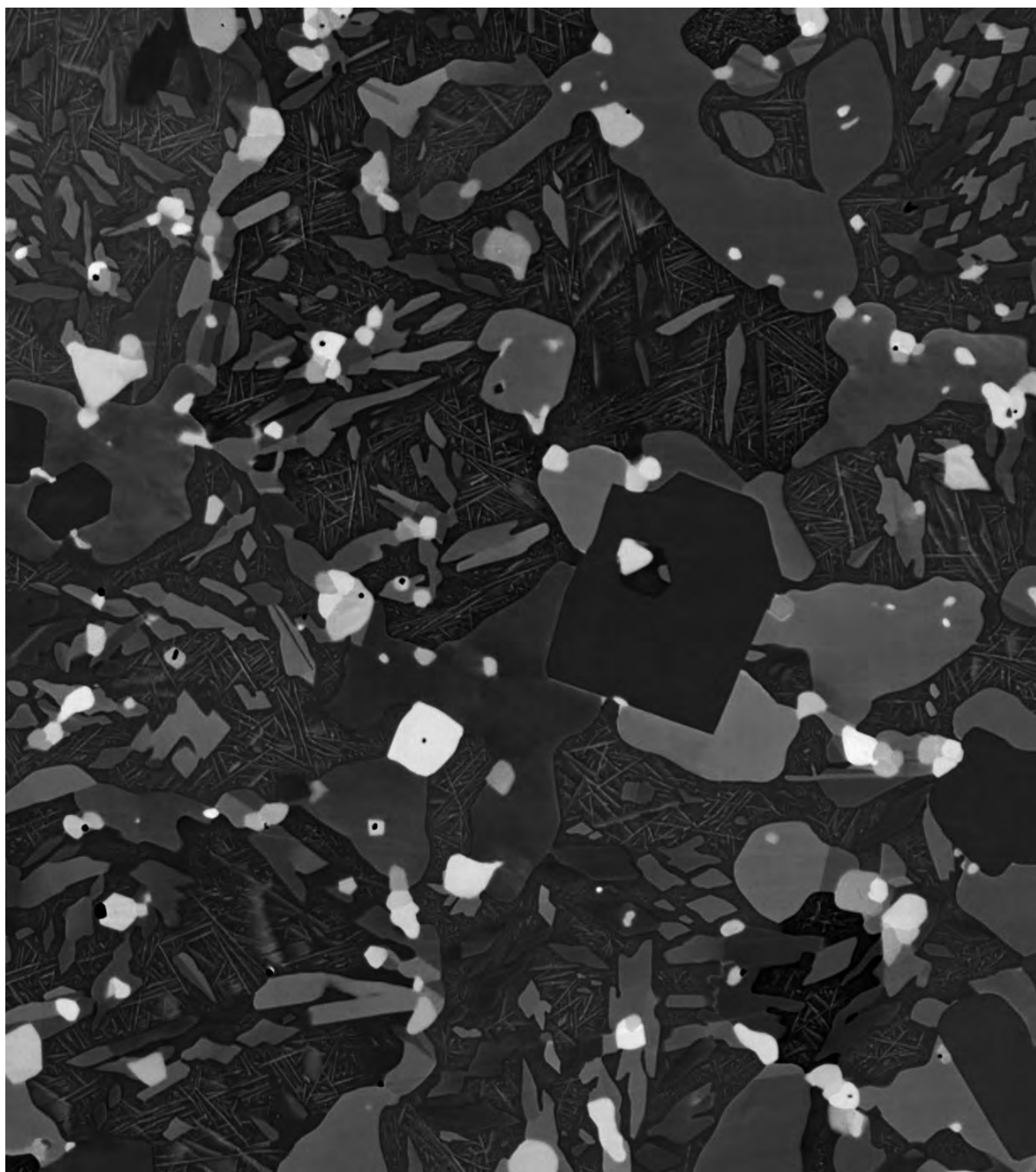


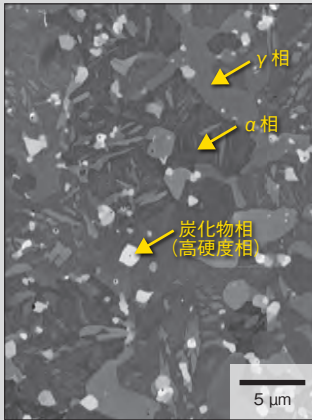
CODEN:HIKGE3
ISSN 0916-0930

日立金属技報

2021
Vol. 37

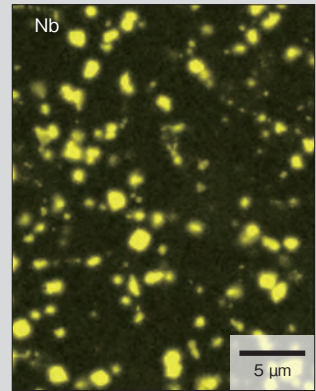
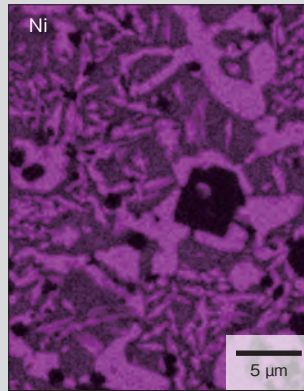
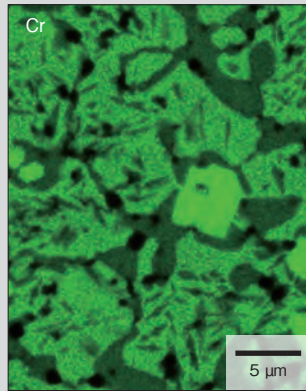
HITACHI METALS
TECHNICAL REVIEW





<表紙写真>

ZMG® 574 合金の反射電子像
Backscattered electron image of ZMG® 574 alloy



<補足図>

EDS による元素マッピング
Elemental mappings by EDS

表紙写真説明

クロム基合金 ZMG® 574 のミクロ組織観察

Microstructure of Chromium-based alloy ZMG® 574

表面硬化用肉盛合金は、コバルト基合金が一般に使用されている。しかし、環境や資源の観点から、コバルトを含まない材料が望まれている。日立金属はコバルトを含まず、耐食性と耐摩耗性に優れたクロム基合金「ZMG® 574」を開発し、ガスアトマイズ法による粉末を製造している。この合金はクロムを主成分としており、ニオブ炭化物を晶出させたものである。

積層造形(3Dプリンター)は、モノづくりを変革する技術として注目が高まっている。日立金属では、金属材料を用いた積層造形の研究開発をしており、ZMG® 574を金属積層造形(金属3Dプリンター)に適用する条件を見出すことに成功した。

表紙の写真は、積層造形したZMG® 574の断面を電界放射型走査電子顕微鏡(FE-SEM: Field Emission Scanning Electron Microscope)を用いて反射電子像を観察したものである。像コントラストは重元素ほど明るいコントラストとなる。延性に富むγ相(灰白色)と、硬質α相(灰黒色)からなる母相中に炭化物からなる高硬度相(白色)が晶出している様子がわかる。補足図は、エネルギー分散型X線分光(EDS: Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy)によるCr、NiとNbの元素マッピングである。γ相はNiリッチ、α相はCrリッチ、炭化物はNb系炭化物であることが分かる。これらの混相組織により耐摩耗性と高耐食性を有した材料特性が得られている。

また、日立金属ではステンレスやニッケル基合金、アルミニウム合金などの既存材料だけでなく、積層造形の特徴を活かした新しい材料の開発も進めている。



日立金属技報

HITACHI METALS
TECHNICAL REVIEW

目次

巻頭言

Page 6 ~ 9

モノづくりの現場におけるデジタル化材料と付加製造技術	6
----------------------------------	---

シンガポール科学技術庁 製造プロセス研究所 主任研究員 Dr. ナイ ムイ リン シャロン

論文

Page 10 ~ 61

Advanced “Digital Twin” platform for powder-bed fusion additive manufacturing	10
Jakub Mikula · Robert Laskowski · Ling Dai · Wenjun Ding · Ming Wei · Kewu Bai · Kun Wang · Ramanarayan Hariharaputran · Rajeev Ahuwalia · Guglielmo Vastola · Yong-Wei Zhang	
磁区制御型低損失 Fe 基アモルファス合金 [MaDC-A™] の開発	24
板垣 肇 · 黒木 守文 · 伊藤 直輝 · 佐々木 淳	
ターボチャージャー過回転検知用回転速センサーへの GMR-IC 適用検討	30
鬼本 隆 · 河野 圭	
高強度 Ti フリーマルエージング鋼の開発	36
大石 勝彦 · 雀部 晋輔 · 柴崎 洋志	
Combination of Ultrafiltration and Ceramics Adsorption Filter for Pretreatment in Seawater Reverse Osmosis Desalination Process ...	44
Keiko Nakano · Jingwei Wang · Lee Nuang Sim · Tzyy Haur Chong · Yusuke Kinoshita · Kenichiro Sekiguchi	
鉄クロムコバルト磁石製造における金属積層造形法の適用	54
大沼 篤彦 · 足達 俊哉 · 佐藤 正博 · 岡本 晋哉 · 桑原 孝介 · 石井 崇博 · 岡村 信之	

新製品紹介

Page 62 ~ 73

磁区制御型低損失 Fe 基アモルファス合金薄帯	62
SiC ゲート駆動用電源トランス	63
第 5 世代移動体通信用途 高性能 5 mm 角アイソレータ	64
高い耐屈曲性と電気特性を兼ね備えた可動部用カテゴリ 6A ケーブル	65
高い滑り性と耐薬品性を兼ね備えた医療用シリコンケーブル	66
ターボチャージャー用回転速センサー	67
精密プレス加工用平滑コーティング	68
高温強度に優れる高性能ダイカスト金型用鋼	69
均一な粒径サイズと形状を有する Ni-P 微粒子	70
60HP 級空冷式冷水供給装置	71
半導体隔膜式圧力センサー付きマスフローコントローラ	72
開閉速度可変型電動セグメントボールバルブ	73
■日立金属グループ 主な営業品目	74
■日立金属グループ 2020 年主な技術受賞	76

INDEX

Foreword

Page 6 ~ 9

Digitally-Enabled Materials and Additive Manufacturing Technologies for the Manufacturing Landscape	6
Dr. NAI Mui Ling Sharon	
Senior Scientist, Manufacturing Process Division Singapore Institute of Manufacturing Technology	

Articles

Page 10 ~ 61

Advanced “Digital Twin” platform for powder-bed fusion additive manufacturing	10
Jakub Mikula · Robert Laskowski · Ling Dai · Wenjun Ding · Ming Wei · Kewu Bai · Kun Wang · Ramanarayan Hariharaputran · Rajeev Ahuwalia · Guglielmo Vastola · Yong-Wei Zhang	
Development of Magnetic Domain Controlled Low Iron Loss Fe-Based Amorphous Alloys “MaDC-A™”	24
Hajime Itagaki · Morifumi Kuroki · Naoki Ito · Makoto Sasaki	
GMR-IC Application to Rotational Speed Sensor for Turbocharger Over-Rotation Detection	30
Takashi Onimoto · Kei Kawano	
Development of High-Strength Ti-Free Maraging Steel	36
Katsuhiko Oishi · Shinsuke Sasabe · Hiroshi Shibasaki	
Combination of Ultrafiltration and Ceramics Adsorption Filter for Pretreatment in Seawater Reverse Osmosis Desalination Process ...	44
Keiko Nakano · Jingwei Wang · Lee Nuang Sim · Tzyy Haur Chong · Yusuke Kinoshita · Kenichiro Sekiguchi	
Development of Fe-Cr-Co Magnet Parts by Selective Laser Melting	54
Atsuhiko Onuma · Syunya Adachi · Masahiro Sato · Shinya Okamoto · Kosuke Kuwabara · Takahiro Ishi · Nobuyuki Okamura	

New Products Guide

Page 62 ~ 73

Magnetic Domain Controlled Fe-Based Amorphous Alloy Strip with Low Loss	62
Transformer for Power Supply in SiC Gate Drive	63
High-Performance 5 mm Square Isolator for 5th Generation Mobile Communication Base Station	64
Category 6A Cable for Moving Parts with High Flexibility and Electrical Properties	65
Medical Silicone Cable with Low Friction and High Chemical Resistance	66
Rotation Sensor for Turbocharger	67
Smooth PVD Coating for Precision Press Dies	68
High-Performance Die Steel for Die Casting with Excellent High-Temperature Strength	69
Ni-P Particles with Uniform Size and Shape	70
60HP Air-Cooled Chilled Tower	71
Mass Flow Controller with Semiconductor Diaphragm Pressure Sensor	72
Variable-Speed Electric Motor Driven Segment Ball Valve	73
■ Products of Hitachi Metals Group	74
■ Technical Awards 2020	76

Dr. NAI Mui Ling Sharon

Senior Scientist,
Manufacturing Process Division
Singapore Institute of Manufacturing Technology

Dr. ナイ ムイ リン シャロン

シンガポール科学技術庁 製造プロセス研究所 主任研究員



Digitally-Enabled Materials and Additive Manufacturing Technologies for the Manufacturing Landscape

モノづくりの現場におけるデジタル化材料と付加製造技術

The development of new materials and processing methods has always been a core driver in the manufacturing industry. For decades, researchers have been mapping the relationships among composition, processing method, structure, properties, and performance for newly developed materials through time- and labour-intensive trial-and-error experiments. The typical cycle from material discovery to deployment ranges from 10 to 20 years. In order to accelerate the development process for new materials, material informatics strategies with data centric approaches are now increasingly being used ^{1), 2)}. This is facilitated through the development of high-throughput computational and combinatorial experiments. Data

analytics is one of the key enablers for accelerating material discovery and processing. The rapid advancement of data infrastructures and machine learning solutions in recent years is supporting this drive, and is resulting in a paradigm shift in materials science research and development. Materials informatics can generate “inverse models” for optimization and design, and can also produce “forward models” for predictive analytics ²⁾.

In addition to the emergence of materials informatics, the manufacturing sector is evolving towards digital manufacturing, with the manufacturing and assembly sectors increasingly relying on digital design and robotics technology to control the manufacturing processes. Moreover, new

新材料およびプロセスの開発はいつの時代も、製造業における中核となる原動力のひとつである。何十年の間、研究者は新規に開発した材料について、その組成、プロセス、構造、特性、性能の各要素間の関係を、非常に多くの時間と労力を費やし試行錯誤を重ねて調べてきた。そのため、材料の発見から実用化までは、一般的に10年から20年の年月がかかっていた。しかし最近では、新材料開発を加速するために、データ中心アプローチ型のマテリアルズインフォマティクスが使われることが多くなってきている^{1), 2)}。これはハイスループットな計算科学およびコンビナトリアル実験の開発によって可能になった。データ解析は、この材料・プロセス開発の加速を可能にする鍵のひとつである。近年のデータ基盤や機械学習ソリューションの急速な発展がこの動きを支えており、これにより材料科学の研究開発におけるパラダイムシフトがもたらされている。マテリアルズインフォマティクスでは、最適化とデザインにおいて「逆モデル」を、また予測分析に

おいて「順モデル」を生成させることができる²⁾。

マテリアルズインフォマティクスの登場に加えて、製造および組み立て部門が製造工程管理におけるデジタル設計およびロボット技術への依存度を増していき、製造部門のデジタル化が進んでいる。さらに、従来の材料よりもはるかに優れた特性を持つ、合金やハイブリッド材料、複合材料などの新たな材料が出現し、モノづくりの現場を一変させている。これらの新材料が部品や製造工程に組み込まれることで、新しい設計が生み出され、部品性能が改善される。その結果、新たな用途が開拓され、新しい作製方法および組み立て方法に価値が付加される。

デジタル製造システムに加えて製造技術が進歩したことにより、材料の形態や組成、構造が現在ではデジタル的に制御できる。これにより、複数素材から成る任意の形の部品の製造や、機能性の増強および用途拡大といった部品性能の調整が可能になる。3Dプリンティングとも言われる付加製造 (Additive Manufacturing:

materials (alloys, hybrid and composite materials) that have far superior properties to traditional materials, are emerging and changing the manufacturing landscape. These new materials will be integrated into components and manufacturing processes to generate new designs and improve component performance. This will give rise to new application opportunities and deliver added value to new fabrication and assembly methods.

With the advancement of manufacturing technology and the emergence of digital manufacturing systems, material morphology, composition and structure can now be digitally controlled. This allows users to manufacture freeform multi-material components and tailor their performance to provide an increasing range of functionalities and applications. Additive manufacturing (AM), also known as 3D printing, is one such digital manufacturing technique, and involves a layer-by-layer approach to fabricate freeform parts. It is also a valuable tool for materials innovation, and is instrumental in the transformation of product design and the manufacturing landscape. The layer-wise fabrication approach allows complex geometries to be produced, which is challenging using traditional manufacturing routes such as subtractive processing (turning,

milling etc.) or formative processing (casting, forging etc.). However, some material compositions used in traditional manufacturing are not suitable for AM, and modifications are required before they can be used. Moreover, metal AM parts are subjected to a complex cyclical thermal history comprising directional heat extraction, repetitive melting and very rapid solidification steps during AM fusion-based processes, resulting in anisotropic, heterogeneous and fine-grained microstructures. These AM microstructures differ significantly from those in products manufactured using traditional methods³⁾⁻⁶⁾. Thus, a thorough understanding of the relationships among processing conditions, structure, and properties is essential in order to increase the metal AM adoption rate.

The development of a new generation of alloys tailored for AM is vital for overcoming the above-mentioned challenges and for realising the full potential of AM, tapping into the uniqueness of each type of AM technology for new material development. Researchers have used combinatorial material science to create new alloy compositions with AM technologies (powder-bed fusion and direct energy deposition) to design and optimize metallic alloys and heterogeneous structures^{7), 8)}. High-entropy alloys

AM) 技術はこのようなデジタル製造技術の一種であり、造形層を重ねて任意の形の部品を作っていく積層造形もそのひとつである。またこれは材料のイノベーションに大いに役立つツールであり、製品設計およびモノづくりの現場を変えるものである。この、層を積み上げる作製方法では、除去加工(旋盤加工やフライス加工など)や成形加工(鋳造や鍛造など)といった従来の製造方法では困難だった複雑な形状が作製可能になる。しかしながら、従来の製造方法向けの材料組成ではAMに適さない場合があり、AMに使用する前に材料組成を変更する必要がある。さらに、AMは溶融を繰り返す工程であるため、AMで作製された金属部品は、指向性熱流や繰り返し溶融、急速凝固による複雑な熱履歴を何度も受け、不均質な異方性微細結晶粒組織となる。これらのAMによる微細組織は、従来の方法で作製されたものとは著しく異なる³⁾⁻⁶⁾。したがって、プロセス、構造、特性の各要素間の関係を徹底的に理解することは、金属AMの導入比率を上げる

ためには不可欠である。

新材料開発のためのAM技術それぞれの独自性を生かしながらAM用新世代合金を開発することは、上に述べた難題を克服し、AMの潜在能力を最大限生かすために極めて重要である。研究者は合金組成や不均質構造を設計し最適化するために、コンビナトリアル材料科学を用いて、AM技術(粉末床溶融結合法および指向性エネルギー堆積法)によって新しい合金組成を生み出してきた^{7), 8)}。ハイエントロピー合金(HEA)はAMの出現に大きく恩恵を受けている材料の一種であり、最近、研究者の多大な興味と注目を集めている^{4), 9)}。また、アルミニウム合金も大きな関心を集めている材料である。従来のアルミニウム基合金(例えば、Al_{2xxx}, Al_{6xxx}, Al_{7xxx}合金)の場合、レーザー加工の際に微細な亀裂が入る問題があり、プリンティングに使用するためには組成を調整する必要がある。HRLラボラトリーズ社およびElementum3D社は、優れた性能のプリンティング用アルミニウム合金に関する複

are one class of materials that have greatly benefited from the emergence of AM, and have recently been the subject of intensive research^{4), 9)}. Another class of materials that has received a great deal of interest is aluminium alloys. Traditional Al-based alloys (e.g., Al_{2xxx}, Al_{6xxx}, Al_{7xxx} alloys) have micro-crack issues during laser processing, and have to be compositionally modified to enable printability. HRL Laboratories and Elementum 3D are currently offering composite printable aluminium alloys with superior performance. Even for 3D printable materials such as iron-based or nickel-based alloys, the addition of ceramic reinforcements has shown to produce 3D printable composite materials with superior properties^{10), 11)}. Many more material alternatives will appear on the market as AM adoption gains traction.

It is also worth mentioning that the binder jetting process is attracting great interest due to its capability to 3D print highly porous structures using a wide range of materials (metals, ceramics, polymers and biomaterials), which is not easily achievable using fusion-based AM techniques. Mg-based alloys, which are lightweight and biocompatible, cannot be effectively processed by fusion-based AM, but have been successfully printed via binder jetting^{12), 13)},

targeting implant applications. In addition, the binder jetting process has increasingly been used to fabricate sand cores and moulds for casting industrial parts with complex shapes.

In the past decade, there have been significant advancements in computer-aided design, AM technology and materials science. In addition to the ability to customize material properties, this has opened up possibilities for developing smart materials and designs, to achieve outcomes such as self-assembled structures, self-repairing components and multi-functional/self-adaptable components. Smart materials are stimulus-responsive materials that respond in a programmable way to an external stimulus (such as temperature, light, humidity, pH, pressure, and electric and magnetic fields)^{14), 15)}. This class of materials enabled the emergence of 4D printing and has potential applications in implantable biomedical devices, tunable shock-absorbing interfaces, soft robotics and deployable aerospace structures. Future materials research should focus on forming a deeper understanding of how to control the microstructure, shape, yield and residual stress during processing, and on broadening the range of advanced AM materials. This knowledge can then be used to develop new integrated approaches for AM

合材料ソリューションを現在提供している企業である。鉄合金またはニッケル基合金等の3Dプリンティングが可能な材料にでさえセラミックスの添加は適切とされ、優れた特性を持つ、3Dプリンティングが可能な複合材料が得られることが実証された^{10), 11)}。AMの導入が増えるにつれ、選択肢となる材料が市場にさらに現れるだろう。

また、熔融によるAM法では容易にできない、空孔率が高い構造物を3Dプリンティングできることや、幅広い材料(金属やセラミックス、ポリマー、生体材料)を使用できるため、結合剤噴射法が大きな関心と注目を引き寄せていることについても言及しておきたい。軽量の生体適合性材料であるマグネシウム合金は、熔融によるAM法ではうまく加工することができないが、結合剤噴射法ではインプラント用途の加工に成功している^{12), 13)}。さらに、複雑な形状の工業部品の製造に使用する砂型中子や鋳型を造形するためにも、結合剤噴射法はますます使われるようになってきている。

この10年、コンピュータ支援設計(CAD)やAM技術、材料科学は著しく進歩した。この進歩によって、材料特性を所望のものに変更可能になったことに加え、自己組織化構造や自己修復部材、多機能・自己適応部材等を開発するための、スマートマテリアルやそれらの設計の開発に道が開かれた。スマートマテリアルとは刺激応答性材料のことであり、これは温度や光、湿度、pH、圧力、電場、磁場といった外部刺激に応答して、事前に設定した反応を示すものである^{14), 15)}。この種の材料によって4Dプリンティングが可能になり、埋め込み型医療用デバイスや調整可能な衝撃吸収材料、ソフトロボティクス、展開可能な宇宙構造物等への応用可能性が見えてきた。これからの材料研究は、微細構造や形状、加工中の降伏応力や残留応力の制御方法についての理解を深め続け、また、先進的なAM材料の幅を広げ続けなければならない。そして得られた知見によって、複数素材から成る構造物や傾斜機能材料のAMプロセスに向けた新しい総合的な方法が開発されるだろう。

processing of multi-material structures and functionally graded components.

Besides AM materials and processing developments, there is a need to look at the entire integrated end-to-end AM workflow for industrialization. AM is a digital transformation technology and represents an ideal opportunity to apply the digital thread concept to scale operations by linking processes together via data analysis, from design concept to finished parts. Using the information obtained, manufacturers can better assess the quality and performance of products, and adjust their design accordingly¹⁶⁾.

For the above exciting, multi-disciplinary research and developmental work to be successfully translated into industrial applications, close public-private partnerships need to be forged between various research entities with different competencies and industry players. There must be a collective effort to align problem statements, leverage resource pools (talent, knowledge and facilities), and increase the readiness level of technology, manufacturing, business and the ecosystem, in order to accelerate the successful and timely commercialization of developed technologies.

AM材料およびプロセスの開発だけでなく、産業化のためのAMワークフローの隅から隅まで、全体に注意を向ける必要がある。デジタルトランスフォーメーション技術の一種であるAMは、設計の構想段階から製品の完成までの各プロセスをデータ解析によってつなげることでオペレーションを調整する、デジタルスレッドに好適である。デジタルスレッド全体から集められた情報を基に、製造者は製品の質と性能をより適切に判断し、それに応じて製品の設計を変更することができる¹⁶⁾。

これまでに述べた心躍る学際的研究開発が無事産業化されるためには、産業界の研究機関のみならず、異なる強みを持ったさまざまな研究機関の密接な官民連携が必要である。開発技術のタイムリーな実用化を無事に加速させるためには、取り組むべき問題を明確にし、人材や知識、設備のリソースプールを活用し、技術や生産体制、ビジネス、エコシステムの準備態勢レベルを上げるために結集して努力する必要がある。

References

- 1) Ramakrishna S., Zhang T. -Y., Lu W. -C., Qian Q., Low S. C., Yune J. H. R., Tan D. Z. L., Bressan S., Sanvito S., Kalidindi S. R., "Material informatics", *Journal of Intelligent Manufacturing*, Vol. 30, 2019, 2307 - 2326.
- 2) Agrawal A., Choudhary A., "Perspective: materials informatics and big data: realization of the "fourth paradigm" of science in materials science, *APL Materials*, Vol. 4, 2016, 053208.
- 3) Kok Y., Tan X. P., Wang P., Nai M. L., Loh N. H., Liu E., Tor S. B., "Anisotropy and heterogeneity of microstructure and mechanical properties in metal additive manufacturing: A critical review", *Materials & Design*, Vol. 139, 2018, 565 - 586.
- 4) Zhu Z. G., An X. H., Lu W. J., Li Z. M., Ng F. L., Liao X. Z., Ramamurthy U., Nai S. M. L., Wei J., "Selective laser melting enabling the hierarchically heterogeneous microstructure and excellent mechanical properties in an interstitial solute strengthened high entropy alloy", *Materials Research Letter*, Vol. 7, Issue 11, 2019, 453 - 459.
- 5) Zhu Z. G., Li W. L., Nguyen Q. B., An X. H., Lu W. J., Li Z. M., Ng F. L., Nai S. M. L., Wei J., "Enhanced strength-ductility synergy and transformation-induced plasticity of the selective laser melting fabricated 304L stainless steel", *Additive Manufacturing*, Vol. 35, 2020, 101300.
- 6) Poorganji B., Ott E., Kelkar R., Wessman A., Jamshidinia M., "Review: materials ecosystem for additive manufacturing powder bed fusion processes", *JOM*, Vol. 72, No. 1, 2020, 561 - 576.
- 7) Li Z. M., Ludwig A., Savan A., Springer H., Raabe D., "Combinatorial metallurgical synthesis and processing of high-entropy alloys", *Journal of Materials Research*, Vol. 33, Issue 19, 2018, 3156 - 3169.
- 8) Knoll H., Oeylok S., Weisheit A., Springer H., Jäggle E., Raabe D., "Combinatorial alloy design by laser additive manufacturing", *Steels Research International*, Vol. 87, 2017, 1 - 11.
- 9) Wang P., Huang P. F., Ng F. L., Sin W. J., Lu S. L., Nai M. L., Dong Z. L., Wei J., "Additively manufactured CoCrFeNiMn high-entropy alloy via pre-alloyed powder", *Materials & Design*, Vol. 168, 2019, 107576.
- 10) Zhang B. C., Bi G. J., Wang P., Bai J. M., Chew Y. X., Nai M. L., "Microstructure and mechanical properties of Inconel 625/nano-TiB₂ composite fabricated by LAAM", *Materials and Design*, Vol. 111, 2016, 70 - 79.
- 11) Zhai W. G., Zhu Z. G., Zhou W., Nai M. L., Wei J., "Selective laser melting of dispersed TiC particles strengthened 316L stainless steel", *Composites Part B*, vol. 199, 2020, 108291.
- 12) Salehi M., Maleksaeedi S., Nai M. L., Meenashisundaram G. K., Gupta M., "A paradigm shift towards compositionally zero-sum binderless 3D printing of magnesium alloys via capillary-mediated bridging", *Acta Materialia*, Vol. 165, 2019, 294 - 306.
- 13) Salehi M., Maleksaeedi S., Sapari M. A. B., Nai M. L., Meenashisundaram G. K., Gupta M., "Additive manufacturing of magnesium-zinc-zirconium (ZK) alloys via capillary-mediated binderless three-dimensional printing", *Materials & Design*, Vol. 169, 2019, 107683.
- 14) Mitchell A., Lafont U., Holyńska M., Semprinoschnig C., "Additive manufacturing - a review of 4D printing and future applications", *Additive Manufacturing*, Vol. 24, 2018, 606 - 626.
- 15) Momeni F., Mehdi S. M., Hassani N., Liu X., Ni J., "A review of 4D printing", *Materials & Design*, Vol. 122, 2017, 42 - 79.
- 16) <https://www2.deloitte.com/us/en/pages/public-sector/articles/digital-thread.html>

Advanced “Digital Twin” platform for powder-bed fusion additive manufacturing

Jakub Mikula *
Robert Laskowski *
Ling Dai *
Wenjun Ding *
Ming Wei *
Kewu Bai *
Kun Wang *
Ramanarayan
Hariharaputran *
Rajeev Ahuwalia *
Guglielmo Vastola *
Yong-Wei Zhang *

* A*STAR Institute of High Performance Computing, 1 Fusionopolis Way, #16-16, Singapore 138632.

Powder-bed fusion (PBF) additive manufacturing is a complex process involving powder melting, rapid solidification, pore formation, microstructure evolution, residual stresses, and distortion. Because of this complexity, developing the process for producing a new alloy, or a new powder shape or size distribution, is a complex and expensive task, requiring a series of trial-and-error experiments. This challenge is further exacerbated by the tight coupling between the process and part shape, resulting in process parameters that are acceptable for one design, but not for another. To address this grand challenge, we develop a truly integrated, multiscale simulation platform for the PBF process. By linking modeling capabilities at the part scale and the powder scale, the platform is able to address a multitude of aspects of process development. By exploring the parameter space digitally rather than experimentally, development is faster and cheaper than relying purely on experiments.

● **Key Words** : Additive manufacturing, Multiscale modeling, Powder melting, Microstructure prediction, Mechanical properties, Residual stress, Distortion, INCONEL718

● **R&D Stage** : Product alpha version

1. Introduction

Following continuous improvements in laser quality and process stability over the last decade, laser powder-bed fusion (L-PBF) additive manufacturing (AM) has experienced tremendous growth and insertion into industrial production. This trend continues to be robust, confirmed by another double-digit growth in 2019, that has put the market size at 11.8 billion US dollars¹⁾. In production, AM is economically attractive mainly because a) it allows monolithic manufacturing of single parts, and b) it allows the production of part designs that were previously impossible to manufacture by other methods. In case a), after the well-known success of the GE fuel nozzle²⁾, the industry has seen numerous new applications where PBF simplified the manufacturing process, such as a recent case where the number of components in an impeller was reduced from 73 to 1, which also reduced its weight by 50%³⁾. In case b), freedom of design enables new business opportunities by developing new products, such as conformal high-performance heat exchangers, which are

simply impossible to manufacture without AM⁴⁾. Taken together, these examples clearly show that AM offers new avenues of business growth, and therefore it is beneficial to invest into this sector.

2. Motivation

In L-PBF, thin layers of powder (layer thickness around 40 μm) are spread in a chamber with a controlled atmosphere, and are exposed to a laser beam. Following the specific scan vectors of the laser, the powder is consolidated into solid metal, ultimately forming the component. As a result, the process is extremely complex, and involves high-energy light-matter interactions, rapid melting and solidification, non-equilibrium microstructure evolution, and the introduction of residual stress. Because of this complexity, not surprisingly, the development process for a new alloy composition, and a new powder batch, usually proceeds by trial-and-error. In this approach, several combinations of laser power, scan speed, and hatch spacing are attempted, until

satisfactory values are found. Because this approach requires many samples, it is material and labor intensive, time consuming, and therefore expensive.

An alternative to the trial-and-error approach is the use of advanced modeling and simulation of the L-PBF process. By performing the tests digitally rather than experimentally, a company can explore process parameters quickly, and at a low cost. Therefore, computer modeling is economically attractive for L-PBF. At the same time, its extraordinary complexity requires deep scientific knowledge and understanding of the process. Further, development of an actual software product requires extensive capabilities in scientific computing, high-performance parallel computations, and software development. Clearly, finding such a wide range of scientific and computational capabilities is not an easy task.

In Singapore, Hitachi partnered with the A*STAR Institute of High Performance Computing (IHPC) to achieve this goal. Because of decades of experience in materials science, photonics, engineering mechanics, and high-performance computing, the collaboration was able to produce an advanced simulation platform for additive manufacturing, the “Digital Twin”, which is poised to address a wide variety of manufacturing challenges in L-PBF. In the following, we will proceed to describe the platform step by step, using an impeller component provided by Hitachi as an example. The material used is Hitachi INCONEL 718.

3. Platform architecture

At its foundation, the simulation platform is composed of two main components, namely, the server and the client. The two components are connected to each other through TCP/IP. The server component is where all numerical calculations are performed. It is intended to be compiled on a server-class computer, and is scalable from workstations to supercomputers. In fact, the server takes full advantage of the message-passing interface (MPI) communication protocol to handle heavy workloads in parallel. While performing the calculations, the server also remains responsive because of the built-in asynchronous multithreading. This implementation has the further advantage of allowing multiple clients to connect to the same server. Because of its focus

on numerical calculations, the server is compiled with processor-dependent flags in order to achieve maximum performance, and is tuned for Linux operating systems. Intentionally, the server does not have a graphical user interface (GUI) and is accessible only through TCP/IP.

The user interacts with the client component, which is designed to be lightweight, portable, and focused on the GUI. For example, the client can be installed on both Windows and Linux computers and can run on a laptop. This architecture allows the server and the client to be run in different geographical locations, as well as on cloud infrastructures. The client is built on the Qt5 framework and its rendering is entirely developed using the VTK library.

In the following, we will illustrate the details of the architecture by walking the reader from the beginning to the end of the workflow.

4. Workflow demonstration for selective laser melting of Hitachi IN718 powder

4.1 Component loading and preparation for calculations

The overall platform workflow is schematically demonstrated in Fig. 1. User workflow begins by connecting the client to the server through TCP/IP. After the connection is successfully established, the user proceeds by selecting the material model, the printer model, and the process parameters. The choice of process parameters is completely open to the user, and begins with the default values used by the EOS M290 printer.

Next, the component and the support structures are loaded. These are in the form of *.stl files, for example, as produced by preprocessing software such as Materialise Magics⁵. The *.stl files are rendered in the first window of the GUI, as shown in Fig. 2.

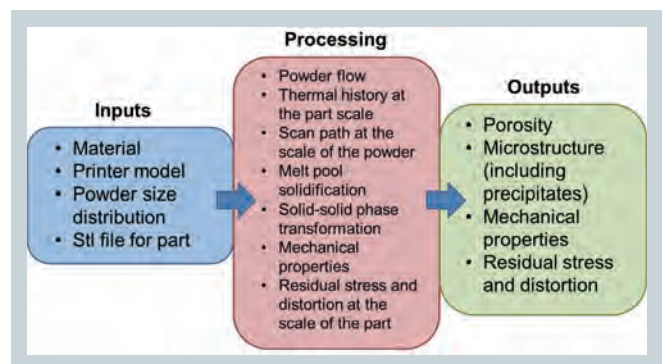


Fig. 1 Overall workflow demonstrating the platform's capabilities

In the next step, the user proceeds by voxelizing the *.stl file domain to generate a finite element mesh, which is used for thermal and mechanical calculations at the part scale. Here, it is important to note that the mesh is generated on the server side, processed, and then sent to be displayed on the client side.

The user then proceeds to compute the scan pattern. The scan pattern is the actual sequence of laser positions to expose the whole component. Here, the laser exposure is resolved at the scale of each individual stripe, but not descending to the level of the melt pool. This choice is intentional, and aims to reduce the computational cost at the part scale, while retaining a sufficient degree of simulation resolution within each layer. The scan pattern is rendered with red lines representing the midpoint of each stripe, as shown in Fig. 3.

The simulation is then started by clicking the ‘run’ button.

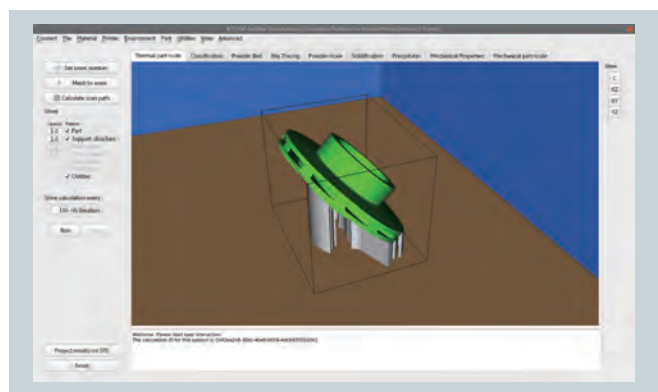


Fig.2 Component (in green) shown in the graphical user interface, together with the support structures (in grey). The build platform is shown in brown

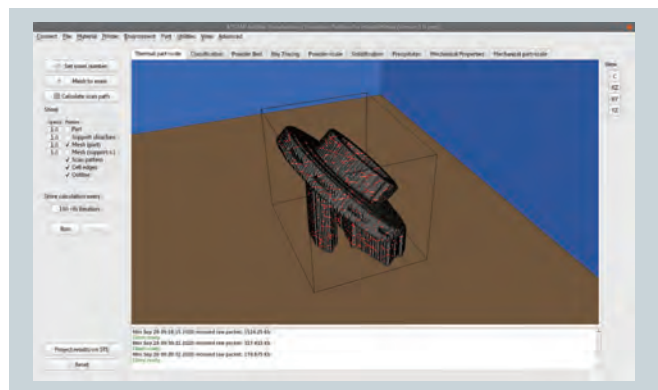


Fig.3 Scan pattern (red lines) rendered on finite element mesh

4.2 Thermal calculation at part scale

The temperature field T and thermal history $T(t)$ at the scale of the component are computed using the thermal solver that is implemented as a finite element (FE)

discretization of the heat equation accounting for heat conduction and convection:

$$\rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} = \nabla \cdot (k \nabla T) + Q - h_{\Gamma} (T - T_{\infty})$$

Eq-4.2.1

This equation is solved on the domain of a voxelized *.stl file such as shown in Fig. 3. Here, ρ is the material density, c_p is the specific heat, k is the thermal conductivity, Q represents the internal heat source, h_{Γ} is the convection coefficient, and T_{∞} represents the ambient temperature. In this report, the material properties of general IN718 are used. The internal heat source Q is described using an ellipsoidal Gaussian distribution that resolves the scan path on the scale of a single stripe. The heat source at each layer moves along the stripes that are shown as red lines in Fig. 3. The finite element mesh is assembled in a layer-by-layer fashion, where the number of finite element layers N^{FE} does not necessarily equal the number of real layers N . In fact, the ratio for the case of the voxelized impeller in Fig. 3 is $N/N^{FE} \approx 10$. This approximation is a necessary step in order to keep the computational cost feasible. However, it is assured in the simulation that the total energy used to build the component is the same irrespective of the number of FE layers. As the total heat Q can be described by the equation $Q = Pt$, any of the parameters (laser power P , printing time t , scan speed v) can be scaled with N/N^{FE} to satisfy this condition.

The finite element discretization of the heat equation results in a transient problem described by a system of linear differential equations that are temporally integrated using the implicit Euler scheme, ensuring the convergence of the solver even for large time steps. An iterative solver is employed using the package Trilinos | Belos⁶⁾ to solve the linear system of equations that results from the integration scheme. Iterative solvers are usually faster and more memory efficient when dealing with large systems.

The voxelized domain consists of both the component and the support structure. The support structure is modelled as a solid continuum with rescaled material properties k , c_p , and ρ that homogenize its complex lattice-like structure. Note that a solid *.stl file for the support structure is required, as seen in Fig. 2, as the

fine details of the otherwise lattice-like structure cannot be currently resolved by the voxelization algorithm.

The computed temperature $T(t)$ is stored at each time instance for each node of the FE mesh and can be plotted for each individual node at the end of the simulation (see Fig. 4), allowing the user to perform a more detailed analysis of the temperature profiles at various locations. The complete thermal histories (temperature profiles for all nodes) are stored in a *.vtk file that is later used for classification purposes in which the component is divided into regions that share a similar thermal history.

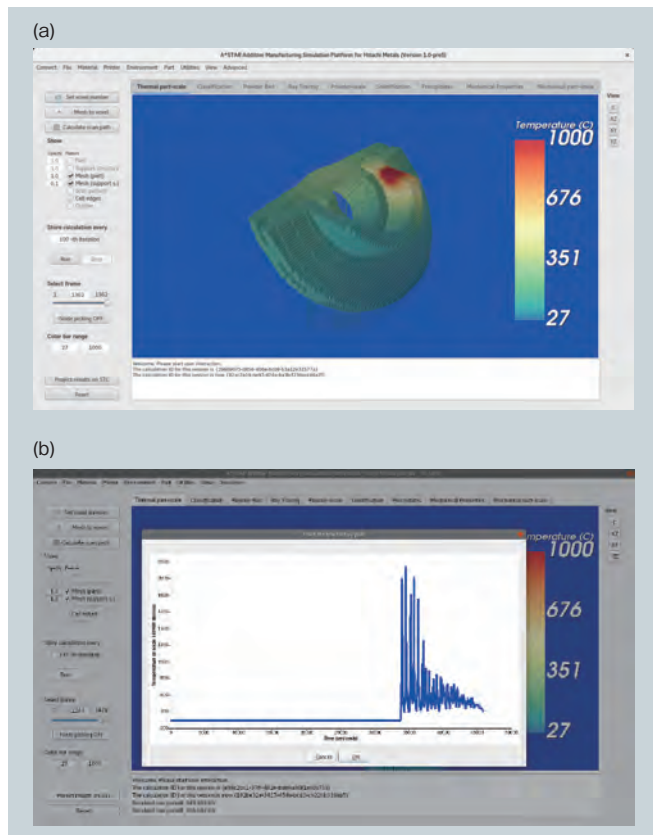


Fig. 4 (a) Snapshot of thermal calculation results at part scale, midway during the build. In this simulation, the scan pattern is resolved at the scale of the individual scan stripe. (b) After the calculation is complete, the user can click on each mesh node, and the corresponding thermal history is plotted in a new window. The temperature spikes resulting from the multiple scan passes are clearly visible.

4.3 Classification of thermal histories

It is expected that the as-printed component will exhibit variations in grain microstructure, mechanical properties and residual stress affected predominantly by geometrical features (thin walls vs. bulk), the scan path, printing process parameters, and cooling rate. While in an ideal scenario these properties would be predicted at each node of the finite element mesh using a much more detailed powder-scale

model, such a simulation approach would be computationally excessively high if not impossible. Therefore, a multi-scale approach is implemented in which the component is divided into a smaller number of regions (classes) that share a similar thermal history and can be treated with a single powder-scale simulation. The properties of reference elements are then interpolated through the entire component domain using a weighted distance algorithm.

While previously, such an approach would require the user to intervene and manually pick the reference elements based on engineering judgement, the component is now classified automatically based on the complete thermal history that was pre-calculated from the thermal solver in the previous step (see Fig. 3). The classification is currently done by accounting for the time during which each point remains above a certain temperature, thus also taking into consideration the cooling rate. The number of classes is user-defined. For the purpose of this demonstration, the impeller is divided into 10 classes and the results for the impeller are shown in Fig. 5, in which the expected symmetrical shape can clearly be seen.

After the classification is finished, each enclosed domain is attributed a single reference finite element with a characteristic temperature that is passed to the lower powder-scale simulation for a detailed analysis of the printing process resolving the individual grains.

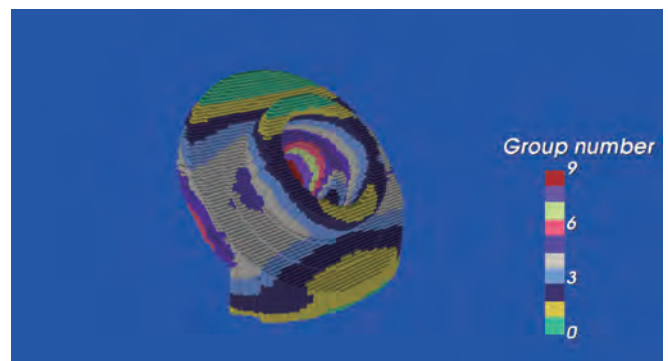


Fig. 5 Classification results illustrating regions with similar thermal histories. In this example, ten groups were chosen. The material in each group is expected to exhibit a similar grain microstructure and mechanical properties.

4.4 Powder-bed calculation

The powder-bed simulation process was coded by means of the discrete element method (DEM)⁷⁾. In this approach, the powder particles are generated from spheres to represent three shapes: spheres, satellites (dual spheres), and ellipsoids. The dynamics of the powder follows

Newton's laws.

All forces, except the gravitational force, arise from collisions among the powder particles or from collisions between the particles and the walls/plates/blades. These forces are computed by overlapping induced Hertz equations^{8), 9)}.

As shown in Fig. 6, the powder particles are generated at certain regions within the simulation cell (chart-a), and freely fall onto the loading plate. Once the powder forms a stably piled heap, the loading plate is lifted up, after which a blade slides from the side (chart-b). Being pushed by the blade, the powder falls down to the working plate and forms a packed layer (chart-c). The excessive powder is scraped aside to the trash well (chart-d).

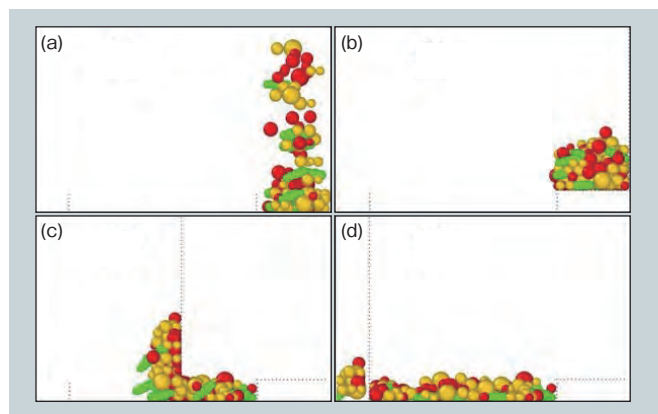


Fig. 6 Discrete element method (DEM) simulation of powder pouring and spreading into a powder bead. The powder is composed of particles with three shapes: spheres (red), satellites of dual spheres (yellow), and ellipsoids (green).

4.5 Ray-tracing calculations

The metal material is represented by an arbitrary surface, which consists of many finite sized rectangular plane surfaces, i.e., meshes. The laser beam is represented by a bundle of rays, with same size (width), wavelength, and each ray having a starting point, incident direction, energy, wavelength and polarization. The size (width) of the rays should be small enough to resolve the surfaces, which requires the number of rays to be large.

Intersection tests are performed for each ray with all surfaces (meshes). If an intersection occurs, the absorption and reflection, including the absorptivity, propagation direction, and remaining energy for each ray, are calculated between the ray and the geometry, taking into account the incidence angle, polarization for each incidence angle, and the optical parameters of the material. After reflection, the ray is updated

with a new energy, starting point, and direction. If no intersection happens for the ray, it propagates out of the simulation space, and is deleted from the simulation. The intersection tests for all rays are repeated until all of them propagate out the simulation space, or their energies are below a threshold value and therefore can be ignored. The ray-mesh (surface) intersections can be treated as line-plane intersections, based on geometric optics and the Fresnel equations.

One point to be noted is that, although the polarization of the laser (direction of the laser electric field) is fixed for each incidence event, the polarization of a ray for each event is different since it is determined by the relation between the incidence plane and the laser polarization. The component of the laser electric field in the incidence plane is the p-polarized part, while the component perpendicular to the incidence plane is the s-polarized part. Both components need to be calculated for every reflection to compute the absorbed energy, as the absorptivity for the two components is different.

The implementation starts with reading geometry parameters (three vertices for each finite rectangular plane (mesh), which have an arbitrary geometrical shape), laser parameters (position of the spot center, spot size, wavelength, and energy) and material parameters (refractive index). The code next creates finite-sized rectangular planes, i.e., meshes, to represent the geometry, and then creates rays for the laser source. It performs intersection tests for each ray with all geometries. If there is an intersection, reflection and absorption are calculated, and the data for each ray are updated, including absorptivity, direction and position of rays. If there is no intersection, the ray is deleted from the simulation. The intersection tests are repeated for all rays, until all rays are either deleted or their energy is absorbed such that the remaining energy falls below a threshold and can therefore be ignored. The energy distribution is calculated for all reflection points, and output for data processing, after which the code ends.

The method is validated by comparing with theory, numerical studies and experiments, for laser interaction with a flat surface and a powder bed. The parameters for the powder are taken from previous literature on experimental characterization or numerical studies. The powder size

distribution is tuned to approach the experimental conditions, so that the validation is more realistic.

For the simplest case, a laser beam incident on a flat surface, our simulation results agree with theory exactly, as shown in **Table 1**. Three materials are modelled: stainless steel, titanium and aluminum. Simulation results published by Lawrence Livermore National Laboratory (LLNL) are also listed for reference¹⁰.

Considering the AM conditions, powder particles with different structures and composed of different materials are tested. A Gaussian distribution of particle size is adopted, as in the experiments at LLNL. The distribution of energy absorbed by the powder is shown in **Fig. 7 (a)**. It can be seen that the distribution is complex and non-

uniform, and depends on the geometry and material. Thus, the ray-tracing method was very effective for determining the absorption distribution, which would be very difficult with any other methods.

As seen in **Table 2**, our simulation results are all within the range of experimental measurements¹⁰, and the accuracy is high because we include higher-order reflections as well as an accurate calculation of the Fresnel equation.¹¹.

Table 1 Absorptivity of laser energy by flat surface composed of different materials

Material (refractive index)	Theory	Our simulation	Simulation by LLNL [10]
SS (3.27 +i 4.48)	34.15%	34.15%	34%
Ti (3.45 +i 4)	38.54%	38.54%	38%
Al (1.244 +i 10)	4.74%	4.74%	4.7%

Table 2 Absorptivity of laser energy by powder particles with Gaussian size distribution

Material (refractive index)	Experiment by LLNL [10]	Our simulation	Simulation by LLNL [10]
SS (3.27 +i 4.48)	63-68%	66.67%	60%
Ti (3.45 +i 4)	67-72%	70.06%	65%

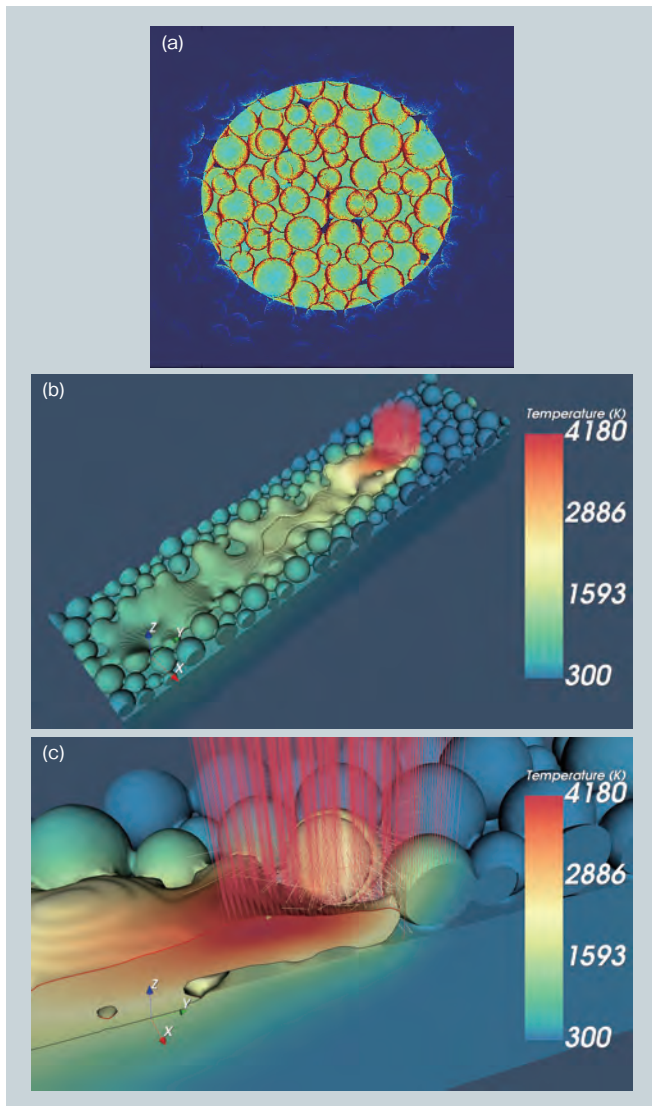


Fig.7 (a). Energy distribution on powder bed, with Gaussian distribution, irradiated by a laser beam, (b) and (c) On-the-fly ray-tracing calculation for powder-scale simulation. Here, the true energy is calculated, and redistributed into the material as a Gaussian energy source. The primary rays are shown as red lines, while the secondary reflections are shown as yellow segments

4.6 Powder-scale calculations

The main physical phenomena at the powder scale are laser energy absorption, thermal transport, phase transitions, grain growth and melt pool flow. Physical phenomena such as thermal history, melt pool size, keyhole size, porosity, grain size, and grain orientation, play a very important role in the AM process and determine the product quality¹². To perform a simulation that captures these phenomena, Digital Twin powder-scale modeling integrates a thermal solver, phase-transition solver, grain solver and fluid-dynamics solver.

Laser energy absorption, thermal diffusion, thermal radiation, solidification/fusion latent heat, and evaporation latent heat are taken into account in the thermal solver¹³, as given in **Eq-4.6.1**,

$$\rho c_p \left(\frac{\partial T}{\partial t} + T \nabla \cdot \vec{u} \right) = \nabla k \nabla T - h (T - T_0) - \epsilon \sigma (T^4 - T_0^4) + q''_{ij, laser} - q''_{evap} - d \eta_s \Delta H_{fs}$$

Eq-4.6.1

where ρ is the total density, c_p is the heat capacity, u is the flow velocity, k is the thermal conductivity, h is the

convective heat transfer coefficient, ϵ is the emissivity, σ is the Stefan-Boltzmann constant, T_0 is the ambient temperature, q'_{laser} is the laser energy, q''_{evap} is the total evaporation latent heat, η_s is the solid order parameter from the phase field, and ΔH_{ls} is the latent heat of fusion. The terms in **Eq-4.6.1** represent the total heat variation, the heat flux due to liquid/vapor interface flow, diffusion, surface convection, thermal radiation, laser energy, evaporation latent heat and fusion/solidification latent heat. The laser energy may be obtained from the laser ray-tracing module or from the built-in Gaussian and cylindrical models.

A phase-field model is used in the phase-transition and grain solvers¹⁴⁾ with two series of order parameters. The first series describes the phase, e.g. solid η_s , liquid η_l and vapor η_v . The second describes the grains, each initialized with a random orientation. The total free energy F is given in **Eq-4.6.2 - Eq-4.6.4**.

$$F = \int_V \{ g_{phase} + (\eta^s)^2 \cdot g_{grain} + (1 - \eta^s)^2 \sum_{i=1}^{NG} (\eta^{si})^2 + g_{grad} \}, \quad \text{Eq-4.6.2}$$

$$g_{phase} = \rho^2 (\eta^b - 1)^2 \left[(\eta^s - 1)^2 \cdot \Phi(\tau) + (\eta^l - 1)^2 \cdot \Theta(\tau) \right] + (\rho - 1)^2 (\eta^v - 1)^2 + w \sum_{i \neq j} (\eta^i \eta^j)^2, \quad \text{Eq-4.6.3}$$

$$g_{grain} = \frac{1}{4} \sum_{i=1}^{NG} [(\eta^{si})^2 - 1]^2 + \frac{3}{4} \sum_{i < j} (\eta^{si} \eta^{sj})^2 - \frac{NG - 1}{4} \quad \text{Eq-4.6.4}$$

$$g_{grad} = - \sum_{i < j}^4 k_{ij} \nabla \eta^i \cdot \nabla \eta^j - \sum_{i < j}^{NG} k_g \nabla \eta^{si} \cdot \nabla \eta^{sj} \quad \text{Eq-4.6.5}$$

where $\tau = T/T_m$, $\Phi(\tau) \rightarrow 1$ when $\tau < 1$, and $\Phi(\tau) \rightarrow 0$ when $\tau > 1$, and $\Theta(\tau) = 1 - \Phi(\tau)$. Here, k is the gradient energy coefficient, w is the potential coefficient, and ρ is the density. The variation of the non-conservative phase and grain order parameters follows **Eq-4.6.6**, while the variation of the conservative density follows **Eq-4.6.7**. M is the temperature dependent mobility.

$$\frac{\partial \eta}{\partial t} = -M \frac{\delta F}{\delta \eta} \quad \text{Eq-4.6.6}$$

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} = \nabla M \nabla \frac{\delta F}{\delta \rho} \quad \text{Eq-4.6.7}$$

The lattice-Boltzmann model (LBM) proposed by Fakhari *et al.*¹⁵⁾ is used in the fluid-dynamics solver. A strategy for projecting the phase field to the viscosity field is applied on the basis of the continuity of the viscosity flux. It has been shown that this model can simulate the interface of binary fluids with moderate density ratios with high accuracy and stability, and can significantly and systematically reduce the parasitic current across the interface. The LBM for simulating the interface h and the LBM for the hydrodynamics g are defined as

$$h_\alpha(\vec{x} + \vec{e}_\alpha \delta t, t + \delta t) = h_\alpha(\vec{x}, t) - \frac{(h_\alpha(\vec{x}, t) - \bar{h}_\alpha^{eq}(\vec{x}, t))}{\tau_\eta + 1/2} + \vec{F}_\alpha^\eta(\vec{x}, t), \quad \text{Eq-4.6.8}$$

$$g_\alpha(\vec{x} + \vec{e}_\alpha \delta t, t + \delta t) = g_\alpha(\vec{x}, t) + \Omega_\alpha(\vec{x}, t) + \vec{F}_\alpha^g(\vec{x}, t), \quad \text{Eq-4.6.9}$$

where h_α is the phase-field distribution function in the α direction, τ_η is the phase-field relaxation time, and w_α and \vec{e}_α are the weight coefficients and mesoscopic velocity set, respectively. Ω_α is the collision term, and \vec{F}_α^η and \vec{F}_α^g are force terms. More details can be obtained in Ref.¹⁵⁾

Besides the conventional forces in fluid dynamics, the Marangoni force¹⁶⁾ and the recoil-pressure force¹⁷⁾, which are typical forces occurring during laser processing, are also included in the Digital Twin LBM solver, as shown in **Eq-4.6.10** and **Eq-4.6.11**,

$$F_{Ma} = [(\nabla \eta \cdot \nabla \eta) \cdot \nabla T - (\nabla \eta \cdot \nabla T) \cdot \nabla \eta] \cdot \frac{d\sigma}{dT} \quad \text{Eq-4.6.10}$$

$$F_{rec} = 0.54 p_0 \exp\left(\frac{\Delta H_{lv}}{R_v} \cdot \frac{T - T_V}{T}\right) \cdot \nabla \eta \quad \text{Eq-4.6.11}$$

where σ is the surface tension, p_0 is the ambient pressure, ΔH_{lv} is the evaporation latent heat, R_v is the gas constant.

The inputs for powder-scale simulations consist of material parameters, processing parameters, numerical

parameters, and powder-bed and laser parameters. The initial powder-bed conditions for each layer in the powder-scale simulations are obtained from the powder-bed module, and the laser energy distribution, and the degrees of ray absorption and reflection are obtained from the ray-tracing module. The modules are efficiently coupled inside the Digital Twin platform.

Fig. 8 shows the Digital Twin window and simulation results on the powder scale. After AM, a rough surface containing grains could be observed. The color bar denotes the grain orientation. Because of the integration of the thermal, fluid-dynamics, solid/liquid transition, and microstructure evolution solvers, the model explicitly resolves the powder, the pores, and the grain microstructure.

Fig. 9 shows a validation of the porosity predictions by comparing with the measured porosity of 27 samples, each produced with a different combination of laser power, scan

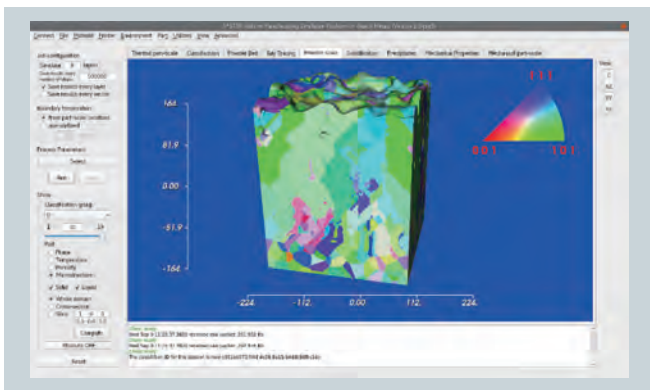


Fig. 8 Digital Twin simulation of laser scan at the powder scale. The integration of thermal, fluid-dynamics, solid/liquid transition, and microstructure evolution solvers allows details concerning the powder, pores, and grain microstructure to be resolved.

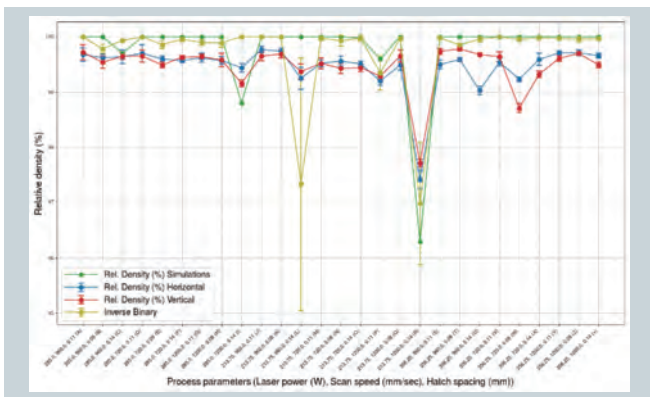


Fig. 9 Validation of porosity predictions by comparison with experimental measurements for 27 samples fabricated with different combinations of laser power, scan speed, and hatch spacing. The blue and red curves show the results of measurements using the Archimedes method. The yellow curve shows the results of measurements using two-dimensional optical microscopy. The green curve shows the simulation results.

speed, and hatch spacing. As can be seen, the porosity predicted by Digital Twin is in good agreement with the measurement results obtained using the Archimedes method¹⁸⁾ and two-dimensional optical microscopy.

The simulation results for the influence of process

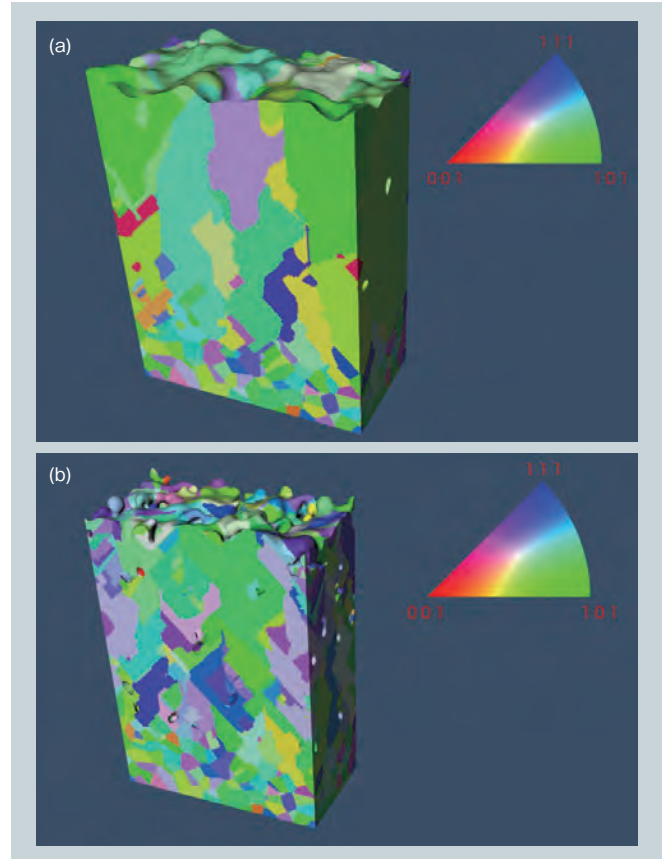


Fig.10 Influence of scan parameters on grain size and shape. (a) microstructure computed for EOS default parameters (laser power 285 W, scan speed 0.96 m/s, hatch spacing 0.11 mm). (b) a smaller grain size, and overall increased grain refinement, is observed using lower energy density parameters, namely a laser power of 218W, a scan speed of 1.2 m/s, and a hatch spacing of 0.14mm.

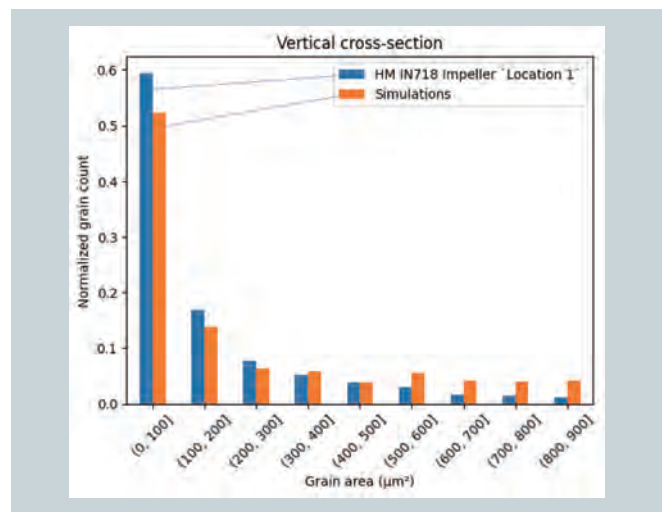


Fig.11 Histogram validation of computed grain size distribution (orange bars) with experimental results for a sample extracted from the impeller component built with Hitachi powder (blue bars).

parameters on grain size and grain shape are shown in **Fig. 10**. A validation histogram for the computed grain size distribution by comparison with experimental results for a sample extracted from an impeller component fabricated using Hitachi powder is shown in **Fig. 11**. The process parameters have an extraordinarily large effect on the grain microstructure, and Digital Twin has the ability to predict and visualize these effects by simulation.

4.7 Solidification at subgrain scale

The microstructure produced during additive manufacturing appears on two different length scales, namely: a) the grain structure with a coarse length scale and b) finer precipitates at a smaller length scale. The columnar grain microstructure is an outcome of the solidification process, and each grain is a collection of cellular structures whose envelope forms the grain boundary. The dynamics of these dendrites is addressed in this section. Since the multicomponent alloy Inconel 718 is computationally complex to simulate, the alloy system is modelled as a pseudo binary alloy with Nb as one component, and with other elements used as the second component.

The microstructural evolution during the solidification process for the IN718 alloy is modeled using the phase-field approach of Wang *et al.*¹⁹⁾. In this method, solidification is modelled using the phase order parameter η and the composition variable c . The phase variable takes a value of 1 for the solid phase and -1 for the liquid phase. The composition evolution is simulated using a supersaturation variable U with respect to the far-field composition c_∞

$$\text{given by } \frac{1}{1 - k_e} \left(\frac{2k_e c / c_\infty}{1 + k_e - (1 - k_e) \eta} - 1 \right).$$

The evolution equations for the order parameter and the U field are given by

$$\begin{aligned} \tau_o a(\hat{n}) \left[1 - (1 - k_e) \frac{z - V_p t}{l_T} \right] \frac{d\eta}{dt} \\ = \nabla \cdot [W(\hat{n})^2 \nabla \eta] + \eta - \eta^3 \\ - \lambda g(\eta) \left[U + \frac{z - V_p t}{l_T} \right] \end{aligned}$$

Eq-4.7.1

and

$$\begin{aligned} \left[\frac{1 + k_e}{2} - \frac{1 - k_e}{2} \eta \right] \frac{dU}{dt} = \nabla \cdot \left(Dq(\eta) \nabla U + \right. \\ \left. a(\hat{n}) W [1 + (1 - k_e) U] \frac{d\eta}{dt} \frac{\nabla \eta}{|\nabla \eta|} \right) \\ - \frac{1}{2} [1 + (1 - k_e) U] \frac{d\eta}{dt} \end{aligned}$$

Eq-4.7.2

respectively. Besides the material parameters, the evolution is dictated by the temperature gradient and the solidification front velocity, which is determined by the macroscopic process conditions. The model uses a fixed temperature gradient approximation with the gradient imposed only along the z direction. This simulates directional solidification along the z axis which is assumed to be the build direction.

The simulation is initiated with periodic boundary conditions and with an initial alloy composition that becomes supersaturated upon undercooling. The thermal gradients and the solidification velocity are obtained from the powder-scale simulation. As the liquid is undercooled, it results in directional solidification with dendritic cells growing along the thermal gradient direction. Since the transformation happens rapidly, the Nb diffusivity is modelled with finite mobility in the liquid phase and zero mobility in the solid phase. When the liquid is cooled below the liquidus temperature, this negligible diffusivity in the solid results in non-equilibrium composition partitioning at the solid-liquid interface, and hence segregation of Nb occurs at the transformation front. The finite diffusivity in the liquid leads to Nb enrichment in the untransformed liquid. In **Fig. 12**, the simulation was initiated with seeds, a thermal gradient of 10^5 K/m, and a solidification velocity of 4 mm/s. The figure shows the order parameter and the composition for early and late stages of evolution. As can be seen, the dendritic cells grow in size as a function of time. Due the rapid transformation, the inter-dendritic region is enriched with Nb as solidification proceeds, due to the non-equilibrium partitioning. A typical length scale of 0.2 μm is chosen for the computational domain with a characteristic time scale of 4.5×10^{-4} s.

Equations 4.7.1-4.7.2 are solved using an explicit finite difference method. The computations in the simulation are performed using parallel code to speed up the calculations.

The MPI parallel programming library was used for this process. For a given 3D domain, the domain is partitioned in all three directions. The input number of partitions (n_x , n_y , n_z) determines the size of the domain handled by individual processors. The total number of processors needed for the simulation is given by $n_x \times n_y \times n_z$.

The solidification tab in the Digital Twin platform hosts this modelling portion, together with the input parameters. The inputs are the temperature gradient and the solidification velocity, which can either be obtained from the powder-scale simulation, or input manually by the user. The composition map is then used as the input for finer-scale microstructure processing and is coupled to the precipitation module.

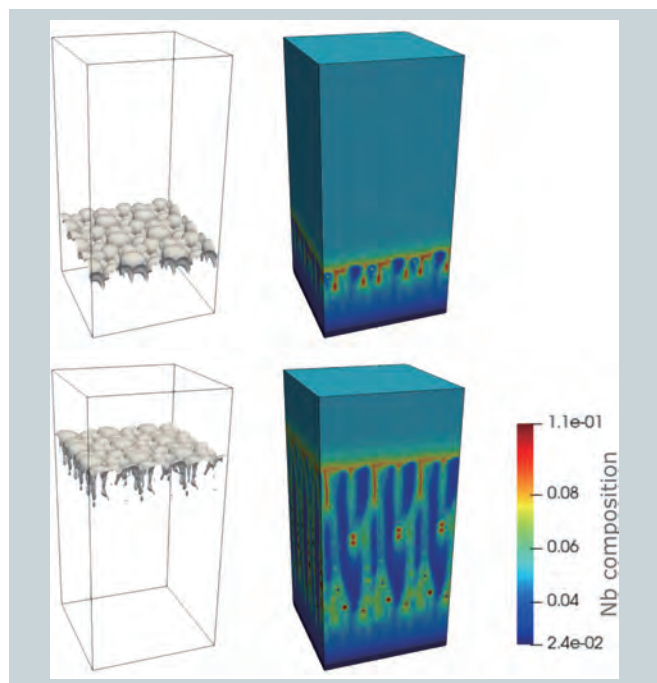


Fig. 12 Three-dimensional simulation of dendritic growth during solidification. The top panel shows the early stage and the bottom panel shows a later stage. The left side shows the surface contours for the dendrites. The right side shows three-dimensional images of the Nb composition estimated using the phase-field model. The Nb enrichment can be observed in the interdendrite regions.

4.8 Simulation of precipitates after solidification

In order to model the mechanical properties of the AM manufactured part, it is also important to incorporate the precipitate phases. The purpose of the solid-state transformation module is to simulate the evolution of precipitate phases in different regions of the as-fabricated part. The typical length scales for precipitate evolution are in the nanometer range. However, the typical sizes of grain and dendritic

regions that are observed during AM are much larger, in the range of several microns. In order to resolve the precipitates, the module adopts the representative volume element (RVE) approach. In order to study precipitate evolution in different regions of the build, RVEs are considered for typical regions of interest, such as bulk regions, grain-boundary regions, dendritic core regions and inter-dendritic regions. These RVEs can have different compositions and thermal histories. The evolution of precipitates for prescribed thermal histories is simulated using the phase-field approach described in detail in the Supplementary Information. To make the model quantitative, we need material properties specific to a given alloy system. The phase-field model is parameterized using the CALPHAD²⁰⁾ approach based on thermodynamic as well as atomic mobility databases.

As an example, the module has been applied to simulate precipitate evolution in the superalloy IN718. Here we focus on the bulk RVE that represents regions deep inside grains, and so γ'' and γ' are the relevant precipitates (δ precipitates form at grain boundaries). A pseudo ternary Ni-Al-Nb thermodynamic model with surrogate compositions was developed and used to approximate the Gibbs energies for the multi-component IN718 alloy. The atomic mobilities were obtained for a true ternary Ni-Al-Nb alloy from the NIST mobility database²¹⁾. The interfacial energies between the parent and product phases were adopted from reference²²⁾, as were the transformation strains. The elastic constants were taken from reference²³⁾.

The first step is to parameterize the nucleation process. This is achieved by multiple simulations using the model described in the Appendix. Isothermal annealing was simulated for a range of temperatures and for different combinations of nucleation parameters. Fig. 13 (a) shows the simulated time-temperature-transformation (TTT) diagram for the γ'' precipitates. For comparison, the experimental TTT curves taken from references²⁴⁾ (solid lines),²⁵⁾ (dashed line) and²⁶⁾ (dotted line) are also presented. It is clear that our simulated TTT curve is in reasonable agreement with the curve in reference²⁴⁾. The precipitate morphologies after 10 h of annealing at 750°C are shown in Fig. 13 (b). Here, the green precipitates are γ' while the remaining are variants of γ'' .

The nucleation parameters used in calculating the TTT

curves in Fig. 13 (a) are assumed to be valid for all non-isothermal processes. The model is then used to compute the continuous cooling transformation (CCT) curves and the associated microstructures. To compute the CCT curve, we performed simulations by decreasing the temperature from 1,180°C to 500°C at different cooling rates. Fig. 13 (c) shows the simulated curve and Fig. 13 (d) shows the final morphology for the slowest cooling rate of 0.0041°C/s. This figure shows that the γ'' precipitates are coarse with plate-like shapes oriented along {100} type planes, while the γ' precipitates are cuboidal.

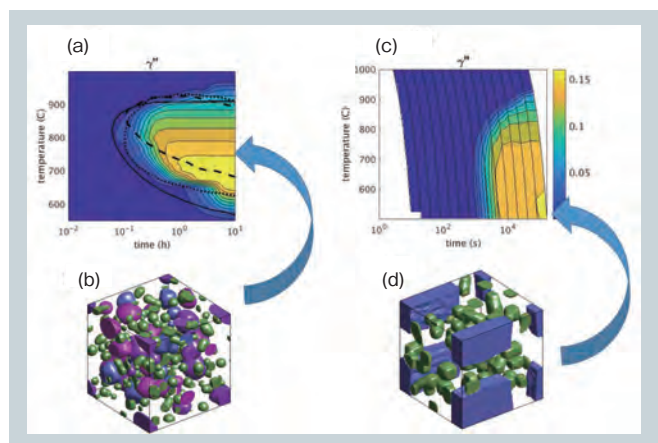


Fig. 13 Calculated TTT diagram for γ'' (a) for the bulk RVE. Experimental TTT curves are displayed for comparison. The solid line in (a) corresponds to the combined $\gamma' + \gamma''$ curve from ²³⁾. The dashed line in (a) corresponds to the combined $\gamma' + \gamma''$ curve from ²⁴⁾. The dotted line in (a) corresponds to the γ'' curve from ²⁵⁾. The precipitate microstructure after 10 hours of isothermal annealing at $T = 750^\circ\text{C}$ is shown in (b). Calculated CCT diagrams for γ'' (c) for the bulk RVE. The precipitate microstructure at the end of continuous cooling at a rate of 0.0041°C/s (d). The microstructures are shown in the basis X || [100]_y, Y || [010]_y, and Z || [001]_y.

4.9 Homogenization of mechanical properties

The aim of homogenization is to obtain the constitutive law for a single material point that represents a polycrystal such as shown in Fig. 8. Here, the self-consistent mean-field approach was employed due to its computational efficiency - the computational time in comparison to the full-field model is reduced from tens of hours to minutes. The self-consistent approximation is a suitable homogenization choice that takes into consideration both the size and shape of the grains. In this approach, each grain is represented by an ellipsoid that best fits the actual shape of the grain through the use of principal component analysis (PCA). The highly elongated grain morphology along the build direction is therefore captured by the large aspect ratio of the principal axis of the ellipsoid.

The homogenization problem for the polycrystal is then simplified into a homogenization problem for ellipsoids embedded in an infinitely large matrix, the properties of which are iteratively searched for. The stress-strain solutions within each inhomogeneity (grain) are obtained through the semi-analytical Eshelby solutions.

The constitutive model for each crystal is described using a rate-independent crystal plasticity model that is largely motivated by reference ²⁷⁾. This model takes into consideration the effect of the precipitates as well as the Hall-Petch effect that results from the pile-up of dislocations at grain boundaries. The homogenization scheme computes the stress-strain curve for each grain and for the matrix itself. The results for one particular RVE and one loading direction are shown in Fig. 14. The bold blue line represents the homogenized stress-strain response of the polycrystal, and the green curves represent the stress-strain response of each grain in the polycrystal. The Young's modulus, yield stress and hardening coefficient are then predicted and passed to the mechanical solver.

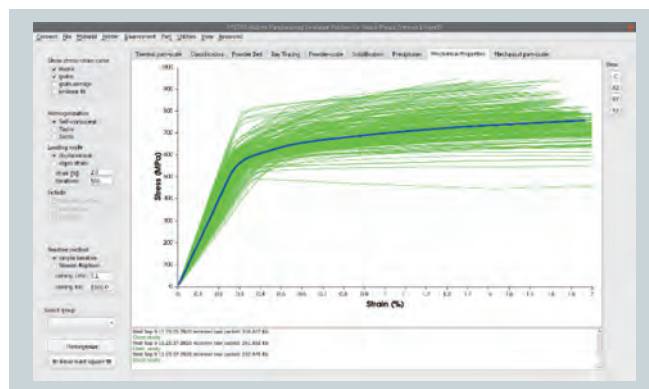


Fig. 14 Statistical crystal plasticity calculation based on the microstructure shown in Fig. 8 Using PCA, the microstructure is post-processed into a set of ellipsoids that best fit the shape and size of each grain. A self-consistent homogenization scheme is then used to calculate the mechanical response of each grain, as well as the homogenized response of the microstructure. The green curves show the response of each grain, the blue curve shows the self-consistent response of the microstructure, and the black curve shows a bi-linear least squares fit.

4.10 Mechanical solver at part scale

Prediction of the residual stresses in 3D printed components is of the utmost importance as they directly correlate with the overall distortion and/or cracking failures. The origin of high stress concentrators may be attributed to geometrical features (such as sharp edges) as well as to the sharp gradients in grain microstructure and mechanical properties across the component.

Mechanical simulations with varying material properties are therefore essential for assessing the effect of both factors in order to find viable solutions and optimize the printing process parameters and the scan-path strategy.

Here, a thermo-mechanical analysis is performed using the simpler inherent-strain finite element approach. The locations of reference elements with the local material properties computed using the lower-level powder-scale simulations are identified from the classification calculations described in Section 4.3. The mechanical properties corresponding to the grain microstructure are predicted from the mean-field self-consistent homogenization model discussed in Section 4.9. These include the Young's modulus E , the Poisson ratio ν , the yield stress σ_y , the inherent strain ϵ^{inh} and the hardening coefficient h . The stress-strain curves obtained using the homogenization model are then least-squares fitted with a bi-linear curve that represents the elasto-plastic behavior at the component scale. The stress σ and strain ϵ fields are derived from the displacement field u through the simple constitutive law:

$$\sigma = C : \epsilon^{el} = C : (\epsilon - \epsilon^{inh} - \epsilon^p) \quad \text{Eq-4.10.1}$$

where ϵ^{el} is the elastic strain, ϵ is the total strain tensor $\epsilon_{ij} = 1/2 (\partial u_i / \partial x_j + \partial u_j / \partial x_i)$ in which $u = (u_x, u_y, u_z)$ is the displacement field vector and x is the position vector. Here, C is the tensor of elastic constants, the components of which depend on E and ν , and ϵ^p is the plastic strain tensor.

The displacement field u is solved using the same finite element mesh as the one generated for the thermal solver (see Fig. 3). The finite element solution is found by minimizing the total strain energy functional W :

$$W = \frac{1}{2} (\epsilon - \epsilon^p - \epsilon^{inh}) : C : (\epsilon - \epsilon^p - \epsilon^{inh}) \quad \text{Eq-4.10.2}$$

Minimization of this functional (within the FE framework) leads to a system of linear equations $Ku = F$, where K is the global stiffness matrix and F is the global vector of nodal forces.

The finite element mesh in the simulation is assembled in a layer-by-layer fashion. A snapshot of the simulation

is presented in Fig. 15, which shows (in (a) panel) the displacement field u_x component midway through the build and (in (b) panel) the overall deformation of the fabricated component at the end of the simulation, where the colors represent the norm of the displacement field

$$|u| = \sqrt{u_x^2 + u_y^2 + u_z^2}.$$

The deformation of the component in Fig. 15 is purposely magnified forty times in order to better visualize the bulging of the impeller edges. It can be seen that the support structure that is shown as transparent is more compliant. Here, the support structure is modeled as a solid continuum (without resolving its complex lattice-like structure) with the material properties, specifically stiffness, scaled down by a user-defined factor.

The computed fields that can be visually outputted and analyzed from this simulation include the displacement (u_i), the stress (σ_{ij}), the total strain (ϵ_j), and the equivalent plastic strain $\bar{\epsilon}^p$.

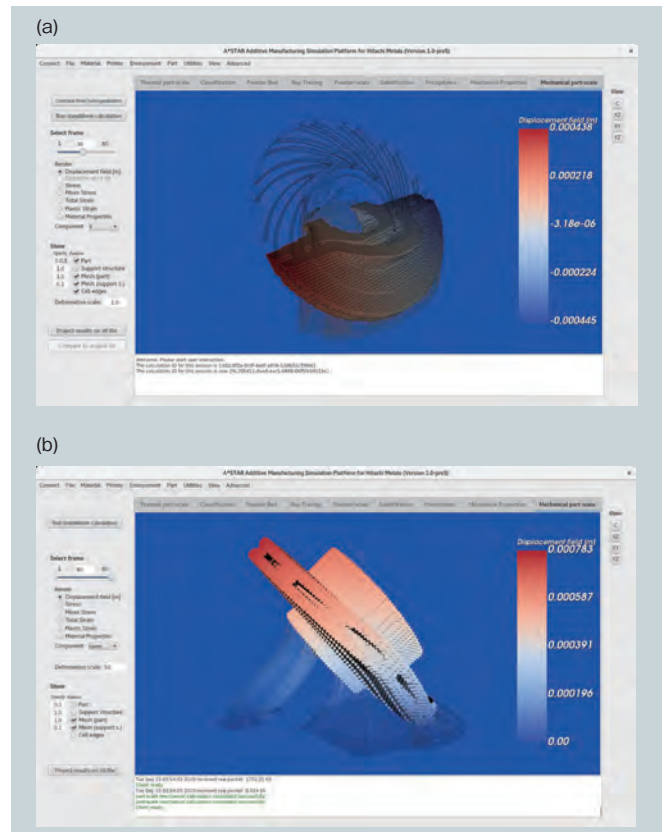


Fig. 15 Mechanical calculation of component distortion and residual stress at part scale. The calculation utilizes the mechanical properties computed by the homogenization scheme, and the intrinsic strain from thermal cooling. (a) displacement field midway through the build, together with the original component and support structures. (b) final distorted shape magnified forty times, showing large deformation of the support structures, as well as forward bending of the impeller sides.

5. Conclusions

In conclusion, we have developed a truly integrated multiscale simulation platform for powder-bed fusion additive manufacturing which addresses the thermal history at the part scale, classification in key regions, melt-pool dynamics, explicit pore resolution, microstructure, solidification, precipitates, mechanical properties, distortion and residual stresses. Through this integration, the platform is able to address challenges beyond individual length or time scales, such as how the thermal history at the part scale influences the local mechanical properties. As we continue our fruitful collaboration with Hitachi, we are eager to apply the Digital Twin platform to a variety of industrial problems, and support Hitachi's business growth.

6. Acknowledgments

We would like to acknowledge fruitful and engaging discussions with the Hitachi team of Yusaku Maruno and Kosuke Kuwabara.

References

- 1) Terry Wohlers, "Wohlers Report," Wohlers Associates, Fort Collins, CO, USA, 2020.
- 2) D. M. Dietrich, M. Kenworthy and E. A. Cudney, Additive Manufacturing Change Management: Best Practices, CRC Press, 2019.
- 3) Jabil, "DfAM: Redesigning How We Think About Manufacturing," 2020. [Online]. Available: <https://www.jabil.com/capabilities/additive-manufacturing/design-for-additive-manufacturing.html>. [Accessed October 2020].
- 4) Aerospace Manufacturing, "All change for heat exchange production," 29 September 2020. [Online]. Available: <https://www.aero-mag.com/all-change-for-heat-exchange-production/>.
- 5) "Materialise Magics Product Information," [Online]. Available: <https://www.materialise.com/en/software/magics/product-information>.
- 6) M. A. Heroux, R. A. Bartlett, V. E. Howle, R. J. Hoekstra, J. J. Hu, T. G. Kolda, R. B. Lehoucq, K. R. Long, R. P. Pawlowski, E. T. Phipps, A. G. Salinger, H. K. Thornquist, R. S. Tuminaro and e. al, "An overview of the Trilinos project," *ACM Transactions on Mathematical Software*, vol. 31, no. 3, 2005.
- 7) C. Kloss, C. Goniva, A. Hager, S. Amberger and S. Pirker, "Models, algorithms and validation for opensource DEM and CFD-DEM," *Progress in Computational Fluid Dynamics*, vol. 12, no. 2-3, pp. 140-152, 2012.
- 8) A. D. Renzo and F. P. D. Maio, "Comparison of Contact-force Models for the Simulation of Collisions in DEM-based Granular Flow Codes," *Chem. Eng. Sci.*, vol. 59, pp. 525-541, 2004.
- 9) A. D. Renzo and F. P. D. Maio, "An Improved Integral Non-linear Model for the Contact of Particles in Distinct Element Simulations," *Chem. Eng. Sci.*, vol. 60, pp. 1303-1312, 2005.
- 10) C. D. Boley, S. A. Khairallah and A. M. Rubenchik, *App. Opt.*, vol. 54, p. 2477, 2015.
- 11) A. Rubenchik, S. Wu, S. Mitchell, I. Golosker, M. Leblanc and N. Peterson, *App. Opt.*, vol. 54, p. 7230, 2015.
- 12) L. Yang, K. Hsu, B. Baughman, D. Godfrey, F. Medina, M. Menon and S. Wiener, Additive Manufacturing of Metals: The Technology, Materials, Design and Production, Springer, 2017.
- 13) M. Bayat, A. Thanki, S. Mohanty, A. Witvrouw, S. Yang, J. Thorborg, N. Skat Tiedje and J. Henri Hattel, "Keyhole-induced porosities in Laser-based Powder Bed Fusion (L-PBF) of Ti6Al4V: High-fidelity modelling and experimental validation," *Additive Manufacturing*, vol. 30, p. 100835, 2019.
- 14) L.-X. Lu, N. Sridhar and Y.-W. Zhang, "Phase field simulation of powder bed-based additive manufacturing," *Acta Materialia*, vol. 144, pp. 801-809, 2018.
- 15) A. Fakhari, T. Mitchell, C. Leonardi and D. Bolster, "Improved locality of the phase-field lattice-Boltzmann model for immiscible fluids at high density ratios," *Phys. Rev. E*, vol. 96, p. 053301, 2017.
- 16) D. Höche, S. Müller, G. Rapin, M. Shinn, E. Remdt, M. Gubisch and P. Schaaf, "Marangoni Convection during Free Electron Laser Nitriding of Titanium," *Metallurgical and Materials Transactions B*, vol. 40, p. 497-507, 2009.
- 17) H. E. Cline and T. R. Anthony, "Heat treating and melting material with a scanning laser or electron beam," *Journal of Applied Physics*, vol. 48, p. 3895, 1977.
- 18) A. B. Spierings, M. Schneider and R. Eggenberger, "Comparison of Density Measurement Techniques for Additive Manufactured Metallic Parts," *Rapid Prototyping Journal*, vol. 17, pp. 380-386, 2011.
- 19) T. X. Wang, P. Liu, Y. Ji, Y. Liu, M. Horstemeyer and L. Chen, "Investigation on Microsegregation of IN718 Alloy During Additive Manufacturing via Integrated Phase-Field and Finite-Element Modeling," *J. Mater. Eng. Perform.*, vol. 28, p. 657, 2019.
- 20) K. Wu, F. Zhang, S. Chen, W. Cao and Y. Chang, "A Modeling Tool for the Precipitation Simulations of Superalloys During Heat Treatments," in *Proceedings of the International Symposium on Superalloys*, 2008.
- 21) N. m. dataset, NIST, [Online]. Available: <https://materialsdata.nist.gov/handle/11256/942>.
- 22) N. Zhou, D. C. Lv, H. Zhang, D. McAllister, F. Zhang, M. J. Mills and Y. Wang, "Computer simulation of phase transformation and plastic deformation in IN718," *Acta Materialia*, vol. 60, pp. 270-286, 2014.

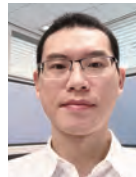
- 23) "The Materials Project," [Online]. Available: <https://materialsproject.org/>.
- 24) R. G. Thomson, J. Dobbs and D. Mayo, "The effect of heat treatment in microfissuring in Alloy 718," *Weld J.*, pp. 299-304, 1986.
- 25) A. Oradei-Basile and J. F. Radavich, "A current TTT diagram for wrought alloy 718," in *Superalloys 718,625 and various derivatives*, TMS, 1991, pp. 325-335.
- 26) H. Chandler, *Heat Treater's Guide: Practices and Procedures for Nonferrous Alloys*, USA: ASM International, 1996.
- 27) S. Ghorbanpour, M. Zecevic, A. Kumar, M. Jahedi, J. Bicknell, L. Jorgensen, I. Beyerlein and M. Knezevic, "A crystal plasticity model incorporating the effects of precipitates in superalloys: Application to tensile, compressive, and cyclic deformation of Inconel 718," *International Journal of Plasticity*, vol. 99, pp. 162-185, 2017.
- 28) S. G. Kim, W. T. Kim and T. Suzuki, "Phase field model for binary alloys," *Phys. Rev. B*, vol. 60, pp. 7186-7197, 1999.
- 29) J. D. Robson, M. J. Jones and P. B. Prangnell, "Acta Materialia," *Extension of the N-model to predict competing homogeneous and heterogeneous nucleation*, vol. 51, pp. 1453-1468, 2003.
- 30) J. Svodoba, F. Fischer, P. Fratzl and E. Koztechnik, "Modeling of kinetics in multi-component multi-phase systems with spherical precipitates I: Theory," *Materials Science and Engineering A*, vol. 385, pp. 166-174, 2004.



Ming Wei
Institute of High Performance Computing
Agency for Science, Technology and Research (A* STAR)



Kewu Bai
Institute of High Performance Computing
Agency for Science, Technology and Research (A* STAR)



Kun Wang
Institute of High Performance Computing
Agency for Science, Technology and Research (A* STAR)



Ramanarayan Hariharaputran
Institute of High Performance Computing
Agency for Science, Technology and Research (A* STAR)



Rajeev Ahuwalla
Institute of High Performance Computing
Agency for Science, Technology and Research (A* STAR)



Guglielmo Vastola
Institute of High Performance Computing
Agency for Science, Technology and Research (A* STAR)



Yong-Wei Zhang
Institute of High Performance Computing
Agency for Science, Technology and Research (A* STAR)



Jakub Mikula
Institute of High Performance Computing
Agency for Science, Technology and Research (A* STAR)



Robert Laskowski
Institute of High Performance Computing
Agency for Science, Technology and Research (A* STAR)



Ling Dai
Institute of High Performance Computing
Agency for Science, Technology and Research (A* STAR)



Wenjun Ding
Institute of High Performance Computing
Agency for Science, Technology and Research (A* STAR)

磁区制御型低損失Fe基アモルファス合金「MaDC-A™」の開発

Development of Magnetic Domain Controlled Low Iron Loss Fe-Based Amorphous Alloys “MaDC-A™”

板垣 肇*

Hajime Itagaki

黒木 守文*

Morifumi Kuroki

伊藤 直輝*

Naoki Ito

佐々木 淳**

Makoto Sasaki

* 日立金属株式会社
機能部材事業本部

Advanced Components and Materials
Division, Hitachi Metals, Ltd.

** 日立金属株式会社
技術開発本部

Technology, Research and Development
Division, Hitachi Metals, Ltd.

レーザースクライブ処理により磁区構造を制御したFe基アモルファス合金 MaDC-A™ (Magnetic Domain Controlled-Amorphous Alloys: マードックエー) を開発した。MaDC-A 薄帯を用いた鉄心は、一軸の誘導磁気異方性を維持しつつ、磁区を適切に細分化させることで皮相電力を増加させず、日立金属の現行製品であるFe基アモルファス合金薄帯 Metglas® 2605HB1M を用いた鉄心に比べ30%を超える鉄損低減を実現した。MaDC-A は、配電用変圧器の鉄心材料として、その高効率化に大きく寄与し、省エネルギー化や地球温暖化防止など環境負荷低減に貢献できると考えられる。

A new Fe-based amorphous alloy, MaDC-A™ (Magnetic Domain Controlled - Amorphous Alloys) has been developed by controlling the magnetic domain structure using a laser scribing technique. The iron loss is reduced by over 30% in a MaDC-A core compared with that of conventional Fe-based amorphous alloy cores maintaining low exciting power. MaDC-A is suitable for highly energy efficient distribution transformers and will contribute to energy savings.

● Key Words : 磁区制御, 低損失, Fe基アモルファス合金

● Production Code : MaDC-A™

● R&D Stage : Mass production

1. 緒言

地球温暖化対策としてCO₂排出量削減が求められており、配電用変圧器においても省エネルギー化が喫緊の課題となっている。日本では、電力会社向けを除く油入変圧器およびモールド変圧器に対して損失上限を定めた規格が定められ、これらはトップランナー変圧器と呼ばれている。世界各国での変圧器規格として、日本のトップランナー規格(JIS C4304:2013およびJIS C4306:2013)、米国のDOE規格(US Department of Energy 10 CFR Part 431.196)、EU規格(Commission Regulation(EU) No.548/2014)、中国国家規格(GB20052-2013)、インド規格(IS 1180(Part 1):2014)等があり、定期的にエネルギー効率が高効率化する方向に改定され、その規格に適合する低損失な鉄心材料の開発が求められている¹⁾。

Fe基アモルファス合金は、結晶磁気異方性が無いため、鉄損が方向性電磁鋼板より著しく小さいという特長を持ち、配電用変圧器の待機電力(励磁に伴う無負荷損)を小さくできる^{1), 2)}。配電変圧器用鉄心としてのFe基アモルファス合金薄帯は、1980年代に米国においてMetglas®の商標で商品化され、その薄帯を鉄心に用いた配電用変圧器の実用化が始まった。日立金属では、2020年現在、組成改良したMetglas2605SA1(以下、2605SA1と略称)、

さらに飽和磁束密度を高めたMetglas2605HB1M(以下、2605HB1Mと略称)を量産しており^{1), 2), 3)}、主に配電用変圧器の鉄心材料として使用されている。

配電用変圧器に用いられるFe基アモルファス合金の鉄損は、ヒステリシス損失および渦電流損失から成り、渦電流損失が半分以上を占める。Fe基アモルファス合金の板厚は25 μm程度と薄いため、古典的渦電流損失は無視できるほど小さく、その大部分は磁区構造に起因する異常渦電流損失である⁴⁾。この理由は、Fe基アモルファス合金では、変圧器用途に適するように磁界中熱処理して一軸の誘導磁気異方性を付与しているため、磁区幅が大きいため、交流で励磁された場合に磁壁の移動距離が大きくなるからである。この異常渦電流損失を低減するためには、磁区を細分化することが有効であり、これまで、Fe基アモルファス合金薄帯にレーザースクライブ処理を施すことで、磁区を細分化し、鉄損を低減したという報告がされているが^{5), 6), 7)}実用化には至っていない。

本稿では、商用生産可能な独自開発したレーザースクライブ処理により磁区を細分化させた、MaDC-A™薄帯の磁区構造と鉄損、皮相電力の関係について述べる。また、MaDC-A 薄帯を用いた配電変圧器用のモデル巻鉄心の試作評価を行った結果についても報告する。

2. Fe 基アモルファス合金薄帯の鉄損と磁区構造

2.1 現行製品における磁区制御とその課題

Fe 基アモルファス合金薄帯は、一般的に単ロール液体急冷法と呼ばれる超急冷技術により製造されている⁸⁾。本製法では、連続的にノズルから一定量の熔融金属を冷却ロール表面に噴出することで、アモルファス合金薄帯が得られる。この時、熔融金属を 10⁶ K/sec 以上に超急冷することで、結晶の核生成・成長を抑制し、結晶化させることなく薄帯化させている。

図 1 に、単ロール液体急冷法により作製された Fe 基アモルファス合金薄帯の外観写真を示す。公称板厚は 25 μm、標準幅は 142 mm、170 mm および 213 mm である。

図 2 に、単ロール液体急冷法により作製された現行量産品である 2605HB1M 薄帯の自由面側（単ロール液体急冷法で薄帯を製造する時、冷却ロールに接しない薄帯面）の表面写真を示す。

この薄帯の自由面には波目状の不均一な凹凸模様が形成されている⁹⁾。この模様は磁区の細分化を狙って、急冷凝固される溶湯の表面張力の固有振動により形成させたものである。

図 3 に、磁気カー効果を利用して撮影した、薄帯の長手方向への磁界中熱処理後の 2605HB1M 薄帯の消磁状態における磁区構造写真を示す。

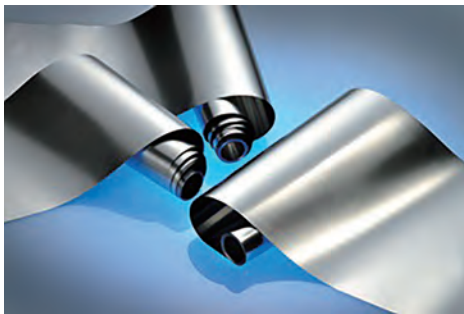


図 1 Fe 基アモルファス合金薄帯（公称板厚：25 μm、標準幅：142 mm、170 mm および 213 mm）

Fig.1 Fe-based amorphous alloy strips (nominal thickness: 25 μm, standard widths: 142 mm, 170 mm, 213 mm)

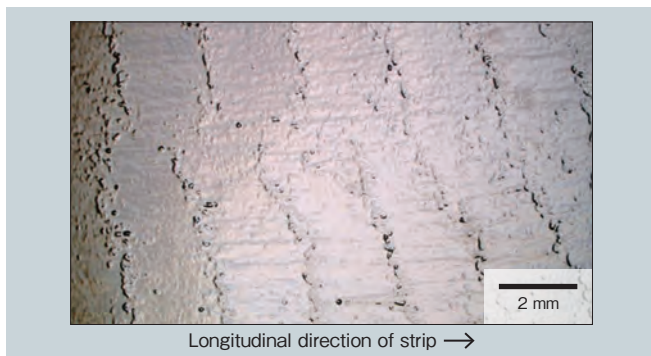


図 2 2605HB1M 薄帯の自由面側の表面写真

Fig.2 Free surface of 2605HB1M strip

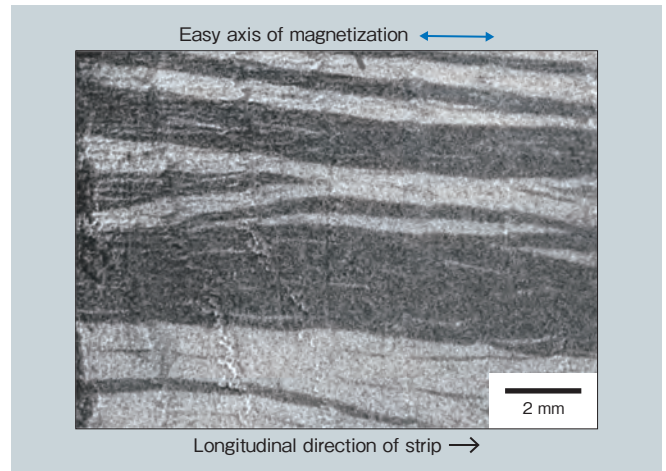


図 3 磁界中熱処理後の消磁状態における 2605HB1M 薄帯の磁気カー効果による磁区構造写真

Fig.3 Magneto-optical Kerr effect image of 2605HB1M strip after magnetic field annealing (demagnetized state)

白色部と黒色部は磁区を表しており、その境界が磁壁である。2605HB1M 薄帯の磁区幅は、狭いものから約 4 mm と広いものまで存在し、磁壁に湾曲した部分が見られる。

このように、現行製品である 2605HB1M 薄帯では、製造時に薄帯表面に凹凸を意図的に形成することにより、磁区を細分化させて渦電流損失の低減を図っている。しかし、凹凸の不均一さにより漏れ磁束が乱れ、磁区構造が不均一となるため磁気特性の制御が難しいという課題があった。

2.2 磁区構造と鉄損

本項では、磁区構造を考慮した鉄損に関する理論を引用し、磁区細分化による鉄損低減について説明する。

磁性体の鉄損 (P) は、一般にヒステリシス損失 (P_h) と渦電流損失 (P_e) に分離して表すことができ、さらに渦電流損失は、古典的渦電流損失 (P_{ce}) と異常渦電流損失 (P_{ae}) に分離することができるため、以下のように表せる。

$$\begin{aligned} P &= P_h + P_e \\ &= P_h + (P_{ce} + P_{ae}) \text{ [W/kg]} \end{aligned} \quad (1)$$

特に、板状の試料形状の場合には、渦電流損失の項は下記のように表せることが知られている^{10), 11)}。

$$P_{ce} = \frac{10^{-3} \pi^2}{6} \frac{(d \cdot B_m)^2}{\rho \cdot \gamma} \cdot f^2 \quad (2)$$

$$P_{ae} \propto \frac{2L}{d} \quad (3)$$

ここで、 f は周波数、 d は薄帯の厚さ、 B_m は磁束密度、 ρ は抵抗率、 γ は密度、 $2L$ は磁区幅である。磁界中熱処

理を行った 2605HB1M の単板の磁束密度 1.4 T、周波数 50 Hz における、鉄損 (P) は約 0.090 W/kg である。この時のヒステリシス損失 (P_h) は、直流ヒステリシスループで囲まれる内部面積に周波数 (f) を乗じて求めることができ、その値は約 0.035 W/kg となる。式 (2) より計算した古典的渦電流損失 (P_{ce}) は約 0.0006 W/kg となり、鉄損 (P) からヒステリシス損失 (P_h) と古典的渦電流損失 (P_{ce}) を引くことで、異常渦電流損失 (P_{ae}) は約 0.055 W/kg であることが分かる。すなわち、商用周波数 (50 ~ 60 Hz) において古典的渦電流損失 (P_{ce}) は、他の 2 項に比べ極めて小さいことから、Fe 基アモルファス合金薄帯の場合には、式 (1) は下記のように簡略化できる。

$$P = P_h + P_{ae} \quad (1)'$$

式 (1)' の鉄損を構成する 2 項のうち、異常渦電流損失 (P_{ae}) は鉄損の半分以上を占め、磁区幅 ($2L$) に比例する。鉄損低減には磁区の細分化が有効であることが分かる。

2.3 磁区細分化手法

方向性電磁鋼板における磁区細分化技術はすでに実用化されている。磁区細分化の手法として、レーザースクライブまたはプラズマ処理により材料に応力を付与する方法や材料表面に機械的な溝を付ける方法がある^{12), 13)}。これらの手法は、その後の加工プロセスによって使い分けられている。

Fe 基アモルファス合金薄帯においても、溝加工やレーザースクライブによる磁区細分化が 30 年前より研究されてきた^{4), 5), 6)}。溝加工については、薄帯の薄さゆえ機械的に安定した溝を付けることが難しく、また、表面の溝により漏れ磁束が発生し、磁気飽和しづらくなる。一方でレーザースクライブは、レーザエネルギーの調整により、表面形状への影響を抑えつつ、応力を付与することが可能であり、漏れ磁束を抑えつつ、均一な磁区の細分化が可能である¹⁴⁾。

液体急冷法により製造された Fe 基アモルファス合金薄帯は、内部応力を緩和し、一軸の誘導磁気異方性を付与するために、300 ~ 400°C の温度で磁界中熱処理を必要とする。また、Fe 基アモルファス合金薄帯は主に配電用変圧器の巻鉄心に使用されるため、その巻き応力によりレーザースクライブで付与した応力が相殺されることが考えられる。そのため、Fe 基アモルファス合金薄帯へのレーザースクライブは、表面形状の変化を抑えつつ、熱処理後の巻鉄心にレーザースクライブによる応力が残存していることが重要である。

3. Fe 基アモルファス合金薄帯の磁区制御

3.1 レーザースクライブによる磁区細分化

2.1 項において説明したように、2605HB1M 薄帯では、表面に凹凸を意図的に形成して、磁区を細分化させて渦電流損失の低減を図っているが、磁区幅が均一に揃っていない課題があることを述べた。したがって、MaDC-A の開発では、表面粗度を改善した Fe 基アモルファス合金薄帯を準備し、その薄帯表面にレーザースクライブ処理を施した。

図 4 に、Fe 基アモルファス合金薄帯の自由面側のレーザースクライブ処理前後の X 線回折パターンを示す。どちらの試料でも、アモルファス構造に特有のハローパターンが得られ、レーザースクライブによって結晶化は起きていないことが確認できた。

図 5 に、レーザースクライブ処理有無による Fe 基アモルファス合金薄帯の自由面側の表面写真を示す。図 2 に示した 2605HB1M 薄帯の表面写真と比較すると、本 Fe 基アモルファス合金薄帯では凹凸が相当程度改善されていることが確認できる。線状に見える部分がレーザースクライブ部分で、その間隔は 20 mm および 2 mm である。

図 6 に、これらの試料の磁界中熱処理後の消磁状態における磁気カー効果による磁区構造写真を示す。レーザースクライブ処理を行っていない試料の磁区幅は約 6 mm であり、その磁区は反平行に揃っている。レーザースクライブ処理を行った試料は、磁界中熱処理後も磁区の細分化が維持され、レーザースクライブ間隔 20 mm では、処理していない場合に比べ磁区幅は約 1/3、スクライブ間隔 2 mm では磁区幅は約 1/10 に細分化し、反平行に配列していることが確認できた。

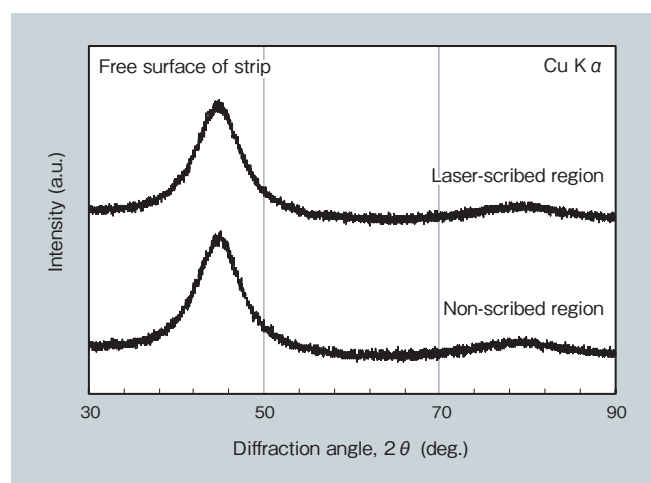


図 4 Fe 基アモルファス合金薄帯 (自由面側) のレーザースクライブ部分と未処理部分の X 線回折パターン

Fig.4 X-ray diffraction patterns for laser-scribed and non-scribed regions of free surface of Fe-based amorphous alloy strip

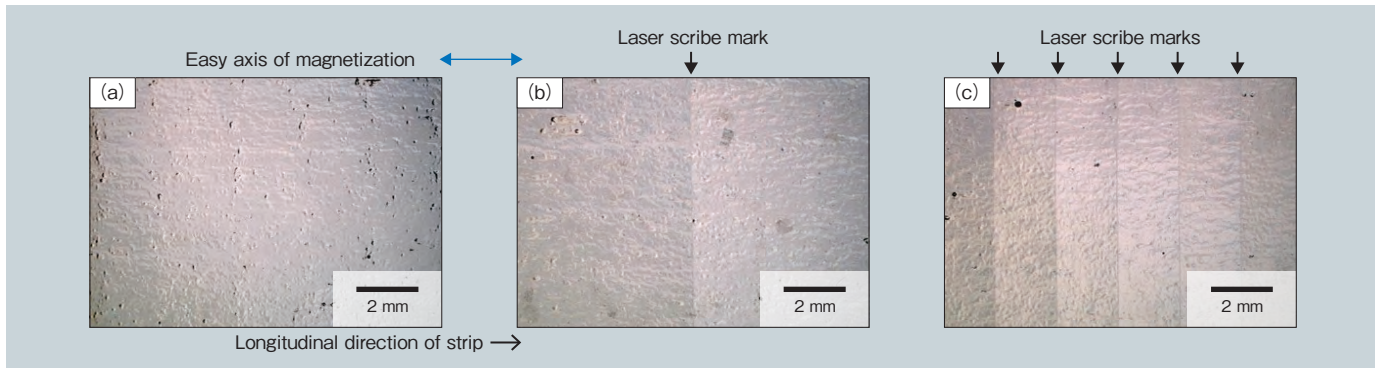


図5 Fe 基アモルファス合金薄帯の自由面側の表面写真 (a) 未処理 (b) スクライブ 20 mm 間隔 (c) スクライブ 2 mm 間隔
 Fig.5 Free surface of Fe-based amorphous alloy strips (a) non-scribed, (b) scribe spacing of 20 mm, and (c) scribe spacing of 2 mm

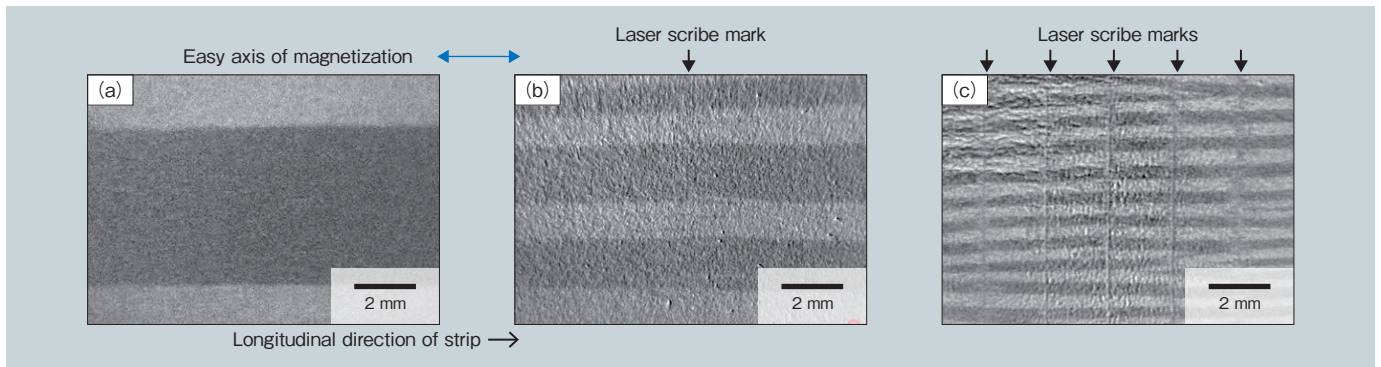


図6 レーザースクライブ処理有無の消磁状態における Fe 基アモルファス合金薄帯の磁気カー効果による磁区構造写真 (a) 未処理 (b) スクライブ 20 mm 間隔 (c) スクライブ 2 mm 間隔
 Fig.6 Magneto-optical Kerr effect images of Fe-based amorphous alloy strips (demagnetized state) (a) non-scribed, (b) scribe spacing of 20 mm, and (c) scribe spacing of 2 mm

3.2 単板での鉄損, 皮相電力評価

図7に、周波数 50 Hz における鉄損の磁束密度依存性を示す。磁束密度 1.0 ~ 1.5 T において、レーザースクライブ処理を行った試料の鉄損は、未処理材に対して大幅に低減し、磁束密度 1.4 T、周波数 50 Hz における未処理材の鉄損 0.110 W/kg に対し、スクライブ間隔 20 mm の鉄損は 0.072 W/kg と約 35% 低減、スクライブ間隔 2 mm の鉄損は 0.046 W/kg と約 60% の低減を示した。3 試料ともにヒステリシス損失は直流ヒステリシスループの測定から約 0.035 W/kg と得られたため、磁束密度 1.4 T、周波数 50 Hz における異常渦電流損失 (鉄損 - ヒステリシス損) を計算すると、未処理材 (磁区幅 6 mm) では 0.075 W/kg、スクライブ間隔 20 mm (磁区幅 2 mm) では 0.037 W/kg、スクライブ間隔 2 mm (磁区幅 0.6 mm) では 0.011 W/kg となり、異常渦電流損失は、磁区幅を細分化することにより低下することが確認できた。

図8に、周波数 50 Hz における皮相電力の磁束密度依存性を示す。皮相電力は、レーザースクライブ間隔 20 mm では、磁束密度 1.45 T までは未処理材と同等、またはそれ以下の皮相電力である。一方で、レーザースクライブ間隔 2 mm で皮相電力が増大している。これは、図6 (c)

に示すように、レーザースクライブ数を増やすと、レーザースクライブ付近での磁束の漏れにより、磁区の乱れが生じるため、ヒステリシスループの角型性が悪くなったことが原因と考えられる。

以上の結果より、配電用変圧器用途を想定した場合、鉄損、皮相電力、および量産性を考慮すると、レーザースクライブ間隔としては 20 mm が適切であり、本加工を施した Fe 基アモルファス合金薄帯を MaDC-A と名付けた。

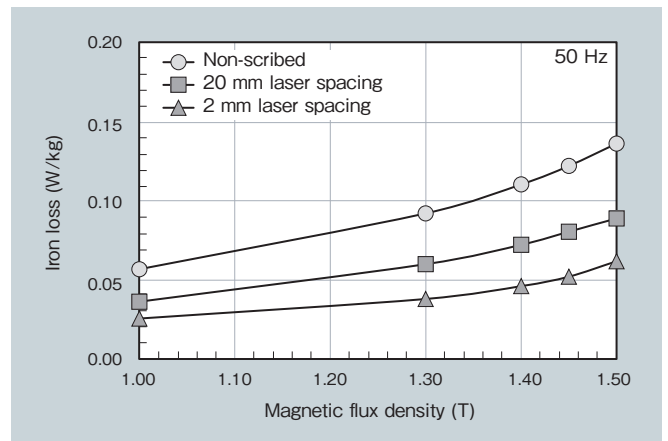


図7 レーザースクライブ処理による Fe 基アモルファス合金薄帯の鉄損の磁束密度依存性
 Fig.7 Magnetic flux density dependence of iron loss for Fe-based amorphous alloy strips with/without laser scribing

表1に、現有製品である2605HB1M薄帯および開発製品のMaDC-A薄帯の周波数50 Hz、磁束密度1.3 Tおよび1.4 Tの鉄損および皮相電力の単板の典型的な値を示す。薄帯は磁界中熱処理（薄帯長手方向に3,000 A/mの磁界印加）を施した後、アモルファス金属単板磁気特性試験方法（JIS H 7152-1996）に従って測定した。MaDC-A薄帯は、2605HB1M薄帯対比で皮相電力を増加させずに約20%以上鉄損が低下することが確認できた。

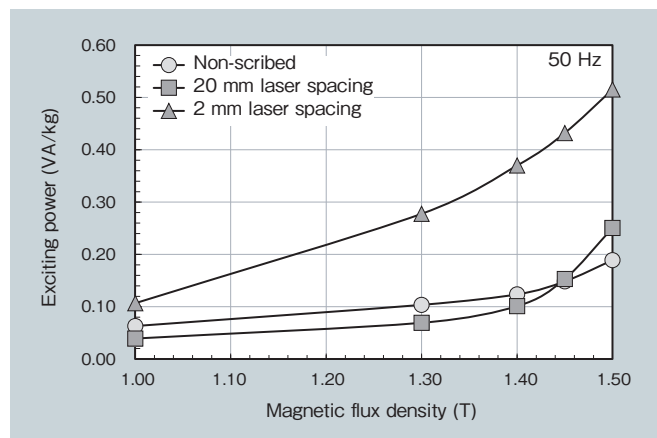


図8 レーザスクライプ処理によるFe基アモルファス合金薄帯の皮相電力の磁束密度依存性
Fig. 8 Magnetic flux density dependence of exciting power for Fe-based amorphous alloy strips with/without laser scribing

表1 MaDC-ATMおよび2605HB1M薄帯の鉄損および皮相電力
Table 1 Iron loss and exciting power for MaDC-ATM and 2605HB1M strips

Exciting condition	Iron loss (W/kg)		Exciting power (VA/kg)	
	2605HB1M	MaDC-A TM	2605HB1M	MaDC-A TM
1.3 T, 50 Hz	0.075	0.060	0.081	0.069
1.4 T, 50 Hz	0.090	0.072	0.104	0.101

4. 配電変圧器用巻鉄心の特性評価

MaDC-A薄帯および現行量産の2605HB1M薄帯を使用して単相10 kVA配電変圧器用のモデル巻鉄心を試作し、その磁気特性を評価した。巻鉄心は図9に示すように、薄帯を複数枚積層した積層体をU字型に曲げ、その両端部をオーバーラップ巻きする構成である。成形した巻鉄心は磁界中熱処理（磁路方向に800 A/mの磁界印加）し、鉄心脚部をエポキシ樹脂で固めた。

図10に、MaDC-A薄帯で作製した巻鉄心と2605HB1M薄帯で作製した巻鉄心を、二巻線法により磁束正弦波条件で測定した場合の周波数50 Hzにおける鉄損の磁束密度依存性を示す。また、図11に、これら巻鉄心の周波数50 Hzにおける皮相電力の磁束密度依存性を示す。磁束

密度1.0～1.5 Tの範囲において、MaDC-A薄帯を用いた巻鉄心は、2605HB1M薄帯の巻鉄心に比べ鉄損が30%以上低減されている。また、磁束密度1.0～1.5 Tの範囲において、MaDC-Aを用いた巻鉄心は、2605HB1Mの巻鉄心より低い皮相電力となる。適切な間隔でレーザスクライプ処理したMaDC-Aでは、一軸の誘導磁気異方

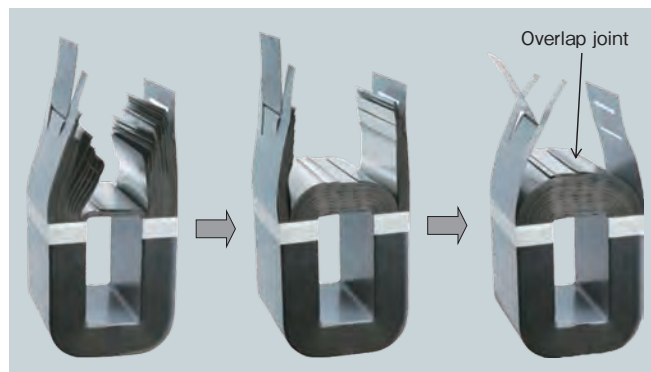


図9 Fe基アモルファス合金薄帯を使用した巻鉄心の成形方法
Fig. 9 Forming process for distributed-lap joint wound core

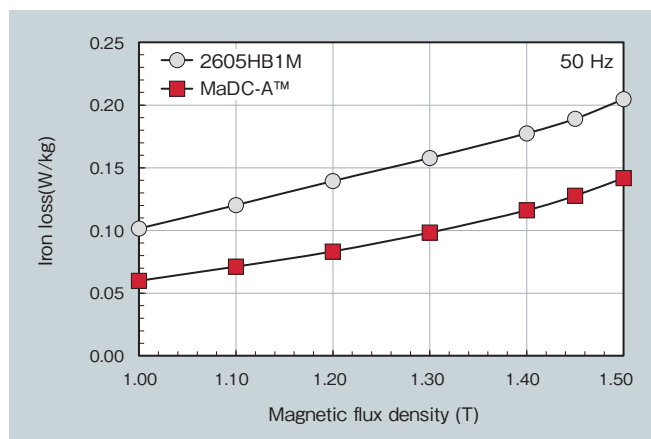


図10 MaDC-ATMおよび2605HB1M巻鉄心における鉄損の磁束密度依存性
Fig. 10 Magnetic flux density dependence of iron loss for MaDC-ATM and 2605HB1M cores

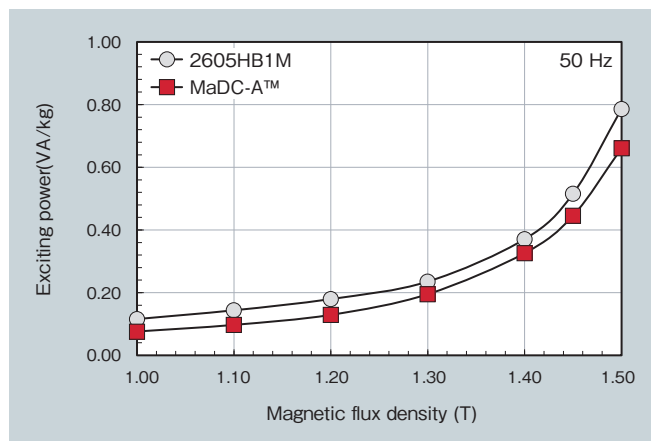


図11 MaDC-ATMおよび2605HB1M巻鉄心における皮相電力の磁束密度依存性
Fig. 11 Magnetic flux density dependence of exciting power for MaDC-ATM and 2605HB1M cores

性の分散が抑制されているため、磁区の乱れが少ないことが影響しているものと考えられる。

最後に、これら巻鉄心の周波数 50 Hz、磁束密度 1.4 T における鉄損の Building Factor（薄帯を巻鉄心にした場合の鉄損悪化率のことで、 $B.F. (\%) = \text{巻鉄心の鉄損} / \text{薄帯の鉄損}$ 、で示される。）を見積もった。2605HB1M は 190%、MaDC-A は 160% となり、MaDC-A は鉄心への成形による鉄損悪化率も低い結果となった。巻鉄心成形時の巻き応力により、レーザースクライブ効果が低減することが懸念されたが、その現象は見られず良好な鉄心特性を示した。この B.F. が低下する要因とさらなる低下については、継続して研究していく。

5. 結言

本稿では、実用化が困難とされてきた Fe 基アモルファス合金薄帯の磁区制御技術に挑戦し、量産可能な薄帯表面へのレーザースクライブ処理技術を確立、その技術を適用した Fe 基アモルファス合金 MaDC-A 薄帯の磁区構造と鉄損、皮相電力の関係について紹介した。また、MaDC-A 薄帯を用いた配電用変圧器向けのモデル巻鉄心の試作評価を行い、従来の製品 2605HB1M 巻鉄心に比べ 30% を超える鉄損低減効果を達成したことを示した。

これまで、Fe 基アモルファス合金は配電用変圧器用途を主体に普及してきた。超急冷法で作製される Fe 基アモルファス合金薄帯は、その製造の難しさから磁気特性の制御が難しいとされてきたが、著者らが開発した磁区制御技術の適用により、用途に合わせた磁気特性への作り込みも可能となるため、新たな用途への展開も進めていきたい。

なお、本 MaDC-A は、「磁区制御型 Fe 基アモルファス合金 MaDC-A™ の開発」として 2020 年 3 月にプレスリリースしている。

本稿は、株式会社シーエムシー出版の許諾の下、以下の雑誌に掲載された寄稿からの転載である。

板垣：月刊機能材料，Vol.40（2020），No.9.

引用文献

- 1) 中島晋，特殊鋼，Vol.66（2017），No.2，p.39.
- 2) Y. Ogawa et al., Journal of Magnetism and Magnetic Materials 304（2006）p.675.
- 3) 日立金属，製品カタログ：アモルファス合金薄帯 Metglas®，（2014）
- 4) F. E. Luborsky, Amorphous Metallic Alloys, Butterworths,（1983）, p.366.
- 5) T. Sato, Mater. Eng. Perform., Vol.2,（1993） p.235.
- 6) T. Sato et al., Proc. 5th Int. Conf. Rapidly Quenched Metals, Vol.2,（1985）, p.1643.
- 7) K.Tan, IEEE Trans. Magn., Vol.22（1986）, p.188.
- 8) 増本他，アモルファス金属の基礎，オーム社，（1982），p.14.
- 9) C. Kaido et al., IEEE Trans. Magn., Vol.21（1985）, p.2029.
- 10) R. M. Bozorth, Ferromagnetism, IEEE（1993）, p.778.
- 11) R. H. Pry et al., J. Appl. Phys., Vol.29（1958）, p.532.
- 12) 谷他，電気学会マグネティクス研究会資料，MAG-04-229，（2004），p.13.
- 13) T.Sato et al., IEEE Trans. Magn., Vol.14,（1978）, p.350.
- 14) K. Narita et al., Proc. 4th Int. Conf. Rapidly Quenched Metals, Vol.2,（1981）, p.1001.



板垣 肇

Hajime Itagaki
日立金属株式会社
機能部材事業本部
メトグラス安来工場



黒木 守文

Morifumi Kuroki
日立金属株式会社
機能部材事業本部
メトグラス安来工場



伊藤 直輝

Naoki Ito
日立金属株式会社
機能部材事業本部
メトグラス安来工場
Ph. D



佐々木 淳

Makoto Sasaki
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

ターボチャージャー過回転検知用回転速センサーへのGMR-IC適用検討

GMR-IC Application to Rotational Speed Sensor for Turbocharger Over-Rotation Detection

鬼本 隆*
Takashi Onimoto

河野 圭*
Kei Kawano

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

自動車用ターボチャージャーの過回転検知用に GMR-IC を用いた安価な回転速センサーを開発した。コンプレッサー側の羽根固定用ナットを磁石にし、GMR-IC を用いてその回転を検知する構成としたが、ナットをシャフトに取り付けると減磁してしまうことから GMR 素子に届く磁束密度が不足し回転速検知ができないことが分かった。そこで、ナットの着磁方法を検討し、シャフトに取り付けた後に着磁することで、減磁の影響を無くし、GMR 素子で回転速が検知可能となることを見出した。開発したセンサーにより、ターボチャージャーを限界まで使用することが可能となり、自動車の燃費向上に寄与できる見通しが得られた。

Authors have developed a low-cost rotation-speed sensor using GMR-IC for over-rotation detection in vehicle turbochargers. In this design, the nut that secures the blade on the compressor side is magnetized, and GMR-IC is used to detect the rotation speed. However, when the nut is attached to the shaft, the magnetic flux density that reaches the GMR probe is insufficient and the rotation speed cannot be detected. Therefore, authors reexamined the magnetization method for the nut, and magnetized it only after it was attached to the shaft, thereby eliminating the influence of demagnetization. This allowed the rotation speed to be detected by the GMR probe. Using the developed sensor, it is possible to expand the turbocharger performance to the limit, which will contribute to improved automotive fuel efficiency.

● Key Words : 回転速センサー, ナット, 磁石
● R&D Stage : Prototype

1. 緒言

CO₂ 排出規制に伴い車のさらなる燃費向上が求められている中、ガソリン車から EV (Electric Vehicle)¹⁾ や FCV (Fuel Cell Vehicle), PHV (Plug in Hybrid Vehicle) への移行が世界的に進められてきている¹⁾。しかし 2022 年の時点で EV 車は全車両生産の 10% 程度にとどまると予想され²⁾、当面エンジン搭載車が主力を担うこととなる。そのためエンジン搭載車による燃費向上が必要とされており、そのひとつの方策として、エンジンの排気量を下げ、ターボチャージャー (以下、ターボ) でパワーを補うダウンサイジングターボが普及している。ターボは低速域からの過給が必要なことから小型にし、そのターボを高速域まで対応させるため小型ターボを限界まで回転させる必要性が出てきている。ターボを限界まで回転させると破損の危険性があるため、破損しないよう過回転検知用に回転速センサーが搭載され始めている。回転速センサーには主に渦電流方式³⁾ が用いられており、コンプレッサー側のハウジングを貫通させアルミの羽根 1 枚 1 枚の回転を測定している (図 1)。センサーと羽根との距離は

1 mm 程度と近距離での検知となっており距離を広げると検知することができない。

またセンサー搭載部は、コンプレッサーの羽根により圧縮された空気に曝され 200℃ にも達するため、センシ

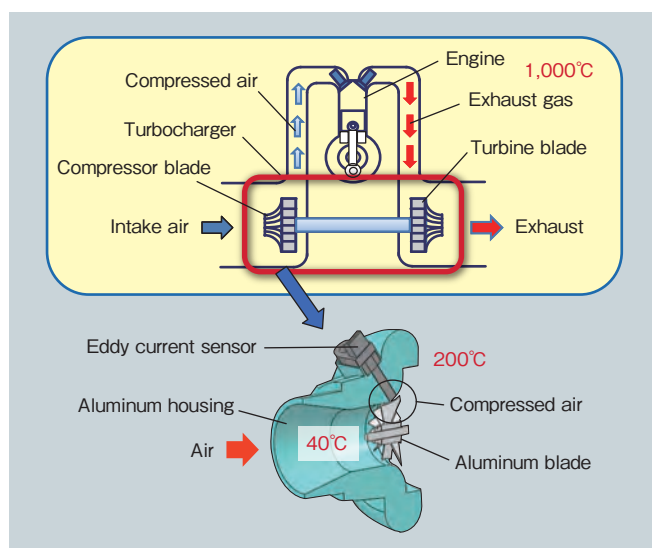


図 1 渦電流式センサーの取り付け状態
Fig. 1 Schematic illustrating attached eddy current sensor

グ部には 200℃でも耐えられるフェライトとコイルのみ搭載している。信号処理回路は 200℃に耐えられないため、高耐熱シールドケーブルを介しセンシング部から離れた位置に搭載している。2020 年時点で同用途に実用化されている回転速度センサーは上記のような渦電流式であり、構造が複雑で高価なことから広く普及するには至っていない。

回転速度センサーを普及させるためには、効果に見合う低価格なセンサーが求められており、安価に実現できる構造にする必要がある。日立金属では以前より GMR⁴⁾-IC (Giant Magneto Resistive effect - Integrated Circuit) を用いた車載用の回転速度センサーを量産している。構造がシンプルにできることから、本方式を適用することでコストダウンが可能となる。GMR-IC をターボ回転速度検知に用いるには、検出可能な磁石との距離に限界があること、また 200℃もの高温に耐えることは困難なことなどから検知方法やセンサー搭載位置に課題がある。一方で GMR-IC は 1 Hz から検出可能なことから、ごく低速域での回転計測ができ、エンジン始動時のターボラグを抑制するための VGT (Variable Geometry Turbo)⁵⁾ の制御に有効と考えられる。そこで本報では GMR-IC を用いたターボ回転速度センサーの実現性を検討したので報告する。

2. GMR-IC 式検知原理

2.1 GMR-IC 式センサーの取り付け状態

GMR-IC 式センサーの取り付け状態を図 2 に示す。IC の耐熱温度は 150℃であり渦電流式と同じ位置 (200℃) でターボの回転を検知すると圧縮した空気の熱で壊れるため、センサーの搭載位置を見直す必要がある。また、GMR-IC の測定可能周波数は上限が 10 kHz のため、測定する回転速度は低いほうが望ましい。そこでアルミ製の羽根固定用のナットを磁石にし、その回転を GMR-IC で検知する方法を検討した。IC は 1 ~ 10 kHz の回転計測が

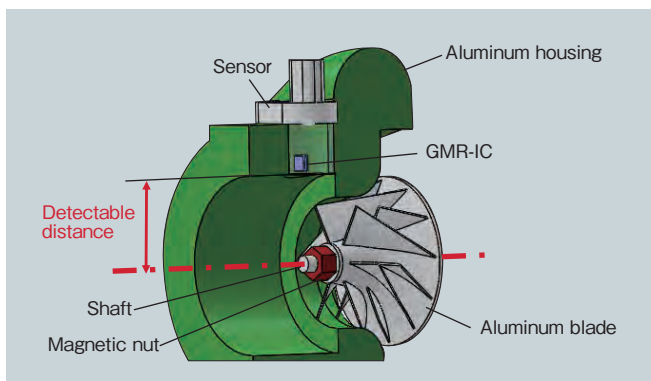


図 2 GMR-IC 式センサーの取り付け状態
Fig. 2 Schematic illustrating attached GMR-IC sensor

可能なものを選定し、磁石は 2 極の着磁を行うことでターボの回転 1 回転で 1 パルス出力するようにし、30 万 rpm 計測時でも 5 kHz と、IC で検出可能な周波数にすることができる。

センサーの IC 搭載部は車両動作時、吸入エアにさらされ 40℃程度 (車両停止時は 150℃ (瞬時)) と IC が動作可能な温度となっている。回転速度センサーは吸入エアの流れを妨げないように吸入口の外側に配置することから、磁石から GMR-IC までの検知距離を従来の自動車用回転速度センサーに比べ、広くする必要がある。車の排気量が大きくなると、圧縮した空気をより多くエンジンに送るため、ターボの吸入口を広げる必要もある。吸入口を広げるとセンサーとナットの距離が遠くなるため、距離を広げても検出できるようにすることが重要なポイントとなる。

2.2 GMR-IC の検知

自動車はさまざまな電波や磁界の影響の中を走行しており、その影響を受けても GMR-IC は正常な信号を出力しなければならない。GMR-IC には 1 素子で検知する方法と 2 素子で検知する方法がある。GMR 素子が 1 素子の場合、周囲の磁束を検知するためナットの磁束密度をそのまま検出できるが、それ以外の余計な外部磁界も検知してしまう。GMR 素子が 2 個の場合、2 個の素子の差動を取り検知を行うため外部磁界の影響をキャンセルできる。2 素子の場合それぞれの素子間隔は数 mm 離れているため、受ける磁束密度に位相差が生じる。差動を取るとナットと GMR-IC との距離により検知距離が 1 素子より広くとれたり狭くなったりする。下記に簡単に IC の検出方法について説明する。

まず GMR 素子 1 つの時の検知について図 3 に示す。GMR 素子で図 3 (a) に示すようにナットの回転方向の磁束を検知すると GMR 素子の内部電圧は正弦波となる。外部磁界を受けると図 3 (b) のように正弦波の上に重畳された波形となり、IC のしきい値を超えるような大きい外部磁界を受けてしまうと IC は間違ったパルスを出力してしまう。そこで周囲の磁界の影響をシールドできない場合、自動車用の GMR-IC は GMR 素子を 2 個使用し、この外部磁界の影響を受けても誤パルスが出ないようにしている。

図 4 に GMR 素子 2 個を用い外部磁界の影響を排除する方法を示す。回転に対し GMR-IC 内の GMR 素子を並べる方向に配置したときの検知を図 4 (a) に示す。図 4 (b) に示すようにナットの回転方向の磁束を検知すると GMR 素子 (a) (b) の内部電圧はそれぞれ正弦波となり、GMR 素子 (a) と (b) は 1 ~ 3 mm 程度の間隔があるため位相差が発生

する。外部磁界を受けると図 4 (b) のように正弦波の上に外部磁界が重畳される。GMR 素子①と②の間隔が狭いことから外部磁界は両 GMR 素子に同時に重畳されるため、GMR 素子①と②の差分を取ることによってこの外部磁界の影響を消している。

GMR-IC はこの差分で出来る差動波形を用い信号処理を行うこととなり、図 4 (c) に示すように差動波形がしきい値を超えると出力が出る。本センサーでは外部磁界の影響を考慮し GMR 素子を 2 個使用した IC を選定した。

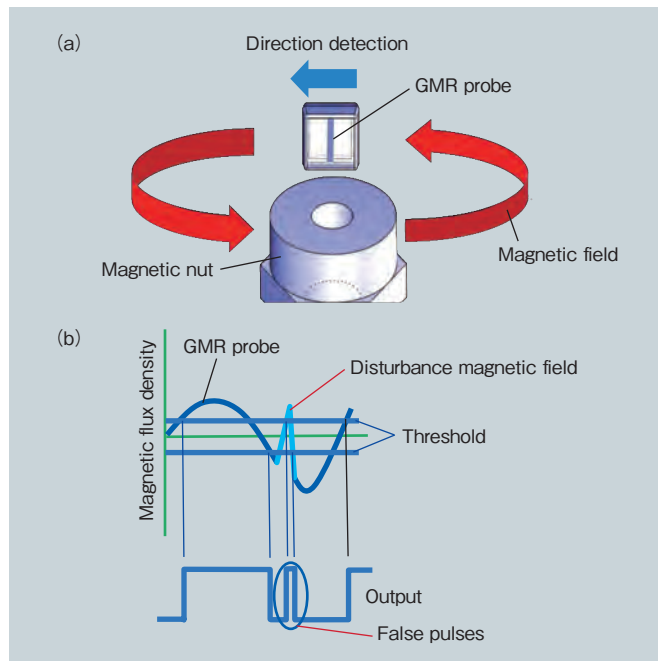


図 3 GMR-IC の検知 (GMR 素子 1 個) (a) 検出方法 (b) 出力原理
Fig. 3 GMR-IC detection (1 GMR probe)
(a) detection method, (b) output waveform

2.3 GMR-IC の配置

GMR-IC の使用方法として磁石ナットの回転を検知するには、2.2 項でも述べたが、図 5 (a) に示すように回転に対し GMR-IC 内の GMR 素子を並べる方向に配置する方法と、図 5 (c) に示すようにナットの回転に対し垂直なラジアル方向に GMR 素子を並べる方向に配置 (以下、ラジアル方向) する方法が考えられる。

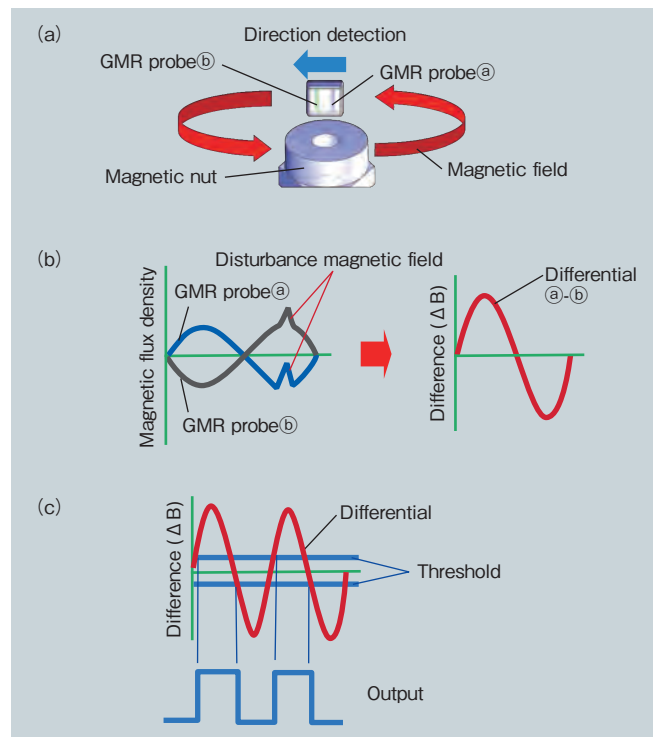


図 4 GMR-IC の動作原理 (GMR 素子 2 個) (a) 検出方法 (b) 差動検知 (c) 出力原理
Fig. 4 GMR-IC operating principle (2 GMR probes) (a) detection method, (b) differential detection, and (c) output waveform

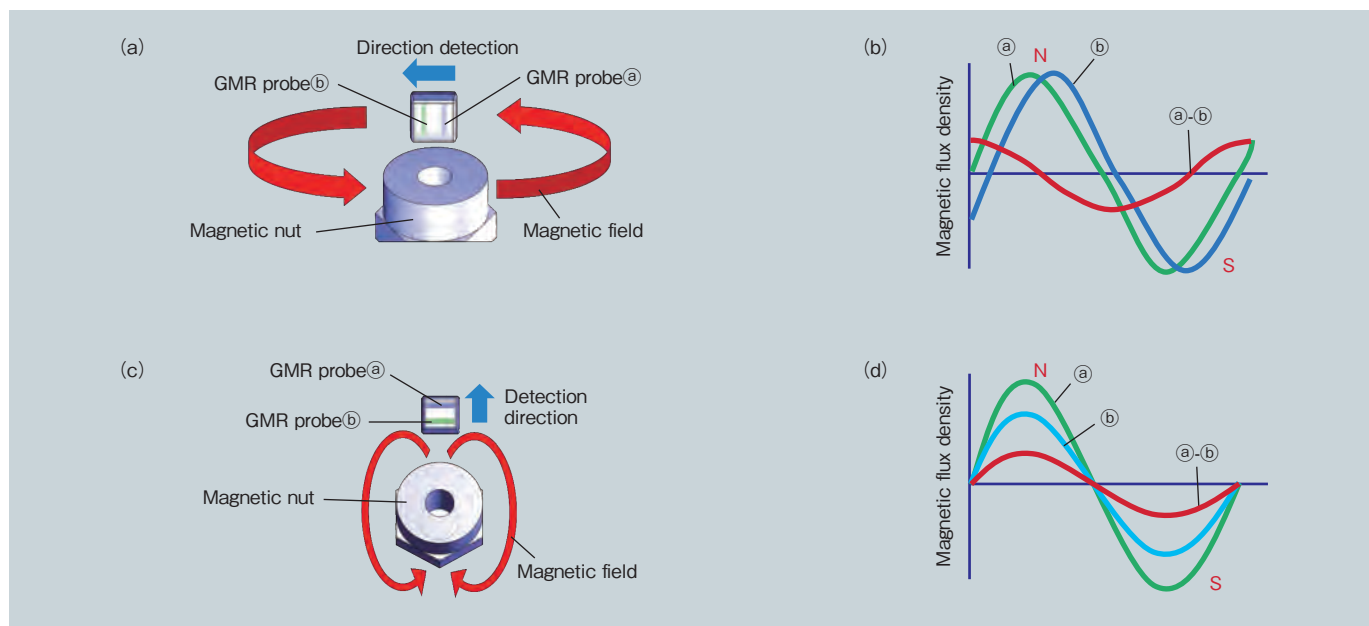


図 5 IC 検知方向による差動磁束密度 (a) 検出方法 (回転方向) (b) 内部波形 (回転方向) (c) 検出方法 (ラジアル方向) (d) 内部波形 (ラジアル方向)
Fig. 5 Differential magnetic flux density according to IC detection direction (a) detection method (direction of rotation), (b) internal waveform (direction of rotation), (c) detection method (radial direction), and (d) internal waveform (radial direction)

まず図 5 (a) の回転方向検知について説明する。先ほども述べたが GMR 素子①②は青色で示す回転方向の磁束密度を検知する。回転方向検知の場合 GMR 素子①②の間隔の分位相差が発生し、差分を取ると図 5 (b) に示すような差動波形となる。検知をするうえで、この差動波形の振幅を大きくすることが重要となる。回転方向の検知において GMR 素子①と②との位相差が 180° の場合最大の振幅が得られるが、位相差が小さくなると差動の振幅も小さくなる。

次にラジアル方向検知について図 5 (c) に示す。GMR 素子①②は青色で示す垂直の磁束密度を検知する。GMR 素子①②で受ける磁束密度は図 5 (d) に示すような同位相の内部波形となる。GMR 素子①②が受ける磁束密度の差がそのまま差動波形となることから、差動の振幅を大きくするには磁石の磁束密度を強くすることで可能となる。

そこで、この 2 つの方法のどちらを採用するか磁気シミュレーションによる検討の上、検証実験を行った。

2.4 磁石について

磁石ナットの形状を図 6 に示す。

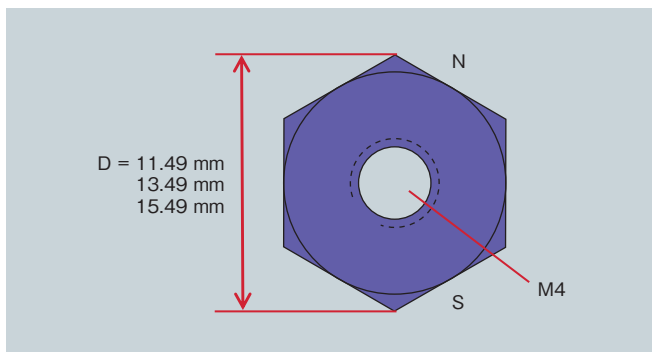


図 6 磁石ナット
Fig. 6 Magnetic nut

ターボが大きくなるとナット寸法も大きくなるため 3 形状で評価を行い、着磁は径方向 2 極で実施した。磁石の材料選定については表 1 に示す。ナット形状の成立性の面からネオジムやフェライトでは困難なため Fe-Cr-Co を選定した。Fe-Cr-Co は鉄系の磁石となっており加工性に優れナット製作の実績もある。また残留磁束密度 B_r が

表 1 磁石材料の選定
Table 1 Selection of magnet material

	Nut form	Residual magnetic flux density B_r (T)	Post magnetization	Coercive force (kA/m)
FeCrCo	○	1.3~1.44	○	42 ~ 54
Neodymium	×	1.12 ~ 1.48	△	835 ~ 1,122
Ferrite	×	0.38 ~ 0.48	○	262 ~ 382

○: Excellent △: Limited ×: Poor

大きく温度安定性も優れている。しかし他の材料より保磁力が弱いため取り扱いの上で減磁しないよう注意が必要である。

2.5 センサー形状

センサー形状を図 7 に示す。GMR-IC 搭載寸法を考慮しセンサー径は $\phi 12$ mm とし、小型ターボでも搭載できるよう全体の寸法を小さくした。

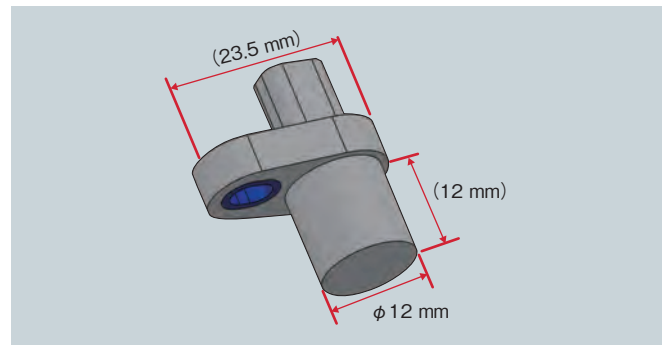


図 7 センサー形状
Fig. 7 Sensor shape

3. GMR-IC 式センサー開発

3.1 開発目標

開発目標は顧客の要求などをもとに下記とした。

- ① 測定回転速: 30 万 rpm 以上
- ② 検知距離: 35 mm 以上 (シャフトの中心からセンサーまでの距離)

3.2 GMR-IC の配置検討

まず磁気シミュレーションを行い検知可否の判断を行った。シミュレーションツールは JMAG を使用し、有限要素法を用いた反復計算により解析を行った。シミュレーションの条件は下記とし GMR-IC を回転方向にしたときとラジアル方向にしたときの検知距離の比較を行った。

- ① GMR-IC は 2.2 項で選んだ IC を解析の対象とした。GMR-IC の感度 (しきい値) は小さい磁束密度の変化も検知できるよう改良を行い、0.065 mTp-p (ピーク-ピーク値)。
- ② センサー周囲は空気
- ③ シャフト-センサー先端までの距離を 35 mm とする。その時の GMR 素子位置 (図 5 (c)) は GMR probe ②が 36.6 mm, GMR probe ①と②との距離は 1.75 mm として検討。

3.2.1 シミュレーション結果（回転方向）

回転方向に GMR-IC を搭載させたときのシミュレーション結果を図 8 に示す。シャフトの中心からセンサーが 35 mm 離れた位置における GMR 素子部の差動磁束密度は 0.036 mT_{p-p}。本検知方式では IC の感度 0.065 mT_{p-p} よりも差動磁束密度が小さいため検知できない。

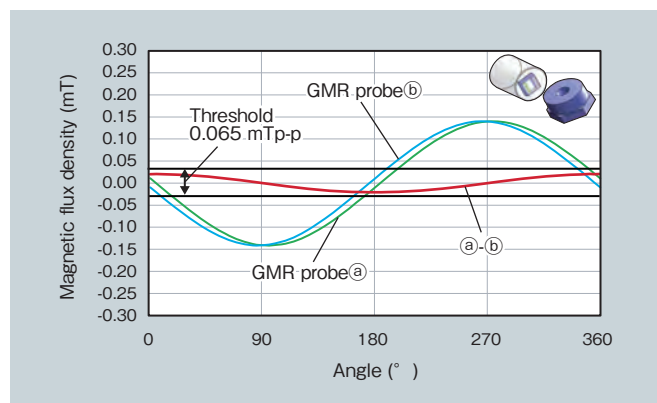


図 8 磁気シミュレーション（回転方向）
Fig. 8 Magnetic simulation (direction of rotation)

3.2.2 シミュレーション結果（ラジアル方向）

ラジアル方向に GMR-IC を搭載させたときのシミュレーション結果を図 9 に示す。シャフトの中心からセンサーが 35 mm 離れた位置における差動磁束密度は 0.067 mT_{p-p}。IC の感度 0.065 mT_{p-p} を超えており検知可能となる。回転方向より検知距離が取れ、目標の検知距離をクリアできる見込みがあるため本方式にて検討を進めることとした。しかし試験を実施したところ、35 mm の距離で検知できなかった。

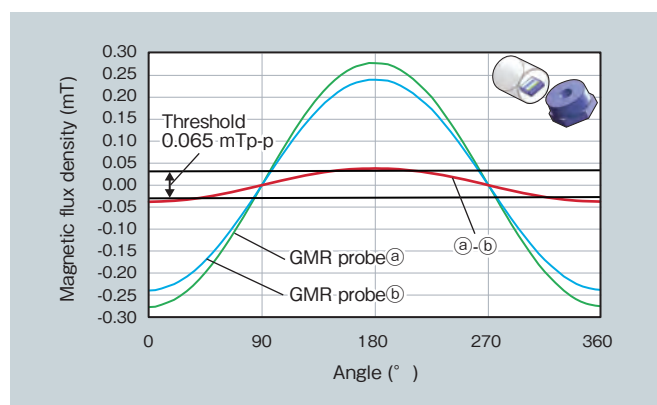


図 9 磁気シミュレーション（ラジアル方向）
Fig. 9 Magnetic simulation (radial direction)

3.3 原因と対策

シミュレーションの結果から差動磁束密度が大きく取れるラジアル方向検知に決めたが 35 mm の検知距離では回転計測ができないことが分かった。その原因を調査し

たところ磁石の磁束密度が下がっていることが分かった。

選定した Fe-Cr-Co 磁石は保磁力が小さいため金属シャフトに取り付けると減磁することが分かった。そこでシャフトにナットを取り付けた時の磁束密度への影響を調査した。ナット単体・シャフトを取り付けた状態での磁束密度の測定結果を図 10 に示す。縦軸はナットの磁束密度を示す。ナットをシャフトに取り付けるとナット単体の 1/2 以下の磁束密度になってしまう。着磁後磁性体に接触させることが減磁の原因となっていることから、磁性体にナットを接触させた後、全体を着磁すれば減磁が抑えられるのではないかと考えた。そこでナットをシャフトに取り付けた後に着磁し磁束密度を測定した。

結果を図 10 に示す。ナット単体に対し磁束密度は小さくなるが約 8 割程度の磁束密度が得られることが分かった。

そこで、後着磁の磁束密度のデータを用い実際の取り付け状態を模擬するためアルミハウジングに取り付けた状態で磁気シミュレーションを実施した。また追加条件としてコネクタ挿入時のターボへの干渉を防ぐため、センサーは垂直ではなく 10° 傾けることとなったためその条件を盛り込んだ。図 11 に結果を示す。縦軸はセンサーの検出可能な距離（ナットのセンターからセンサー先端）を

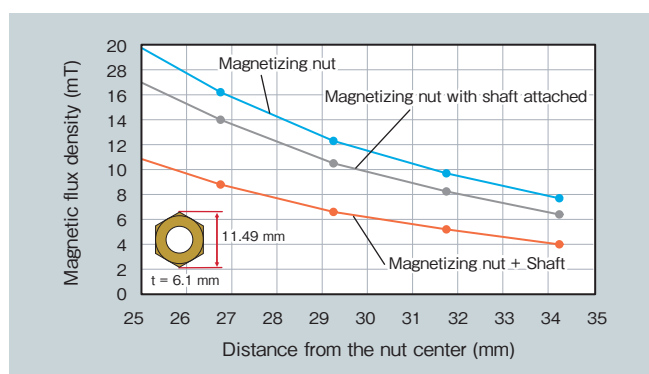


図 10 シャフト取り付けによる磁束密度
Fig. 10 Demagnetization due to shaft installation

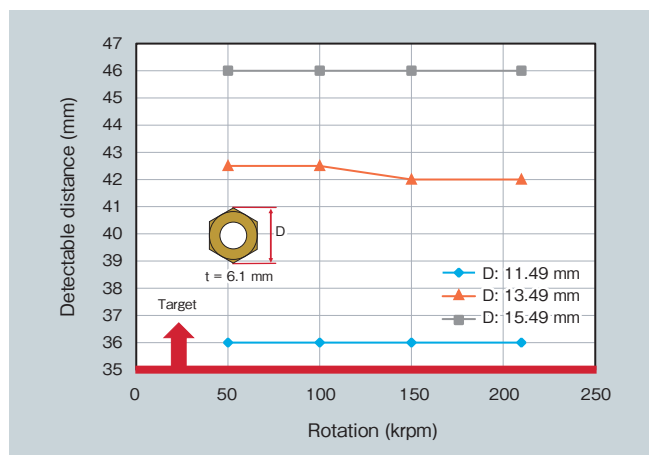


図 11 シミュレーション結果
Fig. 11 Simulation results

示す。11.49 mm のナットでも目標検知距離を達成できていることが分かった。

3.4 試験結果

図 12 に磁石を後着磁したときの測定結果を示す。

- ① 30 万 rpm に対し社内で測定可能な回転速 21 万 rpm まで試験を実施し目標を満足していることを確認した。
- ② ナットの大きさを大きくしていくことで検知距離を広げられることが確認できた。

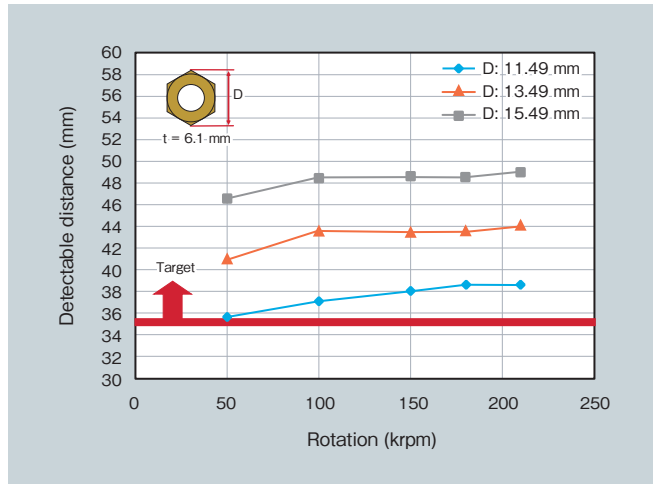


図 12 試験結果
Fig. 12 Test results

4. 結言

GMR-IC を用いたターボ用回転速センサーの開発を行い以下の結果を得た。

- ① GMR-IC を用いた回転速センサーにより回転計測の実現性が見えた。
- ② コンプレッサー側のアルミの羽根固定用ナットを 2 極磁石にし、その回転を GMR-IC で検知することで回転速 21 万 rpm で検知距離 35 mm 以上の回転計測が可能となっている。

また、シミュレーション上、回転速 30 万 rpm で検知距離 35 mm 以上の回転計測が可能である。

- ③ GMR-IC で回転検知できることで、渦電流式に対し小型で安価な構造にすることができ、小型ターボ車から大型ターボ車まで搭載が可能となる。

今回の開発品は、センサーと磁石の距離を広げても検知可能なことから、ターボ以外のレイアウト困難な場所の回転検知にも応用することが可能である。

引用文献

- 1) 御堀直嗣:車はなぜ走るのか, 日経 BP, (2009), p.282-284, p.308-312, p.317-318
- 2) 石井敦:ターボの市場動向について, IHS AUTOMOTIVE (2015), p.11-25.
- 3) 生司和一, 他:渦電流センサ及びそれを用いたターボチャージャー回転検出装置, 特許第 5645207 号, (2014) .
- 4) 毛利佳年雄:磁気センサ理工学(増補), コロナ社, (2016), p.59-61
- 5) 畑村耕一:自動車エンジン技術がわかる本, ナツメ社, (2009), p.124



鬼本 隆

Takashi Onimoto
日立金属株式会社
機能部材事業本部
自動車部品統括部



河野 圭

Kei Kawano
日立金属株式会社
機能部材事業本部
自動車部品統括部

高強度Tiフリーマルエージング鋼の開発

Development of High-Strength Ti-Free Maraging Steel

大石 勝彦*

Katsuhiko Oishi

雀部 晋輔*

Shinsuke Sasabe

柴崎 洋志*

Hiroshi Shibasaki

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

自動車用無段変速機の金属ベルトに使用される高強度のTiフリーマルエージング鋼を開発することを目的に、優れた機械的特性を実現するための合金設計と、開発した合金の熱処理特性、機械的特性および窒化特性を評価した。Tiフリー化に伴う強度低下を補うためには析出強化相であるNi₃Mo相の形成を促進するMo、Coの添加量の増加が有効であることを明らかにし、開発合金は母相中に20 nm～30 nmサイズの微細なNi₃Mo相とNiAl相を形成することで現行材よりも高い熱処理硬さを有し、さらには窒化形成元素のAlおよびCrを添加することで窒化処理が可能であることを確認した。

In order to develop Ti-free maraging steels with superior mechanical properties for use in metal belts for continuously variable transmission systems, the alloy design concept was first studied. Prototype steels were then produced with different alloy compositions, and subjected to different heat treatments. The mechanical and nitriding properties of the resulting specimens were then experimentally investigated. The results indicated that increasing the Mo and Co content led to high strength after heat treatment due to the formation of a high density of fine Ni₃Mo precipitates. Consequently, a new Ti-free maraging steel containing both Ni₃Mo and NiAl phases with sizes of 20 to 30 nm was developed, and it was found that it could be readily nitrided because it contained nitride forming elements such as Cr and Al.

● Key Words : マルエージング鋼, Tiフリー, CVTベルト

● R&D Stage : Research

1. 緒言

2000年代より地球規模の環境問題のひとつとして温暖化抑制が叫ばれ、自動車の燃費向上が強く求められている。このような社会的背景の下に、自動車用無段変速機(CVT: Continuously Variable Transmission)は、燃費向上に貢献することから、国内を中心に広く普及している。特に現在普及しているCVTは金属ベルト式であるが、金属ベルトは、図1に示すように、数百個のV角をもつ薄い鋼製エレメントと、それを両側から挟み付ける2組の10枚程度の薄いスチールベルトで組み立てられている¹⁾。スチールベルトに用いられる材料は、溶接性と加工性、窒化性、さらには高い疲労特性が要求されることからマルエージング鋼が使用されている。マルエージング鋼をトランスミッションの摺動部材として用いる場合、自動車の耐用年数からおおよそ10⁹回のギガクラスの繰返し応力が材料に付与されるが、疲労限と考えられていた10⁷回相当応力で破壊しない材料においてもギガサイクル域では材料の内部欠陥を起点とした疲労破壊が起こることが報告されている²⁾。マルエージング鋼はその強化機構

が金属間化合物(Ni₃Ti, Ni₃Mo)による析出強化を主体としたものであることから種々の合金元素が添加されているが、この中で特に強化に寄与するTiは非常に活性な元素であり、容易にNやCと結合して硬質の非金属介在物である窒化物(TiN)や炭窒化物(Ti(C, N))を形成し、高サイクル域の疲労起点となるため問題となっている。日立金属では、独自の溶製法によりその非金属介在物の

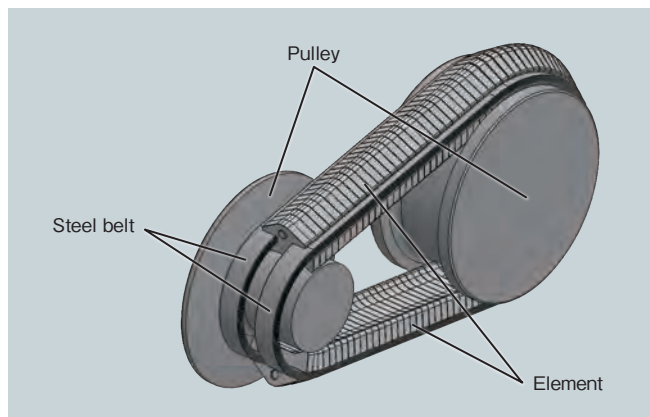


図1 無段変速機用金属ベルトの模式図
Fig.1 Schematic illustration of metal belt for CVT

サイズを疲労起点とならないように微細化する技術を確立しているが、さらなる高強度化を実現するためにはこのような介在物の生成自体が問題となる。この問題を解決するためには窒化物あるいは炭窒化物を形成しない Ti フリー化した合金設計が必要である。この課題に対して日立金属は、Ti フリーマルエージング鋼の Alloy B シリーズおよび Alloy C をすでに開発している。その代表的な化学組成と、その化学組成から母相中および窒化層中に形成されると考えられる強化相を表 1 に示す³⁾。Alloy B シリーズは Co 添加量を大幅に低減したもので、Ti フリー化に伴う強度低下を Al 添加により補った鋼であり、Al 添加量により強度水準を調整することが可能である。Alloy C は、Ti フリー化に伴う強度低下を Co 添加量の増加で補った鋼であり、特に Co による Mo 系析出物の析出促進効果を利用したものである。しかし、日立金属が開発した Ti フリーマルエージング鋼の時効硬さの水準は Ti を含む現行材 (Alloy A) 相当であり、さらなる高強度化ニーズに対しては強度が不足することが予想される。

そこで本研究では、自動車用無段変速機の金属ベルトに使用される高強度の Ti フリーマルエージング鋼を開発することを目的に、各種マルエージング鋼の熱処理特性から優れた機械的特性を実現するための合金設計を行う手法が妥当であるかを検証し、その後、開発した合金の熱処理特性、機械的特性および窒化特性を評価した。

2. 実験方法

本研究では図 2 のフローチャートに示す工程にて研究を推進した。まず、CVT ベルト用のマルエージング鋼について、既存材や日立金属が過去に開発した開発材を実験

的に作製し、これらの熱処理特性から新合金開発のコンセプトを考察した。その結果をもとに、新合金を溶製し、再び熱処理特性を評価した結果から開発材を選定し、その微細組織の観察と窒化特性について評価した。

2.1 供試材

供試材は日立金属現行材の Alloy A と日立金属 Ti フリー材の Alloy B およびその Al 量を変化させたもの、そして Alloy C である。これらの鋼は真空溶解炉により溶製し、10 kg の実験鋼塊を得た。実験鋼塊に熱間鍛造を施し、断面が 20 mm × 90 mm となる鍛造材を作製した。表 2 に供試材の溶製後に分析した化学組成を示す。評価用試験片は鍛造材から厚さ 2.0 mm × 幅 33 mm × 長さ 100 mm の板材を切り出し、冷間圧延と水素雰囲気による 850°C で 1 h の軟化焼鈍を繰り返して 0.18 mm 厚さに調整し、その後、各種の熱処理特性を評価した。

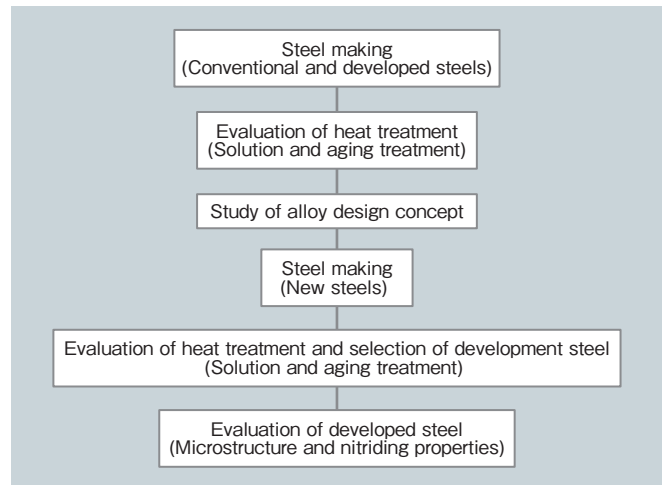


図 2 研究工程のフローチャート
Fig.2 Flow chart of research process

表 1 既存および開発したマルエージング鋼の化学組成とその強化相

Steels	Ni	Mo	Co	Cr	Ti	Al	Fe	Intermetallic compound in matrix	Nitride in nitride surface layer
Alloy A Conventional steel	18.7	5.0	9.0	—	0.5	0.1	Balance	Ni ₃ Ti, Ni ₃ Mo	TiN
Alloy B Developed steel	19.0	5.0	5	1	—	0.8-1.5	Balance	Ni ₃ Mo, NiAl	AlN, CrN
Alloy C Developed steel	19.0	5.0	12.5	0.5-1.0	—	—	Balance	Ni ₃ Mo	CrN

表 2 供試材の化学組成

Steels	Ni	Mo	Co	Cr	Ti	Al	Fe
Alloy A Conventional steel	18.53	5.01	9.20	<0.01	0.48	0.10	Balance
Alloy B Developed steel 1.8%Al	19.15	4.90	5.03	0.98	<0.01	1.82	Balance
Alloy B Developed steel 1.5%Al	19.13	4.93	5.09	0.99	<0.01	1.51	Balance
Alloy B Developed steel 1.2%Al	19.07	4.94	5.06	0.99	<0.01	1.21	Balance
Alloy B Developed steel 0.9%Al	19.08	4.94	5.04	1.00	<0.01	0.89	Balance
Alloy B Developed steel 0.6%Al	19.05	4.96	5.01	0.99	<0.01	0.61	Balance
Alloy C Developed steel	19.00	5.01	12.52	0.53	<0.01	0.01	Balance

2.2 熱処理特性

本研究では種々の固溶化処理温度における硬さを測定することで固溶化処理特性(軟化特性)を評価するとともに、種々の時効温度、時間における硬さを測定することで時効硬化特性を評価した。固溶化処理は水素雰囲気中で1,000℃、950℃、900℃、850℃、800℃および750℃で1 h 保持後、急冷した。時効処理は任意の固溶化処理を行った後、アルゴン雰囲気中で520℃、500℃および480℃で1 h、3 h、5 h、8 h 保持し急冷した。硬さ測定は、ビッカース硬度計を用いて荷重0.5 kgfにて測定を行った。なお、後に示す200 kg 鋼塊から作製した試験片については、短時間側の硬化挙動を詳細に確認するため、前述した保持時間に加え、0.17 h、0.5 h 保持を追加して評価した。

2.3 新合金の合金設計と評価

新合金の合金設計は、供試材の熱処理特性から強度を発現するためのメカニズムを検証し、得られた結果をもとに実施した。特に、マルエージング鋼の強度支配因子は時効熱処理で析出する金属間化合物であり、これらの析出状態で強度水準が変化することから、本研究では各種マルエージング鋼の金属間化合物種に着目した。

2.4 開発材の微細組織観察と窒化特性評価

開発材はその強化機構を確認するために微細組織観察と、CVT ベルトとしての使用を想定して窒化特性を評価した。微細組織観察には透過型電子顕微鏡(TEM: Transmission Electron Microscope)を、窒化特性は、金属組織観察の他、機械的特性の硬さ分布測定、引張試験を評価した。

微細組織観察は、0.4 mm 厚さの試料を900℃で1 h の固溶化処理および480℃で2 h の時効処理を施した後、0.1 mm 厚さになるように機械研磨を行い、イオンミリング加工により観察用試料を作製した。その後、TEM にて微細組織を観察した。

窒化特性評価は、0.4 mm 厚さの試料を900℃で1 h の固溶化処理および480℃で2 h の時効処理を施し、続いてバレル研磨した後に480℃で1 h のガス窒化を行った。その後、以下に示す金属組織観察、硬さ分布測定、引張試験を実施した。

金属組織観察は、圧延方向に平行で且つ、上下面が窒化層となる面が観察面となるように樹脂埋めを行い、鏡面研磨を施した。金属組織観察は、窒化組織観察用にナイタル液を、中心部の母相組織の観察に酸性ピクリン酸アルコール液を用いて観察面を腐食し、光学顕微鏡を用いて観察した。

硬さ分布測定は、表面硬さ、内部硬さ、表面からの硬さ分布を測定した。表面硬さは平面を測定面とし、ビッカース硬度計を用いて荷重0.1 kgf で評価した。内部硬さは、金属観察した面と同じく窒化断面の中心位置を、ビッカース硬度計を用いて荷重0.3 kgf で評価した。表面からの硬度分布は、窒化断面の窒化表面から0.01 mm、0.015 mm、0.02 mm、0.025 mm、0.03 mm、0.035 mm、0.04 mm、0.05 mm 位置を、ビッカース硬度計を用いて荷重0.05 kgf で評価した。

引張試験は、全長が100 mm、幅が25 mm、平行部長が20 mm、標点距離が20 mm、平行部幅が5 mm の試験片を用い、引張速度が2 mm/min となるように破断まで一定速度で試験を実施した。試験は3本実施し、0.2% 耐力、引張強さ、伸びの値はそれぞれの試験結果の平均値とした。

3. 実験結果

3.1 固溶化処理特性および時効特性

図3に各種マルエージング鋼の硬さにおよぼす固溶化処理温度の影響を示す。固溶化処理後の硬さは、固溶化処理温度の高温化に伴い低下する。これは未固溶で残存していた析出物の固溶度が温度の上昇に伴い増加したことに起因する現象である。本調査で適用する固溶化処理温度は、硬さがほぼ一定値となる最も低い温度の900℃とし、保持時間は1 h とした。これは結晶粒径の過度な成長を抑制するためである。

図4に各種のマルエージング鋼の時効硬化曲線を示す。時効硬化曲線は硬化を生じさせている析出種の違いにより異なる挙動を示す。Ni₃Mo 相のみを主たる強化相とする Alloy C は、本調査で実施した時効温度520℃、500℃、480℃の条件において、1 h の保持でピーク強度を示し、その後、時効保持時間の増加に伴い硬さが低下

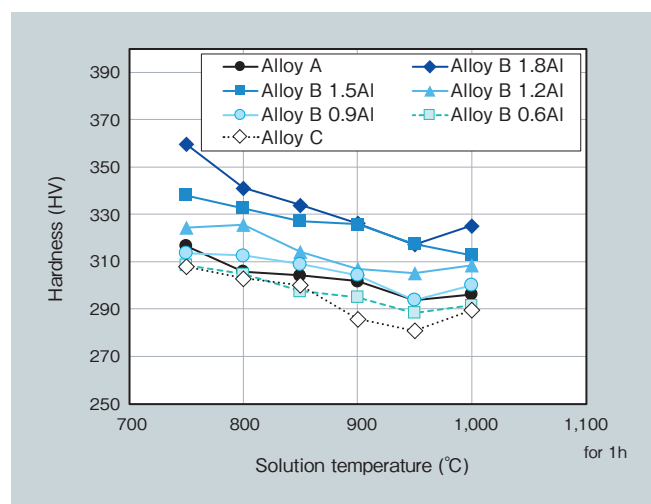


図3 固溶化温度に伴う硬さの変化

Fig. 3 Change in hardness with solution temperature

する。この傾向は時効温度が高まるほど顕著である。一方で Ni₃Mo 相に加え、NiAl 相を主たる強化相とする Alloy B シリーズは、時効保持時間の増加に伴い硬さが増す。この傾向は、時効温度が低いほど顕著であり、一方で時効温度の高温化および低 Al 化に伴い短時間側で最高硬さを示す。また、Ni₃Mo 相に加え、Ni₃Ti 相を主たる強化相とする既存材の Alloy A の時効硬化挙動は、Alloy B シリーズの高 Al 材と同じ挙動を示し、時効温度の高温化に伴いピーク硬さが得られる保持時間が短時間側へシフトする。各種マルエージング鋼の時効処理で得られる最高硬さは何れも時効温度 480℃ で Alloy A が 584 HV、Alloy B シリーズの高 Al (1.8%Al) 材が 607 HV、Alloy C が 559 HV である。一方で、ピーク硬さが得られる保持時間は、鋼種間で大きく異なっており、強化相によって析出挙動が異なることが示唆される。

3.2 マルエージング鋼の強化相の析出挙動

各種マルエージング鋼の時効硬化曲線では、硬化を生じさせている析出強化種により強度の処理時間および処理温度依存性が確認できるが、いずれの析出強化種においても時効時間 1 h で既に時効硬化を開始していること、また、析出強化種により時効時間の増加に伴う硬さの挙動に差が認められることから、各種マルエージング鋼の時効硬化曲線の変化は、析出強化種の成長速度や粗大化過程の違いに起因したものであると考えられる。

ところで、析出物の成長速度は、一般に次の (1) 式⁴⁾で表され、拡散係数 D、過飽和度 (x₀-x₁) に大きく影響する。

$$\frac{dr}{dt} = K't^{\frac{-1}{2}} \tag{1}$$

$$K' = K \frac{\sqrt{D}}{2}$$

$$K = \frac{(x_0 - x_1)}{[(x_2 - x_0)(x_2 - x_1)]^{\frac{1}{2}}}$$

r : 析出相の大きさ, t : 時間, D : 溶質元素の拡散係数
 x₂ : 析出相の濃度, x₁ : 析出相 / 母相界面の濃度
 x₀ : 合金の平衡濃度

マルエージング鋼の強化相は、いずれも Ni と結合した金属間化合物であり、添加される金属間化合物の合金元素である Mo, Al, Ti は表 2 に示すように明らかに Ni よりも少量である。析出反応を含む拡散変態は構成要素の中で最も拡散が遅い、あるいは少量元素の拡散に律速されることからここでは Ni₃Mo 相, NiAl 相, Ni₃Ti 相をそれぞれ構成する Mo, Al, Ti の α (フェライト) -Fe 中における拡散係数 D を次の (2) 式⁵⁾をもとに比較した。

$$D = D_0 \exp \left(- \frac{Q}{RT} \right) \tag{2}$$

D₀ : 振動数因子, Q : 活性化エネルギー
 R : 8.314 J/mol, T : 絶対温度

なお、計算に用いる各元素の振動数因子 D₀ と活性化エネルギー Q はそれぞれ Mo が D₀=2.51 × 10⁻⁴ m²/s, Q = 323.582 × 10³ J/mol, Al が D₀=44.00 × 10⁻⁴ m²/s, Q = 184.186 × 10³ J/mol, Ti が D₀=0.15 × 10⁻⁴ m²/s, Q = 251.163 × 10³ J/mol である⁶⁾。時効温度 500℃ における各元素の拡散係数は、Mo が 3.65 × 10⁻³⁰ m²/s, Al が 1.55 × 10⁻¹⁹ m²/s, Ti が 4.26 × 10⁻²⁴ m²/s であり、比較

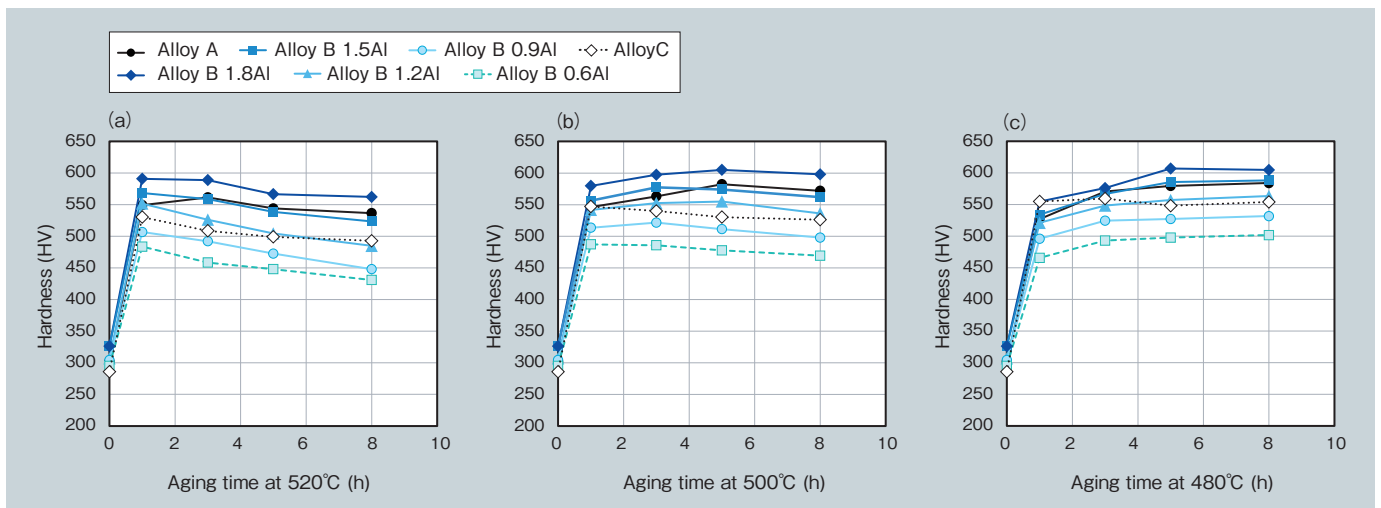


図 4 時効保持時間に伴う硬さの変化 (a) 時効温度 520℃ (b) 時効温度 500℃ (c) 時効温度 480℃
 Fig. 4 Change in hardness with aging time (a) aging time at 520°C, (b) aging time at 500°C, and (c) aging time at 480°C

した合金元素の中で Mo の拡散係数が最も小さく次いで Ti, Al の順となる。また、各合金元素の原子半径を比較すると Mo が 140 pm, Al が 143.2 pm, Ti が 146.2 pm である⁷⁾ことから、拡散係数の原子半径依存性は無いと考えてよく、一方で原子量の比較からは Mo が 95.94, Al が 26.98, Ti が 47.90 となり、原子量の大きさと拡散係数に負の相関があると考えてよく、拡散係数の変化は各元素の原子量の差に起因したものであることが分かる。

本研究で使用する各種マルエージング鋼の過飽和度は、固溶化処理によりすべての合金元素がオーステナイト (γ) 相中に固溶するため添加量が多い材料系ほど大きくなる。表 2 より、種々のマルエージング鋼の強化相形成元素の添加量を比較すると Mo が最も多く、次いで Al, Ti の順となり Mo の過飽和度が最も大きいことが分かる。

以上より、図 4 で示した時効硬化曲線において、Ni₃Mo 相のみを主の強化種とする Alloy C が比較した強化種の中で最も時効保持時間が短い 1 h でピーク硬さを示すのは、Mo の過飽和度の大きさによるもので、Ni₃Mo 相の成長速度が比較した強化種の中で最も大きいことに起因した現象であると推察される。すなわち、本研究で検討したマルエージング鋼の時効処理時における強化種の析出速度は、強化種を構成する合金元素の拡散速度よりも過飽和度に支配的であると考えられる。

3.3 新合金の設計

Alloy C は、Ni₃Mo 相の析出強化を利用し、時効処理時のピーク硬さが得られる保持時間 1 h と短い、ピーク硬さは 550 HV 前後で既存材と同じ、もしくはやや低い。一方で Alloy B は Ni₃Mo 相に加え、NiAl 相の析出強化を利用し、時効処理時のピーク硬さが 600 HV 前後で優れた時効硬化能を有するが、ピーク硬さが得られる時効時間がおおよそ 5 h である。日立金属が過去に開発したマルエージング鋼よりも高い強度水準を、生産性を考慮して短時間で得るためには Alloy C と Alloy B の析出強化機構を複合化する必要がある。仮に日立金属が過去に開発した Alloy B で 600 HV を得るためには、Al 添加量を調整し時効析出時に NiAl 相を多量に析出させる必要がある。そのために必要な Al 量は、3.1 項で得られた Al 量と

各時効温度における 1 h 保持後の硬さの関係が 1 次の相関が認められたことから近似式を作成し、算出することが可能である。その結果は表 3 に示すとおりで、600 HV を得るために必要な Al 量は時効処理温度により変化し、480°C 時効で Al が質量で約 2.4 % (以下, mass% と示す)、520°C 時効で Al 量が約 1.9 mass% 必要となりこれは日立金属開発材の Alloy B における Al の上限値の 1.5 mass% を大きく上回る。Al 添加量の増加は、窒化特性や介在物品位の悪化を引き起こすため、短時間保持の時効硬さを増加させるためには、NiAl 相に加え Ni₃Mo 相による強化を高める必要がある、これには前述した Mo の過飽和度を高める必要がある。Mo の過飽和度を高めるためには、材料中の Mo 添加量を増加させる、あるいは Mo の α' (マルテンサイト) 相中における固溶度を低下させる Co の添加量を増加させるのが有効である⁸⁾。さらに、時効硬さを増加させるとともに、窒化処理が可能な合金組成とするためには、Mo および Co に加え、窒化形成元素である Cr および Al⁹⁾ を添加する必要がある。但し、Mo は、Ni₃Mo 相を構成する元素であり既存材よりも高めることが好ましいが、過度の添加は熱処理後に γ 相が残留するようになり、強度低下を引き起こす可能性がある。一方で、Co は Ni₃Mo 相を構成する元素ではないものの前述したように α' 相中の Mo の固溶度を変化させて間接的に Ni₃Mo 相の析出に寄与することから Co 量を調整する方が素材の相安定性にとって適正であると考えられる。

以上の考え方から、時効処理時の保持時間が 1 h 前後で 600 HV 以上の時効硬さを得るための合金設計として、Alloy B をベースとして Mo, Co, Al, Cr の添加量を調整した Alloy D ~ Alloy H を設定した。表 4 に設計した新合金の化学組成を示す。

表 4 開発した新合金の化学組成

Table 4 Chemical compositions of newly developed steels

(mass%)							
Steels	Ni	Mo	Co	Cr	Ti	Al	Fe
Alloy D	19.00	6.40	9.20	1.00	—	1.00	Balance
Alloy E	19.00	5.00	10.50	1.00	—	1.50	Balance
Alloy F	19.00	5.00	13.00	1.00	—	1.00	Balance
Alloy G	19.00	5.70	10.00	1.00	—	1.20	Balance
Alloy H	19.00	6.00	8.00	1.00	—	1.50	Balance

表 3 種々の時効温度において 1 h 保持で 600 HV の硬さが得られる Al 量

Table 3 Al content needed for 600 HV hardness following 1 h aging at different temperatures

Aging temperature	Approximate equation	Al content for 600 HV hardness	
		(y=600)	(mass%)
480°C	$y = 72.067x + 427.92$	2.388	
500°C	$y = 76x + 444.56$	2.045	
520°C	$y = 92.067x + 429.72$	1.850	

x: Al content, y: Vickers hardness

3.4 開発材の熱処理特性および窒化特性

3.3 項で設計した新合金候補材の熱処理特性評価をした。表 4 に示す組成の鋼は真空溶解炉により溶製し、200 kg の鋼塊を得た。その後、断面が 50 mm × 200 mm となるように熱間鍛造を施した後、断面が 2.5 mm × 200 mm となるように熱間圧延を行った。さらに表面の酸化層を除去した後、厚さが 0.4 mm もしくは 0.18 mm となるまで冷間圧延を行った。

図 5 に固溶化処理温度と硬さの関係を、図 6 に固溶化温度と金属組織の関係を示す。本調査で適用する固溶化処理温度は、硬さがほぼ一定値となり、そして結晶粒径の過度な成長を抑制するため 900°C とした。

図 7 に新合金の時効硬化曲線を示す。これより、時効

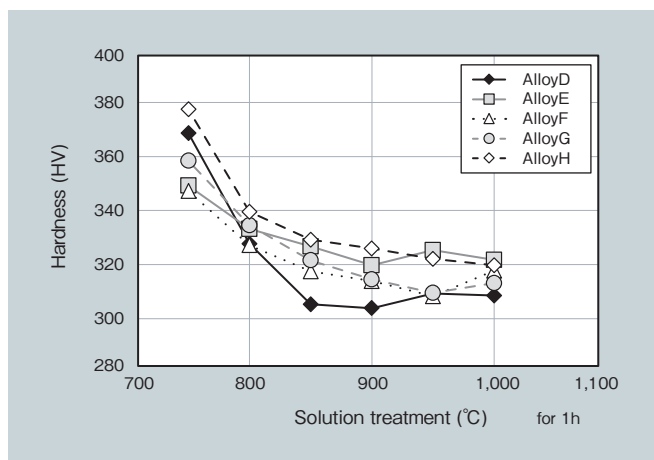


図 5 固溶化温度に伴う硬さの変化
Fig. 5 Change in hardness with solution temperature

温度の高温化に伴い各時効温度におけるピーク硬さが得られる時間は短時間化するが、最高硬さは低下する傾向を示す。600 HV 以上の硬さは、Alloy E, Alloy F, Alloy G で得られるが、特に Alloy F は、時効温度 520°C, 500°C, 480°C の幅広い温度域において 1 h 保持で 600 HV を超える硬さが得られている。そのため、本研究では短時間で安定した高い時効硬さを有する Alloy F (Fe-19Ni-13Co-1Cr-5Mo-1Al, mass%) を開発材とし、以下に開発材の強化機構および CVT ベルト材への実用化を想定した製造性を確認するために微細組織観察および窒化特性を評価した。

図 8 に開発材である Alloy F の TEM による微細組織観察結果を示す。観察は微細析出物の回折斑点が明瞭になるように B (電子線の入射方向) = [100] α' を傾斜させて行った。図 8 (a) の明視野像は、母相のラスマルテンサイト組織を示したものであり、図 8 (b) の制限視野回折図形とその解析模式図は母相の [011] α' の入射方位から得られる電子線回折図形とこれを解析して指数付けしたものである。電子線回折図形の解析より、開発材を構成する相は母相の α' 相に加え、Ni₃Mo 相および NiAl 相と同定される。図 8 (c) および (d) の暗視野像はそれぞれ電子線回折図形の 012_{Ni3Mo} および 0-10_{NiAl} の回折斑点から得られたものであり、いずれも 20 nm ~ 30 nm サイズの微細な析出物が母相中に多く形成されているのが確認できる。以上より、開発材は微細析出物の Ni₃Mo 相と NiAl 相で強化されたマルエージング鋼であることが確認された。

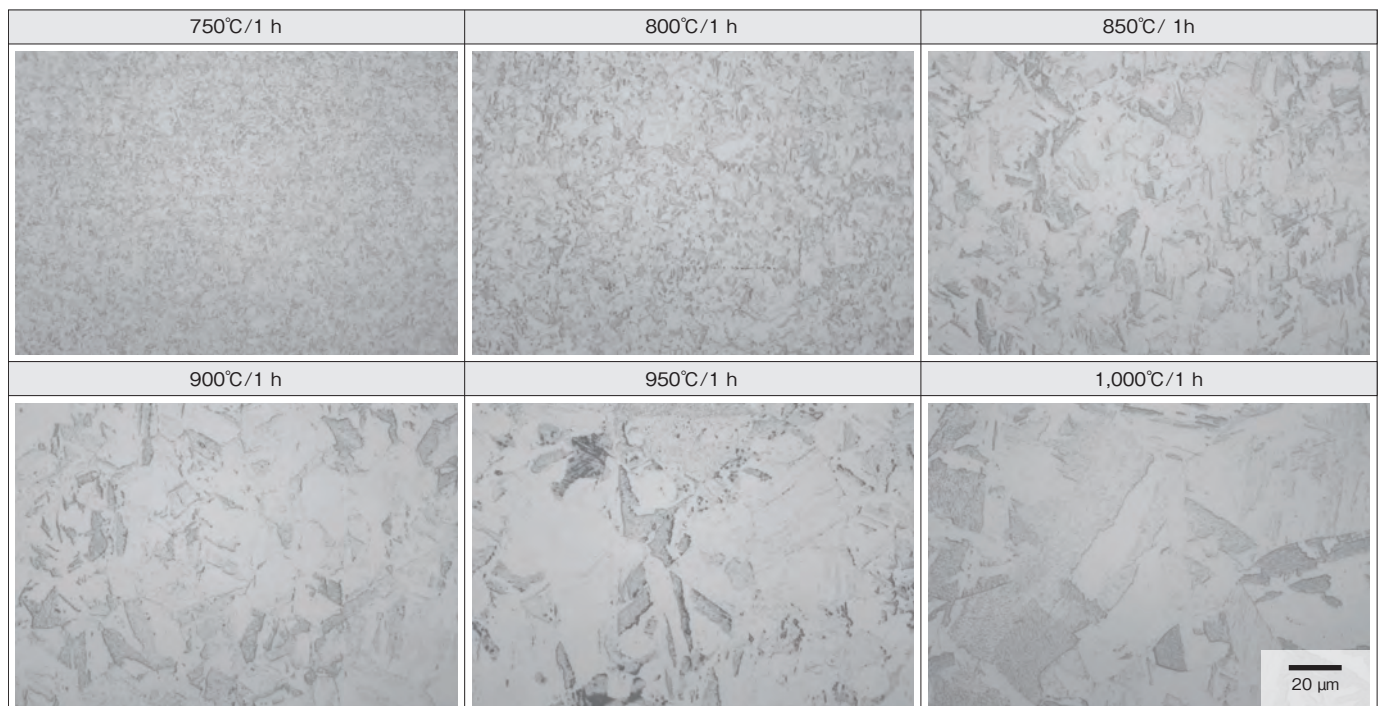


図 6 固溶化温度に伴う金属組織の変化 (Alloy F)
Fig. 6 Change in microstructure with solution temperature (Alloy F)

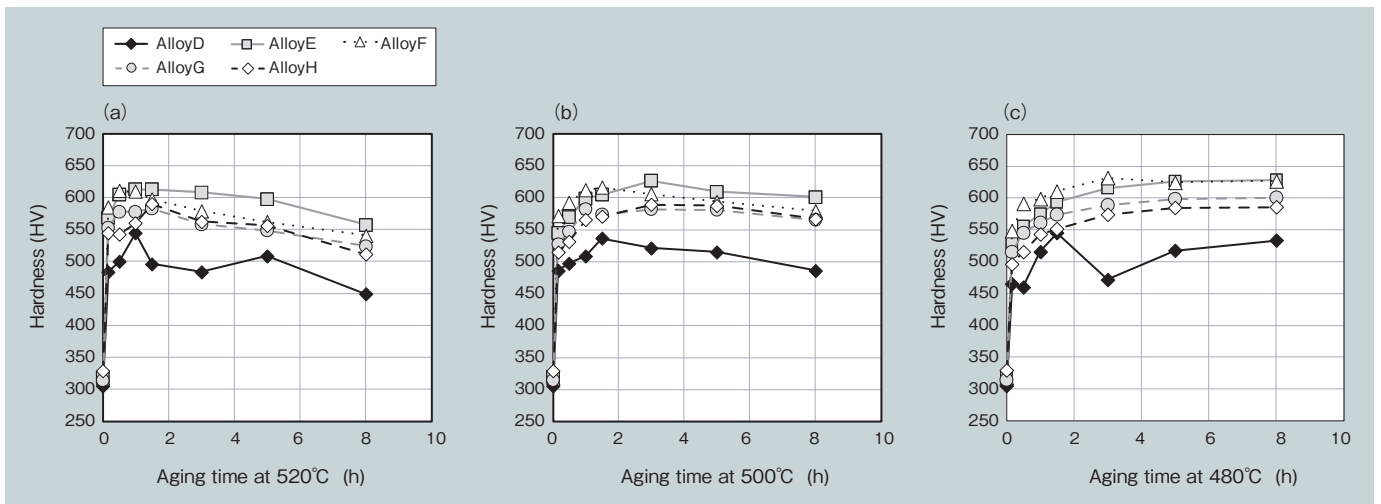


図7 時効保持時間に伴う硬さの変化 (a) 時効温度 520°C (b) 時効温度 500°C (c) 時効温度 480°C
 Fig. 7 Change in hardness with aging time at (a) 520°C, (b) 500°C, and (c) 480°C

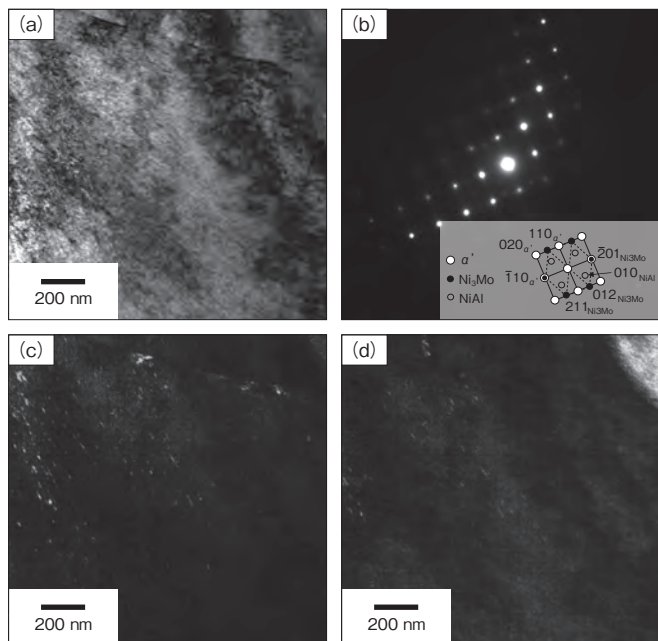


図8 開発材のTEMによる微細組織観察結果 (熱処理: 900°C/1 h + 480°C/2 h) (a) 明視野像 (b) 制限視野回折図形とその解析模式図 (c) Ni₃Mo相の暗視野像 (d) NiAl相の暗視野像

Fig. 8 TEM images of fine microstructure in developed material (heat treatment: 900°C/1 h + 480°C/2 h) (a) bright-field image, (b) selected area electron diffraction pattern and schematic representation, (c) dark-field image of Ni₃Mo phase, and (d) dark-field image of NiAl phase

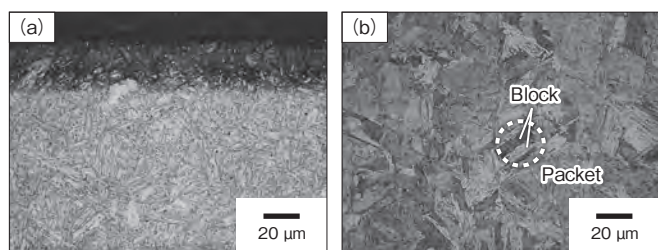


図9 窒化処理後の金属組織観察結果 (a) 窒化表面 (b) 中心部
 Fig. 9 Microstructure after nitriding treatment for (a) surface area, and (b) center area

図9に窒化処理材の金属組織観察結果を示す。母相組織は何れもラスマルテンサイト組織であり、マルテンサイトの階層組織であるパケット (Packet) やブロック (Block) が明瞭に観察される。腐食コントラストの違いから確認できる窒化層の厚さは 25 μm ~ 30 μm である。

図10に窒化処理材の硬さ分布測定結果を示す。表面硬さは 1,073 HV で内部硬さは 662 HV ~ 685 HV であり、内部硬度よりも高い硬さの値が得られている領域が窒化層であるため、硬さ分布から確認できる窒化層はおおよそ 35 μm 程度である。

表5に窒化処理材の引張試験結果を示す。開発材の0.2%耐力および引張強さはそれぞれ 2,000 MPa を超えており、窒化処理後も高い強度水準を維持していることが分かる。

以上より、本研究の開発材は、Ni₃Mo相とNiAl相の析出により強化されたマルエージング鋼であり、時効処理後に 600 HV 以上の硬さを有し、さらにはAlやCrを添加することで窒化処理も可能であることを確認した。

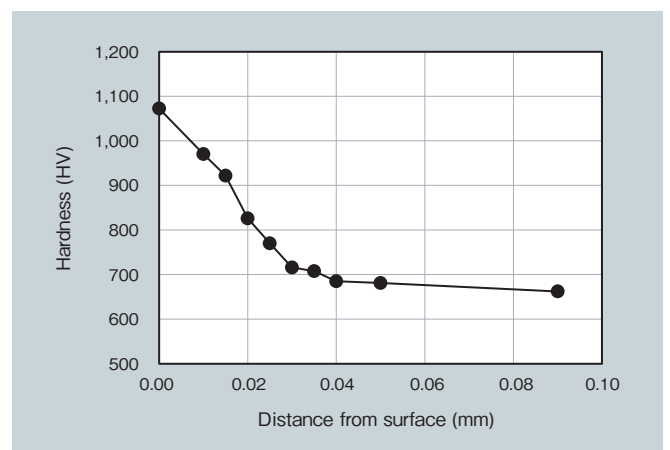


図10 窒化処理後の硬さ分布測定結果
 Fig. 10 Hardness distribution after nitriding treatment

表5 窒化処理後の引張試験結果

Table 5 Results of tensile test after nitriding treatment

0.2%Y.S. (MPa)	Tensile strength (MPa)	Elongation (%)
2,094	2,107	2.93

4. 結言

自動車用無段変速機の金属ベルトに使用される高強度のTiフリーマルエージング鋼を開発することを目的に、優れた機械的特性を実現するための合金設計を行う手法が妥当であるかを検証するとともに、開発した合金の熱処理特性、機械的特性および窒化特性を評価し、以下の結論を得た。

- (1) 金属間化合物の Ni_3Mo 相のみを強化相とする Alloy C のピーク硬さが得られる時効時間は、 Ni_3Mo と NiAl 相を強化相とする Alloy B シリーズや Ni_3Mo と Ni_3Ti 相を強化相とする Alloy A と比較して短い。これは、材料中の Mo の過飽和度の大きさによるもので、 Ni_3Mo 相の成長速度が比較した強化種の中で最も大きいことに起因した現象であると推察される。
- (2) 熱処理後の硬さを向上させるためには、 NiAl 相を形成する Al 添加に加え、 Ni_3Mo 相の形成を促進する Co 添加量の増加が有効である。
- (3) 本研究で開発した新合金の Alloy F (Fe-19Ni-13Co-1Cr-5Mo-1Al, mass%) は、熱処理することで Ni_3Mo 相および NiAl 相の析出強化により時効保持時間が 1 h で 600 HV 以上の硬さを有し、Al や Cr を含むため窒化処理も可能であることを確認した。

引用文献

- 1) 細川：クルマのメカ & 仕組み図鑑，グランプリ出版(2006)，p.168.
- 2) 村上 他，：ギガサイクル疲労，日本機械学会論文集，Vol.70，No.696 (2004)，p.1019.
- 3) Ohishi, et al.: Development of High Fatigue Strength Maraging Steel for CVT Belt, SAE International, (2015).
- 4) 杉本，他：材料組織学，朝倉書店(1991)，p.105.
- 5) 須藤，他：金属組織学，丸善株式会社(1972)，p.66.
- 6) 平野，他：鉄鋼便覧(基礎)，Vol.1, 3rd ed., 一般社団法人日本鉄鋼協会編，丸善株式会社(1981)，p.349.
- 7) R.Ferro, et al: Physical Metallurgy, Vol.1, 4th ed., eds. by R.W.Cahn and P.Haasen, North-Holland, Amsterdam, (1996), p.329.
- 8) 中村：マルエージング鋼の性能と用途，自動車技術，Vol.42，No.6 (1988)，p.705.
- 9) 鈴木：鋼の窒化層におよぼす Cr および Al の影響，鉄と鋼，Vol.81, No.6 (1995)，p.49.



大石 勝彦

Katsuhiko Oishi
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)



雀部 晋輔

Shinsuke Sasabe
日立金属株式会社
金属材料事業本部
安来工場
技術士(金属部門)



柴崎 洋志

Hiroshi Shibasaki
日立金属株式会社
金属材料事業本部
安来工場

Combination of Ultrafiltration and Ceramics Adsorption Filter for Pretreatment in Seawater Reverse Osmosis Desalination Process

Keiko Nakano *

Jingwei Wang **

Lee Nuang Sim **

Tzyy Haur Chong **

Yusuke Kinoshita ***

Kenichiro Sekiguchi *

* Metallurgical Research Laboratory,
Hitachi Metals, Ltd.

** Singapore Membrane Technology
Centre, Nanyang Environment and
Water Research Institute, Nanyang
Technological University

*** Advanced Metals Division,
Hitachi Metals, Ltd.

To mitigate the fouling of reverse osmosis (RO) membranes, which is one of the main issues in seawater desalination, Hitachi Metals has developed a ceramics adsorption filter (CAF) to remove potential foulants in RO feed water. The entire surface of the ceramic filter facing the water is coated with aluminum oxide, which has a higher isoelectric point (IEP) than seawater. When in seawater, the surface layer is positively charged and therefore adsorbs negatively-charged foulants. In order to promote the use of this product in the water treatment industry, Hitachi Metals and the Nanyang Environment and Water Research Institute (NEWRI) at Nanyang Technological University (NTU) conducted collaborative research to compare the effectiveness of a hybrid ultrafiltration (UF) - CAF pretreatment method with conventional UF pretreatment in reducing RO fouling. The changes in water quality before and after the CAF indicated that the CAF could remove a certain fraction of the dissolved organic matter (DOM) that escaped the UF membrane, thus alleviating RO membrane fouling. In addition, an RO membrane autopsy analysis indicated that a smaller amount of biofilm was formed on the RO membrane when a CAF pretreatment was used prior to RO. This was demonstrated by a slowdown in the decrease of membrane permeability as well as a reduction in the required membrane cleaning frequency by two times or more. This will be likely to reduce the operating costs of seawater desalination plants, and improve capacity utilization, thus resulting in lower water production costs.

● **Key words** : Desalination, Adsorption, Ceramic

● **R&D Stage** : Proto-type

§ This article is based on a report previously published as part of The International Desalination Association (IDA) World Congress Proceedings, Dubai, UAE 2019.

1. Introduction

An increase in water demand has emerged as a global issue due to population growth, economic growth, and climate change. One of the Sustainable Development Goals (SDGs)¹⁾ promoted by the United Nations is to ensure access to water and improve water quality and price.

Desalination is one of the solutions for securing water resources in low-precipitation areas, and many desalination plants rely on reverse osmosis (RO) technology. However, one of the main issues with RO technology is membrane fouling²⁾. Fouling of RO membranes results in a decrease in permeability and an increase in water production costs due to an increase in pumping energy, higher chemical usage for membrane

cleaning and replacement of RO membranes. Thus, effective pretreatment processes to remove potential foulants in the RO feed water are critical for alleviating the fouling of RO membranes.

Seawater contains suspended solids and dissolved matter. Dissolved matter includes not only ions but also colloids and soluble organic compounds with submicron sizes. These colloids and organic compounds are easily retained and accumulate on the RO membrane surface, thereby reducing the membrane permeability. The organic compounds also act as a food source for bacteria that eventually cause the formation of biofilms on the membrane surface. Therefore, pretreatment is used as the first step to remove suspended solids, organic compounds

and microorganisms from natural seawater prior the RO process, in order to protect the membrane.

Conventional pretreatment processes include (i) filtration by physical separation in various media, and (ii) chemical treatment (e.g., coagulation-flocculation, biocides, antiscalants)²⁾. Even though microfiltration (MF) and ultrafiltration (UF) pretreatments are commonly used in seawater reverse osmosis (SWRO) plants, fouling of RO membranes still occurs. Filtration is effective for removing suspended solids but has limited effect on the removal of dissolved organic carbon (DOC) in seawater^{3) - 5)}.

One approach to reduce the amount of organic matter in seawater is through adsorption. Due to the high ionic strength of seawater, metal oxides were found to be a more suitable adsorbent for removal of organic matter than activated carbon. Kim et al. proposed the incorporation of powdered iron oxide in the UF system for algal organic matter removal. The study showed that iron oxide had a 50% removal efficiency for DOC, and hence significantly reduced fouling during RO⁶⁾. Alumina is another common adsorbent for the removal of contaminants such as toxic metal ions, organic dyes, pesticides and natural organic matter (NOM) in water^{7), 8)}. However, there has only been a limited amount of research into using alumina as an adsorbent for seawater pretreatment applications.

Hitachi Metals published the first use of ceramics adsorption filter (CAF) as an alternative pretreatment approach for RO systems, in IDA World Congress 2017⁹⁾. In order to market this product to water treatment

plants, Hitachi Metals engaged with the Nanyang Environment and Water Research Institute (NEWRI) at Nanyang Technological University (NTU), Singapore to investigate the impact of a CAF on RO performance, in December 2017.

In the present study, NEWRI and Hitachi Metals conducted laboratory-scale and pilot-scale SWRO studies, respectively, to investigate the RO performance after CAF treatment. In both tests, two RO systems were operated in parallel. One of the systems consisted of a CAF pretreatment unit after UF pretreatment prior to RO, whereas the other system involved UF and/or dual-media filtration (DMF) followed by RO; the latter system was used as the baseline for comparison. Detailed water analyses were carried out before and after CAF pretreatment to correlate the fouling potential of the RO feed water and RO performance data. Furthermore, the major foulants that were attached to the membrane surface were identified through membrane autopsy.

2. Overview of CAF

The CAF (Fig. 1) is made of cordierite, a ceramic with a composition of $2\text{MgO} \cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{SiO}_2$. It has an array of square flow channels whose pitch is a few millimeters. The flow channels have porous walls with a maximum porosity of 70%, and the pores are interconnected. The porous walls are coated with alumina nanoparticles as an adsorbent. The flow channels are arranged to have an alternate pattern of 'feed channel' and 'treated channel'.

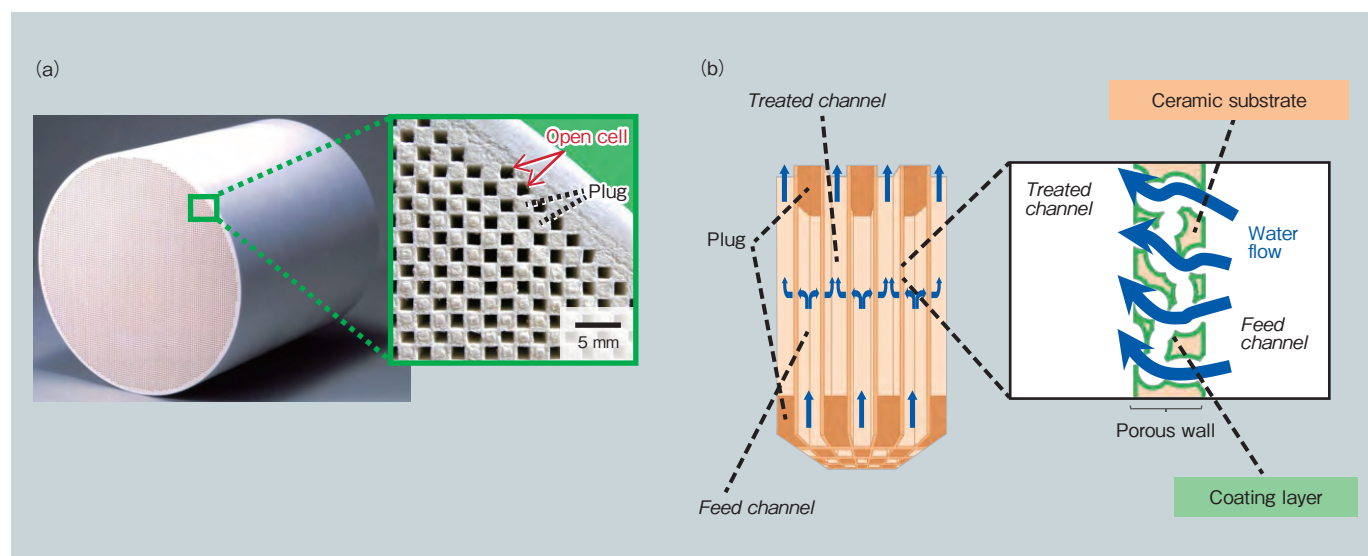


Fig. 1 Structure of CAF (a) photo of CAF, (b) cross-sectional illustration of water flow path

Both types of channel have an open end and a non-porous ceramic plug on the opposite end. The feed water enters the bottom of the CAF via the feed channels, passes through the porous walls where dissolved matter is adsorbed, and then the treated water exits at the top of the CAF via the treated channels.

The CAF is designed to remove material that could cause severe fouling in the RO process. The ceramic filter surface is coated by metal oxide with a higher isoelectric point (IEP) than seawater in order to enhance its adsorption of foulants in seawater, which are typically negatively charged.

The features of the CAF are:

- High chemical resistance, which allows periodic chemical cleaning to recover its adsorption performance
- Comparatively large surface area due to the highly porous walls and micron-size pores.
- Low hydraulic pressure loss (less than 1 kPa).

The main function of the CAF is to adsorb a certain fraction of the soluble organic matter that is typically not retained by the UF membrane. However, the CAF allows the passage of 99% of polystyrene particles (particle diameter of 2 μm)⁹. The removal performance for organic matter with different molecular sizes was compared for the CAF and UF membrane, and the results are summarized in Fig. 2. The CAF showed higher removal

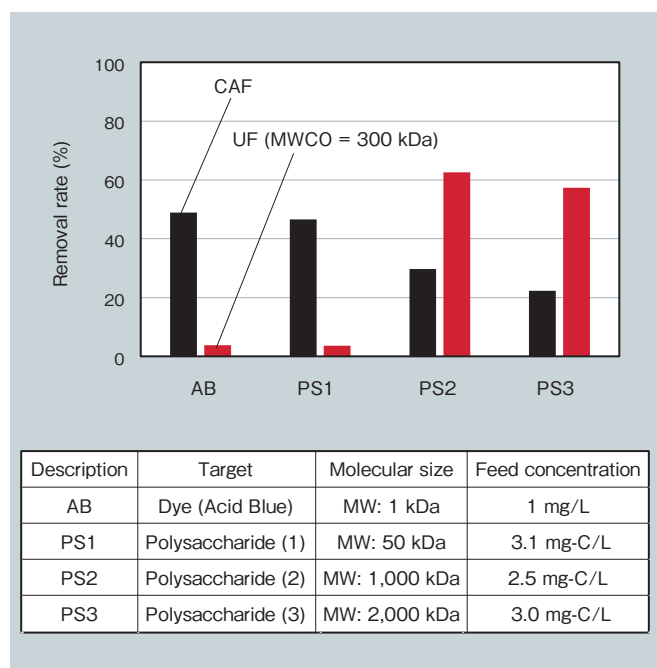


Fig. 2 Comparison of removal rates by CAF and UF for organic matter with different molecular sizes

rates for small molecules such as dye (MW: 1,000 Da) and polysaccharide (MW: 50 kDa). In this experiment, the removal rate was defined as the change in the concentration of total organic carbon (TOC) before and after the CAF or UF, except for dyes whose removal rate was calculated based on the reduction in optical absorbance (measured by UV-vis spectroscopy). The results indicated that the CAF has the potential to adsorb low-molecular-weight organic matter.

The adsorption performance of the CAF relies on the contact probability between the molecules and the adsorbent on the surface of the CAF pores. The contact probability is determined by the contact time, i.e., the time taken to pass through the porous wall, assuming a fixed channel structure. Therefore, the space velocity (SV) was used to design the flow rate for the CAF.

3. Laboratory Testing at NEWRI (Singapore)

In the laboratory test at NEWRI, to clarify the different substances removed by the UF membrane and the CAF, two RO systems were operated in parallel, and fed with UF filtrated seawater de-chlorinated with sodium bisulfite (i.e., a mixture of $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ and NaHSO_3), one without and another with CAF treatment prior to RO, as shown in Fig. 3. The evaluation test was performed twice with different CAF cleaning frequencies, i.e., once a week in the first test and once a day in the second test.

The seawater was pumped through the CAF using a peristaltic pump at a constant flow rate of 70 mL/min, equivalent to a SV of 120 /h. A total volume of 15 L of seawater was treated by the CAF daily, and 50 mL of seawater samples were collected before and after CAF

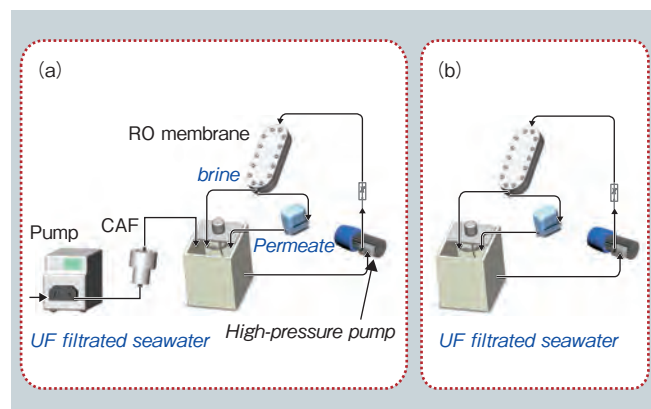


Fig. 3 Schematic diagram of experimental RO system (NEWRI)
(a) RO 1 with CAF pretreatment, (b) RO 2 without CAF pretreatment

filtration for analysis.

A high-pressure pump was used to pump the RO feed from a feed tank to the crossflow RO cell at a flow rate of 0.5 L/min (corresponding to a crossflow velocity of 0.1 m/s). The feed pressure of 4.5 MPa was adjusted by a pressure regulator located after the RO cell. The RO membrane used was a Nitto Hydranautics SWC5-4040. The membrane flux was calculated based on the permeate flow rate that was measured using a digital mass flowmeter. The permeate and concentrate were recycled to the feed tank to maintain constant volume. The conductivities of feed and permeate were monitored with conductivity transmitters. Data for the feed pressure, permeate pressure, conductivity, and permeate flow rate were recorded every minute by a data acquisition logger. The temperature of the RO feed solution in the feed tank was controlled at 28°C using a chiller.

Water samples were collected daily before and after the CAF for measurements, i.e., analysis of the total dissolved organic carbon concentration by a Shimadzu TOC analyzer, characterization of the organic fraction by a fluorescence spectrophotometer (Agilent Technologies) and liquid chromatograph-organic carbon detection (LC-OCD; DOC-Labor Dr. Huber)¹⁰. In this study, a statistical modelling method, namely PARAFAC, was applied to further decompose the excitation emission matrix (EEM) into individual components with unique fluorescence features using MATLAB[®] R2018b software (“MATLAB” is a registered trademark of The MathWorks, Inc. in the USA.)

with the DOMFluor toolbox following the protocols described by Stedmon and Bro¹¹. This allows effective tracking of the fate of individual organic components in seawater systems. The fluorescence spectra corresponding to the blank (pure water) was subtracted from each

measured EEM, and the fluorescence intensities were further normalized by the Raman peak for pure water at an excitation wavelength of 350 nm, and were calibrated against the quinine sulfate dilution series, producing EEMs in units of quinine sulfate equivalent ($\mu\text{g/L QSE}$).

At the end of the experiments, autopsies of the fouled RO membrane and used CAF were performed. The samples were first soaked in a sterilized 0.85% sodium chloride solution, then sonicated, followed by vortexing to detach the foulants. The extracted solutions were used for the organic characterization described above and for microbial analysis.

Extracellular polymeric substances (EPSs) were measured as the sum of the polysaccharide and protein content. The polysaccharide was measured using the colorimetric method (phenolic sulfuric acid method). Quantification of the protein content in EPS was conducted using a micro bicinchoninic acid (BCA) protein assay kit (Pierce, #23235).

The cell viability was quantified using flow cytometry (BD, USA). Specifically, 1 mL of samples was stained with 1 μL of both SYTO[®] (“SYTO” is a registered trademark of Molecular Probes, Inc. in the USA.) 9 and propidium iodide (Molecular Probes, USA). The sample was transferred to a flat-bottomed well plate for flow cytometry analysis (with an unstained sample as a control). Counts in a defined region of the density plot were converted to live and dead cells.

4. Pilot-scale Testing at Hitachi Metals (Japan)

Hitachi Metals set up a pilot-scale RO system at Water Plaza Kitakyushu on the shore of the Japan Sea. A schematic view of the system is shown in Fig. 4. The

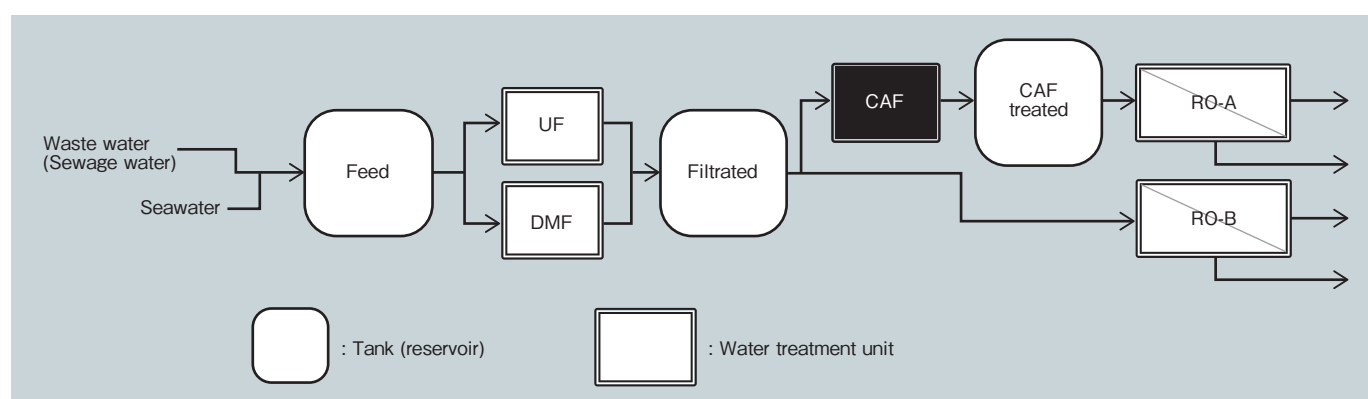


Fig. 4 Schematic diagram of pilot-scale RO system (Hitachi Metals)

system had parallel RO desalination lines with different pretreatment methods. The seawater was first filtered by UF and a dual-media filter (DMF). UF filtrated seawater and DMF filtrated seawater were mixed in a tank and split into two lines, i.e., with and without CAF treatment prior to RO. The volume of seawater fed into the system was 50-60 m³/day. The operating conditions for each unit are summarized in **Table 1**. The permeability and salt rejection rate were standardized by the method described in the document issued by the American Society for Testing and Materials (ASTM)¹²⁾, using the measured values of water temperature, feed pressure, flux and conductivity. The pilot-scale SWRO systems were operated for a

Table 1 Operating conditions for pilot-scale test

Ceramics adsorption filter (CAF)	
Volume	10 L
Size	250 mm diameter, 185 mm length
Number	1
Feed mixture ratio	DMF: UF = 1: 2
Space velocity	90 - 150 /h
Pressure drop	< 5 kPa
Cleaning chemical	sodium hydroxide (0.4 wt%)
Cleaning frequency	daily
Dual media filter (DMF)	
Media	sand / anthracite
Filtration area	0.08 m ²
Linear velocity	150 m/d
Pressure drop	< 10 kPa
Backwashing frequency	daily
UF	
Type	Dow SFP-2660 PVDF, 0.03 μm pore
Flux	0.7 - 1.0 m/d
Pressure drop	40 kPa
Backwashing frequency	once / 30 - 45 min.
CIP frequency	once every 3 months for seawater, weekly for wastewater-added seawater
RO	
Type	Hydranautics SWC5-4040
Size	100 mm diameter, 1,016 mm length
Number	1
Feed water	900 L/h
Permeate water	72 L/h (recovery rate: 8%) <i>const.</i>
Flux	0.2 m/d
Operating pressure	3.5 - 4.5 MPa

month, but the reduction rates for the permeability for the two RO systems were the same. This could be due to the low concentration of organic matter in the seawater. In order to investigate the CAF effect, wastewater was added to the seawater in a small percentage (< 2%) in order to increase the DOC in the water during the final week of the evaluation test.

The water samples from the seawater tank (collected weekly), UF+DMF filtrate tank and CAF treated tank were measured by a Shimadzu TOC analyzer and a quartz crystal microbalance (QCM) (Biolin Scientific - qsense). Hitachi performed QCM measurements using a unique method to estimate the amount of organic matter that attached easily to the RO membrane¹³⁾. The QCM instrument measures the weight change based on the shift in the resonance frequency of the sensor crystal¹⁴⁾. The frequency shift is proportional to the weight of deposited components per unit area of the sensor surface. Using a sensor crystal coated with polyamide similar to the RO membrane surface, the frequency shift indicates the weight of the components that have high affinity for the RO membrane.

The used CAF was cut out after 9 weeks of continuous operation and soaked overnight in dilute hydrochloric acid (0.1 mol/L), and sodium hydroxide solution (0.1 mol/L) to extract the adsorbed matter. The extracted solutions were neutralized and the organic components present were characterized by LC-OCD.

5. Results and Discussion

Figs. 5-7 depict the profiles of the normalized permeability of the RO membranes in the 1st and 2nd laboratory-scale tests performed by NEWRI and the pilot-scale test performed by Hitachi Metals (HML). Two points should be noted from these results. First, the normalized permeability showed a decreasing trend with time, indicating the occurrence of membrane fouling. Secondly, UF-CAF-RO showed higher permeability (i.e., less membrane fouling) compared to UF-RO. Comparing the 1st and 2nd tests at NEWRI, the difference increased from 10% to 30% when a higher-frequency CAF backwash was adopted. This indicates that higher adsorption performance can be achieved by more frequent CAF chemical backwashing. In the pilot-scale test

conducted by Hitachi Metals in Japan, an accelerated permeability drop was observed for the RO system without CAF after addition of wastewater into both systems. The weights of the components deposited on the RO sensor of the QCM from seawater with and without wastewater are shown in Fig. 8. The components that

have a high affinity for the RO membrane passed through the UF membrane, and the potential to foul the RO membrane became higher after wastewater addition. The increase in the organic matter content in the feed water caused a difference in the fouling rate for the two pretreatment processes.

Generally, chemical cleaning is conducted to recover the performance of a RO system when its permeability is reduced by 10-15% of its initial value. The downtime associated with membrane cleaning is a factor that decreases the utilization capacity of seawater desalination equipment. As such, the performance indicator used in both the studies by NEWRI and Hitachi Metals was the operating time required for the RO permeability to drop by 10% from the initial value. Our results showed that the RO membrane cleaning frequency was reduced because of adding the CAF as an RO pretreatment. As shown in Fig. 9, the time taken for the permeate flow rate to decrease by 10% was

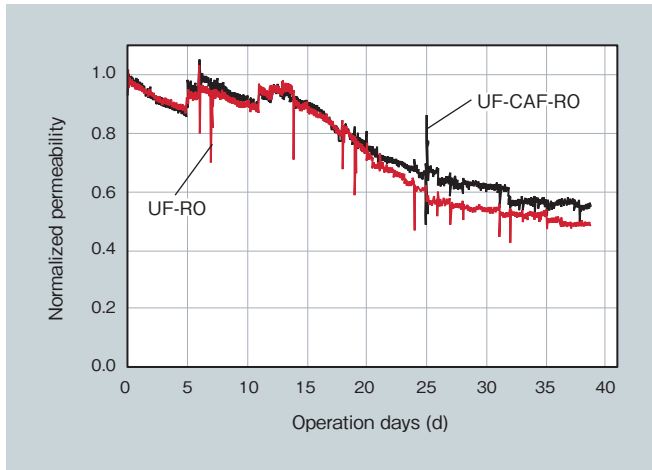


Fig. 5 RO permeability degradation in first test by NEWRI

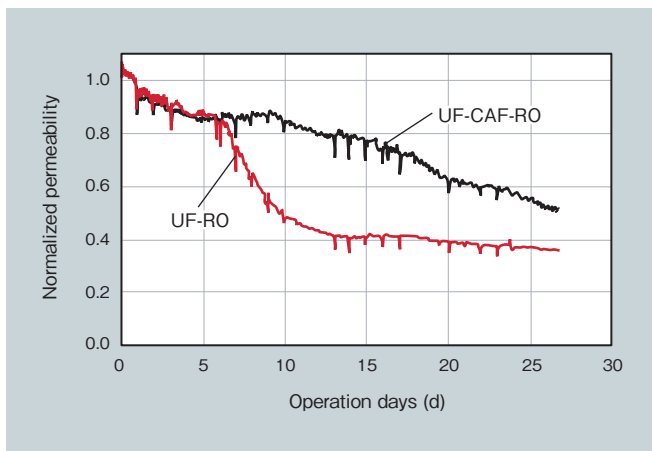


Fig. 6 RO permeability degradation in the second test by NEWRI

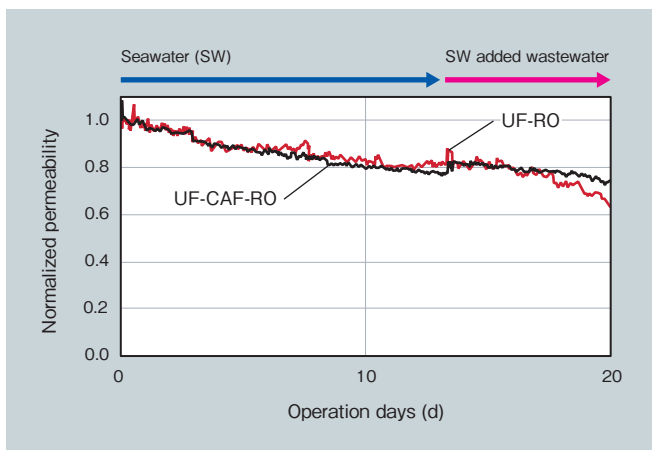


Fig. 7 RO permeability degradation in pilot-scale test by Hitachi Metals

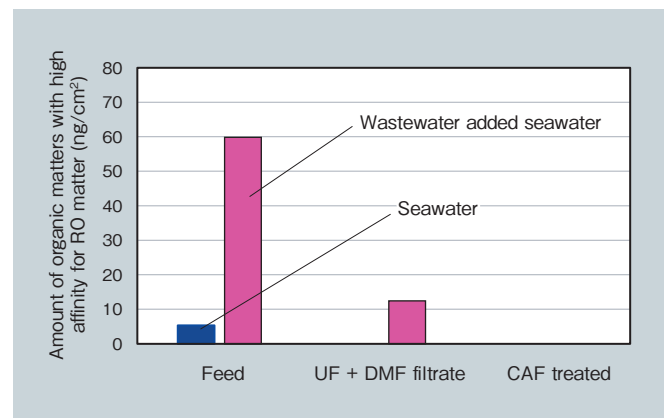


Fig. 8 Amount of organic matter attached to RO membrane measured by QCM

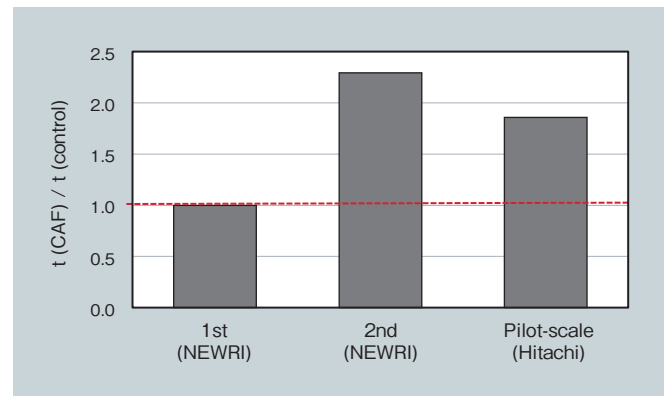


Fig. 9 Ratio of time span required for chemical cleaning of RO membrane ("t" in y-axis stands for time taken for 10% decline in permeability for each pretreatment)

extended by up to 2.3 times relative to that without the CAF. This is likely to reduce the operating costs of seawater desalination plants and improve the utilization capacity, resulting in lower water production costs.

In order to determine the type of components that the CAF can capture, the water samples taken before the CAF (UF filtrate) and after the CAF were examined by LC-OCD in NEWRI's test. The total amount of DOC in the seawater ranged from 1.2 to 1.4 mg-C/L in both tests. From the LC-OCD analysis, four components were quantitatively measured, namely, biopolymer (BP), humic acid (HA), building blocks (BBs), and low-molecular weight matter (LMW). Among the organic components, the CAF tended to remove BP and HA as shown in **Table 2**, but showed limited removal of BB and LMW. Based on the Hitachi Metals pilot-scale test, the total organic matter in Japanese seawater was about 30% lower than that in Singapore, but the order of the composition ratio for CAF feed water was similar for all samples, i.e., HA > LMW > BB > BP. The values in the two rightmost columns in **Table 2** are the concentrations of the

components in the extract from the used CAF in dilute hydrochloric acid and sodium hydroxide solution. They indicated the types of substances that were adsorbed by the CAF. The amount of BP in extracts was higher than that in the feed water for the CAF. BPs have a high molecular weight and consist of polysaccharides and proteins, which may cause fouling of RO membranes or are produced in the biofilm¹⁵.

The components identified from the EEM-PARAFAC analysis in three components, on their excitation wave length (Ex) and emission wave length (Em) in the unit of nm. The three components described C1, C2 and C3 in this paper were:

- C1: Ex/Em ≤ 250 (310)/402; Marine humic materials
- C2: Ex/Em = 280/314; Amino acids, free or bound in proteins
- C3: Ex/Em = 260 (370)/466; Terrestrial humic-like substances

The concentrations of each component are summarized in **Table 3**. The EEM-PARAFAC analysis in the second evaluation test also indicated that the CAF showed a

Table 2 LC-OCD analysis of organic components in water before and after CAF

	1 st test			2 nd test			Pilot-scale test		
	Concentration (µg/L) (ratio in DOC (%))		Removal rate (%)	Concentration (µg/L) (ratio in DOC (%))		Removal rate (%)	Concentration (µg/L) (ratio in DOC (%))		
	CAF feed	CAF treated		CAF feed	CAF treated		CAF feed (w/o WW)	Extract by acid	Extract by base
DOC	1,296	1,277	1.4	1,409	1,370	2.7	948	91	169
BP	117 (9.7)	116 (9.1)	1.0	91 (7.9)	82 (6.0)	8.9	58 (6.1)	20 (22.0)	17 (10.1)
HA	572 (47.4)	519 (40.6)	9.3	497 (43.4)	476 (34.7)	4.2	412 (43.4)	n.d.	56 (33.3)
BB	122 (10.1)	130 (10.2)	—	181 (15.8)	186 (13.6)	—	183 (19.3)	24 (26.4)	40 (23.8)
LMW	395 (32.8)	372 (29.1)	5.8	377 (32.9)	397 (29.0)	—	296 (31.2)	47 (51.6)	55 (32.7)

'-' in the columns for removal rate means the value is negative.
n.d.: under the detection limit

Table 3 Amount of organic components in RO feed water, foulants extracted from CAF and RO membrane in second evaluation test by NEWRI

	RO feed water		CAF	RO membrane	
	UF-CAF (µgQSE/L)	UF (µgQSE/L)	UF-CAF (ngQSE/gCAF)	UF-CAF-RO (ngQSE/cm ²)	UF-RO (ngQSE/cm ²)
C1	7.4	6.6	7	6	6
C2	4.8	4.1	26	50	35
C3	3.4	3.3	2	3	2

greater tendency to capture proteins from the feed water. The concentration of C1 was higher than those of C2 and C3 in the RO feed water. On the other hand, the concentration of C2 was the highest in the foulants of the CAF and RO membranes.

Microbial analysis of RO foulants was also performed. The EPS content of the fouled RO membranes is shown in Fig.10. The EPS was mainly composed of proteins rather than polysaccharides. The amount of EPS on the

UF-CAF-RO fouled membrane was 20% and 45% lower than that for the UF-RO fouled membrane in the weekly and daily CAF backwash tests, respectively. The cell count for CAF-UF-RO was similar to that for the UF-RO fouled membrane in the first evaluation test, but was 76% lower in the second evaluation test, as shown in Fig. 11. The presence of the CAF is able to suppress bio-film accumulation on the RO membrane.

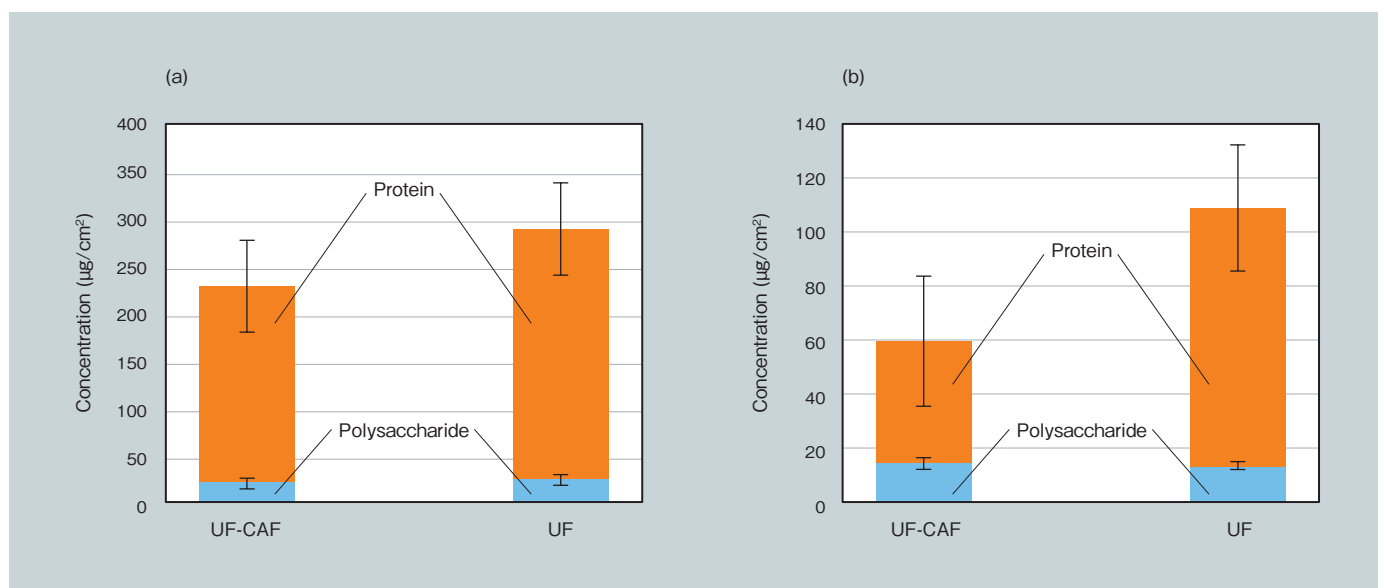


Fig. 10 EPS content of fouled RO membranes with and without CAF pretreatment (a) 1st evaluation with weekly backwash, (b) 2nd evaluation with daily backwash

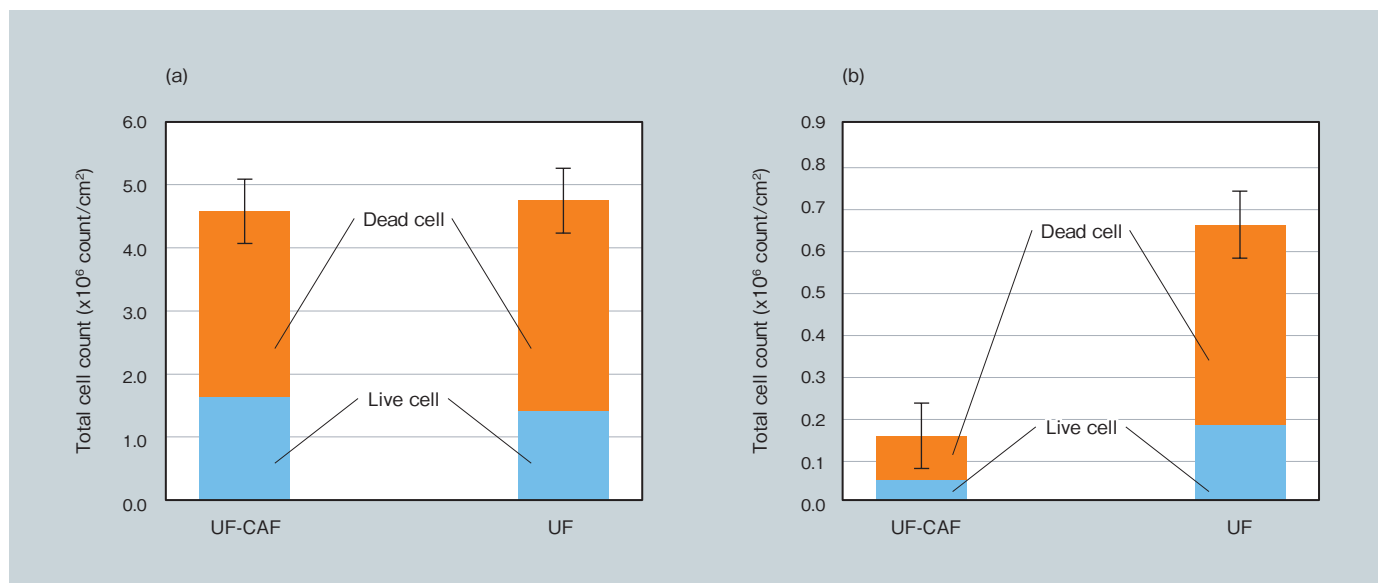


Fig. 11 Live/dead cell count on fouled RO membranes with and without CAF pretreatment (a) 1st evaluation with weekly backwash, (b) 2nd evaluation with daily backwash

6. Conclusion

Hitachi Metals has developed a ceramics adsorption filter (CAF) with porous walls coated with an adsorbent material that suppresses the fouling of RO membranes by selectively removing the dissolved organic matter in the RO feed water. The ceramic filter surface is coated by a metal oxide with a higher isoelectric point than that for seawater in order to increase its ability to adsorb negatively charged organics. NEWRI and Hitachi Metals conducted laboratory-scale and pilot-scale SWRO studies, respectively, to investigate the RO performance after CAF treatment. In both tests, two RO systems were operated in parallel, by feeding UF (+DMF) filtrated seawater without and with CAF treatment prior to RO.

The UF-CAF-RO showed less RO membrane fouling compared to UF-RO even though the removal rate for dissolved organic matter was negligible. Additionally, the total organic matter derived from the seawater on the UF-CAF-RO membrane was about the same or slightly more than that on the UF-RO membrane. It is worth noting that the CAF appeared to be able to suppress biofouling on the RO membrane. Furthermore, it was observed that the components (total amount and composition of ion species) adsorbed on the surface of the CAF changed depending on the conditions of the water. Hitachi metals and NEWRI are currently conducting further study to determine an effective combination of pretreatments for different types of feed water for desalination and reuse systems with RO membranes.

References

- 1) United Nations: Transforming our world: the 2030 Agenda for sustainable development, (2015), p.14.
- 2) N. Voutchkov: Pretreatment for Reverse Osmosis Desalination, Elsevier Inc., (2017), p.11-41.
- 3) N. Voutchkov: Considerations for selection of seawater filtration pretreatment system, Desalination, 261 (2010), p.354.
- 4) S.A. Alizadeh Tabatabai, et. al.: Effect of coagulation on fouling potential and removal of algal organic matter in ultrafiltration pretreatment to seawater reverse osmosis, Water Research, 59 (2014), p.283.
- 5) A.H. Alshahri, et. al.: Organic carbon movement through two SWRO facilities from source water to pretreatment to product with relevance to membrane biofouling, Desalination, 407 (2017) p.52.
- 6) B.-C. Kim, et. al.: Dynamic membrane filtration using powdered iron oxide for SWRO pre-treatment during red tide event, Journal of Membrane Science, 524 (2017), p.604.
- 7) M.A. Islam, et. al.: Metal ion and contaminant sorption onto aluminium oxide-based materials: A review and future research, Journal of Environmental Chemical Engineering, 6 (2018) , p.6853.
- 8) P. Benoit, et. al.: Comparative study of the adsorption of organic ligands on aluminum oxide by titration calorimetry, Applied Geochemistry, 8 (1993), p.127.
- 9) K. Nakano, et. al.: Ceramic adsorption filter for SWRO desalination system, Proceeding for the International Desalination Association World Congress (2017)
- 10) T. Dittmar, G. Kattner: Recalcitrant dissolved organic matter in the ocean: major contribution of small amphiphilics, Marine Chemistry, 82 (2003), p.115.
- 11) C.A. Stedmon, R. Bro: Characterizing dissolved organic matter fluorescence with parallel factor analysis: a tutorial, Limnology and Oceanography: Methods, 6 (2008) p.572.
- 12) American Society for Testing and Materials: Standard practice for standardizing reverse osmosis performance data, D4516-00 (Reapproved 2010).
- 13) K. Nakano, et. al.: Water quality evaluation method for RO fouling potential using quartz crystal microbalance, Proceeding for the Singapore International Water Week, (2014)
- 14) F. Höök, et. al.: Energy dissipation kinetics for protein and antibody – antigen adsorption under shear oscillation on a quartz crystal microbalance, Langmuir, 14 (1998) p.729.
- 15) L.O. Villacorte, et. al.: The fate of transparent exopolymer particles (TEP) in integrated membrane systems: Rmoval through pre-treatment processes and deposition on reverse osmosis membranes, Water Research, 43 (2009), p.5039.



Keiko Nakano

Metallurgical Research Laboratory, Hitachi Metals Ltd.



Jingwei Wang

Nanyang Environment and Water Research Institute,
Nanyang Technological University
Dr.



Lee Nuang Sim

Nanyang Environment and Water Research Institute,
Nanyang Technological University
Dr.



Tzyy Haur Chong

Nanyang Environment and Water Research Institute,
Nanyang Technological University
Assoc. Prof.



Yusuke Kinoshita

Advanced Metals Division, Hitachi Metals Ltd.



Kenichiro Sekiguchi

Metallurgical Research Laboratory, Hitachi Metals Ltd.
Dr.

鉄クロムコバルト磁石製造における金属積層造形法の適用

Development of Fe-Cr-Co Magnet Parts by Selective Laser Melting

大沼 篤彦*

Atsuhiko Onuma

足達 俊哉*

Syunya Adachi

佐藤 正博*

Masahiro Sato

岡本 晋哉**

Shinya Okamoto

桑原 孝介**

Kosuke Kuwabara

石井 崇博***

Takahiro Ishi

岡村 信之***

Nobuyuki Okamura

* 日立金属株式会社
桑名工場

Kuwana Works, Hitachi Metals, Ltd.

** 日立金属株式会社
グローバル技術革新センター

Global Research and Innovative Technology
center GRIT, Hitachi Metals, Ltd.

*** NEOMAX エンジニアリング株式会社

NEOMAX Engineering Co., Ltd.

鉄クロムコバルト (Fe-Cr-Co) 磁石に対する金属積層造形法の適用可能性を評価することを目的に、SLM (Selective Laser Melting: 選択的レーザー粉末積層造形法) で Fe-Cr-Co 磁石を造形した。レーザーの照射エネルギー密度を適正化することで欠陥率を 0.1% 以下に低減した。造形試験片と鑄造試験片の磁気特性を調べた結果、SLM 造形により作製した Fe-Cr-Co 磁石の特性は鑄造磁石と比較して同等以上であった。微細構造観察の結果、鑄造磁石では、TiC や TiN が局部的に析出する不均一な構造を有するが、造形 Fe-Cr-Co 磁石は組織が均一であった。磁気特性が異なるのは SLM 造形や鑄造で作製した Fe-Cr-Co 磁石ではそれぞれ微細構造が異なるためと考えられる。SLM 造形により、部品形状の造形体を作製可能であることを確認し、積層造形により Fe-Cr-Co 磁石の製造が可能であることが分かった。

Fe-Cr-Co magnets were manufactured by selective laser melting (SLM), which is an additive manufacturing method. By adjusting the SLM conditions, a low defect ratio of < 0.1% could be achieved. The additively manufactured Fe-Cr-Co magnets exhibited similar or better performance than that for conventional cast magnets. Though uniform structures were observed in the additively manufactured specimens, locally precipitated TiC or TiN phases were observed in cast Fe-Cr-Co magnets by scanning electron microscopy. The microstructures in the specimens were different, and it is considered that the magnetic performance was affected by the microstructure. These results indicate that Fe-Cr-Co magnets can be successfully fabricated using SLM.

● Key Words : 積層造形, レーザー粉末積層造形, Fe-Cr-Co 磁石
● R&D Stage : Prototype

1. 緒言

積層造形技術 (3D プリンティング) は、三次元 CAD などの設計データから直接三次元形状の部品を得る製造技術であり、さまざまな分野で実用化に向けた開発が進められている¹⁾⁻³⁾。積層造形の中でも、金属材料を対象とする金属積層造形は、材料や熱源の種類によって、選択的レーザー粉末積層造形法 (SLM: Selective Laser Melting)、電子ビーム粉末積層造形法 (EBM: Electron Beam Melting)、レーザー粉末肉盛法 (LMD: Laser Metal Deposition)、電子ビームワイヤー肉盛法 (EBAM: Electron Beam Additive Manufacturing) などの方式に分けられ、対象とする材料や部品形状などに応じて使い分けられる。

金属積層造形で用いられる材料としては、ステンレス、ニッケル基合金、チタン合金、アルミニウム合金および工具鋼など多岐に渡る^{1), 2), 4)-9)}。2000 年代に入りレーザーの制御や粉末の製造技術が向上し、造形物の寸法精度や密度が改善した。その結果、航空機エンジン部品やガスタービン部品、自動車部品などへの金属積層造形部品の適用が可能になり、国内外で開発が進められている。金属積層造形に関する技術開発として、日立金属は日立製作所と共同で高強度高耐食ハイエントロピー合金¹⁰⁾⁻¹⁴⁾を開発した。また、加工難度が高い MAT21[®] など、多数材料の積層造形への展開を進めている¹⁵⁾。本報告ではさらなる材料の展開拡大を目的に、鉄クロムコバルト磁石 (Fe-Cr-Co 磁石) について、積層造形法の適用可能性を検討した。

2. Fe-Cr-Co 磁石の課題と本研究の目的

磁性材料は、硬質磁性材料と軟質磁性材料に分けられる。硬質磁性材料は保磁力が大きく、外部磁場に対して減磁しにくい磁性材料である。代表例として、フェライト磁石、Nd-Fe-B系磁石、Sm-Co系磁石、金属磁石などがあげられる。この中で、金属磁石は鍛造、圧延で作られることが多く、製法上、比較的小さいサイズや複雑形状の量産に向いている。金属磁石の例としては、Fe-Cr-Co磁石やアルニコ磁石がある。

Fe-Cr-Co磁石はアルニコ磁石に比べ、高い磁束密度とエネルギー積を持つ。また、コバルト含有量が少ないため、価格変動リスクを低減できる。さらに、アルニコ磁石と同様に残留磁束密度の温度係数が小さく温度安定性に優れる。そのため、トルクリミッターや磁気センサー等に利用されている。Fe-Cr-Co磁石の製造上の特徴は、塑性加工が可能であることであり、一般に、鍛造および圧延などによって製造されている。一方、鍛造で製造する場合、鍛造型が必要となり、特に少量生産品では製造コストが高くなる。また、鍛造では薄肉構造を作ることが難しく、さらに形状自由度を高める製法の開発が望まれている。そのため、金属積層造形の適用により金型不要の少量多品種製造を実現し、かつ、薄型構造など設計自由度を向上させることが期待される。

本研究は、Fe-Cr-Co磁石に対する積層造形法の適用可能性を評価することを目的とし、積層造形によりFe-Cr-Co磁石を製造した結果について報告する。はじめに、真空ガスアトマイズ法にて作製したFe-Cr-Co磁石の原料粉末を用いて、SLM方式の積層造形装置にて試験片を造形した。次に異なる造形条件下で作製した造形物の評価をすることで、欠陥率に及ぼす造形条件の影響や磁気特性に及ぼす欠陥率の影響を評価した。さらに、これらの試験片と従来法で作製した鍛造材の磁気特性を評価した。

3. 実験方法

3.1 供試材料

SLM造形の原料として、真空ガスアトマイズ法で作製したFe-Cr-Co磁石の原料粉末を用いた。表1にFe-Cr-Co磁石の原料粉末の組成を示す。3組成の粉末を単体もしくは混合した状態で用いた。また、比較材料として鍛造にて作製したFe-Cr-Co磁石を評価した。表2に鍛造Fe-Cr-Co磁石の組成を示す。本研究では、積層造形の実用性を評価するために、積層造形品に適した組成の部品と実用化されている鍛造部品とを比較評価した。

表1 Fe-Cr-Co磁石粉末の組成

Table 1 Compositions of Fe-Cr-Co magnet powders (mass%)

	Fe	Cr	Co	Ti	Si
Lot.1	Bal.	24.4	10.3	0.5	0.5
Lot.2	Bal.	24.5	10.2	0.6	0.5
Lot.3	Bal.	24.7	10.3	0.6	0.5

表2 鍛造Fe-Cr-Co磁石の組成

Table 2 Composition of a cast Fe-Cr-Co magnet (mass%)

Fe	Cr	Co	Ti	Si
Bal.	25.9	9.7	1.1	0.5

3.2 Fe-Cr-Co 部品の製造方法

本研究では、鍛造およびSLM方式の積層造形にて粉末からFe-Cr-Co磁石の造形試験片を作製した。鍛造試験片は、Fe-Cr-Co磁石の原料を溶解し、金型に溶湯、凝固することで作製した。図1にSLM造形の概略図を示す。はじめに原料粉末をベースプレートに層状に積層した(図1(a))。次に、CADデータに基づく断面形状に従ってレーザーを走査することで粉末層を局部的に溶融、凝固して造形部を得た(図1(b))。この粉末層の供給とレーザー走査を繰り返すことで、ベースプレート上に試験片

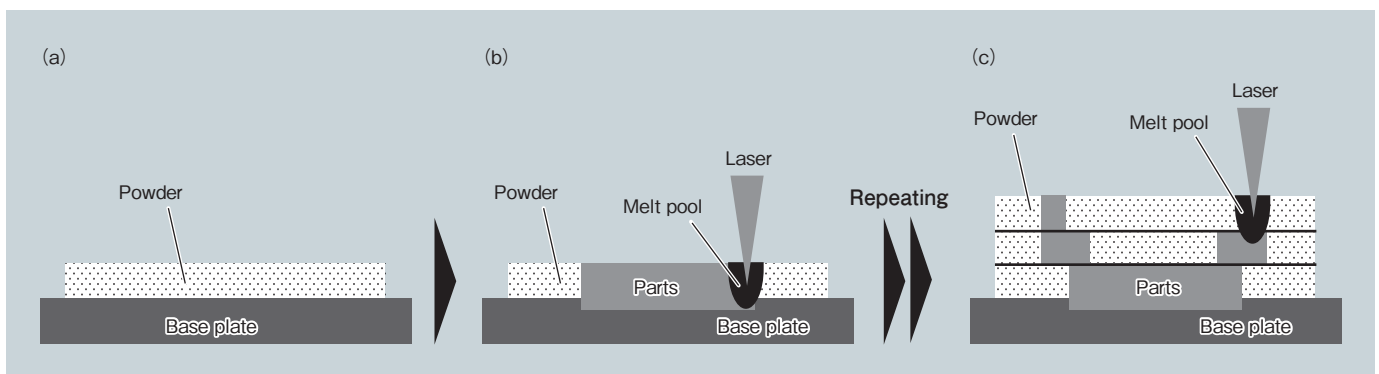


図1 SLMプロセスの概略図 (a) 粉末供給 (b) 第1層での溶融/凝固 (c) 各層での溶融/凝固

Fig. 1 Schematic of SLM process (a) powder feeding, (b) melting/coagulation at 1st layer, and (c) melting/coagulation for a large number of layers

および部品を造形した(図1(c))。金属積層造形装置としてはEOS M290 (EOS GmbH社製)を用いた。図2に金属積層造形装置の外観を示す。造形時にチャンバー内は、アルゴン雰囲気とした。粉末積層厚さは40 μmとし、レーザー出力は200-350 W、走査速度は600-2,000 mm/s、レーザー走査間隔は0.09-0.11 mmの範囲で、さまざまな条件下で試験片を造形した。造形後にワイヤーカット装置にてベースプレートから試験片と部品を切り離れた。鑄造および造形試験片は、熱処理および磁化処理を実施した。熱処理および磁化処理時は、はじめに試験片を900℃で1.3 hr加熱した。次に、260 kA/mの磁界中、620℃で2.5 hr加熱した。最後に650℃で1.2 hr加熱し、約5℃/minで冷却した。



図2 EOS M290の外観
Fig.2 Appearance of EOS M290

3.3 評価方法

原料粉末の組成は、容量法、ICP (Inductively Coupled Plasma) 発光分析法、吸光光度法で分析した。造形および鑄造試験片の微細構造は、試験片の断面を研磨したのちに、光学顕微鏡および走査電子顕微鏡(SEM: Scanning Electron Microscope)にて評価した。試験片の元素分布はSEMに付帯したエネルギー分散型X線分析分光法(EDS: Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy)で評価した。造形物内部の欠陥率は、造形物の断面の空隙を光学顕微鏡にて観察し、式(1)により求めた。欠陥率測定時は、積層方向の断面を評価し、欠陥の投影面積の総和 S_d (mm²)を観察面の総面積 S_a (mm²)で除した値の百分率を欠陥率 D (%)とした。本研究では未熱処理の試験片の欠陥率を測定した。

$$D = S_d / S_a \times 100\% \quad (1)$$

造形体の磁気特性は B - H トレーサーを用いて評価した。各造形体の B - H 曲線を求め、この曲線より残留磁束

密度 B_r (T)、最大エネルギー積 $(BH)_{max}$ (kJ/m³)、飽和磁化 J_s (T)および保磁力 H_{cB} (kA/m)を求めた。角型比は $(BH)_{max} / (B_r \times H_{cB})$ により求めた。一般に角型比測定時には、磁化強さ J -磁界強さ H 曲線の第2象限において、 J が $0.9 \times J_r$ (J_r は残留磁化、 $J_r = B_r$)の値になる位置の H 軸の読み値である H_k が用いられる。この H_k を減磁曲線の固有保磁力 H_{cJ} で除した値(H_k / H_{cJ})が角型比として定義される。一方、Fe-Cr-Co磁石においては、 H_k がNd-Fe-B磁石やフェライト磁石に比べて低く、また H_{cJ} と H_{cB} とがほぼ同値になることから上記の一般的な角型比の求め方を使用することができない。そのため、本報告においては、 H_{cJ} と H_{cB} とがほぼ同値になることを活用し、角型性を表す指標として $(BH)_{max} / (B_r \times H_{cB})$ と定義された角型比を用いた。

4. 結果と考察

4.1 SLM造形試験片の外観およびレーザー照射エネルギーによる欠陥率への影響

図3にSLMにより造形した試験片の外観を示す。試験片として、約10×10×10 mmおよびXY方向に長片の約10×10×40 mmの造形物を作製した。

図4に造形物断面の光学顕微鏡観察像を示す。図中の黒点が欠陥部である。さまざまな条件下において、断面状態が異なることを確認した。ここで、欠陥率に与える因子として、レーザー照射時に加わるエネルギー密度 E (J/mm³)を用いて整理した。エネルギー密度はSLMプロセスの主要なパラメータであるレーザー出力 P (W)、レーザー走査速度 v (mm/s)、レーザーの走査間隔 a (mm)、粉末層の一層厚さ d (mm)を用いて式(2)から求めた¹⁶⁾。

$$E = P / (v \times a \times d) \quad (2)$$

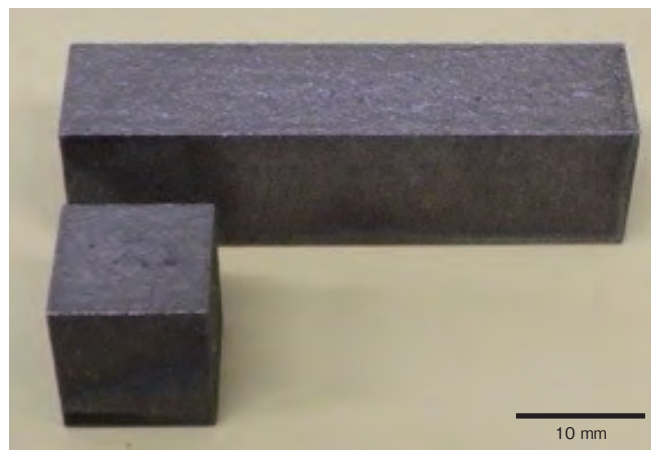


図3 SLMにより造形した試験片の外観
Fig.3 Appearance of SLM specimens

図5に照射レーザーのエネルギー密度と作製した造形物の欠陥率の関係を示す。照射レーザーのエネルギー密度 E が 50 J/mm^3 より低い場合、未熔融部分が残ることを確認した(図4(a))。照射レーザーのエネルギー密度 E を高め、 $50\text{-}60 \text{ J/mm}^3$ にすることで欠陥を低減することが可能であり(図4(b))、照射レーザーのエネルギー密度 E を高め、 $60\text{-}100 \text{ J/mm}^3$ にすることで断面の欠陥を 0.1% 以下にすることが可能であることを確認した(図4(c))。一方、照射レーザーのエネルギー密度 E を 100 J/mm^3 より高くすると、欠陥率が高くなることを確認した(図4(d))。

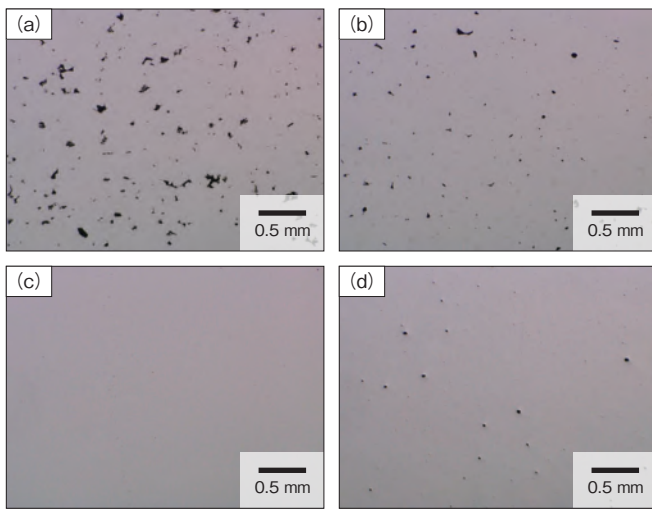


図4 SLM造形試料断面の光学顕微鏡像、造形時の照射レーザーのエネルギー密度：(a) $E < 50 \text{ J/mm}^3$, (b) $50 < E < 60 \text{ J/mm}^3$, (c) $60 < E < 100 \text{ J/mm}^3$, and (d) $E > 100 \text{ J/mm}^3$

Fig.4 Cross-sectional optical microscope images of SLM specimens, manufactured under (a) $E < 50 \text{ J/mm}^3$, (b) $50 < E < 60 \text{ J/mm}^3$, (c) $60 < E < 100 \text{ J/mm}^3$, and (d) $E > 100 \text{ J/mm}^3$

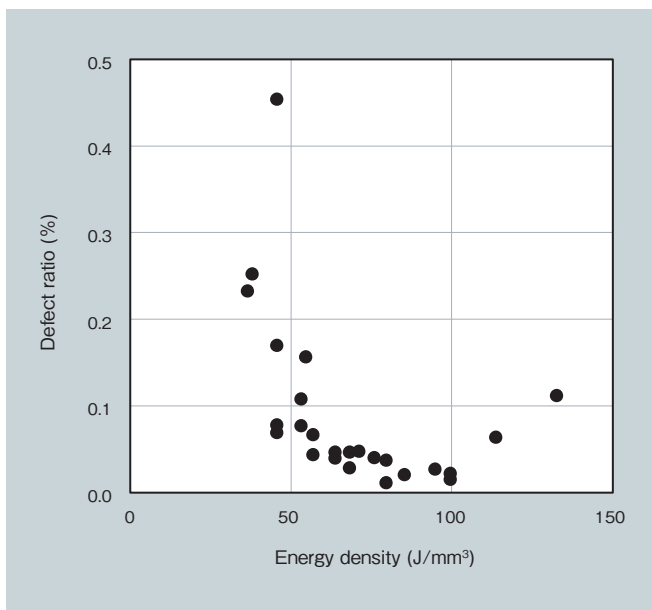


図5 照射レーザーのエネルギー密度と造形物の欠陥率の関係

Fig.5 Relationship between defect ratio and energy density of laser beam for SLM specimens

4.2 欠陥率による磁気特性への影響

本項では、さまざまな照射レーザー条件下で造形した Fe-Cr-Co 磁石を評価し、欠陥率による磁気特性への影響を調べた。

図6に Fe-Cr-Co 磁石の残留磁束密度 B_r および最大エネルギー積 $(BH)_{\max}$ に及ぼす造形物の欠陥率の影響を示す。一般に Fe-Cr-Co 磁石には B_r と $(BH)_{\max}$ がともに高いことが求められている。欠陥率が低い造形試験片では B_r と $(BH)_{\max}$ はともに高く、欠陥率の増大に伴い、これらは共に低下することが分かった。この結果から、欠陥率を下げることで B_r および $(BH)_{\max}$ を高めることが可能であることを確認した。

図7に欠陥率と飽和磁化 J_s の関係を示す。造形物の欠陥率と充填率の和は 100% であることから欠陥率が高くなると、充填率は低くなる。一般に単位体積あたりの材料の充填率と J_s は正比例することが知られている。そのため、図中に J_s が充填率に正比例すると仮定し、欠陥率に換算した理論値を点線で示す。 J_s の実測値と理論値は概ね一致した。このことから、 J_s に関し、SLMで造形した Fe-Cr-Co 磁石も従来より報告されている磁石と同様の特性を有すると考えられる。

図8に Fe-Cr-Co 磁石の欠陥率と保磁力 H_{cB} の関係を示す。Fe-Cr-Co 磁石において、保磁力は B_r や $(BH)_{\max}$ と同様に高いことが求められる。欠陥率 $0 \sim 3\%$ の範囲では、 B_r の変化に起因する変化を除き、 H_{cB} の明確な変化は確認できなかった。

図9に Fe-Cr-Co 磁石の欠陥率と角型比の関係を示す。

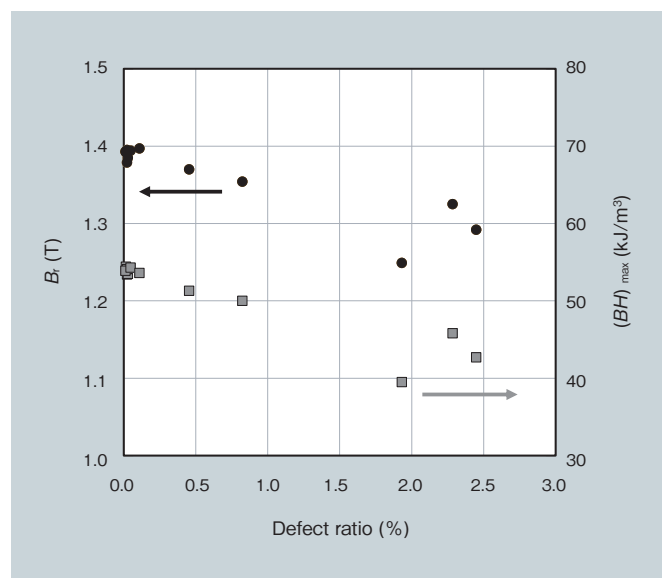


図6 残留磁束密度 B_r および最大エネルギー積 $(BH)_{\max}$ に及ぼす造形物の欠陥率の影響

Fig.6 Influence of defect ratio on residual magnetic flux density (B_r) and maximum energy product ($(BH)_{\max}$) for SLM specimens

一般に Fe-Cr-Co 磁石において、角型比は高いことが望まれる。角型比は $(BH)_{\max}$, B_r および H_{cB} から求められるが、SLM で造形した磁石においては、欠陥率が低いほど角型比が増大する傾向を示した。

以上、欠陥率による磁気特性への影響を調べた結果、欠陥率が低いほど Fe-Cr-Co 磁石の性能が高くなる傾向が得られた。

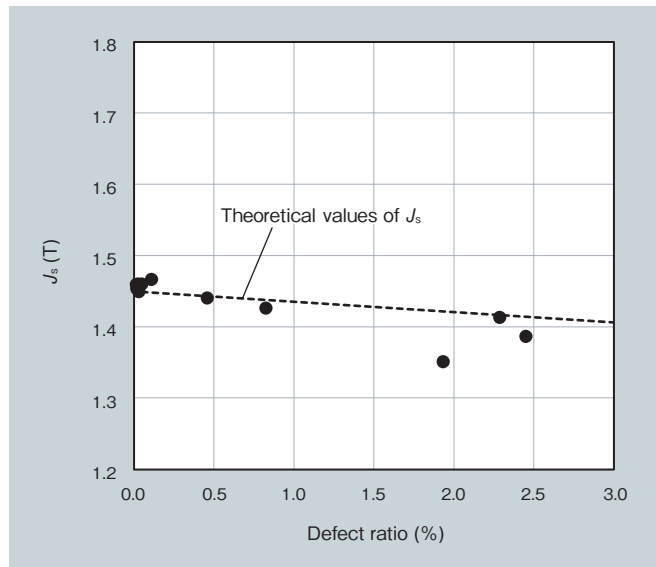


図7 造形物の欠陥率と飽和磁化 J_s の関係
Fig.7 Relationship between saturation magnetization (J_s) and defect ratio for SLM specimens

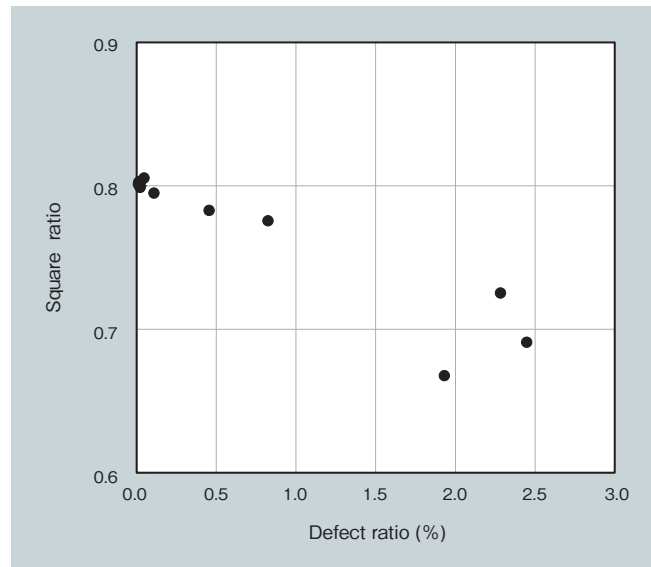


図9 造形物の欠陥率と角型比の関係
Fig.9 Relationship between square ratio and defect ratio for SLM specimens

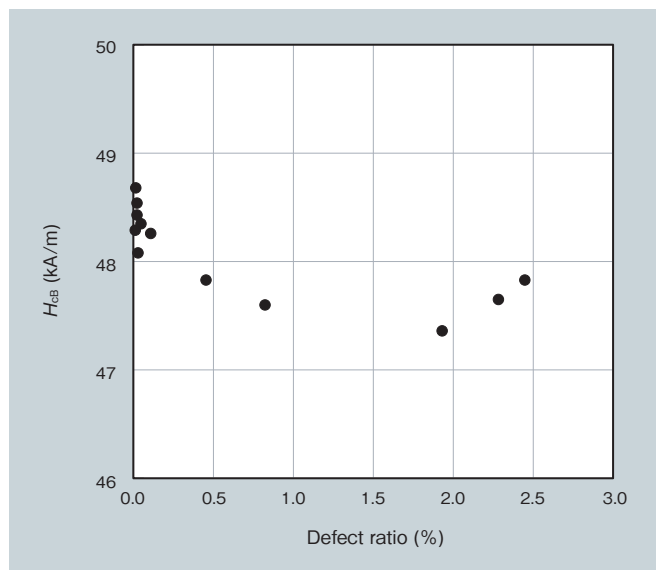


図8 造形物の欠陥率と保磁力 H_{cB} の関係
Fig.8 Relationship between coercive force (H_{cB}) and defect ratio for SLM specimens

4.3 SLM 造形および鋳造磁石の磁気特性

表3に SLM 造形および鋳造で作製した Fe-Cr-Co 磁石の磁気特性を示す。4.2項に記載の通り SLM1～3の磁気特性は異なり、欠陥率が低いほど優れた磁気特性を示した。SLM 造形の磁石と鋳造磁石を比較した結果、SLM3は鋳造磁石よりも欠陥率は高いにもかかわらず鋳造磁石と同等の B_r を有し、 $(BH)_{\max}$ と角型比は鋳造磁石よりも高いことを確認した。一方、 H_{cB} に関しては、すべてのサンプルでほぼ同等であることを確認した。この結果から、積層造形と鋳造磁石は製造法の違いから Cr, Co, Ti の組成比は完全には一致しないものの、積層造形で作製した Fe-Cr-Co 磁石においても、一般に実用化されている鋳造磁石と同等以上の性能を得ることが可能であることを確認した。このことから造形試験片の磁気特性は実用化が可能な水準であることが分かった。

表3 Fe-Cr-Co 磁石の磁気特性
Table 3 Magnetic properties of various Fe-Cr-Co magnets

	Defect ratio (%)	B_r (T)	$(BH)_{\max}$ (kJ/m ³)	H_{cB} (kA/m)	Square ratio
SLM1	0.01	1.39	54.4	48.7	0.80
SLM2	0.45	1.37	51.3	47.8	0.78
SLM3	0.82	1.35	50.0	47.6	0.78
Cast	0.66	1.35	47.8	49.5	0.72

4.4 SLM 造形および鋳造磁石の微細構造

図 10 に SLM1 の、図 11 に SLM3 の SEM 反射電子像および EDS の Ti マッピング像を示す。これらは未熱処理状態で評価した。SLM1 と SLM3 の反射電子像から共に均一な組織を有し、EDS 像から SLM 造形により作製した場合、Ti が均一に存在することを確認した。また、別途評価した他の元素マッピングからも偏析した元素は見られなかった。積層造形は冷却速度が速いために均一な組織が得られたと考えられる。SLM1 と SLM3 を比較した結果、反射電子像から組織内に濃淡があることを確認した。一方、この濃淡に対する組成の影響は確認できなかった。

図 12 に未熱処理の鋳造磁石の SEM 反射電子像および EDS の Ti マッピング像を示す。反射電子像から金属組織内には析出物が観察され、不均一な組織であることを確認した。EDS の Ti マッピング像から、これらの析出物では Ti の濃度が高いことがわかった。別途分析した結果、析出物から C や N が検出され、TiC や TiN と考え

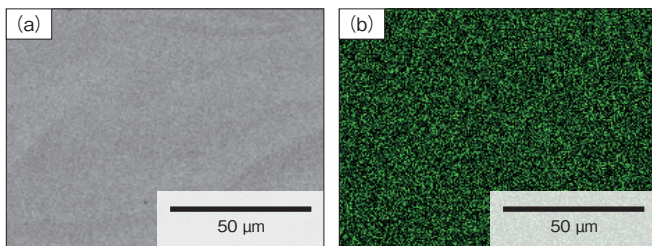


図 10 SLM1 の微細構造 (a) BSE 像 (b) Ti マッピング像
Fig. 10 Microstructure of SLM1
(a) BSE image and (b) Ti mapping image

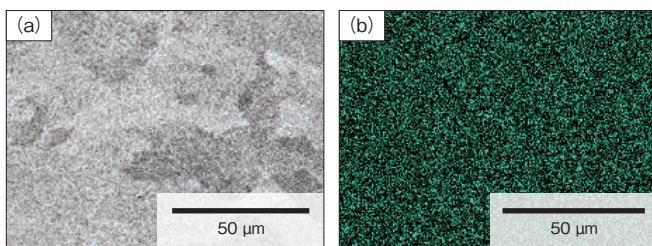


図 11 SLM3 の微細構造 (a) BSE 像 (b) Ti マッピング像
Fig. 11 Microstructure of SLM3
(a) BSE image and (b) Ti mapping image

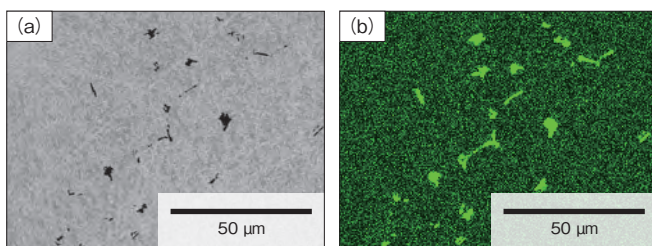


図 12 鋳造 Fe-Cr-Co 磁石の微細構造 (a) BSE 像, (b) Ti マッピング像
Fig. 12 Microstructure of cast Fe-Cr-Co magnet
(a) BSE image and (b) Ti mapping image

られる。このように析出物が見られた原因としては、鋳造磁石では Ti の組成が積層造形品よりも約 2 倍量となっていることや (表 1, 2)、鋳造での製造工程では冷却速度が遅いためと考えられる。既報^{17), 18)}より磁気特性にはこれらの微細構造の違いが影響していると考えられ、今後詳細に評価を進める予定である。

以上の結果から、SLM 造形と鋳造で作製した Fe-Cr-Co 磁石では析出物の有無の観点からは組織が異なることを確認し、微細構造の違いが磁気特性に影響を与えていると考えられる。磁気特性に与える微細構造の影響については、今後詳細に評価を進める予定である。

4.5 SLM 造形部品

図 13 に SLM で造形した Fe-Cr-Co 磁石部品の外観を示す。部品形状の造形体においても、割れは確認されず、積層造形により部品の製造が可能であることを確認した。寸法測定の結果、本部品の寸法誤差は ±0.1 mm 以内であることを確認した。また、別途検討の結果、鋳造での製造が難しい、0.3 mm 厚の薄型部品に対しても積層造形で製造が可能であることを確認した。今後、積層造形による Fe-Cr-Co 磁石の実用化を進める予定である。



図 13 SLM で造形した Fe-Cr-Co 磁石部品の外観
Fig. 13 Appearance of an additively manufactured Fe-Cr-Co magnet part

5. 結言

Fe-Cr-Co 磁石に対する積層造形法の適用可能性を評価することを目的に、積層造形により Fe-Cr-Co 磁石を製造し、従来法で作製した鑄造材と磁気特性を比較・評価した。SLM で Fe-Cr-Co 磁石を造形した結果、レーザーの照射エネルギー密度を適正化することで欠陥率を 0.1% 以下に低減することが可能であった。SLM 造形で作製した試験片の磁気特性を調べた結果、欠陥率を下げると高性能な磁気特性が得られることを確認した。造形試験片と鑄造試験片の磁気特性を比較した結果、SLM 造形により作製した Fe-Cr-Co 磁石は鑄造磁石と同等以上の磁気特性を有し、実用化可能な性能を有することを確認した。微細構造観察の結果、鑄造磁石では、TiC や TiN が局所的に析出する不均一な構造を有するが、SLM 造形で作製した Fe-Cr-Co 磁石は組織が均一であることが分かった。また、積層造形で部品形状の造形体を作製可能であることを確認した。以上により、積層造形を用いた Fe-Cr-Co 磁石部品の製造が可能であることを確認した。今後も積層造形による Fe-Cr-Co 磁石の実用化を進める予定である。

引用文献

- 1) W. E. Frazier: J. Mater. Eng. Perform., 23 (2014), No.6, p.1917-1928.
- 2) A. Bandyopadhyay and S. Bose: Additive Manufacturing, CRC Press, (2015), p.97-142.
- 3) 小泉, 他: 金属系材料の3次元積層造形技術の基礎, までりあ, 56 (2017), No.12, p.686-690.
- 4) L. Yang, et al.: Additive Manufacturing of Metals: The Technology, Materials, Design and Production, Springer International Publishing, (2017) p.1-44.
- 5) 中本, 他: 金属粉末積層造形法を活用した高性能部材の開発, までりあ, 56 (2017), p.704-707.
- 6) C. Körner, et al: Tailoring the grain structure of IN718 during selective electron beam melting, MATEC Web Conf., 14 (2014) Article No.08001.
- 7) R. Dehoff, et al.: Site-specific control of crystallographic grain orientation through electron beam additive manufacturing, Mater. Sci. Technol., 31 (2015), No.8, p.931-938.
- 8) S-H.Sun, et al.: Phase and grain size inhomogeneity and their influences on creep behavior of Co-Cr-Mo alloy additive manufactured by electron beam melting, Acta Mater., 86 (2015), p.305-318.
- 9) S-H Sun, et al.: Build-direction dependence of microstructure and high-temperature tensile property of Co-Cr-Mo alloy fabricated by electron-beam melting (EBM), Acta Mater., 64 (2014) p.154-168.
- 10) T. Fujieda, et al.: CoCrFeNiTi-based high-entropy alloy with superior tensile strength and corrosion resistance achieved by a combination of additive manufacturing using selective electron beam melting and solution treatment, Mater. Lett., 189 (2017) p.148-151.
- 11) 桑原, 他: ハイエントロピー合金のレーザー粉末積層造形への適用, 日本ガスタービン学会誌, 46 (2018), No.3, p.204-209.
- 12) 桑原, 他: 金属積層造形によるハイエントロピー合金の造形, までりあ, 57 (2018), No.7, p.328-332.
- 13) 桑原, 他: 新規耐食合金のレーザー粉末積層造形と熱処理法の開発, 日立金属技報, 35 (2019), p.30-37.
- 14) T. Fujieda, et al.: Mechanical and corrosion properties of CoCrFeNiTi-based high-entropy alloy additive manufactured using selective laser melting, Additive Manufacturing, 25 (2019), p.412-420.
- 15) Y. Daigo, et al.: Corrosion Behavior of Additively Manufactured Alloy N06210 in acidic solutions, CORROSION 2018, Paper No. 11087
- 16) 中野: チタンの Additive Manufacturing (付加製造), 軽金属, 67 (2017), p.470-480.
- 17) 岩間: 磁石材料の発展, 資源・素材学会誌, 105 (1989), p.13-16.
- 18) 本間, 他: 磁性材料読本, 工業調査会, (1998) 4章



大沼 篤彦
Atsubiko Onuma
日立金属株式会社
桑名工場
博士(工学)



足達 俊哉
Syunya Adachi
日立金属株式会社
桑名工場



佐藤 正博
Masahiro Sato
日立金属株式会社
桑名工場



岡本 晋哉
Shinya Okamoto
日立金属株式会社
グローバル技術革新センター



桑原 孝介
Kosuke Kuwabara
日立金属株式会社
グローバル技術革新センター
博士(工学)



石井 崇博
Takahiro Ishii
NEOMAX エンジニアリング株式会社



岡村 信之
Nobuyuki Okamura
NEOMAX エンジニアリング株式会社

磁区制御型低損失 Fe 基アモルファス合金薄帯

Magnetic Domain Controlled Fe-Based Amorphous Alloy Strip with Low Loss

MaDC-A™

地球温暖化対策としてCO₂排出量削減が求められており、2015年の「パリ協定」発効以降、地球規模での対策が喫緊の課題となっている。これに対し、配電用変圧器に関しては各国でエネルギー効率規格の厳格化が進展しており、その規格に適合した、より低損失な鉄心材料の開発が求められている。

アモルファス合金薄帯は、結晶構造を持たないためヒステリシス損失が小さく、また、板厚が薄く電気抵抗率が高いため渦電流損失が小さいといった特性を有する。このため、配電用変圧器の鉄心材料として広く用いられてきた電磁鋼板に比べて鉄損が小さいとい

う特長を持つ。また、アモルファス合金薄帯は、その磁区構造を制御することでさらに低鉄損化できることが20年以上前から知られていたが、その量産化技術が確立していなかった。日立金属は、長年の課題であった量産可能な磁区構造制御技術の開発に成功し、日立金属製品であるアモルファス合金薄帯 Metglas® に対しその独自開発技術を適用することで、鉄損を大幅に低減した新製品「MaDC-A™」を開発した(図1, 図2)。

MaDC-A 薄帯は、日立金属の従来製品である2605HB1M薄帯対比約25%の低鉄損特性を有する(表1)。

また、MaDC-A 薄帯を用いたモデル鉄心の評価でも、従来製品2605HB1M鉄心に比べ、30%を超える低損失特性を有することを実証した(図3)。

本新製品は、磁区制御型Fe基アモルファス合金薄帯の英語表記「Magnetic Domain Controlled-Amorphous Alloy」からMaDC-A (マードックエー)と命名され、配電用変圧器の鉄心材料として、その高効率化に大きく寄与し、省エネルギー化や地球温暖化防止など環境負荷低減が大いに期待される。

(機能部材事業本部)



図1 MaDC-A™薄帯外観(公称板厚:25 μm, 標準幅:142 mm, 170 mm および 213 mm)

Fig.1 Appearance of MaDC-A™ strip (nominal thickness: 25 μm, standard width: 142 mm, 170 mm and 213 mm)

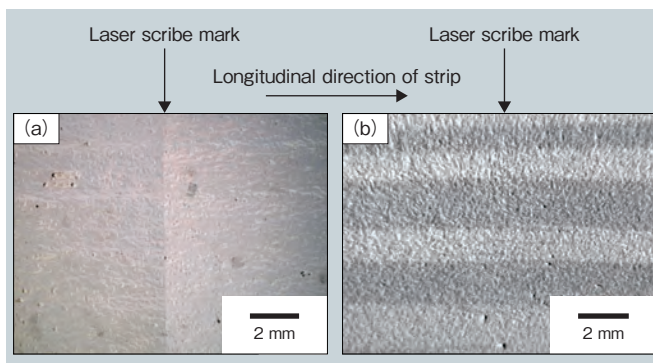


図2 MaDC-A™薄帯の(a)表面写真および(b)磁区構造写真

Fig.2 (a) Surface image, and (b) magnetic domain image of MaDC-A™ strip

表1 MaDC-A™薄帯の基本特性

Table 1 Basic characteristics of MaDC-A™ strip

Strip material		New product MaDC-A™	Conventional product 2605HB1M	
Nominal thickness (μm)		25	25	
Iron loss (W/kg)	50 Hz	1.3 T	0.06 typ.	0.08 typ.
		1.4 T	0.07 typ.	0.09 typ.
Magnetic flux density (T)	800 A/m	1.63 typ.	1.63 typ.	

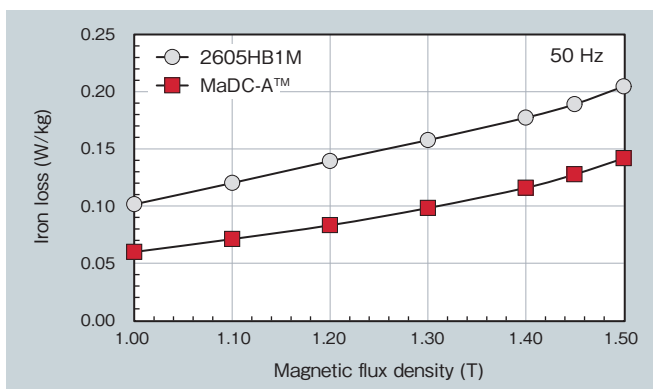


図3 MaDC-A™および2605HB1M鉄心における鉄損の磁束密度依存性
Fig.3 Magnetic flux density dependence of iron loss for MaDC-A™ and 2605HB1M cores

SiC ゲート駆動用電源トランス

Transformer for Power Supply in SiC Gate Drive

HFTR4CA

自動車や産業機器などにおいてスイッチング素子は、高速大容量のニーズの高まりから炭化ケイ素(以下、SiC)の採用が進んでいる。また、各種用途における高機能化に伴いシステムの高電圧化が進み、高耐電圧品の需要が高まっている。こうした中、SiCの高耐電圧品の製品化が進むとともにSiCのゲートを駆動する回路の高耐電圧要求も高まっており、そこで使用するSiCゲート駆動用電源トランスは、その高耐電圧、強化絶縁の要求を満たさなければならない。

日立金属はこの課題に対し、SiCゲート駆動用電源回路として主流であるフライバック方式電源回路に対応するため、磁心損失を低減した磁心材料

の中から高飽和磁束密度を特徴とするMn-Zn(マンガン亜鉛)系フェライトコア材料「ML29D」を採用し、独自の巻線技術による絶縁構造と組み合わせることで、小型高耐電圧・強化絶縁型のSiCゲート駆動用電源トランス「HFTR4CA」を製品化した。

1. 特長

新製品「HFTR4CA」は、フライバック方式のSiCゲート駆動用電源トランスとして以下の特長を有する。(図1,表1)

- (1) 床面積 14.5 mm × 12.5 mm、高さ 14.5 mm の外形寸法の中で沿面距離 12 mm を確保した強化絶縁トランスを実現。
- (2) 低温から高温環境下にわたって低損失であることから、周囲温

度 -40 ~ 85℃ の広い周囲温度範囲において高効率で動作。

2. 用途

「HFTR4CA」はローム製第3世代SiC-MOSFET搭載フルSiCモジュール評価用ゲートドライブ基板に搭載され、SiCゲート駆動用電源トランスとして奨励されている(図2)。主に高耐電圧、強化絶縁が要求される産業機器用で小型化・高効率化への寄与が期待できる。

日立金属は今後、高速スイッチング時の磁心損失を低減した高性能フェライトコア材料「MaDC-F™シリーズ」を採用してさらに小型・高効率のトランスを提案していく(図3)。

(機能部材事業本部)

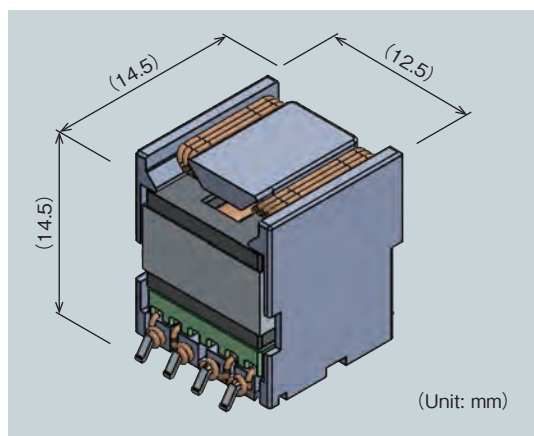


図1 HFTR4CAの外観寸法
Fig.1 Schematic diagrams of "HFTR4CA"



図2 ローム製評価用ゲートドライブ基板の外観
Fig.2 Appearance of ROHM evaluation gate drive board

表1 「HFTR4CA」の性能
Table 1 Performance of "HFTR4CA"

Topology		Fly back
Switching frequency		400 kHz
Input voltage	max	28 V
	min	18 V
Input current		1.79 A peak
Output voltage	S1	23.85 V
	S2	4.85 V
Output current	S1	0.3 A max
	S2	0.3 A max
Inductance	0 A	15 μH ± 15%
	1.79 A	15 μH ± 15%
Withstand voltage		AC5.0 kV (1 min)
Ambient temperature		-40°C ~ 85°C
Clearance distance		11.2 mm
Creepage distance		12 mm

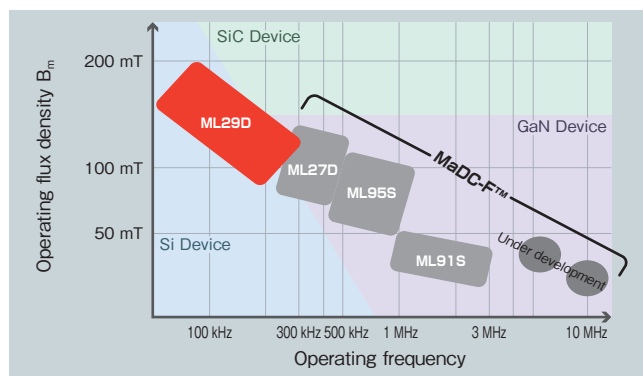


図3 高性能フェライトコア材料のラインナップ
Fig.3 Lineup of high-performance ferrite core materials

第5世代移動体通信用途 高性能5 mm角アイソレータ

High-Performance 5 mm Square Isolator for 5th Generation Mobile Communication Base Station

ESI - 5CT/5ET シリーズ

移動体通信システムとして2019年にサービスが開始された第5世代(5G)サービスでは、10 Gbps以上の高速・大容量通信、100万台/km²の同時多数接続数、無線区間1 ms以下という超低遅延通信の実現が特徴とされており、この技術を支えるためにエリア内に多数の小型基地局を配置することが必要となっている。

基地局に用いられるアイソレータは送信PA (Power Amplifier)の後段に配置され、PAへの外部環境変化による影響を緩和し、高品質の信号を安定した動作で送信させる役割を担っており、前記小型基地局の最終段や前段PAとの段間に数W～数十W仕様の小型アイソレータが多数使用されてい

る。アイソレータには低挿入損失・高アイソレーション(逆方向損失)の他、5G用途では特に低相互変調歪(IMD: Inter Modulation Distortion)の要求が強くなってきている。

5Gでは十分なチャンネル幅を確保するため従来一般的には使用されていなかった3～6 GHz帯といった高い周波数帯が採用されている。このような周波数帯では内部に配置されているガーネットと呼ばれるソフトフェライトの吸収特性によって通過特性の高調波に出現する減衰極が高温条件下で通過特性を阻害し伝送方向への挿入損失が劣化するとともに、相互変調歪も増大することが技術的に大きな課題となっていた。

日立金属はこれらの技術課題に対応するため、低飽和磁化で低強磁性共鳴半値幅を特長とするガーネット材料を採用し、高温下での特性劣化を防止するために、温度係数の異なる2種類の磁石を内部に配置することによって5G用アイソレータに要求される性能を満足する5 mm角製品「ESI-5CT/5ETシリーズ」を開発した(図1)。図2に製品の分解構造図を示す。再現性の高い実績値として、5Gバンドn78に代表される3.4-3.8 GHz帯/帯域幅400 MHzで挿入損失1 dB (typ.)、アイソレーション10 dB (typ.)、相互変調歪-60 dBc以下(5 W×2波入力時)を達成した(表1)(図3)。

(機能部材事業本部)

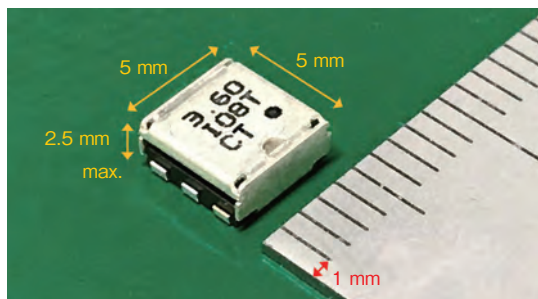


図1 開発品の外観写真

Fig.1 Appearance of developed isolator

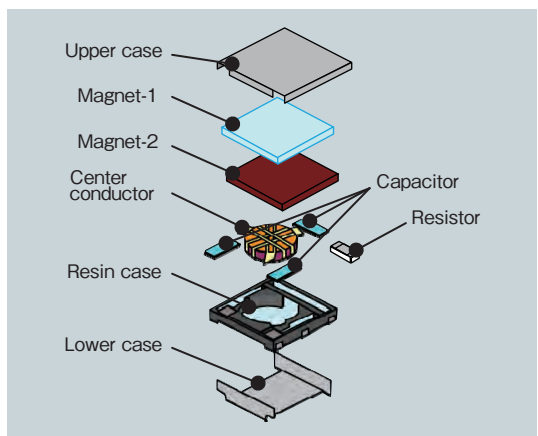


図2 開発品の分解構造図

Fig.2 Configuration of developed isolator

表1 ESI-5CT シリーズ品の主な特性一覧

Table 1 Characteristics of ESI-5CT series

Item/Model	ESI - 5CT / 5ET series	
Frequency range (GHz)	3.4 - 3.8	3.9 - 4.1
Bandwidth (MHz)	400	200
Temperature range (deg.C.)	-40 ~ +125	-40 ~ +125
Insertion loss (dB) typ.	1	1
Isolation (dB) typ.	10	10
* 1 V.S.W.R. [IN] typ.	2	1.8
* 1 V.S.W.R. [OUT] typ.	2	1.8
* 2 IMD (5 W x 2 tones) (dBc) typ.	-60	-60

* 1: V.S.W.R.: Voltage Standing Wave Ratio

* 2: IMD: Inter Modulation Distortion

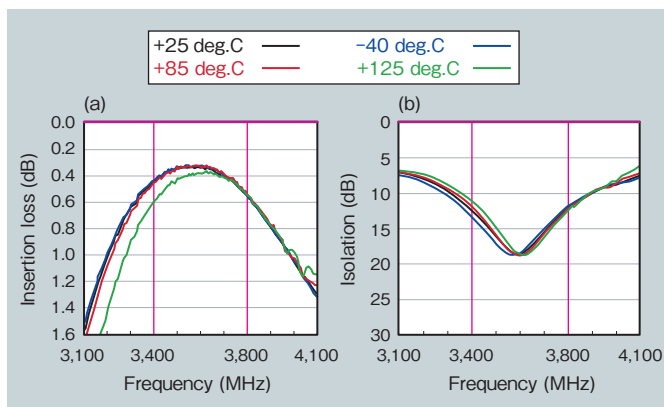


図3 電気特性一例(5Gバンドn78) (a)挿入損失 (b)アイソレーション

Fig.3 Electrical characteristics of 5G band n78

(a) insertion loss, and (b) isolation

高い耐屈曲性と電気特性を兼ね備えた可動部用カテゴリ-6Aケーブル

Category 6A Cable for Moving Parts with High Flexibility and Electrical Properties

CO-6FV-DSB 4PX28AWG (19/0.08) LF

2020年現在、製造工程の省人化、自動化の要求が高まり産業用ロボットにおいてロボットビジョンが普及している。ロボットビジョンではカメラが撮像したデータを伝送、処理する。高容量の撮像データをより高速に伝送するためカテゴリ-6A規格を満足する良好な伝送特性と、高い耐屈曲性を持ったケーブルの開発が求められている。

カテゴリ-6A規格を満足するためには固定部用ケーブルでは十字状介在と呼ばれる部材を用いて対撚線（絶縁体を被覆した導体を2本撚り合わせたもの）の距離を一定に保った構造が

用いられる（図1）。しかしながら十字状介在は曲がりにくいため、ケーブルを繰り返し屈曲した際に十字状介在が破断しやすく十分な耐屈曲性が得られない。また、十字状介在が破断すると、その破断箇所に対撚線の距離が乱れ対撚線間の漏話が大きくなり伝送特性が劣化してしまう。

そこでケーブル中心に円形介在を配し、その周囲に対撚線と円形介在を周方向に交互に配置した構造を適用することでこれらの課題を克服した（図2）。

本開発品は円形介在により対撚線の距離を一定に保った状態を維持するこ

とによりカテゴリ-6Aの規格を満足する高い伝送特性を実現することが可能である（表1）。また、屈曲した際にケーブル長手方向に対撚線、円形介在がそれぞれ移動できるため、屈曲時の応力を分散させ、耐屈曲性も合わせて向上させた。最終的に曲げ半径15mmという厳しい屈曲試験条件において100万回の繰り返し試験に耐えることを確認した（表1、図3）。

本開発品によりさらなる高速伝送が可能になり産業用ロボットのロボットビジョン等に活用され工場の省人化、自動化に大きく寄与すると期待される。

（機能部材事業本部）

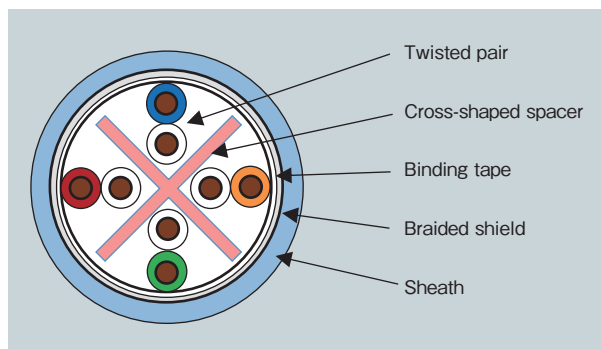


図1 固定部用ケーブルの断面
Fig. 1 Cross section of cable for fixed parts

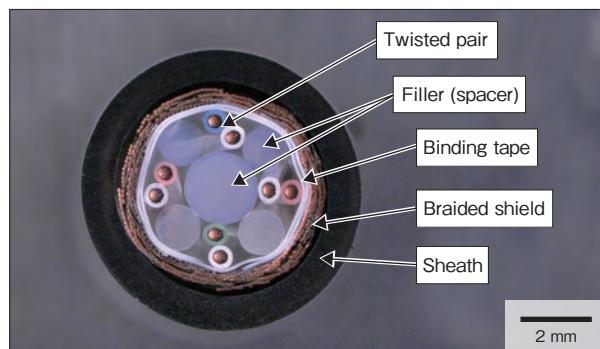


図2 開発ケーブル断面
Fig. 2 Cross section of developed cable

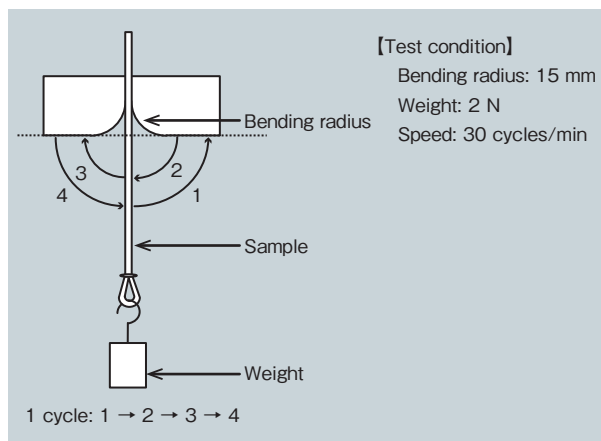


図3 屈曲試験
Fig. 3 Bending test

表1 開発ケーブルの諸特性

Table 1 Characteristics of developed cable

Item	Units	Requirement	Result
Characteristic impedance	Ω	100 \pm 15 at 500 MHz	98 ~ 110
Return Loss	dB	\geq 15.6 at 500 MHz	18.3
Attenuation	dB/8 m	\leq 67.9 at 500 MHz	8.63
Near-end crosstalk	dB	\geq 34.8 at 500 MHz	55.0
Attenuation crosstalk ratio far-end	dB/8 m	\geq 14.0 at 500 MHz	82.8
Bending test	cycles	—	Good up to 1 million

高い滑り性と耐薬品性を兼ね備えた医療用シリコンケーブル

Medical Silicone Cable with Low Friction and High Chemical Resistance

シリコンは優れた耐薬品性、耐滅菌性能、生体適合性を持ち、医療機器の素材として幅広く利用されている。シリコンをシース（保護外層）に適用した場合は、ケーブル表面を消毒する薬品への高い耐性を持ち、高圧蒸気滅菌（オートクレーブ）などにも適用することができる。しかしながらシリコンは、表面の粘着性により、埃が付着して汚れやすい、医師の取扱性が悪い、患者の肌に触れた時に不快感があるという課題がある。

このたび開発した医療用シリコンケーブル（図1）は、ケーブル表皮に

独自の表面処理を施すことによってシリコン特有の粘着性の問題を解消し、高い滑り性を実現した（表1）。繰り返し消毒における滑り性の低下については、消毒液を含浸させた不織布の応力を受け流す表面構造（図2）とすることにより、1万回の拭き取り試験を行った後でも、日立金属の医療用PVCケーブルと同等以上の滑り性を維持する結果が得られた（表1）。また、病院で使用されるさまざまな薬液に対しても、前出PVCケーブルと比較して変色が少ないことを確認した（表1）。

本開発品は、2020年に上市され、

国内外のさまざまな医療機器に用いられている。シリコンの持つ優れた耐薬品性・耐滅菌性能、可とう性、防汚性を維持しつつ、高い滑り性を兼ね備えた本開発品は、今後も幅広い医療機器への適用が予想される。また、新型コロナウイルスなどの感染症患者の診断に使用される医療機器は、頻繁に消毒する必要があるため、耐薬品性能に優れたシリコンケーブルの採用拡大が期待される。

（機能部材事業本部）

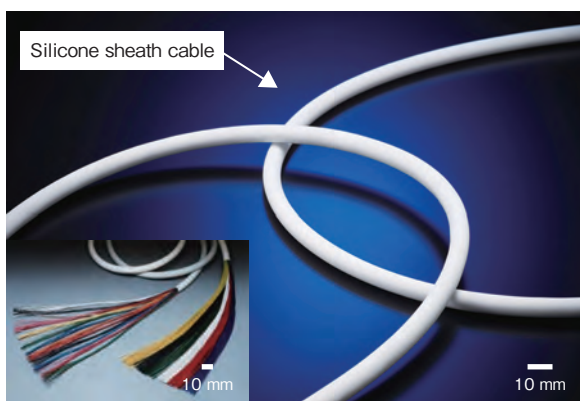


図1 医療用シリコンケーブルと超音波診断装置用ケーブル
Fig.1 Medical silicone cable and cable for ultrasound diagnostic equipment

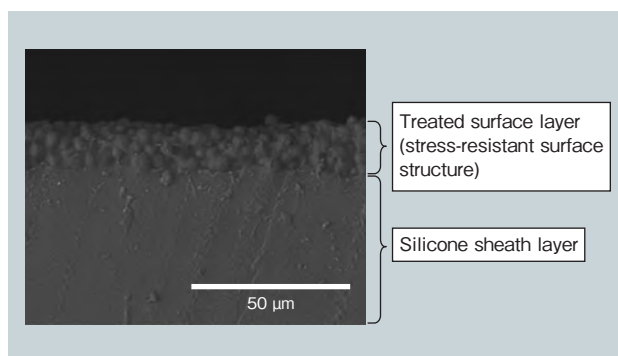


図2 シリコンシースの断面SEM像
Fig.2 SEM image of cross-section of silicone sheath

表1 開発品の特徴

Table 1 Properties of developed product

Sliding properties	Coefficient of static friction: less than 0.20 * ⁴
Wipe durability * ¹ (nonwoven fabric impregnated with chemical solution * ²)	Coefficient of static friction: less than 0.22 (after performing wipe testing 10,000 times) * ⁴
Chemical resistance * ³	Almost no discoloration (color difference $\Delta E^*_{ab} < 2.5$ * ⁴)
Biocompatibility	No cytotoxicity * ⁴ (ISO 10993-5)

*¹ Wipe durability: wipe durability after 10,000 times using a nonwoven fabric impregnated with a chemical solution. Depending on the type of nonwoven fabric used for wiping and the chemical solution as well as the method of wiping, sliding properties may deteriorate.

*² Nonwoven fabric impregnated with a chemical solution: nonwoven fabric impregnated with ethanol for disinfection, Sani-Cloth[®] HB, Soflight[™]. Sani-Cloth is a registered trademark or a trademark of PDI, Inc. Soflight is a registered trademark or a trademark of Asahi Kasei Advance Corporation.

*³ Chemical resistance: ethanol for disinfection and many different disinfectants for medical devices

*⁴ This represents a test result, not a guaranteed performance standard.

ターボチャージャー用回転速センサー

Rotation Sensor for Turbocharger

ターボチャージャー（以下ターボ）でエンジンのパワーを補い燃費向上を図る車が普及している。ターボを高速回転させ、圧縮した空気をエンジンに送るが、その際、回転し過ぎると遠心力により羽根が破損する。そのため、破損防止用に回転速センサーを搭載する車も出てきているが、センサー価格が高いことが課題となっている。日立金属ではGMR-IC（Giant Magneto-Resistive effect-Integrated Circuit）を用いた車載用回転速センサーを量産しており、本方式が適用できればセンサー価格を低減することができる。そこでGMR-ICを用いたセンサーの開発を行った。

図1に開発したターボ用回転速セン

サーを、図2にターボへのセンサー搭載位置を示す。GMR-ICの耐熱温度は150℃のため、吸入側の羽根で圧縮した空気（200℃）に耐えられないことから羽根で圧縮される前（40℃）に搭載した。

検知対象はナットとし、このナットを磁石化することで磁束の変化をGMR-ICで検知した。センサーはアルミハウジングに取り付け、ナットの回転を検知するが、吸気口に飛び出すと空気の流れを妨げるため検知距離を広げる必要がある。量産中の車載用回転速センサーの検知距離1～3mmに対し、本方式では大型ターボを考慮すると検知距離はセンサーナット中心間で35mm以上にする必要がある。

そこで、弱い磁力でも検知できるよ

うGMR-ICを改良し、磁気シミュレーションによりGMR-ICの感知方向や搭載位置を調整した。磁石はナット形状にでき残留磁束密度 B_r の大きいFe-Cr-Coを選定し（表1）、ICに届く磁束密度を大きくした。図3にナット寸法による回転速と検知距離の関係をシミュレーションした結果を示す。ナット寸法を11.49mmとすることで目標検知距離35mm以上を満足することができた。さらにナット寸法を大きくすることにより検知距離を延ばすことができる。

本開発センサーにより安価にターボを羽根の破損限界まで稼働することが可能となり、燃費向上に貢献できる。

（機能部材事業本部）

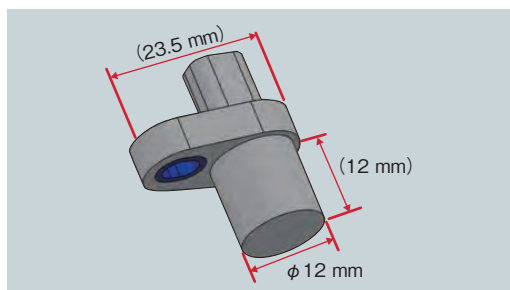


図1 開発したセンサー
Fig.1 Developed sensor

表1 磁石材料の選定

Table 1 Selection of magnet materials

○: Excellent △: Limited ×: Poor

	Nut form	Residual magnetic flux density B_r (T)	Post magnetization	Coercive force (kA/m)
FeCrCo	○	1.3 ~ 1.44	○	42 ~ 54
Neodymium	×	1.12 ~ 1.48	△	835 ~ 1,122
Ferrite	×	0.38 ~ 0.49	○	230 ~ 382

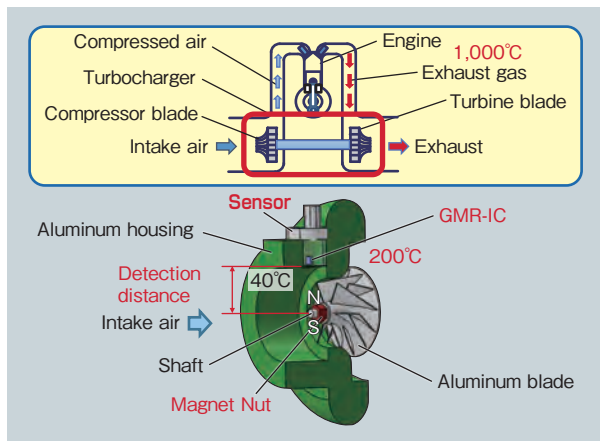


図2 ターボへのセンサー搭載位置
Fig.2 Sensor mounting position on turbocharger

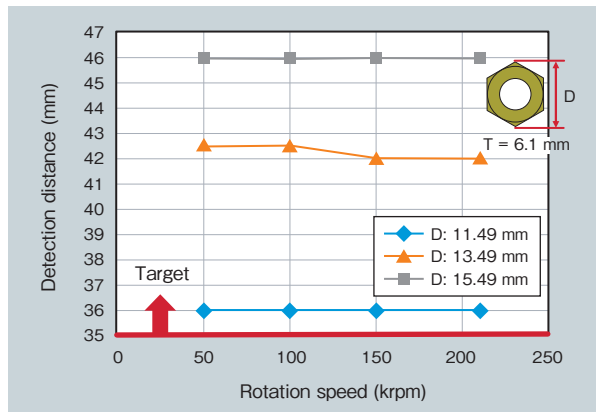


図3 ナット寸法による回転速と検知距離の関係（シミュレーション）
Fig.3 Relation between rotation speed and sensing distance for different nut dimensions (simulation)

精密プレス加工用平滑コーティング

Smooth PVD Coating for Precision Press Dies

Tribec® DX

精密せん断加工では、被成形材料のせん断面の品質を確保するために、材質や板厚に応じて金型同士のクリアランスを緻密に制御する必要がある。中でも、数十μm～数百μmの箔をせん断加工する場合は、μm単位で適切なクリアランスを設定しなければ、目的のせん断面が得られずに製品不良が発生しやすい。このような精密さが要求される一方で、アモルファス軟磁性材料やコルソン銅合金などのように、被成形材料は高強度化しており、金型の早期寿命が問題視されてきた。

対策として、金型にDLC (Diamond-Like Carbon) コーティングを施しているが、十分な耐久性が得られていな

い。また、他のPVD (Physical Vapor Deposition) コーティングを用いる場合は、成膜方法によって、膜中にドロップレット (金属粒子) が介在し、損傷の起点となってしまうことや、複雑形状部において、皮膜の膜厚分布に課題があり、実用性に乏しい。

そこで、日立金属では、上記のような精密プレス加工用途の金型のコーティング材として、課題となっていた膜厚分布を改善し、表面平滑性に優れた「Tribec®DX」を開発した (図1)。膜厚は金型の精度を考慮して、1μm以下に設定しており、さらに精度が必要な場合は0.5μm以下への膜厚調整も可能である。また、ドロップレット

を抑制する成膜方法を採用することで、皮膜の表面平滑性を高めた。さらに、膜厚分布を改善するために、特殊な大電力電源を用いて成膜条件を調整した。このため、小径パンチのエッジ部にも均一な被覆が可能になった (図2)。複雑形状部の膜厚分布も改善しており、狭小部でも優れた被覆特性を有する (図3)。

今回の開発皮膜は、一般的なDLCに対して、優れた密着性を示しており、高負荷環境下での高い耐久性が期待される (図4)。Tribec DXは市場評価中であり、精密プレス加工用途での寿命改善が期待される。

(金属材料事業本部)

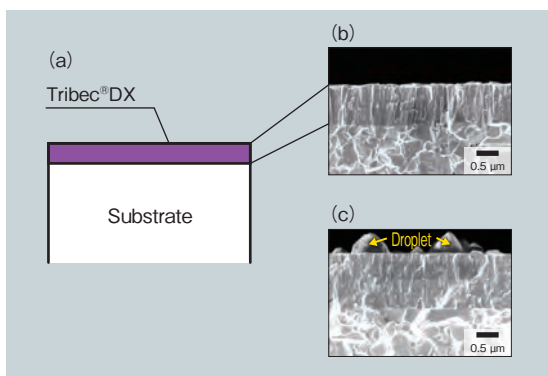


図1 Tribec®DXの皮膜構造 (a) 皮膜構造 (b) Tribec®DX (c) 従来のCr系コーティング
Fig. 1 Coating structure of Tribec®DX (a) coating structure, (b) Tribec®DX, and (c) conventional CrN type coating

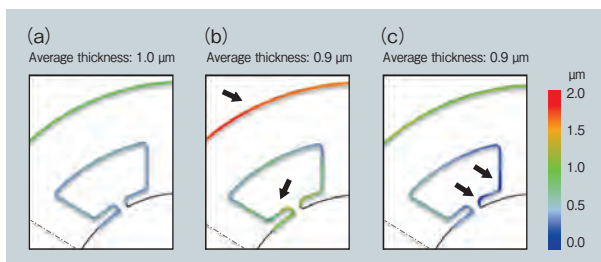


図3 Tribec®DXと従来皮膜の膜厚分布の比較 (a) Tribec®DX (b) 従来皮膜A (c) 従来皮膜B
Fig. 3 Coating thickness distribution for Tribec®DX, conventional coating (a) Tribec®DX, (b) conventional coating A, and (c) conventional coating B

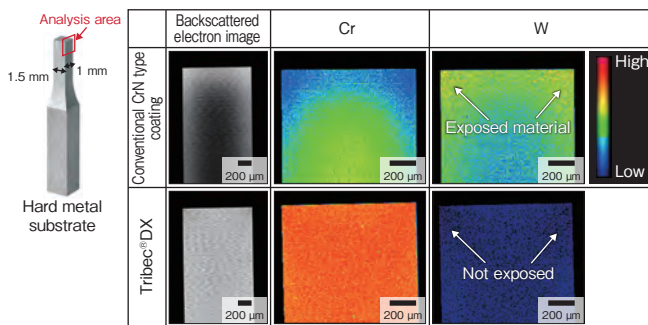


図2 EPMAによるパンチ先端部の面分析結果
Fig. 2 EPMA surface analysis of punch tip

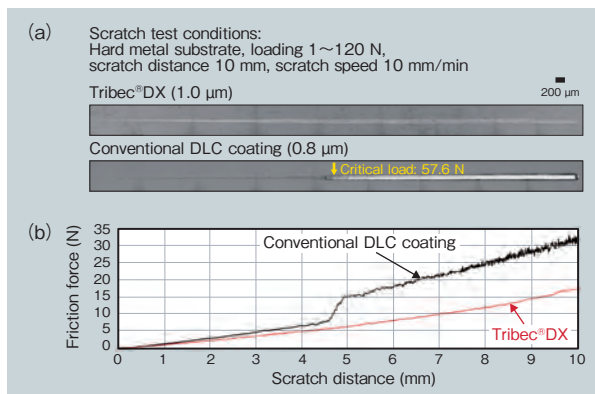


図4 Tribec®DXと従来DLCのスクラッチ試験結果 (a) スクラッチ痕 (b) スクラッチ試験結果
Fig. 4 Scratch test results for Tribec®DX and conventional DLC coating (a) scratch marks, (b) scratch test results

高温強度に優れる高性能ダイカスト金型用鋼

High-Performance Die Steel for Die Casting with Excellent High-Temperature Strength

ZHD[®]492

ダイカスト製品のハイサイクル化が進み、金型材料の使用環境は過酷化している。特に、高融点アルミ合金の使用や、ゲート付近、中・小物の入子など、金型が軟化する高温の環境となる用途では高い高温強度が求められる。そこで、日立金属は、高温強度を引き出す合金設計に鋼種独自の組織制御プロセスを組み合わせることで、非常に高い高温強度と靱性を兼備させた高性能ダイカスト金型用鋼「ZHD[®]492」を開発した。

図1に、高温強度と靱性の位置付け図を示す。ZHD492は、日立金属従来の高性能鋼であるDAC-MAGIC[®]と比べて高温強度に優れ、同じく高温強

度を重視した高性能鋼DAC[®]10に比べて靱性が改善している。

図2に、ZHD492の650℃における引張強さを従来鋼と比較した結果を示す。試験片は、300 mm角の鋼材を油冷した際の中心部に相当する冷却速度（ベイナイト変態温度域の平均冷却速度が5.2℃/min）で焼入れたものである。このような焼入条件において、ZHD492はDAC-MAGICよりも高い高温強度を示すことが確認された。

図3に、日立金属が開発した「ヒートクラックシミュレーション試験機」による耐ヒートクラック性評価概念図を示す。この手法で3,000サイクルまで試験を行った後、試験部断面でク

ラックの進展状況を観察した結果を図4に示す。ZHD492はDAC-MAGICと比較して最大のクラック深さがおおよそ半分となっており、優れた耐ヒートクラック性を示すことが確認された。これは高温強度を高めたことにより、クラックの発生が抑制された効果であると考えられる。

ZHD492は、高温強度に特長を持つ耐ヒートクラック性に優れた高性能鋼である。熱負荷の高い用途においてヒートクラック寿命を延長することで、金型補修工数の低減、ダイカスト製品の生産性・品質の向上に寄与し、コストの低減に貢献することが期待できる。

(金属材料事業本部)

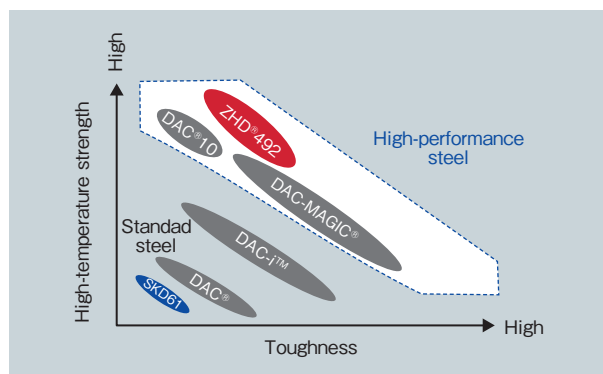


図1 高温強度と靱性の位置付け
Fig.1 Comparison of DAC[®] steels

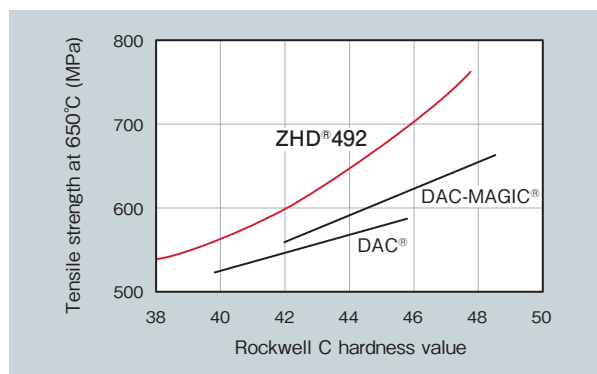


図2 650℃での高温引張試験結果
Fig.2 Results of high-temperature tensile test at 650°C

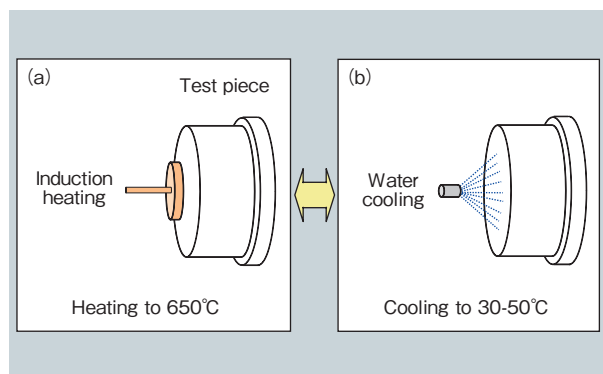


図3 ヒートクラック試験の概念図 (a) 加熱 (b) 冷却
Fig.3 Schematic diagram of heat-crack test during (a) heating, and (b) cooling

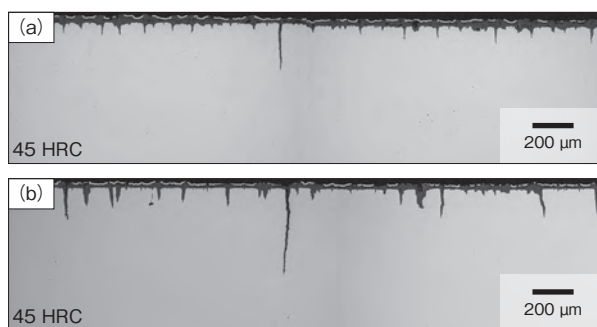


図4 図3で示したヒートクラック試験での3,000サイクル後の (a) ZHD[®]492 (b) DAC-MAGIC[®]の断面写真
Fig.4 Cross-sectional optical micrographs of (a) ZHD[®]492, and (b) DAC-MAGIC[®] steels tested for 3,000 cycles in the heat-crack test shown in Fig. 3

均一な粒径サイズと形状を有する Ni-P 微粒子

Ni-P Particles with Uniform Size and Shape

NIP-AUP, NISP-AP, NIP, NISP

スマートフォンやタブレット PC の多機能化や高精細化に伴い、実装技術においても高密度化が要求されている。これに対し、微細配線とモジュールの接続において、ACF (Anisotropic Conductive Film) を使用し、電気的に接続する方法がある (図 1)。ACF は絶縁性樹脂中に微細な導電粒子を分散させたフィルムであり、配線とモジュールで ACF を挟み込み熱圧着することで、ファインピッチ実装を可能とする。今後、さらなる高密度実装化に伴い、ACF に使用される導電粒子は、一層の小径化、均一なサイズと形状、および低抵抗化が求められている。

日立金属ネオマテリアルは、湿式還元

法により球状の Ni-P 微粒子を製造している。この Ni-P 微粒子は、均一な粒径サイズと高い真球度を特徴としている (図 2)。この湿式還元法にて製造された微粒子は、粉碎分級により微粒子を製造する方法や、溶解した金属に不活性ガスを吹きつけて微粒子を製造するガスアトマイズ法とは異なり、化学反応を利用し個々の粒子核を形成して均一に粒成長させて製造されるため、均一な粒径サイズを有する微粒子が得られる。従来の湿式還元法で製造可能な Ni-P 微粒子の粒径範囲は 3 ~ 20 μm であったが、試薬の濃度調整および反応プロセスの適正化により、1 ~ 20 μm の範囲で製造が可能となった。SEM (Scanning

Electron Microscope) 像 (図 3) から、均一な粒径サイズと高い真球度を有する 1 μm 粒子が得られていることがわかる。また、粒度分布については、2 μm 粒子においても他粒径と同等の粒度分布を有するまで改善できている (図 4)。

さらに、1 ~ 2 μm 粒子への Au めっきを施すことで低抵抗化が可能になり、より一層の高密度実装に寄与することができる。

日立金属ネオマテリアルの Ni-P 微粒子は ACF 用途で、2020 年 9 月現在すでに一部の国内メーカーに採用されている。今後は新規国内メーカー並びに海外メーカーの受注獲得に注力する。

(株式会社日立金属ネオマテリアル)

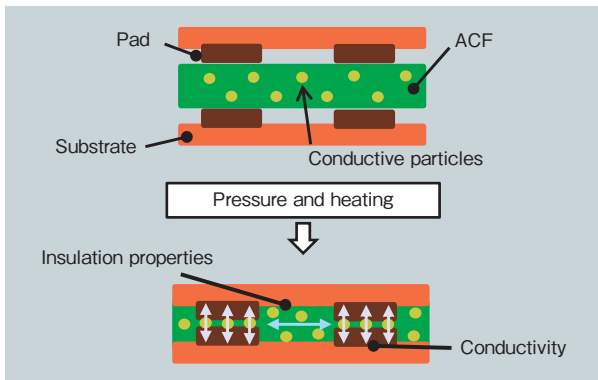


図 1 ACF の接続原理
Fig. 1 ACF (Anisotropic Conductive Film) connection principle

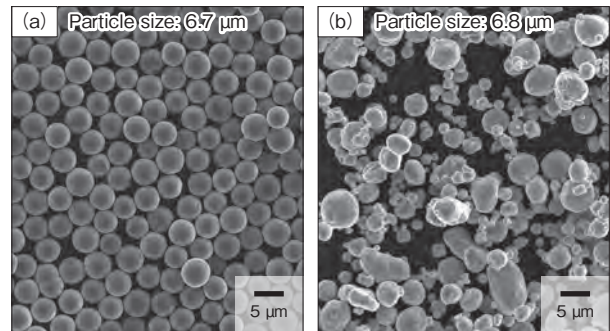


図 2 (a) Ni-P 微粒子と (b) 市販純 Ni 微粒子の比較
Fig. 2 Comparison of (a) Ni-P, and (b) commercially pure Ni particles

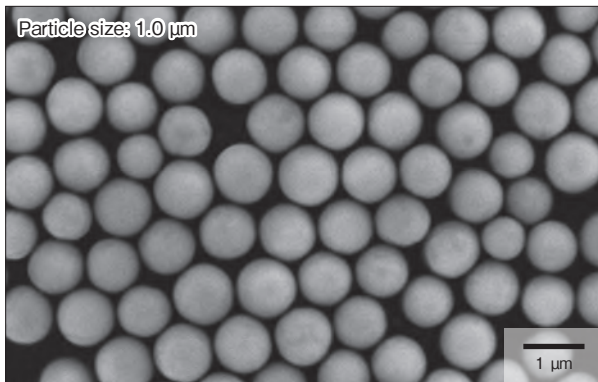


図 3 Ni-P 微粒子の SEM 像
Fig. 3 SEM image of Ni-P particles

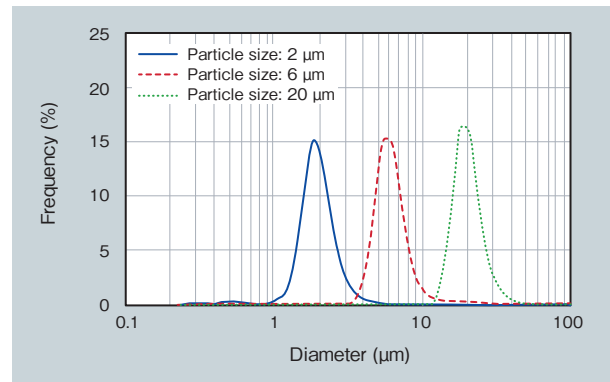


図 4 粒度分布
Fig. 4 Particle size distribution

60HP 級空冷式冷水供給装置

60HP Air-Cooled Chilled Tower

チルドタワー® HICS-602AY

チルドタワー®は、冷却塔とチラーを一体化し、フリークーリング(大気冷熱による冷却)を利用することで省電力・省力・省スペースのニーズに対応する冷水供給装置である。中温冷水(10～30℃)の需要拡大および地球温暖化防止による省エネ性の需要を背景に1989年より水冷式チルドタワー、1999年より空冷式チルドタワーの販売を開始した。水冷式は空冷式と比較すると優れた冷却能力、省エネ性を実現するが、散水の水質管理を怠ると、スケールや藻類が付着し、冷却性能の低下や腐食などのトラブル発生が懸念される。また、省力化のニーズが高まる中で、更新時に散水が不要で維持管

理の簡単な空冷式への変更を希望するユーザーも増加してきた。水冷式から空冷式に変更する際、一般的に水の蒸発潜熱を利用する水冷式と比較し、空気の顕熱(状態変化を伴わない温度変化による熱)を利用する空冷式は放熱能力面で不利であるため、空冷式が水冷式と同等の冷却能力を得るにはより大きな凝縮器が必要となり、設置面積当たりの冷却能力が小さくなっていった。

この度、水冷式の更新時期を迎えて空冷式を検討しているユーザーや、省力・省スペースを強く要求する顧客への対応として60HP級の新型空冷式チルドタワー「HICS-602AY」を開発

した(図1)。

1. 主な仕様

主な仕様を表1に示す。

2. 特長

(1) 新型機では圧縮機、凝縮器の配置および排気流路の設計を見直し、従来型の設置スペースを約40%削減する設計により、空冷式でありながら水冷式と同等の設置面積当たりの冷却能力を実現した(図2)。

(2) また、ここ数年の夏季最高気温上昇に対応するため、凝縮器の配列を見直し、熱交換性能を向上させることで、使用環境温度の範囲が拡大し、43℃下においても運転可能とした(図3)。

(金属材料事業本部)



図1 HICS-602AYの外観
Fig.1 Appearance of HICS-602AY

表1 主な仕様
Table 1 Specifications

Product		HICS-602AY (New)	HICS-602A (Conventional)
Cooling method		Air-cooling	
Fluid		Water/antifreeze fluid	
Operating environment temperature		℃	
		-10 ~ 43	-10 ~ 40
Performance*	Capacity	kW 209.3	209.3
	Flow rate	m ³ /h 36.0	36.0
Dimensions	Length	mm 2,460 (+215)	4,400 (+215)
	Width	mm 2,200	2,200
	Height	mm 3,150	3,150

* Inlet water temperature: 25°C, outlet water temperature: 20°C, dry-bulb temperature: 35°C

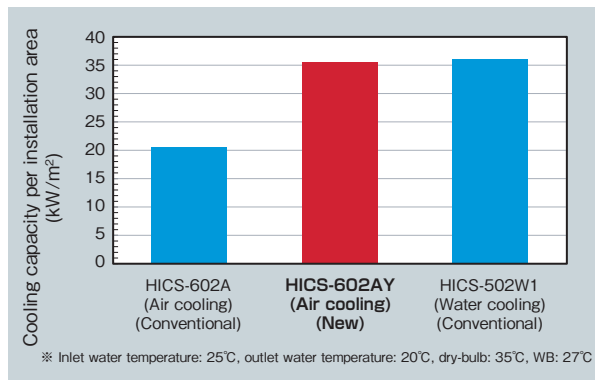


図2 設置面積当たりの冷却能力比較
Fig.2 Comparison of cooling capacity per installation area

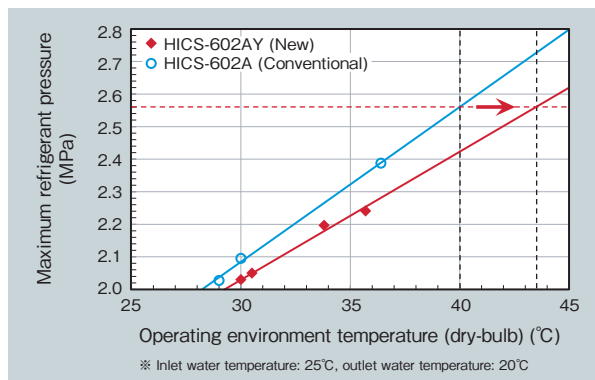


図3 使用環境温度による高圧圧力の推移
Fig.3 Dependence of maximum refrigerant pressure on operating environment temperature

半導体隔膜式圧力センサー付きマスフローコントローラ

Mass Flow Controller with Semiconductor Diaphragm Pressure Sensor

PS200 シリーズ

半導体製造プロセスにおける微細化、高集積化、多層化に伴い、半導体製造装置の重要部品であるマスフローコントローラ（以下「MFC」）についてさらなる高再現性、長期安定性が求め続けられている。この要求に応えるべく、新圧力センサーを搭載した「圧力式 MFC（PS200 シリーズ）」を開発した。PS200 シリーズの外観を図 1 に、基本性能を表 1 に示す。

PS200 シリーズの最も大きな特徴は、ガス流量を検出する流量センサーの機能を担う圧力センサーをより高精度なものに変更したことである。歪ゲージ式圧力センサーに替わり、MEMS 技術による半導体隔膜式圧力センサーを採用することにより、MFC の流量精度再現性、

長期安定性、および温度特性を向上させた。以下に PS200 シリーズに採用した新圧力センサー（半導体隔膜式圧力センサー）の特徴を詳しく述べる。

新圧力センサーは、受圧部の金属製ダイアフラム（金属製隔膜）と、圧力検出部の半導体ダイアフラム（半導体隔膜）の二重ダイアフラム構造を有しており、この構造によって高耐食性と再現性、長期安定性とを両立させている。

受圧部は高耐食金属材料のダイアフラム構造であり、半導体製造プロセスに使用される腐食性の高いエッチングガスの圧力検出が可能となっている。圧力検出部に用いられる半導体ダイアフラムは機械的性質の変化が小さいため、圧力検出の再現性、および長期安

定性が優れている。また、新圧力センサーは温度補償を行うことによって温度特性を向上させた（図 2）。図の横軸は圧力センサーの 1℃あたりのスパンの変化、縦軸は同じくゼロ点の変化である。新圧力センサーでは、スパンの変化およびゼロ点の変化のばらつきが従来製品と比べてそれぞれ約 1/4、約 1/5 に改善したことがわかる。

新圧力センサーを搭載した PS200 の流量精度長期安定性を表 2 に示す。流量精度長期安定性は MFC に求められる重要な性能のひとつであり、本性能試験により日立金属ファインテック製の従来圧力式 MFC と比較して流量の長期安定性向上を確認した。

（日立金属ファインテック株式会社）

表 1 PS200 シリーズ基本性能

Table 1 Basic specifications of PS200 series

Model	PS200 series
Flow measurement method	Differential pressure type
Flow-rate range (N ₂)	0.005x10 ⁻³ ~ 5x10 ⁻³ m ³ /min (Multi gas multi range, BIN 10 divisions)
Response time	0.8 s (typically 0.6 s)
Accuracy (N ₂)	± 1% of set point (10 ~ 100% FS) ± 0.1% of full scale (2 ~ 10% FS)
Control range	0.5 ~ 100%
Valve type	Normally closed, piezo valve
Operation temperature	15°C ~ 50°C
Inlet pressure range	Normal pressure type: 230 ~ 700 kPa (abs) Low pressure type: 140 ~ 700 kPa (abs)
Outlet pressure range	Normal pressure type: Vacuum ~ 80 kPa (abs) Low pressure type: Vacuum ~ 60 kPa (abs)
Proof pressure	1.0 MPa (gauge)
Pressure measurement accuracy	± 5 kPa
Temperature measurement accuracy	± 1°C
Material	SUS316L, Ni-Co Alloy, PCTFE

表 2 流量精度長期安定性の比較

Table 2 Comparison of flow accuracy long-term stability

Product	MFC Set Point	Long-term stability of flow accuracy (%SetPoint)					
		Initial	2 months	4 months	6 months	8 months	12 months
PS200	100%	0.11	-0.03	-0.04	-0.06	-	0.03
	50%	-0.07	-0.07	-0.05	-0.03	-	0.03
	10%	-0.35	-0.33	-0.33	0.01	-	-0.05
Existing product	100%	-0.06	-	-0.22	-0.30	-0.33	-
	50%	-0.03	-	0.03	0.21	0.38	-
	10%	-0.06	-	1.04	1.94	3.20	-



図 1 PS200 シリーズ外観

Fig. 1 Appearance of PS200 Series

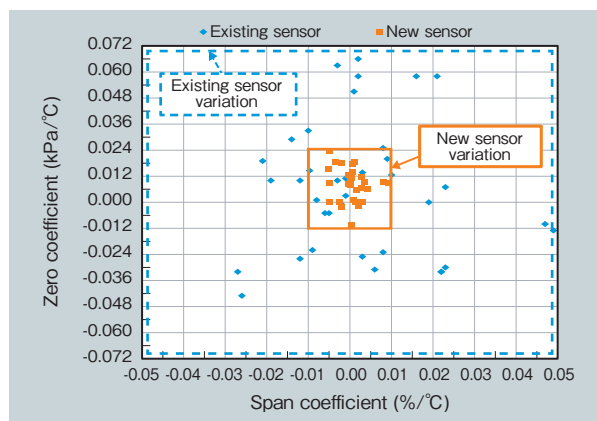


図 2 圧力センサー温度特性比較

Fig. 2 Comparison of temperature characteristics of pressure sensor

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

ハイトルク® BU1FWBL

生産ラインにおける、配管システムのバルブの開閉速度は生産性に直結する。各使用条件において最適な開閉速度が望まれるが、バルブの開閉速度の設定は自由度が低く、バルブの種類によっては、多くの付加装置が必要となることがある。

この開閉速度可変のニーズに応じて、2019年、日立金属は開閉速度が高速かつ可変である電動セグメントボールバルブ「BU1FWBL」をリリースした。このたびの開発品は、その後継モデルである。外観を図1 (a) に、エアシリンダー駆動式の外観を図1 (b) に示す。

「BU1FWBL」はエアシリンダー駆動式と同等な高速開閉が可能だけでなく、

使用条件に応じて適切な開閉時間を個別に設定することができる。開発品は、さらに電源回路およびモーター駆動方法を改良することで、開閉速度可変域を前モデルの2倍にまで拡大した。また、柔軟なモーター制御が可能になったことから、多用途に対応する制御が可能になった。また、操作トルク検出によるバルブ状態監視機能が加わった(表1)。

このバルブ状態監視機能について説明する。バルブの状態、すなわち弁体、弁座等の状態は、バルブの操作トルクで確認することが広く行われている。開発品は、モーターの安定制御のためにバルブの操作トルクを常にモニターしている。さらにこの操作トルクを記

録する機能を追加し、経時変化を観測することが可能となった。これにより、重大な異常発生前にそれを予測・検出するためのデータを取得できるようになった。

図2にセグメントボールバルブの開閉機構を、図3に操作トルク特性を示す。閉弁領域で急激に操作トルクが上昇する特性を持つため、変化検出が容易である。

開発品は、生産ライン、配管システムを効率よく運転できるのみでなく、バルブ状態監視機能の追加により、メンテナンスにかかるコスト低減にも貢献できる。また、爆発性雰囲気で使用可能な耐圧防爆構造タイプも準備中である。

(金属材料事業本部)

表1 基本仕様

Table 1 Basic specifications

Contents	Specifications
Fluid	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 ~ 200A
Connection	JIS 10K flange
Operation time	Type1: 1, 2, 3, ~ 8 sec Type2: 2, 4, 6, ~ 16 sec Type3: 3, 6, 9, ~ 24 sec Type4: 4, 8, 12, ~ 32 sec
Power supply	AC100V, AC200V
Additional features	Proportional control, Inching operation, Torque measurement

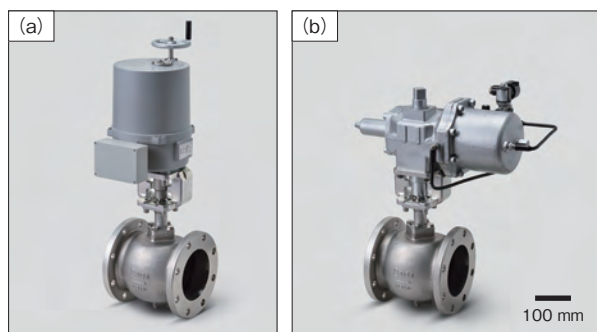


図1 セグメントボールバルブの外観
(a) 開発品(速度可変型) (b) エアシリンダー駆動式

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

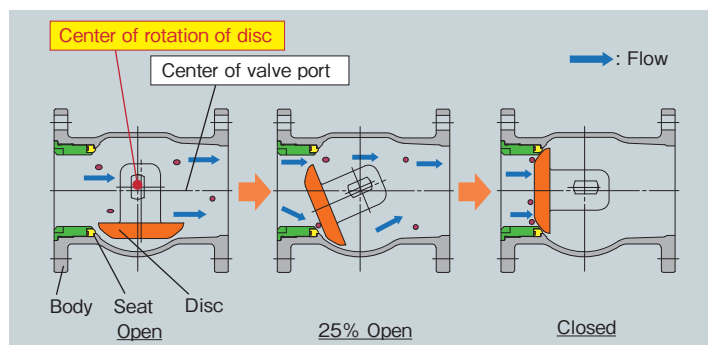


図2 セグメントボールバルブの開閉機構
Fig. 2 Opening and closing mechanism of segment ball valve

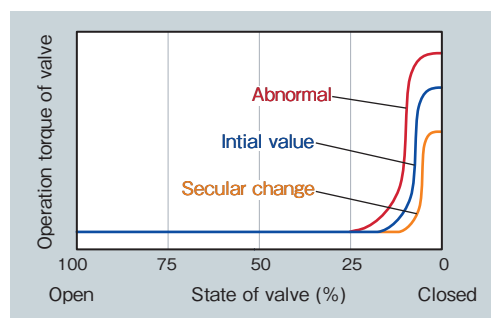


図3 セグメントボールバルブの操作トルク特性
Fig. 3 Torque characteristics during segment ball valve operation

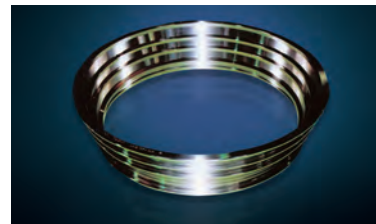
特殊鋼製品

- 工具鋼・ロール
- 産機材・航空機エネルギー
- 電子材
- 金属粉末



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。

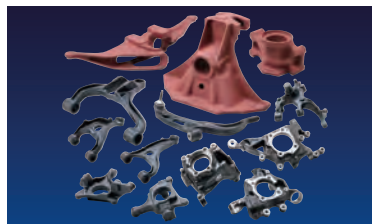


航空・エネルギー用材料

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。

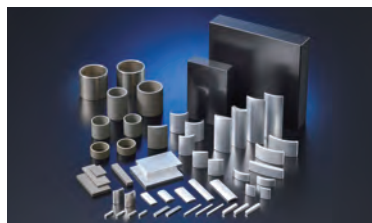


耐熱鋳造部品ハーキュナイト® シリーズ

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。

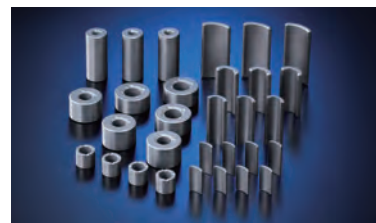
磁性材料・ パワーエレクトロニクス

- 磁性材料
- パワーエレクトロニクス



ネオジム磁石 NEOMAX® シリーズ

高い性能と耐熱性を低重希土類組成で実現したDDMagic® やFシリーズなどをラインナップし、自動車、産業機械、家電などの小型・軽量化、高出力化、高効率化に貢献しています。



フェライト磁石 NMF® シリーズ

酸化鉄を主成分としたコストパフォーマンスに優れた磁石です。高性能材 NMF-15 シリーズまでラインナップを揃え、自動車電装用モーターなど、機器の小型・軽量化に貢献しています。

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。



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。



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。



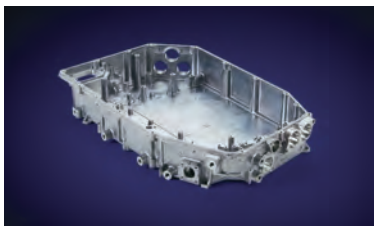
鉄鋼圧延用ロール

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。



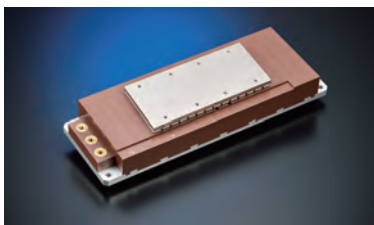
ガス用ポリエチレン配管システム

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

NEOMAX® を使用した有鉄心リニア AC モータです。可動部の軽量化を追求し、可動磁石式を採用。コアレスリニアモータに匹敵する加速性と有鉄心ならではの高推力を兼ね備えています。



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。



ロボット用電線・ケーブル

日立金属独自の薄肉成型技術を活かして、優れた耐屈曲・捻回特性を有する細径の制御・給電用ケーブルを提供しています。ロボットやケーブルベアの機内を省スペース化し、軽量化を実現します。



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。

日立金属グループ 2020年 主な技術受賞

公益社団法人 発明協会

令和元年度中部地方発明表彰 発明奨励賞 2019.11.22

- 受賞案件：MGMR 対応マスフローコントローラ
(特許第 4957725 号)
- 受賞者：後藤崇夫(日立金属ファインテック)ほか
- 概要：本発明は、ガス等の比較的小流量の流体の質量流量を計測するマスフローコントローラにおける流量制御に関するものである。MGMR とはマルチガス・マルチレンジの略で、1台のマスフローコントローラを、複数種類の実使用ガスと複数の流量レンジに精度良く対応させることができる。このため、ユーザー側で、実使用ガスの種類や流量レンジを適宜変更することができ、予備装置の在庫を削減することが可能となった。



MGMR 対応マスフローコントローラ

PCIM (Power Conversion and Intelligent Motion) Europe 2020 Conference Young Engineer Award 2020.7.7

- 受賞案件：LTCC/Si₃N₄ セラミック基板を実装した、次世代パワーモジュールの低インダクタンス化技術
- 受賞者：伊藤博之、栗田ふみ、沖代賢次、榎木雅人、中村秀幸ほか
- 概要：車載用を想定した次世代パワーモジュールに向けて、従来の Al ワイヤボンディングの代わりに、SiC 素子を LTCC^{*1} 基板に実装し、その上面に駆動部品を配置することで配線長を短縮した低インダクタンス (< 1 nH^{*2}) 構造を、Fraunhofer IZM^{*3} と共同で開発した。これにより、世界トップレベルの高速スイッチング動作が実現し、パワーモジュールの高出力密度化が期待できる。

- * 1 Low Temperature Co-fired Ceramics
(低温同時焼成セラミックス)
- * 2 nano henry (インダクタンスの単位)
- * 3 Fraunhofer-Institut für Zuverlässigkeit und Mikrointegration
(フラウンホーファー信頼性・マイクロインテグレーション研究所)



表彰状

日立金属技報 Vol.37

発行日：2021年2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）

発行人：村上元

編集：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

