

# 研究開発支援の試作機能とその適用例

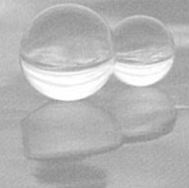
当社には種々の材料の研究開発に携わった専門家がおり、材料試作（以下、試作と称す）を通して、ユーザーの研究開発支援を行っている。

一連の仕事の流れとしては、ユーザーの仕様に基づいた材料設計（材料選定）、それを形にするためのプロセス設計（装置の選定、各工程における製造条件の選定）、作業指示書に基づく試作および得られた材料の性能評価までとなる。所定の性能が得られるまで上記サイクルを回し、ユーザーの要望にこたえている。

実際に当社が受託している案件はさまざまであるが、大きくは以下の3つに分類される。

- 1) 材料設計→プロセス設計→製造→評価までの実施
- 2) プロセス設計→製造→評価の実施
- 3) 一部の製造工程の実施

以下、試作例として、E-1項にTiAlターゲット材料の試作、E-2項にセンダストビレットの製造を紹介する。



## E-1 アークイオンプレーティング (AIP) 用 TiAlターゲット材の試作

AIPを利用したコーティング法は真空蒸着法と比較し、生産性がよく、かつ得られる膜も緻密なため、耐磨耗性が要求される切削工具や自動車部品のコーティングに用いられている。

コーティング膜としてはTiNが広く利用されていたが、Alを合金化したTiAlN合金膜のほうがさらに硬さが上昇し、寿命の大幅な延長が得られることから<sup>1)</sup>、徐々に置き換わりつつある。しかしTiAlターゲットは高価なこと、材料欠陥による使用上のトラブルが多いことから、安価でかつトラブルの少ないターゲット材の開発が望まれていた。

ターゲット材の要求性能としては組成の均質性（膜特性の安定性）、使いやすさ（材料欠陥がない）および消耗品であることから低価格が重視される。製造方法としては溶解法と粉末法の2つに分類される。

### 溶解法の検討

溶解法は組成の均質性の点で優れているが、微細な鑄造欠陥を避けがたく（直径0.5mm以上の欠陥があるとアークが止まる）、また欠陥除去に有効な熱間加工が難しいことから、製品歩留まりが悪くコスト高となるため、採用にはいたらなかった。

### 粉末法の検討

組成の均質性から合金粉末を原料とした試作を実施した。溶解したTiAl材料を破碎、HIP処理してターゲットとしたが、使用中に割れる（写真1）問題が発生し、採用にはいたらなかった。

次に純Tiおよび純Alの粉末を原料とする試作を実施した。本法はコストが安いこと、TiとAlの組成比率を簡単に変更できることが大きな特徴である。固化方法は混合後、着火し、反応熱により自己燃焼焼結する反応焼結法<sup>2)</sup> およびCIP+HP法の



写真1 合金粉末で製造したTiAlターゲット材に見られた使用中の表面割れ

2通りでトライした。

反応焼結法で製造したターゲットは反応によりTiAlとなるため溶解材、合金粉末を利用した製法と同様に組成の均質性で優れるが、反応焼結後の材料にはボアが存在しており、合金粉末と同様に使用中の割れ、さらに機械加工時、ハンドリング時の欠けが課題となった。

いっぽう、CIP+HP法で製造されたターゲットは組成の均質性がやや劣る、密度が低く強度が不足する、膜に粗大粒子（未焼結粉末粒子）が付着し、膜特性が劣るなどの課題があるものの、安定した生産が可能で、かつ低コストのメリットが認められた。

各製法の特徴を第1表に示す。

第1表 各製造法の評価

評価項目		膜特性 (組成の均質性)	使いやすさ (材料欠陥)	価格
溶解法		○	△	△
粉末法	合金粉末法	○	×	×
	反応焼結法	○	×	△
	CIP+HP法	△	△	○

○=優れる △=中程度 ×=劣る

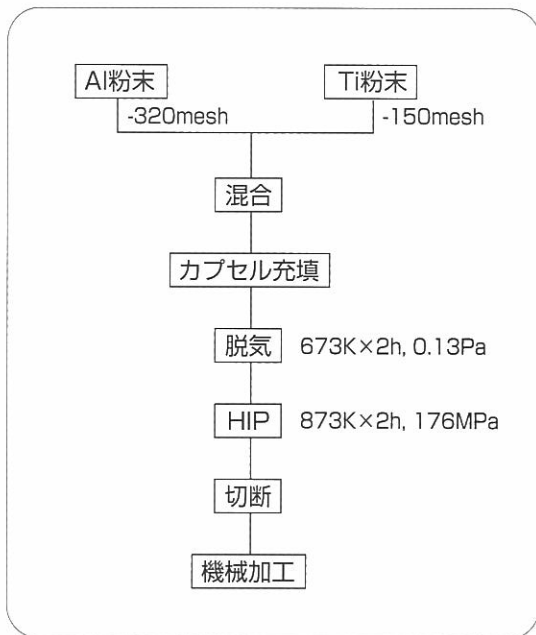
1) Y. Tanaka, T. M. Gur, M. Kelly, S. B. Hagstrom, T. Ikeda, K. Wakihira and H. Satoh: J. Vac. Sci. Technol. A10(1992)4, p.1749

2) 新宮秀夫、石原慶一、深水秀範、寺島知道、柏井茂男：材料とプロセス、4(1991)2, p.719.

ターゲットは消耗品であり、将来的には価格が最優先されるとの観点から、純Tiおよび純Al粉末を原料としたHIP法を選定した。

## 量産試作

CIP+HIP法の課題は高密度化の達成と組成の均質性の確保となる。この点を考慮し、第1図に示すプロセスで少量の試作を行った。組成の均質性については粉末の粒度、流動性（粉末の形状）などが影響するが、最適な粒度の組み合わせにより、組成のバラツキを小さく、かつ安定化させた。密度不足についてはCIP+HP法に変えHIP法を適用



第1図 TiAlターゲット材の製造工程

した。

試作したTiAl合金HIP体の組成分析および密度測定結果を表2に、そのマイクロ組織を写真2に示す。

トップ・ボトム側の各位置における組成は非常に均質であり、組成のバラツキは±0.5at%の範囲に収まっている。これは溶解材とほぼ同等のレベルである。また密度も測定位置による差異はほとんど認められず理論密度となっている。組織観察の結果、組織は均質であり、ポアも観察されない。HIP体から機械加工によりターゲットを製造したが、切削性は非常に良好で写真3に示す複雑形状の加工を行っても欠けは発生しなかった。

ターゲット材の最終評価である膜特性については、使用寿命まで膜組成が安定し（溶解品と同等）、かつ緻密な膜（CIP+HP法で問題となった粗大飛散粒がない）が得られた（写真4）。

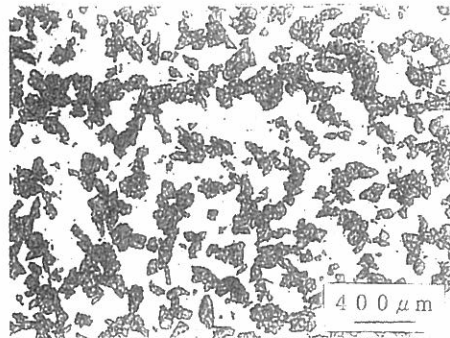
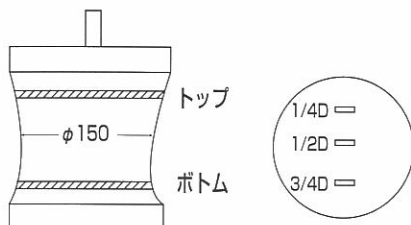


写真2 TiAlターゲット材の組織

第2表 ターゲット材のTiの分析値 (at%) と密度 (kg/m<sup>3</sup>)

成分 密度	位置	トップ			ボトム		
		1/4D	1/2D	3/4D	1/4D	1/2D	3/4D
Ti量		50.0	49.9	49.4	50.4	50.0	49.4
密度		0.00362	0.00362	0.00361	0.00363	0.00362	0.00361



試料の分析位置

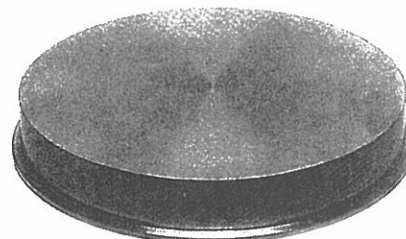
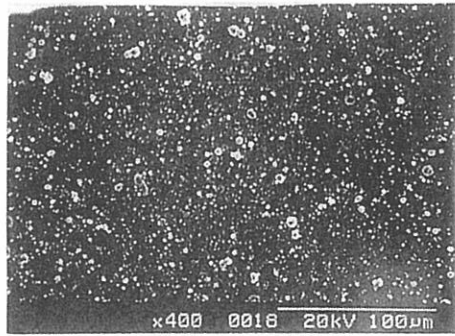
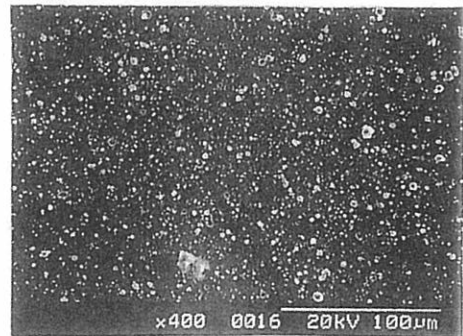


写真3 TiAlターゲット材の機械加工後の外観



(a) 本法



(b) 溶解法

写真4 製法の異なるターゲット材を用いて形成させたTiAlN皮膜の比較

## E-2

# センダスト押しビレット鋳塊の製造

磁化されやすさの目安として透磁率が用いられる。9.5wt%Si、5.5wt%Alを含むFe合金（センダスト）はスーパーマロイなどとともに、現在最も高い透磁率を誇る材料であり、磁気ヘッド用材料として使用されている<sup>3)</sup>。

主要な用途は自動販売機・駅務機器のプリペイドカードシステム向け磁気ヘッド用コア材、各種カードリーダー・紙幣識別用磁気ヘッドのコア材および各種データ・音声記録再生用磁気ヘッドのコア材およびカード材である。

これまで磁気ヘッド用センダストチップは鋳造材から機械加工により製造していたのに対し、最近では熱間静水圧押し出し加工が施されるようになってきている。加工を施すことにより、高密度でかつ結晶粒が細かく、組織が均質となるため耐食性、耐チップング性に優れ、安定した品質を有するセンダストチップとなる。

当社ではユーザーより溶解・鋳造を委託され、月平均25本程度の押し出しビレット鋳塊を製造している。押し出しビレット鋳塊の形状を写真5に示す。

押し出しは鋳塊を軟鋼カプセルの中に入れ、高温、静水圧下で行っている。押し出し後、カプセルを除去し、熱処理を行い、機械加工によりチップにする。

溶解・鋳造は溶湯酸化を抑えるため真空誘導溶解炉で行われており、1chの溶解にて3本の押し出しビレット鋳塊が製造できる。センダスト合金はもろいため、割れ対策として溶解後の鋳塊が赤いうちに1,000℃に保持された熱処理炉に挿入し、炉冷している。

鋳塊の表面品質は歩留まりに影響する（スプラッシュ、湯じわなどの鋳造欠陥により表面の性状が悪くなる）。

7品種の注湯温度と表面性状の関係を明らかにするとともに、得られた結果を整理し、成分の含有量と注湯温度の関係式を求め標準化した。現在は安定して良好な表面が得られている。

最近、押し出し方向に伸びた介在物による研磨仕上げ加工時の表面粗さ不良が課題となっており、溶解・鋳造条件の見直しに取り組んでいる。

試作に当たり最も重要なことはユーザーの仕様を理解できるまで議論し、その結果を試作方案に反映させ、それが製造・評価を担当する部署まで徹底されることにある。試作品の品質は当社の姿を反映していることを常に念頭において、ユーザーに満足いただける製品を提供する研究開発支援会社を目指したい。

[神戸事業所 製造部 製造室 内田博幸]

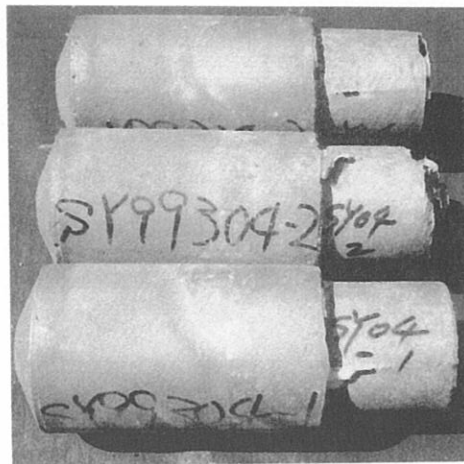


写真5 押し出しビレット鋳塊の外観

3)山口正治、馬越佑吉：金属間化合物、日刊工業新聞社(1984),p.20