

論文内容要旨 (和文)

氏名 佐竹 忠昭



論文題目 プラズマ溶射被覆処理ステンレス鋼の生理食塩水中における 腐食疲労破壊に関する微視組織的研究

本論文は、プラズマ溶射 Al_2O_3 被覆処理ステンレス鋼材の人工代替骨としての適性を、生理食塩水中における疲労強度と破壊の観点から検討したものである。アンダーコート材料とグリットブラスト条件の異なる SUS316L ステンレス鋼試験片を 310 K の生理食塩水中で完全両振り引張圧縮疲労試験を実施し、その腐食疲労破壊挙動を力学的、組織学的並びに電気化学的見地から追求した。本論文の構成と各章の要旨は以下のとおりである。

第1章は序章であり、本研究の背景、意義と目的について述べた。第2章では、SUS316L ステンレス鋼の生体用材料としての問題点と溶射被覆処理材の疲労に関する従来の研究についての概要を述べた。第3章では、プラズマ溶射法の原理、 Al_2O_3 被覆処理試験片の創製と溶射皮膜の微構造について述べた。特に、溶射皮膜の微構造解析によって以下のことを明らかにした。Ni-5Al 合金アンダーコート皮膜は、スプラット界面の面法線方向に成長する微細柱状晶群で構成される結晶粒の集合体である。また、同皮膜内のスプラット界面には、気孔や酸化皮膜が存在した。それに対して、Ti 溶射皮膜は溶融後に密着接合形態のスプラット構造を呈し、気孔の少ない緻密な皮膜構造である。トップコートのアルミナ溶射皮膜は、スプラット内に皮膜厚さ方向に貫通する垂直き裂が多数存在した。第4章では、SUS316L ステンレス鋼基材の生理食塩水中における腐食疲労挙動について組織学的見地から検討した。 $\sigma=220\text{MPa}$ より高い応力振幅領域では、同一疲労寿命下における疲労強度は、生理食塩水中の方が空気中よりも低い。これを、II a 段階のき裂進展過程と関連する生理食塩水中の腐食と水素脆化の現象によって説明した。また、応力振幅の減少とともに生理食塩水中と空気中とにおける疲労寿命の差は小さくなり、220MPa 以下の領域では両者に差は認められなかった。これについては、応力振幅が降伏点以下の領域では、疲労硬化とき裂発生との過程が全疲労寿命に占める割合が大きくなるため、腐食の影響を受ける割合が相対的に小さくなると解釈した。第5章では、アルミナ被覆処理 SUS316L ステンレス鋼の生理食塩水中における腐食疲労挙動を、微構造の観点から検討した。アルミナ溶射被覆処理は基材の腐食疲労特性改善に有効であることが明らかになった。その場合の被覆処理の効果は、アンダーコートの種類により異なる結果を得た。アンダーコート Ti 試験片は疲労特性曲線が長寿命域に水平部を示し、全疲労寿命域で基材より優れた腐食疲労強度を示した。一方、アンダーコート Ni-Al 合金試験片では長寿命域でも疲労強度は 10^7 回まで漸減を続け、 10^7 回時間強度は基材とほぼ同じであった。緻密構造の Ti アンダーコート皮膜は生理食塩水の浸入を阻止するが、気孔や空隙を多く含む Ni-Al 合金アンダーコート皮膜では 10^6 回以上の長寿命域において生理食塩水がアンダーコートと基材間の界面まで浸透可能であることを実証した。溶射被覆処理材の耐食性向上には、アンダーコートの材料選択が重要であるとの結論を得た。疲労き裂はブラスト処理時に基材金属表面に形成される凹部に発生し、初期段階では基材金属内部に向けて進展した。溶射皮膜の変形能が基材金属のき裂開口変位に追従できなくなる時、溶射皮膜が破壊することが分かった。 Al_2O_3 溶射被覆処理材の腐食疲労

破壊過程のモデルを提示した。第6章では、基材と溶射皮膜との分極特性曲線を求め、 Al_2O_3 被覆処理 SUS316L ステンレス鋼の腐食特性を電気化学的に検討した。Ni-Al 合金皮膜の腐食電位は基材より卑側にある。Ni-Al 合金皮膜と基材間には Ni-Al 合金皮膜が犠牲陽極として作用するガルバニック電池を形成し、基材の腐食を防止する。一方、Ti 溶射皮膜の腐食電位は基材よりも貴側にあり、緻密構造の皮膜自身が優れた耐食性を持つことによって基材を腐食環境から保護すること等が分かった。腐食疲労における被覆処理の効果は、アンダーコート皮膜と基材間の相対的腐食電位に依存することが明らかとなった。第7章では、疲労強度特性を被覆処理過程で基材表面層と溶射皮膜に発生する残留応力との関係において追求した。異なるグリットブラスト処理条件で創製した試験片の縦断面上における長軸方向残留応力の半径方向分布を、基材表面層と溶射皮膜について X 線測定法により調べた。グリット径が大きいかつブラスト圧力が高い条件に対して、より高い圧縮残留応力が得られ、より優れた疲労強度特性を示した。また、残留応力の性質は、溶射皮膜の材料特性と溶射条件とに依存すること、グリットブラスト処理によって基材表面層に発生する圧縮残留応力も、溶射処理条件によっては引張残留応力へ反転することが分かった。最後は、本論文の総括である。



論文題目 A Microstructural Study of Corrosion Fatigue Fracture of the Plasma-Sprayed Stainless Steel in a Physiological Saline Solution

To obtain the basic understanding of prosthetic application for the materials plasma-sprayed with ceramics, push-pull loading fatigue tests have been performed on the SUS316L stainless steel rod specimens coated with plasma-sprayed Al_2O_3 ceramics in a physiological saline solution (0.9% NaCl solution). To characterize their corrosion fatigue properties, Ni-5Al alloy and Ti powder were selected for undercoat materials, and two conditions of grit-blasting were employed for processing. The fatigue tests were carried out under the stress ratio of $R = -1$ and at a frequency of 2 Hz. The results obtained are summarized in the following.

The S-N curves showed that the Al_2O_3 plasma-sprayed specimen was better in fatigue strength than the non-sprayed SUS316L stainless steel one over the whole range of the number of stress cycles, when Ti powder was chosen for undercoat materials. In Ni-5Al alloy powder, however, fatigue life of the plasma-sprayed specimen continuously increased with decreasing cyclic stress amplitudes and its fatigue strength at 10^7 cycles resulted in almost the same with that of the non-sprayed one, although it was better in shorter range of fatigue life. It was understood that the choice of undercoat powder was a key factor controlling the corrosion fatigue strength of the Al_2O_3 plasma-sprayed materials. Microstructural examinations demonstrated that fatigue cracks preferentially originated from craters which were formed on the surface of substrate metal by grit blasting, and then extended into the inside of specimen. It was realized that a main fatigue crack had grown into coatings that might be unable to accommodate their deformability to crack opening displacement at the substrate surface. It was pointed out that grit blasting was another factor controlling fatigue strength of the sprayed materials. Electrochemical experiments showed that the plasma-spray coatings were effective to keep the substrate metals from corrosive attack during cyclic loading, and that their effectiveness was dependent on the electrochemical properties of undercoat against substrate metals. The titanium coating kept the substrate metal from corrosive attack on the initial stage of fatigue crack growth, while the Ni-5Al alloy coating acted as the sacrificial anode with the cathode of the substrate metal. This was attributed to the facts that titanium is noble against the substrate metal and the spray coating was so close in structure that a physiological saline solution could not penetrate into the undercoating. The compressive residual stresses induced in both coatings and substrate during plasma-spraying increased the corrosion fatigue strength of plasma-sprayed metals.

It was concluded that the SUS316L stainless steel plasma-sprayed with Ti powder for undercoat and Al_2O_3 powder for topcoat is a promising material for implant devices.

別紙

氏名	佐竹忠昭
学位論文の審査結果の要旨	
<p>本論文は、プラズマ溶射 Al_2O_3 被覆処理ステンレス鋼材 (SUS316L) の人工代替骨としての適性を、生理食塩水中における疲労強度と破壊様相の観点から調べたものである。各種アンダーコート材料とグリットブラスト条件の異なるステンレス鋼試験片を 310 K の生理食塩水中で完全両振り引張圧縮疲労試験を実施し、その腐食疲労破壊挙動を力学的、組織学的並びに電気化学的見地から検討している。本論文は本論 6 章および総括より構成されている。</p> <p>第 1 章は序論であり、本研究の背景、意義と目的を述べている。第 2 章では、プラズマ溶射法の原理を概説し、Al_2O_3 被覆処理試験片の創製と溶射皮膜の微構造について調べている。特に、溶射皮膜の微構造解析から、Ni-5Al 合金アンダーコート皮膜内のスプラット界面には、気孔や酸化皮膜が存在するのに対して、Ti 溶射皮膜は気孔の少ない緻密な皮膜構造であることを明らかにしている。第 3 章では、ステンレス鋼基材の生理食塩水中における腐食疲労挙動について組織学的見地から検討している。$\sigma = 220\text{MPa}$ より高い応力振幅領域での疲労強度は、生理食塩水中の方が空気中よりも低い。これを、IIa 段階のき裂進展過程と関連して生理食塩水中の腐食と水素脆化の現象によって説明している。第 4 章では、Al_2O_3 被覆処理ステンレス鋼の生理食塩水中における腐食疲労挙動を、微構造解析により検討している。Al_2O_3 溶射被覆処理は基材の腐食疲労特性改善に有効であり、特に、アンダーコート Ti 試験片は全疲労寿命域で基材より優れた腐食疲労強度を示すことを明らかにした。そして、その主因はアンダーコートによる環境遮断効果であることを立証した。また、解析結果を基に Al_2O_3 被覆処理材の腐食疲労破壊過程のモデルを提案している。第 5 章は、Al_2O_3 被覆処理ステンレス鋼の腐食疲労特性を電気化学的に検討した結果を述べている。Ni-Al 合金皮膜の腐食電位は基材より卑側にあり、Ni-Al 合金皮膜が犠牲陽極として作用するに対して、Ti 溶射皮膜の腐食電位は基材よりも貴側にあり、緻密構造の皮膜自身が優れた耐食性を持つことによって基材を腐食環境から保護することを明らかにしている。第 6 章では、疲労強度特性を被覆処理過程で基材表面層と溶射皮膜に発生する残留応力との関係において追求している。基材表面層と溶射皮膜について残留応力を X 線測定法により調べた結果、グリット径が大きくかつブラスト圧力が高い条件に対して、より高い圧縮残留応力が得られ、優れた疲労強度特性を示すことを明らかにした。最後は、本論文の研究成果に対する総括である。研究成果は、学術論文誌 (欧文 6 編, 和文 2 編) に掲載されている。</p> <p>以上のように本論文は、プラズマ溶射 Al_2O_3 被覆処理ステンレス鋼材の腐食疲労に関する影響因子について解析し、人工代替骨の性能評価に関する有用な知見を与えている。</p> <p>よって、本論文は工学上、工業上貢献するところが大きいので、博士 (工学) 論文として価値あるものと認め、合格と判定する。</p>	
学力確認の結果の要旨	
<p>博士論文公聴会における研究内容と関連事項に関する質疑応答及び個別面接試問で審査を行った結果、論文内容、関連する基礎的学力並びに語学力等について博士 (工学) の学位に必要とされる基準を満たしているものと認め、合格と判定する。</p>	