## 論 文 要 旨

#### Abstract

論文題目

Title: Study on Post Spray Treatment of Thermally Sprayed Coatings by Spark Plasma Sintering

Post-treatment of thermal sprayed coatings have been used to improve the mechanical and metallurgical properties of the as-sprayed coating, which consisted of porous structure and inter-lamellar separation. One of the commonly used methods to improve the mechanical and metallurgical properties has been the furnace treatment. Nevertheless, the furnace treatment requires long annealing times and the high temperature involved in the process could make some potential for interaction at the coating substrate interface on the coated system.

In this study, the thermal spray coatings were post-treated by means of spark plasma sintering (SPS). This is a new process for the densification of porous coatings, in which ceramic coatings could be are sintered very rapidly. The sparks generated in SPS arise from an instantaneous pulsed electric current, which is applied through electrodes attached to the graphite die. One of the objectives of this work is to determine the properties of SPS treated thermally sprayed coating and therefore, to compare the results with as-sprayed coating as well as the other post-treatment process.

Investigation into the metallurgical and physical properties of the coatings confirmed the as-sprayed zirconia coating could be densified at shorter time and relative lower temperature compared with the other process. The as-sprayed coating had high porosities up to 22% and after treatment by SPS at sintering temperature of 950 °C for 10 min and compressive load of 10 MPa, the porosity fell to below 5%. The bond strength and microhardness of the coating were also increased and there are no substrate material that found in the coating. Effect of SPS treatment on the erosion wear test at different impingement angle and sliding wear test showed the coating had lower cumulative weight loss compared with the as-sprayed one. The result of thermal shock cyclic test showed that SPS treatment increased the thermal shock strength of zirconia coating. Reduction the porosity of the SPS treated coating had a significant effect to increase the thermal shock strength by lowering the oxidation of bond coat. SPS treatment also could be applied on composite metal-ceramic Ni-base self-fluxing alloy (SFA), where the low fusing temperature protected the coating from worse phase, which caused by remelting of the substrate.

SPS treatment is effective method for improving the metallurgical and mechanical properties of thermal sprayed coating. The combination of heating by spark discharge and compressive loading resulted in a short sintering time and a low sintering temperature. This method also has promising to some potential applications such as on manufacturing of solid oxide fuel cell (SOFC), ceramic membrane filtration, cutting tools, hybrid microelectronic, etc.

Name B	udi Prawara	
--------	-------------	--

# 平成 16年 8 月 11 日

琉球大学大学院 理工学研究科長 殿

論文審查委員

主査 氏 名 屋良 秀夫

副查 氏 名 屋富祖建樹

副査 氏 名 真壁 朝敏

副查 氏 名 斉藤 正敏



# 学位(博士)論文審査及び最終試験の終了報告書

学位(博士)の申請に対し、学位論文の審査及び最終試験を終了したので、下記のとおり報告します。

記

申 睄 者	専攻名 生産エネルギー 専攻名 工学専攻 氏名 プディー 学報番号 018603B
指導教官名	屋良秀夫
成線評価	学位論文 合格 不合格 最終試験 合格 不合格
論文題目	Study on Post Spray Treatment of Thermally Sprayed Coatings by Spark Plasma Sintering

### 審査要旨(2000字以内)

溶射が開発されて100年近くなり、溶射装置や機器及び溶射材料の開発により 溶射皮膜は、ハイブッリド方法などにより気孔の存在を減少させることができてい る。しかし、それでも気孔が存在するため、いろいろな面で支障となっている。逆 に気孔を積極的に利活用する研究も進んでいるが、一般的にはマイナス面が多い。

本研究では、種々のセラミックス溶射粉末材料を溶射したのち、放電プラズマ焼結法(Spark Plasma Sintering: SPS)の技術を利用して溶射皮膜の改質を行い、改質前後の皮膜の機械的性質や冶金的性質について比較検討を行った。

(次頁へ続く)

以下、詳細について、その有効性を確認している。

- 1) 耐熱用としてよく用いられているジルコニア・マグネシア溶射粉末(ZrO2-25wt %MgO)を用いてガスフレーム溶射装置により皮膜を形成した後、950℃、10分間 SPSで皮膜の処理を行い、溶射したままの皮膜と組織、機械的性質、熱衝撃について比較した結果、次のようになっている。なお、基材は炭素鋼(軟鋼)を用いた。
  - (1)溶射皮膜中に存在する気孔率が減少し、組織が緻密化され、さらに密脅強度が上昇し、溶射皮膜の欠点を解消することができる。また、皮膜の硬度が硬くなっていることより、高温耐エロージョン皮膜として用途が多くなるものと思われる。
  - (2) 熱衝撃試験において皮膜の剝離が、約10倍の熱衝撃に耐え、熱伝導が小さいことも合わせ、断熱皮膜や熱障壁皮膜として十分適用できる。また、垂直面におけるエロージョンによる耐摩耗性に優れている。30秒間におけるすべり摩耗においても、上記同様に耐摩耗性に優れている。
- 2) 溶射は基材の表面に皮膜を形成するもので、基材の物理的性質の違いにより、皮膜の機械的性質や冶金的性質が異なってくる。そこで、基材として炭素鋼(軟鋼)とステンレス鋼(SUS304)及びアルミナ(Al2O3)を用いて、ジルコニア・イットリア溶射粉末(ZrO2-8wt%Y2O3)溶射粉末材を用いて、ボンドコート(NiAI)はガスフレーム溶射、ジルコニア・イットリアはプラズマ溶射により皮膜を形成した後、950℃、10分間SPSで皮膜を処理し、機械的性質や冶金的性質を検討したところ、
  - (1) 基材の熱膨張係数の違いにより、熱膨張係数の高いSUSは皮膜の剥離が大き く逆に熱膨張係数の低いアルミナはほとんど剥離は見られない。また、基材の残 留応力は、SUSと炭素鋼は圧縮側に、アルミナは引張側になっている。
  - (2) S P S 処理後、皮膜の内部を観察したところ、皮膜の積層は見られないがわず かに微少割れが存在し、粒子間の結合が緻密化されたために、皮膜密度が増加し ている。さらに、皮膜硬度も上昇している。

以上の結果から、溶射後皮膜をSPSで処理することにより、機械的性質や冶金的 性質を向上させることができ、この技術を応用することにより、断熱皮膜や熱障壁皮 膜、固形酸聚燃料の作製、セラミックス制メンプランフィルター、切削工具、ハイブ リッドマイクロエレクトロニックなど、これからの先端材料の開発に貢献できるもの と確信できる。

このように、本論文は工学的に価値のある新しい研究成果が示されており、上記の 者は専門分野及び関連分野の知識を十分に有することも判明できたので、学位論文及 び最終試験とも合格とする。