

Title	Studies on Synthesis, Characterization of Ti <sub>3</sub> SiC <sub>2</sub> and Its Application for Ecomaterials
Author(s)	高, 寧峰
Citation	大阪大学, 2002, 博士論文
Version Type	
URL	<a href="https://hdl.handle.net/11094/43442">https://hdl.handle.net/11094/43442</a>
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">〈a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed"〉</a> 大阪大学の博士論文について <a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed">〈/a〉</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	高 寧 峰
博士の専攻分野の名称	博士(工学)
学位記番号	第 17082 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 工学研究科環境工学専攻
学位論文名	Studies on Synthesis, Characterization of $Ti_3SiC_2$ and Its Application for Ecomaterials ( $Ti_3SiC_2$ の合成、評価と環境材料への応用に関する研究)
論文審査委員	(主査) 教授 宮本 欽生  (副査) 教授 藤田 正憲 教授 竹本 正 教授 奈賀 正明 教授 盛岡 通 教授 加賀 昭和 教授 鳴海 邦碩 教授 水野 稔 教授 笹田 剛史 教授 桑野 園子

### 論文内容の要旨

本論文は、 $Ti_3SiC_2$ セラミックスを高温構造材料、耐食材料、生体材料などの環境材料へ応用するために、 $Ti_3SiC_2$ の合成、評価、環境材料への適応性などについて研究した結果をまとめたものであり、以下の6章から構成されている。

第1章は序論であり、高温構造材料、生体材料を含んだ環境材料の概念、 $Ti_3SiC_2$ の合成方法、微細組織、主な物理的、化学的性質を概観し、本研究の目的と概要をまとめた。

第2章では、本研究で用いた実験方法と実験装置について詳細に説明した。

第3章では、三種の方法を用いて、 $Ti_3SiC_2$ の合成を試み、その焼結体の結晶相と組成、微細組織、機械的特性、物理的特性などを評価した。SHS(燃焼合成)法は、秒単位のごく短時間に $Ti_3SiC_2$ 粉末を合成できる省エネルギー、高生産性の合成法である。反応HIP(熱間等方加圧)法は高純度高密度 $Ti_3SiC_2$ の合成に最も有利である。 $Ti_3SiC_2$ 含有量が99.7vol%の緻密な焼結体が反応HIPにより得られた。高純度 $Ti_3SiC_2$ 焼結体の機械的特性として、曲げ強度537MPa、靱性11.2MPam<sup>1/2</sup>、ビッカース硬さ4GPa、ヤング率283GPaを有し、高い弾性率と塑性を有することを明らかにした。焼結体は柱状および板状結晶からなり、粒界相は見られない。柱状粒子の軸方向に沿って積層欠陥が多く見られた。SPS(放電プラズマ焼結)法は、短時間で簡便に焼結できる実用的、省エネルギー的な手法である。SPS焼結温度は反応HIPの処理温度より約200℃低いため、結晶粒子の成長が抑えられた。

第4章では、 $Ti_3SiC_2$ を腐食、高温などの過酷な環境で使用するときの安定性を評価したうえ、Ti-6Al-4Vとの接合実験も行った。高純度 $Ti_3SiC_2$ 焼結体の酸化増量は1300℃、1時間で3.5mg/cm<sup>2</sup>を示した。1150-1250℃において酸化は拡散に律速され、酸化の活性化エネルギーは295±20kJ/molと見積られた。1300℃における酸化増量は時間とともに線形的に緩やかに増加し、界面反応に律速されることを明らかにした。 $Ti_3SiC_2$ は1100℃以下の大気中で使用可能な材料である。 $Ti_3SiC_2$ の高温安定性はSi、Cの化学ポテンシャルに強く依存した。1350℃、1時間での拡散接合によって、 $Ti_3SiC_2$ とTi-6Al-4V合金の間に割れの無い反応層が形成した。接合対の三点曲げ強度は100±22MPaである。接合反応の全拡散ルートが $Ti_3SiC_2/Ti_5Si_3C_x/Ti_5Si_3C_x+TiC_x/TiC_x/Ti$ であると解析された。1350℃以下の温度での反応は固相拡散に律速され、それ以上の温度での接合は液相反応に律速されることが判明した。

第5章では、 $Ti_3SiC_2$ の生体材料への適応性を評価するため、生体への埋込試験耐食性のin vitro評価を行った。その結果、 $Ti_3SiC_2$ は強度、耐食性、無毒性、生体親和性、高靱性、高疲労亀裂進展閾値、加工性などに優れ、骨充

填剤、人工骨等の生体材料への利用が期待できることを明らかにした。

第6章では、本研究を総括し、得られた成果をまとめた。

### 論文審査の結果の要旨

本論文は、 $Ti_3SiC_2$ セラミックスを高温構造材料、耐食材料、生体材料などの環境材料へ応用するために、 $Ti_3SiC_2$ の合成、評価、環境材料への適応性などについて研究した結果をまとめたものである。得られた結果を要約すると、以下の通りである。

- (1)三種の方法を用いて、 $Ti_3SiC_2$ の合成を試み、その焼結体の結晶相と組成、微細組織、機械的特性、物理的特性などを明らかにしている。SHS（燃焼合成）法は、秒単位のごく短時間に  $Ti_3SiC_2$ 粉末を合成できる省エネルギー、高生産性の合成法である。反応HIP（熱間等方加圧）法は高純度高密度  $Ti_3SiC_2$ の合成に最も有利である。 $Ti_3SiC_2$ 含有量が99.7vol%の緻密な焼結体が反応HIPにより得られる。高純度  $Ti_3SiC_2$ 焼結体の機械的特性として、曲げ強度537MPa、靱性11.2MPam<sup>1/2</sup>、ビッカース硬さ4GPa、ヤング率283GPaを有し、高い弾性率と塑性を有することを明らかにしている。焼結体は柱状および板状結晶からなり、粒界相は見られない。柱状粒子の軸方向に沿って積層欠陥が多く見られる。SPS（放電プラズマ焼結）法は、短時間で簡便に焼結できる実用的、省エネルギー的な手法である。SPS焼結温度は反応HIPの処理温度より約200°C低いいため、結晶粒子の成長を抑制できることを示している。
- (2) $Ti_3SiC_2$ を腐食、高温などの過酷な環境で使用するときの安定性を評価し、Ti-6Al-4Vとの接合実験も行っている。高純度  $Ti_3SiC_2$ 焼結体の酸化増量は1300°C、1時間で3.5mg/cm<sup>2</sup>を示している。1150-1250°Cにおいて酸化は拡散に律速され、酸化の活性化エネルギーは295±20kJ/molと見積っている。1300°Cにおける酸化増量は時間とともに線形的に緩やかに増加し、界面反応に律速されることを明らかにしている。 $Ti_3SiC_2$ は1100°C以下の大気中で使用可能な材料であると結論している。 $Ti_3SiC_2$ の高温安定性がSi、Cの化学ポテンシャルに強く依存することを見出している。1350°C、1時間での拡散接合によって、 $Ti_3SiC_2$ とTi-6Al-4V合金間に割れの無い反応層が形成している。接合対の三点曲げ強度は100±22MPaである。接合反応の全拡散ルートが $T_3SiC_2/Ti_3SiC_x/Ti_5Si_3C_x+TiC_x/TiC_x/Ti$ であることを明らかにしている。1350°C以下の温度での反応は固相拡散に律速されそれ以上の温度での接合は液相反応に律速されることを見出している。
- (3) $Ti_3SiC_2$ の生体材料への適応性を評価するため、生体への埋込試験と耐食性のin vitro評価を行っている。その結果、 $Ti_3SiC_2$ は強度、耐食性、無毒性、生体親和性、高靱性、高疲労亀裂進展閾値、加工性に優れ、骨充填剤、人工骨等の生体材料への利用が期待できることを明らかにしている。

以上のように、本論文は三種の合成方法により高靱性  $Ti_3SiC_2$ セラミックスの作製を試み、高純度高密度の焼結体の合成に成功し、その焼結体の結晶相と組成、微細組織、機械的特性、物理的特性などを明らかにしている。さらに、 $Ti_3SiC_2$ セラミックスを高温構造材料、耐食材料、生体材料などの環境材料へ応用するための適応性を検討している。世界初の  $Ti_3SiC_2$ の生体適応性評価をはじめ、本研究で得られた多くの新しい知見は、材料工学、環境工学と生体工学の発展に寄与するところ大である。よって本論文は博士論文として価値あるものと認める。