにより、従来の片状黒鉛鑄鉄に比べて強度が3倍にも

なり、その強さが鋼に近づいた、画期的な鑄造材料である。

如何にこの発明成果が素晴らしかったかを示す資料に、飯高一郎監修の報告書が2冊^{3), 4)} がある。この研究は1950年に、文部省球状黒鉛鑄鐵研究班篇によって始められたことが飯高の序文に記されている。これらの研究は欧米での公表に遅れること僅か1年で開始されており、しかも、わが国を代表する鑄鐵の研究者39人が5年近くかかわっていたのである。まさに、国を挙げての大鑄鐵研究プロジェクトであったといえる。第二次世界大戦後の混乱した時代に、この様な大きなプロジェクトを立ち上げなければならなかったほど、球状黒鉛鑄鐵の発明は偉大であった。ちなみに、現在では鑄鐵鑄物生産量の40%を球状黒鉛鑄鐵が占めるようになっている。

如何にして黒鉛を球状化させるかの時代は終わり、現在の最大の研究課題は黒鉛粒数の増大に移っている。黒鉛粒数を増加させると、鑄造性が良くなることが知られているためである。しかし、その特効薬は見出されていない。この様な状況のもと、Zr添加による球状黒鉛粒数の著しい増加が共同研究で認められた。しかしながら、何故にZr添加が黒鉛粒数の増加に効果があるのかは不明であった。その原因として多数核生成したオーステナイトデンドライト（鈴木の云うデンドライトのmultiplication等軸晶⁵⁾）の二次枝間に球状黒鉛が晶出するという提案を筆者が行い⁶⁾、山根氏らがそれを実証・解明⁷⁾したのである。

これまでの核生成理論は結晶整合性によるものが主流で、デンドライトの二次枝間が核生成に寄与するとの報告を筆者は見たことがない。しかも、球状黒鉛の核生成に結晶整合性を持ち込むのは無理がある（これでは球に成長できない）と筆者は感じていた。そこで、デンドライト二次枝間への炭素の偏析による増加が、黒鉛の核生成に寄与しているのではないかと考えた次第である。一種の

核生成サイト説である。この筆者の推論が正しかったことを山根氏ら⁷⁾ が証明してくれた。

言葉で言うのは易しいが、鑄鐵の凝固はオーステナイトデンドライトで始まり、フェライトへの相変態があり、室温ではオーステナイトデンドライトの凝固組織は観察できない。そこで、試料を凝固途中から水冷・焼入れすることで、凝固時のデンドライトを残留オーステナイトとして室温にもたらし、これを電子線後方散乱回折（EBSD）により直接観察したのが山根氏らの研究⁷⁾ である。本誌にはこれらの成果を取りまとめた山根氏論文が掲載されている。このような事例から、鑄造分野に於いても、研究開発の協創が進むことを期待してやまない。

参考文献

- 1) 球状黒鉛鑄鐵における黒鉛粒数増加の新しいメカニズム, 鑄造工学特集号 91 (2019) 189
- 2) 鄭 想勲, 中江秀雄: 鑄造工学79 (2007) 605, 球状黒鉛鑄鐵の発明から今日まで
- 3) 飯高一郎監修: 球状黒鉛鑄鐵の研究, 文部省球状黒鉛鑄鐵研究班篇, 日刊工業新聞社, (1952)
- 4) 飯高一郎監修: 球状黒鉛鑄鐵の研究 (第二集), 文部省球状黒鉛鑄鐵研究班篇, 日刊工業新聞社, (1954)
- 5) 鈴木 章: 鉄と鋼 56 (1970) 1942, 鑄塊の組織
- 6) 中江秀雄, 五十嵐芳夫: 鑄造工学 91 (2019) 190
- 7) 山根英也, 川畑将秀, 趙 柏榮, 五十嵐芳夫, 中江秀雄: 鑄造工学 91 (2019) 208

Zr含有接種剤による球状黒鉛鑄鉄の黒鉛粒数増加とオーステナイト相のデンドライト微細化

Increase in Graphite Nodule Count and Refinement of Austenite Dendrites in Spheroidal Graphite Cast Iron with Addition of Zr Containing Inoculant

山根 英也*
Hideya Yamane

川畑 将秀*
Masahide Kawabata

中江 秀雄**
Hideo Nakae

本報告では球状黒鉛鑄鉄に及ぼすジルコニウム系接種剤の影響を調査した。ジルコニウム系接種剤を用いることで黒鉛粒数の増加が認められた。この黒鉛粒数の増加機構の解明のために凝固途中から水冷した球状黒鉛鑄鉄を電子線後方散乱回折により結晶粒解析した。その結果、ジルコニウムの効果は黒鉛の晶出核の増加によるものではなく、オーステナイト相のデンドライト微細化によるものであると考えられた。急冷温度 1,150°C以上において、オーステナイト相が直接観察できるのは、固溶した炭素がマルテンサイト変態開始温度を室温以下に低下させるためである。

The effect of a zirconium inoculant on the microstructure of spheroidal graphite cast iron was investigated. It was found that the addition of the zirconium inoculant generated a high graphite nodule density and refined the austenite dendritic structure. Electron backscatter diffraction was used to determine the mechanism of nodule formation in water-quenched samples. It was determined that the high nodule count was not due to nucleation of graphite but to refinement of the austenite dendritic structure. Direct and precise measurement of the austenite grain size was only possible when a quenching temperature of 1,150°C or higher was used. This is because the solubility of carbon in austenite increases with quenching temperature, bringing the martensite formation point below room temperature.

* 日立金属株式会社
金属材料事業本部
Advanced Metals Division,
Hitachi Metals, Ltd.

** 早稲田大学
Waseda University

● Key words : spheroidal graphite cast iron, Zr type inoculants, austenite (γ) dendrite
● Production Code : HNM®

● R&D Stage : Research

1. 緒言

中江らの報告¹⁾では、球状黒鉛鑄鉄における課題はいかに黒鉛を球状にするかから、黒鉛粒数をいかに増加、微細化させ、特性を向上させるかに変わってきている。球状黒鉛鑄鉄の黒鉛微細化による疲労強度の強化²⁾や黒鉛粒数の増加によるチル・内部引け巣の不良低減効果³⁾等の数々の利点が知られている。球状黒鉛鑄鉄の黒鉛粒数を増加させる方法として、溶湯にFe-Si系合金等を添加して溶湯改質を行う接種が一般的に行われている。接種で使用される接種剤はさまざまなものを使用されており、Al, Ca, Sr, Ba, Ce, La, Zr, Bi等の元素を、単独でまたは複数含有するFe-Si系合金が多く用いられている^{4), 5)}。これらの接種剤を用いて接種することで、黒鉛粒数は増加するが、その黒鉛粒数の増加のメカニズムは十分に明らかになっていない。日立金属においては、球状黒鉛鑄鉄における黒鉛の晶出核物質の調査やそれに基づく黒鉛球状化理論の詳細な研究はなされたが⁶⁾、接種についての詳細な研究はなされていない。そこで、中江と共同で接種に対する知見を深め、球状黒鉛鑄鉄の機

能向上策や不良対策の発案に役立てることを目的として、接種剤に含有する成分の検討をした結果、Zr含有接種剤は、球状黒鉛鑄鉄の黒鉛粒数の増加に効果のあることが明らかになってきた^{7)~9)}。

中山らの報告^{9), 10)}ではZr含有接種剤を用いることで、黒鉛粒数の増加および黒鉛の微細化が報告されたが、黒鉛粒数増加および微細化メカニズムには言及されていない。黒鉛粒数を増加させる方法として、黒鉛の晶出核増加⁶⁾とオーステナイト(γ)相のデンドライトの微細化¹⁾が提唱されている。そこで、本報告ではZrによる黒鉛粒数増加のメカニズムを、黒鉛の晶出核の生成と γ 相のデンドライトの微細化の二つの視点で検討する。 γ 相のデンドライトについては、三宅ら¹¹⁾が特殊なエッチング方法で球状黒鉛鑄鉄における γ 相のデンドライト組織を観察している。この方法は、初晶デンドライト内に濃縮したSi分布をエッチングにより観察している。観察には凝固から室温まで鑄型内で冷却した試料を用いているため、 γ 相はA1変態しており、フェライトとパーライトの混相組織で γ 相の痕跡はない。そのため、デンドライト分布はわかるが、デンドライト結晶粒界の判別ができない

ため、結晶粒径の評価に使用できない。これに対し、本報告では、試料を凝固途中から水冷することで、室温で観察が困難な凝固時の γ 相のデンドライトを電子線後方散乱回折(EBSD: Electron Back Scatter Diffraction Patterns)により直接観察した。

2. 実験方法

2.1 組織中におけるZr存在位置の同定

2.1.1 Zr存在位置同定用供試材作製

溶解は100 kg高周波溶解炉を用い、原料として鉄屑と球状黒鉛鉄の戻り材を配合し、成分調整として加炭材、Fe-75%Siを加えて元湯を溶製し、1,550°Cまで昇温して出湯した。球状化処理は注湯取鍋内においてサンドウィッチ法で実施した。球状化剤はFe-45%Si-5.8%Mg-1.4%Ca-1.3%RE-0.6%Alを重量比で1.1%、接種剤はFe-70%Si-2.3%Ca-1.6%Zr-1.2%Alを0.1%Si当量、その他にFe-50%Si-35%Zrを重量比で0.2%、カバー用にポンチ屑を重量比で1.2%用いた。球状化処理後の25 mmYブロック供試材の成分を表1に示す。この化学成分の溶湯を固体発光分析用に使う金型およびCO₂硬化型アルカリフェノール鑄型の2種類の鑄型により厚さ25 mmYブロックに鑄造した。前者は主に黒鉛の晶出核の構成の確認に、後者はZrの存在位置と存在形態の同定に用いた。ここで、観察を容易にするため、Fe-50%Si-35%Zrを用いて通常0.007%のZrを0.08%になるように添加した。

表1 25 mmYブロック供試材の成分

Table 1 Chemical composition of 25 mm Y-Block sample

(mass%)							
C	Si	Mn	P	S	Cu	Mg	Zr
3.54	2.33	0.49	0.016	0.009	0.4	0.04	0.08

2.1.2 Zr存在位置同定の観察方法

金型に鑄造した試料から5×10 mmに切り出して鏡面研磨し、日本電子製JSM-6360LA型の走査型電子顕微鏡(SEM: Scanning Electron Microscope)と同SEMに付属する日本電子製のエネルギー分散型X線分析(EDX: Energy Dispersive X-ray spectrometry)で分析し、球状黒鉛の黒鉛の晶出核中のZrの有無を確認した。その後、Zrが存在した球状黒鉛の晶出核に対して日立ハイテック製HF-2100型の透過型電子顕微鏡(TEM: Transmission Electron Microscope)を用いて黒鉛の晶出核の構成を観察した。この時のTEM試料は日立ハイテック製FB-2100型の集束イオンビーム(FIB: Focused Ion Beam)加工機を用いてマイクロサンプリン

グにて作製した。金型鑄造の試料を使用した理由は、金型鑄造では凝固速度が速く、球状黒鉛が十分に成長していないため、球状黒鉛が小さく、黒鉛径に対する黒鉛の晶出核の比率が高くなり、黒鉛の晶出核の観察が容易であるためである。

CO₂硬化型アルカリフェノール鑄型に鑄造した25 mmYブロックから試料を切り出し鏡面研磨し、1%ナイタールでエッチングをし、オリンパス製GX71型光学顕微鏡およびSEMでZrの存在位置および存在形態を観察した。

2.2 凝固途中における水冷供試材の観察

2.2.1 水冷試料の作製方法

100 kg高周波溶解炉を用いて、原材料として鋼屑と球状黒鉛鉄の戻り材を配合し、成分調整として加炭材、Fe-75%SiおよびCu屑を加えて元湯を溶製し、1,550°Cまで昇温し、1,500°Cで出湯した。球状化処理は注湯取鍋内においてサンドウィッチ法で実施した。球状化剤は、Fe-45%Si-4.5%Mgを重量比で1.3%、接種剤はFe-75%Siを重量比で0.2%、カバー用にポンチ屑を重量比で0.3%用いた。球状化処理後の水冷シェルカップ供試材用溶湯成分を表2に示す。 γ 相のデンドライトに及ぼす接種の影響を確認するため、接種無しとZr含有接種有りの二種類を内径30 mm×内寸高さ50 mmの熱電対入りのシェルカップに鑄造した。Zr含有接種有りはシェルカップ内に紙容器で接種剤粒をカップの底から離して設置し、シェルカップの注入重量250 gに対して重量比で0.5%である1.25 gの接種剤を設置し注湯した。接種剤はFe-70%Si-2.3%Ca-1.6%Zr-1.2%Alを用いた。なお、接種剤が溶け残ることがないように、接種剤の粒径は ϕ 0.2~0.5 mmとした。

表2 水冷シェルカップ供試材用溶湯成分

Table 2 Chemical composition of quenching shell cup in ladle

(mass%)							
C	Si	Mn	S	Cr	Cu	Mg	Zr (ppm)
3.62	2.56	0.41	0.005	0.063	0.08	0.031	8

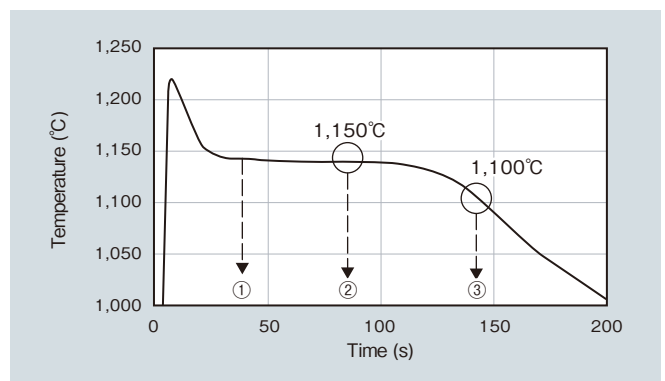


図1 シェルカップの温度測定結果および水冷時期

Fig. 1 Temperature measurement results for shell cup and sampling time

水冷試料の作製方法は上述した方法で溶製した溶湯をシェルカップに注湯し、凝固曲線を採取しながら、各凝固過程でシェルカップごと水の入ったパケツに投入し、水冷した。図1にシェルカップの凝固温度曲線と水冷開始時期を示す。水冷は初晶が晶出し始めた直後(条件①)、共晶凝固が半分程度進行した状態(条件②)、共晶凝固が完全に完了した状態(条件③)の三点とした。

2.2.2 水冷試料を用いたEBSDによる γ 相のデンドライト観察

γ 相のデンドライト評価用の試料は、シェルカップの熱電対近傍より $10 \times 10 \times 5$ mmの寸法で切り出した後、鏡面研磨して得た。 γ 相のデンドライト評価には日立ハイテクノロジーズ製SU70型のSEMとこのSEMに付属するTSL製OIM型EBSDを用いた。また、元素分析には島津製作所製EPMA1720HT型の電子線マイクロアナライザー(EPMA: Electron Probe Micro Analyzer)を用いた。EBSDは、各測定点における結晶方位の特定、結晶粒界の判別および結晶粒径の測定が可能である。

3. Zr添加材における黒鉛の晶出核の観察結果

金型鑄造で急冷した試料の黒鉛の晶出核をEDX分析した。 5×10 mm内の試料に見られる約1,000個の黒鉛を分析したところ、Zrを含有している黒鉛が1個のみ見

つかった。この結果を図2に示す。この黒鉛についてTEMによる観察をした。図3にTEMの明視野像およびEDX分析によるマッピング結果を示す。この像のとおり、

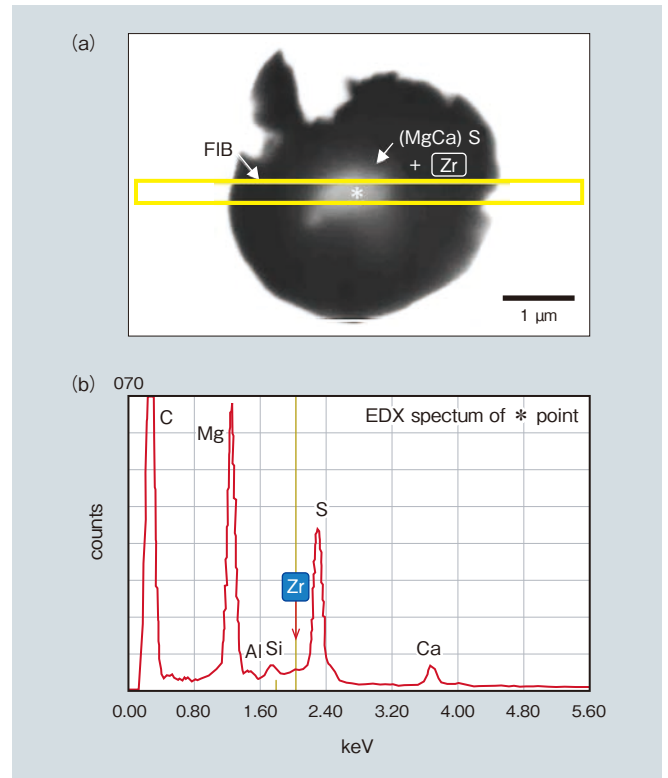


図2 Zrを含有する黒鉛の(a) TEM試料切り出し位置および(b) EDX分析結果
Fig. 2 (a) TEM image, (b) EDX results for Zr-containing graphite at sample position indicated by asterisk

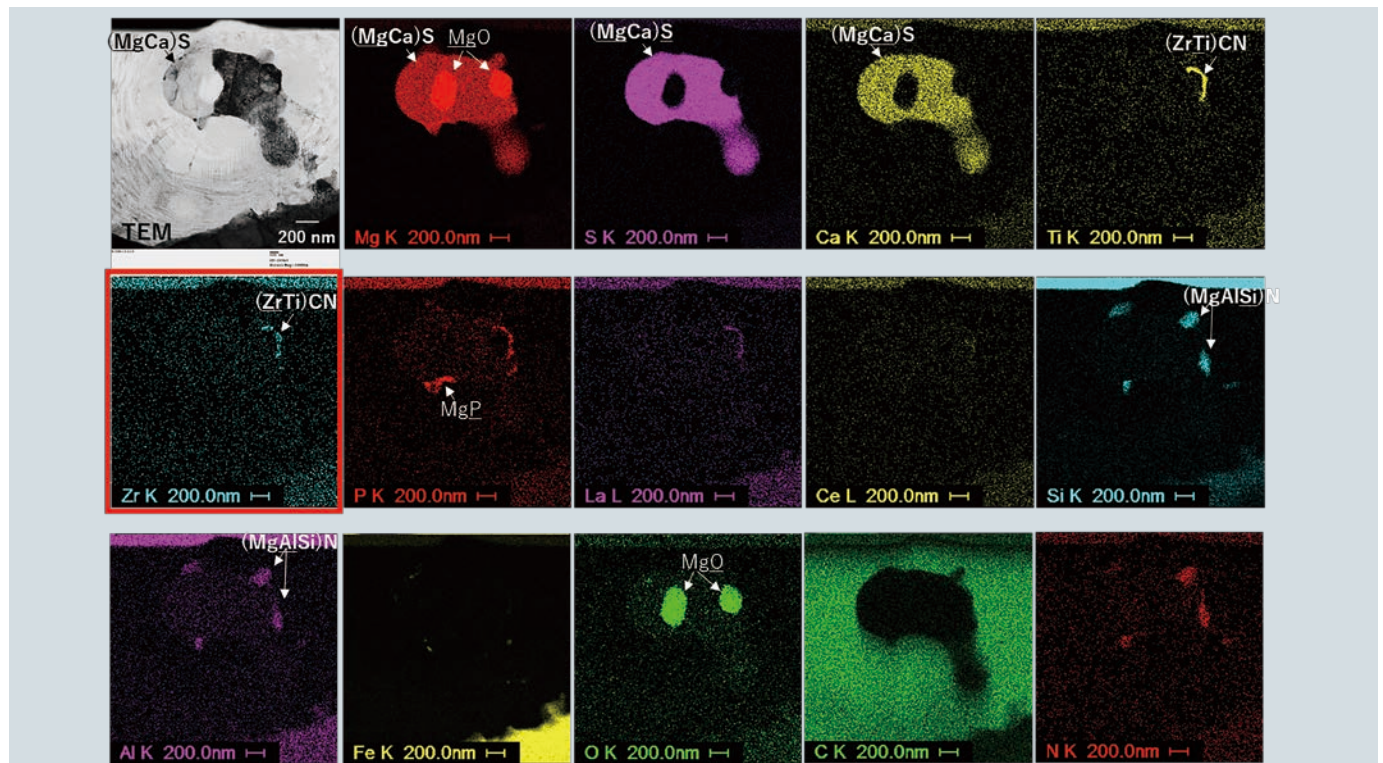


図3 TEMによるEDX分析結果
Fig. 3 TEM image and EDX analysis result

黒鉛の晶出核には数種類のコントラストが見られることから、単一ではなく複合した物質である。この結果から黒鉛の晶出核の中心にはMgOが存在し、その周辺はMg, Ca系の硫化物により覆われた形となっている。この硫化物の外周にはMg, Al, Siの窒化物やMgPやSb, Asの硫化物とともに、Zr, Tiの炭窒化物の形でZrが存在している。この存在形態を図4に示す。これまでの研究⁶⁾で、球状黒鉛鉄の一般的な黒鉛の晶出核はMgSやCaSの硫化物であり、この硫化物の核がMgOなどの酸化物であることがわかっている。今回観察された黒鉛の晶出核もこの形態と同様である。5×10 mmの範囲で黒鉛の晶出核内にZrが存在する黒鉛が1個のみであることと、この黒鉛においても、黒鉛の晶出核の中心ではなく、晶出核の外側に付着した状態であることから、Zrが球状黒鉛の黒鉛の晶出核を増加させた要因ではないと考えられる。

25 mmYブロック試料を用いたセル粒界におけるZrの光学顕微鏡観察結果を図5に示す。また、黒鉛周辺のZrの光学顕微鏡観察結果を図6に示す。図5から組織中のZrについて観察した結果、確認されたZrの介在物はZrNとなり基地に取り込まれており、その表面には黒鉛の晶出は認められない。図6からZrNが黒鉛の晶出核として構成された黒鉛は認められず、黒鉛成長中に黒鉛に取り込まれている状態が確認された。黒鉛の成長過程でZrNが取り込まれていることから、ZrNは黒鉛の晶出より前に溶湯中に晶出していると考えられる。

金型急冷した分析試料と25 mmYブロックのいずれにおいても、Zrは黒鉛の晶出核になっておらず、Zr含有接種剤による黒鉛粒数の増加は、黒鉛の晶出核の導入によるものではないと考えられる。

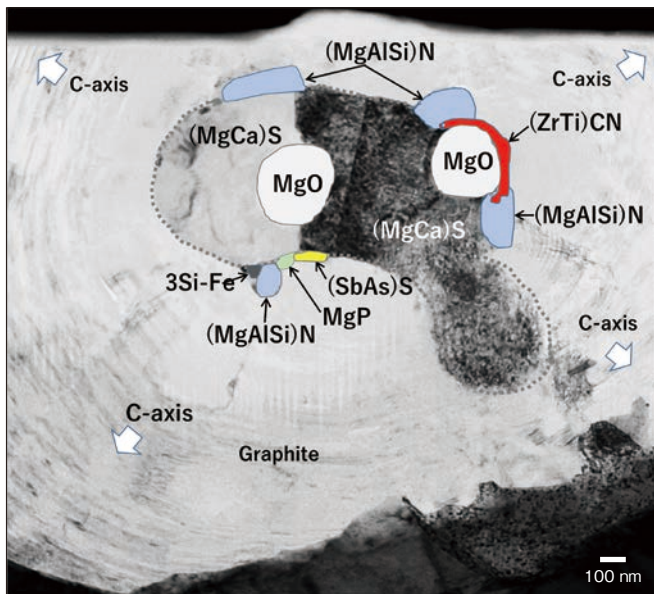


図4 黒鉛の晶出核の構成図
Fig.4 Diagram of graphite core

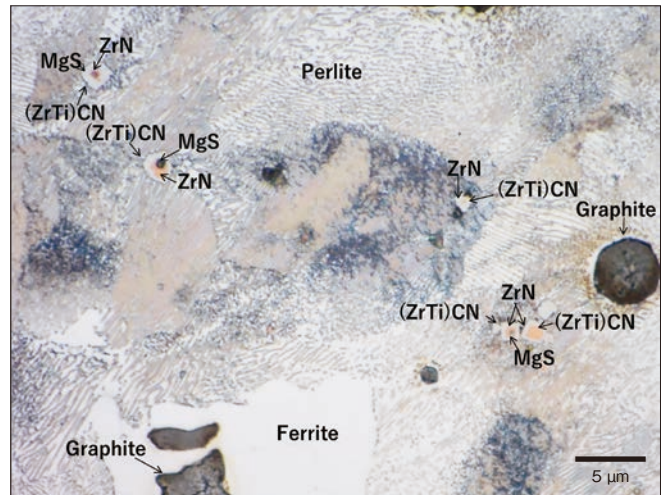


図5 セル粒界におけるZrの光学顕微鏡観察結果
Fig.5 Optical micrograph of Zr at cell grain boundaries

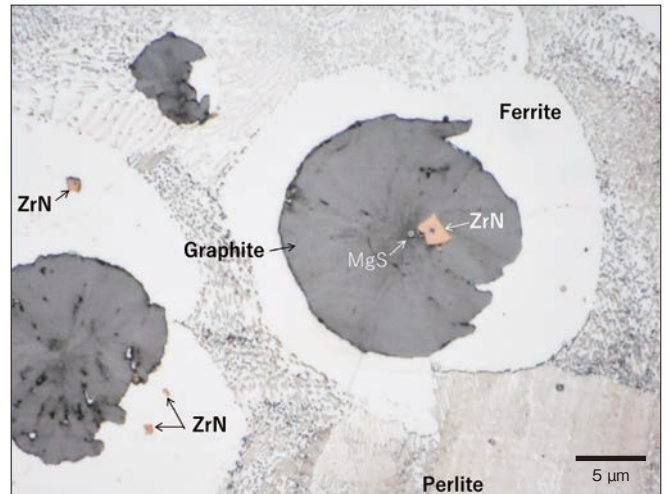


図6 黒鉛周辺におけるZrの光学顕微鏡観察結果
Fig.6 Optical micrograph of Zr around graphite

4. 水冷したシェルカップを用いたEBSDによるγ相のデンドライト観察結果

凝固途中および凝固直後から水冷した試料を作製し、γ相のデンドライトの直接観察をEBSDにより試みた。初晶が晶出し始めた直後で水冷した図1の条件①の試料は、未凝固部分の溶湯が流失し、試料が形成できなかったため観察には供さなかった。試料が採取できた図1の条件②、③の光学顕微鏡組織を図7に、黒鉛粒数の測定結果を表3に示す。接種無しでの黒鉛粒数は133～212個/mm²で、Zr含有接種有りでの黒鉛粒数は412～559個/mm²であった。この条件②の凝固中盤および条件③の凝固完了後に水冷した試料のEBSDによるγ相の逆極点方位マップ(IPF: Inverse Pole Figure map)像を図8に示す。IPF像はEBSDにより試料表面の結晶方位を決定し、その方位をステレオ投影座標上にカラーゲージで示したものである。また、条件②の同一部位のEPMAによ

る Si の元素マッピング結果を図 9 に示す。図 8 の条件②の凝固中盤から水冷した試料では、接種の有無に関係なく γ 相のデンドライトが確認されたが、条件③の凝固完了後に水冷した試料では、 γ 相がまったく観察されなかった。条件②の γ 相のデンドライトが観察された部位は図 9 の Si 像と一致しており、初晶として晶出した γ 相のデンドライトであると考えられる。条件③の凝固完了後に水冷した試料において EBSD で γ 相が確認されなかった原因については、後述する。

図 8 に示すように条件②の凝固中盤から水冷した試料の EBSD の IPF 像で、前述したように図中の色濃度が異なるところが、それぞれ結晶方位の異なっている部位である。つまり、同じ色濃度は同じ結晶粒であることを示す。この結晶粒界を図中に示す。接種無しでは視野中に γ 相のデンドライト結晶粒が 5 個で、粒径は 1,000 μm 以上であるが、接種有りでは視野中に γ 相のデンドライト結晶粒が数十個で、粒径は 500 μm 程度である。これらのこ

とから、凝固中盤から水冷した試料を EBSD 観察することにより、 γ 相のデンドライト結晶粒の観察が可能となる。その結果、本実験で使用した Zr 含有接種剤によって γ 相のデンドライト結晶粒が微細化された。前述したように Zr は ZrN となって黒鉛晶出前に溶湯中に晶出している。ZrN は溶湯中に晶出していることから、ZrN が不均質核生成による γ 相のデンドライト核として作用し、 γ 相のデンドライト核が多く導入されることで γ 相のデンドライトの数が増加し微細化したと考えられる。もしくは、溶湯中に ZrN が存在することで晶出した γ 相のデンドライトが ZrN に接触してピン止め効果により成長を抑制していると考えられる。これらいずれかにより、 γ 相のデンドライトの微細化が起きているものと考えられる。

EBSD 像に γ 相が検出されなかった条件③の凝固完了のフェライト (α) の IPF 像を図 10 に、代表的な光学顕微鏡組織を図 11 に示す。図 11 の光学顕微鏡組織から、水冷により生成したレンズ状マルテンサイトが観察される。 α 相の IPF 像にも同様の形態であるレンズ状になった結晶が見られることから、水冷により生成したレンズ状マルテンサイトは EBSD ではフェライトとして検出されていることがわかる。

表 3 黒鉛粒数

Table 3 Nodule count of sample

	(/mm ²)	
	without inoculant	with Zr inoculant
condition ②	212	559
condition ③	133	412

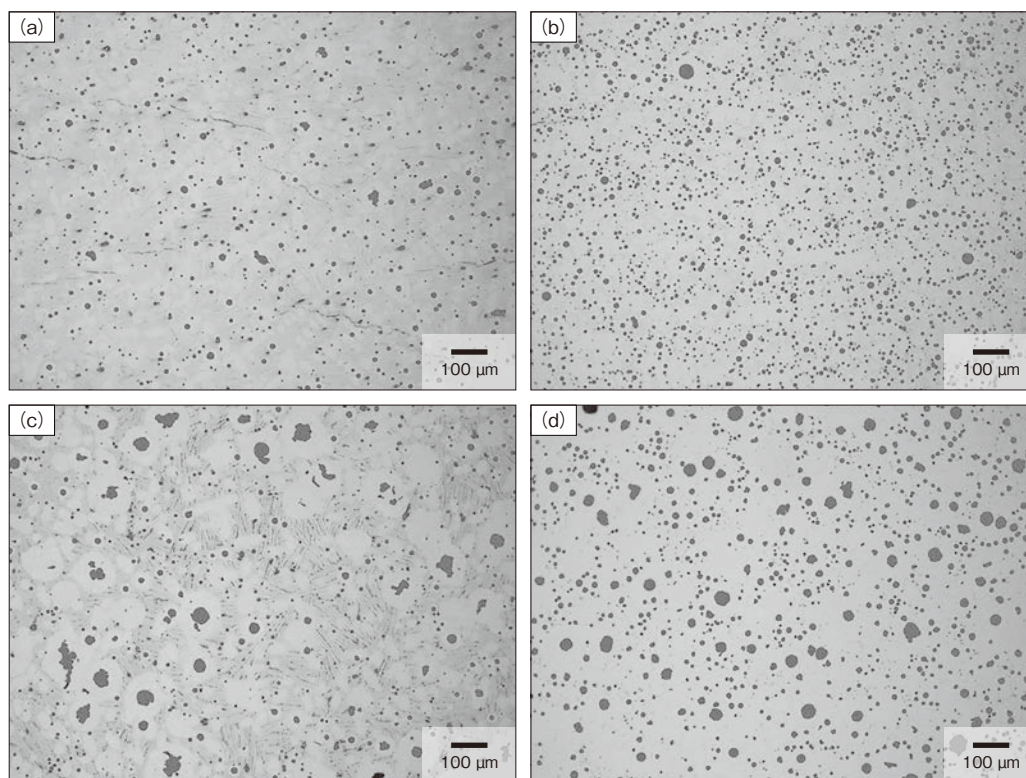


図 7 水冷試料の光学顕微鏡組織

(a) 条件② 接種無し (b) 条件② Zr 含有接種有り (c) 条件③ 接種無し (d) 条件③ Zr 含有接種有り

Fig. 7 Microstructure of quenched sample:

(a) condition ② without inoculant, (b) condition ② with Zr-inoculant, (c) condition ③ without inoculant, (d) condition ③ with Zr-inoculant

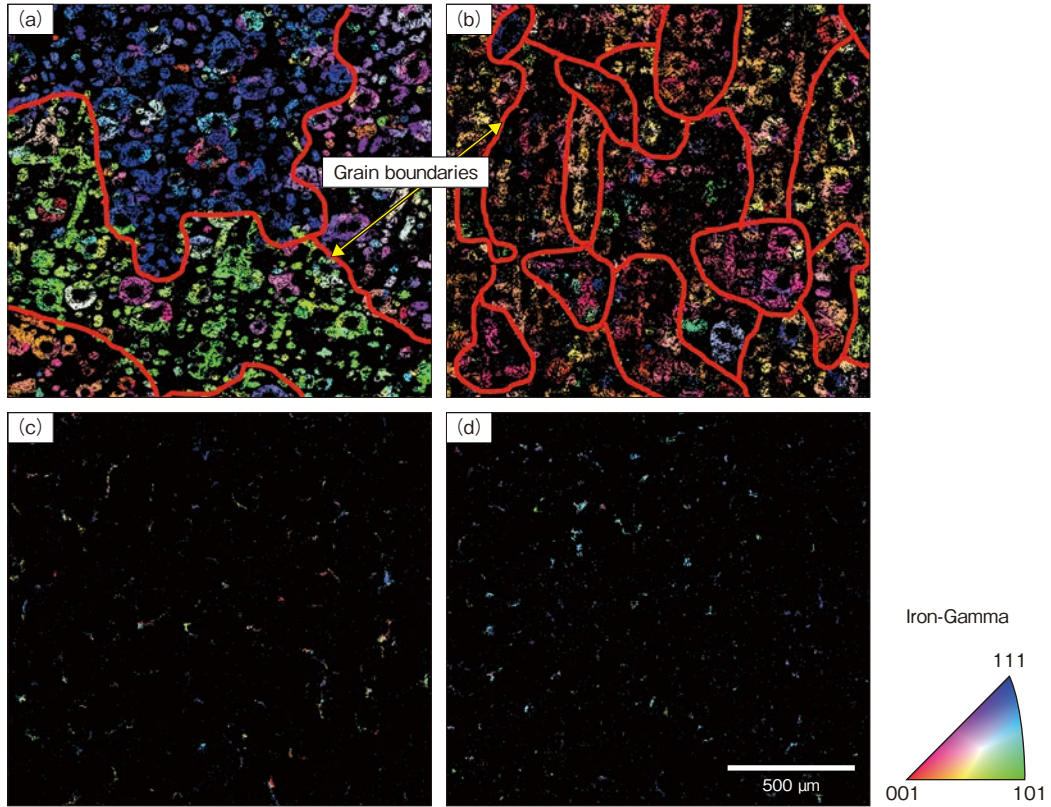


図8 EBSDによる γ 相のIPF像
 (a) 条件② 接種無し (b) 条件② Zr含有接種有り (c) 条件③ 接種無し (d) 条件③ Zr含有接種有り

Fig. 8 IPF images of γ phase by EBSD:

(a) condition ② without inoculant, (b) condition ② with Zr-inoculant, (c) condition ③ without inoculant, (d) condition ③ with Zr-inoculant

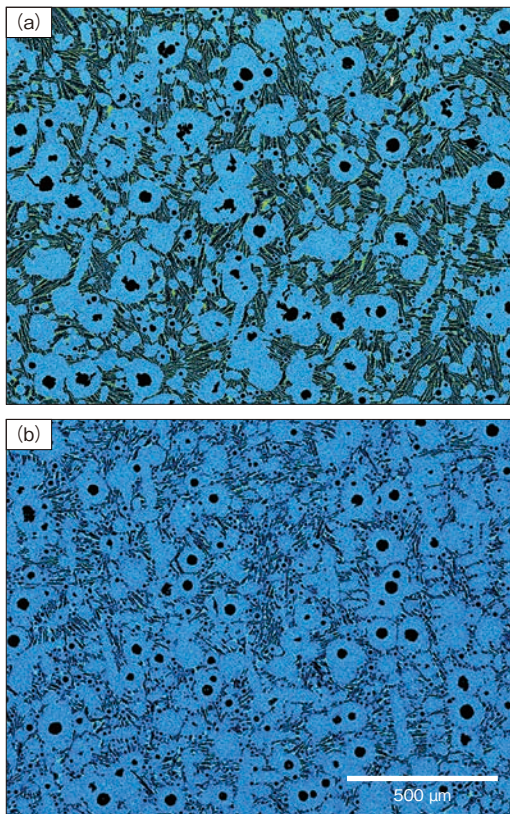


図9 条件②のEPMAにおけるSiマッピング結果
 (a) 接種無し (b) Zr含有接種有り

Fig. 9 Si mapping by EPMA of condition ②:
 (a) without inoculant, (b) with Zr-inoculant

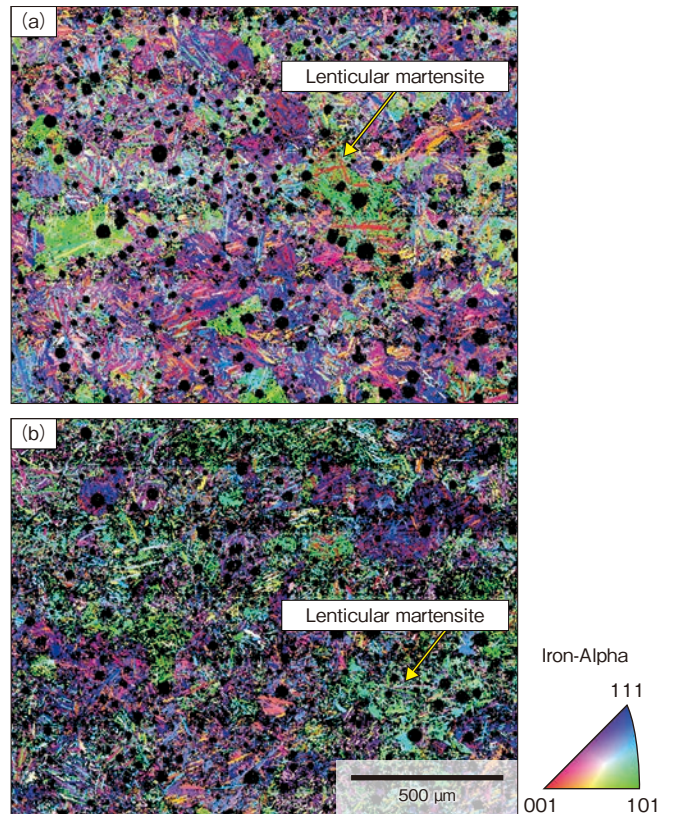


図10 条件③のEBSDによる α 相のIPF像
 (a) 接種無し (b) Zr含有接種有り

Fig. 10 IPF image of α phase by EBSD of condition ③:
 (a) without inoculant, (b) with Zr-inoculant

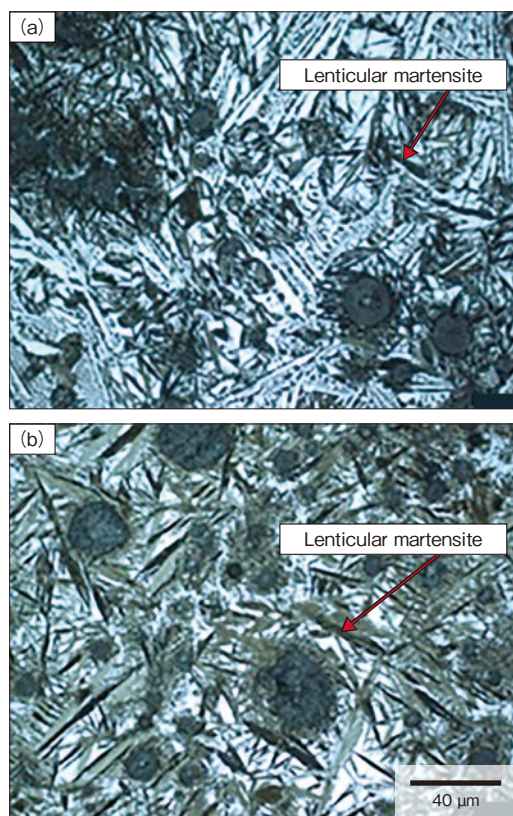


図 11 条件③における光学顕微鏡観察結果

(a) 接種無し (b) Zr 含有接種有り

Fig. 11 Microstructure for condition ③:

(a) without inoculant, (b) with Zr-inoculant

5. 冷却条件の影響に関する考察

図 1 の条件②の 1,150℃で水冷した試料を用いて、EBSD で γ 相を直接観察することで、球状黒鉛鑄鉄の凝固時の γ 相のデンドライトの結晶粒の大きさを観察、評価できることがわかった。しかしながら、上述したように図 1 の条件③の凝固完了直後の水冷試料では EBSD の γ 相の IPF 像は得られなかった。この理由を、以下に考察する。

γ 相の IPF 像は、 γ 相の結晶系以外では撮像されない。したがって、凝固中盤の水冷試料は水冷前の γ 相が水冷された後も γ 相として残留していることを示す。これに対して、凝固完了直後の水冷試料のミクロ組織を観察すると、レンズ状組織が観察され、マルテンサイト変態している。マルテンサイト変態は、マルテンサイト変態開始温度 (M_s 点: Martensite start) で決定される。水冷によるマルテンサイト変態は、 M_s 点が室温以上になるとマ

表 4 M_s 点に及ぼす化学成分の影響¹²⁾

Table 4 Influence of chemical components on M_s point

Element	C	Mn	Cr	Ni	Mo	W	Co	Al
Influence of 1 percent element on M_s point (°C)	-361	-39	-20	-17	-5	-5	10	30
Influence of 1 percent element on γ amount (%)	50	20	11	10	9	8	-3	-4

ルテンサイト変態するが、 M_s 点が室温以下になるとマルテンサイト変態しない。そこで、熱力学計算ソフトウェアと文献データから供試材の M_s 点を計算した。以下に M_s 点の計算の詳細を記す。

M_s 点は γ 相に固溶する化学成分の量で決定される。 M_s 点に及ぼす各化学成分の影響は材種ごとに異なる。鉄における M_s 点に及ぼす合金元素の影響を津崎らが表 4 のように示している¹²⁾。このように合金元素が M_s 点に大きく影響することから、鑄鉄における凝固直前の 1,150℃、凝固直後の温度 1,100℃および 900℃での γ 相中の化学成分を熱力学計算ソフトウェアで計算した結果を表 5 に示す。 γ 相中の Si および Mn 量は温度が変わってもほとんど変化しないが、C 量は 900℃では 0.83 mass% に対して 1,100℃で 1.42%, 1,150℃では 1.59 mass% と変化している。そこで、C 量による M_s 点の変化を検討する。ここで、球状黒鉛鑄鉄の 900℃における M_s 点は上田らのオーステンパ球状黒鉛鑄鉄の研究から、180℃である¹³⁾。球状黒鉛鑄鉄の基地組織と同様に高い C 量の成分系における C 量が M_s に及ぼす影響を津崎らが図 12 のように示している¹²⁾。本検討での C 量の範囲

表 5 熱力学ソフトウェアで計算した供試材の各温度における γ 相の化学成分

Table 5 Chemical composition of γ -phase at 1,150, 1,100 and 900 °C for sample calculated by thermodynamic calculation software

Temperature	C	Si	Mn
1,150°C	1.59%	2.55%	0.40%
1,100°C	1.42%	2.56%	0.41%
900°C	0.83%	2.57%	0.41%

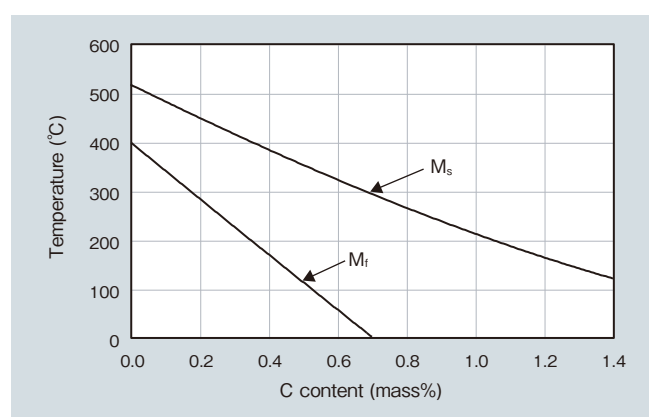


図 12 Fe-C 合金の M_s 点に及ぼす C 量の影響¹²⁾

Fig. 12 Influence of C content on M_s point of Fe-C

は0.83～1.59 mass%であるため、検討するC範囲中の中央付近の1.0～1.4 mass%を用いて図12から計算した一例を示すと、1 mass% C量でのMs点の変化は-240℃となる。この値を用いて、Ms点に及ぼすC量の影響を計算すると以下ようになる。900℃でのMs点180℃とC固溶量0.83%を基準として、1,100℃および1,150℃のMs点を固溶C量の変化から計算すると、各温度でのMs点は下記式となる。すなわち、1,150℃ではγ相中のC量が1.59%であるため、式(1)のように-2.4℃となる。一方、1,100℃ではγ相中のC量が1.42%であるため、Ms点は式(2)のように38.4℃となる。

$$Ms(1,150) = 180 - (240 \times (1.59 - 0.83)) = -2.4^\circ\text{C} \quad \text{式(1)}$$

$$Ms(1,100) = 180 - (240 \times (1.42 - 0.83)) = 38.4^\circ\text{C} \quad \text{式(2)}$$

したがって、1,150℃から室温への水冷でγ相はマルテンサイト変態しないが、1,100℃から室温への水冷でγ相はマルテンサイト変態する。本実験の条件②は凝固中盤からの水冷試料は約1,150℃から水冷しているため、Ms点が-2.4℃と低くγ相は室温まで残留したが、条件③は凝固完了直後の試料は約1,100℃から水冷しているため、Ms点が室温を超え、γ相はマルテンサイト化したと考えられる。

以上のことから、本手法でγ相を室温観察できた理由は、凝固中盤のγ相は固溶C量が多く、Ms点が室温以下の-2.4℃と低いためにγ相が室温まで残留したためである。

6. 結言

Zr含有接種剤を用いた接種機構として下記の結論を得た。

- ・Zr含有接種剤によりZrNが形成されるが、ZrNは黒鉛の晶出核になっておらず、Zr含有接種による黒鉛粒数の増加は、黒鉛の晶出核の生成効果ではない。
- ・凝固途中からの水冷試料のEBSD観察結果より、Zr含有接種による黒鉛粒数の増加は、γ相のデンドライト微細化によるものである。
- ・凝固途中からの水冷によりγ相をEBSDで観察できる理由は、γ相に固溶したCがMs点を室温以下に低下させたためである。

今後、Zr含有接種剤による微細化機構を用いて球状黒鉛鑄鉄の機能向上した新材料開発や不良対策に用いて製品の合格率向上へ応用していく。

7. 謝辞

本研究を進めるに当たり、株式会社IJTTの趙 柏榮様に試料作製にご協力いただいた。マイクロ解析センターの五十嵐芳夫様に試料分析に関してご協力いただいた。この場を借り深く感謝の意を表する。

引用文献

- 1) 中江秀雄：日本鑄造工学会第171回全国講演大会講演概要集(2018)，p.1.
- 2) 原田昭治，他：球状黒鉛鑄鉄の強度評価，アグネ技術センター(1999)，p.60-63.
- 3) 中江秀雄，他：鑄造工学，Vol.74(2002)，3号，p.197-204.
- 4) 中江秀雄，他：鑄物，Vol.51(1979)，12号，p.684-690.
- 5) 日本鑄物協会編：鑄物便覧，丸善，(1986) p.565.
- 6) 五十嵐芳夫：球状黒鉛鑄鉄の黒鉛核物質の同定と生産への応用，早稲田大学工学部博士論文(2004)，p.49-110.
- 7) 中江秀雄，他：鑄造工学，Vol.91(2019)，4号，p.190-194.
- 8) 岩見祐貴，他：鑄造工学，Vol.91(2019)，4号，p.195-200.
- 9) 中山英明，他：鑄造工学，Vol.91(2019)，4号，p.201-207.
- 10) 中山英明，他：日本鑄造工学会第171回全国講演大会講演概要集(2018)，p.2.
- 11) 三宅誠，他：日本鑄造工学会第148回全国講演大会講演概要集(2006)，p.121.
- 12) 津崎兼彰，他：熱処理 第32巻(1992)，1号，p.10-15.
- 13) 上田倅完，他：日本鑄物協会，研究報告39号(1985) p.13-19.



山根 英也

Hideya Yamane
日立金属株式会社
金属材料事業本部
冶金研究所



川畑 将秀

Masahide Kawabata
日立金属株式会社
金属材料事業本部
冶金研究所



中江 秀雄

Hideo Nakae
早稲田大学 名誉教授
工学博士

タービンディスク用Ni-Co基超合金TMW[®]-4M3のマイクロ組織制御

Controlling of the Microstructure of Ni-Co Base TMW[®]-4M3 Alloys for Turbine Disc Applications

小林 信一*

Shinichi Kobayashi

伊達 正芳*

Masayoshi Date

大野 文博*

Takehiro Ohno

長田 俊郎**

Toshio Osada

川岸 京子**

Kyoko Kawagishi

井 誠一郎**

Seiichiro Ii

原田 広史**

Hiroshi Harada

* 日立金属株式会社
金属材料事業本部

Advanced Metals Division,
Hitachi Metals, Ltd.

** 国立研究開発法人
物質・材料研究機構

National Institute for Materials
Science

タービン用途の Ni-Co 基超合金 (TMW-4M3) ディスクを溶製鍛造プロセスで作製し、マイクロ組織と機械的性質について評価した。本研究のディスクは、外径 600-650 mm、厚さ 170 mm 程度のサイズであり、これに 1,144°Cでの溶体化処理と 650°Cおよび 760°Cでの時効処理を施した。1次 γ' 相の体積率は約10%で、平均結晶粒径は 12 μm 程度の比較的均質なマイクロ組織を得た。2次および3次 γ' 相の体積率は 39%であり、2次 γ' 相の形態はオクトデンドライト状であった。725°Cにおけるクリープ破断寿命は、引張延性やクリープ延性、低サイクル疲労寿命を損なうことなく良好であった。

A Ni-Co base superalloy (TMW-4M3) disc for turbine application was produced via cast and wrought route. Microstructures and mechanical properties of this disc was investigated. In this study the disc with diameter of 600-650 mm and thickness of 170 mm were solution heat treated at 1,144°C followed by 650°C and 760°C aging. A relatively homogeneous microstructure having volume fraction of the primary γ' phase of 10% and average grain size of about 12 μm was obtained. The volume fraction of the secondary and tertiary γ' phases was 39% in total. The secondary γ' morphology was octodendritic. The creep rupture life at 725°C was good without impairing the tensile ductility, creep ductility, and low cycle fatigue life.

● Key Words : Ni-Co base, turbine disc
● Production Code : TMW[®]-4M3

● R&D Stage : Prototype

1. 緒言

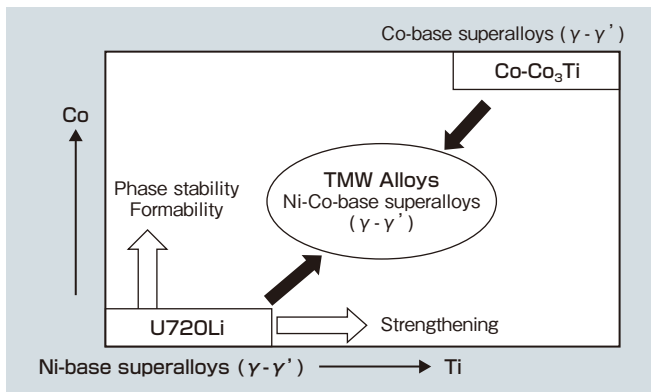
発電用ガスタービンや航空機エンジンの高効率化のため、タービンディスクの耐用温度向上が望まれている。タービンディスクには Ni 基超合金が広く使用されており、使用温度域や応力域が過酷になるほど、高強度の合金が用いられる。Ni 基超合金は fcc 構造 (面心立方格子構造) である γ 相 (Ni 固溶体) に、 $L1_2$ 構造である γ' 相 (基本組成 Ni_3Al) が整合析出した $\gamma - \gamma'$ 二相組織を有しており、これにさまざまな元素を添加させることで γ および γ' 相が強化されている。また Ni 基超合金は γ' 相の量が増加するほど高温強度は高まり、約 65% で最大となるが¹⁾、タービンディスク材においては熱間鍛造などのプロセスが困難となることから制限がある。

タービンディスクは溶製鍛造材と粉末冶金材に大別され、粉末冶金材の方が γ' 相の量を高められることから高温強度に優れるが、高価であり不純物の混入防止など品質管理面でも難点がある^{2), 3)}。一方、溶製鍛造材は、粉末冶金材と比較してプロセスが安価であるが、 γ' 相量が増加するほど熱間加工が困難になる結果、マイクロ組織が

不均質になりやすく、未再結晶粒も残存しやすい^{3), 4)}。現在、普及している溶製鍛造材の中で、最も γ' 相量が多い合金に Alloy720Li (γ' 相量 45%) がある⁵⁾。

国立研究開発法人 物質・材料研究機構 (National Institute for Materials Science : NIMS) が開発した TMW[®] 合金は、Ni 基超合金と Co 基合金を融合させた Ni-Co 基超合金^{2), 6), 7)}である。TMW 合金の開発思想²⁾を図 1 に示す。TMW 合金は、Co 基合金 (Co-Co₃Ti) が Ni 基超合金と同様、 $\gamma - \gamma'$ 二相組織を有することに着目し、Alloy720Li をベースに Co-Ti 合金を配合することで、高温強度の向上に成功した合金である。TMW 合金は、実用合金として有望な TMW-2, TMW-24, TMW-4M3 の 3 合金について、既に外径 440 mm 程度で厚さ 65 mm 程度の実規模ディスクが試作されており、この中で TMW-4M3 は最もクリープ強度が高いことが報告されている^{2), 6), 7)}。TMW-4M3 は従来の溶製鍛造材と比較して高温強度に優れているため、溶製鍛造材を代替すれば高効率化を図ることができ、粉末冶金材を代替すればコストメリットが生まれる可能性がある。

● TMW は NIMS の登録商標です。

図1 TMW合金の開発思想²⁾Fig.1 Concept of development for TMW alloys²⁾

2016年に設立された「NIMS-日立金属 次世代材料開発センター」における取り組みの一環として、現在TMW-4M3ディスクの実用化を見据えた共同研究が行われている。TMW-4M3の優れたクリープ強度は、結晶粒内における γ - γ' 二相組織の変形機構に由来する。図2にTMW-4M3の試験温度725℃、試験応力630MPaにおける0.2%クリープ変形時のTEM (Transmission Electron Microscope: 透過型電子顕微鏡) 観察結果を示す。図2より、TMW-4M3のクリープ変形は{111}面上で微細な双晶(変形双晶)を形成しながら進行する特長を示している。この変形双晶は、Co-Ti合金の配合によって γ 相の積層欠陥エネルギーが低下し、且つ γ' 相の逆位相境界エネルギーが向上することで誘起されている⁸⁾。TMW-4M3はこの変形機構により従来のNi基超合金よりも優れたクリープ強度を示す。

このように特異な変形機構を有するTMW-4M3であるが、結晶粒径制御の観点で改善の余地が残されている。

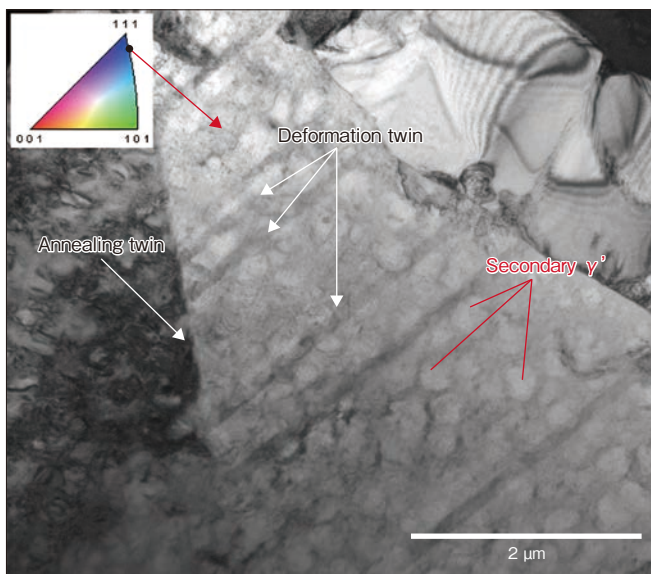


図2 TMW-4M3の725℃、630MPaにおける0.2%クリープ変形時のマイクロ組織

Fig.2 Microstructure of TMW-4M3 with 0.2% creep strain at 725°C under 630 MPa

TMW-4M3は γ' 相量が49-50%と非常に多いためにディスクのマイクロ組織が不均質となりやすい^{9), 10)}。過去の報告¹⁰⁾では、溶体化温度1,100℃においてはピン止め粒子である1次 γ' 相が多いために比較的均一な結晶粒の組織が得られているが、溶体化温度をより高温の1,120℃へと高めると1次 γ' 相の不均質さが起因して、結晶粒も部分的に粗大になることが述べられている。結晶粒の部分的な粗大化は、低サイクル疲労特性¹¹⁾やクリープ延性の低下を招く。一方で、溶体化温度を高めると、結晶粒径および2次、3次 γ' 相の析出量が増大するため、クリープ寿命は向上する⁷⁾。従って、1次 γ' 相や結晶粒径の分布がより均質なディスクが得られれば、温度の高い溶体化処理を施しても、低サイクル疲労特性やクリープ延性といった特性を低下させずに、クリープ寿命が向上することが期待できる。

またタービンの種類や部位によって必要となるディスクのサイズや形状は異なっており、TMW-4M3をさまざまなタービンディスクで使用するためには、ディスクのスケールアップも重要である。一般に、TMW-4M3のような γ' 相の多い合金において、マイクロ組織が均質で且つ大型のディスクを製造することは容易ではないが、過去の研究¹¹⁾では、ビレット段階で γ' 相の分布や再結晶挙動を意図的に制御することで、マイクロ組織が均質なディスクが得られている。従って、本研究でも同様の工程を適用し、ディスクサイズのスケールアップを試みた。

本研究では外径 ϕ 600-650 mmの型打ディスクにて、クリープ特性の向上を図ることとした。溶体化温度は1,144℃とし、ディスクのマイクロ組織と引張特性、クリープ特性、低サイクル疲労特性について調査した。

2. 実験方法

2.1 ビレット製造方法

TMW-4M3の化学組成を表1に示す。TMW-4M3のインゴットはVacuum induction melting (VIM), Electroslag remelting (ESR), Vacuum arc remelting (VAR)からなる三重溶解法にて作製した。得られたVARインゴットには均質化処理を施し、自由鍛造プレスで据戻戻しおよび鍛伸を行って ϕ 300 ~ 320 mmのビレットとした。

表1 TMW-4M3の化学組成

Ni	Cr	Co	Mo	W
Bal.	13.3	24	2.8	1.2
Ti	Al	C	B	Zr
6.3	2.3	0.014	0.015	0.03

2.2 ディスク鍛造条件

上記2.1節で得られたピレットを用いて、外径630-650 mm、厚さ170 mm程度の型打鍛造ディスクを、ホットダイ鍛造で作製した。結果として、ディスクは外観キズや偏心の無いものが得られた(図3)。

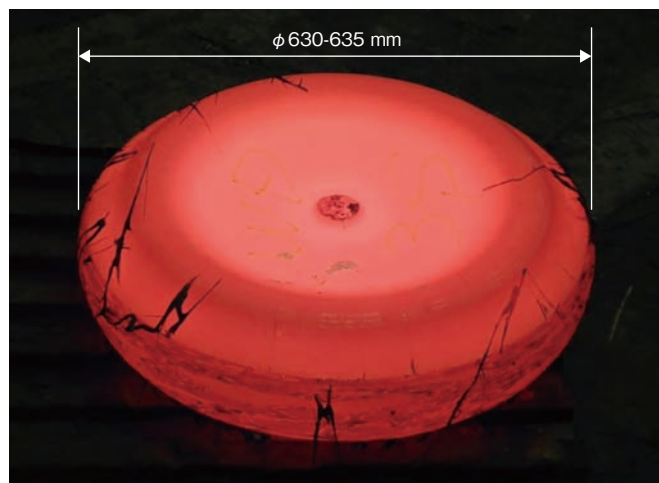


図3 TMW-4M3型打鍛造ディスクの外観写真
Fig.3 Photography of TMW-4M3 disc close-die forged

2.3 ディスク熱処理条件

上記2.2節で得た型打鍛造ディスクにて、温度1,144°Cで6時間保持となる溶体化処理を施した後、油冷により冷却した。その後、時効処理として温度650°Cで24時間保持した後に空冷し、次いで温度760°Cで16時間保持した後に空冷した。

2.4 ディスク評価

2.4.1 ミクロ組織評価

熱処理後のディスク外周部から採取したサンプルによりミクロ組織観察を実施した。鏡面研磨後、Kalling液により腐食したサンプルを作製し、光学顕微鏡によりミクロ組織の均質性を評価した。また結晶粒径は、鏡面研磨後のサンプルでEBSD (Electron Back Scatter Diffraction: 電子線後方散乱回折)を用い測定した。結晶粒径は、粒界の方位差が15°以上となる粒界を結晶粒界とし、 $\Sigma 3$ 対応粒界と1次 γ' 相を除外して算出した。1次 γ' 相の観察は光学顕微鏡により実施し、面積率を算出した。2次および3次 γ' 相の観察は、FE-SEM (Field Emission Scanning Electron Microscope: 電界放出形走査電子顕微鏡)により実施し、面積率を算出した。

2.4.2 機械試験

熱処理後のディスクの外周部よりTangential方向に素材を採取し、引張試験とクリープ試験をそれぞれ実施した。引張試験はASTM E8およびE21に準拠し、平行部が

$\phi 6.35$ mmの試験片を用いて、室温から760°Cの試験温度範囲で実施した。クリープ試験はASTM E139に準拠し、平行部が $\phi 6.35$ mmの試験片を用いて、試験温度725°C、試験応力310 MPaから840 MPaで実施した。またディスクの内部から外周側にかけてTangential方向に素材を採取し、ひずみ制御の低サイクル疲労試験を実施した。低サイクル疲労試験はASTM E606に準拠し、平行部が $\phi 6.35$ mmの試験片を用いて、全ひずみ範囲が0.8%および1.2%、ひずみ比が0、周波数が0.5 Hzで実施した。ディスク内側は試験温度を400°Cとし、ディスク中間を650°Cおよび704°C、ディスク外周側を725°Cおよび760°Cとした。

3. 実験結果および考察

図4にディスク外周部の熱処理後ミクロ組織を示す。1次 γ' 相と結晶粒径のバラつきは少なく、未再結晶粒の無い均質なミクロ組織が得られていることが確認できた。図5に同じ部位におけるEBSDの結晶粒界像を示す。黒



図4 熱処理後のディスク外周部のミクロ組織
Fig.4 Microstructure of the disc at perimeter after heat-treatment

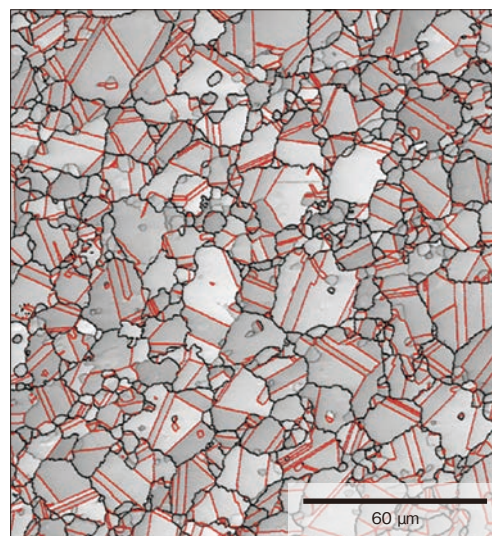


図5 熱処理後のディスク外周部のEBSD像(黒線は方位差15°以上の粒界。赤線は $\Sigma 3$ 境界)
Fig.5 EBSD image (GB and IQ image) of the disc at perimeter after heat-treatment. Black line is random boundary and red line is $\Sigma 3$ boundary

線が方位差 15° 以上で定義した結晶粒界であり、赤線が $\Sigma 3$ 対応粒界 (双晶境界) である。平均結晶粒径は 12 μm 程度であり、最大粒径は 41 μm であった。図 6 に本研究材の溶体化温度と平均結晶粒径および 1 次 γ' 体積率との関係を過去の報告^{6), 10)}と併せて示す。本研究材は、溶体化温度を高めたことにより、1 次 γ' 体積率が減少し、平均結晶粒径が増大していることが確認できた。これは溶体化温度の向上によって、1 次 γ' 粒子による粒界ピン止め効果が減少し、結晶粒が成長したもの¹²⁾と考えられる。

図 7 にディスク外周部における結晶粒内の SEM 像を示す。本研究材の 2 次 γ' 相および 3 次 γ' 相の平均粒子径はそれぞれ 230 nm および 25 nm 程度であり、2 次 γ' 相はオクトデンドライト状の形態を有していた。このオクトデンドライト状の γ' 相は、比較的緩慢な冷却過程で形成される。過去の報告^{6), 10)}では、2 次 γ' 相が球状であり、平均粒子径は 60-70 nm 程度と本研究材より微細である。この違いは、本研究材がより厚みのあるディスクであるためであり、油冷中の冷却速度が緩慢であったためと考えられる。図 8 に各 γ' 相の体積率を示す。本研究

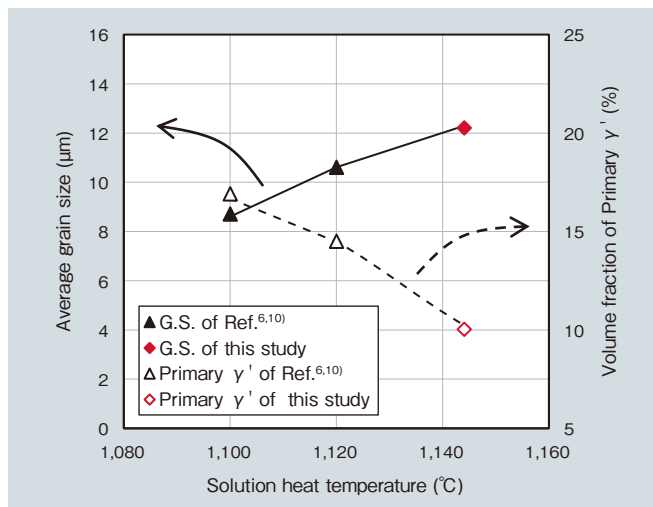


図 6 溶体化温度と平均結晶粒径、1 次 γ' 体積率の関係
Fig. 6 Relationship between solution heat-treatment temperature, average grain size and volume fraction of primary γ'

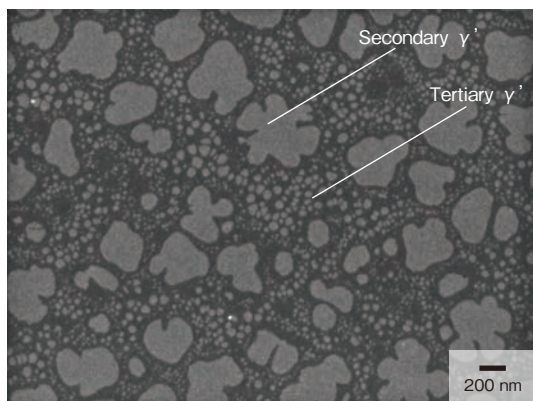


図 7 熱処理後のディスク外周部の SEM 像
Fig. 7 SEM image of the disc at outside after heat-treatment

材と過去報告の全 γ' 相体積率は共に 49% 程度とほぼ同じであり、本研究材は 1 次 γ' 相の体積率が 10% 程度と少なく、2 次および 3 次 γ' 相の量が多いことが確認できた。

図 9 に引張特性を示す。本研究材の 0.2% 耐力は試験温度が高くなるに従い、緩やかに低下する傾向にあった。また過去の報告と比較すると、本研究の 0.2% 耐力は室温から 400°C までは 50 ~ 90 MPa 程度、650°C から 725°C までは 20 ~ 40 MPa 程度低いことが分かった。この理由は、図 7 の通り、2 次 γ' 相が粗大であったためと考えられる。一方、引張強さは過去の報告と同程度であり、破断伸びは 725°C までの温度域で高くなる傾向にあった。

図 10 に試験温度 725°C における 0.2% クリープ寿命時

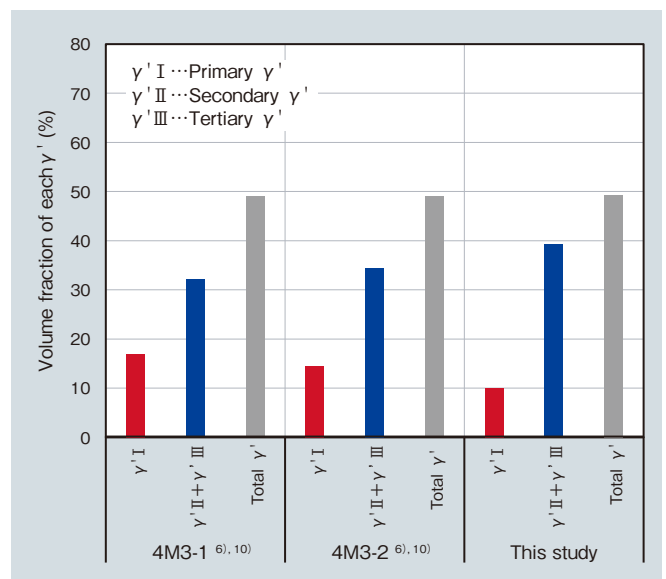


図 8 TMW-4M3 ディスクの 1 次、2 次、3 次 γ' 体積率
Fig. 8 γ' volume fraction of TMW-4M3 disc after heat-treatment

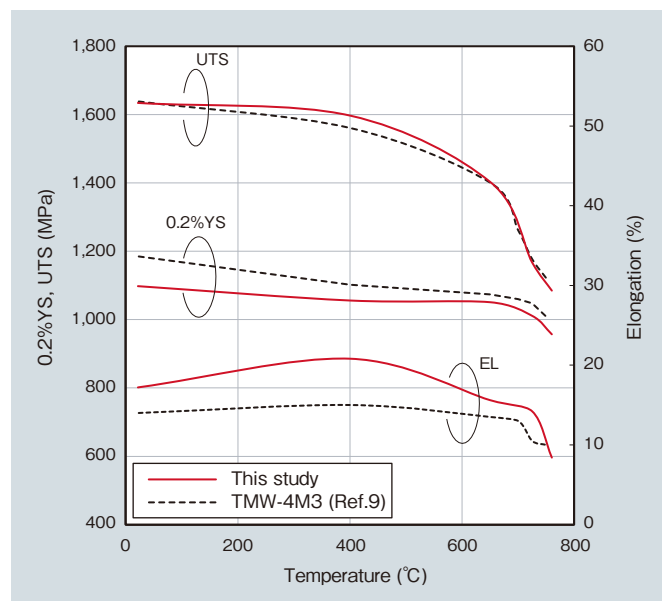


図 9 TMW-4M3 ディスクの引張特性
Fig. 9 Tensile properties of TMW-4M3 disc

間と、破断寿命をラーソンミラーパラメータで示す。図 10 (a) より、本研究材の 0.2% クリープ寿命時間は過去の報告とほぼ同等であるが、応力 630 MPa 以上の高応力側ではやや劣り、反対に 480 MPa 以下の低応力側では優れることが分かった。高応力側でやや 0.2% クリープ寿命時間が低下した理由は、図 9 における 0.2% 耐力の結果と同様、2 次 γ' 相が粗大であったことが起因していると考えられる。一方、低応力側で 0.2% クリープ寿命時間が向上した理由は、結晶粒径の粗大化の影響と考えられる。結晶粒径が大きくなると、粒界すべりが抑制されるためである。図 10 (b) より、本研究材のクリープ破断寿命は、840 MPa から 414 MPa の広い応力域で過去の報告よりも高くなることが分かった。特に、応力 480 MPa 以下と

なる低応力下での破断寿命は明確に向上しており、溶体化温度の向上によって、より広い応力域で優れたクリープ特性を有する TMW-4M3 ディスクが得られることが示された。図 11 に試験温度 725°C、試験応力 630 MPa における破断伸びの比較を代表として示す。本研究ディスクの破断伸びは 20% 以上と比較的良好であり、溶体化温

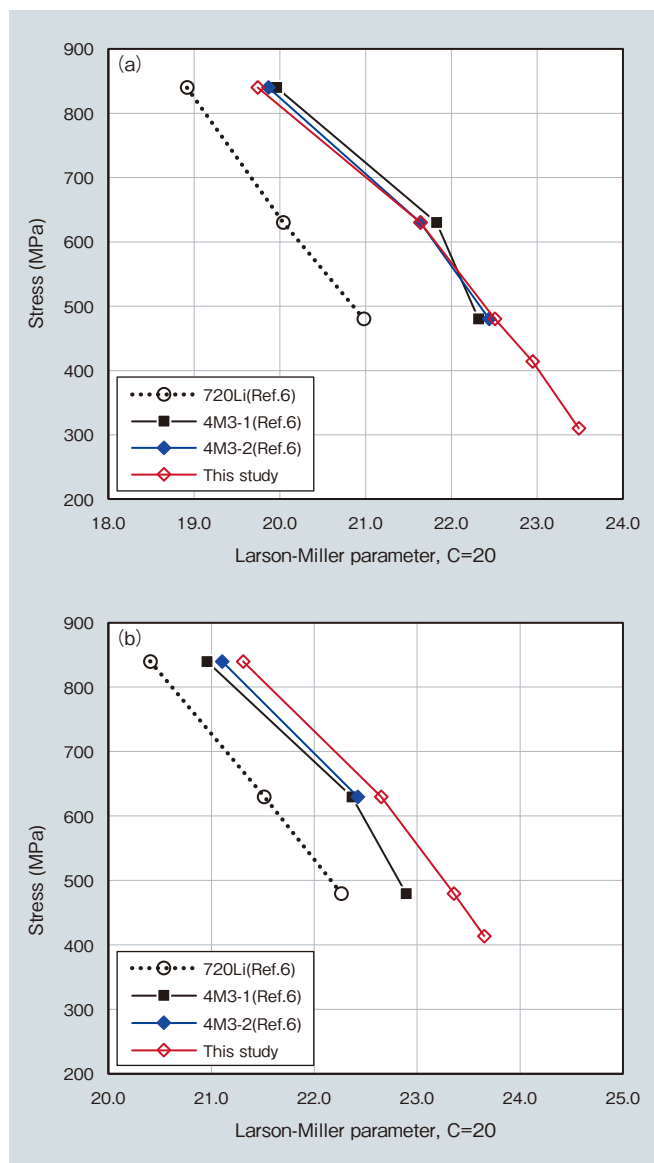


図 10 TMW-4M3 ディスクの 725°C におけるクリープ特性
 (a) 0.2% クリープ寿命のラーソンミラーパラメータと試験応力の関係
 (b) クリープ破断寿命ラーソンミラーパラメータと試験応力の関係
 Fig. 10 Creep properties of TMW-4M3 disc at 725°C:
 (a) Larson-Miller parameter of 0.2% creep life,
 (b) Larson-Miller parameter of creep rupture life

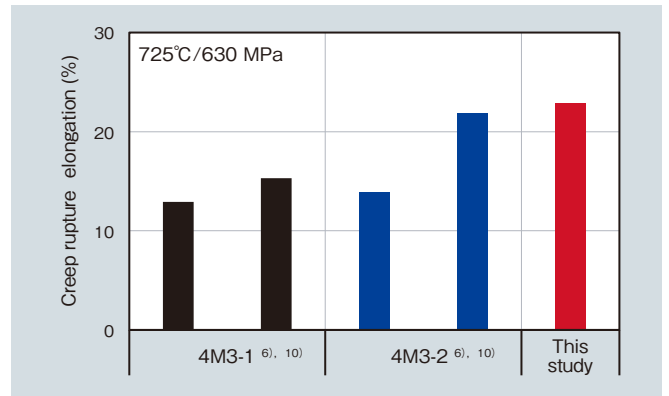


図 11 725°C / 630 MPa におけるクリープ破断伸び
 Fig. 11 Creep rupture elongation at 725°C under 630 MPa

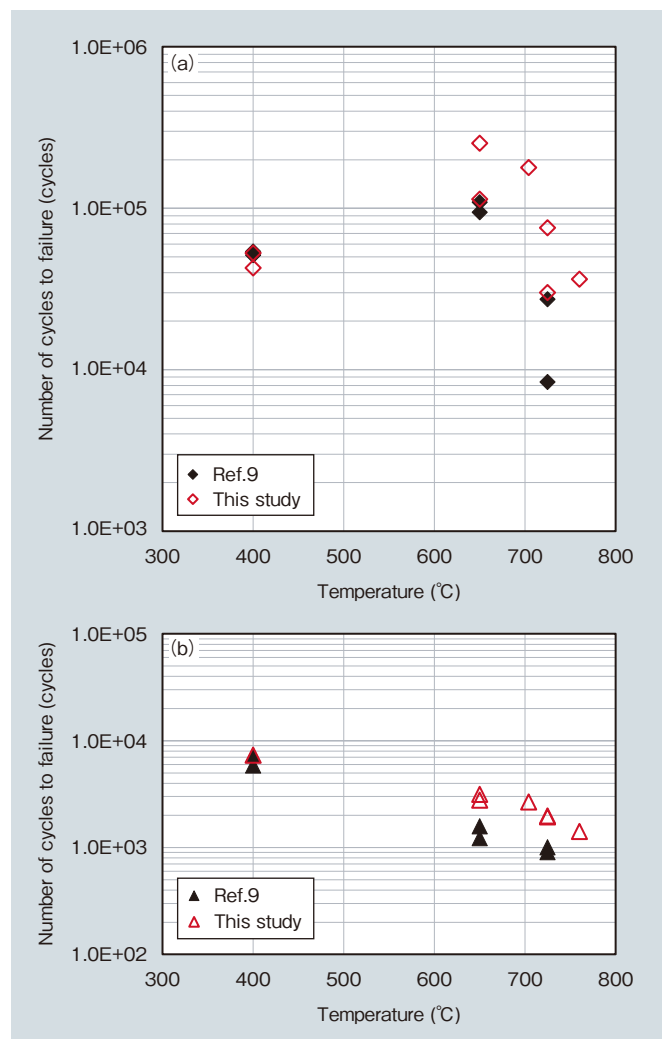


図 12 400°C から 760°C における低サイクル疲労寿命 (ひずみ比: 0, 周波数: 0.5 Hz, 全ひずみ範囲: (a) 0.8%, (b) 1.2%).
 Fig. 12 Low cycle fatigue life from 400°C to 760°C (strain ratio: 0, frequency: 0.5 Hz), $\Delta \epsilon_{total}$: (a) 0.8% and (b) 1.2%

度を向上させてもクリープ延性の低下がみられないことを確認した。

図 12 に全ひずみ範囲 0.8% および 1.2% における低サイクル疲労寿命を示す。試験温度 400℃ における疲労寿命は過去の報告と同程度であり、試験温度 650℃ 以上の高温域においては同等以上となることが分かった。試験温度 400℃ における疲労寿命は、最大の結晶粒径に大きく依存するため¹¹⁾、結晶粒径の均質性が重要となる。本研究材は、クリープ特性の向上を狙いとして溶体化温度を向上したにも関わらず、過去の報告と同程度であるので、より少ない 1 次 γ' 相量でマイクロ組織の均質性を維持できたことが示唆される。加えて、試験温度 650℃ 以上の疲労寿命が良好であった理由については、引張延性が良好であったことや、650℃ 以上の温度域にて疲労の起点となっていると推定される炭化物のサイズが関係していると考えられる⁹⁾。

4. 結言

三重溶解法による溶製鍛造法にて、外径 630-650 mm、厚さ 170 mm となる TMW-4M3 の型打鍛造ディスクを得た。これに温度 1,144℃ の溶体化処理を施し、時効処理を行った後、マイクロ組織とクリープ特性、低サイクル疲労特性を調査した。以下に結論をまとめる。

- (1) ディスクの平均結晶粒径は 12 μm 程度であった。 γ' 相の総量は 49% 程度であり、このうち 1 次 γ' 量は 10% 程度、2 次および 3 次 γ' 相は 39% 程度であった。2 次 γ' 相の形態はオクトデンドライト状であった。
- (2) 機械的性質は、引張延性やクリープ延性、低サイクル疲労寿命を損なうことなく、クリープ破断寿命が広い応力範囲で良好な値を示した。

5. 謝辞

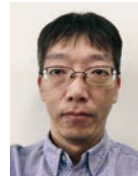
本研究は、国立研究開発法人 物質・材料研究機構と日立金属株式会社の間で 2016 年度より設立された「NIMS-日立金属次世代材料開発センター」における研究活動の一環として行われたものである。本論文の執筆にあたっては、NIMS の小野嘉則博士、横川忠晴博士に多くのご助言を頂いた。この場を借りて感謝の意を申し上げる。

引用文献

- 1) 原田, 他: 鉄と鋼, Vol.65 (1979), No.7, p.327-336.
- 2) 横川, 他: 日本金属学会誌, Vol.74 (2010), No.3 221-225.
- 3) C.Crozet, et al.: Superalloys2016, (2016), p.437-446.
- 4) Joseph A. Heaney, et al.: Superalloy 718 and Derivatives 2014, (2014), p.67-77.
- 5) M. P. Jackson, et al.: Mater. Sci. Eng. A, (1999) 259, p.85-97.
- 6) Y. Gu, et al.: Superalloys2012, (2012), p.903-910.
- 7) J. Fujioka, et al.: Proceedings of International Gas Turbine Congress 2015 Tokyo, (2015), p.333-338.
- 8) Y. Yuan, et al.: Superalloys2012, (2012), p.35-42.
- 9) Z. Zhong, et al.: Materials Characterization 67, (2012), p.101-111.
- 10) Z. Zhong, et al.: Metallurgical and Materials Transactions A, Vol.43A, (2012), p.1017-1025.
- 11) S. Kobayashi, et al.: Superalloys2016, (2016), p.849-857.
- 12) 長田, 他: 日本金属学会誌, Vol.74 (2010), No.10 p.688-696.



小林 信一
Shinichi Kobayashi
日立金属株式会社
金属材料事業本部
冶金研究所
技術士 (金属部門)



伊達 正芳
Masayoshi Date
日立金属株式会社
金属材料事業本部
冶金研究所
技術士 (金属部門)



大野 文博
Takehiro Ohno
日立金属株式会社
金属材料事業本部
冶金研究所
博士 (工学) 技術士 (金属部門)



長田 俊郎
Toshio Osada
国立研究開発法人 物質・材料研究機構
博士 (工学)



川岸 京子
Kyoko Kawagishi
国立研究開発法人 物質・材料研究機構
博士 (工学)



井 誠一郎
Seiichiro Ii
国立研究開発法人 物質・材料研究機構
博士 (工学)



原田 広史
Hiroshi Harada
国立研究開発法人 物質・材料研究機構
博士 (工学)

熱アシスト磁気記録媒体用スパッタリングターゲット材の開発

Sputtering Target Material for Heat Assisted Magnetic Recording Media

矢ヶ部 秀隆*

Hidetaka Yakabe

太田 元基*

Motoki Ohta

福岡 淳**

Jun Fukuoka

齊藤 伸***

Shin Saito

* 日立金属株式会社
金属材料事業本部

Advanced Metals Division,
Hitachi Metals, Ltd.

** 日立金属株式会社 安来工場

Yasugi Works, Hitachi Metals, Ltd.

*** 東北大学大学院 工学研究科

Graduate School of Engineering,
Tohoku University

熱アシスト磁気記録媒体の軟磁性下地膜 (SUL: Soft-magnetic Under Layer) を成膜するためのスパッタリングターゲット材を開発した。ファインメットの組成 (Fe-Nb-B-Si-Cu 合金) における Nb 量, B 量を適正化することで, このターゲット材を用いて成膜した SUL は, 加熱後も高い飽和磁束密度 (B_s) と低い保磁力 (H_c) を有しており, 広い加熱温度域にわたって低い H_c を得ることができる。さらに, 本開発のターゲット材はノジュールの生成を抑制できる金属組織であり, スプラッシュが少ない SUL の成膜が期待できる。

A sputtering target material for depositing a Soft-magnetic Under Layer (SUL) for heat-assisted magnetic recording media has been developed. The resulting SUL has a high saturation magnetic flux density (B_s) and a low coercivity (H_c) following heating over a wide temperature range. Furthermore, since nodule formation is suppressed, the SUL can be deposited with few splashing effects.

● **Key words** : heat assisted magnetic recording, soft-magnetic under layer, target material

● **Production Code** : Fe-Nb-B-Si-Cu alloy

● **R&D Stage** : Prototype

1. 緒言

携帯機器や IoT の普及によるデジタル情報量の増加を背景に, ハードディスクドライブ (HDD: Hard Disk Drive) には高記録密度化が求められている¹⁾。一方で, 現在主流の HDD は垂直磁気記録方式 (PMR: Perpendicular Magnetic Recording) であるが, この記録方式では記録密度の増大は限界に近づいている。この理由は, HDD に必要な「高記録密度化」, 「熱安定性」, 「記録容易性」の 3 つの要素を両立することが難しいためであり, 次世代はこれらの 3 要素を満足できる熱アシスト磁気記録方式 (HAMR: Heat Assisted Magnetic Recording) が有望視されている²⁾。図 1, 図 2 に HAMR の記録概念図およびドライブの概略図をそれぞれ示す。HAMR の記録層には L_{10} 型 Fe-Pt 合金が使用される。しかし, 記録層の保磁力 H_c が磁気ヘッドの記録磁界よりも大きいため情報の記録ができない。そのため, 磁気ヘッドに搭載された加熱レーザーによる熱減磁作用により, 記録層の H_c を小さくして情報を記録し, その後の冷却により記録情報を保持する方式である。図 2 の記録媒体の層構成は簡

略化して示しているが, ガラス基板上に軟磁性下地層 (SUL: Soft-magnetic Under Layer), 中間層, 記録層が積層された多層構造である。SUL の役割は磁気ヘッドと記録媒体との間で磁気回路を形成することであり, SUL には優れた軟磁気特性 (高い飽和磁束密度 B_s および低い保磁力 H_c) が要求される。

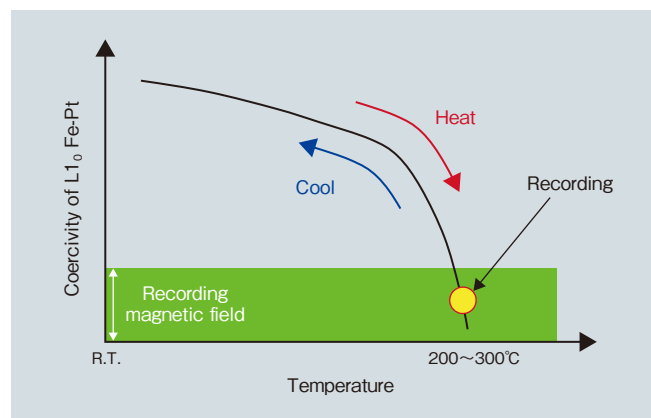


図 1 HAMR の記録概念図

Fig. 1 Conceptual diagram of recording on HAMR

● ファインメット, FINEMET は日立金属株式会社の登録商標です。

そして、記録媒体の製造プロセス温度は、PMRとHAMRで大きく異なる。これは、記録層の成膜温度に起因し、PMRで用いられるhcp構造のCo-Cr-Pt合金は室温成膜であるため、記録層の下層に位置するSULが高温に加熱されることはないが、HAMRのL1₀型Fe-Ptは、Fe-Ptを規則合金化させるために600～700℃の加熱成膜が必要である。そのため、記録層の下層に位置するSULも記録層の成膜時には600～700℃に加熱される³⁾。ここで、PMR用のSULはFeやCoといった磁性元素にアモルファス形成能を有するNb、Ta、MoやWを添加した合金が用いられているが、加熱を想定した材料設計ではないため、加熱により粗大な結晶が析出してH_cが増大し軟磁気特性が劣化する。従って、PMR用のSULをHAMRに使用することはできない。

本論文ではFe-Pt記録層の成膜温度に加熱された後も、軟磁気特性に優れた、高B_sで低H_cのHAMR用SULの開発に関して報告する。さらに、開発した組成において、磁気記録媒体に用いるSUL形成用のターゲット材に適した金属組織を検討したので報告する。

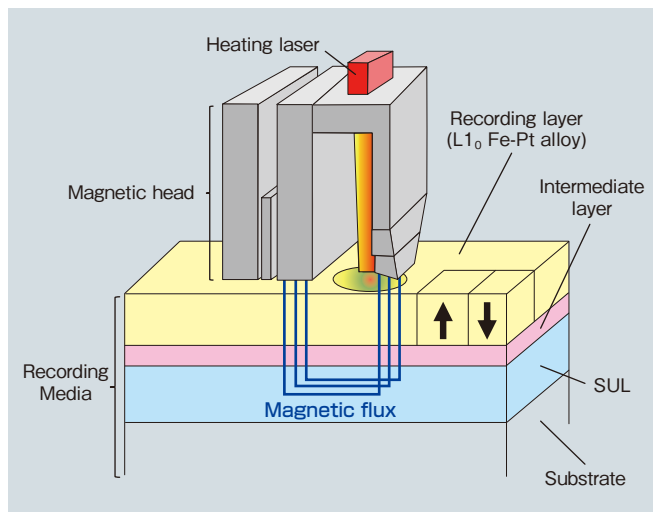


図2 ドライブの概略図
Fig. 2 Schematic of HAMR drive

2. ターゲット材の組成開発

2.1 開発方針

高B_s、低H_cの軟磁性材料としてファインメット[®]が知られている^{4), 5)}。代表組成は、原子比率でFe_{bal.}-Si_{13.5}-B₉-Nb₃-Cu₁であり、リボン鋳造後のアモルファス相を550℃に加熱して微結晶を析出させ、粒径10～20 nmをコントロールすることで優れた軟磁気特性を発現する。ここで、HAMR用のSULにおいても、記録層の成膜時にSULが加熱されることを利用して微結晶を析出させ、粒径を制御することで優れた軟磁気特性を発現できる可

能性がある。しかし、SULが加熱される温度は、ファインメットの加熱温度より高いため、SUL用に組成を適正化する必要がある。そこで、SULを加熱する前のアモルファス相を安定化させることで粗大な結晶粒の析出を抑制し微結晶化できると考え、アモルファス形成元素であるNbおよび、Bを増加させる検討を行うこととした。

2.2 実験方法

SULの磁気特性評価として試料振動型磁力計(VSM: Vibrating Sample Magnetometer)、析出結晶の定性および粒径評価としてX線回折(線源: Co K α)、透過型電子顕微鏡(TEM: Transmission Electron Microscope)によりSULの断面観察を行った。SULの成膜はキャノンアネルバ社製C-3010を使用し、2.5インチの耐熱ガラス基板(HOYA社製N105X)に膜厚40 nmのSULを投入電力1,000 W、Arガス圧0.6 Paにて形成した。その後、SULをランプ加熱により1×10⁻⁴ Pa以下の真空中で600～700℃に加熱した。また、使用したターゲット材は、原子比率でFe_{bal.}-Nb_x-B_y-Si_{13.5}-Cu₁とし、xを3～7at%、yを11.5～17.5at%の範囲で変化させた。

2.3 実験結果および考察

2.3.1 軟磁気特性

図3は、Nb量を変化させた場合のB_sとH_cである。各SULにおいて、加熱温度の上昇によるB_sの大きな変化は見られず、各加熱温度においてNbの増加に比例してB_sは単調に減少する。一方、すべてのNb量においてH_cは加熱温度の上昇に伴い増加する。Nbが最も少ないx=3ではファインメットと同じ組成のターゲット材を用いて成膜したSULであるが、600℃を超えると急激にH_c

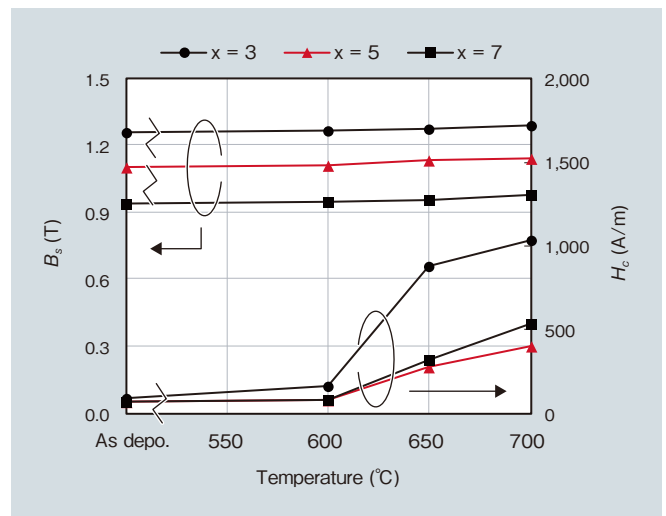


図3 加熱温度とB_sとH_cの関係(Fe_{bal.}-Nb_x-B₉-Si_{13.5}-Cu₁)
Fig. 3 Relationship between heating temperature and B_s, H_c (Fe_{bal.}-Nb_x-B₉-Si_{13.5}-Cu₁)

が増加し、700°C加熱後は1,035 A/mに増大する。また、 $x=5$ と $x=7$ を比較すると、Nbが少ない $x=5$ で低い H_c が得られている。従って、以降のターゲット材の組成はNb量を5at%に固定して、B量を変化させて実験した。図4にB量を変化させた場合の B_s と H_c を示す。 B_s は y の増加に伴い減少し、加熱温度の上昇による大きな変化は見られない。また、 H_c は $y=14.5$ で最も小さく、Bが最も多い $y=17.5$ では H_c が増加する。以上の結果から、 $x=5$ 、 $y=14.5$ にて、700°C加熱後に $B_s=1.0$ T、 $H_c=112$ A/mの優れた軟磁気特性が得られている。

以上の軟磁気特性の結果に関して、SULの析出相の同定分析および結晶粒径との関係を調査した。これは、ファインメットのような微結晶軟磁性材料では、粒径は H_c に強く影響し、金属間化合物が析出すると磁壁移動のピンニングサイトとなり、 H_c が増加することが知られているためである⁶⁾。

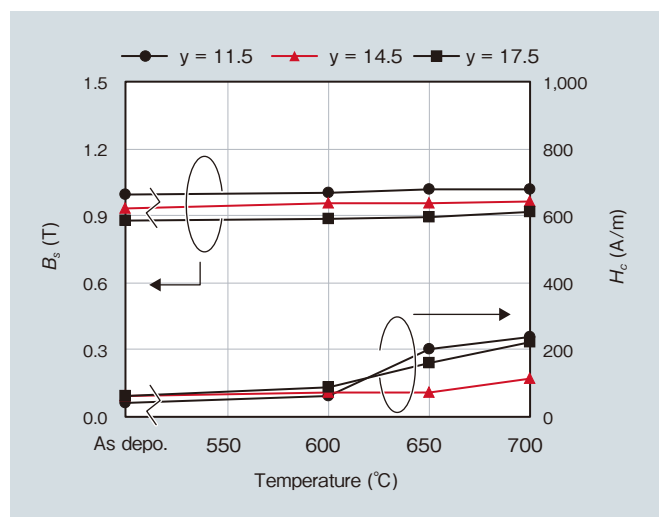


図4 加熱温度と B_s と H_c の関係 ($\text{Fe}_{\text{bal.}}\text{-Nb}_5\text{-B}_y\text{-Si}_{13.5}\text{-Cu}_1$)
Fig.4 Relationship between heating temperature and B_s , H_c ($\text{Fe}_{\text{bal.}}\text{-Nb}_5\text{-B}_y\text{-Si}_{13.5}\text{-Cu}_1$)

2.3.2 析出相

図5 (a) (b)は、それぞれ $x=3\sim 7$ における加熱無しの状態であるAs depo. および700°C加熱後のX線回折プロファイルである。いずれもAs depo. ではハローピークでありアモルファス相であるが、加熱によりbcc Fe (110)に起因する回折ピークが観測されるのみで、金属間化合物は析出していないことがわかる。bcc Fe (110)の回折角は、理論値よりも高角側にシフトしているのは、FeにSiが固溶し格子定数が小さくなっていると考えられる⁷⁾。また、 $x=7$ の回折ピーク強度は小さくブロードであることからアモルファス相が多く残り、一部のみが結晶化した部分結晶化組織になっていると予想される。従って、図3において $x=5$ で H_c が最も小さく $x=7$ で

は増加する原因は、過剰なNb添加による部分結晶化により、アモルファス相と結晶相の境界で磁壁移動がピンニングされているためと考えられる。以上より、 $x=3\sim 7$ のいずれにおいても金属間化合物は析出していないものの、部分結晶化による組織の不均一性によっても H_c が増加する。次に、図6 (a) (b)は、それぞれB量を変化させた場合であり、As depo. ではいずれもアモルファス相であり、加熱によりbcc Fe (110)に起因する回折ピークが観測される。一方、 $y=17.5$ では Fe_{23}B_6 の金属間化合物に起因する回折ピークが観測されることから、図4において、 $y=14.5$ と比較して $y=17.5$ で H_c が大きくなる原因として、過剰なB添加により金属間化合物が析出するためと考えられる。以上により、低い H_c を得るには金属間化合物の析出抑制に加え、部分結晶化のような不均一組織を抑制することが必要であることがわかる。

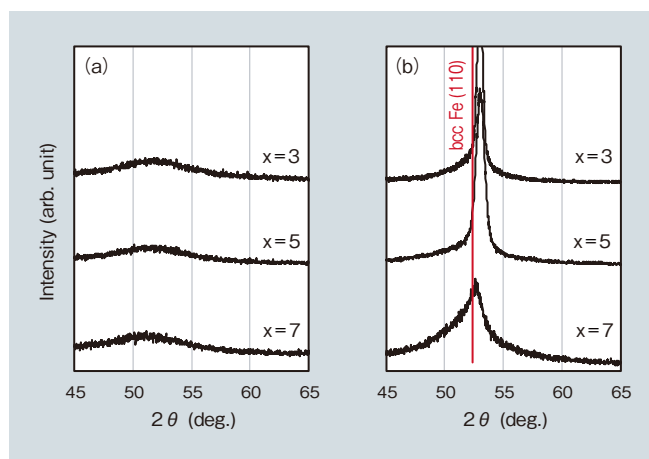


図5 $\text{Fe}_{\text{bal.}}\text{-Nb}_x\text{-B}_9\text{-Si}_{13.5}\text{-Cu}_1$ のX線回折プロファイル
(a) As depo. (b) 700°C加熱後
Fig.5 XRD profiles for $\text{Fe}_{\text{bal.}}\text{-Nb}_x\text{-B}_9\text{-Si}_{13.5}\text{-Cu}_1$: (a) as depo., (b) after 700°C heating

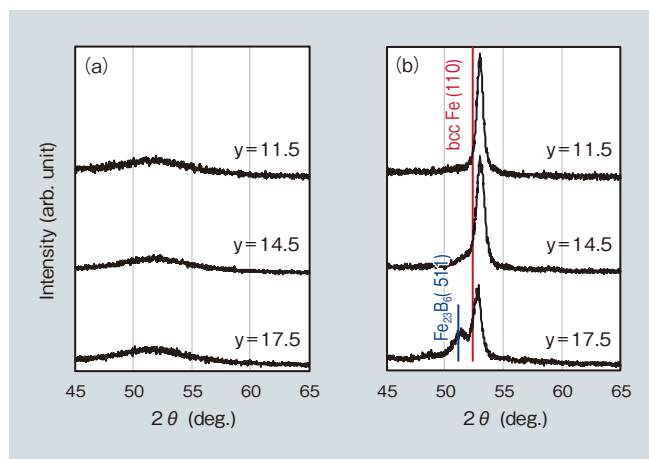


図6 $\text{Fe}_{\text{bal.}}\text{-Nb}_5\text{-B}_y\text{-Si}_{13.5}\text{-Cu}_1$ のX線回折プロファイル
(a) As depo. (b) 700°C加熱後
Fig.6 XRD profiles for $\text{Fe}_{\text{bal.}}\text{-Nb}_5\text{-B}_y\text{-Si}_{13.5}\text{-Cu}_1$: (a) as depo., (b) after 700°C heating

2.3.3 結晶粒径

次に、Nb, Bが結晶粒径に及ぼす影響について考察する。図7、図8はそれぞれNb量とB量を変化させた場合のSULにおいて、X線回折プロファイルのbcc Fe (110)の回折ピークの半価幅からシェラーの式を用いて算出した平均結晶粒径である。まず、Nb量の影響に関して、Nbが増加すると結晶粒径を微細化できるが粒径が急激に変化し、加熱温度による変化も大きいことから、Nb量のみでの調整では粒径コントロールが困難なことがわかる。一方、B量を増加させることによっても粒径は小さくなり、Nb単独での粒径制御と比較して添加量、加熱温度によっても粒径変化は緩やかである。特に、 $y=14.5$ では600～700℃の温度域にわたって、ファインメットで適正とされる10～20 nmの結晶粒径が得られている。代表例として、 $x=5$, $y=14.5$ の700℃加熱後におけるSULのマイクロ組織および $B-H$ 曲線を図9、図10に示す。

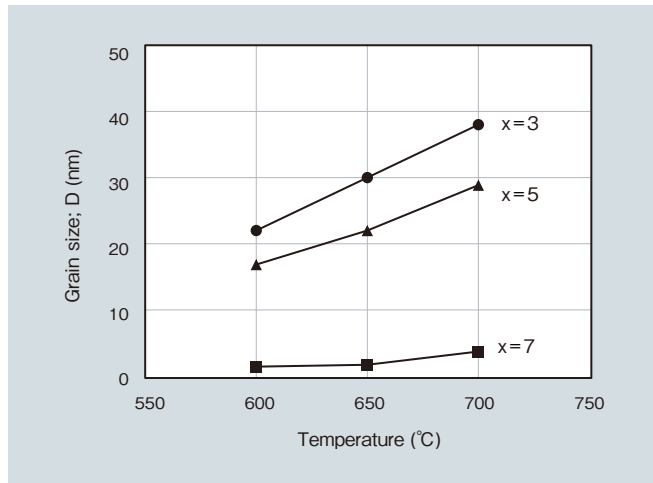


図7 加熱温度と結晶粒径の関係 ($\text{Fe}_{\text{bal.}}\text{-Nb}_x\text{-B}_9\text{-Si}_{13.5}\text{-Cu}_1$)
Fig.7 Relationship between heating temperature and B_s , H_c ($\text{Fe}_{\text{bal.}}\text{-Nb}_x\text{-B}_9\text{-Si}_{13.5}\text{-Cu}_1$)

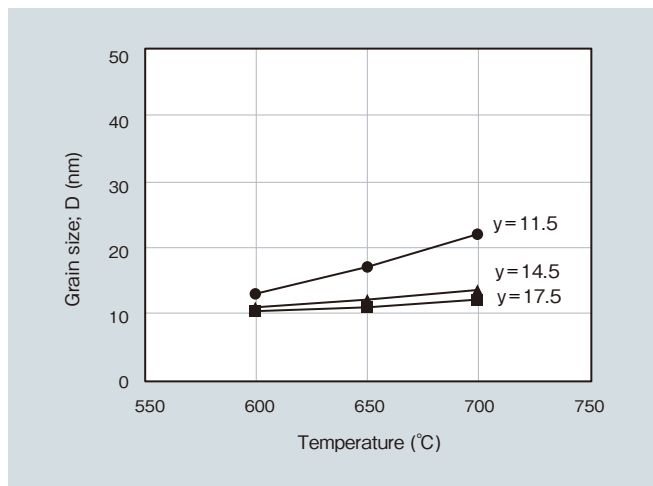


図8 加熱温度と結晶粒径の関係 ($\text{Fe}_{\text{bal.}}\text{-Nb}_5\text{-B}_y\text{-Si}_{13.5}\text{-Cu}_1$)
Fig.8 Relationship between heating temperature and B_s , H_c ($\text{Fe}_{\text{bal.}}\text{-Nb}_5\text{-B}_y\text{-Si}_{13.5}\text{-Cu}_1$)

この結果から、SULは微結晶粒が均一に分散しており、このようなマイクロ組織とすることで優れた軟磁気特性が得られている。

Herzerによれば、リボンのように厚い軟磁性材では3次元モデルを用いて H_c は結晶粒径Dの6乗、薄膜では2次元モデルを用いてDの2乗に比例して増加する⁸⁾。本実験におけるSULの膜厚は40 nmであり、リボンの一般的な厚さ(20,000 nm)の1/500の薄さである。図11は H_c とDの関係であり、点線は3次元モデルまたは2次元モデルに従う場合、並びに本検討結果を添加量別にプロットしている。なお、図中のプロットは部分結晶化していると予想される $x=7$ 、金属間化合物が析出した $y=17.5$ は、結晶粒径以外の要因が H_c に影響するため除外している。この結果から、本検討のSULは2次元の薄膜モデルに近く、 H_c はDの3.5～1.7乗に比例しており、概ね2次元モデルに近くなっている。さらに、 $y=14.5$ ではDの1.7乗に比例しており、Dの依存性が最も小さい。このことから、開発材は600～700℃の広い加熱温度範囲で安定した低い H_c が得られている。

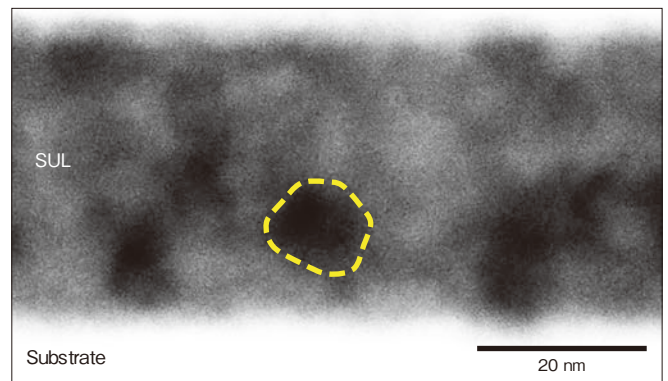


図9 700℃加熱後におけるマイクロ組織 ($\text{Fe}_{\text{bal.}}\text{-Nb}_5\text{-B}_{14.5}\text{-Si}_{13.5}\text{-Cu}_1$)
Fig.9 Microstructure after 700°C heating ($\text{Fe}_{\text{bal.}}\text{-Nb}_5\text{-B}_{14.5}\text{-Si}_{13.5}\text{-Cu}_1$)

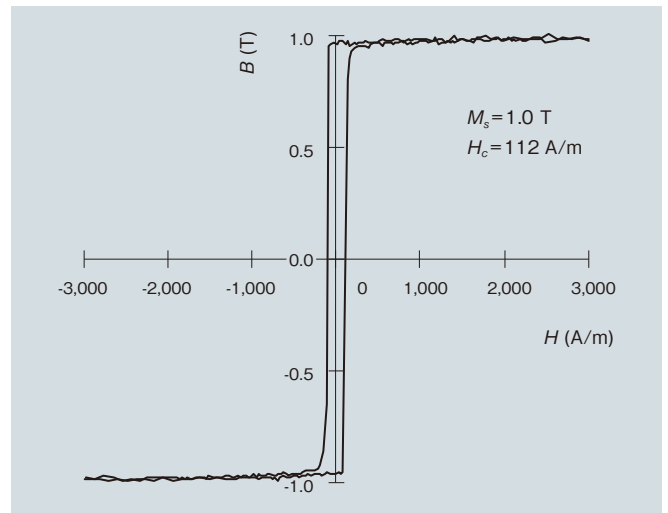


図10 700℃加熱後における $B-H$ 曲線 ($\text{Fe}_{\text{bal.}}\text{-Nb}_5\text{-B}_{14.5}\text{-Si}_{13.5}\text{-Cu}_1$)
Fig.10 $B-H$ loop after 700°C heating ($\text{Fe}_{\text{bal.}}\text{-Nb}_5\text{-B}_{14.5}\text{-Si}_{13.5}\text{-Cu}_1$)

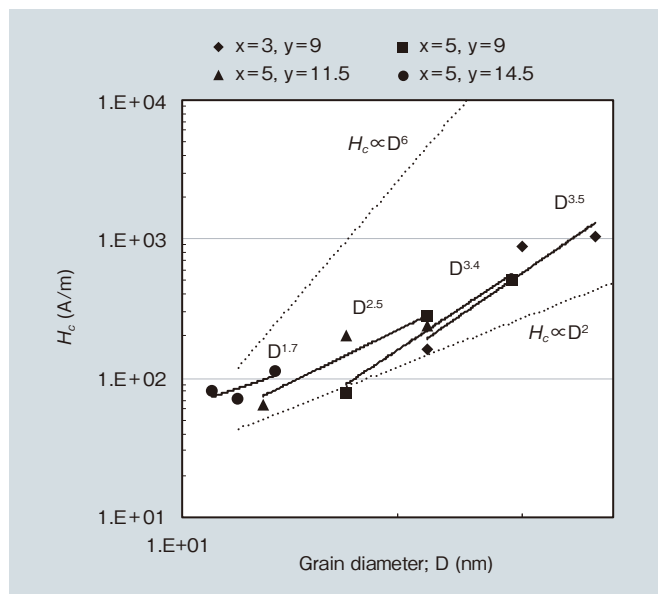


図 11 結晶粒径 D と H_c の関係 ($\text{Fe}_{\text{bal.}}\text{-Nb}_x\text{-B}_y\text{-Si}_{13.5}\text{-Cu}_1$)
 Fig. 11 Relationship between grain size and H_c

2.4 本項のまとめ

原子比率 $\text{Fe}_{\text{bal.}}\text{-Nb}_5\text{-B}_{14.5}\text{-Si}_{13.5}\text{-Cu}_1$ のターゲット材を用いて形成した SUL は、 $600 \sim 700^\circ\text{C}$ 加熱後においても優れた軟磁気特性を有し、特に 700°C 加熱後において $B_s = 1.0 \text{ T}$, $H_c = 112 \text{ A/m}$ が得られる。以上により、HAMR の記録媒体に用いる SUL 形成用ターゲット材の組成を見出すことができた。

3. ターゲット材の金属組織

3.1 要求特性

SUL は導電性のターゲット材を用いて、DC マグネトロンスパッタ法により成膜する。しかし、ターゲット材の金属組織によっては、ターゲット材のエロージョン部にノジュールと呼ばれる突起が形成され、これに起因してクラスター状の塊が SUL に付着し⁹⁾、記録媒体の品質上の問題となる。そのため、ノジュールの生成を抑制できるターゲット材組織が要求される。なお、エロージョン部とは、成膜によりターゲット材が消耗する部分のことである。

3.2 実験方法

ターゲット材の作製は熱間粉末焼結法とした。原料粉末に Fe, Nb, B, Si, Cu の 5 種の純元素粉末を混合した混合粉末を熱間焼結 (以下、純元素粉末混合法) および Fe-B-Si-Cu 合金ガスアトマイズ粉末と純 Nb 粉末を混合した混合粉末を熱間焼結 (以下、合金粉末混合法) し、各焼

結材からターゲット材を作製した。その後、ターゲット材をスパッタリングし、走査型電子顕微鏡 (SEM: Scanning Electron Microscope) を用いてエロージョン部のノジュールの有無を観察するとともに、エネルギー分散型 X 線分光法 (EDX: Energy Dispersive X-ray Spectroscopy) 分析を行った。

3.3 実験結果および考察

図 12 (a) (b) は、それぞれ純元素粉末混合法および合金粉末混合法により作製したターゲット材のエロージョン部の SEM 写真である。純元素粉末混合法では Fe, Si から成る母相中に Nb, Cu および B が点在している。また、円錐状のノジュール (黒色部) が多数観察され、頂点付近からは B のみが検出された。これは、母相を形成する Fe, Si の固溶体または金属間化合物や純 Nb や純 Cu と比較して、純 B のようなメタロイド元素は、電気抵抗が高く周囲に比べてスパッタレートが遅くなるためにノジュールが形成され、そこに電位が集中してアーク放電

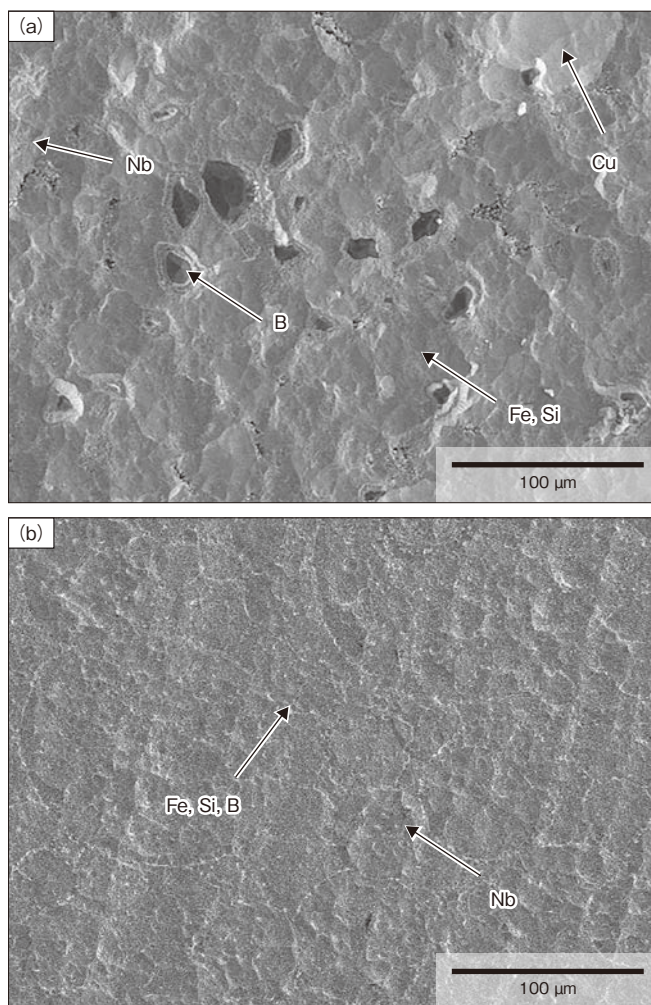


図 12 エロージョン部の SEM 写真 (a) 純元素粉末混合法 (b) 合金粉末混合法

Fig. 12 SEM images of erosion area: (a) pure powder mixing method, (b) alloy powder mixing method

を起こすとともにノジュールが破壊され、クラスター状の塊が膜に付着すると考えられる。一方で、合金粉末混合法で作製したターゲット材ではノジュールは観察されず、主に Fe, Si, B から成る母相および、純 Nb で構成されていることがわかる。なお、Cu は微量であるため検出されていない。これにより、合金粉末混合法では、B は Fe, Si との固溶体もしくは、金属間化合物として存在しており、純 B のような電気抵抗が高い相として存在しないためノジュールを抑制できると考えられる。

3.4 本項のまとめ

粉末焼結法によりターゲット材を作製するにあたり、原料粉末として Fe-B-Si-Cu 合金粉末と純 Nb 粉末の混合粉末を用いることで、ターゲット材の組織中に電気抵抗が高い純 B が存在しないため、ノジュールが少ないターゲット材を作製することができる。

4. 結言

HAMR の記録媒体に用いる SUL を形成するためのターゲット材の開発を行い、以下の結論を得た。

- (1) ターゲット材の原子比率を $\text{Fe}_{\text{bal.}}\text{-Nb}_5\text{-B}_{14.5}\text{-Si}_{13.5}\text{-Cu}_1$ とすることで、加熱後においても優れた軟磁気特性を有した SUL を得ることができる。
- (2) ターゲット材の金属組織において、B を合金化させることでノジュールの生成を抑制することができる。

引用文献

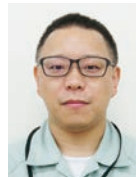
- 1) 堀内: IDEMA Japan News (2017), p.3.
- 2) 富士時報: Vol.84, No.1, (2011), p.88.
- 3) 片岡, 他: 富士時報, Vol.83, No.4, (2010), p.252.
- 4) 吉沢, 他: 日本金属学会会報, 第 28 卷, 第 4 号, (1989), p.301.
- 5) 吉沢, 他: 日本金属学会誌, 第 55 卷, 第 5 号, (1991), p.589.
- 6) 清水, 他: 日本金属学会誌, 第 78 卷, 第 9 号, (2014), p.364.
- 7) 稔野, 他: 鉄と鋼, 第 56 卷, 第 10 号, (1970), p.73.
- 8) 太田, 他: 磁気便覧, 日本磁気学会編, 丸善出版, (2016), p.235 ~ 236.
- 9) 高橋, 他: 表面技術, 50 卷, 9 号, (1999), p.15.



矢ヶ部 秀隆
Hidetaka Yakabe
日立金属株式会社
金属材料事業本部
冶金研究所



太田 元基
Motoki Ohta
日立金属株式会社
金属材料事業本部
冶金研究所
博士 (工学)



福岡 淳
Jun Fukuoka
日立金属株式会社
安来工場



齊藤 伸
Shin Saito
東北大学大学院 工学研究科
電子工学専攻 教授
博士 (工学)

次世代光センサー MPPC[®] と高速シンチレータの融合による革新的 X 線 CT への挑戦

Novel Photon-Counting CT Using MPPC[®]s and Fast Scintillators

有元 誠*

Makoto Arimoto

片岡 淳**

Jun Kataoka

寺澤 慎祐***

Shinsuke Terazawa

塩田 諭***

Satoshi Shiota

* 金沢大学
理工研究域・数物科学系
Institute of Science and
Engineering, Kanazawa University

** 早稲田大学
理工学術院・先進理工学研究所
Research Institute for Science and
Engineering, Waseda University

*** 日立金属株式会社
機能部材事業本部
Advanced Components and Materials
Division, Hitachi Metals, Ltd.

人の体内を高精度にイメージングする技術の中でも、X 線 CT は診断から治療に至るまで幅広く用いられており、現在の放射線を利用したイメージングの中でもっとも体内の病変を精度よく同定できる技術のひとつである。一方で、1 回の CT 撮影で患者が被ばくする量は、 ~ 10 mSv と甚大であり健康へのリスクが高い。加えて、現在普及している CT 技術では X 線のエネルギー情報が失われているため、モノクロの不鮮明な CT 画像になってしまう課題があった。そこで筆者らは次世代光センサー MPPC と高速シンチレータを組み合わせた「低被ばく」と「多色」を両立した X 線 CT を新たに開発している。本稿では、この CT 技術の原理実証の結果に加え、実践的な CT イメージングをめざしたアレー型 CT システムの開発についても紹介する。

Among technologies to visualize the interior of the human body nondestructively, X-ray computed tomography (CT) is one of the most widely used methods and allows the most precise measurement of tumors. However, conventional X-ray CT gives a patient a significant radiation dose (~ 10 mSv for one set of CT scans). In addition, conventional X-ray CT does not provide energy information, and only monochroic images can be obtained. To overcome these challenges and difficulties, the authors are developing a photon-counting CT composed of MPPCs and scintillators, which enables “low-dose” and “multi-color” imaging. In this paper, authors report the results for the developed system and its performance when included in a multi-channel CT array for realistic CT imaging.

● Key words : X 線 CT, 光子計数, シンチレータ
● R&D Stage : Research

1. 緒言

X 線は、その強い透過力から物質の内部を見る道具として、基礎物理から工学、そして医療まで幅広く利用されている。例えば、身近な例としてレントゲンが挙げられる。レントゲンはある一方向から X 線を照射し、人体を透過してきた X 線の強度分布情報を空間的に得ることで、メスを使うことなく体内を可視化できる。ここで X 線が物質に吸収される確率は、対象の物質の種類や密度に依存している。たとえば筋繊維などの軟組織は密度が低いため、X 線は吸収されずに透過しやすく、骨は密度が高いため X 線が吸収されやすい。この吸収の違いを利用して体内を可視化し、がんなどの腫瘍部位を発見することができる。しかし、レントゲンは、2次元のみの人体の投影画像にとどまっており、その奥行き情報は失われてしまっている。そこで、3次元での体内可視化を実現するために、X 線コンピュータ断層撮影 (X 線 CT) が用いら

れている。これは多数の方向からの X 線投影画像を取得し、その画像群を再構成することで、3次元の空間分布を得ることができる技術である。現在では、その X 線 CT による空間分解能は約 0.4 mm を達成しており、レントゲンでは不可能だった微細な血管の構造をも捉えることが可能になり、現代医療を支える根幹の技術となっている。ただ一方、いくつかの欠点も存在する。例えば前述したように X 線 CT では、多方向からの X 線照射を行う必要があり、患者の被ばく量が約 10 mSv と大きいことである。そのため、放射線リスクの高い小児や妊婦に対しては、よほど重篤でない限り X 線 CT の撮影が制限されてしまっている。また現在普及している X 線 CT で得られたイメージはエネルギー情報を持たないモノクロ画像にとどまっており、後述する K 吸収端を利用した物質の同定ができないなど、機能が大きく制限されている。

これらの問題は、従来型 CT が用いる検出器に起因している。簡単にこの装置構成について述べたい。従来型

X 線 CT では、主となる検出器としてフォトダイオード (Photodiode, 以下 PD) と呼ばれる Si 半導体光素子が使われている。PD のノイズ (暗電流) は大きく、CT 画像の取得方法に大きな影響を与える。例えば、コントラストの低い軟組織で構成された部分の撮影には、ノイズに対し信号電流を凌駕させるために多くの X 線照射が必要となり、その結果として約 10 mSv もの線量を要求させてしまっている。加えて、X 線を光信号に変換するために硫酸化ガドリニウム (Gd_2O_2S , 以下 GOS) シンチレータが用いられているが、発光時定数が数マイクロ秒と長く、X 線 CT のような高い X 線照射レート下では、信号として読み出す際に複数の X 線光子からの出力が重畳してしまっている (図 1 (a))。

そのためシンチレータによって X 線から変換された可視光信号は、加算された状態になっており、個々の X 線光子のエネルギーの情報が失われてしまっている。そこでこれらの問題を解決する方法として、光子計数型 CT と呼ばれる技術に注目が集まっている。

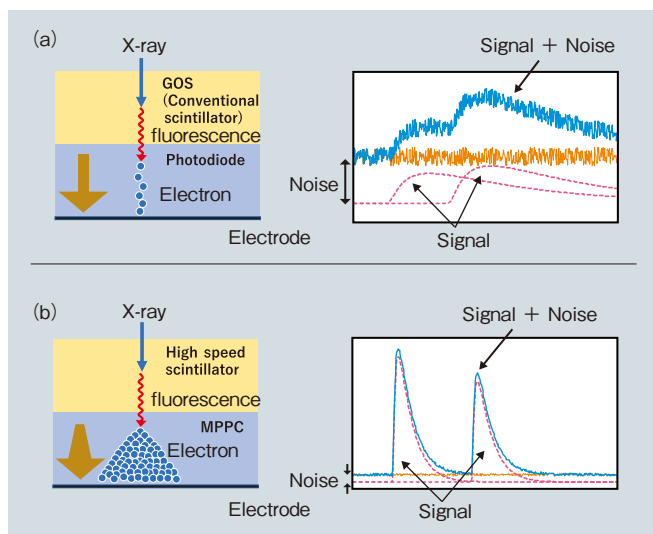


図 1 X 線 CT の信号模式図 (a) フォトダイオード (PD) を用いた従来型 CT (b) MPPC を用いた光子計数型 CT
Fig.1 Schematic view of signals in X-ray CT: (a) conventional CT with photodiode, (b) photon counting CT with MPPC

2. 光子計数型 CT (Photon counting CT)

2.1 光子計数型 CT の特長

光子計数型 CT の最大の特長は、個々の X 線光子を信号として捉える点である (図 1 (b))。これにより、X 線を検出する際の信号対ノイズ比を大きく改善することができ、X 線 CT による X 線照射量の減少 (すなわち低被ばく化) が強く期待される。加えて、信号強度は X 線光子のエネルギーに比例するため個々の X 線光子の信号強度を計測することで、従来の X 線 CT では困難だった、

X 線のエネルギー情報を取得することが可能となる。ここで前述したように X 線 CT では、X 線が体内で吸収される割合 (減弱係数) を知ることでイメージングを実現している。このとき、減弱係数のエネルギー依存性は物質ごとに固有の傾向をもつ。従来型 CT ではエネルギー情報が失われていたが、光子計数型 CT では、複数のエネルギー帯域で減弱係数の情報を得ることができ、物質の同定が可能となる。例えば、X 線 CT では体内の血管を鮮明に映し出すために、ヨウ素を用いた造影剤が用いられる。しかし、この造影剤を用いても常に鮮明な画像が得られるわけではなく、見たい血管の位置次第では、周囲の臓器や骨によって妨げられることがある。そこで光子計数型 CT を用いて、ヨウ素のみを抽出することで、血管のみを強調したイメージングが実現できれば、さまざまな病気診断の確度を大きく上げることが期待できる。

そこで筆者らは従来の X 線 CT に用いられている PD に代わり、新たにマルチピクセルフォトンカウンター (Multi-Pixel Photon Counter, 以下 MPPC[®]) を用いたシステムを提唱している。MPPC は放射線計測で近年大きく注目を浴びている光半導体増幅素子 (Si-PM; Silicon photomultiplier) であり、小型でかつ約 10^6 倍もの信号増幅率を持つことが特長である。この非常に高い増幅率を利用して、X 線光子を高感度で検出する (図 1 (b))。さらにこの MPPC の特性を最大限利用するために、新たなシンチレータが必要となる。そこで従来の発光時定数の長い GOS シンチレータに代わり、100 ナノ秒 (ナノ = 10^{-9}) 以下の短い発光時定数を持つ YGAG シンチレータ (SX101) を採用した (日立金属製)。MPPC は数ナノ秒の非常に速い時間応答を有しており、YGAG シンチレータと組み合わせることで、個々の X 線光子の検出を実現できる。ここで検出した X 線の出力信号の波高値が X 線光子のエネルギーに対応する (図 1 (b))。その波高情報を得ることで、従来ではモノクロにとどまっていた X 線画像が、カラー画像へと進化するブレイクスルーを達成できる。

また、本稿で紹介しているシンチレータを用いた手法以外にも、CdTe や CdZnTe 半導体を用いた手法が提唱されている¹⁾。これらは、シンチレータと比べて高いエネルギー分解能が最大の特長であり、後述する造影剤の K 吸収端イメージングに大きなメリットが期待される。一方で、CT 装置の普及という観点で、(1) 半導体内部を移動する電荷キャリアの移動度が小さく、高レートに対

● 「MPPC」は浜松ホトニクス株式会社の登録商標です。

応するためにピクセルを過剰に分割する必要がある、チャンネル数が膨大となる(数 100 kHz/ピクセルの場合でピクセルサイズ 0.2 mm¹⁾), (2) CdTe 素子自身は信号増幅機能を持たないため、ノイズに弱く電荷増幅器が必須である、(3) 半導体素子が高価である、といった課題がある。さらに、エネルギー分解能の観点で、(1) 十分な画像統計量を稼ぐためにエネルギーバンドは 10 keV 程度以上に広くとる必要がある、(2) 用いられる造影剤の種類がせいぜい 3, 4 種類である、といった課題がある(3.3 章参照)。ここで、筆者らが提唱する MPPC を用いた場合、CdTe や CdZnTe 半導体素子に対してエネルギー分解能は劣るものの、(1) 高カウントレートに対応可能(数 10 MHz/ピクセル)、(2) 電荷増幅器が不要であるため、信号読み出しシステムを大幅に簡素化できる、(3) シンチレータをベースとしており、厚さと感度の調整が容易である、(4) CdTe や CdZnTe 半導体に比べ非常に安価な CT システムの実現が可能、(5) 従来の PD を MPPC へ置き換えるだけで、装置化を容易に実現できるといった面で有利である。以下では、筆者らが独自に開発した MPPC を用いた光子計数型 CT システムを用いて、これまで得られた主要な結果について簡単に紹介していきたい。

2.2 低被ばく化

前述したように、光子計数型 CT では信号対ノイズ比の大幅な改善により、低被ばく化が期待される。そこで筆者らは、その原理実証として、単一ピクセルの高速な YAP シンチレータ(発光時定数:約 25 ナノ秒, 密度:5.35 g/cm³)と MPPC を組み合わせ、水とアルコールを含むターゲット(図 2 (a))を用いて CT 撮影実験を行った。ここで水とアルコールは減弱係数が近い値を持っており、この CT 撮影は体内の軟組織部のわずかな変化を検出する模擬的な撮影に相当する。この際、従来型との比較を行うために、従来型 CT を想定した PD による画像取得も行った。図 2 に示すように、PD と MPPC の双方において、水とアルコールの空間的構造の可視化に成功している。しかしながら、PD では画像全体にざらつきが生じてしまっており、これは PD のノイズが影響しているためと考えられる。一方で、MPPC ではその圧倒的に大きい信号強度のおかげで、ノイズの影響を大きく抑えた画像取得に成功しており、水とアルコールのコントラストも極めて明瞭である。この両者の画像のざらつきおよびコントラストの違いを定量評価したところ、PD を用いて MPPC と同様の高いコントラストの画像を得るためには、MPPC 型 CT に照射した X 線の約 100 倍の量が必要であることがわかった。言い換えれば、従来の X 線

CT と同様のクオリティの画像を得るためには、MPPC 型 CT では約 1/100 の照射量で十分であり、大幅な低被ばく化を実現できる可能性を示している²⁾。ただし、ここで注意しなければならない点として、この実験で用いている PD 画像は生の信号出力のみを使って、画像再構成されたという点である。それに対し、現在普及している X 線 CT 装置では、信号を読み出すためのハードウェアから、ノイズ除去のアルゴリズムを組み込んだソフトウェアに至るまで、多くの低被ばく化のための工夫が盛り込まれている³⁾。これらのことを考慮すれば、光子計数型 CT による被ばく量の低減効果は 1/10 程度と予想される。

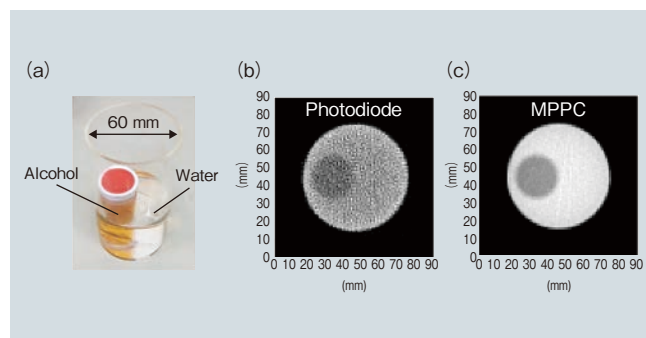


図 2 (a) アルコールと水で構成されるファントム (b) フォトダイオード (PD) で得られた X 線 CT 画像 (c) MPPC で得られた X 線 CT 画像
Fig.2 (a) Phantom composed of alcohol and water, (b) X-ray CT image obtained using photodiode, (c) X-ray CT image obtained using MPPC

2.3 多色イメージング

光子計数型 CT により X 線エネルギー情報を持つイメージを取得できることで、多くの恩恵が生まれる。そのひとつとして、体内の物質同定を実現する K 吸収端イメージングが挙げられる。前述したように、血管構造を強調した CT 画像を得るためにヨウ素を含む造影剤が用いられているが、ヨウ素は 33 keV の前後で線減弱係数が急激に変化する性質(K 吸収端:図 3 (a))を持つ。そこで、この変化を利用することでヨウ素のみを抽出することができる。筆者らの MPPC 型 CT で行った、ヨウ素を使った K 吸収端イメージングの結果を、図 3 (b) に示す。ここでは 20-33 keV と 33-45 keV のそれぞれのイメージを取得し、これらの差分を取った。差分を取る前では、双方の画像に水とヨウ素の構造が見て取れるが、差分を取った後ではヨウ素のみの抽出に成功している。この結果は、高いエネルギー分解能を誇る CdTe だけでなく、シンチレータを用いた MPPC でも K 吸収端イメージングを実現できることを示すものであり、筆者らが提唱する CT システムの有効性を示す意義深い結果である。

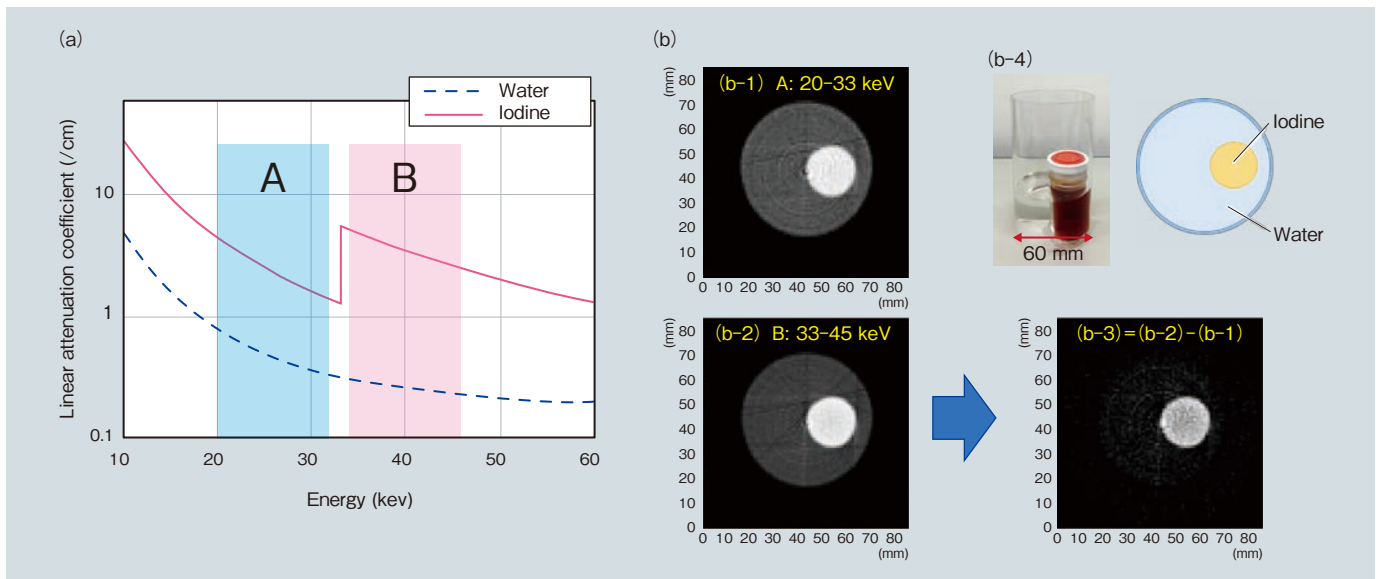


図3 (a) 水とヨウ素での線減弱係数の分布 (b) K 吸収端イメージングの結果. 水とヨウ素で構成されたターゲット (b-4) に対し, 20 - 33 keV (A) の CT イメージ (b-1) と, 33 - 45 keV (B) の CT イメージ (b-2) の間で差分をとる (b-3) ことで, ヨウ素のみを抽出する

Fig.3 (a) Linear attenuation coefficients for water and iodide as function of energy, (b) results of K-edge imaging. By obtaining images of a phantom composed of water and iodine (b-4) in the 20-33 keV (b-1) and 33-45 keV (b-2) bands and subtracting the 20-30 keV image from the 33-40 keV image (b-3), authors can extract the information for only the iodine component from the phantom

3. アレー型 CT システムへの展開

3.1 複数素子を用いた CT システム

これまで得られた成果は, すべて単素子による X 線 CT システムの結果であり, より実践的な CT を実現するためには, 複数素子を用いた CT システムの開発が必須である。そこで筆者らは, 単素子で得られた知見をもとに, 16 系統を有するアレー型 CT システムの開発を進めている。ここで重要となるのは, 16 系統の MPPC ピクセルのそれぞれに約 10 MHz という高速レートで X 線光子が到来する点であり, 系統ごとに高速の信号処理を行う必要がある。さらに, X 線 CT は高密度に実装されたアレーとなるため, 信号処理回路もコンパクトでなければならない。そこで筆者らは, 多系統の高速信号処理を実現する大規模集積回路 (LSI: Large-Scale Integrated circuit) を独自に開発した。これに加えて, シンチレータアレーを製作することも重要な開発要素である。ここで求められる性能は, 短い発光時定数であり, さらに高い密度も要求される。これは X 線 CT では約 100 keV までの X 線を捉える必要があり, 高密度であるほど X 線を捉えやすいためである。そこで筆者らは双方を実現する日立金属製 YGAG (発光時定数: 約 70 ナノ秒, 密度 5.38 g/cm³) を用いたシンチレータアレーを開発し, 上記 MPPC, LSI およびシンチレータを組み合わせて, 多系統の X 線 CT システムを構築した⁴⁾ (図 4 (a))。そして, この開発したシステムを用いて, ターゲットの詳細な構造を反映した 3 次元画像の取得に成功している (図 4 (b))。

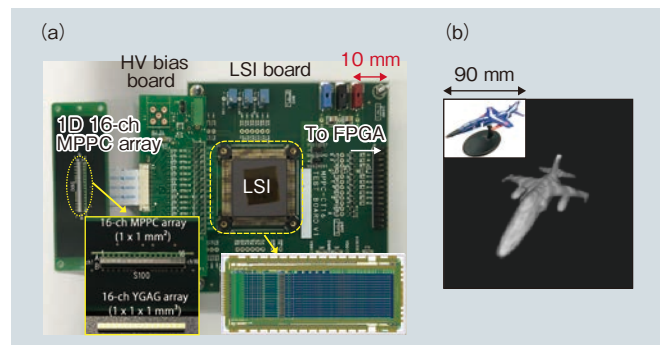


図4 開発したアレー型 MPPC-CT システム (a) アレー型 MPPC-CT システム外観 (b) ターゲットの 3 次元 X 線 CT イメージ

Fig.4 Developed 16-channel MPPC-CT system: (a) photograph of system, (b) 3-D X-ray CT image of airplane

3.2 多色イメージングと物質同定

このアレー化した CT システムを用いて, 複数の物質で構成されたライターを X 線 CT 撮影した結果を図 5 に示す。光子計数型の CT では選択した X 線エネルギー帯で画像を取得することができる。例えば, すべてのエネルギー帯域を用いた画像 (図 5 (b)) はいわゆるモノクロの従来型の CT 画像に対応する。一方, 複数のエネルギー帯に分割して画像を取得すると, エネルギー帯に応じた複数の物質を可視化することができる。ここでは低エネルギー帯では低密度なプラスチック (図 5 (d)), 中エネルギー帯では中密度なアルミニウム (図 5 (e)), 高エネルギー帯では高密度な鉄 (図 5 (f)) を, それぞれ抽出することに成功した。このような多色イメージングによるさまざまな物質の可視化は, 光子計数型 CT によってのみ達成でき, 従来型のエネルギー積分型 CT とは一線を画すものである。

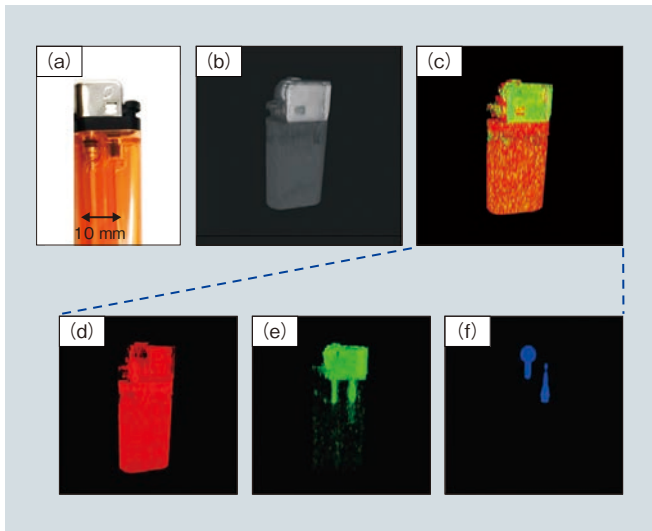


図5 ライターのX線CTイメージ (a) ライター (b) 全エネルギーを積分したCT画像 (c) 多色CT画像 (d) 低エネルギー画像 (プラスチック) (e) 中エネルギー画像 (アルミニウム) (f) 高エネルギー画像 (鉄)

Fig.5 X-ray CT image of lighter: (a) photo of lighter, (b) energy-integrated image, (c) color image obtained by combining multi-energy images, (d) low-energy image (plastic part), (e) medium-energy image (aluminum part), (f) high-energy image (iron part)

3.3 複数造影剤の同時撮影と定量性評価

X線CTの撮影においては、ヨードやガドリニウム造影剤による画像コントラストの強調がしばしば行われる。一方で造影剤には副作用があり、腎機能の優れない患者に用いるのは望ましくない。図6に示す通り、光子計数型CTはこれら複数の造影剤の識別を可能とし、究極的には高い画像コントラストにより造影剤濃度そのものを

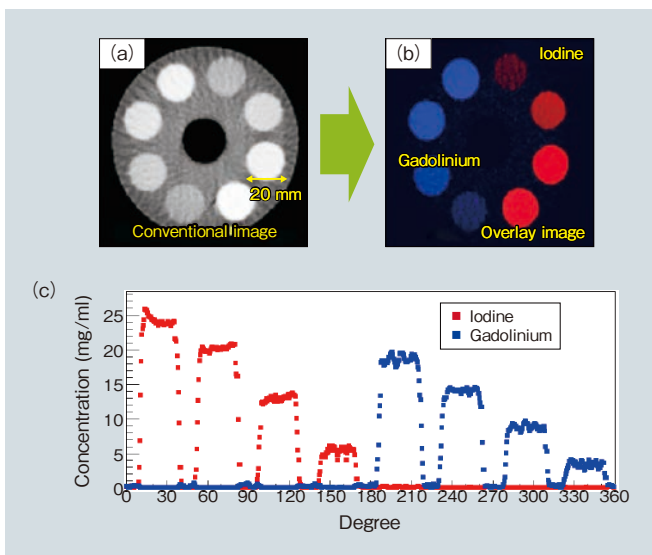


図6 濃度の異なる造影剤であるヨードとガドリニウムの同時撮影, (a) 従来型CTによるモノクロ撮影 (b) 光子計数型CT (約1/100倍の線量) によるカラー撮影 (c) 造影剤濃度の違いによる定量比較

Fig.6 Simultaneous imaging of iodine and gadolinium with different concentrations: (a) monochrome image using conventional CT, (b) color image using photon-counting CT, (c) quantitative comparison for different concentrations of the contrast agents

低減化できることが期待される。また、肝細胞癌のCT撮影では通常、造影剤の投与前、動脈層への集積後、門脈層への集積後の3回に分けてCT撮影が行われる(図7)。光子計数型CTでは造影剤投与のタイミングを工夫することでこれら3回の撮影を一度に集約することが可能となり、被ばく線量をさらに1/3に低減化する方法も検討されつつある。今後は、体への負担がより少ない新しい造影剤の開発を含め、装置開発と創薬が一体となった新たな展開が期待できる。

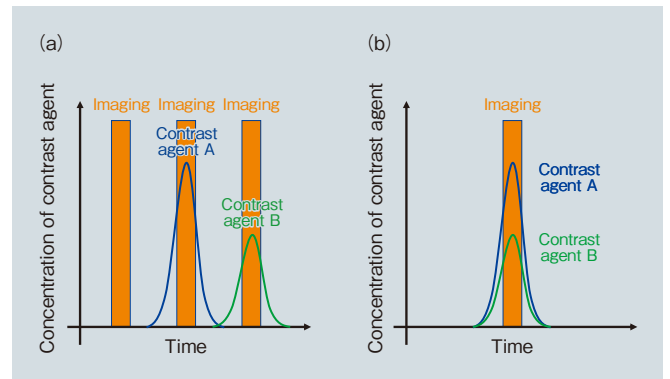


図7 肝細胞癌のCT撮影と造影剤の投与のタイミング (a) 従来型CT (b) フォトンカウンティング型CT. 従来型CTでは3回に分けていた撮影が1回に統合できる

Fig.7 CT imaging of hepatocellular carcinoma and timing of administration of contrast agent: (a) conventional CT, (b) photon-counting CT. With conventional CT, imaging must be performed three times, but only one imaging process is required with photon-counting CT.

4. 結言

光子計数型CTは、2019年現在、今後10年の間に進歩がもっとも期待される医療診断技術のひとつと考えられている。そして、本稿では、MPPCをベースとした光子計数型CTの開発とその性能実証により、従来CTと比べ被ばく量を約1/10に低減できる可能性があることおよび多色イメージングによりさまざまな物質の可視化が可能であることを明らかにした。一方で、世界的にみるとCdTeやCdZnTeをベースとした光子計数型CTの開発が主流であり、有力医療メーカーを中心に開発が進められている。小動物用CTなど臨床に近いステージで優れた結果が出つつある反面、提案から20年以上経た現在も人体用CTの実現や製品化には至っておらず、道程の険しさを物語っている⁵⁾。その点では、筆者らのMPPCを用いたCTは技術的成熟度で未だ萌芽の段階であり、今後多くの課題を乗り越えていかなければならない。しかし、CT装置の実用化と広い普及を考えるとシンチレータベースのシステムに大きな優位性があり、新たな突破口となることが期待できる。そこで注目されるの

が、本稿で示した MPPC 式光子計数型 CT であり、本研究が将来の X 線 CT を用いた診断医療に与える影響は少なくない。また優れた CT システムをめざす上で、CdTe 方式と MPPC 方式が切磋琢磨していくことも重要であり、その点でも本研究がもたらす意義は大きい。これらのことを見据え、今後さらなる MPPC 型 CT システムの開発を進めていきたい。

5. 謝辞

本稿で紹介した成果は、早稲田大学と日立金属株式会社の共同研究および、内藤記念科学奨励金、上原記念生命科学財団、カシオ科学振興財団、日本学術振興会 科学研究費助成事業（科研費）JP15H05720, JP16H07266, JP19H04483 の助成の下、実施された。また本研究の遂行にあたり、早稲田大学の学生諸氏および宇宙科学研究所・池田博一教授の貢献と協力に、この場を借りて、謝意を表す。

引用文献

- 1) K. Ogawa et al.: Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. A, 664 (2012), p.29-37.
- 2) H. Morita et al.: Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. A, 857 (2017), p.58-65.
- 3) 坂口, 他: 東芝レビュー, vol.66 No.7 (2011), p.7-10.
- 4) M. Arimoto et al.: Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. A, 912 (2019), p.186-190.
- 5) D. P. Cormode et al.: Scientific Reports, 7 (2017), p.4784.



有元 誠

Makoto Arimoto
金沢大学
理工研究域・数物科学系
(早稲田大学 理工学術院 兼務)
博士(理学)



片岡 淳

Jun Kataoka
早稲田大学
理工学術院・先進理工学研究科
博士(理学)



寺澤 慎祐

Shinsuke Terazawa
日立金属株式会社
機能部材事業本部
機能部材研究所



塩田 諭

Satoshi Shiota
日立金属株式会社
機能部材事業本部
機能部材研究所

高周波スイッチングに適した新しい軟磁性材料と高電力密度車載充電器への適用

New Soft Magnetic Materials for Higher Switching Frequencies and Their Application for High Power Density On Board Charger

萩原 和弘*

Kazuhiro Hagiwara

西村 和則*

Kazunori Nishimura

三吉 康晴*

Yasuharu Miyoshi

山脇 大造*

Taizo Yamawaki

梅野 徹*

Tohru Umeno

Stefan Endres**

* 日立金属株式会社
機能部材事業本部

Advanced Components and Materials
Division, Hitachi Metals, Ltd.

** Fraunhofer Institute for Integrated
Systems and Device Technology IISB

ナノ結晶合金コア FT-3K50T は広周波数範囲で高いインピーダンス透磁率特性を示し、アモルファスパウダーコア HLM50 および Mn-Zn フェライトコア ML29D は、高い飽和磁束密度と高周波数領域で低損失という特長を持つ。これらはともに日立金属の新しい軟磁性材料であり、スイッチング電源の高周波数化・小型化への貢献が期待されている。本稿ではこれら材料の特長を示し、さらに車載充電器 (OBC: On Board Charger) へ適用させた。その結果、市場先行評価品に対し約 1.3 倍、現市場の製品に比べ約 3 倍の 3.8 kW/L という高い電力密度の OBC を実現した。

Nanocrystalline alloy core FT-3K50T has a high impedance permeability over a wide frequency range, and amorphous powder core HLM50 and MnZn ferrite core ML29D exhibit a high saturation flux density and low loss at high switching frequencies. These cores are Hitachi Metals new soft magnetic materials and are expected to contribute to switched-mode power supplies with high switching frequency and downsizing. In this paper, the features of these materials are described, and they are applied to an onboard charger (OBC) to confirm their impact. The results show that the OBC can achieve a power density of 3.8 kW/L, which is around 1.3 times higher than prototypes from other companies, and around 3 times higher than commercial OBCs.

● Key words : 軟磁性材料, 高周波数化, On Board Charger

● Production Code : FT-3K50T, HLM50, ML29D

● R&D Stage : Mass production (OBC: prototype)

1. 緒言

地球温暖化対策として、CO₂ 排出低減効果の高い電動車 (xEV: x Electric Vehicle) の市場への普及が加速している。この中で、電気自動車 (EV: Electric Vehicle) やプラグインハイブリッドカー (PHEV: Plug-in Hybrid Electric Vehicle) は、駆動エネルギー源であるバッテリーの電気エネルギーを商用電源から供給するための充電器を搭載している。これは車載充電器 (OBC: On Board Charger) と呼ばれ、商用交流電圧 (AC) からバッテリーの直流電圧 (DC) に変換するスイッチング電源であり、ノイズフィルターや電力変換に用いられる素子としてインダクターやトランスといった軟磁性部品が使用される。

OBC には自動車の居住空間確保のための小型化や燃費向上のための軽量化が強く求められている。そのためには、OBC の単位体積当たりの出力電力を上げること、すなわち電力密度の向上が必要となる。現在市場製品では

1.3 kW/L 程度の電力密度が達成されている¹⁾。ここでさらなる高電力密度化のためには、OBC のスイッチング周波数を上げて、体積および質量の大きい軟磁性部品を小型軽量化することが有効である。しかしその際、高周波数化に伴うスイッチングノイズや磁性部品のコアロスの増大が問題となる。

本稿では、OBC の高周波数化に適した日立金属の新しい高周波対応軟磁性コアであるファインメット[®] コア FT-3K50T、アモルファスパウダーコア HLM50 および Mn-Zn フェライトコア ML29D について述べる。FT-3K50T は広い周波数範囲で高いインピーダンス透磁率を有し、OBC から発生するスイッチングノイズを効果的に低減することができる。また HLM50 および ML29D は高い飽和磁束密度と高周波数領域における低損失特性

● ファインメット, FINEMET は日立金属株式会社の登録商標です。

を有する。これらはそれぞれ OBC を構成するノイズフィルター回路、力率改善・AC/DC 変換回路および DC/DC 変換回路用のインダクターやトランスに適した材料となっている。さらにこれら材料を用いて高周波スイッチングで動作する OBC を設計・試作・評価し、OBC の小型化に対する効果について確認する。

2. ファインメットコア FT-3K50T

2.1 背景

xEV では OBC やモーターを駆動するインバーターなどから発生するコモンモードノイズが周辺機器の誤動作の原因となるため、これを低減するためにインダクターであるコモンモードチョークコイルが使用される。2000 年以降、自動車の電動化が進展するとともに、車両に搭載される電子機器は増加し、高密度実装化する傾向にあることからコモンモードノイズの抑制はますます重要となっている。このような背景から、特に 100 kHz から 1 MHz の周波数範囲において高いインピーダンス透磁率を持つ軟磁性材料が望まれている。また高密度実装化に伴いコモンモードチョークコイルには一層の小型軽量化が望まれている。

2.2 ナノ結晶軟磁性合金ファインメット

コモンモードチョークコイルのコアとしては従来 Mn-Zn 系のフェライトが用いられてきた。これに対し日立金属では 1988 年に Fe 基ナノ結晶軟磁性合金材料ファインメットを開発し、現在ファインメット FT-3KM コアを用いたコモンモードチョークコイルを量産中である。ファインメットはアモルファス薄帯をトロイダル形状に巻回した後、ナノ結晶化を伴う熱処理を行うことで Mn-Zn 系フェライトを上回る高いインピーダンス透磁率を実現した軟磁性材料である²⁾。図 1 と表 1 に材料別のインピーダンス透磁率を示す。ファインメット FT-3KM のインピーダンス透磁率は Mn-Zn フェライト (日立金属製 MP70D) に比べて 100 kHz において 3.3 倍、1 MHz に

おいて 1.8 倍となっており、コモンモードチョークコイルのコアとして優れた磁気特性を有していることがわかる。

2.3 FT-3K50T

ファインメットではナノ結晶化を伴う熱処理時に磁芯の磁路と垂直方向に磁場を印加する磁場中熱処理を行うことで誘導磁気異方性を制御し、インピーダンス透磁率を調整することができる。コモンモードチョークコイルに対する高インピーダンス化要求に応えるため、日立金属ではファインメットの磁場中熱処理条件について新たな検討を行い、FT-3KM 材を凌ぐ高いインピーダンス透磁率を有するファインメット FT-3K50T を開発した。図 1 に示すとおり FT-3K50T は 100 kHz から 10 MHz までの広い周波数範囲において Mn-Zn フェライトや FT-3KM よりも高インピーダンス透磁率を有することがわかる。また表 1 に示すように FT-3K50T は Mn-Zn フェライトとの比較で 100 kHz において 3.5 倍、1 MHz において 2.8 倍高いインピーダンス透磁率を実現しており、コモンモードチョーク用コアとして優れたノイズ低減効果が期待できる。FT-3K50T と Mn-Zn フェライトを用いた同等特性のコモンモードチョークコイルの寸法比較を表 2、図 2 に示す。FT-3K50T を用いることで Mn-Zn フェライトを用いた場合に比べて体積は 55%、質量は 53% に小型軽量

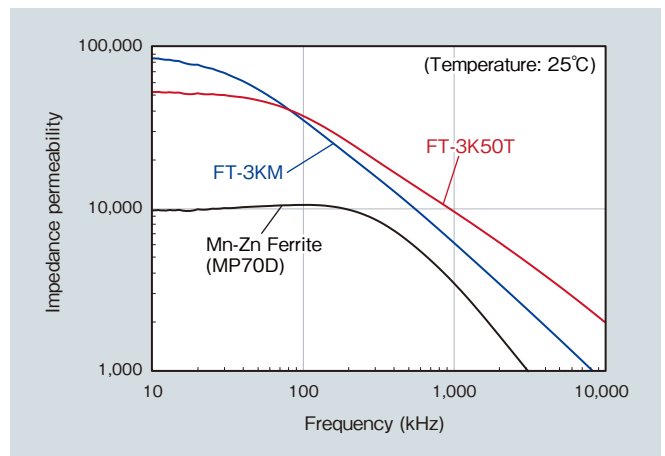


図 1 インピーダンス透磁率の周波数特性

Fig. 1 Frequency dependence of impedance permeability

表 1 材料磁気特性一覧

Table 1 Material magnetic properties

Item	Material			
	FINEMET® (FT-3K50T)	FINEMET® (FT-3KM)	Mn-Zn Ferrite (MP70D)	
Impedance permeability (25°C)	at 10 kHz	50,000	83,000	9,700
	at 100 kHz	37,000	35,000	10,500
	at 1 MHz	9,600	6,100	3,400
Variation range of impedance permeability	-40 to +150°C	26%	11%	77%

化されている。また FT-3K50T は -40℃ から 150℃ におけるインピーダンス透磁率の変化率(対 25℃ 比)が 26% であり、Mn-Zn フェライトに比べて安定した温度特性を有する(表 1, 図 3)。以上により FT-3K50T をコモンモードチョークコイルのコアとして用いることで、従来材である Mn-Zn フェライトよりも優れたノイズ低減効果と安定した温度特性を期待することができる。

表 2 コモンモードチョークコイル寸法比較

Table 2 Size comparison of common mode choke coils

Item	Material	
	FINEMET® (FT-3K50T)	Mn-Zn Ferrite (MP70D)
Volume	24 cm ³ (55%)	44 cm ³ (100%)
Weight	55 g (53%)	104 g (100%)

(Spec. Vac = 250 Vrms. Iac = 20 Arms. L = 3 mH at 100 kHz)

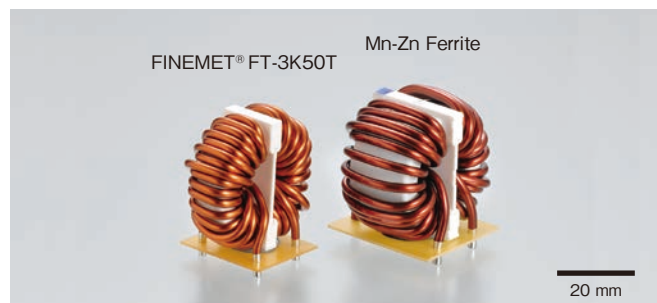


図 2 コモンモードチョークコイルの外観比較

Fig. 2 Appearance of common mode choke coils

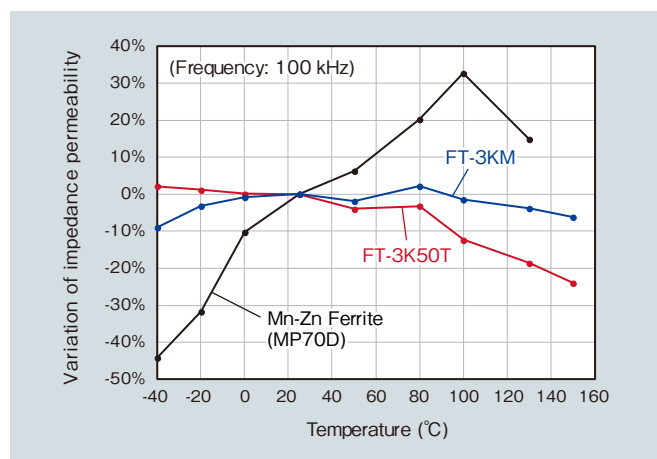


図 3 インピーダンス透磁率の温度依存性

Fig. 3 Temperature dependence of impedance permeability

表 3 各種軟磁性材料の磁気特性

Table 3 Magnetic characteristics of various soft magnetic materials

Item	Si-Steel	Sendust	Amorphous SA1
Composition	6.5mass%Si-Fe	9.6Si, 5.5Al, Bal. Fe (mass%)	Fe ₇₈ Si ₉ B ₁₃ (at%)
Saturation magnetic flux density B _s (T)	1.8	1.1	1.56
Coercive force H _c (A/m)	12	1.6	2
Initial permeability μ _i	1,000	30,000	15,000
Magnetostriction constant λ _s (ppm)	0	0	27
Electrical resistivity ρ (μΩ cm)	82	80	137

3. アモルファスパウダーコア HLM50

3.1 背景

EV や PHEV では商用電源から電気エネルギーを供給する。その際発生する高調波電流には規制があり、制限値以下に抑えることが義務付けられている。そこで高調波電流を抑制するための力率改善回路(PFC: Power Factor Correction)が必要となる。PFCはインダクターの接続状態を高周波スイッチングすることにより入力電流を制御して入力電力の力率を1に近づけるものである。現在 PFC 回路の高効率化・小型化が求められており、インダクターのコアとして低損失・高飽和磁束密度(高直流重畳特性)の両立が求められている。

日立金属はこれまで、PFC用インダクターのコアとして、6.5% Si-Fe 合金からなるパウダーコア KP とセンダスト®合金からなるパウダーコア S1 をラインナップしてきた。しかし高い飽和磁束密度を有する KP は優れた直流重畳特性を示すが、コア損失が大きく高周波化には適していない。一方の S1 は低損失ではあるが、直流重畳特性が低いため大電流用途には適さない。以上により低損失と高飽和磁束密度を兼ね備えたパウダーコアの開発が必要となった。

3.2 アモルファスパウダーコア

日立金属では、電力用トランスのコア材料として、優れた磁気特性を有する Fe 基アモルファス合金 Metglas® リボンを生産している。主力品種のひとつである 2605SA1 (以下 SA1) の磁気特性を表 3 に示す。S1 材を構成するセンダストと同程度の小さい保磁力を有し、かつセンダストよりも高い飽和磁束密度を示している。さらに、SA1 の比抵抗はセンダストよりも高いため、50 kHz 以上の高周波で励磁されるパウダーコア用途に対して渦電流損失の低減効果が期待できる。これらのことから S1 を上回る磁気特性を発現し得るパウダーコアの原料として SA1 は高いポテンシャルを有していると考えら

- センダストは国立大学法人東北大学の登録商標です。
- Metglas は Metglas, Inc. の登録商標です。

れる。一方で、パウダーコア原料にリボンを使用する場合、通常使用される 100 μm 以下の粉末にリボンを粉砕する必要が生じる。さらに、リボン粉砕粉は扁平状になるため、成形体密度 (占積率) が向上しにくい。このようなアモルファスリボンをパウダーコア原料として活用する際に生じる課題に対して、粒度分布の制御や微粉末添加による占積率の向上、粉砕粉の表面処置、成形体保形用のバインダー、成形時の潤滑剤等の種類・添加量の検討を行った。その結果得られた、アモルファスパウダーコア HLM50 の特性を表 4 に示す。また、コアロスの周波数依存性と直流重畳特性について、従来材である KP および S1 と比較したグラフをそれぞれ図 4、図 5 に示す。HLM50 のコアロスは、KP、S1 を下回り、100 kHz 以上の高周波になるほどその差が顕著になる。かつ、直流重畳も KP と同等の高特性であることから、低損失・高直流重畳特性が求められる PFC 用のインダクターとして好適である。

4. Mn-Zn フェライトコア ML29D

フェライトは、金属材料に比べ飽和磁束密度は低いが、比抵抗が高く渦電流損失が小さいこと、低価格であること、さらに比較的自由的な形状に作製するという利点を持つ。また、数 MHz までの周波数領域ではフェライトの中で Mn-Zn フェライトが最も低損失である。OBC の DC/DC 変換回路のスイッチング周波数は現在 50 ~ 100 kHz 程度であるため、そのメイントランスには Mn-Zn フェライトコアが使用されることが多い。

OBC の小型化・軽量化にはスイッチング周波数を上げてトランスを小型化することが有効であるが、高周波化するとトランスコアのコア損失 P_{cv} は急増し電力変換効率の低下を引き起こす。そのため、高周波領域でのコア損失の低減が OBC 小型化の重要な課題のひとつである。

トランスコアに用いられる Mn-Zn フェライトのコア損失は、図 6 および式 (1) ~ (3) に示すように周波数 f に比例する成分がヒステリシス損失 P_h 、周波数の二乗に比例する成分が渦電流損失 P_e 、および残部が残留損失 P_r と考えることができる³⁾。

$$P_{cv} = P_h + P_e + P_r \tag{1}$$

$$P_h = K_h \cdot f \tag{2}$$

$$P_e = K_e \cdot f^2 \tag{3}$$

K_h, K_e : coefficient

比較的low周波ではコア損失はヒステリシス損失の比率が高いが、周波数が高くなるに従い渦電流損失の比率が高くなる。そのため、高周波領域での低損失化には、渦

表 4 アモルファスパウダーコア HLM50 の磁気特性 (従来材比較)
Table 4 Magnetic properties of amorphous power Core HLM50 (in comparison to conventional materials)

Material		Core loss P_{cv} (kW/m ³) 100 kHz, 50 mT	Incremental permeability $\mu \Delta$	
			0 kA/m	10 kA/m
KP	6.5%Si-Fe	360	50	35
S1	Sendust	180	80	22
HLM50	Amorphous	100	50	32

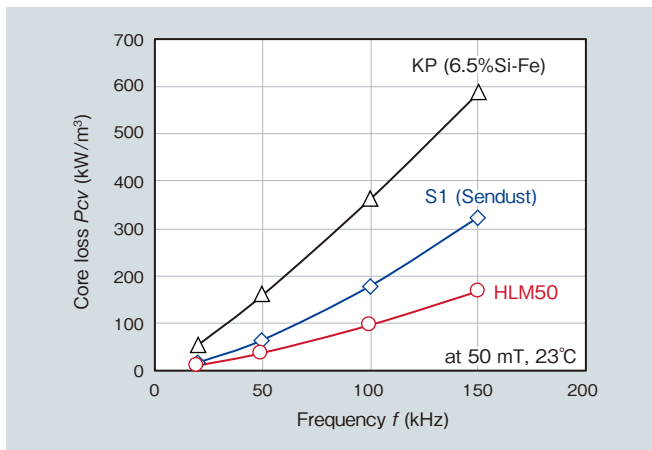


図 4 コア損失 P_{cv} の周波数特性 (従来材比較)
Fig. 4 Frequency characteristics of core loss P_{cv} (in comparison to conventional materials)

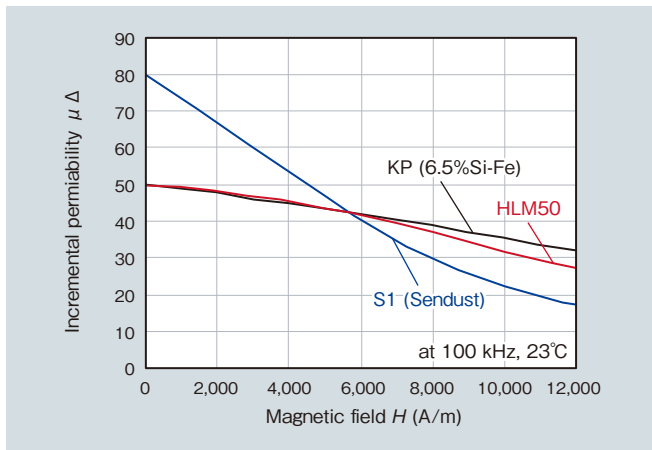


図 5 直流重畳特性 (従来材比較)
Fig. 5 DC biased characteristics of incremental permeability (in comparison to conventional materials)

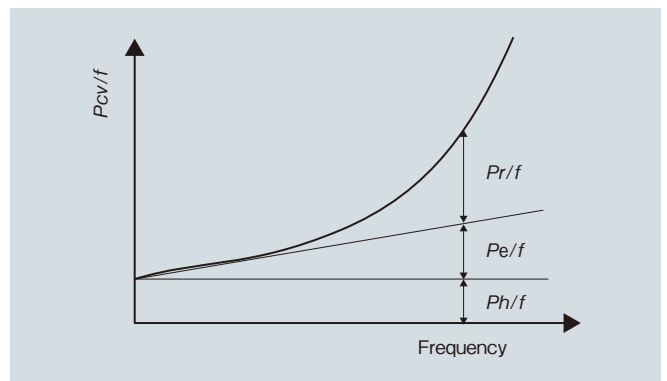


図 6 コア損失の周波数依存性
Fig. 6 Dependence of core loss per unit frequency on frequency

電流損失を低減させることが必要となる。

フェライトの渦電流損失低減には、結晶粒の微細化と高抵抗化が有効と考えられているが、結晶粒の微細化はヒステリシス損失の増加を引き起こしやすい。一方、高抵抗化は微量添加した副成分を結晶粒界に偏析させることで実現でき、その偏析を均質かつ高濃度に制御することでヒステリシス損失の増加を抑制しつつ渦電流損失を低減できると考えられる。Mn-Znフェライトコア ML29D は、結晶粒界に偏析させる副成分の適正化により、日立金属従来材 ML33D に比べ比抵抗 ρ を高め、渦電流損失を低減した材料である。図7にこれらの材料のコア損失の周波数特性を示す。ML29D は低周波域のコア損失を ML33D と同等に保ちつつ、高周波域のコア損失を、特に高温領域で低減させている。また、飽和磁束密度を ML33D に比べ向上(表5)させており、本材料を用いたトランスコアを OBC の DC/DC 変換回路に使用し、スイッチング周波数を高周波化することで、OBC の小型化・高効率化が期待できる。

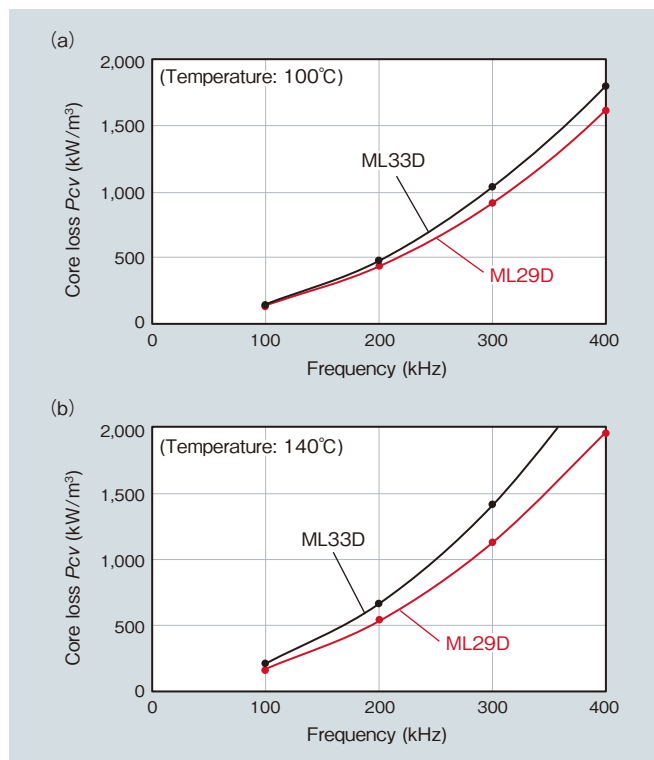


図7 コア損失の周波数特性 ($B_m = 150 \text{ mT}$)
Fig.7 Dependence of core loss on frequency ($B_m = 150 \text{ mT}$)

表5 Mn-Zn フェライトコア ML29D の特性 (参考値)
Table 5 Properties of ML29D Mn-Zn ferrite core material (typical)

Item	ML29D	ML33D
Initial permeability μ_i	2,900	3,300
Electrical resistivity ρ ($\Omega \cdot \text{m}$)	10	8
Saturation magnetic flux density B_s (mT)	23°C	540
	100°C	430
	140°C	360

5. 高電力密度 OBC

前述の日立金属製軟磁性コアを適用したインダクターとトランスを用いた OBC プロトタイプ機を、欧州の応用研究機関である Fraunhofer 研究機構の集積システム・デバイス技術研究所 (IISB) と共同で設計・試作・評価を行った。本章では、OBC の構成や評価結果について報告する。

5.1 OBC 概要

表6に OBC の諸元を示す。入力電圧は各国の商用交流電源に対応するため $100 \sim 260 \text{ V}_{\text{rms}}$ とした。最大出力電力は OBC 1 台当たり 3.6 kW で普通充電に対応し、最大6ユニットまで並列接続することができ、その場合 22 kW の急速充電が可能となる。また、体積は 0.945 L であり、強制水冷下で 3.8 kW/L の高出力電力密度を達成した。なお、本 OBC は自動車内のデジタル制御信号用バス規格である CAN (Controller Area Network) を介して通信・制御される。

図8は OBC のブロック図である。各ユニットは、OBC で発生するスイッチングノイズを低減するための EMI (Electromagnetic Interference) フィルター、力率を改善し電力効率改善とスイッチングノイズ低減に寄与する PFC、入力 AC 電力を DC 電力に変換するための AC/DC 変換回路、AC/DC 変換回路の出力電圧を所望 DC 電圧に変換し、商用電源と車体とを電気的に絶縁するための DC/DC 変換回路から構成され、出力にバッテリーが接続される。図にあるように出力を並列接続し、並列動

表6 OBC プロトタイプの諸元
Table 6 Specifications of OBC prototype

Item	Specifications
Max. output power	3.6 kW/unit ($22 \text{ kW} / 6 \text{ units}$)
Volume	$112 \times 211 \times 40 \text{ mm} = 0.945 \text{ L}$
Power density	3.8 kW/L
Weight	1.7 kg
Cooling	Water cooling
Control interface	CAN communication

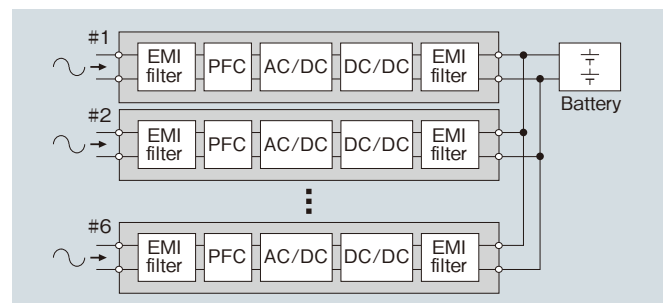


図8 OBC のブロック図
Fig.8 Block diagram of OBC

作させるユニット数により出力電力をフレキシブルに決めることができる。

図9の左側に1ユニット(上蓋を開けた状態)を2台、右側に3ユニットを並列接続時のOBCの外観を示す。冷却水は、Waterと書かれた箇所から流入させることが可能になっている。

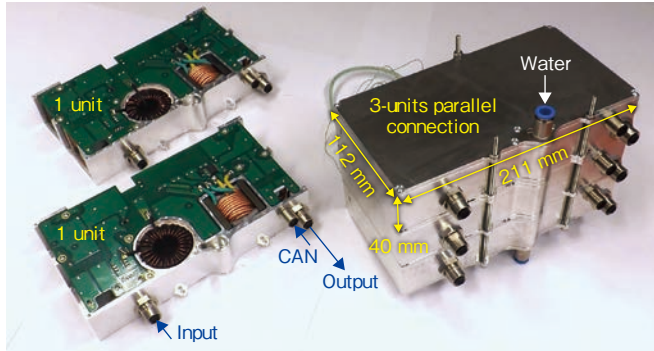


図9 開発した 3.6 kW/unit 0.945 L OBC
Fig. 9 Developed 3.6 kW/unit OBC with volume of 0.945 L

5.2 高電力密度化技術

高電力密度性能を実現するため、OBC回路に以下の技術を適用した。

- ・周波数特性に優れた日立金属製軟磁性材料とSiCデバイスを使用することにより、スイッチング周波数の高周波化を可能としインダクターおよびトランスの体積を低減
 - ・トランスの漏れインダクタンスの活用により、部品点数を削減しインダクターおよびトランスの体積を低減
 - ・DC/DC変換回路にZVS (Zero Voltage Switching)方式を用いることによりスイッチング損失を低減
- 以下、詳細を説明する。

図10にOBC 1ユニットの回路図を示す。赤は日立金属製軟磁性材料を用いた部品を示し、また、すべてのダ

イオード (D_{11} , D_{12} , $D_{31} \sim D_{34}$) とFETスイッチ (S_{11} , S_{12} , $S_{21} \sim S_{24}$) にSiCデバイスを用いた。図11にOBC 1ユニットの外観と日立金属製軟磁性部品の実装箇所を示す。入出力EMIフィルターはスイッチングノイズを低減するため用いられる。インダクターは容量と接続されたLCフィルターを構成するため、高周波までの良好なノイズ減衰特性を得るには高周波までの高いインピーダンスが必要である。そのため、入出力EMIフィルターに高周波インピーダンス特性に優れたファインメットコアFT-3K50Tを用いたコモンモードチョークコイル (L_{CM1} , L_{CM2} , L_{CM3} , L_{CM4}) を適用した。一方、差動ノイズに関しては、小型化のためコモンモードチョークコイルの漏れインダクタンスと容量で構成されるフィルターによる低減を図った。その等価回路を図12(a)に示す。

PFC+AC/DC変換には、部品点数が少なく高効率化に有利な昇圧型変換回路であるTotem-Pole回路を用いた。PFCを構成するインダクター L_1 には大電流が流れるため、直流重畳特性に優れ高周波でも低損失なアモルフラスパウダーコアHLM50を用いたインダクターを適用した。

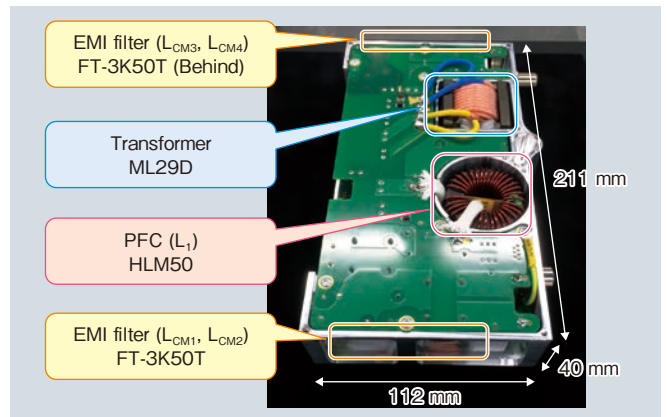


図11 OBC 1ユニットと日立金属製部材
Fig. 11 One-unit-OBC with Hitachi Metals materials

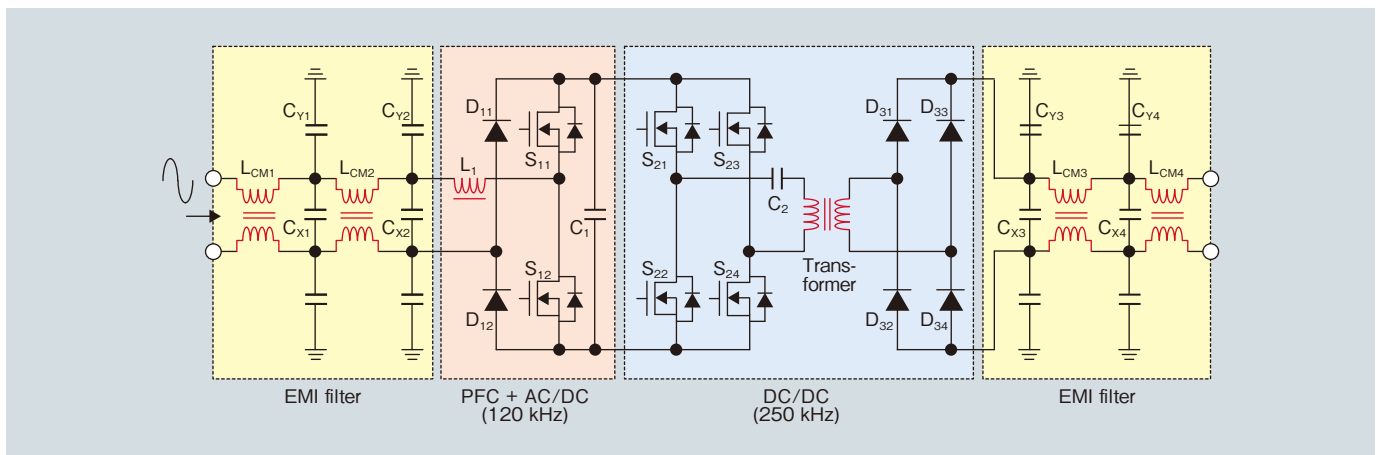


図10 OBCの回路図
Fig. 10 Circuit diagram of OBC

トランスには、複雑形状への成型が容易で高い飽和磁束密度と高周波数領域における低損失特性に優れた Mn-Zn フェライトコア ML29D を用いた。また DC/DC 変換回路にはスイッチング損失低減に効果的な ZVS 方式の一つである LLC 共振方式を適用した。さらにトランス小型化のため、漏れインダクタンスを共振用インダクターとして活用している (図 12 (b) の L_{LK})。

上記構成において、放熱可能な範囲内でスイッチング周波数を最大限に高く設定した。その結果、PFC+AC/DC 変換回路と DC/DC 変換回路において、それぞれ従来 50 kHz、50 ~ 100 kHz 程度であったスイッチング周波数を 120 kHz、250 kHz に高周波化することができた。これにより、インダクターとトランスの体積を従来に比べそれぞれおよそ 50%、40% に低減できた。これに加え、DC リンクキャパシター (C_1) の小型化も可能となった。

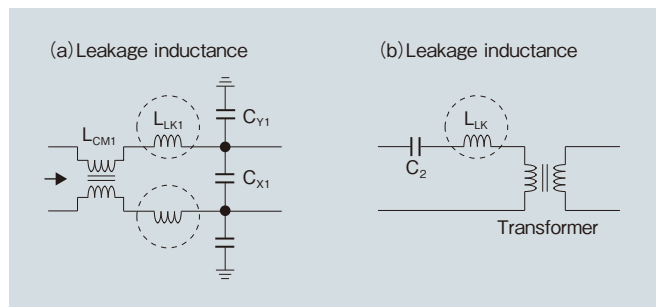


図 12 漏れインダクタンスの活用 (a) EMI フィルター, (b) 変圧器
Fig. 12 Utilization of leakage inductance: (a) EMI filter, (b) transformer

5.3 評価結果とベンチマーク

図 13 に OBC 1 ユニット動作時の電力効率の実機評価結果を示す。入力電圧 230 V_{rms}, 50 Hz で、バッテリー電圧 (V_{out}) 350 V, 400 V, 450 V に対して評価した結果、最大効率 95% 以上を達成することが確認できた。

次に、図 14 に OBC 3 ユニットの並列動作を行い 3 相電圧を入力した場合の電力効率の実機評価結果を示す。入力電圧 230 V_{rms}, 50 Hz で、バッテリー電圧 (V_{out}) 300 V, 350 V, 400 V, 450 V に対して評価した結果、最大効率 94.5% 以上を達成することが確認できた。

最後に、図 15 に市場先行評価品を含めた OBC の電力密度推移を示す^{1), 4), 5)}。製品はすべて Si デバイスを使用し、プロトタイプ機は日立金属が SiC、市場先行評価品が GaN を採用している。今回開発した OBC はプロトタイプ機ではあるものの、市場先行評価品に対し約 1.3 倍、現市場の製品に比べ約 3 倍の 3.8 kW/L という高い電力密度を実現することができた。

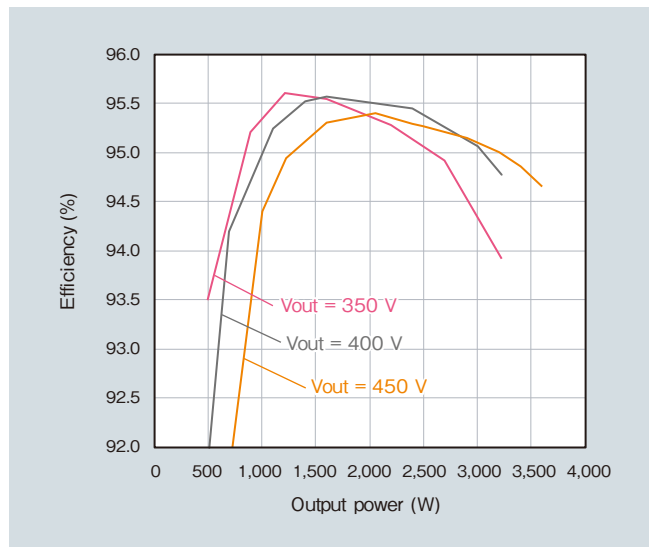


図 13 1 ユニット運転時の効率
Fig. 13 One-unit-operation efficiency

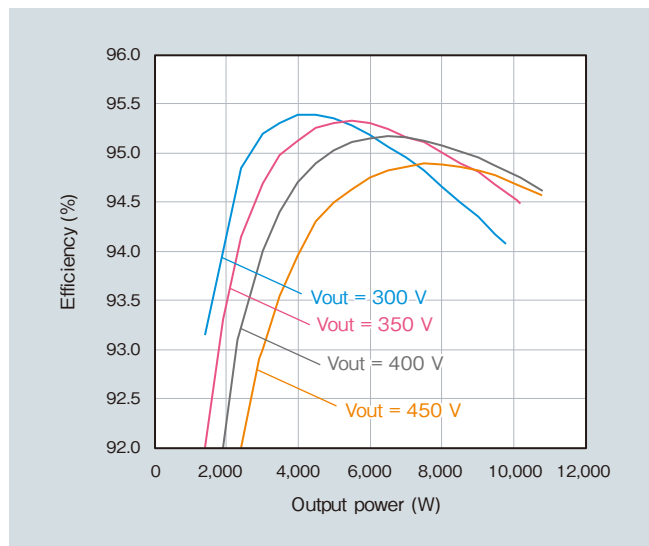


図 14 3 相入力 3 ユニット並列運転時の効率
Fig. 14 Three-unit operation efficiency with three-phase inputs

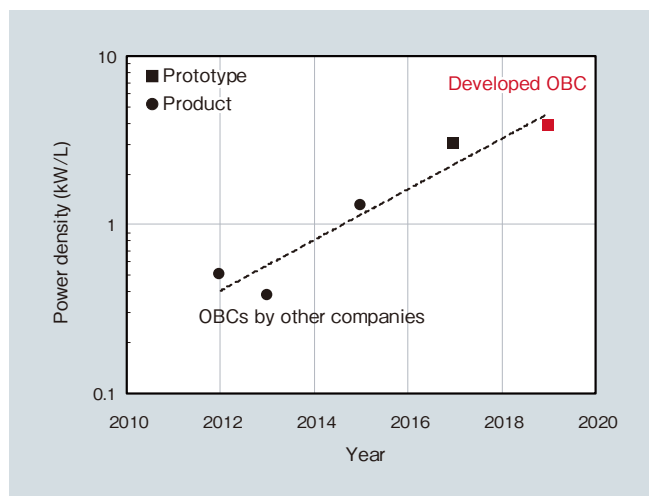


図 15 OBC 電力密度の推移と本開発 OBC 性能
Fig. 15 Trend of OBC power density and performance of the developed OBC

6. 結言

本稿では、日立金属の軟磁性材料であるナノ結晶材コア FT-3K50T、アモルファスパウダーコア HLM50 および Mn-Zn フェライトコア ML29D の特長について述べ、高周波数化に伴うノイズやコアロス増大の低減に有効であることを示した。さらにこれらコアを用いて、OBC を設計・試作・評価し、市場先行評価品に対し約 1.3 倍、現市場の製品に比べ約 3 倍の 3.8 kW/L という高い電力密度の OBC を実現できることを確認した。今後、これら日立金属の軟磁性材料が市場において OBC の小型・軽量化に寄与していくことを期待している。

引用文献

- 1) 望月, 他: Panasonic Technical Journal, Vol.61 (2015/5), No.1, p.47.
- 2) Y. Yoshizawa, et. al.: J. Appl. Phys. 64, 6040 (1988)
- 3) 三吉, 他: 日本応用磁気学会誌, Vol.20 (1996), No.1, p.11-15.
- 4) S. Endres, et al.: 6kW Bidirectional, Insulated On-board Charger with Normally-Off GaN Gate Injection Transistors, PCIM Europe, May, (2017)
- 5) 金山, 他: 三菱電機技報, Vol.87 (2013/8), No.8, p.17-21.



萩原 和弘

Kazuhiro Hagiwara
日立金属株式会社
機能部材事業本部



西村 和則

Kazunori Nishimura
日立金属株式会社
機能部材事業本部



三吉 康晴

Yasuharu Miyoshi
日立金属株式会社
機能部材事業本部



山脇 大造

Taizo Yamawaki
日立金属株式会社
機能部材事業本部



梅野 徹

Tohru Umeno
日立金属株式会社
機能部材事業本部



Stefan Endres

Power Electronic Division
Fraunhofer Institute for Integrated Systems and Device
Technology IISB

多層押出技術を用いた鉄道車両向け細径3層被覆電線の開発

Development of Small-Diameter Three-Layer Coated Electric Wire for Trains Using Multilayer Co-Extrusion Technology

加賀 雅文*
Masafumi Kaga

藤本 憲一朗*
Kenichiro Fujimoto

梶原 稔尚**
Toshihisa Kajiwara

* 日立金属株式会社
機能部材事業本部
Advanced Components and Materials
Division, Hitachi Metals, Ltd.

** 九州大学大学院
工学研究 化学工学部門
Department Chemical Engineering,
Kyushu University

鉄道車両用電線において各種特性を満足しながら細径・軽量化を図るために、現行の2層被覆に代わる細径3層被覆電線を開発した。高精度な3層薄膜被覆を実現するために、押出クロスヘッド内流路構造を最適化した。本研究ではクロスヘッド内樹脂分配流路における圧力降下の周方向均一性に着目し、流体力学に基づいた流路寸法設計理論を構築した。これにより、3層被覆の中間絶縁層で $120 \pm 10 \mu\text{m}$ の被覆厚精度を達成することができた。本開発電線は、現行品と同等の各種特性を得ながら、断面積で約30%、重量で約16%低減できた。

A new electric wire for trains with three coating layers has been developed to reduce the diameter and the weight compared to double-coated wire. The flow channel structure of the cross-head of the extruder was optimized to realize precise multi-layer coating. In this study, the authors established a flow-channel design theory based on fluid dynamics to equalize the pressure drop in all the flow paths around the distributor. The thickness of the three-layer middle insulation layer is $120 \pm 10 \mu\text{m}$. The cross sectional area and the weight of the wire are less than those of conventional wire by 30% 16%, respectively, without any loss of performance.

● **Key words** : cable, wire coating process, multi-layer co-extrusion
● **R&D Stage** : Development

1. 緒言

高速鉄道に代表される鉄道車両では、安全性、利便性の観点からIoT化、自動運転化が進展しつつある¹⁾。このような鉄道車両の高機能化に伴い、ぎ装される電線は急激に増加する。そのため省スペースで軽量な鉄道車両用電線が必要である。一方で鉄道車両に用いられる電線には、電気絶縁性、火災安全性、強度をはじめとする機械特性が求められる。これらの諸特性を単一の被覆材料を用いて満たそうとすると、特に難燃性と機械特性および電気絶縁性がトレードオフの関係にあり、難燃性を向上させると機械特性と電気絶縁性が低下する課題がある。日立金属では本課題の解決のために被覆を電気絶縁層と難燃層の2層構造としたEN規格準拠の電線(POLYENEX[®])を上市している²⁾。この電線の構造は電気絶縁層(Insulation layer)と難燃層(Flame retardant layer)の2層構造である。

今回、著者らは2層構造をベースに、電気絶縁性、火災安全性、機械特性の規格を満足し、省スペース・軽量

化を実現する3層被覆構造を新たに設計した。2層から3層への多層化に伴い、各層厚さをさらに高精度で成形する必要がある。押出成形の高精度化には、各層押出機の樹脂押出量を安定化する技術とそれを成形するクロスヘッドの設計技術の両方が必要である。本報では薄膜多層被覆を実現するための、クロスヘッド内の流路の検討結果を中心に報告する。

2. 細径3層被覆電線

2.1 細径3層被覆構造

鉄道車両用電線において最も微細な成形が求められる導体断面積 1 mm^2 (1SQ)の電線を対象に、電気絶縁性と難燃性を満足させながら、省スペース・軽量化を実現するために、内層を半導電層、中間層を電気絶縁層、外層を難燃層とする細径3層被覆構造を設計した³⁾。図1に2層被覆構造の鉄道車両用電線と細径3層被覆構造の断

● POLYENEXは日立金属株式会社の登録商標です。

面を示す。細径 3 層被覆構造では、導体の直上に半導電層、中間層には電気絶縁性の高い材料を用いた電気絶縁層、外層には火災安全性を考慮して難燃層を配置した。それぞれの厚さは電気絶縁性と難燃性のバランスを加味して決定した。

この結果、電気絶縁性、難燃性と細径化の両立が可能となり、断面積で約 30%、重量で約 16%の軽量化が実現した。

2.2 中間層の目標寸法精度と課題

細径 3 層被覆構造では各層が従来の 2 層被覆構造よりも薄いため厳しい寸法精度が求められる。特に中間に位置する電気絶縁層は電線の機能として最も重要な電気絶縁性を担う層である。その周方向の層厚さは中心値 120 μm、標準偏差で ± 10 μm の寸法精度を目標とした。

電気絶縁層を 3 層の中間に均一に薄膜成形することが細径 3 層被覆電線の主な開発課題である。

3. 分配流路の設計

3.1 電線製造方法

細径 3 層被覆電線の製造方法を図 2 (a) に示す。半導電層、電気絶縁層、難燃層の各材料は各押出機により熔融させ、クロスヘッドに高圧で注入される。クロスヘッドの上流部で各材料流体は分配流路 (Distributor) で同心円状の筒形にそれぞれ成形され (図 2 (b))、クロスヘッド下流部で積層し、その積層した材料をダイ内で同時に被覆する。導体被覆後に水槽で冷却・固化させることで、連続的に電線被覆が成形される。このような異なるプラスチック熔融体をクロスヘッド内で分配・合流させて一括で押出成形する方法は多層押出と呼ばれている。電線被覆の多層押出では各層の均一化のために、分配流路とその後の各層合流流路の設計が必要となる。各層合流部は流動解析を用いた研究が報告されており⁴⁾、設計の参考とした。本報では主な課題であった分配流路の設計について述べる。

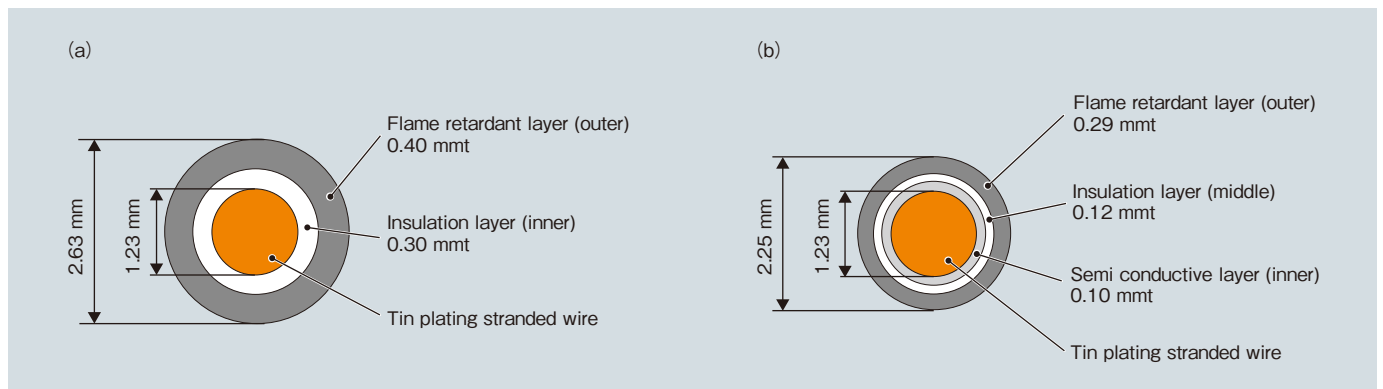


図 1 鉄道車両用電線の構造 (a) 2 層被覆構造 (b) 細径 3 層被覆構造
Fig. 1 Structure of wire for train: (a) two-layer structure, (b) small-diameter three-layer structure

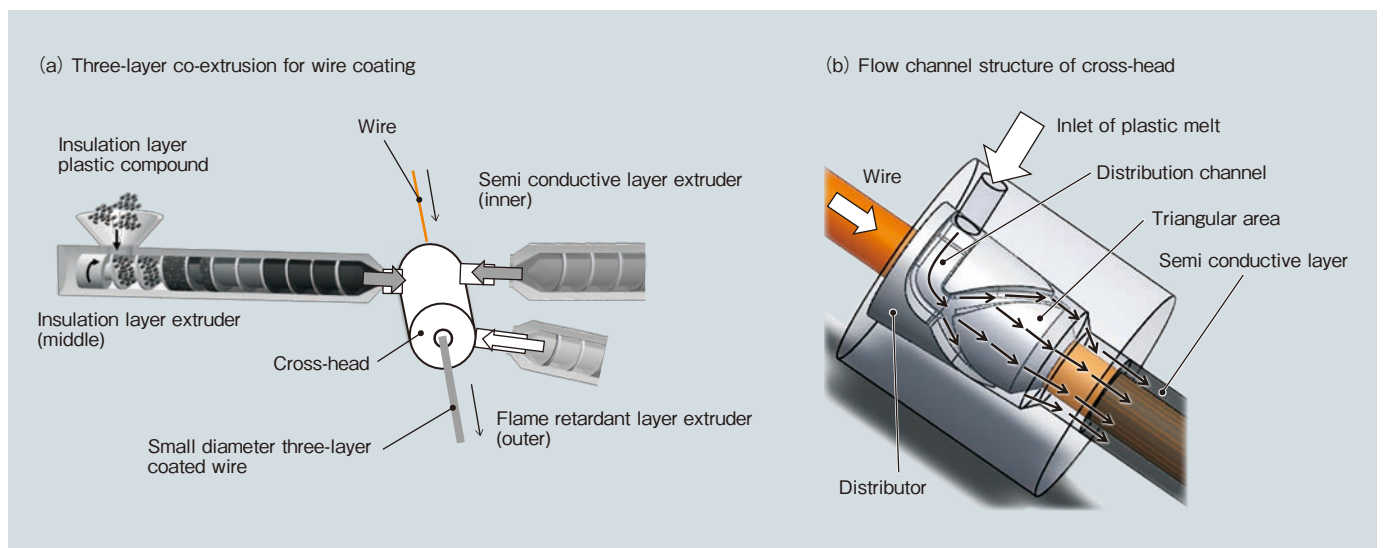


図 2 3 層押出とクロスヘッド内分配流路
Fig. 2 Three-layer extrusion and distributor in cross-head

3.2 分配流路の設計と材料粘度

中間層の層厚さ $120 \mu\text{m} \pm 10 \mu\text{m}$ を実現するためにはクロスヘッド内分配流路において周方向に分配される流量を均一化する必要がある。中間層の分配流路のみの流量を均一化しても内・外層と合流することでそれらの層の流体から応力を受けて合流界面が変化するので、3層すべてについて周方向の流量を均一化する必要がある。

この分配流路の設計は押出成形において重要な課題のひとつであり、流体力学シミュレーションを用いた設計が行われている⁵⁾。この設計の難しさはプラスチック溶融体が非ニュートン流体であり、それを考慮した設計を行わなければならない点である。非ニュートン流体はせん断速度が異なると粘度が変化することが特徴である。ここでキャピラリーレオメーターで測定した中間層の粘度の両対数グラフを図3に示す。図3の粘度 η はせん断速度 $\dot{\gamma}$ に対して両対数グラフで直線であるので、次式のべき乗則モデルで定式化することができる。

$$\eta = m \dot{\gamma}^{n-1} \quad (1)$$

ここで、 m は粘性係数 ($\text{Pa} \cdot \text{sec}$)、 n は粘性指数 (無次元) でそれぞれ材料固有の定数である。各層材料で粘度が異なるので、分配流路もそれぞれ個々に設計する必要がある。

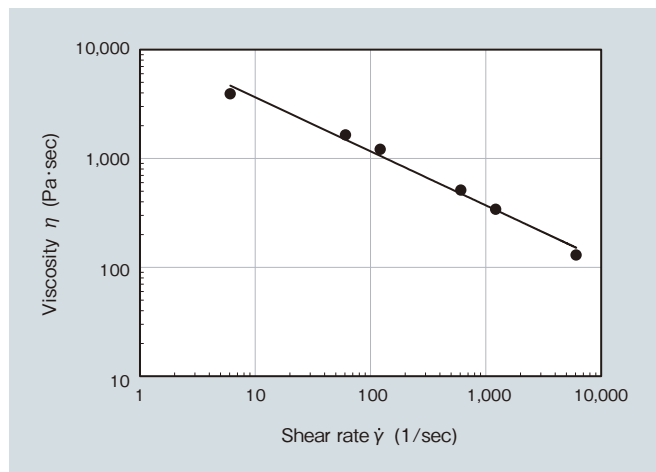


図3 中間層の粘度
Fig. 3 Viscosity of middle layer polymer

3.3 分配流路の数理モデル化

分配流路の流量均一化設計の一般的なアプローチとしては分配流路形状を種々変更し、流体力学シミュレーションにて流量を評価し、そのばらつきを目標以下とするまで繰り返す方法がある。本方法は3次元空間上で流速、圧力、流線などを計算でき、それらの空間分布を可視化できる利点がある。一方で、流体力学シミュレーション

は流体力学方程式を空間的に離散化するメッシュ生成することで近似的に計算している。計算の精度は離散化メッシュのサイズに依存し、細かくすればするほど精度は向上するが計算時間はメッシュサイズの3乗で長くなる欠点がある。今回は層厚さばらつきの目標から流量ばらつきを約1%の分解能で評価する必要があるが、この精度を求めようとすると計算時間が長くなり現実的でないことがわかった。

そこで別のアプローチとして、系を流体力学に基づいて数理モデル化し、その解を求める方法を検討した。数理モデル化の際に誤差が発生するが、数理モデルを補正することで誤差を小さくすることができる⁶⁾。実際の中間層の流路形状とそのモデルを図4に示す。分配溝 (Distribution channel) は下流の三角エリア (Triangular area) よりも深溝となっており、流体は分配溝に沿って流れながら、三角エリアに流れ出すことで周方向に分配している。ここで、流出口周方向に θ 軸を設定し、形状を θ の関数として定式化する。分配溝の長さを $x(\theta)$ 、三角エリア長さを $L(\theta)$ とする。三角エリアの形状は三角エリア長さ $L(\theta)$ の関数形で表すことができる。

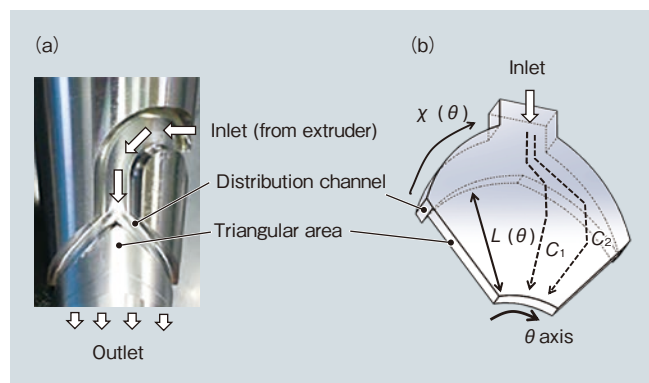


図4 中間層の流路モデル (a) 分配流路 (b) 数理モデル
Fig. 4 Distributor and mathematical model

3.4 流量均一化のための圧力降下の計算

図4 (b) のモデルにて流動経路 C_1 と C_2 を経て出口へ到達した流体は流量が同じであったとすると、 C_1 と C_2 いずれの流動経路でも圧力降下は等しくなっている。すなわち、流量を均一化するという問題を、すべての流動経路で圧力降下を等しくする問題に置き換えることができる。以下では流量が均一であった場合の圧力降下を計算して、分配流路に対する条件式を導出する。圧力降下を計算するために、流動経路と流量分布を図5に示すように仮定する。

分配溝流量を $Q(x(\theta))$ 、流出口の各 θ 位置での出口流量は一定であるので q とする。ここで、分配溝流量 $Q(x(\theta))$ と出口流量は質量保存則から以下の関係にある。

$$Q(x(\theta)) = qx(\theta) \quad (2)$$

さらに、出口流量 q は全流量 Q_{total} として次式で与える。

$$q = \frac{Q_{total}}{2\pi R} \quad (3)$$

ここで、 R は流出口の円筒の半径である。

流量と流路形状が明らかになったので任意の出口位置 θ を選び、それに至る経路について圧力降下を計算する。流出口の圧力降下 $\Delta P(\theta)$ は流動経路に沿った分配溝の圧力降下 $\Delta P_d(\theta)$ と三角エリアの圧力降下 $\Delta P_t(\theta)$ の合計で次式となる。

$$\Delta P(\theta) = \Delta P_d(\theta) + \Delta P_t(\theta) \quad (4)$$

分配溝の圧力降下 $\Delta P_d(\theta)$ は非ニュートン流体を考慮して次式で近似する⁷⁾。

$$\Delta P_d(\theta) = \int_0^{x(\theta)} \left[\left(\frac{3n+1}{2n} \right)^n m \frac{C(x')^{n+1}}{S(x')^{2n+1}} Q(x')^n \right] dx' \quad (5)$$

ここで、 $S(x')$ と $C(x')$ はそれぞれ x 位置での分配溝の断面積と周長さ (図 5)、 m と n はそれぞれ式 (1) の粘性係数と粘度指数である。さらに、三角エリアの圧力降下 $\Delta P_t(\theta)$ は三角エリアの深さ h 、幅を ΔW としたスリット形状として以下で与える。

$$\Delta P_t(\theta) = \int_0^{L(\theta)} 2^{n+1} \left(\frac{2n+1}{n} \right)^n \frac{m}{h^{2n+1}} \left(\frac{Q_{total}}{\Delta W(z)} \right)^n dz \quad (6)$$

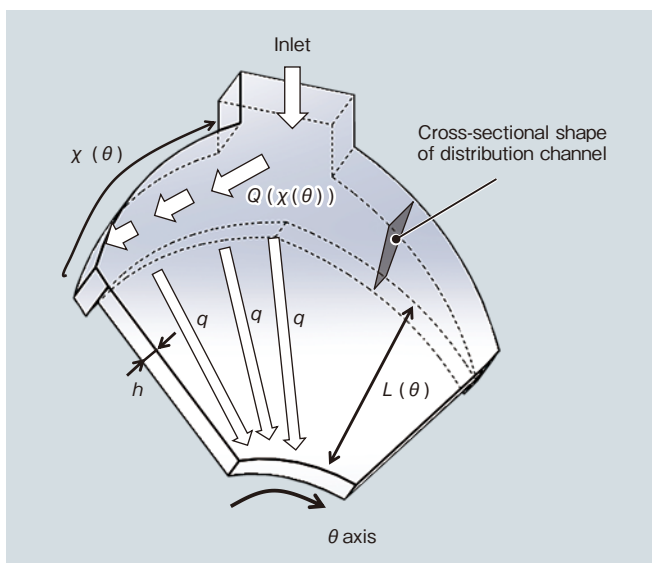


図 5 流動経路と流量分布
Fig. 5 Flow channel and flow distribution

ここで、積分は三角エリアの流動経路に沿って行い、 $\Delta W(z)$ はその経路上のスリット幅であり、流路が曲面上に構成されているのでその変化を考慮した。

流量が均一になるためには、式 (4) の圧力降下が任意の θ で等しい、故に式 (4) の θ 微分がゼロとなり、次の条件を得る。

$$\frac{d(\Delta P(\theta))}{d\theta} = 0 \quad (7)$$

各層材料の粘度がわかれば、式 (7) を満たすように式 (5)、(6) の分配溝寸法や三角エリア長さを決定することができる。

4. 流動可視化実験方法と結果

4.1 流動可視化実験方法

前項の式 (7) の妥当性確認のために、流動可視化実験を行った。図 6 に実験系を示す。φ 20 mm 押出機にアクリル製の透明クロスヘッドを取り付け、高粘度のシリコンオイルにプラスチック粉末を添加して、その流動状態をビデオカメラで撮影した。プラスチック粒子が出口付近の距離 d のストレート部を通過する時間を動画から計測することで各位置での流量 (平均流速) を求める。式 (7) を満たす最適設計の場合、故意に三角エリアの深さ h を最適値 h_{opt} から変化させた場合の実験を行った。

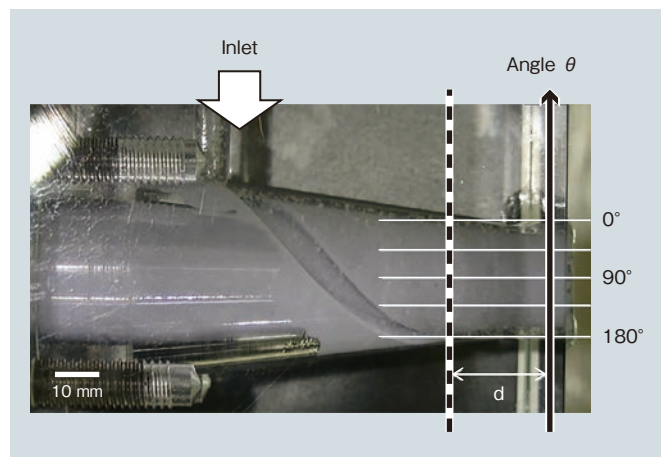


図 6 流動可視化実験
Fig. 6 Flow visualization experiment

4.2 流動可視化実験結果

図 7 に横軸を流出口の角度とし、縦軸に流速をその平均値で規格化した値でプロットした結果を示す。最適設計の h_{opt} では流速の変動率は約 5% であり、中間層厚さの目標 $120 \mu\text{m} \pm 10 \mu\text{m}$ に対して十分な精度で成形できる

目途が立った。また、最適設計 h_{opt} から故意に変化させた場合には、流速の変動率が大きくなっており、式(7)の妥当性を確認できた。

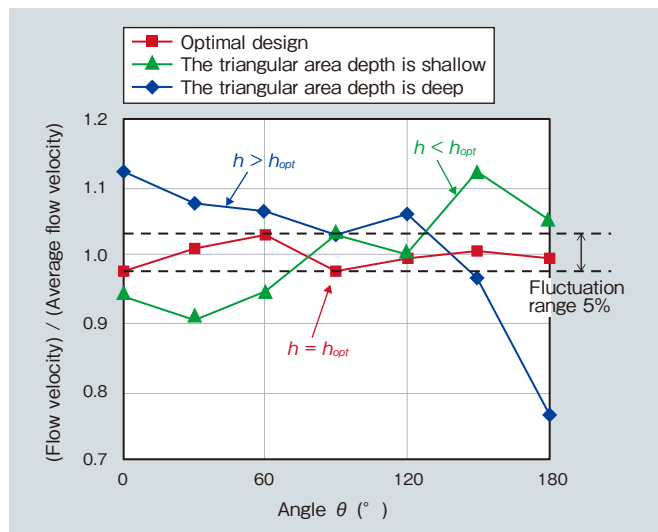


図7 流動可視化実験の流速分布
Fig. 7 Flow velocity distribution in flow visualization experiments

5. 細径3層構造電線試作

5.1 3層クロスヘッド試作

確立した分配流路の設計理論により、細径3層被覆電線のクロスヘッドを製作した。実機での制約条件(分配流路の大きさ、成形温度、押出量、圧力上限など)を考慮しながら、式(7)を満たすように内・中間・外層すべての分配流路を設計、製作した。その試作クロスヘッドで製作した細径3層被覆電線の断面を図8に示す。各層の界面は滑らかに成形されていることが確認できる。

内層は撚線凹凸で層厚さの評価が難しいので、今回は中間層と外層の周方向に関する厚さ分布を計測した。その結果を図9に示す。

計測の結果、中間層の厚さばらつきは標準偏差で $\pm 7 \mu\text{m}$ となり目標を満たすことができた。

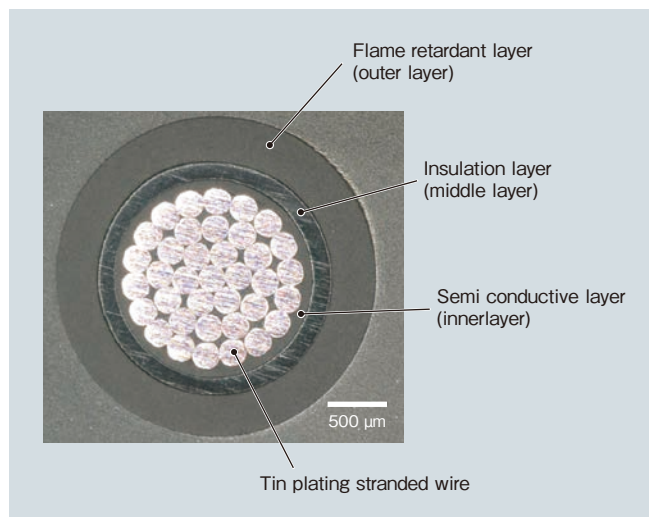


図8 細径3層被覆電線の断面
Fig. 8 Cross section of the three-layer coated wire

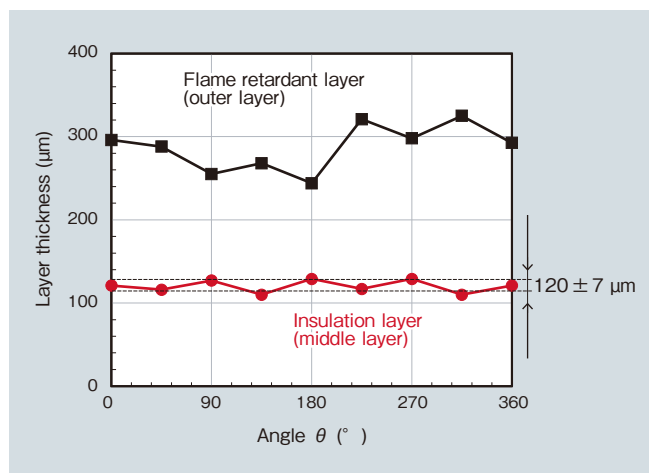


図9 外層と中間層の厚さ分布
Fig. 9 Layer thickness fluctuation in outer and middle layer

5.2 細径3層被覆電線の代表特性の評価

試作クロスヘッドで製作した細径3層被覆電線に電子線照射して、代表的な特性を評価した。表1にその結果を示す。いずれの項目も仕様を満たし、細径・軽量化を図りながら電気絶縁性と難燃性を両立することができた。

表1 細径3層被覆電線の特性結果
Table 1 Properties of small-diameter three-layer coating cable

Item	Test condition	Requirement *		Result
Tensile properties	20°C	Tensile strength (MPa)	≥ 10	13.3
		Elongation at break (%)	≥ 150	170
Electrical insulation (D.C. stability)	1,500 V, 85°C water including 3% salt	Does not break down	≥ 10 days	Pass
Flame retardance (flame propagation)	20°C	Burning distance (cm)	≤ 150	98

* EN 50264

6. 結言

薄膜多層被覆用クロスヘッド内の分配流路の設計方法を確立し、成形が困難であった導体断面積 1 mm^2 (1SQ) の鉄道車両向け細径3層被覆電線を開発した。

- (1) 層厚さの均一化を目的とし、クロスヘッド内樹脂分配流路の周方向圧力降下に着目して、流体力学に基づいた曲面を考慮した流路設計方程式を導出した。
- (2) アクリル製透明クロスヘッドにプラスチック粒子を添加した高粘度シリコンオイルを流し、その流動挙動を観察する流動可視化実験手法を開発した。プラスチック粒子の通過時間を計測することで流速を計測し、分配流路の設計妥当性を検証できた。
- (3) 3層同時押出により細径3層被覆電線を製造し、電気絶縁層の厚さ目標 $120 \pm 10 \text{ }\mu\text{m}$ を満足することができた。
- (4) 試作した細径3層被覆電線は現行の2層電線と同等の電気絶縁性、難燃性を確保しながら、外径を 2.63 mm から 2.25 mm と細径化することで、断面積で約30%、重量で約16%低減できた。

引用文献

- 1) 西谷, 近藤, 高重, 片岡, 野口: 鉄道総研報告書, vol.32 (2018), No.8, p.23.
- 2) 日立金属技報, vol.30 (2014)
- 3) 工藤: 電線・電線の技術的変遷, 電気設備学会誌, vol.29 (2009), No.6, p.413.
- 4) T. Inomoto, T. Kajiwara: Journal of the Society of Rheology, Japan, vol.37 (2009), No.2, p.91.
- 5) N. Lebaal, S. Puissant, F.M. Schmidt, D. Schläfli: Polymer Engineering and Science, vol.52 (2012), No.12, p.2675.
- 6) Z. Tadmor, C. Gogos, Principles of polymer processing 2nd ed., Wiley (2006), p.706.
- 7) 伊藤: 押出成形用ダイの設計, 工業調査会 (1968) p.125.



加賀 雅文

Masafumi Kaga
日立金属株式会社
機能部材事業本部
機能部材研究所
理学博士



藤本 憲一朗

Kenichiro Fujimoto
日立金属株式会社
機能部材事業本部
機能部材研究所



梶原 稔尚

Toshihisa Kajiwara
九州大学大学院
工学研究院
化学工学部門
工学博士

A High Quality Alloy718 Powder for Powder Bed Fusion Additive Manufacturing

Yusaku Maruno *

Kosuke Kuwabara **

Wang Pan ***

Sun Chen-Nan ***

Au Ka Hing Candice ***

Sin Wai Jack ***

Aw Beng Loon ***

Tan Lye King ***

Nai Mui Ling Sharon ***

* Hitachi Metals Singapore Pte. Ltd.

** Global Research & Innovative
Technology Center, Hitachi Metals Ltd.

*** Singapore Institute of Manufacturing
Technology, A*STAR

The limited availability of high-quality metal powder feedstocks for powder bed fusion additive manufacturing (PBFAM) is one of the factors inhibiting the adoption of this process in various industries. The present work employed PBFAM processing using a high-quality, gas atomized Alloy718 powder developed by Hitachi Metals® (HM) to fabricate high performance industrial components. A detailed comparative study of powders from HM® and from the original equipment manufacturer (OEM) was conducted. The experimental work comprised detailed powder characterizations, the development of PBFAM processes for both electron beam melting (EBM) and selective laser melting (SLM), inspection for defects and microstructural characterization of the resulting products, as well as the mechanical properties testing of printed items. The results demonstrate that the HM® powder is suitable for PBFAM and provides specimens with microstructures and mechanical properties comparable or even superior to those obtained using the OEM powder. Industrial impellers were fabricated using SLM in conjunction with the HM® powder with suitable dimensional control, and processes for the finishing of the internal and external surfaces of the impeller were devised. This work confirms that gas atomized Alloy718 powder from HM® can be employed to fabricate industrial components with complex geometries and having suitable mechanical properties.

● **Key words** : Powder-bed additive manufacturing, Selective laser melting, Electron beam melting
● **R&D Stage** : Development

1. Introduction

Additive manufacturing (AM), also known as 3D printing, is the process of creating an object in a layer-by-layer additive manner. This is the opposite of subtractive manufacturing, in which an object is created by removing material from a solid block until the final shape is obtained. AM offers design flexibility and permits parts with complex geometries to be fabricated with minimal material wastage. Increasingly, AM is being used to redesign and fabricate complex metallic industrial parts^{1)~5)}. At present, the majority of research is focused on metallic materials, such as pure Cu, Ti-6Al-4V, Inconel alloys, Co-Cr alloys, steel and Ti-Al^{1), 6), 7)}. However, these materials are typically provided in powdered form by the original equipment manufacturer (OEM) of the AM system and are

often expensive. The limited range of material types available and high material costs thus constrain the development of AM technology. Therefore, third-party manufacturers of powders that can be provided at reasonable costs must be developed and qualified, so as to lower the total cost of AM components and enhance the competitiveness of this technology.

The present work used Alloy718, a precipitation hardened Ni-based superalloy, to conduct a detailed comparative study of powders obtained from Hitachi Metals® (HM) and an OEM. The process flow employed in this work is shown in Fig. 1. The current study spanned the range from powder development to the fabrication of final industrial components, employing two popular metal powder bed fusion AM technologies: selective laser melting (SLM) and electron beam melting (EBM).

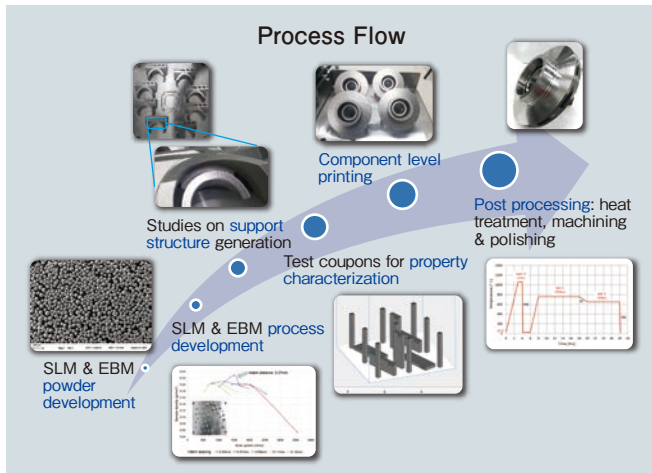


Fig. 1 The process flow in the present study

2. Experimental procedures

2.1 Powder characteristics

Pre-alloyed Ni superalloy (Alloy718) powders produced by the OEM and by HM[®] were used in conjunction with both SLM and EBM. Hereafter, the OEM is referred to by the equipment brand name, such that the OEM for SLM is represented by EOS* and the OEM for EBM is represented by Arcam**. These powders were characterized using different techniques⁸⁾, including laser scattering particle size distribution analysis, Hall flow meter measurements, apparent density and tapped density measurements, and scanning electron microscopy observations. The chemical compositions of these materials were determined by inductively coupled plasma atomic emission spectroscopy (ICP-AES), combustion-infrared absorbance (for C), inert gas fusion-infrared absorbance (for O), and inert gas fusion-thermal conductivity (for N).

2.2 SLM process

To examine the interactions between the various processing parameters and their effects on the sample density, it is essential to understand the concept of volumetric energy density and build rate. The volumetric energy density (E_V), which is the energy deposited per unit volume, is an important factor related to increasing the sample density. The density of energy imparted to the sample is a function of four key process parameters, as summarized by the equation

$$E_V = P / (v \cdot h \cdot t), \quad (1)$$

Where P is the laser power (W), v is the scan speed (mm/s), h is the hatch spacing (mm) and t is the powder layer thickness (mm).

Scan time is another important consideration related to adjusting the process so as to obtain a higher build rate. It has been reported that a high sample density can be achieved even when applying a faster scan rate. Units of scan time per mm² can be used for the build rate, which is a function of scan speed and hatch spacing, as described by the relationship

$$\text{Scan time per unit area} = \frac{\left(\frac{\text{Length}}{\text{Hatch spacing}} \times \text{Width} \right)}{\text{Scan speed}}. \quad (2)$$

In this study, only the interactions between laser power and scan speed and between hatch spacing and scan speed were investigated. An EOS* M290 system was used to conduct the SLM experiments at different laser beam powers (265, 285, 305, 315, 325, 345 and 365 W) and different hatch spacings (0.05, 0.07, 0.09, 0.11 and 0.13 mm). The associated energy densities were 20, 40, 55, 67, 85, 100 and 130 J/mm³ as determined by back-calculating based on the scan speeds. The layer thickness was kept constant at 0.04 mm in conjunction with a platform preheating temperature of 80°C. The samples were processed in an argon atmosphere to prevent rapid oxidation. After adjustment, the process parameters found to give the highest build rate were applied to fabricate National Institute of Standards and Technology (NIST) test pieces. The dimensions of these pieces were subsequently measured to ascertain the dimensional accuracy. These data were then used to design an industrial impeller that provided the desired degree of accuracy.

2.3 EBM process

A standard EBM process was carried out to fabricate samples, using an Arcam** A2X machine. Version 4.2 software was employed, with a 150 × 150 mm start plate, and accelerating voltage, layer thickness, speed function, line offset and focus offset values fixed at 60 kV, 75 μm, 63, 0.125 mm and 15 mA. The details of the build procedure can be found elsewhere⁴⁾. The preheating temperature was 1,025°C and the powder bed temperature was maintained by applying an average current of 15 mA. A 2 mm thick solid ghost box was applied to the entire

printing area and a defocused beam was employed to heat this region. This process was designed to compensate for heat loss from the start plate.

2.4 Heat treatment and materials characterization

The SLM and EBM blocks produced in this work were divided into two groups: as-built and heat-treated. (according to AMS 5664). The latter blocks were solution treated at 1,065°C for 1 h, cooled in argon and aged at 760°C for 10 h, cooled in a furnace to 650°C for 2 h and finally held at 650°C for 8 h following cooling in argon.

The densities of samples were determined using the Archimedes method. Porosity measurements were performed based on observations by optical microscopy (OM) and X-ray computed tomography (CT)⁴. Scanning electron microscopy with X-ray energy dispersive spectroscopy (SEM-EDS) and electron backscatter diffraction (EBSD) were employed for microstructural characterization. In addition, tensile tests were carried out on an Instron instrument using ASTM E8 sub-size⁹ samples with a thickness of 3 mm, to evaluate the mechanical properties of the materials. In these trials, machined tensile coupons were subjected to elongation at a crosshead speed of 1 mm/min until fracture, employing a non-contact extensometer⁹. Yield strength (YS), ultimate tensile strength (UTS), elongation to fracture and Young's modulus were all calculated from the results. Surface roughness measurements were performed using a non-contact optical method.

2.5 Post-machining of the SLM-built impeller

Fig. 2 illustrates the process flow developed for the sequential post-machining of the impeller. In this process, wire cutting was used to remove external support structures from the as-printed SLM impellers. The top porous layers on these impellers had average surface roughness values, Ra, of 8 to 30 μm. CNC turning was performed to remove external porous layers and to ensure the dimensional accuracy of the final impellers. In addition, abrasive flow machining (AFM) was used to improve the internal surface finish of the as-printed SLM impellers. In this step, abrasive media accessed the rough internal and complex surfaces. These media flowed in one direction from outlet holes to inlets to prevent over-polishing of internal thin walls. Fig. 3 presents a schematic diagram of the set of support fixtures used for

mounting of the SLM impellers. These supports also guided the abrasive media flow through the intended internal holes when polishing by AFM. The fixture was fabricated from SS304 with a TiN coating for wear resistance. Additional modular fixtures were employed to ensure a uniform media flow within the internal passages during polishing. These modular fixtures also served to block the access of media through the holes that were well-polished. Fig. 4 provides images and schematic diagrams of the modular fixtures used for internal polishing.

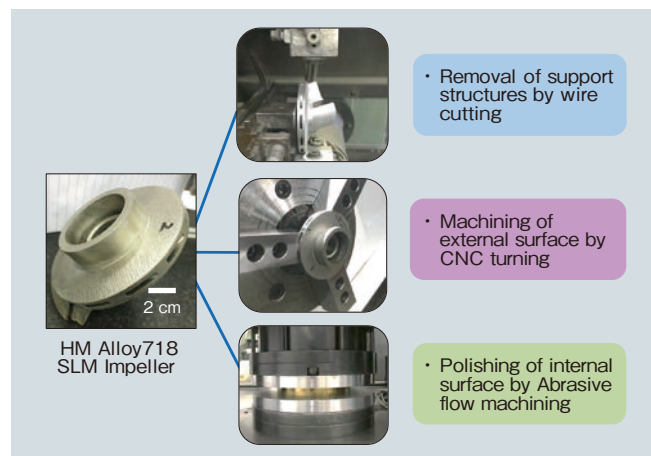


Fig. 2 The methodology employed for post-machining of SLM-built impellers

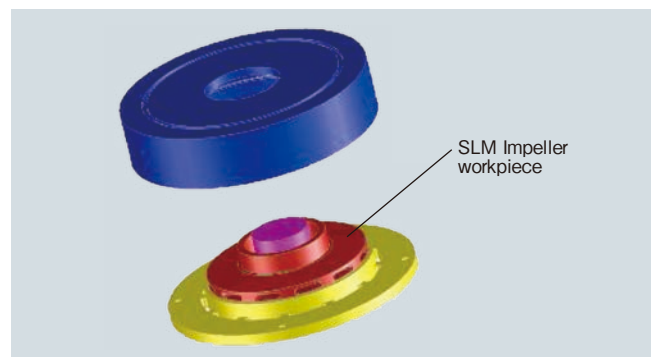


Fig. 3 A schematic diagram of the set of support fixtures used to mount the SLM-built impeller for internal polishing

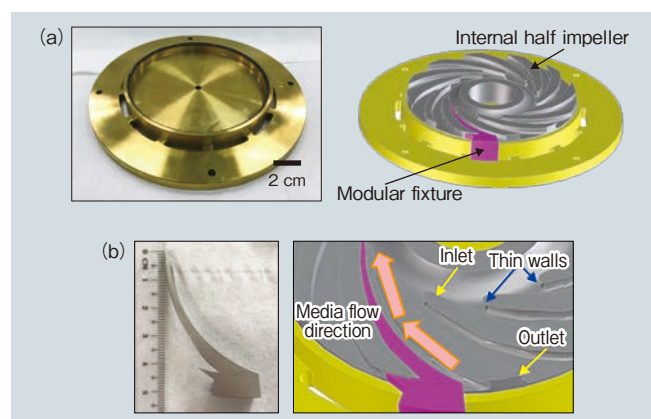


Fig. 4 Pictures and schematic diagrams of (a) base plate of AFM fixture and (b) modular fixtures used for internal polishing of SLM-built impeller

3. Results and discussion

3.1 Powder characteristics

The as-received powders exhibited a spherical morphology with a few irregular particles and a relatively high density of satellites, as demonstrated by the SEM images in Fig. 5. In addition to these satellites, spherical pores formed by gas entrapped during the atomization process were evident upon examination of cross-sections. The flowability of the HM[®] Alloy718 powder was excellent and comparable to that of the OEM powders, regardless of the particle size range (Table 1). In fact, the properties of this material were superior to those of the Ti-6Al-4V powder commonly used for EBM⁸⁾, suggesting that the HM[®] Alloy718 powder could be a suitable candidate for PBFAM. The powder packing capacity for the HM[®] Alloy718 was determined and an apparent density in the range of 49-60% was obtained. This value is comparable to that for the OEM powders

and also similar to values for other powders currently employed in SLM or EBM processes^{8), 10)}. This result suggests that the HM[®] Alloy718 powder is applicable to PBFAM.

Table 2 summarizes the results from chemical analysis of the as-received HM[®] powder as well as samples

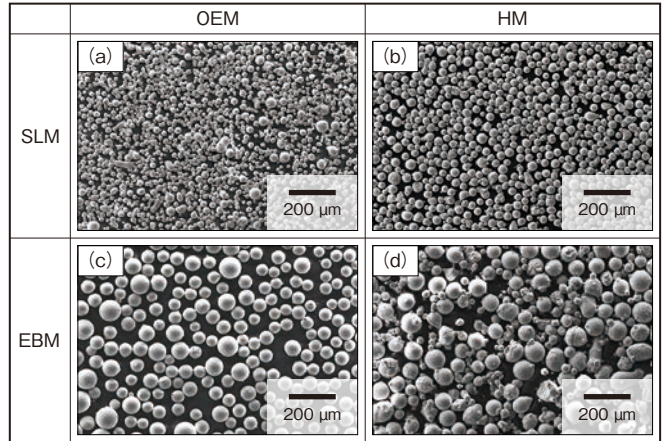


Fig.5 Representative SEM images of various (a, c) OEM powders, (b, d) HM[®] Alloy718 powder, (a, b) fine powder for SLM, (c, d) coarsen powder for EBM

Table 1 PSD, hall flow rate, apparent, and tapped densities of IN718 powders with different categories. D10, D50, and D90 are the particle sizes at 10 vol.%, 50 vol.%, and 90 vol.%, respectively

Powder	D ₁₀ (μm)	D ₅₀ (μm)	D ₉₀ (μm)	Hall flow meter, 2.54 mm (s)	Hall flow meter, 5 mm (s)	Apparent density (g/cm ³)	Tapped density (g/cm ³)
EOS_SLM	20.23 ± 0.14	32.39 ± 0.33	53.30 ± 0.75	Does not flow	Flow after several taps	3.98 ± 0.02	4.77 ± 0.08
HM_SLM	27.53 ± 0.23	36.81 ± 0.61	51.12 ± 1.94	Does not flow	Flow after several taps	4.37 ± 0.02	5.13 ± 0.03
Arcam_EBM	54.14 ± 0.61	75.95 ± 0.85	109.24 ± 1.09	15.77 ± 0.17	NA	4.82 ± 0.03	5.24 ± 0.03
HM_EBM	59.16 ± 0.15	80.73 ± 0.19	110.91 ± 0.22	16.20 ± 0.20	—	4.43 ± 0.03	5.65 ± 0.09

Table 2 Chemical analysis results

Element	ASTM Specification (wt. %)	HM SLM Powder (wt. %)	SLM-built sample (wt. %)	HM EBM Powder (wt. %)	EBM-built sample (wt. %)
Nickel	50.0 – 55.0	52.71	52.3	52.62	52.08
Copper	0.30 (max)	<0.01	0.03	<0.01	0.03
Iron	Balance	Balance	Balance	Balance	Balance
Boron	0.006 (max)	0.0055	0.005	0.0054	0.005
Aluminum	0.20 – 0.80	0.78 *	0.80 *	0.78 *	0.80 *
Titanium	0.65 – 1.15	0.99	0.99	0.99	0.99
Tantalum + Niobium	4.75 – 5.50	5.13	5.44 *	5.18	5.09
Molybdenum	2.80 – 3.30	3.12	2.99	3.14	3.09
Cobalt	1.0 (max)	<0.01	<0.1	<0.01	<0.1
Chromium	17.0 -21.0	18.42	19.1	18.53	18.4
Sulphur	0.015 (max)	0.0003	<0.002	0.0004	<0.002
Phosphorous	0.015 (max)	N.A.	0.005	N.A.	0.005
Silicon	0.35 (max)	0.01	0.04	0.01	0.04
Manganese	0.35 (max)	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
Carbon	0.08 (max)	0.024	0.03	0.039	0.04
Nitrogen	N.A.	0.0016	0.003	0.0017	0.002
Oxygen	N.A.	0.0109	0.026	0.0054	0.010

fabricated from this material using SLM and EBM. The ASTM specifications for Alloy718 are also presented for comparison. The concentrations of all elements were within the specified limits, although the aluminum level was at the maximum value. These data demonstrate that the AM processing did not significantly change the chemical composition of the Alloy718.

3.2 AM Process Development

3.2.1 Selection of suitable process parameters for SLM

The sample density is plotted as a function of scan time in Fig. 6, which demonstrates that the density was lowered when using a rapid scan. Shorter scan times are associated with less energy being deposited, which in turn prevents proper fusion of the powder particles into fully dense components. Interestingly, the sample density was also decreased when the scan time was increased past a certain point. This occurred because the laser would dwell on a small area for an extended period of time, leading to large temperature differences and spattering, such that some material was lost.

The scan time associated with the OEM default parameters was calculated and the resulting sample density is plotted on the same chart for comparison purposes. It is evident that densities above the value achieved using the OEM default parameters could be obtained using a wide range of parameter values for the M290 system. However, the default parameters produced a suitable sample density using a shorter scan time, and only two process parameters, located in the upper left quadrant in Fig. 6, allow higher sample densities and faster scan times than the default parameters.

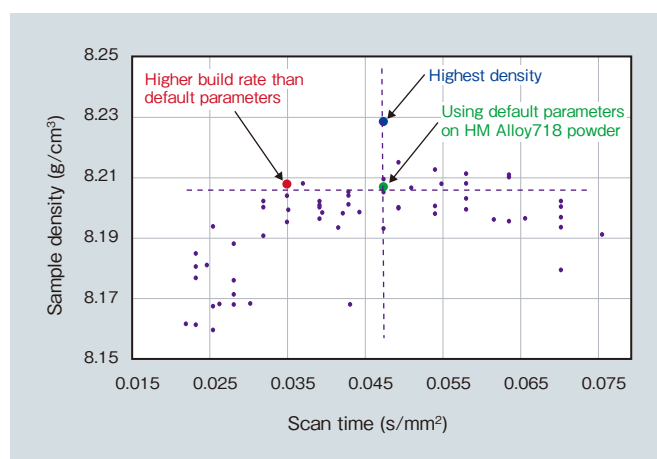


Fig.6 Sample density versus scan time using various SLM process parameters

3.2.2 Surface roughness of AM built components

To ensure part quality, a suitable surface finish on the as-printed sample is preferable. In this work, the SLM-built samples were found to have Ra values of approximately 6.1 and 4.9 μm when using the OEM and HM[®] powders, respectively. In the case of the EBM-built samples, these values were 47 and 41 μm . Thus, relatively rough surfaces were obtained compared to those reported for EBM-built Ti-6Al-4V samples (approximately 25 to 35 μm)¹¹. This result can be attributed to the higher build temperature of approximately 1,000°C compared to that for the Ti-6Al-4V (650°C) and to the greater layer thickness in the present work (75 μm as compared to 50 μm). It is also worth noting that the surface roughness values for both the SLM- and EBM-built HM[®] samples were lower than those for the SLM- and EBM-built OEM samples. This outcome can possibly be ascribed to the narrower particle size range for the HM[®] Alloy718 powder. Nevertheless, it is evident that the process parameters could be further fine-tuned to improve the surface finish of the SLM-built parts.

3.2.3 Microstructures

The porosities of the samples produced by SLM demonstrated the absence of large pores and showed that the samples were close to being fully dense when using either the OEM or HM[®] powders. In addition, the density of the EBM-built Alloy718 using HM[®] powder specimen was $8.142 \pm 0.044 \text{ g/cm}^3$, which was $99.06 \pm 0.54\%$ of the theoretical density of this material (8.22 g/cm^3). Data acquired from CT scans showed the presence of only a few pores in the EBM-built samples made using the HM[®] powder (Fig. 7). This result indicates a suitable level of fusion when employing the adjusted EBM process parameters. Some spherical pores were observed in the images, regardless of the location and geometry of the specimen, although the porosities of all samples were less than 0.12%. The appearance of some porosity is a common phenomenon in EBM-built alloys and is primarily caused by argon entrapped during the production of the gas atomized powder¹². However, the literature and our earlier work with Ti-6Al-4V show that the presence of a limited number of small pores will not significantly affect the mechanical properties of the built part. In fact, the relative densities were calculated to be greater than

99.88%. Although more entrapped gas pores were found in the samples made with the HM[®] powder than in those made using the Arcam** (OEM) powder, there was no observable difference in porosity between EBM-built parts produced using either material. This lack of an effect can possibly be ascribed to the high fabrication temperature during the Alloy718 EBM process, as the long duration of the melting pool could allow bubbles to escape from the liquid.

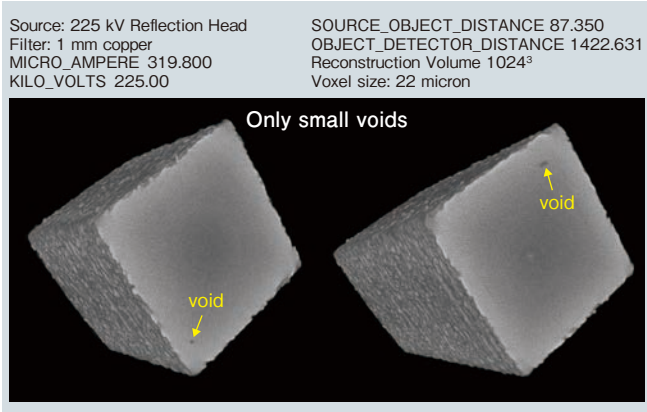


Fig. 7 CT scanning results showing minimal defects in EBM-built Alloy718 samples

As shown in Fig. 8, the microstructures of the SLM-built samples clearly reflect the melt pool morphology. Heat treatment also greatly altered the microstructure of the Alloy718. Within the melt pool, small dendritic structures are often generated in conjunction with a high cooling rate, and typically result in superior mechanical performance of the SLM-built parts. However, subsequent solution treatment would remove the dendritic structures and melt pool morphology. Due to the high temperature applied, grains would be expected to grow at the expense of these dendritic structures, and adversely impact hardness and mechanical strength. However, the aging heat treatment applied after the solution treatment would form strengthening precipitates (γ' and γ'') that would increase the hardness and strength of the part.

An elongated columnar structure is apparent along the side plane of the EBM-built sample, which is typical of EBM-built Alloy718 samples¹³⁾. These columnar grains are caused by the high thermal gradient along the Z-axis⁴⁾. It is obvious that these grains were able to grow across many layers because the build layer thickness was 75 μm . This value is different from that employed during SLM and powder-blown laser additive manufacturing¹⁾.

Dendrites can also be found within the columnar grains. Heat treatment did not change the features of the columnar grains, in good agreement with previous reports¹⁴⁾. Note also that these columnar grains appear as equiaxed grains when observed from the top plane.

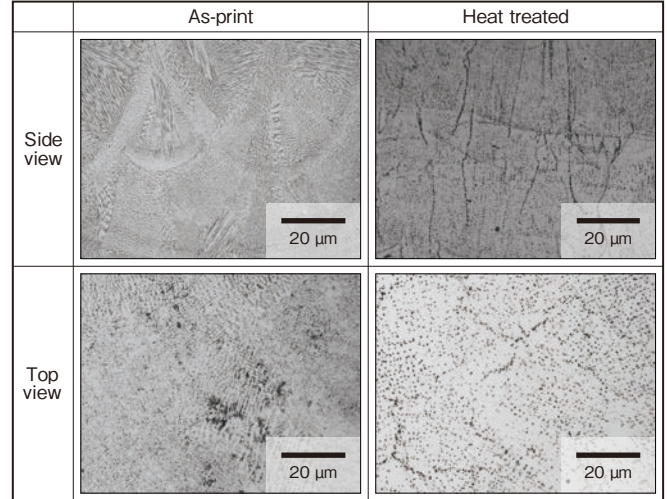


Fig. 8 Microstructures of SLM-built HM[®] Alloy718 specimens before and after heat treatment

3.2.4 Mechanical properties

The hardness values for SLM-built Alloy718 samples made from the HM[®] powder were comparable to those of specimens obtained using the EOS* powder. The EBM-built Alloy718 samples showed microhardness and macrohardness values that were higher when using the HM[®] material (433.7 HV and 38.1 HRC) than when using the OEM alloy (398.9 HV and 33.4 HRC). These differences may have resulted from the variations in the chemical compositions of the powders. After the 1 h solution treatment at 1,065°C, the precipitates were dissolved into the matrix, resulting in homogeneity along the build direction. The subsequent low-temperature aging step promoted this precipitation and so further increased the hardness. Therefore, a homogeneous distribution with higher hardness values was obtained after heat treatment. Although the hardness values for the OEM samples (42 HRC) were still lower than those of the HM[®] samples (43.7 HRC), the difference between the two was negligible. Most importantly, the macrohardness values after heat treatment for both powder sources satisfied the standards.

The tensile test data for the SLM-built samples are shown in Fig. 9. These results demonstrate that the HM[®] Alloy718 powder yielded SLM printed parts with

mechanical properties comparable or superior to those obtained from the OEM powder. These data also show that, despite an increase in mechanical strength after heat treatment, a reduction in elongation to fracture can be observed. The effects of heat treatment and build orientation on mechanical properties in this work were found to be consistent with reports in the literature^{1), 15)}.

Fig. 10 provides the tensile test results obtained for EBM-built samples fabricated using the Arcam[®] (OEM) and HM[®] powders, either as-printed or heat treated. In contrast to the UTS, YS and elongation data, there are no significant variations in the Young's modulus values in the X and Y directions. It should also be noted that the Young's modulus values in the Z direction were very low (approximately 105 GPa). This value is similar to the Young's modulus of Alloy718 in the <100> direction and

can likely be attributed to a significant <100> texture along the build direction. In the as-built condition, the UTS and YS values for the HM[®] samples were higher than those obtained from the OEM samples, although the latter specimens showed a 30% drop in elongation. Because the HM[®] sample had more precipitates along the grain boundaries, which increased the strength, it also exhibited premature failure along these same boundaries. After heat treatment, the UTS and YS values were increased and the elongation decreased, as expected. Interestingly, these values were comparable for both powder sources. The data were also in good agreement with results reported for Arcam[®] AB and satisfied the requirements of the applicable standards. This result indicates that EBM-built Alloy718 parts produced using the HM[®] powder had comparable tensile properties to

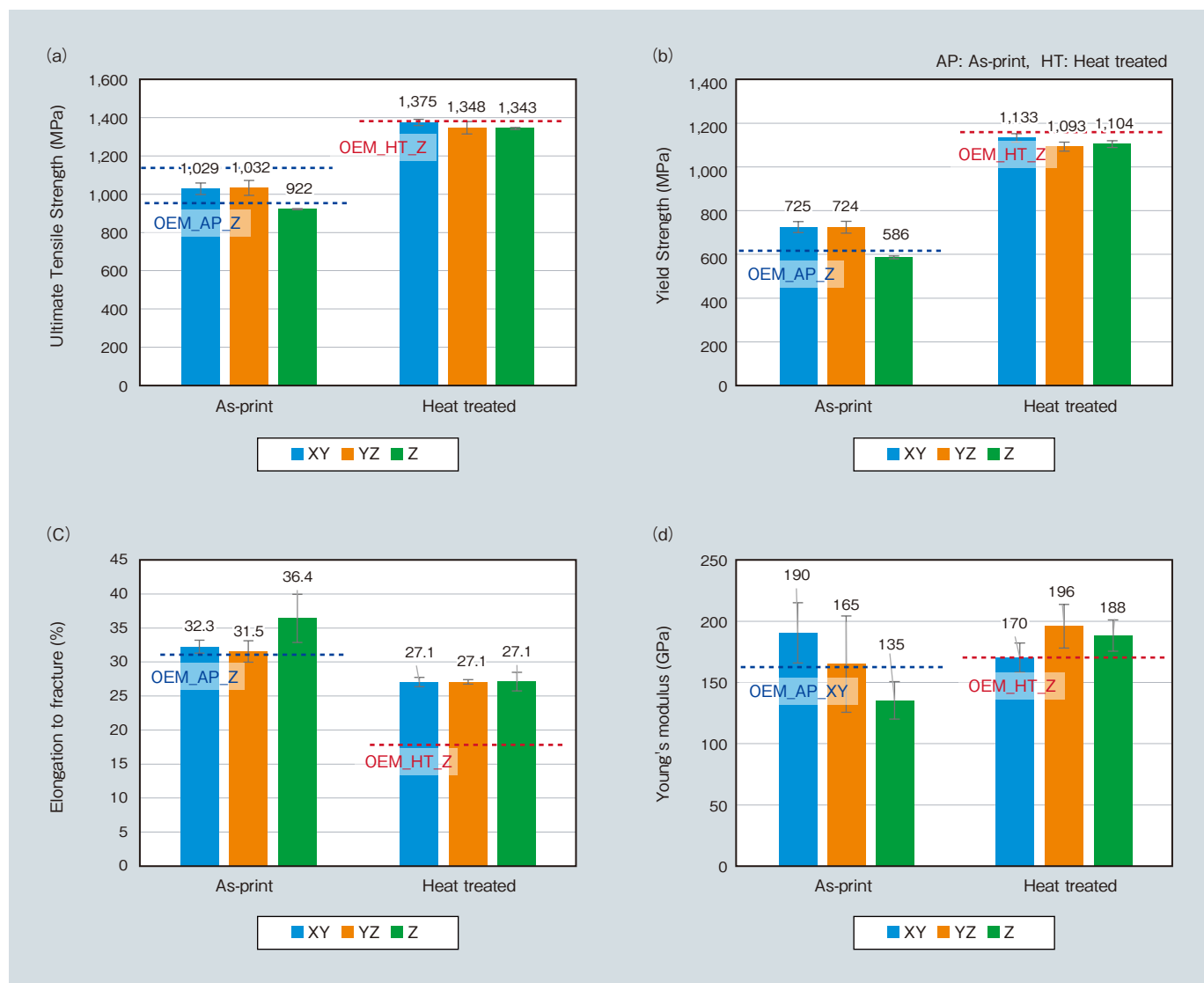


Fig. 9 Tensile properties of as-built and heat-treated SLM-built Alloy718. Bar charts showing (a) Ultimate Tensile Strength, (b) Yield Strength, (c) elongation to fracture, and (d) Young's modulus. The values from OEM[®] were added for comparison. Note that all tensile samples were fabricated with higher build rate parameters

those of parts made using the Arcam** (OEM) powder.

The findings reported above demonstrate that the HM[®] Alloy718 powder was suitable as a feedstock for SLM and EBM processing to fabricate high-quality AM parts.

3.3 Dimensional testing of NIST samples and component printing by SLM using HM[®] powder

Dimensional accuracy measurements were performed on an NIST specimen fabricated by SLM. This sample contained several simple geometric features atop or within a diamond-shaped base. These geometries were chosen to simplify the measurements and minimize the likelihood of errors in the design file. Fig. 11 shows the design of the test specimen and actual SLM-built sample. The measurement results indicated that the features were slightly smaller than the design values by 0.03 to 0.1 mm.

To test the developed SLM process, an industrial impeller design, which was identified as a valuable and key demo component, was provided by HM[®] for printing. Several batches of impellers were fabricated using SLM and post processed by heat treatment and machining to obtain the final parts. The original impeller design was

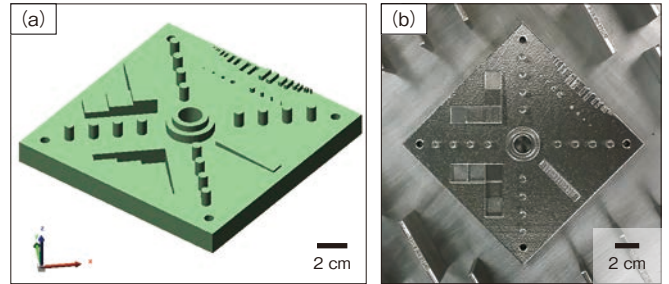


Fig. 11 SLM-built NIST artifact for dimensional accuracy testing using HM[®] powder. Images showing (a) 3D model, and (b) SLM-built NIST artifact

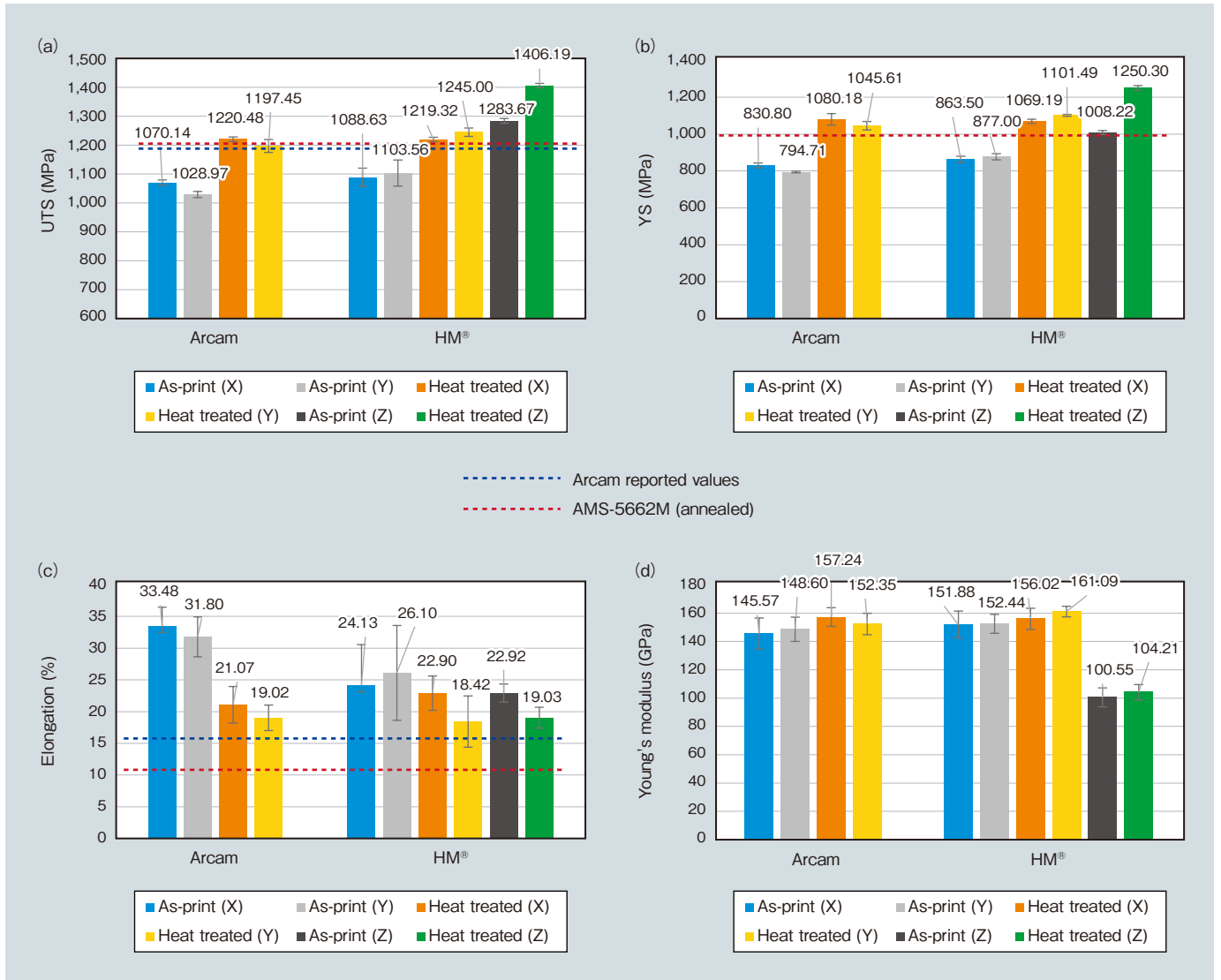


Fig. 10 Tensile properties of EBM-built Alloy718 before and after heat treatment. Bar charts showing (a) Ultimate Tensile Strength, (b) Yield Strength, (c) elongation to fracture, and (d) Young's modulus. Values for specimens made using OEM (Arcam** reported values) and AMS-5662 materials are included for comparison

modified by adding 0.5 mm to 1 mm of material to the surfaces that required machining. In addition, the length on the cylinder (Fig. 12) was increased from 11.5 mm to 15.5 mm in order to enable the soft jaw to clamp the sample effectively during machining.

The HM[®] impeller design is highly complex, with curved features, internal channels and overhanging structures. To facilitate SLM processing, suitable support structures

were created and added to produce a modified impeller design that was then printed using the EOS* M290 SLM machine. Fig. 12 provides the modified design with the support structures attached used during the file preparation stage and also presents images of a finished SLM-built HM[®] impeller.

3.4 Post-machining of the SLM-built component made using the HM[®] powder

The external surfaces of the test specimens were post-machined by CNC turning, and Fig. 13 shows images of the as-printed SLM impeller before and after post-machining. During the CNC turning process, the external support structures remaining after wire cutting were removed along with the upper porous layers. All dimensions of each SLM impeller were machined as per the HM[®] design drawing.

AFM was applied to the internal surfaces to give an Ra value of 16.2 μm with a maximum of 31 μm. It should be noted that these Ra values obtained from all 12 inlet holes of the two impellers. These values were in good agreement with the results of a previous study¹⁷⁾. The high as-printed roughness of these impellers is attributed to the build orientation. After polishing, the Ra of the SLM-built component was reduced significantly, to 0.67 μm.

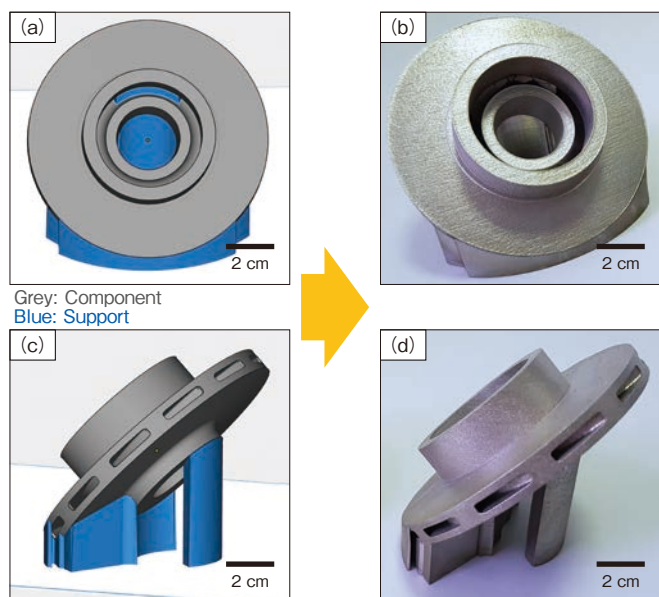


Fig. 12 Modified design with the support structures and the SLM-built impeller with HM[®] Alloy718. Images showing (a) model front view, (b) SLM-built part front view, (c) model side view, and (d) SLM-built part side view

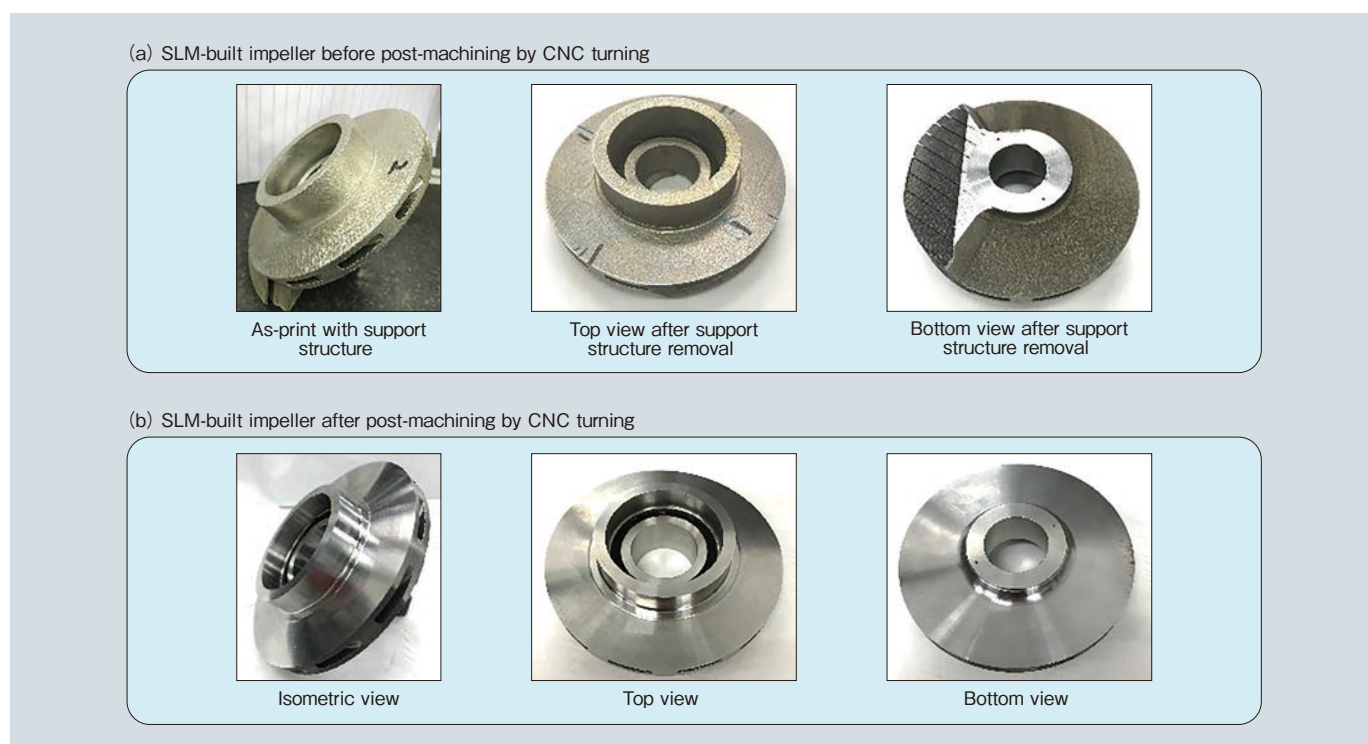


Fig. 13 SLM-built impeller (a) before and (b) after post-machining by CNC turning

4. Conclusion

PBFAM technology was employed to produce test specimens and high-value components (that is, impellers) using both OEM and HM[®] Alloy718 powders, as a means of evaluating these materials. The results indicate that HM[®] Alloy718 powder is a suitable feedstock for the fabrication of high-quality parts by either SLM or EBM. The mechanical properties obtained when using the HM[®] powder were comparable or even superior to those obtained from the OEM powders. An industrial impeller was fabricated by SLM using the HM[®] powder with good dimensional control and methods for the finishing of internal and external surfaces were developed.

References

- 1) T. Debroy, et al: Prog. Mater. Sci., vol. 92 (2018), p. 112.
- 2) P. Wang, et al: 2016 Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium (SFF Symp 2016), Austin, Texas, USA, 2016, p. 691.
- 3) R. Huang, et al: J. Clean Prod., vol. 135 (2016), p. 1559.
- 4) P. Wang, et al: Mater. Des., vol. 95 (2016), p. 287.
- 5) P. Wang, M.L.S. Nai, S. Lu, J. Bai, B. Zhang, J. Wei: JOM, vol. 69 (12) (2017), p. 2738.
- 6) D. Herzog, et al: Acta Mater., vol. 117 (2016), p. 371.
- 7) D. Bourell, J.P. Kruth, M. Leu, G. Levy, D. Rosen, A.M. Beese, A. Clare: Materials for additive manufacturing, CIRP Ann. Manuf. Technol., vol. 66 (2017), P. 659.
- 8) P. Wang, et al: Mater. Des., vol. 168 (2019), p. 107576.
- 9) P. Wang, et al: J. Alloys Compd., vol. 772 (2019), p. 247.
- 10) Q.B. Nguyen, et al: Engineering, vol. 3 (5) (2017), p. 695.
- 11) P. Wang, et al: Materials, vol. 10 (10) (2017), p. 1121.
- 12) P. Wang, et al: Scanning optical microscopy for porosity quantification of additively manufactured components, Add. Manuf., vol. 21 (2018), p. 350.
- 13) D. Deng, et al: Mater. Sci. Eng., vol. A 693 (2017), p. 151.
- 14) Y. Kok, et al: Mater. Des., vol. 139 (2018), p. 565.
- 15) Y.S.J. Yoo, et al: Mater. Sci. Eng., vol. A 724 (2018), p. 444.
- 16) EOS: EOS NickelAlloy IN718 Data Sheet, (2014).
- 17) B. Zhang, et al: Mater. Des., vol. 116 (2017), p. 531.



Yusaku Maruno
ASEAN Business Planning Department,
Hitachi Metals Singapore Pte. Ltd.



Kosuke Kuwabara
Global Research & Innovative Technology Center,
Hitachi Metals Ltd.



Wang Pan
Singapore Institute of Manufacturing Technology (SIMTech),
Agency for Science, Technology and Research (A*STAR)



Sun Chen-Nan
Singapore Institute of Manufacturing Technology (SIMTech),
Agency for Science, Technology and Research (A*STAR)



Au Ka Hing Candice
Singapore Institute of Manufacturing Technology (SIMTech),
Agency for Science, Technology and Research (A*STAR)



Sin Wai Jack
Singapore Institute of Manufacturing Technology (SIMTech),
Agency for Science, Technology and Research (A*STAR)



Aw Beng Loon
Singapore Institute of Manufacturing Technology (SIMTech),
Agency for Science, Technology and Research (A*STAR)



Tan Lye King
Singapore Institute of Manufacturing Technology (SIMTech),
Agency for Science, Technology and Research (A*STAR)



Nai Mui Ling Sharon
Singapore Institute of Manufacturing Technology (SIMTech),
Agency for Science, Technology and Research (A*STAR)

開閉速度可変型電動セグメントボールバルブ

Variable Speed Electric Motor Driven Segment Ball Valve

BU1FWBL1

複数の液体材料を切り換えるラインにおいて、バルブの開閉速度は生産性に直結する。しかし、液体材料ではウォーターハンマー現象を防止するため、適切な開閉速度に調整する必要がある。あるいは、水槽内の水量を制御する場合、給水側バルブは、ゆっくりと開弁し、高速で閉弁することが好ましい。

このようなユーザーのニーズに応えるために、日立金属従来製品と比べて、開閉速度が高速かつ可変型の電動セグメントボールバルブ「BU1FWBL1」を開発した。このバルブは、設備の使用条件にあわせて、適切な開閉時間で動作でき、またバルブ開時間および閉時間を個別に設定することができる。

開発品の仕様を表1に、外観を図1(a)にそれぞれ示す。

開発品は、日立金属独自設計による、直流電動駆動構造とセグメントボールバルブ構造で構成している。

バルブを瞬時に開閉させる場合、一般的には図1(b)に示すようなエアシリンダー駆動式のバルブが用いられる。この方式は、作動用のコンプレッサーや空気配管の施工、保守、メンテナンスが必要となる。開発品では、図1(a)に示すように、駆動系に直流モーターとギアボックスで構成された電動式を採用することにより、コンプレッサーを不要とした。

セグメントボールバルブの開閉機構を図2に、操作トルク特性を図3にそれぞれ示す。セグメントボールバルブはバルブの配管中心と弁体の回転軸芯が偏心しており、バルブが開から閉す

前までは極めて小さい操作トルク特性を示し、閉弁するときのみ、大きな操作トルクを必要とする。一方、直流モーターは、回転数が低下すると駆動トルクが増加する特徴がある。すなわち、直流モーターは、閉弁以外の領域では、高速回転し、閉弁位置では回転数が下がるので、閉弁に必要な駆動トルクを得ることができる。

開発品は、適切なバルブの開閉時間を実現することにより、生産ライン、配管システムを効率よく運転することができる。また、エアシリンダー駆動式の代替品として使用することで、イニシャルコスト、ランニングコスト削減と省エネルギーに貢献できる。

(金属材料事業本部)

表1 基本仕様

Table 1 Basic specifications

Contents	Specifications
Fluid type	Liquid
Valve material	SCS13A
Maximum pressure	1.4 MPa
Maximum shutoff pressure	Type1: 0.3 MPa Type2: 0.5 MPa Type3, 4: 1.4 MPa
Service temperature	5 ~ 80°C
Size	100 ~ 200 A
Connection	JIS 10K flange
Operation time	Type1: 1, 2, 3, 4 seconds Type2: 2, 4, 6, 8 seconds Type3: 3, 6, 9, 12 seconds Type4: 4, 8, 12, 16 seconds (choose from above)
Power supply	AC100 V

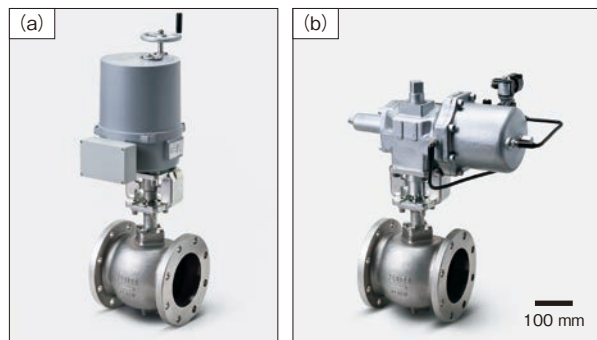


図1 セグメントボールバルブの外観
(a) 開発品(速度可変型) (b) エアシリンダー駆動式

Fig. 1 Appearance of segment ball valve:
(a) variable speed electric motor type, (b) air cylinder type

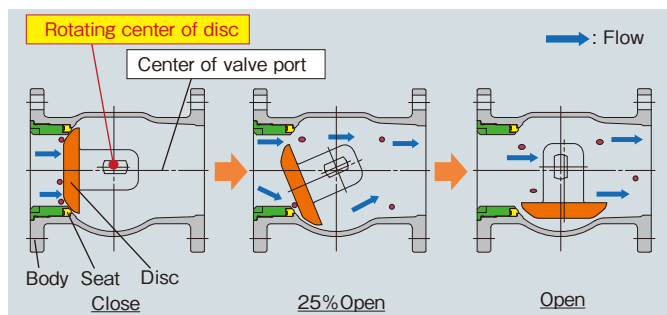


図2 セグメントボールバルブの開閉機構
Fig. 2 Open and close mechanism of segment ball valve

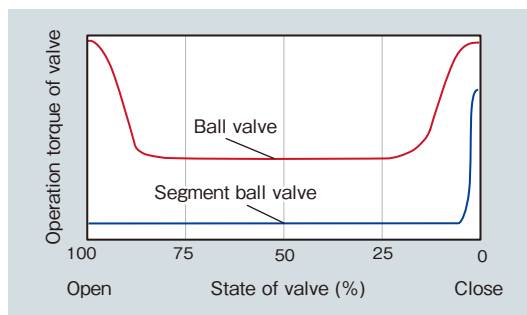


図3 バルブの操作トルク特性
Fig. 3 Torque during valve operation

フレキシブル基板対応高耐食 Mo 合金膜用ターゲット

Target Materials for Mo Alloy Films of High-Corrosion Resistance for Flexible Substrate

MVF-5X

スパッタリングターゲットは、薄膜を形成する際に使用される材料であり、日立金属は、薄膜形成および特性評価技術をベースに特長ある膜特性の得られるスパッタリングターゲット材を開発している。

電子機器は小型・軽量・高機能化の要求に伴い薄膜化が進んでいる。さらに今後は可搬性に優れたフレキシブル性も要求される。

このため、日立金属は、今後の高機能薄膜デバイスに必要な高耐食性や高密度性等とフレキシブル基板に必要な低応力かつ屈曲性等を有する新たな Mo 合金「MVF-5X」を開発した。

1. 特長

(1) 高耐酸化性

MVF-54 は 0.2 μm の薄膜でありながら大気中 350℃ の加熱後も金属光沢を維持し、ステンレス膜より耐酸化性に優れ、Cr 膜と同等の高い反射率を有する (図 1, 図 2)。

(2) 低膜応力

フィルム基板 (ポリイミド: 50 μm) に膜厚 0.2 μm で形成した場合、Cr 膜の膜応力は 700 MPa と大きいため膜面を内側に巻き上げるが、MVF-54 膜の膜応力は -70 MPa と小さく、フィルム基板はほとんど反らない (図 3)。

(3) フレキシブル性

フィルム基板上に形成した金属膜を φ 6 mm のチューブに巻き付けた後、その表面を観察した。Cr 膜には微細なクラックが入るが MVF-54 膜にはクラックは確認できず、優れた曲げ耐性を有することが確認できた (図 4)。

MVF-54 膜は基板との密着性も良く、高い耐湿性も有するなどの特長も有しているため、機能薄膜の密着性確保のための下地膜や表面を保護するキャップ膜として用いることが可能であり、現在、種々用途に展開中である。

(金属材料事業本部)

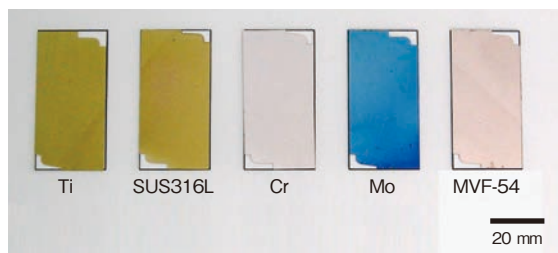


図 1 金属薄膜の大気加熱後の外観写真 (ガラス基板 25×50 mm, 膜厚 0.2 μm, 加熱温度 350℃)
Fig. 1 Photograph of metal films on glass after heating in atmosphere (thickness: 0.2 μm, heating temperature of 350℃)

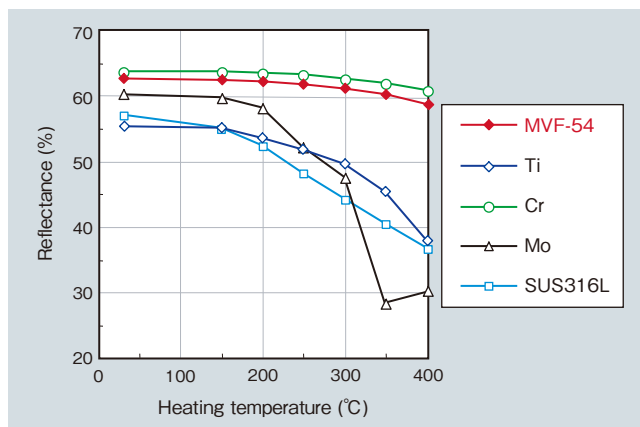


図 2 金属薄膜の大気加熱時の反射率変化 (膜厚 0.2 μm)
Fig. 2 Effects of heating temperature in atmosphere on reflectance of metal films on glass (thickness: 0.2 μm)

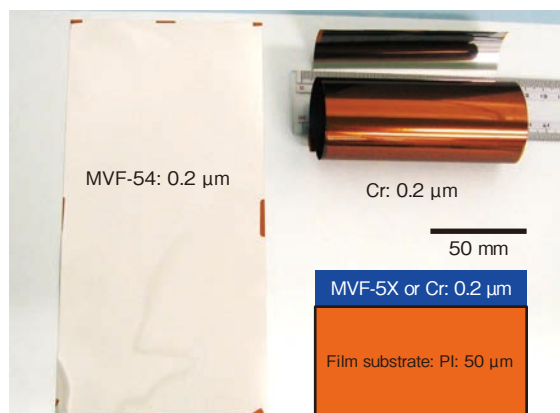


図 3 フィルム基板上に形成した金属膜の外観 (金属膜厚: 0.2 μm, フィルム基板: 100×200 mm 厚み: 50 μm)
Fig. 2 Photograph of metal film on film substrate (thickness: 0.2 μm, Polyimide film: 50 μm)

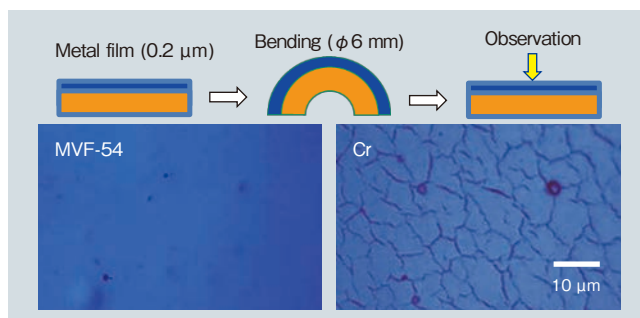


図 4 フィルム基板上の金属膜の曲げ後の表面観察結果 (金属膜厚: 0.2 μm, フィルム基板厚み: 50 μm, 曲げ直径: φ 6 mm)
Fig. 4 Optical micrographs of metal film on film substrate after bending (thickness: 0.2 μm, polyimide film: 50 μm, bending diameter: 6 mm)

60HRC級プリハードン・ダイス鋼

60HRC Pre-Hardened Die Steel

SLD®-f

一般的に多くのダイス鋼は切削加工が可能な軟化させた焼きなまし状態の材料として提供されている。これを金型として使用するためには、熱処理によって必要な硬さに調質する工程が必要であり、この工程が金型製作での大きな隘路となっている。

これを克服するため、冷間プレス用金型での汎用的な硬さである60HRC級の状態から、そのまま切削加工により金型製作が可能なプリハードン・ダイス鋼「SLD®-f」を開発した(図1)。

SLD-fは60HRC級の硬さに調質されたプリハードン状態で提供される新しいダイス鋼であり、必要な特性(硬さ、靱性、表面処理性など)を有する。

このダイス鋼の効果として(1)煩雑な熱処理ハンドリングの省略、(2)金型製作リードタイムの短縮、(3)熱処理品位の安定の3点が期待される。日立金属従来品では、熱処理以外に熱処理に係る熱処理伝票、工程管理、納期確認、後加工組み入れおよび現品受け入れなどのさまざまなハンドリングが必要であるが、SLD-fは、熱処理そのものを省略し、それに付随する煩雑なハンドリングも省くことが可能である。

熱処理工程や熱処理によって発生していたひずみ修正工程も省略されるため、金型製作のリードタイム短縮が可能となる。図2に金型製作のリードタイムの短縮例と図3にSLD-fの特

性位置づけを示す。

SLD-fは材料メーカー管理の熱処理により、安定した熱処理品位の材料として提供される。また、ワイヤー放電加工切断時のひずみや、PVD(Physical Vapor Deposition)処理による寸法変化などの不具合抑制が可能である。さらに、金型の付加価値を高める高機能表面処理Tribec®の適用も可能である。

SLD-fは、ダイス鋼として必要な特性を有し、かつ金型製作において、新しい効果が期待され、金型製作を大きく変える可能性を備えるプリハードン・ダイス鋼である。

(金属材料事業本部)

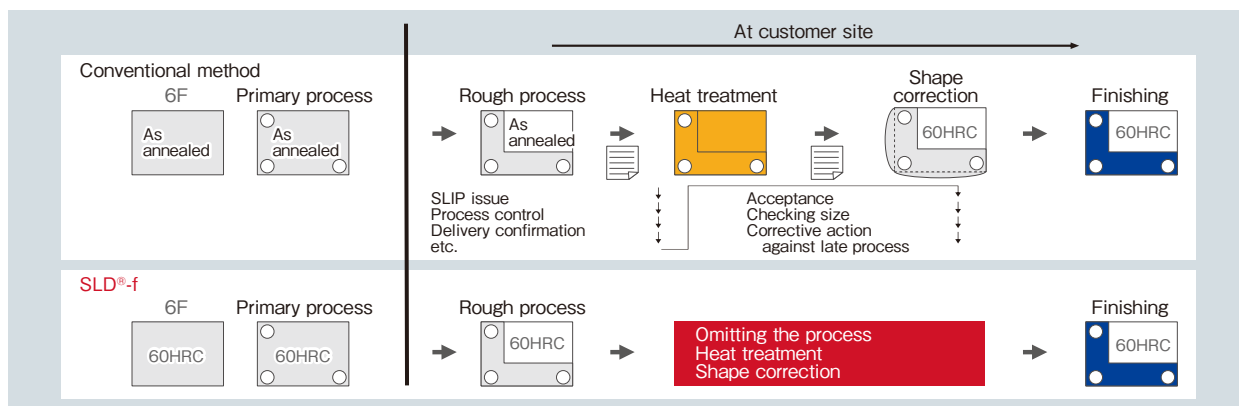


図1 従来と SLD®-fの工程比較
Fig. 1 Comparison of conventional and SLD®-f processes

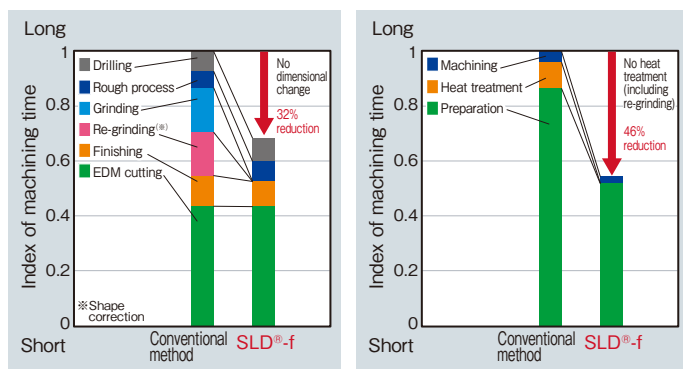


図2 金型製作事例
Fig. 2 An example of a manufacturing die

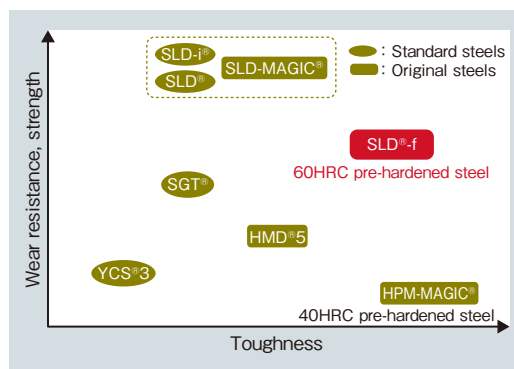


図3 SLD®-fの特性位置づけ
Fig. 3 Characteristics of SLD®-f

自動車用超耐熱合金帯材

Superalloy Sheet for Automobiles

ASL[®]171

自動車の排ガス規制、燃費規制が世界的に強化される中、エンジンにおいては小型化による燃費向上とともに、動力性能を向上させるためターボチャージャーの搭載が進んでいる。さらには排ガス浄化のための触媒の活性化や燃焼効率の向上を目的に排ガス温度は上昇傾向にある。そのためターボチャージャーの周辺部材であるメタルガスケット、皿パネ、シールリングといった帯材を素材とする部材にもさらなる高温強度の要求が高まっている。

そこで、日立金属は高温域を対象とし、エンジンバルブで実績を持つ超耐熱合金「ASL[®]171」の帯材化に取り組み、厚み 0.2 mm 以下、幅 300 mm 以

上の広範囲な寸法に対応した自動車用耐熱帯材を開発した。

表 1 に ASL171 の主成分を示す。ASL171 は、高価かつ価格変動リスクが大きい Ni の量を約 42 mass% に抑えており、一般的な Fe-Ni 基超耐熱合金である Alloy718 対比で約 10 mass% 以上低い。

次に、図 1 に ASL171 のミクロ組織を示す。ASL171 は γ' 析出強化型の合金であり、 γ' 相は結晶粒内に粒子状に観察される。ASL171 は 800°C × 50 hr 経過後も γ' 相の形状および大きさの変化が小さく、高温での組織安定性が高い。そのため、図 2 に示すように長時間高温加熱後も強度を維

持しており、800°C × 50 hr で 0.2% 耐力および引張強度は Alloy718 より高くなる。

部材のバネ力の保持に重要となる熱へたり性について図 3 に示す。治具により板状試験片の中央部をたわませた状態で加熱し、加熱前後のたわみ量の差を熱へたり量と定義して評価を行ったところ、ASL171 の熱へたり量は 700°C で Alloy718 と同等であり、800°C で Alloy718 より小さくなる。

以上から、高温環境下に晒される薄板構造部材に ASL171 を適用することで、長期にわたり形状・バネ性が保持されることが期待される。

(金属材料事業本部)

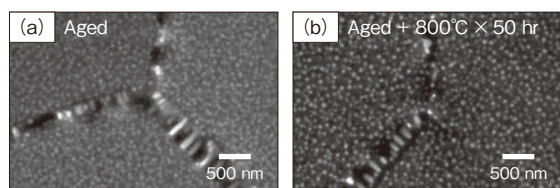


図 1 熱処理材の粒界組織 (a) 850°C × 4 hr 時効処理後 (b) 時効処理 + 800°C × 50 hr 処理後
Fig. 1 Microstructure of heat treated specimens at grain boundary: (a) 850°C × 4 hr aged, (b) aged + 800°C × 50 hr heat treated

表 1 ASL[®]171 および Alloy718 の代表的な化学成分
Table 1 Typical chemical compositions of ASL[®]171 & Alloy718

Alloy	C	Ni	Cr	Mo	Al	Ti	Nb	Fe
ASL [®] 171	0.03	41	15	0.7	1.9	2.3	1.3	Bal.
Alloy718	0.03	53	19	3	0.5	0.8	5	Bal.

(mass%)

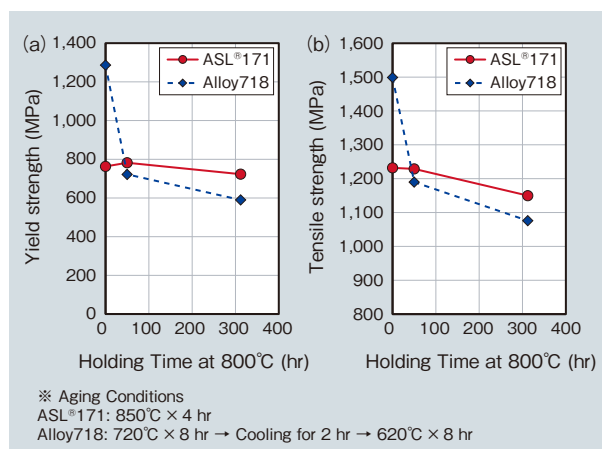


図 2 時効処理材の常温引張特性に対する熱安定性 (a) 0.2% 耐力 (b) 引張強度
Fig. 2 Thermal stability of room-temperature tensile properties in aged specimens: (a) yield strength, (b) tensile strength

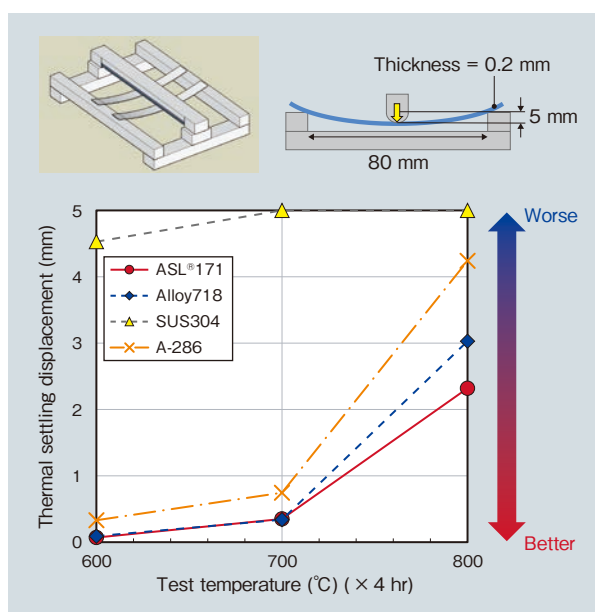


図 3 熱へたり性
Fig. 3 Thermal settling resistance

耐食性・耐土砂摩耗性に優れたクロム基合金

Cr Based Alloy with High Corrosion and Wear Resistance

ZMG®574

表面硬化用肉盛合金として、一般的にコバルト基合金が使用されているが、地下資源採掘分野、各種産業機器において、より厳しい環境下で使用されるようになり、耐食性および耐摩耗性のさらなる向上が必要とされている。また、環境や資源の観点からも、コバルトを含まない材料が望まれている。

上記課題に対して、日立金属は、高い耐食性と耐摩耗性に優れたクロム基合金「ZMG®574」を開発した。本合金はクロムを主成分としてニオブ炭化物を晶出させた合金である。日立金属はガスアトマイズ粉末を製造している。

(1) 肉盛性およびマイクロ組織

ZMG574 (融点：約 1,350℃) は、適

切な条件で肉盛施工することで、割れ無く基材表面に硬化層を形成できる。SUS304 基材に対してプラズマアークにより肉盛施工した本合金の断面マイクロ組織(希釈率約 10%)を図 1 に示す。延性に富む γ 相(灰白色)と、硬質 α 相(灰黒色)からなる母相中に、ニオブ炭化物からなる約 1300HV の高硬度相(白色)が晶出している。

(2) 耐食性

本合金の主成分であるクロムは、表面に安定な不動態膜を形成し、耐食性を向上させる。沸騰硫酸による耐食性の評価結果を図 2 に示す。本合金は従来のコバルト基合金やニッケル基合金に比べて高い耐食性を示す。

(3) 耐土砂摩耗性

珪砂によるアブレシブ摩耗の評価結果を図 3 に示す。摩耗面はスクラッチ状の摩耗痕であるが、ZMG574 のニオブ炭化物は摩耗面に盛り上がり、耐摩耗性の向上に寄与している。

図 4 に各種肉盛合金の特性マップを示すが、ZMG574 は優れた耐食性と耐摩耗性を兼備している。苛酷環境下で使用される各種機器や部品の表面強化用材料として適用することで、機器の長寿命化、メンテナンス頻度の削減への貢献が期待できる。

(金属材料事業本部)

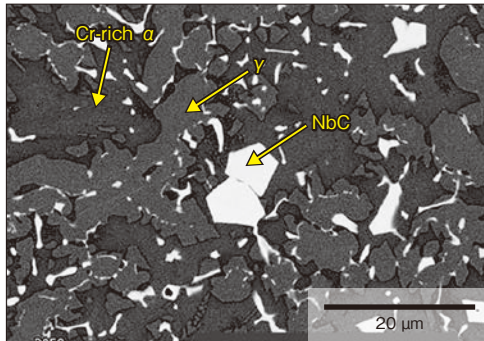


図 1 ZMG®574 肉盛マイクロ組織 (基材 SUS304)
Fig. 1 Microstructure of ZMG®574 weld overlay on SUS304 base plate

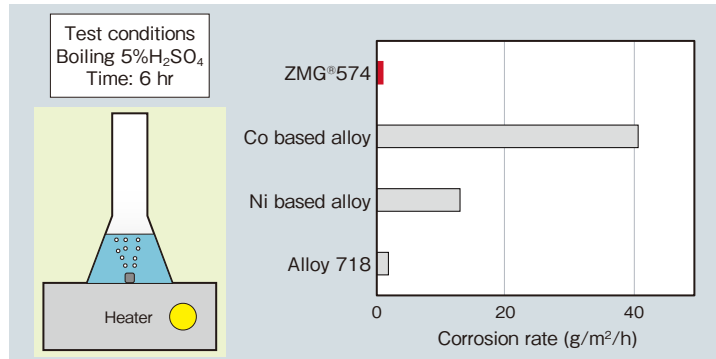


図 2 沸騰硫酸耐食性評価
Fig. 2 Corrosion test in boiling sulfuric acid

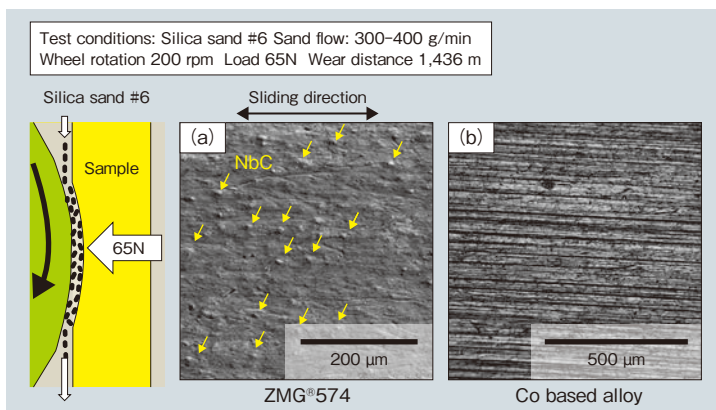


図 3 土砂摩耗試験の摩耗面比較 (a) ZMG®574 (b) Co 基合金
Fig. 3 Abrasion wear surface: (a) ZMG®574, (b) Co based alloy

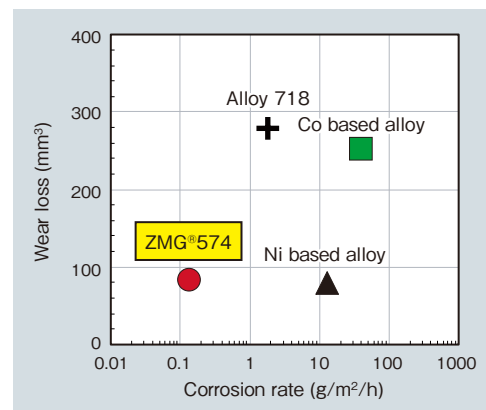


図 4 各種肉盛合金の特性マップ
Fig. 4 Corrosion and wear resistance properties

航空エンジン用 Ni 基合金大型鍛造部材

Large Ni-based Alloy Forged Products for Aircraft Engines

航空エンジン用 Ni 基合金大型鍛造部材は、主にエンジンの比較的高温で使われる。直径が約 1,300 mm と非常に大きく、複雑形状で加工が難しい部材である (図 1)。回転体部材であるため、結晶粒度 ASTM (America Society for Testing and Materials) #10 以上 (結晶粒径が約 10 μm よりも微細) で均一な細粒組織を持ち、高強度で、疲労特性とクリープ特性との両立が必要とされる (図 2)。したがって、厳しい品質要求を安定して実現する製造技術が不可欠であり、製品を成形する熱間鍛造工程で、その品質をつくり込むことになる。

日立金属では、上述のような製品認証に関わる厳しい審査をクリアして、

航空エンジン用のタービン部材として日本初の国産化を達成した。

熱間鍛造工程において、油圧式では世界最大級となる日本エアロフォージ (株) (以下、Jフォージと記す)* の 5 万トン油圧鍛造プレスを活用した。Jフォージの 5 万トン油圧鍛造プレスは、革新的な鍛造速度切替コントロールシステムを有し、鍛造速度を高速から極低速まで自由に変えられる高効率鍛造が可能である。そこで、被鍛造材の温度低下を抑えながら、ヒートビルドアップにも配慮した鍛造を行い、部材の信頼性を確保した。

鍛造方案設計では、日立金属の冶金研究所での基礎研究により構築されたデータベースを活用した。また、

ASTM#10 以上の微細な結晶粒度を得るために、鍛造時のひずみ量とひずみ速度と、熱処理後の結晶粒度との関係を冶金学的に解明した (図 3)。このようなプロセスを経て、組織・特性制御のための設計基準を明確化した。

これをもとにして、CAE (Computer Aided Engineering) を駆使し、熱間鍛造時の内部温度、ひずみ、ひずみ速度の分布およびこれらの推移を適切に調節した。さらに、5 万トンという大きな鍛造荷重にも耐える金型と潤滑に関する基盤技術を開発、熱間鍛造後に適切な熱処理条件と組み合わせることで、厳しい品質要求を満たす製造技術を確立した。

*日立金属、神戸製鋼所他 4 社出資により 2011 年に設立

(金属材料事業本部)

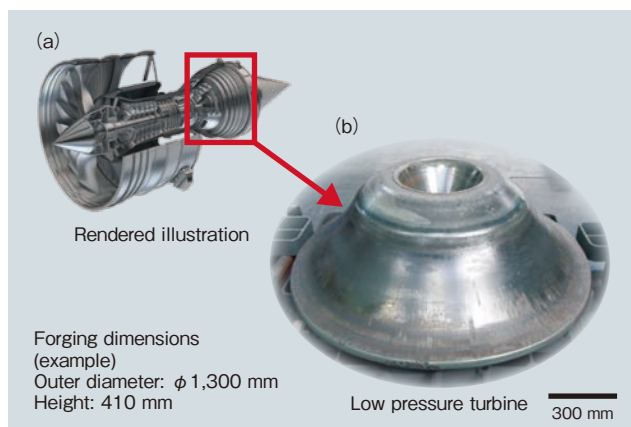


図 1 航空エンジン用 Ni 基合金大型鍛造部材 (a) 使用箇所のイメージ図 (b) 鍛造品例

Fig. 1 Location of large Ni-based alloy forged product for aircraft engines: (a) location, (b) example of forged product

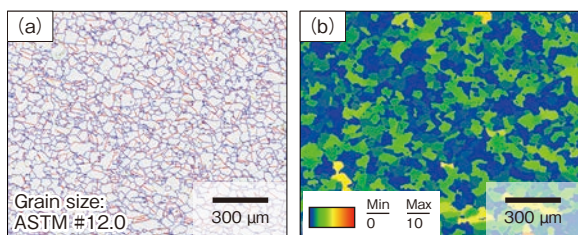


図 2 微細なミクロ組織 (a) 結晶粒界像, (b) GOS* 像

Fig. 2 Fine microstructure: (a) grain boundary image, (b) GOS* image
* GOS; Grain Orientation Spread

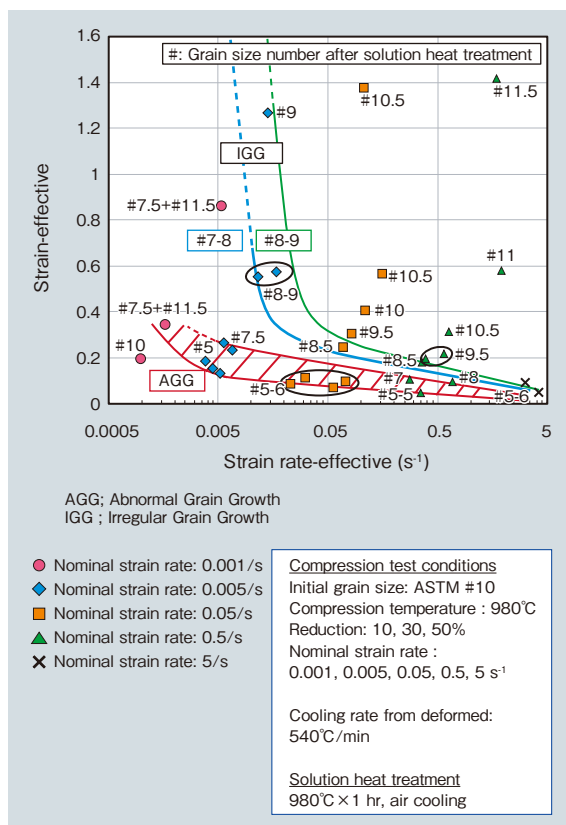


図 3 種々のひずみとひずみ速度に対する結晶粒度マップ
Fig. 3 Grain size map for various strain and strain rates

耐溶損性・耐食性 PVD コーティング

Erosion and Corrosion Resistant PVD Coating

Tribec®SC

自動車や家電等に使われるアルミニウム合金製部品の多くは、ダイカスト法により製造されている。これに用いられるダイカスト金型の表面は、高温の溶融金属と直接接触するため、その部分の溶損が問題となる。また、プラスチックや樹脂等の部品を製造するために用いられるスクリューなどの射出成形部品においては、孔食が問題となる。これは被成形品の耐熱性や強度を向上させるために添加する物質から腐食性ガスが発生することによるものである。

コーティングの溶損や孔食は、溶湯や腐食性ガスがコーティング内のピンホールや結晶粒界を通じて基材に到達

し、基材が溶解するのに伴い、コーティングが剥離することで進行する。これらの問題に対し、日立金属は、コーティングの厚膜化と、コーティング内に溶湯や腐食性ガスの侵入経路を遮断する層を設けることで対処できると考えた。そこで、この厚膜化および遮断層を用い、耐溶損性や耐食性を向上させたPVD (Physical Vapor Deposition) コーティング「Tribec®SC」を開発した(図1)。

コーティング中のピンホール密度は厚膜化するほど低減するとされている。さらに、遮断層があることにより、仮に微小な溶損や孔食が発生したとしても、溶湯や腐食性ガスの基材への到達

を抑制することが可能であり、Tribec SCは長期間にわたってコーティングの効果を持続し、良好な耐溶損性・耐食性が得られた。

図2および図3に耐溶損性、図4に耐食性を評価した結果を示す。Tribec SCは日立金属従来のコーティングに比べて、溶損・孔食発生までの時間と進行スピードが遅くなった。

複雑形状の金型に対しては、コーティングのつきまわり性を考慮した成膜が必要となるが、ダイカスト・射出成形金型にTribec SCを適用することにより、金型寿命の向上が期待できる。

(金属材料事業本部)

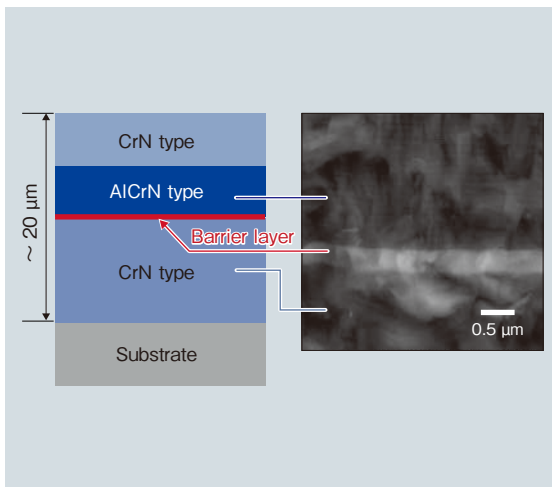


図1 Tribec®SCの皮膜構造
Fig.1 Coating structure of Tribec®SC

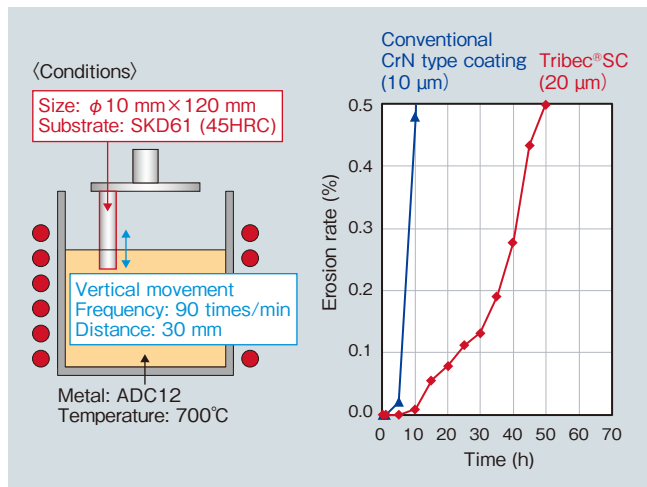


図2 Tribec®SCと従来コーティングの溶損試験結果
Fig.2 Erosion test results of Tribec®SC, conventional coating

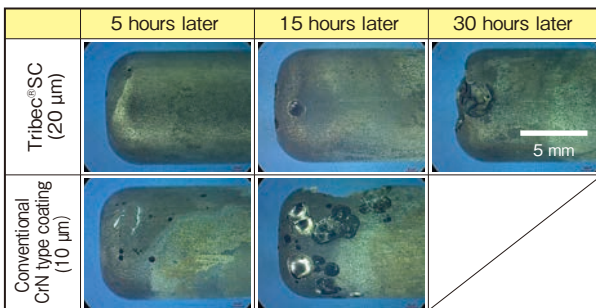


図3 Tribec®SCと従来コーティングの耐溶損性
Fig.3 Erosion resistance of Tribec®SC, conventional coating

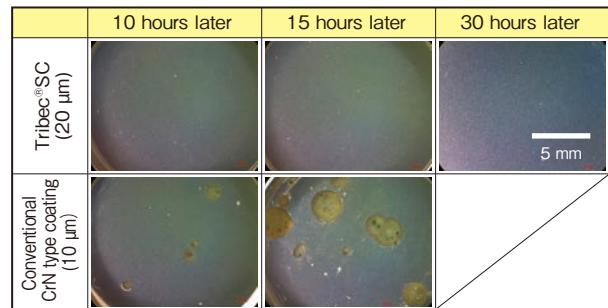


図4 Tribec®SCと従来コーティングの耐食性
Fig.4 Corrosion resistance of Tribec®SC, conventional coating

プレス金型用耐メッキ凝着性コーティング

Anti-Adhesion Coating for Stamping Dies in Plated Sheet Metal Processing

Tribec® 炬 V

自動車骨格のキャビン周りには、燃費性能と衝突安全性を高めるために高強度の鋼製フレーム部品が多用されている。これらフレーム部品の製造方法のひとつに、水冷金型でプレス成形と焼入れを同時に行うホットスタンプ方式がある。特に、耐食性が必要な足回り部品にはメッキ鋼板が使用され、スタンピングメーカーは、摩耗した金型の交換頻度だけでなく、金型表面に凝着したメッキ成分の除去作業など、メンテナンス工数の削減も重要視している。

上記のような高負荷環境下におけるプレス成形用途に対し、日立金属では

カジリ抑制をコンセプトとしたPVD (Physical Vapor Deposition) コーティング「Tribec® 炬 (トライバックカガリ)」を上市しているが、2013年頃から、さらにホットスタンプ型へのメッキ成分の凝着対策が求められていた。

そこで、Tribec 炬をベースに、最表層に耐凝着性に優れた耐熱性の高い炭素系皮膜を積層させた「Tribec 炬 V」を開発した (図 1)。

ベース層の Tribec 炬は CrN 系皮膜と VN 系皮膜を適切に積層し、局所的な凝着や過剰な酸化摩耗が発生しにくい特長を有する (図 2)。

さらに、Tribec 炬 V はボールオン

ディスク摩擦試験において、従来の Tribec 炬よりも低い摩擦係数を示し、表面には凝着がみられない (図 3)。また、Tribec 炬 V はメッキ主成分の Al や Zn に対する摩擦挙動も安定している。これは炭素系皮膜と Al, Zn との親和性が低く、凝着しにくいことを示唆している。

ホットスタンプ工程における Tribec 炬 V の量産評価の結果、従来品では、数百ショットごとに行われていた金型表面のメッキ除去作業を省くことができ、スタンピングメーカーの生産性向上に大きく貢献している。

(金属材料事業本部)

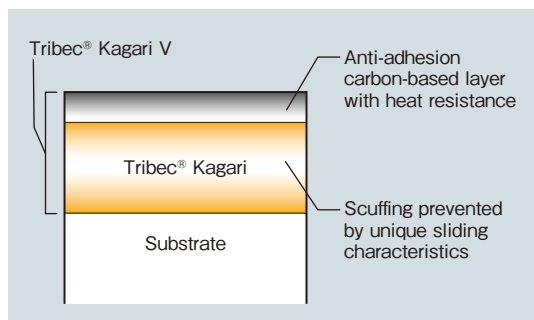


図 1 Tribec® 炬 V の皮膜構造
Fig. 1 Structure of Tribec® Kagari V

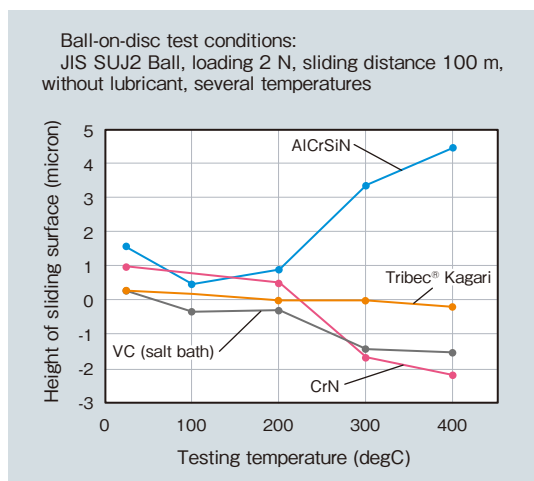


図 2 Tribec® 炬の摺動特性
Fig. 2 Sliding characteristics of Tribec® Kagari

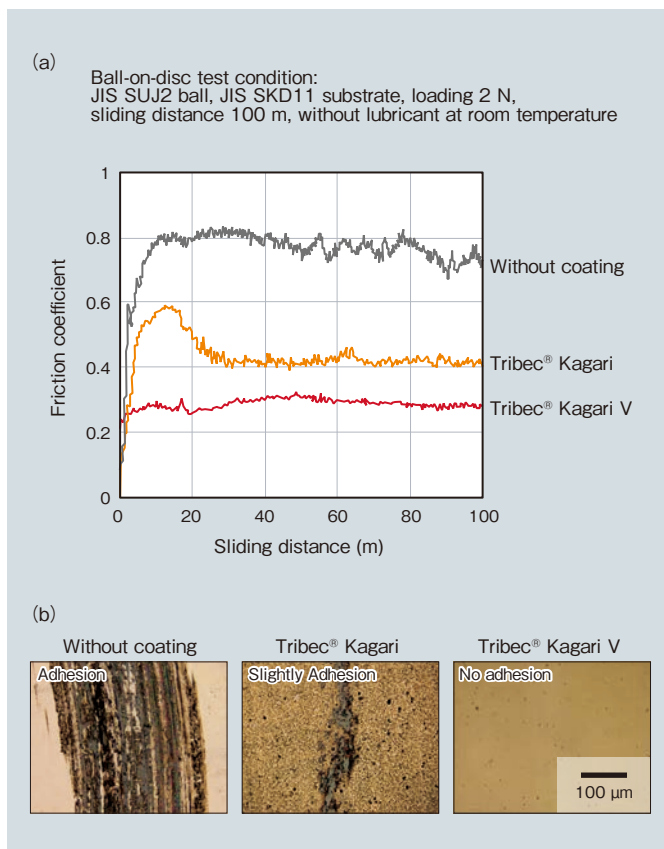


図 3 Tribec® 炬, Tribec® 炬 V の摺動特性
(a) ボールオンディスク摩擦試験結果 (b) 摩擦面
Fig. 3 Sliding characteristics of Tribec® Kagari and Tribec® Kagari V:
(a) ball-on-disc test results, (b) appearance of sliding surface

ショットピーニングを利用した新表面処理

New Surface Treatment Using Shot Peening

Hi-BSC[®]処理

ダイカスト金型において生産サイクルの短縮化による型温度上昇と、これに伴う早期ヒートクラックの抑制のために、冷却穴を金型表面近くに設けることが多くなっている。そのため、応力腐食割れが問題となっており、それを抑制するため、ショットピーニングを利用した表面処理である「Hi-BSC[®]処理」を開発した。

図1にHi-BSC[®]処理の(a)断面模式図と(b)耐食性の結果を示す。メディアの成分である金属成分が金型の最表面層面に特殊金属皮膜層として形成されることで耐食性が向上する。また、ショットピーニングにより圧縮応力が付与されることで、冷却穴近傍の金型の表面応力に有効に作用して、耐応力

腐食割れ性の向上に寄与する。図2に冷却穴を想定した未貫通細穴にHi-BSC[®]処理を施した結果を示す。処理の前後で、穴先端へ圧縮応力が付与されたことが確認できた。

また、ガス軟窒化と組み合わせて使用することで耐ヒートチェック性の向上も確認されている。図3にヒートチェック試験の結果を示す。一般的なガス軟窒化よりもガス軟窒化の上からHi-BSC[®]処理を施した試験片では耐ヒートチェック性の向上が見られた。これはショットピーニングにより圧縮応力が付与されたためと推察される。

加えて離型性や摺動性についてもHi-BSC[®]処理を実施することでそれぞれの値に低減が見られた。図4にガ

ス軟窒化とガス軟窒化の上にHi-BSC[®]処理を実施した際の(a)離型抵抗値、(b)摩擦係数の指数を示す。離型抵抗値では約20%、摩擦係数では約14%の低減が確認された。この結果はショットピーニングによるディンプル形状が起因しているものと推察される。

上記よりHi-BSC[®]処理を実施することで冷却穴の耐応力腐食割れ性向上だけでなく、ダイカスト金型全般の寿命改善が期待される。また、ガス軟窒化後にHi-BSC[®]処理をすると摩擦係数が低くなっていることからダイカスト金型だけでなく鍛造金型への寿命向上効果も期待される。

(日立金属工具鋼株式会社)

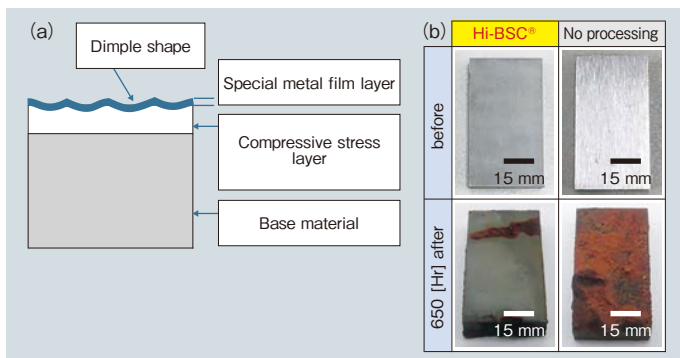


図1 Hi-BSC[®]処理の概要 (a)断面模式図 (b)耐食性試験結果
Fig. 1 Outline of Hi-BSC[®]: (a) cross section, (b) corrosion resistance test

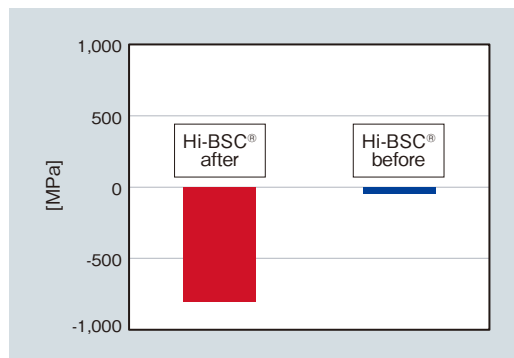


図2 Hi-BSC[®]処理前後細穴先端への圧縮応力値
Fig. 2 Compressive stress value (before and after Hi-BSC[®])

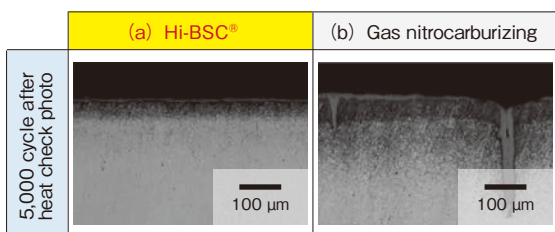


図3 耐ヒートチェック性 (5,000サイクル後の断面ヒートクラック) (a) Hi-BSC[®]処理 (b) ガス軟窒化
Fig. 3 Heat check test: (a) Hi-BSC[®], (b) gas nitrocarburizing

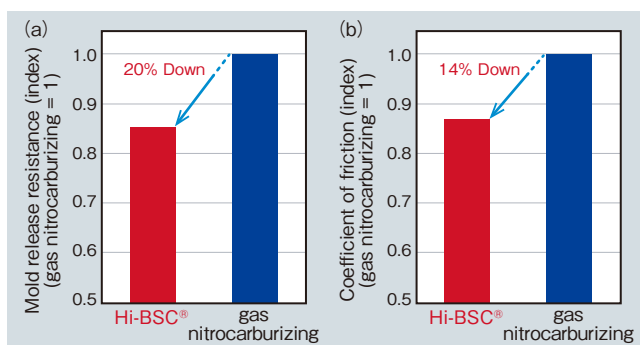


図4 Hi-BSC[®]処理の効果 (a)離型抵抗値 (b)摩擦係数 (指数)
Fig. 4 Effect of Hi-BSC[®]: (a) mold release resistance, (b) coefficient of friction

Hi-BSC[®]処理に用いるショットピーニングには(株)不二機販のWPC[®]処理を使用しています。WPC[®]処理に関連する特許は、特許第6286470号、特許第4772082号、特許第5341971号です。WPC[®]は、(株)不二機販、(株)不二製作所、(株)不二WPCの登録商標です。

ディスプレイ端末用放熱クラッド材

Good Thermal Diffusion Clad Metals for Display Terminals

STCST series

有機EL (Electro Luminescence) パネルの採用や、第5世代移動通信システムへの対応等、小型ディスプレイ端末の高性能化により、Application Processor など各種搭載部品から発せられる熱が端末表面・内部温度の上昇やパネル品質の劣化を招き、大きな問題となってきており、端末内での放熱対策が注目されている。

一般的には、シャーシやシールドケースにグラファイトシートを貼付、もしくはシリコン系樹脂を充填するなどの対策が取られている。

小型ディスプレイ端末の薄型化・高

密度実装化も伴い、薄くて高熱伝導かつ高強度な材料が必要不可欠となり、日立金属ネオマテリアルでは、これらの必要特性を併せ持つクラッド材の検討に着手した。

高熱伝導材料である銅 (Cu) を芯材とし、その表裏層にシャーシなどに用いられてきた高強度ステンレス (SUS) を独自の冷間圧接法により貼り合わせ、拡散熱処理することにより、強固に金属結合させた3層クラッド材「STCSTシリーズ (SUS/Cu/SUS)」を開発した (図1)。

このクラッド材は、SUS にグラファ

イトシートを貼付した場合と比べて、Cu 構成比率が高い2鋼種で熱伝導率は10%向上、SUS304 構成比率が高い1鋼種で機械強度と伸びは遜色ないレベルである。

本品は2012年にスマートフォン用シャーシおよびシールドケースに初めて採用され量産を開始し、2019年9月現在も量産中である。このたび納入先の各種要求特性に応じ、表1に示す特性を持つSTCSTシリーズ4種のクラッド材をラインナップに加えた。

(株式会社日立金属ネオマテリアル)

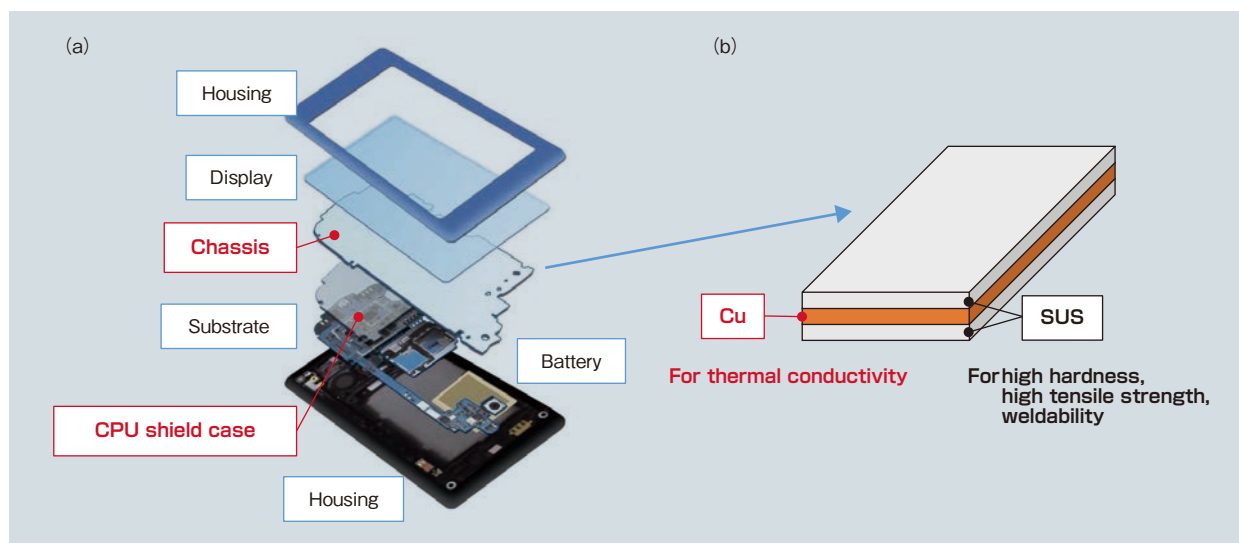


図1 放熱クラッド材の使用例 (a) 使用箇所 (b) 構成と役割

Fig. 1 Thermal diffusion clad metal usage example: (a) location, (b) composition and functions

表1 放熱クラッド材の各種特性と従来技術との比較

Table 1 Thermal diffusion clad metal properties and comparison with conventional technology

Type	Compositions	Thermal conductivity (W/m·K)	Surface hardness (Hv)	Tensile strength (MPa)	Elongation (%)	Density (g/cm ³)	Weldability
STCST41	Clad (SUS304 : C1020 : SUS304 = 1:1:1)	141	298	655	38	8.20	YES
STCST46	Clad (SUS304 : C1020 : SUS304 = 1:2:1)	204	291	542	21	8.38	YES
STCST61	Clad (SUS316L : C1020 : SUS316L = 1:1:1)	141	257	622	12	8.30	YES
STCST66	Clad (SUS316L : C1020 : SUS316L = 1:2:1)	205	273	553	13	8.47	YES
SUS304+GS	Graphite sheet on SUS304 metal	187	—	—	—	—	NO (GS side)
SUS304	SUS304 metal only	17	298	858	46	7.93	YES

高性能Mn-Zn系フェライト

High-Performance Mn-Zn Ferrite

MaDC-F™シリーズ ML27D

ネットワーク機器や車載用電源に用いられるトランスやインダクター部品には、ソフトフェライトをはじめとする軟磁性磁心が使用されている。電源のさらなる小型化・高効率化のため、高速スイッチングに適した GaN (窒化ガリウム) などの次世代パワー半導体デバイスを用いた電源が普及しつつあり、そのような高速スイッチングに対応可能な磁心および磁心材料が求められている。

日立金属はこの課題に対し、高速スイッチング時の磁心損失を低減した磁心材料として高性能フェライトコア材料「MaDC-F™シリーズ」の拡充を図り、新たに 300 ~ 500 kHz 近傍の周波数領域で優れた低損失特性を示す

Mn-Zn (マンガン亜鉛) 系フェライトコア材料「ML27D」を市場に投入した(図1, 図2)。

主組成の配合を見直すとともに、温度特性の改善を可能とする微量成分の探索・適正化を実施。さらに、ヒステリシス損失と渦電流損失の解析に基づいて焼成プロセスの適正化を行い、低損失化を実現した。

1. 特長

新材料「ML27D」は、日立金属従来の Mn-Zn 系フェライトコア材料「ML33D」と比べ、以下の特長を有する。(表1, 図3)

(1) 従来材に比べ、300 ~ 500 kHz 帯において、磁心損失を 30% 超改善。

(2) 低温から高温環境下において低損失であることから、さまざまな使用環境のもとで電源回路の消費電力と発熱量を抑えることが可能。

2. 用途

新材料「ML27D」を 300 ~ 500 kHz 近傍の周波数領域で駆動する電源トランス・インダクターに使用することにより、電源の小型化・高効率化への寄与が期待できる。

日立金属はこれまで同様、顧客電源設計に応じた適正な磁心設計(材料・形状・巻線)を提案していくとともに、素材のもつ可能性を引き出す材料開発を継続していく。

(機能部材事業本部)



図1 MaDC-F™シリーズの外観
Fig.1 Appearance of MaDC-F™ series soft ferrite cores

表1 高性能フェライトコア材料「ML27D」の特性(参考値)
Table 1 Properties of ML27D soft ferrite core material with low core loss (typical values)

Materials	ML27D	ML33D
Initial permeability μ_i	2,600	3,300
Core loss P_{cv} (kW/m ³) Frequency: 300 kHz Magnetic flux density: 100 mT	23°C	220
	100°C	250
Core loss P_{cv} (kW/m ³) Frequency: 500 kHz Magnetic flux density: 100 mT	23°C	550
	100°C	720
Saturation magnetic flux density B_s (mT)	23°C	520
	100°C	410

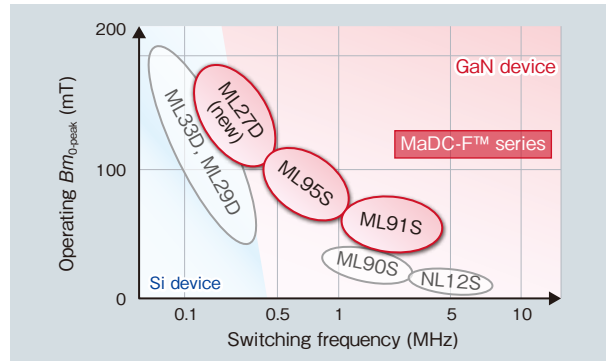


図2 MaDC-F™シリーズの適用周波数と動作磁束密度 (B_m)
Fig.2 Switching frequency and operating magnetic flux density B_m for MaDC-F™ series soft ferrite core materials

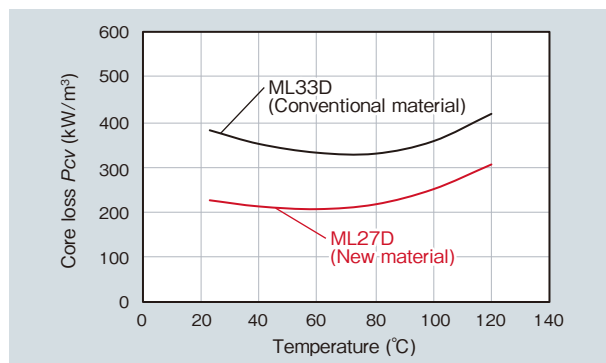


図3 磁心損失 (P_{cv}) の温度特性 ($B_m = 100$ mT, $f = 300$ kHz)
Fig.3 Temperature dependence of core loss P_{cv} ($B_m = 100$ mT, $f = 300$ kHz)

窒化ケイ素 (Si₃N₄) 回路基板

Silicon Nitride (Si₃N₄) Substrate with Copper Circuit

自動車、鉄道、新エネルギー、産業機器などに使用されるパワーモジュール市場の急成長が続いている。その中でも自動車向けパワーモジュール市場は国内を含め欧米を中心に環境問題の観点から、急速な電動化シフトが進み、さらなる市場拡大が期待される。

パワーモジュールの絶縁基板には、アルミナ・窒化アルミニウムが使用されていたが、2019年9月現在、材料強度・熱伝導性・絶縁性の点で優れている窒化ケイ素の採用が進んでいる。

これはパワーモジュールのハイパワー化が進んでいることがひとつの要

因であり、パワーモジュールに使用される絶縁基板には絶縁性だけでなく半導体で発生した熱を高い熱伝導性で効率よく放熱し、かつ温度サイクルにより発生する応力に耐えられる高い信頼性が要求されるためである(図1)。

日立金属ではこれまで主に絶縁基板単体として窒化ケイ素基板の量産を行ってきたが、このたび窒化ケイ素基板を絶縁基板とし銅板をロウ材により接合した窒化ケイ素回路基板の本格的な量産を開始した。

日立金属は窒化ケイ素回路基板のすべての材料(窒化ケイ素基板、ロウ材、

銅板)を自社で保有しており、市場の要求である放熱性の改善に応えるべく、熱伝導率 130 W/m・K の高熱伝導窒化ケイ素基板や 0.6 mm 以上の厚銅の接合技術を開発し、本格的な量産化に合わせ幅広いラインアップを準備した(表1)。

銅回路の表面処理に関してもニッケル(Ni)めっき、銀(Ag)めっき、金(Au)めっき、防錆処理などの対応を開始しており、今後も材料特性、銅厚、銅回路パターンといった項目を拡充していく予定である。

(機能部材事業本部)

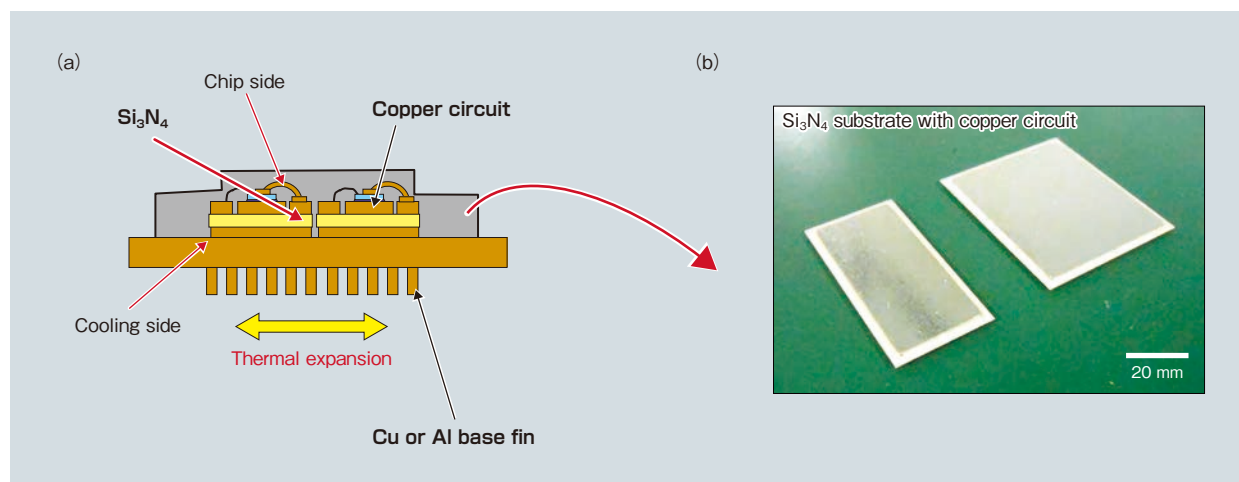


図1 パワーモジュールの構造例 (a) 模式図 (b) 外観写真
Fig. 1 Power module: (a) schematic diagram, (b) appearance

表1 窒化ケイ素基板と銅厚のラインアップ
Table 1 Lineup of Si₃N₄ substrates and copper thicknesses

Material	Item	Unit	Typical value
Silicon nitride	Thickness	mm	0.25, 0.32
	Thermal expansion coefficient	W/m・K	90,130
	Fracture toughness	MPam ^{1/2}	6.5
	Bending strength	MPa	700-800
Copper	Thickness	mm	0.6-0.8 (mass production) >0.8 (under development)

クライオアンジュレータ

Cryogenic Permanent Magnet Undulator

アンジュレータとは、ほぼ光速に加速した電子を周期的な磁場により何回も蛇行させ、放射光と呼ばれる光を発生させる装置である。SPring-8などの放射光施設に設置されている。

現在、蓄積エネルギーが3 GeVクラスの放射光施設が世界の主流となつつある。放射光はより波長の短いX線が必要とされ、優れた短周期性能と強磁場性能を有する新型アンジュレータが望まれるようになってきた。

NEOMAX エンジニアリングは希土類磁石の低温特性を利用して従来の真空封止型アンジュレータ IVU (In-Vacuum Undulator) より約30%磁場が高いクラ

イオアンジュレータ CPMU (Cryogenic Permanent Magnet Undulator) を開発した(図1)。

図2にCPMU用希土類磁石の残留磁束密度 B_r の温度特性を示す。Nd-Fe-B 磁石は140 Kで B_r がピーク値1.61 Tに達するが、Pr-Fe-B 磁石は80 Kで1.64 Tとなる。従来の真空封止型アンジュレータの場合、耐熱性が必要なため B_r は1.25 T程度であったが、CPMU用では約30%高い磁石性能となる。

冷凍機は200 Wのクライオクーラーを2機搭載している。冷凍機のヘッド部は断熱のため真空槽に納めら

れているが、図3に示すように、冷凍機用の真空槽と電子ビームの通る磁気回路の真空槽とは真真空的に分離されており、熱伝達のみフィードスルーを通して行われる。この機構により磁気回路は55 Kまで冷却することができる。

図4に通常のIVUとCPMUについて磁場の周期長依存性を比較する(計算データ)。周期長15 mmではIVUの1.08 Tに対してCPMUでは1.37 Tとなり27%の磁場向上が期待できる。

現在、台湾のNSRRCより1台を新たに受注している。他の各国の放射光施設に対しても新たな受注獲得に注力する。(NEOMAX エンジニアリング株式会社)

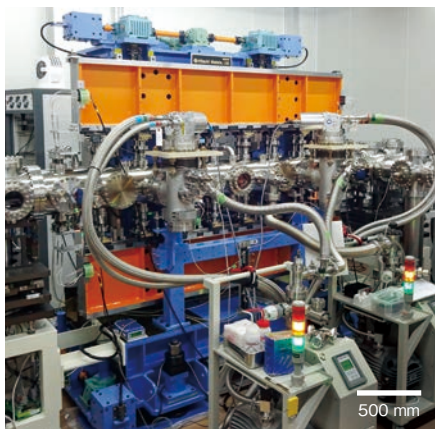


図1 クライオアンジュレータ (NSRRC 向)
Fig.1 Cryogenic permanent magnet undulator for NSRRC

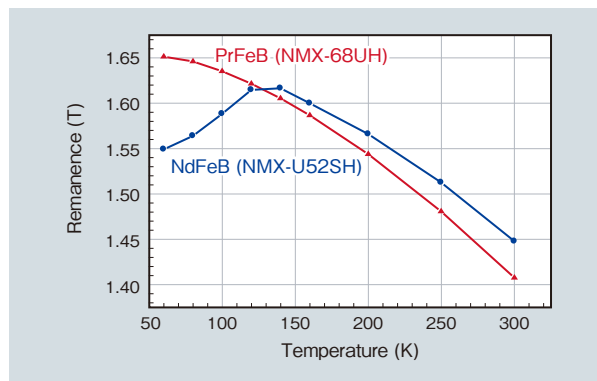


図2 CPMU用希土類磁石の残留磁束密度の温度特性
Fig.2 Temperature dependence of remanence of permanent magnets for CPMU

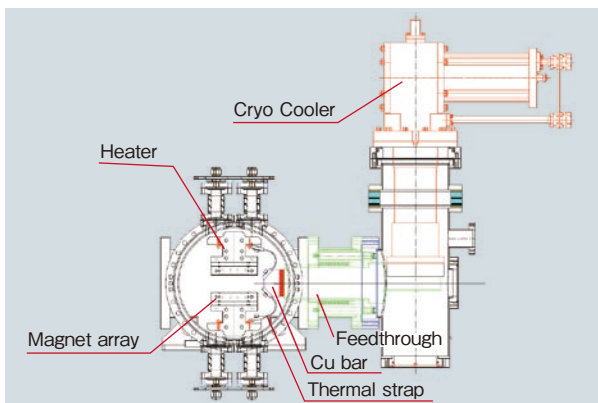


図3 冷却システム
Fig.3 Cooling system for CPMU

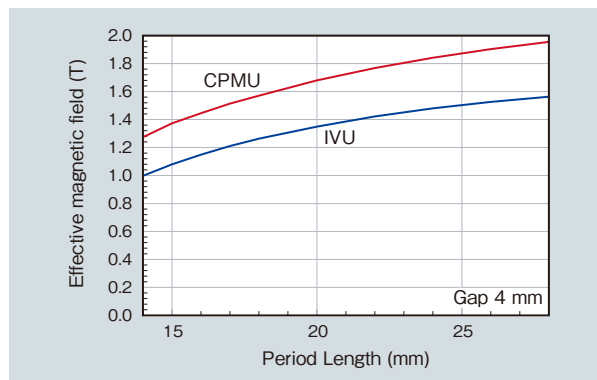


図4 IVUとCPMUの磁場の周期長の依存性(ギャップ4 mm)
Fig.4 Dependence of effective magnetic field on period length in IVU and CPMU with a gap of 4 mm

盤内配線用絶縁電線

Insulated Wire for Switchboard Wiring

「600V MLFC-Neo[®]」

配電盤・制御盤の内部で使用する電線は、配線時の作業性を向上させるために、可とう性および端末加工性に優れた仕様が求められる。

また、官公庁向けを中心にノンハロゲン電線の義務化が進み、ノンハロゲン電線の普及促進に向け法制化の流れがある。

日立金属は、絶縁体に新規開発のノンハロゲン材料を適用することで低コストで、可とう性および端末加工性に優れた盤内配線用絶縁電線「600V MLFC-Neo[®]」を開発した。

日立金属従来製品の絶縁体は高温高

圧条件下で架橋する材料を採用しており、押出時の圧力による導体への絶縁体のめり込みを防止する為にセパレーター（プラスチックテープ等）が必要であったが、このセパレーターが可とう性と端末加工性を低下させる要因となっていた。常温常圧下において架橋が可能な絶縁体材料を開発し、導体上のセパレーターレス化（図1）を実現し可とう性（図2）および端末加工性を向上させた。

また、従来のノンハロゲン電線の難燃剤として使用されている金属水酸化物（主に水酸化マグネシウム）は、多湿

環境において大気中のNO_x（窒素酸化物）、SO_x（硫黄酸化物）等の酸性ガスとの間で潮解性物質（硝酸塩、硫酸塩）が生成される。これらの結晶物が溶解した液体が導電性であることが問題視されていたが、この課題を克服するため、別種の難燃剤を使用することにより、多湿環境においても潮解性物質が生じない仕様を実現した（図3）。

今後、本開発品を多心ケーブルのコアとして採用することで国内外でのさらなる需要の拡大が期待できる。

（機能部材事業本部）

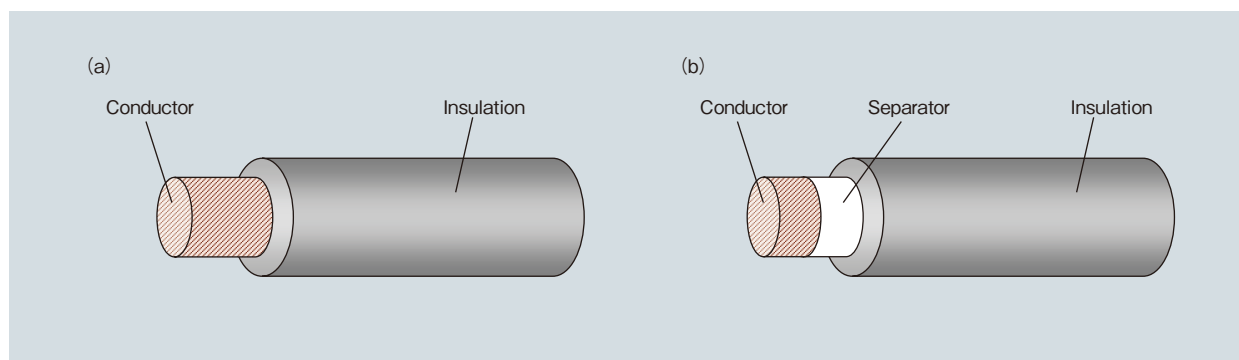


図1 断面図 (a) 開発品（セパレーターレス） (b) 日立金属従来品
Fig. 1 Cross-section view (a) development, (b) conventional

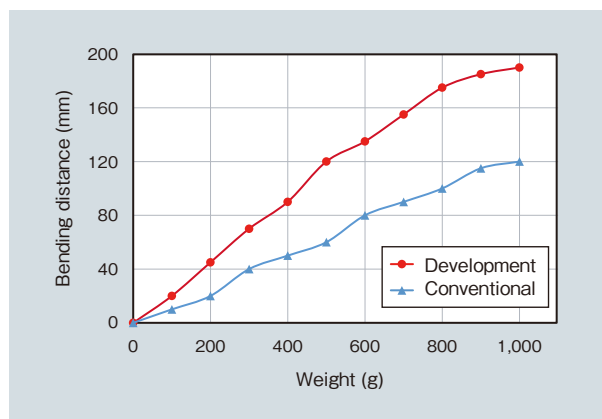


図2 可とう性
Fig. 2 Flexibility

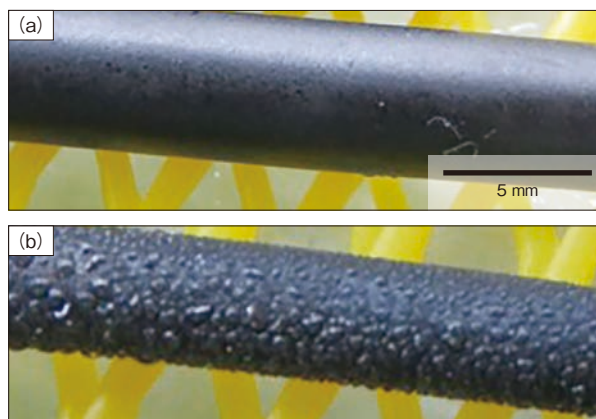


図3 潮解性 (a) 開発品（潮解なし） (b) 日立金属従来品（潮解あり）
Fig. 3 Deliquescence (a) development (no deliquescence), (b) conventional (deliquescence)

鉄道車両用識別性向上細径化電線

Small Diameter and Improved Identification Wire for Rolling Stock

POLYENEX® EN50306/EN50264

中国をはじめとするアジア市場では、欧州市場の鉄道車両に適用されている欧州規格 (EN: European Norm) の適用範囲が拡大している。また、車両の高機能化や利便性の観点から、IoT 化および自動運転化が進められており、車両へ搭載する機器や電線本数が増加する傾向にある。このため、配線作業の効率向上や配線スペースの確保が求められるようになってきた。

このような背景から、これまでに日立金属は EN 電線の POLYENEX® を開発してきた。これらのラインアップに加え、このたび、独自の配合技術

を活用し、識別性を向上させた EN 電線 (図 1, 図 2) や、多層同時押出成形技術による細径化 3 層電線 (表 1) を開発した。

識別性を向上させるために絶縁体の着色を行った。着色に伴い被覆材料の耐熱性が低下することが知られているが、独自の配合技術を適用することで EN 要求特性をクリアした。

細径化 3 層電線においては、多層同時押出成形技術を適用することで、高精度な薄肉 3 層被覆を実現した。従来の絶縁体 2 層構造から 3 層構造にすることで、絶縁体厚さの薄肉化と EN

要求特性の両立を達成した。従来の EN 電線と比較し、外径 14%、質量 16% の細径・軽量化を達成し (表 1)、省スペース化と省エネ化に貢献できると考える。

今後は従来の EN 電線に加え (表 2)、識別性を向上させた EN 電線、細径化 3 層電線、さらにカテゴリ 5E やカテゴリ 7 などの通信ケーブルと合わせて、総合的な提案を顧客へ行い、新規受注を獲得していく。

(機能部材事業本部)



図 1 鉄道車両用電線 (識別性向上)
Fig.1 Rolling stock cables (improved identification)

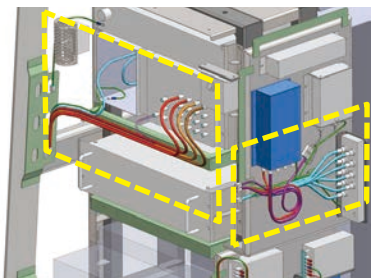


図 2 識別性向上電線を適用した機器内配線のイメージ
Fig.2 Image of in-device wiring

表 1 細径化 3 層電線と従来 EN 電線の比較

Table 1 Comparison of small diameter cable and conventional EN cable

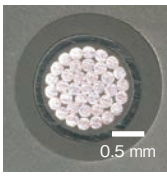
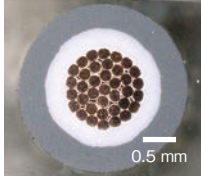

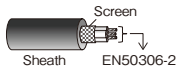

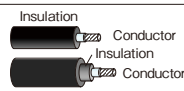
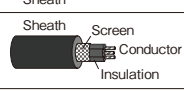
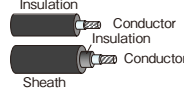
Item	Unit	Thin wall 3 layer cable	Conventional EN cable
Overall diameter	mm	2.25	2.63
Weight	kg/km	12.4	14.8
Cross section	-		

表 2 EN 電線のラインアップ

Table 2 Line up of EN cables

Category	Cable standard (rating voltage)	Construction	Color	Max. continuous operating temperature (°C)
Control cables	EN50306-2 (300 V)		White, black, red, blue, green	125
	EN50306-3, 4 (300 V)		Black ※ Colorable	
Power cables	Thin wall 3 layer cable ¹⁾ (0.6 kV)		Black	120
	EN50264-3-1 (0.6/1.8/3.6 kV)		Black, red, blue, green, yellow/green	
	EN50264-3-2 (0.6 kV)		Black	120
	EN50382-2 (1.8/3.6 kV)		Black Black	150

1) This wire complies with the requirements of EN50264-3-1 excluding the structural dimensions.

ワイヤーマーク抑制 黄銅電極線

Wire Mark Control and Reduction of EDM Brass Wire

HBZ-SS

ワイヤー放電加工は、電極線と被加工物の間にスパークを発生させ、ジュール熱により被加工物を溶融する加工法である(図1)。黄銅・被覆線等からなるワイヤー(電極線)を使い、金型や部品などを高精度に加工する(図2)。しかし、被加工物の加工面にワイヤーマーク(図3)と呼ばれる縦スジが発生することがあり、ワイヤー放電加工において長年の課題となっている。

ワイヤー放電加工機メーカーの西部電機(株)よりワイヤーマークを抑制することのできる電極線の開発要望があり、日立金属は、共同で評価・検証

を進め、新たに黄銅タイプの電極線「HBZ-SS」を開発した。

ワイヤーマークの原因として被加工物からの放電ギャップ(ワイヤーと被加工物の距離)の変動が考えられる。放電ギャップが変動すると被加工物の溶融量も変動してしまう。溶融量の変動により加工面は局所的な凹凸形状になりワイヤーマークが発生する。

本開発品は伸線技術の工夫により従来品と比較して寸法、真円度、汚れ等の電極線の表面品質を高めることで均一安定な放電を実現した。西部電機(株)での従来品との比較テストでは、本開発品を使用するとワイ

ヤーマーク抑制・軽減の効果があることが確認された。図4は従来品と本開発品を用いて加工した加工面を画像解析したものであり、本開発品が凹凸のない均一な加工面を実現していることがわかる。

本開発品はその効果が認められ西部電機(株)の推奨ワイヤーとして認定された。加工機出荷時にはメーカー認定品として本開発品が添付されており、市場での浸透が期待できる。ワイヤー放電加工で加工される金型・部品等は要求精度が高まっていることから、本開発品による需要拡大をめざす。

(機能部材事業本部)

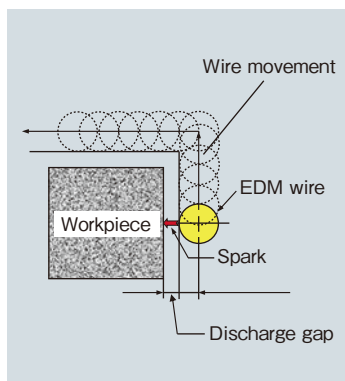


図1 放電加工の概略図
Fig.1 EDM processing



図2 電極線 HBZ-SS
Fig.2 EDM brass wire HBZ-SS

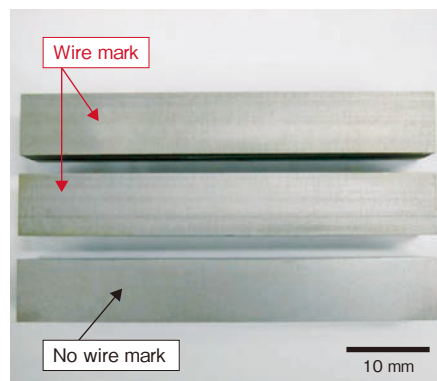


図3 加工面のワイヤーマーク
Fig.3 Cutting surface wire mark

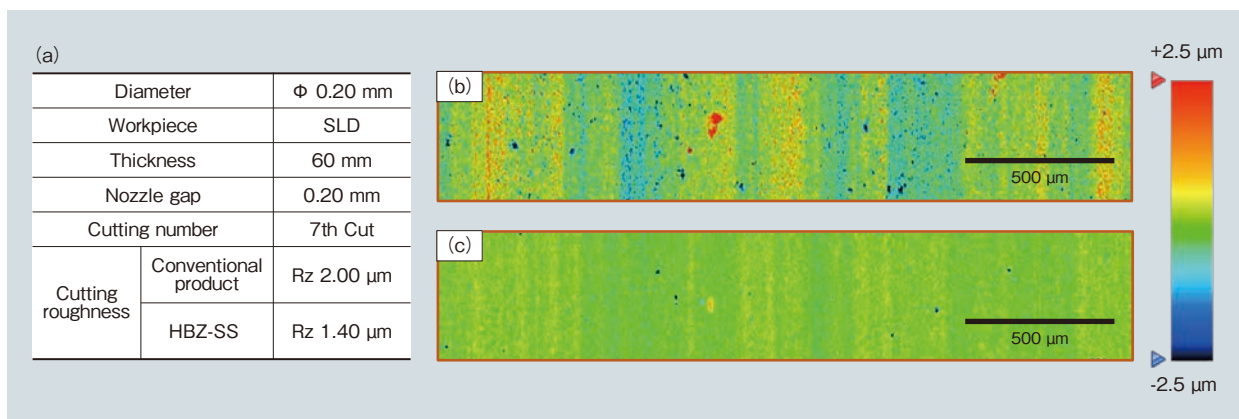


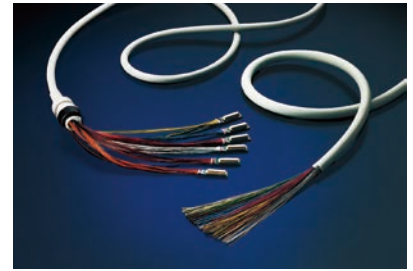
図4 放電テストによる凹凸画像解析結果 (a) 試験結果 (b) 従来品 (c) HBZ-SS (開発品)
Fig.4 Wire cutting test result: (a) test result, (b) conventional product, (c) HBZ-SS (development product)

日立金属グループ 2019年 主な技術受賞

公益社団法人 発明協会

令和元年度 関東地方発明表彰 「特許庁長官賞」 2019.11.13

- 受賞案件：超極細銅合金線とその応用製品
- 受賞者：黒田洋光，黄得天，岡田良平
- 概要：受賞製品は，胃カメラや超音波診断装置などの分野で使用される。日立金属では高精細画質実現や人体へのストレス低減に向け，医療機器用のプローブケーブルを構成する極細同軸ケーブルの導体として直径0.013ミリ超極細銅合金線の研究開発に取り組んだ。

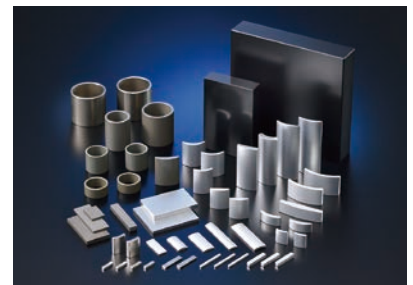


超音波診断装置用プローブケーブル

公益社団法人 日本金属学会

第60回日本金属学会技術賞 2019.3.20

- 受賞案件：Nd-Fe-B 磁石の高性能化・高機能化に関する研究開発
- 受賞者：西内武司



ネオジム磁石 NEOMAX[®] シリーズ

公益社団法人 日本金属学会

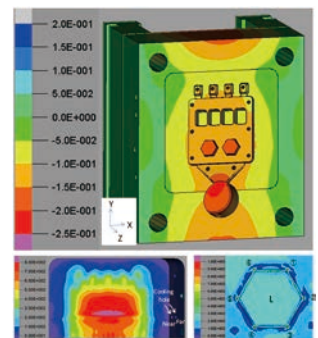
第69回日本金属学会「金属組織写真賞 奨励賞 [第4部門]」 2019.3.20

- 受賞案件：走査型軟X線磁気円二色性顕微鏡による Nd-Fe-B 焼結磁石破断面の磁場下磁区観察
- 受賞者：西内武司ほか 2 研究機関

公益社団法人 日本鑄造工学会

令和元年度 日本鑄造工学会「技術賞」 2019.5.18

- 受賞案件：ダイカスト金型表面に発生するヒートクラックに対する CAE の開発
- 受賞者：森春幸，長澤政幸



青葉工業会（東北大学工学部同窓会）

平成30年度青葉工業会奨励賞 2019.6.22

- 受賞案件：Nd-Fe-B 系永久磁石における新規な性能決定要因解明手法の開発と高性能化
- 受賞者：楨智仁

一般財団法人素形材センター

第35回素形材産業技術賞 「経済産業省製造産業局長賞」

2019.11.1



- 受賞案件：超大型タービンブレードの高精度
高品質型鍛造技術の開発と量産化
※日立製作所および日本エアロフォージとの共同開発
- 受賞者：下平栄史，江口弘孝，青山佳祐，福井毅

日刊工業新聞

2019年"超"モノづくり部品大賞 「環境・資源・エネルギー関連部品賞」

2019.11.29



MaDC-F シリーズ

- 受賞案件：Mn-Zn系高周波電源用ソフトフェライトコア
「MaDC-F」シリーズ
- 受賞者：日立金属株式会社

一般社団法人 日本鉄鋼協会

2019年 日本鉄鋼協会「卓越論文賞」 2019.9.20

- 受賞案件：Fe-40 mass%Ni-5 mass%Cr 合金溶製工程における非金属介在物の生成予測
- 受賞者：佐藤奈翁也，谷口徹，岡照恭ほか

特殊鋼製品

- 工具鋼・ロール
- 産機材・航空機エネルギー
- 電子材



ダイカスト金型用鋼 DAC-i™

ダイカスト金型の寿命と生産性を向上させることで、アルミ化が進む自動車業界・金型業界のトータルコスト低減に貢献しています。

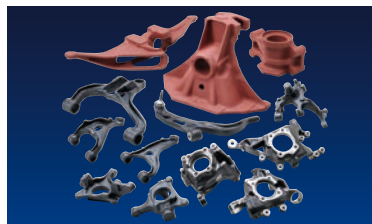


航空・エネルギー用材料

航空機のジェットエンジンや発電所のタービン材料として、日立金属の耐熱、耐食合金がお役に立っています。

素形材製品

- 自動車鋳物
- 配管機器



高靱性ダクタイル鋳鉄 HNM® シリーズ

高い低温靱性と寸法精度に優れた鋳鉄部品です。CAEによるシミュレーション技術を駆使したニアネットシェイプで自動車の足回りの薄肉・軽量化に貢献しています。



耐熱鋳造部品ハーキュナイト® シリーズ

エキゾーストマニホールドやタービンハウジングなど、耐熱性・耐酸化性が求められる自動車の排気系部品に使用され、自動車の環境性能向上に貢献しています。

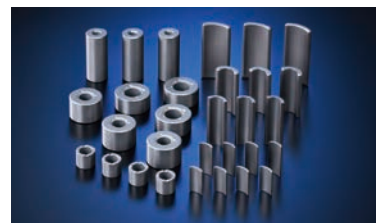
磁性材料・ パワーエレクトロニクス

- 磁性材料
- パワーエレクトロニクス



NEOMAX®

日立金属が開発したNEOMAXはNd, Fe, Bを主成分とした世界最高クラスの磁気特性を持つ希土類磁石です。

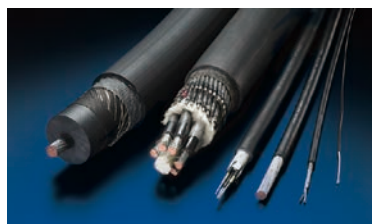


NMF® シリーズ

日立金属のNMF-15シリーズは酸化鉄を使用したフェライト磁石の中では世界最高クラスの磁気特性を有しています。

電線材料

- 電線
- 自動車部品



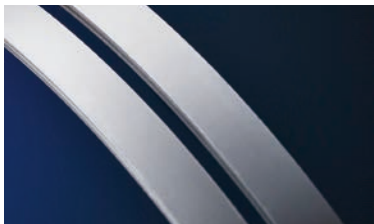
鉄道車両用電線・ケーブル

新幹線をはじめ、国内外の数多くの鉄道車両の運転室内や床下、車体間の配線材などとして電気や信号を伝達し、鉄道インフラを支えています。



電動パーキングブレーキ用ハーネス

耐屈曲性や耐久性に優れ、パーキングブレーキの電動化を実現。車体内の省スペース化や自動車の安全性、利便性の向上に寄与します。



CVTベルト材

溶解・冷間圧延技術により、破損の原因となる非金属介在物を制御し、疲労強度に優れた CVT ベルト材を提供しています。



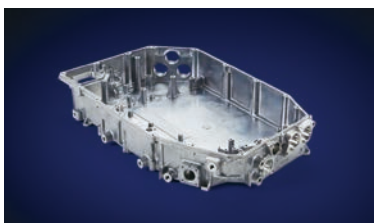
鉄鋼圧延用ロール

高熱の鋼塊・鉄塊を押し延ばす圧延ロールです。鉄鋼用、非鉄金属用、非金属用など、さまざまな圧延用ロールをお届けしています。



クラッド材

クラッド材は、異種金属を貼り合わせた複合金属材料です。多彩な金属を組み合わせることで、単一金属では得られない、優れた特性を発現します。



アルミ製ハウジング部品

形状自由度の高い設計を多様な鋳造方法により実現し、自動車駆動系の電動化に伴い使用が拡大するアルミ製のハウジング部品を提供します。



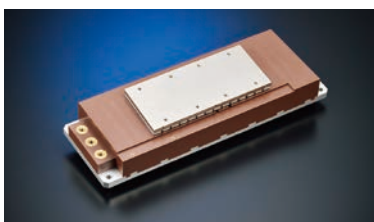
ガス用ポリエチレン配管システム

腐食がなく、施工性・耐震性にも優れたポリエチレン製配管および継手をお届けしています。



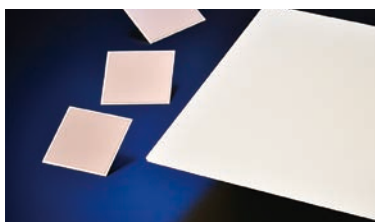
印® バルブ類

マレブル® バルブをはじめ、各種バルブを品揃えています。セグメントボールバルブは、スラリー状流体に好適です。



リニアモータ

高性能希土類磁石を使用した、リニア直流モータです。可動部の軽量化を追求した可動コイル方式を採用、高速アクセスが可能です。



窒化ケイ素 (Si₃N₄) 基板

EV や鉄道車両、産業機器に搭載されるパワーモジュール用の高熱伝導の放熱基板です。冷却機構の小型化、低コスト化に貢献します。



ナノ結晶軟磁性材料 ファインメット®

世界初のナノ結晶軟磁性材料です。損失が小さく、各種機器の省エネ化、小型・軽量化、高機能化、低ノイズ化に貢献しています。



高効率モーター用マグネットワイヤ

ハイブリッド自動車の駆動モーターや産業用のサーボモーター等に採用されており、環境負荷低減や省エネルギーに貢献しています。



医療用極細ケーブル・加工品

屈曲性・可とう性・電気特性に優れた極細ケーブル・加工品を超音波診断装置・内視鏡等に供給し、取り扱い易さ・画像高精細化を実現することで、医療機器発展に貢献しています。



医療用チューブ

高度なチューブ成形・加工技術および精密金型製造技術により、人工透析などに用いるマルチルーメンチューブや多層チューブなどハイエンドな医療チューブを提供します。

日立金属技報 Vol.36

発行日：2020年1月

発行元：日立金属株式会社

〒108-8224 東京都港区港南一丁目2番70号（品川シーズンテラス）

電話（03）6774-3001（ダイヤルイン案内） ☎ 0800-500-5055（フリーコール）

発行人：井上 謙一

編集集：日立金属株式会社 技術開発本部 グローバル技術革新センター GRIT / 株式会社 東京映画社

禁無断転載

