

## 論 文 審 査 結 果 の 要 旨

スタンフォード A 型急性大動脈解離は緊急的な手術治療を要する代表的な心大血管病変であり、手術治療成績向上のためには今なお、解決すべき課題が多い。重篤な術前状態を呈するために病態の詳細を把握する猶予が無いままに手術を施行しなければならないことが多く、そのような制約された状況下での確かな手術計画を策定する必要がある。本論では、エントリー部（解離発生部）を含めた解離大動脈を可及的に置換する方針が原則で、それに応じて術式を選択すべきである。しかし高リスク群では侵襲軽減のために、エントリーの位置に関わらず、上行大動脈置換のみを行う方針とした申請者自身の多数の自験例を対象に、その方針の妥当性を明らかにした。

公聴会では、以下のような点で質問がなされた。

- ① スタンフォード A 型急性解離の手術の基本は何であるか、上行大動脈を置換して中樞側への解離の進展を防ぐことにあるのか、エントリー部を含めた解離大動脈の置換を行うべきなのか、術式選択とエントリー部の位置関係はどうであったのか、
- ② 上行置換群と弓部置換群の背景因子、すなわち、各群での術前のエントリーの部位別頻度、エントリー確認、比確認の比率、心嚢液貯留例の頻度、など、背景因子をより詳細に検討する必要があるのではないか、
- ③ 検討対象からの除外例の選択は正しいのか、除外症例の中に本論文のテーマをより鮮明にする症例やリアルな臨床的な問題を示唆する例が多く含まれているのではないか、
- ④ 評価項目を急性期の評価と慢性期の評価に分けて検討する必要があるか、
- ⑤ 組織障害の指標として各種の逸脱酵素を上げているが、その結果に乖離が認められる。その理由はなにか

などの質問がなされた。それに対して、長年にわたる臨床例を対象にした臨床研究であり、多少の時間的バイアスやデータの不完全性が存在することを認めつつ、各質問に対して、誠実に応答がなされた。

また、副査からは対象例は申請者自身が執刀した膨大な数の自験例を対象にした臨床研究で、優れた早期、遠隔期成績を得ており、そのような臨床結果を得られたこと自体が、外科医としての卓越した技量だけでなく、その技量の背景となる学識を反映したものであると高く評価され、博士号を授与するにふさわしいものと判定した。

氏 名	中 山 英 樹
学位の種類	博 士 (工学)
学位記番号	シ 第 1 9 号
学位授与の日付	平 成 2 5 年 3 月 2 2 日
学位授与の要件	学位規程第 5 条 2 項該当
学位論文題目	金属粉末射出成形によるステンレス鋼の焼結機構 と組織制御に関する研究

論文審査委員 (主 査)	教 授	京	極	秀	樹
(副主査)	教 授	旗	手		稔
(副主査)	教 授	白	石	光	信

## 論文内容の要旨

近年、OA・情報機器、通信機器、医療機器をはじめとした製品の小型化・高性能化は目覚しく、これに伴って部品の高精度化・複雑形状化に対する要求がますます厳しくなっている。これに対応できる加工技術として金属粉末射出成形（Metal Injection Molding:MIM）法がある。この方法では、従来の粉末冶金法と異なりバインダを利用するため、残留する炭素量の制御が重要で、これにより組織制御を行うことが可能である。しかし、これらについて系統的に扱った研究は行われていない。

本研究では、材質としてシェフラー組織図で示されるように組織を幅広く制御できるステンレス鋼を選択し、MIM法における焼結機構を明らかにするとともに、残留する炭素量の制御を利用した組織制御法についても提案している。また、粉末冶金法においては重要な因子である粉末粒径などの粉末特性が、焼結挙動ならびに機械的性質に及ぼす影響についても明らかにすることを目的としている。

本論文は、6章から構成されており、本論文の内容を要約すると次のとおりである。

第1章では、金属射出成形（MIM）法の概要とステンレス鋼を中心としたMIMに関する研究状況について説明し、本研究の目的を述べている。

第2章では、MIMにおける焼結機構を明らかにする目的で、炭素量制御が必要なマルテンサイト系ステンレス鋼（SUS420J2）を対象として、粉末粒径の異なる場合の焼結機構の違いを検討した。通常用いられている粒径10 $\mu\text{m}$ と微細な5 $\mu\text{m}$ の2種類の水アトマイズ（WA）粉末を用いて、大気中での加熱による脱バインダ、真空焼結という条件下で、脱バインダ温度による脱バインダ体の炭素および酸素含有量の変化が焼結体の焼結挙動に及ぼす影響を調べた。WA 10 $\mu\text{m}$ 粉末とWA 5 $\mu\text{m}$ 粉末の焼結機構を検討した結果、両粉末とも1173 Kから急速に焼結が進み、緻密化が進行していくが、WA 5 $\mu\text{m}$ 粉末の焼結体の緻密化はWA 10 $\mu\text{m}$ 粉末よりはるかに大きくなり、粉末粒径により焼結挙動が異なることがわかった。また、微細なWA 5 $\mu\text{m}$ 粉末の焼結体では、最終的な密度はWA 10 $\mu\text{m}$ 粉末の焼結体より低いことがわかった。これは、微細なWA 5 $\mu\text{m}$ 粉末では急速な粒成長が起き、これに伴って結晶粒内で孤立している気孔が残留するため、緻密化が起こりにくいことに起因することを見出した。また、残留バインダ寄与分に炭素量制御のために添加した炭素量が焼結挙動に及ぼす影響についても調べ、脱バインダ温度の上昇とともに、脱バインダ体に含まれる炭素と酸素の化学量論的關係は、焼結時の還元反応により炭素過剰状態から酸素過剰状態へと移行した。その結果、脱バインダ温度613 K以上では、焼結過程において、炭素による金属酸化物の還元反応として $\text{M}_x\text{O} + \text{C} \rightarrow \text{xM} + \text{CO}$ 反応が支配的であることを明らかにした。炭素制御のために導入した炭素剰量 $\Delta C_s$ は、脱バインダと焼結体の炭素および酸素含有量の相関を考える上で有効な指標となり、焼結体の炭素含有量を制御していく上で有効な目安となることを明らかにした。

第3章では、MIMによりマルテンサイト系ステンレス鋼（SUS420J2）焼結体を作製する際に重要な脱バインダ温度による炭素量制御ならびに炭素量による組織制御につい

て検討を行った。本鋼種において重要な炭素量制御について検討した結果、脱バインダ温度の上昇に伴い焼結体の炭素量はほぼ直線的に低下し、脱バインダ温度により焼結体の炭素量を制御ができることを明らかにした。また、炭素量に伴う組織変化を見ると、通常用いられている10 $\mu\text{m}$ 粉末および微細な5 $\mu\text{m}$ ガスアトマイズ（GA）粉末ともに、焼結体の組織は脱バインダ温度、すなわち炭素量に依存し、低温側では $\alpha'$ 相+ $\gamma$ 相、高温側では $\alpha'$ 相+フェライト相の組織となり、シェフラー組織図に対応することを明らかにした。組織と機械的性質の関係をみると、GA 5 $\mu\text{m}$ 粉末焼結体の引張強さは密度の変化によく対応し、焼結温度1373 Kではほぼ1600 MPaを示し、それ以上では飽和状態になったのに対し、GA 10 $\mu\text{m}$ 粉末焼結体の引張強さはGA 5 $\mu\text{m}$ 粉末の焼結体よりかなり低く、焼結温度1473 Kより高い温度では結晶粒の粗大化のため低下した。さらに、熱処理条件が焼結体の組織および機械的性質に及ぼす影響について調べた結果、焼戻し温度を変化させることにより、GA 10 $\mu\text{m}$ 粉末およびGA 5 $\mu\text{m}$ 粉末の焼結体では、引張強さはそれぞれ1680 MPa および1800 MPaを示し、溶製材に匹敵する機械的性質を得ることができた。

第4章では、最も一般的に利用されているオーステナイト系ステンレス鋼（SUS304L）の水アトマイズ（WA）粉末とガスアトマイズ（GA）粉末を用いて、粉末特性が焼結体の組織や機械的性質などに及ぼす影響について検討した。この結果、組織はWA粉末焼結体の酸素量がGA粉末焼結体より高くなったことにより、WA粉末焼結体では酸化物が析出し、酸化物によるピンニング効果によりGA粉末焼結体より結晶粒成長が抑制されることを見出した。また、機械的性質についてみると、引張強さは焼結密度の変化に依存し、焼結温度1573 KではWA粉末焼結体が高くなり、1623 Kより高い焼結温度ではGA粉末焼結体が高くなった。0.2%耐力と硬さは、酸化物の影響によりWA粉末焼結体がGA粉末焼結体より高くなった。これに対して、伸びはGA粉末焼結体がWA粉末焼結体より高くなり、最高で70%の伸びを示した。このように、作製条件を検討することにより、溶製材に匹敵する特性を得ることができることを明らかにした。

第5章では、熱処理により高強度を得ることができる析出硬化型ステンレス鋼（SUS630）粉末を用いて、MIMにより焼結体を作製する際に重要な脱バインダ条件および焼結条件を検討し、これらが焼結体の組織および機械的性質に及ぼす影響について調べた。その結果、焼結体の組織は脱バインダ温度すなわち炭素量により大きく変化し、シェフラー組織図に示されるように、炭素量が高い場合にはオーステナイトとマルテンサイト、炭素量が非常に低い場合には低炭素マルテンサイトと $\delta$ -フェライトが出現することを明らかにした。これに伴って、引張強さや伸びなどの機械的性質も、脱バインダ温度すなわち組織により大きく変化した。また、熱処理条件の影響についても調べた結果、焼結体に熱処理を施すことにより、JISに規定されている溶製材の機械的性質を満足する焼結体を得ることができた。しかし、衝撃特性は溶製材に比較して不十分であり、焼結体の一層の密度向上を図ることが必要であることを明らかにした。

第6章は、総括であり、本論文で明らかになった内容を整理し、得られた研究の結果および結論を述べている。

## 論文審査結果の要旨

本論文は、材料加工法の一つである粉末加工技術のうち、部品の高精度化・複雑形状化に対応できる技術として注目されている金属粉末射出成形 (Metal Injection Molding; MIM) 法に関する研究で、材質としてシェフラー組織図で示されるように組織を幅広く制御できるステンレス鋼を選択し、MIM法における焼結機構を明らかにするとともに、残留する炭素量の制御を利用した組織制御法についても提案している。また、粉末冶金法においては重要な因子である粉末粒径などの粉末特性が、焼結挙動ならびに機械的性質に及ぼす影響についても明らかにすることを目的とした内容である。

まず、MIMにおける焼結機構を明らかにする目的で、炭素量制御が必要なマルテンサイト系ステンレス鋼 (SUS420J2) を対象として、粉末粒径の異なる場合の焼結機構の違いを検討している。通常用いられている粒径10 $\mu\text{m}$ と微細な5 $\mu\text{m}$ の2種類の水アトマイズ (WA) 粉末を用いて、大気中での加熱による脱バインダ、真空焼結という条件下で、脱バインダ温度による脱バインダ体の炭素および酸素含有量の変化が焼結体の焼結挙動に及ぼす影響を調べた結果、両粉末とも1173 Kから急速に焼結が進み、緻密化するが、WA 5 $\mu\text{m}$ 粉末の焼結体の収縮はWA 10 $\mu\text{m}$ 粉末よりはるかに大きくなり、粉末粒径により焼結挙動が異なることを明らかにしている。この理由として、微細粉末の焼結体では急速な粒成長が起きたため、結晶粒内で孤立している気孔が残留するため緻密化が起こりにくいことなど、その焼結機構を明らかにしたことは、今後の微細粉末の利用において学術的にも技術的にも意義ある成果であるといえる。また、残留バインダ寄与分に炭素量制御のために添加した炭素量が焼結挙動に及ぼす影響についても調べ、脱バインダ温度の上昇とともに、脱バインダ体に含まれる炭素と酸素の化学量論的關係は、焼結時の還元反応により炭素過剰状態から酸素過剰状態へと移行することを明らかにするとともに、脱バインダ温度613 K以上では、焼結過程において、炭素による金属酸化物の還元反応として  $\text{M}_x\text{O} + \text{C} \rightarrow \text{xM} + \text{CO}$  反応が支配的であることを見出している。これは、MIMにおいては炭素による組織制御が可能であることを示したもので技術的にも有用な成果であるといえる。さらに、これを実用とすることを目的として、炭素制御のために導入した炭素剰量  $\Delta C\%$  は、脱バインダと焼結体の炭素および酸素含有量の相関を考える上で有効な指標となり、焼結体の炭素含有量を制御していく上で有効な目安となることを提案した点は、実用上重要な成果であるといえる。

つぎに、MIMによりマルテンサイト系ステンレス鋼 (SUS420J2) 焼結体を作製する際に重要な脱バインダ温度による炭素量制御ならびに炭素量による組織制御について検討を行っており、本鋼種において重要な炭素量制御について検討した結果、脱バインダ温度の上昇に伴い焼結体の炭素量はほぼ直線的に低下し、脱バインダ温度により焼結体の炭素量を制御ができることを明らかにしている。これは、実用上重要な成果であるといえる。また、粉末粒径の異なる場合の炭素量に伴う組織変化についても検討しており、通常用いられている10 $\mu\text{m}$ 粉末および微細な5 $\mu\text{m}$ ガスアトマイズ (GA) 粉末ともに、焼結体の組織は脱バインダ温度、すなわち炭素量に依存し、低温側では $\alpha'$ 相+ $\gamma$ 相、高温側では $\alpha'$ 相+フェライト相の組織となり、シェフラー組織図に対応することを明らかにしている。この結果は、粉末粒径の異なる場合の組織を予測する上で、学術的にも有用な成果であるといえる。さらに、組織と機械的性質の関係についても検討しており、

GA5 $\mu\text{m}$ 粉末焼結体の引張強さは密度の変化によく対応し、焼結温度1373 Kではほぼ1600 MPaを示し、それ以上では飽和状態になったのに対し、GA 10 $\mu\text{m}$ 粉末焼結体の引張強度はGA 5 $\mu\text{m}$ 粉末の焼結体よりかなり低く、焼結温度1473 Kより高い温度では結晶粒の粗大化のため低下することを明らかにするなど、実用上重要な成果を上げている。さらに、熱処理条件が焼結体の組織および機械的性質に及ぼす影響について調べた結果、焼戻し温度を変化させることにより、GA 10 $\mu\text{m}$ 粉末およびGA 5 $\mu\text{m}$ 粉末の焼結体では、引張強さはそれぞれ1680 MPa および1800 MPaを示し、溶製材に匹敵する機械的性質を得ている。

さらに、最も一般的に利用されているオーステナイト系ステンレス鋼 (SUS304L) の水アトマイズ (WA) 粉末とガスアトマイズ (GA) 粉末を用いて、粉末特性が焼結体の組織や機械的性質などに及ぼす影響について検討している。この結果、組織はWA粉末焼結体の酸素量がGA粉末焼結体より高くなったことにより、WA粉末焼結体では酸化物が析出し、酸化物によるピンニング効果によりGA粉末焼結体より結晶粒成長が抑制されることを見出している。また、機械的性質についてみると、引張強さは焼結密度の変化に依存し、焼結温度1573 KではWA粉末焼結体が高くなり、1623 Kより高い焼結温度ではGA粉末焼結体が高く、0.2%耐力と硬さは、酸化物の影響によりWA粉末焼結体がGA粉末焼結体より高くなったのに対して、伸びはGA粉末焼結体がWA粉末焼結体より高くなり、最高で70%の伸びを示す焼結体を作製している。このように、作製条件を検討することにより、溶製材に匹敵する焼結体を作製できることを明らかにした点は実用上有用な成果であるといえる。

最後に、熱処理により高強度を得ることができる析出硬化型ステンレス鋼 (SUS630) 粉末を用いて、MIMにより焼結体を作製する際に重要な脱バインダ条件および焼結条件を検討している。これらの条件が焼結体の組織および機械的性質に及ぼす影響について調べた結果、焼結体の組織は脱バインダ温度すなわち炭素量により大きく変化し、シェフラー組織図に示されるように、炭素量が高い場合にはオーステナイトとマルテンサイト、炭素量が非常に低い場合には低炭素マルテンサイトと $\delta$ -フェライトが出現することを明らかにしている。これに伴って、引張強さや伸びなどの機械的性質も、脱バインダ温度すなわち組織により大きく変化することを明らかにしている。また、熱処理条件の影響についても調べた結果、焼結体に熱処理を施すことにより、JISに規定されている溶製材の機械的性質を満足する焼結体を得ることができるが、衝撃特性は溶製材に比較して不十分であり、焼結体の一層の密度向上を図ることが必要であることを明らかにしている。

以上のように、本論文ではこれまで系統的に扱われていなかったMIMプロセスにおける焼結機構を明らかにするとともに、炭素量制御による組織制御法について提案し、実用上も溶製材に匹敵する各種ステンレス鋼材料を開発しており、また多くの新たな知見を得ている。このように、本論文の内容は今後のMIM技術に対する有益な指針を与えており、学術的にも工学的にも有意義なものである。

よって、本論文は博士 (工学) の学位論文に値すると認められる。