

第26回 学生による材料フォーラム

(公社)日本金属学会・(一社)日本鉄鋼協会
東海支部 主催
2016年 11月15日(火)

会場 名古屋大学 ES ホール・ES 会議室

第26回 学生による材料フォーラム
主催: 日本金属学会・日本鉄鋼協会

開催日: 2016年 11月 15日(火)

場所: 名古屋大学(〒464-8601 名古屋市千種区不老町)

- ・ES館1階(ES会議室)(特別講演会)
- ・ES館1階 ESホール、ES会議室(ポスターセッション)
- ・レストラン花ノ木(交流討論会)

プログラム:

12:00~12:50 ポスター準備

13:00~14:00 特別講演会「生物に学ぶものづくり」

静岡理工科大学 理工学部 物質生命科学科 教授 志村 史夫 氏

14:10~16:10 ポスターセッション [場所: ESホール/ES会議室]

(奇数番号 14:10~15:10 偶数番号 15:10~16:10の間は必ずポスターボードの前で説明すること)

16:10~16:30 ポスター撤去

16:30~18:00 交流討論会[レストラン花ノ木] (ポスター発表者は必ず参加)



ポスターセッション・プログラム

- 【1】Co-Cu 系グラニューラー薄膜の作製とその構造および磁性
竹本 智幸<岐阜大学大学院> 指導教員: 嶋 睦宏
- 【2】液中パルス放電による工具鋼の局所表面硬化法の開発
牧田 直大<大同大学> 指導教員: 吉田 昌史
- 【3】基材表面形状に起因する溶射材/基材間濡れ性変化が溶射粒子偏平挙動に及ぼす影響
神保 正義<豊橋技術科学大学> 指導教員: 福本 昌宏
- 【4】プラズマ電解酸化法におけるマイクロアークが皮膜構造に及ぼす影響
土器菌 駿士<豊橋技術科学大学> 指導教員: 安井 利明
- 【5】ウォームスプレー法の成膜条件が Ti 皮膜組織に与える影響
中西 勲展<豊橋技術科学大学> 指導教員: 福本 昌宏
- 【6】アルミニウム誘起成長法による高濃度 p 型 Si 多結晶薄膜の太陽電池応用に関する研究
増田 翔太<名古屋大学大学院> 指導教員: 宇佐美 徳隆
- 【7】水溶液中における Ga の電気化学的挙動
三橋 拓明<名古屋大学大学院> 指導教員: 興戸 正純
- 【8】LSAT 結晶の B-site カラム微小量変位を利用した新規強誘電体の開発
藤井 稜<名古屋大学大学院> 指導教員: 山本 剛久
- 【9】固相温度域における Sn-電極材料間の反応拡散挙動の断面 TEM 観察
横井 雅史<名古屋大学大学院> 指導教員: 佐々木 勝寛
- 【10】LSAT:(La_{0.3}Sr_{0.7})(Al_{0.65}Ta_{0.65})O₃(001)単結晶最表面終端原子層の直接観察
西川 直樹<名古屋大学大学院> 指導教員: 山本 剛久
- 【11】ゼラチン被覆 Sn ナノ粒子の Li 化反応形態の研究
李 東航<名古屋大学大学院> 指導教員: 佐々木 勝寛
- 【12】めっき排水中からの亜鉛吸着のためのメソポーラスシリカ表面修飾
吉田 修平<名古屋大学大学院> 指導教員: 市野 良一
- 【13】ポーラスアンカー構造を利用した金属/樹脂材料の接合
金 昇光<名古屋大学大学院> 指導教員: 小橋 眞
- 【14】レアメタルフリー硬質材料 TiC-FeAl の開発
後藤 貴昭<名古屋大学大学院> 指導教員: 小橋 眞、松本 章宏
- 【15】溶融亜鉛めっき鋼板の Fe/Zn 固液界面反応に及ぼす固溶 Si の影響
早野 邦尚<名古屋大学大学院> 指導教員: 高田 尚記・小橋 眞

【16】通電加熱焼結を利用した鉄基 in situ 複合材料の製造プロセス

青木 陽汰<名古屋大学大学院> 指導教員:小橋 眞

【17】Ti-Nb-O 系合金におけるナドメイン形成過程ならびに力学特性のフェーズフィールド解析

石黒 雄也<名古屋大学大学院> 指導教員:小山 敏幸

【18】ディッピング法を用いた単結晶基板への CeO₂ ナノ粒子担持と評価

唐井 利賢<名古屋大学大学院> 指導教員:小澤 正邦

**【19】還元雰囲気中熱処理による CeO₂ ナノ結晶層/CeAlO₃/Al₂O₃(0001)構造の
作製と構造評価**

服部 隆志<名古屋大学大学院> 指導教員:小澤 正邦

【20】第一原理計算に基づいた点欠陥形成エネルギーの精密評価

片山 昌尚<名古屋大学大学院> 指導教員:松永 克志

【21】酸化亜鉛における(11-20)/[1-100]小傾角粒界の転位構造

松倉 いづみ<名古屋大学大学院> 指導教員:松永 克志

【22】反強磁性体／強磁性体積層膜における異方的磁気抵抗効果

倪 遠致<名古屋大学大学院> 指導教員:浅野 秀文

【23】強誘電体・磁性体積層構造のマルチフェロイック特性と磁気キャパシタンス効果

黒田 基規<名古屋大学大学院> 指導教員:浅野 秀文

【24】高 Cr 系フェライト鋼における組織変化と Fe-Cr 相互拡散

勝谷 堯明<名古屋大学大学院> 指導教員:村田 純教

【25】金属間化合物を強化相とする先進高クロムフェライト系耐熱鋼の検討

三木 康暉<名古屋大学大学院> 指導教員:村田 純教

【26】ラスマルテンサイト組織の形成に関するフェーズフィールドシミュレーション

窪谷 英紀<名古屋大学大学院> 指導教員:村田 純教

**【27】液中でのポリマーラテックス+コロイダルシリカ異種微粒子分散系の自己集積化を利用した
低屈折率アクリル樹脂系透明ナノコンポジットの調製**

樋口 佳祐<名古屋大学大学院> 指導教員:棚橋 満

**【28】親水性シリカ／ポリプロピレン系ナノコンポジットの引張り特性に影響を及ぼす樹脂母相の
結晶化挙動に関する速度論的解析**

服部 徳人<名古屋大学大学院> 指導教員:棚橋 満

【29】塩化アンモニウム水溶液を用いためっき廃液スラッジからの鉛抽出

貝吹 大我<名古屋大学大学院> 指導教員:平澤 政廣

【30】シリカの炭素還元により生じる SiO₂ ガスを介した SiC ナノ材料含有薄膜の合成

丸田 和将<名古屋大学大学院> 指導教員:平澤 政廣

【31】Ni-Zn-Pt 合金ナノ粒子の作製と PEFC 触媒性能評価

梅澤 道久<名古屋工業大学大学院> 指導教員: 日原 岳彦

【32】フェーズフィールド法による LPSO 組織のクラスタ配列の理解

村松 慶亮<名古屋工業大学大学院> 指導教員: 栗田 典明

【33】スパッタリング蒸着法で作製した Mn-ZnO 薄膜の磁気特性

白木 聡一<名古屋工業大学大学院> 指導教員: 日原 岳彦

【34】B2 型 FeAl 合金の内部摩擦に及ぼす Co 及び Ni 添加の影響

加藤 功也<名古屋工業大学大学院> 指導教員: 西野 洋一、井手 直樹

【35】Al-Al₂O₃-FeO₃-Ti 微細化剤の微細化能に及ぼすヘテロ凝固核の体積分率の影響

谷合 秀介<名古屋工業大学大学院> 指導教員: 渡辺 義見

【36】熱電変換材料 Fe₂VAl に及ぼすホウ素添加の効果析

齋野 敦<名古屋工業大学大学院> 指導教員: 井手 直樹、西野 洋一

【37】多結晶組織中における外力誘起水素拡散のフェーズフィールド解析

曾根 豊大<名古屋工業大学大学院> 指導教員: 栗田 典明(副指導: 小山 敏幸)

【38】2源プラズマ・ガス凝縮法による CoPt ナノ粒子の作製

高橋 伸幸<名古屋工業大学大学院> 指導教員: 日原 岳彦

【39】ダイヤモンド砥粒および cBN 砥粒を用いた Al 基メタルボンド傾斜機能砥石の作製と

それによる CFRP 穴あけ加工

杉浦 貴泰<名古屋工業大学大学院> 指導教員: 渡辺 義見

【40】波状およびコイル状ステンレス鋼繊維の復元力を利用したスマート複合材料の開発

下林 大地<名古屋工業大学大学院> 指導教員: 渡辺 義見

【41】純Cuへの摩擦摩耗にて形成する摩耗変質層に及ぼす垂直荷重の影響

岡本 晃一<名古屋工業大学大学院> 指導教員: 佐藤 尚

【42】反応性プラズマ・ガス凝縮法による Nd-Fe-N ナノ粒子の作製と磁気特性

河端 佑太<名古屋工業大学大学院> 指導教員: 日原 岳彦

【43】新規擬ギャップ系熱電変換材料 TiNiSi 化合物の作製と熱電特性評価

水谷 史仁<名古屋工業大学大学院> 指導教員: 宮崎 秀俊

【44】メカニカルグライディングで作製したホイスラー型 Fe₂VAl_{1-x}Tax 化合物の熱電変換特性

山田 浩兵<名古屋工業大学大学院> 指導教員: 宮崎 秀俊 井手 直樹 西野 洋一

【45】空孔サイトに元素ドーピングを行ったハーフホイスラー型 ZrNiSn 化合物の熱電特性と精密構造解析

伊倉 隆介<名古屋工業大学大学院> 指導教員: 西野 洋一、井手 直樹、宮崎 秀俊

【46】Ni-V 複合ナノ粒子の作製と PEFC 触媒性能評価

吉田 和矢<名古屋工業大学大学院> 指導教員: 日原 岳彦

- 【47】ガス窒化処理と機械的表面処理を施した生体用 Ti-6Al-7Nb 合金における力学的特性の変化
水谷 晃大<名城大学大学院> 指導教員:赤堀 俊和
- 【48】固溶化処理を施した歯科用 Ag-Pd-Cu-Au 系合金のマイクロ組織および高力学的特性
水野 翼<名城大学大学院> 指導教員:赤堀 俊和
- 【49】複合微粒子衝突処理による生体用チタン合金への生体活性層付与と高力学的特性化
伴 昭憲<名城大学大学院> 指導教員:赤堀 俊和
- 【50】種々の条件下にて機械的表面改質処理を施した Ti-12Cr 合金熱処理材の高力学的特性化
丹羽 謙太郎<名城大学大学院> 指導教員:赤堀 俊和
- 【51】 $\alpha+\beta$ 型 Ti-6Al-7Nb 合金熱処理材における HAp 微粒子衝突処理を用いた生体活性層の付与
佐藤 雅史<名城大学大学院> 指導教員:赤堀 俊和
- 【52】HCP 相で構成された Ti-Nb 合金の制振特性に及ぼす温度・周波数の影響
平山 貴紀<鈴鹿工業高等専門学校> 指導教員:万谷 義和
- 【53】チタン材料のガス窒化条件に伴う表面硬化層の変化
湯浅 友暉<鈴鹿工業高等専門学校> 指導教員:万谷 義和
- 【54】制振チタン合金の焼入れ組織形成に及ぼすサイズの影響
渡辺 康暉<鈴鹿工業高等専門学校> 指導教員:万谷 義和
- 【55】溶射皮膜処理材の塩水浸漬試験による耐食性評価
森 陽一朗<鈴鹿工業高等専門学校> 指導教員:万谷 義和
- 【56】B 型 Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn 合金のプレス加工による硬さ分布の変化
田畑 瑠乃<鈴鹿工業高等専門学校> 指導教員:万谷 義和
- 【57】B 型 Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn 合金の引張変形特性と絞り加工性の相関関係
森寺 晃平<鈴鹿工業高等専門学校> 指導教員:万谷 義和
- 【58】尿路系をシミュレートした閉路 LBR の作製と金属材料表面へのバイオフィルム形成
金崎 舜<鈴鹿工業高等専門学校> 指導教員:兼松 秀行
- 【59】尿路系における感染症をシミュレートした LBR の作製と実験
百済 彦成<鈴鹿工業高等専門学校> 指導教員:兼松 秀行
- 【60】新規逆ペロブスカイト窒化物の高圧合成
山田 祥吾<名古屋大学大学院> 指導教員:長谷川 正
- 【61】スピネル型 $MgCo_2O_4$ の高圧安定性
申 善雅<名古屋大学大学院> 指導教員:長谷川 正
- 【62】新規 Nb 燐化物の超高圧合成と結晶構造
西堂園 啓太<名古屋大学大学院> 指導教員:長谷川 正
- 【63】 $CaFe_2O_4$ 型 $Na(Mn_{1-x}Fe_x)_2O_4$ の超高圧合成と結晶化学および充放電特性
廣瀬 瑛一<名古屋大学大学院> 指導教員:長谷川 正

【64】超高圧超臨界窒素を用いた新規な前期遷移金属窒化物の合成

山本 拓朗<名古屋大学大学院> 指導教員:長谷川 正

【65】 $LnFeO_3$ - $MnTiO_3$ 系における中間化合物の高圧合成と磁気特性

志村 元<名古屋大学大学院> 指導教員:長谷川 正

【66】超高圧下における新規 14 族元素窒化物の合成と評価

小笠原 宏和<名古屋大学大学院> 指導教員:長谷川 正

【67】高圧下フラックス法を用いた三元系化合物結晶の育成

野崎 達海<名古屋大学大学院> 指導教員:長谷川 正

【68】V-10Fe 合金膜によるアンモニア分解模擬ガスからの水素分離能に及ぼす表面触媒及び供給ガス流速の影響

池畠 博人<鈴鹿工業高等専門学校> 指導教員:南部 智恵

【69】 $CaMgSi$ 金属間化合物の熱電特性に及ぼす第四元素添加の影響

山田 祐樹<豊橋技術科学大学> 指導教員:戸高 義一

【70】圧下ねじり加工により作製したバルク α -Ti の結晶配向に及ぼす O の影響

金澤 優徳<豊橋技術科学大学> 指導教員:戸高 義一

【71】ナノ組織化した純 Fe の潤滑油下における高摩擦係数化の解明

殿塚 一希<豊橋技術科学大学> 指導教員:殿塚 一希

【72】巨大ひずみ加工した Zr 系バルク金属ガラスにおける塑性変形とその活性化体積の関係

佐藤 建<豊橋技術科学大学> 指導教員:戸高 義一

【73】巨大ひずみ加工したオーステナイト系ステンレス鋼 316LN の時効硬化に及ぼす Mn の影響

山下 皓太<豊橋技術科学大学大学院> 指導教員:戸高 義一

【74】巨大ひずみ加工したオーステナイト系ステンレス鋼 SUS316LN の力学特性に及ぼす時効熱処理の影響

山本 祥平<豊橋技術科学大学> 指導教員:戸高 義一

【75】ナノ組織化した純 Fe の潤滑油下における高摩擦係数化の解明

殿塚 一希<豊橋技術科学大学> 指導教員:戸高 義一

【76】純 Fe における潤滑油膜形成に及ぼすナノ組織化の影響

兵頭 直弥<豊橋技術科学大学> 指導教員:戸高 義一

【77】SUJ2 軸受鋼の表層強ひずみ摩擦加工による表層ナノ組織の形成

木下 聖也<豊橋技術科学大学> 指導教員:戸高 義一

【1】Co-Cu 系グラニューラー薄膜の作製とその構造および磁性

竹本 智幸<岐阜大学大学院> 指導教員: 嶋 睦宏

グラニューラー磁性薄膜は、グラニューラーを構成する材料により、GMR(giant magnetoresistance) やTMR(tunnel magnetoresistance)といった磁気抵抗効果を示すことから、磁気センサとしての応用が展開されている。本研究では、電子ビーム蒸着法により磁性-非磁性から成るCoCu合金グラニューラー磁性薄膜を作製し、そのグラニューラー構造と磁気特性の相関を調べ、CoCu系グラニューラー磁性薄膜の微構造および物性の解明を目的とした。得られたX線回折スペクトルは、500°C、10~60 minの熱処理により、Co-rich相とCu-rich相への相分離に対応すると考えられるピークのシフトおよび分裂を観測した。また、試料振動型磁力計を用いた室温磁化測定では、保磁力が熱処理時間の増加に伴って大きくなることが確認された。これはCo-rich相の結晶化の進行およびCo-rich相の粒密度増大を示すものと思われる。TEM観察からも、Co-rich相と思われる相の粒状成長および密度増大傾向が確認された。これらのことから、熱処理時間の最適化によりグラニューラー構造が制御可能であると考えられる。

【2】液中パルス放電による工具鋼の局所表面硬化法の開発

牧田 直大<大同大学> 指導教員: 吉田 昌史

現在、熱変形の抑制と高い耐久性を両立させることができる金型の表面硬化法の開発が望まれている。工具鋼の表面硬化法の一つとして窒化処理がある。耐摩耗性、耐疲労強度、耐食性の向上を目的として古くから適用されてきた。

しかし、窒化処理で生成される硬質皮膜は化合物層であり、この層が表層に生成された場合は、表面は高硬度になるものの耐久性が乏しくなるという問題がある。高い耐久性を得るためには、表層にじん性のある窒素拡散層のみを生成させる必要がある。さらに、局所的に窒素拡散層を生成できる技術の開発ができれば、低熱変形・高耐久性を有する金型が実現可能となる。

そこで、本研究では窒化層の制御方法を明らかにすることを目的とし、液中パルス放電を用いて、工具鋼への窒素拡散層及び化合物層生成の可能性について検討した。

【3】基材表面形状に起因する溶射材/基材間濡れ性変化が溶射粒子偏平挙動に及ぼす影響

神保 正義<豊橋技術科学大学> 指導教員: 福本 昌宏

表面被覆法の一つである溶射法は、熱源に材料粉末を供給し、熔融または半熔融状態で基材へ吹き付けることで皮膜を得る方法である。これまで溶射皮膜の制御は、皮膜の作成・評価を繰り返す、多くの時間とコストを要する方法によって行われてきた。したがって、能動的・効率的な皮膜制御のために成膜メカニズムの全容解明が必要とされている。そこで本研究室では、皮膜を構成する単一粒子の偏平凝固挙動に着目し調査を行ってきた。その調査の中で基材温度の上昇に伴い、基材に衝突し偏平した溶射粒子であるスプラットの形態がスプラッシュ状からディスク状へと遷移的に変化し、皮膜の密着強度も増加することが明らかとなっている。現在ディスク状

スプラットを形成する要因の一つに粒子/基材間の濡れ性が考えられている。しかしながら濡れ性とディスク状スプラット発生割合などの直接的関係は未だ明らかにされていない。そこで本研究では、基材表面形状に起因する濡れ性変化の粒子偏平挙動に及ぼす影響について調査を行った。

【4】プラズマ電解酸化法におけるマイクロアークが皮膜構造に及ぼす影響

土器 藺 駿士<豊橋技術科学大学> 指導教員: 安井 利明

近年、軽金属は燃料コスト軽減などの観点から注目されており、中でもアルミニウムは強度が大きく加工性が良好であるため自動車や大型構造物の材料として使用されている。アルミニウムの表面処理にはアルマイト処理が多用されているが、防食性と防摩耗性を両立させることは困難であり、代替技術を探る。プラズマ電解酸化法(Plasma Electrolytic Oxidation: 以下 PEO)は陽極酸化の一種であり、軽金属表面に防食・防摩耗性に優れた皮膜を形成する表面処理技術である。印加電圧が基材表面に存在する酸化皮膜の耐電圧を超えて絶縁破壊が生じることでマイクロアークが発生し、表面が熔融・凝固することで皮膜を形成する。PEO は放電現象が短時間であり複雑な挙動を示すため、マイクロアークの影響は十分に解明されていない。本研究ではマイクロアークが皮膜構造に及ぼす影響を明らかにすることを目的とし、PEO の影響因子である印加電圧値と耐電圧を変化させた時のマイクロアークが皮膜にどのような影響を及ぼすか調査した。

【5】ウォームスプレー法の成膜条件が Ti 皮膜組織に与える影響

中西 勲展<豊橋技術科学大学> 指導教員: 福本 昌宏

チタンは表面に形成される緻密な不動態皮膜により多種多様な環境において優れた耐食性を示すことが知られており、プラントや熱交換器、海洋構造物に使用されている。しかし、チタン製品は高価であるという欠点を抱えている。これはチタンの難加工性と歩留まりが低いためである。これを解決する方法として異種金属へのチタン皮膜の成膜が挙げられる。成膜方法には成膜速度に優れた溶射法に着目した。通常の溶射法では酸化物を形成し、高品位な皮膜を形成するのは困難である。そこで、本研究では固相成膜法のウォームスプレー法に着目し、成膜実験と皮膜の評価を行った。

純チタン粉末をS50C基材上に3種類の条件で成膜し、断面画像の解析による気孔率測定と貫通気孔の密度を調べるフェロキシル試験を実施した。最適な溶射条件では、従来のコールドスプレー法より緻密な膜が形成され、溶射回数を増加させることで貫通気孔の密度を下げる事が確認できた。

【6】アルミニウム誘起成長法による高濃度 p 型 Si 多結晶薄膜の太陽電池応用に関する研究

増田 翔太<名古屋大学大学院> 指導教員: 宇佐美 徳隆

高効率太陽電池の作製には、光励起キャリアの再結合による損失を減らすことが求められている。我々が注目しているアルミニウム誘起成長法(AIC)は、Al とアモルファス Si の積層膜を共晶温

度(577°C)以下で熱処理することで多結晶 Si 薄膜を得ることができる。この手法では、比較的低温で大粒径の高濃度 p 型 Si(p+-Si)が大面積に容易に作製できる。結晶表面の欠陥を終端するためのトンネル酸化膜とともにこの p+-Si を p-基板の裏面に応用することで、裏面での再結合を低減した高効率太陽電池が作製できると考えられる。また、n-基板における pn 接合形成への応用なども考えられる。

本研究では、この AIC を p-Si 基板の裏面に用いた太陽電池作製プロセスを検討し、特に表面電極形成に必要な高温熱処理(~810°C)と AIC プロセスのシーケンスについて調査を行った。実験の結果、AIC プロセスよりも先に表面電極形成を行ったサンプルの効率が向上し、特に曲線因子(FF)が向上した。これは表面電極形成時の熱処理が p+-Si/Al 層にダメージを与えていることを示唆している。

【7】水溶液中における Ga の電気化学的挙動

三橋 拓明<名古屋大学大学院> 指導教員:興戸 正純

金属 Ga(ガリウム)は半導体素子や太陽電池、発光ダイオードの基板等、将来的に多様な応用が期待される金属素材である。応用の具体例として、近年話題となった青色 LED の材料となる GaN 等が挙げられる。しかし、水溶液中における金属 Ga の電気化学的な挙動を探る研究は殆ど行われておらず、その具体的な知見は未だ殆ど得られていない。そこで、GaN を水溶液中における作製を試みるための基礎研究として、金属 Ga の水溶液中における電気化学的挙動及びその基礎的性質の調査を行うことを研究目的とした。実験では、Ga の自然電位測定及びアノード分極測定、定電位電解測定を行った。Ga の自然電位測定及びアノード分極測定では、pH14 の強塩基性浴で Ga が最も活性で溶出しやすいことが分かった。定電位電解測定では、硝酸塩添加浴、アンモニア添加浴、無添加浴それぞれ三種類の浴を用意し、作用極の Pt 基板上に、カソード電解による GaN の電解を試みた。結果、アンモニア添加及び無添加の浴で Ga の電析が確認された。

【8】LSAT 結晶の B-site カラム微小量変位を利用した新規強誘電体の開発

藤井 稜<名古屋大学大学院> 指導教員:山本 剛久

(La_{0.3}Sr_{0.7})(Al_{0.65}Ta_{0.35})O₃:LSAT 結晶は、複数の陽イオンを含むペロブスカイト型複合酸化物結晶(ABO₃)であり、格子定数の観点から GaN などの化合物半導体や超電導酸化物などの薄膜成長用基板結晶として注目されている。この LSAT 結晶は、A-site に La、Sr が、B-site に Al、Ta が配位し、Al³⁺イオンと Ta⁵⁺イオンが結晶中で規則的に配列した規則構造が形成される。この結晶の各原子カラムの配列を、超高分解能の HAADF-STEM(High Angle Annular Dark Field STEM)で観察したところ、B-site カラムが極僅かに変位することを突き止めた。この微小量の変位が確定できれば、新規強誘電体としての可能性が拓かれる。本研究では、この予想を裏付けるため、HAADF-STEM 像のイメージシミュレーションを実施し、実験像との比較検討、ならびに熱処理に伴う変位量の変化を調べた。

【9】固相温度域における Sn-電極材料間の反応拡散挙動の断面 TEM 観察

横井 雅史<名古屋大学大学院> 指導教員:佐々木 勝寛

Sn は他の金属と固相温度域においても反応し、金属間化合物を形成しやすいが、その形成過程には不明な点が多い。例えば、Snと特定の組成の Ni-Cr 合金の反応において、2種類の金属間化合物層が交互に形成し、多層構造になるが、その形成機構は解明されていない。本研究の目的は、Ni-Cr 合金と Sn を反応させて透過型電子顕微鏡(TEM)によって断面の微細組織を観察し、多層構造の形成過程を解明することである。

Ni-15at. %Cr 合金の表面に Sn めっきを厚さ $10\mu\text{m}$ 施した試料を 200°C 、5h 熱処理した。その後、集束イオンビーム加工機を用いて断面試料を作製し、TEM により微細構造を解析した。Ni₃Sn₄ 層と CrSn₂ 層が交互に形成され、それぞれの 3 層目が形成される途中の様子が観察された。2 層目までの各層の厚さの平均値はそれぞれ $2.3\mu\text{m}$ 、 $1.7\mu\text{m}$ であった。CrSn₂ の結晶は微細結晶であったが、Ni₃Sn₄ の結晶は柱状晶であった。実験結果を反応拡散における KC 理論と比較した。

【10】LSAT:(La_{0.3}Sr_{0.7})(Al_{0.65}Ta_{0.35})O₃(001)単結晶最表面終端原子層の直接観察

西川 直樹<名古屋大学大学院> 指導教員:山本 剛久

LSAT((La_{0.3}Sr_{0.7})(Al_{0.65}Ta_{0.35})O₃)は立方晶系複合ペロブスカイト構造を有する酸化物結晶であり、GaNやYBCO系高温超電導体酸化物などの薄膜成長用基板材料として期待されている。本研究ではこのLSAT(001)単結晶基板において高品質な薄膜育成に必要な不可欠とされている原子レベルで平坦な表面テラス構造の形成に取り組んだ。

実験では一般的な表面制御法である熱処理法とエッチング法を用いた後、原子間力顕微鏡(AFM)及び高分解能走査型電子顕微鏡(STEM)を用いて表面構造の解析を行った。

実験の結果、熱処理法とエッチング法の双方において広範囲での表面テラス構造の形成条件を見出すことに成功した。そして HAADF-STEM 観察により、形成したテラス構造の基板表面最終端原子層を同定したところ、熱処理法及びエッチング法ともに B サイト原子層終端であることを確認した。しかしその構造は大きく変化しており、熱処理では Ta-rich な B サイト原子層終端、エッチング法では LSAT 結晶の内部構造を維持した B サイト原子層終端が形成されていることが明らかとなった。

【11】ゼラチン被覆 Sn ナノ粒子の Li 化反応形態の研究

李 東航<名古屋大学大学院> 指導教員:佐々木 勝寛

Sn は高容量リチウムイオン二次電池負極用活物質として有望な材料であるが、Li との反応時に生じる著しい体積変化を抑制する方法が確立されていない。体積変化の影響を抑制するために、高耐酸化ゼラチン被覆 Sn ナノ粒子を独自に作製した。Sn ナノ粒子が、Li イオン二次電池負極を構成するためには、ゼラチン膜を通して Li イオンと電子に対して、十分な導電性を有することが必要である。個々の Sn ナノ粒子電子伝導性を測定することを試みた。

Pt 線(直径 0.1mm)を電解研磨後、先端部を FIB 加工したものを 2 本作製し、一方の針に粒子を付着させ、走査電子顕微鏡中でもう一方の針を個々の粒子に接触させることにより抵抗値を測定した。接触部分の直接観察から、Pt 針間の粒子数、接触面積を推定し、比抵抗を求めた。得られた比抵抗は、約 $5.0 \times 10^{-1} \Omega \cdot m$ となり、半導体とほぼ同じオーダーで十分な電気伝導性があることが分かった。

【12】めっき排水中からの亜鉛吸着のためのメソポーラスシリカ表面修飾

吉田 修平<名古屋大学大学院> 指導教員:市野 良一

めっき排水に代表される重金属排水処理の多くは、排水を塩基性にして重金属の難溶性水酸化物を生成させ、沈殿を分離、溶液を中和することで放流している。この方法は多くの重金属処理が可能だが、亜鉛は高 pH 下で水酸化物が水に再溶解することや、めっき液内のキレート剤等による水酸化物生成阻害が原因で、沈殿による除去が難しい。さらに近年、亜鉛に関して新しい排水基準が適用され、従来よりも厳しい排水基準が設けられた。この問題を解決するために、イオン交換樹脂をはじめとした様々な重金属処理方法が開発されているが、コスト面などの問題から根本的な解決に至っていない。そこで本研究室では、吸着材として注目されているメソポーラスシリカに焦点を当てた。メソポーラスシリカの原材料は比較的安価なシリカのため、コスト面の問題を解決することができる。しかし、メソポーラスシリカの細孔内はアモルファス構造で吸着量に乏しいという問題点がある。そこで本研究では、めっき排水中からの亜鉛吸着を目的として、メソポーラスシリカを表面修飾し、亜鉛の吸着を行った。

【13】ポーラスアンカー構造を利用した金属/樹脂材料の接合

金 昇光<名古屋大学大学院> 指導教員:小橋 眞

構造物や輸送機器の軽量化のため、金属と樹脂のハイブリッド化を目的とした異種材料接合技術に注目が集まっている。本研究では、金属と樹脂の接合のため、アンカー構造に注目し、接合プロセスの開発を行う。Al 基板上(A5052)に、Al 粉末($<45\mu m$)、Ti 粉末($<45\mu m$)、C 粉末($<25nm$)を 3:1:1 のモル比で混合した粉末を塗布し、レーザーを照射することで粒状の金属が積み重なった複雑な形状のポーラスアンカー構造を形成させた。その後、PA6 板とポーラスアンカー構造を形成させた Al 板を重ね、加熱油圧プレスを用いて PA6 の融点付近まで加熱・加圧し、樹脂を含浸させることで金属と樹脂を接合させた。接合体の接合強度はせん断引張試験を行うことで測定し、接合断面および引張試験後の Al 基板を走査型電子顕微鏡で観察した。PA6 と Al の接合体で約 40MPa の強度が得られたが、破断面を観察した結果、破壊はポーラスアンカーと Al 基板の間で生じていた。今後、ポーラスアンカー構造と Al 基板を強く接合することにより、更に強力な接合ができる可能性が示唆された。

【14】レアメタルフリー硬質材料 TiC-FeAl の開発

後藤 貴昭<名古屋大学大学院> 指導教員:小橋 眞、松本 章宏

超硬合金(WC-Co)は高硬度かつ優れた靱性を有するため、切削工具や金型の素材として多用されている。しかし、レアメタルの使用量が多いことや、Co が特定化学物質第 2 類に指定され管理が厳しくなっている。現在、レアメタルを使用しない硬質材料として TiC-FeAl が研究されているが、抗折力・破壊靱性が低いという課題を有している。本研究では、粉末調製プロセスと結合相を制御することで、これら課題の克服に取り組む。まず、原料粉末の混合は、TiC 粉末 ($1.8\mu\text{m}$)、Fe 粉末 ($5\mu\text{m}$)、 FeAl_2 粉末 ($<300\mu\text{m}$) を用い、配合組成が TiC-25vol%FeAl(Fe-40at%Al)になるように秤量し、アセトン 100ml を加え、転動型ボールミルで 48h 湿式にて行った。この混合粉末を用いて、通電加圧焼結によって $\phi 20\times H6\text{mm}$ の試料を作製した。試料から $4\times 2\times 15\text{mm}$ の試験片を切断し、抗折試験、硬度試験に供した。また、X 線回折による相同定、EPMA による組織観察を行った。湿式混合材を用いて作製した焼結体は、ビッカース硬度が約 1370Hv、抗折力が約 1320MPa、破壊靱性が約 $8.7\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ となり、乾式混合材と比較して高い値を示した。湿式混合材には、粗大な FeAl 結合相は見られず、均質・微細な組織になっており、これが機械的特性改善に寄与したと考えられる。

【15】溶融亜鉛めっき鋼板の Fe/Zn 固液界面反応に及ぼす固溶 Si の影響

早野 邦尚<名古屋大学大学院> 指導教員:高田 尚記・小橋 眞

溶融 Zn めっきは、優れた耐食性や高い密着性を有し、DP 鋼などの高張力鋼に適用されつつある。しかし、高張力鋼板は Si や Mn などの添加元素を含むため、これらの元素がめっき形態に及ぼす影響を解明する必要がある。そこで本研究ではフェライトに分配する Si に注目し、純 Zn 浴浸漬に伴う鋼板/Zn めっき界面組織の変化を観察し、Fe/Zn 固液界面反応に及ぼす鋼板中の固溶 Si の影響を調査した。純 Fe および、これに 1.0wt%Si を添加した合金を 460°C の純 Zn 浴中に 2~3600s 浸漬した後、急冷した。それぞれの試料の合金/Zn めっき界面の組織を観察した。その結果、Zn めっき層厚さはいずれの試料においても浸漬時間に伴って増大した。純 Fe では、 $\text{FeZn}_{13-\zeta}$ や $\text{FeZn}_{7-\delta 1}$ の合金層が確認された。また、Fe-1.0wt%Si の 60s 以上の浸漬においてめっき層厚さは著しく増大した。一方、Fe-Si 合金の厚さは浸漬時間の増加に伴い減少した。これは Fe の溶出に起因する。ポスター発表では、Fe-Zn-Si 3 元系状態図を用いて、Fe/Zn 界面における反応機構を検討する。

【16】通電加熱焼結を利用した鉄基 in situ 複合材料の製造プロセス

青木 陽汰<名古屋大学大学院> 指導教員:小橋 眞

鉄粉末とセラミックを構成する元素粉末を混合し、燃焼合成反応を誘起すると、鉄母相中にセラミック粒子を in situ 分散させることができる。ただし、この方法は、気孔が大量に発生する点が問題点となっている。本研究では Fe、Ti、B 粉末を用いて通電加熱焼結を利用した Fe/TiB₂ 複合材料の作製を行い、TiB₂ 体積率と焼結温度が微視組織に及ぼす影響を調査した。まず、Fe 粉末

(<150 μm)、Ti 粉末(<45 μm)、B 粉末(<45 μm)を、反応により Ti と B がすべて TiB_2 になると仮定した場合に TiB_2 が所定の体積率になるよう秤量・混合し、200MPa で圧粉して円柱形状の圧粉体を作製した。圧粉体を黒鉛型内で 6.24 MPa の圧力下で最高温度 1000 $^{\circ}\text{C}$ 、1050 $^{\circ}\text{C}$ 、1100 $^{\circ}\text{C}$ に通電加熱し、燃焼合成反応を誘起した。加熱後の試料の微視組織を観察した結果、Fe-B 系の共晶組織が確認され、Ti 粉末の周囲に TiB_2 が環状に生成していた。また、高温になるにつれて TiB_2 粒子の生成量が増加した。

【17】Ti-Nb-O 系合金におけるナドメイン形成過程ならびに力学特性のフェーズフィールド解析
石黒 雄也<名古屋大学大学院> 指導教員:小山 敏幸

Ti-Nb 合金に O を添加すると、ナドメインが形成し特異な変形挙動を示すようになることが報告されている。現在、ナドメインは、O 周りの応力を緩和するために生じるシャッフリングによって形成すると考えられているが、O の固溶が相分離を誘発することから、この相分離がナドメインの形成に関与している可能性がある。そこで、この相分離がナドメイン形成の起源であると仮定したフェーズフィールドモデルを構築し、ナドメインの形成ならびに力学応答と組織の関係を調査した。計算の結果、O の添加により、スピノーダル分解が生じ、相分解組織が選択的に変態することで、ナドメインが形成する様子が確認できた。また、スピノーダル分解の進行に伴い、応力 - 歪ヒステリシスループが狭まる様子が確認された。実験的に研究が行われている組成、均質化温度では相分解は生じなかったが、温度を下げると相分離が生じた。これらのことから、本合金の力学特性は相分離の影響を受けており、組成のみでなく、熱処理プロセスにも大きく影響を受けることが示唆された。

【18】ディッピング法を用いた単結晶基板への CeO_2 ナノ粒子担持と評価
唐井 利賢<名古屋大学大学院> 指導教員:小澤 正邦

CeO_2 は酸素を吸収・放出する酸素貯蔵能 (OSC) という性質を持ち、様々な工業分野で利用されている。特に自動車の三元触媒では助触媒として浄化反応が起きる空燃比を拡大させており、私たちの生活に関わる重要な物質のひとつである。このナノ粒子を単結晶基板上に量をコントロールして担持することで、高真空や高エネルギーを使用せずにモデル触媒やナノ薄膜を作製することができる。

そこで本研究では、 CeO_2 ナノ粒子をトルエンに分散させた溶液に単結晶基板をディッピング法で担持し、評価した。

【19】還元雰囲気中熱処理による CeO_2 ナノ結晶層/ $\text{CeAlO}_3/\text{Al}_2\text{O}_3(0001)$ 構造の作製と構造評価
服部 隆志<名古屋大学大学院> 指導教員:服部 隆志

セリア (CeO_2) は自動車用三元触媒や紫外線遮蔽材、研磨剤、固体酸化物形燃料電池の電解質材料などに利用されており、産業上重要な材料の一つである。またセリア薄膜は光学薄膜材料や Si 半導体結晶基板上の絶縁層としての使用も検討されている。さらに $\text{YBa}_2\text{CuO}_{7-x}$ 超電導層と

サファイア基板間において化学反応を抑え、格子不整合性を緩和する中間層としての役割も期待されている。一般的には CeO_2 薄膜はスパッタリングや PLD 法、分子線エピタキシー法などの真空中ドライプロセスを用いて成膜されるが、我々は CeO_2 ナノ結晶を用いた簡易なディッピング法によりサファイア基板上に CeO_2 ナノ結晶層の成膜を報告している。本報告ではディッピング法を用いて得られたサファイア基板上 CeO_2 ナノ結晶層に還元雰囲気中熱処理を施すことで、 CeO_2 ナノ結晶の粒成長および CeO_2 ナノ結晶層-サファイア基板間の固相反応で生成した CeAlO_3 によって緻密で表面平滑性の良い $\text{CeO}_2/\text{CeAlO}_3/\text{Al}_2\text{O}_3(0001)$ 構造が得られたことについて報告する。

【20】第一原理計算に基づいた点欠陥形成エネルギーの精密評価

片山 昌尚(名古屋大学大学院) 指導教員:松永 克志

格子欠陥は材料特性を決める支配要因であり、結晶中における欠陥形成挙動の理解は機能性材料の設計・開発において極めて重要である。そこで本研究では、第一原理計算に基づいて結晶中の欠陥構造とその形成エネルギーを正確に評価する手法の確立を目的とした。

ここでの大きな課題は、周期的境界条件を用いた第一原理計算の場合、帯電した欠陥に対する全エネルギーに大きな誤差(数 eV程度)が含まれる点である。その要因は“周期的に配列した帯電欠陥同士の静電相互作用”と“静電エネルギーの発散を回避するために導入された一様電荷(欠陥電荷と逆符号)と帯電欠陥の静電相互作用”である。本研究では、これまでに報告されている静電相互作用の補正法^{1,2)}に基づいて種々酸化物中の点欠陥を評価しその妥当性を検証した。

9種の結晶材料中のショットキー欠陥について補正を行ったところ、強誘電体材料の場合100原子以下のセルでは補正後も大きな誤差が残る。しかし十分拡大した計算セルならば、いずれの材料においても最大誤差が0.2 eV以内に収束することが確認された。

¹C Freysoldt et al., *Phys. Rev. Lett.* **102**, 016402 (2009). ²Y. Kumagai, et al., *Phys. Rev. B* **89** 195205 (2014).

【21】酸化亜鉛における(11-20)/[1-100]小傾角粒界の転位構造

松倉 いづみ(名古屋大学大学院) 指導教員:松永 克志

半導体結晶においては、転位などの結晶格子欠陥により電気的特性が大きく変化することが知られている。本研究では、代表的なII-VI属半導体であり、ウルツ鉱型結晶構造を有する酸化亜鉛(ZnO)の転位の構造と物性を評価することを目的として、酸化亜鉛の最も基本的な転位である $b=1/3[11-20]$ を持つ転位を人工的に導入し、電子顕微鏡によりその転位構造を調査した。転位の導入は、双結晶法を用い(11-20)/[1-100]2°小傾角粒界を有する双結晶を作製することにより行った。透過電子顕微鏡法(TEM)により、粒界構造を観察した結果、約 9 nm の間隔で転位列が周期的に形成されていることが確認された。次に、より高い分解能で転位のコア構造を解明するために、走査型透過電子顕微鏡法(STEM)により、1本の転位の観察を行った。その結果、

$b=1/3[11-20]$ の basal 転位が 2 個の部分転位に分解していることが明らかになった。部分転位の配置から、部分転位間の積層欠陥面が粒界面とほぼ垂直となっており、部分転位間の分解距

離が約 2.0 nm であることがわかった。さらに、酸化亜鉛の結晶構造的特徴から、この転位が $b=1/3[10-10]$ と $b=1/3[01-10]$ に分解していると考えられた。

【22】反強磁性体／強磁性体積層膜における異方的磁気抵抗効果

倪 遠致<名古屋大学大学院> 指導教員:浅野 秀文

近年、反強磁性体 (AFM) においても強磁性体 (FM) と同様に磁気抵抗効果、スピントランスファトルクなど、スピンに関連する現象が起こることが明らかになってきた。AFM を用いるメリットとしては、磁場中での安定性、超高速応答、漏れ磁場が無いことなどがあげられ、これまで FM で構成されてきたスピデバイス AFM に置き換えることで、デバイスの省エネルギー化、高速動作が期待されている。

そこで反強磁性体の磁気モーメントを電氣的に観測することを目指して、エピタキシャル成長したホイスラー合金 AFM/FM 積層膜における異方的磁気抵抗効果 (AMR) の測定を行った。その結果、反強磁性体 Ru_2MnGe / 強磁性体 Fe_2CrSi 積層膜において、 Fe_2CrSi 単膜よりも 30 倍程度大きい AMR 比を観測した。この結果は AFM/FM 積層膜における反強磁性体スピンの重要性を示している。

講演では他の強磁性体と Ru_2MnGe の積層膜の結果も合わせて議論を行う。

【23】強誘電体・磁性体積層構造のマルチフェロイック特性と磁気キャパシタンス効果

黒田 基規<名古屋大学大学院> 指導教員:浅野 秀文

強磁性と強誘電性を同時に発現するマルチフェロイックは磁気メモリやセンサなどへの応用が期待されており、その中でも高いマルチフェロイック特性の発現や界面歪みを介した巨大電気磁気効果の発現が期待できる積層型マルチフェロイックが近年特に注目を集めている。しかし界面歪みを用いた電気磁気効果の値は理論値と比較して小さく、その原因は明らかにされていない。

我々は積層型マルチフェロイック材料として、優れた強誘電体である $\text{Ba}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{TiO}_3$ と、それに対し格子整合性の良い磁性体 $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$ 、 Mn_3GaN 、 SrRuO_3 に注目した。本研究ではマグネトロンスパッタ装置を用いて $\text{Ba}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{TiO}_3$ /磁性体構造のヘテロ接合膜を作製し、その電氣的・磁氣的特性の評価を行うとともに界面 ME 効果の 1 つである磁気キャパシタンス効果についても調べた。その結果マルチフェロイック特性を持つ接合膜が得られ、 $\text{Ba}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{TiO}_3$ / Mn_3GaN では界面格子歪みや磁歪に起因すると考えられる大きな磁気キャパシタンス効果 (~2000%) を観測した。

【24】高 Cr 系フェライト鋼における組織変化と Fe-Cr 相互拡散

勝谷 堯明<名古屋大学大学院> 指導教員:村田 純教

これまで、9-12%Cr フェライト系耐熱鋼において、Cr 量が多いほど高温クリープ破断強度が早期に低下することが系統的な実験で示されている。また、Cr 量が多いほどサブグレインの成長や $M_{23}C_6$ 炭化物の粗大化が促進されることも報告されている。しかしながら、これらの結果はいず

れも現象としてのマイクロ組織変化や析出物変化を捉えたものであり、なぜ 9-12%Cr 系耐熱鋼において Cr 量の増加とともにそれらの変化が早期に生じるかは未だ明らかになっていない。一般にマイクロ組織変化には必ず原子拡散が関係している。そこで本研究では、フェライト系耐熱鋼の基本系である Fe-Cr 二元系について A_{c1} 温度以下の 1073K で相互拡散実験を行い、相互拡散係数の組成依存性について調べた。さらに Cr 量のみを変化させた Fe-(9-12)Cr-C 三元系鋼について高温保持にともなうマイクロ組織変化を系統的に調べることで、一般的なマイクロ組織変化に対する Cr 濃度依存性の本質を明らかにすることを目的とした。

【25】金属間化合物を強化相とする先進高クロムフェライト系耐熱鋼の検討

三木 康暉<名古屋大学大学院> 指導教員:村田 純教

化石燃料の有効利用や CO_2 排出量削減などの観点から、火力発電プラントの熱効率向上が求められ、蒸気温度を高温化する次世代プラントの開発が期待されている。そのためには $750^{\circ}C$ 以上の高温に長時間耐えうるフェライト系耐熱鋼の開発が必要である。そこで、本研究では高温で長時間安定な金属間化合物を強化相とする先進高クロムフェライト系耐熱鋼を対象として、基本組成を設計し、微細組織に及ぼす合金元素や熱処理の影響を検討した。Fe-Cr-W-Co 系のフェライト鋼を基本として Cr と W を大きく変化させた成分を対象とし、熱力学データソフトを用いて金属間化合物の種類及び析出量を予測し実験的に検証した。検討合金をアーク溶解炉で溶製した後、 $500^{\circ}C$ 及び $750^{\circ}C$ で時効した試料について、SEM 観察及び TEM 観察を行った。SEM 観察に用いた試料については、マイクロビッカース硬さ測定を荷重 1kgf の条件で行った。組織観察と硬度測定から高 Cr 高 W 合金の金属間化合物の相分率温度変化について知見を得ることが出来た。また、高 Cr 高 W 鋼では従来のフェライト鋼と比較して高い高温 0.2%耐力及びクリープ強度を示した。今後、この合金系における各相の体積率及び強度についてより詳細に検討していく必要がある。

【26】ラスマルテンサイト組織の形成に関するフェーズフィールドシミュレーション

窪谷 英紀<名古屋大学大学院> 指導教員:村田 純教

溶融亜鉛めっきは、鋼材を溶融亜鉛に浸漬させることで表面に亜鉛被膜を形成する防錆技術である。安価に鉄鋼材料の耐食性を向上させることができることから、土木建築等の分野に幅広い用途がある。従来の溶融亜鉛めっきプロセスでは、表面の油脂類や錆を除去した鋼材をフラックス液への浸漬によってフラックス皮膜を形成した後にめっきを行う。フラックスは、鋼材表面の防錆と均一な亜鉛皮膜の形成に必要である。主に塩化アンモニウムや塩化亜鉛との混合物が使用される。しかしそれらのフラックスはめっき時に熱分解し、塩化アンモニウムと酸化亜鉛の白煙となって飛散する。その白煙が人体への悪影響、工場内の景観不良、排煙装置設置や稼働によるコスト増等の問題を引き起こしており、無煙化が望まれている。以上から本研究では、溶融亜

鉛めっきプロセスの無煙化を目指し、安価かつ安全な代替フラックスの開発を目的とした。作製した代替フラックスは独自に考案した評価方法により、従来フラックスとの比較を行いながら適正を評価した。

**【27】液中でのポリマーラテックス+コロイダルシリカ異種微粒子分散系の自己集積化を利用した
低屈折率アクリル樹脂系透明ナノコンポジットの調製**
樋口 佳祐(名古屋大学大学院) 指導教員: 棚橋 満

当研究室では、光学用途の機能性材料として、屈折率を任意に制御可能な透明樹脂の開発を目指し、種々の屈折率を有する無機ナノ粒子をアクリル樹脂母相中にてナノレベルで規則配列させた無機/アクリル樹脂系ナノコンポジットの創製に取り組んでいる。本研究では、シリカ/アクリル樹脂系を対象とし、サブミクロンサイズのアクリル系ポリマーラテックスとコロイダルナノシリカの異種微粒子混合水分散系の安定度制御と液中での微粒子の自己集積化、並びにラテックス粒子の造膜現象を利用した新規手法での本系ナノコンポジットの調製を試みた。シリカが低配合率の条件では、母相成分であるラテックスのコロイド結晶構造の粒子間空隙に規則的にシリカナノ粒子を配列させることに成功し、アクリル樹脂との複合化においてシリカの長周期ネットワーク状微構造形成が可能であることを明らかにした。さらに、シリカはアクリル樹脂よりも小さな屈折率を有する唯一の酸化物であるが、本研究で調整したナノコンポジットは、アクリル樹脂を低屈折率化させる屈折率制御能と高い透明性と兼ね備えた優れた光学材料となり得ることも、光学特性評価実験から実証した。なお本発表では、現在取り組んでいるシリカ高充填条件における微構造の規則性向上を実現する調製条件の最適化に関する検討結果についても報告する。

**【28】親水性シリカ/ポリプロピレン系ナノコンポジットの引張り特性に影響を及ぼす樹脂母相の
結晶化挙動に関する速度論的解析**
服部 徳人(名古屋大学大学院) 指導教員: 棚橋 満

ポリプロピレン(PP)は軽量かつ優れた物性バランスを有し、自動車用内装・外装部材や各種輸送容器など様々な場所で使われている。これらの用途に使用する場合、燃費、輸送コストや資源の削減のために PP の機械的特性向上による薄肉軽量化が求められる。これを実現する技術のひとつが無機材料をフィラーとして用いる複合化であり、ナノサイズのフィラーを均一分散させるナノコンポジットが開発のトレンドとなっている。当研究室では、ナノサイズの親水性シリカコロイド粒子を表面疎水化せずにフィラーとして PP に分散させることに成功しており、樹脂母相との界面付着力・相互作用がほとんど存在しないシリカ/PP 系ナノコンポジット創製に取り組んでいる。ナノコンポジットでは広大なフィラー/母相界面を形成することを考えれば、樹脂母相との濡れ性を良好にしたフィラーを分散させる従来の方針で設計された PP 系複合材料とは界面状態が大きく異なる本系ナノコンポジットでは特異な材料特性が発現される可能性がある。本研究では、親水性ナノシリカが界面近傍の PP 分子の結晶化現象や最終的な結晶組織にどのような影響を及ぼすかを結晶化速度の観点から調査すると共に、PP 結晶組織制御因子を解明することを目的とした。さらに本系ナノコンポジットの静的引張り試験を行なったところ、特異的な特性の発現が確認されたので、シリカ/母相界面や PP 結晶組織との関係についても考察した。本研究結果は、PP 結晶

組織制御に立脚した本系ナノコンポジットの機械的特性の向上のための固化成形条件の最適化に関する指針となるものである。

【29】塩化アンモニウム水溶液を用いためっき廃液スラッジからの鉛抽出

貝吹 大我<名古屋大学大学院> 指導教員:平澤 政廣

鉛は、低融点で軟らかいため加工が容易で、日常に広く使用されている重金属である。しかし有毒な物質でもあり、鉛を含んだ廃棄物処理には厳しい規制がある。鉛の主要用途である蓄電池からの回収率は95%以上と高く、循環性が良いとされる一方で、金属汚泥であるめっき廃液スラッジは、含まれる金属種が多く製錬原料とするには品位が低いため、リサイクルされないまま埋め立てられている。めっき廃液スラッジには、鉛のほかに多くの有価金属が含まれているため、このスラッジから有毒な鉛を回収し分離することは貴重な金属資源の損失や環境汚染を防ぐことにつながる。

本研究では塩化アンモニウム水溶液を使用し、100°C以下の比較的低温における鉛抽出の可能性を調査している。鉛は約 65°Cから溶液に浸出し始め、スラッジと塩化アンモニウムとの質量比 1:9 では約 80%の鉛が回収できることが判明した。

【30】シリカの炭素還元により生じる SiO ガスを介した SiC ナノ材料含有薄膜の合成

丸田 和将<名古屋大学大学院> 指導教員:平澤 政廣

Si半導体の小型化・高性能化の実質的な限界が訪れることが危惧されている。一方炭化ケイ素(SiC)は、Si系半導体材料より絶縁破壊電圧、耐熱性、強度等の物性に優れ、さらには電気的なエネルギー損失が少ないという利点も持っていることから、Siに代わる新たな半導体材料として活躍が期待されている。

本研究では、SiCナノ材料の効率的な合成手法を検討するため、シリカの炭素還元によるSi基板上へのSiCナノ結晶含有薄膜合成の実験を行い、生成する薄膜の組成や結晶性などの調査を行った。実験の結果、測定範囲内ではキャリアガス流量の増加に伴って薄膜中酸素成分が減少する傾向が見られ、副生成物である酸化ケイ素の割合が減少したと推測された。また高温で還元を行うほど薄膜中炭素成分割合の増加が見られ、SiC割合が増加したと推定された。

【31】Ni-Zn-Pt 合金ナノ粒子の作製と PEFC 触媒性能評価

梅澤 道久<名古屋工業大学大学院> 指導教員:日原 岳彦

我々の研究グループでは、プラズマ・ガス凝縮法によるナノ粒子の作製と固体高分子形燃料電池(PEFC)用電極触媒の研究を行っている。近年、PEFC 用触媒の Pt 量低減を目的に触媒のナノ粒子化や合金化が研究されているが、触媒活性の変化と合金ナノ粒子の構造との関係性には不明な点が多い。中でも気相法によって作製したナノ粒子触媒の研究報告は極めて少ない。我々

はこれまで Pt レス触媒(Fe-Pt、Ni-Pt)や Pt フリー触媒(Ni-Zn)を研究し、構造と触媒活性との関係性を報告してきた。本研究では、プラズマ・ガス凝縮法を用いて作製した Ni-Zn-Pt 合金ナノ粒子をアノード電極触媒に適用した PEFC の出力特性を測定し、ナノ粒子の組成や構造と触媒活性の関係について考察する。

【32】フェーズフィールド法による LPSO 組織のクラスタ配列の理解

村松 慶亮<名古屋工業大学大学院> 指導教員:栗田 典明

Mg-Zn-RE系合金は、長周期積層構造(LPSO構造)を形成することにより優れた機械的特性を示すことが報告されている。しかしその特性発現メカニズムは十分に解明されていない状況である。実用材はその特性メカニズムが学術的に説明されてはじめて安心して使用されるものであり、これを解明することは、Mg合金の幅広い実用化において非常に重要である。近年、君塚ら¹⁾の研究により、hcp相の最密面における規則fccクラスタ間の相互作用がLPSO組織形成に影響を与えることが示唆された。また、奥田²⁾らの研究から、クラスタ間に斥力が作用する系において、等温時効によりクラスタが理想配置に近づいていく結果が報告された。本研究では、フェーズフィールド法を用いて、クラスタ間に斥力及び引力が作用した際のクラスタ配列の統計的比較とキネティクスについて検討した。

- 1) H. Kimizuka, S. Kurokawa, A. Yamaguchi, A. Sakai, S. Ogata: Sci. Rep. 4(2014)7318.
- 2) H. Okuda, T. Horiuchi, S. Hifumi, M. Yamasaki, Y. Kawamura, submitted to Metall. Mater. Trans. A

【33】スパッタリング蒸着法で作製した Mn-ZnO 薄膜の磁気特性

白木 聡一<名古屋工業大学大学院> 指導教員:日原 岳彦

近年、半導体の持つ電氣的性質と強磁性体の磁氣的性質を併せ持ったデバイスが注目されており、エネルギー効率が極めて高い新素材として期待されている。このデバイスの一つに、半導体材料に磁性元素を数パーセントドーピングすることで作製される希薄磁性半導体が挙げられるが低温でしか強磁性を発現せず、強磁性発現の原因も不明瞭である。そこで本研究では希薄磁性半導体である Mn をドーピングした ZnO 薄膜をヘリコンスパッタリング法で作製し、飽和磁化の Mn ドーピング量依存性や膜厚依存性について調査した。また、成膜後の熱処理による磁気特性の変化、酸素雰囲気下で成膜した試料の飽和磁化の測定結果などから、総合的に Mn ドーピング ZnO 薄膜における磁気モーメントの起源について考察する。

【34】B2 型 FeAl 合金の内部摩擦に及ぼす Co 及び Ni 添加の影響

加藤 功也<名古屋工業大学大学院> 指導教員:西野 洋一、井手 直樹

【緒言】B2型FeAl合金は高強度かつ耐食性に優れ、高温では降伏応力の逆温度依存性を示し、新規の高温構造材料として期待される。この合金にCo及びNi等の第三元素を加えると過剰な熱空孔除去の熱処理時間が増加する^[1]。その原因は第三元素の周囲に空孔の集合体が形成されるためとされているが、検証は不十分である。本研究では内部摩擦測定から強度並びに複空孔

の導入量、再配向の活性化エネルギーを調べ、モデルとの整合性を検証した。

【実験方法】FeAl合金はアーク溶解の後に、歪取り焼鈍・空孔除去焼鈍を施して作製した。内部摩擦は自由端横振動法にて測定した。応力-歪曲線は微小塑性理論により求めた。

また、内部摩擦の温度依存性も測定し、複空孔再配向の緩和ピークを求めた。

【実験結果】Co及びNiいずれを添加した試料も応力-歪曲線が低応力側へシフトした。また、緩和ピークの高さは添加量増加に伴い増加した。一方、複空孔再配向の活性化エネルギーは添加により低下した。これらは空孔集合体形成のモデルを支持する結果である。

[1] J.H. Schneibel: Materials Science and Engineering A258 (1998) 、181

【35】Al-Al_{2.7}Fe_{0.3}Ti 微細化剤の微細化能に及ぼすヘテロ凝固核の体積分率の影響

谷合 秀介<名古屋工業大学大学院> 指導教員:渡辺 義見

Al鑄造材は組織の粗大化により、不均一な組織となることで強度の低下が起こる。Al鑄造材の強度を改善する手法として、結晶粒微細化剤の添加がある。過去の研究ではAl-Al_{2.7}Fe_{0.3}Ti微細化剤を作製し、Al鑄造材に対して高い微細化性能を持つことを確認した。結晶粒微細化剤を有効に働かせるためには、ヘテロ凝固核となるAl_{2.7}Fe_{0.3}Ti粒子をAl溶湯中に分散させる必要がある。ここで、ヘテロ凝固核の体積分率が結晶粒微細化剤全体に対して大きいと、溶湯に分散させることが出来ない。逆に体積分率が小さいと結晶粒微細化剤を多量に添加しなければならないために工業的に好ましくない。そこで、ヘテロ凝固核の体積分率が与える微細化能への影響を調査することで、有効な微細化能かつコストを低減した微細化剤の開発に期待できる。今回はヘテロ凝固核の体積分率を変化させた微細化剤を添加し、作製したAl鑄造材の平均結晶粒径に着目して評価を行った。

【36】熱電変換材料 Fe₂VAl に及ぼすホウ素添加の効果析

齋野 敦<名古屋工業大学大学院> 指導教員:井手 直樹、西野 洋一

【緒言】熱電変換材料Fe₂VAlは人体に無害であり豊富な元素で構成されていることから、環境調和型熱電変換材料として期待されている。第四元素置換や非化学量論組成によって熱電変換性能を向上させているが、その反面強度が低下している。一方、Ni₃Alなどの金属材料にホウ素を添加すると、ホウ素は粒界に偏析することで粒界の結合を強め、強度が向上する^[1]。本研究では非化学量論組成Fe₂V_{0.9}Al_{1.1}にホウ素を添加し、ホウ素が熱電変換性能と力学特性に及ぼす効果を評価した。

【実験方法】B添加した非化学量論組成Fe₂V_{0.9}Al_{1.1}の粉末をパルス通電焼結により固化し、焼結体を作製した。熱電変換性能は出力因子で評価し、ゼーベック係数は定常法、電気抵抗率は直流四端子法により測定した。力学特性は、三点曲げ試験による曲げ強度とビッカース硬さ試験による硬度で評価した。

【実験結果】出力因子は1.0at%添加した組成で高い値を示し、10at%添加した組成では大きく低下した。曲げ強度と硬度は共に添加量増加に伴う単調な増加が見られた。添加量1.0at%では出力因子と曲げ強度は約1.1倍、硬度は1.3倍の増加となった。

[1] J.M.Walsh, B.H.Rear, Metallurgical TransactionsA, January 1975, Volume 6, Issue 1, pp 226-229

【37】多結晶組織中における外力誘起水素拡散のフェーズフィールド解析

曾根 豊大<名古屋工業大学大学院> 指導教員:栗田 典明(副指導:小山 敏幸)

水素脆性とは、水素により材料の強度や破壊特性が低下し、割れ発生や早期破断をもたらす現象である。鉄鋼材料で問題となる遅れ破壊現象は、水素脆性のある側面が顕在化した現象である。水素脆性の特徴は、水素の濃度がごく微量でもその効果が顕著に現れることであり、また、材料に働く外力や内部応力、ミクロ組織にも極めて敏感であることである。水素脆性のメカニズムを理解するためには、材料内部で欠陥等にトラップされる水素の存在状態を解析することが非常に重要である。本研究では、ミクロ組織の応力場と水素拡散の相互作用を一般的に解析するモデルをフェーズフィールド法の枠組みにて構築し、材料内部における水素の濃化現象を可視的に解明することを目的とする。一定濃度の水素を含む単相多結晶組織に一方向外力を加えた際の水素拡散挙動を計算した。多結晶組織は正六角形の 4 つの結晶粒からなる簡単な組織を仮定し、結晶方位と引張り方向の変化が水素濃度分布に与える影響を調査した。

【38】2源プラズマ・ガス凝縮法による CoPt ナノ粒子の作製

高橋 伸幸<名古屋工業大学大学院> 指導教員:日原 岳彦

永久磁石はモータや発電機を初め、様々な電子機器等の多くの製品に用いられており、その機能改善が大きな波及効果をもたらすことは論を俟たない。現在の主流であるネオジム磁石を超える性能を持つ磁石として、ナノコンポジット磁石が期待されている。これは、硬磁性相と軟磁性相をナノスケールで交互に配列させ、互いの磁氣的相互作用により高飽和磁化・高保磁力の優れた磁気特性を有する磁石である。本研究では、ナノコンポジット磁石の作製を目標に、2源プラズマ・ガス凝縮法によりCoPtナノ粒子を作製し、種々の温度で熱処理後、構造解析と磁気特性について評価した。本発表では、 L_{10} 構造の $Co_{50}Pt_{50}$ に近い組成の試料に注目し、その構造と磁気特性について報告する予定である。

【39】ダイヤモンド砥粒およびcBN砥粒を用いたAl基メタルボンド傾斜機能砥石の作製とそれによるCFRP穴あけ加工

杉浦 貴泰<名古屋工業大学大学院> 指導教員:渡辺 義見

近年、航空機産業では機体の軽量化のため、炭素繊維強化プラスチック(Carbon Fiber Reinforced Plastics:CFRP)の需要が高まっている。しかし、CFRPは高強度であるため、通常のドリルでは穴あけが困難である。そこで、CFRPの新規穴あけ加工法としてジャイロ式砥石穴あけ加工法が提案されている。本加工法は、砥石が球軌道を描きながら穴を開ける新技術であり、ケバや剥離のない高精度な穴あけが可能である。しかし加工原理上、砥石にモーメントが負荷す

るため、耐久性の高い砥石を用いる必要がある。

本研究では、高い耐久性を実現するため、遠心力混合粉末法という傾斜機能材料作製技術を用いて、砥粒を傾斜分散させた Al 基メタルボンド傾斜機能砥石を作製した。砥粒としてダイヤモンドおよび cBN(cubic Boron Nitride)の 2 種類の異なる砥粒を用いてそれぞれ砥石を作製した。

砥石に対して、組織観察、ボンディングテストによる接合強度試験、および CFRP 穴あけ加工を行い、砥粒の有用性について調査した。

【40】波状およびコイル状ステンレス鋼繊維の復元力を利用したスマート複合材料の開発

下林 大地<名古屋工業大学大学院> 指導教員:渡辺 義見

構造材料として鉄筋コンクリートやプレストレストコンクリートなどが用いられているが、これらは直線状の金属強化材とコンクリートを組み合わせた複合材料である。特に、プレストレストコンクリートでは金属強化材を引っ張った状態でコンクリートを固めることで、材料内部に圧縮の残留応力を導入し、材料強化を図っている。過去研究では、形状記憶合金の形状記憶効果による圧縮の残留応力の導入によってプラスタを母材とする複合材料の高強度化が報告されている。しかし、形状記憶合金は高価で熱処理のコストが掛かってしまう。そこで、本研究では、一般的なステンレス鋼である SUS304 繊維を強化材としプラスタを母材とする複合材料を作製した。さらに、強化材形状は直線状のみならず波状およびコイル状とした。強化材形状を非直線状化することで、強化材の引張りを除荷する際に発生する復元力を利用し、材料内部に圧縮の残留応力を導入した。これらの効果による材料の強高度化を目的とし、材料強度の評価を行った。

【41】純Cuへの摩擦摩耗にて形成する摩耗変質層に及ぼす垂直荷重の影響

岡本 晃一<名古屋工業大学大学院> 指導教員:佐藤 尚

金属材料に摩擦摩耗を施すと、摩耗表面に母材組織と異なるナノ結晶粒で構成された摩耗変質層が形成する。摩耗変質層は、摩耗表面で生じる巨大なせん断変形によって形成する。さらに、摩耗変質層とその直下の組織には明瞭な界面が存在している。この界面は、摩耗表面での摩擦熱による再結晶によって形成することが報告されている。そのため、もし摩耗試験時の垂直荷重を変化させれば、発生する摩擦熱の大きさも変わるため、摩耗変質層の形成挙動も変化すると考えられる。そこで本研究では、摩耗試験における垂直荷重が摩耗変質層の形成に及ぼす影響を調査した。現象のモデル化が容易な純 Cu を用いた。摩耗変質層およびその近傍の断面微細組織に対し、電子線後方散乱回折法(EBSD)にて結晶方位解析を行った。この結果とトライボロジーにおける摩擦面温度の理論式の算出結果を比較することで、摩耗変質層形成に及ぼす摩擦熱の影響を検討した。

【42】反応性プラズマ・ガス凝縮法による Nd-Fe-N ナノ粒子の作製と磁気特性

河端 佑太<名古屋工業大学大学院> 指導教員:日原 岳彦

最近、優れた磁気特性を示す可能性がある新規化合物 NdFe_{12}N が注目されている。現在、最大エネルギー積が大きい希土類磁石、特にネオジム磁石が工業製品に利用されているが、磁気特性の改善に向けて2つの課題を解決する必要がある。即ち、①高温使用時における磁石性能の大きな劣化、②レアアースの削減である。高い磁石性能を保持しながら、上記①、②を改善した新規永久磁石の開発が求められている中で、新規化合物 NdFe_{12}N が第一原理計算から新規永

久磁石として有望視されている。本研究では NdFe_{12}N ナノ粒子を実際に作製し、評価することを目標とする。 NdFe_{12}N は不安定な構造をもち、作製には特殊なプロセスを要する。そのため反応性プラズマ・ガス凝縮法により様々な条件で試料を作製し、磁気特性および構造について評価を行った。現段階では試料の酸化が激しいため、酸化抑制、窒素導入方法について報告する予定である。

【43】新規擬ギャップ系熱電変換材料 TiNiSi 化合物の作製と熱電特性評価

水谷 史仁<名古屋工業大学大学院> 指導教員:宮崎 秀俊

【緒言】熱電変換材料の多くは、希少元素や毒性元素を含むため、その代替材料の探索が活発に行われている。フェルミ準位近傍に擬ギャップ的な電子構造を形成する物質では、同一材料系で p 型および n 型の熱電特性の制御が可能であるとともに、高い熱電特性が期待できるため、新たな熱電変換材料の探索指針の一つと考えられている。 TiNiSi 化合物は、フェルミ準位に鋭い擬ギャップ構造を持つことが理論的に予測されていることから^[1]、次世代熱電変換材料の候補物質として期待される。そこで、本研究では TiNiSi 化合物の単相試料の作製条件確立、 $\text{Ti}_{1-x}\text{M}_x\text{NiSi}$ ($M = \text{Sc}, \text{V}$)の作製による熱電特性の pn 制御を試みた。

【実験方法】アーク溶解した $\text{Ti}_{1-x}\text{M}_x\text{NiSi}$ ($M = \text{Sc}, \text{V}$; $x = 0, 0.03, 0.05, 0.08$)のインゴットを粒径 $45 \mu\text{m}$ 以下に粉碎し、パルス通電焼結により焼結体を作製した。粉末 X 線回折測定による結晶構造解析、電気抵抗率、ゼーベック係数、熱伝導率を $300 \sim 1050 \text{ K}$ の温度範囲で測定した。

【結果】作製した全試料において粉末 X 線回折測定からは不純物、析出物ピークは観測されず、単相試料の合成に成功したことを確認した。また、 $\text{Ti}_{1-x}\text{M}_x\text{NiSi}$ ($M = \text{Sc}, \text{V}$)ではゼーベック係数 S が Sc 置換量に伴い正の値に増大、V 置換量に伴い負の値に減少した。この結果より、 TiNiSi 化合物において pn 制御が可能であることが明らかになった。[1] Gregory A *et al.*, *Inorg. Chem.*, **37**, 5754-5763 (1998)。

【44】メカニカルグライディングで作製したホイスラー型 $\text{Fe}_2\text{VAl}_{1-x}\text{Ta}_x$ 化合物の熱電変換特性

山田 浩兵<名古屋工業大学大学院> 指導教員:宮崎 秀俊 井手 直樹 西野 洋一

【緒言】 Fe_2VAl 系熱電材料は、組成比の変化や第 4 元素置換によって熱電特性が大幅に向上する。特に Al を Ta で重元素置換することで、ゼーベック係数の絶対値の増加とともに、熱伝導率が大幅に低減し、無次元性能指数 ZT の向上が報告されている^[1]。しかしながら、既存の熱電変換材料よりも未だに熱伝導率が高いことが課題となっている。そこで、熱伝導率を更に低減さ

せるために、メカニカルグライディングにより結晶粒を微細化させた $\text{Fe}_2\text{VAl}_{1-x}\text{Ta}_x$ を作製し、その熱電特性を調査した。

【実験方法】 $\text{Fe}_2\text{VAl}_{1-x}\text{Ta}_x$ ($x = 0.08$) のインゴットをアーク溶解にて作製し、 $100\ \mu\text{m}$ に粉砕した。その後ボールミルを用いて微細粉末を作製し、焼結により固形試料を得た。X 線回折測定により結晶構造解析を行った。熱電特性は、電気抵抗率およびゼーベック係数は ZEM-3 を用いて、熱伝導率はレーザーフラッシュ法を用いて $300 \sim 800\ \text{K}$ の温度範囲で測定した。

【実験結果】今回作製した試料では、アーク溶解試料では見られない回折ピークを複数確認した。これらの回折ピークは、ボールミルによる微細粉末の組成変化、不純物の混入と考えられる。その結果、ゼーベック係数はアーク溶解試料に比べ絶対値は減少した。一方、熱伝導率は結晶粒微細化により、アーク溶解試料に比べ 20% 程度低下させることに成功した。今後は、更なる組成制御により、熱電特性の向上が期待できる。

[1] K. Renard *et al.*, J. Appl. Phys. 115, 033707 (2014)。

【45】空孔サイトに元素ドーピングを行ったハーフホイスラー型 ZrNiSn 化合物の熱電特性と精密構造解析 伊倉 隆介<名古屋工業大学大学院> 指導教員: 西野 洋一、井手 直樹、宮崎 秀俊

【緒言】ハーフホイスラー型 ZrNiSn は高温領域において優れた熱電特性を示す化合物である。 ZrNiSn はバンド計算によるとフェルミ準位に狭いギャップを形成していると考えられているものの、光電子分光測定から擬ギャップ的な電子状態が形成されている可能性が示唆されている。これは Ni 原子が空孔を占有しているためであると考えられる。そこで、空孔サイトにおける元素占有が熱電特性および局所結晶構造に及ぼす影響について理解するために、 ZrNiM_xSn ($M = \text{Co}, \text{Ni}, \text{Cu}$) 化合物について熱電特性を明らかにするとともに高分解能放射光粉末 X 線回折 (SR-XRD) 測定による精密構造解析を行った。

【実験方法】 ZrNiSn 化合物はアーク溶解したインゴットを粉砕し、焼結体にするこで得た。熱電特性はゼーベック係数、電気抵抗率、熱伝導率を調べた。SR-XRD 測定は SPring-8 BL02B2 で行った。

【結果】SR-XRD 測定により得られた ZrNiM_xSn ($M = \text{Co}, \text{Ni}, \text{Cu}$) の (220) 回折ピークは 2 成分で構成されており、各成分のピーク位置の組成依存性からドーピングされた Co 原子は Ni サイトを置換し、押し出された Ni 原子が空孔サイトを占有、Ni 原子は空孔サイトを占有、Cu 原子は直接空孔サイトを占有するサイト選択制を取ると考えられる。この結果は、Akai_KKR による理論計算から予想されるサイト選択制の結果と一致した。講演では、これらのサイト選択制が及ぼす熱電特性への影響も議論する。

【46】Ni-V 複合ナノ粒子の作製と PEFC 触媒性能評価

吉田 和矢<名古屋工業大学大学院> 指導教員: 日原 岳彦

現在、燃料電池の電極触媒に Pt が使用されているが、Pt は高価で希少というデメリットがあり、燃料電池の価格を下げるためには安価な材料を用いた Pt の代替触媒の開発が必要である。本研究では、Ni-V 複合材料に着目し、これを気相合成法によりナノ粒子にすることで触媒に特化した

材料開発を行い、Ni-V複合ナノ粒子の構造や組成と燃料電池の触媒性能の関係について考察することを目的とした。試料作製には2源プラズマ・ガス凝縮堆積装置を使用した。対向配置したNiとVターゲットに加える電圧を個別に調整することにより、様々な組成のNi-V複合ナノ粒子の試料を作製し、構造解析と燃料電池触媒性能について評価を行った。本発表では、作製したNi-V複合ナノ粒子をアノード電極触媒に適用した固体高分子形燃料電池(PEFC)の出力特性を測定し、ナノ粒子の組成や構造と触媒活性の関係について報告する。

【47】ガス窒化処理と機械的表面処理を施した生体用 Ti-6Al-7Nb 合金における力学的特性の変化
水谷 晃大<名城大学大学院> 指導教員:赤堀 俊和

【緒言】現在まで、構造用Ti合金として幅広く応用されているTi-6Al-4V合金(Ti64)が生体用として転用されている。しかし、Ti64の含有元素であるVイオンが溶出した場合、生体為害性が危惧されている。そのため、同合金の代替材料としてVを同原子量のNbで置換したTi-6Al-7Nb合金(Ti67)が研究開発された。そこで本研究では、Ti67に対して、表面改質処理であるガス窒化処理(GN)およびGlass beadsを用いた微粒子衝突処理(FPB)を組み合わせた複合処理を提案し、同処理後の力学的特性の変化を調査・検討した。

【結果・考察】GNとFPBとの複合処理により、窒化層を残存させつつ、母相に圧縮残留応力の付与が可能であった。未処理材と複合処理材を比較すると疲労強度が 550 MPa 程度上昇した。この結果、本複合処理では、試料表面に窒化層を残存させつつ、未処理材と同程度の疲労強度維持が可能であった。この場合、FPB により、多孔質層な窒化層をある程度除去することで、き裂発生サイトとなる応力集中部を低減させ、母相への圧縮残留応力の効果的な付与が期待できると言える。

【48】固溶化処理を施した歯科用 Ag-Pd-Cu-Au 系合金のミクロ組織および高力学的特性
水野 翼<名城大学大学院> 指導教員:赤堀 俊和

【緒言】歯科用Ag-Pd-Cu-Au系合金は、我が国において最も使用されている貴金属合金の1つである。近年、同系合金にて比較的高温での固溶化処理により完全時効の硬さに匹敵する高強度を示すことが報告されている。しかし、同系合金における固溶化処理温度を変化させた場合のミクロ組織と力学的特性の変化について系統的に調査されていないのが現状である。本研究では、種々の温度で固溶化処理を施したCu/Ag比の異なる2種類の同系合金のミクロ組織および力学的特性の関係を調査・検討した。

【結果・考察】G12(Cu/Ag: 0.367)およびS12(Cu/Ag: 0.287)とも固溶化処理温度の上昇に伴いビッカース硬さが上昇し、1173 Kでは固溶化時効処理とほぼ同等の硬さを示した。G12において、固溶化処理温度 1173 Kで疲労限は最も低い値(450MPa)を示した。これは粗大成長した α_2 相に加え、同相中での規則化領域および α_1 相が析出した粒界近傍領域の間に強度差が顕在化したためと考えられる。そのため、著しい粗大化傾向を示さなかった固溶化処理温度 1123KにおけるG12にて良好な疲労強度を示した。

【49】複合微粒子衝突処理による生体用チタン合金への生体活性層付与と高力学的特性化

【緒言】近年、生体親和性が良好であり、皮質骨に類似した低弾性率を有する Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr 合金(TNTZ)が生体用チタン合金として開発されている。しかし、TNTZ においてもセラミックスなどの生体活性材料のような骨と直接的に結合しない。本研究では、TNTZ に骨の成分であるハイドロキシアパタイト(HAp)粒子を用いた微粒子衝突処理(FPB)し、生体活性を有する

HAp 層の付与を試みた。また、力学的特性のさらなる改善を目的として、ガラスビーズ(GB)を用いた FPB ならびに HAp 粒子および GB を組み合わせた複合 FPB(Duplex FPB)も同時に行った。

【結果・考察】HAp FPB、GB FPB および Duplex FPB を施した溶体化処理(ST)後の TNTZ(TNTZST)の全ての試料表面に HAp 層が付与され、硬さ HV は TNTZST のそれ(約 180 HV)と比べ試料表面近傍において 14~55%上昇した。また、Duplex FPB の疲労限は HAp FPB のみ施した TNTZST よりも向上し、350 MPa を示した。

【50】種々の条件下にて機械的表面改質処理を施した Ti-12Cr 合金熱処理材の高力学的特性化
丹羽 謙太郎<名城大学大学院> 指導教員:赤堀 俊和

【諸言】近年、脊柱固定器具用材料として高比強度の $\alpha+\beta$ 型 Ti 合金に注目が集まっているが、比較的低い弾性率を有するため、塑性変形後のスプリングバックによる操作性の悪化が危惧される。本研究では、この問題を改善するため準安定 β 型チタン合金である Ti-12Cr 合金(TC)を開発し、種々の熱処理および微粒子衝突処理(FPB)による力学的特性の変化について調査・検討を行った。

【結果・考察】溶体化処理(ST)状態の TC は、溶体化時効処理(STA)状態と比較して強度が著しく上昇したが、顕著な脆化傾向が確認された。そのため TC に対しては、ST 状態での応用の優位性が示唆された。また、ST 状態の TC の疲労限は既存の脊柱固定用器具材料である Ti64 の疲労限範囲内の低値側に位置していたが、FPB を施すことによる応力誘起相(ω 相)と圧縮残留応力の付与により同範囲の高値側に改善された。この場合、FPB の処理効果が低いとされる β 型 Ti 合金においても、上記 ω 相を利用することで機械的表面改質処理能の著しい向上が確認できたと考えられる。

【51】 $\alpha+\beta$ 型 Ti-6Al-7Nb 合金熱処理材における HAp 微粒子衝突処理を用いた生体活性層の付与
佐藤 雅史<名城大学大学院> 指導教員:赤堀 俊和

【緒言】Ti 合金の中でも Ti-6Al-4V ELI 合金は代表的な生体用金属材料と言える。しかし、構成元素である V がイオン化して体内に溶出した場合、為害性を示すことが危惧され、そのため、毒性の指摘のない Nb で同原子濃度置換した Ti-6Al-7Nb(Ti67)合金がヨーロッパを中心に開発された。そこで、本研究では、Ti67 のミクロ組織と機械的強度の関係を調査し、Ti67 に対して、生体活性材料であるハイドロキシアパタイト(HAp)を用いた微粒子衝突処理(FPB)を行うことにより、生

体活性層の付与を試みた。

【結果・考察】各投射時間における FPB 処理後の試料表面近傍のマイクロ組織において、HA_p 層の形成が確認できた。この場合、FPB 投射時間の増加とともに同層の厚さが増加し、最大で約 5.0 μm を示した。HA_p 層の形成過程では、FPB 処理の初期において、HA_p 粒子の堆積による膜厚の増加が生じ、その後、ある膜厚に達するとエロージョンが支配的となり、膜厚が逆に減少した。

【52】HCP 相で構成された Ti-Nb 合金の制振特性に及ぼす温度・周波数の影響

平山 貴紀<鈴鹿工業高等専門学校> 指導教員: 万谷 義和

チタンに β 安定化元素を加えると、その添加量の増加に伴い、室温では HCP 構造の α 相のみの α 型合金から、α 相と β 相の混在する α+β 合金へと変化する。α+β 型合金でも、溶体化焼入れにより α' マルテンサイトの単相組織が形成される。α' マルテンサイトが形成されることにより、低ヤング率化や制振性の向上などの特徴的な材料特性をもたらすため、その特性を明らかにする必要がある。そこで本研究では、Ti-(5、10、15)mass%Nb 合金の溶体化焼入れ材を用いて、温度・周波数をパラメータとして制振特性を測定し、組織状態の変化について検討することを目的とした。

各試験片は石英管内に真空封入し、1h 加熱保持後に氷水中で石英管を破砕することによって溶体化焼入れを行った。Ti-5Nb 合金は α 相組織、Ti-10Nb 合金は α'(過飽和 α)組織、Ti-15Nb 合金は α'(膨張 α)組織となっていた。試験片サイズは 100mm×15mm×1mm の短冊状とし、恒温槽内で温度を変化させ、片持ち梁法で周波数応答関数を得て、内部摩擦とヤング率を算出した。恒温槽の温度範囲は、263~373K、加振周波数は、25~5kHz とした。その結果をもとに、HCP 相で構成された Ti-Nb 合金の制振特性に及ぼす温度と周波数の影響、組織状態の変化について検討を行った。

【53】チタン材料のガス窒化条件に伴う表面硬化層の変化

湯浅 友暉<鈴鹿工業高等専門学校> 指導教員: 万谷 義和

チタン合金では溶体化焼入れによりマルテンサイトが形成されると、高い制振性が得られることが報告されている。しかしながら硬さの低下を伴い、摩擦部の耐摩耗性が損なわれるため、窒化処理により表面硬化層を形成させることが望まれる。表面硬化層が得られても、マルテンサイトが分解されると制振性が低下するため、制振性と硬さを両立させるプロセスを確立する必要がある。そこで本研究では、まず純チタンを用いて、ガス窒化処理の手法と温度・時間条件を模索して表面硬化層の状態を調べ、Ti-15Nb 合金にも適用することを目的とした。

純チタンに対して、400℃および 600℃で、1~6 時間の間で加熱保持した。加熱雰囲気としては、0.5MPa の窒素雰囲気(窒化法と呼称)と、鉄粉および炭素混合粉末の上に試験片を配置した 0.5MPa の窒素雰囲気(炭窒化法と呼称)を試した。窒化後の試験片については、試料表面の硬さを(負荷荷重 0.98N)で測定するとともに、断面深さ方向(負荷荷重 0.49N、測定間隔 60μm)

のビッカース硬さ分布を調べた。これらの結果を基に条件を絞り、Ti-15Nb 合金についても同様な測定を行って、表面硬化層の形成状態について検討した。

【54】制振チタン合金の焼入れ組織形成に及ぼすサイズの影響

渡辺 康暉(鈴鹿工業高等専門学校) 指導教員: 万谷 義和

チタン合金では、溶体化焼入れにより α' マルテンサイトや α'' マルテンサイトが形成される。これまでの研究により、Ti-Nb 合金における焼入れ α'' マルテンサイト組織とその塑性加工による

組織制御を積極的に活用することによって、制振性が向上することが報告されている。これらは 3mm 程度までの板材における成果であり、さらに大きなサイズになった場合でも同様な制振性を示すかについての検証をしておく必要がある。そこで本研究では、円柱状試験片の溶体化焼入れによるマルテンサイト組織の形成状態について検討することを目的とした。

実験には Ti-(15、18、20)mass%Nb 合金の $\phi 15\text{mm}\times h13\text{mm}$ の試験片、比較材として $\phi 18\text{mm}\times h15\text{mm}$ の Ti-6Al-4V 合金の試験片を用いた。各試験片は焼入れ前にマイクロビッカース硬さ試験機で断面組織のビッカース硬さを一定間隔ごとに測定し、硬さ分布を調べた。それらの試料についてアルゴン雰囲気中で焼入れをし、その際データロガーにより表面側と内部側の冷却速度の違いを測定した。焼入れ後、再び各試料の断面組織のビッカース硬さを計測し、硬さ分布を調べた。冷却速度および硬さ分布の結果から、表層から内部までのマルテンサイト組織の形成状態について検討を行った。

【55】溶射皮膜処理材の塩水浸漬試験による耐食性評価

森 陽一郎(鈴鹿工業高等専門学校) 指導教員: 万谷 義和

溶射法による表面処理は溶射材料や母材の状態を選ばず耐摩耗性などの改善を実現し、精密かつ短時間で行える肉盛修復によって部品寿命の大幅な延長が可能になっている。しかし、溶射処理に伴う熱影響や溶射粒子の密着性などから溶射皮膜処理材の耐食性が産業機械部品として満足されるものであるかは改善の余地がある。溶射皮膜と母材及び溶射法の適切な選択によって耐食性、及び膜接着強度、硬さの観点から適切な材料設計を実現することが本研究の目的である。

耐食性評価試験は $\phi 20$ のステンレス鋼及び S45C 丸棒に膜厚 0.5mm~0.15mm の各種溶射皮膜処理を施し、これを 25mm 及び 100mm に切断し、切断面に防食処理を施した試料を 5%塩水に浸漬してバブリングを行った。浸漬溶液の酸化物による変色状況などを考慮しながら、定期的に試料表面の酸化物の付着状況を観察し、溶射皮膜の腐食の進行度合を評価した。また、100mm の試料に関しては浸漬試験中に 1~2 回に渡って任意の断面の顕微鏡観察を行い、膜表面と母材との接着面近傍の状態を比較して観察した。これらの腐食性要素に対する影響の度合いを耐食性の優劣として評価し、さらに膜接着強度及び硬さを含めた各パラメータにおいて材料の位置づけを行った。

【56】 β 型 Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn 合金のプレス加工による硬さ分布の変化

チタン合金は軽く、硬く、錆びにくいという特性をもつ。特に β 型チタン合金は低ヤング率、超弾性特性などの優れた特性も報告されている。このチタン合金を多用途で活用していくには、チタン合金の塑性加工性の向上が不可欠となる。そこで、チタン合金による引張試験を行ったときにみられる、 β 型チタン合金の応力-ひずみ曲線の応力突起に注目した。この現象には、 β 型チタン合金の加工誘起オメガ変態が関連していると考えられる。そこで本研究では、局所的な変形部が形成されるせん断加工と幅広い変形領域が形成される絞り加工を行い、硬さ分布を調べることによ

って、 β 型チタン合金の加工誘起変態と塑性加工性の関係を検討することを目的とした。

Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn 合金の試験片を石英管内に真空封入し、750°C で 60 分加熱保持後に氷水中で石英管を破碎することによって焼入れを行った。比較材として、CP-Ti も用いた。それらの試験片を研磨した後、絞り加工を行い、断面を切り出して硬さ試験を行った。また、せん断加工した試料で同じく硬さ試験を行い、2 つのデータを比較することによって塑性加工性の向上へのアプローチを検討した。

【57】 β 型 Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn 合金の引張変形特性と絞り加工性の相関関係

森寺 晃平<鈴鹿工業高等専門学校> 指導教員: 万谷 義和

体心立方構造を有する β 型チタン合金は、その加工性と特徴的な応力-ひずみ曲線の観点から、塑性加工性と引張延性の評価に差異がある。これには、 β 型チタン合金の加工誘起 ω 相に起因する局所変形性が関係していると考えている。この加工誘起 ω 相が材料特性に与える影響は明らかになっていないが、変形を促進させるように働くとという塑性変形メカニズムが生じており、塑性加工性、プレス加工性に大きく影響を及ぼしている予測している。そこで、本研究では汎用 β 型チタン合金である Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn 合金について、特徴的な応力-ひずみ曲線と、絞り加工性の相関関係を調べ、加工誘起 ω 相に起因する局所変形の特異性を理解し、変形メカニズムを検討することを目的とした。実験手順は以下の通りである。 β 型 Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn 合金について、引張試験、負荷—除荷を繰り返すサイクル試験、応力負荷状態で 1 時間保持した後に除荷し、その前後での X 線回折測定を行うホールド試験、多段深絞り試験を行い、これらの結果から、引張変形特性とプレス加工性の相関関係、局所変形性と加工誘起 ω 相との関係を調査し、加工誘起 ω 相が β 型 Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn 合金に与える影響を考察した。

【58】尿路系をシミュレートした閉路 LBR の作製と金属材料表面へのバイオフィーム形成

金崎 舜<鈴鹿工業高等専門学校> 指導教員: 兼松 秀行

生体関連で用いられる材料は、バイオフィームが形成されることによる感染症の問題を避けて通ることができない。たとえば、一例を挙げると尿路や腎臓の結石は、バイオフィームの形成と成長が関わっている典型的な例である。バイオフィームが形成されると、その中に細菌だけでなく、様々な無機成分、有機成分がとりこまれて、バイオフィームあるいは汚れとして成長する

(encrustation)。それは抗生物質が効きにくい、あるいは内部に挿入するステントが他の感染症を引き起こすなどの問題が指摘されている。本研究では、尿路系に挿入される金属材料のステントを念頭に置いて、バイオフィルムの形成を実験室において検証する装置を構成し、ニッケル系材料についてバイオフィルム形成挙動を調べた。結果はニッケル、キュプロニッケルのどちらにもバイオフィルムが形成されたと考えられる。また、ニッケルはキュプロニッケルに比べバイオフィルムの形成が顕著であった。

【59】尿路系における感染症をシミュレートした LBR の作製と実験

百済 彦成<鈴鹿工業高等専門学校> 指導教員: 兼松 秀行

バイオフィルムが形成されると大きく2つの問題が考えられ、1つにバイオフィルムは形成されると大きくなろうとまわりの細胞をとりこむ、そして大きくなり尿管のつまりの原因となる。感染症が繰り返し引き起こされる原因となる。つまりバイオフィルムの中に潜む細菌は人間の体内にある抗生物質から守られて存在でき、浮遊細菌となり感染症を引き起こす。そのため体内に挿入され留置しておく医療器具はバイオフィルムが形成されにくいものが望ましい。

本研究では、実験室的規模で大腸菌によるバイオフィルムの評価を可能にする方法の開発を目的とする。

結果として LBR を 48 時間循環させることによって高分子表面にバイオフィルムの形成が見られた。バイオフィルムは形成されたがその大きさはそれほど小さくなく 48 時間の循環では詰まりの原因となる結果は得られなかった。

【60】新規逆ペロブスカイト窒化物の高圧合成

山田 祥吾<名古屋大学大学院> 指導教員: 長谷川 正

γ - Fe_4N は、保磁力が5.8 Oeと非常に小さく、218 emu/gと大きな飽和磁化をもつ化合物であり、高密度記録材料への候補として注目を集めている。 γ - Fe_4N はペロブスカイト構造の頂点と面心の位置にFeを、体心の位置にNを有する構造をもつ。近年、この γ - Fe_4N の頂点位置をGaに置換することにより、保磁力の減少が報告された。そして、その頂点位置を全てGaに置換した逆ペロブスカイト窒化物 Fe_3GaN の合成が報告され、さらなる高密度磁気記録材料への応用が期待される。しかし、 γ - Fe_4N と同じ構造、特性を有する Co_4N の頂点をGaに置換した逆ペロブスカイト窒化物 Co_3GaN の合成報告はいまだない。そこで本研究では、高圧高温処理によって Co_3GaN を合成し、その物性を調査した。

【61】スピネル型 MgCo_2O_4 の高圧安定性

申 善雅<名古屋大学大学院> 指導教員: 長谷川 正

スピネル相の酸化物は高温高圧の条件で相転移する場合があります、この相をポストスピネルと呼

ぶ。ポストスピネル型構造の酸化物 AB_2O_4 は稜と隅を共有する BO_6 八面体の 1 次元の二重チェーンで構成されている。ポストスピネル型構造はトンネル構造を持つため、1 次元的な構造異方性を持ち、これを反映した特異な電子物性が期待される。

また、スピネル型の $MgCo_2O_4$ は高い電気伝導性を示すため、リチウムイオンバッテリーの負極材料として研究されている。スピネル型の $MgCo_2O_4$ がトンネル構造を持つポストスピネル構造へ相転移すると、より高い電気伝導性が期待されるため、二次電池の電極材料として利用できる可能性もある。スピネル型 MgM_2O_4 ($M=Cr, Mn, Fe$) においては、すでに高圧下でポストスピネル型への相転移の報告があり、 $MgCr_2O_4$ は $CaTi_2O_4$ 型へ、 $MgMn_2O_4$ は $CaTi_2O_4$ 型へ、 $MgFe_2O_4$ は $CaFe_2O_4$ 型へ相転移する。だが、スピネル型 $MgCo_2O_4$ においてはまだこのような

相転移の報告がない。そこで、我々はスピネル型の $MgCo_2O_4$ の単相を合成し、高温高圧安定性について研究した。

【62】新規 Nb 燐化物の超高圧合成と結晶構造

西堂園 啓太<名古屋大学大学院> 指導教員:長谷川 正

遷移金属リン化物は様々な組成比のものが存在し、触媒や熱電変換素子などの機能性材料として幅広い用途が期待されている。しかし、一般的にリンは蒸気圧が高く、高温では熱分解してしまうため、常圧下においてリンに富んだリン化物の合成は容易ではない。そこで、高い気密性が実現できる高圧実験技術がリン化物の合成に非常に有効であると考えられる。現在までに CrP_4 、 MoP_4 、 MnP_4 、 $\beta\text{-FeP}_4$ 、 Nb_2P_5 などリンに富んだリン化物の高圧合成が報告されている。しかし、過去のリン化物の高圧合成実験は 6 GPa 程度までの研究が多く、より高い圧力における合成実験の報告はほとんどない。

多くの遷移金属において、最もリンに富んだリン化として TMP_4 (TM は遷移金属) が存在する。一方、V 族では VP_4 に対してタンタルやニオブは TaP_2 や Nb_2P_5 が最もリンに富んだリン化物である。そこで本研究では、V 族の中でもニオブに着目し、レーザー加熱式ダイヤモンドアンビルセルを用いて、超高圧下 (~35 GPa) における新規ニオブリン化物の創製を目指した。

【63】 $CaFe_2O_4$ 型 $Na(Mn_{1-x}Fe_x)_2O_4$ の超高圧合成と結晶化学および充放電特性

廣瀬 瑛一<名古屋大学大学院> 指導教員:長谷川 正

近年、レアメタルであるリチウムの代わりとして、豊富な資源であるナトリウムを用いた二次電池の正極材料の開発・研究が盛んに行われている。その中で $NaMn_2O_4$ は 2006 年に初めて高圧力下で合成され、容量密度約 65 mAh/g を示し、充放電 200 サイクル後の容量維持率が 94 % と非常に高い値を示した[1, 2]。 $NaMn_2O_4$ は $CaFe_2O_4$ 型構造(空間群 $Pnam$)を持ち、c 軸方向に一次元トンネル構造を有する。 $NaMn_2O_4$ と同様に一次元トンネル構造を持つ NaM_2O_4 は $M=Ti, V, Cr, Mn, Ru, Rh$ などの場合に限られ、正極材料によく用いられる後期 3d 遷移金属である Fe, Co, Ni の報告はない。そこで本研究では、安価な遷移金属である Fe を用いた $NaFe_2O_4$ および固溶体 $Na(Mn_{1-x}Fe_x)_2O_4$ の合成と充放電特性の評価を行った。

【64】超高压超臨界窒素を用いた新規な前期遷移金属窒化物の合成

山本 拓朗(名古屋大学大学院) 指導教員:長谷川 正

遷移金属窒化物は耐食性、耐摩耗性、高硬度、超伝導性などの優れた特性を持つ。後期遷移金属元素において、数十 GPa、数千 K という条件下で MN_2 ($M = Ru, Rh, Pd, Os, Ir, Pt$) の合成が報告され、 IrN_2 に関してはダイヤモンドに匹敵する体積弾性率 $B_0 = 428$ GPa を持つことが報告された。また前期遷移金属においてもごく最近 TiN_2 が合成され、こちらも高い体積弾性率を示すことが明らかにされた。本研究では、超高压研究が少ない前期遷移金属の Cr、Mo に注目した。現在までに、それぞれ 10 GPa と、6 GPa までの合成実験が行われている。本研究では、50 GPa

以上において新規窒化物の合成実験を行い、結晶構造や相安定性などを明らかにすることを目指す。

【65】 $LnFeO_3$ - $MnTiO_3$ 系における中間化合物の高圧合成と磁気特性

志村 元(名古屋大学大学院) 指導教員:長谷川 正

近年、興味深い特性を示す A サイト秩序型ペロブスカイトが注目を浴びている。これはその名の通りペロブスカイト構造の A サイトを 2 種類のイオンが秩序的に占めている構造を有している。単純ペロブスカイト構造と比較すると、秩序型では選択できるイオンの種類が増加し、それによる多彩な磁気特性に期待することができる。本研究では秩序型のペロブスカイト酸化物として $LnFeO_3$ - $MnTiO_3$ の中間化合物に着目した。それぞれの酸化物を混合したものを出発試料とし、金カプセルに封入し、高圧高温処理 ($P=6$ GPa、 $T=1375$ K) を施した。回収試料の相同定及び構造パラメータ精密化には放射光粉末 X 線回折装置、磁化率の測定には SQUID 磁化測定装置を用いて行った。回収試料の放射光粉末 X 線回折パターンから、合成できた中間化合物ペロブスカイト ($LnMn$)($FeTi$) O_3 は組成、そして Ln^{3+} (3 価レアアースイオン) のイオン半径によってさまざまな A サイト秩序、無秩序型のペロブスカイト構造を有することがわかった。当日はその安定性、磁気特性についても議論する。

【66】超高压下における新規 14 族元素窒化物の合成と評価

小笠原 宏和(名古屋大学大学院) 指導教員:長谷川 正

14 元素窒化物である α -および β - Si_3N_4 は耐熱性、耐食性、高強度などの優れた特性をもち、ファインセラミックスとして自動車部品や切削工具などに用いられている。一方、1999 年に超高压下 (15 GPa) におけるシリコンと窒素の直接反応から、スピネル型 (γ -) Si_3N_4 の合成が報告された。 γ - Si_3N_4 は α -および β -型に比べ高い体積弾性率を示し、常圧下に回収可能であるということで注目を集めた。その後、 γ - Ge_3N_4 および γ - Sn_3N_4 の高圧合成も報告された。

スピネル構造をとる化合物は圧力によってさらなる相転移を起こすことが知られており、14 族窒化物でもより高い圧力におけるポストスピネル相の存在が期待される。

そこで、本研究では、レーザー加熱式ダイヤモンドアンビルセルを用い、約 65 GPa までの超高

圧高温実験から、ポストスピネル相を含めた新規な 14 族窒化物の合成とその評価をおこなった。

【67】高圧下フラックス法を用いた三元系化合物結晶の育成

野崎 達海<名古屋大学大学院> 指導教員:長谷川 正

金属リン化合物は脱硫や水分解における安価で優れた代替触媒として注目されている。また、充填スクッテルライト構造をとる物質群で見られる超伝導特性にも興味を持たれている。リンは蒸気圧が高いため、リン化合物の合成には気密性の高い超高压実験手法が有効であると考えられる。一方、単純な 1 種類の遷移金属とリンの二元系燐化物だけではなく、他の機能性元素を含んだ多成分系リン化合物の創製は、新たな機能性材料の開発に繋がると期待される。しかしながら、三

元系リン化合物をはじめとした多元系リン化合物の合成報告例は一部の物質群に集中しており、その物性も不明な点が多い。

そこで本研究では、リンに富む化合物の合成に有効である高圧実験手法を用いて、3d 遷移金属を含む三元系燐化物の合成と物性測定を目指した。特にフラックスを用いた良質な多成分系リン化合物の単結晶育成を目的とした。

【68】V-10Fe 合金膜によるアンモニア分解模擬ガスからの水素分離能に及ぼす表面触媒及び供給ガス流速の影響

池畠 博人<鈴鹿工業高等専門学校> 指導教員:南部 智憲

【目的】水素エネルギー社会の構築に向け、アンモニアを水素キャリアとして活用することが検討されている。本研究では、V-10Fe合金膜を用いてアンモニア分解ガスを模擬した混合ガスからの水素分離試験を行い、V-10Fe合金膜の水素分離能に及ぼす表面触媒層の形態ならびに供給する燃料ガス流速の影響を調査した。

【方法】直径12mm、厚さ50 μ m のV-10mol%Fe合金薄膜の両面に200nmのPd触媒をコーティングした膜試料を準備し、試験温度473~673K、一次側0.15~0.25MPa、二次側0.1MPaの条件下で水素分離試験した。その際、供給ガス中のガス成分をH₂:N₂=3:1とし、さらにアンモニアを1%程度混合させ、供給速度を10~400cc/minの範囲で変化させた。

【結果】Pd 触媒層のコーティング方法により、V-10Fe 合金膜の水素分離能が変化し、RF スパッタ法で成膜された Pd 触媒層が極めて緻密であり、耐久能を有することが明らかとなった。また、ガス供給速度に依存して水素分離速度が変化し、濃度分極によって水素分離能が低下する条件を明らかにした。

【69】CaMgSi 金属間化合物の熱電特性に及ぼす第四元素添加の影響

山田 祐樹<豊橋技術科学大学> 指導教員:戸高 義一

CaMgSi 金属間化合物は、軽量・無毒・安価な元素で構成される p 型特性を示す熱電材料である。CaMgSi に第四元素として Al を添加することで、特性が p 型 ($\alpha > 0$) から n 型 ($\alpha < 0$) に変化する。本研究では、添加した Al の置換サイトを調査するため、Ca_{32.8}Mg_{33.3}Si_{33.3}Al_{0.5}、Ca_{33.3}Mg_{32.8}Si_{33.3}Al_{0.5}、Ca_{33.3}Mg_{33.3}Si_{32.8}Al_{0.5}の3種類の試料を作製した。試料はメカニカルボールミ

リング (150 rpm, 20 h) によりそれぞれの粉末を混合・微細化し、パルス電流焼結法を用いて粉末を焼結することでバルク試料の作製を行い、熱電特性(電気抵抗 ρ , ゼーベック係数 α , パワーファクター P) を評価した。

$\text{Ca}_{33.3}\text{Mg}_{33.3}\text{Si}_{33.3}$ (CaMgSi) ($\alpha: 174.49 \mu\text{VK}^{-1}$, 881K) は p 型特性を示した。また、 $\text{Ca}_{32.8}\text{Mg}_{33.3}\text{Si}_{33.3}\text{Al}_{0.5}$ ($\alpha: 39.749 \mu\text{VK}^{-1}$, 1076K) と $\text{Ca}_{33.3}\text{Mg}_{32.8}\text{Si}_{33.3}\text{Al}_{0.5}$ ($\alpha: 145.91 \mu\text{VK}^{-1}$, 961K) も p 型特性を示した。一方、 $\text{Ca}_{33.3}\text{Mg}_{33.3}\text{Si}_{32.8}\text{Al}_{0.5}$ ($\alpha: -76.852 \mu\text{VK}^{-1}$, 896K) は n 型特性を示した。以上より、Al は Si サイトに置換しやすいと考察される。また、n 型特性の最も高い P は、 $\text{Ca}_{33.3}\text{Mg}_{33.3}\text{Si}_{32.8}\text{Al}_{0.5}$ ($P: 0.130 \text{ mW/mK}^2$) である。

【70】圧下ねじり加工により作製したバルク ω -Ti の結晶配向に及ぼす O の影響

金澤 優徳<豊橋技術科学大学> 指導教員:戸高 義一

純 Ti は 2 GPa 以上の圧力を負荷することで α 相(hcp)から ω 相(simple hexagonal)へ圧力誘起相変態する。本研究室では純 Ti に High-Pressure Torsion (HPT) 加工を施すことで、バルク ω -Ti を作製することに成功した。これまでの研究において、 ω 相の力学特性で異方性が存在すること、そして添加元素である O の増加に伴って、その力学特性の異方性が小さくなること明らかになった。そこで本研究では、XRD を多方向に入射して結晶配向を調査することで、O 量に増加に伴って力学特性の異方性が小さくなるメカニズムの解明を目的とした。HPT 加工(圧縮応力 $P: 5 \text{ GPa}$ 、回転回数 $N: 10$)を施した O 量が異なる純 Ti(低 O 材:Ti-0.050O、高 O 材:Ti-0.280O) を供試材とした。XRD の入射方向は引張試験の引張方向に垂直に存在する面、すなわち試料の厚さ方向・HPT 加工における回転方向に対して平行(Hoop)、垂直(Radial)な方向を測定した。

Hoop 方向では $\omega\{0001\}$ の底面が確認され、Radial 方向では $\omega\{3030\}/\omega\{2021\}$ などの柱面/錐面のピークが確認された。また O 量の増加に伴って、ピーク強度の減少も確認された。力学特性で異方性が確認されたのは Radial 方向なので、引張方向に垂直に存在する $\omega\{2021\}$ 、柱面を独立して評価できる $\omega\{3030\}$ からピーク面積比 $R_{\omega\{3030\}/\omega\{2021\}}$ を算出し、結晶配向の変化を調査した。O 量の増加に伴ってピーク面積比 $R_{\omega\{3030\}/\omega\{2021\}}$ が増加した。以上より、柱面の配向が強くなることで引張方向と主すべり系 $\omega\{1120\}\langle 0001 \rangle$ の面間角度が減少し、すべり系が活動しにくくなったと考えられる。

【71】ナノ組織化した純 Fe の潤滑油下における高摩擦係数化の解明

殿塚 一希<豊橋技術科学大学> 指導教員:殿塚 一希

歯車を始めとする駆動部品の伝達効率向上を目的として、摺動面における高摩擦係数化(高 μ 化)が求められている。従来、産業界ではコーティングなどの表面処理を行うことで高 μ 化を達成してきた。一方、本研究室では材料側の特性変化に着目し、ナノ組織化により高密度の格子欠陥を導入することで、潤滑油との相互作用に優位な影響を及ぼすことを明らかにした。ナノ組織化には、強ひずみ加工である HPT(High-Pressure Torsion)加工を用い、純 Fe の潤滑油中に

おける摩擦摩耗試験を行った。潤滑油には試料表面に化学反応膜を形成し高 μ 化を示す、リン酸トリクレジル配合 Poly- α -Olefin 油を用いた。その結果、HPT 材は無加工材と比較し高 μ 化を示すことが明らかになった。そこで本研究では、HPT 材が高 μ 化を示した要因を明らかにするため表面の化学反応膜に注目し、摩擦摩耗試験後の試料に対して SEM-BSE 観察を行い、ナノ組織が化学反応膜の形成に及ぼす影響について調査した。

試料の結晶粒径は、無加工材が $430\ \mu\text{m}$ であるのに対し、HPT 加工によって 320nm となった。SEM-BSE により両試料における摩擦摺動面を観察した結果、表面に反応物が観察された。そこで、STEM-EDS により摺動断面の元素分析をした結果、Fe、O に加えて P のピークを確認し、リン酸系の化学反応膜が形成されていることが明らかとなった。HPT 材と無加工材の比較において、観察された化学反応膜の形態には差異が認められた。

【72】巨大ひずみ加工した Zr 系バルク金属ガラスにおける塑性変形とその活性化体積の関係

佐藤 建<豊橋技術科学大学> 指導教員:戸高 義一

金属ガラス (BMG) は単一方向にせん断帯を形成し、塑性伸びを示さずに破断する。これまで BMG に High-Pressure Torsion (HPT) 加工を施すことで引張塑性伸びが発現し、加工後の熱処理によって塑性伸びが消失することが明らかとなった。また、HPT 加工材の引張特性に HPT 加工前には見られないひずみ速度依存性が認められた。これらより、HPT 加工によって構造が変化するとともに、塑性変形機構に変化を生じていることが考えられる。近年、ナノインデントレーション試験中に観察される、塑性変形開始点のせん断応力 τ_{plast} を統計的に解析することで塑性変形の活性化体積 ν^* が推定されている。そこで、本研究ではナノインデントレーション試験を用いて HPT 加工した BMG の τ_{plast} を統計的に解析することで ν^* の推定を行い、BMG の塑性変形に寄与する要因を調査する。

荷重 - 変位曲線に Hertz の接触理論式による近似をすることで τ_{plast} の累積確率分布が得られた。これより、HPT 加工を施すことで τ_{plast} は低下し、分布も偏狭となることが分かった。その後、熱処理したことで As-relaxed 材に近い値を示した。更に、この分布の傾きより求まる ν^* は As-relaxed 材において $23.0\ \text{\AA}^3$ 、As-HPT 材では $86.0\ \text{\AA}^3$ と増加し、熱処理材では $26.3\ \text{\AA}^3$ と減少した。また、これらの値は As-HPT 材の引張試験で得られた大きさと一致した。延性を示す組成の BMG 程大きな ν^* を持つことが報告されている。以上より、HPT 加工による構造変化に伴う ν^* の増大が、BMG の引張塑性伸びの発現に繋がったと考えられる。

【73】巨大ひずみ加工したオーステナイト系ステンレス鋼 316LN の時効硬化に及ぼす Mn の影響

山下 皓太<豊橋技術科学大学大学院> 指導教員:戸高 義一

近年、巨大ひずみ加工による組織微細化に伴う鉄鋼材料の高強度化・高延性化の研究が行われている。塑性変形に伴う組織微細化は、積層欠陥エネルギー (SFE) を下げることで助長される双晶変形により促進されることが知られている。Mn はオーステナイト安定化元素であり、SFE を低下させることが報告されている。本研究では、Mn 量を制御した SUS316LN に、巨大ひずみ加工法の一つである High-Pressure Torsion (HPT) 加工と時効熱処理を行い変形誘起組織および力学特性に及ぼす Mn (SFE の変化) の影響を調査した。

HPT加工材は Henchy 相当ひずみ量 6 以下の領域において、High Mn (5.96%Mn) 鋼は Low Mn (0.02 %Mn) 鋼に比べて高い硬度を示した。これは Mn 量増加による SFE の低下により、組織微細化が促進されたことに起因すると考えられる。一方で、冷間圧延材 (80、95%CR) の硬さは Mn 量による違いが見られなかった。ひずみ量 6 以上の領域では、HPT 加工により硬さが飽和し、Mn 量に関わらず HV 5.2GPa となった。また、硬さが飽和する領域を TEM 観察したところ、Mn 量による違いは認められず、微細な等軸結晶粒組織となっていた。時効硬化により High、Low Mn 鋼の硬さは HV 6.4GPa まで上昇し、Mn 量による時効硬化の影響は認められなかった。同等のひずみ量において、HPT 加工材と冷間圧延材は時効硬化量が異なった。これは、加工方法の違いや加工時の試料の大きさ(加工発熱量)による影響も考えられるため、組織的な観点を含めて考察する必要がある。

【74】巨大ひずみ加工したオーステナイト系ステンレス鋼 SUS316LN の力学特性に及ぼす時効熱処理の影響

山本 祥平<豊橋技術科学大学> 指導教員:戸高 義一

近年、巨大ひずみ加工を用いた組織微細化による高強度化・高延性化の研究が行われている。本研究では巨大ひずみ加工の一種である High-Pressure Torsion (HPT) 加工にて高圧下でのねじり加工を行った。HPT加工は、試料の半径方向に連続してひずみ量を変化させることができ、回転回数を変化させることで容易にひずみ量を調整することができる。オーステナイト系ステンレス鋼 SUS316LN はこれまでに HPT 加工後の時効熱処理による強度の向上が確認されている。そこで本研究では SUS316LN に HPT 加工 (5GPa、0.2rpm、 $N=1/4$ 、1、20) と時効熱処理 (1h、500°C) を行い、ひずみ量の違いおよび時効熱処理による力学特性の変化を調査した。HPT 加工を施した SUS316LN はひずみ量の増加に伴って硬さが増加した。しかし、ひずみ量 4 以上の領域では硬さの変化が HV 5.2GPa 前後で飽和した。これは加工中の結晶粒微細化と動的回復により硬さの変化が飽和したためであると考えられる。時効熱処理後はひずみ量の増加に伴って硬さの上昇量が大きくなり、ひずみ量 4 以上の領域で HV 6.4GPa まで上昇した。時効熱処理による硬さの上昇量は $\Delta HV=1.2$ GPa で飽和することが分かった。圧延材と HPT 加工材の相当ひずみ量を同等にして比較した場合、時効熱処理前はどちらの硬さも同程度であったが、圧延材の時効熱処理による硬さの上昇量は HPT 加工材に比べて小さく $\Delta HV=0.6$ GPa であった。

【75】ナノ組織化した純 Fe の潤滑油下における高摩擦係数化の解明

殿塚 一希<豊橋技術科学大学> 指導教員:戸高 義一

歯車を始めとする駆動部品の伝達効率向上を目的として、摺動面における高摩擦係数化(高 μ 化)が求められている。従来、産業界ではコーティングなどの表面処理を行うことで高 μ 化を達成してきた。一方、本研究室では材料側の特性変化に着目し、ナノ組織化により高密度の格子欠陥を導入することで、潤滑油との相互作用に優位な影響を及ぼすことを明らかにした。ナノ組織化には、強ひずみ加工である HPT (High-Pressure Torsion) 加工を用い、純 Fe の潤滑油中における摩擦摩耗試験を行った。潤滑油には試料表面に化学反応膜を形成し高 μ 化を示す、リン酸トリク

レジル配合 Poly- α -Olefin 油を用いた。その結果、HPT 材は無加工材と比較し高 μ 化を示すことが明らかになった。そこで本研究では、HPT 材が高 μ 化を示した要因を明らかにするため表面の化学反応膜に注目し、摩擦摩耗試験後の試料に対して SEM-BSE 観察を行い、ナノ組織が化学反応膜の形成に及ぼす影響について調査した。

試料の結晶粒径は、無加工材が $430 \mu\text{m}$ であるのに対し、HPT 加工によって 320nm となった。SEM-BSE により両試料における摩擦摺動面を観察した結果、表面に反応物が観察された。そこで、STEM-EDS により摺動断面の元素分析をした結果、Fe、O に加えて P のピークを確認し、リン酸系の化学反応膜が形成されていることが明らかとなった。HPT 材と無加工材の比較において、観察された化学反応膜の形態には差異が認められた。

【76】純 Fe における潤滑油膜形成に及ぼすナノ組織化の影響

兵頭 直弥(豊橋技術科学大学) 指導教員:戸高 義一

一般に、駆動部品等の摺動運動における低摩擦係数化(低 μ 化)の方法としては、潤滑油の供給が挙げられる。これは、潤滑油供給により、摺動面間に潤滑油膜が形成するためである。本研究室では、HPT(High-Pressure Torsion)加工によりナノ組織化した純Feにおけるエステル系潤滑油中の摩擦・摩耗試験を行ったところ、ナノ組織化材は無加工材よりも低 μ 化を示した。これは、ナノ組織化により、材料表面と潤滑油分子との相互作用が高められ、潤滑油膜形成に影響をもたらしたためと考える。そこで、試料表面に形成する潤滑油膜を直接観察するために、高分解能走査型プローブ顕微鏡(SPM)を用いて、潤滑油中に浸漬した純Feのナノ組織化材と無加工材を観察した。その結果、それぞれの試料において、試料表面に潤滑油膜とみられる領域が観察された。さらに、時間経過に伴い、ナノ組織化材の方が無加工材に比べて10倍程度厚い潤滑油膜を形成することが分かった。また、試料と潤滑油分子との相互作用の観点から、試料表面と潤滑油分子との結合強度を調査するため、FT-IR測定を行った。測定には、事前に潤滑油中に浸漬したナノ組織化材と無加工材に対し、それぞれ有機溶剤で洗浄することで余分な油分を除去したものを使用した。洗浄時間の増加に伴い、それぞれの試料において確認されていた、エステル系潤滑油に起因するC=Oのピークが消滅したが、ナノ組織化材は無加工材より長い時間C=Oのピークが残存した。このことから、ナノ組織化によって、試料表面と潤滑油分子が強く結びついていることが示唆された。

【77】SUJ2 軸受鋼の表層強ひずみ摩擦加工による表層ナノ組織の形成

木下 聖也(豊橋技術科学大学) 指導教員:戸高 義一

超硬チップを高速回転する鉄鋼材料に押し当てる表層強ひずみ摩擦加工(SNW)により、試料表層にナノ組織を有する高硬度層の形成に成功した。また、高炭素鋼においては加工発熱により力学特性に寄与する残留オーステナイトの増加が見られた。しかし、SNW は表面粗さの悪化が問題視された。本研究では表面粗さ悪化の抑制と十分な厚さのナノ組織層の形成のためチップ形状及び SNW 条件の最適化を行った。SNW によるナノ組織層形成には加工発熱とひずみ速度が重要であり、それらに影響を及ぼす加工因子である超硬チップの押付荷重や送り速度を検

討した。供試材には SUJ2 軸受鋼を使用し、チップ形状の検討、及び前述の観点から検討された条件で SNW を実施し、SEM 観察、ビッカース硬さ試験を行った。

チップ形状を変更して供試材との接触面積を増加させることで、優れた表面粗さが得られたが、ナノ組織層厚さが非常に薄くなった。接触面積を減少させることである程度の表面粗さとナノ組織層厚さの両立ができた。本実験ではこのチップ形状を採用した。荷重を一定にして送り速度を低下させた条件では表面粗さの悪化を抑制し、加工域全体に $HV9GPa$ 程度の高硬度なナノ組織層の形成が観察されたが、ナノ組織層が薄かった。一方、荷重を大きくした条件では硬度が低下し、過重および潤滑油の供給不足からなる過剰な発熱によって試料が軟化したと考えられる。以上から、荷重や送り速度だけでなく潤滑油流量の最適化も必要であると考察される。