

平成24年度戦略的基盤技術高度化支援事業  
「高透磁率材料を構造部材に用いた大型超高真空容器の  
製造技術の開発」

研究開発成果等報告書

平成25年3月

委託者 関東経済産業局  
委託先 財団法人富山県新世紀産業機構  
再委託先 株式会社VICインターナショナル  
コンチネンタル株式会社  
富山県工業技術センター

## 目 次

### 第1章 本論研究開発の概要

- 1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標
- 1-2 研究体制（研究組織・管理体制、研究者氏名、協力者）
- 1-3 成果概要
- 1-4 当該研究開発の連絡窓口

### 第2章 本論

- 2-1 サブテーマ① パーマロイ材のヘラ絞り用金型の開発
- 2-2 サブテーマ② 薄板パーマロイ材に適した溶接施工法の開発
  - a. 2重シールドティグ溶接施工法の開発
  - b. 手動 YAG レーザ溶接施工法の開発
- 2-3 サブテーマ③ 中温磁気焼鈍と新消磁システムを用いた残留磁界低減化の検証
  - a. 熱処理工程
  - b. 消磁工程

### 第3章 全体総括

- 3-1 成果の総括
- 3-2 研究開発後の課題
- 3-3 事業化展開

## 第1章 研究開発の概要

### 1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標

#### (1) 研究開発の背景

国内外の厳しい新素材・新機能開発競争において、物質のナノ構造解析等に利用される光電子分光装置では、分析の分解能向上のために地磁気の影響を極力抑えることが求められている。このような背景のもと川下メーカや大学・研究機関においては、光電子分光装置に用いられる超高真空容器について従来のステンレス合金製から高透磁率材料（パーマロイ材）への転換ニーズが高まっており、あわせて真空容器大型化の要求も強まっている。

パーマロイ材は展延性に乏しく加工が容易でないため、現状では絞り加工法や溶接施工法などが確立されていない。また、非常に高価な材料であるため、材料を無駄にしない加工方法や製品の補修・作り直しをしない事など生産技術の確立が急務となっている。パーマロイ材をますます大型化する超高真空容器部材として利用するための低コストな製造加工技術を確立し、市場への安定供給を図ることが求められている。

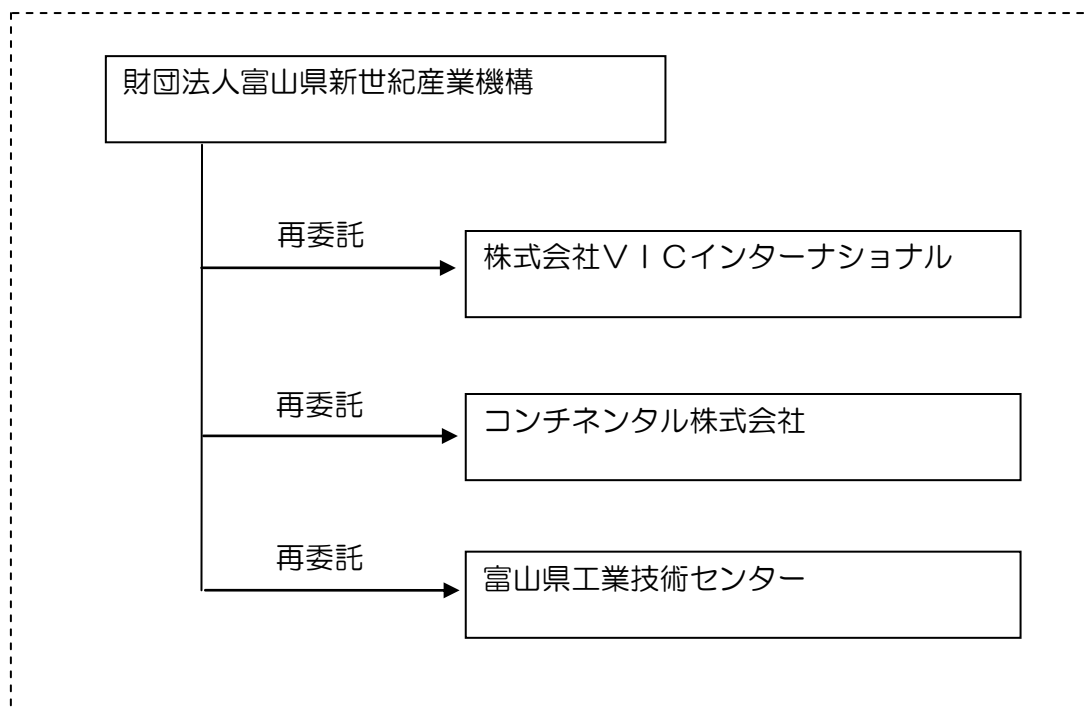
#### (2) 研究目的及び目標

本研究開発では、パーマロイ材を用いた超高真空容器の製造技術として、絞り加工法、溶接施工法、熱処理法、消磁法を確立し、製造工程の省力化によるコスト低減を目指している。本研究開発の最終的な技術目標値を以下に示す。

- a. ヘラ絞り加工における材料歩留りを現状 50%から 90%に向上させる。
- b. 絞り加工時間を現状の約 30 時間から 10 時間に短縮させる。
- c. パーマロイ製溶接構造真空容器を試作し、溶接加工後の容器中心部における残留磁界を地磁気の 1/200~1/400、部材強度を 300MPa を確保する。また、枝管取り付け精度は 1° 以下を目指す。
- d. 磁気焼鈍及び新消磁システムの開発により、真空容器中心部での残留磁界を地磁気の 1/400~1/600 ( $0.1 \mu T$ ) とする。
- e. 焼鈍後の試作真空容器の気密試験でのリークレートは、 $5 \times 10^{-10} Pa \cdot m^3 / 秒$  以下とする。

## 1－2 研究体制（研究組織・管理体制、研究者氏名、協力者）

### （１）研究組織



#### 総括研究代表者（ＰＬ）

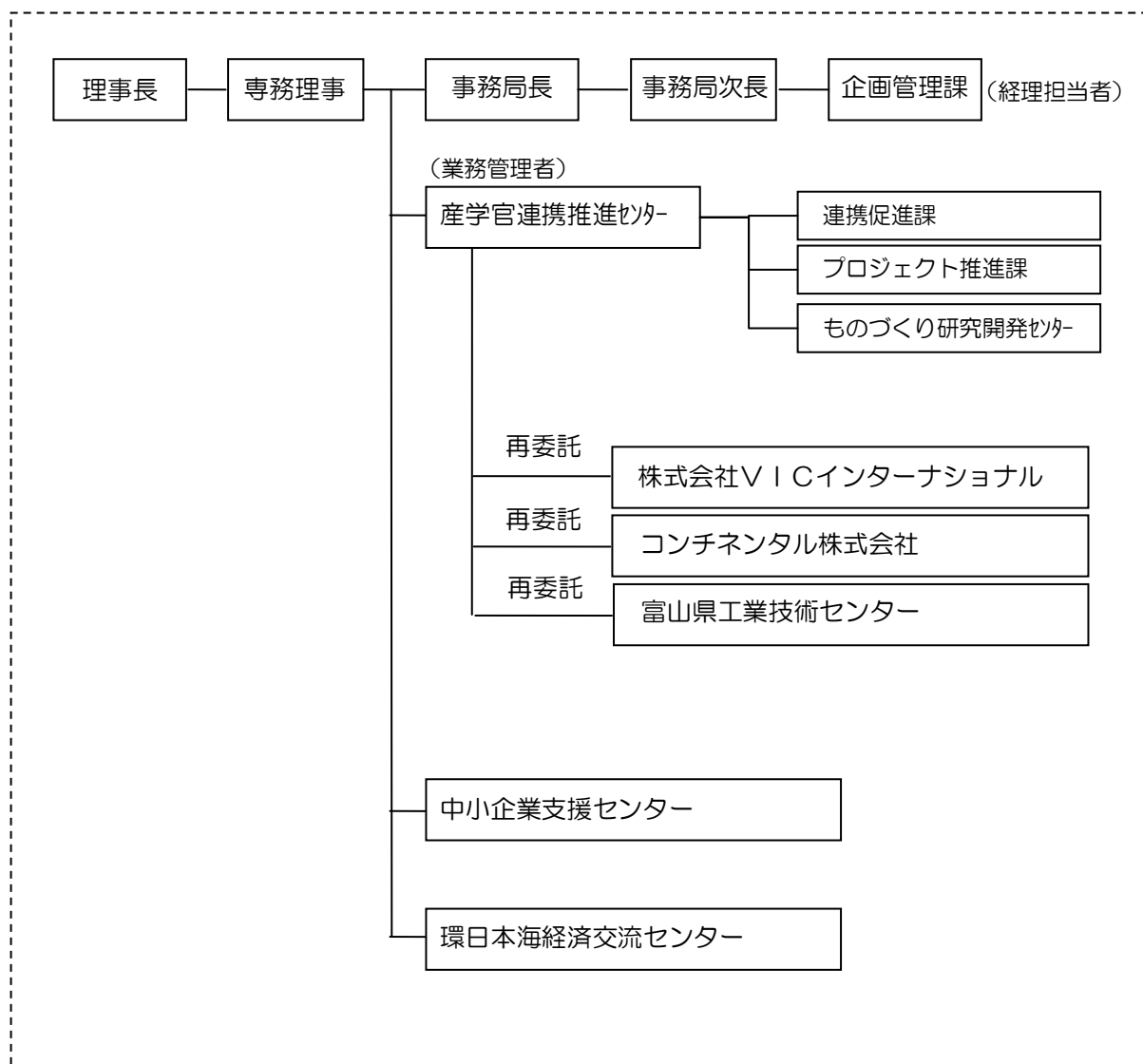
株式会社ＶＩＣインターナショナル  
技術課長 加納 竹志

#### 副総括研究代表者（ＳＬ）

株式会社ＶＩＣインターナショナル  
技術課長代理 馬場 哲郎

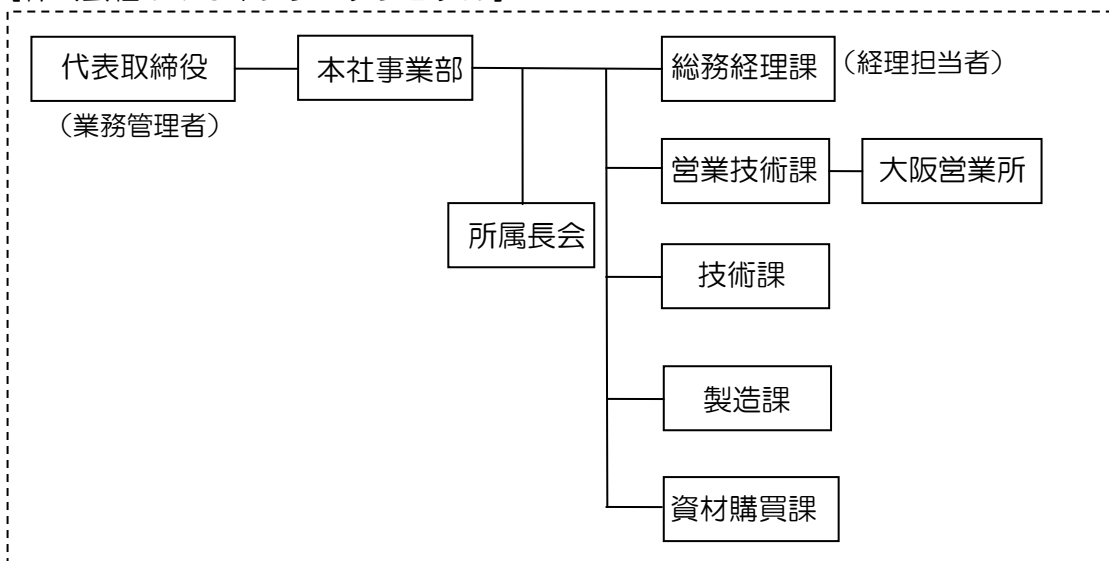
管理体制①事業管理機関

[財団法人富山県新世紀産業機構]

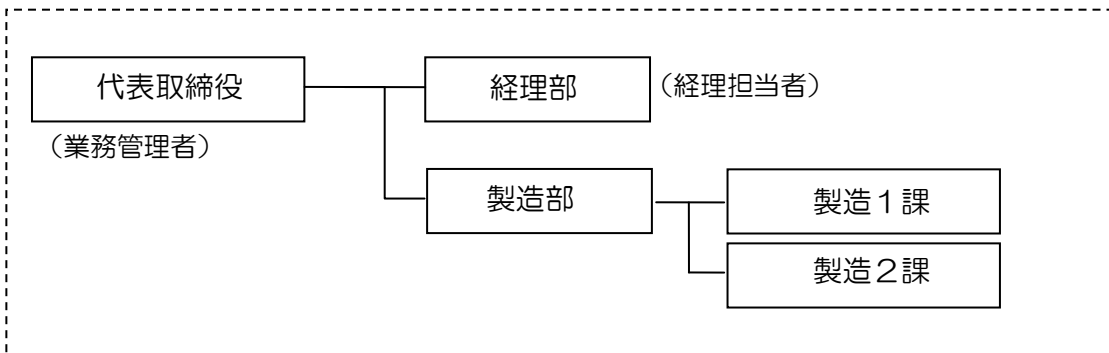


管理体制②再委託先

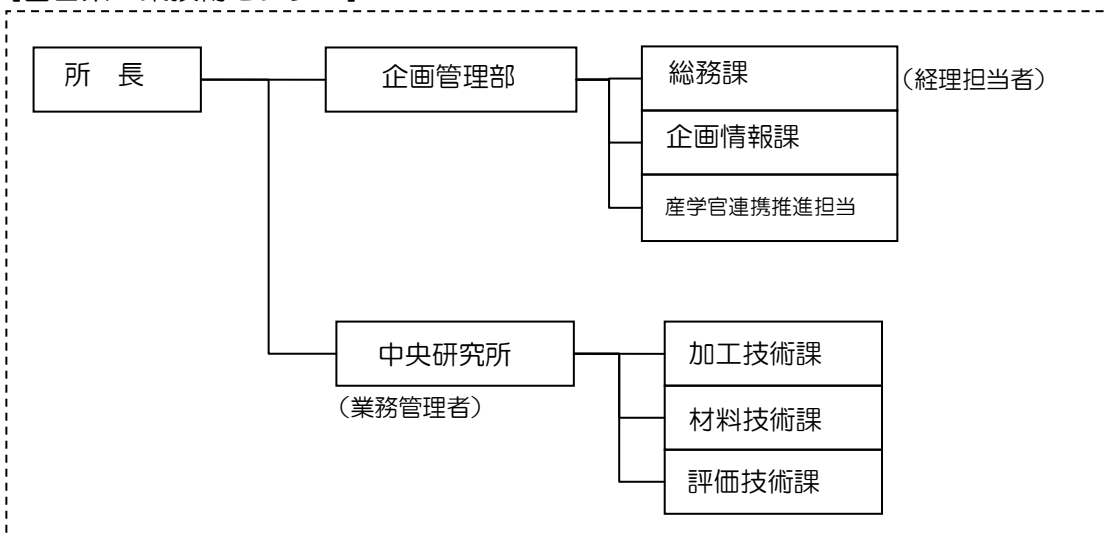
[株式会社V I Cインターナショナル]



[コンチネンタル株式会社]



[富山県工業技術センター]



## (2) 研究者氏名

### 株式会社V I Cインターナショナル

| 氏名    | 所属・役職    |
|-------|----------|
| 竹内 幸雄 | 代表取締役    |
| 加納 竹志 | 技術課・課長   |
| 馬場 哲郎 | 技術課・課長代理 |
| 阿部 真士 | 技術課・係長   |
| 岩渕 哲也 | 製造課・主任   |
| 菅沼 正泰 | 技術課      |
| 吉原 唯  | 技術課      |
| 深津 大祐 | 技術課      |

### コンチネンタル株式会社

| 氏名    | 所属・役職   |
|-------|---------|
| 岡田 幸雄 | 代表取締役   |
| 下村 俊之 | 製造2課・課長 |

### 富山県工業技術センター

| 氏名    | 所属・役職             |
|-------|-------------------|
| 富田 正吾 | 中央研究所 加工技術課 課長    |
| 氷見 清和 | 中央研究所 評価技術課 主任研究員 |
| 柿内 茂樹 | 中央研究所 加工技術課 主任研究員 |

## (3) 協力者

国立大学法人大阪大学 接合科学研究所 所長 中田 一博氏

日本電子株式会社 SA・SM設計室 第1設計G 3チームリーダー 大橋 茂氏

東英工業株式会社 磁性部 部長補佐 増田 宏氏

### 1-3 成果概要

#### ・サブテーマ①パーマロイ材のヘラ絞り用金型の開発

パーマロイ材は常温では展延性が乏しいため、ヘラ絞り加工を行う際にはバーナー等による炙りなどで加熱しながら加工を行っていたが、割れ等が発生し50%程度の歩留まりしか期待ができなかった。また、加工硬化のため、絞り加工途中で焼鈍を繰り返す必要があり加工時間が長いという課題があった。

本研究開発では金型にヒーターを埋め込んだ「ヒーター付金型」の開発により課題解決を目指した。設計製作したヒーター付金型を、実際に絞り機に取り付けて性能評価を行ったところ、押さえシャフトへの熱逃げが発生したため、押さえ治具の改修と断熱リングの採用により熱逃げを抑制した。また、回転数・昇温速度・温度分布等のデータを分析し、最終的にパーマロイ材が加工硬化せず、絞り加工途中での焼鈍を必要としないヘラ絞り加工法を確立した。これにより、歩留まり100%の達成及び加工時間の短縮を図ることができた。

#### ・サブテーマ②薄板パーマロイに適した溶接施工法の開発

薄板パーマロイ材を用いた大型超高真空容器の溶接施工法開発のため、2重シールドティグ溶接トーチを開発し、パーマロイ材ドーム形状部品とリング形状部品の突き合わせ溶接及びこれらパーマロイ材ドーム形状溶接品とSU316製フランジとの円周すみ肉溶接による溶接施工を施し、容器の試作を行った。また、YAGレーザによる溶接施工についても上記と同様の溶接施工を行った。溶接施工後の試作容器について気密試験結果を分析し、リーク発生要因及びその対処法を把握した。

#### ・サブテーマ③中温磁気焼鈍と新消磁システムを用いた残留磁界低減化の検証

##### a. 熱処理工程

パーマロイ材の熱処理工程には、材料の展延性向上を目的として絞り加工前に実施する「軟化焼鈍」及び溶接後に磁気特性向上を目的として実施する「磁気焼鈍」が必要であり、超高真空容器製作にあたって、ハイドロカーボン系の汚染の心配がないオイルフリーな真空熱処理炉を開発した。磁気焼鈍については、従来の1050℃ではSUS製フランジのエッジが鈍化してしまうため、パーマロイ材のキュリー点（約360℃）を考慮のうえ、従来より温度を下げた「中温磁気焼鈍」を行い、割れが発生しないことを確認した。また、磁気焼鈍後の気密試験及び残留ガス試験により、所期の目標が達成されたことを確認した。

##### b. 消磁工程

磁気焼鈍後の残留磁界の除去のため、交流消磁を用いた「大型超高真空装置用消磁器」を開発した。また、消磁前後での残留磁束密度の状態を測定し、グラフィカルに表示が可能な「3次元磁気分布測定・表示システム」を開発した。磁気焼鈍後の超高真空容器（試作品）に交流消磁を施し、容器中心部で残留磁束密度が0.1  $\mu$ T以下になったことを確認した。



#### 1-4 当該研究開発の連絡窓口

##### (1) 事業管理機関

法人名：財団法人富山県新世紀産業機構（代表者：理事長 石井 隆一）  
住 所：〒930-0866 富山県富山市高田529番地  
連絡担当者名、所属役職名：藤城 敏史 産学官連携推進センター部長  
TEL：076-444-5636 FAX：076-444-5630  
e-mail：fjk@tonio.or.jp

##### (2) 総括研究代表者（PL）

氏 名：加納 竹志  
組織名：株式会社VICインターナショナル  
所属役職名：技術課 課長  
TEL：042-557-8250 FAX：042-557-8251  
e-mail：kano@vic-int.co.jp

##### (3) 副総括研究代表者（SL）

氏 名：馬場 哲郎  
組織名：株式会社VICインターナショナル  
所属役職名：技術課 課長代理  
TEL：042-557-8250 FAX：042-557-8251  
e-mail：baba@vic-int.co.jp

##### (4) 研究実施者

| 機関名              | 代表者役職氏名           | 連絡先                                                                                                    |
|------------------|-------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 株式会社VICインターナショナル | 代表取締役<br>竹内 幸雄    | 〒190-1232<br>東京都西多摩郡瑞穂町長岡 2-1-2<br>TEL 042-557-8250 FAX 042-557-8251<br>e-mail：takeuchiy@vic-int.co.jp |
| コンチネンタル株式会社      | 代表取締役<br>岡田 幸雄    | 〒939-3541<br>富山県富山市水橋沖 172<br>TEL 076-478-2324 FAX 076-478-2551<br>e-mail：okada@continental-ltd.com    |
| 富山県工業技術センター      | 中央研究所 所長<br>榎本 祐嗣 | 〒933-0981<br>富山県高岡市二上町 150 番地<br>TEL 0766-21-2121 FAX 0766-21-2402<br>e-mail：tomida@itc.pref.toyama.jp |

## 第2章 本論

### 2-1 サブテーマ①パーマロイ材のヘラ絞り用金型の開発

#### (1) 研究課題及び成果目標

従来のヘラ絞り加工は、素材を回転させながら、特殊なヘラを用いて金型に押し当て絞り加工を行う。パーマロイ合金の場合、常温では展延性に乏しいため 500℃～700℃に素材表面をバーナー等で加熱しながら絞り加工を行う。しかし、光電子分光装置用大型超高真空容器の製造においては金型が大型化(例えば直径 700mm 程度)し、材料加熱のための“あぶり熱”は金型側に吸収されてしまい、十分な加熱ができないまま絞り加工されてしまうので、製品に割れ・欠け等が発生するトラブルが頻発する。このため、本研究開発では、金型にヒーターを埋め込んだ「ヒーター付金型」を開発する。「ヒーター付金型」の製作後、絞り機械に取り付けて性能を評価し、実際にパーマロイ材の絞り加工実験を行い最適加工条件を検証する。成果目標は下記のとおりとした。

- ・ 内部からの加熱による材料加工硬化の抑制
- ・ 絞り加工途中での軟化焼鈍の不要化
- ・ 加工時間の短縮（平均 10 時間以内）及び歩留まりの向上（90%以上）

#### (2) 実施内容

下記仕様により「ヒーター付金型」の設計製作を行った。(図 1-1)

- ・ 到達温度：MAX500℃、5 時間以内に到達
- ・ 金型材質：S25C
- ・ 金型カバーの板厚・表面粗さ：板厚 15mm 以上、表面粗さ 1.6S 以下
- ・ 溝付きドームの板厚・表面粗さ：板厚 35mm 以上、表面粗さ 1.6S 以下
- ・ ロータリコネクタを用いたヒーター線が絡まない構造
- ・ ニクロムシースヒーターによる前・中・後の 3 面独立 PID 制御方式
- ・ 300rpm 回転時の回転芯ブレ：1mm 以下
- ・ 金型総重量：400kg 以下
- ・ 絞り応力 1ton/cm<sup>2</sup>に耐える強度



図 1-1 ヒーター付金型の外観（絞り機への取付時）

完成したヒーター付金型について、300rpm まで回転させた時の金型芯ブレ量を測定し、シムやその他の調整なしに 0.3mm（±0.15mm）以内に収まっていることを確認した。加工機芯

棒と金型の穴径の公差を最大 0.6mm としており、その半分の振れで収まっている。また、金型を 2 時間連続で 300rpm にて回転させた時のブラシの摩耗粉の量を測定したが、摩耗粉は全く出ていないことを確認した。

ヒーター付金型の温度上昇が絞り機本体へ悪影響を及ぼさないことを確認したのち、金型の昇温試験を実施した。金型単体での到達温度は MAX500℃を約 2 時間以内に達成した。また、押さえシャフトを用いて、金型にパーマロイ材を固定し熱伝導分布を測定した。(図 1-2)

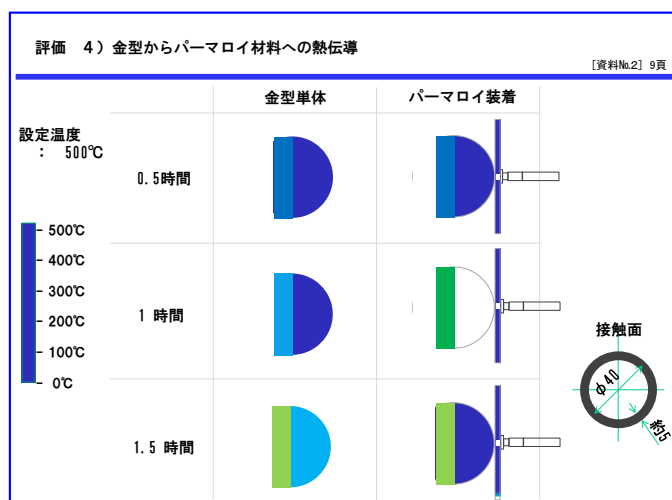


図 1-2 金型単体での温度到達とパーマロイ材への熱伝導

パーマロイ材への熱伝導は見られるものの思った以上に温度が上がらず、原因をパーマロイ材を抑えている押さえシャフトへの熱逃げと特定し、断熱対策としてパーマロイ材と押さえシャフトの間にガラス繊維の断熱リング (10 t) を入れることとした。さらに、押さえ治具を鉄から熱伝導の悪い SUS 製に変更した。(図 1-3)

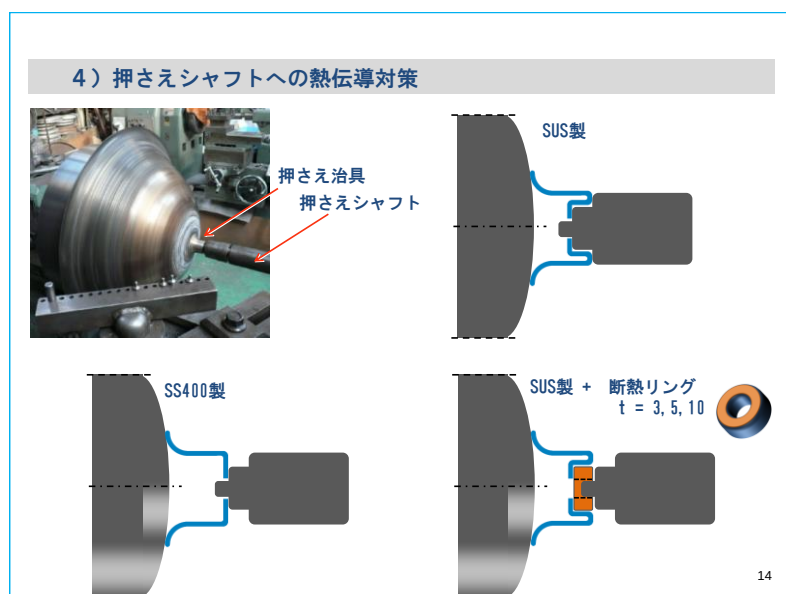


図 1-3 断熱対策イメージ図

断熱対策後に温度測定を行った結果、明瞭に押さえシャフト部の温度が低くなっていることが確認できた。(図 1-4)

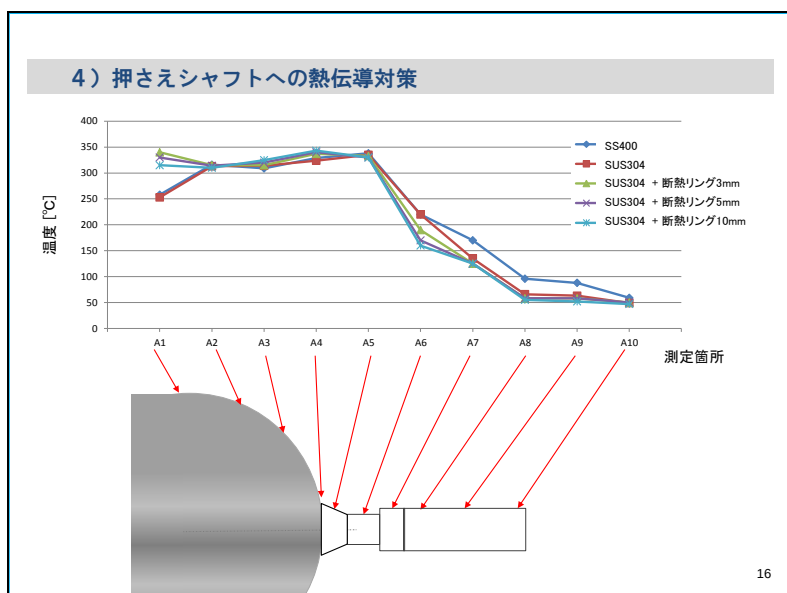


図1-4 押さえシャフトへの熱伝導対策

さらに、回転時の金型熱放散の影響を調べた。ヒーター付金型の先端にパーマロイ材を接触させ、温度を400℃にして回転数を15/150/235/300rpmと変えて3時間の昇温データを取得した。(図1-5) この結果、回転数によらず回転中心に近い部分は約2時間30分で設定温度に到達することが分かった。また、絞りにほとんど使わない周辺部を除くと、回転数による昇温時間に大きな差は認められなかった。

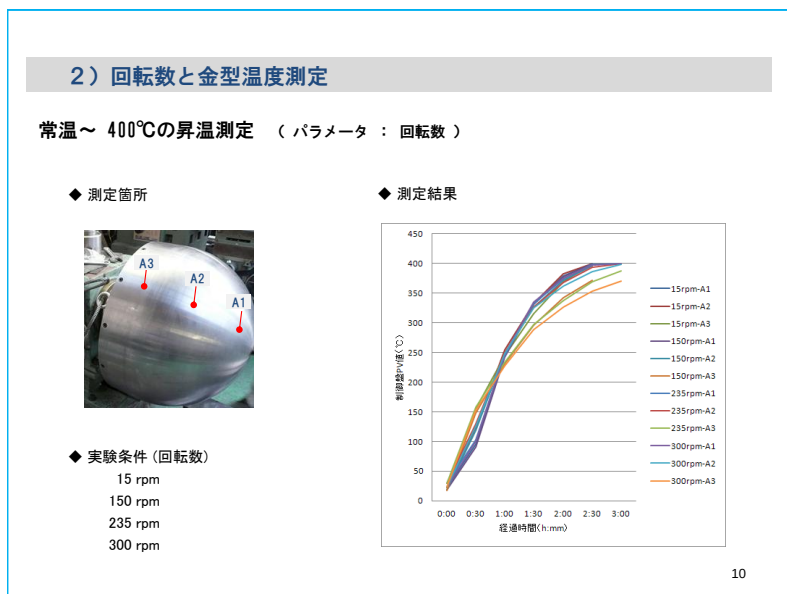


図1-5 回転数と金型温度

以上の結果をもとに、実際にヒーター付金型を使った絞り加工実験を実施(図1-6)し、絞り加工途中での軟化焼鈍無く、10時間程度(2営業日内)で割れのない成型に成功した。

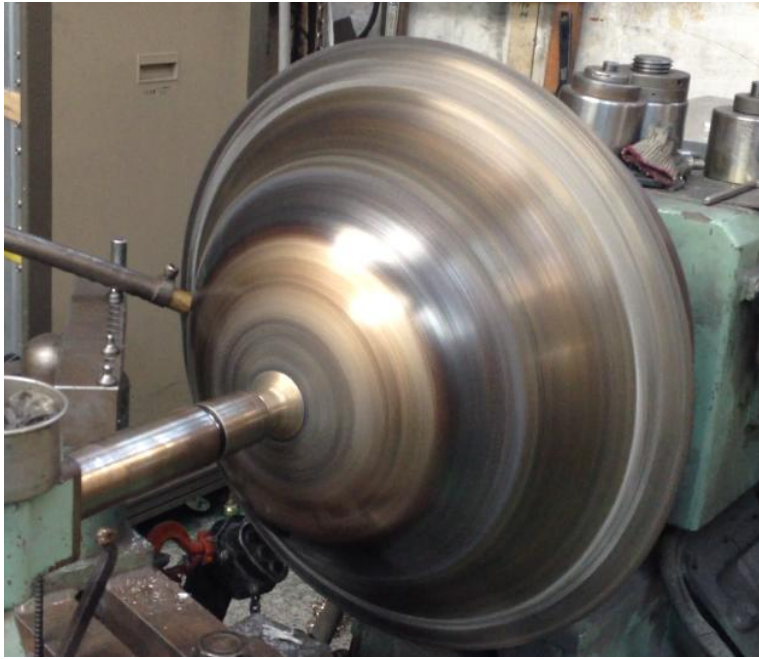


図 1－6 絞り加工実験の様子

### （３）研究成果

総重量 400 kg と従来の金型と比べて半分の重さのヒーター付金型の製作に成功した。性能として、最高温度 500℃ までの昇温時間が 2.5 時間であることを確認した。また、回転芯ブレは目標 1 mm に対して 0.3 mm 以内に収まっており、絞り加工による金型の損傷も発生しなかった。

押さえシャフトへの熱逃げの発生は想定外であったが、SUS 製の押さえ治具とガラス繊維製断熱リングの採用により熱逃げを抑制した。また、回転数と昇温、温度分布等のデータを取得し、ひびや割れの発生のないパーマロイ材の成型に成功した。材料の加工硬化がないため絞り加工途中での軟化焼鈍の必要がなく、平成 24 年度においては歩留まり 100%、絞り時間は平均 10 時間として所期の目標を達成した。



## 2-2 サブテーマ②パーマロイ材に適した溶接施工法の開発

### a. 2重シールドティグ溶接施工法の開発

図 2-1 にデジタル制御式インバーターティグ溶接電源および試作ガス混合・供給装置の外観を示す。これらの装置により、精密な溶接電流制御やガス混合およびマスフローメーターによる正確な混合や流量制御が可能となった。図 2-2 に本研究で開発した 2 重シールドティグ溶接トーチの外観及び内部構造の模式図を示す。トーチ内部が同軸上にシールドガスを独立して流し、アウターガス流路の出口には、金属メッシュフィルターを設置することにより、シールドガスの流れは、層流となり、大気を効果的に遮断できシールド性を高めることができた。



図 2-1 溶接電源及びガス混合装置の外観



図 2-2 試作 2 重シールドティグ溶接トーチの外観及びトーチ内部構造模式図

平成 24 年度は、図 2-3 に示すように絞り加工により製作した初期厚さ 3mm のパーマロイ材製ドーム形状品（底面直径 600mm）と同一材料のリング状部材（帯板）の円周溶接及びドーム頂点の絞り加工工程での固定用円形穴の封止のための円周溶接施工技術の開発、さらにドーム溶接品と SUS316 製フランジとの異種金属の組み合わせ継手の円周すみ肉溶接施工技術を開発する。これらの要素技術の確立により試作ドーム形状真空容器を作製することを目指としている。ドームと帯板の溶接は、突合せ溶接となるが、絞り加工により初期の板厚に比べ 20～30% 程度減少しており、テーラードブランク溶接となる。一方、帯板と SUS316 製フランジの溶接で

は、突合せ溶接であるが、フランジ側に帯板の板厚相当分を削除してある。

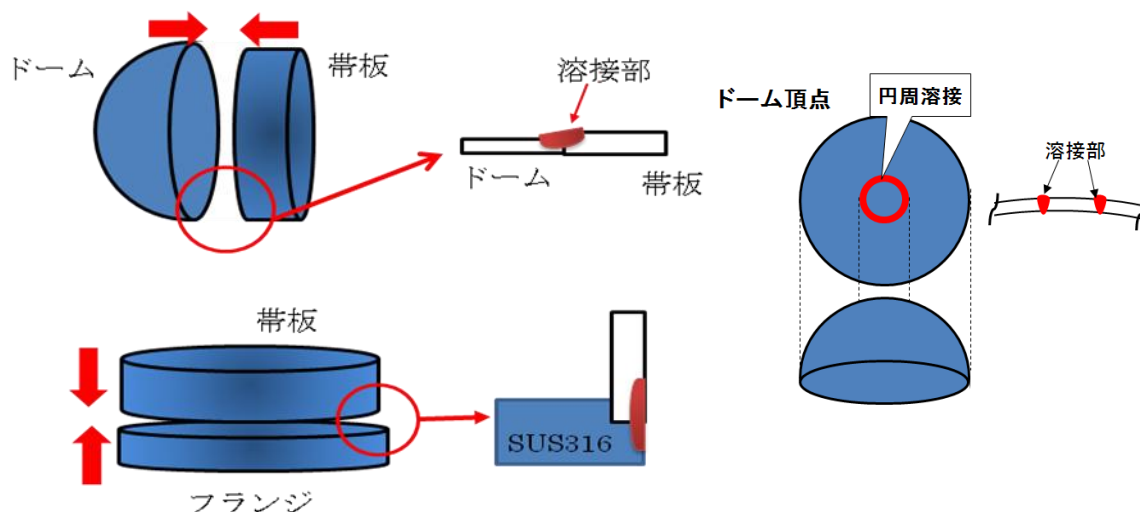


図 2-3 ドーム型真空容器の溶接施工と継手形状

実験では、ドームと帯板の溶接の場合は、絞り加工で製作したパーマロイ製ドーム(底面直径 600mm)とパーマロイ板材を溶接により円筒帯板に試作したものをを用いた。最適な溶接条件を検討するため、溶接条件を変化させながら円周溶接を行った。この場合、ドーム側の溶接位置の板厚は、絞り加工により板厚が当初の 3mm から 2.3~2.35mm に低下していた。また、ドーム部材の頂点の円周溶接について、実際と同じ直径 50mm のパーマロイ円盤をわずかに直径を大きくして穴あけ加工したパーマロイ板に取り付け、円周溶接を行う試験により溶接条件を検討した。

一方、帯板とフランジの溶接については、実際のフランジが厚肉で大きいため、フランジに見立てた SUS316 ブロックとパーマロイ板の突合せ溶接を行い最適溶接条件について検討した。

まず、ドームと帯板の溶接試験では、溶接電流を 70~90A、溶接速度を 155~260mm/min と変化させた。2 重シールドティグトーチのセンターガスには He+Ar 混合ガス (He 混合割合; 25、50、75、100) を用い、アウターガスには、純 Ar ガスとした。図 2-4 にドーム部材と帯板の溶接作業状況及び溶接後の外観を示す。溶接は、ドームをポジショナーで回転させながら、ドーム内側から溶接を行った。

図 2-5 に溶接ビード外観の一例を示す。ビード外観は、良好であり、割れ等の欠陥は発生しなかった。この溶接条件では、裏ビードは形成されなかったが、溶接速度を 155mm/min に低下させると裏ビードが形成された。

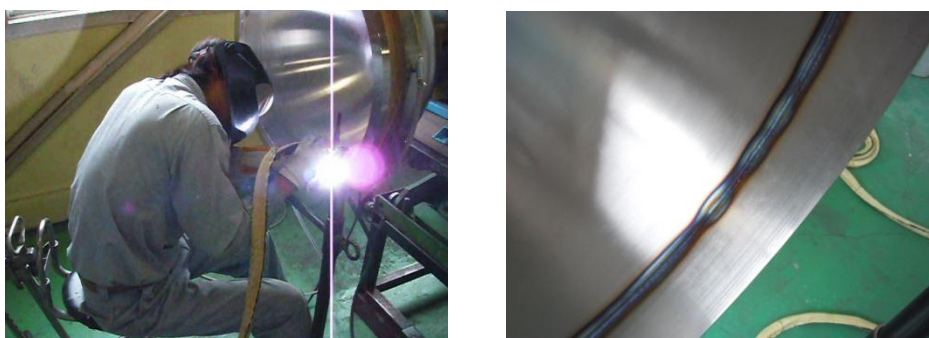


図 2-4 ドーム部材と帯板部材の突合せ溶接の作業状況及び溶接ビード外観

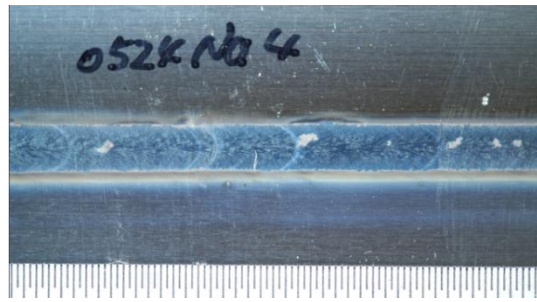


図 2-5 ドーム部材と帯板部材の突合せ溶接ビード外観  
 $t=2.35, 3.1\text{mm}$ ,  $I=85\text{A}$ ,  $v=260\text{mm/min}$ ,  $50\text{He}+50\text{Ar}$

図 2-6 に溶接電流 85A で溶接速度及びシールドガスを変化させた場合の溶接部の断面マクロ組織を示す。溶接速度が  $260\text{mm/min}$  では裏ビードが形成されなかったが、 $155\text{mm/min}$  では裏ビードが形成された。2 重シールドティグトーチのセンターガスについては、溶接速度が低速度側では、裏ビードの幅がやや広がる傾向を示した。

本事業では、高い気密性(耐リーク性能)を要求される超高真空容器の製造技術と製品製作を目指しているため、図 2-6 の溶接速度  $260\text{mm/min}$  の場合のように、裏ビードが形成されない溶接条件では、残存している開先からのリークの危険性があり、裏ビード形成が必要であると考えられる。そのためには、裏ビードの酸化防止のためにバックシールドが必要となる。図 2-7(a)にドーム形状に合わせたバックシールド治具を示す。同図(b)はドーム部材にバックシールド治具を取り付けた状況である。

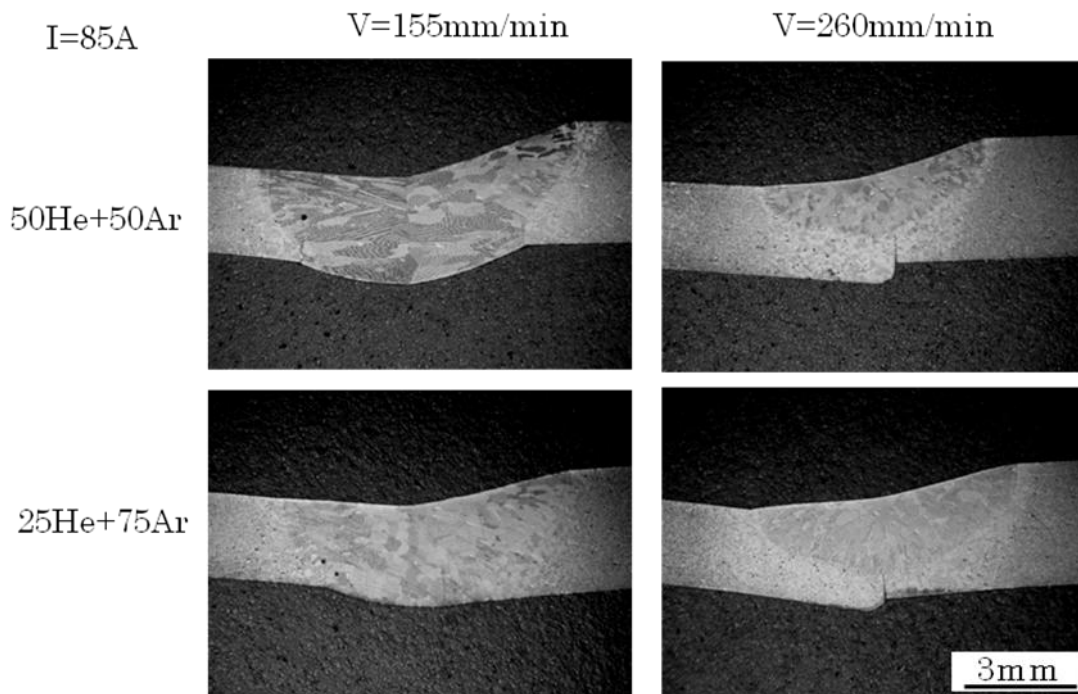


図 2-6 ドーム部材と帯板部材の溶接部断面マクロ組織





(a)



(b)

図 2-7 ドーム部材溶接用バックシールド治具及び取り付け状況

また、ビッカース硬度計(負荷荷重:100gf) を用いて、これらの継手の断面硬さ分布測定を行った。図 2-8 に 50He+50Ar シールドにおける溶接電流 85A、溶接速度 155Aの溶接条件での溶接部の断面硬さ分布の一例を示す。硬さ測定位置は、溶接部表面から 0.5mm とした。裏ビードが有り、無しに関わらず溶接金属の硬さはほぼ一定の値を示し、HV150~160 であった。

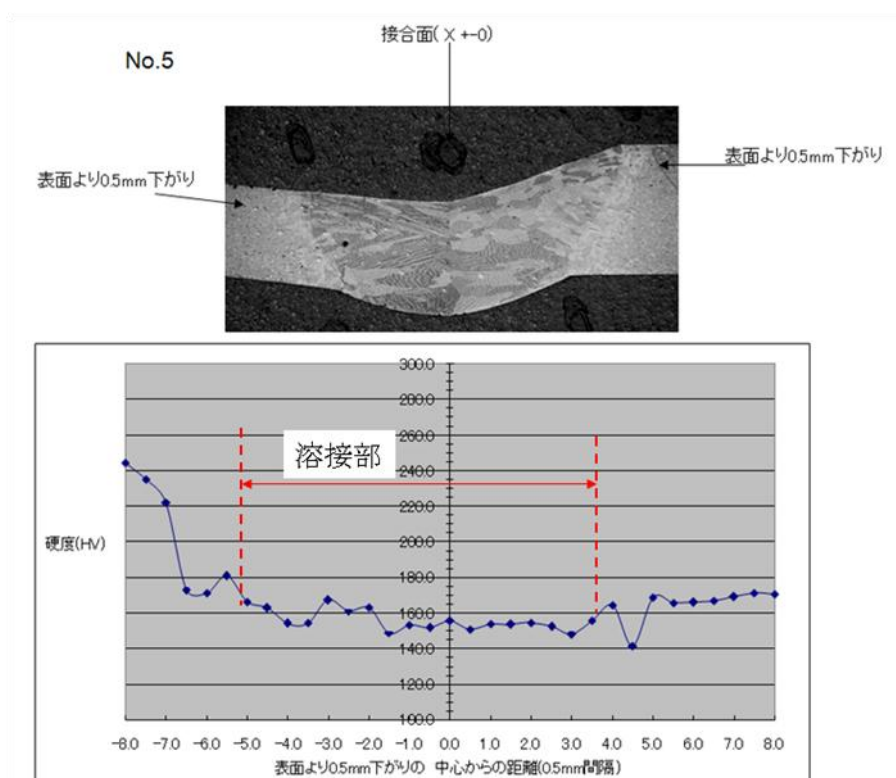


図 2-8 ドーム部材と帯板部材の溶接継手の硬さ分布図  
 $t=2.35, 3.1\text{mm}$ ,  $I=85\text{A}$ ,  $v=155\text{mm/min}$ , 50He+50Ar

つぎに、ドーム部材の頂点の封止のための円周溶接のビード外観を図 2-9 に示す。封止のために用いるパーマロイ円盤の直径は 50mm である。溶接電流を 60 及び 65A の 2 条件で溶接を行った。いずれも裏ビードが形成されなかったため、裏からも同一条件で溶接を行った。



図 2-9 ドーム頂点の円周溶接ビードの外観

図 2-10 に溶接電流 65A の場合の溶接部のマクロ及びミクロ組織を示す。1 パスの溶け込み深さは、板厚の約 1/2 の 1.5mm 程度であった。

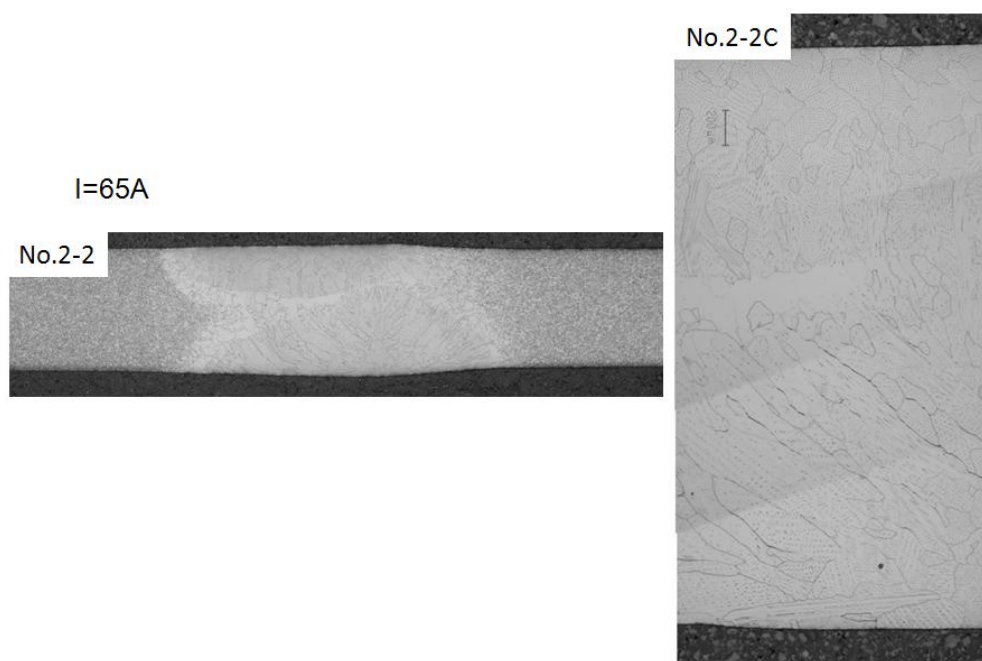


図 2-10 ドーム頂点の円周溶接部のマクロ及びミクロ組織（溶接電流；65A）

さらに、帯板とフランジ部の溶接施工の最適条件を選定するため、図 2-11 のような溶接モデルを考案し、パーマロイ板（板厚 3mm）と SUS316L ブロックの突合せ溶接を行った。溶接条件は、一定の溶接速度（260mm/min）で溶接電流を 80 から 150A まで変化させて行った。センターシールドガスには、溶け込み深さを考慮して、50He+50Ar 混合ガスを用いた。溶接長は 200mm としたが、一部、溶接を両端から別々に開始し、試験片の中央でオーバーラップするように行った。

実際の溶接施工では、フランジ部の円周溶接となるため、溶接ビードがオーバーラップすることから模倣的に行ったものである。図 2-12 に溶接ビード外観の一例を示す。

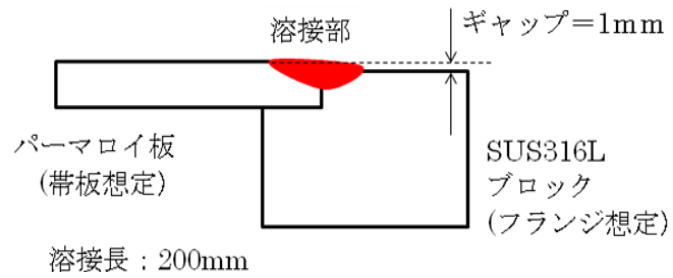


図 2-11 帯板とフランジ部の溶接モデル図

図 2-13 に帯板とフランジ部の模擬継手部の断面マクロ組織を示す。溶接条件は、溶接電流 150A である。溶接始端部とオーバーラップ部のマクロ組織を観察した。溶け込み深さは、いずれも約 1mm 程度とやや浅かった。

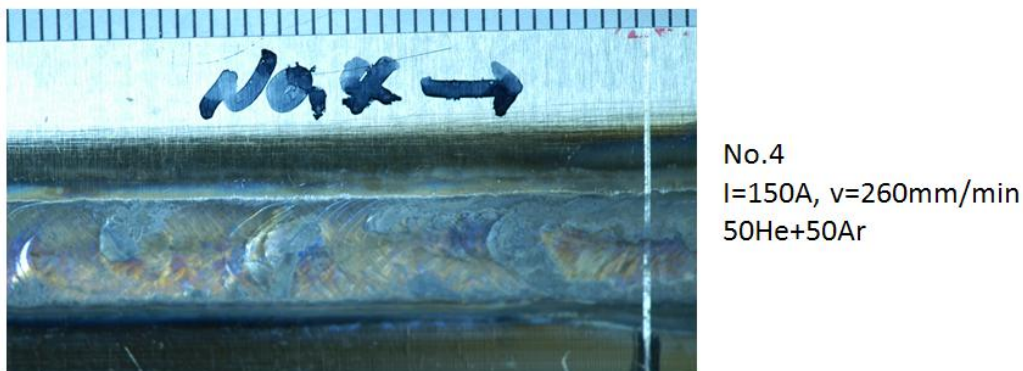


図 2-12 帯板とフランジ部の溶接継手のビード外観

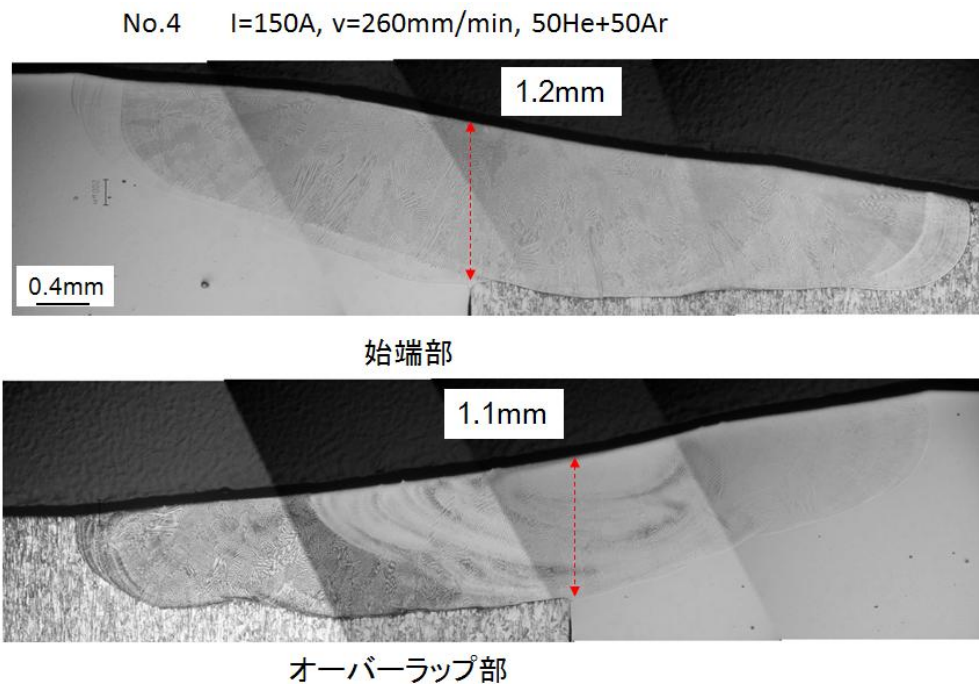


図 2-13 フランジ部の断面マクロ組織

つぎに、フランジ溶接部の断面硬さ分布測定結果を図 2-14 に示す。硬さは溶接部表面から

0.5mm の位置にて測定した。オーバーラップ部では、硬さに多少の変動が見られるもののいずれの場合も硬さはHV160～175 程度であった。

以上のモデル溶接試験の結果から、ドームと帯板の溶接施工では、裏ビードが形成される溶接条件である溶接電流 85A、溶接速度 155mm/min、センターガス 50He+50Ar ガス、ガス流量 10L/min の条件とし、ドームとフランジ部の溶接施工では、溶接電流 150A、溶接速度 260mm/min、センターガス 50He+50Ar ガス、ガス流量 10L/min の条件とした。これらの条件を用いて底面直径 600mm のドーム型真空容器の試作を行うこととした。

図 2-15 に試作ドーム(底面直径 600mm)、帯板及び SUS316 製フランジを組み合わせて回転ポジショナーに取り付けた状況を示す。なお、バックシールド治具を設置したことにより、溶接部の冷却効果により裏ビードが安定して形成できなかったため、試作溶接においては、溶接条件を溶接電流 100A、溶接速度は 150mm/min として行った。

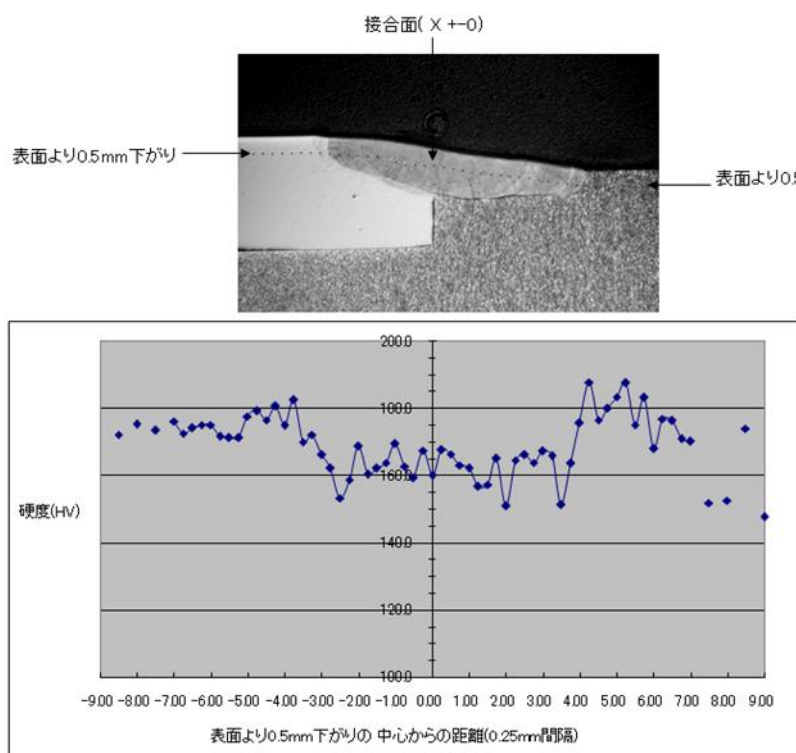


図 2-14 フランジ溶接部の硬さ分布（溶接始端部）



図 2-15 ドーム部材、帯板及びフランジの試作溶接施工における治具取付状況



以上の検討結果を踏まえてドーム型真空容器を作製した。図 2-16 にドーム底面直径が 600mm の容器の外観を示す。ドーム頂点の円周溶接部、ドームと帯板溶接部及び帯板とフランジ溶接部では、欠陥もなく良好な溶接部が得られた。

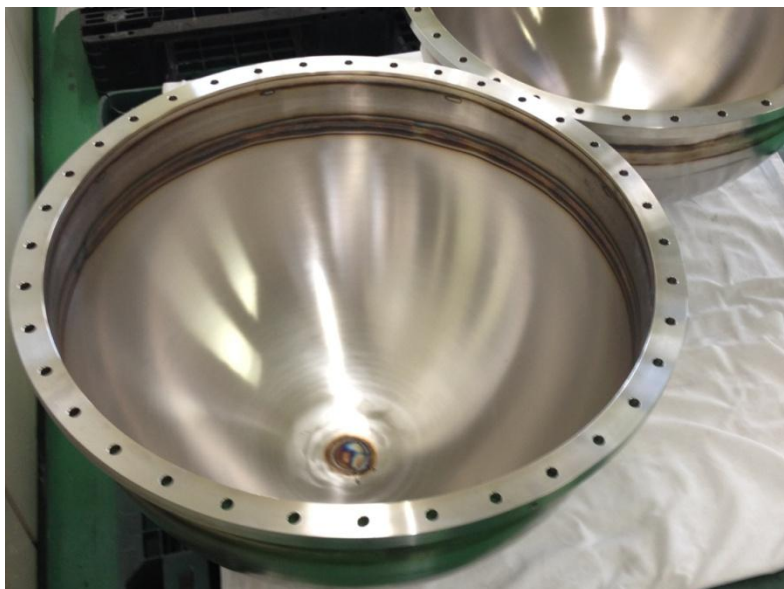


図 2-16 試作したドーム型真空容器の外観

## b. 手動 YAG レーザ溶接施工法の開発

YAG レーザによるパーマロイ材の溶接性については、エネルギー密度がティグ溶接法に比べ大きいことから、キーホール溶接となり、ビード幅は小さく、溶け込み深さはビード幅に比べて深くなった。また、母材への熱影響が小さいため、溶接変形や硬さの低下領域も狭くなるなど施工方法としては有効な点も多かった。しかし、使用したレーザ加工装置の出力が最大で 370W 程度であったため、図 2-17 に示すように板厚 3mm のパーマロイの貫通溶接は不可能であった。また、溶接金属の底部でブローホールが発生する傾向を示した。

そこで、YAG レーザとほぼ同一な波長を有し、YAG レーザと同様に光ファイバーによる伝送が可能であるファイバーレーザに着目し、溶接試験を行った。

図 2-18 に板厚 3mm のパーマロイ板の突合せ溶接のビード外観を示す。レーザ出力は 2.5kW、溶接速度 2m/min、焦点位置を試料表面とした。ビード幅は、約 2mm であり、裏面では 1mm 以下であった。

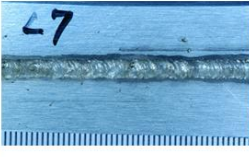
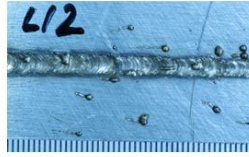
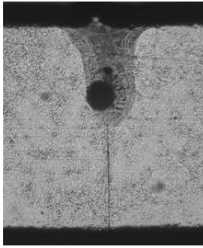
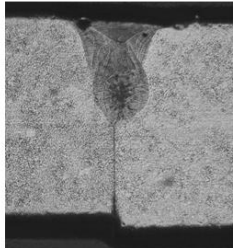
| 出力 (W)     | 270                                                                                | 320                                                                                | 370                                                                                 |
|------------|------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------|
| ビード<br>外観  |   |   |   |
| マクロ<br>組 織 |  |  |  |

図 2-17 YAG レーザ溶接ビードの外観及びマクロ組織の例

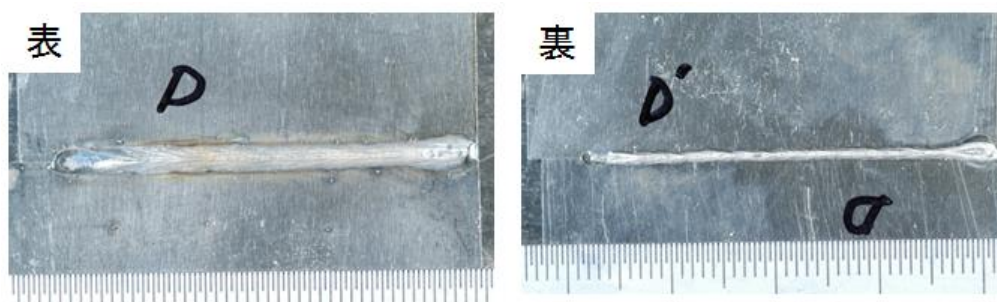


図 2-18 パーマロイ板材（板厚 3mm）の突合せレーザ溶接のビード外観

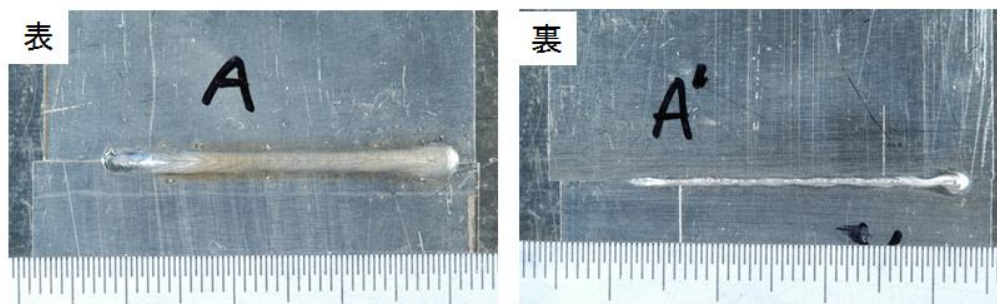


図 2-19 パーマロイ板材と SUS316L（板厚 3mm）の突合せレーザ溶接のビード外観  
（上側：パーマロイ材、下側：SUS316L）

図 2-19 にパーマロイ材とフランジ部材である SUS316L 板とのレーザー溶接のビード外観を示す。溶接条件は、レーザー出力 3kW、溶接速度 2m/min、焦点位置は試料表面より上側に 5mm の位置とした。出力の増加及び表面でのレーザービームの径が広がったことより溶接ビード幅は、約 2.5mm とやや広がる傾向を示した。裏面では約 1mm 幅の裏ビードが形成された。

図 2-20 に図 2-18 の溶接部の断面マクロ組織を示す。キーホール溶接特有の典型的なワインカップ状の溶け込み形状を示した。貫通溶接であるため内部には気孔などのガス欠陥が発生していなかった。図 2-21 は、図 2-19 の継手の断面マクロ組織を示したものである。左側が SUS316L 材である。同じくワインカップ状の溶け込み形状を示し、内部欠陥などは発生していなかった。

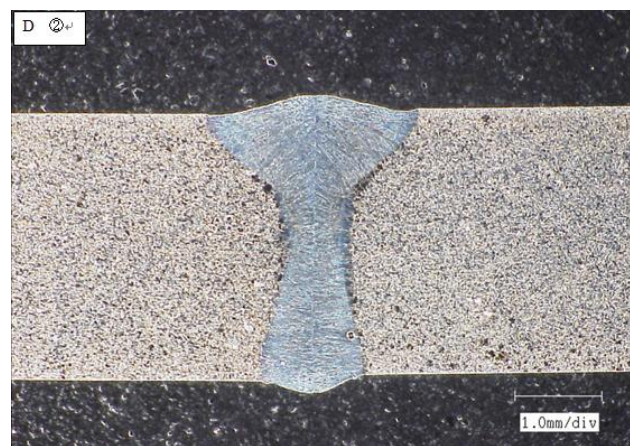


図 2-20 パーマロイ板材（板厚 3mm）の突合せレーザー溶接部のマクロ組織

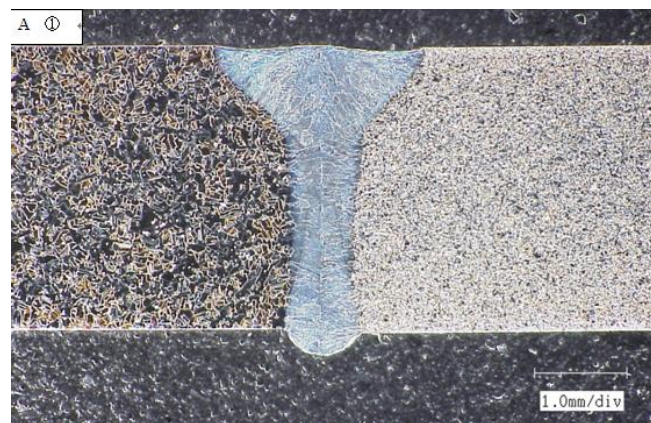


図 2-21 パーマロイ板材と SUS316L（板厚 3mm）の突合せレーザー溶接部のマクロ組織  
（右側：パーマロイ材、左側：SUS316L）

つぎに溶接部断面における硬さ分布を測定した。硬さ測定は、表面より 0.5mm 及び 1.5mm の 2 カ所で測定を行った。図 2-22 に図 2-20 のパーマロイ同士の突合せ溶接部の硬さ分布を示す。表面より 0.5mm では硬さは HV170~180 程度であったが、1.5mm の位置では硬さはやや低下して HV150~170 程度であった。ティグ溶接に比べ熱影響範囲が狭いため、母材硬さの低下は少なかった。

図 2-23 は、図 2-21 のパーマロイと SUS316L の異材継手の硬さ分布である。表面から 0.5mm では、溶接部の硬さは、SUS316L 並みの HV160~170 程度あったが、1.5mm の



位置では、HV170～185 程度とパーマロイ材に近い硬さを示した。これは、溶接中の激しい流動現象と急速な凝固により金属内部の組成の不均一などが起因したものと推察される。

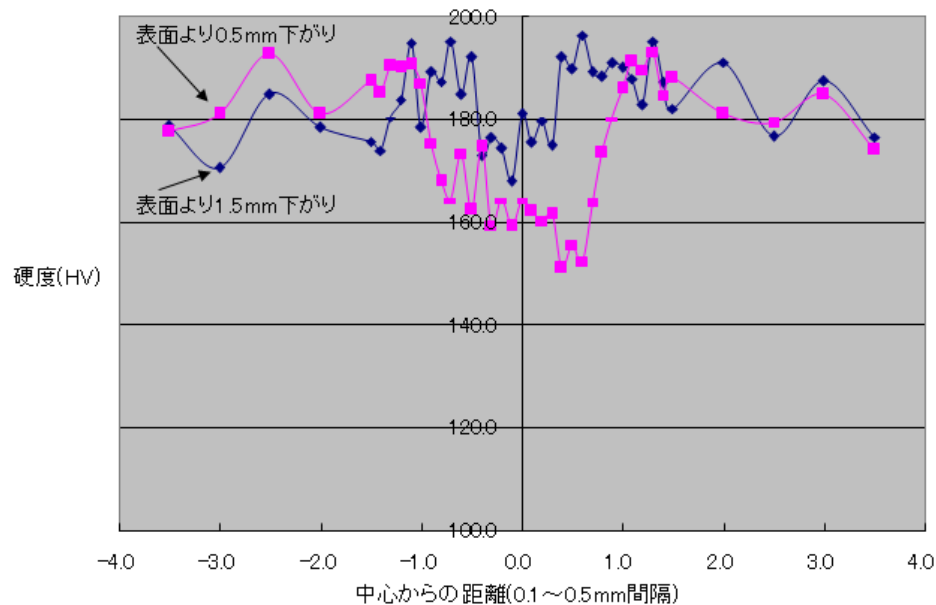


図 2-22 パーマロイ板材（板厚 3mm）の突合せレーザー溶接部の硬さ分布

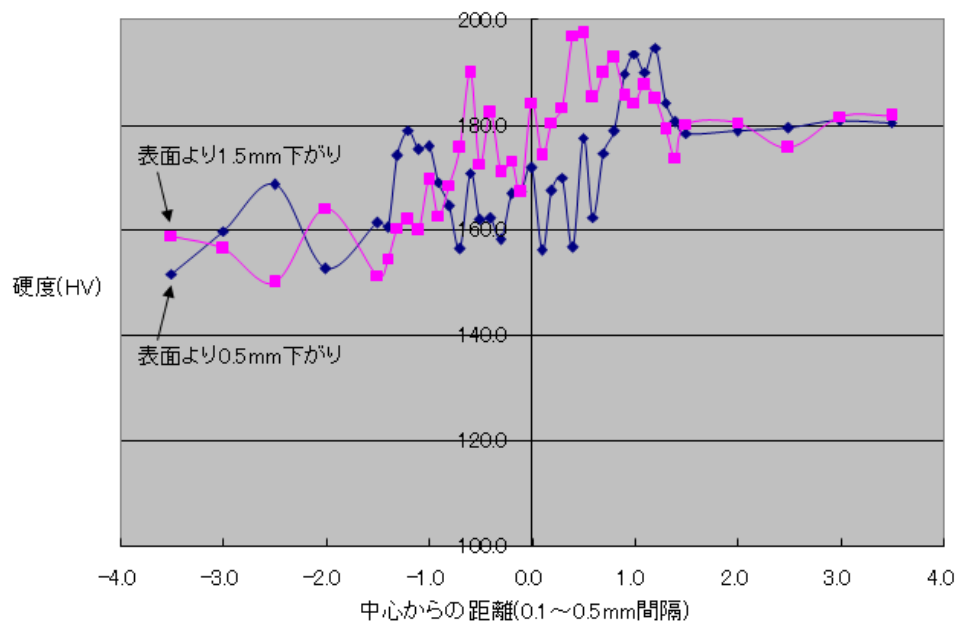


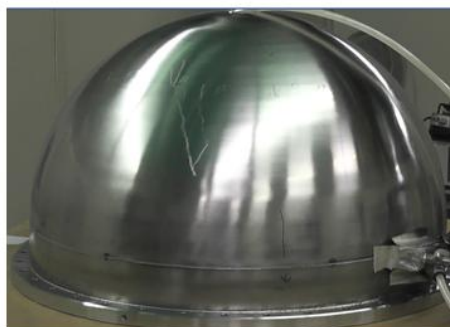
図 2-23 パーマロイ板材と SUS316L（板厚 3mm）の突合せレーザー溶接部の硬さ分布  
(右側：パーマロイ材、左側：SUS316L)

レーザー溶接の場合、ティグ溶接に比べエネルギー密度が 2 ケタ以上も高いため、小入熱で急加熱、急速凝固現象となるため、凝固冷却過程での歪の発生もティグ溶接に比べて小さい特徴がある。このため前述した延性低下温度域での大きな外部歪の付加により延性低下割れが発生するようなこともなく良好な溶接継手が得られた。

つぎに、ティグ溶接と同様にドーム型の真空容器の試作を行った。図 2-24 にドームと帯板、帯板とフランジ部のレーザー溶接したビード外観を示す。溶接方法は、ティグ溶接と異なり、レー



ザは、ドームの外側から照射して溶接を行った。フランジについても同様にドームとフランジのすみ肉溶接により継手を作製した。



(a) ドーム全景



(b) ドーム部材と帯板の溶接部



(c) 帯板とフランジの溶接部

図 2-24 レーザ溶接施工により試作したドーム型真空容器

## 2-3 サブテーマ③中温磁気焼鈍と新消磁システムを用いた残留磁界低減化の検証

### a. 熱処理工程

#### (1) 研究課題及び成果目標

パーマロイ材の熱処理工程には、材料の展延性向上を目的として絞り加工前に実施する「軟化焼鈍」及び溶接後に磁気特性向上を目的として実施する「磁気焼鈍」の2種類の焼鈍が必要である。850℃前後で行う「軟化焼鈍」は2時間キープでその後除冷(炉冷)するが、それに対し、1050℃で行う「磁気焼鈍」は2時間キープののち急冷(N<sub>2</sub>ガスパージ)する違いがある。両者とも温度の均一性が必要である。

溶接による磁気特性の劣化を防ぐため、磁気焼鈍は溶接後に行う必要があるが、SUS製フランジを1050℃で高温磁気焼鈍するとフランジエッジの鈍化により気密性が失われ真空容器として使えなくなるという課題がある。また、線膨張係数の違いによって割れが発生する確率が高くなる。このため、850℃まで温度を下げた「中温磁気焼鈍」を行うことで課題解決を図る。

#### (2) 実施内容

熱処理を行うための「真空熱処理炉」を設計製作した。(図3-1-1)仕様確認のため、850℃までの昇温プロファイル測定を実施した。(図3-1-2)



図3-1-1 真空熱処理炉の外観

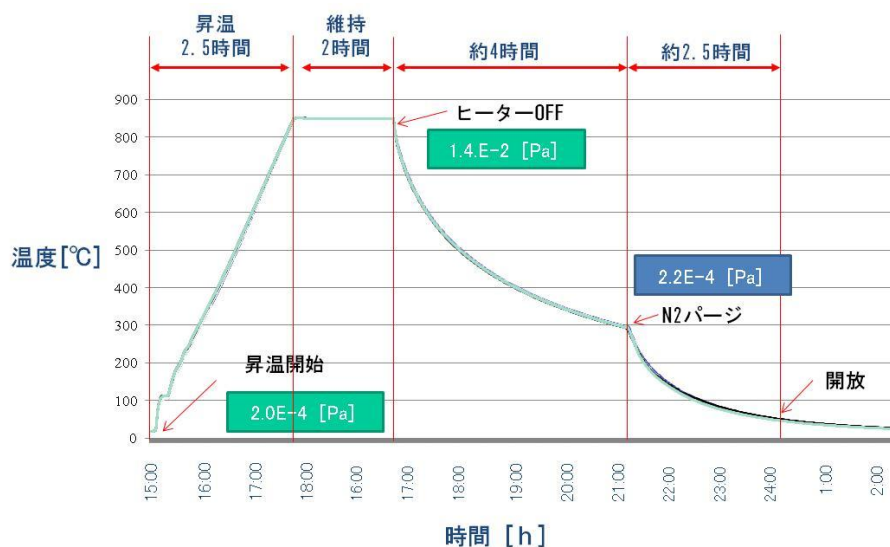


図3-1-2 850℃までの昇温プロファイル測定結果

また、炉内温度分布を測定（炉内5箇所）し、仕様のとおり（設定温度に対し $\pm 5^{\circ}\text{C}$ 以内）であることを確認した。

仕様確認を済ませたうえで、パーマロイ材の軟化焼鈍を実施した。材料は1枚の定尺寸法（ $2750 \times 1200 \times 3\text{mm}$ ）から、直径900mmの丸型タイプ、及び辺の長さ850mmの角型タイプの2種類を切り出した。（図3-1-3）

焼鈍温度を $850^{\circ}\text{C}$ としたが、軟化焼鈍前の硬度HV(1.96N)177Nに対し、軟化焼鈍3時間（炉冷）処理後は硬度HV(1.96N)125Nと40%も硬度が低くなっており、軟化処理としては十分な結果を得た。

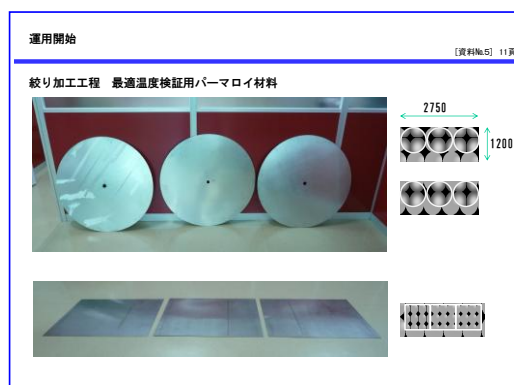


図3-1-3 軟化焼鈍材料

熱処理工程後のリークテスト及び残留ガス分析のため、「大容量排気システム付きHeリークディテクタ（図3-1-4）」「ベーキング機能付きドライ真空排気システム（図3-1-5）」「ベーキング及び真空保管機能付き4重極質量分析計（図3-1-6）」を設計製作した。



図3-1-4



図3-1-5



図3-1-6

上記の機器設備を用いて、試作したパーマロイ製超高真空容器の性能評価を行った。リークテストの結果、リークレート $4.6 \times 10^{-10} \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{秒}$ となり目標を達成した。また、残留ガス分析として、真空容器を48時間以上 $150^{\circ}\text{C}$ でベーキングした後に冷却し、容器内真空度を $1 \times 10^{-6} \text{Pa}$ 以下の環境でデータを取得した。2AMU（水素）と18AMU（水）のピークを比べると水素よりも水のピークが低く、十分にベーキングの効果が出ていることが分かった。また、ハイドロカーボン系の汚染のある参考データとの比較検証により、汚染が認められないことを確認した。（図3-1-7）

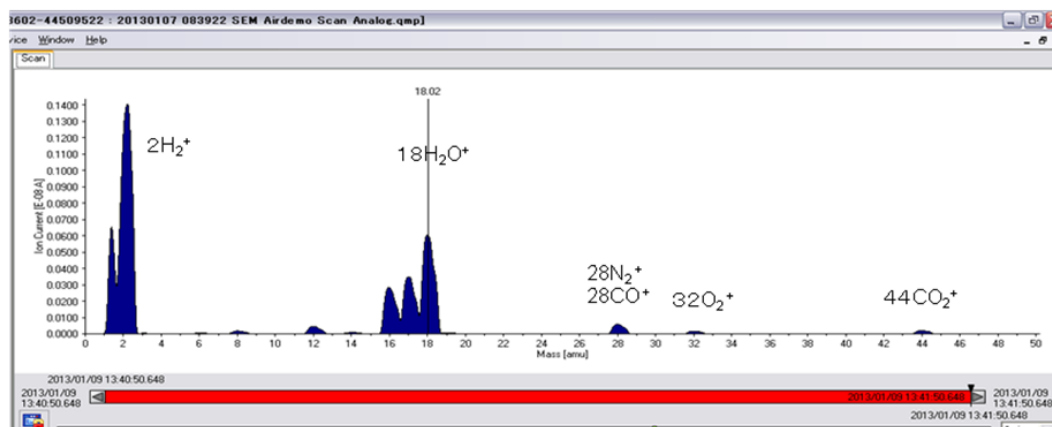


図3-1-7 残留ガス分析結果

溶接後の中温磁気焼鈍の実施について、当初、SUS製フランジエッジの鈍化を避けるため、SUSの軟化点よりも少し低い温度として850℃での磁気焼鈍を設定したが、高温割れが発生したことから、パーマロイの基本物性値であるキュリー点（約360℃）をふまえて、さらに低い磁気焼鈍温度を設定したところ割れは発生しなかった。なお、磁気特性の検証については次章で報告する。

### （3）研究成果

絞り加工前に材料の展延性を向上させる「軟化焼鈍」及び溶接後に磁気特性を向上させる「磁気焼鈍」を実施するため、両方の温度域にまたがって使用可能な、ドライ排気系を有した「真空熱処理炉」の設計製作を行った。また、試作した超高真空容器の気密試験（He リークテスト）及び残留ガス試験に必要な機器設備として「ベーキング機能付きドライ真空排気システム」「ベーキング及び真空保管機能付き4重極質量分析計」「ベーキング機能付きドライ真空排気システム」を設計製作した。真空熱処理炉を用いて、溶接後の試作容器に中温磁気焼鈍を施し、ハイドロカーボン系の汚染がなく、リークレート  $5 \times 10^{-10} \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{秒}$  以下のパーマロイ製超高真空容器を製作した。

## b. 消磁工程

### (1) 研究課題及び成果目標

磁気焼鈍で取りきれない超高真空容器の残留磁界を低減するため「大型超高真空容器用消磁器」の開発を行う。あわせて、超高真空容器の残留磁界分布をパソコン画面上でグラフィカルに表示可能な「3次元磁気分布測定・表示システム」の開発を行う。中温磁気焼鈍後の大型超高真空容器を、開発した消磁器によって消磁し、その残留磁界分布を磁気測定・表示システムで確認し、残留磁界が目標値である  $1/600$  ( $0.1 \mu\text{T}$ ) 以下となっているかを検証する。

### (2) 実施内容

パーマロイ材料に最適な消磁方法を検討し、熱消磁（熱処理による磁気焼鈍）と交流消磁の組み合わせを採用した。

- ・熱消磁 : サンプルをキュリー点以上に加熱し、無磁界中で室温に戻す方式  
⇒（評価：◎）測定結果からパーマロイ材への有効性を確認済み
- ・直流消磁 : 直流磁界を使用して保磁力よりも数倍大きな磁界から、±交互の磁界を等間隔に減少させながら磁化をゼロにする方式  
⇒（評価：×）時間がかかるため本件には向いていない
- ・交流消磁 : コイルに商用周波数の電流を流して交流磁界を発生させ、サンプルを通過させる。サンプルの距離が変わることで減衰波形を得る方式  
⇒（評価：◎）本件の仕様と合致
- ・パルス消磁 : 短時間に比較的大きな振動磁界を発生させて消磁する方式  
⇒（評価：×）パーマロイは金属のため本件には向いていない

製作した大型超高真空用消磁器の写真を示す。外径寸法は、約  $200 \times 200 \times 50\text{mm}$ （電源部含まず）であり片手で操作可能となっている。（図3-2-1）



図3-2-1 大型超高真空用消磁器の外観

製作した「3次元磁気分布測定・表示システム」の写真を示す。（図3-2-2）残留磁束密度をグラフィックで分かりやすく表示し、消磁器による消磁の結果を検証することが可能になった。（図3-2-3）



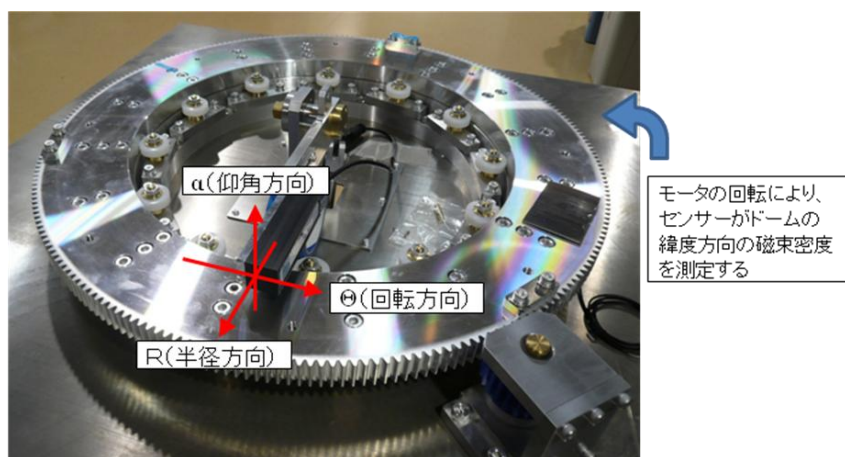


図3-2-2 3次元磁気分布測定・表示システムの外観

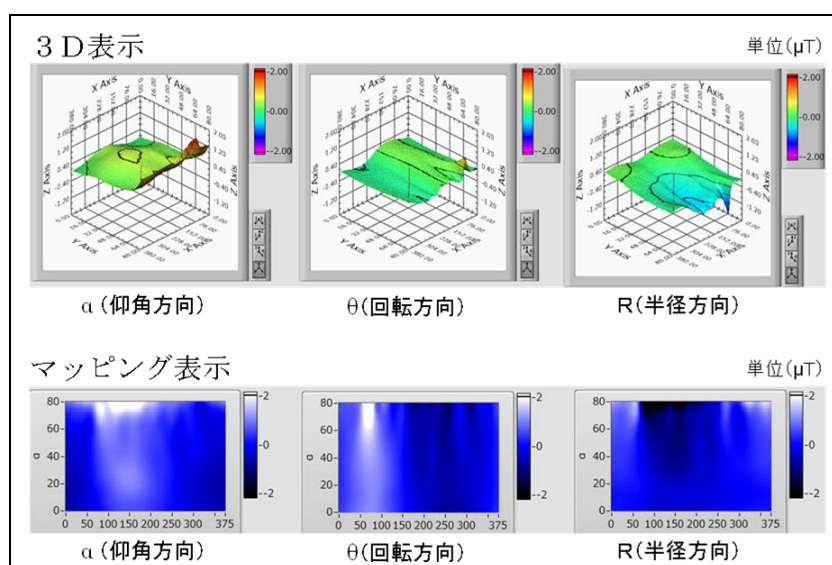


図3-2-3 磁気測定結果のグラフィック表示

850℃での磁気焼鈍では超高真空容器に高温割れが起きたため、パーマロイの基本物性値であるキュリー点（約360℃）をふまえて、さらに低い磁気焼鈍温度を設定したところ割れは発生しなかった。消磁器による消磁後に容器中心部の残留磁界を測定したところ、目標値である地磁気の1/600（0.1  $\mu\text{T}$ ）以下の達成を確認した。

### （3）研究成果

代表的な消磁方式を検討し、中温磁気焼鈍と交流消磁の組み合わせを採用した。測定によりパーマロイ材料のキュリー点が約360℃であることを把握した。「大型超高真空容器用消磁器」及び「3次元磁気分布測定・表示システム」を開発し、中温磁気焼鈍の実施後に消磁器による消磁を行うことで、超高真空容器中心部の残留磁束密度0.1  $\mu\text{T}$ 以下を達成し、結果を視覚的に確認した。



## 第3章 全体総括

### 3-1 成果の総括

本研究開発ではパーマロイ材を用いた超高真空容器の製造技術として、絞り加工法、溶接施工法、熱処理法、消磁法を確立し、製造工程の省力化によるコスト低減を目指した。

絞り加工法については、ヒーター付金型の設計製作と絞り条件の最適化により、目標としていた絞り時間を、加工途中での軟化焼鈍をすることなく、30時間から10時間に短縮した。また、最終的に100%の歩留まりを達成した。

溶接施工法は2重シールドティグ溶接法を採用し、溶接施工法の最適化を実施した。最終的にドーム形状の大型超高真空容器を試作した。また、YAGレーザによる溶接施工法も同様な最適化試験を行い、レーザ溶接施工法によるパーマロイ製大型超高真空容器を試作した。気密試験の結果、どちらの試作容器においても、 $5 \times 10^{-10} \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$  以下であることを確認した。

熱処理法及び消磁法について従来より低い温度での中温磁気焼鈍を実施し、残留磁束密度0.1  $\mu\text{T}$  を達成した。磁気除去の検証は3次元磁気分布測定・表示システムの開発によりグラフィカルな磁気除去の検証を可能とした。

以上、当初の目標を達成した。

### 3-2 研究開発後の課題

本研究開発の目標は達成したが、パーマロイという高価な材料が対象であることからサンプル数には不満が残るところであった。今後、継続して研究に取り組むことでサンプル数を増やし、歩留まり等、統計的な結果を入手したいと考える。また、本研究開発では特定の材料メーカーのパーマロイ材を用いており、今後は材料の調達先を広げ、どのメーカーの材料に対しても同様の結果が得られることを検証したいと考える。

### 3-3 事業化展開

パーマロイ材料の調達について、株式会社 VIC インターナショナルでは、英国マグネチックシールド社のアジア地域唯一の代理店権を取得しており材料入手が比較的容易となった。また、川下ユーザーである光電子分光装置メーカーへパーマロイ製大型超高真空容器のサンプル供給を行い、ユーザー試験を実施する予定である。ユーザーからの評価を得て早期事業化を図る。本研究開発の成果は光電子分光装置メーカー以外のユーザーが使用する超高真空容器にも適用可能であり、より広い客層への販売展開を行う。

以 上