

山梨県若手研究者奨励事業費 研究成果概要書

所属機関 東北大学金属材料研究所

職名・氏名 助教・山中 謙太



1 研究テーマ

「準安定性」に着目した構造用金属材料の特性制御に関する研究

2 研究の目的

Co-Cr-Mo 合金は人工股関節等の医療機器に用いられている代表的な生体用金属材料の一つである。一方、チタン合金は生体医療分野に加えて航空宇宙分野においても広く使用されている構造用金属材料であり、Ti-6Al-4V 合金はその代表的な合金である。本研究では、これらの合金系を対象に、製品の信頼性や安全性に直結し、今日の材料科学の中心的課題である「高強度と高延性の両立」を実現するための手法を確立することを目的とした。

3 研究の方法

上記目的を達成するためのアプローチとして、本研究では上記合金における組織の「準安定性」に注目した。本研究期間では、Co-Cr-Mo 合金については中性子回折を用いて外力下における加工誘起マルテンサイト変態挙動とそれに伴う金属組織の変化について調べた。また、Ti-6Al-4V 合金については、通常の組織観察では定量的な評価が難しい微細な β 相を対象に、同様に中性子回折を用いた最先端の解析手法を用いて体積分率と集合組織（結晶方位分布）を評価し、今後の研究を進める上での基礎となる技術開発に取り組んだ。

4 研究の成果

(1) Co-Cr-Mo 合金

供試材として ASTM F1537 規格に準拠した Co-28Cr-6Mo-0.14N (wt.%)合金を使用した。高周波真空誘導溶解法により溶製したインゴットを 1423 K で均質化熱処理後、熱間鍛造により厚さ 15 mm の板材に加工し、1423 K にて焼鈍した。この板材からの引張試験片（評点部 $\phi 6$ mm \times 10 mm）を切り出し、日本原子力研究開発機構 J-PARC の工学材料回折装置「TAKUMI（匠）」（BL19）にて引張変形中のその場中性子回折実験を行った。引張変形は温度 973–1173 K、ひずみ速度 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ の条件にて行った。

図 1 に 1173 K における引張応力の時間変化

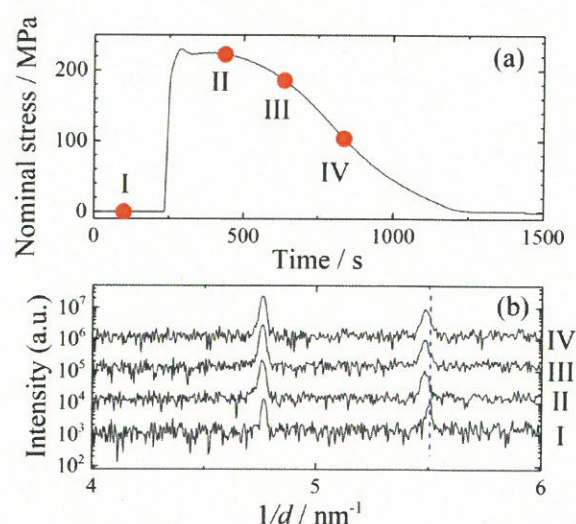


Fig. 1 (a) Stress as a function of loading time and (b) a variation in diffraction histogram at 1173 K.

留意事項

- ① 3枚程度で作成してください。
- ② 特許の出願中等の理由により、一定期間公表を見合わせる必要がある箇所がある場合であっても、所定の期日までに公表可能な範囲で作成・提出してください。当該箇所については、後日公表可能となった際に追記して再提出してください。

と、試験片に図中赤丸で示した応力値 (I-IV) まで引張変形を加えたときの中性子回折パターンを示す。いずれの引張応力においても fcc 構造の γ 相の回折ピークのみが観察され、引張変形により加工誘起変態は起こらないことがわかる。また、引張応力の増加に伴って回折ピークがブロード化し、引張変形による結晶子サイズの微細化及び転位密度の増加が示唆された。

図 2 に 973 K における引張応力の時間変化と、試験片に図中赤丸で示した応力値 (I-IV) まで引張変形を加えたときの中性子回折パターンを示す。1173 K の場合と同様に γ 相の回折ピークがブロード化する様子が観察された。さらに、回折パターン中に赤い矢印で示したように、hcp 構造の ϵ 相が形成していた。このような ϵ 相の形成は 1073 K において引張変形を行った場合にも観察された。973 K 及び 1073 K のいずれの場合も引張変形前の組織は γ 単相組織であったことから、引張変形により加工誘起 $\gamma \rightarrow \epsilon$ マルテンサイト変態が起こったと考えられる。ここで、各温度における回折パターンの $1/d = 5.5 \text{ nm}^{-1}$ 付近の 200_{γ} ピークに注目すると、1173 K (図 1b) では引張応力の増加に伴ってピークシフトが起こる (結晶格子が膨張する) のに対し、973 K (図 2b) ではピーク位置が変化しないことがわかった。以上は、ひずみ誘起マルテンサイト変態に伴う γ 相中の組織変化に関する新しい知見であり、得られた回折パターンを解析して得られる転位組織情報との対応関係について今後明らかにする予定である。

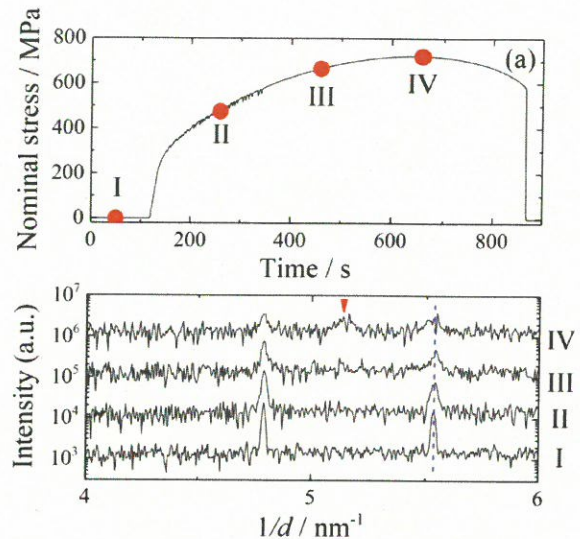


Fig. 2 (a) Stress as a function of loading time and (b) a variation in diffraction histogram at 973 K.

(2) Ti-6Al-4V 合金

Ti-6Al-4V 合金において V が濃化した β 相が本研究のテーマである準安定性を担うことが知られている。本助成期間では、近年注目を集める金属 3D プリンターの一つである電子ビーム積層造形 (EBM) を用いて作製した Ti-6Al-4V 合金試料を対象に、その特徴的な組織である「針状組織」中に形成した微細な β 相の分布状態と集合組織について中性子回折を用いて調査した。

図 3 に EBM を用いて作製した Ti-6Al-4V 合金サンプルの走査電子顕微鏡 (SEM) 像を示す。図 3 において明るいコントラストで観察される微細なフィルム状の組織が β 相である。加工誘起マルテンサイト変態は β 相のサイズやその形成量に依存するが、本研究で対象とした針状組織中に形成する β 相の割合は低く、極めて微細であることから、電子顕微鏡的な手法では一般的に定量的な評価が難しい。本研究では、J-PARC

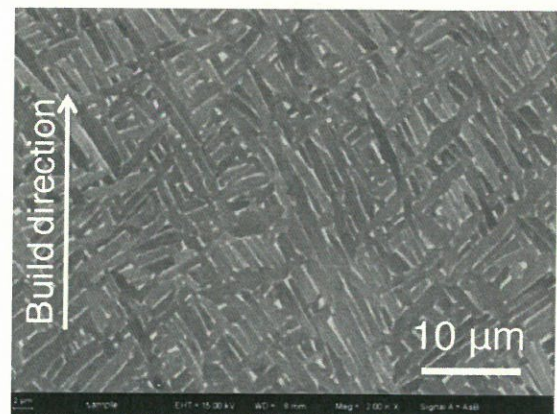


Fig. 3 SEM-BSE image of the EBM-built Ti-6Al-4V alloy specimen.

留意事項

- ① 3 枚程度で作成してください。
- ② 特許の出願中等の理由により、一定期間公表を見合わせる必要がある箇所がある場合であっても、所定の期日までに公表可能な範囲で作成・提出してください。当該箇所については、後日公表可能となった際に追記して再提出してください。

に設置された茨城県材料構造解析装置「iMATERIA」(BL20)を用いて取得した中性子回折データを基に、 β 相の分布及び結晶方位を評価した。

図 4 に EBM を用いて作製した $\phi 18$ mm、高さ 160 mm の円柱試験片の Top (高さ 150 mm) 及び Bottom (高さ 10 mm) における解析結果 (極点図) を示す。 β 相分率は試験片の Top 部で 1.9%、Bottom 部では 3.1%と求まり、中性子回折を用いることで一般に評価の難しい β 相に関する組織情報を取得することができた。また、体積分率の低い β 相についても極点図を作成することができ、周囲の針状組織と特定の結晶方位関係 (Burgers の関係) を維持しながら β 相が形成することを高い統計精度で明らかにすることができた。なお、 β 相を取り囲む針状組織についても EBM 造形中の相変態に起因した結晶方位分布の特徴を捉えることができ、Bottom 側においてより明確な集合組織形成が観察された。

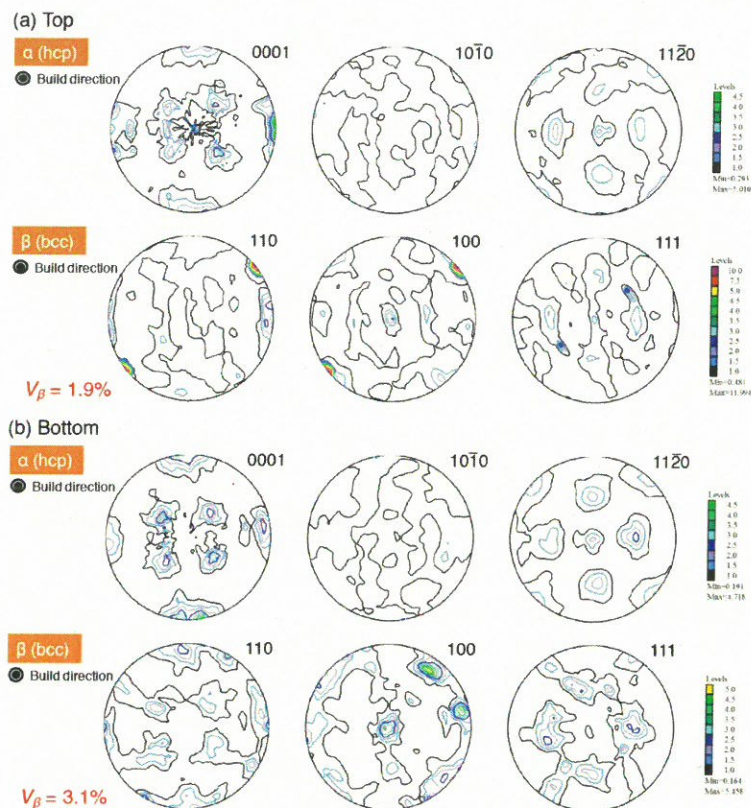


Fig. 4 Pole figures the EBM-built Ti-6Al-4V alloy specimen:
(a) top and (b) bottom sections.

5 今後の展望

本研究の最終的な目標は、Co-Cr-Mo 合金および Ti-6Al-4V 合金を対象として、「準安定性」に基づいた新しい組織・特性制御手法を確立することである。平成 28 年度はその特性改善に向けた基礎となる成果が得られたことから、今後は将来の実用部材への応用を視野に入れながら研究を継続する予定である。また、本研究では新たな製造技術として近年が大きな注目を集めている金属 3D プリンターを用いて作製した Ti-6Al-4V 合金を用いた。前述の針状組織は EBM 造形中の急冷効果に起因した特徴的な金属組織であり、従来の製造工程 (熱間鍛造) で作製される当該合金において用いられることはほとんどなかった。したがって、本研究の成果は新たな金属組織を用いた新材料開発に資するものであり、今後幅広く研究を展開し、豊かな社会生活に貢献する材料開発や新たな産業分野の形成につなげたいと考えている。一方、本助成期間にて実施した中性子回折や平成 29 年度に実施を予定している放射光回折を用いて加工誘起マルテンサイト変態とそれに伴う組織変化を明らかにしようという試みは世界的に見てもほとんど例がなく、金属材料学をさらに発展させ得る学術的にも重要な成果に繋がると考えている。

留意事項

- ① 3 枚程度で作成してください。
- ② 特許の出願中等の理由により、一定期間公表を見合わせる必要がある箇所がある場合であっても、所定の期日までに公表可能な範囲で作成・提出してください。当該箇所については、後日公表可能となった際に追記して再提出してください。

6 研究成果の発信方法（予定を含む）

本助成期間に得られた成果については、既に成果の一部を平成29年2月から3月にかけて行われた日本鉄鋼協会春季講演大会シンポジウムでの招待講演やTMS（米国鉱物金属材料学会）の国際会議（TMS 2017）にて発表した。また、本年8月及び10月に行われる日本金属学会秋季講演大会、TMS主催の国際学会（MS&T17）においても発表を予定している。また、学術論文については現在2編投稿準備中で、平成29年度中の掲載を目指している。

留意事項

- ① 3枚程度で作成してください。
- ② 特許の出願中等の理由により、一定期間公表を見合わせる必要がある箇所がある場合であっても、所定の期日までに公表可能な範囲で作成・提出してください。当該箇所については、後日公表可能となった際に追記して再提出してください。