

氏 名	と さ まさ ひろ 土 佐 正 弘
学位(専攻分野)	博 士 (工 学)
学位記番号	論工博第2622号
学位授与の日付	平成4年9月24日
学位授与の要件	学位規則第4条第2項該当
学位論文題目	表面析出現象を利用したセラミックス・金属複合材料の開発に関する研究

論文調査委員 (主査) 教授 小野勝敏 教授 小岩昌宏 教授 村上正紀

論 文 内 容 の 要 旨

本論文は、タービンブレードに代表される高温機器用金属系材料の使用限界を超える過酷な高温腐食環境に対する対応策として、セラミックスを固相接合した金属・セラミックス複合材料の開発を、主として表面析出現象を利用して行った結果をまとめたもので、8章からなっている。

第1章は序論で、セラミックコーティングの必要性とその問題点を取り上げ、とくにコーティング膜の密着性向上にTiC析出が有用であることを指摘し、この認識にもとづいて本研究の意義と目的を明らかにしている。

第2章では、ステンレス鋼上に高周波マグネトロンスパッタ法で蒸着したアルミナ膜の構造解析、密着性の評価などを行い、さらにこれを熱処理することによりステンレス鋼中のTiとCがTiCとして表面に析出したアルミナ膜の密着性改善に寄与すること、またその原因はTiCの成長によるアルミナ膜の投錨作用にあることを明らかにしている。第3章では、TiC析出によるアルミナ膜の密着性の改善法が鉄基金全般に適用できるかどうか基礎的に検討している。Fe-C-Ti系合金上にアルミナ膜をスパッタ形成して真空熱処理でTiCを表面に析出させ、密着性評価試験、オージェ分析などにより密着性向上を確認し、その機構が析出したTiCによって生じるAl-O-Ti結合、投錨効果および傾斜組成層による応力緩和の3点にあること、鉄系合金中のCがグラファイトとして析出する場合は体積膨張により膜が破壊されることなどを明らかにしている。

第4章ではステンレス鋼表面に形成した窒化ケイ素膜の密着性について検討している。すなわち、ステンレス鋼上に窒化ケイ素膜をスパッタ法で作製し、界面および深さ方向組成分析ならびに化学結合状態分析をAESとXPSを用いて行い、その結果鋼内部から拡散してきたTiとCが窒化ケイ素と基板の界面でTiCとして析出し、その成長の過程で一部のTiが窒化ケイ素と反応してTiNを生成すること、応力緩和の傾斜組成層の形成が窒化ケイ素膜の密着性に寄与することを確認している。

第5章はステンレス鋼表面へのTiCのコーティングをイオンプレーティング法で行い、その密着性について論じたものである。密着性の評価には熱サイクル試験を行い、熱処理したステンレス鋼基板とTiC

膜との間の傾斜組成層の存在が熱応力の緩和に寄与していることを力学的モデル計算により示している。

第6章ではチタンイオン注入したステンレス鋼と純鉄の表面組織およびその表面に形成したTiC皮膜の密着性を検討しており、イオン注入されたチタンイオンは基板の極表面に金属チタンとして存在し、注入基板を加熱すると鋼中のCおよびNにより1100KまではTiCが、それ以上の温度ではTiNが表面を覆うこと、オーステナイト組織のステンレス鋼よりもフェライト組織の純鉄の方がCやNの析出が起りやすいこと、ならびに微小硬度計による圧痕割れ試験の結果からイオンプレーティング法よりもイオン注入法による方がTiC膜の密着性が良好であることなどの結論を得ている。

第7章ではアルミナ焼結体とステンレス鋼の固相接合法としてTiC表面析出現象をアルミナと鉄基合金との直接固相接合に応用することにより、高温でも高い安定性を有するアルミナ/金属固相接合体の簡便な作製法の開発を試みた経緯について述べている。SUS321ステンレス鋼とアルミナ円盤を真空下、荷重0.19-0.75 kgf/mm²、温度1100-1600Kの条件で接合し、インストロン引張試験による接合強度および電子線マイクロアナライザーによる接合界面の組織分析を行い、SUS 321側からアルミナ側へと析出したTiC層がアルミナに対して投錨作用を及ぼすこと、また析出したTiCはアルミナと反応してAl-O-Ti結合を形成し接合構造がいっそう強化され、強固なアルミナ/ステンレス鋼接合体が得られることを見いだしている。

第8章は結論で、本研究で得られた知見を総括している。

論文審査の結果の要旨

本論文は、表面析出現象を制御して表面や界面を改質することにより鉄基合金材料に対するセラミックス被覆膜の密着性および固相接合の強度の向上を計るための実験的検討ならびに考察をまとめたもので、得られた主な成果は次の通りである。

1. アルミナスパッタ蒸着ステンレス鋼 (SUS321およびSUS304) を真空焼純するとTiCがアルミナ膜と鋼との界面近傍に析出してアルミナ膜内へ成長して行き、Al-O-Ti結合を形成することにより投錨効果を及ぼすとともに、界面付近に応力緩和作用のある傾斜組成層を形成してアルミナ膜の密着性を向上させることを明らかにした。
2. Tiを含有する鉄基合金においても同様にアルミナ蒸着膜の密着性はTiCの界面析出、アルミナ膜内結合および傾斜組成層の形成により改善されるが、グラファイトとして析出する場合は体積膨張により被膜が破壊されることが明らかになった。
3. ステンレス鋼表面に窒化ケイ素をスパッタ蒸着して熱処理を施すと、基板内部から拡散してくるTiとCが界面でTiCを形成し、窒化ケイ素層内へ成長していく過程でTiは窒化されTiNを生成する。これが結合継ぎ手となりさらに応力緩和の傾斜組成層が形成されることにより窒化ケイ素の密着性が向上することが明らかになった。
4. イオンプレーティング法によりTiCをステンレス鋼にコーティングした場合、熱処理後TiC膜の密着性が向上し、傾斜組成層の存在が熱応力の緩和に寄与していることを力学的モデル計算により説明することができた。

5. ステンレス鋼へのチタン注入と熱処理により生成する TiC 膜の密着性はイオンプレーティング法よりも良好であることが明らかになった。

6. アルミナ焼結体とステンレス鋼の直接固相接合においてはアルミナ側へ析出した TiC 層がアルミナに投錨作用を及ぼし、さらに TiC がアルミナと反応して Al-O-Ti 結合が形成されて接合構造が強化され、強固なアルミナ/ステンレス鋼接合体が得られることを見いだした。

以上要するに本論文は、セラミックス-金属複合材料は熱処理により基板内部より成分が拡散し、界面で化合物として析出する現象を応用することにより相互密着性が改善されることを明らかにしたもので、得られた成果は学術上、實際上寄与するところが少なくない。よって本論文は京都大学博士（工学）の学位論文として価値あるものと認める。

また、平成4年7月27日、論文内容とそれに関連した事項について試問を行った結果、合格と認めた。