

## 審査の結果の要旨

氏名 ノビ グラニト

自動車用鉄鋼材料部品は、ほとんど例外なく、表面処理により耐摩耗性を向上させる加工を行っている。表面から材料内部に向かって窒素を侵入拡散させ硬化層を形成させる窒化プロセスはその典型である。現在、ガス相ならびに液相窒化プロセスが多く使用されているが、多量のガス使用・廃棄、有害なシアン・塩化物の使用など環境負荷を考慮すると、工業プロセスとしてのプラズマ窒化の重要性は増しつつある。一方、自動車部品表面処理法には、硬質めっき、溶射など競合技術も多く、高品質化を伴わなければ、プラズマ窒化が次世代の環境対応プロセスとして広く利用される可能性は小さい。すなわち、自動車用鉄鋼材料部品の環境対応表面処理プロセスとしてのプラズマ窒化を提案するためには、部品設計で要請される力学特性を満足できるような表面組織構造を付与する制御性が不可欠である。本研究は、高クロム鋼を対象として系統的なプラズマ窒化実験を行い、表面組織構造可制御性を実証した。特に、Cr リッチ相と CrN リッチ相とが交互に現れるストライプ組織形成を、世界に先駆けて成功させ、実用耐摩耗性試験であるスカップ試験においても優れた力学特性を示すことを見出した。本論文は、8章よりなる。

第1章は序論であり、自動車部品における各種表面処理技術の現状、研究動向をまとめるとともに、種々の過酷な使用環境で耐摩耗性を要求されるピストリングを例として、現状の表面処理技術の課題、窒化技術の調査を行い、本研究の方向性を示している。

第2章はプラズマ窒化における内部窒素挙動に関する理論モデル、特に従前の反応・窒素拡散同時進行機構による Wagner モデルを紹介し、そのモデルが成立する前提条件と実プロセス条件との関係を議論している。また窒化による強化機構を議論するための第2相析出強化モデルと複合モデルとを紹介している。

第3章は、実験手法であり、本研究で使用する試験材料、開発したプラズマ窒化装置、プロセス条件ならびに組織・構造解析、力学特性評価法について述べている。

第4章は、773K 以下でのプラズマ窒化挙動を論じている。組織構造解析、硬度試験結果などより、この比較的低温領域でのプラズマ窒化挙動は、従前の Wagner モデルで記述でき、窒化速度も析出物による補正を行うことで理論予測とほぼ良好な一致を示すことを見出している。この標準プラズマ窒化機構では、反応・窒素拡散同時進行により窒化相内の溶質 Cr はほぼ CrN に反応し、硬度は表面から窒化先端までほぼ 1200Hv 一定のプラトーとなることを明らかにしている。

第5章は、923K をこえる比較的高温でのプラズマ窒化挙動を論じている。標準的な窒化構造と異なり、ほぼ一定の硬度をもつ窒化相と母相との2層構造ではなく、窒化相が、CrN リッチ相と Cr リッチ相からなる1対のストライプ組織を形成し、それが窒化時間に伴って一定比のまま成長していくことを見出している。

表面近傍では反応律速ゆえに CrN 成長が生じ、標準窒化と比較して大きく表面硬度が減少する。窒化相内では、窒化先端にむけて CrN 体積率は大きく減少し、逆に溶質 Cr は増大する分布をとり、窒素拡散支配型の窒化機構であることを示している。CrN リッチ相と Cr リッチ相との境界には Cr<sub>2</sub>N 相も存在し、この 3 相共存状態が、当該温度領域においてストライプ組織が単調に成長していく原因であると推察している。

第 6 章は、823K から 873K 程度までの中間温度領域でのプラズマ窒化挙動を論じている。標準プラズマ窒化と大きく異なり、窒化相は、CrN リッチ相と Cr リッチ相からなるストライプ構造が同じ周期で反復する組織（マルチストライプ組織）を呈することを見出している。このストライプ形成では、窒化時間とともにそのストライプ数は単調に増加するが、ストライプ間隔、ストライプ幅はほぼ一定である。本窒化相の硬度分布も、この周期構造ゆえに、その平均硬度は比較的低い表面硬度から深部に向けて増加するとともに、CrN リッチ相では高く Cr リッチ相では低くなるという変動を伴って変化する。これは、内部窒化機構においてもコーティング同様の階層構造化を実現できるとする表面技術上でも大きな発見である。詳細な機器分析により、この持続的なマルチストライプ組織形成には、深部母材から窒化先端への溶質 Cr の拡散、溶質 Cr 濃度と最大固溶窒素量との非線形関係、窒化相中での溶質 Cr 濃度・平均 CrN 体積率の一定化などが関連していることを見出し、窒化物析出反応と窒素拡散が相互協調することで、CrN リッチ相と Cr リッチ相が対になって形成されるものと推察している。

第 7 章では、ピストンリング実用高クロム鋼をも用いて、スカッフ実験により衝撃耐摩耗性評価を行っている。標準内部窒化では、表面硬度を 400–1200Hv、スカッフ荷重を 600–700N の間で制御することができ、スカッフ荷重—表面硬度間に線形関係が成立し、工業用ガス窒化によるデータもその関係式で整理できることを示している。さらにマルチストライプ組織により、表面硬度 400Hv であっても 670N という高いスカッフ荷重を与えることを見出し、Cr めっき・CrN コーティングと同等の衝撃耐摩耗設計曲線を与える可能性を示唆している。第 8 章は総括である。

要するに、本研究は、高クロム鋼 Fe-Cr 2 元系合金を主たる対象にして、プロセス条件を系統的に変化させたプラズマ窒化実験ならびに組織構造分析・力学特性評価を通じて、反応・窒素拡散同時進行による内部窒化機構、窒素拡散支配型内部窒化機構、反応—窒素拡散相互協調による内部窒化機構が可制御であることを示し、特に窒化物析出—窒素拡散の相互協調によるマルチストライプ組織形成により、耐衝撃磨耗特性が大きく向上する可能性を見出しており、材料加工学、材料信頼性工学への貢献が大である。よって本論文は博士（工学）の学位請求論文として合格と認められる。