HOKKAIDO UNIVERSITY

Title	振動圧縮負荷によるチタンの常温窒化メカニズムと表面改質技術への応用
Author(s)	舩木, 優大
Description	この博士論文の全文は利用可能日以降に公開されます。
Degree Grantor	北海道大学
Degree Name	博士(工学)
Dissertation Number	甲第16838号
Issue Date	2026-03-25
DOI	https://doi.org/10.14943/doctoral.k16838
Doc URL	https://hdl.handle.net/2115/99683
Type	doctoral thesis
File Information	Yuta_Funaki_abstract.pdf, 論文内容の要旨 https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/

Hokkaido University Collection of Scholarly and Academic Papers : HUSCAP

学 位 論 文 内 容 の 要 旨

博士の専攻分野の名称　博士（工学）　氏名　舩木　優大

学 位 論 文 題 名

振動圧縮負荷によるチタンの常温窒化メカニズムと表面改質技術への応用
(Mechanism of room-temperature nitriding in titanium induced by cyclic compressive loading and its application to surface modification techniques)

チタンは比強度, 耐食性に優れた軽金属であり, 機器の軽量化を目的として幅広い分野で用いられている. しかし, 耐摩耗性に乏しいため, 摺動部材へ適用する際には対策が必要になる. 金属の耐摩耗性を向上させる方法の 1 つに窒化処理がある. チタンの窒化処理では試料の表層に硬さの高い TiN や Ti_2N といった窒素化合物を形成させることで, 耐摩耗性を改善させる. しかし, チタンの窒化処理には一般に高温と長時間を要するため, 熱による強度特性の変化が懸念される. このため, より低温, 短時間で処理が可能な窒化手法について研究, 開発が行われている.

金属材料の表面改質手法としては, 表層への圧縮負荷による加工硬化や結晶粒の微細化による機械的負荷による手法も挙げられる. 本研究室ではこれまで, 材料表面への繰返し圧縮負荷による組織の微細化技術として cyclic press(CP) という表面改質技術に取り組んできた. 微細化の進行と雰囲気の関係を調べるために窒素環境下で純チタンに CP を施したところ, 常温にも関わらず試料表層に窒素が取り込まれることが偶然発見された. 機械的な負荷による常温での窒化物形成は従来の窒化処理が抱える熱劣化を解決しうる革新的な表面改質技術となりうる. そこで, 試料に対してインデンタを相対的に走査させて CP の改質範囲を広げるため,CP に回転と送り機構を加えた scanning cyclic press(SCP) を開発した. 以上の背景より本研究では,SCP によってチタンの表層に常温で窒化物層を形成することが可能かを検証し, 常温窒化現象のメカニズムを解明することで, 新しい表面改質技術を開発することを目指した.

常温窒素環境下で純チタンに SCP を施し, 改質部断面に対して電子プローブアナライザーによる元素分析と透過型電子顕微鏡 (TEM) による結晶構造解析を行った. その結果, 試料表層に TiN からなる窒化層が形成されていることを確認し,SCP によって純チタンの常温窒化が可能であることを示した. さらに, 収差補正走査透過型電子顕微鏡を用いて微視組織観察を行い, 窒化層は TiN 粒子によって構成されていることを明らかにした. また,SCP で生じた摩耗粉を回収して XRD による結晶構造解析を行ったところ,TiN が検出された. これらの組織観察と摩耗粉への分析結果を基に,SCP による常温窒化は, 発生した摩耗粉が窒素と反応しながら細かくなっていき, 試料表層に凝集していくことで生じたものと考察した. この考察はメカニカルアロイング (MA) によるチタン粉末の窒化やトライボロジーの分野で報告されている mechanically mixed layers(MML) の形成に関する先行研究と整合していることを示した.

SCP による表面改質層の形成における試験片周辺の気体環境の影響を明らかにするために, 大気環境, 高真空環境, ヘリウムガス環境下で純チタンに対して SCP を施し,TEM による組織観察および元素分析を行った. 結果, 大気環境中で SCP を行うことで, 試料表層に酸素が導入されることが明らかになった. 酸素が検出された領域では数 nm まで組織が微細化されていた. 気体元素の導入に伴う著しい微細化は窒素環境下での SCP によっても確認された. 一方, 高真空環境, ヘリウムガス環境下で SCP を施された試料からは, 気体元素は検出されず, 基材の結晶構造が維持され, 試料表層組織の微細化は数百 nm 程度で留まっていた. これにより, 被処理材と活性な気体元素の有無が SCP による組織の微細化レベルに大きく影響することが明らかになった.

SCP による常温窒化が純チタンとは結晶構造の異なるチタン合金や, 鉄鋼材料にも適用可能かを

確かめるために, β 単層 Ti-18Mo 合金と低炭素鋼 S25C に対して, 常温窒素環境下で SCP を施した. 改質部に対して分析を行った結果, どちらの材料についても試料表層に窒化物が形成されたことを確認した.

本研究によって,SCP における気体環境や負荷条件を適切に設定することで, 金属材料表面に窒化物層や酸化物層を形成できることに加え, 金属組織の著しい微細化現象が生じることが示された. 本研究で SCP を新しい表面改質技術として確立させるための基礎を築くことができ, 表面改質層の力学特性や耐摩耗性等の評価を進めていくことで実用化が期待できる.

本論文は上記の内容を 7 章構成でまとめている. 各章の要約は下記の通りである.

第 1 章では, チタンの表面改質技術とその課題を示し, 常温窒化技術手法の着想に至った経緯を述べた. 常温窒化メカニズムの解明と新たな表面改質技術の開発という本研究の目的を明示し, これを達成するために実施した実験内容を示した.

第 2 章では,SCP によって純チタンの常温窒化が可能かを検証した. 表面分析では改質部の色が TiN 特有の金色に変化したことを観察した. ナノ硬さ試験の結果, 試料最表層の硬さが試料中央と比較して著しく上昇したことを確認した. 結晶構造解析の結果から試料表層に TiN が形成されていることを確認し,SCP によって純チタンの常温窒化が可能であることを示した.

第 3 章では,SCP による常温窒化機構を明らかにするために, 収差補正走査透過型電子顕微鏡を用いて SCP 改質層における窒素分布および結晶組織の特徴を調べた. 試料表層には TiN 粒子が凝集した層が形成されていた. また,SCP 後に回収された摩耗粉に対して XRD による結晶構造解析を行ったところ,TiN が検出された. これらの組織観察と摩耗粉への分析結果を基に,SCP による常温窒化は, 発生した摩耗粉が窒素と反応しながら細かくなっていき, 試料表層に凝集していくことで生じたものと考察した. この考察はメカニカルアロイング (MA) によるチタン粉末の窒化やトライボロジーの分野で報告されている mechanically mixed layers(MML) の形成に関する先行研究と整合していることを示した.

第 4 章では, 試験片の周囲環境が SCP 表面改質層の形成に与える影響を明らかにするために, 大気環境, 真空環境, ヘリウムガス環境下で純チタンに SCP を施した結果を示した. 元素分析の結果, 大気環境では試料表層に酸素が取り込まれることが明らかになった. 各試料の微視組織を比較することで, 活性な気体元素がある環境では, 数 nm レベルまでの結晶組織が微細化されることを示した.

第 5 章では, 結晶構造が異なるチタンについても SCP による常温窒化が可能かを検証するために, β 単相 Ti-18Mo 合金に対して窒素環境下で SCP を施した結果を示した. 元素分析と結晶構造解析の結果,Ti-18Mo 合金についても常温窒化が可能であることを明らかにした.

第 6 章では, 気体元素の導入に伴う SCP 表面改質が鉄鋼材料にも適用できるのかを確かめるために,S25C に対して様々な条件で SCP を施した結果を示した. 改質部への分析によって,S25C についても SCP によって常温で窒化物層や酸化物層の形成が可能であることを明らかにした. また,SCP による金属化合物層の形成には, 一定以上の負荷繰返し数と負荷周波数が必要であることを示した.

第 7 章では, 本研究の総括として得られた成果とその意義を示した.