

Title	酸化物分散強化型耐熱超合金のパルス通電焼結接合に関する基礎的研究
Author(s)	都筑, 亮一
Citation	大阪大学, 2002, 博士論文
Version Type	
URL	https://hdl.handle.net/11094/43386
rights	
Note	著者からインターネット公開の許諾が得られていないため、論文の要旨のみを公開しています。全文のご利用をご希望の場合は、 〈a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed"〉 大阪大学の博士論文について 〈/a〉 をご参照ください。

Osaka University Knowledge Archive : OUKA

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

Osaka University

氏 名	都 筑 亮 一
博士の専攻分野の名称	博 士 (工 学)
学 位 記 番 号	第 1 7 0 2 6 号
学 位 授 与 年 月 日	平成 14 年 3 月 25 日
学 位 授 与 の 要 件	学位規則第 4 条第 1 項該当 工学研究科生産科学専攻
学 位 論 文 名	酸化物分散強化型耐熱超合金のパルス通電焼結接合に関する基礎的研究
論 文 審 査 委 員	(主査) 教 授 西本 和俊 (副査) 教 授 小林紘二郎 教 授 池内 建二 助教授 才田 一幸

論 文 内 容 の 要 旨

本研究では、Fe 基 ODS 合金 MA956 および Ni 基 ODS 合金 MA754 の高性能、高能率でかつ高信頼性を有する接合技術を開発することを目的として、パルス通電焼結接合法を適用した場合の、接合層の緻密化現象および接合層内の焼結緻密化挙動に及ぼすパルス通電の効果を明らかにするとともに、その効果の発現機構の解明を行った。また、パルス通電焼結接合継手の高温機械的特性についても検討を行った。本研究で得られた主たる知見を以下に総括する。

第 1 章は、緒論であり、研究の背景および問題点を指摘し、本研究の必要性および目的について述べた。

第 2 章は、ODS 合金の発展の推移および特徴を把握するとともに、ODS 合金の接合に関する研究の現状とその問題点を述べた。また、パルス通電焼結プロセスに関する研究の現状と焼結緻密化挙動および機構における未解明な点ならびにパルス通電焼結接合法の適用状況についても論述し、本研究の目的を明らかにした。

第 3 章では、ODS 合金を同組成の MA 粉末をインサート材に用いてパルス通電焼結接合を行い、接合プロセスに関する組織学的検討及び接合層の緻密化現象に関する速度論的検討を行った。緻密化前半段階においては粒界拡散クリープが、緻密化後期段階においては体積拡散が緻密化の主たる機構となることを示した。また、パルス通電焼結接合層部では酸化物強化粒子の均一分散が達成されていることを明らかにした。

第 4 章では、接合層の緻密化挙動に及ぼすパルス通電の効果を明らかにすることを目的として、DECS および HP による ODS 合金のその場焼結接合層内の緻密化挙動を PECS 接合の場合と比較検討するとともに、接合層の緻密化挙動に対する速度論的検討を実施した。その結果、粒界拡散クリープ支配の緻密化前期段階において、PECS>DECS>HP 接合の順に緻密化が促進されていることを明らかにした。

第 5 章では、その場焼結接合層の焼結粒子間の結合力に及ぼすパルス通電の効果を明らかにすることを目的として、PECS、DECS および HP による ODS 合金のその場焼結接合層に対して高温低歪速度引張試験を行い、破断特性値により焼結粒子間結合力を評価した。また、粒子間結合力の差異の発現要因を解明するため、各焼結接合層内の焼結粒子に対して組織学的検討を行った。その結果、粒子間結合力が PECS>DECS>HP 接合の順に優れることを明らかにした。また、PPB 上の Cr_2O_3 介在物の存在量は PECS<DECS<HP 接合の順に増加することを明らかにした。

第 6 章では、パルス通電焼結接合過程における焼結緻密化を加速する主たる要因であると考えられた接合層内の粉末内のマイクロ温度場を解析するため、粉末内部および粉末接触部における抵抗発熱モデルの構築を行い、コンピュータシミュレーションにより焼結接合層内における粉末内の発熱状況および温度分布について解析した。焼結粒子内の

温度分布を求めた結果、緻密化前期段階において、PECS 接合ではネック近傍の温度が平均温度に比べて顕著に高いことを明らかにした。また、PECS 接合層における焼結加速効果は、焼結粒子内全域の平均温度よりも粉末接触部近傍における平均温度が高くなるため、発現する機構を提案した。

第7章では、ODS 合金に対するパルス通電焼結接合の適用性を明確にすることを目的として、MA956および MA754を母材と同成分のメカニカルアロイング粉末を用いてパルス通電焼結接合した継手に対して、高温クリーブ破断試験により機械的特性を評価した。その結果、PECS 接合継手は一方向焼鈍した母材の短軸方向の寿命を大きく上回り、長軸方向にせまる寿命を示すことを明らかにした。

第8章では、本研究で得られた結論を総括した。

論文審査の結果の要旨

ODS 合金の接合に関してはこれまでに様々な接合法の適用が試みられてきたが、高性能な接合継手特性を保証する接合法は確立されていない。本論文では、Fe 基 ODS 合金 MA956および Ni 基 ODS 合金 MA754の高性能、高能率でかつ高信頼性を有する接合技術を開発することを目的として、新しいその場焼結接合法であるパルス通電焼結接合法を適用した場合の、接合現象および接合層内の焼結緻密化挙動に及ぼすパルス通電の効果を明らかにするとともに、その効果の発現機構の解明を行っている。また、接合継手の高温機械的特性についても検討を行っている。本研究での主要な結果は以下のように総括される。

- (1)接合層の緻密化過程に対して、拡散クリーブ律速および体積拡散律速の緻密化速度式の適合性を検討した結果、緻密化前半段階においては粒界拡散クリーブが、緻密化後期段階においては体積拡散が緻密化の主たる機構となることを示している。また、パルス通電焼結接合層では酸化物強化粒子の均一分散が達成されていることを明らかにしている。
- (2)接合層の相対密度が60%から80%まで到達するのに要する時間は、HP 接合に比べ PECS 接合が顕著に短く、PECS 接合が DECS 接合よりもやや短いこと、および接合層の相対密度が95%から100%まで到達するのに要する時間については、焼結接合法によらずほぼ同程度であることを明らかにしている。
- (3)高温低歪速度引張試験により各種焼結複合層の粒子間結合力を評価した結果、PECS>DECS>HP 接合の順に優れることを明らかにしている。また、完全緻密化達成直後の PECS、DECS および HP 接合層内の旧粉末粒界 (PPB) 上の Cr_2O_3 介在物の占有率が減少すると粒子間結合力は単調に増加する傾向にあることを明らかにしている。
- (4)PECS 接合層における緻密化促進効果はパルス通電加熱を行うことにより、焼結粒子内全域の平均温度よりも粉末接触部近傍における平均温度が高くなるため、局所的に塑性流動が促進されることに加えて、PECS 接合では DECS や HP 接合に比べてネック部における温度が顕著に高く、PPB に存在する Cr_2O_3 酸化皮膜の化学的分解と機械的破壊が促進されることにより焼結粒子間の材料学的結合力が向上寄与する機構を提案している。
- (5)接合層が完全緻密化された PECS 接合継手に対してクリーブ破断試験を行い、PECS 接合継手は一方向焼鈍した母材の短軸方向の寿命を大きく上回り、長軸方向にせまる寿命を示すことを明らかにしている。

以上のように本論文は、ODS 合金のパルス通電焼結接合法による接合層における緻密化機構を明らかにすると同時に、接合層の焼結緻密化挙動に及ぼすパルス通電加熱の効果とその発現機構の明確化を行っている。さらに、その接合継手特性を評価することによりパルス通電焼結接合法の ODS 合金の接合に対する適用性が高いことを明らかにしている。これらの成果は、材料工学および生産科学の発展に寄与するところが大きい。よって本論文は、博士論文として価値あるものと認める。