

博士論文審査結果の要旨

博士論文審査委員会

主　　査	野田　和彦	審査委員	村上　雅人
審査委員	弓野　健太郎	審査委員	下条　雅幸
審査委員	村上　秀之	審査委員	篠原　正

氏　名	笠井　一輝
論文題目	耐酸化コーティングを施したニッケル基単結晶超合金の組織解析

〔論文審査の要旨〕

発電用あるいは航空宇宙用タービンブレードの基材であるニッケル基単結晶超合金には高温強度や耐食性を向上させることが求められ、合金元素の添加などによりその機能向上を実現しているが、その際基材の力学特性の低下やコーティング層の劣化が問題となっている。そこで、本論文では耐酸化コーティングを施したニッケル基単結晶超合金の組織変化に及ぼす結晶方位、表面加工、残留歪みなどの影響について分析・解析し、組織変化の形成・成長過程および機構を検討した。論文の構成は9章で、研究背景（第1章）、基本事項の解説（第2章）、基材結晶方位、表面処理、熱履歴の影響（第3章）、残留歪みの影響（第4章）、二次反応層の3次元可視化（第5章）、異なる基材と組織変化（第6章）、組織変化と耐酸化特性（第7章）、新耐酸化コーティング（第8章）、結論（第9章）で構成されている。これらの研究は、ニッケル基合金や耐酸化コーティングの開発、あるいはタービンブレード等の応用における寿命予測の正確な評価において極めて重要な知見となっている。本論文においては、耐酸化コーティングを施したニッケル基単結晶超合金の高温組織変化について、様々な要因を系統的に調べ、整理したため、組織変化の機構など学術的に興味深い内容になっているばかりか、実用耐熱材料の耐用評価、寿命予測、合金設計・開発といった工業的にも意義深い内容である。

平成25年9月27日に学位論文を提出し、平成25年11月11日15時から学外審査委員2名を含む6名の審査委員により予備審査が実施された。学位論文内容の発表と質疑応答および審査が行われた。結果の応用に関する説明のスライド化や、説明方法・表現の改善など、最終審査を想定した際の今後の計画への助言をいただいたうえで、「合格」の評価ならびに最終試験へ進むことが認められた。平成25年1月9日に学位論文を再提出し、平成25年2月10日18時から同審査委員6名の博士論文審査委員会により最終試験が実施され、公聴会の形式で学位論文内容の発表と質疑応答および審査が行われた。審査委員からは組織の詳細、ポイド形成や二次反応層形成機構、電子顕微鏡やXRD解析など、基礎的、学術的、科学的質問・助言をいただいた。さらに本博士論文研究の社会的貢献、実用課題まで議論が展開し、極めて困難な耐熱性、耐酸化性コーティングへの挑戦的意義と新規性への高い評価がなされた。学位審査評価シートにおいてもすべての審査委員、すべての項目において高評価を受けた。博士論文として充分な価値があることが認められ、審査委員全員一致で「合格」の判定となった。

論文要旨

2014年1月9日

※報告番号	甲 第 154 号	氏名	笠井 一輝
-------	-----------	----	-------

主論文題名

耐酸化コーティングを施したニッケル基単結晶超合金の組織解析

内容の要旨

研究背景

現在、環境保護の観点からジェットエンジンのCO₂排出量の削減が着目されており、このための有力な手法として熱機関の高効率化が挙げられている。ジェットエンジンの高効率化のためには熱効率の改善が必要である。改善策として運転温度の上昇が有効であり、近年ではエンジンのタービン入り口温度 (Turbine Inlet Temperature: TIT) が1600°Cを超えるものが開発されている。この過酷な環境にさらされるNi基単結晶超合金部材を保護するため、熱遮蔽コーティング (Thermal Barrier Coating: TBC) システムが施され使用されている。TBCは基材の上に耐酸化特性を保つためのボンドコート層を、その上に燃焼ガスから部材を保護するためのセラミックトップコートを施す構造となっている。ボンドコートは主にAlを多く含む合金や金属間化合物からなり、加熱処理によって高温下で安定な酸化物不動態を形成し、基材内部への酸化を抑制する。ボンドコートはこのようなメカニズムで基材の耐酸化性を向上させている。

研究目的

Ni基単結晶超合金には高温強度や耐食性を上昇させるために様々な元素が添加されている。しかし、このようなNi基単結晶超合金に耐酸化コーティングを施した場合、高温下でコーティング・基材間の相互拡散が生じる。この結果として様々な組織変化が生じ、その結果、基材の力学特性の低下やコーティングの劣化が引き起こされる。代表的なものとして二次反応層 (Secondary Reaction Zone: SRZ) の形成が挙げられる。これは基材の機械的特性を著しく低下させることが報告されている。このため、このSRZの形成を抑制するコーティングの開発に関する研究やSRZの形成・成長機構に関する研究は重要であるといえる。しかしながら、

論文要旨

2014年1月9日

※ 報告番号	申第154号	氏名	笠井一輝
--------	--------	----	------

内容の要旨

しかしながら、このSRZの形成に及ぼす要素は多岐にわたり、これらの影響に関する体系的な検討はこれまでのところほとんど行われていない。

よって本研究では、耐酸化コーティングを施したNi基単結晶超合金の組織変化に及ぼす結晶方位、表面加工、残留歪みなどの影響について分析し、その組織変化(特にSRZ)の形成・成長機構を明らかにすることを目的とした。

本論文の構成および要旨

本論文は8章構成である。第1章で研究背景および研究目的について記した。第2章は耐酸化コーティングとしてアルミナライズを行った使用について、基材結晶方位、表面処理、加熱履歴が組織変化に及ぼす影響について実験し、その結果強い表面処理により基材に残留歪みが導入された場合SRZが形成すること、残留歪みが存在しない場合加熱履歴によりボイドあるいはSDZと呼ばれる組織が形成することが明らかとなった。

第3章は表面処理により導入された残留歪みの影響について詳細に検討し、残留歪み量の増加に伴い初期のSRZ形成量が増加すること、形成したSRZの成長は拡散律速であることが明らかとなった。また、SRZ形成は残留歪みがアルミナライズ処理時の高温により基材表面の多結晶化を引き起こすこと、この多結晶領域の粒界を通じてAlの内方拡散が促進されることが原因であることを突き止めた。

第4章はSRZの観察について、新たに3次元可視化を行いその特徴を調査する手法について検討した。結果、SRZ領域の個々の結晶粒の3次元像を作製することに成功し、その形状が非常に複雑であり、また互いに絡むように連結していることが明らかとなった。また、このSRZ領域には双晶が多く含まれており、結晶粒の複雑化は双晶の形成とともに生じたと考えられる。

第5章は異なる基材を用いた場合の組織変化の影響について述べ、第6章ではその合金を用いて組織変化が耐酸化特性に及ぼす影響について述べた。プラスト処理と機械研磨処理という異なる表面処理を施し、SRZとボイドの異なる組織を形成させた試料を比較した結果SRZの形成したプラスト処理試料でより顕著な耐酸化特性の低下が見られた。これはコーティング中のAlが、SRZを通じた内方拡散により多く消費されたためであると考えられる。

第7章では、アルミナライズに加え、Pt-diffusionコーティング、Pt-アルミナライズコーティングを施した試料に生じる組織変化を観察し比較した。Pt-diffusionコーティングではSRZなどの有害層の形成は見られないが、Pt-アルミナライズコーティングにおいては表面処理に関わらずSRZが形成した。これはPtをメッキした際の残留応力がその後の熱処理によって多結晶化したPt拡散層を作ることが原因であると考えられる。このPt拡散層の粒界を通じてAlの内方拡散が促進されるこ

と、また、Pt が Al の活量を低下させることにより大きな活量勾配が生じ、Al の拡散浸透量が増加したことが SRZ 形成を引き起こしたことが明らかとなった。最後に、以上の内容についての総括を 8 章に記した。