

審査の結果の要旨

氏名 ビスツテイピタクン パタマ

自動車用の材料選択においては、環境負荷低減に向けてのエコマテリアル・セクションが大きなウエイトを占めつつある。特に走行時の環境負荷低減・CO₂排出大幅削減が問題視される中、自動車の軽量化は必須の方向となっている。自動車構造材料のアルミ化はその最たる選択であり、車体材料のみならずパワートレイン系部品のアルミ合金化が急務となっている。高比強度・高耐食性などの諸特性で優れたアルミ合金においては、パワートレイン系も含む摺動部品、特に厳しい摩耗条件の使用を前提とした自動車部品への適用は、工学上、工業上の大きな課題である。本研究は、窒化アルミ (AlN) 保護表面層による耐摩耗性向上を目指し、複雑形状の自動車部品にも適用でき、しかも工業生産性に見合う新しい表面構造化プロセスを提案、開発することを目的としている。本論は、7章よりなる。

第1章は序論であり、現状のアルミ合金開発ならびにその自動車軽量化への適用について紹介し、耐摩耗性向上を目指した現状のアルミ合金の表面処理技術を外観している。特に本論で対象とする窒化アルミの特性、構造組織などを調査すると共に、本論の主プロセスとして用いるプラズマ窒化プロセスを、AlNを創製する種々のプロセスと比較することで、本研究の必要性を示している。

第2章では、本研究で用いる実験手法の詳細を述べている。試料に関しては、純アルミならびに Al-Cu、Al-Cu-Mg 合金を準備し、試料作成プロセスも鋳造法、粉末冶金法、バルクメカニカルアロイング法（以下、BMAと略す）を利用し、種々の条件における本手法の有用性を実証できるように配慮している。開発したプラズマ窒化装置の詳細を示すとともに、窒化層の組織評価、構造解析、力学特性評価法について言及している。

第3章では、N₂⁺によるプレスパッターと H₂+N₂混合ガスによるプラズマ窒化（以下、標準プラズマ窒化法と略す）による AlN 層形成について議論している。最初に標準プラズマ窒化法により作製した AlN 層を、GIXD、XPS、TEM などで評価し、厚さ 2-3 μm の柱状晶 AlN が創製できることを確認している。本 AlN は非化学量論組成 (Al_{0.55}N_{0.45}) を有しており、暗紫色あるいは明黒色系の AlN 層となる。次に、保持時間、チャンバー圧力、表面粗さ等を変化させて、プレスパッター条件の最適化をはかるとともに、保持温度・保持時間を変化させて窒化条件の考察を行っている。AlN 層生成メカニズムについてもその詳細に言及し、Al と N との反応が支配する初期段階と AlN 層成長を支配する AlN 中の窒素拡散プロセスを解明している。さらに、作製した AlN 層の大気暴露試験からの耐久性、残留応力による剥離現象なども考察している。

第4章では、上記標準プラズマ窒化法の実用化を阻む要因として、プレスパッター条件、緩慢な AlN 層生成速度、比較的高い保持温度などを指摘し、これらの本質的改善に向けて、2つのアイデアを検証している。第1は、AlN と Coherent な構造をもつ TiN の利用であり、BMA により Al-1mass%Ti 合金を作製することで、通常の粉末冶金試料では生成できない AlN 層が、TiN と共存する形で、プレスパッターなしでも創製できることを実証している。第2は、粒界を利用した窒素の高速拡散パスの実現である。BMA により平均粒径を 1 μm 程度に微細化した純アルミ試料（出発粒径：40 μm）で、ほぼ理論値に匹敵する、15 μm 以上の AlN 層を生成できることを示している。この2つの内部窒化プ

ロセスを、標準プラズマ窒化法を本質的に改善し、AlN 層形成を高速化する基本的なアプローチと位置づけている。

第5章では、第4章で得たアイデアを活用し、Al-Cu 合金系を中心に、Al₂Cu (θ相) を利用した新しい内部窒化法を提案、開発し、標準プラズマ窒化法で課題となっていた、高い保持温度、長時間のプレスパターン、AlN 層形成までの潜伏時間、窒化時間および遅い AlN 層形成速度を解消できることを実証している。標準プラズマ窒化法と比較して、保持温度を 150K 低下させると共に、プレスパターン時間を 1/6、AlN 層形成までの潜伏時間を 1/5 とし、14.4 ks (4 h) の窒化時間で約 40 μm の窒化層形成に成功している。作製した窒化層は、Al₂Cu (θ相) が粒界に存在する柱状晶 AlN 層である。この高速の AlN 層形成メカニズムに関しては、AlN 層形成までの初期段階と窒化先端の母材中への進展を伴う成長段階とに分けて議論している。初期段階では、アルミ合金粒界に主に析出する Al₂Cu (θ相) 近傍に AlN が核生成し、その後、粒内・深部の Al₂Cu (θ相) に沿って、AlN が生成、成長することを明らかにしている。特に Al₂Cu (θ相) と AlN との関係を詳細に検討し、その界面ではミスフィットひずみが約 0.4% という高適合性が成立し、Al₂Cu (θ相) を起点に AlN 生成、成長が進行していることを実証している。成長段階のメカニズム解明では、高速 AlN 層形成を可能とする窒素高拡散経路の存在と窒化先端の母材中を進展する機構について詳細を検討している。前者では、EPMA、TEM 解析などから、AlN と Al₂Cu (θ相) との界面が窒素高拡散経路となることを実証している。後者では、窒化層・窒化先端近傍の詳細な TEM、EPMA、XPS 解析などから、窒化層と窒化先端との界面では Al₂Cu (θ相) と窒素との反応による AlN 生成反応が、窒化先端と母材との界面では、Al と Cu との反応による Al₂Cu (θ相) 生成反応が進行し、そのため窒化先端を形成している Al₂Cu (θ相) には Cu 濃度分布が存在していることを明らかにしている。

第6章では、窒化試料の硬さ分布、トライボロジー特性評価を行っており、特に前章で作製した Al-6Cu 合金を中心として窒化試料の摩耗、摩擦特性に重点をおき、本法の自動車摺動部品への適用性を検討している。硬さ分布に関しては、Al-6Cu-0.5%Mg 合金の場合、窒化層は 900-1300Hv の高硬度を示し、ピストンリングなど高摺動部品などの要求水準をクリアできることを示している。トライボロジー特性評価に関しては、潤滑材を用いないドライ環境で自動車用アルミ合金 A356 およびアルミナを相手材として、エンジンオイル潤滑では A356 材、S35 材を相手材として実用評価試験を行っている。前者では、未窒化材、A356 材および陽極酸化皮膜材と比較して、本窒化試験片のみがアブレーション摩耗のみを示し、摩擦係数・摩耗体積ともに最小であることを実証している。特にフラッシュ温度により、それぞれの試験体のトライボロジー特性が整理されることも明らかにしている。後者では、相対すべり速度 0.1m/s で摩擦係数が 0.065-0.084 となり、A356 材—S35 材のデータよりもさらに小さくなることを示し、本窒化法の実用性を示唆している。

第7章は総括である。

要するに、本研究は、従来ほとんど進展のなかったアルミ合金の表面処理、特に窒化に関して、その基礎的な挙動を明らかにするとともに、AlN と Coherent な析出相を導入あるいは利用し、かつ窒素の高速拡散経路を保持することで、きわめて高速に AlN 層を創成できる新しい内部窒化法を提案、開発している。その成果は、材料加工学、自動車工学への貢献が著しい。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。