

[材料工学科]

[区 分 A]

7000系アルミニウム合金における4元系拡散

高橋知司*¹, 平山和子*², 南埜宜俊*³, 山根壽己*⁴, 小泉雄一郎*³

*¹新居浜工業高等専門学校材料工学科, *²愛媛県工業技術センター, *³大阪大学工学部材料物性工学科, *⁴広島工業大学工学部機械工学科

軽金属, 第50巻, pp.499-504, (2000)

7000系アルミニウム合金における725Kおよび755Kでの相互拡散の実験を行い, 次のような結果を得た。

(1) Al-Zn-Mg-Cu系合金における銅の拡散距離は, 亜鉛およびマグネシウムのそれらと比べて少し短い。

(2) 3元系Al-Zn-Mg合金における直接係数 \bar{D}^{Al}_{ZnZn} および \bar{D}^{Al}_{MgMg} は正の値であり, 間接係数 \bar{D}^{Al}_{ZnMg} および \bar{D}^{Al}_{ZnMg} は負の値である。また Dayananda 法による7000系実用および溶製合金の有効相互拡散係数の大小関係は,

$$\bar{D}^{eff}_{Zn,C} > \bar{D}^{eff}_{Mg,C} > \bar{D}^{eff}_{Cu,C}$$

である。

(3) 亜鉛とマグネシウムがほぼ一定の濃度分布を有する拡散対M3, すなわちAl-Zn-Mg/Al-Zn-Mg-Cu拡散対において, $C_{Cu} = 0$ のとき

$$\bar{D}^{eff}_{Cu,C} > \bar{D}^{eff}_{Cu,Cu} > \bar{D}^{eff}_{Cu,(Al-Zn-Mg)}$$

となる。

(4) 本4元系合金における(間接係数/直接係数)比の値から, Zn-MgおよびMg-Cuの溶質原子間には引力作用が存在することが予想される。

Al-Zn-Mg-Ag 固溶体中における4元系拡散と原子間の熱力学的相互作用

高橋知司*¹, 久幸晃二*², 山根壽己*², 南埜宜俊*³, 曾我部卓三*¹

*¹新居浜工業高等専門学校材料工学科, *²広島工業大学工学部機械工学科, *³大阪大学工学部材料物性工学科

高温学会誌, 第26巻, pp.293-299, (2000)

Al-Zn-Mg 3元系およびAl-Zn-Mg-Ag 4元系の相における725~832Kでの相互拡散の実験を行い, 次のような結果を得た。

(1) Al-Zn-Mg-Ag系合金における銀の拡散距離は, 亜鉛およびマグネシウムのそれらと比べて少し短く, 各拡散対の終端組成の平均値は拡散路の交点組成に近い。

(2) 本4元系合金における直接相互拡散係数 \bar{D}^{Al}_{ZnZn} , \bar{D}^{Al}_{MgMg} および \bar{D}^{Al}_{AgAg} は正の値であり, 間接係数 \bar{D}^{Al}_{ZnMg} , \bar{D}^{Al}_{MgZn} は負の値である。

(3) Al-Zn-Mg 3元系合金における相互拡散係数の温度依存性は以下の式によって表される。

$$\bar{D}^{Al}_{ZnZn} = 7.3 \times 10^{-6} \exp(-111 \text{ kJmol}^{-1} / RT) \text{ m}^2 / \text{s},$$

$$\bar{D}^{Al}_{ZnMg} = -1.6 \times 10^{-6} \exp(-113 \text{ kJmol}^{-1} / RT) \text{ m}^2 / \text{s},$$

$$\bar{D}^{Al}_{MgMg} = 2.1 \times 10^{-5} \exp(-118 \text{ kJmol}^{-1} / RT) \text{ m}^2 / \text{s},$$

および

$$\bar{D}^{Al}_{ZnZn} = -7.1 \times 10^{-6} \exp(-124 \text{ kJmol}^{-1} / RT - 1) \text{ m}^2 / \text{s}.$$

(4) 本4元系合金における(間接係数/直接係数)比の値から, Zn-Mgの溶質元素間には引力作用が存在することが予想される。

高圧力下での 2000 番系アルミニウム合金中の拡散

山根壽己^{*1}，久幸晃二^{*1}，藤田浩士^{*1}，高橋知司^{*2}，南埜宜俊^{*3}，桐谷道雄^{*1}，小松正雄^{*1}，小西正明^{*1}

^{*1}広島工業大学工学部機械工学科，^{*2}新居浜工業高等専門学校材料工学科，^{*3}大阪大学工学部材料物性工学科

高温学会誌，第 26 巻，pp.287 - 292，(2000)

2000 番系のアルミニウム合金は Cu，Mg，Fe，Mn，Si，その他の元素を含んでいる。本研究では多成分元素よりなる 2000 系アルミニウム合金中の Cu と Al の平均有効相互拡散係数を Dayananda 法を用いて求め，Al-Cu と Al-Mg の純 2 元系アルミニウム合金中の拡散と比較をした。また，有効相互拡散係数の圧力依存性から，本系合金中の Cu，Mg の拡散の活性化体積の値を求めた。得られた結果は以下のである。

2000 番系のアルミニウム合金中の Cu と Mg の平均有効相互拡散係数はアレニウスの関係を満足し，振動数因子と活性化エネルギーは，Al-Cu と Al-Mg 2 元系のそれらと似た値であった。また，Cu，Mg の拡散の活性化体積と母相のモル体積の比は 0.66 から 0.84 の値を示し，この値から本系合金中の Cu，Mg の拡散は，単原子空孔を媒介とした拡散であることを示唆している。

TiN 皮膜の残留応力の熱処理による変化

松英達也^{*1}，英 崇夫^{*2}，池内保一^{*1}，三木靖浩^{*3}，米谷英治^{*4}

^{*1}新居浜工業高等専門学校材料工学科、^{*2}徳島大学工学部、^{*3}奈良県工業技術センター、^{*4}徳島県工業技術センター

材料・vol.49 (No.7)・pp735-741・2000 年 .

The structure and residual stresses of TiN films deposited onto substrate of spring steel by an arc ion plating were investigated by X-ray diffraction. The films exhibited high {111} orientation. Residual stresses in the films were evaluated by the two-exposure method to obtain lattice strains for 222 diffraction at $\theta = 0^\circ$ and 70.5° with CuK α radiation. The results revealed very high compressive residual stresses of -7.1 to -6.3GPa which are one order larger than the thermal residual stress expected from the thermal strain mismatch between the film and the substrate. These residual stresses decreased with increasing annealing temperature and annealing time, and finally reached a level of the thermal residual stress after annealing at temperatures above 1073K. Vickers micro hardness tests of TiN films revealed high hardness (HV 950-2360) whose value depended on annealing treatments. No residual stress was observed in the substrate interface in an as-deposited state. Tensile residual stress was developed after the annealing above 1273K. Vickers hardness of steel substrate was about 170HV for the annealing below 1073K. After annealing at 1273K, the hardness increased to about 300HV due to the structural transformation.

The ratio of nitrogen to titanium (N/Ti) was observed by the X-ray photoelectron spectroscopy (XPS) before and after annealing treatments. The results of the XPS analysis showed that the initial value of N/Ti was about 0.87 in the as-deposited TiN films and that the ratio of N/Ti did not change after annealing at temperatures below 1073K, and gradually decreased to 0.80 by annealing above 1073K.

X-Ray Stress Measurement and Mechanical Properties of TiN Films Coated on Aluminum and Aluminum Alloy Substrates by Arc Ion Plating and Ion Beam Mixing

Yasuhiro MIKI^{*1}，Tadashi TANIGUCHI^{*1}，Takao HANABUSA^{*2}，Kazuya KUSAKA^{*2} and Tatsuya MATSUE^{*3}

*¹Nara Prefectural Institute of Industrial Technology, *²Department of Mechanical Engineering, Tokushima University, *³Niihama national College of Technology
Materials Science Research International · vol.6 · pp243-248 · 2000 年

TiN coatings on cutting tools have greatly succeeded in prolongation of tool lives. In the present study, TiN film deposition was tried on a surface of aluminum and aluminum alloy substrates by means of an arc ion plating (AIP) method and an ion beam mixing (IBM) method. The aim is to develop aluminum-based materials having strong wear resistance. In order to examine the hardness and residual stress of TiN films, the bias the voltage and N₂ gas pressure were varied in the AIP treatment and the titanium deposition rate was changed in the IBM treatment. Vickers hardness test revealed high values (HV = 1800 ~ 2400). The TiN films coated by the AIP and the IBM methods exhibited very high {111} and {110} preferred orientations, respectively. The two-exposure X-ray stress measuring method was used to measure residual stresses in the TiN film. Large compressive residual stresses of -6.3 ~ -2.3GPa were developed at lower N₂ gas pressures for the AIP method and at higher Ti deposition rates for the IBM method. A wear experiment was also made with a ball-on-disk type wear testing machine. The depth and the width of wear traces on the surface of specimens were greatly reduced when TiN coatings were applied.

熱処理および温度変化過程における SiC 長繊維強化 6061Al 合金複合材料の X 線残留応力評価

池内保一*¹, 松英達也*¹, 英 崇夫*²

*¹新居浜工業高等専門学校材料工学科、 *²徳島大学工学部
材料 · vol.50 (No.1) · pp76-82 · 2001 年

Residual stresses arise in fiber-reinforced metal matrix composites due to the thermal expansion mismatch between the matrix and fibers after cooling the composites from elevated temperatures. The residual stresses in a 6061Al alloy unidirectionally reinforced with 140-micron meter diameter SiC fibers were measured during thermal cycling, and after heat-treating, of the composite. While relative changes of the fiber residual stress were estimated from measurements of the change in length of the heat-treated composite, matrix residual stresses were measured by X-ray diffraction. The X-ray triaxial stress analysis, where the measured value of a stress-free interplanar spacing d_0 was discussed to be reliable, showed that a stress state in the matrix surface layer sampled by the X-rays was biaxial and that the longitudinal residual stress parallel to the fibers was the maximum principal stress. It was found that the residual stresses were independent of cooling rates of the composite and that changes of the longitudinal residual stress in the matrix and in the fibers balanced each other in the heat-treated composite. The X-ray biaxial stress measurements during thermal cycling between room and aging temperature of the aged composite revealed that the matrix tensile residual stresses decreased linearly with increasing temperature. The reduction could be well described by using an elastic concentric cylinder model.

Preparation and optical properties of ZnS-microcrystals deposited in silica gels

T.Asahi, H.Yamashita*¹, and T.Maekawa*¹

Niihama National College of Tchnology, *¹Ehime University
Ceramics International 27 39-43(2001)

ZnO doped silica gels were synthesized by the hydrolysis and condensation of complex solution tetraethyl orthosilicate (TEOS) and zinc acetate (Zn(Ac)₂) and heating at 500 °C in the air. For conversion to ZnS doped gels, they were exposed to H₂S gas at appropriate temperatures. The crystal

size of ZnS determined by the width of X-ray diffraction pattern and direct transmission electron micrograph (TEM) grows from 1 to 4 nm with an increase of reaction temperature with H₂S gas. The edge energies of optical absorption shifted to higher energy side compared with that of bulk crystal and reciprocally increased in proportional to the square of the crystal size. The peak energy of fluorescence spectra also shifted to lower energy side with an increase of reaction temperature exposing to the H₂S gas. Thus, the quantum size effect could be found for ZnS microcrystals in the gels.

Na₂O-RE₂O₃-SiO₂ (RE = Sm, Gd, Dy, Y, Ho, Er, Yb) 系ガラスの作製とその電気特性

朝日太郎、鎌田雅也*¹、今井眞二*²、中山 享*¹

新居浜工業高等専門学校材料工学科、*¹新居浜工業高等専門学校生物応用化学科、*²シャープタカヤ電子工業(株)

日本セラミックス協会学術論文誌 108[8] 774-776 (2000)

出発組成が 5Na₂O · RE₂O₃ · 8SiO₂ (RE = Sm, Gd, Dy, Y, Ho, Er, Yb) からなるガラスを作製し、そのナトリウムイオン導電性と希土類元素のイオン半径の関係についての検討を行った。作製したガラス試料の密度は、対応するセラミックス組成の理論密度と良く一致した。また、結晶化開始温度と結晶融解温度は、含有する希土類元素のイオン半径の増大とともに低下する傾向が見られた。200 における最も高い導伝率は Yb 系ガラスにおける 1.55×10^{-4} [S · cm⁻¹] で、希土類元素のイオン半径が増大するに従って、導伝率はわずかながら減少する傾向が見られた。

[区 分 C]

Al-Cu 系および Al-Cu-Ni 系のメカニカルアロイング

志賀信哉*

*新居浜工業高等専門学校材料工学科

FORM TECH REVIEW Vol.10, No.1 10-14 (2000), 天田金属加工機械技術振興財団

メカニカルアロイングによる合金化の過程を系統的に解明するための基礎的知見を得る事を目的として、Al-Cu 系および Al-Cu-Ni 系の種々の組成に配合した混合粉末に MA を施し、得られた MA 粉末の緒特性を調べた。得られた主な結果を組成別に記す。

Al₂₅Cu₇₅ 組成に配合した混合粉末は長時間の MA 処理により、非平衡な Cu 過飽和固溶体を生成する。この Cu 過飽和固溶体は 1223K まで加熱しても他の相への変態は起こらない安定な状態である。Al₂₅Cu₇₅MA 粉末は 1273K, 3.6KS 保持の無加圧焼結では欠陥部や未焼結部が認められ、十分な焼結は行われない。

Al₃₀Cu₇₀ 組成に配合した混合粉末は長時間の MA 処理により低温安定相 (~1147K) である Al₄Cu₉ を生成する。Al₃₀Cu₇₀MA 粉末は 1273K, 3.6ks 保持の無加圧焼結では組成の不均一や未焼結部が認められ、十分な焼結は行われない。

Al₅₀Cu₅₀ 組成の混合粉末は 50 × 3.6ks の MA 処理により、準安定な BCC 相を生成する。この BCC 相は加熱により 1030K 付近に発熱反応を示した後 Al₄Cu₉ 相に変態する。Al₅₀Cu₅₀MA 粉末は 1023K, 3.6ks 保持の無加圧焼結では良好な焼結組織は得られない。

Al₆₇Cu₃₃ 組成の混合粉末は長時間の MA 処理により、この組成での安定相である Al₂Cu 化合物は生成せず、準安定な BCC 相と Al の混在相を生成する。この(準安定 BCC + Al)相の加熱による Al₂Cu 相への変態には特に熱変化は伴わない。Al₆₇Cu₃₃MA 粉末の無加圧焼結には MA 時間 50 × 3.6ks, 焼結温度 873K, 保持時間 3.6ks の条件が適している。ただし、得られる相はこの組成での安定化合物である Al₂Cu 単相ではない。

Al₆₀Cu₃₀Ni₁₀ 組成の混合粉末は MA 処理により BCC 相を生成する。

The Effect of Residual Stresses on the Wear Behavior of TiN Films on Aluminum Substrates

T.HANABUSA*¹, Y.MIKI*², T. MATSUE*³, K.KUSAKA*¹

*¹Faculty of Engineering, Tokushima University, *²Nara Pref. Inst. of Ind. Technol., *³Niihama National College of Technology

The Sixth International Conference on Residual stresses • Vol.2 • pp827-836 • 2000年.

In the industrial fields, aluminum and aluminum alloys are widely used in mechanical components. However, their application is essentially restricted because of their low strength. If hard coatings are made on a surface of aluminum or aluminum alloys, their application will widely be enlarged. Ceramic coatings on steel substrates are well established in recent material technology to give wear resistance. For example, TiN coatings on cutting tools greatly succeeded in prolongation of tool lives. In the present study, TiN film deposition was tried on a surface of aluminum and aluminum alloy substrates by means of an arc ion plating. The aim is the development of aluminum based materials having strong wear resistance.

Arc current was maintained at 60A for minimizing temperature increase in the substrate during depositing processes. Bias voltage and N₂ gas pressure were changed to examine their role on hardness and residual stress of TiN films. Wear experiment was also conducted with a ball-on-disk type wear testing machine. Vickers hardness test revealed high values (HV = 2100 ~ 2400) which depend on both bias voltage and N₂ gas pressure. The TiN films exhibited very high {111} preferred orientation under the condition of high bias voltage of -80V. Residual stresses in the TiN film were measured by the two-exposure X-ray stress measuring method as a function of N₂ gas pressure. Very high compressive residual stresses, -6.3 ~ -4.6 GPa, were observed depending on the N₂ gas pressure as well as the hardness of substrate material. Large compressive residual stresses were developed at lower N₂ gas pressure and for higher hardness of the substrate. The depth and the width of wear traces on the surface of specimens were greatly reduced by TiN coatings. Especially, no wear traces appeared on a surface of the film which was deposited at the bias voltage of -80V and the N₂ gas pressure of 1.0 Pa onto Al-Cu alloy specimen.

Alteration of Residual Stresses in TiN and TiC Films due to Annealing Treatments

T. MATSUE*¹, T. HANABUSA*², Y. IKEUCHI*¹

*¹Niihama National College of Technology, *²Faculty of Engineering, Tokushima University

The Sixth International Conference on Residual stresses • Vol.2 • pp964-971 • 2000年.

The structure and residual stresses of TiN and TiC films deposited on a steel substrate were investigated by X-ray diffraction. TiN films approximately 4 μ m thick were deposited on one side of the substrate by multi-arc physical vapor deposition (TiN_{PVD} and TiC_{PVD} film) and thermal chemical vapor deposition (TiN_{CVD} film). The TiN_{PVD} and the TiC_{PVD} films had a compressive residual stresses of -8.8GPa and -7.8GPa, respectively. These residual stresses decreased on increasing the annealing temperature, and decreased to the level of the thermal residual stress after annealing at temperature of 1073K. The TiN_{CVD} films had a compressive residual stress of -1.8GPa. The residual stresses did not change by annealing at temperatures below 1073K, but they increased with increasing annealing temperatures above 1073K. By X-ray photoelectron spectroscopy (XPS), we determined the ratio of nitrogen (or carbon) to titanium (N or C/Ti) of the TiN_{PVD}, TiC_{PVD} and TiN_{CVD} films after the annealing treatments. The results of the XPS analysis showed that the initial value of N/Ti was about 1.08 in the as-deposited TiN_{PVD} and TiN_{CVD} films, and for those samples the ratio of N/Ti did not change after

annealing at temperatures below 1073K, but decreased to 1.00 after annealing at temperatures above 1073K. On the other hand, the initial value of C/Ti was about 1.01 in the as-deposited TiC_{PVD} films, and for those samples the ratio of C/Ti did not change after annealing at temperatures below 1273K, but decreased to 0.80 after annealing at temperatures of 1473K.

Effects of Residual Stresses on Thermal Expansion of Continuous Alumina Fiber-Reinforced Aluminum

Y. IKEUCHI^{*1}, T. MATSUE^{*1}, T. HANABUSA^{*2}

^{*1}Niihama National College of Technology, ^{*2}Faculty of Engineering, Tokushima University
The Sixth International Conference on Residual stresses • Vol.2 • pp1291-1298 • 2000 年

The thermal expansion behavior along the fiber direction of a unidirectionally reinforced aluminum composite was studied in a temperature range of 300-800K. A strain hysteresis loop attributable to the presence of thermally induced residual stresses in the composite was observed. During cooling the composite from 800K to 300K, the matrix was plastically deformed in tension. With subsequent heating of the composite, the tensile matrix stress elastically decreased to zero stress level at about 330K and then the matrix was plastically deformed in compression. Time dependent strain during isothermal holding of the composite at elevated temperatures was revealed. The change in strain of the composite under isothermal conditions was influenced by the sign of residual stresses. The relaxation behavior of the matrix stress during isothermal holding of the composite could be well described in a form of the power law for steady-state creep of pure aluminum. The activation energy for the relaxation process of the matrix stress was evaluated to be nearly equal to the activation energy for self diffusion of pure aluminum.

[区 分 D]

横断的メンテナンス技術の研究開発

谷口佳文^{*1}、曾我部卓三^{*2}、白石哲郎^{*3}、木村好次^{*4} 他

^{*1}新居浜工業高等専門学校機械工学科、^{*2}新居浜工業高等専門学校材料工学科、^{*3}愛媛大学工学部機能材料工学科、^{*4}香川大学工学部材料創造工学科

平成 12 年度 地域コンソーシアム研究開発事業成果報告書、(2001)

本コンソーシアムは、高度なメンテナンス技術を持つセンターを中心としたネットワークを構築し、高信頼性、高稼働率、低コストを実現する新しいプラントメンテナンスの産業形態を確立することを目的として、平成 10 年度から実施されている。

本報告書は、

- ・メンテナンスシステムの開発
- ・メンテナンス現場への適用研究
- ・メンテナンスツールの開発

で構成され、このうちメンテナンスシステムの開発における「劣化データベースの構築」を担当した。このデータベースは、メンテナンス計画支援システムの構築に不可欠である。昨年度の疲労および腐食データベースの構築に引き続き、今年度は、疲労き裂進展予測ソフトを開発した。

本ソフトは、検出された疲労き裂が許容長さに達するまでの負荷繰返し数、あるいは指定した回数負荷を与えた後のき裂長さを推定するもので、推定に必要な応力拡大係数計算式ライブラリとき裂進展速度データベースを内部に用意している。対象とする部位の材質、使用環境、き裂形状・寸法、負荷の種類等に応じて応力拡大係数計算式とき裂進展速度を検索し、これらを用いて Paris 則を数値積分することにより疲労

き裂進展の予測を行っている。

繊維強化アルミニウム系複合材料の熱的寸法安定性と残留応力

池内保一

新居浜工業高等専門学校材料工学科

基盤研究(C)(2)10650107 平成 10 年度～平成 12 年度科学研究費補助金研究成果報告書, pp1-50, 2001 年, 3 月

繊維強化アルミニウム系複合材料を代表して、太径長繊維を用いた複合材料として SiC_{CVD} 繊維強化 6061Al を、また細径長繊維を用いた複合材料として -アルミナ長繊維強化 Al-1mass%Li, -アルミナ長繊維強化純 Al および Al-5mass%Cu の各先端複合材料を供試材とし、これら複合材料に種々の熱履歴を与えて複合材料の室温における母材熱残留応力状態を X 線 3 軸応力解析すると共に複合材料の室温近くでの加熱・冷却過程における熱残留応力変化を X 線その場測定することによって繊維強化アルミニウム系複合材料の熱的寸法安定性と残留応力との関係を検討した。

上記 4 種の複合材料における X 線 3 軸解析によって 6 個の応力成分総てが分離できた。測定した総ての複合材料において繊維方向の熱残留応力は絶対値最大の主応力である。熱残留応力は複合材料の熱履歴および母材材質に依存し、繊維と母材間で応力の釣合条件を満たすように変化する。なお、太い繊維の複合材料では平面応力状態に近い応力が X 線的に測定されるが、繊維横方向で測定される母材応力は全母材での平均値と異なる X 線測定領域での特異な応力状態であることを明らかにした。

複合材料の熱膨張は一次近似として繊維の熱膨張に熱応力に対応する繊維の弾性ひずみを加算した形式で記述できた。母材が純 Al の複合材料における室温から 600K までの繊維方向の熱膨張・収縮曲線はヒステリシスを示し、そのヒステリシス曲線は X 線その場測定による熱応力からの予測曲線とよく一致する。続く 800K までの熱サイクルにおいて、複合材料を約 500K 以上の一定温度に保持すると熱応力が緩和し、複合材料は熱応力の符号に依存して収縮あるいは伸長する。その挙動は純 Al の高温定常クリープ速度式の形で定量的に記述できた。母材が Al-5%Cu の複合材料における室温から 800K までの熱膨張曲線から熱応力を算出した。熱サイクル過程における母材の変形挙動は母材が純 Al の場合に比べて複雑である。熱膨張測定は熱履歴過程における複合材料中での母材のその場変形挙動を知り得る簡便な手法である。

〔 区 分 E 〕

アルミニウム青銅に対する熱処理効果

谷 耕治*¹、林洋一郎*²、松原靖廣*¹、谷永秀和*³、大西範知*³

*¹新居浜工業高等専門学校材料工学科、*²道前工業、*³新居浜工業高等専門学校生産工学専攻

日本鑄造工学会中国四国支部 (広島)、2000 年 12 月 5 日

鑄造用圧延ロール用のライナーとして使われていた高力黄銅は寿命が 3 カ月程度であった。本研究過程で開発した特殊アルミニウム青銅をこれに代えたところ、寿命が 4 倍以上に向上した。本供試材は鑄放し材であった。本供試材の特性をさらに向上させ、金型用に用途を拡大するため、種々の熱処理を施した。

本供試材を熱処理する事により、鑄放し材に比較して強度を 40%以上向上させることができた。

Al 青銅の熱処理効果 機械的性質

谷 耕治*¹、谷永秀和*²、

*¹新居浜工業高等専門学校材料工学科、*²新居浜工業高等専門学校生産工学専攻

平成 13 年度中国四国地区高等専門学校専攻科生研究交流会 (山口)、2001 年 4 月 26 日

鑄造用圧延ロール用のライナーとして使われていた高力黄銅は寿命が 3 カ月程度であった。本研究過程で開発した特殊アルミニウム青銅をこれに代えたところ、寿命が 4 倍以上に向上した。本供試材は鑄放し

材であった。本供試材の特性をさらに向上させ、金型用に用途を拡大するため、種々の熱処理を施した。

本研究では熱処理と機械的性質との関連を検討し、鑄放し材に比較して強度を 40%以上向上させることができた。

AI 青銅の熱処理効果 組織並びに熱膨張

谷 耕治^{*1}、大西範知^{*2}、

^{*1}新居浜工業高等専門学校材料工学科、^{*2}新居浜工業高等専門学校生産工学専攻

平成 13 年度中国四国地区高等専門学校専攻科生研究交流会 (山口)、2001 年 4 月 26 日

鑄造用圧延ロール用のライナーとして使われていた高力黄銅は寿命が 3 カ月程度であった。本研究過程で開発した特殊アルミニウム青銅をこれに代えたところ、寿命が 4 倍以上に向上した。本供試材は鑄放し材であった。本供試材の特性をさらに向上させ、金型用に用途を拡大するため、種々の熱処理を施した。

本研究では熱処理と組織との関連を検討し、鑄放し材に比較して強度を 40%以上向上させた理由を明らかにした。

Bi₂O₃-B₂O₃-R₂O 系のガラス化範囲および熱的性質

新田敦己

新居浜工業高等専門学校材料工学科

日本セラミックス協会 2001 年年会

電子部品などに用いられている低融点酸化物ガラスといわれているものは、一般的に酸化鉛を多く含んでいる。しかし、低融点ガラスの原料である酸化鉛は、近年、その毒性から環境問題対策として削減対象になっている。それ故に、これらの低融点ガラスに代わる新しいガラスの開発が急がれている。我々は、酸化鉛に代わる低融点ガラスの主成分として酸化ピスマスに注目し、そのガラス化範囲および熱的性質を調べている。本研究では、Bi₂O₃-B₂O₃-R₂O (R=Li, Na, K) 系のガラス化範囲およびその熱的性質について調べた。

Bi₂O₃-B₂O₃-R₂O (R=Li, Na) 系のガラス化範囲を調べた。この時、Bi₂O₃-B₂O₃ 2 成分系における B₂O₃ 81~99mol% の範囲は、分相のためにガラス化範囲から除外した。その結果、ガラス化範囲の広さは、Li₂O > Na₂O > K₂O となり、アルカリ金属のイオン半径が小さい方がガラス化範囲が広がることがわかった。

Bi₂O₃-B₂O₃-R₂O 系ガラスにおける Bi₂O₃ 含有量と T_g の関係は、R₂O 含有量が 10mol% までは、Bi₂O₃ の増加に伴い T_g が高くなり、20~30mol% 付近で最大になった。これは、ガラス中の B³⁺ イオンの配位数変化と関係があると考えられる。しかし、R₂O 含有量が 10mol% 以上では、Bi₂O₃ の増加に伴って T_g が単調に低くなる傾向であることが分かった。

MA 法を応用したホウ化物粒子分散強化 Ni 基合金の作製

永島靖之^{*1}、志賀信哉^{*2}

^{*1}新居浜工業高等専門学校生産工学専攻、^{*2}新居浜工業高等専門学校材料工学科

日本材料科学会 四国支部 第 9 回講演会 平成 12 年 5 月 27 日

メカニカルアロイング(MA)法を利用したホウ化物分散強化型 Ni 合金の作製に関する基礎的知見を得ることを目的として、種々の組成に配合した Ni-Ti-B 混合粉末の MA およびそのホットプレス焼結を行った。得られた主な結果を以下に記す。

Ni-Ti-B 系の混合粉末は MA によりアモルファスあるいは Ni 固溶体を形成する。

Ni₇₀Ti₁₅B₁₅(at%)360ksMA 粉末を 1273K, 1.8ks でホットプレスした焼結体の相は Ni + TiB₂ + TiB である。硬さおよび密度は焼結圧力が 46.8MPa の時 668Hv, 7.4g/cm³、62.4MPa の時 841Hv, 7.8g/cm³ である。

アーク・イオンプレーティング法による TiN 皮膜の結晶状態に対する成膜条件の影響

松英達也^{*1}， 英 崇夫^{*2}， 池内保一^{*1}， 三木靖浩^{*3}， 米谷英治^{*4}

^{*1}新居浜工業高等専門学校材料工学科、 ^{*2}徳島大学工学部、 ^{*3}奈良県工業技術センター、 ^{*4}徳島県工業技術センター

第36回 X線材料強度に関するシンポジウム・2000年9月7日

アーク・イオンプレーティング (AIP) 法により形成された TiN 皮膜の結晶状態と成膜パラメータおよび基板材料の結晶構造との関係について実験的検討を行った。これらと皮膜の組成および表面形態， さらに成膜時の基板温度などとの関係を明らかにすると共に皮膜の結晶配向状態を決定する主要因について検討した。その結果， TiN 皮膜の結晶配向性はアーク電流値およびバイアス電圧値によって変化することがわかった。また， 鉄鋼基板上に形成された TiN 結晶の配向性を決める主要因は界面層にあり， TiN 皮膜形成時の投入電力が低く， 界面から皮膜側に一定量以上の酸化物層が存在する場合に TiN 結晶は {110} 配向性を示すことが明らかとなった。一方， ガラス基板上に形成された TiN 結晶はドロップレットなどの影響を強く受ける場合にはバイアス電圧 0V のときにランダム結晶配向となり， バイアス電圧値が-50V から-100V では {111} 配向性を有することがわかった。したがって， TiN 皮膜は投入電力を高くして形成するときには基板の結晶構造や下層の配向性などに影響されず {111} 配向性を有することが明らかとなった。

アルミニウム基材への TiN 厚膜の作成とその摩耗特性

英 崇夫^{*1}， 森口忠和^{*2}， 日下一也^{*1}， 松英達也^{*3}

^{*1}徳島大学工学部、 ^{*2}徳島大学工学部大学院(現：四国化工機株)、 ^{*3}新居浜工業高等専門学校材料工学科

第36回 X線材料強度に関するシンポジウム・2000年9月7日

Al および Al 合金基板上にアーク・イオンプレーティング (AIP) 法を用いて TiN 皮膜を形成し， その硬さおよび耐摩耗性について検討した。また， 皮膜表面の摩耗特性に対する基材の影響を抑制するためにはできるだけ厚い皮膜を形成することが効果的と考えられるため， 工具などに施す一般的な皮膜よりも厚く形成する手法を試み， 形成された厚膜の有用性について検討した。その結果， AIP 法により Al および Al 合金基板を軟化させることなく TiN 皮膜を成膜することが可能であった。TiN 皮膜はバイアス電圧-20V 以下では正常な厚膜が形成できるが， バイアス電圧が増加すると皮膜に亀裂が発生する。また， TiN 皮膜はバイアス電圧の増加によって硬さが増加し， 耐摩耗性も向上する。摩耗特性は膜厚が増加することで効果的に向上することが明らかとなった。

-アルミナ長繊維強化アルミニウムの X 線残留応力測定

池内保一^{*1}， 松英達也^{*1}， 英 崇夫^{*2}

^{*1}新居浜工業高等専門学校材料工学科、 ^{*2}徳島大学工学部

第36回 X線材料強度に関するシンポジウム・2000年9月8日

平均直径 20 μm の細径長繊維で強化した Al 複合材料に熱履歴を与えて母材と繊維の残留応力を Cu-K₁ 線による回折を用いて 3 軸応力解析すると共に室温近くで温度変化に伴う母材と繊維の残留応力変化を通常の \sin^2 法で測定し次の結果を得た。(1) 繊維軸方向， 繊維横方向および表面垂直方向の残留応力 σ_{11} ， σ_{22} ， σ_{33} は各主応力である。 σ_{11} は絶対値最大の主応力であり， 繊維横方向の残留応力 σ_{22} は σ_{11} の約 40% であった。(2) 表面垂直応力 σ_{33} は σ_{22} とほぼ等しい値を示し， 本実験の X 線残留応力測定では 3 軸応力解析が必要である。平面応力場を仮定した通常の \sin^2 法では σ_{22} に近い大きさの応力値を無視することになる。(3) 本実験で測定した残留応力は母材と繊維の熱膨張差に起因する応力であり， 熱履歴の相違によって残留応力の符号と大きさが変化する。この場合， σ_{11} ， σ_{22} ， σ_{33} の各残留応力は母材と繊維で応力の釣合条件を満たすように変化する。(4) 焼なまし複合材料を加熱すると母材と繊維の残留応力が除荷される。この応力除荷過程および σ_{22} と σ_{11} の残留応力比は共に弾性円柱モデルによる理論予測とよく一致する。

積層化による TiN 厚膜の作成とその硬さおよび摩耗特性

松英達也^{*1}, 池内保一^{*1}, 英 崇夫^{*2}, 森口忠和^{*3}, 新江弘基^{*4}

^{*1}新居浜工業高等専門学校材料工学科, ^{*2}徳島大学工学部, ^{*3}徳島大学工学部大学院(現:四国化工機株), ^{*4}徳島大学工学部(現:大阪機工株)

第9回 日本材料学会四国支部講演大会・2000年5月27日

物理蒸着(PVD)法により多層化して形成された皮膜には成膜時に発生する残留応力などの影響から割れやはく離などが生じる。また, 被覆材の耐摩耗性および耐食性を考慮すると, 皮膜はできるだけ厚く形成した方がより効果を期待できるが, 割れやはく離などにより作成することが困難となっている。本研究では, PVD 法の一種であるアーク・イオンプレーティング(AIP)法を用い, 薄い皮膜を積層化して TiN 厚膜の作製を行った。その結果, 積層化させて形成した TiN 皮膜では積層数が増加すると皮膜の表面粗さは増加することがわかった。また, 積層数の増加に対し, TiN 皮膜のピッカース硬さは約 3000HV~2500HV へと低下した。一方, TiN 皮膜の積分回折強度は積層数が増加すると低下しており, 成膜時の基板温度が低温であったことから結晶成長が阻害されたと考えられる。さらに, TiN 皮膜の残留応力は約-10.0~-9.0GPa の圧縮残留応力となることがわかった。

-Al₂O₃長繊維強化 Al の X 線残留応力評価

池内保一^{*1}, 松英達也^{*1}

^{*1}新居浜工業高等専門学校材料工学科

第9回 日本材料学会四国支部講演大会・2000年5月27日

繊維強化金属基複合材料では母材と繊維の熱膨張差に起因して各相に熱応力が残留する。この不可避な熱残留応力は複合材料の降伏強さや寸法安定性に重大な影響を及ぼすため, 熱残留応力の理論解析に加えて, 実験解析による熱残留応力評価が重要である。本研究では, 平均直径 20 μm の細径長繊維で強化した標記複合材料の母材と繊維についてその残留応力状態を室温で X 線 3 軸応力解析すると共に室温近くで温度変化に伴う複合材料の残留応力変化を通常の sin² 法で X 線その場測定し, 複合材料の熱残留応力挙動を調査した。本実験の X 線測定では 3 軸応力解析が必要である。焼なまし及び続いて 77K まで冷却した試料で 3 軸応力解析した残留応力は, 母材と繊維間で釣合っており, 母材と繊維の熱膨張差による残留応力である。縦方向の応力 σ_{11} は最大主応力であり, 横方向応力 σ_{22} は表面法線方向応力 σ_{33} とほとんど同じ大きさである。

積層化による TiN 皮膜の硬さと残留応力

松英達也^{*1}, 英 崇夫^{*2}, 池内保一^{*1}, 新江弘基^{*3}

^{*1}新居浜工業高等専門学校材料工学科, ^{*2}徳島大学工学部, ^{*3}徳島大学工学部(現:大阪機工株)

第49期 日本材料学会総会および学術講演会・2000年5月19日

物理蒸着(PVD)法の一種であるアーク・イオンプレーティング(AIP)法を用い, 薄い皮膜を積層化して TiN 厚膜の作製を行い, 皮膜の硬さと存在する残留応力について検討した。その結果, 積層化させて形成した TiN 皮膜では積層数が増加するとピッカース硬さは約 3000HV~2500HV へと低下した。一方, TiN 皮膜の積分回折強度は積層数が増加すると低下しており, 成膜時の基板温度が低温となることで結晶成長が阻害されることが明らかとなった。また, TiN 皮膜には約-10.0~-9.0GPa の圧縮残留応力が存在しており, 成膜時に Ti イオンによるエッチング処理を行うことで残留応力値を低減できることが明らかとなった。

アルミニウム基材への TiN 厚膜の作成とその摩耗特性

森口忠和^{*1}, 英 崇夫^{*2}, 日下一也^{*2}, 松英達也^{*3}

^{*1}徳島大学工学部大学院(現:四国化工機株), ^{*2}徳島大学工学部, ^{*3}新居浜工業高等専門学校材料工学

科

第 49 期 日本材料学会総会および学術講演会・2000 年 5 月 19 日

Al および Al 合金は工業用材料として幅広い分野で用いられている。しかし、耐摩耗性の低さが利用分野の拡大を妨げている。本研究は Al および Al 合金基板上にアーク・イオンプレーティング (AIP) 法を用いて TiN 厚膜を形成することによる耐摩耗性の改善を検討した。その結果、AIP 法により Al および Al 合金基板を軟化させることなく TiN 皮膜を成膜することが可能であった。TiN 皮膜はバイアス電圧-20V 以下では正常な厚膜が形成できるが、バイアス電圧が増加すると皮膜に亀裂が発生することがわかった。また、TiN 皮膜はバイアス電圧を増加によって硬さが増加し、耐摩耗性も向上することが明らかとなった。

Alteration of Residual Stresses in TiN and TiC Films due to Annealing Treatments

T.MATSUE*¹, T.HANABUSA*², Y.IKEUCHI*¹

*¹Niihama National College of Technology, *²Faculty of Engineering, Tokushima University
The Sixth International Conference on Residual stresses (ICRS-6)・2000 年 7 月 11 日

The structure and residual stresses of TiN and TiC films deposited on a steel substrate were investigated by X-ray diffraction. TiN films approximately 4 μ m thick were deposited on one side of the substrate by multi-arc physical vapor deposition (TiN_{PVD} and TiC_{PVD} film) and thermal chemical vapor deposition (TiN_{CVD} film). The TiN_{PVD} and the TiC_{PVD} films had a compressive residual stresses of -8.8GPa and -7.8GPa, respectively. These residual stresses decreased on increasing the annealing temperature, and decreased to the level of the thermal residual stress after annealing at temperature of 1073K. The TiN_{CVD} films had a compressive residual stress of -1.8GPa. The residual stresses did not change by annealing at temperatures below 1073K, but they increased with increasing annealing temperatures above 1073K. By X-ray photoelectron spectroscopy (XPS), we determined the ratio of nitrogen (or carbon) to titanium (N or C/Ti) of the TiN_{PVD}, TiC_{PVD} and TiN_{CVD} films after the annealing treatments. The results of the XPS analysis showed that the initial value of N/Ti was about 1.08 in the as-deposited TiN_{PVD} and TiN_{CVD} films, and for those samples the ratio of N/Ti did not change after annealing at temperatures below 1073K, but decreased to 1.00 after annealing at temperatures above 1073K. On the other hand, the initial value of C/Ti was about 1.01 in the as-deposited TiC_{PVD} films, and for those samples the ratio of C/Ti did not change after annealing at temperatures below 1273K, but decreased to 0.80 after annealing at temperatures of 1473K.

The Effect of Residual Stresses on the Wear Behavior of TiN Films on Aluminum Substrates

T.HANABUSA*¹, K.KUSAKA*¹, Y.MIKI*², T. MATSUE*³

*¹Faculty of Engineering, Tokushima University, *²Nara Pref. Inst. of Ind. Technol.,
*³Niihama National College of Technology

The Sixth International Conference on Residual stresses (ICRS-6)・2000 年 7 月 11 日

In the industrial fields, aluminum and aluminum alloys are widely used in mechanical components. However, their application is essentially restricted because of their low strength. If hard coatings are made on a surface of aluminum or aluminum alloys, their application will widely be enlarged. Ceramic coatings on steel substrates are well established in recent material technology to give wear resistance. For example, TiN coatings on cutting tools greatly succeeded in prolongation of tool lives. In the present study, TiN film deposition was tried on a surface of aluminum and aluminum alloy substrates by means of an arc ion plating. The aim is the development of aluminum based materials having strong wear resistance.

Arc current was maintained at 60A for minimizing temperature increase in the substrate during depositing processes. Bias voltage and N₂ gas pressure were changed to examine their role on hardness and residual stress of TiN films. Wear experiment was also conducted with a ball-on-disk type wear testing machine. Vickers hardness test revealed high values (HV = 2100 ~ 2400) which depend on both bias voltage and N₂ gas pressure. The TiN films exhibited very high {111} preferred orientation under the condition of high bias voltage of -80V. Residual stresses in the TiN film were measured by the two-exposure X-ray stress measuring method as a function of N₂ gas pressure. Very high compressive residual stresses, -6.3 ~ -4.6 GPa, were observed depending on the N₂ gas pressure as well as the hardness of substrate material. Large compressive residual stresses were developed at lower N₂ gas pressure and for higher hardness of the substrate. The depth and the width of wear traces on the surface of specimens were greatly reduced by TiN coatings. Especially, no wear traces appeared on a surface of the film which was deposited at the bias voltage of -80V and the N₂ gas pressure of 1.0 Pa onto Al-Cu alloy specimen.

Effects of Residual Stresses on Thermal Expansion of Continuous Alumina Fiber-Reinforced Aluminum

Y. IKEUCHI *¹, T. MATSUE *¹, T. HANABUSA *²

*¹Niihama National College of Technology, *²Faculty of Engineering, Tokushima University

The Sixth International Conference on Residual stresses (ICRS-6)・2000年7月12日

Residual stresses and the thermal cycling strain response along the fiber direction of a unidirectionally reinforced aluminum composite were studied in the temperature range of 290-800K. A strain hysteresis loop attributable to the presence of thermally induced residual stresses in the composite was observed. Upon the cooling process of the composite from 800K to 290K, the matrix was plastically deformed in tension. Upon the subsequent heating process of the composite, the tensile matrix stress elastically decreased to zero stress level at about 330K followed by plastic compressive deformation of the matrix. Time-dependent strains during isothermal holds of the composite at elevated temperatures in the absence of externally applied stresses were revealed. The changes in strain of the composite under isothermal conditions were influenced by the sign of the residual stress. When the matrix residual stress was in compression, the composite contracted. When the matrix residual stress was in tension, the composite expanded. The relaxation behavior of the matrix residual stress during isothermal holds of the composite could be well described in a form of the power law for steady state creep of pure aluminum. The activation energy for the relaxation process of the matrix residual stress was evaluated to be nearly equal to the activation energy for self diffusion of pure aluminum.

酸化ガラス中の硫黄の状態分析

朝日太郎、難波徳郎*¹、三浦嘉也*¹、山下浩*²、前川 尚*²

新居浜工業高等専門学校、*¹岡山大学環境理工学部、*²愛媛大学工学部

第7回エコテクノロジーに関するアジア国際シンポジウム - 富山 2000.12.5~6 (富山)

硫黄化合物を清澄剤として用いた場合には、ガラス中に残存する微量硫黄は着色の原因となることも経験的によく知られている事実であるが、ガラス中での硫黄の化学結合状態やガラス構造に与える影響については不明な点が多いのが現状である。本研究では、系内に硫黄を多量に含有することのできるオキシスルフィド系ガラスに着目し、ガラス構造が酸化ガラスと比較してどのように変化しているか、更に硫黄がどのような状態でガラス中に存在しているかを検討することを目的として実験を行った。

Na₂O-RE₂O₃-SiO₂ (RE:希土類元素)系ガラスの作製とその電気特性

朝日太郎、斎藤麻衣子、中山 享^{*1}

新居浜工業高等専門学校材料工学科、^{*1}新居浜工業高等専門学校生物応用化学科

第7回ヤングセラミスト・ミーティング in 中四国 2000.12.9 (岡山)

出発組成が5Na₂O・RE₂O₃・8SiO₂ (RE=La、Pr、Nd、Sm、Gd、Dy、Y、Ho、Er、Yb) からなるガラスを作製し、そのナトリウムイオン導電性と希土類元素のイオン半径の関係についての検討を行った。作製したガラス試料の密度はセラミックスの理論密度と良く一致した。

また、300 °Cでのガラス試料の導電率は10⁻⁴~10⁻³S・cm⁻¹で、Shannon らが報告したNa₅YbSi₄O₁₂セラミックスの導電率より一桁低い値であった。

[区 分 F]

X線回折によるTiN被覆材の残留応力に関する研究

松英達也

新居浜工業高等専門学校材料工学科

博士(工学)乙

大阪大学(主査:片岡俊彦)平成12年(2000年)7月

本論文は結晶配向するTiN皮膜の残留応力測定についてX線回折を利用した新たな手法を提案するとともに、TiN被覆材の残留応力に関する機械的および熱的な特性についての研究成果をまとめたものである。第1章では表面改質技術に関する過去の研究を通観して本研究を位置づけ、目的と意義を述べた。また、従来のX線応力測定の基礎ともいえるsin²法について説明した。第2章では結晶配向する皮膜に対し、結晶学的に定まる特定2方向の格子面間隔をX線回折を用いて測定することにより残留応力を評価する2点測定法を提案し、この手法の理論的な検討を行った。第3章では試料作成に用いた物理蒸着法の一種であるアーク・イオンプレーティング(AIP)法について解説し、成膜装置の成膜パラメータとTiN皮膜の形成速度との関係について検討した。第4章ではAIP法により形成されたTiN皮膜の結晶状態と成膜パラメータおよび皮膜の元素組成比などとの関係を検討した。その結果、皮膜の結晶状態は基板との界面近傍に存在する酸素の含有率に影響されており、これは成膜パラメータの一つであるバイアス電圧値に依存して変化することが明らかとなった。第5章ではTiN皮膜の各成膜パラメータと硬さおよび残留応力との関係について検討した。その結果、皮膜の硬さは各成膜パラメータと密接に関係することが判明した。また、TiN皮膜には強い圧縮残留応力が存在するが、成膜パラメータの間には明確な相関関係は認められなかった。第6章では被覆材の残留応力に対する繰返し片振り曲げ負荷過程の影響について検討した。その結果、皮膜の残留応力は曲げ負荷過程においてほとんど変化を認めることができなかった。しかし、基板では負荷応力に依存する残留応力の形成が認められ、この値は基板上に弾性定数の大きい皮膜が存在することにより抑制されることが判明した。第7章ではTiN被覆材の硬さおよび残留応力に対する熱処理の影響について検討した。その結果、成膜時に形成される皮膜の圧縮残留応力は成膜時の基板温度以上の熱処理を行うことによって減少し、皮膜のピッカース硬さも低下することが明らかとなった。第8章では本研究を総括し、得られた成果をまとめた。本研究で提案した手法により結晶配向を有する皮膜の残留応力測定が可能となることを示し、皮膜の残留応力が機械的負荷ではなく熱的負荷により顕著に影響されることを示した。